

dc_982_15

Lapcentrált köbös fémek és ötvözetek képlékeny alakváltozási folyamatainak leírása és elemzése

MTA doktori értekezés

Nguyen Quang Chinh



Eötvös Loránd Tudományegyetem
Fizikai Intézet, Anyagfizikai Tanszék

Budapest, 2015

Tartalomjegyzék

Bevezetés	4
I. Irodalmi áttekintés	6
I.1. Polikristályos fémek deformációjának általános jellemzése	6
I.1.1. Feszültség-deformáció összefüggés egytengelyű nyújtás során	6
I.1.2. Képlékeny folyamatot leíró diszlokáció-alapú modellek	8
I.1.3. Stacionárius kúszás jellemzői	10
I.1.3.1. Sebesség-érzékenységi tényező	10
I.1.3.2. Termikus aktiválás és mikroszerkezeti tényezők hatása	12
I.1.3.3. A deformációmechanizmus-térkép	13
I.1.4. Szemcsehatárok szerepe	17
I.1.4.1. Hall-Petch összefüggés	17
I.1.4.2. Szemcsehatár-csúszás mechanizmusa	19
I.2. Ötvözők hatása a képlékeny deformációra	21
I.2.1. Szilárdság-növelő mechanizmusok	21
I.2.2. Tútelített szilárd oldatok szétesésének folyamatai	22
I.3. Ötvöző atomok dinamikus hatása: képlékeny instabilitás	25
I.3.1. Portevin-Le Châtelier effektus kísérleti jellemzői	26
I.3.2. Portevin-Le Châtelier effektus alapja: $\mathcal{N}$ -alakú $\sigma - \dot{\epsilon}$ összefüggés	27
I.3.3. A Portevin-Le Châtelier effektust értelmező modellek	29
I.4. Nagymértékű képlékeny – szemcsefinomító – alakítási folyamatok	31
I.4.1. A könyöksajtolás (Equal Channel Angular Pressing, ECAP)	32
I.4.2. A nagynyomású csavarás (High Pressure Torsion, HPT)	36
I.5. Előzmények és célkitűzések	38
II. Vizsgálati módszerek és anyagok	39
II. 1. Mechanikai vizsgálatok	39
II.1.1. Makroszkopikus egytengelyű nyújtási és összenyomási mérések	39
II.1.2. Dinamikus mikro- és nanobenyomódási mérések	39
II.2. Mikroszerkezeti vizsgálatok	40
II.2.1. Transzmissziós elektronmikroszkópos (TEM) mérések	40
II.2.2. Pásztázó elektronmikroszkópos (SEM), fókuszált ionnyaláb (FIB) és visszaszórt elektrondiffrakció (EBSD) mérések	41
II.2.3. Atomi erőmikroszkópos (AFM) mérések	41

II.3. Vizsgálati anyagok	41
III. Saját eredmények és értelmezésük	42
III.1. Lapcentrált köbös fémek plasztikus deformációjának leírása széles deformáció-tartományban [S1-S4]	42
III.1.1. A kísérleti feszültség-deformáció kapcsolat	42
III.1.2. A mikroszerkezet fejlődése deformáció során	44
III.1.3. Új konstitutív egyenlet a feszültség-deformáció kapcsolat leírására	45
III.1.4. Az új konstitutív egyenlet elméleti háttere: mikroszkopikus folyamatok plasztikus deformáció során [S1,S4]	48
III.1.5. Az új konstitutív egyenlet alkalmazása: Al képlékeny deformációjának alacsony és magas-hőmérsékletű tartományának definíciója az új egyenlet alapján [S2]	52
III.2. Kivétel erősíti a szabályt: Ag képlékeny deformációja [S5-S10]	59
III.2.1. Önlágyulás a nagymértékben deformált ezüstben [S5-S10]	59
III.2.2. A nagymértékben deformált ezüst mikroszerkezete	61
III.2.3. A deformált ezüst mechanikai és szerkezeti tulajdonságainak változása szobahőmérsékleten való tárolás során	63
III.2.4. Extrém kis rétegződési energia hatása [S8,S9]	68
III.3. Az ötvöző elemek és kiválások hatása a képlékeny deformációra [S11-S20]	72
III.3.1. Mélységérzékeny benyomódási mérések során fellépő képlékeny instabilitás általános jellemzői	72
III.3.2. Mélységérzékeny benyomódási mérések során fellépő képlékeny instabilitás jellemzése Al-Mg stabil szilárd oldatok esetén [S11-S15,S17]	74
III.3.2.1. Instabilitási erő-mélység lépcsők fejlődése	74
III.3.2.2. Képlékeny instabilitás bekövetkezésének felső deformáció-sebesség határa	76
III.3.2.3. Az ötvözőkoncentráció hatása az instabilitási lépcsők képződésére	77
III.3.3 Mélységérzékeny benyomódási mérések során fellépő képlékeny instabilitás jellemzése Al-Zn-Mg túltelített szilárd oldatú ötvözetek esetében [S14-S20]	81
III.3.3.1. Túltelített mikroszerkezetek szobahőmérsékleten való szétesésének a hatása a mélységérzékeny benyomódás során fellépő képlékeny instabilitásra	82
III.3.3.2. Képlékeny instabilitás jelentősége a nemesíthető ötvözetek szemcsefinomításában	87
III.3.3.3. Önszerveződő kritikusságra utaló jelenség az Al-Zn-Mg ötvözetekben fellépő Portevin-Le Chatelier képlékeny instabilitásban [S20]	91

III.4. Ultra-finomszemcsés (UFSz) anyagok képlékeny deformációja [S21-S28]	97
III.4.1. Ultra-finomszemcsés Al és Al-30Zn ötvözet képlékeny deformációjának a jellemzése	97
III.4.1.1. UFSz Al deformációs folyamatának jellemzése egy tengelyű összenyomással	97
III.4.1.2. UFSz Al és Al-30Zn ötvözet deformációs folyamatának jellemzése mélységérzékeny benyomódással [S21]	99
III.4.1.3. Atomi erőmikroszkópos (AFM) vizsgálatok az UFSz Al-ban végbemenő szemcsehatár-csúszásról [S21-S24]	102
III.4.1.4. UFSz Al-30Zn ötvözet deformációs folyamatának jellemzése mélységérzékeny benyomódás mérésekkel [S24-S28]	106
III.4.1.5. Az UFSz Al-30Zn ötvözetben végbemenő intenzív szemcsehatár-csúszás vizsgálata a mikrooszlopok összenyomásával [S26,S28]	112
III.4.2. Hall-Petch effektus az UFSz lapcentrált köbös anyagok esetében [S23]	116
 IV. A kutatási eredmények gyakorlati hasznosítása	 121
V. Az eredmények tézises összefoglalása	122
Köszönetnyilvánítás	125
A disszertációhoz kapcsolódó saját publikációk jegyzéke	126
Irodalomjegyzék	129

Bevezetés

Gyorsan fejlődő világunkban több húzó ágazat, mint pl. építőipar, gépjárműipar vagy akár feldolgozó és elektronikai iparágak egyre újabb igényeket támasztanak a felhasználandó anyagokkal szemben. Egyrészt a felhasználandó fémek szilárdsági és alakíthatósági paramétereinek javítását célozzák meg a kutatók és a gyártók, másrészt a gazdasági és környezetvédelmi követelményeknek megfelelően az alkalmazható alapanyagok skálájának szélesítését is elvárják. A technikai fejlődésnek köszönhetően mind az anyagfejlesztésben, mind a vizsgálati módszerekben nagy lehetőségek nyílnak például a nano- és szubmikronkristályos anyagok előállításában, vagy a különböző méretű minták képlékeny deformációjának nanoskálán történő nyomon követésében. A fejlett világban óriási kutatómunka folyik annak érdekében, hogy újabb és újabb, a különböző céloknak jobban megfelelő anyagokat állítsanak elő, aminek egyik fontos feltétele, hogy jobban és részletesebben megismerjük a fémek szilárdságnövelő és deformációs mechanizmusaival kapcsolatos folyamatokat.

A fémek képlékeny alakváltozása, valamint a szilárdságnövelés mikromechanizmusai több évtizede tanulmányozott és még ma sem teljesen tisztázott problémakörök. Több mint 60 évvel ezelőtt Voce [1] és később Cotrell [2] is rámutatott arra, hogy az alakítási keményedés igen nagymértékben megnövelheti a tiszta réz szilárdságát, aminek a maximumát meg is jósolták. A manapság már ismertté és elfogadottá vált nagymértékű deformációs eljárásokkal, mint pl. könyöksajtolással [3-6] vagy nagynyomású csavarással [5,6] kapott eredmények legalább 25%-kal felülmúlják az említett jósolt maximumot. A nagymértékű deformációk alkalmazása egy sor újabb kérdést vet fel, mint például hogyan írható le a deformáció folyamata széles deformáció-tartományban, mitől függhet a maximális szilárdságot meghatározó, telítési diszlokáció-sűrűség, és az ilyen függés általánosítható-e az azonos felépítésű – mint pl. lapcentrált köbös (l.c.k.) szerkezetű – fémcsoportra...stb.

A polikristályos fémek képlékenységeinek fontos tényezője a szemcseméret, amitől nagymértékben függhet a deformáció mechanizmusa. A Frost és Ashby által kb. 30 évvel ezelőtt írt, sokat idézett, szinte kézikönyvként használt „Deformációmechanizmusok térképei” (eredeti angol kifejezés: Deformation-Mechanism Maps) című összefoglalóban [7] található l.c.k. szerkezetű Ni-re és Al-ra vonatkozó mechanizmus-térképek 1, illetve $10\ \mu\text{m}$ legkisebb szemcseméretre voltak szerkesztve. Az említett nagymértékű deformációs eljárásokkal elért jóval

kisebb – 200 nm , illetve $1\text{ }\mu\text{m}$ - szemcseméret esetén tapasztalt erős ikresedés [8] vagy szobahőmérsékleten végbemenő intenzív szemcsehatár-csúszás [9] minden bizonnyal újabb információkat szolgáltat a finomszemcsés tömbi anyagok képlékeny deformációjáról.

Az ELTE Anyagfizikai (korábban Általános Fizika) Tanszékén évtizedek óta folyik az anyagok mechanikai tulajdonságainak vizsgálata, szoros együttműködésben több hazai és külföldi intézménnyel. A jelen doktori értekezés a tanszéken folyó több éves kutatási programokhoz kapcsolódik. Több olyan új kísérleti eredmény is született, amelyek kifejezetten azzal függnek össze, hogy az utóbbi 10-15 évben sikerült korszerű mérőeszközöket - mint pl. atomi erő mikroszkópot, nano- és mikroindentációs berendezéseket, vagy a legújabb többfunkciós pásztázó elektron mikroszkópot - beszerezni. Ezek a modern eszközök, amelyekkel már nanométeres szinten nyomon követhető több fontos képlékeny folyamat, és amelyekkel új mérési eljárások válnak lehetségessé, nagy lökést adtak és adnak egyes ismert jelenségek alaposabb és mélyebb megértéséhez. Így például, a mikroindentációs eszköz használatával, a világon elsőként kezdődött meg a Tanszékünkön képlékeny instabilitások dinamikus mikrokeménységméréssel történő tanulmányozása, lehetővé téve több fontos tényező vizsgálatát is.

Az értekezésben bemutatott saját kutatási eredményeimet a lapcentrált köbös fémek és ötvözetek képlékeny tulajdonságainak a vizsgálatában értem el. Kutatási célom egyrészt a deformáció-folyamatok elemzése széles deformáció tartományban, másrészt pedig képlékeny deformációt befolyásoló tényezők - az oldott atomok, kiválások, szemcseméret, rétegződési hibaenergia – szerepének a tanulmányozása volt. A dolgozat első fejezetében a témához tartozó, aktuális szakirodalmat tekintem át. Ezt követően, a második fejezetben ismertetem vizsgálataim célkitűzéseit, a harmadik fejezetben pedig az alkalmazott vizsgálati módszereket. A legterjedelmesebb részben, a negyedik fejezetben részletesen bemutatom saját kutatási eredményeimet. Először a tiszta l.c.k. fémek képlékeny deformációjára jellemző feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) összefüggés elemzését, majd a különböző mikroszerkezeti tényezők hatásának a vizsgálatát ismertetem. Ezt követően, az ötödik fejezetben felvázolom a kapott eredmények gyakorlati hasznosítási lehetőségeit. A hatodik fejezet tartalmazza értekezésem téziseit.

I. Irodalmi áttekintés

I.1. Polikristályos fémek deformációjának általános jellemzése

I.1.1. Feszültség-deformáció összefüggés egytengelyű deformáció során

Ha egy szilárd testet – mintát - egytengelyű nyújtással vagy összenyomással deformálunk σ feszültséggel, akkor a mintában létrejövő deformáció $\dot{\varepsilon}$ sebessége általában a feszültség nagyságán kívül függ a T hőmérséklettől, az előzetes ε deformációtól, a mikroszerkezetre jellemző S_i paraméterektől (szemcsemérettől, diszlokáció-sűrűségtől, kiválási szerkezettől...stb). Az alakváltozást leíró deformációs állapotegyenlet (konstitutív egyenlet) ezért általában egy többváltozós függvény alakjában adható meg [10, 11]:

$$\dot{\varepsilon} = f(\sigma, \varepsilon, T, S_i). \quad (1)$$

Mivel különböző feszültség-tartományokban, különböző hőmérséklet-tartományokban más és más mechanizmussal történhet a képlékeny deformáció, az f függvény általános megadása nem egyszerű, és az ismert összefüggések korlátozott tartományokban érvényesek. Erre példa az I.1.3.2. pontban bemutatandó, kúszásra vonatkozó konstitutív egyenlet. A gyakorlatban, amikor a deformációs folyamat állandó hőmérsékleten megy végbe, a feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) összefüggést szokták tanulmányozni.

A lapcentrált köbös (l.c.k.) szerkezetű egykristályok esetében jól ismert és megállapított tény, hogy a feszültség-deformáció görbén három – I., II. és III. – szakaszt különböztethetünk meg. Az egyes szakaszokra jellemző paraméterek a hőmérséklettől, a kristály orientációjától és a szennyezettség mértékétől erősen függenek [12, 13]. Az I. szakasz, amit a könnyű csúszás vagy egyszeres csúszás tartományának is szokás nevezni, a rugalmas alakváltozás után a σ_0 küszöbfeszültségen kezdődik. Ebben a tartományban egyetlen aktív csúszási rendszer működik, és ha egy forrásból egyszer egy diszlokáció elindul, az az anyagban viszonylag – akadály nélkül – messzire eljut. A II., ún. lineáris szakaszban, ahol viszonylag gyorsan nő a diszlokáció-sűrűség, a σ folyásfeszültség lineárisan növekszik a deformációval. A III., ún. parabolikus szakaszban a keresztcsúszás beindulásával a görbe meredeksége - az alakítási keményedés – egyre csökken, a folyásfeszültség közel gyökösen változik a deformáció függvényében. Az említett három szakasz

általános tulajdonságai, valamint a kristály-orientációtól, a hőmérséklettől és sebességtől való függésük több összefoglaló dolgozatban is megtalálhatók [12-15]

A gyakorlatban felhasznált anyagok a legtöbb esetben polikristályos szerkezetűek. Ilyen anyagok képlékeny alakváltozásában teljesen kimarad az I. és II. szakasz, a deformáció folyamata a III. szakasszal kezdődik. A jelen értekezésben ismertetett saját kutatási eredményeim is polikristályos l.c.k. fémek és ötvözetek tulajdonságaira vonatkoznak. Így a továbbiakban a polikristályos – teljesen véletlenszerű orientációjú kristályszemcsékből álló - anyagokkal kapcsolatos irodalmi adatokra szorítkozom.

Ha külső erő hat egy polikristályos testre, akkor a nagyszámú és különböző orientációjú szemcse deformációja mellett a szemcsehatárok is nagymértékben befolyásolják a próbatest makroszkopikus feszültség-deformáció görbáját. Hollomon [16] volt az első, aki majdnem hetven évvel ezelőtt vezette be a következő – nagyon hasznos és gyakran idézett - hatványfüggvény alakú összefüggést:

$$\sigma = \sigma_o + K \cdot \varepsilon^m, \quad (2)$$

ahol σ_o , K and m a hőmérséklettől függő anyagi állandók, σ_o a folyáshatár, ahonnan kezdődik a képlékeny deformáció. A l.c.k. szerkezetű minták homogén alakváltozása szobahőmérsékletű egytengelyű nyújtás során legtöbbször nem haladja meg a 20-30%-ot ($\varepsilon < 0.2$). Ilyen mérésekre kapott feszültség-deformáció görbék jól írhatók le a (2) egyenlettel. Több Al ötvözetben [17-19] végzett mérésekre alkalmazva az (2) formulát, tipikusan $m \approx 0.5$ érték adódik, míg a K paraméterre $10^{-1} \mu > K > 10^{-3} \mu$, ahol μ az Al nyírási modulus.

A kísérleti adatokkal való egyezés ellenére is sejthető, hogy a (2) összefüggés csak korlátozott körülmények között működhet. Ugyanis, legalább elvileg, az (2) egyenlet alapján nem lenne felső határa a folyásfeszültségnek nagy deformációknál, azaz $\sigma \rightarrow \infty$ ha $\varepsilon \rightarrow \infty$. Ezzel ellentétben, több kísérleti adat [20-22] is arra utal, hogy a σ feszültség telítést mutat nagy ε deformációknál. Tény, hogy a Hollomon-féle (2) formula csak kis deformáció tartományban működik elfogadhatóan.

A telítést is figyelembe véve, széles deformáció tartományra Voce [1] javasolta a következő exponenciális formulát:

$$\frac{\sigma_{sat} - \sigma}{\sigma_{sat} - \sigma_o} = \exp\left(-\frac{\varepsilon}{\varepsilon_c}\right) \quad (3)$$

ahol σ_0 a folyáshatár, σ_{sat} , és ε_c szintén hőmérséklettől függő anyagi állandók. Látható a (3) formulából, hogy nagy deformációknál a σ feszültség a σ_{sat} telítési értékhez tart. A (3) összefüggést eredetileg Cu minták képlékeny alakváltozásának a leírására vezette be Voce, több mint hatvan évvel ezelőtt, amikor a rendelkezésre álló analitikai eszközök még nagyon korlátozottak voltak. A nagy deformációkra vonatkozó kísérletek hiányában, Voce – saját szavai szerint – „kézlengetős módszerrel” (eredetiben: free-hand extrapolation method) [1] becsülte a σ_{sat} telítési értéket. Az ilyen korlátok miatt előre látható, hogy a Voce formulával kapott σ_{sat} tulajdonképpen csak egy közelítő érték. Az eredeti munkában a (3) formula 99.96% Cu-re való alkalmazásával Voce a σ_{sat} -ra kb. 305 MPa (eredetiben publikált: 19.7 tons/sq.in.) értéket kapott. Ez az érték lényegesen – kb. 25%-kal – kisebb közel ötven évvel később kísérletileg kapott 380-390 MPa értéknél [21]. Az elmondottak alapján egyértelmű, hogy a Voce-féle (3) egyenlet is csak egy közelítő összefüggésnek tekinthető a polikristályos fémekre jellemző feszültség-deformáció kapcsolat leírására.

I.1.2. A képlékeny alakváltozási folyamatot leíró diszlokáció-alapú modellek

Az alakítási keményedés mechanizmusára vonatkozó elméletek [10-15,23] azon alapszanak, hogy a σ folyásfeszültséget egyértelműen meghatározza a mikroszerkezet, a deformáció, a deformáció-sebesség és a hőmérséklet. Továbbá, a deformációs mikroszerkezet fejlődése elsősorban a deformáció-állapottól függ adott deformáció-sebesség és adott hőmérséklet mellett. Az elméleti munkákban így általában a mikroszerkezetet jellemző ρ átlagos diszlokáció-sűrűséget modellezik az ε deformáció függvényében. A $\rho(\varepsilon)$ ismeretében, valamint a:

$$\sigma_p = \alpha M b \sqrt{\rho} \quad (4)$$

Taylor-formula alapján a $\sigma_p - \varepsilon$ összefüggés, és így a $\frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon}$ alakítási keményedés is meghatározható. A (4) formulában σ_p a képlékeny deformációhoz tartozó feszültségjárulék ($\sigma_p = \sigma - \sigma_0$), α egy geometriai állandót, M a Taylor-faktort, b a Burgers-vektor nagyságát jelöli. Kis deformációk esetén, amikor a képlékeny munka csak a diszlokáció-keltésre fordítódik,

feltételezhető, hogy a diszlokáció-sűrűség egyenesen arányos deformáció mértékével ($\rho \propto \varepsilon$). Ez arra vezet, hogy a teljes feszültség ($\sigma = \sigma_0 + \sigma_p$) lineárisan változik a $\sqrt{\varepsilon}$ -nal, azaz

$$\sigma = \sigma_0 + K^* \cdot \sqrt{\varepsilon} . \quad (5)$$

ami nem más, mint az (2)-es formulában látható Hollomon-függvény $m = 0.5$ értékű kitevővel.

Nagyobb deformáció tartományokra már további sokszorozódási és annihilációs folyamatokat is feltételeztek a diszlokációs mikroszerkezet fejlődésének leírásában. Az egyik gyakran hivatkozott, Kocks és Mecking által alkotott (KM) modellben [13,23-25], például, a teljes ρ diszlokáció-sűrűség fejlődését a

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = K_1 \cdot \rho^{1/2} - K_2 \cdot \rho \quad (6)$$

egyenlet írja le, ahol a K_1 és K_2 anyagi állandók, a deformáció-sebességtől és a hőmérséklettől függhetnek. A (6) egyenlet jobb oldalán szereplő első tag azt írja le, hogy a sokszorozódás forrásainak a száma fordítottan arányos a diszlokációk közötti $\rho^{-1/2}$ átlagos távolsággal. A második tag pedig a dinamikus megújulást veszi figyelembe, feltételezve, hogy a diszlokáció-eltűnés valószínűsége első rendű kinetikát követ, vagyis egyenesen arányos a teljes ρ diszlokáció-sűrűséggel. Figyelembe véve azt a kísérleti tapasztalatot is, hogy a tiszta fémek deformációjának már korai szakaszában kialakulhat cellás diszlokáció-szerkezet, több modellben [23,26-28] is külön számítják a mozgó (mobil, ρ_m) és álló (erdő, vagy angolul forest, ρ_f) diszlokáció-sűrűségeket. A Kubin és Estrin [26] által kidolgozott (KE) modellben ezt a két fajta (ρ_m és ρ_f) diszlokáció-sűrűséget több mikromechanizmus feltételezésével számítják ki numerikusan, egy egyenletrendszer megoldásával. Kutatási munkám egyik részében én magam is többször alkalmaztam a KE modellt. Így, a jobb követhetőség érdekében, a modell részleteire majd, az értekezés „Saját eredmények” c. fejezetének első pontjában visszatérek.

A kiindulási feltételektől függően az átlagos diszlokáció-sűrűséget további komponens-párookra is bontják. Így a mobil- és erdődiszlokáció-sűrűségek mellett cellákon belüli és cellafalbeli [29-31], vagy poláros és nem-poláros [32] párosításokat is használtak modell-számításokban. Bármilyen is a felbontás, a modellek igazolása hasonló módon történik. A felbontott diszlokáció-sűrűségeket vagy elektronmikroszkópos, illetve röntgen vonalprofil-analízissel kapott eredménnyel hasonlítják össze, vagy visszavezetik az átlagos diszlokáció-

sűrűség fejlődésére, amit - a (4) Taylor formula segítségével - a kísérleti adatokkal összevetnek. Megjegyzem, hogy egyes modellek csak kvalitatívan értelmezik a kísérleti jelenségeket, más modellek érvényességét pedig csak a deformáció egyes tartományaiban kapott kísérleti eredménnyel igazolják. Széles deformáció-tartományra kiterjedően azonban, eddig nem történt még kísérleti tapasztalatokkal alátámasztott leírás vagy elemzés, pedig az utóbbi húsz évben elterjedt nagymértékű deformációs eljárások hasznosításában a kutatók és mérnökök számára egyaránt hasznos lenne egy széles tartományra érvényes konstitutív formula megalkotása.

I.1.3. Stacionárius kúszás jellemzői

A magashőmérsékleti képlékeny alakváltozások egyik fontos fajtája az úgynevezett kúszás (creep), amikor az időben folyamatosan növekedő deformáció állandó terhelés vagy állandó feszültség hatására történik. A legegyszerűbb esetben a deformáció egytengelyű nyújtás. A képlékeny alakváltozási folyamat a terhelés alkalmazásakor bekövetkező pillanatszerű deformációt követően egy csökkenő kúszássebességgel jellemezhető tranziens szakasszal kezdődik. Ebben a tartományban az alakítási keményedés még túlsúlyban van a megújulási folyamatokkal szemben, ezért csökken a deformáció-sebesség az alakváltozás növekedtével. A tranziens szakasz végén a kúszási sebesség állandóvá válik, az egymással versenyző alakítási keményedési és megújulási folyamatok közötti dinamikus egyensúly eredményeként [33-35]. Így alakul ki az állandósult (stacionárius) kúszás, amikor a deformált minta mikroszerkezete is állandósulttá válik, a mikroszerkezetre jellemző szemcse- vagy szubszemcse méret, az átlagos diszlokáció-sűrűség dinamikus egyensúlyba kerül a deformáció során.

I.1.3.1. Sebesség-érzékenységi tényező

Állandó σ feszültségű, egytengelyű nyújtás során, a stacionárius kúszás $\dot{\epsilon}$ sebessége általában a feszültség hatványfüggvényeként adható meg, azaz

$$\dot{\epsilon} = K \cdot \sigma^n, \quad (7)$$

vagy a feszültséget kifejezve:

$$\sigma = K^* \cdot \dot{\epsilon}^m, \quad (8)$$

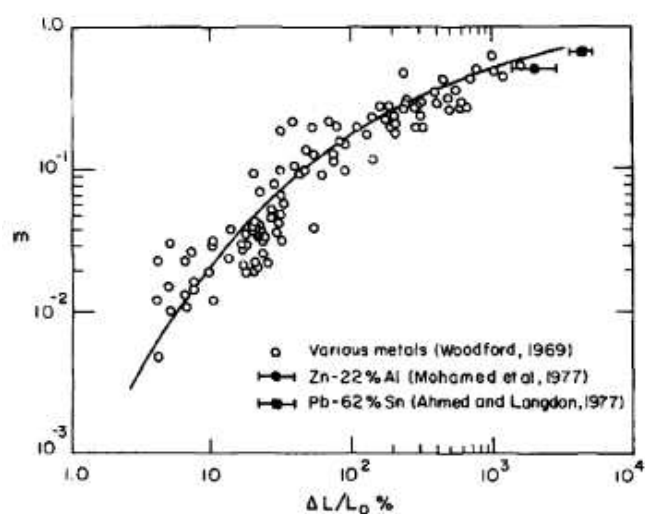
ahol n állandó az ún. feszültségkitevő, $m = 1/n$ pedig a sebességérzékenységi tényező, K és K^* a hőmérséklettől és mikroszerkezettől függő anyagi állandók. Az m sebességérzékenységi tényező, amelynek általános definíciója [33,36]

$$m = \left(\frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_{T, \epsilon}, \quad (9)$$

azt fejezi ki, hogy milyen mértékben, milyen érzékenyen változik a σ folyásfeszültség $\dot{\epsilon}$ megváltozásával.

Az m sebességérzékenységi paraméternek a nyújtások során egyszerű szemléletes jelentés adható. Azt jellemzi, hogy milyen mértékben képes az anyag ellenállni a nyakasodásnak. A szakító próbatestek ugyanis törés előtt rendszerint lokálisan elvékonyodnak. Az így képződött nyaknál a deformáció egyre gyorsul, míg a minta elszakad. A szuperképlékeny anyagok esetén a lokális keresztmetszet-csökkenést nem követi a deformáció rohamos gyorsulása. Tegyük fel most, hogy a szuperképlékeny deformáció során a minta egy rövid szakaszán megindul a befűződés, és a deformáció-sebesség lokálisan megnő. Mivel m értéke nagy, a deformáció-sebesség növekedése lényeges feszültségnövekedést kívánna, ezért itt a képlékeny deformáció lelassul, és az anyag vastagabb tartományaiban folyik tovább. Minél nagyobb az m paraméter értéke, annál kisebbek lesznek a nyújtás során a minta keresztmetszetének ingadozásai, a nyúlás annál egyenletesebb. A maximális alakíthatóság azonban nem csupán m értékétől függ, hanem a mikroszerkezetnek a magashőmérsékleti alakítás során fellépő változásaitól (üregképződés, szemcsedurvulás) is. Az anyagok képlékenységének a vizsgálatában általában egyik legfontosabb lépés az alakíthatóság (maximális megnyúlás) mértékéül szolgáló m sebességérzékenységi tényező meghatározása.

I.1. ábra: A sebességérzékenység és a maximális relatív megnyúlás közötti kapcsolat [36]



A kísérleti tapasztalatok szerint a fémek alakíthatósága monoton nő m értékének növekedtével. Az I.1. ábra a legkülönbözőbb fémek meleg szakításakor észlelt maximális relatív megnyúlás és az m sebességérzékenységi tényező kapcsolatát mutatja [36-38]. A grafikonról leolvasható, hogy $\varepsilon \geq 100\%$ deformáció esetén $m \geq 0,3$. A gyakorlatban ezért a szuperképlékeny viselkedés kritériumának az $m \geq 0,3$ reláció teljesülését tekintik.

I.1.3.2. Termikus aktiválás és mikroszerkezeti tényezők hatása

Egy adott anyagra a stacionárius kúszás sebességét adott hőmérsékleten elsősorban az alkalmazott feszültség szabja meg a (7) hatványformula szerint. A részletesebb vizsgálatok azonban azt mutatják, hogy a feszültség és a hőmérséklet mellett számos más mikroszerkezeti jellemző is hatással lehet a kúszási sebességre. Ezeket a hatásokat is figyelembe véve, a hatványtörvény szerint végbemenő kúszást leíró (7) leegyszerűsített konstitutív egyenletet a következő normált alakban szokás felírni [38-40]:

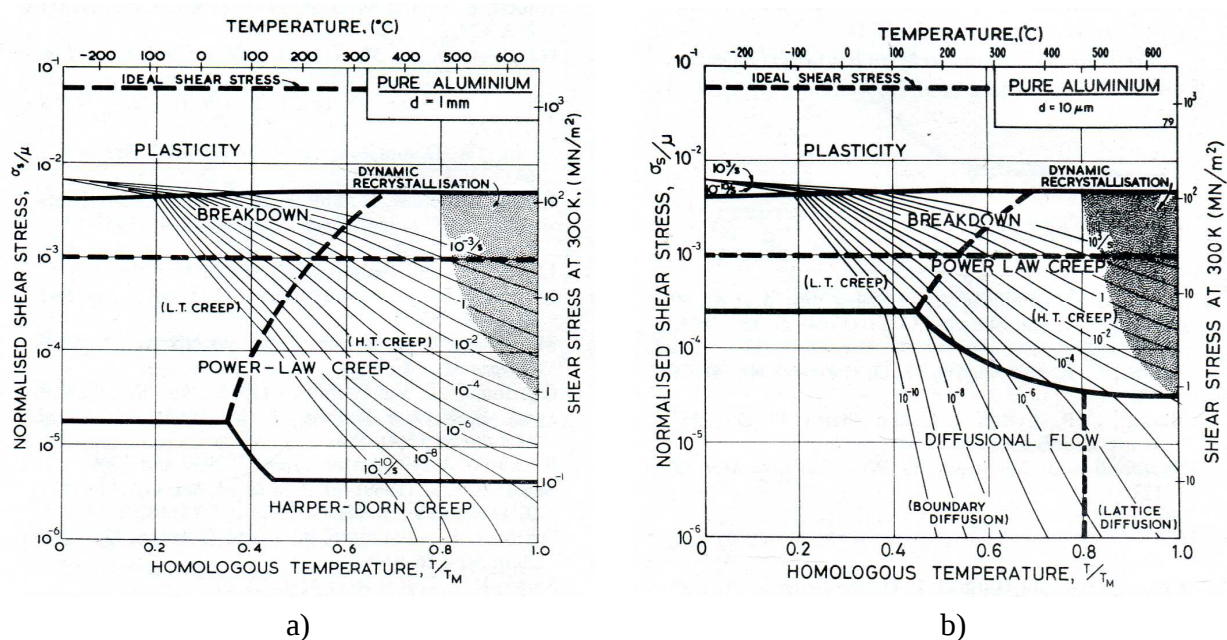
$$\dot{\varepsilon} = \frac{A^* \mu b}{kT} \cdot \left(\frac{d}{b}\right)^p \cdot \left(\frac{\sigma}{\mu}\right)^n \cdot D_0 e^{-\frac{Q}{kT}} \quad (10)$$

ahol μ a nyírási modulus, b a Burgers-vektor hossza, k a Boltzmann-állandó, T az abszolút hőmérséklet, d a szemcseméret, D_0 egy frekvenciafaktor, Q a deformációs folyamatra jellemző aktiválási energia, p szemcseméret-kitevő, továbbá A^* egy dimenzió nélküli állandó, amely a szemcseméreten kívüli mikroszerkezeti tulajdonságokat, pl. a rétegződési hiba energiát, oldott ötvözők vagy kiválások eloszlását foglalja magába.

A (10) egyenlet a hőmérsékletfüggő exponenciális tényezővel azt veszi figyelembe, hogy a stacionárius kúszás termikusan aktivált folyamat. Az n feszültség-kitevő mellett a Q aktiválási energia is fontos jellemzője a kúszási folyamatnak. Ezek a paraméterek általában alapul szolgálhatnak a folyamatok mikroszerkezeti értelmezéséhez is. Ezért a kísérleti meghatározásuk az anyagok képlékenységre vonatkozó vizsgálatok fontos részét képezi. Megjegyzem, hogy a (10) összefüggés általában nemcsak a diszlokációs folyamatokkal, hanem a diffúziós, illetve a szemcsehatár-csúszással végbemenő kúszás leírására is alkalmas.

I.1.3.3 A deformációmechanizmus-térkép

A térképet Frost és Ashby – a (10) konstitutív egyenlet alapján - a különböző hőmérséklet, feszültség és szemcseméret tartományban lezajló kúszási folyamatok áttekintésére vezette be [7]. Ebben a részben egy tiszta Al-ra vonatkozó példát bemutatva szeretném demonstrálni Frost és Ashby összefoglaló munkájának gyakorlati és kutatási hasznosságát. A térképeket úgy szerkesztették, hogy egy adott szemcseméret mellett a tengelyeken a σ/μ és T/T_m normált feszültség és hőmérséklet koordináták vannak felmérve (T_m az abszolút olvadáspont). A különböző kúszási mechanizmusok közötti váltás határvonalait azok a görbék jelölik ki, amelyek mentén a két kúszási mechanizmus egyenlő mértékben járul hozzá a kúszási sebességhez. A könnyebb tájékozódás végett a térkép általában néhány azonos deformáció-sebességű vonalat is tartalmaz.



I.2.ábra: Tiszta Al deformációs mechanizmus-térképe [7]

a) 10 μm szemcseméret és b) 1 mm szemcseméret esetén

Az I.2. ábra 10 μm és 1 mm szemcseméretű tiszta alumínium esetén az egyes mechanizmusokhoz tartozó feszültség- és hőmérséklet-tartományokat mutatja Ashby és Frost

nyomán [7]. A térképekről leolvasható, hogy a normált hőmérséklet és a normált feszültség függvényében milyen mikrofolyamatok irányítják a kúszást.

A fontosabb tartományok a következők:

1. Kis szemcseméret esetén (I.2.a ábra) kis feszültségek $\left(\frac{\sigma}{\mu} < 3 \cdot 10^{-4}\right)$ és alacsonyabb normált hőmérséklet $(T/T_m < 0.8)$ mellett Coble kúszás [41] jön létre. A folyamatot a szemcsehatárok illetve a diszlokációmag mentén végbemenő diffúzió szabályozza. Még kisebb feszültségek $\left(\frac{\sigma}{\mu} < 3,2 \cdot 10^{-5}\right)$ és az olvadásponthoz közeli hőmérséklet mellett Nabarro-Herring kúszás [42,43] játszódik le. Ezt a folyamatot az öndiffúzió irányítja.

2. Nagy szemcseméret esetén kis feszültségek $\left(\frac{\sigma}{\mu} < 1,8 \cdot 10^{-5} \text{ ha } T/T_m < 0,35 \text{ és } \frac{\sigma}{\mu} < 4,5 \cdot 10^{-6} \text{ ha } T/T_m > 0,35\right)$ mellett a diffúziós kúszást a teljes hőmérséklettartományban (I.2.b ábra) a Harper-Dorn kúszás [44,45] váltja fel. A folyamatot a lineáris viszkózus folyás határozza meg.

3. A feszültség növekedtével a kúszási folyamatok hatványfüggvény szerint zajlanak le (power law creep). A tartós folyást ebben a tartományban diszlokáció kúszással járó folyamatok határozzák meg, melyeknek aktiválási energiája magasabb homológ hőmérsékleten az öndiffúzió (Q_i) , alacsonyabb hőmérsékleten kis szemcseméret esetén a szemcsehatárdiffúzió (Q_{gb}) , nagy szemcseméret esetén pedig a diszlokációmag menti diffúzió (Q_p) aktiválási energiájával egyezik meg. Az utóbbi két energia Al esetén közel egyenlő egymással $(Q_{gb} = 84 \text{ kJ/mol}$ [7] és $Q_p = 82 \text{ kJ/mol}$ [7,46]) de Ni esetén például Q_p $(170 \text{ kJ/mol}$ [7,47]) jóval nagyobb, mint Q_{gb} $(115 \text{ kJ/mol}$ [7,48]). Nagytisztaságú Al esetében kb. 200°C -nál következik be a magas- és alacsony-hőmérsékleti kúszás közötti mechanizmusváltás. Érdekes még hangsúlyozni, hogy kis szemcseméreteknél a kis és közepes feszültségtartomány közötti határ feljebb van, a

szemcseméretfüggő diffúziós kúszás jóval nagyobb feszültségeknél következik be, mint a Harper-Dorn kúszás.

4. A feszültség további növekedtével $\left(\frac{\sigma}{\mu} > 10^{-3}\right)$ a hatványfüggvény szerinti törvény érvényessége megszűnik. Ebben a feszültségtartományban (power law breakdown) a kísérleti adatokra legjobban az $\dot{\epsilon}_s = A'' e^{B\sigma} e^{-\frac{Q}{kT}}$ típusú exponenciális egyenlet illeszthető, ahol A'' és B állandók.

Frost és Ashby a tiszta Al-ra és más l.c.k. fémekre vonatkozó mechanizmus-térképek szerkesztését az 1. táblázatban található adatok alapján végezték. A táblázatban fel van tüntetve az is, hogy hogyan függ a μ nyírási modulus és a D diffúziós együttható a hőmérséklettől. A táblázat jelölései: Q_l és D_l a rács-öndiffúzió (lattice self-diffusion) aktiválási energiája, illetve diffúziós együtthatója, Q_b és D_b a szemcsehatár-diffúzió (grain boundary diffusion) esetére, Q_c és D_c pedig a diszlokációmag menti diffúzió (core diffusion) esetére vonatkoznak.

1. táblázat: Lapcentrált köbös fémek fizikai, szerkezeti és deformációs jellemzői [7]

Material	Nickel		Copper		Silver		Aluminium		Lead		γ -Iron (u)	
<i>Crystallographic and thermal data</i>												
Atomic volume, Ω (m ³)	1.09 $\times 10^{-29}$		1.18 $\times 10^{-29}$		1.71 $\times 10^{-29}$		1.66 $\times 10^{-29}$		3.03 $\times 10^{-29}$		1.21 $\times 10^{-29}$ (u)	
Burgers vector, b (m)	2.49 $\times 10^{-10}$		2.56 $\times 10^{-10}$		2.86 $\times 10^{-10}$		2.86 $\times 10^{-10}$		3.49 $\times 10^{-10}$		2.58 $\times 10^{-10}$ (u)	
Melting temperature, T_M (K)	1726		1356		1234		933		601		1810	
<i>Modulus*</i>												
Shear modulus at 300 K μ_0 (MN/m ²)	7.89 $\times 10^4$		(a)	4.21 $\times 10^4$	(f)	2.64 $\times 10^4$	(j)	2.54 $\times 10^4$	(o)	0.73 $\times 10^4$	(r)	8.1 $\times 10^4$ (u)
Temperature dependence of modulus, $\frac{T_M}{\mu_0} \frac{d\mu}{dT}$	−0.64		(a)	−0.54	(f)	−0.54	(k)	−0.50	(o)	−0.76	(r)	−0.91
<i>Lattice diffusion†</i>												
Pre-exponential, D_{0v} (m ² /s)	1.9 $\times 10^{-4}$		(b)	2.0 $\times 10^{-5}$	(g)	4.4 $\times 10^{-5}$	(l)	1.7 $\times 10^{-4}$	(p)	1.4 $\times 10^{-4}$	(s)	1.8 $\times 10^{-5}$ (u)
Activation energy, Q_v (kJ/mole)	284		(b)	197	(g)	185	(l)	142	(p)	109	(s)	270
<i>Boundary diffusion†</i>												
Pre-exponential, δD_{0b} (m ³ /s)	3.5 $\times 10^{-15}$		(c)	5.0 $\times 10^{-15}$	(h)	4.5 $\times 10^{-15}$	(m)	5.0 $\times 10^{-14}$	(h)	8.0 $\times 10^{-14}$	(t)	7.5 $\times 10^{-14}$ (u)
Activation energy, Q_b (kJ/mole)	115		(c)	104	(h)	90	(m)	84	(h)	66	(t)	159
<i>Core diffusion†</i>												
Pre-exponential, $a_c D_{0c}$ (m ⁴ /s)	3.1 $\times 10^{-23}$		(d)	1.0 $\times 10^{-24}$	(i)	2.8 $\times 10^{-25}$	(n)	7.0 $\times 10^{-25}$	(q)	1.0 $\times 10^{-22}$	(h)	1.0 $\times 10^{-23}$ (u)
Activation energy, Q_c (kJ/mole)	170.		(d)	117	(i)	82	(n)	82	(q)	66	(h)	159
<i>Power-law creep</i>												
Exponent, n	4.6		(e)	4.8	(e)	4.3	(e)	4.4	(e)	5.0	(e)	4.5 (u)
Dorn constant,‡ A	3.0 $\times 10^6$			7.4 $\times 10^5$		3.2 $\times 10^2$		3.4 $\times 10^6$		2.5 $\times 10^8$		4.3 $\times 10^5$ (u)
P-L breakdown, α'	—			794		—		1000		—		— (u)
<i>Obstacle-controlled glide</i>												
0 K flow stress, $\dot{\tau}/\mu_0$	6.3 $\times 10^{-3}$		(e)	6.3 $\times 10^{-3}$	(e)	7.2 $\times 10^{-3}$	(e)	7.2 $\times 10^{-3}$	(e)	8.7 $\times 10^{-3}$	(e)	1.7 $\times 10^{-3}$ (u)
Pre-exponential, $\dot{\gamma}_0$ (s ^{−1})	10 ⁶			10 ⁶		10 ⁶		10 ⁶		10 ⁶		10 ⁶ (u)
Activation energy, $\Delta F/\mu_0 b^3$	0.5			0.5		0.5		0.5		0.5		0.5 (u)

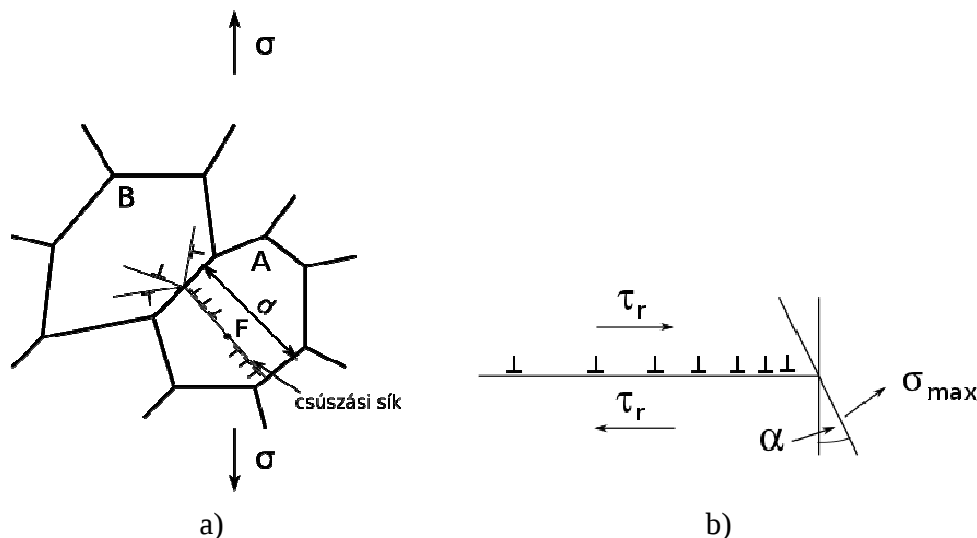
$$* \mu = \mu_0 \left(1 + \frac{(T - 300)}{T_M} \right) \frac{T_M}{\mu_0} \frac{d\mu}{dT}$$

$$\dagger D_v = D_{0v} \exp - \frac{Q_v}{RT}; \delta D_b = \delta D_{0b} \exp - \frac{Q_b}{RT}; a_c D_c = a_c D_{0c} \exp - \frac{Q_c}{RT}$$

$\ddagger$ This value of A refers to tensile stress and strain-rate. The maps relate shear stress and strain-rate. In constructing them we have used $A_s = (\sqrt{3})^{n+1} A$.

I.1.4. Szemcsehatárok szerepe

I.1.4.1. Hall-Petch összefüggés



I.3. ábra: Szemcseméret hatása a folyásfeszültségre: a) Frank-Read forrás (F) működése egy kiszemelt szemcsében és b) Feltorlódott diszlokációk halmaza [49]

Ha a polikristályos próbatestet fokozatosan növekvő terhelésnek vetjük alá, akkor egy kiszemelt szemcsében először a legkedvezőbb orientációjú csúszási rendszerben érjük el a kritikus csúsztató feszültséget. Ha ezen csúszási rendszerhez tartozó valamelyik csúszási síkban egy Frank-Read forrás [50] van, akkor ez kibocsát egy sorozat diszlokáció hurkot, ahogy azt sematikus az I.3a. ábra mutatja az A szemcsében. Az ezzel kapcsolatos elcsúszások a szomszédos szemcsére rugalmas deformációkat kényszerítenek. Kezdetben ez utóbbiak révén marad fenn az anyag folytonossága, vagy más szóval a deformációk kompatibilitása. A növekvő külső erők hatására a forrás egyre nagyobb számú diszlokációt bocsát ki, amelyek a szemcsehatáron elakadva egy feltorlódott diszlokáció sorozatot (angolul: pile-up) képeznek (I.3b. ábrán). E diszlokáció sorozat feszültségterében a csúszó síkkal α szöget bezáró síkban maximális húzófeszültség ébred, amelynek nagysága [12,50]:

$$\sigma_{\max} \cong n \cdot \tau_r, \quad (11)$$

ahol τ_r a forráshoz tartozó csúszó síkban működő effektív csúsztató feszültség és n a feltorlódott (a forrás által kibocsátott) diszlokációk száma. Adott τ_r esetén a forrás működése olyan n számú

diszlokációhurok kibocsátása után áll le (a diszlokációk feszültségterének akadályozó hatása miatt), amelynek nagysága [12,50]:

$$n \cong \frac{\pi(1-\nu)d}{\mu b} \tau_r, \quad (12)$$

ahol ν a Poisson-szám, μ a nyírási modulus, b a diszlokációk Burgers vektora és d a feltorlódott diszlokációhalmaz átmérője, amely a jelen esetben az átlagos szemcsemérettel azonosítható. A (11) és (12) egyenletekből:

$$\sigma_{\max} = \frac{\pi(1-\nu)}{\mu b} \tau_r^2 d. \quad (13)$$

Ez a feszültség a **B** szemcsében (I.3a. ábra) többszörös csúszást aktiválhat egy kritikus érték elérése után. Nyilvánvaló, hogy az **A** szemcse kezdetben egyszeres csúszással bekövetkező alakváltozásának a **B** csak többszörös csúszással tud helyet adni eltérő orientációja miatt. A makroszkopikus alakváltozás megindulását ezért ahhoz a σ külső feszültséghez (folyáshatárhoz) kell hozzákapcsolnunk, amikor $\sigma_{\max}$ eléri a többszörös csúszás beindításához szükséges kritikus értéket. Mivel az egyes szemcsékben működő átlagos kritikus τ_r csúsztatófeszültséget a σ folyáshatár az $\bar{m}$ Schmid faktoron keresztül meghatározza [49] a $\tau_r = \sigma / \bar{m}$ formulával, így (13)-ból a folyáshatárra adódik:

$$\sigma = \sigma_0 + K d^{-1/2}, \quad (14)$$

ahol K a (13)-ban szereplő paramétereket és az $\bar{m}$ faktort tartalmazó állandó, és σ_0 az egykristály folyáshatára.

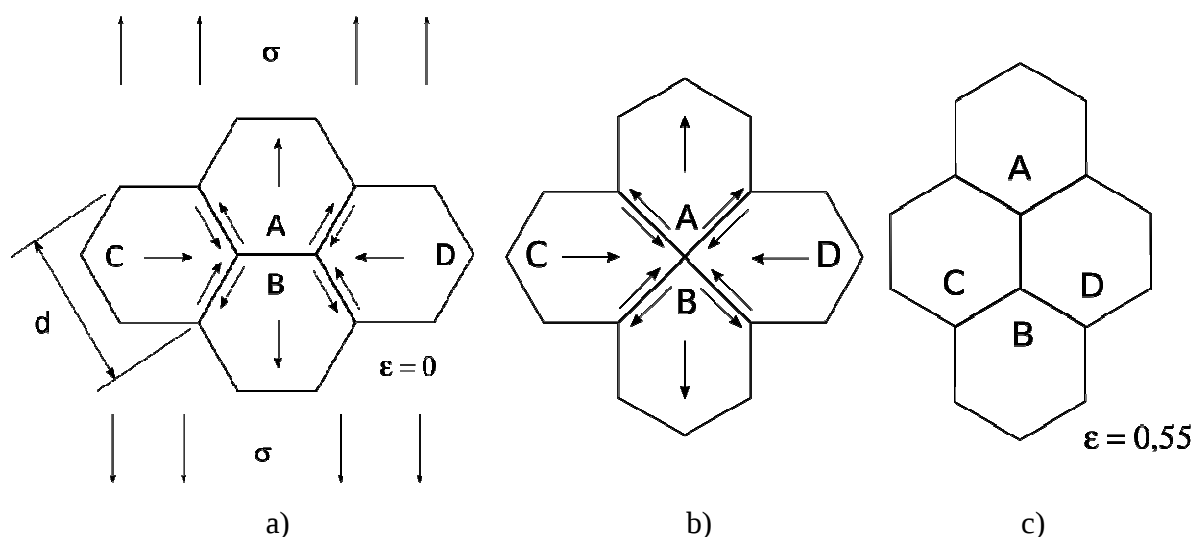
A (14) összefüggés a már több mint hatvan éve jól ismert Hall-Petch egyenlet [51,52], amely azt fejezi ki, hogy polikristályos anyagokban a deformáció alapmechanizmusa a szemcsén belüli diszlokációcsúszás és hogy a szemcsék belsejében keletkezett diszlokációk mozgását elsősorban a szemcsehatárnál feltorlódott diszlokációk akadályozzák. A fenn vázolt egyszerű levezetés mutatja azt is, hogy az egyszeres csúszás mintegy előfeltétele az alakváltozás kialakulásának, de polikristályokban észlelhető képlékeny alakváltozás csak a többszörös csúszás beindulása után jöhet létre.

Megjegyzem, hogy a (14) Hall-Petch formula viszonylag jól működik az olyan polikristályos l.c.k. szerkezetű anyagok esetében, ahol a szemcseméret $1\mu m$ -nél nagyobb. Újabb vizsgálatok azonban azt mutatják, hogy a mikrométernél kisebb szemcseméretetek tartományában a

(14) formula nem tartható fenn. Egyrészt a formulában található K paraméter nem marad állandó, csökken a szubmikronméter tartományban [53-57], másrészt pedig kb. 20 nm szemcseméret alatt a Hall-Petch egyenlet már nem érvényes és a szemcseméret csökkenésével a folyáshatár is csökken, az anyag inkább egyre lágyabbá válik [55,57-61]. Az utóbbi esetet inverz Hall-Petch effektusnak is szokták nevezni. Erre több, teljesen különböző értelmező modellt is kidolgoztak [62-64]. Kutatásaim során a szubmikronos szemcseméretű l.c.k. fémekkel is foglalkoztam, ezekre vonatkozó eredményekről a III.4. pontban számolok be.

I.1.4.2. Szemcsehatár-csúszás mechanizmusa

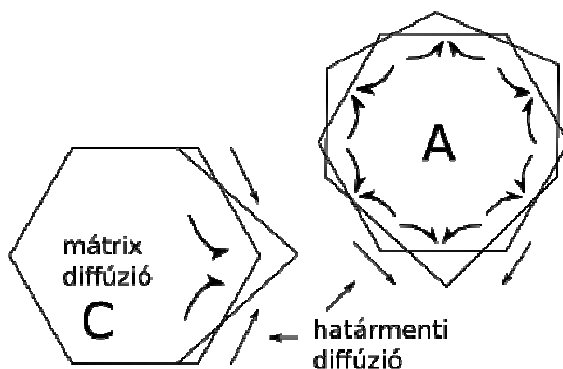
Szemcsehatár-csúszásról akkor beszélünk, ha a kristályszemcsék határai mentén elcsúsznak egymáshoz képest, miközben alakjuk gyakorlatilag alig változik. A képlékeny deformációt szemcsehatár-csúszással értelmező elméletek közül a legismertebb Ashby és Verrall modellje [65]. A modell nagyfeszültségű elektronmikroszkóppal végzett megfigyeléseken, illetve olajemulzióval végzett kétdimenziós modellkísérleteken alapul. Az elektromikroszkópos vizsgálatok és a modellkísérletek egybehangzóan azt mutatják, hogy a szemcsehatár-csúszás eredményeként a közvetlenül érintkező szemcsék átrendeződnek, miközben a közvetlen szomszédok cserélődnek.



I.4. ábra: A diffúzió által szabályozott szemcsehatár-csúszás modellje Ashby és Verrall nyomán.

A csúszás három a) indulási, b) átmeneti és c) végső állapota [65].

A szemcsék átrendeződése anélkül megy végbe, hogy az egyes szemcsék alakja lényegesen megváltozna. Hatszöges szemcsékből álló idealizált szerkezetet feltételezve, a mechanizmust az I.4. ábrán érzékeltetjük. Tekintsük kiindulásként a hatszöges szerkezet I.4.a. ábrán bemutatott négy szemcséjét. A négy szemcséből álló csoport a függőleges irányú húzófeszültség hatására deformálódik. A szemcsehatár-csúszás irányait a határok mellé rajzolt nyilak jelzik. A folyamatos szemcsehatár-csúszás együtt jár a szemcsék alakjának átmeneti megváltozásával. A két folyamat eredményeként az **A** és **B** szemcsék tömegközéppontja távolodott egymástól, míg a **C** és **D** szemcsék középpontja közeledett egymáshoz. Az I.4b. ábrán bemutatott átmeneti állapoton keresztül a szerkezet az I.4c. ábrának megfelelően újból stabillá válik. A szemcseátrendeződés révén $\varepsilon \approx 0.55$ deformáció következett be a feszültség irányában. A kezdetben szomszédos **A** és **B** szemcsék eltávolodtak egymástól, míg a **C** és **D** szemcsék közvetlen szomszédokká váltak. Ashby és Verral a négy szemcséből álló csoport átrendeződését tekinti a nagymértékű (pl. szuperképlékeny) alakváltozás elemi lépésének. Természetesen a szemcsehatár rendeződés több részfolyamat együttes eredménye. A részfolyamatok közül a szemcsehatár-csúszás mellett a diffúzió a legjelentősebb. A deformáció során a szemcsék alakjának folyamatos változását diffúziós anyagátrendeződés biztosítja. Az I.5. ábra az **A** és **C** szemcsék alakjának megváltozását és az azt biztosító diffúziós áramokat mutatja be.



I.5. ábra: A diffúzió által szabályozott szemcsehatár-csúszás modellje Ashby és Verral nyomán: sematikus diffúziós áramok [65].

I.2. Ötvözők hatása a képlékeny deformációra

Tiszta fémek mechanikai tulajdonságai jelentősen befolyásolhatóak ötvöző atomok hozzáadásával [66-73]. Az ötvözetek szilárdsági és képlékenységi paraméterei igen széles skálán mozognak az ötvözők mennyiségének, jellegének és eloszlásának függvényében. Ha az oldott atomok mennyisége az oldhatósági határ alatt van, azok az alapfém mátrixában atomi szinten egyenletesen oszlanak el, és semmiféle kiválási folyamat nem indul meg, akkor az idegen atomok az alapfémrel szilárdfázisú oldatot, ún. szilárd oldatot képeznek. Ha viszont az ötvözőkoncentráció meghaladja az oldhatósági határt, akkor az alapmátrixban történő szilárdfázisú reakciók eredményeként keletkező kiválások formájában is jelen vannak, és ezzel kiválásos szerkezet alakul ki. Az ötvözet állapotának megfelelően az ötvözők által előidézett szilárdság-növelést szilárd oldatos [66,72] vagy kiválásos [67-71,73,74] keményedésnek hívjuk. Bármilyen módszerrel érjük is el a szilárdságnövekedést, azt mindig valamilyen diszlokációmozgást akadályozó kölcsönhatás okozza, aminek eredményeképpen a szilárdság növelésén kívül az ötvöző atomok nagymértékben befolyásolhatják a képlékeny deformáció mechanizmusait is.

I.21. Szilárdságnövelő mechanizmusok

Szilárd oldatos keményedés esetében a folyáshatár-növekedés elsősorban a mérethatásból, a mátrix és oldott atomok méretének a különbségéből származó rugalmas belső feszültségekből fakad. Ilyen rugalmas feszültségterek miatt erős vonzó kölcsönhatás lép fel a diszlokáció és az oldott atomok között, ami fékező erőként hat a mozgó diszlokációkra, növelve a folyásfeszültséget egy adott deformáció mellett. A mérethatás mellett több más tényező, mint a modulushatás, az elektromos kölcsönhatás vagy a kémiai kölcsönhatás is növelheti a folyáshatárt. Általában a feszültség-növekedés, $\Delta\sigma$, az oldott atomok C koncentráció hatványával arányosan változik ($\Delta\sigma \propto C^n$) [75,76]. Az alumínium-magnézium (Al-Mg) ötvözetek esetében, például, $\Delta\sigma \propto C^{2/3}$ kb. 7%-ig terjedő Mg koncentráció tartományában [77,78].

A kiválásos keményedés elméleti leírásánál a kiválásrészecskéknek a diszlokációkkal való kölcsönhatását kell megvizsgálni. Kiválások jelenléte jelentős mértékben megnövelheti az ötvözet folyáshatárát. A növekedés mértéke többek között a részecskék erősségétől, szerkezetétől, méretétől és eloszlásától, valamint a részecske által a diszlokációra kifejtett maximális

akadályozó erőtől függ. A részecskéknek koherenciájától és erősségétől függően egy diszlokáció alapvetően kétféle mechanizmussal képes átjutni az akadályokon.

Koherens és kevésbé erős részecskék esetén a diszlokáció képes behatolni a kiválásokba, és mintegy átvágja azokat. Ezt nevezik átvágási mechanizmusnak, mely során a csúszósíkban áthaladó diszlokációk sokasága elcsúsztathatja egymáshoz képest a részecskéknek a csúszó sík két oldalán elhelyezkedő részeit. Az átvágható kiválások által okozott $\Delta\sigma$ folyáshatár-növekedésre a

$$\Delta\sigma \propto \sqrt{f \cdot R} \quad (15)$$

kifejezést kapjuk [68], ahol f a részecskék térfogati hányada és R az átlagos részecskeméret.

Inkoherens, erős részecskék határfelületén a mozgó diszlokáció nem képes áthaladni, ezeket az ún. Orován-mechanizmus [68] segítségével hagyja maga mögött. Ennek során a külső feszültség hatására a diszlokációk kihajlanak és a részecskék körüli diszlokációgyűrűk hátrahagyásával haladnak tovább. A merev kiválások által okozott $\Delta\sigma$ makroszkopikus folyáshatár-növekedést a fenti mennyiségek függvényében a

$$\Delta\sigma \propto \sqrt{f} / R \quad (16)$$

kifejezés adja meg [68].

Kiválások jelenléte az alapmátrixban jelentősen befolyásolja az anyag mechanikai tulajdonságait. Az idegen fázis részecskéinek jelenléte hatással van a szemcseszerkezetre, szemcsehatárok mozgására, növeli a törési szívósságot és változtathatja a korrózióval szembeni ellenállást. A kiválások keményedés révén az anyag folyáshatára több nagyságrenddel nagyobb lehet a tiszta fém esetében mért értéknél [68,73,74]. Mivel a megjelenő részecskék mérete és térfogati eloszlása a mikroszerkezet szétesése során időben változhat, a mechanikai tulajdonságok is időben változnak. Az ilyen ötvözeteket nemesíthető ötvözeteknek is szokás hívni.

Gyakorlati felhasználásban gyakran alkalmazott, bevált eljárás, hogy a kiválások szerkezetet az ún. túltelített szilárd oldat szétesésével hozzák létre.

I.2.2. Túltelített szilárd oldatok szétesésének folyamatai

Adott hőmérsékleten, ha az ötvözőkoncentráció az oldhatósági határnál kisebb, akkor az ötvöző atomok egyenletesen oszlanak el az alapfém mátrixában, szilárd oldat állapotú ötvözetet kapunk. Az oldhatósági határnál nagyobb koncentráció esetén az alapfém nem képes teljes

mértékben feloldani az ötvöző atomokat, így azok valamilyen kiválás formájában is megjelennek a mátrixban, létrehozva a kiválások szerkezetű ötvözetet. Az oldhatósági határ a hőmérséklet függvényében növekszik, így megfelelő hőmérsékletre felfűtve az anyagot, egy adott koncentrációjú ötvözetből szilárd oldat állapot áll elő, ha az ötvözőkoncentráció a maximális oldhatóság alatt marad. Ezt nevezzük oldó hőkezelésnek. Ezt követően az oldó hőmérsékletéről - edzés során - hirtelen lehűtve az anyagot olyan hőmérsékletre, ahol sokkal kevesebb idegen atomot képes oldani az alapfém, túltelített szilárd oldat jön létre. Mivel a túltelített – nem egyensúlyi - állapot szabadenergiája viszonylag nagy, a magára hagyott, vagy különböző (mechanikai- vagy hő-) kezeléseken átmenő rendszerben a többlet oldott atomokból kisebb kiválások képződnek, megindul a túltelített szilárd oldat szétesése.

A szétesés általában összetett folyamat, a körülményektől függően több lépésben, többféleképpen mehet végbe [67-71,73,74]. A kiválások létrejöttéhez szükséges magok (nukleuszok) keletkezésének a valószínűségét elsősorban az oldott atomok mennyisége, a vakancia koncentráció, valamint a szemcse- és diszlokáció-szerkezet határozza meg. A diszlokációknak nagy szerepük lehet a nukleációs folyamatokban, mivel az oldott atomokkal való vonzó kölcsönhatás következtében a diszlokációk körül lokálisan megnövekszik az ötvözőkoncentráció, növelve a magok kialakulásának valószínűségét is. A túltelített rendszer legkisebb szabadenergiájú állapotát az ún. egyensúlyi fázis jelenléte biztosítja. Ennek kialakulása, azonban, általában magasabb szabadenergiájú, de az alaplátrixszal koherensebb szerkezetű fázisokon, az ún. Guinier-Preston (GP)-zónákon [73,74] vagy más metastabil fázisokon keresztül vagy ezekkel együtt történik [67-71,73,74]. A GP-zónák önálló szerkezettel nem rendelkező, a mátrixszal tökéletesen koherens, oldott atomokban gazdag fürtök, amelyek igen finom eloszlásban jönnek létre az alaplátrixban. A zónák képződésének a sebességét nagymértékben befolyásolja az edzéssel befagyasztott többlet vakanciák jelenléte, ezért nagymértékben függ a képződési sebesség az oldó hőkezelés hőmérsékletétől és az edzés módjától [67,71,73,74]. A kialakult zónák mérete jellemzően 2-10 nm. A metastabil fázisú kiválások általában sokkal nagyobbak, mint a GP-zónák, és sokszor csak részlegesen koherensen vagy inkoherensen illeszkednek a mátrixhoz. Összetételük és kristályszerkezetük határozott, sokszor csak csekély mértékben tér el az egyensúlyi fázisétól. A nukleációjuk általában a kristályhibákon, pl. szemcsehatárokon vagy diszlokációkon történik, de gyakran nagyobb GP-zónákból is

kialakulhatnak. Az Al iparban alapanyagként használt, sokat tanulmányozott Al-Zn-Mg ötvözetrendszer esetében a GP zónák általában 20-120°C, a metastabil fázisú részecskék pedig 80-160°C tartományban képződnek [67,71,74]. A végső egyensúlyi fázisú kiválások kialakulása magasabb hőmérsékleteken történik. Ezek a stabil fázisú kiválások akár több száz nanométer méretűek is lehetnek és teljesen inkoherensek az alaprácscsal. A durva eloszlásukkal, a (16) formulának megfelelően ez a szerkezet már a maximálisan elérhetőnél kisebb szilárdságot (túlöregedést) eredményez [73,74].

Az ELTE Anyagfizikai Tanszékén hosszú idő óta foglalkoznak a túltelített Al-Zn-Mg ötvözetrendszerben lejátszódó kiválási folyamatok kinetikájával, illetve e folyamatoknak a mechanikai tulajdonságokra való hatásával [67-71]. Ismert tény, hogy az Al-Zn-Mg ötvözetcsalád fontos szerepet játszik ipari alkalmazásokban a viszonylag kis anyagsűrűségének és nagy szilárdságának köszönhetően. A kiváló mechanikai paramétereket a túltelített szilárd oldat különböző eljárásokon keresztül történő szétesése során, elsősorban a GP zónák és az ún. η' metastabil fázisú kiválások képződésével érhetjük el [67-71,73,74]. Kísérleti tapasztalatok azt mutatják, hogy az Al-Zn-Mg ötvözetek maximális szilárdságát a finom eloszlású η' részecskék eredményezik. A kialakult kiválások méretét és eloszlását sok tényező befolyásolja, mint pl. az ötvözet összetétele, a Zn/Mg hányados, a nemesítő kezelés hőmérséklete, időtartama... stb.

Az oldó hőkezelést és edzést követően kialakult túltelített szilárd oldat szétesése szobahőmérséklet környékén GP-zónák keletkezésével történik. A zónák kialakulása az edzés után azonnal létrejövő koncentráció inhomogenitásoknak köszönhető, amelyek megjelenése a homogén szilárd oldatban nagyon gyorsan megy végbe szobahőmérsékleten is, jelentős változásokat okozva a mechanikai tulajdonságokban már az első percekben [79-81]. A GP zónák keletkezését, összetételét és szerkezetét széles körben vizsgálták. Ezek a kutatások, azonban, főleg hosszú önnemesedési időkre vagy mesterséges öregítés esetére szorítkoztak. A szétesés folyamatának a mechanizmusa a szobahőmérsékletű nemesedés korai szakaszában azonban sokkal kevésbé ismert, ugyanakkor több okból nagy fontossággal bír. Ipari folyamatokban például az edzett öntvényeket különböző ideig szobahőmérsékleten tárolják, mielőtt további hőkezelésnek vetnék alá őket. A szobahőmérsékleten kialakuló mikroszerkezet - például a GP-zónák mérete és térfogati hányada - erősen befolyásolja a kiválási folyamat későbbi szakaszait a mesterséges öregítési hőkezelések során [70,71,81]. Ugyanezért fontos, hogy mélyebben

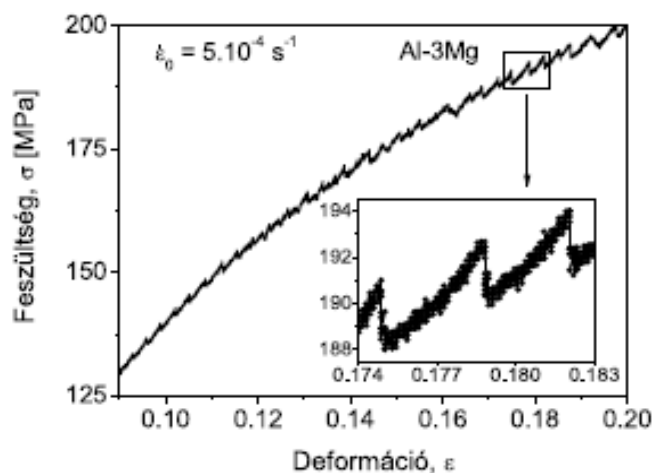
megértsük a szobahőmérsékleti nemesedés korai folyamatait, az ekkor keletkező részecskék szilárdságnövelő hatását, amit ritkán vizsgáltak a szakirodalomban.

I.3. Ötvöző atomok dinamikus hatása: plasztikus instabilitás

Ötvöző atomok jelenlétében nemcsak az alapfém mechanikai tulajdonságai (szilárdsága), hanem a plasztikus deformáció mechanizmusa is megváltozhat, szintén a diszlokáció-ötvöző kölcsönhatása miatt. Ötvöző atomok bevitelével bizonyos hőmérséklet-, koncentráció- és deformációsebesség-tartományban a makroszkopikusan homogén és stabil deformáció inhomogénné és instabillá válhat, plasztikus instabilitás lép fel a diszlokációk és az idegen atomok között létrejött dinamikus kölcsönhatás eredményeképpen.

I.6. ábra:

*Plasztikus instabilitást mutató
feszültség-deformáció görbe [78]*

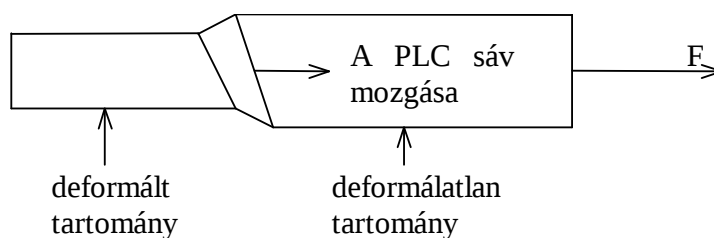


Egy Al-3%Mg minta állandó deformáció-sebességű ($\dot{\epsilon} = \text{áll.}$) egytengelyű nyújtása során kapott plasztikus instabilitást mutató tipikus feszültség-deformáció ($\sigma - \epsilon$) görbét mutat az I.6. ábra. Jól látható, hogy a σ folyásfeszültség fűrészfogszerűen változik a deformáció függvényében, egyes helyeken növekvő ϵ deformáció mellett hirtelen csökken a σ feszültség, látszólagosan instabilnak tűnik a deformáció folyamata. Ezt a jelenséget elsőként Portevin és Le Châtelier tapasztalta, több mint 90 évvel ezelőtt [82], az Al-Cu-Mg ötvözetek esetében. Azóta ezt a plasztikus instabilitásra jellemző jelenséget számos ötvözetben is észlelték és felfedezői tiszteletére Portevin-Le Châtelier (PLC) effektusnak nevezték el. A jellegét tekintve azonban gyakran csak egyszerűen fűrészfogszerű, ismétlődő, vagy rázkódó folyásnak (angolul: serrated flow) is szokták nevezni a jelenséget.

I.3.1. Portevin-Le Châtelier effektus kísérleti jellemzői

A Portevin-Le Châtelier effektust több kísérleti elrendezésben és mérési módszerrel észlelték már. Leggyakrabban az egytengelyű nyújtással végzett kísérleteknél [83-86], de egytengelyű összenyomással [87] és csavarással [88] végzett mérésekben is tapasztalták már a jelenséget. Az egytengelyű nyújtás esetében is különböző feltételek mellett szokták tanulmányozni az effektust, tipikusan állandó deformáció-sebességgel vagy állandó feszültségsebességgel.

Kísérleti tapasztalat, hogy a PLC effektus egy térbeli és időbeli plasztikus instabilitás [78,83-94], amely főleg szilárd oldatok képlékeny alakítása közben lép fel az alakítási sebességek, hőmérséklet, elődeformáció és ötvözőkoncentráció bizonyos tartományában. Az időbeli instabilitások ismétlődő feszültségesezésként mutatkoznak, ahogy látható az I.6 ábrán, a feszültség-deformáció görbén a deformáció-vezérelt (állandó deformáció-sebességű) mérésekben. Adott anyag esetén különböző hőmérséklet és deformáció-sebesség értékekhez a feszültség-megnyúlás görbe különböző mintázatai tartozhatnak. Szokás ezeket (rögzített hőmérsékleten egyre csökkenő deformáció-sebességgel mérve) **A**, **B** és **C** típusú fogaknak nevezni [78,83,92,94]. Feszültségvezérelt ($\dot{\sigma} = \text{áll.}$) méréseknél az időbeli instabilitás ismétlődő, változó sebességű deformáció-ugrásokként jelentkezik, miközben a σ feszültség lépcsőfokszerűen változik a deformáció függvényében [78]. A PLC effektus térbeli instabilitása abban nyilvánul meg, hogy a minta plasztikus deformációja térben inhomogén módon megy végbe. A feszültség-deformáció görbén megjelenő minden egyes oszcilláció egy plasztikus hullám, egy mozgó deformációs sáv keletkezésének és haladásának felel meg. Az I.7 ábra mutatja sematikusán az A típusú fogakhoz kapcsolódó ún. PLC-sávokat, vagy más néven Lüders sávokat [83]. Ezek kis, lokalizált képlékeny zónák, melyek folyamatosan haladnak végig a próbatesten. Minden egyes fogtípushoz különböző térbeli és időbeli eloszlású plasztikusan deformálódó zóna-szerkezetek tartoznak [83,90].



I.7. ábra: Sematikus PLC-sáv – térbeli instabilitás [83]

A PLC effektussal kapcsolatos vizsgálatok egyik fontos feladata a kritikus deformáció meghatározása a feszültség-deformáció görbén. A kritikus deformáció az a pont, amely elválasztja a stabil deformációt az oszcillálótól. Általában ez a pont növekszik a deformáció-sebességgel és csökken a hőmérséklet növekedtével. Azért fontos a kritikus deformációt - kísérletileg és elméletileg is – tanulmányozni, mert egyrészt a kritikus deformációnál egy minőségi változás áll be a képlékeny alakváltozás mechanizmusában, amikor egy sima deformáció alakul át oszcillálóvá. Másrészt pedig ipari szempontból, a termékek minősége - pl. a lokalizált deformációval kapcsolatos felületdurvulás - miatt igyekeznek elkerülni ezt a jelenséget és megmaradni a stabil deformáció tartományában.

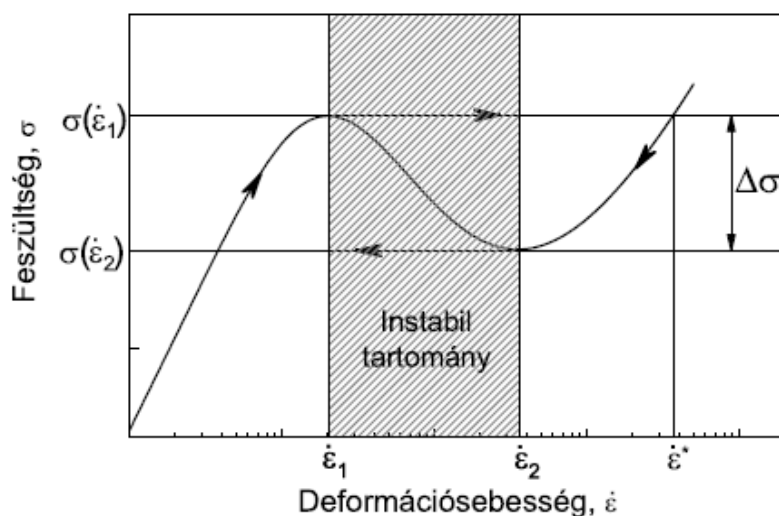
A PLC effektus másik fontos jellemzője a feszültség-visszaesés, illetve a deformáció-ugrás mértéke. Mivel a folyamat időbeli fejlődése általában nem szabályos, statisztikai alapon szokták elemezni ezeknek a mennyiségeknek az eloszlását. A következő pontban röviden összefoglalom a PLC effektus fenomenológikus leírását.

I.3.2. Portevin-Le Châtelier effektus alapja: $\mathcal{N}$ -alakú $\sigma - \dot{\epsilon}$ összefüggés

Láttuk, hogy a PLC effektust mutató, egytengelyű nyújtások során deformáció-vezérlés ($\dot{\epsilon} = \text{áll.}$) mellett a $\Delta\sigma$ feszültségesések, feszültség-vezérlés ($\dot{\sigma} = \text{áll.}$) mellett pedig az $\dot{\epsilon}$ -oszcillációk jellemzik a plasztikus instabilitási folyamatot. A jelenségre jellemző viselkedésből arra következtethetünk, hogy a Portevin-Le Châtelier féle instabilitást a negatív deformációsebesség-érzékenység okozza. Ez azt jelenti, hogy az ilyen anyagok deformációjára jellemző $\sigma - \dot{\epsilon}$ összefüggésben van egy olyan $\dot{\epsilon}$ tartomány, ahol növekvő $\dot{\epsilon}$ mellett csökken a σ folyásfeszültség. Ezt a viselkedést Penning [95] a következő félempirikus konstitutív egyenlettel írja le:

$$\sigma(\epsilon, \dot{\epsilon}) = \theta \cdot \epsilon + \phi(\dot{\epsilon}), \quad (17)$$

ahol az első tag a szokásos alakítási keményedést a θ keményedési sebességgel, a második - $\phi(\dot{\epsilon})$ - tag pedig a deformáció-sebességtől való függést fejezi ki. Penning a PLC-instabilitás értelmezésére az I.8. ábrán látható $\mathcal{N}$ -alakú $\phi(\dot{\epsilon})$ függvényt javasolta.



I.8. ábra: Sematikus $\mathcal{N}$ -alakú $\sigma - \dot{\epsilon}$ összefüggés, a PLC effektus alapja [78]

Egy ilyen $\sigma - \dot{\epsilon}$ összefüggés esetén a kis sebességeknél ($\dot{\epsilon} < \dot{\epsilon}_1$), illetve nagy sebességeknél ($\dot{\epsilon} > \dot{\epsilon}_2$) történő deformációs folyamatok stabilak, mert növekvő sebességű deformációhoz növekvő feszültségre van szükség. A negatív meredekségű ($\dot{\epsilon}_1 < \dot{\epsilon} < \dot{\epsilon}_2$) tartományban azonban kimutatható [83], hogy instabil a rendszer viselkedése. A görbe kis deformáció-sebességeknél megfelelő részén ($\dot{\epsilon} < \dot{\epsilon}_1$) a deformáció-sebesség folyamatosan nő, míg el nem éri az $\dot{\epsilon}_1$ -et. Mivel ekkor adott feszültséghez két deformáció-sebesség érték ($\dot{\epsilon}_1$ és $\dot{\epsilon}^*$) is tartozik, a rendszer átugorva az instabil tartományt felveszi az $\dot{\epsilon}^*$ értékét. Itt a deformáció-sebesség csökkenni kezd, és elérve az $\dot{\epsilon}_2$ -t újra az $\mathcal{N}$ -alakú görbe kis sebességű tartományába ugrik, és a folyamat kezdődik előlről, ismétlődően váltogatva a lassú és gyors deformáció-sebességű tartományok között. Ha a folyamatban előírt állandó $\dot{\epsilon}$ deformáció-sebesség a pozitív meredekségű ágakra esik, akkor a képlékeny alakváltozás stabil marad. A plasztikus instabilitás bekövetkezéséhez szükséges feltétel a negatív meredekségű szakasszal is rendelkező, vagyis az $\mathcal{N}$ -alakú $\sigma - \dot{\epsilon}$ összefüggés. Statisztikai vizsgálatok kimutatták, hogy a negatív meredekségű $\sigma - \dot{\epsilon}$ szakasz miatt a plasztikus instabilitásra jellemző feszültségesések eloszlása és a földrengésekre jellemző rengéserősségek eloszlása hasonló függvényvel írható le [91-93], aminek az oka az, hogy a földrengést okozó tektonikus lemezek mozgásában a

tapadásból csúszásba történő átmenetnél is a sebesség növekedésével csökken a fékező (súrlódási) erő [96].

I.3.3. A Portevin-Le Châtelier effektust értelmező modellek

A jelenséggel foglalkozó elméletek így az említett $\mathcal{N}$ -alakú összefüggést próbálják megmagyarázni. A folyásfeszültség leírására született modellekben alapvető szerepet játszik a diszlokációk és az ötvöző atomok közti kölcsönhatás leírása. Ismeretes, hogy a diszlokációk és ötvöző atomok között mindig vonzó jellegű, a távolsággal fordítottan arányos kölcsönhatás lép fel [50], aminek az a következménye, hogy egy diszlokáció környezetében megváltozik a kezdetben C_0 koncentrációjú ötvözők homogén eloszlása. Éldiszlokációk esetében, például a mátrix atomnál nagyobb méretű ötvöző atomok a dilatált, a kisebbek a komprimált zónában kerülnek energetikailag kedvező helyzetbe [50].

A diszlokációk és az ötvöző atomok közti kölcsönhatás ismeretében kiszámítható a nyugvó diszlokáció körül kialakuló ötvöző atmoszféra $C(r, t)$ eloszlása [83]. Ez lényegében a diffúziós probléma megoldását jelenti az előbb említett kölcsönhatás speciális potenciáljának esetére. Stacionárius $\left(\frac{\partial C}{\partial t} = 0\right)$ esetben az ötvöző atomok C_∞ koncentrációjára a

$$C_\infty = C(\vec{r}) = C_0 \cdot \exp\left(-\frac{E(\vec{r})}{kT}\right) \quad (18)$$

megoldást kapjuk, ahol $E(\vec{r})$ a nyugvó diszlokáció és $\vec{r}$ helyen levő ötvöző atom között fellépő kölcsönhatási energia, T az abszolút hőmérséklet, k a Boltzmann-állandó. A (18) egyenletből következik, hogy a nyugvó diszlokációk ötvöző atom-felhőket, ún. Cottrell-felhőket gyűjtenek maguk köré [83].

Reális kinetikát kapunk, ha feltételezzük, hogy a diszlokáció mentén a szegregáló ötvöző atomok száma telítésbe mehet. Ekkor az idővel exponenciálisan változó függést kapunk a diszlokáció közelében elhelyezkedő oldott atomok C_d koncentrációjára [97]:

$$C_d = C_\infty \cdot \left\{ 1 - \exp\left[-\frac{C_0}{C_\infty}(\eta \cdot t)^p\right] \right\} \quad (19)$$

ahol t a diffúzió kezdete óta eltelt idő, az η paraméter az ötvözők mozgékonyágát és az ötvöző-diszlokáció kölcsönhatást jellemzi, magában foglalva a T hőmérsékletet és az $E(\vec{r})$ kötési

energiát, k a Boltzmann-állandó. A p kitevő értéke az ötvözőtranszport jellegére utal, térfogati diffúziónál értéke $2/3$, vonalmenti diffúzió esetén pedig $1/3$ [83,98].

Plasztikus deformáció során a mozgó diszlokációk a fent említetthez hasonló módon dinamikus kölcsönhatásba lépnek a mozgékony ötvöző atomokkal. Ezt a jelenséget hívják dinamikus alakváltozási szegregációnak (DSA). A mozgó diszlokációra ható feszültség sebességfüggésének legfontosabb vonása az, hogy egy kritikus $\dot{\epsilon}_{c1}$ sebességnél a feszültségnek maximuma van, mert kis sebességnél növekvő feszültség kell diszlokációval együtt mozgó a Cottrell-felhő atomjainak növekvő sebességű mozgatásához. Nagyobb sebességnél viszont az ötvöző atomok lemaradnak a mozgó diszlokációtól, így – a távolsággal csökkenő erejű kölcsönhatás miatt – az ötvöző atomok diszlokációra kifejtett fékező hatása is csökken [72,99]. A diszlokáció-ötvöző kölcsönhatás mellett figyelembe kell vennünk a diszlokáció-diszlokáció kölcsönhatást is. Ez a mechanizmus növekvő sebességre növekvő – általában a sebességnek valamilyen hatványával arányos - fékezőerőt ad. Az ötvöző-diszlokáció és diszlokáció-diszlokáció kölcsönhatások együttes hatása így egy $\mathcal{N}$ alakú fékezőerő-diszlokációsebesség görbét eredményezhet, ami az I.8 ábrán mutatott, Penning által javasolt $\mathcal{N}$ alakú folyásfeszültség-deformációsebesség ($\sigma - \dot{\epsilon}$) görbére vezet. A PLC effektust értelmező elméletek [99-107] leginkább abban különböznek egymástól, hogy különböző diszlokáció mozgásokat és különböző ötvöző-diszlokáció kölcsönhatásokat feltételezve vezetik le az $\mathcal{N}$ -alakú $\sigma - \dot{\epsilon}$ összefüggést. A már említett Cottrell-modellben [99] folyamatosan mozgó diszlokációkat feltételeztek, melyek sebességüktől függően vonszolták magukkal vagy hagyták el a körülöttük kialakult Cottrell felhőt [83]. A McCormick [100,106] és Van den Beukel [101] által kidolgozott modellben azt javasolták, hogy a diszlokáció-mozgás nem folytonos, hanem többnyire szakaszosan megy végbe a mintában lévő különböző akadályok között. Ezt a feltételezést később kísérletileg is alátámasztották [108]. A nem folytonos mozgás esetén a diszlokációk az akadályokon egy termikusan aktivált folyamat eredményeképpen jutnak keresztül és az akadályoknál átlagosan t_w várakozási időt töltenek. Kiszakadásukat követően elhanyagolhatóan rövid repülési idő ($t_{rep} \cong 0$) után újabb akadályok lelassítják és megakasztják őket. Kubin és Estrin [26,102] ebből kiindulva feltételezték továbbá, hogy az ötvözők által kifejtett fékezőerő arányos a diszlokáció vonala mentén kialakult C_d ötvözőkoncentrációval. Ezzel együtt, a kísérleti tapasztalatok alapján a $\phi(\dot{\epsilon})$ függvény alakja mellett a teljes $\sigma - \dot{\epsilon}$ konstitutív egyenletet megadják. E modell használatával

becsülhető a minimális ötvözőkoncentráció is, ami szükséges ahhoz, hogy a PLC-féle plasztikus instabilitás fellépjen.

Az akadályoknál fennakadt diszlokációk köré szegregálódnak az oldott atomok, növelve az akadály erősségét a t_w várakozási idővel. Nagyobb $\dot{\epsilon}$ deformáció-sebességeknél az átlagos várakozási idő kisebb lesz, ami arra vezet, hogy az akadályok erőssége, és következésképpen a folyásfeszültség is csökkenhet. Így, egyik oldalról a mozgó ötvöző atomok szegregációja, másik oldalról viszont a mozgó diszlokációknak az ötvöző felhőtől való termikus aktiválással segített elszakadása adja azokat az egymással versenyző folyamatokat, amelyek váltakoznak és állandóan ismétlődnek. Ennek megfelelően a DSA során a két folyamat időigénye verseng egymással. Az egyik a t_w várakozási idő, a másik az az idő, amely egy ötvöző atomnak a diszlokációhoz való mozgásához szükséges. Nagy deformáció-sebességeknél a diszlokációk csupán sűrűlődként érzékelik az ötvözők hatását. Kis sebességeknél pedig a diszlokációk annyira lassan haladnak, hogy az ötvözőkoncentráció folyamatosan telítődik a diszlokációk körül. Megfelelő paraméter-értékek esetén a két időskála együttes hatása elvezet a negatív sebesség-érzékenységhez (negatív meredekségű $\sigma - \dot{\epsilon}$ összefüggéshez), és ezzel felléphet a PLC effektus.

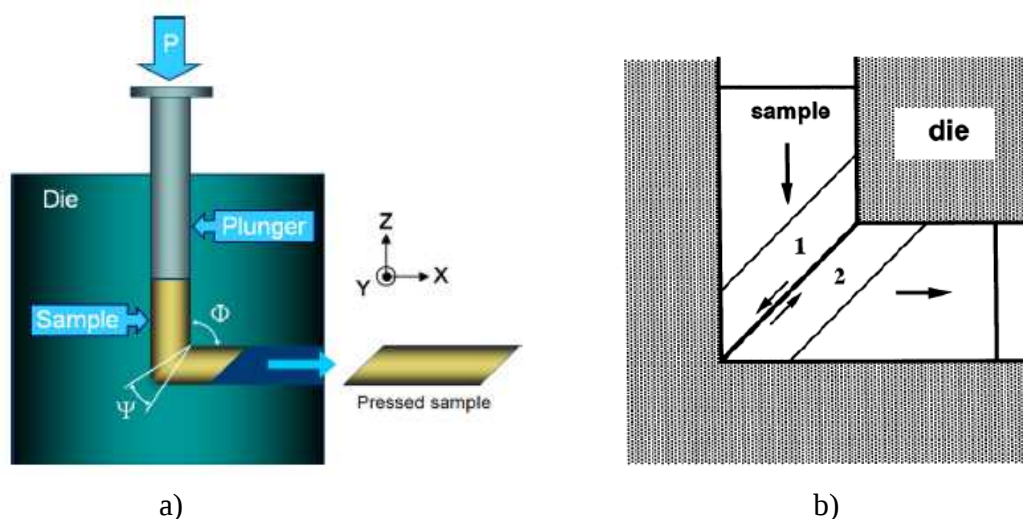
I.4. Nagymértékű képlékeny –szemcsefinomító– alakítási folyamatok

A fémek és ötvözetek gyakorlati felhasználásában leggyakrabban felmerülő igény a folyáshatár és/vagy az alakíthatóság növelése. A tiszta fémek folyáshatárának növelésére alapvetően az alakítási keményedés és/vagy a (14) alakú egyenlettel leírt Hall-Petch effektussal járó szemcsefinomítás ad lehetőséget. Az alakíthatóság pedig a szemcsehatár-csúszási mechanizmus fokozásával, vagy – a (10) egyenlet alapján – a kúszási sebesség növelésével járó szemcseméret csökkentésével javítható. Ezeket a tulajdonságokat figyelembe véve, a tömbi anyagok mechanikai tulajdonságainak javítására kb. 30 évvel ezelőtt alkalmazni kezdték a nagymértékű képlékeny deformációs (angolul: severe plastic deformation, rövidítve: SPD) eljárásokat [3-6]. Jól hőkezelt, kilágyított – alacsony diszlokáció-sűrűséggel rendelkező - kristályos anyagokból indulva a megújulási hőmérséklet alatti hőmérsékleten alkalmazott képlékeny deformáció a diszlokáció-sűrűség növekedésével megy végbe, ami az anyagban tárolt energiát növeli. Nagymértékű képlékeny deformációnál, amikor a diszlokáció-sűrűség, és ezzel együtt a tárolt energia már olyan nagy, hogy a rendszer termodinamikailag nem stabil, a

diszlokációszerkezet átrendeződik. Az átrendeződés során diszlokációfalak keletkeznek, átalakítva az eredeti szerkezetet cellás-, majd szubszemcsés-, illetve nagyszögű finomszemcsés szerkezetté. Kísérleti tapasztalatok szerint a nagymértékű képlékeny deformáció alkalmas ultrafinomszemcsés anyag előállítására. Az l.c.k fémek közül például, Ni-ben [109,110] 200-300 nm, Cu-ben [111,112] és Au-ban [113] 400-500 nm, Ag-ben [114,115] 200-300 nm, Al-ban [116,117] 1000-1300 nm, Al ötvözetekben [117] pedig 300-500 nm átlagos szemcseméretű finomszemcsés szerkezetet lehet előállítani az SPD eljárások alkalmazásával az 50-100 μm -nél nagyobb átlagos szemcseméretű anyagokból kiindulva.

Tömbi, pórusmentes ultra-finomszemcsés anyagok előállítására leggyakrabban az ún. könyöksajtolás (angolul: Equal Channel Angular Pressing, rövidítve: ECAP), és a nagynyomású csavarás (angolul: High Pressure Torsion, rövidítve: HPT) technikákat alkalmazzák. Saját vizsgálataimban is ezzel a két módszerrel előállított mintákat tanulmányoztam. A következőkben röviden összefoglalom a módszerek lényegét.

I.4.1. A könyöksajtolás (Equal Channel Angular Pressing, ECAP)



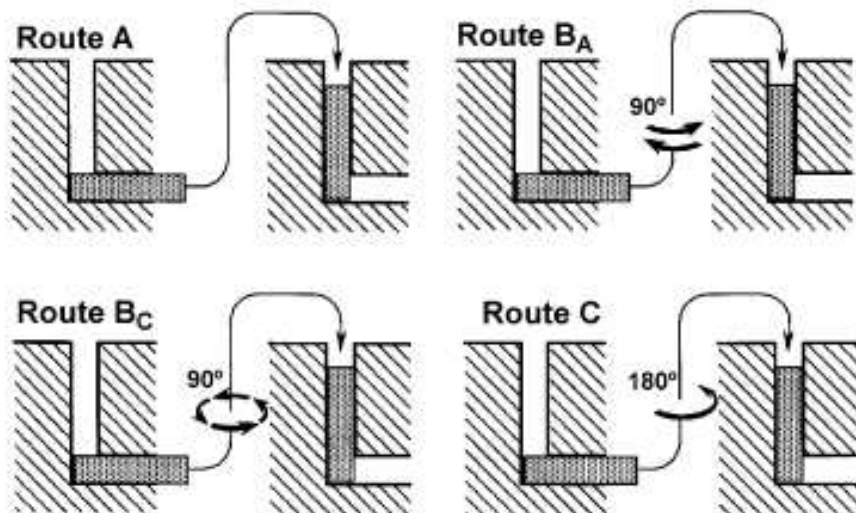
I.9. ábra: A könyöksajtolás sematikus folyamata: a) a képlékeny deformáció mértékét befolyásoló (ϕ, ψ) paraméterekkel [5] és b) a könyöknél bekövetkező nyírásokkal [3]

A könyöksajtolás módszerét még az 1980-as évek első felében fejlesztették ki Segal és munkatársai [118,119]. Azóta alkalmazzák világszerte. A módszer alkalmazásával nagymértékű

képlékeny deformáció érhető el a fémes mintákban úgy, hogy közben a minta keresztmetszete nem változik, és a deformáció folyamat újra ismételhető. A könyöksajtolás során a rúd alakú – általában kerek vagy négyzetes keresztmetszetű - mintát egy könyök alakú csövön nyomják át, ahogy azt sematikusan mutatja a I.9a. ábra. A könyökcső (csatorna) bejövő és kimenő ágai azonos keresztmetszetűek (ezt fejezi ki az angol nyelvű elnevezése). Mivel a minta keresztmetszete megegyezik a csövekével, a csövek hosszában a minta – merev testként - csak súrlódásosan csúszik a külső erő (F) hatására, nem szenved képlékeny deformációt. A képlékeny deformáció a két cső metszetsíkjában – a könyökben - történő nyírással megy végbe, ahogy az sematikusan az I.9b ábrán látható [3,6]. Egy ilyen könyöksajtolás során a deformáció mértékét a két cső hajlásszöge, ϕ , és a külső csőfal lekerekítettségére – görbületére - jellemző ψ szög határozza meg. Elméleti számolások szerint egyszeri átnyomás esetén a minta ε_1 deformációja a következő összefüggéssel adható meg [6]:

$$\varepsilon_1 = \frac{2ctg\left(\frac{\phi + \psi}{2}\right) + \psi \cdot \sin^{-1}\left(\frac{\phi + \psi}{2}\right)}{\sqrt{3}}. \quad (20)$$

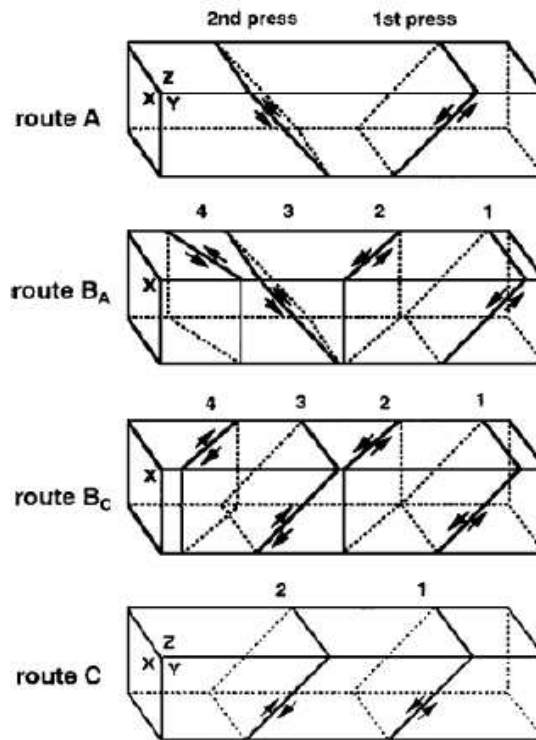
Ennek alapján a leggyakrabban alkalmazott $\phi = 90^\circ$ (1.57 Rad) belső és $\psi = 20^\circ$ (0.35 Rad) külső szögek esetén $\varepsilon_1 \approx 1.05$. Mivel a minta keresztmetszete nem változik a sajtolás során, ezért az átnyomás újra megismételhető, tovább növelve deformáció mértékét. Az N -szer átnyomott minta ε_N deformációjának mértékét az $\varepsilon_N = N \cdot \varepsilon_1$ formula alapján tudjuk meghatározni. Megjegyzem, hogy vizsgálataimban használt könyöksajtoló mintákat az amerikai Dél-Kaliforniai Egyetemen és a japán Kyushu Egyetemen készítették. Mind a két helyen a fent említett $\phi = 90^\circ$ belső és $\psi = 20^\circ$ külső szögekkel rendelkező berendezésekkel dolgoznak, azonos méretű, 70 mm hosszú és 10 mm átmérőjű minta rudak sajtolásával.



I.10. ábra: A leggyakrabban alkalmazott könyöksajtolási utak (angolul: Route) [4]

Mivel a könyöknél létrejövő nyírás iránya rögzített, az átnyomás megismétlésével nem csak növelhető a deformáció mértéke, hanem befolyásolható a deformált anyagban kialakult mikroszerkezet is. A többszörös sajtolás során kialakult mikroszerkezet és az azzal járó mechanikai tulajdonságok függhetnek attól, hogy két egymást követő átnyomás között hogyan forgatjuk el a mintát a hossz tengelye körül. A kör- és négyzet-alakú keresztmetszettel rendelkező rudakat alapul véve négyféle módon (úton, angolul: Route) szokták forgatni a rudat, és így ennek megfelelően elnevezni az eljárást (I.10. ábra):

- i) Route **A**: az **A** út során a mintát csak visszateszik, forgatás nélkül.
- ii) Route **B_A**: a **B_A** út során a mintát 90° -kal forgatják el, váltakozva az óramutató járásával megegyezően majd ellentétesen (mindig oda és vissza).
- iii) Route **B_C**: a **B_C** út során a mintát 90° -kal forgatják el, mindig azonos irányban.
- iv) Route **C**: a **C** út során a mintát 180° -kal forgatják el.

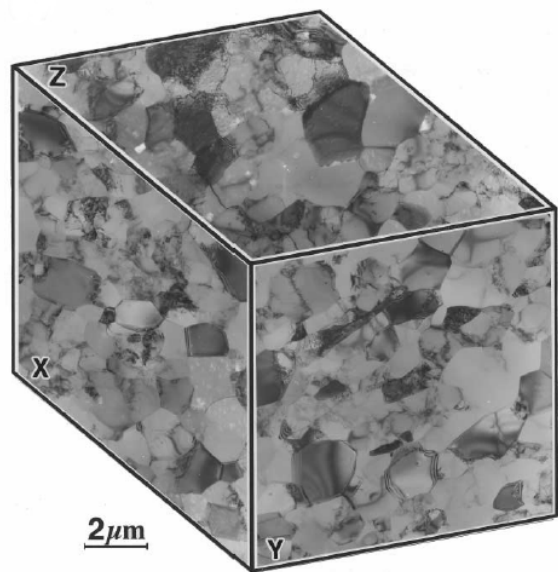


I.11. ábra: A különböző könyöksajtolási utakon (Route) bekövetkező nyírási síkok sematikus képe az átnyomások sorrendjében [3]

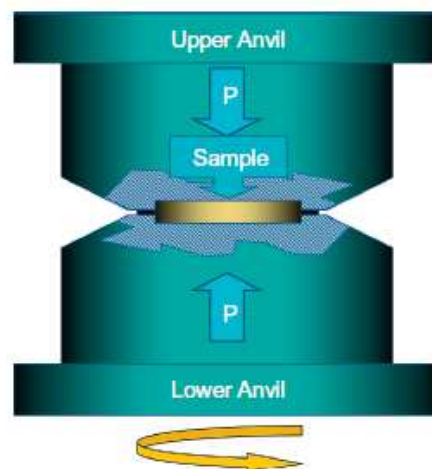
Az elforgatásokkal együtt a nyírási sík iránya is megváltozik. Az I.11 ábra a különböző könyöksajtolási utakon történő átnyomások során kialakuló nyírási síkok irányát mutatja a mintához képest. Jól látható, hogy elforgatás nélkül (Route A-n) mindig megváltozik a nyírás iránya. Viszont, 180° -kal elforgatva a mintát (Route C-n), a nyírási sík mindig ugyanolyan állású a mintához képest. A 90° -os forgatások (B_A és B_C utak) esetében minden átnyomásnál más sík mentén történik a nyírás, egészen a negyedik átnyomásig. Kísérleti eredmények azt mutatják, hogy a könyöksajtolás során kialakult mikroszerkezet és az azzal járó mechanikai tulajdonságok csak kissé függenek az alkalmazott út típusától [120]. Az tény, hogy a Route B_C alkalmazásával érték el leginkább homogén finomszemcsés szerkezetet [116]. Az I.12 ábra mutat egy ilyen példát tiszta Al-nak 4, B_C úton való átnyomással elért finomszemcsés mikroszerkezetével.

I.12. ábra:

*Tiszta (4N) Al mikroszerkezete
4-szeres, B_C úton való
könyöksajtolás után [116]*

**I.4.2. A nagynyomású csavarás (angolul: High Pressure Torsion, rövidítve: HPT)****I.13. ábra:**

*A nagynyomású csavarás
sematikus vázlata [5]*

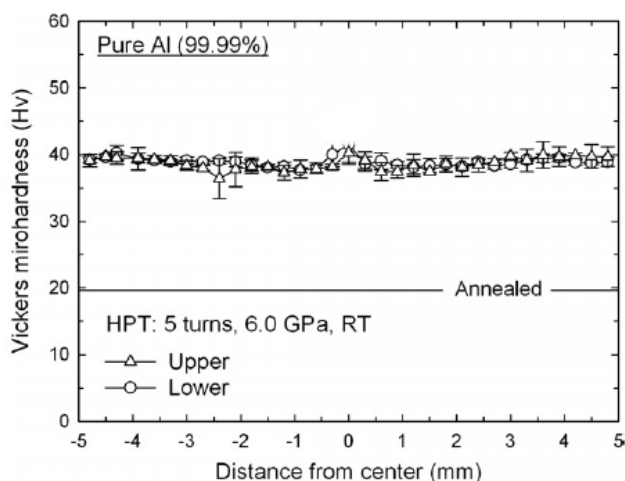


A nagynyomású csavarás során körlemez alakú mintát egy acélperselyben szobahőmérsékleten több GPa nyomás alatt csavarják, ahogy sematikusan mutatja az I.13. ábra. A csavarás során a nagy nyomás hatására a minta és a mintatartó között nagy tapadási súrlódás keletkezik, ami miatt a minta alap- és fedőlapja együtt csavarodik a mintatartóval, és így a minta nyírással deformálódik. A minta középpontjától mért r távolságban bekövetkező γ nyírás a kontinuum-leírást alkalmazva és homogén deformációt feltételezve a minta vastagsága mentén a:

$$\gamma = N \frac{2\pi r}{l}, \quad (21)$$

összefüggéssel adható meg [6], ahol l a minta vastagsága és N a fordulatok száma. A deformáció mértéke helytől függő, a körlemez tengelyétől sugárirányban kifelé haladva növekszik. Elvileg a minta közepén ($r = 0$ helyen) nem keletkezik deformáció, és így a mintában keletkező deformáció erősen inhomogén. Gyakorlatban azonban, több ok miatt is általában viszonylag homogén mikroszerkezet alakul ki néhány fordulatnyi csavarás után egy 20 mm átmérőjű és 0.8 mm vastagságú fém mintában. Először is a kristályszerkezet miatt a minta közepén is kristályszemcsék deformálódnak, így nincs zérus deformációjú hely. Továbbá, a kialakult mikroszerkezetre jellemző diszlokáció-sűrűség és a szemcseméret általában telítésbe megy. Így néhány fordulattal járó nagy nyírási deformáció hatására már szinte az egész mintában – viszonylag homogén módon – elérhető a telítési (általában maximális értékű) diszlokáció-sűrűség és (minimális) szemcseméret, telítésbe megy a szemcsefinomítás. Kawasaki és munkatársai [121] szisztematikusan, keménységmérésekkel tanulmányozták tiszta Al-ban HPT során létrejövő deformáció-inhomogenitást. Az I.14. ábra mutatja a különböző számú fordulattal deformált Al minták mikrokeménységét a sugár mentén. Jól látható, hogy 5 fordulat ($N = 5$) után már szinte állandó az anyag keménysége, nem függ a helytől, jelezve ennek a HPT által deformált mintának a homogén mikroszerkezetét.

I.14. ábra: Nagynyomású csavarással deformált tiszta Al minta mikrokeménysége a sugár mentén [121]



I.5. Előzmények és célkitűzések

Az előző fejezetekben röviden ismertettem a lapcentrált köbös fémek és ötvözetek képlékeny tulajdonságaival kapcsolatos aktuális irodalmi eredményeket. Annak ellenére, hogy a polikristályos fémek képlékeny deformációja, a deformáció során tapasztalható alakítási keményedés már évek óta témája nagyszámú vizsgálatnak és tanulmánynak, a mai napig sem teljesen tisztázott problémakör, ami még tovább bővül az utóbbi időben bevezetett nagymértékű deformációs eljárások alkalmazásával. Mind az alap-, mind az alkalmazott kutatások szempontjából igen fontos megérteni a képlékeny alakváltozás mikrofolyamatait és a szilárdságnövelő mechanizmusokat. E mellett a fémes ötvözetek ipari felhasználása szempontjából elengedhetetlen a mikroszerkezet és a mechanikai tulajdonságok kapcsolatának kutatása. Így az egyes alakváltozási folyamatok széles deformáció tartományban való elemzése mellett nagyon fontos tanulmányozni a képlékeny deformációt befolyásoló anyagi jellemzők - az oldott atomok, kiválások, szemcseméret, rétegződési hibaenergia – szerepét is. Az irodalmi áttekintésben bemutatam olyan kutatási területeket, melyek egyrészt jelenleg is az anyagtudomány homlokterében vannak, másrészt amelyeken a Tanszékünkön, valamint a hazai és külföldi partnerekkel való együttműködésekben rendelkezésre álló lehetőségek mélyebb és többoldalú vizsgálatokat tesznek lehetővé.

Az említett előzményekből kiindulva kutatási célom az volt, hogy a technikai fejlődés által kínált lehetőségeket is kihasználva széles deformáció-tartományban is érvényes módon írjam le a l.c.k. fémek képlékeny folyamatait. Célul tűztem ki továbbá azt is, hogy alaposabban megvizsgáljam az ötvöző atomoknak, a szemcseméretnek, illetve a szemcsehatároknak a mechanikai tulajdonságokra gyakorolt hatását. A következő két fejezetben röviden ismertetem az általam alkalmazott vizsgálati módszereket, majd bemutatom azokat az eredményeket, amelyeket ebben a kutatási témában elértem. Először a tiszta fémekre vonatkozó eredményekről számolok be. Ezt követően a stabil szilárd oldatokban és a kiválások ötvözetekben fellépő plasztikus instabilitással kapcsolatos eredményeket ismertetem. A végén pedig bemutatom, hogy milyen hatásuk lehet a szemcsehatároknak és a szemcseméretnek a nagymértékű deformációs eljárások alkalmazásával létrehozott ultra-finomszemcsés anyagok tulajdonságaira.

II. Vizsgálati módszerek és anyagok

II. 1. Mechanikai vizsgálatok

II.1.1. Makroszkopikus egytengelyű nyújtási és összenyomási mérések

A hagyományos egytengelyű nyújtásokat és összenyomásokat MTS 810 típusú (Materials Testing System) anyagvizsgáló berendezéssel [122] végeztük. A rendszer mérőkamrájának hőmérséklete $-100...+300^{\circ}\text{C}$ tartományban $\pm 2^{\circ}\text{C}$ pontossággal stabilizálható. A méréseimet vagy állandó (V_k) keresztfej-sebességgel, vagy állandó (V_t) terhelés-sebességgel végeztem. A mérésekhez használt próbatestek általában hengeres alakúak. Nyújtások esetén a minták (l_0) hossza 30 mm, (d_0) átmérőjük pedig 4.5 mm. Összenyomásokhoz $l_0 = 8$ mm – es hosszú és $d_0 = 6$ mm – es átmérőjű mintákat használtam. Állandó keresztfej-sebességű mérések esetében az $\dot{\epsilon}_0$ kezdeti deformáció-sebességet ($\dot{\epsilon}_0 = V_k / l_0$), az állandó terhelés-sebességű mérésekben pedig a $\dot{\sigma}_0$ kezdeti terhelési sebességet ($\dot{\sigma} \approx V_t / A_0$) állítom be, ahol A_0 a minta kezdeti keresztmetszete.

II.1.2. Dinamikus mikro- és nano-benyomódási mérések

A mélységérzékeny benyomódási (indentációs) méréseimet egy SHIMADZU DUH-202 és egy UMIS típusú berendezéssel végeztem. A számítógép által vezérelt mérőműszerek két részből épülnek fel, a terhelést szabályozó és a benyomódást mérő elektromechanikus részből, valamint egy hozzáépített mikroszkópból, mely lehetővé teszi a mérendő terület kiválasztását és a mérés befejezését követően a nyom megtekintését. A mérések elején beállítandó a maximális erő, valamint a kívánt erősebesség. Mérés során a számítógép folyamatosan rögzíti az aktuális F terhelőerőt és a hozzátartozó h benyomódási mélységet a t idő függvényében, amiből az anyag H keménysége, E Young-modulusa is meghatározható, illetve a képlékeny deformáció folyamata is nyomon követhető az erő-mélység ($F-h$) görbe alapján. Mindkét berendezésre különböző geometriájú nyomófejek felszerelhetők. A szokásos Vickers-piramis használata esetén az anyag keménységét HV-vel (Vickers hardness-szel) jelölöm.

A két berendezés működésére jellemző fontosabb paraméterek a következők [122]:

a) A Shimadzu DUH-202 berendezés esetében:

- Terhelés tartomány: 0.1 – 2000 mN, 1 μ N felbontással.
- Mélységtartomány: 0-26 μ m, 10 nm pontossággal
- Ráterhelés után elért maximális erő tartás ideje: max. 1000 s
- Kézi mintabeállítás sorozatmérés esetén.

b) Az UMIS berendezés esetében:

- Terhelés tartomány: 0.005 – 500 mN, 0.025 μ N felbontással.
- Mélységtartomány: 0-20 μ m, 0.5 nm pontossággal
- Ráterhelés után elért maximális erő tartás ideje: max. 86000 s
- Automatikus mintabeállítás sorozatmérés esetén.

II.2. Mikroszerkezeti vizsgálatok

II.2.1. Transzmissziós elektronmikroszkópos (TEM) mérések

A transzmissziós elektron mikroszkópos méréseimet főleg a JEOL-2000EX, 200 kV-os maximális gyorsító feszültséggel működő berendezéssel végeztem. A gép jó átvilágító-képességével minden hagyományos TEM-es (világos és sötét látóterű) képalkotásra és határolt területű elektron-diffrakciós (SAED) feladat elvégzésére alkalmas. Így, a képlékeny deformációt befolyásoló tényezők, mint diszlokációk, rétegződési hibák, szemcsehatárok, zárványok, kiválások vizsgálatára ideális.

A TEM mérésekhez a mintákból a kívánt orientációnak megfelelő csiszolatot készítettünk, ezt először mechanikusan csiszoltuk, políroztuk. A minták vékonyítása szintén perklórsavas oldatban elektrolizálva, Tenupol típusú berendezésben történik. Ez alól kivételt képez az Ag minták előkészítése, ami – a mikroszerkezet érzékenysége miatt - Ar^+ ionokkal való bombázással ment végbe.

II.2.2. Pásztázó elektronmikroszkópos (SEM), fókuszált ionnyaláb (FIB) és visszaszórt elektrondiffrakció (EBSD) mérések

A pásztázó elektronmikroszkópos és fókuszált ionnyalábbal történő méréseimet **FEI Quanta 3D** típusú [122], nagyfelbontású kétsugaras, 30 kV-tal gyorsított elektronokkal működő készülékkel végeztük. A két sugár azt jelenti, hogy a rendszer rendelkezik elektronforrással és ionforrással is. Az elektronnyaláb és az ionnyaláb egyaránt alkalmas arra, hogy mikroszkópi képet készíthessünk, ugyanakkor az ionnyaláb az anyagminta felületének megmunkálását is lehetővé teszi. A berendezés nano (1 nm – 100 nm) mérettartományban is képes a szükséges műveletek (képalkotás, felület-megmunkálás) elvégzésére.

II.2.3. Atomi erőmikroszkópos (AFM) mérések

Az atomi erőmikroszkópos méréseket Solver P47H készülékkel végeztem frekvencia-modulációs (semi-contact) módban, 120-190 kHz-es sajátfrekvenciájú Si tű (cantilever) használatával. A képalkotás 1-50 μm hosszú oldalú négyzeten, 0.5 nm-es felbontással történik.

II.3. Kísérleti anyagok

Vizsgálataimban az alapfémek esetében 99.99%-os (4N) tisztaságú Al, Ag, Au, Ni és 99.96%-os Cu mintákat használtam. A vizsgálatok előtt a mintákat $T = 0.64 - 0.72T_m$ (T_m az abszolút olvadáspont) hőmérsékleten 1 óráig hőkezeljük, majd kikapcsolt kályhában hűltek le szobahőmérsékletre (a Cu esetén $p < 10^{-5} \text{ mbar}$ vákuumban történt a hőkezelés). Ez a kiindulási (hőkezelt vagy kilágyított) állapot a vizsgálatokban.

Az Al ötvözetek esetében a laboratóriumi körülmények között, 99.99% (4N) tisztaságú alapanyagokból gyártott (Al-Mg, Al-Zn, Al-Zn-Mg és Al-Zn-Mg-Cu) minták oldó hőkezelését 743K-en (470 °C-on), 30 perc hőtartással, majd szobahőmérsékletű vízbe történő edzéssel végeztük.

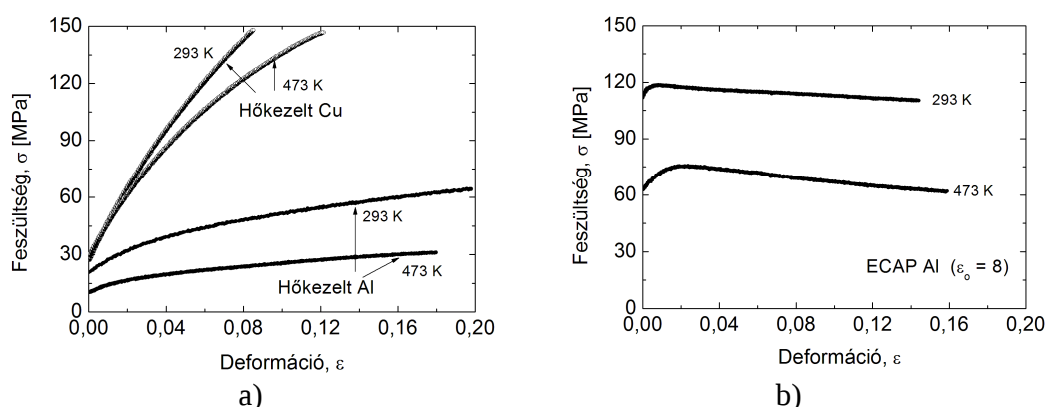
Kutatásaimban használt HPT mintákat az orosz Ufai Anyagfizikai Intézettől kaptam. A könyksajtolt (ECAP) mintáimat pedig az amerikai Dél-Kaliforniai Egyetemen és a japán Kyushu Egyetemen készítették.

III. Saját kísérleti eredmények és értelmezésük

III.1. Lapcentrált köbös fémek plasztikus deformációjának leírása széles deformáció-tartományban [S1-S4]

III.1.1. A kísérleti feszültség-deformáció kapcsolat

Az III.1. ábrán látható néhány, az Al és Cu mintákra jellemző, 293 K (szobahőmérséklet) és 473 K (200 °C) hőmérsékleteken kapott feszültség - deformáció ($\sigma - \varepsilon$) görbe. Az III.1a. ábra a csak kilágyított (hőkezelt) Al és Cu minták, míg az III.1b ábra a könyöksajtolással 8-szorosan B_C úton deformált Al minták viselkedését mutatja. A könyöksajtolással nagymértékben deformált minták esetében a minták teljes deformációs állapotához figyelembe kell venni a könyöksajtolás során kapott előzetes alakítási ($\varepsilon_0 \approx 8$) értéket is, amit az III.1b ábrán fel is tüntettem. A kapott kísérleti eredmények, egyrészt, jól mutatják a termikus aktiválás hatását, mert egy adott deformációhoz tartozó feszültség szemmel láthatóan csökken a növekvő hőmérséklettel. Másrészt, a kis deformáció-tartományban (lásd az III.1a ábrán) kapott adatok jelentős alakítási keményedést is mutatnak, minthogy egy adott hőmérsékleten a folyásfeszültség folyamatosan növekszik a növekvő deformációval. Látható az is, hogy az alakítási keményedés meredeksége, $\frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon}$ - bár mindig pozitív marad – fokozatosan csökken a deformáció függvényében.

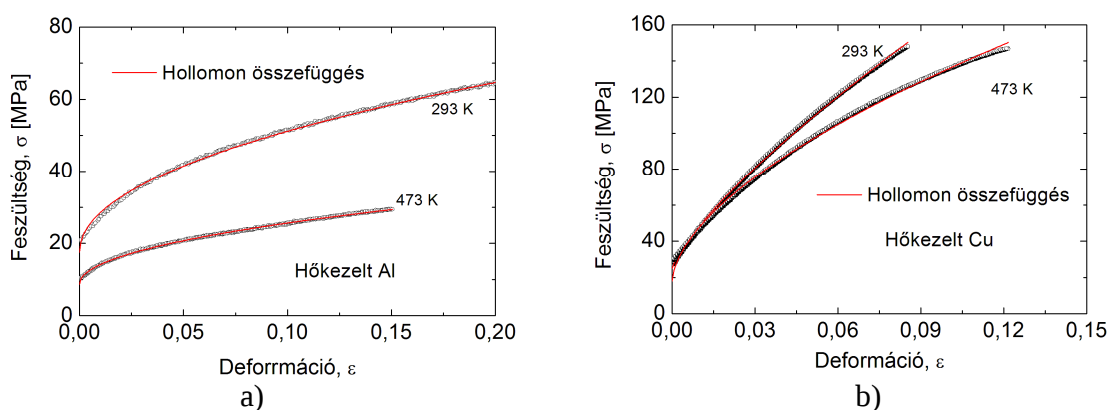


III.1.ábra: Különböző hőmérsékleteken kapott feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) görbék
a) hőkezelt Al és Cu és b) könyöksajtolott Al minták esetében

A III.2. ábra mutatja az I.1.1. fejezetben ismertetett (2) egyenletnek megfelelő Hollomon-féle hatványfüggés illesztését az Al (a III.2a ábrán) és Cu (III.2b ábrán) mintákra kapott kísérleti $\sigma - \varepsilon$ adatokhoz. Ezek az illesztések jól demonstrálják, hogy kis deformációs tartományban jól leírható a Hollomon-formulával a feszültség-deformáció összefüggés. Az Al minták esetében a (2) egyenletben szereplő hatványkitevő értéke a 0.49 – 0.52 tartományban változik, ami megerősíti az irodalmi összefoglalóban már említett (5) egyenlet használatát:

$$\sigma = \sigma_0 + K^* \cdot \sqrt{\varepsilon} ,$$

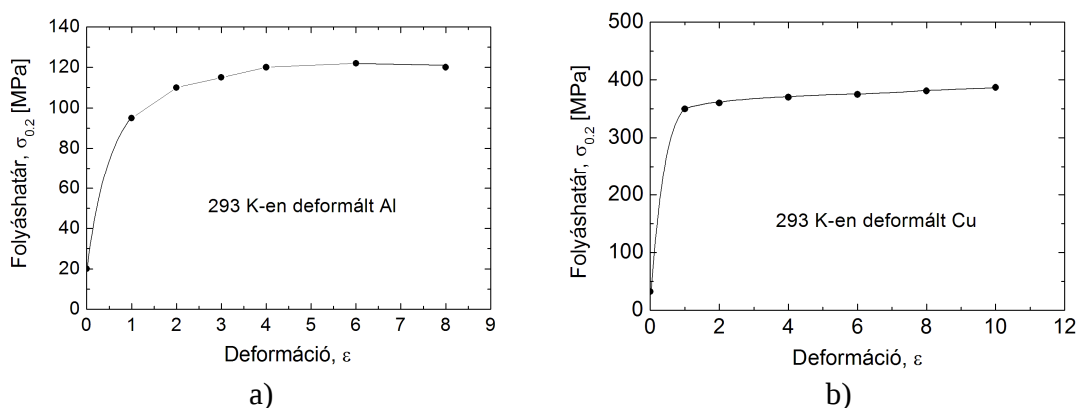
miszerint az Al-nak és ötvözetének folyásfeszültsége lineárisan változik a deformáció gyökével a kis deformációk tartományában. A Cu minták esetén azonban ilyen lineáris összefüggés már nem alkalmazható, mivel az Al-ra kapottaknál nagyobb n értékek adódnak a Hollomon egyenlet illesztésére, $n \approx 0.68 - 0.74$.



III.2. ábra: Kísérleti és a (2) Hollomon-egyenlettel illesztett feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) görbék a) hőkezelt Al és b) hőkezelt Cu esetében

A plasztikus deformáció folyamatát tekintve a kísérleti tapasztalatok azt mutatják, hogy szobahőmérsékleten, ami kb. $0.2 - 0.3T_m$ értéknek felel meg a leggyakrabban vizsgált Al, Ag, Au, Cu és Ni l.c.k. fémek esetén (ahol T_m az abszolút olvadáspont), a megújulási folyamat ezekben a fémekben még viszonylag lassú. Így egy adott ε deformációhoz tartozó σ folyásfeszültség egyben $\sigma_{0.2}$ folyáshatár is, ha az említett adott deformációnál megszakítjuk, majd leterhelés után újra folytatjuk az alakítási folyamatot. Így, például, a III.1b ábrán feltüntetett kb. 119 MPa értékű $\sigma_{0.2}$ folyáshatár az Al minta $\varepsilon \approx 8$ értékű deformációjához tartozó

folyásfeszültségnek is tekinthető. Ennek alapján (irodalmi adatokat [20,21] is felhasználva) a III.3. ábra mutatja széles deformáció-tartományban a $\sigma - \varepsilon$ összefüggést Al és Cu esetében. Megjegyzem, hogy az ezen az ábrán használt deformáció mérték (ε) magában tartalmazza a könyöksajtolási folyamat által előidézett deformációt is, valamint a hőkezelt, deformálatlan minta állapotát zérus ($\varepsilon = 0$) deformációnak lehet tekinteni.



III.3. ábra: A $\sigma_{0.2}$ folyáshatár a deformáció függvényében a) Al és b) Cu esetében.

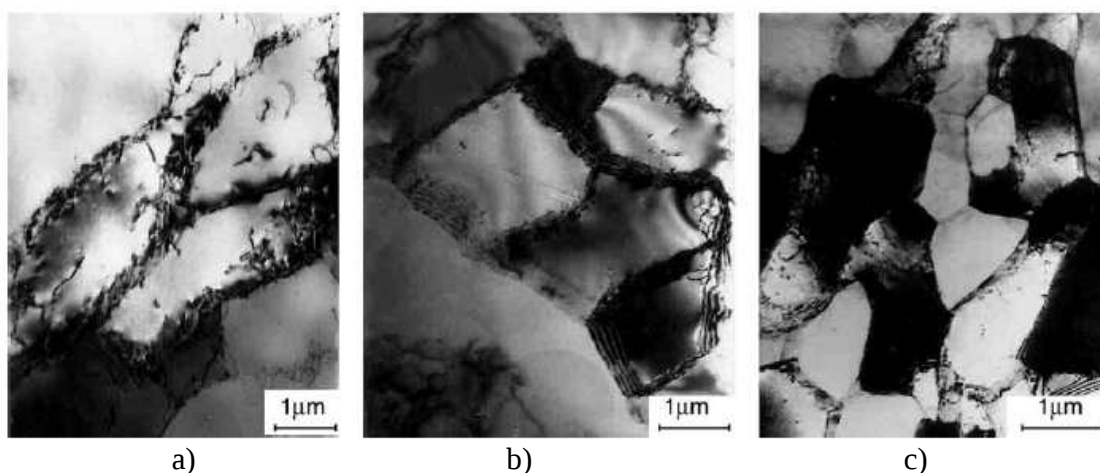
(Egyes adatokat [20,21] irodalmi forrásból vettem ki.)

A III.3. ábrán bemutatott mérési adatokat elemezve jól látható, hogy kis deformációknál gyorsan nő a folyásfeszültség, azaz nagy az alakítási keményedés meredeksége, $\frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon}$. Nagy deformációknál a folyásfeszültség telítésbe megy, és ezzel együtt az alakítási keményedés nullához tart. Az Al minták esetében, például, az $\varepsilon \geq 4$ esetén a folyásfeszültség gyakorlatilag állandó marad a 120 ± 2 MPa értéknél. A Cu esetében már előbb, kb. $\varepsilon \approx 2$ deformációtól beáll a telítési feszültség, aminek az értéke kb. 380-390 MPa. A minták mechanikai viselkedése azt sejteti, hogy a mechanikai tulajdonság mellett az anyag mikroszerkezete is nagymértékben változik a vizsgált deformáció-tartományban. Ennek tisztázására különböző mértékig deformált minták mikroszerkezetét is megvizsgáltuk.

III.1.2. A mikroszerkezet fejlődése deformáció során

A szobahőmérsékleten különböző mértékig deformált Al minták mikroszerkezetét mutatja a III.4. ábra, melyen a nagyon kismértékű, $\varepsilon \approx 0.04$ (III.4a ábra), közepes mértékű, $\varepsilon \approx 0.2$

(III.4b. ábra), és nagymértékű, $\varepsilon \approx 8$ (III.4c ábra) deformációk után kialakult jellegzetes mikroszerkezet TEM képe látható. A TEM vizsgálat jól mutatja, hogy cellás diszlokációs szerkezet a nagy diszlokáció-sűrűségű cella-falakkal és az elhanyagolt diszlokáció-sűrűségű cellabelsőkkel nagyon hamar kialakul a deformáció korai szakaszában, amikor a deformáció még nem haladta meg az 5%-ot ($\varepsilon \approx 0.04$). Ez a cellaszerkezet később, $\varepsilon \approx 0.2$ -nél szubszemcsés szerkezetté, illetve jóval nagyobb deformációnál, $\varepsilon \approx 8$ -nál már finomszemcsés szerkezetté alakul át. A finomszemcsés szerkezet szemcsemérete kb. 1 mikronos, ami összhangban van az irodalmi adatokkal, miszerint stabil $1.2 - 1.3 \mu\text{m}$ átlagos szemcseméretű szerkezet alakul ki a könyöksajtolással 4-szeres átnyomás után, egészen 12-szeres átnyomásig ($\varepsilon \approx 4 \div 12$ tartományban) [116,117,122].



III.4. ábra: Szobahőmérsékleten deformált tiszta Al mikroszerkezete:

a) $\varepsilon \approx 0.04$ összenyomás után, b) $\varepsilon \approx 0.2$ összenyomás után és c) $\varepsilon \approx 8$ könyöksajtolás után
(A felvételeket Illy Judit készítette)

III.1.3. Új konstitutív egyenlet a feszültség-deformáció kapcsolat leírására

A fent röviden összefoglalt kísérleti tapasztalatokból több fontos következtetés is levonható. Először is a kis deformáció-tartományban a $\sigma - \varepsilon$ összefüggés jól leírható a gyakran használt (2) Hollomon-függvénnyel. Továbbá, nagy deformációknál a folyásfeszültség telítésbe megy a növekvő deformációval, ami arra utalhat, hogy a $\sigma - \varepsilon$ összefüggés a (3) Voce-féle exponenciális formulával is kifejezhető széles deformáció-tartományban.

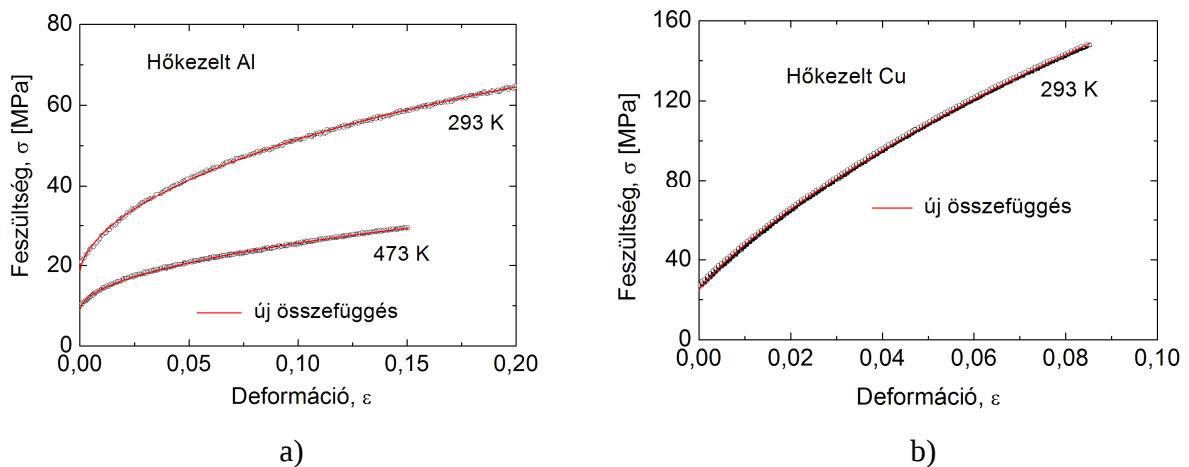
Ezek a tulajdonságok matematikailag leírhatóak egyetlen egy vegyes, exponenciális-hatvány összefüggéssel, a következő alakban:

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_1 \left\{ 1 - \left[\exp - \left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_c} \right)^n \right] \right\}, \quad (22)$$

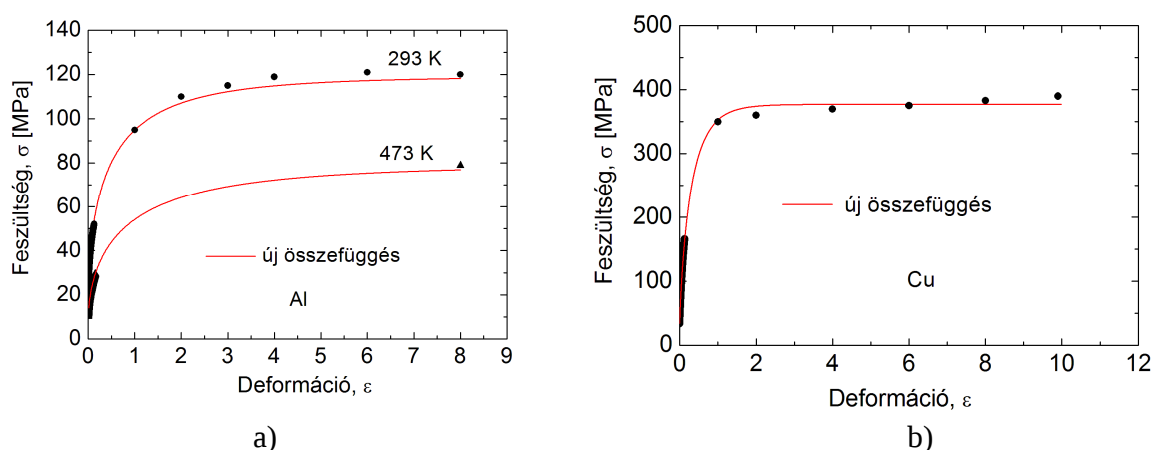
ahol σ_0 , σ_1 , ε_c és az n kitevő illesztési állandók, melyek közül a σ_0 nyilván a kilágyított minta $\sigma_{0,2}$ folyáshatárát (az $\varepsilon = 0$ deformációnál), és $\sigma_0 + \sigma_1$ pedig a telítési feszültséget (az $\varepsilon \rightarrow \infty$ esetén) fejezné ki. Minden esetre a (22) kifejezés tartalmazza a Hollomon- és Voce-féle formulák használatát is, mert az $n = 1$ esetén a (22) egyenlet visszaadja a (3) Voce összefüggést, valamint kis ε deformációknál a (22) $\sigma(\varepsilon)$ függvényt Taylor-sorának lineáris tagjáig közelítve a

$$\sigma = \sigma_0 + K^{**} \cdot \varepsilon^n \quad (23)$$

(2) Hollomon-összefüggés adódik. A (23) formulában szereplő K^{**} egy (σ_1 -t és ε_c -t tartalmazó) állandó.



III.5. ábra: Kísérleti és (22) új konstitutív egyenlettel illesztett feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) görbék kis deformáció-tartományban a) hőkezelt Al és b) hőkezelt Cu esetében



III.6. ábra: Kísérleti és (22) új konstitutív egyenlettel illesztett feszültség-deformáció ($\sigma - \epsilon$) görbék széles deformáció-tartományban a) hőkezelt Al és b) hőkezelt Cu esetében

A (22) összefüggés kísérleti ellenőrzésének néhány példáját a III.5. és III.6. ábrákon láthatjuk, amelyek kis, illetve széles deformáció-tartományban mutatják a (22) formulának az Al és Cu mintákra kísérletileg kapott ($\sigma - \epsilon$) adatokra való legjobb illesztését. Egy adott anyagra, egy adott hőmérsékleten ugyanazokat az illesztő paramétereket használtuk. Mind a két anyag esetében igen jó egyezés tapasztalható az illesztett és kísérleti adatok között, ami alátámasztja a (22) új konstitutív egyenlet érvényességét.

Ezekből az illesztésekből így megállapíthatjuk, hogy az Al és Cu mintákra jellemző $\sigma - \epsilon$ összefüggések jól leírhatók a (22) formulával, amely egyrészt a Hollomon-kifejezésnél sokkal szélesebb deformáció-tartományban működőképes, másrészt – a Voce-formulához képest – pontosabban illeszkedik a kísérleti adatokhoz. Említettem korábban, hogy a (3) Voce-formulát eredetileg a réz (Cu) mintákra kapott feszültség-deformáció adatok kiértékelésére állították fel. A Voce-függvény használata olyan, mint a (22) egyenlet alkalmazása $n=1$ érték mellett. A mi esetünkben azonban a (22) egyenletet a Cu kísérleti eredményekhez illesztve $n \approx 0.86 - 0.88$ adódik. A 12-14%-os eltérés az n paraméter becslésében benne van a Voce által alkalmazott „kézlengetős” extrapolálási módszerben, amit már az irodalmi összefoglalásban is említettem. Megjegyzem, hogy az Al esetében, a (22) új konstitutív egyenlet alapján végzett illesztésekre $n \approx 0.58 - 0.59$, ami jóval kisebb, mint 1. Emiatt az eredeti Voce-féle formula, ahol $n=1$, egyáltalán nem alkalmazható Al mintákra. Sehol sem alkalmazták a Voce-féle (3)-es formulát az Al mérésekre kapott feszültség-deformáció adatok közötti összefüggések leírására. A

szobahőmérsékleten (293 K-en) vizsgált lapcentrált köbös tiszta fémekre kapott illesztő adatokat a 2. táblázatban foglalom össze.

l.c.k. fém	σ_0 [MPa]	σ_1 [MPa]	ε_c	n
Al	18.77	101	0.70	0.58
Au	24	219	0.27	0.72
Cu	49	322	0.17	0.86
Ni	86	1013	0.39	0.76

2. táblázat: A szobahőmérsékleten vizsgált lapcentrált köbös tiszta fémek kísérleti $\sigma - \varepsilon$ görbéire illesztett (22)-es egyenlet paramétereinek értékei.

III.1.4: Az új konstitutív egyenlet elméleti háttere:

mikroszkopikus folyamatok plasztikus deformáció során [S1,S4]

Láttuk, hogy plasztikus alakítás során telítésbe megy a folyásfeszültség a nagy deformációk tartományában. A kísérleti tapasztalatok [20-22] azt mutatják, hogy a telítési feszültséggel együtt az anyag mikroszerkezete is állandósul. Az Al esetében, pl. a 4-szeres könyöksajtolás után már lényegében beáll III.4c. ábrán látható mikroszerkezet. A Cu esetében is már néhány könyöksajtolás hatására kialakul az állandósult mikroszerkezet [21]. Ezek a kísérleti tapasztalatok megerősítik a nagy deformációk tartományában is a jól ismert - korábban már említett - (4) Taylor összefüggést:

$$\sigma_p = \alpha \cdot \mu \cdot b \cdot \sqrt{\rho},$$

mely kapcsolatot teremt a mikroszerkezetre jellemző átlagos ρ diszlokáció-sűrűség és a plasztikus deformáció során fejlődő, a $\sigma = \sigma_0 + \sigma_p$ folyásfeszültséghez járuló σ_p alakítási keményedési komponens között. (Ebben az egyenletben az α paraméter egy geometriai állandó, b a vizsgált anyagra jellemző Burgers-vektor nagysága, és μ a nyírási modulusa).

A Taylor-formula alapján megjósolható az elméleti $\sigma_p - \varepsilon$ görbe a plasztikus deformáció során változó ρ diszlokáció-sűrűség deformáció függésének (a $\rho(\varepsilon)$ összefüggésnek) a meghatározásával. Ez utóbbi összefüggés leírására több különböző modellt is kidolgoztak [23-26]. A megfelelő modell kiválasztásánál azonban legalább két fontos, kísérletileg is

megfigyelhető tényezőt kell figyelembe venni a nem túl magas hőmérsékletű képlékeny alakváltozások leírásában. Először is, a σ folyásfeszültség és a ρ diszlokáció-sűrűség növekszik a deformáció korai szakaszában és telítésbe megy a nagy deformációk tartományában. Másodszor pedig, már a deformáció korai szakaszában kialakul a cella- és szubszemcse szerkezet, ami – a növekvő deformációval - stabil és viszonylag homogén mikroszerkezethez vezet. Ezek a kísérleti tapasztalatok arra utalnak, hogy mind a két fajta diszlokáció-sűrűséget, a ρ_m mozgó és ρ_f erdő diszlokáció-sűrűséget számításba kell venni ahhoz, hogy pontosan leírjuk a diszlokációs mikroszerkezet fejlődését plasztikus alakváltozások során. A teljes ρ diszlokáció-sűrűség nyilvánvalóan a kétféle részleges diszlokáció-sűrűségből áll, azaz:

$$\rho = \rho_m + \rho_f. \quad (23)$$

Az alakváltozás során a mozgó diszlokációk egy része – különböző okok miatt – rögzül, azaz erdő diszlokációvá válik. Ezzel párhuzamosan, termikus hatások miatt rácshibák, vakanciák és/vagy diszlokációk tűnhetnek el, megújul az anyag mikroszerkezete. A deformációs folyamat előrehaladtához, illetve az ezzel együttjáró feszültség-növekedéshez pedig mindig újabb diszlokációkra van szükség.

Ilyen megfontolások alapján érdemes alkalmazni az I.1.2. fejezetben említett Kubin-Estrin (KE) modellt [26] a plasztikus deformáció során változó diszlokáció-sűrűségek leírására. Ebben a modellben a két említett részleges diszlokáció-sűrűséget kell meghatározni a következő differenciálegyenlet-rendszer numerikus megoldásával

$$\frac{d\rho_m}{d\varepsilon} = C_1 - C_2 \cdot \rho_m - C_3 \cdot \rho_f^{1/2} \quad (24a)$$

és

$$\frac{d\rho_f}{d\varepsilon} = C_2 \cdot \rho_m + C_3 \cdot \rho_f^{1/2} - C_4 \cdot \rho_f, \quad (24b)$$

ahol a C_i paraméterek az egyes elsődleges mikro-mechanizmusok hatását fejezik ki. A KE modellben a C_1 tag a mozgó diszlokációk keletkezését írja le a deformáció növekedésével. Ezzel párhuzamosan, a mozgó-mozgó vagy mozgó-erdő diszlokáció-kölcsönhatás miatt egyes mozgó diszlokációk rögzítetté válnak, megszűnnek mozgók lenni és erdő diszlokációvá alakulnak át. A mozgó diszlokációknak a mozgó-mozgó kölcsönhatás miatti csökkenését a C_2 tag, a mozgó-erdő kölcsönhatás miatti csökkenését pedig a C_3 tag fejezi ki. E tagok értelmezésében abból kell

kiindulni, hogy annak a valószínűsége, hogy egy mozgó diszlokáció egy másik mozgó diszlokációval találkozik, egyenesen arányos a mozgó diszlokáció-sűrűséggel (ρ_m -mel). Továbbá, annak a valószínűsége, hogy egy mozgó diszlokáció egy erdő diszlokációval találkozik, fordítottan arányos az erdőben mérhető „szabad úthossz”-al, azaz a szomszédos erdő diszlokációk közötti átlagos távolsággal, $\rho_f^{-1/2}$ -nel. A C_2 -t és C_3 -t tartalmazó tagok egyben az erdődiszlokáció-sűrűség növekedését is leírják. A KE modell a megújulási folyamatot a C_4 -t tartalmazó ($C_4 \rho_f$) taggal írja le, amely fizikailag azt fejezi ki, hogy annak a valószínűsége, hogy az erdődiszlokációk - pl. termikus hatások miatt - eltűnnek, egyenesen arányos a ρ_f erdődiszlokáció-sűrűséggel. Egy-egy numerikus számolásban anyagi állandónak tekintjük a C_i paramétereket, melyeknek az értékei azonban erősen függhetnek a hőmérséklettől, mivel a fent említett, C_i paraméterekkel jellemzett alapmechanizmusok mindegyikében termikusan aktivált folyamatok is szerepet játszanak.

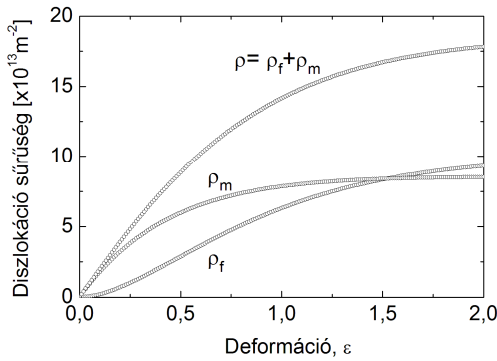
A modell alapján elméletileg a megfelelő C_i paraméterekkel numerikusan kiszámíthatóak a $\rho_m - \varepsilon$, illetve $\rho_f - \varepsilon$ összefüggések, melyekből pedig a (23) és (4) egyenletek alapján a $\rho(\varepsilon)$, illetve az alakítási keményedésből származó $\sigma_p(\varepsilon)$ függvény meghatározható. A numerikus számolásokban a C_i paraméterek értékeit úgy választottuk, hogy a (24a, 24b) egyenletrendszer numerikus megoldásából kapott – elméleti - $\sigma_p(\varepsilon)$ függvény legjobban illeszkedjen a kísérleti $\sigma_p(\varepsilon)$ adatokhoz. Az így meghatározott, szobahőmérsékleti mérésekre jellemző C_i értékeket tartalmazza a 3. táblázat.

l.c.k. fém	$C_1 [1/m^2]$	$C_2 [\text{MPa}]$	$C_3 [1/m]$	C_4
Al	1.87×10^{14}	1.0	9×10^5	1.2
Au	3.91×10^{15}	3.1	2×10^6	3.6
Cu	7.23×10^{15}	5.6	3×10^6	5.9
Ni	8.32×10^{15}	2.5	4×10^6	2.6

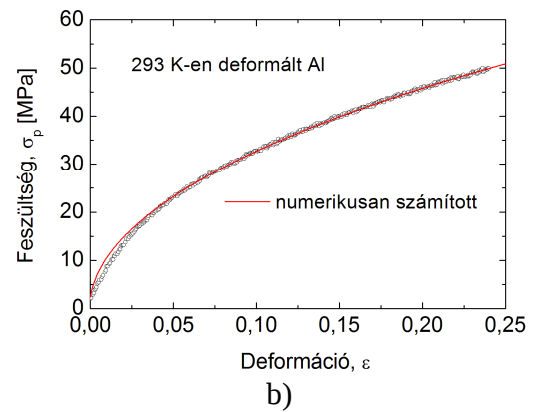
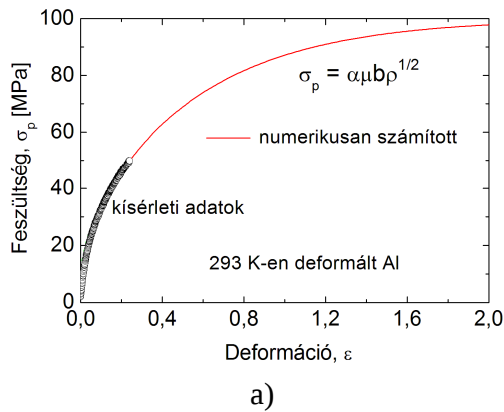
3. táblázat: A szobahőmérsékleten vizsgált lapcentrált köbös tiszta fémekre alkalmazott (24) egyenletrendszer C_i paramétereinek értékei.

A fent ismertetett numerikus eljárást követve, a III.7. ábra illusztrálásképpen mutatja a (24a, 24b) egyenletrendszer megoldását a szobahőmérsékleten deformált Al esetében, ebből

kapott elméleti $\sigma_p(\varepsilon)$ görbe pedig a III.8. ábrán látható, ahol – összehasonlítás céljából – a kísérleti σ_p ($\sigma_p = \sigma - \sigma_0$) adatokat is feltüntettem széles (III.8a. ábra), illetve csak a kis (III.8b. ábra) deformáció-tartományban. Az ábra jó egyezést mutat az elméleti és kísérleti adatok között, igazolva a Kubin-Estrin-modell érvényességét is.



III.7. ábra: A (24a, 24b) egyenletrendszer megoldása a szobahőmérsékleten deformált Al esetében



III.8. ábra: Az numerikusan számított $\sigma_p - \varepsilon$ görbe a kísérleti adatokkal együtt az Al esetében
a) széles deformáció-tartományban és b) kis deformációknál

Fontos megemlíteni [S1], hogy minden esetben, amikor a C_i paraméterek úgy vannak választva, hogy a (24a, 24b) egyenletrendszerben szereplő baloldali deriváltak nem negatívak, azaz $\left(\frac{d\rho_m}{d\varepsilon} \geq 0, \frac{d\rho_f}{d\varepsilon} \geq 0 \right)$ az egész deformációs folyamat során, akkor az egyenletrendszer megoldásával numerikusan kiszámított, elméleti $\sigma_p(\varepsilon)$ függvény mindig - a teljes deformáció-

tartományban - leírható a (22) egyenletben szereplő vegyes exponenciális-hatványfüggvény taggal, azaz

$$\sigma_p = \sigma_1 \left\{ 1 - \left[\exp - \left(\frac{\varepsilon}{\varepsilon_c} \right)^n \right] \right\}.$$

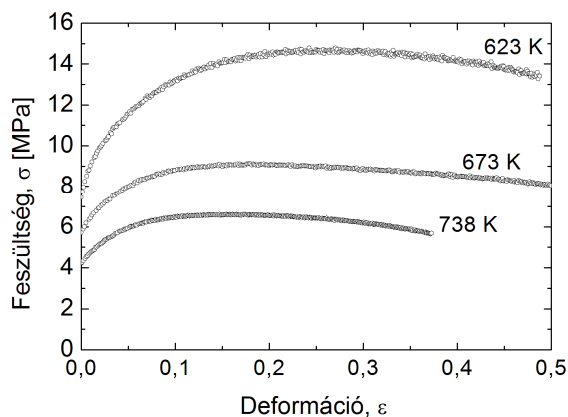
A fenti numerikus számolásokat példaképpen az Al mintákra mutattam be. Az ismertett eljárás azonban érvényes valamennyi, általunk vizsgált (Al, Ag, Au, Cu, Ni) l.c.k. tiszta fémre. Láttuk, hogy a Kubin-Estrin-modell alapján, a kétféle – mozgó (ρ_m) és erdő (ρ_f) – diszlokációsűrűség kiszámításával a teljes átlagos (ρ) diszlokációsűrűség, illetve a plasztikus deformációból származó σ_p folyásfeszültség meghatározható a deformáció függvényében, azaz a plasztikus deformáció folyamata leírható. A KE modell alkalmazhatóságát megerősíti az is, hogy az Al-Mg ötvözetek esetében, melyek tipikus plasztikus instabilitást mutató anyagok, a modell segítségével kapott $\rho_m - \varepsilon$ és $\rho_f - \varepsilon$ összefüggések jó egyezésben vannak a plasztikus instabilitásra vonatkozó kísérleti adatokból szintén kiértékelhető $\rho_m - \varepsilon$ és $\rho_f - \varepsilon$ függvényekkel [78,86]. Láttuk azt, hogy a (22) új, makroszkopikus konstitutív egyenlet értelmezhető a mikroszkopikus alapmechanizmusok figyelembe vételével is. Újabb eredményeink [123,124,S3,S4] azt mutatják, hogy a makroszkopikus (22)-es konstitutív egyenletben szereplő σ_1 , n , ε_c paraméterek értékei meghatározhatók a mikroszkopikus folyamatok hatását kifejező C_i adatokból. A makroszkopikus és mikroszkopikus paraméterek közötti összefüggések [123,124,S3,S4] megerősítik a fizikai jelentését azoknak a makroszkopikus jellemzőknek, melyeket gyakran csak illesztő paraméterként használunk.

III.1.5. Az új konstitutív egyenlet alkalmazása: Al alacsony és magas hőmérsékletű plasztikus deformációs tartományának definíciója az új egyenlet alapján [S2]

Az alapmechanizmusok hatását tekintve, főleg az alakítási keményedés (a diszlokációs-sokszorozódás, a C_1 -t tartalmazó tag a (24a) egyenletben) és a megújulási folyamat (a diszlokáció-annihiláció, a C_4 -t tartalmazó tag a (24b) egyenletben) határozzák meg a l.c.k. fémek plasztikus tulajdonságait. Mivel ezek a folyamatok erősen függenek a hőmérséklettől [...], az

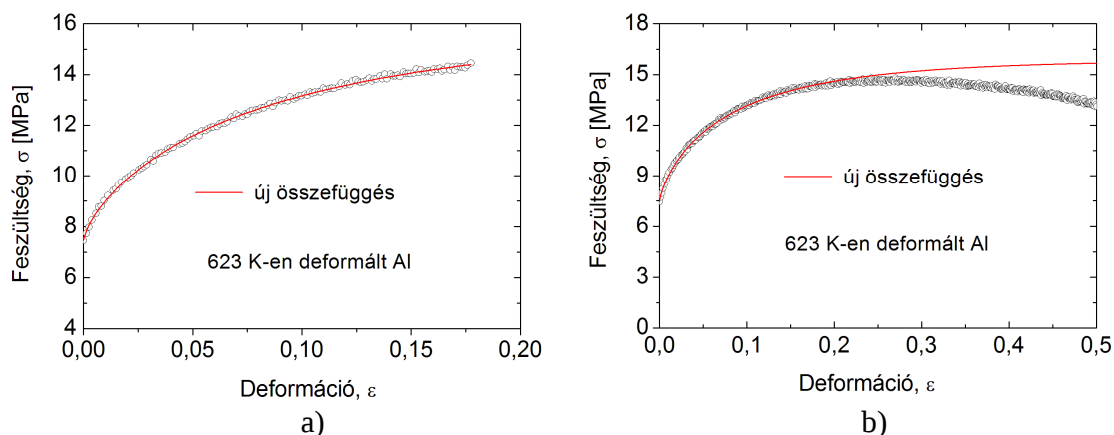
egész plasztikus folyamat hőmérsékletfüggésének pontos megismerése nagyon fontos a folyamat leírása szempontjából.

III.9. ábra: Tiszta Al homogén nyújtási deformációjára jellemző feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) görbék a magasabb vizsgálati hőmérsékleteken



A III.9. ábra mutatja a tiszta Al homogén nyújtási deformációjára jellemző feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) görbéket 623 és 738 K közötti hőmérséklet-tartományban. Jól látható a termikus aktiválás hatása, ami miatt a σ folyásfeszültség növekvő hőmérséklettel csökken adott ε deformációnál. Továbbá, az alakítási keményedést tekintve, míg az alacsonyabb hőmérséklet-tartományban (lásd a III.1. ábrán) a folyásfeszültség monoton növekszik, a magas hőmérsékleteken kapott $\sigma - \varepsilon$ görbék mindegyike maximumot mutat, amely után – bár nagyon kismértékben – csökken a feszültség növekvő deformációval.

Az alacsonyabb hőmérséklet-tartományban ($T \leq 473$ K) kapott feszültség-deformáció görbék részletes elemzése [S2,S21] egyrészt azt mutatja, hogy a $\sigma - \varepsilon$ összefüggés minden esetben jól leírható az (22) konstitutív egyenlettel, melynek mind a két feszültség-dimenziójú σ_0 és σ_1 tagjának értéke erősen függ a vizsgálati hőmérséklettől. Az elemzések másrészt azt is mutatják, hogy a $\sigma_{sat} = \sigma_0 + \sigma_1$ telítési feszültséghez tartva a σ folyásfeszültség állandósulttá válik, a deformáció folyamata stacionárius – másodlagos - kúszásnak tekinthető. A 293 és 473 K közötti hőmérséklet-tartományban a stacionárius állapot csak viszonylag nagy deformációknál érhető el (csak $\varepsilon \geq 1$ deformációknál lesz a σ folyásfeszültség nagyobb, mint $0.95\sigma_{sat}$). Ez az oka annak, hogy a hagyományos, alacsonyabb hőmérsékletű vizsgálatok nem a stacionárius állapotra, inkább az alakítási keményedés folyamatára – a tranziens vagy elsődleges szakaszra – fókuszálódnak, amikor a $\partial \sigma / \partial \varepsilon$ keményedési meredekség deformáció- vagy feszültségfüggése a lényeges kérdés.



III.10. ábra: Tiszta Al mintákra, 623 K hőmérsékleten kapott kísérleti $\sigma - \varepsilon$ adatok és a (22) egyenlet alapján illesztett függvény:

a) a pozitív meredekségű és b) a teljes kísérleti alakítási tartományban.

A termikus aktiválás következtében a vizsgálati hőmérséklet növelésével csökken a tranziens szakasz terjedelme, egyre korábban – kisebb deformációnál – áll be a stacionárius (másodlagos) kúszás folyamata. Példaként a III.10. ábra mutatja a 623 K-en deformált tiszta alumíniumra kapott $\sigma - \varepsilon$ adatokat. A kísérleti eredményekből jól látható, hogy csak a deformáció viszonylag korai ($\varepsilon < 0,2$) szakaszában tapasztalható a pozitív meredekségű ($\partial \sigma / \partial \varepsilon > 0$) alakítási keményedés tartománya (lásd a III.10a ábrán), ezt követően a σ folyásfeszültség maximumot mutat, valamint kis mértékben csökken az ε növekedtével (lásd a III.10b ábrán). Részletes matematikai elemzések azt mutatják, hogy a valódi alakítási keményedés szakaszában a $\sigma - \varepsilon$ görbe nagyon jól írható le a (22) egyenlettel, ahogy látható is a III.10a és III.10b ábrákon. A III.10b ábrán mutatott mérési és illesztett adatok összehasonlításából az is látható, hogy az illesztett összefüggésből kiszámított $\sigma_{sat} = \sigma_0 + \sigma_1$ telítési feszültség alig különbözik a kísérletileg kapott maximális feszültségtől. Mivel a másodlagos kúszás tartományában a σ folyásfeszültség viszonylag érzékeny az $\dot{\varepsilon}$ deformáció-sebességre, amely állandó keresztfej-sebességű nyújtás során fokozatosan csökken a deformáció előrehaladásával, a folyásfeszültség is csökkenő tendenciát mutat a maximum után. A deformáció-sebesség csökkenése miatt fellépő feszültség-csökkenést a lent meghatározott sebesség-érzékenységi tényező (ld. a következő oldalon) figyelembevételével korrigálva, a $\sigma - \varepsilon$ függvény szinte

állandó maradna a maximum után. Ilyen megfigyelésekkel arra jutunk, hogy a másodlagos – stacionárius – kúszás folyamata egyértelműen jellemezhető a korai deformáció szakaszra, a fent említett valódi alakítási keményedés szakaszára illesztett összefüggésből kiszámított $\sigma_{sat} = \sigma_0 + \sigma_1$ telítési feszültséggel. A σ_{sat} értéke így kifejezi a stacionárius kúszást leíró σ_s feszültséget. Ez a leírás valamennyi általunk vizsgált hőmérsékleten jól jellemzi a deformáció folyamatát.

A stacionárius kúszásra vonatkozó (7), (8) és (10) egyenletekhez hasonló összefüggésekből kiindulva:

$$\dot{\epsilon} = B \sigma_s^n \quad (25)$$

vagy

$$\sigma_s = B_1 \dot{\epsilon}^m \quad (26)$$

és

$$\dot{\epsilon} = B_2 \exp(-Q/kT), \quad (27)$$

valamint a $\sigma_s = \sigma_{sat}$ behelyettesítésével azt kapjuk, hogy

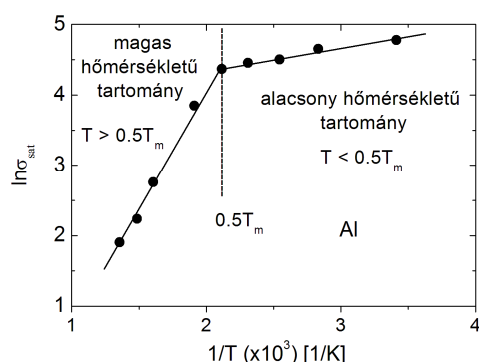
$$\sigma_{sat} = B_1 \dot{\epsilon}^m, \quad (28)$$

vagy

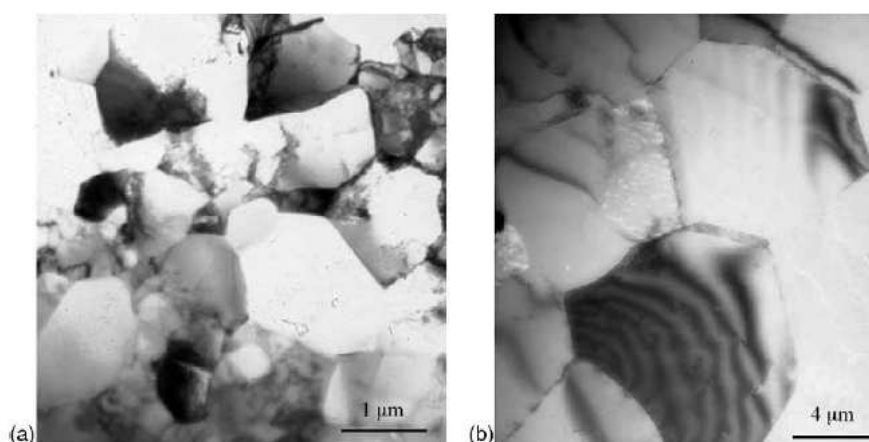
$$\sigma_{sat} = B^* \exp(-mQ/kT) \quad (29)$$

ahol B , B_1 , B_2 és B^* anyag-függő állandók. Szokásosan, $\dot{\epsilon}$ a deformáció-sebesség, m a sebesség-érzékenységi tényező, amely az n feszültség-kitevő reciproka ($m=1/n$), Q a deformációs folyamat aktiválási energiája, k a Boltzmann állandó, és T az abszolút hőmérséklet. A (28) és (29) egyenletek alapján az m és Q paraméterek meghatározhatóak kísérletileg az $\ln \sigma_{sat} - \ln \dot{\epsilon}$, valamint az $\ln \sigma_{sat} - 1/T$ adatokra illesztett egyenesek meredekségéből.

III.11. ábra: Tiszta Al plasztikus deformációjának alacsony és magas hőmérsékleti tartomány

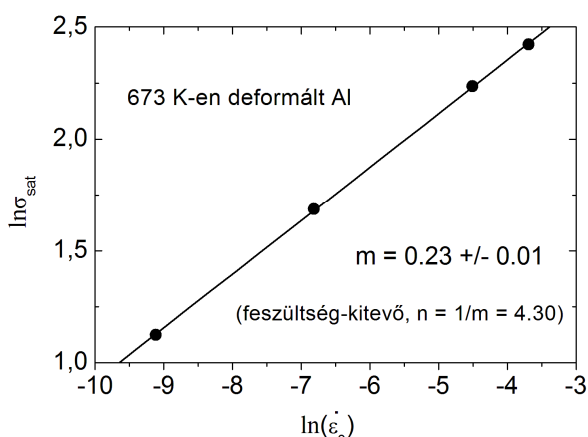


A III.11. ábra széles hőmérséklet-tartományban mutatja a kísérleti $\ln \sigma_{\text{sat}}$ adatokat az $1/T$ függvényében. A kísérleti eredmények azt mutatják, hogy a telítési feszültség hőmérsékletfüggése alapján és a deformáció mechanizmusa szempontjából az adatok két különböző – az alacsony és magas - hőmérséklet-tartományba oszthatók, ahol az adatok egy-egy egyenessel jól illeszthetők. A két tartomány közötti átmenet kb. 473 K (200 °C) hőmérsékletnél található, ami $0.51T_m$ -nek felel meg (T_m az abszolút olvadáspont). A két említett tartományba eső $\ln \sigma_{\text{sat}} - 1/T$ adatokra illesztett egyenesek meredeksége eltér egymástól, a magasabb hőmérséklet-tartományban kapott egyenes meredeksége lényegesen nagyobb. Eszerint a magasabb hőmérsékleteken végbemenő folyamat aktiválási energiája nagyobb. Ez összhangban van azzal a kísérleti ténnyel, hogy ultrafinom szemcsés tiszta Al mikroszervezete instabillá válik 473 K ($0.51T_m$) fölött [117]. Egy ilyen példát mutat a III.12. ábra is. A könyöksajtolással előállított ultra-finom szemcsés Al mikroszerkezetének $1.2 \mu\text{m}$ átlagos szemcsemérete gyakorlatilag változatlan marad 473 K-en való 1 órás hőkezelés során (lásd a III.12a. ábrán), de lényegesen megváltozik, kb. 10-szeresére nő már rövid, 563 K-en történő hőkezelés hatására (lásd a III.12b ábrán).



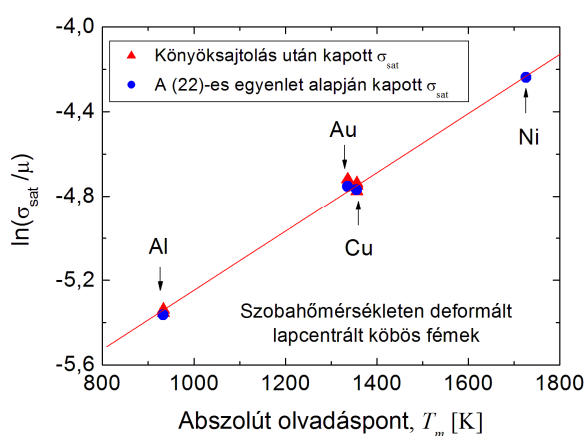
III.12. ábra: A szobahőmérsékleten könyöksajtolott tiszta Al mikroszerkezete
a) 473 K-en való 1 órás hőkezelés után és b) 563 K-en való 10 perces hőkezelés után
(A felvételeket az S2-es publikáció egyik társszerzője, Illy Judit készítette)

III.13. ábra: A tiszta Al-ra 673 K-en kapott σ_{sat} értékek az $\dot{\epsilon}_0$ kezdeti deformáció-sebesség függvényében



A III.13. ábra mutatja a 673 K-en kapott σ_{sat} értékeket a deformáció-sebesség függvényében, dupla logaritmus ábrázolásban. Az ábrán ábrázolt adatokból – a (28) egyenlet alapján - kiértékelhető sebesség-érzékenységi tényező, m értéke 0.23. Ez a sebesség-érzékenység egy $n = 4.3$ feszültség kitevőnek felel meg ($n = 1/m$), ami jól egyezik az Al magas hőmérsékletű kúszására elfogadott $n \approx 4.4 - 4.5$ értékkel [7], amit az 1. táblázatban fel is tüntettem. Továbbá, az m ismeretében, a III.11. ábrán mutatott, magas hőmérséklet-tartományra jellemző $\ln \sigma_{sat} - 1/T$ adatokra illesztett egyenes meredekségéből – (29) egyenlet alapján - $Q \approx 130 \text{ kJ/mol}$ aktiválási energia becsülhető, ami közel van a tiszta Al szokásos magas hőmérsékletű deformációjára jellemző $Q \approx 140 \text{ kJ/mol}$ öndiffúziós aktiválási energiához. Az a kísérleti tény, hogy a magas hőmérsékletek tartományában mind az $\ln \sigma_{sat} - \ln \dot{\epsilon}$, mind az $\ln \sigma_{sat} - 1/T$ adatok jól leírhatók lineáris függvényekkel, megerősíti a (28) és (29) egyenletek érvényességét.

III.14. ábra: A nyírási modulussal normált telítési feszültség és abszolút olvadáspont közötti összefüggés



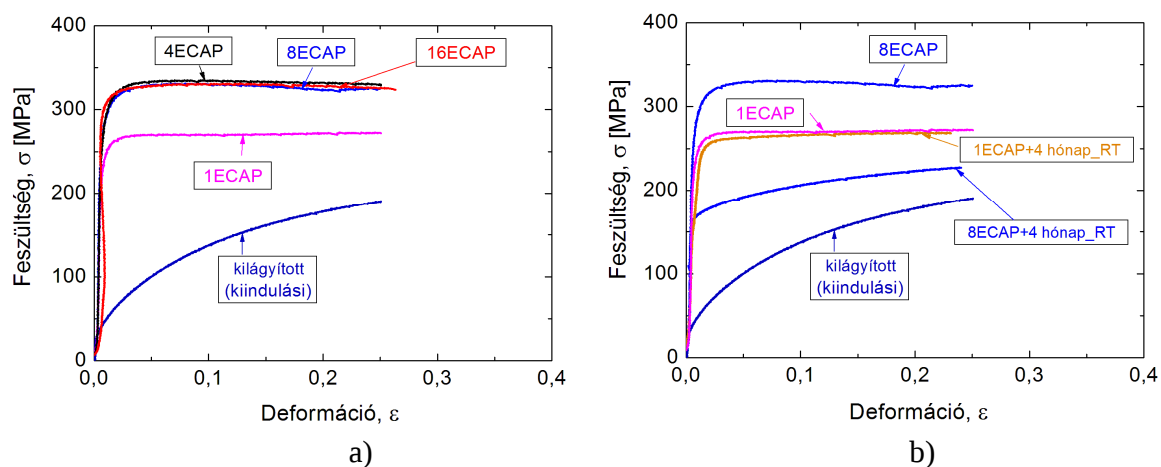
Láttuk, hogy a σ_{sat} telítési feszültség hőmérséklet-függésének ismeretében megkülönböztethetők az alacsony és magas hőmérsékletű deformáció-tartományok, melyekben egyébként különböző deformációmechanizmusok dominálnak [7]. Továbbá, a σ_{sat} telítési feszültség felhasználásával kapott sebesség-érzékenységi tényező (m) és aktiválási energia (Q) összhangban vannak a szokásos magas hőmérsékletű deformációra jellemző adatokkal. Ezek az eredmények szintén megerősítik a (22) konstitutív egyenlet jelentőségét a plasztikus deformáció leírásában. A (22) konstitutív egyenlet alkalmazásával egységesen leírható az alacsony hőmérsékletek tartományában jellemző alakítási keményedés, és a magas hőmérsékletek tartományában végbemenő stacionárius kúszás folyamata is. Megjegyzem, hogy több l.c.k fém (pl. Al, Au, Cu, Ni) esetében is alkalmazható a (22) konstitutív egyenlet. Kimutatható az is, hogy ezekre a fémekre a szobahőmérsékleti mérésekből meghatározott, a nyírási modulussal normált σ_{sat} / μ telítési feszültségek a T_m abszolút olvadásponttal skálázhatók (III.14. ábra). Az ábrán mutatott összefüggés azt fejezi ki, hogy a σ_{sat} / μ normált telítési feszültség exponenciálisan nő az abszolút olvadásponttal az l.c.k. fémek esetében. Ezzel kapcsolatos részletek megtalálhatók más dolgozatokban [123,S3]. Végezetül, érdemes még egyszer megemlíteni, hogy összehasonlítási elemzések [123,124,S4] alapján kvantitatív kapcsolat állapítható meg a makroszkopikus plasztikus deformációt leíró (22) egyenletben szereplő paraméterek ($\sigma_{sat} = \sigma_0 + \sigma_1$, n , ε_c) és a mikroszkopikus folyamatok alapján felírt (24) egyenlet (C_1 - C_4) jellemzői között, fizikai jelentést adva a (22) egyenlet makroszkopikus – fenomenológikus - paramétereinek.

III.2. Kivétel erősíti a szabályt: Ag plasztikus deformációja [S5-S10]

2007-ben, egy nemzetközi együttműködés keretében, a Kyushu (japán) egyetem munkatársaitól kaptunk könyöksajtolással, 8-szoros B_C úton deformált, nagytisztaságú Ag mintát. Eredetileg, az előző fejezetben említett, III.14. ábrán mutatott eredmények megerősítésére szeretnénk volna a nagymértékben deformált tiszta ezüst mintán kapott σ_{sat} telítési adatot is betenni a többi l.c.k. anyagokon kapott adatok közé. Nagy meglepetésünkre a kapott minta majdnem úgy viselkedett, mint egy hőkezelt (kilágyított), deformálatlan minta. A telítési feszültségre várt 320 MPa helyett csak kb. 100 MPa értéket kaptunk. Azt hittük, hogy a partnerünk tévedésből deformálatlan mintát küldött. Hosszas levelezés után rájöttünk, hogy valami történhetett a telítésig deformált mintával a kb. 2 hónapos szobahőmérsékleti tartás során. Itt megjegyzem, hogy a III.14. ábrán mutatott többi nagytisztaságú l.c.k. fém esetében 3-5 éves szobahőmérsékleten való tárolás során is változatlan marad a telítésig deformált minták szilárdsága. Az ezüst „furcsa” viselkedésének vizsgálata kutatásaink egyik fontos, többéves, sokoldalúan vizsgált témája lett. A továbbiakban főleg a mechanikai tulajdonságok vonatkozásában foglalom össze az eredményeket [S5-S10], megmutatva azt, hogy egyes anyagi fizikai jellemzők, mint pl. a rétegződési hibaenergia, milyen fontos szerepet játszanak az anyagok plasztikus deformációjában. A mikroszerkezettel, illetve a szennyezettség hatásával kapcsolatos eredmények számos dolgozatban is megtalálhatók [125-130].

III.2.1. Önlágyulás a nagymértékben deformált ezüstben [S5-S10]

A 99.99% (4N) tisztaságú mintákat az USA-ban, a Dél-Kaliforniai egyetemen különböző mértékig B_C úton könyöksajtolták, és még aznap gyors postával elküldték Magyarországra. A kétnapos postai út után a könyöksajtolt minták egyik részét mélyhűtőben (kb. -15 °C-on), másik részét pedig egyszerűen szobahőmérsékleten (kb. 20 °C-on) tároljuk. Ezeken a mintákon keménységméréseket és egytengelyű összenyomás vizsgálatokat végeztünk. Az összenyomásra 10 mm-es átmérőjű és 8 mm magas mintákat használtunk. Minden esetben $\dot{\epsilon}_0 = 10^{-3} s^{-1}$ kezdeti deformáció-sebességet alkalmaztunk.



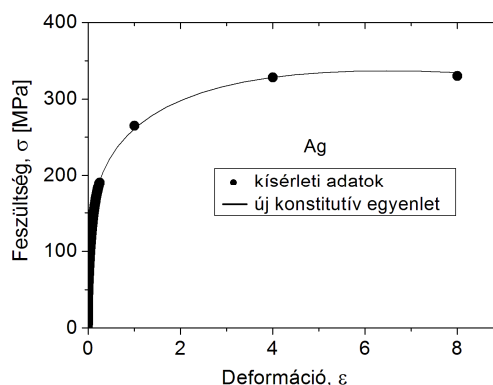
III.15. ábra: Tiszta Ag mintákon kapott feszültség-deformáció görbék

a) közvetlenül a könyöksajtolás után

és b) majd 4 hónapos szobahőmérsékleten való hevertetés után

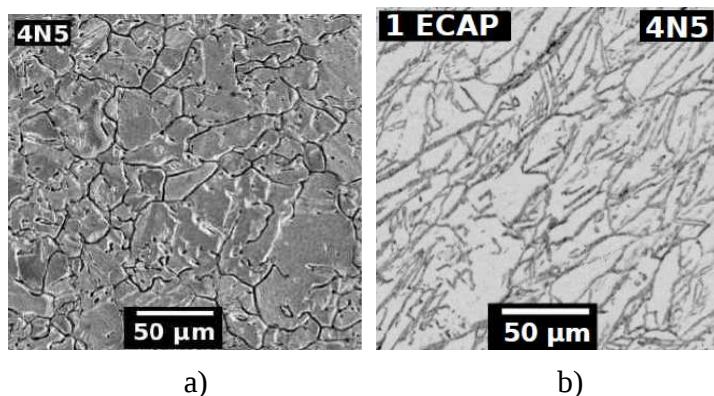
A III.15. ábra mutatja a különböző mértékig könyöksajtolt Ag mintákon egytengelyű összenyomással kapott feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) görbéket. Az eredmények jól mutatják az intenzív deformációnak és a szobahőmérsékleten való tárolásnak a hatását is. A könyöksajtolás intenzív deformációjának a hatását demonstrálандó a kiindulási állapotú (deformálatlan, kilagyított) mintára vonatkozó $\sigma - \varepsilon$ görbét is feltüntettem az ábrán. Látható, hogy már az egyszeres könyöksajtolás (1ECAP) hatására jelentősen megnő az anyag folyásfeszültsége (kb. 30 MPa-ról 270 MPa-ra). Négyszeres sajtolás (4ECAP) után telítésbe megy a folyásfeszültség. A 4ECAP, 8ECAP és 16ECAP mintákon kapott feszültség-deformáció görbék szinte egybeesnek, kb. 330 MPa telítési feszültséggel. Megjegyzem, hogy figyelembe véve a könyöksajtolás által létrehozott deformációt és a frissen könyöksajtolt minták folyáshatárát, a III.15a ábrán mutatott adatok egyetlen összefüggésbe is összefoglalhatóak, melyben az ε deformáció már a hőkezelt állapottól számított teljes alakítás mértékét jellemzi. Ezt az összefüggést tüntettem fel a III.16. ábrán, melyen az előző pontban tárgyalt (22) egyenlettel való illesztést is bemutatom. Itt is jól látható, hogy a vizsgált ezüst minták szilárdsága már négyszeres könyöksajtolás (4 ECAP) után - $\varepsilon \approx 4$ deformációtól - telítésbe megy.

III.16. ábra: Kísérleti és (22) új konstitutív egyenletnek megfelelő feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) görbe széles deformáció-tartományban az Ag esetében

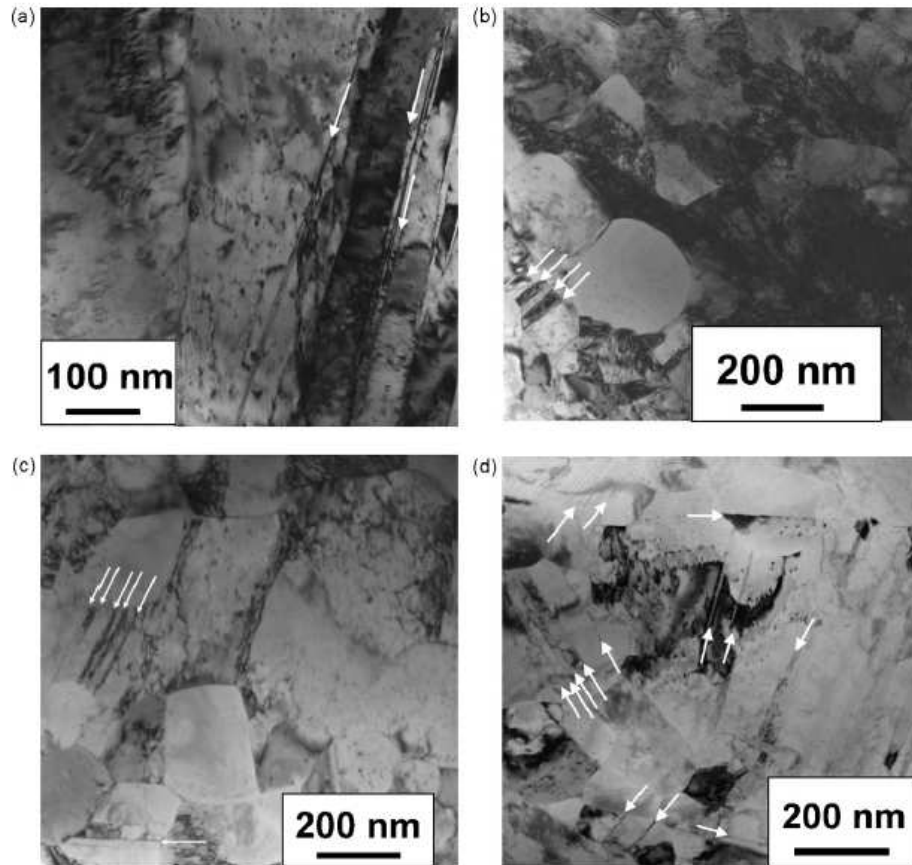


III.2.2. A nagymértékben deformált ezüst mikroszerkezete

A vizsgált Ag mintáknak a könyöksajtolás során kialakult mikroszerkezetét mutatják a III.17 és III.18 ábrákon látható SEM, illetve TEM felvételek. A kiindulási $60\mu\text{m}$ átlagos szemcseméret az egyszeres sajtolás (1ECAP) után kb. a harmadára, $20\mu\text{m}$ -re változott (lásd a III.17. ábrán), ami négyszeres sajtolás (4ECAP) után még nagyobb mértékben, kb. $200 \pm 50\text{nm}$ -es méretre csökkent le. A TEM vizsgálatok eredményei azt mutatják, hogy további könyöksajtolások már nem eredményeztek szemcseméret-csökkenést. A négyszeres sajtolás után kialakult szemcseszerkezet gyakorlatilag állandó marad, az átlagos szemcseméret a 8-szoros (8ECAP), illetve 16-szoros (16ECAP) könyöksajtolás után is 200nm körüli érték. Az Ag mikroszerkezetének fejlődése, a szemcseszerkezetének állandósultsága – telítettsége – a 4-szeres könyöksajtolás után egyértelműen összhangban van a fent említett mechanikai tulajdonságokkal.



III.17. ábra: SEM kép az Ag minták szemcseszerkezetéről a) kiindulási állapotban és b) egyszeres könyöksajtolás után [125]



III.18. ábra: TEM képek az Ag szemcseszerkezetéről a) 1-szeres, b) 4-szeres, c) 8-szoros és d) 16-szoros könyöksajtolás után.

A fehér nyilak – példaképpen - jelzik néhány ikerhatár helyét a mintákban
(A felvételeket az S9-es publikáció egyik társszerzője, Lábár János készítette)

A mikroszerkezetre vonatkozóan a szemcseszerkezet fejlődése mellett más érdekes részleteket is feltárnak a TEM és röntgen vizsgálatok. A III.18. ábra TEM felvételein jól látható, hogy már az első könyöksajtolás után kialakult egyes szemcsék nemcsak nagy diszlokáció-sűrűséget, hanem az $\{111\}$ síkok mentén található rétegződési hibákat, ún. ikerhatárokat [12] is tartalmaznak. Néhány ikerhatárt fehér nyíllal bejelöltem az ábrán. A röntgendiffrakciós vonalprofil analízis [131,132,S9] alapján kapott diszlokáció-sűrűség és ikresedés-valószínűség –

a rétegződéssel hibás $\{111\}$ síkok részaránya [12] - értékeit a 4. táblázat foglalja össze. Összehasonlítás céljából a vizsgált minták folyásfeszültségét, illetve a 2N terheléssel kapott mikrokeménységét is feltüntettem a táblázatban. Érdekes megfigyelni, hogy a fent említett telítődési folyamat során, amikor a folyásfeszültség és a mikrokeménység is állandósult, a diszlokáció-sűrűség (ρ) és ikerhatár-sűrűség (β) - két mikroszkopikus jellemző - nem marad állandó. Míg a β paraméter monoton nő a könyöksajtolások számával, a 16-szorosan sajtolt (16ECAP) minta diszlokáció-sűrűsége ($25 \pm 10 \times 10^{14} m^{-2}$) feltűnő módon csökken a 8-szorosan sajtolt mintára jellemző ($46 \pm 5 \times 10^{14} m^{-2}$) értékhez képest. Egyébként ilyen nagy diszlokáció-sűrűséget nem tapasztaltunk más könyöksajtolt l.c.k. fémek esetében.

Ag minta állapota	Szemcseméret [μm]	ρ [$10^{14} m^{-2}$]	β [%]	$\sigma_{0.2}$ [MPa]	HV _{2N} [MPa]
hőkezelt	10 ± 2	<0.1	<0.1	~ 30	380
1ECAP	5 ± 1	16 ± 2	0.1 ± 0.1	~ 250	870
4ECAP	0.16 ± 0.05	37 ± 4	0.7 ± 0.1	~ 310	1050
8ECAP	0.20 ± 0.05	46 ± 5	0.9 ± 0.1	~ 310	1050
16ECAP	0.19 ± 0.05	25 ± 3	1.5 ± 0.1	~ 305	1020

4. táblázat: Különböző állapotú Ag minták átlagos szemcsemérete, diszlokáció-sűrűsége (ρ), ikresedés-valószínűsége (β), folyáshatára ($\sigma_{0.2}$) és Vickers-keménysége (HV).

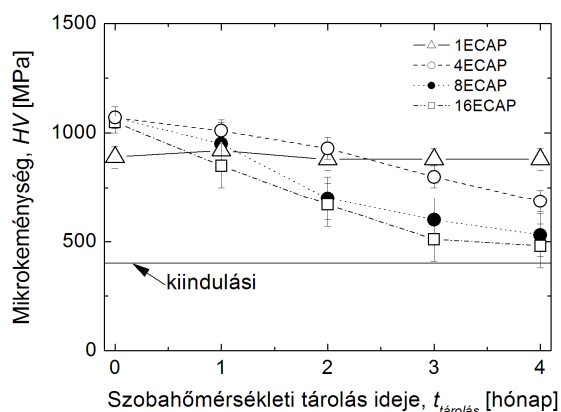
III.2.3. Deformált ezüst mechanikai és szerkezeti tulajdonságainak változása

szobahőmérsékleti tárolás során

A szobahőmérsékleten való tárolás hatására igen érdekes módon megváltozik a nagymértékben deformált Ag mechanikai viselkedése (III.15b ábra). Míg a kisebb mértékig, csak 1-szeresen könyöksajtolt (1ECAP) mintára gyakorlatilag semmilyen hatása nem volt a tárolásnak, a telítésig deformált, 4-, 8- és 16-szorosan könyöksajtolt mintákat láthatóan befolyásolta a négyhónapos tárolás (a jobb áttekinthetőség kedvéért csak a 8-szoros (8ECAP) mintát tüntettem fel az ábrán). Az egyszeresen könyöksajtolt ezüst esetében a szobahőmérsékleten tárolt (1ECAP+4hónap_RT) mintán kapott $\sigma - \varepsilon$ görbe szinte egybeesik a frissen könyöksajtol (1ECAP) minta görbéjével. Ezzel ellentétben a 8-szorosan könyöksajtol és szobahőmérsékleten

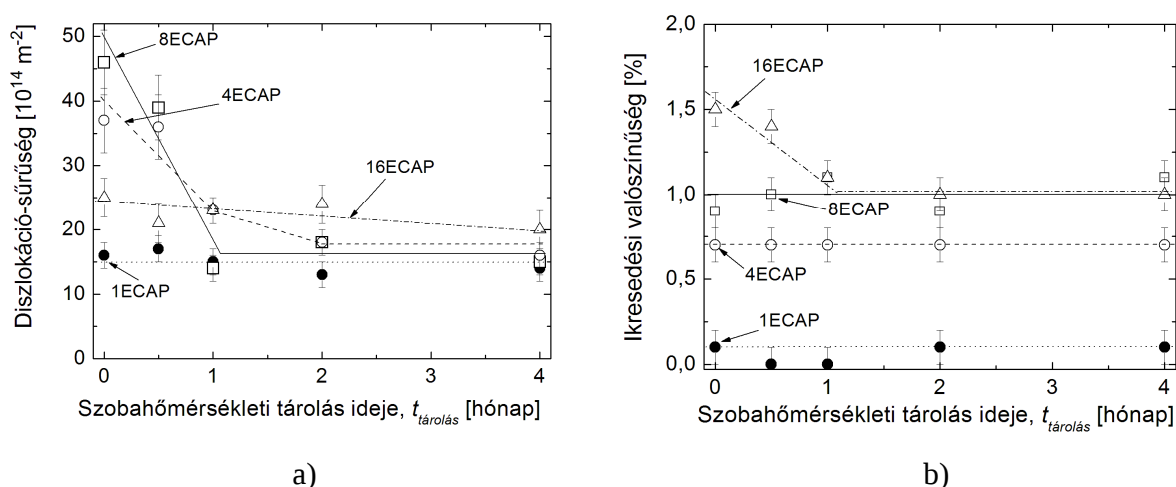
tárolt (8ECAP+4hónap_RT) mintának a szilárdsága jelentősen megváltozik a tárolás nélküli (8ECAP) minta szilárdságához képest. A szobahőmérsékleten négy hónapig tárolt minta folyáshatára majdnem a felére, 170 MPa értékre csökken le. A tárolás hatása miatt megfordul a helyzet: az 1ECAP+4hónap_RT minta folyásfeszültsége adott deformáció mellett mindig nagyobb, mint a 8ECAP+4hónap_RT mintáé (lásd a III.15b ábrán). A kísérleti eredmények azt a paradox látszatot keltik, hogy a nagyobb mértékig deformált minta „lágyabb”, mint a kisebb mértékig deformált minta. Ez – a szobahőmérsékleten való hevertetés hatására való – lágyulás okozta a fejezet bevezetésében említett bonyodalmat, amikor azt hittük, hogy tévedésből rossz mintát küldtek nekünk a japán kollégák. A III.15b ábrán bemutatott kísérleti eredményekből jól látható az is, hogy amíg a frissen könyöksajtolott 8ECAP minta esetében a telítés miatt gyakorlatilag nincs alakítási keményedés az összenyomás során, a szobahőmérsékleten tárolt 8ECAP+4hónap_RT minta esetében már jelentős keményedés tapasztalható a deformáció növekedtével.

III.19. ábra: Különböző mértékig könyöksajtolott és szobahőmérsékleten tárolt Ag minták mikrokeménysége a tárolási idő függvényében



Mikrokeménység-mérésekkel is nyomon követtük a szobahőmérsékleten való tárolás hatását a könyök-sajtolással deformált Ag minták mechanikai tulajdonságaira. Ezzel a gyakorlatilag roncsolásmentes mérési módszerrel egy-egy mintán több mérést végezve követhető az anyag mikrokeménységének változása a tárolási idő függvényében. A III.19. ábra mutatja a vizsgált, könyöksajtolott mintákon kapott $HV - t_{\text{tárolás}}$ összefüggéseket. Összehasonlítás céljából, a kiindulási (kilágyított) állapotra vonatkozó HV értéket is feltüntettem az ábrán. Jól látható itt is, hogy az egyszeresen sajtolott (1ECAP) minta keménysége gyakorlatilag állandó marad a 4 hónapos szobahőmérsékleten való tárolás során. Ezzel ellentétben a 4, 8 és 16-szorosan sajtolott minták

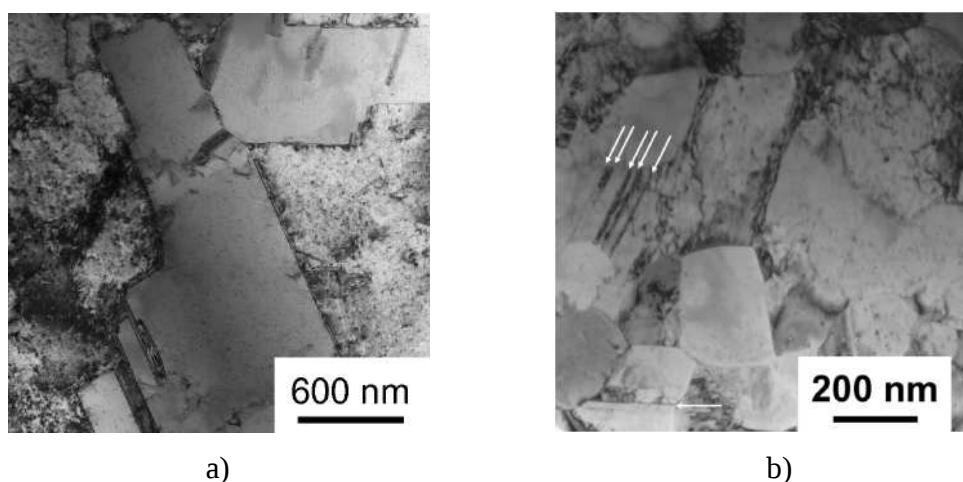
keménysége fokozatosan csökken a tárolási idővel, mégpedig úgy, hogy minél nagyobb a könyöksajtoltási ciklusok száma, annál jobban csökken a keménység. A mechanikai mérések eredménye, a vizsgált minták folyásfeszültségének, illetve a keménységének a csökkenése mindenesetre arra utal, hogy nem stabil a nagymértékben deformált Ag minták mikroszerkezete a szobahőmérsékleti tárolás során. Az anyag „önlágyulása” rendszerint a mikroszerkezet megújulására és/vagy újrakristályosodására vezethető vissza.



III.20. ábra: Különböző mértékig könyöksajtolt és szobahőmérsékleten tárolt Ag mintákra jellemző a) diszlokáció-sűrűség és b) ikresedés-valószínűség a tárolási idő függvényében

A mikrokeménységgel párhuzamosan végzett röntgendiffrakciós mérések eredményeit – a szobahőmérsékleten tárolt minták mikroszerkezetére jellemző ρ diszlokáció-sűrűséget és β ikresedés-valószínűséget – láthatjuk a III.20. ábrán. Megfigyelhető, hogy egyszeresen sajtolt (1ECAP) minta esetében stabil marad a mikroszerkezet a 4 hónapos tárolás során, mindkét mikroszerkezeti jellemző, a diszlokáció-sűrűség és az ikresedés-valószínűség, gyakorlatilag állandó marad a tárolási idő függvényében. Ez teljes összhangban van a minta mechanikai tulajdonságaival. A többszörösen sajtolt (4, 8 és 16ECAP) minták esetében komplexebb a helyzet. Mind a három mintában csökken diszlokáció-sűrűség a tárolási idő függvényében, de nem azonos sebességgel. A legnagyobb kezdeti diszlokáció-sűrűséggel rendelkező 8ECAP mintában történik a legnagyobb mértékű csökkenés. Már a tárolás első hónapjában lecsökken a ρ értéke az 1ECAP mintára jellemző ($\sim 16 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$) értékre. Erre az értékre a 4ECAP minta

diszlokáció-sűrűsége csak később, kettő hónapos tárolás után csökken le. A kisebb kezdeti diszlokáció sűrűségű 16ECAP minta esetében csökken leglassabban a diszlokáció-sűrűség a szobahőmérsékleti tárolás során. Ezek a kísérleti eredmények arra utalnak, hogy minél nagyobb a kezdeti érték, annál nagyobb mértékben és annál gyorsabban csökken a diszlokáció-sűrűség. A III.20b ábrán feltüntetett mérési adatok azt mutatják, hogy az 1, 4 és 8ECAP minták esetében a β ikresedés-valószínűség gyakorlatilag nem változott a tárolás során. A 16ECAP mintában viszont lecsökken a β a 8ECAP mintára jellemző értékre az első egy hónapos tárolás alatt, és állandó marad a további tárolás során.

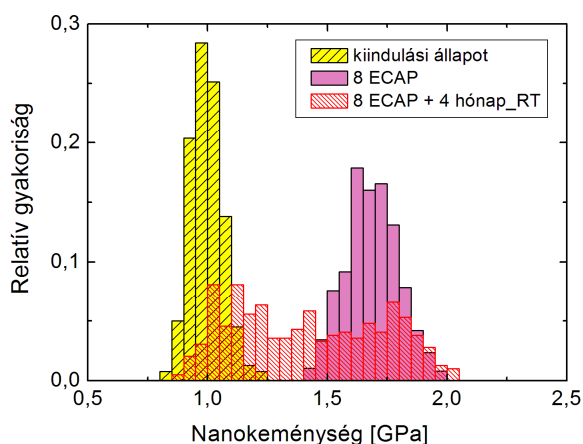


III.21. ábra: TEM képek az Ag szemcseszerkezetéről a) 8-szoros könyöksajtolást követő 4 hónapos szobahőmérsékleten való tárolás után (8ECAP+4hónap_RT mintában) és b) Közvetlenül a 8 ciklusú könyöksajtolás után (a III.18c ábrán is bemutatott 8ECAP minta)
(A felvételeket az S8-as publikáció egyik társszerzője, Lábár János készítette)

A párhuzamosan végzett TEM mérések azt mutatják, hogy a 4, 8 és 16 ECAP minták mikroszerkezetében újrakristályosodás történt. Példaként a III.21a. ábra mutatja a 4 hónapig szobahőmérsékleten hevertetett 8ECAP minta mikroszerkezetét, ahol újrakristályosodással keletkezett egy $1\mu\text{m}$ -nél nagyobb méretű szemcse látható, melyben feltehetően nagyon lecsökken a (lokális) diszlokáció-sűrűség. A szemcseméret változásának szemléltetésére a III.21b ábrán újra bemutatom a III.18c ábra 8ECAP mintájának tipikus kiindulási szemcseszerkezetét, kb. 200 nm-es szemcsékkel. Mivel a röntgen vonalprofil-analízissel csak a nem-újrakristályosodott tartományokból szórt sugárzást lehet kvantitatívan kiértékelni, ezért a hevertetett 4, 8 és 16 ECAP

ezüst esetében a teljes mintára érvényes átlagos diszlokáció-sűrűség és ikerhatár valószínűség kisebb, mint a röntgendiffrakcióval kapott (a III.20. ábrán mutatott) értékek. Azt is érdemes megjegyezni, hogy a részleges újrakristályosodás miatt kialakuló inhomogén mikroszerkezet szintén inhomogén lokális mechanikai tulajdonságokhoz vezet. Keménységméréseket végezve a vizsgált anyagokon nem érzékelünk nagy szórást, ha a keménységnyom több száz szemcsét fed le. A 2N maximális terheléssel végzett keménységmérések során a keménységnyom mérete kb. 60-80 μm , ezért a nyom alatt legalább 5000 szemcse deformálódik. Abban az esetben, ha a nyom mérete csak 1 mikrométer körül van, akkor az a szemcsemérettel összemérhető, ezért nagy szórás várható. Ebben az esetben nem az átlagos keménység, hanem a keménység-eloszlás adhat több információt a mikroszerkezetéről.

III.22. ábra: A kiindulási (hőkezelt), 8-szorosan könyöksajtott (8ECAP) és (8ECAP+4hónap_RT) mintákon kapott nanokeményiség-eloszlás



Három különböző állapotú Ag mintán kapott nanokeményiség-eloszlást mutat a III.22. ábra, amelyek a következők: frissen 8-szorosan könyöksajtott (8ECAP) ezüst, a 8 ECAP után 4 hónapig szobahőmérsékleten hevertetett (8ECAP+4hónap_RT) minta, valamint a kilágyított kiindulási állapotú (hőkezelt) anyag. Nagyon kis (5 mN) terheléssel végezve a keménységméréseket a nyomófej csak 200-300 nm mélységig hatol be a mintákba. A hőkezelt és a 8ECAP minták esetében a kapott eloszlások viszonylag keskenyek, egy-egy Gauss-függvénnyel közelíthetők, ami a minták viszonylag homogén mikroszerkezetére utal. Ezzel ellentétben a 8ECAP+4hónap_RT mintára vonatkozó eloszlás széles kiterjedésű, inkább két Gauss függvény eredőjének tűnik. A 8ECAP+4hónap_RT mintán kapott nanokeményiség eloszlás egyértelműen tükrözi a minta inhomogén mikroszerkezetét. Az eloszlást leíró két képzeletbeli Gauss függvény egyike – a kisebb keménységek tartományában – az újrakristályosodott térfogathányadnak, a

másik Gauss függvény – a nagyobb keménységek tartományában - pedig a csak megújult anyagrésznek a keménységét írja le.

III.2.4. Extrém kis rétegződési hibaenergia hatása [S8,S9]

Említettem, hogy a nagymértékben deformált nagy tisztaságú Ag mintákban tapasztalt szobahőmérsékleten történő megújulás, illetve újrakristályosodás nem volt tapasztalható más l.c.k. szerkezetű fémek esetében. A diszlokáció-sűrűség és ikresedés-valószínűség fentebb ismertetett fejlődése a nagymértékű deformáció során jól értelmezhető a Müllner és Solenthaler által kidolgozott modellel [133]. A szerzők kifejezetten alacsony rétegződési hibaenergiájú (stacking fault energy, SFE) l.c.k. fémek és ötvözetek plasztikus deformációjának a mechanizmusaira dolgoztak ki modellt. Eszerint, a hőkezelt állapottól indulva, kismértékű alakítás esetén az alacsony SFE anyagok plasztikus deformációja főleg a felhasadt diszlokációk síkbeli csúszásával megy végbe, amelynek során a diszlokáció-sűrűség gyorsan nő, miközben az ikresedés-valószínűség még elhanyagolható. A deformáció előhaladtával diszlokáció feltorlódások (pile-up) képződnek az olyan akadályoknál, mint a szemcsehatárok, vagy a Lomer-Cottrell akadályok [50]. Alacsony rétegződési hibaenergiájú fémek esetében a parciális diszlokációk viszonylag nagymértékben eltávolodnak egymástól, ezzel jelentősen gátolva a mászás és a keresztcsúszás folyamatait. Emiatt az említett akadályok erősen gátolják a rácsheli diszlokációk további mozgását. Ennek következményeként az akadályoknál keletkező feszültség elérheti az ikresedéshez szükséges értéket. A deformáció növekedésével, mint például többszörös könyöksajtolás során, nyilvánvalóan növekszik az ikresedés valószínűsége. A mi esetünkben láttuk, hogy a diszlokáció-sűrűség telítődik az $\varepsilon = 8$ alakításnál (a 8ECAP mintában), és ennél nagyobb deformációkra csökken a diszlokáció-sűrűség, ezzel párhuzamosan nő a ikerhatárok valószínűsége. A diszlokáció-sűrűség csökkenése egyértelműen az ikresedési folyamat következménye. Az ikresedés mechanizmusait értelmező modellek [134,135] általában azon alapszanak, hogy a rácsheli diszlokációk parciálisokra bomlanak, majd azok a szemcsehatárokbá csúsznak, ezáltal csökkentve a rácsheli diszlokációk sűrűségét.

A nagymértékben deformált Ag mikroszerkezetének megújulása diszlokációk mászásával és/vagy keresztcsúszásával történhet. Mind a két mechanizmus termikusan aktivált, feszültség-függő folyamat, illetve a bekövetkezési valószínűségük attól is erősen függ, hogy milyen

mértékben tudnak a rácdiszlokációk felhasadni parciális diszlokációkra [136,137]. Általában a diszlokációk felhasadásának a mértékét a parciális Burgers-vektorral normált egyensúlyi távolsága, d/b , határozza meg, ahol d a két parciális közötti egyensúlyi távolság és b a Burgers-vektor nagysága. Az l.c.k. fémekben a rácdiszlokációk ún. Shockley parciálisokra hasadnak, amelyek között egy d szélességű rétegződési hiba van. A d egyensúlyi parciális távolság a következő összefüggéssel adható meg [12]:

$$d = A^{**} \frac{\mu b^2}{\gamma}, \quad (31)$$

ahol μ a nyírási modulus, γ a rétegződési hibaenergia, és A^{**} pedig egy állandó, melynek értéke ~ 0.019 illetve ~ 0.048 csavar-, illetve éldiszlokációkra. A 4. táblázat összefoglalja a μ és γ paraméterek irodalmi értékeit, illetve megadja az azok alapján kiszámított d és d/b mennyiségeket a csavardiszlokációkra. Látható, hogy az alacsony rétegződési hibaenergia ($\gamma \approx 16 \text{ mJ/m}^2$) miatt igen nagy ($d/b \approx 8.7$) parciális távolság jellemzi az ezüstöt. A többi l.c.k. fém esetében ez a felhasadási távolság ($d/b \approx 0.9 \div 3.9$) az ezüstre jellemző érték felét sem éri el.

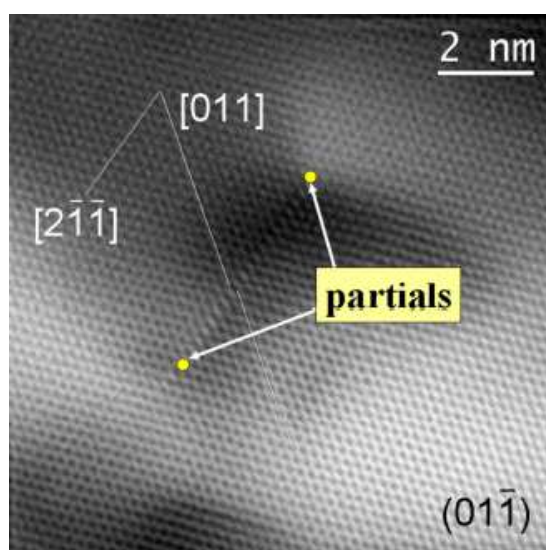
l.c.k. fém	$\gamma [\text{mJ/m}^2]$	$\mu [\text{GPa}]$	$d [\text{nm}]$	d/b
Al	166 [138]	26 [139]	0.26	0.9
Ag	16 [138]	30 [139]	2.51	8.7
Au	32 [138]	27 [139]	1.13	3.9
Cu	45 [138]	47 [139]	0.95	3.7
Ni	125 [138]	82 [139]	0.77	3.1

5. táblázat: Különböző lapcentrált köbös fémekre jellemző rétegződési hibaenergia (γ), nyírási modulus (μ), a (31)-es egyenlettel definiált egyensúlyi távolság (d), illetve annak normált mértéke (d/b) a csavardiszlokációk esetében.

A nagy d/b parciális-távolság következtében a többi l.c.k. fémekhez képest ezüstben nehezebben indul meg a mászás és keresztcsúszás, ami miatt nehezebben tudnak a diszlokációk annihilálódni a könyöksajtolás során. Azonban, az annihiláció bekövetkezhet később, hosszabb idejű várakozás után, a termikus aktiválás segítségével. Escaig modellje [137] alapján kiszámítható [S9], hogy szobahőmérsékleten, segítő feszültség nélkül átlagosan kb. 10^{21} s -ig

($\sim 10^{13}$ évig) kellene várni a keresztcsúszás bekövetkezéséhez, vagyis segítő feszültség nélkül gyakorlatilag nem lehetséges a keresztcsúszás ezüstben. Intenzíven deformált szerkezetben azonban, a nagy diszlokáció-sűrűség miatt jelentős belső feszültségek vannak az anyagban, amelyek elősegíthetik a keresztcsúszást. Feltételezve, például, 10 MPa értékű ($\sim \mu/3000$) belső feszültséget, a várakozási idő ezüstben már jelentősen lecsökken, kb. 10^7 s-re, ami 4 hónapnak felel meg. Ez az eredmény azt jelenti, hogy a belső feszültség segítségével a keresztcsúszás bekövetkezhet később, az intenzív deformáció után. Ez pedig késleltetett megújulást eredményez a nagymértékben deformált ezüstben. Fontos újra megemlíteni, hogy a diszlokációk belső feszültségforrásként működhetnek. Minél nagyobb sűrűségben tudnak diszlokációk képződni a deformáció – pl. könyöksajtolás – során, annál kisebb a köztük levő átlagos távolság, és emiatt nagyobb belső feszültség tud kialakulni, ami – következképpen – gyorsabb annihilációt eredményezhet a késleltetett megújulás során. Ez a gondolatmenet összhangban van a fent ismertetett, Ag-ra vonatkozó kísérleti tapasztalatainkkal. Az egyszeres sajtolás (1ECAP) után kialakuló diszlokáció-sűrűség még nem elég nagy, csak gyenge belső feszültséget eredményez, ami nem elég még a megújulási folyamat megindulásához 4 hónapos szobahőmérsékleti tárolás során. Továbbá, polikristályos anyagokban a belső feszültségek nagysága és iránya szemcséről szemcsére változhat, aminek az a következménye, hogy a diszlokációk annihilációjának – a megújulásnak - a valószínűsége is helytől függő lehet a mintában. Előfordulhat az is, hogy a diszlokációktól származó feszültség inkább akadályozza az annihilációt.

III.23. ábra: Nagyfelbontású transzmissziós elektronmikroszkópos (HRTEM) kép a 8ECAP mintában felhasadt csavardiszlokációról.
(A felvételt az S8-as publikáció egyik társszerzője, Lábár János készítette)



A III.23. ábra egy nagyfelbontású transzmissziós elektronmikroszkópos (high resolution transmission electron microscopy – HRTEM) felvételt mutat, melyen egy nyolcszorosan, frissen könyöksajtott (8ECAP) Ag mintában felhasadt csavardiszlokáció látható. Jól látható, hogy a két parciális diszlokáció közötti távolság, d kb. 5.5 nm, amelynek $d/b \approx 19$ felel meg. Ez nagyobb, mint az egyensúlyi (8.7) érték, aminek oka, hogy erre a diszlokációra olyan feszültség hat, amely széthúzza a parciálisokat, ezzel akadályozva ennek a diszlokációnak a keresztcsúszását.

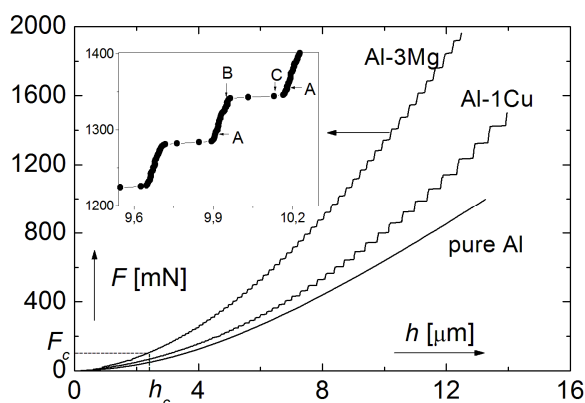
Az ebben a fejezetben ismertetett, ezüsttel kapcsolatos eredmények tipikusan azért születhettek, mert nagymértékű deformációs eljárást alkalmaztunk. A „kivétel” szó a fejezet címében arra utal, hogy a viszonylag magas olvadáspontú ezüst nem követi a fémek szokásos szobahőmérsékleti mechanikai viselkedését erősen deformált állapotban. Az új eredmények rámutatnak a rétegződési hibaenergia fontos szerepére az anyagok plasztikus deformációjában. Másrészt a gyakorlati felhasználás szempontjából is fontosak ezek az eredmények, mert felhívják a figyelmet a nagymértékű deformációs eljárások megfelelő alkalmazására. Láttuk, hogy alacsony rétegződési hibaenergiájú fémek mikroszerkezetének a szobahőmérsékleti stabilitása csökkenhet extrém deformációs állapotban, és ez befolyásolhatja az adott anyag szerkezeti anyagként való felhasználását. Ezért - a kapott eredmények alapján levonható következtetésként – fontos csak az optimális mértékű deformációt alkalmazni az alacsony rétegződési energiájú, önlágyulásra hajlamos fémek esetében.

III.3. Az ötvöző elemek és kiválások hatása a plasztikus deformációra [S11-S20]

Az ötvöző atomok szilárdságnövelő hatása már régóta ismeretes. Az I. fejezetben szó volt arról is, hogy bizonyos körülmények között az ötvöző-diszlokáció kölcsönhatás miatt - a dinamikus öregedés hatása miatt – jellegzetesen szaggatott módon megy végbe az anyag plasztikus deformációja. Ez is jól ismert jelenség az anyagtudományban. Az értekezésem keretében főleg a mélységérzékeny benyomódás (indentációs) mérésekkel kapott eredményekről számolok be. A témára vonatkozó irodalmat, valamint a hivatkozások sorrendjét figyelembe véve egyértelműen kijelenthető, hogy elsőként mi ismertük fel ezt a jelenséget az indentációs mérésekben.

III.3.1. Mélységérzékeny benyomódás-mérések során fellépő plasztikus instabilitás általános jellemzői

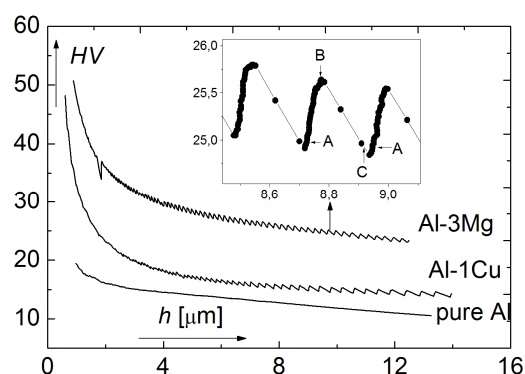
III.24. ábra: Tipikus erő-mélység (F - h) benyomódási görbék indentációs mérések során



Mélységérzékeny benyomódás-mérések (depth-sensing indentation, DSI) terhelési szakaszában a nyomófejre terhelő F erő időben állandó v_l terhelési sebességgel növekszik ($F(t) = v_l \cdot t$). Ennek hatására a nyomófej fokozatosan belehatol a mintába, a behatolási mélység, h is fokozatosan változik idővel. A III.24. ábra mutat néhány, a benyomódási folyamatra jellemző tipikus erő-mélység (F - h) görbét. Két fajta benyomódási görbe különböztethető meg: i) „sima” görbe, mint amit tiszta Al mintán kapunk, vagy ii) „lépcsőszerű” görbe, mint amit Al-Mg vagy Al-Cu mintákon láthatunk. Az irodalmi áttekintésben már említettem, hogy a szilárd oldat AlMg és AlCu ötvözetek a tipikus plasztikus instabilitást mutató anyagok egytengelyű nyújtási

mérésekben. Ezeken az anyagokon kapott F - h benyomódási görbék nem folytonosak, egy bizonyos kritikus F_c -től (és hozzátartozó h_c kritikus mélységtől) kezdve jellegzetes lépcsők jelennek meg. Látni fogjuk, hogy a lépcsők keletkezése és fejlődése mind a terhelési sebességtől, mind a vizsgált anyag összetételétől erősen függ.

III.25. ábra: A III.24. ábrán látható erő-mélység (F - h) benyomódási görbék alapján kiszámított HV keménység változása indentációs mérések során



A lépcsősen fejlődő erő-mélység görbéket elemezve, a benyomódási folyamat fizikailag két elemi lépésből álló deformációk sorozatának tekinthető. Az egyik elemi lépésben - pl. az AB-vel jelölt szakaszon a III.24. ábrán - a deformáció (benyomódási mélység, h) alig nő az F erő ΔF növekedése mellett. A másik elemi lépésben - a BC-vel jelölt szakaszon - pedig h mélység gyorsan növekszik Δh -val a gyakorlatilag állandó F erő hatására. A III.25. ábrán feltüntettem a III.24. ábrán mutatott F - h görbék alapján számított HV Vickers-keménységet a h mélység függvényében. A mérési adatok azt mutatják, hogy az Al esetében, a sima F - h görbének megfelelően folytonosan változik a HV keménység, szintén sima HV - h összefüggés tapasztalható. A két szilárd oldatú ötvözet esetében kapott lépcsősen változó F - h görbéket tekintve, azonban, a HV keménység oszcillál kvázi-periodikusan. Ez a jelenség hasonlít az egytengelyű nyújtás során tapasztalható „fogazott” folyásra, és így kifejezi a dinamikus keménység során fellépő PLC effektus megjelenését. Fontos hangsúlyozni, hogy mind a két mérési módban - egytengelyű nyújtás során és benyomódásban - a PLC-típusú plasztikus instabilitás úgy nyilvánul meg, hogy egymást követő lassú (pl. AB szakaszon a III.24. és 25. ábrákon) és gyors (BC szakaszon) deformáció-tartományok váltakoznak, a $\Delta\sigma$ feszültségeséseknek megfelelő ΔHV keménység-esések kíséretével. Kísérleti tapasztalatok azt mutatják, hogy a mélységérzékeny benyomódás során fellépő plasztikus instabilitásra jellemző erő-mélység lépcsős fejlődése, illetve a ΔHV

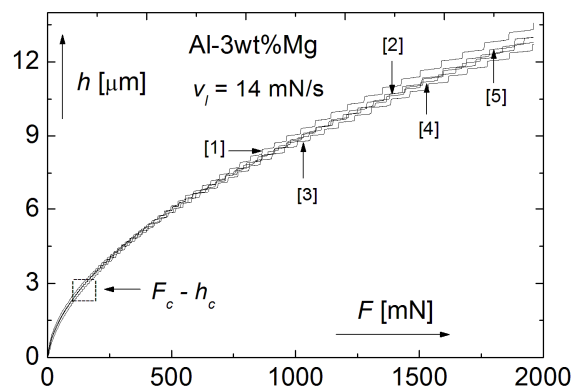
keménység-esések nagysága erősen függ a vizsgált anyag összetételétől, valamint a terhelési sebességtől. A következőkben a stabil szilárd oldat Al-Mg ötvözetek és túltelített Al-Zn-Mg ötvözetek esetében kapott eredményeket ismertetem.

III.3.2. Mélységérzékeny benyomódás-mérések során fellépő plasztikus instabilitás jellemzése Al-Mg stabil szilárd oldatok esetén [S11-S15,S17]

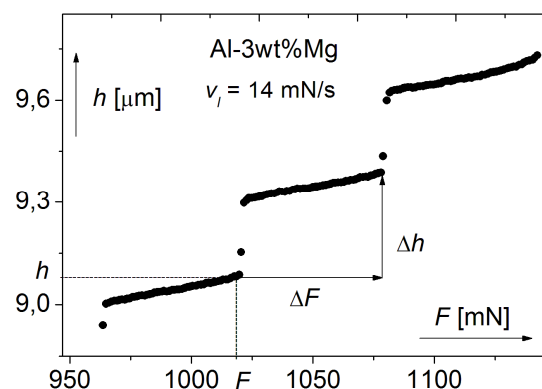
III.3.2.1. Instabilitási erő-mélység lépcsők fejlődése

A III.26. ábra 5 olyan benyomódási görbét mutat, melyeket kilagyított (hőkezelt) Al-3wt%Mg ötvözetben, $F_{\max} = 2000 \text{ mN}$ maximális erőig, $v_l = 14 \text{ mN/s}$ terhelési sebességgel végzett mérésekből kaptam. Látható, hogy az instabilitási lépcsők fejlődése szempontjából a mérések jól reprodukálódhatnak. A III.27. ábra mutatja a lépcsők jellemzésére használható ΔF és Δh növekményeket. A III.26. ábrán mutatott kísérleti mérésekből látható, hogy mindegyik görbe esetében szinte azonos, jól definiált $F_c - h_c$ ponttól indul a lépcső-képződési folyamat.

III.26. ábra: Azonos feltételekkel végzett (párhuzamos) benyomódás- mérések az Al-3%Mg ötvözet esetében



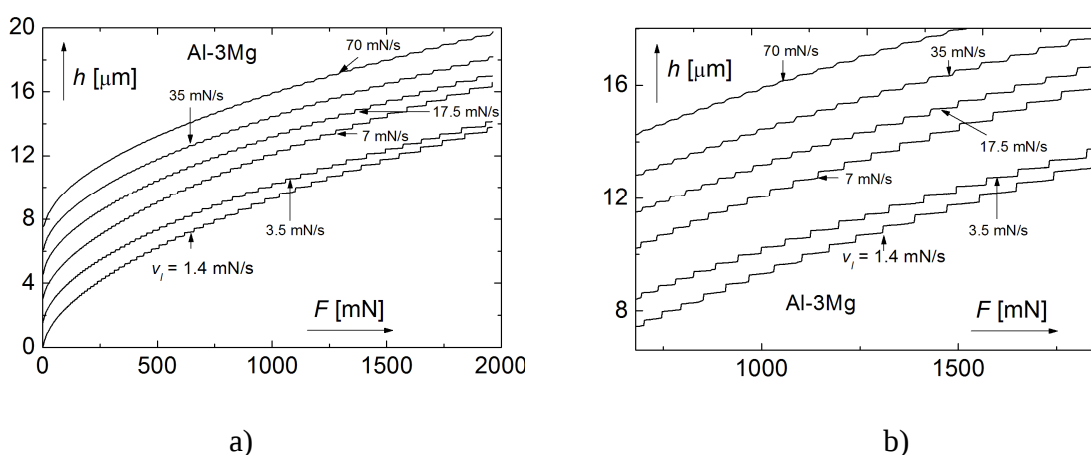
III.27. ábra: A plasztikus instabilitásra jellemző erő-mélység lépcsők ΔF és Δh növekményei



Továbbá, a görbék elemzése azt mutatja, hogy adott h mélység (vagy F erő) mellett fejlődő lépcsőre jellemző (a III.27. ábrán definiált) ΔF és Δh mennyiségek kiszámíthatóak és úgy fejlődnek, hogy mind a két hányados:

$$\frac{\Delta F}{F} \text{ és } \frac{\Delta h}{h} \quad (31)$$

közelítőleg állandó a benyomódás során. Egy adott (F, h) pontban fejlődő instabilitási lépcső ΔF magassága és Δh szélessége egyenesen arányos az aktuális pontra jellemző F erővel, illetve h mélységgel.



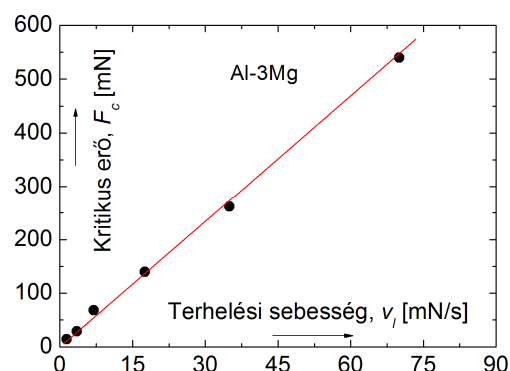
III.28. ábra: Az Al-3%Mg ötvözetben különböző terhelési sebességgel kapott erő-mélység benyomódási görbék a) egész mérési tartományban és b) egy nagyított tartományban (a jobb láthatóság kedvéért a görbék el vannak tolva függőlegesen $1.5\mu\text{m}$ -rel egymáshoz képest)

A terhelési sebesség hatását mutatják a III.28 ábra különböző v_l terhelési sebességgel kapott mélység-erő (h - F) benyomódási görbéi. A kísérleti eredmények azt mutatják, hogy a görbék globális viselkedésére (sima görbékkel helyettesítve a lépcsős görbéket) gyakorlatilag nincs hatása a terhelési sebességnek, a különböző sebességgel kapott görbék szinte egybeesnek (III.28a ábra). A görbék lokális viselkedésére – közelebbről nézve – azonban jelentős hatása van annak, hogy milyen sebességgel megy a terhelési folyamat, illetve a deformációs folyamat. Jól látható a III.28b ábrán, hogy adott (h, F) pontnál megfigyelhető instabilitási lépcsőre jellemző ΔF és Δh mennyiségek erősen függenek a v_l -től. A terhelési sebesség csökkenésével i) az instabilitási lépcsők derékszögesebbé, ii) a lépcsők platója laposabbá, iii) a ΔF nagyobbá, és iv) a kritikus F_c kisebbé válik. A dinamikus benyomódás-mérések eredményei teljes összhangban

vannak a dinamikus alakítási öregedésre vonatkozó elméletekkel. A terhelési sebesség csökkenésével csökken a deformáció sebessége is, vagyis az átlagos diszlokáció-sebesség is csökken. Emiatt pedig átlagosan több diffundáló ötvöző atom ér el az akadályoknál várakozó diszlokációkhoz, nagyobb fékezőerőt okozva, ami nagyobb ΔF erőnövekményekre vezet derékszögesebb lépcsőkkel.

III.3.2.2. Plasztikus instabilitás bekövetkezésének felső deformáció-sebesség határa

III.29. ábra: A F_c kritikus erő v_l terhelési sebességtől való függése



Láttuk, hogy a terhelési sebesség csökkenésével csökken a kritikus F_c – az instabilitási lépcsők képződésének kezdőpontja - értéke is. A III.29. ábrán feltüntettem az F_c értékeket a v_l terhelési sebesség függvényében. Látható, hogy szinte egyenesen arányos egymással a két mennyiség, azaz:

$$F_c = t_c \cdot v_l, \quad (32)$$

ahol t_c egy állandó mennyiség, $t_c \approx 7.3\text{ s}$ a jelen Al-3wt%Mg ötvözet esetében. A (32) formula azt jelenti, hogy a mérés indítása után, különböző terhelési sebességek esetében is mindig adott t_c idő elteltével lép fel a plasztikus instabilitás.

A mélységérzékeny benyomódás során egy adott h mélység mellett, a nyomófej alatt a mintában végbemenő deformáció folyamata a következő $\dot{\epsilon}_{ekv}$ ekvivalens deformáció-sebességgel történik [140,141]:

$$\dot{\epsilon}_{ekv} = \frac{1}{h} \cdot \frac{\partial h}{\partial t}, \quad (33)$$

ami folytonosan csökken a benyomódás során. Figyelembe véve azt a kísérleti tényt, hogy mérés során az alkalmazott F erő és h mélység között közelítőleg másodfokú összefüggés írható fel:

$$F \approx C \cdot h^2,$$

ahol C egy állandó adott nyomófej és adott vizsgált anyag esetében. Továbbá, adott t időpillanatban $F(t) = v_l \cdot t$ miatt könnyen belátható, hogy

$$\dot{\epsilon}_{ekv}(t) \approx \frac{1}{2t} \quad (34)$$

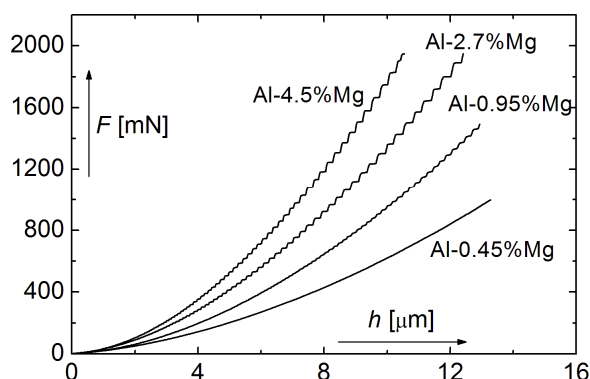
A (33) és (34) formulák alapján arra következtethetünk, hogy plasztikus instabilitás akkor lép fel, ha az $\dot{\epsilon}_{ekv}$ ekvivalens deformáció-sebesség egy felső

$$\dot{\epsilon}_{kr} = \frac{1}{2t_c} \approx \frac{1}{14.6} s^{-1} \approx 7 \cdot 10^{-2} s^{-1} \quad (35)$$

kritikus értéknél kisebb. Ez az érték jó egyezésben van az Al-4.5wt%Mg ötvözetre vonatkozó, egytengelyű nyújtásból kapott $\dot{\epsilon} \approx 5 \cdot 10^{-2} s^{-1}$ kísérleti értékkel [142].

III.3.2.3. Az ötvözőkoncentráció hatása az instabilitási lépcsők képződésére

III.30. ábra: Különböző Mg koncentrációjú Al-Mg ötvözeteken kapott erő-mélység ($F-h$) benyomódási görbék



A mozgó diszlokációk és feléjük diffundáló ötvöző atomok kölcsönhatásának a természetéből eredően feltételezhető, hogy a negatív sebesség-érzékenységi tényező bekövetkezéséhez – a plasztikus instabilitás fellépéséhez – egy C_0 minimális (kritikus) értéket meg kell haladnia az ötvözőkoncentrációnak. Szakirodalomban, azonban, még a leggyakrabban vizsgált Al-Mg ötvözetek esetében sem találhatók se elméleti, se kísérleti adatok erről a kritikus koncentrációról.

Különböző Mg-koncentrációjú Al-Mg ötvözeteken, $v_l = 14 mN/s$ terhelési sebesség mellett kapott erő-mélység ($F-h$) benyomódási görbék láthatók a III.30 ábrán. Jól látható, hogy a

legkisebb (0.45wt% Mg) koncentráció esetén az F - h függvény– a tiszta Al esetéhez hasonlóan – teljesen simán, lépcsőképződés nélkül fejlődik. Ez arra utal, hogy plasztikus instabilitás nem lép fel a 0.45wt% Mg-ot tartalmazó ötvözetben. Ez a koncentráció még nem haladja meg a kritikus értéket. Nagyobb Mg koncentrációt tartalmazó ötvözetek esetében (0.95wt%-tól kezdve) már megjelenik a plasztikus instabilitás. Megjegyzem, hogy az általam vizsgált kilágyított Al-Mg ötvözetek stabil szilárd oldatok maradnak szobahőmérsékleten. Tíz évig szobahőmérsékleten való hevertetés után is jól reprodukálódnak az erő-mélység görbék, az instabilitási lépcsőkkel együtt.

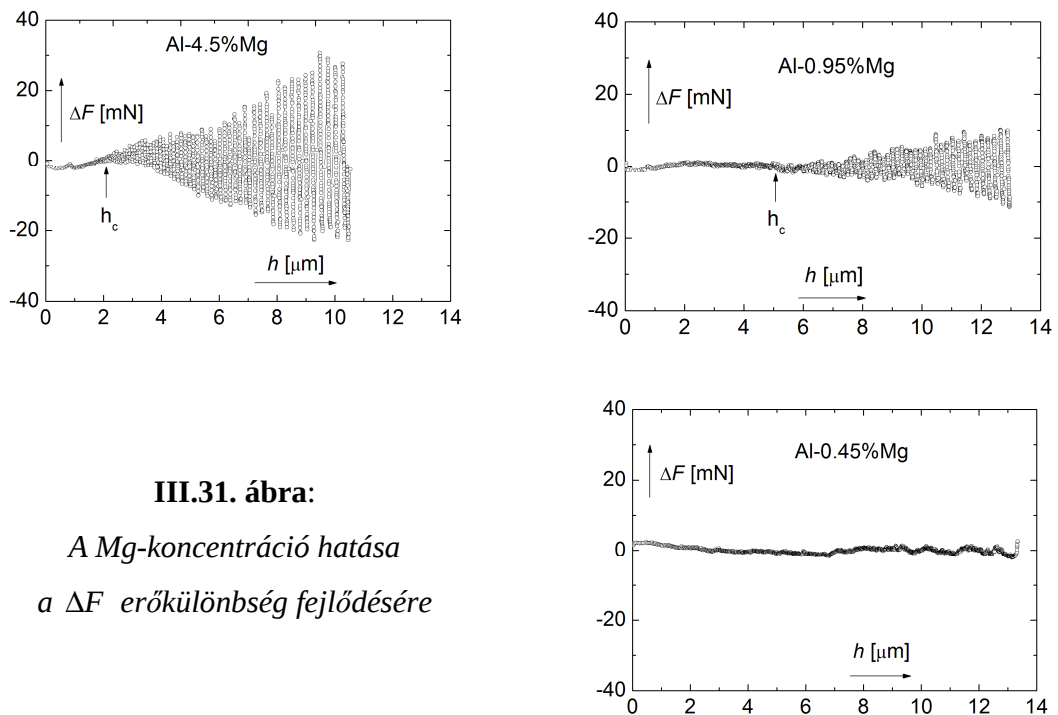
Az ötvözőkoncentrációnak az instabilitási lépcsők képződésére, illetve fejlődésére gyakorolt hatásának a tanulmányozásához a $F_{mért}(h)$ mérési adatokból leválasztjuk a simán változó $F_{glob}(h)$ globális részt. $F_{glob}(h)$ tehát az a monoton függvény, ami körül az instabilitás tartományában az $F_{mért}(h)$ függvény ingadozik. $F_{glob}(h)$ egy hatvány függvénnyel közelíthető, azaz:

$$F_{glob} = C^{**} \cdot h^p, \quad (36)$$

ahol $p \approx 1.8 \div 2$, és C^{**} egy koncentráció-függő állandó. Ennek ismeretében a

$$\Delta F(h) = F_{mért} - F_{glob} \quad (37)$$

különbség egy adott h benyomódási mélységnél fellépő lokális változást mutatja.

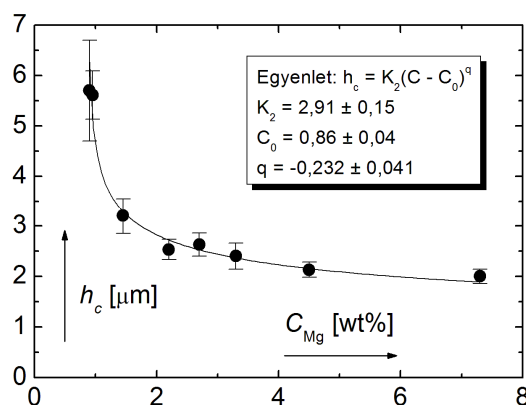


III.31. ábra:

*A Mg-koncentráció hatása
a ΔF erőkülönbség fejlődésére*

A III.31 ábra mutatja a különböző C_{Mg} Mg-koncentrációk mellett kapott $\Delta F - h$ összefüggéseket. Ezek a görbék - az elkerülhetetlen mérési hibákból származó szórásokat is figyelembe véve - jól demonstrálják a Mg-koncentrációnak az instabilitási lépcsők kialakulására és fejlődésére gyakorolt hatását. Jól látható, hogy nagyobb Mg-koncentrációknál a ΔF ingadozások amplitúdója - adott h mélységnél - csökken az ötvözőkoncentrációval. Továbbá, a h_c kritikus mélység - amelynél megjelennek az instabilitási lépcsők és a ΔF ingadozások - nő a csökkenő C_{Mg} -vel. A legkisebb 0.45wt%Mg koncentráció esetén a ΔF értéke a mérési hibán belül zérus az egész benyomódási folyamat során.

III.32. ábra: A h_c kritikus mélység
koncentráció-függése
Al-Mg ötvözetek esetében



A dinamikus alakítási öregedés (DSA) mechanizmus hatásának észleléséhez legalább C_0 kritikus ötvöző-koncentrációra van szükség. A mi kísérleti körülményeink között a kritikus Mg-koncentráció meghatározásához tekintsük a III.32. ábrán feltüntetett $h_c - C_{Mg}$ összefüggést. A kísérleti adatokra jól illeszthető a

$$h_c = K_2 \cdot (C_{Mg} - C_0)^q \quad (38)$$

típusú hatványfüggés a következő illesztő paraméterekkel:

$$K_2 = 2.91 \pm 0.15 \mu m,$$

$$C_0 = 0.86 \pm 0.04 \text{ wt}\%,$$

és

$$q = -0.23 \pm 0.04.$$

A (38) formula azt mutatja, hogy ha a Mg-tartalom 0.86wt% értékhez tart, akkor az instabilitás kezdetét jelző h_c kritikus mélység értéke végtelenhez tart. Ez azt jelenti, hogy

$C_{Mg} \leq 0.86 \text{ wt\%}$ esetén plasztikus instabilitás nem lép fel Al-Mg ötvözetekben. Ezért nem tapasztalható plasztikus instabilitás az Al-0.45wt% Mg ötvözetben a dinamikus benyomódás során.

Egyik dolgozatunkban [S13] kimutattuk, hogy a C_0 kritikus koncentráció létezése elméletileg is alátámasztható Kubin és Estrin munkája [26] nyomán. A szerzők az ε_c kritikus deformációt meghatározták elméleti úton, a III.1.4. pontban említett (24a,b) egyenletrendszer alapján meghatározott diszlokáció-sűrűségek fejlődésének és a diffundáló ötvöző atomok hatásának a figyelembevételével. E modell alapján a sebesség-érzékenységi tényező akkor válik negatívvá, ha az

$$X \cdot \exp(-X) = \frac{3S_0}{2f_0} \quad (39)$$

egyenletnek van megoldása. A (39) egyenletben az X paraméter a diszlokációknak az akadályoknál töltött t_w várakozási idejének (waiting time) és az ötvöző atomoknak a diszlokációk felé való diffundálására jellemző t_0 relaxációs időnek a hányadosa ($X = t_w / t_0$). Továbbá, az S_0 mennyiség a deformációs folyamatnak a DSA nélküli sebesség-érzékenységi tényezője, az f_0 pedig a DSA hatására bekövetkező lehetséges maximális feszültség-növekedés. Mivel az $X \cdot \exp(-X)$ függvény maximális értéke $1/e$, a (39) egyenletnek csak akkor van megoldása, ha

$$\frac{3S_0}{2f_0} \leq \frac{1}{e},$$

vagy

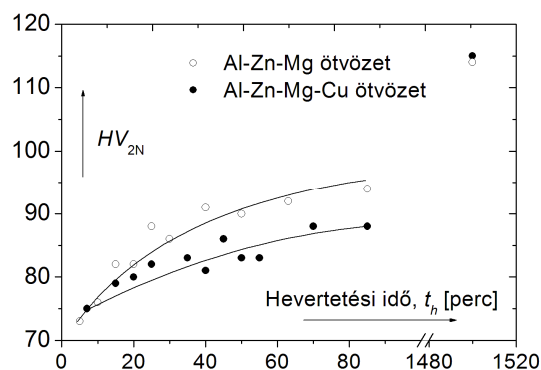
$$f_0 \geq \frac{3S_0 \cdot e}{2}. \quad (40)$$

Ennek alapján – a kísérleti adatok figyelembevételével [S13] - $C_0 \approx 0.62 \text{ wt\%}$ kritikus koncentráció becsülhető elméletileg. Tekintettel arra is, hogy a kritikus koncentráció értéke függhet a deformáció-sebességtől és a mérési körülményektől, az elméleti érték elfogadható összhangban a mélységérzékeny benyomódással meghatározott 0.82 wt% kísérleti adattal, és ezzel együtt alátámasztja dinamikus benyomódás-mérési módszer alkalmazhatóságát a plasztikus instabilitás tanulmányozásában.

III.3.3 Mélységérzékeny benyomódás-mérések során fellépő plasztikus instabilitás jellemzése Al-Zn-Mg túltelített szilárd oldat ötvözetek esetében [S14-S20]

Az irodalmi áttekintésben említettem, hogy Az ELTE Anyagfizikai Tanszéken évek óta foglalkoznak a túltelített, ipari felhasználás szempontjából fontos Al-Zn-Mg ötvözetrendszerben lejátszódó kiválási folyamatok kinetikájával, illetve e folyamatoknak a mechanikai tulajdonságokra gyakorolt hatásával [66-71,79-81]. A jelen dolgozat keretében két túltelített ötvözetben, az Al-5.7Zn-1.9Mg (Al-Zn-Mg) és az Al-5.7Zn-1.9Mg-0.35Cu (Al-Zn-Mg-Cu) (koncentrációk tömegszázalékban) ötvözetében fellépő plasztikus instabilitás és a kiválásos mikroszerkezet változásai közötti összefüggésről számolok be, hangsúlyozva a plasztikus instabilitás szerepét a mikroszerkezeti változások tanulmányozásában. A laboratóriumi körülmények között, 99.99% (4N) tisztaságú alapanyagokból gyártott minták oldó hőkezelését 743K-en (470 °C-on), 30 perc hőntartással, majd szobahőmérsékletű vízbe történő edzéssel végeztük. Ezt követően elektrolitikusan polírozott felületen végeztük a mélységérzékeny benyomódás-méréseket $F_{\max} = 2N$ maximális terheléssel, $v_l = 14mN/s$ terhelési sebességgel.

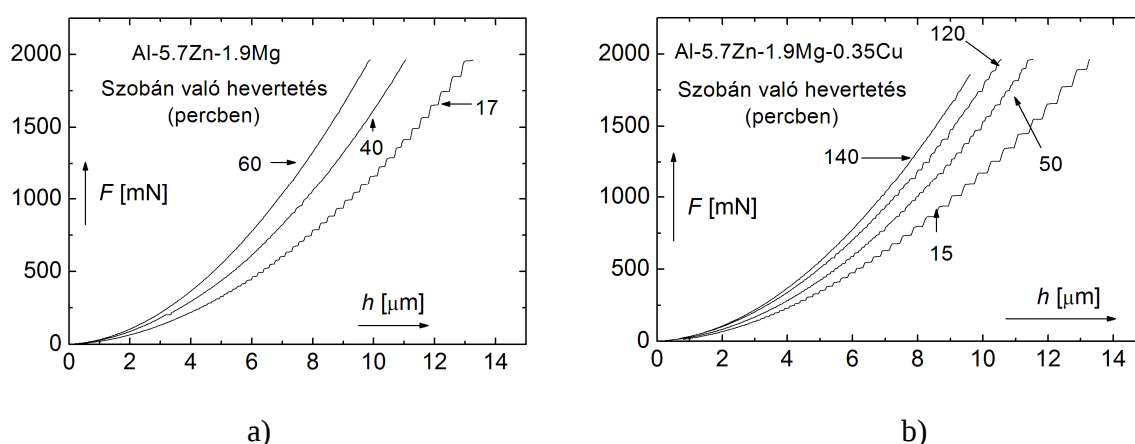
III.33. ábra: Az edzett és szobahőmérsékleten való hevertetett ötvözetek HV keménységének változása a hevertetési idő függvényében



A III.33 ábrán feltüntettem az edzést követő, szobahőmérsékleten való hevertetés (természetes öregítés) hatását a vizsgált ötvözetek HV keménységére. Látható, hogy a GP-zónák képződésének hatására [73,74] folyamatosan növekszik mindkét ötvözet szilárdsága (ezt a folyamatot önnemesedésnek is szokták hívni). A mikrokeménység kezdeti gyors növekedése arra utal, hogy az edzést követően nagyon hamar – már a hevertetés első 10 percében - képződnek GP-zónák. Hangsúlyozni kell, hogy edzést követően az ötvöző atomok többsége szilárd oldatban van. Hevertetés során pedig GP-zónák képződnek, ami miatt a plasztikus deformáció – pl. dinamikus

benyomódás – során a diszlokációk mozgása szempontjából nemcsak a diszlokáció-diszlokáció és diszlokáció-oldott atom kölcsönhatásokat, hanem a diszlokáció-kiválás (GP-zóna) kölcsönhatást is figyelembe kell vennünk. Ezen kölcsönhatások változásainak nyomon követésére igen alkalmas a dinamikus benyomódás-mérés módszere.

III.3.3.1. Túltelített szilárd oldatok szobahőmérsékleti bomlásának a hatása a mélységérzékeny benyomódás során fellépő plasztikus instabilitásra



III.34. ábra: Különböző hevertetési idő után kapott erő-mélység (F - h) görbék

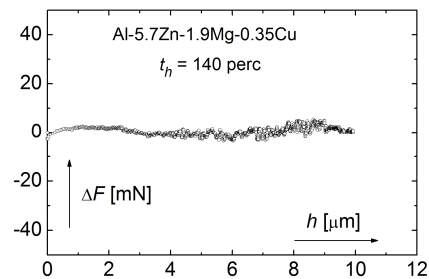
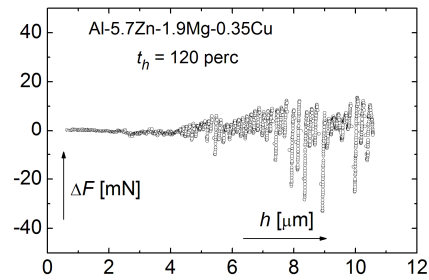
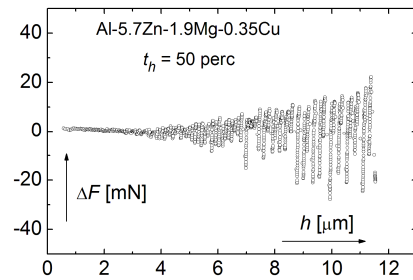
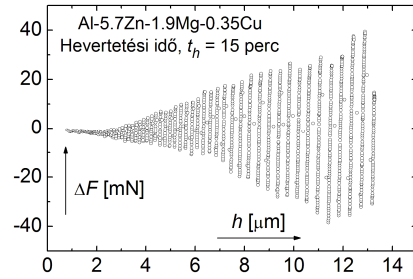
a) az Al-Zn-Mg és b) Al-Zn-Mg-Cu ötvözet esetében

A III.34. ábra mutatja az edzést követően, szobahőmérsékleten hevertetett ötvözeteken, a hevertetés korai szakaszában kapott F - h benyomódási görbéket. A hevertetés elején – az első 15-20 percben – plasztikus instabilitásra jellemző lépcsők jelennek meg mindkét ötvözetben. További hevertetés során azonban a lépcsők fokozatosan eltűnnek, és simává válnak a benyomódási görbék.

Az ötvözetekben fellépő plasztikus instabilitásra jellemző, az előző pontban bevezetett ΔF mennyiség mélységfüggése is jól mutatja a hevertetés hatását. A III.35. ábrán, példaként, feltüntettem a különböző t_h ideig hevertetett Al-Zn-Mg-Cu mintára jellemző $\Delta F - h$ görbéket. A hevertetés kezdeti szakaszában tapasztalható ΔF oszcillációk – a stabil szilárd oldat Al-3 wt%Mg ötvözet esetéhez hasonlóan – szabályosan fejlődnek (lásd a III.35.a ábrán). A hosszabb hevertetés hatására azonban, amellet, hogy megnő a h_c kritikus mélység, szabálytalanabbá

válnak a ΔF instabilitási oszcillációk, illetve szakaszosan eltűnnek és újra előjönnek a benyomódás során (a III.35b és c ábrákon). Végül, egy bizonyos t_i hevertetési idő után teljesen eltűnnek az instabilitási lépcsők (a III.35d ábrán), és a ΔF már gyakorlatilag zérus az egész benyomódás során.

III.35. ábra: A szobahőmérsékleten való hevertetés hatása az instabilitási lépcsők keletkezésére és a ΔF erőkülönbség fejlődésére az Al-5.7Zn-1.9Mg-0.35Cu ötvözet esetében



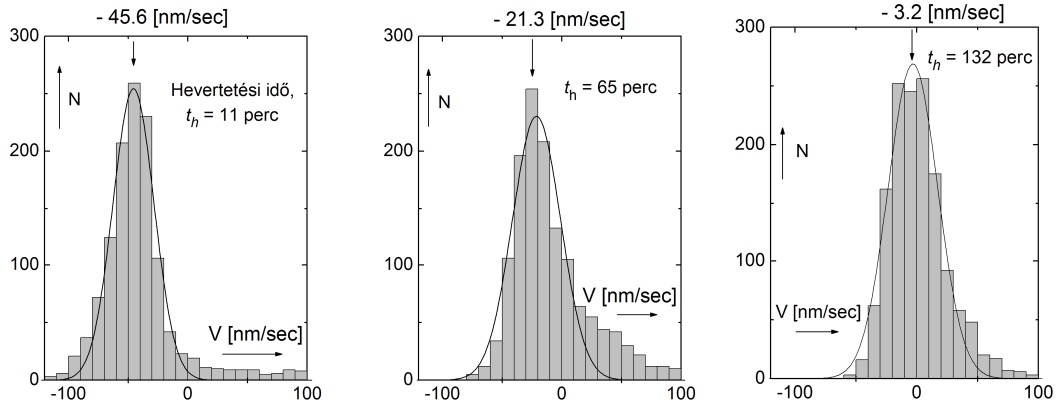
Mivel az instabilitási lépcsők jelenlétében a nyomófej a mintába való haladása nem folytonosan, hanem szaggatottan - lassú és gyors szakaszok váltakoztatásával – történik, valamint a GP-zónák képződésével már nem szabályosan jelennek meg, a lépcsők fejlődésének statisztikai jellemzésére a nyomófej V_{rel} relatív sebességét is elemeztük. A relatív sebesség a sima, monoton változástól eltérő viselkedést fejez ki, és a következő alakban adható meg:

$$V_{rel} = \frac{d h_{mért}}{d t} - \frac{d h_{glob}}{d t} = \frac{d (h_{mért} - h_{glob})}{d t} \quad (41)$$

vagy

$$V_{rel} = \frac{d (\Delta h)}{d t}, \quad (42)$$

ahol $\Delta h = h_{mért} - h_{glob}$. A V_{rel} nyilván a nyomófejnek a globális – stabil – viselkedés körüli oszcillációk sebességét írja le, és értéke tartósan zérus, ha plasztikus instabilitás nem lép fel - Δh tartósan nulla körüli érték – az egész benyomódás során.

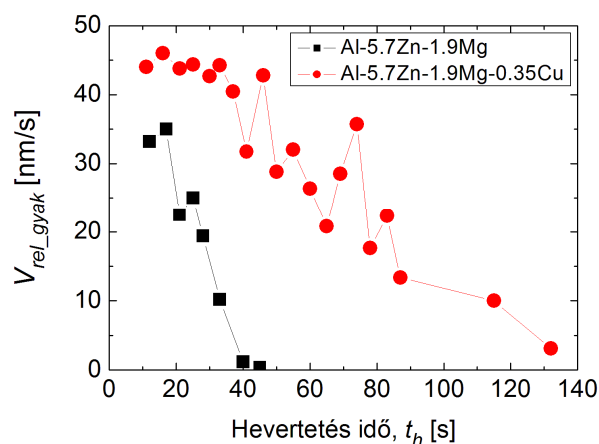


III.36. ábra: A V_{rel} sebesség-ingadozások amplitúdójának gyakoriság-eloszlása az Al-5.7Zn-1.9Mg-0.35Cu ötvözetben különböző hevertetési idők után

A III.36. ábrán a különböző t_h ideig szobahőmérsékleten hevertetett Al-Zn-Mg-Cu mintán kapott V_{rel} sebességek eloszlásai vannak feltüntetve. Jól látható, hogy rövid idejű - $t_h \approx 11$ min. - hevertetés után észlelhető V_{rel} leggyakoribb értéke ~ 45.6 nm/s, viszonylag messze van a nulla

értéktől, ami erős plasztikus instabilitásra utal a hevertetés korai szakaszában. Növelve a hevertetés idejét, azonban, a leggyakoribb V_{rel} érték nullához tart, jelezve az instabilitási folyamat fokozatos eltűnését. Körülbelül 130-140 perces hevertetés után már szinte nulla a leggyakoribb V_{rel} érték. A III.37. ábra mutatja a két vizsgált ötvözetre vonatkozó V_{rel_gyak} leggyakoribb relatív sebesség értékét a t_h hevertetési idő függvényében. A kapott $V_{rel_gyak} - t_h$ függvények tendenciájából leolvasható t_i érték (a plasztikus instabilitás élettartamát kifejező hevertetési idő) a Cu-t tartalmazó ötvözetben kb. 135 min., ami legalább háromszor nagyobb, mint a Cu nélküli ötvözetre jellemző (~ 40 min.) érték.

III.37. ábra: A V_{rel_gyak} leggyakoribb relatív sebesség értéke a t_h hevertetési idő függvényében



Figyelembe véve azt, hogy a plasztikus instabilitást a mozgó diszlokációk és a feléjük diffundáló ötvöző atomok kölcsönhatása okozza [72,99], a szóban forgó ötvözetekben fellépő instabilitási lépcsők, vagy a megfelelő keménység-ingadozások feltehetően az ötvözetek szilárd oldat fázisához kapcsolódnak. A plasztikus instabilitások eltűnése azonban több tényezőtől is függhet, például: i) a szilárd oldat mátrixban levő ötvözőkoncentráció csökkenésétől és/vagy ii) a túltelített szilárd oldat bomlásával kialakuló kiválásos mikroszerkezettől. A stabil szilárd oldat Al-Mg ötvözetek esetében láttuk, hogy az instabilitási lépcsők és a ΔF erő-ingadozások kisebbé válnak, ha csökken az ötvözőkoncentráció, de – a C_0 kritikus koncentráció fölött – a változások mindig szabályosak és folyamatosak maradnak a benyomódás során (lásd a III.30 és III.31. ábrát). Láttuk azt is, hogy az önnemesedő Al-Zn-Mg-(Cu) ötvözetekben fellépő instabilitási lépcsők – amíg még nem tűnnek el teljesen – szabálytalanná válnak, illetve időnként eltűnnek, és újra megjelennek a benyomódás során, az edzést követő szobahőmérsékleti hevertetés következtében.

Ez a kísérleti tény arra enged következtetni, hogy inkább a változó mikroszerkezet – a GP-zónák képződése, és nyilván a diszlokációkkal való kölcsönhatásuk - okozza a plasztikus instabilitás eltűnését a vizsgált túltelített ötvözetekben. Az ilyen anyagok mikroszerkezetével kapcsolatban egyrészt a GP-zónák gyors képződése (ami miatt gyorsan nő az anyag keménysége) azt eredményezi, hogy a vizsgált ötvözet állapota többé már nem egyfázisú szilárd oldat. Másrészt, az instabilitási lépcsők megjelenése arra is utal, hogy a GP-zónák hatása még nem olyan jelentős, hogy elnyomja a dinamikus alakítási öregedés (DSA) hatását. Amikor a GP-zónáknak a diszlokációk mozgását akadályozó hatása már jelentős a szilárd oldatban levő ötvöző atomok hatásához képest, az instabilitási lépcsők többé már nem tudnak megjelenni a benyomódási görbén. Ezért a plasztikus instabilitás élettartamát kifejező t_i hevertetési idő jellemez egy meghatározott állapotot a zónaképződés folyamatában, azaz egy jellegzetes átmeneti állapotot az egyfázisú túltelített szilárd oldatból a szilárd oldatból és GP-zónákból álló heterogén rendszerbe, ahol a GP-zónáknak a mozgó diszlokációkra gyakorolt hatása dominánssá válik az oldott atomok hatásához képest.

Mivel a GP-zónák mérete és eloszlása nagymértékben befolyásolhatja a túltelített ötvözetekben történő további kiválási folyamatokat [70,71,73,74], illetve az ötvözetek mechanikai tulajdonságait, a t_i élettartam fontos paraméter lehet az anyag-kutatók számára. Megjegyzem, hogy a t_i meghatározása – egy mintán történő több mérés elvégzésével - kifejezetten a korszerű, dinamikus keménységmérés módszerének az előnyét hangsúlyozza a többi hagyományos (egytengelyű összenyomás, vagy nyújtás) technikákkal szemben. Az a kísérleti tény, hogy a Cu-t is tartalmazó – így nagyobb ötvözőkoncentrációjú – Al-5.7Zn-1.9Mg ötvözetre jellemző t_i élettartam legalább 3-szor nagyobb a Cu nélküli Al-5.7Zn-1.9Mg ötvözetre jellemző értéknél, valamint az, hogy a Cu-t is tartalmazó ötvözetben kisebb a hevertetés korai szakaszában képződő GP-zónák hatására tapasztalható keményedés sebessége (lásd a III.33. ábrán) egyértelműen azt mutatja, hogy a Cu adalék késlelteti a GP-zónák képződését az edzést követő bomlási folyamat korai szakaszában. Ennek a lehetséges magyarázatai, illetve a Cu-ötvöző további hatásai egy korábbi dolgozatunkban [S16] megtalálhatók.

III.3.3.2. Plasztikus instabilitás jelentősége a nemesíthető ötvözetek szemcsefinomításában

Az Al-Zn-Mg ötvözetek alapvető szilárdságnövelő mechanizmusa a kiválásos keményedés [68,73,74]. Az ilyen folyamatok vizsgálata volt az egyik fő kutatási téma Tanszékünkön a 80-as, 90-es években. Korábban, az I.2.2. pontban már említettem, hogy az Al-Zn-Mg ötvözetek szilárdságát elsősorban az Al mátrixszal teljesen koherens GP-zónák és a mátrixszal részlegesen koherens ún. η' átmeneti fázis részecskéi határozzák meg, melyek általában szobahőmérsékleti és maximálisan 180°C-ig terjedő természetes, illetve mesterséges öregítéssel képződnek.

Az I.4. fejezetben ismertetett, szemcsefinomításra alkalmas nagymértékű deformációs eljárásokkal (pl. a könyöksajtolás (ECAP), vagy nagy-nyomású csavarás (HPT)) lehetőség nyílik arra, hogy a kiválások hatását a szemcsehatárok hatásával kombinálva még tovább javítsuk a nemesíthető Al ötvözetek szilárdságát. Emellett, a szemcsefinomított anyagok alakíthatóságának javítása is fontos cél. Ennek érdekében már korábban is számos kísérlet történt az Al-Zn-Mg ötvözetek könyöksajtolásával kapcsolatban [143-147]. Ismeretes azonban, hogy a nagymértékű deformációknak a kiválásosan keményedő ötvözeteken való alkalmazása és hatása elég problematikus. Alacsonyabb hőmérsékleteken történő alakításnál ugyanis a kiválások (pl. a GP-zónák és/vagy az átmeneti η' fázisú részecskék) szilárdságnövelő hatása miatt a minta könnyen – szinte ridegen – törik [S18]. Ennek elkerülésére az intenzív deformációs folyamatot magasabb hőmérsékleteken szokták végezni, növelve a deformálandó anyag alakíthatóságát. A magas hőmérsékletű deformáció alkalmazása során viszont az anyag mechanikai tulajdonságait hátrányosan változtató durva kiválásos mikroszerkezet képződik, valamint a magas hőmérsékleten fellépő erős megújulás miatt nehezen alakul ki a kívánt finomszemcsés mikroszerkezet.

Korábbi kutatási eredményeink [147] azt mutatják, hogy 473 K-en könyöksajtolva a már említett Al-5.7Zn-1.9Mg-0.35Cu, illetve egy kevesebb ötvözőt tartalmazó Al-4.8Zn-1.2Mg-0.14Zr mintát, a stabil MgZn₂ fázis részecskéi képződnek mindkét anyagban. Emiatt a viszonylag finomszemcsés – kb. 500 nm átlagos szemcseméretű – mikroszerkezet ellenére lényegesen kisebb a könyöksajtolat minták szilárdsága a szobahőmérsékleten hevertetett deformálatlan mintákéhoz képest. Ez az eredmény, valamint mások által kapott eredmények [143,144] egybehangzóan azt erősítik meg, hogy a nemesíthető Al-Zn-Mg ötvözetek esetében a nagymértékű deformációs

eljárással való szilárdságnövelést célszerű szobahőmérsékleten – mesterséges hőkezelés nélkül – megvalósítani, amikor a kiválási folyamat csak a GP-zónák képződésével megy végbe.

Ebben az esetben, az előző pontban tárgyalt, a plasztikus instabilitás élettartamát kifejező t_i hevertetési idő fontos információval szolgál nekünk. Mivel t_i időnél rövidebb szobahőmérsékleti hevertetés után a mintában a GP-zónák hatása még viszonylag nem erőteljes, az általános stratégia [S18] a túltelített Al-Zn-Mg ötvözetek könyöksajtolásánál az, hogy az edzést követően minél hamarabb, de legalábbis az anyagra jellemző t_i hevertetési időn belül kell megkezdeni a nagymértékű deformációs folyamatot ahhoz, hogy törésmentesen, legalább 4 könyöksajtolási menetet lehessen végrehajtani a viszonylag egyenletes finomszemcsés szerkezet kialakításához.

III.38. ábra: Egyszeresen könyöksajtolt

(1ECAP) rudak felületi morfológiája

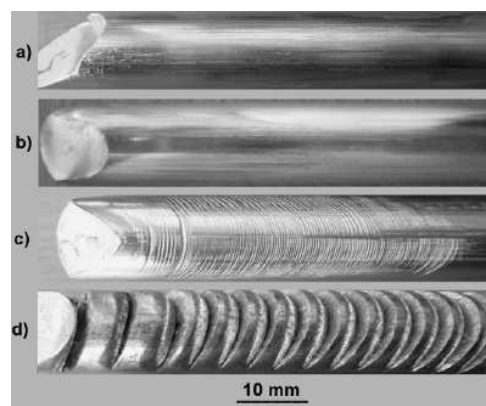
a) 10 percig hevertetett Al-4.8Zn-1.2Mg-0.14Zr,

b) 10 percig hevertetett Al-5.7Zn-1.9Mg-1.5Cu,

c) 7 napig hevertetett Al-4.8Zn-1.2Mg-0.14Zr és

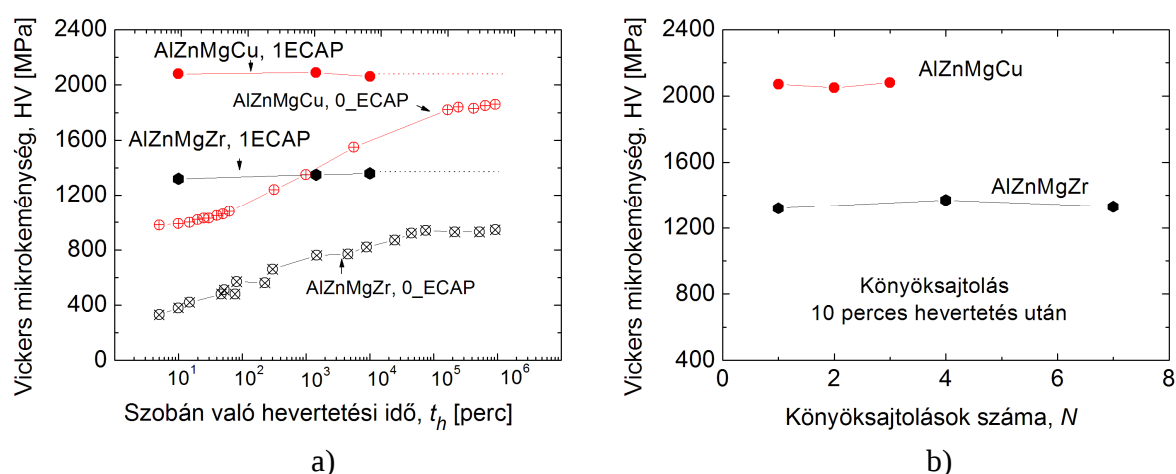
d) 7 napig hevertetett Al-5.7Zn-1.9Mg-1.5Cu

minták esetében



A III.38 ábra mutatja négy, egyszeresen könyöksajtolt rúd felületi morfológiáját egy Al-4.8Zn-1.2Mg-0.14Zr és egy Al-5.7Zn-1.9Mg-1.5Cu minta esetében. A III.38a és III.38b ábrákon látható rudak 10 percig voltak hevertetve a szobahőmérsékleten az edzést követően (ez az idő kb. az edzés és a könyöksajtolás megkezdése között eltelt idő). A III.38c és III.38d ábrákon mutatott rudakat pedig 7 napos hevertetés után könyöksajtoltuk. Megjegyzem, hogy az Al-4.8Zn-1.2Mg-0.14Zr ötvözet esetében az említett t_i idő kb. 200 perc, míg az Al-5.7Zn-1.9Mg-1.5Cu ötvözetre ez az érték kb. 120 perc. A III.38 ábra alapján megállapíthatjuk, hogy nemcsak az összetételnek, hanem a hevertetési időnek is lényeges hatása van a könyöksajtolás során fejlődő deformációs sávok, repedések kialakulására. A rövid, 10 perces hevertetés után könyöksajtolt minták felülete – mind a két összetétel esetében – sima marad, nem látszanak makroszkopikus deformációs sávok a felületen. A hosszabb ideig, 7 napig hevertetett minták esetében azonban az Al-4.8Zn-1.2Mg-

0.14Zr ötvözet esetében szabad szemmel is látható csúszási sávok, sőt az erősebben ötvözött Al-5.7Zn-1.9Mg-1.5Cu esetében már katasztrofális repedések is kialakulnak a rudak felületén. Ezek a tapasztalatok is megerősítik a hosszabb ideig önnemesedő Al-Zn-Mg ötvözetek könyöksajtolásával kapcsolatos nehézségeket, demonstrálva azt, hogy edzést követően minél hamarabb célszerű megkezdeni a könyöksajtolási műveletet.



III.39. ábra: A minták HV Vickers-keménysége

- a) különböző idejű hevertetést követő egyszeres könyöksajtolás (1ECAP) után (összehasonlítás céljából a csak hevertetés után kapott HV értékeket is feltüntettem),
- b) 10 perces hevertetést követő különböző számú, B_C könyöksajtolási ciklus után.

A III.39. ábra mutatja a különböző idejű s hevertetést követően egyszeresen könyöksajtolott (III.39a ábrán), valamint a 10 perces hevertetést követő különböző számú, B_C úton történő könyöksajtolási ciklus után kapott HV Vickers-keménységeket. Összehasonlítás céljából a csak hevertetés után kapott (0_ECAP jelzésű) HV értékeket is feltüntettem a III.39a ábrán. Tekintettel a szobahőmérsékleti hevertetés – a természetes öregítés – hatására, érdemes megjegyezni, hogy a GP-zónák szilárdságnövelő hatása fokozatosan növekszik a majdnem egy éves hevertetés során, majd telítésbe megy a $HV \approx 850\text{MPa}$ és $\approx 1850\text{MPa}$ a kisebb koncentrációjú AlZnMgZr, illetve nagyobb koncentrációjú AlZnMgCu ötvözetek esetében. A mérési eredmények azt mutatják, hogy a könyöksajtolás alkalmazása legalább 20%-kal növeli a HV értékét a telítési keménységhez viszonyítva (lásd a III.39a ábrán). Továbbá, a szilárdság szempontjából már egyszeres

könyöksajtolás is elég lenne, mert a további ciklusok már nem növelik a szilárdságot (lásd a III.39b ábrán).

A gyakorlati tapasztalatok szerint a többszörös könyöksajtolás alkalmazása általában nagyszögű szemcsehatárokkal rendelkező finomszemcsés szerkezetet eredményez, ami az alakíthatóság szempontjából hasznos, mert növeli a szemcsehatár-csúszás lehetőségét. Jelen esetben a III.40. ábra TEM képe mutatja az Al-4.8Zn-1.2Mg-0.14Zr minta 10 perces hevertetést követő 4-szeres könyöksajtolás utáni mikroszerkezetét, melyben az átlagos szemcseméret kb. 300 nm. Összehasonlítás céljából a 6. táblázat összefoglalja az ebben a mintában, illetve a korábban említett, 473 K-en könyöksajtolt – hasonló összetételű - mintában [147] mért átlagos szemcseméretet és a hozzá tartozó mikrokeménységet. Jól látható, hogy a szobahőmérsékleti könyöksajtolás finomabb szemcseméretet és nagyobb keménységet eredményez. Az összehasonlítás egyértelműen mutatja a szobahőmérsékleti nagymértékű deformációs eljárás előnyét, mert itt nem képződnek nagyméretű és durva eloszlású kiválás részecskék, valamint elkerülhető az erős megújulás a mikroszerkezetben.

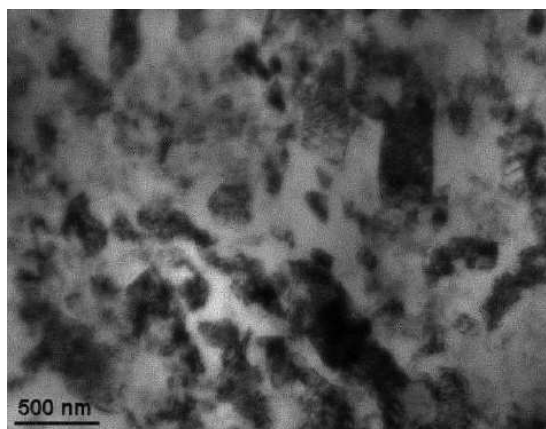
III.40. ábra: *Az Al-4.8Zn-1.2Mg-0.14Zr*

minta 10 perces hevertetést követő

4-szeres könyöksajtolás utáni mikroszerkezete

(A felvételeket az S18-as publikáció egyik

társszerzője, T. Czeppe készítette)

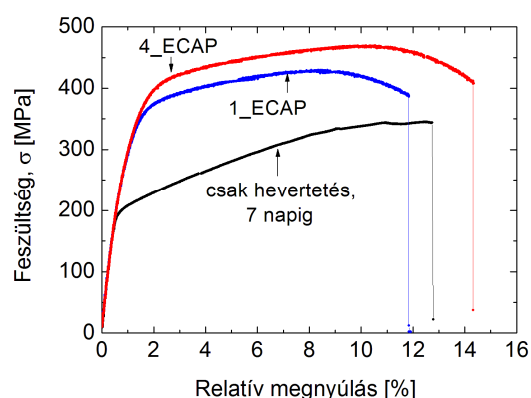


Könyöksajtolás hőmérséklete	Szemcseméret [nm]	Mikrokeménység HV [MPa]
473 K	500 [147]	870 [147]
293 K (szobán)	300 [S17]	1350 [S17]

6. táblázat: *Az Al-4.8Zn-1.2Mg-0.14Zr minta átlagos szemcsemérete és mikrokeménysége különböző hőmérsékleten végzett 4-szeres könyöksajtolás után*

A III.41. ábrán látható az Al-4.8Zn-1.2Mg-0.14Zr összetételű, 10 perces hevertetést követően 4-szeresen könyöksajtolt mintán kapott egytengelyű nyújtási feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) görbe az egyszeresen könyöksajtolt, illetve az egy hétig hevertetett mintára kapott görbékkel együtt. Jól látható a nagymértékű deformáció szilárdságnövelő hatása azzal, hogy 4-szeresen könyöksajtolás utáni mintának a folyáshatára kb. kétszerese a csak hevertetett mintáénak. Továbbá a többszörös könyöksajtolás alakíthatóság-javító hatása is tapasztalható. A 4-szeresen könyöksajtolás utáni minta jobban alakítható, mint az egyszeresen könyöksajtolt minta, ami azzal magyarázható, hogy a 4-szeresen könyöksajtolás hatására a szemcseszerkezet homogénebb és nagyobb arányban keletkeznek nagyszögű szemcsehatárok, nagymértékben elősegítve a szemcsehatár-csúszást a deformáció során. További vizsgálatokra van még szükség a hevertetés – GP-zónák képződése – és a nagymértékű deformáció együttes hatásának teljes leírására. Ezek az előzetes eredmények azonban mindenesetre rámutatnak a nagymértékű deformációk alkalmazásának az előnyeire és lehetőségeire az ipari anyagok esetén is.

III.41. ábra: Különböző állapotú Al-4.8Zn-1.2Mg-0.14Zr minták egytengelyű nyújtási feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) görbéi



Az itt ismertetett, nemesíthető Al-Zn-Mg ötvözeteken végzett komplex vizsgálatok, illetve e vizsgálatokra vonatkozó stratégia újra hangsúlyozzák a plasztikus instabilitás vizsgálatának a jelentőségét, valamint a korszerű mérési technika, a dinamikus (mélységérzékeny) benyomódási módszer (indentáció) hasznosságát és előnyét is.

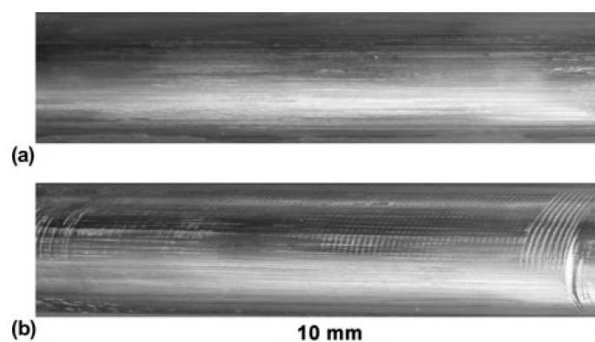
III.3.3.3. Önszerveződő kritikusságra utaló jelenség az Al-Zn-Mg ötvözetekben fellépő Portevin-Le Chatelier plasztikus instabilitásban [S20]

Az előző pontban láttuk, hogy a szobahőmérsékleti hevertetés során képződő GP-zónák hatására szabálytalanná válnak a plasztikus instabilitásra jellemző erő-mélység ($F-h$) lépcsők a

dinamikus benyomódás-mérések során. Továbbá, szintén a GP-zónák szilárdságnövelő hatása miatt deformációs sávok képződnek az Al-Zn-Mg rudak felületén a könyöksajtolás során (lásd a III.38. ábrán). Láttuk azt is, hogy nagyon rövid idejű ($t_a \approx 10$ min.) hevertetés esetén, amikor a GP-zónák szerepe még nem jelentős, a mintarúd felülete mindig sima marad. Egyhetes ($t_a \approx 1$ hét) hevertetés után olyan jelentős a GP-zónák szilárdságnövelő hatása, hogy már szemmel látható makroszkopikus repedések keletkeztek a mintán. Kísérleti tapasztalatok azt mutatják, hogy ha a hevertetés már nem olyan rövid (pl. $t_a \approx 180$ perc) de még a plasztikus instabilitás élettartamát kifejező t_i hevertetési időn belül van ($t_a \leq t_i$, $t_i \approx 200$ perc), akkor érdekes jelenség lép fel, amit a III.42. ábrán látható két könyöksajtolt rúd felületét mutató felvétellel érzékeltetnék. Az eredetileg más megfontolások alapján, más célokra szánt néhány darab Al-4.8Zn-1.2Mg-0.14Zr összetételű rudat 3 órán (180 percen) át hevertettünk és utána egyszeresen könyöksajtoltunk. Észrevettük, hogy a minták felülete inkább sima marad, amint azt a III.42a. ábrán láthatjuk, azonban volt olyan rúd is, amelynek a felületén szemmel látható makroszkopikus deformációs sávok jelentek meg (III.42b ábrán), de nem olyan rendezetten, mint az egy hétig hevertetett mintán (ld. III.38c ábra). A három órát hevertetett minták felületén képződő sávok a véletlen és rendezett eloszlások között fluktuálnak a felületen. Megjegyzem, hogy ezt a kutatást 2008-ban a Dél-Kaliforniai egyetemen végeztem, így volt lehetőségem több mintarudat könyöksajtolni és megfigyelni. Összesen 20 ilyen rudat könyöksajtoltunk, melyek közül 3 mintán jelentek meg a III.42b ábrán láthatóhoz hasonló deformációs sávok.

III.42. ábra:

*Al-4.8Zn-1.2Mg-0.14Zr összetételű,
3 órás hevertetést követően egyszeresen
könyöksajtolt rudak felületi morfológiája*
a) *sima felülettel és*
b) *szemmel látható deformációs sávokkal*



A tapasztalt jelenség nyilvánvalóan a nemesíthető Al-Zn-Mg ötvözetek szobahőmérsékleti plasztikus deformációjával kapcsolatos. Ennek a magyarázatára próbáltunk szisztematikusan mikroszkopikus és makroszkopikus vizsgálatokat végezni. Mikroszkopikus szinten

mélységérzékeny benyomódási méréseket, makroszkopikusan pedig állandó keresztfej-sebességű és állandó terhelés-sebességű egytengelyű nyújtási méréseket is végeztünk. A III.43 ábra mutatja a kapott mérési görbék egy-egy tipikus szakaszát. A mélységérzékeny benyomódási mérést $v_l = 5 \text{ mN s}^{-1}$ terhelési sebességgel (III.43a ábrán), a nyújtási méréseket pedig $\dot{\varepsilon}_0 \approx 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ kezdeti deformáció-sebességgel (III.43b ábrán), illetve $\dot{\sigma}_0 \approx 0.63 \text{ MPa s}^{-1}$ kezdeti terhelési sebességgel (III.43c ábrán) végeztük.

III.43. ábra:

Plasztikus instabilitás

a) mélységérzékeny benyomódás,

b) állandó keresztfej-sebességű

egytengelyű nyújtás és

c) állandó terhelés-sebességű

egytengelyű nyújtás során.

A folyamatok globális fejlődését

jelzi a piros vonal, amit a

$$h(t) = A_1 + B_1 (t - t_{01})^{n_1},$$

$$\sigma(t) = A_2 + B_2 (t - t_{02})^{n_2}, \text{ illetve}$$

$$\varepsilon(t) = A_3 + B_3 (t - t_{03})^{n_3}$$

megfelelő illesztéssel kaptunk,

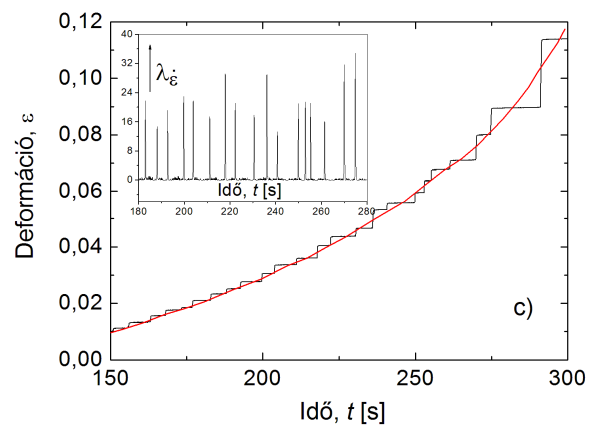
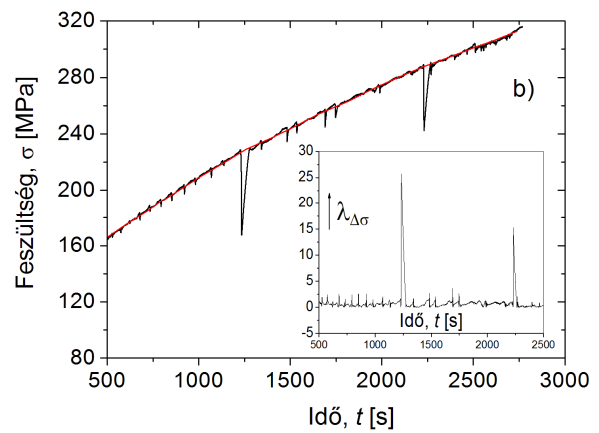
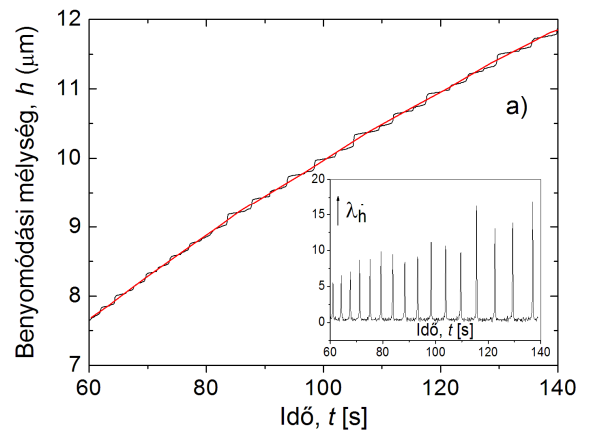
ahol A_i , B_i , t_{0i} és n_i ($i = 1, 2, 3$)

az illesztő állandók. Az belső kis ábrák

a (43) formulákkal definiált

normált mennyiségek

időbeli fejlődését mutatják.



A III.43a ábrán látható benyomódási folyamatot tekintve jól látható a korábban is tárgyalt plasztikus instabilitás, ami a lépcsőszerű benyomódásban nyilvánul meg. A nyújtási mérések esetében a plasztikus instabilitás jellemezhető a korábban említett feszültségeséssel (a III.43b ábrán) vagy szaggatott – felváltva lassú és gyors - deformációs folyamatokkal (a III.43c ábrán). A lokális változások mellett a stabil – vagy globális – tendenciákat, a $h_{global}(t)$ függvényt (a III.43a ábrán) a benyomódás során, a $\sigma_{global}(t)$ és $\varepsilon_{global}(t)$ függvényeket (a III.43b és c ábrán) a nyújtás során az ábrákon feltüntetett piros színű folytonos vonalak jelzik. A kísérleti tapasztalatokból kiemelném, hogy a III.43b ábrán bemutatott, állandó deformáció-sebességű mérés során megfigyelhető extrém nagy ($\Delta\sigma \approx 60 \text{ MPa}$) feszültségesés is, ami az aktuális folyásfeszültség 25%-ánál is nagyobb. A széleskörűen vizsgált plasztikus instabilitást mutató Al-3%Mg ötvözet esetén megfigyelhető $\Delta\sigma$ maximális feszültségesés általában a folyásfeszültség 2-5%-ánál nem nagyobb [148,149].

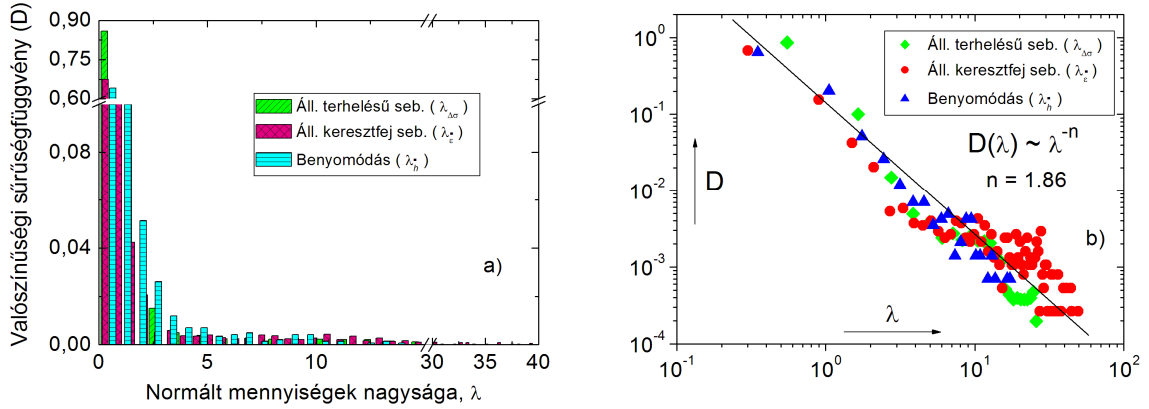
A plasztikus instabilitás egységes jellemzésére használjuk a következő dimenziótlan mennyiségeket:

$$\text{-a } \lambda_{\dot{h}} \text{ normált benyomódási sebességet, ahol } \lambda_{\dot{h}}(t) = \frac{\dot{h}(t)}{\dot{h}_{global}(t)}, \quad (43a)$$

$$\text{-a } \lambda_{\Delta\sigma} \text{ normált feszültségesést, ahol } \lambda_{\Delta\sigma}(t) = \frac{\Delta\sigma(t)}{\sigma_{global}(t)} = \frac{|\sigma(t) - \sigma_{global}(t)|}{\sigma_{global}(t)}, \quad (43b)$$

$$\text{-és a } \lambda_{\dot{\varepsilon}} \text{ normált deformáció-sebességet, ahol } \lambda_{\dot{\varepsilon}}(t) = \frac{\dot{\varepsilon}(t)}{\dot{\varepsilon}_{global}(t)}. \quad (43c)$$

Az így definiált normált-mennyiségeket láthatjuk a III.43 ábrába beillesztett, megfelelő ábrabetéteken, eloszlásukat pedig a III.44. ábráin, dupla-lineáris (III.44a ábrán), illetve dupla-logaritmikus (III.44b ábrán) skálán.



III.44. ábra: A plasztikus instabilitást jellemző λ normált mennyiségek D valószínűségi sűrűségfüggvénye a) dupla lineáris, illetve b) dupla logaritmikus skálán.

A III.44b ábrán látható, dupla-logaritmikus ábrázolás jól mutatja azt, hogy a különböző mérési módszerrel kapott $D(\lambda_i)$ eloszlások mindegyike – közelítőleg – hatványfüggvény alakú,

$$D(\lambda_i) \propto \lambda_i^{-q} \quad (44)$$

($i: \dot{h}, \Delta\sigma, \dot{\epsilon}$), ahol a q kitevő értéke 1.75 és 1.94 között változik. Egységesen, az összes adatra vonatkozóan egy $q = 1.86$ kitevőjű függvény illeszthető.

A (44) egyenletekkel leírt hatványfüggvény-eloszlások azt jelzik, hogy mindegyik esetben a deformációs folyamat olyan statisztikusan stacionárius, de kritikus állapotba, az ún. önszerveződő kritikusságba fejlődik, amikor a rá jellemző viselkedések – a lavínak ($\lambda_h, \lambda_{\Delta\sigma}$ vagy $\lambda_{\dot{\epsilon}}$ a megfelelő deformációs módban) – minden határon túl lehetségesek [148,150]. Hangsúlyozom, hogy a három vizsgált eset nem csak a deformáció módjában, hanem a mintaméretben is nagyon különbözik egymástól. Míg a makroszkopikus nyújtási mérésben résztvevő mintatérfogat kb. 300 mm^3 , a mikroindentációs mérésben releváns mintatérfogat nagyságrendekkel kisebb, csak kb. $3 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3$. Ez a jelentős méretkülönbség szintén megerősíti a jelenség önszerveződő kritikusságnak megfelelő jellegét, ami általánosan jellemezheti a nemesíthető AlZnMg ötvözetek plasztikus deformációját, mert a (44) formulában levő kitevő értéke szinte független a kísérleti körülményektől. Az anyagtudomány szempontjából is fontos a III.44. ábrán bemutatott skála-független eloszlás, amely szerint a nagy fluktuációk csak kis

valószínűséggel fordulhatnak elő, de előfordulhatnak. A jelen esetben ez például váratlanul erős deformációs sávokban (III.42b ábra), vagy a III.43b ábrán megfigyelhető extrém nagy $\Delta\sigma$ feszültségesésben nyilvánul meg, bár csak ritkán. A kapott eredmények egyértelműen demonstrálják azt is, hogy a túltelített szilárd oldat szétesése során fellépő PLC-féle plasztikus instabilitás úgy is leírható, mint önszerveződő kritikus jelenség, aminek a mechanizmusa több bonyolult rendszer esetén megfigyelhető a természetben [150].

Az itt ismertetett önszerveződő kritikusságot lényegében csak a jelenség szintjén tárgyaltam. Igen mély, részletes vizsgálatokra, illetve modellekre van szükség ahhoz, hogy egyértelműen tudjuk értelmezni a jelenséget. A bemutatott eredmények így is fontosak mind az alap-, mind az alkalmazott kutatás szempontjából, ugyanis egyrészt fontos kutatási kérdést vetnek fel az oldott atomoknak és kiválásoknak a nemesíthető ötvözetek plasztikus deformációjára való egyidejű hatásával kapcsolatban. Másrészt a kapott eredmények a gyakorlat számára fontos, korábban említett stratégiát is megerősítik, miszerint az edzést követően minél hamarabb meg kell kezdeni a nagymértékű deformációs eljárást, hogy el lehessen kerülni a GP-zónák hatása miatt bekövetkező extrém erős deformációs sávok, illetve katasztrofális repedések kialakulását.

III.4. Ultra-finomszemcsés (UFSz) anyagok plasztikus deformációja [S21-S28]

A III.1. fejezetben láttuk, hogy a vizsgált l.c.k. fémek esetében nagymértékű deformációknál mindig telítésbe megy a σ folyásfeszültség, stacionáriussá válik a deformációs folyamat még viszonylag alacsony hőmérsékleteken – pl. szobahőmérsékleten – is. Nagymértékű képlékeny deformációnál, amikor a diszlokáció-sűrűség, és ezzel együtt a tárolt energia már olyan nagy, hogy a rendszer instabillá válik, a diszlokációszerkezet átrendeződik. Az átrendeződés során diszlokációfalak keletkeznek (lásd a III.4 ábrán), átalakítva az eredeti szerkezetet cellás, majd szubszemcsés, illetve nagyszögű határokat tartalmazó finomszemcsés szerkezetté. Ez az alapja az I.4. fejezetben ismertetett – tömbi méretű ultra-finomszemcsés (UFSz) anyagok előállítására is alkalmas – nagymértékű képlékeny folyamatoknak. A következőkben az így előállított UFSz tiszta Al és ipari felhasználásban fontos alapanyagként használt Al-30%Zn minták példáján keresztül ismertetem a finomszemcsés anyagok plasztikus deformációjára jellemző vonásokat. Ezt követően pedig az UFSz lapcentrált köbös fémek és ötvözetek szilárdságának szemcseméret-függését tárgyalom.

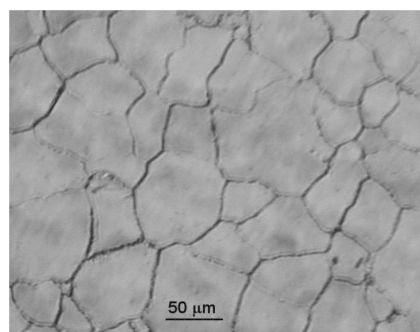
III.4.1. Ultra-finomszemcsés Al és Al-30%Zn ötvözet plasztikus deformációjának jellemzése

III.4.1.1. Ultra-finomszemcsés Al és Al-30%Zn ötvözet mikroszerkezete

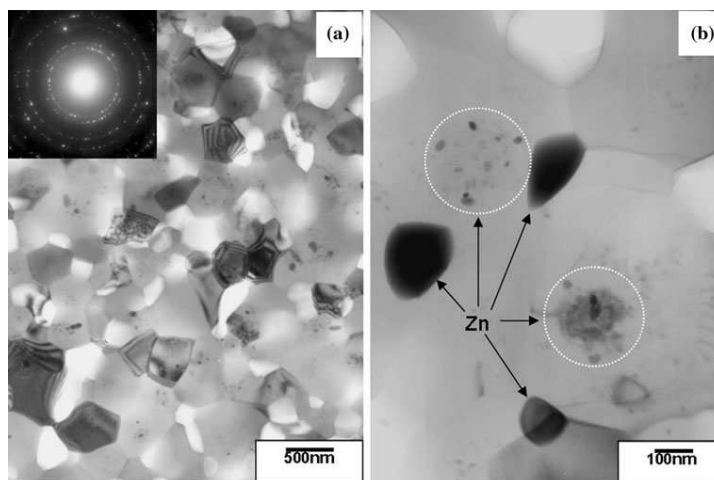
A 99.99%-os tisztaságú (4N) Al szemcsefinomítását az I.4 fejezetben ismertetett mindkét nagymértékű képlékeny deformációs eljárással elvégeztük. A könyöksajtolás (ECAP) esetében a B_C úton, nyolcszoros átsajtolást alkalmaztunk. Korábban már említettem, hogy a könyöksajtolást az amerikai Dél-kaliforniai Egyetemen végezték. A továbbiakban ezt a mintát ECAP Al-nak nevezzük. A 4N Al minták mellett, a szintén 4N tisztaságú Al-ból, laboratóriumi körülmények között készült Al-30%Zn (tömegszázalékban) minták szemcsefinomítását viszont nagynyomású csavarás (HPT) eljárással végeztük. Ezt a műveletet az orosz Ufai Anyagfizikai Intézetben végezték, 0.8 mm vastagságú, 10 mm sugarú korongokat 6 GPa nyomás alatt, 5-szörösen csavarták. Ezeket a mintákat a továbbiakban HPT Al, illetve HPT Al-30Zn néven azonosítom. A 4N Al esetében, mind a két módszerrel - a III.4c ábrán láthatóhoz hasonló - $\sim 1\mu\text{m}$ szemcseméretű finomszemcsés szerkezet érhető el.

Az Al-30Zn ötvözet esetében a III.45. ábra mutatja a kiindulási (hőkezelt, szilárd oldat) állapot szemcseszerkezetét, kb. $50-60\ \mu\text{m}$ szemcsemérettel. A HPT alkalmazása után jelentősen megváltozik az anyag mikroszerkezete, amit a III.46. ábrán láthatunk. A TEM vizsgálatok azt mutatják, hogy a kezdeti egyfázisú szilárd oldat szerkezet két fázisra esett szét: a 350-400 nm-es Al szemcsékre és 50-100 nm-es Zn részecskékre (III.46b ábrán), melyek főleg a hármas határpontokban helyezkednek el, illetve kisebb méretű részecskék az Al szemcsék belsejében is találhatók (III.46b ábrán).

III.45. ábra: Az Al-30%Zn ötvözet kiindulási (hőkezelt) szemcseszerkezete

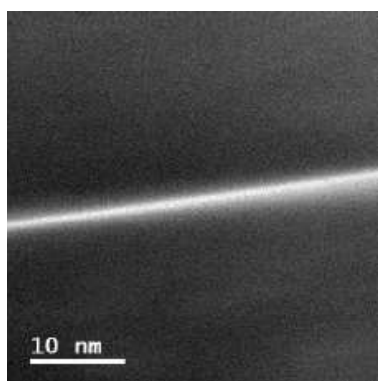


III.46. ábra: Az Al-30%Zn ötvözet mikroszerkezete a HPT eljárás alkalmazása után (A felvételeket az S24-es publikáció egyik társszerzője, M. Y. Murashkin, készítette)

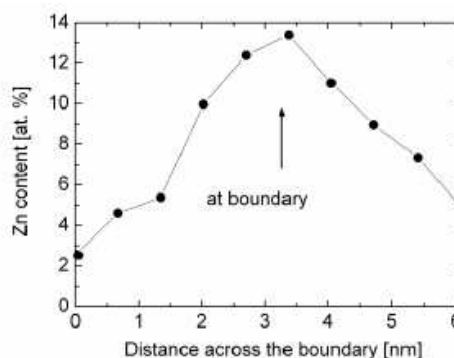


Francia kollégákkal együttműködve nagyfelbontású transzmissziós elektronmikroszkópos (HRTEM) és energia-diszperzív spektroszkópiai (EDS) vizsgálatokat is végeztünk a HPT Al-30Zn mintákban található Al/Al szemcsehatárokról [S28]. A III.47. ábra egy tipikus szemcsehatárt mutat a HPT Al-30Zn ötvözetben. A HRTEM és EDS eredmények azt mutatják, hogy a HPT során Zn atomok szegregálódnak az Al/Al szemcsehatárokra, és ezért az Al/Al szemcsehatároknak több mint 50%-a vékony Zn-gazdag réteget tartalmaz, vagy más szóval, Zn-

gazdag réteggel van nedvesítve. Fontos megjegyezni, hogy ilyen nedvesítő réteg nem figyelhető meg a kiindulási anyagban, így a Zn-gazdag rétegek jelenléte egyértelműen a nagymértékű HPT plasztikus deformáció által indukált szegregációnak a következménye.



a)

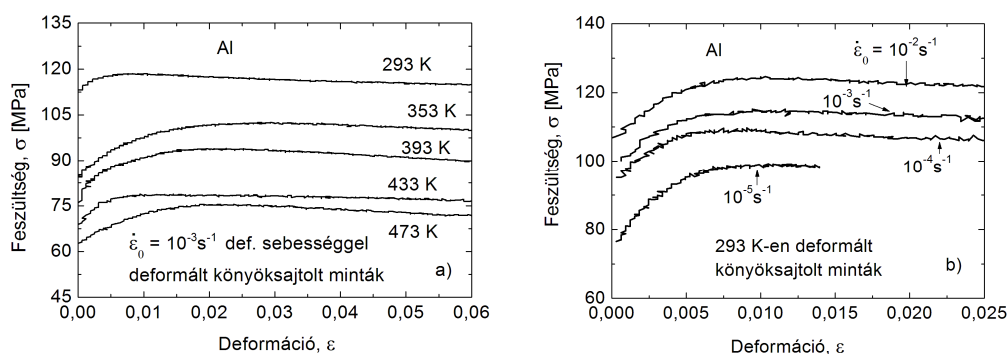


b)

III.47. ábra: A HPT Al-30%Zn ötvözet tipikus szemcsehatára a) HREM és b) EDS mérésekkel, mutatva a Zn-ben gazdag réteget az Al/Al határban

(A felvételeket az S28-as publikáció egyik társszerzője, X. Sauvage, készítette)

III.4.1.2. UFSz Al deformációs folyamatának jellemzése egytengelyű összenyomással [S21]



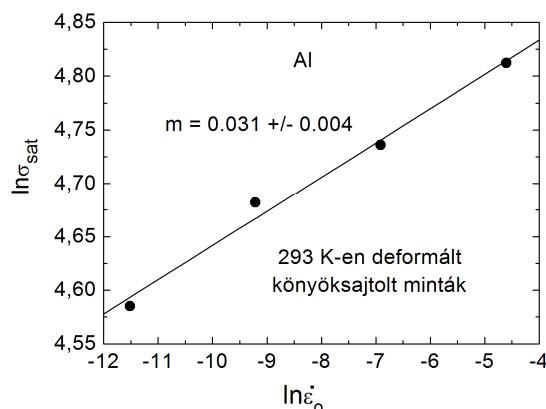
III.48. ábra: Könyöksajtoló Al minták feszültség-deformáció görbéi a) állandó kezdeti deformáció-sebességgel, különböző hőmérsékleteken és b) különböző kezdeti deformáció-sebességgel, szobahőmérsékleten végzett mérésekből

A III.48. ábra mutatja az ECAP Al mintákon végzett egytengelyű összenyomási mérésekkel kapott feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) görbéket két esetben. A III.48a ábrán

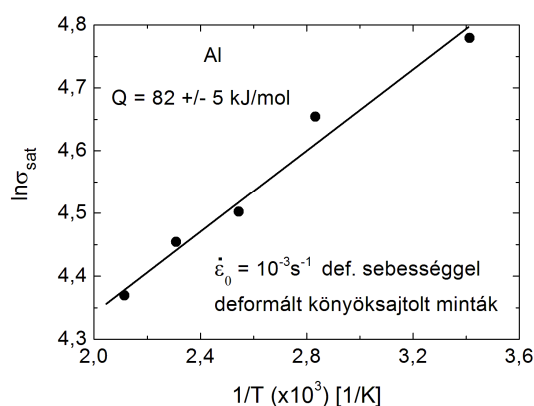
feltüntettem az $\dot{\epsilon}_0 = 1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ állandó kezdeti deformáció-sebességgel, különböző hőmérsékleteken – 293 és 473 K között – kapott $\sigma - \epsilon$ görbéket. A III.48b ábrán pedig olyan $\sigma - \epsilon$ görbék láthatók, melyek szobahőmérsékleten (293 K-en), különböző kezdeti deformáció-sebességgel végzett mérésekre jellemzőek. A kísérleti eredmények azt mutatják, hogy mindegyik esetben stacionárius deformációs folyamat figyelhető meg, ami a III.1.5. fejezetben leírt σ_{sat} telítési feszültséggel jellemezhető. Így, folytatva a III.1.5. fejezetben kifejtett gondolatmenetet, a (28) és (29) egyenletek alapján a deformáció folyamatára jellemző sebességérzékenységi tényező (m) és aktiválási energia (Q) meghatározható kísérletileg az $\ln \sigma_{sat} - \ln \dot{\epsilon}$, valamint az $\ln \sigma_{sat} - 1/T$ adatokra illesztett egyenesek meredekségéből. Megjegyzem, hogy a III.1.5. fejezetben a magas ($T > 0.5T_m$) hőmérséklet-tartományra határoztuk meg a m és Q paramétereket, míg a jelen fejezetben az alacsony ($T < 0.5T_m$) hőmérséklet-tartománnyal foglalkozunk. Továbbá, míg a magas hőmérséklet-tartományban elég hamar - kis deformáció után - áll be a stacionárius folyamat (lásd a III.1.5. fejezetben), az alacsony hőmérséklet-tartományban csak nagymértékű deformáció után - $\epsilon \geq 4$ deformációtól – érhető el a stacionárius folyás, amikor a mikroszerkezet is lényegesen megváltozik, ultra-finomszemcsés szerkezetté válik.

A III.49. ábra mutatja a 293 K-en kapott (a III.48a ábráról leolvasható) σ_{sat} értékeket az $\dot{\epsilon}_0$ deformáció-sebesség függvényében, dupla logaritmus ábrázolásban. Az ábra adataiból – a (28) egyenlet alapján - kiértékelhető sebességérzékenységi tényező viszonylag kicsi, m értéke kb. 0.03. Általában ilyen kis sebességérzékenységi tényező jellemzi az ultra-finomszemcsés l.c.k. fémek plasztikus deformációját [57,151,152]. A III.50. ábrán feltüntettem az $\dot{\epsilon}_0 = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ deformáció-sebesség mellett, különböző T hőmérsékletre kapott (a III.48b ábráról leolvasható) $\ln \sigma_{sat}$ adatokat az $1/T$ függvényében. Az $\ln \sigma_{sat} - 1/T$ adatokra illesztett egyenes meredekségéből – (29) egyenlet alapján - $Q = 82 \pm 5 \text{ kJ/mol}$ aktiválási energia becsülhető. Ez a kísérletileg meghatározott aktiválási energia hasonló a tiszta Al-ban a szemcsehatár-diffúzióra jellemző $Q = 84 \text{ kJ/mol}$ értékhez [7].

III.49. ábra: Az ultra-finomszemcsés Al sebességérzékenységi tényezőjének meghatározása az $\ln \sigma_{sat} - \ln \dot{\epsilon}_0$ összefüggés alapján.

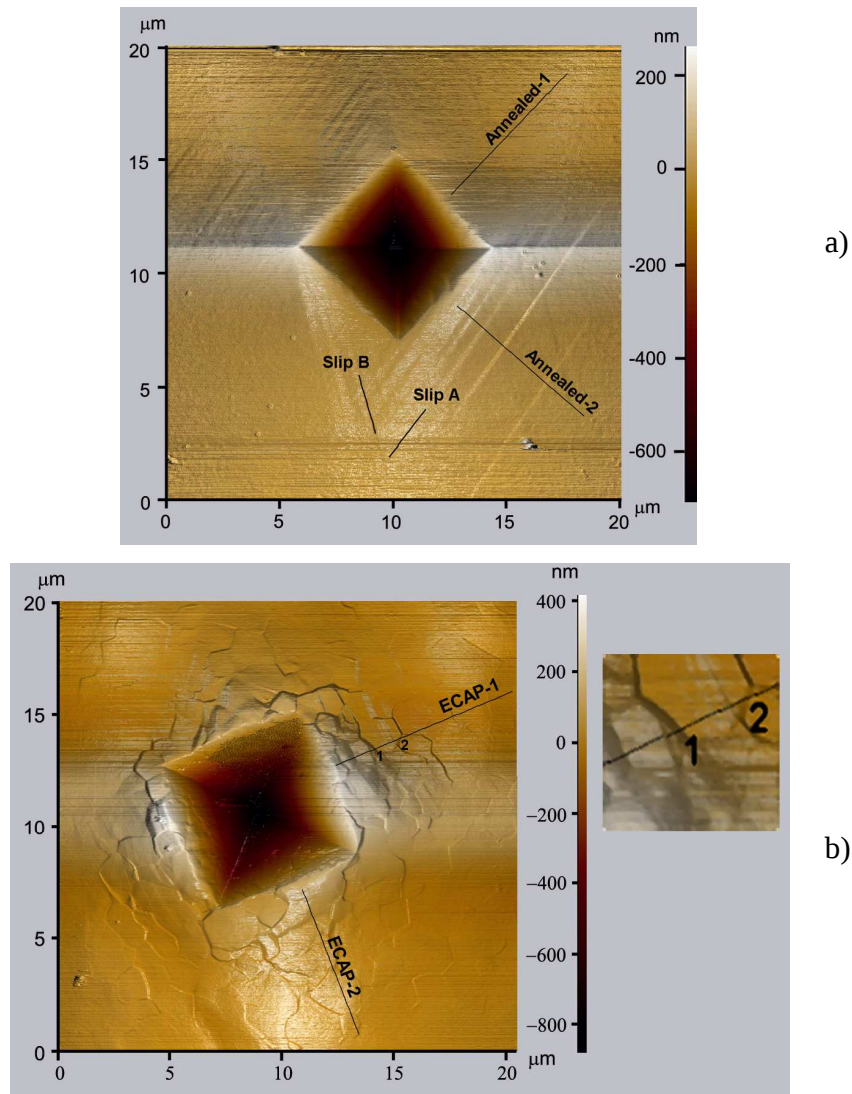


III.50. ábra: Az ultra-finomszemcsés Al plasztikus deformációjára jellemző aktiválási energia meghatározása az $\ln \sigma_{sat} - 1/T$ összefüggés alapján



A kapott eredmények azt mutatják, hogy amíg a magas hőmérsékletek tartományában a rácsdiffúzió (lásd a III.1. fejezetben), addig alacsony hőmérsékleteken inkább a szemcsehatár-diffúzió szabályozza a stacionárius kúszás folyamatát. Továbbá, a finomszemcsés anyagok esetében (pl. jelen esetben, az $\sim 1 \mu\text{m}$ szemcseméretű tiszta Al-ban) a szemcsehatárok szerepe – a szemcsehatár-csúszás – jelentőssé válik. Ebben a helyzetben nyilván a diszlokáció-sokszorozódás és diszlokáció-annihiláció dinamikus egyensúlyba kerül, és emellett lényeges szerepe van szemcsehatár-diffúciónak, egyezésben az I.4.1.2 pontban ismertetett, Ashby és Verrall által kidolgozott modellel [65]. A szemcsehatár-csúszással történő stacionárius folyás miatt érthető, hogy az anyag mikroszerkezete – dinamikusan – stabil marad. Ez az oka annak a korábban már említett kísérleti ténynek, hogy a tiszta Al könyöksajtolása során a mikroszerkezet már négyszeres átnyomás után állandósulttá válik, a további sajtolások során nem változik [116,117,122].

III.4.1.3. A szemcsehatár-csúszás atomi erőmikroszkópos (AFM) vizsgálata ultra-finomszemcsés Al-ban [S21-S24]



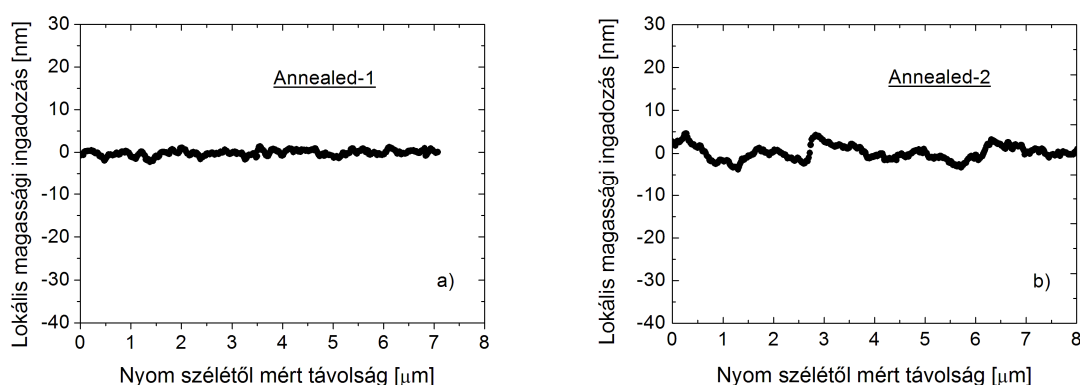
III.51. ábra: Az atomi erőmikroszkópos (AFM) felvételek az Vickers-indentációval deformált Al minták felületéről a) csak hőkezelt és b) telítésig könyöksajtolat mintá esetében.

A III.51. ábrán Al mintán mélységérzékeny benyomódási nyomok körül kialakult felületi morfológiák AFM képeit láthatjuk kilágyított (annealed, III.51a ábra), illetve 8 ECAP ciklussal deformált (III. 51b ábra) állapotban. A mintákat közel azonos mértékű, kb. $1\mu\text{m}$ -es mélységű

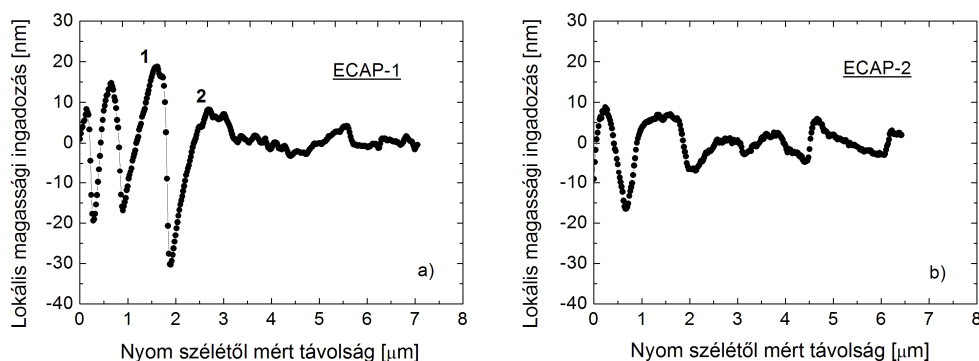
benyomódásig terheltük, ami hasonló méretű (kb. $7\mu\text{m}$ -es oldalú négyzet) benyomódási nyomot eredményezett mindkét mintán.

Az azonos mértékű deformációk ellenére minőségileg különböző jellegű felületi morfológia keletkezett a két mintán, ami eltérő deformációs mechanizmusokra utal. Jól látható a III.51a ábrán, hogy a kilágyított állapotú mintában a deformáció inhomogén módon történik, ahogy azt a benyomódási nyom körül terjedő csúszási sávok jelzik. Két különböző csúszási – **Slip A** és **Slip B** felirattal jelölt – mintázat indul a nyomtól kifelé, viszonylag messzire, kb. $20\mu\text{m}$ távolságra. Megfigyelhető, hogy a **Slip A** mintázatú csúszási sávok kifejezettebbek, mint a **Slip B** vonalak. Ezzel ellentétben a III.51b ábrán mutatott ECAP minta felületén látható nyom mind a négy szélé erőteljesen deformálódott, de a nyom körüli deformáció állapot csak viszonylag rövid távolságra terjed kifelé.

A fent említett minőségi különbségek szemléltetésére kvantitatív méréseket is végeztünk. Mind a két mintán kialakított nyom körül két egymásra merőleges irányban – az **Annealed-1** és **Annealed-2** jelzésű a III.51a ábrán, valamint **ECAP-1** és **ECAP-2** jelzésű a III.51b ábrán - felvettük a felületi magasság-profilt, azaz a $h_{\text{mért}}$ felület-magasságot a nyom szélétől mért x távolság függvényében. A felületi lokális változást elemezve mindegyik esetben a $h_{\text{mért}} - x$ adatokra illesztettem egy 9-edrendű polinomot, ami a globális ($h_{\text{globális}} - x$) profilt adja. Ennek ismeretében a deformáció jellegét jellemezni tudjuk a felület lokális változásával, a $(h_{\text{mért}} - h_{\text{globális}})$ különbséggel a benyomódási nyom környezetében.



III.52. ábra: A lokális magasság-profilok a Vickers-nyom körül a kilágyított Al minta esetében. A mérés a III.51a felvételen látható Annealed-1 és Annealed-2 jelzésű vonalak mentén történt.



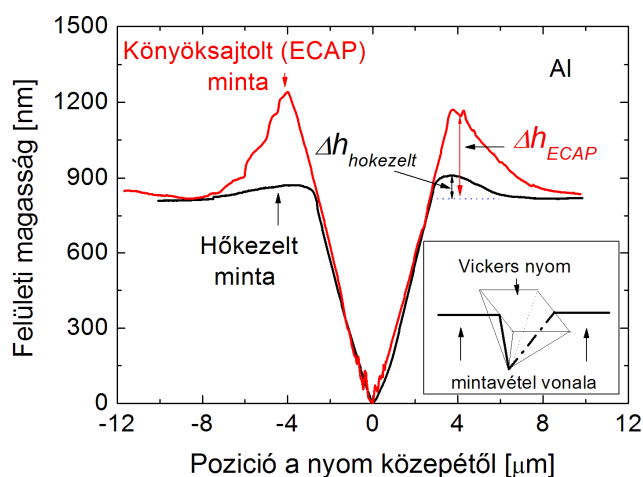
III.53. ábra: A lokális magasság-profilok a Vickers-nyom körül a könyöksajtolt, ultra-finomszemcsés Al minta esetében. A mérés a III.51b felvételen látható ECAP-1 és ECAP-2 jelzésű vonalak mentén történt.

Ezeknek a $(h_{\text{mért}} - h_{\text{globális}})$ lokális magasság-változásoknak az értékét a nyom szélétől mért x távolság függvényében láthatjuk a III.52., illetve III.53. ábrán, ahol az összehasonlítás céljából az adatokat azonos skálán tüntettem feltüntetve. A III.52. ábrán látható, hogy a kilágyított minta esetében felvett adatsor 5 nm -nél nem nagyobb, viszonylag nem szabályos ugrásokat tartalmaz, melyek a III.51a ábrán is látható csúszási sávoknak felelnek meg. Ezzel szemben az ECAP minta esetében (a III.53. ábrán) szabályosabb és nagyobb - 30 nm -es maximális kilengésű - ingadozások figyelhetők meg. Továbbá, a nagyobb kilengések közötti távolságok $1\text{ }\mu\text{m}$ körüliek, ami az ECAP minta szemcseméretének felel meg. Jól látható az is, hogy a nagy kilengések csak a nyom közelében fordulnak elő, gyorsan lecsengenek már $4\text{--}5\text{ }\mu\text{m}$ -es távolságra a nyom szélétől. Így, a kilágyított minta viselkedésével szemben, ahol a csúszási sávokkal történő deformáció viszonylag messzire terjed, az ECAP – finomszemcsés – minta esetében a deformáció inkább csak a nyomhoz közeli tartományban koncentrálódik.

A fent ismertetett megfigyelések alapján logikus, hogy az ECAP mintán észlelt nagy lokális magassági ingadozások (III. 53. ábra) abból származnak, hogy a benyomódás során a szomszédos kristályszemcsék egymáshoz képest mozognak, ami egyértelműen jelentős szemcsehatár-csúszásra utal a nyom közelében. Ennek szemléltetésére szeretném felhívni a figyelmet a III.51b ábrán látható **ECAP-1** vonal mentén található két - 1-es és 2-es számmal jelölt – szemcsehatárra, melyek az ábra jobb oldalán levő kis ábra-betétben nagyítva is láthatók. A

pontos helyük is fel van tüntetve a III. 53a ábrán. Ennek a két, szemléltetésre kiválasztott szemcsehatárnak a helyzete egyértelmű bizonyítéka az erős szemcsehatár-csúszás megjelenésének az ultra-finomszemcsés Al szobahőmérsékleti plasztikus deformációjában.

Felhasználva az AFM alkalmazásával viszonylag nagy pontossággal felvehető magasság-profilokat, a nyom körüli anyag-kitüremkedés (angolul: pile-up) is megvizsgálható. Ennek ismeretében pedig a szemcsehatár-csúszással járó deformációs járulék is becsülhető.



III.54. ábra: A Vickers-nyom középvonala mentén felvett magasság-profilok.

A becslés céljából a kilágyított és ECAP mintákon felvett magasság-profilokat együtt mutatom be a III.54. ábrán, ahol a jobb alsó sarokban levő ábra-betét mutatja a mintavétel útvonalát. Jelöljük az eredeti felületszinthez mért maximális magassági (függőleges) elmozdulásokat Δh_{ECAP} -val és $\Delta h_{hokezelt}$ -tel az ECAP, illetve a kilágyított minta esetében. A nyom körüli jelentős szemcsehatár-csúszás miatt $\Delta h_{ECAP} > \Delta h_{hokezelt}$. Ezekkel a mennyiségekkel a szemcsehatár-csúszásból származó ξ járulék a következő formulával becsülhető:

$$\xi(\%) = \frac{\Delta h_{ECAP} - \Delta h_{hokezelt}}{\Delta h_{ECAP}} \times 100. \quad (45)$$

A (45) formula használatához 5-5 benyomódási nyomot készítettem mind a két – kilágyított és ECAP – mintán. Az egymásra merőleges két irányban mérve 20-20 adatot kaptam a $\Delta h_{hokezelt}$ és Δh_{ECAP} mennyiségekre. A már említett $1\mu m$ benyomódási mélységig mérve a $\Delta h_{hokezelt}$ 50 és 90 nm között, Δh_{ECAP} pedig 150 és 370 nm között változik. A (45) egyenlettel

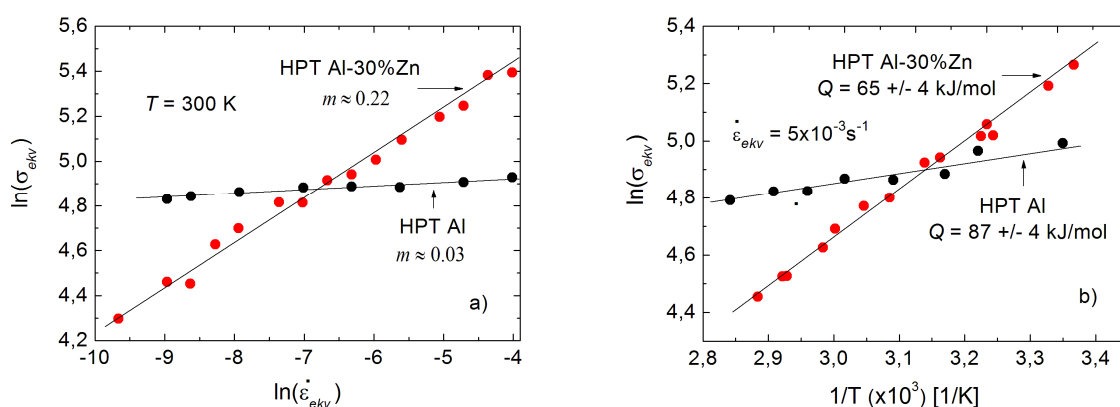
definiált ξ mennyiség minimális értékét kapjuk, ha legkisebb Δh_{ECAP} és legnagyobb $\Delta h_{hokezelt}$ adatokkal számolunk. Méréseim alapján így $\xi \approx 40\%$ adódott, ami jelentős szemcsehatár-csúszásból származó járulékot jelez a teljes deformációhoz az ultra-finomszemcsés anyagban. Ha az átlagos $\Delta h_{hokezelt}$ és Δh_{ECAP} mennyiségekkel alkalmazzuk a (45) egyenletet, akkor ξ elérheti a 70%-ot. Ezek az értékek megerősítik a szemcsehatár-csúszás fontos szerepét a plasztikus deformáció folyamatában, valamint azt a korábbi – irodalmi - feltételezést [153,154], hogy alacsony hőmérsékleteken, pl. szobahőmérsékleten is könnyen végbemehet a szemcsehatár-csúszás finomszemcsés anyagokban.

III.4.1.4. UFSz Al-30Zn ötvözet deformációs folyamatának jellemzése mélységérzékeny benyomódás-mérésekkel [S24-S28]

Az ultra-finomszemcsés (HPT) Al-30Zn ötvözet plasztikus jellemzőit, az m sebességérzékenységi tényezőt és a Q aktiválási energiát is mélységérzékeny benyomódás-mérésekből határoztam meg. A méréseket 2000 mN maximális erővel, 0.25 és 70 mN/s közötti v_l terhelési sebességgel, a (33) és (34) formulákkal számított 6.25×10^{-5} és $1.75 \times 10^{-2} s^{-1}$ közötti $\dot{\epsilon}_{ekv}$ ekvivalens deformáció-sebességgel végeztem. Ezekben a mérésekben a benyomódási nyom mérete kb. $50-100 \mu m$, amivel a nyomok legalább 5000 kristályszerkezetet fednek le. Így a megfigyelhető tulajdonságok makroszkopikusnak tekinthetők. A kapott H keménységértékekből a szokásos Tabor-féle formula alapján - $\sigma_{ekv} = H/3$ - számítjuk ki a σ_{ekv} ekvivalens folyás feszültséget. A benyomódási méréseket 293 K és 345 K között több hőmérsékleten is elvégeztük.

Az ultra-finomszemcsés HPT Al-30Zn ötvözet esetében, a HPT hatására kialakult stabil mikroszerkezetre tekintettel szintén kvázi-stacionárius folyamatokat feltételezhetünk a benyomódások során. Így, ez esetben is folytatva a III.1.5. fejezetben kifejtett gondolatmenetet, a (28) és (29) egyenletek alapján a deformáció folyamatára jellemző sebességérzékenységi tényező (m) és aktiválási energia (Q) meghatározhatóak kísérletileg az $\ln \sigma_{sat} - \ln \dot{\epsilon}$, valamint az $\ln \sigma_{sat} - 1/T$ adatokra illesztett egyenesek meredekségéből.

A III.55. ábra mutatja a kísérleti eredményeket. A III.55a ábrán a 293 K-en (szobahőmérsékleten) kapott σ_{ekv} értékeket láthatjuk az $\dot{\epsilon}_{ekv}$ deformáció-sebesség függvényében, dupla-logaritmus ábrázolásban. A (28) egyenlet alapján a HPT Al-30Zn ötvözetre kiértékelhető sebességérzékenységi tényező, m értéke meglepően nagy érték, kb. 0.22. A III.55b. ábrán pedig feltüntettem az $\dot{\epsilon}_{ekv} \approx 5 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ deformáció-sebesség mellett, különböző T hőmérsékletre kapott $\ln \sigma_{ekv}$ adatokat az $1/T$ függvényében. Az $\ln \sigma_{ekv} - 1/T$ egyenes meredekségéből – (29) egyenlet alapján – meglepően alacsony, $Q \approx 65 kJ/mol$ aktiválási energia becsülhető. Összehasonlítás céljából a HPT Al-ra is elvégeztük a benyomódási méréseket, melyeknek az eredményét szintén feltüntettem a III.55. ábrán. Látható, hogy a HPT Al-ra kapott adatok ($m \approx 0.03$ és $Q \approx 87 kJ/mol$) jó összhangban vannak az előző fejezetben ismertetett összenyomási mérések eredményeivel, ami a benyomódási mérések alkalmazhatóságát is megerősíti.



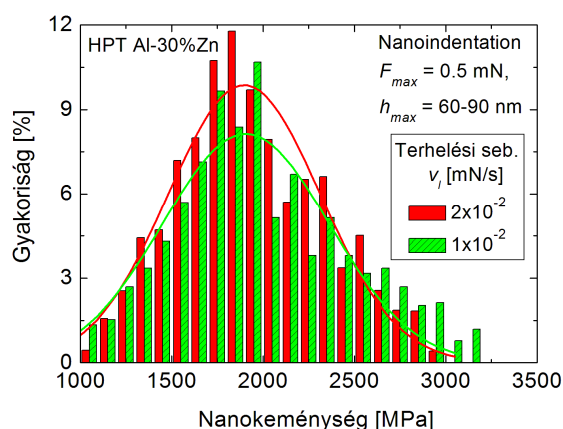
III.55. ábra: Az UFSz Al és Al-30%Zn ötvözet a) sebességérzékenységi tényezőjének és b) aktiválási energiájának meghatározása mélységérzékeny benyomódás-mérések alapján

Az UFSz Al-30Zn ötvözetre kapott nagy sebességérzékenységi tényező ($m \approx 0.22$) teljesen összhangban van az anyag nagy alakíthatóságával szobahőmérsékleten, ahol 150%-os megnyúlás is elérhető a mintán [S24]. A kísérletileg meghatározott aktiválási energia ($Q = 65 kJ/mol$) jóval kisebb, mint Al ($142 kJ/mol$) [7] vagy mint a Zn ($92 kJ/mol$) öndiffúziós aktiválási energiája [7], vagy a már említett szemcsehatár-menti ($84 kJ/mol$) diffúziós aktiválási energia Al-ban.

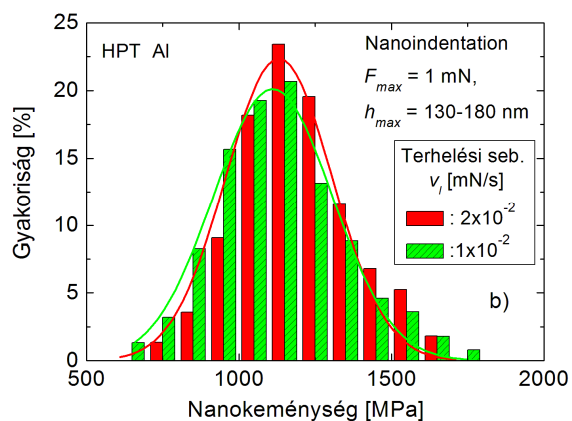
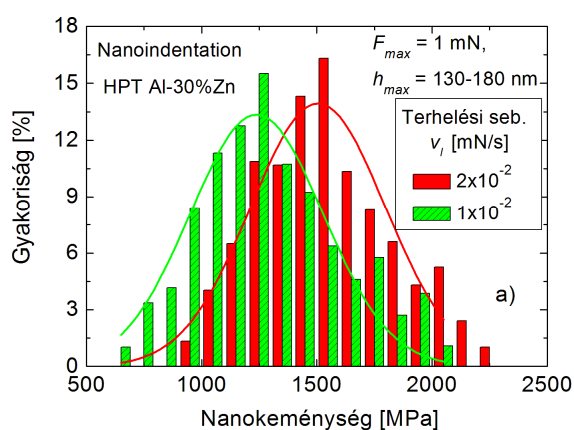
Emiatt feltételezhető, hogy ebben az UFSz ötvözetben nem az Al atomok diffúziója vagy Zn atomok öndiffúziója szabályozza az alakítási folyamatot. A kísérletileg kapott aktiválási energia értelmezéséhez a deformációs folyamat szobahőmérsékleti D diffúziós együtthatóját próbáltuk becsülni a szokásos $D = D_0 \cdot \exp(-Q/kT)$ formula alapján, ahol $Q = 65 \text{ kJ/mol}$, $T = 293 \text{ K}$ (és k a Boltzmann állandó). Mivel a szóban forgó Al-30Zn ötvözet esetében nincs semmi irodalmi adatunk a D_0 előtagról, így abból indultunk ki, hogy mivel a fent említett három folyamatra jellemző diffúziós együttható D_0 előtagja az $1.3 \cdot 10^{-5}$ és $1.7 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ közötti tartományba esik [7], nem tér el jelentősen egymástól, feltételezhetünk hasonló előtagot az UFG AlZn ötvözet esetében is. Ilyen feltételezéssel a szobahőmérsékleti folyamatra, viszonylag nagy, $1.2 \cdot 10^{-17}$ és $1.6 \cdot 10^{-16} \text{ m}^2/\text{s}$ között becsülhető D diffúziós együttható adódik az UFSz Al-30Zn ötvözetben. Ez az érték 2-3 nagyságrenddel nagyobb, mint az Al szemcsehatár-menti diffúzióra jellemző érték ($\sim 10^{-19} \text{ m}^2/\text{s}$). Az UFG Al-30Zn ötvözetre becsült diffúziós együttható közelebb áll a Zn atomok Al/Al szemcsehatár-menti ($\sim 10^{-15} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$) diffúziós együtthatójához [155,156], ami arra utal, hogy a finomszemcsés Al-30Zn ötvözetben a Zn atomok Al/Al szemcsehatár-menti diffúziója szabályozza a plasztikus deformáció folyamatát. Ezt a feltételezést alátámasztja a III.4.1.1. pontban említett mikroszerkezeti tény, hogy az UFSz Al-30Zn ötvözetben az Al/Al szemcsehatárok többsége nedvesítve van a Zn-gazdag rétegekkel. Az ilyen rétegekben levő Zn atomok viszonylag gyors diffúziója az Al/Al szemcsehatárok mentén nagymértékben elősegíti a szemcsehatár-csúszási folyamatot, könnyebbé téve képlékeny deformációt már szobahőmérsékleten is. Ugyancsak az előző pontban ismertetett, AFM mérések alapján végzett becslést követve, az UFSz Al-30Zn ötvözet esetében is jelentős, legalább 50-60%-os szemcsehatár-csúszási járulék várható a teljes plasztikus deformáció folyamatában [S24].

A szemcsehatárok szerepének vizsgálatára további nanoindentációs (nano-benyomódási) méréseket is végeztem különböző körülmények között. A 400-400 mérésből álló sorozatokat először nagyon kis maximális terheléssel, 0.5mN-nal végeztem, ami csak kisméretű – körülbelül az UFSz Al-30Zn ötvözet 300-400nm átlagos szemcseméretével összemérhető - benyomódási nyomot eredményez. Ebben az esetben egy-egy benyomódás legvalószínűbben egy-egy kristályszemcsét érint.

III.56. ábra: Az UFSz Al-30Zn mintán 0.5 mN maximális erővel, két különböző terhelési sebességgel végzett benyomódási mérésekből kapott nanokeményiségek eloszlása. A folytonos görbék a mérési adatok Gauss-féle illesztését jelzik.



A III.56. ábra mutatja az UFSz Al-30Zn mintán így végzett 400-400 mérés alapján kapott nanokeményiség-eloszlásokat két különböző v_l terhelési sebesség mellett. Jól látható, hogy a két spektrum alig különbözik, jelezve azt, hogy a terhelési sebességnek, és így a deformációsebességnek, nincs hatása a nanokeményiség-spektrumra. Ez az eredmény azt mutatja, hogy ha csak egy-egy egyedi szemcse van deformálva az UFSz Al-30Zn ötvözetben, akkor a nanokeményiség nem nagyon érzékeny a sebességre, a deformáció folyamat sebességérzékenységi tényezője nagyon kicsi.

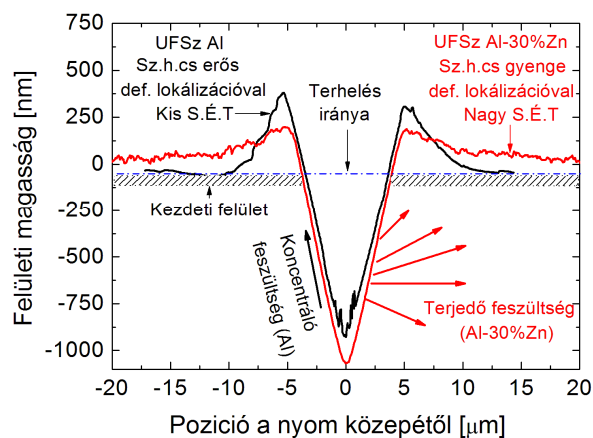


III.57. ábra: Az UFSz Al-30Zn (a) és Al (b) mintán 1 mN maximális erővel, két különböző terhelési sebességgel végzett benyomódási mérésekből kapott nanokeményiségek eloszlása. A folytonos görbék a mérési adatok Gauss-féle illesztését jelzik.

Növelve a maximális terhelést 1 mN-ra a benyomódási nyom mérete már kb. $1-1.5\mu\text{m}$, és egy ilyen nyom már 5-7 szemcséből álló csoportot fed le. A III.57. ábrán látható nanokeménység-spektrumok ilyen körülmények között készültek, mind a két vizsgált anyagon, HPT-Al-30Zn ötvözetén (III.57a ábrán) és HPT Al-on (III.57b ábrán). A kisebb terhelés esetéhez hasonlóan itt is két különböző v_i terhelési sebességgel végeztük a 400-400 mérésből álló sorozatokat. Jól látható, hogy az Al-30Zn ötvözet esetében (III.57a ábrán) két lényegesen különböző nanokeménység-spektrum adódik a két terhelési sebességre. Ez azt jelenti, hogy a kapott spektrum érzékeny a deformáció-sebességre. Ha a spektrumokra Gauss-féle görbét illesztünk, ennek a csúcstértékéből átszámított σ_{ekv} ekvivalens feszültséget, valamint az alkalmazott terhelési sebességből átszámított $\dot{\epsilon}_{ekv}$ ekvivalens deformáció-sebességet használva, az előző pontban említett, meglepően nagy sebességérzékenységi tényező, $m \approx 0.25$ értékelhető ki a nanobenyomódási mérésekből is. Ezek a mérések egyértelműen azt mutatják, hogy ha egy több szemcséből álló csoportot deformálunk plasztikusan az UFSz Al-30Zn ötvözetben, ahol a szemcsehatárok többségét Zn-dús réteg nedvesíti, akkor már jelentős lehet a szemcsehatárok - a szemcsehatár-csúszás - szerepe.

Az UFSz tiszta Al esetében, a III.57b ábrán látható mérési eredmények azt mutatják, hogy a két különböző sebesség mellett kapott spektrum szinte egybe esik, jelezve azt, hogy a terhelési sebességnek a nanokeménység-spektrumra való hatása gyakorlatilag elhanyagolható. Ez az eredmény is azt mutatja, hogy az UFSz tiszta Al sebességérzékenységi tényezője nagyon kicsit, ahogy azt már a korábban tárgyalt mikro-benyomódási és összenyomási méréseknél is láttuk.

III.58. ábra: Az UFSz Al és Al-30Zn mintákon kialakított Vickers-nyom középvonala mentén felvett magasságprofilok, kvalitatívan mutatva szemcsehatár-csúszás és sebességérzékenység közötti összefüggést



Az itt elmondottak alapján láttuk, hogy jelentős különbség van az UFSz tiszta Al és Al-30Zn ötvözet sebességérzékenységi tényezője között. A kis – $m \approx 0.03$ – sebességérzékenységi tényezőnek megfelelően az UFSz tiszta Al alakíthatósága szintén nagyon kicsi, 10%-os-nál kisebb megnyúlás érhető csak el egytengelyű nyújtás során. Az UFSz Al-30Zn ötvözet esetén a jóval nagyobb m (≈ 0.22) paraméterrel együtt 150% relatív megnyúlás is elérhető [S24]. Ilyen különbségek ellenére azt is láttuk, hogy mind a két UFSz anyagban a szemcsehatár-csúszás szerepe jelentős, 50-60%-kal járul hozzá a teljes deformáció folyamathoz. Az előző, III.4.1.3. pontban említettem, hogy az AFM alkalmazásával, a benyomódási nyom körül viszonylag nagy pontossággal felvehető magasság-profilokat használva, a nyom körüli anyag-kitüremkedés (pile-up) is megvizsgálható. A III.58. ábrán feltüntettem a két szóban forgó UFSz mintára jellemző magasság-profil (az egyik, a tiszta Al-on kapott profil már egy korábbi ábrán, a III.54. ábrán is látható volt). A két profil között jelentős különbség van. Míg az UFSz tiszta Al-on kapott görbe csak rövidtávú, közvetlenül a nyom szélén élesen kiemelkedő anyag-kitüremkedést mutat, addig az UFSz Al-30Zn ötvözet esetében inkább hosszútávú, kiterjedt kitüremkedés tapasztalható a nyom körül. A jelenség egyértelműen megmagyarázható a két anyag különböző sebességérzékenységeivel. A tiszta Al esetében a kis sebességérzékenység miatt a nyomófej által kifejtett nyíró feszültség lokalizálódik a nyomófej kis környezetében, kis kiterjedésű anyag-kitüremkedést eredményezve. Az Al-30Zn ötvözet benyomódásánál azonban, a viszonylag nagy sebességérzékenység miatt jobban kiterjed a nyomófej által kifejtett feszültség az anyagban, ami erősebben kiterjedő deformációt eredményez. Az I.3.1. pontban ismertetett sebességérzékenység jelentése alapján, a jelenséget szemléletesen egy nyújtott minta deformációs állapotával illusztrálhatnánk. A nyújtás során keletkező befűződés (nyakképződés) esetén továbbfejlődik a nyak, azaz a deformáció csak a nyak környezetére koncentrálódik, ha kicsi az anyag sebességérzékenysége. Ez a tiszta Al esete, ahol csak kis mértékű alakíthatóság tapasztalható. Ezzel szemben, ha nagy az anyag sebességérzékenysége, lelassul a nyakképződés, és ezzel együtt áttérjed a deformáció a minta többi részére is, növelve az anyag alakíthatóságát. Ez jellemzi az Al-30Zn ötvözetet, amelyen nagy, akár 150%-os megnyúlás is elérhető [S24].

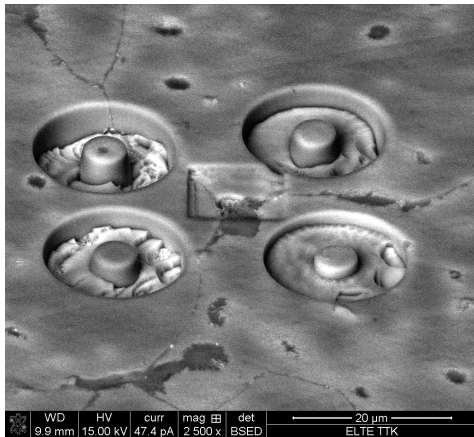
III.4.1.5. Az UFSz Al-30Zn ötvözetben végbemenő intenzív szemcsehatár-csúszás vizsgálata a mikrooszlopok összenyomásával [S26,S28]

Előző fejezetben láttuk, hogy az UFSz Al-30Zn ötvözetnek viszonylag nagy a szobahőmérsékleti diffúziós együtthatója és a sebességérzékenysége. Továbbá, jelentős a szemcsehatár-csúszás szerepe az anyag plasztikus deformációjában. Ezek a tulajdonságok együttesen vezetnek az UFSz Al-30Zn jó alakíthatóságához. Ebben a pontban egy újabb példát szeretnék bemutatni ennek az anyagnak a kivételes tulajdonságairól, egyben demonstrálva ilyen tulajdonságok gyakorlati jelentőségét is.

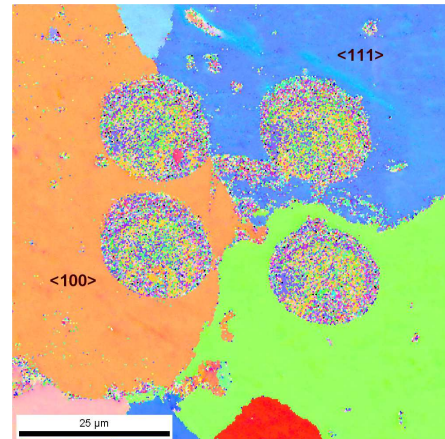
Mikrooszlopokat készítettünk és összenyomtunk az UFSz Al-30Zn minta felületén. Összehasonlítás céljából a kilagyított Al-30Zn anyagon is végeztünk ilyen méréseket.

A mikro-összenyomási méréseket $3\mu\text{m}$ átmérőjű és $10\mu\text{m}$ magasságú oszlopokon végeztük el. A oszlopokat polírozott mintafelületen a II.2.2. fejezetben ismertetett Quanta 3D berendezés SEM és FIB műveleteivel készítettük el. Maga a berendezés 30 kV feszültséggel működik. A FIB műveletet különböző áramerősségű Ga^+ ionnyalábbal végeztük. Az ionnyaláb esetleges károsító hatásának elkerülésére 3 lépésben történt a mintakészítés. Az első két lépésben ~ 15 és $\sim 1\text{nA}$ erősségű árammal durván kifaragtuk a mikrooszlopot ~ 6 , illetve $4.5\mu\text{m}$ -es átmérőjűre, majd jóval kisebb árammal, csak 0.1nA erősséggel lecsiszoltuk a végleges, $3\mu\text{m}$ -es átmérőre.

Megjegyzem, hogy mikronos méret ellenére az UFSz mintán faragott oszlopok polikristályos szerkezetűek a $300\text{--}400\text{nm}$ méretű szemcsékkal. Csak a kilagyított minta esetében, melynek durva, $60\text{--}70\mu\text{m}$ -es szemcséi vannak, készíthetők egykristályos oszlopok. A III.59. ábra, például, mutat egy SEM képet az oszlopokat készítő faragási (FIB) folyamatról a kilagyított Al-30Zn mintán. Négy oszlop készült a 3 különböző szemcséből (III.59a ábrán). A Quanta 3D berendezés visszaszórt elektrondiffrakció (EBSD) funkciójával meghatároztuk a szemcsék kristály-orientációját (III.59b ábrán).



a)

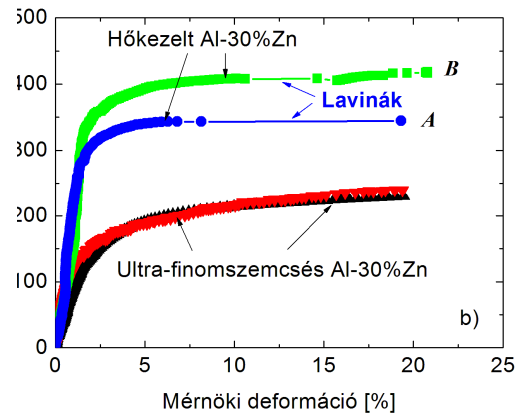
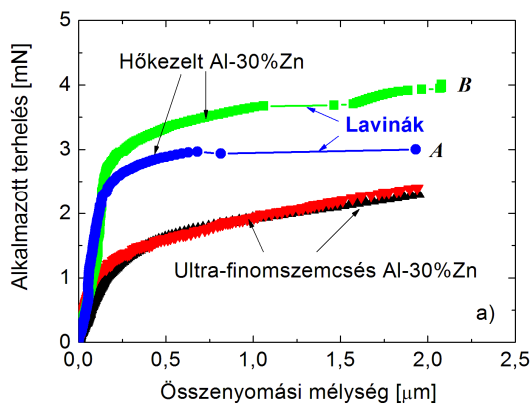


b)

III.59. ábra: SEM képek a mikrooszlopok készítése folyamatáról a kilagyított, durva-szemcsés Al30Zn minta felületén, mutatva a) a fókuszált ionsugaras megmunkálással (FIB művelettel) való faragás kezdetét és b) a készülő oszlopok EBSD módszerrel meghatározott orientációját. (Három különböző orientációjú nagy szemcse találkozása látható az EBSD kép közepén:

a bal oldali (narancssárgás) szemcse orientációja $\langle 100 \rangle$ közeli,

a jobb felső (kékes) szemcséé pedig $\langle 111 \rangle$ közeli).



III.60. ábra: A kilagyított, durvaszemcsés és az UFSz Al-30Zn mintákon kapott tipikus

a) összenyomási és b) feszültség-deformáció görbék.

Az A-val és B-vel jelölt oszlopok egykristályok, az $\langle 100 \rangle$, illetve $\langle 111 \rangle$ közeli orientációkkal (a III.59b ábrán bejelölt szemcséből faragva)

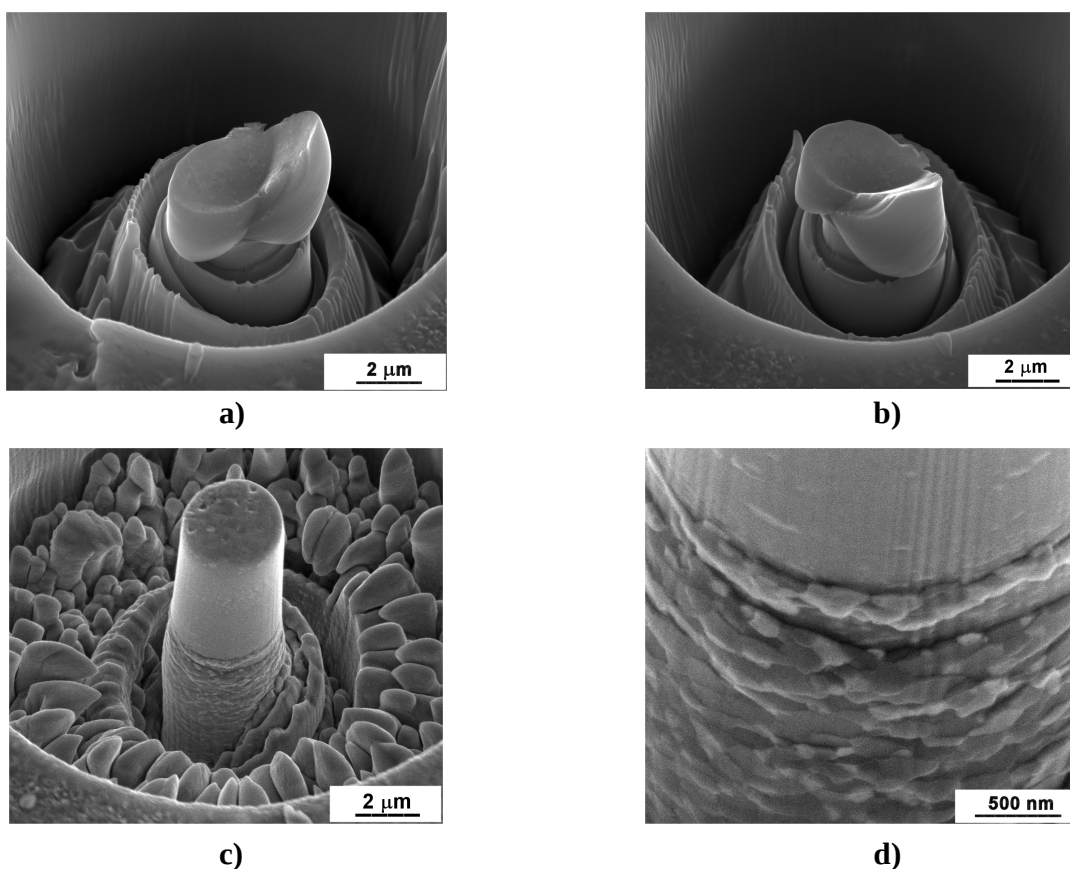
A mikrooszlopokat szobahőmérsékleten, a UMIS nanoindenterrel, egy gyémántból készült csonka kúp alakú nyomófej használatával nyomtuk össze. A méréseket 4mN maximális erőig, $v_l = 10^{-2} \text{ mNs}^{-1}$ terhelési sebességgel végeztük. Az esetleges nagy deformáció-lavina káros hatásának elkerülésére a nyomófej automatikusan leáll, ha a benyomódási mélység eléri a $2 \mu\text{m}$.

A III.60. ábra mutat néhány tipikus összenyomási görbét mind a két – kilággyított és UFSz – Al-30Zn mintán készített oszlopok esetében. A szokásos összenyomási folyamatokra tekintettel, nemcsak a terhelő erő-mélység ($F-h$) görbéket (III.60a ábra), hanem a kiszámított feszültség-deformáció ($\sigma-\varepsilon$) görbéket is (III.60b ábra) feltüntettem. Megjegyzem, hogy itt a csonka kúp alakú (nem hegyes, hanem lapított) nyomófej használatával összenyomást (és nem benyomódási méréseket) végeztünk. Így a III.60a ábrán látható erő-mélység (összenyomási) görbék nem olyanok, mint a III.3. fejezetben bemutatott erő-mélység (benyomódási) grafikonok. Továbbá, az egyszerűség kedvéért, a III.60b ábrán csak a mérnöki deformációt, a százalékos összenyomás értékét használtam.

A deformációt tekintve szembetűnő különbségek figyelhetők meg a két anyagból készített mikrooszlopok viselkedése között. A durvaszemcsés anyagból kifaragott egykristály oszlopok esetében jól látható deformáció-lavinák jellemzik a plasztikus deformációt (lásd az **A**-val és **B**-vel jelölt görbéket a III.60. ábrán). Ezzel ellentétben a finomszemcsés – polikristályos - oszlopok alakváltozása nagyon stabil, sima, lavinamentes folyamat. Az is kísérleti tapasztalat, hogy míg az egykristályos oszlopokat jellemző görbék viszonylag nagy, 30%-os eltérést is mutatnak, a finomszemcsés oszlopok görbéi lényegesen jobban reprodukálnak, 10%-nál kisebb szórással. Megjegyzem, hogy a jelen értekezés keretében csak a jelenség szintjén mutatom a III.60. ábrán a deformáció-lavinákat. A lavinák jelensége azonban komplex diszlokációmozgások következménye, ami általában jellemző a mikronméretű egykristályok plasztikus deformációjára [157-161]. A jelenség értelmezésére egész új tudományág, a nanomechanika született az elmúlt tíz évben. Gyakorlati szempontból nyilvánvaló, hogy a nagy deformáció-fluktuációk miatt, melyek katasztrofális töréshez vezethetnek, nehéz plasztikusan deformálni a mikronméretű egykristályos mintákat. Ilyen okok miatt a durva szemcsés anyagokból készült mikronméretű anyagot (pl. huzalt) nem célszerű használni a kisméretű alkatrészek készítésére.

A finomszemcsés – polikristályos - mikrooszlopok esetében tapasztalható sima deformáció görbék értelmezéséhez nyilvánvalóan a szemcsehatárok szerepét is figyelembe kell

venni. Ismeretes, hogy a szemcsehatárok akadályként is működhetnek a mozgó diszlokációk számára, de diszlokáció-források is lehetnek. Továbbá, ha a szemcsehatár-diffúzió elég gyors, jelentősen elősegítve a szemcsehatár-csúszást, akkor a deformáció elsősorban a szemcsehatárok mozgásával megy végbe. Ilyen kompenzáló hatások miatt deformáció-lavinák nem alakulnak ki a polikristályos mikrooszlopokban, és a sima folyás egyértelműen a szemcsehatárok hatásának tulajdonítható.



III.61. ábra: Az összenyomott mikrooszlopok felületi morfológiája a kilágyított, durva-szemcsés Al-30Zn minta esetében, egymáshoz képest 60°-os forgatott helyzetekben (a,b) és az ultra-finomszemcsés Al-30Zn minta esetében, két különböző nagyításban (c,d).

Az összenyomott oszlopok felületi morfológiájának SEM vizsgálata szintén lényeges különbségeket tár fel a kétféle oszlop között (III.61. ábra). Az egykristályos oszlopok esetében jól láthatók a maximális nyírófeszültség – a mintaoszlop irányához képest – közel 45°-os irányában

lokalizált deformációs sávok (III.61a és III.61b ábrán), melyek a III.60. ábrán mutatott **A**-val és **B**-vel jelölt görbéken észlelt lavinákat okozzák az összenyomás során. A III.61a és III.61b ábrák SEM képei az $\langle 100 \rangle$ orientációjú **A** oszlopról készültek két, egymáshoz képest 60° -kal eltérő helyzetből. Ez az oszlop nagyon drasztikusan omlott össze, igen nagy lavinát okozva az összenyomás görbén. Ezzel ellentétben, az UFSz szerkezetű mikrooszlopok esetében – a III.61c és III.61d ábrákon látható különböző nagyítással készült SEM képek alapján – semmi deformáció-lokalizáció vagy extrém csúszási sáv nem tapasztalható a minta felületén. Ezen kívül, a tapasztalt felületi morfológiák egyértelműen erős szemcsehatár-csúszásra utalnak a finomszemcsés oszlopokban. Jól látható, hogy a szemcsehatárok kompenzáló hatása átalakította a fent említett, kb. 45° -os irányban eső maximális nyírófeszültséget az egyedi finom szemcsék mozgásába úgy, hogy henger-szimmetrikus deformáció jött létre, ahogy a kisméretű szemcsékből álló gyűrűk körkörösén képződnek a mintaoszlop körül. A III.61c és III.61d ábrákon látható megfigyelések teljes összhangban vannak a III.60 ábrákon mutatott sima – lavinamentes – deformáció görbékkel. Az UFSz mikrooszlopok stabil deformációja egyrészt a szemcsehatár-csúszás mechanizmus előnyeit, másrészt pedig az UFSz anyagoknak a mikro-alkatrészekben való felhasználásának a lehetőségét is hangsúlyozza.

III.4.2. Hall-Petch-effektus az ultra-finomszemcsés lapcentrált köbös anyagok esetében [S23]

Korábban, az I.1.4.1. fejezetben említettem, hogy a (14) Hall-Petch-formula viszonylag jól működik az olyan polikristályos l.c.k. szerkezetű anyagok esetében, ahol a szemcseméret $1\mu\text{m}$ -nél nagyobb. Újabb vizsgálatok, azonban, azt mutatják, hogy szubmikrométer és annál kisebb szemcseméretek tartományában a (14) formula nem tartható fenn. Egyrészt a formulában szereplő K paraméter ellenmondásosan csökken a szubmikrométer tartományban [53-57], másrészt pedig kb. 20 nm szemcseméret alatt bekövetkezik az inverz Hall-Petch-effektus, amikor a (14) egyenlet már nem érvényes és a szemcseméret csökkenésével a folyáshatár is csökken, az anyag inkább egyre lágyabbá válik [55,57-61]. Ebben a pontban, a rendelkezésre álló – a 7. táblázatban összefoglalt - irodalmi és saját adatok alapján áttekintem az ultra-finomszemcsés l.c.k. fémekre vonatkozó σ_{sat} telítési feszültség és a d szemcseméret közötti összefüggést. A táblázatban feltüntetett anyagok telítésig voltak deformálva könyöksajtolással. Az adatok elemzéséhez

tekintsük még egyszer az I.1.4.1. fejezetben ismertetett I.3. ábrát, és a (13) egyenletben levő $\sigma_{\max}$ maximális feszültséget,

$$\sigma_{\max} = \frac{\pi(1-\nu)}{\mu b} \tau_r^2 d,$$

amelyet az egyik (**A**) szemcsében keletkező és a szemcsehatárnál feltorlódott (pile-up) diszlokációk a szomszédos (**B**) szemcsében eredményeznek. Képezzük ebből a formulából a nyírási modulussal normált feszültségek és a Burgers vektor nagyságával normált szemcseméret közötti összefüggést:

$$\frac{\sigma_{\max}}{\mu} = \pi(1-\nu) \left(\frac{d}{b} \right) \left(\frac{\tau_r}{\mu} \right)^2. \quad (46)$$

Tekintettel arra, hogy az l.c.k. fémek Poisson száma szinte azonos ($\nu \approx 1/3$), a (46) dimenziótalan összefüggés már alkalmas lehet a különböző l.c.k. fémek egységes vizsgálatára.

Fém, ötvözet	Szemcseméret, d [nm]	Telítési feszültség, σ_{sat} [MPa]
Al	1100 [116], 1300 [117]	120
Au	460 [113]	230
	490 [113]	245
Cu	420 [111], 500 [112]	385
Ni	200 [109], 300 [110]	1100
Al-1%Mg	450 [117]	230
Al-3%Mg	300 [117]	375

7. táblázat: Könyöksajtolással telítésig deformált lapcentrált köbös tiszta fémek és szilárd oldat ötvözetek d szemcsemérete és σ_{sat} telítési feszültsége

Induljunk ki abból, hogy nagy szemcsék esetében feltételezhető, hogy makroszkopikus plasztikus deformáció akkor figyelhető meg, ha a többszörös csúszás beindításához a $\sigma_{\max} / \mu$ normált húzófeszültség elér egy K_1 küszöb értéket, mellyel az effektív nyírófeszültség a

$$\frac{\tau_r}{\mu} = \sqrt{\frac{K_1}{\pi(1-\nu)}} \left(\frac{d}{b} \right)^{-1/2}. \quad (47)$$

összefüggéssel. Ez nem más, mint a Hall-Petch-összefüggés a normált feszültségre és a normált szemcseméretre vonatkozóan.

Nagyon kicsi ($d < 100 \text{ nm}$) szemcseméretetek esetében már csak egy [57,162], vagy legalábbis τ_r -től független, K_2 számú diszlokáció van átlagosan egy szemcsében, és így a szemcsehatárnál felterlódott diszlokációk száma, azaz a (11) egyenletben szereplő n értéke is K_2 lesz. Ez azt jelenti, hogy ebben az esetben – a (11) egyenlet alapján – a normált húzófeszültség és az effektív normált nyírófeszültség egyenesen arányos egymással:

$$\frac{\sigma_{\max}}{\mu} = K_2 \left(\frac{\tau_r}{\mu} \right). \quad (48)$$

A (46) és (48) egyenletekből adódik, hogy:

$$\frac{\tau_r}{\mu} = \frac{K_2}{\pi(1-\nu)} \left(\frac{d}{b} \right)^{-1}, \quad (49)$$

azaz a normált szemcseméret kitevője $-1/2$ értékről -1 -re csökken le, ha a nagy szemcsék tartományából a finom szemcsék tartományába térünk át.

Mivel a kísérleti tapasztalatok [57,162] azt mutatják, hogy széles szemcseméret-tartományban a fent említett szemcseméret-kitevő általában folyamatosan csökkenő tendenciát mutat a Hall-Petch-összefüggésben, indokolt feltételeznünk, hogy általában a normált húzófeszültség a normált effektív nyírófeszültség hatványával egyenesen arányos:

$$\frac{\sigma_{\max}}{\mu} = K_3 \left(\frac{\tau_r}{\mu} \right)^{\beta}, \quad (50)$$

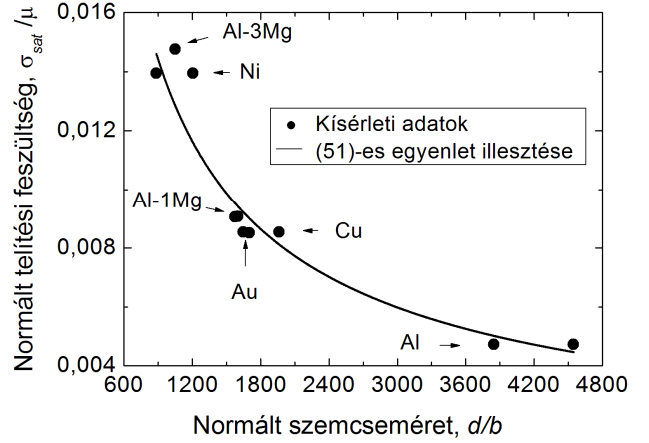
ahol K_3 és β szemcsemérettől függő állandók. Így, a nagy, $d > 1000 \text{ nm}$ szemcseméretetekre $K_3 = K_1$ és $\beta = 0$. Kis, $d < 100 \text{ nm}$ méretekre pedig $K_3 = K_2$ és $\beta = 1$. A középső mérettartományra, a szubmikrométeres méretekre, mint a 7. táblázatban is látható UFSz anyagok szemcseméretére, a β kitevő értéke a 0 és 1 között várható.

A (46) és (50) egyenletekből a szokásos σ folyáshatárt használva, az I.1.4.1. fejezetben ismertetett (14) Hall-Petch-összefüggés úgy módosul, hogy:

$$\frac{\sigma}{\mu} = \frac{\sigma_0}{\mu} + K^* \left(\frac{d}{b} \right)^\lambda, \quad (51)$$

ahol σ_0 az egykristály folyáshatára, K^* egy állandó, $\lambda = -1/(2 - \beta)$ és $-1/2 \geq \lambda \geq -1$.

III.62. ábra: Könyöksajtolással szemcsefinomított, UFSz lapcentrált köbös fémekre és szilárd oldat ötvözetekre jellemző σ_{sat}/μ normált feszültség és d/b normált szemcseméret közötti összefüggés



A könyöksajtolással telítésig deformált anyagok folyáshatára megegyezik a σ_{sat} telítési folyás feszültséggel. Így a 7. táblázatban összefoglalt tiszta fémekre és szilárd oldat állapotú Al-Mg ötvözetekre vonatkozó adatokat használva a III.62. ábra mutatja a megfelelő $\sigma_{sat}/\mu - d/b$ összefüggést, amelyre az (51) egyenletnek megfelelő legjobb illesztést $\lambda = -0.77$ értékkel kapjuk. Ez azt jelenti, hogy az UFSz l.c.k. fémekre és szilárd oldat állapotú ötvözetekre vonatkozó folyáshatár szemcseméret-függése egységesen leírható a következő módosított Hall-Petch összefüggéssel:

$$\frac{\sigma}{\mu} = \frac{\sigma_0}{\mu} + K^* \left(\frac{d}{b} \right)^{-0.77}. \quad (52)$$

Megjegyzem, hogy ebben az esetben az (50) egyenletben szereplő β paraméter értéke 0.70, ami szintén egy közbülső állapotot jelent a nagy szemcseméretekre jellemző $\beta = 0$ és kis szemcseméretekre vonatkozó $\beta = 1$ értékek között. Kvalitatívan feltételezhető, hogy a β paraméter értéke az aktiválható csúszási rendszerek átlagos számával kapcsolatos. Így, a nagy szemcseméretekre esetében működő többszörös csúszásokra $\beta = 0$, míg a kis szemcseméretekre jellemző inkább egyszeres csúszásra $\beta = 1$. Az UFSz szerkezetű anyagokra is feltehetően korlátozott számú csúszási rendszer működik, amelyre $\beta = 0.7$, a két szélső érték között adódik.

Ebben a témakörben is mélyebb vizsgálatokra van szükség szóban forgó (β, λ) paraméterek értékeinek értelmezéséhez. Az itt elmondottakkal kapcsolatosan a 8. táblázatban összefoglalom a különböző szemcseméret-tartományokra jellemző Hall-Petch-összefüggés főbb tulajdonságait.

<i>d</i> szemcseméret tartománya	Hall-Petch típusú tulajdonság $\frac{\sigma_y}{\mu} = c_1 + c_2 \left(\frac{d}{b} \right)^\lambda$
$d > 1000 \text{ nm}$, nagy szemcsék	$c_1 > 0$, $c_2 > 0$, $\lambda = -1/2$ (hagyományos)
$d \approx 100 \div 1000 \text{ nm}$, UFSz	$c_1 > 0$, $c_2 > 0$, $\lambda \approx -0.77$ ($-1 < \lambda < -1/2$)
$d \approx 10 \div 100 \text{ nm}$, nagyon finom szemcsék	$c_1 > 0$, $c_2 > 0$, $\lambda = -1$ [57,162]
$d < 10 \text{ nm}$, nanoméretű szemcsék	$c_2 < 0$ (inverz Hall-Petch) [57-61]

8. táblázat: A Hall-Petch típusú viselkedés különböző szemcseméret-tartományokban.

IV. A kutatási eredmények gyakorlati hasznosítása

A fémes anyagok képlékeny alakváltozásának leírására alkalmas hagyományos Hollomon és Voce-féle formulákat az anyagtudomány területén dolgozó kutatók mellett a mérnökök is gyakran alkalmazzák különböző becslésekben. Az értekezésem III.1. pontjában ismertetett új konstitutív egyenlet magában tartalmazza mindkét formula használatát, és így széles deformáció-tartományban, nagyobb pontossággal alkalmazható a mérnöki gyakorlatban. Ezzel együtt a nagymértékű deformációs – szemcsefinomító - eljárások gyakorlati alkalmazásában is hasznosítható az új konstitutív egyenlet.

A III.2. pontban tárgyalt, az ezüst különleges viselkedésével kapcsolatos új eredmények nemcsak az alapkutatás, hanem a gyakorlati felhasználás szempontjából is fontosak, mert a nagymértékű deformációs eljárások megfelelő alkalmazására hívják fel a figyelmet. Az alacsony rétegződési hibaenergiájú fémek mikroszerkezetének szobahőmérsékleti stabilitása csökkenhet extrém nagymértékben deformált állapotban, és ez befolyásolhatja az adott anyag szerkezeti anyagként való felhasználását. Ezért - a kapott eredmények alapján levonható következtetésként – fontos megfelelő, optimális deformáció mértéket alkalmazni az alacsony rétegződési hibaenergiájú, önlágyulásra hajlamos fémek esetében.

A III.3 pontban részletezett plasztikus instabilitással kapcsolatban érdemes azt kiemelni, hogy azért fontos a kritikus deformációt - kísérletileg és elméletileg is – tanulmányozni, mert a kritikus deformációnál egy minőségi változás áll be a képlékeny alakváltozás mechanizmusában, amikor egy sima stabil deformáció alakul át oszcillálóvá. Ipari szempontból, a termékek minősége - pl. a váratlan felületdurvulás - miatt igyekeznek elkerülni ezt a deformáció lokalizációval járó jelenséget és megmaradni a stabil deformáció-tartományában.

A III.4 pontban bemutatott eredmények is jelentősek a gyakorlati felhasználás szempontjából. Kimutattam, hogy a nagy deformációs fluktuációk miatt, melyek katasztrofális töréshez vezethetnek, nem célszerű a durva szemcsés anyagokból készült mikronméretű alkatrészt (pl. drótot) használni a mikrotechnológiai berendezések készítésében. Továbbá, az ultra-finomszemcsés mikrooszlopoknak a szemcsehatár-csúszással járó stabil deformációja egyrészt a szemcsehatár-csúszási mechanizmus előnyeit, másrészt pedig az ultra-finomszemcsés anyagoknak a mikro-berendezésekben való potenciális felhasználási lehetőségét is hangsúlyozza.

V. Az eredmények tézises összefoglalása

Lapcentrált köbös fémek és ötvözetek plasztikus tulajdonságait vizsgáltam. Kutatási célom egyrészt az alakváltozási folyamatok elemzése széles deformáció-tartományban, másrészt a plasztikus deformációt befolyásoló anyagi jellemzők - az oldott atomok, kiválások, szemcseméret, rétegződési hibaenergia – szerepének a tanulmányozása volt. Az alábbiakban tézispontokba szedve összefoglalom kutatásaim eredményeit.

1) Nagytisztaságú, polikristályos lapcentrált köbös fémek homogén deformációjára jellemző feszültség-deformáció ($\sigma - \varepsilon$) összefüggéseket vizsgálva új konstitutív egyenletet javasoltam, aminek érvényességét nemcsak kísérleti adatokkal, hanem a plasztikus deformáció alapvető mikro-mechanizmusain alapuló numerikus modell-számításokkal is alátámasztottam. Az új konstitutív egyenlet magában foglalja a hagyományos, gyakran használt Hollomon- és Voce-féle formulák főbb tulajdonságait, de azoknál pontosabb leírást ad széles deformáció-tartományban [S1-S4].

2) Az új konstitutív összefüggés alkalmas a stacionárius tartósfolyás (kúszás) leírására és jellemzésére. Megmutattam, hogy az új konstitutív egyenlet segítségével a deformáció folyamatára jellemző aktiválási energia és sebességérzékenységi tényező is meghatározható. Tiszta alumínium esetében, széles hőmérséklet-tartományban végzett mérések eredményeiből megállapítottam, hogy az új egyenlet alapján is megkülönböztethetők a kúszás szemcsehatár-diffúzióval, illetve rácsméret-diffúzióval jellemezhető alacsony és magas hőmérsékletű tartományai, melyekben a sebességérzékenységi tényezők is különbözőek. Az új egyenlet alkalmazásával kimutattam, hogy tiszta Al esetén a kúszás két hőmérséklet-tartományának határa $0.5T_m$ -nél található, ahol T_m az abszolút olvadáspont [S2-S4].

3) Tiszta ezüst mechanikai tulajdonságait széles deformáció-tartományban vizsgálva megállapítottam, hogy extrém nagy deformációt követően önlágyulás léphet fel, azaz a deformált mikroszerkezet nem stabil a szobahőmérsékleti tárolás során [S5-S10]. Az ezüstnek ezt a szokatlan – a többi vizsgált lapcentrált köbös fém viselkedésétől eltérő – tulajdonságát az extrém alacsony rétegződési hibaenergiájával indokoltam [S8,S9]. A közvetlenül a deformáció után

végzett mikroszerkezeti vizsgálatok szokatlanul nagy diszlokáció-sűrűséget mutattak, aminek oka, hogy az alacsony rétegződési hibaenergia miatt a parciális diszlokációk nagymértékben eltávolodnak egymástól, ezáltal jelentősen gátolva a diszlokációk annihilációhoz elengedhetetlen kúszó mozgását és keresztcsúszását. A nagy diszlokáció-sűrűség a deformáció alatt jelentős ikresedéshez, az alakítást követően pedig önlágyuláshoz vezet. Ezek az eredmények rámutatnak arra, hogy a nagymértékű deformációs eljárások alkalmazásánál nagyon fontos megfelelő, optimális deformáció mértéket alkalmazni az alacsony rétegződési hibaenergiájú, önlágyulásra hajlamos fémek esetében.

4) Nagytisztaságú polikristályos Al-on, kétkomponensű szilárd oldat Al-Mg modellötvözeteken, valamint nemesíthető Al-Zn-Mg ötvözeteken végzett mélység-érzékeny benyomódási (indentációs) mérések eredményeivel igazoltam, hogy a mérési módszer a plasztikus deformáció folyamatának nyomonkövetésére is alkalmas. Munkatársaimmal együtt a világon elsőként mi tanulmányoztuk a Portevin-Le Chatelier-féle plasztikus instabilitásokat benyomódás-mérésekkel, lehetővé téve több fontos tényező, mint pl. ötvözőkoncentráció vagy deformáció-sebesség függésének vizsgálatát is [S11-S15]. Ezzel ennek a korszerű vizsgálati módszernek egy újabb alkalmazását vezettük be. Ugyancsak a benyomódás-mérések segítségével, elsőként sikerült közvetlen kísérleti bizonyítékot adnom az ultra-finomszemcsés Al és ötvözetek szobahőmérsékleti deformációja során fellépő szemcsehatár-csúszásra [S21].

5) Al-Mg modellötvözeteken végzett benyomódás-mérések alapján kimutattam, hogy az ötvözetekben fellépő Portevin-Le Chatelier-instabilitásokra jellemző paraméterek erősen függenek a deformáció-sebességtől és az ötvöző-koncentrációtól [S11,S12]. Meghatároztam az Al-3Mg ötvözet esetében azt a felső deformáció-sebesség határt, ami fölött már nem lép fel szobahőmérsékleten plasztikus instabilitás. Megállapítottam továbbá, hogy plasztikus instabilitások csak egy C_0 kritikus Mg koncentráció fölött lépnek fel. Ennek a C_0 kritikus koncentrációnak az értékét kísérletileg meghatároztam és elméleti úton is értelmeztem [S13].

6) Kimutattam, hogy az ipari felhasználás szempontjából fontos, nemesíthető Al-Zn-Mg-(Cu) ötvözetekben fellépő plasztikus instabilitásokat az oldott ötvöző atomokon kívül a Guinier-

Preston (GP) zónák képződése is nagymértékben befolyásolja [S14-S17]. Így a plasztikus instabilitásokra jellemző paraméterek elemzése alapján - kvantitatív módon - is nyomon követhető az ötvözetekben lezajló kiválási folyamatok korai szakasza. Ennek alapján megállapítható, hogy a Cu adalék lelassítja a GP-zónák képződését a szétesés korai szakaszában. A kapott eredmények szerint a nemesíthető Al-ötvözetek deformációs szemcsefinomításánál az edzést követően minél hamarabb meg kell kezdeni a nagymértékű deformációs eljárást, hogy el lehessen kerülni a GP-zónák jelenlétében bekövetkező erős deformáció-lokalizációt, és ennek következményeként katasztrofális repedések kialakulását [S18,S19]. Megállapítottam továbbá azt is, hogy a túltelített szilárd oldat szétesése során fellépő Portevin-Le Chatelier-féle plasztikus instabilitás úgy is leírható, mint egy önszerveződő kritikus jelenség, aminek a mechanizmusa több más bonyolult rendszer esetében is megfigyelhető a természetben [S20].

7) Az ultra-finomszemcsés tiszta Al és Al-30Zn ötvözet plasztikus deformációjára jellemző sebességérzékenységi tényező és aktiválási energia elemzésével megállapítottam, hogy ezekben a finomszemcsés anyagokban a szobahőmérsékleti deformáció során is jelentős szerepe van a szemcsehatár-csúszásnak [S21-S28], amiről kísérleti bizonyítékokat is sikerült bemutatnom az indentációs mérések [S21-S25], illetve mikrooszlopokon végzett összenyomási mérések [S26,S28] segítségével. Kimutattam, hogy az ultra-finomszemcsés Al-30Zn ötvözet esetében a szemcsefinomítás során kialakult, Zn-ben gazdag réteggel nedvesített Al/Al szemcsehatároknak köszönhetően a szemcsehatár-csúszás mechanizmusa szokatlan nagy sebességérzékenységgel megy végbe, ami az anyag nagy alakíthatóságához vezet [S28].

8) Irodalmi és saját kísérleti adatok alapján javasoltam egy módosított Hall-Petch összefüggést, amellyel egységesen, jól leírható az ultra-finomszemcsés lapcentrált köbös fémek és szilárd oldat ötvözetek folyáshatárának szemcseméret-függése. Megmutattam, hogy a Hall-Petch-formula módosítását nem csak a kísérleti adatok, hanem elméleti megfontolások is indokolják. A módosított formulában szereplő, a szemcseméret-függést leíró tag hatványkitevőjének értéke a szemcséken belül aktiválható csúszási rendszerek átlagos számával kapcsolatos. A szemcseméret csökkenésével a többszörös csúszás helyett egyszeres csúszás lesz jellemző a szemcséken belüli plasztikus deformációra [S23].

Köszönetnyilvánítás

Hálás köszönettel tartozom az első tanszékvezetőmnek, Dr. Kovács István egyetemi tanárnak, aki lehetővé tette és folyamatosan, segítőkészen irányította kutatómunkámat elejétől kezdve, már a diákköri tevékenységtől a diplomamunka, az egyetemi doktori és a kandidátusi munkáig, melyek nélkül nem születhetett volna meg a jelen doktori értekezés.

Köszönöm Dr. Lendvai János egyetemi tanárnak és Dr. Gubicza Jenő egyetemi tanárnak szakmai tanácsait, segítőkész együttműködésüket a több éven át tartó munka során éppúgy, mint a jelen dolgozat kéziratának gondos átnézésében, javításában.

Megköszönöm a tanszékvezetőmnek, Dr. Groma István egyetemi tanárnak, aki a bizalmával és biztatásával mindig támogatott a munkámban, különösen ennek a dolgozatnak a megírásában.

Köszönettel tartozom jelen és volt közvetlen munkatársaimnak, Dr. Juhász Andrásnak, Dr. Vörös Györgynek, Dr. Ungár Tamás egyetemi tanárnak, Dr. Tichy Géza egyetemi tanárnak, Dr. Lábár Jánosnak, Dr. Illy Juditnak, Dr. Bérces Györgynek, Dr. Tasnádi Péter egyetemi tanárnak, Dr. Rajkovits Zsuzsának, Dr. Kovács Zsoltnak készséges segítségükért, amellyel egy-egy témán belül hatékonyan hozzájárultak ahhoz, hogy a kutató munkám eredményes legyen.

Szeretném kifejezni köszönetemet Szommer Péternek, Kovács Alajosnak, Varga Gábornak, akiknek hatékony segítségére mindig számíthattam a mérések előkészítésében, kivitelezésében, illetve kiértékelésében.

Köszönöm az ELTE Anyagfizikai Tanszék munkatársainak, hogy körükben barátságos és támogató légkörben dolgozhattam. Külön köszönöm szakmai együttműködésüket korábbi diákjaimnak, Csikor F. Ferencnek, Horváth Győzőnek és Csanádi Tamásnak.

Köszönetet mondok hazai és külföldi társszerzőimnek: Dr. Hegedűs Zoltánnak, Dr. Krállics Györgynek, Dr. Havancsák Károlynak, Prof. T. G. Langdon-nak, Prof. Z. Horita-nak, Prof. R. Z. Valiev-nek, Dr. C. Xu-nak, Dr. T. Czepe-nek, Dr. M.Y. Murashkin-nak, Dr. A. Kilmametov-nak, Dr. B. B. Straumal-nak, Dr. M. Kawasaki-nak és Dr. X. Sauvage-nek az eredményes együttműködésért.

A jelen értekezés több olyan kutatási eredményt is tartalmaz, melyek az Országos Tudományos Kutatási Alap (OTKA), a Bolyai János akadémiai, a Széchenyi István oktatási minisztériumi ösztöndíjak, az "Japan Society for the Promotion of Science -JSPS" japán, illetve az "Hungarian American Enterprise Scholarship Fund - HAESF" magyar-amerikai ösztöndíj-alapok által támogatott pályázatok keretében születtek. Ezeknek az alapoknak is köszönetet mondok a támogatásukért.

A disszertációhoz kapcsolódó saját publikációk jegyzéke

- S1. N. Q. Chinh, Gy. Horváth, Z. Horita and T. G. Langdon: A new constitutive relationship for the homogeneous deformation of metals over a wide range of strain, *Acta Mater.* **52** (2004) 3555-3562.
- S2. N. Q. Chinh, J. Illy, Z. Horita and T. G. Langdon: Using stress-strain relationships to define the low and high temperature plastic deformation regions in aluminum, *Mater. Sci. Eng A* **411** (2005) 234-238.
- S3. N. Q. Chinh, T. Csanádi, J. Gubicza, T.G. Langdon: Plastic behavior of fcc metals over a wide range of strain, *Acta Mater.* **58** (2010) 5015–5021.
- S4. T. Csanádi, N. Q. Chinh, J. Gubicza, Gy. Vörös, T. G. Langdon: Characterization of stress–strain relationships in Al over a wide range of testing temperatures, *Inter. J. Plasticity* (2014), <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijplas.2013.08.014>
- S5. J. Gubicza, N. Q. Chinh, J. L. Lábár, Z. Hegedűs, P. Szommer, G. Tichy, T. G. Langdon: Delayed microstructural recovery in silver processed by equal-channel angular pressing, *J. Mater. Sci.* **43** (2008) 5672-5676.
- S6. J. Gubicza, N. Q. Chinh, J. L. Lábár, G. Tichy, Z. Hegedűs, C. Xu, T. G. Langdon: Stability of microstructure in silver processed by severe plastic deformation, *Int. J. Mater. Res.* **100** (2009) 884-887.
- S7. J. Gubicza, N. Q. Chinh, J. L. Lábár, Z. Hegedűs, T. G. Langdon: Twinning and dislocation activity in silver processed by severe plastic deformation, *J. Mater. Sci.* **44** (2009) 1656–1660.
- S8. J. Gubicza, N. Q. Chinh, J. L. Lábár, Z. Hegedűs, T. G. Langdon: Unique features of ultrafine-grained microstructures in materials having low stacking fault energy, *Mater. Sci. Forum* **659** (2010) 171-176.
- S9. J. Gubicza, N. Q. Chinh, J. L. Lábár, Z. Hegedűs and T. G. Langdon, Principles of self-annealing in silver processed by equal-channel angular pressing: the significance of a very low stacking fault energy, *Mater. Sci. Eng. A.* **527** (2010) 752-760.
- S10. J. Gubicza, N. Q. Chinh, T. G. Langdon: Monitoring of self-annealing in ultrafine-grained silver by nanoindentation, *Nanosci. Nanotechnol. Lett.* **2** (2010) 294-297.
- S11. Gy. Bérces, N. Q. Chinh, A. Juhász and J. Lendvai: Kinetic analysis of plastic instabilities occurring in microhardness tests, *Acta Metall.* **46** (1998) 2029-2037.
- S12. Gy. Bérces, N. Q. Chinh, A. Juhász and J. Lendvai: Occurrence of plastic instabilities in dynamic micro-hardness testing, *J. Mat. Research* **13** (1998) 1411-1413.

- S13. N. Q. Chinh, F. Csikor, Zs. Kovács and J. Lendvai: Critical concentration of Mg addition for plastic instabilities in Al-Mg alloys, *J. Mat. Research* **15** (2000) 1037-1040.
- S14. N. Q. Chinh, Gy. Horváth, Zs. Kovács and J. Lendvai: Characterisation of plastic instability depth-load steps occurring in depth sensing indentation tests, *Mater. Sci. and Eng. A* **324** (2002) 219-224.
- S15. N. Q. Chinh, J. Gubicza, Zs. Kovács and J. Lendvai: Depth Sensing Indentation Tests in Studying Plastic Instabilities, *J. Mater. Res.* **19** (2004) 31-45.
- S16. N. Q. Chinh, J. Lendvai, D. H. Ping, and K. Hono, The effect of Cu on mechanical and precipitation properties of Al_Zn_Mg alloys. *J. All. Compd.* **378** (2004) 52-60.
- S17. N. Q. Chinh, Gy. Horváth, Zs. Kovács, A. Juhász, Gy. Bérces and J. Lendvai: Review on Kinematic and dynamic characterization of plastic instabilities occurring in nano- and microindentation tests, *Mater. Sci Eng. A* **409** (2005) 100-107.
- S18. N. Q. Chinh, J. Gubicza, T. Czeppe, J. Lendvai, C. Xu, Ruslan Z. Valiev and T. G. Langdon: Developing a strategy for the processing of age-hardenable alloys by ECAP at room temperature, *Mater. Sci. Eng. A* **516** (2009) 248-252.
- S19. N. Q. Chinh, J. Gubicza, T. Czeppe, J. Lendvai and T. G. Langdon: Processing Age-hardenable Alloys by Equal-Channel Angular Pressing at Room Temperature: Strategies and Advantages, *Materials Science Forum Vols.* **633-634** (2010) pp 527-534.
- S20. N. Q. Chinh, J. Gubicza, J. Lendvai, T. G. Langdon: Possible self-organized criticality in the Portevin - Le Chatelier effect during decomposition of solid solution alloys, *MRS Communications* **2** (2012) 1-4.
- S21. N. Q. Chinh, P. Szommer, Z. Horita and T. G. Langdon, Experimental evidence for grain boundary sliding in ultrafine-grained aluminum processed by severe plastic deformation, *Advanced Mater.* **18** (2006) 34-39.
- S22. N. Q. Chinh, P. Szommer, T. Csanádi and T. G. Langdon: Flow processes at low temperatures in ultrafine-grained aluminum, *Mater. Sci. Eng. A* **434** (2006) 326-334.
- S23. N. Q. Chinh, J. Gubicza and T. G. Langdon: Characteristics of Face-Centered Cubic Metals Processed by Equal-Channel Angular Pressing, *J. Mater. Sci* **42** (2007) 1594-1605.
- S24. R. Z. Valiev, M. Y. Murashkin, A. Kilmametov, B. B. Straumal, N. Q. Chinh, T. G. Langdon: Unusual super-ductility at room temperature in an ultrafine-grained aluminum alloy, *J Mater. Sci.* **45** (2010) 4718-4724.

- S25. N. Q. Chinh, T. Csanádi, J. Gubicza, R. Z. Valiev, B. B. Straumal, T. G. Langdon: The effect of grain-boundary sliding and strain rate sensitivity on the ductility of ultrafine-grained materials, *Mater. Sci. Forum* **667-669** (2011) 677-682.
- S26. N. Q. Chinh, T. Győri, R. Z. Valiev, P. Szommer, G. Varga, K. Havancsák, T. G. Langdon: Observations of unique plastic behavior in micro-pillars of an ultrafine-grained alloy, *MRS Communications* **2** (2012) 75-78.
- S27. N. Q. Chinh, T. Csanádi, T. Győri, R. Z. Valiev, B. B. Straumal, M. Kawasaki, T. G. Langdon: Strain rate sensitivity studies in an ultrafine-grained Al-30wt.% Zn alloy using micro- and nanoindentation, *Mater. Sci. Eng. A* **543** (2012) 117– 120.
- S28. N. Q. Chinh, R. Z. Valiev, X. Sauvage, G. Varga, K. Havancsák, M. Kawasaki, B. B. Straumal, T. G. Langdon: Grain boundary phenomena in an ultrafine-grained Al-Zn alloy with improved mechanical behavior for micro-devices, *Adv. Eng. Mater.* (2014) DOI: 10.1002/adem.201300450

Irodalomjegyzék

- [1] E. Voce, J Inst. Met. **74** (1948) 537.
- [2] A. H. Cottrell, „*Dislocations and Plastic Flow in Crystals*”, Clarendon Press, Oxford, UK (1953)
- [3] R. Z. Valiev, T. G. Langdon, Progress in Materials Science **51** (2006) 881.
- [4] T. G. Langdon, Mater. Sci. Eng. A **462** (2007) 3.
- [5] T. G. Langdon, Acta Mater. **61** (2013) 7035.
- [6] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, Prog. Mater. Sci. **45** (2000) 103.
- [7] H. J. Frost, M. F. Ashby, „*Deformation-Mechanism Maps: The plasticity and Creep of Metals and Ceramics*”, Pergamon Press, Oxford, UK (1982)
- [8] X. L. Wu, J. Narayan, Y. T. Zhu, Appl. Phys. Lett. **93** (2008) 031910.
- [9] N. Q. Chinh, P. Szommer, Z. Horita, T. G. Langdon, Adv. Mater. **18** (2006) 34.
- [10] U. F. Kocks, A. S. Argon, M. R. Ashby, Progress in Mater. Sci. **19** (1976) 52.
- [11] I. Kovács, Magyar Fizikai Folyóirat **28** (1980) 6.
- [12] I. Kovács, L. Zsoldos, „*Dislocations and Plastic Deformation*”, Akadémiai Kiadó, Budapest, (1973)
- [13] U. F. Kocks, H. Mecking, Progress in Mater. Sci. **48** (2003) 171.
- [14] Gy. Vörös, I. Kovács, Magyar Fizikai Folyóirat **29** (1981) 201.
- [15] T. Ungár, Magyar Fizikai Folyóirat **33** (1985) 353.
- [16] J. H. Hollomon, Trans. AIME **162** (1945) 268.
- [17] U. F. Kocks, Metall. Trans. **1** (1970) 1169.
- [18] I. Kovács, Def. Behav. Mater. **2** (1977) 211.
- [19] I. Kovács, J. Lendvai, T. Ungár, Zs. Rajkovits, Philos. Mag. A **48** (1983) 329.
- [20] Iwahashi Y, Horita Z, Nemoto M, Langdon TG. Metall Mater Trans A **29** (1998) 2503.
- [21] Komura S, Horita Z, Nemoto M, Langdon TG. J Mater Res **14** (1999) 4044.
- [22] Horita Z, Fujinami T, Nemoto M, Langdon TG. Metall Mater Trans A **31** (2000) 691.
- [23] H. Mecking, U. F. Kocks, Acta metall. **29** (1981) 1865-
- [24] U. F. Kocks and H. Mecking, „*Strength of Metals and Alloys*” (Eds. P. Haasen, V. Gerold and G. Kostorx), Pergamon Press, Oxford, UK (1979) 345.
- [25] Y. Estrin, H. Mecking, Acta Metall. **32** (1984) 57.

- [26] L. P. Kubin, Y. Estrin, Acta Metall. **38** (1990) 697.
- [27] F. Barlat, M. V. Glazov, J. C. Brem, D. J. Lege, Inter. J. Plast. **18** (2002) 919.
- [28] B. L. Hansen, I. J. Beyerlein, C. A. Bronkhorst, E. K. Cerreta, D. Dennis-Koller, Inter. J. Plast. **44** (2013) 129.
- [29] Y. Estrin, L. S. Tóth, A. Molinari, Y. Brechet, Acta Mater. **46** (1998) 5509.
- [30] F. Roters, D. Raabe, G. Gottstein, Acta Mater. **48** (2000) 4181.
- [31] L. S. Tóth, A. Molinari, Y. Estrin, J. Eng. Mater. Tech. **124** (2002) 71.
- [32] N. Bertin, L. Capolungo, I. J. Beyerlein, Inter. J. Plast. **49** (2013) 119.
- [33] H. Oikawa, T. G. Langdon, „*Creep Behaviour of Crystalline Solids*” (Eds. H. Wilshire and R. W. Evans), Pineridge Press, Swansea, UK (1985) 33.
- [34] W. Blum, B. Reppich, „*Creep Behaviour of Crystalline Solids*” (Eds. H. Wilshire and R. W. Evans), Pineridge Press, Swansea, UK (1985) 83.
- [35] P. Tasnádi, Magyar Fizikai Folyóirat **33** (1985) 463.
- [36] J. W. Edington, N. K. Melton, P. Cutler, Progress in Mater. Sci. **21** (1976) 63.
- [37] A. Juhász, N. Q. Chinh, P. Tasnádi, I. Kovács, T. Turmezey, J. Mater. Sci. **22** (1987) 137.
- [38] T. G. Langdon, J Mater Sci **44** (2009) 5998.
- [39] P. Yavari, T. G. langdon, Acta Metall. **30** (1982) 2181.
- [40] T. G. Langdon, Acta Mater. **61** (2013) 7035.
- [41] R. F. Coble, J. Appl. Phys. **34** (1963) 1679.
- [42] F. R. N. Nabarro, „*Report of Conference on Strength of Solids*”, The Physical Society, London (1948) 75.
- [43] C. Herring, J. Appl. Phys., **21** (1950) 437.
- [44] J. G. Harper, J. E. Dorn, Acta Metall. **5** (1957) 654.
- [45] J. G. Harper, L. A. Shepard, J. E. Dorn, Acta Metall. **6** (1958) 507.
- [46] R. W. Balluffi, Phys. Stat. Sol. **42** (1970) 11.
- [47] R. F. Canon, J. P. Stark, J. Appl. Phys., **40** (1969) 4361.
- [48] A. R. Wazzan, J. Appl. Phys., **36** (1965) 3596.
- [49] I. Kovács, Magyar Fizikai Folyóirat **33** (1985) 409.
- [50] I. Kovács, L. Zsoldos, „*Diszlokációk és képlékeny alakváltozás*”, Műszaki Könyvkiadó, Budapest (1965)

- [51] E.O. Hall, Proc. Phys. Soc. **64B** (1951) 747.
- [52] N.J. Petch, J. Iron Steel Inst. **173** (1953) 25.
- [53] G. W.Nieman, J. R. Weertman, R. W. Siegel, J Mater Res **6** (1991) 1012.
- [54] A. M. El-Sherik, U. Erb, G. Palumbo, K. T. Aust, Scripta Metall. Mater. **27** (1992) 1185.
- [55] J. R. Weertman Mater Sci Eng **A166** (1993) 161.
- [56] M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, R. Z. Valiev, T. G. Langdon Acta Metall **44** (1996) 4619.
- [57] M. A. Meyers, A. Mishra, D. J. Benson, JOM **58(4)** (2006) 41.
- [58] A.H. Chokshi, A. Rosen, J. Karch, H. Gleiter, Scripta Metall. Mater. **23** (1989) 1679.
- [59] K. Lu, W.D. Wei, J.T. Wang, Scripta Metall. Mater. **24** (1990) 2319.
- [60] X. D. Liu, Z. Q. Hu, B. Z. Ding Nanostruct Mater **2** (1992) 545
- [61] D.A. Konstantinidis, E.C. Aifantis, Nanostruct. Mater. **10** (1998) 1111.
- [62] T. G. Nieh, J. Wadsworth, Scripta Metall Mater **25** (1991) 955.
- [63] N. Wang, Z. Wang, K. T. Aust, U. Erb, Mater Sci Eng **A237** (1997) 150
- [64] V. Yamakov, D. Wolf, S. R. Phillpot, A. K. Mukherjee, H. Gleiter, Nature Mater. **3** (2004) 43
- [65] M. F. Ashby, R. A. Verral, Acta Metall. **21** (1973) 156.
- [66] T. Ungár and Gy. Honyek, Magyar Fizikai Folyóirat **29** (1981) 299.
- [67] T. Ungár, Magyar Fizikai Folyóirat **30** (1982) 2.
- [68] J. Lendvai, Magyar Fizikai Folyóirat **29** (1981) 329.
- [69] J. Lendvai, Magyar Fizikai Folyóirat **33** (1985) 393.
- [70] H. Löffler, I. Kovács, J. Lendvai, J. Mater. Sci. **18** (1983) 2215.
- [71] J. Lendvai, Mater. Sci. Forum **217–222** (1996) 43.
- [72] J. Friedel. Dislocations. Pergamon Press, New York, 1964
- [73] L. F. Mondolfo, Metall. Rev. **153** (1971) 95.
- [74] I. J. Polmear, “*Light Alloys*”, Metall. and Mater. Sci. Series, 3rd Edition, London (1995).
- [75] R. Labusch, Acta. Met. **20** (1972) 917.
- [76] F. R. N. Nabarro, Phil. Mag. **35** (1977) 613.
- [77] Gy. Horváth, N.Q. Chinh, J. Lendvai, J. Mater. Res. **20** (2005) 331.
- [78] Gy. Horváth, PhD disszertáció, ELTE TTK (2008)

- [79] A. Juhász, P. Tasnádi, I. Kovács, T. Ungár, J. Mater. Sci. **16** (1981) 367.
- [80] A. Juhász, I. Kovács, J. Lendvai, P. Tasnádi, J. Mater. Sci. **20** (1985) 624.
- [81] N. Q. Chinh, J. Lendvai, D. H. Ping K. Hono, J. Alloy. Compd. **378** (2004) 52.
- [82] A. Portevin and F. Le Chatelier, Compt. Rend. Acad. Sci. Paris **176** (1923) 507.
- [83] Gy. Bérces, Magyar Fizikai Folyóirat **33** (1985) 481.
- [84] E. Pink and A. Grinberg, Acta metall. **30** (1982) 2153.
- [85] L. P. Kubin, K. Chihab and Y. Estrin, Acta metall. **36** (1988) 2707.
- [86] P. G. McCormick, S. Venkadesan and C. P. Ling, Scripta Met. **29** (1993) 1159.
- [86] Gy. Horváth, N. Q. Chinh, J. Gubicza, J. Lendvai, Mater. Sci. Eng. A **445–446** (2007) 186.
- [88] P. G. McCormick, Scripta Met. **15** (1982) 441.
- [89] P. G. McCormick, Trans. Indian Inst. Metals **29**, 98 (1986).
- [90] K. Chihab, Y. Estrin, L. P. Kubin and J. Vergnol, Scripta Metall. **21**, 203 (1987).
- [91] Y. J. M. Bréchet, Key. Eng. Mat. **103** (1995) 21.
- [92] M. Lebyodkin, Y. Bréchet, Y. Estrin, and L. Kubin. Acta Mater. **44** (1996) 4531.
- [93] M. Lebyodkin, L. Dunin-barkowskii, Y. Bréchet, Y. Estrin, L. P. Kubin, Acta Mater. **48** (2000) 2529.
- [94] P. Hähner, A. Ziegenbein, E. Rizzi, and H. Neuhäuser, Phys. Rev. B, **65** (2002)
- [95] P. Penning, Acta metall. **20** (1972) 1169.
- [96] J. M. Carlson, J. S. Langer, Phys. Rev. Lett. **62** (1989) 2632.
- [97] N. Louat, Scripta. Metall. **15** (1981) 1167.
- [98] F. Springer and C. Schwink, Scr. Metall. Materialia **25** (1991) 2739.
- [99] A. H. Cottrell, Trans. Met. Soc. AIME **212** (1953) 192.
- [100] P. G. McCormick, Acta metall. **20**, 351 (1972).
- [101] A. van den Beukel, phys. stat. sol. (a) **30**, 197 (1975).
- [102] L. P. Kubin and Y. Estrin, Acta metall. **33**, 397 (1985).
- [103] F. Springer and C. Schwink, Scripta Metall. Mater. **32** (1995) 1771.
- [104] C. P. Ling and P. G. McCormick, Acta Metall. Mater. **38** (1990) 2631.
- [105] J. Balík, Mater. Sci. Eng. A **316** (2001) 102.
- [106] P. G. McCormick, Acta. Metall. Mater. **36** (1988) 3061.

- [107] P. Hähner, Acta Mater. **45** (1997) 3695.
- [108] T. Tabata, H. Fujita, and Y. Nakajima, Acta. Metall. Mater. **28** (1980) 795.
- [109] A. P. Zhilyaev, J. Gubicza, G. Nurislamova, Á. Révész, S. Surinnach, M. D. Baró, T. Ungár, Phys Stat Sol (a) **198** (2003) 263.
- [110] K. Neishi, Z. Horita, T. G. Langdon, Mater Sci Eng **A325** (2002) 54.
- [111] A. Vinogradov, T. Suyuki, S. Hashimoto, K. Kitagawa, A. Kuynetsov, S. Dobatkin, Mater. Sci. Forum **503–504** (2006) 971.
- [112] B. Hadzima, M. Janecek, R. J. Hellmig, Y. Kutnyakova, Y. Estrin, Mater. Sci. Forum **503–504** (2006) 883.
- [113] J. Gubicza, N.Q. Chinh, P. Szommer, A. Vinogradov, T.G. Langdon, Scripta Mater. **56** (2007) 947
- [114] J. Gubicza, N. Q. Chinh, J. L. Lábár, Z. Hegedűs, Ch. Xu, T. G. Langdon, Scripta Mater. **58** (2008) 775.
- [115] J. Gubicza, N. Q. Chinh, J. L. Lábár, Z. Hegedűs, P. Szommer, G. Tichy, T. G. Langdon, J. Mater. Sci. (2008) **43**:5672.
- [116] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto M, T. G. Langdon, Acta Mater. **46** (1998) 3317.
- [117] H. Hasegawa, S. Komura, A. Utsunomiya, Z. Horita , M. Furukawa, M. Nemoto M, T. G. Langdon, Mater. Sci. Eng. **A265** (1999) 188.
- [118] V. M. Segal, V. I. Reznikov, A. E. Drobyshevskij and V. I. Kopylov, Metally, **1** (1981) 115.
- [119] V. M. Segal V. I. Reznikov, V. I. Kopylov, D. A. Pavlik, V. F. Malyshev „Processes of plastic transformation of metals”, Minsk, Navuka i Teknika, (1984) p. 295.
- [120] V. V. Stolyarov, Y. T. Zhu, I. V. Alexandrov, T. C. Lowe, R. Z. Valiev, Mater. Sci. Eng. A **299** (2001) 59.
- [121] M. Kawasaki, R. B. Figueiredo, T. G. Langdon, Acta Mater. **59** (2011) 308.
- [122] S. D. Terhune, D. L. Swisher, K. Ohishi, Z.. Horita, T. G. Langdon, T. R. McNelley, Metall Mater Trans A **33** (2002) 2173.
- [123] T. Csanádi, PhD disszertáció, ELTE TTK (2015)
- [124] T. Csanádi, N. Q. Chinh, J. Gubicza, T. G. Langdon, Acta Mater. **59** (2011) 2385.
- [125] Z. Hegedűs, PhD disszertáció, ELTE TTK (2014)

- [126] Z. Hegedus, J. Gubicza, M. Kawasaki, N. Q. Chinh, Z. Fogarassy, T. G. Langdon, Mater. Sci. Eng. A **528** (2011) 8694.
- [127] Z. Hegedus, J. Gubicza, M. Kawasaki, N. Q. Chinh, Z. Fogarassy, T. G. Langdon, J. All. Comp. **536** (2012) 190.
- [128] Z. Hegedus, J. Gubicza, M. Kawasaki, N. Q. Chinh, Z. Fogarassy, K. Süvegh, T. G. Langdon, J. Mater. Sci. **47** (2012) 1675.
- [129] Z. Hegedus, J. Gubicza, M. Kawasaki, N. Q. Chinh, J. L. Lábár, T. G. Langdon, J. Mater. Sci. **48** (2013) 12.
- [130] Z. Hegedus, J. Gubicza, P. Szommer, N. Q. Chinh, Y. Huang, T. G. Langdon, J. Mater. Sci. **48** (2013) 7384.
- [131] L. Balogh, G. Ribarik, T. Ungar, J. Appl. Phys. **100** (2006) 023512.
- [132] J. Gubicza, MTA Doktori értekezés, ELTE Anyagfizikai Tanszék (2008)
- [133] P. Müllner, C. Solenthaler, Mater. Sci. Eng. A **230** (1997) 107.
- [134] J. B. Cohen and J. Weertman, Acta Metall. **11** (1963) 996
- [135] S. Mahajan and G.Y. Chin, Acta Metall. **21** (1973) 1353
- [136] A. S. Argon and W.C. Moffatt, Acta Metall. **29** (1981) 293
- [137] P. B. Escaig, J. de Physique **29** (1968) 225
- [138] J. P. Hirth, J. Lothe „*Theory of Dislocations*”, John Wiley, New York (1982)
- [139] D. H. Chung, W. R. Buessem „*Anisotropy of Single Crystal Refractory Compounds*” Eds: F.W. Vahldiek, S.A. Mersol, Vol. 2, Plenum Press, New York (1968)
- [140] M. S. Bobji, S. K. Biswas „*Recent Advances in Metallurgical Processes*” Edited: D. H. Sastry, E. S. Dwarakadasa, G. N. K. Iyengar, S. Subramanian, New Age Int. Publishers, New Delhi (1977)
- [141] W. H. Poisl, W. C. Oliver, B. D. Fabes, J. Mater. Res. **10** (1995) 2024.
- [142] R. Král, P. Lukác, Mater. Sci. Eng. A **234–236** (1997) 786.
- [143] L. J. Zheng, C. Q. Chen, T. T. Zhou, P. Y. Liu, M. G. Zeng, Mater. Char. **49** (2003) 455.
- [144] C. Y. Nam, J. H. Han, Y. H. Chung, M. C. Shin, Mater. Sci. Eng. A **347** (2003) 253.
- [145] Y. H. Zhao, X. Z. Liao, Z. Jin, R. Z. Valiev, Y. T. Zhu, Acta Mater. **52** (2004) 4589.
- [146] C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon, Acta Mater. **53** (2005) 749.

- [147] J. Gubicza, I. Schiller, N.Q. Chinh, J. Illy, Z. Horita, T.G. Langdon, Mater. Sci. Eng. A **460–461** (2007) 77.
- [148] M. Lebyodkin, Y. Brechet, Y. Estrin, L. P. Kubin, Phys. Rev. Lett. **74** (1995) 4758.
- [149] Y. Bougherira, D. Entemeyer, C. Fressengeas, N. P. Kobelev, T. A. Lebedkina, M. A. Lebyokin, J. Phys. (Conf. Ser.) **240** (2010) 012009.
- [150] B. Bak „*How Nature Works: The Science of Self-organized Criticality*” Copernicus, Springer-Verlag, New York (1996)
- [151] H. S. Kim, Y. Estrin, Appl. Phys. Lett. **79** (2001) 4115.
- [152] J. Chen, Y. N. Shi, K. Lu, J. Mater. Res. **20** (2005) 2955.
- [153] Y. M. Wang, E. Ma, M. W. Chen, Appl. Phys. Lett. **80** (2002) 2395.
- [154] R. Z. Valiev, Nat. Mater. **3** (2004) 511.
- [155] H. Mehrer „*Diffusion in Solid Metals and Alloys*”, Springer, Berlin (1990)
- [156] I. Kaur, W. Gust, L. Kosma „*Handbook of Interphase and Grain Boundary Diffusion*”, Ziegler Press, Stuttgart (1989)
- [157] D. M. Dimiduk, C. Woodward, R. LeSar, M. D. Uchic, Science **312** (2006) 1188.
- [158] F. F. Csikor, C. Motz, D. Weygand, M. Zaiser, S. Zapperi, Science **318** (2007) 251.
- [159] P. D. Ispánovity, I. Groma, G. Györgyi, F. F. Csikor, D. Weygand, Phys. Rev. Lett. **105** (2010) 085503.
- [160] J. R. Greer, J. T. M. De Hosson, Prog. Mater. Sci. **56** (2011) 654.
- [161] P. D. Ispánovity, A. Hegyi, I. Groma, G. Györgyi, K. Ratter, D. Weygand, Acta Mater. **61** (2013) 6234.
- [162] F. A. Mohamed, Y. Xun, Mater. Sci. Eng. A **354** (2003) 133.