

Roman KUZIĄK, Krzysztof RADWAŃSKI, Piotr SKUPIEŃ,
Valeriy PIDVYSOTS'KYY, Artur MAZUR,
Zbigniew GRONOSTAJSKI, Karol JAŚKIEWICZ

BADANIA MECHANIZMÓW ODKSZTAŁCENIA PLASTYCZNEGO BLACHY ZE STOPU MAGNEZU AZ31

W artykule przedstawiono wyniki badań strukturalnych blachy wykonanej ze stopu magnezu AZ31, próbek pobranych z blachy i odkształczanych w warunkach laboratoryjnych oraz pobranych ze wspornika kształtowanego w warunkach przemysłowych. W warunkach laboratoryjnych próbki pobrane z blachy poddano statycznej próbie rozciągania, próbie zginania i próbie kanalikowej w temperaturze otoczenia i w temperaturach podwyższonych. Próbki odkształcane w temperaturze otoczenia wykazywały niską plastyczność; podstawowymi mechanizmami odkształcenia plastycznego tych próbek był poślizg i bliźniakowanie. Plastyczność próbek rosła w miarę podwyższania temperatury, co przypisano inicjowaniu poślizgu we wtórnych systemach oraz zachodzeniu rekrytalizacji dynamicznej powyżej 200°C.

Słowa kluczowe: stopy magnezu, plastyczność technologiczna, mechanizmy odkształcenia plastycznego

INVESTIGATION OF THE DEFORMATION MECHANISMS IN STRIPS OF AZ31 MAGNESIUM ALLOY

The results of the investigation of the AZ31 magnesium alloy strip and the samples subject to deformation tests at laboratory conditions and taken from industrially formed automotive bracket were presented in the paper. The laboratory tests comprise tension, bending, channel tests performed at ambient and at elevated temperatures. The investigation has shown that the samples subject to deformation at ambient temperature exhibited poor plasticity. This was due to the operation of only basal slip system and twinning. The plasticity increased substantially while deforming the samples at elevated temperatures. This was associated with the initiation of additional secondary slip systems and dynamic recrystallization which occurred at deformation temperatures above 200°C.

Keywords: magnesium alloys, technological plasticity, plastic deformation mechanisms

1. WPROWADZENIE

Celem badań prezentowanych w artykule było określenie wpływu warunków odkształcenia plastycznego na plastyczność technologiczną i na zmiany strukturalne zachodzące w próbkach pobranych z blachy wykonanej ze stopu magnezu AZ31. Wyniki tych badań wykorzystano do przeprowadzenia próby kształtowania wspornika samochodowego z tego stopu w firmie Kirchoff Automotive w Oddziale w Mielcu. Motywacją do podjęcia badań było rosnące zainteresowanie producentów zastosowaniem w konstrukcji samochodu materiałów lekkich, a jednocześnie charakteryzujących się dużą podatnością do absorbowania energii zderzenia. Z uwagi na ograniczoną plastyczność technologiczną stopu, przyjęty cel badań narzucił konieczność dokładnego zbadania wpływu odkształcenia, prędkości odkształcenia i temperatury na właściwości mechaniczne oraz na zmiany zachodzące w strukturze blach.

2. CHARAKTERYSTYKA STOPÓW MAGNEZU

Magnez jest jednym z najlżejszych metali, o gęstości $\rho = 1,74 \text{ g/cm}^3$, tj. o 35% mniejszej od aluminium i blisko 5-krotnie mniejszej niż żelazo. Czysty magnez z powodu podatności na utlenianie i niskiej wytrzymałości, jest rzadko stosowany w praktyce. W przemyśle coraz powszechniejsze zastosowanie mają stopy magnezu, głównie z Al, Zn i Mn. Domieszki z reguły zwiększają masę właściwą stopów magnezu. Wyjątek stanowi lit, którego gęstość wynosi $\rho = 0,535 \text{ g/cm}^3$ [1–3]. Ogólnie stopy magnezu dzieli się na dwie grupy: odlewnicze i do przeróbki plastycznej. W obu tych przypadkach podstawowe stopy to: Mg-Mn, Mg-Al-Zn-Mn oraz Mg-Zn-Zr. Stopy te, mogą zawierać dodatki powodujące poprawę właściwości mechanicznych w podwyższonych temperaturach; na przykład: Ce, Th, La, Nd [4, 5].

Stopy magnezu charakteryzują się także cechami negatywnymi, które mogą ograniczać obszar ich zastoso-

wania. Są nimi m.in.: niska odporność na pełzanie oraz wysoka reaktywność chemiczna. W przypadku stopów przerabianych plastycznie dodatkowo dochodzi jeszcze niska plastyczność na zimno, związana z heksagonalną budową krystaliczną magnezu.

Oprócz zastosowań w przemyśle samochodowym, stopy magnezu znalazły zastosowanie także w wielu innych gałęziach gospodarki niż przemysł samochodowy. Wynika to głównie z ich wysokiej wytrzymałości właściwej. Cecha ta umożliwia zastosowanie stopów magnezu w przemyśle lotniczym, militarnym, kosmonautyce oraz przemyśle artykułów do rekreacji i sportu (ramy rowerowe, wędki, kije golfowe itp.) [6–8]. Ponadto stopy magnezu charakteryzują się dobrą przewodnością cieplną oraz odpowiednimi właściwościami elektrycznymi (zdolność odprowadzania ładunku elektrycznego, zdolność ekranowania przed promieniowaniem elektromagnetycznym), rozszerza to ewentualne dziedziny zastosowań o obudowy laptopów oraz telefonów komórkowych. Stopy magnezu charakteryzują się podobną gęstością do kości ludzkiej, ponadto produkty ich korozji nie są toksyczne dla organizmu ludzkiego, co umożliwia ich stosowanie na implanty [9]. Jednym z ciekawszych zastosowań stopów magnezu jest niewątpliwie energetyka jądrowa. Zastosowanie ich w tej dziedzinie wynika ze słabej absorpcji neutronów, braku tworzenia związków z uranem, odporności na działanie CO₂ oraz dobrej przewodności cieplnej. Stopy magnezu mogą być także stosowane do przechowywania wodoru.

3. MECHANIZMY ODKSZTAŁCENIA PLASTYCZNEGO STOPÓW MAGNEZU

Stopy magnezu przeznaczone do obróbki plastycznej charakteryzują się większym potencjałem aplikacyjnym w stosunku do stopów odlewniczych, jednak możliwości ich zastosowań są ograniczone wskutek niskiej plastyczności, w szczególności w temperaturach otoczenia. Spowodowane jest to ich heksagonalną strukturą oraz wysokimi wartościami naprężeń krytycznych na inicjowanie poślizgu we wtórnych systemach, co ogranicza liczbę niezależnych systemów poślizgów w niskich temperaturach do trzech w płaszczyźnie bazowej (0001). Ponadto, właściwości mechaniczne blach z tych stopów wykazują silną anizotropię spowodowaną teksturą krystaliczną. Typowo, jest to tekstura włóknista charakteryzująca się zorientowaniem osi krystalicznej *c* prostopadle do płaszczyzny blachy. By zapewnić ciągłość odkształcenia plastycznego, wymagana jest minimalna liczba pięciu niezależnych systemów poślizgu. Dlatego proces odkształcenia plastycznego stopów magnezu wspomagany jest tworzeniem się bliźniaków odkształcenia oraz uruchamianiem w podwyższonych temperaturach wtórnych systemów poślizgu (pryzmatyczny i piramidalny). Systemy poślizgu i bliźniakowania aktywowane w procesach odkształcenia plastycznego stopów magnezu zestawiono w tabeli 1, zaś w tabeli 2 podano kąty dezorientacji między siecią krystaliczną bliźniaków odkształcenia a siecią osnowy. Charakterystyczną cechą stopów magnezu jest zróżnicowanie procesu bliźniakowania w zależności od sposobu obciążenia próbki [10–12]. Dla ściskania proces ten jest bardziej złożony, bowiem naprężenia ściskające powodować mogą powstawanie podwójnych bliźniaków.

Tabela 1. Mechanizmy odkształcenia plastycznego w stopach magnezu

Table 1. Mechanisms of plastic deformation of magnesium alloys

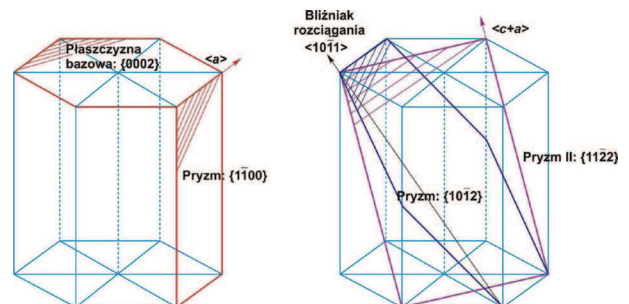
Mechanizm odkształcenia	{hkl}	⟨uvw⟩
Poślizg w płaszczyźnie bazowej ⟨a⟩⟨a⟩	{0002}	⟨112̄0⟩
Poślizg pryzmatyczny ⟨a⟩⟨a⟩	{11̄00}	⟨112̄0⟩
Poślizg piramidalny ⟨c+a⟩⟨c+a⟩	{112̄2}	⟨112̄3⟩
Bliźniaki rozciągania	{101̄2}	⟨111̄1̄⟩
Bliźniaki ściskania	{101̄1}	⟨111̄2̄⟩

Tabela 2. Kąty dezorientacji między siecią krystaliczną osnowy a siecią bliźniaka

Table 2. Misorientation angles between twin and matrix crystallographic lattice

Typ bliźniaka	Kąt dezorientacji/oś	
{101̄1}	56°⟨12̄10⟩	Bliźniak ściskania
{101̄2}	86°⟨12̄10⟩	Bliźniak rozciągania
{101̄3}	64°⟨12̄10⟩	
{101̄1}{101̄1} – {101̄2}{101̄2}	38°⟨12̄10⟩	Podwójny bliźniak
{101̄3}{101̄3} – {101̄2}{101̄2}	22°⟨12̄10⟩	

Z uwagi na wartość naprężenia krytycznego inicjującego poślizg, prawdopodobieństwo inicjowania wtórnych systemów poślizgu rośnie ze wzrostem temperatury. Należy podkreślić, że proces bliźniakowania zmienia reorientację sieci krystalicznej w stosunku do przyłożonego naprężenia, co może sprzyjać inicjowaniu poślizgu w obszarze bliźniaka. Dodatkowo, w trakcie odkształcenia w stopach magnezu tworzyć się mogą pasma zlokalizowanego odkształcenia plastycznego (pasma poślizgu).



Rys. 1. Systemy poślizgu w stopach magnezu

Fig. 1. Slip systems in magnesium alloys

Sytuacja zmienia się ze wzrostem temperatury odkształcanego materiału; powyżej 200°C, lokalizacja odkształcenia plastycznego mechanizmem poślizgowym w otoczeniu granic ziaren, w połączeniu z aktywowanym cieplnie procesem przegrupowania dyslokacji, powodować może proces zarodkowania i postępu rekrytalizacji dynamicznej. Mechanizm ten powoduje duży wzrost odkształcalności stopów magnezu.

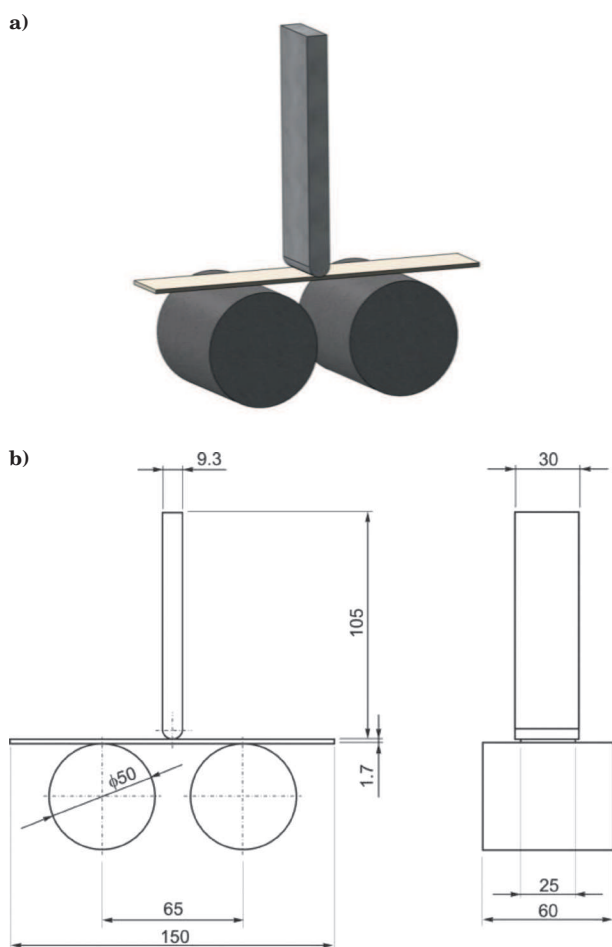
4. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Materiał do badań stanowiły próbki ze stopu magnezu AZ31 pobrane z blachy o grubości 2 mm wyprodukowanej przez firmę ELEKTRON. W ramach pracy

wykonano próby gięcia, próby ściskania, próby rozciągania, oraz badania próbek pobranych ze wsporników samochodowych wykonanych przez firmę Kirchhoff Automotive.

Statyczną próbę rozciągania w temperaturze otoczenia i w temperaturach podwyższonych przeprowadzono za pomocą maszyny wytrzymałościowej Zwick/Roell – type 147800/01.

Próby gięcia wykonano na próbkach o wymiarach 1,8×24,6×149 mm nagranych do następujących temperatur: 30°C, 100°C, 150°C, 200°C, 230°C, 250°C, 300°C i 350°C. Próby przeprowadzono za pomocą maszyny wytrzymałościowej Zwick Roell Z250. Schemat doświadczenia oraz wymiary narzędzi użytych w próbie przedstawiono na rysunku 2.



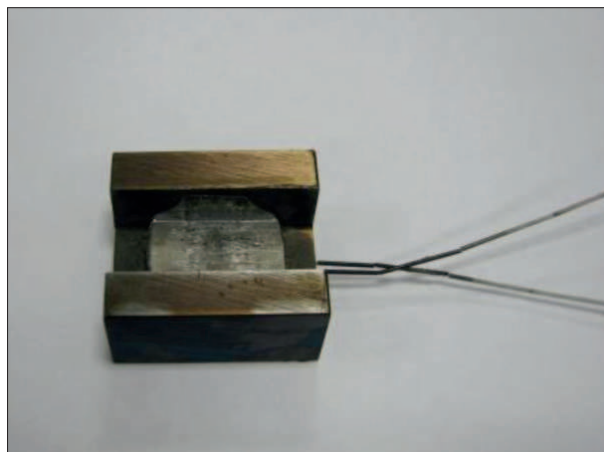
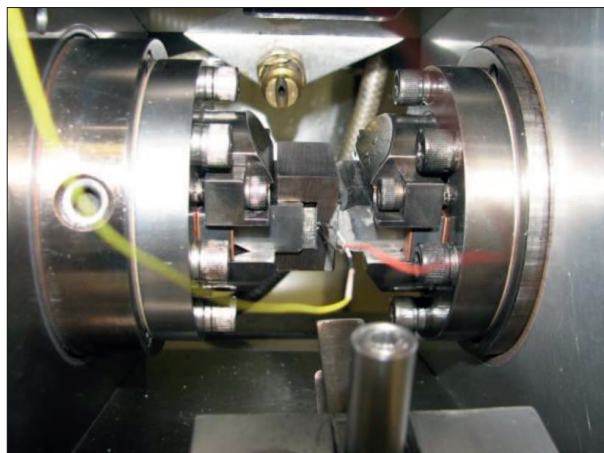
Rys. 2. Schemat próby gięcia (a) oraz wymiary narzędzi użytych w próbie (b)

Fig. 2. Schematic picture of the bending tests (a) and dimensions of the tools used in the test (b)

Temperaturę blachy podczas próby kontrolowano za pomocą termopary przytwierdzonej w miejscu gięcia od strony strefy rozciąganej. Próby przeprowadzono z prędkością przesuwu narzędzia wynoszącą 1 mm/s do osiągnięcia kąta przegięcia wynoszącego 180°. Po przeprowadzonych próbach pobrano próbki do badań strukturalnych w miejscach przegięć.

Próby ściskania w kanalikach przeprowadzono za pomocą symulatora Gleeble 3800 na próbkach pobranych równolegle (0°) i prostopadle (90°) do kierunku walcowania. Próby wykonano w zakresie temperatur 100÷350°C, ściskając pakiety próbek z prędko-

ścią 0,001 s⁻¹ do uzyskania odkształcenia wynoszącego $\epsilon = 1$. Nagrzewanie do zadanej temperatury prowadzono z szybkością 3°C/s. Przed rozpoczęciem próby próbki wygrzewano w zadanej temperaturze przez 600 s. Wygląd kanalika z próbką złożoną z pakietu próbek pobranych z blach przed i po odkształceniu przedstawiono na rysunku 3.



Rys. 3. Próba ściskania pakietów próbek z blach ze stopu AZ31 w symulatorze Gleeble 3800

Fig. 3. Compression test of AZ31 magnesium alloy sheet packet performed in Gleeble 3800

Politechnika Wroclawska dostarczyła do badań próbki pobrane ze wsporników wykonanych metodą tłoczenia. Makrofotografie próbek wsporników wraz z zaznaczonymi miejscami badania struktury przedstawiono na rysunkach 4–7. W pracy przyjęto system oznaczeń zgodnie z poniższymi przykładami:

- AZ31_150°C_220°C_2 mm/s_1 – stop AZ31_średnia temperatura próbki (150°C)_średnia temperatura narzędzia tłoczącego (220°C)_prędkość przesuwu narzędzia tłoczącego (2 mm/s)_miejsce badania (punkt 1);
- AZ31_300°C_2 mm/s_290°C – stop AZ31_średnia temperatura narzędzia tłoczącego (300°C)_prędkość przesuwu narzędzia tłoczącego (2 mm/s)_zmierzona temperatura w miejscu badania (290°C).

Wyniki badań strukturalnych scharakteryzowano w oparciu o obserwacje przeprowadzone w płaszczyźnie prostopadłej do powierzchni blachy.

Obserwacje struktury wykonano za pomocą wysokorozdzielczego elektronowego mikroskopu skaningowego Inspect F wyposażonego w detektor do analizy



Rys. 4. Wspornik AZ31_150°C_220°C_2 mm/s wraz z zaznaczonymi miejscami pobrania próbek do badań struktury
Fig. 4. Bracket AZ31_150°C_220°C_2 mm/s with marked locations of the samples for structural investigations

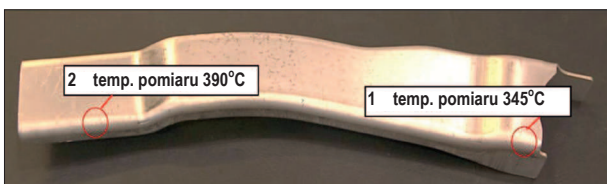


Rys. 5. Wspornik AZ31_250°C_300°C_2 mm/s wraz z zaznaczonymi miejscami pobrania próbek do badań struktury
Fig. 5. Bracket AZ31_250°C_300°C_2 mm/s with marked locations of the samples for structural investigations



Rys. 6. Wspornik AZ31_300°C_2 mm/s wraz z zaznaczonymi miejscami pobrania próbek do badań struktury, w których zmierzono temperatury 290°C (punkt 1) oraz 338°C (punkt 2)

Fig. 6. Bracket AZ31_300°C_2 mm/s with marked locations of the samples for structural investigations at which the temperatures measurements were made 290°C (point 1) and 338°C (point 2)



Rys. 7. Wspornik AZ31_450°C_2 mm/s wraz z zaznaczonymi miejscami pobrania próbek do badań struktury, w których zmierzono temperatury 345°C (punkt 1) oraz 390°C (punkt 2)

Fig. 7. Bracket AZ31_450°C_2 mm/s with marked locations of samples for structural investigations at which the temperatures measurements were made 345°C (point 1) and 390°C (point 2)

składu chemicznego w mikroobszarach, EDS. Badania przeprowadzono na powierzchniach równoległych do kierunku walcowania. Struktury ujawniono trawiąc próbkę odczynnikami o składzie $H_2O - 7,5 \text{ ml}$, $C_2H_5OH - 32,5 \text{ ml}$, $CH_3COOH - 7,5 \text{ ml}$, $(NO_2)_3C_6H_2OH - 1 \text{ g}$.

Preparatyka próbek ze stopów magnezu do badań za pomocą elektronowego mikroskopu transmisyjnego Titan 80÷300 kV firmy FEI została wykonana przy użyciu technik tradycyjnych i obejmowała:

- Wycinanie „plastra” materiału o wymiarach $15 \times 15 \times 1,5 \text{ mm}$, za pomocą piły tarczowej,
- Pocienianie wyciętego plastra materiału na papierach ściernych do grubości ok. $0,3 \text{ mm}$,

- Wycinanie krążka o średnicy $\varnothing 3 \text{ mm}$ z wyciętego plastra materiału za pomocą wycinarki ultradźwiękowej firmy GATAN. Do wycinania zostało wykorzystane ścierniwo o gradacji $800 \mu\text{m}$ oraz kołowe narzędzie tnące o średnicy 3 mm ,
- Szlifowanie krążków o średnicy $\varnothing 3 \text{ mm}$ do grubości $50 \mu\text{m}$ wykonywane było w trzech etapach za pomocą urządzenia Disc Grinder:
- Pocienianie obustronne środkowej części krążków do grubości około $10 \mu\text{m}$ wykonano w trzech etapach za pomocą urządzenia Dimple Grinder:
 - pocienianie zgrubne przy użyciu pasty diamentowej o gradacji $4 \div 6 \mu\text{m}$ za pomocą sferycznej tarczy z brązu fosforowego o przekątnej 15 mm .
 - szlifowanie wstępne do momentu zniknięcia rys powstałych w poprzednim etapie wykonano przy użyciu pasty diamentowej o gradacji $2 \div 4 \mu\text{m}$ za pomocą krążka filcowego.
 - końcowy etap w celu całkowitego usunięcia rys wykonano przy użyciu krążka filcowego i pasty z tlenku glinu.
- Końcowe ścienianie jonowe wszystkich próbek odbywało się dwustronnie przy kątach:
 - działło górne 4° ,
 - działło dolne 3° aż do perforacji.
 Następnie kąty zostały zmniejszone o 1° , a ścienianie odbywało się przez 5 min . Kolejnym etapem było oczyszczenie próbki. W tym celu kąty zostały przywrócone do pierwotnych ustawień, a zabieg przeprowadzono przy niskim napięciu $0,5 \text{ keV}$ przez 1 minutę .

5. WYNIKI BADAŃ

5.1. STAN WYJŚCIOWY

Blacha ze stopu AZ31 w stanie dostawy charakteryzowała się strukturą zrekrystalizowaną złożoną z ziarn o średnicach do $24 \mu\text{m}$ i średniej średnicy równoważnej ziarna wynoszącej w zależności od badanej próbki od $4,44 \mu\text{m}$ do $5,35 \mu\text{m}$ (Rys. 8). Badania z wykorzystaniem transmisyjnego mikroskopu elektronowego wykazały obecność w strukturze blachy następujących typów wydzielen: $Mg_{21}(Al,Mn)_{17}$, $Mg_{21}(Al,Zn)_{17}$, Al_8Mn_5 oraz Mg_2Si . Przykład tych wydzielen pokazano na rysunku 8b, zaś przykład identyfikacji struktury krystalicznej związku Al_8Mn_5 za pomocą mikroskopu transmisyjnego zilustrowano na rysunku 9.

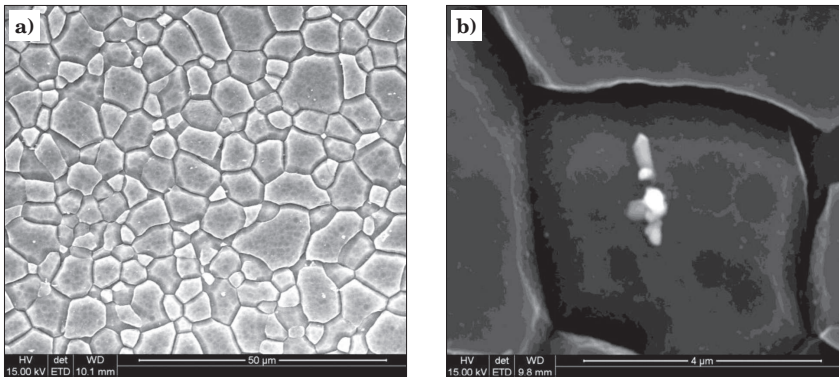
Ponadto, badania rentgenowskie wykazały, że blacha wykazuje silną teksturę włóknistą z osią krystaliczną c skierowaną prostopadle do płaszczyzny blachy, co jest typowe dla blach ze stopów magnezu.

5.2. STATYCZNA PRÓBA ROZCIĄGANIA

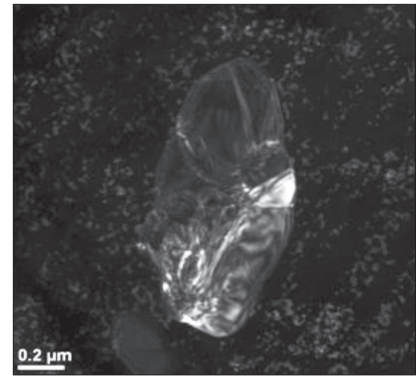
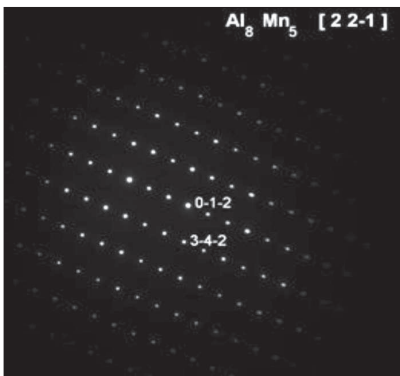
Przykładowe wyniki próby rozciągania w postaci krzywych naprężenie – wydłużenie dla stopu AZ31 w zależności od temperatury odkształcania dla prędkości odkształcania $0,001 \text{ s}^{-1}$ przedstawiono na rysunku 10. Na rysunku tym zamieszczono również zdjęcia struktury po zerwaniu próbek, w odległości 1 mm od przełomu.

Na podstawie wyników statycznej próby rozciągania można sformułować następujące wnioski:

- Wraz ze zwiększaniem temperatury odkształcania w zakresie $21 \div 300^\circ\text{C}$ maleje wartość naprężenia



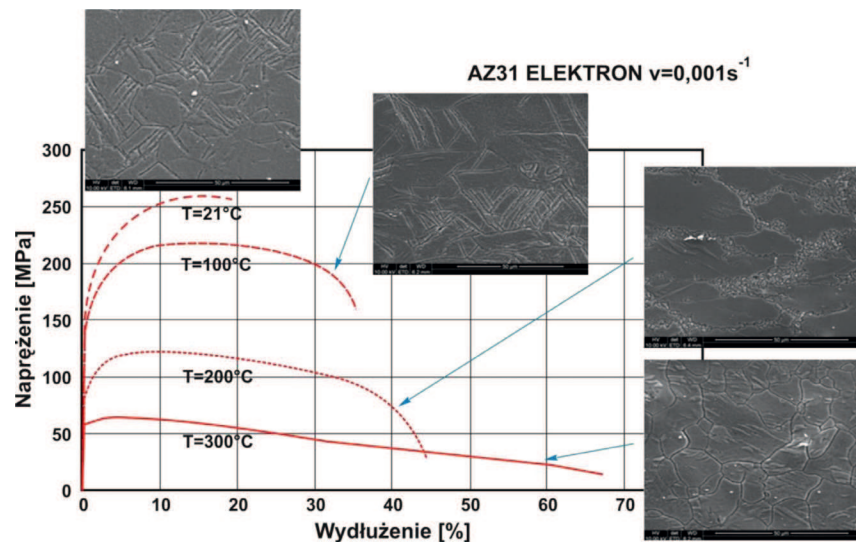
Rys. 8. Mikrostruktura próbki stopu AZ31: a) pow. 1000×, b) pow. 12000×
 Fig. 8. Microstructure of the AZ31 alloy sample: a) mag. 1000×, b) mag. 12000×



Rys. 9. Wyniki analizy fazowej dla próbki stopu AZ31 – wydzielenie Al_8Mn_5 ; TEM
 Fig. 9. Phase analysis of the AZ31 alloy sample – precipitate of Al_8Mn_5 ; TEM

Rys. 10. Krzywe naprężenie – wydłużenie dla próbek stopu AZ31 w zależności od temperatury odkształcania z zastosowaniem prędkości $d\varepsilon/dt = 0,001 s^{-1}$ oraz przykładowe mikrostruktury po zerwaniu próbek

Fig. 10. Stress – deformation curves of AZ31 alloy as function of temperature deformed by tension at rate $d\varepsilon/dt = 0.001 s^{-1}$ and relevant microstructures after samples' breakage



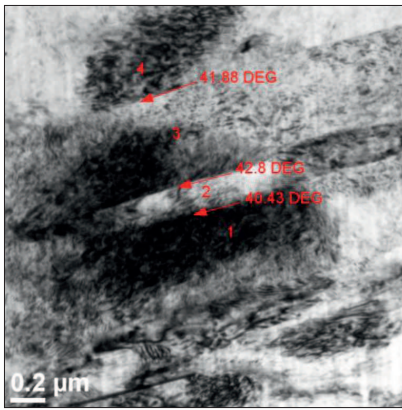
uplastyczniającego σ_p a rośnie wydłużenie do zerwania próbki, niezależnie od prędkości odkształcania.

- Dla próbek odkształczanych z prędkością $0,001 s^{-1}$ im niższa temperatura odkształcania tym wartość maksymalnego naprężenia uplastyczniającego σ_{pmax} osiągnięta jest przy większej wartości odkształcenia.
- Po rozciąganiu próbek w temperaturach pokojowej i $100^\circ C$ w strukturze obserwuje się ziarna odkształcane z pasmami ścinania (Rys. 11). Pomiędzy pasmami występują głównie granice wysokokątowe o kątach dezorientacji $40\div 43^\circ$.
- Próbki po odkształcaniu w temperaturze $200^\circ C$ z prędkością $0,001 s^{-1}$ posiadają strukturę złożoną z dużych ziarn zawierających pasma ścinania oraz

drobnych ziarn i podziarn ulokowanych na ich granicach (Rys. 12). Duże ziarna są zorientowane głównie w kierunku $[2\bar{1}\bar{1}0]$, natomiast drobne w kierunkach $[10\bar{1}0]$ oraz $[0001]$. Większość drobnych ziarn charakteryzuje się wysokokątowymi granicami z sąsiadującymi ziarnami (Rys. 13).

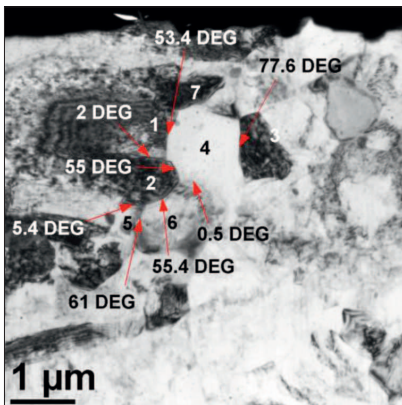
- Struktura próbek po rozciąganiu w temperaturze $300^\circ C$ jest zrekrystalizowana o równoosiowych ziarnach. W ziarnach bardzo często występują bliźniaki (Rys. 14).

Wyniki badań przy użyciu wysokorozdzielczego elektronowego mikroskopu transmisyjnego Titan 80-300kV potwierdziły obecność bliźniaków w strukturach badanych próbek. Na rysunku 15 przedstawiono dyfrakcje



Rys. 11. Mikrostruktura próbki stopu AZ31 po odkształcaniu w temperaturze 100°C z prędkością $d\varepsilon/dt = 0,001 \text{ s}^{-1}$ wraz z naniesionymi wartościami kątów dezorientacji w obszarze pasm poślizgu; TEM

Fig. 11. Microstructure of AZ31 alloy sample after deformation at 200°C and rate $d\varepsilon/dt = 0.001 \text{ s}^{-1}$ with marked misorientation angle in the area of deformation bands; TEM



Rys. 13. Mikrostruktura próbki stopu AZ31 po odkształcaniu w temperaturze 200°C z prędkością $d\varepsilon/dt = 0,001 \text{ s}^{-1}$; obraz TEM z naniesionymi kątami dezorientacji

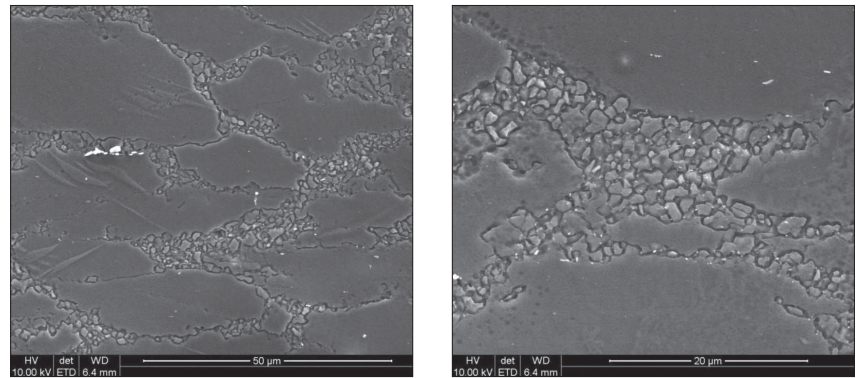
Fig. 13. Microstructure of AZ31 alloy sample after deformation at 200°C and rate $d\varepsilon/dt = 0.001 \text{ s}^{-1}$; TEM. The misorientation angles are marked in the picture

SAD oraz zdjęcia mikrostruktury w obszarze, w którym występują bliźniaki. Przeprowadzone pomiary kątów dezorientacji w dwóch różnych obszarach wykazały, że przyjmują one wartości charakterystyczne dla granic bliźniaczych.

W wyniku przeprowadzonych badań stwierdzono również obecność poprzecznie ułożonych linii w strukturze bliźniaków. Badania wykonane w trybie wysokorozdzielczym (HRTEM) pozwoliły na zidentyfikowanie ich, jako błędów ułożenia, co pokazano na rysunku 16.

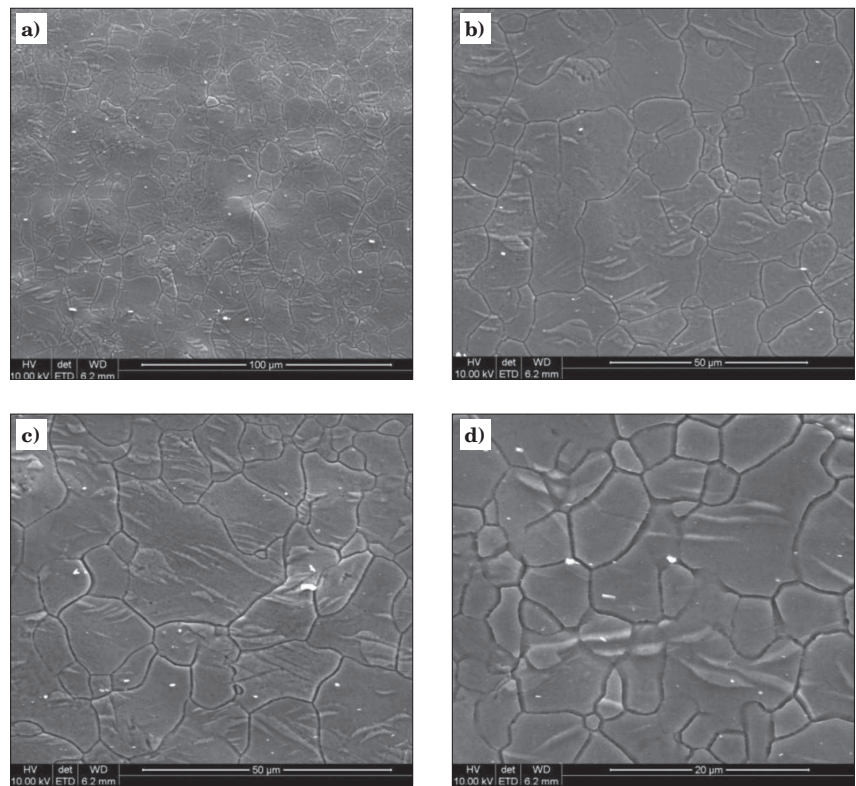
5.3. STATYCZNA PRÓBA ZGINANIA

Krzywe w układzie siła – droga przemieszczenia trzpienia wyznaczone w zakresie temperaturowym



Rys. 12. Mikrostruktura próbki stopu AZ31 po odkształcaniu w temperaturze 200°C z prędkością $d\varepsilon/dt = 0,001 \text{ s}^{-1}$; FEG_SEM

Fig. 12. Microstructure of AZ31 alloy after deformation at 200°C and rate $d\varepsilon/dt = 0.001 \text{ s}^{-1}$; FEG_SEM

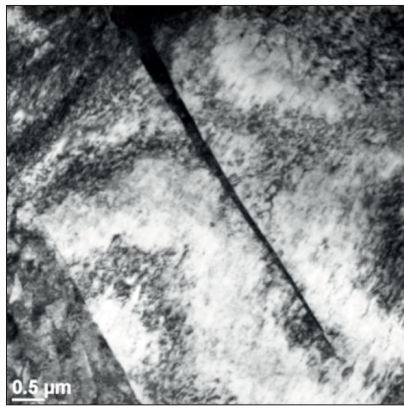


Rys. 14. Mikrostruktura próbki stopu AZ31 po odkształcaniu w temperaturze 300°C z prędkością $d\varepsilon/dt = 0,001 \text{ s}^{-1}$: a) pow. 500×, b, c) pow. 800×, d) pow. 1000×

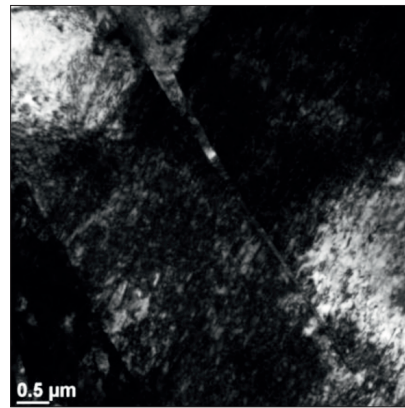
Fig. 14. Microstructure of AZ31 alloy sample after deformation at 300°C and rate $d\varepsilon/dt = 0.001 \text{ s}^{-1}$: a) mag. 500×, b, c) mag. 800×, d) mag. 1000×

30÷350°C w próbach gięcia do uzyskania kąta przegięcia 180° przedstawiono na rysunku 17. Wraz ze zmniejszaniem temperatury gięcia w badanym zakresie temperaturowym rośnie wartość siły gięcia potrzebnej do uzyskania założonego kąta przegięcia. Maksymalna wartość siły zmienia się od około 80 N w temperaturze 350°C do około 530 N w temperaturze 30°C. W przypadku próby wykonywanej w temperaturze 30°C, przemieszczenie trzpienia o około 30 mm, spowodowało złamanie próbki.

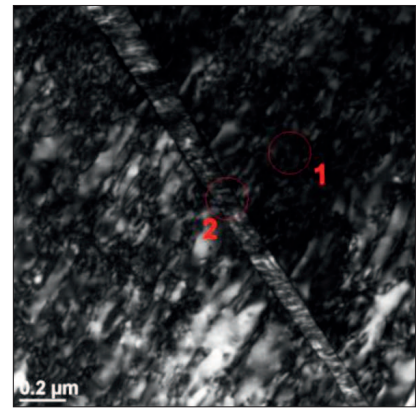
Wyniki badań struktury próbek po próbach gięcia przedstawiono na rysunku 18. Ilustracje wyników ograniczono do prezentacji mikrostruktury w strefie rozciągania. Próbką po zginaniu w temperaturze 30°C



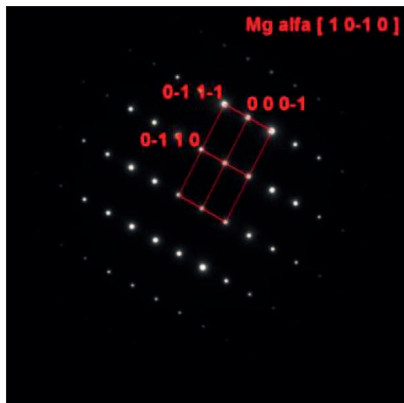
Struktura badanej próbki obszar 2 – pole jasne



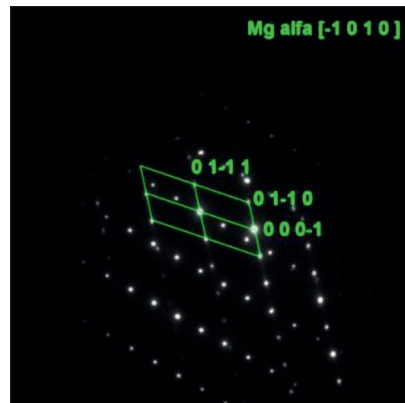
Struktura badanej próbki – pole jasne orientacje [1 0-1 0]



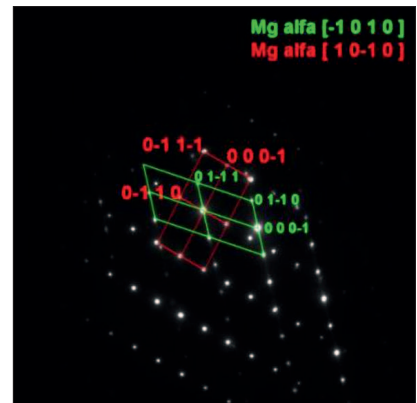
Miejsce analizy – pole jasne dla orientacji [1 0-1 0]



Dyfrakcja SAD – miejsce 1

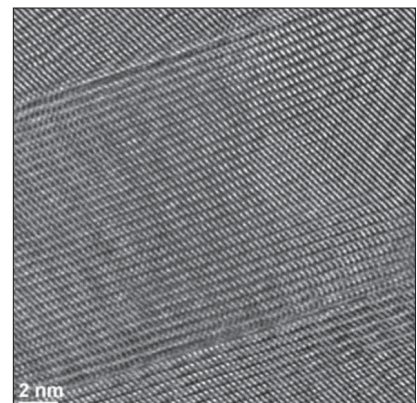
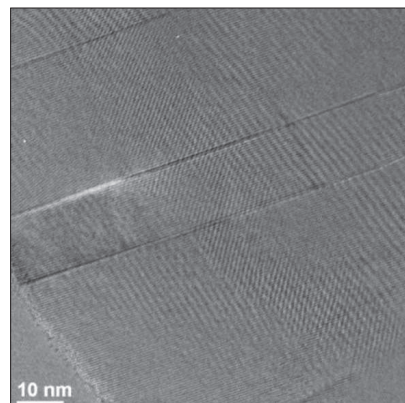
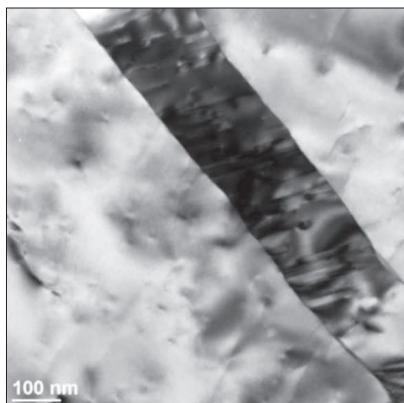


Dyfrakcja SAD – miejsce 2


 $[1\ 0-1\ 0]_{Mg\alpha} \parallel [1\ 0-1\ 0]_{Mg\alpha}$
 $((0\ 0\ 0-1)_{Mg\alpha} ; (0\ 0\ 0-1)_{Mg\alpha}) \approx 81,27^\circ$

Rys. 15. Zdjęcia mikrostruktury próbki 2 wraz z dyfrakcjami SAD wykonane przy użyciu TEM – obszar 2

Fig. 15. Microstructure of sample 2 including diffraction SAD made in TEM – area 2

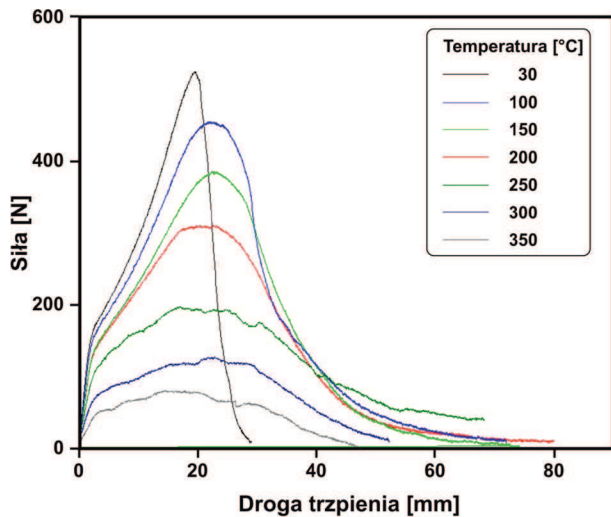


Rys. 16. Zdjęcia mikrostruktury próbki 2 wykonane przy użyciu HRTEM – obszar 2

Fig. 16. Microstructure of sample 2 investigated in HRTEM – area 2

uległa zerwaniu. W strukturze próbki we wszystkich badanych strefach (rozciągana, środkowa i ściskana) występują ziarna z dużą ilością bliźniaków odkształcenia. Podobny obraz struktury uzyskano w próbkach zginanych w temperaturach 100 i 150°C. W przypadku próbki zginanej w temperaturze 100°C proces zginania spowodował pęknięcie materiału zarówno w strefie rozciąganej jak i ściskanej. W obszarach pęknięć struktura jest silnie odkształcona i charakteryzuje się dużą koncentracją pasm odkształcenia i bliźniaków. W strefach naprężeń rozciągających próbek zginanych w zakresie

temperaturowym 200÷250°C występuje duże zróżnicowanie wielkości ziarna. Drobne ziarna są ziarnami zrekrytalizowanymi i występują głównie po granicach dużych ziarn pierwotnych z niewielkim udziałem granic bliźniaczych. W strefach środkowych struktura jest jednorodna, złożona z ziarn z bliźniakami o podobnych rozmiarach. Udział ziarn z bliźniakami maleje ze wzrostem temperatury zginania. W strefach ściskanych uzyskano strukturę podobną do obserwowanej w strefach rozciąganych. W strukturze próbek zginanych w temperaturach 300 i 350°C praktycznie nie obserwuje się



Rys. 17. Krzywe w układzie siła-droga trzpienia uzyskane w próbach gięcia

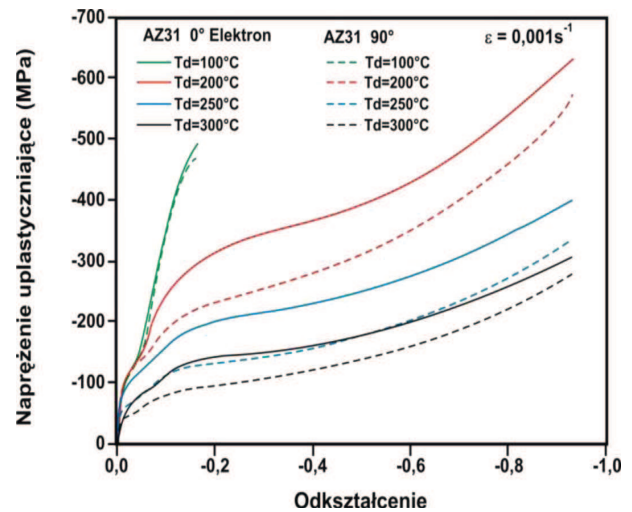
Fig. 17. Force – mandrel path curves obtained in the bending test

granic bliźniaczych. W przypadku temperatury 300°C w strefie ściskanej uzyskano znacznie mniejsze ziarno, niż w pozostałych obszarach.

Najmniejsze różnice w wielkości ziarna pomiędzy badanymi strefami stwierdzono dla próbki zginanej w temperaturze 350°C.

5.4. PRÓBKİ PO PRÓBIE KANALIKOWEJ

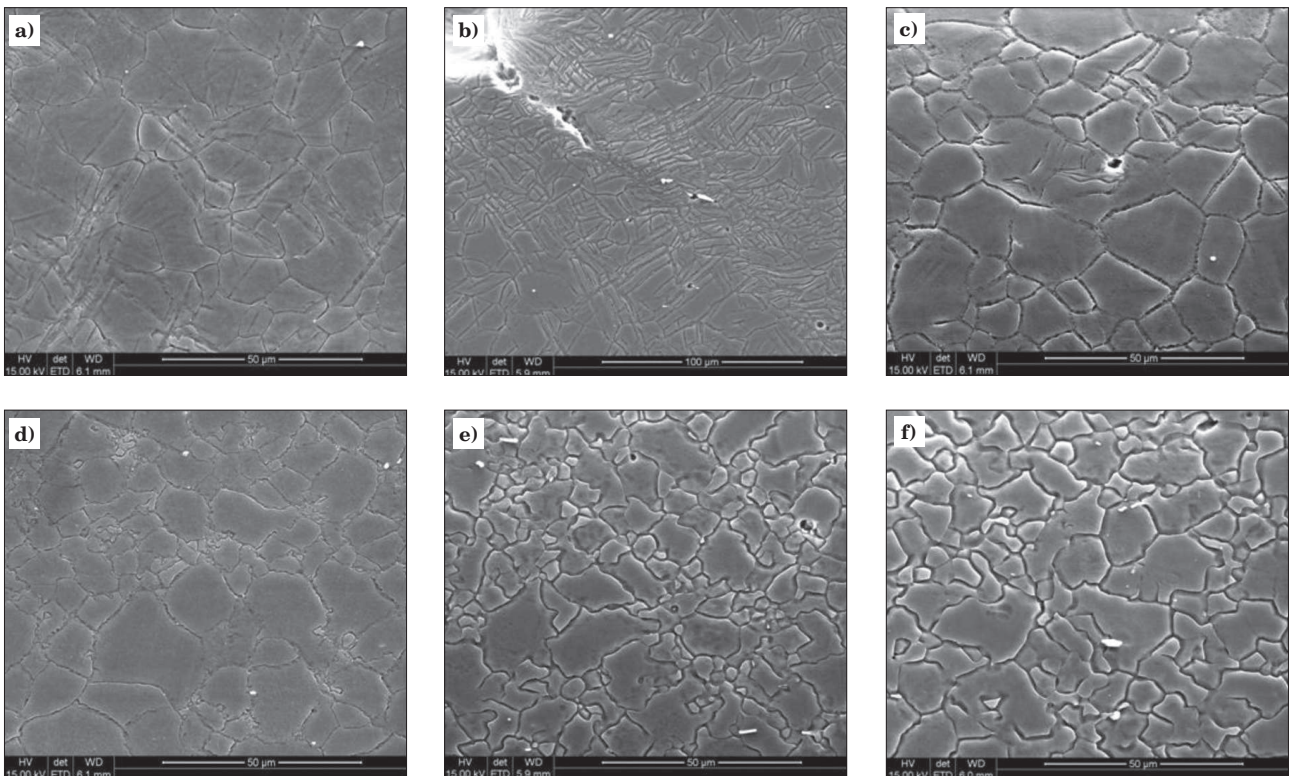
Krzywe naprężenie – odkształcenie wyznaczone w próbach ściskania przedstawiono na rysunku 19.



Rys. 19. Krzywe naprężenie – odkształcenie wyznaczone w próbach ściskania

Fig. 19. Stress – strain curves determined in the compression test

W przypadku próbek pobranych z blachy, zarówno wzdłużnie (0°), jak i poprzecznie (90°) do kierunku walcowania i następnie ściskanych w temperaturze 100°C, naprężenie uplastyczniające rośnie do wartości około 470 MPa (90°) i do wartości 490 MPa (0°) uzyskanych w obu przypadkach dla wartości odkształcenia $\epsilon = 0,17$, po czym gwałtownie spada. Gwałtowny spadek naprężenia jest związany z utratą spójności ściskanych pakietów. W przypadku pozostałych prób ściskania w zakresie temperaturowym 200÷300°C, obserwuje się



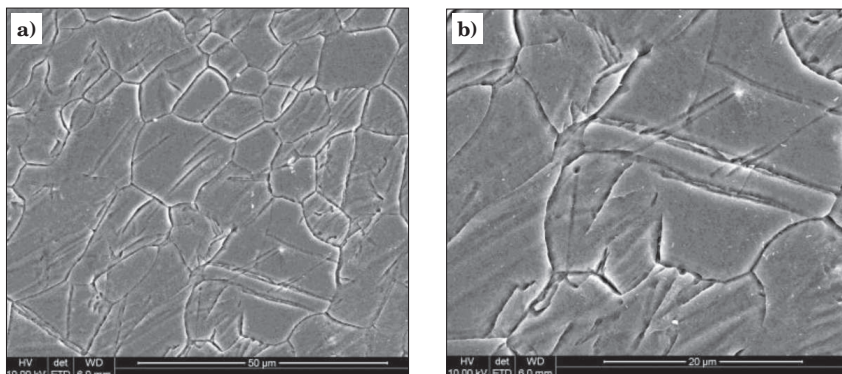
Rys. 18. Mikrostruktura próbek po zginaniu od strony zewnętrznej; temperatury próby: a) 30°C; b) 100°C; c) 150°C; d) 200°C; e) 300°C; f) 350°C.

Fig. 18. Microstructure of the samples outer side after bending test; test temperatures: a) 30°C; b) 100°C; c) 150°C; d) 200°C; e) 300°C; f) 350°C

podobny charakter krzywych naprężenie – odkształcenie. Wraz ze wzrostem temperatury ściskania maleje naprężenie uplastyczniające materiału. Każdorazowo, odkształcając materiał w tych samych temperaturach uzyskano wyższe wartości naprężenia uplastyczniającego w przypadku próbek pobranych wzdłużnie do

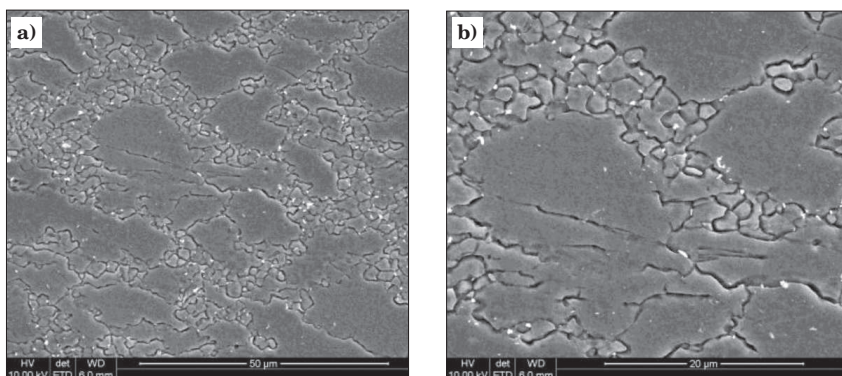
kierunku walcowania (0°) w porównaniu do pobranych prostopadle (90°).

Wyniki badań struktury po próbach ściskania przedstawiono na rysunkach 20–23. Próbki po ściskaniu w temperaturze 100°C posiadają strukturę złożoną z ziarn o dużym udziale granic bliźniaczych. Struk-



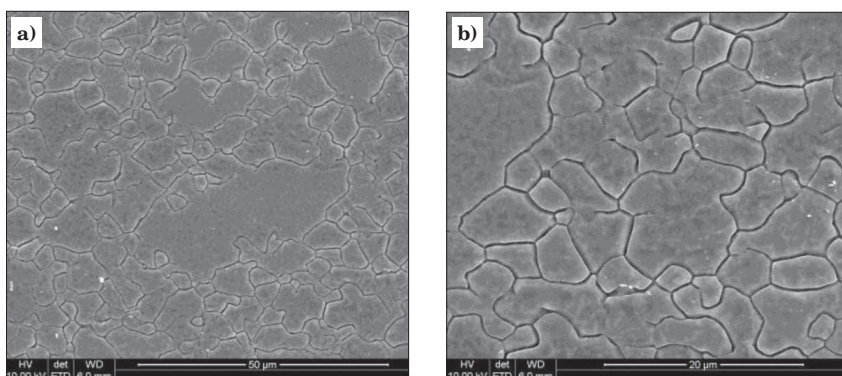
Rys. 20. Struktura próbki wykonanej poprzecznie do kierunku walcowania po ściskaniu w temperaturze 100°C : a) pow. $800\times$, b) pow. $1000\times$

Fig. 20. Microstructure of the sample in the plane perpendicular to the rolling direction after channel test at 100°C : a) mag. $800\times$, b) mag. $1000\times$



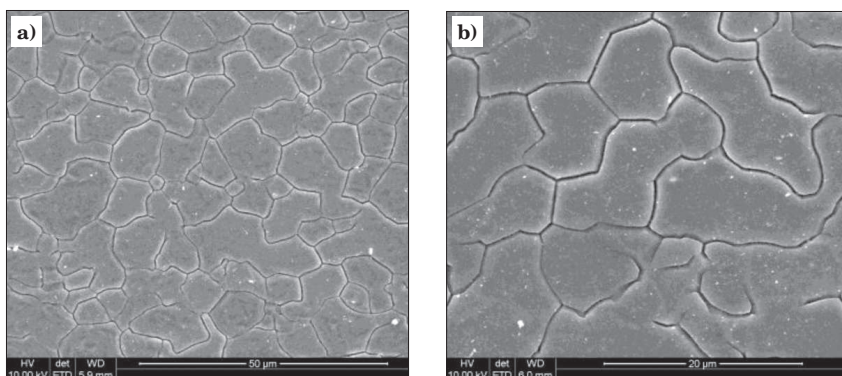
Rys. 21. Struktura próbki wykonanej poprzecznie do kierunku walcowania po ściskaniu w temperaturze 200°C : a) pow. $800\times$, b) pow. $1000\times$

Fig. 21. Microstructure of the sample in the plane perpendicular to the rolling direction after channel test at 200°C : a) mag. $800\times$, b) mag. $1000\times$



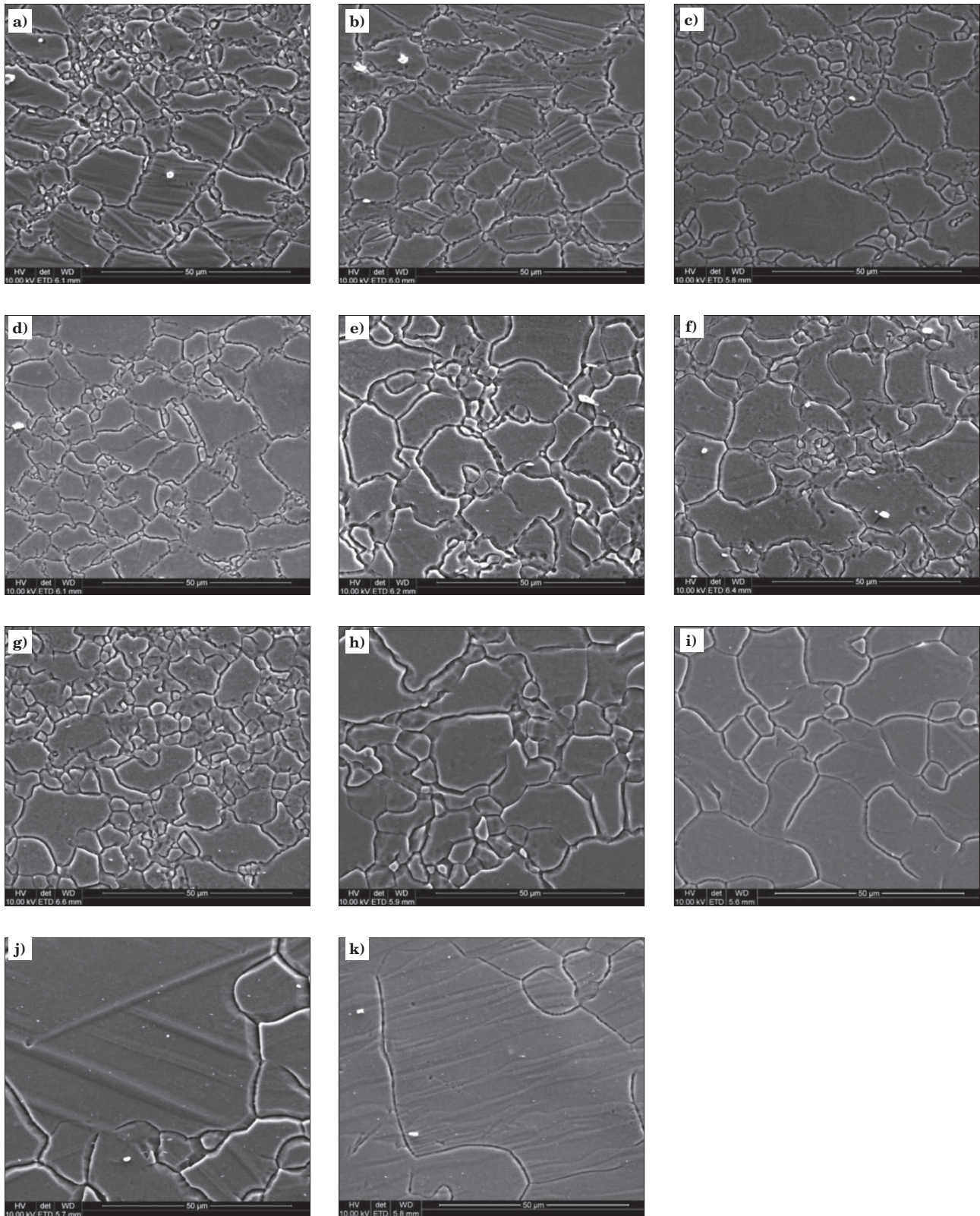
Rys. 22. Struktura próbki wykonanej poprzecznie do kierunku walcowania po ściskaniu w temperaturze 250°C : a) pow. $800\times$, b) pow. $1000\times$

Fig. 22. Microstructure of the sample in the plane perpendicular to the rolling direction after channel test at 250°C : a) mag. $800\times$, b) mag. $1000\times$



Rys. 23. Struktura próbki wykonanej poprzecznie do kierunku walcowania po ściskaniu w temperaturze 300°C : a) pow. $800\times$, b) pow. $1000\times$

Fig. 23. Microstructure of the sample in the plane perpendicular to the rolling direction after channel test at 300°C : a) mag. $800\times$, b) mag. $1000\times$



Rys. 24. Przegląd mikrostruktur obserwowanych we wsporniku:

a) AZ31_150°C_220°C_2 mm/s_1; b) AZ31_150°C_220°C_2 mm/s_2;
 d) AZ31_150°C_220°C_2 mm/s_4; e) AZ31_250°C_300°C_2 mm/s_2;
 g) AZ31_250°C_300°C_2 mm/s_4; h) AZ31_300°C_2 mm/s_290°C;
 j) AZ31_450°C_2 mm/s_345°C; k) AZ31_450°C_2 mm/s_390°C; FEG_SEM

c) AZ31_150°C_220°C_2 mm/s_3;
 f) AZ31_250°C_300°C_2 mm/s_3;
 i) AZ31_300°C_2 mm/s_338°C;

Fig. 24. Examples of the microstructures in the brackets:

a) AZ31_150°C_220°C_2 mm/s_1; b) AZ31_150°C_220°C_2 mm/s_2;
 d) AZ31_150°C_220°C_2 mm/s_4; e) AZ31_250°C_300°C_2 mm/s_2;
 g) AZ31_250°C_300°C_2 mm/s_4; h) AZ31_300°C_2 mm/s_290°C;
 j) AZ31_450°C_2 mm/s_345°C; k) AZ31_450°C_2 mm/s_390°C; FEG_SEM

c) AZ31_150°C_220°C_2 mm/s_3;
 f) AZ31_250°C_300°C_2 mm/s_3;
 i) AZ31_300°C_2 mm/s_338°C;

tura próbek po odkształcaniu w temperaturze 200°C złożona jest z dużych pierwotnych ziarn o niewielkim udziale granic bliźniaczych oraz występujących na ich granicach, drobnych, nowopowstałych zrekrytalizowanych ziarn. Udział powierzchniowy drobnych ziarn jest większy w przypadku próbki pobranej wzdłużnie do kierunku walcowania. Ściskanie próbek w temperaturze 250°C spowodowało rozrost ziarn zrekrytalizowanych. W strukturze obserwuje się ponadto duże ziarna pierwotne, pozbawione granic bliźniaczych. Wielkość ziarn zrekrytalizowanych jest większa dla próbki pobranej wzdłużnie do kierunku walcowania. Równocześnie jednak udział dużych ziarn pierwotnych w strukturze jest mniejszy w porównaniu do próbki pobranej prostopadłe do kierunku walcowania. Struktura próbek ściskanych w temperaturze 300°C jest w pełni zrekrytalizowana.

Jest charakterystyczne, że stan struktury badanych próbek jest zbliżony do struktury próbek rozciąganych i zginanych w tych samych temperaturach. Zatem, temperatura jest najważniejszym parametrem wpływającym na mechanizmy odkształcenia plastycznego stopów magnezu.

5.4. PRÓBKİ POBRANE ZE WSPORNIKÓW

Wyselekcjonowane wyniki badań struktury próbek pobranych ze wsporników przedstawiono na rysunku 24. Strukturę próbek ze wspornika AZ31_150°C_220°C_2 mm/s przedstawiono na rysunkach 24a-d. W strefach rozciąganych obserwuje się zarówno drobne jak i duże ziarna. W przypadku próbek z miejsc 1 i 2, wewnątrz dużych ziarn obserwuje się bliźniaki. W strefach środkowych wszystkie próbki posiadają podobną strukturę złożoną z ziarn z granicami bliźniaczymi. Najdrobniejszą strukturę stwierdzono w strefach ściskanych próbek. W strefach tych występują również w niewielkim udziale ziarna z granicami bliźniaczymi. Obecność bliźniaków w strukturze próbki AZ_31_150_220°C_2mm_s_1 potwierdziły badania za pomocą wysokorozdzielczego mikroskopu transmisyjnego Titan 80-300kV.

Wyniki badań struktury próbek pobranych z różnych miejsc wspornika AZ31_250°C_300°C_2 mm/s przedstawiono na rysunkach 24e-g. Struktura próbek jest zrekrytalizowana. Występują w niej zarówno drobne jak i duże ziarna. Wyjątkiem jest obraz struktury w strefie ściskanej w położeniu 3, gdzie obserwuje się bliźniaki.

Struktura próbki AZ31_300°C_2 mm/s_290°C w strefie rozciąganej i środkowej jest niejednorodna pod względem wielkości ziarna (Rys. 24h). Obserwuje się w niej zarówno duże ziarna, jak i drobne, występujące głównie na granicach dużych. W strefie ściskanej dominują duże ziarna z bliźniakami.

Struktura próbki AZ31_300°C_2 mm/s_338°C jest złożona głównie z dużych zrekrytalizowanych ziarn i nie wykazuje istotnych różnic pomiędzy badanymi strefami (Rys. 24i). Obserwuje się pojedyncze bliźniaki wyżarzania.

W próbce AZ31_450°C_2 mm/s_345°C występuje zróżnicowanie struktury pomiędzy badanymi strefami (Rys. 24j). W strefie ściskanej występują zarówno duże

ziarna z bliźniakami jak i drobne niezbliźniaczone. W strefie środkowej obserwuje się głównie duże ziarna z granicami bliźniaczymi. Najdrobniejsze ziarna ujawniono w strefie ściskanej. Występują w niej również pojedyncze ziarna z bliźniakami.

Strukturę próbki AZ31_450°C_2 mm/s_390°C przedstawiono na rysunku 24k. W strefie rozciąganej i ściskanej występują zarówno bardzo duże ziarna jak znacznie drobniejsze. Strefa środkowa charakteryzuje się strukturą najbardziej jednorodną o znacznie mniejszych ziarnach w porównaniu do występujących w strefach rozciąganej i ściskanej. Niezależnie od miejsca badania w strukturze próbki występują bliźniaki wyżarzania.

5. PODSUMOWANIE

W ramach pracy wykonano próby gięcia, ściskania i rozciągania próbek ze stopu magnezu AZ31 zarówno w temperaturze pokojowej jak i podwyższonej. Wyznaczono krzywe naprężenie-odkształcenie oraz wykonano badania struktury próbek po procesach przeróbki plastycznej. Przeprowadzono również badania struktury wsporników. Na podstawie przeprowadzonych badań można stwierdzić, że:

- W temperaturach 0°C i 100°C odkształcalność próbek ze stopu AZ31 jest ograniczona. Podczas prób gięcia i ściskania w tych temperaturach, próbki uległy zerwaniu lub stwierdzono w nich obecność pęknięć przed uzyskaniem zakładanej wartości kąta przegięcia i odkształcenia.
- W strukturze próbek odkształczanych w temperaturach 0°C, 100°C i 150°C dominują ziarna zawierające dużą ilość granic bliźniaczych. Wewnątrz bliźniaków stwierdzono występowanie błędów ułożenia, widocznych w postaci poprzecznych linii w stosunku do granic bliźniaczych.
- Wraz ze zwiększaniem temperatury obróbki plastycznej zmniejsza się wartość naprężenia uplastyczniającego, przy którym następuje płynięcie materiału.
- W przypadku próbek pobranych wzdłużnie do kierunku walcowania uzyskano wyższe wartości naprężenia uplastyczniającego, wyznaczonego w próbach ściskania, w porównaniu do wartości uzyskanych dla próbek pobranych w kierunku poprzecznym. Spowodowane to jest występowaniem tekstury w blachach.
- Struktura próbek, niezależnie od zastosowanej metody odkształcania w zakresie temperaturowym 200÷250°C, złożona jest z pierwotnych ziarn, zawierających granice bliźniacze oraz nowopowstałych na ich granicach, drobnych, zrekrytalizowanych ziarn.
- Odkształcanie próbek w temperaturze 300°C i wyższej powoduje uzyskanie w pełni zrekrytalizowanych ziarn zawierających bliźniaki wyżarzania.
- Badania wykazały zróżnicowanie struktury próbek w zależności od badanej strefy (rozciąganej, środkowej i ściskanej).

Badania wykonano w ramach projektu dofinansowanego przez Narodowe Centrum Badań i Rozwoju, projekt w ramach Programu Badań Stosowanych, umowa nr PBS1/A5/29/2013.

LITERATURA

1. Bylica A.: *Materiałoznawstwo lotnicze*. Wydawnictwo Uczelniane Politechniki Rzeszowskiej im. I. Łukaszczyka. Rzeszów, 1980
2. Roy P., Sarangi S.K., Ghosh A., Chattopadhyay A.K.: Machinability study of pure aluminium and Al-12% Si alloys against uncoated and coated carbide inserts, *Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, 2009, t. 27, nr 3, s. 535–544
3. Kuczmaszewski J.: Efektywność wytwarzania elementów lotniczych ze stopów aluminium i magnezu. Komputerowo zintegrowane zarządzanie T2, 2011, s. 7–18
4. King J.F.: Magnesium: commodity or exotic? *Materials Science and Technology*, 2007, t. 23, nr 1, s. 1–14
5. Kukiela T.: Wpływ warunków obróbki cieplnej na strukturę i właściwości stopów magnezu MSR-B i WE43. Rozprawa doktorska, 2013, Politechnika Śląska
6. Friedrich H.E., Mordike (Eds) B.L.: *Magnesium Technology. Metallurgy, Design Data, Applications*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2006
7. Woźnica H.: *Podstawy Materiałoznawstwa*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 2002
8. Mordike B.L., Ebert T.: Magnesium properties – applications – potential, *Materials Science and Engineering A*, 2001, t. 302, nr 1, s. 37–45
9. Eliezer D., Aghion E., Froes F.H.: *Magnesium science, technology and applications*, *Advanced Performance Materials*, 1998, t. 5, nr 3, s. 201–212
10. *Recent Development in the Study of Recrystallization*, Intech, 2013, ed. Peter Wilson. 139
11. Bernett M.R., Nave M.D., Bettles C.J.: Deformation microstructures and textures of some cold rolled Mg alloys, *Materials Science and Engineering A*, 2004, t. 386, nr 1–2, s. 205–211
12. Bernett M.R.: Twinning and ductility of magnesium alloys, Part I: Tension twins, *Materials Science and Engineering A*, 2007, t. 464, nr 1–2, s. 1–7
13. Stanford N., Sotoudeh K., Bate P.S.: Deformation mechanisms and plastic anisotropy in magnesium alloy AZ31, *Acta Materialia*, 2011, t. 59, nr 12, s. 4866–4874