

## Microstructure and texture effects generated during strengthening of hexagonal materials by plastic deformation in complex loading processes

**Jakub Kawałko**

### Streszczenie

Przedmiotem badań w przedstawionej pracy doktorskiej były materiały heksagonalne (tytan i cynk) ze zmodyfikowaną strukturą krystaliczną i teksturą, w wyniku zastosowania do obróbki tych materiałów technik intensywnego odkształcenia plastycznego. Zaawansowane właściwości mechaniczne materiałów metalicznych przetworzonych takimi technikami wynikają z wytwarzanej w nich struktury nano-, lub ultra-drobnokrystalicznej, w której zmodyfikowana struktura granic ziaren wpływa znacząco na zachowanie plastyczne tych materiałów.

Za główny cel w pracy przyjęto przeprowadzenie ilościowej analizy efektów strukturalnych i teksturowych powstających w wyniku przetwarzania prętów tytanowych trzema technikami (KoBo, ECAP oraz HE), pozwalającymi na wytwarzanie próbek zdeformowanych z dużym stopniem odkształcenia. Doboru technik przetwarzania dokonano w oparciu o możliwość uzyskiwania materiału w postaci prętów - co związane jest z aplikacyjnym aspektem pracy - zastosowaniem biogodnego tytanu o zmodyfikowanej strukturze i podniesionych właściwościach mechanicznych do produkcji nowej generacji implantów dentystycznych. W pracy wykorzystano techniki mikroskopii orientacji w skaningowym mikroskopie elektronowym do przygotowania ilościowego opisu mikrostruktury i tekstury odkształcanych materiałów w oparciu o lokalne pomiary orientacji krystalograficznej. Dzięki uzyskanym mapom EBSD przeprowadzono szczegółową analizę dotyczącą rozkładu wielkości ziaren uzyskiwanych w odkształcanych materiałach, analizę struktury granic dużego i małego kąta, analizę lokalnych dezorientacji, analizę deformacji sieci krystalicznej oraz analizę lokalnych zmian tekstury. Dodatkowo przeprowadzono analizę termiczną polegającą na badaniu zmian zachodzących w strukturze podczas ogrzewania próbek w eksperymentach in-situ połączonych z badaniami EBSD.

Stwierdzono, że najwyższą zdolność do produkcji wysoce rozdrobnionej struktury tytanu i tym samym największe umocnienie uzyskuje się dzięki wyciskaniu hydrostatycznemu co związane jest z niską temperaturą homologiczną, w której prowadzony jest proces wyciskania hydrostatycznego. KoBo charakteryzuje się zdolnością rozdrabniania struktury zbliżoną do metody ECAP w 8 przepustach drogą C, przy czym ta pierwsza metoda stosuje tylko jeden krok odkształcenia. Struktura uzyskiwana metodą KoBo - połączenie dużej gęstości granic dużego kąta ze stosunkowo niewielkim zagęszczeniem statystycznych defektów sieci, prowadzi do zwiększenia właściwości mechanicznych przy zachowaniu plastyczności, pozwalając na dalsze formowanie materiału w obróbce plastycznej na zimno.

Odształcony w metodzie KoBo cynk polikrystaliczny charakteryzuje się znacznym wzrostem właściwości mechanicznych, pomimo wysokiej temperatury homologicznej, w której prowadzono deformację i nieznacznym rozdrobnieniem struktury. Przeprowadzona analiza wskazuje na obecność znacznego nagromadzenia defektów struktury krystalicznej w szerokich obszarach wzdłuż granic ziaren. Obszary te zaobserwowane dzięki analizie spadków parametru jakości obrazu dyfrakcyjnego w metodzie EBSD, sugerujących występowanie w tych obszarach zdeformowanej i naprężonej sieci krystalicznej. Obszary te zajmują nawet 45% powierzchni przekroju struktury, podczas gdy wnętrza ziaren pozostają względnie nieodkształcone. Dwoisty „kompozytowy” charakter struktury naprężeń w próbce, uważany jest za przyczynę poprawy właściwości mechanicznych, ponad wartości wynikające z rozdrobnienia ziarna i tłumaczone relacją Halla-Petcha.

### **Abstract**

Subject of this thesis was connected with investigation of hexagonal materials (titanium and zinc) with modified microstructure and texture, after processing by severe plastic deformation techniques. Advanced mechanical properties of materials processed by those techniques results from nano- or ultra-fine grained structure in which modified grain boundary structure has significant impact on plastic behavior.

From the literature review one can conclude, that CP titanium with substantially refined crystal structure can be considered as viable alternative for commonly used, yet potentially harmful Ti-6Al-4V alloy in implant applications. One of the factors hindering application of nanocrystalline and ultra-fine grained titanium in biomedical industry can be connected with

relative difficulty of preparation of such modified microstructure in this metal. Methods that are most widely described in literature: ECAP and HE usually involve many steps of deformation processes, often connected with additional thermo-mechanical treatment.

In this work, microstructure of titanium deformed by the KoBo extrusion technique, which allows relatively high deformation in single process step, is discussed and compared with results obtained by ECAP and HE deformation. The utilization of orientation imaging microscopy methods was used for the first time, to compare quantitative and statistical features of titanium structure deformed by those three methods, in terms of description of microstructure morphology, grain boundary structure, and evaluation of crystal lattice deformation.

In addition, discrete orientation data is used to investigate local changes of texture in microscopic scale, by calculating pole figures and orientation distribution functions. Thermal stability of KoBo deformed titanium samples is investigated in terms of series of DSC analysis, resistive furnace annealing combined with hardness measurements, and EBSD in-situ heating experiments, allowing observation of changes of crystal lattice deformation, grain size and grain boundary density, as well as texture evolution. It is shown that highest grain refinement and thus highest level of strengthening is achievable by processing titanium by means of hydrostatic extrusion, which is connected with low homologous temperature of deformation in this process. KoBo has grain refinement capability of titanium comparable to deformation in 8 ECAP passes by route C, but in case of the former method only one step of deformation is used. Microstructure of titanium after KoBo deformation - increased density of high angle grain boundary and relatively low amount of statistically stored lattice defects, results in increased mechanical properties and maintained plasticity, allowing further shaping and strengthening in cold deformation processes.

Microstructure of polycrystalline zinc is also investigated as another example of hexagonal material after KoBo treatment, with relation to surprisingly high mechanical properties of this material after deformation, despite relatively low grain refinement due to high homologous temperature of deformation. New structural feature is observed and connected with accumulation of lattice defects in areas along grain boundaries, resulting in structure resembling composite material - mixture of thick and hard grain boundary network, combined with softer grain interiors with low concentration of lattice defects.

[Recenzja prof. K. Kowalczyk-Gajewskiej](#)

[Recenzja prof. J. Tarasiuka](#)