INSTYTUT PODSTAWOWYCH PROBLEMÓW TECHNIKI POLSKIEJ AKADEMII NAUK

PRACA DOKTORSKA

Sandra Musiał

ANALIZA PROCESU PRZEMIANY ENERGII PODCZAS DEFORMACJI PLASTYCZNEJ MATERIAŁÓW POLIKRYSTALICZNYCH

Promotor: prof. dr hab. inż. Wiera Oliferuk Promotor pomocniczy: dr inż. Michał Maj

Zakład Mechaniki Materiałów Laboratorium Termoplastyczności

Warszawa 2023

Streszczenie

Niniejsza rozprawa doktorska dotyczy analizy procesu przemiany energii podczas deformacji materiałów krystalicznych. W procesie deformacji plastycznej część energii mechanicznej dostarczanej do deformowanego materiału magazynuje się w tym materiale, zwiększając jego energię wewnętrzną, a reszta ulega rozproszeniu w postaci ciepła. Miarą przemiany energii w danej chwili procesu deformacji jest parametr nazywany zdolnością magazynowania energii, definiowany jako stosunek przyrostu energii zmagazynowanej do przyrostu pracy odkształcenia plastycznego.

W rozprawie opracowano eksperymentalną metodykę wyznaczania powierzchniowych rozkładów składników bilansu energii, tj. pracy odkształcenia plastycznego oraz energii dyssypowanej w postaci ciepła w całym zakresie sprężysto-plastycznej deformacji, wykorzystując eksperymentalnie wyznaczone pola przemieszczenia i temperatury na powierzchni próbki (za pomocą metod korelacji obrazów cyfrowych (Digital Image Correlation DIC) i termografii podczerwieni (Infrared Thermography IRT)) oraz elementy teorii przepływu ciepła i teorii plastyczności. Rozprawa ma przede wszystkim charakter doświadczalny, ale zawiera także obliczeniowe aspekty dotyczące zarówno wyznaczania rozkładu naprężenia, jak i rozkładu źródeł ciepła. Eksperymentalnie wyznaczone pole gradientu przemieszczenia wykorzystano jako dane wejściowe do sprężysto-plastycznego modelu materiału, na podstawie którego uzyskano pole naprężenia i odkształcenia plastycznego, a w rezultacie – pracy odkształcenia plastycznego. Z kolei, pole energii dyssypowanej w postaci ciepła wyznaczono w oparciu o równanie przewodzenia ciepła w stanie nieustalonym, uwzględniając zarówno przepływ ciepła w próbce, jak i wymiane ciepła z otoczeniem. Wykorzystując ewolucje zmierzonego pola temperatury, wyznaczono wszystkie człony równania przewodzenia ciepła, w tym moc źródeł ciepła bez potrzeby rozwiązywania tego równania. Żeby uzyskać źródła ciepła w opisie materialnym (w układzie współrzędnych, w którym wyznaczano pola przemieszczenia), czyli wyrazić składniki bilansu energii w tym samym układzie współrzędnych, opracowano kilkuetapową procedurę obliczeniową. W rozpatrywanym procesie deformacji energia dyssypowana w postaci ciepła jest dominującym, ale nie jedynym składnikiem źródeł ciepła. Dlatego uwzględniono również ciepło efektu piezokalorycznego oraz ciepło tracone do otoczenia na drodze konwekcji i promieniowania.

Opracowaną metodę zastosowano do wyznaczenia pól: pracy odkształcenia plastycznego, energii dyssypowanej w postaci ciepła oraz zdolności magazynowania energii podczas jednoosiowego rozciągania stali austenitycznej 310S. Procesy rozciągania przeprowadzono z różnymi prędkościami odkształcenia. Pokazano, że badana stal nie wykazuje istotnej wrażliwości na prędkość odkształcenia w rozważanym zakresie. Jednakże, wpływ czasu trwania procesu rozciągania na pole temperatury i poszczególne człony w równaniu przewodzenia ciepła był znaczący. Dla najszybszego z badanych procesów dominował człon związany z wzrostem temperatury próbki w czasie, a dla najwolniejszego – człon związany

z przewodzeniem ciepła w próbce. Wyznaczono także zależności poszczególnych źródeł ciepła, tj. energii dyssypowanej w postaci ciepła, ciepła przekazanego przez próbkę do otoczenia na skutek konwekcji i promieniowania oraz ciepła efektu piezokalorycznego od czasu procesu deformacji. Pokazano, że czas trwania procesu wpływał znacząco na wymianę ciepła na drodze konwekcji. Udział ciepła odbieranego od próbki w jej wyniku był największy podczas najwolniejszego z badanych procesów. Z kolei wpływ promieniowania w badanym zakresie temperatury był znikomy.

W niniejszej pracy potwierdzono, że zdolność magazynowania energii nie jest stała podczas deformacji plastycznej. W zaawansowanym stadium deformacji, wartości Z w obszarze lokalizacji odkształcenia plastycznego gwałtownie spadają i stają się bliskie zeru, a nawet ujemne, co oznacza, że materiał traci zdolność magazynowania energii. Uzyskane wyniki są spójne z wynikami innych prac. Jednakże, w rozprawie wyznaczono, w całym zakresie deformacji plastycznej, powierzchniowe rozkłady zdolności magazynowania energii Z, co nie było do tej pory obecne w literaturze.

Ponadto, wyznaczono zmianę lokalnej orientacji krystalograficznej podczas jednoosiowego rozciągania badanej stali, za pomocą metody dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (Electron Backscatter Diffraction EBSD). Zaobserwowano, że podczas deformacji, w wyniku znacznych obrotów sieci krystalicznej nastąpił rozwój tekstury krystalograficznej w kierunku dwóch głównych składowych. Zgodnie z oczekiwaniem, dla materiału o średniej wartości energii błędu ułożenia EBU, bliźniakowanie mechaniczne było, obok poślizgu dyslokacji, istotnym mikroskopowym mechanizmem odkształcenia plastycznego stali 310S. Zaobserwowano, że początkowa orientacja poszczególnych ziaren miała istotny wpływ na to, który z mechanizmów odkształcenia plastycznego dominował w danym ziarnie. Ponadto, pokazano, że na zaawansowanym etapie deformacji, dochodzi do fragmentacji ziaren zarówno na skutek poślizgu dyslokacji, jak i bliźniakowania. Bliźniaki oddziałują z innymi elementami mikrostruktury, co prowadzi do osiągniecia finalnej tekstury krystalograficznej. W obszarze, w którym zdolność magazynowania energii jest ujemna, zaobserwowano bardzo drobną strukturę lamelową, złożoną z naprzemiennych warstw bliźniak-osnowa. Na podstawie licznych obserwacji mikrostruktury i rozważań teoretycznych obecnych w literaturze, stwierdzono, że struktura lamelowa występująca w całym obszarze, w którym $Z \leq 0$, stwarza dogodne warunki do propagacji zarówno mikropasm, jak i makroskopowych pasm ścinania. Jednakże, potwierdzenie obecności pasm ścinania oraz mogącego zachodzić w ich otoczeniu mechanizmu rekrystalizacji dynamicznej, której makroskopową manifestacją jest uwalnianie części energii zmagazynowanej w materiale, wymaga dalszych badań.

Abstract

The PhD thesis concerns the analysis of the energy conversion process during deformation of polycrystalline materials. During plastic deformation a part of the mechanical energy delivered to the material is stored, increasing its internal energy, while the rest is dissipated as heat. The energy storage rate, defined as the ratio between the stored energy increment and the plastic work increment, is a measure of the energy conversion at a given moment of the deformation process.

In the thesis an experimental method for determining the distributions of energy balance components, namely plastic work and energy dissipated as heat, throughout the entire range of elastic-plastic deformation, was developed. The method is based on the displacement and temperature fields measured using digital image correlation (DIC) and infrared thermography (IRT) techniques and the elements of both the heat transfer theory and the theory of plasticity. Although primarily experimental in nature, the thesis also includes several computational aspects concerning the determination of both the stress and heat sources fields. The experimentally determined evolution of the displacement gradient field was used as input data for the elastic-plastic material model. Using the model, the fields of the stress and the plastic strain and, consequently, the plastic work were obtained. On the other hand, the energy dissipated as heat was determined based on the transient heat conduction equation, taking into account both the heat flow within the sample and the heat exchange between the sample and the surroundings. Using the measured evolution of temperature field, the distribution of the power of heat sources was directly determined from this equation. To obtain the heat sources in the material description (in the coordinate system, in which the displacement field was determined), and therefore to express the energy balance components in the same coordinate system, a multi-step computational procedure was developed. In the considered deformation process, the energy dissipated as heat is the dominant but not the only component of the heat sources. Therefore, the other components, namely the heat of the thermoelastic effect and the heat lost to the environment by convection and radiation were also taken into account.

The developed method was applied to determine the fields of plastic work, energy dissipated as heat, and energy storage rate during uniaxial tension of austenitic steel 310S. The uniaxial tension was performed with different strain rates. It was shown that the tested steel does not exhibit a significant sensitivity to the strain rate in the considered range. However, the influence of the process duration on the temperature field and the particular terms of the heat conduction equation was significant. For the highest considered strain rate, the term associated with the increase of the sample's temperature was dominant, whereas for the lowest one, the term connected to the heat conduction in the sample was of a major importance. The evolutions of particular components of the heat sources, including the energy dissipated as heat, the heat lost by the sample to the environment due to convection and radiation, and the heat of the thermoelastic effect were also determined. Process duration was found to have significant effect on the heat exchange due to convection, with the highest contribution observed for the slowest tested process. Heat radiation, on the other hand, had an insignificant influence within the considered temperature range and could be omitted.

The obtained results confirmed that the energy storage rate Z is not constant throughout the plastic deformation process. At an advanced stage of the process, the Z values decrease rapidly in the area of the plastic strain localization, approaching zero or even becoming negative, indicating a loss of the material's ability to store energy. These findings are consistent with former research known from the literature, however, the thesis presents the determination of the energy storage rate Z distributions, which have not been previously reported in the literature.

Furthermore, the evolution of local crystallographic orientation during uniaxial tension of the 310S steel was determined using the Electron Backscatter Diffraction (EBSD) method. It was observed that due to significant rotations of the crystal lattice during deformation, the crystallographic texture developed towards two main texture components. As expected, for a material with an average stacking fault energy value, both the mechanical twinning and the dislocation slip played important roles as microscopic mechanisms of plastic deformation. The initial orientation of particular grains determined which of the plastic deformation mechanisms dominated in a given grain. Additionally, the presence of both dislocation slip and twinning, led to the grain fragmentation at an advanced stage of the deformation process. The twins interacted with other microstructure elements, contributing to the development of the final crystallographic texture. In the region where the energy storage rate is negative, a very fine lamellar structure composed of alternating twin-matrix layers was observed. On the basis of numerous microstructure observations and theoretical considerations present in the literature, it was found that the lamellar structure occurring in the entire area where $Z \leq 0$ creates favorable conditions for the propagation of both micro- and macro-shear bands. However, further research is required to confirm the presence of shear bands and the possible associated dynamic recrystallisation mechanism which is macroscopically manifested by the release of a part of the energy stored in the material.

Spis treści

1	Wpi	rowadze	nie	11		
	1.1	Bilans	energii w procesie deformacji plastycznej	11		
	1.2	Przegla	ąd literatury dotyczącej przemiany energii podczas deformacji			
		materia	ałów krystalicznych	12		
	1.3	Ewoluc	zja mikrostruktury a proces magazynowania energii	15		
	1.4	Cel, za	kres i teza pracy doktorskiej	18		
2	Met	Metody pomiarowe stosowane w niniejszej pracy				
	2.1	Korela	cja obrazów cyfrowych (DIC)	20		
	2.2	Termog	grafia podczerwieni (IRT)	23		
	2.3	Dyfrak	cja elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD)	25		
3	Opr	acowana	a metodyka wyznaczania bilansu energii w procesie deformacji			
	plas	tycznej		30		
	3.1	Praca c	odkształcenia plastycznego	30		
	3.2	Energia	a dyssypowana w postaci ciepła	34		
		3.2.1	Uzasadnienie założenia dwuwymiarowego przepływu ciepła	37		
		3.2.2	Wyznaczanie współczynnika przejmowania ciepła	38		
		3.2.3	Wyznaczanie mocy źródeł ciepła	40		
		3.2.4	Porównanie opracowanej metody z klasycznym podejściem Lagrange'a	44		
	3.3	Zdolno	sć magazynowania energii	51		
4	Opi	s eksper	ymentu	53		
	4.1	Wybór	materiału	53		
	4.2	Układ j	pomiarowy	54		
	4.3	Analiza	naliza mikrostruktury za pomocą metody EBSD 6			
5	Wyr	niki bada	ań	63		
	5.1	Właści	wości mechaniczne badanego materiału	63		
	5.2	Pola w	ielkości mechanicznych i termicznych w rozciąganych próbkach	66		
		5.2.1	Przemieszczenie i temperatura	66		
		5.2.2	Pochodne przemieszczenia i naprężenie	67		
		5.2.3	Pochodna materialna temperatury	70		
		5.2.4	Źródła ciepła	73		
		5.2.5	Praca odkształcenia plastycznego i energia dyssypowana w postaci ciepła	76		
		5.2.6	Energia zmagazynowana i zdolność magazynowania energii	80		
	5.3	Ewoluc	cja mikrostruktury badanego materiału w procesie deformacji	83		
		5.3.1	Analiza EBSD tego samego obszaru	83		
		5.3.2	Analiza EBSD różnych obszarów o znanym odkształceniu	87		

6	Pode	Podsumowanie i wnioski			
	6.1	Oryginalne elementy rozprawy	96		
	6.2	Kierunki dalszych badań	97		

Najważniejsze oznaczenia i skróty przyjęte w pracy

α	współczynnik rozszerzalności cieplnej				
eta_0	współczynnik rozszerzalności objętościowej gazu				
eta_{diff}	stosunek przyrostu energii dyssypowanej w postaci ciepła do przyrostu pracy				
	odkształcenia plastycznego				
β_{int}	stosunek energii dyssypowanej w postaci ciepła do pracy odkształcenia				
	plastycznego				
ε	tensor odkształcenia Hencky'ego (logarytmicznego)				
$\boldsymbol{\varepsilon}^{e}$	tensor odkształcenia sprężystego				
$\boldsymbol{\varepsilon}^p$	tensor odkształcenia plastycznego				
$\overline{m{arepsilon}}^p$	ekwiwalentne odkształcenie plastyczne				
$\dot{ar{arepsilon}}^p$	prędkość ekwiwalentnego odkształcenia plastycznego				
$\boldsymbol{\varepsilon}^{tr}$	sprężysty predyktor odkształcenia				
$\boldsymbol{\varepsilon}^m$	tensor odkształcenia w lokalnym układzie współrzędnych				
ε	makroskopowe odkształcenie logarytmiczne				
Ė	makroskopowa prędkość odkształcenia				
θ_0	temperatura bezwzględna płynu				
ϑ	stała Stefana-Bolzmanna				
λ	długość fali promieniowania elektromagnetycznego				
Λ	mnożnik plastyczny				
μ	lepkość dynamiczna płynu				
v	współczynnik Poissona				
ξ	emisyjność (względna zdolność emisyjna) badanej powierzchni				
[1]	zdolność emisyjna badanej powierzchni				
ϕ	funkcja płynięcia plastycznego				
(ϕ_1, Φ, ϕ_2)	kąty Eulera w notacji Bunge'a				
ρ	gęstość				
σ	tensor naprężenia Cauchy'ego				
σ^{tr}	sprężysty predyktor naprężenia				
σ^m	tensor naprężenia Cauchy'ego w lokalnym układzie współrzędnych				
$(\boldsymbol{\sigma}^{tr})^m$	sprężysty predyktor naprężenia w lokalnym układzie współrzędnych				
σ	makroskopowe naprężenie (przy założeniu stałej objętości)				
σ_0	granica plastyczności				
σ_y	naprężenie płynięcia				
Σ	tensor naprężenia nominalnego				

a	dyfuzyjność cieplna				
а Д	zdolność absornovina badanej powierzchni				
40	początkowe pole przekroju roboczej części próbki				
$a_{\rm PL} h_{\rm PL} n M$	stałe materiałowe w anizotronowej funkcji płyniecja Barlata-Liana				
$\alpha_{BL}, \alpha_{BL}, p, m$	parametry funkcji umocnienia				
C_{i} n_{i}	współczynniki w równaniu opisującym konwekcie swobodną				
C_{KS}, n_{KS}	(Michielewa)				
C	ciento właściwe				
C CC	współczynnik korelacji				
C	tensor deformacij				
D	tensor sztywności				
d	grubošé próbki				
dW.	energia fal elektromagnetycznych w przedziale długości				
a rra	od λ do $\lambda + d\lambda$ pochłanianych w jednostce czasu przez jednostke				
	powierzchni				
dW.	energia fal elektromagnetycznych w przedziale długości				
uvv_e energia i ai elektromagnetycznych w przedziale długości od λ do $\lambda \pm d\lambda$ emitowanych w jednostce czasu prz					
	powierzchni				
E	moduł Younga				
(e^{C}_{\pm})	główne osie kryształu				
(e_i^S)	główne osie próbki				
F	gradient deformacji				
f _H	funkcja umocnienia				
g	macierz orientacji				
g	przyspieszenie ziemskie				
Gr	liczba Grashofa				
Н	gradient przemieszczenia				
h	współczynnik przejmowania ciepła				
Ι	tensor jednostkowy				
J	jakobian ($det \mathbf{F}$)				
K	tensor przewodności cieplnej				
k	przewodność cieplna				
l	długość roboczej części próbki				
Nu	liczba Nusselta				
Pr	liczba Prandtla				
\mathbf{q}_S	strumień ciepła				
\dot{q}_V	gęstość mocy źródeł ciepła				
q_{int}	wewnętrzne źródła ciepła				
q_{ext}	zewnętrzne źródła ciepła				

q_d	energia dyssypowana w postaci ciepła				
q_{th}	źródła ciepła związane z efektem piezokalorycznym				
q_{conv}	ciepło tracone przez próbkę na skutek konwekcji				
q_{rad}	ciepło tracone przez próbkę na skutek promieniowania				
M_T	moc promieniowania emitowana przez jednostkę powierzchni ciała doskonale				
	czarnego				
Р	makroskopowa siła rozciągająca				
R	tensor obrotu				
S	sygnał na wyjściu detektora termografu				
Т	temperatura powierzchni próbki w danym punkcie pomiarowym				
T_0	początkowa temperatura bezwzględna próbki				
T_a	temperatura otoczenia				
T_s	temperatura powierzchni roboczej części próbki przyjęta w obliczeniach				
	współczynnika przejmowania ciepła				
T_{f}	temperatura warstwy przyściennej				
∇T	gradient temperatury				
ΔT	laplasjan temperatury				
$\frac{\partial T}{\partial t}$	pochodna cząstkowa temperatury względem czasu				
\dot{T} pochodna materialna temperatury					
U	prawy tensor rozciągnięcia				
u	wektor przemieszczenia				
V	wektor prędkości				
W	szerokość roboczej części próbki				
w_p	praca odkształcenia plastycznego				
$\mathbf{X} = [X, Y]$	położenie punktu we współrzędnych Lagrange'a				
$\mathbf{x} = [x, y]$	położenie punktu we współrzędnych Eulera				
Ζ	zdolność magazynowania energii				
CI	wskaźnik zaufania (ang. confidence index)				
DIC	korelacja obrazów cyfrowych (ang. Digital Image Correlation)				
DSC	różnicowa kalorymetria skaningowa (ang. Differential Scanning Calorimetry)				
EBSD	dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych (ang. Electron Backscatter				
	Diffraction)				
EBU	energia błędu ułożenia				
fcc	układ krystalograficzny regularny ściennie centrowany (ang. face-centered				
	cubic)				
FIB	zogniskowana wiązka jonów (ang. Focused Ion Beam)				
FZ	przestrzeń podstawowa orientacji (ang. fundamental zone)				

GNDs	dyslokacje geometrycznie niezbędne (ang. geometrically necessary dislocations)					
GROD	odchylenie orientacii ziarna od orientacii odniesienia (ang. Grain Reference					
UNUD	Orientation Deviction)					
GOS	rozrzut orientacij zjarna (ang Grain Orientation Spread)					
	rozrzut orientacji ziarna (ang. Grain Orientation Spread)					
1111,	odkształcenia plastycznego (ang. Inelastic Heat Fraction)					
IO	parametr jakości obrozy (ang. imaga gyality)					
IQ IDT	termografic nodezerwieni (eng. Infrand Thermography)					
	whether duelekowing a nichigi geographi (ang Law Engrav Dielegetion					
LED2	structures)					
MES	Structures)					
MD	hieronak normalny, np. do plaszozyzny blachy (ong. normal direction)					
	kierunek normalny, np. do płaszczyzny blachy (ang. normal direction)					
NEID	Tozinca temperatury rownowazna sygnatowi szumu (ang. Noise Equiv					
ODE	function portion function of the function of t					
ODF	runkcja rozkładu orientacji (ang. Orientation Distribution Function)					
DEN	mikroskopia orientacji (ang. Orientation Imaging Microscopy)					
PON	płaski stan naprężenia					
KD DE	kierunek walcowania blachy (ang. rolling direction)					
	błąd względny (ang. relative error)					
KUI	badany obszar (ang. region of interest)					
SE	błąd systematyczny (ang. systematic erfor)					
SEM	skaningowa mikroskopia elektronowa (ang. Scanning Electron Microscopy)					
55Ds	dyslokacje statystycznie zmagazynowane (ang. statistically stored					
מידים	distocations)					
	biometric standardowe (ang. standard deviation)					
	transmissing milroskonig elektronowe (and Transmission Electron					
IEW	Microscopy)					
TI	Microscopy)					
	maeks tekstury (ang. texture maex)					
TCA	wsporczynnik Taylora-Quinney a					
	termospręzysta analiza napręzenia (ang. Thermoelastic Stress Analysis)					
	plastyczność indukowana onzinakowaniem (ang. twinning induced plasticity)					
IKIP	plastyczność moukowana przemianą lazową (ang. transformation induced					
ZNCC	prasticity)					
ZNUU	kryterium korelacji stosowane w pracy, uwzgiędniające m.in. zmiany					
	oswieuenia w procesie (ang. Zero-mean Normansed Cross-Correlation)					

1 Wprowadzenie

1.1 Bilans energii w procesie deformacji plastycznej

Energia mechaniczna dostarczona do próbki w procesie sprężysto-plastycznej deformacji składa się z części związanej z odkształceniem sprężystym oraz z odkształceniem plastycznym. Deformacja plastyczna jest procesem nieodwracalnym, w którym znacząca część pracy odkształcenia plastycznego w_p wykonanej nad materiałem jest rozproszona w postaci ciepła q_d [1], a reszta pozostaje w materiale, nawet po odciążeniu próbki, powodując przebudowę jego mikrostruktury [2]. Bilans energii w procesie deformacji plastycznej można wyrazić następująco:

$$w_p = e_s + q_d, \tag{1.1}$$

gdzie e_s - energia zmagazynowana, czyli zmiana energii wewnętrznej próbki względem termodynamicznego stanu odniesienia. Wszystkie składniki równania 1.1 to wielkości właściwe, wyrażone w [J/g]. Proces magazynowania energii jest manifestacją ewolucji mikrostruktury deformowanego materiału, w tym powstawania i wzajemnych oddziaływań defektów sieci krystalicznej. Badania nad wyznaczeniem energii zmagazynowanej są interesujące zarówno z punktu widzenia mechaniki, jak i inżynierii materiałowej, gdyż pomagają zrozumieć przebieg procesu deformacji oraz mechanizmy procesów zdrowienia i rekrystalizacji. Zjawisko magazynowania energii zostało odkryte podczas pomiarów kalorymetrycznych prowadzonych przez Taylora i Quinney'a [3] i przez długi czas uważano, że w ciągu całego procesu deformacji stała część pracy odkształcenia plastycznego jest magazynowana w materiale. Jednakże późniejsze badania eksperymentalne [4, 5, 6, 7, 8] pokazały, że podczas deformacji plastycznej kolejnym, jednakowym przyrostom pracy odkształcenia plastycznego odpowiadają różne przyrosty energii zmagazynowanej. Jako miarę przemiany energii w danym punkcie procesu zaproponowano wielkość zwaną zdolnością magazynowania energii Z [5]:

$$Z = \frac{de_s}{dw_p}.$$
 (1.2)

Zależność zdolności magazynowania energii Z od odkształcenia pokazuje, jak w miarę wzrostu odkształcenia zmienia się udział mechanizmów odpowiedzialnych za magazynowanie energii [9]. W modelowaniu i obliczeniach numerycznych z zakresu termomechaniki stosowany jest zwykle parametr β , znany również jako współczynnik Taylora-Quinney'a (TQC) albo *Inelastic Heat Fraction* (IHF). Jest to wielkość dopełniająca w odniesieniu do zdolności magazynowania energii, bo dotyczy tej części pracy odkształcenia plastycznego, która jest dyssypowana w postaci ciepła. W literaturze spotykane są także stosunki e_s/w_p lub q_d/w_p (oznaczany symbolem β_{int}), gdyż są one łatwe do wyznaczenia, szczególnie w przypadku danych obarczonych sporym szumem. Jednakże zależą one od historii procesu deformacji i nie opisują przemiany energii w danym punkcie tego procesu. Tę przemianę opisuje natomiast

zdolność magazynowania energii Z albo jej odpowiednik $\beta_{diff} = 1 - Z$ związany z energia dyssypowaną w postaci ciepła.

1.2 Przegląd literatury dotyczącej przemiany energii podczas deformacji materiałów krystalicznych

W literaturze można znaleźć wiele prac dotyczących energetycznego aspektu procesu deformacji, zarówno teoretycznych, jak i eksperymentalnych i numerycznych. Zaproponowano kilka modeli konstytutywnych uwzględniających różne mechanizmy magazynowania energii [10, 11]. Modele te są próbą opisu obserwacji eksperymentalnych. Na przykład, w pracy [12] badano magazynowanie energii we wczesnym stadium deformacji plastycznej, a uzyskane wyniki posłużyły autorom innej pracy [13] do weryfikacji zaproponowanego przez nich modelu plastyczności kryształów przewidującego, wpływ początkowej tekstury krystalograficznej na termomechaniczne zachowanie materiału oraz na energię zmagazynowaną. Początkowo do wyznaczania energii zmagazynowanej wykorzystywano głównie metody kalorymetryczne. Wprowadzono wtedy podział na metody jednostopniowe i dwustopniowe. W metodach jednostopniowych, próbkę umieszcza się w kalorymetrze natychmiast po jej odkształceniu [3] albo przeprowadza się proces deformacji wewnątrz kalorymetru [6], co jest na ogół technicznie skomplikowane ze względu na przewodnictwo cieplne od próbki do szczęk maszyny. Metody dwustopniowe są natomiast oparte na porównaniu zachowania się próbki odkształconej plastycznie, z próbką w stanie odniesienia (nieodkształconej). Do tej grupy metod zalicza się między innymi różnicową kalorymetrię skaningową (Differential Scanning *Calorimetry* DSC). Skuteczną metodą jednostopniową wyznaczania energii zmagazynowanej w funkcji odkształcenia makroskopowego bez użycia kalorymetru, jest metoda opracowana w Laboratorium Termoplastyczności IPPT PAN w latach 80-tych ubiegłego wieku. Polega ona na wyznaczeniu energii dyssypowanej w postaci ciepła poprzez symulację wzrostu temperatury odkształcanej próbki za pomocą przepuszczania prądu elektrycznego przez próbke nieodkształconą (wykorzystując efekt Joule'a-Lenza). Podczas symulacji energia elektryczna jest dostarczana do próbki w taki sposób, żeby wzrost temperatury powierzchni próbki był taki sam, jak ten obserwowany w procesie rozciagania. Z kolei zależność pracy odkształcenia plastycznego od odkształcenia makroskopowego wyznaczono na podstawie wykresu siła-przemieszczenie uzyskanego podczas jednoosiowego rozciągania. Mając zależność pracy odkształcenia plastycznego oraz energii rozpraszanej w postaci ciepła od odkształcenia roboczej części próbki i uwzględniając efekt piezokaloryczny wyznaczono energię zmagazynowaną w zależności od odkształcenia [7, 14, 15, 8]. Pokazano, że zdolność magazynowania energii osiąga maksimum w początkowym etapie procesu deformacji plastycznej, a następnie jej wartość maleje ze wzrostem odkształcenia, zgodnie z teorią niskoenergetycznych układów dyslokacyjnych (Low Energy Dislocation Structures LEDS) [16]. Opisana metoda obowiązuje w zakresie deformacji makroskopowo jednorodnej. Natomiast w pracy [17] wyznaczono zdolność magazynowania energii Z w zakresie deformacji jednorodnej roboczej części próbki oraz oszacowano górną granicę Z w zakresie lokalizacji odkształcenia plastycznego. Pokazano, że zdolność magazynowania energii gwałtownie maleje w końcowym etapie deformacji i tuż przed zerwaniem próbki staje się równa zeru, a nawet ujemna. Zauważono również, że odpowiada to w przybliżeniu punktowi na krzywej naprężenie-odkształcenie, w którym spełnione jest kryterium Considére'a ($d\sigma/d\varepsilon = \sigma$). Dlatego zaproponowano, żeby ujemne wartości Z traktować jako wskaźnik postępującej dominacji uszkodzenia w materiale. Innymi słowy, warunek Z = 0 stanowi makroskopowe kryterium niestabilności plastycznej ze względu na to, że materiał traci zdolność magazynowania energii. Również w pracy [18] pokazano, że w miarę rozwoju procesu deformacji plastycznej, w obszarze lokalizacji odkształcenia plastycznego, Z spada do zera. W tej pracy zdolność magazynowania energii została wyznaczona dla kilku obszarów leżących na wzdłużnej osi próbki. Na części roboczej próbki naniesiono periodyczny układ markerów (kropek grafitu) i w trakcie procesu rejestrowano obrazy powierzchni próbki w zakresie światła widzialnego. Na podstawie zmian odległości pomiędzy środkami kropek na kolejnych obrazach wyznaczono zależność przemieszczenia i odkształcenia poszczególnych obszarów próbki od czasu, co stanowiło pierwszy krok w stronę rozwoju metody polowego pomiaru przemieszczenia w LT IPPT PAN. Pracę odkształcenia plastycznego dla tych obszarów wyznaczono przy założeniu jednoosiowego stanu naprężenia. Energię dyssypowaną w postaci ciepła wyznaczono natomiast poprzez obliczenie, metodą różnic skończonych, jednowymiarowego strumienia ciepła dla sąsiadujących sekcji na próbce (środki grafitowych kropek wyznaczały brzegi tych sekcji).

Osobną grupę stanowią prace dotyczące wyznaczania składników bilansu energii podczas obciążeń dynamicznych. W tym przypadku proces deformacji przebiega w warunkach zbliżonych do warunków adiabatycznych, co istotnie upraszcza obliczenia, bo nie trzeba brać pod uwagę procesu przewodzenia ciepła w próbce. W pracy [19] pokazano, że podczas dynamicznej deformacji stali typu TRIP (*transformation induced plasticity* współczynnik Taylora-Quinney'a rośnie wraz z odkształceniem oraz zależy od utajonego ciepła przemiany fazowej, która zachodzi w tego typu stali podczas odkształcenia. W ramach pracy [20] badano zależność współczynnika TQC od typu obciążenia. Przeprowadzono serię eksperymentów dla 7 różnych metali i stopów, poddanym trzem różnym modom deformacji (dynamiczne rozciąganie, ściskanie i ścinanie) i wyznaczono dla każdego przypadku średnią wartość współczynnika β_{int} . Otrzymane wyniki zebrano w formie usystematyzowanej bazy danych dla badanych materiałów.

W przypadku quasi-statycznych warunków obciążenia, do wyznaczenia ciepła generowanego podczas deformacji badanego materiału wykorzystuje się równanie przewodzenia ciepła w stanie nieustalonym. Większość analiz dotyczących tego tematu prowadzi się na podstawie pól przemieszczenia i temperatury, zmierzonych za pomocą metod korelacji obrazów cyfrowych (*Digital Image Correlation* DIC) i termografii podczerwieni (*Infrared Thermography* IRT). W literaturze można znaleźć wiele pomysłów i sposobów

13

wykorzystania zarejestrowanych danych eksperymentalnych. Poszczególne prace różnią się przyjętymi uproszczeniami lub sposobami przedstawienia wyników. Na przykład, w niektórych pracach ograniczono się do wyznaczenia generowanych deformacją źródeł ciepła, co jest krokiem w kierunku określenia bilansu energii. W pracy [21], przy założeniu jednowymiarowego przepływu ciepła, oszacowano źródła ciepła towarzyszące pasmom Lüdersa i Portevin-Le Chateliera (PLC). Otrzymane wyniki wykorzystano do wyznaczenia szerokości i prędkości propagacji powstających pasm. W [22] i [23] źródła ciepła zrekonstruowano na podstawie danych temperaturowych obarczonych szumem, uzyskanych podczas propagacji pasm Lüdersa, a w [23] wyznaczono globalny (czyli średni dla części roboczej próbki) współczynnik IHF. Istotą pracy [24] było oszacowanie przyrostu temperatury i źródeł ciepła podczas cyklicznych obciążeń sprężystych. Jest to kontynuacja badań dotyczących rozpraszania energii w zakresie deformacji makroskopowo sprężystej, zapoczątkowanych w [25]. Autorzy tych prac wyznaczyli uśrednione po przestrzeni wartości źródeł ciepła tuż przed rozpoczęciem makroskopowego płynięcia plastycznego. Te wartości zależały od wyjściowej mikrostruktrury badanego materiału (stali 316L). Globalną wartość współczynnika β_{int} wyznaczono w pracy [26] dla czterech różnych materiałów: stali 303 i 316, CP Ti (tytanu czystego technicznie) oraz stopu tytanu Ti-6Al-4V, przy trzech różnych predkościach odkształcenia: $(10^{-2} \text{ s}^{-1}, 5 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1} \text{ i } 10^{-3} \text{ s}^{-1})$. Pokazano, że w rozpatrywanym zakresie prędkości odkształcenia, zarówno tytan, jak i jego stop wykazują większą wrażliwość współczynnika IHF na prędkość odkształcenia, niż obydwa typy stali. Podejście łączące badania eksperymentalne z modelowaniem plastyczności kryształów, przedstawiono w pracy [27]. Badano proces ścinania stopu magnezu AZ31B. Zaproponowany model miał za zadanie przewidzieć, czy głównym mechanizmem deformacji dla danej orientacji próbki jest poślizg dyslokacji, czy bliźniakowanie. Wyznaczono także globalny współczynnik IHF w zależności od orientacji próbki. Pokazano, jak można się było spodziewać, że wyższe wartości energii rozpraszanej w postaci ciepła występowały dla orientacji, w których dominował poślizg, a niższe w tych, gdzie dominowało bliźniakowanie. W pracy [28] przedstawiono podejście do tematu przemiany energii podczas deformacji materiałów polikrystalicznych, podobne do podejścia rozwijanego w niniejszej rozprawie. Jest ono oparte na pomiarach rozkładów przemieszczenia i temperatury i ukierunkowane na analizę energii zmagazynowanej w obszarze lokalizacji odkształcenia plastycznego. Jednakże w [28] ograniczono analizę do przypadku 1D. Źródła ciepła i energia dyssypowana w postaci ciepła pokazane są w formie wykresu zawierającego ewolucję pojedynczego profilu (leżącego centralnie na wzdłużnej osi próbki) w czasie trwania procesu (tego typu wykresy w literaturze ang. są nazywane spatio-temporal plots). Ponadto, założenie poczynione przez autorów odnośnie rozkładu naprężenia przestaje być spełnione wraz z rozpoczęciem lokalizacji odkształcenia plastycznego. Warto wymienić prace poświęcone przemianom energii na poziomie pojedynczego ziarna. Na przykład, w pracy [29] badano lokalne efekty temperaturowe towarzyszące mikroplastyczności podczas deformacji stali 316L. W tym celu wyznaczono sprzeżone pola temperatury i przemieszczenia dla niewielkiego obszaru na próbce z rozdzielczością poniżej średniej wielkości ziarna dla makroskopowego odkształcenia około 0,03. W pracy [30] analizowano termomechaniczne zachowanie multikryształu aluminium, wykorzystując zestawione dane uzyskane za pomocą metod DIC, IRT oraz EBSD. Uzyskano w ten sposób pola odkształcenia i temperatury dla kilku analizowanych ziaren w ich aktualnej konfiguracji. Autorzy tej pracy zaznaczyli, że opracowana metodyka w dłuższej perspektywie ma posłużyć do analizy bilansu energii na poziomie mikrostrukturalnym.

Podsumowując, badania dotyczące energetycznego aspektu deformacji plastycznej obecne są w literaturze od około stu lat, a jednocześnie temat ten jest cały czas intensywnie rozwijany. Powstało wiele prac eksperymentalnych i numerycznych poświęconych wyznaczaniu lub obliczaniu zdolności magazynowania energii lub współczynnika Taylora-Quinney'a. Pomimo tego wydaje się, że brakuje pracy, która w kompleksowy sposób podchodziłaby do tematu przemiany energii w zakresie lokalizacji odkształcenia plastycznego. Żeby w pełni opisać to, co się dzieje z materiałem w trakcie lokalizacji, należałoby wyznaczyć i przedstawić ewolucje rozkładów wszystkich składników bilansu energii oraz uzyskane rezultaty odnieść do ewolucji mikrostruktury badanego materiału.

1.3 Ewolucja mikrostruktury a proces magazynowania energii

Prawie wszystkie materiały krystaliczne posiadają w swojej budowie zaburzenia, zwane defektami sieci krystalicznej. To właśnie w energii defektów sieci krystalicznej magazynuje się energia podczas deformacji plastycznej. Defekty sieci krystalicznej, z geometrycznego punktu widzenia podzielono na punktowe (wakanse i atomy międzywęzłowe), liniowe (dyslokacje) oraz powierzchniowe (granice ziaren, granice bliźniacze, granice międzyfazowe, błędy ułożenia). Proces deformacji w temperaturze pokojowej jest kontrolowany głównie poprzez powstawanie i ruch dyslokacji oraz interakcje pomiędzy nimi (lub z innymi rodzajami defektów, np. granicami ziaren), co skutkuje powstawaniem układów dyslokacyjnych. Wzajemnym oddziaływaniom pomiędzy defektami sieci krystalicznej towarzyszy nakładanie się ich pól napreżenia co może powodować zmniejszenie energii układu (mutual stress screening). Zgodnie z tzw. koncepcją LEDSs, sformułowaną przez D. Kuhlmann-Wilsdorf i N. Hansena [16], po osiągnięciu pewnej gęstości dyslokacji, wraz ze wzrostem odkształcenia tworzą się układy dyslokacyjne o coraz niższej energii (przypadającej na jednostkę linii dyslokacji) [31, 32, 33, 34]. Do układów dyslokacyjnych o najwyższej energii zalicza się spiętrzenia i sploty dyslokacyjne (ich energia przekracza sumę energii tworzących je dyslokacji). Wraz ze wzrostem odkształcenia powstają maty dipolowe oraz układy mat dipolowych zwane siecią Taylora [16]. W tego typu układach energia jest niższa od sumarycznej energii tworzących je dyslokacji, dzięki sąsiadujących ze sobą dyslokacji o przeciwnych znakach, czyli tzw. "dipoli". Następnie, w materiale tworzą się ściany dipolowe, złożone z dwóch równoległych, wąskokątowych granic nachylenia, o podobnej długości, ale o przeciwnych znakach (te wąskokątowe granice zbudowane są z dyslokacji krawędziowych o jednakowym wektorze Burgersa, leżących jedna nad drugą). Zespół ścian dipolowych nazywany jest pasmami poślizgu [16]. W zaawansowanych stadiach odkształcenia obserwuje się układy o najniższej energii, czyli struktury komórkowe składające się z obszarów prawie wolnych od dyslokacji, oddzielonych od siebie granicami dyslokacyjnymi. Jednakże, szczegółowe zrozumienie dyslokacyjnych mechanizmów odkształcenia w materiałach polikrystalicznych nadal stanowi wyzwanie dla badaczy. Obecność granic ziaren i bliźniaków w polikrysztale ogranicza średnią drogę swobodną poruszających się dyslokacji, co sprzyja wzajemnym oddziaływaniom pomiędzy nimi. Ponadto, pomiędzy ziarnami o różnej orientacji krystalograficznej może dochodzić do lokalnych spiętrzeń dyslokacji w pobliżu granic ziaren.

Praktycznie wszystkie metale i ich stopy w mikroskali odkształcają się plastycznie w sposób niejednorodny, co skutkuje powstaniem gradientu odkształcenia i towarzyszącą mu rotacją sieci krystalicznej [35]. Nye w swojej pracy [36] jako pierwszy wykorzystał opis dyslokacji w modelowaniu plastyczności kryształów. Zauważył, że obecność gradientu odkształcenia wymaga powstania sieci dyslokacji, w celu zapewnienia ciągłości deformowanego materiału. Następnie, Ashby zaproponował dla takiego zbioru dyslokacji nazwę "dyslokacje geometrycznie niezbędne" (*geometrically necessary dislocations GNDs*), a dla pozostałych – "dyslokacje statystycznie zmagazynowane" (*statistically stored dislocations SSDs*) [37]. Zgodnie z takim podziałem, dyslokacje statystycznie zmagazynowane powstają na drodze wzajemnego blokowania się (*trapping*) dyslokacji poruszających się w różnych, przecinających się płaszczyznach poślizgu. Zatem gęstość dyslokacji statystycznie zmagazynowanych zależy nie tylko od stopnia odkształcenia i temperatury deformowanego materiału, ale także od jego struktury krystalograficznej i energii błędu ułożenia (EBU) [37].

Podczas odkształcania materiału plastycznie niejednorodnego pomiędzy sąsiednimi, różnie zorientowanymi ziarnami, na granicy międzyfazowej, a także pomiędzy obszarami różniącymi się gęstością dyslokacji powstają naprężenia wewnętrzne dalekiego zasięgu (long-range internal stresses). Aby zachować ciągłość geometryczną materiału naprężenia te są akomodowanie przez powstające dyslokacje geometrycznie niezbędne (GNDs) (rys.1.1). Dlatego Ashby zdefiniował GNDs jako "układ, który zapewnia kompatybilność odkształcenia pomiędzy obszarami materiału plastycznie niejednorodnego, przy czym naprężenie odpowiadające temu układowi nie może przekraczać lokalnego naprężenia płynięcia" [37]. Na ewolucję mikrostruktury materiału podczas jego deformacji istotny wpływ mają również błędy ułożenia. Energia błędu ułożenia EBU, zależna od składu chemicznego i temperatury, ma kluczowy wpływ na przebieg deformacji plastycznej materiałów o typie sieci fcc. Należą do nich stale austenityczne. Umocnienie materiału podczas deformacji zależy w dużym stopniu od EBU, która wpływa na rozszczepienie dyslokacji śrubowych (pomiędzy dwiema dyslokacjami cząstkowymi występuje obszar błędu ułożenia). Jeżeli odległość pomiędzy dwiema dyslokacjami cząstkowymi jest mała (błąd ułożenia jest wąski, czyli wartość EBU niska), to ich rekombinacja zachodzi stosunkowo łatwo. Wtedy może zajść poślizg poprzeczny, co istotnie ułatwia deformację plastyczną. Dlatego materiały o wysokiej wartości EBU (>45 mJ/m²), takie jak aluminium, odkształcają się prawie wyłącznie przez poślizg dyslokacji [38] i w nich najczęściej obserwuje się struktury komórkowe. W przypadku stali austenitycznych, deformacja zachodzi w wyniku różnych, mikroskopowych mechanizmów odkształcenia plastycznego [39]. Dla średnich wartości EBU (20-45 mJ/m²), poślizg poprzeczny jest utrudniony i bardziej korzystne może być odkształcenie poprzez bliźniakowanie (stale typu TWIP od ang. *twinning induced plasticity*). Bliźniakowanie umacnia materiał i opóźnia lokalizację odkształcenia plastycznego poprzez podział ziaren na obszary objęte bliźniakowaniem i wolne od niego [40]. Z kolei dla niskich wartości EBU (<20 mJ/m²) uprzywilejowana jest plastyczność indukowana przemianą fazową austenitu w martenzyt (stale typu TRIP).



Rys. 1.1: Schemat powstawania dyslokacji geometrycznie niezbędnych GNDs [41].

Różnego rodzaju eksperymentalne badania mikrostruktury materiałów po deformacji mają na celu, między innymi, potwierdzenie słuszności modelu Ashby'ego. Nie jest to zadanie łatwe, gdyż wymaga ono statystycznej analizy bardzo dużej liczby dyslokacji występujących w wielu ziarnach. Bezpośrednie obserwacje dyslokacji za pomocą transmisyjnej mikroskopii elektronowej (*Transmission Electron Microscopy* TEM) umożliwiły opisanie różnego rodzaju układów dyslokacyjnych i sformułowanie teorii opisujących ruch dyslokacji [42]. Jednakże TEM, ze względu na bardzo lokalny charakter pomiaru oraz żmudną preparatykę próbek, z trudem nadaje się do prowadzenia badań statystycznych. Z kolei dyfrakcja rentgenowska lub dyfrakcja neutronów pozwalają uchwycić ogólny statystyczny charakter problemu (np. wyznaczyć powstawanie i rozwój tekstury krystalograficznej), ale mają niewielką

przestrzenną rozdzielczość i nie dostarczają szczegółowych informacji na temat tego, co się dzieje lokalnie – pomiędzy poszczególnymi ziarnami. Odpowiednią techniką badawczą do przeprowadzenia analizy obrotów ziaren i lokalnych zmian orientacji jest dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych (*Electron Backscatter Diffraction* EBSD) w skaningowym mikroskopie elektronowym. Ta metoda umożliwia pomiar orientacji krystalograficznej na powierzchni próbek o relatywnie dużych objętościach (*bulk samples*) ze stosunkowo wysoką rozdzielczością. Podstawy teoretyczne metody EBSD i kierunki jej rozwoju zostały przedstawione w podrozdziale 2.3. Pierwsze badania tą metodą materiałów po deformacji dotyczyły wyznaczenia gęstości GNDs w bikrysztale i polikrysztale aluminium [43, 44, 45]. Wyniki analizy EBSD wykorzystano także do wyznaczenia gradientu odkształcenia w pobliżu miejsca, w którym wykonano indentację [46] oraz odkształcenia materiałów wielofazowych [47].

1.4 Cel, zakres i teza pracy doktorskiej

Celem pracy jest przeprowadzenie eksperymentalnej, polowej analizy procesu przemiany energii podczas deformacji plastycznej stali austenitycznej 310S, zarówno w zakresie deformacji makroskopowo jednorodnej, jak i podczas lokalizacji odkształcenia plastycznego oraz odniesienie uzyskanych wyników do rozwoju tekstury krystalograficznej. Na powyższą analizę składają się następujące zadania:

- Opracowanie eksperymentalnej metodyki wyznaczania powierzchniowych rozkładów składników bilansu energii, tj. pracy odkształcenia plastycznego oraz energii dyssypowanej w postaci ciepła dla nieadiabatycznych procesów deformacji. Istotą metody jest wyznaczenie powierzchniowego rozkładu mocy źródeł ciepła wywołanych deformacją plastyczną, uwzględniając zarówno przepływ ciepła w próbce, jak i wymianę ciepła z otoczeniem, wykorzystując eksperymentalnie wyznaczone pola przemieszczenia i temperatury na powierzchni próbki oraz elementy teorii przepływu ciepła i teorii plastyczności;
- Wykorzystanie opracowanej metodyki do wyznaczenia rozkładów składników bilansu energii oraz zdolności magazynowania energii na powierzchni próbek wykonanych ze stali austenitycznej 310S podczas jednoosiowego rozciągania;
- Analiza zmian orientacji krystalograficznej i rozwoju tekstury stali 310S podczas jednoosiowego rozciągania oraz odniesienie uzyskanych wyników do zmiany zdolności magazynowania energii podczas deformacji.

W rozprawie przedstawiono opis procesu przemiany energii podczas deformacji materiałów polikrystalicznych oraz przegląd literatury dotyczącej tego tematu, uwzględniając ewolucję ich mikrostruktury. Drugi rozdział rozprawy jest poświęcony metodom pomiarowym

stosowanym w pracy. Są nimi: metoda pomiaru pola przemieszczenia na podstawie korelacji obrazów cyfrowych (DIC), metoda bezkontaktowego pomiaru pola temperatury za pomocą detekcji promieniowania podczerwonego (IRT) oraz metoda pomiaru rozkładu orientacji krystalograficznej za pomocą dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD). W rozdziale trzecim przedstawiono opracowaną w ramach rozprawy metodykę wyznaczania rozkładów składników bilansu energii podczas deformacji. Podobnie jak w niektórych pracach obecnych w literaturze, sposób ten jest oparty na pomiarach przemieszczenia i temperatury na powierzchni próbki za pomocą metod DIC i IRT. Jednakże, rozprawa zawiera oryginalne aspekty dotyczące zarówno wyznaczania rozkładu naprężenia, jak i rozkładu źródeł ciepła. Rozdział czwarty zawiera opis eksperymentu. Przedstawiono badany materiał, przygotowanie próbek, układ pomiarowy oraz parametry stosowane w analizie DIC i IRT oraz oszacowanie błędów pomiarowych. W rozdziale piątym umieszczono wyniki badań przeprowadzonych w makro- i mikroskali. Ostatni, szósty rozdział zawiera podsumowanie uzyskanych rezultatów oraz wynikające z nich wnioski.

Przedstawione w rozprawie wyniki pozwoliły wykazać następującą tezę: Możliwe jest przeprowadzenie eksperymentalnej analizy przemiany energii w procesie deformacji plastycznej materiału polikrystalicznego z uwzględnieniem nieadiabatyczności tego procesu, wykorzystując pola przemieszczenia i temperatury wyznaczone przy użyciu metody korelacji obrazów cyfrowych i termografii podczerwieni oraz elementy teorii przepływu ciepła i teorii plastyczności.

2 Metody pomiarowe stosowane w niniejszej pracy

2.1 Korelacja obrazów cyfrowych (DIC)

W ostatnich latach korelacja obrazów cyfrowych stała się jedną z najczęściej stosowanych metod wyznaczania pola przemieszczenia w eksperymentalnych badaniach z zakresu mechaniki ciała stałego. Podstawy teoretyczne tej metody i stosowane procedury numeryczne zostały po raz pierwszy przedstawione w pracy [48]. Od tej pory technika DIC jest intensywnie rozwijana przez wielu naukowców, co sprawiło, że poprawiła się znacząco wydajność oraz dokładność algorytmów obliczeniowych [49]. Obszerny przegląd kryteriów korelacji oraz algorytmów najczęściej stosowanych w analizie DIC 2D nie tylko przy wyznaczaniu pól przemieszczenia, ale również pól odkształcenia, umieszczono w pracy [50]. Istotną zaletą metody DIC jest to, że umożliwia ona wyznaczenie przemieszczenia i lokalnego odkształcenia w obszarach nieciągłości geometrycznych i niejednorodności materiałowych. Dzięki temu jest doskonałym narzędziem do badania lokalizacji odkształcenia plastycznego. Analizę DIC 2D można przeprowadzić, gdy podczas procesu deformacji zostanie zarejestrowana sekwencja obrazów powierzchni próbki za pomocą kamery pracującej w zakresie światła widzialnego. Podczas całego procesu, badana powierzchnia musi pozostawać w płaszczyźnie. Ponadto, powinna posiadać losowo rozłożone plamki w odcieniach szarości (ang. *speckled pattern*).



Rys. 2.1: Podstawy metody DIC wykorzystywanej do śledzenia położenia punktów podczas deformacji [51].

Istota metody DIC polega na poszukiwaniu położenia punktu wraz z jego otoczeniem (zwanym *subsetem*) na obrazie próbki zdeformowanej na podstawie początkowego położenia tego punktu na obrazie próbki w stanie odniesienia (rys. 2.1). Według zasad mechaniki ośrodków ciągłych, powyższe zadanie sprowadza się do obliczenia funkcji opisującej deformację subsetu zdefiniowanego na konfiguracji odniesienia. Parametrem, który służy do porównywania subsetu na obrazach przed i po deformacji jest współczynnik korelacji *cc*. Subset składa się z punktów położonych w środkach sąsiadujących pikseli. Kształt i rozmiar subsetu powinien zapewniać mu niepowtarzalność w badanym obszarze powierzchni (*region of interest* ROI). Zwykle jedynie część robocza próbki jest brana pod uwagę i odpowiadający jej region zostaje zdefiniowany na obrazie odniesienia jako ROI.

W niniejszej pracy rozpatrywano przypadek dwuwymiarowy i do wyznaczenia pola przemieszczenia wykorzystywano algorytm DIC 2D opracowany w Laboratorium Termoplastyczności IPPT PAN, zaimplementowany w autorskim oprogramowaniu ThermoCorr [52]. Opracowane procedury numeryczne zostały przedstawione w pracy [51]. Jako kryterium korelacyjne zastosowano kryterium ZNCC (*Zero-mean Normalised Cross-Correlation*), które jest jednym z częściej spotykanych w literaturze kryteriów korelacyjnych, gdyż uwzględnia m.in. zmiany oświetlenia podczas eksperymentu. Położenie punktu po deformacji wyznacza się w dwóch krokach. W pierwszym - wektor przemieszczenia jest wyznaczany z dokładnością do 1 piksela. Następnie, otrzymane rozwiązanie zostaje poprawione, aby uzyskać dokładności rzędu ułamków piksela.



Rys. 2.2: Metoda poszukiwania przemieszczenia z dokładnością do 1 piksela. Czerwone kropki na obrazie próbki zdeformowanej definiują możliwe położenia środka subsetu [51].

Na początku, na obrazie próbki po deformacji zostaje określony obszar poszukiwania (ang. *searching area*), który zawiera wszystkie możliwe położenia środka subsetu (2.2). Następnie, dla każdego położenia środka subsetu oblicza się odpowiadający jej współczynnik korelacji. Maksymalna wartość współczynnika *cc* oznacza najlepsze dopasowanie, na podstawie którego wyznacza się wektor przemieszczenia. Natomiast drugi

krok wyznaczania położenia punktu po deformacji wykorzystuje tzw. algorytm znajdowania pików (ang. *peak-finding algorithm*), który dopasowuje dwuwymiarową powierzchnię kwadratową do pikseli znajdujących się wokół miejsca o maksymalnej wartości współczynnika korelacji uzyskanej w pierwszym kroku (piku zaznaczonego na rysunku 2.3).



Rys. 2.3: Przykład rozkładu współczynnika korelacji: a) widok płaski oraz b) powierzchnia 2D. Pik na powierzchni odpowiada maksymalnej wartości współczynnika korelacji (najlepsze dopasowanie pomiędzy subsetami) [51].

Położenia środków pikseli są zawarte w wektorach $\mathbf{x} = (-1 - 1 - 1 0 0 0 1 1 1)$ i $\mathbf{y} = (-1 0 1 - 1 0 1 - 1 0 1)$, w układzie współrzędnych, którego początek znajduje się w pikselu o maksymalnej wartości współczynnika *cc*. Odległość pomiędzy środkami pikseli jest równa 1, a lokalna macierz współczynnika korelacji ma wymiar 3×3 piksele. Żeby znaleźć położenie piku w tej macierzy z dokładnością ułamka piksela, lokalne otoczenie piku aproksymuje się powierzchnią drugiego stopnia. Za pomocą metody najmniejszych kwadratów oblicza się współczynniki tej powierzchni, co umożliwia wyznaczenie położenia piku z dokładnością do ułamka piksela (rys. 2.4).



Rys. 2.4: a) Rozkład współczynnika korelacji, b) lokalne otoczenie 3 × 3 wokół piksela o maksymalnej wartości współczynnika korelacji oraz c) powierzchnia dopasowana do wartości w skali szarości lokalnego otoczenia. [51]

Opisana metoda uwzględnia jedynie sztywne przesunięcie subsetu. Jednakże, żeby znaleźć jego dokładne położenie w konfiguracji zdeformowanej, należy uwzględnić różne możliwości jego deformacji (rys. 2.5). Wykorzystuje się w tym celu liniowe funkcje kształtu.

a)	b)	c)	d)	e)	f)

Rys. 2.5: Możliwości deformacji subsetu: a) przesunięcie w kierunku *X*, b) przesunięcie w kierunku *Y*, c) rozciągnięcie w kierunku *X*, d) rozciągnięcie w kierunku *Y*, e) ścięcie w kierunku *X*, f) ścięcie w kierunku *Y* [51].

Liniowe funkcje kształtu, które opisują przekształcenie punktu z konfiguracji odniesienia $\mathbf{P}(X,Y)$ do konfiguracji aktualnej $\mathbf{p}(x,y)$, są wyrażone następująco:

$$x = X + u_x + \frac{\partial u_x}{\partial X} \Delta X + \frac{\partial u_x}{\partial Y} \Delta Y,$$

$$y = Y + u_y + \frac{\partial u_y}{\partial X} \Delta X + \frac{\partial u_y}{\partial Y} \Delta Y,$$
(2.1)

gdzie $\Delta X = X - X_C$, $\Delta Y = Y - Y_C$. X_C i Y_C to współrzędne środka subsetu. Znając wartości sześciu parametrów, tj. $u_x, u_y, \frac{\partial u_x}{\partial X}, \frac{\partial u_y}{\partial Y}, \frac{\partial u_y}{\partial Y}$, można wyznaczyć nowe położenie subsetu. Wartości tych poszukuje się zwykle za pomocą iteracyjnej metody Newtona. Po znalezieniu nowych położeń punktów trzeba rozwiązać problem interpolacji intensywności odcieni szarości poszczególnych pikseli, gdyż w wyniku deformacji subsetu punkty prawdopodobnie nie znajdują się już w środkach pikseli, ale przesunęły się o części piksela. W stosowanym podejściu wykorzystuje się tzw. interpolację dwusześcienną (ang. *bicubic interpolation*), w której do skalowania obrazu wykorzystuje się stopnie szarości wszystkich ośmiu pikseli stykających się bokami lub wierzchołkami z danym pikselem. Metodę DIC użyto w niniejszej rozprawie do wyznaczania pól przemieszczenia na powierzchni deformowanych próbek.

2.2 Termografia podczerwieni (IRT)

Każde ciało o temperaturze powyżej 0 K emituje fale elektromagnetyczne. Widmo tych fal zależy od temperatury ciała, które je emituje. W zakresie temperatury od 4000 K do 0 K, maksymalna moc emitowanego promieniowania zawiera się w przedziale długości fali od około 700 nm do około 1 mm. Promieniowanie, którego długość fali jest zawarta w tym przedziale nazwano promieniowaniem podczerwonym. Zależność mocy promieniowania od temperatury powierzchni, która je emituje jest podstawą bezkontaktowego pomiaru temperatury. Moc promieniowania jest mierzona za pomocą układu pomiarowego, którego najważniejszym elementem jest detektor promieniowania podczerwonego. Aby taki pomiar był możliwy

wprowadzono definicję zdolności emisyjnej badanej powierzchni:

$$\Xi(\lambda, T) = \frac{dW_e}{d\lambda},\tag{2.2}$$

gdzie dW_e - energia fal elektromagnetycznych w przedziale długości od λ do $\lambda + d\lambda$, emitowanych w jednostce czasu przez jednostkę powierzchni. Powierzchnia dowolnego ciała charakteryzuje się również zdolnością pochłaniania fal elektromagnetycznych definiowaną jako:

$$A(\lambda, T) = \frac{dW_a}{d\lambda},\tag{2.3}$$

gdzie dW_a - energia fal elektromagnetycznych w przedziale długości od λ do $\lambda + d \lambda$, pochłanianych w jednostce czasu przez jednostkę powierzchni. Jeśli temperatura ciała promieniującego jest taka, jak temperatura otoczenia, to jest ono w równowadze termodynamicznej z otoczeniem. Zagadnienie promieniowania ciał w stanie równowagi było przedmiotem wielu badań. Pierwszym, który uzyskał ilościową zależność między zdolnością emisyjną a zdolnością absorpcyjną był G. R. Kirchhoff. Podał on następujące prawo: "Dla każdego ciała stosunek zdolności emisyjnej do jego zdolności absorpcyjnej nie zależy od natury ciała, jest funkcją jedynie długości fali i temperatury". Prawo to nazwano prawem Kirchhoffa:

$$\frac{\Xi(\lambda,T)}{A(\lambda,T)} = g(\lambda,T).$$
(2.4)

Przedmiot, który pochłaniałby fale elektromagnetyczne i niczego nie odbijał nazywamy ciałem doskonale czarnym. Zdolność absorpcyjna ciała doskonale czarnego jest jednakowa (i równa jedności) dla wszystkich wartości temperatury i wszystkich długości fal. Wykorzystując istniejące już wtedy, wyniki eksperymentalne dotyczące modeli ciała doskonale czarnego Josef Stefan wykazał, że moc promieniowania M_T emitowana przez jednostkę powierzchni ciała doskonale czarnego jest jednoznaczną funkcją temperatury *T* tej powierzchni:

$$M_T = \vartheta T^4, \tag{2.5}$$

gdzie ϑ to stała Stefana-Bolzmanna, która wynosi $5,67 \cdot 10^{-8}$ Wm⁻²K⁻⁴. Ludwig Boltzmann wyprowadził powyższą zależność z praw termodynamiki i elektrodynamiki. Stąd nosi ona obecnie nazwę prawa Stefana-Boltzmanna. To prawo stanowi podstawę bezkontaktowego pomiaru temperatury – zasadę pracy termografów opartych na detekcji promieniowania podczerwonego Detektor promieniowania podczerwonego który zamienia pochłoniętą energię promieniowania na sygnał elektryczny. Mierząc powierzchniowy rozkład mocy promieniowania podczerwonego emitowanego przez ciało doskonale czarne można wyznaczyć rozkład temperatury na jego powierzchni. Wyznaczenie temperatury badanej powierzchni staje się trudniejsze, jeżeli badanym obiektem jest ciało rzeczywiste czyli ciało, które nie tylko emituje promieniowanie elektromagnetyczne, ale także je odbija i przepuszcza. Jeżeli powierzchnia

ciała rzeczywistego częściowo odbija padające na nią promieniowanie, to, zgodnie z zasadą zachowania energii, zdolność absorpcyjna tej powierzchni musi być mniejsza od zdolności absorpcyjnej ciała doskonale czarnego, czyli musi być mniejsza od jedności. Zgodnie z prawem Kirchhoffa, zdolność emisyjna ciała rzeczywistego o danej temperaturze jest więc mniejsza od zdolności emisyjnej ciała doskonale czarnego o takiej samej temperaturze. Zatem prawo Stefana-Bolzmanna dla powierzchni ciała rzeczywistego można zapisać w następującej postaci:

$$M_T = \xi \,\vartheta T^4,\tag{2.6}$$

gdzie ξ jest bezwymiarowym współczynnikiem zwanym emisyjnością (względną zdolnością emisyjną) powierzchni ciała rzeczywistego. Emisyjność zdefiniowana jest jako stosunek mocy promieniowania o danej długości fali λ , emitowanej przez jednostkę powierzchni ciała rzeczywistego o określonej temperaturze, do mocy promieniowania emitowanej przez ciało doskonale czarne o takiej samej temperaturze. Sygnał *S* na wyjściu detektora podczas skanowania powierzchni ciała rzeczywistego, nieprzezroczystego dla fal elektromagnetycznych zawiera dwa składniki [9]:

$$S = \xi f(T_0) + (1 - \xi) f(T_a).$$
(2.7)

Pierwszy z nich $\xi f(T_0)$ jest odpowiedzią detektora na promieniowanie emitowane przez badaną powierzchnię, drugi $(1 - \xi)f(T_a)$ – na promieniowanie emitowane przez otoczenie, odbite od badanej powierzchni i ogniskowane na powierzchni detektora. Zatem, żeby wyznaczyć temperaturę powierzchni rzeczywistego obiektu, należy mieć krzywą kalibracji f(T), która jest charakterystyczna dla danego detektora i układu optycznego oraz znać temperaturę otoczenia i emisyjność ξ badanej powierzchni. W badaniach termograficznych zwykle powierzchnię próbki pokrywa się warstwą, której emisyjność jest bliska jedności, na przykład warstwą sadzy lub grafitu.

2.3 Dyfrakcja elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD)

Podczas deformacji plastycznej zmienia się mikrostruktura deformowanego materiału. W przypadku materiałów polikrystalicznych, ewolucję mikrostruktury można rozpatrywać z punktu widzenia obrotów ziaren i wynikających z nich zmian lokalnej orientacji krystalograficznej. Do wyznaczania struktury krystalicznej i orientacji krystalograficznej stosuje się metody dyfrakcyjne. W niniejszej rozprawie użyto, znaną od ponad 40 lat [53] metodę dyfrakcji elektronów wstecznie rozproszonych (EBSD). Ta metoda dostarcza lokalnej informacji o wielkości ziaren, ich bezwzględnej i względnej orientacji, kątach dezorientacji oraz jednocześnie o składzie fazowym badanego materiału [54, 43]. Istotą metody EBSD jest oddziaływanie wiązki elektronów z próbką nachyloną pod kątem 70° względem poziomu (rys. 2.6).



Rys. 2.6: Schemat tworzenia linii Kikuchiego i zarejestrowany obrazy dyfrakcyjny [55].

Elektrony wstecznie rozproszone, które uległy dyfrakcji na płaszczyznach atomowych zgodnie z prawem Bragga, tworzą pasma Kikuchiego. Szerokość tych pasm jest funkcją odległości międzypłaszczyznowej dla danej rodziny płaszczyzn sieciowych. Na podstawie położenia linii Kikuchiego można zidentyfikować orientację krystalograficzną oraz system symetrii kryształu. Obecnie wykonywane jest to automatycznie w dedykowanym oprogramowaniu w oparciu o algorytmy rozpoznawania obrazu, które najczęściej wykorzystują transformację Hougha [56].

Dokładność pomiaru metodą EBSD charakteryzują dwa wskaźniki, których rozkład można wyświetlić na obrazie mikrostruktury. Są to: parametr jakości obrazu (*image quality* IQ albo band contrast BC) oraz wskaźnik zaufania (*confidence index* CI). Parametr IQ [57] jest miarą jakości obrazu dyfrakcyjnego, czułą na niedoskonałości sieci krystalicznej oraz przygotowania powierzchni próbki. Z kolei parametr CI [58] wyraża liczbowo (w przedziale od 0 do 1), z jaką "pewnością" została wyznaczona orientacja danego obszaru. Na wartość CI mają wpływ m.in. stan przygotowania powierzchni oraz wartość odkształcenia w danym obszarze. W praktyce dla materiałów po deformacji plastycznej uzyskuje się wartości parametru CI nie większe niż 0,4-0,5. Typowa rozdzielność kątowa standardowej analizy EBSD wynosi około 0,5° [59], a jej rozdzielczość przestrzenna wynosi maksymalnie około 20 nm [60].

Wyznaczenie orientacji krystalograficznej w programie komputerowym przeznaczonym do analizy EBSD sprowadza się do określenia, jak zorientowane są osie globalnego układu współrzędnych próbki względem układu współrzędnych sieci krystalograficznej danego ziarna. Na rysunku 2.7 schematycznie przedstawiono kryształ o symetrii kubicznej zorientowany w płycie materiału, aby poglądowo wytłumaczyć pojęcie orientacji. Określenie "orientacja kryształu" opisuje orientację głównych osi kryształu (e_i^C) względem głównych osi próbki (e_i^S).



Rys. 2.7: Schematyczne przedstawienie orientacji kryształu [OIM EDAX].

Najczęściej spotykanymi sposobami opisu matematycznego orientacji są: macierz orientacji **g**, kąty Eulera, zestaw wskaźników $\{hkl\}\langle uvw\rangle$, para oś/kąt obrotu oraz kwaterniony. Dla dowolnej kombinacji obrotów bryły sztywnej jedna oś tego ciała pozostaje cały czas w tej samej orientacji. Dlatego, orientacja opisana przez oś i kąt obrotu wokół tej osi jest reprezentacją oś/obrót (axis/angle). Natomiast kąty Eulera wyrażają takie trzy obroty, aby główne osie kryształu pokryły się z głównymi osiami próbki. Na przykład, w przypadku kątów Eulera w notacji Bunge'a (ϕ_1, Φ, ϕ_2) ustawia się próbkę tak, aby sprowadzić jej osie układu współrzędnych do osi układu współrzędnych kryształu [61]. Obrót wykonywany jest po kolei: najpierw o kąt ϕ_1 wokół osi e_3^S , następnie o kąt Φ wokół osi e_1^S i o kąt ϕ_2 znowu wokół osi e_3^S . Wartości kątów ϕ_1 i ϕ_2 zawierają się w zakresie od 0 do 2 Π , a kąta Φ – od 0 do Π . W praktyce, wszystkie reprezentacje obrotu można sprowadzić do macierzy orientacji g i większość obliczeń wykonuje się w oparciu o reprezentacje macierzowe. Na podstawie porównywania orientacji sąsiadujących ze sobą punktów wyznacza się różnicę kątowa pomiędzy nimi i jeżeli nie przekracza ona zadanej wartości, to te dwa sąsiadujące punkty są przyporządkowywane do jednego ziarna. Procedura automatycznego indeksowania obrazów dyfrakcyjnych umożliwiła konstruowanie map orientacji (Orientation Imaging Microscopy OIM [43]). Mapy orientacji są podstawowym sposobem prezentowania wyników analizy EBSD. Przedstawiają one rozkład orientacji na powierzchni próbki, czyli dostarczają informacji zarówno o orientacji, jak i położeniu danego punktu pomiarowego. Punkty o tej samej orientacji sa zaznaczone na mapie tym samym kolorem. Legenda map orientacji jest trójkąt podstawowy (dla danego typu sieci krystalicznej) z oznaczonymi kierunkami i przypisanymi im odpowiednimi kolorami. Zatem mapy orientacji przedstawiają teksturę nie w ujęciu statystycznym, ale lokalnym i są odpowiednią metodą badania niejednorodności tekstur. Ponadto, poprzez pomiary indywidualnych orientacji dostatecznej liczby ziaren można wyznaczać figury biegunowe. Figury biegunowe dostarczają zbiorczej informacji o wyróżnionych orientacjach krystalograficznych w danym fragmencie próbki, ale nie można na ich podstawie zidentyfikować położenia punktu o określonej orientacji. W przypadku materiału polikrystalicznego posiadającego teksturę, wybrane orientacje występują częściej od

pozostałych, czyli na figurze biegunowej widoczny jest niejednorodny rozkład gęstości rzutów tych kierunków. Figury biegunowe prezentują położenia rzutów kierunku krystalograficznego określonego typu, np. $\langle 111 \rangle$ na płaszczyznę równoległą do powierzchni próbki, czyli zawierają dwuwymiarową informację o orientacji krystalograficznej. Natomiast z pomiaru metodą EBSD uzyskuje się pełną informację o orientacji (trzy kąty Eulera) poszczególnych ziaren, czyli można bezpośrednio wyznaczyć trójwymiarową funkcję tekstury, zwaną funkcją rozkładu orientacji (ang. *Orientation Distribuion Function* ODF). Wartość funkcji ODF w danym punkcie przestrzeni kątów Eulera jest udziałem objętościowym krystalitów o orientacji opisanej konkretnymi kątami ϕ_1, Φ, ϕ_2 . Funkcje ODF często przedstawia się w przekrojach po jednym z kątów Eulera jako linie o stałej wartości funkcji.

Metoda EBSD umożliwia oszacować zmiany, jakie nastąpiły w materiale na skutek deformacji plastycznej [62]. Jak już wspomniano, dyslokacje można podzielić na dwie kategorie: dyslokacje geometrycznie niezbędne GNDs, których obecność skutkuje krzywizną sieci krystalograficznej oraz dyslokacje statystycznie zmagazynowane SSDs, które nie wprowadzają obrotów sieci. Obecność odkształcenia w sieci krystalicznej generuje mierzalne efekty na obrazach dyfrakcyjnych. Różne rodzaje efektów pochodzą od odkształcenia sprężystego i plastycznego. Odkształcenie sprężyste powoduje w niewielkim stopniu dystorsję sieci krystalicznej i jedynie bardzo dokładna analiza wysoko-rozdzielczych obrazów jest w stanie ja wykryć. Jak wiadomo, odkształcenie plastyczne istotnie pogarsza jakość obrazów dyfrakcyjnych. Jest to jeden z głównych powodów starannego przygotowania próbek przeznaczonych do analizy EBSD. Eksperymenty z zastosowaniem EBSD mające na celu oszacowanie skutków deformacji plastycznej można podzielić na dwie grupy [62] dotyczące odpowiednio: degradacji obrazu dyfrakcyjnego (pattern degradation) i obrotu obrazu dyfrakcyjnego (pattern rotation) w funkcji odkształcenia plastycznego. Degradacje obrazu dyfrakcyjnego można zmierzyć w różny sposób, na przykład analizując poszczególne obrazy dyfrakcyjne z wykorzystaniem transformaty Fouriera [63] albo obrazując rozkład parametru IQ na tle reprezentatywnego wycinka mikrostruktury i szacując na tej podstawie średnie odkształcenie [64]. Na mapach parametru IQ odkształcone obszary widoczne są jako ciemniejsze. Jednakże, IQ zależy nie tylko od odkształcenia, ale także od wielu innych czynników i dlatego trudno jest wprost skorelować bezwzględne wartości IQ z wartościami odkształcenia. Z kolei podejście dotyczące obrotu obrazu dyfrakcyjnego jest oparte na tym, że w materiałach polikrystalicznych, mikroskopowe mechanizmy odkształcenia plastycznego wywołują lokalne obroty kryształów. Obroty te wiążą się z lokalnymi zmianami orientacji krystalograficznej, które są widoczne na wyznaczanych za pomocą EBSD mapach orientacji oraz misorientacji. Misorientacja pomiędzy dwoma punktami pomiarowymi o orientacji \mathbf{g}_1 i \mathbf{g}_2 jest wyrażona jako $\Delta \mathbf{g}_{12} = \mathbf{g}_2(\mathbf{g}_1)^T$. Ze względu na symetrię kryształu, danej orientacji nie można fizycznie odróżnić od orientacji do niej symetrycznej i dlatego przestrzeń orientacji ulega zmniejszeniu do przestrzeni podstawowej (fundamental zone FZ). Na przykład, w symetrii kubicznej dana orientacja posiada 24 równoważne symetryczne orientacje, a maksymalna

wartość kąta misorientacji wynosi 62.8°. Misorientację o najmniejszym możliwym kącie obrotu spośród wszystkich symetrycznie równoważnych misorientacji, nazwano dezorientacją. Istnieje wiele sposobów ilościowego określenia i obrazowania misorentacji i wielkości z nią związanych. Warto pamiętać, że misorientacja jest wartością względną, a wybór orientacji odniesienia ma istotny wpływ na uzyskane wyniki. W literaturze opisano różne parametry charakteryzujące lokalne misorientacje – wybrane z nich przedstawiono w przeglądowej pracy dotyczącej metod analizy odkształcenia za pomocą EBSD [65]. EBSD jest również wykorzystywane do wyznaczania gestości GNDs w zdeformowanych materiałach, zgodnie z teorią Nye'a [36]. Na podstawie różnicy orientacji pomiędzy sąsiednimi punktami pomiarowymi, można wyznaczyć krzywiznę sieci krystalicznej, a przy założeniu, że naprężenia sprężyste są pomijalne, również tensor gęstości dyslokacji. W przypadku konwencjonalnego pomiaru EBSD 2D, nie można wyznaczyć wszystkich składowych tensora gęstości dyslokacji, gdyż brakuje informacji wzdłuż kierunku normalnego do powierzchni próbki. Wyznaczenie brakujących składowych krzywizny sieci wymaga wykonania serii przekrojów np. za pomocą techniki FIB i pomiarów EBSD na każdej nowej powierzchni. Ponadto, zmierzone za pomocą EBSD rozkłady orientacji krystalograficznej wykorzystuje się do badania rozwoju tekstury podczas deformacji. W odkształconych materiałach polikrystalicznych orientacje sieci ziaren zwykle nie są przypadkowe i grupują się wokół pewnych charakterystycznych orientacji krystalograficznych, zwanych orientacjami idealnymi albo składowymi tekstury.

3 Opracowana metodyka wyznaczania bilansu energii w procesie deformacji plastycznej

Analiza procesu przemiany energii podczas deformacji wymaga wyznaczenia pracy odkształcenia plastycznego oraz energii dyssypowanej w postaci ciepła podczas deformacji plastycznej. Różnica tych wielkości określa energię zmagazynowaną w deformowanym materiale (patrz 1.1). Niewątpliwie, oryginalnym aspektem niniejszej rozprawy doktorskiej, na tle literatury światowej, jest wyznaczenie polowego rozkładu wymienionych wielkości w całym procesie deformacji plastycznej badanego materiału, zawierającym także lokalizację odkształcenia plastycznego. Podstawą wyznaczania tych rozkładów są pomiary, techniką DIC, pól przemieszczenia na powierzchni deformowanych próbek oraz pól temperatury - techniką IRT. W podrozdziałach 3.1 i 3.2 przedstawiono metody wyznaczania rozkładów kolejno: pracy odkształcenia plastycznego oraz energii dyssypowanej w postaci ciepła. Dzięki procedurze sprzęgania pól przemieszczenia i temperatury, rozwiniętej o pewne nowe aspekty obliczeniowe (opisane w podrozdziale 3.2.3) każdemu punktowi badanej powierzchni przypisano sprzężone wartości pracy odkształcenia plastycznego i energii dyssypowanej w postaci ciepła.

3.1 Praca odkształcenia plastycznego

Wyznaczenie pracy odkształcenia plastycznego w_p wymaga znajomości odkształcenia plastycznego i naprężenia. Natomiast metoda DIC umożliwia pomiar pól przemieszczenia i obliczenie odkształcenia całkowitego. Czy możliwe jest zatem wyznaczenie niejednorodnego rozkładu naprężenia na podstawie wyników analizy DIC? Jest to możliwe przy wykorzystaniu zdefiniowanego prawa konstytutywnego i przy znanych właściwościach badanego materiału. Komercyjne oprogramowania do przeprowadzania analizy DIC zwykle umożliwiają otrzymanie pola naprężenia przy założeniu liniowej sprężystości. W zakresie odkształcenia plastycznego, jednym z szerzej stosowanych podejść jest połączenie metody elementów skończonych (MES) z analizą DIC i optymalizacją numeryczną w celu wyznaczenia parametrów konstytutywnych w przyjętym modelu materiału. W trakcie procesu optymalizacji, parametry modelu sa iterowane tak długo, aż pole przemieszczenia uzyskane w symulacji MES odpowiada, z założona dokładnościa, temu zmierzonemu za pomoca DIC [66]. W pracy [67] zaproponowano metodę wyznaczenia krzywej naprężenie odkształcenie dla wybranego przekroju próbki, na podstawie wyników analizy DIC i metody modelowania krokowego (ang.: stepwise modeling) funkcji umocnienia materiału. Na początku przyjęto stałą wartość modułu umocnienia w całym procesie deformacji, a następnie modyfikowano ją krok po kroku dla kolejnych przyrostów odkształcenia przy założeniu, że umocnienie w danym kroku jest liniowe. Z kolei głównym celem pracy [68] było wyznaczenie pola naprężenia w cienkich blachach - w oparciu o uproszczone równanie płynięcia plastycznego. Jednakże, autorzy tej pracy uznali, że odkształcenie plastyczne może być w prosty sposób uzyskane z wyników analizy DIC. Takie założenie budzi zastrzeżenie, tym bardziej, że nie zostało ono przeanalizowane. W niniejszej pracy doktorskiej ewolucję pola naprężenia wyznaczono wykorzystując pomiar przemieszczenia techniką DIC oraz uprzednio zdefiniowany sprężysto-plastyczny model materiału, w którym wszystkie parametry wyznaczono eksperymentalnie. Takie podejście umożliwia podział całkowitego odkształcenia na jego sprężystą i plastyczną część bez potrzeby wykonywania symulacji i optymalizacji numerycznych.

Przedstawiona poniżej analiza dotyczy płaskiego stanu naprężenia (PSN), dlatego zastosowano algorytm DIC 2D. W wyniku analizy DIC uzyskano wektor przemieszczenia $\mathbf{u} = [u_x, u_y]$ dla każdego punktu pomiarowego (jest ich ok. 200 tys.), dla każdej chwili procesu deformacji. Znając wektor przemieszczenia w danym punkcie oraz w punktach należących do jego sąsiedztwa, wyznaczono tensor gradientu przemieszczenia **H**, który dla warunku PSN przyjmuje następującą postać:

$$\mathbf{H} = \frac{d\mathbf{u}}{d\mathbf{X}} = \begin{bmatrix} \frac{\partial u_x}{\partial X} & \frac{\partial u_x}{\partial Y} & 0\\ \frac{\partial u_y}{\partial X} & \frac{\partial u_y}{\partial Y} & 0\\ 0 & 0 & \frac{\partial u_z}{\partial Z} \end{bmatrix},$$
(3.1)

gdzie $\mathbf{X} = [X, Y]$ - położenie punktu materialnego we współrzędnych Lagrange'a. Składowa $\frac{\partial u_z}{\partial Z}$, której nie można uzyskać w wyniku analizy DIC 2D, jest obliczana przy założeniu, że objętość deformowanego materiału jest stała. Wyznaczony eksperymentalnie gradient przemieszczenia jest wprowadzany na wejściu do algorytmu numerycznego, wykorzystującego sprężysto-plastyczny model materiału (opracowany na podstawie teorii plastycznego płynięcia [69]). Znajomość tensora gradientu przemieszczenia pozwala uzyskać dowolną miarę odkształcenia. Z uwagi na to, iż w analizowanych procesach osiągane są znaczne wartości odkształcenia plastycznego, rozpatruje się je na gruncie teorii skończonych deformacji. Zatem, wyznacza się tensor odkształcenia Hencky'ego (logarytmicznego) $\boldsymbol{\varepsilon}$, w wyniku następujących operacji:

- wyznaczenie tensora gradientu deformacji $\mathbf{F} = \mathbf{H} + \mathbf{I}$,
- wyznaczenie tensora deformacji C = F^TF, a następnie tensora rozciągnięcia U, zgodnie z zależnością:

$$\mathbf{U} = \sqrt{\mathbf{C}} = \frac{\mathbf{C}^2 - ((I_1^{\mathbf{U}})^2 + I_2^{\mathbf{U}})\mathbf{C} - I_1^{\mathbf{U}}I_3^{\mathbf{U}}\mathbf{I}}{I_1^{\mathbf{U}}I_2^{\mathbf{U}} + I_3^{\mathbf{U}}},$$
(3.2)

• wyznaczenie tensora odkształcenia Hencky'ego jako:

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \ln \mathbf{U} = \sum_{k=1}^{n} \frac{(-1)^{k-1}}{k} (\mathbf{U} - \mathbf{I})^{k}, \qquad (3.3)$$

gdzie I jest tensorem jednostkowym 3 \times 3. Wykorzystując tensor odkształcenia całkowitego

 $\boldsymbol{\varepsilon}$ oraz sprężysto-plastyczny model materiału ze wzmocnieniem izotropowym, oblicza się naprężenie Cauchy'ego $\boldsymbol{\sigma}$ (jest to miara naprężenia sprzężona poprzez pracę z odkształceniem Hencky'ego), odkształcenie sprężyste $\boldsymbol{\varepsilon}^e$ i plastyczne $\boldsymbol{\varepsilon}^p$ oraz ekwiwalentne odkształcenie plastyczne $\overline{\boldsymbol{\varepsilon}}^p$. Warunki początkowe procesu deformacji zdefiniowano następująco:

$$\boldsymbol{\sigma}_0 = \boldsymbol{0}, \quad \boldsymbol{\varepsilon}_0^e = \boldsymbol{0}, \quad \boldsymbol{\varepsilon}_0^p = \boldsymbol{0}, \quad \overline{\boldsymbol{\varepsilon}}_0^p = \boldsymbol{0}$$
(3.4)

Odkształcenie całkowite podzielono na skończone przyrosty w czasie $\Delta \boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{\varepsilon}_j - \boldsymbol{\varepsilon}_{j-1}$ (gdzie *j* jest numerem kolejnej iteracji w czasie) przy założeniu, że z kroku do kroku odkształcenie zmienia się liniowo. Założenie to jest słuszne jeżeli przyrost odkształcenia w kroku jest bardzo mały. Na początku każdego kroku obliczeniowego jest wyznaczany tzw. predyktor odkształcenia, czyli suma odkształcenia sprężystego w poprzednim kroku i aktualnego przyrostu odkształcenia:

$$\boldsymbol{\varepsilon}_{j}^{tr} = \boldsymbol{\varepsilon}_{j-1}^{e} + \Delta \boldsymbol{\varepsilon}_{j}. \tag{3.5}$$

Korzystając z izotropowego prawa Hooke'a, oblicza się sprężysty predyktor naprężenia:

$$\boldsymbol{\sigma}_{j}^{tr} = \mathbf{D}\boldsymbol{\varepsilon}_{j}^{tr}, \qquad (3.6)$$

,

gdzie **D** to tensor sztywności. Następnie sprawdza się warunek plastyczności, wyrażony następująco:

$$\phi(\boldsymbol{\sigma}^{tr}, \boldsymbol{\sigma}_{y}) \begin{cases} = 0 \implies \text{plastyczne płynięcie} \\ < 0 \implies \text{zakres sprężysty} \end{cases}$$

gdzie ϕ – funkcja płynięcia, $\sigma_y = \sigma_y(\bar{\epsilon}^p, \dot{\bar{\epsilon}}^p)$ – aktualne naprężenie płynięcia (wyznaczane na podstawie aproksymacji danych eksperymentalnych), $\bar{\epsilon}^p$ – ekwiwalentne odkształcenie plastyczne oraz $\dot{\bar{\epsilon}}^p$ – prędkość ekwiwalentnego odkształcenia plastycznego. Jeżeli $\phi(\sigma^{tr}, \sigma_v) < 0$, to predyktor naprężenia jest poprawny i przechodzi się do kolejnego kroku. W przeciwnym wypadku następuje plastyczne płynięcie i naprężenie oblicza się stosując algorytm powrotu na powierzchnię plastyczności (ang. return mapping) wykorzystujący wsteczną (ang. backward) metodę Eulera. Uzyskane wartości: naprężenia, sprężystej i plastycznej części odkształcenia oraz ekwiwalentnego odkształcenia plastycznego są zapisywane oraz wprowadzane jako warunki początkowe do kolejnego kroku. Zatem idea zaproponowanej metody polega na połączeniu eksperymentalnie wyznaczonych danych i sprężysto-plastycznego modelu materiału. Oczywiście w zależności od przyjętego modelu można opisywać różne materiały deformowane w różny sposób. Podstawowymi elementami modelu są: kryterium uplastycznienia oraz prawo umocnienia. W niniejszej pracy rozważano jedynie umocnienie izotropowe. Najpierw zaimplementowano kryterium plastyczności Hubera-von Misesa-Hencky'ego (HMH). Opis procedury wraz z uzyskanymi wynikami dla procesów jednoosiowego rozciągania i prostego ścinania przedstawiono w artykule [70]. Następnie, opracowaną procedurę rozszerzono tak, aby uwzględniała anizotropię plastyczną.

Dzięki temu, metoda stała się uniwersalna i odpowiednia dla próbek wycinanych z blach, które w procesie wytwarzania uzyskują teksturę krystalograficzną. Wpływ anizotropii uwzględniono poprzez przyjęcie w modelu materiału funkcji płynięcia zaproponowanej przez Barlata i Liana [71]. Funkcja ta została zdefiniowana dla PSN i ma następującą postać:

$$\phi = a_{BL}|K_1 + K_2|^M + a_{BL}|K_1 - K_2|^M + (2 - a_{BL})|2K_2|^M - 2\sigma_y^M$$

$$K_1 = \frac{\sigma_{xx} + h\sigma_{yy}}{2}, \qquad K_2 = \sqrt{\left(\frac{\sigma_{xx} - h_{BL}\sigma_{yy}}{2}\right)^2 + p\sigma_{xy}^2}, \qquad (3.7)$$

gdzie a_{BL} , h_{BL} , p i M – stałe materiałowe. Warto zauważyć, że gdy a = h = p = 1, to powyższe kryterium charakteryzuje materiał izotropowy. Z kolei parametr M definiuje krzywiznę powierzchni plastyczności, zatem dla różnych jego wartości można uzyskać całą rodzinę powierzchni plastyczności. To sprawia, że kryterium plastyczności w równaniu 3.7 jest uniwersalne - dotyczy różnych materiałów. Na przykład, (przyjmując $a_{BL} = h_{BL} = p = 1$) dla M = 2 otrzymuje się kryterium uplastycznienia HMH, natomiast kryterium Treski odpowiada M = 1 i $M \rightarrow \infty$. W teorii płynięcia plastycznego zakłada się, że deformacja materiału zależy od historii obciążenia. Stowarzyszone prawo płynięcia (w którym funkcja ϕ jest potencjałem) jest wyrażone następująco:

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{p} = \Lambda \frac{\partial \phi}{\partial \boldsymbol{\sigma}}, \qquad (3.8)$$

gdzie Λ – mnożnik plastyczny.

Numeryczne rozwiązanie układu równań konstytutywnych opisujących sprężysto-plastyczną deformację materiału, zaimplementowano wzorując się na pracy [72]. Ponadto, założono, że główne osie ortotropii podążają za sztywnym obrotem materiału. Dlatego obliczenia prowadzono w lokalnym (materialnym) układzie współrzędnych, podążającym za sztywnym obrotem materiału. Przejście do tego układu wyraża się poprzez tensor obrotu **R** wyznaczany eksperymentalnie na podstawie rozkładu biegunowego gradientu deformacji **F**, korzystając z następujących relacji:

$$\mathbf{F} = \mathbf{H} + \mathbf{I}, \qquad \mathbf{F} = \mathbf{R}\mathbf{U} \to \mathbf{R} = \mathbf{F}\mathbf{U}^{-1},$$
(3.9)

Najpierw wyznaczono tensor odkształcenia w lokalnym układzie współrzędnych $\boldsymbol{\varepsilon}^{m}$, zgodnie z zależnością:

$$\boldsymbol{\varepsilon}^m = \mathbf{R}\boldsymbol{\varepsilon}\mathbf{R}^T \tag{3.10}$$

W tym samym układzie wyznaczono predyktor naprężenia $(\boldsymbol{\sigma}^{tr})^m$ oraz prowadzono wszystkie obliczenia związane z powrotem na powierzchnię plastyczności, w wyniku których otrzymano naprężenie Cauchy'ego $\boldsymbol{\sigma}^m$. Na końcu kroku obliczeniowego tensor naprężenia transformowano

ponownie do globalnego układu współrzędnych:

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbf{R}^T \boldsymbol{\sigma}^m \mathbf{R}. \tag{3.11}$$

Analogicznie postępowano w przypadku tensora odkształcenia plastycznego (logarytmicznego) $\boldsymbol{\varepsilon}^{p}$. Dysponując zależnościami naprężenia i odkształcenia w sprzężonych miarach od czasu deformacji, otrzymano wartość właściwej pracy odkształcenia plastycznego dla dowolnej chwili procesu.

3.2 Energia dyssypowana w postaci ciepła

Wyznaczenie energii dyssypowanej w postaci ciepła w procesie deformacji sprężysto-plastycznej wiąże się z analizą mechanizmów wymiany ciepła. Są to: przewodzenie ciepła, konwekcja oraz promieniowanie [73]. Zazwyczaj wszystkie te mechanizmy z różnymi udziałami zachodzą jednocześnie. Dlatego metodyka opracowana w ramach niniejszej pracy uwzględnia wyznaczenie udziału każdego z nich. Badania prowadzono w warunkach quasi-statycznych, w których pojawia się gradient temperatury i przepływ ciepła w próbce. Strumienia ciepła nie można zmierzyć, ale mierząc pole temperatury podczas deformacji można go obliczyć z odpowiedniego prawa konstytutywnego. W niniejszej pracy wykorzystano prawo Fouriera:

$$\mathbf{q}_{S} = -\mathbf{K}\nabla T, \tag{3.12}$$

gdzie \mathbf{q}_S - strumień ciepła, **K** - tensor przewodności cieplnej, a $\nabla T = \frac{\partial T}{\partial x_i} \mathbf{e}_i$ - gradient temperatury. Podczas deformacji sprężysto-plastycznej mamy do czynienia z niestacjonarnym przepływem ciepła, który opisuje się różniczkowym równaniem przewodzenia ciepła ze źródłami ciepła:

$$\rho c \dot{T} = \operatorname{div}(\mathbf{K} \nabla T) + \dot{q}_V, \qquad (3.13)$$

gdzie div $(\cdot) = (\cdot)\nabla, \dot{q}_V$ - gęstość mocy źródeł ciepła, a ρ i c - odpowiednio gęstość i ciepło właściwe badanego materiału. Wyrażenie $\dot{T} = \frac{\partial T}{\partial t} + \nabla T \cdot \mathbf{v}$ oznacza pochodną materialną temperatury, gdzie $\frac{\partial T}{\partial t}$ - pochodna cząstkowa temperatury względem czasu, a \mathbf{v} - wektor prędkości przemieszczenia. Człon $\nabla T \cdot \mathbf{v}$ uwzględnia zmianę konfiguracji ciała podczas deformacji. W niniejszej pracy badano cienkie próbki stalowe (o grubości 1 mm), co pozwoliło przyjąć, że wartość temperatury po grubości próbki jest stała (uzasadnienie w podrozdziale 3.2.1). Dlatego ograniczono się do badania przepływu ciepła na powierzchni próbki. Ponadto zakładając, że badany materiał ma izotropowe właściwości cieplne, tensor \mathbf{K} można zastąpić skalarnym współczynnikiem przewodności cieplnej k, więc równanie 3.13 sprowadza się do następującej postaci:

$$\rho c \dot{T} = k \Delta T + \dot{q}_V, \qquad (3.14)$$

gdzie $\Delta T = \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2}$ - laplasjan temperatury. Źródła ciepła obecne w procesie deformacji można umownie podzielić na wewnętrzne q_{int} i zewnętrzne q_{ext} (taki podział zaproponowano m.in. w pracach [22, 26]). Wszystkie składniki tych źródeł wyznaczane są w odniesieniu do jednostki masy i mają wymiar [J/g]. Wewnętrzne źródła ciepła podczas deformacji sprężysto-plastycznej badanego materiału zawierają dwa składniki:

$$q_{int} = q_d + q_{th}, \tag{3.15}$$

gdzie q_d - energia dyssypowana w postaci ciepła podczas deformacji plastycznej badanego materiału, a q_{th} - wewnętrzne źródła ciepła generowane podczas deformacji sprężystej tego materiału, związane z efektem piezokalorycznym. Źródła te są ujemne, dla materiałów o dodatnim współczynniku rozszerzalności objętościowej, zaś dodatnie dla materiałów charakteryzujących się ujemnym współczynnikiem tego typu. Podstawy teoretyczne efektu piezokalorycznego opracował Lord Kelvin. Podał on związek pomiędzy zmianą temperatury ΔT a zmianą naprężenia $\Delta \sigma$ (dla przypadku 1D), wyrażony następująco:

$$\Delta T = -\frac{\alpha T_0 \Delta \sigma}{c\rho},\tag{3.16}$$

gdzie α – współczynnik rozszerzalności cieplnej badanego materiału, a T_0 – początkowa temperatura bezwzględna próbki. Powyższa zależność obowiązuje przy założeniu, że proces deformacji przebiega w warunkach adiabatycznych, materiał jest sprężyście izotropowy, a jego właściwości termofizyczne (ρ , c, α) są stałe w tym procesie [74]. W przypadku złożonego stanu naprężenia, jak pokazano między innymi w pracach [75, 76] dotyczących termosprężystej analizy naprężenia (*Thermoelastic Stress Analysis* TSA), zmianie naprężenia odpowiada zmiana pierwszego niezmiennika tensora naprężenia (czyli suma składowych normalnych). Wtedy ciepło zużyte na kompensację efektu piezokalorycznego q_{th} jest wyrażone następująco:

$$q_{th} = -\frac{\alpha T_0 \text{tr}(\boldsymbol{\sigma})}{\boldsymbol{\rho}},\tag{3.17}$$

gdzie: σ – tensor naprężenia Cauchy'ego, a tr() – kontrakcja tensora drugiego rzędu (ślad), czyli suma składowych normalnych tensora naprężenia. Drugą grupę źródeł ciepła stanowią źródła zewnętrzne. Są one rezultatem wymiany ciepła pomiędzy próbką a otoczeniem (w przypadku, gdy proces nie jest adiabatyczny). Zewnętrzne źródła ciepła q_{ext} w rozpatrywanym przypadku są następstwem zjawisk konwekcji i promieniowania, zatem mają następujące składniki (znaki przyjęto zgodnie z konwencją, że ciepło tracone jest ujemne):

$$q_{ext} = -q_{conv} - q_{rad}, \qquad (3.18)$$
gdzie q_{conv} i q_{rad} to ciepło tracone przez próbkę na skutek konwekcji i promieniowania. Próbka w trakcie procesu deformacji zwykle znajduje się w nieruchomym powietrzu, dlatego zachodzi przejmowanie ciepła z powierzchni deformowanej próbki do otaczającego ją powietrza, w warunkach konwekcji swobodnej. Źródło ciepła związane z konwekcją q_{conv} , otrzymane w oparciu o równanie przejmowania ciepła (według Newtona), jest wyrażone następująco:

$$q_{conv} = \frac{2}{\rho d} \int_0^t h(T - T_a) d\tau, \qquad (3.19)$$

gdzie: h - współczynnik przejmowania ciepła, d - grubość próbki, t - czas trwania procesu, T - temperatura powierzchni próbki w danym punkcie pomiarowym, a T_a - temperatura otoczenia. Współczynnik przejmowania ciepła zależy od kształtu, wielkości, rodzaju i temperatury powierzchni, na której zachodzi wymiana ciepła oraz od prędkości i parametrów termofizycznych otaczającego ośrodka. Zakładając że powierzchnia próbki jest izotermiczna w danej chwili, współczynnik przejmowania ciepła h można wyznaczyć z empirycznych zależności opisujących wymianę ciepła między pionową płytą i jej otoczeniem w warunkach konwekcji swobodnej. Szczegółowy opis wyznaczania współczynnika przejmowania ciepła przedstawiono w podrozdziale 3.2.2. W obliczeniach przyjęto założenie, że w danym momencie procesu cała robocza część próbki ma temperaturę T_s równą maksymalnej wartości temperatury w jej obszarze. Zatem w danej chwili procesu otrzymuje się wartość współczynnika h dla całej roboczej części próbki. Jednakże, ze względu na to, że różnicę wartości temperatury w równaniu 3.19 wyznacza się dla każdego punktu niezależnie, zatem uzyskuje się rozkład ciepła traconego q_{conv} na powierzchni próbki. W przypadku promieniowania, źródła ciepła związane z promieniowaniem q_{rad} można wyznaczyć korzystając z prawa Stefana-Bolzmanna:

$$q_{rad} = \frac{2}{\rho d} \xi \vartheta \int_0^t (T^4 - T_a^4) d\tau, \qquad (3.20)$$

Zatem suma źródeł ciepła jest następująca:

$$q_V = q_d + q_{th} - q_{conv} - q_{rad}, (3.21)$$

gdzie $q_V = \frac{1}{\rho} \int_0^t \dot{q}_V d\tau$ - ciepło otrzymane poprzez scałkowanie gęstości mocy źródeł ciepła (patrz równanie 3.14). Jedyną niewiadomą w równaniu 3.21 jest energia dyssypowana w postaci ciepła q_d , właśnie jej wartość jest niezbędna do wyznaczenia energii zmagazynowanej w deformowanym materiale. Po przeniesieniu q_d na lewą stronę równania, otrzymuje się:

$$q_d = q_V - q_{th} + q_{conv} + q_{rad}.$$
 (3.22)

Warto podkreślić, że w analizie źródeł ciepła generowanych podczas deformacji przeprowadzonej w niniejszej pracy doktorskiej, uwzględniono źródła zewnętrzne, które

w większości dotychczasowych badań były pomijane albo uznawane za pomijalnie małe. Wykorzystanie eksperymentalnie wyznaczonej ewolucji pola temperatury T(x,y,t) oraz równania przewodzenia ciepła 3.14 umożliwia wyznaczenie ewolucji rozkładów energii dyssypowanej w postaci ciepła. Znając pole temperatury w każdej chwili procesu, źródła ciepła można wyznaczyć wprost z tego równania, bez konieczności stosowania metod iteracyjnych. Ponadto, możliwe jest wyznaczenie rozkładów, na powierzchni deformowanej próbki, wszystkich członów równania przewodzenia ciepła oraz wszystkich źródeł ciepła w każdej chwili procesu deformacji. Szczegóły wyznaczania źródeł ciepła przedstawiono w podrozdziale 3.2.3.

3.2.1 Uzasadnienie założenia dwuwymiarowego przepływu ciepła

W niniejszej pracy założono, że po grubości próbki wartość temperatury w danej chwili procesu deformacji jest stała, co pozwoliło ograniczyć się do rozpatrywania dwuwymiarowego przepływu ciepła. Aby sprawdzić prawdziwość przyjętego założenia rozpatrzono quasi-statyczny, jednowymiarowy przypadek ustalonego przepływu ciepła (rys. 3.1, grubość próbki wzdłuż kierunku z).



Rys. 3.1: Jednowymiarowy przepływ ciepła po grubości próbki.

Zgodnie z rysunkiem 3.1, przyjęto jednorodny rozkład mocy objętościowych źródeł ciepła \dot{q}_V oraz następujące warunki brzegowe: adiabatyczny w osi symetrii próbki oraz strumień ciepła \dot{q}_S na powierzchni próbki. Dla jednorodnego rozkładu źródeł ciepła, rozkład temperatury jest następujący:

$$T(z) = \int_0^z -\frac{\dot{q}_V}{k} \xi d\xi = -\frac{\dot{q}_V}{2k} z^2 + C, \qquad (3.23)$$

gdzie C – stała.

Ze względu na to, że obiekt (rys. 3.1) jest symetryczny, poszukuje się różnicy wartości temperatury w połowie grubości próbki $\Delta T = T(z = 0) - T(z = d/2)$ przy następujących

warunkach brzegowych

$$T(0) = C,$$
 $T(z = d/2) = \frac{\dot{q}_V}{2k}(d/2)^2 + C.$ (3.24)

Ponadto wiadomo, że $\dot{q}_V \frac{d}{2} = \dot{q}_S$, gdzie \dot{q}_S jest równy strumieniowi ciepła na skutek konwekcji. Zatem zmiana temperatury po grubości próbki jest następująca:

$$\Delta T = \frac{d^2}{8k} \dot{q}_V = \frac{d}{4k} \dot{q}_S. \tag{3.25}$$

Jak widać, przyrost temperatury po grubości próbki jest wprost proporcjonalny do jej grubości, a odwrotnie proporcjonalny do współczynnika przewodzenia ciepła badanego materiału. Zależy on również od strumienia ciepła na skutek konwekcji. W tabeli 3.1 przedstawiono wyznaczone przyrosty wartości temperatury dla procesów deformacji prowadzonych z różnymi prędkościami odkształcenia. (współczynnik przejmowania ciepła *h* obliczono dla maksymalnej wartości temperatury próbki osiąganej w każdym procesie).

Tab. 3.1: Oszacowane przyrosty	temperatury p	o grubości	próbki	dla różny	ch pr	ędkości	
odkształcenia.							

$\dot{\varepsilon}$ [s ⁻¹]	$T_{max} - T_a [^{\circ}C]$	$h [W/(m^2 K)]$	$\Delta T [^{\circ}C]$
10^{-2}	20	11,5	0,005
10^{-1}	75	15,8	0,027
100	105	17,2	0,041

Wyznaczone wartości przyrostu temperatury po grubości próbki są pomijanie małe, zatem przyjęte założenie T(z) = const jest słuszne.

3.2.2 Wyznaczanie współczynnika przejmowania ciepła

Analizę przepływu ciepła w wyniku konwekcji sprowadza się zazwyczaj do określenia współczynnika przejmowania ciepła h z wykorzystaniem liczb podobieństwa, czyli bezwymiarowych współczynników, które istnieją w układach podobnych i mają taką samą wartość liczbową dla wszystkich zjawisk podobnych ([77]). Współczynnik h reprezentowany jest w bezwymiarowej formie przez liczbę Nusselta Nu:

$$Nu = \frac{hl}{k},\tag{3.26}$$

gdzie l – charakterystyczny wymiar liniowy układu próbka-powietrze. W rozpatrywanym przypadku próbka w trakcie procesu deformacji zwykle znajduje się w nieruchomym powietrzu, dlatego przejmowanie ciepła od powierzchni próbki przez chłodniejsze powietrze odbywa się na zasadzie konwekcji swobodnej. W warunkach konwekcji swobodnej, gdzie siły masowe

odgrywają istotną rolę, liczba Nusselta wyrażona jest uogólnionym równaniem Nu = f(GrPr), w którym Gr jest liczbą Grashofa odpowiadającą za spełnienie warunku podobieństwa przepływu wyrażoną następująco:

$$Gr = \frac{\beta_0 g \rho^2 l^3}{\mu^2} \Delta T, \qquad (3.27)$$

gdzie *g* – przyspieszenie ziemskie, ΔT – różnica temperatury, μ – lepkość dynamiczna płynu, a β_0 – współczynnik rozszerzalności objętościowej płynu, dla gazów $\beta_0 = 1/\theta_0$, gdzie θ_0 jest temperaturą bezwzględną gazu. Natomiast *Pr* – liczba Prandtla, która odpowiada za spełnienie warunku podobieństwa cieplnego:

$$Pr = \frac{\mu}{\rho a},\tag{3.28}$$

gdzie a – dyfuzyjność cieplna płynu. Empirycznie wyprowadzone równanie wiążące liczbę Nusselta z iloczynem liczb Gr i Pr dla przypadku izotermicznej płyty pionowej ma postać $Nu = C_{ks}(GrPr)_{ks}^n$, gdzie współczynniki C_{ks} i n_{ks} zależą od charakteru przepływu. Podobnie jak w przypadku konwekcji wymuszonej ruch płynu może być laminarny lub turbulentny, a kryterium zmiany rodzaju ruchu jest krytyczna wartość iloczynu GrPr. W niniejszej pracy przyjęto wartości powyższych współczynników takie, jakie na podstawie analizy dużej ilości danych doświadczalnych zaproponował Michiejew [78]. W Tabeli 3.2 przedstawiono wartości współczynników C_{ks} i n_{ks} odpowiadające różnym zakresom iloczynu GrPr.

Tab. 3.2: Wartości współczynników w równaniu opisującym konwekcję swobodną.

	C_{ks}	n_{ks}
$GrPr < 10^{-3}$	0,45	0
$10^{-3} < GrPr < 5 \cdot 10^{2}$	1,18	0,125
$5 \cdot 10^2 < GrPr < 2 \cdot 10^7$	0,54	0,25
$2 \cdot 10^7 < GrPr$	2	0,33

Zmiana rodzaju ruchu płynu w warstwie stykającej się z powierzchnią grzejną zależy od temperatury tej powierzchni. Dlatego, korzystając z danych zawartych w Tabeli 3.2, można wyznaczyć zależność współczynnika przewodzenia ciepła od temperatury powierzchni próbki. Parametry fizyczne powietrza zostały wyznaczone dla średniej wartości temperatury warstwy przyściennej $T_f = (T_s + T_a)/2$ korzystając z analitycznych przebiegów tych parametrów w funkcji temperatury otrzymanych na podstawie danych zawartych w tabeli zamieszczonej w [73]. Na rysunku 3.2 przedstawiono wyznaczoną ewolucję współczynnika przejmowania ciepła *h* w zależności od różnicy temperatury ΔT pomiędzy powierzchnią próbki a otoczeniem dla różnych długości części roboczej próbki.



Rys. 3.2: Zależność współczynnika przejmowania ciepła h od różnicy między temperaturą powierzchni próbki T_s a temperaturą otoczenia T_a wyznaczona dla różnych długości roboczej części próbki.

Czerwona linia na wykresie 3.2 odpowiada bazie pomiarowej próbek badanych w niniejszej pracy (l = 6 mm). Jak widać, dla rozpatrywanej geometrii próbki, zmiana wartości współczynnika *h* dla wzrostu temperatury o 100 °C (spodziewanego podczas deformacji stali) jest znacząca, gdyż h = 8,8 W/(m²K) dla $\Delta T = 2$ °C, a h = 17,5 W/(m²K) dla $\Delta T = 100$ °C.

3.2.3 Wyznaczanie mocy źródeł ciepła

Z równania przewodzenia ciepła 3.14 wynika, że wyznaczenie pola mocy źródeł ciepła \dot{q}_V wymaga obliczenia pól: gradientu temperatury ∇T , pochodnej temperatury względem czasu $\frac{\partial T}{\partial t}$ i prędkości **v**. Moc źródeł ciepła \dot{q}_V jest równa:

$$\dot{q}_V = \rho c \left(\frac{\partial T}{\partial t} + \nabla T \cdot \mathbf{v} \right) - k \operatorname{div} (\nabla T).$$
(3.29)

Podstawą wyznaczania pól ∇T i $\frac{\partial T}{\partial t}$ jest zależność pola temperatury $T = T(\mathbf{x},t)$ od czasu deformacji badanego materiału wyznaczana eksperymentalnie. Zakładając, że parametry charakteryzujące materiał (ρ, c, k) są znane, jedyną zmienną po prawej stronie równania 3.29), której nie można wyznaczyć na podstawie zmierzonych pól temperatury jest pole prędkości $\mathbf{v} = \mathbf{v}(\mathbf{x},t)$. Jednakże pole to można obliczyć znając pole przemieszczenia w funkcji czasu deformacji, sprzężone z polem temperatury. W opracowanym podejściu pole przemieszczenia zmierzono metodą DIC. Obliczanie gradientu temperatury w danym punkcie odbywa się poprzez zdefiniowanie otoczenia tego punktu. Rozkład temperatury w tym otoczeniu aproksymuje się powierzchnią drugiego stopnia, a nachylenie tej powierzchni w danym punkcie w kierunku *i* odpowiada wartości *i*-tej składowej gradientu. Podobnie jest przy obliczaniu $\frac{\partial T}{\partial t}$ – stosuje się tu lokalną aproksymację wielomianem drugiego stopnia w czasie

(w przedziałach czasu o zdefiniowanej rozciągłości). W obu przypadkach współczynniki powierzchni i wielomianu znajdowano stosując metodę najmniejszych kwadratów. Zarówno ∇T , jak i $\frac{\partial T}{\partial t}$ docelowo wyznacza się w opisie materialnym, co można uzyskać dwoma sposobami różniącymi się kolejnością wykonywania pewnych działań. Pierwszy sposób, znany z literatury – tzw. podejście Lagrange'a polega na tym, że najpierw aktualne położenia punktów transformuje się do układu współrzędnych obrazów termograficznych [79, 80, 28, 81]. Wartości temperatury zostają wtedy interpolowane i przypisane do tych punktów. Następnie oblicza się gradient temperatury, pochodną względem czasu (która, w tym przypadku jest jednocześnie pochodną materialną) i laplasjan temperatury. Ze względu na różne rozdzielczości kamer, z których jedna pracuje w zakresie światła widzialnego, a druga w podczerwieni, procedura transformacji z jednego układu współrzędnych do drugiego wymaga interpolacji wartości temperatury. Nie ma to wpływu na pochodną temperatury względem czasu, jednakże od dokładności wyznaczenia pola przemieszczenia zależą obliczone wartości gradientu temperatury ∇T . Efekt potęguje się w przypadku laplasjanu temperatury ΔT , który jako druga pochodna jest bardziej czuły na wszelkie modyfikacje danych eksperymentalnych. Ponadto, w opisie przestrzennym (na obrazie termograficznym) liczba punktów, na podstawie których oblicza się ∇T jest stała w czasie. Z kolei w opisie materialnym odległości pomiędzy sasiadującymi punktami znacząco się zmieniają, szczególnie w obszarze stosunkowo dużych odkształceń (na przykład podczas rozciągania odległości pomiędzy punktami w kierunku obciążenia zwiększają się), co również wpływa na dokładność wyznaczenia gradientów temperatury zdefiniowanych na konfiguracji aktualnej.



Rys. 3.3: ROI w opisie Eulera – ustalony obszar w przestrzeni (czerwony prostokąt) na tle obrazu termograficznego w skali szarości: a) na początku procesu deformacji i b) tuż przed końcem procesu deformacji. Zielone obszary odpowiadają lokalnym otoczeniom punktów, na podstawie których oblicza się gradient temperatury.

Procedura obliczeniowa wyznaczania mocy źródeł ciepła zaproponowana w niniejszej pracy jest wolna od powyższych niedogodności i gradienty temperatury oblicza się na podstawie zmierzonych pól temperatury w ich wyjściowej konfiguracji. Jednakże, ze względu na to, że zmierzone pole temperatury jest wyrażone w opisie przestrzennym, należało poprawnie zdefiniować ROI. Zwykle ROI w opisie Eulera jest ustalonym obszarem w przestrzeni, przez który przepływają cząstki materialne (rys. 3.3). Przy obliczaniu gradientu temperatury w danym punkcie (na podstawie otoczenia tego punktu, oznaczonego jako zielony obszar na rys. 3.3) na tak zadanym stałym ROI (czerwony prostokąt), możliwe są następujące sytuacje:

- w konfiguracji początkowej punkt znajduje się na powierzchni próbki w pobliżu granicy ROI, a po deformacji jest poza próbką (rys. 3.3, punkt *P*₁),
- punkt znajduje się wewnątrz ROI i pozostaje na powierzchni roboczej części próbki w czasie całego procesu deformacji (rys. 3.3, punkt P₂),
- punkt początkowo jest poza roboczą częścią próbki i jednocześnie poza ROI, więc nie bierze się go pod uwagę w obliczeniach (rys. 3.3, punkt *P*₃). Jednakże pod koniec procesu deformacji punkt ten znajduje się na powierzchni roboczej części próbki, zatem powinno się go uwzględnić w obliczeniach.

Takie sytuacje mogą wystąpić przy stosunkowo dużych przemieszczeniach – gdy początkowy region nie podąża za deformacją próbki. Przyjęcie całego obrazu jako ROI wydaje się być prostym rozwiązaniem tego problemu, ale kwestia tego, czy punkt znajduje się na powierzchni próbki czy poza nią, pozostaje nierozstrzygnięta. Jest to istotne, gdyż punkty leżące poza próbką mają temperaturę otoczenia i gdy przy obliczaniu gradientów temperatury zostaną wzięte pod uwagę, to znacząco zaburzą wartości tych gradientów. Dlatego w pracy [82] uwzględniono zależność kształtu obszaru ROI od pola odkształcenia wyznaczonego za pomocą DIC (*DIC-based deformable ROI*), co pozwala uniknąć wszystkich opisanych powyżej trudności. Kolejne etapy opracowanej procedury przedstawiono na rysunku 3.4. W pierwszym kroku zdefiniowano obszar ROI odpowiadający roboczej części próbki w stanie odniesienia. Na rys. 3.4 jako pierwszy od lewej przedstawiono obraz próbki w konfiguracji odniesienia, zarejestrowany przez kamerę pracującą w zakresie światła widzialnego, z zaznaczonym na czerwono obszarem ROI. Następnie, metodą DIC wyznaczono pole przemieszczenia dla każdej chwili procesu deformacji. Obszar ROI zmieniał kształt zgodnie z deformacją próbki. Wyznaczono jego brzeg w konfiguracji zdeformowanej za pomocą triangulacji Delaunay'a [83].



Rys. 3.4: Kolejne kroki opracowanej procedury określania ROI o kształcie zmiennym w zależności od pola przemieszczenia zmierzonego za pomocą DIC.

W kolejnym kroku, położenia punktów należących do tego brzegu odwzorowano w układzie współrzędnych, w którym wcześniej wyznaczono pole temperatury na podstawie analizy IRT. Uwzględniono przy tym m. in. różne rozdzielczości kamery pracującej w zakresie światła widzialnego oraz kamery termograficznej – szczegóły dotyczące takiego odwzorowania w przypadku całego obszaru ROI opisano w pracy [51]. Po zdefiniowaniu zamknietego brzegu obszaru ROI na obrazie rozkładu temperatury, wypełniono go punktami w taki sposób, że punkty te znajdowały się w środkach pikseli. Wszystkie piksele należące do tego obszaru oznaczono liczba 1, a te na zewnątrz - liczba 0. W ten sposób otrzymano macierz wartości 1 i 0, którą przypisano do obrazu temperaturowego jako maskę bitową. Następnie, obliczono pochodną temperatury względem czasu oraz gradient i laplasjan temperatury. Maskę bitową wykorzystano, aby do tych obliczeń wybrać jedynie punkty leżące na powierzchni próbki. W kolejnym kroku, transformowano aktualne położenia punktów materialnych (wyznaczone za pomocą DIC) do układu współrzędnych rozkładu temperatury. Wyznaczone uprzednio w tym układzie wartości pól: $T, \nabla T, \Delta T, \frac{\partial T}{\partial t}$ interpolowano i przypisano odpowiednim punktom. W ostatnim kroku, punkty wraz z przypisanymi im wartościami tych pól przedstawiono w konfiguracji odniesienia związanej z układem współrzednych analizy DIC. W tym układzie, mając obliczone uprzednio pole prędkości, obliczono pochodną materialną temperatury T. Warto podkreślić, że w opracowanej metodzie nie ma potrzeby interpolacji pola prędkości. Po wyrażeniu wszystkich obliczonych pól w jednym układzie współrzędnych, za pomocą operacji algebraicznych zgodnie z równaniem 3.29 uzyskano pole mocy źródeł ciepła.

W celu sprawdzenia poprawności opracowanej metody oraz porównania jej z metodą powszechnie stosowaną w literaturze, tzw. *podejściem Lagrange'a*, w pracy [82] przedstawiono dedykowane narzędzie obliczeniowe. Wykorzystując to narzędzie, generowane są wirtualne

dane (sekwencje wirtualnych obrazów), które naśladują prawdziwe dane eksperymentalne. Szczegółowy opis opracowanego narzędzia umieszczono w podrozdziale 3.2.4.

3.2.4 Porównanie opracowanej metody z klasycznym podejściem Lagrange'a

Stosując opracowaną metodykę, na podstawie eksperymentalnie wyznaczonych pól przemieszczenia i temperatury uzyskuje się rozkład mocy źródeł ciepła generowanych deformacją plastyczną w wyniku kilkuetapowej procedury obliczeniowej, obejmującej m.in. numeryczne obliczenia gradientów i interpolację ich wartości związaną ze zmianą układu odniesienia. W celu oszacowania błędów związanych z tą procedurą oraz tym samym sprawdzenia wiarygodności uzyskiwanych wyników, opracowano specjalne narzędzie. Działanie tego narzędzia polega na wygenerowaniu danych numerycznych do analizy DIC-IR, czyli sekwencji wirtualnych obrazów, które naśladują rzeczywiste obrazy rejestrowane podczas eksperymentu. Wirtualne dane wygenerowano dla zdefiniowanego obszaru ROI odpowiadającego roboczej części próbki w stanie nieodkształconym. Zdefiniowano równania ruchu punktów należących do ROI podczas jednoosiowego rozciągania $\mathbf{x} = f(\mathbf{X}, t)$. W wyniku tego ruchu każdy obszar ma przechodzić w obszar, każda powierzchnia w powierzchnię, a każda krzywa w krzywą. Warunkiem koniecznym tego, że równania ruchu tych punktów odpowiadają ich ruchowi podczas deformacji jest dodatnia wartość wyznacznika gradientu deformacji $\mathbf{F} = \frac{d\mathbf{x}}{d\mathbf{X}}$. Równania te rozpatruje się jako odwzorowania konfiguracji odniesienia na konfigurację aktualną. Przyjęto taką postać równań ruchu punktów, aby spełniała wszystkie powyższe warunki, a ponadto aby ruch punktów należacych do ROI jakościowo przypominał zmianę konfiguracji roboczej części próbki podczas jednoosiowego rozciągania. W pierwszym kroku opisano ruch punktów za pomocą funkcji kwadratowej, a następnie iteracyjnie zwiększano stopień wielomianu, aby uzyskać zadowalające rezultaty. Uznano, że wielomian 5-tego stopnia wystarczająco dobrze opisuje zmianę kształtu roboczej części próbki i przyjęto następującą formę bezwymiarowych równań ruchu punktów pomiarowych podczas deformacji (w przestrzeni dwuwymiarowej):

$$\begin{cases} x_1(\mathbf{X},t) = X_1 - q\tau \left[(1-\tau)\hat{X}_1 + 10\tau \hat{X}_1^3 - 15\tau \hat{X}_1^4 + 6\tau \hat{X}_1^5 - 0, 5) \left(\frac{l^2}{4}r - X_2^2 \right) \right] \\ x_2(\mathbf{X},t) = X_2 - p\tau \left[(1-\tau)\hat{X}_2 + 10\tau \hat{X}_2^3 - 15\tau \hat{X}_2^4 + 6\tau \hat{X}_2^5 - 0, 5) \left(\frac{w^2}{4}s - X_1^2 \right) \right] + b\tau \end{cases}$$
(3.30)

gdzie

$$\mathbf{X} = (X_1, X_2), \quad \tau = \frac{t}{t_s}, \quad \hat{X}_1 = \frac{X_1 + \frac{w}{2}}{w} \quad \text{oraz} \quad \hat{X}_2 = \frac{X_2 + \frac{l}{2}}{l},$$
 (3.31)

natomiast w i l – odpowiednio szerokość i długość części roboczej próbki, t_s – czas trwania procesu deformacji, a p,q,r,s,b – pozostałe parametry. Wartości współczynników

występujących w powyższym układzie równań (przedstawione w tabeli 3.3) również przyjęto na podstawie obserwacji zmiany kształtu próbek podczas rozciągania. Iteracyjnie dobierano wartości tych parametrów tak, aby uzyskać zbliżone wartości przewężenia próbki do przewężenia występującego podczas eksperymentu.

Tab. 3.3: Wartości parametrów występujących w analitycznych równaniach ruchu naśladujących deformację próbki podczas jednoosiowego rozciągania.

Parametr	w [mm]	1 [mm]	p [mm]	q [mm]	r [mm ^{1/2}]	s [mm ^{1/2}]	<i>t_s</i> [s]	b [mm/s]
Wartość	4,0	6,0	0,2	0,05	1,2	4	0,61	1,5

Na podstawie układu równań 3.30, otrzymano zależność przemieszczenia $\mathbf{u} = (u_1, u_2)$ od czasu deformacji jako:

$$\begin{cases} u_1(\mathbf{X},t) = x_1(\mathbf{X},t) - X_1 \\ u_2(\mathbf{X},t) = x_2(\mathbf{X},t) - X_2. \end{cases}$$
(3.32)

Opisując pole przemieszczenia funkcjami analitycznymi, wielkości, takie jak tensor gradientu przemieszczenia **H**, wektor prędkości **v** oraz różne miary odkształcenia można wyznaczyć na drodze prostych analitycznych obliczeń.

Podobnie jak pole przemieszczenia, analityczną funkcją opisano zależność pola temperatury próbki od czasu deformacji. Przyjęto, że rozkład temperatury na powierzchni próbki stosunkowo dobrze opisuje rozkład Gaussa i zaproponowano równanie o następującej postaci:

$$T(\mathbf{X},t) = T_0 + \tau T_m \exp\left(-\left(\frac{X_1^2}{2s_x^2} + \frac{X_2^2}{2s_y^2}\right)\right),$$
(3.33)

gdzie

$$s_x = s_{x0} + \tau \frac{s_{x0}}{s_{xm}}, \quad s_y = s_{y0} + \tau \frac{s_{y0}}{s_{ym}},$$
 (3.34)

 $s_{x0}, s_{y0}, s_{xm}, s_{ym}, T_m, T_0$ – parametry, których wartości przedstawiono w tabeli 3.4. T_0 – temperatura otoczenia, a T_m – maksymalna wartość temperatury próbki w procesie deformacji. Wartości wszystkich parametrów przyjęto tak, aby uzyskać wzrost temperatury próbki spodziewany podczas deformacji stali 310S przy prędkości odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$.

Tab. 3.4: Wartości parametrów występujących w założonym równaniu analitycznym opisującym zależność pola temperatury od czasu deformacji.

Parametr	$s_{x0} [mm]$	$x_0 \text{ [mm]} s_{y0} \text{ [mm]}$		<i>s_{ym}</i> [-]	$T_m [^{\circ}C]$	$T_0 [^{\circ}C]$
Wartość	2,0	1,0	4,0	4,0	100,0	20,0

Następnie, zdefiniowano region ROI odpowiadający części pomiarowej próbki i zdeformowano go za pomocą przyjętych równań ruchu. Na rysunku 3.5a schematycznie

przedstawiono, jak zmienia się kształt ROI w kolejnych chwilach czasu. Ponadto, na rysunku 3.5b,c pokazano pola składowych przemieszczenia u_x i u_y , a na 3.5d - pole temperatury w ramach obszaru ROI w kolejnych chwilach czasu. Pola te uzyskano na podstawie równań, odpowiednio: 3.32 i 3.33.



Rys. 3.5: a) Obszar ROI zdeformowany za pomocą przyjętych równań ruchu, b) pole składowej przemieszczenia u_x , c) pole składowej przemieszczenia u_y oraz d) pole temperatury T w kolejnych chwilach czasu.

Następnym krokiem generowania obrazów do analizy DIC było przypisanie wartości skali szarości poszczególnym punktom należącym do obszaru ROI. W tym celu utworzono gęstą siatkę punktów należących do ROI. Położenia tych punktów transformowano do układu współrzędnych obrazu odniesienia zarejestrowanego w eksperymencie i każdemu punktowi, za pomocą liniowej interpolacji, przypisano wartość skali szarości. Taka procedura umożliwia badanie deformacji rzeczywistego rozkładu plamek wytworzonego na powierzchni próbki podczas eksperymentów. Na rysunku 3.6 przedstawiono kolejne etapy generowania obrazów

do analizy DIC dla wybranej chwili procesu deformacji. Całkowita liczba punktów branych pod uwagę w opracowanej procedurze została zredukowana na rysunku tylko po to, by był on bardziej przejrzysty.



Rys. 3.6: Kolejne etapy generowania obrazów do analizy DIC: a) konfiguracja początkowa, b) konfiguracja po deformacji, c) konfiguracja po deformacji przedstawiona w układzie współrzędnych analizy DIC oraz d) rasteryzacja (obliczanie wartości w skali szarości poszczególnych pikseli).

Po przypisaniu wartości skali szarości wszystkim punktom materialnym w konfiguracji odniesienia (rys. 3.6a), wykorzystując równania ruchu, wyznaczono nowe położenia tych punktów po deformacji (rys. 3.6b). Następnie, wyznaczone położenia punktów wraz z przypisanymi im wartościami skali szarości przedstawiono w układzie współrzędnych tożsamym z układem współrzędnych, w którym wykonywano analizę DIC w eksperymencie (rys. 3.6c). Na końcu, stosując procedurę rasteryzacji (przejście od warstwy wektorowej do warstwy pikseli), wyrażono generowany obraz w postaci zbioru pikseli. Danemu pikselowi przypisano odcień szarości równy średniemu odcieniowi szarości wszystkich punktów, które znajdowały się w jego obrębie. Rozdzielczość uzyskanego wirtualnego obrazu była taka sama, jak rozdzielczość obrazu zarejestrowanego zarejestrowanego w eksperymencie (rozmiar piksela wynosił 12 μ m).

Kolejne etapy tworzenia wirtualnych obrazów pola temperatury przedstawiono na rysunku 3.7. Na początku utworzono prostokątną, niezmienną w czasie siatkę punktów. Położenia tych punktów odpowiadały współrzędnym środków pikseli na zarejestrowanym w eksperymencie obrazie termograficznym (rys. 3.7a). Podobnie jak w poprzednim przypadku, liczba punktów na rysunku została ograniczona na potrzeby wizualizacji.



Rys. 3.7: Kolejne etapy generowania wirtualnego pola temperatury na powierzchni próbki:
a) konfiguracja aktualna, b) konfiguracja odniesienia, c) przypisanie wartości temperatury na podstawie zadanego analitycznego pola zdefiniowanego na konfiguracji odniesienia oraz d) rasteryzacja (dany piksel ma wartość odpowiadającą wartości temperatury punktu znajdującego się w jego środku).

W danej chwili czasu znane były aktualne położenia punktów. Wykorzystując odwrotne równanie ruchu $\mathbf{X} = \mathbf{X}(\mathbf{x},t)$, znaleziono położenia tych punktów na konfiguracji odniesienia (rys. 3.7b). Ze względu na to, że nie jest znana analityczna postać odwrotnego równania ruchu, początkowe położenia punktów obliczono numerycznie, stosując metodę Newtona. Dla każdego punktu wartość temperatury obliczono zgodnie z równaniem opisującym zależność pola temperatury od czasu procesu deformacji 3.33. Obliczoną w danym punkcie wartość temperatury przypisywano temu punktowi w taki sam sposób, jak w poprzednim przypadku przypisywano wartość skali szarości (rys. 3.7c). Ostatecznie, wykonywano procedurę rasteryzacji i każdemu pikselowi na wirtualnym obrazie przyporządkowano wartość temperatury w punkcie znajdującym się w środku tego piksela. W rezultacie uzyskano wirtualny obraz pola temperatury, mający taką samą rozdzielczość, jak obraz termograficzny rejestrowany w eksperymencie (3.7d).

Na rysunku 3.8 przedstawiono uzyskane sekwencje wirtualnych obrazów naśladujących obrazy zarejestrowane w eksperymencie.



Rys. 3.8: Wygenerowane: a) obrazy do analizy DIC oraz b) pola temperatury dla wybranych chwil czasu.

Opracowane narzędzie jest uniwersalne i może być używane do szacowania błędów oraz sprawdzania różnych parametrów procesu deformacji. Wykorzystano je do oszacowania błędów procedur opartych o numeryczne obliczanie gradientów temperatury: opracowanej metody uwzględniającej zależność kształtu ROI od pola przemieszczenia wyznaczonego za pomocą DIC (zwanej dalej metodą DIC-based) oraz znanej z literatury metody Lagrange'a. Jak już wspomniano, opracowana metoda DIC-based jest najbardziej korzystna przy obliczaniu laplasjanu temperatury ΔT . Zatem, na podstawie wygenerowanego pola temperatury obliczono ΔT analitycznie oraz numerycznie za pomocą metod: DIC-based i Lagrange'a. Na rysunku 3.9 przedstawiono porównanie uzyskanych wyników w postaci zależności ΔT dla dwóch punktów P1 i P2.



Rys. 3.9: Zależności ΔT od czasu procesu deformacji dla dwóch punktów obliczone analitycznie oraz numerycznie za pomocą opracowanej metody DIC-based i znanej z literatury metody Lagrange'a.

Na rys. 3.9 punkty P1 i P2 są zaznaczone na polu ΔT obliczonym analitycznie na końcu procesu. Obliczono średnie wartości błędu względnego (*RE*) obu metod w odniesieniu do analitycznego różniczkowania pola temperatury jako $RE = \left| \frac{(\Delta T)_{numerical} - (\Delta T)_{analytical}}{(\Delta T)_{analytical}} \right| \cdot 100\%$. Uzyskane średnie wartości *RE* są następujące:

- dla P1: $RE_{DIC-based} = 2,5\%$, $RE_{Lagrange} = 9,1\%$,
- dla P2: $RE_{DIC-based} = 7,3\%$, $RE_{Lagrange} = 10,2\%$.

Dla obu wybranych punktów błąd względny metody DIC-based jest mniejszy. Zatem, zaproponowana procedura wyznaczania gradientów temperatury wydaje się być udoskonaleniem w stosunku do podejścia obecnego w literaturze.

3.3 Zdolność magazynowania energii

Wykorzystując opracowaną metodykę (opisaną w podrozdziałach 3.1 i 3.2) wyznaczano zdolność magazynowania energii jako $Z = \frac{\Delta e_s}{\Delta w_p} = 1 - \frac{\Delta q_d}{\Delta w_p}$, gdzie Δw_p – przyrost pracy odkształcenia plastycznego, a Δq_d – przyrost energii dyssypowanej w postaci ciepła. Podstawą wyznaczania w_p i q_d jest pomiar pola przemieszczenia i temperatury, ale przejście od danych pomiarowych do finalnego wyniku odbywa się na drodze kilkuetapowej procedury obliczeniowej. Dlatego analiza błędu, z jakim wyznaczane są wartości Z jest zadaniem niezwykle złożonym. Należałoby uwzględnić zarówno dokładność wyznaczenia wejściowych pól przemieszczenia i temperatury, jak również niedokładności wynikające z całego łańcucha obliczeniowego. W związku z tym uznano, że odpowiednim narzędziem do oszacowania błędu jest metoda elementów skończonych (MES). W programie Abaqus FE wykonano symulacje procesu jednoosiowego rozciągania próbki o takiej samej geometrii, jak w eksperymencie. W analizie stosowano elementy skończone CPS4RT. Są to czterowezłowe elementy skończone dla płaskiego stanu naprężenia z dodatkowym temperaturowym stopniem swobody. Dla tej geometrii wydzielono obszar (odpowiadający roboczej części próbki), który zdyskretyzowano w taki sposób, aby wezły siatki MES odpowiadały początkowym położeniom punktów w analizie eksperymentalnej przedstawionej w niniejszej pracy (rys. 4.5).



Rys. 3.10: Wyznaczone zależności Z od czasu procesu deformacji dla punktu leżącego w obszarze lokalizacji odkształcenia plastycznego oraz poza tym obszarem, dla przypadku bez szumu i z szumem, na tle wartości oczekiwanej Z = 0, 15.

W symulacji założono, tak samo jak w opracowanej metodzie, sprężysto-plastyczny model materiału ze wzmocnieniem izotropowym, anizotropowym kryterium uplastycznienia (Barlata-Liana) oraz wpływem prędkości odkształcenia na naprężenie płynięcia. Dla tych parametrów przeprowadzono termo-mechaniczną analizę MES, przyjmując stałą wartość

współczynnika IHF (*Inelastic Heat Fraction*) równą 0,85 (czyli Z = 0, 15). W wyniku przeprowadzonej analizy uzyskano pola przemieszczenia i temperatury. Pola te transformowano do układu współrzędnych eksperymentalnej analizy i, w taki sam sposób, jak dane pomiarowe, wykorzystano do wyznaczenia zdolności magazynowania energii za pomocą opracowanej procedury obliczeniowej. Żeby uwzględnić także błędy pomiarowe, na pole przemieszczenia i temperatury uzyskane w wyniku symulacji nałożono szum. Ten szum został wygenerowany na podstawie zmierzonych parametrów szumowych stosowanych kamer (opis w podrozdziale 4.2). W rezultacie, wyznaczono wartości Z dla przypadku bez szumu i z szumem i porównano je z wartością oczekiwaną (0,15), czyli tą zadaną w symulacji. Na rysunku 3.10 pokazano wyznaczone zależności Z od czasu procesu deformacji dla punktu leżącego w obszarze lokalizacji odkształcenia plastycznego oraz poza tym obszarem. Na tym samym rysunku zaznaczono także wartość oczekiwaną Z = 0, 15 (zadaną w symulacji). W tabeli 3.5 pokazano średnią i maksymalną wartość błędu względnego *RE* wyznaczonej wartości Z w odniesieniu do wartości oczekiwanej równej 0,15 dla poszczególnych punktów, dla przypadku bez szumu i z szumem.

Tab. 3.5: Średnie oraz maksymalne wartości błędu względnego *RE* wyznaczonej wartości *Z* w odniesieniu do wartości oczekiwanej równej 0,15 dla przypadku bez szumu i z szumem.

	R	E_{sr} [%]	RE_{max} [%]		
	lokalizacja poza lokalizacją		lokalizacja	poza lokalizacją	
bez szumu	0,9	1,5	5,1	4,5	
z szumem	4,1	5,9	12,1	16,5	

4 Opis eksperymentu

Metody pomiarowe oraz opracowaną metodykę wyznaczania polowego rozkładu poszczególnych składników bilansu energii podczas deformacji materiałów polikrystalicznych, opisane w poprzednich rozdziałach rozprawy, wykorzystano do zbadania procesu przemiany energii podczas jednoosiowego rozciągania próbek ze stali austenitycznej 310S.

4.1 Wybór materiału

Badania procesu przemiany energii podczas deformacji przeprowadzono na stali austenitycznej 310S. Ta stal ma jednofazową strukturę, w której podczas deformacji nie zachodzą przemiany fazowe. Oznacza to, że wyznaczone wewnętrzne źródła ciepła są indukowane sprężysto-plastycznym odkształceniem badanego materiału, co istotnie ułatwia analizę bilansu energii i interpretację uzyskanych wyników.

Stal austenityczna 310S (PN 1.4845) to stal żaroodporna i żarowytrzymała, z której wykonuje się części maszyn pracujących pod obciążeniem w środowisku korozyjnym i w wysokiej temperaturze (do 1050 °C). Przykłady zastosowań tej stali to: elementy kotłów energetycznych w elektrowniach konwencjonalnych, wymienniki ciepła i elementy zbiorników na odpady w elektrowniach jądrowych oraz części aparatury chemicznej do konwersji metanu i pirolizy gazów. Skład chemiczny stali 310S przedstawiono w tabeli 4.1.

	C	S	Р	Mn	Si	Cr	Ni	N	Fe
310S	0,08	0,015	0,045	2,0	0,75	24,0 - 26,0	19,0 - 22,0	0,11	balance

Tab. 4.1: Skład chemiczny stali 310S (w %m).

Dzięki wysokiej zawartości niklu (19,0 - 22,0 %m), który jest dodatkiem stopowym stabilizującym austenit, podczas deformacji stali 310S nie zachodzą przemiany fazowe. Wartość energii błędu ułożenia (EBU) obliczona na podstawie empirycznej zależności przedstawionej w pracy [84] zawiera się w zakresie 35,3 - 43,4 mJ/m². Wybrane właściwości fizyczne stali 310S przedstawiono w tabeli 4.2.

Tab. 4.2: Wybrane właściwości fizyczne stali 310S.

Parametr	Symbol	Jednostka	Wartość
Gęstość	ρ	kg/m ³	7900
Ciepło właściwe	С	$J/(kg \cdot K)$	500
Przewodność cieplna	k	W/(m⋅K)	10,8
Współczynnik rozszerzalności cieplnej ($20 \div 200^{\circ}$ C)	α	$10^{-6}/K$	15,9
Dyfuzyjność cieplna	а	$10^{-6} {\rm m}^2/{\rm s}$	2,7

Badania mikrostruktury stali 310S w stanie początkowym wykonano na skaningowym mikroskopie elektronowym Zeiss Crossbeam 350 w Laboratorium Mikro- i Nanomechaniki Zakładu Mechaniki Materiałów IPPT PAN. Na rysunku 4.1 przedstawiono mapę orientacji krystalograficznej zrzutowaną na kierunek normalny do powierzchni próbki (*normal directon* ND) oraz odpowiadającą jej figurę biegunową {111} (uzyskaną w programie ATEX-software [85]).



Rys. 4.1: a) Mapa orientacji krystalograficznej stali 310S w stanie początkowym zrzutowana na kierunek ND oraz b) odpowiadająca jej figura biegunowa {111}.

Średnia wartość EBU sprawia, że w strukturze stali 310S obecne są liczne bliźniaki wyżarzania. Próbki wycięto z blachy walcowanej na zimno, a następnie poddanej obróbce cieplnej (przesycaniu). Przesycanie obejmowało wyżarzanie w 1050 – 1100°C, a następnie chłodzenie przy pomocy natrysku wodnego. Pomimo tego, że w wyżarzonej strukturze ziarna są równoosiowe (rys. 4.1a), to widoczna jest niewielka tekstura krystalograficzna (rys. 4.1b, maksymalna intensywność figury biegunowej wynosi 2,21), powstała podczas procesu walcowania. Obecność tekstury krystalograficznej prowadzi do anizotropii właściwości mechanicznych badanego materiału, która została uwzględniona w zaproponowanym podejściu podczas wyznaczania rozkładów naprężenia, a w konsekwencji pracy odkształcenia plastycznego (rozdział 3.1).

4.2 Układ pomiarowy

Z opisanej w poprzednim rozdziale stali wycięto próbki, których geometrię i wymiary przedstawiono na rysunku 4.2a. Próbki pokrywano sadzą z obu stron, ale z jednej dodatkowo napylano białą farbę, żeby uzyskać strukturę powierzchni odpowiednią do analizy DIC. Sadza charakteryzuje się odpowiednią konsystencją, dzięki czemu wytworzona z niej powłoka nie pęka i nie odpryskuje od próbki podczas dużych deformacji. Ponadto, powierzchnia próbki pokryta sadzą jest jednorodna pod względem emisyjności oraz ma wysoką wartość emisyjności,

co spełnia warunki stosowania metody IRT. Po przygotowaniu ich powierzchni, próbki umieszczano w dedykowanych uchwytach maszyny wytrzymałościowej MTS 858 (rys. 4.2b) i poddawano je jednoosiowemu rozciąganiu z trzema prędkościami przesuwu górnej szczęki maszyny: 0,06 mm/min, 0,6 mm/min and 6 mm/min. Uwzględniając geometrię próbek, wartości te odpowiadały następującym wartościom makroskopowej prędkości odkształcenia $\dot{\varepsilon}$: 10^{-2} s⁻¹, 10^{-1} s⁻¹ oraz 10^{0} s⁻¹.



Rys. 4.2: a) Kształt i wymiary badanych próbek (grubość próbek wynosi 1 mm), b) próbka umieszczona w dedykowanych uchwytach maszyny wytrzymałościowej, c) układ pomiarowy do badania procesu przemiany energii podczas deformacji badanego materiału.

W trakcie procesu rozciągania, obrazy jednej powierzchni próbki rejestrowano w świetle widzialnym za pomocą kamery pco.edge 5.5, a obrazy powierzchni przeciwległej – w podczerwieni za pomocą kamery termograficznej ThermaCam Phoenix IR. Na podstawie uzyskanych sekwencji obrazów wyznaczano pola przemieszczenia i temperatury. Pola te wyznaczano na przeciwległych powierzchniach próbki, ale na podstawie założenia symetrii zagadnienia przyjęto, że wartość temperatury w punktach leżących po przeciwległych stronach próbki jest taka sama (uzasadnienie przedstawiono w rozdziale 3.2.1). Podstawowe parametry obu kamer przedstawiono w tabeli 4.3.

	pco.edge 5.5	ThermaCam Phoenix
Rozdzielczość [piksel]	1280×481	320×128
Czas ekspozycji/całkowania [ms]	3	0,2
Rozmiar piksela [µm]	12	52
Binning	2×2	1×1

Tab. 4.3: Parametry kamer używanych podczas badań.

Obrazy powierzchni próbki w świetle widzialnym oraz w podczerwieni rejestrowano jednocześnie, z częstotliwością dobraną odpowiednio do stosowanej prędkości odkształcenia, tj. 50 Hz dla $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ oraz 100 Hz dla $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ i $\dot{\varepsilon} = 10^{0} \text{ s}^{-1}$. Dzięki temu wyznaczono pola przemieszczenia i temperatury w tych samych chwilach czasu.

Termografia podczerwieni IRT

Aby uniknąć przesycenia detektora IR podczas odkształcenia badanego materiału z prędkością 10^0 s⁻¹ zastosowano czas całkowania (IT) równy 0,2 ms (taki sam dla wszystkich prędkości odkształcenia). Przeprowadzono standardową procedurę kalibracji korzystając z modelu ciała doskonale czarnego (TCB 4D blackbody) oraz dedykowanego oprogramowania RCal. Główne parametry tego modelu przedstawiono w tabeli 4.4.

Tab. 4.4: Parametry modelu ciała doskonale czarnego.

Parametr	Wartość
Emisyjność [-]	$0,99\pm0,005$
Zakres temperatury [°C]	0 - 150
Stabilność regulacji [mK]	± 2
Jednorodność temperatury [K]	< 0,01

Rozdzielczość temperaturowa termografu jest równa wartości najmniejszej różnicy temperatury, jaką termograf jest w stanie zarejestrować. Określa się ją jako różnicę temperatury równoważną sygnałowi szumu (*Noise Equivalent Temperature Difference NETD*). Innymi słowy, im mniejszy szum pomiarowy, tym mniejsza wartość *NETD*.



Rys. 4.3: Rozkład błędu systematycznego (*SE*) pomiaru temperatury dla 20°C i 120°C i czasu całkowania równego 0,2 ms uzyskany z wykorzystaniem źródła ciała doskonale czarnego.

Wykorzystując model ciała doskonale czarnego wyznaczono *NETD* dla czasu całkowania równego 0,2 ms, zgodnie z poniższą zależnością:

$$NETD_{counts} = \frac{1}{M} \sum_{i=1}^{M} \left(\sqrt{\frac{\sum_{j=1}^{N} (S(x_i, t_j) - \mu_i)^2}{N}}, \qquad NETD_{\circ C} = \frac{NETD_{counts}}{SiTF}, \right)$$

gdzie *M* - liczba pikseli w ramce, *N* - liczba ramek, $S(x_i, t_j)$ - sygnał z detektora wyrażony liczbą zliczeń, μ_i - średnia wartość sygnału ze wszystkich ramek w danym pikselu, a *SiTF* - funkcja transformacji sygnału [counts/°C]. *NETD* wynoszą 0,023°C dla 20°C i 0,039°C dla 120°C. Ponadto, wykorzystując źródło ciała doskonale czarnego oszacowano błąd systematyczny (*systematic error SE*) oraz niepewność standardową pomiaru temperatury. Na rysunku 4.3 pokazano rozkład błędu systematycznego pomiaru temperatury dla 20°C i 120°C i czasu całkowania równego 0,2 ms. Uzyskane maksymalne wartości błędu systematycznego dla 20°C i 120°C i czasu odpowiednio 0,2539°C i 2,2810°C, podczas gdy ich średnie wartości są równe odpowiednio 0,0460°C i 0,4167°C. Natomiast niepewność standardowa pomiaru temperatury wynosi 0,0764°C dla 20°C oraz 0,0471°C dla 120°C.



Rys. 4.4: Rozkłady odchylenia standardowego $T, \dot{T}, \Delta T, \nabla_x T$ oraz $\nabla_y T$ na powierzchni próbki nieobciążonej, umieszczonej w szczękach maszyny.

Ponadto, oszacowano szum pomiarowy poprzez zarejestrowanie sekwencji obrazów powierzchni próbki umieszczonej w szczękach maszyny, ale nieobciążonej. Szum szacowano dla: $T, \dot{T}, \Delta T, \nabla_x T$ oraz $\nabla_y T$ poprzez obliczenie odchylenia standardowego (*standard deviation*

STD) w danym pikselu dla wszystkich zarejestrowanych ramek. Na rysunku 4.4 przedstawiono uzyskane rozkłady odchylenia standardowego, a w tabeli 4.5 zestawiono średnie wartości odchylenia standardowego dla poszczególnych rozkładów przedstawionych na rysunku 4.4.

Wielkość	STD
$T [^{\circ}C]$	0,030
<i>T</i> [°C/s]	0,426
$\Delta T [^{\circ}C/mm^2]$	0,291
$\nabla_x T$ [°C/mm]	0,039
$\nabla_y T$ [°C/mm]	0,044

Tab. 4.5: Średnie wartości odchylenia standardowego.

Korelacja obrazów cyfrowych DIC

Na rysunku 4.5 pokazano powierzchnię próbki przygotowaną do wyznaczenia pola przemieszczenia z wykorzystaniem analizy DIC. Zaznaczono na niej obszar ROI (zielony prostokąt) zawierający ok. 150 tys. punktów, w którym wyznaczano pole przemieszczenia. Na tle obszaru ROI niebieskim kółkiem wyróżniono subset o promieniu wynoszącym 17 pikseli.



Rys. 4.5: Obszar ROI oraz subset, dla których wyznaczano pole przemieszczenia.

Po prawej stronie rys. 4.5 pokazano w powiększeniu subset, składający się zaznaczonych na zielono punktów, w których wyznaczano przemieszczenie. Zapewniono wysoką gęstość tych punktów - w każdym pikselu należącym do ROI. Jako kryterium korelacyjne zastosowano kryterium ZNCC, które m. in. uwzględnia zmiany oświetlenia w procesie. Ponadto, zastosowano procedurę aktualizacji ramki odniesienia (*update*). Gdy dla danej ramki średnia wartość współczynnika korelacji *cc* była mniejsza niż 0,9, tę ramkę, w kolejnej chwili czasu, uznawano za ramkę odniesienia. Pozwala, to poprawnie wyznaczyć pole przemieszczenia nawet dla skończonych deformacji. Jak już wspomniano, na podstawie uzyskanego

pola przemieszczenia, w każdej chwili procesu obliczano numerycznie pole gradientu przemieszczenia. Uzyskaną ewolucję pola gradientu przemieszczenia wykorzystywano jako dane wejściowe do modelu materiału, na podstawie którego wyznaczano pole pracy odkształcenia plastycznego. Dokładność wyznaczenia gradientu przemieszczenia oszacowano za pomocą opracowanego narzędzia obliczeniowego (opisanego w podrozdziale 3.2.4), w którym pole przemieszczenia na powierzchni próbki zadane jest funkcją analityczną. Gradient przemieszczenia obliczono dwoma sposobami: numerycznie oraz analitycznie. Następnie, porównano uzyskane wyniki, tj. wyznaczono błąd względny (RE) wyniku numerycznego względem analitycznego. Na rysunku 4.6 pokazano zależność składowej gradientu przemieszczenia H_{yy} (y – kierunek rozciągania) od czasu deformacji dla dwóch punktów (zaznaczonych na rozkładzie H_{yy} obliczonym analitycznie tuż przed końcem procesu deformacji).



Rys. 4.6: Zależność składowej gradientu przemieszczenia H_{yy} (y to kierunek rozciągania) od czasu deformacji na tle H_{yy} obliczonego analitycznie dla punktów P1 i P2 (zaznaczonych na rozkładzie H_{yy} obliczonym analitycznie tuż przed końcem procesu deformacji).

Uzyskane maksymalne średnie wartości błędu względnego (*RE*) wyznaczania gradientu przemieszczenia są następujące:

- dla punktu P1 $RE_{max} = 2,4\%$, a $RE_{sr} = 0,6\%$,
- dla punktu P2 $RE_{max} = 4,1\%$, a $RE_{sr} = 1,5\%$.

Podobnie jak w przypadku termografii podczerwieni, w celu oszacowania szumu pomiarowego, którym obarczona jest analiza DIC, zarejestrowano sekwencję obrazów powierzchni próbki nieobciążonej, umieszczonej w szczękach maszyny wytrzymałościowej i wyznaczono dla

niej pole przemieszczenia oraz pole gradientu przemieszczenia. Ze względu na drgania całego układu i elektroniczny szum aparatury pomiarowej, zmierzone pole przemieszczenia na powierzchni nieobciążonej próbki nie jest zerowe. Dlatego pojawia się gradient przemieszczenia, którego wartość oczekiwana w przypadku nieobciążonej próbki wynosi zero. Szum szacowano poprzez obliczenie odchylenia standardowego gradientu przemieszczenia w danym pikselu dla wszystkich zarejestrowanych ramek. Na rysunku 4.7 pokazano uzyskany rozkład odchylenia standardowego H_{yy} na powierzchni próbki.



Rys. 4.7: Rozkład odchylenia standardowego H_{yy} na powierzchni próbki nieobciążonej.

4.3 Analiza mikrostruktury za pomocą metody EBSD

Jak już wspomniano, w pracy badano zmianę lokalnej struktury krystalicznej stali 310S podczas jej deformacji. W tym celu wyznaczono, za pomocą metody EBSD, rozkłady orientacji krystalograficznej na różnych etapach deformacji i dla różnych prędkości odkształcenia. W analizie EBSD informacja pochodzi z warstw przypowierzchniowych materiału na głębokości kilkudziesięciu nm. Dlatego próbki należy przygotować do badań w taki sposób, żeby zapewnić: ciągłość struktury krystalograficznej aż do powierzchni próbki, gładką powierzchnię bez wypukłości oraz brak zdeformowanej, tlenkowej lub napylonej warstwy wierzchniej. W niniejszej pracy powierzchnie próbek elektropolerowano w elektrolicie odpowiednim dla badanego materiału.

Badania orientacji krystalograficznej podczas deformacji wykonano dwoma sposobami. Każdy z nich ma swoje zalety i wady oraz umożliwia uzyskanie różnych informacji. Pierwszy sposób polegał na wykonywaniu map orientacji tego samego obszaru na powierzchni próbki na różnych etapach procesu deformacji. Najpierw całą część roboczą próbki poddano elektropolerowaniu, a na jej środku naniesiono za pomocą techniki FIB (*Focused Ion Beam*) markery wyznaczające wierzchołki analizowanego obszaru. Wykonano mapę orientacji tego obszaru w stanie odniesienia. Następnie, próbkę poddawano sekwencyjnemu rozciąganiu z odciążeniami w dwóch krokach. Dobrano takie wartości przemieszczenia, aby w pierwszym kroku znaleźć się pod koniec zakresu deformacji makroskopowo jednorodnej, a w drugim w zakresie lokalizacji odkształcenia plastycznego. Po każdym kroku obciążenie-odciążenie wykonywano mapę EBSD analizowanego obszaru (rys. 4.8).



Rys. 4.8: Metoda badania orientacji krystalograficznej tego samego obszaru próbki na różnych etapach deformacji. Po lewej: elektropolerowana powierzchnia próbki w stanie odniesienia z zaznaczonym obszarem wykonywania analizy EBSD. Po prawej: schemat sekwencyjnego rozciągania próbki z odciążeniami, po każdym kroku obciążenie-odciążenie wykonywano analizę EBSD.

Otrzymano w ten sposób sekwencję map orientacji dla: stanu odniesienia oraz dwóch etapów procesu deformacji. Ze względu na to, że nie elektropolerowano wybranego obszaru po jego deformacji, uzyskana informacja pochodziła od ziaren leżących na powierzchni próbki. W tym przypadku powierzchnia próbki nie jest płaska i nie można poprawnie wyznaczać odległości między punktami pomiarowymi. Z kolei zaletą takiego sposobu badań jest znajomość stanu odniesienia, ponieważ dzięki temu można analizować ewolucję orientacji krystalograficznej poszczególnych ziaren. Dlatego, pierwszy sposób badań zastosowano do wyznaczenia miary misorientacji nazywanej GROD (od ang. *Grain Reference Orientation Deviation*) dla wybranych ziaren. Parametr GROD charakteryzuje rozkład misorientacji w danym ziarnie w stosunku do średniej orientacji tego ziarna w stanie odniesienia. Ponadto, badano wpływ początkowej orientacji wybranych ziaren na obecność poszczególnych mechanizmów odkształcenia plastycznego w tych ziarnach.

Drugi rodzaj badań polegał na wykonywaniu map orientacji różnych obszarów o znanych wartościach odkształcenia plastycznego. W tym celu próbkę poddano jednoosiowemu rozciąganiu, które zatrzymano tuż przed zerwaniem. Następnie, na powierzchni tej próbki wyznaczono pole przemieszczenia (za pomocą metody DIC) i na jego podstawie obliczono pole ekwiwalentnego odkształcenia plastycznego $\overline{\epsilon}^p$. Zidentyfikowano obszary (rys. 4.9), odpowiadające różnym wartościom $\overline{\epsilon}^p$ i poddano je elektropolerowaniu. Dzięki temu uzyskano płaską powierzchnię do analizy EBSD i poprawnie wyznaczano odległości pomiędzy punktami pomiarowymi. Z drugiej strony, stan odniesienia dla wykonywanych map orientacji nie jest znany i nie można wyznaczać wielkości charakteryzujących zmiany orientacji krystalograficznej. Warto zauważyć, że w tym przypadku, inaczej niż w pierwszym sposobie badań, informacja pochodzi od ziaren spod przypowierzchniowej warstwy materiału, gdyż

elektropolerowanie tę warstwę usuwa. W drugim sposobie badań wyznaczano zmianę tekstury krystalograficznej podczas deformacji. Rozwój tekstury przedstawiono w postaci figur biegunowych {111} i {100} oraz przekrojów funkcji ODF przy $\phi_2 = 45^\circ$ (zgodnie z konwencją Bunge'a [61]). Charakterystyczne składowe tekstury deformacji zapisywano w notacji {*hkl*}(*uvw*), gdzie {*hkl*} - wskaźniki płaszczyzny krystalograficznej równoległej do powierzchni próbki oraz (*uvw*) - wskaźniki kierunku krystalograficznego równoległego do kierunku walcowania, zgodnego z kierunkiem rozciągania.



Rys. 4.9: Metoda badania orientacji krystalograficznej różnych obszarów próbki o znanym odkształceniu. Po lewej: schematyczna krzywa rozciągania próbki zatrzymanego tuż przed jej zerwaniem. Po prawej: pole $\overline{\epsilon}^p$ na powierzchni próbki z zaznaczonymi orientacyjnie obszarami, dla których wykonywano mapy EBSD.

Wszystkie pomiary orientacji krystalograficznej za pomocą metody EBSD zostały przeprowadzone samodzielnie przez autorkę pracy przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego Zeiss Crossbeam 350, stosując następujące parametry: apertura 60 μ m, napięcie przyspieszające elektrony 25 kV oraz dwa kroki analizy: 200 nm oraz 100 nm. Do obliczeń oraz wizualizacji wyników wykorzystano oprogramowanie ATEX [85].

5 Wyniki badań

5.1 Właściwości mechaniczne badanego materiału

Jak wspomniano w podrozdziale 3.1, wszystkie parametry materiałowe występujące w sprężysto-plastycznym modelu materiału wyznaczono eksperymentalnie w procesie jednoosiowego rozciągania. Przy założeniu izotropowości właściwości sprężystych badanej stali uzyskano następujące wartości modułu Younga i współczynnika Poissona: E = 190 MPa i v = 0,3. Wartości granicy plastyczności σ_0 dla różnych prędkości odkształcenia wyznaczono eksperymentalnie, podobnie jak w pracach [86, 87] na podstawie zależności zmiany temperatury ΔT rozciąganej próbki od naprężenia nominalnego σ . Na rysunku 5.1 przedstawiono zależność $\Delta T(\sigma)$ w początkowym etapie jednoosiowego rozciągania z prędkością $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$ s⁻¹.



Rys. 5.1: Zmiana temperatury próbki w funkcji naprężenia nominalnego podczas rozciągania badanej stali przy prędkości odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Zwykle przyjmuje się, że granica plastyczności jest równa wartości naprężenia odpowiadającej minimalnej temperaturze próbki, ponieważ łatwo jest odczytać minimum wyznaczonej eksperymentalnie funkcji $\Delta T(\sigma)$ (rys. 5.1). Jednakże wskaźnikiem początku deformacji plastycznej, czyli granicy plastyczności jest wartość naprężenia, przy której zależność $\Delta T(\sigma)$ przestaje być liniowa. Tę wartość granicy plastyczności przyjęto w modelu badanej stali. Wyznaczano ją na podstawie przekroczenia dwukrotnej wartości odchylenia standardowego od liniowej zależności $\Delta T(\sigma)$. Wpływ prędkości odkształcenia na naprężenie płynięcia wyznaczono na podstawie makroskopowych krzywych naprężenie-odkształcenie w zakresie prędkości odkształcenia: od 10^{-3} s⁻¹ do 10^0 s⁻¹ (rys. 5.2).



Rys. 5.2: Krzywe naprężenie-odkształcenie $\sigma(\varepsilon)$ uzyskane podczas jednoosiowego rozciągania stali 310S przy różnych prędkościach odkształcenia oraz zależność granicy plastyczności od prędkości odkształcenia (prawy dolny róg).

W zakresie deformacji makroskopowo jednorodnej, dla różnych prędkości odkształcenia, krzywe te jedynie nieznacznie różnią się nachyleniem, a wraz ze wzrostem prędkości odkształcenia obserwuje się wyższe wartości naprężenia płynięcia. Dlatego w mechanicznym modelu materiału założono, że prędkość odkształcenia wpływa na wartość granicy plastyczności σ_0 , ale nie wpływa na nachylenie krzywej $\sigma(\varepsilon)$. Naprężenie płynięcia można wyrazić następująco: $\sigma_v(\bar{\varepsilon}^p, \dot{\varepsilon}^p) = \sigma_0(\dot{\varepsilon}^p) + f_H(\bar{\varepsilon}^p)$, gdzie f_H - funkcja umocnienia. Uzyskane eksperymentalnie wartości σ_0 odpowiadające różnym prędkościom odkształcenia oraz wyznaczoną na ich podstawie funkcję $\sigma_0(\dot{\epsilon}^p)$ pokazano w prawym dolnym rogu rysunku 5.2. Funkcję umocnienia wyznaczono poprzez aproksymację eksperymentalnej krzywej $\sigma(\varepsilon)$ za pomocą zależności potęgowej $f_H = C(\bar{\varepsilon}^p)^n$, gdzie parametry C i *n* wynoszą odpowiednio: 1004,7865 MPa i 0,6117. Aby uwzględnić początkową anizotropię plastyczną badanej stali, wyznaczono parametry M, a_{BL}, h_{BL}, p występujące w funkcji płynięcia w równaniu 3.7. Sieć krystalograficzna badanej stali jest regularna ściennie centrowana (face centered cubic fcc), dlatego zgodnie z rekomendacją autorów pracy [88] przyjęto M = 8. Pozostałe parametry wyznaczono eksperymentalnie w oparciu o współczynniki Langforda (ang. *R-values*), uzyskane dla jednoosiowego rozciągania przeprowadzonego w trzech kierunkach. Trzy grupy próbek wycięto z blachy pod różnymi kątami (0°, 90° i 45°) w stosunku do kierunku walcowania i uzyskano odpowiednio parametry: R₀, R₉₀ i R₄₅. Wszystkie wyznaczone wartości parametrów

materiałowych stosowanych w metodzie wyznaczania powierzchniowego rozkładu naprężenia przedstawiono w tabeli 5.1.

Sprężyst	ość	Wzmocnienie izo	cnienie izotropowe			Anizotropia plastyczna			
E	v	С	п	М	a_{BL}	h_{BL}	р		
190 GPa	0,3	1004,7865 MPa	0,6117	8	1,08	0,98	0,93		

Tab. 5.1: Wyznaczone parametry mechaniczne badanego materiału.

Na rysunku 5.3 przedstawiono geometryczną interpretację warunku plastyczności dla PSN, czyli rzut powierzchni plastyczności na płaszczyznę znormalizowanych składowych naprężenia $(\frac{\sigma_{xx}}{\sigma_y}, \frac{\sigma_{yy}}{\sigma_y})$ dla $\sigma_{xy} = 0$.



Rys. 5.3: Kształt powierzchni plastyczności odpowiadającej anizotropowemu kryterium płynięcia Barlata-Liana (niebieska linia ciągła) oraz izotropowemu kryterium Hubera-von Misesa-Hencky'ego (szara linia przerywana).

Niebieska krzywa na rysunku 5.3 odpowiada anizotropowemu kryterium plastyczności Barlata-Liana i wyznaczonym wartościom występujących w nim parametrów (M = 8, $a_{BL} = 1,08$, $h_{BL} = 0,98$, p = 0,93). Dla porównania, szarą linią przerywaną przedstawiono kształt powierzchni plastyczności odpowiadającej izotropowemu kryterium Hubera-von Misesa-Hencky'ego (M = 2, $a_{BL} = h_{BL} = p = 1$). Jak widać, wartość wykładnika M wpływa na kształt powierzchni plastyczności. Ponadto, powierzchnia odpowiadająca anizotropowemu kryterium jest w nieznacznym stopniu wydłużona w kierunku $\frac{\sigma_{xx}}{\sigma_y}$. Jak wspomniano przy opisie figury biegunowej z rysunku 4.1, obserwowana tekstura krystalograficzna jest niewielka, co powoduje, że i anizotropia plastyczna badanego materiału jest stosunkowo niewielka.

5.2 Pola wielkości mechanicznych i termicznych w rozciąganych próbkach

Wszystkie prezentowane wyniki uzyskano podczas jednoosiowego rozciągania przy prędkościach odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ oraz $\dot{\varepsilon} = 10^{0} \text{ s}^{-1}$. Wymienionym prędkościom odkształcenia odpowiadały następujące czasy trwania procesu deformacji: 70 s, 6 s oraz 0,6 s.

5.2.1 Przemieszczenie i temperatura

Na rysunku 5.4 przedstawiono sekwencje pól składowych przemieszczenia u_x , u_y oraz temperatury T w wybranych chwilach procesu deformacji. Wartości makroskopowego odkształcenia ε , które odpowiadały tym chwilom czasu umieszczono w dolnej części rysunku.



Rys. 5.4: Wyznaczone eksperymentalnie pola składowych przemieszczenia u_x , u_y oraz temperatury *T* przy prędkościach odkształcenia: $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ oraz $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$.

W stanie początkowym temperatura próbek była równa temperaturze otoczenia (około 22°C). Maksymalne wartości temperatury przy prędkości odkształcenia: $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ oraz $\dot{\epsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$ są w przybliżeniu równe odpowiednio: 40°C, 95°C oraz 127°C. Jak oczekiwano, czas trwania procesu deformacji wpływa na uzyskane pola temperatury. Im dłużej trwał proces, tym pola temperatury są bardziej rozmyte. Wynika to z różnej mocy źródeł ciepła oraz przepływu ciepła z próbki do uchwytów maszyny wytrzymałościowej i jego wymiany między próbką a otoczeniem.

5.2.2 Pochodne przemieszczenia i naprężenie

Na rysunku 5.5 przedstawiono zależność zmiany lokalnej prędkości ekwiwalentnego odkształcenia plastycznego $\dot{\epsilon}^p$ wzdłuż pionowej osi symetrii próbki, od czasu deformacji. Tego typu zależność spotykana jest w literaturze pod nazwą wykresu przestrzenno-czasowego (ang. *spatio-temporal plot*). Na podstawie zależności z rys. 5.5 można określić początek lokalizacji odkształcenia plastycznego dla każdego z badanych procesów rozciągania.



Rys. 5.5: Zależności lokalnej prędkości ekwiwalentnego odkształcenia plastycznego $\dot{\epsilon}^p$ wzdłuż pionowej osi symetrii próbki, od czasu procesu (górny wiersz) oraz profile $\dot{\epsilon}^p$ dla trzech wybranych wartości makroskopowego odkształcenia ϵ (dolny wiersz) dla średnich prędkości odkształcenia: a) $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, b) $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ oraz c) $\dot{\epsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$.

Wartości $\dot{\epsilon}^p$ w zakresie deformacji makroskopowo jednorodnej dla każdego z badanych procesów rozciągania stanowią około 60% makroskopowej prędkości odkształcenia $\dot{\epsilon}$ obliczonej na podstawie prędkości przemieszczenia uchwytów maszyny wytrzymałościowej oraz geometrii próbki. Maksymalna wartość $\dot{\epsilon}^p$ we wszystkich trzech przypadkach jest około 4-5 razy większa od wartości $\dot{\epsilon}$. Lokalizacja odkształcenia plastycznego następuje wtedy, kiedy różne obszary roboczej części próbki odkształcają się z różnymi prędkościami. Początek makroskopowej lokalizacji odkształcenia plastycznego oszacowano na podstawie odchylenia standardowego wartości $\dot{\epsilon}^p$ wzdłuż pionowej osi próbki w kolejnych chwilach procesu deformacji. W początkowym etapie procesu, wartość odchylenia standardowego $\dot{\epsilon}^p$ wzdłuż badanego profilu jest stała (co odpowiada zakresowi deformacji makroskopowo jednorodnej), a następnie istotnie zwiększa się wraz z pojawieniem się lokalizacji odkształcenia. W pracy przyjęto, że dwukrotny wzrost wartości odchylenia standardowego $\dot{\epsilon}^p$ w stosunku do początkowej wartości, wyznacza początek makroskopowej lokalizacji odkształcenia. Oszacowane wartości odkształcenia makroskopowego, przy których rozpoczyna się lokalizacja wynoszą odpowiednio: $\epsilon = 0, 23$ – dla najwolniejszego z badanych procesów, $\epsilon = 0, 22$ – dla pośredniego procesu oraz $\epsilon = 0, 21$ – dla najszybszego z badanych procesów. W dolnym rzędzie rys. 5.5 pokazano profile $\dot{\epsilon}^p$ dla trzech wybranych wartości makroskopowego odkształcenia ϵ . Pierwsze dwie wartości $\epsilon = 0, 18$ i $\epsilon = 0, 35$ są takie same dla wszystkich procesów, a ostatnia wartość odpowiada największemu odkształceniu makroskopowemu w danym procesie (tuż przed zerwaniem próbki). Dla $\epsilon = 0, 18$ profil $\dot{\epsilon}^p$ jest stały dla wszystkich badanych procesów, czyli odpowiada deformacji makroskopowo jednorodnej. Z kolei dla $\epsilon = 0, 35$ dla każdego procesu obecna jest już lokalizacja odkształcenia plastycznego, przy czym dla najszybszego z badanych procesów jest ona najbardziej zaawansowana. Tuż przed zerwaniem próbki, odkształcenie plastyczne jest zlokalizowane w stosunkowo wąskim obszarze i tam też występują maksymalne wartości $\dot{\epsilon}^p$.

Na rysunku 5.6 przedstawiono sekwencje powierzchniowych rozkładów składowej gradientu przemieszczenia H_{yy} oraz składowej obrotu R_z . Prezentowana wielkość R_z wyraża wartość kąta obrotu wokół osi *z* (prostopadłej do powierzchni próbki).



Rys. 5.6: Sekwencje pól składowej gradientu przemieszczenia H_{yy} , składowej obrotu R_z oraz składowych naprężenia σ_{yy} i σ_{xy} przy prędkości odkształcenia: $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ oraz $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$.

W dwóch dolnych rzędach na rysunku 5.6 pokazano, wyznaczone za pomocą metody opisanej w podrozdziale 3.1, pola dwóch wybranych składowych naprężenia: wzdłużnej σ_{yy} oraz ścinającej σ_{xy} . Okazało się, że nie ma znaczących różnic pomiędzy polami naprężenia uzyskanymi dla różnych prędkości odkształcenia, innymi słowy: wpływ prędkości odkształcenia na odpowiedź mechaniczną materiału jest niewielki. Warto zwrócić uwagę na to, że powierzchniowy rozkład składowej ścinającej naprężenia σ_{xy} jest jakościowo zbliżony do rozkładu składowej obrotu R_z .

Na podstawie wyznaczonego pola naprężenia, obliczono średnie wartości naprężenia w kilku przekrojach próbki, a następnie siły rozciągające działające na te przekroje w każdej chwili procesu rozciągania. Uśrednianie naprężenia prowadzono na konfiguracji odniesienia, dlatego tensor naprężenia Cauchy'ego przekształcono do postaci tensora naprężenia nominalnego Σ (obowiązującego na konfiguracji odniesienia), zgodnie z następującą zależnością:

$$\boldsymbol{\Sigma} = J \mathbf{F}^{-1} \boldsymbol{\sigma}, \tag{5.1}$$

gdzie $J = \det \mathbf{F}$ - jakobian przekształcenia.



Rys. 5.7: Porównanie zależności makroskopowej siły rozciągającej od czasu deformacji, działającej na wybrane przekroje próbki (w obszarze lokalizacji – wykresy koloru czerwonego i poza nim koloru niebieskiego) wyznaczonych za pomocą opracowanej metody przy założeniu izotropowego kryterium HMH (okręgi) i anizotropowego kryterium Barlata (pełne kółka) z tego typu zależnością zmierzoną w eksperymencie przy różnych prędkościach odkształcenia. Makroskopową siłę rozciągającą *P* obliczono na podstawie zależności: $P = \langle \Sigma_{yy} \rangle A_0$, gdzie Σ_{yy} - składowa średniego naprężenia nominalnego w kierunku rozciągania, a A_0 - początkowe pole przekroju roboczej części próbki. Otrzymaną zależność siły *P* od czasu deformacji porównano z tego typu zależnością wyznaczoną za pomocą siłomierza maszyny wytrzymałościowej. Na rysunku 5.7 przedstawiono porównanie uzyskanych zależności siły od czasu dla dwóch wybranych przekrojów poprzecznych próbki: w obszarze lokalizacji odkształcenia oraz poza tym obszarem. Na tym samym rysunku pokazano zależność makroskopowej siły rozciągającej od czasu procesu deformacji dla kryterium Hubera-von Misesa-Hencky'ego (HMH). Jak widać na rysunku 5.7a-c, wartości siły obliczone na podstawie kryterium Barlata mają lepszą zgodność z eksperymentem. Obserwuje się to dla wszystkich prędkości odkształcenia i dla obydwu zakresów deformacji. Uzyskane wyniki pokazują, że nawet dla materiału o niewielkiej anizotropii, zastosowanie modelu uwzględniającego ją daje znacząco lepsze rezultaty.

5.2.3 Pochodna materialna temperatury

Na podstawie pól temperatury zmierzonych na powierzchni rozciąganych próbek oraz opracowanej procedury wyznaczania ROI podlegającego deformacji, uzyskano pola T, ∇T , ΔT oraz $\frac{\partial T}{\partial t}$ na powierzchni roboczej części próbki we współrzędnych przestrzennych. Następnie, wymienione wielkości interpolowano i transformowano do układu współrzędnych, w którym wyznaczano pole przemieszczenia [51]. W rezultacie wszystkie pola zarówno wielkości mechanicznych, jak i termicznych otrzymano w tym samym układzie współrzędnych, w opisie materialnym. Na rysunku 5.8 pokazano sekwencje pól $\frac{\partial T}{\partial t}$, $\nabla_x T$, $\nabla_y T$, v_x oraz v_y , będących składnikami pochodnej materialnej temperatury \dot{T} . Wzrost prędkości odkształcenia powoduje zwiększenie mocy źródeł ciepła w materiale odkształcanym plastycznie. Dlatego, przedstawione pola zależą od prędkości odkształcenia. W przypadku nieadiabatycznego procesu deformacji, przewodzenie ciepła w próbce ma wpływ na powierzchniowe rozkłady składowych gradientu temperatury oraz pochodnej temperatury względem czasu. Natomiast, nie zaobserwowano istotnych różnic pomiędzy powierzchniowymi rozkładami v_x i v_y dla różnych prędkości odkształcenia, ponieważ pola wielkości mechanicznych nie zależą od przewodzenia ciepła. Jednakże można zauważyć, że pola v_x i v_y dla $\varepsilon = 0.43$ są bardziej rozmyte w przypadku najmniejszej prędkości odkształcenia, co świadczy o tym, że lokalizacja odkształcenia plastycznego rozpoczyna się najpóźniej w przypadku najmniejszej z rozpatrywanych prędkości odkształcenia. Porównując powierzchniowe rozkłady wielkości termicznych, można stwierdzić, że w przypadku największej prędkości odkształcenia $(\dot{\epsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1})$ warunki procesu sa bliskie adiabatycznym. Natomiast wraz ze spadkiem prędkości odkształcenia (wydłużeniem czasu trwania procesu deformacji) następuje stopniowe przejście w stronę warunków izotermicznych, czyli wzrasta udział przewodzenia ciepła w próbce i wymiany ciepła z otoczeniem. Jak można się było spodziewać w przypadku jednoosiowego rozciągania, wartości $\nabla_x T$ są znacznie niższe od wartości $\nabla_y T$ (w kierunku

rozciągania). Ponadto, przez większą część procesu deformacji wartości $\nabla_x T$ są bliskie zeru. Znaczące wartości $\nabla_x T$ osiąga w obszarze lokalizacji odkształcenia plastycznego pod koniec procesu deformacji. Pochodna cząstkowa temperatury względem czasu $\frac{\partial T}{\partial t}$ wykazuje duże różnice pomiędzy jej maksymalnymi wartościami dla różnych prędkości odkształcenia: od $0,2 \,^{\circ}$ C/s dla $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \,^{s-1}$ do 850 $^{\circ}$ C/s dla $\dot{\varepsilon} = 10^{0} \,^{s-1}$. Te różnice są rezultatem wzrostu mocy źródeł ciepła wraz ze wzrostem prędkości odkształcenia $\dot{\varepsilon}$.



Rys. 5.8: Sekwencje pól: $\frac{\partial T}{\partial t}$, $\nabla_x T$, $\nabla_y T$, v_x oraz v_y na powierzchni próbki odkształcanej z różnymi prędkościami.

Opracowana metodyka umożliwia wyznaczenie powierzchniowego rozkładu pochodnej materialnej temperatury \dot{T} , podczas gdy w literaturze do tej pory często można było spotkać operowanie pochodną cząstkową temperatury względem czasu $\frac{\partial T}{\partial t}$. Pole $\frac{\partial T}{\partial t}$ można wyznaczyć na podstawie zależności pola temperatury od czasu deformacji, natomiast wyznaczenie \dot{T} wymaga znajomości pola przemieszczenia skorelowanego z polem temperatury. Na rysunku 5.9 przedstawiono wykresy przestrzenno-czasowe uzyskane dla $\frac{\partial T}{\partial t}$ i \dot{T} dla różnych, zadanych prędkości odkształcenia. Pokazują one jak w zależności od czasu trwania procesu rozciągania, zmieniają się wartości $\frac{\partial T}{\partial t}$ i \dot{T} wzdłuż pionowej osi symetrii próbki. Ponadto, w ostatniej kolumnie na rysunku 5.9 pokazano profile $\frac{\partial T}{\partial t}$ i \dot{T} tuż przed zerwaniem próbki.


Rys. 5.9: Wykresy przestrzenno-czasowe $\frac{\partial T}{\partial t}$ i \dot{T} dla prędkości odkształcenia: a) $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, b) $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ oraz c) $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$.

Jak wspomniano, \dot{T} w przeciwieństwie do $\frac{\partial T}{\partial t}$ uwzględnia zmianę położenia próbki na skutek deformacji. Jak widać, profil $\frac{\partial T}{\partial t}$ jest zaburzony przez sposób przyłożenia obciążenia. W przypadku, gdy górna szczęka maszyny wytrzymałościowej się przesuwa, zaś dolna pozostaje nieruchoma, wartości \dot{T} i $\frac{\partial T}{\partial t}$ w przybliżeniu są sobie równe w dolnej części próbki, ale począwszy od środka próbki zauważalnie się różnią. Ta różnica jest równa wartości członu $\nabla T \cdot \mathbf{v}$, którego znaczenie istotnie się zwiększa w zakresie lokalizacji odkształcenia plastycznego.

5.2.4 Źródła ciepła

Na podstawie wyznaczonych pól pochodnej materialnej temperatury \dot{T} oraz laplasjanu temperatury ΔT uzyskano pola wszystkich członów równania przewodzenia ciepła 3.14. Na rysunku 5.10 przedstawiono pola tych członów: $\rho c \dot{T}$ – związanego ze wzrostem temperatury próbki, $k\Delta T$ – związanego z przewodzeniem ciepła oraz \dot{q}_V – gęstości mocy źródeł ciepła dla kilku wartości odkształcenia makroskopowego i dla różnych prędkości odkształcenia.



Rys. 5.10: Sekwencje pól $\rho c \dot{T}$, $k\Delta T$ i \dot{q}_V na powierzchni próbki odkształcanej z prędkościami: $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ oraz $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$.

Wszystkie wielkości pokazane na rys. 5.10 mają wymiar gęstości mocy [W/mm³]; ich wartości zależą od prędkości deformacji. Największą zależność od prędkości odkształcenia wykazuje człon $\rho c \dot{T}$. Człon związany z przewodzeniem ciepła zawiera laplasjan temperatury, który, przy założeniu stałej temperatury po grubości próbki, reprezentuje rozpływ ciepła na jej powierzchni. Ujemna wartość ΔT oznacza, że strumień ciepła jest skierowany na zewnątrz danego obszaru. W zakresie deformacji makroskopowo jednorodnej rozkład ΔT również jest jednorodny (5.10) zawierający niewielkie fluktuacje w pobliżu zerowej wartości. Podczas lokalizacji odkształcenia plastycznego, w jego obszarze, wartości $k\Delta T$ gwałtownie spadaja poniżej zera, a w pozostałych obszarach są bliskie zeru lub dodatnie. Dlatego, w odróżnieniu od niejednorodnego rozkładu temperatury, niejednorodny rozkład laplasjanu temperatury jest lepszym termicznym wskaźnikiem lokalizacji odkształcenia plastycznego. Wynika to z faktu, że drugi gradient temperatury nie jest wrażliwy na liniową zmianę temperatury wywołaną wymianą ciepła pomiędzy próbką, a szczękami maszyny, jak ma to miejsce w przypadku samego rozkładu temperatury. Człon opisujący moc źródeł ciepła \dot{q}_V wraz ze wzrostem prędkości odkształcenia o rząd wielkości, również wzrasta o rząd wielkości. Wartości $\rho c T$ i $k\Delta T$ są składnikami mocy źródeł ciepła \dot{q}_V . Względne udziały tych składników zależą od prędkości odkształcenia. Na rysunku 5.11 przedstawiono zmiany wartości członów $\rho c \dot{T}$ i $k\Delta T$

w wybranych punktach zaznaczonych na polu \dot{q}_V (punkt P_{max} to punkt, w którym moc źródeł ciepła osiąga wartość maksymalną).



Rys. 5.11: Zależności $\rho c \dot{T}$ i $k\Delta T$ od czasu procesu rozciągania w kilku przykładowych punktach (zaznaczonych na polu \dot{q}_V), dla prędkości odkształcenia: a) $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, b) $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ i c) $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$.

Proporcje pomiędzy wartościami $\rho c \dot{T}$ i $k\Delta T$ zmieniają się podczas procesu deformacji (rys. 5.11). Przy prędkości odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ całkowity wzrost wartości temperatury próbki w procesie wynosi maksymalnie 20°C i jest osiągany w ciągu ok. 70 s. Dlatego wartości \dot{T} , a więc wartości $\rho c \dot{T}$ są stosunkowo małe i przeważają wartości $k\Delta T$ związane z przewodzeniem ciepła. Odwrotna sytuacja ma miejsce podczas najszybszego z badanych procesów rozciągania ($\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$). W tym procesie wzrost temperatury próbki w ciągu 0,6 s osiąga około 100°C. Podczas rozciągania próbek z prędkością odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$, wartości obydwu członów są porównywalne. Aby sprawdzić, czy można któryś z badanych procesów uznać za adiabatyczny lub izotermiczny i w związku z tym uprościć równanie przewodzenia ciepła, obliczono i wyrażono w procentach wartości $\rho c \dot{T}$ i $k\Delta T$ w stosunku do \dot{q}_V . W niniejszej pracy przyjęto, że dany człon można pominąć, jeżeli jego wartość w stosunku do \dot{q}_V , a dla $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$ człon $k\Delta T$ stanowi około 16% całkowitej wartości \dot{q}_V . W rozważanym zakresie prędkości odkształcenia, wartości obydwu członów przekraczają 1% wartości \dot{q}_V , zatem żadnego z rozpatrywanych członów równania przewodzenia ciepła nie można pominąć.

Na rysunku 5.12 pokazano zależności poszczególnych składników źródeł ciepła (wyrażonych w J/g) od czasu procesu rozciągania dla kilku przykładowych punktów na powierzchni próbki. Energię dyssypowaną w postaci ciepła q_d wyznaczono zgodnie z równaniem 3.22.



Rys. 5.12: Zależności q_d , q_{conv} , q_{th} i q_{rad} od czasu procesu rozciągania w kilku przykładowych punktach (zaznaczonych na polu q_V) dla prędkości odkształcenia: a) $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, b) $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ i c) $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$.

Zgodnie z oczekiwaniem, w procesie deformacji plastycznej energia dyssypowana w postaci ciepła q_d jest dominującym składnikiem źródeł ciepła. Powierzchniowe rozkłady q_d zależą od prędkości odkształcenia, jednak maksymalne wartości q_d są zbliżone dla wszystkich prędkości odkształcenia. Tuż przed zerwaniem próbki, dla $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$ s⁻¹ i $\dot{\varepsilon} = 10^{-1}$ s⁻¹ obszary o maksymalnej wartości q_d (punkt P_{max} na rys. 5.12) występują w bocznych obszarach szyjki, podczas gdy dla $\dot{\varepsilon} = 10^0$ s⁻¹ – w jej centralnej części.

W zakresie deformacji makroskopowo jednorodnej energia efektu piezokalorycznego q_{th} , traktowana jako ujemne źródło ciepła, we wszystkich punktach na próbce ma jednakową wartość. Po rozpoczęciu lokalizacji odkształcenia plastycznego wartości q_{th} w różnych punktach badanej stali są różne, ponieważ w tym zakresie pole naprężenia nie jest jednorodne. Stosunek q_{th} do q_d jest największy tuż po rozpoczęciu plastycznego płynięcia, następnie maleje ze względu na rosnące, w wyniku deformacji plastycznej, wartości q_d i tuż przed zerwaniem próbki stanowi około 3%. Jak już wspomniano, makroskopowe krzywe $\sigma(\varepsilon)$ w niewielkim stopniu zależą od prędkości odkształcenia, toteż wartości q_{th} nie wykazują istotnej zależności od prędkości odkształcenia.

Kolejnym ujemnym źródłem ciepła jest ciepło tracone przez deformowaną próbkę do otoczenia w wyniku konwekcji q_{conv} . Jego wartość zależy od czasu trwania procesu deformacji

i od różnicy temperatury próbki i otoczenia. W rozpatrywanych procesach te dwa czynniki działają przeciwstawnie, gdyż zmniejszenie prędkości odkształcenia (czyli wydłużenie czasu trwania procesu) skutkuje zmniejszeniem wzrostu temperatury próbki. W badanych procesach rozciągania q_{conv} osiąga największe wartości podczas najwolniejszego z nich, mimo że maksymalna różnica temperatury między próbką i otoczeniem wynosiła zaledwie 20 °C. Jak wiadomo, konwekcja swobodna potrzebuje czasu by się rozwinąć, a czas trwania rozciągania ze stosunkowo małą prędkością zapewnia tę możliwość. Dlatego wartości q_{conv} nie można pominąć w analizie procesów rozciągania z prędkościami $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ i $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$. Natomiast, przy analizie procesu rozciągania z prędkością $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$ wartości q_{conv} są na tyle małe, że składnik ten może być pominięty. Jak już wspomniano (patrz podrozdział 3.2.2), współczynnik przejmowania ciepła w warunkach konwekcji swobodnej h przyjęto stały dla całej roboczej części próbki. Obliczono go dla maksymalnej wartości temperatury osiąganej przez próbkę podczas jej rozciągania. Ze względu na to, dla punktów leżących poza obszarem lokalizacji deformacji plastycznej, oszacowano górną wartość współczynnika h. Sprawdzono, o ile zmieniłaby się wartość h, gdyby przyjęto dolną wartość współczynnika h oszacowaną na podstawie minimalnej temperatury próbki. Dla każdego z badanych procesów rozciągania wyznaczono tę zmianę jako $q_{conv}(T_{max})/q_{conv}(T_{min}) = h(T_{max})/h(T_{min}) = \eta$, a uzyskane wyniki oszacowania górnych i dolnych wartości h oraz wartości η dla ostatniej chwili procesu rozciągania przedstawiono w tabeli 5.2.

Tab. 5.2: Porównanie wyników oszacowania górnej i dolnej wartości współczynnikaprzejmowania ciepła h.

$\dot{\varepsilon}$ [s ⁻¹]	T_{max} [°C]	T_{min} [°C]	$h(T_{max})$ [W/(m ² K)]	$h(T_{min})$ [W/(m ² K)]	η [-]
10 ⁻²	40	30,6	11,9	10,5	1,1
10^{-1}	95,2	46	15,9	12,5	1,3
10 ⁻⁰	127,3	49,7	17,5	12,8	1,4

Jeżeli temperatura danego ciała jest wyższa niż 0 K, jego powierzchnia emituje promieniowanie elektromagnetyczne, co może powodować spadek temperatury tego ciała. Energię tego promieniowania można traktować jako ujemną wartość kolejnego źródła ciepła. Jednakże, obliczenia wykazały, że dla wartości temperatury osiąganych w rozpatrywanych procesach, energia promieniowania emitowanego przez powierzchnię deformowanej próbki jest pomijalnie mała w porównaniu z energią wydzielaną w postaci ciepła (nie przekracza 0,0002% wartości q_d) podczas deformacji plastycznej rozciąganych próbek.

5.2.5 Praca odkształcenia plastycznego i energia dyssypowana w postaci ciepła

Na rysunku 5.13 przedstawiono sekwencje pól energii dyssypowanej w postaci ciepła q_d oraz pracy odkształcenia plastycznego w_p .



Rys. 5.13: Sekwencje pól q_d i w_p na powierzchni próbek rozciąganych przy różnych prędkościach odkształcenia.

Dla wszystkich prędkości odkształcenia maksymalne wartości energii wydzielanej w postaci ciepła q_d są mniejsze od maksymalnych wartości pracy odkształcenia plastycznego w_p . Taki wynik sugeruje, że zaproponowana metodyka może być z powodzeniem stosowana dla procesów o różnym udziale członów równania przewodzenia ciepła oraz różnym wpływie poszczególnych mechanizmów wymiany ciepła z otoczeniem. Różnica w_p i q_d stanowi energię es zmagazynowaną w materiale. Rozkłady pracy odkształcenia plastycznego wp na powierzchni próbki podczas jej rozciągania z różnymi prędkościami są podobne oraz maksymalna wartość w_p występuje w środku obszaru lokalizacji odkształcenia plastycznego. Natomiast, powierzchniowy rozkład energii wydzielanej w postaci ciepła q_d wykazuje zależność od prędkości odkształcenia i jedynie dla prędkości odkształcenia $\dot{\epsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$ maksymalne wartości q_d i w_p na końcu procesu deformacji występują w tym samym miejscu. Dla pozostałych badanych prędkości odkształcenia, maksymalne wartości q_d obserwuje się do pewnego momentu deformacji w środku próbki, a następnie blisko jej bocznych krawędzi. Podobny efekt występuje we wszystkich polach obliczonych na podstawie pola temperatury i jest wyraźniejszy w przypadku wielkości wyznaczanych dla danej chwili procesu, m.in. \dot{q}_V (rys. 5.10). Przyczyną tego jest prawdopodobnie ciągliwe pękanie materiału, któremu towarzyszy inicjacja i rozwój uszkodzenia w postaci pustek w środkowej części obszaru lokalizacji odkształcenia plastycznego. Dalszy rozwój i koalescencja tych pustek prowadzą do powstania lokalnego pęknięcia, w obszarze którego nie ma już generacji ciepła. W górnej części rysunku 5.14 pokazano pola przyrostu ekwiwalentnego odkształcenia plastycznego $\Delta \bar{\varepsilon}^p$ oraz przyrostu energii dyssypowanej w postaci ciepła Δq_d w obszarze lokalizacji odkształcenia plastycznego wyznaczone tuż przed końcem procesu deformacji, a w dolnej części rysunku 5.14, zmianę wartości $\Delta \bar{\epsilon}^p$ i Δq_d w czasie dla punktu znajdującego się w środku tego obszaru. Przyrosty $\Delta \bar{\epsilon}^p$ i Δq_d wyznaczono dla równych interwałów czasowych na podstawie zależności odpowiednio: $\bar{\varepsilon}^p$ i q_d od czasu deformacji.



Rys. 5.14: Pola $\Delta \bar{\epsilon}^p$ i Δq_d w obszarze lokalizacji odkształcenia plastycznego wyznaczone tuż przed zerwaniem próbki oraz zależności $\Delta \bar{\epsilon}^p$ i Δq_d od czasu deformacji w punkcie w środku tego obszaru dla prędkości odkształcenia: a) $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, b) $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ i c) $\dot{\epsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$.

Dla najniższej z badanych prędkości odkształcenia maksymalne wartości $\Delta \bar{\varepsilon}^p$ występują w środku obszaru lokalizacji odkształcenia plastycznego, a wartości Δq_d są tam wyraźnie niższe niż na bokach tego obszaru. Ponadto, $\Delta \bar{\varepsilon}^p$ w analizowanym punkcie rośnie podczas deformacji w całym jej zakresie, podczas gdy wartości Δq_d osiągają maksimum kilka chwil przed końcem tego procesu, a następnie maleją. Ten moment, w którym wartość Δq_d jest maksymalna odpowiada powstaniu lokalnego pęknięcia. Potem wartość Δq_d maleje, ponieważ lokalnie deformacja plastyczna zanika. Obecność takiego pęknięcia potwierdzono podczas obserwacji SEM próbki, której rozciąganie zatrzymano tuż przed zerwaniem. Na obrazie SEM (rys. 5.14a) widoczne jest pęknięcie w środkowej części próbki. Pęknięcie powstaje wtedy, gdy materiał lokalnie traci zdolność do przenoszenia obciążeń. Natomiast boki próbki rozciągają się dłużej niż jej środek i pod koniec procesu rozciągania, w nich występują największe wartości Δq_d . W przypadku prędkości odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ przed końcem procesu deformacji, maksimum Δq_d nie występuje (rys. 5.14b), natomiast, tempo wzrostu Δq_d nieco maleje. Podobnie jak dla najniższej z badanych prędkości, maksymalne wartości $\Delta \bar{\epsilon}^p$ występują w środku obszaru lokalizacji odkształcenia plastycznego, a wartości Δq_d są tam niższe niż na bokach tego obszaru. Rozbieżności pomiędzy Δq_d i $\Delta \bar{\epsilon}^p$ wskazują na to, że od pewnego momentu wartości $\Delta \bar{\epsilon}^p$ są zawyżone. Dla najwyższej prędkości odkształcenia $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ (rys. 5.14c) zarówno Δq_d , jak i $\Delta \bar{\epsilon}^p$ rosną w analizowanym punkcie aż do zerwania próbki, a maksymalne wartości, w obu przypadkach, występują w środku obszaru lokalizacji odkształcenia plastycznego.

W pracy zobrazowano powierzchnie pękania zarówno w makro-, jak i mikroskali dla różnych prędkości odkształcenia, aby porównać ich kształt oraz charakter pękania. Na rysunku 5.15 przedstawiono obrazy SEM całych powierzchni pękania wykonane z dwóch stron: z góry i od boku.



Rys. 5.15: Makroskopowe powierzchnie pękania pokazane z góry i od boku dla prędkości odkształcenia: a) $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, b) $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ oraz c) $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$.

Dla najmniejszej prędkości odkształcenia (rys. 5.15a) widać, że boki próbki zostały bardziej rozciągnięte, niż jej środkowa część. Z kolei dla największej prędkości odkształcenia widać (rys. 5.15c), że zerwanie próbki nastąpiło jednocześnie w całym jej przekroju. Patrząc na przełomy z góry można dostrzec, że dla najmniejszej prędkości odkształcenia pękanie przebiegało stopniowo, w sposób ciągliwy. Natomiast dla największej prędkości odkształcenia obserwuje się cechy przełomu kruchego, wynikającego z nagłego pęknięcia próbki. Z kolei na rysunku 5.16 pokazano powierzchnie pękania w skali, mikroskopowej przy dwóch różnych powiększeniach (2.5 kx oraz 5 kx).



Rys. 5.16: Powierzchnie pękania przy powiększeniu 2.5 kx (dolny rząd) oraz 5 kx (górny rząd) dla prędkości odkształcenia: a) $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, b) $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ oraz c) $\dot{\varepsilon} = 10^{0} \text{ s}^{-1}$.

Zgodnie z wcześniejszymi spostrzeżeniami, udział pękania ciągliwego jest największy dla najmniejszej prędkości odkształcenia. Świadczą o tym liczne charakterystyczne dołki, będące pozostałościami pustek powstałych podczas deformacji plastycznej. Dla pośredniej prędkości odkształcenia, powierzchnie pękania uzyskane zarówno w makro-, jak i w mikroskali

mają mieszany charakter, o przeważającym udziale cech charakterystycznych dla pękania ciągliwego. Z kolei dla największej prędkości odkształcenia znaczną część przełomu stanowią płaskie łupliwe powierzchnie. Jednakże, przełom ten nie jest w pełni kruchy, jako że badany materiał jest ciągliwy, tzn. ma stosunkowo duży zakres odkształcenia plastycznego.

5.2.6 Energia zmagazynowana i zdolność magazynowania energii

Mając wyznaczone zależności w_p i q_d od czasu deformacji, wyznaczono przyrost energii zmagazynowanej Δe_s jako $\Delta e_s = \Delta w_p - \Delta q_d$ oraz zdolność magazynowania energii Z jako $Z = 1 - \frac{\Delta q_d}{\Delta w_p}$. Na rysunku 5.17 przedstawiono zależności Z od ekwiwalentnego odkształcenia plastycznego dla dwóch punktów: w obszarze lokalizacji odkształcenia plastycznego i poza nim. Dla najmniejszej z badanych prędkości odkształcenia zaobserwowano większy rozrzut wartości Z niż dla pozostałych prędkości odkształcenia. Wynika to z dużo mniejszego stosunku wartości mierzonej do szumu. Uzyskane wartości gęstości mocy źródeł ciepła dla $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$ s⁻¹ są około sto razy mniejsze od wartości uzyskanych dla $\dot{\varepsilon} = 10^0$ s⁻¹.



Rys. 5.17: Zależności zdolności magazynowania energii Z od ekwiwalentnego odkształcenia plastycznego dla punktu w obszarze lokalizacji odkształcenia (wypełnione kółka) oraz dla punktu poza nim (puste kółka) dla różnych zadanych prędkości odkształcenia. Ponadto, na rys. a), b) i c) zaznaczono punkty na krzywych $\sigma(\varepsilon)$, dla których spełnione jest kryterium Considére'a.

W obu punktach podczas wszystkich badanych procesów rozciągania, wartości Z są wysokie na początku deformacji plastycznej (zawierają się w zakresie 0,4-0,6), a następnie

spadają do poziomu około 0,15. Ten spadek jest makroskopowym efektem powstawania układów dyslokacyjnych o coraz niższej energii przypadającej na jednostkę długości linii dyslokacyjnej, zgodnie z teorią LEDS [31]. Nie zaobserwowano natomiast wzrostu Z w początkowym stadium deformacji, jak pokazano w pracy [17].

Dla prędkości odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$ tuż przed końcem procesu Z gwałtownie spada aż do ujemnych wartości. Oznacza to, że materiał lokalnie traci zdolność do magazynowania energii jeszcze przed zerwaniem próbki. Uzyskany wynik jest spójny z rezultatami prac [17, 18]. Ujemna wartość Z oznacza, że dla danego przyrostu odkształcenia plastycznego wartość energii rozpraszanej w postaci ciepła jest większa od wartości pracy odkształcenia plastycznego. Jest to możliwe jedynie wtedy, gdy część energii zmagazynowanej na wcześniejszym etapie deformacji zostanie uwolniona. Kiedy Z spada do zera, materiał traci zdolność do magazynowania energii. Odtąd pomimo dostarczania energii, energia wewnętrzna próbki maleje prowadząc do zerwania próbki. W pracy [17] zaproponowano, żeby warunek Z = 0stanowił energetyczne kryterium niestabilności plastycznej.

Na rys. 5.17 zaznaczono punkt na krzywej naprężenie-odkształcenie, dla którego spełnione jest kryterium Considére'a. Wraz ze wzrostem prędkości odkształcenia punkt ten przesuwa się nieznacznie w stronę mniejszych wartości odkształcenia. Dla $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$ (rys. 5.17c) oba kryteria są spełnione dla zbliżonej wartości odkształcenia.

Dla najmniejszej i pośredniej z badanych prędkości odkształcenia (rys. 5.17a, b) pokazano zależność Z od czasu w punkcie leżącym w obszarze lokalizacji odkształcenia plastycznego tylko do pewnego momentu w procesie (odpowiadającego początkowi lokalizacji), kiedy wartości Z są ustalone na poziomie około 0,15. Na dalszym etapie deformacji nie wyznaczano Z, gdyż wpływ uszkodzenia plastycznego dla tych dwóch prędkości odkształcenia skutkował przeszacowanymi wartościami pracy odkształcenia plastycznego w_p w obszarze, w którym występuje to uszkodzenie.

Na rysunku 5.18 pokazano ewolucję powierzchniowych rozkładów przyrostów energii dyssypowanej w postaci ciepła Δq_d , pracy odkształcenia plastycznego Δw_p oraz wyznaczone na ich podstawie przyrosty energii zmagazynowanej Δe_s , dla prędkości odkształcenia $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$. Widać, że tuż przed zerwaniem próbki, pole Δq_d jest bardziej zlokalizowane oraz osiąga wyższe wartości, niż pole Δw_p . Z kolei otrzymane pole Δe_s jest jednorodne przez większość czasu trwania procesu deformacji, a tuż przed zerwaniem próbki staje się wyraźnie zlokalizowane. Na rozkładzie Δe_s odpowiadającym $\varepsilon^p = 0,44$ wyróżnia się obszar, w którym wartości Δe_s są ujemne, czyli wartości Δq_d są wyższe niż wartości Δw_p . Oznacza to, że w końcowej fazie procesu deformacji, lokalnie następuje uwalnianie części energii zmagazynowanej w materiale w poprzednich etapach odkształcenia. Szarym kolorem zaznaczono fragmenty roboczej części próbki, leżące poza obszarem lokalizacji, w których próbka przestaje odkształcać się plastycznie.



Rys. 5.18: Rozkłady Δq_d , Δw_p oraz Δe_s na powierzchni próbki rozciąganej z prędkością $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$, dla wybranych wartości średniego odkształcenia plastycznego.



Rys. 5.19: Rozkłady zdolności magazynowania energii Z na powierzchni próbki rozciąganej z prędkością $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$, dla wybranych wartości średniego odkształcenia plastycznego.

Na rysunku 5.19 pokazano rozkłady zdolności magazynowania energii Z dla tych samych wartości średniego odkształcenia plastycznego, jak na rysunku 5.18. Rozkłady Z dla wartości średniego odkształcenia plastycznego $\varepsilon = 0,02$ i $\varepsilon^p = 0,2$ są jednorodne, odpowiadają deformacji makroskopowo jednorodnej. Dla $\varepsilon^p = 0,02$ wartości Z są wysokie, wynoszą około 0.4. Następnie, jak już wspomniano, wartości Z spadają wraz ze wzrostem odkształcenia i dla $\varepsilon^p = 0,2$ wynoszą około 0,1-0,15. Dwa kolejne rozkłady Z, dla $\varepsilon^p = 0,35$ i $\varepsilon^p = 0,44$

odpowiadają zakresowi lokalizacji odkształcenia plastycznego, dlatego wartości Z obliczono jedynie dla obszaru tej lokalizacji. Na ostatniej mapie, uzyskanej tuż przed zerwaniem próbki, zaznaczono białym konturem granicę obszaru, w którym zdolność magazynowania energii $Z \le 0$.

5.3 Ewolucja mikrostruktury badanego materiału w procesie deformacji

W pracy analizowano mikrostrukturę stali 310S w procesie jednoosiowego rozciągania z punktu widzenia obrotów sieci krystalicznej oraz rozwoju tekstury krystalograficznej. Rozkłady orientacji krystalograficznej na powierzchni deformowanych próbek wyznaczano za pomocą metody EBSD.

5.3.1 Analiza EBSD tego samego obszaru

Na rysunku 5.20 przedstawiono w trzech rzędach sekwencje map orientacji tego samego obszaru na różnych etapach procesu deformacji (patrz podrozdział 4.3) dla próbek rozciąganych przy prędkościach odkształcenia kolejno (od góry): $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1} \text{ i } \dot{\varepsilon} = 10^{0} \text{ s}^{-1}$. Wszystkie mapy orientacji wykonywano na płaszczyźnie RD-TD, a następnie transformowano je na płaszczyznę TD-ND (gdzie *rolling direction* RD – kierunek walcowania, *transverse direction* TD – kierunek poprzeczny, *normal direction* ND – kierunek normalny), aby zidentyfikować jak poszczególne ziarna są zorientowane względem kierunku rozciągania, który był równoległy do RD. W kolumnach (od lewej) pokazano mapy orientacji wykonane z krokiem 200 nm, odpowiednio dla: stanu odniesienia, deformacji makroskopowo jednorodnej oraz lokalizacji odkształcenia plastycznego. Podobnie jak krzywe rozciągania (rys. 5.2) badanej stali, tak i rozkłady orientacji krystalograficznej nie wykazują istotnych różnic w zakresie badanych prędkości odkształcenia. Dlatego w dalszej części pracy analizę orientacji krystalograficznej prowadzono dla jednej wartości prędkości odkształcenia.

Na rysunku 5.21 przedstawiono wykonane przy większym powiększeniu mapy orientacji fragmentu obszaru z rys. 5.20c. Dzięki mniejszemu krokowi pomiaru EBSD (100 nm), na mapach orientacji widoczne są drobniejsze elementy mikrostruktury, jak na przykład cienkie bliźniaki deformacji. Na początkowym etapie deformacji, bliźniaki te powstawały w ziarnach o orientacji $\langle 110 \rangle ||$ RD i $\langle 111 \rangle ||$ RD, a później już głównie w $\langle 111 \rangle ||$ RD, same mając orientację $\langle 100 \rangle ||$ RD (kolor czerwony).



Rys. 5.20: Sekwencje map orientacji ustalonego obszaru na próbkach rozciąganych z prędkościami: a) $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, b) $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ i c) $\dot{\varepsilon} = 10^{0} \text{ s}^{-1}$. Granice analizowanego obszaru po deformacji zaznaczono białą linią przerywaną.



Rys. 5.21: Sekwencja map orientacji wybranego obszaru na próbce rozciąganej z prędkością $\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$. Granice analizowanego obszaru na mapach odpowiadającym deformacji makroskopowo jednorodnej oraz lokalizacji odkształcenia plastycznego zaznaczono białą linią przerywaną.

Na rysunku 5.22 pokazano rozkłady parametru GROD dla dwóch wybranych ziaren (ziarna A i B) odpowiadające deformacji makroskopowo jednorodnej oraz lokalizacji odkształcenia plastycznego. Parametr ten charakteryzuje zmianę orientacji każdego punktu pomiarowego należącego do danego ziarna względem orientacji odniesienia. Jako orientację odniesienia przyjęto średnią orientację ziarna w stanie początkowym (nieodkształconym).



Rys. 5.22: Rozkład parametru GROD w ziarnie A i ziarnie B na etapie deformacji makroskopowo jednorodnej (1) i na etapie lokalizacji odkształcenia plastycznego (2).

W ziarnie A występują dużo większe wartości GROD, niż w ziarnie B, szczególnie na etapie lokalizacji odkształcenia plastycznego. W ziarnie A maksymalne wartości GROD wynoszą ok. 37°, a ich rozkład jest zróżnicowany – można wyróżnić trzy podobszary o różnych poziomach wartości GROD. W zakresie lokalizacji odkształcenia plastycznego widoczne są formujące się granice oddzielające te podobszary. Natomiast w ziarnie B maksymalne wartości GROD wynoszą ok. 15°, a występujące niejednorodności w rozkładzie są mniej intensywne. Te różnice wynikają między innymi z obecności różnych mechanizmów odkształcenia plastycznego w tych ziarnach. Deformacja plastyczna badanej stali zachodzi poprzez złożenie poślizgu dyslokacji oraz bliźniakowania. W różnych ziarnach, w zależności od ich orientacji krystalograficznej, orientacji sąsiednich ziaren i innych czynników, mogą wystąpić różne udziały tych mechanizmów. Zgodnie z tzw. prawem Schmida, deformacja przez

poślizg dyslokacji wystąpi na takim systemie, dla którego naprężenie ścinające osiągnie wartość krytyczną. W literaturze prawo Schmida stosuje się, poprzez analogię do poślizgu dyslokacji, także jako kryterium plastyczności w przypadku bliźniakowania [89]. W niniejszej pracy zastosowano podobne podejście i wyznaczono rozkłady współczynnika Schmida (*Schmid's factor SF*) dla poślizgu dyslokacji i bliźniakowania dla ziaren w stanie odniesienia oraz przeprowadzono analizę mechanizmów deformacji wybranych ziaren w kolejnych etapach odkształcenia. Na rysunku 5.23 przedstawiono mapę orientacji w stanie odniesienia (z rys. 5.21) oraz wyznaczone na jej podstawie mapy współczynnika Schmida dla poszczególnych ziaren dla systemu poślizgu {111}(110) (*SF^{slip}*) i systemu bliźniakowania {111}(12) (*SF^{twin}*).



Rys. 5.23: Mapy: a) orientacji w stanie odniesienia, b) współczynnika Schmida dla systemu poślizgu $\{111\}\langle 110\rangle$ (*SF*^{slip}), c) współczynnika Schmida dla systemu bliźniakowania $\{111\}\langle 112\rangle$ (*SF*^{twin}).

Ziarno A jest zorientowane w taki sposób, że $SF^{slip} = 0,495$, a $SF^{twin} = 0,466$, czyli łatwiej zachodzi w nim poślizg dyslokacji. Z kolei dla ziarna B $SF^{slip} = 0,45$, a $SF^{twin} = 0,497$, czyli uprzywilejowane jest bliźniakowanie. Na rysunku 5.24 pokazano profile dezorientacji w ziarnach A i B na etapie deformacji makroskopowo jednorodnej i lokalizacji odkształcenia plastycznego. Jak widać, ziarno A, zgodnie z tym, że $SF^{slip} > SF^{twin}$, odkształca się przez poślizg dyslokacji. W miejscach, gdzie występuje gradient orientacji, istotną rolę odgrywają dyslokacje geometrycznie niezbędne (GNDs), mające za zadanie akomodację plastyczną lokalnych gradientów odkształcenia. Zmiana orientacji wzdłuż wyznaczonego profilu na etapie deformacji makroskopowo jednorodnej wynosi około 7°. W zaawansowanym stadium odkształcenia w tym samym obszarze ziarna A zwiększa się istotnie wartość gradientu orientacji, zmiana o 25° następuje prawie skokowo. Na mapie orientacji w miejscu występowania tej zmiany widoczna jest formująca się granica oddzielająca obrócone względem siebie bloki. Natomiast w ziarnie B, dla którego $SF^{twin} > SF^{slip}$, bliźniaki są widoczne na profilu dezorientacji odpowiadającym lokalizacji odkształcenia plastycznego.



Rys. 5.24: Profile dezorientacji w dwóch przykładowych ziarnach (A i B) na etapie deformacji makroskopowo jednorodnej i lokalizacji odkształcenia plastycznego.

Jako pierwszy w procesie deformacji badanej stali uaktywnia się poślizg dyslokacji, który poprzedza pojawienie się bliźniakowania. Bliźniakowanie również powoduje podział ziaren na podobszary składające się osnowy poprzedzielanej bliźniakami. Powstające bliźniaki stanowią przeszkody dla poruszających się dyslokacji, zmniejszając ich średnią drogę swobodną, co powoduje lokalne umocnienie materiału. W konsekwencji, prowadzi to do spowolnienia procesu lokalizacji odkształcenia plastycznego [90].

5.3.2 Analiza EBSD różnych obszarów o znanym odkształceniu

W drugim rodzaju badań wyznaczano rozkłady orientacji na powierzchni próbki w różnych obszarach odpowiadających różnym wartościom ekwiwalentnego odkształcenia plastycznego $\bar{\epsilon}^p$ (patrz podrozdział 4.3). Analizowano zmianę mikrotekstury badanej stali w trakcie procesu deformacji oraz wzajemne oddziaływania między rozwojem tekstury a defektami struktury krystalicznej powstałymi na skutek aktywności różnych mechanizmów odkształcenia plastycznego. Na rysunku 5.25 przedstawiono mapy orientacji oraz odpowiadające im figury biegunowe typu {111} i {100} oraz funkcje rozkładu orientacji ODF dla kolejnych wartości $\bar{\epsilon}^p$: 0 (stan odniesienia), 0,2, 0,3, 0,35 oraz 0,45 (tuż przed zerwaniem próbki). Kierunek poziomy na figurach biegunowych odpowiada kierunkowi rozciągania, a zarazem kierunkowi walcowania RD. Funkcje ODF pokazano w formie przekrojów dla stałej wartości kąta $\phi_2 = 45^\circ$, co pozwoliło zaobserwować składowe tekstury charakterystyczne dla materiału o sieci typu fcc.



Rys. 5.25: Mapy orientacji względem kierunku rozciągania, odpowiadające im figury biegunowe typu {111} i {100} oraz przekroje funkcji rozkładu orientacji ODF przy $\phi_2 = 45^\circ$ dla kolejnych wartości ekwiwalentnego odkształcenia plastycznego: a) $\bar{\varepsilon}^p = 0$ (w stanie odniesienia), b) $\bar{\varepsilon}^p = 0, 2, c$) $\bar{\varepsilon}^p = 0, 3, d$) $\bar{\varepsilon}^p = 0, 35, e$) $\bar{\varepsilon}^p = 0, 45$ (tuż przed zerwaniem próbki).

W stanie początkowym (przed rozciąganiem) próbki badanej stali, mimo wygrzewania zachowały niewielką teksturę powstałą w procesie walcowania blachy (rys. 5.25a). W trakcie procesu deformacji próbka nabywała coraz wyraźniejszą teksturę włóknistą zbliżoną do tekstury walcowania dla materiału o sieci typu fcc o niewielkiej wartości EBU (znanej w literaturze jako *alloy type, brass type*). Ta tekstura ma cztery charakterystyczne składowe: mosiądzu $\{110\}\langle 112\rangle$ (B), obróconą miedzi $\{112\}\langle 110\rangle$ (RCu), obróconą Gossa $\{110\}\langle 110\rangle$ (RG) oraz kubiczną $\{001\}\langle 100\rangle$ (C). Dla $\bar{\varepsilon}^p = 0,2$ tekstura jest jeszcze mało wyraźna (rys. 5.25b), ale można zaobserwować istotne zmiany w udziałach jej poszczególnych składowych. Maksimum funkcji ODF przesuwa się z położenia Gossa (90°, 90°, 45°) do położenia mosiądzu (55°,90°,45°). Wraz ze wzrostem odkształcenia charakterystyczne składowe tekstury deformacji zwiększają swój udział kosztem składowych Gossa i miedzi, obecnych w stanie odniesienia. W zakresie odkształcenia plastycznego od 0,2 do 0,3 następuje intensywny rozwój składowych tekstury związanych z deformacją. Dla $\bar{\varepsilon}^p = 0.3$ tekstura deformacji stali 310S jest już prawie całkowicie rozwinięta (rys. 5.25c), a składowe Gossa i miedzi praktycznie zanikają. Dalej, wraz ze wzrostem odkształcenia tekstura jeszcze nieznacznie się wyostrza. Obroty sieci krystalicznej podczas rozciągania zachodzą w taki sposób, że dwa wyróżnione kierunki krystalograficzne: $\langle 111 \rangle$ oraz $\langle 100 \rangle$, ustawiają się równolegle do kierunku rozciągania. Powoduje to powstanie wyraźnej tekstury podwójnie włóknistej, dla której względne proporcje pomiędzy jej składowymi mogą zależeć m. in. od początkowej tekstury i wartości EBU badanego materiału oraz od rodzaju deformacji. Obserwowana wyższa intensywność zbioru orientacji o wyróżnionym kierunku $\langle 111 \rangle$ od tych o wyróżnionym kierunku (100) jest związana ze stosunkowo niską wartością EBU stali 310S [91]. Dominujące składowe tekstury, czyli składowe: mosiądzu i obrócona miedzi należą właśnie do włókna $\langle 111 \rangle ||$ RD, a drugorzędne składowe: obrócona Gossa i kubiczna należą do włókna (100)||RD. Podobny rozwój tekstury podwójnie włóknistej zaobserwowano podczas deformacji innych stali typu TWIP (twinning induced plasticity) [92, 90, 40].

Deformacja plastyczna badanej stali zachodzi z udziałem bliźniakowania. Na powstawanie i rozwój bliźniaków ma wpływ tekstura krystalograficzna oraz defekty sieci obecne w materiale. Na wczesnym etapie odkształcenia aktywny jest poślizg dyslokacji, który wywołuje takie obroty ziaren, aby bliźniakowanie stało się uprzywilejowane. Jest to zgodne z zasadą minimalizacji energii. W tym przypadku niska wartość EBU mocno ogranicza aktywność poślizgu poprzecznego, dlatego mikrostruktura ewoluuje w kierunku mechanizmu, który może zachodzić łatwiej. Aktywność bliźniakowania istotnie wzrasta począwszy od odkształcenia wynoszącego 0,3 (od tego poziomu odkształcenia bliźniaki mają grubość wystarczającą do pomiaru ich orientacji przy użyciu techniki EBSD w rozpatrywanej skali). W ziarnach należących do włókna $\langle 111 \rangle ||$ RD powstaje zdecydowanie więcej bliźniaków niż w ziarnach należących do włókna $\langle 100 \rangle ||$ RD. Dlatego wraz ze wzrostem udziału włókna $\langle 111 \rangle ||$ RD wzrasta aktywność bliźniakowania i jego wpływ na dalszy przebieg deformacji. Dla odkształcenia $\bar{\varepsilon}^p = 0,35$ (rys. 5.25d) istotnie zwiększa się liczba bliźniaków tworzących pakiety oraz ich grubość, widoczne są również interakcje pomiędzy bliźniakami powstałymi w ramach tych samych oraz różnych systemów bliźniakowania. Bliźniakowanie powoduje powstawanie nowych orientacji i może modyfikować teksturę. Bliźniaki, które powstają w ziarnach o orientacji $\langle 100 \rangle ||$ RD (początkowy etap deformacji) oraz w $\langle 111 \rangle ||$ RD (przejściowy i zaawansowany etap deformacji) wzmacniają udział włókna $\langle 100 \rangle ||$ RD. Z kolei niewielka liczba bliźniaków, która powstaje w ziarnach o orientacji $\langle 100 \rangle ||$ RD zwiększa udział włókna $\langle 111 \rangle ||$ RD. W efekcie, bliźniakowanie nie generuje nowych składowych tekstury, ale zmienia udziały tych już istniejących.

Podczas deformacji materiałów polikrystalicznych, deformacja plastyczna zachodzi w sposób niejednorodny zarówno pomiędzy poszczególnymi ziarnami, jak i w ramach poszczególnych ziaren. Może to prowadzić do istotnych różnic w orientacji krystalograficznej niektórych obszarów w poszczególnych ziarnach (o jednakowych orientacjach początkowych). Parametrem opisującym misorientację pomiędzy poszczególnymi punktami należącymi do danego ziarna, a średnią orientacją tego ziarna, jest parametr nazywany GOS (*Grain Orientation Spread*). Na rysunku 5.26 przedstawiono mapy rozkładu parametru GOS oraz jego średniej wartości w poszczególnych ziarnach dla różnych wartości odkształcenia.



Rys. 5.26: Mapy: a) rozkładu współczynnika GOS, b) średniej wartości współczynnika GOS w poszczególnych ziarnach, odpowiadające rosnącym wartościom odkształcenia.

W stanie odniesienia wartości parametru GOS są bliskie zeru, ponieważ rozkłady orientacji w ziarnach są jednorodne. Następnie, wraz ze wzrostem odkształcenia do wartości 0,35 rozkłady parametru GOS stają się coraz bardziej niejednorodne. Zwiększają się także średnie wartości GOS w poszczególnych ziarnach. Natomiast w zakresie odkształcenia 0.35-0.45 następuje redystrybucja wartości na rozkładach parametru GOS. Na mapie odpowiadającej $\varepsilon = 0.45$ widoczne są obszary, w których wartości GOS są wysokie (wynoszą kilkanaście, a nawet ponad 20°) oraz obszary, w których wartości GOS są bliskie zeru. Wysokie wartości GOS są związane z odkształceniem w wyniku poślizgu dyslokacji. Z kolei w tych ziarnach, gdzie przeważa bliźniakowanie, wartości GOS są stosunkowo niewielkie. W tabeli 5.3 pokazano wartości indeksu tekstury (*texture index* TI), średnie wartości parametru GOS dla całych map z rys. 5.26 oraz maksymalne intensywności funkcji rozkładu orientacji ODF z rys. 5.25.

ε	0	0,2	0,3	0,35	0,45
GOS	0,41	2,88	4,91	5,70	5,01
TI	1,54	1,64	1,87	2,18	1,89
ODFmax	5,43	5,83	8,02	8,24	8,05

Tab. 5.3: Wartości średniej wartości parametru GOS, indeksu tekstury TI oraz maksymalne intensywności funkcji ODF dla rosnących wartości odkształcenia.

Średnia wartość parametru GOS rośnie wraz ze wzrostem odkształcenia do wartości $\varepsilon = 0.35$, a następnie nieznacznie maleje, co świadczy o wzroście udziału bliźniakowania w końcowej fazie deformacji. Wartości TI oraz maksymalnej intensywności funkcji ODF także rosną wraz ze wzrostem odkształcenia do wartości $\varepsilon = 0,35$, a następnie nieznacznie maleją. Jest to związane z tym, że zanim odkształcenie osiągnie tę wartość, monotonicznie wzrasta udział orientacji typu $\langle 111 \rangle ||$ RD, która jest dominującą składową tekstury, wiec tekstura stale się wyostrza. Natomiast, po przekroczeniu odkształcenia $\varepsilon = 0,35$ udział włókna $\langle 111 \rangle ||$ RD nieznacznie maleje na rzecz włókna $\langle 100 \rangle ||$ RD, czyli tekstura się osłabia. Jak wspomniano, orientację $\langle 100 \rangle || RD$ mają ziarna, w których z trudem zachodzi bliźniakowanie oraz bliźniaki powstające w ziarnach o orientacji $\langle 111 \rangle || RD$. Ze względu na to, że na mapie orientacji z rys. 5.25e nie widać wyraźnego wzrostu liczby ziaren o orientacji (100)||RD (zaznaczonych kolorem czerwonym), można przypuszczać że wzrost intensywności tego włókna w końcowym etapie deformacji nastąpił w wyniku znacznego zwiększenia udziału bliźniaków deformacji. Jest to wynik spójny z wynikiem dotyczącym parametru GOS, który również świadczy o wzroście udziału bliźniakowania w końcowej fazie deformacji. Pokazuje to, że bliźniakowanie ma kluczowy wpływ na ewolucję mikrostruktury badanej stali w zakresie lokalizacji odkształcenia plastycznego aż do zerwania próbki. Warto zauważyć, że w skali makroskopowej, w podobnym zakresie odkształcenia zaobserwowano gwałtowny spadek wartości zdolności magazynowania energii (5.17c).

Na rysunku 5.27 pokazano w powiększeniu mapę orientacji z rysunku 5.25e, uzyskaną dla odkształcenia $\bar{\epsilon}^p = 0,45$ (tuż przed zerwaniem próbki). W miejscu powstania szyjki mikrostruktura badanej stali jest silnie zdefektowana. Zachodzące podczas całego procesu deformacji obroty sieci krystalicznej prowadzą do tego, że na tym jego etapie można wyróżnić dwie główne składowe tekstury i dwa rodzaje obszarów. Obszary wolne od bliźniakowania (ziarna o kolorze czerwonym, o wyróżnionym kierunku $\langle 100 \rangle$), w których występuje gradient orientacji, mają mniejszy udział, a przeważają ziarna o orientacji $\langle 111 \rangle ||$ RD, w których ukształtowała się drobnoziarnista struktura lamelowa złożona z naprzemiennie ułożonych warstw osnowa - bliźniak.



Rys. 5.27: Mapa orientacji względem kierunku rozciągania dla ekwiwalentnego odkształcenia plastycznego $\bar{\epsilon}^p = 0,45$ (tuż przed zerwaniem próbki).

W wielu wcześniejszych pracach na podstawie rozważań teoretycznych dotyczących mikrostruktury materiałów o typie sieci fcc oraz obserwacji mikroskopowych [93, 94, 95] wykazano, że obecność struktury lamelowej, złożonej z pakietów bliźniaków deformacji lub warstwowych układów dyslokacji jest niezbędna do propagacji pasm ścinania w tych materiałach. Z kolei w pracy [96] stwierdzono, że występowanie pasm ścinania jest uprzywilejowane przy niskiej wartości EBU. Ponadto, liczne badania mikroskopowe pozwoliły potwierdzić obecność pasm ścinania dla odkształcenia około 0,4-0,45 w obszarach zawierających lamele bliźniak-osnowa [93, 97, 98]. Na podstawie uzyskanych w niniejszej pracy map orientacji nie można jednoznacznie wykazać obecności pasm ścinania, jednakże, opierając się na doniesieniach innych autorów można stwierdzić, że zaobserwowana struktura lamelowa stwarza dogodne warunki do propagacji zarówno mikropasm, jak i makroskopowych pasm ścinania. Koresponduje to z zaobserwowaną w skali makroskopowej utratą stabilności deformacji plastycznej zachodzącą w momencie, gdy zdolność magazynowania energii Z = 0. Obszar, w którym powstała wyraźnie zdefektowana, drobnoziarnista struktura lamelowa odpowiada obszarowi występowania ujemnych wartości zdolności magazynowania energii Z < 0 (rys. 5.19). Podobnych obserwacji mikrostruktury dokonano w pracy [17] dla stali 316L, gdzie w obszarze zaawansowanej lokalizacji odkształcenia plastycznego zaobserwowano liczne bliźniaki deformacji, które zostały zniekształcone przez pasma ścinania. Ponadto, stwierdzono, że w obrębie pasm ścinania w mikrostrukturze widoczne są cechy świadczące o rekrystalizacji dynamicznej zachodzącej w tym obszarze [99], która może prowadzić do lokalnego uwolnienia energii zmagazynowanej we wcześniejszym etapie procesu deformacji.

6 Podsumowanie i wnioski

W niniejszej pracy opracowano eksperymentalną metodę wyznaczania powierzchniowych rozkładów składników bilansu energii, tj. pracy odkształcenia plastycznego oraz energii dyssypowanej w postaci ciepła wykorzystując zmierzone pola przemieszczenia i temperatury. Zaproponowaną metodę zastosowano do wyznaczenia zdolności magazynowania energii na powierzchni próbek wykonanych ze stali austenitycznej 310S podczas jednoosiowego rozciągania. Ponadto, w skali mikroskopowej zbadano rozwój tekstury krystalograficznej tej stali. Wyznaczono obroty sieci krystalicznej i związane z nimi lokalne zmiany orientacji krystalograficznej podczas deformacji. Uzyskane rezultaty odniesiono do, wyznaczonej w makroskali, zdolności magazynowania energii. Zaprezentowane wyniki badań przeprowadzonych zarówno w makro-, jak i mikroskali stanowią pełną realizację celu niniejszej pracy.

Pola przemieszczenia i temperatury na powierzchni próbek wyznaczano za pomocą metod DIC i IRT. Procesy rozciągania badanej stali przeprowadzono przy różnych prędkościach odkształcenia: $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ i $\dot{\varepsilon} = 10^{0} \text{ s}^{-1}$. Zbadano wpływ prędkości odkształcenia na krzywe rozciągania oraz na wyznaczane rozkłady powierzchniowe wielkości mechanicznych i termicznych. Pole pracy odkształcenia plastycznego uzyskano na podstawie pól odkształcenia plastycznego oraz naprężenia, wyznaczonych przy użyciu sprężysto-plastycznego modelu materiału, w którym jako dane wejściowe wykorzystano pole gradientu przemieszczenia z eksperymentu [70]. Ponieważ badana stal w stanie odniesienia posiadała pewną teksturę krystalograficzną, w modelu zastosowano anizotropowe kryterium uplastycznienia Barlata-Liana. Uwzględniono również wpływ prędkości odkształcenia na granicę plastyczności. Do wyznaczenia rozkładu energii dyssypowanej w postaci ciepła, wykorzystano równanie przewodzenia ciepła w stanie nieustalonym [82]. Człony tego równania, tj. człon związany z pochodną materialną temperatury oraz z laplasjanem temperatury wyznaczono na podstawie zmierzonej przy użyciu termografii podczerwieni ewolucji pola temperatury w procesie deformacji. W zastosowanym podejściu nie było potrzeby rozwiązywania tego równania, gdyż jedyną niewiadomą jest moc źródeł ciepła, którą uzyskano na drodze operacji algebraicznych. Żeby uzyskać źródła ciepła w opisie materialnym (w układzie współrzędnych wyznaczania pola przemieszczenia), czyli wyrazić wszystkie składniki bilansu energii w tym samym układzie współrzędnych, opracowano kilkuetapową procedure obliczeniową. W rozpatrywanym procesie deformacji energia dyssypowana w postaci ciepła jest dominującym, ale nie jedynym składnikiem źródeł ciepła. Dlatego uwzględniono również ciepło efektu piezokalorycznego oraz ciepło tracone do otoczenia na drodze konwekcji i promieniowania.

Badana stal nie wykazała istotnej wrażliwości na prędkość odkształcenia w rozważanym zakresie. Jednakże, wpływ czasu trwania procesu rozciągania na pole temperatury był znaczący. Im dłuższy był czas procesu deformacji, tym większy udział miał rozpływ ciepła w próbce

i pole temperatury było bardziej rozmyte. Pokazano, jak zmiana czasu trwania procesu deformacji wpływa na udziały poszczególnych członów w równaniu przewodzenia ciepła. Dla najszybszego z badanych procesów dominował człon związany z wzrostem temperatury próbki w czasie, a dla najwolniejszego – człon związany z przewodzeniem ciepła w próbce. Wyznaczono także zależności poszczególnych źródeł ciepła: energii dyssypowanej w postaci ciepła, ciepła traconego przez próbkę do otoczenia na skutek konwekcji i promieniowania oraz energii efektu piezokalorycznego od czasu procesu deformacji. Pokazano, że czas trwania procesu wpływa znacząco na wymianę ciepła na drodze konwekcji. Udział ciepła traconego w jej wyniku był największy dla najwolniejszego z badanych procesów. Z kolei wpływ promieniowania w badanym zakresie temperatury był znikomy.

Wyznaczono powierzchniowe rozkłady zdolności magazynowania energii Z, czyli miary przemiany energii w danej chwili procesu deformacji. Pokazano, że na początku deformacji plastycznej wartości Z są stosunkowo wysokie, zawierają się w przedziale 0.4 - 0.6w zależności od prędkości odkształcenia. Następnie, w miarę wzrostu odkształcenia maleją, aż do ustabilizowania się na poziomie około 0,15. W zaawansowanym stadium najszybszego z badanych procesów rozciągania ($\dot{\varepsilon} = 10^0 \text{ s}^{-1}$), wartości Z w obszarze lokalizacji odkształcenia plastycznego gwałtownie spadają i stają się bliskie zeru, a nawet ujemne. Oznacza to, że materiał traci zdolność magazynowania energii, a warunek Z = 0 może stanowić energetyczne kryterium niestabilności plastycznej [17]. Ponadto, pokazano, że wartość odkształcenia, dla której Z = 0 oraz ta, dla której spełnione jest kryterium Considére'a są zbliżone. Dla najmniejszej z badanych prędkości odkształcenia zaobserwowano, że na zaawansowanym etapie deformacji, ale jeszcze przed zerwaniem próbki, w jej środku tworzy się lokalne pęknięcie, co prawdopodobnie jest związane z rozwojem uszkodzenia plastycznego. Wpływ tego uszkodzenia powoduje, że wyznaczane wartości odkształcenia plastycznego (a w efekcie pracy odkształcenia plastycznego) są zawyżone od momentu inicjacji uszkodzenia. W rezultacie, dla najmniejszej i pośredniej z badanych prędkości odkształcenia w zakresie lokalizacji odkształcenia plastycznego uzyskano przeszacowane wartości zdolności magazynowania energii. W dalszych badaniach warto byłoby zaproponować miarę tego uszkodzenia plastycznego i uwzględnić jego rozwój w modelu materiału.

W pracy analizowano także zmianę lokalnej orientacji krystalograficznej podczas jednoosiowego rozciągania stali 310S, stosując metodę EBSD. Analizę przeprowadzono na dwa sposoby: dla tego samego obszaru na różnych etapach deformacji oraz dla różnych obszarów o znanych wartościach odkształcenia. Zgodnie z oczekiwaniem, dla materiału o średniej wartości energii błędu ułożenia EBU, proces deformacji zachodził z udziałem zarówno poślizgu dyslokacji, jak i bliźniakowania mechanicznego. W początkowej fazie deformacji udział poślizgu jest większy, a od pewnego momentu zwiększa się udział bliźniakowania. Każdy z tych mechanizmów odkształcenia plastycznego może prowadzić do fragmentacji ziaren. Zaobserwowano, że mikrostruktura stali 310S podczas jednoosiowego rozciągania dąży do dwóch głównych składowych tekstury krystalograficznej. W wyniku znacznych obrotów sieci

krystalicznej rozwija się wyraźna tekstura podwójnie włóknista, składająca się dwóch typów włókien: dominującego $\langle 111 \rangle ||$ RD oraz drugorzędnego $\langle 100 \rangle ||$ RD. Do przeważającego włókna $\langle 111 \rangle ||$ RD należą następujące składowe tekstury: mosiądzu $\{110\}\langle 112 \rangle$ i obrócona miedzi $\{112\}\langle 110 \rangle$.

Jak już wspomniano, bliźniakowanie mechaniczne jest istotnym mikroskopowym mechanizmem odkształcenia plastycznego stali 310S (podobnie jaki innych stali typu TWIP). Współtworzy ono mikrostrukturę wraz z innymi jej elementami oddziałując z nimi następującymi sposobami:

- Bliźniakowanie zależy od początkowej orientacji ziaren oraz od poprzedzającego poślizgu dyslokacji, który wywołuje obroty ziaren w kierunku orientacji korzystnych dla bliźniakowania.
- W ziarnach zorientowanych zgodnie z włóknem $\langle 111 \rangle ||$ RD bliźniakowanie jest uprzywilejowane ($SF^{twin} > SF^{slip}$). Wraz ze wzrostem odkształcenia wzrasta udział włókna $\langle 111 \rangle ||$ RD, a zatem istotnie zwiększa się także udział bliźniaków.
- Bliźniakowanie wpływa na zmianę mikrostruktury poprzez wprowadzanie dodatkowych barier dla ruchu dyslokacji. Wraz ze wzrostem odkształcenia rośnie liczba bliźniaków, co sprawia, że tych przeszkód tworzy się jeszcze więcej. Prowadzi to do powstania drobnoziarnistej struktury lamelowej złożonej z naprzemiennych warstw osnowa-bliźniak.
- Większość bliźniaków ma orientację (100)||RD, dlatego wzrost udziału tego włókna w procesie deformacji wynika bezpośrednio ze wzrostu liczby bliźniaków.
- Bliźniaki powstałe w ziarnach o orientacjach zbliżonych do dwóch głównych składowych tekstury: (111)||RD i (100)||RD, mają podobne orientacje. Dlatego bliźniakowanie nie powoduje powstania nowych orientacji, ale umacnia udziały orientacji już istniejących.

W niniejszej pracy, podobnie jak w pracach innych autorów [5, 6, 17, 28, 18], pokazano, że zdolność magazynowania energii Z nie jest stała podczas deformacji plastycznej. Wartość Z zależy od odkształcenia, gdyż podczas deformacji zmienia się mikrostruktura materiału, a przemiana energii jest makroskopową manifestacją tej zmiany. Zależność Z od odkształcenia na niezbyt zaawansowanym etapie procesu deformacji tłumaczy się na podstawie obserwacji ruchu dyslokacji i interakcji pomiędzy nimi. Spadek zdolności magazynowania energii wraz ze wzrostem odkształcenia jest wynikiem powstawania układów dyslokacyjnych o coraz niższej energii przypadającej na jednostkę długości linii dyslokacyjnej, zgodnie z teorią LEDS [16, 31]. Na samym początku deformacji plastycznej wartości Z są wysokie, ponieważ powstają układy dyslokacyjne o wysokiej energii. Przykładem takich układów są spiętrzenia dyslokacji przy granicach ziaren. Następnie, po przekroczeniu pewnej gęstości dyslokacji powstają, zgodnie z zasadą minimalizacji energii, niskoenergetyczne układy dyslokacyjne, co, jak wspomniano,

odzwierciedla się w spadku zdolności magazynowania energii. W niniejszej pracy analizowano zależność zdolności magazynowania energii od odkształcenia plastycznego, w szczególności na etapie jego lokalizacji, z punktu widzenia lokalnych zmian orientacji krystalograficznej i rozwoju tekstury. Utrata zdolności magazynowania energii przez deformowany materiał prowadzi nieuchronnie do jego zniszczenia. Pokazano, że w obszarze, w którym wartości $Z \leq 0$, tworzy się bardzo drobna struktura lamelowa, złożona z naprzemiennych warstw bliźniak-osnowa. W wielu wcześniejszych pracach dotyczących mikrostruktury materiałów o typie sieci fcc [93, 94, 95] wykazano, że obecność struktury lamelowej, złożonej z pakietów bliźniaków deformacji lub warstwowych układów dyslokacji jest niezbędna do propagacji pasm ścinania w tych materiałach. Ponadto, liczne obserwacje mikroskopowe pozwoliły potwierdzić obecność pasm ścinania dla odkształcenia około 0, 4 - 0, 45 w obszarach zawierających lamele bliźniak-osnowa [93, 97, 98]. Mimo że, na podstawie uzyskanych w niniejszej pracy map orientacji nie można jednoznacznie wykazać obecności pasm ścinania, to opierając się na doniesieniach innych autorów można stwierdzić, że zaobserwowana struktura lamelowa stwarza dogodne warunki do propagacji zarówno mikropasm, jak i makroskopowych pasm ścinania. Towarzysząca propagacji pasm ścinania rekrystalizacja dynamiczna [99], może powodować lokalne uwalnianie energii zmagazynowanej we wcześniejszym etapie procesu deformacji.

6.1 Oryginalne elementy rozprawy

Do oryginalnych elementów rozprawy należą:

- Opracowanie metodyki wyznaczania rozkładów, na powierzchni deformowanej próbki, pracy odkształcenia plastycznego i energii dyssypowanej w postaci ciepła na podstawie pola przemieszczenia i temperatury. W metodzie tej wykorzystano elementy sprężysto-plastycznego modelu materiału i teorii przepływu ciepła oraz zastosowano numeryczne narzędzia obliczeniowe.
- Opracowanie i implementacja procedury wyznaczania rozkładu naprężenia na powierzchni próbki na podstawie zmierzonego pola przemieszczenia przy założeniu płaskiego stanu naprężenia.
- Opracowanie i implementacja procedury wyznaczania rozkładu źródeł ciepła na powierzchni deformowanych próbek w opisie materialnym, odpowiedniej dla skończonych deformacji.
- Wyznaczenie rozkładu pochodnej materialnej temperatury na powierzchni deformowanych próbek.
- Analiza wpływu czasu trwania procesu deformacji na udziały poszczególnych członów równania przewodzenia ciepła w stanie nieustalonym oraz poszczególnych źródeł ciepła.

- Wyznaczenie ciepła traconego przez próbkę do otoczenia na drodze konwekcji, z uwzględnieniem zmiany współczynnika przejmowania ciepła w procesie deformacji.
- Analiza ewolucji orientacji krystalograficznej stali 310S podczas jednoosiowego rozciągania i odniesienie jej wyników do przemiany energii zmierzonej w skali makroskopowej.

6.2 Kierunki dalszych badań

Zaprezentowana w niniejszej pracy analize procesu przemiany energii podczas deformacji można w przyszłości rozwijać zarówno z punktu widzenia badań w makro-, jak i w mikroskali. Wyznaczanie pola pracy odkształcenia plastycznego wymaga znajomości pól odkształcenia i naprężenia. W niniejszej pracy przyjęto płaski stan naprężenia. W przyszłości warto byłoby udoskonalić opracowaną metodę tak, aby uwzględniała trójosiowy stan naprężenia. Ponadto, opracowania wymaga zagadnienie uszkodzenia plastycznego, które, rozwijając się w badanym materiale, może utrudniać analizę przemiany energii. W przyszłości należałoby zaproponować miarę tego uszkodzenia i uwzględnić jego rozwój w modelu materiału. Uzupełnieniem zaprezentowanych wyników po stronie wyznaczania źródeł ciepła byłoby rozszerzenie zaproponowanej metodyki, uwzględniające anizotropię właściwości termicznych badanego materiału. Jak wspomniano, mikroskopowa interpretacja wyników w obszarze, w którym zdolność magazynowania energii Z ma ujemną wartość, wymaga dalszych badań. W pracy zasygnalizowano, na podstawie doniesień innych autorów, że w obszarze lokalizacji odkształcenia plastycznego stworzone są warunki do propagacji pasm ścinania. Warto byłoby przeprowadzić odpowiednio zaprojektowane badania mikroskopowe, które pozwoliłyby potwierdzić obecność pasm ścinania oraz zachodzącego w ich obszarze mechanizmu zdrowienia, którego makroskopową manifestacją jest uwalnianie części energii zmagazynowanej w materiale.

Kolejnym kierunkiem dalszych badań jest opracowanie metody umożliwiającej pomiar energii zmagazynowanej w materiałach, podczas deformacji których zachodzą przemiany fazowe. Można byłoby wówczas badać proces przemiany energii podczas deformacji, między innymi stali typu TRIP oraz materiałów z pamięcią kształtu. Opracowaną w niniejszej pracy metodę warto byłoby rozszerzyć o analizę przemian energii w skali pojedynczego ziarna. Tego typu analiza wymagałaby zestawienia pól przemieszczenia i temperatury z rozkładem orientacji krystalograficznej w danym ziarnie oraz wykorzystania elementów teorii plastyczności kryształów w modelu materiału.

Literatura

- [1] W. S. Farren and G. I. Taylor, "The heat developed during plastic extension of metals," *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*, vol. 107, no. 743, pp. 422–451, 1925.
- [2] A. L. Titchener and M. B. Bever, "The stored energy of cold work," *Progress in Metal Physics*, vol. 7, pp. 247–338, 1958.
- [3] G. I. Taylor and H. Quinney, "The latent energy remaining in a metal after cold working," *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*, vol. 143, no. 849, pp. 307–326, 1934.
- [4] A. Wolfenden, "The energy stored in polycrystalline copper deformed at room temperature," *Acta Metallurgica*, vol. 19, no. 12, pp. 1373–1377, 1971.
- [5] W. Oliferuk, S. P. Gadaj, and M. W. Grabski, "Energy storage during the tensile deformation of armco iron and austenitic steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 70, pp. 131–141, 1985.
- [6] A. Chrysochoos, O. Maisonneuve, G. Martin, H. Caumon, and J. Chezeaux, "Plastic and dissipated work and stored energy," *Nuclear Engineering and Design*, vol. 114, no. 3, pp. 323–333, 1989.
- [7] W. Oliferuk, W. A. Świątnicki, and M. W. Grabski, "Effect of the grain size on the rate of energy storage during the tensile deformation of an austenitic steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 197, no. 1, pp. 49–58, 1995.
- [8] W. Oliferuk and M. Maj, "Stress-strain curve and stored energy during uniaxial deformation of polycrystals," *European Journal of Mechanics-A/Solids*, vol. 28, no. 2, pp. 266–272, 2009.
- [9] W. Oliferuk, Proces magazynowania energii i jego strukturalny aspekt podczas jednoosiowego rozciągania stali austenitycznej. Prace IPPT PAN (Rozprawa habilitacyjna), 1997.
- [10] N. Aravas, K. Kim, and F. Leckie, "On the calculations of the stored energy of cold work," *Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions of the ASME*, 1990.
- [11] A. T. Zehnder, "A model for the heating due to plastic work," *Mechanics Research Communications*, vol. 18, no. 1, pp. 23–28, 1991.
- [12] W. Oliferuk, W. Swiatnicki, and M. Grabski, "Rate of energy storage and microstructure evolution during the tensile deformation of austenitic steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 161, pp. 55–63, 03 1993.

- [13] P. Håkansson, M. Wallin, and M. Ristinmaa, "Prediction of stored energy in polycrystalline materials during cyclic loading," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 45, no. 6, pp. 1570–1586, 2008.
- [14] W. Oliferuk, A. Korbel, and M. W. Grabski, "Mode of deformation and the rate of energy storage during uniaxial tensile deformation of austenitic steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 220, no. 1-2, pp. 123–128, 1996.
- [15] W. Oliferuk, M. Maj, and B. Raniecki, "Experimental analysis of energy storage rate components during tensile deformation of polycrystals," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 374, no. 1-2, pp. 77–81, 2004.
- [16] N. Hansen and D. Kuhlmann-Wilsdorf, "Low energy dislocation structures due to unidirectional deformation at low temperatures," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 81, pp. 141–161, 1986.
- [17] W. Oliferuk and M. Maj, "Plastic instability criterion based on energy conversion," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 462, no. 1-2, pp. 363–366, 2007.
- [18] W. Oliferuk, M. Maj, and K. Zembrzycki, "Determination of the energy storage rate distribution in the area of strain localization using infrared and visible imaging," *Experimental Mechanics*, vol. 55, no. 4, pp. 753–760, 2015.
- [19] A. Rusinek and J. Klepaczko, "Experiments on heat generated during plastic deformation and stored energy for trip steels," *Materials & Design*, vol. 30, no. 1, pp. 35–48, 2009.
- [20] D. Rittel, L. Zhang, and S. Osovski, "The dependence of the taylor-quinney coefficient on the dynamic loading mode," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 107, pp. 96–114, 2017.
- [21] X. Wang, L. Wang, and M. Huang, "Kinematic and thermal characteristics of lüders and portevin-le châtelier bands in a medium mn transformation-induced plasticity steel," *Acta Materialia*, vol. 124, pp. 17–29, 2017.
- [22] H. Louche and A. Chrysochoos, "Thermal and dissipative effects accompanying lüders band propagation," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 307, no. 1-2, pp. 15–22, 2001.
- [23] S. Dumoulin, H. Louche, O. Hopperstad, and T. Børvik, "Heat sources, energy storage and dissipation in high-strength steels: experiments and modelling," *European Journal of Mechanics-A/Solids*, vol. 29, no. 3, pp. 461–474, 2010.
- [24] P. Seelan, J. Dulieu-Barton, and F. Pierron, "Microstructural assessment of 316l stainless steel using infrared thermography based measurement of energy dissipation arising from cyclic loading," *Mechanics of Materials*, vol. 148, p. 103455, 2020.

- [25] N. Connesson, F. Maquin, and F. Pierron, "Dissipated energy measurements as a marker of microstructural evolution: 316l and dp600," *Acta Materialia*, vol. 59, no. 10, pp. 4100 4115, 2011.
- [26] P. Knysh and Y. Korkolis, "Determination of the fraction of plastic work converted into heat in metals," *Mechanics of Materials*, vol. 86, pp. 71–80, 2015.
- [27] O. Kingstedt and J. Lloyd, "On the conversion of plastic work to heat in mg alloy az31b for dislocation slip and twinning deformation," *Mechanics of Materials*, vol. 134, pp. 176–184, 2019.
- [28] A. Chrysochoos, B. Wattrisse, J.-M. Muracciole, and Y. El Kaïm, "Fields of stored energy associated with localized necking of steel," *Journal of Mechanics of Materials and Structures*, vol. 4, no. 2, pp. 245–262, 2009.
- [29] L. Bodelot, L. Sabatier, E. Charkaluk, and P. Dufrénoy, "Experimental setup for fully coupled kinematic and thermal measurements at the microstructure scale of an aisi 316l steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 501, no. 1-2, pp. 52–60, 2009.
- [30] L. Li, J.-M. Muracciole, L. Waltz, L. Sabatier, F. Barou, and B. Wattrisse, "Local experimental investigations of the thermomechanical behavior of a coarse-grained aluminum multicrystal using combined dic and irt methods," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 81, pp. 1–10, 2016.
- [31] D. Kuhlmann-Wilsdorf, "Leds: Properties and effects of low energy dislocation structures," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 86, pp. 53–66, 1987.
- [32] D. Kuhlmann-Wilsdorf and N. Hansen, "Geometrically necessary, incidental and subgrain boundaries," *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 25, no. 7, pp. 1557–1562, 1991.
- [33] D. Kuhlmann-Wilsdorf, "Dislocation cells, redundant dislocations and the leds hypothesis," *Scripta Materialia*, vol. 34, no. 4, pp. 641–650, 1996.
- [34] D. Kuhlmann-Wilsdorf, "Q: Dislocations structures—how far from equilibrium? a: Very close indeed," *Materials Science and Engineering:* A, vol. 315, no. 1-2, pp. 211–216, 2001.
- [35] D. Hughes, N. Hansen, and D. Bammann, "Geometrically necessary boundaries, incidental dislocation boundaries and geometrically necessary dislocations," *Scripta Materialia*, vol. 48, no. 2, pp. 147–153, 2003.
- [36] J. F. Nye, "Some geometrical relations in dislocated crystals," Acta Metallurgica, vol. 1, no. 2, pp. 153–162, 1953.

- [37] M. Ashby, "The deformation of plastically non-homogeneous materials," *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, vol. 21, no. 170, pp. 399–424, 1970.
- [38] G. E. Dieter and D. Bacon, Mechanical Metallurgy, vol. 3. McGraw-hill New York, 1976.
- [39] J. Lu, L. Hultman, E. Holmström, K. H. Antonsson, M. Grehk, W. Li, L. Vitos, and A. Golpayegani, "Stacking fault energies in austenitic stainless steels," *Acta Materialia*, vol. 111, pp. 39–46, 2016.
- [40] B. C. De Cooman, Y. Estrin, and S. K. Kim, "Twinning-induced plasticity (twip) steels," *Acta Materialia*, vol. 142, pp. 283–362, 2018.
- [41] G. E. Dieter, Mechanical metallurgy, 3rd ed. McGraw-hill New York, 1986.
- [42] D. Hull and D. J. Bacon, Introduction to dislocations. Butterworth-Heinemann, 2001.
- [43] B. L. Adams, S. I. Wright, and K. Kunze, "Orientation imaging: the emergence of a new microscopy," *Metallurgical Transactions A*, vol. 24, no. 4, pp. 819–831, 1993.
- [44] S. Sun, B. Adams, and W. King, "Observations of lattice curvature near the interface of a deformed aluminium bicrystal," *Philosophical Magazine A*, vol. 80, no. 1, pp. 9–25, 2000.
- [45] B. El-Dasher, B. Adams, and A. Rollett, "Experimental recovery of geometrically necessary dislocation density in polycrystals," *Scripta Materialia*, vol. 48, no. 2, pp. 141–145, 2003.
- [46] E. Demir, D. Raabe, N. Zaafarani, and S. Zaefferer, "Investigation of the indentation size effect through the measurement of the geometrically necessary dislocations beneath small indents of different depths using ebsd tomography," *Acta Materialia*, vol. 57, no. 2, pp. 559–569, 2009.
- [47] J. Kadkhodapour, S. Schmauder, D. Raabe, S. Ziaei-Rad, U. Weber, and M. Calcagnotto, "Experimental and numerical study on geometrically necessary dislocations and non-homogeneous mechanical properties of the ferrite phase in dual phase steels," *Acta Materialia*, vol. 59, no. 11, pp. 4387–4394, 2011.
- [48] W. Peters, W. Ranson, M. Sutton, T. Chu, and J. Anderson, "Application of digital correlation methods to rigid body mechanics," *Optical Engineering*, vol. 22, no. 6, p. 226738, 1983.
- [49] M. Sutton, W. Wolters, W. Peters, W. Ranson, and S. McNeill, "Determination of displacements using an improved digital correlation method," *Image and Vision Computing*, vol. 1, no. 3, pp. 133–139, 1983.

- [50] B. Pan, K. Qian, H. Xie, and A. Asundi, "Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement: a review," *Measurement Science and Technology*, vol. 20, no. 6, p. 062001, 2009.
- [51] M. Nowak and M. Maj, "Determination of coupled mechanical and thermal fields using 2d digital image correlation and infrared thermography: Numerical procedures and results," *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 18, no. 2, pp. 630–644, 2018.
- [52] M. Nowak and M. Maj, "Thermocorr." http://www.thermocorr.ippt.pan.pl, 2018.
- [53] J. Venables and C. Harland, "Electron back-scattering patterns—a new technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscope," *Philosophical Magazine*, vol. 27, no. 5, pp. 1193–1200, 1973.
- [54] D. J. Dingley and V. Randle, "Microtexture determination by electron back-scatter diffraction," *Journal of Materials Science*, vol. 27, no. 17, pp. 4545–4566, 1992.
- [55] M. Faryna, Analiza zależności krystalograficznych faz składowych w kompozytach z osnową ceramiczną. Polska Akademia Nauk. Instytut Metalurgii i Inżynierii Materiałowej, 2003.
- [56] N. K. Lassen, D. J. Jensen, and K. Conradsen, "Image processing procedures for analysis of electron back scattering patterns," *Scanning Microscopy*, vol. 6, pp. 115–121, 1992.
- [57] S. I. Wright and M. M. Nowell, "Ebsd image quality mapping," *Microscopy and Microanalysis*, vol. 12, no. 1, pp. 72–84, 2006.
- [58] D. P. Field, "Recent advances in the application of orientation imaging," *Ultramicroscopy*, vol. 67, no. 1-4, pp. 1–9, 1997.
- [59] A. J. Wilkinson, "A new method for determining small misorientations from electron back scatter diffraction patterns," *Scripta Materialia*, vol. 44, no. 10, pp. 2379–2385, 2001.
- [60] F. Humphreys, "Review grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction," *Journal of Materials Science*, vol. 36, no. 16, pp. 3833–3854, 2001.
- [61] H.-J. Bunge, *Texture analysis in materials science: mathematical methods*. Elsevier, 2013.
- [62] L. N. Brewer, D. P. Field, and C. C. Merriman, *Mapping and Assessing Plastic Deformation Using EBSD*, pp. 251–262. Boston, MA: Springer US, 2009.
- [63] A. J. Wilkinson and D. J. Dingley, "Quantitative deformation studies using electron back scatter patterns," *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 39, no. 12, pp. 3047–3055, 1991.

- [64] S. Wardle, L. Lin, A. Cetel, and B. Adams, "Orientation imaging microscopy: Monitoring residual stress profiles in single crystals using an image-quality parameter, iq," in *Proceedings of the Annual Meeting-Electron Microscopy Society of America*, pp. 680–680, San francisco press, 1994.
- [65] S. I. Wright, M. M. Nowell, and D. P. Field, "A review of strain analysis using electron backscatter diffraction," *Microscopy and Microanalysis*, vol. 17, no. 3, pp. 316–329, 2011.
- [66] D. Gerbig, A. Bower, V. Savic, and L. G. Hector Jr, "Coupling digital image correlation and finite element analysis to determine constitutive parameters in necking tensile specimens," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 97, pp. 496–509, 2016.
- [67] S. Marth, H.-Å. Häggblad, M. Oldenburg, and R. Östlund, "Post necking characterisation for sheet metal materials using full field measurement," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 238, pp. 315–324, 2016.
- [68] A. Brosius, N. Küsters, and M. Lenzen, "New method for stress determination based on digital image correlation data," *CIRP Annals*, vol. 67, no. 1, pp. 269–272, 2018.
- [69] W. Olszak, P. Perzyna, and A. Sawczuk, *Teoria plastyczności: praca zbiorowa*. Państwowe Wydaw. Naukowe, 1965.
- [70] S. Musiał, M. Nowak, and M. Maj, "Stress field determination based on digital image correlation results," *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 19, no. 4, pp. 1183–1193, 2019.
- [71] F. Barlat and K. Lian, "Plastic behavior and stretchability of sheet metals. part i: A yield function for orthotropic sheets under plane stress conditions," *International Journal of Plasticity*, vol. 5, no. 1, pp. 51–66, 1989.
- [72] M. Dutko, D. Perić, and D. Owen, "Universal anisotropic yield criterion based on superquadric functional representation: part 1. algorithmic issues and accuracy analysis," *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, vol. 109, no. 1-2, pp. 73–93, 1993.
- [73] J. Holman, Heat Transfer. The McGraw-Hill Companies, Inc, 2010.
- [74] P. Stanley, "Beginnings and early development of thermoelastic stress analysis," *Strain*, vol. 44, no. 4, pp. 285–297, 2008.
- [75] P. Stanley and W. Chan, "Quantitative stress analysis by means of the thermoelastic effect," *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, vol. 20, no. 3, pp. 129–137, 1985.

- [76] J. Dulieu-Barton and P. Stanley, "Development and applications of thermoelastic stress analysis," *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, vol. 33, no. 2, pp. 93–104, 1998.
- [77] B. Staniszewski, Wymiana ciepła. Podstawy teoretyczne. PWN Warszawa, 1963.
- [78] M. A. Michiejew, Osnowy tiepłopieredaczy. II izd. Goseniergoizdat, Moskwa-Leningrad, 1956.
- [79] T. Sakagami, N. Yamaguchi, S. Kubo, and T. Nishimura, "A new full-field motion compensation technique for infrared stress measurement using digital image correlation," *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, vol. 43, no. 6, pp. 539–549, 2008.
- [80] T. Pottier, M.-P. Moutrille, J.-B. Le Cam, X. Balandraud, and M. Grediac, "Study on the use of motion compensation techniques to determine heat sources. application to large deformations on cracked rubber specimens," *Experimental Mechanics*, vol. 49, pp. 561–574, 2009.
- [81] T. Pottier, F. Toussaint, H. Louche, and P. Vacher, "Inelastic heat fraction estimation from two successive mechanical and thermal analyses and full-field measurements," *European Journal of Mechanics-A/Solids*, vol. 38, pp. 1–11, 2013.
- [82] S. Musiał, M. Maj, L. Urbański, and M. Nowak, "Field analysis of energy conversion during plastic deformation of 310s stainless steel," *International Journal of Solids and Structures*, p. 111411, 2022.
- [83] D.-T. Lee and B. J. Schachter, "Two algorithms for constructing a delaunay triangulation," *International Journal of Computer & Information Sciences*, vol. 9, no. 3, pp. 219–242, 1980.
- [84] P. Brofman and G. Ansell, "On the effect of carbon on the stacking fault energy of austenitic stainless steels," *Metallurgical Transactions A*, vol. 9, no. 6, pp. 879–880, 1978.
- [85] B. Beausir and J. Fundenberger, "Analysis tools for electron and x-ray diffraction," *ATEX-software, www. atex-software. eu, Université de Lorraine-Metz*, 2017.
- [86] E. Pieczyska, "Thermoelastic effect in austenitic steel referred to its hardening," *Journal* of Theoretical and Applied Mechanics, vol. 37, no. 2, pp. 349–368, 1999.
- [87] W. Oliferuk, M. Maj, R. Litwinko, and L. Urbański, "Thermomechanical coupling in the elastic regime and elasto-plastic transition during tension of austenitic steel, titanium and aluminium alloy at strain rates from 10- 4 to 10- 1 s- 1," *European Journal of Mechanics-A/Solids*, vol. 35, pp. 111–118, 2012.

- [88] R. Logan and W. Hosford, "Upper-bound anisotropic yield locus calculations assuming< 111>-pencil glide," *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 22, no. 7, pp. 419–430, 1980.
- [89] S. Godet, L. Jiang, A. Luo, and J. Jonas, "Use of schmid factors to select extension twin variants in extruded magnesium alloy tubes," *Scripta Materialia*, vol. 55, no. 11, pp. 1055–1058, 2006.
- [90] D. Barbier, N. Gey, S. Allain, N. Bozzolo, and M. Humbert, "Analysis of the tensile behavior of a twip steel based on the texture and microstructure evolutions," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 500, no. 1-2, pp. 196–206, 2009.
- [91] I. Dillamore, "The stacking fault energy dependence of the mechanisms of deformation in fcc metals," *Metallurgical Transactions*, vol. 1, pp. 2463–2470, 1970.
- [92] P. Yang, Q. Xie, L. Meng, H. Ding, and Z. Tang, "Dependence of deformation twinning on grain orientation in a high manganese steel," *Scripta Materialia*, vol. 55, no. 7, pp. 629–631, 2006.
- [93] B. Duggan, M. Hatherly, W. Hutchinson, and P. Wakefield, "Deformation structures and textures in cold-rolled 70: 30 brass," *Metal Science*, vol. 12, no. 8, pp. 343–351, 1978.
- [94] K. Morii, H. Mecking, and Y. Nakayama, "Development of shear bands in fcc single crystals," *Acta Metallurgica*, vol. 33, no. 3, pp. 379–386, 1985.
- [95] T. Leffers and J. Bilde-Sørensen, "Intra-and intergranular heterogeneities in the plastic deformation of brass during rolling," *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 38, no. 10, pp. 1917–1926, 1990.
- [96] E. El-Danaf, S. Kalidindi, R. Doherty, and C. Necker, "Deformation texture transition in brass: critical role of micro-scale shear bands," *Acta Materialia*, vol. 48, no. 10, pp. 2665–2673, 2000.
- [97] W. Yeung and B. Duggan, "Shear band angles in rolled fcc materials," Acta Metallurgica, vol. 35, no. 2, pp. 541–548, 1987.
- [98] H. Paul, J. Driver, C. Maurice, and Z. Jasieński, "Shear band microtexture formation in twinned face centred cubic single crystals," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 359, no. 1-2, pp. 178–191, 2003.
- [99] M. A. Meyers, G. Subhash, B. Kad, and L. Prasad, "Evolution of microstructure and shear-band formation in α-hcp titanium," *Mechanics of Materials*, vol. 17, no. 2-3, pp. 175–193, 1994.