



Zmiany mikrostruktury i własności stopu aluminium 7075 po odkształceniu metodą KOBO i rozciąganiu

Changes of the microstructure and properties of 7075 aluminum alloy after deformation by the KOBO method and tension

(1) Daniel Andrzejewski*, (2) Agnieszka Laurentowska-Tyczka

Instytut Obróbki Plastycznej, ul. Jana Pawła II nr 14, 61-139 Poznań, Poland

Informacje o artykule

Data przyjęcia: 14.07.2015
Data recenzji: 9.05.2017
Data akceptacji: 30.06.2017

Wkład autorów

- (1) Przeprowadzenie badań, opracowanie wyników badań, opracowanie wniosków
- (2) Opracowanie koncepcji badawczej, przeprowadzenie pomiarów, opracowanie wyników badań, opracowanie wniosków

Streszczenie

Wysoko wytrzymały i trudnoodkształcalny stop aluminium 7075 w stanie T6 poddano wyciskaniu metodą KOBO w temperaturze 400°C i temperaturze pokojowej. Po wyjściu pręta z matrycy zastosowano 2 warianty chłodzenia, tj. w wodzie i na powietrzu. Badano wpływ odkształcenia metodą KOBO (która jest zaliczana do metod SPD) na wielkość ziaren, stosując technikę EBSD, która dodatkowo pozwoliła na określenie kąta dezorientacji pomiędzy ziarnami. Próbki do badań przygotowano techniką polerowania mechanicznego lub elektrochemicznego. Wykazano, że obie metody przygotowania złądów metalograficznych są odpowiednie, gdyż pozwalają na uzyskanie wyraźnego obrazu dyfrakcji. Niemniej jednak preparatyka jest nieco bardziej złożona niż w przypadku przygotowania złądów do obserwacji za pomocą mikroskopii świetlnej. Z materiału w stanie wyjściowym oraz z wyciśniętych prętów wykonano próbki wytrzymałościowe, które poddano rozciąganiu w temperaturze pokojowej oraz w 400°C. W przypadku materiału po procesie KOBO wydłużenie wyniosło 247%, co sugeruje uzyskanie stanu nadplastycznego. Pomimo zbliżonego rozmiaru ziarna materiału w stanie wyjściowym nie wykazywał on odkształcenia nadplastycznego, a wydłużenie wyniosło 75%). Wskazuje to na inne czynniki i elementy mikrostruktury niż rozmiar ziarna, które umożliwiają osiągnięcie odkształcenia nadplastycznego. Mikrostruktura po odkształceniu nadplastycznym stopu, pomimo dużego odkształcenia, zawiera ziarna o kształcie w przybliżeniu równoosiowym. Mikrostruktura stopu, po odkształceniu w temperaturze pokojowej, wygląda zupełnie inaczej – ziarna są wydłużone, a pomiędzy nimi znajdują się kolonie w przybliżeniu równoosiowych ziaren.

Słowa kluczowe: metoda KOBO, odkształcenie nadplastyczne, EBSD, właściwości plastyczne, kąt dezorientacji ziaren

Article info

Received: 14.07.2015
Reviewed: 9.05.2017
Accepted: 30.06.2017

Authors' contribution

- (1) Conduct studies, research results, develop proposals
- (2) Developing the concept of research, conducting measurements, research results, developing proposals

Abstract

High-strength and hard-deformable 7075 aluminum alloy in T6 state underwent KOBO extrusion at a temperature of 400°C and room temperature. After the rod's exit from the die, 2 cooling variants were applied, i.e. in water and in air. The influence of KOBO deformation (classified as an SPD method) on grain size was investigated using the EBSD technique, which additionally made it possible to determine the disorientation angle between grains. Test samples were prepared by the mechanical or electrochemical polishing technique. It was demonstrated that both methods of preparing metallographic specimens are adequate as they afford a clear diffraction picture. Nevertheless, preparation is somewhat more complex than in the case of preparing specimens for light microscopy. Samples for strength testing were made from material in its original state as well as from extruded rods, and these samples underwent tension at room temperature and 400°C. In the case of material after the KOBO process, elongation amounted to 247%, which suggests that a superplastic state was achieved. Despite having similar

* Autor do korespondencji. Tel.: +48 61 657 05 55; fax: +48 61 657 07 21; e-mail: daniel.andrzejewski@inop.poznan.pl

* Corresponding author. Tel.: +48 61 657 05 55; fax: +48 61 657 07 21; e-mail: daniel.andrzejewski@inop.poznan.pl

grain size, the material in its original state did not exhibit superplastic deformation, and elongation equaled 75%. This indicates other factors and microstructural elements other than grain size that enable achievement of superplastic deformation. After superplastic deformation of the alloy, its microstructure still contains grains with an approximately equiaxial shape despite the high deformation. The alloy's microstructure after deformation at room temperature has a completely different appearance – grains are elongated, and colonies of approximately equiaxial grains are found between them.

Keywords: KOBO method, superplastic deformation, EBSD, plastic properties, grain confusion angle

1. WSTĘP

Bardzo dobre właściwości plastyczne i wytrzymałościowe stopu 7075 w stanie T6 po przesycaaniu i starzeniu $R_{p0,2}$, wynoszące około 505 MPa, R_m ok. 570 MPa, A ok. 10% oraz mała gęstość stopu (ok. 2700 kg/m³) powodują zastosowanie jego w przemyśle [1]. Wykorzystanie metod dużego odkształcenia plastycznego SPD – ang. *Severe Plastic Deformation*, do kształtowania plastycznego stopów może wpływać na wzrost właściwości mechanicznych. W tym przypadku obserwuje się rozdrobnienie ziaren stopu aluminium do zakresu mikro- lub nanometrycznego, które zachodzi pod wpływem dużego odkształcenia. Nie oznacza to jednak, że wielkość ziarna jest jedynym parametrem strukturalnym wpływającym na właściwości mechaniczne tych stopów. Podczas intensywnego odkształcenia plastycznego dyslokacje w splotach dyslokacyjnych wskutek intensywnego zdrowienia ulegają przegrupowaniu, tworząc podgranice, a ich kąt dezorientacji powiększa się. Dodatkowo zmniejszają się odległości między granicami ziaren mierzone prostopadle do kierunku ich wydłużenia podczas odkształcania. Minimalna wielkość ziarna, możliwa do osiągnięcia poprzez rozdrobnienie struktury metodami SPD, jest dla każdego materiału charakterystyczna i uzależniona m.in. od jego skłonności do anihilacji defektów generowanych podczas odkształcenia, głównie dyslokacji oraz od szybkości procesów zdrowienia i rekrytalizacji [2]. Przykładem może być współbieżne wyciskanie metodą KOBO skutkujące silną ingerencją w mikrostrukturę metalu, która wiąże się z dużym wzrostem koncentracji defektów sieci krystalicznej, w tym przede wszystkim defektów punktowych (Frenkla) [3, 4]. Mikrostruktura materiałów otrzymywanych metodami SPD zależy od takich czynników związanych z pro-

1. INTRODUCTION

The very good plastic and strength properties of 7075 aluminum alloy in T6 state, after hyperquenching and aging, $R_{p0,2}$ equal to approx. 505 MPa, R_m approx. 570 MPa, A approx. 10%, and the alloy's low density (approx. 2700 kg/m³), are the reasons for its industrial applications [1]. The application of Severe Plastic Deformation (SPD) methods for plastic shaping of alloys may cause their mechanical properties to increase. In this case, refinement of the aluminum alloy's grains to the micro- or nanometric scale is observed, and this occurs under the influence of high deformation. However, this does not mean that grain size is the only structural parameter that has an effect on these alloys' mechanical properties. Over the course of intensive plastic deformation, dislocations in dislocation tangles regroup as a result of intensive recovery, forming sub-boundaries, and their angle of disorientation increases. In addition, the distances between grain boundaries, measured perpendicularly to the direction of their elongation during deformation, decrease. The minimum grain size that can be achieved through refinement of structure using SPD methods is specific for every material and depends on, among other things, the material's tendency to annihilate defects generated during deformation, mainly dislocations, and the rate at which recovery and recrystallization processes take place [2]. KOBO co-extrusion, which strongly interferes with a metal's microstructure and is linked to a large increase in defect concentration within the crystalline lattice, particularly including point (Frenkl) defects, is an example of such a method [3, 4]. The microstructure of materials obtained by SPD methods depends on factors related to the deformation process, such as: cumula-

cesem odkształcenia, jak: wartości odkształcenia skumulowanego, prędkości odkształcania, wartości odkształcenia w cyklu skręcania matrycy oraz temperatury i jej wzrostu wywołanego intensywnym odkształceniem plastycznym [5].

W pracy zastosowano metodę badań strukturalnych EBSD – ang. *Electron Backscatter Diffraction*, opartą na zjawisku dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych. Pozwala ona na ujawnienie wzajemnego ułożenia ziaren oraz na analizę fazową badanych materiałów. Umożliwia ocenę orientacji krystalograficznej sąsiednich ziaren oraz określenia kąta dezorientacji pomiędzy poszczególnymi ziarnami. W metodzie EBSD oddziaływanie zogniskowanej wiązki elektronów z próbką nachyloną pod kątem 70° względem osi elektronooptycznej skaningowego mikroskopu elektronowego powoduje, że elektrony wnikałe na niewielką głębokość pod powierzchnię próbki, ulegają wstecznemu rozpraszaniu, tworząc obraz dyfrakcyjny w formie linii Kikuchi'ego [6].

Uzyskany obraz linii Kikuchi'ego poddawany jest analizie z użyciem w pełni skomputeryzowanej techniki badawczej. Określenie orientacji krystalograficznej sprowadza się do zlokalizowania układu osi współrzędnych analizowanej próbki względem układu osi krystalograficznych danego ziarna. Program komputerowy porównuje orientacje w sąsiadujących ze sobą miejscach analizy i jeżeli różnica kątowa nie przekracza określonej wartości (względne określenie orientacji pomiędzy dwoma sąsiadującymi punktami pomiarowymi – kątowa zdolność rozdzielcza analizy), to te dwa sąsiadujące punkty są zakwalifikowane jako pochodzące od jednego ziarna. W podobny sposób identyfikacja składników fazowych odbywa się przez porównanie linii Kikuchiego zarejestrowanych na próbkach z wzorcami wygenerowanymi przez program sterujący detektorem EBSD z wykorzystaniem przyjętej i określonej przez operatora bazy danych. Każda taka baza danych jest zbiorem informacji o cechach i parametrach struktury różnych składników fazowych, w tym ich grupy przestrzennej, grupy dyfrakcyjnej Lauego, układu krystalograficznego, stałych sieciowych komórki elementarnej [6, 7].

Celem niniejszej pracy było opracowanie mikrostruktury stopu aluminium 7075 po wy-

tive deformation values, deformation rate, deformation values over the course of the die torsion cycle, as well as temperature and its increase due to intensive plastic deformation [5].

Electron Backscatter Diffraction (EBSD), based on the diffraction phenomenon of backscattered electrons, was applied in this work. It makes it possible to reveal grains' mutual arrangement as well as phase analysis of the tested materials. It also allows for assessment of the crystallographic orientation of neighboring grains and determination of the angle of disorientation between individual grains. In the EBSD method, the interaction between a focused electron beam and a sample inclined at an angle of 70° relative to the electron-optic axis of the scanning electron microscope causes electrons penetrating to a small depth under the sample's surface to be backscattered, forming a diffraction pattern in the form of a Kikuchi line [6].

The obtained Kikuchi line image is analyzed using a fully computerized research technique. Determination of crystallographic orientation boils down to locating the system of coordinate axes of the analyzed sample relative to the system of crystallographic axes of a given grain. Computer software compares orientations at neighboring points of analysis, and if the angular difference does not exceed a specific value (relative measure of orientation between two neighboring points of measurement – angular resolution of analysis), then these two neighboring points are qualified as originating from a single grain. Similarly, identification of phase components occurs by comparing the Kikuchi lines registered on samples with standard patterns generated by the program controlling the EBSD detector with the use of a database accepted and defined by the operator. Each such database is a set of information about the structural features and parameters of different phase components, including their spatial group, Laue diffraction class, crystallographic system, lattice constants of the unit cell [6, 7].

The goal of this work was to investigate the microstructure of 7075 aluminum alloy after KOBO extrusion and after deformation by tensile

ciskaniu metodą KOBÓ oraz po odkształceniu w próbie rozciągania, w tym również po odkształceniu nadplastycznym i powiązanie uzyskanych wyników z uzyskanymi właściwościami wytrzymałościowymi. Podjęte badania miały wykazać powiązanie pomiędzy wielkością wytworzonych w procesach SPD ziaren stopu aluminium oraz udziałem nisko- i wysokokątowych granic ziaren z wytrzymałością i własnościami plastycznymi materiału.

2. PRZEDMIOT I METODYKA BADAŃ

Materiałem badań był stop aluminium serii 7xxx, tj. stop AW-7075. Skład chemiczny materiału podano w tab. 1.

testing, including after superplastic deformation, and to link the results to obtained strength properties. These investigations were intended to demonstrate the relationship between the grain sizes of aluminum alloy formed in SPD processes as well as the share of low- and high-angle grain boundaries and the strength and plastic properties of the material.

2. TESTING SUBJECT AND METHODOLOGY

The tested material was 7xxx series aluminum alloy, i.e. AW-7075 alloy. The material's chemical composition is given in Tab. 1.

Tab. 1. Skład chemiczny stopu AW-7075 określony metodą EDS (% wagowy)

Tab. 1. Chemical composition of AW-7075 alloy determined by EDS (% wt.)

	Zn	Mg	Cu	Cr	Mn	Si	Fe	Ti	Al
AW-7075	5,00	3,23	1,31	0,29	0,13	0,12	0,21	0,18	reszta / remainder

Stop AW-7075 badano w stanie wyjściowym T6 (po przesycaaniu i starzeniu przeprowadzonym w hucie, zgodnie z wytycznymi normy), po odkształceniu metodą KOBÓ ze stopniem przerobu wynoszącym $\lambda=11$ (odkształcenie rzeczywiste = 2,4) oraz po odkształceniu przez rozciąganie w temperaturze otoczenia i w temperaturze 400°C.

Proces wyciskania przeprowadzono z użyciem prototypowej prasy typu KOBÓ w Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie. Wsad do procesu stanowił wałek o średnicy 40 mm i długości 40 mm będący w stanie twardym T6. Prędkość wyciskania wynosiła 0,5 mm/s, częstotliwość skręcania matrycy wynosiła 5 Hz przy kącie skręcania +/- 8°. Warunki temperaturowe procesu wyciskania oraz zestawienie wariantów obróbki badanych próbek pokazano w tab. 2.

AW-7075 alloy was tested in its original state – T6 (after hyperquenching and ageing performed at the mill, according to standard guidelines), after KOBÓ deformation with degree of extrusion reduction $\lambda=11$ (actual deformation = 2.4), and after tensile deformation at room temperature and 400°C.

The extrusion process was performed using a prototype KOBÓ press at AGH University of Science and Technology in Cracow. The charge for the process was a cylinder with a diameter of 40 mm and length of 40 mm in T6 hard state. The extrusion rate was 0.5 mm/s, and the die torsion frequency was 5 Hz at a torsion angle of +/- 8°. The temperature conditions of the extrusion process and a compilation of the variants of treatment of the tested samples are shown in Tab. 2.

Tab. 2. Zestawienie wariantów wytwarzania materiału i warunków badania próbek
 Tab. 2. Compilation of the variants of material production and sample testing conditions

Nr próbki Sample No.	Metoda SPD SPD method	Parametry odkształcenia Deformation parameters	Stan materiału próbki State of sample material
1	stan wyjściowy Original state	—	materiał wyjściowy w stanie T6 original material in T6 state
2			materiał po statycznej próbie rozciągania w temp. pokojowej material after static tensile test at room temperature
3			materiał po statycznej próbie rozciągania w temp. 400°C material after static tensile test at 400°C
4	KOBO_A	odkształcenie rzeczywiste = 2,4, $\lambda=11$, T otoczenia, chłodzenie na powietrzu actual deformation = 2.4, $\lambda=11$, room T, air cooling	materiał po procesie KOBO material after KOBO process
5			materiał po procesie KOBO oraz statycznej próbie rozciągania w temp. pokojowej material after KOBO process and static tensile test at room temperature
6			materiał po procesie KOBO oraz statycznej próbie rozciągania w temp. 400°C material after KOBO process and static tensile test at 400°C
7	KOBO_B	odkształcenie rzeczywiste = 2,4, $\lambda=11$, T=400°C, chłodzenie wodą actual deformation = 2.4, $\lambda=11$, T=400°C, water cooling	materiał po procesie KOBO material after KOBO process

Przeprowadzono próbę rozciągania z zastosowaniem mikrotastera MT5000H (Gatan), o maksymalnej sile rozciągania 5000 N. Do statycznej próby rozciągania zastosowano próbki o długości pomiarowej L_0 , wynoszącej 3,2 mm, które pobrano wzdłużnie z pręta. Zmiany struktury obserwowano z pomocą skaningowego mikroskopu elektronowego Inspect S (FEI), wyposażonego w system EBSD.

Zgłady metalograficzne przygotowano, stosując szlifowanie na papierach ściernych o gradacji do 2000 lub 4000. Następnie próbki poddano polerowaniu mechanicznemu lub elektrochemicznemu przy różnych kombinacjach parametrów polerowania (dla polerowania mechanicznego zmieniano materiał polerski oraz czas poszczególnych zabiegów, dla polerowania elektrochemicznego napięcie prądu oraz czas zabiegu) dobranych tak, aby uzyskać możliwie najlepszy obraz struktury próbki.

The tensile test was performed with the application of an MT5000H microtester (Gatan), which has a maximum tensile force of 5000 N. Samples collected longitudinally from the rod, with measuring length L_0 equal to 3.2 mm, were applied in the static tensile test. Structural changes were observed under an Inspect S (FEI) scanning electron microscope equipped with an EBSD system.

Metallographic specimens were prepared by grinding on 2000- or 4000-grade sandpaper. Next, the specimens were polished mechanically or electrochemically, with various combinations of polishing parameters (the polishing material and the time of individual operations were changed in the case of mechanical polishing, and voltage and operation time were changed for electrochemical polishing), which were selected so as to achieve the best possible image of the specimen's structure.

3. WYNIKI BADAŃ I DYSKUSJA WYNIKÓW

3. TEST RESULTS AND DISCUSSION

W tab. 3 zestawiono właściwości mechaniczne próbek nr 2, 3, 5 i 6 uzyskane w statycznej próbie rozciągania.

Tab. 3 compiles the mechanical properties of samples no. 2, 3, 5 and 6 obtained in the static tensile test.

Tab. 3. Właściwości mechaniczne stopu AW-7075 w stanie T6 oraz po procesie KOBO_A wyznaczone w statycznej próbie rozciągania

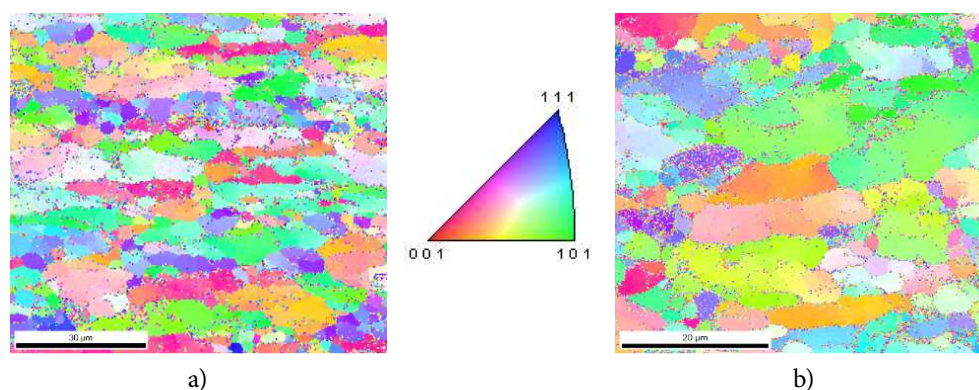
Tab. 3. Mechanical properties of AW-7075 alloy in T6 state and after the KOBO_A process, determined by static tensile testing

Nr próbki Sample no.	Temp. badania Test temperature	Prędkość ruchu trawersy Cross-bar movement rate	Początkowa prędkość odkształcenia Initial rate of deformation	a ₀	b ₀	F _m	R _m	A
	°C	mm/min	s ⁻¹	mm	mm	N	MPa	%
2	20	0,5	0,003	2,473	3,008	4294	577	8,7
3	400	0,5	0,003	2,469	3,003	172	23	75
5	20	0,5	0,003	2,979	2,13	2553	402	14,4
6	400	1	0,005	2,960	2,982	207	23,4	247

a₀ – grubość początkowa / initial thickness
b₀ – szerokość początkowa / initial width

Wyniki badań EBSD dla wybranych wariantów próbek (nr 1, 4, 5, 6, 7) w postaci map orientacji krystalograficznych pokazano na rys. 1, 4, 7, 9, 10. Dla wybranych obrazów struktury przeprowadzono analizę wielkości ziaren oraz rozkładu kątów dezorientacji, które pokazano w formie histogramów na rys. 2, 3, 5 i 11.

The results of EBSD tests for selected sample variants (no. 1, 4, 5, 6, 7) in the form of crystallographic orientation maps are shown in Fig. 1, 4, 7, 9, 10. Analysis of grain size and disorientation angle distribution was conducted for selected images of the structure, and the results are shown in form of histograms in Fig. 2, 3, 5 and 11.



Rys. 1. Mapa orientacji krystalograficznych próbki nr 1 w stanie T6 (po przesycaniu i starzeniu) po polerowaniu elektrochemicznym (a) oraz mechanicznym (b)

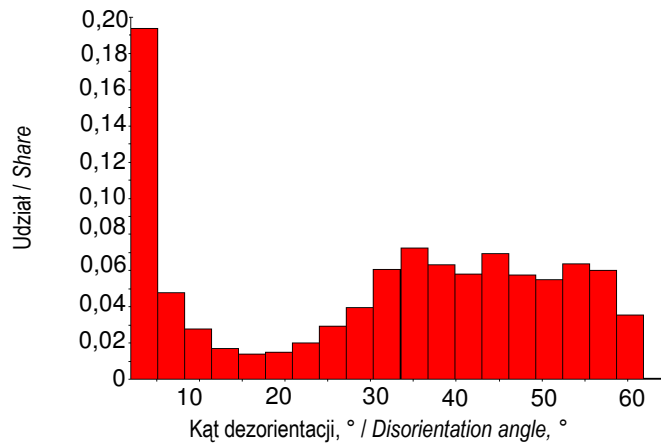
Fig. 1. Map of crystallographic orientation of sample no. 1 in T6 state (after hyperquenching and ageing) after electrochemical (a) and mechanical (b) polishing

Analizę w obszarach 1 i 2 (rys. 1a i 1b) wykonano po przygotowaniu próbki poprzez polerowanie elektrochemiczne, natomiast w obszarze 3 (rys. 1c) po polerowaniu mechanicznym.

Analysis in areas 1 and 2 (Fig. 1a and 1b) was conducted after preparing the sample by electrochemical polishing, and in area 3 (Fig. 1c) after mechanical polishing. In addition, the angle

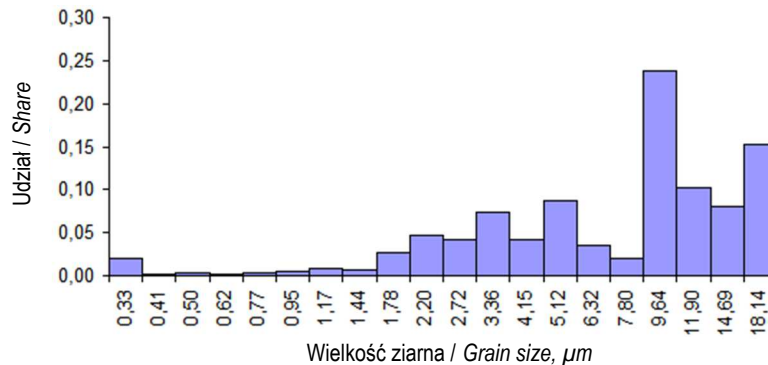
Dodatkowo przeprowadzono ocenę kąta dezorientacji ziaren próbki nr 1 po polerowaniu mechanicznym w obszarze 3 oraz statystyczną ocenę wielkości ziaren. Wyniki przedstawiono na rys. 2 i 3.

of disorientation of the grains was assessed in sample no. 1 after mechanical polishing in area 3, and statistical assessment of grain size was conducted. The results are presented in Fig. 2 and 3.



Rys. 2. Histogram rozkładu kątów dezorientacji ziaren w próbce nr 1 w obszarze 3 (zgląd po polerowaniu mechanicznym)

Fig. 2. Histogram of grain disorientation angle distribution in sample no. 1 in area 3 (metallographic specimen after mechanical polishing)

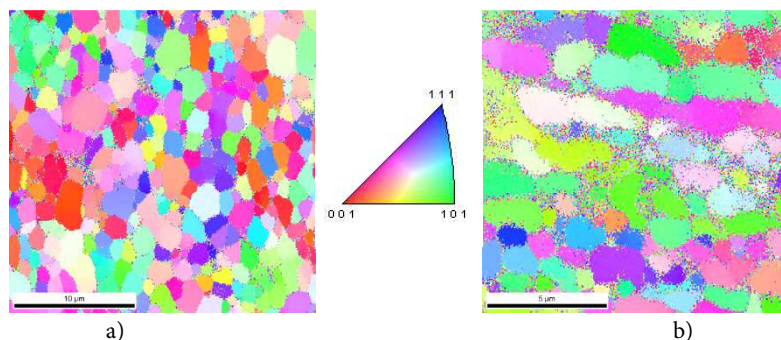


Rys. 3. Histogram wielkości ziaren próbki nr 1 w obszarze 3 (próbka polerowana mechanicznie)

Fig. 3. Histogram of grain sizes in sample No. 1 in area 3 (mechanically polished sample)

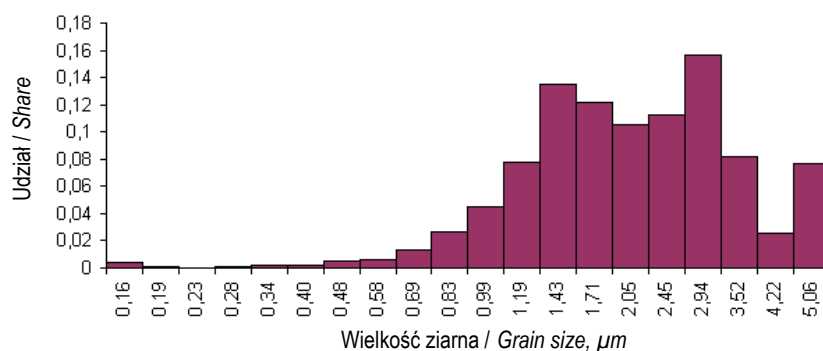
Jakość obrazu map przedstawionych na rys. 1 wskazuje na prawidłową preparatykę próbek, zarówno poprzez polerowanie mechaniczne, jak i elektrochemiczne, o czym świadczą nieliczne nierozwiązane dyfrakcje. Największy udział granic ziaren charakteryzuje kąt dezorientacji poniżej 5° (podgranice utworzone wskutek zdrowienia) oraz w zakresie 35–60° (podgranice szeroko-kątowe). Średnia wielkość ziarna wynosi 10 μm.

The image quality of the maps presented in Fig. 1 indicates that samples were prepared properly, by both mechanical and electrochemical polishing, as demonstrated by the few unresolved diffractions. The greatest share of grain boundaries is characterized by a disorientation angle below 5° (sub-boundaries formed as a result of recovery) and within the range of 35–60° (wide-angle sub-boundaries). The average grain size amounts to 10 μm.



Rys. 4. Mapa orientacji krystalograficznych próbki nr 4 po procesie KOBO_A po polerowaniu elektrochemicznym: (a) przekrój poprzeczny do kierunku wyciskania, (b) przekrój wzdłużny do kierunku wyciskania

Fig. 4. Map of crystallographic orientations of sample no. 4 after the KOBO_A process following electrochemical polishing: (a) section transverse to extrusion direction, (b) section longitudinal to extrusion direction



Rys. 5. Histogram wielkości ziaren próbki nr 4 po polerowaniu elektrochemicznym (zgląd poprzeczny do kierunku wyciskania)

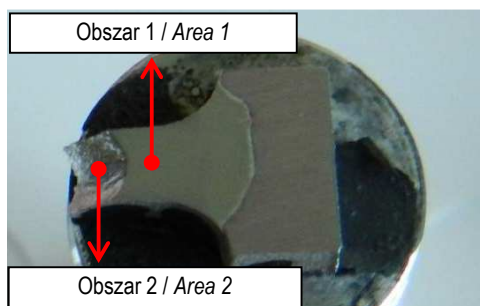
Fig. 5. Histogram of grain sizes in sample no. 4 after electrochemical polishing (metallographic section transverse to extrusion direction)

Wyciskanie metodą KOBO_A (tab. 2) spowodowało znaczne zmniejszenie wielkości ziarna, co jest wyraźnie widoczne na rys. 4a. Nastąpiło również wydłużenie dużych ziaren pierwotnych (rys. 4b). Większość ziaren mieści się w zakresie 1–4 μm .

Na kolejnych rysunkach pokazano wyniki badań rozkładu orientacji dla próbek wyciskanych i dodatkowo odkształconych w próbie rozciągania. Na rys. 6 i 8 zaznaczono miejsca analizy struktury (obszary).

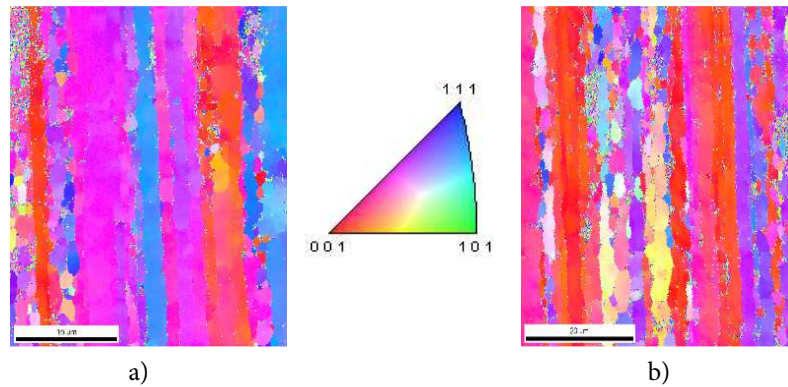
KOBO_A extrusion (Tab. 2) caused significant grain size reduction, as is clearly visible in Fig. 4a. Elongation of large original grains also occurred (Fig. 4b). Most grains fall within the range of 1–4 μm .

The figures below show the results of tests of orientation distribution in samples extruded and additionally deformed by tensile testing. Fig. 6 and 8 show areas of structural analysis.



Rys. 6. Obszary analizy EBSD (przedstawione na rys. 7) próbki nr 5 po procesie KOBO_A i po rozciąganiu w temperaturze pokojowej

Fig. 6. Areas of EBSD analysis (presented in Fig. 7) of sample no. 5 after the KOBO_A process and after tensile testing at room temperature

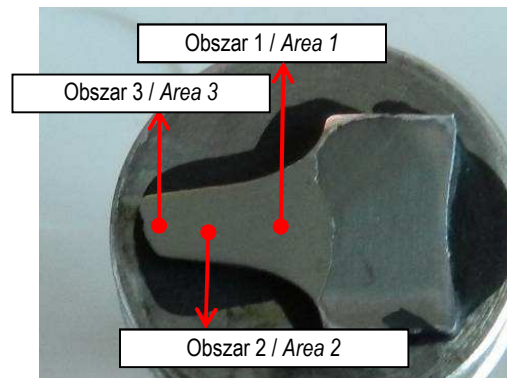


Rys. 7. Mapa orientacji krystalograficznych próbki nr 5 (po procesie KOBO_A i rozciąganiu w temperaturze otoczenia) po polerowaniu elektrochemicznym: (a) obszar 1, (b) obszar 2

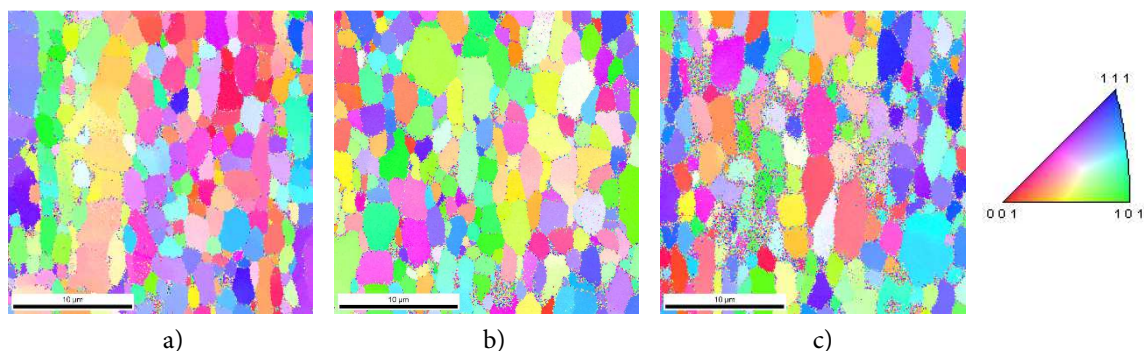
Fig. 7. Map of the crystallographic orientations of sample no. 5 (after KOBO_A process and tensile testing at room temperature) after electrochemical polishing: (a) area 1, (b) area 2

Statyczna próba rozciągania w temperaturze otoczenia spowodowała wydłużenie ziaren. Widoczne są liczne „pasma” o tej samej orientacji krystalograficznej, które oddzielone są od siebie koloniami w przybliżeniu równoosiowych ziaren.

The static tensile test at room temperature caused elongation of grains. Numerous “bands” of identical crystallographic orientation are visible, separated by colonies of approximately equiaxial grains.



Rys. 8. Obszary analizy EBSD (przedstawione na rys. 9) próbki nr 6 po procesie KOBO_A i rozciąganiu w temperaturze 400°C
Fig. 8. Areas of EBSD analysis (presented in Fig. 9) in sample no. 6 after the KOBO_A process and tensile testing at 400°C

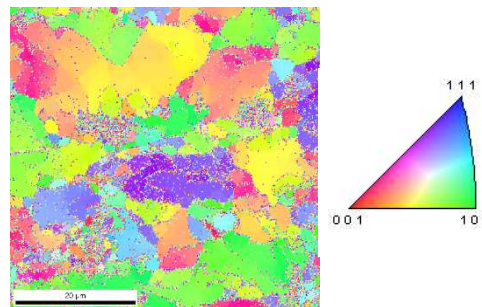


Rys. 9. Mapa orientacji krystalograficznych próbki nr 6 po procesie KOBO_A i rozciąganiu w temperaturze 400°C (polerowanie elektrochemiczne): (a) obszar 1, (b) obszar 2, (c) obszar 3

Fig. 9. Map of crystallographic orientations of sample no. 6 after the KOBO_A process and tensile testing at 400°C (electrochemical polishing): (a) area 1, (b) area 2, (c) area 3

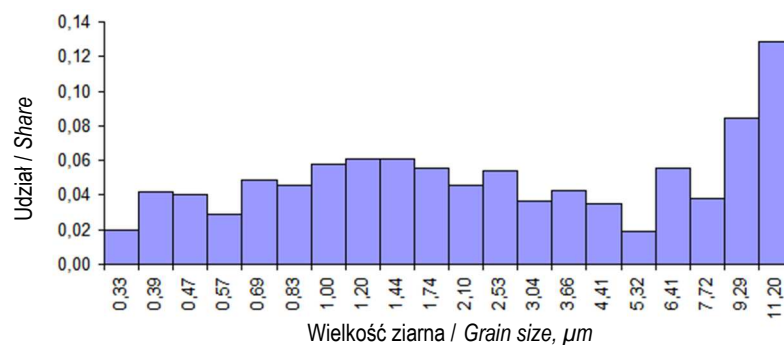
Przeprowadzenie statycznej próby rozciągania próbek po procesie KOBO w temperaturze 400°C pozwoliło na osiągnięcie odkształcenia nadplastycznego (wydłużenie 247% – tab. 3). Należy podkreślić, że nadplastyczne płynięcie nie jest obserwowane w przemysłowych stopach serii 7000. W tym przypadku może świadczyć o szczególnych cechach struktury wytworzonego wyrobu, nietypowej dla badanego rodzaju stopu. W literaturze wskazuje się na powstawanie w procesie KOBO szczególnie dużej ilości defektów punktowych (wakancje, atomy w położeniach międzycząsteczkowych), co może mieć związek z nadplastycznym płynięciem [8]. Zaobserwowano również, że ziarna utworzone w procesie wyciskania KOBO_2 pozostały równoosiowe i nie uległy rozrostowi (tab. 4). Wskazuje to na znaczną stabilność strukturalną materiału po procesie KOBO. Należy podkreślić, że w przypadku materiału przed procesem KOBO, badanego w tej samej temperaturze, nie uzyskano odkształcenia nadplastycznego.

Performance of static tensile testing at 400°C of samples after the KOBO process made it possible to achieve superplastic deformation (247% elongation – Tab. 3). It should be emphasized that superplastic flow is not observed in industrial 7000-series alloys. In this case, this may indicate special features of the manufactured product's structure, which are atypical for the tested type of alloy. The literature indicates that a particularly large number of point defects (vacancies, atoms in internodal positions) occur during the KOBO process, which may be related to superplastic flow [8]. It was also observed that grains formed in the process of KOBO_2 extrusion remained equiaxed and did not grow (Tab. 4). This indicates significant structural stability of the material after the KOBO process. It should be emphasized that in the case of the material before the KOBO process, tested at the same temperature, superplastic deformation was not achieved.



Rys. 10. Mapa orientacji krystalograficznych próbki nr 7 po procesie KOBO_B po polerowaniu elektrochemicznym (zgląd poprzeczny do kierunku wyciskania)

Fig. 10. Map of the crystallographic orientations in sample no. 7 after the KOBO_B process following electrochemical polishing (metallographic section transverse to extrusion direction)



Rys. 11. Histogram wielkości ziaren próbki nr 7 po polerowaniu mechanicznym (zgląd poprzeczny do kierunku wyciskania)

Fig. 11. Histogram of grain sizes in sample no. 7 after mechanical polishing (metallographic section transverse to extrusion direction)

Wyciskanie metodą KOBO_B (w temperaturze 400°C, chłodzenie wodą) spowodowało zmniejszenie rozmiaru ziarna (ponad dwukrotne), jednak mniej intensywne niż w przypadku zastosowania parametrów wyciskania A. Wariant B pozwolił na uzyskanie znacznie wyższej twardości materiału.

W tab. 4 zestawiono wyniki pomiarów twardości oraz parametry struktury materiału AW-7075 w stanie dostawy oraz po różnych wariantach odkształcenia. Zastosowanie odpowiednich parametrów obróbki cieplnej po procesie KOBO pozwala na osiągnięcie twardości 190 HV, czyli większej niż w komercyjnym stanie T6, co już wcześniej zostało wykazane w pracy [8].

KOBO_B extrusion (at 400°C, water cooling) caused a reduction of grain size (more than two-fold), but less intensive than in the case of KOBO_A extrusion parameters. Variant B made it possible to obtain a much higher material hardness.

Tab. 4 compiles the results of hardness measurements and structural parameters of AW-7075 material in its as-delivered state and after various configurations of deformation. The application of the proper heat treatment parameters after the KOBO process makes it possible to reach 190 HV hardness, which is greater than for the commercial T6 state, as has previously been demonstrated in work [8].

Tab. 4. Twardość, średnia wielkość ziarna oraz kąta dezorientacji wybranych próbek przed i po procesie wyciskania metodą KOBO
 Tab. 4. Hardness, average grain size and disorientation angle of selected samples before and after the KOBO extrusion process

Nr próbki Specimen no.	Stan materiału próbki State of the sample's material	Twardość HV 0,5 HV 0.5 hardness	Średnia wielkość ziarna, μm Average grain size, μm	Średni kąt dezorientacji, $^{\circ}$ Average disorientation angle, $^{\circ}$
1	materiał wyjściowy w stanie T6 <i>initial material in T6 state</i>	170	9,02	31,0
4	materiał po procesie KOBO_A <i>material after KOBO_A process</i>	101	2,31	36,0
6	materiał po procesie KOBO_A oraz statycznej próbie rozciągania w temp. 400°C <i>material after KOBO_A process and static tensile test at 400°C</i>	109	2,45	37,3
7	materiał po procesie KOBO_B <i>material after KOBO_B process</i>	139	4,07	34,3

4. WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań stopu AW 7075 oraz analizy uzyskanych wyników sformułowano następujące wnioski:

- zaobserwowane za pomocą EBSD efekty podjętej próby odkształcania nadplastycznego stopów aluminium, pozwoliły na określenie zmian strukturalnych, np. wielkości ziaren oraz kątów dezorientacji pomiędzy nimi;
- wyciskanie metodą KOBO spowodowało zmniejszenie wielkości ziarna stopu z wartości średniej 9 μm do 2 μm , wg wariantu wyciskania KOBO_A i 4 μm po wyciskaniu wg wariantu KOBO_B;

4. CONCLUSIONS

Based on conducted tests of AW 7075 alloy and analysis of obtained results, the following conclusions were formulated:

- *the effects of the undertaken attempt of superplastic deformation of aluminum alloys observed by means of EBSD made it possible to determine structural changes, e.g. grain sizes and the disorientation angles between grains;*
- *KOBO extrusion reduced the grain size of the alloy from an average value of 9 μm to 2 μm , according to the KOBO_A extrusion variant, and to 4 μm after the KOBO_B extrusion variant;*

- wyciskanie wg wariantu KOBO_A spowodowało wzrost właściwości plastycznych stopu: wydłużenie materiału w stanie T6, w temperaturze otoczenia wzrosło z 8,7% do 14,4% po wyciskaniu metodą KOBO (kosztem właściwości wytrzymałościowych); podczas rozciągania stopu KOBO_A w temperaturze pokojowej ziarna uległy zauważalnemu wydłużeniu;
- stop w stanie T6 rozciągany w temperaturze 400°C wykazywał 75% wydłużenia; po wyciskaniu metodą KOBO wydłużenie wyniosło 247%, przy czym wielkość ziarna praktycznie nie uległa zmianie (2,5 μm), co wskazuje również na stabilność strukturalną materiału po procesie KOBO i osiągnięcie stanu nadplastycznego;
- na podstawie analizy kąta dezorientacji ziaren stwierdzono, że stop w stanie wyjściowym T6 charakteryzował się wyłącznie obecnością granic wąskokątowych, natomiast pozostałe próbki, niezależne od sposobu odkształcania, charakteryzowały się obecnością granic szerokokątowych ($>15^\circ$), jak również podgranic o małym kącie dezorientacji.
- *KOBO_A extrusion caused the alloy's plastic properties to increase: the material's elongation in T6 state increased from 8.7% to 14.4% at room temperature after KOBO extrusion (at the expense of strength properties); during KOBO_A extrusion of the alloy at room temperature, grains underwent substantial elongation;*
- *the alloy in T6 state subjected to tensile testing at 400°C exhibited 75% elongation; after KOBO extrusion, elongation amounted to 247%, where grain size was practically unchanged (2.5 μm), which also indicates the structural stability of the material after the KOBO process and achievement of a super-plastic state,*
- *based on analysis of grain disorientation angles, it was determined that the alloy in the original T6 state was characterized by the sole presence of narrow-angle boundaries, while the other samples, regardless of the method of deformation, were characterized by the presence of wide-angle boundaries ($>15^\circ$), as well as sub-boundaries with a low angle of disorientation.*

PODZIĘKOWANIA

Praca była realizowana w ramach pracy statutowej Instytutu Obróbki Plastycznej BB .901.30.04 „Badania technologii wytwarzania wyrobów metodami obróbki plastycznej oraz właściwości wyrobów i narzędzi do ich produkcji”.

Podziękowania dla pani dr inż. Justyny Rozwalki za przygotowanie próbek i pomoc przy przeprowadzaniu badań metodą dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD).

LITERATURA

- [1] http://www.aluminium.matter.org.uk/aluselect/09_mech_browse.asp. Data dostępu: 11.04.2014.
- [2] <http://home.agh.edu.pl/~gjs/wp-content/uploads/MDOP.pdf> Data dostępu: 11.04.2014.
- [3] Bochniak W., A. Korbel, P. Stachowski, S. Ziółkiewicz, J. Borowski. 2013. „Wyciskanie metali i stopów metodą KOBO”. *Obróbka Plastyczna Metali XXIV* (2): 83–97.

ACKNOWLEDGEMENTS

This work was realized within the framework of the Metal Forming Institute's statutory activity BB .901.30.04 Testing of manufacturing technologies employing plastic forming methods and of the properties of products and tools used for manufacturing.

Special thanks to Dr. Eng. Justyna Rozwalka for preparing samples and assisting in the performance of electron backscatter diffraction (EBSD) tests.

REFERENCES

- [1] http://www.aluminium.matter.org.uk/aluselect/09_mech_browse.asp. Data dostępu: 11.04.2014.
- [2] <http://home.agh.edu.pl/~gjs/wp-content/uploads/MDOP.pdf> Data dostępu: 11.04.2014.
- [3] Bochniak W., A. Korbel, P. Stachowski, S. Ziółkiewicz, J. Borowski. 2013. “Extrusion of metals and alloys by KOBO method”. *Obróbka Plastyczna Metali XXIV* (2): 83–97.

-
- [4] Bochniak W., A. Korbel, L. Błaż, A. Brzostowicz. 2009. „Wytwarzanie drobnoziarnistych wyrobów ze stopu aluminium AW-7075 w procesie wyciskania metodą KOBO”. *Przegląd Mechaniczny* LXVIII (10): 33–37.
- [5] Lewandowska M. 2006. „Wytwarzanie materiałów nanokrystalicznych metodą wyciskania hydrostatycznego”. *Obróbka Plastyczna Metali* XVII (4): 9–13.
- [6] Sozańska M., B. Chmiela 2012. „Ocena możliwości stosowania metody EBSD w badaniach mikrostruktury stopów tytanu”. *Inżynieria materiałowa* 4: 311–314.
- [7] Faryna M. 2009. „Dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych – kilka uwag praktycznych”. *Inżynieria materiałowa* 9: 5–11.
- [8] Bochniak W., A. Korbel, J. Borowski, L. Błaż, P. Ostachowski, M. Łagoda. 2015. „Anomalies in precipitation hardening process of 7075 aluminum alloy extruded by KOBO method”. *Journal of Materials Processing Technology* 216: 160–168.
- [4] Bochniak W., A. Korbel, L. Błaż, A. Brzostowicz. 2009. „Wytwarzanie drobnoziarnistych wyrobów ze stopu aluminium AW-7075 w procesie wyciskania metodą KOBO”. *Przegląd Mechaniczny* LXVIII (10): 33–37.
- [5] Lewandowska M. 2006. „Wytwarzanie materiałów nanokrystalicznych metodą wyciskania hydrostatycznego”. *Obróbka Plastyczna Metali* XVII (4): 9–13.
- [6] Sozańska M., B. Chmiela 2012. „Ocena możliwości stosowania metody EBSD w badaniach mikrostruktury stopów tytanu”. *Inżynieria materiałowa* 4: 311–314.
- [7] Faryna M. 2009. „Dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych – kilka uwag praktycznych”. *Inżynieria materiałowa* 9: 5–11.
- [8] Bochniak W., A. Korbel, J. Borowski, L. Błaż, P. Ostachowski, M. Łagoda. 2015. „Anomalies in precipitation hardening process of 7075 aluminum alloy extruded by KOBO method”. *Journal of Materials Processing Technology* 216: 160–168.

