

5.1.98.

PRACE IPPT • IFTR REPORTS

Wiera Oliferuk

PROCES MAGAZYNOWANIA ENERGII
I JEGO STRUKTURALNY ASPEKT
PODCZAS JEDNOOSIOWEGO
ROZCIĄGANIA STALI AUSTENITYCZNEJ

11/1997

PRACA HABILITACYJNA

P.269^a



INSTYTUT PODSTAWOWYCH PROBLEMÓW TECHNIKI
POLSKIEJ AKADEMII NAUK

1221 0200-6088

Praca wchodzi do rękodzielnictwa 1997

Praca habilitacyjna

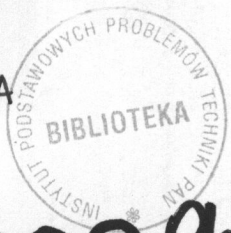
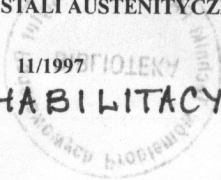
Wiera Oliferuk

**PROCES MAGAZYNOWANIA ENERGII
I JEGO STRUKTURALNY ASPEKT
PODCZAS JEDNOOSIOWEGO
ROZCIĄGANIA STALI AUSTENITYCZNEJ**

81555

11/1997

PRACA HABILITACYJNA



P.269^a

Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN
Katedra 100 egz. Ark. wyd. 2, 50. Ark. druk. 6, 75.
Odbiór do druku i ilustracji 1997

W A R S Z A W A 1 9 9 7

5734

Praca wpłynęła do redakcji dnia 16 września 1997r.

Praca habilitacyjna

Recenzent – Prof. dr hab. Maciej W. Grabski



56548

30
1
0208.9



Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN
Nakład 100 egz. Ark. wyd. 5,50 Ark. druk. 6,75
Oddano do drukarni w listopadzie 1997r.

ATOS Poligrafia-Reklama, Warszawa, Stawki 14

	str.
Streszczenie	5
1. WPROWADZENIE	8
2. TERMODYNAMICZNE ASPEKTY ENERGII ZMAGAZYNOWANEJ PODCZAS DEFORMACJI PLASTYCZNEJ METALU	12
2.1 Podstawowe zasady termodynamiki	13
2.2. Jednorodne procesy quasistatyczne	14
2.3. Pojęcie energii zmagazynowanej	16
2.4. Formalny opis stanu termodynamicznego - równania stanu	17
2.5 Potencjał Gibbsa a energia zmagazynowana	21
2.6 Energia zmagazynowana podczas procesów odkształcenia plastycznego przeprowadzonych w różnych temperaturach.	24
2.7 Energia zmagazynowana a wewnętrzne siły termodynamiczne	25
3. PRZEGLĄD METOD POMIARU ENERGII ZMAGAZYNOWANEJ	28
3.1. Metody jednostopniowe	28
3.2. Metody dwustopniowe	30
3.3. Porównanie metod jednostopniowych z dwustopniowymi	31
4. METODA DYNAMICZNEGO POMIARU ENERGII ZMAGAZYNOWANEJ	33
4.1. Teoretyczna podstawa metody	33
4.2. Eksperymentalne aspekty dynamicznego pomiaru energii zmagazynowanej	40
4.3. Pomiar temperatury na podstawie detekcji promieniowania podczerwonego	47
5. PROCES MAGAZYNOWANIA ENERGII PODCZAS JEDNOOSIOWEGO ROZCIĄGANIA STALI AUSTENITYCZNEJ	50
5.1. Wybór metalu polikrystalicznego i przygotowanie termodynamicznego stanu odniesienia	50
5.2. Zdolność magazynowania energii w próbkach drobno- i gruboziarnistych	52
5.3. Oszacowanie błędu wyznaczania energii zmagazynowanej	61
6. MAKSIMUM ZDOLNOŚCI MAGAZYNOWANIA ENERGII	62
6.1. Eksperymentalny dowód na występowanie maksimum zdolności magazynowania energii w początkowym stadium odkształcenia plastycznego stali austenitycznej	63

7. ZDOLNOŚĆ MAGAZYNOWANIA ENERGII A EWOLUCJA MIKROSTRUKTURY PODCZAS JEDNOOSIOWEGO ROZCIĄGANIA STALI AUSTENITYCZNEJ	68
7.1. Mikrostrukturalna interpretacja zdolności magazynowania energii	68
7.2. Analiza wpływu wielkości ziarna na proces magazynowania energii	82
8. MECHANIZMY ODKSZTAŁCENIA PLASTYCZNEGO A ZDOLNOŚĆ MAGAZYNOWANIA ENERGII	87
8.1. Badanie rozwoju poślizgu	88
8.2. Interpretacja procesu magazynowania energii z uwzględnieniem ewolucji poślizgu	88
9. ILOŚCIOWA ANALIZA CZYNNIKÓW ODPOWIEDZIALNYCH ZA PROCES MAGAZYNOWANIA ENERGII	96
9.1. Związek między parametrami charakteryzującymi mikrostrukturę i odkształceniem plastycznym podczas jednoosiowego rozciągania	98
9.2. Pojęcie zdolności magazynowania energii	100
10. PODSUMOWANIE	102
Literatura	105

Wiera Oliferuk
Samodzielna Pracownia Plastyczności Stosowanej
Laboratorium Termoplastyczności
Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN
ul. Świętokrzyska 21, 00-049 Warszawa

PROCES MAGAZYNOWANIA ENERGII I JEGO STRUKTURALNY ASPEKT PODCZAS JEDNOOSIOWEGO ROZCIĄGANIA STALI AUSTENITYCZNEJ

Streszczenie

Niniejsza rozprawa, łącznie z wprowadzeniem i podsumowaniem, składa się z dziesięciu rozdziałów.

We wprowadzeniu przedstawiono genezę, cele, motywację i metodykę badań będących przedmiotem rozprawy oraz zasygnalizowano najważniejsze ich wyniki.

Drugi rozdział został pomyślany jako podstawa teoretyczna badań eksperymentalnych procesu magazynowania energii podczas deformacji plastycznej metalu. Z punktu widzenia fenomenologicznej termodynamiki płynięcia plastycznego, zdefiniowano w nim pojęcia i wielkości fizyczne niezbędne do zaprojektowania i przeprowadzenia eksperymentów oraz - do interpretacji wyników. Są to pojęcia: termodynamicznego stanu odniesienia, stanu naturalnego, jednorodnego procesu quasistatycznego, pracy odkształcenia plastycznego, energii rozproszonej przez deformowaną próbkę oraz energii zmagazynowanej. Podkreślono, że energia rozproszona przez deformowaną próbkę nie jest równa ilości ciepła przekazanego przez nią do otoczenia. Sformułowano ogólne równanie stanu, z którego wyprowadzono równanie dla temperatury próbki, potrzebne do teoretycznego opisu metody wyznaczania energii zmagazynowanej.

Energię zmagazynowaną ukazano jako ważny, addytywny człon w wyprowadzonym, ogólnym wyrażeniu na potencjał Gibbsa, w którym niezależnymi parametrami stanu są: temperatura T , p_α - funkcje składowych - σ_{ij} tensora naprężenia Cauchy'ego, oraz pewna liczba parametrów wewnętrznych H_i ($i = 1 \dots m$), charakteryzujących zmiany w mikrostrukturze badanego metalu.

Rozpatrzono zmianę postaci wyrażenia na potencjał Gibbsa przy poszczególnych założeniach upraszczających, dotyczących właściwości termostatycznych metalu, co pozwo-

liło na wybór odpowiedniej procedury doświadczalnej, przy której dane uproszczenie nie prowadzi do istotnych błędów.

Trzeci rozdział zawiera przegląd, znanych w literaturze, metod wyznaczania energii zmagazynowanej.

W rozdziale czwartym została przedstawiona, opracowana według koncepcji autorki niniejszej rozprawy, metoda dynamicznego pomiaru tej energii podczas jednoosiowej deformacji metalu. W metodzie tej, podobnie jak we wszystkich metodach jednostopniowych, energię zmagazynowaną wyznaczano jako różnicę między pracą odkształcenia plastycznego a ciepłem, które robocza część próbki oddałaby do otoczenia, gdyby jej temperatura powróciła do wartości początkowej, (którą miała próbka przed rozpoczęciem deformacji).

Pracę odkształcenia plastycznego podczas jednoosiowego rozciągania wyznaczono na podstawie krzywej rozciągania.

Ciepło przekazane do otoczenia przez roboczą część próbki wyznaczano symulując proces nagrzewania się próbki przez dostarczenie do niej w sposób kontrolowany energii elektrycznej, która zgodnie z prawem Joula-Lenza w całości zamienia się na ciepło. Jeżeli energia elektryczna jest dostarczana tak, aby narastanie temperatury próbki w czasie symulacji przebiegało identycznie jak w czasie rozciągania oraz jeżeli oba procesy są prowadzone w jednakowych warunkach, to ilość ciepła przekazywanego do otoczenia po powrocie próbki do temperatury początkowej w obu wypadkach jest jednakowa i równa energii elektrycznej dostarczanej podczas symulacji.

Poprawność powyższego rozumowania wykazano na podstawie analizy zredukowanej postaci równań na temperaturę próbki podczas deformacji i podczas nagrzewania prądem. Odnosząc, zawarte w drugim rozdziale, rozważania teoretyczne do jednoosiowego rozciągania podano, na gruncie termodynamiki fenomenologicznej, ścisły, matematyczny opis metody.

Metoda dynamicznego pomiaru energii zmagazynowanej umożliwia wyznaczenie energii zmagazynowanej w dowolnym punkcie jednorodnego procesu rozciągania bez konieczności jego przerywania. Ma ona zalety jednostopniowych metod kalorymetrycznych, ale nie wymaga stosowania kalorymetru i jest w odróżnieniu od nich prawie bezinercyjna.

W piątym rozdziale sformułowano kryteria wyboru metalu polikrystalicznego do badań procesu magazynowania energii. Wybrano niskowęglową stal austenityczną o stabilnym austenicie. Opisano mechaniczną i cieplną jej obróbkę, przeprowadzoną w celu otrzymania termodynamicznego stanu odniesienia. Przedstawiono wyniki badań procesu magazynowania energii podczas jednoosiowego rozciągania tej stali.

Wykazano, że w początkowym stadium odkształcenia plastycznego stali zależność zdolności magazynowania energii, definiowanej jako de_s/de_w , od odkształcenia, (gdzie: e_s - energia zmagazynowana, zaś e_w - praca odkształcenia plastycznego), ma maksimum.

Oszacowano błąd przypadkowy wyznaczania energii zmagazynowanej i zdolności jej magazynowania.

W szóstym rozdziale przedstawiono wyniki eksperymentu rozstrzygającego o tym, że otrzymane maksimum zdolności magazynowania energii nie jest pozorne; nie jest rezultatem błędu metody, ale odzwierciedleniem zjawisk zachodzących w deformowanej stali.

Siódmy rozdział jest poświęcony interpretacji otrzymanych wyników badań procesu magazynowania energii w oparciu o, obserwowane pod transmisyjnym mikroskopem elektronowym, charakterystyczne dla poszczególnych wartości odkształcenia, układy dyslokacyjne.

Stwierdzono, że spadek zdolności magazynowania energii odpowiada powstawaniu, w miarę wzrostu odkształcenia, niskoenergetycznych układów dyslokacyjnych.

Analiza zależności zdolności magazynowania energii od odkształcenia dla próbek grubo- i drobnoziarnistych wykazała, że w początkowym stadium deformacji plastycznej, poza energią defektów sieci krystalicznej, (głównie układów dyslokacji) musi istnieć inna forma magazynowania energii. Wysłunięto hipotezę, że jest nią akomodacja sprężysta poszczególnych ziaren.

W ósmym rozdziale przedstawiono eksperymenty i ich wyniki potwierdzające tę hipotezę. Zbadano i uwzględniono w interpretacji procesu magazynowania energii ewolucję mechanizmu poślizgu; od homogenicznego poślizgu wewnątrz poszczególnych ziaren do formowania się pasm ścinania.

Przedstawiono wyniki obserwacji powierzchni próbek o różnych wartościach odkształcenia. Stwierdzono, że wzrostowi zdolności magazynowania energii odpowiada pogłębianie się reliefu na badanej powierzchni, co świadczy o intensyfikacji powstawania wewnątrz próbki naprężeń wywołanych niekompatybilnymi odkształceniami pojedynczych ziaren.

Zauważono, że w miarę wzrostu obciążenia następuje poślizg we wtórnych systemach, co sprzyja zahamowaniu wzrostu zdolności magazynowania energii. Makroskopowym przejawem przekształcenia tego poślizgu w mikropasma ścinania jest maksimum zdolności magazynowania energii. Spadek zdolności magazynowania energii odpowiada ewolucji mikropasm ścinania, co nie jest sprzeczne z tworzeniem się wspomnianych wcześniej, niskoenergetycznych układów dyslokacyjnych.

W dziesiątym rozdziale podjęto, na podstawie wyników doświadczalnych, próbę ilościowego oszacowania poszczególnych składników zdolności magazynowania energii, a mianowicie: zdolności magazynowania energii w strukturach dyslokacyjnych oraz w polach naprężeń wewnętrznych. Podano teoretyczne uzasadnienie przedstawienia zdolności magazynowania energii w postaci sumy poszczególnych składników.

W podsumowaniu wskazano na te aspekty przedstawionej rozprawy, które na tle doniesień literatury światowej są, zdaniem autorki, nowatorskie.

1. WPROWADZENIE

Właściwości mechaniczne metalu polikrystalicznego wynikają z jego cech strukturalnych takich jak: budowa fazowa określona typem sieci krystalicznej i składem chemicznym, mikrostruktura scharakteryzowana wielkością i kształtem ziaren, dyslokacjami, błędami ułożenia, wakansami i atomami obcymi w węzłach.

Mówiąc o budowie fazowej mamy na myśli określony typ idealnej sieci krystalicznej. W rzeczywistym metalu sieć nie jest idealna; występują w niej zaburzenia zwane defektami. Defekty mają charakter geometryczny, ponieważ w danym typie sieci krystalicznej układ atomów ma ściśle określoną geometrię. Granice ziaren i błędy ułożenia należą do defektów płaskich, dyslokacje - do liniowych, wakanse, atomy międzywęzłowe i atomy obce w węzłach - to defekty punktowe.

Dyslokacje, w przeciwieństwie do wakansów i atomów międzywęzłowych, nie mogą występować w ilościach równowagowych w żadnej temperaturze, ponieważ entropia dyslokacji jest na tyle mała, że zależny od temperatury człon w wyrażeniu na energię swobodną jest mniejszy od energii własnej dyslokacji. Zmniejszenie energii swobodnej może nastąpić w rezultacie usunięcia dyslokacji z kryształu, na co nie pozwalają wzajemne oddziaływania sprężyste występujące w układach w dyslokacyjnych. Tak więc dyslokacje dążą do utworzenia metastabilnych układów o minimalnej energii sprężystej [1, 2].

W wypadku metali dwu- i wielofazowych, przy tym samym udziale objętościowym poszczególnych faz, określonym przez skład chemiczny, dyslokacje mogą być rozmieszczone w przestrzeni w różny sposób. Z tego wynika, że aby scharakteryzować dany metal nie wystarczy podać jego skład chemiczny i budowę fazową, ale także konieczny jest zbiór cech opisujący przestrzenne rozmieszczenie faz oraz wszelkiego rodzaju defektów sieci krystalicznej, występujących w obrębie tych faz lub między nimi. Ten zbiór cech nazwano mikrostrukturą [3].

Mikrostruktura może zmieniać się pod wpływem czynników zewnętrznych, takich jak, na przykład, temperatura lub obciążenie mechaniczne. Przy tym zmiana jednego elementu mikrostruktury nie jest niezależna od pozostałych, ponieważ wszystkie one oddziałują na siebie.

Pojęcie mikrostruktury w jego tradycyjnym znaczeniu odnosi się do obrazu obserwowanego pod mikroskopem optycznym i elektronowym. Obejmuje ono obiekty, których rozmiary pokrywają zakres od odległości międzyatomowych do odległości rzędu milimetrów. W miarę rozwoju technik mikroskopowych zakres tradycyjnie rozumianej mikrostruktury stale rozszerza się w stronę coraz mniejszych elementów [3 - 5].

Wszystko to daje bardzo złożony obraz metalu polikrystalicznego w mikroskali. Obraz ten decyduje o zachowaniu się metalu w skali makro. Dzięki zależności mikrostruktury od

parametrów stanu można jednak ją sterować, a więc można sterować właściwościami metalu.

Obserwowane na poziomie makroskopowym zjawiska, takie jak umocnienie odkształceniowe, a nawet zniszczenie metalu są wynikiem ewolucji jego mikrostruktury. W odkształcanym na zimno metalu polikrystalicznym ewolucja ta zachodzi głównie na drodze zjawisk dyslokacyjnych: generacji, ruchu, anihilacji i blokowania dyslokacji, bowiem, w porównaniu z punktowymi defektami sieci, dyslokacje wyróżniają się stosunkowo wysoką energią. Wszystkie wymienione zjawiska wywołują zmianę energii wewnętrznej polikryształu. Zmiana ta, podobnie jak zmiana pozostałych wielkości makroskopowych, jest więc odzwierciedleniem zjawisk dyslokacyjnych.

Energia wewnętrzna jest funkcją stanu materiału, co wyróżnia ją spośród innych parametrów opisujących jego zachowanie, takich jak odkształcenie lub naprężenie. Ponadto energia jako wielkość fizyczna może być użyta do opisu materiału zarówno w skali makro jak i mikro; może być zarówno charakterystyką stanu materiału jak i charakterystyką pojedynczego elementu jego mikrostruktury.

Niech nad próbką metalu o sprężysto-plastycznych właściwościach zostanie wykonana praca e_m . Można ją wyrazić jako sumę pracy e_w odkształcenia plastycznego i pracy e_e odkształcenia sprężystego,

$$e_m = e_e + e_w \quad (1.1)$$

W niniejszym opracowaniu wartości energii, pracy i ciepła są odniesione do masy roboczej części próbki, czyli są wielkościami właściwymi.

W procesie deformacji plastycznej część energii równej pracy e_w jest przekazywana do otoczenia w postaci ciepła q_c , zaś pozostała część, nawet po odciążeniu próbki, pozostaje w metalu, głównie w jego strukturach dyslokacyjnych [6 - 11] oraz w polu naprężeń wewnętrznych o różnym zasięgu [11, 12], zmieniając energię wewnętrzną próbki. Zmiana ta, w stosunku do pewnego umownego stanu próbki przed odkształceniem (termodynamicznego stanu odniesienia), nazywa się *energiją zmagazynowaną* e_s .

$$e_w = e_s + q_c \quad (1.2)$$

Magazynowanie energii jest więc makroskopową manifestacją ewolucji mikrostruktury deformowanego metalu. Zwykle jest ono opisywane zależnością energii zmagazynowanej e_s lub stosunku e_s/e_w od parametru charakteryzującego proces odkształcenia, na przykład, od pracy e_w . Jednakże zarówno wartość e_s jak i e_s/e_w zależy od historii procesu deformacji i nie opisuje przemiany energii w danym punkcie tego procesu. Tę przemianę opisuje wielkość de_s/de_w zwana zdolnością magazynowania energii [13 - 15]. Zależność de_s/de_w od parametrów odkształcenia, na przykład, od energii e_w zużytej na odkształcenie plastyczne, pokazuje, jak w miarę wzrostu odkształcenia zmienia się udział mechanizmów

odpowiedzialnych za magazynowanie energii w odniesieniu do mechanizmów będących przyczyną jej rozpraszania.

Badaniom procesu magazynowania energii poświęcono wiele prac; ukazało się kilka monografii przedstawiających przegląd i analizę wyników badań osiągniętych w tej dziedzinie na przestrzeni dziesięcioleci [16 - 18]. Jednakże, na podstawie tych badań można jedynie wyciągnąć ogólny wniosek, że wraz ze wzrostem stopnia deformacji plastycznej energia zmagazynowana rośnie a zdolność magazynowania energii maleje. Nie można natomiast określić jednoznacznie charakteru zależności e_s od e_w , a tym bardziej zależności de_s/de_w od e_w . Odnosi się to szczególnie do mało zbadanego, z powodu trudności eksperymentalnych, początkowego stadium odkształcenia plastycznego. Niektórzy badacze sugerują, że właśnie w tym stadium zależności e_s/e_w oraz de_s/de_w od e_w [19 - 23] mają maksimum, co z punktu widzenia przemiany energii czyni ten obszar interesującym. Z kilku innych prac [24 - 28] wynika, że od początku odkształcenia plastycznego są to zależności malejące. Można wyróżnić co najmniej dwie przyczyny tych rozbieżności:

a) Przebieg magazynowania energii w początkowym stadium odkształcenia plastycznego silnie zależy od stanu początkowego badanego metalu, określonego mikrostrukturą ukształtowaną przez historię danej próbki.

b) Wyniki pomiarów energii zmagazynowanej zależą od metody jej wyznaczenia, ponieważ każda z metod pomiarowych obarcza wynik błędem charakterystycznym dla jej samej.

Z takiego stanu badań wyłoniła się potrzeba opracowania metody wyznaczania energii zmagazynowanej bez przerywania deformacji; metody która umożliwiłaby śledzenie w sposób ciągły procesu magazynowania energii jako funkcji wybranego parametru procesu deformacji. Interpretacja wyników badań energii zmagazynowanej wymaga znajomości stanu początkowego (stanu przed odkształceniem) badanego metalu.

Prezentowana rozprawa jest podsumowaniem wyników wieloletnich badań prowadzonych przez autorkę nad:

- opracowaniem metody pomiarowej, umożliwiającej wyznaczenie energii zmagazynowanej bez przerywania deformacji i bez użycia kalorymetru,
- termodynamicznym opisem energii zmagazynowanej,
- ścisłym matematycznym opisem metody jej wyznaczenia,
- zbadaniem procesu magazynowania energii w początkowym stadium odkształcenia plastycznego, a przede wszystkim dostarczeniem dowodu na to, że w tym stadium zależność zdolności magazynowania energii od pracy odkształcenia plastycznego może mieć maksimum,
- interpretacją wyników badań procesu magazynowania energii w oparciu o ewolucję mikrostruktury przy uwzględnieniu rozwoju zjawiska poślizgu,

Opracowana metoda pomiaru energii zmagazynowanej pozwoliła na wyznaczenie zależności tej energii od pracy odkształcenia plastycznego, co stanowi podstawę wyznaczenia zdolności magazynowania energii jako funkcji wybranego parametru procesu odkształcenia. Dzięki tej metodzie stało się możliwe wyznaczenie energii zmagazynowanej w początkowym stadium odkształcenia plastycznego oraz wykazanie, że w tym stadium zdolność magazynowania energii może sięgać do 60%.

Badania procesu magazynowania energii podczas jednoosiowego rozciągania próbek z niskowęglowej stali austenitycznej potwierdziły występowanie maksimum zdolności magazynowania w początkowym stadium odkształcenia plastycznego. Rozstrzygnięto, że to maksimum nie jest artefaktem; że odzwierciedla zjawiska zachodzące w deformowanej stali. Dotychczas stosowane metody wyznaczania energii zmagazynowanej nie dawały możliwości takiego rozstrzygnięcia.

Wykryto, że wzrost zdolności magazynowania energii w początkowym stadium odkształcenia plastycznego stali austenitycznej jest spowodowany nie tylko generowaniem dyslokacji, ale także istnieniem innej formy energii zmagazynowanej. Badania rozwoju poślizgu w miarę wzrostu odkształcenia pozwoliły wysunąć wniosek, że tą formą jest energia pola akomodacji sprężystej.

Porównanie krzywych charakteryzujących proces magazynowania energii z krzywymi umocnienia z jednej strony, z drugiej zaś - z wynikami badań ewolucji poślizgu wykazano, że spadek zdolności magazynowania energii może być rezultatem rozwoju mikropasm ścinania.

Ścisły matematyczny opis metody pomiaru energii zmagazynowanej wymagał analizy pojęcia energii zmagazynowanej w ramach fenomenologicznej termodynamiki odkształcenia plastycznego. Dokonując tej analizy podano częściowo zcałkowaną postać potencjału Gibbsa oraz pokazano, że energia zmagazynowana jest addytywnym członem w wyrażeniu na ten potencjał. Określono warunki, jakie powinny spełniać próbki i proces odkształcenia, aby wyznaczenie energii zmagazynowanej było poprawne. Wykazano, że w procesie jednoosiowego rozciągania zdolność magazynowania energii można przedstawić jako sumę składników charakteryzujących poszczególne mechanizmy jej magazynowania. Wykorzystując tę możliwość do interpretacji wyników doświadczalnych, przedstawiono ilościową analizę mikroskopowych czynników odpowiedzialnych za proces magazynowania energii podczas rozciągania stali austenitycznej.

Odniesienie zmiany zdolności magazynowania energii badanego metalu do ewolucji jego mikrostruktury wydaje się być drogą do fizycznej interpretacji procesu magazynowania energii i identyfikacji mechanizmów mikroskopowych, odpowiedzialnych za ten proces.

2. TERMODYNAMICZNE ASPEKTY ENERGII ZMAGAZYNOWANEJ PODCZAS DEFORMACJI PLASTYCZNEJ METALU

W wypadku odkształcanych plastycznie metali energia zmagazynowana jest definiowana jako przyrost energii wewnętrznej badanej próbki w wyniku deformacji plastycznej. Deformacja plastyczna jest procesem nieodwracalnym. Energia zmagazynowana jest więc istotną wielkością w opisie własności termomechanicznych ciał stałych w ramach termodynamiki procesów nieodwracalnych. Tego typu opis wymaga specyfikacji dwóch grup równań [29 - 32].

1/ równań stanu wynikających z przyjętej formy jednego z potencjałów termodynamicznych,

2/ równań prędkościowych wiążących uogólnione prędkości, włączając strumienie i nieodwracalne siły, jakie występują w wyrażeniu na produkcję entropii.

Wykorzystuje się przy tym pierwszą i drugą zasadę termodynamiki (zasadę zachowania energii i nierówność Clausiusa-Duhema). Zestaw tych dwóch grup równań nazywany jest często zestawem równań konstytutywnych. Budowa każdego modelu zachowania się ciał stałych polega na wskazaniu konkretnej postaci równań konstytutywnych dla *reprezentatywnej objętości materiału*. Jest to z definicji objętość na tyle duża, że właściwości zawarte w niej materiału nie są wrażliwe na warunki brzegowe, czyli na wartości obciążenia i przemieszczenia powierzchni, jeśli te wielkości pozostają jednorodne w skali makroskopowej [33, 34].

Równania pierwszej grupy i część równań drugiej grupy (te, które nie dotyczą produkcji entropii spowodowanej transportem energii) dedukuje się analizując wyniki doświadczeń dotyczących tzw. procesów jednorodnych, czyli takich, w których w każdej chwili czasu podstawowe parametry stanu a więc makroskopowe odkształcenie, temperatura, naprężenia pierwszego rodzaju (naprężenia makroskopowe wywołane powierzchniowym obciążeniem mechanicznym) są jednakowe w każdym punkcie roboczej części próbki. Pomiar energii zmagazynowanej przynosi istotne informacje ułatwiające dedukcję właściwej formy potencjału termodynamicznego i weryfikację pierwszej grupy równań konstytutywnych.

Niniejszy rozdział jest poświęcony powiązaniu energii zmagazynowanej z odpowiednim potencjałem termodynamicznym w celu ukazania roli tej energii w fenomenologicznej termodynamice płynięcia plastycznego. Za reprezentatywną objętość materiału w opisie jego stanu termodynamicznego przyjęto objętość roboczej części próbki polikrystalicznej, w której wyznaczono energię zmagazynowaną. Zakłada się, że reakcja roboczej części próbki na obciążenia cieplno-mechaniczne jest taka sama, jaka wystąpiłaby w reprezentatywnej objętości materiału pod wpływem tych samych obciążeń.

2.1 Podstawowe zasady termodynamiki

Pierwszą i drugą zasadę termodynamiki zastosowaną do odkształcanej próbki o masie m i chwilowej objętości $V(t)$, przy pominięciu sił masowych, można napisać w następującej formie:

$$\bar{d}e_k + du = \bar{d}w + \bar{d}q; \quad \bar{d}s^{(p)} \equiv ds - \bar{d}s^{(z)} \geq 0, \quad (2.1)$$

gdzie:

$$e_k = \frac{1}{m} \left[\int_{V(t)} \hat{\rho}(\hat{v} \cdot \hat{v} / 2) dV \right]; \quad u = \frac{1}{m} \left[\int_{V(t)} \hat{\rho} \hat{u} dV \right], \quad (2.2)$$

$\hat{\rho}$, \hat{u} i \hat{v} są odpowiednio rozkładami: gęstości masy, wewnętrznej energii właściwej i prędkości cząstek materialnych zawartych w objętości $V(t)$, de_k i du reprezentują zmianę średniej energii kinetycznej i średniej energii wewnętrznej roboczej części próbki w przedziale czasu od t do $t + dt$. Chwilowa, średnia gęstość masy próbki wynosi $\rho(t) = m / V(t)$. Kropka postawiona między dwoma wielkościami tensorowymi oznacza ich iloczyn skalarny.

$$c \cdot d \Rightarrow \text{albo } c_i d_i \text{ albo } c_{ij} d_{ij}, \quad (2.3)$$

przy czym w całym opracowaniu jest stosowana konwencja sumacyjna, to znaczy, że powtarzające się indeksy (pisane literą grecką i łacińską) oznaczają sumowanie względem wyróżnionego indeksu.

Symbol \bar{d} wprowadzono dla oznaczenia przyrostów nie będących różniczkami zupełnymi. Symbole $\bar{d}w$ i $\bar{d}q$ oznaczają odpowiednio przyrosty pracy mechanicznej wykonanej nad próbką i doprowadzonego (lub odprowadzonego) do niej ciepła drogą ogrzewania (lub chłodzenia przypadającego na jednostkę masy próbki).

$$\bar{d}w = \frac{dt}{m} \left[\int_{\partial V(t)} \hat{t}^{(n)} \cdot \hat{v} da \right]; \quad \bar{d}q = \frac{dt}{m} \left[- \int_{\partial V(t)} \hat{q} \cdot \mathbf{n} da + \int_{V(t)} \hat{\rho} \hat{r} dV \right]. \quad (2.4)$$

Wektory $\hat{t}^{(n)}$ i \hat{q} są odpowiednio rozkładem wektorów sił powierzchniowych i strumienia ciepła na powierzchni $\partial V(t)$ roboczej części próbki. Symbol \hat{r} oznacza moc źródeł ciepła a wektor \mathbf{n} jest jednostkowym wektorem normalnym do powierzchni $\partial V(t)$.

Przyrosty ds i $\bar{d}s^{(z)}$ są odpowiednio przyrostami: średniej entropii właściwej badanej próbki i entropii właściwej doprowadzonej do tej próbki z zewnątrz. Różnica tych przyrostów ($\bar{d}s^{(p)}$) oznacza przyrost średniej entropii właściwej, wyprodukowanej w roboczej części próbki w wyniku, zachodzących w mikroskali, zjawisk nieodwracalnych.

$$s = \frac{1}{m} \left[\int_{V(t)} \hat{\rho} \hat{s} dV \right]; \quad \bar{d}s^{(z)} = \frac{dt}{m} \left[- \int_{\partial V} \hat{q} \cdot \mathbf{n} da + \int_{V(t)} \frac{\hat{\rho} \hat{r}}{\hat{T}} dV \right]. \quad (2.5)$$

Symbole \hat{s} i \hat{T} reprezentują odpowiednio pole entropii właściwej i pole temperatury występujące w mikroskali.

2.2. Jednorodne procesy quasistatyczne

Badając procesy odkształcenia plastycznego, czyli procesy nieodwracalne, ograniczymy się do takich, które można uznać za jednorodne i quasistatyczne. Spełniają one następujące warunki:

a/ Makroskopowe próbki są w każdej chwili procesu odkształcania w *równowadze mechanicznej*. Wtedy, w chwilach czasu t i $t + dt$ prędkość mikrocząstek \hat{v} jest równa zero i w pierwszym przybliżeniu zmianę ich średniej energii kinetycznej można pominąć,

$$de_k = 0. \quad (2.6)$$

b/ W każdej chwili czasu próbki znajdują się w *równowadze cieplnej*. W konsekwencji pole temperatury T jest polem równomiernym (temperatura nie zależy od położenia mikrocząstki).

$$\hat{T} = T(t). \quad (2.7)$$

c/ Jeżeli w trakcie doświadczeń kontrolowane są siły, to rozkład wektorów sił powierzchniowych $\hat{\mathbf{i}}^{(n)}$ (patrz wzór (2.4)₁) ma szczególną postać:

$$\hat{\mathbf{i}}_i^{(n)} = \sigma_{ij}(t) n_j, \quad (2.8)$$

gdzie zestaw składowych σ_{ij} nie zależy od położenia cząstek na powierzchni próbki $\partial V(t)$. Reprezentuje on makroskopowe naprężenia Cauchy'ego (naprężenie pierwszego rodzaju).

Średnie naprężenie $\bar{\sigma}$ w roboczej części próbki jest zdefiniowane następująco:

$$\bar{\sigma}_{ij} \equiv \frac{1}{2V(t)} \int_{\partial V(t)} (\hat{\mathbf{i}}_i^{(n)} x_j + x_i \hat{\mathbf{i}}_j^{(n)}) da = \frac{1}{V(t)} \int_{V(t)} \hat{\sigma}_{ij}(x, t) dV, \quad (2.9)$$

gdzie x jest wektorem-promieniem. Zatem nie trudno pokazać, że 6 składowych σ_{ij} reprezentuje średnią wartość z każdego statycznie dopuszczalnego pola naprężeń $\hat{\sigma}$ spełniającego warunek (2.8).

$$\bar{\sigma}_{ij} = \sigma_{ij}(t). \quad (2.10)$$

Jeżeli makroskopowe naprężenie $\sigma_{ij} = 0$, to w badanej próbce mogą pozostać tylko samorzównoważone pola mikronaprężeń $\hat{\sigma}$, wynikające z defektów sieci krystalicznej.

d/ Jeżeli w trakcie doświadczeń kontrolowane są prędkości przemieszczeń, to rozkład zadanego pola prędkości na powierzchni $\partial V(t)$ ogranicza się do następującego pola:

$$\hat{v}_i = D_{ij}(t) x_j + \omega_{ij}(t) x_j, \quad x \in \partial V(t), \quad (2.11)$$

gdzie: $D_{ij}(t) = D_{ji}(t)$ jest makroskopową prędkością odkształcenia Eulera, zaś $\omega_{ij}(t) = -\omega_{ji}(t)$ jest makroskopową miarą sztywnego obrotu części roboczej próbki. Średnia prędkość odkształcenia (makroskopowa prędkość odkształcenia) zdefiniowana jest następująco:

$$\bar{D}_{ij} = \frac{1}{2V(t)} \int_{\partial V(t)} (\hat{v}_i \hat{n}_j + n_i \hat{v}_j) da = \frac{1}{V(t)} \int_{V(t)} \hat{D}_{ij}(x, t) dV. \quad (2.12)$$

Łatwo więc sprawdzić, że zadane na powierzchni 6 liczb D_{ij} reprezentują średnią wartość \bar{D} pola prędkości mikroodkształceń $\hat{D}(x, t)$ pod warunkiem, że mikroodkształcenia generowane są przez kinematycznie dopuszczalne pola prędkości spełniające równanie (2.11),

$$\bar{D}_{ij} = D_{ij}(t). \quad (2.13)$$

Dwa, wymienione powyżej warunki (a) i (b) oraz warunek (c) lub (d) określają jednorodny proces quasistatyczny. Można pokazać, że gdy spełniony jest warunek (c) lub (d), to:

$$\bar{d}w = \frac{dt}{\rho(t)} \sigma_{ij}(t) D_{ij}(t). \quad (2.14)$$

Przy tym, w sytuacji (c) sześć składowych $D_{ij}(t)$ reprezentuje średnią prędkość odkształcenia, zaś w sytuacji (d) 6 składowych σ_{ij} reprezentuje średnie naprężenie w roboczej części próbki; to znaczy w obu wypadkach $\bar{d}w$ wyraża się poprzez iloczyn średnich wartości pól naprężenia i prędkości odkształcenia. Należy zauważyć, że dla wyznaczenia tych średnich wartości wystarcza znajomość pól na powierzchni ∂V roboczej części próbki (patrz wzory: (2.9) i (2.12)).

Podstawiając (2.7) do (2.5) i uwzględniając (2.4)₂ stwierdzamy, że w procesach jednorodnych $\bar{d}s^{(z)} = \bar{d}q / T$. Zatem biorąc pod uwagę równość (2.6), pierwszą i drugą zasadę termodynamiki dla nieskończenie małych, quasistatycznych procesów jednorodnych, można przepisać w formie:

$$du = \bar{d}w + \bar{d}q; \quad T \bar{d}s^{(p)} \equiv \bar{d}w_D = T ds - \bar{d}q \geq 0, \quad (2.15)$$

gdzie $\bar{d}w$ jest określone wzorem (2.14), zaś $\bar{d}w_D$ jest przyrostem energii rozproszonej na skutek, zachodzących we wnętrzu próbki, procesów nieodwracalnych.

Eliminując z równań (2.15)₁ i (2.15)₂ $\bar{d}q$, oraz wprowadzając pojęcie makroskopowej, swobodnej energii właściwej $\varphi = u - Ts$ otrzymamy:

$$\bar{d}w_D = \bar{d}w - d\varphi - s dT \geq 0. \quad (2.16)$$

Z równania (2.16) wynika znany wniosek: w trakcie dowolnego, spontanicznego procesu izotermicznego zachodzącego przy $\sigma_{ij} = 0$ (wtedy $\bar{d}w = 0$) energia swobodna nie może rosnąć.

2.3. Pojęcie energii zmagazynowanej

W fenomenologicznej termodynamice ciał stałych, odkształczanych sprężysto-plastycznie wyróżnia się pewien szczególny stan zwany *termodynamicznym stanem odniesienia* (*t.s.o.*). Zakłada się, że w takim stanie nie ma w próbce ani naprężeń makroskopowych, ani naprężeń wewnętrznych, czyli nie są uwzględniane defekty sieci krystalicznej. Zwykle uważa się, że dobrze wyżarzona, nienaprężona próbka znajduje się w *t.s.o.* pod warunkiem, że jej temperatura jest równa pewnej *umownej* temperaturze T_0 .

Załóżmy, że w *t.s.o.* znane są wartości energii wewnętrznej, entropii i energii swobodnej, które oznaczamy symbolami:

$$u_0, s_0, \quad \varphi_0 = u_0 - T_0 s_0 \quad (\text{oraz } \sigma = 0, T = T_0). \quad (2.17)$$

Tak jak poprzednio, u_0 , s_0 i φ_0 są wielkościami właściwymi.

Rozpatrzmy cykliczny proces obciążania rozpoczynający się w *t.s.o.* i kończący się w stanie takim, że:

$$\sigma = 0, \quad T = T_0. \quad (2.18)$$

Stany, w których naprężenie makroskopowe jest równe zeru i $T = T_0$ nazywają się *stanami naturalnymi* (*s.n.*). Podczas cyklicznego procesu obciążania następuje odkształcenie plastyczne i zmiana mikrostruktury roboczej części próbki, więc po zakończeniu tego procesu u i s będzie różne od u_0 i s_0 . Przyrosty energii wewnętrznej, entropii i energii swobodnej przy przejściu od *t.s.o.* do dowolnego *s.n.* nazywamy: *zmagazynowaną energią wewnętrzną* e_s , *entropią konfiguracyjną* s_s i *zmagazynowaną energią swobodną* $\varphi_s = e_s - T_0 s_s$. W dowolnym stanie naturalnym energia wewnętrzna, entropia i energia swobodna wynosi:

$$u_0 + e_s, \quad s_0 + s_s, \quad \varphi_0 + \varphi_s = (u_0 + e_s) - T_0 (s_0 + s_s). \quad (2.19)$$

Stosując pierwszą zasadę termodynamiki do rozpatrywanego procesu cyklicznego (patrz równość (2.15)₁) otrzymamy:

$$e_s = e_w - q_c, \quad (2.20)$$

gdzie e_w jest energią zużytą na odkształcenie plastyczne zaś q_c - ciepłem przekazanym do otoczenia przez jednostkę masy deformowanej próbki.

$$e_w = \oint_{\sigma=0} \bar{d}w = \oint_{\sigma=0} \frac{1}{\rho} \sigma(t) \cdot D(t) dt, \quad q_c = - \oint_{\sigma=0} \bar{d}q. \quad (2.21)$$

Symbol \oint oznacza całkę z procesu cyklicznego w przestrzeni naprężeń, który to proces rozpoczyna się w *t.s.o.* Energia e_w jest równa pracy odkształcenia plastycznego odniesionej do masy roboczej części próbki. Mierzac podczas odkształcenia plastycznego ciepło q_c i energię e_w , można, ze wzoru (2.20), wyznaczyć zmagazynowaną energię wewnętrzną e_s .

Ciepło q_c odprowadzone do otoczenia w trakcie rozważonego procesu cyklicznego nie jest równe rozproszonej energii w_D . Z równania (2.15)₂ otrzymujemy bowiem, że:

$$w_D \equiv \oint_{\sigma=0} \bar{d}w_D = T_0 s_s + q_c \geq 0. \quad (2.22)$$

Wyrażenie (2.22) jest słuszne pod warunkiem, że rozpatrywany proces jest izotermiczny ($T = T_0$). Eliminując z równań (2.20) i (2.22) wielkość q_c otrzymujemy, że rozproszona energia w_D jest równa różnicy pomiędzy pracą odkształcenia plastycznego i zmagazynowaną energią swobodną,

$$w_D = e_w - \varphi_s = e_w - (e_s - T_0 s_s) \geq 0. \quad (2.23)$$

Stąd wynika, że zmagazynowana energia swobodna nie może przewyższać izotermicznej pracy odkształcenia plastycznego. Równania (2.22), (2.23) nie są wystarczające do wyznaczenia entropii konfiguracyjnej s_s , występują bowiem w nich dwie niewiadome wielkości: w_D i s_s . W istocie brak wskazówek do działań eksperymentalnych umożliwiających wyznaczenie entropii s_s stanowi otwarty problem termomechaniki płynięcia plastycznego.

Entropia konfiguracyjna jest miarą nieporządku wprowadzonego do sieci krystalicznej w rezultacie zachodzących w niej procesów takich, jak powstawanie defektów punktowych i dyslokacji. Według oszacowań, podawanych w literaturze poświęconej inżynierii materiałowej [35, 36], składnik energii swobodnej pochodzący od entropii konfiguracyjnej związanej z położeniem dyslokacji jest, w porównaniu z energią zmagazynowaną, pomijalnie mały.

Jeżeli podczas deformacji plastycznej metalu generacja defektów punktowych sieci jest zaniedbywalna, to przyjmuje się, że $s_s \approx 0$. Wówczas q_c jest równe rozproszonej energii.

2.4. Formalny opis stanu termodynamicznego - równania stanu

Termodynamiczny stan odkształcanego elementu materialnego jest określony zbiorem niezależnych zmiennych stanu.

Żałujemy, że jest to zbiór następujący:

$$Y^{T\varepsilon} = \{T, \varepsilon_a^E, \mathbf{H}\}, \quad (2.24)$$

gdzie: T - temperatura odkształcanego elementu, H_i ($i = 1 \dots n$) jest pewną liczbą parametrów wewnętrznych, które w globalny (uśredniony) sposób opisują zmiany w mikrostrukturze, czyli zmiany liczby i struktury defektów sieci krystalicznej. Nie precyzujemy ani tej liczby, ani charakteru fizycznego defektów. Wnioski będą niezależne od tych informacji.

Zwykle przyjmuje się, że w trakcie dowolnego procesu odkształcenia sprężystego (termosprężystego) zmiany mikrostruktury są pomijalne. Stąd parametry wewnętrzne H_i winny być tak zdefiniowane, że we wszystkich infinitezmalnych procesach termosprężystych

$$dH_i = 0. \quad (2.25)$$

Aby podać ogólną definicję odkształcenia sprężystego ε_α^E wprowadza się pojęcie *chwilowej konfiguracji odciążonej elementu materialnego* (roboczej części badanej próbki). Jest to taka konfiguracja elementu, którą by on przyjął gdyby w danej chwili t procesu jednorodnego wszystkie siły działające na powierzchni zostały usunięte a temperatura elementu została sprowadzona do temperatury odniesienia T_0 . Chwilowa konfiguracja odciążona jest więc konfiguracją elementu w *chwilowym stanie naturalnym*. Zakłada się przy tym, że w trakcie takiego myślowego procesu odciążania nie zachodzą żadne nieodwracalne zmiany mikrostruktury, a więc myślowy proces odciążania jest procesem czysto sprężystym. Opisu kształtu elementu w stanie aktualnym można dokonać porównując ten kształt z kształtem w chwilowej konfiguracji odciążonej. W tym celu konieczne jest użycie sześciu liczb ε_α^E ($\alpha = 1 \dots 6$). Zbiór tych liczb nazywa się *odkształceniem sprężystym* elementu (roboczej części próbki). Zbiór ε_α^E może być, w szczególności, uporządkowanym zbiorem składowych symetrycznego tensora odkształcenia ε^E (np. $\varepsilon_1^E = \varepsilon_{11}^E$, $\varepsilon_2^E = \varepsilon_{22}^E$, $\varepsilon_3^E = \varepsilon_{33}^E$, $\varepsilon_4^E = 2\varepsilon_{23}^E$, $\varepsilon_5^E = 2\varepsilon_{13}^E$, $\varepsilon_6^E = 2\varepsilon_{12}^E$).

Ograniczając się tylko do procesów odkształceń sprężystych (termosprężystych) zachodzących przy niezmienionym stanie naturalnym i niezmienionej konfiguracji odciążonej można, przy pomocy wzoru:

$$\frac{dt}{\rho(t)} \sigma \cdot D = \frac{1}{\rho_0} p_\alpha d\varepsilon_\alpha^E, \quad (\text{sumując po } \alpha) \quad (2.26)$$

wyznaczyć 6 liczb p_α reprezentujących uogólnione naprężenie skoniugowane z ε_α^E poprzez pracę odkształcenia sprężystego, gdzie ρ_0 jest gęstością materiału próbki w *t.s.o.* Uogólnione naprężenia p_α są określonymi funkcjami składowych σ_{ij} tensora naprężenia Cauchy'ego. Związki te mają taką cechę, że

$$\sigma_{ij} = 0 \Leftrightarrow p_\alpha = 0, \quad (2.27)$$

czyli naprężenia p_α znikają wtedy i tylko wtedy, gdy makroskopowe naprężenie jest równe zero.

W trakcie dowolnego niesprężystego procesu jednorodnego chwilowa konfiguracja odciążona ulega zmianie i równość (2.26) nie zachodzi.

Oznaczmy symbolem $\bar{d}w_p$ różnicę:

$$\bar{d}w_p \equiv \bar{d}w - \bar{d}w_E; \quad \bar{d}w_E = \frac{1}{\rho_0} p_\alpha d\varepsilon_\alpha^E. \quad (2.28)$$

W ten sposób przyrost pracy $\bar{d}w$ wykonanej nad roboczą częścią próbki w infitezymalnym jednorodnym procesie quasistatycznym został addytywnie rozłożony na infitezymalną pracę odkształcenia sprężystego $\bar{d}w_E$ i infitezymalną pracę odkształcenia plastycznego $\bar{d}w_p$.

Przyjmijmy następującą postać podstawowego, różniczkowego równania Gibbsa:

$$d\varphi(Y^{T\varepsilon}) = \frac{1}{\rho_0} p_\alpha d\varepsilon_\alpha^E - s dT + \pi_i dH_i = \bar{d}w_E - s dT + \pi_i dH_i, \quad (2.29)$$

gdzie: π_i są wewnętrznymi siłami termodynamicznymi skoniugowanymi z H_i . Energia swobodna φ wyrażona w zmiennych (2.24) jest potencjałem termodynamicznym, z którego wynikają następujące *termiczne równania stanu*:

$$\frac{1}{\rho_0} p_\alpha = \frac{\partial\varphi(Y^{T\varepsilon})}{\partial\varepsilon_\alpha^E}; \quad -s = \frac{\partial\varphi(Y^{T\varepsilon})}{\partial T}; \quad \pi_i = \frac{\partial\varphi(Y^{T\varepsilon})}{\partial H_i}. \quad (2.30)$$

Stanowią one pierwszą grupę równań konstytutywnych, wspomnianą na początku drugiego rozdziału.

Proces deformacji metalu służący badaniu jego statycznych właściwości termomechanicznych jest zwykle sterowany obciążeniem badanej próbki. W tym wypadku do opisu termodynamicznego stanu próbki bardziej odpowiedni jest zbiór następujących zmiennych:

$$Y^{Tp} \equiv \{T, p_\alpha, H\} \quad (2.31)$$

jako zbiór niezależnych parametrów stanu. Potencjałem termodynamicznym, którego zmiennymi naturalnymi są parametry (2.31), jest funkcja Gibbsa g zdefiniowana następująco:

$$g = \varphi - \frac{1}{\rho_0} p_\alpha \varepsilon_\alpha^E. \quad (2.32)$$

Wykorzystując równanie (2.29) otrzymamy:

$$dg = -\frac{1}{\rho_0} \varepsilon_\alpha^E dp_\alpha - s dT + \pi_i dH_i,$$

oraz

$$\frac{1}{\rho_0} \varepsilon_\alpha^E = -\frac{\hat{c}g(Y^{Tp})}{\hat{c}p_\alpha}; \quad -s = \frac{\hat{c}g(Y^{Tp})}{\hat{c}T}; \quad \pi_i = \frac{\hat{c}g(Y^{Tp})}{\hat{c}H_i}. \quad (2.33)$$

Równania stanu (2.33) są, oczywiście, w pełni równoważne równaniom (2.30). Podstawiając addytywny rozkład $\bar{d}w$ (2.28) oraz wyrażenie (2.29) do (2.16) otrzymujemy wyrażenie na energię rozproszoną:

$$\bar{d}w_D = T ds - \bar{d}q = \bar{d}w_p - \pi_i dH_i \geq 0, \quad (2.34)$$

gdzie infinytezymalna praca plastyczna $\bar{d}w_p$ jest zdefiniowana wzorem (2.28). Przypadek, w którym wyrażenie $\pi_i dH_i$ jest równe przyrostowi zmagazynowanej energii swobodnej zostanie rozpatrzony w następnym paragrafie.

Równania stanu (2.33) można napisać w formie przyrostowej obliczając różniczkę zupełną równań (2.33). Obliczmy ją dla równań (2.33)₁ i (2.33)₂:

$$\left. \begin{aligned} d\varepsilon_\alpha^E(Y^{Tp}) &= \frac{\hat{c}\varepsilon_\alpha^E}{\hat{c}p_\beta} dp_\beta + \frac{\hat{c}\varepsilon_\alpha^E}{\hat{c}T} dT + \frac{\hat{c}\varepsilon_\alpha^E}{\hat{c}H_i} dH_i, \\ T ds(Y^{Tp}) &= T \frac{\hat{c}s}{\hat{c}p_\beta} dp_\beta + T \frac{\hat{c}s}{\hat{c}T} dT + \frac{\hat{c}s}{\hat{c}H_i} dH_i. \end{aligned} \right\} \quad (2.35)$$

W równaniach (2.35) zawarte są wielkości opisujące termostatyczne właściwości rozważanej próbki:

$$\left. \begin{aligned} m_{\alpha\beta} &= \frac{\hat{c}\varepsilon_\alpha^E}{\hat{c}p_\beta} = -\rho_0 \frac{\partial^2 g}{\hat{c}p_\alpha \hat{c}p_\beta}, & \alpha_\alpha &= \frac{\hat{c}\varepsilon_\alpha^E}{\hat{c}T} = -\rho_0 \frac{\partial^2 g}{\hat{c}p_\alpha \hat{c}T}, \\ c_p(Y^{Tp}) &= T \frac{\hat{c}s(Y^{Tp})}{\hat{c}T} = -T \frac{\partial^2 g}{\hat{c}T^2}. \end{aligned} \right\} \quad (2.36)$$

Są to: $m_{\alpha\beta}$ - termodynamiczne (styczne) moduły podatności sprężystej, mierzone przy $T = const$, α_α i α_β - styczne współczynniki rozszerzalności cieplnej, c_p - ciepło właściwe przy stałych uogólnionych naprężeniach.

Wprowadźmy oznaczenia:

$$\left. \begin{aligned} \frac{\partial \varepsilon_{\alpha}^E(Y^{Tp})}{\partial H_i} dH_i &= -\rho_0 \frac{\partial \pi_i(Y^{Tp})}{\partial p_{\alpha}} dH_i \equiv d^h \varepsilon_{\alpha}^E; \\ \frac{\partial s(Y^{Tp})}{\partial H_i} dH_i &= -\frac{\partial \pi_i(Y^{Tp})}{\partial T} dH_i \equiv d^h s. \end{aligned} \right\} \quad (2.37)$$

W dalszych rozważaniach zostanie pokazane, że $d^h \varepsilon_{\alpha}^E \neq 0$ tylko wówczas, gdy odkształcenie plastyczne (więc zmiana mikrostruktury) powoduje zmianę makroskopowych własności termosprężystych. Infinitesimalny przyrost entropii $d^h s$ reprezentuje nie tylko zmianę entropii konfiguracyjnej s_s (równanie (2.19)) ale także efekty wpływu zmian mikrostruktury na ciepło właściwe.

Po podstawieniu równań: (2.36), (2.37) do (2.35) otrzymamy

$$\left. \begin{aligned} d\varepsilon_{\alpha}^E(Y^{Tp}) &= m_{\alpha\beta} dp_{\beta} + \alpha_{\alpha} dT + d^h \varepsilon_{\alpha}^E(Y^{Tp}); \\ T ds(Y^{Tp}) &= \frac{T}{\rho_0} \alpha_{\beta} dp_{\beta} + c_p dT + T d^h s(Y^{Tp}). \end{aligned} \right\} \quad (2.38)$$

Podstawiając równanie (2.38)₂ do (2.34) otrzymamy przyrostowe równanie dla temperatury.

$$c_p dT = \bar{d}w_p - \pi_i dH_i - T d^h s(Y^{Tp}) - \frac{T}{\rho_0} \alpha_{\beta} dp_{\beta} + \bar{d}q. \quad (2.39)$$

Pierwsze dwa człony występujące po prawej stronie tego równania reprezentują energię rozproszoną, człon trzeci - ciepło przemian strukturalnych związanych z plastycznym odkształceniem roboczej części próbki. Człon czwarty jest ciepłem efektu piezokalorycznego, zaś ostatni - ciepłem, które deformowana próbka wymienia z otoczeniem.

2.5 Potencjał Gibbsa a energia zmagazynowana

Znalezienie zależności między potencjałem Gibbsa a energią zmagazynowaną pozwoli na pokazanie roli tej energii w opisie własności termostatycznych metalu, bowiem funkcja Gibbsa jest potencjałem termodynamicznym; wynikają z niego wszystkie równania stanu (patrz wyrażenia 2.33).

Zgodnie z definicją energii zmagazynowanej (patrz paragraf 2.3) można przyjąć, że w termodynamicznym stanie odniesienia siły wewnętrzne oraz odkształcenia sprężyste są

$$\text{równe zero; } H_i = 0, \quad \pi_i = 0, \quad \varepsilon_{\alpha}^E = 0. \quad (2.40)$$

W każdym *stanie naturalnym*, który nie jest stanem odniesienia zawsze istnieją defekty sieci krystalicznej, na przykład dyslokacje, mimo że zgodnie z definicją podaną w paragrafie 2.4. makroodkształcenia sprężyste są równe zero. A więc w każdym *s.n.*

$$H_i \neq 0, \quad \pi_i \neq 0; \quad \varepsilon_\alpha^E = 0. \quad (2.41)$$

Podczas odkształcenia plastycznego zachodzącego w temperaturze T_0 następują zmiany w mikrostrukturze deformowanego materiału i energia magazynowana jest zależna od tych zmian. Więć:

$$e_s = e_s(\mathbf{H}); \quad s_s = s_s(\mathbf{H}); \quad \varphi_s = \varphi_s(\mathbf{H}) = e_s(\mathbf{H}) - T_0 s_s(\mathbf{H}), \quad (2.42)$$

przy czym, zgodnie z założeniami: (2.17), (2.19) i (2.40)₁

$$e_s(0) = 0, \quad s_s(0) = 0.$$

Uwzględniając, że dla $p_\alpha = 0$, $g = \varphi$, wyrażenie (2.19) na energię swobodną dla stanu naturalnego staje się wyrażeniem na potencjał Gibbsa dla tego stanu:

$$g(T_0, 0, \mathbf{H}) = u_0 - T_0 s_0 + e_s(\mathbf{H}) - T_0 s_s(\mathbf{H}). \quad (2.43)$$

W stanie naturalnym $\varepsilon_\alpha^E = 0$ oraz $s = s_0 + s_s(\mathbf{H})$ (patrz (2.19) i (2.41)), więc dla $p_\alpha = 0$, $T = T_0$ otrzymamy:

$$\frac{\partial g}{\partial p_\alpha} = 0; \quad -\frac{\partial g}{\partial T} = s_0 + s_s(\mathbf{H}). \quad (2.44)$$

Zauważmy, że równania definiujące współczynniki rozszerzalności cieplnej α_α i ciepła właściwe c_p (2.36)_{2,3} są równaniami różniczkowymi drugiego stopnia. Jeżeli założymy, że α_α i c_p są znane z pomiarów, to całkując te równania oraz wykorzystując wyrażenie na funkcję Gibbsa dla stanu naturalnego (2.43) można podać bardziej konkretną postać funkcji $g(Y^{Tp})$. Przyjmujemy przy tym, że α_α i c_p są znane dla każdej wartości odkształcenia plastycznego, czyli dla każdej wartości parametrów \mathbf{H} opisujących zmianę mikrostruktury.

Nie tracąc niczego z ogólnego przypadku, α_α i c_p możemy wyrazić w następującej formie addytywnej.

$$\left. \begin{aligned} \alpha_\alpha(Y^{Tp}) &= \alpha_\alpha^0(p_\beta, H) + \Delta\alpha_\alpha(Y^{Tp}), \\ c_p(Y^{Tp}) &= c_p^0(T, H) + \Delta c_p(Y^{Tp}), \end{aligned} \right\} \quad (2.45)$$

przy czym:

$$\left. \begin{aligned} \Delta\alpha_\alpha(Y^{Tp}) &= 0 \quad \text{dla} \quad T = T_0, \\ \Delta c_p(Y^{Tp}) &= 0 \quad \text{dla} \quad p_\alpha = 0, \end{aligned} \right\} \quad (2.46)$$

czyli α_α^0 są współczynnikami rozszerzalności cieplnej wyznaczonymi w temperaturze T_0 , zaś c_p^0 jest ciepłem właściwym materiału nieobciążonego. Ze względu na relację wzajemności (wynikającą z definicji tych wielkości - patrz równania (2.36))

$$\frac{\rho_0}{T} \frac{\partial c_p}{\partial p_\alpha} = \frac{\partial \alpha_\alpha}{\partial T} \Leftrightarrow \frac{\rho_0}{T} \frac{\partial \Delta c_p}{\partial p_\alpha} = \frac{\partial \Delta \alpha_\alpha}{\partial T},$$

otrzymujemy:

$$\frac{1}{\rho_0} \Delta \alpha_\alpha = \int_{T_0}^T \frac{1}{T_1} \frac{\partial \Delta c_p(Y^{T,p})}{\partial p_\alpha} dT_1. \quad (2.47)$$

A więc, jeżeli znajdziemy doświadczalnie funkcję $\Delta c_p(Y^{T,p})$, to $\Delta \alpha_\alpha$ możemy wyznaczyć ze wzoru (2.47). Całkując równania (2.36)_{2,3} i uwzględniając (2.42) i (2.43) otrzymujemy postać funkcji g dla dowolnego stanu:

$$g(Y^{T,p}) = u_0 + e_s(\mathbf{H}) - T[s_0 + s_s(\mathbf{H})] + g_I(p_\alpha, \mathbf{H}) - (T - T_0)s_I(p_\alpha, \mathbf{H}) + \int_{T_0}^T \left[1 - \frac{T}{T_1}\right] c_p(Y^{T,p}) dT_1. \quad (2.48)$$

W otrzymanym wyrażeniu $g_I(p_\alpha, \mathbf{H})$ jest, wyznaczoną w temperaturze T_0 , izotermiczną, właściwą energią sprężystości o następujących własnościach matematycznych:

$$g_I = 0, \quad \frac{\partial g_I}{\partial p_\alpha} = 0 \quad \text{dla} \quad p_\alpha = 0 \Leftrightarrow \sigma = 0. \quad (2.49)$$

Energia potencjalna g_I może zmienić się w wyniku odkształcenia plastycznego, co uwzględniono poprzez jej zależność od zmiany mikrostruktury - od \mathbf{H} . Funkcja s_I jest jednoznacznie określona jako rozwiązanie równania:

$$\frac{\partial s_I(p_\alpha, \mathbf{H})}{\partial p_\alpha} = \frac{1}{\rho_0} \alpha_\alpha^0(p_\alpha, \mathbf{H}), \quad \text{z warunkiem brzegowym} \quad s_I = 0 \quad \text{dla} \quad p_\alpha = 0. \quad (2.50)$$

Wzór (2.48) wyprowadzono bez nakładania żadnych ograniczeń na właściwości badanej próbki. Po raz pierwszy został on przedstawiony w sprawozdaniu z prac nad projektem badawczym, kierowanym przez autorkę niniejszej rozprawy [37]. Nie znaleziono jego odpowiednika w literaturze poświęconej termomechanice. Wzór (2.48) pokazuje, że zmagazynowana, właściwa energia wewnętrzna, której pomiar jest jednym z celów niniejszej

rozprawy, występuje jako ważny addytywny człon w wyrażeniu na potencjał termodynamiczny. Energia zmagazynowana jest funkcją stanu wewnętrznego.

2.6 Energia zmagazynowana podczas procesów odkształcenia plastycznego przeprowadzonych w różnych temperaturach.

Częściowo zcałkowana postać funkcji Gibbsa (wzór 2.48) pozwala na znalezienie relacji między energią zmagazynowaną w metalu podczas procesów odkształcenia plastycznego przeprowadzonych w różnych temperaturach, np: T_0 i $T \neq T_0$.

Korzystając ze wzoru: $u = g + T s + p_\alpha \varepsilon_\alpha^E / \rho_0$ oraz uwzględniając, wynikające z równań stanu, nieliniowe prawo termosprężystości:

$$\varepsilon_\alpha^E = -\rho_0 \frac{\partial g_I(p_\alpha, H)}{\partial p_\alpha} + \int_{T_0}^T \alpha_\alpha(Y^{T,p}) dT_I, \quad (2.51)$$

energię wewnętrzną można wyrazić poprzez zmienne $Y^{T,p}$:

$$\begin{aligned} u(Y^{T,p}) = & u^*(T, H) + u'_0(T) + g_I - \frac{\partial g_I}{\partial p_\alpha} p_\alpha + \frac{1}{\rho_0} \int_{T_0}^T p_\alpha \alpha_\alpha(Y^{T,p}) dT_I + \\ & + T_0 s_I(p_\alpha, H) + \int_{T_0}^T \Delta c_p(Y^{T,p}) dT_I, \end{aligned} \quad (2.52)$$

gdzie:

$$\left. \begin{aligned} u^*(T, H) = & e_s(H) + \int_{T_0}^T [c_p^0(T_I, H) - c_p^0(T_I, 0)] dT_I, \\ u'_0(T) = & u_0 + \int_{T_0}^T c_p^0(T_I, 0) dT_I. \end{aligned} \right\} \quad (2.53)$$

Funkcja $u(Y^{T,p})$ nie jest potencjałem termodynamicznym, ale można wyróżnić w niej addytywny człon u^* reprezentujący energię wewnętrzną, która byłaby zmagazynowana w próbce gdyby jej odkształcenie plastyczne przebiegało w temperaturze $T \neq T_0$. Taka interpretacja u^* wynika stąd, że dla $p_\alpha = 0$, przy wykorzystaniu równości: (2.46), (2.49), (2.50),

$$u = u_0'(T) + u^*$$

Wzór (2.53)₁ wiąże wyniki pomiarów wewnętrznej energii zmagazynowanej w procesach odkształcenia plastycznego przeprowadzonych w różnych temperaturach. Jeżeli ciepło właściwe wyznaczone dla materiału nieobciążonego nie zależy od zmian mikrostruktury, to zmagazynowana energia wewnętrzna nie zależy od temperatury.

2.7 Energia zmagazynowana a wewnętrzne siły termodynamiczne

Z postaci funkcji Gibbsa (wzór 2.48) oraz z równania stanu (2.33)₃ wynika, że zmiany energii zmagazynowanej decydują o wielkościach wewnętrznych sił termodynamicznych napędzających wszystkie spontaniczne procesy zachodzące w próbce w stanie nienaprężonym.

Wewnętrzne siły termodynamiczne można rozłożyć addytywnie, w sposób podobny do rozkładu ciepła właściwego (2.45)₂, a mianowicie:

$$\pi_i(Y^{Tp}) = \pi_i^0(T, H) + \Delta\pi_i(Y^{Tp}), \quad (2.54)$$

gdzie π_i^0 - to siły działające w próbce wolnej od makroskopowych naprężeń ($\sigma = 0 \Leftrightarrow p_\alpha = 0$),

$$\pi_i^0(T, H) = \frac{\partial u^*(T, H)}{\partial H_i} - T \frac{\partial s^*(T, H)}{\partial H_i}, \quad (2.55)$$

s^* jest entropią konfiguracyjną próbki dla izotermicznego procesu odkształcenia plastycznego w temperaturze $T \neq T_0$

$$s^*(T, H) = \int_{T_0}^T \frac{1}{T_l} [c_p^0(T_l, H) - c_p^0(T_l, 0)] dT_l + s_s(H). \quad (2.56)$$

Nadwyżka wewnętrznych sił termodynamicznych $\Delta\pi_i$, wynikająca z działania makroskopowych naprężeń wynosi:

$$\Delta\pi_i(Y^{Tp}) = \frac{\partial g_l(p_\alpha, H)}{\partial H_i} - (T - T_0) \frac{\partial \hat{s}_l(p_\alpha, H)}{\partial H_i} + \int_{T_0}^T \left(1 - \frac{T}{T_l}\right) \frac{\partial \Delta c_p(Y^{Tp})}{\partial H_i} dT_l, \quad (2.57)$$

przy czym $\Delta\pi_i = 0$ dla $p_\alpha = 0$ (patrz: (2.46), (2.49) i (2.50)).

Rozpatrzmy warunki, w których przy $p_\alpha \neq 0$, $\Delta\pi_i = 0$.

Ze wzoru (2.57) wynika, że będą one spełnione wówczas, gdy g_I , s_I i Δc_p nie zależą od H_i . Z kolei ze wzorów: (2.50) i (2.47) wynika, że jeżeli s_I i Δc_p nie zależą od H_i , to współczynniki rozszerzalności cieplnej także nie mogą zależeć od H_i .

Jeżeli więc α_α , Δc_p , g_I nie zależą od historii odkształcenia plastycznego próbki, czyli nie zależą od \mathbf{H} , to wewnętrzne siły termodynamiczne nie zależą od naprężenia,

$$\pi_i(Y^{Tp}) = \pi_i^0(T, \mathbf{H}). \quad (2.58)$$

Przy odpowiednim wyborze miary odkształcenia sprężystego, w przypadku ciał metalicznych, powyższe uproszczenia natury fizycznej, nie prowadzą do istotnych błędów i są dopuszczalne. W pracy [37] pokazaliśmy, że przy tych uproszczeniach, w cyklicznym (izotermicznym) procesie zmian naprężenia rozpoczynającym się w $t.s.o.$

$$e_w = \oint_{\sigma=0} \bar{d}w_p \quad (2.59)$$

oraz wyrażenie $\pi_i dH_i + d^h s(Y^{Tp})$, występujące w równaniu dla temperatury (2.39) (patrz także (2.37)) przybiera prostą formę:

$$\pi_i dH_i + d^h s(Y^{Tp}) = \frac{\partial u^*(T, \mathbf{H})}{\partial H_i} dH_i,$$

a więc jest równe izotermicznemu przyrostowi zmagazynowanej energii wewnętrznej. Zatem w tym wypadku równanie dla temperatury redukuje się do postaci:

$$c_p dT = \bar{d}w_p - \frac{\partial u^*(T, \mathbf{H})}{\partial H_i} dH_i - \frac{T}{\rho_0} \alpha_\beta dp_\beta + \bar{d}q, \quad (2.60)$$

gdzie u^* określone jest wzorem (2.53) tak, że

$$\frac{\partial u^*}{\partial H_i} dH_i = \left[\frac{\partial e_s(\mathbf{H})}{\partial H_i} + \int_{T_0}^T \frac{\partial c_p^0(T_I, \mathbf{H})}{\partial H_i} dT_I \right] dH_i.$$

Jeżeli przyjmiemy dodatkowe założenie, że c_p^0 nie zależy od zmian w mikrostrukturze, to:

$$\left(\partial u^* / \partial H_i \right) dH_i = de_s(\mathbf{H}).$$

Wówczas równanie na temperaturę przyjmie następującą postać:

$$c_p dT = \bar{d}w_p - de_s(\mathbf{H}) - \frac{T}{\rho_0} \alpha_\beta dp_\beta + \bar{d}q. \quad (2.61)$$

W dalszej części rozprawy zostanie pokazane, że otrzymane równanie jest podstawą metody pomiarowej, umożliwiającej wyznaczenie energii zmagazynowanej bez używania kalorymetru i bez przerywania procesu deformacji. Pozwoliło ono na ścisły, matematyczny opis tej metody.

3. PRZEGLĄD METOD POMIARU ENERGII ZMAGAZYNOWANEJ

Na początku lat trzydziestych naszego stulecia G. J. Taylor i H. Quiney wykazali, że praca odkształcenia plastycznego w termodynamicznym cyklu obciążania próbki metalicznej (po powrocie do stanu naturalnego: $\sigma = 0$, $T = T_0$) jest większa od ciepła przekazanego przez nią do otoczenia [38]. Wykryli, że część energii dostarczonej do próbki z zewnątrz magazynuje się w deformowanym metalu. Od tego czasu opracowano wiele metod wyznaczenia energii zmagazynowanej. Wszystkie je można podzielić na jedno i dwustopniowe.

Do metod jednostopniowych są zaliczane wszystkie te metody, w których wyznaczenie energii następuje na podstawie wartości parametrów cieplnych i mechanicznych, zmierzonych w czasie trwania deformacji lub natychmiast po jej zakończeniu.

Do dwustopniowych należą metody, w których energia zmagazynowana w zdeformowanej próbce jest wyznaczana podczas późniejszego jej wygrzewania.

W badaniu rozwoju mechanizmów odpowiedzialnych za proces magazynowania energii podczas deformacji plastycznej metalu konieczne jest wyznaczenie energii zmagazynowanej jako funkcji wybranego parametru, charakteryzującego proces odkształcania badanej próbki. Takiej możliwości nie dają metody dwustopniowe; przy ich zastosowaniu każdy punkt pomiarowy wspomnianej funkcji dotyczyłby innej próbki.

Wyznaczenie zależności energii zmagazynowanej od parametrów procesu deformacji jest w zasadzie możliwe podczas odkształcania próbki w kalorymetrze, czyli za pomocą metody jednostopniowej. Ze względu na bezwładność cieplną kalorymtru proces deformacji jest jednak zwykle przerywany, co może wywoływać niekontrolowaną relaksację badanego metalu.

Wyznaczanie energii zmagazynowanej bez konieczności przerywania procesu deformacji umożliwia metoda, opracowana według pomysłu autorki niniejszej rozprawy. Metoda jest stosowana od kilku lat, natomiast jej ścisły, termodynamiczny opis przedstawiono po raz pierwszy w pracy [37].

3.1. Metody jednostopniowe

Najwcześniejsze pomiary energii zmagazynowanej były prowadzone metodami jednostopniowymi. Podstawą tych metod jest pierwsza zasada termodynamiki. Energię zmagazynowaną definiuje się w nich jako różnicę między pracą odkształcenia plastycznego w cyklu obciążania i ciepłem przekazanym przez próbkę do otoczenia. Praca odkształcenia plastycznego jest wyznaczana zazwyczaj na podstawie zależności siła - przemieszczenie, lub - w wypadku odkształceń udarowych - na podstawie ubytku energii potencjalnej młota [22, 39 - 42].

Ciepło przekazane do otoczenia przez badaną próbkę jest równe iloczynowi jej pojemności cieplnej i przyrostu temperatury pod warunkiem, że ucieczka ciepła przed odciążeniem próbki jest pomijalnie mała. Warunek ten jest spełniony w odkształceniach udarowych [39 - 42].

W wielu badaniach wspomniane ciepło wyznaczano za pomocą kalorymetru, umieszczając w nim próbkę natychmiast po zakończeniu deformacji [38] lub odkształcając ją w kalorymetrze [21, 23, 26 - 28, 42 - 49]. Rozwój techniki pomiarów kalorymetrycznych nastąpił przede wszystkim dzięki pracom R. O. Williamsa [26, 39, 45].

Odształcanie próbek w kalorymetrze zapoczątkowało badania energii zmagazynowanej jako funkcji parametrów procesu deformacji.

We wszystkich jednostopniowych metodach wyznaczona wartość ciepła musi być korygowana o jego straty podczas procesu odkształcania, wynikające ze zjawisk przewodnictwa cieplnego, promieniowania i konwekcji. Wpływ poszczególnych zjawisk w różnych rozwiązaniach technicznych jest różny. Zawsze jednak niezbędna jest znajomość współczynników charakteryzujących te zjawiska, ponieważ dopiero wtedy można określić relację między sygnałem wychodzącym z kalorymetru i ciepłem generowanym w wyniku deformacji. Ponadto wyznaczanie energii zmagazynowanej jako funkcji odkształcenia wymaga przerywania procesu deformacji ze względu na bezwładność kalorymetru.

Postęp w pokonywaniu tego typu trudności osiągnęli w 1989 roku A. Chrysochoos i G. Martin [28]. Skonstruowali oni mikrokalorymetr o stosunkowo małej bezwładności cieplnej, który mógł być skalowany za pomocą efektu piezokalorycznego. Mikrokalorymetr zakładano na deformowaną próbkę. Pozwalał on na analizę bilansu energii bez przerywania procesu deformacji. Skalowanie tego mikrokalorymetru jest jednak bardzo skomplikowane; wymaga rozwiązania układu równań opisujących przepływ ciepła od próbki przez kalorymetr do otoczenia, co wiąże się z koniecznością doświadczalnego wyznaczenia wielu współczynników.

Omawiając jednostopniowe metody wyznaczania energii zmagazynowanej trzeba wspomnieć o próbach obliczenia tej energii na podstawie doświadczalnie wyznaczonej krzywej naprężenie-odkształcenie [50]. Próby te były jednak oparte na teoretycznym modelu procesu deformacji, nie odzwierciedlającym procesu rzeczywistego. Wyniki obliczeń znacznie różnią się od wyników otrzymanych z pomiaru energii zmagazynowanej.

Wadą wszystkich metod jednostopniowych jest to, że sposób wyznaczania ciepła różni się zasadniczo od sposobu wyznaczania pracy odkształcenia plastycznego; fizyczna podstawa określania wartości tych wielkości jest różna. Z tego powodu błędy systematyczne nie mogą się kompensować.

3.2. Metody dwustopniowe

Istotą metod dwustopniowych jest pomiar energii, która uwalnia się z odkształconej próbki podczas jej wygrzewania w wyniku procesów zdrowienia i rekrytalizacji. W metodach dwustopniowych energia zmagazynowana wydziela się w postaci ciepła. Ciepło jest wyznaczane na podstawie porównania termicznego zachowania się próbki odkształconej i próbki odniesienia (nieodkształconej) w czasie ich wygrzewania. We wszystkich metodach dwustopniowych przyjmuje się, że uwolniona podczas wygrzewania energia jest równa energii zmagazynowanej podczas uprzedniego odkształcania próbki.

Metody dwustopniowe dzielą się na:

- a) metody z wygrzewaniem nieizotermicznym
- b) - z wygrzewaniem izotermicznym.

W metodach z wygrzewaniem nieizotermicznym energia zmagazynowana jest wyznaczana na podstawie różnicy między ciepłem niezbędnym do podniesienia temperatury badanej próbki o określoną wartość i ciepłem niezbędnym do takiego samego nagrzania próbki odniesienia. Różnica ta jest spowodowana uwalnianiem się energii zmagazynowanej. Metody z wygrzewaniem nieizotermicznym były szeroko stosowane w latach pięćdziesiątych i sześćdziesiątych naszego stulecia [51 - 61]. J. L. White i K. Koyama rozwinęły technikę analizy różnicowej [62]. Polega ona na tym, że obydwie próbki są jednocześnie umieszczane w komorze kalorymetru poddanej zewnętrznemu ogrzewaniu ze stałą szybkością w wybranym, dostosowanym do badanego metalu, zakresie temperatury. Rejestrowana jest różnica wartości temperatury próbki odkształconej i próbki odniesienia w funkcji temperatury komory. Za miarę energii zmagazynowanej przyjmuje się zwykle pole powierzchni pod krzywą będącą wykresem tej funkcji. Aby oszacować bezwzględną wartość energii zmagazynowanej, trzeba to pole wyskalować za pomocą jakiegoś wzorcowego procesu, w którym wartość uwalnianej, emitowanej w postaci ciepła, energii jest znana. Skalowanie można także przeprowadzić za pomocą metody jednostopniowej, w której proces deformacji odbywa się w kalorymetrze [63]. Jednakże wpływ bardzo wielu czynników na wyniki pomiarów w danych warunkach podważa celowość określania wartości bezwzględnej energii zmagazynowanej i skłania raczej do analizy porównawczej [64]. Technika analizy różnicowej sprzyja kompensacji błędów systematycznych. Kalorymetry z tego typu analizą są stosowane nadal głównie do badania energii zmagazynowanej w metalach o stosunkowo niskiej temperaturze rekrytalizacji [65 - 69].

Wszystkie metody dwustopniowe z wygrzewaniem nieizotermicznym wymagają, przed rozpoczęciem pomiarów, kompensacji nieznacznych różnic w temperaturze otoczenia próbek: odniesienia i odkształconej. Kompensacja taka polega zwykle na dodatkowym grzaniu obu tych próbek, prowadzonym poniżej zakresu temperatury, w którym z danego, odkształconego materiału uwalniałaby się energia zmagazynowana.

Metody z wygrzewaniem nieizotermicznym mogą być z powodzeniem stosowane do pomiaru energii zmagazynowanej, która wydzieliła się nawet poniżej temperatury pokojowej [56, 69, 70].

W metodach dwustopniowych z wygrzewaniem izotermicznym energia zmagazynowana jest wyznaczana na podstawie zależności od czasu różnicy temperatury badanej próbki i otaczającego ją izotermicznego płaszczu. W stanie początkowym wartości temperatury próbki i płaszczu powinny być jednakowe. Układ pomiarowy musi być zbudowany tak, aby oporność termiczna obszaru między próbką i płaszczem była na tyle duża, że odpływ ciepła z próbki można było zaniedbać [71, 73].

Gdy podczas wygrzewania uwalnia się energia, temperatura próbki rośnie ponad wartość temperatury izotermicznego płaszczu. Różnica między tymi wartościami jest funkcją szybkości uwalniania się energii. Kalibracja kalorymetru izotermicznego wymaga więc wykorzystania zjawiska, w którym owa szybkość jest znana.

Podstawową zaletą metody dwustopniowej z wygrzewaniem izotermicznym jest to, że na drodze bardzo prostej analizy, umożliwia ona poznawanie kinetyki procesu uwalniania się energii. Wadą metody jest, natomiast, nieznaną wartość energii uwolnionej podczas wygrzewania próbki do temperatury izotermicznego płaszczu - do temperatury wygrzewania.

3.3. Porównanie metod jednostopniowych z dwustopniowymi

W metodach jednostopniowych pomiar energii zmagazynowanej wiąże się bezpośrednio z definicją tej wielkości, wynikającą z pierwszej zasady termodynamiki. Wielkości niezbędne do wyznaczenia energii zmagazynowanej są mierzone podczas odkształcania badanej próbki.

W metodach dwustopniowych energię zmagazynowaną wyznacza się w próbce odkształconej i odciążonej. Zakłada się, że energia uwolniona podczas wygrzewania jest równa energii, która została zmagazynowana w próbce w czasie deformacji. W rzeczywistości jest inaczej, ponieważ mikrostruktura próbek po wygrzewaniu różni się od mikrostruktury próbek odniesienia. Istnieją więc składniki energii zmagazynowanej, które w metodzie dwustopniowej nie są rejestrowane. Nagrzewając, na przykład, odkształconą próbkę miedzianą powyżej temperatury pokojowej nie zaobserwowano piku związanego uwalnianiem się energii defektów punktowych. Niskotemperaturowe wygrzewanie wykazało, że uwalnianie tej energii następuje w temperaturze niższej od temperatury pokojowej [49].

W metodach dwustopniowych z wygrzewaniem izotermicznym pewna część energii zmagazynowanej może się wydzielić zanim odkształcona próbka osiągnie temperaturę wygrzewania. Energia ta umyka pomiarom i stanowi istotną część systematycznego błędu tej metody.

Podczas wygrzewania odkształconych próbek możliwe są także zjawiska energochłonne, zmniejszające energię uwalnianą z próbki. Przykładem tego typu zjawiska jest, poprzedzający rekrytalizację, proces zarodkowania nowych ziaren [74].

Wszystko to sprawia, że wartości energii zmagazynowanej otrzymane przy zastosowaniu metod jednostopniowych są wyższe niż przy zastosowaniu dwustopniowych.

Mimo tych wad metody dwustopniowe, a szczególnie metody z wygrzewaniem izotermicznym, są niezastąpione w poznawaniu kinetyki uwalniania się energii zmagazynowanej. Ustępują one, natomiast, miejsca metodom jednostopniowym w badaniach procesu odkształcenia plastycznego, ponieważ w tych ostatnich wielkości potrzebne do analizy bilansu energii wyznacza się w trakcie deformacji. Metody jednostopniowe pozwalają na wyznaczenie dla danej próbki zależności energii zmagazynowanej od odkształcenia w całym badanym jego zakresie. Można wprowadzić posługując się metodą dwustopniową wyznaczyć energię wydzieloną podczas wygrzewania próbek różniących się wartościami odkształcenia, ale wtedy każdy punkt wspomnianej zależności będzie dotyczyć innej próbki. W dodatku nie ma pewności, czy i jaka część energii zmagazynowanej uwolniła się między zakończeniem deformacji a rozpoczęciem pomiarów kalorymetrycznych.

Z tych rozważań wynika, że przy wyborze metody wyznaczania energii zmagazynowanej lub przy jej projektowaniu trzeba kierować się celem badań, w których metoda ma być użyta.

4. METODA DYNAMICZNEGO POMIARU ENERGII ZMAGAZYNOWANEJ

Aby określić przemianę energii w dowolnym punkcie procesu deformacji trzeba, jak już wspomniano, wyznaczyć wielkość de_s/de_w , zwaną zdolnością magazynowania energii. To z kolei wymaga znajomości funkcji $e_s(e_w)$ w całym, badanym zakresie odkształcenia. Analizę zdolności magazynowania energii de_s/de_w , na gruncie termodynamiki jednorodnego procesu odkształcenia plastycznego, z uwzględnieniem wyników doświadczalnych, przedstawiono w rozdziale 9.

Wśród omówionych metod, wyznaczenie funkcji $e_s(e_w)$ umożliwia jedną stopniową metodą pomiaru energii zmagazynowanej pod warunkiem, że deformację prowadzi się w kalorymetrze. Pojawia się jednak wówczas stosunkowo duży błąd wynikający z bezwładności cieplnej kalorymetru. Ponadto kalibracja kalorymetru, oraz prowadzenie w nim deformacji - to skomplikowane problemy techniczne.

Jak już wspomniano, w IPPT została opracowana metoda wyznaczania energii zmagazynowanej nie wymagająca użycia kalorymetru i odciążania badanej próbki. Nazwano ją metodą dynamicznego pomiaru energii zmagazynowanej [13 - 15, 75]. Oparta ona jest na symulacji procesu nagrzewania się próbki podczas odkształcania, przez dostarczenie do niej w sposób kontrolowany energii elektrycznej. Spełnienie warunków symulacji jest najprostsze wtedy, gdy deformacja następuje w procesie jednoosiowego rozciągania.

4.1. Teoretyczna podstawa metody

W termodynamicznym opisie metody wykorzystano równanie (2.39) dla temperatury deformowanej próbki oraz związek między potencjałem Gibbsa i energią zmagazynowaną (patrz paragraf 2.5).

Energię zmagazynowaną zdefiniowano, tak jak we wszystkich metodach jedno-stopniowych, jako różnicę między e_w pracą odkształcenia plastycznego w cyklicznym procesie obciążania a ciepłem q_C , które robocza część próbki oddałaby do otoczenia, gdyby jej temperatura powróciła do wartości T_0 (patrz wyrażenie (2.20)).

a) Wyznaczanie pracy odkształcenia plastycznego bez odciążania próbki

Rozpatrzmy próbkę o masie m , początkowej długości l_0 i początkowym polu przekroju A_0 (dane dotyczą części roboczej) poddaną prostemu rozciąganiu siłą P ze stałą prędkością. Chwilowa długość próbki i chwilowe pole przekroju oznaczmy odpowiednio $l(t)$ i $A(t)$. Przyjmijmy, że długość próbki w chwilowej konfiguracji odciążonej wynosi $l^*(t)$ (długość odpowiadająca punktowi A' na rys. 1).

W przypadku prostego rozciągania jedyną niezerową składową tensora naprężenia Cauchy'ego jest $\sigma = \sigma_{11} = P(t) / A(t)$, natomiast składowa D_{11} tensora prędkości odkształcenia Eulera wynosi $D_{11} = d\varepsilon / dt$, gdzie: $\varepsilon = \ln(l / l_0)$ jest zwane odkształceniem rzeczywistym, $P(t)$ - chwilowa wartość siły rozciągania, $A(t)$ - chwilowe pole przekroju poprzecznego próbki. Wyrażenie na pracę wykonaną nad roboczą częścią próbki w nieskończonym procesie odkształcenia (patrz wyrażenie (2.14)) można napisać następująco:

$$\bar{d}w(t) = \frac{dt}{\rho(t)} \sigma_{ij} D_{ij} = \frac{1}{\rho(t)} \sigma d\varepsilon = \frac{1}{m} P dl(t). \quad (4.1)$$

Składową ε_{11}^E tensora odkształceń sprężystych definiuje wzór:

$$\varepsilon_{11}^E \equiv \varepsilon^E = \ln \frac{l(t)}{l^*(t)}. \quad (4.2)$$

Jeżeli próbka odkształcałaby się sprężysto, $l^* = const$, czyli: $dl^* = 0$, wtedy:

$$\bar{d}w = \bar{d}w_E = \frac{1}{\rho(t)} \sigma d\varepsilon = \frac{1}{\rho_0} \tau d\varepsilon^E; \quad \tau = \frac{\rho_0}{\rho(t)} \sigma = \frac{l(t)}{l_0} \frac{P(t)}{A_0}, \quad (4.3)$$

gdzie: A_0 - przekrój próbki w stanie odniesienia, τ jest uogólnionym naprężeniem skoniugowanym poprzez pracę odkształcenia sprężystego z odkształceniem sprężystym, określonym wzorem (4.2).

W dowolnym procesie odkształceń sprężysto-plastycznych $dl^* \neq 0$. Na podstawie wzoru (2.26) znajdujemy wyrażenie na nieskończoną pracę odkształcenia plastycznego:

$$\bar{d}w_P = \bar{d}w - \bar{d}w_E = \frac{1}{\rho_0} \tau d\varepsilon^P, \quad (4.4)$$

gdzie:

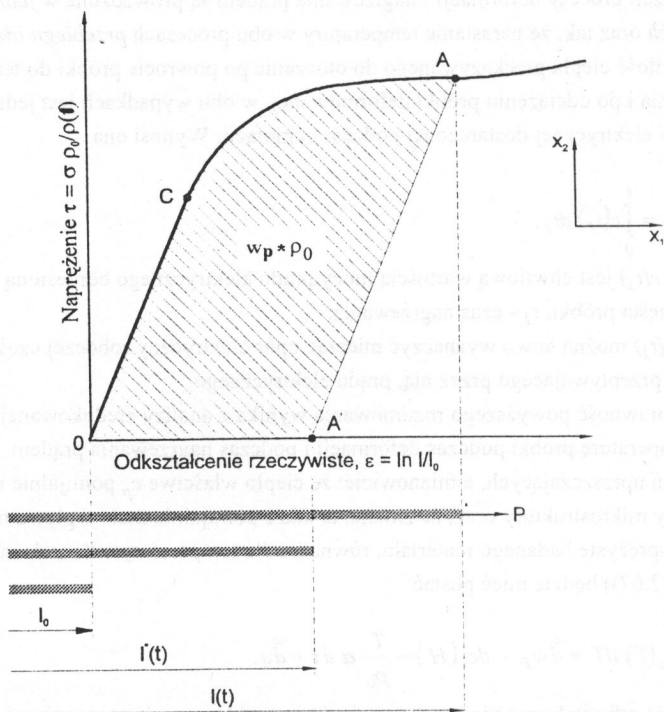
$$\varepsilon^P = \ln \frac{l^*(t)}{l_0} = \varepsilon - \varepsilon^E. \quad (4.5)$$

Addytywnemu rozkładowi przyrostu pracy odkształcenia (4.4) odpowiada addytywny rozkład (4.5) odkształcenia rzeczywistego ε .

Zauważmy, że w odróżnieniu od σ wartość naprężenia τ nie zależy od chwilowego pola $A(t)$ powierzchni przekroju próbki. Krzywą rozciągania we współrzędnych $\tau - \varepsilon$ zilustrowano na rys. 1. W punkcie O próbka znajduje się w termodynamicznym stanie odniesienia. Punkt A' ilustruje jej chwilowy stan naturalny (stan po odciążeniu).

Aby wyznaczyć pracę odkształcenia plastycznego w dowolnym punkcie procesu deformacji bez jej przerywania, trzeba przyjąć uproszczenie, że termosprężyste właściwości

badanego materiału nie zależą od zmian jego mikrostruktury, czyli nie zależą od H (patrz paragraf 2.5). Prosta AA' na rys. 1 jest wtedy równoległa do OC . Mając w całym badanym zakresie odkształcenia doświadczalną krzywą rozciągania $\tau(\varepsilon)$ można znaleźć wartość odkształcenia plastycznego w dowolnym punkcie rozciągania bez odciążania próbki i obliczyć pracę odkształcenia plastycznego odpowiadającą temu punktowi (patrz zakreskowane pole na rysunku 1).



Rys. 1. Sposób wyznaczania pracy odkształcenia plastycznego podczas jednoosiowego rozciągania.

Wszystkie wzory i wnioski podane w rozdziale 2 niniejszego opracowania pozostają słuszne w przypadku prostego rozciągania i wobec tego nie będziemy ich powtarzać. Wystarczy podstawić: $p_1 = \tau$ oraz we wszystkich wzorach opuścić indeksy pisane grecką literą.

b) Wyznaczanie ciepła q_c

W dotychczas znanych metodach wyznaczania energii zgromadzonej ciepło q_c jest zwykle mierzone w kalorymetrze lub obliczane na podstawie znajomości narastania tem-

peratury próbki w czasie odkształcania przy znanych współczynnikach wymiany ciepła z otoczeniem. W przedstawianej metodzie wybrano inne podejście. Ciepło q_c przekazane do otoczenia przez roboczą część próbki, wyznaczano symulując proces nagrzewania się przez dostarczenie do próbki, w sposób kontrolowany, energii elektrycznej, która zgodnie z prawem Joula-Lenza w całości zamienia się na ciepło. Energia elektryczna powinna być dostarczana w taki sposób, aby narastanie temperatury próbki w czasie symulacji przebiegało identycznie jak w czasie rozciągania.

Jeżeli procesy deformacji i nagrzewania prądem są prowadzone w *jednakowych warunkach* oraz tak, że narastanie temperatury w obu procesach *przebiega identycznie w czasie*, to ilość ciepła przekazywanego do otoczenia po powrocie próbki do temperatury odniesienia i po odciążeniu próbki deformowanej, w obu wypadkach jest jednakowa i równa energii elektrycznej dostarczonej podczas symulacji. Wynosi ona

$$q_c = \int_0^t r(t_1) dt_1, \quad (4.6)$$

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

Moc $r(t_1)$ można łatwo wyznaczyć mierząc opór elektryczny roboczej części próbki i natężenie, przepływającego przez nią, prądu elektrycznego.

Porówność powyższego rozumowania wynika z analizy zredukowanej postaci równań na temperaturę próbki podczas deformacji i podczas nagrzewania prądem. Po przyjęciu założeń upraszczających, a mianowicie: że ciepło właściwe c_p pomijalnie mało zależy od zmiany mikrostruktury oraz, że zmiana ta także pomijalnie mało wpływa na właściwości termosprężyste badanego materiału, równanie dla temperatury odkształcanej próbki (patrz wzór (2.67)) będzie mieć postać:

$$c_p(T) dT = \bar{d}w_p - dc_s(H) - \frac{T}{\rho_0} \alpha d\tau + \bar{d}q. \quad (4.7)$$

Podczas odkształcania plastycznego ciepło jest oddawane do otoczenia więc $\bar{d}q$ jest ujemne (patrz wzór (2.21)).

Równanie dla temperatury próbki nagrzewanej prądem elektrycznym jest następujące:

$$c_p(T') dT' = r(t_1) dt_1 + \bar{d}q', \quad (4.8)$$

Z równań: (4.7) i (4.8) wynika, że gdy zależność przyrostu temperatury próbki od czasu w trakcie rozciągania jest identyczna jak w procesie nagrzewania prądem i jeżeli oba te procesy są prowadzone w jednakowych warunkach, to:

$$c_p(T) dT = c_p(T') dT' \quad \text{i} \quad \bar{d}q = \bar{d}q'. \quad (4.9)$$

Wówczas:

$$r(t_l) dt_l = \bar{\bar{d}}w_p - de_s(H) - \frac{T}{\rho_0} \alpha d\tau. \quad (4.10)$$

Przeprowadźmy eksperyment myślowy. Niech próbka po pewnym czasie rozciągania zostanie odciążona a jej temperatura powróci do temperatury odniesienia. Wówczas dla tego cyklu:

$$\oint c_p(T) dT = \oint dw_p - \oint de_s(H) - \frac{1}{\rho_0} \oint \alpha T d\tau + \oint dq, \quad (4.11)$$

gdzie:

$$\oint c_p(T) dT = 0; \quad \oint dq = -q_c; \quad \oint \bar{\bar{d}}w_p - \oint de_s - \frac{1}{\rho_0} \oint \alpha T d\tau = e_w - e_s, \quad (4.12)$$

ponieważ ciepło efektu piezokalorycznego w cyklu obciążenie-odciążenie jest równe zero.

Z równań: (4.10), (4.11) i (4.12) wynika wzór (4.6).

Jeżeli, natomiast, badana próbka nie została odciążona a jedynie jej temperatura powróciła do temperatury odniesienia, to dla dowolnego punktu procesu deformacji

$$\int_0^t r(t_l) dt_l = q_c - \frac{1}{\rho_0} \int_0^\tau \alpha T d\tau_l, \quad \text{więc} \quad q_c = \int_0^t r(t_l) dt_l + \frac{1}{\rho_0} \int_0^\tau \alpha T d\tau_l, \quad (4.13)$$

to znaczy, że ciepło Jula-Lenza (przy spełnieniu warunków (4.9)) jest mniejsze od ciepła q_c o wartość energii efektu piezokalorycznego.

Podstawiając wyrażenie (4.13)₂ do równania (2.20) otrzymamy:

$$e_s = e_w - \int_0^t r(t_l) dt_l - \frac{1}{\rho_0} \int_0^\tau \alpha T d\tau_l, \quad (4.14)$$

gdzie $e_w = \oint_{\sigma=0} \bar{\bar{d}}w_p$ (patrz wyrażenie 2.59). Przy założeniu, że właściwości termosprężyste badanego materiału nie zależą od zmian jego mikrostruktury, e_w dla dowolnej wartości odkształcenia można wyznaczyć bez odciążania próbki (patrz rys. 1).

Narastanie temperatury podczas rozciągania próbek i podczas nagrzewania ich prądem elektrycznym mierzono metodą bezstykową opartą na detekcji promieniowania podczerwonego (patrz paragraf 4.3). Rozkład temperatury na powierzchni deformowanych próbek rejestrowano za pomocą systemu termowizyjnego AGA 680 sprzężonego z systemem PTR WIN komputerowej rejestracji sygnału termowizyjnego, co umożliwiło zapisywanie tych rozkładów na twardym dysku komputera a następnie ich wielostronną ana-

lizę. Częstość rejestracji obrazów termicznych wynosiła $\frac{1}{16} s^{-1}$. W celu zwiększenia emisyjności próbki powierzchnię jej pokrywano sadzą.

Wyznaczano rozkład temperatury na powierzchni próbki w funkcji czasu rozciągania, zaś podczas symulacji - w funkcji czasu nagrzewania próbki prądem elektrycznym.

Zakładając, że jednoosiowy proces rozciągania był, w badanym zakresie odkształcenia, procesem jednorodnym oraz, że właściwości termosprężyste badanego materiału nie zależą od zmiany mikrostruktury, ciepło efektu piezokalorycznego obliczano ze wzoru Thomsona [16]:

$$\frac{1}{\rho_0} \int_0^{\tau} \alpha T d\tau_1 \approx \frac{\alpha}{\rho_0} T_0 \tau(t). \quad (4.15)$$

Podstawiając wyrażenie (4.15) do (4.14) otrzymamy, że w dowolnym punkcie rozciągania energia zmagazynowana wynosi:

$$e_s = e_w - \int_0^{\tau} r(t_1) dt_1 - \frac{\alpha}{\rho_0} T_0 \tau. \quad (4.16)$$

Nagrzewanie się próbki symulowano w zakresie odkształcenia odpowiadającego narastaniu temperatury powyżej temperatury otoczenia.

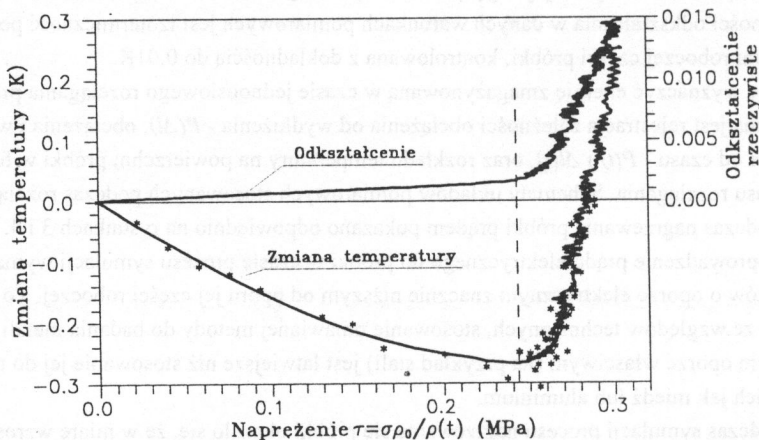
W całym badanym zakresie rozciągania stali austenitycznej mamy do czynienia zarówno z odkształceniem plastycznym jak i sprężystym. Ostatniemu towarzyszy efekt piezokaloryczny, w wyniku którego rozciągana próbka, wykonana ze stali austenitycznej, oziębia się. Odkształceniu plastycznemu, natomiast, towarzyszy nagrzewanie się próbki, ponieważ część dostarczanej do niej energii mechanicznej jest rozpraszana w postaci ciepła.

Tuż po obciążeniu, temperatura próbki spada poniżej temperatury otoczenia (rys. 2). Odkształcenie plastyczne występuje wtedy jedynie w niektórych ziarnach, jako tzw. mikroplastyczność [76]. Ciepło rozpraszane przez próbkę jest wówczas znacznie mniejsze od energii efektu piezokalorycznego, dlatego, mimo istnienia mikroplastyczności, temperatura próbki obniża się. W miarę wzrostu obciążenia osiąga ona minimalną wartość, a następnie zaczyna gwałtownie rosnać (rys. 2). Efekt piezokaloryczny nadal istnieje, ale ciepło rozpraszane w wyniku odkształcenia plastycznego wielokrotnie przewyższa energię tego efektu. Gwałtowny wzrost temperatury świadczy o istnieniu odkształcenia plastycznego w skali makro. Za jego początek można więc uznać punkt zależności temperatury od obciążenia, w którym temperatura próbki jest najniższa [77].

Energia magazynuje się w metalu podczas odkształcenia plastycznego. Jest wielkością addytywną, dlatego można ją wyznaczać przyjmując za poziom odniesienia energię odpo-

wiadającą dowolnie wybranemu stanowi próbki. W badaniach przedstawionych w niniejszej rozprawie za poziom odniesienia przyjęto początek odkształcenia plastycznego w skali makroskopowej, czyli stan próbki odpowiadający minimalnej wartości jej temperatury. Poczynając od tego stanu, w miarę wzrostu obciążenia temperatura próbki rośnie, ale w niewielkim zakresie odkształcenia pozostaje ciągle niższa od temperatury otoczenia. Właśnie w tym zakresie symulacja nagrzewania się próbki jest bardzo trudna. Przyjęto więc, że gdy temperatura próbki jest niższa od temperatury otoczenia, to ciepło, które zostaje przekazane próbce od otoczenia jest pomijalnie małe. W tym zakresie ciepło q_c jest równe energii efektu piezokalorycznego dla wartości $\tau = \tau'$, przy której rozciągana próbka osiąga ponownie temperaturę otoczenia.

Wartość energii zmagazynowanej odpowiadająca temu punktowi wyznaczono ze wzoru (4.16) przyjmując, że $\tau = \tau'$ i, że w zakresie $0 < \tau < \tau'$, $r = 0$.



Rys. 2. Zależność zmiany temperatury powierzchni próbki ze stali austenitycznej od naprężenia podczas początkowego stadium jednoosiowego rozciągania z prędkością $\dot{\epsilon} = 0.12 \text{ min}^{-1}$ oraz krzywa rozciągania. Temperaturę mierzono metodą detekcji promieniowania podczerwonego z zastosowaniem systemu komputerowego przetwarzania obrazów.

Zaletami opracowanej metody wyznaczania energii zmagazynowanej, które wyróżniają ją spośród pozostałych są:

a) Możliwość wyznaczania wartości energii zmagazynowanej w dowolnym punkcie badanego, jednorodnego procesu rozciągania bez konieczności jego przerywania, co z kolei pozwala na wyznaczenie zdolności magazynowania energii w zależności od parametrów rozciągania, czyli na wyznaczenie chwilowej zdolności magazynowania energii (de_s/de_w).

b) Pomijalnie mała bezwładność metody, ponieważ pomiar temperatury jest bezстыkowy - oparty na detekcji promieniowania podczerwonego.

c) Metoda ma zalety jednostopniowych metod kalometrycznych, ale nie wymaga stosowania kalometru i jest w odróżnieniu od nich prawie bezinercyjna.

Ze względu na możliwości przedstawione w punkcie (a) nazwano ją metodą dynamicznego pomiaru energii zmagazynowanej.

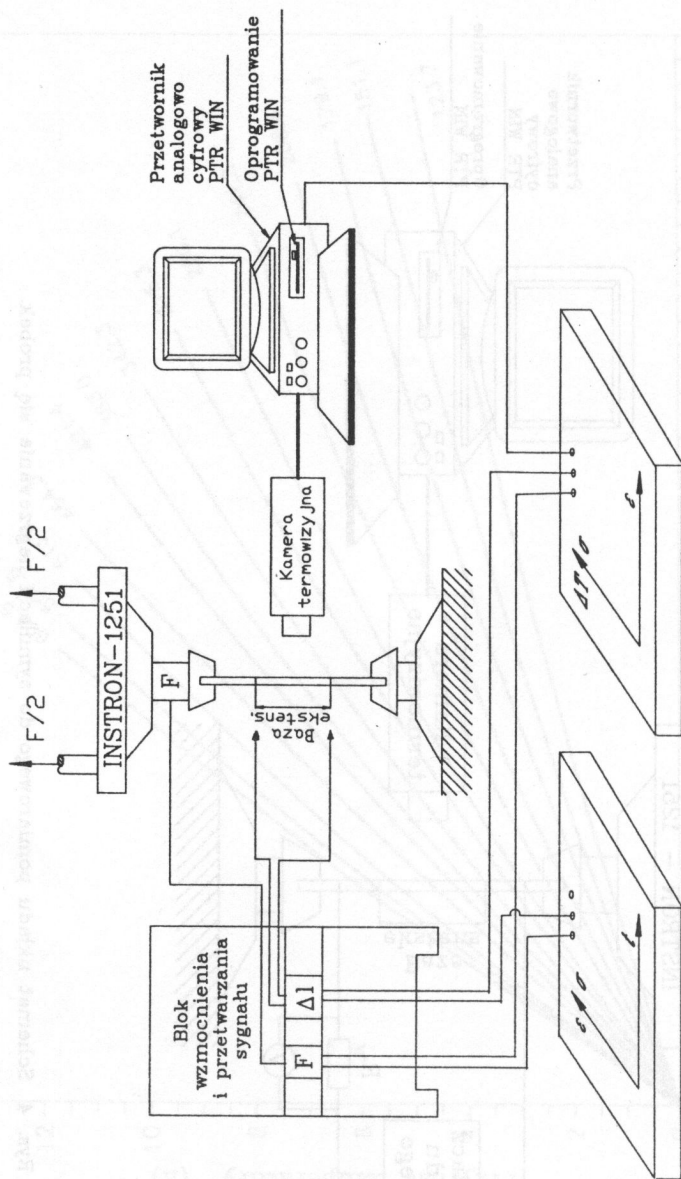
4.2. Eksperymentalne aspekty dynamicznego pomiaru energii zmagazynowanej

Istotą metody jest symulacja nagrzewania się próbki przez dostarczenie do niej energii elektrycznej w taki sposób, aby narastanie temperatury roboczej części próbki podczas symulacji przebiegało identycznie jak podczas rozciągania. Warunek ten można łatwo spełnić w początkowym zakresie odkształcenia; gdy możliwe jest przyjęcie założenia, że robocza część próbki w całej swojej objętości odkształca się równomiernie. Wskaźnikiem równomierności odkształcenia w danych warunkach pomiarowych jest izotermiczność powierzchni roboczej części próbki, kontrolowana z dokładnością do 0,01K.

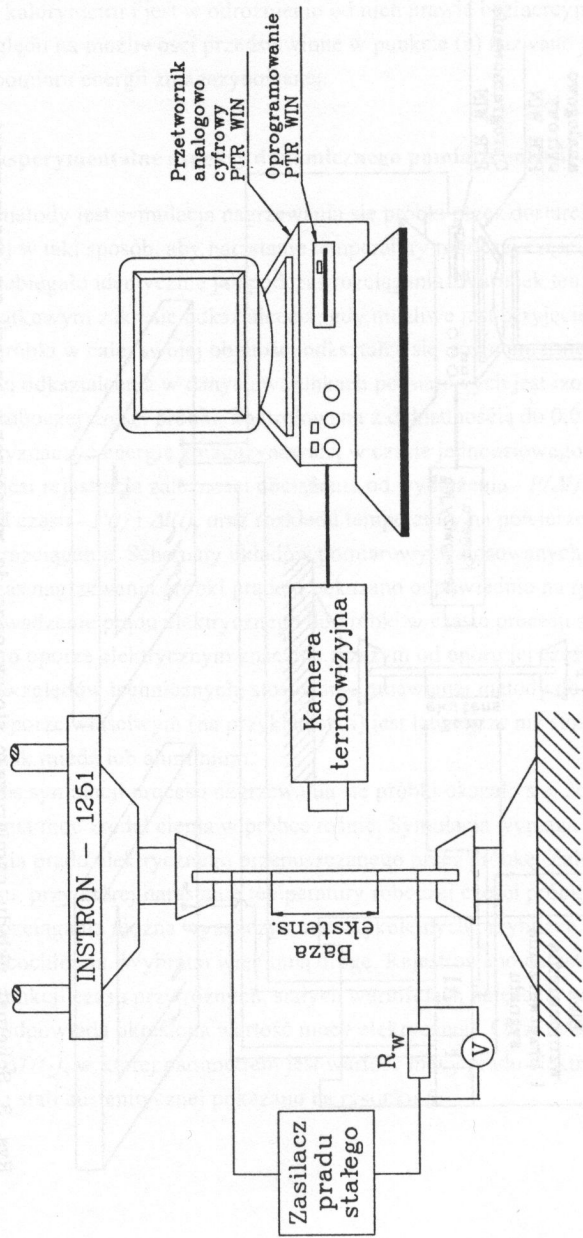
Aby wyznaczyć energię zmagazynowaną w czasie jednoosiowego rozciągania próbki, konieczna jest rejestracja zależności obciążenia od wydłużenia - $P(\Delta l)$, obciążenia i wydłużenia od czasu - $P(t)$ i $\Delta l(t)$, oraz rozkładu temperatury na powierzchni próbki w funkcji czasu rozciągania. Schematy układów pomiarowych stosowanych podczas rozciągania i podczas nagrzewania próbki prądem pokazano odpowiednio na rysunkach 3 i 4.

Doprowadzenie prądu elektrycznego do próbki w czasie procesu symulacji wymaga kontaktów o oporze elektrycznym znacznie niższym od oporu jej części roboczej. To sprawia, że ze względów technicznych, stosowanie omawianej metody do badania metali o wyższym oporze właściwym (na przykład stali) jest łatwiejsze niż stosowanie jej do metali takich jak miedź lub aluminium.

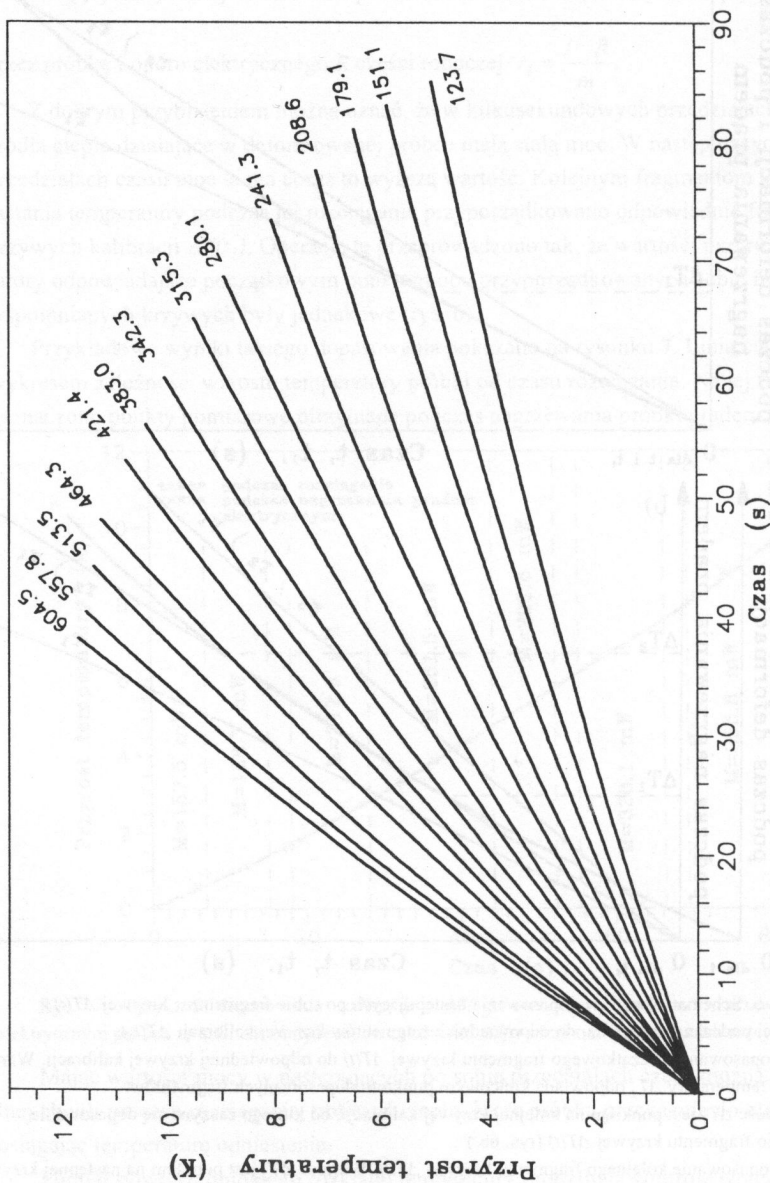
Podczas symulacji procesu nagrzewania się próbki okazało się, że w miarę wzrostu odkształcenia moc źródeł ciepła w próbce rośnie. Symulacja wymaga więc wzrostu w czasie natężenia prądu elektrycznego przepuszczanego przez próbkę. Zależność natężenia prądu od czasu, przy której narastanie temperatury roboczej części próbki jest identyczne, jak w czasie rozciągania można wyznaczyć metodą kolejnych przybliżeń. Jest to procedura bardzo pracochłonna. Wybrano więc inną drogę. Rejestrowano narastanie temperatury próbki w funkcji czasu przy różnych, stałych wartościach natężenia prądu (każdej wartości natężenia odpowiada określona wartość mocy elektrycznej). Otrzymano rodzinę krzywych kalibracji $\Delta T(t_p)$, w której parametrem jest wartość mocy prądu elektrycznego. Tego typu krzywe dla stali austenitycznej pokazano na rysunku 5.



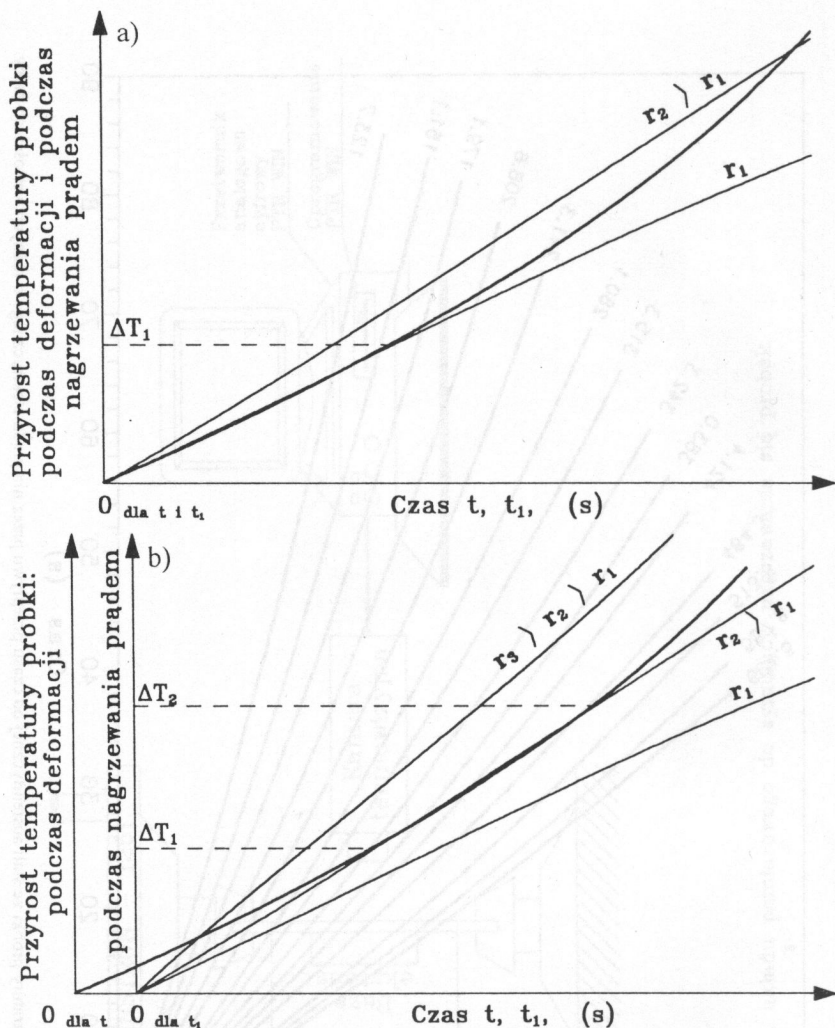
Rys. 3. Schemat układu pomiarowego stosowanego do wyznaczenia energii zgmagazynowanej podczas jednoosiowego rozciągania.



Rys. 4. Schemat układu pomiarowego do symulacji nagrzewania się próbek.



Rys. 5. Zależność przyrostu temperatury próbki ze stali austenitycznej od czasu przepływu przez nią prądu elektrycznego o różnych wartościach mocy. (Moc jest wyrażona w mW).



Rys. 6. Schemat procedury dopasowania następujących po sobie fragmentów krzywej $\Delta T(t)$, otrzymanej podczas rozciągania, do odpowiednich fragmentów krzywej kalibracji $\Delta T(t_1)$.

a) Dopasowanie początkowego fragmentu krzywej $\Delta T(t)$ do odpowiedniej krzywej kalibracji. Wartość przyrostu temperatury ΔT_1 odpowiada końcowym punktom dopasowanych fragmentów.

Wartość ΔT_1 jest punktem na kolejnej krzywej kalibracji, od którego zaczyna się dopasowanie następnego fragmentu krzywej $\Delta T(t)$ (rys. 6b.)

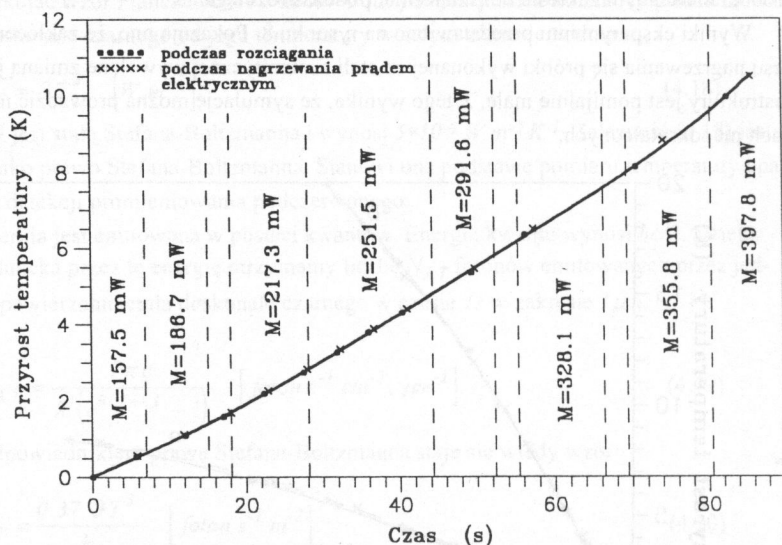
b) Dopasowanie kolejnego fragmentu krzywej $\Delta T(t)$. Wartość ΔT_2 jest punktem na następnej krzywej kalibracji, od którego zacznie się dopasowanie dalszej części krzywej $\Delta T(t)$.

Moc prądu elektrycznego, dostarczoną do roboczej części próbki, przypadającą na jednostkę jej masy m , wyznaczano na podstawie pomiaru natężenia prądu I płynącego

$$\text{przez próbkę i oporu elektrycznego } R \text{ części roboczej: } r_j = \frac{I^2 R}{m}.$$

Z dobrym przybliżeniem można uznać, że w kilkusekundowych przedziałach czasu źródła ciepła działające w deformowanej próbce mają stałą moc. W następujących po sobie przedziałach czasu moc ta ma coraz to wyższą wartość. Kolejnym fragmentom krzywej narastania temperatury podczas jej rozciągania przyporządkowano odpowiednie fragmenty krzywych kalibracji $\Delta T(t_j)$. Operację tę przeprowadzono tak, że wartości przyrostu temperatury odpowiadające początkowym punktom obu przyporządkowanych sobie fragmentów wspomnianych krzywych były jednakowe (rys. 6).

Przykładowe wyniki takiego dopasowania pokazano na rysunku 7. Linia ciągła jest wykresem zależności wzrostu temperatury próbki od czasu rozciągania. Na jej tle zaznaczono punkty pomiarowe otrzymane podczas nagrzewania próbki prądem.



Rys. 7. Przykład dopasowania zależności $\Delta T(t_j)$ otrzymanej podczas nagrzewania prądem elektrycznym próbek ze stali austenitycznej do zależności $\Delta T(t)$ otrzymanej podczas ich rozciągania.

Mając wartości mocy w następujących po sobie przedziałach czasu można, dla dowolnej chwili procesu rozciągania, obliczyć ciepło, które próbka przekazuje do otoczenia osiągając temperaturę odniesienia.

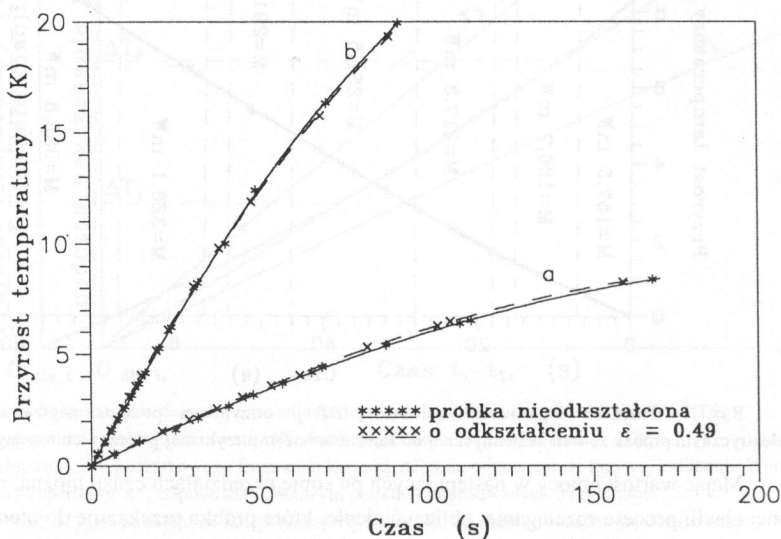
Pomiar powierzchniowego rozkładu temperatury umożliwia kontrolę izotermiczności próbki a więc kontrolę równomierności odkształcenia. Przy równomiernym odkształceniu

mierzona wartość wydłużenia nie jest wartością uśrednioną. Jest to niewątpliwa zaleta opracowanej metody.

Symulację procesu nagrzewania prądem elektrycznym prowadzono na próbce niezdeformowanej, natomiast podczas rozciągania próbka grzeje się w miarę wzrostu odkształcenia. Powstaje więc pytanie, czy zależność ciepła właściwego badanego materiału od zmiany mikrostruktury rzeczywiście można pominąć; czy nagrzanie deformowanej próbki do określonej temperatury nie wymaga innej ilości ciepła niż ilość potrzebna do osiągnięcia takiej samej temperatury przez próbkę nierozciągniętą.

Aby na to odpowiedzieć, przeprowadzono następujący eksperyment. Przez dwie próbki wykonane ze stali austenicznej, różniące się tylko wartością odkształcenia ($\varepsilon_0 = 0$, $\varepsilon_1 = 0,3$) przepuszczano prąd elektryczny o takim natężeniu, aby moc dostarczona do roboczych części tych próbek była jednakowa. Mierzono przyrost temperatury powierzchni każdej próbki w funkcji czasu. Eksperyment przeprowadzono dla dwóch wartości mocy równych w przybliżeniu maksymalnej i minimalnej mocy źródeł ciepła działających w próbce, w badanym zakresie odkształcenia, podczas rozciągania.

Wyniki eksperymentu przedstawiono na rysunku 8. Pokazują one, że zakłócenia procesu nagrzewania się próbki wykonanej ze stali austenicznej wywołane zmianą jej mikrostruktury jest pomijalnie małe. Z tego wynika, że symulację można prowadzić na próbkach nieodkształconych.



Rys. 8. Porównanie przyrostu temperatury próbek: odkształconej i nieodkształconej podczas przepuszczania przez nie prądu o dwóch wartościach mocy: a) 131.52 mW, b) 464.00 mW.

4.3. Pomiar temperatury na podstawie detekcji promieniowania podczerwonego

Każde ciało o temperaturze θ K emituje fale elektromagnetyczne w zakresie podczerwonym.

Rozkład widmowy promieniowania ciała doskonale czarnego opisuje wzór Plancka:

$$M_{\lambda,T} = \frac{2\pi h c^2}{\lambda^5 (e^{hc/\lambda kT} - 1)} 10^{-6} [W m^{-2} \mu m^{-1}], \quad (4.17)$$

gdzie: $M_{\lambda,T}$ - moc promieniowania o długości fali λ , emitowana w zakresie $1 \mu m$, przez $1 cm^2$ powierzchni ciała doskonale czarnego. Nazwano ją emitancją spektralną. c - prędkość światła = $3 \cdot 10^8 m s^{-1}$, h - stała Plancka = $6.6 \cdot 10^{-34} Js$, k - stała Boltzmanna = $1.4 \cdot 10^{-23} J K^{-1}$, T - temperatura ciała doskonale czarnego w skali bezwzględnej [K], λ - długość fali w [m].

Całkując wzór Plancka od $\lambda=0$ do $\lambda=\infty$ otrzymujemy zależność mocy promieniowania ciała doskonale czarnego od jego temperatury w całym zakresie widma.

$$M_T = g T^4 [W m^{-2}], \quad (4.18)$$

gdzie g jest stałą Stefana-Boltzmannia i wynosi $5 \cdot 10^{-8} W m^{-2} K^{-1}$. Zależność (4.18) jest znana jako prawo Stefana-Boltzmannia. Stanowi ona podstawę pomiaru temperatury opartej na detekcji promieniowania podczerwonego.

Energia jest emitowana w postaci kwantów. Energia kwantu wynosi hc/λ . Dzieliąc wzór Plancka przez tę energię otrzymamy liczbę $N_{\lambda,T}$ fotonów emitowanych przez jednostkę powierzchni ciała doskonale czarnego w czasie $1s$ w zakresie $1 \mu m$.

$$N_{\lambda,T} = \frac{2\pi c}{\lambda^4 (e^{hc/\lambda kT} - 1)} [foton s^{-1} cm^{-2}, \mu m^{-1}]. \quad (4.19)$$

Odpowiednikiem prawa Stefana-Boltzmannia staje się wtedy wzór:

$$N_T = \frac{0.37 g T^3}{k} [foton s^{-1} m^{-2}]. \quad (4.20)$$

W każdym przyrządzie, w którym pomiar temperatury jest oparty na zależności mocy promieniowania podczerwonego od temperatury znajduje się detektor tego promieniowania przetwarzający je na sygnał elektryczny. Większość detektorów to detektory fotonowe [78]. Wartość sygnału na wyjściu detektora fotonowego zależy od liczby padających na niego fotonów w jednostce czasu. Liczba ta, zgodnie ze wzorem (4.20), jest funkcją temperatury ciała doskonale czarnego emitującego owe fotony. Sygnał jest zwykle wzmacniany i przetwarzany elektronicznie. Pozostaje on funkcją temperatury $f(T)$ badanego ciała. Ta funkcja nie jest tożsama ze wzorem (4.20), bowiem na jej charakter wpływają charakte-

rystyki widmowe detektora i układu optycznego danego przyrządu pomiarowego. Charakterystyki te uwzględnia się w jego krzywej kalibracji.

Wyznaczenie temperatury badanej powierzchni jest trudniejsze, jeżeli badanym obiektem jest ciało rzeczywiste, to znaczy ciało, które nie tylko emituje i pochłania promieniowanie elektromagnetyczne, ale także je odbija i przepuszcza.

Dla danej temperatury badanej powierzchni zależność między wielkościami charakteryzującymi zjawiska odbicia, pochłaniania i transmisji padającego na nią promieniowania elektromagnetycznego jest następująca:

$$\theta_\lambda + \zeta_\lambda + \tau_\lambda = 1, \quad (4.21)$$

$\theta_\lambda, \zeta_\lambda, \tau_\lambda$ - odpowiednio stosunki mocy promieniowania o długości fali λ : odbitego od powierzchni ciała, pochłoniętego i przechodzącego przez ciało, do mocy promieniowania o takiej samej długości fali λ padającego na powierzchnię.

Dla ciała nieprzezroczystego $\tau_\lambda = 0$, więc:

$$\theta_\lambda = 1 - \zeta_\lambda. \quad (4.22)$$

Zgodnie z prawem Kirchhoffa:

$$\zeta_\lambda = \chi_\lambda, \quad (4.23)$$

gdzie: χ_λ - emisyjność, definiowana jako stosunek mocy promieniowania o długości fali λ przez jednostkę powierzchni ciała o określonej temperaturze do mocy promieniowania emitowanego przez jednostkę powierzchni ciała doskonale czarnego o tej samej temperaturze.

Podstawiając (4.23) do (4.22) otrzymamy:

$$\theta_\lambda = 1 - \chi_\lambda. \quad (4.24)$$

W pomiarach temperatury przyjmuje się zwykle wartość średnią emisyjności χ w zakresie przepuszczalności widmowej danego termografu.

Kamera AGA 680, stanowiąca istotne ogniwo w układzie pomiarowym energii zmagazynowanej, zawiera mechaniczno-optyczny układ skanujący, który ogniskuje na detektorze promieniowanie emitowane z poszczególnych punktów badanej powierzchni. Fotonowym detektorem promieniowania podczerwonego jest InSb. Maksymalna czułość tego detektora przypada na zakres (3,5 - 5) μm .

Analogowy sygnał elektryczny z wyjścia detektora, po wzmacnieniu, jest podawany do przetwornika analogowo-cyfrowego, zawartego w systemie PTR WIN, gdzie jest przetwarzany na cyfrowy, co umożliwia zapisywanie obrazów termicznych w pamięci komputera. Obrazy termiczne są powierzchniowymi rozkładami mocy promieniowania podczerwonego emitowanego przez badaną powierzchnię. Zapisywany sygnał podczas skanowania powierzchni ciała rzeczywistego, nieprzezroczystego dla fal elektromagnetycznych jest równy:

$$s = \chi f(T_0) + (1 - \chi) f(T_a). \quad (4.25)$$

gdzie: $f(T_0) = I_0$ - sygnał odpowiadający liczbie fotonów emitowanych przez ciało doskonale czarne o temperaturze T_0 równej temperaturze badanej powierzchni, $f(T_a) = I_a$ - sygnał odpowiadający liczbie fotonów emitowanych przez ciało doskonale czarne o temperaturze otoczenia T_a .

Mając krzywą kalibracji $f(T)$, znając temperaturę T_a oraz emisyjność χ badanej powierzchni można wyznaczyć na niej rozkład temperatury.

Program komputerowy zawarty w systemie PTR WIN umożliwia tego typu obliczenia. Innymi słowy wprowadzając do niego krzywą kalibracji $f(T)$, wartości χ i T_0 otrzymujemy rozkład temperatury na badanej powierzchni.

System PTR WIN umożliwia także obliczenie pola wybranej powierzchni oraz wyznaczenie maksymalnej, średniej i minimalnej wartości jego temperatury. Możliwe jest również wyznaczenie rozkładu temperatury wzdłuż dowolnej linii prostej, oraz wyznaczenie temperatury w zadanych punktach i określenie ich współrzędnych.

Rozdzielczość temperaturowa układu pomiarowego zależy od wartości mierzonej temperatury. Najniższa rozdzielczość jest wtedy, gdy wartość ta jest porównywalna z temperaturą otoczenia. Wynosi ona wówczas $0.01 K$.

Zaletą metody pomiaru temperatury opartej na detekcji promieniowania podczerwonego, w porównaniu z innymi metodami, jest to, że układ pomiarowy nie zakłóca badanego pola temperatury oraz pomiar jest praktycznie bezinercyjny.

5. PROCES MAGAZYNOWANIA ENERGII PODCZAS JEDNOOSIOWEGO ROZCIĄGANIA STALI AUSTENITYCZNEJ

Interpretacja przebiegu procesu magazynowania energii w deformowanym metalu polikrystalicznym w oparciu o ewolucję mikrostruktury wymagała przeprowadzenia eksperymentów w skali makro, mikro i mezo.

Do eksperymentów w skali makro zaliczono te, które służą do pomiaru lub wyznaczenia wielkości makroskopowych, takich jak siła, temperatura, odkształcenie, praca odkształcenia plastycznego, energia zmagazynowana itd.

Eksperymenty w skali mikro to obserwacja mikrostruktury w transmisyjnym mikroskopie elektronowym.

Badanie rozwoju zjawiska poślizgu prowadzono pod mikroskopem optycznym. Obserwowane pole powierzchni zawierało zwykle kilka ziaren o średnicy $80 \mu\text{m}$. Te badania zaliczono do skali mezo. W niniejszej rozprawie poświęcono im oddzielny rozdział.

Powiązanie ze sobą zjawisk zachodzących w różnych skalach oraz stosowanie w związku z tym szerokiego wachlarza aparatury badawczej nakłada ostre warunki na wybór odpowiedniego metalu polikrystalicznego i na sposób przygotowania go do badań.

5.1. Wybór metalu polikrystalicznego i przygotowanie termodynamicznego stanu odniesienia

Wcześniejsze, prowadzone w IPPT prace wykazały, że wartość energii zmagazynowanej w procesie odkształcenia zależy od stanu badanego materiału przed deformacją; zależy od historii materiału [79]. Zależność ta może być jedną z przyczyn rozbieżności wyników dla danego metalu i danego sposobu odkształcenia, otrzymanych przez różnych eksperymentatorów [18]. Zatem istotną sprawą jest przygotowanie, określonego w paragrafie 2.3, termodynamicznego stanu odniesienia.

Badany metal polikrystaliczny powinien spełniać następujące warunki:

a) Ze względu na badania mikrostruktury, które nie są badaniami *in situ*, powinien charakteryzować się stosunkową małą zdolnością zdrowienia, aby podczas przygotowywania preparatów mikroskopowych jedynie nieznaczna liczba dyslokacji uległa anihilacji lub wychodziła na powierzchnię.

b) Musi to być metal, w którym podczas odkształcania nie zachodzą przemiany fazowe oraz w początkowym stadium deformacja jest homogeniczna w skali makroskopowej, to znaczy, że powierzchnia deformowanej próbki jest izotermiczna. Przemiany fazowe komplikują obraz zjawisk odpowiedzialnych za przemianę energii, zaś oszacowanie chwi-

lowej wartości energii zmagazynowanej podczas nierównomiernego odkształcenia jest bardzo trudne.

c) Powinien to być metal o stosunkowo wysokim, elektrycznym oporze właściwym, czyli o stosunkowo niskiej przewodności cieplnej. Wymienione właściwości wynikają z wymagań dynamicznej metody pomiaru energii zmagazynowanej (patrz paragraf 4.2).

d) Odniesienie wyników badań procesu magazynowania energii do ewolucji mikrostruktury wymaga próbek o zróżnicowanej wielkości ziarna przy jednakowych, pozostałych elementach mikrostruktury. Pojedyncze ziarno w strukturze drobnoziarnistej ma silniejsze więzy od strony ziaren sąsiednich niż w gruboziarnistej, co wpływa na parametry mechaniczne próbki, a więc i na proces magazynowania energii. Granice ziaren są istotnym elementem mikrostruktury; są przeszkodami w ruchu dyslokacji i miejscami niekompatybilnych odkształceń, będących źródłem naprężeń wewnętrznych [80 - 87].

Różnica w wielkości ziarna powinna być na tyle duża, aby odzwierciedlała się w wynikach pomiaru energii zmagazynowanej, przy czym wszystkie próbki muszą spełniać warunki polikryształu, czyli w przekroju poprzecznym próbki nie może być mniej niż 20 ziaren.

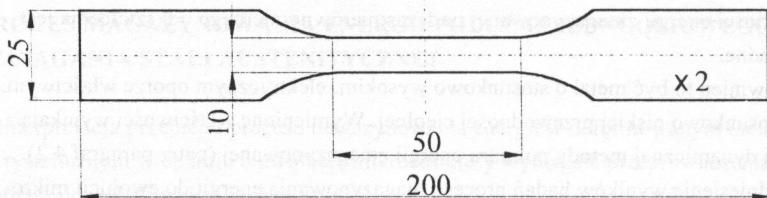
e) Powierzchnia badanego metalu powinna być odporna na utlenianie, co ułatwia jej przygotowanie do obserwacji pod mikroskopem optycznym.

Przedstawione wymagania spełnia, sprawdzona we wcześniejszej pracy [14], stal o małej zawartości węgla (tak małej, na jaką pozwoliły warunki technologiczne), zawierająca dodatki stopowe w ilości 19% Cr i 17% Ni udziału wagowego, oraz minimalną ilość pozostałych pierwiastków. Otrzymano stal o następującym składzie chemicznym: 0,05% C, 1,35% Mn, 1,0% Si, 0,016% P, 0,008% S, 18,54% Cr, 17,3% Ni, 0,025% W, 0,02% Mo, 0,04% Cu, 0,03% V, 0,013% Ti na bazie Fe. Przyporządkowano jej markę OOH19N17Pr. Przy dobieraniu składu chemicznego stali i parametrów obróbki termicznej szczególną uwagę zwrócono na uniknięcie wydzielenia się węglików.

Materiałem wyjściowym do przygotowania próbek były kilkunastometrowe odcinki taśmy o przekroju $25 \times 4 \pm 0,1$, walcowanej na zimno i wygrzewanej przez 1 h w temperaturze 1050 °C i przesyconej w wodzie. Średnia wielkość ziarna wynosiła 56 μm .

Aby mieć możliwość otrzymania próbek różniących się wielkością ziarna taśmę walcowano do grubości 2 mm. Następnie pocięto ją na paski o długości 20 cm. Powierzchnie boczne frezowano uzyskując kształt próbek (rys. 9), wynikający z wymagań procesu rozciągania i warunków narzuconych przez metodę pomiaru temperatury.

Tak przygotowany materiał poddano dalszej obróbce cieplnej w celu otrzymania grup próbek różniących się wielkością ziarna.



Rys. 9. Kształt i wymiary próbki.

Pierwszą grupę próbek, zwaną dalej grupą *A*, wygrzano w próżni przez 20 min w temperaturze 950 °C i przesycono w oleju. Uzyskano równomierne ziarno o wielkości 8 μm.

Drugą grupę (*B*) wygrzano w próżni również przez 20 min. w temperaturze 950 °C, a następnie przez 150 min w temperaturze 1180 °C i przesycono w oleju. Otrzymano ziarno o wielkości 80 μm. Wielkości ziarna oszacowano metodą powierzchni kołowej.

Po wymienionych operacjach otrzymano stal w pełni zrekrytalizowaną, o równoosiowych ziarnach i o zminimalizowanej gęstości dyslokacji, rozłożonych przypadkowo zarówno w osnowie jak i na granicach ziaren. Nie zaobserwowano ani spięrzeń, ani innych regularnych układów dyslokacyjnych. Tak przygotowane stany próbek były stanami odniesienia. Jako temperaturę odniesienia przyjęto temperaturę równą temperaturze otoczenia.

5.2. Zdolność magazynowania energii w próbkach drobno- i gruboziarnistych

Metodę dynamicznego pomiaru energii zmagazynowanej można stosować w takim zakresie, w którym prawdziwe jest założenie, że robocza część próbki odkształca się jednorodnie.

Podczas odkształcenia plastycznego temperatura próbki rośnie. Przy zadanym zwiększeniu obciążenia wzrost ten jest tym większy im szybciej przebiega odkształcenie. Zatem, obserwując rozkład temperatury na powierzchni próbki można ocenić, czy wszystkie jej obszary odkształcają się z jednakową szybkością. Izotermiczność powierzchni odpowiada więc jednorodności deformacji.

Prędkość odkształcenia dobrano w wyniku kompromisu tak, aby z jednej strony przyrost w czasie mocy promieniowania podczerwonego, emitowanego przez deformowaną próbkę był wystarczający do pomiaru, za pomocą systemu termowizyjnego AGA-680, zmiany temperatury, z drugiej zaś aby liczba punktów pomiarowych była możliwie największa. Próbki rozciągano na maszynie wytrzymałościowej firmy Instron typu 1251 przy stałej prędkości przesuwania się szczęk maszyny równej 10 mm/min, co odpowiadało prędkości odkształcenia $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-3} s^{-1}$.

Na rys. 10 widoczne są rozkłady temperatury na powierzchni jednej z rozciąganych próbek, obrazujące zakres jednorodnego odkształcenia. Wraz ze wzrostem odkształcenia temperatura próbki rośnie, ale powierzchnia jej części roboczej pozostaje izotermiczna.

W miarę wzrostu odkształcenia następuje lokalizacja deformacji plastycznej; pojawia się odkształcenie niejednorodne (patrz rys. 11).

Izotermiczność powierzchni roboczej części próbki przyjęto jako wskaźnik jednorodności odkształcenia.

Na rys. 12 pokazano, na tle całej krzywej rozciągania, zakres odkształcenia (obszar zaciemniony), w którym wyznaczano energię zmagazynowaną. Punkty zaznaczone na krzywej $\tau(\varepsilon)$ odpowiadają uprzednio przedstawionym rozkładom temperatury na powierzchni próbki. Przedstawiono także, jako funkcję odkształcenia, wzrost maksymalnej wartości temperatury roboczej części próbki.

Uśrednione krzywe rozciągania próbek *A* i *B* dotyczące badanego zakresu odkształcenia plastycznego pokazano na rys. 13.

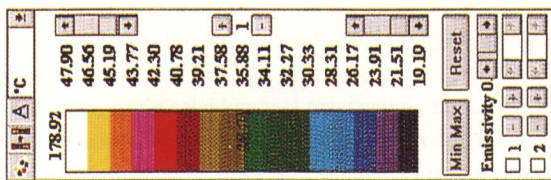
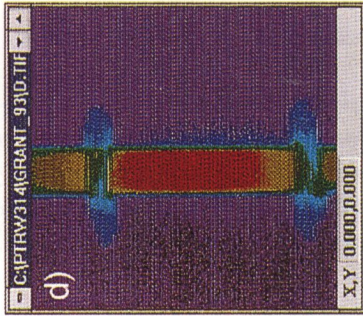
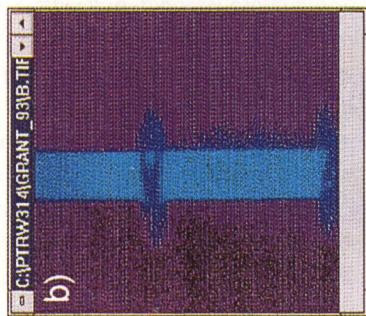
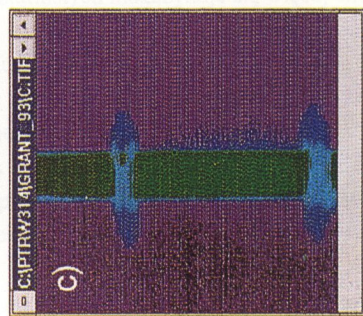
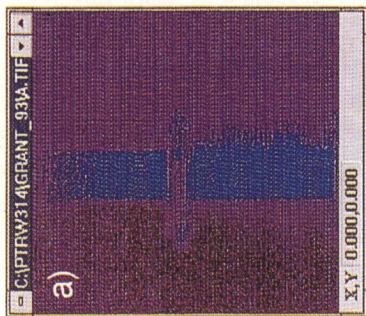
Energia zmagazynowana e_s jako funkcja pracy odkształcenia plastycznego została wyznaczona zgodnie z procedurą eksperymentalną opisaną w paragrafie 4.2. Otrzymano zależność $e_s(e_w)$ dla 10 próbek z każdej grupy. Poszczególne wartości energii zmagazynowanej zostały wyznaczone na podstawie pomiaru z pewnym błędem innych wielkości fizycznych, takich jak: siła obciążająca próbkę, wydłużenie, czas rozciągania, natężenie prądu przepływającego przez próbkę, opór jej części roboczej i.t.d.

W celu przygotowania danych doświadczalnych do dalszych operacji, np. do różniczkowania, otrzymane krzywe wygładzono metodą graficzną [88], a następnie uśredniono. Uśrednione, dla 10 próbek z każdej grupy, wykresy zależności $e_s(e_w)$ wraz ze średnim odchyleniem kwadratowym pokazano na rys. 14, zaś zależności $e_s(\varepsilon)$ - na rys. 15. Z otrzymanych wyników widać, że w próbkach drobnoziarnistych magazynuje się więcej energii niż w gruboziarnistych.

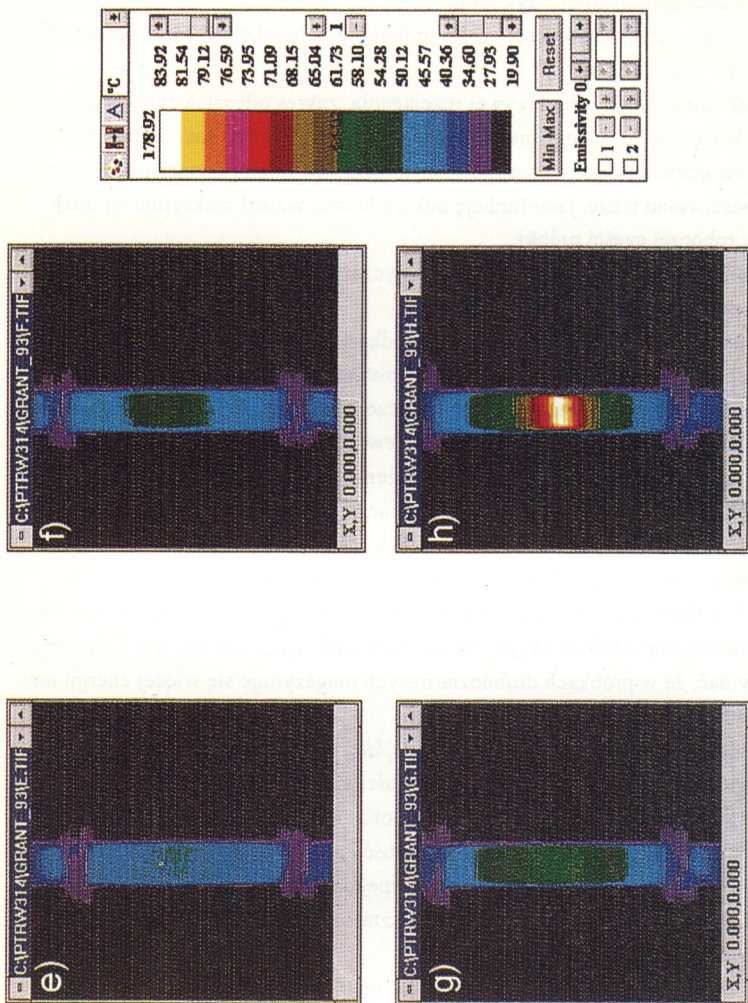
Zależności zdolności magazynowania energii de_s/de_w od pracy odkształcenia plastycznego e_w otrzymano różniczkując wygładzone zależności $e_s(e_w)$ dla poszczególnych próbek. Uśredniony dla 10 próbek rezultat tej operacji pokazano na rys. 16. Na rys. 17 przedstawiono uśrednioną dla każdej grupy próbek zależność de_s/de_w od ε .

W początkowym stadium odkształcenia plastycznego zdolność magazynowania energii zarówno próbek *A* jak i *B* wraz ze wzrostem odkształcenia najpierw rośnie, osiąga maksimum, a następnie maleje.

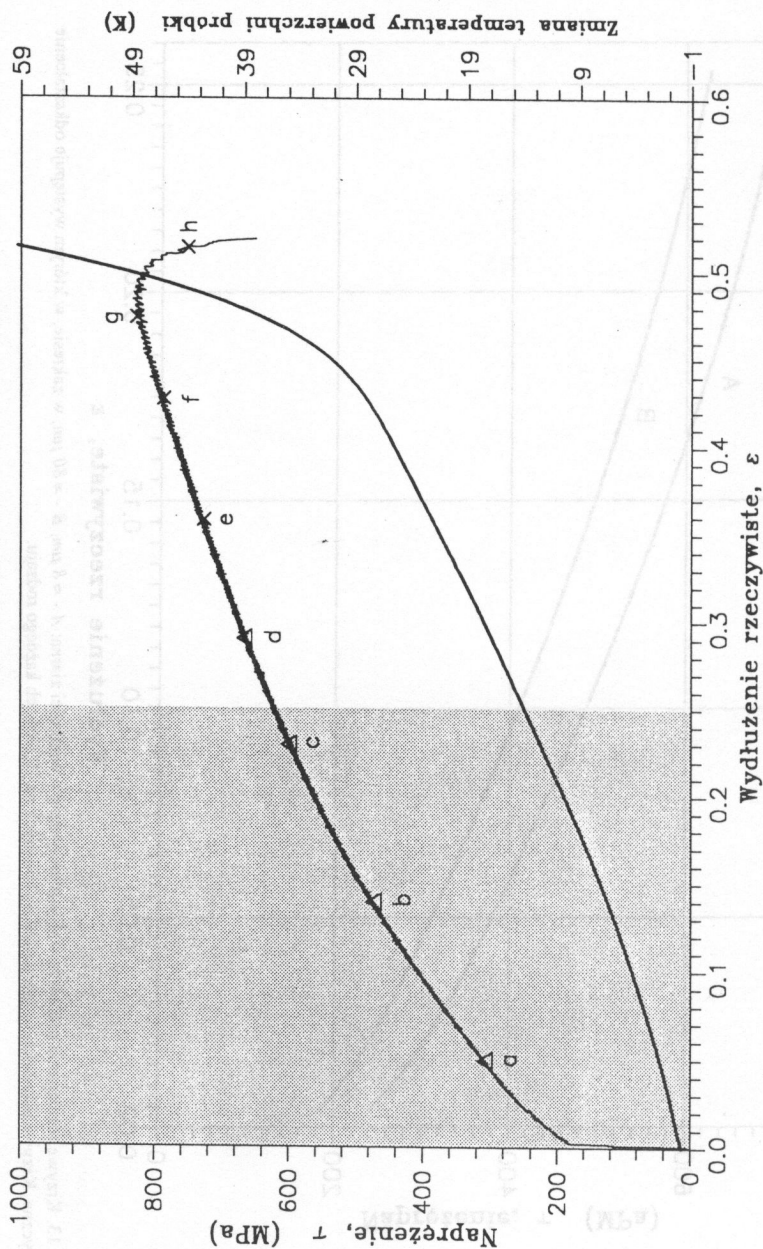
Z rysunków 16 i 17 widać, że położenie maksimum de_s/de_w zależy od wielkości ziarna. W stali drobnoziarnistej maksymalna wartość de_s/de_w odpowiada odkształceniu 0.026, zaś w gruboziarnistej odkształceniu 0.045. Po osiągnięciu pewnej wartości odkształcenia (dla badanej stali 0.10) wykresy zależności $de_s/de_w(\varepsilon)$ dla obu grup próbek pokrywają się, czyli deformowany polikryształ "przestaje pamiętać" o swojej ziarnistości.



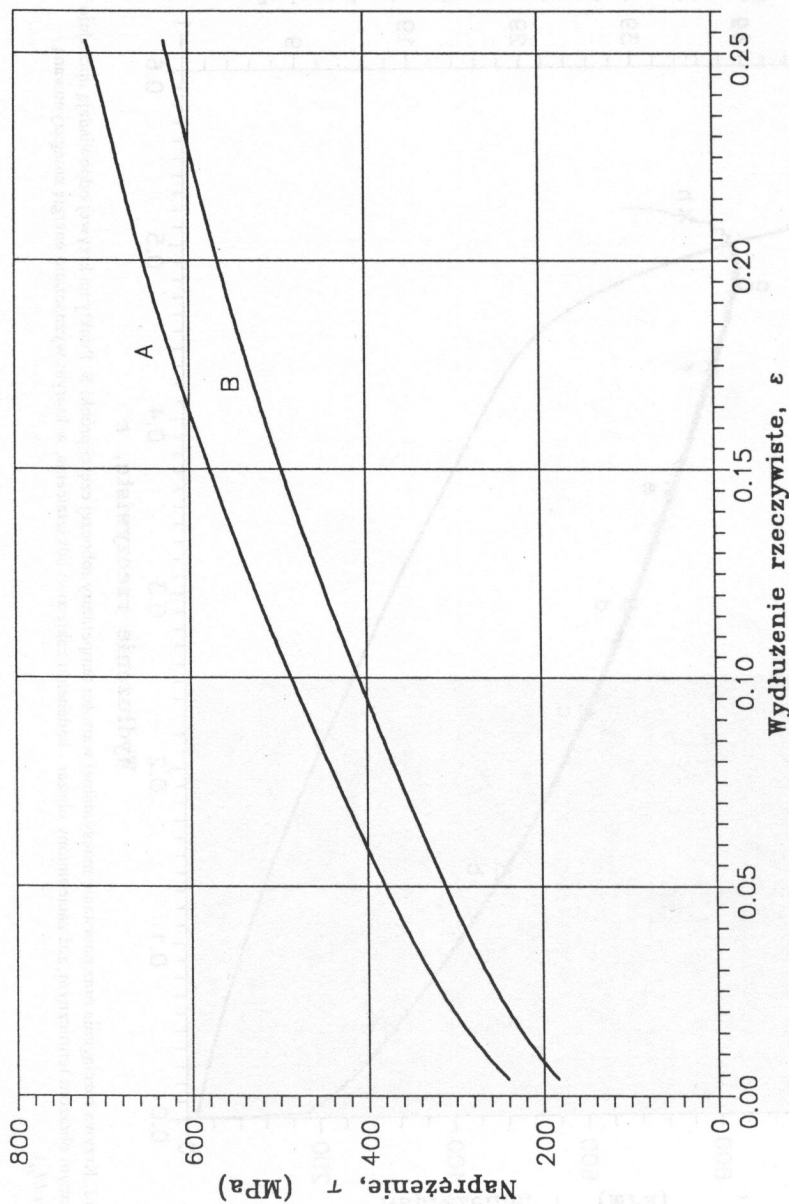
Rys. 10. Rozkład temperatury na powierzchni roboczej części próbki podczas początkowego stadium jednoosiowego rozciągania niskowęglowej stali austenitycznej ($\dot{\epsilon} = 0.002\text{ s}^{-1}$); a) $\epsilon = 0.05$, b) $\epsilon = 0.14$, c) $\epsilon = 0.22$, d) $\epsilon = 0.30$.



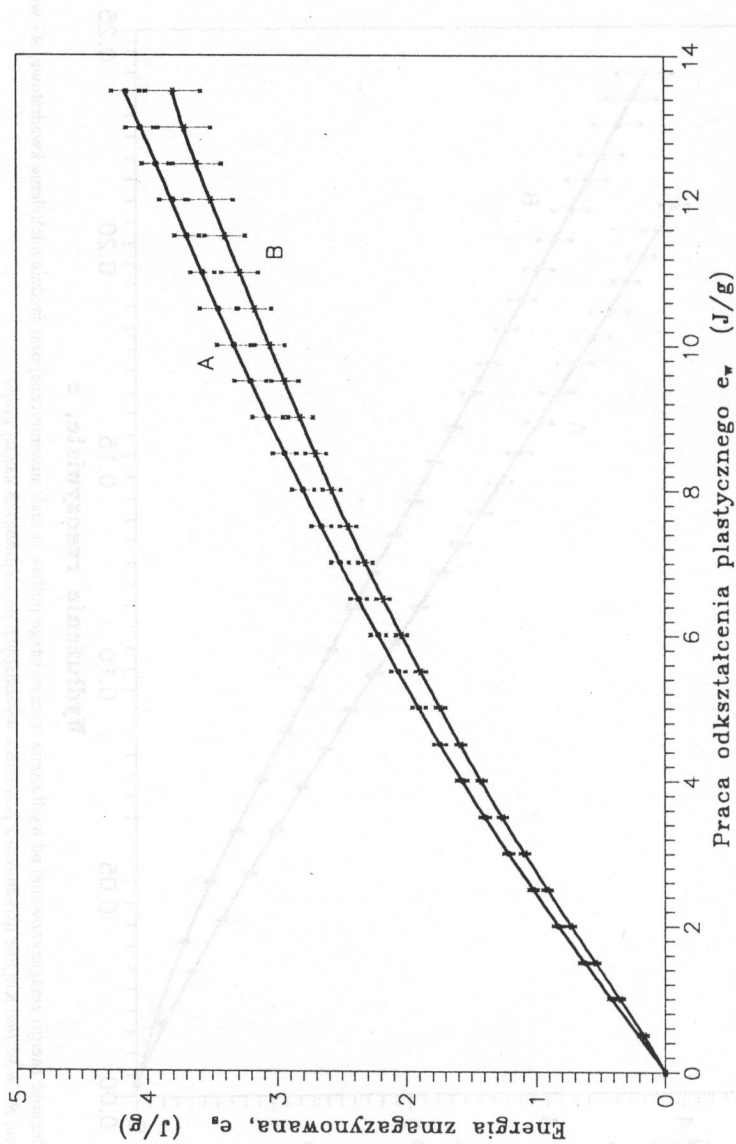
Rys. 11. Ewolucja zlokalizowanego odkształcenia plastycznego podczas jednoosiowego rozciągania niskowęglowej stali austenitycznej ($\dot{\epsilon} = 0.002 \text{ s}^{-1}$); e) $\epsilon = 0.36$ - początek lokalizacji odkształcenia plastycznego, f) $\epsilon = 0.43$, g) $\epsilon = 0.74$, h) $\epsilon = 0.51$.



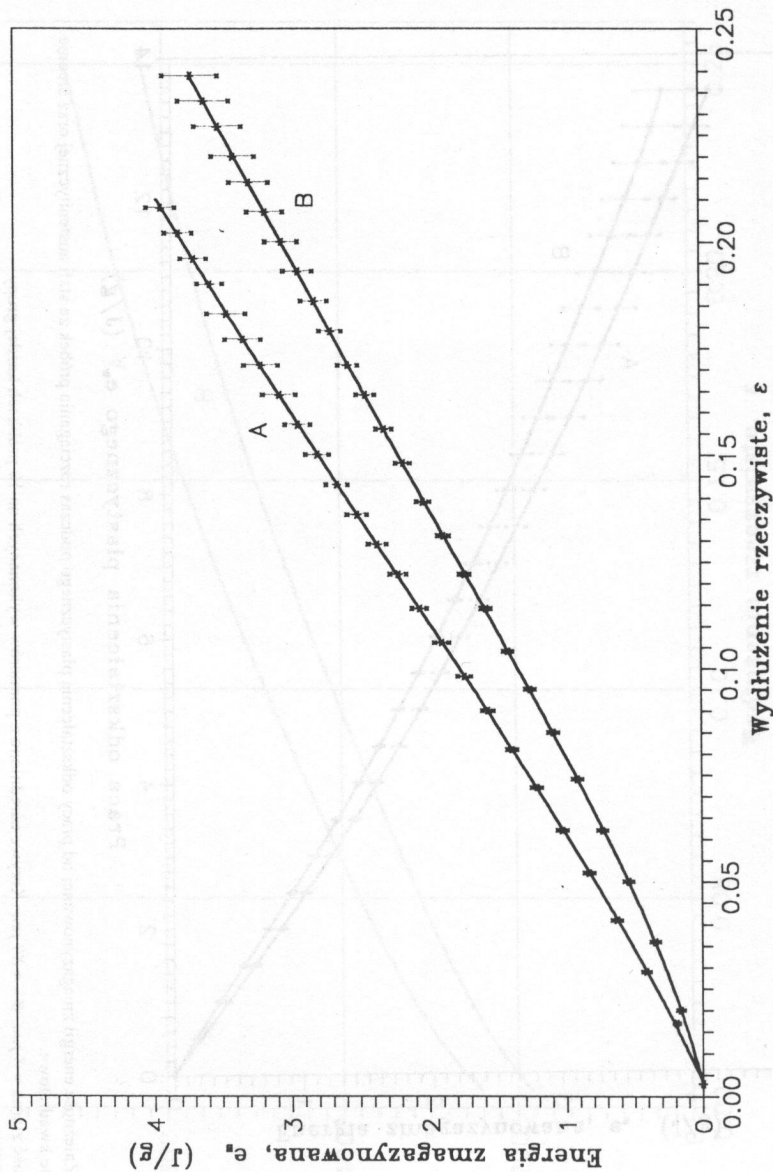
Rys. 12. Krzywa rozciągania oraz narastanie maksymalnej wartości temperatury roboczej części próbki B. Punkty na krzywej odpowiadają uprzednio pokazanym obrazom termicznym, zaś zaciemniony obszar - badanemu zakresowi odkształcenia, w którym wyznaczano energię zmagazynowaną ($\epsilon = \ln l/l_0$).



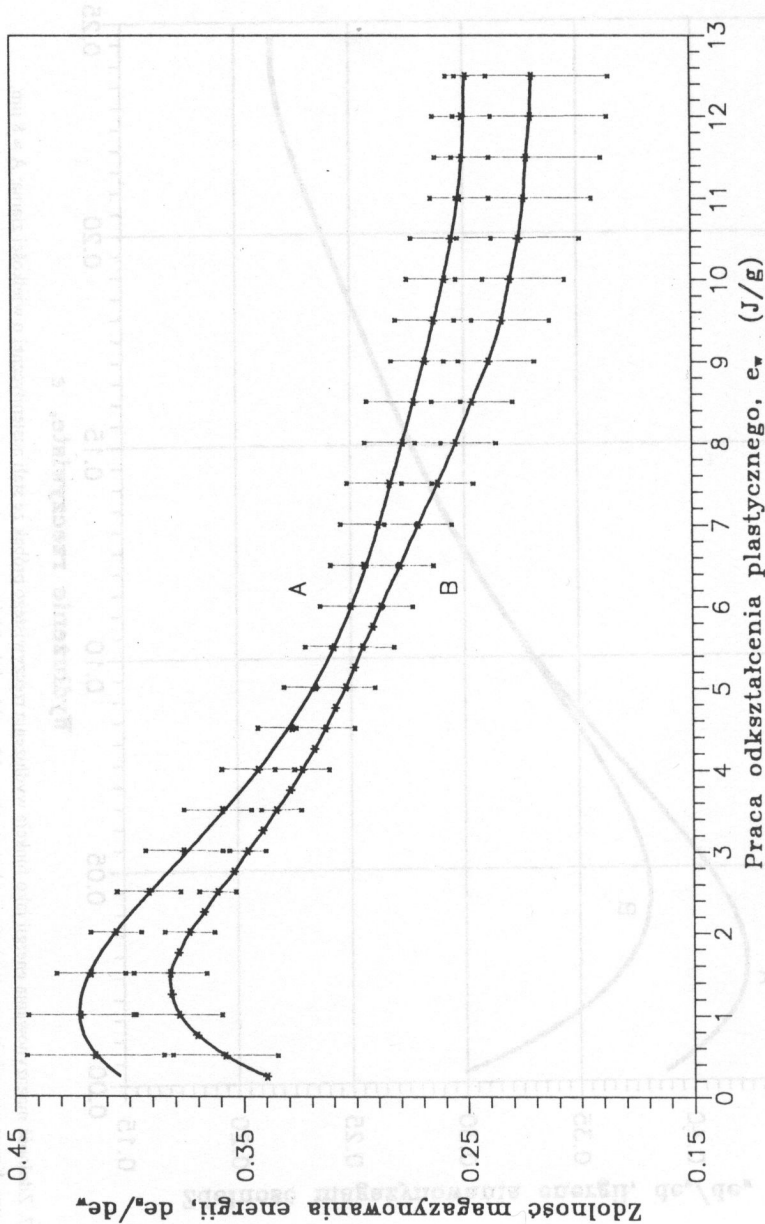
Rys. 13. Krzywe rozciągania próbek ze stali austenitycznej o wielkości ziarna: $A - \approx 8 \mu\text{m}$, $B - \approx 80 \mu\text{m}$, w zakresie, w którym występuje odkształcenie plastyczne. Krzywe uśredniono z pomiarów wykonanych na 10 próbkach każdego rodzaju.



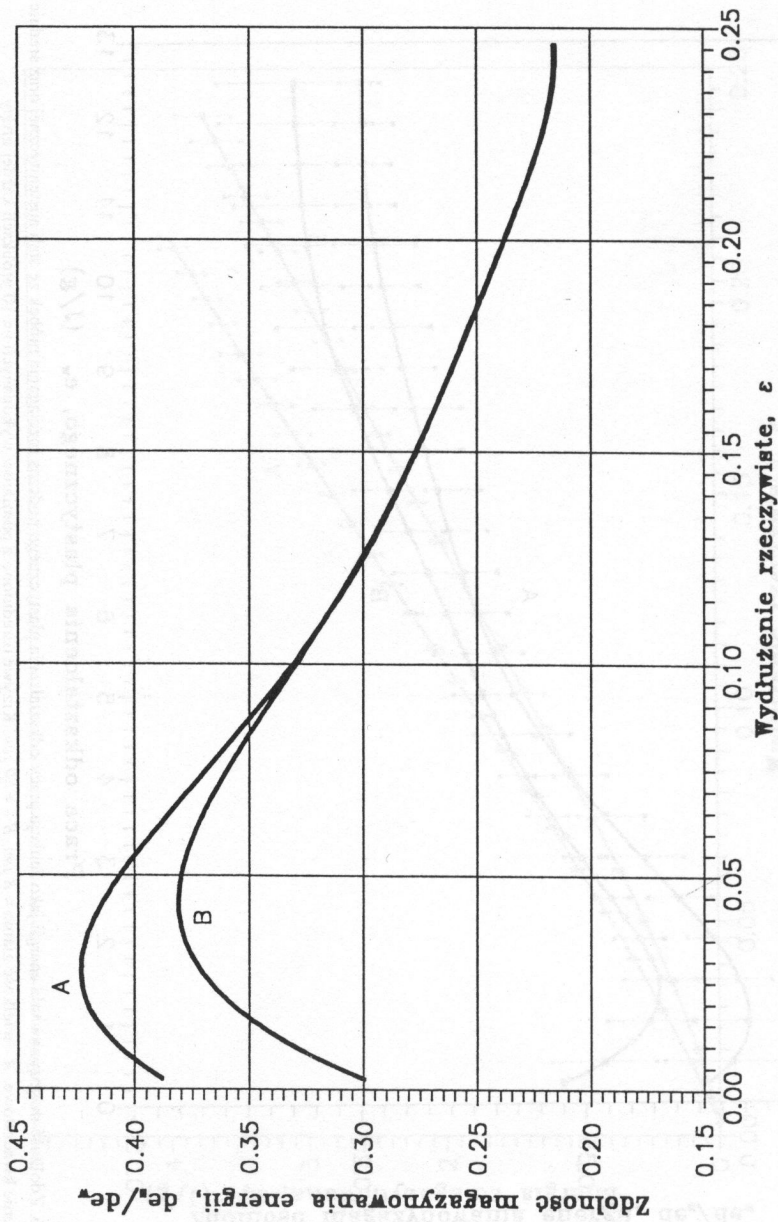
Rys. 14. Zależność energii zgmagazynowanej od pracy odkształcenia plastycznego podczas rozciągania próbek ze stali austenitycznej oraz średnie odchylenie kwadratowe.
A - wielkość ziarna $\approx 8 \mu\text{m}$, *B* - $\approx 80 \mu\text{m}$. Krzywe uśredniono z pomiarów wykonanych na 10 próbkach każdej grupy.



Rys. 15. Zależność energii zgmagazynowanej od wydłużenia rzeczywistego próbek ze stali austenitycznej oraz średnie odchylenie kwadratowe. A - wielkość ziarna $\approx 8 \mu\text{m}$, B - $\approx 80 \mu\text{m}$. Krzywe uśredniono z pomiarów wykonanych na 10 próbkach każdej grupy.



Rys. 16. Zdolność magazynowania energii jako funkcja pracy odkształcenia plastycznego podczas rozciągania próbek ze stali austenitycznej oraz średnie odchylenie kwadratowe. *A* - wielkość ziarna $\approx 8 \mu m$, *B* - $\approx 80 \mu m$. Krzywe usredniono z pomiarów wykonanych na 10 próbkach każdej grupy.



Rys. 17. Zdolność magazynowania energii jako funkcja wydłużenia rzeżczywistego próbek ze stali austenitycznej o wielkości ziarna: A \approx 8 μ m, B \approx 80 μ m. Krzywe uśredniono z pomiarów wykonanych na 10 próbkach każdej grupy.

Do wyznaczania energii zmagazynowanej wykorzystywano tylko wyniki pomiarów otrzymane w zakresie deformacji jednorodnej. Wstępną ich analizę prowadzono na bieżąco podczas badań. Polegała ona na tym, że jeśli obraz termiczny próbki był niejednorodny lub wykres zależności $P(\Delta l)$ różnił się od pozostałych w danej grupie, to w dalszych obliczeniach pomiar ten nie był uwzględniany, co zmniejszyło rozrzut ostatecznych wyników.

5.3. Oszacowanie błędu wyznaczania energii zmagazynowanej

Podczas pomiaru każdej wielkości fizycznej występują błędy systematyczne i przypadkowe. Mamy więc z nimi do czynienia przy wyznaczaniu energii zmagazynowanej.

Nie ma możliwości oszacowania błędu systematycznego. Znając wartość tego błędu można byłoby go wyeliminować.

Systematyczny błąd wyznaczania energii zmagazynowanej może wynikać z przyjętego w metodzie pomiarowej założenia, że właściwości termosprężyste badanej próbki nie zależą od historii jej odkształcenia plastycznego (patrz paragraf 2.6). Może on także być rezultatem błędów systematycznych pomiaru wielkości potrzebnych do obliczenia energii zmagazynowanej, czyli błędów systematycznych pomiaru: obciążenia i wydłużenia próbki, czasu rozciągania i czasu nagrzewania prądem elektrycznym, oporności jej części roboczej oraz natężenia prądu elektrycznego przepływającego przez próbkę.

Na błąd przypadkowy wyznaczania energii zmagazynowanej wpływają błędy przypadkowe wymienionych wyżej, mierzonych wielkości niezbędnych do wyznaczenia tej energii oraz błąd wzajemnego dopasowania do siebie krzywych zależności przyrostu temperatury próbki od czasu podczas rozciągania i podczas nagrzewania jej prądem.

Przedstawiona metoda dynamicznego pomiaru energii zmagazynowanej charakteryzuje się złożoną procedurą pomiarową. Uznano zatem, że oszacowanie błędu wyznaczania energii zmagazynowanej będzie silnie zależało od sposobu tego oszacowania. Wybrano więc inną drogę. Za miarę przypadkowego błędu wyznaczania energii zmagazynowanej uznano średnie kwadratowe odchylenie, obliczone na podstawie pomiarów wykonanych na 10 próbkach, każdej grupy. Zostało ono zaznaczone na rysunkach 14 i 15. Jego wartości bezwzględne, w zależności od zakresu, wahają się od $\pm 0.02 \text{ J/g}$ do $\pm 0.15 \text{ J/g}$.

Przy założeniu, że średnie odchylenie standartowe jest miarą przypadkowego błędu bezwzględnego, błąd względny wyznaczania energii zmagazynowanej na początku badanego zakresu wynosi 6% i w miarę wzrostu pracy odkształcenia plastycznego maleje do 4%.

W identyczny sposób postępowano przy wyznaczeniu zdolności magazynowania energii (rys. 16). Średnie kwadratowe odchylenie zmienia się tu od ± 0.03 do ± 0.01 , co odpowiada zmianie błędu względnego od 7% do 5% w zależności od wartości pracy odkształcenia plastycznego.

6. MAKSYMUM ZDOLNOŚCI MAGAZYNOWANIA ENERGII

Występowanie maksimum w zależnościach e_s/e_w lub $\delta e_s/\delta e_w$ od odkształcenia sugerowano już w pracach pochodzących z lat sześćdziesiątych naszego wieku [19, 22]. (Symbolem δ oznaczono przyrosty skończone). Ze względu na niepewność wyników autorzy tych prac podkreślali potrzebę dalszych badań energii zmagazynowanej w zakresie małych odkształceń.

Maksimum e_s/e_w zostało zarejestrowane także przez zespół Chrysochoosa podczas rozciągania duraluminium w kalorymetrze [28].

Badania procesu magazynowania energii prowadzone przez autorkę niniejszej rozprawy wykazały występowanie maksimum de_s/de_w w początkowym stadium odkształcenia plastycznego stali austenitycznej [13 - 15]. Jak podano w paragrafie 4.1, energię zmagazynowaną wyznaczono na podstawie wzoru 4.14, symulując proces nagrzewania się badanej próbki podczas rozciągania poprzez przepuszczenie przez nią prądu elektrycznego. Symulację prowadzono dla zakresu, w którym temperatura próbki była wyższa od temperatury otoczenia.

Za stan odniesienia energii zmagazynowanej przyjęto stan, w którym temperatura próbki osiąga wartość minimalną (rys. 2).

Od stanu odniesienia do momentu zrównania się temperatury próbki z temperaturą otoczenia, wzór 4.14 na energię zmagazynowaną ma postać:

$$e_s = e_w - \frac{\alpha T_o \tau}{\rho_o}, \quad (6.1)$$

$r_l = 0$ (patrz wzór 4.14), gdyż próbka nie przekazuje wówczas ciepła do otoczenia. Nie znaczy to, że zaniedbano odkształcenie plastyczne w tym zakresie. Zaniedbano jedynie dopływ ciepła z otoczenia do próbki, czyli uznano, że ciepło generowane wtedy w próbce jest równe energii efektu piezokalorycznego.

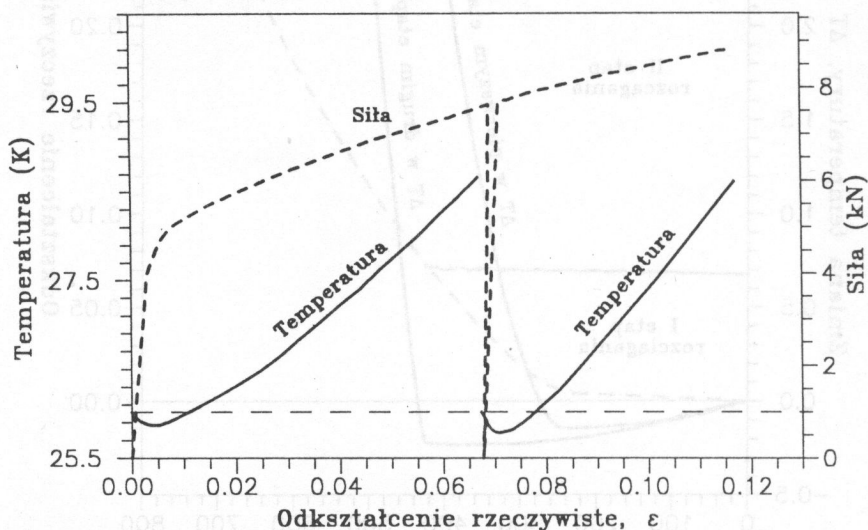
Sposób wyznaczania energii zmagazynowanej tuż po rozpoczęciu deformacji plastycznej w skali makroskopowej różnił się jednak od sposobu stosowanego podczas dalszej deformacji, gdy temperatura próbki stała się wyższa od temperatury otoczenia.

W tym zakresie temperatury proces nagrzewania się próbki podczas rozciągania symulowano. Uzasadniony więc wydaje się być niepokój, czy obserwowane w początkowym stadium odkształcenia plastycznego maksimum de_s/de_w nie jest pozorne, czy nie jest rezultatem systematycznego błędu metody wynikającego ze zmiany sposobu wyznaczania energii zmagazynowanej.

6.1. Eksperymentalny dowód na występowanie maksimum zdolności magazynowania energii w początkowym stadium odkształcenia plastycznego stali austenitycznej

W celu rozstrzygnięcia wspomnianej wątpliwości przeprowadzono eksperyment, w którym próbki po nadaniu im żądanego odkształcenia odciążano, a następnie, gdy ich temperatura ustabilizowała się na poziomie temperatury otoczenia, obciążano ponownie.

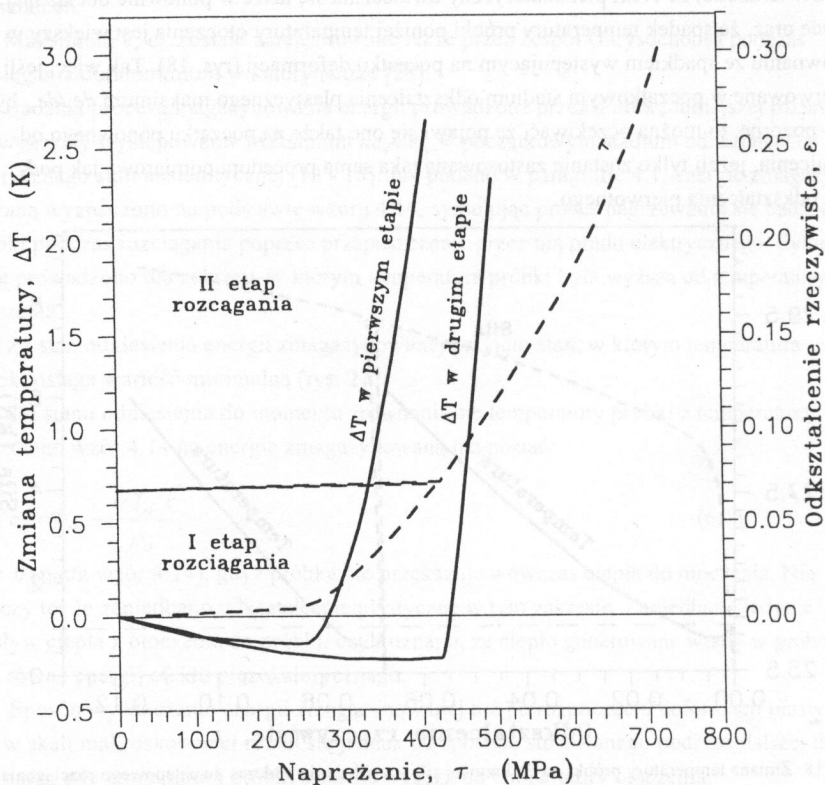
Stwierdzono, że efekt piezokaloryczny uwidacznia się także w ponownie obciążonej próbce oraz, że spadek temperatury próbki poniżej temperatury otoczenia jest większy w porównaniu ze spadkiem występującym na początku deformacji (rys. 18). Tak więc, jeśli obserwowane w początkowym stadium odkształcenia plastycznego maksimum de/de_w byłoby pozorne, to można oczekiwać, że pojawi się ono także na początku ponownego odkształcenia, jeżeli tylko zostanie zastosowana taka sama procedura pomiarowa jak podczas odkształcenia pierwotnego.



Rys. 18. Zmiana temperatury próbki na tle krzywej siła - wydłużenie podczas dwuetapowego rozciągania.

Badania przeprowadzono na próbkach drobnoziarnistych grupy *A*, ponieważ zdolność magazynowania energii jest w nich większa niż w gruboziarnistych. Wartość odkształcenia w pierwszym etapie rozciągania wybrano tak, aby mieć pewność, że jest ona większa od wartości odpowiadającej maksimum zdolności magazynowania energii.

Na rysunku 19 przedstawiono efekty piezokaloryczne oraz krzywą naprężenie-odkształcenie dla dwuetapowego rozciągania.



Rys. 19. Zależność zmiany temperatury powierzchni próbki od naprężenia na tle krzywej dwuetapowego rozciągania. Krzywe uśredniono z pomiarów przeprowadzonych na 5 próbkach (wielkość ziarna $\sim 8 \mu\text{m}$).

Zależność energii zmagazynowanej od pracy odkształcenia plastycznego jest widoczna na rys. 20; rys. 20a dotyczy odkształcenia sięgającego 0.07 , co odpowiada $e_w = 2,75 \text{ J/g}$, a rys. 20b - dalszego ciągu odkształcenia po ponownym obciążeniu próbek. W obu wypadkach stosowano jednakową procedurę pomiarową.

Otrzymane krzywe zróżniczkowano, a wyniki tej operacji pokazano na rysunku 21.

Odpowiedź na pytanie: czy maksimum zdolności magazynowania energii nie jest pozorne, wynika z porównania krzywych a i b na rysunku 21. Krzywa a dotyczy zdolności magazynowania energii podczas pierwotnego rozciągania próbek. Widoczne jest tu maksimum. Krzywa b charakteryzuje zdolność magazynowania energii po ponownym obciążeniu próbki. W miarę odkształcenia zdolność ta spada, przy czym szybkość spadania maleje.

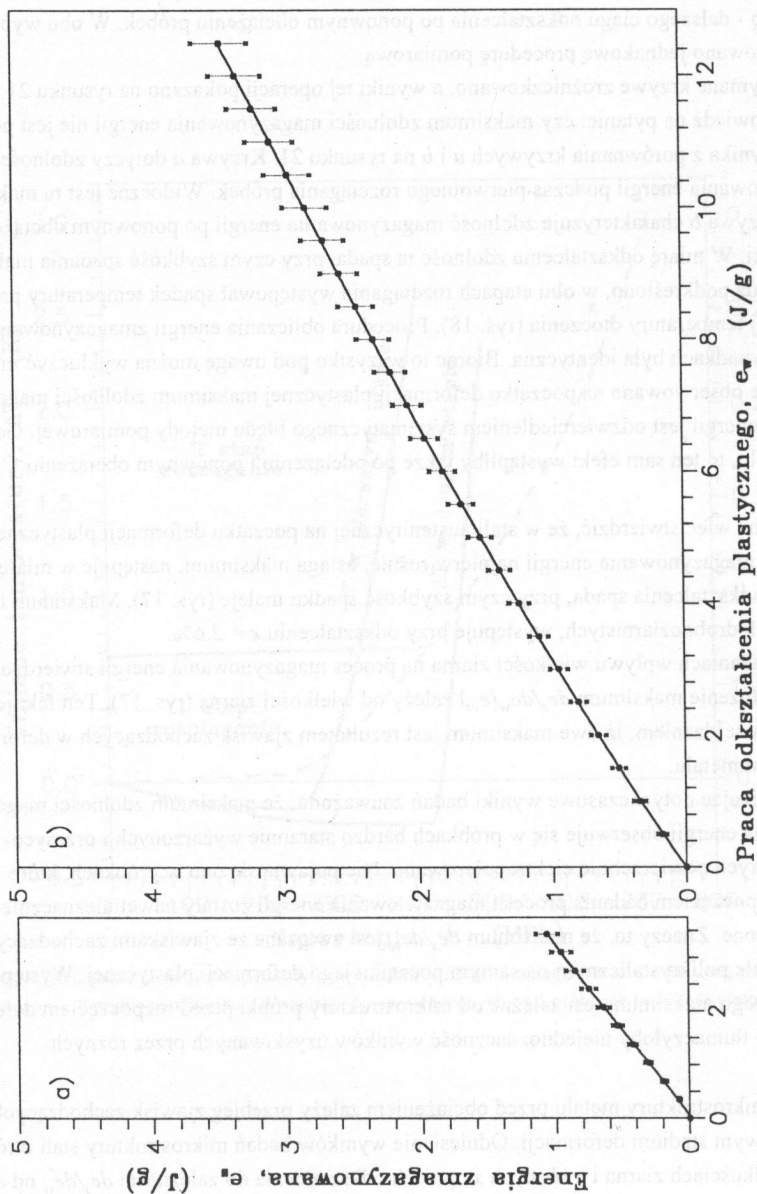
Jak już podkreślono, w obu etapach rozciągania występował spadek temperatury próbki poniżej temperatury otoczenia (rys. 18). Procedura obliczania energii zmagazynowanej w obu wypadkach była identyczna. Biorąc to wszystko pod uwagę można wykluczyć możliwość, że obserwowane na początku deformacji plastycznej maksimum zdolności magazynowania energii jest odzwierciedleniem systematycznego błędu metody pomiarowej. Gdyby tak było, to ten sam efekt wystąpiłby także po odciążeniu i ponownym obciążeniu próbki.

Można więc stwierdzić, że w stali austenitycznej na początku deformacji plastycznej zdolność magazynowania energii najpierw rośnie, osiąga maksimum, następnie w miarę wzrostu odkształcenia spada, przy czym szybkość spadku maleje (rys. 17). Maksimum to, dla próbek drobnoziarnistych, występuje przy odkształceniu $\varepsilon = 2.6\%$.

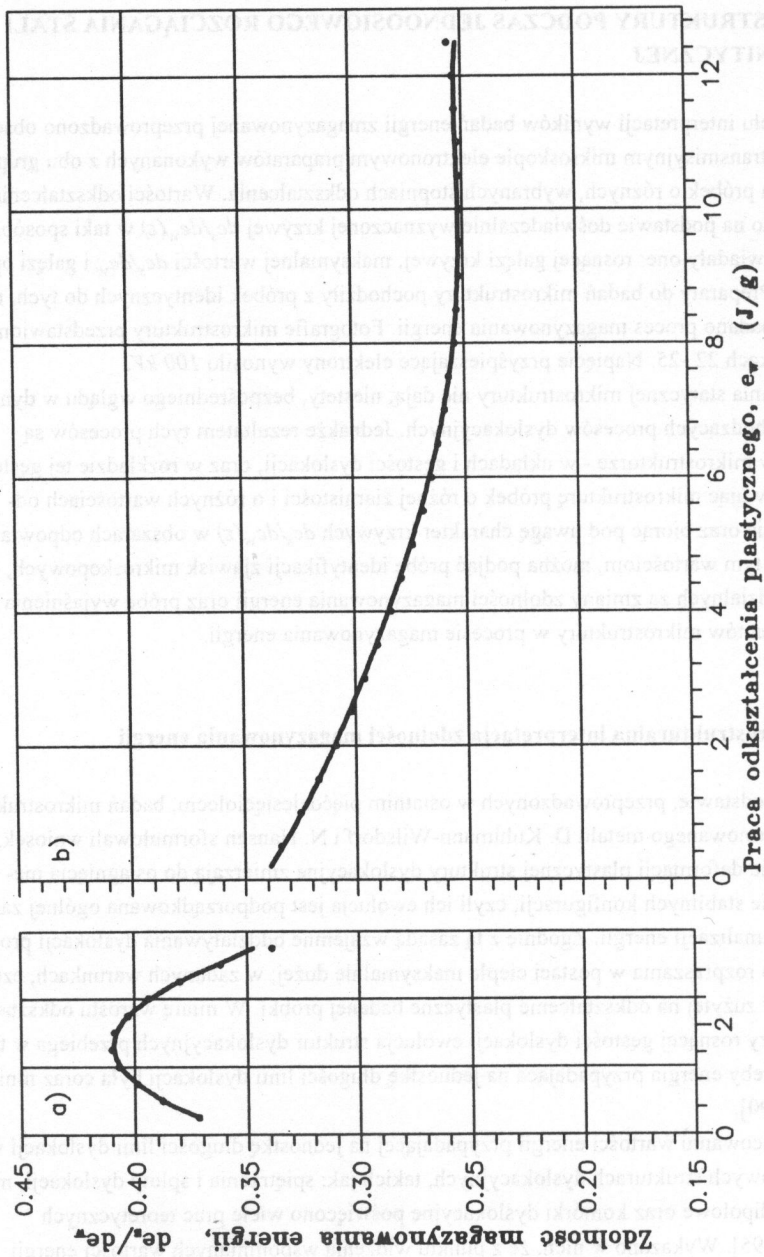
W badaniach wpływu wielkości ziarna na proces magazynowania energii stwierdzono, że położenie maksimum $de_s/de_w(e_w)$ zależy od wielkości ziarna (rys. 17). Ten fakt jest także potwierdzeniem, iż owe maksimum jest rezultatem zjawisk zachodzących w deformowanym metalu.

Analizując dotychczasowe wyniki badań zauważono, że maksimum zdolności magazynowania energii obserwuje się w próbkach bardzo starannie wyżarzonych i przesyconych, których powierzchnię elektropolerowano. Nie pojawia się ono w próbkach, które przed rozpoczęciem badania procesu magazynowania energii zostały nawet nieznacznie odkształcone. Znaczący to, że maksimum de_s/de_w jest związane ze zjawiskami zachodzącymi w materiale polikrystalicznym na samym początku jego deformacji plastycznej. Występowanie owego maksimum jest zależne od mikrostruktury próbki przed rozpoczęciem deformacji. To tłumaczyłoby niejednoznaczność wyników uzyskiwanych przez różnych badaczy.

Od mikrostruktury metalu przed obciążeniem zależy przebieg zjawisk zachodzących w początkowym stadium deformacji. Odniesienie wyników badań mikrostruktury stali o różnych wielkościach ziarna i o różnych stopniach odkształcenia do zależności de_s/de_w od e_w lub ε umożliwiło próbę określenia tych zjawisk [15].



Rys. 20. Uśredniona z pomiarów przeprowadzonych na 5 próbkach zdolność magazynowania energii w funkcji pracy odkształcenia plastycznego, podczas dwustopniowego rozciągania stali austenitycznej (wielkość ziarna - $8 \mu\text{m}$): a) I etap rozciągania, b) etap II- ponowne obciążanie próbki.



Rys. 21. Uśredniona z pomiarów przeprowadzonych na 5 próbkach zdolność magazynowania energii w funkcji pracy odkształcenia plastycznego, podczas dwustopniowego rozciągania stali austenitycznej (wielkość ziarna δ , μm): a) I etap rozciągania, b) etap II- ponowne obciążenie próbki.

7. ZDOLNOŚĆ MAGAZYNOWANIA ENERGII A EWOLUCJA MIKROSTRUKTURY PODCZAS JEDNOOSIOWEGO ROZCIĄGANIA STALI AUSTENITYCZNEJ

W celu interpretacji wyników badań energii zmagazynowanej przeprowadzono obserwację w transmisyjnym mikroskopie elektronowym preparatów wykonanych z obu grup badanych próbek o różnych, wybranych stopniach odkształcenia. Wartości odkształcenia wybierano na podstawie doświadczalnie wyznaczonej krzywej $de_s/de_w(\epsilon)$ w taki sposób, aby odpowiadały one: rosnącej gałęzi krzywej, maksymalnej wartości de_s/de_w i gałęzi opadającej. Preparaty do badań mikrostruktury pochodziły z próbek identycznych do tych, na których badano proces magazynowania energii. Fotografie mikrostruktury przedstawiono na rysunkach 22 -25. Napięcie przyspieszające elektrony wynosiło 100 kV.

Badania statycznej mikrostruktury nie dają, niestety, bezpośredniego wglądu w dynamikę zachodzących procesów dyslokacyjnych. Jednakże rezultatem tych procesów są zmiany w mikrostrukturze - w układach i gęstości dyslokacji, oraz w rozkładzie tej gęstości. Obserwując mikrostrukturę próbek o różnej ziarnistości i o różnych wartościach odkształcenia oraz biorąc pod uwagę charakter krzywych $de_s/de_w(\epsilon)$ w obszarach odpowiadających tym wartościom, można podjąć próbę identyfikacji zjawisk mikroskopowych, odpowiedzialnych za zmiany zdolności magazynowania energii oraz próbę wyjaśnienia roli elementów mikrostruktury w procesie magazynowania energii.

7.1. Mikrostrukturalna interpretacja zdolności magazynowania energii

Na podstawie, przeprowadzonych w ostatnim pięćdziesięcioleciu, badań mikrostruktury deformowanego metalu D. Kuhlmann-Wilsdorf i N. Hansen sformułowali wniosek, że w procesie deformacji plastycznej struktury dyslokacyjne zmierzają do osiągnięcia mechanicznie stabilnych konfiguracji, czyli ich ewolucja jest podporządkowana ogólnej zasadzie minimalizacji energii. Zgodnie z tą zasadą wzajemne oddziaływanie dyslokacji prowadzą do rozpraszania w postaci ciepła maksymalnie dużej, w zadanych warunkach, części energii zużytej na odkształcenie plastyczne badanej próbki. W miarę wzrostu odkształcenia, przy rosnącej gęstości dyslokacji ewolucja struktur dyslokacyjnych przebiega w taki sposób, żeby energia przypadająca na jednostkę długości linii dyslokacji była coraz mniejsza [89, 90].

Oszacowaniu wartości energii przypadającej na jednostkę długości linii dyslokacji w podstawowych strukturach dyslokacyjnych, takich jak: spiętrzenia i sploty dyslokacji, maty i ściany dipolowe oraz komórki dyslokacyjne poświęcono wiele prac teoretycznych [89, 91 - 95]. Wykazano w nich, że z punktu widzenia wspomnianych wartości energii

najbardziej "energetycznymi" strukturami są spiętrzenia dyslokacji, zaś strukturami, w których energia przypadająca na jednostkę linii dyslokacyjnej jest najmniejsza są granice dyslokacyjne (ściany komórek w strukturze komórkowej).

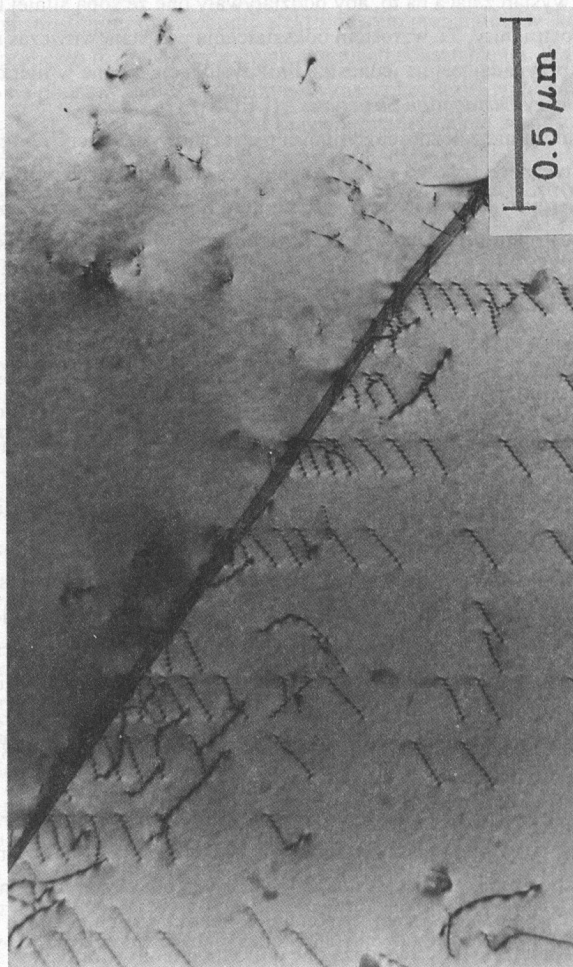
Zasada minimalizacji energii przejawia się w deformowanym materiale wtedy, gdy gęstość dyslokacji jest wystarczająca na to, aby oddziaływały one ze sobą silniej niż z innymi elementami mikrostruktury. Ze wzrostem odkształcenia powstają wówczas struktury o coraz niższej energii przypadającej na jednostkę linii dyslokacji, zwane w literaturze anglojęzycznej *Low Energy Dislocation Structures* - (LEDSs).

Otrzymane doświadczalnie zależności zdolności magazynowania energii od parametrów odkształcenia plastycznego (rys. 16 i 17) pokazują, że wielkość ziarna wpływa na proces magazynowania energii tylko w początkowym stadium odkształcenia plastycznego.

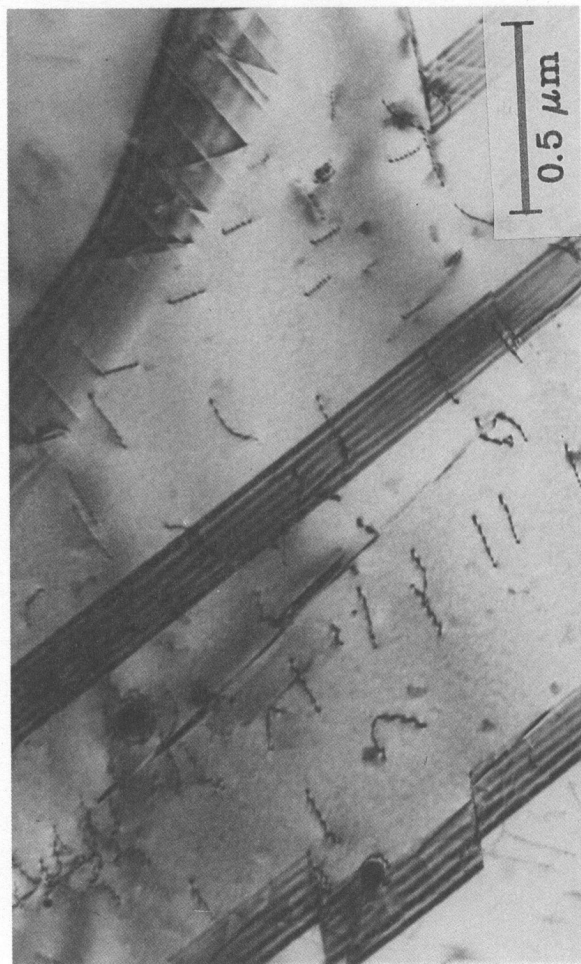
Z obserwacji mikrostruktury próbek wynika, że w początkowym stadium odkształcenia, gdy zdolność magazynowania energii rośnie, dominującymi układami dyslokacyjnymi zarówno w stali drobno- jak i w gruboziarnistej są silne spiętrzenia dyslokacji widoczne w pobliżu barier, jakimi są przypadkowe granice ziaren (rys. 22a i 22c).

Rosnącemu fragmentowi krzywej $de_s/de_w(\epsilon)$ odpowiada niejednorodna gęstość dyslokacji granic ziaren (DGZ) zarówno w granicach przypadkowych jak i bliźniaczych (rys. 22b). Jest ona większa w pobliżu granic ziaren niż w ich osnowie. Jest to prawdopodobnie związane z anizotropią poszczególnych ziaren i ich przypadkową orientacją względem kierunku rozciągania. Poślizg w ziarnie zmienia bowiem jego kształt. Zachowanie ciągłości polikryształu podczas jednoosiowego rozciągania wymaga zaś, aby zmiana kształtu pojedynczych ziaren była taka sama jak zmiana kształtu próbki. Innymi słowy, niektóre składowe tensora odkształcenia są zabronione, co powoduje powstawanie na granicach ziaren naprężeń (zwanych naprężeniami drugiego rodzaju) [96]. W miejscach, gdzie naprężenie osiąga wartość krytyczną następuje odkształcenie plastyczne, ale dyslokacje pozostają w pobliżu granic ziaren. Są to tak zwane dyslokacje geometrycznie niezbędne. Według R. M. Douthwaite i J. T. Evansa [97], H. Margolina i M. S. Stanesco [98], M. A. Meyersa i E. Ashwortha [99], wokół miękkiej osnowy ziarna tworzy się warstwa utwardzona. Istnieniem tej warstwy można tłumaczyć wyższe wartości naprężenia płynięcia w próbkach drobnoziarnistych w porównaniu z tego typu wartościami w - gruboziarnistych.

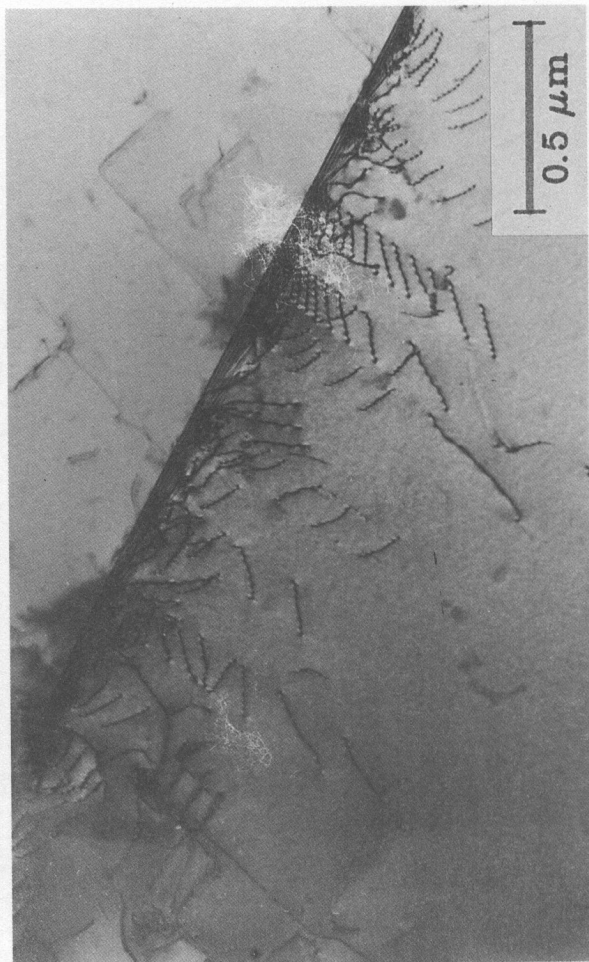
W miarę wzrostu obciążenia gęstość dyslokacji w różnych obszarach materiału wyrównuje się. Dyslokacje są ułożone w stabilnym ciągu w płaszczyznach poślizgu oraz widoczne są sploty dyslokacji (rys. 23). Świadczą one o urochomieniu wtórnych systemów poślizgu. Innymi słowy, pojawia się aktywność dyslokacji w tych systemach, z którą wiąże się rozpraszanie energii w postaci ciepła, a tym samym zahamowanie wzrostu zdolności magazynowania energii. Taka sytuacja odpowiada osiągnięciu maksimum de_s/de_w . Można przypuszczać, że gęstość dyslokacji staje się wówczas wystarczająca do powstawania i ewolucji LEDSS.



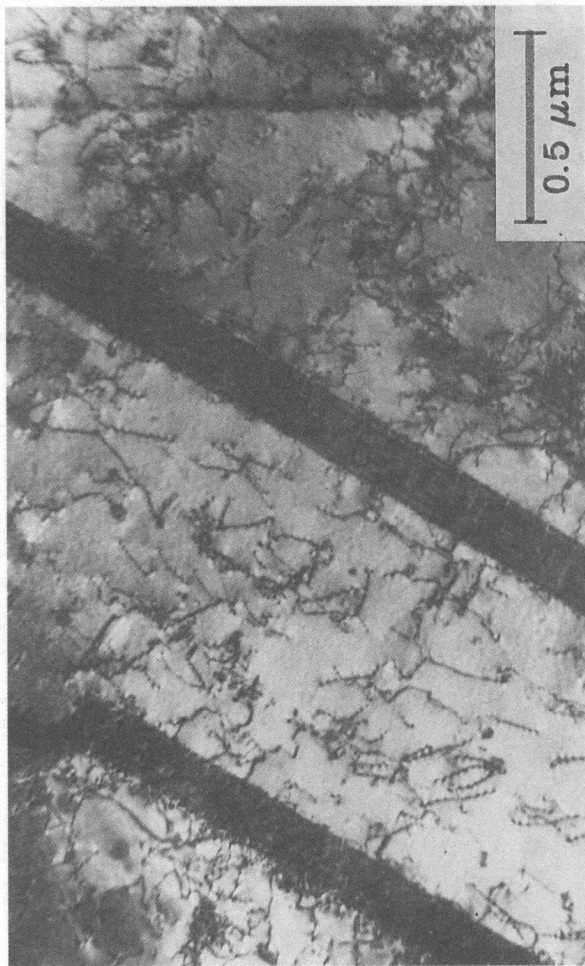
Rys. 22a. Obraz mikrostruktury próbek drobnoziarnistych $\epsilon = 0.013$. Spiętrzenia dyslokacji w pobliżu granicy przypadkowej.



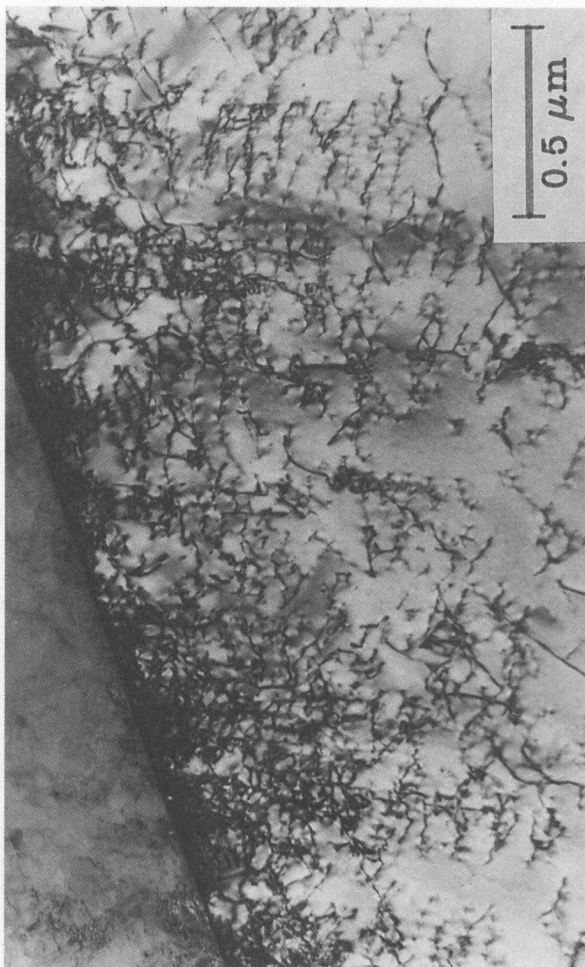
Rys. 22b. Obraz mikrostruktury próbek drobnoziarnistych, $\varepsilon = 0.013$. Nierównomierna gęstość dyslokacji granic ziaren.



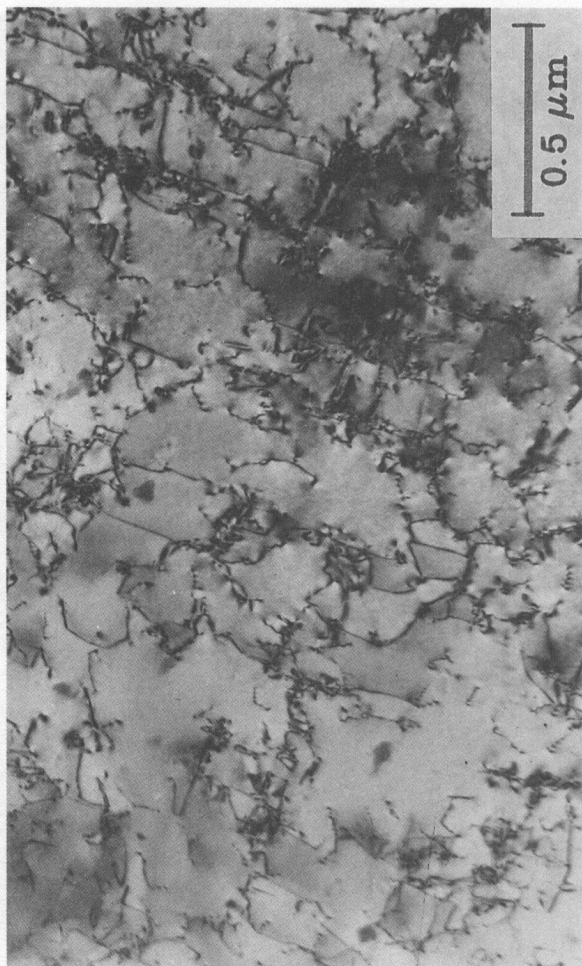
Krys. 22c. Obraz mikrostruktury próbek gruboziarnistych, $\epsilon = 0.0085$. Silne spiętrzenia dyslokacji w pobliżu granicy przypadkowej.



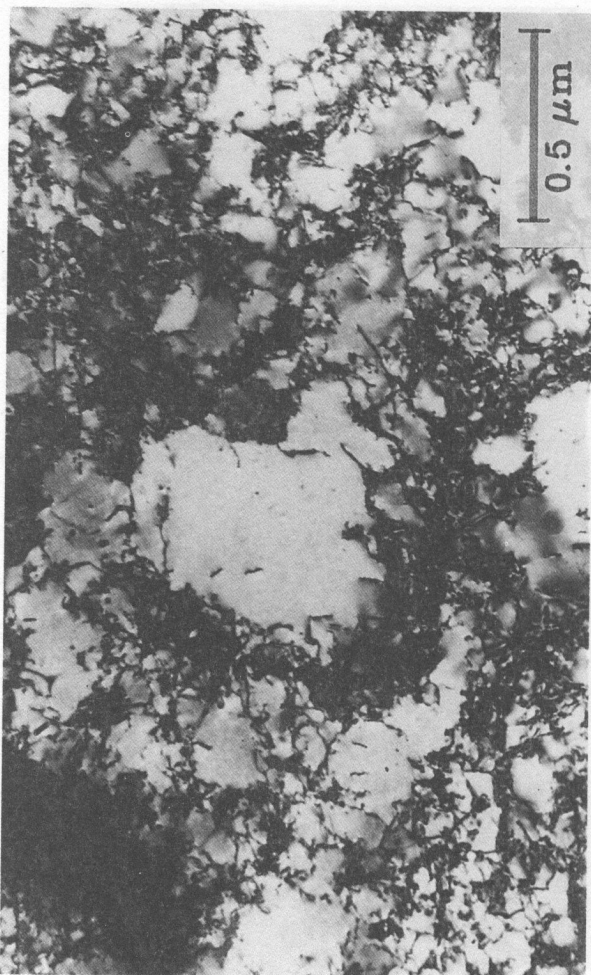
Rys. 23a. Obraz mikrostruktury próbek drobnoziarnistych, odpowiadającej maksimum d_e/d_e , $\varepsilon = 0.028$. Równomierne rozmieszczenie dyslokacji w granicach i w osnowie ziaren.



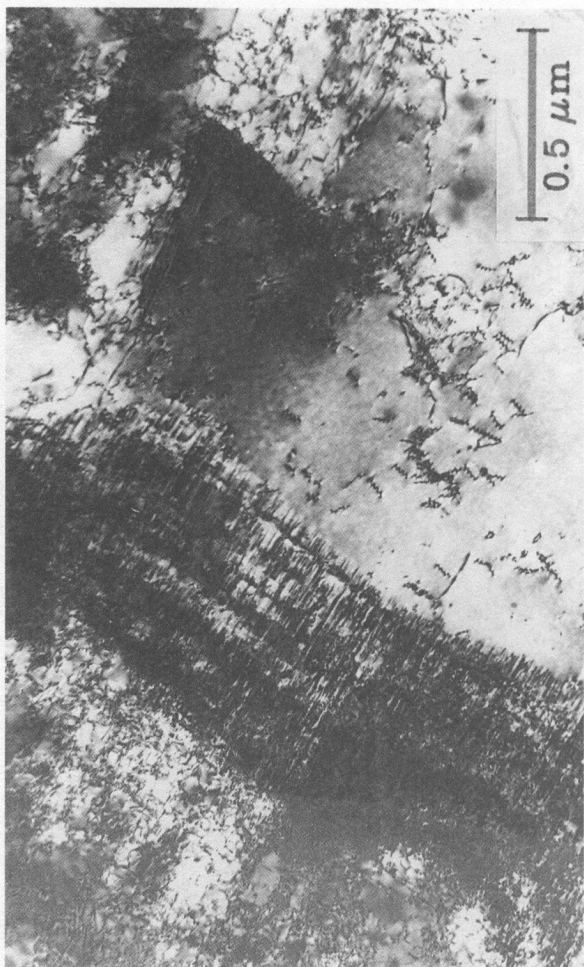
Rys. 23b. Obraz mikrostruktury próbek gruboziarnistych, odpowiadającej maksimum d_e/d_c , $\varepsilon = 0.048$. Większość dyslokacji znajduje się w płaszczyznach pierwotnego systemu poślizgu.



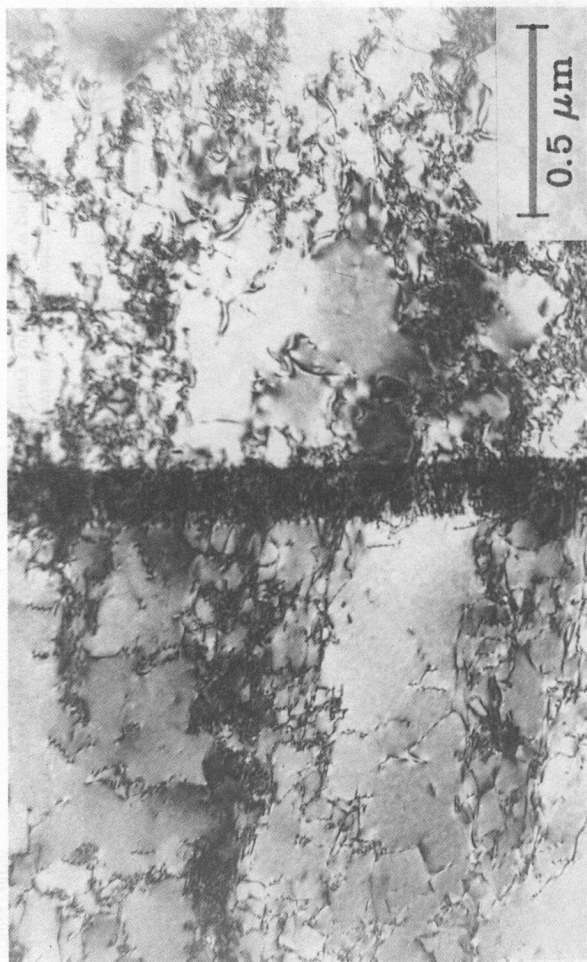
Rys. 23c. Obraz mikrostruktury próbek gruboziarnistych, odpowiadającej maksimum d_e/d_s , $\varepsilon = 0.048$. Sploty dyslokacji świadczą o aktywności wtórnych systemów poślizgu.



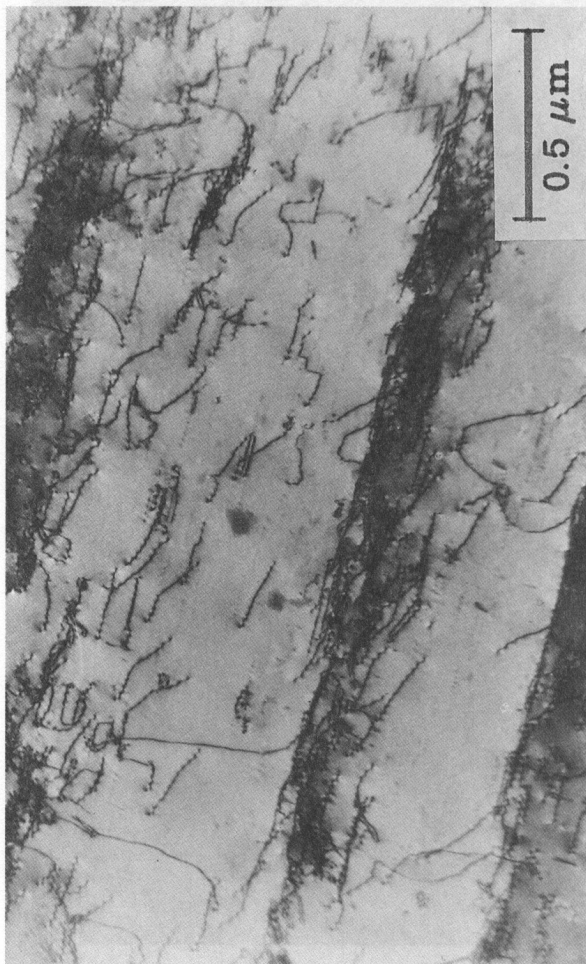
Rys. 24a. Obraz mikrostruktury próbek drobnoziarnistych, odpowiadającej zmniejszeniu się zdolności magazynowania energii, $\epsilon = 0,105$.



Rys. 24b. Obraz mikrostruktury próbek drobnoziarnistych, odpowiadającej zmniejszeniu się zdolności magazynowania energii, $\varepsilon = 0.105$. Tworzenie się struktury komórkowej w pobliżu granic ziaren.



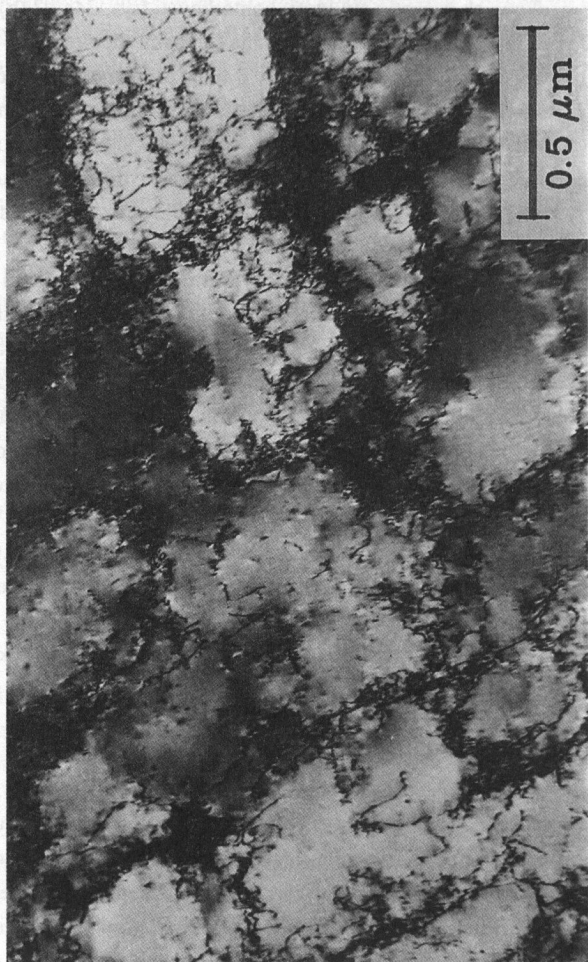
Rys. 24c. Obraz mikrostruktury próbek gruboziarnistych, odpowiadającej zmniejszeniu się zdolności magazynowania energii $\epsilon = 0.095$. Dominującą strukturą są ściany dipolowe.



Rys. 24d. Obraz mikrostruktury próbek gruboziarnistych, odpowiadającej zmniejszaniu się zdolności magazynowania energii, $\epsilon = 0,095$. Struktura pasmowa.



Rys. 25a. Komórkowa struktura dyslokacyjna w próbkach drobnoziarnistych, $\epsilon = 0.25$.



Rys. 25b. Komórkowa struktura dyslokacyjna w próbkach gruboziarnistych, $\epsilon = 0.25$.

Układy dyslokacji w próbkach drobnoziarnistych (*A*) o odkształceniu około 0.1, odpowiadające spadającej części krzywej $de_s/de_w(\epsilon)$ różnią się od układów w próbkach gruboziarnistych (*B*) o tym samym odkształceniu. W próbkach *A* obserwuje się przy granicach bliźniaczych i przypadkowych zaczątki struktury komórkowej (rys. 24a i 24b), podczas gdy w próbkach *B* powstaje struktura pasmowa zwana ścianami dipolowymi. Powstawanie obszarów wolnych od dyslokacji (rys. 24) świadczy o tym, że równomierny rozkład gęstości dyslokacji nie jest stabilny w porównaniu ze strukturą pasmową, lub komórkową.

W próbkach gruboziarnistych struktura komórkowa tworzy się przy większym odkształceniu. W dalszym ciągu deformacji plastycznej następuje rozwój tej struktury (rys. 25). Rozmiary komórek maleją. Gęstość i konfiguracja dyslokacji stają się niezależne od obecności granic ziaren.

Badania mikrostruktury wykazały, że w miarę wzrostu obciążenia próbki układy dyslokacji ewoluują od wysokoenergetycznych spiętrzeń do niskoenergetycznej struktury komórkowej. Spiętrzenia dyslokacji występują w obu grupach próbek tylko w zakresie odkształceń odpowiadających rosnącemu fragmentowi krzywej $de_s/de_w(\epsilon)$. Nie zaobserwowano ich w zakresie, w którym zdolność magazynowania energii maleje. Maksimum de_s/de_w odpowiada odkształceniu, przy którym są aktywne wtórne systemy poślizgu. Zarówno w próbkach drobno- jak i gruboziarnistych, przy końcu badanego zakresu odkształcenia zaobserwowano strukturę komórkową.

Energia przypadająca na jednostkę linii dyslokacyjnej jest niższa w strukturze komórkowej niż w splotach dyslokacji, przy czym wartości tej energii w obu wymienionych konfiguracjach są niższe niż w spiętrzeniach. [91, 92].

Zależność $de_s/de_w(\epsilon)$ jest przejawem zasady minimalizacji energii w makroskali.

7.2 Analiza wpływu wielkości ziarna na proces magazynowania energii

Rozpatrzmy zdolność magazynowania energii de_s/de_w tuż po rozpoczęciu odkształcenia plastycznego próbek drobno- i gruboziarnistych przy założeniu, że zachodzi ono we wszystkich ziarnach. Dla próbek starannie wyżarzonych można przyjąć, że energia wzajemnego oddziaływania dyslokacji jest pomijalnie mała, czyli przyrost energii zmagazynowanej de_s jest jedynie rezultatem wzrostu gęstości dyslokacji ξ .

$$dc_s = \frac{1}{\rho} E d\xi, \quad (7.1)$$

E jest energią przypadającą na jednostkę długości linii dyslokacji, określoną następującym równaniem:

$$E = \frac{G b^2 f(\lambda)}{4\pi} \ln\left(\frac{R}{b}\right), \quad (7.2)$$

gdzie: G jest współczynnikiem sprężystości postaciowej, b - wektorem Burgersa, λ - współczynnikiem Poissona (charakter funkcji $f(\lambda)$ zależy od rodzaju dyslokacji), R - promień powierzchni walca, na której naprężenia wywołane dyslokacją spadają do zera. W wypadku bardziej złożonych układów dyslokacyjnych jak, na przykład, dipole lub sięprzenia, wyrażenie na energię przypadającą na jednostkę długości linii dyslokacyjnej jest zwykle sprowadzane do postaci takiej jak wzór (7.2). Wówczas R staje się pewną odległością charakteryzującą maksymalny, teoretycznie możliwy zasięg naprężeń. W języku angielskim nazwano ją *upper cut-off radius*. W równaniu (7.2) nie jest uwzględniona energia rdzenia dyslokacji.

Przyjmuje się, że w strannie wyżarzonym metalu monokrystalicznym, na początku odkształcenia plastycznego wartość R jest równa średnicy próbki, zaś w polikryształe - średnicy ziarna [89].

Przyrost pracy odkształcenia plastycznego podczas jednoosiowego rozciągania (patrz wzór (4.4)) wynosi:

$$\bar{d}w_p \equiv de_w = \frac{1}{\rho} \tau d\varepsilon^p. \quad (7.3)$$

Dzieląc stronami równania (7.1) i (7.3) oraz podstawiając wyrażenie (7.2) otrzymamy:

$$\frac{de_s}{de_w} = \frac{d\xi}{d\varepsilon^p} \frac{G b^2}{4\pi \tau} f(\lambda) \ln \frac{R}{b}. \quad (7.4)$$

Po przyjęciu założenia, że $R = D$, gdzie D jest średnicą ziarna, równanie (7.4) przyjmie następującą postać:

$$\frac{de_s}{de_w} = \frac{d\xi}{d\varepsilon^p} \frac{G b^2}{4\pi \tau} f(\lambda) \ln \frac{D}{b}. \quad (7.5)$$

Dla początkowego stadium odkształcenia plastycznego monokryształu słuszny jest wzór:

$$\frac{d\gamma}{d\xi} = b\bar{x},$$

gdzie: γ - odkształcenie postaciowe monokryształu, \bar{x} - średnia długość drogi swobodnej dyslokacji.

Droga swobodna dyslokacji jest ograniczona i nie może być większa od długości płaszczyny poślizgu L ($\bar{x} < L$). Zaniedbując wzajemne oddziaływania dyslokacji można przyjąć, że $R = L$. Wtedy:

$$\frac{d\gamma}{d\xi} = b L. \quad (7.6)$$

Zakładając, że w metalu polikrystalicznym odkształcają się wszystkie ziarna, jego odkształcenie ϵ^P można odnieść do odkształcenia monokrystalu:

$$\epsilon^P = \frac{\gamma}{M}, \quad (7.7)$$

M - współczynnik Taylora, którego wartość zależy od orientacji poszczególnych ziaren w stosunku do kierunku obciążenia, czyli zależy od tekstury danego polikrystalu.

W początkowym stadium odkształcenia plastycznego długość płaszczyzny poślizgu L jest, w przybliżeniu, równa średnicy ziarna D ,

$$L \cong D.$$

Uwzględniając te założenia otrzymamy, analogiczną do wyrażenia (7.7), zależność między odkształceniem polikrystalu a gęstością dyslokacji w początkowym etapie jego odkształcania plastycznego:

$$\frac{d\xi}{d\epsilon^P} \approx M \frac{l}{b D}. \quad (7.8)$$

Podstawiając wzór (7.8) do (7.5) otrzymamy:

$$\frac{de_s}{de_w} \approx \frac{M G b}{D 4\pi \tau} f(\lambda) \ln \frac{D}{b}. \quad (7.9)$$

Obróbka plastyczna (walcowanie na zimno) obu rodzajów próbek była jednakowa. Na tej podstawie można uznać, że wszystkie one mają jednakową teksturę, czyli, że nie ma zauważalnej różnicy między wartościami współczynnika M dla próbek grubo- i drobno-

ziarnistych. Zatem wyrażenie $\frac{M b G}{4\pi} f(\lambda)$ ma dla danego metalu wartość stałą. Oznaczmy ją literą C .

Wtedy:

$$\frac{de_s}{de_w} \cong \frac{C}{D \tau} \ln \frac{D}{b}. \quad (7.10)$$

Zależność (7.10) została otrzymana w rezultacie szeregu założeń upraszczających, które są uzasadnione jedynie w początkowym stadium odkształcenia plastycznego, dotyczy więc tylko owego stadium. Z wzoru (7.10) wynika, że zdolność magazynowania energii w początkowym stadium odkształcenia plastycznego zależy przede wszystkim od aspektu geometrycznego ziaren - ich wielkości oraz od wartości naprężenia potrzebnego do uruchomienia "łatwych" źródeł dyslokacji.

Stosunek zdolności magazynowania energii w próbkach drobnziarnistych ($8 \mu\text{m}$) o odkształceniu 0.01 do zdolności magazynowania energii w próbkach o wielkości ziarna $80 \mu\text{m}$, o takim samym odkształceniu, wynosi:

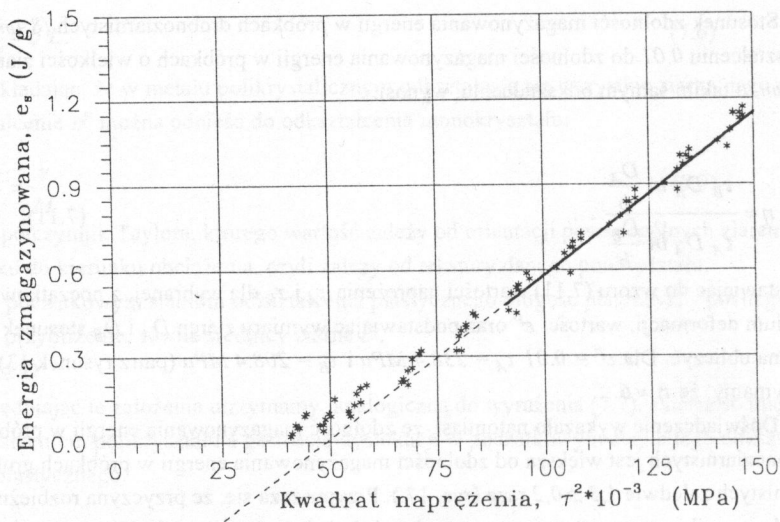
$$\eta \approx \frac{\tau_B D_B \ln \frac{D_A}{b}}{\tau_A D_A \ln \frac{D_B}{b}} \quad (7.11)$$

Podstawiając do wzoru (7.11) wartości naprężenia τ_A i τ_B dla wybranej, z początkowego stadium deformacji, wartości ε^P oraz podstawiając wymiary ziaren D_A i D_B stosunek ten można obliczyć. Dla $\varepsilon^P = 0.01$ $\tau_A = 238.4 \text{ MPa}$ i $\tau_B = 208.4 \text{ MPa}$ (patrz rysunek 13), otrzymamy, że $\eta \approx 6$.

Doświadczenie wykazało natomiast, że zdolność magazynowania energii w próbkach drobnziarnistych jest większa od zdolności magazynowania energii w próbkach gruboziarnistych zaledwie $1,3 \pm 0,2$ raza (rys. 17.). Przypuszcza się, że przyczyną rozbieżności między wynikiem rozważań teoretycznych a doświadczeniem jest jakaś inna, nie uwzględniona w rozważaniach, niezwiązana z mikrostrukturą, forma magazynowania energii występująca w początkowym stadium odkształcenia plastycznego zarówno w drobnziarnistych jak i gruboziarnistych próbkach. Może to być energia pól naprężeń wewnętrznych, wynikających ze sprężystej akomodacji sąsiadujących ze sobą ziaren w jednoosiowo rozciąganych polikryształach. Są to naprężenia często nazywane naprężeniami drugiego rodzaju. W odróżnieniu od naprężeń (trzeciego rodzaju) wywołanych dyslokacjami nie zostawiają one w mikrostrukturze widzialnych śladów.

Przyczynkiem do prawdziwości powyższego przypuszczenia jest wynik porównania ze sobą doświadczalnie wyznaczonych zależności $e_s(\varepsilon)$ i $\tau(\varepsilon)$ dla badanej stali. W licznych badaniach stwierdzono, że energia zmagazynowana jest proporcjonalna do kwadratu naprężenia płynięcia τ [18]. W badanej stali 00H19N17Pr tego typu proporcjonalność występuje dopiero po osiągnięciu maksimum de_s/de_w (rys. 26). Jest ona zgodna z inną empiryczną zależnością $\tau^2 \sim \xi$ [100], gdzie ξ jest gęstością dyslokacji. Nie jest tak w początkowym etapie odkształcenia plastycznego stali austenitycznej, gdzie energia zmagazynowana jest wyższa, niż wynikałoby to z proporcjonalności e_s do τ^2 (rys. 26). Jest to potwierdzenie istnienia dodatkowej formy energii zmagazynowanej, oprócz energii zawartej w dyslokacjach. Obecność wewnętrznych naprężeń, wywołanych sprężystą akomodacją niekompatybilnych odkształceń poszczególnych ziaren, wydaje się tłumaczyć tę nadwyżkę energii zmagazynowanej.

Dalszej weryfikacji tej hipotezy służyły badania rozwoju poślizgu podczas rozciągania badanej stali oraz analiza ich wyników na tle zależności $de_s/de_w(\varepsilon^P)$. Zagadnieniem tym jest poświęcony następny rozdział.



Ry. 26. Energia zmagazynowana jako funkcja kwadratu naprężenia płynięcia podczas jednoosiowego rozciągania stali austenitycznej 00H198N17Pr. Pomiary przeprowadzono na 10 próbkach (wielkość ziarna $\approx 80 \mu\text{m}$).

8. MECHANIZMY ODKSZTAŁCENIA PLASTYCZNEGO A ZDOLNOŚĆ MAGAZYNOWANIA ENERGII

Analizując wpływ wielkości ziarna na proces magazynowania energii przyjęto, że wzrost energii zmagazynowanej jest wynikiem wzrostu energii pól naprężeń związanych z dyslokacjami (często nazywanych naprężeniami trzeciego rodzaju), czyli jest wynikiem wzrostu gęstości dyslokacji. Rozważania wykazały, że jeżeli przyjęte założenie byłoby prawdziwe, to zdolność magazynowania energii na początku odkształcenia plastycznego w próbkach o wielkości ziarna $8 \mu\text{m}$ powinna być 6 razy większa niż w próbkach o ziarnie $80 \mu\text{m}$. Nie jest to zgodne z wynikami doświadczeń. Stosunek zdolności magazynowania energii w próbkach drobnoziarnistych do gruboziarnistych wynosi zaledwie 1,3. Nasuwa się więc przypuszczenie, że na początku odkształcenia plastycznego, w obu grupach próbek, musi istnieć jakaś dodatkowa forma magazynowania energii. Przesłanką do istnienia owej formy jest także brak, na początku odkształcenia plastycznego, proporcjonalności między energią zmagazynowaną a kwadratem naprężeń płynięcia (rys. 26).

W metalu polikrystalicznym poślizg w pojedynczym ziarnie napotyka ograniczenia ze strony ziaren sąsiednich. Zachowanie ciągłości deformowanego metalu wymaga bowiem akomodacji niekompatybilnych odkształceń sąsiadujących ze sobą ziaren. Akomodacja może nastąpić poprzez sprężystą, lub sprężysto-plastyczną deformację [101, 102]. Oba rodzaje akomodacji potrzebują dodatkowej energii, albo w formie energii sprężystej, albo jako pracy odkształcenia plastycznego (poślizg w kilku niezależnych systemach). Ten aspekt stanowi istotną różnicę między zachowaniem się metali mono- i polikrystalicznych.

Charakterystykę odkształcenia plastycznego, którą także należy uwzględnić w interpretacji procesu magazynowania energii są mechanizmy poślizgu. Spadek szybkości akumulacji dyslokacji w miarę wzrostu odkształcenia zwykle jest przypisywany procesom zdrowienia. Tymczasem, istnieje inna jego przyczyna, powiązana ściśle z rozwojem poślizgu. Wiadomo, że homogeniczny, wielosystemowy poślizg wewnątrz ziarna (odpowiadający wzrostowi zdolności magazynowania energii) przekształca się w grubo poślizg, przechodzący przez kilka ziaren, zwany *mikropasmami ścinania*. W miarę wzrostu odkształcenia grupują się one w *makroskopowe pasma ścinania*.

Pierwsze stadium ewolucji poślizgu prowadzi do wydłużenia drogi swobodnej dyslokacji λ , która poprzez zależność Orowana: $\gamma = b \xi \lambda$ wpływa na gęstość dyslokacji ξ , gdzie γ jest odkształceniem postaciowym. Wpływ ten jest o wiele silniejszy, gdy homogeniczny, wielosystemowy poślizg przekształca się w mikropasma ścinania. Są one specyficznym mechanizmem poślizgu; nie generują ograniczeń wewnętrznych, ponieważ pole przemieszczeń jest jednorodne w obszarze kilku ziaren [101].

Można więc oczekiwać, że w zakresie odkształceń, w którym formą poślizgu są mikropasma ścinania zdolność magazynowania energii jest niska oraz, że przemiana homoge-

nicznego, wielosystemowego poślizgu w owe mikropasma odpowiada maksimum zdolności magazynowania energii. Aby sprawdzić tę hipotezę przeprowadzono w mezo skali badanie rozwoju poślizgu w próbkach B , identycznych z tymi, na których badano proces magazynowania energii. Uwzględniając ewolucję poślizgu dokonano także analizy wielkości mechanicznych charakteryzujących proces rozciągania badanej stali.

8.1. Badanie rozwoju poślizgu

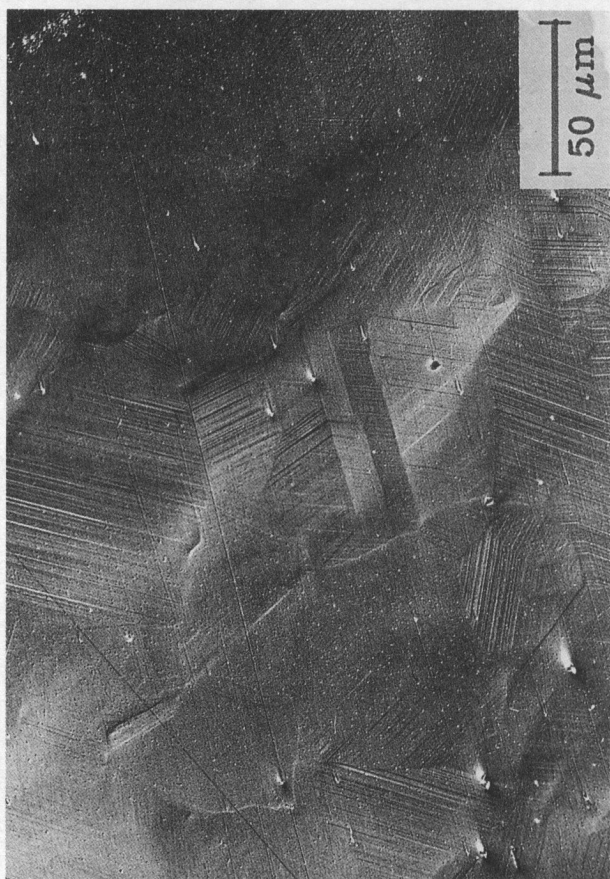
Rozwój poślizgu badano w mezoskali, obserwując pod mikroskopem optycznym, w warunkach kontrastu Nomarskiego, powierzchnię próbek o różnych wartościach odkształcenia, odpowiadających rosnącej gałęzi krzywej $de_s/de_w(\epsilon)$, jej maksimum oraz opadającej gałęzi (rys. 17 krzywa B). Próbkę polerowano do uzyskania powierzchni lustrzanej. Następnie rozciągano do zadanych wartości odkształcenia. Wyjątek stanowi próbka o odkształceniu równym 0.20 . Tę próbkę najpierw odkształcono, następnie jej powierzchnię wypolerowano i ponownie rozciągnięto o bardzo małą wartość wydłużenia równą 0.0036 . Takie postępowanie umożliwiło obserwację mikropasm ścinania na powierzchni próbki o stosunkowo dużym odkształceniu. Fotografie obserwowanych powierzchni przedstawiono na rysunkach: 27 - 29 i 31.

Aby obserwacja ewolucji poślizgu była możliwa pod mikroskopem optycznym, do badań wybrano próbki gruboziarniste.

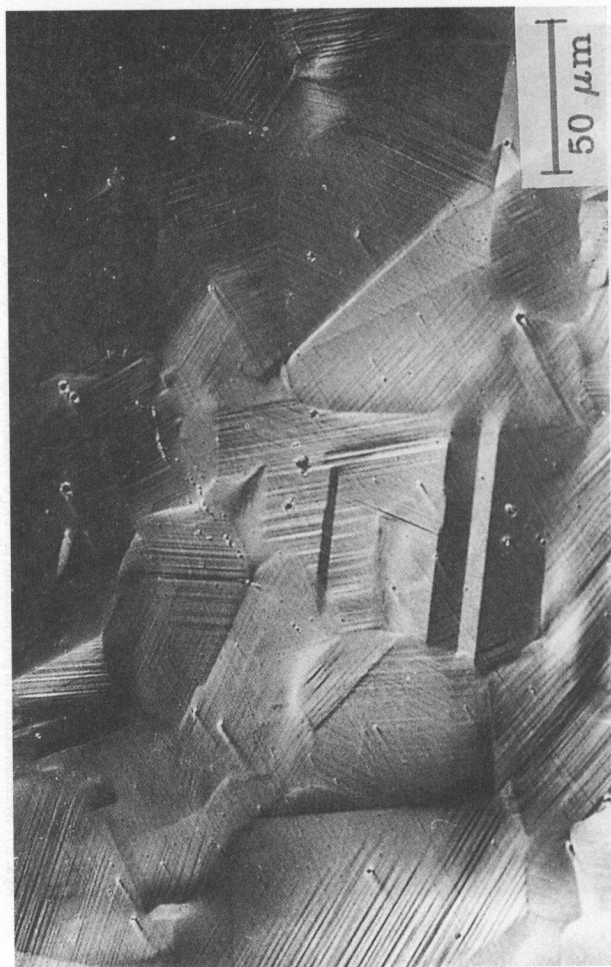
8.2. Interpretacja procesu magazynowania energii z uwzględnieniem ewolucji poślizgu

Jak już wspomniano, w metalu polikrystalicznym poślizg w poszczególnych ziarnach prowadzi do zmiany ich kształtu. Ten geometryczny aspekt uwidacznia się na powierzchni odkształconej próbki jako wgłębienia i wypukłości (rys. 27). Dzieje się tak, dzięki istnieniu powierzchni swobodnej. Relief na powierzchni swobodnej jest pośrednim dowodem powstawania naprężeń wewnątrz deformowanego kryształu, o których już była mowa w paragrafie 7.1. Ciągłość materiału jest zachowana dzięki akomodacji sprężystej poszczególnych ziaren [102].

Można zauważyć, że relief na powierzchni próbki o odkształceniu $\epsilon = 0.0106$ (rys. 28) jest głębszy niż relief na powierzchni próbki odkształconej do $\epsilon = 0.0042$ (rys. 27). Ten fakt pokazuje, że w początkowym stadium deformacji plastycznej, wraz ze wzrostem odkształcenia intensyfikuje się proces powstawania naprężeń na graniczkach ziaren.



Rys. 27. Mezostruktura na powierzchni próbki o odkształceniu, $\epsilon = 0.0040$.



Rys. 28. Mezoszuktura powierzchni próbek o odkształceniu, $\varepsilon = 0,0106$.



Rys. 29. Mezostruktura powierzchni próbki o odkształceniu $\epsilon = 0.045$, odpowiadająca maksimum zdolności magazynowania energii. Widoczne są mikropasma ścinania przechodzące przez kilka ziaren.

Mezostuktura pokazana na rysunkach 27 i 28 odpowiada rosnącemu fragmentowi krzywej $de_s/de_w(\epsilon)$. To sugeruje, że wzrost zdolności magazynowania energii jest wywołany nie tylko wzrostem gęstości dyslokacji, ale także powstawaniem naprężeń na granicach ziaren.

Wzrost tych naprężeń musi wywołać poślizg we wtórnych systemach, co jest równoznaczne z uruchomieniem w nich dyslokacji [103]. Z tego powodu rośnie dyssypacja energii. Także część energii pola naprężeń wewnętrznych zamienia się na ciepło i na energię dyslokacji we wtórnych systemach poślizgu. Od tego momentu zdolność magazynowania energii rośnie coraz wolniej.

Obraz powierzchni próbki, odpowiadający maksimum zdolności magazynowania energii jest pokazany na rys. 29. Widoczny jest gruby poślizg w kilku systemach, oraz mikropasma ścinania. W świetle tych obserwacji, pojawienie się i rozwój mikropasm ścinania może być postrzegany jako proces dyssypacyjny, zmniejszający zdolność magazynowania energii (rys. 17). Mikropasma ścinania mają trans-ziarnowy charakter; przechodzą przez kilka sąsiadujących ze sobą ziaren. Odształcenie w mikropasmach ścinania nie wymaga akomodacji, ponieważ pole przemieszczeń w obszarze tych ziaren jest jednorodne.

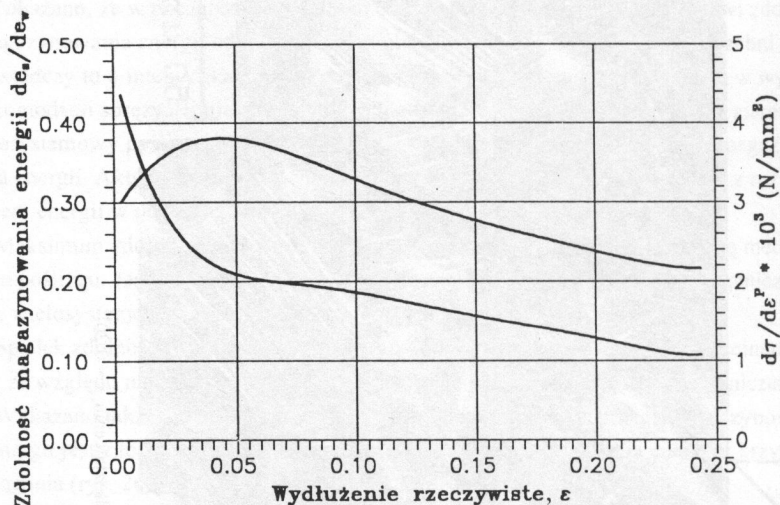
Charakter wpływu wielkości ziarna na proces magazynowania energii (rys. 17) potwierdza powyższą mezostrukturalną interpretację. Maksimum de_s/de_w w próbkach drobnoziarnistych jest wyższe niż w gruboziarnistych. To może być związane z naprężeniami wewnętrznymi, powstającymi w wyniku akomodacji sprężystej niekompatybilnych odształceń poszczególnych ziaren. Naprężenia te są większe w próbkach drobnoziarnistych.

Jak wcześniej zauważono, objętościowy udział granic i obszarów przygranicznych w próbkach o drobnym ziarnie jest większy, więc konsekwentnie więcej jest w nich dyslokacji w pobliżu granic ziaren niż w próbkach o ziarnie większym.

Położenie maksimum de_s/de_w zależy od wielkości ziarna. Jednakże, od pewnej wartości odształcenia (dla badanej stali = 0.10) krzywe $de_s/de_w(\epsilon)$ dla obu grup próbek są praktycznie takie same (rys. 17). To znaczy, że poczynając od pewnej wartości odształcenia granice ziaren nie mają wpływu na procesy odpowiedzialne za magazynowanie energii.

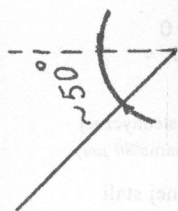
Przedstawione wyniki zgodnie współbrzmia z wynikami uzyskanymi przez D. Mandala i J. Bakera [68]. Mierzili oni energię zmagazynowaną w walcowanych polikryształach niklu różniących się wielkością ziarna. Obliczając, na podstawie otrzymanych wyników, energię zmagazynowaną w dyslokacjach geometrycznie niezbędnych, czyli energię akomodacji plastycznej stwierdzili, że poczynając od pewnej wartości odształcenia energia ta osiąga stan nasycenia oraz, że jej wartość staje się niezależna od wielkości ziarna. Można więc przypuszczać, że dominującym mechanizmem odształcenia stają się wtedy mikropasma ścinania. Ta sytuacja nie jest w sprzeczności z warunkami ewolucji LEDSS [89].

Spadek zdolności magazynowania energii może być analizowany z punktu widzenia procesów zdrowienia. Takie podejście jest oparte na krzywej $\tau(\gamma)$ dla monokryształu. Charakterystyczna dla tej krzywej wartość naprężenia τ_3 [104], od której umocnienie zaczyna spadać w sposób monotoniczny, oznacza początek procesu zdrowienia dynamicznego w kryształach.



Rys. 30. Zależności de_s/de_w i $d\tau/d\epsilon^P$ od odkształcenia dla jednoosiowego rozciągania stali austenitycznej 00H19N17Pr. Krzywe uśredniono z pomiarów przeprowadzonych na 10 próbkach (wielkość ziarna $\approx 80 \mu\text{m}$).

Jednakże, z porównania zależności $de_s/de_w(\epsilon)$ i $d\tau/d\epsilon^P(\epsilon)$ otrzymanych dla badanej stali (rys. 30) wynika, że najgłębszy spadek umocnienia następuje w zakresie odkształcenia, w którym zdolność magazynowania energii jest wysoka. Odwrotnie, dla wartości odkształcenia wyższych od tej, przy której występuje maksimum de_s/de_w , spadek umocnienia jest stosunkowo niewielki. Powyższe fakty świadczą o tym, że w metalu polikrystalicznym musi istnieć dodatkowy proces rozpraszania energii, powodujący spadek zdolności jej magazynowania. Procesem tym może być zmiana mechanizmu poślizgu; homogeniczny wielosystemowy poślizg rozwija się w mikropasma ścinania, które w miarę wzrostu odkształcenia organizują się w makroskopowe pasma ścinania [105 - 111]. W próbce odkształconej do $\epsilon = 0.20$ widoczny jest front Ludersa (rys. 31).



Rys. 31. Mezoszuktura powierzchni próbki o odkształceniu, $\epsilon = 0,20$.
Widoczny jest front Ludersa.

Z powyższych rozważań wynika, że wzrost zdolności magazynowania energii w początkowym stadium odkształcenia plastycznego metalu polikrystalicznego jest rezultatem nie tylko wzrostu gęstości dyslokacji. Przeprowadzone eksperymenty wykazały, że dodatkową formą energii zmagazynowanej jest energia sprężystości zawarta w polu naprężeń wewnętrznych powstających na granicach ziaren.

Pokazano, że w początkowym stadium odkształcenia plastycznego wzrostowi zdolności magazynowania energii odpowiada coraz głębszy relief na swobodnej powierzchni próbki. Świadczy to o intensyfikacji naprężeń wewnętrznych powstających w próbce w wyniku akomodacji sprężystej niekompatybilnych odkształceń sąsiadujących ze sobą ziaren. Wielosystemowy poślizg w poszczególnych ziarnach hamuje wzrost zdolności magazynowania energii. Aktywność dyslokacji we wtórnych systemach wiąże się bowiem z rozpraszaniem energii w postaci ciepła.

Maksimum zdolności magazynowania energii jest ściśle związane ze zmianą mechanizmu poślizgu. Jest ono makroskopową manifestacją przekształcenia się homogenicznego, wielosystemowego poślizgu w mikropasma ścinania.

Spadek zdolności magazynowania energii odpowiada ewolucji mikropasm ścinania, które ze względu na swoją trans-ziarnową naturę nie tworzą wewnętrznych ograniczeń.

Wykazano także, że powyższa mezostrukturalna interpretacja procesu magazynowania energii jest zgodna z wynikiem korelacji zdolności magazynowania energii z krzywą rozciągania (rys. 26).

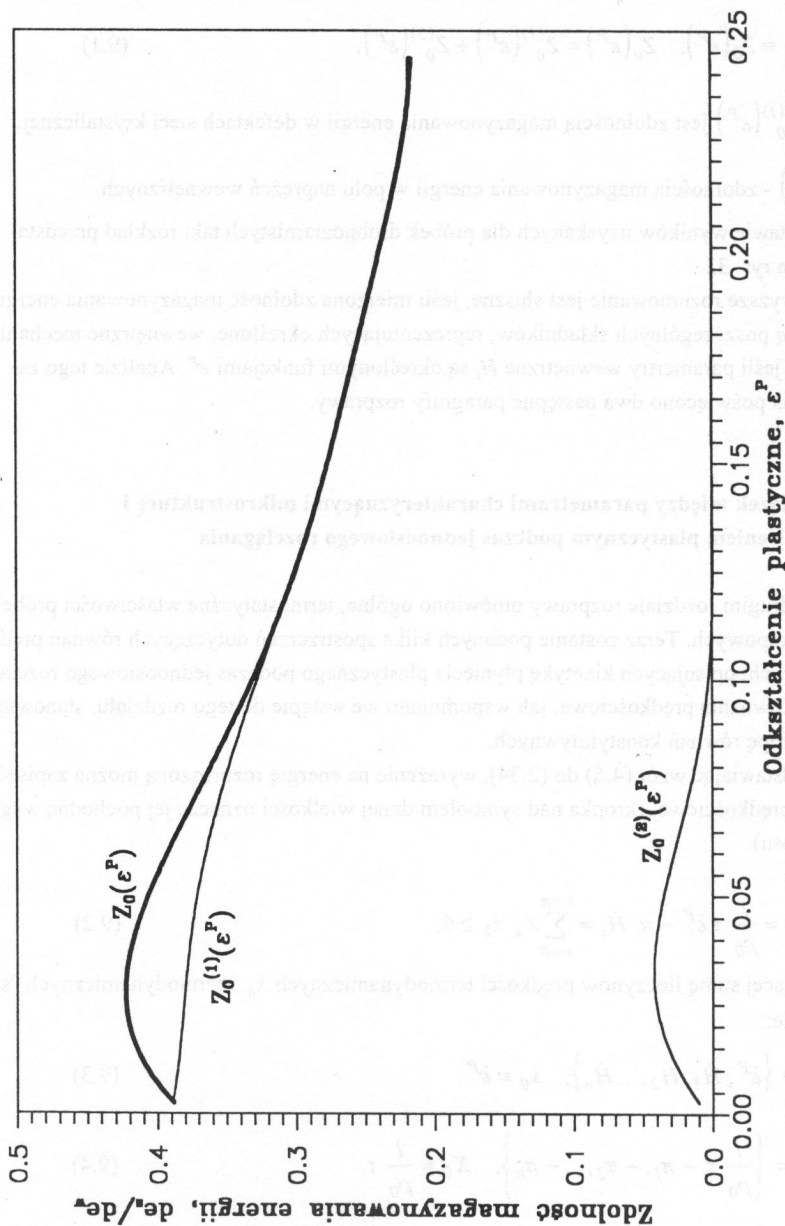
9. ILOŚCIOWA ANALIZA CZYNNIKÓW ODPOWIEDZIALNYCH ZA PROCES MAGAZYNOWANIA ENERGII

Zidentyfikowano dwa czynniki odpowiedzialne za proces magazynowania energii. Są to: pola naprężeń przypisane defektom sieci krystalicznej (w badanej stali - głównie dyslokacjom), zwane naprężeniami trzeciego rodzaju oraz naprężenia wewnętrzne (naprężenia drugiego rodzaju), wywołane akomodacją sprężystą niekompatybilnych odkształceń sąsiadujących ze sobą ziaren. Wzajemny udział tych czynników w procesie magazynowania energii zmienia się w miarę wzrostu odkształcenia. W eksperymentach przeprowadzonych w skali makro, jakim jest wyznaczanie zdolności magazynowania energii, nie ma możliwości oddzielenia zdolności magazynowania energii w polu naprężeń drugiego rodzaju od zdolności magazynowania w strukturach dyslokacyjnych. Mierzona wielkość jest wypadkową obu tych czynników.

Jednakże z fizycznej natury naprężeń na granicach ziaren wynika, że rosną one we wczesnym etapie odkształcenia plastycznego. Po uruchomieniu wtórnych systemów poślizgu następuje ich relaksacja. Nie jest ona nigdy pełna, ponieważ naprężenia nie spadną poniżej wartości krytycznej w danym systemie poślizgu i pewna część energii dostarczonej poprzez wykonanie pracy nad próbką zostanie w polikryształe w postaci energii pola naprężeń własnych. Od pewnej wartości odkształcenia zdolność magazynowania energii w polu naprężeń własnych nie będzie więc rosła. Wartość ta odpowiada punktowi procesowi deformacji, w którym zdolność magazynowania energii w próbkach drobnoziarnistych jest taka sama jak gruboziarnistych (patrz rys. 17). Zatem poczynając od tego punktu zdolność magazynowania energii w polu naprężeń wewnętrznych jest równa zero, czyli zmagazynowana w nich energia staje się niezależna od pracy odkształcenia plastycznego.

Na podstawie doświadczalnej zależności $de_s/de_w(\epsilon^P)$ oraz z wyników badań ewolucji poślizgu można przyjąć, że maksimum zdolności magazynowania energii w polu naprężeń odpowiada inicjacji mikropasm ścinania, czyli pokrywa się z maksimum wypadkowej zdolności magazynowania energii de_s/de_w .

Biorąc to pod uwagę oraz zakładając, że: a) spadek zdolności magazynowania energii w strukturach dyslokacyjnych, w wyniku procesów dyssypacyjnych, następuje w sposób monotoniczny (jest to zgodne z zasadą minimalizacji energii), b) zdolność magazynowania energii w polu naprężeń wewnętrznych dla $\epsilon^P = 0$ jest równa zero, zależność de_s/de_w od ϵ^P można rozłożyć na dwie części.



Rys. 32. Rozkład wypadkowej zdolności magazynowania energii na zdolność magazynowania energii w strukturach dyslokacyjnych i zdolność magazynowania energii w polu naprężeń wewnętrznych powstałych na granicach ziaren. Probki o ziarnie $\delta \mu m$, stal 00H19N17Pr.

Oznaczmy:

$$\frac{de_s}{de_w} \equiv Z_0(\varepsilon^P); \quad Z_0(\varepsilon^P) = Z_0^{(1)}(\varepsilon^P) + Z_0^{(2)}(\varepsilon^P), \quad (9.1)$$

gdzie: $Z_0^{(1)}(\varepsilon^P)$ jest zdolnością magazynowania energii w defektach sieci krystalicznej,

$Z_0^{(2)}(\varepsilon^P)$ - zdolnością magazynowania energii w polu naprężeń wewnętrznych.

Na podstawie wyników uzyskanych dla próbek drobnoziarnistych taki rozkład przedstawiono na rys. 32.

Powyższe rozumowanie jest słuszne, jeśli mierzona zdolność magazynowania energii jest sumą poszczególnych składników, reprezentujących określone, wewnętrzne mechanizmy oraz jeśli parametry wewnętrzne H_i są określonymi funkcjami ε^P . Analizie tego zagadnienia poświęcono dwa następne paragrafy rozprawy.

9.1. Związek między parametrami charakteryzującymi mikrostrukturę i odkształceniem plastycznym podczas jednoosiowego rozciągania

W drugim rozdziale rozprawy omówiono ogólne, termostatyczne właściwości próbek makroskopowych. Teraz zostanie podanych kilka spostrzeżeń dotyczących równań prędkościowych, opisujących kinetykę płynięcia plastycznego podczas jednoosiowego rozciągania. Równania prędkościowe, jak wspomniano we wstępie do tego rozdziału, stanowią drugą grupę równań konstytutywnych.

Podstawiając wzór (4.4) do (2.34), wyrażenie na energię rozproszoną można zapisać w formie prędkościowej (kropka nad symbolem danej wielkości oznacza jej pochodną względem czasu):

$$\dot{w}_D = \frac{1}{\rho_0} \tau \dot{\varepsilon}^P - \pi_i \dot{H}_i = \sum_{k=0}^{k=n} X_k \dot{x}_k \geq 0, \quad (9.2)$$

wyrażającej sumę iloczynów prędkości termodynamicznych \dot{x}_k i termodynamicznych "sił" X_k , gdzie:

$$\dot{x} \equiv \{\dot{\varepsilon}^P, \dot{H}_1, \dot{H}_2, \dots, \dot{H}_n\}; \quad \dot{x}_0 \equiv \dot{\varepsilon}^P; \quad (9.3)$$

$$X = \left\{ \frac{1}{\rho_0} \tau, -\pi_1, -\pi_2, \dots, -\pi_n \right\}, \quad X_0 = \frac{1}{\rho_0} \tau. \quad (9.4)$$

Zgodnie z pomysłami termodynamiki, kinetykę płynięcia plastycznego opisuje się za pomocą związków między siłami X i prędkościami \dot{x} :

$$X_k = X_k(\dot{x}_f) \quad k, f = 0, \dots, n. \quad (9.5)$$

Związki te mogą zależeć również od stanu wewnętrznego i temperatury T . Każda specyfikacja związków typu (9.5) stanowi podstawę określonego modelu płynięcia plastycznego, który w określonych warunkach, z pewnym przybliżeniem, opisuje rzeczywiste zachowanie się badanego materiału. Próby specyfikacji związków (9.5) można znaleźć, na przykład w pracach [112 - 116]. Ograniczając się do tak zwanego. *płynięcia plastycznego, niewrażliwego na prędkość odkształcenia*, czyli do zjawiska obserwowanego w metalach poddawanych obróbce plastycznej na zimno, przy prędkościach odkształcenia zawartych w przedziale $(10^{-1} - 10^{-4}) s^{-1}$, można wyróżnić jedną wspólną cechę matematyczną związków (9.5), a mianowicie winny one być *niezmiennicze przy zmianie skali czasu*. Na przykład, jeżeli model dopuszcza istnienie potencjału $\Psi(\dot{x})$ energii rozproszonej

$$X_k = \frac{\partial \Psi(\dot{x})}{\partial \dot{x}_k}, \quad (9.6)$$

to

a) funkcja Ψ musi być funkcją jednorodną pierwszego stopnia względem \dot{x}

$$\sum_{k=0}^{n+1} \frac{\partial \Psi}{\partial \dot{x}_k} \cdot \dot{x}_k = \Psi(\dot{x}_k), \quad (9.7)$$

b) $w_D = \Psi(\dot{x}_k) \geq 0$. (9.8)

Ogólnie, zbiór równań (9.5) jest dla ε^P i H_i układem $n + 1$ równań różniczkowych pierwszego rzędu. Jeżeli, na przykład, zadany jest przebieg zmian naprężenia $\tau(t)$ i temperatury $T(t)$ w pewnym przedziale czasu oraz zadane są warunki początkowe dla ε^P i H , to rozwiązując taki układ znajdziemy zmiany odkształcenia plastycznego i te aspekty zmian mikrostruktury, które w ramach określonego modelu są reprezentowane przez parametry wewnętrzne H .

Ograniczając się do monotonicznego procesu jednoosiowego rozciągania, można przyjąć, że $\varepsilon^P(t)$ jest monotoniczną funkcją czasu. Zmieniając skalę czasu z t na ε^P stwierdzamy, że w każdym modelu płynięcia plastycznego niewrażliwego na prędkość odkształcenia, parametry wewnętrzne H są określonymi funkcjami ε^P :

$$H = H(\varepsilon^P), \quad (9.9)$$

pod warunkiem, że proces jednoosiowego rozciągania jest procesem monotonicznym. Każde rozwiązanie równań (9.5) można więc przedstawić w formie (9.9).

9.2. Pojęcie zdolności magazynowania energii

Przyjmując uproszczenia natury fizycznej zawarte we wzorach: (2.58) (2.59) powróćmy do równania dla temperatury (patrz równanie 2.64). Pierwsze dwa człony prawej strony tego równania mają decydujący wpływ na przyrost temperatury badanej próbki podczas odkształcenia plastycznego. Człony te można przepisać w następujący sposób:

$$\bar{d}w_p - \frac{\partial u^*}{\partial H_i} dH_i = \bar{d}w_p (1 - Z), \quad (9.10)$$

gdzie: u^* jest definiowane wzorem (2.53)₁.

Uwzględniając, że $\bar{d}w_p \equiv de_w$, otrzymamy:

$$de_w - \frac{\partial u^*}{\partial H_i} dH_i = de_w (1 - Z). \quad (9.11)$$

Oznaczmy:

$$\frac{d^P u^*}{de_w} = Z, \quad d^P u \equiv \frac{\partial u^*(T, H)}{\partial H_i} dH_i. \quad (9.12)$$

Wielkość Z nazywamy *zdolnością magazynowania energii*. Jeżeli proces odkształcenia przebiega w temperaturze odniesienia. T_0 , to

$$Z = Z_0 = \frac{d^P e_s(H)}{de_w}, \quad d^P e_s(H) = \frac{\partial e_s}{\partial H_i} dH_i. \quad (9.13)$$

Wzór ten pozostaje słuszny również wtedy, gdy ciepło właściwe c_p^0 nie zależy od zmian mikrostruktury:

$$c_p^0 = c_p^0(T).$$

Założenie to jest utrzymane w dalszym ciągu. Uwzględniając, że H jest funkcją ε^P (równanie (9.9)) wyrażenie na Z_0 dla jednoosiowego monotonicznego rozciągania możemy przepisać w następującej formie (patrz wzór (4.4)):

$$Z_0 = \frac{d^P e_s}{de_w} = \frac{\rho_0}{\tau} \cdot \frac{\partial e_s(H)}{\partial H_i} \cdot \frac{dH_i}{d\varepsilon^P} = \frac{\rho_0}{\tau} \frac{de_s}{d\varepsilon^P}, \quad (9.14)$$

gdzie $\tau = Y(\varepsilon^P)$ jest naprężeniem odpowiadającym chwilowej granicy plastyczności. Nie ograniczając ogólnego przypadku można przyjąć, że:

$$\left(\rho_0 \frac{\partial \varepsilon_s}{\partial H_i} \right)_{H_i = H_i(\varepsilon^P)} = \Lambda_i(\varepsilon^P) \cdot Y(\varepsilon^P).$$

Wynika stąd, że zdolność magazynowania energii w procesie jednoosiowego rozciągania jest sumą jset sumą poszczególnych składników:

$$Z_0 = \sum_{i=1}^n Z_0^{(i)}, \quad Z_0^{(i)} = \Lambda_i(\varepsilon^P) \frac{dH_i}{d\varepsilon^P} \quad i = 1 \dots n \quad (9.15)$$

Każdy ze składników opisuje wkład określonego, wewnętrznego mechanizmu, który jest reprezentowany przez parametr H_i . Zgodnie z otrzymanymi wynikami doświadczalnymi równanie (9.15) dla badanej stali austenitycznej ma następującą postać:

$$Z_0 = \Lambda_1(\varepsilon^P) \frac{dH_1}{d\varepsilon^P} + \Lambda_2(\varepsilon^P) \frac{dH_2}{d(\varepsilon^P)}. \quad (9.16)$$

Pierwszy człon równania (9.16) określa zdolność magazynowania energii w strukturach dyslokacyjnych, drugi - w polu naprężeń powstających na granicach ziaren.

Zatem rozkład krzywej doświadczalnej $Z_0(\varepsilon^P)$ na części składowe jest słuszny i celowy. Daje on możliwość ilościowego oszacowania poszczególnych mechanizmów odpowiedzialnych za proces magazynowania energii.

Pokazanie, że zdolność magazynowania energii można przedstawić jako sumę składników, z których każdy opisuje określony mechanizm magazynowania energii, otwiera drogę do dalszej, bardziej szczegółowej identyfikacji tego typu mechanizmów jak, na przykład, rozłożenie zdolności magazynowania energii w dyslokacjach na składniki opisujące odpowiednio: zdolność magazynowania energii w dyslokacjach geometrycznie niezbędnych i zdolność magazynowania energii w dyslokacjach statystycznych.

10. PODSUMOWANIE

Od początku bieżącego stulecia pomiarom energii zmagazynowanej w deformowanych metalach poświęcono wiele prac. Wielkość ta w dalszym ciągu jest obiektem zainteresowania wielu badaczy. Dzieje się tak dlatego, że znajomość procesu magazynowania energii podczas deformacji plastycznej metalu jest niezbędna do zrozumienia istoty tej deformacji; do zrozumienia właściwości mechanicznych deformowanego metalu.

W niniejszej rozprawie zawarto trzy aspekty, które, na tle doniesień światowych w tej dziedzinie badań, można uznać za nowatorskie. Są to:

- a) Metoda dynamicznego pomiaru energii zmagazynowanej podczas rozciągania metalu, bez stosowania kalorymetru.
- b) Wykazanie, że w początkowym stadium odkształcenia plastycznego metalu zależność zdolności magazynowania energii od odkształcenia może mieć maksimum.
- c) Powiązanie zdolności magazynowania energii podczas jednoosiowego rozciągania stali austenitycznej z charakterystyką umocnienia z jednej strony, z drugiej zaś, z ewolucją cech poślizgu i układów dyslokacji, umożliwiające fizykalną interpretację procesu magazynowania energii.

Metoda dynamicznego pomiaru energii zmagazynowanej umożliwi wyznaczenie zależności tej energii od wielkości charakteryzujących proces jednoosiowego rozciągania, takich, jak odkształcenie lub praca odkształcenia plastycznego bez zatrzymania tego procesu i bez użycia kalorymetru. To ostatnie znacznie upraszcza układ pomiarowy w porównaniu z metodami kalorymetrycznymi.

Teoretyczną podstawą metody jest pierwsza zasada termodynamiki. W oparciu o tę zasadę wyznaczono związek pomiędzy energią rozpraszaną w postaci ciepła a produkcją entropii oraz sformułowano ogólne równanie stanu, co pozwoliło na wyprowadzenie równania dla temperatury deformowanej próbki. Na jego podstawie przedstawiono po raz pierwszy ścisły, matematyczny opis, stosowanej od kilku lat, metody dynamicznego pomiaru energii zmagazynowanej. Określono warunki stosowalności metody.

Pomiar temperatury powierzchni deformowanej próbki na podstawie detekcji promieniowania podczerwonego umożliwia kontrolę równomierności odkształcenia jej roboczej części oraz sprawia, że metoda jest bezinercyjna.

Dzięki wyznaczaniu energii zmagazynowanej bez przerywania procesu deformacji badanej próbki, unika się przypadkowego, niekontrolowanego wydzielenia tej energii.

W literaturze są wzmianki o występowaniu maksimum zdolności magazynowania energii w początkowym stadium odkształcenia plastycznego. Brak jednak rozstrzygnięcia, czy owe maksimum nie jest artefaktem, brak jest także jego fizycznej interpretacji.

Niniejsza rozprawa dostarcza doświadczalnego dowodu na to, że podczas jednoosiowego rozciągania stali austenitycznej, zależność zdolności magazynowania energii od od-

kształcenia ma maksimum oraz, że owe maksimum nie jest artefaktem; że odzwierciedla zjawiska zachodzące w deformowanej stali.

Odniesienie zmian zdolności magazynowania energii wraz ze wzrostem odkształcenia, podczas jednoosiowego rozciągania stali austenicznej, do ewolucji cech poślizgu i układów dyslokacyjnych z jednej strony, z drugiej zaś - do charakterystyki umocnienia tej samej stali jest podejściem, które pozwala na interpretację wielkości makroskopowych opisujących proces deformacji plastycznej w oparciu o zjawiska mikroskopowe.

Otrzymany, dzięki takiemu podejściu, obraz zjawisk pozwolił na wyciągnięcie następujących wniosków:

W metalu polikrystalicznym część energii mechanicznej wydatkowanej na odkształcenie plastyczne zostaje w materiale jako energia sprężystej akomodacji niekompatybilnych odkształceń indywidualnych ziaren a część w formie defektów sieci krystalicznej. W początkowym stadium odkształcenia plastycznego stali austenicznej wzrost obu tych czynników odpowiada wzrostowi zdolności magazynowania energii.

Wraz ze wzrostem odkształcenia energia sprężystej akomodacji niekompatybilnych odkształceń indywidualnych ziaren, czyli energia pola naprężeń wewnętrznych, powstających na granicach ziaren jest częściowo rozpraszana poprzez wielosystemowy poślizg dyslokacyjny. Uruchomienie wtórnych systemów poślizgu hamuje wzrost zdolności magazynowania energii.

"Drobny" wielosystemowy poślizg homogeniczny ewoluuje do "grubego" poślizgu, który z kolei przyjmuje formę trans-ziarnych mikropasm ścinania. Pojawienie się tych pasm odpowiada maksimum zdolności magazynowania energii.

Spadek zdolności magazynowania energii jest makropasmowym odzwierciedleniem ewolucji mikropasm ścinania.

W niniejszej rozprawie wyprowadzono, bez nakładania żadnych ograniczeń na właściwości badanej próbki ogólną postać potencjału Gibbsa, ukazującą energię zmagazynowaną jako ważny adytywnie człon w wyrażeniu na ten potencjał. Wyrażenie to jest oryginalne. Nie znaleziono jego odpowiednika w literaturze poświęconej termomechanice.

Wykazano, że dla procesu jednoosiowego rozciągania parametry charakteryzujące mikrostrukturę są określonymi funkcjami odkształcenia plastycznego oraz, że zdolność magazynowania energii jest sumą składników, z których każdy może być przyporządkowany określonej formie magazynowania energii. Dzięki temu podjęto próbę rozkładu wyznaczonej doświadczalnie zależności zdolności magazynowania energii od odkształcenia plastycznego na części składowe: na zdolność magazynowania energii w defektach sieci krystalicznej i zdolność magazynowania energii w polu naprężeń wywołanych akomodacją sprężystą niekompatybilnych odkształceń pojedynczych ziaren. W rezultacie otrzymano ilościową zmianę wymienionych składników w zależności od odkształcenia.

Przedstawiona, teoretyczna podstawa rozkładu zdolności magazynowania energii na składniki charakteryzujące poszczególne jej formy może być w przyszłości użyta do bardziej szczegółowej ich identyfikacji.

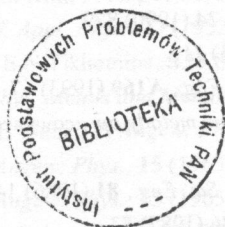
LITERATURA

1. M. W. Grabski, K. J. Kurzydłowski, *Teoria dyslokacji*, Wyd. Politechniki Warszawskiej, t. 2 (1984) 98.
2. P. B. Hirsh, *The Physics of Metals, Defects*, Cambridge University Press, v. 2 (1975), 67.
3. L. H. van Vlack, *Physical Metallurgy, Microstructures*, edited by R. W. Cahn, (1965) 589.
4. H. J. Rack, R. W. Newman, *Physical Metallurgy, Microstructures*, edited by R. W. Cahn, (1975) 705.
5. H. Gleiter, *Physical Metallurgy, Microstructure*, edited by R. W. Cahn, P. Haasen, v. 1 (1996) 843.
6. F. Seitz, T. A. J. Read, *J. Appl. Phys.*, **12** (1941) 100.
7. F. Seitz, T. A. J. Read, *J. Appl. Phys.*, **12** (1941) 170.
8. A. N. Stroh, *Proc. Roy. Soc. A*, **218**, (1953) 391.
9. L. M. Clarebrough, M. E. Hargreaves, M. H. Loretto, *Phil. Mag.*, **6** (1961) 819.
10. A. Seeger, H. Kronmuller, *Phil. Mag.*, **7** (1962) 897.
11. N. Hansen, D. Kuhlmann-Wilsdorf, *Mater. Sci. Eng.*, **81**, (1986) 141.
12. N. Aravas, K. S. Kim, F. A. Leckie, *J. of Engin. Mater. and Techn.*, **112** (1990) 465.
13. W. Oliferuk, S. P. Gadaj, M. W. Grabski, *Mater. Sci. Eng.*, **70** (1985) 131.
14. W. Oliferuk, W. A. Świątnicki, M. W. Grabski, *Mater. Sci. Eng.*, **A161** (1993) 55.
15. W. Oliferuk, W. A. Świątnicki, M. W. Grabski, *Mater. Sci. Eng.*, **A197** (1995) 49.
16. A. L. Titchener, M. B. Bever, *Progr. Met. Phys.*, **7** (1958).
17. R. O. Williams, *In Experimental Methods of Materials Research*, **V 1** (1967) 251.
18. M. B. Bever, D. L. Holt, A. L. Titchener, *Progr. Met. Phys.*, **17** (1973) 16.
19. N. F. Kunin, V. N. Kunin, A. Ye. Grishkevich and Ye. S. Korenchenko, *Phys. Metals and Metallog.*, **7**, 5(1964) 150.
20. G. Gottstein, J. Bewerunge, H. Mecking, H. Wollenberger, *Acta Met.* **23** (1975) 641.
21. D. Ronnpagel, Ch. Schwink, *Acta Metall.*, **28** (1978) 319.
22. R. O. Williams, *Trans. Metall. Soc., ATME*, **227** (1963) 1290.
23. A. Wolfenden, *Scrip. Metall.*, **3** (1969) 429.
24. L. M. Clarebrough, M. E. Hargreaves, G. W. West, *Proc. Roy. Soc.*, **A 232** (1955) 252.
25. A. L. Titchener, M. B. Bever, *Trans. Met. Soc. AIME*, **215** (1959) 326.
26. R. O. Williams, *Rev. Sci. Instr.*, **34** (1963) 639.
27. C. M. Adam, A. Wolfenden, *Acta Metall.*, **26** (1978) 1307.
28. A. Chrysochos, G. Martin, *Mater. Sci. Eng.*, **A108** (1989) 25.
29. J. Kestin, *Rola termodynamiki w termoplastyczności, tom "Termoplastyczność"*, Ossolineum, Wrocław (1973) 5.

30. B. Raniecki, *Zagadnienia stosowanej termoplastyczności, Praca habilitacyjna, Prace IPPT*, **29** (1977) 7.
31. J. Kestin, R. J. Rice, *Paradoxes in the Application of Thermodynamics to Strained Solids*, edited by E. B. Stuart, B. Gal-Or, A. J. Brainard, Mono Book Corp., Baltimore (1970) 275.
32. J. Kestin, *A Course in Thermodynamics*, Hemisphere Publishing Corporation, v. 2 (1972) 439.
33. J. Aboudi, *Mechanics of Composite Materials - Unified Micromechanical Approach*, Elsevier Amsterdam, (1991) 3.
34. S. Nemat-Naser, M. Hori, *Micromechanics: Overall Propertis of Heterogeneous Materials*, North Holland (1993) 246.
35. J. Friedel, *Dislocations*, Pergamon Press (1964) 97.
36. J. Weertman, J. R. Wertman, *Elementary Dislocation Theory*, The Macmillan Company, (1964) 197.
37. W. Oliferuk, B. Raniecki, *Arch. Mech.* (w druku) 1997.
38. G. I. Taylor, H. Quinney, *Proc. Roy. Soc.*, **A143** (1934) 307.
39. R. O. Williams, *Rev. Sci. Instr.*, **31** (1960) 1336.
40. R. O. Williams, *Acta Met.*, **9** (1961) 949.
41. R. O. Williams, *Trans. Met. Soc. AIME*, **224** (1962) 719.
42. R. K. Ham, *Phil. Mag.*, **15** (1967) 257.
43. J. C. Erdmann, J. A. Jahoda, *Rev. Sci., Instr.*, **34** (1963) 172.
44. A. Wolfenden, A. S. Appleton, *Rev. Sci. Instr.*, **38** (1967) 826.
45. R. O. Williams, *Acta Metall.*, **12** (1964) 745.
46. A. Wolfenden, *Acta Met.*, **15** (1967) 971.
47. A. Wolfenden, *Scripta Met.*, **2**, (1968) 621.
48. D. Ronnpagel, Ch. Schwink, *Acta Metall.*, **9** (1961) 949.
49. D. Ronnpagel, *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, **12** (1979) 409.
50. N. Aravas, K. S. Kim, F. A. Leckie, *J. Eng. Mater. Technol.*, **112** (1990) 465.
51. B. J. Welber, *J. Appl. Phys.*, **23** (1952) 876.
52. M. M. Popov, E.N.Tikhomina, S.M.Skuratov, E.N.Kalinina, *Fiz. Met. i Metalloved.*, **8** (1959) 103; *Phys. Metals and Metallog.*, **81** (1959) 87.
53. R. Sizmann, H. Wenzl, *Z. Angew. Phys.*, **11** (1959) 362.
54. H. Wenzl, *Z. Angew. Phys.*, **15** (1963) 172.
55. H. Wenzl, *Z. Angew. Phys.*, **15** (1963) 286.
56. A. Van den Beukel, *Acta Met.* **11** (1963) 97.
57. S. Misra, B. W. Howlett, M. B. Bover, *Trans. Met. Soc. AIME*, **233** (1965) 749.
58. T. Taoka, K. Suzuki, A. Yoshikawa, M. Okamoto, *Acta Met.*, **13** (1965) 1311.
59. H. Ebel, W. Lugscheider, *Z. Metallk.*, **57** (1966) 363.

60. L. L. J. Chin, N. J. Grant, *Powder Metallurgy*, **10** (1967) 344.
61. W. Vorburgg, H. Ch. Goetting, Ch. Schwink, *Phys. Status Solidi (b)*, **46** (1971) 1971.
62. J. L. White, K. Koyama, *Rev. Sci. Instr.*, **34** (1963) 1104.
63. Z. Bojar, *Biuletyn Wojskowej Akademii Technicznej*, **5** (1983) 369.
64. Z. Bojarski, J. Kwarciak, A. Kolny, *Arch. Nauki o Materiałach*, **1**, **4**, (1980).
65. I Baker, L. Liu, *Scripta Metal. Mater.*, **30**, **9**, (1994) 1167.
66. I Baker, L. Liu, D. Mandal, *Scripta Metal. Mater.*, **32**, **2**, (1995) 167.
67. D. Mandal, I. Backer, *Scripta Metal. Mater.*, **33**, **4** (1995) 645.
68. D. Mandal, I. Backer, *Scripta Metal. Mater.*, **33**, **5** (1995) 831.
69. M. H. Loretto, M. E. Hargreaves, L. M. Clarebrough, *J. Aust. Inst. Metals*, **8** (1963) 127.
70. W. Lugscheider, H. Wildhack, *Z. Metallk.*, **59** (1968) 124.
71. F. Bell, O. Krisement, *Acta Met.*, **10** (1962) 80.
72. F. Bell, *Acta Met.*, **13** (1965) 363.
73. M. Blicharski, S. Gorczyca, *Rekrystalizacja z udziałem drugiej fazy*, Wyd. "Śląsk" Katowice (1980) 17.
74. R. A. Varin, *Mater. Sci. Eng.*, **66**, (1984) 97.
75. S. P. Gadaj, J. Kaczmarek, E. Gałkowska, W. Oliferuk, *Bull. Acad. Pol. Sci., Ser. Sci. Tech.*, **30** (1982) 37.
76. K. N. Tandon, K. Tangri, *Mater. Sci. Eng.*, **7** (1975) 20.
77. W. Oliferuk, *J. Theoret. Appl. Mechan.*, **2**, **34** (1996) 439.
78. R. D. Hudson, *Infrared System Engineering*, edited by J. Wiley (1969) 504.
79. P. Gadaj, J. Kaczmarek, W. Oliferuk, *Rozprawy Inżynierskie*, **32**, **4** (1984) 615.
80. R. S. Gates, *Acta Metall*, **21**, (1973) 855.
81. W. A. Thompson, M. I. Baskes, F. Flanagan, *Acta Metall*, **21** (1973) 1017.
82. W. A. Świątnicki, M. Styczyńska, M. G. Grabski, *Acta Metall*, **33** (1985) 1643.
83. W. A. Świątnicki, W. Łojkowski, M. G. Grabski, *Acta Metall*, **34** (1986) 599.
84. M. G. Grabski, *J. Phys.*, **10**, **49** (1988) C5-497.
85. K. J. Kurzydłowski, *Scripta Metal. Mater.*, **24** (1990) 879.
86. T. Watanabe, *Mater. Sci. Eng.*, **A116** (1993) 11.
87. L. C. Rolim Lopes, J. Charlier, *Mater. Sci. Eng.*, **A169** (1993) 67.
88. A. Strzałkowski, A. Śliżyński, *Matematyczne metody opracowywania wyników*, PWN, (1978) 103.
89. N. Hansen, D. Kuhlmann-Wilsdorf, *Mater. Sci. Eng.*, **81** (1986) 141.
90. D. Kuhlmann-Wilsdorf, *Mater. Sci. Eng.*, **86** (1987) 53.
91. D. L. Holt, *J. Appl. Phys.*, **41** (1970) 3197.
92. M. R. Staker, D. L. Holt, *Acta Metall.*, **20** (1972) 569.
93. D. Kuhlmann-Wilsdorf, *Metall. Trans.*, **1** (1970) 3173.

94. D. Kuhlmann-Wilsdorf, J. H. van Merve, *Mater. Sci. Eng.*, **55** (1982) 79.
95. D. Kuhlmann-Wilsdorf, N. R. Comins, *Mater. Sci. Eng.*, **60** (1983) 7.
96. W. Szczepiński, *Arch. Mech.*, **32** (1980) 431.
97. R. M. Douthwaite, J. T. Evans, *Acta Metall.*, **21** (1973) 525.
98. H. Margolin, M. S. Stanescu, *Acta Metall.*, **23** (1975) 1411.
99. M. A. Meyers, E. Ashworth, *Philos. Magaz.*, **4**, **46** (1982) 735.
100. J. G. Sevillano, E. Aernoudt, *Mater. Sci. Eng.*, **86** (1987) 35.
101. A. Korbel, R. B. Pęcherski, *Appl. Mech. Rev.*, (przyjęto do druku).
102. A. Korbel, W. Bochniak, *Jour. of Mater. Proc. Technol.*, **53** (1995) 229.
103. G. I. Taylor, *Proc. Roy. Soc.*, **A145** (1934) 362.
104. B. Sestak, A. Seeger, *Phys. Stat. Sol.(b)*, **43** (1971) 433.
105. A. Korbel, J. D. Embury, M. Hatherly, P. L. Martin, H. W. Erbsloh, *Acta Metall.*, **34** (1986) 1999.
106. A. Korbel, M. Richert, *Acta Metall.*, **33** (1985) 1971.
107. A. Korbel, P. Martin, *Acta Metall.*, **34** (1986) 1905.
108. A. Korbel, P. Martin, *Acta Metall.*, **36** (1988) 2575.
109. A. Korbel, *Scripta Metall.* **24** (1990) 1229.
110. A. Korbel, *Crystals Plasticity, Z. S. Basinski International Symposium on Crystal Plasticity*, D. S. Wilkinson and J. D. Embury Eds., Canadian Institute of Mining and Metallurgy (1993) 237.
111. A. Korbel, F. Ciura, *Acta Metall.*, (1996) (przyjęto do druku).
112. J. R. Rice, *J. Mech. Phys. Sol.*, **19** (1971) 433.
113. Th. Lehman, *Archiv. Mech.*, **24** (1972) 975.
114. P. Germain, Q. S. Nguyen, P. Suquet, *Trqansc. ASME*, **50** (1983) 1010.
115. B. Raniecki, *Thermodynamic Aspects of Cyclic and Monotone Plasticity The Constitutive Law in Thermoplasticity*, CISM (1984).
116. W. Syczew, *Termodynamika układów złożonych*, PWN (1973) 254.



56548

INSTYTUT PODSTAWOWYCH
PROBLEMÓW TECHNIKI PAN

BIBLIOTEKA



Wa727041282