

INSTYTUT PODSTAWOWYCH PROBLEMÓW TECHNIKI
POLSKIEJ AKADEMII NAUK

PRACA DOKTORSKA

Michał Maj

**WPLYW KIERUNKU WSTĘPNEGO ODKSZTAŁCENIA
NA PROCES MAGAZYNOWANIA ENERGII
W POLIKRYSZTAŁACH**

Promotor: dr hab. inż. Wiera Oliferuk

Zakład Mechaniki Materiałów i Biomechaniki
Laboratorium Termoplastyczności

Warszawa 2007

Spis treści

1. Wprowadzenie	3
2. Przemiana energii podczas odkształcenia	5
2.1. Pojęcie energii zmagazynowanej	6
2.2. Zdolność magazynowania energii jako miara przemiany energii podczas deformacji	9
3. Przegląd metod wyznaczania energii zmagazynowanej	10
3.1. Metody jednostopniowe	10
3.2. Metody dwustopniowe	11
3.2.1. Metody z wygrzewaniem izotermicznym	11
3.2.2. Metody z wygrzewaniem nieizotermicznym	12
3.3. Inne metody wyznaczania energii zmagazynowanej	14
3.3.1. Metody wyznaczania energii zmagazynowanej na podstawie zmian parametrów mikrostruktury	15
3.3.2. Wyznaczanie energii zmagazynowanej na podstawie krzywej obciążenie-przemieszczenie	18
4. Metoda wyznaczania energii zmagazynowanej zastosowana w niniejszej pracy	24
4.1. Idea metody	24
4.2. Wyznaczanie pracy odkształcenia plastycznego i energii rozproszonej w postaci ciepła	26
4.2.1. Praca odkształcenia plastycznego	26
4.2.2. Energia rozproszona w postaci ciepła	27
4.2.3. Metoda pomiaru temperatury na podstawie detekcji promieniowania podczerwonego	28

5. Mikrostrukturalny aspekt procesu magazynowania energii	31
5.1 Rodzaje defektów sieci krystalicznej i ich energia	31
5.1.1. Defekty punktowe	31
5.1.2. Defekty liniowe	32
5.1.3. Defekty powierzchniowe	34
5.2. Ewolucja mikrostruktury podczas deformacji plastycznej	37
5.2.1. Podstawowe układy dyslokacyjne i ich energia	38
5.3. Rola dyslokacji geometrycznie niezbędnych w procesie deformacji	44
6. Metodyka badań	49
6.1. Wybór materiału	49
6.2. Przygotowanie próbek	50
6.3. Wyznaczanie energii zmagazynowanej podczas rozciągania	52
6.4. Badania mikroskopowe	58
7. Wyniki badań	59
7.1. Wyniki pomiarów wielkości mechanicznych i temperatury opisujących proces jednoosiowego rozciągania	59
7.2. Wyznaczanie zdolności magazynowania energii jako funkcji odkształcenia plastycznego	62
7.3. Badania wpływu kierunku wstępnego odkształcenia na zmiany struktury materiału	66
7.3.1. Rozwój zjawiska poślizgu	66
7.3.2. Ewolucja mikrostruktury	71
8. Korelacja i dyskusja wyników otrzymanych w skali makro, mezo i mikro	87
9. Podsumowanie	92
Literatura	95

1. Wprowadzenie

Podczas odkształcenia plastycznego, zachowanie się materiału w skali makroskopowej jest wynikiem zmian zachodzących w jego mikrostrukturze. Badania mikrostruktury są prowadzone od wielu lat, a przełom w tej dziedzinie nastąpił w połowie ubiegłego wieku, wraz z wykorzystaniem transmisyjnej mikroskopii elektronowej, która umożliwia obserwację defektów sieci krystalicznej.

W zależności od właściwości geometrycznych defekty te można podzielić na powierzchniowe, liniowe i punktowe. Do defektów powierzchniowych należą granice ziaren, granice bliźniacze, oraz błędy ułożenia. Występujące w materiale dyslokacje to defekty liniowe, a wakanse, atomy międzywęzłowe oraz atomy obce to defekty punktowe.

Wpływ poszczególnych rodzajów defektów na proces odkształcenia plastycznego może być różny. Zależy on zarówno od właściwości badanego materiału (np. typu sieci krystalicznej, parametru sieci, energii błędu ułożenia) jak i warunków, w jakich przebiega proces deformacji (np. temperatury, prędkości odkształcenia).

W odkształcanym plastycznie, w temperaturze pokojowej, materiale polikrystalicznym ewolucję mikrostruktury rozpatruje się głównie jako ewolucję układów dyslokacyjnych, ze względu na ich wyższą, w porównaniu z defektami punktowymi, energię. Procesy generowania i ruchu dyslokacji, oddziaływania między dyslokacjami, oraz dyslokacji z innymi elementami mikrostruktury, mają istotny wpływ na proces magazynowania energii i zjawisko umocnienia materiału. Badaniom procesu magazynowania energii podczas deformacji plastycznej poświęcono wiele prac [1-6]. Wynika z nich, że zdolność magazynowania energii, definiowana jako stosunek przyrostu energii zmagazynowanej do przyrostu pracy odkształcenia plastycznego, początkowo rośnie, osiąga maksimum, a następnie maleje monotonicznie wraz z odkształceniem. W zaawansowanych stadiach odkształcenia plastycznego, wielkość ta może osiągać wartości ujemne, co jest równoznaczne z wydzielaniem

się energii zmagazynowanej w poprzednich stadiach odkształcenia plastycznego [7, 2].

Wykorzystanie wiedzy o bilansie energii podczas deformacji, zwłaszcza podczas deformacji materiałów poddanych wstępnemu odkształceniu, może być pomocne przy identyfikacji mechanizmów odpowiedzialnych za spadek pracy odkształcenia plastycznego podczas przeróbki materiałów, metodami wykorzystującymi zmianę ścieżki odkształcenia. Zmianę ścieżki odkształcenia wykorzystuje się zarówno podczas kształtowania materiałów trudno odkształcalnych (np. wyciskanie z jednoczesnym skręcaniem), jak również przy wytwarzaniu materiałów o lepszych parametrach użytkowych metodami wykorzystującymi duże deformacje plastyczne (*Severe Plastic Deformation* SPD) (np. wielokrotne przeciskanie przez odpowiednio zaprojektowane kanały). W obydwu przypadkach schemat obciążania, wymuszający określone zmiany kierunku odkształcenia, może prowadzić do osłabienia materiału [8, 9].

Aby świadomie sterować mechanizmami deformacji plastycznej poprzez zmianę kierunku odkształcenia, należy znaleźć odpowiedzi na następujące pytania:

Jak wpływa zmiana kierunku odkształcenia na bilans energii podczas deformacji?

Jakie zjawiska mikroskopowe są odpowiedzialne za ten wpływ?

Niniejsza rozprawa poszukuje odpowiedzi na tak postawione pytania. Jej celem jest zbadanie wpływu kierunku wstępnego odkształcenia na proces magazynowania energii podczas jednoosiowego rozciągania materiałów polikrystalicznych oraz jego interpretacja na podstawie obserwacji zmian mikrostruktury.

2. Przemiana energii podczas odkształcenia

Proces deformacji zawsze powoduje zmianę pola temperatury w odkształcanym materiale, co stanowi makroskopową manifestację zjawisk zachodzących na poziomie jego mikrostruktury. Efekty cieplne towarzyszące procesowi deformacji, są od wielu lat przedmiotem badań prowadzonych w ośrodkach naukowych na całym świecie [10-14].

Całkowitą energię w zużytą na odkształcenie materiału sprężysto-plastycznego, równą pracy wykonanej nad deformowaną próbką, można podzielić na część w_e zużytą na deformację sprężystą (odwracalną) i część w_p zużytą na deformację plastyczną (nieodwracalną):

$$w = w_e + w_p . \quad (2.1)$$

Energia w_p wydatkowana na odkształcenie nieodwracalne, dzieli się na ciepło q_d dyssypowane w procesie oraz energię e_s zmagazynowaną w materiale. Zatem całkowita energia zużyta na odkształcenie materiału jest równa:

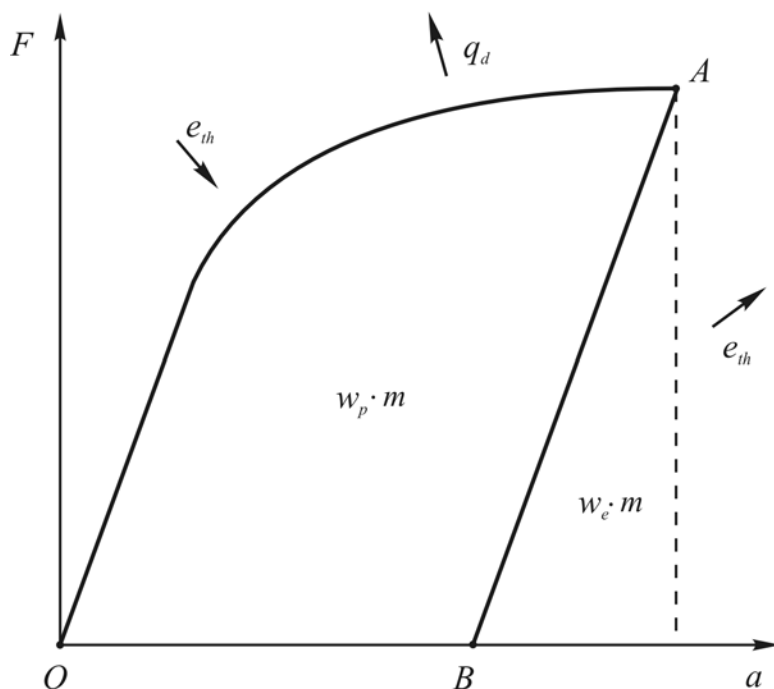
$$w = w_e + q_d + e_s . \quad (2.2)$$

Z równości (2.1) i (2.2) wynika, że energia zmagazynowana w procesie deformacji jest równa:

$$e_s = w_p - q_d . \quad (2.3)$$

Wszystkie przedstawione wielkości są wielkościami właściwymi, czyli odniesionymi do jednostki masy roboczej części próbki.

Podział ten, w sposób schematyczny, pokazano na rysunku 1. Składnik e_{th} jest równy energii efektu piezokalorycznego, który towarzyszy sprężystemu obciążaniu i odciążaniu materiału. Efekt ten przejawia się tym, że podczas sprężystego adiabatycznego rozciągania materiału o dodatnim współczynniku rozszerzalności cieplnej, obserwuje się spadek jego temperatury, zaś podczas adiabatycznego ściskania następuje jej wzrost. Zmiany te dla metali i ich stopów nie przekraczają zwykle 0,4 stopnia [15, 16].



Rys. 1. Rysunek schematyczny przedstawiający bilans energii podczas deformacji [10]. F - miara obciążenia, a - przemieszczenie, m - masa roboczej części próbki.

Rozpatrzmy izotermiczny cykl obciążenie-odciążenie $O-A-B$ (rys. 1), podczas którego zachodzi zmiana energii wewnętrznej Δu badanej próbki. Dla poszczególnych etapów rozpatrywanego procesu deformacji, zmiana energii wewnętrznej wynosi odpowiednio [10]:

$$\Delta u \Big|_O^A = w + e_{th} - q_d, \quad (2.4)$$

$$\Delta u \Big|_A^B = -e_{th} - w_e, \quad (2.5)$$

Zmianę energii wewnętrznej próbki w cyklu $O-A-B$, gdy jej temperatura powróci do wartości początkowej, w literaturze nazywa się energią zmagazynowaną e_s ,

$$\Delta u \Big|_O^B = e_s. \quad (2.6)$$

2.1. Pojęcie energii zmagazynowanej

Aby opisać przemianę energii podczas odkształcenia materiału sprężysto-plastycznego wyróżnia się pewien stan początkowy, który w termodynamice fenomenologicznej nazwano *termodynamicznym stanem odniesienia*. Można przyjąć, że nieobciążona próbka z materiału w stanie wyżarzonym znajduje się w

termodynamicznym stanie odniesienia, pod warunkiem, że jej temperatura jest równa pewnej umownej temperaturze T_0 .

Niech w termodynamicznym stanie odniesienia, wartości energii wewnętrznej, entropii i energii swobodnej wynoszą odpowiednio:

$$u_0, s_0 \text{ i } \varphi_0 = u_0 - T_0 s_0. \quad (2.7)$$

Wymienione wielkości są wielkościami właściwymi.

W materiale poddanym odkształceniu plastycznemu, w cyklicznym procesie obciążenie-odciążenie; od termodynamicznego stanu odniesienia do stanu, w którym $\sigma = 0$ i $T = T_0$, energia wewnętrzna, entropia i energia swobodna są odpowiednio równe:

$$u_0 + e_s, s_0 + s_s \text{ i } \varphi_0 + \varphi_s = u_0 + e_s - T_0(s_0 + s_s), \quad (2.8)$$

gdzie: e_s - zmagazynowana energia wewnętrzna, s_s - entropia konfiguracyjna i φ_s - zmagazynowana energia swobodna [17].

Pierwszą i drugą zasadę termodynamiki dla quasi-statycznych procesów jednorodnych można zapisać w formie [17]:

$$du = \bar{\bar{d}}w + \bar{\bar{d}}q, \quad \bar{\bar{d}}s^{(p)} \equiv ds - \bar{\bar{d}}s^{(z)} \geq 0, \quad (2.9)$$

gdzie $\bar{\bar{d}}w$ i $\bar{\bar{d}}q$ to przyrost pracy mechanicznej wykonanej nad próbką oraz przyrost ciepła doprowadzonego do próbki bądź odprowadzonego od niej. ds i $\bar{\bar{d}}s^{(z)}$ są odpowiednio przyrostami średniej entropii właściwej badanej próbki i entropii właściwej doprowadzonej do niej z zewnątrz. $\bar{\bar{d}}s^{(p)}$ jest przyrostem średniej entropii właściwej, wyprodukowanej w roboczej części próbki w wyniku zachodzących w niej zjawisk nieodwracalnych.

Symbol $\bar{\bar{d}}$ oznacza przyrosty nie będące różniczkami zupełnymi.

Dla procesów jednorodnych entropia właściwa doprowadzona do próbki z zewnątrz jest równa:

$$\bar{\bar{d}}s^{(z)} = \frac{\bar{\bar{d}}q}{T}. \quad (2.10)$$

Zatem drugą zasadę termodynamiki dla quasi-statycznych procesów jednorodnych można przepisać w formie:

$$Tds^{(p)} \equiv \bar{d}w_d = Tds - \bar{d}q \geq 0. \quad (2.11)$$

Symbol $\bar{d}w_d$ oznacza przyrost energii rozproszonej na skutek zachodzących we wnętrzu próbki zjawisk nieodwracalnych.

Całkując równanie (2.11) i przyjmując, że ciepło przekazane do otoczenia ma wartość ujemną ($q_d = -\oint_{\sigma=0} \bar{d}q$), otrzymamy, że energia dyssypowana podczas

rozpatrywanego cyklu (dla procesu izotermicznego $T = T_0$) jest równa:

$$w_d \equiv \oint_{\sigma=0} \bar{d}w_d = T_0 s_s + q_d \geq 0. \quad (2.12)$$

Z nierówności (2.12) wynika, że całkowita energia dyssypowana w procesie deformacji plastycznej jest sumą energii rozpraszanej w postaci ciepła q_d i energii związanej z entropią konfiguracyjną s_s .

Entropia konfiguracyjna s_s jest miarą nieuporządkowania sieci krystalicznej. Zmiana konfiguracji atomów w materiale podczas procesu deformacji plastycznej, może być spowodowana zarówno powstawaniem nowych defektów sieci krystalicznej, (dyslokacji, wakansów, błędów ułożenia czy bliźniaków), jak również zmianą konfiguracji defektów występujących w materiale przed procesem odkształcenia.

Ze znanych z literatury oszacowań wynika, że składnik energii swobodnej pochodzący od entropii konfiguracyjnej, związanej z położeniem linii dyslokacyjnej w kryształach, jest pomijalnie mały w stosunku do energii swobodnej przypadającej na jednostkę długości tej linii [18, 19]. Uwzględniając te oszacowania, oraz przyjmując, że wpływ innych niż dyslokacje rodzajów defektów w początkowym etapie deformacji jest nieznaczny, można przyjąć, że całkowita energia dyssypowana w procesie deformacji w_d , jest równa ciepłu q_d , odprowadzonemu do otoczenia przez deformowaną próbkę.

2.2. Zdolność magazynowania energii jako miara przemiany energii podczas deformacji

Proces magazynowania energii, jest makroskopową manifestacją zmian zachodzących w mikrostrukturze materiału podczas jego deformacji. Przebieg tego procesu, zależy od historii deformacji. Najprościej można go opisać zależnością energii zmagazynowanej e_s , od wybranego parametru charakteryzującego proces deformacji, na przykład od odkształcenia plastycznego ε^p lub pracy odkształcenia plastycznego w_p . Jednak, aby opisać przemianę energii w dowolnym punkcie procesu, wprowadza się wielkość de_s/dw_p , zwaną zdolnością magazynowania energii. Pokazuje ona, jaka część przyrostu energii zużytej na odkształcenia plastyczne, w danym punkcie, pozostaje w materiale.

Powiązanie zależności de_s/dw_p od wybranego parametru deformacji z obserwacjami mikrostruktury, wydaje się być właściwym narzędziem, pomocnym w identyfikacji mechanizmów odpowiedzialnych za proces magazynowania energii.

3. Przegląd metod wyznaczania energii zmagazynowanej

Badania energii zmagazynowanej w materiale podczas jego deformacji plastycznej są prowadzone już od początku XX wieku, kiedy to zaobserwowano, że energia zużyta na odkształcenie plastyczne jest większa od ciepła rozproszonego podczas procesu deformacji [1, 20-22]. Innymi słowy, część energii zużytej na to odkształcenie pozostaje w materiale zwiększając jego energię wewnętrzną. Od tego czasu opracowano wiele różnych metod wyznaczania energii zmagazynowanej. Zwykle dzieli się je na metody jednostopniowe i dwustopniowe.

Do metod jednostopniowych zalicza się te, w których pomiary zarówno parametrów mechanicznych jak i cieplnych wykonywane są w czasie trwania procesu deformacji, lub natychmiast po jego zakończeniu [1]. Bazują one, na bezpośrednim zastosowaniu pierwszej zasady termodynamiki, a energia zmagazynowana jest wyznaczana jako różnica między pracą wykonaną nad ciałem podczas deformacji plastycznej i energią rozproszoną w postaci ciepła podczas tego procesu.

W metodach dwustopniowych, najpierw przeprowadza się proces deformacji, a następnie, na przykład poprzez wygrzewanie, uwalnia się energię zmagazynowaną podczas tego procesu.

Podział ten wprowadzono w czasach, gdy do wyznaczania energii zmagazynowanej wykorzystywano głównie metody kalorymetryczne. W wyniku rozwoju techniki pomiarowej mamy obecnie do czynienia z kilkoma metodami wyznaczania bądź szacowania energii zmagazynowanej, których nie można w sposób jednoznaczny zaliczyć do żadnej z przedstawionych grup.

3.1. Metody jednostopniowe

Teoretyczną podstawę metod jednostopniowych stanowi pierwsza zasada termodynamiki. Energia zmagazynowana jest wyznaczana jako różnica między pracą odkształcenia plastycznego, a energią rozproszoną w postaci ciepła podczas procesu deformacji. Pracę odkształcenia plastycznego wyznacza się, na

podstawie krzywej obciążenie-przemieszczenie, przy założeniu, że własności sprężyste badanego materiału nie zależą od odkształcenia [5, 6]. Ciepło rozproszone podczas deformacji najczęściej wyznacza się przy użyciu kalorymetru, umieszczając w nim próbkę natychmiast po jej odkształceniu [1] lub przeprowadzając proces deformacji wewnątrz kalorymetru [10, 23-29].

Deformowanie próbki wewnątrz kalorymetru, pozwala na wyznaczenie energii zmagazynowanej w funkcji parametrów tego procesu, co jest niewątpliwą zaletą tej metody, w porównaniu z metodami dwustopniowymi. Jednakże techniczny aspekt deformacji w kalorymetrze jest na ogół skomplikowany ze względu na przewodnictwo cieplne od próbki do szczęk maszyny.

Istnieją również metody wyznaczania energii rozproszonej w postaci ciepła, nie wymagające stosowania kalorymetru. Przykładem jest metoda stosowana w niniejszej pracy i opisana w dalszej jej części, zwana metodą dynamicznego pomiaru energii zmagazynowanej.

3.2. Metody dwustopniowe

Metody dwustopniowe są oparte na porównaniu zachowania się próbki odkształconej plastycznie, z próbką będącą w stanie odniesienia (nieodkształconej), gdy obydwie próbki są poddawane temu samemu procesowi termicznemu, przy czym może nim być wygrzewanie izotermiczne lub nieizotermiczne. Jako stan odniesienia próbek wykonanych z metali i ich stopów przyjmuje się stan próbki po odpowiedniej obróbce cieplnej, na przykład po wyżarzaniu.

3.2.1. Metody z wygrzewaniem izotermicznym

W metodach z wygrzewaniem izotermicznym mierzy się, w funkcji czasu, różnicę temperatury między próbką, a otaczającym ją, izotermicznym płaszczem o dużej pojemności cieplnej. Opór cieplny pomiędzy próbką, a płaszczem musi być stały i na tyle duży, aby można było pominąć odpływ ciepła od próbki. Jeśli podczas wygrzewania temperatura próbki rośnie w stosunku do otaczającego ją płaszcza, oznacza to, że uwalniana jest energia zmagazynowana podczas

odkształcenia plastycznego. Różnica wartości temperatury próbki i płaszcza jest funkcją prędkości uwalniania tej energii [30]. Główną zaletą kalorymetrii izotermicznej jest to, że ukazuje ona kinetykę procesu uwalniania energii, zaś wadą - że nie pozwala wyznaczyć energii, która zostaje uwolniona podczas nagrzewania próbki do temperatury kalorymetru [30]. Jako pierwszy, kalorymetrię izotermiczną w badaniach energii zmagazynowanej wykorzystał Borelius (1951) [31], a następnie inni badacze [32-34].

3.2.2. Metody z wygrzewaniem nieizotermicznym

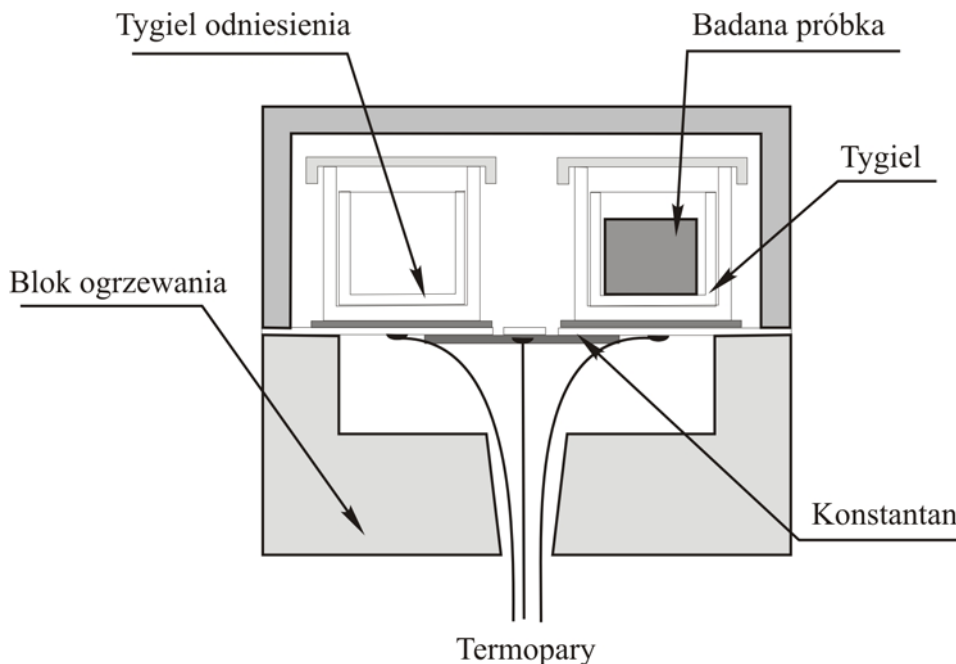
W metodach z wygrzewaniem nieizotermicznym energia zmagazynowana jest wyznaczana na podstawie różnicy między ciepłem niezbędnym do podniesienia temperatury próbki odkształconej o określoną wartość i ciepłem niezbędnym do zwiększenia o taką samą wartość temperatury próbki odniesienia. Urządzenia, w których przeprowadza się tego rodzaju procesy nazywamy skaningowymi kalorymetrami nieizotermicznymi. Najczęściej stosuje się tzw. „skaning temperatury”, polegający na wytworzeniu liniowego wzrostu temperatury w czasie [30]. Do tej grupy metod pomiarowych zalicza się między innymi: termiczną analizę różnicową (*Differential Thermal Analysis* DTA) i różnicową kalorymetrię skaningową (*Differential Scanning Calorimetry* DSC).

Należy zauważyć, że metoda DTA nie jest metodą kalorymetryczną. Polega ona na określaniu różnicy wartości temperatury badanej próbki i próbki odniesienia w funkcji czasu lub temperatury komory, nagrzewanej w sposób kontrolowany. Metoda ta pozwala jedynie na jakościową ocenę badanych efektów cieplnych [30, 35, 36].

W odróżnieniu od metody DTA, różnicowa kalorymetria skaningowa DSC, pozwala wyznaczyć wartość energii zmagazynowanej podczas deformacji. Istnieją dwa typy różnicowych kalorymetrów skaningowych: wykorzystujące metodę przepływu ciepła (*Heat Flux DSC*) i metodę całkowitej kompensacji wytworzonego efektu cieplnego (*Power Compensation DSC*) [30, 35, 36].

W kalorymetrach wykorzystujących metodę przepływu ciepła, wielkością mierzoną jest różnica temperatury próbki badanej i próbki odniesienia poddanych

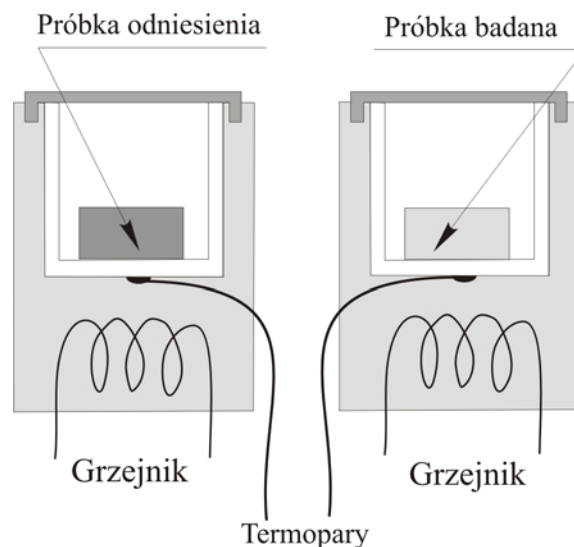
temu samemu procesowi termicznemu. Kalorymetr zbudowany jest tak, aby różnica ta była proporcjonalna do różnicy strumieni ciepła przekazywanych do poszczególnych próbek. Zatem, prędkość uwalniania energii zmagazynowanej jest, w tej metodzie, proporcjonalna do zmiany różnicy strumieni ciepła. Schemat takiego kalorymetru przedstawiono na rysunku 2.



Rys. 2. Schemat kalorymetru wykorzystującego metodę przepływu ciepła.

W kalorymetrach wykorzystujących metodę kompensacji całkowitego efektu cieplnego (rys. 3), próbki: badaną i odniesienia, umieszcza się w oddzielnych, identycznych komorach, ogrzewanych identycznymi grzejnikami. Grzejniki są sterowane tak, aby w trakcie pomiaru, wartości temperatury obydwu próbek były jednakowe. Wielkością mierzoną jest moc dostarczona do grzejników potrzebna na zrównanie temperatury obu próbek. Zatem w tej metodzie, energia zmagazynowana uwalniana podczas nagrzewania odkształconej próbki jest równa różnicy mocy dostarczanych do próbki badanej i próbki odniesienia.

Zaletą metod DSC w porównaniu z klasycznymi metodami kalorymetrycznymi, jest krótszy czas pomiaru i nieporównywalnie prostsza aparatura, zaś wadą – prowadzenie pomiarów w warunkach odbiegających od stanu równowagi termodynamicznej [30, 35, 36].



Rys. 3. Schemat kalorymetru wykorzystującego metodę kompensacji całkowitego efektu cieplnego.

W metodach dwustopniowych zakłada się, że energia zmagazynowana podczas deformacji jest równa energii uwolnionej podczas wygrzewania w kalorymetrze. Warunek ten jest spełniony przy założeniu, że mikrostruktura próbki po procesie wygrzewania jest identyczna z mikrostrukturą próbki w stanie odniesienia. W praktyce, spełnienie tego warunku jest niemożliwe. Jednak odpowiednie sterowanie parametrami procesu wygrzewania, pozwala na uzyskanie mikrostruktury zbliżonej do mikrostruktury próbki przed deformacją.

Istotnym problemem występującym w metodach dwustopniowych z wygrzewaniem izotermicznym, jest wspomniane wcześniej wydzielanie się części energii podczas osiągnięcia przez próbkę temperatury równej temperaturze kalorymetru [30].

3.3. Inne metody wyznaczania energii zmagazynowanej

Jak już wspomniano, poza metodami jedno- i dwustopniowymi, istnieją metody wyznaczania bądź szacowania energii zmagazynowanej, które trudno zakwalifikować do którejkolwiek z przedstawionych grup. Są to metody pozwalające oszacować wartość energii zmagazynowanej w odkształconym materiale wykorzystujące zmiany odpowiednich parametrów mikrostruktury, takich jak: zmiana gęstości i układu dyslokacji, zmiana kąta dezorientacji ziaren oraz ich poszczególnych segmentów [37], czy też zmiana odległości

międyplaszczynowych w sieci krystalicznej [38]. W literaturze można spotkać również prace, których autorzy podejmują próby wyznaczenia energii zmagazynowanej w procesie deformacji, na podstawie krzywej obciążenie-przemieszczenie [39-43].

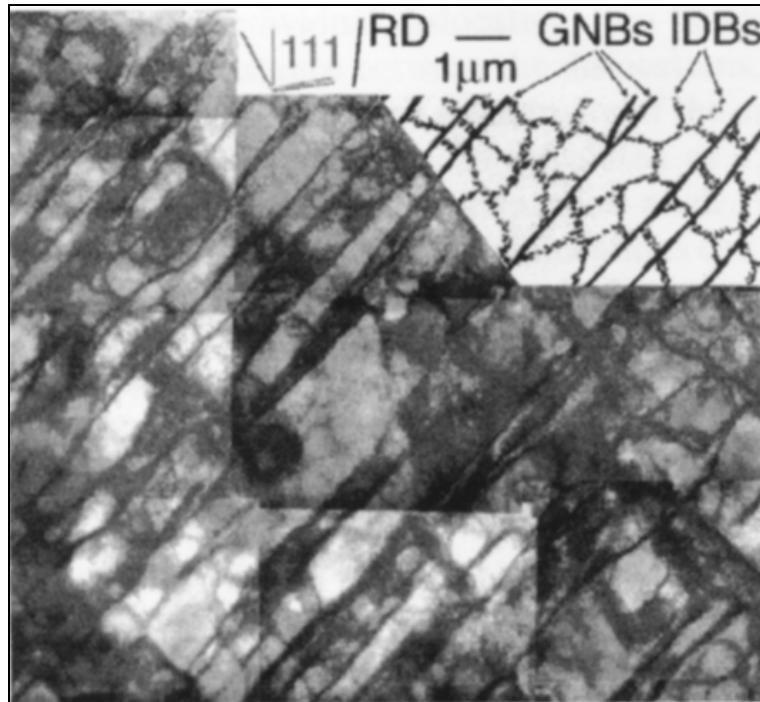
3.3.1. Metody wyznaczania energii zmagazynowanej na podstawie zmian parametrów mikrostruktury

Do wyznaczania energii zmagazynowanej na podstawie obserwacji układów dyslokacyjnych można wykorzystać Transmisyjną Mikroskopię Elektronową (*Transmission Electron Microscopy* TEM).

Przybliżoną wartość energii zmagazynowanej w materiale podczas deformacji plastycznej, można wyznaczyć, na podstawie zmiany pewnych parametrów opisujących jego mikrostrukturę. Dla struktury komórkowej, takimi parametrami są na przykład średnia dezorientacja komórek θ_{av} i wartość średniej energii granic na jednostkę powierzchni γ_{av} . Średnią dezorientację komórek θ_{av} wyraża wzór [37]:

$$\theta_{av} = \left(\frac{\pi \theta_{IDB}^{av}}{2d_{IDB}^{av}} + \frac{\theta_{GNB}^{av}}{d_{GNB}^{av}} \right) / \left(\frac{\pi}{2d_{IDB}^{av}} + \frac{1}{d_{GNB}^{av}} \right), \quad (3.1)$$

gdzie θ_{IDB}^{av} i θ_{GNB}^{av} , to odpowiednio średni kąt dezorientacji pomiędzy obszarami oddzielonymi tzw. przypadkowymi granicami dyslokacyjnymi (*Incidental Dislocation Boundaries* IDBs), powstającymi w wyniku wzajemnego blokowania się dyslokacji oraz oddzielonymi przez tzw. granice geometrycznie niezbędne (*Geometrically Necessary Boundaries* GNBs), powstające pomiędzy obszarami, w których na skutek gradientu deformacji działają różne dominujące systemy poślizgu. GNBs powstają na skutek akomodacji niedopasowania tych obszarów wywołanego rotacją sieci krystalicznej (rys. 4) [44]. Wielkości: d_{IDB}^{av} i d_{GNB}^{av} - to odpowiednio średnia wielkość komórki oraz średnia odległość między GNBs.



Rys. 4. Struktura komórkowa. Czysty Ni po walcowaniu 20%. Widoczne tzw. granice przypadkowe IDBs oraz granice geometrycznie niezbędne GNBs [44].

Następnie, ze wzoru Read'a-Shockley'a, można wyznaczyć średnią energię granic przypadającą na jednostkę powierzchni γ_{av} [37]:

$$\gamma_{av} = \gamma_m \frac{\theta_{av}}{\theta_m} \left(1 - \ln \left(\frac{\theta_{av}}{\theta_m} \right) \right), \quad (3.2)$$

gdzie θ_m i γ_m , to odpowiednio, charakterystyczny dla danego materiału: maksymalny kąt dezorientacji i odpowiadająca mu energia granicy. Następnie wyznacza się powierzchnię granic S_V przypadającą na jednostkę objętości:

$$S_V = \frac{2}{d_{IDB}^{av}}. \quad (3.3)$$

Mając wyznaczone wartości S_V i γ_{av} , energię zmagazynowaną można obliczyć ze wzoru [37, 45]:

$$E_s = \gamma_{av} S_V. \quad (3.4)$$

Kolejną metodą szacowania energii zmagazynowanej w poszczególnych ziarnach w zależności od ich orientacji jest metoda oparta na pomiarze

szerokości pików dyfrakcyjnych uzyskanych za pomocą wiązki promieniowania Roentgena (*X-ray Diffraction Lines Broadening Method*). Pozwala ona wyznaczyć tzw. funkcję rozkładu energii zmagazynowanej (*Stored Energy Distribution Function SEDF*). Wykorzystując promieniowanie rentgenowskie (promieniowanie X), uzyskuje się obrazy dyfrakcyjne dla materiału odkształconego i materiału w stanie odniesienia. Następnie, dla obydwu otrzymanych dyfraktogramów, wyznacza się szerokości połówkowe pików dyfrakcyjnych materiału badanego B_r i materiału w stanie odniesienia B_a .

Znając szerokości połówkowe pików dyfrakcyjnych oraz kąt Bragga, można obliczyć względną zmianę odległości międzypłaszczyznowych $\frac{\Delta d}{d}$,

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{\sqrt{B_r^2 - B_a^2}}{2 \operatorname{tg}(\theta_B)}, \quad (3.5)$$

a następnie wyznaczyć energię zmagazynowaną ze wzoru Stibitza [38, 46]:

$$E_s = \frac{3}{2} E_{hkl} \frac{(\Delta d / d)^2}{1 + 2\nu_{hkl}^2}, \quad (3.6)$$

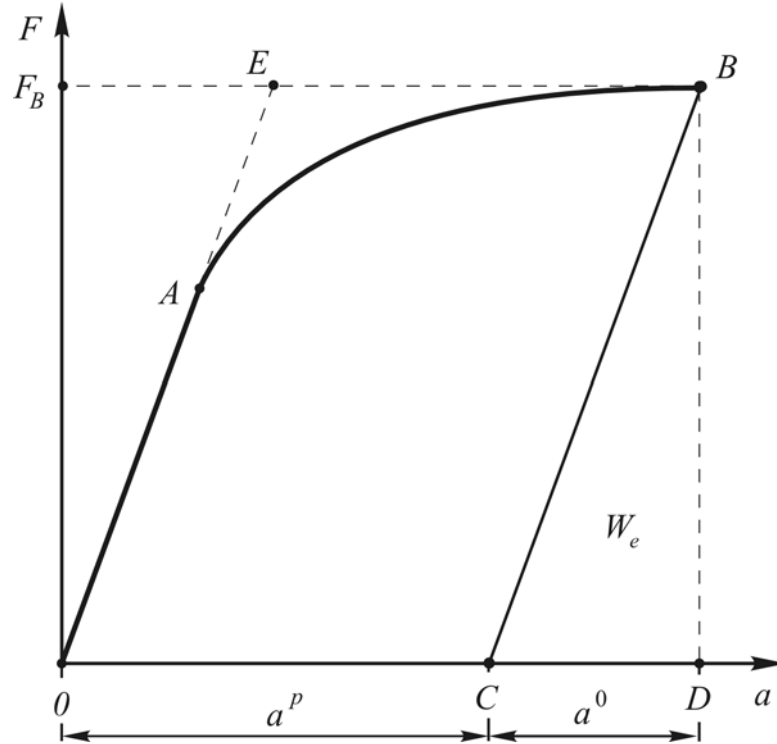
gdzie: E_{hkl} i ν_{hkl} to odpowiednio: moduł Younga i liczba Poisson'a. Są to wielkości zależne od kierunku.

Ze względu na stosunkowo małą głębokość wnikania promieniowania X do metali i ich stopów, istnieje duże prawdopodobieństwo, że podczas przygotowania próbek do badań dyfrakcyjnych, właściwości materiału związane z teksturą i energią zmagazynowaną w strefie przypowierzchniowej ulegną zmianie. Konieczne, w tego typu metodach polerowanie próbek, może powodować uwalnianie bądź powstawanie naprężeń w warstwie powierzchniowej [46]. Dlatego też coraz częściej, zamiast promieniowania rentgenowskiego, wykorzystuje się dyfrakcję wiązki neutronów, które ze względu na większą przenikalność, pozwalają uzyskać informacje pochodzące z większej głębokości materiału, a tym samym warstwa powierzchniowa ma mniejszy wpływ na jakość uzyskanych wyników.

3.3.2. Wyznaczanie energii zmagazynowanej na podstawie krzywej obciążenie-przemieszczenie

Znane są w literaturze prace, w których autorzy podejmują próbę wyznaczenia energii zmagazynowanej na podstawie krzywej obciążenie-przemieszczenie. Zarówno zjawisko umocnienia materiału, jak i proces magazynowania energii, w zadanych warunkach odkształcenia, są zdominowane przez procesy związane z generowaniem defektów sieci krystalicznej i ich wzajemnymi oddziaływaniami. Zatem próba powiązania charakterystyki mechanicznej materiału z energią zmagazynowaną, wydaje się być uzasadniona. Z drugiej zaś strony, zależność obciążenie-przemieszczenie nie zawiera informacji o energii rozproszonej w postaci ciepła, której znajomość, zgodnie z pierwszą zasadą termodynamiki, jest niezbędna do wyznaczenia energii zmagazynowanej w materiale po odciążeniu.

Czy można w sposób ilościowy powiązać energię zmagazynowaną z zależnością obciążenie-przemieszczenie? Aby odpowiedzieć na to pytanie, rozpatrzmy, wzorując się na pracach [39-43], deformację ciała sprężysto-plastycznego, które na skutek przyłożonych obciążeń odkształca się w sposób niejednorodny. Przykładem takiego ciała, może być materiał polikrystaliczny, składający się z dowolnie zorientowanych ziaren, odkształcających się w sposób sprężysto-idealnie plastyczny. Na rysunku 5, przedstawiono uogólnioną krzywą obciążenie-przemieszczenie, odpowiadającą rozpatrywanej sytuacji. Początkowo ciało odkształca się sprężysto (odcinek $0-A$), a następnie po przekroczeniu granicy plastyczności (punkt A), część ziaren odpowiednio zorientowanych względem makroskopowego obciążenia zaczyna odkształcać się plastycznie, podczas gdy pozostałe ziarna ciągle pozostają w zakresie sprężystym. W rezultacie mamy do czynienia z odkształceniem niejednorodnym (w skali mikroskopowej) i zależność obciążenie-przemieszczenie staje się nieliniowa (zakres $A-B$). Następnie podczas odciążania, przy założeniu, że proces odciążania nie wywołuje odkształceń plastycznych, owa zależność jest znowu liniowa ($B-C$).



Rys. 5. Uogólniona krzywa obciążenie-przemieszczenie.

Założmy, że w stanie początkowym, w materiale nie ma naprężeń resztkowych, czyli $\sigma^r(0) = 0$.

Całkowita praca W wykonana nad próbką podczas odkształcenia jest równa:

$$W = \int_0^a F da = \int_V \int_0^{\hat{\varepsilon}} \hat{\sigma} : d\hat{\varepsilon} dV, \quad (3.7)$$

gdzie: a - uogólnione przemieszczenie sprzężone poprzez pracę z uogólnionym obciążeniem F , zaś $\hat{\sigma}$, $\hat{\varepsilon}$ i V , to odpowiednio: naprężenie lokalne, odkształcenie lokalne i objętość deformowanego ciała.

Zakładając, że mamy do czynienia z małymi odkształceniami, całkowite lokalne odkształcenie ciała $\hat{\varepsilon}$ można podzielić na sprężyste $\hat{\varepsilon}^e$ i plastyczne $\hat{\varepsilon}^{ip}$

$$\hat{\varepsilon} = \hat{\varepsilon}^e + \hat{\varepsilon}^{ip}. \quad (3.8)$$

Odształcenie $\hat{\varepsilon}^{ip}$ jest idealnym odkształceniem plastycznym, czyli cała energia zużyta na nie, jest rozpraszana w postaci ciepła. Z kolei odkształcenie sprężyste $\hat{\varepsilon}^e$ można podzielić na część $\hat{\varepsilon}^0$, równą odkształceniu ciała idealnie sprężystego oraz część $\hat{\varepsilon}^r$, równą odkształceniom resztkowym, mającym również charakter sprężysty, które pozostaną w materiale na skutek odkształceń niejednorodnych

$$\hat{\varepsilon}^e = \hat{\varepsilon}^0 + \hat{\varepsilon}^r. \quad (3.9)$$

Stąd odkształcenie całkowite wynosi:

$$\hat{\varepsilon} = \hat{\varepsilon}^0 + \hat{\varepsilon}^r + \hat{\varepsilon}^{ip}. \quad (3.10)$$

Całkowite naprężenie lokalne $\hat{\sigma}$ można podzielić na naprężenie odpowiadające naprężeniu w ciele idealnie sprężystym $\hat{\sigma}^0$ i naprężenie resztkowe $\hat{\sigma}^r$.

$$\hat{\sigma} = \hat{\sigma}^0 + \hat{\sigma}^r, \quad (3.11)$$

które będą równe odpowiednio:

$$\hat{\sigma}^0 = C \hat{\varepsilon}^0 \text{ i } \hat{\sigma}^r = C \hat{\varepsilon}^r, \quad (3.12)$$

gdzie C jest tensorem sprężystości IV rzędu.

Podstawiając (3.9) i (3.10) do zależności (3.7) otrzymamy:

$$\begin{aligned} W &= \int_0^a F da = \int_V \int_0^{\varepsilon} \hat{\sigma} : d\hat{\varepsilon} dV = \int_V \int_0^{\varepsilon} (\hat{\sigma}^0 + \hat{\sigma}^r) : (d\hat{\varepsilon}^0 + d\hat{\varepsilon}^r + d\hat{\varepsilon}^{ip}) dV = \\ &= \int_V \int_0^{\varepsilon^0} \hat{\sigma}^0 : d\hat{\varepsilon}^0 dV + \int_V \int_0^{\varepsilon^r} \hat{\sigma}^0 : d\hat{\varepsilon}^r dV + \int_V \int_0^{\varepsilon^{ip}} \hat{\sigma} : d\hat{\varepsilon}^{ip} dV + \int_V \int_0^{\varepsilon^0} \sigma^r : d\varepsilon^0 dV \\ &+ \int_V \int_0^{\varepsilon^r} \sigma^r : d\varepsilon^r dV \end{aligned} \quad (3.13)$$

Zauważmy, że $\hat{\sigma}^0$ nie powoduje zmiany $\hat{\varepsilon}^r$, a $\hat{\sigma}^r$ nie wpływa na zmianę $\hat{\varepsilon}^0$,

$$\text{więc } \int_V \int_0^{\varepsilon^r} \hat{\sigma}^0 : d\hat{\varepsilon}^r dV = 0 \text{ i } \int_V \int_0^{\varepsilon^0} \sigma^r : d\varepsilon^0 dV = 0.$$

Zatem całkowita praca W wykonana nad ciałem jest równa:

$$W = \int_0^a F da = \int_V \int_0^{\varepsilon^0} \hat{\sigma}^0 : d\hat{\varepsilon}^0 dV + \int_V \int_0^{\varepsilon^r} \hat{\sigma}^r : d\hat{\varepsilon}^r dV + \int_V \int_0^{\varepsilon^{ip}} \hat{\sigma} : d\hat{\varepsilon}^{ip} dV. \quad (3.14)$$

Analogicznie, korzystając z zasady prac wirtualnych, komplementarną pracę można zapisać jako:

$$\int_0^F adF = \int_V \int_0^{\sigma} \hat{\varepsilon} : d\hat{\sigma} dV = \int_V \int_0^{\sigma^0} \hat{\varepsilon}^0 : d\hat{\sigma}^0 dV + \int_V \int_0^{\sigma^r} \hat{\varepsilon}^r : d\hat{\sigma}^r dV + \int_V \int_0^{\sigma} \hat{\varepsilon}^{ip} : d\sigma dV. \quad (3.15)$$

Jak pokazano na rysunku 5, przemieszczenie całkowite a można podzielić na część odwracalną a^0 oraz część nieodwracalną a^p

$$a = a^0 + a^p. \quad (3.16)$$

Zatem dla punktu B (rys. 5), komplementarną pracę można zapisać jako:

$$\int_0^{F_B} a dF = \int_0^{F_B} a^0 dF + \int_0^{F_B} a^p dF, \quad (3.17)$$

gdzie

$$\int_0^{F_B} a^0 dF = \int_V \int_0^{\sigma_B^0} \hat{\varepsilon}^0 : d\hat{\sigma}^0 dV = \int_V \int_0^{\varepsilon_B^0} \hat{\sigma}^0 : d\hat{\varepsilon}^0 dV = W_e. \quad (3.18)$$

W_e jest energią sprężystą, uwalnianą przy odciążaniu ciała.

Dla odkształceń niejednorodnych, przemieszczenie a^p można zapisać jako:

$$a^p = \int_S \hat{a}^p dS, \quad (3.19)$$

gdzie: \hat{a}^p - przemieszczenie lokalne, S - powierzchnia roboczej części próbki.

Zatem

$$\int_0^F a^p dF = \int_V \int_0^{\sigma_B^r} \hat{\varepsilon}^r : d\hat{\sigma}^r dV + \int_V \int_0^{\sigma_B} \hat{\varepsilon}^{ip} : d\hat{\sigma} dV, \quad (3.20)$$

gdzie

$$\int_V \int_0^{\sigma} \hat{\varepsilon}^r : d\hat{\sigma}^r dV = E_S. \quad (3.21)$$

E_S jest energią zmagazynowaną w postaci naprężeń resztkowych, powstałych na skutek wzrostu strefy plastycznej w materiale niejednorodnym. Należy zwrócić

uwagę, że wielkość $\int_0^F a^p dF$, jest równa polu AEB (rys. 5).

Po przekształceniu zależność (3.20) można zapisać w formie:

$$\int_0^F a^p dF = E_S + \int_V \hat{\sigma}_B : \hat{\varepsilon}_B^{ip} dV - \int_V \int_0^{\varepsilon_B^{ip}} \hat{\sigma} : d\hat{\varepsilon}^{ip} dV. \quad (3.22)$$

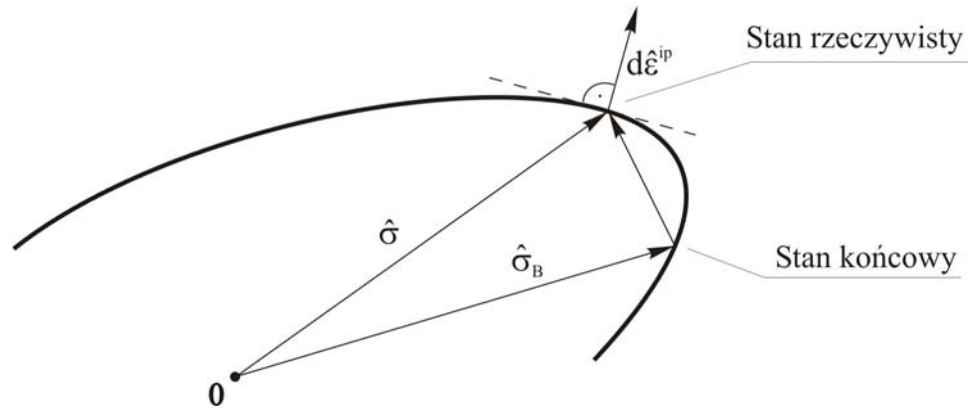
Stąd

$$\int_0^F a^p dF = E_S + \int_V \int_0^{\varepsilon_B^{ip}} (\hat{\sigma}_B - \hat{\sigma}) : d\hat{\varepsilon}^{ip} dV. \quad (3.23)$$

Z postulatu Druckera, przy założeniu stowarzyszonego prawa płynięcia plastycznego, wynika warunek maksymalnej pracy plastycznej Hilla [47]:

$$\int_V \int_0^{\varepsilon_B^{ip}} (\hat{\sigma} - \hat{\sigma}_B) : d\hat{\varepsilon}^{ip} dV \geq 0, \quad (3.24)$$

który mówi, że spośród wszystkich dopuszczalnych stanów naprężenia, rzeczywisty stan naprężenia $\hat{\sigma}$, daje największy przyrost dyssypacji [48]. Naprężenie $\hat{\sigma}_B$, jest dowolnym naprężeniem nie naruszającym warunku plastyczności. Graficzną ilustrację warunku maksymalnej pracy plastycznej Hilla przedstawiono na rysunku 6.



Rys. 6. Graficzna ilustracja warunku maksymalnej pracy plastycznej Hilla.

Więc

$$\int_V \int_0^{\varepsilon_B^{ip}} (\hat{\sigma}_B - \hat{\sigma}) : d\hat{\varepsilon}^{ip} dV \leq 0. \quad (3.25)$$

Zatem, po uwzględnieniu (3.25), z zależności (3.23) wynika:

$$E_S \geq \int_0^F a^p dF. \quad (3.26)$$

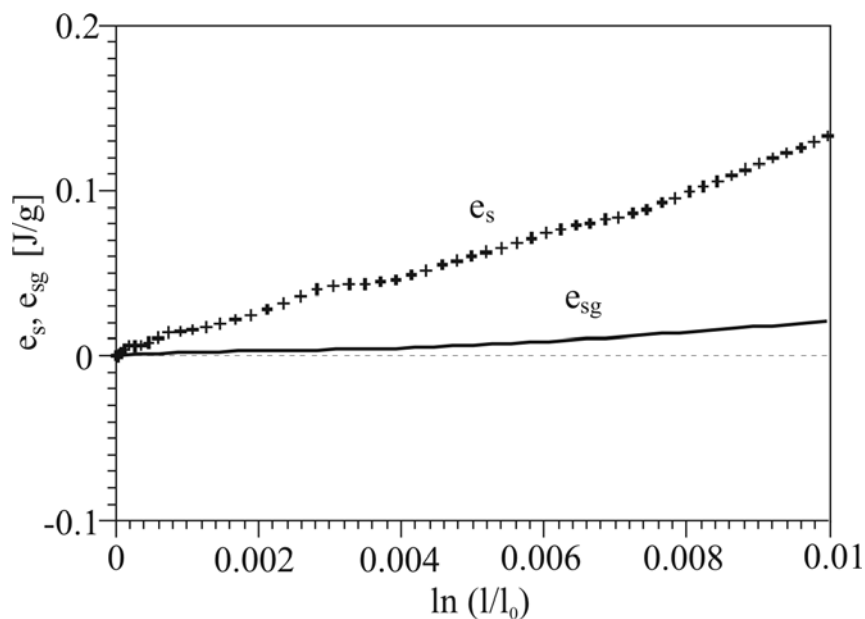
Całka we wzorze (3.26), której geometryczną interpretację stanowi pole AEB na rysunku 5, stanowi dolną granicę energii zmagazynowanej w postaci naprężeń resztkowych, powstałych na skutek wzrostu strefy plastycznej w materiale niejednorodnym. W pracy [43] wnioskowano, że pole AEB jest geometryczną interpretacją górnej granicy wartości energii zmagazynowanej. Wynikało to z niewłaściwego zapisu zależności (3.24).

Gdy $\hat{\sigma}_B = \hat{\sigma}$, w materiale nie ma zmiany rozkładu naprężeń resztkowych, a energia zmagazynowana jest równa:

$$E_S = \int_0^F a^p dF. \quad (3.27)$$

Powyższe rozważania pokazują, że wyznaczając pole *AEB* z krzywej obciążenie-przemieszczenie (rys. 5), określamy dolną granicę wartości energii zmagazynowanej E_S . Innymi słowy energia zmagazynowana w naprężeniach resztkowych, nie może być mniejsza niż wartość, wyznaczona na podstawie zaznaczonego pola.

Na rysunku 7 pokazano energię zmagazynowaną wyznaczoną eksperymentalnie i jej dolną granicę, obliczoną z krzywej obciążenie-przemieszczenie, jako funkcje odkształcenia plastycznego, dla stali austenitycznej 316L.



Rys. 7. Zależność energii zmagazynowanej wyznaczonej eksperymentalnie e_s i obliczonej z krzywej obciążenie–przemieszczenie e_{sg} .

4. Metoda wyznaczania energii zmagazynowanej zastosowana w niniejszej pracy

Jest to metoda jednostopniowa pozwalająca wyznaczyć energię zmagazynowaną w dowolnym punkcie procesu bez jego przerywania i bez użycia kalorymetru. Została ona opracowana w IPPT w latach osiemdziesiątych [49].

4.1. Idea metody

Podstawą metody jest porównanie równania dla temperatury próbki poddanej odkształceniu plastycznemu z równaniem dla temperatury próbki nagrzewanej poprzez dostarczenie do niej energii elektrycznej.

Podczas deformacji plastycznej zmiana temperatury próbki następuje na skutek zachodzących w materiale zjawisk mikroskopowych, związanych głównie z ruchem dyslokacji oraz z ich oddziaływaniami między sobą. Przyjmując, że ciepło właściwe c_p nie zmienia się ze zmianą mikrostruktury oraz że zmiana mikrostruktury nie wpływa na zmianę właściwości termosprężystych materiału, równanie dla temperatury odkształcanej próbki ma postać [17]:

$$c_p(T)dT = \bar{d}w_p - de_s(H) - \frac{T}{\rho_0} \alpha d\tau + \bar{d}q, \quad (4.1)$$

gdzie ρ_0 , α i τ , to odpowiednio: gęstość początkowa materiału, współczynnik rozszerzalności cieplnej i naprężenie Kirchhoffa $\left(\tau = \frac{\rho_0}{\rho} \sigma \right)$. Wielkość $e_s(H)$ - to energia zmagazynowana zależna od parametrów H , opisujących zmiany w mikrostrukturze, wywołane deformacją plastyczną.

Gdy do próbki dostarczamy energię elektryczną, to zgodnie z prawem Joule'a-Lenza w całości zamieni się ona na ciepło:

$$q_{J-L} = \int_0^t r(t_1) dt_1, \quad (4.2)$$

gdzie $r(t_1)$ jest chwilową wartością mocy prądu elektrycznego odniesioną do masy roboczej części próbki, a t_1 jest czasem nagrzewania.

Zatem równanie dla temperatury próbki, przez którą przepuszczono prąd elektryczny można zapisać w postaci [17]:

$$c_p(T')dT' = r(t_1)dt_1 + \bar{\bar{d}}q'. \quad (4.3)$$

Jeżeli procesy deformacji i nagrzewania prądem, są prowadzone w jednakowych warunkach i zależności zmian temperatury próbki od czasu w obydwu przypadkach są takie same, to ilość ciepła przekazanego do otoczenia przez próbkę deformowaną oraz próbkę nagrzaną prądem, gdy wartości temperatury obydwu próbek powrócą do temperatury otoczenia, będzie taka sama i równa q_{J-L} (patrz wzór (4.2)). Stąd:

$$c_p(T)dT = c_p(T')dT' \text{ oraz } \bar{\bar{d}}q = \bar{\bar{d}}q'. \quad (4.4)$$

Zatem, porównując równania (4.1) i (4.3) można zapisać:

$$r(t_1)dt_1 = dw_p - de_s(H) - \frac{T}{\rho_0} \alpha d\tau. \quad (4.5)$$

Z definicji, energia zmagazynowana jest częścią energii zużytej na odkształcenie plastyczne, która pozostaje w odkształconym materiale po jego odciążeniu, gdy temperatura próbki wróci do temperatury odniesienia. Zatem, dla takiego cyklu, równanie (4.1) ma postać:

$$\oint c_p(T)dT = \oint \bar{\bar{d}}w_p - \oint de_s(H) - \frac{1}{\rho_0} \oint T \alpha d\tau + \oint \bar{\bar{d}}q, \quad (4.6)$$

gdzie:

$$\oint c_p(T)dT = 0, \quad \oint \bar{\bar{d}}q = -q_d, \quad \oint \bar{\bar{d}}w_p = w_p, \quad \oint de_s(H) = e_s, \quad \frac{1}{\rho_0} \oint T \alpha d\tau = 0. \quad (4.7)$$

Dla rozpatrywanego cyklu energia zmagazynowana wynosi:

$$e_s = w_p - q_d, \quad q_d = q_{J-L}, \quad \text{więc } e_s = w_p - \int_0^t r(t_1)dt. \quad (4.8)$$

Rozpatrzmy teraz przypadek, gdy temperatura próbki wraca do temperatury odniesienia, ale próbka nadal pozostaje w stanie obciążonym. Wtedy, dla dowolnego punktu procesu deformacji, możemy zapisać:

$$e_s = w_p - \int_0^t r(t_1)dt_1 - \frac{1}{\rho_0} \int_0^\tau \alpha T d\tau_1. \quad (4.9)$$

Wynika stąd, że w tym przypadku ciepło Joule'a-Lenza q_{J-L} jest mniejsze od ciepła q_d o wartość energii efektu piezokalorycznego e_{th} .

Zakładając, liniową sprężystość, energię efektu piezokalorycznego można wyznaczyć stosując wzór Thompsona [2]:

$$e_{th} = \frac{1}{\rho_0} \int_0^{\tau} \alpha T d\tau_1 = \frac{\alpha T \tau}{\rho_0}. \quad (4.10)$$

Przyjmując powyższe założenia, wszystkie wielkości występujące w wyrażeniu (4.9), można wyznaczyć dla dowolnego punktu procesu deformacji bez jego przerywania.

Głównym ograniczeniem metody jest to, że można ją stosować tylko w zakresie deformacji makroskopowo jednorodnej.

4.2. Wyznaczanie pracy odkształcenia plastycznego i energii rozproszonej w postaci ciepła

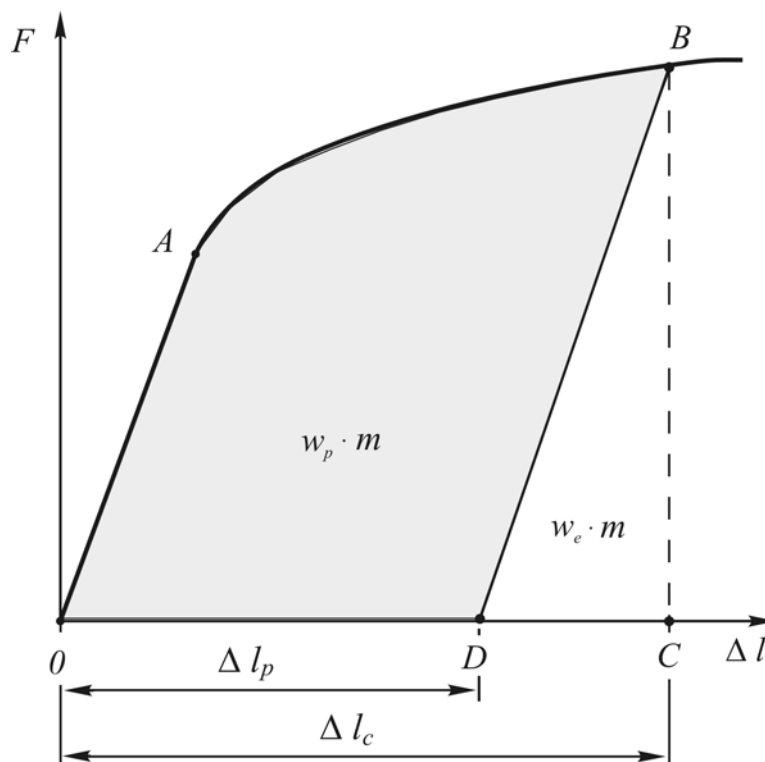
4.2.1. Praca odkształcenia plastycznego

Pracę odkształcenia plastycznego w_p , można wyznaczyć z krzywej obciążenie-przemieszczenie lub naprężenie-odkształcenie dla dowolnego punktu procesu deformacji, przy założeniu, że właściwości sprężyste materiału, w rozpatrywanym zakresie, nie zależą od odkształcenia plastycznego. Sposób wyznaczania w_p dla jednoosiowego rozciągania przedstawiono na rysunku 8.

Całkowita praca zużyta na odkształcenie materiału do punktu oznaczonego na krzywej jako B , jest równa polu powierzchni pod krzywą $OABC$. Uwzględniając przedstawione założenie, prosta AD jest równoległa do prostej OA , a praca odkształcenia plastycznego roboczej części próbki jest równa polu powierzchni $OABD$. Zatem znając masę roboczej części próbki, można wyznaczyć wartość właściwej pracy odkształcenia plastycznego, czyli pracy zużytej na odkształcenie plastyczne jednostki masy próbki.

Jako Δl_c i Δl_p oznaczono odpowiednio: wydłużenie próbki w stanie obciążonym i w chwilowej konfiguracji odciążonej, dla punktu B .

Dysponując krzywą eksperymentalną obciążenie-przemieszczenie, postępując w opisany sposób, można wyznaczyć pracę odkształcenia plastycznego w dowolnym punkcie procesu deformacji, bez odciążania próbki.



Rys. 8. Sposób wyznaczania pracy odkształcenia plastycznego podczas jednoosiowego rozciągania.
 m – masa roboczej części próbki.

4.2.2. Energia rozproszona w postaci ciepła

Energię rozproszoną w postaci ciepła podczas deformacji próbki, wyznaczano symulując proces jej nagrzewania, dostarczając do próbki w sposób kontrolowany energię elektryczną, która zgodnie z prawem Joule'a-Lenza w całości zamienia się na ciepło (patrz wzór 4.2).

Jeżeli proces symulacji przebiega w warunkach identycznych jak proces odkształcenia (taka sama temperatura otoczenia, a próbka podczas symulacji jest zamocowana w szczękach tej samej maszyny, na której prowadzono proces rozciągania), to wartość ciepła oddanego przez próbkę do otoczenia w obydwu tych procesach jest jednakowa.

Zmiany temperatury w czasie, dla próbki podczas odkształcenia i podczas dostarczania energii elektrycznej, mierzono metodą bezstykową, opartą na detekcji promieniowania podczerwonego. Wyznaczano rozkład temperatury na powierzchni próbki w funkcji czasu rozciągania w przypadku próbki odkształcanej oraz w funkcji czasu grzania prądem dla próbki podczas symulacji. Następnie dobierano moc płynącego przez próbkę prądu elektrycznego tak, aby narastanie temperatury próbki w czasie symulacji było takie samo, jak podczas procesu odkształcenia.

Moc prądu elektrycznego r_1 , dostarczoną do roboczej części próbki, przypadającą na jednostkę masy m , wyznaczano na podstawie pomiaru natężenia prądu elektrycznego I płynącego przez próbkę i oporu elektrycznego R jej części roboczej:

$$r_1 = \frac{I^2 R}{m}. \quad (4.11)$$

Znając zależności mocy od czasu, można dla dowolnej chwili procesu odkształcenia wyznaczyć ciepło, które próbka oddaje do otoczenia osiągając temperaturę odniesienia (wzór 4.2).

4.2.3. Metoda pomiaru temperatury na podstawie detekcji promieniowania podczerwonego

Każde ciało o temperaturze powyżej 0 K emituje fale elektromagnetyczne w zakresie podczerwonym. Przyjmuje się, że jest to zakres od 700 nm do 1mm.

Podstawą pomiaru temperatury, opartego na detekcji promieniowania podczerwonego, jest prawo Stefana-Boltzmann'a [17]:

$$M_T = \mathcal{G}T^4. \quad (4.12)$$

Opisuje ono zależność mocy promieniowania M_T ciała doskonale czarnego w całym zakresie widma, od jego temperatury T , wyrażonej w skali bezwzględnej. Stała \mathcal{G} jest zwana stałą Stefana-Boltzmann'a i wynosi $5,67 \times 10^{-8} [Wm^{-2}K^{-4}]$.

W urządzeniach do pomiaru temperatury, bardzo często wykorzystuje się detektory fotonowe, w których sygnał na wyjściu zależy od liczby padających fotonów w jednostce czasu. W przypadku, zastosowanej do badań w niniejszej

pracy kamery AGA 680, detektor fotonowy wykonany jest z antymonku indu (InSb). Uwzględniając energię fotonu równą hc/λ , otrzymamy alternatywny do prawa Stefana-Boltzmana wzór:

$$N_T = \frac{0,379T^3}{k}. \quad (4.13)$$

Opisuje on zależność liczby fotonów N_T emitowanych przez jednostkę powierzchni ciała doskonale czarnego w czasie 1s, od jego temperatury. Stała k jest stałą Boltzmana i wynosi $1,38 \cdot 10^{-23} [JK^{-1}]$.

Ponieważ ciała rzeczywiste, nie tylko pochłaniają i emitują padające promieniowanie, ale także odbijają je i przepuszczają, dla danej temperatury, suma stosunków spektralnej mocy promieniowania pochłoniętego α_λ , odbitego ρ_λ i przepuszczonego τ_λ przez dowolne ciało jest równa całkowitej mocy promieniowania na nie padającego [17]:

$$\alpha_\lambda + \rho_\lambda + \tau_\lambda = 1. \quad (4.14)$$

Dla ciał nieprzezroczystych $\tau_\lambda = 0$, zatem:

$$\alpha_\lambda + \rho_\lambda = 1. \quad (4.15)$$

Z prawa Kirchhoffa i z warunków równowagi termodynamicznej wynika, że:

$$\alpha_\lambda = \chi_\lambda, \quad (4.16)$$

gdzie: χ_λ - emisyjność, definiowana jako stosunek mocy promieniowania W_λ^o o długości fali λ , emitowanego przez jednostkę powierzchni ciała rzeczywistego o określonej temperaturze, do mocy promieniowania W_λ^b emitowanego przez ciało doskonale czarne o takiej samej temperaturze:

$$\chi_\lambda = \frac{W_\lambda^o}{W_\lambda^b}. \quad (4.17)$$

Dla ciała rzeczywistego, nie przepuszczającego promieniowania podczerwonego, całkowity sygnał S otrzymany na wyjściu systemu termograficznego, będzie równy sumie sygnału $\chi f(T_o)$, odpowiadającego liczbie fotonów emitowanych przez badany obiekt o temperaturze równej T_o oraz sygnału $(1-\chi)f(T_a)$,

otrzymanego na skutek odbicia od badanego obiektu promieniowania emitowanego przez otoczenie o temperaturze T_a [17]:

$$S = \chi f(T_o) + (1 - \chi) f(T_a). \quad (4.18)$$

$f(T_o)$ i $f(T_a)$, to odpowiednio: sygnał odpowiadający liczbie fotonów emitowanych przez ciało doskonale czarne o temperaturze równej temperaturze badanego obiektu T_o , oraz sygnał odpowiadający liczbie fotonów emitowanych przez ciało doskonale czarne o temperaturze równej temperaturze otoczenia T_a .

Zatem mając krzywą kalibracji $f(T)$, która jest charakterystyczna dla danego detektora i układu optycznego, znając temperaturę otoczenia T_a oraz emisyjność χ badanego obiektu, możemy wyznaczyć rozkład temperatury na jego powierzchni.

Pomiar temperatury oparty na detekcji promieniowania podczerwonego w porównaniu do innych metod wyznaczania temperatury ma wiele zalet. Główną jest to, że układ pomiarowy nie zakłóca badanego pola temperatury. Jest to istotne zwłaszcza podczas pomiaru temperatury niewielkich obiektów, gdzie zainstalowany czujnik temperatury może istotnie wpływać na uzyskane wyniki. Kolejną zaletą jest stosunkowo krótki (rzędu kilkudziesięciu nanosekund) czas odpowiedzi detektora na padające promieniowanie, co sprawia, że pomiar temperatury oparty na detekcji promieniowania podczerwonego jest praktycznie bezinercyjny.

Współczesne termografy umożliwiają pomiar rozkładu temperatury badanej powierzchni. Takim urządzeniem jest stosowany w niniejszej pracy system termowizyjny AGA 680, który został zmodernizowany poprzez wbudowanie przetwornika analogowo-cyfrowego. Dzięki tej modernizacji, wzmocniony sygnał z wyjścia detektora mógł być zapisywany i obrabiany przy użyciu programu komputerowego.

5. Mikrostrukturalny aspekt procesu magazynowania energii

Podczas deformacji plastycznej energia magazynuje się w materiale głównie w postaci energii defektów sieci krystalicznej. Niniejszy rozdział zawiera charakterystykę poszczególnych rodzajów defektów sieci krystalicznej i jest poświęcony ich roli w procesie magazynowania energii oraz ewolucji mikrostruktury podczas deformacji monotonicznej, jak również przy zmianie ścieżki odkształcenia.

5.1. Rodzaje defektów sieci krystalicznej i ich energia

Niemal wszystkie rzeczywiste ciała krystaliczne wykazują zaburzenia periodyczności ich idealnej budowy. Zaburzenia te nazwano defektami sieci krystalicznej. Niektóre właściwości fizyczne kryształów, jak na przykład: przewodnictwo elektryczne, właściwości magnetyczne i optyczne, są szczególnie czułe na występowanie tych defektów, inne, takie jak właściwości dielektryczne czy ciepło właściwe, są prawie od nich niezależne [50]. Charakter i liczba defektów w strukturze, mają również istotny wpływ na przebieg wielu procesów, na przykład dyfuzji, czy obróbki plastycznej [50].

Ze względu na właściwości geometryczne defektów sieci krystalicznej, podzielono je na punktowe, liniowe i powierzchniowe.

5.1.1. Defekty punktowe

Defekty punktowe, występujące w ciałach krystalicznych, to przede wszystkim, wakanse i atomy międzywęzłowe. Wakansem nazywamy brak atomu w pozycji przewidzianej idealną budową kryształu, a atomem międzywęzłowym - atom, w położeniu, którego budowa idealna nie przewiduje [51]. Pojawienie się w sieci krystalicznej wakansu, powoduje powstanie naprężeń rozciągających, a atom międzywęzłowy wywołuje naprężenia ściskające. Energia potrzebna na wytworzenie atomu międzywęzłowego jest większa od energii potrzebnej do wytworzenia wakansu, dlatego prawdopodobieństwo wystąpienia w strukturze atomu międzywęzłowego jest znacznie mniejsze niż prawdopodobieństwo wystąpienia wakansu [50].

Defekty punktowe różnią się od defektów liniowych i powierzchniowych nie tylko cechami geometrycznymi, ale również tym, że są defektami stabilnymi termodynamicznie, to znaczy, że w całym zakresie temperatury mogą występować w ilościach równowagowych. Dlatego poszczególne ciała krystaliczne wykazują stężenie równowagowe wakansów zależne od temperatury [50]. Szacuje się, że stężenie wakansów w sieci krystalicznej miedzi wynosi około 10^{-14} w temperaturze 400 K, a w temperaturze zbliżonej do temperatury topnienia wzrasta do około 10^{-4} [50].

Stężenie wakansów większe od równowagowego osiąga się najczęściej poprzez szybkie ochłodzenie ciała i stabilizację stanu istniejącego w temperaturze wysokiej [52]. Defekty punktowe można również generować poprzez deformację plastyczną na zimno. Jednak znaczny wzrost gęstości wakansów obserwuje się głównie w materiałach odkształcanych z dużą prędkością oraz poddanych dużym odkształceniom [53].

Niniejsza praca dotyczy zjawisk zachodzących w początkowym stadium quasi-statycznego odkształcenia plastycznego (przy prędkości rzędu 10^{-3} s^{-1}), dlatego wpływ defektów punktowych na proces deformacji wydaje się być nieistotny. Uwzględniając ponadto, że energia wakansu jest o wiele mniejsza od energii dyslokacji, można przyjąć, że całkowita energia zmagazynowana w materiale podczas deformacji jest równa energii zmagazynowanej w układach dyslokacyjnych.

5.1.2. Defekty liniowe

Poza defektami punktowymi, w materiałach krystalicznych występują defekty mające charakter liniowy, zwane dyslokacjami. Dyslokacje można traktować jako granice między dwoma płaskimi obszarami, w obrębie których, sieć krystaliczna jest doskonała, a zaburzenie występuje tylko na ich styku. W odróżnieniu od wakansów, liczba dyslokacji w monokryształach nie zależy od temperatury i w stanie równowagi sieci jest równa zero [50].

Rozróżnia się dyslokacje krawędziowe, śrubowe i mieszane. Dyslokacje opisuje się dwoma wektorami. Jeden z nich określa kierunek linii dyslokacji w

danym punkcie, a drugi, zwany wektorem Burgersa, określa wartość i kierunek przesunięcia atomów w sieci. W odróżnieniu od wektora określającego kierunek linii dyslokacji, wektor Burgersa w obrębie pętli dyslokacyjnej pozostaje stały [18, 19].

Energia sprężysta U_{D^*} , przypadająca na jednostkę długości linii dyslokacyjnej, jest równa [18, 19]:

$$U_{D^*} = \frac{Gb^2 f(\nu)}{4\pi} \ln\left(\frac{R}{b}\right), \quad (5.1)$$

gdzie: G – moduł sprężystości poprzecznej (moduł Kirchhoffa), b - wektor Burgersa, $f(\nu)$ - funkcja współczynnika Poissona ν . Charakter funkcji $f(\nu)$ zależy od typu dyslokacji i wynosi $\frac{1}{1-\nu}$ dla dyslokacji krawędziowej, oraz jest równa jedności dla dyslokacji śrubowej [54]. Występująca w wyrażeniu (5.1) wielkość R , znana jest w literaturze anglojęzycznej jako *upper cut-off radius*. Jest ona równa maksymalnemu teoretycznemu zasięgowi pola naprężeń, które pochodzi od danej dyslokacji [18]. Jeśli założymy, że w wyżarzonym materiale polikrystalicznym nie ma oddziaływań pomiędzy poszczególnymi dyslokacjami, to wtedy wielkość R będzie równa średnicy ziarna [18, 19].

W zależności (5.1), nie uwzględniono energii rdzenia dyslokacji (*dislocation core energy*). Szacuje się, że stanowi ona około 10 procent energii wyznaczonej na podstawie zależności (5.1) [55, 56].

Wraz ze wzrostem odkształcenia, a tym samym gęstości dyslokacji, energia przypadająca na jednostkę długości linii dyslokacyjnej zmienia się. Zarówno oddziaływania dyslokacji z innymi defektami sieci krystalicznej (np. granicami ziaren), jak również oddziaływania między dyslokacjami, prowadzą do powstawania układów dyslokacyjnych o różnej energii. Zgodnie z zasadą minimalizacji energii, ewolucja tych układów przebiega, wraz ze wzrostem odkształcenia, w taki sposób, aby energia przypadająca na jednostkę linii dyslokacji była coraz mniejsza [57-63].

5.1.3. Defekty powierzchniowe

Kolejną grupą defektów występujących w rzeczywistych materiałach krystalicznych są defekty nazywane, ze względu na ich właściwości geometryczne, defektami powierzchniowymi lub płaszczyznowymi [50]. Powierzchnie te mogą oddzielać zarówno obszary różniące się właściwościami fizykochemicznymi, wtedy są to granice międzyfazowe (*heterophase boundaries*), jak również obszary różniące się jedynie wzajemną orientacją w obrębie jednej fazy (*homophase boundaries*) [64]. Do defektów powierzchniowych występujących w obrębie jednej fazy, zalicza się: granice ziaren, granice bliźniacze, błędy ułożenia oraz granice domen antyfazowych, występujące w uporządkowanych strukturach stopów na osnowie faz międzymetalicznych [64].

Granice ziaren to wewnętrzne powierzchnie graniczne oddzielające dwa kryształy o takim samym składzie chemicznym, różniące się orientacją krystalograficzną. Na skutek różnicy orientacji stykających się ziaren powstaje strefa atomowego niedopasowania, w wyniku czego, zostaje zakłócona w tym obszarze periodyczna budowa kryształu i wzrasta jego energia. Stopień atomowego niedopasowania, a tym samym energia granicy, zależy od typu granicy i kąta dezorientacji. Rozróżnia się dwa podstawowe typy granic ziaren: granice nachylenia, oddzielające ziarna mające wspólny kierunek krystalograficzny równoległy do granicy, oraz granice skręcenia, oddzielające ziarna, w których wspólny kierunek krystalograficzny jest prostopadły do granicy [50]. Występujące w rzeczywistych materiałach granice przypadkowe, mają najczęściej zarówno składowe nachylenia jak i składowe skręcenia. Ze względu na stopień dezorientacji przedstawione typy granic, dzielimy na granice wąsko- i szerokokątowe [50].

Kolejną kategorię defektów powierzchniowych stanowią granice bliźniacze. Bliźniakami nazywamy dwa kryształy tej samej substancji, przylegające do siebie w ten sposób, że sieć jednego z nich może być przetransformowana w sieć drugiego, poprzez przekształcenie symetryczne względem płaszczyzny symetrii, osi symetrii lub środka symetrii [50]. W zależności od tego, który z elementów

symetrii spokrewnia monokryształy, rozróżniamy bliźniaki odbicia, obrotu lub inwersji. Płaszczyzna symetrii występująca w bliźniakach odbicia, zwana granicą (płaszczyzną) bliźniaczą, jest równoległa do określonej płaszczyzny krystalograficznej wspólnej dla obu ziaren [65]. Granica taka nosi nazwę koherentnej granicy bliźniaczej, a energia takiej granicy stanowi od 3 do 10% energii przypadkowej granicy ziarna [64].

W zależności od procesu, podczas którego bliźniaki powstają, dzielimy je na bliźniaki wzrostu, przemiany i odkształcenia. Bliźniaki przemiany i odkształcenia nazywa się bliźniakami wtórnymi, w odróżnieniu od bliźniaków pierwotnych powstających podczas krystalizacji [50]. Bliźniaki wzrostu występują w materiałach o sieci A1 o małej energii błędu ułożenia. Mają one wygląd równoległych płytek, których granice, są koherentnymi granicami bliźniaczymi równoległymi do płaszczyzn $\{111\}$ [50]. Bliźniaki odkształcenia najczęściej występują w materiałach o sieci A2 i A3. Powstają poprzez ścięcie jednej części kryształu w stosunku do drugiej, gdy poślizg dla danego kierunku obciążenia jest utrudniony [50].

Defektami sieci krystalicznej o charakterze powierzchniowym, są także błędy ułożenia. Są to defekty o charakterze czysto translacyjnym, czyli poszczególne części kryształu oddzielone tego typu granicą, są względem siebie przesunięte równolegle o pewien ustalony wektor [50]. Błędem ułożenia, nazywamy zaburzenie w sekwencji ułożenia płaszczyzn, zwykle płaszczyzn najgęstszego upakowania. Na przykład w sieci A1, o typowej sekwencji płaszczyzn ABCABC, mogą występować warstwy o sekwencji ABAB, typowe dla sieci A3 (lub na odwrót). Energia błędu ułożenia (EBU) jest bardzo mała, w porównaniu do energii przypadkowej granicy ziarna i jest zbliżona do energii koherentnej granicy bliźniaczej [50].

Kolejnymi defektami powierzchniowymi, które występują w strukturach uporządkowanych (*ordered structures, superlattices*), są tzw. granice domen antyfazowych (*antiphase domain boundaries*) [64]. Uporządkowane stopy na osnowie faz międzymetalicznych, w podwyższonych temperaturach nie

wykazują uporządkowania dalekiego zasięgu, a przemiana nieporządek-porządek zachodzi podczas ich chłodzenia.

Porządkowanie struktury zachodzi najczęściej w różnych obszarach kryształu niezależnie, co może powodować wystąpienie na granicy sąsiednich obszarów zaburzenia idealnej sekwencji atomów, tworząc tzw. granicę domen antyfazowych (rys. 9) [65]. Granice domen antyfazowych podobnie jak błędy ułożenia są defektami o charakterze translacyjnym [64].



Rys. 9. Granice domen antyfazowych [65].
Stop Ti 25Al 15V [% at.].

Rola defektów powierzchniowych, a zwłaszcza granic ziaren jest bardzo istotna w wielu procesach zachodzących w materiale. Podczas deformacji plastycznej w niskiej temperaturze, granice ziaren, będące przeszkodami dla poruszających się dyslokacji, sprzyjają umocnieniu, dlatego w materiałach pracujących w niskiej temperaturze stosuje się tzw. umocnienie granicami ziaren. Polega ono na przeprowadzeniu odpowiedniej obróbki, w celu uzyskania struktury drobnoziarnistej.

Wpływ granic ziaren na deformację materiału w podwyższonej temperaturze jest zupełnie inny. Ze względu na wzmożoną dyfuzję, która sprzyja wspinaniu się dyslokacji, pojawia się możliwość pochłaniania dyslokacji przez granice ziaren, a także możliwość poślizgu po granicach. Zjawiska te nie są pożądane w materiałach pracujących w podwyższonej temperaturze. Dlatego też na elementy pracujące w takich warunkach stosuje się materiały o dużych ziarnach oraz monokryształy.

5.2. Ewolucja mikrostruktury podczas deformacji plastycznej

W odkształcanym plastycznie, w temperaturze pokojowej, materiale polikrystalicznym, ewolucję mikrostruktury rozpatruje się głównie jako ewolucję układów dyslokacyjnych. Jak już wspomniano, wpływ defektów punktowych, ze względu na ich niższą, w porównaniu z dyslokacjami energię oraz ze względu na ich niewielką gęstość w temperaturze o wartościach niższych od $0,4 T_{top}$, jest nieznaczny.

Przebieg ewolucji mikrostruktury podczas deformacji zależy od rodzaju materiału (energii błędu ułożenia, typu komórki elementarnej), temperatury, w której przeprowadzana jest deformacja oraz od modu obciążenia. Zmiana ścieżki deformacji, zwykle prowadzi do częściowej lub całkowitej przebudowy układów dyslokacyjnych powstałych w poprzednich etapach odkształcenia i powstania nowych układów, odpowiadających aktualnemu sposobowi obciążania materiału [9, 66].

Wzajemne oddziaływanie defektów sieci krystalicznej, jest równoznaczne z nakładaniem się ich pól naprężeń, charakterystycznych dla poszczególnych rodzajów defektów. Jeśli nałożenie się pól naprężeń wywołanych defektami (*mutual stress screening*) spowoduje zmniejszenie energii układu, to przy określonej mobilności dyslokacji i aktywności odpowiednich systemów poślizgu defekty te będą tworzyć konfiguracje zgodne z zasadą minimalizacji energii [62]. Zatem wraz ze wzrostem odkształcenia, w materiale będą powstawać układy o coraz niższej energii, przypadającej na jednostkę długości linii dyslokacji [57-63]. Jest to tzw. koncepcja LEDSSs, od angielskiego sformułowania *Low*

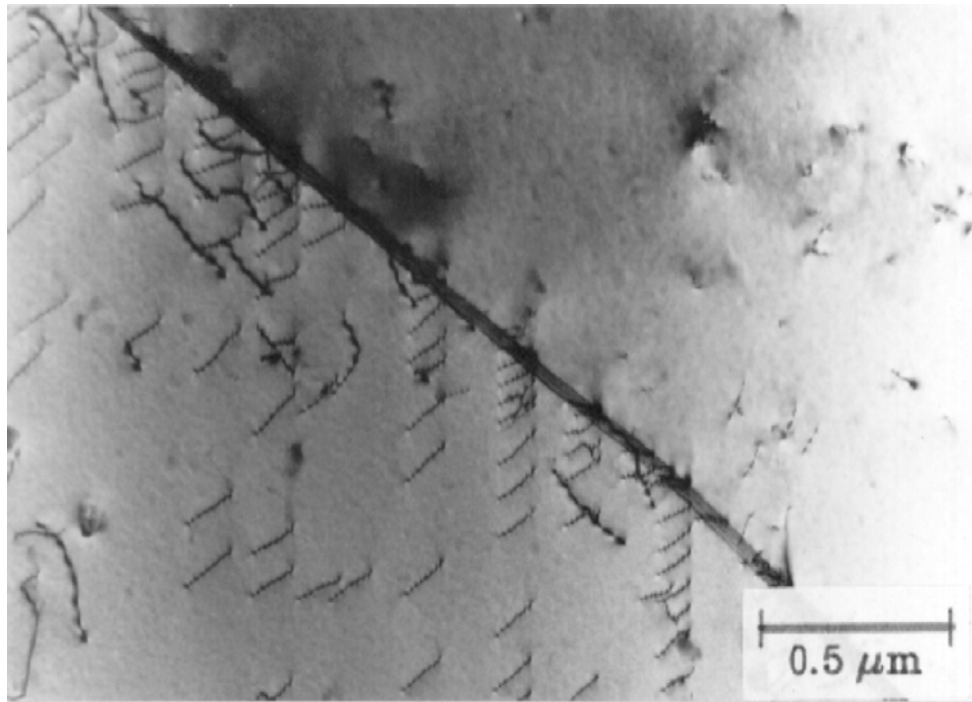
Energy Dislocation Structures, sformułowana przez D. Kuhlmann-Wilsdorf i N. Hansena [57].

Ewolucji struktur dyslokacyjnych podczas monotonicznej deformacji plastycznej poświęcono wiele prac [57-60, 67-69]. Typ tworzących się układów dyslokacyjnych zależy nie tylko od stopnia odkształcenia materiału, jego stanu początkowego oraz modu obciążenia, ale także od właściwości materiału, takich jak energia błędu ułożenia oraz rodzaj komórki elementarnej [9].

5.2.1. Podstawowe układy dyslokacyjne i ich energia

Zgodnie z koncepcją LEDS's, podczas monotonicznej deformacji plastycznej, po osiągnięciu pewnej wartości gęstości dyslokacji, ewolucja układów dyslokacyjnych przebiega tak, aby energia następujących po sobie układów była coraz niższa. Do podstawowych układów dyslokacyjnych obserwowanych w odkształczanych materiałach, zalicza się między innymi: spiętrzenia (*pile-ups*) i sploty dyslokacji (*dislocation tangles*), maty i ściany dipolowe (*dipolar mats/walls*) oraz komórki dyslokacyjne (*dislocation cells*) [57]. W układach tych, w wyniku nakładania się pól naprężeń sąsiadujących ze sobą dyslokacji, zmienia się wartość energii przypadającej na jednostkę długości linii dyslokacyjnej [57-63]. Poniżej przedstawiono energetyczną analizę podstawowych układów dyslokacyjnych obserwowanych w materiałach poddanych deformacji. Przedstawiono je poczynając od układów o najwyższej energii przypadającej na jednostkę długości linii dyslokacyjnej.

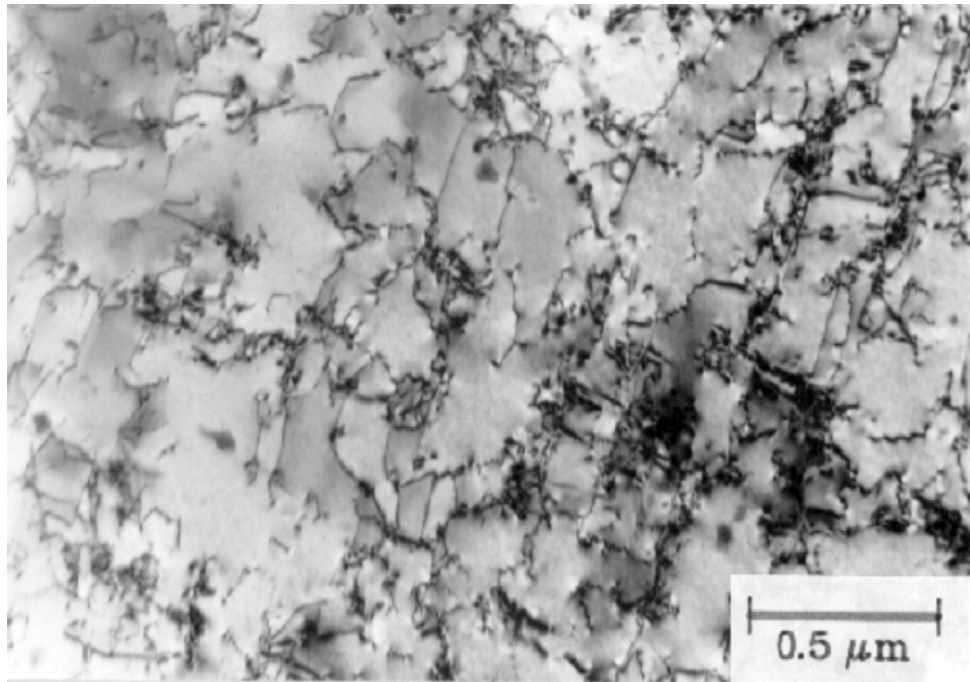
Spiętrzenia dyslokacji (rys. 10) należą do układów dyslokacyjnych o najwyższej energii. Powstają one w początkowym stadium odkształcenia plastycznego. Całkowita energia spiętrzenia, znacznie przewyższa sumę energii tworzących je pojedynczych dyslokacji. Występujące w spiętrzeniu siły odpychające między dyslokacjami, powodują, że właściwa dla tej konfiguracji wartość R (patrz wzór (5.1)), może przekraczać wymiar charakterystyczny materiału, na przykład wielkość ziarna [57].



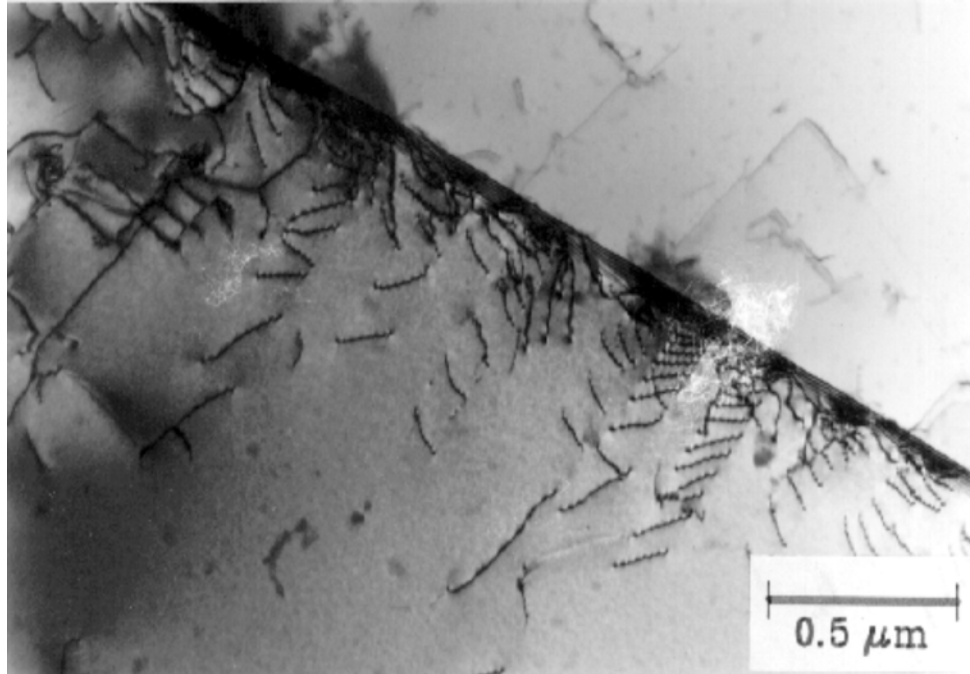
Rys. 10. Spiętrzenia dyslokacji w pobliżu przypadkowej granicy ziarna.
Stal austenityczna 00H19N17, $\varepsilon^p = 0,008$ [17].

Sploty dyslokacyjne (rys. 11) to układy, w których energia przypadająca na jednostkę długości linii dyslokacji jest większa od energii dyslokacji ‘nie splątanych’. Nadwyżka energii jest związana z występującymi w splotach kolankami (*kinks*) i uskokami dyslokacji (*jogs*) oraz z dodatkową długością rdzenia dyslokacji powstałą w rezultacie rozpadu dyslokacji na dyslokacje częściowe [57].

Maty dipolowe (rys. 12) można traktować, jako układ dwóch spiętrzeń dyslokacyjnych o jednakowej długości, ale o przeciwnych znakach, występujących na równoległych płaszczyznach poślizgu [57, 59]. Pary sąsiadujących ze sobą dyslokacji różnoimiennych tworzą w tym układzie swego rodzaju ‘dipole’.



Rys. 11. Sploty dyslokacji. Stal austenityczna 00H19N17, $\varepsilon^p = 0,04$ [17].

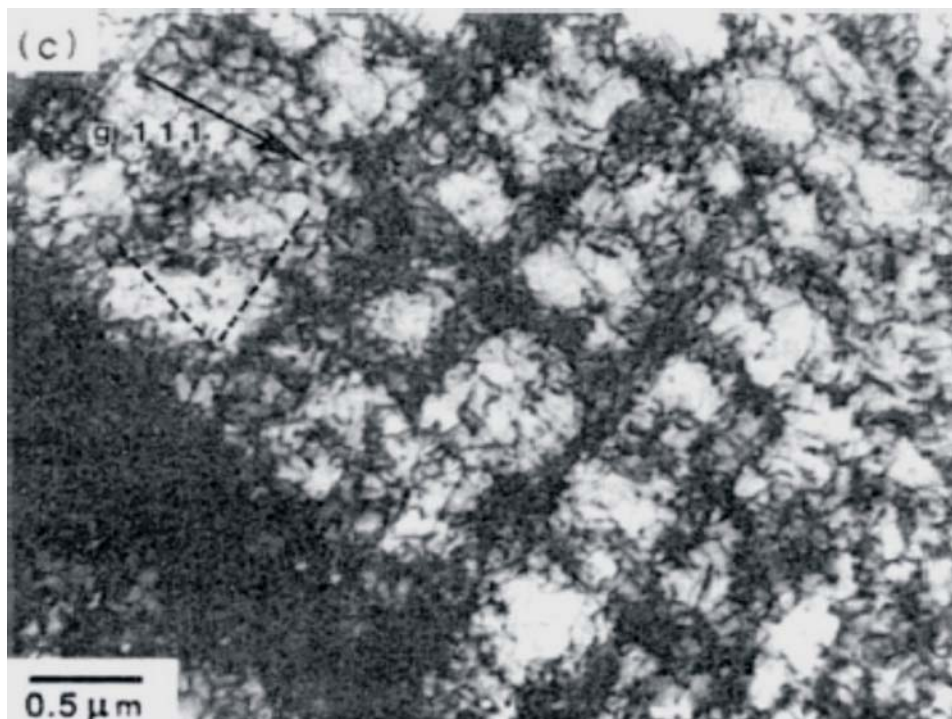


Rys. 12. Spiętrzenia dyslokacji w pobliżu granicy ziarna. Widoczne równoległe spiętrzenia dyslokacji o różnych znakach. Stal austenityczna 00H19N17, $\varepsilon^p = 0,01$ [17].

Pola naprężeń wywołane przez wspomniane pary dyslokacji pokrywają się zmniejszając wartość R (patrz wzór 5.1) do odległości pomiędzy ‘dipolami’ d , co znacznie redukuje energię układu w porównaniu do energii dwóch śpiętrzeń, z których jest zbudowany dipol [58]. Zatem, dla maty dipolowej wzór (5.1) można zmodyfikować w następujący sposób [57]:

$$U_{DM^*} = \frac{Gb^2}{4\pi(1-\nu)} \ln\left(\frac{d}{b}\right).$$

Dalszemu wzrostowi odkształcenia plastycznego materiału towarzyszy przekształcanie się mat dipolowych w tzw. sieć Taylora (*Taylor lattice*) (rys. 13). Struktura ta może być rozpatrywana jako układ regularnie rozmieszczonych warstw, z których każda jest matą dipolową [57]. Energia przypadająca na jednostkę długości linii dyslokacji w takim układzie jest mniejsza niż energia mat dipolowych. W tym układzie każda dyslokacja ma w swoim sąsiedztwie dwie dyslokacje o przeciwnym znaku, co prowadzi do zmniejszenia energii układu [57].



Rys. 13. Sieć Taylora. Stop Al.-Mg po walcowaniu na zimno 10% [59].

Zarówno maty dipolowe, jak i układ mat dipolowych zwany siecią Taylora, nie są układami mechanicznie stabilnymi, gdyż występują w nich jednoosiowe naprężenia równoległe do płaszczyzny poślizgu. Zatem wolna od naprężeń zewnętrznych sieć Taylora, podzieli się, na oddalone od siebie, równoległe wąskokątowe granice nachylenia (*tilt walls*) o różnych znakach [57]. Składają się one z dyslokacji krawędziowych o jednakowym wektorze Burgersa, leżących jedna nad drugą.

Kąt dezorientacji bloków materiału względem siebie wynosi $\beta = \frac{b}{h}$, gdzie: b – wartość wektora Burgersa, h - odległość między dyslokacjami. Dla takich samych odległości między dyslokacjami, energia przypadająca na jednostkę długości linii dyslokacji wąskokątowej granicy nachylenia, jest niższa niż dla maty dipolowej i wynosi [57]:

$$U_{TW^*} = \frac{Gb^2}{4\pi(1-\nu)} \ln\left(\frac{h}{b}\right) = \frac{Gb^2}{4\pi(1-\nu)} \ln\left(\frac{1}{\beta}\right).$$

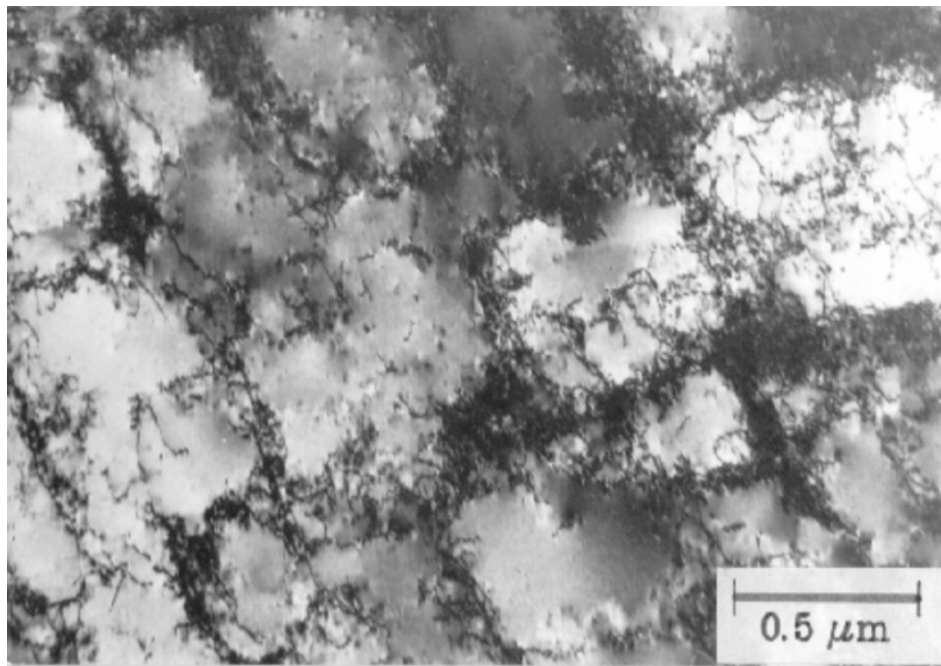
Jednakże, granice nachylenia o skończonej długości, jak wszystkie granice dyslokacyjne, dodatkowo generują naprężenia dalekiego zasięgu, zwane w literaturze anglojęzycznej *long-range internal stresses*, które stanowią dodatkowy wkład do energii układu [38, 57, 70, 71].

Dalszy wzrost odkształcenia sprzyja tworzeniu się w materiale ścian dipolowych (*dipolar walls*). Ściana dipolowa składa się z dwóch równoległych, wąskokątowych granic nachylenia, o podobnej długości, ale o przeciwnych znakach [57]. Zespół ścian dipolowych, zwany pasmami poślizgu (*deformation bands*), spotykamy w obszarach materiału, w których podczas deformacji dominuje tylko jeden system poślizgu [57].

Energia ściany dipolowej, zależy od stosunku odległości Δ między granicami nachylenia do odległości między dyslokacjami h tworzącymi te granice [57]. Minimalną energię mają ściany dipolowe, w których odległość Δ jest mniejsza, od h . Wtedy, energia przypadająca na jednostkę linii dyslokacji jest dla ściany dipolowej mniejsza, niż dla tworzących ją granic nachylenia i wynosi [57]:

$$U_{DW^*} = \frac{Gb^2}{4\pi(1-\nu)} \ln\left(\frac{\Delta}{b}\right).$$

Dyslokacyjna struktura komórkowa (*dislocation cell structure*) (rys. 14), jest trójwymiarowym układem, który składa się z obszarów prawie wolnych od dyslokacji, oddzielonych od siebie granicami dyslokacyjnymi, tzw. *incidental dislocation boundaries* IDB oraz okazjonalnie granicami ziaren [57, 44]. IDB powstają w wyniku wzajemnego blokowania się dyslokacji, a kąt dezorientacji sąsiednich komórek, oddzielonych granicą IDB jest niewielki i w zakresie odkształcenia do $\varepsilon^p = 1$ wynosi około $\theta = 1^\circ$ [44]. Struktura komórkowa, to układ dyslokacyjny o niskiej energii, który obserwuje się w zaawansowanych stadiach deformacji plastycznej.



Rys. 17. Struktura komórkowa. Stal austenityczna 00H19N17, $\varepsilon^p = 0,25$ [14].

Wraz ze wzrostem odkształcenia, ewolucja struktur komórkowych przebiega w taki sposób, że wielkość występujących w niej komórek zmniejsza się [57-61]. Tworzenie się struktur komórkowych jest bezpośrednio związane z możliwością występowania poślizgu poprzecznego dyslokacji, dlatego struktury te są bardzo

często obserwowane w materiałach charakteryzujących się wysoką energią błędu ułożenia, która sprawia, że poślizg poprzeczny zachodzi łatwo [64].

Wraz ze wzrostem odkształcenia, poza granicami dyslokacyjnymi IDB, powstają tzw. granice geometrycznie niezbędne (*geometrically necessary boundaries* GNB) (patrz rys. 4) [44]. Tworzą się one w wyniku gradientu odkształcenia, i mają na celu akomodację towarzyszącej mu rotacji sieci krystalicznej [44]. Granice dyslokacyjne GNB, dzielą poszczególne ziarna na bloki tzw. *cell blocks*. Kąt dezorientacji obszarów oddzielonych przez GNB dla odkształceń $\varepsilon^p \geq 1$ wynosi zwykle od kilku do kilkunastu stopni [44]. Energia przypadająca na jednostkę długości linii dyslokacji tworzących GNB jest niższa niż energia przypadająca na jednostkę długości linii dyslokacji tworzących IGB [44].

Niniejsza rozprawa dotyczy początkowego stadium deformacji plastycznej, dlatego analiza dotyczyć będzie układów dyslokacyjnych występujących w tym stadium.

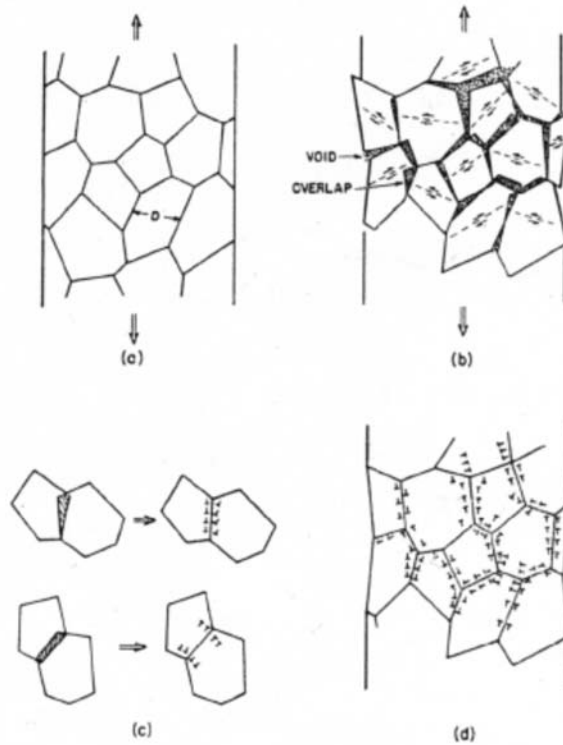
5.3. Rola dyslokacji geometrycznie niezbędnych w procesie deformacji

Odkształcenie plastyczne przez poślizg, jest procesem niejednorodnym w skali mikroskopowej, ze względu na zlokalizowany charakter tego zjawiska. Jednak w skali mezo, czyli większej niż skala pojedynczych poślizgów, odpowiednio zorientowany i obciążony monokryształ, można uznać za materiał odkształcający się w sposób jednorodny [72]. Podczas odkształcania monokryształu, jego umocnienie następuje poprzez wzajemne blokowanie się dyslokacji (*trapping*), poruszających się w różnych, przecinających się płaszczyznach poślizgu, a dyslokacje zmagazynowane w ten sposób, nazywa się dyslokacjami statystycznie zmagazynowanymi (*statistically-stored dislocations*) [72]. Zatem gęstość dyslokacji statystycznie zmagazynowanych ρ_s , zależy nie tylko od stopnia odkształcenia i temperatury deformowanego materiału, ale także od jego struktury krystalograficznej i energii błędu ułożenia [72].

Jednak większość materiałów poddanych obciążeniu, odkształca się w sposób niejednorodny. Dotyczy to zarówno przypadkowo zorientowanych

monokryształów [71], jak i jedno- i wielofazowych materiałów polikrystalicznych [72]. Ashby zdefiniował materiały plastycznie niejednorodne jako te, w których gradient deformacji plastycznej jest wywołany ich mikrostrukturą [72].

Podczas odkształcania materiału plastycznie niejednorodnego, występujący gradient deformacji powoduje powstawanie naprężeń wewnętrznych dalekiego zasięgu tzw. (*long-range internal stresses*) [44, 70-72]. Powstają one na przykład, pomiędzy sąsiednimi, różnie zorientowanymi ziarnami w polikryształe, na granicy międzyfazowej, a także pomiędzy dwoma obszarami różniącymi się gęstością dyslokacji zarówno w monokryształe, jak i w polikryształe. Są to naprężenia dalekiego zasięgu. Ich akomodacja następuje poprzez generowanie tzw. dyslokacji geometrycznie niezbędnych (*geometrically-necessary dislocations*) [72]. Ashby zdefiniował je jako „układ, który zapewnia kompatybilność odkształceń pomiędzy obszarami materiału plastycznie niejednorodnego, przy czym naprężenia odpowiadające temu układowi nigdzie nie mogą przekraczać lokalnego naprężenia płynięcia” [72]. Istotę powstawania dyslokacji geometrycznie niezbędnych przedstawiono na rysunku 15 [72]. Przykładem odkształcenia niejednorodnego w skali mezo, jest odkształcenie polikryształu. W początkowej fazie deformacji plastycznej poszczególne ziarna odkształcają się w sposób jednorodny i najczęściej dominuje w nich jeden system poślizgu [44, 72, 73].

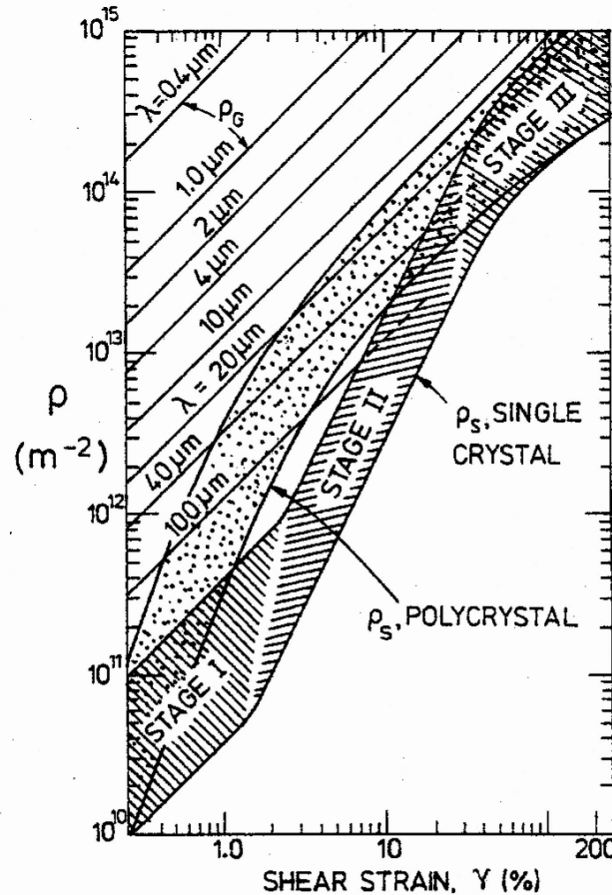


Rys. 15. Schemat przedstawiający istotę powstawania dyslokacji geometrycznie niezbędnych [72].

Wraz ze wzrostem odkształcenia, wzrasta niedopasowanie w obrębie granic poszczególnych ziaren, które powoduje powstanie naprężeń, a ich akomodacja następuje poprzez generowanie dyslokacji geometrycznie niezbędnych [44, 72, 73]. Największe niedopasowanie występuje w obrębie granic ziaren, dlatego w strefie tej znacznie wzrasta gęstość dyslokacji, w porównaniu do gęstości dyslokacji w ich wnętrzu [73], co powoduje powstawanie dodatkowych naprężeń dalekiego zasięgu [38, 70-72]. Zatem gęstość dyslokacji geometrycznie niezbędnych ρ_G , jest charakterystyczna dla danej mikrostruktury, i zależy głównie od wielkości i wzajemnego rozmieszczenia ziaren i faz w materiale [72].

Podczas odkształcenia polikryształu, wpływ dyslokacji geometrycznie niezbędnych na proces magazynowania energii jest istotny zwłaszcza w początkowym etapie deformacji [72]. Na rysunku 16 przedstawiono zależność gęstości dyslokacji statystycznie zmagazynowanych w funkcji odkształcenia, wyznaczoną eksperymentalnie przez Basinskiego dla monokryształu miedzi [74]. Na tym rysunku zaznaczono również wyniki oszacowania gęstości dyslokacji

geometrycznie niezbędnych, dokonanego przez Ashby'ego, w zależności od wymiaru charakterystycznego (np. wielkość ziarna w polikryształe, odległości między cząstkami w materiałach kompozytowych, itp.).



Rys. 16. Gęstość dyslokacji geometrycznie niezbędnych ρ_G i statystycznie zmagazynowanych ρ_S w zależności od wymiaru charakterystycznego (np. wielkości ziarna) w funkcji odkształcenia [72].

Poza oczywistym wkładem dyslokacji geometrycznie niezbędnych do energii zmagazynowanej w materiale, mogą one również stanowić przeszkody, które powodują dodatkową akumulację dyslokacji statystycznie zmagazynowanych, poruszających się w dominującym systemie poślizgu [72, 75].

Jednym z aspektów niniejszej rozprawy jest zbadanie, czy genezą maksimum zdolności magazynowania energii, występującego w początkowym stadium deformacji plastycznej materiałów polikrystalicznych jest pole naprężeń powstałych w wyniku niekompatybilnych odkształceń sąsiadujących ze sobą

ziaren. Ponieważ akomodacja tych naprężeń następuje poprzez generowanie dyslokacji geometrycznie niezbędnych, może się to przejawiać we wzroście zdolności magazynowania energii.

6. Metodyka badań

Trzon niniejszej pracy stanowi wyznaczenie energii zmagazynowanej w próbkach poddanych wstępnemu odkształceniu plastycznemu oraz mikrostrukturalna analiza uzyskanych wyników. Zarówno metoda stosowana do wyznaczenia bilansu energii, jak i konieczność przeprowadzenia badań mikroskopowych, miały istotny wpływ na wybór materiału.

6.1. Wybór materiału

Główny wpływ na wybór materiału do badań, miały ograniczenia związane ze stosowaną metodą wyznaczania energii zmagazynowanej.

Powinien to być materiał, w którym podczas deformacji nie zachodzą przemiany fazowe. W przeciwnym wypadku wyznaczenie energii zmagazynowanej metodą jednostopniową jest bardzo trudne. Właściwie dobrany materiał, powinien odkształcać się w sposób jednorodny w skali makroskopowej, gdyż symulacja nagrzewania się próbki podczas lokalizacji odkształcenia plastycznego jest praktycznie niemożliwa (patrz 4.2.2.). Zatem nie może to być materiał, w którym występuje, na przykład, front Lüdersa.

Wybrany materiał powinien odznaczać się stosunkowo niską przewodnością elektryczną, a więc i niską przewodnością cieplną. Wynika to ze sposobu wyznaczania energii dyssypowanej w postaci ciepła w procesie deformacji. Ciepło, wyznaczano symulując proces nagrzewania się próbki podczas odkształcenia, poprzez dostarczenie do niej w sposób kontrolowany energii elektrycznej. Aby wyniki uzyskane podczas symulacji można było uznać za wiarygodne, kontakty elektryczne muszą charakteryzować się znacznie mniejszym oporem elektrycznym, niż robocza część próbki. Zatem badany materiał powinien mieć stosunkowo dużą oporność właściwą.

Istotną część niniejszej pracy stanowi zbadanie mikrostrukturalnego aspektu procesu magazynowania energii podczas zmiany ścieżki odkształcenia, dlatego istnieją także wymagania dotyczące wyboru materiału, związane z przygotowaniem próbek do badań mikroskopowych. Prowadzono głównie

obserwacje mikrostruktury materiału odkształconego, czyli materiału charakteryzującego się dużą gęstością dyslokacji. Zatem istotne było, aby ów materiał odznaczał się stosunkową małą zdolnością zdrowienia, aby podczas przygotowywania preparatów, możliwie niewielka ilość dyslokacji ulegała anihilacji.

Uwzględniając przedstawione ograniczenia i wymagania dotyczące badanego materiału, wybrano stal o symbolu 316L. Jest to stal austenityczna o podwyższonej zawartości Mn i Cr (tabela 1) i właściwościach fizycznych podanych w tabeli 2. Materiał ten, spełnia zarówno wymagania wynikające ze stosowanej metody wyznaczania energii zmagazynowanej, jak i dotyczące badań mikrostruktury.

Tabela 1. Skład chemiczny badanej stali 316L (reszta Fe).

składnik	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N	Co	Cu
udział [% wag.]	0,02	0,62	0,83	0,025	0,006	17,7	11,3	2,06	0,037	0,13	0,28

Tabela 2. Wybrane podstawowe właściwości fizyczne stali 316L.

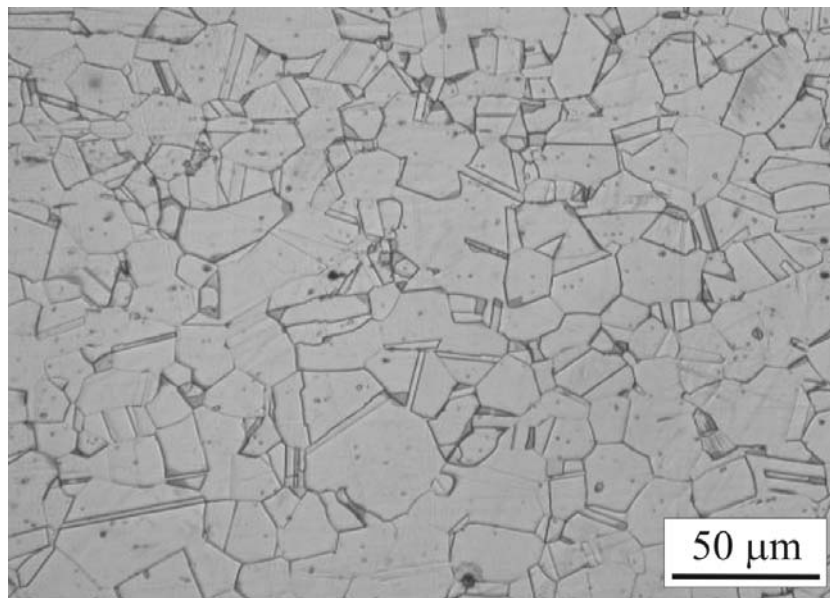
gęstość ρ , [g/cm ³]	ciepło właściwe c_p ,	wsp. przewodzenia ciepła λ ,	wsp. rozszerzalności liniowej α ,
7,9	500	14,65	0,000165

6.2. Przygotowanie próbek

Materiałem wyjściowym do wykonania próbek była stal austenityczna 316L w postaci blach o grubości 1,5 mm. Została ona poddana przesycaniu poprzez wygrzanie w temperaturze 1100 °C przez 1 godzinę, a następnie szybkie ochłodzenie w oleju. W rezultacie otrzymano materiał o średniej wielkości ziarna 35 μm (rys. 17).

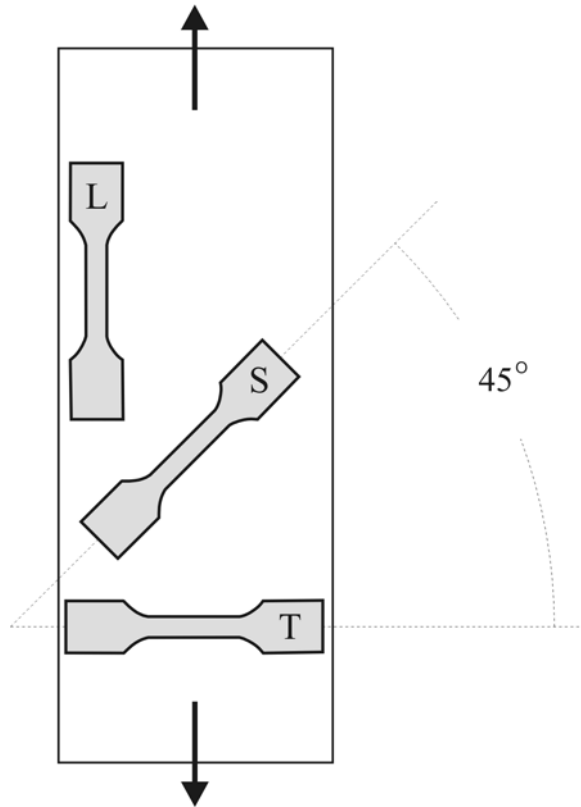
Następnie z tak przygotowanej blachy, wycięto „duże” próbki o wymiarach (410×105×1,5) mm³, które odkształcono w procesie jednoosiowego rozciągania

do wartości odkształcenia plastycznego $\varepsilon^p = 0,068$, ze stałą prędkością przesuwu szczęk 10 mm/min. Podczas rozciągania, za pomocą kamery termowizyjnej mierzono rozkład temperatury na powierzchni próbek. Na podstawie tych pomiarów stwierdzono, że w zadanym zakresie deformacji, rozkład temperatury był jednorodny, co świadczy o makroskopowej jednorodności odkształcenia materiału.

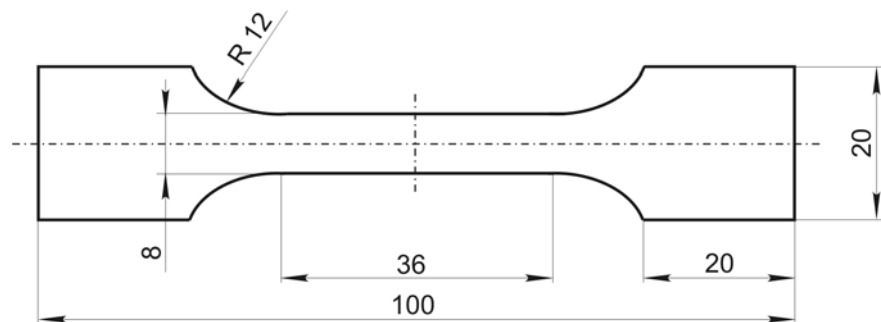


Rys. 17. Stan wyjściowy badanej stali.

Z tak przygotowanych „dużych” próbek, wycięto metodą elektroerozyjną, trzy rodzaje „małych” próbek, jak na rysunku 18. Próbki wycięte zgodnie, pod kątem 45 stopni i prostopadle względem kierunku wstępnego odkształcenia, nazwano odpowiednio **L**, **S** i **T**. Zatem, w kolejnym etapie eksperymentu, próbki oznaczone jako **L** rozciągano zgodnie z kierunkiem wstępnego odkształcenia, a próbki **S** i **T** - odpowiednio pod kątem 45 stopni i prostopadle do kierunku wstępnego rozciągania. W ten sposób uzyskano trzy rodziny próbek, różniące się kierunkiem wstępnego odkształcenia. Dodatkowo, wykonano próbki odniesienia **0** z materiału w stanie nieodkształconym. Kształt i wymiary próbek (rys. 19), zostały dobrane tak, aby spełniały wymagania stawiane przez próbę rozciągania, oraz warunki wynikające ze stosowanej metody pomiaru temperatury.



Rys. 18. Rysunek schematyczny przedstawiający sposób wycinania próbek.



Rys. 19. Kształt i wymiary próbek, dla których wyznaczano energię zmagazynowaną.

6.3. Wyznaczenie energii zmagazynowanej podczas rozciągania

Wszystkie przygotowane rodzaje próbek poddano jednoosiowemu rozciąganiu, podczas którego wyznaczano energię zmagazynowaną. Próbę jednoosiowego rozciągania, przeprowadzono na maszynie wytrzymałościowej

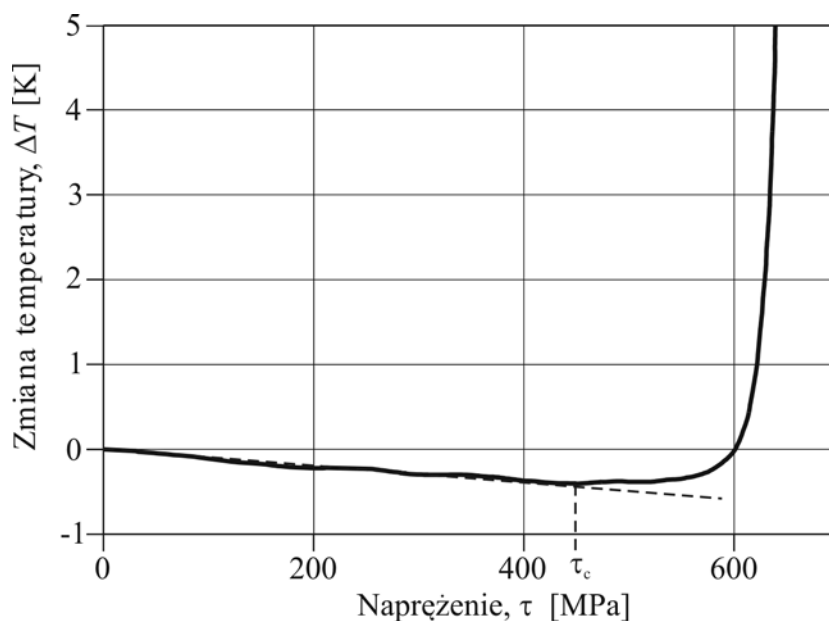
MTS 860, ze stałą prędkością przesuwu szczęk 10 mm/min, co odpowiadało średniej prędkości odkształcenia $\dot{\epsilon} = 6,66 \times 10^{-3} s^{-1}$. Została ona dobrana tak, aby przyrost mocy promieniowania emitowanego przez próbkę podczas deformacji, był wystarczający do pomiaru temperatury na podstawie detekcji tego promieniowania.

Powierzchnie próbek, podobnie jak w przypadku wstępnego odkształcenia, zostały pokryte sadzą, w celu zapewnienia jednorodnej, znanej emisyjności (emisyjność sadzy $\chi = 0,95$). Następnie za pomocą kamery termowizyjnej AGA 680, rejestrowano rozkłady temperatury na powierzchni próbek w funkcji czasu. Częstości rejestracji obrazów termicznych oraz rejestracji siły i wydłużenia były jednakowe i wynosiły 10 Hz.

Dla wszystkich rodzajów próbek uzyskano zależności: obciążenia, przemieszczenia oraz zmiany temperatury od czasu rozciągania.

Następnie z zależności siła-wydłużenie, przy założeniu, że właściwości sprężyste materiału wraz ze wzrostem odkształcenia nie ulegają zmianie, wyznaczano pracę odkształcenia plastycznego w_p (patrz par. 4.2.1.).

Przy wyznaczaniu pracy odkształcenia plastycznego, bardzo istotne jest wyznaczenie granicy plastyczności. Jednoznaczne określenie punktu, w którym zaczyna się odkształcenia plastyczne może stanowić trudność, zwłaszcza dla materiału nie posiadającego wyraźnej granicy plastyczności. W niniejszej pracy początek odkształcenia plastycznego, wyznaczano na podstawie zależności zmiany temperatury powierzchni próbki od naprężenia (rys. 20).

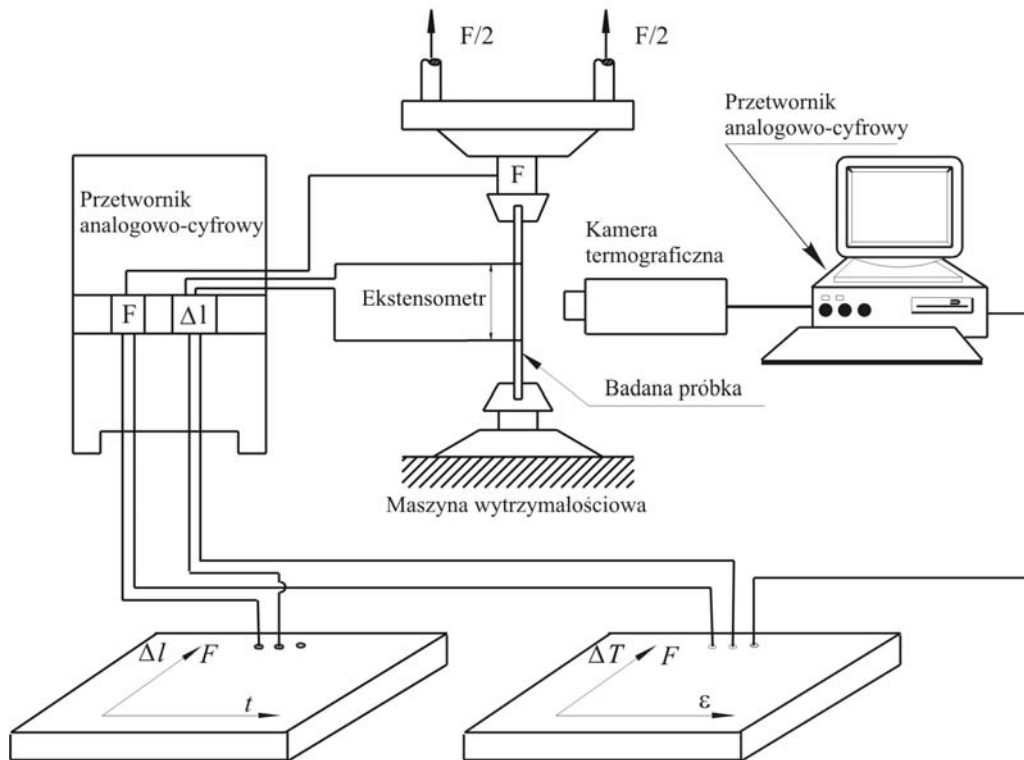


Rys. 20. Sposób wyznaczania granicy plastyczności τ_c .

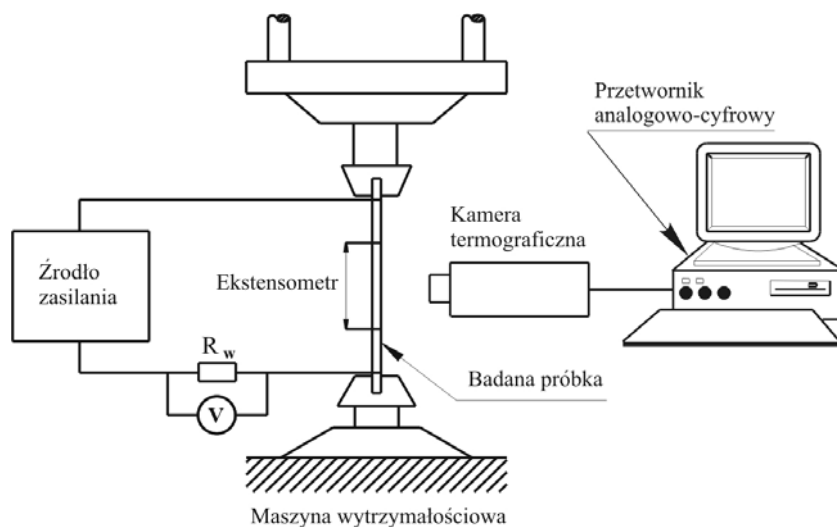
Na skutek efektu piezokalorycznego, w zakresie odkształcenia sprężystego materiału o dodatnim współczynniku rozszerzalności cieplnej, obserwuje się obniżenie temperatury próbki. Pojawienie się odkształcenia plastycznego jest równoznaczne z pojawieniem się procesów dyssypacyjnych wywołujących nagły wzrost temperatury próbki. W przypadku liniowej sprężystości, zależność zmiany temperatury próbki od naprężenia jest liniowa [76]. W niniejszej pracy za początek odkształcenia plastycznego przyjmowano minimalną wartość naprężenia, dla której zależność $\Delta T(\tau)$ odbiega od linii prostej (patrz rys. 20).

Mając wyznaczoną doświadczalnie zależność zmiany temperatury powierzchni próbki od czasu rozciągania, energię rozproszoną w postaci ciepła otrzymano symulując proces nagrzewania się próbki, przez dostarczenie do niej w sposób kontrolowany energii elektrycznej. Energię dostarczano tak, aby narastanie temperatury w czasie podczas symulacji przebiegało dokładnie tak samo, jak podczas rozciągania (patrz par. 4.2.2.). Jest to dosyć łatwe do spełnienia w początkowym etapie odkształcenia, gdy w dowolnej chwili t , powierzchnia roboczej części próbki jest izotermiczna, czyli materiał pozostaje w zakresie deformacji makroskopowo jednorodnej. Uzyskanie podczas symulacji zmian rozkładu temperatury dla etapów odkształcenia, w których mamy do

czynienia z deformacją niejednorodną w skali makroskopowej, jest trudne ze względów technicznych i dlatego ograniczono się do deformacji makroskopowo jednorodnej. Schematy układów pomiarowych zastosowanych do wyznaczania energii zmagazynowanej podczas jednoosiowego rozciągania przedstawiono na rysunkach 21 i 22.

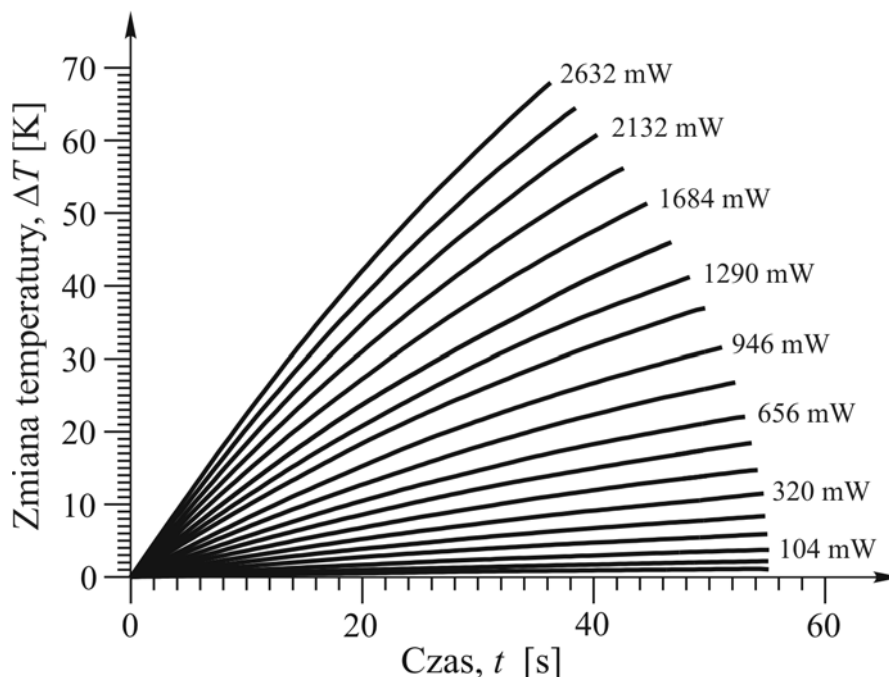


Rys. 21. Schemat układu pomiarowego do wyznaczania charakterystyk termomechanicznych [17].



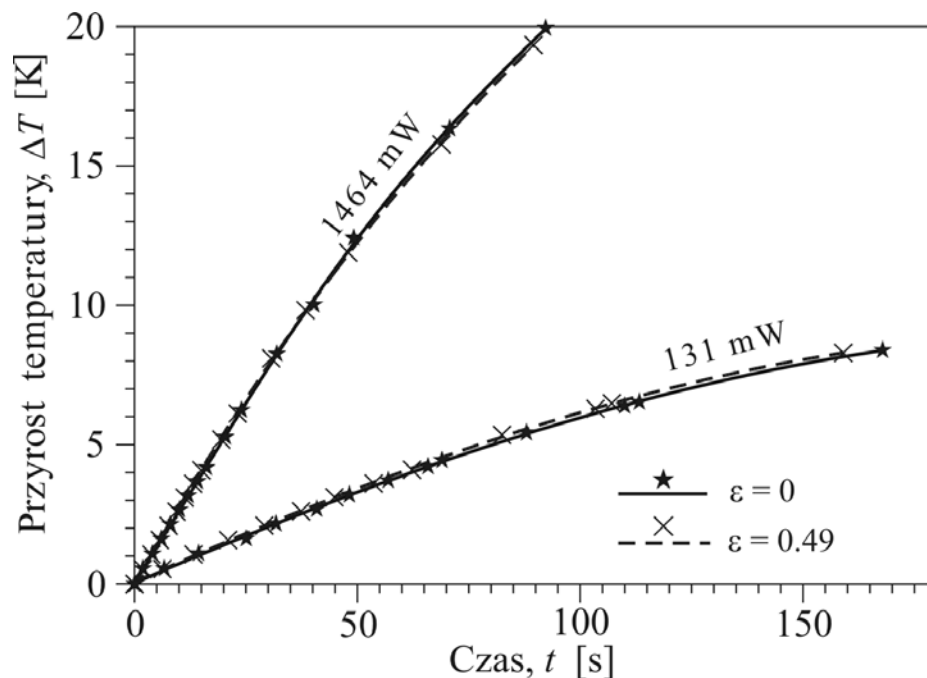
Rys. 22. Schemat układu pomiarowego do symulacji procesu nagrzewania się próbki [17].

Wraz ze wzrostem odkształcenia wzrasta także moc źródeł ciepła w materiale. Dlatego podczas symulacji procesu nagrzewania się próbki, wymagane jest zwiększanie w czasie natężenia płynącego przez nią prądu elektrycznego. Założono, że w kilkusekundowych przedziałach czasu, moc źródeł ciepła, działających w deformowanej próbce jest stała. Następnie, za pomocą kamery termowizyjnej rejestrowano narastanie temperatury próbki w funkcji czasu, dla różnych, stałych wartości natężenia prądu elektrycznego, którym odpowiadały określone wartości mocy elektrycznej. W ten sposób otrzymano rodzinę krzywych kalibracji, w których parametrem jest moc prądu elektrycznego (rys. 23). Wartość mocy, dostarczonej do roboczej części próbki, wyznaczono na podstawie pomiaru natężenia prądu I płynącego przez próbkę i oporu elektrycznego R jej części roboczej (patrz wzór 4.11). Następnie kolejnym fragmentom krzywej narastania temperatury w czasie podczas rozciągania, przyporządkowano odpowiednie fragmenty krzywych kalibracji. Znając wartość mocy w kolejnych przedziałach czasu, można dla dowolnego punktu procesu obliczyć ciepło, które jest przekazywane przez próbkę do otoczenia, po osiągnięciu przez nią temperatury odniesienia.



Rys. 23. Zależność zmiany temperatury próbki od czasu nagrzewania, dla różnych wartości mocy (krzywe kalibracji).

Procesowi deformacji towarzyszy ewolucja mikrostruktury, zaś symulację prowadzono na próbce nieodkształconej, czyli mikrostruktura materiału, przez który przepuszczano prąd elektryczny nie zmieniała się. Istnieje możliwość, że na uzyskane wyniki ma wpływ zależność ciepła właściwego od mikrostruktury. W pracy dotyczącej podobnego zagadnienia [17], przeprowadzono prosty eksperyment, pozwalający określić wpływ mikrostruktury, na wartość ciepła właściwego. Przez dwie próbki, odkształconą ($\varepsilon^p = 0,49$) i nieodkształconą ($\varepsilon^p = 0$), wykonane ze stali austenitycznej, przepuszczono prąd elektryczny o natężeniu odpowiadającym jednakowej wartości mocy elektrycznej. Próbę przeprowadzono dla dwóch różnych wartości mocy, odpowiadających jej minimalnej i maksymalnej wartości dla badanego zakresu odkształcenia. Uzyskane wyniki przedstawiono na rysunku 24. Wynika z nich, że wpływ mikrostruktury na zmianę ciepła właściwego, w badanym zakresie odkształcenia dla stali 316L, jest pomijalnie mały. Zatem prowadzenie symulacji na próbkach nieodkształconych nie wpływa na uzyskane wyniki.



Rys. 24. Wykres przedstawiający wpływ mikrostruktury na zmianę ciepła właściwego [17].

Przedstawiona metoda pozwala wyznaczyć energię zmagazynowaną bez przerywania procesu deformacji i bez użycia kalorymetru.

6.4. Badania mikroskopowe

Istotną część niniejszej pracy stanowi analiza mikrostruktury, mająca na celu identyfikację mechanizmów mikroskopowych odpowiedzialnych za proces magazynowania energii zarówno podczas monotonicznego rozciągania jak i przy zmianie ścieżki odkształcenia. Badania mikroskopowe, wykonano przy użyciu mikroskopu optycznego pracującego w kontraście interferencyjnym (kontraście Nomarskiego) oraz transmisyjnego mikroskopu elektronowego (TEM).

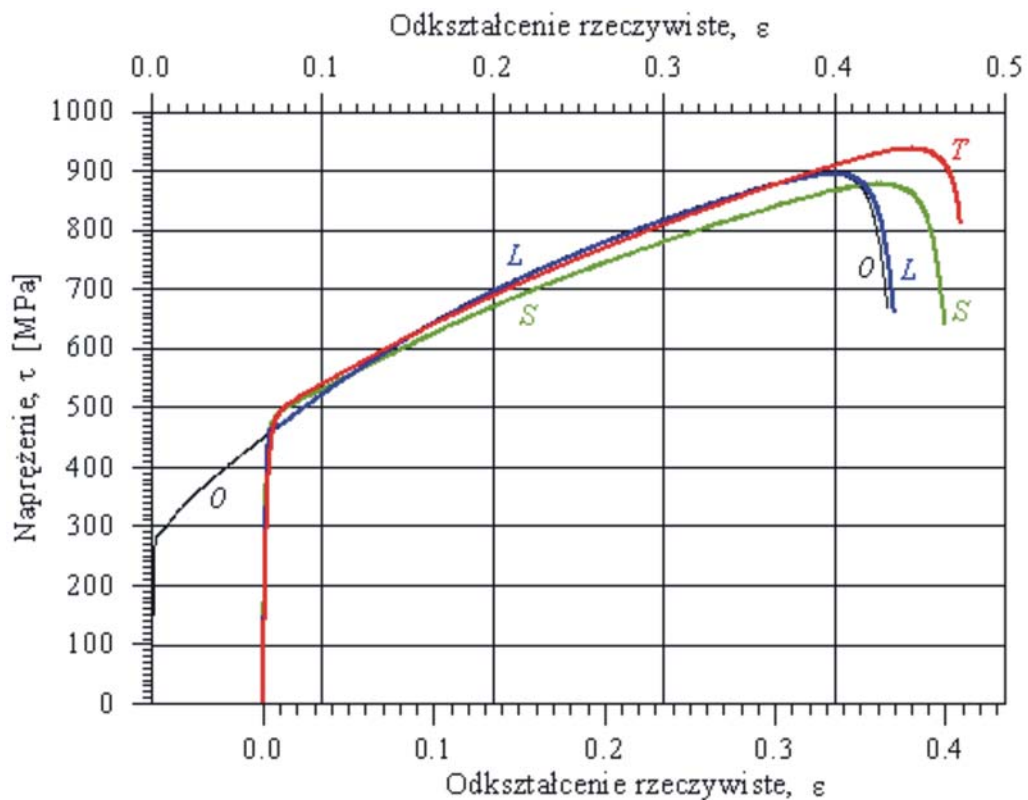
Obserwacje prowadzone na mikroskopie optycznym miały na celu zbadanie wpływu kierunku wstępnego odkształcenia na ewolucję zjawiska poślizgu. W tym celu odkształcone wstępnie próbki *L*, *T* i *S*, wypolerowano elektrochemicznie do uzyskania wolnej od naprężeń powierzchni lustrzanej, a następnie odkształcono je do niewielkiej wartości odkształcenia plastycznego $\varepsilon^p = 0,005$. Powierzchnie tak przygotowanych próbek obserwowano na mikroskopie optycznym w warunkach kontrastu Nomarskiego. Zastosowane powiększenia (do 600 x), pozwoliły na zbadanie ewolucji zjawiska poślizgu w mezo skali. Istotną zaletą badania wstępnie odkształconych, wypolerowanych i powtórnie odkształconych próbek jest możliwość obserwacji efektów powstałych podczas ostatniego etapu odkształcenia.

Celem badań prowadzonych przy użyciu transmisyjnego mikroskopu elektronowego było zbadanie ewolucji struktur dyslokacyjnych podczas zmiany ścieżki odkształcenia. Cienki folie, przeznaczone do badań na transmisyjnym mikroskopie elektronowym, wykonano z tych samych próbek, które badano na mikroskopie optycznym. Badania TEM przeprowadzono na mikroskopie Philips EM 300, będącym na wyposażeniu Wydziału Inżynierii Materiałowej Politechniki Warszawskiej.

7. Wyniki badań

7.1. Wyniki pomiarów wielkości mechanicznych i temperatury opisujących proces jednoosiowego rozciągania

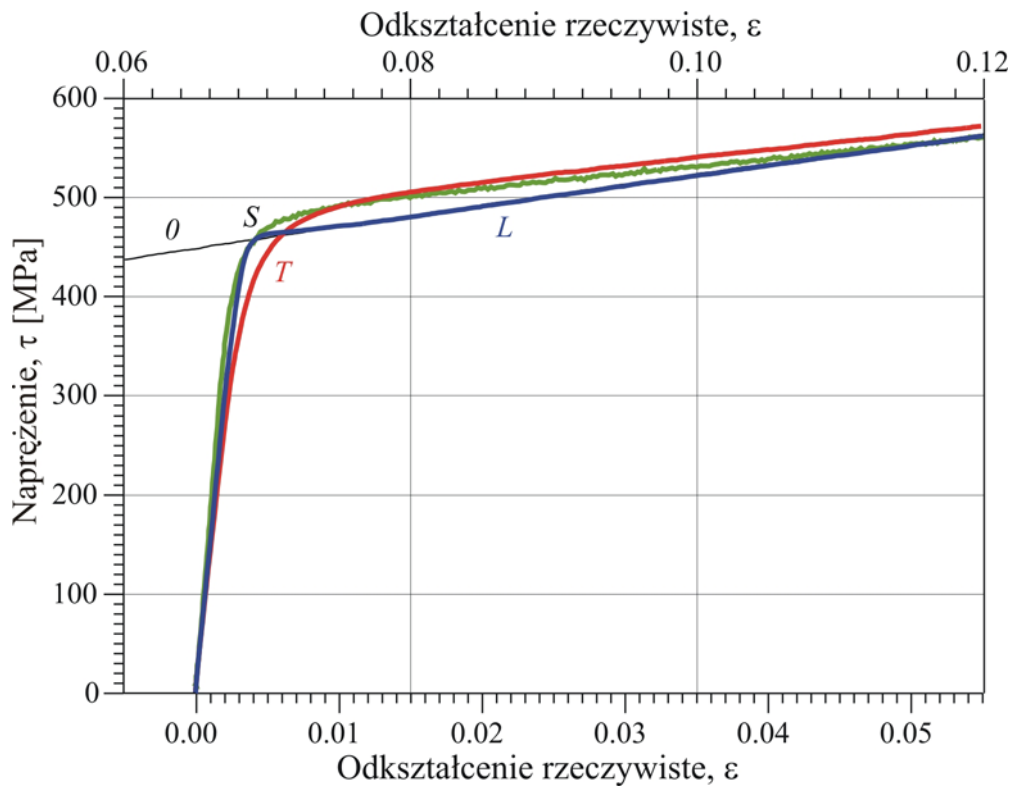
Metoda wyznaczania bilansu energii podczas odkształcenia plastycznego stosowana w niniejszej pracy wymaga wyznaczenia zależności: obciążenia, przemieszczenia i temperatury powierzchni próbki od czasu rozciągania oraz wykonania symulacji procesu jej nagrzewania się (patrz par. 6.3). Rysunek 25 przedstawia krzywe rozciągania dla próbek różniących się kierunkiem wstępnego odkształcenia L , S i T (patrz par. 6.2). Dla porównania, na rysunku umieszczono także tego typu krzywą uzyskaną dla materiału w stanie odniesienia (krzywa θ). Krzywe dla próbek wstępnie odkształconych przesunięto względem krzywej materiału odniesienia o wartość tego odkształcenia ($\varepsilon^p = 0,068$). Na wykresie przedstawiono uśrednione wyniki uzyskane dla 6 próbek każdej grupy.



Rys. 25. Zależności naprężenie-odkształcenie dla próbek odniesienia θ , oraz próbek różniących się kierunkiem wstępnego odkształcenia.

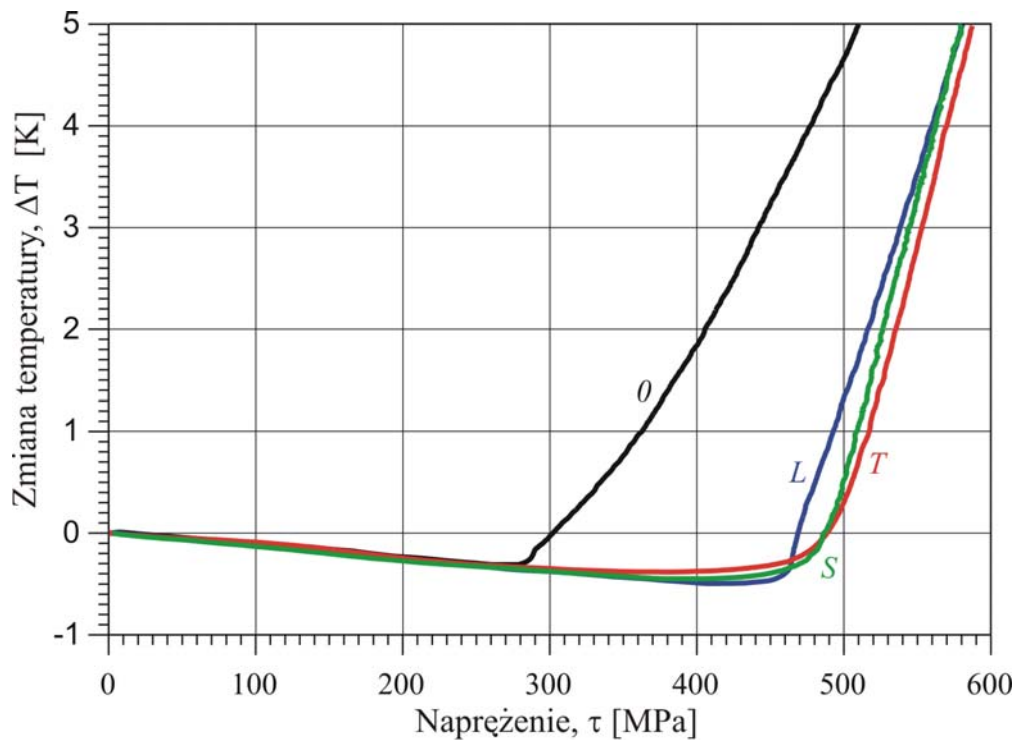
Otrzymane wyniki pokazują wpływ kierunku wstępnego rozciągania na wartość odkształcenia odpowiadającą zerwaniu próbki oraz wytrzymałość na rozciąganie R_m . Próbki, dla których zmieniono kierunek rozciągania (T i S) wykazywały wzrost (około 10 %) wartości odkształcenia odpowiadającego zerwaniu, w porównaniu z próbkami rozciąganyymi w tym samym kierunku. Jednocześnie, wytrzymałość na rozciąganie próbek T wzrosła o około 5%, podczas gdy dla próbek S nieznacznie zmalała, względem próbek L . Warto zauważyć, że po uwzględnieniu odkształcenia wstępnego, próbki L i θ zrywały się przy jednakowych wartościach odkształcenia.

Na rysunku 26, pokazano te same krzywe rozciągania dla zakresu odkształcenia, w którym wyznaczano energię zmagazynowaną. Próbki L , charakteryzują się najwyższą granicą plastyczności (w przybliżeniu równą naprężeniu płynięcia próbki odniesienia dla odkształcenia równego odkształceniu wstępnemu $\varepsilon^p = 0,068$). Dla próbek S i T obserwuje się wyraźne obniżenie granicy plastyczności.



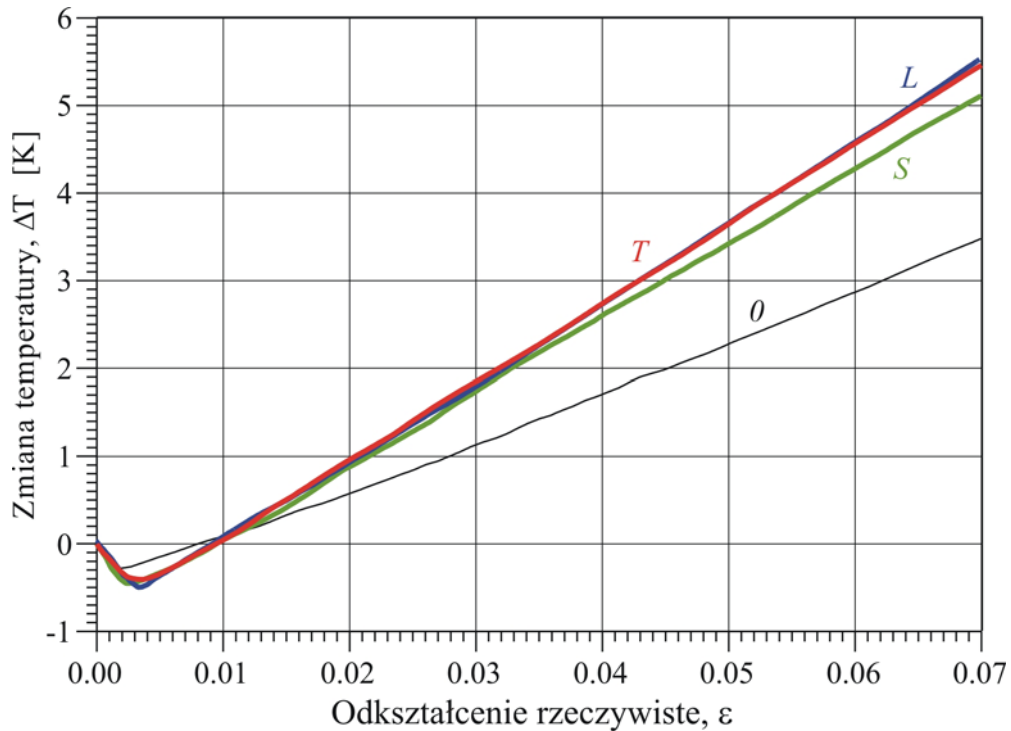
Rys. 26. Krzywe mechaniczne dla zakresu odkształcenia, w którym wyznaczano energię zmagazynowaną.

Na rysunku 27 przedstawiono zależności zmiany temperatury powierzchni próbek podczas rozciągania od naprężenia Kirchhoffa dla początkowego etapu odkształcenia. Widoczne na rysunku obniżenie temperatury, związane z efektem piezokalorycznym, zostało wykorzystane do wyznaczenia początku odkształcenia plastycznego (patrz par. 6.3).



Rys. 27. Zmiana temperatury w funkcji naprężenia dla początkowego etapu rozciągania.

Rysunek 28 przedstawia zależność zmiany temperatury próbek w funkcji odkształcenia rzeczywistego (odkształcenie rzeczywiste $\varepsilon = \ln \frac{l}{l_0}$, gdzie l_0 i l to odpowiednio początkowa i bieżąca długość roboczej części próbki), w zakresie, w którym wyznaczano energię zmagazynowaną. Szybszy wzrost temperatury podczas rozciągania próbek poddanych wstępnemu odkształceniu świadczy o większym udziale mechanizmów odpowiedzialnych za dyssypację energii, niż w przypadku próbek odniesienia.



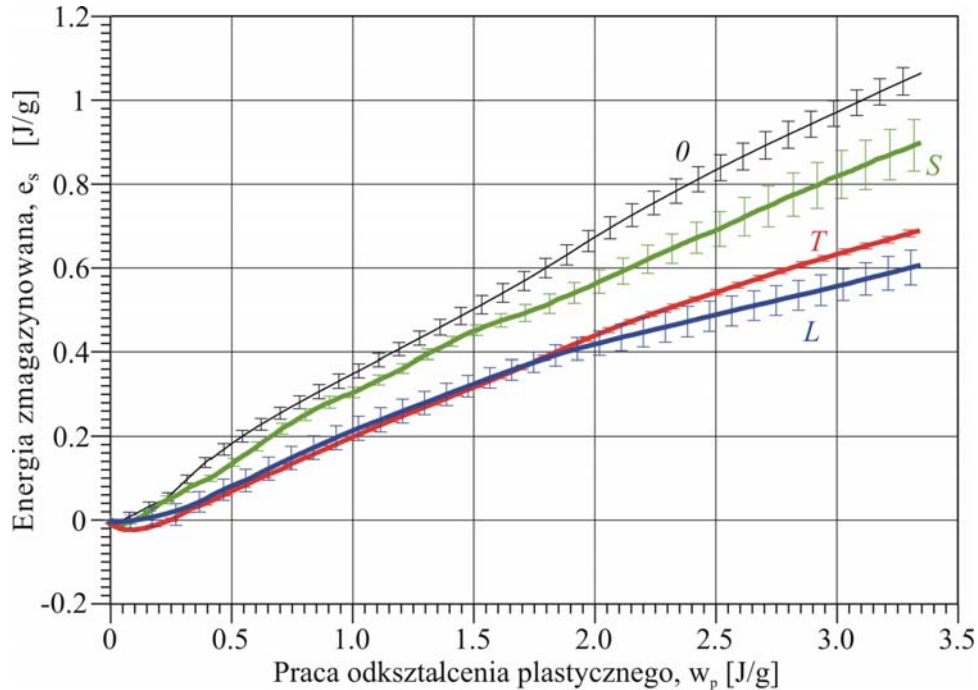
Rys. 28. Zależność zmiany temperatury od odkształcenia rzeczywistego dla próbek L , S , T oraz próbek odniesienia 0 .

7.2. Wyznaczenie zdolności magazynowania energii jako funkcji odkształcenia plastycznego

Energię dyssypowaną w postaci ciepła wyznaczono symulując proces nagrzewania się próbki podczas rozciągania, dostarczając do niej energii elektrycznej (patrz par. 6.3).

Energię zmagazynowaną, wyznaczaną jako różnicę między energią zużytą na odkształcenie plastyczne i energią rozpraszaną w postaci ciepła, przedstawiono na rysunku 29 w funkcji pracy odkształcenia plastycznego. Wartości tej energii są niższe dla próbek poddanych wstępnemu odkształceniu. Na uwagę zasługuje fakt, że dla próbek, których kierunek rozciągania różnił się od kierunku odkształcenia wstępnego, tuż po przekroczeniu granicy plastyczności, otrzymano ujemne wartości energii zmagazynowanej, co jest równoznaczne z wydzielaniem się energii zmagazynowanej podczas odkształcenia wstępnego. Najniższe ujemne wartości energii zmagazynowanej

zanotowano dla próbek T , rozciąganych prostopadle do kierunku wstępnego odkształcenia.



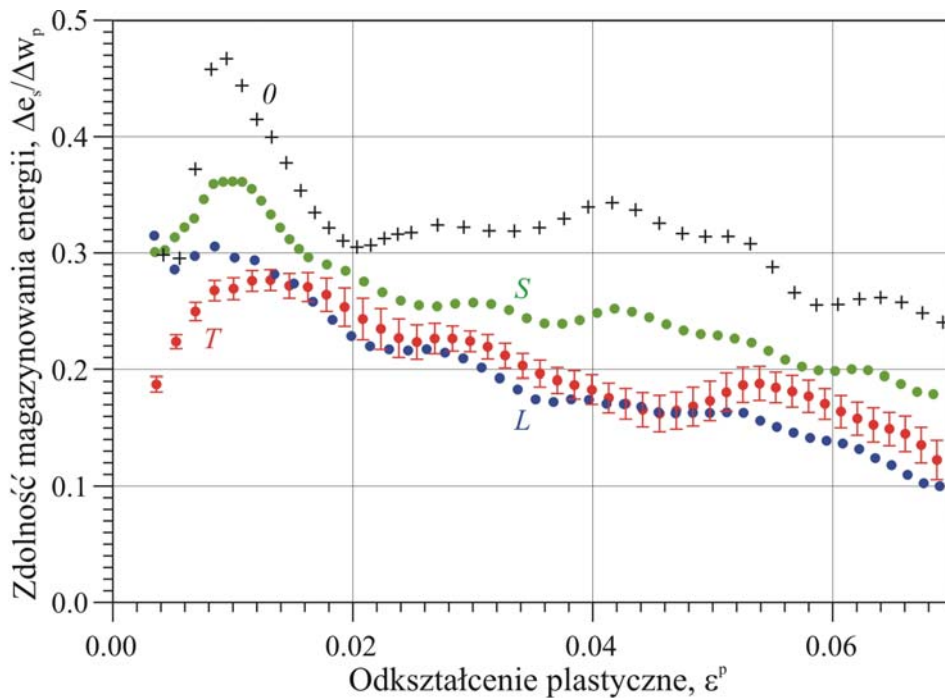
Rys. 29. Zależność energii zgmagazynowanej od pracy odkształcenia plastycznego. Zaznaczono średnie odchylenie kwadratowe.

Przypuszcza się, że wydzielanie energii jest spowodowane anihilacją pewnej liczby dyslokacji, w wyniku oddziaływania z dyslokacjami powstałymi po zmianie ścieżki odkształcenia. Podobne wyniki otrzymano dla próbek wstępnie rozciąganych, a następnie ściskanych [2]. Wynik ten zinterpretowano jako energetyczną manifestację efektu Bauschingera.

Na podstawie zależności $e_s(w_p)$, wyznaczono zdolność magazynowania energii $\Delta e_s / \Delta w_p$. Na rysunku 30, przedstawiono zdolność magazynowania energii w funkcji odkształcenia plastycznego ε^p dla wszystkich rodzajów próbek. Z opublikowanych prac różnych autorów [3, 4, 5] wynika, że zdolność magazynowania energii podczas deformacji materiału w stanie wyżarzonym, w początkowym etapie odkształcenia osiąga maksimum, a następnie spada wraz z jego wzrostem. Wyniki uzyskane dla próbki θ są zgodne z prezentowanymi w literaturze. Początkowy wzrost zdolności magazynowania energii można tłumaczyć powstawaniem struktur dyslokacyjnych o wysokiej energii (np.

spiętrzeń dyslokacyjnych), jak również wpływem naprężeń międzyziarnowych w polikryształy, które powodują powstawanie dyslokacji geometrycznie niezbędnych. Obydwa te czynniki mogą mieć istotny wpływ na charakter zdolności magazynowania energii.

Zgodnie z hipotezą LEDES's (patrz par. 5.2.1.), po osiągnięciu odpowiedniej wartości gęstości dyslokacji, wraz ze wzrostem odkształcenia, powstają układy dyslokacyjne o coraz niższej energii. Potwierdzeniem tej hipotezy jest wynik uzyskany dla próbek *L*, odkształczanych w tym samym kierunku, dla których zdolność magazynowania energii spada monotonicznie wraz ze wzrostem odkształcenia, będąc niejako kontynuacją zależności uzyskanej dla próbek odniesienia.



Rys. 30. Zdolność magazynowania energii w funkcji odkształcenia plastycznego. Zaznaczono odchylenie standardowe dla próbek *T*.

Zdolność magazynowania energii próbek *S* i *T*, podobnie jak próbek w stanie wyżarzonym wykazuje początkowy wzrost, osiąga maksimum, a następnie spada monotonicznie wraz ze wzrostem odkształcenia. W dalszej części przedstawiono wyniki badań mikroskopowych, których celem było ujawnienie

mechanizmów odpowiedzialnych za proces magazynowania energii przy zmianie ścieżki odkształcenia.

7.3. Badania wpływu kierunku wstępnego odkształcenia na zmiany struktury materiału

W celu identyfikacji mechanizmów mikroskopowych odpowiedzialnych za proces magazynowania energii podczas deformacji badanych rodzajów próbek, przeprowadzono obserwacje mikroskopowe zarówno przy użyciu mikroskopu optycznego jak i transmisyjnego mikroskopu elektronowego. Obserwacje prowadzone przy użyciu mikroskopu optycznego miały na celu zbadanie ewolucji zjawiska poślizgu, a badania na transmisyjnym mikroskopie elektronowym - zbadanie ewolucji mikrostruktury.

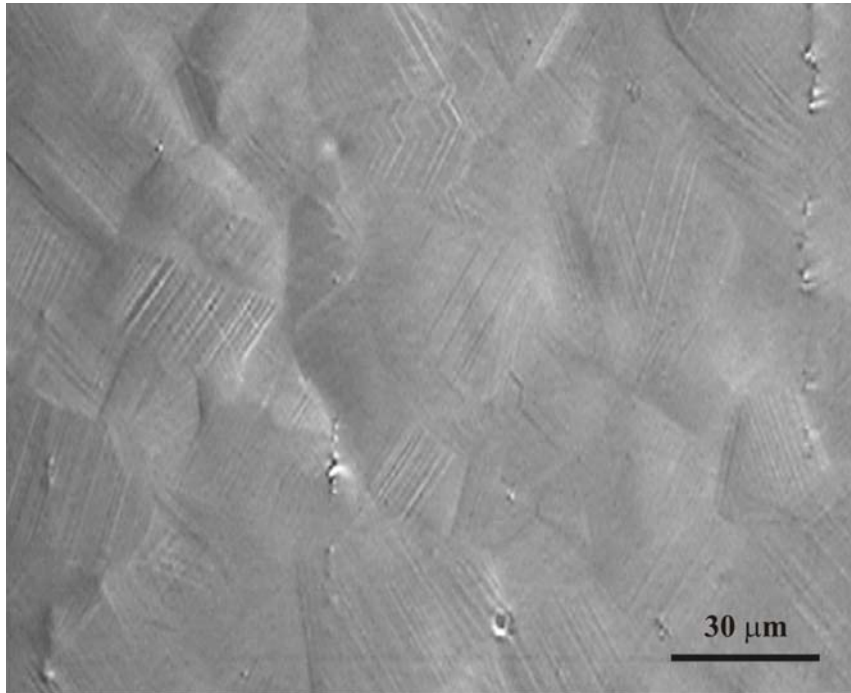
Wykorzystanie obydwu urządzeń pozwoliło na obserwację zjawisk w dwu różnych skalach: w skali mezo - na mikroskopie optycznym oraz w mikroskali - przy użyciu mikroskopu elektronowego. Badania zjawiska poślizgu w specjalnie przygotowanych próbkach (patrz par. 6.4.) poddanych odkształceniu wstępnemu, umożliwiły obserwację efektów powstałych w czasie ostatniego etapu odkształcenia, podczas gdy obrazy otrzymane przy użyciu mikroskopu elektronowego, są wynikiem całej historii deformacji.

7.3.1. Rozwój zjawiska poślizgu

Próbki po odpowiednim przygotowaniu (patrz par. 6.4) poddano obserwacjom na mikroskopie optycznym Neophot 21 firmy Zeiss, stosując powiększenia do 600 razy. Zastosowanie kontrastu interferencyjnego (kontrastu Nomarskiego) uwidoczniało pasma poślizgu w poszczególnych ziarnach. Jak już wspomniano, zaletą wykorzystanej metody jest możliwość obserwacji pasm poślizgu powstałych podczas ostatniego etapu odkształcenia, czyli możliwość określenia wpływu zmiany kierunku rozciągania na ich powstawanie i ewolucję.

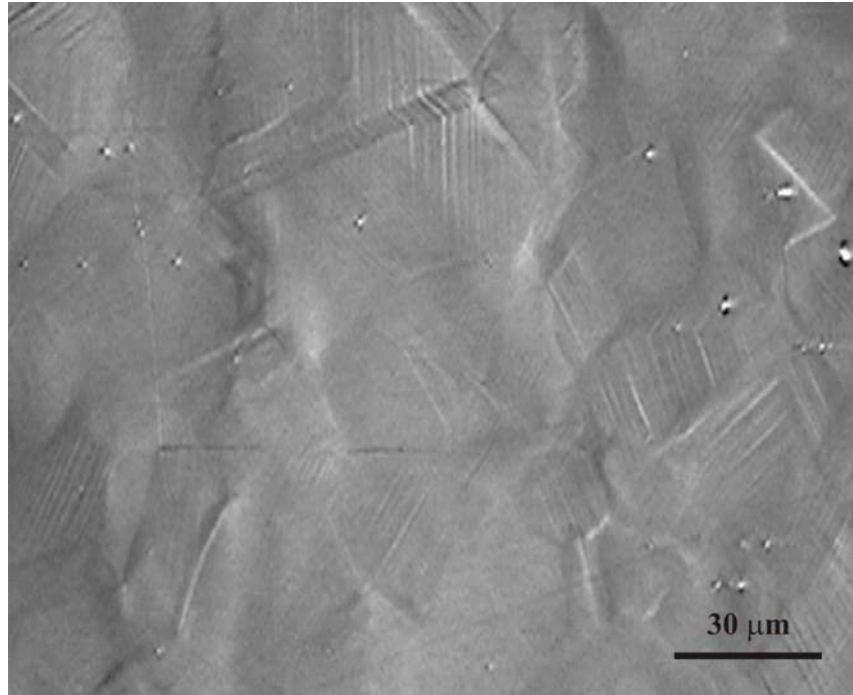
Na rysunku 31 przedstawiono wypolerowaną powierzchnię próbki w stanie wyżarzonym (próbka typu 0), która następnie została odkształcona plastycznie do wartości odkształcenia plastycznego $\varepsilon^p = 0,005$. Widoczne są pasma poślizgu w poszczególnych ziarnach. Mimo, iż w większości ziaren dominuje jeden system poślizgu, to w wielu z nich obserwuje się dominację, co najmniej

dwóch systemów. Uruchomienie dodatkowego systemu poślizgu, przy tak niewielkim odkształceniu, jest prawdopodobnie wywołane koniecznością akomodacji plastycznej naprężeń powstałych na skutek niekompatybilnego odkształcenia poszczególnych, różnie zorientowanych ziaren w polikryształe.



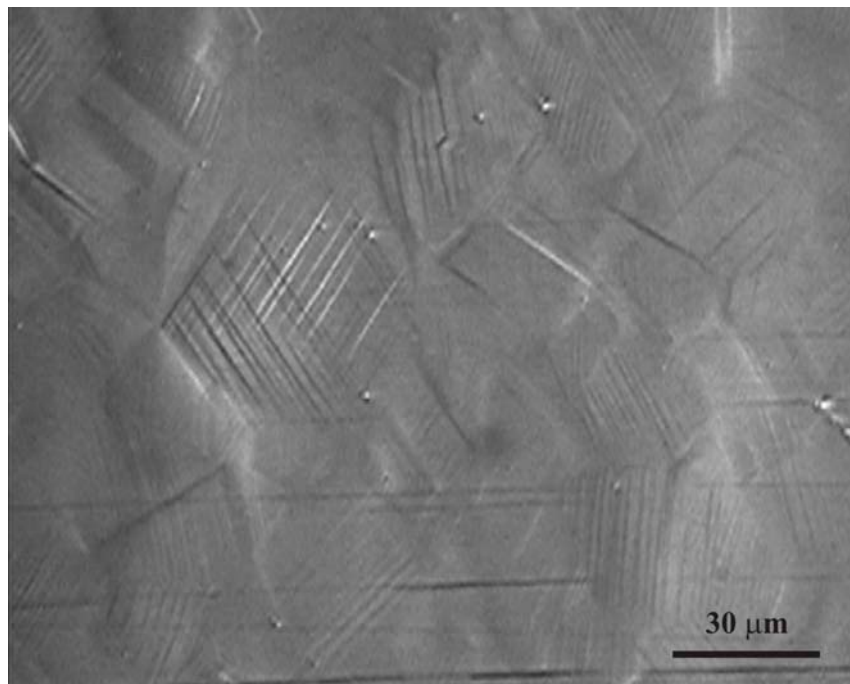
Rys. 31. Wypolerowana powierzchnia próbki **0** po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Kierunek ostatniego rozciągania jest równoległy do poziomej krawędzi zdjęcia. Widoczne są ziarna z dwoma dominującymi systemami poślizgu. Stal 316L.

Rysunek 32 przedstawia powierzchnię próbki o wstępnym odkształceniu $\varepsilon^p = 0,068$, którą po wypolerowaniu rozciągano do wartości $\varepsilon^p = 0,005$, zgodnie z kierunkiem tego odkształcenia. Zaobserwowano, że w poszczególnych ziarnach dominuje jedna rodzina pasm poślizgu, a więcej niż jeden system poślizgu w obrębie ziarna, występuje bardzo rzadko. Przypuszcza się, że brak dodatkowych systemów poślizgu w poszczególnych ziarnach, podczas rozciągania zgodnie z kierunkiem odkształcenia wstępnego, jest spowodowany zmniejszeniem wpływu naprężeń międzyziarnowych, wywołanym ich plastyczną akomodacją względem kierunku przyłożonego obciążenia.

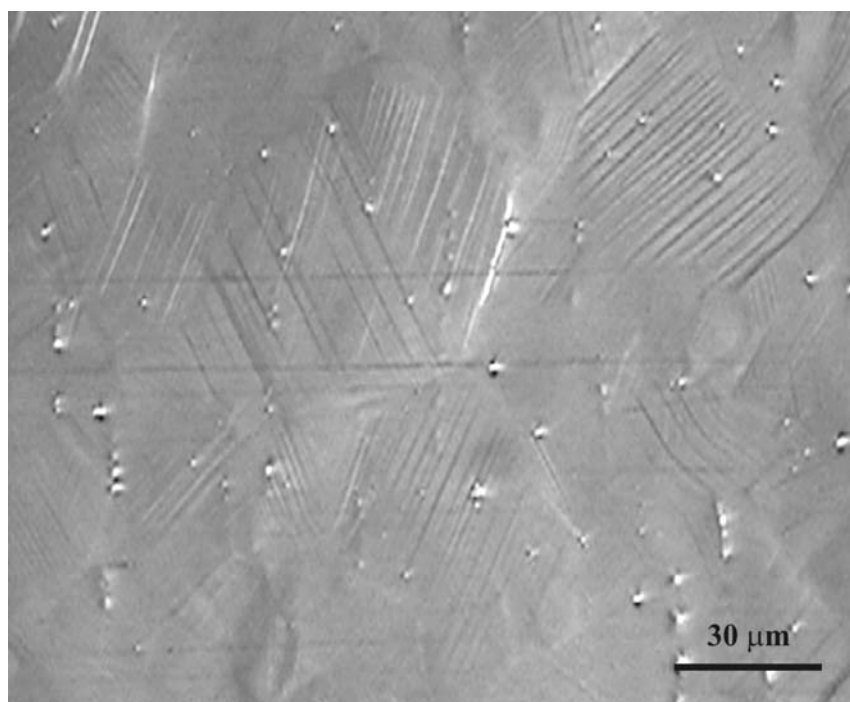


Rys. 32. Wypolerowana powierzchnia próbki *L* po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Kierunek ostatniego rozciągania jest równoległy do poziomej krawędzi zdjęcia. W poszczególnych ziarnach dominuje jeden system poślizgu. Stal 316L.

Rysunki 33 i 34 przedstawiają mikroskopowe obrazy powierzchni wstępnie odkształconych próbek, które po wypolerowaniu rozciągano pod kątem 45 stopni (*S*) oraz prostopadle (*T*) do kierunku wstępnego rozciągania. Z przeprowadzonych obserwacji wynika, że podobnie jak w przypadku próbek *0*, w wielu ziarnach dominuje więcej niż jedna rodzina przecinających się pasm poślizgu. Może to być spowodowane koniecznością powtórnej akomodacji plastycznej naprężeń pomiędzy sąsiednimi ziarnami. Po zmianie ścieżki odkształcenia, ze względu na zmianę kierunku rozciągania, wpływ tych naprężeń staje się istotny.



Rys. 33. Wypolerowana powierzchnia próbki *S* po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Kierunek ostatniego rozciągania jest równoległy do poziomej krawędzi zdjęcia. Widoczne jest ziarno, w którym dominują dwa systemy poślizgu. Stal 316L.



Rys. 34. Wypolerowana powierzchnia próbki *T* po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Kierunek ostatniego rozciągania jest równoległy do poziomej krawędzi zdjęcia. Widoczne są ziarna, w których dominują dwa systemy poślizgu. Jasne kropki, to wżery powstałe podczas elektropolerowania. Stal 316L.

W tabeli 3 przedstawiono ilościową analizę, występowania więcej niż jednej rodziny pasm poślizgu w poszczególnych ziarnach w próbkach różniących się kierunkiem wstępnego odkształcenia. Dla każdego stanu (L , S , T i θ), wykonano po sto fotografii, przypadkowo wybranych obszarów powierzchni roboczej części próbki, przy jednakowym powiększeniu wynoszącym około 600 razy. Ponieważ średnia wielkość ziarna dla badanego materiału wynosi $35\mu\text{m}$, przyjęto, że przy zadanym powiększeniu, jedno zdjęcie obejmuje około 20 ziaren. Zatem dla każdego stanu zbadano około 2000 ziaren. Jako miarę występowania dodatkowych pasm poślizgu w obrębie pojedynczych ziaren, przyjęto procentowy udział liczby ziaren L^* , w których występuje więcej niż jedna rodzina pasm poślizgu, w stosunku do całkowitej liczby rozpatrywanych ziaren L_t (w tym przypadku równej 2000), $\eta = \frac{L^*}{L_t} \cdot 100\%$.

Tabela. 3. Analiza ilościowa występowania w pojedynczych ziarnach więcej niż jednej rodziny pasm poślizgu.

próbka	L^*	L_t	$\eta = \frac{L^*}{L_t} \cdot 100\%$
$L+0,005$	39	2000	1,9
$S+0,005$	189	2000	9,4
$T+0,005$	174	2000	8,7
$\theta+0,005$	106	2000	5,3

Z przeprowadzonej analizy wynika, że w próbkach o zmienionym kierunku rozciągania, udział ziaren, w których występuje więcej niż jedna rodzina pasm poślizgu, w stosunku do całkowitej liczby rozpatrywanych ziaren, jest około 4-5 razy większy niż w próbce rozciąganej w tym samym kierunku. W próbce θ (bez wstępnego odkształcenia), rozciągniętej do wartości $\varepsilon^p = 0,005$, udział ziaren, w

których zaobserwowano więcej niż jedną rodzinę pasm poślizgu, jest około dwa razy większy niż w próbce L , ale mniejszy niż w próbkach, w których zmieniono kierunek rozciągania (S i T).

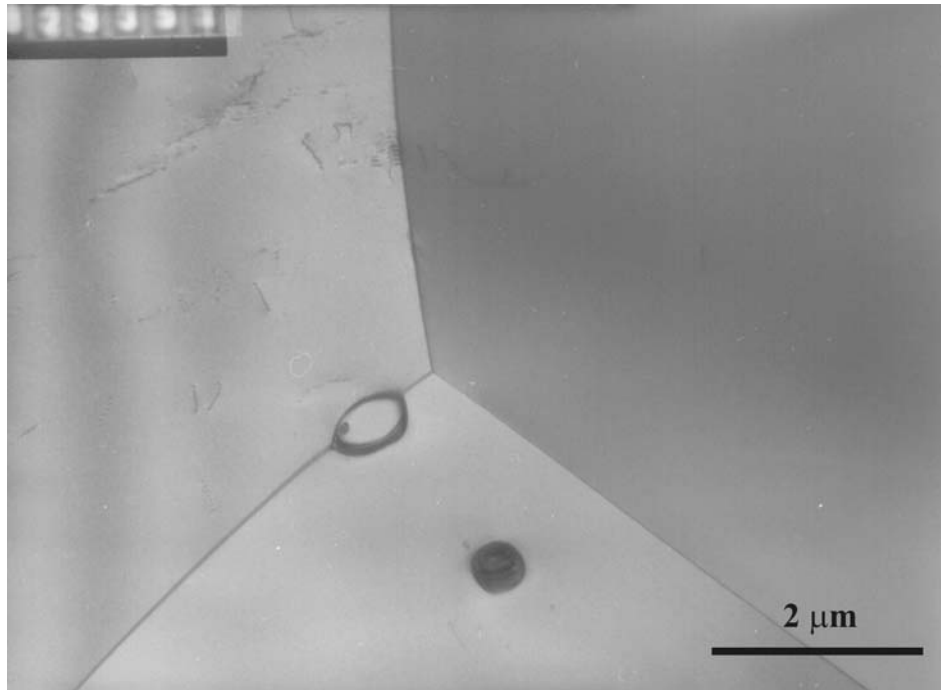
7.3.2. Ewolucja mikrostruktury

Badania ewolucji mikrostruktury, prowadzono na mikroskopie elektronowym Philips EM 300, o napięciu przyspieszającym 100 kV. Zastosowano powiększenia od 9000 do 20000 razy. Mimo, że badania mikrostruktury próbek w stanie odciążonym, nie dają pełnego obrazu zjawisk zachodzących podczas odkształcenia, pozwalają one, na podstawie obserwacji zmian gęstości i konfiguracji układów dyslokacyjnych oraz innych elementów mikrostruktury, dokonać mikroskopowej interpretacji otrzymanych wyników bilansu energii.

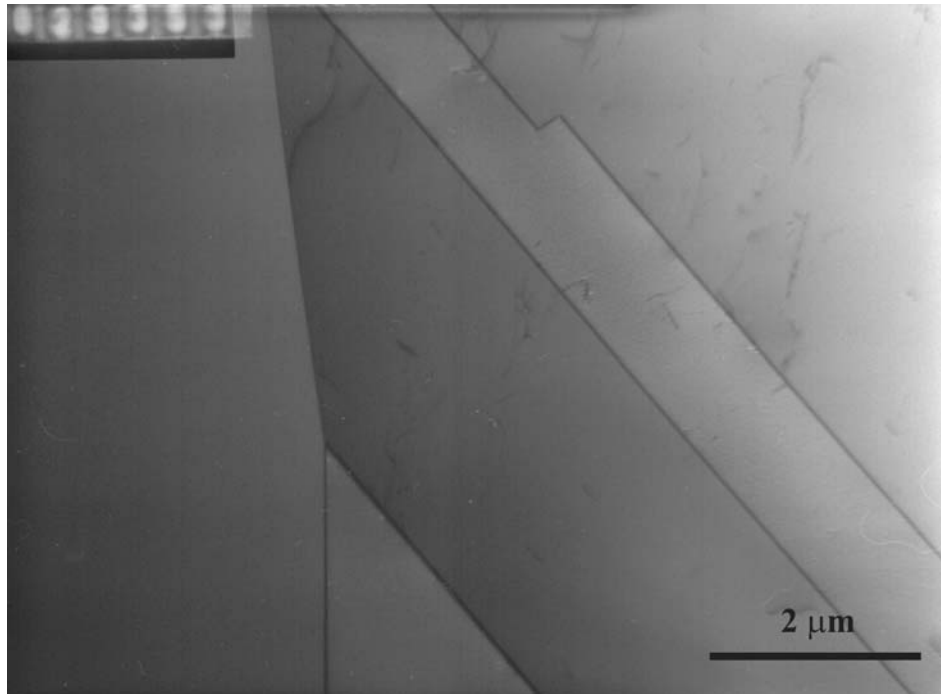
Poniżej przedstawiono zaobserwowane, charakterystyczne dla poszczególnych próbek, elementy mikrostruktury. W celu określenia orientacji krystalograficznej badanych ziaren oraz innych zaobserwowanych elementów mikrostruktury, obok fotografii danego obszaru umieszczono odpowiadający mu obraz dyfrakcyjny.

a) Stan odniesienia, próbka 0 (bez odkształcenia wstępnego).

Na rysunkach 35 i 36 pokazano mikrostrukturę próbki w stanie odniesienia 0 . Widoczne są pojedyncze dyslokacje, wtrącenia, granice ziaren i granice bliźniacze. Jest to typowa mikrostruktura stali austenitycznej po przesycaniu.



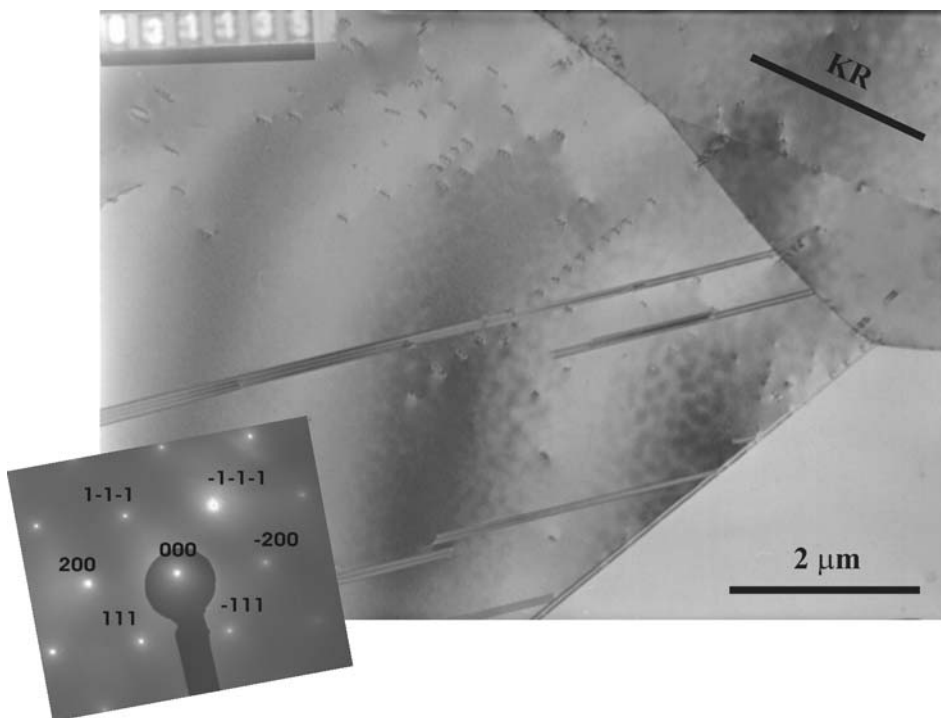
Rys. 35. Mikrostruktura próbki w stanie odniesienia θ . Widoczny jest punkt potrójny, pojedyncze dyslokacje i wtrącenia. Stal 316L.



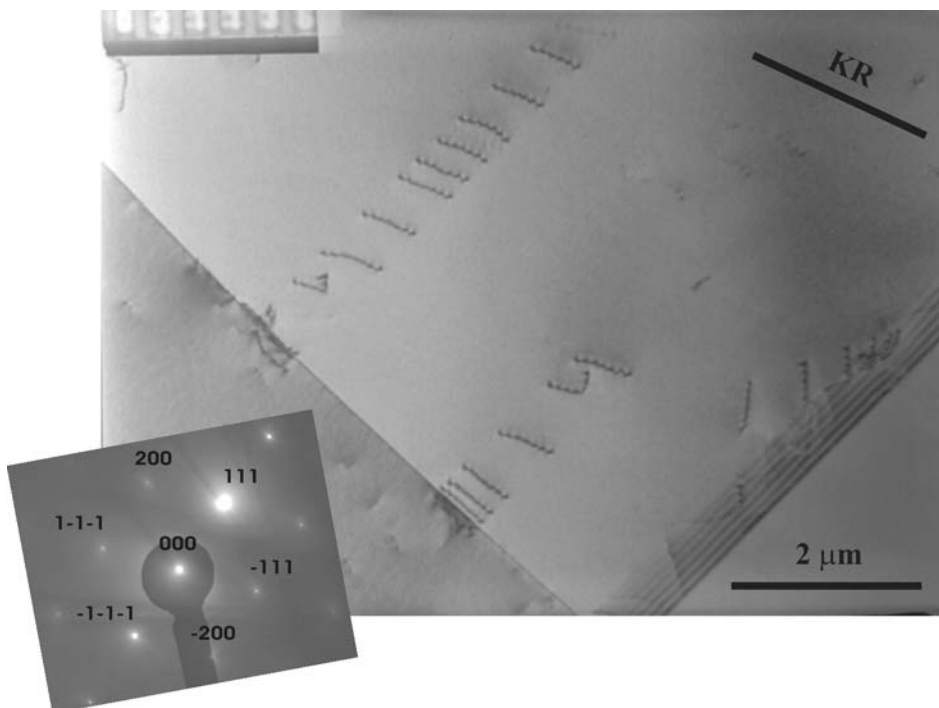
Rys. 36. Mikrostruktura próbki w stanie odniesienia θ . Widoczne pojedyncze dyslokacje i ziarna bliźniacze. Stal 316L.

b) Próbka θ , odkształcenie $\varepsilon^p = 0,005$.

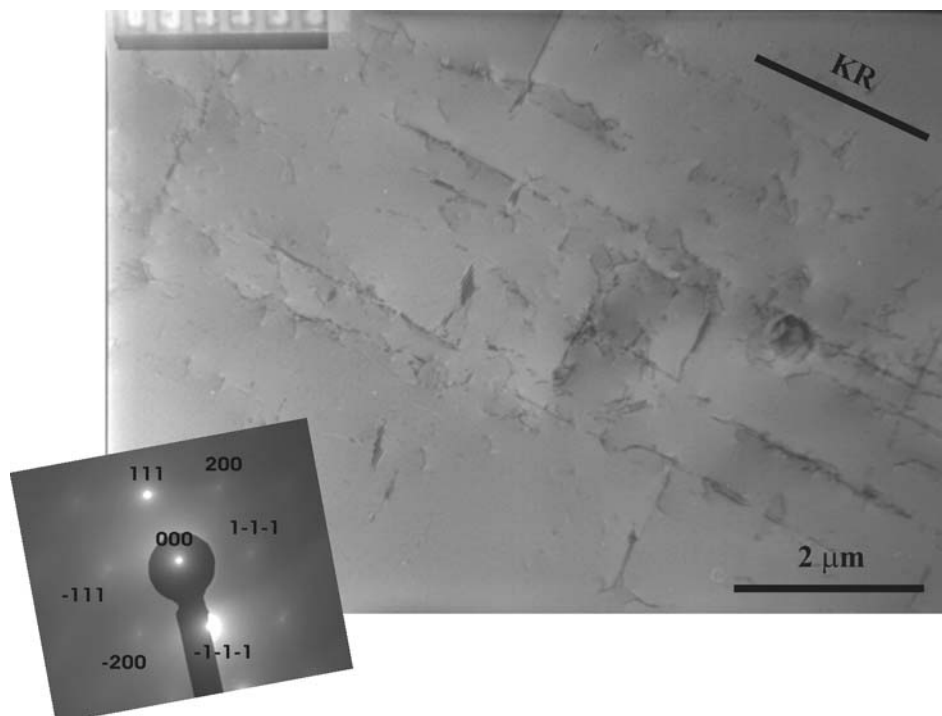
Rysunki 37-40 przedstawiają obrazy typowej mikrostruktury próbki θ po odkształceniu plastycznym $\varepsilon^p = 0,005$. Na zdjęciach 37 i 38 widoczne są spiętrzenia dyslokacji na granicy ziarna. Są to wysokoenergetyczne układy dyslokacyjne powstające w początkowym etapie odkształcenia plastycznego. Na zdjęciu 37, widoczne są również błędy ułożenia przy granicy ziarna. Niska energia błędu ułożenia stali austenitycznej sprzyja powstawaniu tego typu defektów. Rysunki 39 i 40 przedstawiają kolejne, charakterystyczne dla tego stanu, układy dyslokacyjne. Widoczne są dwa dominujące systemy poślizgu. Ze względu na małą wartość odkształcenia, gęstość dyslokacji jest niewielka.



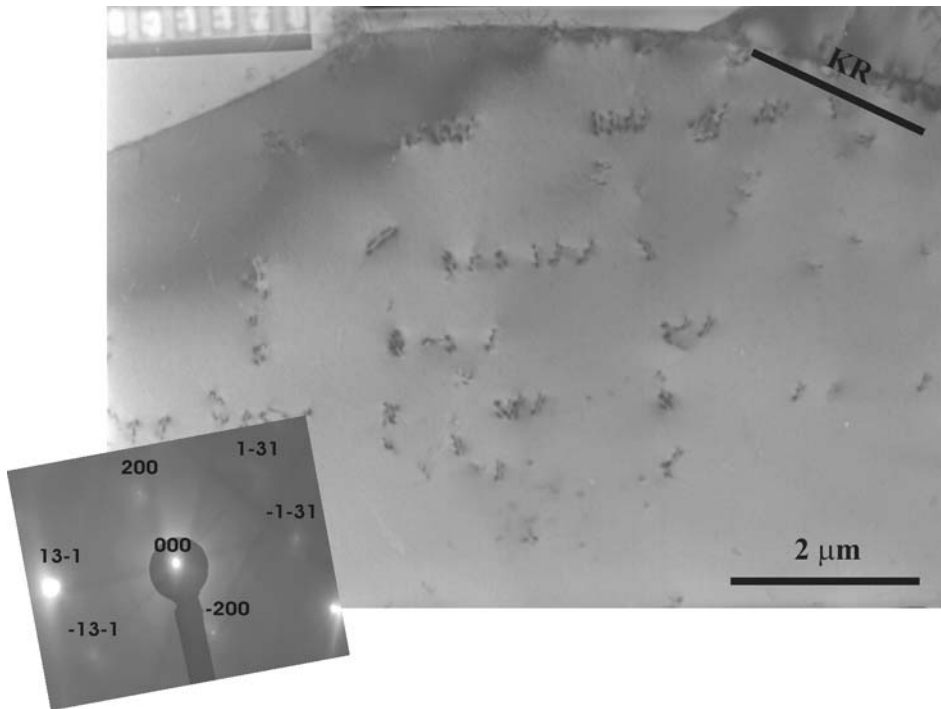
Rys. 37. Mikrostruktura próbki θ , po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$.
Widoczne błędy ułożenia przy granicy ziarna. Stal 316L.



Rys. 38. Mikrostruktura próbki θ , po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Widoczne spiętrzenia dyslokacji przy granicy ziarna. Stal 316L.



Rys. 39. Mikrostruktura próbki θ , po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Widoczne dwa dominujące systemy poślizgu. Stal 316L.

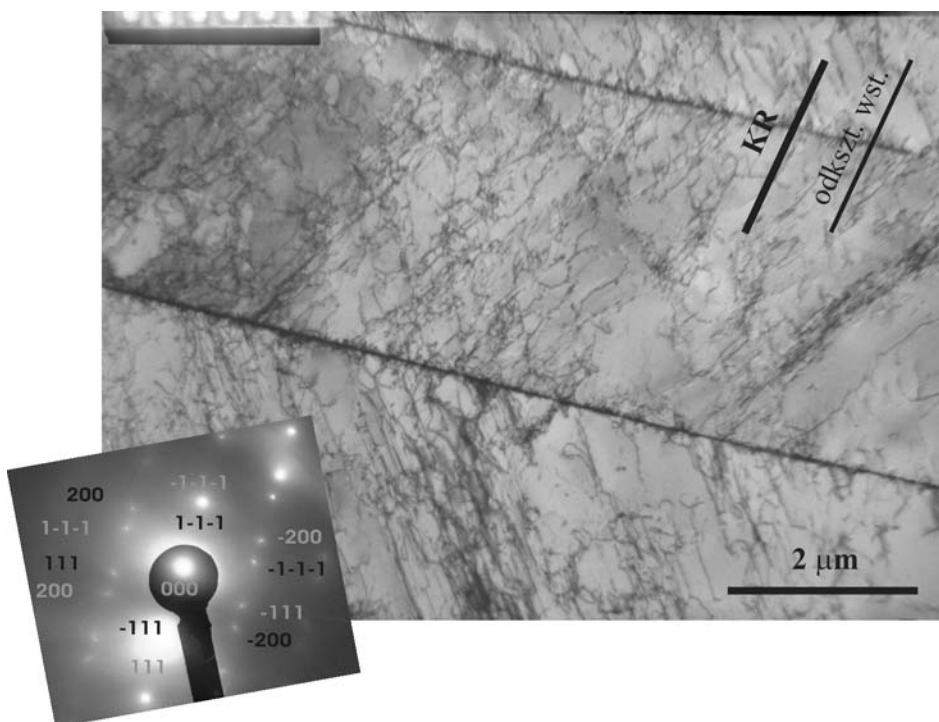


Rys. 40. Mikrostruktura próbki **0**, po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$.
Widoczne dwa dominujące systemy poślizgu. Stal 316L.

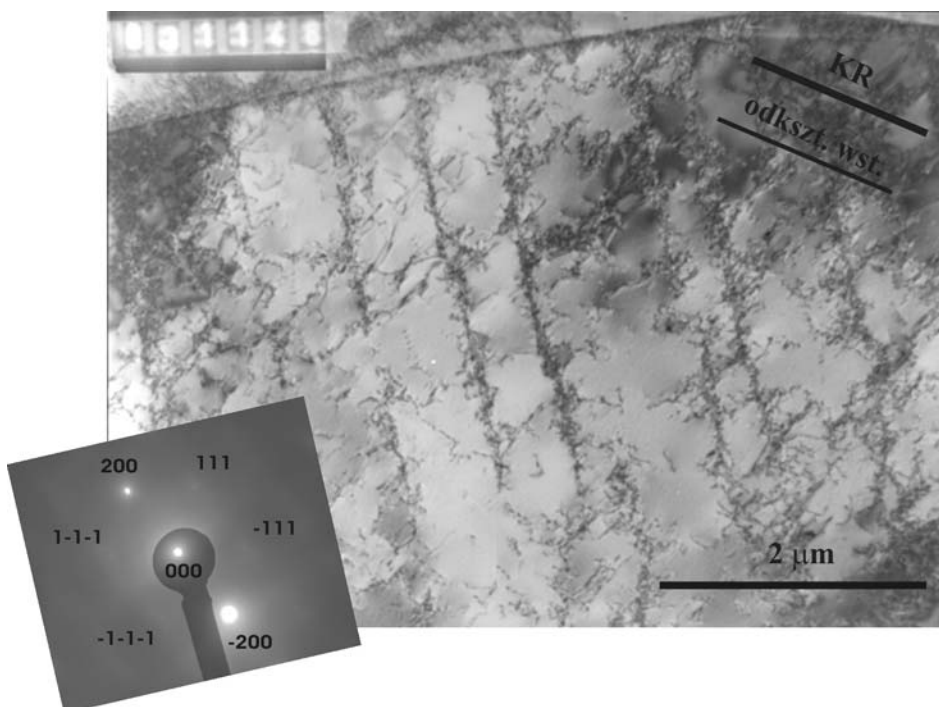
c) Próbka **L**, odkształcenie $\varepsilon^p = 0,005$ (rozciągnięta zgodnie z kierunkiem odkształcenia wstępnego).

Na rysunkach 41-44 przedstawiono fotografie typowej mikrostruktury próbki **L** po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$.

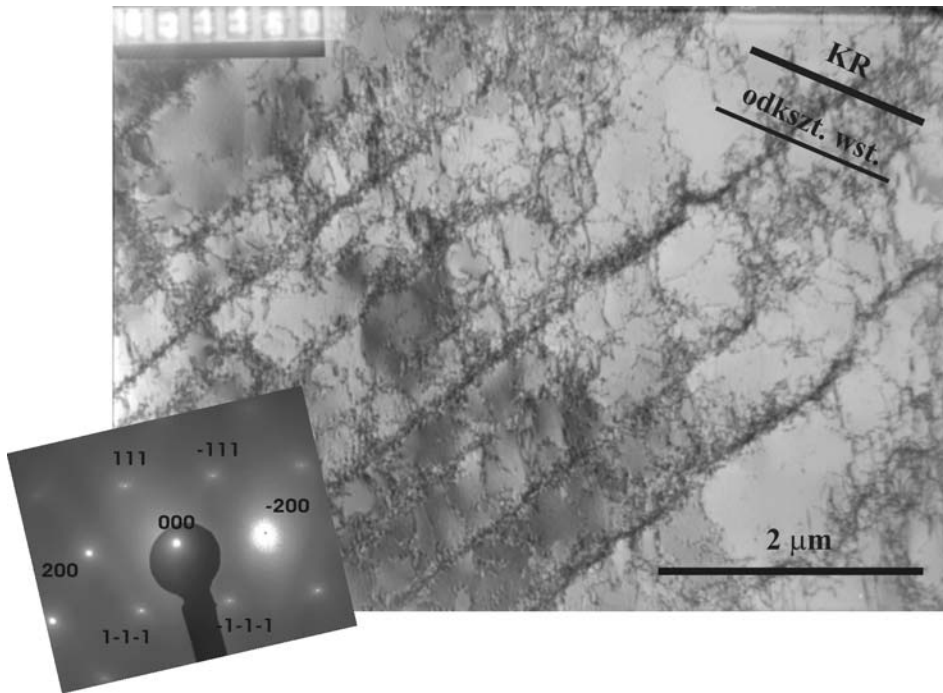
Na rysunku 41 widoczna jest pasmowa struktura dyslokacyjna przy granicy bliźniaczej. Dominuje w niej jeden system poślizgu. Jest to konfiguracja obserwowana w dużej liczbie ziaren (patrz tabela 3). Kolejne rysunki (42, 43) przedstawiają wyraźne pasma poślizgu oraz początek tworzenia się struktury komórkowej. W niewielkiej liczbie ziaren zaobserwowano bardziej zaawansowane stadia struktury komórkowej (rys. 44).



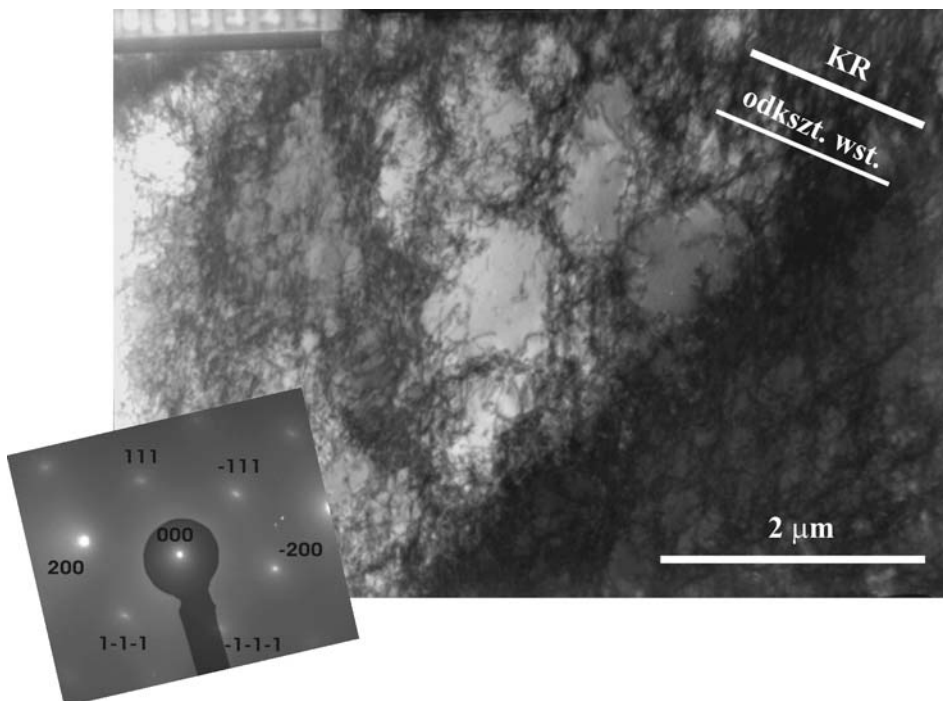
Rys. 41. Mikrostruktura próbki *L*, po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$.
Struktura pasmowa przy granicy bliźniaczej. Widoczny jeden dominujący system poślizgu. Stal 316L.



Rys. 42. Mikrostruktura próbki *L*, po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$.
Widoczne równoległe pasma poślizgu przy granicy ziarna. Stal 316L.



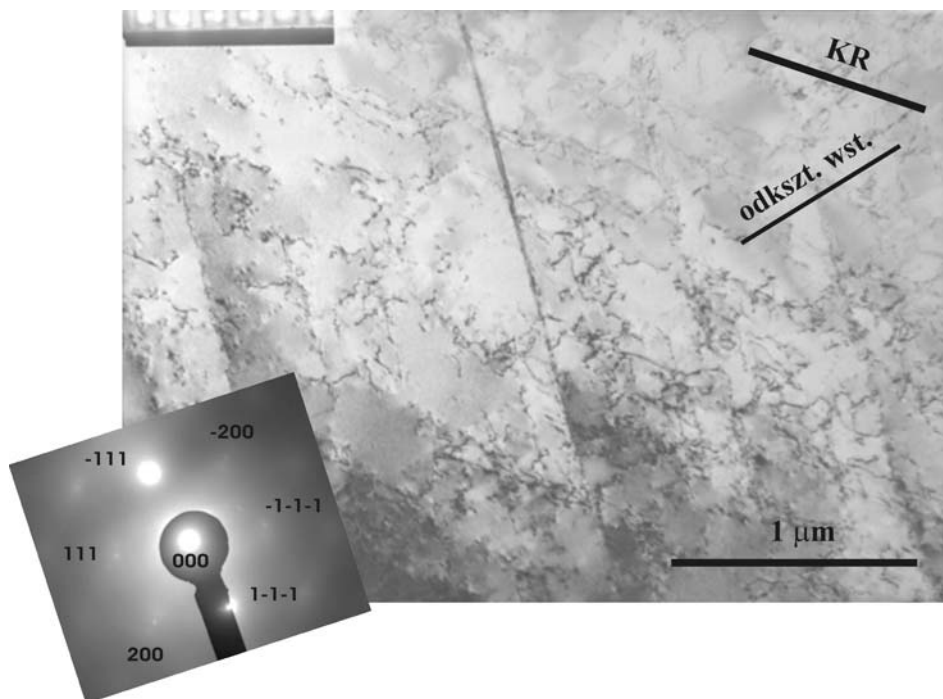
Rys. 43. Mikrostruktura próbki *L*, po odkształceniu $\epsilon^p = 0,005$.
Widoczne wyraźne pasma poślizgu oraz początkowe stadium powstawania struktury komórkowej. Stal 316L.



Rys. 44. Mikrostruktura próbki *L*, po odkształceniu $\epsilon^p = 0,005$.
Wyraźnie widoczne komórki dyslokacyjne. Stal 316L.

d) Próbka *S*, odkształcenie $\varepsilon^p = 0,005$ (rozciągana pod kątem 45 stopni do kierunku wstępnego odkształcenia).

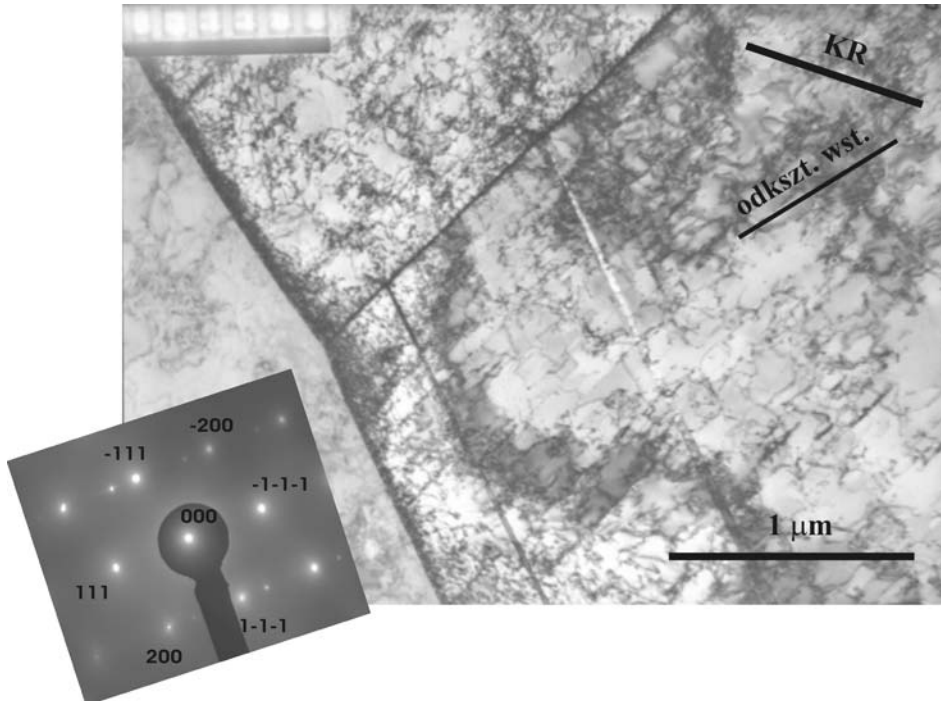
Rysunki 45-48 przedstawiają typową mikrostrukturę próbki *S*, odkształconej do wartości $\varepsilon^p = 0,005$. Najistotniejszą różnicą, jaką zaobserwowano dla próbki *S*, w porównaniu z próbką *L*, jest występowanie mikropasm, powstających tuż po zmianie kierunku rozciągania. Pod pojęciem mikropasm, autor rozumie cienkie obszary, o grubości rzędu dziesiątych części mikrometra, przenoszące bardzo duże odkształcenia postaciowe wyłącznie w obrębie pojedynczych ziaren. Powodują one ścięcie powstałych wcześniej układów dyslokacyjnych, jednak, w przeciwieństwie do mikropasm ścinania, nie przechodzą przez granice ziarna. Na rysunku 45 widoczne są trzy równoległe mikropasma, na tle struktury dyslokacyjnej, w której można wyróżnić trzy dominujące systemy poślizgu.



Rys. 45. Mikrostruktura próbki *S*, po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$.
Widoczne trzy równoległe mikropasma wewnątrz ziarna. Stal 316L.

Na rysunku 46 widoczne są dwa równoległe mikropasma przy granicy ziarna. Rysunek 47 przedstawia mikropasmo przecinające powstałe wcześniej

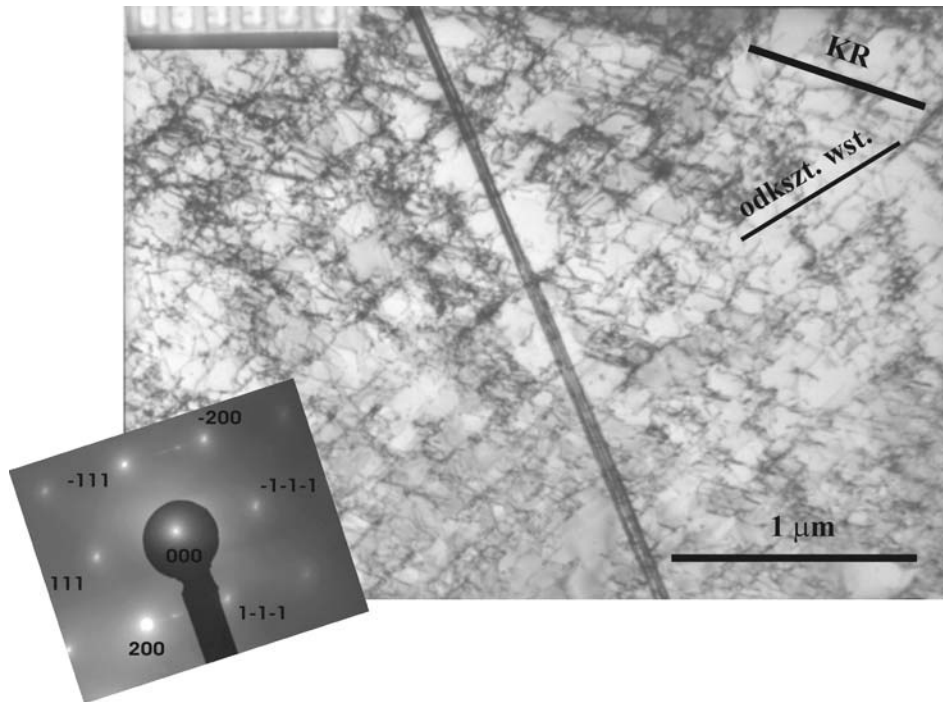
układy dyslokacyjne. Widoczne są uskoki na pasmach poślizgu w miejscu przejścia mikropasma. Na rysunku 48 przedstawiono pasma poślizgu przy granicy ziarna, będące prawdopodobnie miejscami zarodkowania mikropasm.



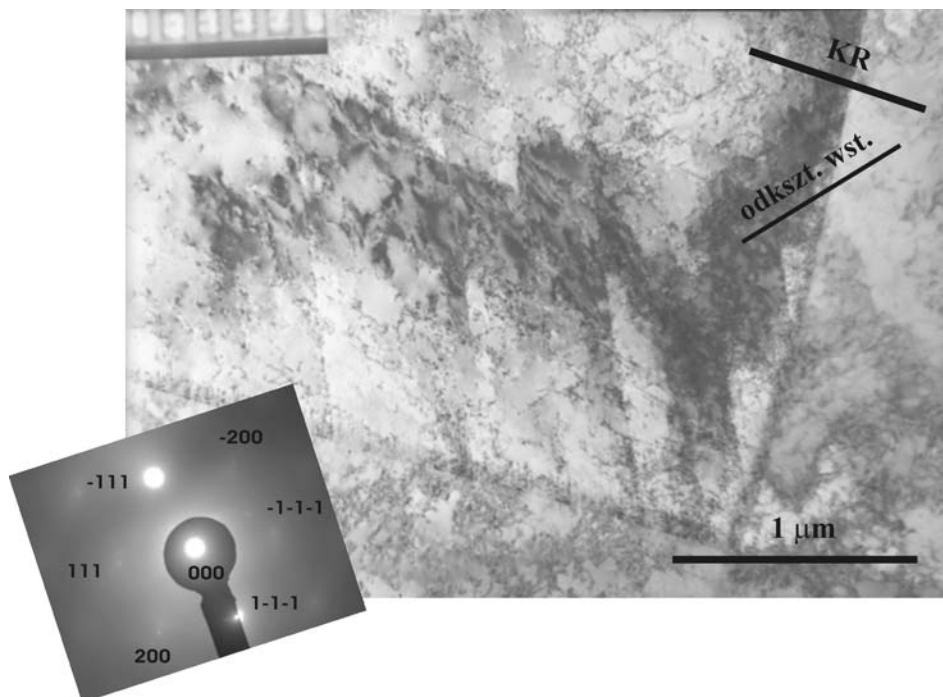
Rys. 46. Mikrostruktura próbki *S*, po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Widoczne dwa równoległe mikropasma dochodzące do granicy ziarna. Stal 316L.

Wszystkie obserwowane mikropasma są nachylone pod kątem około 40 stopni do kierunku ostatniego rozciągania i widoczne są w ziarnach o tej samej orientacji względem kierunku makroskopowego obciążenia (patrz obraz dyfrakcyjny). Na obrazach dyfrakcyjnych widoczne są wydłużone refleksy w kształcie cienkich linii, charakterystyczne dla mikropasm (patrz rys. 47). Kształt refleksów świadczy o dużym odkształceniu postaciowym wewnątrz mikropasma. Niewielka objętość mikropasma w stosunku do objętości materiału prześwietlonej wiązką elektronów powoduje, że wydłużone refleksy pochodzące od mikropasma, są bardzo cienkie.

Charakterystyczne jest to, że w próbkach *S* odkształconych do $\varepsilon^p = 0,005$, nie zaobserwowano przejść mikropasm przez granice ziaren.



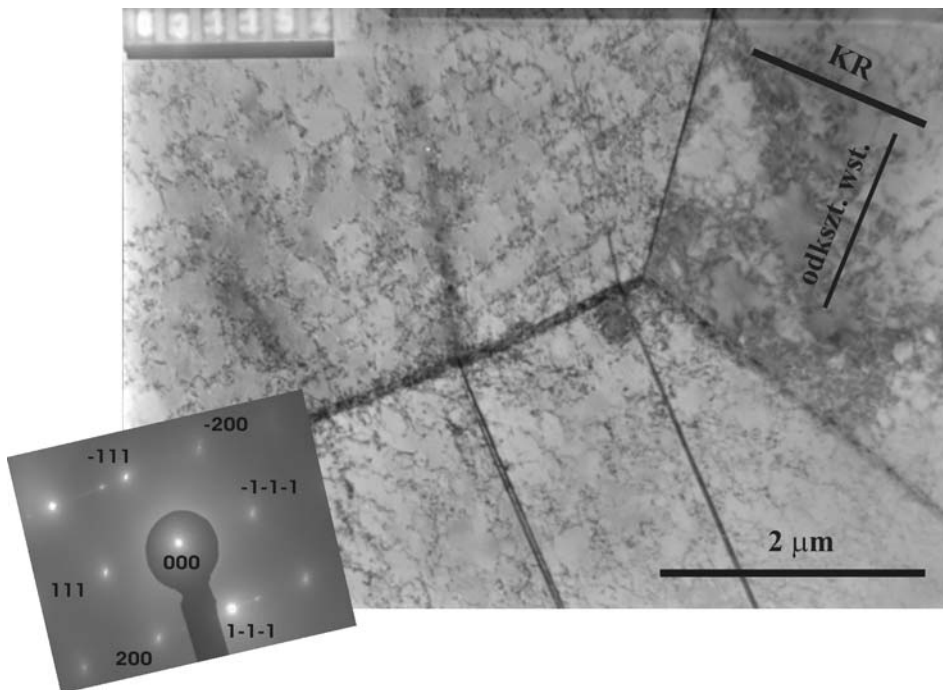
Rys. 47. Mikrostruktura próbki *S*, po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Widoczne mikropasmo przecinające powstałe wcześniej układy dyslokacyjne. Stal 316L.



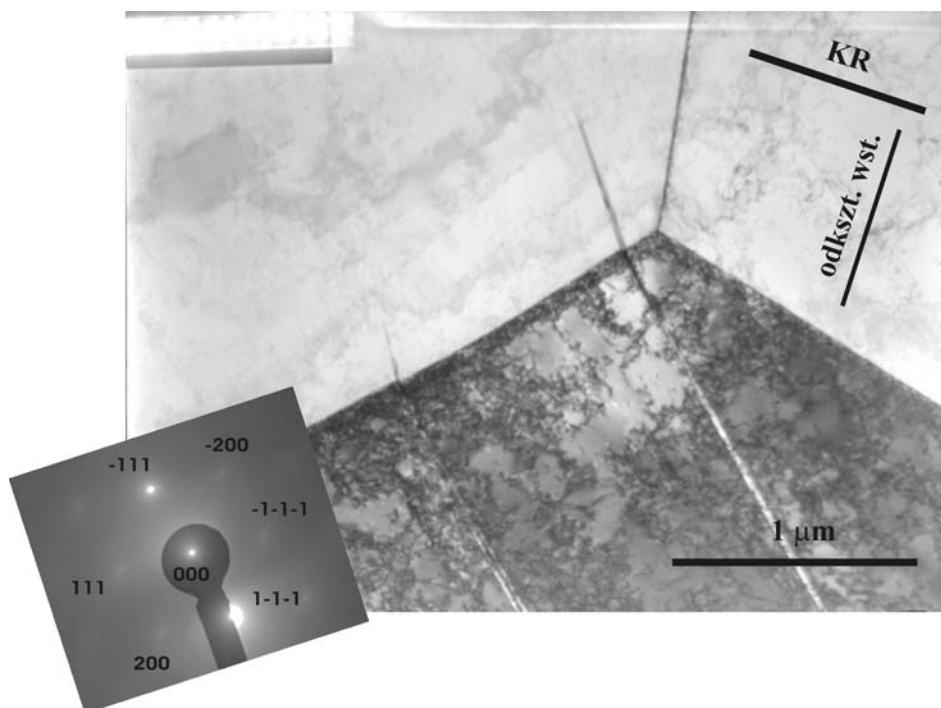
Rys. 48. Mikrostruktura próbki *S*, po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Zarodkowanie mikropasm z pasm poślizgu leżących przy granicy ziarna. Stal 316L.

e) Próbka *T*, odkształcenie $\varepsilon^p = 0,005$ (rozciągana prostopadle do kierunku wstępnego rozciągania).

Typowa mikrostruktura próbki *T* (rys. 49-54) jest bardzo podobna do mikrostruktury próbki *S*. Jediną różnicą jakościową jest to, że w próbkach *T* widoczne są mikropasma przechodzące przez granice ziaren, czyli tzw. mikropasma ścinania. Na rysunku 49 pokazano dwa równoległe mikropasma przechodzące przez granice ziarna. Podobnie jak w próbkach *S* nachylone są one pod kątem około 40 stopni do kierunku ostatniego rozciągania i są obserwowane w ziarnach o tej samej orientacji względem tego kierunku. Na rysunku 50 są widoczne te same mikropasma ścinania, przy większym powiększeniu i innym nachyleniu próbki w stosunku do wiązki elektronów. Wyraźnie widać przejście mikropasm przez granice ziaren.

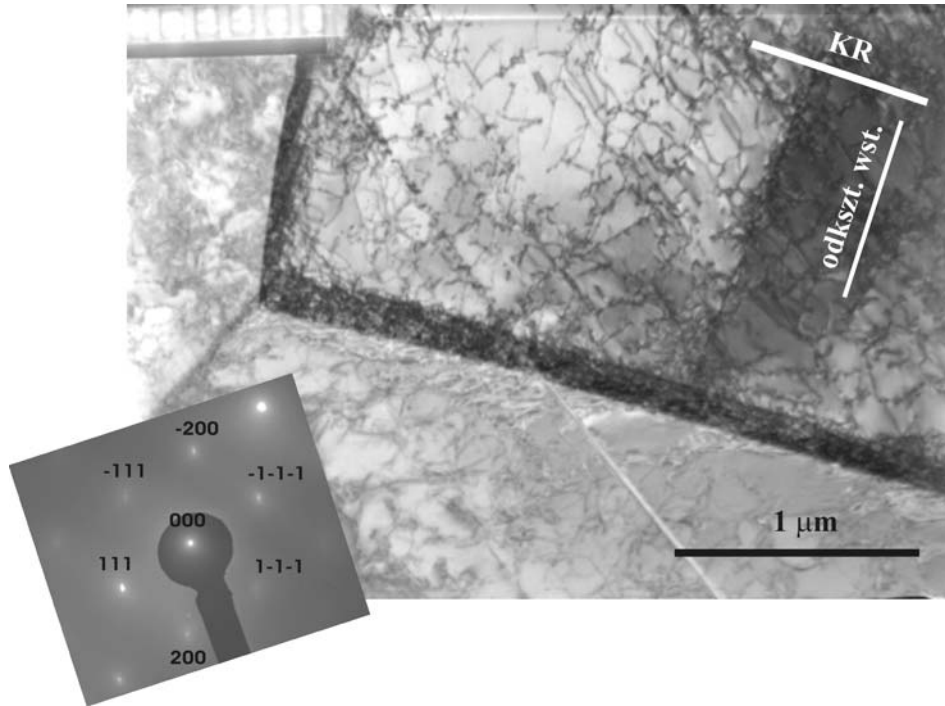


Rys. 49. Mikrostruktura próbki *T*, po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Widoczne dwa równoległe mikropasma ścinania przechodzące przez granicę ziarna. Stal 316L.

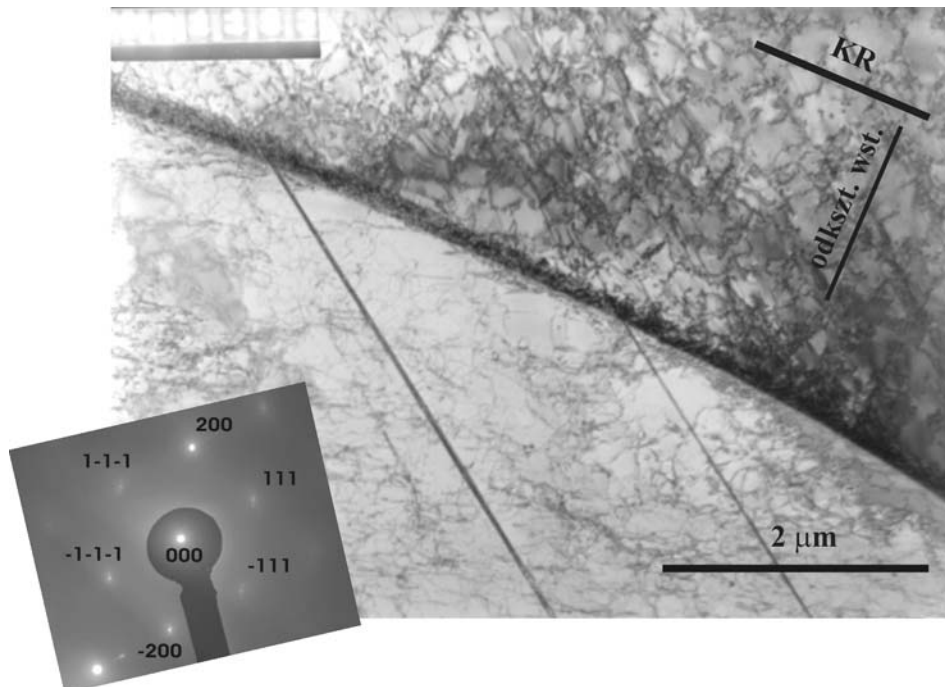


Rys. 50. Mikrostruktura próbki *T*, po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$.
Widoczne uskoki na granicy ziarna po przejściu mikropasm ścinania.
Stal 316L.

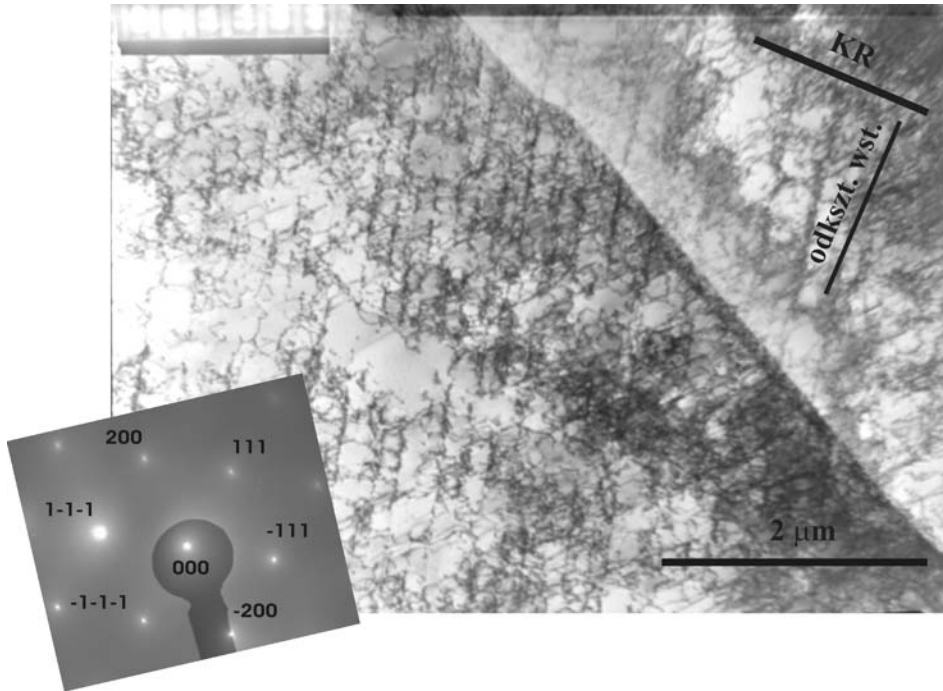
Zaobserwowano, że po przejściu przez granice ziarna mikropasma ścinania odchylają się o około 10 stopni. Rysunki 51 i 52 przedstawiają mikropasma, które po dojściu do granicy ziarna, wywołują poślizg w ziarnie sąsiednim. Charakterystyczne dla próbki *T*, podobnie jak dla próbek *S*, są układy dyslokacyjne, w których dominują dwa lub więcej systemy poślizgu (rys. 53, 54).



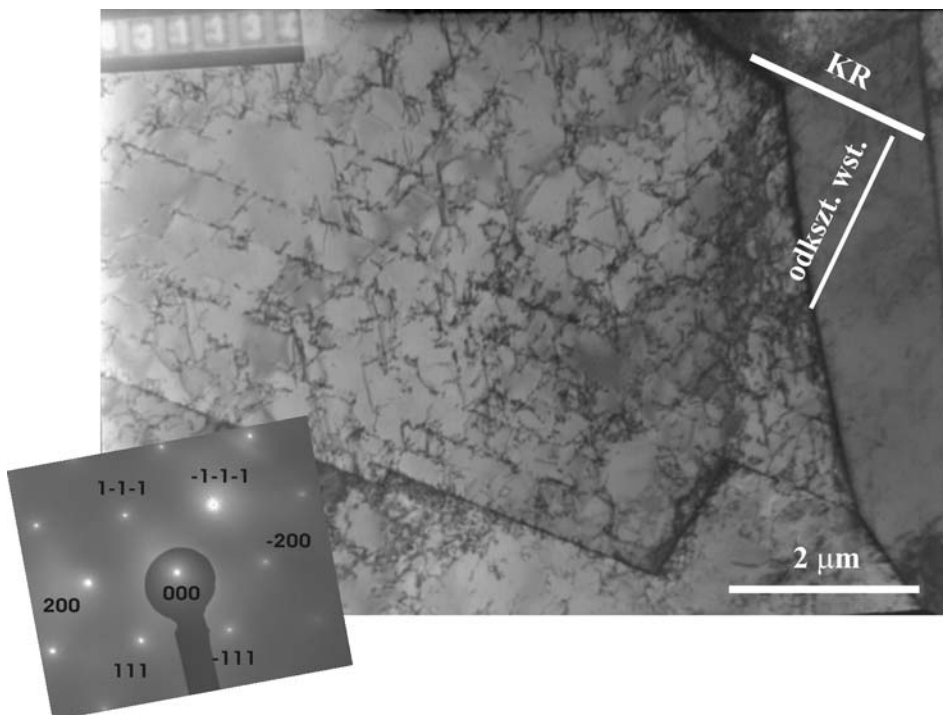
Rys. 51. Mikrostruktura próbki *T*, po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Widoczne jest mikropasmo, które po dojściu do granicy, wywołuje poślizg w sąsiednim ziarnie. Stal 316 L.



Rys. 52. Mikrostruktura próbki *T*, po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Widoczne są mikropasma, które po dojściu do granicy, wywołują poślizg w sąsiednim ziarnie. Stal 316L.

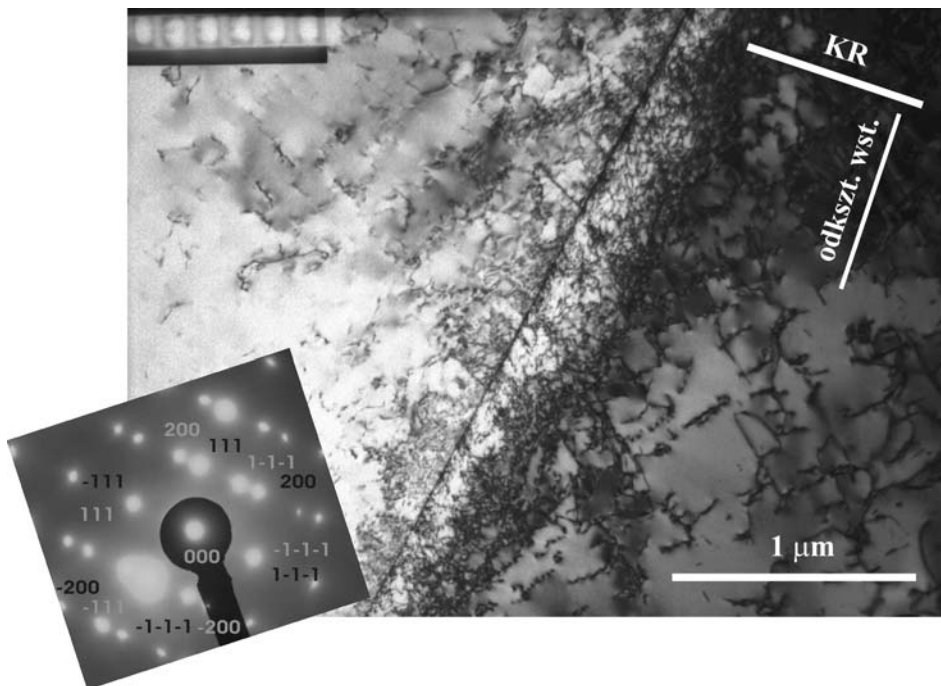


Rys. 53. Mikrostruktura próbki *T*, po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Widoczne są układy dyslokacyjne, w których dominują dwa systemy poślizgu. Stal 316L.

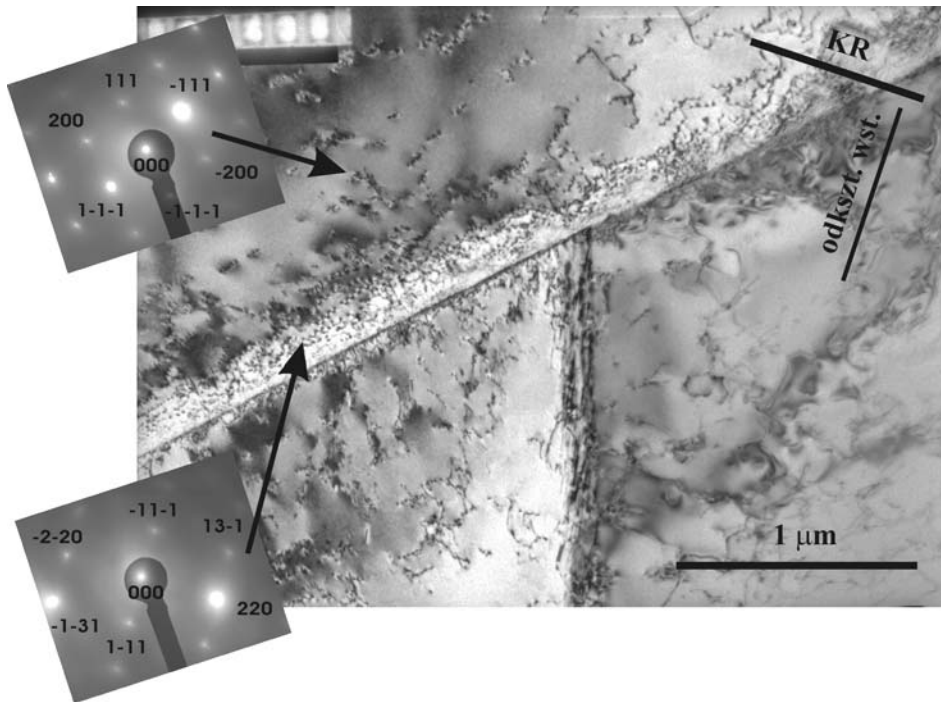


Rys. 54. Mikrostruktura próbki *T*, po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Widoczne są układy dyslokacyjne, w których dominują trzy systemy poślizgu. Stal 316L.

Zaobserwowano, że w próbce *L* gęstość dyslokacji w obszarach przygranicznych różni się jakościowo od gęstości dyslokacji w tego typu obszarach w próbkach *S* i *T*. W próbkach *L*, obserwuje się prawie jednorodny rozkład gęstości dyslokacji w obrębie poszczególnych ziaren, podczas gdy w próbkach odkształcanych ze zmianą kierunku rozciągania (*S* i *T*) w znacznej liczbie ziaren obserwuje się wyższą gęstość dyslokacji w sąsiedztwie granic, niż w ich wnętrzu (rys. 55). Można przypuszczać, że jest to wynik akomodacji plastycznej naprężeń powstałych na skutek niekompatybilnych odkształceń poszczególnych ziaren w polikryształe. Zmiana kierunku rozciągania, powoduje konieczność kolejnej akomodacji tych naprężeń, co prowadzi do wzrostu gęstości dyslokacji geometrycznie niezbędnych, w obszarze największego niedopasowania, czyli przy granicy ziaren. Uruchomienie dodatkowych systemów poślizgu w pobliżu granic ziaren, może prowadzić do rotacji sieci krystalicznej.



Rys. 55. Mikrostruktura próbki *T*, po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Widoczna duża gęstość dyslokacji w pobliżu granicy bliźniaczej. Stal 316 L.



Rys. 56. Mikrostruktura próbki *T*, po odkształceniu $\varepsilon^p = 0,005$. Widoczny jasny obszar o odmiennej orientacji w pobliżu granicy ziarna. Stal 316L.

Na rysunku 56 widoczny jest jasny obszar w pobliżu granicy ziarna. Z obrazów dyfrakcyjnych wynika, że jest to obszar o innej orientacji niż pozostała część badanego ziarna. Wynik ten jest spójny z wynikami przedstawionymi w pracy [77]. Szerokość strefy przygranicznej, w której obserwuje się odmienną orientację, z reguły nie przekracza $0,3 \mu\text{m}$.

8. Korelacja i dyskusja wyników otrzymanych w skali makro, mezo i mikro

W niniejszej pracy zbadano wpływ kierunku wstępnego odkształcenia na proces magazynowania energii podczas deformacji oraz przeprowadzono mikroskopową interpretację tego wpływu. W tym celu przeprowadzono badania w trzech różnych skalach, tj. w skali makro, mezo i mikro i dokonano ich wzajemnej korelacji.

Znane są w literaturze prace wiążące zmianę mikrostruktury materiału poddanego wstępnemu odkształceniu z jego charakterystykami mechanicznymi. Nie zawierają one jednak odniesienia do przemiany energii [78]. Z drugiej zaś strony, podejmowano próby zbadania wpływu kierunku walcowania na proces magazynowania energii, ale otrzymanych wyników nie korelowano z ewolucją mikrostruktury. [79]. Dlatego cel niniejszej pracy, na tle znanej literatury wydaje się być kompleksowy, a postawienie zagadnienia oryginalne.

Analizując uzyskane dla poszczególnych rodzajów próbek krzywe rozciągania, (patrz par. 7.1), zaobserwowano znaczne obniżenie wartości granicy plastyczności dla tych próbek, w których zmieniono kierunek rozciągania. Najniższą granicę plastyczności mają próbki *T*.

Zmiana kierunku przyłożonego obciążenia, powoduje zmianę dominującego systemu poślizgu. Można przypuszczać, że skutkiem oddziaływania dyslokacji poruszających się w nowym systemie poślizgu z dyslokacjami powstałymi podczas odkształcenia wstępnego, jest intensywna anihilacja dyslokacji, będąca procesem silnie dyssypacyjnym. Potwierdzają to uzyskane wyniki badań energii zmagazynowanej, której wydzielanie zaobserwowano w początkowym etapie odkształcenia próbek *S* i *T* (rys. 29).

Kolejnym mechanizmem mającym wpływ na obniżenie granicy plastyczności materiałów po zmianie kierunku rozciągania, jest powstawanie i propagacja mikropasm i mikropasm ścinania, które w rozpatrywanym zakresie odkształcenia zaobserwowano tylko po zmianie kierunku rozciągania. Mechanizm ten również prowadzi do osłabienia materiału. Obserwowane tuż po zmianie kierunku

rozciągania ujemne wartości energii zmagazynowanej (próbki *S* i *T*), potwierdzają tezę, że opisane mechanizmy dyssypacyjne, odgrywają dominującą rolę tuż po zmianie kierunku deformacji. Wyższa wartość naprężenia płynięcia przy dalszym odkształcaniu próbek *S* i *T*, w porównaniu z próbkami *L*, można tłumaczyć zmniejszeniem średniej drogi swobodnej dyslokacji. Powstała podczas odkształcenia wstępnego struktura pasmowa, stanowi przeszkody dla dyslokacji, poruszające się w nowym systemie poślizgu, uruchomionym na skutek zmiany kierunku obciążenia. Prowadzi to do zwiększenia gęstości dyslokacji statystycznie zmagazynowanych (patrz par. 5.3). Przypuszcza się, że uruchomienie dodatkowego systemu poślizgu na początku odkształcenia, tuż po zmianie kierunku rozciągania (patrz par. 7.3.1), jest rezultatem akomodacji naprężeń dalekiego zasięgu, powstających pomiędzy sąsiednimi ziarnami polikryształu, na skutek niekompatybilnych poślizgów w ziarnach o różnej orientacji. Akomodacja tych naprężeń, może zachodzić zarówno poprzez powstawanie dyslokacji geometrycznie niezbędnych (patrz par. 5.3), jak i poprzez powstawanie i propagację mikropasm ścinania [80-82], przy czym akomodacja z udziałem mikropasm ścinania jest procesem, któremu towarzyszy wyższa dyssypacja, co znalazło odzwierciedlenie w badaniach bilansu energii.

Wyniki badań bilansu energii podczas deformacji próbek różniących się kierunkiem wstępnego odkształcenia, pokazują, że zmiana kierunku rozciągania istotnie wpływa na proces magazynowania energii (rys. 30). Rezultaty otrzymane dla próbek odniesienia (*0*), są spójne ze znanymi z literatury. Występowanie maksimum zdolności magazynowania energii w początkowym stadium odkształcenia plastycznego zostało zaobserwowane przez różnych badaczy [3-5]. Jednak dotychczas brakowało jednoznacznego wyjaśnienia przyczyn występowania tego maksimum.

Początkowy wzrost zdolności magazynowania energii jest spowodowany powstawaniem struktur dyslokacyjnych o wysokiej energii (np. spiętrzeń dyslokacyjnych). Jednakże, istotny wpływ na proces magazynowania energii w początkowym stadium deformacji plastycznej, ma również powstawanie naprężeń międzyziarnowych w polikryształach, które powodują generowanie

dyslokacji geometrycznie niezbędnych. Dyslokacje te, poza oczywistym wkładem do energii zmagazynowanej, mogą powodować również dodatkową akumulację dyslokacji statystycznie zmagazynowanych, poruszających się w dominującym systemie poślizgu [72].

Obserwacje mikroskopowe, prowadzone zarówno w skali mezo (zmiana dominującego systemu poślizgu w początkowej fazie deformacji po zmianie kierunku rozciągania), jak i w mikroskali (zwiększona gęstość dyslokacji w otoczeniu granic ziaren), potwierdzają istotny udział naprężeń międzyziarnowych w procesie magazynowania energii, zwłaszcza w początkowym etapie odkształcenia. Zatem można przyjąć, że za występowanie wzrostu zdolności magazynowania energii w początkowym stadium odkształcenia próbek θ odpowiada zarówno powstawanie wysokoenergetycznych układów dyslokacyjnych jak i generowanie naprężeń pomiędzy sąsiednimi ziarnami w polikryształe oraz ich plastyczna akomodacja dzięki powstawaniu dyslokacji geometrycznie niezbędnych.

Po osiągnięciu pewnej wartości gęstości dyslokacji, wraz ze wzrostem odkształcenia, zgodnie z hipotezą LEDSS (patrz par. 5.2.1), powstają układy dyslokacyjne o coraz niższej energii, co sprzyja spadkowi zdolności magazynowania energii.

Na rysunku 33 przedstawiono zależność zdolności magazynowania energii od odkształcenia plastycznego dla próbek poddanych odkształceniom wstępnemu. Zdolność magazynowana otrzymana dla próbek L , które odkształcano w kierunku zgodnym do kierunku wstępnego rozciągania, spada monotonicznie wraz ze wzrostem odkształcenia. Zależność ta wydaje się być kontynuacją tego typu zależności dla próbek θ . Przypuszcza się, że różnica poziomów zdolności magazynowania energii pomiędzy końcem krzywej θ ($\Delta e_s / \Delta w_p \approx 0,25$), a pierwszym punktem na krzywej L ($\Delta e_s / \Delta w_p \approx 0,31$), ma dwie przyczyny. Pierwsza z nich jest związana z efektem skali. Wstępnie odkształcano 'duże' próbki, a energię zmagazynowaną wyznaczano dla próbek 'małych' (θ , L , S i T) (rys. 18). Drugą przyczyną mogło być zdrowienie materiału zachodzące w czasie pomiędzy rozciąganiem 'dużych' próbek, a wycinaniem 'małych'.

Badania zjawiska poślizgu wykazały, że podczas rozciągania próbek w kierunku zgodnym z kierunkiem odkształcenia wstępnego, w większości ziaren występuje tylko jedna rodzina pasm poślizgu, co świadczy o niewielkim wpływie naprężeń międzyziarnowych (brak dodatkowych, akomodacyjnych systemów poślizgu).

Z obserwacji mikrostruktury (rys. 42-45) wynika, że ewolucja układów dyslokacyjnych przebiega zgodnie z teorią LEDSS. Typowymi układami obserwowanymi w próbkach **L**, są struktury pasmowe, w których dominuje jeden system poślizgu. W pewnej liczbie ziaren zaobserwowano również początki tworzenia się struktury komórkowej. Układy te, jako niskoenergetyczne, sprzyjają obniżaniu się zdolności magazynowania energii.

Zależności zdolności magazynowania energii od odkształcenia plastycznego dla próbek **S** i **T**, podobnie jak dla próbek bez wstępnego odkształcenia (**0**), w początkowym etapie deformacji posiadają maksimum. Przeprowadzone obserwacje zjawiska poślizgu (rys. 33 i 34) wykazały, że tuż po zmianie kierunku rozciągania, w wielu ziarnach następuje uruchomienie dodatkowych, akomodacyjnych systemów poślizgu. Przypuszcza się, że jest to spowodowane koniecznością akomodacji naprężeń, generowanych pomiędzy sąsiednimi ziarnami, na skutek zmiany kierunku przyłożonego obciążenia. Z badań TEM wynika, że typowymi dla próbek **S** i **T** są struktury dyslokacyjne, w których dominują dwa lub więcej systemy poślizgu. Na podstawie obserwacji obszarów w pobliżu granic ziaren stwierdzono, że gęstość dyslokacji w tych obszarach jest często wyższa niż w środku ziarna. Można przypuszczać, że jest to wynikiem akomodacji plastycznej naprężeń powstałych na skutek niekompatybilnych odkształceń poszczególnych ziaren, która przejawia się w generowaniu dyslokacji geometrycznie niezbędnych. Największe niedopasowanie występuje na granicach ziaren, dlatego w tym obszarze obserwuje się wzrost gęstości dyslokacji. Uruchomienie dodatkowych systemów poślizgu w pobliżu granic ziaren, prowadzi do rotacji sieci krystalicznej w tym obszarze (rys. 56). Jednak z przeprowadzonych obserwacji wynika, że akomodacja wspomnianych naprężeń poprzez generowanie dyslokacji geometrycznie niezbędnych jest niewystarczająca w przypadku zmiany kierunku rozciągania, co prowadzi do

powstawania i propagacji mikropasm i mikropasm ścinania (rys. 45-52). Mimo, iż deformacja materiału z udziałem mikropasm ścinania jest charakterystyczna dla bardziej zaawansowanych etapów odkształcenia plastycznego podczas deformacji monotonicznej, to zmiana kierunku rozciągania przyspiesza pojawienie się mikropasm jako dodatkowego mechanizmu odkształcenia.

Dla rozpatrywanego zakresu odkształcenia ($\varepsilon^p = 0,005$) próbek *S*, nie zaobserwowano przejścia mikropasm przez granice ziarna, co według terminologii stosowanej w pracach dotyczących tej tematyki [80-83], nie pozwala nazywać ich mikropasmami ścinania. Mikropasma wewnątrz ziaren, powodują ścięcie powstałych wcześniej układów dyslokacyjnych (rys. 47). Na obrazach dyfrakcyjnych widoczne są charakterystyczne dla mikropasm wydłużone refleksy.

W próbkach *T*, dla badanego zakresu odkształcenia, zarejestrowano przejścia mikropasm przez granice ziaren. Odkształceniu z udziałem mikropasm ścinania, towarzyszą silne procesy dyssypacyjne, co potwierdzają różnice poziomów zdolności magazynowania energii dla próbek *S* i *T* (wyższa wartość $\frac{\Delta e_s}{\Delta w_p}$ dla

próbek *S*, w których nie zaobserwowano przejść mikropasm przez granice ziaren). Uskoki widoczne na granicy ziaren, świadczą o istotnej roli, jaką odgrywają mikropasma ścinania, w akomodacji naprężeń generowanych pomiędzy sąsiednimi ziarnami.

Przebieg zjawisk w skali makroskopowej jest zawsze rezultatem mechanizmów mikroskopowych. Dzięki badaniom przeprowadzonym w trzech różnych skalach oraz korelacji uzyskanych wyników pokazano nie tylko wpływ zmiany kierunku odkształcenia na proces magazynowania energii, ale przedstawiono także jego mikroskopową interpretację.

9. Podsumowanie

Celem pracy było zbadanie, wpływu kierunku wstępnego odkształcenia na proces magazynowania energii podczas jednoosiowego rozciągania polikryształu. Wymagało to zaprojektowania odpowiednich eksperymentów w skalach: makro, mezo, i mikro.

Aby wprowadzić odkształcenie wstępne, duże próbki wykonane ze stali austenitycznej rozciągnięto do wartości $\varepsilon^p = 0,068$, a następnie wycięto z nich trzy rodzaje próbek pod różnymi kątami. W ten sposób otrzymano próbki różniące się kierunkiem wstępnego odkształcenia. Próbki te, rozciągano w jednakowych warunkach mierząc charakterystyki mechaniczne i rozkład temperatury na ich powierzchni, co umożliwiło wyznaczenie zależności zdolności magazynowania energii od odkształcenia plastycznego dla poszczególnych rodzajów próbek: **L** - rozciąganych zgodnie z kierunkiem odkształcenia wstępnego, **S** - pod kątem 45 stopni do tego kierunku i **T** - rozciąganych prostopadle do kierunku wstępnego odkształcenia. Badano także próbki **0** - bez wstępnego odkształcenia, traktując je jako próbki odniesienia. Przedstawione eksperymenty miały na celu wyznaczenie bilansu energii podczas deformacji na podstawie pomiarów wielkości makroskopowych. Wykazano, że kierunek wstępnego odkształcenia ma istotny wpływ na przemianę energii podczas deformacji; że zmieniając kierunek obciążenia, można sterować zdolnością materiału do magazynowania energii, co ma niebagatelne znaczenie podczas obróbki plastycznej.

Jako wielkość opisującą przemianę energii podczas deformacji plastycznej, przyjęto stosunek przyrostu energii zmagazynowanej do przyrostu pracy odkształcenia plastycznego, zwany zdolnością magazynowania energii.

Stwierdzono, że kierunek wstępnego odkształcenia wpływa na proces magazynowania energii w następujący sposób:

1. W próbkach **L** zdolność magazynowania energii maleje monotonicznie wraz ze wzrostem odkształcenia, czyli jest kontynuacją zależności uzyskanej dla próbek **0**, natomiast zdolności magazynowania energii dla próbek **S** i **T** wykazują

maksimum w początkowym etapie odkształcenia. Otrzymane wartości maksimum $\frac{\Delta e_s}{\Delta w_p}$ dla próbek *S* i *T* są różne i niższe od maksimum uzyskanego dla próbek bez wstępnego odkształcenia (*0*).

Zachowanie się materiału w skali makroskopowej jest przejawem mechanizmów deformacji zachodzących w skalach mezo i mikro. Zatem, aby zinterpretować otrzymane rezultaty wykonano mikroskopowe badania rozwoju zjawiska poślizgu i związanej z nim zmiany mikrostruktury.

Badania zjawiska poślizgu oraz obserwacje obszarów w pobliżu granic ziaren pokazały, że na maksimum zdolności magazynowania energii w początkowym stadium odkształcenia plastycznego mają wpływ dyslokacje geometrycznie niezbędne, generowane w celu akomodacji plastycznej naprężeń powstałych na skutek niekompatybilnych poślizgów w sąsiednich, różniących się orientacją, ziarnach polikryształu.

2. Pokazano, że zmiana kierunku wstępnego odkształcenia powoduje redystrybucję naprężeń wywołanych niekompatybilnym poślizgiem w poszczególnych ziarnach polikryształu, a akomodacja tych naprężeń zachodzi nie tylko poprzez generowanie dyslokacji geometrycznie niezbędnych, ale także przez powstawanie mikropasm ścinania. Występowanie dodatkowego mechanizmu akomodacji naprężeń dalekiego zasięgu, tuż po zmianie kierunku rozciągania, świadczy o istotnym udziale tych naprężeń zwłaszcza w początkowym etapie odkształcenia. Ten wynik wyjaśnia również przyczynę występowania maksimum zdolności magazynowania energii w początkowym stadium deformacji plastycznej materiału w stanie wyżarzonym. Wyjaśnienie tej przyczyny rozstrzyga dyskusje prowadzone na ten temat w literaturze światowej.

3. Dla rozpatrywanego zakresu odkształcenia, w próbkach *S* nie zaobserwowano przejść mikropasm przez granice ziaren, co może być powodem różnicy poziomów zdolności magazynowania energii uzyskanych dla próbek *S* i *T*. Dyssypacja energii po przejściu mikropasma przez granicę ziarna, jest znacznie wyższa niż w przypadku, gdy przejście nie następuje, co znajduje

odzwierciedlenie w niższej wartości zdolności magazynowania energii otrzymanej dla próbek T niż dla próbek S . Korelacja wyników badań wpływu kierunku wstępnego odkształcenia na przemianę energii w deformowanym materiale z wynikami obserwacji mikrostruktury, stanowi pierwszy krok do wyjaśnienia mechanizmów odpowiedzialnych za spadek pracy odkształcenia plastycznego podczas przeróbki materiałów, metodami wykorzystującymi zmianę ścieżki odkształcenia.

Warto podkreślić, że w literaturze dotychczas nie spotkano kompleksowego podejścia do zagadnienia wpływu kierunku wstępnego rozciągania na proces magazynowania energii w polikryształach. Znane są w literaturze prace wiążące zmianę mikrostruktury materiału poddanego wstępnemu odkształceniu z jego charakterystykami mechanicznymi. Nie zawierają one jednak odniesienia do przemiany energii [78]. Z drugiej zaś strony, podejmowano próby zbadania wpływu kierunku walcowania na proces magazynowania energii, jednak bez korelacji uzyskanych wyników z badaniami mikrostruktury [79]. Dlatego otrzymane i przedstawione w niniejszej pracy wyniki oraz ich wzajemna korelacja, na tle znanej literatury, wydają się być oryginalne.

Literatura

- [1] G.I. Taylor, M.A. Quinney, Proc. of the Royal Soc., Ser. A, 143, (1934) 307.
- [2] M.B. Bever, D.L. Holt and A. L. Titchener, Prog. Mat. Sci., 17, (1973) 16.
- [3] A. Wolfenden, Acta Metal., 19 (1971) 1373.
- [4] A. Chrysochoos, O. Maisonneuve, G. Martin, H. Caumon and J. C. Chezeaux, Nucl. Eng. Design, 114 (1989) 323.
- [5] W. Oliferuk, W. Świątnicki, M.W. Grabski, Mater. Sci. Eng., A 197 (1995) 49.
- [6] W. Oliferuk, A. Korbel, M.W. Grabski, Mater. Sci. Eng., A 220 (1996) 123.
- [7] W. Oliferuk, Proc. XXXII Summer School, Adv. Prob. Mech., Ed.: D.A. Indeitsev, St. Petersburg (Repino) (2004) 339.
- [8] A. Korbel, W. Bochniak, J. Mater. Proc. Techn., 53 (1995) 229.
- [9] B. Peeters, Katholieke Universiteit Leuven (praca doktorska) (2001)
- [10] A. Chrysochoos, O.G. Martin, Mater. Sci. Eng., A 108 (1989) 25.
- [11] H.T. Lee, G.H. Shaue, Mater. Sci. Eng., A 268 (1999) 154.
- [12] H.J. Jin, F. Zhou, L.B. Wang, K. Lu, Scripta Mater., 44 (2001) 1083.
- [13] A.L. Titchener, M.B. Bever, Progr. Met. Phys., 7 (1958).
- [14] R.O. Williams, In Experimental Methods of Materials Research, V 1 (1967) 251.
- [15] W. Oliferuk, W.A. Świątnicki, M.W. Grabski, Mater. Sci. Eng., A 161 (1993) 55.

- [16] M.P. Luong, D. Parganin, J. Loizeau, IUTAM Symposium on Advanced Optical Methods and Applications in Solids Mechanics, Ed.: A. Lagarde, Kluwer Academic, Poitiers (1998) 297.
- [17] W. Oliferuk, Prace IPPT PAN (Rozprawa habilitacyjna) 11/1997 (1997) 16.
- [18] J. Weertman, J.R. Weertman, Elementary Dislocation Theory, The Macmillan Company (1964) 197.
- [19] J. Friedel, Dislocations, Pergamon Press (1964) 1997.
- [20] P. Charbonnier, Galy-Aché, Memorial de l'Artillerie de la Marine, 28 (1900) 391.
- [21] H. Hort, Zet. Ver. Dtsch. Ing., 50 (1906) 1831.
- [22] H. Hort, Mitt. ForschArb. Ingenieurw., 41 (1907) 1.
- [23] D. Ronnpagel, Ch. Schwink, Acta Metall., 28 (1978) 319.
- [24] A. Wolfenden, Scrip. Metall., 3 (1969) 429.
- [25] R.O. Williams, Rev. Sci. Instr., 34 (1963) 639.
- [26] A.L. Titchener, M.B. Bever, Trans. Met. Soc. AIME, 215 (1959) 326.
- [27] A. Wolfenden, A.S. Appleton, Rev. Sci. Instr., 38 (1967) 826.
- [28] A. Wolfenden, Acta Met., 15 (1967) 971.
- [29] A. Wolfenden, Scripta Met., 2 (1968) 621.
- [30] W.W. Zielenkiewicz, Pomiarów efektów cieplnych: metody i zastosowania, Centrum Upowszechniania Nauki PAN (2000) 53.
- [31] G. Borelius, S. Berglund, Ark. Fys., 4 (1951) 173.
- [32] P. Gordon, Trans. Amer. Inst. Min. (Metall.) Engrs., 203 (1955) 1043.
- [33] H.U. Åström, Ark. Fys., 10 (1955) 197.

- [34] J.S. Leach, In *Physicochemical Measurements in Metals Research*, Ed.: R.A. Rapp, Interscience, Vol. 4, (1970) 197.
- [35] A. Oleś, *Metody doświadczalne fizyki ciała stałego*, Wydawnictwo Naukowo Techniczne (1998) 494.
- [36] G.W.H. Hohne, W.F. Hemminger, H.-J. Flammersheim, *Differential Scanning Calorimetry*, Springer (2003).
- [37] W.Q. Cao, Q. Liu, W. Liu, praca w druku.
- [38] A. Borbély, J.H. Driver, T. Ungar, *Acta Mater.*, 48 (2000) 2005.
- [39] W.K. Nowacki, J. Zarka, *Arch. Mech. Stos.*, 26, 4 (1974) 701.
- [40] A. Gawęcki, *Arch. Mech.*, 45 (1993) 439.
- [41] V. Kafka, *Acta Tech. CSAV*, 24 (1979) 199.
- [42] W. Szczepiński, *Arch. Mech.*, 53 (2001) 615.
- [43] N. Aravas, K.S. Kim, F.A. Leckie, *J. Eng. Mater. Tech.*, 112 (1990) 465.
- [44] D.A. Hughes, N. Hansen, D.J. Bammann, *Scripta Mater.*, 48 (2003) 147.
- [45] N. Hansen, *Heavily cold worked metals: structure and properties*, *Advanced Materials for the 21th century: The 1999 J.R. Weertman symp.*, Ed.: Y-V. Chang, The minerals, metals and materials society (1999) 193.
- [46] N. Rajmohan, Y. Hayakawa, J.A. Szpunar, J.H. Root, *Acta Mater.*, 45 (1997) 2485.
- [47] R. Hill, *Mathematical theory of plasticity*, Clarendon Press (1950).
- [48] A. Gawęcki, *Mechanika materiałów i konstrukcji prętowych*, Politechnika Poznańska (2003).
- [49] W. Oliferuk, S.P. Gadaj, M.W. Grabski, *Mater. Sci. Eng.*, 70 (1985) 131.

- [50] Z. Bojarski, M. Gigla, K. Stróż, M. Surowiec, *Krystalografia*, Wyd. Naukowe PWN (1996).
- [51] *Physical metallurgy: Vol.II* / Eds.: R.W. Cahn, P. Haasen (1996).
- [52] D.R. Harries, A.D. Marwick, *Phil. Trans, A*, 295 (1980) 197.
- [53] K. Linga Murty, K. Detemple, O. Kanert, J.Th.M. Dehossou, *Metall. Mat. Trans., A* 29 (1998) 153.
- [54] *Physical metallurgy: Vol.III* / Eds.: R.W. Cahn, P. Haasen (1996).
- [55] R.E. Voskoboinikov, Yu.N. Osetsky, D.J. Bacon, *Mater. Sci. Eng., A* 400-401 (2005) 45.
- [56] T. Ungar, S. Ott, P.G. Sanders, A. Borbély, J.R. Weertman, *Acta Mater.*, 46 10 (1998) 3693.
- [57] N. Hansen, D. Kuhlmann-Wilsdorf, *Mater. Sci. Eng.*, 81 (1986) 141.
- [58] D. Kuhlmann-Wilsdorf, *Mater. Sci. Eng.*, 86 (1987) 53.
- [59] B. Bay, N. Hansen, D.A. Highes, D. Kuhlmann-Wilsdorf, *Acta Metall. Mater.*, 40 (1992) 205.
- [60] D. Kuhlmann-Wilsdorf, N. Hansen, *Scripta Metall. Mater.*, 25 (1991) 1557.
- [61] D. Kuhlmann-Wilsdorf, *Scripta Mater.*, 34 4 (1996) 641.
- [62] D. Kuhlmann-Wilsdorf, *Mater. Sci. Eng., A* 315 (2001) 211.
- [63] D. Kuhlmann-Wilsdorf, *Scripta Mater.*, 36 2 (1997) 173.
- [64] R. Steiner, *ASM Handbook Volume 1: Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys*, American Society for Metals.
- [65] A. Jazayeri-G, R.A. Buckley, H.A. Davies, *J. Mat. Sci.*, 38 (2003) 331-337.
- [66] D. Kuhlmann-Wilsdorf, *Mater. Sci. Eng.*, 86 (1987) 53.

- [67] J. Gil Sevillano, P. van Houtte, E. Aernout, *Prog. Mat. Sci.*, 25 (1981) 69.
- [68] D.A. Hughes, *Proc. 16th Risø Int. Symp. Mat. Sci.*, Ed.: N. Hansen et al., Risø National Raboratory, Roskilde (1995) 63.
- [69] N. Hansen, D. Juul Jensen, *Phil. Trans.*, A 357 (1999) 1447.
- [70] H. Mughrabi, *Acta Metall.*, 31 9 (1983) 1367.
- [71] H. Mughrabi, *Mater. Sci. Eng.*, A 319 (2001) 139.
- [72] M.F. Ashby, *Phil. Mag.*, 21 (1970) 399.
- [73] M.A. Mayers, E. Ashworth, *Phil. Mag.*, A 46 5 (1982) 737.
- [74] S.J. Basinski, Z.S. Basinski, *Amer. Soc. Met.* (1966) 26.
- [75] N.A. Fleck, G.M. Muller, M.F. Ashby, J.W. Hutchinson, *Acta Metall. Mater.*, 42 2 (1994) 475.
- [76] W. Nowacki, *Thermoelasticity*, Pergamon Press (1986).
- [77] M.D. Nave, M.R. Barnett, *Mater. Sci. Eng.*, A 386 (2004) 244.
- [78] Z.J. Li, G. Winther, N. Hansen, *Mater. Sci. Eng.*, A 387-389 (2004) 199.
- [79] Projekt badawczy KBN (sprawozdanie), Wpływ zmiany sposobu pływnięcia plastycznego na procesy magazynowania i dyssypacji energii w polikryształach, 1996-1999.
- [80] A. Korbel, P. Martin, *Acta Metall.*, 34 (1986) 1905.
- [81] A. Korbel, *Arch. Metall.*, 35 (1990) 177.
- [82] M. Blicharski, S. Dymek, M. Wróbel, *J. Mat. Proc. Techn.*, 53 (1995) 75.
- [83] R. Pęcherski, *Prace IPPT PAN (Rozprawa habilitacyjna)* 2/1998 (1997) 21.