

AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA im. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE Wydział Inżynierii Metali i Informatyki Przemysłowej Katedra Plastycznej Przeróbki Metali

Rozprawa doktorska

## WPŁYW PRZERÓBKI CIEPLNO-MECHANICZNEJ NA PRODUKTY INDUKOWANEJ ODKSZTAŁCENIEM PRZEMIANY FERRYTYCZNEJ

mgr inż. Dominik Dziedzic

PROMOTOR: Prof. dr hab. inż. Janusz Majta

Kraków 2015

#### Podziękowania:

Składam wyrazy wdzięczności dla mojego promotora prof. dr hab. inż. Janusza Majty za opiekę i wsparcie naukowe. Pragnę również serdecznie podziękować prof. Peterowi Hodgsonowi za pomoc merytoryczną i udostępnienie potencjału badawczego *Institute for Frontier Materials*. Chciałbym również podziękować dr inż. Krzysztofowi Muszce za wszystkie naukowe i nienaukowe porady oraz pomoc w przeprowadzeniu badań na University of Sheffield.

#### Praca finansowana w ramach:

Projektów badawczych Narodowego Centrum Nauki: "Wpływ morfologii austenitu na produkty indukowanej odkształceniem przemiany ferrytycznej", nr 2011/01/N/ST8/07077, "Materiały o specjalnych własnościach, wytwarzane z wykorzystaniem indukowanej odkształceniem nanostruktury wielowarstwowej w obecności cząstek faz obcych", nr 2012/05/B/ST8/00215, oraz grantu dziekańskiego: "Wpływ przeróbki plastycznej na zimno na rozwój mikrostruktury austenitycznej dla stali niskowęglowych i umacnianych cząstkami faz obcych", nr 15.11.110.162.

## Spis treści:

Wyk	az waż	zniejszych oznaczeń i skrótów	
1.	Wstęp		
2.	Oprace	owanie literaturowe – stan zagadnienia	1
2.	1 Pr	zeróbka cieplno-mechaniczna	1
	2.1.1 mecha	Charakterystyka obecnie stosowanych procesów przeróbki cieplno- nicznej	1
	2.1.2	Podstawowe kierunki rozwoju procesów PCM	1
2.2	2 Pc	odstawowe procesy mikrostrukturalne zachodzące w czasie PCM	2
	2.2.1	Skład fazowy stali mikrostopowych	2
	2.2.2	Procesy mikrostrukturalne zachodzące w austenicie	24
	2.2.3	Produkty rozpadu austenitu	2
2.3	3 W	pływ odkształcenia na mikrostrukturę	3
	2.3.1	Wpływ odkształcenia na procesy dyfuzji	3
	2.3.2	Wpływ naprężenia na przemiany fazowe	3
2.4	4 Pr	zemiany indukowane odkształceniem	3
	2.4.1 ferryty	Charakterystyka przemiany dynamicznej indukowanej odkształceni cznej	em 3
	2.4.2	Siła pędna przemiany	3
	2.4.3	Zarodkowanie i wzrost	3
	2.4.4	Pozostałe procesy towarzyszące dynamicznej przemianie ferrytyczn	1ej 4
	2.4.5	Etapy przemiany	4
2.5	5 M	etodyka intensyfikacji przemian dynamicznych z wykorzystaniem	
pro	ocesów	7 PCM	4
	2.5.1 przem	Wpływ wielkości ziarna austenitu na zarodkowanie dynamicznej iany ferrytycznej	4
	2.5.2	Wpływ wydzieleń na zarodkowanie dynamicznej przemiany ferryty	vcznej 4
	2.5.3	Charakterystyka indukowanej odkształceniem przemiany odwrotnej	j 4
2.0	6 W	łasności materiałów zawierających ferryt ultradrobnoziarnisty	4
2.7	7 Pc	odsumowanie przeglądu literatury	5
3.	Teza i	cel pracy	5
4.	Badan	ia doświadczalne – część I	5
4.	1 Ce	el i zakres badań	5
4.2	2 M	ateriał badawczy	5

4.2	2.1	Testy plastometryczne (opis stanowiska badawczego)	56
4.2	2.2	Wstępne obliczenia	58
4.2 dy]	2.3 latoi	Wyznaczenie okien procesowych dla przemian dynamicznych (meto netryczna)	da 59
4.3	Pr	zygotowanie austenitu do przemiany ferrytycznej indukowanej	
odksz	ztałc	eniem	61
4.3.1 4.3.2		Procesy zachodzące w trakcie nagrzewania	62
		Potwierdzenie dynamicznego charakteru przemiany	63
4.3	3.3	Charakterystyka mechaniczna materiału w czasie odkształcania	64
4.3	8.4	Produkty indukowanej odkształceniem przemiany odwrotnej	65
4.3	3.5	Analiza stopnia rozdrobnienia struktury austenitycznej	67
4.3	8.6	Proces wydzieleniowy indukowany odkształceniem	68
4.4	Inc	dukowana odkształceniem struktura ferrytyczna	73
4.4	1.1	Analiza naprężenia plastycznego płynięcia w trakcie przemiany fazo	wej 74
4.4	1.2	Produkty indukowanej odkształceniem przemiany ferrytycznej	75
4.5	W	nioski z pierwszej części badań doświadczalnych	79
5. Ba	dani	ia doświadczalne – część II	80
5.1	W	yznaczenie optymalnych warunków dla przygotowania struktury	
auste	nity	cznej	83
5.1	.1	Zarodkowanie i wzrost ziarna w trakcie przemiany dynamicznej	83
5.1	.2	Procesy towarzyszace przemianie	87
5.1	.3	Procesy zachodzące po zakończeniu odkształcenia	88
5.1	.4	Proces wydzieleniowy indukowany odkształceniem	89
5.2	Dy	namiczna przemiana ferrytyczna (DPF)	95
5.2	2.1	Wyznaczenie warunków brzegowych dla DPF z ultradrobnoziarniste	20
aus	sten	itu	95
5.2	2.2	Ocena DPF w przypadku ultradrobnoziarnistego austenitu	96
5.2	2.3	DPF intensyfikowana wydzieleniami	104
5.3	Ро	dsumowanie II części badań doświadczalnych	106
6. Oc	ena	możliwości zastosowania przemian indukowanych	
odkszta	łcen	iem	106
6.1	Op	bis stanowisk badawczych	106
6.2	Pre	opozycja procesów przeróbki cieplno-mechanicznej	108

6.3 Charakterystyka badanego materiału w warunkach przeróbki
plastycznej na zimno 110
6.3.1 Własności mechaniczne materiału wytworzonego z wykorzystaniem DPF
6.4 Analiza mikrostruktury i własności po DPF z austenitu
zawierającego wydzielenia indukowane odkształceniem 117
6.5 Rozkład mikrostruktury i własności po przemianie dynamicznej
silnie rozdrobnionego austenitu
7. Podsumowanie i wnioski końcowe
Literatura
Spis rysunków
Spis tablic

#### Wykaz ważniejszych oznaczeń i skrótów

- $a_{bcc,}a_{fcc}$  parametry komórek elementarnych ferrytu i austenitu, nm
  - $Ac_1$  temperatura rozpoczęcia przemiany ferryt->austenit podczas nagrzewania, °C
  - *Ac*<sub>3</sub> − temperatura zakończenia przemiany ferryt→austenit podczas nagrzewania, °C
  - Ad<sub>3</sub> maksymalna temperatura, w której tworzenie się fazy ferrytycznej wiąże się ze zmniejszenia energii swobodnej (uwzględniając energię odkształcenia), °C
  - Ae1 dolna granica występowania równowagowego zakresu dwufazowego, °C
  - *Ae*<sub>3</sub> górna granica występowania równowagowego zakresu dwufazowego, °C
  - $Ar_1$  temperatura zakończenia przemiany austenit ferryt podczas chłodzenia, °C
  - $Ar_3$  temperatura rozpoczęcia przemiany austenit ferryt podczas chłodzenia, °C
  - c stężenie pierwiastka, mol/m<sup>3</sup>
  - CR prędkość chłodzenia, °C/s
  - D współczynnik dyfuzji, m<sup>2</sup>/s
  - J strumień dyfuzji, mol/(m<sup>2</sup>·s)
  - $L_L$  średnia wielkość cięciwy, µm
  - $M_s$  temperatura rozpoczęcia przemiany martenzytycznej, °C
  - Q energia aktywacji ruchu atomów dyfundujących, J/mol
  - Re granica plastyczności, MPa
  - $R_m$  wytrzymałość na rozciąganie, MPa
  - T temperatura, K
  - $T_{d1}$  temperatura pierwszego odkształcenia, (A<sub>c1</sub>-20), °C
  - $T_{d2}$  temperatura drugiego odkształcenia (indukującego proces wydzieleniowy), °C
  - $T_{d3}$  temperatura trzeciego odkształcenia, (A<sub>r3</sub>+20), °C
    - t<sub>p</sub> czas wytrzymywania dla zajścia procesu wydzieleniowego, s
  - $t_{p0.05}$  czas do rozpoczęcia procesu wydzieleniowego indukowanego odkształceniem, s
    - $T_r$  temperatura austenityzacji, °C
    - $t_r$  czas austenityzacji, s
  - $t_{x0.05}$  czas potrzebny do rozpoczęcia rekrystalizacji statycznej, s
    - V objętość, m<sup>3</sup>
    - $V_v$  udział objętościowy fazy
  - WR prędkość nagrzewania, °C/s
    - Z parametr Zenera–Hollomona
    - Z przewężenie po zerwaniu, %
    - $\alpha$  ferryt
    - $\gamma$  austenit
  - $\Delta G$  zmiana energii swobodnej układu, J/mol
  - $\Delta G_D$  zmianę energii odkształcenia, J/mol
  - $\Delta G_E$  zmiana energii sprężystej, J/mol·m<sup>3</sup>
  - $\Delta G_S$  zmiana energii swobodnej związana z utworzeniem powierzchni międzyfazowej, J/mol
  - $\Delta G_V$  zmiana swobodnej energii chemicznej, J/mol·m<sup>3</sup>
    - $\varepsilon$  intensywność odkształcenia

- $\dot{\varepsilon}$  intensywność prędkości odkształcenia, s<sup>-1</sup>
- $\varepsilon_{C,DSIT}$ –odkształcenie krytyczne dla zajścia przemiany dynamicznej indukowanej odkształceniem
- $\varepsilon_{C,UFF}$  naprężenie krytyczne dla tworzenia się ultradrobnoziarnistego ferrytu
- $\varepsilon_{DSIT}, \dot{\varepsilon}_{DSIT}$  odkształcenie i prędkość odkształcenia zadane w celu wywołania dynamicznej przemiany ferrytycznej, s<sup>-1</sup>
  - $\varepsilon_{P,}\dot{\varepsilon}_{P}$  odkształcenie i prędkość odkształcenia zadane w celu wywołania procesu wydzieleniowego, s<sup>-1</sup>
  - $\varepsilon_{SRT}$ ,  $\dot{\varepsilon}_{SRT}$  odkształcenie i prędkość odkształcenia zadane w celu wywołania dynamicznej przemiany odwrotnej, s<sup>-1</sup>
  - vbcc, vfcc -współczynniki Poissona ferrytu i austenitu,
    - $\sigma$  intensywność naprężenia, MPa
  - ATP (ang. Advanced Thermomechanical Processing) zaawansowana przeróbka cieplnomechaniczna
  - BSE (ang. Backscattered Electrons) elektrony wstecznie rozproszone
  - DIF (ang. Deformation Induced Ferrite) ferryt powstały w wyniku dynamicznej przemiany ferrytycznej, w literaturze występuje również jako: SIF (ang. Strain Induced Ferrite) [1]
  - DP (ang. Dual Phase) stal o strukturze dwufazowej
  - *DPF* –dynamiczna przemiana ferrytyczna (indukowana odkształceniem)
  - DSIT (ang. Dynamic Strain-Induced Transformation) indukowana odkształceniem przemiana dynamiczna, w literaturze występuje również jako: (SIDT ang. Strain Induced Dynamic Transformation) i najczęściej odnosi się do indukowanej odkształceniem dynamicznej przemiany ferrytycznej, określanej również jako (DIFT ang. Deformation Induced Ferrite Transformation)
- *EBSD* (ang. *Electron Backscattered Diffraction*) dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych
- HSLA (ang. High Strength Low Alloy) stal mikrostopowa o podwyższonej wytrzymałości
  - IF (ang. Interstitial Free) stal wolna od atomów międzywęzłowych
- PCM przeróbka cieplno-mechaniczna
  - PD (ang. Perpendicular Direction) kierunek prostopadły do powierzchni pasma
- PSC (ang. Plain Strain Compression Test) próba ściskania w płaskim stanie odkształcenia
- RD (ang. Rolling Direction) kierunek walcowania
- SEM (ang. Scanning Elektron Microscopy) skaningowa mikroskopia elektronowa
- *SRT* (ang. *Spontaneous Reverse Transformation*) dynamiczna przemiana odwrotna (jeden z przypadków DSIT)
- *STEM* (ang. *Scanning Transmission Electron Microscopy*) skaningowa prześwietleniowa (transmisyjna) mikroskopia elektronowa
  - TD (ang. Transverse Direction) kierunek poprzeczny, równoległy do osi walców
  - *TEM* (ang. *Transmission Electron Microscopy*) prześwietleniowa (transmisyjna) mikroskopia elektronowa

### 1. Wstęp

W ostatnich latach obserwuje się ponowny wzrost zainteresowania nowymi gatunkami stali, zwłaszcza wielofazowymi i mikrostopowymi. Podstawowa tego przyczyną jest wyjście naprzeciw oczekiwaniom różnych gałęzi przemysłu będących głównymi odbiorcami wyrobów stalowych, tj. samochodowego, wydobywczego, energetycznego, budowlanego, zbrojeniowego. Nowoczesny materiał konstrukcyjny charakteryzować się wysokimi własnościami wytrzymałościowymi powinien z jednoczesnym utrzymaniem dobrej plastyczności. Jednym z najbardziej istotnych, stawianych obecnie wymagań jest, aby te korzystne własności utrzymywane były w szerokim zakresie warunków eksploatacyjnych np. niskie i wysokie temperatury, bardzo duże prędkości odkształcania. Bardzo korzystnym z tego punktu widzenia jest mechanizm umocnienia związany z silnym rozdrobnieniem ziarna [1]. Efekt drobnoziarnistej mikrostruktury w warunkach przemysłowych uzyskuje się najczęściej poprzez zastosowanie przeróbki cieplno-mechanicznej (PCM). W przypadku stali standardowe procesy PCM pozwalają na wytworzenie minimalnej wielkość ziarna ferrytu na poziomie ok. 5µm, niezależnie od wielkości zakumulowanej w materiale energii odkształcenia [2]. Jednym z najszybciej rozwijających się kierunków rozwoju technologii wytwarzania nowoczesnych stali o polepszonych własnościach mechanicznych jest wykorzystanie w procesie PCM indukowanej odkształceniem dynamicznej przemiany fazowej austenit-ferryt. W niniejszej pracy przedstawiono w sposób kompleksowy wpływ przeróbki cieplno-mechanicznej na morfologie austenitu oraz na przebieg indukowanej odkształceniem dynamicznej przemiany ferrytycznej (DPF). Dotychczas głównym obszarem badań nad procesami wykorzystującymi DPF były badania stali niskoweglowych, ferrytyczno-perlitycznych oraz nie nadających się do szerszego zastosowania stopów modelowych [1]. Przedstawione w pracy wyniki badań dotyczą przede wszystkim nowoczesnych, charakterystycznych ze względu na własności i obszary zastosowań stali mikrostopowych (typu HSLA, ang. High Strength Low Alloy) oraz stali wolnych od atomów międzywezłowych (typu IF, ang. Interstitial Free). Taki dobór materiałów badawczych umożliwił dokonanie analizy badanych problemów w bardzo zróżnicowanych stanach poczatkowych, przede wszystkim ze względu na morfologie austenitu pierwotnego, ale również ze względu na produkty jego przemiany.

Zróżnicowanie to polega również na uwzględnieniu w rozwoju mikrostruktury obecności dyspersyjnych cząstek faz obcych oraz efektu umocnienia roztworowego od znajdujących się w roztworze atomów pierwiastków mikrostopowych. Korzystny wpływ umocnienia wydzieleniowego i roztworowego na poprawe własności mechanicznych sprawia, iż jest to obecnie jedno z powszechniej stosowanych rozwiązań technologicznych w procesach przeróbki cieplno-mechanicznej stali. Jednocześnie wymienione mechanizmy umocnienia stanowią bardzo interesujący obszar badawczy w analizie dynamicznej przemiany ferrytycznej [3]. Wykorzystanie drobnoziarnistej struktury austenitycznej jako wyjściowej dla DPF jest również zagadnieniem stosunkowo mało zbadanym. Wykorzystanie stali, w której występuje bardzo waski zakres dwufazowy, austenit-ferryt, oraz znacznie wyższe temperatury równowagowe z masywną przemianą ferrytyczną jest również dużym wyzwaniem. W pracy dyskusji poddano również występowanie dynamicznej przemiany ferrytycznej w materiale, w którym wcześniej zaszła dynamiczna przemiana odwrotna. Zastosowanie takiej kombinacji zjawisk mikrostrukturalnych pozwoliło poszerzyć obszar dyskutowanych mechanizmów wpływających na rozwój mikrostruktury związanych z indukowanymi odkształceniem przemianami dynamicznymi w stali. Dodatkowym czynnikiem motywującym w przedstawionych badaniach był fakt, że jedną z podstawowych zalet przemiany dynamicznej indukowanej odkształceniem możliwość szybkiej aplikacji warunkach przemysłowych jest jej W w już istniejących technologiach.

### 2. Opracowanie literaturowe – stan zagadnienia

#### 2.1 Przeróbka cieplno-mechaniczna

Przeróbka cieplno-mechaniczna (PCM) należy do grupy procesów przeróbki plastycznej łączących wpływ odkształcania oraz temperatury na rozwój mikrostruktury w celu uzyskania określonych własności wyrobu gotowego. Najczęściej w efekcie zastosowanej przeróbki cieplno-mechanicznej, zwłaszcza wysokotemperaturowej, osiąga się następujące korzyści [4,5]:

- Podwyższone własności wytrzymałościowe
- Korzystna kombinacja własności wytrzymałościowych i plastycznych
- Dobra spawalność
- Podwyższona odporność na kruche pękanie
- Niższa temperatura przejścia w stan kruchy
- Dobra formowalność na zimno
- Niski koszt wytwarzania wyrobów o określonej mikrostrukturze i własnościach dzięki wykorzystaniu walcowania na gorąco zamiast obróbki cieplnej
- Mniejsza zawartość dodatków stopowych w porównaniu do konwencjonalnych stali o podobnych własnościach

Powyższe, korzystne efekty PCM są możliwe do uzyskania dzięki zachodzącym w czasie odkształcania procesom mikrostrukturalnym takim jak:

- Akumulacja energii odkształcenia
- Rekrystalizacja dynamiczna i metadynamiczna oraz zdrowienie dynamiczne
- Rekrystalizacja i zdrowienie statyczne
- Procesy wydzieleniowe, a zwłaszcza indukowane odkształceniem

W efekcie zastosowania PCM oraz dodatków mikrostopowych w odkształcanej stali występują trzy podstawowe mechanizmy umocnienia, tj. roztworowy, wydzieleniowy oraz od granic ziaren [5]. Wśród mechanizmów umocnienia rozdrobnienie ziarna jest jedynym, który poprawia wytrzymałość przy jednoczesnym zachowaniu plastyczności. Z tego powodu stale ultradrobnoziarniste o relatywnie mało złożonym składzie chemicznym, umocnione przede wszystkim przez rozdrobnienie ziarna, mogą zastąpić niektóre stale niskostopowe. Głównymi zaletami takiego rozwiązania jest znaczne ograniczenie kosztów związanych z ilością pierwiastków stopowych oraz dodatkowymi procesami obróbki cieplnej np. wyżarzaniem zmiękczającym oraz hartowaniem i wyżarzaniem. Przez mniejszą zawartość węgla i dodatków stopowych zapewniają one lepszą spawalność w porównaniu do innych stali o podwyższonej wytrzymałości [6]. Konwencjonalna PCM posiada jednak ograniczenie w postaci braku możliwości rozdrobnienia ziarna ferrytu poniżej ok. 5µm, który wydaje się dotyczyć wszystkich obecnie stosowanych procesów [7]. Wymusza to konieczność zdefiniowania nowych procesów PCM, w których często wykorzystuje się nie stosowane dotychczas rozwiązania.

#### 2.1.1 Charakterystyka obecnie stosowanych procesów przeróbki cieplno-mechanicznej

Jednym z podstawowych odbiorców stali wyprodukowanych na drodze PCM jest przemysł samochodowy. Wymagania stawiane materiałom konstrukcyjnym przez tą gałąź przemysłu nakierowane są na spełnienie dwóch podstawowych celów: poprawę bezpieczeństwa oraz obniżenie ciężaru karoserii przekładające się na zmniejszenie zużycia paliwa.



Rys. 2.1 Udział procentowy różnych gatunków stali stosowanych w przemyśle motoryzacyjnym
[8]. MS (ang. Mild Steels) stale niskowęglowe, HSS (ang. High Strength Steels) 220 MPa>Re>
400 MPa, VHSS (ang. Very High Strength Steels) 400 MPa>Re> 600 MPa, UHSSVHSS (ang. Ultra High Strength Steels) 600 MPa<Re [9], LWB (ang. laser weldedblanks) technologia</li>
tłoczenia spawanych laserowo wykrojów z różnych taśm [10], TWB – układy wieloelementowe.

Na Rys. 2.1. pokazano w jaki sposób opracowywanie nowych gatunków stali wpływało na poprawę bezpieczeństwa użytkowników samochodów. Rosnące wymagania w dziedzinie bezpieczeństwa przyczyniły się do zwiększenia zapotrzebowania na gatunki stali łączące w sobie wysoką wytrzymałość i dobre własności plastyczne, co w efekcie gwarantuje dużą energię absorbowaną w trakcie odkształcania, do którego dochodzi w momencie zderzenia. Poniżej opisano ważniejsze gatunki stali wytwarzanych drogą PCM wykorzystywane do budowy nowoczesnych karoserii samochodowych (Rys. 2.2 a) oraz przykładowy schemat procesów PCM ich wytwarzania (Rys. 2.2 b).



Rys. 2.2 Udział procentowy oraz wytrzymałość na rozciąganie [MPa]stosowanych obecnie w przemyśle motoryzacyjnym gatunków stali (program FSV BEV) [11] – a). Schematy PCM wytwarzania stali DP i TRIP [5] – b).

Do najpopularniejszych gatunków stali obecnie stosowanych w przemyśle motoryzacyjnym, a wytwarzanych w procesach PCM zaliczyć należy stale typu:

HSLA – *High Strength Low Alloy* – stale mikrostopowe o podwyższonej wytrzymałości. Posiadają mikrostrukturę ferrytyczno-perlityczną i zawierają silnie węgliko- i azotkotwórcze dodatki stopowe takie jak Nb, Ti, V w ilości zwykle poniżej 0,1%wag. Podstawowym zadaniem tych pierwiastków jest umocnienie wydzieleniowe i roztworowe oraz wytworzenie drobnoziarnistej mikrostruktury poprzez zwiększenie prędkości zarodkowania fazy ferrytycznej w czasie kontrolowanej przemiany austenitu. Przedstawiciele tej grupy stali stanowią podstawowy materiał badawczy w niniejszej pracy.

**DP** – *Dual Phase* – charakteryzuje je mikrostruktura składająca się z dyspersyjnych wysepek martenzytu w osnowie ferrytycznej, reprezentują dobrą kombinację własności wytrzymałościowych i plastycznych. W dalszej części pracy szeroko przedstawiono

zagadnienia związane z wykorzystaniem przemian dynamicznych do modyfikacji własności tego typu stali.

**TRIP** – Transformation Induced Plasticity – są to stale o mikrostrukturze najczęściej ferrytyczno-bainityczno-austenitycznej. W trakcie odkształcania na zimno, część szczątkowego (resztkowego) bezdyfuzyjnej, austenitu ulega indukowanej odkształceniem przemianie w martenzyt. Podtrzymuje to zdolność do umacniania się materiału i umożliwia akumulację znacznej energii podczas dynamicznego odkształcania np. zderzenia. Na Rys. 2.2 b) przedstawiono przykładowe schematy PCM umożliwiające wytworzenie tego typu kombinacji składników mikrostrukturalnych [5]. Należy nadmienić, że w przypadku stali TRIP zachodzi przemiana austenitu szczątkowego w czasie odkształcania, lecz jej natura jest zupełnie inna niż będących przedmiotem badań w niniejszej pracy przemian typu DSIT (ang. Dynamic Strain Induced Transformation).

Jednym z kluczowych zjawisk wykorzystywanych w procesach PCM jest kontrolowana rekrystalizacja austenitu. W efekcie kontroluje się również zakumulowana energie odkształcenia, co bezpośrednio wpływa na kinetykę przemiany ferrytycznej. Przemiana umocnionego austenitu pozwala na rozdrobnienie ziarna ferrytu do średniej wielkości ziarna 2-5µm. Najczęściej kontrolowanie rekrystalizacji austenitu wykorzystywane jest w procesach tzw. kontrolowanego walcowania (ang. recrystallization-controlled rolling) lub w konwencjonalnym walcowaniu z przyśpieszonym chłodzeniem. W procesie kontrolowanego walcowania dodatkowo rozrost ziarna austenitu jest blokowany przez bardzo drobne wydzielenia. Przyspieszone chłodzenie ma na celu obniżenie temperatury przemiany, co z kolei zwiększa prędkość zarodkowania ferrytu oraz ogranicza jego rozrost. Konwencjonalne, kontrolowane walcowanie zostało wykorzystane w wielu zastosowaniach przemysłowych przez dodawanie pierwiastków mikrostopowych, przede wszystkim Nb, który podwyższa temperaturę zatrzymania rekrystalizacji do 1173K. W efekcie ostatnie odkształcanie np. przepust w procesie walcowania odbywa się w temperaturze niższej, a więc przemianie ferrytycznej podlega odkształcony austenit, co wydatnie zwiększa prędkość zarodkowania nowej fazy [6].

#### 2.1.2 Podstawowe kierunki rozwoju procesów PCM

Na Rys. 2.3 przedstawiono porównanie poszczególnych gatunków stali wytwarzanych drogą PCM. Można zauważyć, iż większość stali tzw. **pierwszej generacji** skupia się

wokół linii wyznaczającej kompromis pomiędzy własnościami plastycznymi oraz wytrzymałościowymi. Dla przykładu stale ferrytyczne, wolne od atomów międzywęzłowych (ang. IF- Interstitial Free) oferują bardzo dobre własności plastyczne przy stosunkowo niskiej wytrzymałości, natomiast stale martenzytyczne oferują bardzo dobre własności wytrzymałościowe, lecz są bardzo trudne do kształtowania na drodze przeróbki plastycznej ze względu na mały zapas plastyczności Zdecydowanie lepszą kombinację własności  $(\mathbf{R}_e/\mathbf{R}_m)$ . plastycznych i wytrzymałościowych zapewniają stale drugiej generacji, jak na przykład stal typu TWIP (Twining Induced Plasticity), w której spektakularną poprawę własności uzyskano dzięki, ogólnie rzecz ujmując występującemu dodatkowemu mechanizmowi odkształcania tj. przez bliźniakowanie. Podstawową wadą tej grupy stali jest wysoka cena wynikająca z konieczności zastosowania dużej ilości pierwiastków stopowych, najczęściej Mn >20% wag. W dalszym ciągu poszukiwane są nowe rozwiązania, które łączą wysokie własności wytrzymałościowe i plastyczne, zbliżone do stali drugiej generacji, lecz z cena porównywalna do stali z pierwszej generacji (Rys. 2.3).

Ogólnie można stwierdzić, że istnieją dwie podstawowe grupy procesów PCM koniecznych do wytworzenia ww. grup stali, które mają zastosowanie w skali przemysłowej. Pierwsza z nich charakteryzuje się zastosowaniem silnej akumulacji odkształcenia, natomiast druga związana jest z wykorzystaniem dodatkowych zjawisk mikrostrukturalnych, które towarzyszą przeróbce plastycznej na gorąco.



*Rys. 2.3 Porównanie własności wytrzymałościowych i plastycznych poszczególnych grup stali* [12],[13].

#### Procesy z silną akumulacją odkształcenia

Ze względu na liczne korzyści płynące z rozdrobnienia ziarna, które poza zmianami własności wytrzymałościowych, powoduje obniżenie temperatury przejścia w stan kruchy oraz zwiększenie wytrzymałość na pekanie i odporność na korozje radiacyjna [14], produkcja stali drobnoziarnistych i ultradrobnoziarnistych rozwija się bardzo dynamicznie w okresie co najmniej ostatnich 20 lat. Dla lepszego uzasadnienia prowadzenia badań w kierunku wytwarzania materiałów ultradrobnoziarnistych koniecznym jest przeprowadzenie dyskusji nad wpływem wielkości odkształcenia na wielkość ziarna. Silna akumulacja energii odkształcenia, związanej przede wszystkim ze wzrostem gęstości dyslokacji, wykorzystywana jest w tzw. technikach SPD (ang. Severe Plastic Deformation) [6,14], które polegają na wytworzeniu struktury ultradrobnoziarnistej przez zadanie jak największego odkształcenia plastycznego w temperaturze pokojowej lub w zakresie przeróbki plastycznej na ciepło. Techniki SPD umożliwiają rozdrobnienie ziarna poniżej 1µm [6,15,16]. Po raz pierwszy technikę silnej akumulacji odkształcenia SPD zastosował w 1981 Segal [17] w procesie wyciskania przez kanał katowy – ECAP (ang. Equal-Channel Angular Pressing). Proces ten pozwala zakumulować bardzo duże odkształcenie plastyczne na drodze czystego ścinania, bez zmiany przekroju poprzecznego wsadu. Taka metodyka pozwala na coraz większą akumulację odkształcenia przez zastosowanie wielu przepustów. W latach 90tych rozwijano techniki SPD głównie w zastosowaniu dla metali nieżelaznych takich, jak Al i Mg, ale również stali niskoweglowych. Maksymalne rozdrobnienie ziarna ferrytu uzyskane ta technika umożliwiało uzyskanie średnicy ok. 0,2µm [18,19]. Podstawową niedogodnością stosowania technik SPD jest występowanie bardzo dużych nacisków oraz związane z tym problemy wynikające ze zużycia narzędzi. Dodatkowo większość technik SPD ma ograniczone możliwości zastosowań na dużą skalę w warunkach przemysłowych. Z tego też powodu intensywnie rozwijane są procesy wykorzystujące już znane technologie przeróbki plastycznej, takie jak np. ciągnienie, wyciskanie lub walcowanie. Dla przykładu proces **katowego wielostopniowego ciagnienia** (ang. Angular Accumulative Drawing - AAD) wykorzystany został z powodzeniem do silnego rozdrobnienia mikrostruktury w stalach o podwyższonej wytrzymałości [20]. Silna akumulacja energii odkształcenia w tym procesie uzyskiwana jest na drodze połączenia w procesie ciągnienia redukcji średnicy, nagniatania, zginania oraz skręcania [21]. Kolejnym przykładem wykorzystania silnej akumulacji odkształcenia do rozdrobnienia mikrostruktury jest proces walcowania

**pakietowego** (ang. *Accumulative Roll Bonding - ARB*). Jest to technika dość często wykorzystywana ze względu na potencjalne możliwości zastosowania w produkcji masowej. Szeroki przegląd stosowanych metod SPD można znaleźć w wielu publikacjach np. [6,25,32].

Podstawową różnicą pomiędzy procesami wykorzystującym techniki SPD a dyskutowanymi w niniejszej pracy procesami PCM, w których wykorzystuje się efekty tzw. przemian dynamicznych, jest trudność w zmagazynowaniu energii odkształcenia w warunkach działania wysokich temperatur. Procesy zdrowieniowe towarzyszące przeróbce plastycznej na ciepło i na gorąco skutecznie zmniejszają gęstość dyslokacji, a w konsekwencji praktycznie uniemożliwiają tzw. procesy rekrystalizacji ciągłej (*in situ*) [5], które uznaje się za podstawowy mechanizm tworzenia się struktury ultradrobnoziarnistej i nanokrystalicznej. Z tego też powodu poszukiwane są inne sposoby wytworzenia ultradrobnoziarnistych struktur, możliwych do zastosowania w warunkach przemysłowych, do których zaliczyć można dyskutowaną w dalszej części pracy dynamiczną przemianę ferrytyczną.

#### Specjalne procesy przeróbki cieplno-mechanicznej

W przeciwieństwie do procesów wykorzystujących techniki SPD, w których bardzo duże odkształcenie jest głównym czynnikiem odpowiadającym za rozdrobnienie mikrostruktury, nowoczesne, specjalne procesy PCM (ang. Advanced Thermomechanical Processing - ATP) umożliwiają zastosowanie alternatywnych sposobów wytwarzania ultradrobnoziarnistej struktury ferrytycznej. Wykorzystują one na przykład: wielokrotną rekrystalizację dynamiczną austenitu podczas odkształcania na goraco przed przemiana ferrytyczna (rozdział 2.1.1); dynamiczna przemiane ferrytyczna - DPF (w której przemiana zachodzi podczas odkształcania); walcowanie na gorąco w zakresie dwufazowym; walcowanie na ciepło w zakresie ferrytycznym, podczas którego zachodzi rekrystalizacja dynamiczna lub intensywne zdrowienie; walcowanie na zimno z wyżarzaniem materiałów o początkowej strukturze martenzytycznej. Przykładowe specjalne procesy PCM zostaną przedstawione poniżej.

Indukowana odkształceniem dynamiczna przemiana ferrytyczna (DPF) jest procesem, w którym odkształcenie jest zadawane na metastabilnym austenicie, czyli pomiędzy charakterystycznymi temperaturami:  $Ae_3$  tj. równowagową temperaturą rozpoczęcia przemiany, powyżej której austenit jest stabilny, oraz  $Ar_3$  - temperaturą rozpoczęcia przemiany statycznej podczas ciągłego chłodzenia. Spośród wielu obecnie stosowanych procesów ATP pozwalających na wytworzenie silnie rozdrobnionej mikrostruktury ferrytu, indukowana odkształceniem przemiana dynamiczna (Dynamic Strain Induced Transformation (DSIT)) połączona z przyspieszonym chłodzeniem się stosunkowo duża łatwością do zaimplementowania wyróżnia w warunkach przemysłowych [22]. Jest to proces uniwersalny, który może być zastosowany dla różnych gatunków stali [23]. Odpowiedni dobór wcześniejszej PCM pozwala na zaawansowane sterowanie przebiegiem DPF [25] i wykorzystanie dodatkowych mechanizmów umocnienia i procesów mikrostrukturalnych polepszających własności wyrobu gotowego. Jednoczesne zastosowanie procesu PCM oraz DPF pozwala na osiągnięcie znacznie większego rozdrobnienia mikrostruktury niż w przypadku przemiany statycznej dla tego samego składu chemicznego (rys. 2.4. a, b).



Rys. 2.4 Porównanie ferrytu powstałego w wyniku przemiany statycznej - a) oraz dynamicznej b) [25].Ogólny schemat zastosowania dynamicznej przemiany ferrytycznej - c).

Kolejnym procesem z grupy ATP jest **walcowanie w zakresie dwufazowym**, w którym odkształcanie zaczyna się po rozpoczęciu przemiany austenitu. W pracy [27] wykazano, że w przypadku odkształcania w zakresie dwufazowym austenityczno-ferrytycznym, główne znaczenie ma proces dynamicznego tworzenia się ferrytu, natomiast procesy mikrostrukturalne obecne w już powstałym ferrycie nie przynoszą dużej poprawy własności wyrobu gotowego. Jest to dodatkowa przesłanka dla przedstawionych w dalszej części niniejszej pracy szczegółowych badań przemiany dynamicznej, rozpoczynającej się w trakcie odkształcania (DPF).

Stosunkowo dobrze znanym procesem ATP jest przeróbka plastyczna z rekrystalizacją dynamiczną ferrytu. Początkowo sądzono, iż zdrowienie dynamiczne jest dominującym procesem mikrostrukturalnym zachodzącym w ferrycie podczas odkształcania na ciepło, a rekrystalizacja dynamiczna nie zachodzi. Takie stwierdzenie wynika z faktu, iż wysoka energia błędu ułożenia charakterystyczna dla ferrytu  $\alpha$  sprzyja procesowi zdrowienia dynamicznego, co z kolei nie pozwala na zmagazynowanie dostatecznej energii odkształcenia koniecznej do zapoczątkowania procesu rekrystalizacji. Niemniej, występowanie rekrystalizacji dynamicznej zostało już jednoznacznie potwierdzone w szeregu pracach badawczych [28-31]. Do odróżnienia produktów rekrystalizacji dynamicznej ferrytu od obecnej również podstruktury dyslokacyjnej najczęściej prowadzono badania techniką elektronów wstecznie rozproszonych (ang. *Electron Back Scattered Difraction* - EBSD), które potwierdziły obecność granic szerokokątowych [29].



Rys. 2.5 Schematy procesów PCM wykorzystujących dynamiczną rekrystalizację ferrytu - a), schemat podstawowej wersji wykorzystywania indukowanej odkształceniem przemiany odwrotnej w celu rozdrobnienia ziarna ferrytu - b) [26].

Nadmienić należy, co będzie dyskutowane szerzej w dalszej części pracy, że wykorzystanie rekrystalizacji dynamicznej ferrytu posiada istotne ograniczenie wynikające z dużej wielkości zarodka krytycznego, co w konsekwencji umożliwia wykorzystanie efektów rozdrobnienia mikrostruktury jedynie do pewnego stopnia, ponieważ zwiększanie wielkości odkształcenia może jedynie doprowadzić do opisanych wcześniej zjawisk wykorzystywanych w technikach SPD.

Kolejnym zasługującym na uwagę procesem specjalnej PCM, jest walcowanie na zimno martenzytu z późniejszym odpuszczaniem. Technika ta pozwala uzyskać zdecydowanie najdrobniejsze ziarno ferrytu ze wszystkich do tej pory zaprezentowanych. Posiada ona jednak jedno znaczące ograniczenie, w postaci bardzo dużego zużycia narzędzi, wywołanego koniecznością stosowania bardzo dużych nacisków jednostkowych. Pewnym ułatwieniem, stosowanym w tego typu procesach jest odkształcanie w podwyższonej temperaturze.

Bardzo intensywnie rozwijanym procesem ATP w ostatnich latach jest wysokotemperaturowa PCM z indukowaną odkształceniem przemianą odwrotną (ang. *Spontaneous Reverse Transformation* - SRT). Głównym założeniem tego procesu jest wytworzenie ultradrobnoziarnistego austenitu, który umożliwia niezwykle intensywne zarodkowanie przemiany ferrytycznej. Również w niniejszej pracy ta metodyka została zastosowana poprzez wprowadzenie kolejnej przemiany dynamicznej ferryt-austenit w celu osiągnięcia dodatkowego efektu rozdrobnienia ziarna zarówno powstałego austenitu, jak i późniejszego – wytworzonego w czasie chłodzenia – ferrytu.

	technika	materiał	$d_{\alpha}$ , µm	З	$T_{d,} \mathbf{K}$
SPD		stal niskowęglowa	0.2	3	293
		stal niskowęglowa	0.3	4	623
	ECAP	stal z dodatkiem Ti-V	0.3	1	573
		dwufazowa stal ferrytyczno- martenzytyczna	0.8	4	773
	AAD	Stal mikrostopowa	1	1	293
	ARB	Stal IF z dodatkiem Ti	0.4	5.6	773
	HPT	stal niskowęglowa	0.001	300*	293
	Rekrystalizacja dynamiczna podczas odkształcania na gorąco	Stal mikrostopowa	2-5	2.2-3.6	1153- 1033
	Indukowana odkształceniem przemiana ferrytyczna	Stal niskowęglowa	1	0.36	1053
	DPF	Stal niskowęglowa	0.5-3	0,3-1	A <sub>r3</sub> +15
ATP	SRT	Stal stopowa	0.5-2	0,9-2,3	A <sub>c1</sub> -15
	Odkształcanie w zakresie dwufazowym	stal niskowęglowa	2.1	2.3	973
	Walcowanie na ciepło w zakresie ferrytycznym	Stal IF z dodatkiem Ti	1-3	5.0.55	poniżej A <sub>r1</sub>
	Rekrystalizacja dynamiczna ferrytu podczas odkształcania na ciepło	Stal bardzo niskowęglowa	-	4	723- 823
	Zdrowienie ferrytu podczas odkształcania na ciepło i wyżarzania	Stal średniowęglowa	1.3	1.6	823
	Odkształcanie martenzytu na zimno i wyżarzanie	Stal martenzytyczna	0.18	0.8	293

Tablica 2.1. Porównanie procesów wytwarzania materiałów ultradrobnoziarnistych [6,25,32].

\* odkształcenie ścinające



*Rys. 2.6 Porównanie końcowych wielkości ziarna i odkształcenia potrzebnego do ich uzyskania z wykorzystaniem różnych procesów [6,25,32].* 

Z przedstawionego w Tablicy 2.1 i na Rys. 2.6 zestawienia widać, iż w porównaniu z pozostałymi procesami, metody wykorzystujące DSIT wymagają mniejszego całkowitego odkształcenia dla uzyskania wysokiego poziomu rozdrobnienia ziarna. Co prawda zarówno dla metod ATP, jak i SPD istnieją sposoby uzyskania większego stopnia rozdrobnienia mikrostruktury, niemniej wiąże się to z koniecznością stosowania bardzo dużych sił i w efekcie powoduje bardzo duże zużycie narzędzi.

Ze względu na dyskutowany w pracy podstawowy materiał badawczy, którym jest stal mikrostopowa, należy nadmienić, że większość z przedstawionych specjalnych procesów PCM stosowana jest dla stali o niskich własnościach wytrzymałościowych, co umożliwia stosunkowo szybkie osiągnięcie warunków sprzyjających dynamicznemu zdrowieniu, również na drodze indukowanej odkształceniem przemiany ferrytycznej. Natomiast stale mikrostopowe stanowią duże wyzwanie dla nowoczesnych procesów PCM ze względu na dodatkowy mechanizm umocnienia od **ultradrobnych**, **dyspersyjnych cząstek faz obcych.** Tego typu stale AHSS (ang. *Advanced High Strength Steels*) oferują bardzo dobre połączenie własności plastycznych i wytrzymałościowych. Dla przykładu produkty firmy NanoSteel<sup>®</sup> charakteryzują się bardzo korzystnym stosunkiem wytrzymałości na rozciąganie do całkowitego wydłużenia odpowiednio: 950 MPa/35%, 1200 MPa/30% i 1600 MPa/15%, co jest bezpośrednim efektem wzrostu prędkości umocnienia odkształceniowego wynikającego z obecności dyspersyjnych cząstek faz obcych [12]. Ponieważ indukowanej

odkształceniem przemianie ferrytycznej może towarzyszyć równolegle przebiegający proces indukowanego odkształceniem wydzielania bardzo dyspersyjnych cząstek węglików i azotków Nb, problem ten szerzej będzie dyskutowany w dalszej części pracy.

Podsumowując, w przeciwieństwie do większości nowoczesnych procesów PCM, dodatkowe zastosowanie DPF nie wiąże się z wprowadzaniem znacznych modyfikacji w liniach produkcyjnych oraz koniecznością stosowania dużych nacisków jednostkowych, gdyż DPF można zaliczyć do mechanizmów zdrowienia mikrostruktury, co w konsekwencji powoduje zmniejszenie sił potrzebnych do realizacji procesu przeróbki plastycznej. Dodatkowo procesy tego typu mogą być prowadzone w sposób ciągły, zwiększając wydajność procesu przeróbki plastycznej, co daje nieocenione korzyści w efektach ekonomicznych. Powyższe przesłanki stanowiły bezpośrednią przyczynę sformułowania tezy pracy oraz podjęcia przedstawionych w dalszej części badań własnych.

# 2.2 Podstawowe procesy mikrostrukturalne zachodzące w czasie PCM

Aby móc dobrze zrozumieć specyfikę przemian indukowanych odkształceniem, należy cały czas mieć na uwadze punkt odniesienia, który stanowią tzw. przemiany statyczne oraz produkty tych przemian. Ze względu na występujące istotne różnice pomiędzy mechanizmami przemian statycznych i dynamicznych [25], w poniższym rozdziale scharakteryzowano przebieg tych pierwszych ze szczególnym uwzględnieniem cech upodabniających lub odróżniających je od przemiany dynamicznej.

#### 2.2.1 Skład fazowy stali mikrostopowych

Jedną z podstawowych cech żelaza, pozwalającą kształtować jego własności na drodze PCM, jest występowanie odmian alotropowych tj. występującej w temperaturze niższej od 912°C fazy  $\alpha$ , pojawiającej się również w zakresie 1394-1538°C oznaczanej jako  $\delta$  oraz występującej pomiędzy tymi zakresami fazy  $\gamma$ . Czyste żelazo ma jednak marginalne znaczenie przemysłowe, wykorzystuje się natomiast jego stopy, których skład fazowy kontrolowany jest w dużej mierze przez zawartość węgla. Poniżej przedstawiono fragment wykresu fazowego żelazo-cementyt.



Rys. 2.7 Fragment wykresu Fe-Fe<sub>3</sub>C z umiejscowieniem gatunków stali omawianych w pracy.

Żelazo  $\alpha$  posiada sieć krystaliczną regularną przestrzennie centrowaną A2. Roztwory stałe w żelazie α, są nazywane ferrytem. W zależności od sposobu powstania ferryt może charakteryzować się różną morfologią, co zostanie opisane w kolejnym podrozdziale. Żelazo y natomiast krystalizuje w sieci ściennie centrowanej układu regularnego A1, a jego roztwory stałe nazywane są austenitem. Większa objętość luk pomiędzy atomami w tej sieci powoduje znacznie większą rozpuszczalność wegla w fazie γ. Powoduje to konieczność jego dyfuzji na znacznie większe odległości w czasie przemiany fazowej, np. już przy zawartościach wegla powyżej 0.02%, gdy tworza się wegliki. Najważniejszym występującym w stalach związkiem wegla jest krystalizujący w układzie rombowym cementyt (Fe<sub>3</sub>C) zawierający 6,67%C. W stalach zawierających dodatki stopowe występuje znacznie bogatsza gama wydzieleń w postaci węglików, weglikoazotków oraz azotków [33], których głębsza analiza zostanie ograniczona tylko do tych, które są kluczowe dla dyskutowanych w kolejnych rozdziałach problemów. Tytan ze względu na bardzo duże powinowactwo względem węgla i azotu (Rys. 2.8.) tworzy w stalach bardzo stabilne wydzielenia typu Ti(C,N), których podstawowym zadaniem jest blokowanie rozrostu ziarna austenitu w czasie nagrzewania wsadu. Kolejnym pierwiastkiem mikrostopowym tworzącym dyspersyjne wydzielenia jest przeciwieństwie do tytanu, charakteryzuje go stosunkowo Niob. W duża rozpuszczalność w austenicie, co dla wyższych temperatur pozwala na przeprowadzenie Nb do roztworu, nagrzewając stal mikrostopową do temperatury około 1200°C, a następnie uzyskanie przesyconego roztworu po ochłodzeniu, co pokazano na Rys. 2.8, 2.9. [35]. Umożliwia to późniejsze indukowane odkształceniem wydzielanie się bardzo dyspersyjnych cząstek Nb(C,N).



Rys. 2.8. Rozpuszczalność pierwiastków mikrostopowych w zależności od temperatury [34].



*Rys. 2.9. Wykres fazowy układu Fe-Nb-C z oznaczonym położeniem składu stali z grupy HSLA* 

#### 2.2.2 Procesy mikrostrukturalne zachodzące w austenicie

Odkształcenie plastyczne, w sensie fizycznym, definiowane jest jako efekt przemieszczania się dyslokacji pod wpływem przyłożonego naprężenia. Jednocześnie przeważająca część energii odkształcenia (około 90%) zamienia się w ciepło, reszta zmagazynowana jest w materiale w postaci energii wewnętrznej związanej z utworzoną strukturą dyslokacyjną. Zjawisko to w sposób ilościowy zostanie opisane w dalszej części pracy. Należy pamiętać, iż powstawanie podstruktury dyslokacyjnej np. splotów dyslokacji nie jest jedynym mechanizmem akumulacji energii. Krytycznym, z perspektywy śledzenia przemian dyfuzyjnych zjawiskiem, jest zwiększenie gęstości wakancji. Efekt ten będzie szczególnie istotny w materiałach o strukturze regularnej ściennie centrowanej ze względu na małą zdolność do dyfuzji; w stalach austenitycznych ilość indukowanych odkształceniem wakancji jest znacząca, nawet dla temperatur wynoszących  $0,75T_{topnienia}$ . Dla dużych prędkości odkształcenia (>10s<sup>-1</sup>), z którymi mamy często do czynienia w procesach walcowania wyrobów długich na skalę przemysłową, ich gęstość jest o 2-3 rzędy wielkości większa od równowagowej [36].

#### Zdrowienie

Zdrowienie to proces, który wiąże się z przemieszczaniem dyslokacji pod wpływem wzajemnego sprężystego oddziaływania na drodze poślizgu poprzecznego i wspinania. Przebudowa struktury dyslokacyjnej prowadzi do obniżenia średniej gęstości dyslokacji oraz ich uporządkowania w układy podgranic (granic wąskokątowych) o małej energii. Po utworzeniu podgranic zachodzą procesy koalescencji podziarn na drodze rozpadu podgranic o małej gęstości dyslokacji (a więc o mniejszym kącie dezorientacji), z równoczesnym przemieszczeniem tych dyslokacji do podgranic bardziej stabilnych; zwiększa się jednocześnie kąt dezorientacji pomiędzy ziarnami. Wzrost temperatury znacznie podnosi prędkość zdrowienia. Prędkość zdrowienia dynamicznego silnie zależy od prędkości odkształcania [37].

#### Rekrystalizacja

Aby dobrze zrozumieć przemianę dynamiczną konieczne jest dokładne poznanie "konkurencyjnego" mechanizmu rekrystalizacji statycznej i zrozumienie czynników ją hamujących. W stalach niskowęglowych występują trzy rodzaje rekrystalizacji, tj. rekrystalizacja dynamiczna zachodząca w trakcie odkształcenia, rekrystalizacja metadynamiczna, w której wzrost zarodków trwa również po zakończeniu odkształcania i rekrystalizacja statyczna wymagająca czasu inkubacji [37]. Pomimo, iż rekrystalizacja może być traktowana jako nieodwracalna, aktywowana cieplnie przemiana w stanie stałym, zachodząca mechanizmem zarodkowania i wzrostu posiada kilka istotnych cech charakterystycznych:

- Siła pędna rekrystalizacji (zmagazynowana w formie defektów energia odkształcenia) jest mała w porównaniu z innymi przemianami w stanie stałym.
- Problem przy stosowaniu klasycznej teorii zarodkowania i wzrostu stanowi również wysoka energia granicy pomiędzy obszarem zrekrystalizowanym i nie zrekrystalizowanym. W rezultacie otrzymujemy duże zarodki rekrystalizacji rzędu 1µm (zawierające ~10<sup>10</sup> atomów). Jest to znaczne ograniczenie możliwości rozdrobnienia ziarna tą drogą, o czym już wcześniej wspomniano przy okazji rekrystalizacji dynamicznej ferrytu.
- Udowodnione zostało istnienie co najmniej trzech mechanizmów zarodkowania rekrystalizacji.
- Zarodkowanie w przypadku rekrystalizacji oznacza tworzenie się i przemieszczanie granic szerokokątowych z wcześniej istniejących zarodków.
- Rozpoczęcie rekrystalizacji (zarodkowanie) zachodzi w bardzo heterogeniczny sposób, przede wszystkim wykorzystując niejednorodności odkształcenia.
- Porównując z innymi przemianami w stanie stałym, tworzy się mała liczba zarodków na jednostkę objętości. Z każdego miliona potencjalnych zarodków np. komórek dyslokacyjnych lub podziarn, tylko jeden przekształca się w zarodek.
- Po początkowym okresie zarodkowania następuje etap wzrostu ze względu na wykorzystanie dostępnych miejsc zarodkowania (chyba, że jak w przypadku rekrystalizacji dynamicznej pojawiają się nowe).

W dalszej części pracy zarodkowanie rekrystalizacji będzie zdefiniowane jako mechanizm przegrupowania dyslokacji prowadzący do utworzenia obszarów o małej gęstości dyslokacji, przyległych do granic szerokokątowych o dużej mobilności, które są zdolne do szybkiego przemieszczania się przez odkształconą (lub wyzdrowioną) osnowę [38].

#### Rozrost ziarna

Po zajściu rekrystalizacji lub przemiany fazowej możliwe jest wystąpienie rozrostu ziarna. Siłą pędną dla tego zjawiska jest energia szerokokątowych granic ziaren, a nie jak w przypadku rekrystalizacji zakumulowana w nich energia odkształcenia. Może on występować w dwóch postaciach: równomierny (typowy) oraz nierównomierny (nietypowy). Ponieważ celem PCM jest rozdrobnienie struktury, często ogranicza się proces rozrostu ziaren przez wprowadzanie wydzieleń, zwłaszcza bardzo dyspersyjnych stanowiących przeszkody dla przemieszczenia się granic ziaren.

#### **Procesy wydzieleniowe**

Jak już wspomniano, rozpuszczalność pierwiastków mikrostopowych spada wraz z temperaturą. Z tego powodu w czasie chłodzenia lub izotermicznego wytrzymywania ochłodzonego austenitu może zajść proces wydzieleniowy. Proces ten oraz jego wpływ na mikrostrukturę były i są przedmiotem intensywnych badań [39-41]. Ustalono, że wydzielenia zarodkują heterogenicznie na splotach dyslokacji i/lub na granicach ziarna.



*Rys. 2.10 Oddziaływanie pomiędzy procesem wydzieleniowym indukowanym odkształceniem a rekrystalizacją statyczną [24,25].* 



Rys. 2.11. Procesy wydzieleniowe towarzyszące przemianie fazowej [42].

Odnotowano, iż w przypadku braku zakumulowanego odkształcenia proces ten jest bardzo wolny. Proces odkształcania wyraźnie przyśpiesza wydzielanie, mówimy wtedy o tzw. procesie wydzieleniowym indukowanym odkształceniem. Ponieważ proces wydzieleniowy indukowany odkształceniem wymaga zakumulowanej energii odkształcenia silnie konkuruje on z procesem rekrystalizacji co przedstawiono na Rys. 2.10 Oprócz wydzielania się węglików pierwiastków mikrostopowych w austenicie, ze względu na skokowy spadek rozpuszczalności, proces wydzieleniowy może również zachodzić w trakcie przemiany fazowej (Rys. 2.11). Wydzielenia te posiadają bardzo mały rozmiar i często są ułożone w płaszczyznach, których pochodzenie związane jest ze skokowym przemieszczaniem się granicy międzyfazowej [3].

#### 2.2.3 Produkty rozpadu austenitu

O ile austenit zwykle występuje w postaci równoosiowych ziaren zróżnicowanych głównie pod względem wielkości z ewentualną obecnością wydzieleń fazy obcej, tak produkty rozpadu austenitu mogą się charakteryzować zróżnicowaną morfologią (Rys. 2.12).



Rys. 2.12. Porównanie różnych produktów przemian austenitu [43].



Rys. 2.13. Morfologia produktów przemiany austenitu w zależności od warunków jego powstawania [43].

Rodzaj i postać produktów rozpadu austenitu w warunkach przemiany statycznej zależy oprócz początkowego stanu austenitu od zawartości węgla oraz innych pierwiastków

stopowych, jak również od temperatury, a właściwie historii chłodzenia z zakresu austenitycznego. Wpływ wymienionych czynników na produkty przemiany austenitu przedstawiono na Rys. 2.13. Symbolem  $\alpha$  oznaczono na nim obszar powstawania zarówno ferrytu allotriomorficznego, jak i idiomorficznego, które mogą zarodkować w tych samych warunkach i po rozroście stworzyć morfologię **ferrytu równoosiowego** (ziarnistego, ang. *Polygonal Ferrite*).

Allotriomorficzna – jest to odmiana zarodkująca na granicach ziarna austenitu, ze względu na ułatwioną dyfuzję i korzyść energetyczną spowodowaną usunięciem pierwotnej granicy ziarna; powierzchnie te są płaszczyznami szybkiego wzrostu. Front przemiany znacznie wolniej porusza się w głąb ziaren. Ferryt ten zarodkuje na ogół w stosunkowo wysokiej temperaturze (powyżej 800°C), towarzyszy temu spełnienie z co najmniej jednym z ziaren austenitu zależności Kurdjumowa-Sachsa (K-S), co możemy zapisać w następującej postaci [33]:

 $\{111\}_{\gamma 1}||\{110\}_{\alpha}$ 

 $\langle 1\overline{1}0\rangle_{\gamma 1}||\langle 1\overline{1}1\rangle_{\alpha}$ 

Ziarna tego ferrytu zwykle są równoosiowe i dlatego odmiana ta jest nazywana często ferrytem ziarnistym.

**Idiomorficzna** – jest to forma ferrytu podobna do poprzedniej, zarodkująca jednak wewnątrz ziaren austenitu. Ziarna takiego ferrytu mogą posiadać krzywe, nieregularne lub płaskie granice [33].

**Ferryt Widmanstättena** zarodkuje na granicach ziaren austenitu lub utworzonym wcześniej ferrycie allotriomorficznym, różnie wzdłuż ściśle określonych kierunków krystalograficznych austenitu. Istnieje również analogiczna morfologia występująca w postaci **płytek wewnątrz ziaren.** Kinetyka tych przemian kontrolowana jest przez dyfuzję węgla, podczas gdy osnowa żelaza przemienia się w sposób bezdyfuzyjny.

**Przemiana bainityczna** łączy w sobie cechy przemiany bezdyfuzyjnej i dyfuzyjnego przemieszczania węgla. Występuje w dwóch postaciach: **bainitu górnego** tworzącego się w zakresie 550-400°C oraz **dolnego** powstającego przy przechłodzeniu stali w zakresie ok. 450-200°C [45]. Bainit górny jest zbudowany z cienkich równoległych listew ferrytu bainitycznego o grubości 0,2µm oraz długości ok. 10µm. Spełnia

on zależność K-S, lecz wraz ze spadkiem temperatury staje się ona luźniejsza. Pomiędzy płytkami ferrytu, w miejscach w których pozostał wzbogacony w węgiel austenit tworzy się cementyt. Bainit dolny charakteryzuje się występowaniem w ferrycie drobnych płytek cementytu nachylonych do niego pod kątem 60°. Wydzielenia te powstają już po uformowaniu się płytek ferrytu [45]. Należy tutaj zaznaczyć, że o ile morfologia węglików powstających podczas tej przemiany wykazuje pewne podobieństwa do tych będących efektem przemiany dynamicznej indukowanej odkształceniem to wszystko wskazuje na to, iż mechanizm ich powstawania jest zupełnie inny [3].

**Ferryt iglasty** tworzy się w tym samym zakresie temperatur i według tego samego mechanizmem co bainit. Zarodkuje on jednak wewnątrz ziaren austenitu na wtrąceniach niemetalicznych i rozrasta się promieniście wokół nich, co powoduje ich charakterystyczną morfologię. Jego powstanie w stali powiązane jest np. z obecnością tworzącego wydzielenia Ti (Rys. 2.14). Zjawisko to było przyczyną poszukiwania podobnych mechanizmów w przypadku przemian dynamicznych.



Rys. 2.14. Zależność ułamka objętościowego ferrytu iglastego od zawartości tytanu [44].

**Perlit** jest produktem przemiany eutektoidalnej zachodzącej poniżej temperatury 727°C. Równowagowo powstaje on z austenitu zawierającego 0,76% C, lecz zakres ten może się poszerzyć według ekstrapolacji Hultgena wraz ze spadkiem temperatury [45]. Przemiana ta cechuje się ograniczoną dyfuzją żelaza, sprowadzającą się do przejścia przez granicę międzyfazową. Jego powstanie wymaga uprzedniego wzbogacenia austenitu w węgiel w wyniku statycznej przemiany ferrytycznej. W przypadku tej przemiany front porusza się prostopadle do ciągłych płytek cementytu.

*Przemiana masywna* zachodzi dla przechłodzenia, dla którego nie jest konieczna makroskopowa zmiana składu chemicznego. Przemiana ta wymaga pewnych krytycznych warunków przesycenia i szybkości chłodzenia oraz musi być aktywowana cieplnie. Szybkość chłodzenia musi być dostatecznie duża, aby nie dopuścić do rozdzielenia się faz równowagowych, a jednocześnie nie może być tak duża, by wzrost aktywowany cieplnie stał się niemożliwy i zaczęła się przemiana martenzytyczna. Warunki te są spełnione w przypadku stali o bardzo niskiej zawartości węgla (Rys. 2.15).



*Rys. 2.15 Temperatury krytyczne dla rozpoczęcia przemiany masywnej*  $T_0$  oraz przemiany martenzytycznej  $M_s$  w stali [46].

**Martenzyt** jest produktem bezdyfuzyjnej przemiany austenitu przechłodzonego poniżej temperatury  $M_s$ . Z tego względu posiada skład chemiczny pierwotnego austenitu. Ponieważ propagacja przemiany możliwa jest dzięki koherencji, pojedyncze płytki tworzą się w obrębie ziaren pierwotnego austenitu umożliwiając ich pośrednią obserwację. Podczas przemiany martenzytycznej dla stali o zawartości węgla poniżej 0.5% spełniona jest również zależność Kurdjumowa-Sachsa (K-S), natomiast płaszczyzną habitus, czyli płaszczyzną do której są równoległe płytki austenitu jest płaszczyzna {111}<sub>γ</sub>. Martenzyt jest fazą metastabilną. Podczas nagrzewania niskowęglowego martenzytu w temperaturze powyżej 250°C możliwe jest wydzielanie cementytu [33].

Jeżeli w stali występują dodatki mikrostopowe Ti, V, gwałtowne chłodzenie całkowicie blokuje wszelkie procesy wydzieleniowe, tak więc jest możliwe uzyskanie ferrytu przesyconego pierwiastkami mikrostopowymi oraz węglem i azotem. Podczas ponownego nagrzewania w zakresie dwufazowym wydzielenia zarodkują losowo na dyslokacjach lub wewnątrz osnowy. Efektem tego jest wzrost umocnienia podobny do obserwowanego podczas odpuszczania martenzytu [3]. Trzeba jednak pamiętać, iż proces ten jest kontrolowany przez stosunkowo wolną dyfuzję pierwiastków tworzących roztwory substytucyjne.

Podsumowując, głównymi czynnikami wpływającymi na kinetykę przemian statycznych są: skład chemiczny wpływający na równowagowy skład fazowy, prędkość dyfuzji zależna od temperatury, wielkość ziaren austenitu, które stanowią uprzywilejowane miejsca zarodkowania oraz obecność wewnątrz ziaren dodatkowych, potencjalnych miejsc zarodkowania np. splotów dyslokacji, przecinających się pasm poślizgu.

#### 2.3 Wpływ odkształcenia na mikrostrukturę

#### 2.3.1 Wpływ odkształcenia na procesy dyfuzji

Jak wykazano w poprzednich rozdziałach jednym z kluczowych czynników determinującym procesy zachodzące w stali jest dyfuzja węgla, pierwiastków stopowych oraz samodyfuzja żelaza. Podstawowym równaniem opisującym ten proces jest pierwsze prawo Ficka zapisywane w postaci równania (1):

$$J = -D\frac{dc}{dx} \tag{1}$$

gdzie: *J* oznacza strumień dyfuzji, *c* stężenie pierwiastka, tak więc  $\frac{dc}{dx}$  to jego gradient, natomiast *D* to współczynnik dyfuzji w najprostszej postaci wyrażony wzorem :

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \tag{2}$$

gdzie: T - temperatura w K, Q - energia aktywacji ruchu atomów dyfundujących.

Energia Q w równaniu (2) zależy od naprężeń, które musi pokonać atom, aby przedostać się z jednej pozycji do drugiej. Występowanie w materiale defektów takich jak wakancje, dyslokacje czy granice ziaren znacznie obniża tą energię [48]. Z tego m.in. powodu intensywniejsze zarodkowanie ferrytu ma miejsce na granicach ziaren.

Większość badaczy sugeruje, iż dynamiczna przemiana ferrytyczna jest przykładem przemiany dyfuzyjnej. Jak już wspomniano, w trakcie odkształcania materiału znacząco wzrasta gęstość dyslokacji, które są miejscami łatwej dyfuzji. Dodatkowo jest również obserwowany wzrost liczby wakancji. Pomimo, iż współczynnik dyfuzji w sieci wzbogaconej w wakancje jest mniejszy niż w pobliżu dyslokacji (Rys 2.16. a), to ich stosunkowo mała objętość powoduje, że te pierwsze posiadają jednak kluczowy wpływ na efekt końcowy dyfuzji (Rys 2.16. b). Ogólnie, dotychczasowe badania pozwalają stwierdzić, że znacznie zwiększony współczynnik dyfuzji pierwiastków stopowych oraz samodyfuzji żelaza są czynnikami przyspieszającymi przemianę fazową podczas odkształcania.



Rys. 2.16. Wpływ odkształcenia na współczynniki dyfuzji na przykładzie fosforu w żelazie γ w 950°C [49]. Porównanie współczynników dyfuzji w osnowie i w dyslokacjach, ze współczynnikiem dyfuzji w osnowie zawierającej nadmiarowe (wprowadzone przez odkształcenie) wakancje, - a). Wpływ dyfuzji przyspieszonej powstaniem dodatkowych wakancji oraz dyslokacji na ogólny współczynnik dyfuzji - b).

#### 2.3.2 Wpływ naprężenia na przemiany fazowe

Ponieważ proces odkształcania wiąże się z występowaniem znacznych nacisków w obszarze odkształcania, analiza kinetyki przemian fazowych zachodzących w tych warunkach nie może pomijać wpływu stanu naprężenia oraz ewentualnej zmiany objętości. Na Rys. 2.17a przedstawiono wykres fazowy żelaza w zależności

od ciśnienia. Widać wyraźnie, że wraz ze wzrostem ciśnienia zwiększa się zakres występowania charakteryzującego się mniejszą objętością właściwą austenitu. Problem wpływu naprężenia na siłę pędną przemiany jest bardzo złożony. Symulacje przeprowadzone przez Bigraliego [50] wykazały istotny wpływ stanu naprężenia na siłę pędną przemiany oraz ruchliwość granic międzyfazowych i promień krytyczny zarodka. Z danych zaprezentowanych na Rys. 2.17b wynika, iż w przypadku naprężeń rozciągających mamy do czynienia z mniejszym promieniem krytycznym zarodka co znacznie ułatwia zajście przemiany, natomiast w przypadku występowania naprężeń ściskających przemiana jest utrudniona. Naprężenia ściskające zmniejszają również ruchliwość granicy międzyfazowej, co w kontekście rozdrobnienia finalnej struktury jest korzystne ze względu na ograniczenie rozrostu ziarna [50]. Rozważania te będą kontynuowane w aspekcie ilościowym podczas opisywania siły pędnej przemiany.



Rys. 2.17 Wpływ ciśnienia w trakcie odkształcania na równowagę termodynamiczną stali - a). Zmiana energii swobodnej zarodka w funkcji promienia dla różnych wartości przyłożonego jednoosiowego naprężenia - b) [50].

#### 2.4 Przemiany indukowane odkształceniem

Wykorzystanie energii odkształcenia zmagazynowanej w materiale w czasie przeróbki plastycznej na gorąco jest powszechnie wykorzystywane do intensyfikacji przemian statycznych, np. w procesie kontrolowanego walcowania. W przypadku przemian zachodzących w trakcie odkształcania problem staje się bardziej złożony i niejednoznaczny w opisie. W stalach zidentyfikowano kilka przemian dynamicznych (Rys 2.18).



Rys. 2.18. Rodzaje przemian zachodzących pod wpływem odkształcenia.



*Rys. 2.19 Indukowane odkształceniem przemiany dynamiczne zachodzące w trakcie odkształcania.* 

Podstawowym czynnikiem, oprócz składu chemicznego, decydującym o mechanizmie według którego przemiana będzie zachodzić, jest temperatura. Tak więc, podczas chłodzenia (Rys. 2.19.) do pewnego momentu dominującym mechanizmem zdrowieniowym będzie dynamiczna rekrystalizacja austenitu. W miarę zbliżania się do temperatury *Ae*<sub>3</sub> warunki energetyczne umożliwiają tworzenie się niewielkich zarodków ferrytu zamiast większych zarodków rekrystalizacji. Zjawisko to rozpoczyna zakres dynamicznej przemiany ferrytycznej. Przy dalszym obniżaniu temperatury, analogicznie jak w przypadku przemian statycznych, w trakcie odkształcania przemiana zmienia charakter z czysto dyfuzyjnego na dyfuzyjno-bezdyfuzyjny. Po dalszym przechłodzeniu austenitu i jego stabilizacji spowodowanej izotermicznym

wytrzymywaniem, dla określonych składów chemicznych, może zachodzić w warunkach przeróbki plastycznej na zimno przemiana bezdyfuzyjna. Przebiega ona według zupełnie innego mechanizmu i jest wykorzystywana w stalach typu TRIP. W trakcie nagrzewania stali możliwe jest również dynamiczne powstawanie austenitu z przegrzanego ferrytu (lub odpuszczonego martenzytu) nazywane dynamiczną przemianą odwrotną SRT (ang. *Spontaneous Reverse Transformation*).

# 2.4.1 Charakterystyka przemiany dynamicznej indukowanej odkształceniem ferrytycznej

W celu wywołania w materiale dynamicznej przemiany ferrytycznej stal jest odkształcana poniżej temperatury Ae<sub>3</sub> i w większości przypadków nie budzi wątpliwości iż przemiana zachodzi w trakcie odkształcania. Zostało to potwierdzone badaniami dylatometrycznymi oraz za pomocą dyfrakcji rentgenowskiej [25]. Udowodniono również, że odkształcenie istotnie podwyższa temperaturę  $Ar_3$  (temperaturę rozpoczęcia przemiany podczas ciągłego chłodzenia), która jest również funkcją wielkości ziarna austenitu, prędkości chłodzenia oraz składu chemicznego [48]. Należy nadmienić, że w praktycznych zastosowaniach w miejsce oznaczenia  $Ar_3$ , które zarezerwowane jest dla ustalonych warunków oraz struktury nie obciążonej odkształceniem, w celu podkreślenia bieżącej wartości temperatury rozpoczęcia przemiany austenitu dla aktualnych warunków procesowych stosuje się oznaczenie T<sub>s</sub>. W dalszej części pracy, w celu poprawy jednoznaczności dyskutowanych problemów, stosowane będzie jednolite oznaczenie Ar<sub>3</sub>. Można stwierdzić, że jeżeli stal jest odkształcana w warunkach, w których temperatura  $Ar_3$  równa jest temperaturze odkształcania to powstający z rozpadu austenitu ferryt zarodkuje w sposób dynamiczny. Zjawisko to jest już stosunkowo dobrze znane i szeroko opisywane w literaturze pod wieloma różnymi nazwami: Strain Induced Transformation (SIT) [51,52], Dynamic Transformation (DT) [53,54], Strain Assisted Low Temperature Transformation (SALT) [55], Strain Induced Dynamic Transformation (SIDT) [56-58], Deformation Induced Ferrite Transformation (DIFT) [59-62], Dynamic Strain Induced Transformation (DSIT) [22].

W dalszej części pracy będzie stosowane określenie **dynamiczna przemiana ferrytyczna**, natomiast termin indukowana odkształceniem przemiana dynamiczna DSIT będzie wykorzystywany jako bardziej ogólny, mający również zastosowanie w przypadku dynamicznego tworzenia się austenitu, czy bainitu, natomiast nie dotyczy
przemian bezdyfuzyjnych. Badania wykazały, iż dla tego samego składu chemicznego rozdrobnienie ziarna w przypadku przemiany zachodzącej dynamicznie jest znacznie większe niż dla przemiany statycznej. Uważa się [63], że dynamiczna przemiana ma głównie dyfuzyjny charakter (zarodkowanie i wzrost), podobny pod względem zarodkowania w początkowych etapach do przemiany statycznej odkształconego austenitu np. po kontrolowanym walcowaniu. Podstawową różnicę stanowi ciągłe powstawanie nowych miejsc zarodkowania w trakcie przemiany dynamicznej. Również kinetyka przemiany jest niezwykle gwałtowna w porównaniu z przemianą statyczną. Dodatkowo, znacznie bardziej złożona jest analiza procesów mikrostrukturalnych towarzyszących przemianie, ponieważ podczas gdy jedne ziarna ferrytu powstają, inne są już odkształcone. Również odkształcenie będzie się lokalizowało w ziarnach ferrytu znacznie bardziej plastyczny niż umocnione gdyż jest on i bedace w niskotemperaturowych warunkach odkształcania ziarna austenitu. Ten fakt pozwalałby oczekiwać, że ziarna ferrytu będą wydłużone, wyraźnie odkształcone. Gdy jednak pozostają one równoosiowe należy przyjąć, że są one produktem rekrystalizacji dynamicznej co sugeruje zachodzenie rekrystalizacji dynamicznej. Niektórzy autorzy sugerują również występowanie dynamicznej przemiany masywnej w stalach o bardzo niskiej zawartości węgla [53], kwestia ta jest jednak dość dyskusyjna [7]. Wyjaśnienie dogłębnego zrozumienia mechanizmów wspomnianych zjawisk wymaga determinujących dynamiczną przemianę ferrytyczną.

## 2.4.2 Siła pędna przemiany

Stopy metali wykazują trwałość składu fazowego w stanie równowagi termodynamicznej. Równowaga termodynamiczna zostaje osiągnięta, gdy energia swobodna układu uzyska minimum lub gdy potencjały chemiczne we wszystkich fazach układu stają się sobie równe [45]. Gdy układ zostanie wyprowadzony ze stanu równowagowego pojawia się siła pędna dla przemian fazowych mających doprowadzić do minimalizacji energii swobodnej. Zazwyczaj w rozważaniach na temat termodynamiki stopów przyjmuje się, iż przemiany zachodzą przy stałym ciśnieniu. W przypadku przemian zachodzących podczas odkształcenia plastycznego występowanie znacznych naprężeń nie pozwala stosować takiego uproszczenia. Ogólne równanie opisujące zmianę energii swobodnej podczas przemiany fazowej można przedstawić w postaci:

$$\Delta G = -V(\Delta G_V - \Delta G_E) + \Delta G_S \tag{3}$$

gdzie:  $\Delta G$  to zmiana energii swobodnej układu,  $\Delta G_V$  zmiana swobodnej energii chemicznej,  $\Delta G_S$  zmiana energii swobodnej związana z utworzeniem powierzchni międzyfazowej,  $\Delta G_E$  zmiana energii sprężystej.

Ostatni człon równania (3) związany jest ze zmianą energii sprężystej poszczególnych faz. Zmiana ta jest związana z różnicami we własnościach oraz różną objętością właściwą, co zaprezentowano na Rys. 2.20a. Pamiętać należy, iż na komórkę elementarną sieci regularnej ściennie centrowanej przypada dwa razy więcej atomów niż w przypadku przestrzennie centrowanej.

$$\frac{\Delta G_E}{V} = \sigma \Delta \tag{4}$$

$$\Delta \approx \frac{2a_{bcc}^3}{a_{fcc}^3} \left( \frac{2\nu_{fcc} - 1}{E_{fcc}} - \frac{2\nu_{bcc} - 1}{E_{bcc}} \right) \sigma + \frac{2a_{bcc}^3}{a_{fcc}^3} - 1$$
(5)

gdzie:  $a_{bcc}$ ,  $a_{fcc}$  parametry komórek elementarnych ferrytu i austenitu,  $v_{bcc}$ ,  $v_{fcc}$  współczynniki Poissona ferrytu i austenitu,  $\sigma$  naprężenie średnie.



Rys. 2.20. Zmiana parametrów sieci żelaza powodująca zmianę objętości właściwej - a). Wpływ energii odkształcenia zakumulowanej w austenicie na równowagową temperaturę przemiany -

Jeżeli uwzględnimy wpływ odkształcenia, to ogólnie można przyjąć, że energia zmagazynowana w układzie zwiększy się o 5-10%. Ta część energii powiększa energię swobodną układu przez co zwiększa siłę pędną przemiany. Dzieje się tak, ponieważ w tym przypadku mamy do czynienia z przemianą: odkształcony austenit  $\rightarrow$  nieodkształcony ferryt. Jeżeli zdefiniujemy zmianę energii odkształcenia jako  $\Delta G_D$  równanie na zmianę energii swobodnej układu przyjmie postać [25]:

$$\Delta G = -V(\Delta G_V - \Delta G_E) + \Delta G_S - \Delta G_D \tag{6}$$

Energię zakumulowaną podczas odkształcania stali mikrostopowych można zapisać wzorem:

$$\Delta G_D = 77.5 - 13.5(\log Z) + 0.57(\log Z)^2 \tag{7}$$

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \tag{8}$$

Ze względu na występowanie tego członu zmianie ulega temperatura, w której tworzenie się fazy ferrytycznej wiąże się ze zmniejszeniem energii swobodnej. Temperaturę tą określono jako  $Ad_3$  i przedstawiono na Rys. 2.20b.

Należy dodatkowo pamiętać, iż powstały ferryt jest w tych warunkach fazą metastabilną, ponieważ nieodkształcony austenit ma niższą energię swobodną. Dla pełnego zrozumienia omawianych zjawisk należy również uwzględnić różnice w zarodkowaniu przemiany dynamicznej i rekrystalizacji dynamicznej, które poddano szczegółowej dyskusji w następnym rozdziale.

#### 2.4.3 Zarodkowanie i wzrost

W pracy [25] przeprowadzono porównanie krytycznych promieni zarodków dla przemiany dynamicznej, statycznej oraz rekrystalizacji dynamicznej (Rys. 2.21). Zauważono, że ze względu na dodatkową energię zmagazynowaną w wyniku odkształcania krytyczny promień zarodka ferrytu powstającego dynamicznie jest mniejszy od tego dla ferrytu powstającego statycznie.



*Rys. 2.21. Różnica wielkości zarodka dla produktów poszczególnych procesów zdrowieniowych zachodzących w austenicie [25].* 

Ta łatwość zarodkowania połączona ze specyficznymi warunkami potrzebnymi do zajścia rekrystalizacji powoduje, iż może to być mechanizm dominujący, nawet powyżej temperatury  $Ae_3$  [64]. Liczba potencjalnych miejsc zarodkowania dla przemiany ferrytycznej jest powiązana z parametrem  $S_V$  (powierzchnią granic ziaren na jednostkę objętości), ponieważ granice ziaren stanowią preferowane miejsca zarodkowania. W odkształconej strukturze dodatkowymi miejscami zarodkowania są również pasma ścinania i inne defekty mikrostrukturalne powstałe w wyniku procesu odkształcania. Defekty te, ze względu stosunkowo niską temperaturę w której powstają, odgrywają znacznie większą rolę niż w procesie przemiany statycznej, ponieważ nie są usuwane przez procesy zdrowieniowe po odkształceniu [32]. Niemniej należy stwierdzić, że bez względu na stopień rozdrobnienia struktury austenitu i skład chemiczny zarodkowanie fazy ferrytycznej odbywa się najpierw na granicach ziaren, a następnie dopiero w ich wnętrzu.

Jak wykazano w pracy [25] krytyczna wielkość zarodka ferrytu jest znacznie większa od średnich wielkości ziaren uzyskiwanych po przemianie dynamicznej austenitu. To sugeruje iż musiał nastąpić proces rozrostu ziarna. Rozrost związany z dynamiczną przemianą ferrytyczną może być rozpatrywany w dwóch aspektach: podczas odkształcania (dynamiczny) oraz po jego zakończeniu (metadynamiczny charakter przemiany). Wykazano, iż podstawowym mechanizmem blokującym rozrost ziaren w czasie dynamicznej przemiany ferrytycznej jest napotykanie innych ziaren, tak więc czynnikiem kontrolującym ten proces będzie początkowa wielkość ziarna austenitu, tj w strukturze drobnoziarnistej zwiększa się liczba potencjalnych miejsc

zarodkowania na ich granicach. Nadmienić należy, że w przypadku procesów PCM zwłaszcza stali mikrostopowych może również bardzo istotnie wzrosnąć liczba miejsc zarodkowania ferrytu wewnątrz ziaren austenitu. W czasie chłodzenia po odkształceniu prędkość zarodkowania gwałtownie maleje. Porównując rozrost po przemianie dynamiczniej i statycznej można zauważyć, iż w pierwszym przypadku liczba ziaren pozostaje mniej więcej stała, natomiast w drugim maleje. Sugeruje to, iż niektóre ziarna zostały wchłonięte przez sąsiednie. Prawdopodobnym wytłumaczeniem braku tego zjawiska podczas chłodzenia ferrytu powstałego dynamicznie jest duży kąt dezorientacji pomiędzy poszczególnymi jego ziarnami [32].

## 2.4.4 Pozostałe procesy towarzyszące dynamicznej przemianie ferrytycznej

#### Proces wydzieleniowy towarzyszący dynamicznej przemianie ferrytycznej

W pracy [3] Mukherjee stwierdził występowanie procesu wydzieleniowego zachodzącego podczas indukowanej odkształceniem przemiany dynamicznej. Zaobserwował on klastry bardzo drobnych wydzieleń, w których atomy żelaza zostały zastąpione przez atomy pierwiastków węglikotwórczych: Nb i Mo. Liczba tych wydzieleń była znacznie wyższa niż w przypadku ferrytu powstałego na drodze przemiany statycznej oraz dynamicznej, ale przy mniejszej prędkości odkształcenia.

#### Dynamiczna przemiana masywna

Masywna dynamiczna przemiana fazowa austenit-ferryt nie występuje często w warunkach typowych procesów PCM. Przykładowe wyniki badań nad tą przemianą przedstawiono w pracy [65]. W badaniach tych, po przechłodzeniu poniżej temperatury  $T_c$  dla odkształcania z małymi prędkościami, morfologia ferrytu ulegała wyraźnej zmianie, co pokazano na Rys. 2.22. Proces ten został zaobserwowany w stalach o średniej zawartości węgla (0,25%) w temperaturze 725°C. Przy niższych prędkościach chłodzenia charakterystyczna dla dynamicznej przemiany masywnej postać ferrytu nie była jednak tak wyraźna. Temperatura krytyczna, w której obserwowano przemianę masywną była wyższa niż wyliczona temperatura  $T_0$ . Nie ma jednak zgodności co do natury tego mechanizmu [32].



Rys. 2.22 Morfologia ferrytu będącego efektem dynamicznej przemiany masywnej [65].

#### Rekrystalizacja dynamiczna ferrytu

W pracy [66] Yada po raz pierwszy zasugerował, iż rozdrobnienie ziarna ferrytu jest połączonym efektem przemiany oraz rekrystalizacji dynamicznej. Dodatkową przesłanką potwierdzającą tą teorię jest fakt, iż niektórzy badacze stwierdzali wysoką gęstość dyslokacji w otrzymywanym ferrycie [67], natomiast inni niską [68]. Szczególnie przydatna w badaniach nad rekrystalizacją dynamiczną ferrytu okazała się technika EBSD.

#### 2.4.5 Etapy przemiany

W rzeczywistych procesach PCM najczęściej mamy do czynienia z pewną kombinacją dyskutowanych powyżej czynników procesowych oraz zmian mikrostrukturalnych. Z tego też powodu obecność oraz przebieg dynamicznej przemiany ferrytycznej jest zjawiskiem wymagającym szczegółowej analizy warunków procesu oraz historii całej przeróbki cieplno-mechanicznej. W pracy [69] opisano dwa różne krytyczne odkształcenia występujące podczas odkształcania przechłodzonego austenitu: odkształcenie krytyczne dla przemiany indukowanej odkształceniem  $\varepsilon_{C,DSIT}$  oraz dla tworzenia się ultradrobnoziarnistego ferrytu  $\varepsilon_{C,UFF}$ . Te krytyczne wartości dzielą proces odkształcania na trzy zasadnicze regiony:

i) brak dynamicznej przemiany ferrytycznej. W tym obszarze na skutek szybkiego chłodzenia w wyniku kontaktu z walcami dominującą fazą był ferryt Widmanstättena. Oznacza to, że odkształcenie nie było wystarczające dla zajścia przemiany dynamicznej.

ii) dynamiczna przemiana ferrytyczna. Ze wzrostem odkształcenia w strukturze pojawiał się drobny ferryt równoosiowy. W takim obszarze w miarę zwiększania się

zawartości ferrytu spada wielkość jego ziarna. Jest to spowodowane wzajemnym blokowaniem się rozrastających ziaren.

iii) zakres ultradrobnoziarnistego ferrytu, w którym nie obserwuje się już dalszego rozdrobnienia ziarna. Na etapie tym odkształcenie lokalizuje się w austenicie. Badania wykazały, że wartości odkształceń krytycznych rosną ze wzrostem zawartości węgla w stali [22].



Rys. 2.23. Ogólny schemat przebiegu przemiany dynamicznej indukowanej odkształceniem [69] - a). Dominujący proces zachodzący w odkształcanym austenicie (UFF) – zakres ultradrobnoziarnistego ferrytu [32] - b).

Na Rys. 2.23 b pokazano wpływ podstawowych warunków procesu PCM na zakres występowania omówionych powyżej zjawisk mikrostrukturalnych. Przy czym niektórzy badacze sugerują iż znajdująca się na nim linia  $Ae_3$  powinna ze wzrostem odkształcenia przesuwać się w stronę wyższych temperatur  $Ar_3$ .

# 2.5 Metodyka intensyfikacji przemian dynamicznych z wykorzystaniem procesów PCM

Podstawowym ograniczeniem stosowania dynamicznej przemiany ferrytycznej jest fakt, iż w procesie walcowania strukturę ultradrobnoziarnistą udawało się wytworzyć tylko w warstwie powierzchniowej, natomiast w głębszych warstwach można znaleźć strukturę podobną do tej spotykanej w bardziej konwencjonalnych procesach PCM (Rys 2.24). Tak więc intensyfikacja przemiany dynamicznej ferrytu jest bardzo atrakcyjnym obszarem badawczym, ponieważ może być czynnikiem rozszerzającym strefę silnie rozdrobnionej mikrostruktury.



*Rys. 2.24. Schematyczne przedstawienie warstw występujących w paśmie walcowanym nieco powyżej temperatury Ar*<sub>3</sub>[32].

Jedną z sugerowanych w literaturze przyczyn braku przenikania rozdrobnienia struktury ferrytu do warstw głębiej położonych w walcowanym paśmie jest obecność pasm ścinania i związana z tym silnie rozbudowana podstruktura dyslokacyjna, co w efekcie ogranicza proces zarodkowania przemiany dynamicznej. Stąd wniosek, że w celu intensyfikacji ferrytycznej przemiany dynamicznej konieczne jest znalezienie możliwości wprowadzenia do materiału dodatkowych miejsc zarodkowania.

# 2.5.1 Wpływ wielkości ziarna austenitu na zarodkowanie dynamicznej przemiany ferrytycznej

Jak już wcześniej wspomniano, jednym z podstawowych czynników wpływających na proces zarodkowania dynamicznej przemiany ferrytycznej jest wielkość pierwotnego ziarna austenitu. Indukowane odkształceniem zarodkowanie ziaren ferrytu występuje w pierwszej kolejności na granicach ziaren austenitu (GB), następnie w ich wnętrzu (IG) (Rys. 2.25 ). Wielkość ziarna wpływa na rozkład indukowanych odkształceniem zarodków co bezpośrednio rzutuje na rozrost ziaren podczas chłodzenia po przemianie. Różnica ta jest spowodowana zmianą udziału bardziej intensywnego zarodkowania ferrytu na granicach ziaren austenitu, które jest w tym przypadku dominującym mechanizmem zdrowieniowym.



Rys. 2.25 Wpływ wielkości ziarna na naprężenie plastycznego płynięcia podczas odkształcania przechłodzonego austenitu - a). Wielkość ziarna ferrytu w funkcji ułamka przemiany dla austenitu gruboziarnistego w próbie skręcania na gorąco. IG – ferryt zarodkujący wewnątrz ziaren austenitu, GB – ferryt zarodkujący na granicach ziaren - b) [32].

Analizując przedstawione na Rys. 2.25 b wyniki można zauważyć, iż ferryt zarodkujący na granicach ziarna austenitu pozostaje drobny, natomiast ten zarodkujący wewnątrz ziaren ma tendencję do rozrastania się, co w efekcie ma bardzo duży wpływ na końcową wielkość ziarna. W związku z powyższym można stwierdzić, że w celu rozdrobnienia ziarna ferrytu powstającego wyniku przemiany austenitu należy dążyć do zwiększenia liczby miejsc zarodkowania na granicach pierwotnego austenitu - rozdrabniając austenit przed przemianą lub zwiększając liczbę miejsc zarodkowania wewnątrz ziaren austenitu. Takie wnioski skłaniają do postawienia pytania: Co stanie się, jeżeli mikrostruktura austenitu zostanie jeszcze silniej rozdrobniona?

# 2.5.2 Wpływ wydzieleń na zarodkowanie dynamicznej przemiany ferrytycznej

W pracy [42] opisano zarodkowanie dynamicznej przemiany ferrytycznej na wydzieleniach pierwiastków mikrostopowych. Podkreślić należy, że zarodkowanie to odbywa się również wewnątrz ziaren austenitu co, jak wspomniano wcześniej, ma kluczowy wpływ na zwiększenie prędkości zarodkowania i w konsekwencji na silniejsze rozdrobnienie ziarna wyrobu gotowego. W przypadku indukowanej odkształceniem przemiany dynamicznej oprócz zwiekszenia liczby miejsc zarodkowania obecność wydzieleń powoduje istotny wzrost umocnienia wydzieleniowego.



Rys. 2.26 Zarodkowanie ferrytu na wydzieleniu VN [42].

Wokół cząstek tworzą się pętle dyslokacyjne, zgodnie z mechanizmem Orowana, co w konsekwencji zwiększa lokalnie energię zmagazynowaną i poprawia warunki zarodkowania. Prowadzone były również pojedyncze doświadczenia mające na celu zbadanie wpływu wydzieleń NbC znajdujących się w austenicie na kinetykę jego przemiany indukowanej odkształceniem. Najbardziej wyraźny efekt uzyskano badaniach przedstawionych w pracy [25]. Badaniom poddano zależność udziału fazy przemienionej od czasu wytrzymania po odkształceniu dla gruboziarnistego austenitu, co miało na celu indukowanie procesu wydzieleniowego. W wyniku przeprowadzonej analizy badań stwierdzono występowanie maksimum powstałej fazy ferrytycznej po upływie określonego czasu (Rys. 2.27. . W przedstawionych w pracy [21] wynikach badań skupiono się na analizie otrzymanych wyników, jednak bez szerszej dyskusji mechanizmów odpowiedzialnych za zaobserwowane procesy mikrostrukturalne.



Rys. 2.27 Zależność objętości fazy przemienionej od czasu wytrzymywania w trakcie trwającego indukowanego odkształceniem procesu wydzieleniowego NbC [25].

# 2.5.3 Charakterystyka indukowanej odkształceniem przemiany odwrotnej

Indukowana odkształceniem dynamiczna przemiana odwrotna (SRT) jest procesem prowadzacym do uzyskania ultradrobnoziarnistej struktury austenitycznej (przeciętna średnica ziarna ok. 1 µm), która następnie podlega dalszemu przetwarzaniu. Uzyskiwane efekty są podobne do tych uzyskiwanych w wyniku wygrzewania odkształconego na zimno austenitu, z tym, że w tym wypadku odkształcanie miało miejsce w podwyższonej temperaturze. Jednym z podstawowych założeń tej metody jest wykorzystanie ciepła wydzielającego się w materiale w czasie odkształcania [73]. Po odkształceniu może nastąpić gwałtowne chłodzenie w celu wytworzenia ultradrobnoziarnistej struktury ferrytycznej lub dalsza przeróbka plastyczna. W niniejszej pracy zastosowano pewną modyfikację tej metody, co będzie szczegółowo opisane kolejnych rozdziałach. Podstawowym ograniczeniem W procesów wykorzystujących SRT jest problem konieczności uzyskania odpowiednio wysokiego wzrostu temperatury, który musi być możliwie duży w stosunku do szerokości zakresu dwufazowego ( $\alpha+\gamma$ ). W tym celu zdecydowano się wykorzystać zalety szybkiego nagrzewania indukcyjnego, co umożliwiło wprowadzenie "przegrzania" pozwalającego na osiągnięcie tego efektu (Rys. 2.28).



*Rys. 2.28 Schemat zastosowanej w niniejszej pracy indukowanej odkształceniem przemiany odwrotnej.* 

W porównaniu z dynamiczną przemianą ferrytyczną, w przypadku przemiany ferryt  $\rightarrow$  austenit zauważyć można występowanie kilku czynników mających szczególne znaczenie:

- Adiabatyczny wzrost temperatury jest mechanizmem korzystnym, natomiast chłodzenie w kontakcie z walcami hamuje przemianę.
- Występowanie naprężeń ściskających zwiększa siłę pędną przemiany.
- Ze względu na większą rozpuszczalność węgla w austenicie nie występują warunki sprzyjające do zachodzenia procesów wydzieleniowych, węgiel przechodzi do fazy austenitycznej.

# 2.6 Własności materiałów zawierających ferryt ultradrobnoziarnisty

Jak już wcześniej wspomniano podstawową przyczyną rozwoju materiałów ultradrobnoziarnistych jest poprawa ich własności wytrzymałościowych. Na Rys. 2.29 przedstawiono umowny wykres rozciągania materiału wytworzonego w procesie wyciskania stali niskowęglowej z zastosowaniem dynamicznej przemiany ferrytycznej w porównaniu z materiałem wytworzonym w typowych warunkach przeróbki plastycznej [71]. Średnia wielkość ziarna materiału po wyciskaniu wynosiła około 1µm. Charakteryzował się on wytrzymałością na rozciąganie około 2 razy wyższą od materiału wytworzonego tradycyjnie - o wielkości ziarna około 32µm. Jednak całkowite wydłużenie oraz szybkość umacniania się materiału była niższa w przypadku drobniejszego ziarna.



*Rys. 2.29 Porównanie własności materiału uzyskanego w wyniku wyciskania z zastosowaniem dynamicznej przemiany ferrytycznej z materiałem, w którym ferryt powstał na drodze przemiany statycznej [71].* 

Mniejsze wydłużenie, zwłaszcza równomierne, jest efektem dobrze znanego zjawiska występującego w materiałach ultradrobnoziarnistych, gdzie mały rozmiar ziaren powoduje zwiększenie powierzchni ich granic, co nie sprzyja generowaniu i akumulacji dyslokacji koniecznych do umocnienia odkształceniowego [72], a tym samym wzrostu wartości odkształcenia równomiernego (kryterium Considere'a). Poprawę własności plastycznych materiałów ultradrobnoziarnistych można uzyskać m.in. poprzez wytworzenie struktury dwufazowej ferrytyczno-martenzytycznej (ang. *Dual Phase –* DP) [70]. Stwierdzono również, że w stalach typu DP charakter odkształcenia przewężeniowego wykazuje szczególną zależność od rozdrobnienia mikrostruktury. We wspomnianych badaniach wykorzystano stal niskowęglową o stałej zawartości martenzytu wynoszącej około 30% i zróżnicowanej wielkości ziarna ferrytu (1,2 2,4 i 12,4μm), którą wytworzono przez odkształcenie na gorąco i na ciepło, a następnie wygrzewanie w zakresie dwufazowym.



Rys. 2.30 Porównanie miejsca zerwania i przełomów próbek ze stali DP zawierającej około 30% martenzytu w osnowie ferrytu o różnym stopniu rozdrobnienia. Struktura gruboziarnista 12,4μm - a), drobnoziarnista 2,4μm - b), ultradrobnoziarnista 1,2μm - c) oraz ultradrobnoziarnista z dodatkowym niskim odpuszczaniem - d) [70].

Podstawowymi, zaobserwowanymi efektami było zwiększone przewężenie po zerwaniu wraz ze spadkiem wielkości ziarna oraz zmiana charakteru przełomu z kruchego na ciągliwy (Rys. 2.3.). Po dokładniejszym przeanalizowaniu mechanizmów pękania zaobserwowano w badanych próbkach znaczne różnice w obszarach zarodkowania pustek. Jak pokazano na Rys. 2.31. w przypadku stali gruboziarnistej pęknięcia lokalizowały się wewnątrz fazy martenzytycznej i rozchodziły się prostopadle do kierunku działania siły, natomiast w przypadku stali ultradrobnoziarnistej pustki powstawały pomiędzy wyspami martenzytu lub na granicach fazowych i miały kształt bardziej zbliżony do kulistego.

Zauważono, iż rozdrobnienie ziarna prowadzi do ograniczenia plastyczności osnowy ferrytycznej co jest odzwierciedlone występowaniem jednorodnych płaskich grup pasm poślizgu. Lokalizacja odkształcenia w gruboziarnistym ferrycie jest realizowana za pomocą "pofalowanych" pasm poślizgu. Ten charakter pasm prowadzi do wyraźnego obrotu płaszczyzn krystalograficznych, a przez to wczesnego pojawienia się podstruktury dyslokacyjnej. Ograniczona plastyczność drobno- i ultradrobnoziarnistego ferrytu wymusza odkształcanie się martenzytu wcześniej w trakcie rozciągania próbki.

Poprawa wytrzymałości przy zwiększonej ciągliwości w wyniku rozdrobnienia ziarna związane jest w tym przypadku z połączonym efektem umocnionego ferrytu i zwiększonej wiązkości martenzytu. Prowadzi to do mniejszego zróżnicowania we własnościach mechanicznych faz i większej spójności na ich granicach. Rozdrobnienie ziarna powoduje zmianę mechanizmu pękania na ciągliwy.



Rys. 2.31 Porównanie miejsc zarodkowania pustek w stalach dwufazowych o różnych stopniach rozdrobnienia mikrostruktury [70].

Poza korzystnymi efektami ograniczenia nadmiernych odkształceń w ferrycie i naprężeń w martenzycie tworzenie się pęknięć i pustek było ograniczone w przypadku struktur drobno- i ultradrobnoziarnistych, przez mniejszy rozmiar, bardziej jednorodny rozkład i bardziej zaokrąglony kształt wysp martenzytu.

Przedstawione powyżej korzystne, z punktu widzenia własności wytrzymałościowych i plastycznych, efekty skłoniły autora niniejszej pracy do wybrania tego typu mikrostruktur jako modelowych dla projektowanych morfologii austenitu, które najlepiej wykorzystują zalety dynamicznej przemiany ferrytycznej.

# 2.7 Podsumowanie przeglądu literatury

Na podstawie przeprowadzonego przeglądu literatury można stwierdzić że:

- W dalszym ciągu istnieje duży obszar niezbadanych czynników procesowych oraz mikrostrukturalnych, które stymulują indukowaną odkształceniem ferrytyczną przemianę dynamiczną.
- Zwiększenie ułamka objętościowego ferrytu przemienionego dynamicznie hamuje rozrost ziarna po przemianie.
- Ziarna ferrytu zarodkujące wewnątrz ziaren austenitu mają tendencję do rozrastania się, natomiast zarodkujące na jego granicach są szybko blokowane przez ziarna sąsiednie.
- Obecność wydzieleń faz obcych w istotny sposób wpływa na zarodkowanie idiomorficzne.
- Brak jest w literaturze opisu badań, które wykorzystywałyby ultradrobnoziarnisty austenit dla zarodkowania DPF.

Po analizie przedstawionego stanu zagadnienia, należy stwierdzić że rozszerzenie znajomości procesów, zjawisk i mechanizmów silnie intensyfikujących dynamiczną przemianę ferrytyczną może istotnie zwiększyć możliwości praktycznego zastosowania tej metody rozdrabniającej mikrostrukturę w nowoczesnych procesach PCM. W tym celu konieczne jest zdefiniowanie, zrozumienie i kontrolowanie szerokiej gamy parametrów procesowych i mikrostrukturalnych wynikających np. z różnej morfologii austenitu, które posiadają znaczący wpływ na kinetykę DPF.

# 3. Teza i cel pracy

#### Teza pracy

Zastosowanie przemiany ferrytycznej indukowanej odkształceniem, zwłaszcza w stalach mikrostopowych oraz wolnych od atomów międzywęzłowych, może stanowić efektywną metodę poprawy własności mechanicznych wyrobów wytwarzanych na drodze przeróbki cieplno-mechanicznej.

Teza zostanie udowodniona, gdy w oparciu o przedstawione badania zostaną zidentyfikowane parametry procesowe i mikrostrukturalne wpływające na korzystne efekty wynikające z zastosowania indukowanej odkształceniem dynamicznej przemiany ferrytycznej w badanych stalach.

### Cel

Podstawowym celem pracy jest kompleksowa ocena wpływu przeróbki cieplnomechanicznej na efekty indukowanej odkształceniem przemiany ferrytycznej.

# 4. Badania doświadczalne – część l

W celu udowodnienia przedstawionej tezy pracy wykonano badania własne, w których wykorzystano różne metody modelowania fizycznego i numerycznego. Kolejne rozdziały prezentują dyskusję podjętych problemów badawczych oraz efekty realizacji zadań, które umożliwiły zrozumienie specyfiki przemian indukowanych odkształceniem w stalach z dodatkami mikrostopowymi. Pierwszy etap badań stanowia badania wstępne, które pozwoliły wyznaczyć najbardziej korzystne kierunki wykorzystania pierwiastków mikrostopowych do intensyfikacji indukowanych odkształceniem przemian fazowych. W drugim etapie skupiono się na zrozumieniu kinetyki procesów mikrostrukturalnych zachodzących w czasie odkształcania fazy przegrzanej i związanymi z tym oddziaływaniami. Trzeci etap miał na celu analizy możliwości wykorzystania uzyskanych przeprowadzenie rozwiazań w warunkach przemysłowych. Osobno omówione zostały zagadnienia związane z wykorzystaniem danych doświadczalnych do modelowania przemian dynamicznych.

# 4.1 Cel i zakres badań

Celem badań doświadczalnych było ustalenie warunków występowania i scharakteryzowanie produktów przemiany dynamicznej dla jak najszerszego zakresu parametrów procesowych i zróżnicowanej morfologii fazy pierwotnej. W efekcie umożliwiło to ocenę poszczególnych schematów przeróbki cieplno-mechanicznej i wytypowanie najkorzystniejszych rozwiązań.

Pierwszym zadaniem był dobór materiału badawczego, który pozwoliłby wykorzystać szeroki zakres parametrów procesowych i mikrostrukturalnych dla zbadania analizowanych problemów. W kolejnym etapie wyznaczono "okna procesowe" dla wybranych gatunków stali. Ponieważ temperatury początku przemian silnie zależą od morfologii przemieniających się faz oraz czynników procesowych, takich jak prędkość chłodzenia, wielkość odkształcenia zakumulowanego, zostały one wyznaczone dla ściśle określonych historii PCM. Z tego względu do badań plastometrycznych wybrano symulator termomechaniczny pozwalający rejestrować krzywe dylatometryczne dla próbek odkształconych, a wyznaczanie punktów

charakterystycznych wiązało się z realizacją procesów zaawansowanej przeróbki cieplno-mechanicznej. Schematy procesów odkształcania zastosowane w badaniach zbudowano, aby umożliwiały duże zróżnicowanie kombinacji parametrów procesowych kontrolujących dynamiczną przemianę ferrytyczną. Jednocześnie wskazywano odniesienia do istniejących standardowych procesów PCM (Rys. 4.1).



Rys. 4.1 Ogólny schemat strategii budowy schematów przeróbki cieplno-mechanicznej wykorzystanej w badaniach własnych.

W pierwszej części badań celem było wytworzenie dwóch istotnie różniących się wielkością ziaren mikrostruktur austenitu tj. najczęściej występująca w warunkach przeróbki plastycznej na gorąco mikrostrukturę o średniej średnicy ziarna około 80µm oraz silnie rozdrobnioną strukturę powstałą w wyniku dynamicznej przemiany odwrotnej. Dodatkowo w celu intensyfikacji DSIT wykorzystano proces wydzieleniowy indukowany odkształceniem. W celu jednoznacznej oceny efektów procesu wydzieleniowego oraz dla zdefiniowania warunków zatrzymania rekrystalizacji statycznej zastosowano komputerową symulację rozwoju mikrostruktury. Dodatkowo, w celu potwierdzenia występowania wydzieleń, których rozmiar może wynosić zaledwie kilka nanometrów, zastosowano transmisyjną mikroskopię elektronową. Ocenę uzyskanej mikrostruktury końcowej przeprowadzono za pomocą mikroskopii elektronowej. optycznej oraz skaningowej mikroskopii Szczególne miejsce w wykonanych badaniach poświęcono technice EBSD, zastosowanie której pozwoliło ocenić szerokie spektrum danych opisujących morfologię materiału w skali mikro. Dodatkowo przeprowadzono analizę własności mechanicznych otrzymanego materiału.

# 4.2 Materiał badawczy

Zdefiniowane cele badawcze pozwoliły na wyznaczenie kryteriów, jakie musi spełniać materiał badawczy:

- Występowanie pierwiastków mikrostopowych w ilości umożliwiającej zajście indukowanego odkształceniem procesu wydzieleniowego.
- Skład chemiczny pozwalający uzyskać wystarczająco szerokie "okno procesowe", czyli umożliwić odkształcanie przechłodzonej struktury austenitycznej (obecność pierwiastków opóźniających przemianę w postaci roztworu stałego N, Mn, Cu, Ni, …).
- Ekonomicznie uzasadniony koszt materiału pozwalający na przyszłe zastosowanie wyników badań w skali przemysłowej.
- Zastosowanie materiałów o znacząco różniących się temperaturach charakterystycznych przemian wyznaczających położenie i szerokość równowagowego zakresu dwufazowego.

Tak określone kryteria pozwoliły na wybór jako materiałów badawczych dwóch charakterystycznych gatunków stali – mikrostopowej (typu HSLA – ang. *High Strength* Low Alloy) oraz wolnej od atomów międzywezłowych (typu IF – ang. Interstitial Free), dodatkowo istotnie różniących się równowagowymi temperaturami przemian. Jednak podstawowym obszarem badań były próby plastometryczne z wykorzystaniem stali mikrostopowej, co pozwoliło analize szerokiego zakresu ziawisk na mikrostrukturalnych. Stal IF posłużyła do analizy wpływu temperatury na kinetykę i produkty przemiany. Równowagowe temperatury początku i końca przemian zostały wyznaczone na podstawie składów chemicznych za pomocą programu JMatPro (Tablica 4.1).

Stal typu HSLA najczęściej definiuje się jako stal mikrostopową o podwyższonej wytrzymałości zawierającą dodatki silnie węgliko- i azotkotwórcze przede wszystkim Nb V, Ti, odpowiadające za umocnienie wydzieleniowe, hamujące rekrystalizację austenitu i kontrolujące przemianę ferrytyczną. Dodatkowa zawartość boru obniża temperaturę rozpoczęcia przemiany ferrytycznej i znacząco poprawia hartowność. Najbardziej zbliżone pod względem składu chemicznego stale są opisane w normie PN-EN 10025-4.

Stal typu IF jako stal wolna od atomów międzywęzłowych charakteryzuje się bardzo dobrą tłocznością i odpornością na procesy starzenia. Ze względu na niską zawartość węgla materiał ten posiada wyższą równowagową temperaturę przemiany i węższy zakres dwufazowy. Dodatkowo skład chemiczny tej stali diametralnie zmienia warunki konieczne do tworzenia się ferrytu umożliwiając przemianę masywną. Cechami charakterystycznymi stali IF są: niska granica plastyczności, duże wydłużenie oraz wysoka wartość *r* (współczynnik Lankforda). Jej typowe własności mechaniczne to:  $R_e = 190 \div 310$  MPa,  $R_m = 350 \div 450$  MPa,  $A = 26 \div 38\%$ .

Tablica 4.1 Składy chemiczne i równowagowe temperatury przemian dla badanych materiałów.

Materiał	<i>A</i> <sub>ℓ1</sub> , °C	<i>А</i> ез, °С	С	Si	Mn	Nb	V	Ti	Al	Р	S	N	B	Мо
MA I	670	843	0,07	0,29	1,36	0,06	0,002	0,031	0,02	0,015	0,006	0,0098	0,003	
MA II	670	843	0,083	0,31	1,67	0,063		0,018	0,029	0,023	0,0005	0,0032		0,263
IF	893	912	0,005					0,08				0,004		

#### 4.2.1 Testy plastometryczne (opis stanowiska badawczego)

Do przeprowadzenia badań w warunkach wysokotemperaturowej przeróbki cieplno-mechanicznej wykorzystano stanowisko badawcze zbudowane w oparciu o urządzenie ASP –ang. "*Arbitrary Strain Path Testing Machine*", dzięki współpracy międzynarodowej z University of Sheffield w Wielkiej Brytanii. Urządzenie to pozwoliło wykonać próby skręcania przy niezwykle dokładnej kontroli temperatury i prędkości nagrzewania i chłodzenia. Możliwy jest również ruch w osi pionowej. Temperatura próbki kontrolowana jest przez system nagrzewania indukcyjnego oraz chłodzenie, zarówno powietrzne o kontrolowanej prędkości, jak i wodne pozwalające "zamrozić" mikrostrukturę (Rys 4.2). Temperatura kontrolowana jest za pomocą termopary umieszczonej w otworze zaznaczonym na Rys. 4.3. W celu wyznaczenia rzeczywistej temperatury w środku próbki, z zachowaniem wykorzystywanych później prędkości chłodzenia i nagrzewania.



Rys. 4.2. Stanowisko wykorzystane do badań plastometrycznych.



Rys. 4.3. Kształt próbek wykorzystanych do badań plastometrycznych.

Eksperyment ten pozwolił wyznaczyć gradienty temperatur i zaprogramować odpowiednią poprawkę. Wykorzystane urządzenie ASP pozwoliło również na rejestrację krzywych dylatometrycznych i krzywych chłodzenia, na podstawie których można wyznaczać okna procesowe dla przemian dynamicznych, jak i określać ich kinetykę. Kształt zastosowanych próbek przedstawiono na Rys. 4.3. Wszystkie próbki zostały wykonane z wykorzystaniem wycinania elektroiskrowego oraz obróbki skrawaniem.

Dokładna rejestracja momentu skręcającego pozwoliła na wyznaczenie krzywych plastycznego płynięcia materiału podczas przemian indukowanych odkształceniem. Analiza tych danych pozwoliła na udokumentowanie występujących mechanizmów zdrowienia mikrostruktury występujących w odkształcanym materiale. Na Rys. 4.4 przedstawiono schematy zastosowanych procesów odkształcania.



Rys. 4.4. Schematy odkształcenia zastosowane w testach wykonanych na urządzeniu ASP.

# 4.2.2 Wstępne obliczenia

Charakterystyczne dla badanych materiałów temperatury równowagowe przemian zostały wyliczone za pomocą programu JMatPro i wynoszą one: dla stali mikrostopowych  $Ae_1$ =670 °C,  $Ae_3$ = 843°C, dla stali typu IF  $Ae_1$ =893 °C,  $Ae_3$ = 912°C.



Rys. 4.5. Wyniki obliczeń składu fazowego dla stali mikrostopowej - a), oraz czas do rozpoczęcia rekrystalizacji statycznej i procesu wydzieleniowego indukowanego odkształceniem - b).

Kolejnym zadaniem badawczym było obliczenie czasu potrzebnego na zajście procesu wydzieleniowego indukowanego odkształceniem. Z badań przeprowadzonych przez Mukherjee [3], dla podobnego do badanego gatunku stali mikrostopowej, wynika iż temperatura zatrzymania rekrystalizacji wynosi 968°C. Na temperaturę odkształcenia wybrano 900°C ze względu na minimalny czas inkubacji procesu wydzieleniowego. Do wyznaczenia czasów inkubacji rekrystalizacji statycznej i indukowanego

odkształceniem procesu wydzieleniowego Nb(C,N), wykorzystano dobrze znane równania Dutta i Sellersa [41]:

Czas potrzebny do rozpoczęcia rekrystalizacji statycznej:

$$t_{x0,05} = \varepsilon^{-4} \cdot 6,75 \cdot 10^{-20} D_0^2 \exp\left(\frac{300000}{RT}\right) \exp\left\{\left(\frac{2,75 \cdot 10^5}{T} - 185\right) [Nb]\right\}$$
(9)

Czas do rozpoczęcia procesu wydzieleniowego indukowanego odkształceniem:

$$t_{p0,05} = f \varepsilon^{-1} A [Nb]^{-1} Z^{-0,5} \exp \frac{270000}{RT} \exp \frac{B}{T^3 [\ln(k_s)]^2}$$
(10)  

$$A = 3 \cdot 10^{-6}$$
  

$$B = 2,5 \cdot 10^{10}$$
  

$$k_s = \frac{[Nb] \left[ C + \frac{12}{14} N \right]}{10^{2,26} - \frac{6770}{T}}$$
  

$$f = \left( 10^{-0,26 - 0.9[Mn] + 2,85[Si]} \right)^{-1}$$

# 4.2.3 Wyznaczenie okien procesowych dla przemian dynamicznych (metoda dylatometryczna)

Ponieważ w przypadku dynamicznych przemian indukowanych odkształceniem proces odkształcania rozpoczyna się przed początkiem przemiany statycznej, do wykonania odpowiednich badań plastometrycznych konieczne były wstępne badania dylatometryczne mające na celu wyznaczenie temperatur, w których należało oczekiwać zaistnienie przemiany indukowanej odkształceniem, czyli tzw. "okna procesowego".



Rys. 4.6. Krzywa dylatometryczna z naniesioną krzywą różniczkową wykorzystana do dokładnego wyznaczenia temperatur krytycznych - a). Schemat przeróbki cieplno-plastycznej pozwalający wyznaczyć temperatury charakterystyczne (zaznaczone zielonym kolorem),dla konkretnych parametrów procesowych - b).

Na Rys. 4.6 przedstawiono metodykę wyznaczania okna procesowego dla dynamicznej przemiany ferrytycznej podczas chłodzenia ultradrobnoziarnistego austenitu. Punkty występowania temperatur charakterystycznych oznaczono zielonymi kropkami. Pierwsze dwie reprezentuja temperaturę początku i końca przemiany dla materiału w stanie dostawy tj. w stanie po walcowaniu na gorąco. Kolejne to początek i koniec tworzenia się austenitu z martenzytu. Ta wiedza posłużyła do wyznaczenia temperatury odkształcania podczas nagrzewania, indukującego dynamiczną przemianę odwrotną. Wykorzystanie takiego schematu pozwoliło na wytworzenie ultradrobnoziarnistej struktury austenitycznej. Dopiero tak przygotowany materiał mógł być wykorzystany do zdefiniowania "okna procesowego" dla przemiany dynamicznej podczas chłodzenia struktury o analogicznej historii przeróbki cieplno-mechanicznej. W celu zwiększenia dokładności wyznaczania temperatury początku przemiany zastosowano analize krzywej różniczkowej. W celu wyeliminowania szumów w danych pomiarowych zostały one wygładzone przy użyciu programu Origin, metodą Savitzkyego-Golaya. Przykładowe wyniki tej operacji zaprezentowano na Rys. 4.6a. Podobna procedura została opisana w pracy [74]. W celu dokładnego określenia temperatury rozpoczęcia przemian fazowych podczas nagrzewania lub chłodzenia po określonej historii PCM, na wykres krzywych dylatometrycznych naniesiono krzywą różniczkową, co pokazano na Rys. 4.6a. Metoda dylatometryczna została również zastosowana w celu potwierdzenia dynamicznego charakteru przemiany.

# 4.3 Przygotowanie austenitu do przemiany ferrytycznej indukowanej odkształceniem

Dotychczasowe badania wykazały, że rozdrobnienie ziarna austenitu znacząco wpływa na rozdrobnienie produktów dynamicznej przemiany ferrytycznej [2,22,32]. Niemniej, należy zauważyć że najczęściej badania prowadzone były na strukturze austenitycznej wytworzonej w warunkach standardowej przeróbki cieplnomechanicznej, co umożliwia rozdrobnienie ziaren austenitu maksymalnie do poziomu około 14µm, np. dla badań opisanych w pracy [32].

W niniejszej pracy w ramach badań własnych podjęto próbę dalszej poprawy warunków dla rozdrobnienia mikrostruktury austenitu, czyli wykorzystanie procesów zaawansowanej przeróbki cieplno-mechanicznej w celu wytworzenia austenitu o znacznie większym stopniu rozdrobnienia, co jeszcze bardziej zintensyfikuje proces dynamicznej przemiany ferrytycznej.



Rys. 4.7. Schematy przeróbki cieplno-mechanicznej zawierające etapy odkształcania na ciepło ferrytu - a), c) oraz martenzytu - b), d) zakończone hartowaniem w celu pokazania efektów dynamicznej przemiany austenitycznej - a), b) oraz zbadania wpływu tak powstałego austenitu na dalszą przeróbkę cieplno-mechaniczną - c), d).

W celu rozdrobnienia austenitu wykorzystano indukowaną odkształceniem przemianę dynamiczną, a konkretnie dynamiczną przemianę odwrotną. Przeanalizowano dwa jej warianty. W pierwszym fazą początkową był materiał w stanie dostawy posiadający w przeważającej części strukturę ferrytyczną z koloniami perlitu. Natomiast w drugim wariancie, punktem wyjścia do przemiany austenitycznej był martenzyt uzyskany z austenitu wygrzewanego w temperaturze 1200°C w celu ujednorodnienia mikrostruktury i rozpuszczenia węglików. W zrealizowanych

badaniach przestudiowano zarówno produkty samej przemiany dynamicznej, jak i efekty przemiany pozostałej części ferrytu, łącznie z innymi procesami mikrostrukturalnymi zachodzącymi podczas dalszego nagrzewania. Schematy wykonanych badań własnych przedstawiono na Rys. 4.7. Dla każdego ze zrealizowanych schematów, po zakończeniu procesu odkształcania, dalsza obróbka cieplna była realizowana na dwa sposoby. Pierwszy polegał na zahartowaniu zaraz po odkształceniu w celu określenia ułamka przemiany dynamicznej oraz morfologii powstałego austenitu (Rys. 4.7a, 4.7b). Drugi sposób polegał na nagrzaniu do struktury w pełni austenitycznej i zadaniu odkształcenia mającego określić wpływ silnie rozdrobnionego austenitu na indukowany odkształceniem proces wydzieleniowy (Rys. 4.7c, 4.7d).

### 4.3.1 Procesy zachodzące w trakcie nagrzewania

Ponieważ martenzyt jest fazą metastabilną w trakcie jego nagrzewania zachodzą procesy zdrowieniowe. W pierwszej kolejności jest to zmniejszenie gęstości dyslokacji, dalej zaczynają się procesy wydzieleniowe. Na Rys. 4.8 wyraźnie widać, że ze względu na zastosowanie szybkiego nagrzewania (5°C/s) pierwotna listwowa struktura martenzytu została w dużej mierze zachowana. Dokładna analiza mikrostrukturalna zaobserwowanych procesów mikrostrukturalnych została przeprowadzona w drugiej części badań.



Rys. 4.8. Morfologia martenzytu po nagrzaniu do temperatury pierwszego odkształcenia.

#### 4.3.2 Potwierdzenie dynamicznego charakteru przemiany

Podstawową kwestią związaną z badaniem przemiany dynamicznej jest potwierdzenie jej charakteru tzn. udowodnienie, że przemiana fazowa zaszła w trakcie odkształcania, a nie rozpoczęła się wcześniej lub po jego zakończeniu. W celu zbadania tej kwestii wykorzystano przede wszystkim dane dylatometryczne.

Na Rys. 4.9a widać iż krzywa dylatometryczna dla nagrzewania przed odkształceniem pokrywa się z tą wykorzystaną do wyznaczenia temperatur charakterystycznych i nie zaczyna opadać przed rozpoczęciem odkształcania. Po zakończeniu odkształcania można zauważyć, że spadek krzywej jest mniejszy niż dla przemiany statycznej, co dowodzi iż część materiału uległa przemianie dynamicznej. Z faktu, iż po zakończeniu odkształcania krzywa początkowo utrzymuje swój poprzedni kierunek wnioskować można, że w trakcie odkształcania zostały wysycone miejsca zarodkowania i uzyskana została maksymalna stabilna w tej temperaturze ilość fazy austenitycznej (co potwierdziły dalsze badania).



Rys. 4.9 Porównanie krzywych dla przemiany statycznej (kolor czarny) oraz przed i po przemianie potwierdzające jej dynamiczny charakter; dla chłodzenia - a), b) i nagrzewania - c), d). Stal typu IF - a) ,c) oraz stal mikrostopowa - b), d) [76].

Przemiana jest kontynuowana ponownie po istotnym wzroście temperatury. Dodatkowe potwierdzenie dynamicznego charakteru przemiany uzyskano wykonując badania metalograficzne opisane w rozdziale 4.3.4.

# 4.3.3 Charakterystyka mechaniczna materiału w czasie odkształcania

Podstawową informacją wynikającą z rejestrowanych w czasie odkształcenia danych była krzywa plastycznego płynięcia badanych materiałów. Krzywe pochodzące ze zrealizowanych schematów przeróbki cieplno-mechanicznej przedstawiono na Rys. 4.10a, Rys. 4.10b oraz Rys. 4.10c.



Rys 4.10. Krzywe plastycznego płynięcia stali mikrostopowej z początkową mikrostrukturą: ferrytyczną - a) oraz martenzytyczną - b). Stal IF - c).

Analiza krzywych płynięcia, które zostały przedstawione na Rys. 4.10 jednoznacznie pokazuje, jaki jest wpływ początkowej mikrostruktury badanych stali na ich charakterystykę mechaniczną. Początkowa mikrostruktura, przed przemianą, została potwierdzona zarówno przez badania metalograficzne, jak i przez znaczną różnicę w granicy plastyczności. Z przebiegu wykresów na Rys. 4.10a i 4.10b można również wnioskować, że niezależnie od początkowej mikrostruktury naprężenie plastycznego płynięcia ustabilizowało się na podobnym poziomie. Najbardziej prawdopodobnym wyjaśnieniem tego zjawiska wydaje się być konieczność zmagazynowania podobnej ilości energii odkształcenia dla podtrzymania przemiany dynamicznej. Alternatywną hipotezą było to, że przemiana fazowa już zaszła i decydujący wpływ na charakter krzywej plastycznego płynięcie materiału zaczęły mieć inne mechanizmy zdrowienia. Analizując głębiej przedstawione efekty mikrostrukturalne natrafiono na podobne

problemy w przypadku przemiany zachodzącej w przeciwnym kierunku tj. ( $\gamma \rightarrow \alpha$ ) i opisanej przez Wenga jako mechanizm przemiany dynamicznej [25]. Autor stwierdził, że podstawową drogą dyfuzji dla tej przemiany są uwolnione dyslokacje. Jako że naprężenie plastycznego płynięcia jest bezpośrednio zależne od umocnienia dyslokacyjnego, a co za tym idzie gęstości dyslokacji, można sformułować hipotezę, że podobna wartość naprężenia uplastyczniającego obserwowanego podczas odkształcenia w czasie którego zachodzi przemiana dynamiczna spowodowana jest koniecznością osiągnięcia tej samej wartości gęstości dyslokacji umożliwiającej efektywną dyfuzję kontrolującą przebieg tworzenia się austenitu. Porównując wykresy na Rys. 4.10a i 4.10b z wykresem Rys. 4.10c można stwierdzić, iż naprężenie uplastyczniające w przypadku tych pierwszych stabilizuje się przy znacznie niższej wartości odkształcenia. Może to być spowodowane znacznie wiekszą intensywnością zachodzacej przemiany fazowej w wyższej temperaturze. Na wszystkich wykresach zaobserwowano również charakterystyczne falowanie przebiegu napreżenia, co najprawdopodobniej związane jest ze specyfiką testu na skręcanie. Problemów tych można uniknąć przez zastosowanie innego schematu stanu odkształcenia, co w drugim etapie badań pozwoli na dokładniejszą analizę charakterystyki mechanicznej badanych stali.

## 4.3.4 Produkty indukowanej odkształceniem przemiany odwrotnej

Próbki do badań metalograficznych, dla zrealizowanych schematów odkształcania w próbach skręcania, zostały wycięte w sposób zaprezentowany na Rys. 4.11. Pokazana na rysunku wartość szerokości przekroju, 72,4% promienia, związana jest z warunkami próby skręcania w której na tej właśnie głębokości zlokalizowany był punkt o zadanej wartości odkształcenia [75].



Rys. 4.11 Sposób wycięcia próbek do badań metalograficznych [75].

W celu zidentyfikowania składu fazowego otrzymanego z prób skręcania materiału posłużono się metodą trawienia pozwalającą na barwienie poszczególnych składników. Odczynnikiem trawiącym był roztwór zawierający 1% obj. Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oraz 4% obj. kwasu pikrynowego. Przed właściwym trawieniem struktura materiału została ujawniona przez 5s działaniem 1% nitalem. Ze względu na charakterystykę i rozmieszczenie fazy martenzytycznej powstałej przez "zamrożenie" austenitu, za najbardziej odpowiednią do tego celu metodę uznano skaningową mikroskopię elektronową, która pozwoliła na pokazanie morfologii dynamicznie utworzonego austenitu. Zgłady do tej operacji zostały przygotowane przez 5s trawienie 1% nitalem. Kluczowe znaczenie dla odpowiedniego uwydatnienia struktury austenityczniej miało końcowe polerowanie zawiesiną wodną Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Wyniki analizy zaprezentowane na Rys. 4.12. pokazują związki pomiędzy początkową mikrostrukturą a rozmieszczeniem austenitu powstałego w wyniku przemiany dynamicznej, Który "zamrożeniu" struktury przez chłodzenie strumieniem wody przemienił się w martenzyt widoczny na Rys. 4.12. c i 4.12. d jako ciemniejsze obszary.



*Rys. 4.12 Wpływ początkowej mikrostruktury na morfologię austenitu powstałego w wyniku przemiany dynamicznej.* 

Przede wszystkim da się zauważyć, że rozmieszczenie ziaren "indukowanego odkształceniem" austenitu jest podobne do rozmieszczenia granic ziaren w mikrostrukturze pierwotnej. W przypadku odkształcania mikrostruktury ferrytycznej powstały austenit zgrupowany był w relatywnie duże kolonie. Podczas odkształcania struktury częściowo odpuszczonego w czasie nagrzewania martenzytu (Rys. 4.12. a), powstające ziarna austenitu były bardziej równomiernie rozmieszczone. Analiza zdjęć wykonanych z wykorzystaniem mikroskopii skaningowej (Rys. 4.13.) pozwala stwierdzić, że w obu przypadkach austenit powstały w wyniku przemiany dynamicznej posiadał strukturę ultradrobnoziarnistą. Porównując wielkość pierwotnego ziarna ferrytu (Rys 4.12. b) z mikrostrukturą schłodzoną po odkształceniu (Rys.4.13. a) można dojść do wniosku, iż doszło do jego rekrystalizacji. Podobne ziarna ferrytu mogą być również zaobserwowane po odkształceniu struktury martenzytycznej. W celu jeszcze dokładniejszego opisu otrzymanych mikrostruktur przeprowadzono analizę ilościowa ułamka objętościowego fazy powstałej w wyniku przemiany oraz wielkości ziaren, wykorzystując metodę siecznych.



Rys. 4.13 Zamrożona mikrostruktura austenityczna w osnowie fazy nieprzemienionej powstała po odkształceniu i zahartowaniu nagrzanej do temperatury o 15°C niższej od Ac<sub>1</sub> mikrostruktury ferrytycznej - a) i martenzytycznej - b).

## 4.3.5 Analiza stopnia rozdrobnienia struktury austenitycznej

W przeprowadzonych badaniach rozważano trzy różne morfologie austenitu (Rys. 4.14.). Dwie wytworzone w wyniku podgrzania do temperatury 900°C struktury powstałej w wyniku dynamicznej przemiany odwrotnej oraz jedną, gruboziarnistą,

otrzymaną przez wygrzewanie w 1200°C. Zróżnicowanie stopnia rozdrobnienia austenitu umożliwiło przeprowadzenie analizy wpływu morfologii austenitu pierwotnego na produkty jego przemiany, przede wszystkim dynamicznej przemiany ferrytycznej.



Rys. 4.14 Struktura austenityczna powstała w wyniku przemiany dynamicznej ferrytu - a), martenzytu - b) oraz gruboziarnista struktura powstała po austenityzacji w 1200°C - c). Stal mikrostopowa (MA I).

#### 4.3.6 Proces wydzieleniowy indukowany odkształceniem

W celu wytworzenia dużej ilości indukowanych odkształceniem dyspersyjnych wydzieleń, w wybranych schematach odkształcania stali mikrostopwej zastosowano odkształcenie fazy austenitycznej. Parametry procesu odkształcania wybrano na podstawie obliczeń zaprezentowanych w rozdziale 4.2.2: odkształcenie  $\varepsilon_2$ =0.2 z prędkością  $\dot{\varepsilon}_2$  = 1, po czym wytrzymano materiał izotermicznie przez 300s w temperaturze 900°C. Takie warunki odkształcania, zarówno dla austenitu o strukturze drobnoziarnistej powstałej w wyniku dynamicznej przemiany odwrotnej, jak i gruboziarnistej, wolno schłodzonej po wyżarzaniu w temperaturze 1200°C (Rys. 4.14). pozwaliło, według przeprowadzonych obliczeń, na zajście procesu wydzieleniowego indukowanego odkształceniem. W celu jak najdokładniejszego opisu jego produktów przeprowadzono szczegółową analizę, poprzedzoną oceną metod badania wydzieleń faz obcych.

#### Metody analizy wydzieleń

Podstawową grupą metod stosowanych w badaniach wydzieleń faz obcych stanowią różnorodne techniki mikroskopowe. Ze względu na małe rozmiary ocena zarówno ich wielkości, morfologii, jak i składu znajduje się daleko poza fizycznymi możliwościami mikroskopii optycznej. Również wykorzystanie tradycyjnych technik skaningowej mikroskopii elektronowej nie pozwala na skuteczne badanie bardzo dyspersyjnych cząstek wydzieleń, zwłaszcza tych indukowanych odkształceniem. Dopiero zastosowanie nowoczesnych technik mikroskopii skaningowej pozwala zbliżyć się do odpowiedniej rozdzielczości. Znacznie szersze możliwości analizy umożliwia w tym wypadku zastosowanie transmisyjnej (prześwietleniowej) mikroskopii elektronowej (TME). Dwoma głównymi metodami są tutaj: technika cienkich folii oraz technika replik weglowych. Podstawowa zaleta pierwszej z nich jest możliwość obserwacji zależności krystalograficznych pomiędzy wydzieleniem a osnową. Technika replik weglowych służy bardziej do oceny ilościowej i polega na napyleniu warstwy węglowej na wytrawiony zgład zawierający wydzielenia, a następnie rozpuszczeniu znajdującego się pod spodem materiału. Technika ta pozwala na dokładniejsze uwydatnienie obserwowanych wydzieleń za cenę utraty informacji na temat osnowy. Rozwój nowych technik związanych z transmisyjną mikroskopią elektronową pozwolił również na dalszą poprawę rozdzielczości zarówno obserwacji morfologii, jak i analizy składu chemicznego. Alternatywą dla elektronowej mikroskopii transmisyjnej jest metoda APT (ang. Atom Probe Tomography). Metoda ta łącznie ze swoim wariantem APFIM (ang. Atom Probe Field Ion Microscope) umożliwia badanie rozmieszczenia atomów, jak również składu chemicznego na grubości pojedynczej warstwy atomowej. Podstawową jej zaletą jest możliwość rozróżnienia atomów wegla i azotu, natomiast podstawowym ograniczeniem jest mała dokładność danych statystycznych analizowanych wydzieleń ze względu na bardzo małą objętość badanego wycinka materiału. W celu uzyskania pełnego jakościowego oraz ilościowego opisu analizowanych cząstek wydzieleń faz obcych konieczne jest zastosowanie jednej z technik umożliwiających statystyczny opis mogący reprezentować całą objętość badanego materiału. W Tablicy 4.2 pokazano zestawienie popularnych metod stosowanych w badaniach wydzieleń faz obcych. Podkreślono metody, które zastosowano w obecnych badaniach.

Skrót	nazwa ang.	nazwa	min.	zalety	wady
ang.			wielkość		
	~		wydzieleń		
OM	Optical	Mikroskopia	kilka µm		Tylko duże
CEM	microscopy	optyczna	> 100		wydzielenia
SEM	Scanning	Skaningowa	>100nm	Mozliwosc analizy	
	Electron	mikroskopia		składu cnemicznego o	
EESEM	Field amission	elektronowa	5.000	rozdzielczości ~1µm	
LESEM	SEM		~31111		
LVSEM	Low-voltage		~10nm		
	SEM				
TEM	Transmission	Transmisyjna			
	electron	mikroskopia			
	microscopy	elektronowa		N . :1:	A
	I hin foils	Cienkie folie		Mozliwosc analizy	Analiza ilosciowa
				zalezhosel	konjegzność
				wydzielenie-osnowa	noznania grubości
				wydzielenie osnowa	folii (ułatwiona
					dzieki FIB)
	Carbon	Repliki		Brak wpływu osnowy	Bardzo trudna
	replicas	węglowe		zaciemniającego obraz	analiza ilościowa.
				wydzieleń.	Problematyczna
					przy zróżnicowanej
					wielkości cząstek.
	With field-				
	emission gun				
	Electron		Kilka	Analiza składu	
	energy loss		warstw	chemicznego do	
	(EELS)		atomow	1-2nm	
SANS	Small angle		1-100nm	Metoda nieniszczącą	Brak możliwości
SAND	neutron		1-1001111	Duża obietość	rozróżnienia typu
	scattering			analizowanego	wydzieleń
				materiału.	Konieczność
				Analiza rozkładu	dostępu do źródła
				wielkości cząstek i	neutronów.
				ułamka	Wymagana osnowa
				objętościowego.	ferromagnetyczna.
APT	Atom probe		Atom	Analiza 3D.	
	tomography			Możliwość analizy	
				składu chemicznego na	
				głębokość jednej	
ADEDA	A tone must -		Drossie	warstwy atomowej.	Dráhla malaziteli
APFIM	Atom probe		atom	JW. Z MOZIIWOSCIĄ	riobka ma kształt
	microscope		atolli	wykrywania in i C ula wydzieleń wielkości	objetość znacznie
	meroscope			1nm	mniejsza niż TEM
					Trudna preparatyka
	Matrix	Rozpuszczanie		Możliwość analizy	Konieczność
	dissolution	osnowy		ilościowej, rozkładu i	stosowania
	_	5		składu chemicznego	dodatkowych metod
				cząstek z dużej	identyfikacji
				objętości.	otrzymanych
					cząstek.

Tablica. 4.2. Metody stosowane do obserwacji i analizy wydzieleń

#### Rozdział 4 – Badania doświadczalne – część I

Skupiono się przede wszystkim na opisie jakościowym oraz dokładnym określeniu wielkości i składu chemicznego, zwłaszcza najmniejszych cząstek. Dodatkowym zadaniem było umiejscowienie wydzieleń względem granic ziaren. Z tego powodu jako podstawową wybrano metodę replik ekstrakcyjnych. Ze względu na usunięcie osnowy możliwe było zaobserwowanie niezwykle małych wydzieleń przy jednoczesnej możliwości obserwacji znacznej powierzchni próbki. Ma to duże znaczenie ze względu na niejednorodność badanych mikrostruktur. Dodatkowo wielofazowy charakter materiału znacznie utrudniałby przygotowanie próbek do technik APT metodami chemicznymi.



*Rys. 4.15 Wydzielenia ujawnione za pomocą mikroskopii skaningowej (oznaczone czerwonymi okręgami).* 

Próbki do badań przygotowano lekko wytrawiając zgład 2% nitalem, co sprawiło że wydzielenia znajdujące się w materiale zaczęły wystawać nad powierzchnię. Udało się je zaobserwować za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego Zeiss Supra 55VP FEG SEM, ze źródłem elektronów wykorzystującym emisję polową. Pozwalało to na zaobserwowanie największych wydzieleń, bez możliwości analizy ich składu. Aby przygotować replikę ekstrakcyjną napylono warstwę węgla o grubości około 5nm. Tak przygotowaną warstwę z wydzieleniami odsłoniętymi podczas pierwszego trawienia odłączono od osnowy za pomocą 10% nitalu, spłukano w kąpieli etanolu i wyłowiono za pomocą siatek miedzianych. Problemy związane z bardzo zróżnicowanym rozmiarem cząstek zostały przezwyciężone przez zastosowanie gęstych siatek miedzianych do wyławiania replik (siatka heksagonalna o gęstość 300-1500 linii/cal). Ich zastosowanie pozwoliło też na lepsze zachowanie widocznej na replikach morfologii osnowy. Niemniej jednak, w wyniku naprężeń działających w folii węglowej

konieczne było przeprowadzenie obserwacji w jak najkrótszym czasie od wykonania próbek (najlepiej w czasie krótszym od jednej godziny). Do obserwacji wykorzystano transmisyjny mikroskop elektronowy "JEOL JEM 2100 LaB<sub>6</sub>" Maksymalna rozdzielczość punktowa wynosiła 0,23nm natomiast dla płaszczyzn 0,14nm. Zastosowano napięcie przyspieszające 200kV. Obserwacje były prowadzone w jasnym polu widzenia.

W tym rozdziale przedstawiono wstępną analizę występujących w materiale wydzieleń, natomiast bardziej szczegółowa analiza składu chemicznego została przeprowadzona w rozdziale 5.1.4.

#### Wyniki analizy wydzieleń

Obserwacje replik węglowych pokazały iż w materiale znajdują się dwa, różniące się zasadniczo rozmiarami typy wydzieleń. Pierwsze z nich stanowiące grupę wydzieleń dużych posiadały prostopadłościenny kształt (Rys. 4.16) i były widoczne również za pomocą mikroskopu skaningowego (Rys. 4.15). Jak wykazały późniejsze badania doświadczalne wydzielenia te zawierały duże ilości Ti oraz Nb, co sugeruje iż nie zostały one rozpuszczone w czasie wyżarzania nawet w 1200°C.



Rys. 4.16 Wydzielenia bogate w Ti.

Drugą grupę wydzieleń stanowiły znacznie drobniejsze cząstki o wielkości poniżej 10nm, przy czym średnica najmniejszych była mniejsza od 2nm, co pokazano na Rys. 4.17. Prążki na rysunku odpowiadają pojedynczym płaszczyznom atomowym. Wydzielenia takie stanowią przeszkody dla ruchu dyslokacji, przez co istotnie zwiększają ilość energii wytwarzanej w trakcie odkształcania. Badania składu chemicznego wykazały, iż nie zawierają one wykrywalnych ilości Ti co sugeruje, iż w temperaturze 1200°C były rozpuszczone i powstały w trakcie przeróbki cieplno-plastycznej [34].


*Rys. 4.17 Indukowane odkształceniem wydzielenie węglika niobu powstałe na drobnoziarnistym austenicie.* 

# 4.4 Indukowana odkształceniem struktura ferrytyczna

Program przeprowadzonych badań PCM zamieszczono w Tablicy 4.3. Przygotowaną w pierwszym etapie badań strukturę austenityczną poddano przyspieszonemu chłodzeniu i odkształceniu w celu wywołania dynamicznej przemiany ferrytycznej w drugim etapie doświadczeń zrealizowanych zgodnie z Tablicą 4.3 i schematem przedstawionym na Rys. 4.18 . Należy nadmienić, że zaprezentowany schemat przedstawia najbardziej skomplikowany wariant. Pozostałe są jego uproszczeniami, w których pominięto niektóre operacje.

	Nr	<i>T</i> <sub><i>r</i></sub> , °C	<i>CR</i> <sub>r</sub> , °C/s	HR1 °C/s	<i>T</i> <sub><i>d</i>1</sub> , °C	E <sub>SRT</sub>	$\dot{\varepsilon}_{SRT},$ s <sup>-1</sup>	HR1b, °C/s	<i>T</i> <sub><i>d</i>2</sub> , °C	$\mathcal{E}_P$	$\dot{arepsilon}_P { m s}^{-2}$	t, s	CR₂, °C∕s	<i>T</i> <sub><i>d</i>3</sub> , °C	$\mathcal{E}_{DSIT}$	έ <sub>DSIT</sub> s <sup>-1</sup>	CR₃, °C/s
Mikrostopowa	Y1	-	-	5	-	-	-	5	900	-	-	60	30	765	0.5	10	WQ
	Y2	1200	WQ	5	800	1	1	5	900	-	-	300	30	765	-	-	WQ
	Y3	1200	WQ	5	800	1	1	5	900	-	-	300	30	765	0.8	1	WQ
	Y4	1200	WQ	5	800	1	1	5	900	0.2	10	300	30	765	0.8	1	WQ
	Y5	-	-	5	800	-	-	5	900	0.2	10	300	30	765	0.8	1	WQ
IF	IF1	1025	160	5	912	1	1	5	950	-	-	60	30	892	1	1	160
	IF1	1025	160	5	-	-	-	5	950	-	-	60	30	892	1	1	160

Tablica 4.3. Zestawienie zastosowanych w badaniach schematów przeróbki cieplnomechanicznej.

P P 04 P

Przemiana dynamiczna w czasie nagrzewania

Proces wydzieleniowy indukowany

odkształceniem

Przemiana dynamiczna podczas chłodzenia

Hartowanie



*Rys.* 4.18. Uproszczony schemat przeróbki cieplno-mechanicznej zastosowanej w badaniach własnych.

## 4.4.1 Analiza naprężenia plastycznego płynięcia w trakcie przemiany fazowej

Na Rys. 4.19. przedstawiono porównanie wybranych krzywych plastycznego płynięcia badanych stali poddanych procesom odkształcania na maszynie ASP w warunkach, w których zachodziła DPF. Odkształcenie zadane w celu sprowokowania DPF oznaczono jako ɛ<sub>DSIT</sub>. Podstawowym efektem, który można zauważyć na zaprezentowanych wykresach jest obniżenie wartości maksymalnego naprężenia w przypadku odkształcania austenitu drobnoziarnistego. Efekt ten stoi w sprzeczności do oczekiwań, zgodnie z którymi zmniejszenie wielkości ziaren powoduje wzrost własności wytrzymałościowych (równanie Halla-Petcha). Stąd można wyciągnąć wniosek, że stopień rozdrobnienia mikrostruktury austenitu był na tyle silny, że występujący poślizg po granicach ziaren ułatwiał proces plastycznego płynięcia, co skutkowało obniżeniem obserwowanych naprężeń lub zintensyfikowaniem procesów zdrowienia odkształcanej mikrostruktury w wyniku zachodzacej DPF. Dodatkowym czynnikiem wskazującym na obecność DPF jest fakt, iż wprowadzenie dodatkowego mechanizmu umocnienia, czyli wydzieleń indukowanych odkształceniem, które również intensyfikują przemianę przez wzrost prędkości zarodkowania, powoduje dalsze zmniejszenie tego naprężenia. W przypadku austenitu o typowej wielkości ziaren wprowadzenie wydzieleń powoduje widoczny efekt umocnienia materiału. Po szybkim przyroście naprężenia plastycznego płynięcia, następuje widoczny spadek, sugerujący wystąpienie mechanizmu zdrowieniowego. Opisany efekt obniżenia naprężenia plastycznego płynięcia wraz ze wzrostem stopnia rozdrobnienia mikrostruktury austenitu jest jeszcze bardziej widoczny w przypadku stali IF (Rys. 4.19b).



Rys. 4.19. Porównanie krzywych płynięcia materiału podczas odkształcenia indukującego przemianę fazową dla stali mikrostopowej - a) oraz typu IF - b). Oznaczenia jak w Tablicy 4.3.

#### 4.4.2 Produkty indukowanej odkształceniem przemiany ferrytycznej

Na Rys. 4.2 przedstawiono wybrane, reprezentatywne przykłady wpływu różnej morfologii austenitu na produkty jego przemiany, jako efekt dalszej przeróbki cieplnomechanicznej dla próbki MA1. Dodatkowo w ramkach podane zostały charakterystyki ilościowe obserwowanych mikrostruktur tj. ułamek objętościowy ferrytu  $V_{V\alpha}$  oraz wielkość ziarna  $L_{L\alpha}$ . Schematy Y1 oraz Y5 wykorzystują początkową strukturę austenityczną o wielkości ziarna zbliżonej do tej występującej po typowych procesach PCM, pozostałe schematy wykorzystują umożliwiły wykorzystanie efektów odkształcania podczas nagrzewania w celu wywołania dynamicznej przemiany odwrotnej. Przemiana ta zachodzi, gdy odkształcenie realizowane jest pomiędzy temperaturą  $Ae_1$  i  $Ac_1$ , w tym przypadku ustalono ją na 15°C niższą od  $Ac_1$ .

Zastosowanie przedstawionych umożliwiło powyżej procesów PCM wytworzenie ultradrobnoziarnistej mikrostruktury austenitu. Zastosowane schematy odkształcania pozwoliły również na uwzględnienie roli indukowanego odkształceniem procesu wydzieleniowego. Niemniej, podstawowym celem zrealizowanych schematów odkształcania wpływu różnych parametrów procesowych była ocena i mikrostrukturalnych na kinetykę i produkty DPF.



*Rys. 4.20. Wpływ morfologii austenitu przygotowanego w wyniku różnej historii odkształcania w warunkach PCM na mikrostrukturę produktów jego przemiany.* 

Przykłady zrealizowanych schematów odkształcania przedstawiono na Rys.4.2. Schemat Y1 przedstawia efekty mikrostrukturalne spowodowane DPF po procesach tradycyjnej PCM. Po zastosowaniu takiej historii odkształcania uzyskano najniższy ułamek przemiany wynoszący około 40%. Schemat Y2 prezentuje produkty przemiany austenitu w ferryt nie zachodzącej w czasie odkształcenia na ultradrobnoziarnistej strukturze austenitu, powstałego na drodze dynamicznej przemiany odwrotnej, którego

wielkość ziarna wynosiła około 1µm. Dla tego schematu zaobserwowano większy postęp w przemianie ferrytycznej. Wielkość wynikowego ziarna ferrytu jest tu jednak większa niż w przypadkach z ferrytyczną przemianą indukowaną odkształceniem. Schemat Y3 jest połaczeniem procesów zaawansowanej PCM w schematach Y1 i Y2. Końcowa mikrostruktura wytworzona w ten sposób cechuje się wysokim ułamkiem przemiany wynoszącym prawie 80% i bardzo drobnym ziarnem ferrytu. Schemat Y4 jest rozwinięciem schematu Y3 o odkształcenie indukujące proces wydzieleniowy w austenicie. Zabieg taki spowodował dalsze rozdrobnienie struktury ferrytycznej oraz zwiększenie ułamka przemiany sięgającego około 80%. Ostatnim zaprezentowanym schematem jest połaczenie procesu wydzieleniowego indukowanego odkształceniem z indukowaną odkształceniem przemianą ferrytyczną dla początkowej wielkości ziarna austenitu odpowiadającej tej, spotykanej po tradycyjnych procesach przeróbki cieplnoplastycznej (Y5). Efektem takiego postępowania była mikrostruktura charakteryzująca się stopniem rozdrobnienia ziarna ferrytu i ułamkiem przemienionej fazy zbliżonych do schematu poprzedniego. Taka mikrostruktura jest dowodem na to, iż drobne wydzielenia indukowane odkształceniem mogą być równie efektywnymi miejscami zarodkowania co silnie rozdrobniona struktura austenityczna. Zaprezentowane tutaj schematy stanowią reprezentatywną część prowadzonych badań, które zostały szerzej opisane w następujących publikacjach [75,76,85]. Schematy odkształcania, mające pozwolić na ocenę wpływu zmiany prędkości odkształcenia na mikrostrukturę nie pokazały istotnych zależności, prawdopodobnie ze względu na zbyt małe różnice w zastosowanych prędkościach.

#### Produkty przemiany dynamicznej w stalach typu IF

Produkty indukowanej odkształceniem przemiany ferrytycznej w stalach typu IF pokazano na Rys. 4.21. Na pierwszy rzut oka widać, iż uzyskane ziarno jest znacznie większe niż w przypadku stali mikrostopowej, niemniej w dalszym ciągu pozostaje widoczne rozdrobnienie ziarna spowodowane większą liczbą miejsc zarodkowania. Dodatkowo w przypadku struktury zarodkującej na gruboziarnistym austenicie widoczne są ślady podstruktury w niektórych ziarnach ferrytu. Duże ziarna są najprawdopodobniej efektem niehamowanego np. wydzieleniami rozrostu po przemianie. Dodatkowo ze względu na znacznie mniejszą zawartość węgla, jego dyfuzja nie opóźniała w takim stopniu wzrostu ziarna, jak w przypadku stali mikrostopowych. Kolejnym efektem obserwowanym w przypadku stali IF było powstawanie makroskopowych pasm ścinania o strukturze ultradrobnoziarnistej (Rys 4.22).



Rys. 4.21 Indukowana odkształceniem struktura ferrytyczna uzyskana z austenitu drobnoziarnistego - a) oraz gruboziarnistego - b).



Rys. 4.22 Struktura wewnątrz pasma ścinania dla najbardziej złożonego schematu odkształcania stali IF.

Podsumowując, w zaprezentowanych badaniach potwierdzono dwie skuteczne drogi wytworzenia ultradrobnoziarnistej struktury za pomocą DPF. Pierwsza z nich to zastosowanie ultradrobnoziarnistej struktury austenitu, natomiast druga polega na wykorzystaniu procesu wydzieleniowego indukowanego odkształceniem. Dodatkowo można zauważyć, iż w przypadku gruboziarnistej struktury austenitu, ferryt jest skupiony na granicach ziaren, a martenzyt tworzy łączące się ze sobą obszary, natomiast dla powstałego z ultradrobnoziarnistego austenitu tworzy małe porozdzielane wyspy w osnowie ferrytycznej, przy czym są one mniejsze w przypadku wystąpienia procesu wydzieleniowego.

# 4.5 Wnioski z pierwszej części badań doświadczalnych

Głównym efektem zrealizowanych w I części badań doświadczalnych była przeprowadzona analiza oraz ocena wpływu szerokiego spektrum parametrów procesowych na przebieg przemian fazowych indukowanych odkształceniem - w niskowęglowych stalach mikrostopowych oraz IF, umacnianych wydzieleniowo i roztworowo.

Porównanie ferrytu powstałego w sposób dynamiczny z odmiennych struktur początkowych austenitu oraz charakterystyk plastycznego płynięcia podczas tej przemiany pozwoliło na zaobserwowanie zjawisk i mechanizmów, które tłumaczą morfologie uzyskanych mikrostruktur. Udowodniono, że niezależnie od struktury pierwotnej przemiana indukowana odkształceniem jest również efektywnym sposobem na wytworzenie ultradrobnoziarnistego austenitu. Niemniej, w przypadku odkształcenia martenzytu ułamek jego przemiany w austenit jest wyższy, a struktura austenityczna jest bardziej równomiernie rozmieszczona.

Ogólnie zaobserwowano, że większa liczba przeszkód dla przemieszczających się dyslokacji powodowała szybszy przyrost gęstości dyslokacji, a w konsekwencji zakumulowanej energii odkształcenia powodowała zaobserwowanie bardziej intensywnych mechanizmów zdrowieniowych objawiających się spadkiem krzywej płynięcia. Mechanizm ten zidentyfikowano jako DPF. W efekcie dało to większy ułamek przemiany przy tej samej wielkości odkształcenia. Uzyskane w I części badań doświadczalnych wyniki pozwalają na stwierdzenie, że podobnie jak w przypadku przemiany statycznej głównymi czynnikami kontrolującymi dynamiczną przemianę ferrytyczną są:

- Skład chemiczny stali oraz wynikające z tego temperatury charakterystyczne przemian.
- Stopień przechłodzenia wynikający z zastosowanej prędkości chłodzenia.
- Wielkość odkształcenia.
- Obecność wydzieleń, zwłaszcza dyspersyjnych wydzieleń indukowanych odkształceniem.
- Wielkość ziarna pierwotnego austenitu.

# 5. Badania doświadczalne – część II

Pierwszy etap przeprowadzonych w pracy doświadczeń pozwolił nie tylko odpowiedzieć na wcześniej zadane pytania, ale również postawić nowe, odnoszące się bezpośrednio do natury przemiany dynamicznej. Najważniejsze z nich to:

- Jak dokładnie przebiega proces zarodkowania przemiany indukowanej odkształceniem i jaki jest wpływ morfologii fazy odkształcanej?
- Dlaczego wpływ wydzieleń na produkty dynamicznej przemiany ferrytycznej jest tak znaczący?
- Jakie procesy zdrowieniowe zachodzą w fazie przemienionej?
- Jakie są praktyczne możliwości wykorzystania dynamicznej przemiany ferrytycznej?

W I części badań doświadczalnych udało się potwierdzić, że dynamiczna przemiana ferrytyczna może być efektywnym sposobem na wytworzenie struktury ultradrobnoziarnistej w badanych stalach mikrostopowych i IF. Kolejny II etap badań miał pomóc w znalezieniu odpowiedzi na pytanie: jakie podstawowe mechanizmy mikrostrukturalne biorą w tym udział oraz jak można proces DPF zoptymalizować? Bezpośrednim efektem tak sformułowanych pytań było sprecyzowanie założeń i zadań badawczych dla II etapu badań doświadczalnych, wśród których wyróżnić należy:

- Zmiana warunków odkształcania przede wszystkim schematu stanów naprężenia i odkształcenia na bardziej zbliżone do rzeczywistych procesów przemysłowych.
- Identyfikacja etapów przemiany.
- Zdefiniowanie uprzywilejowanych miejsc zarodkowania dla ferrytycznej przemiany dynamicznej oraz procesów mikrostrukturalnych towarzyszących przemianie.
- Zrozumienie roli morfologii fazy podlegającej przemianie dynamicznej w kształtowaniu struktury po przemianie.
- Wytypowanie najbardziej korzystnych, z punktu widzenia jakości wyrobu gotowego, schematu przeróbki cieplno-mechanicznej z wykorzystaniem DPF.

Reasumując, II etap badań doświadczalnych miał za zadanie dokładne prześledzenie przemian dynamicznych i procesów mikrostrukturalnych im towarzyszących w celu zdefiniowania najbardziej korzystnych dla rozdrobnienia struktury ferrytycznej warunków DPF.

#### Stanowisko badawcze

Tak sformułowane zadania badawcze wymagały zastosowania nowych narzędzi. W II etapie badań doświadczalnych zdecydowano się również na zmianę schematu stanu odkształcenia. W miejsce symulatora termomechanicznego do badań wykorzystano dynamiczną maszynę wytrzymałościową (High strain-rate compression test machine) firmy Servotest bedaca na wyposażeniu Institute for Frontier Materials Geelong, Australia - gdzie Autor przebywał na półrocznym stażu. Wykorzystane stanowisko badawcze pozwoliło na zwiększenie dokładności w ocenie związków pomiędzy rozwojem mikrostruktury a naprężeniem plastycznego płynięcia. Między innymi zlikwidowano charakterystyczne oscylacje naprężenia, związane z trudnością współosiowego ustawienia uchwytów w próbach skręcania. Oczywiście wiązało się to pewnym kompromisem, tzn. brakiem możliwości rejestrowania danych Ζ dylatometrycznych oraz koniecznością uwzględnienia wpływu tarcia na powierzchni styku narzędzia i ściskanej próbki. W celu wyznaczenia kinetyki przemiany wykorzystano wyniki badań metalograficznych. Znacznie niższe koszty wykonania próbek oraz zdecydowanie mniejsza objętość chłodzonego materiału pozwoliły rejestrować "zamrożone" mikrostruktury dla poszczególnych etapów przemiany, a co za tym idzie zwiększyć dokładność analizy. Jako środka smarującego użyto heksagonalnego azotku boru, ponieważ wykazuje on bardzo dobre właściwości użytkowe w temperaturach zastosowanych procesów PCM (Rys. 5.1). Wpływ tarcia, choć niewątpliwie bardzo istotny, był podobny dla każdego z testów, co pozwoliło rejestrować punkty charakterystyczne na krzywej płynięcia w sposób powtarzalny. Do ściskania wykorzystano cylindryczne próbki o średnicy 10 mm i wysokości 15mm.



*Rys. 5.1. Porównanie współczynników tarcia grafitu oraz wykorzystanego w badaniach azotku boru [77].* 

Stanowisko badawcze składało się z pieca, w którym znajdowały się narzędzia napędzane hydraulicznie ze skokiem ograniczanym za pomocą klina, jednostki do obróbki cieplnej, wyposażonej w cewkę indukcyjną, dysze powietrzne do kontrolowanego chłodzenia, dysze wodne do "zamrażania" mikrostruktury, dysze argonu zapobiegające nadmiernemu utlenieniu oraz ramienia robota trzymającego i transportującego próbkę z podłączoną termoparą. W skład urządzenia wchodził też komputer sterujący oraz jednostki dostarczające odpowiednie media jak olej pod ciśnieniem, woda, powietrze, energia elektryczna.



Rys. 5.2 Stanowisko badawcze wykorzystane w drugiej części badań doświadczalnych.

Odpowiednie, całkowite odkształcenie i naprężenie dla prób ściskania obliczono z następujących zależności:

$$\varepsilon = -\ln(h/h_0) \tag{11}$$

$$\sigma = -1000 * F/((h_0 \pi (\phi/2)^2)/h)$$
(12)

#### Materiał badawczy

W tej części badań doświadczalnych wykorzystano stal mikrostopową, oznaczoną wcześniej jako MAII (Tablica 4.1). Różni się ona od poprzednio wykorzystanej stali MAI zamianą dodatku boru na molibden. Oba te pierwiastki poprawiając hartowność opóźniają statyczną przemianę ferrytyczną, powiększając tym samym okno procesowe. Dodatkowo molibden może tworzyć wydzielenia, więc na podstawie uzyskanych wyników można przypuszczać, że wprowadzenie tego pierwiastka stopowego spowoduje dalszą intensyfikację przemiany dynamicznej.

# 5.1 Wyznaczenie optymalnych warunków dla przygotowania struktury austenitycznej

Korzystając z wyników I części badań doświadczalnych wybrano dwie drogi przygotowania austenitu o różnej morfologii dla dynamicznej przemiany ferrytycznej. Pierwsza z nich wykorzystuje ultradrobnoziarnisty austenit powstały w wyniku dynamicznej przemiany odwrotnej. Ten cykl doświadczeń został poddany dodatkowej analizie i optymalizacji w celu ograniczenia rozrostu ziarna powstałego ferrytu. W drugiej grupie doświadczeń wykorzystano indukowany odkształceniem proces wydzieleniowy w osnowie gruboziarnistego austenitu.

# 5.1.1 Zarodkowanie i wzrost ziarna w trakcie przemiany dynamicznej

Mikrostruktura materiału wyjściowego wykorzystanego w tej części badań była typową dla tego gatunku stali mikrostopowej strukturą ferrytyczno-perlityczną (Rys. 5.3 a). W celu rozpuszczenia znajdujących się w stanie wyjściowym wydzieleń i uzyskania bardziej równomiernego rozmieszczenia węgla, zastosowano wyżarzanie w temperaturze 1200°C przez 1h. W celu ochrony przed wpływem atmosfery pieca próbki umieszczono w torebce ze stali żaroodpornej. Po wyżarzaniu materiał został zahartowany w wodzie uzyskując strukturę w pełni martenzytyczną (Rys. 5.3 b).



*Rys.* 5.3 *Mikrostruktury: materiał wyjściowy - a) oraz po zahartowaniu - b).* 

#### Analiza przemiany statycznej

Kolejnym krokiem w realizacji badań etapu II było wyznaczenie temperatury rozpoczęcia przemiany statycznej podczas nagrzewania, z uwzględnieniem drobnych opóźnień związanych ze specyfiką pracy maszyny wytrzymałościowej, wynoszących około 1,6s (Rys. 5.4. a). Doświadczenie polegało na nagrzaniu cylindrycznej próbki z predkościa 5°C/s do różnych temperatur, przeniesieniu z jednostki obróbki cieplnej (FTTU - ang. Fast Thermal Treatment Unit) do pieca, w którym następuje odkształcanie, odczekaniu czasu potrzebnego na jałowy ruch narzędzi, powrocie do FTTU i zahartowaniu próbki strumieniem wody. Umożliwiło to upewnienie się, że powstałe zarodki fazy austenitycznej w czasie przemiany są rzeczywiście efektem odkształcenia. Na Rys. 5.4. a przedstawiono schemat PCM oraz ułamek objętościowy fazy przemienionej w zależności od temperatury nagrzewania. Można zauważyć, że wykres zmian ułamka przemiany układa się wzdłuż linii teoretycznej zawartości austenitu przesuniętej o 75°C. Wykorzystując przedstawione dane wybrano 740°C jako temperaturę rozpoczęcia odkształcenia. Badania metalograficzne przeprowadzono na przekroju poprzecznym w osi symetrii próbki, w połowie jej wysokości. Przygotowano zgłady metalograficzne, które lekko wytrawiono 3% nitalem, a następnie roztworem 6g kwasu pikrynowego, 10ml wody i 5ml kwasu octowego w 100ml etanolu. Do obliczeń ilościowych wykorzystano metodę siecznych analizując obrazy dla kilku losowo wybranych obszarów ze środkowej części próbki.



Rys. 5.4 Porównanie kinetyk przemiany statycznej - a) oraz dynamicznej - b).

#### **Odkształcanie**

Badania rozpoczęto od zadania największego zakładanego w planie badań odkształcenia, tj.  $\varepsilon_I$ = 1. Po wyznaczeniu krzywej płynięcia oraz dodaniu krzywej różniczkowej w celu zwiększenia dokładności analizy wybrano cztery dodatkowe wartości odkształcenia w punktach, w których następuje zmiana kierunku krzywej różniczkowej (Rys. 5.5 b). Punkty te są miejscami, w których należało oczekiwać szczególnie aktywnego rozwoju mikrostruktury. Po każdym odkształceniu próbka była chłodzona wodą w celu "zamrożenia" mikrostruktury do badań metalograficznych.



Rys. 5.5 Krzywa plastycznego płynięcia badanej stali - a), oraz krzywa różniczkowa z zaznaczonymi punktami charakterystycznymi - b).

#### Zaobserwowane zjawiska mikrostrukturalne

Na Rys. 5.6 przedstawiono porównanie mikrostruktury dla podobnego ułamka objętościowego przemiany statycznej i dynamicznej. Ciemniejsza faza jest martenzyt powstały z zarodkującego austenitu, natomiast jaśniejszą jest martenzyt odpuszczony podczas nagrzewania. Można zauważyć, iż austenit powstający przez nagrzanie powyżej temperatury  $A_{c1}$  występuje w postaci ziaren znacznie większych niż austenit na podobnym etapie przemiany powstający w czasie odkształcania w temperaturze niższej. Analizując struktury powstałe w wyniku małych odkształceń pokazane na Rys. 5.7.b widzimy, iż przy najmniejszym odkształceniu otrzymano stosunkowo duże zarodki zlokalizowane, przede wszystkim, wzdłuż granic pierwotnego austenitu. Przy zwiększeniu odkształcenia zaobserwowano znaczna liczbę drobniejszych zarodków umiejscawiających się dodatkowo na granicach płytek martenzytu. Porównując te dwa przypadki z pozostałymi obserwacjami można zauważyć znaczne podobieństwo tego drugiego do innych zarodkujących dynamicznie, natomiast pierwszy jest podobny do produktów zarodkowania nie związanego z odkształcaniem. Stad wniosek, iż odkształcenie równe 0,035 przyspieszyło przemianę, sprawiając że zaszła ona pomiędzy jego zakończeniem a chłodzeniem (gdy nie zachodziła dla nieodkształconego materiału). Natomiast odkształcenie równe 0,085 zainicjowało DPF.



Rys. 5.6 Porównanie morfologii austenitu powstałego w wyniku przemiany statycznej dla rosnącej temperatury, w której przemiana podczas nagrzewania została przerwana, oraz dynamicznej z rosnącym odkształceniem dla podobnego ułamka przemiany.



Rys. 5.7 Zarodkowanie przemiany dla małych wartości odkształcenia 0,035 - a), 0,085 - b) pokazane za pomocą analizy EBSD z wykorzystaniem kontrastu "band sople" (ciemne obszary to martenzyt powstały z zarodków austenitu).

#### 5.1.2 Procesy towarzyszące przemianie

Kolejnym procesem mikrostrukturalnym zachodzącym w trakcie odkształcania przegrzanego martenzytu jest zarodkowanie fazy ferrytycznej. Dla odkształcenia 0,45 ferryt stanowi już dominujący składnik mikrostruktury, natomiast gdy odkształcenie wzrosło do 1 odpuszczony martenzyt zupełnie ustąpił równoosiowym ziarnom ferrytu ulokowanym pomiędzy ziarnami zarodkującego austenitu (Rys. 5.8.a). W celu rozwiania wątpliwości odnośnie składu fazowego otrzymanej mikrostruktury przeprowadzono analizę za pomocą dyfrakcji rentgenowskiej, która wykluczyła obecność austenitu szczątkowego (Rys. 5.8. b).



Rys. 5.8 Równoosiowe ziarna ferrytu powstałe w miejsce odpuszczonego martenzytu, z widocznymi wydzieleniami - a). Wynik analizy rentgenowskiej - b).

## 5.1.3 Procesy zachodzące po zakończeniu odkształcenia

Po zakończeniu procesu odkształcania badany materiał został nagrzany w celu uzyskania struktury w pełni austenitycznej. W celu identyfikacji procesów obecnych w trakcie nagrzewania, po ustabilizowaniu się temperatury próbkę zahartowano strumieniem wody. Mikrostrukturę powstałą w próbce po zahartowaniu pokazano na Rys. 5.9. Łatwo zauważyć, iż obok bardzo drobnych ziaren, znanych z mikrostruktur zahartowanych bezpośrednio po zakończeniu odkształcenia, widoczne są również większe. Najprawdopodobniej powstały one w wyniku rozrostu ziaren zarodkujących dynamicznie po podwyższeniu temperatury.



*Rys. 5.9 Różnica pomiędzy austenitem powstałym dynamicznie i statycznie (metadynamicznie) po nagrzaniu materiału do 900°C.* 

Podstawowym założeniem tego etapu badań było wytworzenie struktury w pełni austenitycznej przy jednoczesnym zahamowaniu jej rozrostu. W tym celu przeprowadzono serie doświadczeń polegających na podgrzewaniu materiału do różnych temperatur, a następnie chłodzeniu wodą dla "zamrożenia" uzyskanej mikrostruktury austenitycznej. Jak pokazano na Rys. 5.1. najwyższa temperatura, w której uzyskano oczekiwany efekt wynosiła 900°C. W temperaturach niższych przemiana nie zachodziła całkowicie, natomiast w wyższych niż 950°C dochodziło do rozrostu ziarna.



*Rys.* 5.10 Morfologia struktury austenitycznej po nagrzaniu do temperatury 860°C i 900°C  $\varepsilon_{SRT}=0,45.$ 

#### 5.1.4 Proces wydzieleniowy indukowany odkształceniem

Drugą ścieżką przygotowania austenitu dla dynamicznej przemiany ferrytycznej było uwzględnienie procesu wydzieleniowego indukowanego odkształceniem. Podstawowym celem w tym wypadku było wprowadzenie jak największej liczby drobnych wydzieleń w celu umocnienia wydzieleniowego, a co za tym idzie potencjalnego zwiększenia energii zmagazynowanej w materiale w czasie odkształcania.

#### Wytworzenie wydzieleń

W celu dokładnego zbadania wpływu wydzieleń indukowanych odkształceniem na przyspieszenie dynamicznej przemiany ferrytycznej wykonano testy ściskania dla przygotowanych schematów PCM. Doświadczenia rozpoczynały się od nagrzewania materiału do temperatury 1200°C i wytrzymania przez półtorej godziny co dawało czas na ujednorodnienie składu chemicznego oraz przeprowadzenie do roztworu wiekszości pierwiastków mikrostopowych. Tak uzyskane próbki zahartowano. Po zainstalowaniu w ramieniu symulatora termomechanicznego ponownie nagrzano je do 1200°C w celu rozpuszczenia ewentualnych drobnych wydzieleń, które mogłyby się wytworzyć w trakcie obróbki cieplnej i po wytrzymaniu przez 10 minut chłodzono do temperatury dalszej PCM. Takie postępowanie było wymuszone przez konieczność ochrony ramienia symulatora oraz próbki przed działaniem atmosfery (ze względu na brak pełnej szczelności urządzenia oprócz podawanego argonu próbka miała kontakt z rozrzedzonym powietrzem). Tak przygotowany materiał poddawano odkształceniu  $\varepsilon_p=0,3$ . Wartość ta została wyznaczona według metodyki opisanej w rozdziale 4.2.2. Następnie, w celu obserwacji wpływu wydzieleń o różnej dyspersji wytrzymywano przez 10, 100, 300, 1000s, po czym chłodzono i zadano odkształcenie  $\varepsilon_p = 1$ , indukujące przemianę dynamiczną. Ostatecznie badano różnice w uzyskanej mikrostrukturze. Przeprowadzono również analizę wydzieleń znajdujących się w materiale po wyżarzaniu przez hartowanie z temperatury 900°C. Dodatkowo przeprowadzono analizę wydzieleń znajdujących się w materiale po zrealizowaniu innych schematów odkształcenia, w których też mogły występować procesy wydzieleniowe.

#### Analiza wydzieleń obecnych w materiale

Próbki do analizy wydzieleń znajdujących się w materiale przygotowano według metodyki opisanej w rozdziale 4.3.6. Oprócz opisanych wcześniej obserwacji z wykorzystaniem mikroskopu "JEOL JEM 2100 LaB<sub>6</sub> TEM" używano też modelu "JEOL JEM 2100F FEG TEM". Podstawową różnicą pomiędzy oboma aparatami było zastosowanie źródła z polową emisją elektronów (ang. *field emission gun*), co umożliwia znacznie bardziej precyzyjne skupienie wiązki. Uzyskana w ten sposób wiązka o promieniu od 0.5 do 2.4nm pozwala na precyzyjną punktową analizę składu chemicznego za pomocą detektora EDS (ang. *Energy Dispersive X-Ray Analyser*). Wyniki wykorzystano do przeprowadzenia badań techniką skaningowej transmisyjnej mikroskopii elektronów przesuwa się po cienkiej próbce pozwalając uzyskać informacje dotyczące składu chemicznego z każdego punktu badanego obszaru. Z danych tych podczas "postprocesingu" można odczytywać uśrednione spektra

rozkładu energii dla wybranych obszarów co, pozwala na ilościową analizę składu wydzieleń. Jednym z podstawowych zadań, było określenie momentu powstania wydzieleń. Jak już wspomniano rozpuszczalność niobu spada gwałtownie w czasie przemiany austenit-ferryt. Dodatkowo, jak wykazał w swojej pracy Mukherjee [3], w trakcie dynamicznej, indukowanej odkształceniem przemiany ferrytycznej może również dochodzić do tworzenia się wydzieleń. W tym celu prowadzono analizę próbek przygotowanych z mikrostruktur zamrożonych na różnych etapach PCM. W badanej stali, analogicznie do poprzedniej, wyróżniono dwa podstawowe typy wydzieleń.

#### Wydzielenia zawierające Ti

Pierwszą grupę stanowiły duże, niejednokrotnie posiadające wyraźnie zarysowane rogi lub krawędzie, wydzielenia pokazane na Rys. 5.11. Posiadały one podobną formę niezależnie od etapu procesu, na którym zostały zaobserwowane co można zauważyć np. na Rys. 5.9.



Rys. 5.11 Przykłady dużych wydzieleń.

Analiza składu chemicznego przeprowadzona za pomocą STEM wykazała, iż wydzielenia te są bogate w tytan (Rys. 5.12.)



Rys. 5.12. Mapa rozkładu Nb - a) i Ti - b) oraz spektrum dyspersji energii pozwalające identyfikować pierwiastki składowe wydzieleń - c).

#### Wydzielenia indukowane odkształceniem

Drugim, znacznie ważniejszym z punktu widzenia kontrolowania procesów zachodzących w mikrostrukturze, typem wydzieleń były bardzo drobne cząstki, których głównym składnikiem był niob. Pokazana na Rys. 5.13 mapa rozkładu Nb oraz innych pierwiastków pozwala stwierdzić, iż obserwowane w tym wypadku wydzielenia nie zawierają tytanu. Niestety zastosowana metoda nie pozwala stwierdzić jednoznacznie proporcji wegla i azotu. Przyczyna tego problemu jest: zbyt mała rozdzielczość wykrywania pierwiastków o małych liczbach atomowych, w znacznej mierze pokrywające się piki na spektrum straty energii oraz zbudowana z węgla warstwa podtrzymująca. Widoczne nad cząstkami trójkąty złożone z pojedynczych pikseli nie odzwierciedlają prawdziwego kształtu cząstek, lecz są związane z niedokładnością skupiania wiązki. Obserwowane piki pochodzące od miedzi nie są składową wydzieleń, lecz wiaża się z materiałem siatki, na której została osadzona replika (Rys. 5.14). W celu zwiększenia stabilności odczytywanego obrazu wykorzystano znacznie drobniejsze niż zwykle wykorzystywane do ekstrakcji replik siatki o gęstości 1000 linii/cal. W połaczeniu z funkcja śledzenia pozycji obiektów niwelujaca ruchy repliki umożliwiło to otrzymanie skontrastowanych rozkładów składu chemicznego dla badanych próbek.



Rys. 5.13 Mapa składu chemicznego dla drobnych wydzieleń.



Rys. 5.14 Uśredniony wynik analizy zawartości pierwiastków dla drobnych wydzieleń z obszaru oznaczonego czerwonym okręgiem na poprzednim rysunku.



*Rys. 5.15 Drobne wydzielenia w próbce wytrzymywanej po odkształceniu 0,3 w 900°C przez 100s i odkształconej w 775°C.* 

Charakterystyczną cechą, którą można zauważyć na zdjęciach wykonanych w jasnym polu widzenia (Rys. 5.15.) jest różnica kontrastów sugerująca, iż jedne wydzielenia mają kształt zbliżony do kulistego (indukowane odkształceniem), natomiast inne mają kształt zbliżony do dysków, co sugeruje iż powstały przy okazji przemiany dynamicznej. Wydzielenia tego typu zostały szeroko opisane w pracy Mukherjee [3].

#### Klastry wydzieleń

Trzecim typem wydzieleń występujących w opisywanych próbkach były klastry drobnych wydzieleń. Występują one przede wszystkim na styku granic ziaren widocznych na replikach jako grube linie (Rys. 5.16.).



Rys. 5.16 Klastry wydzieleń w próbce wytrzymywanej przez 100s i odkształconej w celu indukowania przemiany dynamicznej, obserwowane w jasnym polu widzenia za pomocą wysokorozdzielczej mikroskopii elektronowej.

Takie zgrupowane cząstki, na podstawie porównania morfologii z opisanymi w pracy [34], zostały zidentyfikowane jako cząsteczki bogate w niob i molibden.

# 5.2 Dynamiczna przemiana ferrytyczna (DPF)

# 5.2.1 Wyznaczenie warunków brzegowych dla DPF z ultradrobnoziarnistego austenitu

Podobnie jak w poprzednim I etapie badań doświadczalnych analiza DPF wymagała przede wszystkim wyznaczenia temperatury rozpoczęcia przemiany podczas chłodzenia, dla danego składu chemicznego oraz parametrów procesowych. Aby mieć pewność, że obserwowane mikrostruktury są związane z zadanym odkształceniem zastosowano metodę metalograficzną podobną do opisanej w rozdziale 5.1.1. W tym przypadku kontrolowane chłodzenie z prędkościami 5, 10, 20°C/s przerywano w różnych temperaturach, wykonywano jałowy ruch uchwytu, a następnie chłodzono strumieniem wody (Rys. 5.17.). W efekcie dla ultradrobnoziarnistej struktury austenitycznej temperaturę rozpoczęcia przemiany ferrytycznej wyznaczono na 775°C, co pokazano na Rys. 5.18.



*Rys. 5.17 Schemat PCM pozwalający wyznaczyć temperaturę rozpoczęcia ferrytycznej przemiany dynamicznej.* 



Rys. 5.18 Ułamek austenitu nieprzemienionego w funkcji temperatury - a) i czasu - b).

# 5.2.2 Ocena DPF w przypadku ultradrobnoziarnistego austenitu

Po ustaleniu temperatury przystąpiono do realizacji odkształceń indukujących przemianę dynamiczną. Badania rozpoczęto od zastosowania największego możliwego odkształcenia. Otrzymana w ten sposób krzywa płynięcia po naniesieniu krzywej różniczkowej posłużyła do wyznaczenia poszczególnych etapów przemiany co pokazano na Rys.5.19.



Rys. 5.19 Krzywa płynięcia z naniesioną krzywą różniczkową i miejscami, w których zmienia kierunek. Pierwsze odkształcenie było realizowane podczas nagrzewania w 740°C, natomiast drugie podczas chłodzenia w 775°C.

Pierwszą zmianę kierunku przebiegu krzywych przedstawionych na Rys. 5.18 zaobserwowano przy odkształcaniu 0,085; w tym punkcie kończy się krótki, w przybliżeniu liniowy odcinek krzywej płynięcia i zaczyna być obserwowany przebieg krzywoliniowy. Kolejny punkt wyznaczono w miejscu przecięcia krzywej różniczkowej z krzywą ściskania, odpowiadał on wartościom drugiego odkształcenia równym odpowiednio 0,18 dla temperatury 775°C oraz 0,185 dla 800°C. Trzeci punkt wyznaczały przecięcia prostych aproksymujących dwa sąsiednie odcinki krzywej różniczkowej i występował on dla odkształceń 0,33 i 0,35. Dla tak wyznaczonych wartości odkształcenia przeprowadzono doświadczenia ściskania, po których próbkę hartowano w wodzie w celu oceny zjawisk mikrostrukturalnych odpowiedzialnych za dany poziom naprężenia plastycznego płynięcia.

#### Analiza EBSD (Electron Backscatter Diffraction)

W celu zwiększenia dokładności oceny zmian mikrostrukturalnych zachodzących w czasie odkształcania oraz ich przyczyn zastosowano analizę EBSD. W tym celu wykorzystano mikroskop Leo 1530 FEG SEM znajdujący się w Institute for Frontier Materials, Deakin University (Australia). Jest on wyposażony w jednostkę EBSD z detektorem Oxford (HKL) Nordlys S wyposażonym w wysokorozdzielczą matrycę CCD zapewniającą wysoką rozdzielczość kątową.

W metodzie EBSD powierzchnia próbki jest nachylona w stosunku do wiązki elektronów pod dostatecznie dużym kątem (zazwyczaj 70°). Sama metodyka polega na fotografowaniu i odczytywaniu linii Kikuchiego dla każdego punktu, na który pada skanująca wiązka elektronów (Rys. 5.2.). Kiedy wiązka elektronów wchodzi w krystaliczne ciało stałe jest dyfuzyjnie i nieelastycznie rozpraszana we wszystkich

kierunkach. Elektrony padające pod kątem Bragga na płaszczyzny krystaliczne mogą ulegać elastycznemu rozproszeniu dając silnie wzmocnioną wiązkę. Elektrony pochodzące z obszarów pomiędzy płaszczyznami krystalicznymi rozchodzą się wśród tzw. stożków Losselsa. Ślady przecięcia tych stożków ze sferą Ewalda tworzą linie Kikuchiego [78.79]. Szerokość tych linii jest proporcjonalna do kąta  $2\Theta_B$ , a dzięki niemu do odległości międzypłaszczyznowej. Są one wykrywane przez zwiększoną jasność powodowaną większą ilością elektronów padających na dany fragment ekranu fosforowego, za którym umieszczona jest kamera.



Rys. 5.20 Schemat powstawania linii Kikuchiego [81].

W wykonanych badaniach wykorzystywane były dwa rodzaje informacji pochodzących z analizy EBSD: i) orientacja krystalograficzna wyznaczana z rozmieszczenia poszczególnych linii na ekranie. Na ich podstawie wyznacza się teksturę badanego materiału, ii) tzw. "Band slope (BS)" (wyrazistość pasm). Jest to pomiar gradientu intensywności na krawędzi pasm dyfrakcyjnych, wyznaczona na podstawie pików w odwzorowaniu na przestrzeń Hougha. Kontrast ten, nie jest tak czuły na zmianę orientacji, za to jest bardzo czuły na zmiany gęstości dyslokacji. Przez to jest idealnym narzędziem do rozróżniania fazy ferrytycznej i martenzytycznej w sytuacjach, gdy zawartość węgla nie pozwala na zaobserwowanie tetragonalności struktury oraz wykrywania zdrowienia związanego z rekrystalizacją [82].

Ze względu na wrażliwość tej metody na wady wynikające z obróbki badanych próbek, zwłaszcza przy rejestracji parametru BS, bardzo wiele uwagi poświęcono ich przygotowaniu. Po standardowym szlifowaniu zastosowano polerowanie na pastach diamentowych o granulacji 6, 3, oraz 1µm przy nacisku 25N w czasie 10 minut.

Ostatnim krokiem było polerowanie zawiesiną krzemionki koloidalnej przy nacisku 20N przez 30s, po którym kolejne 30s próbkę spłukiwano wodą. W celu uniknięcia przenoszenia cząstek stosowano stopniowe zmniejszanie nacisku pod koniec każdego etapu, ultradźwiękowe czyszczenie próbek pomiędzy etapami oraz dodatkowe, inne środki ostrożności.

Poniżej przedstawiono wyniki analizy z wykorzystaniem metody EBSD próbek wytworzonych po zastosowaniu dynamicznej przemiany odwrotnej w temperaturze 740°C z gniotem 0,45, nagrzanych do 900°C, schłodzonych do 775°C i odkształcanych z różnymi gniotami, po których następowało hartowanie.

#### *Powstawanie ferrytu indukowanego odkształceniem (* $\epsilon_{DSIT}$ =0,18)



Rys. 5.21 Wyniki analizy EBSD w kontraście BS próbki, dla której wartość ostatniego odkształcenia wynosiła 0,18 - a). Mapa wielkości ziaren - b).

Na Rys. 5.20 pokazano wyniki analizy dla pierwszego z wcześniej wyznaczonych punktów charakterystycznych pokazanych na Rys. 5.18. Pomimo bardzo małej wartości odkształcenia można zauważyć znaczny ułamek przemiany. Wyspy martenzytu są widoczne na Rys. 5.21. a jako ciemniejsze obszary. Czarnym kolorem zaznaczono granice szerokokątowe (o kącie dezorientacji >15°), natomiast bordowym wąskokątowe (>2°). Na Rys. 5.21. b widać, że na tym etapie nie zaobserwowano istnienia wyraźnej tekstury.

Intensywny wzrost gęstości zarodkowania powstałego dynamicznie ferrytu (*E*<sub>DSIT</sub>=0,33)



Rys. 5.22 Mapa w kontraście BS oraz mapa orientacji dla odkształcenia końcowego 0,35.

Z danych pokazanych na Rys. 5.22. można odczytać, iż niektóre ziarna ferrytu posiadają zakumulowaną energię odkształcenia, podczas gdy inne, widoczne na biało, posiadają jej relatywnie mniej. Może to wskazywać na fakt, że powstały one w końcowej części odkształcania lub tuż po jego zakończeniu. Dodatkową przesłanką potwierdzającą to stwierdzenie jest ich większy rozmiar i kształt bardziej odbiegający od równoosiowego. Kolejnym charakterystycznym elementem jest pojawienie się tekstury (Rys. 5.23 a) oraz dalsze rozdrobnienie ziarna ferrytu, którego rozkład pokazano na Rys. 5.23 b.



Rys. 5.23 Tekstura - a) i rozkład wielkości ziarna - b).

#### *Procesy zdrowieniowe w ferrycie* ( $\varepsilon_{DSIT}$ =1)

Analizując dane z próbek po ostatnim odkształceniu równym 1 można zauważyć, że ziarna ferrytu nie posiadają znacznych ilości zakumulowanej energii odkształcenia. Sugeruje to występowanie procesów zdrowieniowych w trakcie odkształcania lub po jego zakończeniu. Ze względu na bardzo krótki czas do rozpoczęcia chłodzenia można w tym wypadku wykluczyć rekrystalizację statyczną. Niemniej, ponieważ w bardzo niewielu ziarnach ferrytu zachowały się skutki odkształcenia wnioskować można, iż proces ten trwał również po jego zakończeniu.



*Rys. 5.24 Mapy EBSD wykonane w kontraście "band slope" oraz mapy orientacji krystalograficznej.* 

Rozkład kątów dezorientacji ziaren widoczny na Rys. 5.25. potwierdza powyższą hipotezę. Fakt zaobserwowania małej ilości granic wąskokątowych uzasadnia stwierdzenie, że silnie rozdrobniony ferryt otrzymano w wyniku przemiany, a nie z jego rozdrobnienia, co objawiałoby się utworzeniem substruktury dyslokacyjnej.



*Rys. 5.25 Rozkład kątów dezorientacji granic ziaren dla odkształcenia końcowego =1.* 

Widoczne na Rys. 5.26. steksturowanie materiału może być związane z dynamiczną rekrystalizacją ferrytu lub wystąpieniem silnych naprężeń ścinających. Analizując rozkład wielkości ziarna można zauważyć znaczny udział ziaren bardzo drobnych.



*Rys.* 5.26 *Tekstura oraz rozkład wielkości ziarna dla odkształcenia końcowego*  $\varepsilon_{DSIT}=1$ .

**Porównując** wielkości ziaren występujących w badanym materiale o różnych końcowych wartościach odkształcenia można zauważyć systematyczny wzrost liczby ziaren drobniejszych kosztem rozrośniętych (Rys. 5.27). Opierając się na podobnej metodologii Autorzy [83] wysnuli hipotezę, iż małe ziarna (widoczne na niebiesko) są efektem przemiany dynamicznej, natomiast większe o mniej regularnych kształtach, powstały w wyniku rozrostu po zakończeniu odkształcania, czyli de facto w wyniku przemiany metadynamicznej. Wzrost udziału ferrytu powstałego w trakcie odkształcania spowodował zmniejszenie objętości dostępnej dla rozrastających się ziaren, a tym samym blokowanie ich wzrostu.



*Rys.* 5.27 *Rozwój wielkości ziarna w trakcie odkształcania (na szaro oznaczono jragmenty, w których kontrast BS pozwolił na wyróżnienie fazy martenzytycznej)*  $\varepsilon_{DSIT} = 0,18 - a) 0,33 - b)$ 

1 - c).



Rys. 5.28 Ilość ziaren (gęstość zarodkowania) w zależności od odkształcenia - a). Udział fazy powstałej dynamicznie - b) na podstawie map EBSD.

Na Rys. 5.28.a pokazano, że w zakresie odkształceń pomiędzy 0.2 a 0.4 nastąpił znaczny wzrost liczby ziaren ferrytu. Pozwala to wyciągnąć wniosek, iż w tym zakresie przemiana dynamiczna następowała najintensywniej. Przyjmując założenie, że wielkość ziarna pod koniec przemiany była równa wielkości tej uzyskanej po odkształceniu równym 1, a większe ziarna powstały metadynamicznie zanim materiał się schłodził, na co mogą wskazywać dane zebrane w poprzednim rozdziale, wyliczono jaki byłby ułamek przemiany przy danej gęstości zarodkowania, co pokazano na Rys. 5.28.b.

#### 5.2.3 DPF intensyfikowana wydzieleniami

W celu zbadania wpływu wydzieleń na dynamiczną przemianę ferrytyczną zrealizowano kolejne schematy PCM. Próbki osiowosymetryczne zostały poddane austenityzacji w temperaturze 1200°C, co spowodowało rozpuszczenie wydzieleń Nb, po czym ochłodzone do temperatury 900°C i poddane odkształceniu  $\varepsilon_p = 0,3$ . Po tym były wytrzymywane izotermicznie przez 10, 100, lub 1000s. Kolejnym krokiem było przyspieszone chłodzenie w powietrzu z prędkością 30°C/s, po którym nastąpiło odkształcenie równe 1 z prędkością odkształcenia 1s<sup>-1</sup>. Po odkształceniu próbki zostały zahartowane. Analizując krzywe płynięcia oraz krzywą różniczkową przedstawioną na Rys. 5.29 widać niewielką zależność pomiędzy umocnieniem a długością czasu wytrzymywania w celu zajścia procesu wydzieleniowego. Zauważono również, że dla dłuższego czasu (największej ilości wydzieleń) krzywa płynięcia przebiegała najwyżej, różnica pomiędzy ich wartościami nie jest jednak duża. Warto zwrócić uwagę na znacznie szybsze pojawianie się przegięcia na krzywej, a co za tym idzie szybszej aktywacji procesów zdrowieniowych niż w przypadku opisanym w poprzednim podrozdziale. Pozwala to wnioskować, iż przemiana dynamiczna zaczęła się wcześniej.



*Rys. 5.29 Krzywa płynięcia dla dynamicznej przemiany ferrytycznej intensyfikowanej wydzieleniami.* 

#### Morfologia ferrytu indukowanego odkształceniem

Poniżej przedstawiono wyniki analizy mikrostruktur uzyskanych za pomocą skaningowej mikroskopii elektronowej (SEM+EBSD) dla różnych czasów

wytrzymywania w celu zajścia procesu wydzieleniowego indukowanego odkształceniem.

#### Ograniczony proces wydzieleniowy ( $t_p=10s$ )



*Rys.* 5.30 Rozkład - mapa wykonana w technice band slope oraz rozkład orientacji krystalograficznych dla próbki wytrzymywanej przez 10s po odkształceniu w 900°C.

Dużo wydzieleń (t<sub>p</sub>=100s)



Rys. 5.31 Mapa wykonana w technice band slope oraz rozkład orientacji krystalograficznych dla próbki wytrzymywanej przez 100s po odkształceniu w 900°C.



10 μm

Dużo czasu na zajście procesu wydzieleniowego ( $t_p$ =1000s)

*Rys. 5.32 Mapa wykonana w technice band slope dla próbki wytrzymywanej przez 1000s po odkształceniu w 900°C.* 

Podsumowując, należy stwierdzić że we wszystkich przypadkach została wytworzona ultradrobnoziarnista struktura ferrytyczna. Największe rozdrobnienie ziarna zaobserwowano po czasie wytrzymywania 100s, co pozwala wnioskować, iż występujące wtedy wydzielenia najsilniej intensyfikują DPF.

# 5.3 Podsumowanie II części badań doświadczalnych

W drugim etapie badań doświadczalnych zdefiniowano dwa podstawowe schematy PCM dla wytwarzania stali mikrostopowych, w których struktury silnie rozdrobnionego ferrytu są efektem dynamicznej przemiany ferrytycznej. Szczegółowa analiza wpływu poszczególnych czynników procesowych oraz zrozumienie mechanizmów kontrolujących i towarzyszących przemianie pozwoliło na znalezienie optymalnych parametrów przeróbki cieplno-mechanicznej dla badanych gatunków stali.

# 6. Ocena możliwości zastosowania przemian indukowanych odkształceniem

Kolejnym etapem badań własnych było zweryfikowanie wyników uzyskanych w I oraz II części badań doświadczalnych w warunkach zbliżonych do występujących w gorącej walcowni blach.

# 6.1 Opis stanowisk badawczych

W celu weryfikacji uzyskanych wyników badań oraz sformułowanych wniosków przeprowadzono badania w warunkach rzeczywistego procesu przeróbki plastycznej na walcarce duo o średnicy walców 350mm (Rys 6.1b). Do obróbki cieplnej wykorzystano

## Rozdział 6 – Ocena możliwości zastosowania przemian indukowanych odkształceniem

jednocześnie dwa piece nagrzane do różnych temperatur. W schematach PCM, których nie dało się zrealizować na walcarce, ze względu na ograniczenia w możliwości kontrolowania temperatury, zastosowano opisany wcześniej symulator termomechaniczny *"High strain-ratecompression test machine"* (Rys 6.1a); wykorzystując jednak inny niż poprzednio zestaw narzędzi i inny kształt próbek (Rys. 6.2 c). Wykonano próby ściskania w płaskim stanie odkształcenia.



Rys. 6.1 Stanowisko: symulator termomechaniczny, wykorzystywany głównie w drugiej części badań - a) oraz walcarka duo wykorzystywana w trzeciej - b).

Próbki po odkształcaniu poddano badaniom własności mechanicznych na maszynie wytrzymałościowej Instron 4502. Próbki do rozciągania wycięto elektroiskrowo z blach wzdłuż kierunku walcowania według Rys. 6.2 a, W celu przeprowadzenia badań wytrzymałościowych próbki po ściskaniu zostały pocięcie na plastry, co umożliwiło stworzenie swoistej bazy pomiarowej w obszarze styku narzędzia z badanym materiałem (Rys. 6.2 b). Dla zapewnienia odpowiedniej dokładności pomiarowej zastosowano zestaw badawczy wykorzystujący technikę cyfrowej korelacji obrazu (ang. *Digital Image Correlation* (DIC)).



Rys. 6.2 Kształt próbek do rozciągania wycinanych z blach walcowanych - a) oraz z próbek po ściskaniu w płaskim stanie odkształcenia - b). Kształt próbek do ściskania w płaskim stanie odkształcenia - c).

W celu oceny przydatności wytworzonego materiału, jako gotowego materiału konstrukcyjnego lub przeznaczonego do dalszej przeróbki plastycznej na zimno, przeprowadzono próby walcowania na zimno. Wykorzystano w nich walcarkę kwarto będącą na wyposażeniu Katedry Plastycznej Przeróbki Metali, WIMiIP AGH w Krakowie. Średnica walców roboczych wynosiła 100mm.

Ze względu na zróżnicowanie mikrostruktury powodujące niejednorodność własności mechanicznych próbki, przewężenie po zerwaniu Z było obliczane na podstawie rzeczywistego pola przekroju analizowanego za pomocą mikroskopu optycznego. Zdjęcia mikrostruktury zrobione zostały na zgładach wytrawionych 3% nitalem. Do obserwacji wykorzystano mikroskop optyczny oraz SEM z wykorzystaniem detektora BSE.

## 6.2 Propozycja procesów przeróbki cieplno-mechanicznej

Na podstawie wyników dotychczasowych badań wytypowano dwa schematy PCM. Przeprowadzone na tym etapie badania miały na celu weryfikację otrzymanych wyników oraz sformułowanych wniosków w rzeczywistych warunkach procesowych, tj. podobnych do zastosowanych w badaniach plastometrycznych stanach naprężenia
i odkształcenia z uwzględnieniem ich niejednorodności w objętości odkształcanych próbek.



Rys. 6.3 Schematy PCM zastosowane w ostatniej części badań.

Pierwszy z wytypowanych schematów miał za zadanie sprawdzić możliwości wydzieleniowego wykorzystania procesu do wytworzenia struktury ultradrobnoziarnistej w procesie walcowania (Rys. 6.3a). Zastosowano austenityzację w temperaturze 1200°C przez 1h, w celu rozpuszczenia znajdujących się w materiale wydzieleń i doprowadzenia do struktury podobnej do obserwowanej po pierwszych etapach przeróbki plastycznej na gorąco. Obróbkę cieplną prowadzono w atmosferze ochronnej Ar, a temperaturę kontrolowano za pomocą termopary znajdującej się w osi próbki. Następnie materiał został przeniesiony do pieca o temperaturze 900°C i po wyrównaniu temperatury poddany odkształceniu  $\varepsilon_p = 0.3$ . Następnie próbki powróciły do pieca na 300s w celu umożliwienia procesu wydzieleniowego. Po tym czasie wyciągnieto je i poddano przyspieszonemu chłodzeniu w strumieniu sprężonego powietrza. Po osiągnięciu temperatury wnętrza próbki 750°C wprowadzono je pomiędzy walce i odkształcono z odkształceniami 0,45 dla pierwszej i 1 dla drugiej próbki. Początkowa grubość pasma wynosiła 10mm, tak więc po pierwszym odkształceniu zmniejszyła się do 7,4mm, natomiast po drugim odpowiednio 5mm lub 2,75mm. Bezpośrednio po walcowaniu próbki zahartowano w wodzie w celu zaobserwowania postępu udziału przemiany dynamicznej.

W drugim schemacie PCM wykorzystano dynamiczną przemianę odwrotną do wytworzenia silnie rozdrobnionej struktury austenitycznej. Ze względu na konieczność zastosowania nagrzewania indukcyjnego zastosowano próbę ściskania w płaskim stanie odkształcenia. Zahartowaną próbkę nagrzano do temperatury 740°C i odkształcono z odkształceniem 0,45. W celu doprowadzenia przemiany do końca materiał nagrzano

do temperatury 900°C i po 5s schłodzono nadmuchem powietrza do 750°C, gdzie nastąpiło kolejne odkształcenie z odkształceniem 0,33 lub 1. Tak otrzymane próbki zahartowano w strumieniu wody.

### 6.3 Charakterystyka badanego materiału w warunkach przeróbki plastycznej na zimno

W celu dokonania oceny przydatności badanych stali mikrostopowych do dalszej przeróbki plastycznej na zimno materiał wytworzony na drodze walcowania wg schematów PCM na gorąco poddano walcowaniu na zimno z gniotem całkowitym 25%, uzyskanym w jednym oraz dwóch przepustach. Jak można się było spodziewać naciski na walce w schemacie jednoprzepustowym były wyższe niż dwuprzepustowym, w którym drugi etap wykazywał znaczny wzrost sił wiążący się z silnym umocnieniem odkształceniowym badanych stali.



Rys. 6.4 Naciski podczas walcowania.

# 6.3.1 Własności mechaniczne materiału wytworzonego z wykorzystaniem DPF

#### Badania twardości

Badania rozkładu twardości wykazały najwyższe wartości w środkowej części próbki. Wskazuje to na występowanie silnego gradientu umocnienia na przekroju

walcowanego pasma, niejednorodnego rozkładu składników strukturalnych oraz ich stopnia rozdrobnienia. Należy jednocześnie zwrócić uwagę, że przyrost twardości był podobny na całym przekroju. Można więc postawić tezę, iż prędkość umocnienia odkształceniowego poszczególnych warstw materiału była podobna. Twardość dla próbki, w której  $\varepsilon_{DSIT}$ =1 była mniejsza, co sugeruje większą zawartość bardziej miękkiej fazy ferrytycznej. Należy jednak zauważyć, iż w wyniku odkształcenia na zimno wzrosła ona do wartości podobnych do obserwowanych w poddanej takim samym odkształceniom próbce po  $\varepsilon_{DSIT}$ =0,45. Można stąd wnioskować, iż powstały w wyniku DPF ultradrobnoziarnisty ferryt posiada zdolność do umocnienia plastycznego, a w stanie odkształcenym posiada własności mechaniczne zbliżone do niskowęglowego martenzytu.



*Rys.* 6.5 Zmiana twardości na przekroju pasma po odkształceniu plastycznym na zimno, dla materiału wyjściowego w którym  $\varepsilon_{DIST}=0,45$  - a) i 1 - b).

#### Wyniki prób jednoosiowego rozciągania

Krzywe plastycznego płynięcia uzyskane w próbie jednoosiowego rozciągania wskazują, że po walcowaniu na zimno materiał znacznie się umocnił, uzyskując w efekcie podobne końcowe własności wytrzymałościowe dla obu wariantów. Potwierdza to przedstawione powyżej obserwacje z pomiarów twardości.



Rys. 6.6 Porównanie krzywych płynięcia dla materiału wytworzonego przez zadanie odkształcenia indukującego DPF równego 1 - a) lub 0,45 - b) w gruboziarnistym austenicie zawierającym drobne wydzielenia.

Wykazano jednak wyższą wytrzymałość materiału wsadowego po odkształceniu indukującym DPF równym 0,45 oraz nieznacznie wyższe wydłużenie równomierne po odpowiednim odkształceniu  $\varepsilon_{DSIT}=1$ . W obydwu przypadkach można zauważyć znaczny udział odkształcenia przewężeniowego, oznaczonego linią przerywaną, które nie wykazuje wyraźnego spadku pomimo odkształcania materiału na zimno. Trzeba jednak pamiętać, iż jest ono w tym przypadku zależne od zastosowanego kształtu próbek co wymaga dalszej, bardziej szczegółowej analizy.



*Rys.* 6.7 Krzywa płynięcia dla rozciąganej próbki wytworzonej w ściskaniu w płaskim stanie odkształcenia dla odkształcenia  $\varepsilon_{DSIT}=1$  (PSC1) oraz 0,45 (PSC4).

Krzywe plastycznego płynięcia przedstawione na Rys. 6.7 wskazują, iż charakterystyka mechaniczna otrzymanego materiału przypomina zachowanie typowe dla stali ultradrobnoziarnistych [21]. Porównując otrzymany materiał z innymi stalami można zauważyć, że mają one właściwości typowe np. dla stali typu TRIP.

#### Makroskopowa ocena odkształcenia przewężeniowego

Analiza uzyskanych techniką DIC map rozkładu odkształceń lokalnych dla próbek rozciąganych wzdłuż kierunku walcowania, w których przemiana dynamiczna intensyfikowana była procesem wydzieleniowym, wykazała pojawianie się dwóch pasm ścinania nachylonych pod kątem ~45° do osi próbki (Rys. 6.8). Zauważono również, że przecinają się one w jej środkowej części, jednak przecięcie to jest przesunięte w stronę jednej z powierzchni, a odkształcenie lokalne w rejonie do niej przylegającym jest większe niż po drugiej stronie.



Rys. 6.8 Mapa rozkładu odkształcenia w kierunku walcowania dla próbki z odkształceniem indukującym przemianę ferrytyczną 0,45 w stanie po chłodzeniu - a) oraz po dwuetapowym odkształceniu na zimno - b).

Ze względu na zaobserwowane niejednorodności odkształcenia oraz złożony charakter płynięcia materiału przeprowadzono analizę przekroju zerwanej próbki. Na Rys. 6.9 pokazano porównanie konturów w miejscu przełomów, dla różnych schematów odkształcania. Można zauważyć, że w obu przypadkach przewężenie w kierunku

prostopadłym było większe dla schematu dwuetapowego. Pola powierzchni prezentowanych obrysów zostały następnie wykorzystane do wyznaczenia wielkości przewężenia po zerwaniu *Z*. Zauważono również linie biegnące wzdłuż kierunku poprzecznego (TD), co sugeruje silny związek uzyskanego przełomu z morfologią mikrostruktury badanych próbek.



Rys. 6.9 Porównanie przekrojów próbek uzyskanych w jednym i dwóch gniotach na zimno dla materiału, w którym  $\varepsilon_{DIST}=0,45 - a$ ) i 1 - b).

W celu uwzględnienia wpływu kształtu zastosowanych w badaniach próbek, uzyskany przełom porównano z wykonanymi ze stali stopowej 25CrMo4-T, o podobnej wytrzymałości, poddanej walcowaniu na zimno według tych samych schematów odkształcania i dodatkowo wcześniejszemu odkształceniu na zimno podobnemu do odkształceń, którym wcześniej podlegały na gorąco odpowiednie próbki. Porównanie to uwydatniło różnice w zakresie odkształcenia przewężeniowego. Pierwszą rzucającą się w oczy cechą jest charakter przełomu, dużo bardziej zbliżony do kruchego, co pokazano na Rys. 6.1 b, oraz dużo większe przewężenie po zerwaniu w przypadku materiału ultradrobnoziarnistego.



Rys. 6.10 Porównanie odkształcenia w zakresie odkształcenia przewężeniowego próbki ze stali mikrostopowej uzyskanej z wykorzystaniem PDF  $\varepsilon_{DIST}$ = 0,45 po dwuetapowym odkształceniu na zimno - a) oraz po walcowaniu na gorąco stali 25CrMo4-T poddanej podobnemu schematowi odkształcaniu na zimno - b).

Zastosowanie metod cyfrowej korelacji obrazu (DIC) pozwoliło również na przeanalizowanie zakresu odkształceń przewężeniowych dla materiału wytworzonego przy pomocy ściskania w płaskim stanie odkształcenia, gdzie zaszła DPF z austenitu silnie wcześniej rozdrobnionego. Udało się zaobserwować powstawanie pasm ścinania (zwłaszcza dla próbki  $\varepsilon_{DIST}$ = 0,45). W tym przypadku pasma te biegły również pod kątem ~45° do kierunku rozciągania, jednak nie krzyżowały się one jak w poprzednim przypadku, co pokazano na Rys. 6.11. Należy jednak pamiętać, że niejednorodność odkształcenia na gorąco oraz ograniczenia związane z ograniczonymi możliwościami dokładnego ustawienia narzędzi skutkowały brakiem symetrii próbek, który może mieć wpływ na charakterystykę plastycznego płynięcia badanego materiału.



Rys. 6.11 Lokalizacja odkształcenia w rozciąganych próbkach z materiału odkształcanego w płaskim stanie odkształcenia w celu uzyskania DPF w ultradrobnoziarnistej strukturze austenitycznej  $\varepsilon_{DIST}=0,45$  - a), 1 - b).

Zdjęcia przełomu próbek ukazały również w tym przypadku jego ciągliwy charakter, co pokazano na Rys. 6.12. W tym przypadku również zaobserwowano linie biegnące wzdłuż kierunku poprzecznego.



*Rys.* 6.12 *Przełom próbki po PSC*  $\varepsilon_{DIST}$ =1 i 0,45.

Wyniki pomiarów przewężenia po zerwaniu zestawiono w Tablicy 6.2. Można zaobserwować, iż wysokie wartości przewężenia po zerwaniu, utrzymujące się również po odkształceniu materiału na zimno, są wyższe w obu przypadkach dla dwuetapowego schematu odkształcania. Porównanie z próbkami o bardziej jednorodnej strukturze początkowej pozwala wyciągnąć wniosek, że większe wartości przewężenia po zerwaniu dla walcowanej na zimno próbki  $\varepsilon_{DSIT}=0.45$  są w rzeczywistości

spowodowane przede wszystkim wpływem mikrostruktury, a nie tylko kształtem rozciągach próbek.

		$S_u$ , mm <sup>2</sup>	$a_0, \mathrm{mm}$	$b_0$ , mm	$S_0 \mathrm{mm}^2$	Z, %
Prz	Przemiana intensyfikowana procesem wydzieleniowym, walcowanie					
$\varepsilon_{DSIT}=0.45$		2,181	1,835	4,634	8,503	74,3
	walc. jedn.	1,820	2,018	3,581	7,226	74,8
	walc. dwu.	1,639	2,032	3,555	7,224	77,3
$\varepsilon_{DSIT}=1$		1,901	3,022	2,869	8,670	78,1
	walc. jedn.	2,069	2,967	2,377	7,053	70,7
	walc. dwu.	2,050	3,090	2,327	7,190	71,5
Przemiana intensyfikowana ultradrobnoziarnistym austenitem, PSC						
$\varepsilon_{DSIT}=0.45$		2,871	4,943	1,795	8,873	67,6
$\varepsilon_{DSIT}=1$		2,252	2,591	3,011	7,802	71,1
Próbki ze stali stopowej, walcowanie						

Tablica. 6.2. Porównanie przewężenia procentowego przekroju Z, dla próbek po różnych schematach odkształcenia.

3,844	2,020	3,606	7,284	47,2
3,279	3,044	2,277	6,931	52,7

### 6.4 Analiza mikrostruktury i własności po DPF z austenitu zawierającego wydzielenia indukowane odkształceniem

Na Rys. 6.13 przedstawiono niejednorodność mikrostruktury na przekroju pasma symetrii widoczny w materiale walcowanego. Brak spowodowany iest najprawdopodobniej zróżnicowaną prędkością chłodzenia po obu stronach pasma. Zaobserwować można przede wszystkim duży udział fazy przemienionej dynamicznie. Widać również, iż regiony o niższej twardości pokrywają się z miejscem występowania fazy ferrytycznej, natomiast wyższe wartości twardości odpowiadają obszarom o znacznej zawartości martenzytu. Można też zauważyć, że wahania wartości obserwowane są w regionach występowania dużych wysp fazy martenzytycznej oddzielonych ferrytem. Pozwala to również wnioskować, że ze względu na większe przechłodzenie jednej strony walcowanego pasma przemiana fazowa rozpoczęła się jeszcze przed odkształceniem. Dało to możliwość porównania produktów dynamicznej przemiany ferrytycznej z efektami odkształcania w zakresie dwufazowym. Analiza przełomu próbki po zerwaniu wykazała, iż ma on charakter ciągliwy, co pokazano na Rys. 6.14.



*Rys.* 6.13 Niejednorodność mikrostruktury na przekroju pasma walcowanego z odkształceniem  $\varepsilon_{DSIT}=0,45$  oraz 1. Kolejne fotografie zostały wykonywane w takich samych odstępach.



*Rys.* 6.14 *Przełom próbki po rozciąganiu* ( $\varepsilon_{DIST}=1$ ).



*Rys.* 6.15 *Mikrostruktura z naniesioną linią rerezentującą charakterystyczne obszary próbki*  $(\varepsilon_{DSIT}=1)$ . Warstwa zawierająca odkształcenie w zakresie dwufazowym po lewej stronie.



Rys. 6.16 Schemat wspomagający ocenę wpływu historii PCM oraz wynikających z tego procesów mikrostrukturalnych na końcową niejednorodność mikrostruktury na przekroju walcowanego pasma.

Obserwacja poprzecznego przekroju próbki również pokazała znaczne odkształcenie w warstwie powierzchniowej. Dodatkowo potwierdzono występowanie pasm ścianania zaobserwowanych metodą DIC (Rys. 6.8).

Poniżej przedstawiono charakterystykę poszczególnych warstw na przykładzie schematu przedstawionego na Rys. 6.16, w którym dynamiczna przemiana ferrytyczna obserwowana była przy odkształceniu równym 0.8, z gruboziarnistego austenitu zawierającego wydzielenia fazy obcej indukowane odkształceniem.

#### Warstwa ultradrobnoziarnista (intensywne zarodkowanie DPF)

Na jednej z powierzchni walcowanego pasma oraz w pobliżu drugiej zaobserwować można warstwę składającą się z ultradrobnoziarnistego, równoosiowego

#### Rozdział 6 – Ocena możliwości zastosowania przemian indukowanych odkształceniem

ferrytu. Pozostałymi składnikami strukturalnymi są rzadko pojawiające się węgliki, widoczne na zdjęciach SEM jako jaśniejsze plamy, oraz sporadycznie (zwłaszcza w części znajdującej się dalej od powierzchni próbki) wysepki martenzytu. Bardziej wnikliwa analiza zdjęć wykonanych za pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego ujawnia występowanie pasm materiału bardziej rozdrobnionego, które biegną w różnych kierunkach, jednak najczęściej zgodnie z kierunkiem walcowania. Pozwala to wnioskować, iż rozdrobnione obszary mikrostruktury skupiają się wokół pierwotnych granic ziaren austenitu natomiast minimalnie większe ziarna zarodkowały w ich wnętrzach. Należy zwrócić jednak uwagę iż różnica w wielkości nie jest duża sugerując wysoką intensywność zarodkowania idiomorficznego.



Rys. 6.17 Mikrostruktura powstała w wyniku DPF.

Analizując obrazy mikrostruktury pochodzące z przekroju rozciąganej próbki obserwujemy spodziewane wydłużenie ziaren w kierunku rozciągania. Nawet w pobliżu miejsca zerwania próbki materiał zachowuje spójność i trudne jest zlokalizowanie powstających nieciągłości. Stanowi to dowód bardzo dużej podatności tej warstwy na odkształcenie plastyczne. Linia zerwania w tej części próbki przebiegała w przybliżeniu pod kątem 45°do kierunku rozciągania z widocznym, bardzo dużym odkształceniem plastycznym w jej pobliżu.



Rys. 6.18 Mikrostruktura warstwy ultradrobnoziarnistej po maksymalnym odkształceniu równomiernym w trakcie rozciągania - a) oraz w pobliżu miejsca zerwania próbki, czyli w strefie odkształcenia przewężeniowego - b).

#### Warstwa z efektami odkształcania w zakresie dwufazowym

Przy jednej z powierzchni, poza opisaną wcześniej ultradrobnoziarnistą strukturą ferrytyczną zaobserwowano duże obszary struktury ferrytycznej poprzecinane siatką ziaren o zdecydowanie mniej wyraźnych granicach (Rys. 6.19). Wydłużone w kierunku walcowania obszary oraz ziarna w ich wnętrzu wskazują, iż mamy tu do czynienia z substrukturą wewnątrz silnie odkształconych dużych ziaren ferrytu, powstałych w sposób statyczny przed rozpoczęciem odkształcania. Tak więc, jest to przykład morfologii ferrytu wynikającej z odkształcania w zakresie dwufazowym.



Rys. 6.19 Mikrostruktura powstała w wyniku odkształcania w zakresie dwufazowym.

Dodatkowym, odróżniającym się od pozostałych, składnikiem mikrostrukturalnym są duże, w przybliżeniu równoosiowe ziarna ferrytu (Rys. 6.20). Występują one w pasmowych skupiskach w niektórych fragmentach warstwy powstałej w wyniku odkształcania w zakresie dwufazowym. Przesłanki te sugerują, iż jest to efekt wystąpienia dynamicznej lub metadynamicznej rekrystalizacji ferrytu.



*Rys. 6.20 Składniki mikrostrukturalne warstwy powstałej w wyniku odkształcenia w zakresie dwufazowym.* 

Mikrostruktura tej strefy, w pobliżu miejsca zerwania rozciąganej próbki, ujawniła nieliczne miejsca zarodkowania pustek, głównie na granicach międzyfazowych ferrytu i martenzytu lub cementytu. Dodatkowo można zaważyć, iż wszystkie składniki strukturalne wykazują podobny, bardzo wysoki, stopień odkształcenia plastycznego.



Rys. 6.21 Zarodkowanie pustek w pobliżu miejsca zerwania próbki, czyli w strefie odkształcenia przewężeniowego.

#### Warstwa środkowa

Wewnątrz środkowej warstwy próbki zidentyfikowano trzy charakterystyczne składniki strukturalne, tj. martenzyt tworzący wyspy porozdzielane ziarnami ferrytu, w postaci ziaren wielkości około 5 µm oraz obszarów o znacznie mniejszej wielkości ziarna. Wyspy martenzytu odpowiadają kształtem i wielkością odkształconym ziarnom pierwotnego austenitu.



*Rys. 6.22 Morfologia środkowej warstwy pasma po walcowaniu celu wywołania dynamicznej przemiany ferrytycznej.* 

Analiza mikrostruktury warstwy środkowej poddanej odkształceniu na zimno wykazała widoczne ślady odkształcania fazy ferrytycznej, jak i martenzytycznej, zarówno w zakresie odkształcenia równomiernego, jak i przewężeniowego. Również w tym przypadku zarodkujące pustki były nieliczne, lecz jednak łatwiejsze do zlokalizowania. Znajdowały się one najczęściej na granicach między ferrytem a dużymi wydzieleniami węglików (Rys. 6.23b) oraz na końcach, rzadziej brzegach wysp martenzytu.

Na szczególną uwagę zasługuje tutaj obraz przekroju przełomu. Można zauważyć, iż faza ferrytyczna pękała w przybliżeniu prostopadle do kierunku rozciągania, natomiast wyspy martenzytu wyraźnie wystawały i nosiły ślady zerwania poprzedzonego silnym odkształceniem plastycznym (Rys. 6.24).



Rys. 6.23 Odkształcona struktura środkowej części pasma pochodząca z części próbki, która odkształciła się równomiernie - a), oraz w pobliżu miejsca zerwania - b).



Rys. 6.24 Przekrój przełomu zerwanej próbki.

#### Warstwa przejściowa

Pomiędzy strefą występowania przeważającej ultradrobnoziarnistej struktury ferrytycznej, a strefą środkową znajdowała się warstwa przejściowa złożona z drobnoziarnistego ferrytu otaczającego wyspy martenzytu odpowiadające wielkością i rozmieszczeniem ziarnom pierwotnego austenitu. Można jednak zauważyć, że pola ferrytu są znacznie szersze i składają się z większej ilości warstw ziaren, z których skrajne są nieco wydłużone w stronę wysp fazy martenzytycznej (Rys. 6.25). Brak tutaj również dużych ziaren ferrytu, za to można zauważyć częściej pojawiające się ziarna zarodkujące wewnątrz wysp martenzytu.



Rys. 6.25 Mikrostruktura warstwy przejściowej.

### 6.5 Rozkład mikrostruktury i własności po przemianie dynamicznej silnie rozdrobnionego austenitu

Analizując wyniki pomiarów twardości próbek odkształconych w płaskim stanie odkształcenia, w których ultradrobnoziarnista struktura austenityczna została wytworzona w wyniku dynamicznej przemiany odwrotnej realizowanej z odkształceniem 0,45 oraz końcowym gniotem równym 1 (PSC1) oraz 0,45 (PSC4) zadanym w celu sprowokowania DPF, można ogólnie zauważyć mniejszą niejednorodność.



Rys. 6.26 Rozkład twardości na przekroju próbki ściskanej w płaskim stanie odkształcenia.

Jest to zgodne z obserwacjami mikrostruktury składającej się w obu przypadkach z ultradrobnoziarnistego ferrytu i martenzytu, którego postać, zwłaszcza w pewnej odległości od powierzchni próbek, sugeruje silne rozdrobnienie austenitu z którego powstał.



Rys. 6.27 Mikrostruktury próbki odkształconej w płaskim stanie odkształcenia, z końcowym odkształceniem  $\varepsilon = 0,4$  oraz  $\varepsilon = 1$ .

Można wnioskować, iż ze względu na mniejszy gradient temperatury próbki odkształcane w płaskim stanie odkształcenia cechują się mikrostrukturą bardziej jednorodną.

## 7. Podsumowanie i wnioski końcowe

W pracy poddano dyskusji problem rozwoju mikrostruktur w stalach mikrostopowych oraz typu IF jako efekt zaawansowanej przeróbki cieplnomechanicznej. Szczególną uwagę poświęcono roli odkształcenia plastycznego na różnych etapach kształtowania mikrostruktury. Wykazano, że możliwym jest zdefiniowanie warunków procesowych dla badanych gatunków stali, w których przemiana ferrytyczna jest efektywnie intensyfikowana odkształceniem plastycznym. Na podstawie analizy przeprowadzonych badań doświadczalnych stwierdzono również, że istotny wpływ na kinetykę dynamicznej przemiany ferrytycznej (DPF) wywiera morfologia austenitu pierwotnego. Zidentyfikowano korzyści wynikające z silnego rozdrobnienia struktury ferrytycznej w badanych stalach. Szczegółowo omówiono różnice pomiędzy przemianami zachodzącymi w trakcie odkształcania a ich odpowiednikami. Następnie przeprowadzono analizę "statycznymi" metod intensyfikacji przemian dynamicznych i wykorzystania ich do produkcji stali o strukturach dwufazowych.

Wykorzystując wyniki przeprowadzonej analizy zaprojektowano oraz wykonano badania w warunkach złożonych schematów mechanicznych, podobnych do tych spotykanych w rzeczywistych procesach walcowania. Zastosowane schematy przeróbki cieplno-mechanicznej, wykorzystujące efekty DPF pozwoliły na dyskusję związków pomiędzy historią procesu odkształcania a stopniem rozdrobnienia mikrostruktury stali w obecności dyspersyjnych wydzieleń fazy obcej.

Porównanie austenitu powstałego w sposób dynamiczny z odmiennych struktur początkowych oraz charakterystyk plastycznego płynięcia podczas przemian fazowych pozwoliło na zaobserwowanie zjawisk tłumaczących podstawowe mechanizmy mikrostrukturalne występujące w badanych stalach. Udowodniono, że niezależnie od struktury pierwotnej przemiana indukowana odkształceniem jest efektywnym sposobem na wytworzenie zarówno ultradrobnoziarnistego austenitu, jak i ferrytu. Stwierdzono, że w przypadku odkształcania martenzytu kinetyka przemiany w austenit jest istotnie przyśpieszona, a stopień rozdrobnienia nowej fazy bardziej jednorodny. W przypadku dynamicznej przemiany ferrytycznej czynnikami kontrolującymi ten proces są: stopień rozdrobnienia austenitu pierwotnego oraz stopień jego umocnienia, skład chemiczny i wynikające z tego charakterystyczne temperatury przemian, prędkość chłodzenia i wynikający z niej stopień przechłodzenia w zakresie temperatur przemiany ferrytycznej, obecność dyspersyjnych cząstek fazy obcej, zwłaszcza wydzieleń indukowanych odkształceniem.

Szczegółowa analiza wpływu poszczególnych czynników procesowych oraz zrozumienie mechanizmów kontrolujących i towarzyszących przemianom pozwoliła wyodrębnić etapy DPF oraz dynamicznej przemiany odwrotnej. Zauważono, że w obydwu przypadkach występuje obszar, w którym otrzymany ułamek objętościowy fazy przemienionej przyrasta najszybciej ze wzrostem odkształcenia. Dalsze odkształcanie prowadzi do otrzymania udziału objętościowego fazy przemienionej wyższego od równowagowego. Obserwacje te pozwoliły na znalezienie optymalnych parametrów przeróbki cieplno-mechanicznej dla badanych gatunków stali mikrostopowych. W przypadku DPF zachodzącej w wyższej temperaturze, czyli dla stali typu IF zaobserwowano silną lokalizację odkształcenia powodującą silną niejednorodność mikrostruktury.

Analiza własności wytrzymałościowych oraz mikrostruktury wytworzonego materiału wykazała, iż daje się on formować bez utraty spójności w czasie odkształcania na zimno, wykazuje jednak tendencję do szybkiego lokalizowania się odkształcenia. Charakterystyczną cechą związaną z odkształceniem na zimno, jest uplastycznienie się fazy martenzytycznej spowodowane rozdrobnieniem ziarna ferrytu i dużą dyspersją wysp martenzytu, które zmniejszają różnicę we własnościach mechanicznych tych faz. Umożliwia to uzyskanie korzystnej kombinacji własności mechanicznych wyrobu gotowego. Mikrostruktura materiałów wytworzonych na drodze walcowania jest zróżnicowana na grubości pasma, a poszczególne warstwy posiadają cechy mikrostruktury bezpośrednio związane z historią zastosowanej przeróbki cieplno-mechanicznej.

Najważniejszymi oryginalnymi osiągnięciami wynikającymi z realizacji pracy są:

- Przeprowadzenie głębokiej analizy kinetyki oraz etapów dynamicznej przemiany ferrytycznej indukowanej odkształceniem w zależności od morfologii austenitu pierwotnego.
- Porównanie różnych schematów przeróbki cieplno-mechanicznej oraz efektów mikrostrukturalnych w fazie austenitycznej w wyniku zastosowania dynamicznej przemiany odwrotnej.

- Ocena szerokiego zakresu parametrów procesowych i materiałowych determinujących przebieg DPF.
- Wykonanie wieloskalowej analizy czynników procesowych kontrolujących przemiany dynamiczne (Rys. 7.1).
- Zbadanie procesu zarodkowania dynamicznej przemiany ferrytycznej w austenicie ultradrobnoziarnistym oraz umocnionym wydzieleniowo.



Rys. 7.1 Wieloskalowość analizy wpływu zjawisk związanych z DPF.

Podsumowując, dynamiczna przemiana ferrytyczna jest efektywną metodą wytwarzania struktury ultradrobnoziarnistej w stalach mikrostopowych. Morfologia austenitu, który podlegał przemianie ferrytycznej ma bardzo duży wpływ na charakterystykę plastycznego płynięcia, która pokazuje, że DPF jest mechanizmem zdrowienia mikrostruktury stosunkowo łatwym do zaobserwowania w czasie przeróbki cieplnomechanicznej. Wykorzystanie rozdrobnienia ziarna austenitu oraz procesu wydzieleniowego indukowanego odkształceniem intensyfikuje proces zarodkowania DPF. Wzrost umocnienia odkształceniowego, wydzieleniowego oraz od granic ziarn, zwiększający ilość zakumulowanej energii odkształcenia, wyraźnie podnosi ułamek objętości fazy ferrytycznej przemienionej dynamicznie przy tej samej wielkości odkształcenia. Przedstawione wyniki badań oraz przeprowadzona dyskusja pozwalają zidentyfikować parametry procesowe i mikrostrukturalne wpływające na korzystne efekty wynikające z zastosowania indukowanej odkształceniem przemiany ferrytycznej w badanych stalach.

## Literatura

- [1] F. Zhang, B. Han, B.Lv, T. Wang, Colored Metallography Study of Bainite Steel Used for High Speed Railway Crossing, Materials Science Forum 654-656 (2010) 142-145
- [2] H. Beladi, G.L. Kelly, A. Shokouhi, P.D. Hodgson, *The evolution of ultrafine ferrite formation through dynamic strain-induced transformation*, Materials Science and Engineering A 371 (2004) 343–352
- [3] S. Mukherjee, Nanoscale precipitation In Advanced High Strength Steels, Deakin University, 2011
- [4] Recrystallization & Thermomechanical Processing, <u>http://www.steeluniversity.org/content/html/eng/default.asp?catid=278&pageid=</u> <u>2081272707</u> dostęp 12.03.2014
- [5] J. Majta, Odkształcanie i własności. Stale mikrostopowe. Wybrane zagadnienia, Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-dydaktyczne, Kraków, 2008
- [6] R. Songa, D. Ponge, D. Raabe, J.G. Speer, D.K. Matlock, Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels, Materials Science and Engineering A 441 (2006) 1–17
- [7] H. Beladi, G. Kelly, P.D. Hodgson, Ultrafine grained structure formation in steels using dynamic strain induced transformation processing, International materials reviews 52 no. 1 (2007) 14-28, Maney Publishing, London, England
- [8] Products; Safety improvement, http://automotive.arcelormittal.com/tailoredblanks/TB\_products/Safety\_improve ment dostęp 08.03.2014
- [9] C. Cazes, F. Ronin, Use of HSS, VHSS and UHSS Steels in the Body in White: A Panorama of the Latest European Vehicles, State of Art and Perspectives, SAE Technical Paper 01 (2002) 2049
- [10] Multi-thickness laser welded blanks: Tailored Blanks, <u>http://automotive.arcelormittal.com/saturnus/sheets/S3\_EN.pdf</u> dostęp 10.02.2015
- [11] G.P. Thomas, The Future Of Steel In The Automotive Industry An Interview with Cees ten Broek, <u>http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=10538</u> dostęp 08.08.2014

- [12] B. Wang, NanoSteel has new high strength, light weight steel and gets GM Ventures Investment, 08.07.2012, <u>http://nextbigfuture.com/2012/08/nanosteel-has-new-high-strength-light.html</u>, dostęp 08.03.2014
- [13] T. Hickel, B. Grabowski, F. Körmann, J. Neugebauer, Advancing density functional theory to finite temperatures: methods and applications in steel design, Journal of Physics Condensed Matter, 24 (2012) 053202 doi:10.1088/0953-8984/24/5/053202
- [14] A. Etienne ,B. Radiguet ,N.J. Cunningham ,G.R. Odette ,R. Valiev ,P. Pareige, *Comparison of radiation-induced segregation in ultrafine-grained and conventional 316 austenitic stainless steels*, Ultramicroscopy 111(2011) 659– 663
- [15] J. Majta, K. Muszka, Mechanical properties of ultra fine-grained HSLA and Ti-IF steels, Materials Science and Engineering: A, 464 (2007) 186–191
- [16] K. Muszka, P. D. Hodgson, J,Majta, Study of the effect of grain size on the dynamic mechanical properties of microalloyed steels, Materials Science and Engineering A, 500 (2009) 25-33
- [17] V. M. Segal, V. I. Reznikov, A. E. Drobyshevskiy, V. I. Kopylov, *Plastic working of metals by simple shear*, Russian Metallurgy (Metally), 1 (1981) 99-105.
- [18] Y. Fukuda, K. Oh-ishi, Z. Horita and T.G. Langdon, *Processing of a Low-Carbon Steel by Equal-Channel Angular Pressing*, Acta Mater., 50 (2002) 1359-1368.
- [19] D. H. Shin, B. C. Kim, Y.S. Kim,K.-T. Park, *Microstructural Evolution in a Commercial Low Carbon Steel by Equal Channel Angular Pressing*, Acta Materialia, 48 (2000) 2247-2255
- [20] K. Muszka, Ł. Madej, J. Majta, *The effects of deformation and microstructure inhomogeneities in the Accumulative Angular Drawing (AAD)*, Materials Science and Engineering A, 574 (2013) 68-74
- [21] K. Doniec, *Mikrostrukturalne aspekty ograniczonej plastyczności materiałów o strukturach silnie rozdrobnionych*, Rozprawa doktorska, Kraków, 2011
- [22] H. Beladi, G. L. Kelly and P. D. Hodgson, *Microstructural evolution of ultrafine grained structure in plain carbon steels through single pass rolling*, Materials Science and Technology December, 20 (2004) 1538-1544

- [23] M. R. Hickson, R. K. Gibbs and P. D. Hodgson: ISIJ International, 39 (1999) 1176–1180
- [24] A. Kundu, C. L. Davis, M. Strangwood, *Effect of strain on recrystallisation during hot deformation in Nb-containing microalloyed steels*, Proceedings of 4th International Conference on Recrystallisation and Grain Growth, Sheffield, UK, 4-9 July 2010, 690-695
- [25] J.K. Choi, D.H. Seo, J.S. Lee, K.K. Um, W.Y. Choo, Formation of Ultrafine Ferrite by Strain-induced Dynamic Transformation in Plain Low Carbon Steel, ISIJ International, 43 (2003) 746–754
- [26] Y. Weng, Overview, Y. Weng (Ed.), *Ultra-Fine Grained Steels*, Metallurgical Industry Press, Beijing, (2009) 1–52
- [27] H. Yada, Y. Matsumura, K. Nakajima, United State Patent, 4,466,842, Nippon Steel Corporation, Tokyo (1984)
- [28] N. Tsuji, Y. Matsubara, Y. Saito, Dynamic recrystallization of ferrite in interstitial free steel, Scripta Materialia 37 (1997) 477–484
- [29] S.V.S. Murty, S. Torizuka, K. Nagai, T. Kitai, Y. Kogo, Dynamic recrystallization of ferrite during warm deformation of ultrafine grained ultralow carbon steel, Scripta Materialia,53 (2005) 763–768
- [30] J. Baczynski, J.J. Jonas, Torsion textures produced by dynamic recrystallization in α-iron and two interstitial-free steels, Metallurgical and Materials Transactions A, 29 (1998) 447
- [31] D.J. Hamre, D.K. Matlock, J.G. Speer, *Ultra-fine Structured Steels*, Canada Institute of Mining, Metallurgy and Petroleum, Montreal, Canada, (2004) 109– 121
- [32] H. Beladi, G. L. Kelly and P. D. Hodgson, Ultrafine grained structure formation in steels using dynamic strain induced transformation processing, International Materials Reviews, 52 (2007) 14–28
- [33] M. Blicharski, *Inżynieria materiałowa Stal*, Wydawnictwa Maukowo-Techniczne, Warszawa 2004, ISBN 83-204-2995-1
- [34] J. Lu, J. B.Wiskel, O. Omotoso, H. Henein, Do. G. Ivey, Matrix Dissolution Techniques Applied to Extract and Quantify Precipitates from a Microalloyed Steel, Metallurgical and Materials Transactions A, 42 (2010) 1767-1784
- [35] Y. Yamamoto, M.P. Brady, Z.P. Lu, C.T. Liu, M. Takeyama, P.J. Maziasz,B.A Pint., *Alumina-Forming Austenitic Stainless Steels Strengthened by Laves*

*Phase and MC Carbide Precipitates*, Metallurgical and Materials Transactions A, 38 (2007) 2737-2746

- [36] M. Militzer, W.P. Sun, J.J. Jonas, Modelling the effect of deformation-induced vacancies on segregation and precipitation, Acta Metallurgica et Materialia, 42 (1994) 133–141
- [37] M. Słomczyński, Przegląd zjawisk strukturalnych związanych z obróbką plastyczną metali, Obróbka plastyczna tom XXVI zeszyt 4 (1987)
- [38] K. Muszka, J. Majta, K. Doniec, D. Dziedzic, *Multiscale modeling of the deformation inhomogeneity in the Angular Accumulative Drawing process*, MS&T'11, Materials Science & Technology : 2011 conference & exhibition : October 16–20, 2011, Columbus, Ohio, USA. Warrendale, Pennsylvania : The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), (2011) 252–259
- [39] P.D. Hodgson, R.K. Gibbs, A Mathematical Model to Predict the Mechanical Properties of Hot Rolled C-Mn and Microalloyed Steels, ISIJ International, 32 (1992) 1329–1338
- [40] A. J. DeArdo, New Challenges in the Thermo mechanical Processing of HSLA Steels, Materials Science Forum, 426–432 (2003) 49–56
- [41] D.R. Barraclough, H.J. Whittaker, K.D. Nair, and C.M. Sellars, Effect of Specimen Geometry on Hot Torsion Test Results for Solid and Tubular Specimens, Journal of Testing and Evaluation, 1 (1973) 220–230
- [42] S. Zajac, Precipitation of Microalloy Carbo-nitrides Prior, During and After α/γ Transformation, Materials Science Forum, 500–501 (2005) 75–86
- [43] R. Manna, *Time Temperature Transformation (TTT) Diagrams*, <u>http://www.share-</u> <u>pdf.com/103f29170e1f4a2aa96acee11688cc8d/(TTT)%20Diagrams.htm</u> dostęp 3.06.2014
- [44] H.K.D.H. Bhadeshia, R.W.K. Honeycombe, Steels: Microstructure and Properties, wyd. 2 London, Arnold, 1995
- [45] L. Dobrzański, Metaloznawstwo z podstawami nauki o materiałach, wydanie trzecie, Wydawnictwa Naukowo-Techniczne, Warszawa 1996. ISBN 83-204-2086-5
- [46] Z. Kędzierski, *Termodynamika stopów*, Kraków : Wydaw. Akademii Górniczo-Hutniczej im. Stanisława Staszica, 1999

- [47] R.E. Smallman, A.H.W. Nagan, *Modern Physical Melatturgy*, Eighth Edition, Butterworth-Heinemann, Oxford, 2014
- [48] F. Sun, H. Sun, M. Li, B. Sun, Effects of Austenite Grain Size, Reduction and Cooling Rate on Ar<sub>3</sub> and Ferrite Grain Refinement, Proc. Conf. Thermec
  '88, Tokyo, Japan, June, The Iron and Steel Institute of Japan, 1 (1988) 391–396
- [49] S.-H. Song, X.-M. Chen, L.-Q. Weng, Solute diffusion during hightemperature plastic deformation in alloys, Materials Science and Engineering A, 528 (2011) 7196–7199
- [50] M. Biglari, Simulation of the austenite-ferrite transformation; effect of applied stress, Max-Planck-Institut für Intelligente Systeme, Institut für Materialwissenschaft Der Universität Stuttgart, Stuttgart 2012
- [51] R. Priestner, *Thermomechanical Processing of Microalloyed Austenite*, Proc. Conf. on Thermomechanical processing of microalloyed austenite, TMS-AIME, Pittsburgh, PA, USA, (January 1982) 455–466.
- [52] P. D. Hodgson, M. R. Hickson, R. K. Gibbs, *The Production and Mechanical Properties of Ultrafine Ferrite*, Materials Science Forum, 284–286 (1998) 63–72
- [53] H. Yada, Y. Matsumura, T. Senuma, *A new thermomechanical heat treatment for grain refining in low carbon steels*, Proc. Conf. Thermec '88, Tokyo, Japan, June 1988, The Iron and Steel Institute of Japan, 1 (1988) 200–207
- [54] M. I. Vega, S. F. Medina, M. Chapa, Determination of Critical Temperatures (T<sub>nr</sub>, Ar<sub>3</sub>, Ar<sub>1</sub>) in Hot Rolling of Structural Steels with Different Ti and N Contents, ISIJ International, 39 (1999) 1304–1310
- [55] Y. Adachi, T. Tomida, S. Hinotani, Ferrite Grain Size Refinement by Heavy Deformation during Accelerated Cooling in Low-carbon Steel, Testu-to-Hagane, 85 (1999) 620–627
- [56] E. I. Poliak and J. J. Jonas, *Initiation of Dynamic Recrystallization in Constant Strain Rate Hot Deformation*, ISIJ International, 43 (2003) 684–691
- [57] R. Priestner, Y. M. Al-Horr, A. K. Ibraheem, *Effect of strain on formation of ultrafine ferrite in surface of hot rolled microalloyed steel*, Materials Science and Technology, 18 (2002) 973–980
- [58] W.-Y. Choo, K. K. Um, J. S. Lee, D. H. Seo, J. K. Choi, Proc. Int. Symp. on 'Ultrafine grained steels', Fukuoka, Japan, September 2001, The Iron and Steel Institute of Japan, 2–9

- [59] H. Dong: Proc. Int. Symp. on 'Ultrafine grained steels', Fukuoka, Japan, September 2001, The Iron and Steel Institute of Japan, 18–25.
- [60] X. J. Zhang, P. D. Hodgson, P. F. Thomson, The effect of through-thickness strain distribution on the static recrystallization of hot rolled austenitic stainless steel strip, Journal of Materials Processing Technology, 60 (1996) 615–619
- [61] T. Inoue, S. Torizuka, K. Nagai, *Effect of shear deformation on refinement of crystal grains*, Materials Science and Technology, 18 (2002) 1007–1015
- [62] H. Yada, C.-M. Li, H. Yamagata, K. Tanaka, *Dynamic γ–to–α transformation Turing hot deformation in low carbon steel*, Proc. Conf. Thermec '97, Warrendale, PA, USA, July 1997, TMS, 765–770
- [63] P. J. Hurley, B. C. Muddle and P. D. Hodgson, MnS precipitation in association with manganese silicate inclusions in Si/Mn deoxidized steel, Metallurgical and Materials Transactions A, 32 (2001) 1507–1517
- [64] N. Park, S. Khamsuk, A. Shibata, N. Tsuji, Occurrence of dynamic ferrite transformation in low-carbon steel above Ae<sub>3</sub>, Scripta Materialia, 68 (2013) 538–541
- [65] J.K. Park, K.H. Kim, J.H. Chung, S.Y. Ok, Deformation-Induced Austenite-to-Ferrite Massive Transformation in Medium Carbon Steel, Metallurgical And Materials Transactions A, 39 (2008) 235
- [66] H. Yada, Y. Matsumura, K. Nakajima, United State Patent No. 4,466,842, 1984.
- [67] T. Inoue, S. Torizuka, K. Nagai, Formation of uniformly fine grained ferrite structure through multidirectional deformation, Materials Science and Technology, 17 (2001) 1329–1338
- [68] P. J. Hurley, Production of ultra-fine ferrite during thermomechanical processing of steels, PhD thesis, Monash University, Melbourne, Australia, 1999.
- [69] H. Beladi, G. L. Kelly, P. D. Hodgson, Formation of Ultrafine Grained Structure in Plain Carbon Steels Through Thermomechanical Processing, Materials Transactions, 45 (2004) 2214–2218
- [70] M. Calcagnotto, Y. Adachi, D. Ponge, D. Raabe, *Deformation and fracture mechanisms in fine and ultrafine grained ferrite/martensite dual-phase steels and the effect of aging*, Acta Materialia, 59 (2011) 658–670

- [71] M. Shaban, S. Gozalzadeh, B. Eghbali, Dynamic Strain Induced Transformation of Austenite to Ferrite during High Temperature Extrusion of Low Carbon Steel, Materials Transactions, 52 (2011) 8–11
- [72] S. J. Xie, P. K. Liaw, H. Choo, Tensile behavior and deformation mechanisms of bulk ultrafine-grained copper, Journal of Materials Science, 41 (2006) 6328
- [73] T. Yokota, K. Sato, M. Niikura, *Effects of Alloy System on Spontaneous* Reverse Transformation, Materials Science Forum Vols. 426–432 (2003) 1133– 1138
- [74] B. Pawłowski, Critical temperatures of steel AGH University of Science and Technology Press, Krakow 2012
- [75] D. Dziedzic, K. Muszka, J. Majta, Eric J. Palmiere, *Effect of strain-induced reverse transformation on austenite morphology of microalloyed steel*, Metal Forming 2012: proceedings of the 14th international conference on Metal Forming: September 16-19, 2012, Krakow, Poland, Steel Research International; spec. ed., (2012) 1255–1258
- [76] D. Dziedzic, K. Muszka, J. Majta, *Effect of austenite morphology on ferrite refinement in microalloyed steel*, 5th International Conference on Recrystallization and Grain Growth, 5–10 May 2013, Sydney, Australia, Materials Science Forum, 753 (2013) 542–545
- [77] S. Rudolph, Composition and Application of Coatings Based on Boron Nitride, Verlag Schmid GmbH, Freiburg, Germany, Interceram, 42 (1993) 302-305
- [78] M. Richert, *Inżynieria nanomateriałów i struktur ultra drobnoziarnistych*,
   Wydawnictwa AGH Kraków, 2006, ISBN: 83-7464-079-0
- [79] H. Beladi, Ultrafine ferrite formation in steels through thermomechanical processing, PhD Thesis, Deakin University, Geelong, Australia 2005.
- [80] K. Muszka, Wpływ rozdrobnienia struktury na mechanizmy umocnienia stali niskowęglowych odkształcanych plastycznie, rozprawa doktorska, Akademia Górniczo-Hutnicza im. Stanisława Staszica, Kraków 2008.
- [81] Electron Back-Scatter Diffraction (EBSD), <u>https://www.ifw-</u> dresden.de/?id=349 dostęp 15.04.2014.
- [82] T. Maitland, S.Sitzman, Electron Backscatter Diffraction(EBSD) Technique and Materials Characterization Examples, Zhou, Weilie, Wang, Zhong Lin (Eds.), Scanning Microscopy for Nanotechnology, 2007, ISBN 978-0-387-39620-0

- [83] T.H. Ahna, K.K. Umb, J.K. Choib, D. H. Kima, K.H. Oha, M. Kima, H.N. Hana, Small-scale mechanical property characterization of ferrite formed during deformation of super-cooled austenite by nanoindentation, Materials Science and Engineering A, 523 (2009) 173–177
- [84] V. Basabe, J. Jonas, H. Mahjoubi, *Dynamic Transformation of a Low Carbon* Steel at Temperatures above the A<sub>e3</sub>. ISIJ International, 51 (2011) 612–618
- [85] D. Dziedzic, K. Muszka, J. Majta, Strain-induced austenitic structure in microalloyed steels, Archives of Metallurgy and Materials. 58 (2013) 745-750

## Spis rysunków

Rys. 2.1 Udział procentowy różnych gatunków stali stosowanych w przemyśle	
motoryzacyjnym [8]. MS (ang. Mild Steels) stale niskowęglowe, HSS (ang.	
High Strength Steels) 220 MPa>R <sub>e</sub> > 400 MPa, VHSS (ang. Very High Strength	n
Steels) 400 MPa>R <sub>e</sub> > 600 MPa, UHSSVHSS (ang. Ultra High Strength Steels)	1
600 MPa <r<sub>e[9], LWB (ang. laser weldedblanks) technologia tłoczenia</r<sub>	
spawanych laserowo wykrojów z różnych taśm [10], TWB – układy	
wieloelementowe	11
Rys. 2.2 Udział procentowy oraz wytrzymałość na rozciąganie [MPa]stosowanych	
obecnie w przemyśle motoryzacyjnym gatunków stali (program FSV BEV) [1 – a). Schematy PCM wytwarzania stali DP i TRIP [5] – b)	1] 12
Rys. 2.3 Porównanie własności wytrzymałościowych i plastycznych poszczególnych	
grup stali [12,13]	14
Rys. 2.4 Porównanie ferrytu powstałego w wyniku przemiany statycznej - a) oraz	
dynamicznej - b) [25]. Ogólny schemat zastosowania dynamicznej przemiany	
ferrytycznej - c).	17
Rys. 2.5 Schematy procesów PCM wykorzystujących dynamiczna rekrystalizacje	
ferrytu - a), schemat podstawowej wersji wykorzystywania indukowanej	
odkształceniem przemiany odwrotnej w celu rozdrobnienia ziarna ferrytu - b)	
[26]	18
Rvs 2 6 Porównanie końcowych wielkości ziarna i odkształcenia potrzebnego do ich	1
uzyskania z wykorzystaniem różnych procesów [6 25 32]	20
Rvs 2.7 Fragment wykresu Fe-Fe <sub>2</sub> C z umiejscowieniem gatunków stali omawianyc	:h
w pracy	22
Rys 2.8 Rozpuszczalność pierwiastków mikrostopowych w zależności od	
temperatury [34]	23
Rys 2.9 Wykres fazowy układu Fe-Nh-C z oznaczonym położeniem składu stali z	
gruny HSLA [35]	23
Rys 2 10 Oddziaływanie pomiedzy procesem wydzieleniowym indukowanym	
odkształceniem a rekrystalizacja statyczna [24.25]	26
Rys 2 11 Procesy wydzieleniowe towarzyszące przemianie fazowej [42]	20
Rys. 2.11. Processy wydzielennowe towarzyszące przemianie razowej [42]	27
Rys. 2.12. 1 orownanie rozhyen produktów przemiany austenitu w zalażności od warunków	20
iggo powetowania [42]	<b>n</b> 0
Dys. 2.14. Zalożność ukomka objetoćniowago farryty jelestago od zawartoćni tyteny	20
Kys. 2.14. Zależność utalnka objętościowego terrytu igłasiego od zawartości tytanu	20
[44].	30
Kys. 2.15 Temperatury Krytyczne dla rozpoczęcia przemiany masywnej $I_0$ oraz	<b>7</b> 1
przemiany martenzytycznej $M_s$ w stali [46].	31
Rys. 2.16. Wpływ odkształcenia na wspołczynniki dyfuzji na przykładzie fosforu w	
zelazie $\gamma \le 950^{\circ}$ C [49]. Porownanie współczynników dytuzji w osnowie i w	
dyslokacjach, ze współczynnikiem dytuzji w osnowie zawierającej nadmiarowa	e
(wprowadzone przez odkształcenie) wakancje, - a). Wpływ dyfuzji	
przyspieszonej powstaniem dodatkowych wakancji oraz dyslokacji na ogólny	
współczynnik dyfuzji - b)	33
Rys. 2.17 Wpływ ciśnienia w trakcie odkształcania na równowagę termodynamiczną	
stali - a). Zmiana energii swobodnej zarodka w funkcji promienia dla różnych	
wartości przyłożonego jednoosiowego naprężenia - b) [50]	34
Rys. 2.18. Rodzaje przemian zachodzących pod wpływem odkształcenia.	35

Rys. 2.19 Indukowane odkształceniem przemiany dynamiczne zachodzące w odkształcenia	/ trakcie
Rys. 2.20. Zmiana parametrów sieci żelaza powodująca zmianę objętości wła	aściwej -
a). Wpływ energii odkształcenia zakumulowanej w austenicie na rown	owagową
temperaturę przemiany - b).	
Rys. 2.21. Rožnica wielkosci zarodka dla produktow poszczegolnych proces	0W
zdrowieniowych zachodzących w austenicie [25].	
Rys. 2.22 Morfologia ferrytu będącego efektem dynamicznej przemiany mas [65].	sywnej 42
Rvs. 2.23. Ogólny schemat przebiegu przemiany dynamicznej indukowanej	
odkształceniem [69] - a) Dominujący proces zachodzący w odkształca	invm
austenicie (UFF) – zakres ultradrobnoziarnistego ferrytu [32] - b)	
Rvs 2 24 Schematyczne przedstawienie warstw wystepujących w paśmie	
walcowanym nieco powyżej temperatury $Ar_2$ [32]	44
Rvs 2 25 Wpływ wielkości ziarna na napreżenie plastycznego płyniecia pod	dczas
odkształcania przechłodzonego austenitu - a) Wielkość ziarna ferrytu y	w funkcij
ułamka przemiany dla austenitu gruboziarnistego w próbie skrecanja n	a goraço
IG – ferryt zarodkujący wewnatrz zjąren austenitu GB – ferryt zarodku	uiacy na
granicach ziaren - h) [32]	ujący na 45
Rys 2 26 Zarodkowanie ferrytu na wydzieleniu VN [42]	
Rys. 2.20 Załodkowalne ferrytu na wydzielelnu VII [42].	w trakcie
trwającego indukowanego odkształceniem procesu wydzieleniowego N	w trakere
u wającego indukowanego odksztarcemeni procesu wydzieremowego i	NUC [25]. 16
Rys 2.28 Schemat zastosowanej w ninjejszej pracy indukowanej odkształcej	
nrzemiany odwrotnej	Δ7
Rys 2.29 Porównanie własności materiału uzyskanego w wyniku wyciskani	т/ ат
zastosowaniem dynamicznej przemiany ferrytycznej z materiałem w k	tórvm
ferryt nowstał na drodze przemiany statycznej [71]	.torym 48
Rys 2 30 Porównanie miejsca zerwania i przełomów próbek ze stali DP zaw	ieraiacei
około 30% martenzytu w osnowie ferrytu o różnym stopniu rozdrobnie	nia
Struktura gruboziarnista 12 4µm - a) drobnoziarnista 2 4µm - b)	/IIIa.
ultradrobnoziarnista 1 2 m - c) oraz ultradrobnoziarnista z dodatkowy	m niskim
odnuszczaniem d) [70]	/10
Rys 2 31 Porównanie miejsc zarodkowania pustek w stalach dwułazowych (	
stopniach rozdrobnienia mikrostruktury [70]	5 TOZITYCII 50
Rys 4.1 Ogólny schemat strategii budowy schematów przeróbki cienlno-	
mechanicznej wykorzystanej w badaniach własnych	54
Rys 4.2 Stanowisko wykorzystanej w badań plastometrycznych	
Rys. 4.2. Stanowisko wykorzystane do badań plastometrycznych	
Rys. 4.5. Ksztati probek wykorzystanych do badan prastonietrycznych.	
ASP.	
Rys. 4.5. Wyniki obliczeń składu fazowego dla stali mikrostopowej - a), oraz	z czas do
rozpoczęcia rekrystalizacji statycznej i procesu wydzieleniowego indul	kowanego
odkształceniem - b).	
Rys. 4.6. Krzywa dylatometryczna z naniesioną krzywą różniczkową wykorz	zystana do
dokładnego wyznaczenia temperatur krytycznych - a). Schemat przeró	bki
cieplno-plastycznej pozwalający wyznaczyć temperatury charakterysty	<i>czne</i>
(zaznaczone zielonym kolorem), dla konkretnych parametrów procesow	vych - b).

Rys.	4.7. Schematy przeróbki cieplno-mechanicznej zawierające etapy odkształcania na ciepło ferrytu - a), c) oraz martenzytu - b), d) zakończone hartowaniem w celu pokazania efektów dynamicznej przemiany austenitycznej - a), b) oraz zbadania wpływu tak powstałego austenitu na dalszą przeróbkę cieplno-	
Rys.	mechaniczną - c), d)	1
Rys.	4.9 Porównanie krzywych dla przemiany statycznej (kolor czarny) oraz przed i po przemianie potwierdzające jej dynamiczny charakter; dla chłodzenia - a), b) i	i
Rys 4	nagrzewania - c), d). Stał typu IF - a) ,c) oraz stał mikrostopowa - b), d) [76] 6. 10. Krzywe plastycznego płynięcia stali mikrostopowej z początkową	3
п	mikrostrukturą: ferrytyczną - a) oraz martenzytyczną - b). Stal IF - c)	4
Rys. Rys.	4.11 Sposob wycięcia probek do badan metalograficznych [75]	5 6
Rys.	4.13. Zamrożona mikrostruktura austenityczna w osnowie fazy nieprzemienionej powstała po odkształceniu i zahartowaniu nagrzanej do temperatury o 15°C	U
Rys.	niższej od Ac <sub>1</sub> mikrostruktury ferrytycznej - a) i martenzytycznej - b)	7 เ
	1200°C - c). Stal mikrostopowa (MA I)	8
Rys.	4.15. Wydzielenia ujawnione za pomocą mikroskopii skaningowej (oznaczone czerwonymi okręgami)	1
Rys.	4.16. Wydzielenia bogate w Ti	2
Kys.	4.17 Indukowane odkształceniem wydzielenie węglika niobu powstałe na drobnoziarnistym austenicie	2
Rvs	4 18 Uproszczony schemat przeróbki cieplno-mechanicznej zastosowanej w	5
1195.	badaniach własnych	4
Rys.	4.19. Porównanie krzywych płynięcia materiału podczas odkształcenia indukującego przemianę fazową dla stali mikrostopowej - a) oraz typu IF - b).	_
п	Oznaczenia jak w Tablicy 4.3.	5
Kys.	4.20. Wpływ morfologii austenitu przygotowanego w wyniku roznej historii odkształcania w warunkach PCM na mikrostrukturę produktów jego przemiany.	
		6
Rys.	4.21 Indukowana odkształceniem struktura ferrytyczna uzyskana z austenitu drobnoziarnistego - a) oraz gruboziarnistego - b)	8
Rys.	4.22 Struktura wewnątrz pasma ścinania dla najbardziej złożonego schematu odkształcania stali IF	8
Rys.	5.1. Porównanie współczynników tarcia grafitu oraz wykorzystanego w badaniach azotku boru [77]	2
Rys.	5.2. Stanowisko badawcze wykorzystane w drugiej części badań	2
	doświadczalnych	2
Rys.	5.3. Mikrostruktury: materiał wyjściowy - a) oraz po zahartowaniu - b)	4
Rys.	5.4. Porównanie kinetyk przemiany statycznej - a) oraz dynamicznej - b) 8.	5
Rys.	5.5. Krzywa plastycznego płynięcia badanej stali - a), oraz krzywa różniczkowa z zaznaczonymi punktami charakterystycznymi - b)	<u>z</u> 6
Rys.	5.6 Porównanie morfologii austenitu powstałego w wyniku przemiany statycznej dla rosnącej temperatury, w której przemiana podczas nagrzewania została przerwana, oraz dynamicznej z rosnącym odkształceniem dla podobnego ułamka przemiany	a 7
	± 2	

Rys.	5.7 Zarodkowanie przemiany dla małych wartości odkształcenia 0,035 - a), 0,085 - b) pokazane za pomocą analizy EBSD z wykorzystaniem kontrastu "band sonla" (ciemna obszary to martenzyt powstały z zarodków austenitu)
Rys.	5.8. Równoosiowe ziarna ferrytu powstałe w miejsce odpuszczonego martenzytu, z widocznymi wydzieleniami - a). Wynik analizy rentgenowskiej - b)
Rys.	5.9. Różnica pomiędzy austenitem powstałym dynamicznie i statycznie (metadynamicznie) po nagrzaniu materiału do 900°C 88
Rys.	5.10. Morfologia struktury austenitycznej po nagrzaniu do temperatury 860°C i 900°C $\varepsilon_{SRT}=0.45$
Rvs.	5.11. Przykłady dużych wydzieleń
Rys.	5.12. Mapa rozkładu Nb - a) i Ti - b) oraz spektrum dyspersji energii pozwalające identyfikować pierwiastki składowe wydzieleń - c)
Rvs	5 13 Mana składu chemicznego dla drobnych wydzieleń 93
Rvs.	5 14 Uśredniony wynik analizy zawartości pierwiastków dla drobnych wydzieleń
1195.	z obszaru oznaczonego czerwonym okregiem na poprzednim rysunku 93
Rys.	5.15 Drobne wydzielenia w próbce wytrzymywanej po odkształceniu 0,3 w 900°C przez 100s i odkształconej w 775°C 94
Rys.	5.16. Klastry wydzieleń w próbce wytrzymywanej przez 100s i odkształconej w celu indukowania przemiany dynamicznej, obserwowane w jasnym polu
D	widzenia za pomocą wysokorozdzielczej mikroskopii elektronowej
Rys.	5.17. Schemat PCM pozwalający wyznaczyć temperaturę rozpoczęcia
D	ferrytycznej przemiany dynamicznej
Rys.	5.18. Ułamek austenitu nieprzemienionego w funkcji temperatury - a) i czasu -
D	b)
Rys.	5.19. Krzywa płynięcia z naniesioną krzywą różniczkową i miejscami, w których zmienia kierunek. Pierwsze odkształcenie było realizowane podczas
_	nagrzewania w 740°C, natomiast drugie podczas chłodzenia w 775°C
Rys.	5.20. Schemat powstawania linii Kikuchiego [81]
Rys.	5.21. Wyniki analizy EBSD w kontraście BS próbki, dla której wartość
	ostatniego odkształcenia wynosiła 0,18 - a). Mapa wielkości ziaren - b)
Rys.	5.22. Mapa w kontraście BS oraz mapa orientacji dla odkształcenia końcowego
	0,35
Rys.	5.23. Tekstura - a) i rozkład wielkości ziarna - b)
Rys.	5.24. Mapy EBSD wykonane w kontraście "band slope" oraz mapy orientacji krystalograficznej
Rys.	5.25. Rozkład kątów dezorientacji granic ziaren dla odkształcenia końcowego =1 102
Rys.	5.26. Tekstura oraz rozkład wielkości ziarna dla odkształcenia końcowego ε <sub>DSIT</sub> =1
Rys.	5.27. Rozwój wielkości ziarna w trakcie odkształcania (na szaro oznaczono
5	fragmenty, w których kontrast BS pozwolił na wyróżnienie fazy martenzytycznej) $\varepsilon_{\text{DSVT}} = 0.18 - a) 0.33 - b$ 103
Rvs	5 28 Ilość ziaren (gestość zarodkowania) w zależności od odkształcenia - a)
1.90.	Udział fazy powstałej dynamicznie - b) na podstawie man EBSD 103
Rvs	5 29 Krzywa płyniecja dla dynamicznej przemiany ferrytycznej
1795.	intensyfikowanei wydzieleniami
Rvs	5 30 Rozkład - mana wykonana w technice hand slone oraz rozkład orientacji
1195.	krystalograficznych dla próbki wytrzymywanej przez 10s po odkształceniu w
	900°C

Rys.	5.31.Mapa wykonana w technice band slope oraz rozkład orientacji krystalograficznych dla próbki wytrzymywanej przez 100s po odkształceniu w 900°C 105
Rys.	5.32. Mapa wykonana w technice band slope dla próbki wytrzymywanej przez 1000s po odkształceniu w 900°C
Rys.	6.1. Stanowisko: symulator termomechaniczny, wykorzystywany głównie w drugiej części badań - a) oraz walcarka duo wykorzystywana w trzeciej - b) 107
Rys.	6.2 Kształt próbek do rozciągania wycinanych z blach walcowanych - a) oraz z próbek po ściskaniu w płaskim stanie odkształcenia - b). Kształt próbek do ściskania w płaskim stanie odkształcenia - c).
Rvs.	6.3 Schematy PCM zastosowane w ostatniej cześci badań.
Rvs.	6.4 Naciski podczas walcowania
Rys.	6.5 Zmiana twardości na przekroju pasma po odkształceniu plastycznym na zimpo dla materiału wyjściowego w którym sprz=0.45 - a) i 1 - b) 111
Rvs	6 6 Porównanie krzywych płyniecja dla materiału wytworzonego przez zadanie
itys.	odkształcenia indukującego DPF równego 1 - a) lub 0,45 - b) w gruboziarnistym austenicie zawierającym drobne wydzielenia
Rys.	6.7 Krzywa płynięcia dla rozciąganej próbki wytworzonej w ściskaniu w płaskim stanie odkształcenia dla odkształcenia ε <sub>DSUT</sub> =1 (PSC1) oraz 0.45 (PSC4) 112
Rvs.	6.8 Mapa rozkładu odkształcenia w kierunku walcowania dla próbki z
j~:	odkształceniem indukującym przemianę ferrytyczną 0,45 w stanie po chłodzeniu a) oraz no dywetanowym odkształceniu na zimno b)
Rvs	6 9 Porównanie przekrojów próbek uzyskanych w jednym i dwóch gniotach na
Kys.	$z_{imno}$ dla materialu w którym $z_{imro} = 0.45 - a) i (1 - b)$ 114
Rvs	6 10 Porównanie odkształcenia w zakresie odkształcenia przeweżeniowego
1195.	próbki ze stali mikrostopowej uzyskanej z wykorzystaniem PDF $\varepsilon_{DIST} = 0.45$ po
	dwuetapowym odkształceniu na zimno - a) oraz po walcowaniu na gorąco stali 25CrMo4-T poddanej podobnemu schematowi odkształcaniu na zimno - b). 115
Rys.	6.11 Lokalizacja odkształcenia w rozciąganych próbkach z materiału
5	odkształcanego w płaskim stanie odkształcenia w celu uzyskania DPF w
	ultradrobnoziarnistej strukturze austenitycznej $\varepsilon_{DIST} = 0,45 - a$ ), 1 - b)
Rys.	6.12 Przełom próbki po PSC $\varepsilon_{DIST}$ =1 i 0,45
Rys.	6.13 Niejednorodność mikrostruktury na przekroju pasma walcowanego z
	odkształceniem $\varepsilon_{DSIT}=0,45$ oraz 1. Kolejne fotografie zostały wykonywane w
	takich samych odstępach
Rys.	6.14 Przełom próbki po rozciąganiu (ε <sub>DIST</sub> =1)118
Rys.	6.15 Mikrostruktura z naniesioną linią rerezentującą charakterystyczne obszary
	próbki ( $\varepsilon_{DSIT}$ =1). Warstwa zawierająca odkształcenie w zakresie dwufazowym
_	po lewej stronie
Rys.	6.16 Schemat wspomagający ocenę wpływu historii PCM oraz wynikających z
	tego procesów mikrostrukturalnych na końcową niejednorodność mikrostruktury
_	na przekroju walcowanego pasma
Rys.	6.17 Mikrostruktura powstała w wyniku DPF
Rys.	6.18 Mikrostruktura warstwy ultradrobnoziarnistej po maksymalnym
	odkształceniu równomiernym w trakcie rozciągania - a) oraz w pobliżu miejsca
D	zerwania probki, czyli w stretie odkształcenia przewężeniowego - b) 121
Kys.	6.19 Mikrostruktura powstała w wyniku odkształcania w zakresie dwufazowym.
л	
Kys.	6.20 Składniki mikrostrukturalne warstwy powstałej w wyniku odkształcenia w
	zakresie dwułazowym

Rys. 6.21 Zarodkowanie pustek w pobliżu miejsca zerwania próbki, czyli	w strefie
odkształcenia przewężeniowego.	122
Rys. 6.22 Morfologia środkowej warstwy pasma po walcowaniu celu wyw	vołania
dynamicznej przemiany ferrytycznej.	123
Rys. 6.23 Odkształcona struktura środkowej części pasma pochodząca z c	zęści próbki,
która odkształciła się równomiernie - a), oraz w pobliżu miejsca zer	wania - b).
Rys. 6.24 Przekrój przełomu zerwanej próbki.	
Rys. 6.25 Mikrostruktura warstwy przejściowej.	125
Rys. 6.26 Rozkład twardości na przekroju próbki ściskanej w płaskim star	nie
odkształcenia	125
Rys. 6.27 Mikrostruktury próbki odkształconej w płaskim stanie odkształc	cenia, z
końcowym odkształceniem $\varepsilon=0,4$ oraz $\varepsilon=1$ .	
Rys. 7.1 Wieloskalowość analizy wpływu zjawisk związanych z DPF	129

## Spis tablic

Tablica 2.1. Porównanie procesów wytwarzania materiałów ultradrobnoziarnistych	
[6,25,32].	19
Tablica 4.1 Składy chemiczne i równowagowe temperatury przemian dla badanych	
materiałów	56
Tablica. 4.2. Metody stosowane do obserwacji i analizy wydzieleń	70
Tablica 4.3. Zestawienie zastosowanych w badaniach schematów przeróbki cieplno-	
mechanicznej.	73
Tablica. 6.1 Schematy walcowania na zimno1	10
Tablica. 6.2. Porównanie przewężenia procentowego przekroju Z, dla próbek po	
różnych schematach odkształcenia1	17