

**LABORATORIA  
APARATURA  
BADANIA**

ISSN-1427-5619

**LAB**

**4 / 2017**

**DWUMIESIĘCZNIK**

**Intensywne  
odkształcenie plastyczne  
metali nieżelaznych**

**Antybiotykooporność  
drobnoustrojów w kontekście  
aktualnego raportu Światowej  
Organizacji Zdrowia (WHO)**



# Intensywne odkształcenie plastyczne metali nieżelaznych

*Tomasz Tański, Przemysław Snopiński\**

**Intensywny rozwój różnych gałęzi przemysłu, w szczególności motoryzacyjnego oraz zbrojeniowego powoduje, że materiałom konwencjonalnym stawia się coraz większe wymagania, przez co niezbędne jest ich ciągle udoskonalanie mające na celu poprawę ich własności mechanicznych. Jednym ze sposobów zwiększenia/poprawy własności mechanicznych materiałów polikrystalicznych jest zmiana ich mikrostruktury poprzez rozdrobnienie wielkości ziarna.**

Wielkość ziarna w materiałach polikrystalicznych odgrywa bardzo istotną rolę, determinując wiele istotnych własności, w szczególności wytrzymałościowych. Ogólnie rzecz biorąc, materiały charakteryzujące się małym ziarnem mają znaczącą przewagę nad ich gruboziarnistymi (konwencjonalnymi) odpowiednikami, ponieważ charakteryzują się istotnie wyższą wytrzymałością mechaniczną oraz innymi korzystnymi własnościami np. możliwością kształtowania nadplastycznego w podwyższonej temperaturze.

Wytwarzanie materiałów o nowych własnościach z zastosowaniem procesów umożliwiających kontrolowaną zmianę ich mikrostruktury stało się przedmiotem wielu prac badawczych w ostatnich latach. Mając na uwadze umowne przedziały wielkości ziaren dla materiałów o strukturze silnie rozdrobnionej, nowo opracowane materiały można sklasyfikować następująco:

- ultra drobnoziarniste – charakteryzujące się w pełni ho-

mogeniczną, równomierną w całej objętości materiału mikrostrukturą o średniej wielkości ziarna nie przekraczającej 1  $\mu\text{m}$  oraz zwiększonym udziałem ilościowym granic szeroko kątowych;

- o strukturze submikrometrycznej – w których wielkość ziarna mieści się w przedziale od 0,1 do 1  $\mu\text{m}$ ;
- nanokrystaliczne (nanostrukturalne) – w których wielkość ziarna jest poniżej 100 nm (rzadziej 200 nm).

Wiadomo, że odkształcenie metali z wykorzystaniem klasycznych procesów obróbki plastycznej takich jak walcowanie na zimno czy ciągnięcie powoduje istotne rozdrobnienie mikrostruktury materiału. Jednakże uzyskana w ten sposób komórkowa mikrostruktura charakteryzuje się granicami ziaren o niskim kącie dezorientacji. Z tego powodu w ostatnich latach powstało wiele prac badawczych skupiających się przede wszystkim na zastosowaniu metod intensywnego odkształcenia plastycznego (ang. Severe Pla-

stic Deformation – SPD) w celu kontrolowanej zmiany mikrostruktury. Metody SPD powinny spełniać szereg kryteriów, które należy mieć na uwadze wykorzystując je do zmiany wielkości ziarna materiałów konwencjonalnych (gruboziarnistych). Wymagania te przedstawiają się następująco. Po pierwsze istotne jest by uzyskać strukturę ultra drobnoziarnistą, w której dominują granicę szeroko kątowne ponieważ tylko w tym przypadku może nastąpić jakościowa zmiana własności materiału. Po drugie, wytworzona nanostruktura bądź struktura ultra drobnoziarnista musi być homogeniczna w całej objętości materiału. Po trzecie, pomimo tego że materiał poddawany jest intensywnemu odkształceniu plastycznemu, na jego powierzchni nie mogą pojawić się jakiegokolwiek uszkodzenia bądź mikropęknięcia. Tradycyjne metody odkształcenia plastycznego takie jak walcowanie, ciągnięcie czy wyciskanie nie mogą spełnić tych wymagań. Wytworzenie

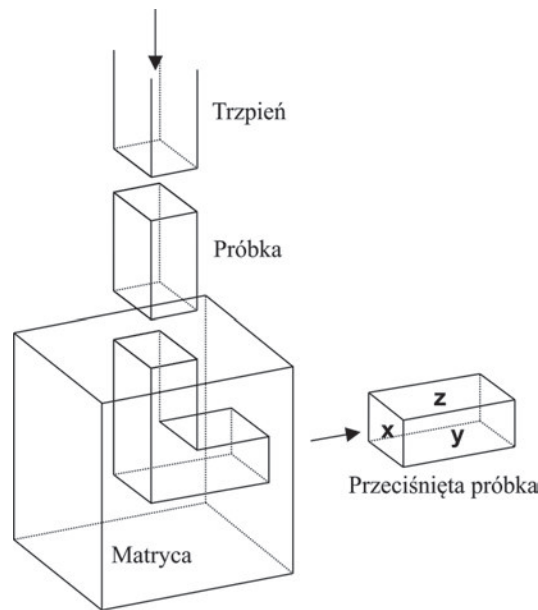
struktury ultra drobnoziarnistej w masywnych materiałach jest niemożliwe bez zastosowania specjalnych schematów obróbki plastycznej, umożliwiających uzyskanie dużej akumulacji odkształcenia w stosunkowo niskiej temperaturze kształtowania (nie przekraczającej 0,4  $T_t$  – temperatury topnienia) oraz bez określenia optymalnych warunków procesu. W ostatnim dziesięcioleciu większość prac badawczych skupiało się głównie na zastosowaniu dwóch metod intensywnego odkształcenia plastycznego: skręcania pod wysokim ciśnieniem (ang. High Pressure Torsion) oraz przeciskania przez kanał kątowy (ang. Equal Channel Angular Pressing). Metoda przeciskania przez kanał kątowy (ECAP) pozwala na odkształcanie materiałów metalowych w wyniku działania sił ścinających. Została opracowana przez Seagala i jego współpracowników na początku lat 80. Głównym celem ich pracy było uzyskanie akumulacji odkształcenia



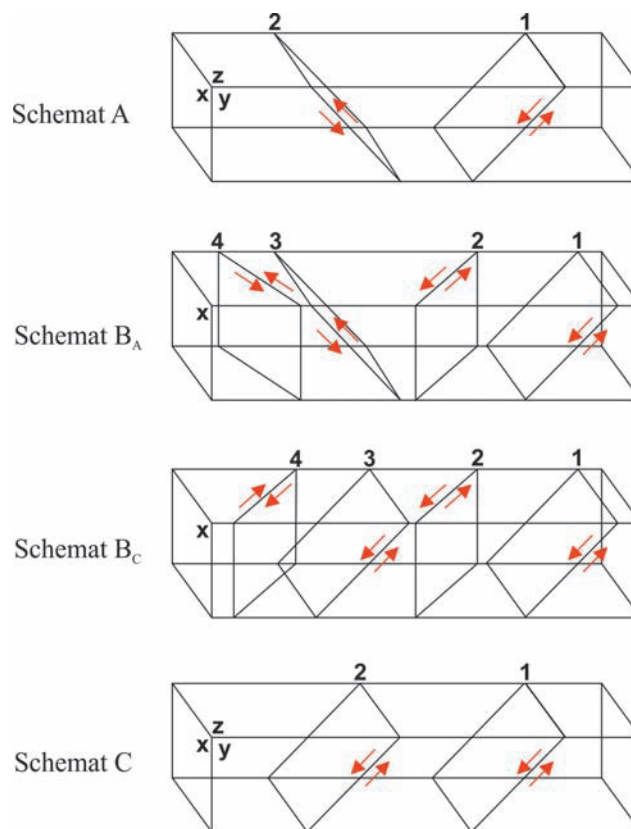
plastycznego w materiałach metalowych bez zmiany wymiaru początkowego wsadu, dzięki czemu możliwe stało się przeprowadzenie wielokrotnych powtórzeń tego samego procesu obróbki plastycznej. Na początku lat 90. metody te z powodzeniem wykorzystano do wytwarzania materiałów o strukturze submikrometrycznej oraz nanometrycznej. W procesie ECAP wykorzystuje się specjalnie przygotowane próbki, które następnie umieszczane są w matrycy składającej się z dwóch kanałów (rysunek 1) o kącie przecięcia wynoszącym zazwyczaj  $90^\circ$ . Jeśli to konieczne, w przypadku materiałów trudno odkształcalnych, proces może być prowadzony w podwyższonej temperaturze. Ponieważ wymiary wsadu nie ulegają zmianie w trakcie procesu ECAP, ta sama próbka może zostać wielokrotnie przecięnięta w celu zwiększenia akumulacji odkształcenia plastycznego. Dzięki temu możliwe również staje się zastosowanie różnych schematów (dróg) odkształcenia wykorzystujących zróżnicowane systemy poślizgu do rozdrobnienia mikrostruktury.

W metodzie ECAP wykorzystuje się trzy schematy odkształcenia polegające na zmianie orientacji wsadu pomiędzy kolejnymi cyklami procesu, co pozwala na modyfikację tekstury oraz mikrostruktury przerabianego materiału:

- schemat A – wsad nie jest obracany,
- schemat B – wsad obracany jest o kąt  $90^\circ$  po każdym przepuszczeniu (w przypadku gdy ob-



Rys. 1. Schemat procesu przeciskania przez kanał kątowy (ECAP)



Rys. 2. Ilustracja systemów poślizgu w procesie ECAP w różnych schematach odkształcenia

rót następuje naprzemiennie o kąt  $90^\circ$  schemat określany jest jako B<sub>A</sub>, natomiast gdy próbka obracana jest zawsze

w tym samym kierunku (schemat C),  
• schemat C – gdy wsad obracany jest o kąt  $180^\circ$  po każdym przepuszczeniu.

Schemat odkształcenia wpływa na ukierunkowanie płaszczyzn ścinania w kolejnych przepustach. Systemy poślizgu towarzyszące poszczególnym schematom odkształcenia zilustrowano na rysunku 2; płaszczyzny X, Y oraz Z korespondują z tymi, które przedstawiono na rysunku 1. Poszczególne systemy poślizgu przedstawiono dla kilku powtórzeń procesu ECAP w każdym ze schematów odkształcenia, stąd płaszczyzny oznaczone numerami 1-4 odpowiadają ilości powtórzeń procesu przeciskania przez kanał kątowy. Można zaobserwować, że w schemacie C poślizg realizowany jest na tych samych płaszczyznach w każdym kolejnym cyklu odkształcenia, lecz zmianie ulega jego kierunek. Stąd w schemacie C zakumulowane odkształcenie ulega relaksacji po każdym kolejnym cyklu. Podobna sytuacja ma miejsce w przypadku zastosowania drogi odkształcenia definiowanej jako B<sub>C</sub>, ponieważ silna akumulacja odkształcenia plastycznego po pierwszym powtórzeniu cyklu procesu ECAP ulega relaksacji w trzecim, natomiast odkształcenie zakumulowane w materiale w drugim cyklu ulega relaksacji w czwartym. W przeciwieństwie do opisanych wyżej schematów B<sub>C</sub> i C, „droga odkształcenia” definiowana jako A oraz B<sub>A</sub> nie pozwala na relaksację zakumulowanego odkształcenia ponieważ, w tym przypadku wprowadza się dwie różne płaszczyzny poślizgu przecinające się pod kątem wynoszącym  $90^\circ$  w schemacie A oraz cztery płaszczyzny przecinające się pod kątem

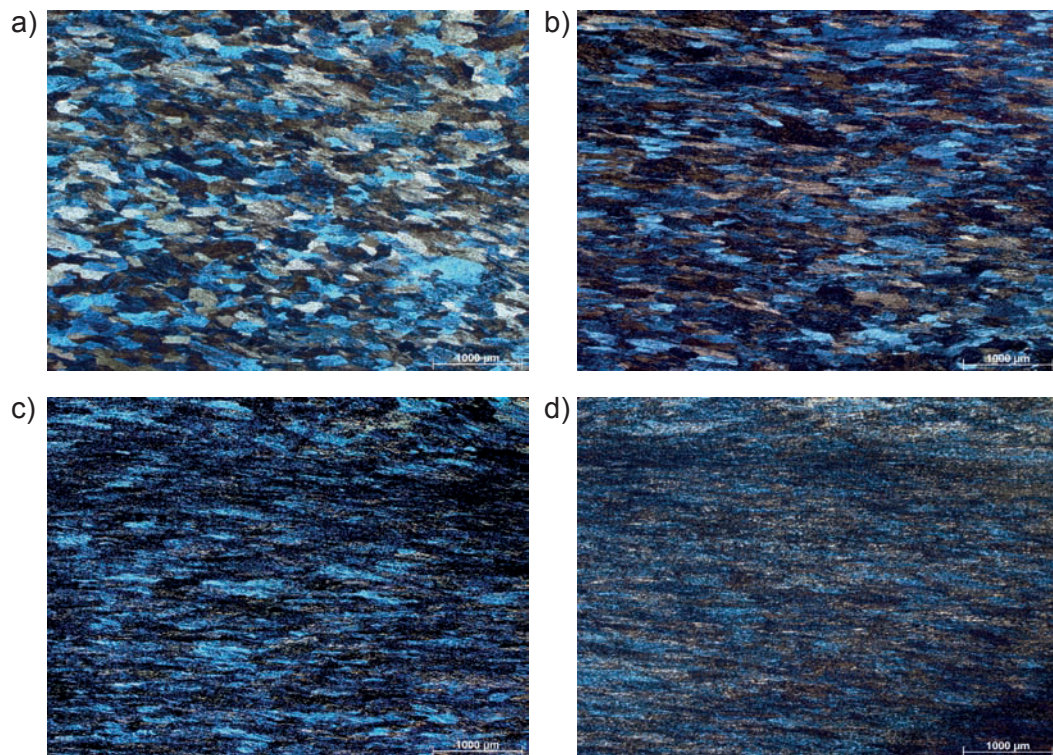


120° w schemacie B<sub>A</sub>. Przykładowe mikrostruktury stopu aluminium przedstawiające ewolucję mikrostruktury stopu AlMg3 odkształconego w procesie ECAP z wykorzystaniem schematu A przedstawiono na rysunkach 3 a-d. W strukturze można zaobserwować, że - wraz ze wzrostem akumulacji odkształcenia plastycznego - poszczególne ziarna ulegają wydłużeniu w kierunku poprzecznym do kierunku wyciskania. We wnętrzu zdeformowanych ziaren pojawiają się pasma ścinania (Rysunek 4), których ilość wzrasta wraz ze wzrostem ilości cykli procesu ECAP. Dlatego po czterech przepustach uzyskana mikrostruktura jest homogeniczna, o submikrometrycznej wielkości ziarna.

Kolejnym istotnym czynnikiem mającym wpływ zarówno na otrzymaną mikrostrukturę, jak i własności mechaniczne w procesie ECAP jest geometria wykorzystanej matrycy. Wielkość zakumulowanego odkształcenia plastycznego w zależności od zastosowanej matrycy może być oszacowana przy użyciu podejścia analitycznego. Wartość intensywności odkształcenia  $\epsilon_i$  uwzględniającą wpływ kąta nachylenia kanału matrycy  $\Phi$  oraz wpływ kąta zaokrąglenia matrycy  $\Psi$  można przedstawić w postaci równania:

$$\epsilon_i = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[ 2 \cot \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \cos \left( \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (1)$$

gdzie:  $\epsilon_i$  – intensywność odkształcenia,  $\Phi$  – kąt kanału matrycy,  $\Psi$  – kąt zaokrąglenia matrycy (Rysunek 5).

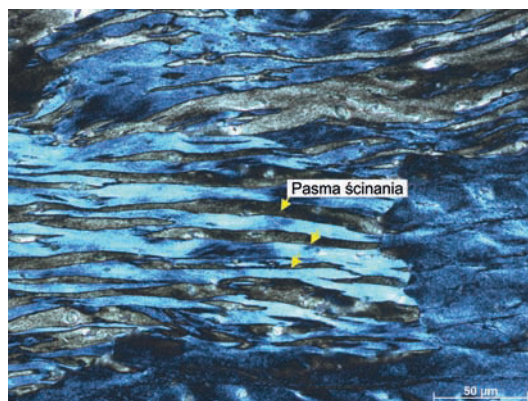


Rys. 3. Mikrostruktura stopu AlMg3 po procesie ECAP a) 1 cykl, b) 2 cykle, c) 3 cykle, d) 4 cykle (Schemat A – przekrój X) – obserwacja w świetle spolaryzowanym

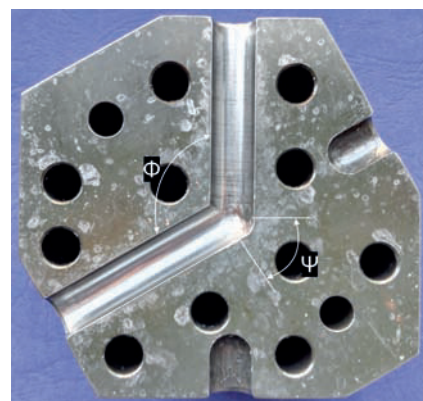
Na rysunku 6 przedstawiono rozkład twardości na przekroju poprzecznym w stopie AlMg3, który poddano uprzednio procesowi ECAP wykorzystując matrycę o kątach  $\Phi = 90^\circ$  i  $\Psi = 20^\circ$ . Obliczona intensywność odkształcenia plastycznego  $\epsilon_i$  w jednym cyklu wynosi  $\sim 1$ . Zmierzona twardość w skali Vickersa ma-

teriału w stanie wyjściowym wynosiła  $\sim 45$  HV. Na podstawie wyników pomiarów twardości zamieszczonych na rysunku 6 można wywnioskować, że zwiększeniu akumulacji odkształcenia plastycznego towarzyszy wzrost własności mechanicznych materiału. Znaczący wzrost uzyskano już po pierwszym cyklu pro-

cesu ECAP  $\sim 100\%$ , w którym wartość  $\epsilon_i$  wyniosła w przybliżeniu 1. W kolejnych przepustach zaobserwowane polepszenie własności nie jest już tak znaczące. Wartość średnia twardości wyrażona w skali Vickersa po 4 cyklach procesu ECAP wyniosła 112 HV (ponad dwukrotnie wyższa w porównaniu do stanu przed obróbką

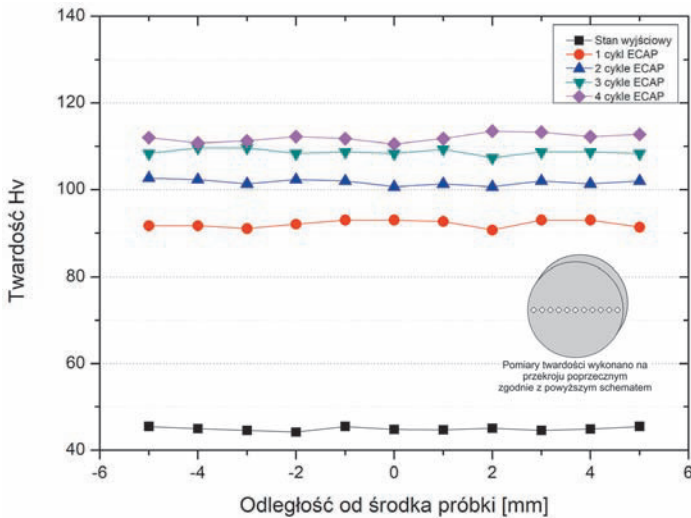


Rys. 4. Mikrostruktura stopu AlMg3 po 1 cyklu procesu ECAP (powiększenie 500x)



Rys. 5. Geometria matrycy wykorzystywanej w procesie ECAP





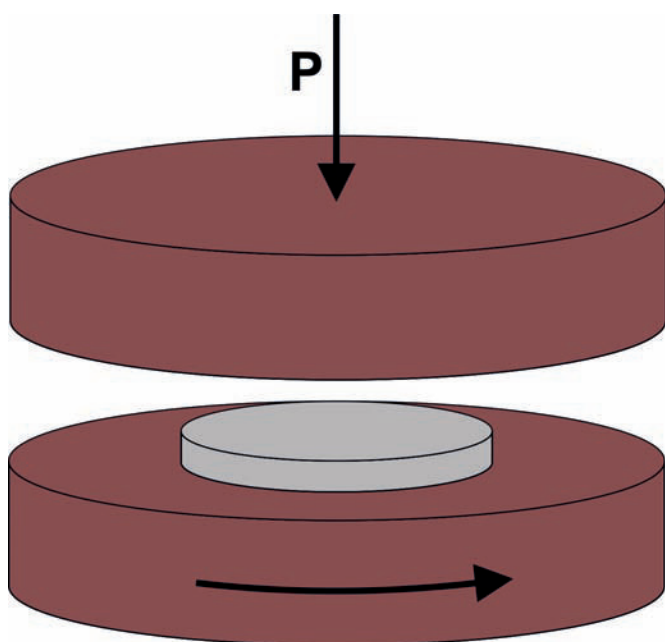
Rys. 6. Rozkład twardości na przekroju poprzecznym w stopie AIMg3, który poddano intensywnemu odkształceniu plastycznemu z wykorzystaniem procesu ECAP stosując schemat odkształcenia A

plastyczną). Przedstawione wyniki potwierdzają, że metoda ta efektywnie wpływa na polepszenie własności mechanicznych przy jednoczesnym zachowaniu jednorodności rozkładu twardości na przekroju poprzecznym próbek.

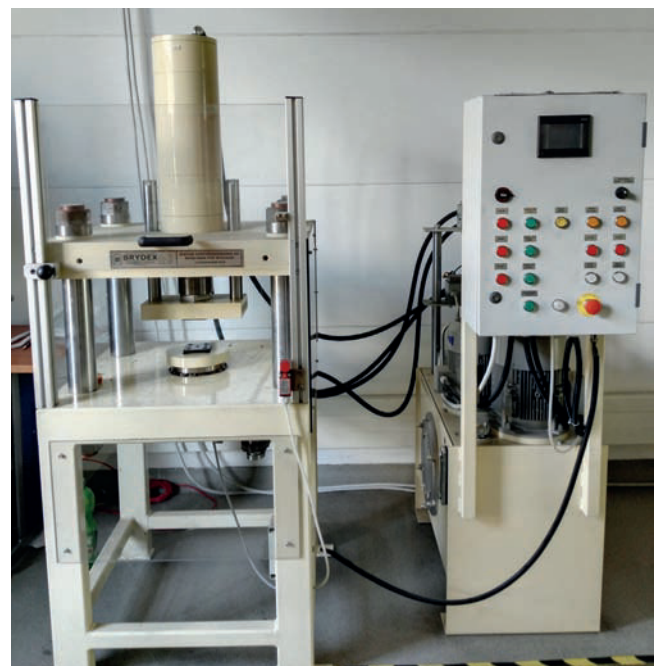
Drugą najpopularniejszą metodą wykorzystywaną do badania wpływu intensywnego odkształcenia plastycznego na strukturę i własności stopów metali nieżelaznych jest skręcanie pod wysokim ciśnieniem (ang. High Pressure Torsion) - HPT. Metoda ta została

opracowana przez Bridgmana w latach trzydziestych XX w. W metodzie HPT uprzednio przygotowaną próbkę poddaje się działaniu siły ściskającej równocześnie skręcając ją. Siły tarcia powierzchniowego powodują odkształcenie dysku przez ścinanie tak, że odkształcenie przebiega pod działaniem ciśnienia quasi-hydrostatycznego. Najważniejszymi parametrami metody są ilość skręceń oraz wartość ciśnienia wywieranego na dysk, która nierzadko osiąga wartość rzędu kilku GPa. Choć podstawy metody HPT zaproponowano już prawie 60 lat temu, metoda ta zdobyła większe uznanie dopiero w ostatnim dwudziestoleciu, kiedy to udowodniono, że proces ten umożliwia osiągnięcie dużego rozdrobnienia ziarna – często rzędu kilkunastu nanometrów – niemożliwego do osiągnięcia w innych metodach SPD - zapewniając tym

samą wysoką wytrzymałość mechaniczną tak wytworzonych materiałów. Schemat procesu HPT zilustrowano na rysunku 7, natomiast przykładowe urządzenie znajdujące się na wyposażeniu laboratorium Instytutu Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych Wydziału Mechanicznego Technologicznego Politechniki Śląskiej przedstawiono na rysunku 8. Zakup urządzenia sfinansowano w ramach Projektu LANAMATE – Budowa Laboratorium Naukowo-Dydaktycznego Nanotechnologii i Technologii Materiałowych w Gliwicach. Istotnym ograniczeniem tej metody jest to, że wartość intensywności odkształcenia plastycznego ulega zmianie wraz ze wzrostem odległości od środka dysku (próbki). Odkształcenie zwiększa się liniowo wraz ze wzrostem odległości od środka próbki. Oznacza to, że w centralnej części dysku



Rys. 7. Schemat procesu skręcania pod wysokim ciśnieniem (HPT)



Rys. 8. Prasa hydrauliczna wraz z panelem sterującym

materiał nie powinien się odkształcić. Stąd można stwierdzić, że uzyskane w procesie HPT mikrostruktury będą charakteryzowały się dużą niejednorodnością. Niemniej jednak, dotychczasowe badania eksperymentalne sugerują, że w wielu stopach metali nieżelaznych dzięki wykorzystaniu wielokrotnych powtórzeń cyklu procesu HPT możliwe jest uzyskanie stosunkowo jednorodnej, homogenicznej mikrostruktury wzdłuż całego przekroju poprzecznego dysku. Intensywność odkształcenia plastycznego w procesie HPT dy dla nieskończenie małej rotacji wynoszącej  $d\theta$  oraz przemieszczenia  $dl$  można zapisać następująco:

$$d\gamma = \frac{dl}{h} = \frac{rd\theta}{h} \quad (2)$$

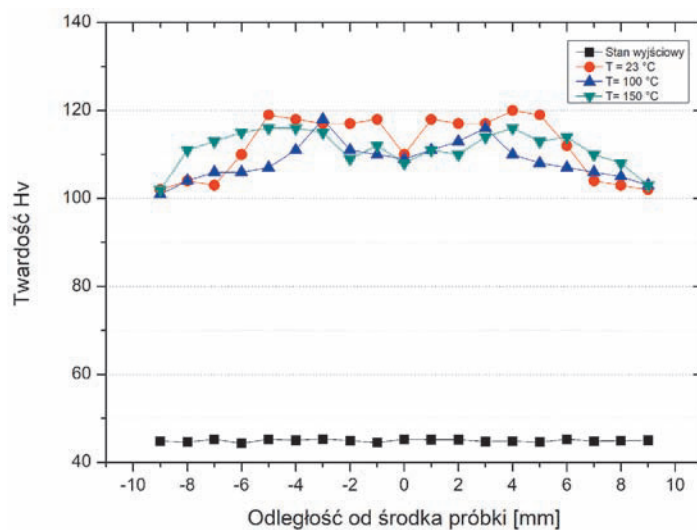
gdzie:  $h$  – grubość dysku. Przyjmując, że grubość dysku nie zależy od ilości oraz kąta obrotu w procesie HPT  $\theta$ , ponieważ  $\theta = 2\pi N$ , naprężenie ścinające można przedstawić następująco:

$$\gamma = \frac{2\pi N \cdot r}{h} \quad (3)$$

gdzie:  $N$  – ilość obrotów. Odkształcenie Von Misesa (odkształcenie ekwiwalentne) w wielu pracach przedstawione jest również następująco:

$$\varepsilon = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} \quad (4)$$

Do zalet metody HPT należy niewątpliwie zaliczyć możliwość odkształcania materiałów kruchych oraz konsolidacji proszków metali. Natomiast największą wadą metody skręcania pod wysokim ciśnieniem jest rozmiar końcowy



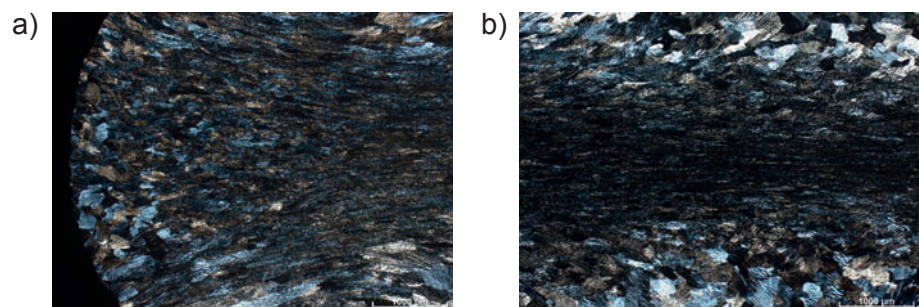
Rys. 9. Wpływ temperatury procesu HPT na twardość stopu AlMg3 (pomiar wykonany na przekroju poprzecznym otrzymanego dysku)

otrzymanej próbki, charakteryzujący się niewielką grubością i rozmiarem, co znacząco zawęża przemysłowe wykorzystanie tej metody. Rysunek 9 przedstawia wyniki pomiarów twardości, które wykonano na przekroju poprzecznym próbek poddanych procesowi HPT (1 obrót) bez oraz z wstępnym podgrzaniem. Można zaobserwować, że temperatura procesu HPT może mieć istotny wpływ na własności mechaniczne odkształcanych materiałów. Najwyższą twardość uzyskano dla materiału odkształconego bez wstępnego podgrzania. Niższa twardość w przypadku pró-

bek odkształconych z wstępnym podgrzaniem mogła być spowodowana wystąpieniem procesu rekrytalizacji. Ponadto badania twardości potwierdziły, że po jednym cyklu (1 obrót) procesu HPT wytworzony materiał jest wysoce niejednorodny – występują duże rozbieżności w wynikach mikrotwardości na przekroju poprzecznym. Wyniki te należy skorelować z obserwacją mikrostruktury z wykorzystaniem mikroskopu świetlnego, które przedstawiono na rysunkach 10 a-b. Można zaobserwować, że na brzegu próbki (miejsca o najniższej twardości) poszczególne ziarna są

dobrze widoczne – zdeformowanie w niewielkim stopniu, natomiast w ich wnętrzu pojawiają się przecinające się wzajemnie pasma ścinana. Ponadto – w miejscach, w których granice ziaren nie są dobrze widoczne – ciemne obszary na zdjęciu 10b (struktura uległa silnemu rozdrobnieniu), twardość jest zdecydowanie wyższa. Porównując wyniki uzyskane w procesie HPT do tych otrzymanych w procesie ECAP, można stwierdzić, że to metoda skręcania pod wysokim ciśnieniem jest dużo bardziej efektywna – zaobserwowany wzrost twardości w jednym cyklu odkształcenia jest zdecydowanie wyższy w porównaniu do 1 cyklu procesu ECAP. Niemniej jednak istotnym ograniczeniem jest duża niejednorodność otrzymanej mikrostruktury oraz mały rozmiar uzyskanych próbek, co w znacznym stopniu ogranicza możliwość przemysłowego zastosowania tej metody.

\* Zakład Technologii Procesów Materiałowych, Zarządzania i Technik Komputerowych w Materiałoznawstwie, Instytut Materiałów Inżynierskich i Biomedycznych, Wydział Mechaniczny Technologiczny, Politechnika Śląska w Gliwicach.



Rys. 10. Mikrostruktura stopu AlMg3 po procesie skręcania pod wysokim ciśnieniem (80 MPa, 1 obrót), a) brzeg próbki, b) środek próbki (obserwacja w świetle spolaryzowanym)