

**ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ**

DISERTAČNÍ PRÁCE

2020

Ing. Jan Palán

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: N2031 Strojní inženýrství

Studijní obor: 2303V015 Inženýrství speciálních technologií a materiálů

DISERTAČNÍ PRÁCE

Vývoj SPD technologií pro výrobu ultra až nano – jemnozrnných materiálů

Autor: **Ing. Jan Palán**

Školitel: **prof. Ing. Ján Džugan, Ph.D.**

Akademický rok 2020/2021

PROHLÁŠENÍ O AUTORSTVÍ

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě písemnou práci ke státní doktorské zkoušce, zpracovanou na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem předloženou práci na téma:

Vývoj SPD technologií pro výrobu ultra až nano – jemnozrnných materiálů

vypracoval samostatně, pod odborným dohledem školitele a s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který je součástí této práce.

V Plzni dne:.....

.....

Podpis autora

PODĚKOVÁNÍ

Především děkuji vedoucímu disertační práce prof. Ing. Jánů Džuganovi, Ph.D. za odborné rady, připomínky, čas a ochotu, kterou mi věnovali během řešení této práce.

Dále děkuji všem pracovníkům výzkumné organizace COMTES FHT a.s, kteří mi byli nápomocni a ochotně mi umožnili přístup k potřebným přístrojům a měřicím zařízením. Zvláště bych chtěl poděkovat Ing. Michalu Duchkovi, Ing. Kateřině Mertové a Miroslavovi Božíkovi z oddělení Metalurgických technologií.

ANOTACE

AUTOR	Příjmení (včetně titulů) Ing. Palán	Jméno Jan
STUDIJNÍ OBOR	Inženýrství speciálních technologií a materiálů	
VEDOUcí PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) prof. Ing. Džugan, Ph.D.	Jméno Jan
PRACOVIŠTĚ VEDOUcíHO	NOVÉ TECHNOLOGIE VÝZKUMNÉ CENTRUM	
DRUH PRÁCE	disertační	
NÁZEV PRÁCE	Vývoj SPD technologií pro výrobu ultra až nano – jemnozrnných materiálů	

Fakulta: Strojí

Katedra: Inženýrství speciálních technologií a materiálů

Rok odevzdání: 2020/2021

Počet stránek (A4 a ekvivalentů A4)

Celkem	149	Textová část	115	Grafická část	2
---------------	-----	---------------------	-----	----------------------	---

STRUČNÝ POPIS ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	<p>Disertační práce se zabývá vývojem SPD procesu umožňující kontinuální výrobu vysoko pevných titanových drátů s ultra až nano jemnozrnnou strukturou vhodných pro výrobu zubních implantátů. Vyvinutý proces se skládá z technologií Conform SPD a z rotačního kování za studena. Výsledná pevnost materiálu Ti Grade 2 byla po navrženém zpracování 1050 MPa. V případě Ti Grade 4 byla pevnost 1250 MPa. Uvedené meze pevnosti byly docíleny po jednom průchodu na Conform SPD zařízení a po rotačním kování po dosažené plošné redukci 89 %. Struktura polotovarů po zpracování byla tvořena zrný s velikostí pod 500 nm. Dosažená textura byla silně orientovaná, kdy bazální roviny 0001 byly orientovány paralelně se s axiální rovinou polotovaru. Z experimentálních polotovarů byly vyrobeny zubní implantáty. Tyto implantáty byly podrobeny klinickým zkouškám osteointegrace na miniprasetech. Klinické zkoušky potvrdily zvýšenou schopnost spojení nového implantátu s tkání o 9 %. Disertační práce popisuje procesní kroky a jejich vazbu na strukturní a mechanické vlastnosti. Vyvinutý technologický řetězec umožňuje implementaci</p>
---	---

	vysokopevných titanových drátů pro výrobu dentálních implantátů.
KLÍČOVÁ SLOVA	Conform, ECAP, nano, titan, implantát.

SUMMARY

AUTHOR	Surname (including of Degrees) Ing. Palán	Name Jan
FIELD OF STUDY	Engineering of Special Technologies and Materials	
SUPERVISOR	Surname (including of Degrees) prof. Ing. Džugan, Ph.D.	Name Jan
INSTITUTION	NEW TECHNOLOGIES RESEARCH CENTRE	
TYPE OF WORK	dissertation	
TITLE OF THE WORK	Development of SPD technologies for the production of ultra-fine to nano-grained materials	

Faculty: Mechanical Engineering

Department: Engineering of Special Technologies and Materials

Submitted in: 2020/2021

Number of pages (A4 a eq. A4)

Totally	149	Text part	115	Graphical part	2
----------------	-----	------------------	-----	-----------------------	---

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	<p>The dissertation thesis deals with the development of the SPD process enabling the continuous production of high-strength titanium wires with an ultrafine to nano grained structure. Such wires are intended for the production of dental implants. The developed process consists of Conform SPD technology and cold rotary swaging. The resulting ultimate strength was 1050 MPa for Ti Grade 2 after processing. In the case of Ti grade 4, the strength was 1250 MPa. The stated strength limits were achieved after one Conform SPD pass and after rotary swaging with achieved area reduction of 89%. Formed structure consist of grains with size below 500 nm. The achieved texture was strongly oriented as the basal planes 0001 were oriented parallel to the axial plane of the wire. At the last stage, dental implants were produced out of high strength wire in order to evaluate manufacturing feasibility and evaluate biocompatibility (Osteointegration). Biocompatibility clinical testing on minipigs confirmed increased connection between dental implant and tissue by 9 % in case of Ti Grade 4. In conclusion, the dissertation thesis describes the SPD process steps and their relation to structural and</p>
---	--

	mechanical properties. As a result, the developed technological chain enables the implementation of high-strength titanium wires for production of dental implants.
KEY WORDS	Conform, ECAP, nano, titanium, implant.

Obsah

Seznam obrázků	12
Seznam tabulek	18
Seznam zkratk	19
Úvod	20
1 Charakterizace titanu z hlediska tvářitelnosti a odpěňovacích pochodů.....	21
1.1 Plastická deformace komerčně čistého titanu	22
1.1.1 Skluzová deformace	22
1.1.2 Plastická deformace dvojčatěním	23
1.1.3 Deformační textura	25
1.1.4 Deformační zpevnění	28
1.2 Zpevnění materiálu hranicemi zrn	29
1.3 Rekrytalizace a zotavení	31
1.3.1 Statické zotavení	31
1.3.2 Statická rekrytalizace.....	33
1.3.3 Dynamické zotavení	35
1.3.4 Dynamická rekrytalizace.....	35
1.3.5 Postdynamická rekrytalizace	36
2 Charakteristika tváření titanu a jeho slitin	37
3 Intenzivní plastická deformace	39
3.1 Materiálový fenomén intenzivní plastické deformace	39
3.2 Vybrané vlastnosti ultra až nano jemnozrnných materiálů	40
3.2.1 Pevnost, mez kluzu a tažnost.....	41
3.2.2 Únava	42
3.3 Metoda přípravy ultra až nano – jemnozrnných materiálů	43
3.3.1 Technologie Conform.....	46
3.3.2 Rotační kování s velkým stupněm přetvoření.....	54
4 Zvolený postup experimentální části.....	56
4.1 Použité přístroje a příprava vzorků	59
4.2 Experimentální materiál	60
4.2.1 Komerčně čistý titan grade 2	60
4.2.2 Komerčně čistý titan grade 4	61
5 Strategie vývoje procesu Conform SPD	62
5.1 Rotační kování s vysokým stupněm přetvoření	64

5.2	Model numerické simulace procesu Conform SPD.....	65
5.2.1	Návrh a hodnocení geometrie nástrojů a jejich vliv na parametry procesu 66	
5.2.2	Namáhání abutmentu při procesu tváření	73
5.2.3	Point Tracking analýza	74
5.3	Experimentální tváření – Conform SPD.....	76
5.3.1	Geometrie A.....	76
5.3.2	Geometrie B – Ti Grade 2.....	78
5.3.3	Geometrie C – Ti Grade 2.....	79
5.3.4	Geometrie D – Ti Grade 2	80
5.4	Dílčí shrnutí kapitoly – Vývoj nástrojů a procesu	81
5.4.1	Značení vzorků – Geometrie nástrojů A	82
6	Hodnocení vlastností materiálu Ti Grade 2	84
6.1	Strukturní hodnocení	84
6.1.1	TEM hodnocení struktury	84
6.1.2	EBSD texturní hodnocení	90
6.1.3	Hodnocení textury a zbytkového napětí pomocí rentgenové difrakce	97
6.1.4	Světelná mikroskopie.....	99
6.2	Mechanické vlastnosti.....	101
6.2.1	Zkoušky tahem	101
6.2.2	Vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti	103
6.2.3	Únavové vlastnosti.....	106
7	Hodnocení vlastností materiálu Ti Grade 4	108
7.1	Strukturní hodnocení	108
7.1.1	TEM hodnocení struktury	108
7.1.2	EBSD texturní hodnocení	110
7.1.3	Světelná mikroskopie.....	112
7.2	Mechanické vlastnosti.....	114
7.2.1	Zkoušky tahem	114
7.2.2	Vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti	115
7.2.3	Únavové vlastnosti.....	116
8	Hodnocení biokompatibility	120
8.1	Proliferace osteoblastů	120
8.2	Hodnocení osteointegrace	121
9	Diskuze výsledků.....	125

10	Závěr.....	135
11	Zdroje	137
12	Přílohy	147

Seznam obrázků

Obr. 1 - a. Hexagonální těsně uspořádaná mřížka (α – fáze), b. Kubická objemově středěná mřížka (β - fáze) [6].....	21
Obr. 2 Pseudo fázový diagram ukazující vliv přidání prvků na fázové složení slitiny. Stabiliser – Stabilizátor, Near – myšleno jako pseudo [6].....	22
Obr. 3 Vliv skutečné deformace (redukce za studena) na působení deformačních mechanismů v čistém titanu při válcování za studena [16].	24
Obr. 4 Smykový pás vzniklý intenzivní deformací titanu při válcování za studena [16]. ..	24
Obr. 5 a. Tahové dvojčatění v HCP mřížce. b. Tlakové dvojčatění v HCP mřížce [5].....	25
Obr. 6 Poměr deformačních mechanismů a jejich charakter při tlakové zkoušce komerčně čistého titanu při různých teplotách. Temperature – Teplota, Ratio of strain due to twins to total strain – Poměr deformace zapříčiněný dvojčatěním ku celkové skutečné deformaci, Twins – deformační dvojčata [19].	25
Obr. 7 Vliv anizotropie vlastností na Youngův modul pružnosti pro válcovaných plech z Ti slitiny. Young's Modulus – Youngův Modul [6].....	26
Obr. 8 Bazální a transversální textura pro Ti slitiny včetně vyobrazení pólových obrazců pro soubor rovin (0002) [6].	26
Obr. 9 Vývoj textury pro válcování a pěchování při různých teplotách tváření (slitina Ti6Al4V) [6].....	27
Obr. 10 Vývoj textury pro komerčně čistý titan při válcování za studena pro soubor rovin (0002) [16].	27
Obr. 11 Křivky deformačního zpevnění. 1 - HCP mřížka, 2 - BFC mřížka, 3 - BCC mřížka [10].	28
Obr. 12 Závislost skutečného napětí na skutečné deformaci při jednoosé zkoušce tahem [29].	29
Obr. 13 Schéma zpevnění materiálu při různé velikosti zrna materiálu [37].	30
Obr. 14 Hall - Petchova závislost pro komerčně čistý Ti. Tensile yield strength – Mez kluzu [38].	31
Obr. 15 Různé fáze průběhu statického zotavení deformovaného kovu [6].....	32
Obr. 16 Uvolněné teplo ΔW a změna elektrického odporu $\Delta\rho$ při žíhání mědi 99,98% tažené s redukcí 54% při -195 °C (a) a 20 °C (b) [7].....	32
Obr. 17 Grafické vyjádření Avramiho rovnice [9].	33
Obr. 18 Kinetika rekrytalizace válcovaného titanu (60 % redukce) při teplotě 600°C. Fraction recrystalized – rekrytalizovaný podíl, Annealing time – čas žíhání, Rolled at 450°C – válcovaný při 450°, Rolled to 60% reduction at 25°C – válcovaný redukcí 60% při teplotě 25°C [5].	34
Obr. 19 Vliv teploty při postupném ohřevu na prodlužování vzorků z komerčně čistého titanu pro deformovaný a žíhaný stav. Annealed – žíhaný Ti, 1x conform-ed – jeden průchod zařízením Conform, Difference – rozdíl, Temperature - teplota [49].	34
Obr. 20 Hodnoty Z parametru pro válcování komerčně čistého titanu při různých teplotách. Recrystallized grain size – střední velikost rekrytalizovaných zrn, Reheating temperature – teplota ohřevu v kelvinech [19].	36
Obr. 21 Parametry ovlivňující proces kování Ti. Temperature – teplota, Time – čas, Forging – kování, Air cooling – ochlazení na vzduchu, Water Quenching – ochlazení ve vodě, Fan cooling – ochlazení vzduchem [6].	38

Obr. 22 Závislost velikosti zrna (a) a podíl vysokoúhlových hranic (b) na počtu průchodů. Average grain size – střední velikost zrna, Number of ECAP passes – počet průchodů metodou ECAP, Fraction of high angle grain boundaries – frakce vysokoúhlových hranic zrn [68].	40
Obr. 23 Substruktura CP Ti po zpracování pomocí HCP metody [61].	40
Obr. 24 Závislost tahového napětí na deformaci pro čisté žíhané železo a stav po tváření 4 a 8 průchody metodou ECAP [74].	41
Obr. 25 Tahové křivky pro měď po různém zpracování [36].	42
Obr. 26 Tahové křivky pro čistý titan před a po zpracování pomocí HPT [36].	42
Obr. 27 Porovnání S–N křivek UFG mědi a mědi s konvenční velikostí zrna [81].	43
Obr. 28 Schéma metody ECAP [82].	44
Obr. 29 Možnosti spojení protlačovacího kanálu: a) $\psi=0^\circ$; b) $\psi=\pi-\phi$; c) ψ je v intervalu od $\psi=0^\circ$ do $\pi-\phi$ [82].	44
Obr. 30 Vliv uhlů ϕ a ψ na ekvivalentní přetvoření ϵ (na skutečnou deformaci) [84].	45
Obr. 31 Schéma jednotlivých typů deformačních cest a jejich smykové roviny [61].	46
Obr. 32 (a) Schéma technologie Conform SPD, (b) schéma technologie ECAP – Conform. Asymmetric rolling – asymetrické válcování, Shear – smyk, Extrusion – protlačování, Roller – kladka, Wheel – kolo, Shoe - bota [90].	47
Obr. 33 Vyplňování komory materiálem v počátku procesu kontinuálního protlačování [94].	47
Obr. 34 Počáteční protlačování profilu při kontinuálním protlačování [95].	48
Obr. 35 Oblast napěchování materiálu v oblasti nad abutmentem [95].	48
Obr. 36 Porovnání velikosti skutečné deformace pro metodu Conform (a) a ECAP (b). Strain – Eff – skutečná deformace [94].	49
Obr. 37 Generace deformačního tepla při kontinuálním protlačování pásku. Temperature – Teplota [95].	49
Obr. 38 Vliv rychlosti protlačování na velikost zrna pro čistý titan. Average grain size – střední velikost zrna, Wheel Speed – rychlost kola [13].	50
Obr. 39 Vyznačení kontaktní plochy mezi kolem a polotovarem (grip length). Minimum operating clearance – minimální provozní vůle, Shoe – bota, Contact width x – kontaktní šířka, Die – průvlak, Shoe restraining force – přítlačník ústrojí, Primary grip length – primární kontaktní délka, Extrusion grip length – protlačovací kontaktní délka, Grooved wheel – tvářecí kolo s drážkou, Feedstock - polotovar [87].	51
Obr. 40 Vyznačení mezery mezi tvářecím kolem a abutmentem (flash gap). Workpiece – polotovar, Flash gap – mezera mezi kolem a abutmentem, Die Chamber Depth – délka tvářecí komory, Port height – výška komory, Die Height – výška uložení výstupního profilu, Die Chamber – tvářecí komora, Die – průvlak, Die size – průměr výstupního profilu, Die Holder – objímka průvlaku [13].	51
Obr. 41 Vyznačení kontaktních délek při procesu kontinuálního protlačování. Shoe – bota, Die – průvlak, Product – produkt, wheel - kolo [98].	52
Obr. 42 Závislost protlačovacího tlaku v oblasti napěchování polotovaru (Extrusion grip length) [98].	53
Obr. 43 Schéma rotačního kování kruhového polotovaru (1 – vnitřní rotující ústrojí, 2 – úderníky, 3 – kovadla, 4 – polotovar, 5 – trn, 7 – válečky, 8 – klec, 9 – označení vztyku mezi válečkem a úderníkem při redukci, 10 - uložení ústrojí) [99].	55
Obr. 44 Vývojový diagram experimentální části disertační práce.	58
Obr. 45 Výchozí struktura titanového polotovaru grade 2.	61
Obr. 46 Výchozí struktura titanového polotovaru grade 4.	61

Obr. 47 Srovnání toku reálného polotovaru (a) a numerické simulace (b) v oblasti komory.	62
Obr. 48 Schéma numerického modelu procesu Conform SPD.	63
Obr. 49 Tvar polotovaru po zatlačení přítlačnou kladkou do tvářecího kola.	63
Obr. 50 Zmapování toku materiálu v oblasti komory pomocí funkce Point Tracking a srovnání se reálným vzorkem.....	64
Obr. 51 Zařízení pro kontinuální protlačování BWE Conform 315i.	64
Obr. 52 Schéma rotačního kovacího stroje HMP 4-4.....	65
Obr. 53 Schémata návrhů geometrií nástrojů – Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D.....	67
Obr. 54 Rozložení rychlosti deformace v oblasti tvářecí komory pro jednotlivé varianty: Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D.....	68
Obr. 55 Rozložení skutečné deformace v oblasti tvářecí komory pro jednotlivé varianty: Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D.....	69
Obr. 56 Rozložení teploty v oblasti tvářecí komory pro jednotlivé varianty: Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D.....	70
Obr. 57 Rozložení rychlosti v oblasti tvářecí komory pro jednotlivé varianty: Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D, Tok vyjádřený pomocí bodů (Point Tracking) – E. ..	71
Obr. 58 Analýza poškození polotovaru (Damage): Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D.....	72
Obr. 59 Rozložení napětí pro analyzované varianty: Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D.....	73
Obr. 60 Rozložení napětí na abutmentu a průvlaku pro analyzované varianty: Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D.....	74
Obr. 61 Schéma analyzovaných bodů pro různé fáze procesu protlačování.....	74
Obr. 62 Vývoj parametrů tváření v závislosti na čase. A – Skutečná deformace, B – Teplota, C – Napětí, D – Strain Rate.	75
Obr. 63 Záznam experimentu s geometrií nástrojů A pro materiály Ti Grade 2 a Ti Grade 4.....	76
Obr. 64 a. Drážka tvářecího kola bez Coatingu, b. Drážka tvářecího kola s Coatingem. ..	77
Obr. 65 a. Vzorek odebraný z tvářecí komory, b. Podélný řez tvářeným polotovarem s detailem horní části polotovaru.	77
Obr. 66 Rozložení tvrdosti na příčném průřezu polotovaru Ti Grade 2: a. Vstupní polotovar, b. Po zpracování pomocí Conform SPD.	78
Obr. 67 A. Rozložení tvrdosti na příčném průřezu polotovaru Ti Grade 4 pro jeden až tři průchody.	78
Obr. 68 Záznam experimentu s geometrií nástrojů B.....	79
Obr. 69 a. Vyhodnocení vlivu geometrie nástrojů B na jakost povrchu. b. Rozložení tvrdosti na příčném průřezu.....	79
Obr. 70 Záznam experimentu s geometrií nástrojů C.....	80
Obr. 71 Vyhodnocení vlivu geometrie nástrojů C: a. na jakost povrchu b, a rozložení tvrdosti na příčném průřezu.....	80
Obr. 72 Záznam experimentu s geometrií nástrojů D.....	81
Obr. 73 Vyhodnocení vlivu geometrie nástrojů D: a, na jakost povrchu b, a rozložení tvrdosti na příčném průřezu. c. Stav povrchu polotovaru po zpracování pomocí geometrie nástrojů A, b, stav povrchu při použití nástrojů D.	81

Obr. 74 a. Schéma odběru vzorků po Conform SPD zpracování pro TEM. b. Ukázka plíšku pro odběr vzorku. c. Vyznačení souřadného systému pro EBSD analýzu.	85
Obr. 75 TEM snímky struktury a EBSD analýza vyznačených ploch po prvním průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 1). a. Střed, b.Okraj.	86
Obr. 76 TEM snímky struktury a EBSD analýza vyznačených ploch po druhém průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 2). a. Střed, b. Okraj.	86
Obr. 77 TEM snímky struktury a EBSD analýza vyznačených ploch po třetím průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 3). a. Střed, b. Okraj.	87
Obr. 78 Distribuce velikosti zrn po zpracování na Conform SPD. a. První průchod (Vzorek: Ti Gr2 CON 1), b. Druhý průchod (Vzorek: Ti Gr2 CON 2), c. Třetí průchod (Vzorek: Ti Gr2 CON 3).....	88
Obr. 79 TEM snímky struktury a EBSD analýza vyznačených ploch po zpracování pomocí Conform SPD a rotačního kování. a.. 1x průchod Conform SPD + Rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 1 + RK), b. 2x průchody Conform SPD + Rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 2 + RK), c. 3x průchody Conform SPD + Rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 3 + RK).	89
Obr. 80 TEM snímky substruktury po zpracování pomocí Conform SPD a rotačního kování. a. 1x průchod Conform SPD + Rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 1 + RK), b. 2x průchody Conform SPD + Rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 2 + RK), c. 3x průchody Conform SPD + Rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 3 + RK).....	89
Obr. 81 Schéma odběru vzorků pro texturní zkoumání pomocí metody EBSD.	90
Obr. 82. EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn), velikosti zrn a hodnocení charakteru hranic zrn pro výchozí stav materiálu (Vzorek: Ti Gr2 Ti Grade 2). a. Střed, b. Okraj.	91
Obr. 83 EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn), velikosti zrn a hodnocení charakteru hranic zrn po prvním průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 1). a. Okraj, b. Střed, c. Okraj.	92
Obr. 84 EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn), velikosti zrn a hodnocení charakteru hranic zrn po druhém průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 2). a. Okraj, b. Střed, c. Okraj.	93
Obr. 85 EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn), velikosti zrn a hodnocení charakteru hranic zrn po třetím průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 3). a. Okraj, b. Střed, c. Okraj.	95
Obr. 86 EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn) a textury (pólové obrazce) po: a. Jeden průchod zařízením Conform SPD + rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 1 + RK), b. Tři průchody zařízením Conform SPD + rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 3 + RK).	96
Obr. 87. Radiální profily difraktogramu. A – Standart pro Ti Grade 2, B – Ti Grade 2, C – Proložené profily pro jeden až tři průchody Conformem (Vzorky: CON 1, CON 2, CON 3), D – Profily po jednom průchodu Conformem a rotačním kování (Vzorek: CON 1 + RK).	98
Obr. 88. Snímky rotačně kovaných vzorků Ti Grade 2 v podélném a v příčném řezu pro různé redukce. a. Redukce 8 mm, příčný řez vzorkem. b. Redukce 8 mm, podélný řez vzorkem. c. Redukce 3,28 mm, příčný řez vzorkem. d. Redukce 3,28 mm, podélný řez vzorkem.	100
Obr. 89. Makrosnímek rotačně kovaného drátu po jednom průchodu Conform SPD a po rotačním kování s detailem středové oblasti pro materiál Ti Grade 2. Rozložení tvrdosti na příčném průřezu rotačně kovaného drátu.	101
Obr. 90 Výsledky tahových zkoušek materiálu Ti Grade 2 ve vazbě na počet průchodů zařízením Conform SPD.	102

Obr. 91 Výsledky tahových zkoušek materiálu Ti Grade 2. a. Po jednom průchodu na Conform SPD a po postupných redukcích na rotační kovačce (Vzorek: Ti Gr2 CON 1 + RK). b. Po třech průchodech na Conform SPD a po postupných redukcích na rotační kovačce (Vzorek: Ti Gr2 CON 3 + RK).	103
Obr. 92 Výsledky tahových zkoušek výchozího stavu drátu z Ti Grade 2 po postupných redukcích na rotační kovačce (Vzorek: RK).	103
Obr. 93 Dilatometrická analýza. Závislost mezi prodloužením a postupným ohřevem vzorků.	104
Obr. 94 Vliv režimu tepelného zpracování na tvrdost HV10 pro vzorky po Conform SPD a po rotačním kování.....	105
Obr. 95 Vliv tepelného zpracování na vlastnosti ultra až nano jemnozrnného Ti Garde 2. a. Vliv výdrže při teplotě 250 °C na mechanické vlastnosti polotovaru. b. Vliv výdrže při teplotě 300 °C na mechanické vlastnosti polotovaru.....	106
Obr. 96 S – N křivka pro vzorky po jednom průchodu Conform SPD, po rotačním kování a po tepelném zpracování (Vzorek: CON 1 + RK + TZ).	107
Obr. 97 Snímky porušení únavových vzorků pro stav Ti Gr2 CON 1 + RK + TZ. a. Vzorek 1: Napětí - 453 MPa, Počet cyklů do porušení - 1050000. b. Vzorek 2: Napětí – 407 MPa, Počet cyklů do porušení – 9490000.	107
Obr. 98 TEM snímky struktury materiálu Ti Grade 4 po zpracování na Conform SPD. a. První průchod (Ti Gr4 CON 1), b. Druhý průchod (Ti Gr4 CON 2), c. Třetí průchod (Ti Gr4 CON 3).....	109
Obr. 99 Hodnocení střední velikosti zrna v závislosti na počtu průchodů zařízením Conform SPD pro materiál Ti Grade 4.	109
Obr. 100 TEM snímky struktury po jednom průchodu Conform SPD a po rotačním kování (Ti Gr4 CON 1 + RK). a. a b. Příčný směr, c. a d. Podélný směr.	110
Obr. 101. EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn) pro výchozí stav materiálu (Vzorek: Ti Grade 4).....	110
Obr. 102 EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn) po zpracování pomocí Conform SPD. a. Jeden průchod (Vzorek: Ti Gr4 CON 1), b. Dva průchody (Vzorek: Ti Gr4 CON 2), C. Tři průchody (Vzorek: Ti Gr4 CON 3).....	111
Obr. 103 EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn) a textury (pólové obrazce) po jednom průchodu zařízením Conform SPD a po rotačním kování (Vzorek: Ti Gr 4CON 1 + RK).	112
Obr. 104. Snímky rotačně kovaných vzorků z Ti Grade 4 v podélném a v příčném řezu pro různé redukce. a. Redukce na 8 mm, příčný řez vzorkem. b. Redukce na 8 mm, podélný řez vzorkem. c. Redukce na 3,28 mm, příčný řez vzorkem. d. Redukce na 3,28 mm, podélný řez vzorkem.	112
Obr. 105. Makrosnímek rotačně kovaného drátu po jednom průchodu Conform SPD a po rotačním kování s detailem středové oblasti pro materiál Ti Grade 4. Rozložení tvrdosti na příčném průřezu rotačně kovaného drátu.	113
Obr. 106 Výsledky tahových zkoušek ve vazbě na počet průchodů zařízením Conform SPD pro materiál Ti Grade 4.	114
Obr. 107 Výsledky tahových zkoušek materiálu Ti Grade 4. a. Po jednom průchodu na Conform SPD a po postupných redukcích na rotační kovačce (Vzorek: CON 1 + RK). b. Po třech průchodech na Conform SPD a po postupných redukcích na rotační kovačce (Vzorek: CON 3 + RK).	115

Obr. 108 Výsledky tahových zkoušek výchozího stavu drátu Ti Grade 4 po postupných redukcích na rotační kovačce (Vzorek: RK).	115
Obr. 109 Vliv tepelného zpracování na vlastnosti ultra až nano jemnozrného Ti Grade 4. a. Vliv výdrže při teplotě 250 °C na mechanické vlastnosti polotovaru. b. Vliv výdrže při teplotě 300 °C na mechanické vlastnosti polotovaru. c. Struktura vzorku Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ v podélném směru. d. Struktura vzorku Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ v příčném směru.	116
Obr. 110 a., b, c. Stav povrchu obrobeného a broušeného vzorku. d, e. Stav povrchu po pískování a leptání (Povrch „Implantát“).	117
Obr. 111 S – N křivky pro: a. Výchozí stav materiálu Ti Grade 4, b. Výchozí stav materiálu Ti Grade 4 s leptaným povrchem (Ti Grade 4(leptané)), c. Materiál po jednom průchodu Conform SPD, po rotačním kování a po TZ (Ti Gr 4 CON 1 + RK + TZ), d. Materiál po jednom průchodu Conform SPD, po rotačním kování a po TZ s leptaným povrchem (Ti Gr 4 CON 1 + RK + TZ (leptané)).	118
Obr. 112 Snímky porušení únavových vzorků pro stav Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ. a. Ti Grade 4, b. Ti Grade 4 (leptané), c. Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ, b. Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ (leptané). ..	119
Obr. 113 Snímky povrchu z elektronového řádkovacího mikroskopu před aplikací osteoblastů. Povrch: Metalograficky broušeno a pískováno. a. Ti Grade 2, b. Ti Gr2 CON 1 + RK + TZ, c. Ti Grade 4, d. Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ.....	120
Obr. 114 Hodnocení proliferace osteoblastů pro různé stavy materiálu a povrchů.	121
Obr. 115 Osteoblasty na různých površích. a. Kontrolní buňky na plastické buněčné destičce, b. Ti Gr2 CON 1 + RK + TZ, c. Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ.	121
Obr. 116 Projektová dokumentace použitého implantátu a vlastní použitý implantát ve variantě nano Grade 4 (Vzorek: Ti Gr 4 CON 1 + RK + TZ) s krycím šroubkem.	122
Obr. 117 a. Incize kůže a preparace měkkých tkání, odklopení mukoperiostu vedoucí k odhalení kosti pro implantaci; b. vrtání do kosti pilotním a spirálovým vrtákem; c. jednodílný implantát s aplikátorem; d. zašití a dezinfekce operační rány; d. Umístění implantátů v pravé a levé zadní končetině miniprasete.....	122
Obr. 118 Histologický výbrus obarvený dle Giemsa.....	123
Obr. 119 Vliv počtu průchodů zařízením Conform SPD na velikost zrn pro materiály Ti Grade 2 a Ti Grade 4.....	129
Obr. 120 Vliv počtu průchodů zařízením Conform SPD na charakter hranic zrn pro Ti Grade 2.....	130
Obr. 121 Vliv počtu průchodů zařízením Conform SPD na charakter textury pro soubor bazálních rovin 0001 pro Ti Grade 2.	130
Obr. 122 Souhrnné vyhodnocení zkoušek tahem pro Ti Grade 2 a Ti Grade 4.....	132
Obr. 123 Srovnání poklesu teploty pro reálný polotovar v drážce tvářecího kola Conformu (measured temperature) z teploty 700 °C s numerickou simulací obdobného experimentu pro různé koeficienty přestupu tepla.	147
Obr. 124 Flow – stress křivky simulované v JMat Pro pro teplotu 20°C.	148
Obr. 125 Flow – stress křivky simulované v JMat Pro pro teplotu 600°C.	149

Seznam tabulek

Tab. 1 Rozdělení komerčně čistého titanu dle ASTM [7].	21
Tab. 2 Charakteristické parametry krystalových mřížek [6].	23
Tab. 3 Koeficient zpevnění při různých podmínkách zatěžování pro komerčně čistý titan [31].	29
Tab. 4 Vliv charakteru struktury na užité vlastnosti polotovarů z titanových slitin [58].	37
Tab. 5 Vliv zpracování na mechanické vlastnosti komerčně čistého titanu [63].	43
Tab. 6 Chemické složení Ti Grade 2 ve hmotnostních procentech (wt.%)	60
Tab. 7 Mechanické vlastnosti vstupního polotovaru z Ti Grade 2.	61
Tab. 8 Chemické složení Ti Grade 2 ve hmotnostních procentech (wt.%)	61
Tab. 9 Mechanické vlastnosti vstupního polotovaru z Ti Grade 4.	61
Tab. 10 Úběrová řada zvolená pro rotační kování polotovaru o průměru 10 mm.	65
Tab. 11 Porovnání navržených geometrií nástrojů s pohledu numerické simulace a dosažených mechanických vlastností.	82
Tab. 12 Definice značení vzorků – Geometrie nástrojů A.	83
Tab. 13 Předností orientace krystalů (textura) vyjádřená texturním indexem.	98
Tab. 14 Zbytkové napětí měřené na podélném průřezu vzorků pro různé stavy zpracování	99
Tab. 15 Mechanické vlastnosti ultra až nano jemnozrného titanu grade 2 před tepelným zpracováním a po tepelném zpracování.	106
Tab. 16 Mechanické vlastnosti ultra až nano jemnozrného titanu grade 4 před tepelným zpracováním a po tepelném zpracování.	117
Tab. 17 Hodnocení osteointegrace implantátů metodou BIC.	124
Tab. 18 Porovnání navržených geometrií nástrojů s pohledu numerické simulace a dosažených mechanických vlastností.	127
Tab. 19 Souhrnné vyhodnocení únavy	133
Tab. 20 Vyhodnocení koeficientu tření při teplotě 500°C.	147
Tab. 21 Vstupní data Ti Grade 2 – použity pro simulaci flow – stress dat v softwaru JMatPro.	148

Seznam zkratk

SPD – Severe Plastic Deformation (Intenzivní plastická deformace)
Conform SPD – Kontinuální rotační protlačování s modifikovanou tvářecí komorou umožňující rapidní zjemnění struktury využívající fenoménu intenzivní plastické deformace
ECAP – Equal Channel Angular Pressing (Úhlové kanálové protlačování)
HPT – High Pressure Torsion
ECAS – Equal Channel Angular
DRECE - Dual Rolls Equal Channel Extrusion
ARB – Accumulative Roll Bonding
HCP - Hexagonal Closed - Packed (Hexagonální těsně uspořádaná mřížka)
CP – Commercially Pure (Komerčně čistí titan)
Ti – Titan
BCC – Body Centered Cubic (Kubická prostorově centrovaná mřížka)
FCC – Face Centered Cubic (Kubická plošně centrovaná mřížka)
BC – způsob zakládání polotovaru při zpracování technologií ECAP. Polotovar je zakládán se střídavým pootočením o 90°.
UFG – Ultra Fine Grained (Ultra jemnozrná struktura)
NG – Nano Grained (Nano jemnozrná struktura)
UFG – NG – Ultra až nano jemnozrná struktura)
CG – Coarse Grained (Hrubozrná struktura)
RD – Rolling Direction (Směr tváření, toku materiálu)
TD – Transversal Direction (Příčný směr vůči rovině válcování)
EVCH - Hodnota energie vrstvené chyby
OYS – Offset Yield Strength (Smluvní mez kluzu – $R_{p0,2}$)
 $R_{p0,2}$ - Smluvní mez kluzu
UTS – Ultimate Tensile Strength (Mez pevnosti)
 R_m - Mez pevnosti
El – Elongation to failure (Tažnost do porušení)
 A_5 - Tažnost do porušení
 A_g – Tažnost na mezi pevnosti
ROA (RA) – Reduction (Of) Area (Kontrakce)
Z – Kontrakce
 σ_c – Mez únavy
HCF – Vysoko cyklová únava (High Cycle Fatigue)
TEM – Transmisní Elektronová Mikroskopie
SEM – Skenovací Elektronová Mikroskopie
RK – Rotační kování
TZ – Tepelné zpracování
LGAB – Nízkoúhlé hranice zrn
HGAB – Vysokoúhlé hranice zrn

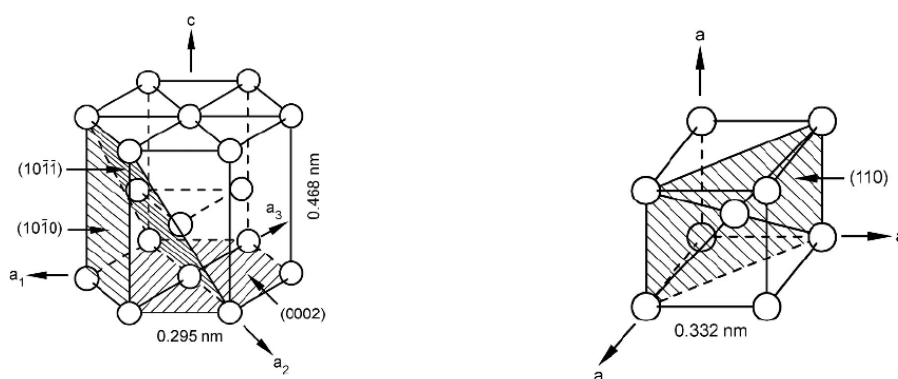
Úvod

V současné době probíhá intenzivní vývoj procesů využívajících fenoménu intenzivní plastické deformace (Severe Plastic Deformation). Tyto procesy vedou k rapidnímu snížení velikosti zrna, a tím ke zvýšení především mechanických vlastností. Velice zajímavě se jeví zpracování čistého titanu, u kterého je možné výrazně zvýšit mechanické vlastnosti (přibližně dvakrát až třikrát). Takto zpracovaný materiál je vhodný, mimo jiné, pro výrobu dentálních implantátů. V současné době je používána především titanová slitina na bázi Al a V (Ti6Al4V), a to vzhledem k vyšším mechanickým charakteristikám v porovnání s čistým titanem. Zdroje uvádějí, že až 50 % z celkové produkce Ti slitin je tvořeno slitinou Ti6Al4V, tzn., že vyšší poměrná část implantátů v lidském těle je vyrobena právě z této slitiny. Nedávné studie však poukazují na možné uvolňování Al a V v lidském těle. Takto uvolněné prvky mohou být toxické pro lidské tělo, přičemž Al může vést i k Alzheimerově nemoci [1, 2]. Na základě těchto poznatků již lékaři vyhledávají materiálovou alternativu, která sníží riziko vzniku onemocnění. Jako velice slibná náhrada se jeví právě vysoko pevný komerčně čistý titan s ultra až nano jemnozrnnou strukturou. Zpracování titanu pomocí SPD procesů vede dokonce k vyšším mechanickým vlastnostem v porovnání s nejčastěji používanou slitinou Ti6Al4V. Výhodou tohoto přístupu je, že komerčně čistý titan je legislativou povolen k použití v lidském těle. Vývoj nových slitin je velmi omezený vzhledem k vysokým nákladům na certifikaci pro aplikaci v lidském těle. Jistým limitem komercializace SPD materiálů je však nízká produktivita výrobních metod. Jedná se především o laboratorní metody tváření (např. metoda ECAP), které jsou vhodné spíše pro studium materiálových charakteristik. Jistou výzvou je tak vyvinout komplexní robustní výrobní proces, který umožní kontinuální produkci ultra až nano jemnozrnných materiálů. Tím se zabývá předkládaná práce.

Cílem disertační práce je vyvinout komplexní technologický řetězec umožňující kontinuální produkci vysoko pevných drátů z komerčně čistého titanu s ultra až nano jemnozrnnou strukturou. Zpracování vstupních polotovarů bude prováděno pomocí technologie Conform, což je metoda vhodná především pro kontinuální protlačování slitin na bázi Cu a Al. Cílem práce je metodu Conform modifikovat tak, aby během tváření docházelo k jevu tzv. intenzivní plastické deformace a dále ji přizpůsobit pro zpracování titanu. Zpracování pomocí metody Conform bude kombinováno s rotačním kováním. Tento přístup předpokládá dosažení vysoké pevnosti. Titan již byl podroben zpracování pomocí SPD metod tváření (ECAP, HPT). Experimenty potvrdily dosažení ultra až nano jemnozrnné struktury a dále výrazné zlepšení mechanických vlastností. Tyto metody jsou však průmyslovou výrobu těžko uchopitelné vzhledem k jejich nízké produktivitě. V rámci práce tak bude navržena komplexní technologie umožňující produkci vysoko pevných drátů z ultra až nano jemnozrnnou strukturou kontinuální cestou. Finální produkt ve formě vysoko pevného drátu je cílen pro výrobu dentálních implantátů. Vlastnosti sledovaných materiálů zpracovaných SPD procesy budou zkoumány pomocí mechanických zkoušek (kvazistatické, statické), dále budou provedeny mikrostrukturní analýzy (především TEM a SEM) a také bude posouzena jejich biokompatibilita.

1 Charakterizace titanu z hlediska tvářitelnosti a odpěňovacích pochodů

Teplota tavení čistého Ti je 1668 °C. Při teplotě 882 °C prodělává čistý titan fázovou alotropickou transformaci a mřížka kubická objemově středěná (BCC, **Obr. 1 - b**) se mění na hexagonální těsně uspořádanou (HCP, **Obr. 1 - a**). Struktura s BCC mřížkou je označována jako β fáze, struktura s HCP mřížkou odpovídá α fázi. Hexagonální mřížka je charakteristická pro CP Ti a pro α slitiny Ti. Vzhledem k charakteru mřížky jsou vlastnosti těchto materiálů silně anizotropní. Příkladem je Youngův modul elasticity, který dosahuje 145 GPa ve směru vertikálním k bazální rovině, ve směru paralelním je tato hodnota pouze 100 GPa [3–6].



Obr. 1 - a. Hexagonální těsně uspořádaná mřížka (α - fáze), b. Kubická objemově středěná mřížka (β - fáze) [6].

Mřížkové parametry

HCP: $a = 0.295 \text{ nm}$, $b = 0.468 \text{ nm}$, $c/a = 1.587$

BCC: $a = 0.328 \text{ nm}$ (při pokojové teplotě), $a = 0.332 \text{ nm}$ (900 °C)

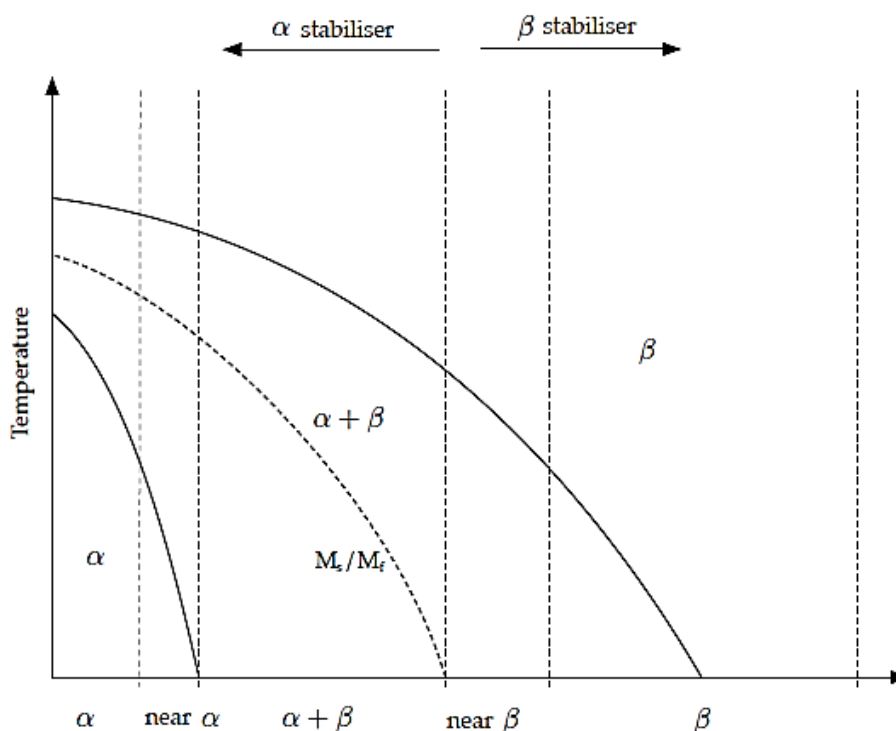
V technické praxi se používá tzv. komerčně čistý titan (CP Ti). Tento materiál je při pokojové teplotě tvořen α fází. Dle obsahu, především kyslíku, lze CP Ti rozdělit do čtyř skupin, viz **Tab. 1**. Se zvyšující se skupinou (Gradem) se ve slitině zvyšuje obsah kyslíku a roste tak výsledná pevnost materiálu. Kyslík se v krystalografické mřížce rozpouští intersticiálně, čímž dochází ke zpevnění tuhého roztoku. Kyslík výrazně stabilizuje α fázi. Ti Grade 4 vykazuje nejvyšší pevnost, avšak sníženou plasticitu. Zvýšené plasticity dosahují nižší grady a jsou tak například vhodné pro hluboké tažení [1, 5–7].

Tab. 1 Rozdělení komerčně čistého titanu dle ASTM [7].

ASTM Grade	Fe max.	O max.	N max.	C max.	Al	V	Ti
Grade 1	0.20	0.18	0.03	0.08	-	-	Zbytek
Grade 2	0.30	0.25	0.03	0.08	-	-	Zbytek
Grade 3	0.30	0.35	0.05	0.08	-	-	Zbytek
Grade 4	0.30	0.40	0.05	0.08	-	-	Zbytek

Jak již bylo zmíněno, úplně čistý titan se obecně nepoužívá v komerčních aplikacích a má vždy určitý stupeň legujících prvků pro dosažení požadovaných vlastností. Ke stabilizaci

určitých fází titanu se přidávají prvky a jsou označovány buď jako stabilizátory α nebo β . Intersticiální prvky, jako je kyslík, dusík a uhlík mají tendenci se koncentrovat do fáze α a zvyšují tak teplotu fázové přeměny, proto jsou nazývané α stabilizátory. β stabilizátory jsou rozděleny do dvou skupin. První skupinou jsou izomorfní, mezi které patří kovy s BCC mřížkou, jako je vanad, molybden a niob. Druhou skupinou jsou eutektoidy, jako je měď, mangan, železo a chróm. Oba typy β stabilizátorů snižují nebo potlačují teplotu fázové přeměny β na α a umožňují zachování většího podílu této fáze při pokojové teplotě. Schématický vliv legujících prvků na fázové složení je uveden na **Obr. 2**. Obecně rozlišujeme tři základní typy titanových slitin: alfa slitiny, alfa + beta slitiny a beta slitiny. Dále existují mezistupně: pseudo alfa slitiny (obsahují cca. 5 % β) a pseudo beta slitiny (malé množství α). Samostatnou skupinou jsou slitiny na bázi intermetalických sloučenin. Finální mechanické vlastnosti však nejsou ovlivněny pouze legováním, ale také termomechanickým zpracováním. Finální zpracování výrazně ovlivňuje podíl fází a jejich morfologii (Tab. 4) [4, 6].



Obr. 2 Pseudo fázový diagram ukazující vliv přidání prvků na fázové složení slitiny. Stabiliser – Stabilizátor, Near – myšleno jako pseudo [6].

1.1 Plastická deformace komerčně čistého titanu

Plastická deformace v kovech může probíhat dvěma základními mechanismy. Prvním mechanismem je deformace skluzová, druhým mechanismem je tzv. dvojčatění. Uplatnění deformačního mechanismu je především závislé na typu krystalografické mřížky, stupni deformace, deformační rychlosti a teplotě. V následujících kapitolách je uveden popis deformačních mechanismů ve vztahu k titanu [8–10].

1.1.1 Skluzová deformace

Plastická deformace kovů respektuje tři základní zákony v závislosti na krystalografické stavbě materiálů. V případě krystalografického skluzu dochází k přesunu hmoty v rovinách,

kteří jsou nejhustěji obsazeny atomy. Směr skluzu je dán směrem, který je nejhustěji obsazen atomy. Poslední zákon podmiňuje skluz v té rovině, v níž má smykové napětí nejvyšší hodnotu. Z hlediska makroskopického pozorování deformace, reflektujeme nevratnou plastickou deformaci při dosažení meze kluzu. Mez kluzu tedy vyjadřuje napětí, které již vede k trvalé plastické deformaci. K tomuto jevu dojde, když je překonáno tzv. kritické smykové napětí ve skluzových rovinách (v případě polykrystalů). Základním hodnotícím kritériem plasticity kovů je tedy struktura krystalové mřížky. Kovy s vyšší symetrií krystalové mřížky a s vyšším počtem skluzových systémů vykazují větší schopnost plastické deformace. Na druhou stranu kovy s nižší symetrií mřížky a s nižším počtem skluzových systémů vykazují nižší schopnost plastické deformace. Obecně lze říci, že v kovech s vyšším počtem skluzových systémů se zvyšují možnosti pohybu dislokací v krystalové mřížce. Počet vhodných skluzových systémů je dán součinem počtu skluzových rovin a směrů. Tento součin je čtyřikrát vyšší pro slitiny s BCC, či s FCC mřížkami v porovnání s HCP mřížkou, **Tab. 2**. Dalším aspektem je hustota obsazení skluzových rovin, se zvyšující se hustotou se stává pohyb dislokací ve skluzových rovinách snadnějším [4]. Tzn., že pohyb dislokací v HCP mřížce s obsazením 91 % by měl být snazší, než v mřížce BCC s obsazením 83 %. Nicméně energie potřebná pro plastickou deformaci je také přímo úměrná délce skluzu. Pro HCP mřížku odpovídá minimální délka skluzu $b_{\min}=1.a$, kdežto pro BCC mřížku odpovídá tento parametr hodnotě $b_{\min}=0,87.a$, a skluz je tak v této mřížce snadnější [6, 11, 12].

Tab. 2 Charakteristické parametry krystalových mřížek [6].

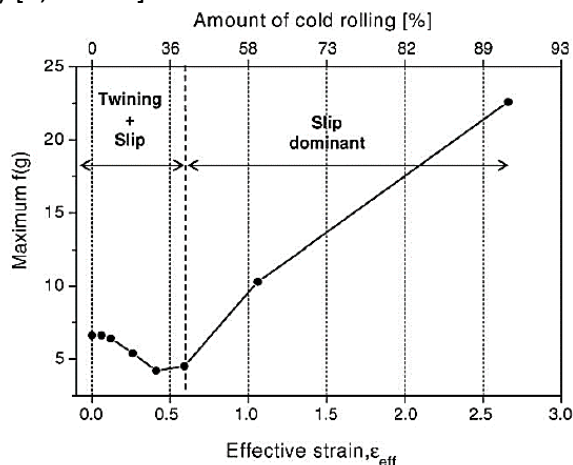
Typ krystalové mřížky	Skluzové roviny	Počet skluzových rovin	Skluzové směry	Počet skluzových směrů	Počet skluzových systémů v jedné buňce	Hustota atomů v rovině skluzu	b_{\min}/a
hcp ($c/a=1,633$)	{0001}	1	<1120>	3	$1 \times 3 = 3$	≈91	1
Bcc	{110}	6	<111>	2	$6 \times 2 = 12$	≈83	≈0,87
Fcc	{111}	4	<110>	3	$4 \times 3 = 12$	≈91	≈0,71

Pro titan s HCP mřížkou: $a=0,295$ nm, parametr $c = 0,468$, poměr těchto parametrů $c/a=1,587$. Poměr c/a pro ideální hcp mřížku odpovídá 1,633. Obsah intersticiálně rozpuštěných atomů (C, N, O) a atomů, jež mají menší atomový poloměr než Ti (Al) vede k mírnému zvýšení poměru c/a . Snížený poměr c/a v titanu vede ke zvýšení hustoty obsazení atomů v prismatických rovinách, což vede k možnosti pohybu dislokací v tomto souboru rovin. Prismatické skluzové roviny obsahují tři skluzové směry stejně jako roviny bazální, nicméně pouze dva směry v každém souboru jsou nezávislé. Celkový počet skluzových systémů je tak čtyři. K plastické deformaci polykrystalu je však potřeba pět různých nezávislých skluzových systémů. Vzhledem k tomu, že titan nemá dostatečný počet nezávislých skluzových systémů k neomezené plastické deformaci, uplatňuje se mechanické dvojčatění a sekundární skluz [6, 13–15].

1.1.2 Plastická deformace dvojčatěním

Vzhledem k omezenému počtu nezávislých skluzových systémů a nízké symetrii HCP mřížky je skluzová deformace v čistém titanu omezená. Akumulace externích napětí a změna tvaru tělesa je tak doprovázena mechanickým dvojčatěním. Působení deformačních mechanismů při změně tvaru tělesa je především závislé na stupni deformace, rychlosti deformace a teplotě. Vliv hodnoty skutečné deformace při válcování za studena na deformační

mechanismus je uveden na **Obr. 3**. Při menším stupni skutečné deformace probíhá deformace kombinací mechanického dvojčatění a skluzem. Vyšší stupně deformace již podmiňují především skluzovou deformaci, neboť je dosahováno kritického skluzového napětí i v sekundárních skluzových systémech. Dalším faktorem je omezená schopnost dvojčatění v již zjemněných zrnech, která byla zjemněna právě primárním dvojčatěním. Dalším fenoménem je tvorba tzv. smykových pásů (shear bands). Tento fenomén je sledován u vyšších stupňů deformace, kdy je struktura tvořena především protaženými zrny a orientace skluzových systému neumožňuje skluzovou deformaci. Externí napětí vyvolá vznik makro oblasti, kde smykové napětí vede k deformaci zrn ve směru smykového napětí. Vznik smykových pásů je nekrytalografický (**Obr. 4**) [5, 16–18].

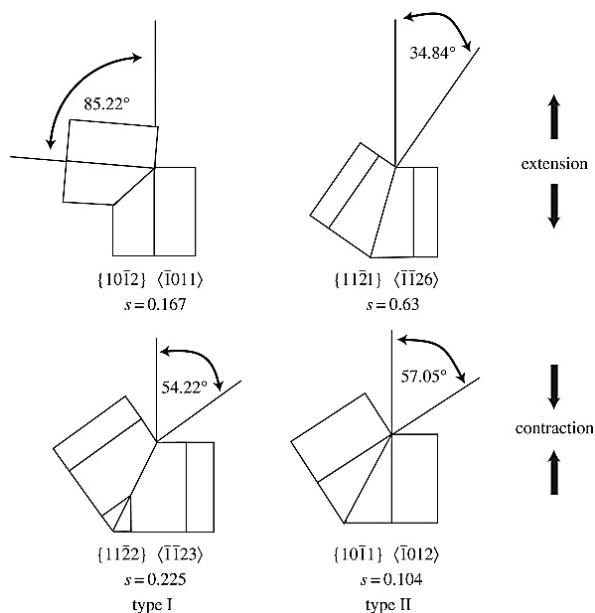


Obr. 3 Vliv skutečné deformace (redukce za studena) na působení deformačních mechanismů v čistém titanu při válcování za studena [16].



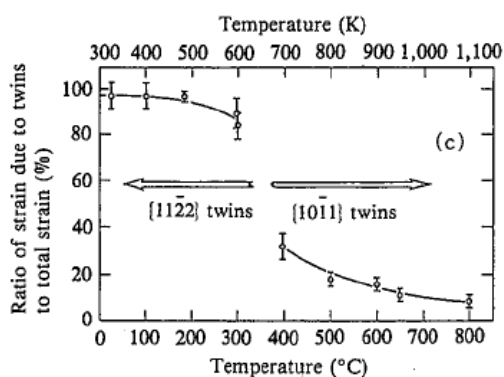
Obr. 4 Smykový pás vzniklý intenzivní deformací titanu při válcování za studena [16].

Dvojčatění se projevuje náhlým přeskupením celého objemu krystalové mřížky. Nová mřížka má pravidelné upořádání, stejně jako původní mřížka, je však symetricky přetočena vzhledem k původní rovině. Obě mřížky jsou tedy symetrické k rovině, kterou označujeme jako rovinu dvojčatění. Dle vzniku a charakteru dvojčat rozlišujeme dva typy. Jedná se o tzv. kompresní (tlaková) dvojčata a tahová dvojčata. Jejich vznik je dán především rozměrovými parametry HCP mřížky a způsobem zatížení zkoumaného mikro objemu. V případě, že c/a poměr je menší 1,732 vznikají především tahová dvojčata. Vznik dvojčat a rozdělení je uvedeno na **Obr. 5**. Například běžně používané slitiny α titanu mají poměr c/a roven 1,587 a převažuje u nich vznik tahových dvojčat typu $\{10\bar{1}2\} \langle 1011 \rangle$ (tento typ vyžaduje nejmenší kritické skluzové napětí) [5, 16, 18].



Obr. 5 a. Tahové dvojčatění v HCP mřížce. b. Tlakové dvojčatění v HCP mřížce [5]

Z hlediska deformačních mechanismů jsou zajímavé údaje na **Obr. 6**. Vertikální osa popisuje podíl deformace akumulovaný mechanickým dvojčatům a osa horizontální popisuje teplotu při, které byla deformace akumulována. Při nižších teplotách je deformace především akumulována dvojčatěním (typ dvojčat $\{11\bar{2}2\}$), při teplotách vyšších již začíná převládat deformace skluzovým mechanismem. Dvojčata jsou již typu $\{10\bar{1}1\}$ [19–21].

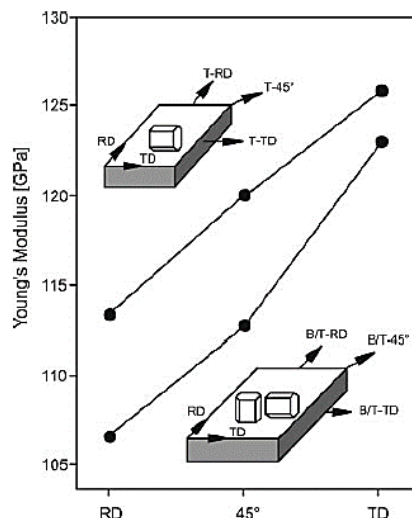


Obr. 6 Poměr deformačních mechanismů a jejich charakter při tlakové zkoušce komerčně čistého titanu při různých teplotách. Temperature – Teplota, Ratio of strain due to twins to total strain – Poměr deformace zapříčiněný dvojčatěním ku celkové skutečné deformaci, Twins – deformační dvojčata [19].

1.1.3 Deformační textura

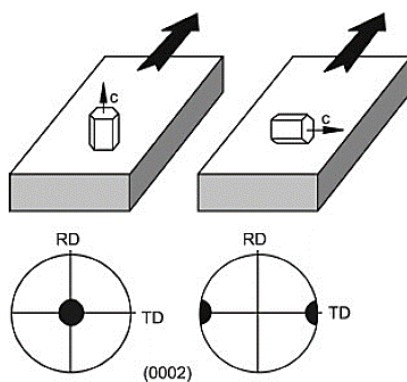
Obecně kovy s HCP mřížkou vykazují po deformaci značnou texturu. To je dáno, jak již bylo zmíněno, především nízkou symetrií HCP mřížky. Silná textura je dále spojena s anizotropií materiálových vlastností (především vlastnosti mechanické). Je tedy běžné, že po válcování za studena jsou měřeny rozdílné vlastnosti ve směru podélném a příčném. Textura se odvíjí především od módu deformace (stupeň deformace, způsob tváření, teplota), kdy dochází k rotaci skluzových systémů za účelem snížení kritické hodnoty smykové napětí pro skluzovou deformaci. Po deformaci jsou krystalové jednotky (HCP) orientovány v preferenčním směru a v závislosti na způsobu zatěžování se chovají rozdílně. Z hlediska makroskopického pozorování lze například sledovat rozdílné hodnoty tažnosti na válcovaném plechu ve směru příčném a podélném. **Obr. 7** vyobrazuje vliv anizotropie mechanických vlastností na Youngův modul

pružnosti. Ze směru RD (směr válcování) do směru TD (příčný směr) postupně Youngův modul narůstá [6, 22, 23]

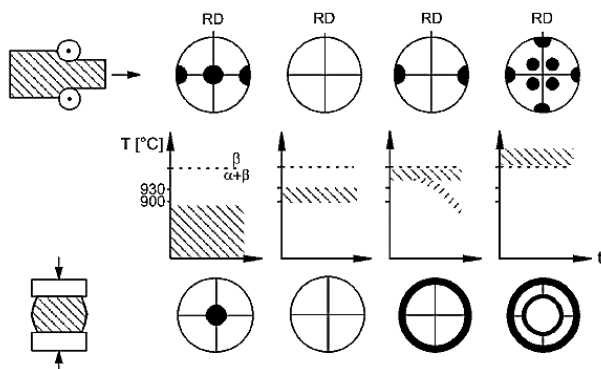


Obr. 7 Vliv anizotropie vlastností na Youngův modul pružnosti pro válcovaných plech z Ti slitiny. Young's Modulus – Youngův Modul [6].

U titanu sledujeme především bazální a transversální textury. Jedná se o popis roviny (0002) HCP mřížky vzhledem ke směru deformace. Pokud je bazální rovina rovnoběžná se směrem válcování, jedná se o bazální texturu, v případě že je rovina kolmá na směr válcování, jedná se o transversální texturu (**Obr. 8**). **Obr. 9** dále zobrazuje vliv dvou způsobů tváření (válcování a pýchování) při různých teplotách na tvorbu textury. Textura je v tomto případě vyjádřena pólovými obrazci pro soubor rovin (0002). Při teplotách nižších než 900 °C dochází ke vzniku silné textury, to je dáno nízkou rekrytalizační schopností. Při prostém pýchování dochází ke vzniku čistě bazální textury. Válcování již vede k částečné tvorbě transversální textury, to z důvodu nesouměrné deformace. V rozmezí teplot 900 až 930 °C nedochází k tvorbě textury. V tomto rozmezí vykazuje slitina vysokou deformační schopnost a toto rozmezí je například používáno pro superplastické tváření. Pro teploty těsně pod beta tranzitní teplotou kompletní fázové přeměny již bazální typ textury nevzniká, dochází ke vzniku transversální textury. Nad teplotou fázové přeměny již textura odpovídá kubické mřížce. Z poznatků plyne, že řízení textury značně ovlivňuje finální mechanické vlastnosti [6, 24, 25].

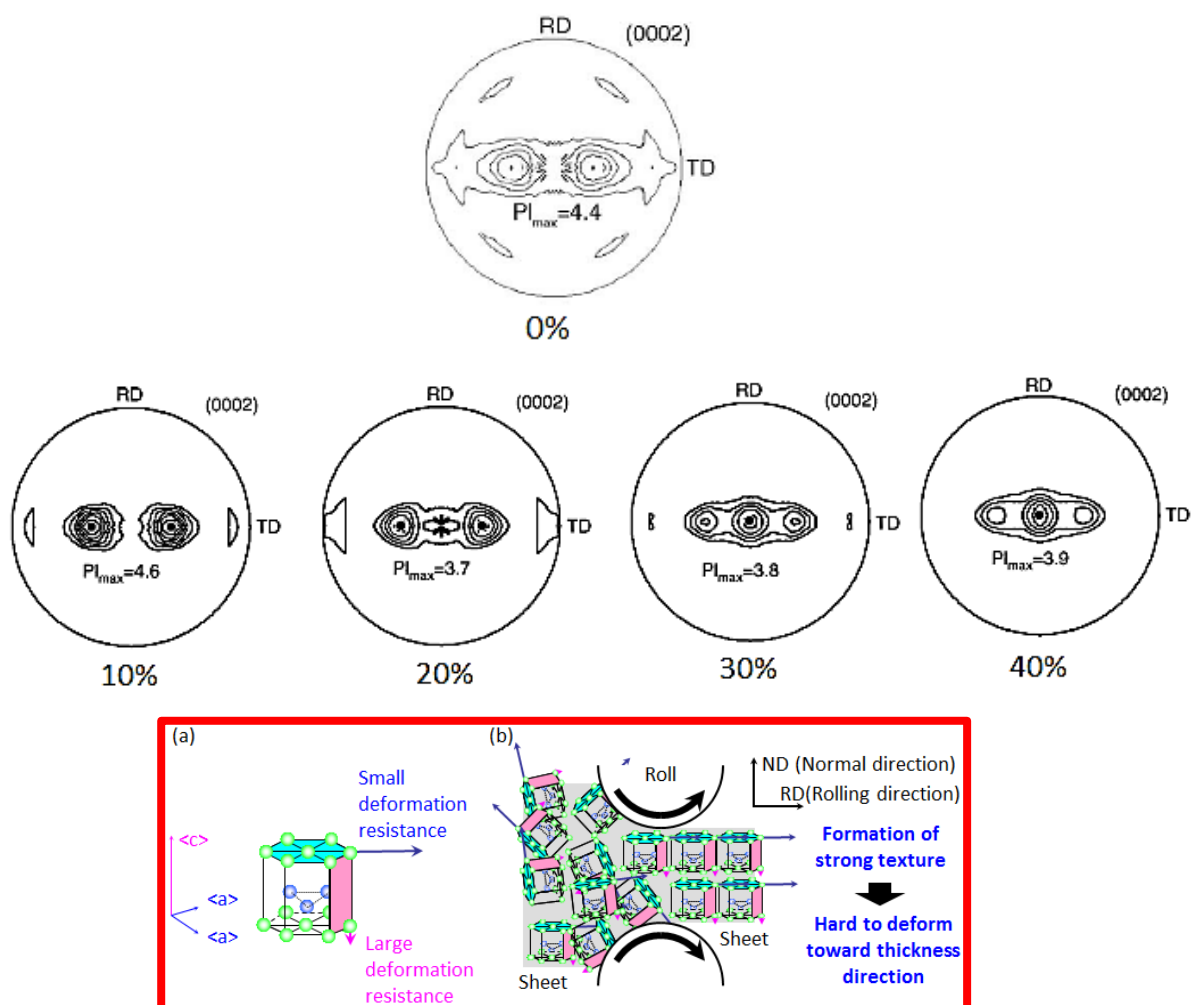


Obr. 8 Bazální a transversální textura pro Ti slitiny včetně vyobrazení pólových obrazců pro soubor rovin (0002) [6].



Obr. 9 Vývoj textury pro válcování a petchování při různých teplotách tváření (slitina Ti6Al4V) [6].

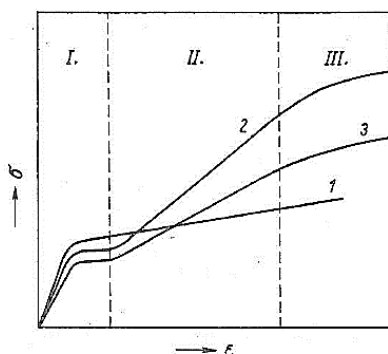
Obr. 10 zobrazuje vývoj struktury komerčně čistého Ti při válcování za studena. Procenta u stereografické projekce vyjadřují redukci při válcování. Již struktura před válcování vykazuje texturu, avšak hovoříme o tzv. rekrytalizační textuře. Nízké deformace vedou k vzniku silné bazální textury (10 a 20 %). V menší míře je možné sledovat texturu transversální, ta ovšem s vyššími stupni deformace zaniká (plošná redukce vyšší než 30 %) [16]. V červeném poli **Obr. 10** je dále uvedeno schéma tvorby bazální textury při válcování materiálu s hexagonální mřížkou. Je zde patrné natočení hexagonální mřížky, tak že bazální roviny jsou orientovány kolmo k ose válců. To odpovídá sledovaným pólovým obrazcům.



Obr. 10 Vývoj textury pro komerčně čistý titan při válcování za studena pro soubor rovin (0002) [16].

1.1.4 Deformační zpevnění

Deformační zpevnění je obecně jevem, ke kterému dochází při tváření při teplotách nižších, než je rekrystalizační teplota. Jak již z názvu plyne, jedná se o jev, při kterém dochází ke změně mechanických vlastností. V případě deformačního zpevnění se jedná o zvyšování pevnostních hodnot a dále k vyčerpávání plasticity materiálu (snížení tažnosti, či kontrakce). Z hlediska mikrostrukturního pozorování, je zpevňování zapříčiněno vznikem dislokací při deformaci a omezením jejich pohybu (hranice zrn, přísadové prvky, protínající se dislokace,...). Se zvyšujícím se stupněm přetvoření (deformace) pevnost materiálu roste, což je dáno postupným omezováním pohybu dislokací a zvyšujícím se kritickým skluzovým napětím umožňující další deformaci. Průběh deformačního zpevnění je závislý na krystalografické mřížce a dále na charakteru čistého kovu, či slitiny. Obecně lze definovat tři stádia deformačního zpevnění (**Obr. 11**). Z **Obr. 11** je patrný rozdílný průběh deformačního zpevnění v závislosti na deformaci. Obecně lze říci, že v první fázi se dislokace pohybují jednoduchým mechanismem, neprotínají se a nenarážejí na překážky. Tudíž materiál zpevňuje minimálně. Ve druhé fázi materiál zpevňuje lineárně a součinitel zpevnění má maximální hodnotu. Příčinou je zkrácení volné dráhy dislokací a vytvoření dislokačních sítí. Ve třetím stádiu významně rozhoduje o průběhu zpevnění energie vrstvené chyby. Křivka má parabolický průběh. Nízká energie vrstvené chyby umožňuje příčný skluz, tím možnou anihilaci dislokací, či přechod do jiné skluzové roviny. Kovy s vyšší energií vrstvené chyby vykazují vznik buněčné dislokační struktury [9, 26–28].



Obr. 11 Křivky deformačního zpevnění. 1 - HCP mřížka, 2 - BCC mřížka, 3 - FCC mřížka [10].

Z hlediska kvantitativního je deformační zpevnění především definováno tzv. koeficientem zpevnění. Koeficient zpevnění vyjadřuje schopnost materiálu se plasticky deformovat, aniž by došlo k jeho porušení, tedy čím je koeficient vyšší tím více plastické deformace je materiál schopný absorbovat. Koeficient zpevnění se standardně určuje pomocí zkoušky tahem (**Obr. 12**), kdy závislost v oblasti mezi mezí kluzu a mezí pevnosti v polykrystalických materiálech je možné popsat mocninou funkcí:

$$\sigma = K \cdot \varepsilon^n \quad (1)$$

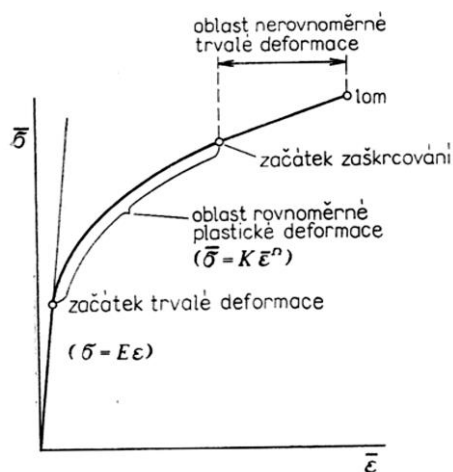
kde K je součinitel zpevnění a n je exponent zpevnění. Ten odpovídá skutečné deformaci, při níž začne docházet k zaškrfování vzorku. Vztah (1) představuje v logaritmických souřadnicích $\log \sigma$ a $\log \varepsilon$ – přímkou, kde n je směrnici této přímky a můžeme ji vyjádřit rovnicí:

$$\log \sigma = \log K + n \cdot \log \varepsilon \quad (2)$$

z čehož vyplývá:

$$n = \frac{\log \sigma - \log K}{\log \varepsilon} \quad (3)$$

Konstanta n může nabývat hodnot n od 0 až do 1 [29, 30].



Obr. 12 Závislost skutečného napětí na skutečné deformaci při jednoosé zkoušce tahem [29].

1.1.4.1 Deformační zpevnění komerčně čistého titanu

Při pokojové teplotě má komerčně čistý titan omezenou schopnost skluzové deformace vzhledem k nízké symetrii HCP mřížky a dále k nízkému počtu nezávislých skluzových systémů. Plastická deformace tak probíhá mechanickým dvojčatěním v kombinaci se skluzovou deformací. Chun a Wen-feng provedli tlakové zkoušky za tepla na komerčně čistém titanu v rozmezí teplot od 700 do 900 °C. Studie prokázala, že při teplotách na 900 °C dochází k dynamické rekrystalizaci. V rozmezí teplot od 750 do 850 °C již dochází k dynamickému zotavení. Teploty nižší než 700 °C již vedou k deformačnímu zpevnění. Furhter, Tsao a kol. provedli studii chování válcovaného pasu při tahovém namáhání za zvýšených teplot. V **Tab. 3** jsou uvedeny výsledky hodnocení, z nichž plyne, že koeficient zpevnění roste se zvyšující se teplotou a se zvyšující se deformační rychlostí [31, 32].

Tab. 3 Koeficient zpevnění při různých podmínkách zatěžování pro komerčně čistý titan [31].

Teplota [°C]	n koeficient zpevnění při různých deformačních rychlostech (za sekundu)			
	5×10^{-2}	$1,6 \times 10^{-2}$	$2,5 \times 10^{-3}$	$5,3 \times 10^{-4}$
350	0,27114	0,23338	0,21536	0,1897
400	0,25602	0,21521	0,19058	0,16218
450	0,22366	0,19813	0,16278	0,13668
500	0,21171	0,15973	0,13912	0,11974

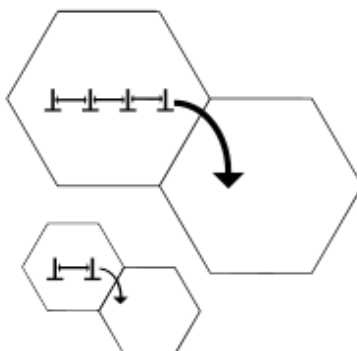
1.2 Zpevnění materiálu hranicemi zrn

Zpevnění materiálu je dáno omezením pohybu dislokací. Pohyb dislokací je omezen přísadovými prvky, jinými fázemi, hranicemi zrn, jinými dislokacemi (napětovými poli), či shluky dislokací (buněčná struktura). V případě komerčně čistého titanu je možné blokovat pohyb dislokací, tím zvýšit mechanické vlastnosti, především přísadovými prvky a velikostí zrna. Tyto mechanismy tak budou dále rozvinuty v této stati [33–35].

Se zvyšujícím se obsahem kyslíkem rostou mez pevnosti a mez kluzu, avšak dochází k poklesu tažnosti. Jedná se o zpevnění tuhým roztokem, které je zapříčiněno především intersticiálně rozpuštěným kyslíkem. Obsah kyslíku vyšší než 0,4 % se nepoužívá z důvodu nízké houževnatosti. Dále je možné zvyšovat pevnost materiálu velikostí zrna. Hranice zrn jsou velice efektivní překážkou pohybu dislokací a s jejich zvyšujícím se počtem se stává materiál pevnějším. Počet hranic zrn, respektive jejich plocha, je dána velikostí zrna materiálu. Vztah mezi mezí kluzu a velikostí zrna definovali Hall a Petch. Empiricky odvodily níže uvedený vztah:

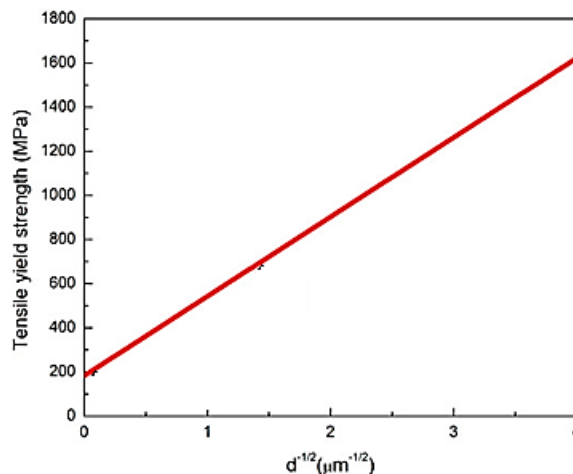
$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad (4)$$

kde σ_y vyjadřuje mez kluzu, σ_0 napětí nutné k vyvození pohybu dislokací (Peierlsovo-Nabarrovo), k_y materiálová konstanta a d střední velikost zrna. Pro vysvětlení Hall – Petchova mechanismu byla předložena řada teorií. Nejvíce podporovaným vysvětlením je možnost nahromadění dislokací před hranicí zrna, které při určitém napětí aktivují Frank-Readův zdroj v sousedním zrně a deformace se šíří zrnem a posléze celým materiálem (Cottrell). Jev je názorně uveden na **Obr. 13**. Při aplikaci zatížení na zrně s větší velikostí je možné docílit většího hromadění dislokací na hranici (pile-up), vzniklé napětové pole umožňuje aktivaci dislokačního zdroje v sousedním zrně. Při stejném zatížení u zrna menšího je možnost hromadění dislokací nižší a aplikované zatížení pro deformaci se musí navýšit. Experimentálně bylo zjištěno, že Hall-Petchův vztah platí pro různé materiály přibližně do rozměru zrna 20 -30 nm, pak se pevnost přestane zvyšovat nebo i klesá, to je dáno prokluzem hranic zrn [33–37].



Obr. 13 Schéma zpevnění materiálu při různé velikosti zrna materiálu [37].

Na **Obr. 14** je uvedena Hall – Petchova závislost pro komerčně čistý titan. Z obrázku je jasně patrný vliv zmenšování velikosti zrna na zvyšování meze kluzu [38–40]. Dosažení malé velikosti zrna je obvyklé možné docílit optimální kombinací termo mechanických parametrů při tváření. Příkladem může být termomechanické válcování HSLA ocelí pro automobilový průmysl [41, 42].



Obr. 14 Hall - Petchova závislost pro komerčně čistý Ti. Tensile yield strength – Mez kluzu [38].

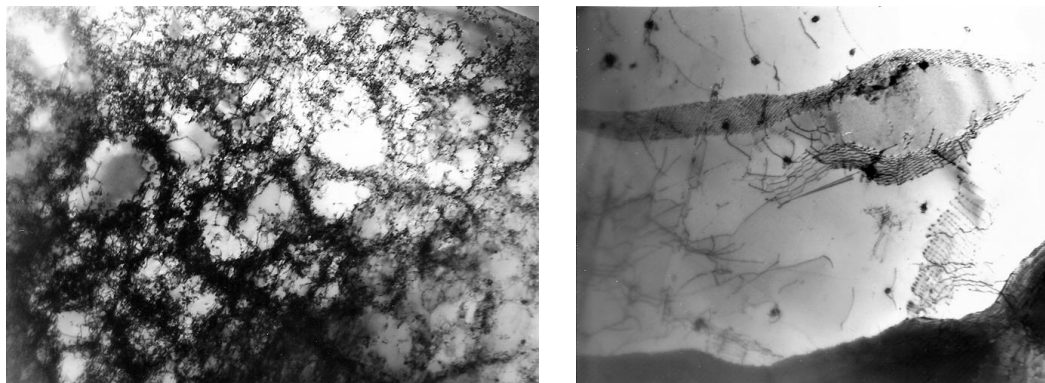
1.3 Rekrystalizace a zotavení

Stať popisuje základní charakteristiku odpevňovacích procesů a dává je do korelace s již známými výsledky pro komerčně čistý titan.

Průvodním jevem plastické deformace za studena i za tepla je zpevňování deformovaného kovu. Zatímco při plastické deformaci za studena se zpevnění odstraní uzdravovacími procesy při tepelném zpracování, při tváření probíhají odpevňovací procesy při plastické deformaci za tepla buď během deformace (dynamické uzdravovací procesy), nebo po deformaci (statické, postdynamické). Obecně je kinetika odpevňovacích procesů značně ovlivněna strukturním stavem a uloženou vnitřní energií materiálu. Tyto faktory ovlivňují velikost hnací síly odpevňovacích mechanismů [43].

1.3.1 Statické zotavení

Během deformace se vytváří dislokační substruktura, v níž z termodynamických důvodů nejsou dislokace rozloženy rovnoměrně, ale tvoří složité spleti, případně relativně silné stěny deformačních buněk (**Obr. 15 a**). Při polygonizaci dochází k anihilaci dislokací s opačnými znaménky a dislokace se stejnými znaménky se seskupují do relativně dobře uspořádaných řad umístěných nad sebou do tzv. polygonizačních stěn, které oddělují objemy krystalové mřížky (subzrna) s poměrně malou vzájemnou dezorientací (**Obr. 15 b**). Jsou tak vytvářeny nízko úhlové hranice z řad hranových dislokací (sklonová hranice) nebo šroubových dislokací (skrutová hranice). Oproti deformačním buňkám, jejichž typický střední rozměr je v desetinách μm , vzrůstá velikost subzrna na několik μm . Základním mechanismem při polygonizaci je šplhání dislokací. Rychlost polygonizace je tudíž řízena rychlostí difúze vakancí k dislokacím a rychlostí vzniku skoků na dislokacích. Polygonizace probíhá bez inkubační doby, protože začíná rovnoměrně v celém objemu a pokračuje s klesající hnací silou a rychlostí, jak stále větší část dislokační substruktury přechází do stavu s nižší energií [44, 45].



a.

b.

Obr. 15 Různé fáze průběhu statického zotavení deformovaného kovu [6].

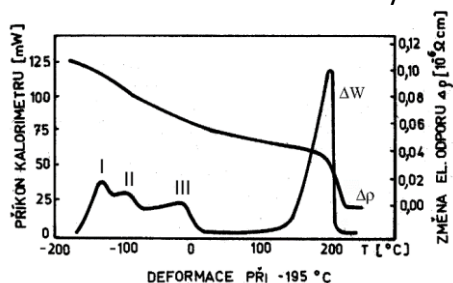
Parametr, který přednostně ovlivňuje zotavení, je hodnota energie vrstvené chyby /EVCH/. U kovů s nízkou EVCH zůstávají dislokace ve svých původních rovinách a subhranice se tvoří obtížně. Naproti tomu u kovů s vysokou EVCH se tvoří polygonizovaná zrna již v počátečních stádiích žhání či dokonce již během deformace za normální teploty [44].

Experimentální hodnocení statického zotavení

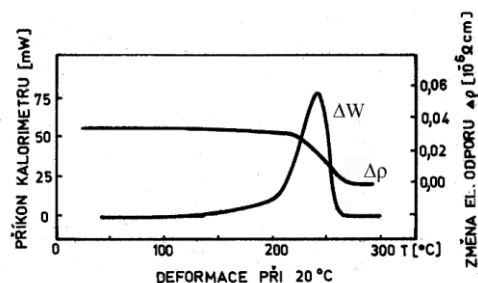
Vzhledem k nemožnosti sledování strukturních změn po zotavení klasickými metodami metalografického zkoumání je zotavení hodnoceno metodami fyzikálními. Zotavení je spojeno především s pře uspořádáním a anihilací dislokací a vzhledem k tomu, že dislokace jsou spojeny s vnitřní energií materiálu a jejich zánik, či přeuspořádání je spojeno se změnou vnitřní energie materiálu, je pro stanovení používáno kalorimetrie, kdy je sledováno uvolněné teplo během žhání deformovaného materiálu. Dále je možné sledovat změny elektrického odporu. Příklad chování je uveden na následujícím **Obr. 16.**, kde bylo sledováno uvolněné teplo ΔW a změna elektrického odporu $\Delta \rho$ při žhání mědi 99,98 % tažené s redukcí 54 % při $-195\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ [8].

Sled odpevňovacích procesů:

- I – rekombinace intersticiálů a vakancí ($\sim 0,1\text{ eV}$)
 - II – migrace skupin vakancí či intersticiálů ($\sim 0,3\text{ eV}$)
 - III – migrace vakancí a dvojvakancí ($\sim 0,7\text{ eV}$)
- Hlavní maxima ΔW - rekrystalizace



a.



b.

Obr. 16 Uvolněné teplo ΔW a změna elektrického odporu $\Delta \rho$ při žhání mědi 99,98% tažené s redukcí 54% při $-195\text{ }^{\circ}\text{C}$ (a) a $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (b) [7].

1.3.2 Statická rekrytalizace

Pokud velikost deformace za studena tvářeného materiálu překročí určitou kritickou hodnotu, dochází během žihání kovu po statickém zotavení ke statické rekrytalizaci. Primární rekrytalizací obvykle rozumíme děj, při kterém jsou deformovaná zrna materiálu nahrazena souborem nových zrn bez deformace, oddělených novými vysokoúhlovými hranicemi. Hnací silou rekrytalizace je uložená energie po deformaci, téměř výlučně obsažená v napětových polích kolem dislokací, které vznikly při plastické deformaci a byly přeuspořádány při zotavení. Hnací síla bývá obvykle uvažována jako úměrná hustotě dislokací. Je třeba však mít na zřeteli, že je dána jak hustotou, tak ale i uspořádáním dislokací. Vedle uložené deformační energie působí při rekrytalizaci další hnací síly (energie hranic zrn, povrchová energie, energie magnetického pole, energetický zisk při fázové transformaci aj.), ale i brzdící síly (zakřivení hranic zrn, částice sekundárních fází, příměsové atomy aj.). Rychlost procesu je pak dána výslednicí hnacích a brzdících sil [9].

Zárodky nových zrn vznikají přednostně v místech s nejvyšší hustotou uložené deformační energie jako: hranice zrn, spojnice 3 hranic zrn, husté spleti dislokací uvnitř zrn, skluzové a smykové pásy. Rekrytalizace dále může být rozdělena na dvě základní fáze. První fází je primární rekrytalizace, která je ukončena:

- nová zrna nahradí původní deformovanou matici
- z materiálu se uvolní veškerá uložená deformační energie
- odstraní se deformační zpevnění
- obnoví se vlastnosti před tvářením

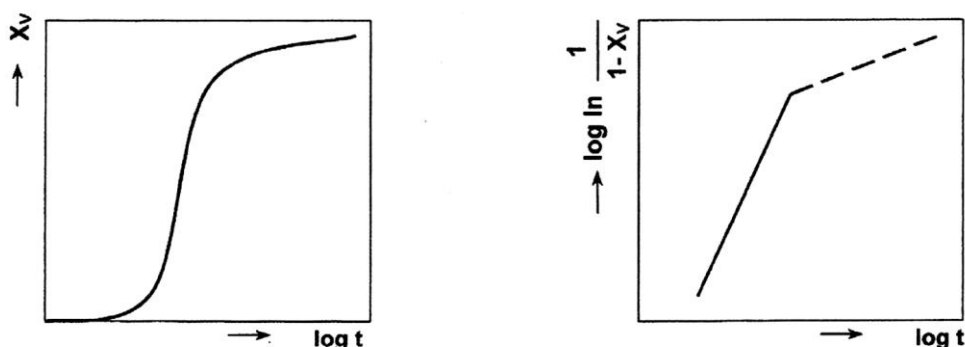
Po primární rekrytalizaci nastává někdy sekundární rekrytalizace, kdy dochází k výraznému lokálnímu zhrubnutí struktury.

Kinetika rekrytalizace

Rozsah rekrytalizace lze charakterizovat objemovým podílem zrekrystalizované oblasti X_V (na konci $X_V=1$) za izotermických podmínek. Změna zrekrystalizovaného podílu (X_V) v závislosti na době žihání t je popsána obecnou Avramiho rovnicí:

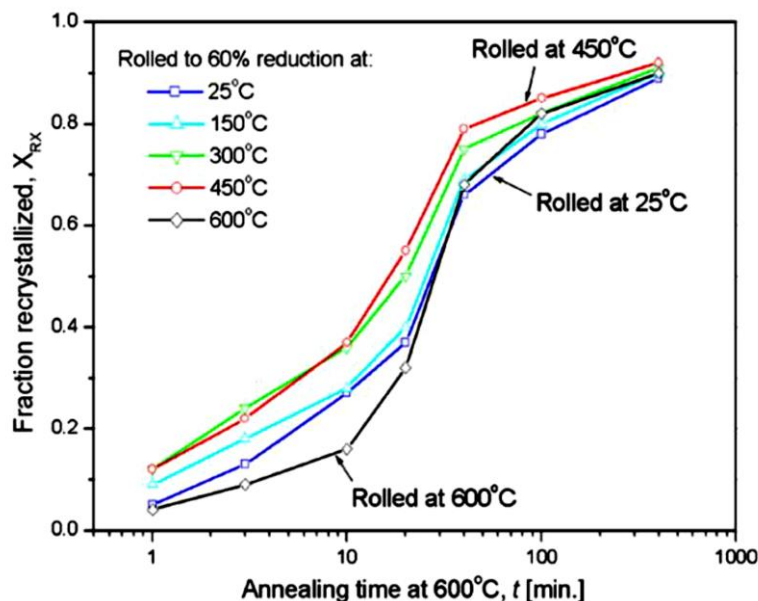
$$X_V = 1 - \exp(-Kt^n) \quad (5)$$

kde K je kinetický koef. (je teplotně závislý parametr) a n kinetický exp. (parametr závislý na dimenzionalitě růstu, pro statickou rekrytalizaci $n \approx 2$). Grafickým znázorněním rovnice je tzv. „S“ křivka (**Obr. 17**) [44, 46, 47].



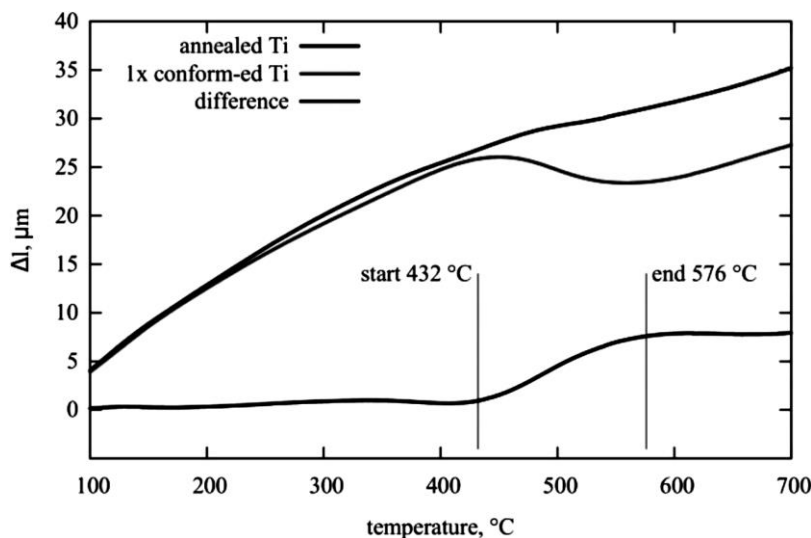
Obr. 17 Grafické vyjádření Avramiho rovnice [9].

Křivka přírůstku rekrystalizovaného podílu v závislosti na čase zahrnuje určitou nukleační dobu následovanou postupně zrychleným růstem X_V a je zakončena opět sníženou rychlostí děje ve fázi styku sousedních zrn. Konkrétní příklad pro titan je uveden na **Obr. 18**. Titanových plech byl válcován na 60 % původní tloušťky v rozmezí teplot 25 °C až 600 °C, následně byl žhán při teplotě 600 °C. Z výsledků je patrné, že kinetika rekrystalizace je závislá na předešlé deformaci plechu, tedy na uložené vnitřní energii [5, 48].



Obr. 18 Kinetika rekrystalizace válcovaného titanu (60 % redukce) při teplotě 600°C. Fraction recrystallized – rekrystalizovaný podíl, Annealing time – čas žhání, Rolled at 450°C – válcovaný při 450°, Rolled to 60% reduction at 25°C – válcovaný redukcí 60% při teplotě 25°C [5].

Kubina a kol. ve studii provedli analýzu teplotní stability vysoce deformovaného titanu pomocí dilatometrie (**Obr. 19**). Vzorek deformovaný (1x conform-ed Ti) a žháný (annealed Ti) postupně ohřívají na teplotu 700 °C. V rozmezí teplot mezi 432 – 576 °C se deformovaný vzorek začal méně prodlužovat v porovnání se vzorkem žháným. To je dle studie spojeno s pohlcováním tepla při rekrystalizačních jevech [49].



Obr. 19 Vliv teploty při postupném ohřevu na prodlužování vzorků z komerčně čistého titanu pro deformovaný a žháný stav. Annealed – žháný Ti, 1x conform-ed – jeden průchod zařízením Conform, Difference – rozdíl, Temperature - teplota [49].

Hrubnutí zrna může být vyjádřeno dle rovnice:

$$d^{1/n} - d_0^{1/n} = t \cdot K_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (6)$$

kde d je průměrná velikost zrna v době žhání t , T je teplota, n je časový exponent, d_0 je počáteční velikost zrna, K_0 je materiálová konstanta, R je univerzální plynová konstanta a Q je aktivační energie pro růst zrna [50]. Rovnice (6) byla použita k vyjádření rychlosti růstu zrna komerčně čistého titanu. Hodnota Q byla stanovena pomocí grafických metod na $248 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ (pro $n = 0,19$). Tato hodnota je podstatně vyšší než aktivační energie samo difúze titanu ($169.1 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$) [36, 49].

1.3.3 Dynamické zotavení

Během deformace za tepla vzrůstá po překročení meze kluzu s pokračující deformací hustota dislokací. Dislokace se formují do spleť a vytvářejí buněčnou substrukturu. Rychlost generování dislokací je závislá na deformační rychlosti, a tím i na s ní spojeném efektivním napětí, ale je nezávislá na velikosti deformace. Během vysokoteplotní deformace dochází rovněž ke snižování hustoty dislokací v důsledku jejich anihilace, tento jev je nazýván dynamickým zotavením. Výsledkem dynamického zotavení je typická mikrostruktura s dobře vyvinutými subzrny. Mechanismus dynamického zotavení se v podstatě neliší od mechanismu statického zotavení, ale průběh je rychlejší a vzniklá substruktura výraznější. Dynamicky zotavená subzrna jsou ve srovnání se subzrny po statickém zotavení větší, mají zúžené hranice a substruktura je celkově výraznější [8, 51].

Dynamické zotavení se přednostně uplatňuje u kovů s vysokou EVCH (například kovy s kubickou prostorově centrovanou mřížkou – Al slitiny, Fe α nebo kovy s hexagonální mřížkou Zn, Zr, Be). U těchto kovů je vysokoá pohyblivost dislokací příčným skluzem a šplhem. Během deformace, tak můžou dislokace opustit skluzové roviny a anihilovat s dislokacemi opačných znamének. Řídícím mechanisme zotavení je šplhání dislokací za současné migrace vakancí [8].

1.3.4 Dynamická rekrytalizace

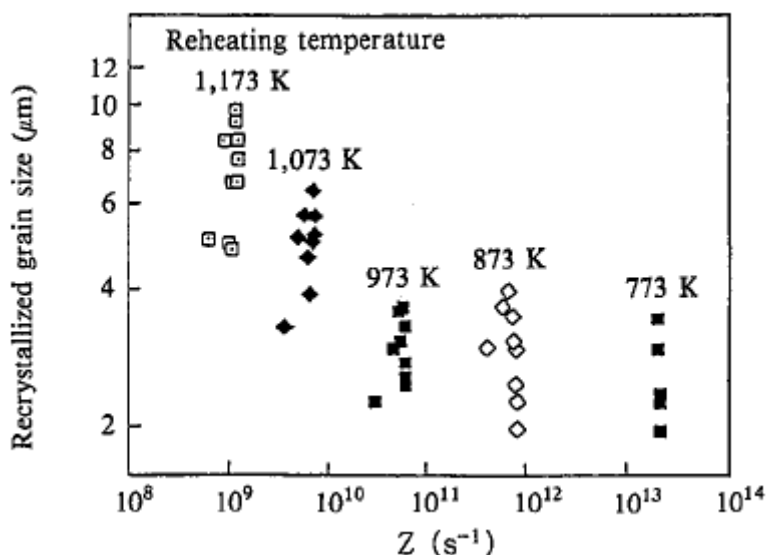
Dynamická rekrytalizace probíhá při docílení tzv. ustáleného stavu během tváření za tepla. Dochází k nastolení rovnováhy mezi zpevňováním a odpevňováním kovu při dosažení kritické deformace. Dynamická rekrytalizace přednostně probíhá u kovů s nízkou EVCH, kdy je vznikající dislokační síťová nepropustná pro procházející dislokace. Rekrytalizační proces obsahuje nukleaci zárodků a jejich růst, přičemž určujícím faktorem pro průběh rekrytalizace a vlastnosti rekrytalizovaného materiálu je rychlost tvorby zárodků. Zárodky přednostně vznikají koalesencí subzrn v místech s vyšší energií mřížky (podobně jako u statické rekrytalizace). Dynamickou rekrytalizaci lze identifikovat pomocí mechanických zkoušek za tepla, kdy po překročení určité deformace dochází k poklesu napětí a k jeho ustálení se zvyšující se deformací [52].

Kinetika

Kinetiku dynamické rekrytalizace lze sledovat pomocí spojitých křivek vyjadřující závislost mezi napětím a deformací. Ty jsou souhrnně definovány tzv. Zenerovým - Hollomonovým parametrem Z [s^{-1}]:

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{R \cdot T}\right) \quad (7)$$

kde T je teplota deformace udávána v [K], R molární plynová konstanta a $\dot{\epsilon}$ [s^{-1}] je deformační rychlost. Aktivační energie při tváření za tepla Q [kJ/mol] vnáší do veličiny Z materiálový faktor. Aktivační energie Q [kJ.mol $^{-1}$] závisí na chemickém složení a na mikrostruktuře materiálu tvářeného za tepla [53, 54]. Tato velice důležitá materiálová konstanta se používá k predikci počátku dynamické rekrytalizace a může být využita k matematickému popisu napěťových křivek [8]. Hodnoty Z (pro $Q = 185$ kJ/mol) pro válcování komerčně čistého Ti jsou uvedeny na **Obr. 20** [19].



Obr. 20 Hodnoty Z parametru pro válcování komerčně čistého titanu při různých teplotách. Recrystallized grain size – střední velikost rekrytalizovaných zrn, Reheating temperature – teplota ohřevu v kelvinech [19].

K popisu kinetiky dynamické rekrytalizace je často využívána namísto času velikost deformace. Podíl dynamicky rekrytalizované struktury X_{DRX} [-] pak může být vyjádřen následujícím vztahem:

$$X_{DRX} = 1 - \exp b \cdot \left(\frac{\epsilon - \epsilon_c}{\epsilon_p} \right)^k \quad (8)$$

kde B je materiálová konstanta, ϵ_c [-] je kritická deformace nutná k vyvolání dynamické rekrytalizace a ϵ_p [-] je píkova deformace [44].

1.3.5 Postdynamická rekrytalizace

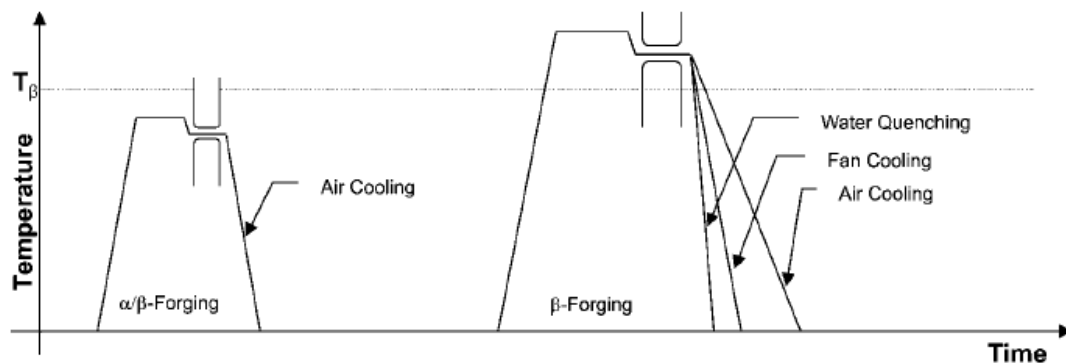
Pokud je při vysokoteplotním tváření překročena kritická deformace pro statickou rekrytalizaci a pokud došlo pouze k dynamickému zotavení, následuje po určité inkubační době statická rekrytalizace. Inkubační doba je nutná pro vytvoření nukleačních zárodků. Rychlost rekrytalizace se zvětšuje a zároveň se zkracuje inkubační doba, pokud je vyšší teplota a větší deformace. Postdynamickou rekrytalizací může být při dostatečné prodlevě zcela odstraněno zpevnění [55].

2 Charakteristika tváření titanu a jeho slitin

V případě tváření Ti za tepla je velice důležité reflektovat teplotu úplné fázové transformace v případě alfa a alfa + beta slitin. Rozmezí tvářecích teplot a stupeň deformace při tváření definují finální strukturu, a tím i finální mechanické vlastnosti polotovaru [56]. Nejzákladnějším příkladem je tváření nejčastěji používané slitiny Ti6Al4V. Jedná se o slitinu alfa + beta, tedy finální struktura je ve většině případů tvořena určitým poměrem těchto dvou fází, který je dán teplotou tváření a deformací. V případě odlití ingotu se v první fázi rozbíjí struktura v oblasti úplného výskytu beta fáze (beta kování), finální tváření již probíhá v rozmezí 705 – 870 °C (alfa + beta kování), **Obr. 21**. Deformací v tomto rozmezí je řízen podíl fází, tím i finální vlastnosti polotovaru. Nižší teploty vedou k vytvoření velkého podílu alfa fáze, což je spojeno s poklesem plasticity materiálu. Zmíněný postup tváření je volen ve většině případů [57]. Pro komerčně čistý Ti je situace poněkud jednodušší, neboť finální vlastnosti jsou především dány morfologií alfa fáze a velikostí zrna. Finální tváření vždy probíhá pod teplotou úplné fázové transformace, struktura tak bývá vysoce deformována (zpevněná). Finální velikost zrna a homogenita mechanických vlastností je docílena rekrytalizačním žháním. Shrnutí vlivu parametrů na kování Ti je uvedeno na **Obr. 21**. Vliv charakteru struktury na užité vlastnosti finální polotovaru je uveden v **Tab. 4**. Z tabulky je patrné, že finální vlastnosti jsou výrazně ovlivněny strukturou, zpracování se tak volí dle aplikace polotovaru [6].

Tab. 4 Vliv charakteru struktury na užité vlastnosti polotovarů z titanových slitin [58].

Charakter struktury	Výhody	Nevýhody
Rovnoosé zrna α	Pevnost	Lomová houževnatost
	Tažnost	Odolnost vůči šíření únavových trhlin
	Odolnost vůči iniciaci únavových trhlin	Odolnost vůči iniciaci únavových trhlin
Widmanstattenova α	Lomová houževnatost	Pevnost
	Odolnost vůči šíření únavových trhlin	Tažnost
	Odolnost vůči iniciaci únavových trhlin	Odolnost vůči iniciaci únavových trhlin
	Odolnost vůči creepu	
Bimodální α struktura	Pevnost	Lomová houževnatost
	Tažnost	Odolnost vůči šíření únavových trhlin
	Odolnost vůči iniciaci únavových trhlin	
	Odolnost vůči nízkocyklové únavě	
Lamelární α	Lomová houževnatost	Pevnost
	Odolnost vůči šíření únavových trhlin	Tažnost
	Odolnost vůči iniciaci únavových trhlin	Odolnost vůči iniciaci únavových trhlin
		Odolnost vůči nízkocyklové únavě
Hrubozrná β	Lomová houževnatost	Pevnost
	Creep	Tažnost
		Odolnost vůči iniciaci únavových trhlin
		Odolnost vůči nízkocyklové únavě
Jemnozrná β struktura	Pevnost	Lomová houževnatost
	Tažnost	Notched fatigue resistance
	Odolnost vůči iniciaci únavových trhlin	
α vyloučená po hranicích zrn	Lomová houževnatost	Tažnost
	Odolnost vůči šíření únavových trhlin	Odolnost vůči iniciaci únavových trhlin
	Odolnost vůči iniciaci únavových trhlin	Odolnost vůči nízkocyklové únavě



Obr. 21 Parametry ovlivňující proces kování Ti. Temperature – teplota, Time – čas, Forging – kování, Air cooling – ochlazení na vzduchu, Water Quenching – ochlazení ve vodě, Fan cooling – ochlazení vzduchem [6].

Z hlediska technologických podmínek je vždy třeba brát v úvahu vysokou afinitu Ti ke kyslíku. Za zvýšených teplot kyslík difunduje do povrchových vrstev a stabilizuje alfa fázi. Vysoce obohacená alfa fáze kyslíkem se může stát křehkou a iniciovat praskání polotovaru. V případě kování se volí dostatečný přídavek, který počítá s odstraněním povrchu, dále se polotovary natírají speciálními nátěry, jež omezují difuzi kyslíku (vodíku). Během ohřevů, či kování je nutné zamezit kontakt s okujemi (na bázi FeO), neboť může dojít k explozivní reakci [58].

Při tváření Ti je potřeba dále brát v úvahu značné odpružení materiálu, to je způsobeno poměrně nízkým modulem pružnosti. Hodnota odpružení je vždy závislá na předchozím způsobu tváření materiálu. Odpružení je korigováno vhodným navržením nástrojů, či operací „hot sizing“. Dalším problémem je vysoká tendence Ti k zadírání. Ti má obecně vysoký koeficient tření a navržení správné lubrikace (podmínek tváření) vyžaduje vysokou pozornost. Při tváření je obecně nezbytné pracovat s vhodnými mazivy, která vytvářejí film odolný vůči tlaku, šetří povrch nástroje a zamezují přímému kontaktu titanu či titanové slitiny s jeho povrchem a zabraňují tak zadírání. Vhodná jsou moderní maziva na bázi polyethylenu, polypropylenu, resp. pro práci při vyšších teplotách maziva obsahující mikrodisulfid nebo grafit [58, 59].

Konvenční tepelné zpracování tvářených polotovarů

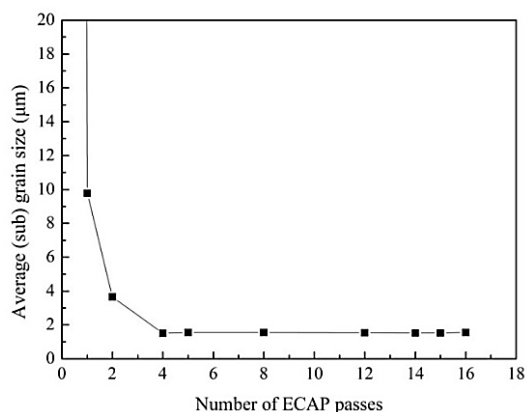
Nejběžnějším tepelným zpracováním titanu je rekrytalizační žíhání a žíhání k odstranění pnutí. Rekrytalizační žíhání se provádí při teplotách 600 - 700 °C (2 hodiny), finální struktura je tak tvořená rovnoosými zrny. Žíhání k odstranění pnutí se uskutečňuje při teplotě 540 - 600 °C na 15 - 30 minut. Z důvodu vysoké afinity k plynům (O_2 , N_2 , H_2) je mezižíhání a finální žíhání realizováno ve vakuu nebo také v inertní plynové atmosféře. Vakuovým odplyňováním se odstraňují nadbytky zachyceného vodíku [60].

3 Intenzivní plastická deformace

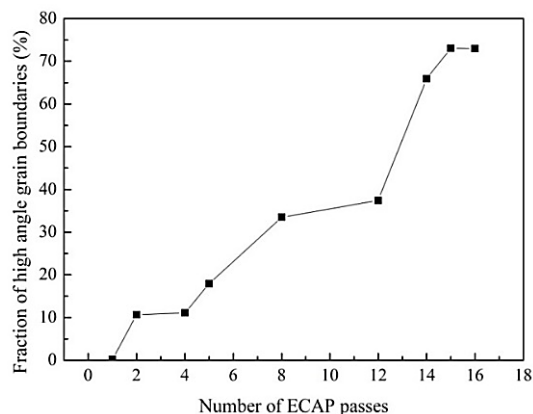
3.1 Materiálový fenomén intenzivní plastické deformace

Pojem intenzivní plastické deformace v sobě zahrnuje procesy, jež vedou k výraznému zjemnění zrna u kovových materiálů při aplikaci stříhové deformace za přítomnosti hydrostatického tlaku (metoda ECAP, či HCP,..) [61]. Velikost zrna po zpracování dosahuje stovek až desítek nanometrů, v určitých případech tak lze hovořit o tzv. „bottom down“ strategii tvorby nano materiálu [62]. Jak již bylo zmíněno v kapitole 2.3, pevnostní charakteristiky se zmenšující se velikostí zrna rostou. Zvýšení pevnosti však nemusí být jediným aspektem, dále se například zvyšuje proliferace osteoblastů, či dochází ke změně elektrických vlastností [63, 64]. V současné době dochází k rozkrývání potenciálu SPD zpracovaných materiálů a již se pracuje na implementaci takto vzniklých materiálů v různých odvětvích průmyslu [65].

Ve většině případů jsou metody založeny na bázi tváření, nicméně již teď existují metody, které vedou ke zjemnění pouze v oblasti povrchu (kryogenní obrábění, či kryogenní pískování)[66]. Základní teorie popisuje následný sled jevů, které vedou ke zjemnění zrna. Při aplikaci vysokého stupně skutečné deformace, hydrostatického tlaku, smykové deformace při teplotách nižších, než je teplota rekystalizace, dochází ke vzniku vysoké hustoty dislokací, což vede k velkému navýšení vnitřní energie materiálu [61]. Za účelem snížení celkové vnitřní energie materiálu dochází k reorganizaci dislokací a k tvorbě velice jemných zrn. V případě aplikace dalšího zatížení již nedochází ke zjemnění zrn, ale k rotaci zrn [67]. Ze zmíněné definice plyne, že zpevnění velikostí zrn je limitní, to již bylo zmíněno v kapitole 2.3. Konkrétní příklad je uveden na **Obr. 22**, kdy po určitém počtu průchodů metodou ECAP již nedochází k dalšímu zjemnění zrn, nýbrž k rotaci zrn a ke zvýšení frakce vysokouhlových hranic zrn [68]. Při dobře zvolené strategii přípravy je výsledná struktura tvořena rovnoosými zrny. Dislokační hustota bývá poněkud nehomogenní. Ukázka typické struktury po aplikaci SPD procesu je uvedena na **Obr. 23** [61]. Co se hranic zrn týče, tak jsou definována jako vysokoenergetická, to je dáno vysokou dislokační hustotou a distorzí mřížky vlivem značné nekoherence. Hranic zrn tak vyvolávají značná elastická napětí ve struktuře [61]. V porovnání s klasickým tvářením za studena nedochází k intenzivnímu prodlužování zrn, či k takovému nárůstu dislokační hustoty [69]. Po zpracování pomocí SPD procesu tak nedochází k vyčerpání plasticity materiálu, a díky tomu dochází k minimálnímu poklesu tažnosti materiálu (v určitých případech). V poslední době například probíhá vývoj využití SPD procesů v oblasti tváření slitin na bázi Mg. Tyto slitiny jsou obecně velice špatně tvářitelné za studena, to je dáno především značnou anizotropií těchto slitin. Při aplikaci SPD procesu dochází k tvorbě velice jemných rovnoosých zrn, přičemž struktura má z hlediska textury relativně náhodný charakter, tento jev má velice pozitivní vliv na tvářitelnost [36, 70, 71].



a.



b.

Obr. 22 Závislost velikosti zrna (a) a podíl vysokoúhlových hranic (b) na počtu průchodů. Average grain size – střední velikost zrna, Number of ECAP passes – počet průchodů metodou ECAP, Fraction of high angle grain boundaries – frakce vysokoúhlových hranic zrn [68].



Obr. 23 Substruktura CP Ti po zpracování pomocí HCP metody [61].

Samotné metody přípravy objemových SPD materiálu lze rozdělit do dvou základních skupin. Jedná se o metody diskontinuální a kontinuální. Jak již z názvů plyne, rozdělení je především závislé na kontinuitě procesu [72]. Metody diskontinuální často umožňují výrobu pouze malých objemů. To bývá jejich nevýhodou, neboť je nelze plně implementovat do výroby. Často jsou, tak tyto metody spojeny s laboratorním zkoumáním vlivu SPD na materiálové vlastnosti. Hlavními představiteli této skupiny jsou: ECAP, HPT či Multiple Forging. Metody kontinuální (semi - kontinuální) existují stále spíše v experimentálním měřítku, to je dáno technologickými problémy, nicméně v nejbližší době se očekává jejich implementace ve výrobě. Představiteli jsou například Conform ECAP, ECAS, ARB, Rotační kování s velkým stupněm přetvoření či DRECE [73]. V dalších kapitolách bude věnována pozornost metodám ECAP, Conform ECAP a rotačního kování s velkým stupněm přetvoření, neboť se přímo vážou na téma disertační práce.

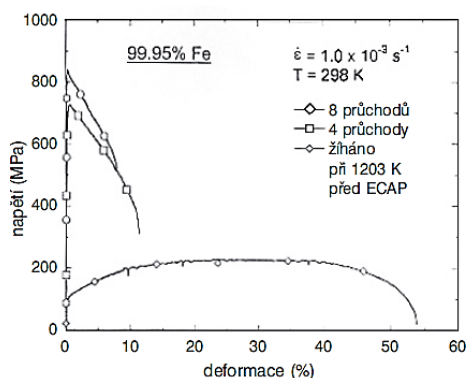
3.2 Vybrané vlastnosti ultra až nano jemnozrnných materiálů

Velikost zrna výrazným způsobem ovlivňuje mechanické vlastnosti materiálu, to již bylo zmíněno ve stati popisující Hall – Petchovu závislost. Velikost zrna však ovlivňuje i další

vlastnosti jako například, creepové chování, superplasticitu či chování korozní. V této stati je popsán vliv SPD zpracování na mechanické vlastnosti.

3.2.1 Pevnost, mez kluzu a tažnost

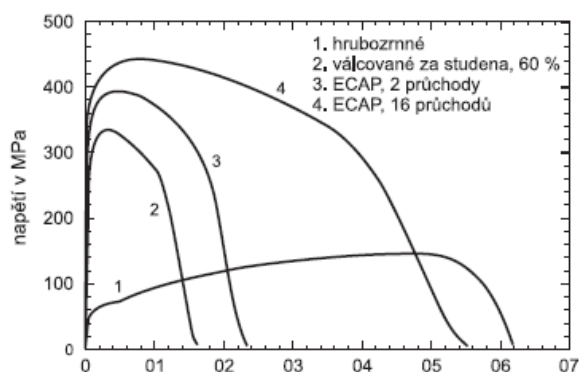
Zvyšování meze pevnosti je obecně spojeno s poklesem tažnosti, to je dáno především omezením pohybu dislokací. Tento fenomén je obecně možné sledovat během deformačního zpevnění, či u zpevnění kovů tuhým roztokem (legováním). Dochází k přibližování hodnot meze pevnosti a meze kluzu. V případě deformačního zpevnění dochází k protahování výchozích zrn, ke zvyšování dislokační hustoty a k tvorbě výrazné textury. Hranice zrn jsou po deformačním zpevnění malo-úhlé. Materiál se plasticky vyčerpává, to je možné sledovat při zkouškách houževnatosti, či lze sledovat pokles plochy pod tahovou křivkou [29, 36]. Obdobný charakter lze pozorovat u vybraných materiálů, které byly podrobeny zpracování pomocí technologie ECAP. Na **Obr. 24** je vyobrazena závislost napětí na deformaci při tahové zkoušce pro komerčně čisté železo, které bylo zpracované žíháním při 930 °C (výdrž 1 hodina), a po tváření pomocí technologie ECAP až 8x průchody. Při tváření ECAP byly použity úhly $\phi = 90^\circ$ a $\psi = 20^\circ$ (**Obr. 29**) a deformační cesta BC (**Obr. 31**). Výchozí mez kluzu pro sledovaný materiál byla 79 MPa, průměrná velikost zrna byla 200 μm . Zpracování 8x průchody vedlo ke zjemnění průměrné velikosti zrna na 235 nm. Závislost napětí a deformace při tahové zkoušce pro výchozí stav má rozsáhlou oblast deformačního zpevnění a velké prodloužení do lomu. Mez kluzu po zpracování technologií ECAP vykazuje výrazný nárůst a je téměř stejná jako mez pevnosti (cca 840 MPa). Plastické chování pro vzorek zpracovaný metodou ECAP je rozdílné ve srovnání se vzorkem žíhaným. Lze pozorovat krátký úsek deformačního zpevnění a plynulý pokles křivky napětí – deformace naznačující vznik krčku ihned po mezi kluzu. Prodloužení vzorků při lomu je výrazně nižší [74].



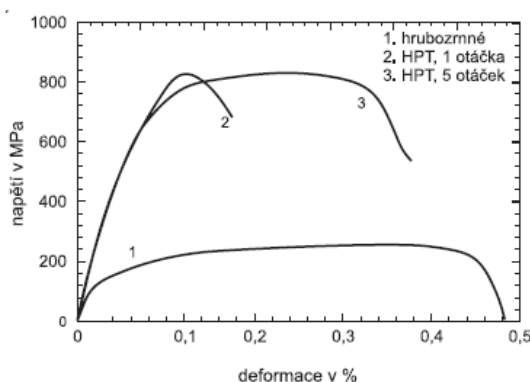
Obr. 24 Závislost tahového napětí na deformaci pro čisté žíhané železo a stav po tváření 4 a 8 průchody metodou ECAP [74].

V ultra až nano-jemnozrnných materiálech je tvorba a kumulace dislokací obtížná, z důvodu malé velikosti zrn. Dislokace jsou emitovány z jednoho segmentu hranic zrn a mizí v jiném, takže vnitřek zrn je bez dislokací. Z tohoto důvodu je v určitých ultra až nano-jemnozrnných materiálech sledováno nulové deformační zpevnění [36]. Tento jev však neplatí obecně. Výsledky rovněž hovoří o materiálech, u kterých bylo docíleno nejen vysoké pevnosti a meze kluzu, ale rovněž byla zachována plasticita (tažnost). Příkladem jsou čistá měď a titan, tyto materiály byly zpracovány metodou ECAP (čistá měď) a HPT (čistý titan) [75, 76]. Na **Obr. 25** jsou uvedeny výsledky pro čistou měď. Křivka 1 odpovídá žíhanému stavu, z výsledku plyne, že hrubozrnná měď má nízkou mez kluzu, ale vykazuje vysokou schopnost deformačního zpevnění a velkou tažnost do lomu. Tento jev bývá typický pro hrubozrnné kovy. Za účelem

srovnání byla čistá měď rovněž podrobena konvenčnímu válcování za studena, maximální úběr byl 60 % (křivka 2). Dle předpokladu, válcování za studena vedlo k výraznému zvýšení meze pevnosti, nicméně tažnost zaznamenala značný pokles. Podobné chování se projevilo i u vzorků po 2 průchodech technologií ECAP (křivka 3). Po 16 průchodech však došlo, jak ke zvýšení pevnosti, tak tažnosti (křivka 4), přičemž zvýšení tažnosti bylo významnější než zvýšení pevnosti. Podobné chování lze sledovat i pro čistý titan, který byl zpracován pomocí metody HPT (**Obr. 26**). Haoaoui et al. [77] připsali současné zvýšení pevnosti a tažnosti zjemnění zrna, dynamickému uzdravení a bimodálnímu charakteru velikosti zrna.



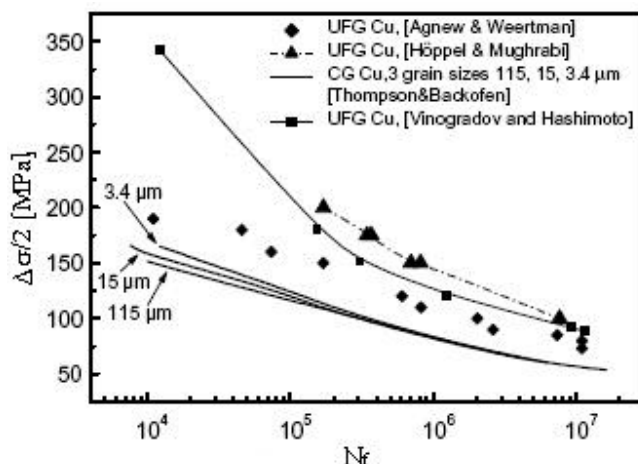
Obr. 25 Tahové křivky pro měď po různém zpracování [36].



Obr. 26 Tahové křivky pro čistý titan před a po zpracování pomocí HPT [36].

3.2.2 Únava

Obecné tvrzení, jež by dávalo přesnou představu, jakým způsobem je závislá únava na velikosti zrna, v současné době neexistuje. Únavové vlastnosti jsou především závislé na charakteru materiálu. Obecný vztah říká, že mez únavy je přibližně rovna polovině meze pevnosti materiálu. Toto tvrzení například nelze uplatnit u často zkoumané čisté mědi. Na **Obr. 27** je uvedena situace pro měď v závislosti na zpracování, respektive na velikosti zrna [78]. Thompson a kol. [79, 80] experimentálně prokázali, že změna velikosti zrna od 3,4 μm do 150 μm nemá měřitelný vliv na únavovou pevnost ve vysokocyklové oblasti. Z obrázku je zřejmé, že k výrazné změně vlivu velikosti zrna dochází při snížení pod 1 μm – zvýšení životnosti je velmi výrazné. Kromě toho lze pozorovat rozdíly mezi únavovými charakteristikami UFG Cu studované různými autory, přičemž tyto odlišnosti jsou pravděpodobně způsobeny detaily ECAP procesu. Tato pozorování indikují, že mechanismy únavového poškození, které fungují u materiálů s konvenční velikostí zrna, není možno jednoduše aplikovat na UFG struktury.



Obr. 27 Porovnání S–N křivek UFG mědi a mědi s konvenční velikostí zrna [81].

Pro komerčně čistý titan je uvedena situace v **Tab. 5**, kde je uveden vliv zpracování pomocí SPD na mechanické vlastnosti a mez únavy [63]. Z výsledků je patrné významné zvýšení únavové pevnosti ultra až nano jemnozrného titanu. Mez únavy a mechanické vlastnosti mohou dokonce převyšovat některé běžně používané slitiny (Ti Grade 5). U některých ultra jemnozrných kovů (především čistých) je však sledováno tzv. cyklické změkčování v oblasti nízké cyklové únavy. To je dáno především tepelnou nestabilitou extrémně deformovaných materiálů a možným zotavením při cyklickém zatěžování. Tento jev je u SPD materiálů jistou slabinou, není však sledován u titanu [61].

Tab. 5 Vliv zpracování na mechanické vlastnosti komerčně čistého titanu [63].

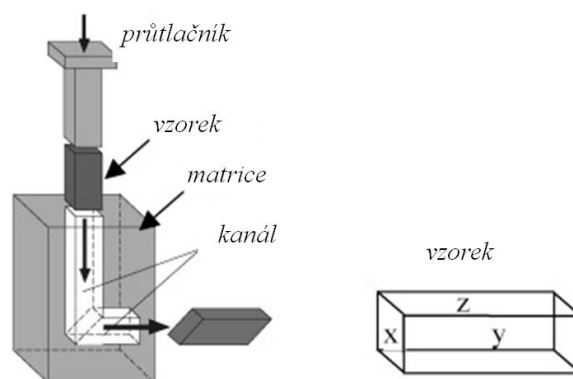
Materiál	Zpracování	OYS [MPa]	UTS [MPa]	EL [%]	Sf [MPa]
Ti Grade 2	Válcování za studena	380	460	26	240
	ECAP 8Bc - 400°C	640	810	15	380
	ECAP 8Bc - 400°C + válcování za studena	970	1050	8	420
	ECAP - 6Bc 420°C	630	670	32	350
	ECAP 4A - 360°C	610	780	22	415
	ECAP 4C - 360°C	600	630	26	325
Ti Grade 4	ECAP 4CA -360°C	580	620	24	316
	ECAP - 1350°C s protitlakem	620	670	11	300
	ECAP 2A - 350°C s protitlakem	660	725	13	310
	ECAP - 450 – 400°C 8Bc + kování	860	995	14	500
	ECAP 8Bc + kování + tažení	1060	1210	2	600

3.3 Metoda přípravy ultra až nano – jemnozrných materiálů

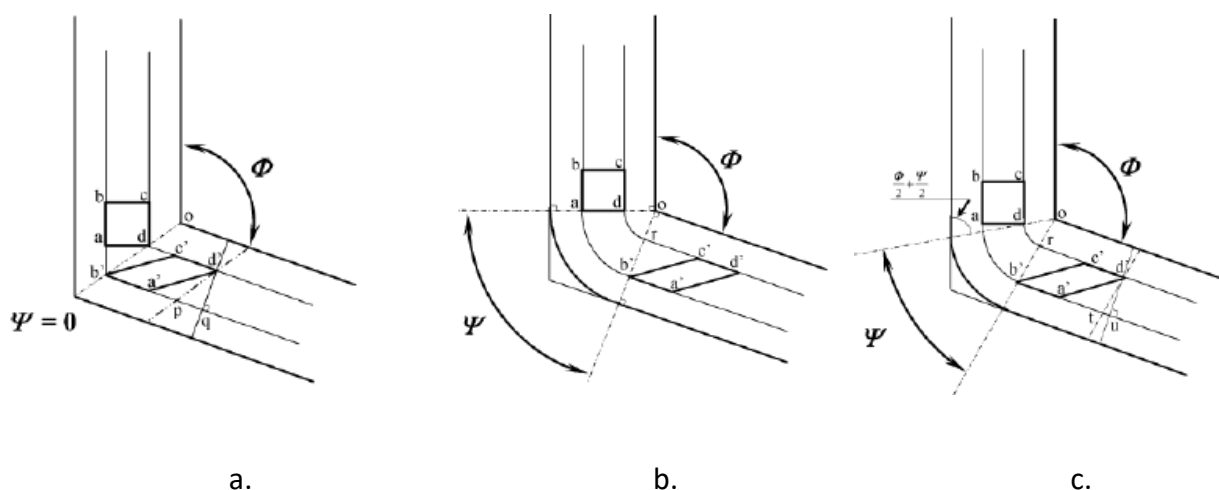
Jak již bylo zmíněno v předchozí stati, v této kapitole jsou popsány metody týkající se zpracování materiálu pro dosažení ultra až nano jemnozrné struktury.

Metoda ECAP neboli úhlové protlačování bez změny průřezu je vůbec nejznámější metodou přípravy UFG a NG materiálů. Principem je protlačování vstupního polotovaru (kruhového, či čtvercového) záputkou s průchozím kanálem skládajícím se ze dvou kanálů (vstupní a výstupní), které se protínají z pravidla pod úhlem ϕ (obvykle $\phi = 90^\circ$) (**Obr. 28**). Úhel

vnější strany kanálu je popisován jako ψ . Tyto dva základní úhly mají zásadní vliv na stupeň přetvoření materiálu, možné kombinace jsou uvedeny na **Obr. 29**. Vstupní polotovaz se založí do zápusky a následně je pístem protlačen uhlovým kanálem. V oblasti průtnutí kanálů vzniká během tváření oblast smykové deformace, která vede k rapidnímu zjemnění výchozí struktury. Okolní zápuska zajišťuje dostatečný hydrostatický tlak, který brání vzniku trhlin při tváření. Zápusky, či polotovazy se obvykle lubrikují. Pro dosažení určité teploty je možné zápusku přehřívat [82, 83].



Obr. 28 Schéma metody ECAP [82].



Obr. 29 Možnosti spojení protlačovacího kanálu: a) $\psi = 0^\circ$; b) $\psi = \pi - \phi$; c) ψ je v intervalu od $\psi = 0^\circ$ do $\pi - \phi$ [82].

Deformace

Velikost vložené skutečné deformace se především odvíjí od již zmíněných úhlů ϕ a ψ . Variací těchto úhlů dochází ke změně vložené deformace. Již zmíněný **Obr. 29 a** demonstruje situaci, kdy $\psi = 0^\circ$. Rozdílný úhel zaoblení $\psi = (\pi - \phi)^\circ$, nám popisuje **Obr. 29 b**. **Obr. 29 c** ukazuje situaci, kdy se úhel nalézá v intervalu $0^\circ < \psi < (\pi - \phi)^\circ$. Při zanedbání třecích účinků je určena deformace dle **Obr. 29**. Vstupní čtvercový element (a, b, c, d) je protlačen oblastí smykové deformace a deformuje se na rovnoběžník (a', b', c', d'). Pro vybraný element je deformace popsána následujícím vztahem:

$$\gamma = 2 \cot g\left(\frac{\phi}{2}\right) \quad (9),$$

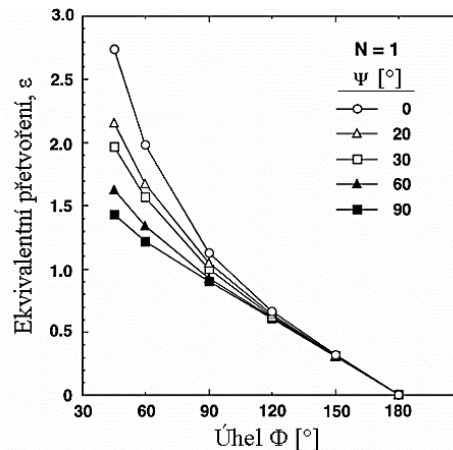
kde γ – smyková deformace [-] a ϕ – vnitřní úhel [rad]. Obecný vzorec vyplývá z **Obr. 29 c**:

$$\gamma = 2 \cot g\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} - \frac{\psi}{2}\right) \quad (10).$$

Deformace skutečná pro n průchodů je pak dána vztahem:

$$\varepsilon_n = \frac{n}{\sqrt{3}} \left[2 \cot g \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (11),$$

kde ε_n – deformace po n průchodech [-] a n – počet průchodů [-]. Tento vztah byl verifikován při zpracování čistého Al. Shoda dosáhla 85 %. Odchylka je přisuzována především vlivu tření. Závislost vlivu uhlů ϕ a ψ na ekvivalentní přetvoření ε (na skutečnou deformaci) je uvedena na **Obr. 30**. Z obrázků vyplívá, že skutečná deformace roste se snižujícími se úhly ϕ a ψ [61, 84].



Obr. 30 Vliv uhlů ϕ a ψ na ekvivalentní přetvoření ε (na skutečnou deformaci) [84]

Vliv deformační cesty

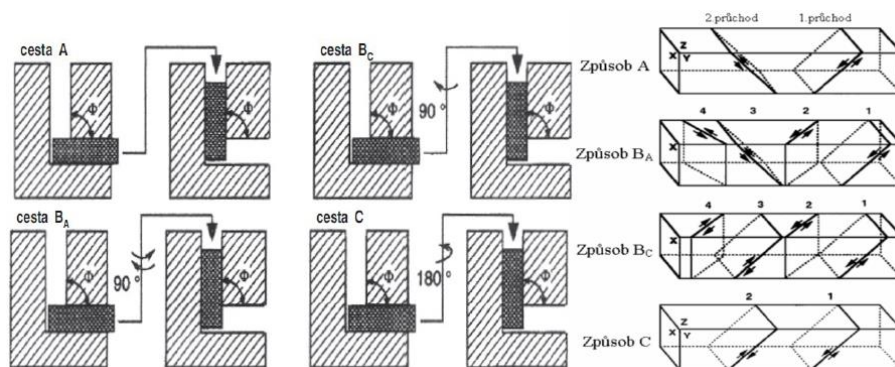
Při vícenásobném protlačování polotovaru zápusťkou je možné zakládat polotovar různými způsoby. Způsob zakládání polotovaru má přímý vliv na smykovou deformaci materiálu a na finální vlastnosti materiálu. Volba deformační cesty především ovlivňuje homogenitu dosažené struktury z hlediska morfologie zrn, jejich velikosti a dále například z hlediska textury. Konkrétní schémata deformačních cest jsou uvedeny na **Obr. 31** [82, 83].

Cesta A - je vzorek protlačován beze změny počáteční orientace.

Cesta B_A - vzorek po každém protlačení střídavě otáčen o 90° kolem své podélné osy.

Cesta B_C – polotovar je po každém protlačení otáčen o 90° kolem své podélné osy vždy stejným směrem.

Cesta C – polotovar je po každém protlačení otáčen o 180° kolem své podélné osy taktéž vždy stejným směrem.



Obr. 31 Schéma jednotlivých typů deformačních cest a jejich smykové roviny [61].

Vliv rychlosti protlačování

Rychlost protlačování je u tohoto procesu v rozmezí $0,001 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ až $20 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$. Rychlost může vést k rozdíům při zpevňování materiálu, či při zotavovacích procesech [85].

Vliv protitlaku

Protitlak vede ke zvýšení stability toku a deformace. Dále dochází ke zvýšení hydrostatického tlaku uvnitř zápustky, což má pozitivní dopad na tvářitelnost a prevenci šíření trhlin [86].

Vliv teploty

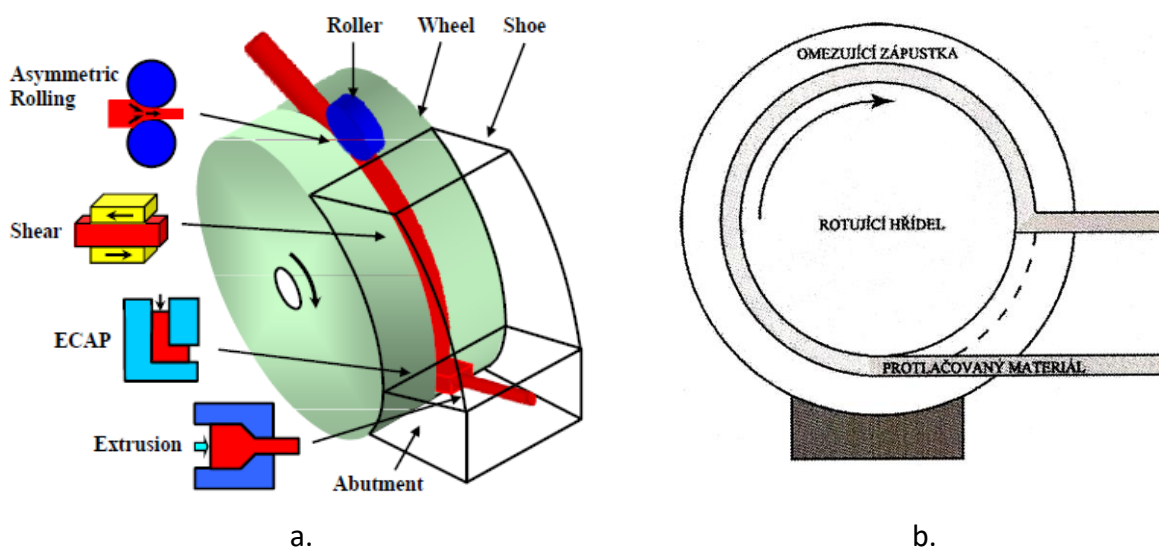
Teplota významným způsobem ovlivňuje proces. Obecně vyšší teplota při tváření podporuje změkčující procesy a lze tak očekávat vyšší velikost zrna. Na druhé straně se zmenšují tvářecí síly. Obecně je nutné teplotu držet pod rekrytalizační teplotou z důvodu dosažení zjemnění struktury [6].

3.3.1 Technologie Conform

Technologie Conform je v běžné praxi používána pro protlačování slitin na bázi Al a Cu. Pomocí této technologie je možné vyrobit velice členité průřezy, trubky či dokonce pásy, přičemž výroba probíhá nepřetržitě. Schéma technologie je uvedeno na **Obr. 32 a**. Vstupní polotovar je kontinuálně zakládán mezi kladku a kolo, které je opatřeno drážkou po jeho obvodu. Kladka vtlačí materiál do drážky a otáčející se kolo unáší materiál směrem do tvářecí komory. Při dosažení tvářecí komory zasáhne materiál abutment a dochází ke změně toku o 90° směrem k průvlaku, který definuje finální průřez. Dostatečná tvářecí síla je vyvozena třením mezi polotovarem a tvářecím kolem. Ze schématu vyplývá komplexnost procesu, neboť při zatlačení dochází k asymetrickému válcování polotovaru (Assymetric Rolling), následně je materiál unášen třecím účinkem mezi polotovarem a kolem, při dosažení abutmentu dochází ke změně toku o 90° (ECAP) a v posledním kroku je materiál protlačen průvlakem definující finální tvar. Všechny zmíněné procedury vedou k tváření materiálu a značně ovlivňují proces tváření [87, 88].

V.M. Segal první zmínil možnost využití této technologie pro výrobu ultra až nano jemnozrnných materiálů při modifikaci tvářecí komory, dle již známé technologie ECAP [89]. Další rozvinutí této možnosti bylo zkoumáno především kolem skupiny R.Z. Valieva [90]. Ti modifikovali tvářecí komoru dle technologie ECAP a provedli zpracování čistého Al. Technologii nazvali ECAP-Conform (**Obr. 32 b**) [82, 90, 91]. Materiál je v tomto případě

zakládán spodem, úhel ϕ je přibližně 120° . Polotovary má čtvercový průřez. Technologii skupina úspěšně aplikovala na CP Ti, čímž docílili významného zvýšení mechanických vlastností. Nicméně stále upozorňují na nestabilitu procesu a sníženou kvalitu výstupních polotovarů, to je dáno především velkým sklonem Ti k zadírání. Titanové polotovary zpracovávají až osmi průchody, což poněkud eliminuje kontinuitu procesu. Dosahované délky jsou přibližně 6 m. Jistou konkurencí v této oblasti je skupina v rámci organizace COMTES FHT a.s., ta v přibližně stejné době začala vyvíjet metodu Conform SPD [92, 93]. Jedná se podobný princip, nicméně kruhový polotovar je v tomto případě zakládán v horní části a úhel ϕ je přibližně 90° . Obě technologie fungují na velice podobném principu a v dnešní době je cílem především procesy stabilizovat a navrhnout nástroje, které dlouhodobě vydrží značné zatížení.

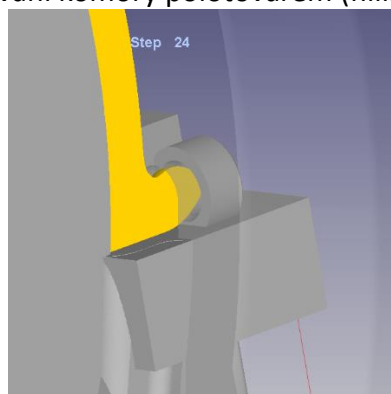


Obr. 32 (a) Schéma technologie Conform SPD, (b) schéma technologie ECAP – Conform. Asymmetric rolling – asymetrické válcování, Shear – smyk, Extrusion – protlačování, Roller – kladka, Wheel – kolo, Shoe – bota [90].

3.3.1.1 Tok materiálu během procesu protlačování

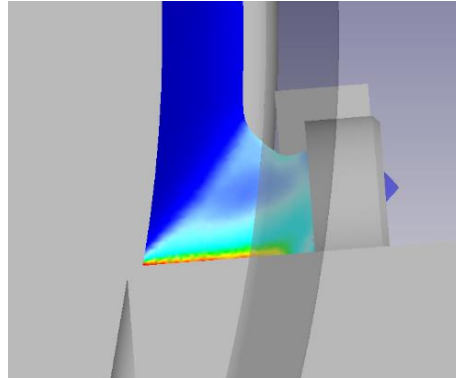
V této kapitole je popsán proces kontinuálního protlačování.

1. Materiál je přitlačen kladkou (coining wheel - roller) do drážky tvářecího kola **Obr. 32**.
2. Když dosáhne materiál abutmentu (**Obr. 32**) dochází ke změně směru toku materiálu přibližně o 90° . Dochází k mírnému napěchování polotovaru (uppsetting stage) v oblasti nad abutmentem.
3. Postupně dochází k vyplňování komory polotovarem (filling stage) (**Obr. 33**).



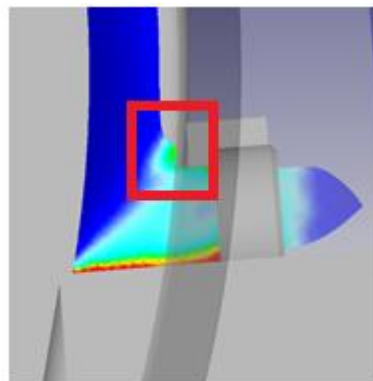
Obr. 33 Vyplňování komory materiálem v počátku procesu kontinuálního protlačování [94].

4. Následně dochází k počátečnímu protlačování profilu. Začátek procesu se obvykle projevuje zvýšeným výkonem stroje, neboť stále není ustaven tzv. „steady state“, kdy se materiál stává plastickým vzhledem dynamicky probíhajícím rekrytalizačním jevům (**Obr. 34**).



Obr. 34 Počáteční protlačování profilu při kontinuálním protlačování [95].

5. Po úplném vyplnění tvářecí komory dochází k dalšímu napěchování materiálu v oblasti nad abutmentem (**Obr. 35**). Délka napěchované oblasti nad palcem je nazývána jako „extrusion grip length“ (**Obr. 39**). Materiál se vlivem značných deformací a deformačního tepla stává plastický. Takto ustálený stav umožňuje stabilní produkci profilu („steady state“).



Obr. 35 Oblast napěchování materiálu v oblasti nad abutmentem [95].

3.3.1.2 Parametry ovlivňující proces

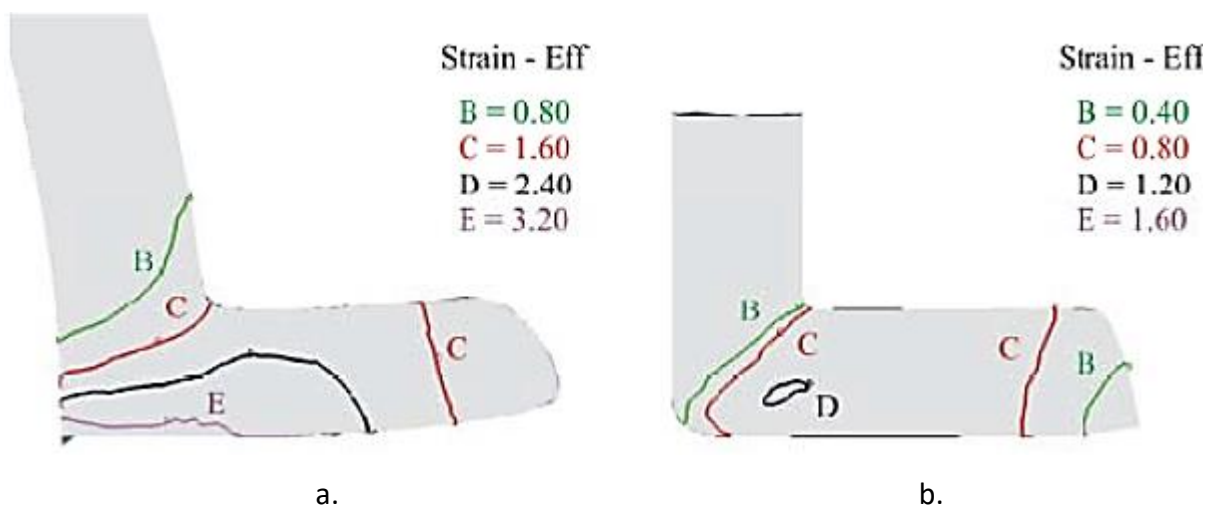
Skutečná deformace

V případě protlačování za tepla se uvažuje především finální redukce průřezu a skutečná deformace se vypočte vztahem známým pro proces protlačování, tedy poměrem mezi vstupním a výstupním průřezem dle rovnice [96]:

$$\varepsilon = \ln \frac{A_0}{A_F} \quad (12),$$

kde A_0 reprezentuje plochu polotovaru a A_F plochu po protlačení. V případě modifikace komory na způsob ECAP se analyticky skutečná deformace vypočte dle vztahu (12). Nicméně z **Obr. 36** a vyplývá, že skutečná deformace u Conformu bude vyšší vzhledem ke komplexnosti

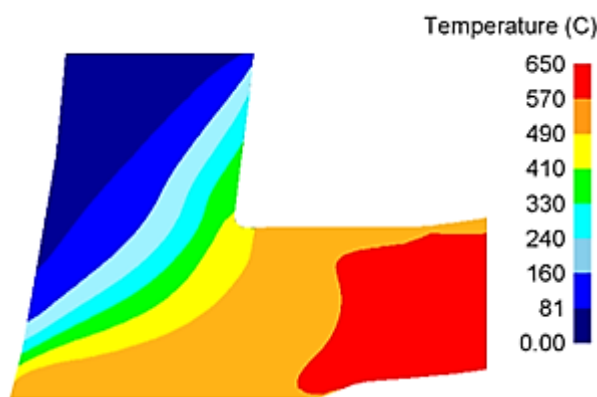
procesu (třecí účinky). Z porovnání vyplývá, že vyššího stupně skutečné deformace je dosahováno metodou Conform [94].



Obr. 36 Porovnání velikosti skutečné deformace pro metodu Conform (a) a ECAP (b). Strain – Eff – skutečná deformace [94].

Vliv teploty

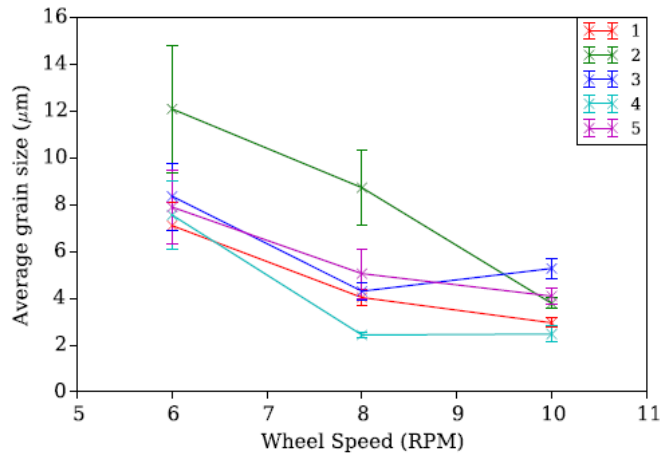
Se zvyšující se teplotou obecně klesají silové poměry nutné k protlačení polotovaru. Obecně mohou zařízení opatřeny předehřevem komory, nicméně při dosažení stabilního procesu se generuje značné množství deformačního tepla, které zpravidla dostačuje. Na **Obr. 37** je uvedeno rozložení teploty při kontinuálním protlačování pásku. Vstupní teplota polotovaru před vstupem do komory dosahovala 600 °C. V oblasti maximální deformace teplota dosahuje teploty kolem 950 °C. Numerické modely obecně počítají s modelem, kdy 90 % vložené práce (deformace) je přeměněno na deformační teplo [92, 95], zbytek (10%) pak na změnu tvaru.



Obr. 37 Generace deformačního tepla při kontinuálním protlačování pásku. Temperature – Teplota [95].

Vliv rychlosti tvářecího kola

Se zvyšující se rychlostí kola roste i deformační rychlost. To vede k intenzivnějšímu zpevňování během procesu tváření, či k dosažení jemnější struktury po tváření. Vliv rychlosti tvářecího kola na velikost zrna při protlačování práškového titanu je uvedena na **Obr. 38** [13].



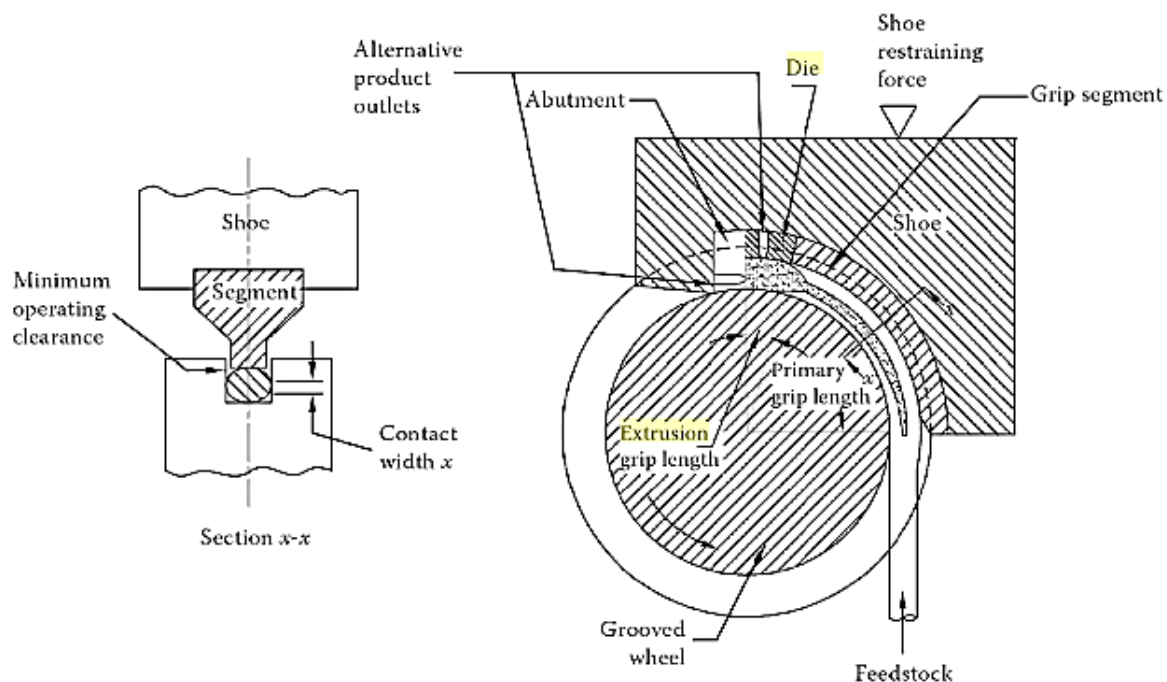
Obr. 38 Vliv rychlosti protlačování na velikost zrna pro čistý titan. Average grain size – střední velikost zrna, Wheel Speed – rychlost kola [13].

Protlačovací poměr

Protlačovací poměr je v případě klasického protlačování vyjádřen poměrem plochy vstupního a výstupního polotovaru [97]. V případě technologie Conform je užíváno poměru mezi průřezem nástrojové komory před protlačení a polotovaru po protlačení. Protlačovací poměr je vždy pro protlačování volen v určitém rozmezí. Obecně je nutné brát v potaz při konstrukci nástrojů rovnoměrnost toku výstupního profilu, dostatečné vyplnění komory a homogenost deformace ve výsledném průřezu.

Velikost kontaktní plochy mezi polotovarem a tvářecím kolem

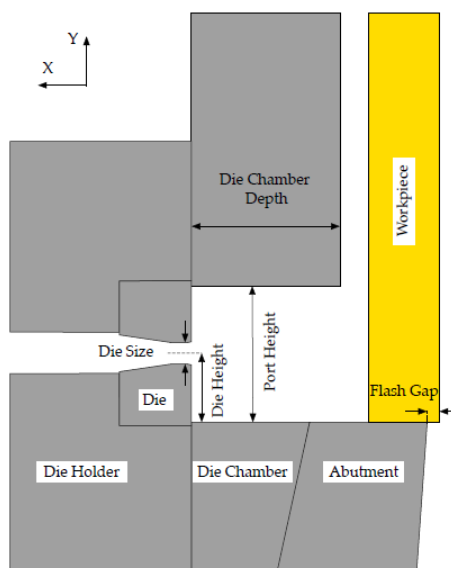
Tato veličina je definována v anglickém jazyce jako „grip length“ (**Obr. 39**). Jedná se o délku kontaktu mezi tvářecím kolem a polotovarem. Obecně platí závislost, že se zvyšující se délkou roste tlak vyvíjený na abutment. Volba přílišné délky může vést k zvýšenému namáhání nástrojů, či k přílišné tvorbě odpadu při úniku materiálu v mezeře vznikající mezi abutmentem a drážkou v tvářecím kole. Vzdálenost je rozdělena na dvě sekce, jedná se o tzv. „primary grip length“, materiál je v této sekci pouze zatlačen do drážky a třením unášen do tvářecí komory. Po dosažení materiálu abutmentu dochází k napěchování v oblasti abutmentu. Délka na napěchované části je nazývána jako „extrusion grip length“ [87].



Obr. 39 Vyznačení kontaktní plochy mezi kolem a polotovarem (grip length). Minimum operating clearance – minimální provozní vůle, Shoe – bota, Contact width x – kontaktní šířka, Die – průvlak, Shoe restraining force – přitlačovací ústrojí, Primary grip length – primární kontaktní délka, Extrusion grip length – protlačovací kontaktní délka, Grooved wheel – tvářecí kolo s drážkou, Feedstock - polotovar [87].

Vliv protlačovací mezery mezi tvářecím kolem a abutmentem

Tento parametr ovlivňuje tvorbu tzv. „scrapu“, jedná se o technologický odpad, který vzniká při neúplném odvedení materiálu průvlakem (die ring), **Obr. 40**. Mezera dále ovlivňuje hydrostatický tlak v komoře, s jejím zvětšením tlak klesá, s tím i namáhání nástrojů. Nastavení mezery je stanovováno experimentálně se zřetelem na efektivitu procesu [13].

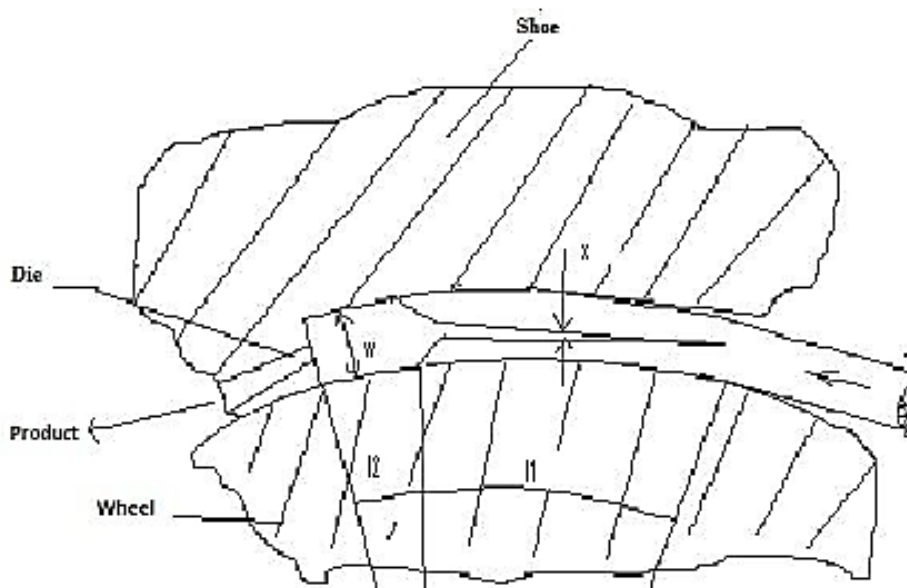


Obr. 40 Vyznačení mezery mezi tvářecím kolem a abutmentem (flash gap). Workpiece – polotovaz, Flash gap – mezera mezi kolem a abutmentem, Die Chamber Depth – délka tvářecí komory, Port height – výška komory, Die Height – výška uložení výstupního profilu, Die Chamber – tvářecí komora, Die – průvlak, Die size – průměr výstupního profilu, Die Holder – objímka průvlaku [13].

3.3.1.3 Analytické stanovení základních parametrů procesu

Stanovení kontaktní délky (grip length) [98]

Při procesu je v první fázi polotovaru zatlačen kladkou do drážky tvářecího kola. Kontakt polotovaru s kolem je definován již zmíněnou veličinou „primary grip length“ na **Obr. 39** a na **Obr. 41** (označení l_1). Správné navržení veličiny zajišťuje proces protlačování. Správný návrh se odvíjí od geometrie nástrojů, vlastností protlačovaného materiálu, tlaku nutného k protlačení materiálu, koeficientu tření a protlačovacího poměru [98].



Obr. 41 Vyznačení kontaktních délek při procesu kontinuálního protlačování. Shoe – bota, Die – průvlak, Product – produkt, wheel - kolo [98].

Níže je postupně uvedeno odvození vztahů pro výpočet kontaktních délek:

Výpočet primární tvářecí síly:

$$F = Y\mu xl_1 \quad (13),$$

kde, Y vyjadřuje mez kluzu materiálu, μ je koeficient tření mezi polotovarem a tvářecím kolem, hodnota x vyjadřuje délku kontaktu mezi polotovarem a kolem v příčném průřezu a l_1 je primární kontaktní délka (primary grip length). Primární tvářecí síla působí na průřez daný drážkou v kole, tedy platí:

$$F = Y * A \quad (14).$$

V případě, že hloubka drážky (w , Obr. 41) v tvářecím kole je rovna šířce drážky potom platí, že plocha drážky v příčném průřezu se vypočte dle vztahu:

$$A = w^2 \quad (15).$$

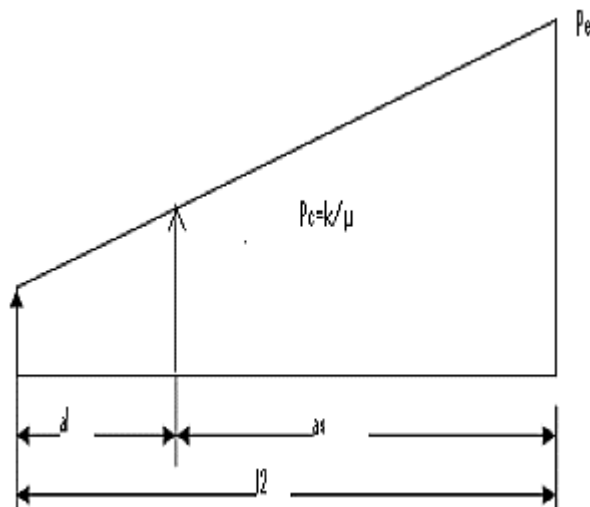
Dále pokud je délka kontaktu x (vyznačena na Obr. 41) rovna následujícímu vztahu:

$$x = w/4 \quad (16).$$

Při dosažení výše zmíněných vztahů lze vypočítat primární kontaktní délku touto rovnicí:

$$l_1 = \frac{2w}{\mu} (17),$$

kde k je pevnost ve smyku [98].



Obr. 42 Závislost protlačovacího tlaku v oblasti napěchování polotovaru (Extrusion grip length) [98].

Po dosažení abutmentu dochází k vyplnění komory materiálem a k napěchování materiálu v oblasti nad abutmentem, oblast nad abutmentem je nazývána jako „extrusion grip length“ (Obr. 39), neboli l_2 (Obr. 42). Tato délka se skládá ze dvou vzdáleností, v první může docházet k prokluzu polotovaru (a_1), v další již narůstající tlak vede ke stříhu materiálu mezi kolem a polotovarem (a_2), situace je vyobrazena na Obr. 42. Platí tedy rovnice:

$$l_2 = a_1 + a_2 (18).$$

Kontaktní tlak mezi polotovarem a kolem (P_c) se vzdálenosti vypočte dle následujícího vztahu:

$$P_c = k/\mu (19).$$

Výpočet síly v oblasti pěchování se vypočte dle rovnice:

$$F_2 = 2wl\left(\frac{a_1}{4} + a_2\right) (20),$$

$$P_e w^2 = 2wk\left(\frac{a_1}{4} + a_2\right) (21).$$

V případě měkkého materiálu platí, že $a_1 \ll a_2$, pak platí, že $a_2 = l_2$. Při vyjádření l_2 dostáváme rovnici:

$$l_2 = \frac{P_e w}{2k} (22),$$

kde P_e protlačovací tlak. Vyjádření protlačovacího tlaku je vyjádřeno v pokračování této kapitoly [98].

Stanovení výkonnostních parametrů

Protlačovací tlak může být stanoven v podstatě dvěma způsoby. První možností je využití znalostí pružnosti a pevnosti čili analytického stanovení. To se odvíjí od protlačovaného tvaru. Druhou, která bude uvedena v této stati, je využití výkonnostních parametrů zařízení. Tato metoda využívá celkovou energetickou bilanci na protlačení polotovaru, z níž lze vypočítat nutný protlačovací tlak. Tato metoda je běžně využívána, neboť během procesu je možné monitorovat výkon stroje. Celkovou energetickou bilanci lze vyjádřit následujícím vztahem:

$$PE = P_D + P_C + P_B + P_b + P_f + P_{turning} \quad (23).$$

PE – celkový výkon stroje protlačení daného materiálu [W]

P_D – jedná se o výkon, který je nutný pro deformaci polotovaru v oblastech: primární kontaktní zóna (primary grip length), oblast pěchování materiálu (extrusion grip length), oblast před protlačení (container, neboli komora). Vzhledem ke komplexnosti deformace je pro stanovení tzv. „upper bound method“. Tato metoda uvažuje rozdělení toku na rychlostí pole, které se vůči sobě pohybují. Řešení je uvedeno ve Woodově publikaci [30].

P_C – Odpovídá výkonu spotřebovaného v oblasti komory. Vypočte se dle vztahu:

$$P_C = 2\pi\mu \left(\frac{k}{\sqrt{3}} \right) L_{opt} R_0 V_0 \quad (24)$$

L_{opt} – odpovídá délce komory (Obr. 40 – Die Chamber Depth)

R_0 – poloměr polotovaru

V_0 – Obvodová rychlost kola

P_B – Odpovídá výkonu spotřebovaného v oblasti maximální redukce (průvlaku). Vypočte se dle vztahu:

$$P_B = \mu \left(\frac{Y}{\sqrt{3}} \right) L_1 P_1 V_{end2} \quad (25)$$

L_1 – délka kalibrační části v oblasti průvlaku

P_1 – obvod produktu

V_{end2} – výstupní rychlost produktu

P_b – Odpovídá výkonu spotřebovanému v oblasti primární kontaktní délky (primary grip length), který je spotřebovaném třením mezi polotovarem a okolními nástroji (shoe, Obr. 41).

P_f – Odpovídá výkonu spotřebovaného v oblasti napěchování (extrusion grip length). Vypočte se dle vztahu:

$$P_f = w l_2 k V_0 \quad (26)$$

$P_{turning}$ – odpovídá výkonu spotřebovanému v oblasti smykové deformace. Vypočte se dle vztahu:

$$P_{turning} = Y/\sqrt{3}\mu L_1 P_1 V_0 \cos \theta \quad (27)$$

Φ – odpovídá úhlu změně směru toku materiálu. Jedná se o podobné vyjádření úhlu jako pro metodu ECAP [98].

Stanovení protlačovacího tlaku

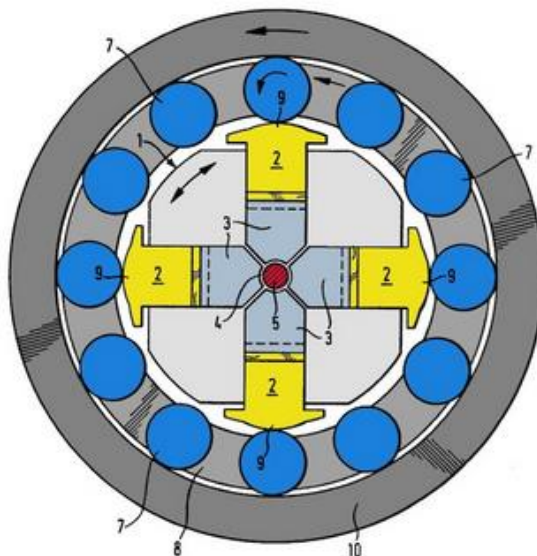
Průměrný tlak nutný k protlačení polotovaru se vypočte dle vztahu:

$$P_e = \frac{PE}{\pi R_0^2 V_0} \quad (28).$$

3.3.2 Rotační kování s velkým stupněm přetvoření

Rotační kování za studena je metoda inkrementálního tváření polotovarů, tzn., že změna tvaru je prováděna postupně periodickými údery kovadel (viz **Obr. 43**). Kovadla (3) jsou

uloženy v kleci (8) s válečky (7), která je uvedena do pohybu a při přechodu kovadel přes válečky (9) dochází k jejich sevření k ose symetrie a tím redukci materiálu. Materiál postupně prochází mezi kovadly. Celková redukce materiálu je řízená volbou průřezu vlastního kovadla a vstupujícího materiálu. Je tím vyvozována lokální deformace v malé části zpracovávaného materiálu opakující se s vysokou frekvencí. Díky příznivému napětovému stavu při deformaci se dá použít pro zpracování materiálů připravených SPD [69, 99].



Obr. 43 Schéma rotačního kování kruhového polotovaru (1 – vnitřní rotující ústrojí, 2 – úderníky, 3 – kovadla, 4 – polotovaz, 5 – trn, 7 – válečky, 8 – klec, 9 – označení vztyku mezi válečkem a úderníkem při redukci, 10 – uložení ústrojí) [99].

3.3.2.1 Základní parametry procesu

Výpočet skutečné deformace

$$e = \ln \left(\frac{d_0^2}{d_n^2} \right) \quad (29)$$

kde d_0 a d_n jsou počáteční a kovaný průměr drátu. Vyjádření deformace v tomto tvaru je výhodné, protože odpovídá díky tvaru tvářeného drátu i intenzitě deformace.

Výpočet plošné redukce

$$\text{Plošná redukce} = \left[1 - \left(\frac{A_f}{A_0} \right) \right] * 100\% \quad (30),$$

kde A_0 a A_f je počáteční a konečný průřez [96].

4 Zvolený postup experimentální části

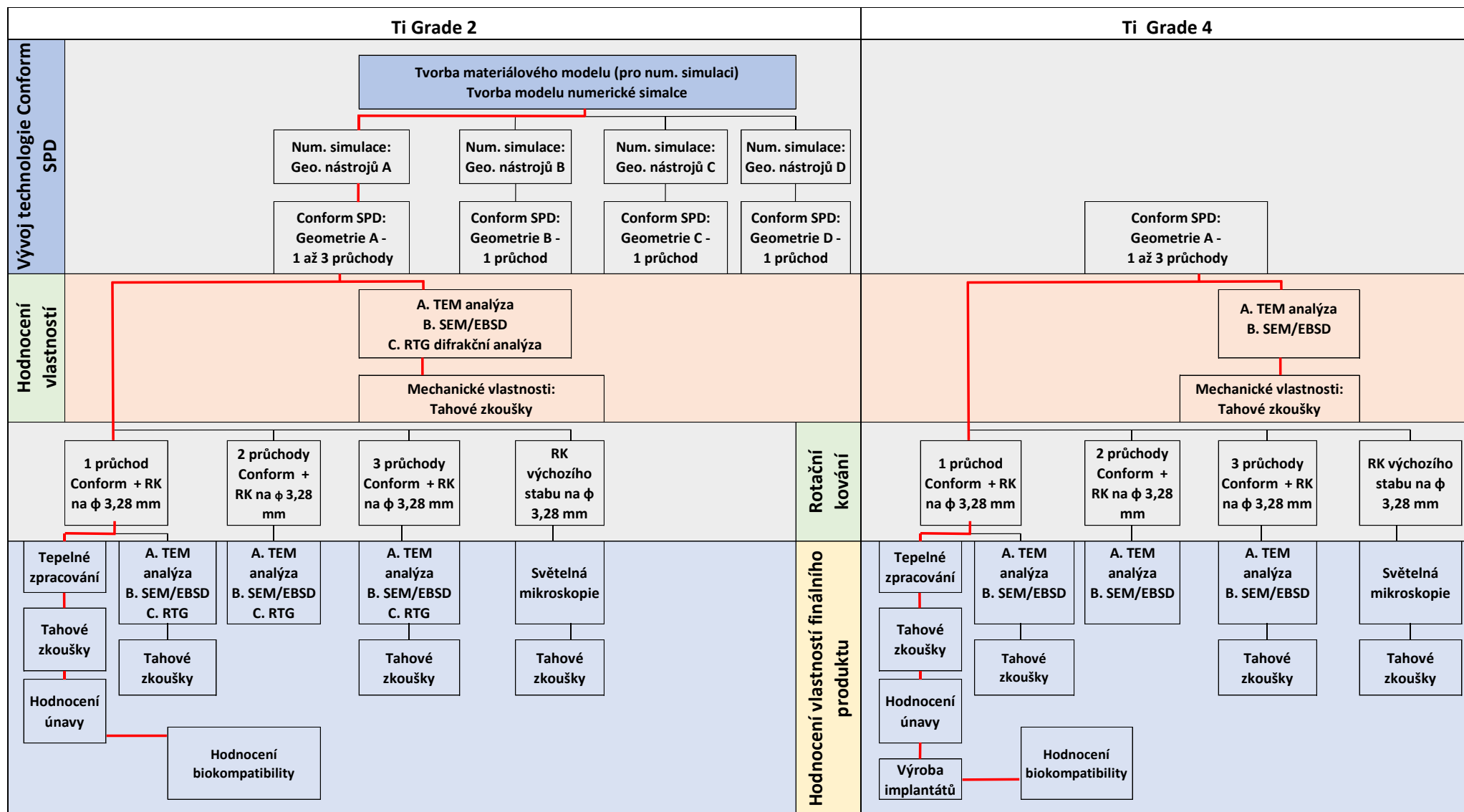
Experimentální část disertační práce bude zaměřena na zpracování Ti Grade 2 a Ti Grade 4 pomocí intenzivní plastické deformace (SPD). Stěžejní technologií, která bude použita pro zpracování je technologie Conform SPD. Název Conform SPD byl zvolen pro navrhovaný proces. Proces (Technologie) bude vyvíjena v rámci experimentální části disertační práce. Tato technologie umožní vhodnou modifikací nástrojů a procesu kontinuální produkci ultra až nano jemnozrnných struktur. Technologie umožňuje teoreticky výrobu nekonečně dlouhého drátu a jeví se vhodně pro možnou implementaci ultra až nanojemnozrnných materiálů do průmyslové praxe.

Pro experimentální program byly vybrány komerčně čistý Ti Grade 2 a Ti Grade 4. Vzhledem k velkému rozsahu realizovaných činností je experimentální část pro názornost popsána pomocí diagramu, **Obr. 44**.

V rámci disertační práce bude technologie Conform modifikována pro zpracování Ti při pokojové teplotě za účelem dosažení ultra až nano jemnozrnné struktury. Vzhledem k vysoké pevnosti Ti a jeho vysokým přetvárným odporům při tváření za studena, je nutné stroj Conform 315i (firma BWE) značně modifikovat, tak aby umožnil produkci materiálů s vyššími pevnostmi. Dále bude provedena modifikace tvářecí komory, tak aby bylo docíleno podmínek SPD procesu. Modifikace nástrojů bude provedena na základě nástrojové zápusky technologie ECAP. Geometrické návrhy nástrojů budou verifikovány pomocí numerické simulace v programu DEFORM 3D. Pro tyto účely bude provedeno sestavení numerického modelu, viz první část diagramu experimentu (Oblast: **Vývoj technologie Conform SPD**), **Obr. 44**. Numerická simulace a tvorba materiálového modelu bude provedena především pro materiál Ti Grade 2, a to z důvodu nižší úrovně mechanických vlastností. Tváření materiálu Ti Grade 2 je jednodušší z důvodu nižšího zatížení nástrojů (nižší deformační odpor materiálu Ti Grade 2). Tento přístup bude zvolen v počátku, neboť pilotní experimenty s Ti Grade 4 byly neúspěšné a vedly k okamžité destrukci nákladných tvářecích nástrojů. Až po modifikacích procesu a nástrojů s materiálem Ti Grade 2 bude proces aplikován na Ti Grade 4. Sestavení materiálového modelu bude provedeno na základě simulace flow – stress analýzy v softwaru JmatPro. Kinematika materiálového modelu bude pak zpřesňována na základě reálných experimentů. Postupným porovnáváním numerické simulace a reálných experimentů dojde k požadovanému zpřesnění modelu. V rámci disertační práce budou hodnoceny minimálně čtyři geometrické modifikace nástrojů (Geometrie A, Geometrie B, Geometrie C, Geometrie D), to je uvedeno ve vývojovém diagramu pod názvem: **Vývoj technologie Conform SPD**. Navržené geometrie nástrojů budou vyrobeny a následně s nimi budou provedeny reálné experimenty. Pouze geometrie nástrojů A bude navržena, tak aby bylo možné provést vícenásobné zpracování. Ostatní sady nástrojů budou navrženy pro jednorůchodové zpracování, tak aby bylo docíleno maximální efektivity procesu. Hlavním cílem je dosahovat požadovaného zvýšení mechanických vlastností již prvním průchodem, a tím zajistit případnou ekonomickou efektivitu procesu. Po Conform SPD bude provedeno detailní zkoumání struktury pomocí TEM (charakter struktury) a EBSD (předností orientace, textura). Mechanické vlastnosti budou analyzovány pomocí tahových zkoušek a měřením tvrdosti.

Kruhové polotovary po Conformu budou dále rotačně kovány na průměr 3,28 mm, viz oblast diagramu: **Rotační kování (RK)**. Za účelem posouzení vlivu rotačního kování na Ti bude provedeno i kování výchozího stavu bez Conform SPD zpracování. Díky tomu bude možné srovnat vliv zařazení rotačního kování po Conform SPD zpracování separátně. Po rotačním

kování polotovarů bude opět provedeno strukturní hodnocení. Pro stavy po Conformu a po Conformu a rotačním kování bude provedena TEM analýza, viz oblast diagramu: **Hodnocení vlastností finálního produktu**. Pro tyto vzorky bude dále provedena EBSD analýza za účelem stanovení přednostní orientace. Texturní hodnocení bude provedeno i pomocí rentgenové difrakce. Rentgenová difrakce bude použita i pro určení zbytkového napětí. Tahové zkoušky budou opět provedeny po Conformu, po Conformu a RK a pouze po samostatném RK. Finální polotovary budou podrobeny studii vlivu tepelného zpracování na mechanické vlastnosti (tvrdost, tahové zkoušky), stále oblast: **Hodnocení vlastností finálního produktu**. Cílem bude optimalizovat vlastnosti polotovaru s ohledem na očekávané zbytkové napětí po tváření za studena po rotačním kování. Bude se jednat o návrh tepelného zpracování (TZ) na odstranění vnitřního pnutí. Studie vlivu tepelného zpracování bude doplněna dilatometrickým měřením. Po návrhu režimu TZ bude provedeno hodnocení cyklické únavy. Hodnocení únavy bude provedeno pro vzorky po Conformu (1 průchod) a po RK a po TZ. Poslední část disertační práce bude zaměřena na hodnocení biokompatibility na laboratorních vzorcích a na dentálních implantátech. Výroba reálných implantátů bude provedena ve spolupráci s českým dodavatelem zubních implantátů firmou Medico Dent s.r.o.. Analýzy biokompatibility budou provedeny ve spolupráci s Ústavem lékařské chemie a biochemie v Plzni. Analýzy budou provedeny pro vzorky po zpracování na Conform SPD, po rotačním kování a po TZ. Bude se jednat o zkoušky proliferace osteoblastů a osteointegrace.



Obr. 44 Vývojový diagram experimentální části disertační práce.

4.1 Použité přístroje a příprava vzorků

Tvářecí stroje a pec

- BWE Conform 315i – zařízení pro kontinuální rotační protlačování
- Rotační kovací stroj HMP R4-4 (Redukce průměru Ti polotovarů)
- Atmosférické komorové pece (Tepelné zpracování vzorků)

Spektrometr

- Určení chemického složení - optický emisní spektrometr Bruker Q4 TASMAN
- Analýza obsahu plynů - Bruker G8 Galileo

Mikroskopy

- Nikon Eclipse MA200D – metalografický světelný mikroskop s programem NIS ELEMENTS 3.2 pro obrazovou analýzu
 - Metalografické vzorky byly připraveny v příčném směru pomocí mechanického broušení a leštění. Finální leštění bylo provedeno pomocí koloidního oxidu křemičitého s průměrnou velikostí zrna 50 nm v 10% roztoku peroxidu vodíku. Mikrostruktura byla vyleptána v Krollově leptadle.
- Transmisní elektronový mikroskop
 - Pro pozorování v transmisním elektronovém mikroskopu (TEM) byly připravené tenké fólie metodou finálního elektrolytického ztenčování v zařízení Tenupol 5, v roztoku: 300 ml CH₃OH + 175 ml 2-butanol + 30 ml HClO₄, teplota -10°C a napětí 40 V. TEM analýza byla provedena na zařízení JEOL 200CX s urychlovacím napětím 200 kV.
- Jeol JSM 6380, Jeol 7400f – elektronové mikroskopy s detektory EDX a EBSD
 - EBSD analýza byla provedena pomocí skenovacího elektronového mikroskopu FEI Quanta 200 FX (SEM, Thermo Fisher Scientific, Brno, Česká republika). Měření EBSD byla prováděna v pracovní vzdálenosti 13 mm s použitím velikosti kroku 50 nm při akceleračním napětí 10 kV. Přesné velikosti skenovaných oblastí jsou uvedeny v titulcích konkrétních obrázků. Před měřením EBSD byly povrchy vzorků broušeny papíry na bázi SiC (od 320 do 1200 zrnitosti) a následně leštěny po dobu 24 hodin vibračním leštícím postupem. Pro pozorování mikrostruktury rotačně kovaných vzorků byla použita Kikuchiho difrakční (TKD) metoda.

Difraktometr

- Difraktometr X'Pert Pro (texturní hodnocení) a Bruker AXS D8 (zbytkové napětí) – rentgenová difrakce byla použita pro stanovení přednostní orientace a zbytkového napětí.

Tvrdoměr

- Steuers DuraScan – systém pro měření tvrdosti dle Vickerse s možností volby zatížení od HV0,01 do HV10
 - Tvrdost ve Vickersech byla měřena se zatížením HV 0,5 na příčném průřezu.

Tahové zkoušky

- Zkoušky tahem byly provedeny na elektromechanickém zkušebním stroji za podmínek kvazistatického zatížení při konstantní rychlosti deformace 0,0002/s při pokojové teplotě. Byly použity vzorky kruhového průřezu o průměru 3 mm, respektive 5 mm. Vzorky o průměru 5 mm byly použity pro dráty po zpracování na zařízení Conform SPD. Vzorky o průměru 3 mm byly použity pro dráty po rotačním kování. Mechanický extenzometr byl použit pro měření napětí pro obě geometrie zkušebních vzorků.

Dilatometr

- Dilatometrická analýza byla provedena pomocí Linseis L75 Platinum horizontálního dilatometru s komorou na bázi Al₂O₃. Analýza byla provedena na vzorcích o průměru 4 mm.

Hodnocení únavy

- Únavové zkoušky byly provedeny na vzorcích tvaru přesýpacích hodin o průměru 1,5 mm. Bylo aplikováno zatížení se sinusovým průběhem při konstantní amplitudě v režimu komprese/tah ($R = -1$) při pokojové teplotě. Vzhledem k povaze ultra jemnozrnných materiálů (UFG) bylo možné použít zkušební frekvenci až 50 Hz bez známek samozahřívání v režimu vysoko cyklické únavy (HCF) ověřené termografickým měřením. Testy byly provedeny na servohydraulickém testovacím stroji INOVA s nosností 15 kN. Testy byly prováděny do selhání (Nf) nebo do 10 milionů cyklů.

Numerická simulace a konstrukce nástrojů

- Pro numerickou simulaci procesu tváření Conform byl použit software DEFORM 3D. Vstupní data (flow – stress křivky) byly simulovány pomocí softwaru JMATPro. Konstrukce nástrojů byla provedena v CAD softwaru SolidWorks.

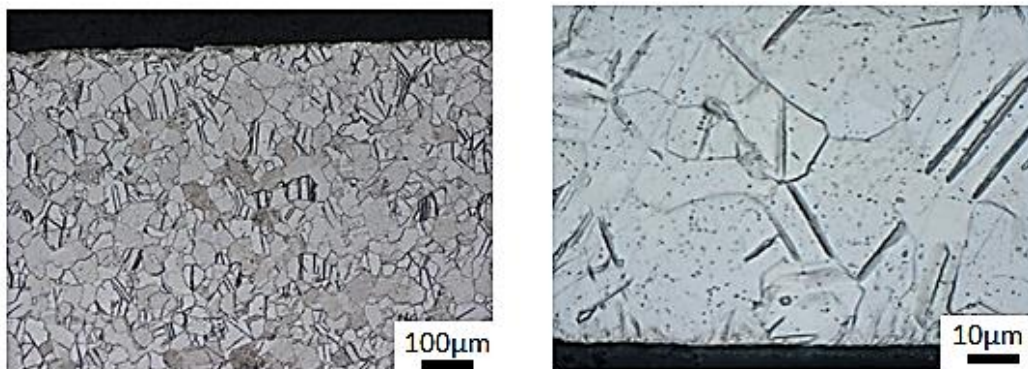
4.2 Experimentální materiál

4.2.1 Komerčně čistý titan grade 2

Chemické složení vstupního titanového polotovaru Grade 2 je uvedeno v **Tab. 6**. Chemické složení polotovaru bylo ověřeno pomocí spektrometru Bruker Q4 Tasman. Analýza obsahu plynů byla provedena na zařízení Bruker G8 Galileo. Struktura výchozího polotovaru je uvedena na **Obr. 45**. Je tvořena rekrytalizovanými rovnoosými zrny s výskytem deformačních dvojčat, která jsou charakteristická pro krystalové mřížky s nízkým počtem skluzových systémů [1]. Střední velikost zrna ve výchozím stavu byla 27,5 μm . Mechanické vlastnosti výchozího stavu jsou uvedeny v **Tab. 7**.

Tab. 6 Chemické složení Ti Grade 2 ve hmotnostních procentech (wt.%)

Fe	O	C	H	N	Ti
0.046	0.12	0.023	0.0026	0.0076	Zbytek



Obr. 45 Výchozí struktura titanového polotovaru grade 2

Tab. 7 Mechanické vlastnosti vstupního polotovaru z Ti Grade 2.

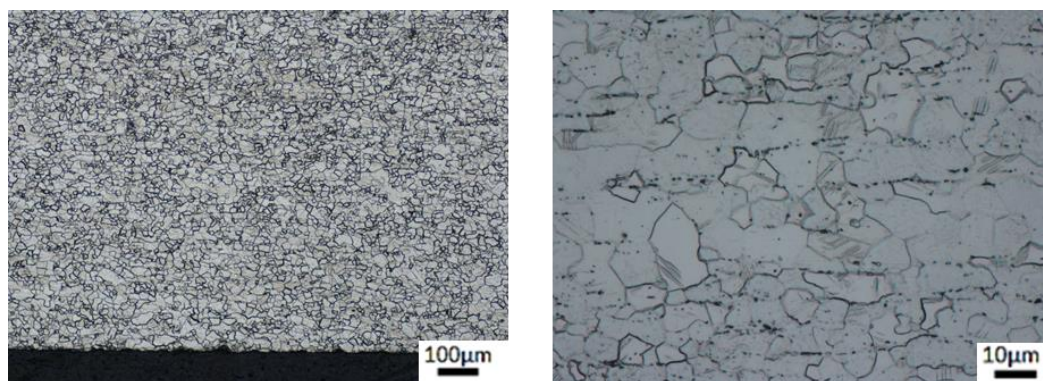
Vzorek	$R_{p0.2}$	R_m	A_g	A_5	Z
	MPa	MPa	%	%	%
Průměr	373	481	7,7	25,7	52,4

4.2.2 Komerčně čistý titan grade 4

Chemické složení kruhového polotovaru z Ti Grade 4 je uvedeno v **Tab. 8**. V porovnání s polotovarem Ti Grade 2 (**Tab. 1**) je zásadní vyšší obsah kyslíku, který především zvyšuje pevnost (**Tab. 9**). Struktura je tvořena rovnoosými zrnky s výskytem deformačních dvojčat (**Obr. 46**). Střední velikost zrn byla 14,1 µm.

Tab. 8 Chemické složení Ti Grade 2 ve hmotnostních procentech (wt.%)

Fe	O	C	H	N	N	Ti
0.5	0.4	0.1	0.0026	0.0066	0.05	Zbytek



Obr. 46 Výchozí struktura titanového polotovaru grade 4.

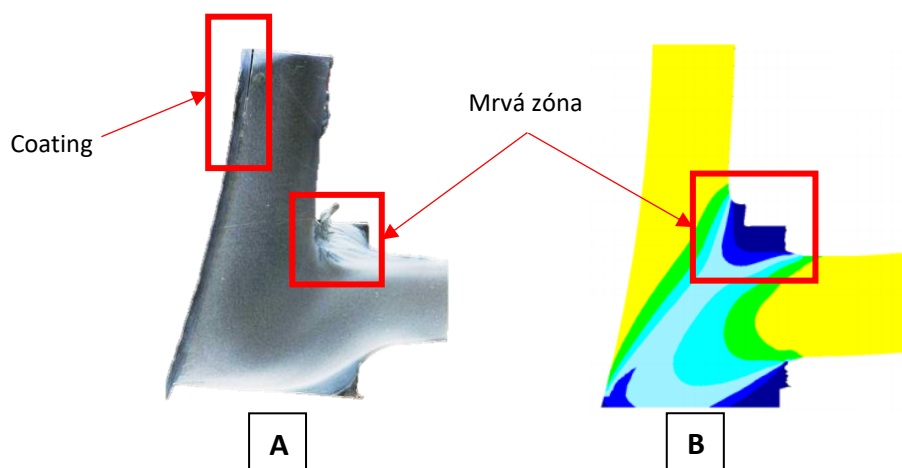
Tab. 9 Mechanické vlastnosti vstupního polotovaru z Ti Grade 4.

Vzorek	$R_{p0.2}$	R_m	A_g	A_5	Z
	MPa	MPa	%	%	%
Průměr	563	651	7,3	24,0	46,4

5 Strategie vývoje procesu Conform SPD

Numerická simulace procesu byla provedena v softwaru DEFORM 3D. Software umožňuje především simulaci tvářecích procesů, tepelného či chemicko tepelného zpracování. Je možné využít modul 2D, který je vhodný pro symetrické procesy, či modul 3D (např. zápusťkové kování). V rámci disertační práce byl využit modul 3D za účelem komplexního posouzení toku materiálu v celém objemu tvářecí komory. Definice modelu numerické simulace byla provedena pro materiál Ti Grade 2. Výsledky byly aplikovány pro materiál Ti Grade 4.

Sestavení modelu numerické simulace je zásadním faktorem pro dosažení přesných výsledků. Vždy je třeba model vytvořit s ohledem na sledované parametry, tím je možné eliminovat množství vstupních dat a výpočtové časy. V našem případě bylo hlavním cílem vyvinout a optimalizovat geometrii tvářecích nástrojů, a to vzhledem k výstupním vlastnostem polotovaru. Jednalo se o vlastnosti materiálové (struktura, mechanické vlastnosti či biokompatibilita), tak o vlastnosti kvalitativní, tzn. stav povrchu a příčiny vzniku vad během procesu tváření. Strategie tvorby modelu se opírala o přímé porovnání výsledků reálných experimentů s výsledky numerické simulace. Tzn., že na základě návrhu nástrojů ve 3D prostředí (SolidWorks) a následné simulaci v softwaru DEFORM byl proveden reálný experiment na zařízení Conform za účelem zpřesnění a verifikace modelu. Model numerické simulace se takto zpřesnil a umožnil tak predikovat celý proces před samotnou výrobou nástrojů. Srovnání prvotního modelu numerické simulace a reálného procesu tváření je uvedeno na **Obr. 47**. Numerický model reflektuje rozložení rychlosti (**Obr. 47 b**), reálný polotovar byl po tváření odebrán přímo z místa tvářecí komory a naleptán v jeho symetrické polovině (**Obr. 47 a**). Leptání polotovaru umožnilo částečně dokreslit tok materiálu. Ze srovnání lze sledovat především linie toku v horním a dolním rohu komory. V rozích vznikají mrtvé zóny (dead zones), kde materiál v podstatě neteče. Mezi tekoucím a nepohybujícím se materiálem vznikají smyková napětí (shear zones). Zmíněné porovnání reálných výsledků bylo uplatňováno pro veškeré výpočty.

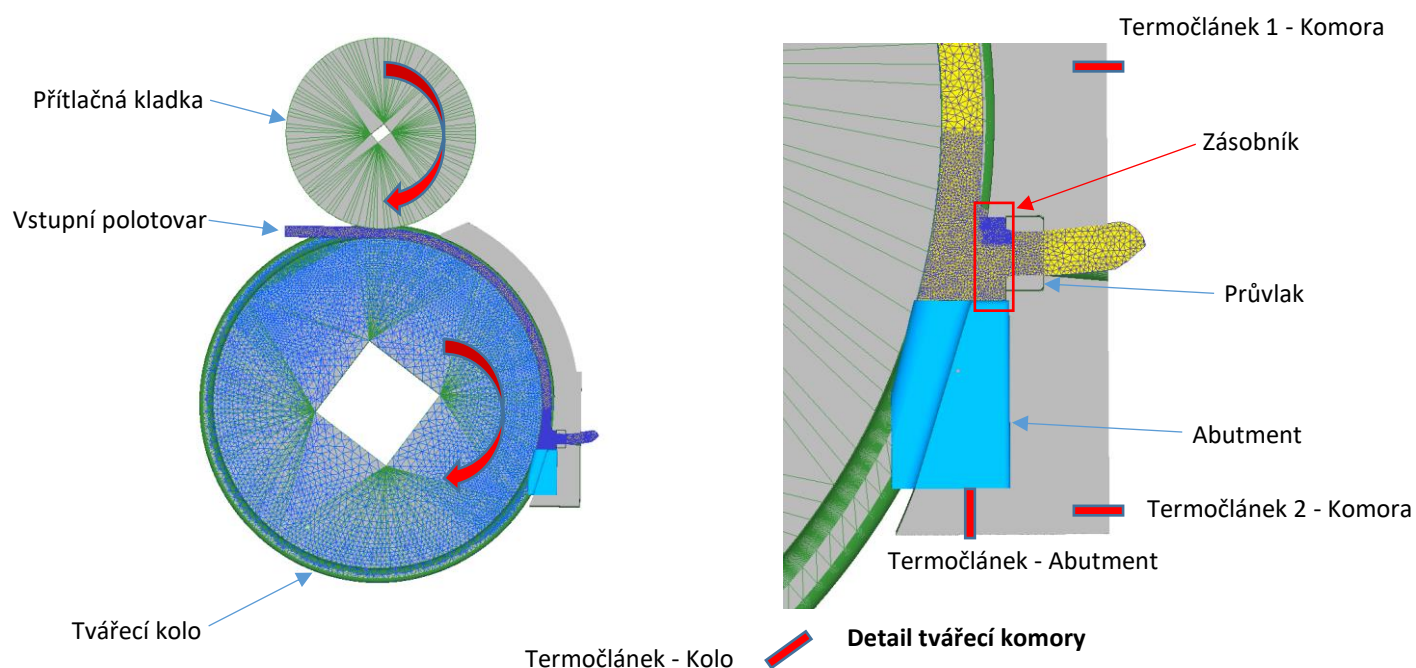


Obr. 47 Srovnání toku reálného polotovaru (a) a numerické simulace (b) v oblasti komory.

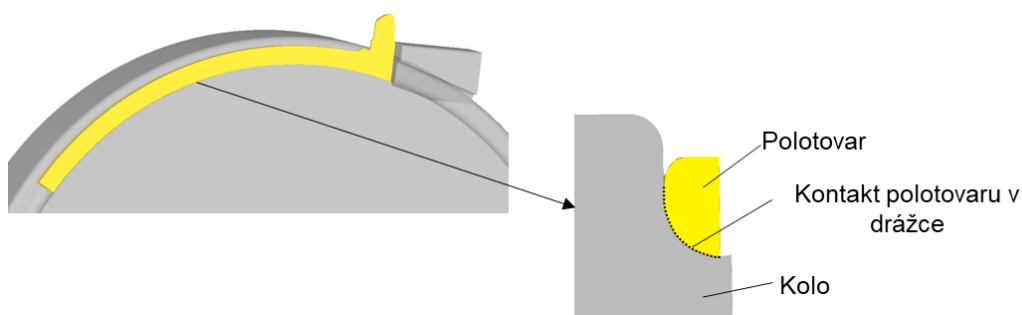
Nástrojové schéma pro Conform SPD v softwaru DEFORM je uvedeno na **Obr. 48**. Přítlačná kladka vtláčuje polotovar do drážky tvářecího kola, v této fázi dochází k první plastické deformaci polotovaru. Deformovaný polotovar v tvářecí drážce kola je uveden na **Obr. 49**. Následně je polotovar unášen tvářecím kolem do tvářecí komory. Protlačení polotovaru tvářecí komorou je zajištěno třením mezi tvářecím kolem a polotovarem. Tření

mezi polotovarem a kolem je zásadním parametrem procesu, nesplnění této podmínky vede k okamžitému prokluzu polotovaru.

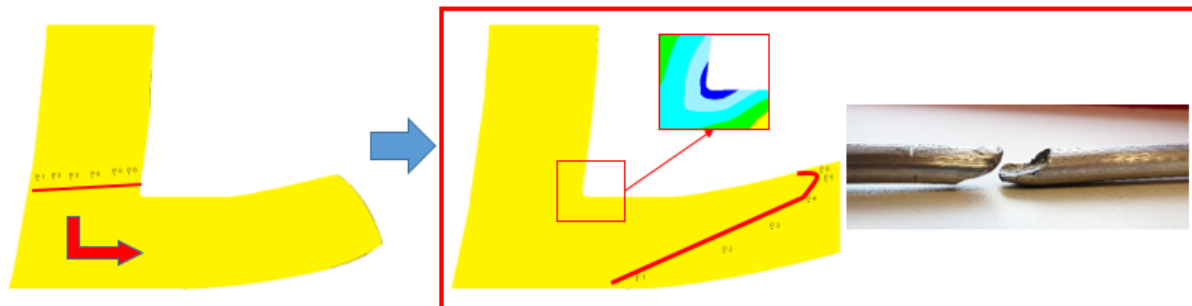
Tvářecí komora je tvořena abutmentem, který usměrňuje tok materiálu o přibližně 90° směrem k průvlak, jímž je definován finální tvar polotovaru. Před vstupem do průvlak dochází k napěchování polotovaru (přechod do plastického stavu -> stav dynamické rekrystalizace) v oblasti zásobníku tvářecí komory. Na **Obr. 50** je uvedeno schéma toku materiálu pomocí funkce Point Tracking. Z obrázku je patrné, že v horní oblasti komory (pomyslný roh komory) dochází k výraznému zpomalení toku materiálu, to se projevuje na výsledném profilu funkce Point Tracking, z něhož je patrné zpomalení v horní části. Tento jev je možné rovněž pozorovat na reálném vzorku, který v oblasti spoje vykazuje stejné chování (**Obr. 50**). Z popisu je patrné, že navržený numerický model procesu přímo reflektuje reálný proces.



Obr. 48 Schéma numerického modelu procesu Conform SPD.

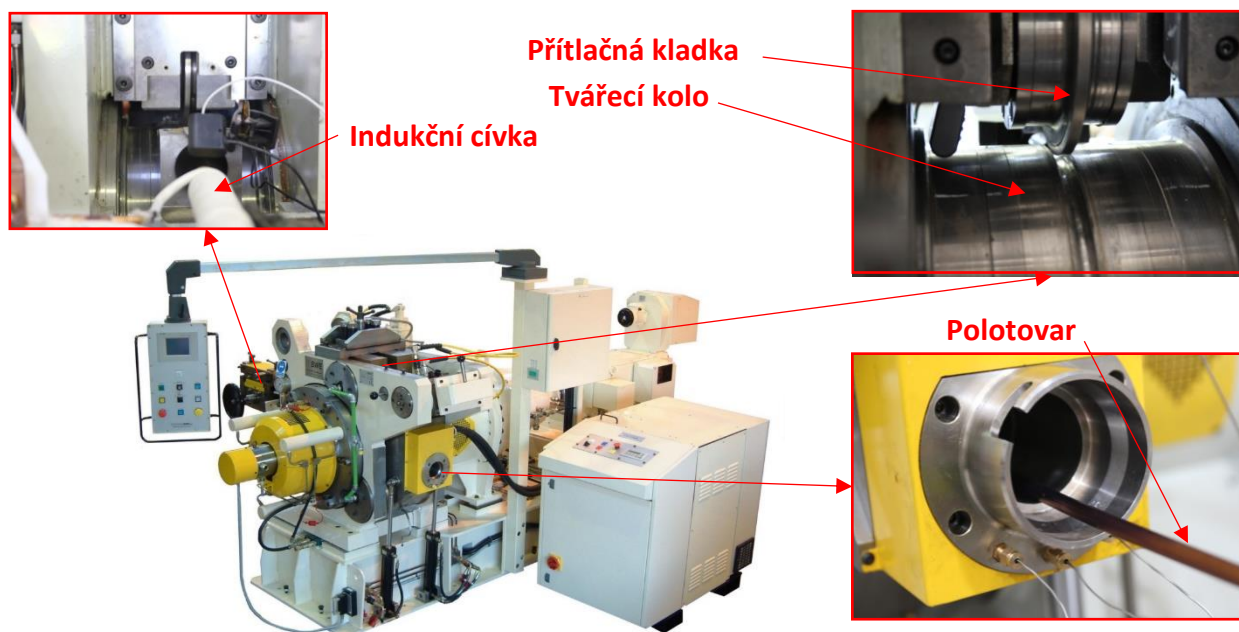


Obr. 49 Tvar polotovaru po zatlačení přítlačnou kladkou do tvářecího kola.



Obr. 50 Zmapování toku materiálu v oblasti komory pomocí funkce Point Tracking a srovnání se reálným vzorkem.

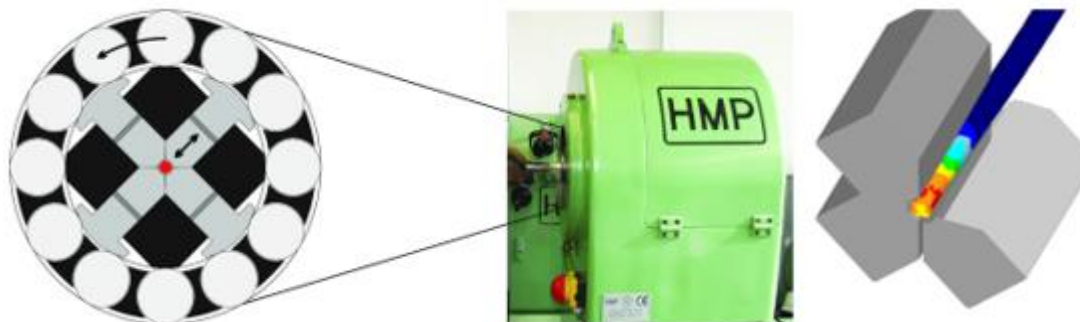
Veškeré experimenty byly prováděny na zařízení BWE Conform 315 i (**Obr. 51**). Zařízení je standardně používáno pro kontinuální produkci polotovarů na bázi Al a Cu. Geometrie nástrojů a nástrojové materiály byly v rámci práce vyvinuty pro kontinuální tváření slitin Ti. Z obrázku je patrný způsob zavádění materiálu přes indukční cívku. Indukční cívka může být použita k předehřevu polotovaru před vstupem do stroje. Dále detail tvářecího kola a přítlačné kladky mezi, než je zakládán vstupní kruhový polotovar. Vpravo dole je zaznamenán Ti při výstupu z tvářecí komory.



Obr. 51 Zařízení pro kontinuální protlačování BWE Conform 315i.

5.1 Rotační kování s vysokým stupněm přetvoření

Pro další zlepšení užitečných vlastností bylo pro vybrané případy využito rotačního kování. Stroj a schéma procesu je uvedeno na **Obr. 52**. Aby bylo možné posoudit vliv rotačního kování na vývoj struktury a vlastnosti v rámci celkové navrhované SPD technologie, byly zpracovány materiály s předchozím uplatněním Conform SPD, tak i vzorky ve výchozím stavu. Cílem bylo hodnotit vliv deformačního zpevnění na ultra až nano jemnozrný polotovar. Zpracování bylo provedeno na zařízení HMP R4-4 při rychlosti rotace klece s válečky $350 \text{ ot} \cdot \text{min}^{-1}$. Posun drátu byl $3 \text{ m} \cdot \text{min}^{-1}$.



Obr. 52 Schéma rotačního kovacího stroje HMP 4-4.

Redukce kruhových polotovarů byla provedena postupně z průměru 10 mm až na průměr 3,28 mm. To odpovídá celkové plošné redukci 89 % a skutečné logaritmické deformaci 2,23. Sekvence použitých redukcí je uvedena v **Tab. 10**.

Tab. 10 Úběřová řada zvolená pro rotační kování polotovaru o průměru 10 mm.

Vstupní průměr [mm]	Výstupní průměr [mm]	Plošná redukce [%]	Skutečná deformace [-]
10,00	8,00	36	0,45
8,00	7,16	49	0,67
7,16	6,40	59	0,89
6,40	5,72	67	1,12
5,72	5,12	74	1,34
5,12	4,58	79	1,56
4,58	4,10	83	1,78
4,10	3,66	87	2,01
3,66	3,28	89	2,23

5.2 Model numerické simulace procesu Conform SPD

Tvářecí nástroje byly v numerické simulaci nastaveny jako „rigid“, tedy bez možnosti plastické deformace. Jako „plastic“ (možnost plastické deformace) byl nastavený pouze titanový polotovar. Mezi nástroji a titanovým polotovarem byly definovány přestup tepla a použitý koeficient tření. Tření mezi polotovarem a tvářecím kolem bylo nastaveno na $\mu = 10$ se separačním kritériem. Tato podmínka zaručila nemožnost prokluzu polotovaru v tvářecí drážce (kontakt je vyznačen na **Obr. 48**). Hodnota koeficientu tření pro rozhraní polotovar a ostatní nástroje byla $\mu = 0,72$. Jedná se o tření, které je doporučeno pro tváření za tepla výrobcí softwaru. Navržená hodnota byla rovněž verifikována experimentem pomocí metody „pin on disc“. Test byl proveden v nastavení kulička Si_3N_4 a otáčející se váleček z Ti Grade 2. Výsledky hodnocení jsou uvedeny v **Tab. 20** (Přílohy). Koeficient přestupu tepla mezi nástroji a polotovarem byl simulován experimentem. Polotovar ohřátý na teplotu 700 °C byl vložen do drážky tvářecího kola, pokles teploty byl zaznamenán termočlánkem a následně srovnán s numerickou simulací obdobného experimentu pro různé koeficienty přestupu tepla. Pokles teploty přibližně odpovídá hodnotě koeficientu přestupu tepla 1000 W/m²K (Vyhodnocení koeficientu přestupu tepla je uvedeno v příloze na **Obr. 123** v přílohách). Tato hodnota byla použita pro numerickou simulaci.

Vstupní polotovary byly zasítovány 70 000 elementy s kritériem jemnějšího síťování v tvářecí komoře pro přesnější výpočet ve sledované oblasti. Materiálové vlastnosti titanového polotovaru (flow – stress křivky) byly simulovány v programu JmatPro a následně implementovány do softwaru DEFORM. Vstupní vlastnosti Ti Grade 2 použité pro simulaci flow – stress chování jsou uvedeny v **Tab. 21**. Simulace vlastností byla provedena v rozmezí teplot 0 až 600 °C pro deformační rychlosti 0,001 až 10 s⁻¹. Grafy (flow – stress křivky) pro sledované spektrum jsou uvedeny na **Obr. 124** a **Obr. 125** (přílohy). Uvedené obrázky reprezentují pouze dvě sledované teploty (20 °C a 60 °C). Kompletní data jsou vzhledem k obsáhlosti přiloženy jako datová příloha. Model numerické simulace neuvažuje vznik coatingu a odstraňování přebytečného materiálu (scrapu). Coating představuje jemnou vrstvu tvářeného materiálu, který ulpí v počáteční fázi procesu v drážce tvářecího kola. Coating je rovnoměrně rozložen po celé ploše drážky tvářecího kola a tvoří tak pomyslnou slupku. Vznik coatingu zajišťuje tření mezi polotovarem a tvářecím kolem. Tření pak umožňuje dostatečnou protlačovací sílu. Část coatingu je patrná na **Obr. 47**. Polotovar se v reálném procesu v oblasti tvářecí komory odděluje od coatingu a směřuje k průvlaku. Rychlost tvářecího kola byla 0,5 RPM.

5.2.1 Návrh a hodnocení geometrie nástrojů a jejich vliv na parametry procesu

Na **Obr. 53** jsou uvedeny návrhy geometrií nástrojů, které byly podrobeny numerické simulaci v softwaru DEFORM. Pro všechny varianty byl vstupním polotovarem drát o průměru 10 mm.

Varianta – A (Obr. 53 A)

- Komora obsahuje rozšíření průměru v oblasti zásobníku z 10 mm na 12 mm. Následně je průměr polotovaru redukován v oblasti průvlaku na průměr 11 mm. Účelem rozšíření v oblasti zásobníku na 12 mm je možnost produkce výsledného průměru polotovaru 11 mm. Průměr polotovaru 11 mm je následně vhodný pro opakované průchody, neboť je opět dostatečně vtlačen přítlačnou kladkou do drážky tvářecího kola. Použití polotovaru s průměrem menším než 10 mm pro opakované průchody vede v praxi k prokluzu v tvářecím kole, z důvodu nedostatečného tření v drážce kola po zatlačení přítlačnou kladkou.

Varianta – B (Obr. 53 B)

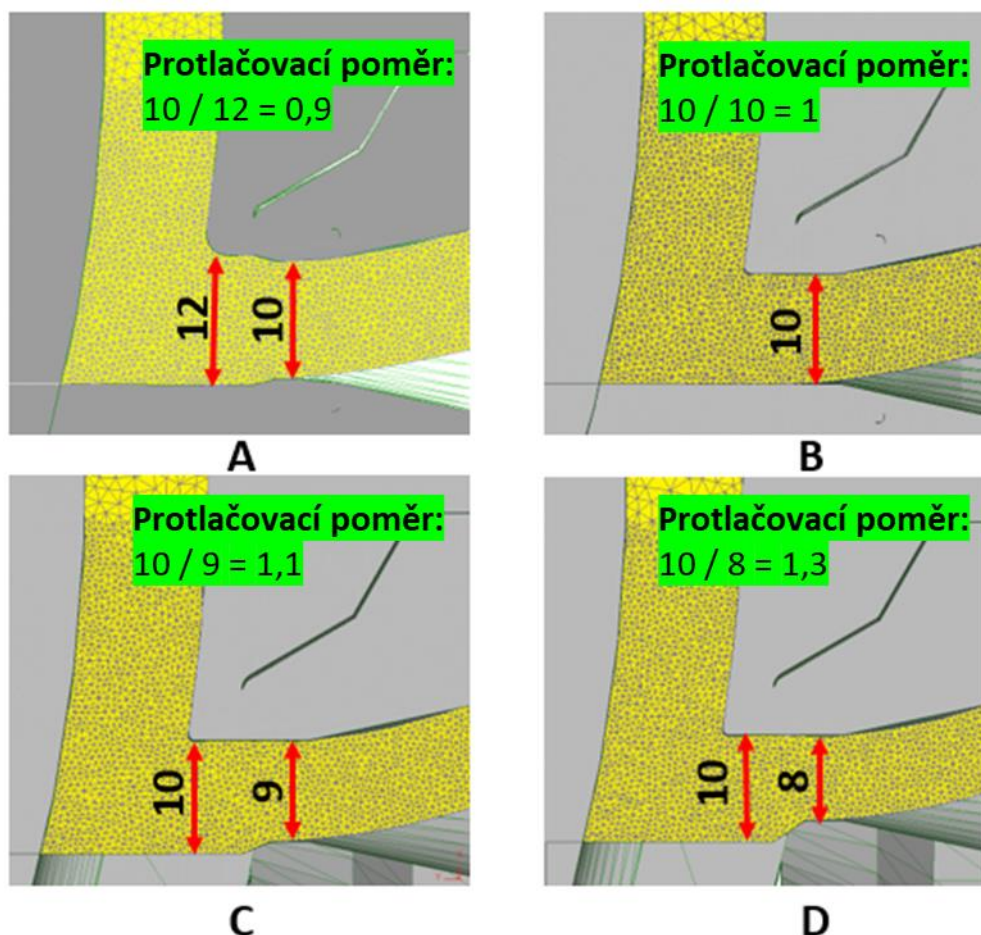
- Komora vychází z původní koncepce metody ECAP, kdy je průřez vstupního polotovaru roven průřezu výstupnímu. Vstupním polotovarem je drát o průměru 10 mm, výstupním polotovarem je polotovar o průměru 10 mm.

Varianta – C (Obr. 53 C)

- Charakteristický rozměr zásobníku je 10 mm, v oblasti průvlaku pak dochází k redukci na průměr 9 mm. Redukce výstupního průřezu je především doporučována s ohledem na finální kvalitu polotovaru. Redukce zajišťuje kalibraci průřezu a dále významně zvyšuje protitlak v tvářecí komoře. Protitlak je jedním z významných parametrů metody ECAP. Zajištění protitlaku pro ECAP je docilováno pístem, jež působí tlakem ve výstupním kanálu proti toku materiálu. Pro technologii Conform je možné docílit protitlaku pouze redukcí v oblasti průvlaku. Protitlak významně zlepšuje tvářitelnost polotovaru a potlačuje vznik porušení (podrobné vysvětlení uvedeno dále v práci).

Varianta – D (Obr. 53 D)

- Tato varianta se nejvíce blíží klasickému procesu kontinuálního protlačování. V oblasti zásobníku má komora charakteristický rozměr 10 mm. V oblasti průvlastku dochází k redukci na průměr 8 mm. Dochází k podstatné plastické deformaci v oblasti průvlastku. Je zde tedy kombinace ECAP procesu (oblast stříhové deformace) a protlačování (oblast průvlastku, redukce na průměr 8 mm).



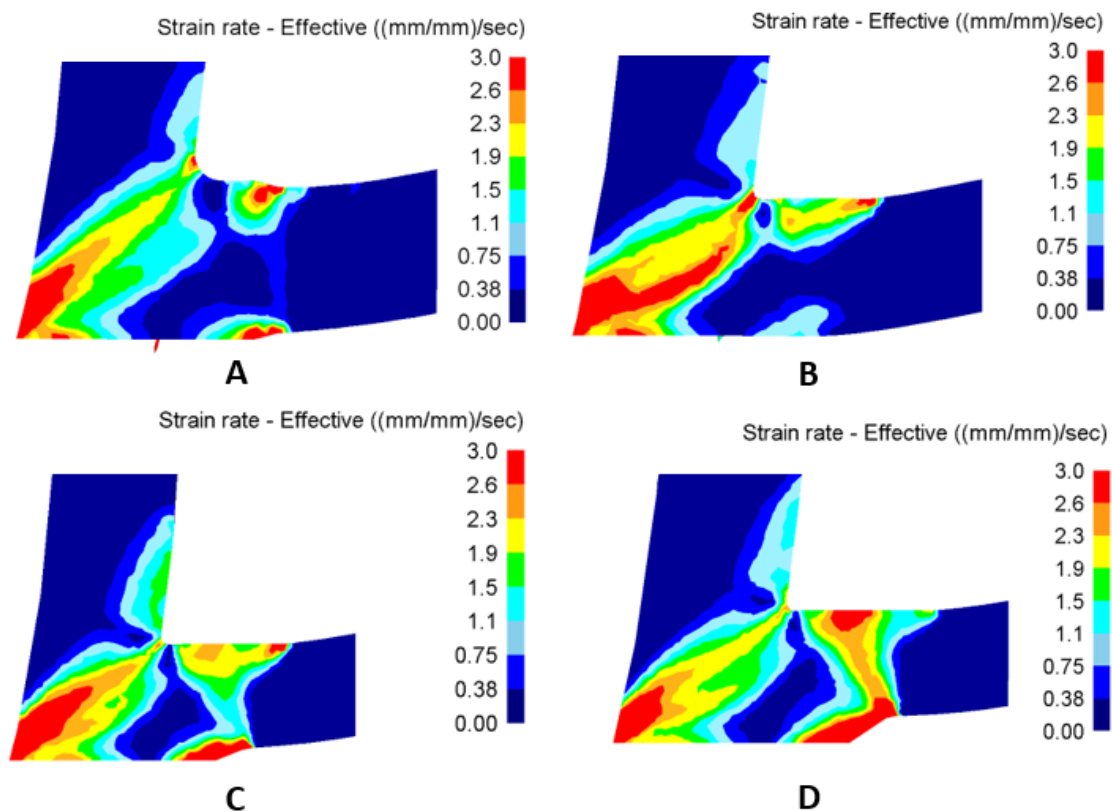
Obr. 53 Schémata návrhů geometrií nástrojů – Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D.

Následně jsou detailně diskutovány základní parametry procesu pro jednotlivé varianty nástrojů.

Deformační rychlost

Na **Obr. 54** je uvedeno rozložení rychlosti deformace pro jednotlivé varianty (Geometrie nástrojů). Jako limitní hodnota škály byla zvolena hodnota 3 s^{-1} pro všechny varianty. Z výsledků je možné pozorovat oblasti smykové deformace pro všechny varianty. Úhel smykové zóny odpovídá přibližně 45° . Pro variantu A (**Obr. 54 a**) je možné sledovat postupné slábnutí intenzity rychlosti deformace směrem k hornímu rohu komory, to je pravděpodobně dáno rozšířením zásobníku na 12 mm. V oblasti průvlastku je dále možné sledovat vyšší intenzitu rychlosti deformace vlivem redukce polotovaru. Na rozdíl od smykové zóny tato deformace neprobíhá napříč polotovarem, nýbrž pouze v oblasti povrchu (pod povrchem). Pro variantu B (**Obr. 54 b**) je rozložení rychlosti deformace více spojitě v oblasti smykové deformace v porovnání s geometrií A. Rychlost deformace je více homogenní v oblasti smykové zóny. Pro variantu C (**Obr. 54 c**) je rozložení velice podobné variantě A, to je dáno stejným charakterem

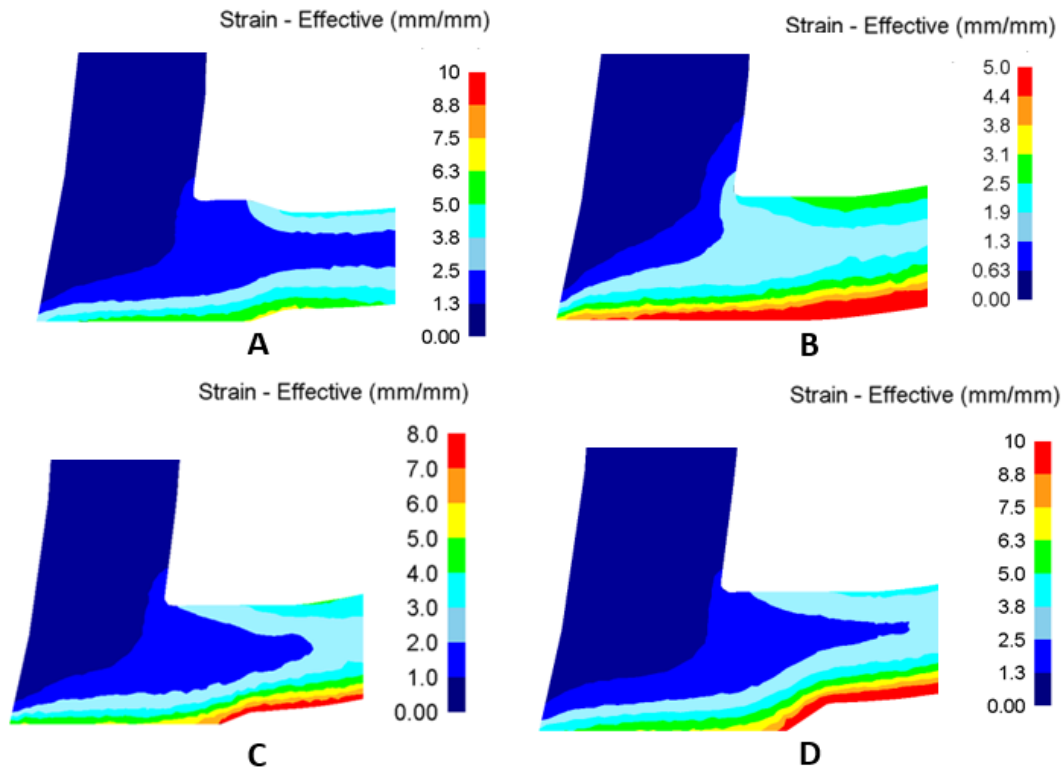
geometrie nástrojů (redukce/kalibrace v oblasti průvluaku). Oblast smykové deformace je však spojitá, není zde výraznější pokles v její intenzitě. Varianta D (**Obr. 54 d**) obsahuje redukci průměru v oblasti průvluaku z 10 mm na průměr 8 mm. Jak již bylo zmíněno, tato varianta se nejvíce podobá procesu kontinuálního protlačování. V oblasti smykové deformace je rychlost deformace nerovnoměrně rozložena v objemu. Následná redukce na průměr 8 mm vede ke značnému nárůstu rychlosti deformace v oblasti průvluaku. Z výsledků vyplývá, že při zařazení redukce v oblasti průvluaku se jedná o smíšený proces ECAP (oblast smyku) a protlačování (oblast průvluaku). Zařazení kalibrace (redukce průměru) v oblasti průvluaku vede ke zvýšení intenzity deformační rychlosti ve spodní části smykové zóny. Tento jev je patrný především při porovnání variant **Obr. 54 b** a **Obr. 54 d**. Výsledná skutečná deformace je dána superpozicí těchto deformací.



Obr. 54 Rozložení rychlosti deformace v oblasti tvářecí komory pro jednotlivé varianty: Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D.

Skutečná deformace

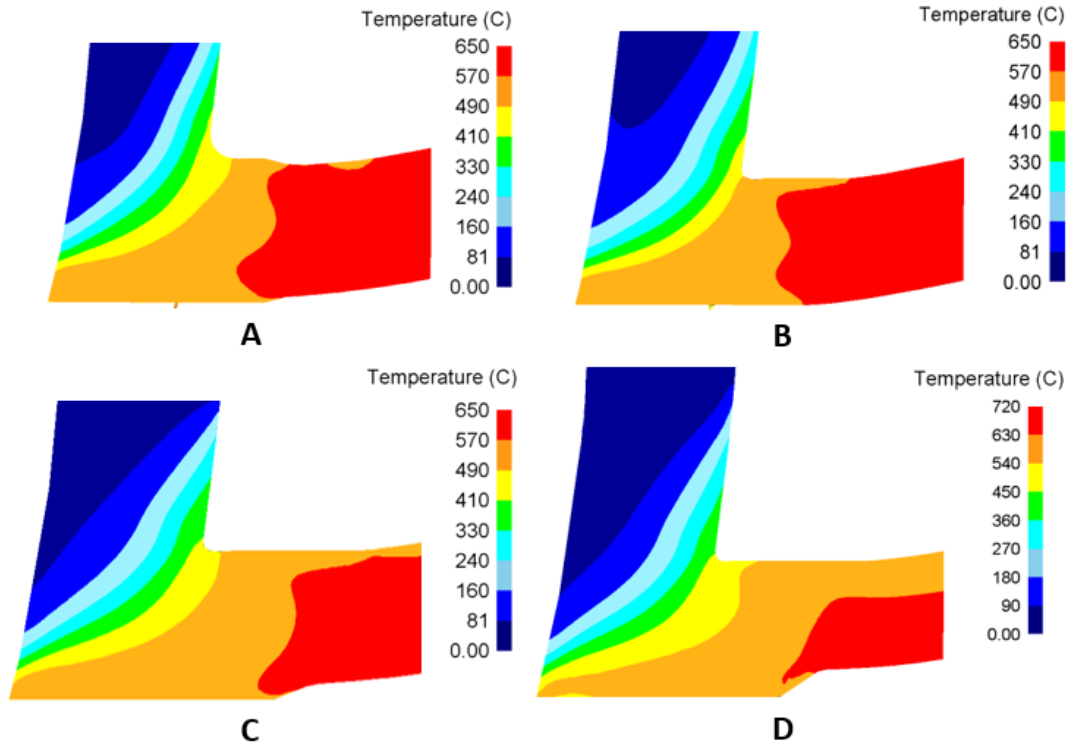
Na **Obr. 55** je uvedeno rozložení skutečné deformace opět pro všechny analyzované varianty. Dosahovaná hodnota deformace není v průřezu homogenní ani v jednom případě. Je patrné, že pro všechny varianty je dosahováno maximálních deformací ve spodní části polotovaru. To je v dobrém souladu s rozložením deformační rychlosti, ta rovněž dosahuje maximálních hodnot ve spodní části smykové zóny. Dalšími faktory zvyšující dosaženou deformaci jsou tření a redukce v oblasti průvluaku. Ve středu polotovaru je dosahováno nižšího stupně deformace, přičemž v horní části je možné znovu sledovat nárůst. Nárůst v horní části je opět způsoben třením a redukcí v oblasti průvluaku. Nejvyšší výsledné skutečné deformace bylo dosaženo pro variantu D (**Obr. 55 d**), to je dáno redukcí v oblasti průvluaku.



Obr. 55 Rozložení skutečné deformace v oblasti tvářecí komory pro jednotlivé varianty: Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D.

Rozložení teploty

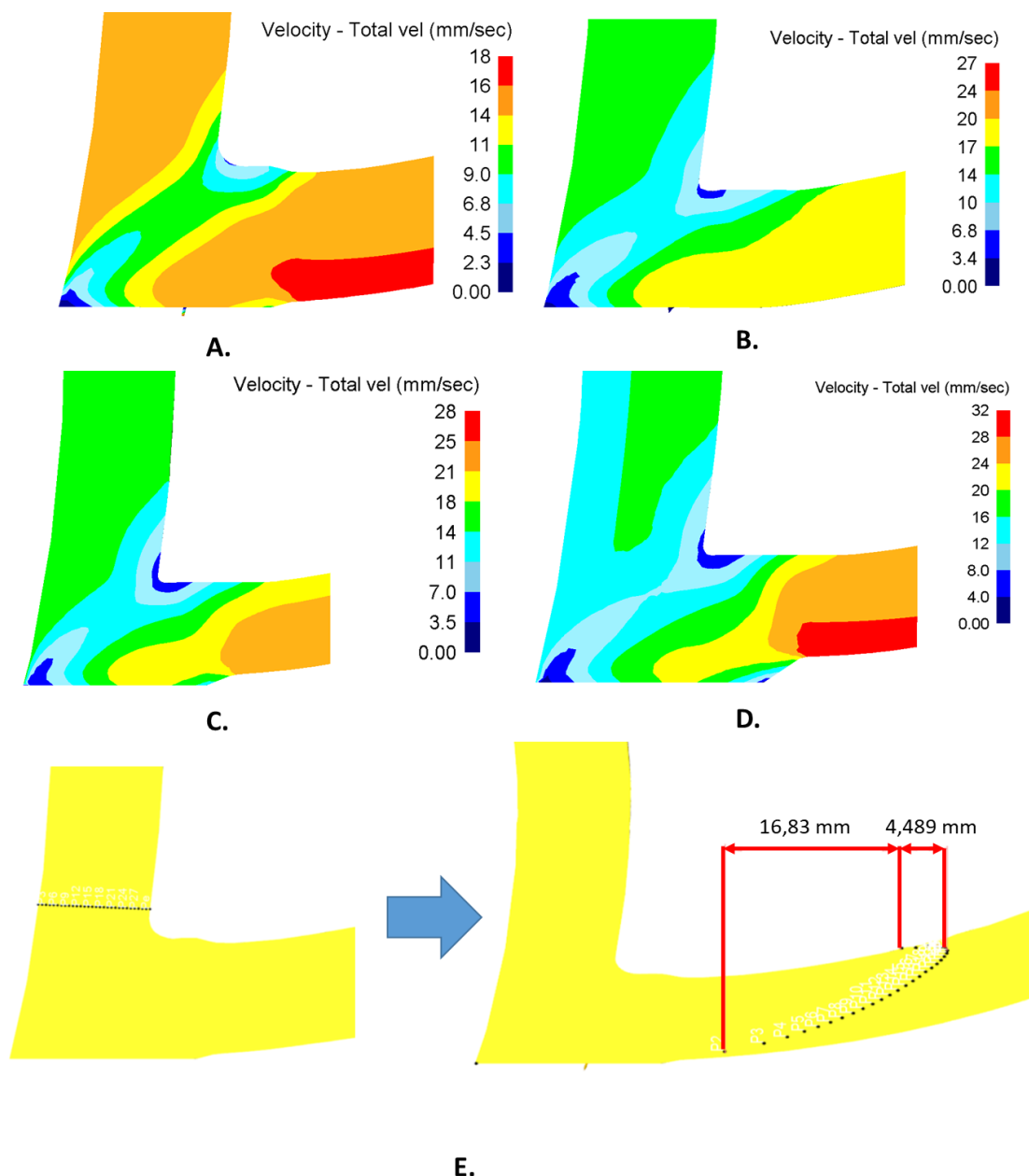
Rozložení teploty pro jednotlivé varianty je uvedeno na **Obr. 56**. Z výsledků je patrný rapidní nárůst teploty vlivem deformace. Teplota dosahuje až 700 °C. Teplota 700 °C již odpovídá oblasti tváření za tepla pro čistý Ti. Nejvyšší nárůst teploty byl analyzován pro variantu D (**Obr. 56 d**), to je dáno velkou redukcí v oblasti průvlastku. Zvýšení teploty do oblasti tváření za tepla je pro kontinuální protlačování metodou Conform jevem běžným. Při dosažení stabilních podmínek tváření polotovaru (dynamické rekystalizace) je možné polotovar vyrábět bez nutnosti externích ohřevů. Dosahovaná teplota je dána nastavením termodynamických podmínek procesu (redukce, rychlost deformace).



Obr. 56 Rozložení teploty v oblasti tvářecí komory pro jednotlivé varianty: Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D.

Rychlost toku materiálu v oblasti tvářecí komory

Na **Obr. 57** je uvedeno rozložení rychlosti toku materiálu uvnitř tvářecí komory. Z pozorování plyne, že v oblasti smykové zóny dochází ke zpomalení toku materiálu. Materiál teče velice pomalu v krajních částech smykové zóny. V oblasti průvlaku dochází opět ke zrychlení. Zpomalení především v horní části smykové zóny vede k profilu toku materiálu, který je uveden na **Obr. 57 e**.

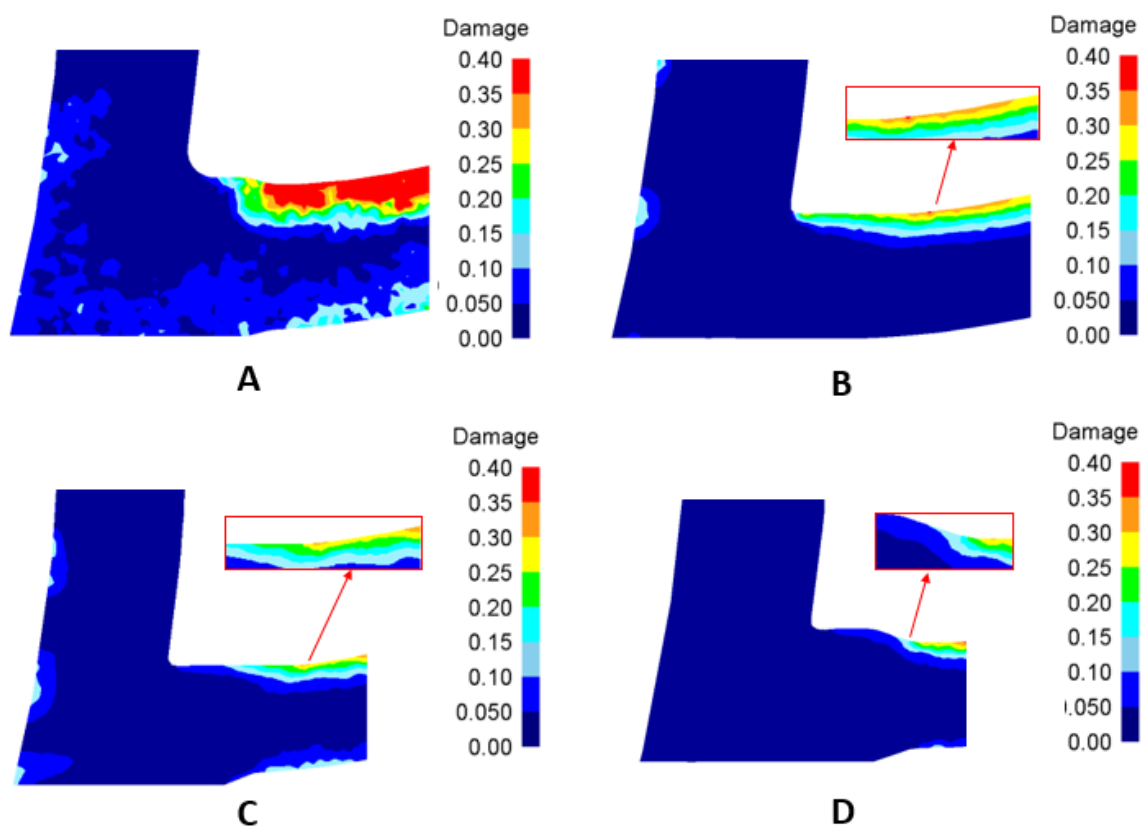


Obr. 57 Rozložení rychlosti v oblasti tvářecí komory pro jednotlivé varianty: Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D, Tok vyjádřený pomocí bodů (Point Tracking) – E.

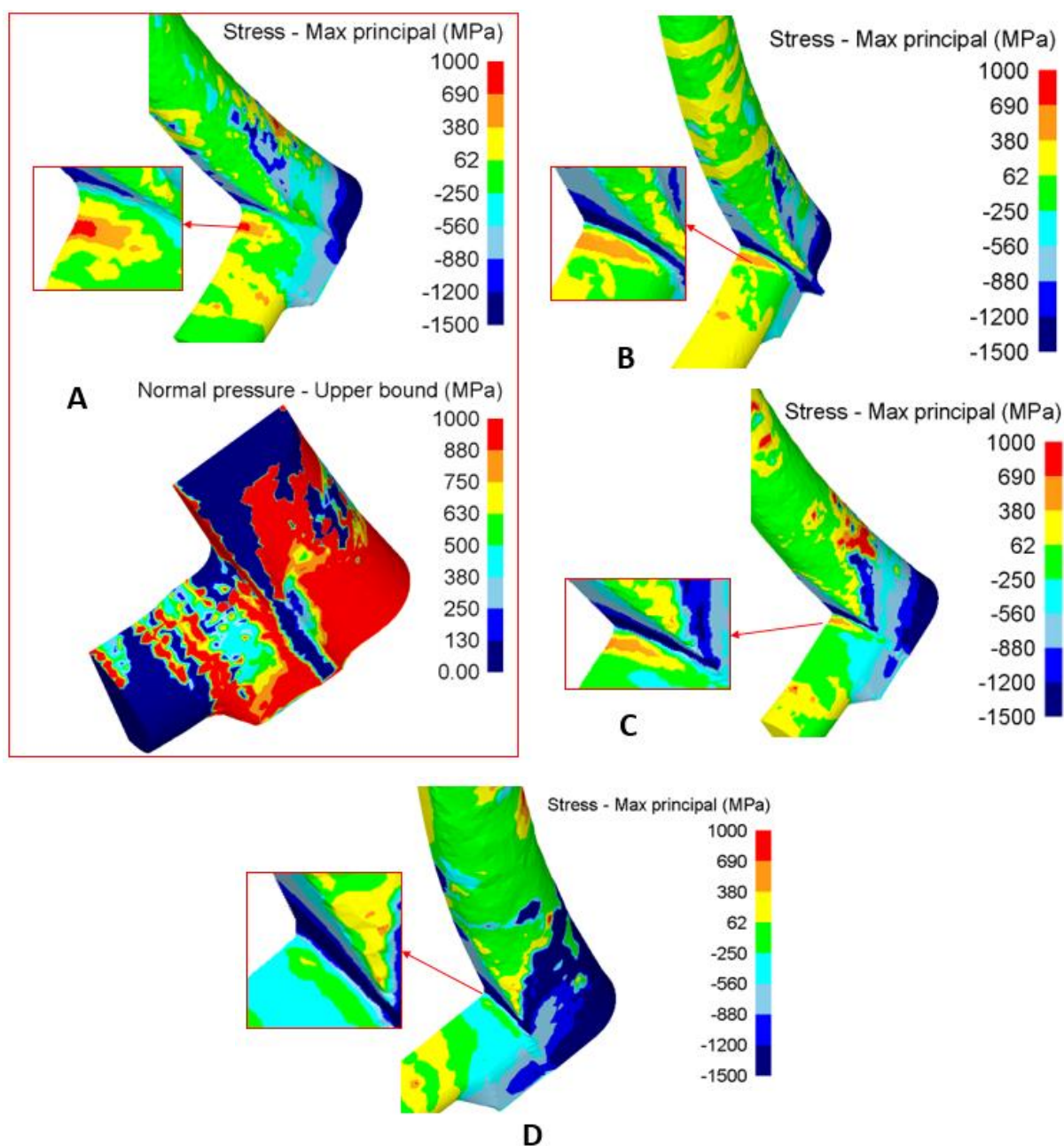
Analýza predikce poškození polotovaru a analýza napjatosti

Na **Obr. 58** jsou uvedeny výsledky analýzy poškození (Damage). Jedná se o analýzu, jež umožňuje předvídat poškození výsledného polotovaru. Analýza je založená na stavu napjatosti a využívá fenomenologického přístupu. Prahová hodnota 0,4 byla volena subjektivně pro rovnocenné srovnání navržených geometrií. Vyhodnocení bylo provedeno na základě srovnání podobných variant, v našem případě geometrií nástrojů A až D. Tato analýza pomohla predikovat poškození polotovaru a optimalizovat geometrii za účelem snížení rizika porušení. Pro variantu A (**Obr. 58 a**) je patrné vysoké riziko porušení v horní části polotovaru. Tento předpoklad koresponduje s rozložením napětí na **Obr. 59 a**. Na obrázku je možné sledovat převažující tahovou složku napětí v horní části komory, ta dosahuje hodnoty vyšší než 1000 MPa. Na **Obr. 59 a** je také uveden tlak působící na nástroje. V horní části je tlak nulový, což

koresponduje s převládající tahovou složkou napětí v této oblasti. Vysoký stupeň deformace při převládající tahové složce napětí vede k významnému poklesu tvářitelnosti, z čehož plyne, že pravděpodobnost porušení je vysoká. Předpoklad poškození byl potvrzen reálnými experimenty (**Obr. 65 b**). Další návrh komor tak probíhal s ohledem na zvýšení tlaku v horní části komory, tak aby se snížila pravděpodobnost výskytu vad na výsledném polotovaru. Pro variantu B (**Obr. 59 b**) již došlo ke snížení tahové složky v horní části komory, nebyla však zcela eliminována. Kompletní eliminace tahového napětí bylo docíleno pro variantu D (**Obr. 59 d**). Snížení tahového napětí bylo docíleno redukcí v oblasti průvluaku, která působí protitlakem a zvyšuje tak vyplnění (dotlakování) v oblasti zásobníku. Na **Obr. 59 d** je uvedeno rozložení napětí, které je v horní části tlakové. Pravděpodobnost porušení byla pro variantu D nízká, viz **Obr. 58 d**. V porovnání s variantou A lze pozorovat výrazný posun směrem k tlakové složce. Z pozorování plyne, že eliminace tahové složky napětí v horní části komory bez aplikace redukce v oblasti průvluaku není možná.



Obr. 58 Analýza poškození polotovaru (Damage): Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D.

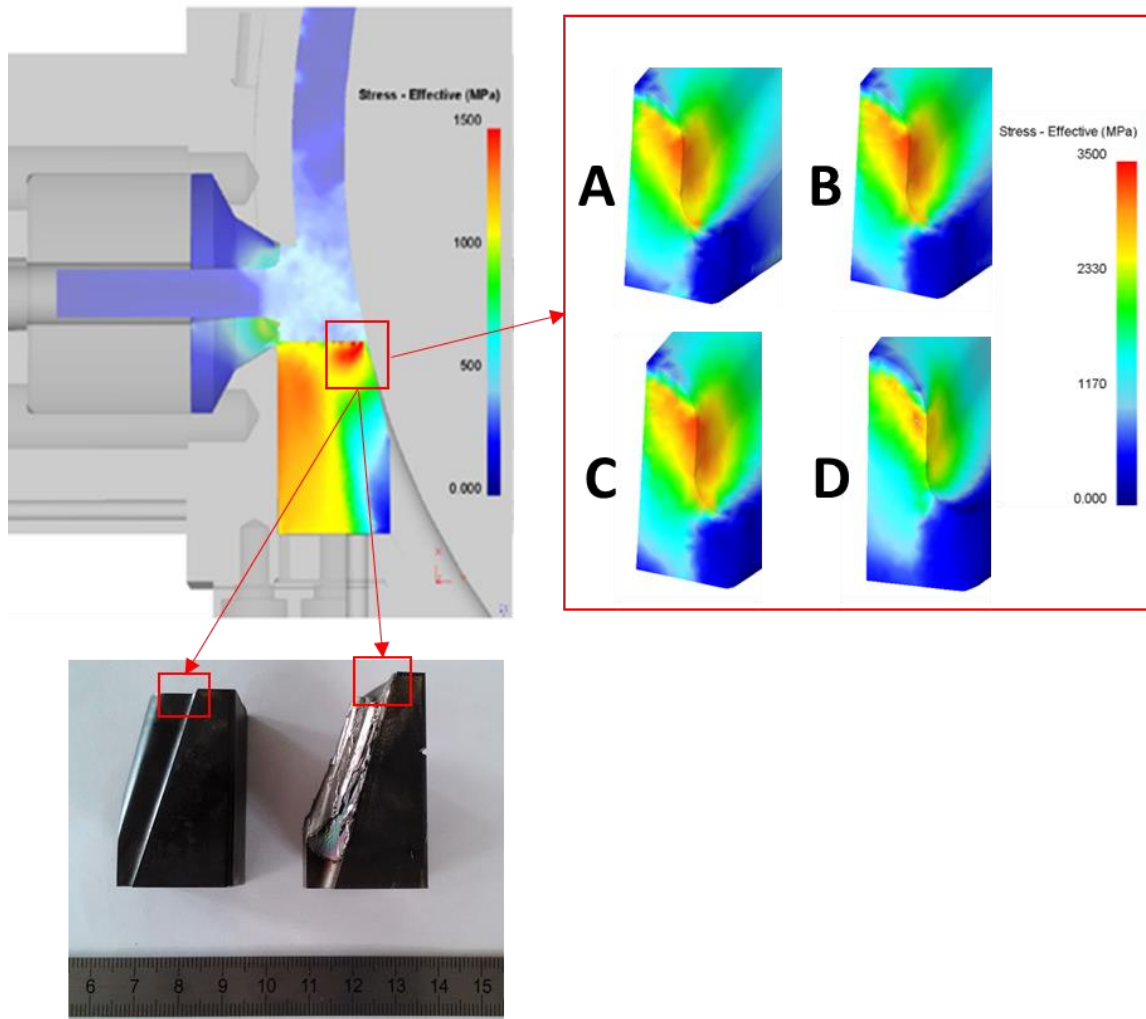


Obr. 59 Rozložení napětí pro analyzované varianty: Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D.

5.2.2 Namáhání abutmentu při procesu tváření

Kritickým faktorem při prvotních experimentech byl návrh nástroje abutmentu. Abutmenty vyrobené z konvenčních nástrojových ocelí se po krátkém provozu plasticky deformovaly. To je patrné z **Obr. 60**. Na obrázku je rovněž zobrazeno rozložení napětí na abutmentu a průvlaku při procesu tváření. Z numerické simulace vyplývá, že kritické místo se vyskytuje na abutmentu v blízkosti tvářecí kola. Napětí zde přesahují 2500 MPa pro všechny sledované geometrie nástrojů. Tato oblast je kriticky namáhána při procesu tváření. Porušení abutmentu koresponduje s oblastí maximálního napětí. Teplota v této oblasti při kontinuální produkci dosahuje až 700 °C. Abutmenty z nástrojových ocelí 1.2367 a Vanadis nevydržely

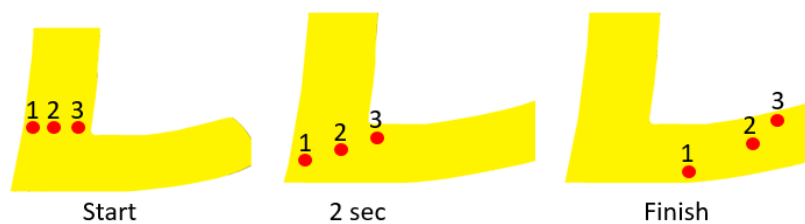
proces. Je možné použít například superslitiny niklu (Inconel 625, Inconel 725). Z hlediska návrhu nástrojů je abutment klíčový.



Obr. 60 Rozložení napětí na abutmentu a průvlastku pro analyzované varianty: Varianta A, Varianta – B, Varianta – C, Varianta – D.

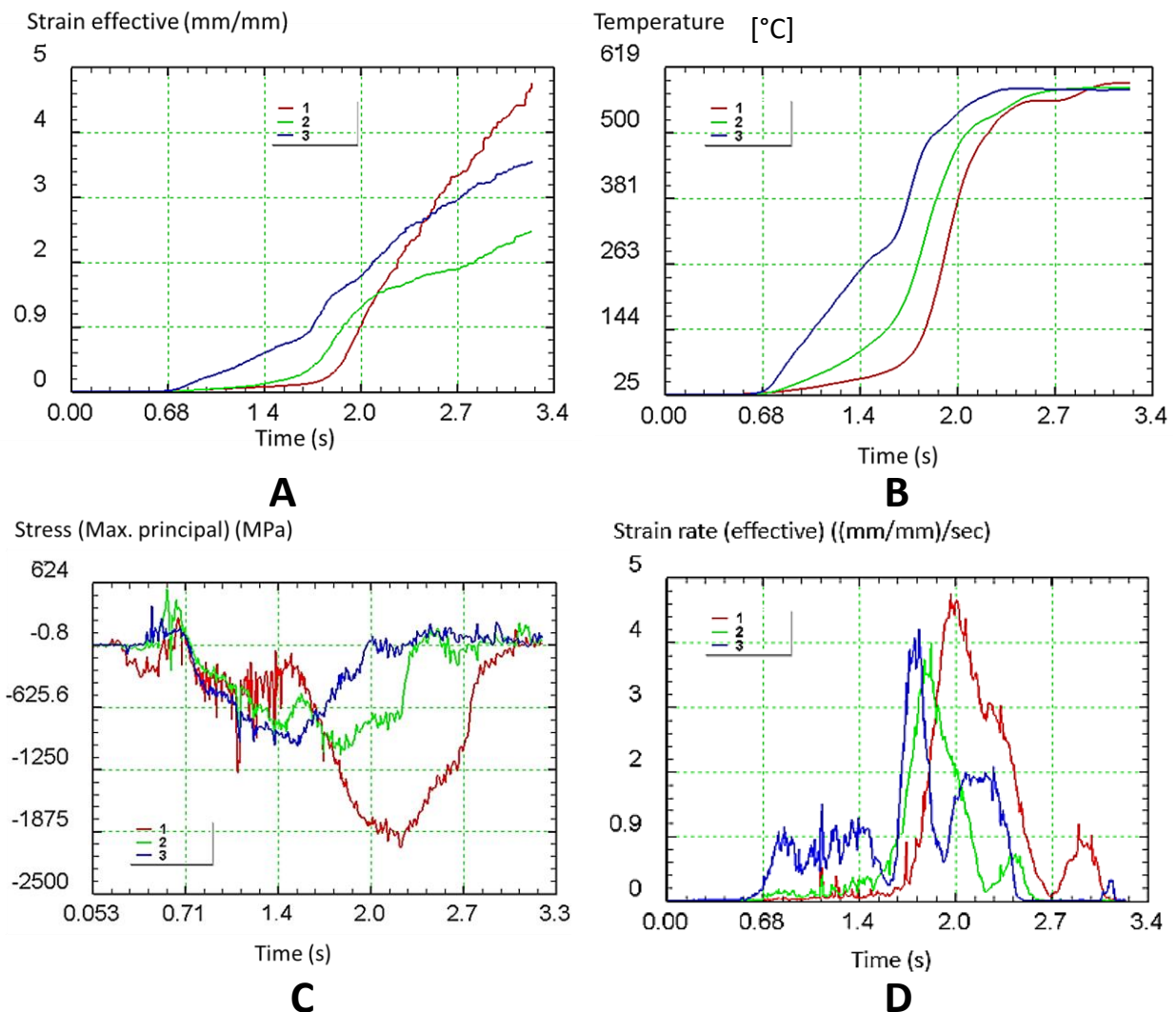
5.2.3 Point Tracking analýza

Analýza byla provedena pro geometrii nástrojů A. Na **Obr. 61** jsou uvedeny tři stádia procesu tváření – oblast před vstupem do tvářecí komory (Start), oblast smykové deformace (2 sec) a výstupní oblast polotovaru (Finish). Cílem bylo sledovat vývoj parametrů tváření v závislosti na čase a na pozici v tvářeném polotovaru. Sledované parametry byly skutečná deformace, teplota, napětí a rychlost deformace.



Obr. 61 Schéma analyzovaných bodů pro různé fáze procesu protlačování.

Na **Obr. 62 a** je uveden vývoj skutečné deformace. Z obrázku je patrné, že nejvyšší deformace dosahuje bod č. 1 (4,9 [-]). Nejnižší deformace dosahuje prostřední bod č. 2. Skutečná deformace na průřezu se pohybuje v rozmezí 2 až 5 a není homogenní, tak jak již bylo zmíněno v předchozí kapitole. Nerovnoměrné rozložení je dáno tím, že proces není symetrický. Teplota dosahuje přibližně 600 °C a postupně se srovnává v celém průřezu, jak je uvedeno na **Obr. 62 b**. Na **Obr. 62 c** je uveden vývoj napětí v čase ve smykové oblasti (2 sec). Je patrné, že tlakové napětí převažuje ve spodní části, směrem k horní části komory se napětí blíží nulové hodnotě. Na **Obr. 62 d** je uveden vývoj rychlosti deformace. Jednotlivé špičky grafu reflektují vstup bodů do oblasti smykové deformace. Bod č. 3 vykazuje dále druhý pík, ten je způsobem deformací v horní oblasti průvlaku. Z pozorování plyne, že podmínky deformace nejsou homogenní během procesu tváření. Sledované body odpovídají přibližně odběru vzorků pro TEM a EBSD analýzy (**Obr. 74, Obr. 81**). Pro sledované struktury jsou tak známé termodynamické podmínky deformace, viz kapitola zabývající se hodnocením strukturní dějů (TEM analýza).



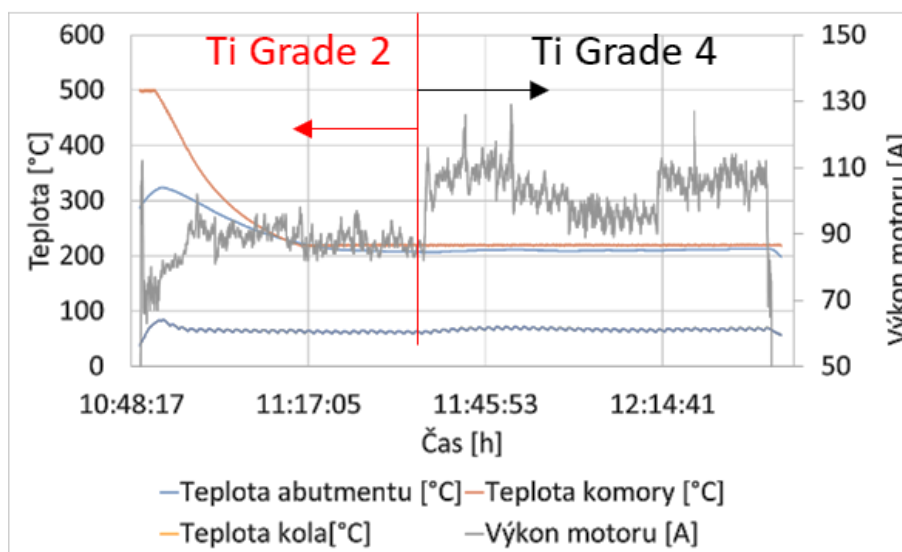
Obr. 62 Vývoj parametrů tváření v závislosti na čase. A – Skutečná deformace, B – Teplota, C – Napětí, D – Strain Rate.

5.3 Experimentální tváření – Conform SPD

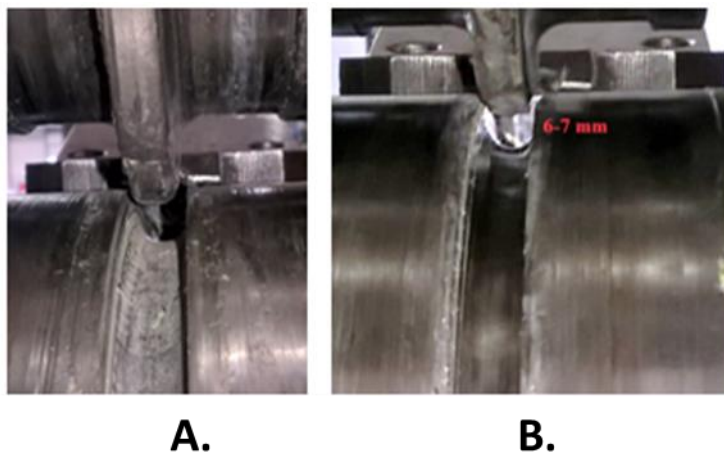
V této kapitole jsou popsány technologické podmínky, které byly aplikovány při reálných experimentech. Experimenty korespondují s numerickou simulací procesu (Geometrie nástrojů). Použitá rychlost tvářecího kola pro všechny experimenty byla 1,5 RPM. Teplota v tvářecí komoře byla nastavena na 200 °C pro produktivní část procesu. Při vypnutí ohřevu byla přibližně stejná teplota udržována procesem tváření. V některých případech byla při startu procesu teplota vyšší z důvodu snížení náročnosti tváření (tvorba coatingu, ustavení stabilního procesu). Umístění termočlánků je schematicky uvedeno na **Obr. 48**.

5.3.1 Geometrie A

V počáteční fázi procesu byl vstupní materiál ohřát v peci na teplotu 920 °C. Tento materiál byl přes indukční cívku zaváděn do tvářecího kola. Počáteční teplota v tvářecí komoře byla 500 °C. Ohřev v tvářecí komoře byl plynule snížen na definovanou teplotu procesu 200 °C. Popsaný start procesu je uveden na **Obr. 63**. Zvýšená teplota procesu v počátku experimentu umožnila plynulý vznik coatingu (Coating je uveden na **Obr. 64**). Ustálení procesu bylo docíleno přibližně v čase 11:17:05. Časový úsek mezi 11:17:05 až 11:45:53 definuje průchody materiálu Ti Grade 2 zařízením Conform SPD. Přibližně v čase 11:45:53 je možné sledovat zvýšení výkonu motoru vlivem založení materiálu Ti Grade 4. V čase 12:14:41 byl zakládán materiál pro třetí průchod, znovu je patrný nárůst výkonu motoru. Teplota v komoře byla pro všechny analyzované průchody 200 °C. Polotovaz kruhového průřezu byl zakládán způsobem A, tedy byl dodržován způsob zakládání polotovaru bez jeho natáčení.

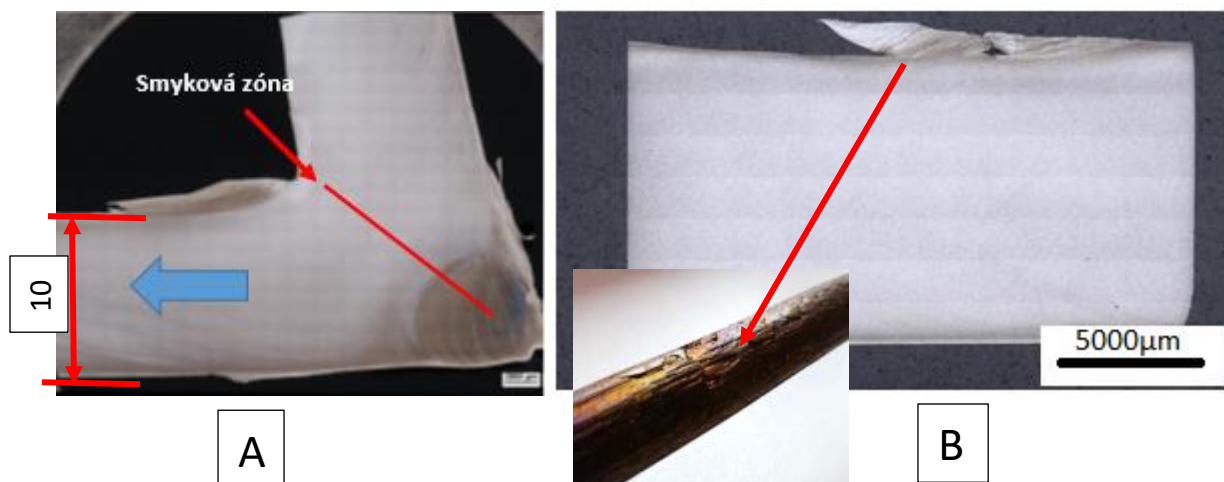


Obr. 63 Záznam experimentu s geometrií nástrojů A pro materiály Ti Grade 2 a Ti Grade 4.



Obr. 64 a. Drážka tvářecího kola bez Coatingu, b. Drážka tvářecího kola s Coatingem.

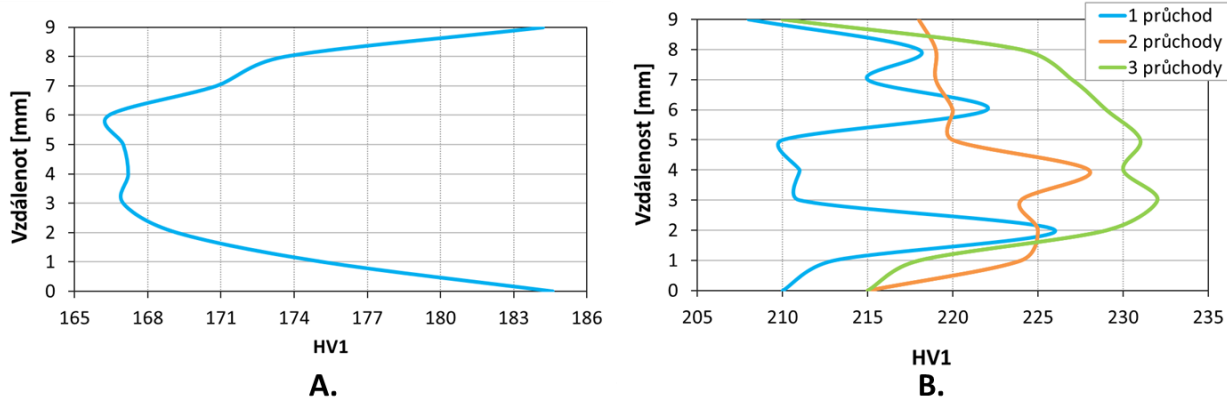
Na **Obr. 65** jsou uvedeny snímky polotovaru po tváření (po prvním průchodu). **Obr. 65 a** reprezentuje vzorek odebraný přímo z tvářecí komory. Výstupní průměr polotovaru byl v podélném řezu 10 mm, ve směru kolmém 11 mm. Výstupní tvar odpovídá tedy oválu. To je dáno nedostatečným vyplněním (napěchováním) v oblasti zásobníku komory, následné protlačení tvaru tak není dokonalé, to se projevuje především vznikem přeložek v horní části polotovaru (**Obr. 65 b**). Nedostatečný tlak v horní části komory vede ke vzniku nevhodných podmínek tvárnosti (velký stupeň přetvoření, převládající tahová napětí -> viz hodnocení numerické simulace **Obr. 58 a** a **Obr. 59 a**). Předpoklad vzniku poškození v tomto případě dobře koreluje s hodnocením numerické simulace.



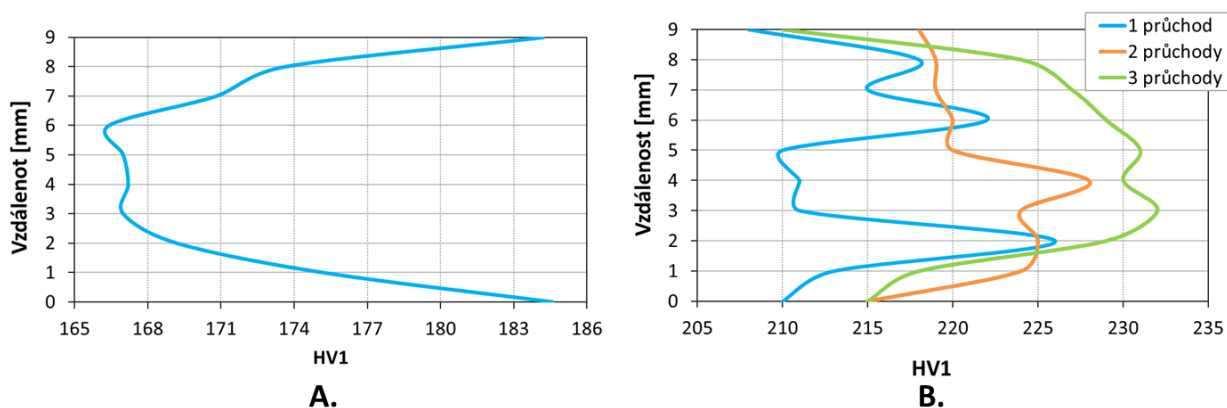
Obr. 65 a. Vzorek odebraný z tvářecí komory, b. Podélný řez tvářeným polotovarem s detailem horní části polotovaru.

5.3.1.1 Ti Grade 2

Po průchodech Conformem byly postupně odebrány vzorky. Na příčném průřezu bylo provedeno měření tvrdosti pro jednotlivé průchody. Rozložení tvrdosti je uvedeno na



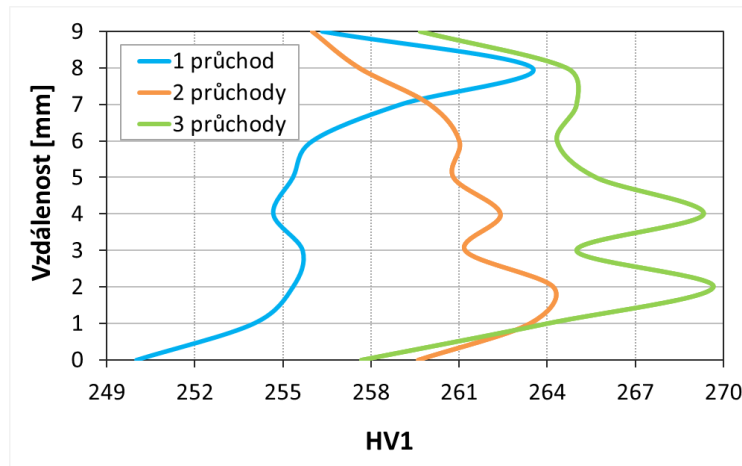
Obr. 66. Výchozí stav je charakterizován zvýšenou tvrdostí v oblasti povrchu (**Obr. 66 a**), to je dáno technologickým zpracováním vstupního materiálu, který byl tažen za studena a následně rekrystalizačně žíhán. Tažení drátu vedlo k intenzivnějšímu zpevňování v oblasti povrchu. Po prvním průchodu byl patrný nárůst tvrdosti, distribuce byla však značně nerovnoměrná, to je patrné z **Obr. 66 b**. Další průchody již k významnému nárůstu tvrdosti nevedly, spíše došlo k vytvoření trendu. Vyšší tvrdosti je dosahováno ve středu polotovaru, v oblasti povrchu jsou hodnoty nižší (**Obr. 66 b**). Pokles tvrdosti je pravděpodobně zapříčiněn zvýšenou kinetikou rekrystalizačních pochodů právě v oblasti povrchu. Hrubší struktura v oblasti povrchu byla identifikována i pomocí TEM, **Obr. 77 b**. Tento jev je především sledován při protlačování Al slitin a je nazýván jako „Peripheral Coarse Grain Structure“, jedná se o jev, kdy v oblasti povrchu je dosahováno hrubší struktury vlivem vyšší teploty a deformace z důvodu vysokého tření mezi nástrojem a polotovarem.



Obr. 66 Rozložení tvrdosti na příčném průřezu polotovaru Ti Grade 2: a. Vstupní polotovar, b. Po zpracování pomocí Conform SPD.

5.3.1.2 Ti Grade 4

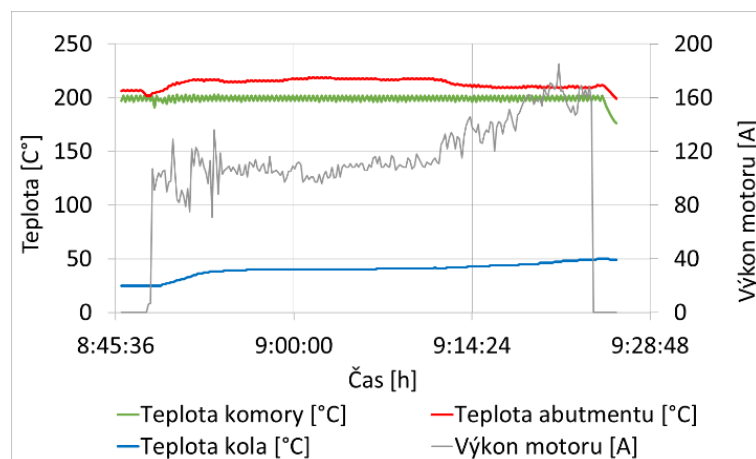
Rozložení tvrdosti pro jeden až tři průchody pro materiál Ti Grade 4 je uvedeno na **Obr. 67**. Vyšší tvrdost byla opět identifikována ve středové oblasti povrchu jako v případě materiálu Ti Grade 2 (**Obr. 66**).



Obr. 67 A. Rozložení tvrdosti na příčném průřezu polotovaru Ti Grade 4 pro jeden až tři průchody.

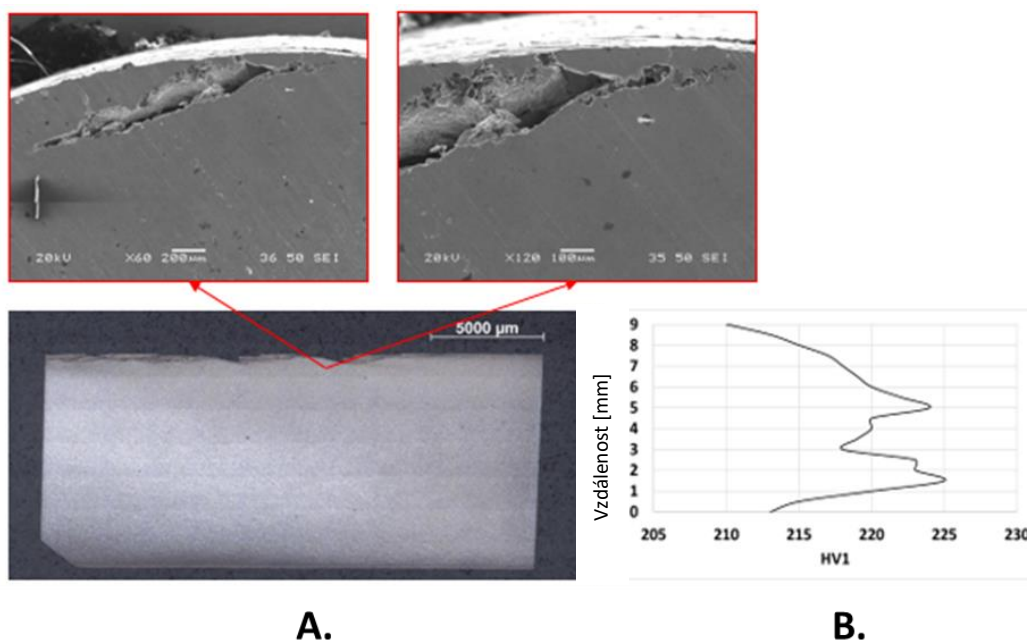
5.3.2 Geometrie B – Ti Grade 2

Pro geometrii B (Vstupní průměr 10 mm, výstupní průměr 10 mm) byly parametry experimentu (teplota tvářecí komory – 200 °C, rychlost tvářecího kola – 0,5 RPM) ustaveny stejně jako pro experiment s geometrií A. Start procesu byl však proveden při teplotě 200 °C. Následně byl proveden jeden průchod tvářecí komorou. Parametry procesu jsou uvedeny na **Obr. 68**. Je patrné, že parametry procesu byly při tváření stabilní. Jisté výchyly ve výkonu lze sledovat v počátku a konci procesu.



Obr. 68 Záznam experimentu s geometrií nástrojů B.

Na **Obr. 69** je uveden podélný řez tvářeným polotovarem. Jako v případě geometrie nástrojů A lze sledovat vznik poměrně výrazných vad v horní části polotovaru. Tyto vady zasahují pod povrch a mají charakter tzv. přeložek. Jejich podpovrchový charakter je doložen snímky z elektronového mikroskopu. Výsledky vzniku poškození znovu korelují s předpokladem z numerické simulace. Především převládající tahová složka v oblasti horní části tvářecí komory (**Obr. 59 b**) pravděpodobně zvyšuje riziko vzniku porušení (**Obr. 58 b**). Rozložení tvrdosti na podélném řezu polotovaru je rovněž uvedeno na **Obr. 69**. Jako v případě experimentu s geometrií nástrojů A lze sledovat nižší hodnoty tvrdosti v povrchové oblasti.

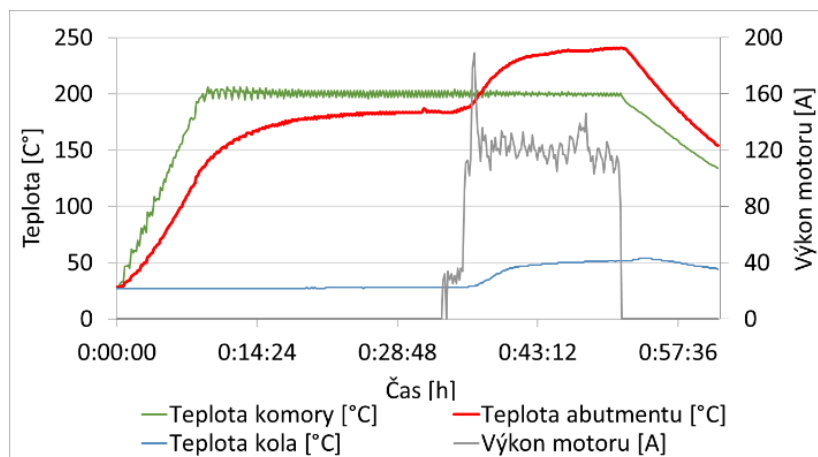


Obr. 69 a. Vyhodnocení vlivu geometrie nástrojů B na jakost povrchu. b. Rozložení tvrdosti na příčném průřezu.

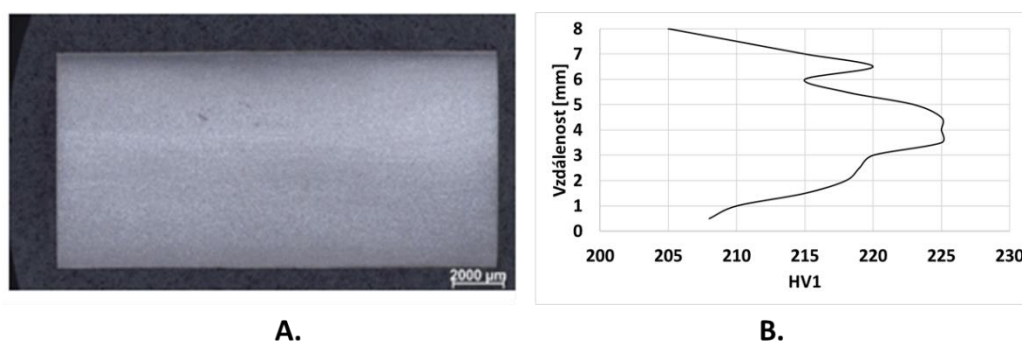
5.3.3 Geometrie C – Ti Grade 2

Parametry procesu s geometrií nástrojů C (vstupní průměr 10 mm, výstupní průměr 9 mm) jsou uvedeny na **Obr. 70**. Redukce v oblasti průvlastku z 10 mm na 9 mm vedla k výraznému zlepšení jakosti povrchu, to je doloženo na **Obr. 71**. Povrchové vady se vyskytovaly jen

ojediněle. Zlepšení povrchu je dáno především vzniklým protitlakem v oblasti průvluaku, který redukoval nepříznivou složku tahových napětí v horní části komory. To bylo dokladováno v numerické simulaci (**Obr. 59 c**). Profil tvrdosti (**Obr. 71**) má stejný charakter jako v případě experimentů s nástroji A a B.



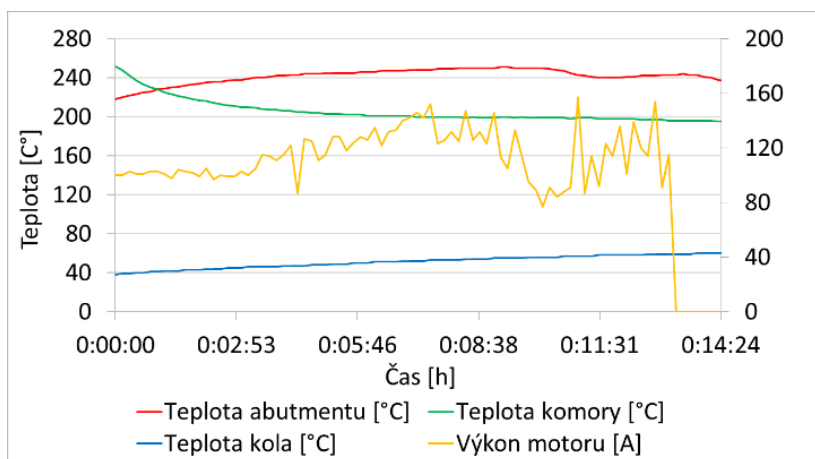
Obr. 70 Záznam experimentu s geometrií nástrojů C.



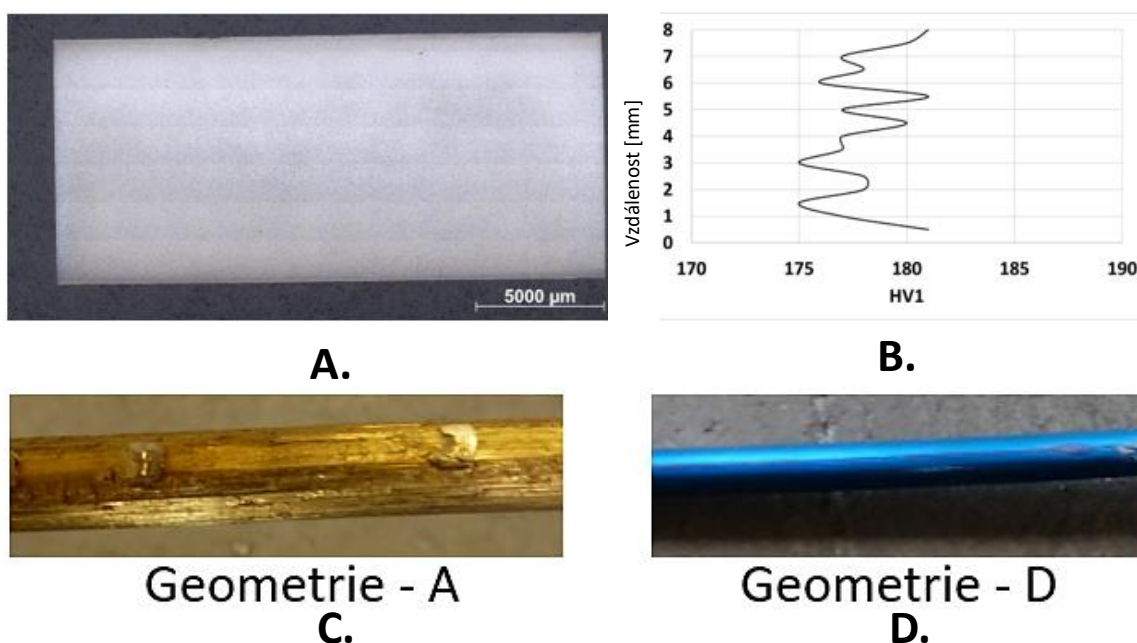
Obr. 71 Vyhodnocení vlivu geometrie nástrojů C: a. na jakost povrchu b, a rozložení tvrdosti na příčném průřezu.

5.3.4 Geometrie D – Ti Grade 2

Záznam parametrů procesu pro experiment s geometrií D (vstupní průměr 10 mm, výstupní průměr 8 mm) je uveden na **Obr. 72**. Jak již bylo zmíněno, vlivem redukce v oblasti průvluaku se proces s navrženou geometrií spíše blíží protlačování. Navržená redukce průvluaku eliminovala nepříznivé tahové složky napětí v horní části komory, to je patrné především z **Obr. 59 d**. Tento faktor se pozitivně projevil na výsledné jakosti povrchu, která byla pouze zoxidovaná bez výskytu mechanických vad. Podélný řez polotovarem je uveden na **Obr. 73**. Oxidická vrstva na povrchu byla modré barvy, pro geometrie A, B, a C. Pro variantu D byla oxidická vrstva zlaté barvy, porovnání je uvedeno na **Obr. 73**. Na obrázku je pro názornost uvedeno pouze porovnání geometrie nástrojů A a B. Rozdílná barva je dána zvýšením teploty v tvářecí komoře vlivem redukce v oblasti průvluaku. Změna geometrie se projevila výrazně i na profilu tvrdosti, kde nebyly patrné nižší hodnoty v povrchové oblasti. Tvrdost je celkově nižší v porovnání s předchozími geometriemi. Nižší tvrdost profilu je dána zvýšením teploty při procesu tváření a deformací. Lze usuzovat, že vzniklé podmínky vedou k rekrystalizačním procesům.



Obr. 72 Záznam experimentu s geometrií nástrojů D.



Obr. 73 Vyhodnocení vlivu geometrie nástrojů D: a, na jakost povrchu b, a rozložení tvrdosti na příčném průřezu. c, Stav povrchu polotovaru po zpracování pomocí geometrie nástrojů A, b, stav povrchu při použití nástrojů D.

5.4 Dílčí shrnutí kapitoly – Vývoj nástrojů a procesu

Kapitola obsahuje porovnání zkoumaných variant nástrojů z hlediska procesních podmínek a dosažených mechanických vlastností. Jsou zde uvedeny výsledky numerické simulace a jejich korelace s reálnými experimenty. **Tab. 11** reprezentuje porovnání výsledků z numerické simulace. Ve druhém sloupci je uvedeno srovnání deformačních rychlostí ve smykové zóně tvářecí komory. Z uvedených hodnot plyne, že deformační rychlost je v oblasti smykové zóny nerovnoměrná. Ve spodní části je dosahováno maximální intenzity, viz **Obr. 54**. Deformační rychlost byla pro všechny geometrické varianty v rozmezí od 1,5 do 6,8 s⁻¹ pro stejnou rychlost tvářecí kola, 0,5 RPM. Pro variantu A je deformační rychlost nejnižší, to je dáno výstupním průřezem polotovaru (11 mm) a charakteristickým rozměrem komory (12 mm), **Obr. 53**. Pro ostatní varianty byl charakteristický rozměr komory 10 mm. Výstupní průřez polotovaru se pak lišil. Vyšší protlačovací poměr vedl ke zvýšení deformační rychlosti z důvodu vyšší poměrné redukce. Skutečná deformace je uvedena v **Tab. 11**.

Z výsledků je patrné, že skutečná deformace nebyla rovnoměrně rozložena v průřezu. V krajních oblastech polotovaru dosahovala maxima, viz **Obr. 55**. Se zvyšující se poměrnou redukcí (protlačovací poměrem) byla dosažena skutečná deformace vyšší. Teplota uvedená v **Tab. 11** byla vypočtená softwarem DEFORM. Teplota byla srovnatelná pro geometrie A, B a C. Pro variantu D byla vyšší z důvodu vyššího protlačovacího poměru. Teplota měřená termočlánkem je uvedena v šestém sloupci. Tato teplota je měřena ve vzdálenosti 40 mm od spodního kraje polotovaru. Pro všechny varianty byla v rozmezí 200 až 250 °C. V další části **Tab. 11** jsou srovnány dosažené mechanické vlastnosti. Pro geometrie A, B a C jsou hodnoty srovnatelné. Mírně zvýšené pevnosti však bylo dosaženo u geometrie A, a to o 20 – 30 MPa v porovnání s geometriemi B a C. Nižší pevnosti, cca o 100 MPa, bylo dosaženo pro geometrii D. Redukce na průměr 8 mm v oblasti průvlastku (**Obr. 53**) vedla k aditivní deformaci v této části. To vedlo ke zvýšení teploty procesu a celkové chování procesu více odpovídalo tváření za tepla s projevem dynamické rekrystalizace. V porovnání s ostatními variantami bylo u geometrie D dosaženo významně vyšší hodnoty A_g . Hodnota byla 10,1 %. Pro varianty A až C se hodnota A_g pohybovala okolo 3 %. Výsledný polotovar se jeví jako plastičtější. Výrazná deformace v oblasti průvlastku u geometrie D (**Obr. 73**) vedla k významnému zlepšení jakosti povrchu. To je dáno docílením příznivé napjatosti v horní části tvářecí komory, **Obr. 59 d**. U varianty A byla jakost povrchu (**Obr. 65**) nejhorší z důvodu převažující tahové složky v horní části komory, **Obr. 59 a**. Geometrické modifikace u variant B a C nevedly k úplné eliminaci nepříznivých tahových složek v oblasti komory, viz **Obr. 59 b** a **Obr. 59 c**. Jakost povrchu však byla uspokojivá, a to především pro variantu C, **Obr. 71**. Přes výše zmíněné nevýhody varianty A (horší jakost povrchu) byla tato varianta použita pro další výzkum vzhledem k možnosti vícenásobných průchodů. Varianty B a C vykazují dobrou kvalitu povrchu při dosažení podobných vlastností jako v případě varianty A. Výsledky mechanických vlastností jsou uvedeny na **Obr. 90**. Varianty B a C vykazují velký potenciál především pro průmyslovou produkci, kdy redukce počtu průchodu vede k významnému snížení nákladů.

Tab. 11 Porovnání navržených geometrií nástrojů s pohledu numerické simulace a dosažených mechanických vlastností.

	*Protlačovací poměr	Deformační rychlost ve smykové zóně [1/s]	Skutečná deformace [-]	**Teplota v komoře [°C]	***Teplota Con [°C]	Rm [MPa]	R _{p0,2} [MPa]	A5 [%]	A _g [%]	Z [%]	Tvrdość HV 1 [-]
Geo A – Ti Grade 2	0,9	1,5 - 4,5	2,5 - 4,8	500 - 600	200 - 250	670	640	20	3,2	60	214
Geo A – Ti Grade 4	0,9	1,5 - 4,5	2,5 - 4,8	500 - 600	200 - 250	707	750	22	4,4	55,4	260
Geo B – Ti Grade 2	1,0	1,9 - 6	2,4 - 5,4	500 - 600	200 - 250	650	625	20	3,6	63	215
Geo C – Ti Grade 2	1,1	1,9 - 6,4	2,1 - 7,2	500 - 600	200 - 250	640	605	21	4,1	63	214
Geo D – Ti Grade 2	1,3	2,2 - 6,8	3,4 - 10,5	540 - 720	200 - 250	552	440	25	10,1	63	180
*vstupní průměr polotovaru/výstupní polotovaru											
**teplota vypočtená softwarem DEFORM											
*** teplota snímaná termočlánkem, odpovídá teplotě 40 mm vzdálené od komory Conformu											

5.4.1 Značení vzorků – Geometrie nástrojů A

V **Tab. 12** je uvedeno značení vzorků použitých v rámci disertační práce. Tyto vzorky byly použity pro analýzy strukturních a mechanických vlastností. Vzorky byly vyrobeny na Conform SPD s nástroji typu A (**Obr. 53**). Geometrie nástrojů A byla vybrána z důvodu možnosti

hodnocení vícenásobného zpracování na Conform SPD. V tabulce je uveden vzorek s označením Ti Gr 2 CON 1 + RK + TZ (Ti Gr 4 CON 1 + RK + TZ), tyto vzorky byly po rotačním kování tepelně zpracovány za účelem snížení zbytkového napětí. Režim byl navržen na základě kapitoly - **Vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti**. Studie tepelného zpracování byla zařazena z důvodu rozměrové stabilizace polotovaru a zvýšení plasticity po intenzivním tváření za studena (po rotačním kování). Tepelně zpracované vzorky byly použity pro hodnocení únavy a biokompatibility.

Tab. 12 Definice značení vzorků – Geometrie nástrojů A.

Vzorek	Materiál	Počet průchodů Conform SPD	RK - plošná redukce [%]	Režim TZ	Poznámka
Ti Grade 2	Ti Grade 2	N/A	N/A	N/A	Výchozí stav
Ti Gr2 CON 1	Ti Grade 2	1	N/A	N/A	
Ti Gr2 CON 2	Ti Grade 2	2	N/A	N/A	
Ti Gr2 CON 3	Ti Grade 2	3	N/A	N/A	
Ti Gr2 CON 1 + RK	Ti Grade 2	1	89	N/A	
Ti Gr2 CON 3 + RK	Ti Grade 2	3	89	N/A	
Ti Gr2 RK	Ti Grade 2	N/A	89	N/A	
Ti Gr2 CON 1 + RK + TZ	Ti Grade 2	1	89	250 °C/1 hodina/vzduch	Vzorek žhán po finálním zpracování
Ti Grade 4	Ti Grade 4	N/A	N/A	N/A	Výchozí stav
Ti Gr4 CON 1	Ti Grade 4	1	N/A	N/A	
Ti Gr4 CON 2	Ti Grade 4	2	N/A	N/A	
Ti Gr4 CON 3	Ti Grade 4	3	N/A	N/A	
Ti Gr4 CON 1 + RK	Ti Grade 4	1	89	N/A	
Ti Gr4 CON 3 + RK	Ti Grade 4	3	89	N/A	
Ti Gr4 RK	Ti Grade 4	N/A	89	N/A	
Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ	Ti Grade 4	1	89	250 °C/1 hodina/vzduch	Vzorek žhán po finálním zpracování

6 Hodnocení vlastností materiálu Ti Grade 2

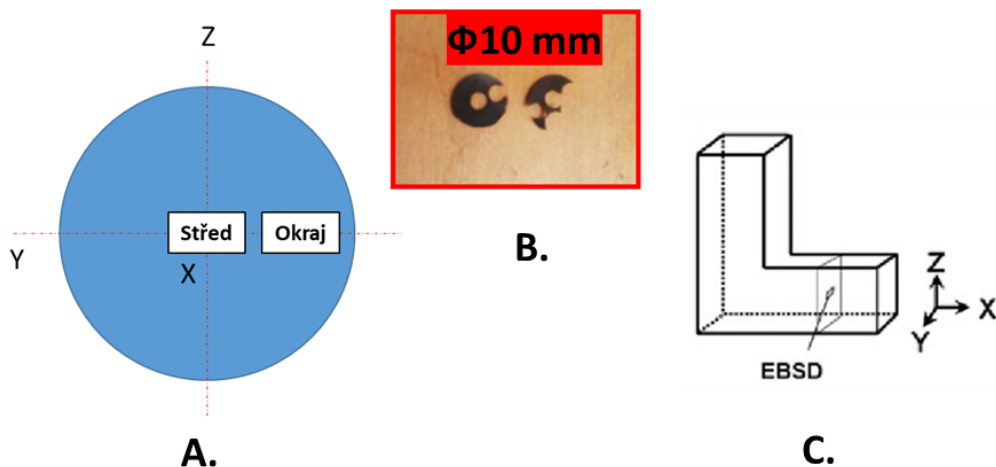
Kapitola hodnocení vlastností obsahuje v první části výsledky transmisní elektronové mikroskopie pro materiál Ti Grade 2. Hodnocení bylo provedeno pro jeden až tři průchody pomocí Conform SPD a pro vzorky zpracované Conform SPD a rotačním kováním. Výsledky snímků jsou doplněny lokální analýzou textury. Dále byla provedena EBSD analýza textury. Textura byla analyzována i pomocí rentgenové difrakce. Výsledky jsou v textu srovnány. Poslední část týkající se strukturního hodnocení uvádí výsledky světelné mikroskopie. V kapitole jsou uvedeny především snímky po rotačním kování. Poslední část uvádí výsledky mechanických vlastností. Mechanické vlastnosti byly analyzovány po Conform SPD zpracování, tak po Conform SPD zpracování a rotačním kování a po samostatném rotačním kování jako v případě strukturního hodnocení. Pro zpracované vzorky byly provedeny tahové zkoušky. Pro vybrané pak zkoušky únavy. Před kapitolou zabývající se zkouškami únavy je vložena pod kapitola zabývající se vlivem tepelného zpracování. V rámci této kapitoly jsou uvedeny výsledky dilatometrické analýzy. Výstupem této kapitoly je vliv různých režimů TZ na tahové vlastnosti a tvrdost. Ekvivalentní vyhodnocení výsledků bylo provedeno i pro materiál Ti Grade 4, viz kapitola 7 (Hodnocení vlastností materiálu Ti Grade 4). Srovnání vlivu zpracování na Ti Grade 2 a Ti Grade 4 je uvedeno v diskuzi.

6.1 Strukturní hodnocení

V rámci kapitoly jsou uvedeny výsledky zkoumání pomocí transmisní elektronové mikroskopie, hodnocení textury pomocí metody EBSD a rentgenové difrakce a hodnocení struktury pomocí světelné mikroskopie. Hodnocení bylo provedeno pro vzorky po Conform SPD, po Conform SPD a rotačním kování a po samostatném rotačním kování. Vzorky, které byly pouze rotačně kovány, byly analyzovány pouze pomocí světelné mikroskopie.

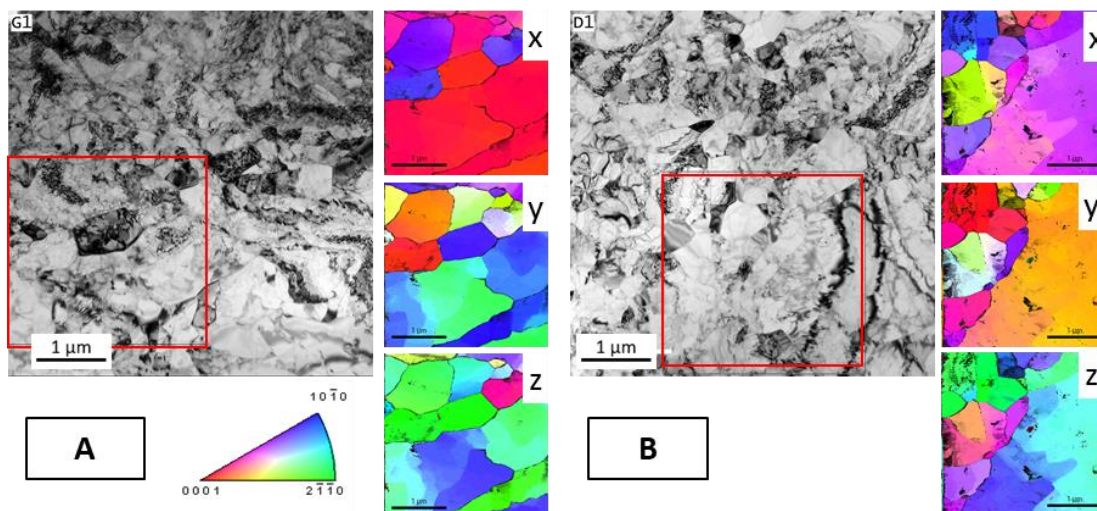
6.1.1 TEM hodnocení struktury

Vzorky pro TEM hodnocení struktury byly odebrány ze vzorků z experimentu s geometrií nástrojů A (**Obr. 53 a**), tak aby bylo možné pozorovat vliv počtu průchodů zařízením Conform SPD na charakter struktury. Transmisní mikroskopie umožňuje hodnotit pouze malý objem celkového vzorku. Z tohoto důvodu byly vždy folie pro TEM odebrány ze středu a z okraje vzorku, odběr je znázorněn na **Obr. 74 a** a **Obr. 74 b**. Tyto pozice přibližně odpovídají Point Tracking analýze (**Obr. 61, Obr. 62**), která popisuje vývoj termomechanických parametrů tváření v konkrétních pozicích vypočtených pomocí numerické simulace. TEM analýza byla provedena až pro tři průchody. Dále byla provedena TEM analýza pro vzorky, které byly zpracovány po Conform SPD procesu a rotačním kováním. TEM folie po rotačním kování byly odebrány pouze ze středu, s to z důvodu malého průměru finálního drátu. Pro všechny analyzované vzorky byla rovněž na sledované ploše provedena analýza textury (EBSD) pomocí inverzních pólových obrazců. Hlavní směry pro EBSD analýzu jsou uvedeny na **Obr. 74 c**.



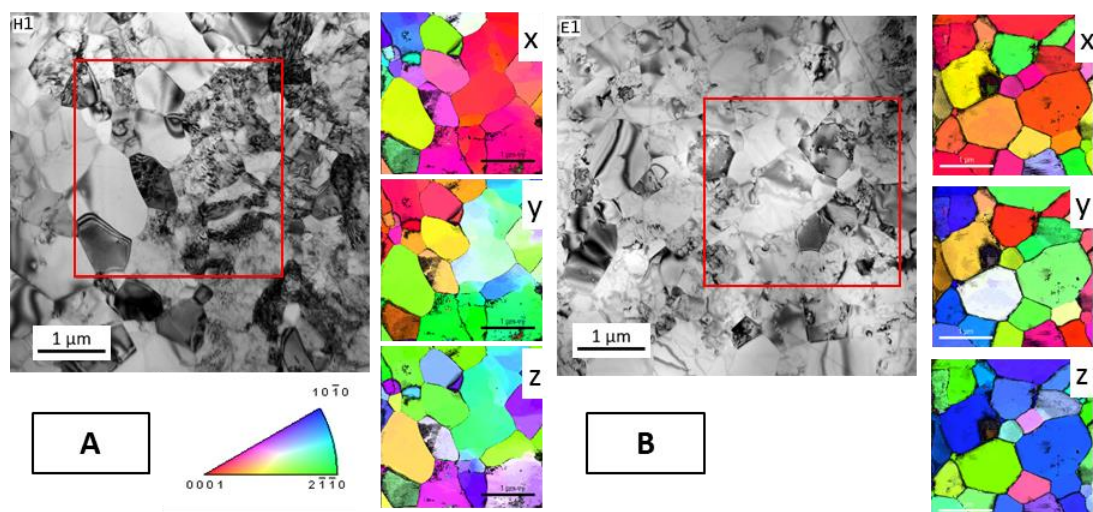
Obr. 74 a. Schéma odběru vzorků po Conform SPD zpracování pro TEM. b. Ukázka plíšku pro odběr vzorku. c. Vyznačení souřadného systému pro EBSD analýzu.

Na **Obr. 75** je uveden snímek substruktury po prvním průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 1). Střední velikost zrn byla po prvním průchodu 320 nm (**Obr. 78 a**). Z texturní analýzy (EBSD) vyplývá, že struktura má poměrně nahodilý charakter. Ve středu vzorku (průmět X) lze sledovat převládající bazální typ textury. Zrna mají rovnoosý charakter bez výskytu deformačních dvojčat. Na snímcích je možné pozorovat značně deformovanou strukturu s nerovnoměrnou dislokační hustotou pro střed (**Obr. 75 a**) i okraj (**Obr. 75 b**). Především tmavší oblasti charakterizují vyšší dislokační hustotu. Lokálně lze pozorovat polyedrická zrna s nízkou hustotou dislokací, která jsou charakteristickým výsledkem SPD procesu. Velikost zrn ve studovaných oblastech byla pod úrovní 1 μm . Nicméně větší zrna obsahují sub-zrna, které jsou velikostí výrazně pod 1 μm . Obecně bývá referováno, že po prvním průchodu Ti záпустkou ECAP je tvořena struktura především dvojčatovou strukturou s výskytem podélných vysoce deformovaných zrn [33]. To je dáno především dosaženým stupněm deformace po prvním průchodu, který přímo ovlivňuje aktivaci skluzových systémů. V porovnání s konvenční technologií ECAP je deformační rychlost pro technologii Conform SPD vyšší a dosahovaný stupeň deformace rovněž. Přímé porovnání dosahované skutečné deformace je uvedeno na **Obr. 36**. Pro technologii Conform SPD byla střední skutečná deformace 3. V okrajových oblastech až 5, viz **Obr. 62**. Technologie ECAP ve většině případů dosahuje stupně 1 [33], struktura má tak výrazně jiný charakter (dvojčatový charakter, s protáhlými pásy zrn). Struktura po Conform SPD je tak již po prvním průchodu tvořena spíše rozbitými zrny s poměrně vysokou dislokační hustotou, která není homogenní v objemu materiálu. Dvojčatový charakter struktury nebyl identifikován, tzn., že dosahované termodynamické podmínky procesu vedly k aktivaci skluzových systému a deformace probíhala přednostně krystalografickým kluzem. Na **Obr. 3** je uvedena závislost mezi deformačními mechanismy a stupněm deformace pro válcování za studena. Z vyhodnocení plyne, že po dosažení skutečné deformace 0,5 převládá deformace smykem [5]. Aktivace kluzu tedy probíhá i v deformačních systémech, které nejsou příznivě natočeny vzhledem k hlavním napětím a kritické napětí pro jejich aktivaci je vyšší.



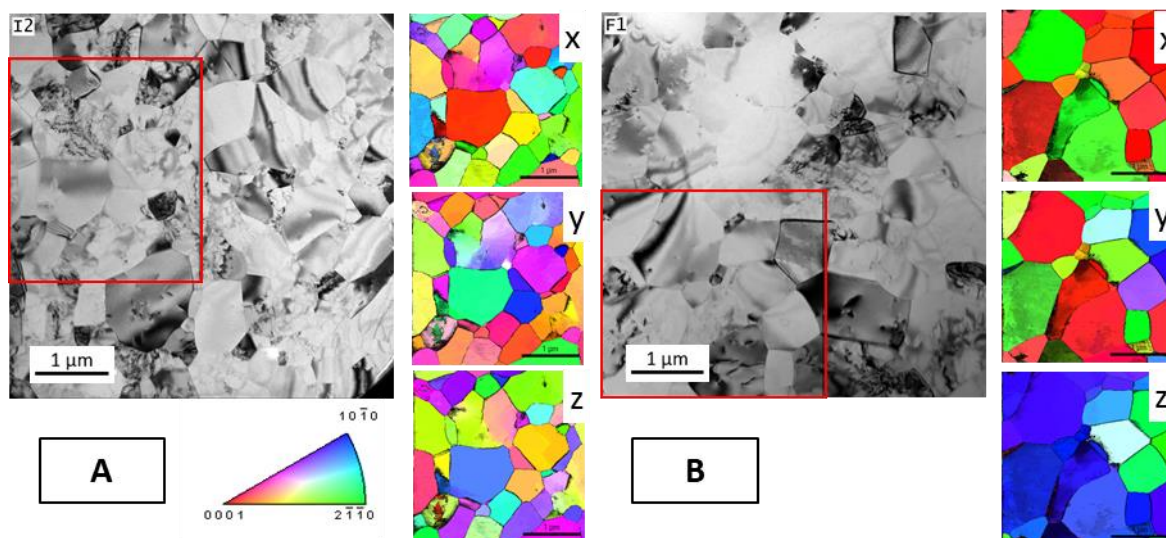
Obr. 75 TEM snímky struktury a EBSD analýza vyznačených ploch po prvním průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 1). a. Střed, b. Okraj.

Na **Obr. 76** je uvedena struktura po druhém průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 2), střed na **Obr. 76 a** a okraj na **Obr. 76 b**. Lze si všimnout zrn s velikostí okolo 1 μm v porovnání s prvním průchodem. Tyto hrubší zrna byla sledována především ve středu vzorku (**Obr. 76 b**). Vykazují rovnoosý charakter a některá z nich i poměrně malou dislokační hustotu. Střední velikost zrn po druhém průchodu byla 340 nm. Dislokační hustota je opět značně nehomogenní, lze pozorovat jak oblasti s nízkou, tak poměrně vysokou dislokační hustotou. V oblasti kraje vzorku (**Obr. 76 b**) velikost oblastí s tmavým kontrastem mírně klesla oproti prvnímu průchodu ve stejné oblasti. Lze zde pozorovat významné zastoupení zrn s rovnoosým charakterem. Lze předpokládat, že v oblasti povrchu dochází vlivem vysokého stupně deformace a teploty k post dynamickému zotavení struktury po vystoupení polotovaru z tvářecí komory. Vyšší deformace v porovnání se středem vzorku byla detekována i pomocí point tracking analýzy v kapitole zabývající se numerickou simulací procesu. Z **Obr. 62** je zřejmé, že deformace v oblasti povrchu je více než dvakrát vyšší (hodnoty deformace: střed cca 2, povrch cca 5), teplota pak dosahuje až 600 °C. Mírně hrubší zrna korelují i s vyhodnocením tvrdosti, která směrem od středu polotovaru k povrchu klesá.

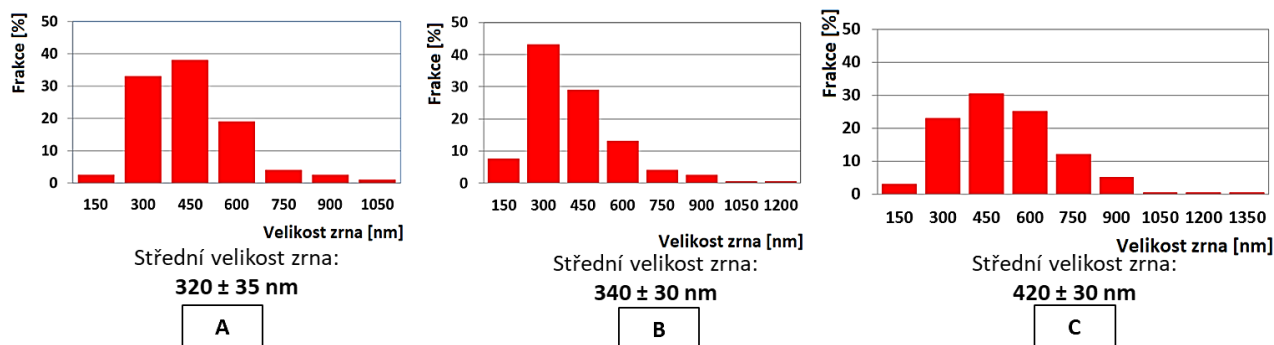


Obr. 76 TEM snímky struktury a EBSD analýza vyznačených ploch po druhém průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 2). a. Střed, b. Okraj.

Na **Obr. 77** je uvedeno strukturní hodnocení po třetím průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 3). V porovnání s prvním a se druhým průchodem došlo k dalšímu nárůstu střední velikosti zrna. Střední velikost byla 420 nm (**Obr. 78**). Větší zrna byla identifikována v oblasti povrchu, což je v dobré korelaci s profilem tvrdosti (**Obr. 66 d**). Obdobný trend byl pozorován i po druhém průchodu. Zvýšená velikost zrn a nižší tvrdost v oblasti povrchu může být vysvětlena fenoménem tzv. periferního výskytu hrubých zrn (Peripheral Coarse Grained Structure). Kdy vyšší dosažený stupeň deformace v oblasti povrchu (**Obr. 55**) vede k urychlení zotavení či rekrytalizace v této oblasti. Struktura po třetím průchodu je především více homogenní. Většina zrn je zotavená s nízkou hustotou dislokací. Lze tedy pozorovat, že s větším počtem průchodů nedochází k dalšímu zjemnění struktury. Zhrubnutí struktury je pravděpodobně dáno vysokou povrchovou aktivitou deformované struktury. Vysoká povrchová aktivita snižuje teploty odpeňovacích procesů. Lze tedy očekávat, že během tváření může dojít k určitému růstu zrna v důsledku deformačního tepla v tvářecí komoře. Deformační teplo (přibližně 600 °C) je velmi pravděpodobně hlavním faktorem přispívajícím k rekrytalizaci deformované mikrostruktury. Účinky deformačního tepla na odpeňovací procesy jsou v aplikacích SPD často ignorovány. To je dáno především přerušovaným charakterem těchto procesů. Vzniklé deformační teplo je rychle odvedeno okolní zápusťkou. V případě kontinuálního procesu se ustaví tzv. ustálený stav (Steady State), který udržuje konstantní teplotu procesu. Efekt zjemnění u Conform SPD se zdá být omezený po dosažení prvního průchodu. Mishra a kol. tvrdí, že po určitém dosažení zjemnění výchozí struktury může docházet k vzájemné rotaci zrn [30]. Proces se tak jeví adiabaticky. K dosažení dalšího zjemnění by bylo nutné například zajistit intenzivnější odvod tepla z tvářecí komory (např. chlazení). Ve středu vzorku byla identifikována nahodilá textura (**Obr. 77 a**). V oblasti povrchu (**Obr. 77 b**) převažuje orientace s paralelním uspořádáním prismatických rovin s průmětem X, tzv. bazální textura.

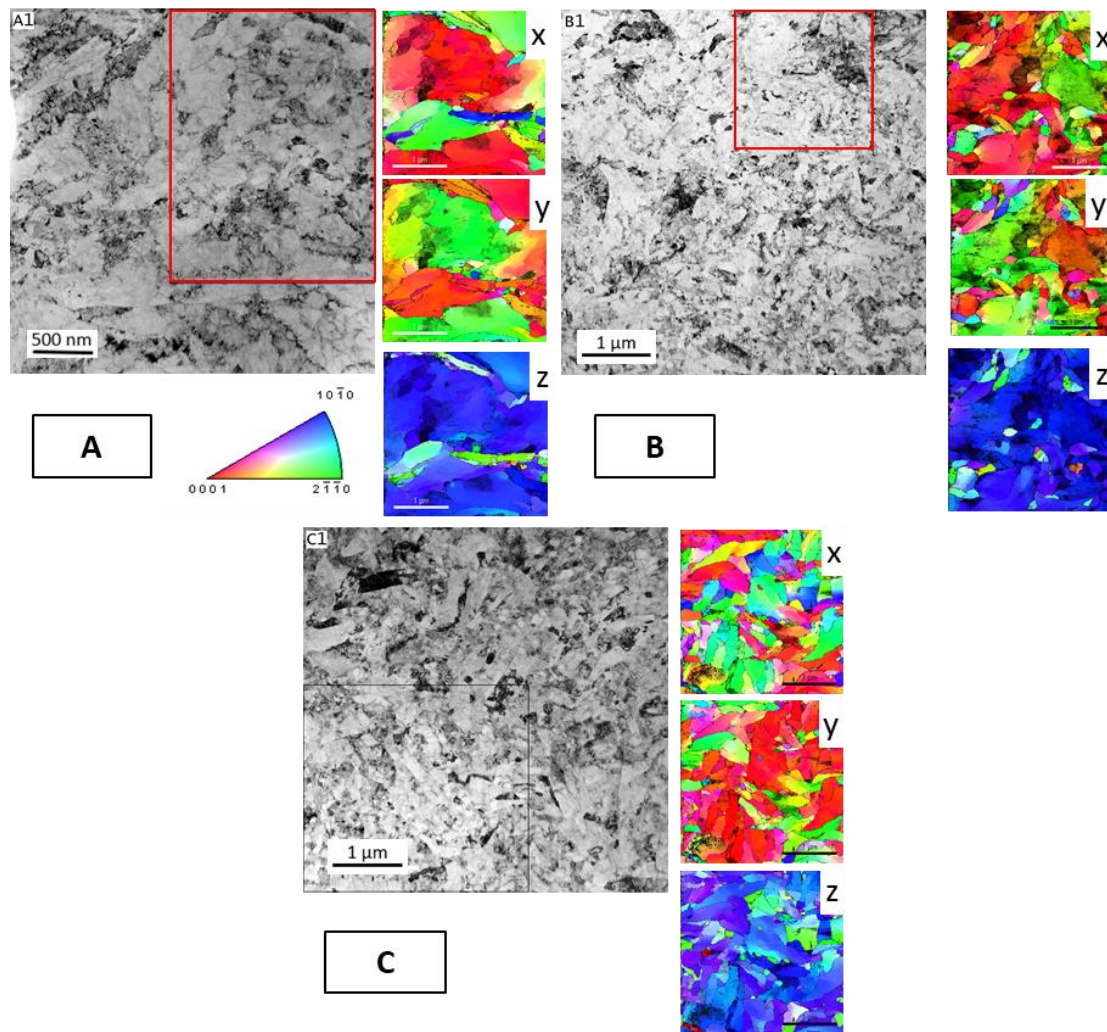


Obr. 77 TEM snímky struktury a EBSD analýza vyznačených ploch po třetím průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 3). a. Střed, b. Okraj.

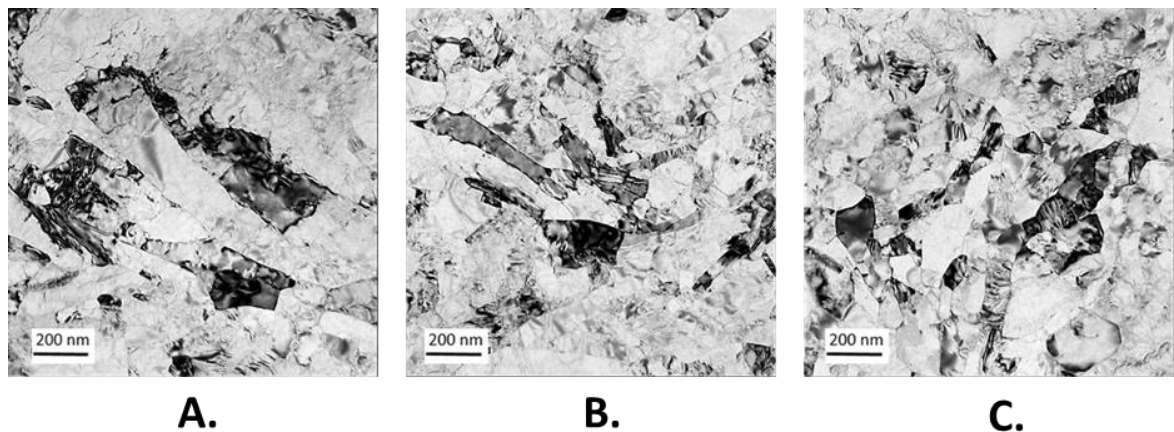


Obr. 78 Distribuce velikosti zrn po zpracování na Conform SPD. a. První průchod (Vzorek: Ti Gr2 CON 1), b. Druhý průchod (Vzorek: Ti Gr2 CON 2), c. Třetí průchod (Vzorek: Ti Gr2 CON 3).

Dalšího zjemnění struktury po procesu Conform SPD bylo dosaženo rotačním kovááním. Rotační kováání bylo postupně aplikováno po jednom průchodu (Vzorek: Ti Gr2 CON 1 + RK), dvou průchodech (Vzorek: Ti Gr2 CON 2 + RK) a po třech průchodech (Vzorek: Ti Gr2 CON 3 + RK). Výchozí polotovár, po tváření pomocí technologie Conform SPD, měl průměr cca 10 až 11 mm. Rotačním kovááním bylo docíleno 89 % plošné redukce výchozího průřezu. Snímky struktury po Conform SPD a po rotačním kováání (89 %) jsou uvedeny na **Obr. 79**. **Obr. 79 a** reprezentuje strukturu po jednom průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: CON 1 + RK) a po rotačním kováání. Ze snímku je patrné, že došlo k výraznému zjemnění (rozbití) zrn na menší subzrna. Detailní zhodnocení dosažené substruktury je uvedeno na **Obr. 80 a**. Na snímku lze rozeznat hranice subzrn. Dislokační hustota je nerovnoměrná. Tmavší oblasti poukazují na vyšší dislokační hustotu. Velikost subzrn po zpracování byla v rozmezí 200 až 500 nm. Lze však pozorovat i subzrna s velikostí pod 100 nm. V porovnání se zpracováním pouze technologií Conform SPD, kde byla textura nahodilá, po rotačním kováání lze pozorovat tvorbu předností orientace, viz **Obr. 79 a**. Na **Obr. 79 b** a **Obr. 79 c** jsou uvedeny TEM snímky po 2 a 3 průchodech Conformem a po redukci rotačním kovááním. Charakter substruktury je velice podobný jako po jednom průchodu Conformem a po rotačním kováání. Struktura je tvořena subzrny, které vznikly dalším rozbitím již zjemněných zrn po Conform SPD. Z inverzní pólových obrazců je možné pozorovat, že textura v mikro objemech není výrazná. Na **Obr. 79 c** lze pozorovat v průmětu Y výraznější bazální texturu, která byla dále potvrzena EBSD zkoumáním. Na **Obr. 80 c** je uveden detailní pohled na substrukturu po třetím průchodu Conform SPD a po rotačním kováání. Subzrna jsou velice jemná, některá z nich mají velikost pod 100 nm. Tmavší oblasti opět poukazují na zvýšenou dislokační hustotu. Na snímku lze pozorovat i zrna s velikostí pod 100 nm s rovnoosým charakterem.



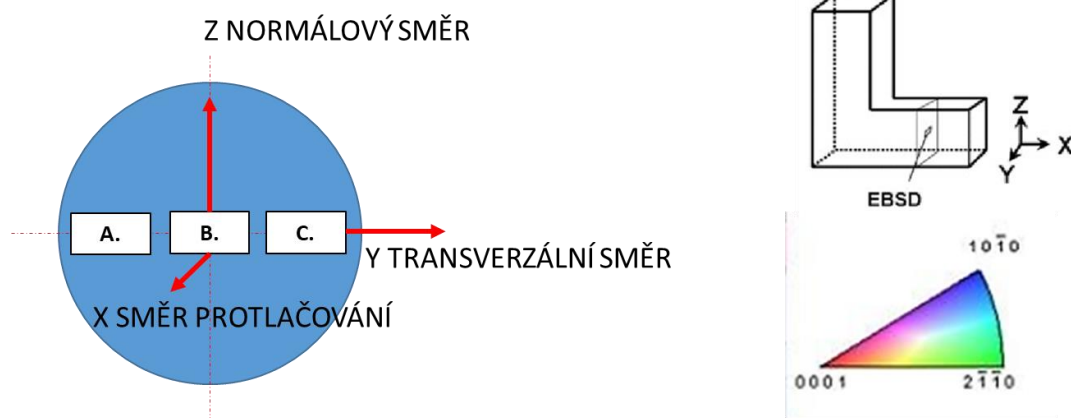
Obr. 79 TEM snímky struktury a EBSD analýza vyznačených ploch po zpracování pomocí Conform SPD a rotačního kování. a. 1x průchod Conform SPD + Rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 1 + RK), b. 2x průchody Conform SPD + Rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 2 + RK), c. 3x průchody Conform SPD + Rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 3 + RK).



Obr. 80 TEM snímky substruktury po zpracování pomocí Conform SPD a rotačního kování. a. 1x průchod Conform SPD + Rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 1 + RK), b. 2x průchody Conform SPD + Rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 2 + RK), c. 3x průchody Conform SPD + Rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 3 + RK).

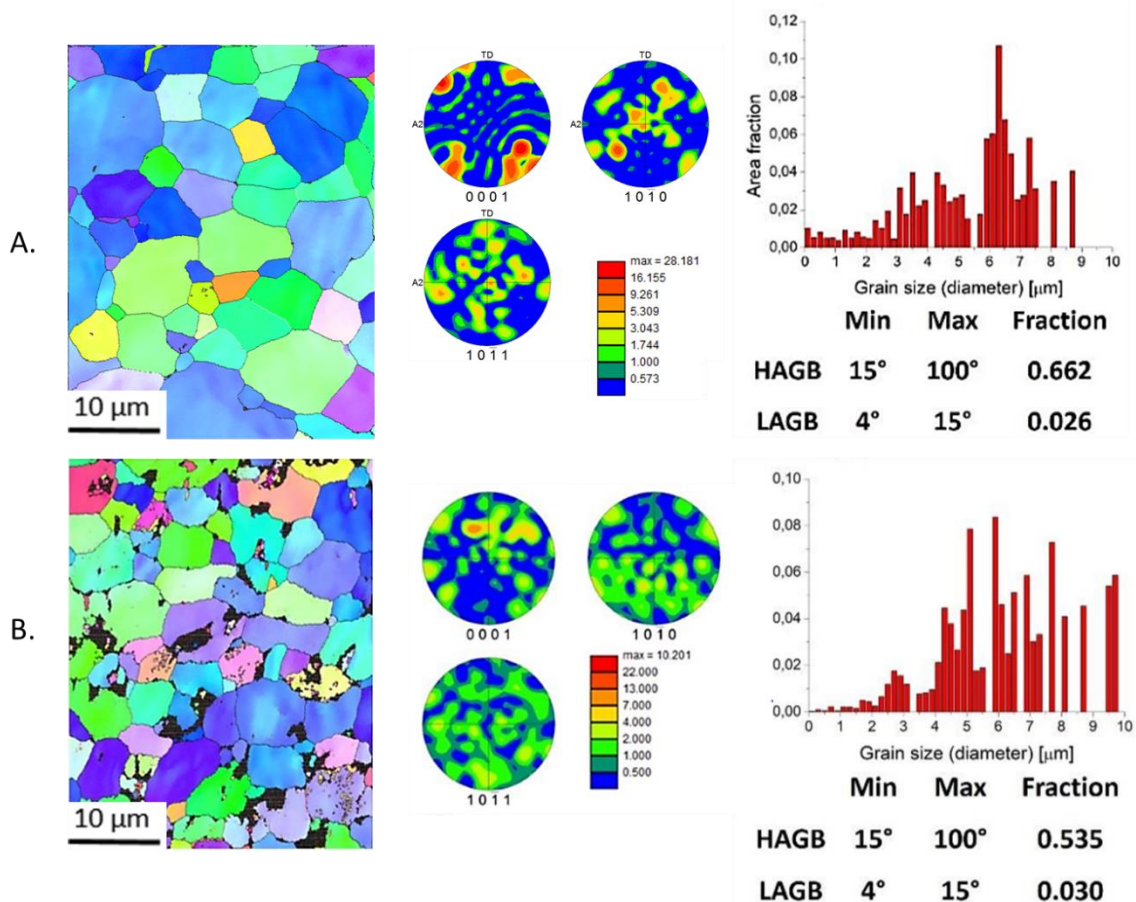
6.1.2 EBSD texturní hodnocení

Vzorky, které byly podrobeny TEM zkoumání, byly rovněž analyzovány pomocí EBSD metody. Schématické znázornění odběru vzorků včetně popisu os je uvedeno na **Obr. 81**. Za účelem komplexního hodnocení textury v objemu vzorku byla analýza provedena na okrajích (pozice A. a C.) a ve středu (pozice B). Tyto pozice přibližně odpovídají Point Tracking analýze (**Obr. 61, Obr. 62**), která popisuje vývoj termomechanických parametrů tváření v konkrétních pozicích. Zkoumání bylo provedeno pro jeden, dva a tři průchody zařízením Conform SPD. Pro vzorky, jež byly po zpracování na Conform SPD rotačně kovány, byla analýza provedena ve středu příčného průřezu drátu. Pomocí EBSD analýzy byla hodnocena orientační mapa distribuce zrn, velikost zrn a charakter hranic zrn, tedy stanovení vysoko uhlových (HAGB) a nízko uhlových (LAGB) hranic zrn.



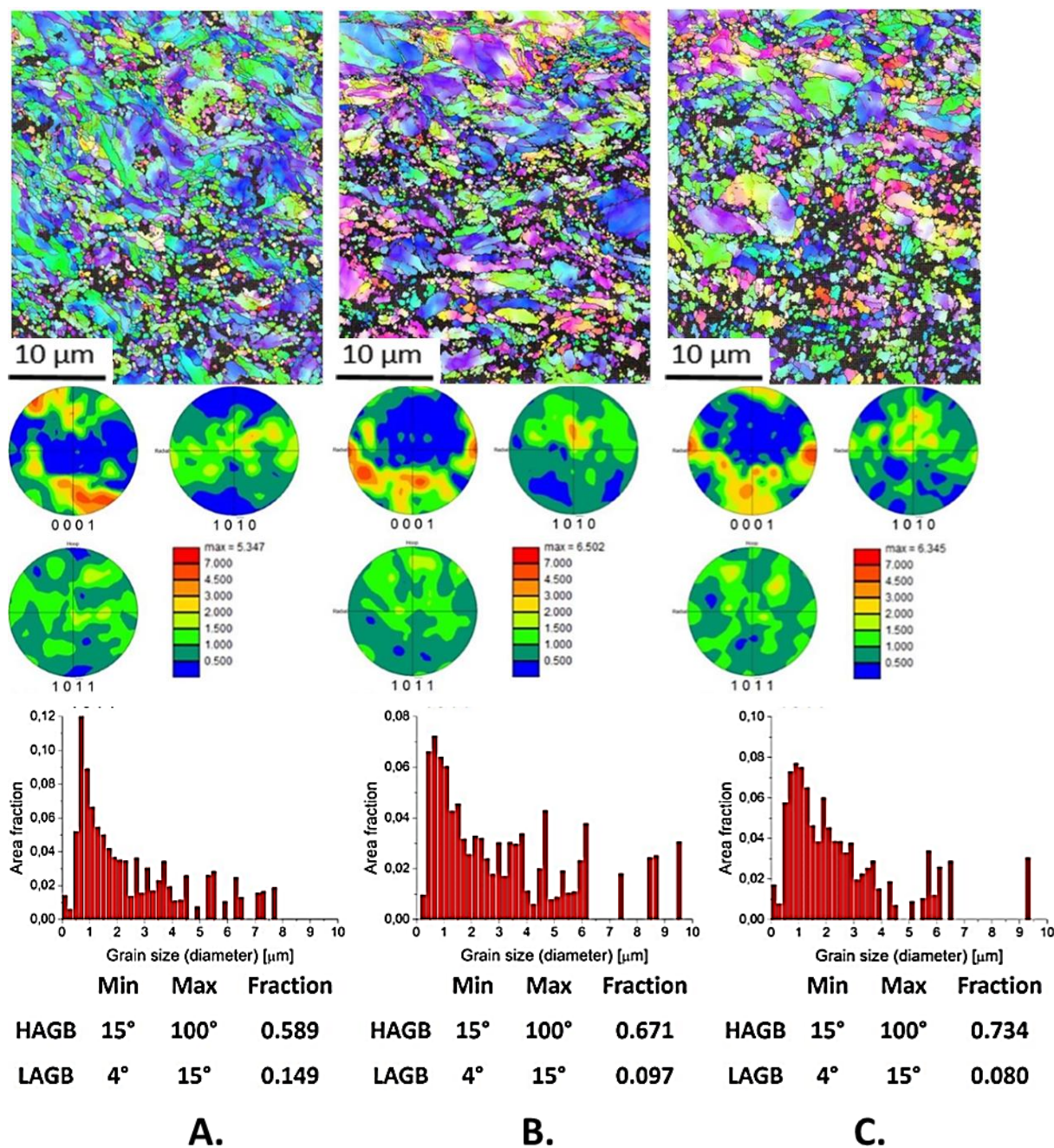
Obr. 81 Schéma odběru vzorků pro texturní zkoumání pomocí metody EBSD.

Na **Obr. 82** je uvedeno texturní hodnocení výchozího stavu (Vzorek: Ti Grade 2). **Obr. 82 a** reprezentuje okraj vzorku a **Obr. 82 b** střed vzorku. Velikost zrn (domén, míst se stejnou orientací pixelů) se pohybovala v rozmezí 5-7 μm . V periferní oblasti (**Obr. 82 a**) byly bazální roviny (0001) rovnoběžné se směrem protlačování (X) a tvořily čtyři maxima. Prismatické roviny (1010) tvořily v periferní oblasti několik maxim: jedno maximum kolmé ke směru protlačování (X) a poté dvě, která byla přibližně o 60° nakloněna od směru protlačování (X). Takto vláknitá struktura (v Anglickém jazyce nazývána jako „fiber texture“ je typická pro tvářené materiály s hexagonální krystalovou mřížkou. Ve střední oblasti (**Obr. 82 b**) byla struktura rozdílná. Bazální roviny (0001) tvořily dvě odlišná maxima, která byla skloněna asi o 40° od směru protlačování (X). Ostatní sledované roviny měly v objemu nahodilou orientaci. Kromě toho byla v periferní oblasti frakce HAGB menší než ve středu vzorku, zatímco frakce LAGB byla nezávislá na měřené oblasti. Z pozorování výchozího stavu plyne, že dodaný stav, který byl zpracován tažením a žíháním v poslední operaci, vykazuje rozdílné vlastnosti ve středu a v oblasti okraje. Tento charakter je dán nestejnými podmínkami v objemu polotovaru při operaci tažení.



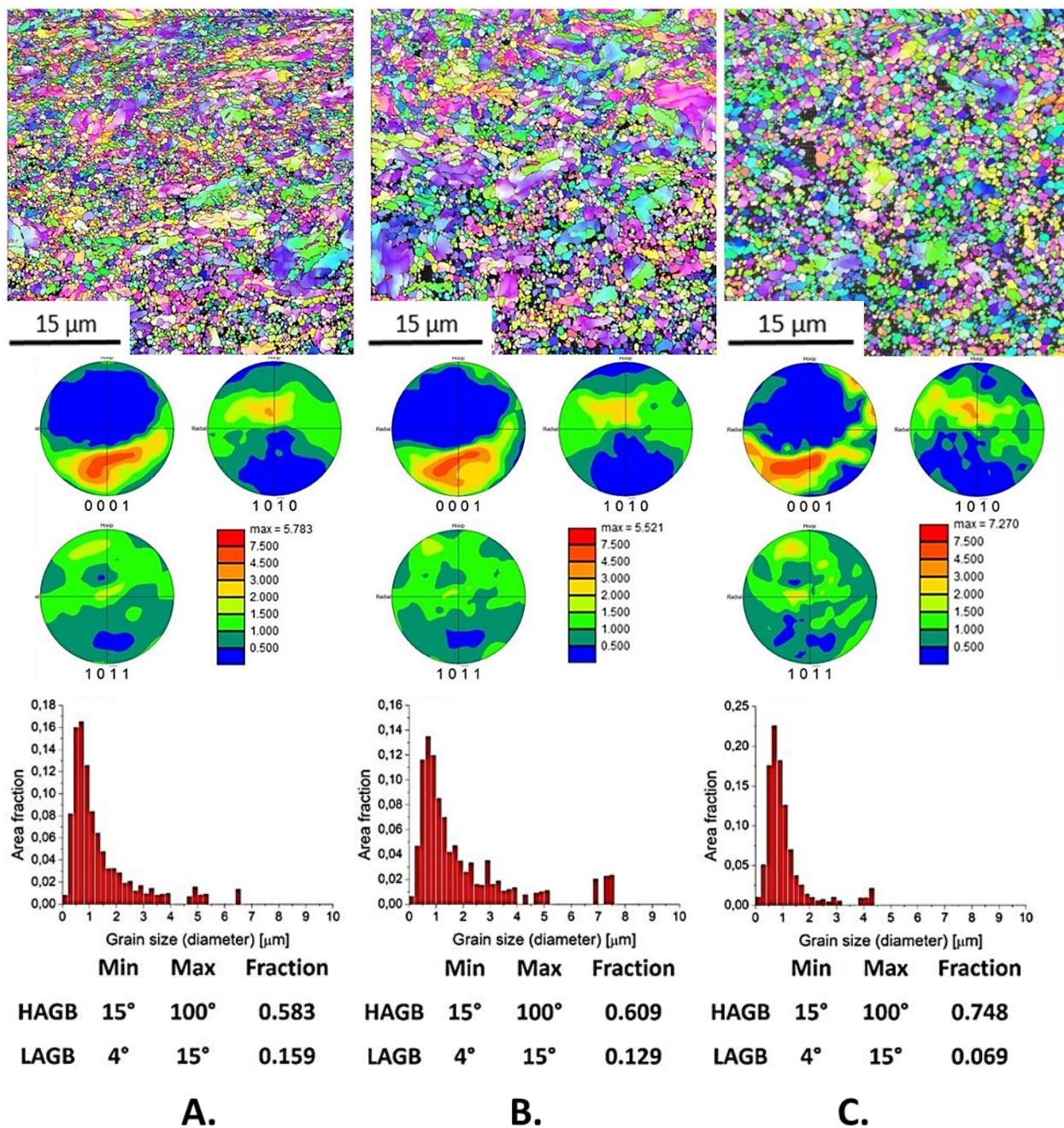
Obr. 82. EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn), velikosti zrn a hodnocení charakteru hranic zrn pro výchozí stav materiálu (Vzorek: Ti Gr2 Ti Grade 2). a. Střed, b. Okraj.

Po prvním průchodu Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 1) došlo ve všech třech sledovaných oblastech k významnému zjemnění zrn (**Obr. 83**). Mikrostruktura byla tvořena protáhlými a rovnoosými zrny. Majorita zrn byla velikosti pod 1 μm . Ve struktuře se však vyskytovaly zrna s velikostí do 10 μm ve všech sledovaných oblastech. Tmavé oblasti v mapách EBSD byly místa s indexem (CI – Confidence index) $<0,1$. Pravděpodobně vyšší hustota dislokací způsobila špatné difrakční linie v těchto oblastech. Lokální textura ve středu (**Obr. 83 b**) a v pravé periferní oblasti (**Obr. 83 c**) byla podobná, zatímco v levé periferní oblasti (**Obr. 83 a**) byla mírně odlišná. V polohách (**Obr. 83 b**) a (**Obr. 83 c**) tvořily bazální roviny (0001) tři různá maxima: dvě maxima protínají směr Y v okrajích obrazce (maxima jsou rovnoběžná ke směru X – bazální typ textury) a třetí je umístěno pod středem obrazce protínající směr Z (skloněné od 45-55° od směru X). První zmiňovaná složka textury byla také pozorována v jiných slitinách hořčíku zpracovaných klasickým ECAPem [34]. V levé okrajové oblasti (**Obr. 83 a**) existovaly dvě odlišná maxima, poblíž okraje (0001) pólového snímku a dále mezi normálovým (Z) a transversálním směrem (Y) v levém horním okraji obrazce (paralelní se směrem X). Maxima v 1010 pólových polohách v poloze (**Obr. 83 a**) a (**Obr. 83 b**) měla stejné umístění, zatímco v poloze (**Obr. 83 c**) neexistovalo žádné ostré a jedinečné maximum. Póly rovin 1011 ukázaly, že tyto roviny měly téměř homogenní rozdělení; v poloze (**Obr. 83 a**) však bylo v okolí protlačovacího směru (X) lokální minimum. Kromě toho po prvním průchodu pomocí Conform SPD vzorek vykazoval vyšší podíl HAGB ve všech třech regionech než v počátečním stavu, což je typické pro materiály zpracovávané ECAP.



Obr. 83 EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn), velikosti zrn a hodnocení charakteru hranic zrn po prvním průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 1). a. Okraj, b. Střed, c. Okraj.

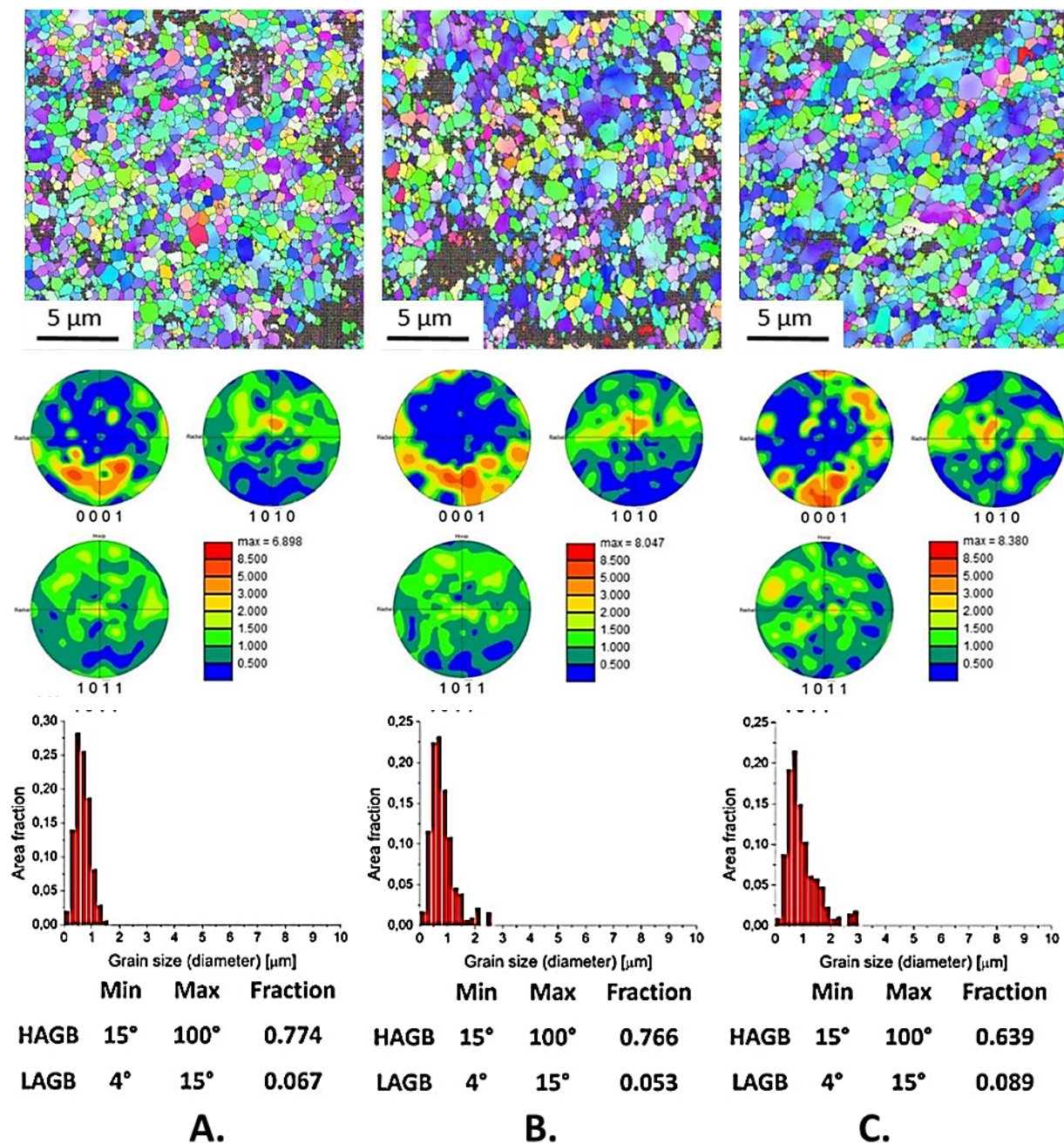
Na Obr. 84 je uvedeno texturní hodnocení po druhém průchodu Conform SPD zařízením (Vzorek: Ti Gr2 CON 2). Velikost zrn po druhém průchodu byla velice podobná jako po průchodu prvním. Na druhé straně neexistovaly žádné další lokální maxima velikosti zrn, což naznačuje homogennější mikrostrukturu. Maxima intenzit rovin (0001) byly rozmístěny ve všech třech oblastech podobně. Bylo identifikováno významné maximum skloněné přibližně o 40 až 75° od směru X pro střed i okraj. Pokud bychom porovnali póly rovin 1010 v pozicích (Obr. 84 a), (Obr. 84 b) a (Obr. 84 c), je možné si všimnout, že distribuce byla velmi podobná. Tyto znaky poukazují na podobnou mikrostrukturu v těchto polohách. Podíl HAGB byl podobný jako po prvním průchodu.



Obr. 84 EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn), velikosti zrn a hodnocení charakteru hranic zrn po druhém průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 2). a. Okraj, b. Střed, c. Okraj.

Na **Obr. 85** je uvedeno texturní hodnocení po třetím průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 3). Majorita zrn byla pod úrovní 0,5 μm. V orientačních mapách se objevily tmavé oblasti s CI (Confidence index) <0,1, což ukazuje na vysokou dislokační hustotu. Maxima intenzit rovin (0001) a (1010) byly téměř ve stejné poloze ve všech třech zkoumaných regionech. Lze však pozorovat mírný posun maxim v porovnání se druhým průchodem. Roviny v pozicích (**Obr. 85 a**), (**Obr. 85 b**) a (**Obr. 85 c**) vytvořily neostrá maxima která byla pootočená v porovnání s druhým průchodem. Maxima rovin 0001 byla skloněná o 55 – 85° od směru X. Maxima pólů rovin (1010) byly kolmé na směr protlačování (X). Podíl HAGB se navíc ve všech regionech zvýšil ve srovnání s předchozími případy.

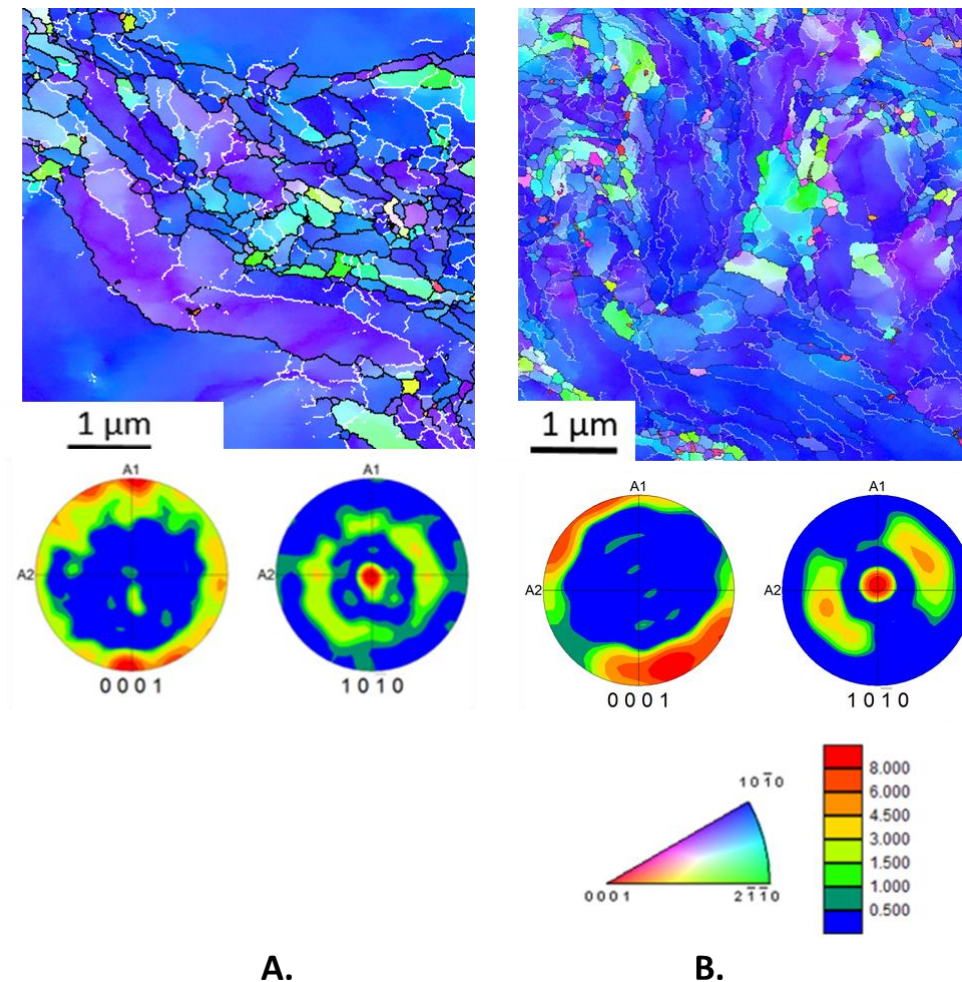
Z texturního pozorování lze pozorovat, že struktura se zvyšujícím počtem průchodů stává více homogenní z hlediska velikosti zrn a jejich distribuce. Zrna po prvním průchodu byla rovnoosá a protáhlá. Další průchody však vedly k vytvoření rovnoosých zrn v celém objemu. Texturní pozorování rovněž odhalilo nárůst vysoko uhlových hranic v porovnání s výchozím stavem. Jejich objem narůstal s přibývajícími průchody. Tento jev je charakteristický pro SPD procesy. Textura ve výchozím stavu byla v oblasti povrchu tvořena bazálním typem textury. Ve středu vzorku byla textura spíše nahodilá. Zpracováním technologií Conform SPD došlo k vytvoření zcela odlišné textury, která byla homogenní v celém objemu (střed a okraj vzorku). Komerčně čistý titan se převážně deformuje skluzem $\langle a \rangle$ na bazálních (0002), prizmatických (10 $\bar{1}$ 0) anebo pyramidových (10 $\bar{1}$ 1) rovinách. K těmto mechanismům dále vstupuje dvojčatění. EBSD hodnocení neprokázalo výskyt deformačních dvojčat po zpracování technologií Conform SPD. Deformace dvojčatěním je pro HCP mřížku významná, především studie zaměřující se na zpracování pomocí ECAP na jejich výskyt poukazují [6]. Potlačení jejich vzniku je pravděpodobně dáno kontinuálním charakterem Conform SPD procesu (vyšší stupeň skutečné deformace, deformační teplo - **Tab. 11**). Teplota přesahuje při tváření 600 °C při vysokém stupni přetvoření, tyto aspekty vedou k malé pravděpodobnosti výskytu deformačních dvojčat.



Obr. 85 EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn), velikosti zrn a hodnocení charakteru hranic zrn po třetím průchodu zařízením Conform SPD (Vzorek: Ti Gr2 CON 3). a. Okraj, b. Střed, c. Okraj

Na **Obr. 86** je uvedeno texturní hodnocení po zpracování technologií Conform SPD a po rotačním kování. Hodnocení bylo provedeno postupně pro následující stavy: jeden průchod zařízením Conform SPD + rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 1 + RK) (**Obr. 86 a**) a tři průchody zařízením Conform SPD + rotační kování (**Obr. 86 b**) (Vzorek: Ti Gr2 CON 3 + RK). Skenování bylo pro všechny stavy provedeno ve středu rotačně kovaných vzorků. Velikost zrn byla pro všechny studované stavy značně $< 1 \mu\text{m}$. Ze snímků je patrná přednostní orientace zrn. Pólové obrazce pro soubor bazálních rovin (0001) vykazují maxima intenzity především v obvodových oblastech pólových obrazců. Pro vzorek (**Obr. 86 a**) je možné pozorovat maxima podél normálového směru (Z) v krajních oblastech obrazce. Pro soubor rovin 1010 je možné pozorovat dvě významné oblasti. První oblast je kolmá ke směru protlačování (X), druhá je

v oblasti mezikruží. Z tohoto rozložení je možné pozorovat, že bazální roviny 0001 jsou kolmé ke směru protlačování (X) a jedná se tedy o tzv. bazální texturu. Podobný charakter textury byl identifikován i pro vzorek po třech průchodech Conformem a po rotačním kování (**Obr. 86 b**). Z pozorování lze sledovat, že intenzivní deformace rotačním kováním vede ke vzniku struktury se silnou předností orientací. Dochází k usměrnění bazálních rovin, tak že jsou kolmé ke směru protlačování (X).



Obr. 86 EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn) a textury (pólové obrazce) po: a. Jeden průchod zařízením Conform SPD + rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 1 + RK), b. Tři průchody zařízením Conform SPD + rotační kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 3 + RK).

6.1.3 Hodnocení textury a zbytkového napětí pomocí rentgenové difrakce

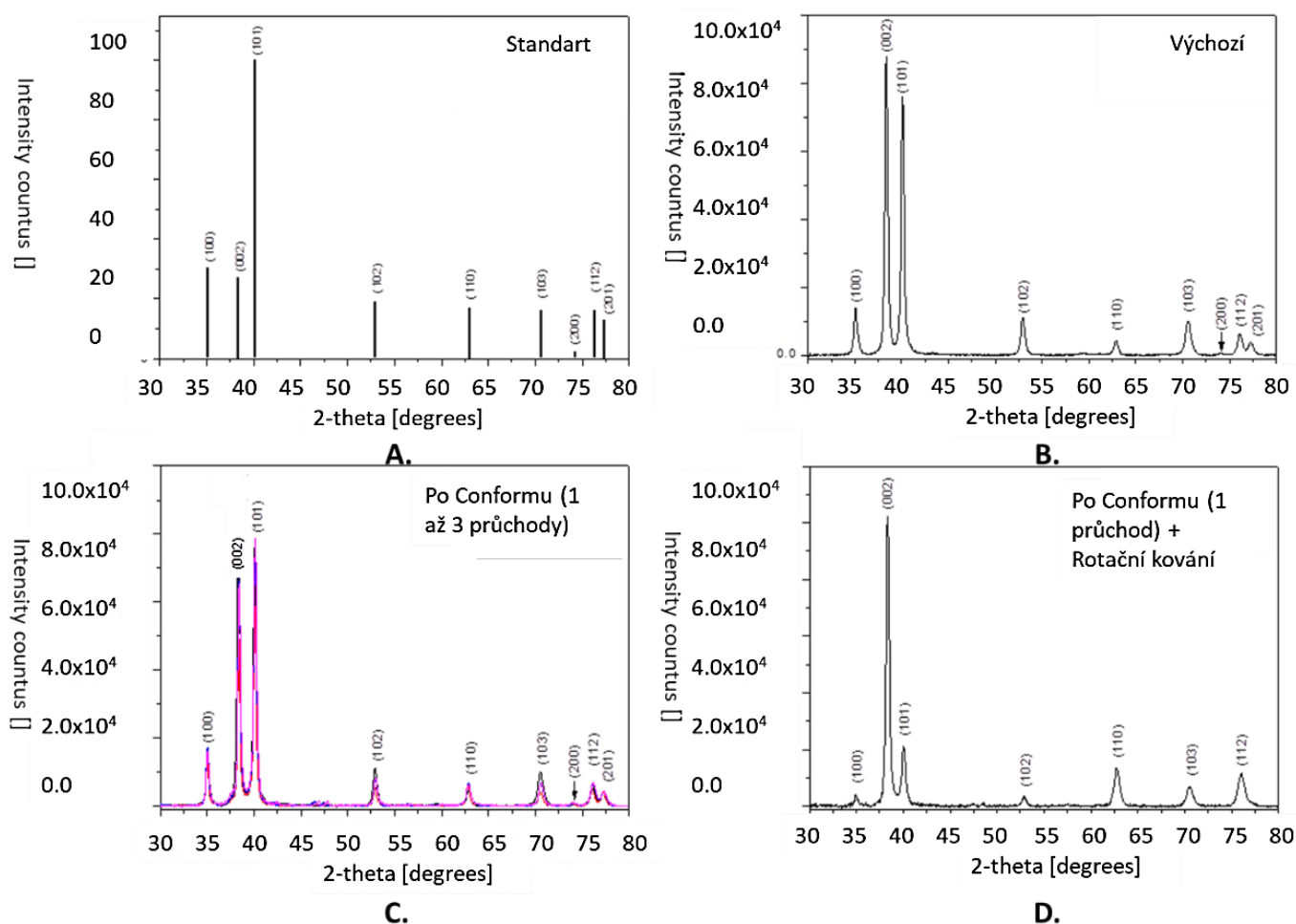
6.1.3.1 Hodnocení textury

Texturní hodnocení po Conform SPD a rotačním kováním vzorků bylo dále provedeno pomocí rentgenové difrakce (pouze pro Ti Grade 2). Analýza byla provedena v podélném průřezu vzorků. EBSD hodnocení textury bylo provedeno na příčných průřezích vzorků. Hodnocení pomocí rentgenové difrakce bylo provedeno k doplnění a porovnání s EBSD analýzou. Určení míry přednostní orientace krystalitů (textury) bylo provedeno dle Harrisova texturního indexu [40].

$$T_i = \frac{I_i/R_i}{\frac{1}{n} \sum_{j=1}^n I_j/R_j} \quad (31),$$

kde n je počet vyšetřovaných difrakčních čar, I_i je intenzita čáry ve směru, ve kterém texturu určujeme a R_i je intenzita té samé čáry pro případ dokonalé náhodné orientace krystalitů, kterou lze vypočítat z teorie, když známe strukturu materiálu, anebo ji získat z difraktogramu daného materiálu z rtg databáze. Když pro vybraný soubor rovin ($h_i k_i l_i$) je $T_i > 1$, znamená to, že tyto roviny jsou rovnoběžné s povrchem vzorku, jestliže při měření byla použita symetrická geometrie goniometru (Bragg-Brentanovo uspořádání). To znamená, že většina krystalitů s rovinami ($h_i k_i l_i$) je orientována ve směru $[h_i k_i l_i]$ kolmém na povrch vzorku (tj. kolmo k těmto rovinám). Pro zcela náhodně orientované krystality je texturní index T_i roven jedné.

Difraktogramy pro různé stavy zpracování jsou vyobrazeny na **Obr. 87**. Na **Obr. 87 a** je uveden difraktogram pro ideální netexturovaný práškový Ti [40]. Na **Obr. 87 b** je uveden výchozí stav materiálu. **Obr. 87 c** reprezentuje překryté difraktogramy po jednom, dvou a třech průchodech Conform SPD zařízením. Tyto profily byly téměř totožné a násobné průchody Conform SPD již nevedly ke změně textury. Toto pozorování koreluje s EBSD texturní analýzou (**Obr. 83, Obr. 84, Obr. 85**), zde se orientace zrn s přibývajícím průchodem rovněž výrazně neměnila. Na posledním **Obr. 87 d** je zobrazen stav po jednom průchodu Conform SPD a po rotačním kování, v tomto případě výrazně převažuje difrakce bazálních rovin (002), tyto roviny jsou kolmé k podélnému řezu analyzovaného vzorku. Tato orientace byla analyzována i pomocí EBSD analýzy, **Obr. 86 a**. Číselné hodnoty integrálních intenzit souborů rovin jsou uvedeny v **Tab. 13**. V druhé části tabulky je uveden výpočet texturního indexu T_i pro sledované stavy. Přednostní orientace krystalitů vyjádřená texturním indexem je ve všech případech ve směru [001] kolmém ke zkoumanému povrchu vzorků. Největší hodnotu má vzorek CON 1 + RK, tedy stav po Conformu (1 průchod) a rotačním kování. Dále je možné sledovat, že texturní index výchozího stavu je vyšší v porovnání se stavy po Conform SPD procesu. Textura po zpracování Conformem není tak výrazná. Pro porovnání jsou uvedeny také přednostní orientace krystalitů ve směru [101], avšak jejich hodnoty jsou všechny menší než 1.



Obr. 87. Radiální profily difraktogramu. A – Standart pro Ti Grade 2, B – Ti Grade 2, C – Proložené profily pro jeden až tři průchody Conformem (Vzorky: CON 1, CON 2, CON 3), D – Profily po jednom průchodu Conformem a rotačním kování (Vzorek: CON 1 + RK).

Tab. 13 Přednosti orientace krystalů (textura) vyjádřená texturním indexem.

Rovina (hkl)	Název vzorku / Integrovaná intenzita [%]					
	Ti Grade 2	Ti Gr2 CON 1	Ti Gr2 CON 2	Ti Gr2 CON 3	Ti Gr2 CON 1 + RK	Standard
100	6.8	8.1	7.8	7.1	2.4	30
002	36.7	25.9	30.3	28.2	51.4	26
101	32.3	35.7	37.8	40.5	13.8	100
102	6.3	4.1	4.5	4.4	2.2	19
110	2.6	5.1	4.7	4.2	11.5	17
103	7.9	4.2	4.9	4.6	6.8	16
Texturní index Ti						
Ti (002)	3.13	2.49	2.67	2.37	3.48	1
Ti (101)	0.66	0.69	0.86	0.97	0.24	1

6.1.3.2 Hodnocení zbytkového napětí

K vyhodnocení byla použita metoda „ $\sin^2\psi$ “. V této metodě pro případ dvouosého (biaxiálního) stavu napětí ve vzorku, vycházíme ze základní rovnice rentgenografického měření deformace:

$$\left(\frac{\delta d}{d_o}\right)_{\varphi, \psi} = \varepsilon_{\varphi, \psi} = \frac{1}{2} s_2^{hkl} \sigma_{\varphi} \sin^2 \psi + s_1^{hkl} (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (32),$$

kde ψ je úhel, který svírá normála vyšetřovaných rovin (hkl) s normálou povrchu vzorku, $(\sigma_1 + \sigma_2)$ je součet hlavních napětí a φ je úhel v rovině povrchu vzorku. Zbytková napětí (**Tab. 14**) jsou tlaková (záporné znaménko), přičemž pouze dvě hodnoty jsou poněkud vyšší, avšak ne příliš významně. Vyšší hodnota byla identifikována především ve výchozím stavu (Vzorek: Ti Grade 2), -491 MPa. Vyšší hodnota je pravděpodobně dána nerovnoměrnou deformací při procesu tažení. Nerovnoměrné rozložení deformace je patrné z **Obr. 66 a**. Procesem Conform SPD došlo ke snížení zbytkového napětí na -145 MPa, hodnota se přibývajícím průchody příliš neměnila. Snížení zbytkového napětí je pravděpodobně zapříčiněno zvýšenou teplotou procesu, která dosahuje až 600 °C (**Obr. 56**). K výraznému nárůstu došlo vlivem rotačního kování, kdy hodnota zbytkového napětí dosáhla -376 MPa. Nárůst je pravděpodobně vysokým stupněm přetvoření při tváření za studena. Tlaková zbytková napětí jsou po tváření za studena obvyklé.

Tab. 14 Zbytkové napětí měřené na podélném průřezu vzorků pro různé stavy zpracování

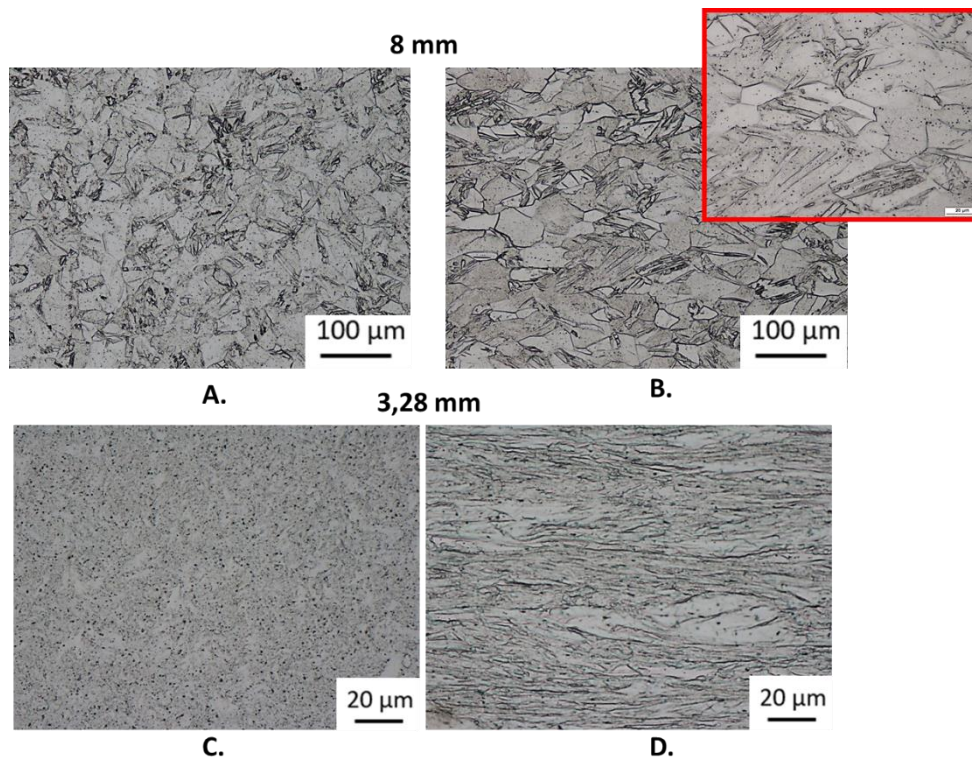
Rovina (hkl)	Název vzorku / Makronapětí [MPa]				
	Ti Grade 2	Ti Gr2 CON 1	Ti Gr2 CON 2	Ti Gr2 CON 3	Ti Gr2 CON 1 + RK
103	- 491± 11	- 145 ± 25	- 141 ± 29	- 176 ± 18	- 376 ± 14

6.1.4 Světelná mikroskopie

Hodnocení struktury pomocí světelné mikroskopie bylo provedeno především pro polotovar, který byl pouze rotačně kován (Vzorek: Ti Gr2 RK). Hodnocení polotovaru, který byl zpracován pomocí technologie Conform SPD a dále rotačně kován, nebylo možné konvenční mikroskopii hodnotit za účelem studie mikrostruktury. Pro tento vzorek bylo provedeno pouze makroskopické hodnocení. Rotační kování polotovarů bylo provedeno dle **Tab. 10**.

6.1.4.1 Hodnocení struktury rotačně kovaného drátu

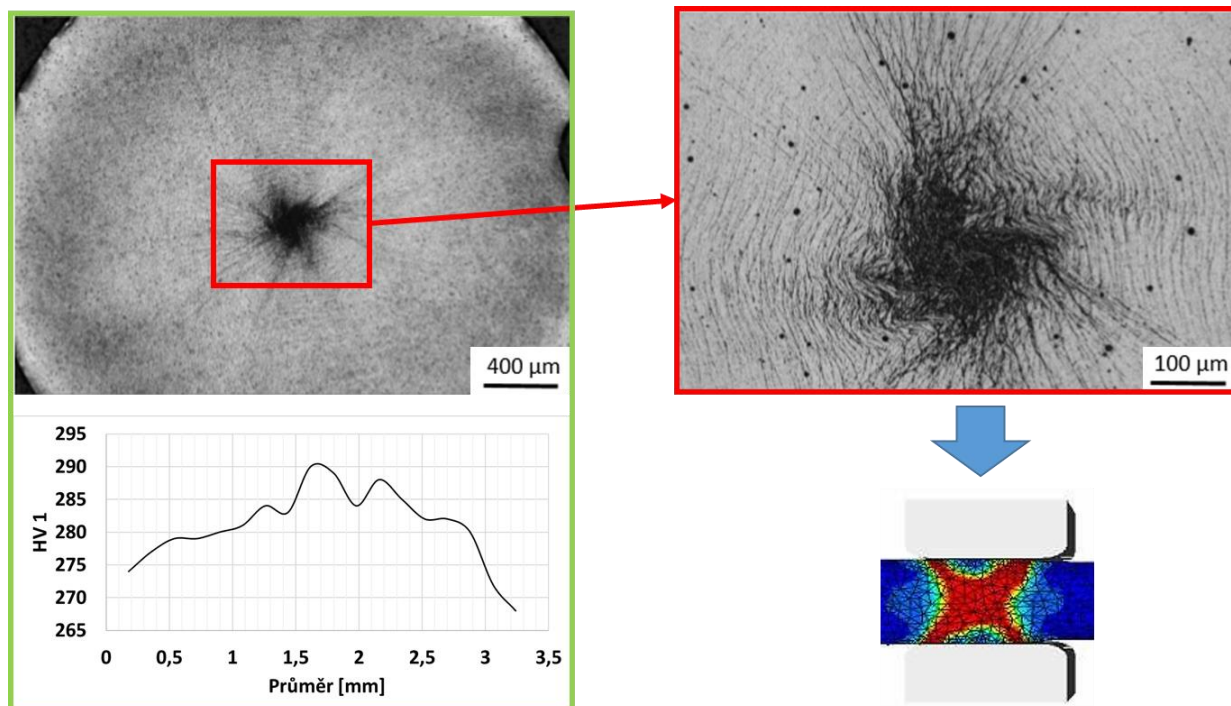
Struktury rotačně kovaných vzorků jsou uvedeny na **Obr. 88**. Referenční výchozí stav struktury je uveden na **Obr. 45**. Hodnocení struktury bylo provedeno pro vybrané redukce (8 mm, 3,28 mm). Obrázek vlevo vždy reprezentuje příčný řez drátem a obrázek vpravo podélný řez vzorkem. Počáteční redukce výchozího polotovaru z průměru 10 mm na 8 mm vedla k mírnému protažení zrn v podélném řezu (směr toku materiál při rotačním kování), **Obr. 88 b**. Ze snímku je možné identifikovat poměrně velké množství deformačních dvojčat. Detail deformačních dvojčat je uveden v červeném poli **Obr. 88 b**. Tvorba deformačních dvojčat je pro nižší stupně deformace při tváření za studena pro čistý titan charakteristická. Na **Obr. 3** je uvedeno, že přetvoření materiálu do stupně ekvivalentní (logaritmické) deformace 0,5 probíhá kombinací skluzového a dvojčatového mechanismu deformace. Toto pozorování se shoduje s charakterem struktury po rotačním kování. Prodlužování zrn postupně probíhalo až do průměru 3,28 mm, **Obr. 88 d**. Zrna tvořila podlouhlá vlákna se silnou orientací ve směru toku materiálu.



Obr. 88. Snímky rotačně kovaných vzorků Ti Grade 2 v podélném a v příčném řezu pro různé redukce. a. Redukce 8 mm, příčný řez vzorkem. b. Redukce 8 mm, podélný řez vzorkem. c. Redukce 3,28 mm, příčný řez vzorkem. d. Redukce 3,28 mm, podélný řez vzorkem.

6.1.4.2 Hodnocení struktury rotačně kovaného drátu po zpracování pomocí Conform SPD

Pomocí světelné mikroskopie bylo provedeno zkoumání vzorku po jednom průchodu Conformem a po rotačním kování na průměr 3,28 mm (Vzorek: Ti Gr2 CON 1 + RK), **Obr. 89**. Na snímku je uveden makrosnímek příčného průřezu s detailem středové oblasti. Makrosnímek příčného průřezu je doplněn průběhem tvrdosti HV 1 rovněž na příčném průřezu vzorku. Ze snímku je patrné, že po leptání se na průřezu vyskytují oblasti s různým odstínem. Rozdílný vzhled těchto oblastí je pravděpodobně dán nerovnoměrným zpevněním po průřezu. Odlišná je především středová oblast vzorku, ta je významně tmavší v porovnání s ostatním průřezem. Při pohledu na profil tvrdosti je možné opět sledovat vyšší hodnoty tvrdosti ve středu drátu. To je dáno již zmíněnou koncentrací deformace v této oblasti vlivem průniku deformačních kuželů při rotačním kování (**Obr. 89** – schéma rotačního kování). V porovnání s pouze rotačně kovaným polotovarem (**Obr. 88** – 3,81 mm) je dosažená tvrdost vyšší, to je dáno zařazením Conform SPD zpracování před samotné rotační kování.



Obr. 89. Makrosnímek rotačně kovaného drátu po jednom průchodu Conform SPD a po rotačním kování s detailem středové oblasti pro materiál Ti Grade 2. Rozložení tvrdosti na příčném průřezu rotačně kovaného drátu.

6.2 Mechanické vlastnosti

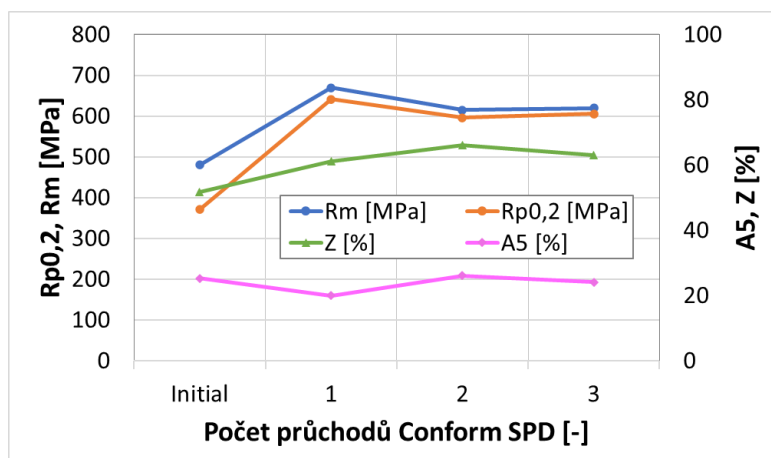
V této kapitole jsou popsány výsledky po zkouškách tahem a dále výsledky hodnocení únavy. Ty byly provedeny pro zpracování pomocí Conform SPD po jednom až třech průchodech. Hodnocení bylo dále provedeno pro kombinaci zpracování Conform SPD a rotační kování. Zkoušky tahem byly provedeny i pro pouze rotačně kované vzorky. Vzorky, které byly zpracovány pomocí Conform SPD a rotačního kování, byly tepelně zpracovány. Vliv a definice tepelného zpracování jsou uvedeny v podkapitole s názvem **Vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti**. Hodnocení únavy bylo provedeno pro vzorky po tepelném zpracování.

6.2.1 Zkoušky tahem

V této kapitole jsou popsány výsledky tahových zkoušek po Conform SPD (Geometrie A), po Conform SPD a rotačním kování. Pro posouzení vlivu zařazení rotačního kování po Conform SPD, byly vyhodnoceny i výsledky rotačního kování výchozího bez Conform SPD zpracování (Vzorek: Ti Grade 2).

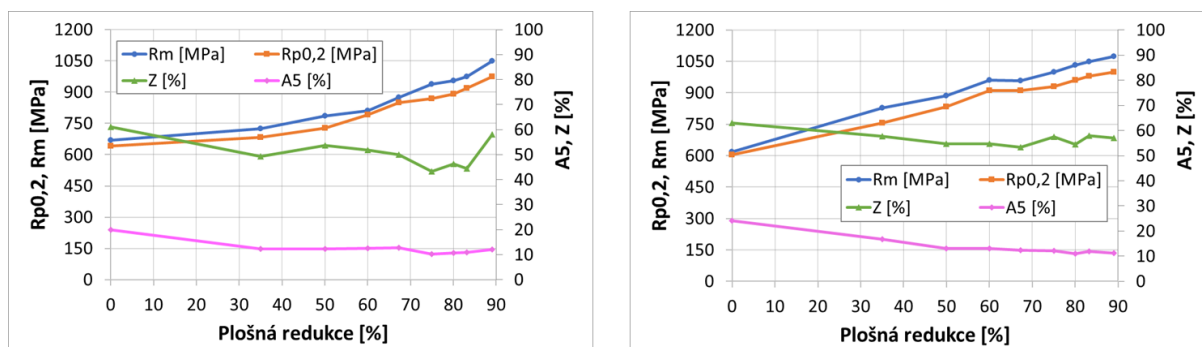
Na **Obr. 90** je uveden vliv počtu průchodů pomocí Conform SPD na R_m (Mez pevnosti v tahu), $R_{p0,2}$ (Smluvní mez kluzu), Z (Zúžení / Kontrakce) a A_5 (Tažnost). Z výsledků je patrné, že nejvyššího nárůstu meze pevnosti bylo docíleno po prvním průchodu. Mez pevnosti narostla o 189 MPa z hodnoty 480 MPa na 669 MPa. Mez kluzu dosáhla hodnoty 641 MPa z původní hodnoty 370 MPa. Tažnost A_5 zpracováním klesla z 25 % na 20 %. Kontrakce naopak dosáhla hodnoty 61 % z původních 52 %. Je zřejmé, že po prvním průchodu došlo ke zvýšení meze pevnosti bez výrazného snížení plasticity materiálu. To dokladuje dosažení SPD charakteristiky procesu, kdy zvýšení mechanických charakteristik probíhá bez významného snížení plasticity. Další průchody již nevedly ke zvýšení meze pevnosti. Po druhém průchodu bylo dosaženo meze pevnosti 615 MPa, tedy snížení o 54 MPa v porovnání s prvním

průchodem. Tažnost se zvýšila na 26 %, tedy zvýšení o 6 % v porovnání s prvním průchodem. U kontrakce došlo k mírnému navýšení o 6 % na 66 % v porovnání s prvním průchodem. Dosažené mechanické vlastnosti korelují s charakterem struktury a velikostí zrn po Conform SPD. Rapidního zjemnění bylo dosaženo prvním průchodem, střední velikost zrn byla 320 nm (**Obr. 78**). Následné průchody již ke zjemnění nevedly a struktura se spíše stávala více homogenní z hlediska distribuce zrn a jejich charakteru. Po třetím průchodu byla mez pevnosti R_m 619 MPa, došlo k nárůstu o 4 MPa. Tažnost A_5 byla 24 %. Vlastnosti tak byly téměř identické jako u druhého průchodu pomocí Conform SPD. Tyto výsledky dobře korelují s TEM hodnocením struktury, kdy nedocházelo po prvním průchodu k dalšímu zjemnění struktury (**Obr. 78**). Například koncept CONFORM ECAP, vyvíjený skupinou kolem prof. Valieva [27], dokladuje, že dosažení požadovaných vlastností Ti pro další zpracování nastává po šesti až osmi průchodech. Procesy zjemnění struktury jsou tak pro Conform SPD rozdílné.



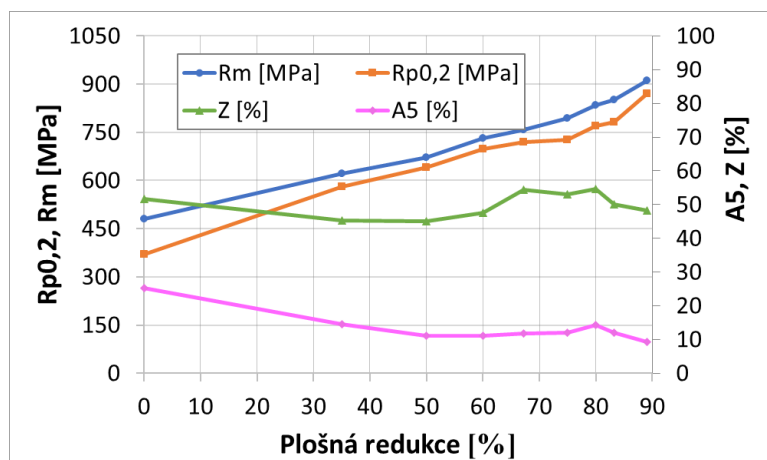
Obr. 90 Výsledky tahových zkoušek materiálu Ti Grade 2 ve vazbě na počet průchodů zařízením Conform SPD.

Výsledky po Conform SPD a po rotačním kování jsou uvedeny na **Obr. 91**. **Obr. 91 a** obsahuje výsledky po jednom průchodu na Conform SPD a po rotačním kování. Výsledný průměr po Conform SPD byl 10 - 11 mm. Rotačním kování byla provedena postupně plošná redukce polotovaru o 90 % (sekvence úběrů je uvedena v **Tab. 10**). Po této redukci bylo dosaženo pevnosti 1050 MPa. Tedy více než dvojnásobné zvýšení meze pevnosti oproti výchozímu stavu. Tažnost materiálu po maximální redukci dosáhla hodnoty 12 %. V tomto případě došlo k výraznému snížení plasticity materiálu, to je dáno charakterem rotačního kování, které vede k deformačnímu zpevnování materiálu. Tzn., že zvýšení meze pevnosti/kluzu je doprovázeno plastickým vyčerpáváním materiálu. Kontrakce materiálu se zpracováním nezměnila. Na **Obr. 91 b** jsou uvedeny výsledky tahových zkoušek po třech průchodech na Conform SPD a po rotačním kování. Průběh zpevnění materiálu měl velice podobný průběh jako v předchozím případě. Výsledná pevnost dosáhla hodnoty 1070 MPa, tedy o 18 MPa více než v případě jednoho průchodu pomocí Conform SPD. Ostatní charakteristiky byly podobné. Došlo k významnému snížení tažnosti a kontrakce se rotačním kování nezměnila. Z výsledků je patrné, že počet průchodů na Conform SPD má jen minoritní vliv na získané mechanické vlastnosti po rotačním kování.



Obr. 91 Výsledky tahových zkoušek materiálu Ti Grade 2. a. Po jednom průchodu na Conform SPD a po postupných redukcích na rotační kovačce (Vzorek: Ti Gr2 CON 1 + RK). b. Po třech průchodech na Conform SPD a po postupných redukcích na rotační kovačce (Vzorek: Ti Gr2 CON 3 + RK).

Na Obr. 92 jsou uvedeny výsledky tahových zkoušek pouze po rotačním kování. Jak již bylo zmíněno, tyto výsledky jsou uvedeny, aby bylo možné izolovaně hodnotit zařazení technologie rotačního kování po Conform SPD zpracování. Z výsledků je patrné, že dosažená mez pevnosti po plošné redukci 90 % dosáhla hodnoty 910 MPa. Mez pevnosti při zařazení jednoho průchodu Conformem vede k nárůstu o 142 MPa, při zařazení třech průchodů je nárůst 160 MPa. Tažnost je mírně nižší v porovnání s polotovarů, které byly zpracovány pomocí Conform SPD.



Obr. 92 Výsledky tahových zkoušek výchozího stavu drátu z Ti Grade 2 po postupných redukcích na rotační kovačce (Vzorek: RK).

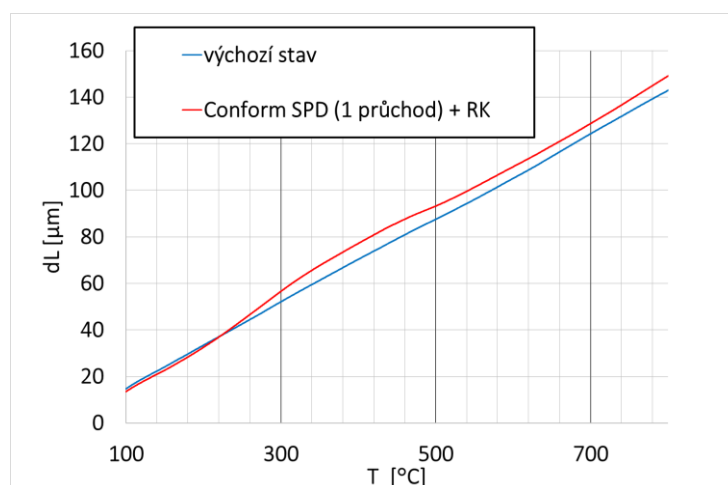
6.2.2 Vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti

Tepelnému zpracování byly podrobeny vzorky po Conform SPD (1 průchod) a po rotačním kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 1 + RK). Kombinace zpracování byla zvolena z důvodu obdobných hodnot mechanických vlastností jako v případě po třech průchodech pomocí Conform SPD a po rotačním kování. Kombinace jednoho průchodu na Conform SPD a rotačního kování je dále perspektivnější pro produkci výsledných polotvarů. Cílem bylo zjistit vliv zvýšených teplot na mechanické charakteristiky ultra až nano jemnozrnného materiálu a dále stanovit režim tepelného zpracování na odstranění zbytkového pnutí. Cílem bylo definovat režim tepelného zpracování, který by nevedl ke snížení mechanických charakteristik a učinil by materiál více stabilní. Stabilita je v tomto případě myšlena ve smyslu zbytkového napětí (Tab. 14), které

může být v operaci výroby implantátů (soustružení) uvolněno. To v konečném důsledku vede k rozměrové nestabilitě finálního produktu (implantátu).

6.2.2.1 Dilatometrická analýza

Za účelem zjištění tepelné stability materiálu po Conformu a rotačním kování byla provedena dilatometrická analýza. Výchozí stav a zpracovaný materiál byly ohřáty až na teplotu 950 °C rychlostí ohřevu 3 K/min. Při tomto režimu ohřevu byly snímány změny délky sledovaných vzorků. Výsledky jsou uvedeny na **Obr. 93**. Z hodnocení vyplývá, že vzorek zpracovaný (Ti Gr2 CON 1 + RK) vykazuje rozdílné chování při ohřevu. První změny chování byly sledovány v teplotním intervalu 175 °C (Start jevu 1) až 350 °C (Konec jevu 1). Vzorek podrobený Conform SPD zpracování a rotačnímu kování se více prodlužoval v tomto intervalu. Změny chování byly dále sledovány v teplotním intervalu od 430 °C do 550 °C. V tomto intervalu došlo k mírnému snížení intenzity prodlužování. Předpokladem je, že změny vyvolané v prvním intervalu jsou dány uvolněním zbytkového napětí. Tlakové zbytkové napětí je uvedeno v **Tab. 14**. Dle výsledků dilatometrické analýzy lze předpokládat, že toto napětí začíná relaxovat při teplotě 175 °C. Ve druhém (Jev 2) intervalu lze předpokládat, že vyvolané změny jsou dány odpevňovacími procesy, které konzumují část tepelné energie. Výchozí stav materiálu nevykazoval při ohřevu významné změny. Zbytkové napětí (**Tab. 14**) se pravděpodobně odstranilo při obrábění vzorku z průměru 10 mm na 4 mm a neprojevovalo se na dilatometrické křivce. Trend byl pro tento vzorek lineární.



Stav/Vzorek	Jev 1		Jev 2	
	Start 1 [°C]	Konec 1 [°C]	Start 2 [°C]	Konec 2 [°C]
Ti Gr2 CON 1 + RK	175	350	430	535

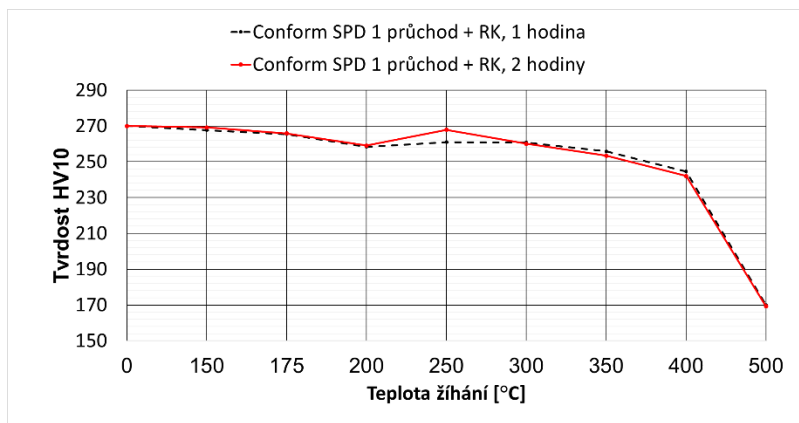
Obr. 93 Dilatometrická analýza. Závislost mezi prodloužením a postupným ohřevem vzorků.

6.2.2.2 Vyhodnocení tvrdosti a tahových zkoušek po tepelném zpracování

Hodnocení tvrdosti

V první fázi byl sledován vliv tepelného zpracování na tvrdost vzorků. Režimy tepelného zpracování byly provedeny v rozmezí 150 až 500 °C. Výdrže byly jedna a dvě hodiny pro každou teplotu. Výsledky tvrdosti pro jednotlivé režimy tepelného zpracování jsou uvedeny na **Obr. 94**. Prvotní pokles tvrdosti byl pozorován pro režim TZ při teplotě 175 °C. Pokles byl 3 jednotky Vickerse. Výraznější pokles byl sledován pro režim TZ při 200 °C, 10 jednotek Vickerse.

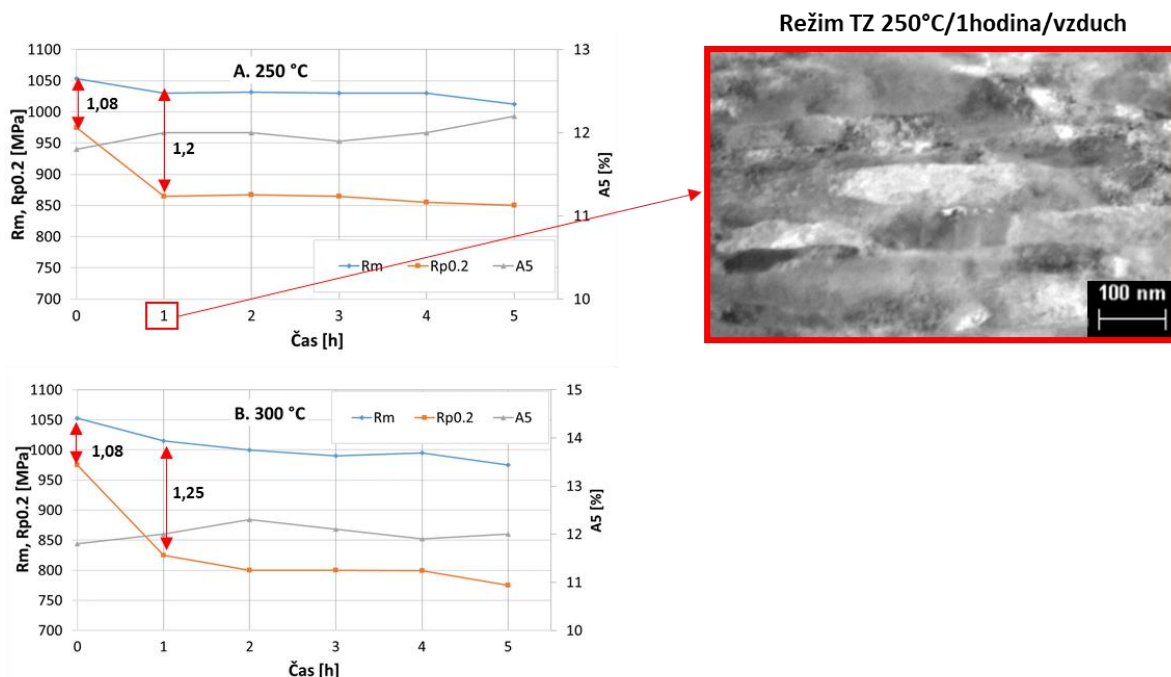
Postupný pokles tvrdosti v rozmezí do 400 °C je pravděpodobně dán zotavovacími procesy. Vyšší teploty již vedly k výraznému odpevnění, které je spojeno s rekrystalizací materiálu.



Obr. 94 Vliv režimu tepelného zpracování na tvrdost HV10 pro vzorky po Conform SPD a po rotačním kování.

Tahové zkoušky

Pro teploty 250 °C a 300 °C byly provedeny zkoušky vlivu výdrže na mechanické vlastnosti polotovarů po jednom průchodu na Conform SPD a po rotačním kování (Vzorek: Ti Gr2 CON 1 + RK). Pro každou teplotu byla volena výdrž až 5 hodin z důvodu hodnocení i delší teplotní expozice. Výsledky jsou uvedeny na **Obr. 95**. Pro teplotu 250 °C jsou výsledky uvedeny na **Obr. 95 a**. Po jedné hodině došlo k mírnému poklesu meze pevnosti o 20 MPa. U meze kluzu byl pokles výraznější a to o 110 MPa z hodnoty 975 MPa na 825 MPa. Delší výdrže již nevedly k výrazným změnám a materiál se jevil jako teplotně stabilní. Zmíněný pokles meze kluzu se projevil na zvýšení poměru mezi mezí pevnosti a mezí kluzu, z hodnoty 1,08 na 1,2. Materiál se tak jeví houževnatější. Podobný trend byl sledován i pro teplotu 300 °C, **Obr. 95 b**. V tomto případě byl pokles meze pevnosti 40 MPa, mez kluzu poklesla o 150 MPa. Je patrné, že v porovnání s teplotou TZ 250 °C byl pokles vyšší, jeho hodnota byla 1,25.



Obr. 95 Vliv tepelného zpracování na vlastnosti ultra až nano jemnozrnného Ti Garde 2. a. Vliv výdrže při teplotě 250 °C na mechanické vlastnosti polotovaru. b. Vliv výdrže při teplotě 300 °C na mechanické vlastnosti polotovaru.

Režim tepelného zpracování 250 °C / výdrž 1 hodina / vzduch byl dále aplikován pro vzorky určené k analýze únavy a ke zkouškám biokompatibility. Takto zpracovaný materiál vykazuje příznivější poměr pevnosti / meze kluzu. Pro tento režim bylo provedeno studium mikrostruktury, viz **Obr. 95**. V podélném řezu vzorku lze pozorovat protáhlá zrna s vysokou dislokační hustotou. Jevy spojené se zotavením sledovány nebyly.

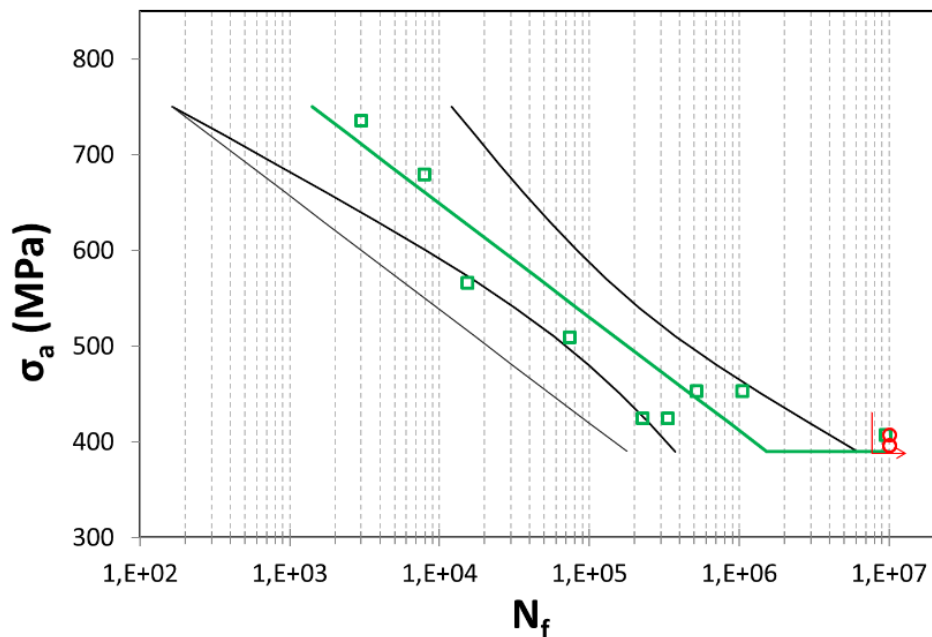
6.2.3 Únavové vlastnosti

Únavová hodnocení bylo provedeno na vzorcích po jednom průchodu na Conform SPD, po rotačním kování a po tepelném zpracování (Vzorek: Ti Gr2 CON 1 + RK + TZ). Mechanické vlastnosti zkoušených vzorků jsou uvedeny v **Tab. 15**.

Tab. 15 Mechanické vlastnosti ultra až nano jemnozrnného titanu grade 2 před tepelným zpracováním a po tepelném zpracování.

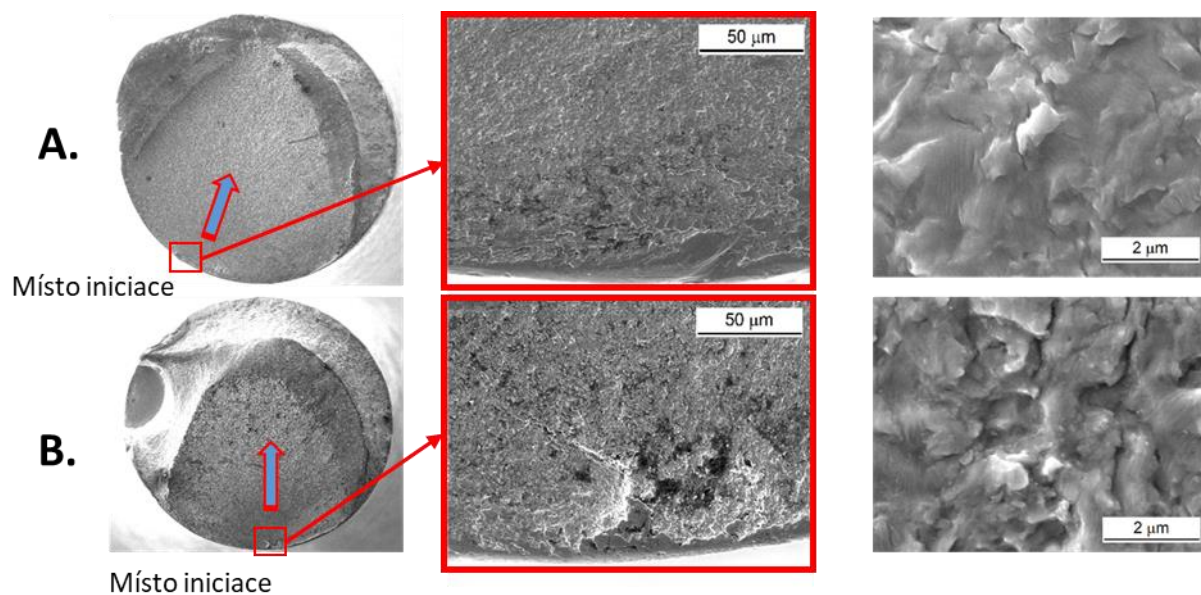
Vzorek	Stav	Rm [MPa]	Rp0.2 [MPa]	A5 [%]	Z [%]	Rm/Rp0.2
1	Ti Gr 2 CON 1 + RK	1050	975	12	58	1,08
2	Ti Gr 2 CON 1 + RK + TZ	1030	865	12	60	1,2

Výsledky hodnocení únavy jsou uvedeny na **Obr. 96**. Únavová životnost dosáhla hodnoty 396 MPa, pro vzorek, který byl obroben a broušen. Dosažená drsnost byla Ra 0,8. Hodnota únavové životnosti pro Ti Grade 2 ve stavu dle ASTM B348 odpovídá přibližně 240 MPa. Porovnáním hodnot lze sledovat výrazný nárůst únavové životnosti u vzorků zpracovaných navrženým procesem.



Obr. 96 S – N křivka pro vzorky po jednom průchodu Conform SPD, po rotačním kování a po tepelném zpracování (Vzorek: CON 1 + RK + TZ).

Únavové porušení vzorků bylo vždy identifikováno u povrchu, viz **Obr. 97** Na lomové ploše lze zřetelně pozorovat místo iniciace, oblast postupu únavové trhliny a dolom. Mechanismus porušení byl pro všechny vzorky vyhodnocen jako transkrystalický.



Obr. 97 Snímky porušení únavových vzorků pro stav Ti Gr2 CON 1 + RK + TZ. a. Vzorek 1: Napětí - 453 MPa, Počet cyklů do porušení - 1050000. b. Vzorek 2: Napětí - 407 MPa, Počet cyklů do porušení - 9490000.

7 Hodnocení vlastností materiálu Ti Grade 4

Kapitola obsahuje strukturní hodnocení a hodnocení mechanických vlastností pro materiál Ti Grade 4. Hodnocení bylo provedeno obdobně jako pro Ti Grade 2, viz kapitola 6. Popisy jsou však stručnější z důvodu dosažení obdobných výsledků jako v případě Ti Grade 2. Především strukturní chování bylo ekvivalentní. Mechanické vlastnosti byly však vyšší. Jejich vyšší hodnoty odpovídaly zvýšenému obsahu intersticiálních prvků. Mechanismy zjemnění a zpevnění byly pro oba materiály totožné. Srovnání výsledků pro oba materiály je uvedeno v diskuzi výsledků.

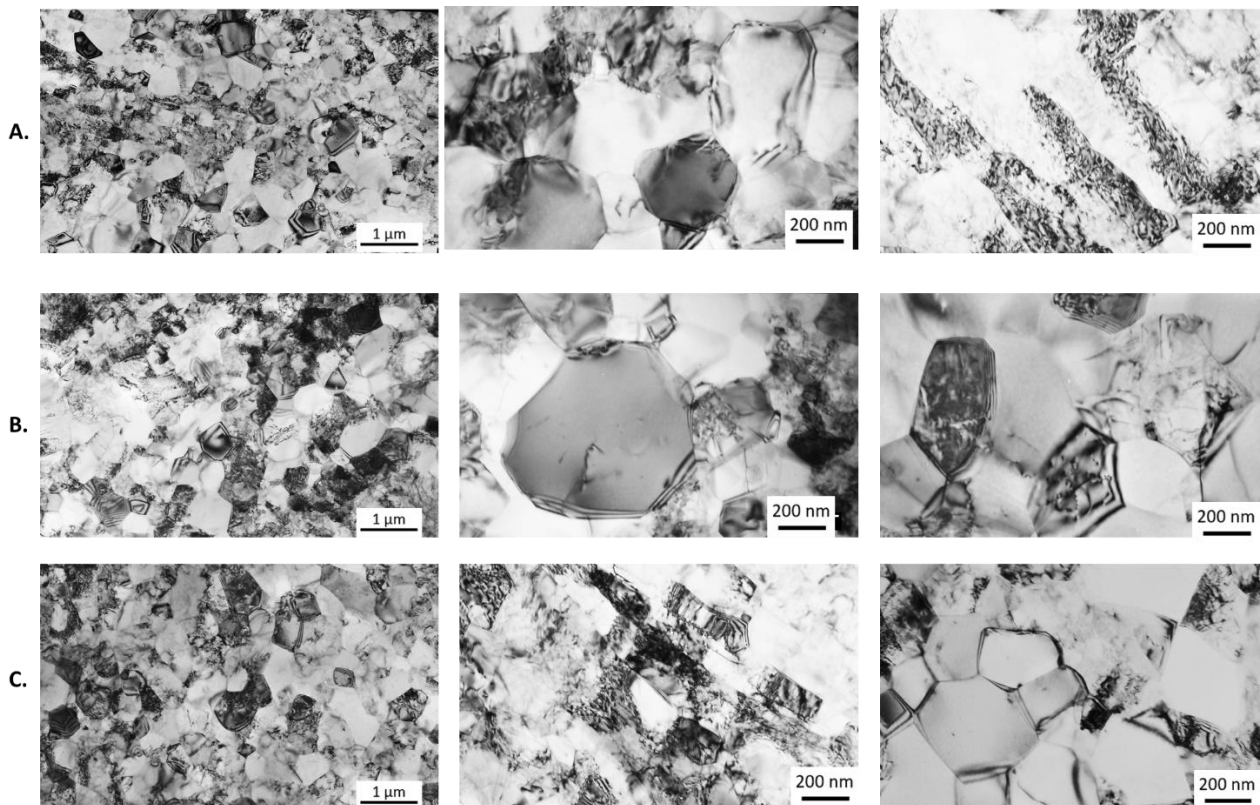
První část obsahuje výsledky hodnocení mikrostruktury pomocí TEM a EBSD hodnocení textury. Jako v případě Ti Grade 2, bylo hodnocení provedeno po Conform SPD zpracování a po Conform SPD zpracování a rotačním kování. Hodnocení pomocí světelné mikroskopie bylo provedeno pouze pro vzorky po rotačním kování. Zkoušky tahem byly provedeny opět po Conform SPD, po Conform SPD a po rotačním kování a po samostatném rotačním kování. Pro vybrané vzorky byl optimalizován režim TZ v kapitole **Vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti**. Tepelné zpracování bylo provedeno pro vzorky po Conform SPD a po rotačním kování. Pro tepelně zpracované vzorky bylo provedeno hodnocení únavy. Únavové hodnocení bylo provedeno pro vzorek standartní (obrábění + broušení) a pro vzorek s povrchem, který odpovídal zubnímu implantátu (broušení + leptání).

7.1 Strukturní hodnocení

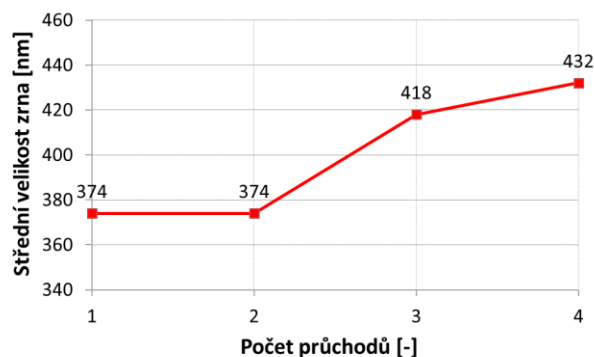
V rámci kapitoly jsou uvedeny výsledky zkoumání pomocí transmisní elektronové mikroskopie, hodnocení textury pomocí metody EBSD a hodnocení struktury pomocí světelné mikroskopie. Hodnocení bylo provedeno pro vzorky po Conform SPD, po Conform SPD a rotačním kování a po samostatném rotačním kování. Vzorky, které byly pouze rotačně kovány, byly analyzovány pouze pomocí světelné mikroskopie.

7.1.1 TEM hodnocení struktury

Snímky struktury po zpracování na Conform SPD pro materiál Ti Grade 4 jsou uvedeny na **Obr. 98**. Hodnocení bylo provedeno pro jeden, dva a tři průchody. Po prvním průchodu (**Obr. 98 a**) byla struktura tvořena převážně rovnoosými zrny. Ze snímku je možné pozorovat oblasti s různou dislokační hustotou. Ve středu snímku je možné pozorovat oblast, která je tvořena spíše protáhlými zrny (**Obr. 98 a vlevo**). V tomto případě se může jednat o zónu tzv. smykového pásu. Jedná se o adiabatický jev, v angličtině je tento jev nazýván jako Adiabatic Shear Band. Detail acikulární oblasti je uveden na **Obr. 98 a vpravo**. Ojedinele byla pozorována velká polyedrická zrna. Střední velikost zrna po prvním průchodu byla 374 nm, viz **Obr. 99**. Charakter struktury se s přibývajícím průchody příliš neměnil (**Obr. 98 b** a **Obr. 98 c**). Velká polyedrická zrna již nebyla pozorována. Střední velikost zrn, jako v případě zpracování Ti Grade 2, se s přibývajícím průchody mírně zvyšovala. Znovu lze poukázat na jev, kdy termodynamické podmínky Conform SPD procesu neumožňují další zjemnění po dvou a více průchodech. Lze poukázat na jev, který popsal Mishra a kol., kdy při dosažení limitního zjemnění struktury dochází ke vzájemnému natáčení zrn [21]. Mírné hrubnutí struktury je pravděpodobně způsobeno vysokou aktivitou struktury. Deformační teplo může vést k post dynamickým projevům rekystalizace při výstupu polotovaru z tvářecí komory. Tento jev byl pozorován i v případě zpracování Ti Grade 2 (**Obr. 78**).

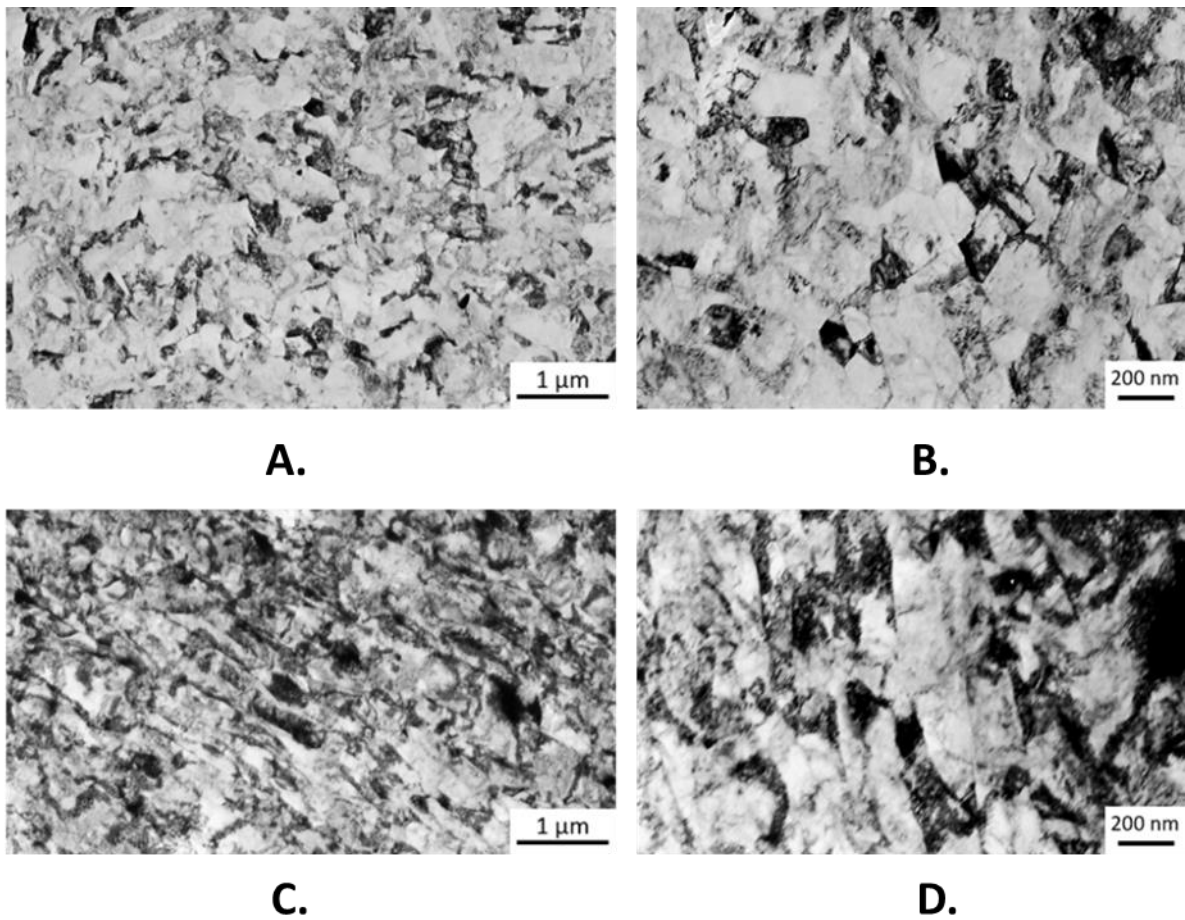


Obr. 98 TEM snímky struktury materiálu Ti Grade 4 po zpracování na Conform SPD. a. První průchod (Ti Gr4 CON 1), b. Druhý průchod (Ti Gr4 CON 2), c. Třetí průchod (Ti Gr4 CON 3).



Obr. 99 Hodnocení střední velikosti zrna v závislosti na počtu průchodů zařízením Conform SPD pro materiál Ti Grade 4.

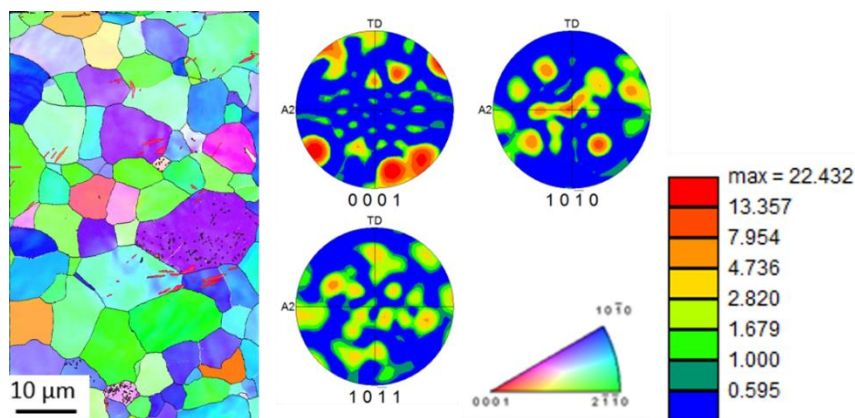
Snímky na **Obr. 100** zobrazují strukturu po jednom průchodu Conform SPD a po rotačním kování. Na **Obr. 100 a** a **Obr. 100 b** jsou uvedeny snímky v příčném směru, na **Obr. 100 c** a **Obr. 100 d** jsou uvedeny snímky v podélném směru. Ze snímku je patrné, že došlo k výraznému zjemnění (rozbití) zrn na menší subzrna. Tmavší oblasti opět poukazují na zvýšenou dislokační hustotu. V podélném směru (**Obr. 100 c**) měly zrna protáhlý charakter. To je dáno tokem materiálu při rotačním kování. V porovnání se snímky po Conform SPD (**Obr. 98**) se charakter zrn změnil. Při rotačním kování již nevznikala rovnoosá zrna. Dislokační hustota prokazatelně rostla. Rotační proces již vedl ke strukturálním změnám, které jsou charakteristické pro deformační zpevnění (tváření za studena).



Obr. 100 TEM snímky struktury po jednom průchodu Conform SPD a po rotačním kování (Ti Gr4 CON 1 + RK). a. a b. Příčný směr, c. a d. Podélný směr.

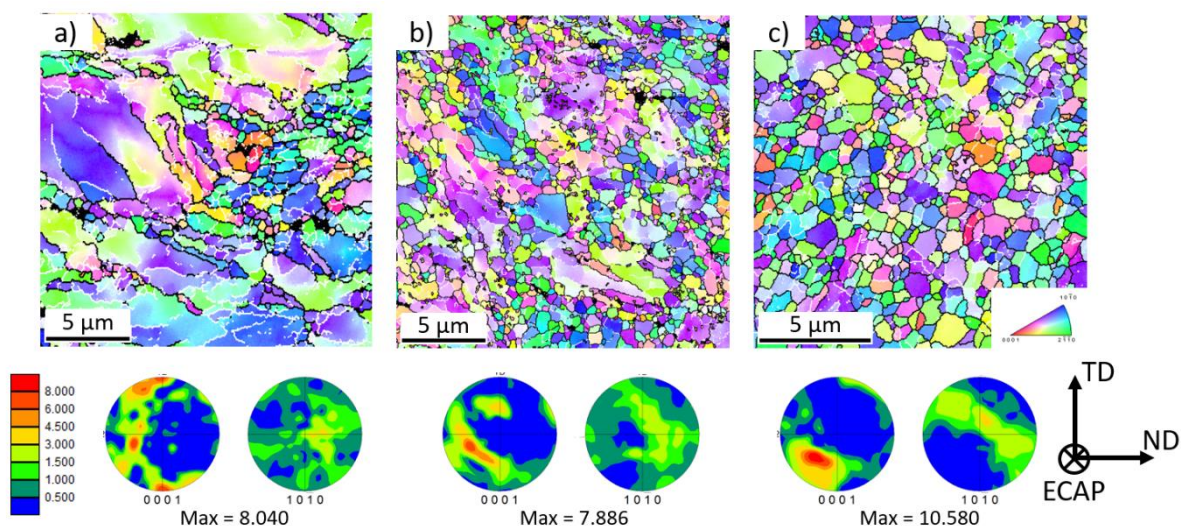
7.1.2 EBSD texturní hodnocení

Na **Obr. 101** je uvedeno hodnocení textury výchozího stavu materiálu (Vzorek: Ti Grade 4). Střední velikost domén se pohyboval mezi 5-8 μm. V periferní oblasti byly bazální roviny (0001) rovnoběžné se směrem protlačování (X) a tvořily čtyři maxima. Jako v případě výchozí stavu u Ti Grade 2 (**Obr. 82**) se jednalo o bazální typ textury, který je charakteristický pro hexagonální typ kovů.



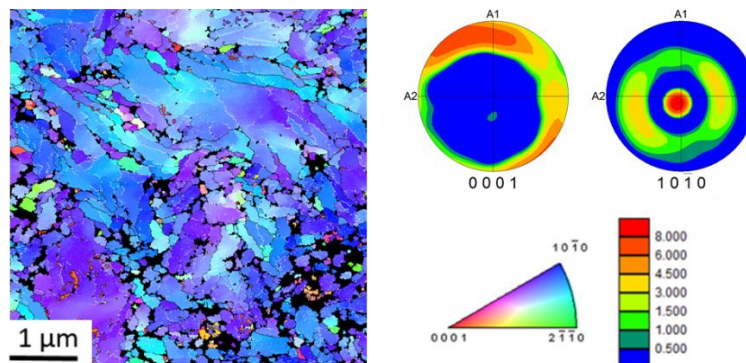
Obr. 101. EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn) pro výchozí stav materiálu (Vzorek: Ti Grade 4).

Na **Obr. 102** je uvedeno texturní hodnocení po Conform SPD pro jeden až tři průchody. Po prvním průchodu (**Obr. 102 a**) došlo k výraznému zjemnění výchozí struktury (Vzorek: Ti Gr4 CON 1). V pólovém obrazci lze pozorovat tři významná maxima. Dvě se vykytují v periferních oblastech protínající směr Y. Tyto maxima intenzit (0001) jsou rovnožená ke směru protlačování - X (bazální typ textury). Třetí maximum je ve středu mezi normálovým směrem (Z) a směrem protlačování - X (40 až 60° od směru protlačování). Pro soubor prizmatických rovin 1010 lze pozorovat jedno významné maximum, a to kolmo ke směru protlačování (X). Po druhém průchodu se textura v pórování s prvním průchodem lišila (**Obr. 102 b**) (Vzorek: Ti Gr4 CON 2). Pro soubor rovin (0001) byly sledovány dvě významná maxima, první bylo mezi transversálním (Y) a normálovým směrem (Z) (50 až 70° od axiálního směru) a druhé protínalo osu transversálního směru. Podobný charakter textury byl sledován i pro materiál Ti Grade 2 (**Obr. 84**). Po třetím průchodu je textura uvedena na **Obr. 102 c** (Vzorek: Ti Gr4 CON 3). Jako v případě po dvou průchodech bylo pozorováno maximum pro soubor rovin (0001) v oblasti mezi transversálním (Y) a normálovým směrem - Z (50 až 70° od směru protlačování - X). Z pozorování lze jako v případě Ti Grade 2 odvodit, že deformace probíhá především skluzem. Deformační dvojčata nebyla ve struktuře pozorována.



Obr. 102 EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn) po zpracování pomocí Conform SPD. a. Jeden průchod (Vzorek: Ti Gr4 CON 1), b. Dva průchody (Vzorek: Ti Gr4 CON 2), c. Tři průchody (Vzorek: Ti Gr4 CON 3).

Na **Obr. 103** je uvedeno texturní hodnocení po jednom průchodu Conform SPD a po rotačním kování (Vzorek: Ti Gr4 CON 1 + RK). Ze snímku je patrná přednostní orientace zrn. Je patrný vysoký nárůst dislokační hustoty, viz černé oblasti způsobené špatně identifikovatelnými difrakčními liniemi. Pólový obrazec pro soubor bazálních rovin (0001) vykazuje maxima intenzity především v obvodových oblastech. Pro soubor rovin 1010 je možné pozorovat dvě významné oblasti. První oblast je kolmá ke směru protlačování (X), druhá je v oblasti mezikruží. Z tohoto rozložení je možné pozorovat, že bazální roviny (0001) jsou kolmé ke směru protlačování (X) a jedná se tedy o tzv. bazální texturu. Z pozorování lze sledovat, že intenzivní deformace při rotačním kování vede ke vzniku struktury se silnou předností orientací. Dochází k usměrnění bazálních rovin, tak že jsou kolmé se směrem protlačování (X). Podobný charakter textury byl pozorován i pro materiál Ti Grade 2 (**Obr. 86**).

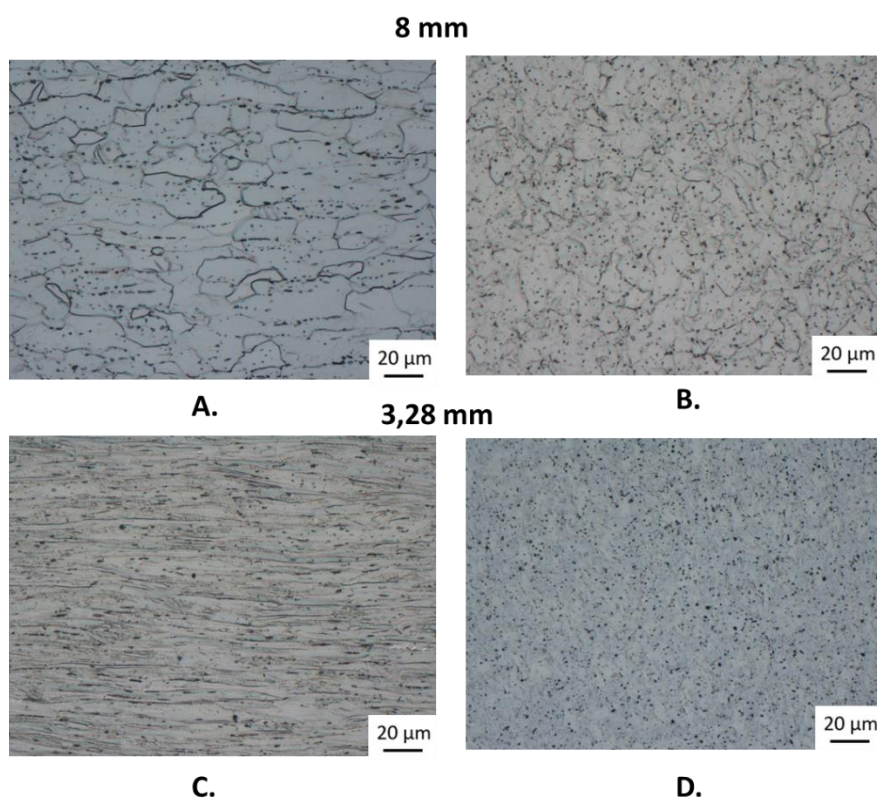


Obr. 103 EBSD hodnocení orientace zrn (orientační mapy zrn) a textury (pólové obrazce) po jednom průchodu zařízením Conform SPD a po rotačním kování (Vzorek: Ti Gr 4CON 1 + RK).

7.1.3 Světelná mikroskopie

7.1.3.1 Hodnocení struktury rotačně kovaného drátu

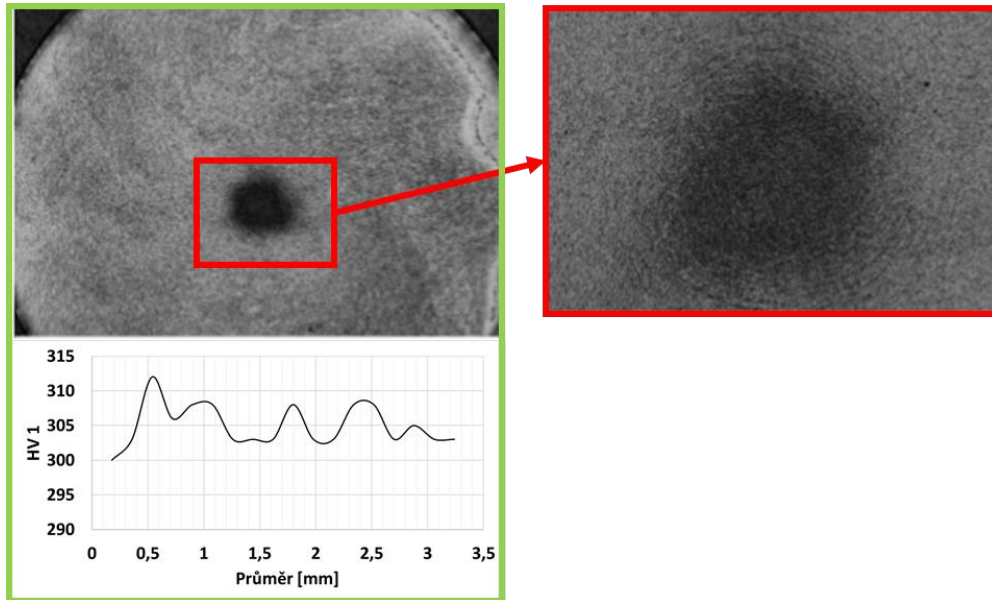
Na **Obr. 104** jsou uvedeny snímky struktury ze světelného mikroskopu po rotačním kování výchozího stavu materiálu Ti Grade 4. Postup rotačního kování je uveden **Tab. 10**. Ze snímků je patrné, že při aplikaci rotačního kování dochází k postupnému prodlužování zrn v podélném směru. Vývoj struktury byl velice podobný jako v případě zpracování Ti Grade 2 (**Obr. 88**). Výchozí struktura však byla jemnější z důvodu vyššího množství intersticiálních prvků (především kyslíku).



Obr. 104. Snímky rotačně kovaných vzorků z Ti Grade 4 v podélném a v příčném řezu pro různé redukce. a. Redukce na 8 mm, příčný řez vzorkem. b. Redukce na 8 mm, podélný řez vzorkem. c. Redukce na 3,28 mm, příčný řez vzorkem. d. Redukce na 3,28 mm, podélný řez vzorkem.

7.1.3.2 Hodnocení struktury rotačně kovaného drátu po zpracování pomocí Conform SPD

Obr. 105 zobrazuje makrosnímek drátu po jednom průchodu Conform SPD a po rotačním kování (Vzorek: Ti Gr4 CON 1 + RK). Jako v případě Ti Grade 2 (**Obr. 89**) lze pozorovat rozdíly v leptání. Středová oblast drátu je zřejmě tmavší z důvodu koncentrace deformace při rotačním kování.

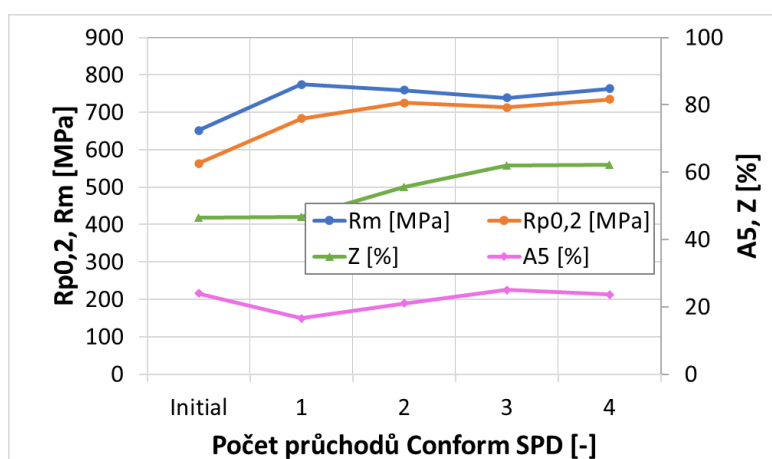


Obr. 105. Makrosnímek rotačně kovaného drátu po jednom průchodu Conform SPD a po rotačním kování s detailem středové oblasti pro materiál Ti Grade 4. Rozložení tvrdosti na příčném průřezu rotačně kovaného drátu.

7.2 Mechanické vlastnosti

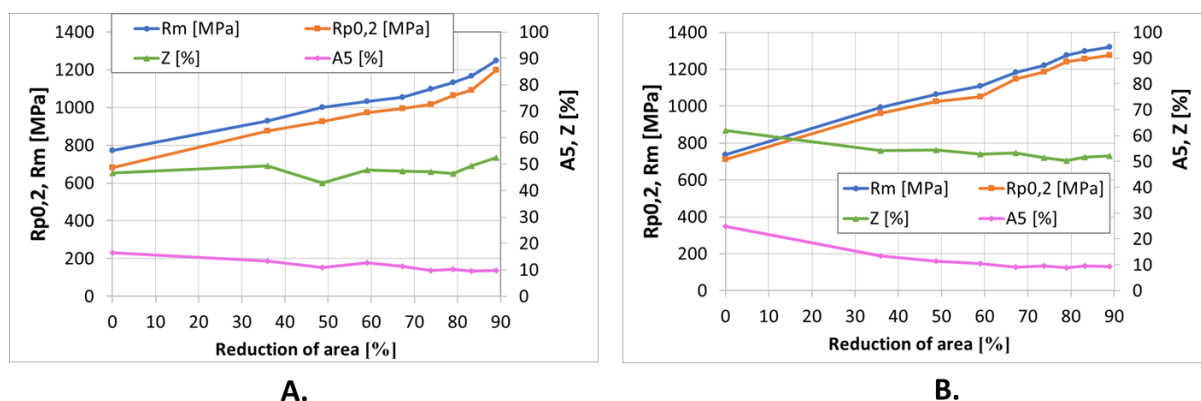
7.2.1 Zkoušky tahem

Výsledky tahových zkoušek v závislosti na počtu průchodů jsou uvedeny na **Obr. 106**. Pro Ti Grade 4 byly provedeny až čtyři průchody. Z výsledků plyne, že nejvyššího zvýšení pevnosti bylo docíleno po prvním průchodu. Pevnost narostla z 650 MPa na 773 MPa. Tažnost A_5 zůstala na stejné úrovni. Znovu lze pozorovat nárůst pevnosti bez výrazného snížení tažnosti. Další průchody již ke zvýšení pevnosti materiálu nevedly. Toto pozorování odpovídá dosaženým velikostem zrn (**Obr. 99**). Po prvním průchodu byla velikost zrn 374 nm, po třech průchodech 418 nm. Ekvivalentní výsledky byly pozorovány pro materiál Ti Grade 2 (**Obr. 90**).

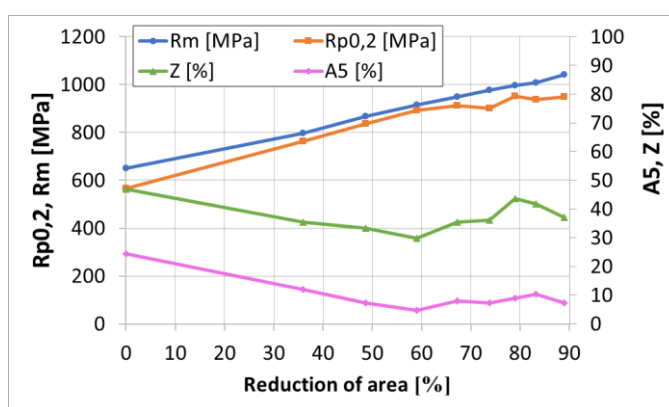


Obr. 106 Výsledky tahových zkoušek ve vazbě na počet průchodů zařízením Conform SPD pro materiál Ti Grade 4.

Na **Obr. 107** jsou uvedeny výsledky po zpracování na Conform SPD a po rotačním kování (Vzorek: Ti Gr 4 CON 1 + RK). Mez pevnosti po jednom průchodu Conform SPD a po rotačním kování dosáhla hodnoty 1250 MPa při plošné redukci polotovaru 90 % (**Obr. 107 a**). Tažnost A_5 klesla na 9,8 %. Z poklesu tažnosti a přiblížení hodnot meze pevnosti a meze kluzu lze hovořit o silném projevu deformačního zpevnění. Na **Obr. 107 b** jsou uvedeny výsledky po třech průchodech zařízením Conform SPD a po rotačním kování (Vzorek: Ti Gr 4 CON 3 + RK). Mez pevnosti dosáhla při 90 % redukci na rotační kovačce hodnoty 1320 MPa. Tažnost A_5 byla 9,4 %. Z dosažených hodnot plyne, že struktura po třech průchodech vykazovala vyšší úroveň zpevnění. Pro srovnání bylo dále provedeno rotační kování výchozího stavu materiálu Ti Grade 4, **Obr. 108** (Vzorek: Ti Gr 4 RK). Pevnost dosáhla hodnoty 1040 MPa, při tažnosti A_5 7,2 %. Z porovnání plyne, že zařazením technologie Conform SPD před rotační kování je výsledná pevnost o 200 až 250 MPa vyšší.



Obr. 107 Výsledky tahových zkoušek materiálu Ti Grade 4. a. Po jednom průchodu na Conform SPD a po postupných redukcích na rotační kovačce (Vzorek: CON 1 + RK). b. Po třech průchodech na Conform SPD a po postupných redukcích na rotační kovačce (Vzorek: CON 3 + RK).



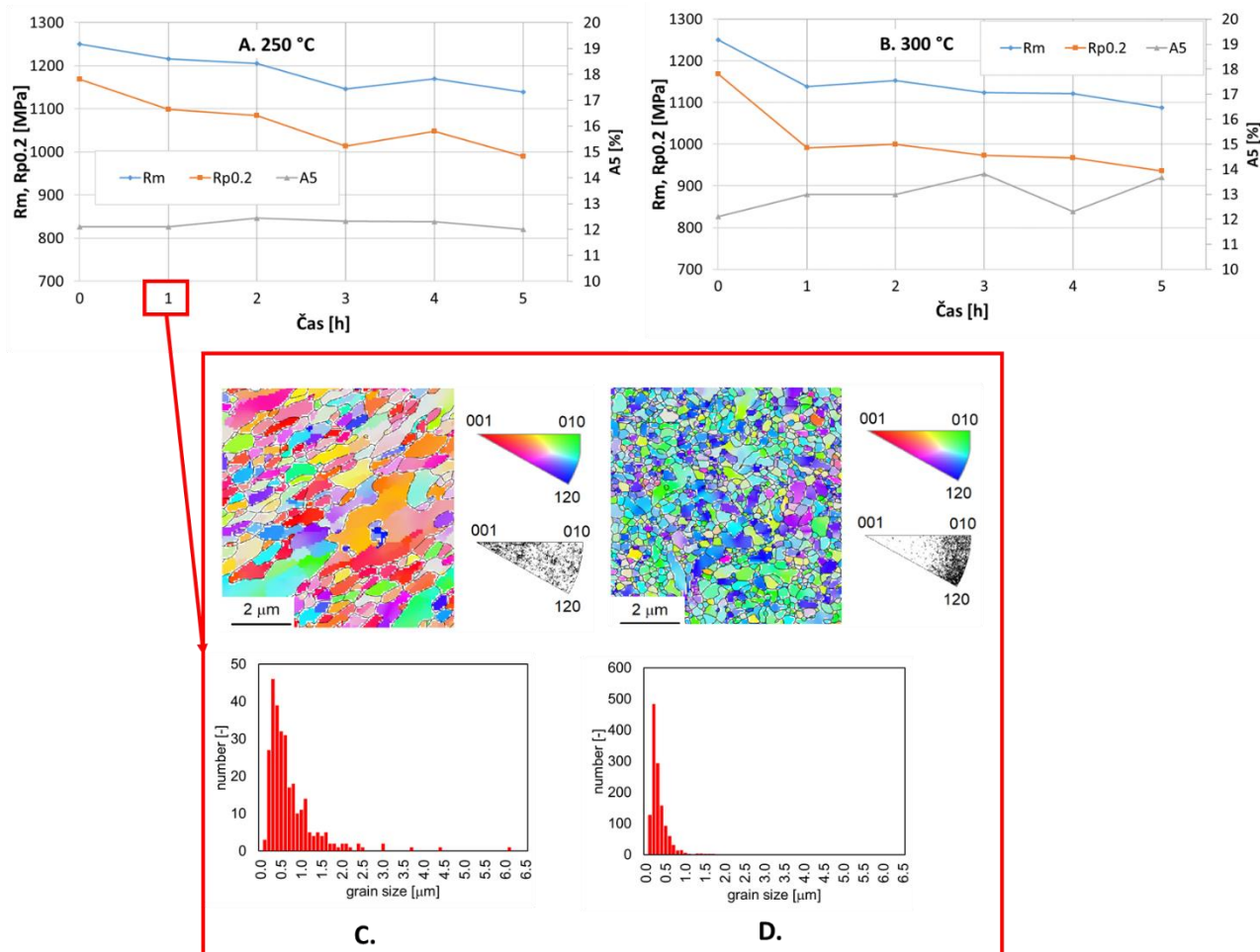
Obr. 108 Výsledky tahových zkoušek výchozího stavu drátu Ti Grade 4 po postupných redukcích na rotační kovačce (Vzorek: RK).

7.2.2 Vliv tepelného zpracování na mechanické vlastnosti

V případě studie vlivu tepelného zpracování na mechanické vlastnosti ultra až nano jemnozrnného Ti Grade 4 byly aplikovány stejné režimy TZ jako v případě Ti Grade 2 (**Obr. 95**). Vzorek po jednom průchodu na Conform SPD a po rotačním kování (Vzorek: Ti Gr4 CON 1 + RK) byl vystaven dvou teplotám, 250 °C a 300 °C. Výdrž na těchto teplotách byla 1 až 5 hodin. Po každé hodině byl vzorek z pece odebrán, pro tyto vzorky byly provedeny tahové zkoušky, viz **Obr. 109**. Vzorky byly po vyjmutí z pece chlazeny volně na vzduchu. Výchozí pevnost drátu byla 1250 MPa. Již po hodinové expozici na teplotě 250 °C (**Obr. 109 a**) došlo k poklesu na 1216 MPa, pokles o 34 MPa. Mez kluzu ($R_{p0,2}$) poklesla z hodnoty 1168 MPa na 1098 MPa, pokles byl v porovnání s mezí pevnosti výraznější, 70 MPa. Jako v případě materiálu Ti Grade 2 došlo ke zvýšení poměru mezi mezí pevnosti a mezí kluzu z hodnoty 1,04 na 1,1. Tento poměr se s delší výdrží neměnil. Další pokles meze pevnosti byl sledován po třech hodinách, mez pevnosti byla 1146 MPa, mez kluzu 1014 MPa. Delší výdrže již nevedly k významným změnám. Tažnost A_5 se délkou výdrže neměnila. Podobný trend výsledků byl sledován i pro teplotu 300 °C (**Obr. 109 b**). Pokles meze pevnosti po jedné hodině byl z hodnoty 1250 MPa na 1137 MPa, tedy o 112 MPa. Mez kluzu poklesla z hodnoty 1168 MPa na 991 MPa, pokles o 177 MPa. Je patrné, že vyšší teplota vede k vyššímu poklesu mechanických vlastností. Poměr mezi mezí pevnosti a mezí kluzu narostl z hodnoty 1,04 na 1,14. V porovnání s prvním režimem (250 °C/1

hodina/vzduch) je nárůst poměru výraznější. Delší výdrže na teplotě 300 °C již k významným změnám nevedly, materiál se tak jevil jako teplotně stabilní.

Na základě analýzy vlivu TZ na mechanické vlastnosti byl pro zkoušky únavy a biokompatibility aplikován režim 250 °C / 1 hodina / vzduch (Vzorek: Ti Gr4 CON 1 + RK). Mez pevnosti pro tento režim byla 1216 MPa. Mez kluzu byla 1098 MPa. Struktura vzorku po tepelném zpracování je uvedena na **Obr. 109 c** a **Obr. 109 d**. V podélném směru (**Obr. 109 c**) lze pozorovat mírně protáhlá zrna s výraznější texturou bazálních rovin (001). V příčném směru je struktura uvedena na **Obr. 109 d**. Protáhlá zrna v podélném řezu mely velikost 780 ± 650 nm. Ve směru příčném byla střední velikost zrn 380 ± 220 nm.



Obr. 109 Vliv tepelného zpracování na vlastnosti ultra až nano jemnozrnného Ti Garde 4. a. Vliv výdrže při teplotě 250 °C na mechanické vlastnosti polotovaru. b. Vliv výdrže při teplotě 300 °C na mechanické vlastnosti polotovaru. c. Struktura vzorku Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ v podélném směru. d. Struktura vzorku Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ v příčném směru.

7.2.3 Únavové vlastnosti

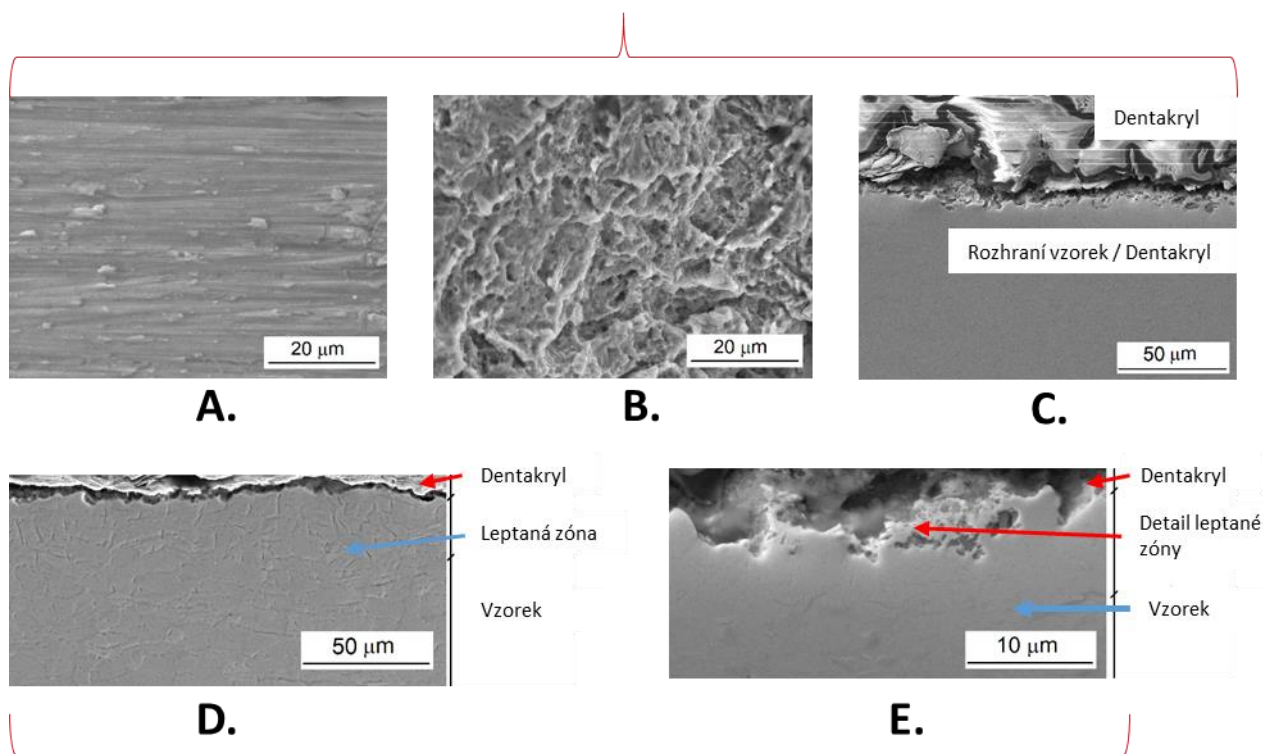
Zkoušky únavy byly provedeny na výchozím stavu materiálu Ti Grade 4 a na vzorcích, které byly podrobeny jednomu průchodu pomocí Conform SPD, rotačnímu kování a tepelnému zpracování (250 °C/1 hodina/vzduch). Jedná se o vzorky s označením Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ. Mechanické vlastnosti (výsledky tahových zkoušek) jsou uvedeny v **Tab. 16**. Tabulka obsahuje výsledky před a po tepelném zpracování.

Tab. 16 Mechanické vlastnosti ultra až nano jemnozrného titanu grade 4 před tepelným zpracováním a po tepelném zpracování.

Vzorek	Stav	R _m [MPa]	R _{p0,2} [MPa]	A5 [%]	Z [%]	R _m /R _{p0,2}
1	Ti Gr 4 CON 1 + RK	1250	1198	9,8	52,5	1,04
2	Ti Gr 4 CON 1 + RK + TZ	1216	1098	12,1	56,2	1,1

Za účelem posouzení vlivu povrchu na únavové charakteristiky byly provedeny dva typy úprav. V prvním případě byl únavový vzorek konvenčně obroben a následně broušen, (**Obr. 110 a, Obr. 110 b, Obr. 110 c**). Drsnost vzorku byla R_a 0,8. Povrch druhého vzorku byl připraven dle procedury, která odpovídá technologickému postupu úpravy povrchu skutečného implantátu. Vzorek byl pískován částicemi SiO₂ o velikosti 0,2 až 0,4 mm při tlaku 8 atmosfér. Následné leptání bylo provedeno pomocí H₂SO₄ dle interních postupů firmy Medico Dent s.r.o.. Drsnost povrchu R_a byla 0,6. Povrch je uveden na **Obr. 110 d.** a **Obr. 110 e.** Vzorek broušený vykazuje charakteristické stopy po obrábění a broušení. Vzorek, který byl zpracován dle procedury pro implantát, vykazuje charakteristickou topografii po leptání. Zkoušky únavy byly provedeny pro výchozí stav materiálu (Vzorky: Ti Garde 4 a Ti Grade 4 (leptaný)) a pro vzorky po jednom průchodu Conform SPD, po rotačním kování a po TZ (Vzorky: Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ a Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ (leptané)). Označení leptané reprezentuje povrch, který odpovídá standartnímu povrchu zubního implantátu (Pískování + Leptání).

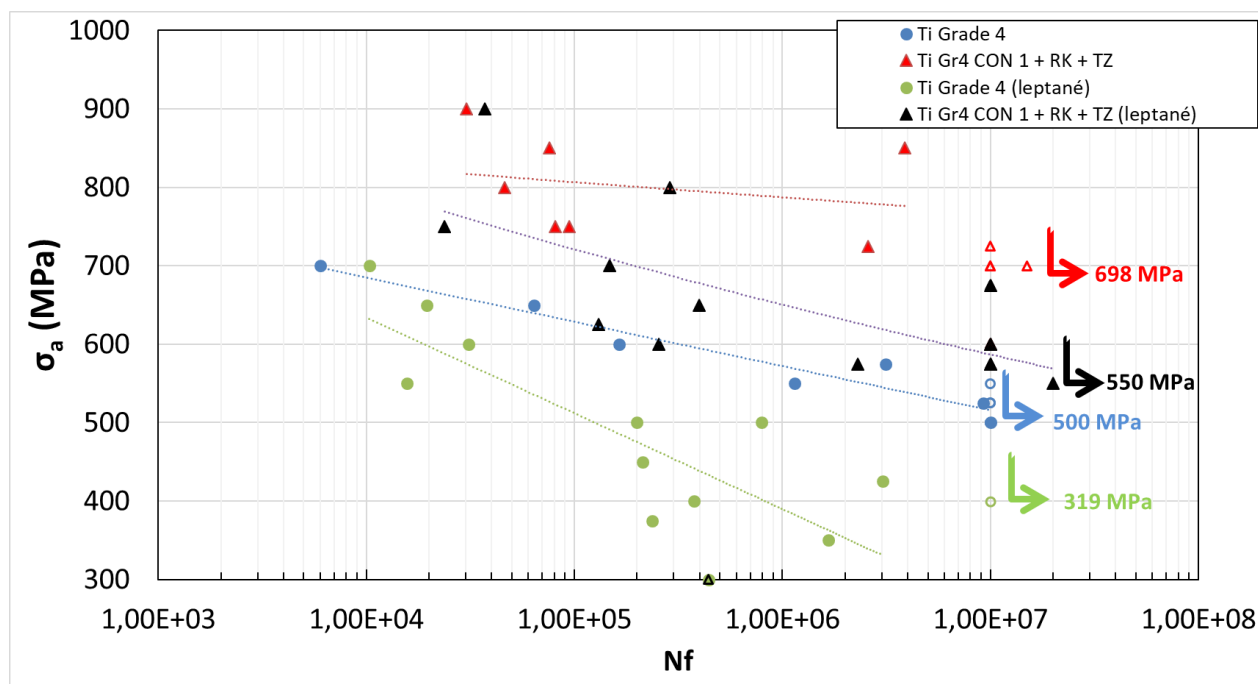
A, B, C - Obrobeno a broušeno



D, E- Obrobeno, broušeno, pískováno a leptáno (Povrch „Implantát“)

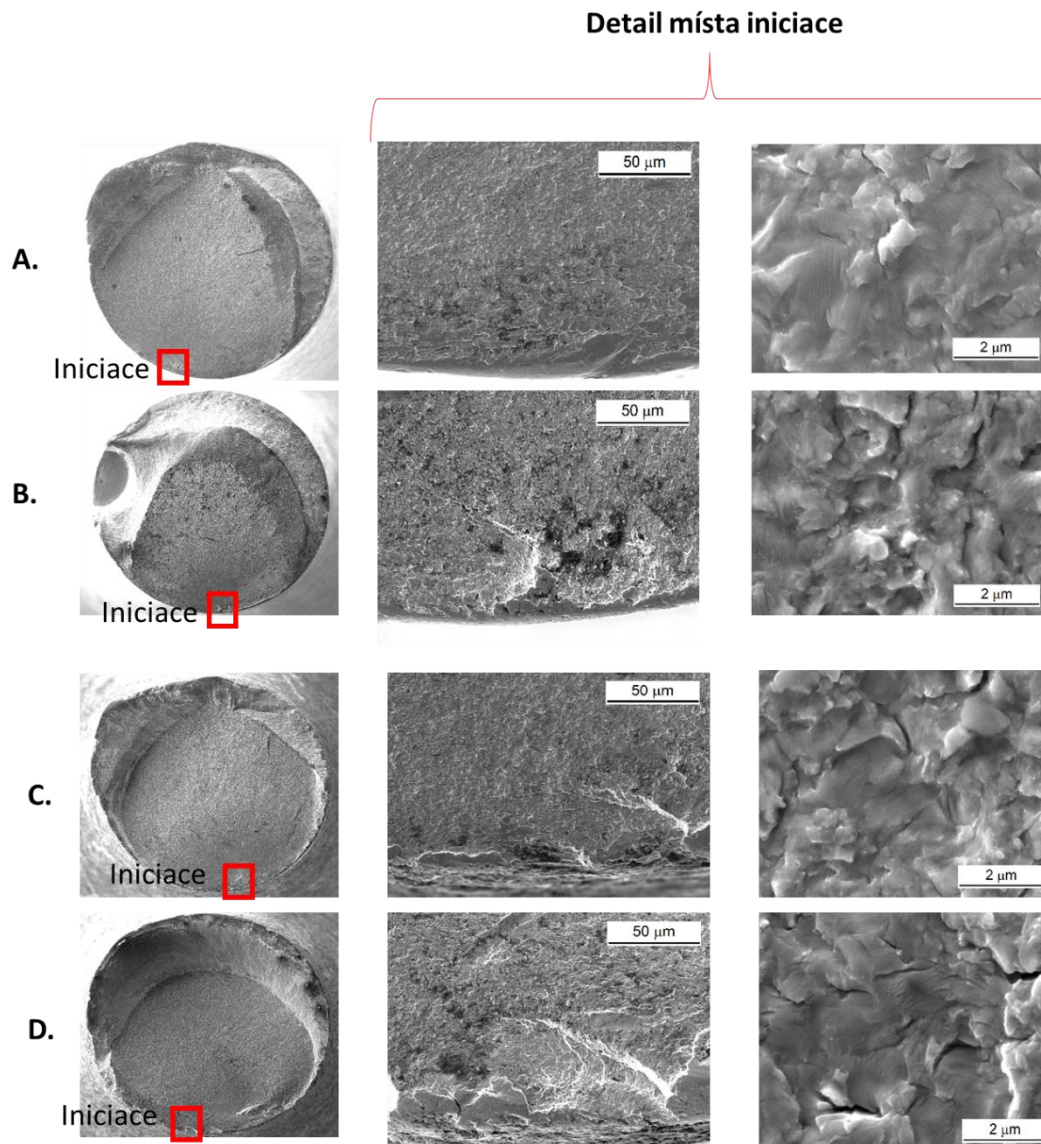
Obr. 110 a., b, c. Stav povrchu obrobeného a broušeného vzorku. d, e. Stav povrchu po pískování a leptání (Povrch „Implantát“).

Výsledky zkoušek únavy jsou uvedeny na **Obr. 111**. Výchozí stav materiálu Ti Grade 4 měl hodnotu meze únavy σ_c 500 MPa (Ti Grade 4). Zpracovaný materiál s ultra až nano jemnozrnnou strukturou (Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ) dosáhl hodnoty σ_c 698 MPa. Nárůst o téměř 200 MPa v porovnání s výchozím stavem materiálu. Vzorky, které měly povrch odpovídající zubnímu implantátu (leptané), vykazovaly významné snížení meze únavy. Výchozí stav s leptaným povrchem (Ti Grade 4 (leptané)) dosáhl meze únavy σ_c 319 MPa. Mez únavy je tak 181 MPa nižší v porovnání s výchozím stavem materiálu s broušeným povrchem. Mez únavy σ_c vzorku s ultra až nano jemnozrnnou strukturou (Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ (leptané)) s leptaným povrchem byla 550 MPa. Stejný stav materiálu s pouze broušeným povrchem vykazoval mez únavy o 148 MPa vyšší. Dále u vzorků, které byly leptány (povrch „Implantát“), byly sledovány značné výkyvy na různých hladinách zatížení. Lze pozorovat vzorky, u nichž došlo při vyšší hladině zatížení k porušení po více cyklech než u vzorků s nižší hladinou zatížení.



Obr. 111 S – N křivky pro: a. Výchozí stav materiálu Ti Grade 4, b. Výchozí stav materiálu Ti Grade 4 s leptaným povrchem (Ti Grade 4(leptané)), c. Materiál po jednom průchodu Conform SPD, po rotačním kování a po TZ (Ti Gr 4 CON 1 + RK + TZ), d. Materiál po jednom průchodu Conform SPD, po rotačním kování a po TZ s leptaným povrchem (Ti Gr 4 CON 1 + RK + TZ (leptané)).

SEM snímky lomových ploch vzorků po hodnocení únavy jsou uvedeny na **Obr. 112**. Únavové porušení bylo ve všech případech iniciováno od povrchu. Únavové trhliny pro vzorky výchozího stavu materiálu (**Obr. 112 a** a **Obr. 112 b**) se šířily po hranicích zrn, tedy interkrytalickým mechanismem. Na **Obr. 112 a** je uveden vzorek s broušeným povrchem. Na **Obr. 112 b** je uveden vzorek s leptaným povrchem. Porušení v obou případech vykazovalo podobný charakter. Vliv povrchu na způsob porušení nebyl pozorován. Na **Obr. 112 c** a **Obr. 112 d** jsou uvedeny lomové plochy vzorků s ultra až nano jemnozrnnou strukturou (Vzorky: Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ). Broušený povrch odpovídá **Obr. 112 c** a leptaný povrch **Obr. 112 d**. Ve všech případech bylo únavové porušení iniciováno z povrchu. Mechanismus porušení se však pro ultra až nano jemnozrnnou strukturu lišil. Trhliny se šířily transkrytalickým porušením.



Obr. 112 Snímky porušení únavových vzorků pro stav Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ. a. Ti Grade 4, b. Ti Grade 4 (leptané), c. Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ, b. Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ (leptané).

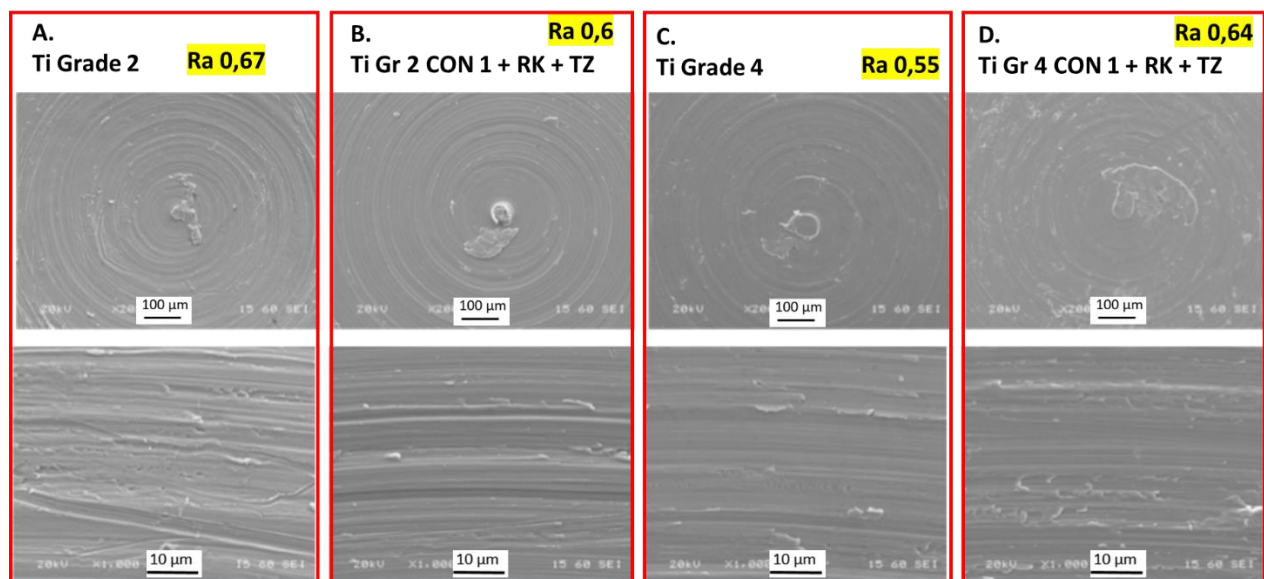
8 Hodnocení biokompatibility

V rámci hodnocení biokompatibility byly provedeny zkoušky proliferace osteoblastů a osteointegrace. Proliferace osteoblastů byla analyzována pro oba zkoumané materiály Ti Grade 2 a Ti Grade 4. Testy byly provedeny pro stavy před a po zpracování (Conform SPD + RK +TZ). Osteointegrace byla provedena pouze pro materiál Ti Grade 4. Hodnocení bylo provedeno pro stav před a po zpracování (Conform SPD + RK +TZ).

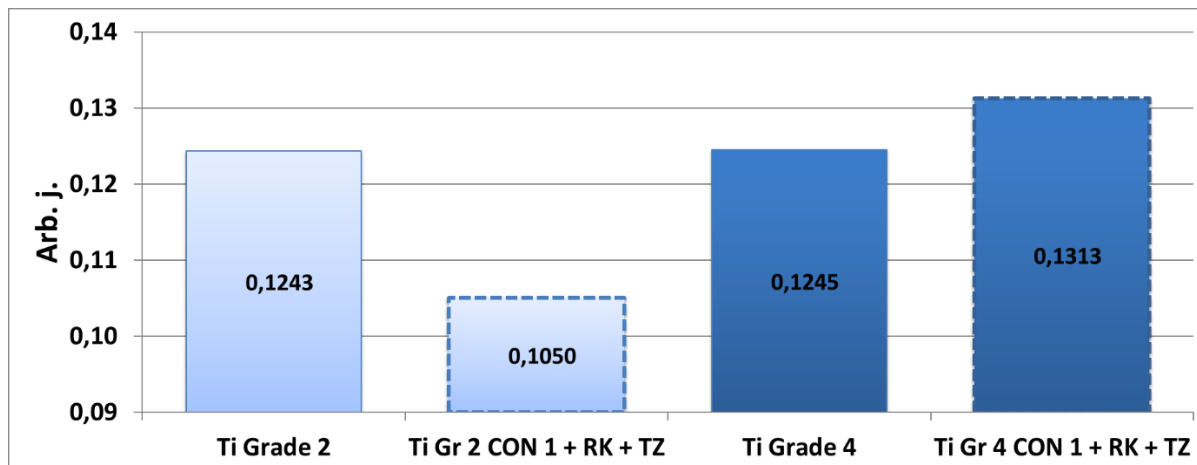
8.1 Proliferace osteoblastů

Zkoušky proliferace osteoblastů byly provedeny pro stavy před a po zpracování pro oba zkoumané materiály Ti Grade 2 a Ti Grade 4. Vzorky byly zpracovány jedním průchodem pomocí Conform SPD, rotačně kovány a tepelně zpracovány (viz **Tab. 12**). Zkoušky byly provedeny na válcových vzorcích s průměrem 4,4 mm a výškou 2,5 mm. Ty byly obrobeny, následně metalograficky broušeny a leštěny. Dosažené drsnosti a snímky povrchů jsou uvedeny na **Obr. 113**. Popis testu proliferace osteoblastů je detailně popsán ve společně publikaci [100]. Testy byly provedeny ve spolupráci s Ústavem Lékařské Chemie a Biochemie v Plzni.

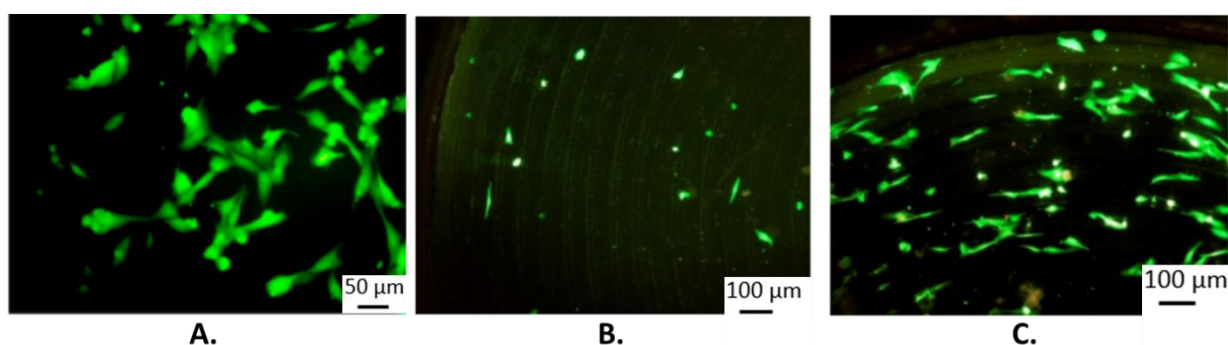
Hodnocení je uvedeno na **Obr. 114** pomocí sloupcového grafu. Výsledky jsou interpretovány pomocí arbitrární jednotky. Rozdíly mezi sledovanými stavy byly minimální. Například pro Ti Grade 2 byla proliferace lepší než pro stav zpracovaný (Ti Gr 2 CON 1 + RK + TZ). Rozdíl byl však 0,0193 arbitrární jednotky. Opačné výsledky byly sledovány pro Ti Grade 4. Zpracovaný vzorek (Ti Gr 4 CON 1 + RK + TZ) vykazoval zlepšený růst buněk o 0,0068 arbitrární jednotky. Stavy osteoblastů po testech jsou uvedeny na **Obr. 115**. Ze snímků je patrná snížená schopnost růstu osteoblastů pro ultra až nano jemnozrný Ti Grade 2 (Ti Gr 2 CON 1 + RK + TZ), **Obr. 115 b**, v porovnání s referenčním vzorkem (**Obr. 115 a**) a s ultra až nano jemnozrným Ti Grade 4 (Ti Gr 4 CON 1 + RK + TZ), **Obr. 115 c**. Testy tak nepotvrdily zvýšenou schopnost proliferace osteoblastů pro ultra až nano jemnozrný materiál.



Obr. 113 Snímky povrchu z elektronového řádkovacího mikroskopu před aplikací osteoblastů. Povrch: Metalograficky broušeno a pískováno. a. Ti Garde 2, b. Ti Gr2 CON 1 + RK + TZ, c. Ti Grade 4, d. Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ.



Obr. 114 Hodnocení proliferace osteoblastů pro různé stavy materiálu a povrchů.



Obr. 115 Osteoblasty na různých površích. a. Kontrolní buňky na plastické buněčné destičce, b. Ti Gr2 CON 1 + RK + TZ, c. Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ.

8.2 Hodnocení osteointegrace

Hodnocení osteointegrace bylo provedeno pouze pro materiál Ti Grade 4 z důvodu finanční dostupnosti. Byly porovnány stavy se standardní strukturou a s ultra až nano jemnozrnnou strukturou.

Popis vzorků

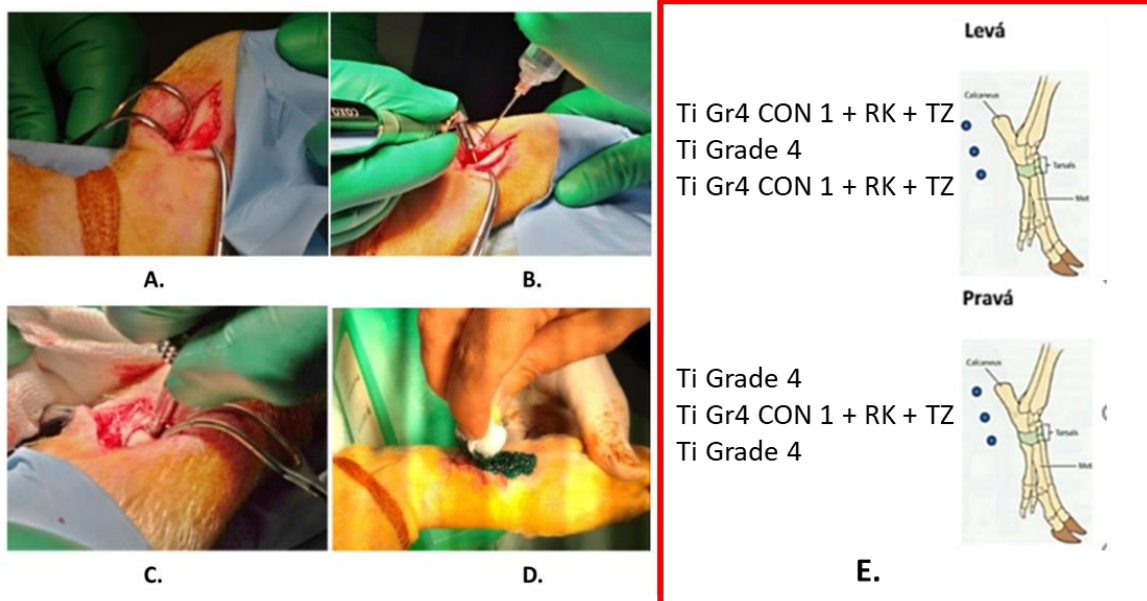
Hodnocení osteointegrace bylo provedeno ve spolupráci s Ústavem Lékařské Chemie a Biochemie v Plzni. Vyhodnocení bylo provedeno metodou BIC. Pro pokus byl vybrán enoseální implantát o délce 10 mm a průměru 3,8 mm, který na zakázku vyrobila firma MedicoDent s.r.o. z dodaných experimentálních materiálů. Jednalo se o dva typy materiálů, a sice klasický Ti Grade 4 a jeho ultra až nanostrukturální verzi (Ti Gr 4 CON 1 + RK + TZ). Všechny vzorky byly zbaveny otřepků z obrábění, standardně opískovány a leptány dle interních předpisů firmy Medico Dent s.r.o.. Na **Obr. 116** je výřez z projektové dokumentace s tvarem implantátu. Vlastní implantát a krycí šroubek je pak na obrázku vpravo. Krycím šroubkem se provizorně uzavírá implantát na dobu hojení. Pro možnost statistického vyhodnocení experimentu byl zvolen celkový počet 18 implantátů, 9 implantátů z výchozího Ti Grade 4 a 9 implantátů z nano Ti Grade 4 (Ti Gr 4 CON 1 + RK + TZ).



Obr. 116 Projektová dokumentace použitého implantátu a vlastní použitý implantát ve variantě nano Grade 4 (Vzorek: Ti Gr 4 CON 1 + RK + TZ) s krycím šroubkem.

Umístění implantátů

Některé studie využívají implantaci do mandibuly, ovšem s přístupem z vnější strany, jiné zavádějí implantát do frontální kosti lebky. Při implantaci bylo snahou využít co nejméně invazivní postup. Z toho důvodu bylo zvoleno umístění implantátů do metatarsu. Metatarsus minimiprasete je poměrně masivní kost, která pro implantát výše uvedených parametrů zcela vyhovuje. Je k ní také velmi dobrý přístup na rozdíl od tibie nebo femuru, které jsou v hloubce pod značnou vrstvou svaloviny. Do každého metatarsu byly umístěny tři implantáty, mezi nimiž byl nechán prostor přibližně 1 cm tak, aby bylo možno posléze provést zpracování vzorků pro histologické vyšetření. Implantáty byly do nohou minimiprasat umístěny tak, že v levé končetině byly laterálně dva vzorky z ultra až nano jemnozrného titanu (Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ) a mediálně kontrolní vzorek z běžného titanu (Ti Grade 4). Do pravé nohy byly pak implantáty umístěny obráceně, tedy dva vnější z Ti Grade 4 a střední z ultra až nano jemnozrného titanu (Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ). Každé minimiprasat tak mělo po operaci implantováno po šesti kusech implantátů, tři ze standardního Ti Grade 4 a tři z ultra až nano jemnozrného titanu (Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ). Na **Obr. 117 e** je uvedena identifikace umístění implantátů a jejich typů.



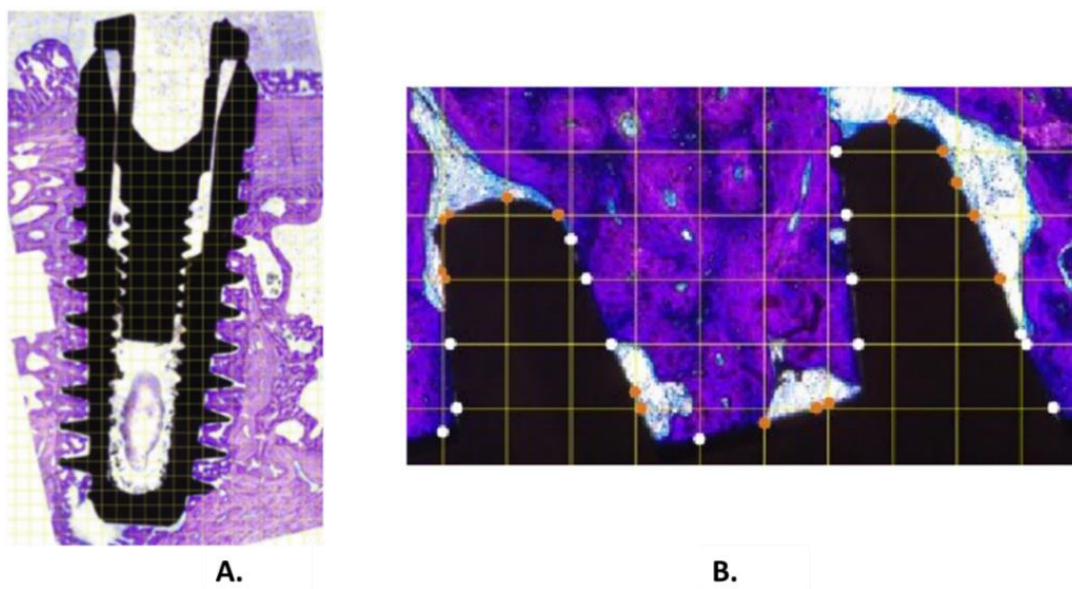
Obr. 117 a. Incize kůže a preparace měkkých tkání, odklopení mukoperiostu vedoucí k odhalení kosti pro implantaci; b. vrtání do kosti pilotním a spirálovým vrtákem; c. jednoduchý implantát s aplikátorem; d. zašití a dezinfekce operační rány; d. Umístění implantátů v pravé a levé zadní končetině minimiprasete.

Jak se ukázalo po operaci, zvolený experimentální postup je velmi šetrný, všechna zvířata se již druhý den po operaci bezproblémově na nohy postavila. Postup implementace experimentálních implantátů je uveden na **Obr. 117**.

Histologické hodnocení

Vypreparované kosti s implantáty byly zality a nařezány na tkáňové bločky podle procedury popsané v metodice. Podélný řez implantátu v kosti byl posléze broušen a leštěn a následně nalepen na mikroskopické sklíčko. Druhý řez byl pak veden rovnoběžně s rovinou podložního sklíčka ve vzdálenosti přibližně 100 – 300 μm . Tento druhý řez se opět brousí, až vznikne výsledná tloušťka vzorku asi 50 – 30 μm . Vzorky byly leštěny poloautomatickou bruskou, která má brusné papíry pro broušení a leštění připevněny k rotující desce a vzorky jsou tlačeny směrem k ní, aby byl zachován rovnoměrný přitlak a tím i rovnoběžnost broušených ploch.

Kvantitativní hodnocení osteointegrace bylo provedeno stereologickou metodou vyšetřující kontakt kost – implantát (BIC). Každý obarvený výbrus byl naskenován ve vysokém rozlišení na speciálním skeneru pro histologická sklíčka. Na **Obr. 118 a** je obarvený celý výbrus jednoho z implantátů elektronicky pokrytý vrstvou stereologické sítě tak, že počet odečítaných bodů je vyšší než 150, aby bylo docíleno statisticky nezávislého hodnocení. Na **Obr. 118 a** je pak zobrazena zvětšenina s pohledem na jedno rozmezí mezi závitů. V detailu jsou vidět kontaktní body mezi přiloženou sítí a povrchem (podélným obvodem) implantátu. Bílé body znázorňují kontaktní místa, kde je k povrchu implantátu přímo přirostlá mineralizovaná tkáň. Oranžové body jsou pak v místech, kde k implantátu přiléhá nemineralizovaný osteoid nebo vazivové struktury. Sečtením všech bílých bodů získáme hodnotu BC, sečtením všech oranžových a bílých bodů dohromady získáme hodnotu IL. Jejich podíl, tedy BC/IL pak udává hodnotu, která, vyjádřená v procentech, odpovídá kontaktu mezi kostí a implantátem BIC.



Obr. 118 Histologický výbrus obarvený dle Giemsy

V **Tab. 17** jsou vyjádřeny průměrné procentuální hodnoty BIC implantátů zavedených do experimentálních miniprasat v *in vivo* pokuse. Pro ultra až nano strukturní titan (Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ) vyšla hodnota BIC o 9 % vyšší, lze tak předpokládat, že spojení tkáně s nano strukturovaným povrchem je kvalitnější.

Tab. 17 Hodnocení osteointegrace implantátů metodou BIC.

Materiál	BIC [%]	∅
Ti Grade 4	41,1	p < 0,001
Ti Gr4 CON 1 + RK + TZ	50,1	

9 Diskuze výsledků

Disertační práce pojednává o vývoji komplexního procesu kontinuální výroby ultra až nano jemnozrnného titanu pro účely výroby medicínských implantátů. V rámci práce byl navržený proces aplikován pro komerčně čisté titany Grade 2 a Grade 4. Proces výroby se skládá ze dvou stěžejních technologií. První technologií je Conform SPD, druhou technologií je rotační kování za studena. Technologie Conform SPD byla úspěšně vyvinuta v rámci disertační práce. Vývoj spočíval v modifikaci nástrojů konvenčního procesu rotačního protlačování Conform, tak aby bylo docíleno podmínek intenzivní plastické deformace a docházelo tak k rapidnímu zjemňování výchozí struktury materiálu. Nástroje byly vyvinuty a navrženy, tak aby odolávaly vysokému zatížení a zároveň docházelo ke zjemnění struktury na úroveň stovek nanometrů. Tyto podmínky byly docíleny a již po prvním průchodu zařízením docházelo ke zjemnění zrn na velikost $<1 \mu\text{m}$. V dalším kroku bylo docíleno dalšího zpevnění (zjemnění struktury) rotačním kování za studena. Rotační kování za studena vede ke deformačnímu zpevnění, kdy dochází vlivem redukce polotovaru ke zpevňování polotovaru. Návrh nástrojů a celého procesu je stěžejním bodem disertační práce.

Další body diskuze popisují návrh procesu a nástrojů a s tím spojené hodnocení mechanických a strukturních vlastností. Procesní kroky byly doprovázeny strukturním hodnocením pomocí transmisní elektronové mikroskopie, řádkovací elektronové mikroskopie a rentgenové difrakční analýzy. Pro makroskopické hodnocení byla použita konvenční světelná mikroskopie. Mechanické vlastnosti byly hodnoceny zkouškami tahem po všech procesních krocích. Na finálních polotovarech určených k výrobě zubních implantátů byly provedeny navíc zkoušky únavy a zkoušky biokompatibility. Zkoušky únavy byly provedeny s konvenčními vzorky s pouze broušeným povrchem, ale i pro vzorky jejichž povrch odpovídal reálným zubním implantátům. Zkoušky biokompatibility se skládaly ze zkoušek proliferace osteoblastů a osteointegrace.

Vývoj nástrojů a procesu Conform SPD

V první části DP byl proveden geometrický návrh nástrojů pro zařízení Conform. Návrh nástrojů a výpočty pomocí FEM softwaru byly provedeny pouze pro materiál Ti Grade 2. Ti Grade 2 byl volen v počátku vývoje z důvodu nižšího zatížení nástrojů během procesu tváření v porovnání s materiálem Ti Grade 4. Prvotní experimenty s Ti Grade 4 vedly k okamžité destrukci nástrojů, tím k přerušení procesu. Experimenty s Ti Grade 2 byly procesně jednodušší a vedly k pochopení souvislostí procesu, tím k možné definici podmínek i pro obtížněji tvařitelnější Ti Grade 4.

Celkově byly hodnoceny čtyři koncepty nástrojů za účelem zjištění vlivu geometrických parametrů na rozložení teploty, deformační rychlosti, skutečné deformace a zatížení nástrojů. Výpočty dále obsahovaly analýzy pravděpodobnosti porušení polotovaru. Hodnocení bylo provedeno pomocí FEM softwaru DEFORM 3D. Materiálový model byl vytvořen v softwaru JMATPro. Hodnocení návrhu nástrojů je shrnuto v **Tab. 18**. Charakteristickým parametrem hodnocených návrhů byl protlačovací poměr (vstupní průměr polotovaru / výstupní průměr polotovaru). V případě disertační práce se jednalo o poměr charakteristického rozměru zásobníku protlačovací komory k průměru průvlastku (výstupní kanál materiálu). Při snižujícím se průměru průvlastku a rostoucím rozměru komory tento poměr roste. Z hlediska procesu tváření se to projeví na zvýšení tlaku v tvářecí komoře. U konvenční technologie ECAP může být tento parametr přirovnán k zařazení protitlaku v tvářecí zápusťce (Píst působící proti

materiálu ve výstupním kanálu zápusťky ECAP). Tento parametr pozitivně ovlivňuje stav napjatosti v tvářecí komoře [101]. Zvyšující se protlačovací poměr tak vedl k výraznému zlepšení jakosti povrchu. To bylo dáno snížením nepříznivé tahové složky napětí v horní oblasti tvářecí komory (**Obr. 59**). Toto pozorování bylo verifikováno i reálnými experimenty, kdy nejvyšší jakosti bylo docíleno pro geometrii nástrojů D (Protlačovací poměr 0,9) (**Tab. 18**). Povrch polotovaru byl výrazně lepší. Tahová složka se blížila nule v kritické části komory (horní polovina polotovaru). Nadměrné zvýšení redukce (Geometrie nástrojů D) v oblasti průvlastku (protlačovacího poměru) však vedlo ke snížení dosažených mechanických vlastností prvním průchodem. To je dokladováno opět v **Tab. 18** při porovnání dosažené pevnosti (R_m) pro geometrie nástrojů A a D. Z výsledků je patrné, že pevnost byla o více než 100 MPa nižší. Z hlediska hodnocení procesu byl geometrický návrh nástrojů D blízký konvenčnímu protlačování a lze předpokládat aktivaci rekrytalizačních procesů vzhledem k dosaženým vlastnostem. Teplota pro uspořádání nástrojů D dosahovala až 700 °C, skutečná deformace dosahovala až stupně 10. Při zvážení dosažených mechanických vlastností a dosažené jakosti povrchu bylo nejlepších výsledků dosaženo pro geometrii nástrojů C (protlačovací poměr 1,1). Z pozorování tak plyne, že je nutno respektovat protlačovací poměr. Pro proces Conform SPD se jeví jako optimální protlačovací poměr 1 až 1, 1. Překročení této hodnoty vede ke snížení úrovně dosažených mechanických vlastností. To je dáno pravděpodobně aktivací dynamických procesů rekrytalizace, které jsou charakteristické pro tváření za tepla. Hodnoty nižší než 1 na druhé straně vedou ke zvýšení nepříznivé složky tahové napjatosti a tím k nadměrné tvorbě vad, které musí být mechanicky odstraněny (Obrábění, Broušení).

Pro detailní hodnocení mechanických a strukturních vlastností byla vybrána geometrie nástrojů A navzdory zhoršené jakosti povrchu. Pro toto uspořádání nástrojů dochází ke zvýšení průměru polotovaru po tváření z průměru 10 mm na 11 mm. Průměr 11 mm umožňuje opětovné zpracování materiálu, tím že dojde k dostatečnému zatlačení polotovaru do drážky tvářecího kola kladkou při opětovném vložení do zařízení. Opětovně protlačování není možné docílit pro geometrie nástrojů s vyšším protlačovacím poměrem než 0,9. V rámci práce bylo provedeno hodnocení mechanických a strukturních vlastností s geometrií nástrojů A pro jeden až tři průchody pro oba zkoumané materiály Ti Grade 2 a Ti Grade 4.

Z hlediska termodynamických parametrů tváření bylo zajímavé sledovat vypočtenou teplotu procesu pomocí numerické simulace. Ta dosahovala teplot 500 – 600 °C (**Tab. 18**). Tato teplota byla docílena, ačkoli byl uvažován vstupní polotovar s pokojovou teplotou bez vnějšího předehřevu tvářecí komory při protlačování. Teploty dosahované pro podobnou metodu ECAP jsou výrazně nižší, což je dáno přerušovaným charakterem procesu, kdy je deformační teplo ihned odvedeno ocelovou zápusťkou. Kontinuální charakter procesu Conform SPD udržuje zmíněný rozsah teplot během procesu tváření. Reálná teplota odečtená termočlánkem byla v rozsahu 200 – 250 °C, avšak byla měřena 40 mm od tvářecí komory na tvářecím nástroji (Abutment). Teplota odečítaná termočlánek byla dosažena procesem, externí ohřev nebyl během procesů aplikován (během produktivní části procesu). Teplota analyzovaná FEM softwarem reflektovala teplotu v průřezu polotovaru. FEM softwary uvažují, že 90 % vložené energie je převedeno na teplo a zbytek je akumulován na plastické přetvoření kovu [102]. Lze tedy předpokládat, že aktuální teplota polotovaru v oblasti komory může opravdu těchto teplot dosahovat vzhledem k vysokému stupni přetvoření. Toto pozorování koreluje především se strukturním hodnocením. Dosažená struktura obsahovala poměrně velké množství rovnoosých zrn s nízkou dislokační hustotou, která byla menší než 1 μm . Zastoupení těchto zrn s přibývajícími průchody rostlo, s tím že docházelo i k mírnému hrubnutí struktury.

Struktura tak měla kombinovaný charakter s projevy dynamické rekrytalizace a intenzivní plastické deformace. Vypočtené termodynamické podmínky (T: 500 – 600 °C, skutečná deformace: 2 - 5) již vedou k aktivaci odpevňujících mechanismů, viz [19].

Dalším sledovaným parametrem byla skutečná deformace. Dosažená skutečná deformace nebyla rovnoměrná napříč průřezem tvářeného polotovaru a dosahovala hodnot v intervalu od 2,1 do 10,5. Vyšších hodnot bylo dosahováno v krajních oblastech tvářeného polotovaru. V těchto místech byla hodnota vyšší z důvodu vyšší deformační rychlosti v krajních oblastech smykové zóny, z důvodu tření a z důvodu redukce v oblasti průvluhu. Ve středové oblasti byla deformace pro všechny varianty nižší. Detailní analýza rozložení skutečné deformace je uvedena na **Obr. 62 a**. Opačný trend byl identifikován u rozložení tvrdosti. Vyšší hodnoty byly ve středu polotovaru a klesaly směrem k povrchu. Nižší hodnoty tvrdosti v oblasti povrchu byly zapříčiněny pravděpodobně urychlenou kinetikou odpevňujících procesů v této oblasti vlivem vyššího dosaženého stupně deformace. Podobné chování je sledováno u protlačování Al slitin, tento fenomén je nazýván jako „Peripheral Coarse Grained Structure“ (Hrubnutí zrna v okrajové oblasti), [103]. Hrubší zrna v oblasti povrchu byla identifikována i pomocí transmisní elektronové mikroskopie, a to především po třetím průchodu na Conform SPD. Z **Tab. 18** je patrné, že nejvyššího stupně skutečné deformace bylo dosaženo pro geometrii D, avšak dosažené mechanické vlastnosti byly nejnižší. To bylo způsobeno zařazením redukce v oblasti průvluhu, to vedlo pravděpodobně k aktivaci dynamických opevňovacích jevů. Navzdory rozdílům ve sledovaných parametrech (deformační rychlost, teplota, deformace) pro jednotlivé varianty, nebyl sledován významný vliv na dosažené mechanické vlastnosti vyjma geometrického návrhu D.

Tab. 18 Porovnání navržených geometrií nástrojů s pohledu numerické simulace a dosažených mechanických vlastností.

	*Protlačovací poměr	Deformační rychlost ve smykové zóně [1/s]	Skutečná deformace [-]	**Teplota v komoře [°C]	***Teplota Con [°C]	R _m [MPa]	R _{p0.2} [MPa]	A ₅ [%]	A _g [%]	Z [%]	Tvrdość HV 1 [-]
Geo A – Ti Grade 2	0,9	1,5 - 4,5	2,5 - 4,8	500 - 600	200 - 250	670	640	20	3,2	60	214
Geo A – Ti Grade 4	0,9	1,5 - 4,5	2,5 - 4,8	500 - 600	200 - 250	707	750	22	4,4	55,4	260
Geo B– Ti Grade 2	1,0	1,9 - 6	2,4 - 5,4	500 - 600	200 - 250	650	625	20	3,6	63	215
Geo C– Ti Grade 2	1,1	1,9 - 6,4	2,1 - 7,2	500 - 600	200 - 250	640	605	21	4,1	63	214
Geo D– Ti Grade 2	1,3	2,2 - 6,8	3,4 - 10,5	540 - 720	200 - 250	552	440	25	10,1	63	180
*vstupní průměr polotovaru/výstupní polotovaru											
**teplota vypočtená softwarem DEFORM											
*** teplota snímaná termočlánkem, odpovídá teplotě 40 mm vzdálené od komory Conformu											

Strukturní hodnocení

Zpracování titanu pomocí metody Conform SPD vedlo k výraznému zjemnění zrn již po prvním průchodu. Závislost velikosti zrn na počtu průchodů je uvedena na **Obr. 119**. Graf uvádí výsledky pro komerčně čisté titany Ti Grade 2 a Ti Grade 4. Střední velikost zrn po prvním průchodu byla 320 nm pro Ti Grade 2, pro Ti Grade 4 pak 374 nm. Výchozí velikost zrn pro oba materiály se pohybovala v rozmezí 7 až 30 μm. Po druhém průchodu již dalšího zjemnění struktury nebylo docíleno. Střední velikost zrn po druhém průchodu pro materiál Ti Grade 2 byla 340 nm. Pro materiál Ti Grade 4 byla střední velikost po druhém průchodu 374 nm. Třetí průchod pro oba sledované materiály již vedl k nárůstu střední velikosti zrn. Střední velikost zrn pro materiál Ti Grade 2 byla 420 nm po třetím průchodu. Stejně hodnoty bylo docíleno pro

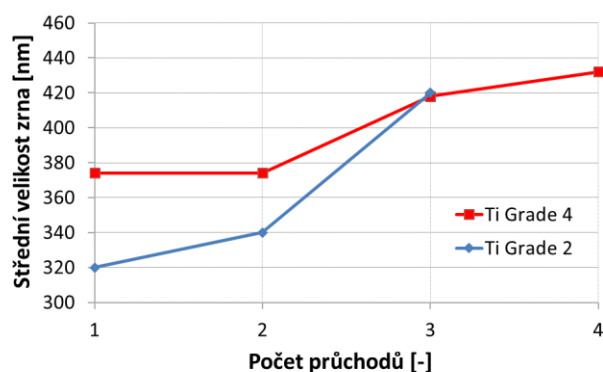
Ti Grade 4. Z pozorování plyne, že ke zjemnění dochází především prvním průchodem zařízením Conform SPD. Další průchody již ke zjemnění nevedou. Po třetím průchodu byl pozorován dokonce nárůst střední velikosti zrn. Charakter struktury po prvním průchodu byl stejný ve všech sledovaných oblastech (střed a okraj vzorku). Zkoumané oblasti byly tvořeny rovnoosými zrny s nízkou dislokační hustotou, tak oblastmi s výskytem protažených acikulárních zrn. Poměr rovnoosých zrn s nízkou dislokační hustotou rostl s přibývajícím průchodem. Po prvním průchodu nebyla sledována deformační dvojčata. Na základě toho lze předpokládat, že deformace probíhala skluzovým mechanismem. V publikaci [16] bylo sledováno, že při válcování za studena probíhá deformace dvojčatěním pouze do stupně skutečné deformace 0,5. Z **Tab. 18** je patrné, že po prvním průchodu byla skutečná deformace vyšší než 2,5. Dvojčatění, tak zřejmě nehraje významnou roli při tváření titanu pomocí Conform SPD. Tvorba struktury se tak liší s publikacemi, které popisují vývoj struktury Ti při tváření pomocí metody ECAP [104]. Ve většině případů je dokladováno, že je struktura po prvním průchodu ECAP zařízením tvořena deformačními dvojčaty. Fenomén dvojčatění pro proces Conform SPD je tak pravděpodobně potlačen z důvodu vyšší dosahované skutečné deformace a teploty generované tvářením při zpracování polotovaru.

Výpočty numerické simulace rovněž potvrdily značně nerovnoměrný charakter termodynamických podmínek deformace při tváření pomocí Conform SPD. Skutečná deformace dosahuje nejvyšších hodnot v okrajových oblastech kruhového polotovaru. Ve středové oblasti byly sledovány hodnoty nižší. Navzdory tomuto pozorování byl charakter struktury ve sledovaných oblastech obdobný. Jen po třetím průchodu byla identifikována již zmíněná hrubší struktura v oblasti povrchu. Mírné hrubnutí struktury po třech průchodech je způsobeno deformačním teplem, které je generováno tvářením v uhlové zápustce. Dle FEM simulace teplota v oblasti tvářecí komory Conformu dosahuje 500 – 600 °C. Tato teplota může při vícenásobném zpracování vést k aktivaci odpevňovacích procesů. Silně deformovaná struktura je vysoce tepelně nestabilní a vede k urychlení odpevňujících procesů [36].

Jak již bylo zmíněno, struktura je tvořena jak rovnoosými zrny s nízkou dislokační hustotou, tak zrny, která jsou silně deformovaná. Poměr deformovaných zrn s přibývajícím průchodem klesal a struktura po třech průchodech byla tvořena spíše zrny nedeformovanými a rovnoosými. Mishra a kol. [67], dále dokladují, že po dosažení jemných rovnoosých zrn SPD procesem, již nedochází ke zjemnění, tyto zrna se vícenásobným zpracováním pouze natačí vůči sousedním zrnům. Toto pozorování koreluje s dosaženou strukturou, kdy vícenásobné zpracování již nevedlo ke zjemnění struktury. Dílčí shrnutí mechanismů zjemnění, tak vede k následující hypotéze. První průchod zařízením Conform SPD vede ke zjemnění struktury především vlivem fenoménu intenzivní plastické deformace, která probíhá skluzovým mechanismem deformace. Vícenásobné zpracování vede k homogenizaci struktury s pohledu distribuce a charakteru zrn. Opakované průchody vedou k vzájemné rotaci zrn. Vzhledem k vysoké tepelné nestabilitě SPD struktury vede opakované zpracování k projevům postdynamického odpevňování vlivem zbytkového tepla po tváření. Opakované průchody Conformem tak vedou k mírnému hrubnutí struktury.

Pro porovnání, aplikace metody CONFORM ECAP, která je vyvíjena skupinou prof. Valieva [90], vykazuje rozdílný vývoj struktury v porovnání s vyvíjenou metodou Conform SPD. Struktura je při aplikaci CONFORM ECAP tvořena v prvních fází protáhlými zrny s vysokou hustotou dislokací s výskytem deformačních dvojčat [91]. Hranice zrn, po CONFORM ECAP, jsou převážně nízkoúhlé v první fázi zpracování. Při aplikaci metody Conform SPD jsou hranice

převážně vysokoúhlé, viz **Obr. 120**. Vícenásobné zpracování metodou CONFORM ECAP pak vede k postupné tvorbě rovnoosých zrn a ke zjemňování. Maximální úroveň mechanických vlastností je u polotovaru čtvercového průřezu docílena po osmi průchodech. Metodou Conform SPD je docíleno maxima pro průchodu prvním u polotovaru kruhového průřezu. Přes jistou podobnost technologií se mechanismy zjemnění struktury liší. Technologie Conform SPD se jeví jako časově a energeticky efektivnější při dosažení ekvivalentních vlastností.



Obr. 119 Vliv počtu průchodů zařízením Conform SPD na velikost zrn pro materiály Ti Grade 2 a Ti Grade 4.

Po zpracování pomocí metody Conform SPD byly polotovary dále tvářeny pomocí rotačního kování za studena. Charakter struktury se významně změnil v porovnání se strukturou dosaženou metodou Conform SPD. Rotační kování za studena vedlo k významnému nárůstu dislokační hustoty. V podélném směru byly zrna významně protáhlá. Protážení zrn odpovídalo toku materiálu při rotačním kování. Zrna po tváření již nevykazovala rovnoosý charakter. Tento aspekt se projevil na významném snížení tažnosti, ta klesla z hodnot kolem 24 % na 11 % pro oba sledované materiály. Conform SPD zpracování naopak ke snížení tažnosti nevedlo.

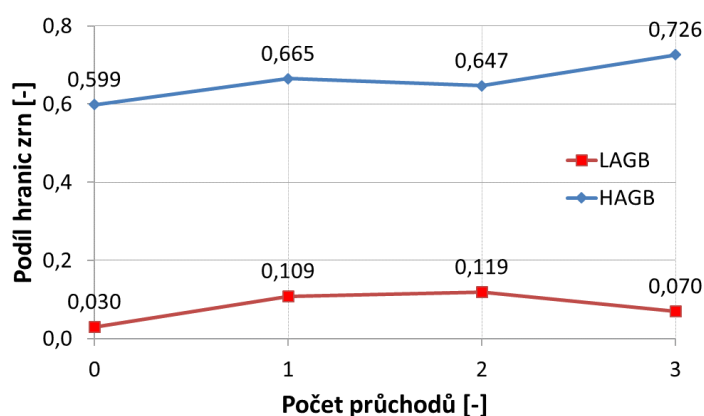
U rotačně kovaných polotovarů byla identifikována vyšší tvrdost ve středové oblasti polotovaru. Trend je tak opačný v porovnání s tažením, kdy vyšší tvrdost je docilována v oblasti povrchu. Vyšší tvrdost rotačně kovaných polotovarů ve středu byla způsobena protínáním pomyslných deformačních kuželů ve středu polotovaru. Metoda CONFORM ECAP, vyvíjená skupinou kolem prof. Valieva [91], je kombinována s tažením za tepla (450 – 500 °C). Zvýšená teplota při tažení musí být aplikována z důvodu zajištění tvářitelnosti. V našem případě je rotační kování aplikováno při pokojové teplotě. Charakter struktury a dosažené vlastnosti jsou po obou procesech ekvivalentní, s tím, že proces Conform SPD v kombinaci s rotačním kováním umožňuje dosažení vysoko pevného polotovaru výrazně nižším počtem technologických operací.

Hodnocení textury

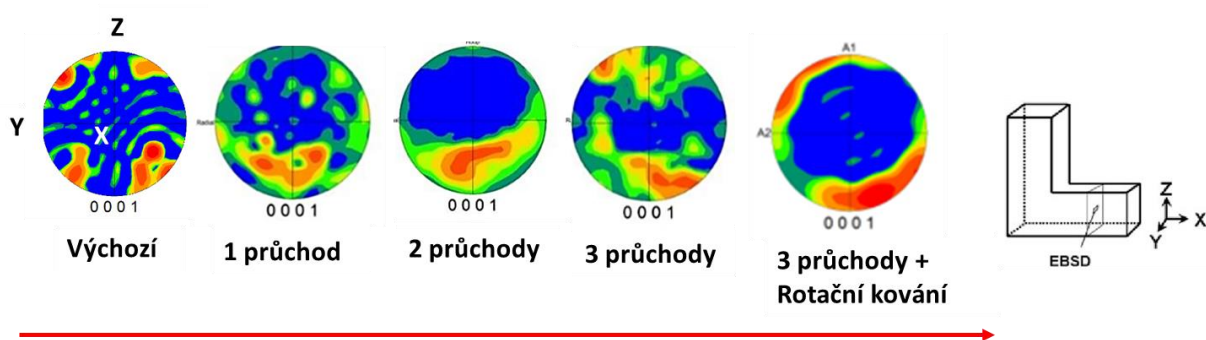
Studie strukturního chování bylo dále doplněno EBSD analýzou. Pomocí této metody byl sledován především vývoj struktury, distribuce zrn a charakter hranic zrn. Detailní studie byla provedena především pro materiál Ti Grade 2. Pro materiál Ti Grade 4 bylo provedeno především srovnání výsledků s Ti Grade 2. Charakter vývoje struktury byl pro oba materiály ekvivalentní.

Z EBSD snímků bylo patrné, že po prvním průchodu byla struktura tvořená rovnoosými i protáhlými zry. S přibývajícými průchody výskyt protáhlých zrn klesal. Po prvním průchodu byly dále sledovány velká polyedrická zrna s velikostí v jednotkách mikronů. Hranice zrn byly

převážně vysokoúhlé jako již u výchozího stavu materiálu. Po zpracování pomocí Conform SPD jejich výskyt postupně rostl, viz **Obr. 120**. Textura výchozího stavu materiálu měla typický bazální charakter. Bazální roviny HCP mřížky byly paralelní k axiálnímu směru X výchozího polotovaru. Tvářením pomocí Conform SPD vedlo k tvorbě nehomogenní textury. Vývoj textury je sumarizován na **Obr. 121** pro soubor rovin 0001. Zpracování pomocí Conform SPD vedlo k výrazné změně charakteru textury. Conform zpracování vedlo především k odlišnému upořádání rovin 0001. Tyto roviny byly po Conform zpracování natočeny od axiálního směru o 40 až 80°. Natočení se přibývajících průchody zvyšovalo. Vzhledem k rozložení textury lze předpokládat, že deformace probíhala především bazálním typem kluzu. Textura po aplikaci rotačního kování byla silně bazálního charakteru. Zpracováním došlo k výraznému usměrnění struktury. Podobné chování je při tvářením za studena pro HCP kovy běžné [16]. Struktura tak má vysokou pevnost při značné anizotropii vlastností. To dokladují i dosažené mechanické vlastnosti, pevnost v případě Ti Grade 2 dosáhla 1072 MPa a tažnost 11 %. Pro porovnání, po Conform SPD zpracování byla tažnost 24 %.



Obr. 120 Vliv počtu průchodů zařízením Conform SPD na charakter hranic zrn pro Ti Grade 2.



Obr. 121 Vliv počtu průchodů zařízením Conform SPD na charakter textury pro soubor bazálních rovin 0001 pro Ti Grade 2.

Mechanické vlastnosti

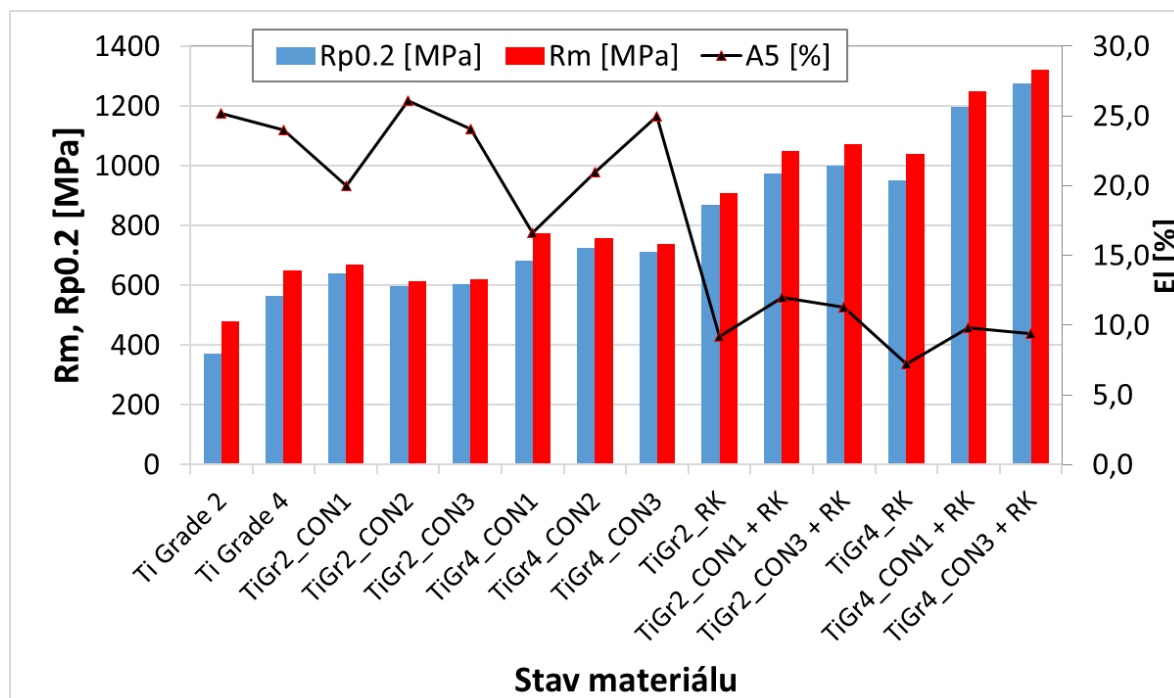
Zkoušky tahem doprovázely veškeré procesní kroky pro oba zkoumané materiály Ti Grade 2 a Ti Grade 4. Jejich shrnutí je uvedeno na **Obr. 122**. Hlavní vertikální osa zde popisuje hodnoty meze pevnosti a meze kluzu. Vertikální osa vedlejší pak tažnost. Na ose horizontální jsou popsány stavy materiálů, definice uvedených popisků je popsána v **Tab. 12**. Počáteční část popisku definuje materiál (TiGr2 / TiGr4), část prostřední počet průchodů Conform SPD (CON

1 - 3) a část poslední definuje, zda bylo zařazeno rychlokování (RK), či ne. Graf uvádí mechanické vlastnosti po rychlokování (RK) pro dosažený stupeň plošné redukce 89 %.

Výchozí pevnost Ti Grade 2 byla 480 MPa. Prvním průchodem došlo ke zvýšení pevnosti na hodnotu 669 MPa, tedy o 28 %. Pro materiál Ti Grade 4 došlo k nárůstu pevnosti z hodnoty 651 MPa na 774 MPa, nárůst o 16 %. Z porovnání plyne, že materiál Ti Grade 2 vykazuje vyšší úroveň zpevnění v procentuálním vyjádření. Střední velikost zrna po prvním průchodu byla pro oba materiály rozdílná, pro Ti Grade 2 byla 340 nm, pro materiál Ti Grade 4 byla 374 nm. Další průchody zařízením Conform SPD již ke zvýšení mechanických vlastností nevedly. Naopak došlo ke snížení meze pevnosti i meze kluzu pro oba sledované materiály. U meze pevnosti došlo ke snížení z hodnoty 669 MPa na 615 MPa, pokles u Ti Grade 4 byl z hodnoty 774 MPa na 758 MPa. Po třetím průchodu byly vlastnosti na obdobné úrovni jako po druhém průchodu. Popsané chování materiálu koreluje s vývojem substruktury, kdy po prvním průchodu bylo dosaženo střední velikosti zrna pro Ti Grade 2 - 320 nm, pro Ti Grade 4 pak 374 nm. Další průchody již ke zjemnění struktury nevedly, naopak docházelo k mírnému hrubnutí, jak již bylo zmíněno. Mechanické vlastnosti byly pro oba sledované zvýšeny bez významného snížení tažnosti materiálu. To je dáno charakterem struktury, která je tvořena převážně rovnoosými zrny. Popsaný vývoj mechanických vlastností je značně odlišný v porovnání s dostupnými publikacemi, které pojednávají o zpracování titanu pomocí SPD metod [38, 82, 91]. Pevnost u vedených publikací narůstá s průchody. V případě technologie COMFORM ECAP [91] je limitní zpevnění dosaženo pro Ti Grade 4 po osmi průchodech při dosažení meze pevnosti 1020 MPa (Střední velikost zrna 250 nm). Takovou pevnost nebylo možné technologií Conform SPD dosáhnout. To je dáno především poměrně vysokou rychlostí a produktivitou procesu, kdy je dosahováno vysoké deformační rychlosti, která generuje vysoké deformační teplo.

Jako další stupeň zpracování bylo voleno rotační kování za studena. Rotační kování bylo provedeno pro oba studované materiály po Conform SPD zpracování a pro výchozí stav. Rotační kování vedlo k významnému zpevnění materiálu. V případě Ti Grade 2, po jednom průchodu na Conform SPD a po rotačním kování při plošné redukci 89 %, bylo dosaženo pevnosti 1050 MPa (**Obr. 122**). Stejný postup zpracování byl aplikován i pro Ti Grade 4, mez pevnosti dosáhla hodnoty 1250 MPa. V obou případech již došlo k významnému snížení tažnosti. Tažnost byla pro Ti Grade 2 12 % a pro Ti Grade 4 9,8 %. To je dáno charakterem procesu, který vede k deformačnímu zpevnění, a tím k plastickému vyčerpávání materiálu. Snížená tažnost rovněž koreluje s dosaženým charakterem struktury, ta je značně usměrněná ve směru toku materiálu. Subzrna mají protáhlý charakter s vysokou dislokační hustotou. Textura má silně bazální charakter, kdy jsou bazální roviny usměrněny kolmo na axiální osu polotovaru (směr tváření). Pro porovnání bylo provedeno i samostatné rotační kování materiálů Ti Grade 2 a Ti Grade 4 ve výchozím stavu. Při použití plošné redukce 89 % bylo dosaženo pevnosti 910 MPa pro Ti Grade 2 a 1040 MPa pro Ti Grade 4. Z porovnání tak plyne, že struktura, která byla připravena metodou Conform SPD vytváří vhodný vstup pro následné rotační kování. Ultra až nano jemnozrná struktura po Conform SPD zpracování stále vykazuje dostatečnou plasticitu pro následné tváření za studena. Zpracování pomocí rotačního kování bylo voleno i po třech průchodech zařízením Conform SPD. Mez pevnosti pro Ti Grade 2 byla 1072 MPa a 1320 MPa pro Ti Grade 4. Kombinace jednoho průchodu zařízením Conform SPD a následné zpracování pomocí rotačního kování je velice efektivním způsobem výroby vysokopevných polotovarů. V porovnání metoda CONFORM ECAP [91] využívá až osm průchodů s následným tažením polotovaru za tepla. Výhodou rotačního kování je příznivý stav napjatosti při vysokých stupních přetvoření. To umožňuje provádět tváření při pokojové

teplotě. Další výhodou procesu rotačního kování je nízká úroveň tření, to je dáno inkrementálním charakterem procesu, kdy je polotovár v krátkém kontaktu s kovadly. Tváření titanu je právě vysoce obtížné z důvodu vysokého koeficientu tření v porovnání s ostatními slitinami [105]. Vysoká tendence zadírání je potlačena charakterem procesu rotačního kování.



Obr. 122 Souhrnné vyhodnocení zkoušek tahem pro Ti Grade 2 a Ti Grade 4.

Tepelné zpracování

Tepelné zpracování bylo zkoumáno z důvodu rozměrové stabilizace vysoko pevných polotovarů především po rotačním kování za studena. Tento požadavek vznikl na základě diskuze s výrobcí zubních implantátů. Jejich výroba na obráběcích centrech je velice citlivá vzhledem k přítomnosti malých osazení, či jemných závitů. Uvolnění zbytkového napětí tak může vést k deformaci finálního implantátu. Rotační kování za studena vedlo k tvorbě tlakových zbytkových napětí v polotovaru. Zbytkové napětí bylo měřeno pro materiál Ti Grade 2 pomocí rentgenové difrakční analýzy. Hodnota zbytkového napětí dosáhla -376 MPa. Za účelem navržení režimů tepelného zpracování byla provedena dilatometrická analýza. Cílem bylo determinovat oblast, která vede k uvolnění zbytkového napětí. Dilatometrická analýza byla provedena na vzorcích po jednom průchodu na Conform SPD a po rotačním kování. Chování při ohřevu bylo porovnáno s výchozím stavem materiálu. Prodlužování zpracovaného materiálu se odlišovalo od lineárního chování materiálu ve výchozím stavu. V teplotní oblasti 175 – 350 °C bylo prodlužování intenzivnější pro zpracovaný materiál, to bylo pravděpodobně dáno uvolněním zbytkových tlakových napětí. Následně byla provedena optimalizace tepelného zpracování. Cílem bylo především zachovat vysokou úroveň mechanických vlastností. Pro další experimenty byl volen režim tepelného zpracování 250 °C / 1 hodina (výdrž) / vzduch (volné chladnutí). Tento režim vedl k mírnému poklesu meze pevnosti z hodnoty 1050 MPa na 1030 MPa a k výraznějšímu poklesu meze kluzu z hodnoty 975 MPa na 865 MPa pro Ti Grade 2. Poměr mezi mezí pevnosti a mezí kluzu, tak vzrostl z 1,08 na 1,2. U materiálu Ti Grade 4 došlo k poklesu meze pevnosti z hodnoty 1250 MPa na 1216 MPa a k poklesu meze kluzu z hodnoty 1168 MPa na 1098 MPa pro stejný režim tepelného

zpracování jako v případě Ti Grade 2. Poměr mezi mezí pevnosti a mezí kluzu vzrostl z hodnoty 1,04 na 1,1. Polotovary zpracované výše zmíněným režimem tepelného zpracování (250 °C / 1 hodina / vzduch) byly použity pro zkoušky únavy a biokompatibility.

Zkoušky únavy

Výsledky hodnocení jsou sumarizovány v **Tab. 19**. Pro materiál Ti Grade 2 byla vyhodnocena únava pouze pro stav po Conform SPD (1 průchod), po rotačním kování a po tepelném zpracování (Vzorek: TiGr2_CON1 + RK + TZ). Hodnota meze únavy dosáhla hodnoty 396 MPa. Dle normy ASTM B348 je obvyklá hodnota meze únavy nezpracovaného materiálu 240 MPa. Navržené zpracování vede ke zlepšení o 156 MPa. Komplexnější hodnocení únavy bylo provedeno pro materiál Ti Grade 4. Hodnocení únavy bylo provedeno s ohledem na stav povrchu zkoušených vzorků. V případě Ti Grade 2 byl povrch broušeno. V případě Ti Grade 4 byl hodnocen stav povrchu vzorků jednak ve stavu broušeném, tak ve stavu, který odpovídal povrchu implantátu. Povrch zubních implantátů (v oblasti závitů) je ve finální fázi pískován a leptán. Pískování a leptání vedou ke specifické topografii povrchu, jež umožňuje pevné spojení mezi tkání a implantátem. Pomocí elektronové mikroskopie bylo rozpoznáno, že takto připravený povrch obsahuje velké množství poměrně hlubokých vrubů. Tento aspekt se výrazně projevil na hodnotách únavy. V případě Ti Grade 4 ve výchozím stavu byla mez únavy 500 MPa. U stejného materiálu s povrchem implantátu byla mez únavy 319 MPa. Mez únavy tak byla o 181 MPa nižší. U vzorků s ultra až nano jemnozrnnou strukturou (Vzorek: TiGr4_CON1 + RK + TZ) byla mez únavy pro vzorky s broušeným povrchem 698 MPa. Pro stejný stav materiálu s povrchem implantátu byla mez únavy 550 MPa. Hodnota tak byla nižší o 148 MPa. Z pozorování plyne, že SPD zpracování vedlo k významnému zvýšení meze únavy, kdy hodnota meze únavy byla 698 MPa, došlo ke zvýšení o 198 MPa v porovnání s výchozím stavem materiálu. Finální mez únavy je však vysoce závislá na stavu povrchu. V případě ultra až nano jemnozrnného Ti Grade 4 došlo k poklesu o 21 % při použití povrchu, který odpovídal implantátu. Zásadní je rovněž porovnání s nejvíce používanou slitinou Ti Grade 5, u které mez únavy dle UNS R56400 (ASTM Ti Grade 5) odpovídá 510 MPa. Mez únavy ultra až nano jemnozrnného Ti Grade 4 je o 188 MPa vyšší. Z tohoto pohledu je možné potencionálně toxický Ti Grade 5 nahradit ultra až nano jemnozrnným Ti Grade 4.

Tab. 19 Souhrnné vyhodnocení únavy

Vzorek	Materiál	Počet průchodů na Conform SPD [-]	Plošná redukce rotačním kování [%]	Tepelné zpracování	Stav povrchu	Rm [MPa]	Mez únavy σ_c [MPa]
TiGr2_CON1 + RK + TZ	Ti Grade 2	1	89	250°C/1 hodina/vzduch	Broušeno	1050	396
TiGr4	Ti Grade 4	0	0	NA	Broušeno	651	500
TiGr4 - IMPLANT	Ti Grade 4	-	-	-	Implantát	651	319
TiGr4_CON1 + RK + TZ	Ti Grade 4	1	89	250°C/1 hodina/vzduch	Broušeno	1250	698
TiGr4_CON1 + RK + TZ - IMPLANT	Ti Grade 4	1	89	250°C/1 hodina/vzduch	Implantát	1250	550

Biokompatibilita

Hodnocení biokompatibility se skládalo ze dvou zkoušek a bylo provedeno ve spolupráci s Ústavem Lékařské Chemie a Biochemie v Plzni. První zkouškou bylo hodnocení proliferace osteoblastů. Druhou zkouškou bylo hodnocení osteointegrace.

Hodnocení proliferace osteoblastů bylo provedeno pro oba sledované materiály Ti Grade 2 a Ti Grade 4 ve výchozím a ve zpracovaném stavu. Zpracovaný stav jako v případě zkoušek

únavy reprezentoval vzorky po jednom průchodu na Conform SPD, po rotačním kování a po tepelném zpracování. Zkoušky proliferace osteoblastů jsou založeny na principu kvantitativního hodnocení novotvoření buněk na zkoumaném povrchu. Vyhodnocení bylo provedeno pomocí arbitrární jednotky. Povrch zkušebních vzorků byl soustružený a pískovaný ($Ra\ 0,55 - 0,67\ \mu m$). V případě Ti Grade 2 došlo vlivem zpracování k poklesu arbitrární jednotky z hodnoty 0,1243 na 0,1050. V případě Ti Grade 4 naopak došlo ke zvýšení hodnoty z 0,1245 na 0,1313. Z výsledků tak není možné potvrdit zvýšenou schopnost tvorby buněk na nano strukturovaném povrchu. Hodnocení osteointegrace bylo provedeno pouze pro materiál Ti Grade 4, a to pro stav výchozí a zpracovaný. Zkoušky osteointegrace jsou založeny na principu implantace reálných implantátů do zvířat. V našem případě se jednalo o miniprasata. Hodnocení je provedeno na základě kvantifikace přímo přirostlé mineralizované tkáně. V případě ultra až nano jemnozrné struktury (implantátu) bylo potvrzeno kvalitnější spojení mezi povrchem implantátů a kostí, a to o 9 % v porovnání s výchozím stavem. Podobná pozorování byla identifikována i v jiných publikacích [1, 106].

10 Závěr

Cílem disertační práce bylo vyvinout proces umožňující kontinuální výrobu titanového polotovaru ve formě drátu s ultra až nano jemnozrnnou strukturou. Pro tyto účely bylo využito technologie Conform. Zkoumanými materiály byly Ti Grade 2 a Ti Grade 4. Nástroje a proces byly upraveny, tak aby během tváření docházelo k intenzivnímu zjemnění struktury. Nástrojové uspořádání bylo upraveno dle metody ECAP. Návrhy nástrojové komory byly provedeny pomocí numerické simulace v softwaru DEFORM 3D. Numerická simulace pomohla identifikovat termodynamické parametry procesu a jejich vliv na zatížení nástrojů a tvorbu mikrostruktury. Skutečná deformace při tváření se pohybovala v rozsahu 2 až 7. Tváření polotovarů bylo prováděno při pokojové teplotě. Dle numerické simulace teplota dosahovala až 700°C. Pomocí Conform SPD byly provedeny až tři průchody. Polotovary zpracované Conformem byly následně rotačně kovány za studena za účelem dalšího zvýšení pevnosti.

První průchod pomocí Conform SPD vedl ke zvýšení meze pevnosti u Ti Grade 2 z hodnoty 480 MPa na 669 MPa, druhý průchodem došlo ke snížení na 615 MPa a po třetím průchodu byla hodnota meze pevnosti 619 MPa. Podobný trend vykazoval i pevnější Ti Grade 4. První průchodem došlo ke zvýšení meze pevnosti z hodnoty 650 MPa na 773 MPa, po druhém průchodu byla hodnota 758 MPa a po třetím 738 MPa. Z pozorování tak plyne, že k nejvýznamnějšímu zpevnění dojde po prvním průchodu. Tyto výsledky korespondují s vývojem mikrostruktury. Střední velikost zrn po prvním průchodu byla pro Ti Grade 2 - 320 nm, pro Ti Grade 4 pak 374 nm. Výchozí velikost zrn byla pro oba materiály v rozmezí 7 až 30 μm . Po druhém průchodu již dalšího zjemnění struktury nebylo docíleno. Střední velikost zrn pro materiál Ti Grade 2 byla 340 nm. Pro materiál Ti Grade 4 byla střední velikost po druhém průchodu 374 nm. Třetí průchod pro oba sledované materiály již vedl k nárůstu střední velikosti zrn. Střední velikost zrn pro materiál Ti Grade 2 byla 420 nm. Stejně hodnoty bylo docíleno pro Ti Grade 4. Rotační kování vedlo k dalšímu zvýšení meze kluzu a meze pevnosti. V případě Ti Grade 2 bylo docíleno pevnosti 1023 MPa a 1250 MPa v případě Ti Grade 4. Tyto hodnoty byly docíleny po jednom průchodu na Conform SPD a po rotačním kování po plošné redukci 90 %. Struktura po rotačním kování byla silně orientovaná s vysokou hustotou dislokací. Textura vykazovala bazální charakter, který je charakteristický pro kovy s hexagonální mřížkou po tváření za studena. Naopak struktura po zpracování na zařízení Conform měla rovnoosý charakter. Po rotačním kování bylo provedeno tepelné zpracování polotovaru za účelem snížení zbytkového napětí a zajištění rozměrové stability pro obrábění. To vedlo k mírnému snížení pevnosti, avšak ke zvýšení poměru mezi mezí pevnosti a mezí kluzu. Vyvinutý technologický řetězec umožňující produkci vysokopevného polotovaru probíhá v následujících krocích: Conform SPD – 1 Průchod, Rotační kování při plošné redukci 90 % a tepelné zpracování na odstranění zbytkového pnutí. Z hlediska aplikace vyvinutého materiálu je pak kritickým parametrem únava. Hodnocení vysokocyklové únavy bylo provedeno na vzorcích po jednom průchodu na Conformu a po rotačním kování. Mez únavy u ultra až nano jemnozrnného Ti Grade 2 dosáhla hodnoty 396 MPa. Pro stejně zpracovaný Ti Grade 4 byla mez únavy 698 MPa. Běžná hodnota meze únavy pro Ti Grade 2 je 240 MPa, pro Ti Grade 4 pak 500 MPa. Nejčastěji používaný Ti Grade 5 dosahuje hodnoty 510 MPa v běžném tepelně zpracovaném stavu. Z hodnocení vyplývá, že především Ti Grade 4 s ultra až nano jemnozrnnou strukturou vykazuje vysoký potenciál použití.

Z hlediska hodnocení biokompatibility nebyly sledovány významné rozdíly v chování s ohledem na velikost zrna. Výsledky se jeví téměř ekvivalentní v případě hodnocení

proliferace osteoblastů. V případě hodnocení proliferace byl pozorován vyšší počet spojení o 9 % v porovnání se standartní výchozí strukturou pro Ti Grade 4.

Navržený proces se jeví, jako velice perspektivní pro budoucí implementaci. Umožňuje efektivní výrobu ultra až nano jemnozrnných materiálů ve větších objemech. Cíle práce byly zcela naplněny. Byly navrženy a prakticky ověřeny SPD technologie umožňující kontinuální výrobu polotovarů pro výrobu zubních implantátů. Ti Grade 2 a Ti Grade 4 po zpracování vykazují vyšší mechanické vlastnosti než Ti Grade 5 a mohou jej potenciálně nahradit.

11 Zdroje

- [1] ELIAS, Carlos Nelson, Marc André MEYERS, Ruslan Z. VALIEV a Sérgio Neves MONTEIRO. Ultrafine grained titanium for biomedical applications: An overview of performance. *Journal of Materials Research and Technology* [online]. 2013, **2**(4), 340–350. ISSN 22387854. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmrt.2013.07.003
- [2] OKAZAKI, Yoshimitsu, Sethumadhvan RAO, Shigeo ASAO, Tetsuya TATEISHI, Shin-ichi KATSUDA a Yuko FURUKI. Effects of Ti, Al and V Concentrations on Cell Viability. *Materials Transactions, JIM* [online]. 1998, **39**(10), 1053–1062. ISSN 0916-1821, 2432-471X. Dostupné z: doi:10.2320/matertrans1989.39.1053
- [3] DONACHIE, Matthew J. A Guide to Engineering Selection of Titanium Alloys for Design. In: Myer KUTZ, ed. *Mechanical Engineers' Handbook* [online]. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2015 [vid. 2020-04-29], s. 1–37. ISBN 978-1-118-98596-0. Dostupné z: doi:10.1002/9781118985960.meh105
- [4] SEMIATIN, S.L., ed. Forming of Titanium and Titanium Alloys. In: S.L. SEMIATIN, ed. *Metalworking: Sheet Forming* [online]. B.m.: ASM International, 2006 [vid. 2020-04-28], s. 656–669. ISBN 978-1-62708-186-3. Dostupné z: doi:10.31399/asm.hb.v14b.a0005146
- [5] WANG, Yongzhou. *Fundamentals of Recrystallization in Titanium Alloys* [online]. nedatováno. Dostupné z: https://www.research.manchester.ac.uk/portal/files/54557993/FULL_TEXT.PDF
- [6] LEYENS, Christoph a Manfred PETERS, ed. *Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications* [online]. 1. vyd. B.m.: Wiley, 2003 [vid. 2020-04-28]. ISBN 978-3-527-30534-6. Dostupné z: doi:10.1002/3527602119
- [7] ASM INTERNATIONAL, Joseph R. DAVIS a ASM INTERNATIONAL, ed. *Properties and selection: nonferrous alloys and special-purpose materials*. [10. ed.], 6. print. Materials Park, Ohio: ASM International, 2000. ASM handbook, prepared under the direction of the ASM International Handbook Committee; Vol. 2. ISBN 978-0-87170-378-1.
- [8] ŽÍDEK, Milan. *Metalurgická tvařitelnost ocelí za tepla a za studena*. Praha: Aleko, 1995. ISBN 978-80-85341-45-4.
- [9] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I*. Brno: CERM, 2003. ISBN 978-80-7204-283-8.
- [10] MOHYLA, Miroslav. *Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu: určeno pro posl. 3. a 4. roč. fak. strojní*. Ostrava: Vysoká škola báňská, 1992. ISBN 978-80-7078-138-8.
- [11] BARAL, Madhav, Takayuki HAMA, Erik KNUDSEN a Yannis P. KORKOLIS. Plastic deformation of commercially-pure titanium: experiments and modeling. *International Journal of Plasticity* [online]. 2018, **105**, 164–194. ISSN 07496419. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijplas.2018.02.009
- [12] LEE, Woei-Shyan a Chi-Feng LIN. Plastic deformation and fracture behaviour of Ti–6Al–4V alloy loaded with high strain rate under various temperatures. *Materials Science and*

- Engineering: A* [online]. 1998, **241**(1–2), 48–59. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/S0921-5093(97)00471-1
- [13] THOMAS, B. M., F. DERGUTI a M. JACKSON. Continuous extrusion of a commercially pure titanium powder via the Conform process. *Materials Science and Technology* [online]. 2017, **33**(7), 899–903. ISSN 0267-0836, 1743-2847. Dostupné z: doi:10.1080/02670836.2016.1245256
- [14] SEMIATIN, S. L., D. P. DELO, V. M. SEGAL, R. E. GOFORTH a N. D. FREY. Workability of commercial-purity titanium and 4340 steel during equal channel angular extrusion at cold-working temperatures. *Metallurgical and Materials Transactions A* [online]. 1999, **30**(5), 1425–1435. ISSN 1073-5623, 1543-1940. Dostupné z: doi:10.1007/s11661-999-0290-7
- [15] YANG, H., H. LI, J. MA, D. WEI, J. CHEN a M.W. FU. Temperature dependent evolution of anisotropy and asymmetry of α -Ti in thermomechanical working: Characterization and modeling. *International Journal of Plasticity* [online]. 2020, **127**, 102650. ISSN 07496419. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijplas.2019.102650
- [16] CHUN, Y.B., S.H. YU, S.L. SEMIATIN a S.K. HWANG. Effect of deformation twinning on microstructure and texture evolution during cold rolling of CP-titanium. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2005, **398**(1–2), 209–219. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2005.03.019
- [17] LAINÉ, Steven J. a Kevin M. KNOWLES. $\{11\bar{2}4\}$ deformation twinning in commercial purity titanium at room temperature. *Philosophical Magazine* [online]. 2015, **95**(20), 2153–2166. ISSN 1478-6435, 1478-6443. Dostupné z: doi:10.1080/14786435.2015.1051157
- [18] CLOUET, Emmanuel, Daniel CAILLARD, Nermine CHAARI, Fabien ONIMUS a David RODNEY. Dislocation locking versus easy glide in titanium and zirconium. *Nature Materials* [online]. 2015, **14**(9), 931–936. ISSN 1476-1122, 1476-4660. Dostupné z: doi:10.1038/nmat4340
- [19] MASAYUKI, Hayashi a YOSHIMURA. Recrystallization behavior of commercially pure titanium during hot rolling. nedatováno, **1994**.
- [20] SU, Juan Hua, Ya Wei HAN, Feng Zhang REN a Zhi Qiang CHEN. Dynamic Recrystallization Behavior of Pure Titanium. *Advanced Materials Research* [online]. 2014, **852**, 66–70. ISSN 1662-8985. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/AMR.852.66
- [21] KOPEC, Mateusz, Kehuan WANG, Denis J. POLITIS, Yaoqi WANG, Liliang WANG a Jianguo LIN. Formability and microstructure evolution mechanisms of Ti6Al4V alloy during a novel hot stamping process. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2018, **719**, 72–81. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2018.02.038

- [22] JUUL JENSEN, D. Annealing Textures. In: *Encyclopedia of Materials: Science and Technology* [online]. B.m.: Elsevier, 2001 [vid. 2020-04-29], s. 319–323. ISBN 978-0-08-043152-9. Dostupné z: doi:10.1016/B0-08-043152-6/00066-8
- [23] WILKINSON, A.J. Deformation Textures. In: *Encyclopedia of Materials: Science and Technology* [online]. B.m.: Elsevier, 2001 [vid. 2020-04-29], s. 2022–2026. ISBN 978-0-08-043152-9. Dostupné z: doi:10.1016/B0-08-043152-6/00368-5
- [24] LEE, H. P., C. ESLING a H. J. BUNGE. Development of the Rolling Texture in Titanium. *Textures and Microstructures* [online]. 1988, **7**(4), 317–337. ISSN 0730-3300, 1029-4961. Dostupné z: doi:10.1155/TSM.7.317
- [25] NOURBAKHS, Said a Terence D. O'BRIEN. Texture formation and transition in Cold-rolled titanium. *Materials Science and Engineering* [online]. 1988, **100**, 109–114. ISSN 00255416. Dostupné z: doi:10.1016/0025-5416(88)90245-5
- [26] JOY, J. M., J. LOWY a J. K. MANSOOR. Increased Pain Tolerance as an Indicator of Return to Work in Low-Back Injuries After Work Hardening. *American Journal of Occupational Therapy* [online]. 2001, **55**(2), 200–205. ISSN 0272-9490. Dostupné z: doi:10.5014/ajot.55.2.200
- [27] KOEHLER, J. S. The Nature of Work-Hardening. *Physical Review* [online]. 1952, **86**(1), 52–59. ISSN 0031-899X. Dostupné z: doi:10.1103/PhysRev.86.52
- [28] PARTRIDGE, P. G. The crystallography and deformation modes of hexagonal close-packed metals. *Metallurgical Reviews* [online]. 1967, **12**(1), 169–194. ISSN 0076-6690. Dostupné z: doi:10.1179/mtlr.1967.12.1.169
- [29] PLUHAŘ J. A KOL. *Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu*. nedatováno.
- [30] ABBASCHIAN, R., Lara ABBASCHIAN a Robert E. REED-HILL. *Physical metallurgy principles*. 4th ed. Stamford, CT: Cengage Learning, 2009. ISBN 978-0-495-08254-5.
- [31] GUPTA, R.K., Christy MATHEW a P. RAMKUMAR. Strain Hardening in Aerospace Alloys. *Frontiers in Aerospace Engineering* [online]. 2015, **4**(1), 1–13. ISSN 23256788. Dostupné z: doi:10.12783/fae.2015.0401.01
- [32] SALEM, Ayman A., Surya R. KALIDINDI a Roger D. DOHERTY. Strain hardening of titanium: role of deformation twinning. *Acta Materialia* [online]. 2003, **51**(14), 4225–4237. ISSN 13596454. Dostupné z: doi:10.1016/S1359-6454(03)00239-8
- [33] BHADSHIA, Harshad a Robert HONEYCOMBE. Strengthening of Iron and Its Alloys. In: *Steels: Microstructure and Properties* [online]. B.m.: Elsevier, 2017 [vid. 2020-04-29], s. 23–57. ISBN 978-0-08-100270-4. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-08-100270-4.00002-0
- [34] CAHN, R. W. a P. HAASEN, ed. *Physical metallurgy*. 4th, rev.enhanced ed vyd. Amsterdam ; New York: North-Holland, 1996. ISBN 978-0-444-89875-3.

- [35] DYAKONOV, Grigory S., Sergey MIRONOV, Irina P. SEMENOVA a Ruslan Z. VALIEV. Strengthening mechanisms and super-strength of severely deformed titanium. In: *Nanocrystalline Titanium* [online]. B.m.: Elsevier, 2019 [vid. 2020-04-29], s. 123–143. ISBN 978-0-12-814599-9. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-12-814599-9.00007-9
- [36] ZRNÍK, Josef, ČESKÁ SPOLEČNOST PRO NOVÉ MATERIÁLY A TECHNOLOGIE, technologie a výrobní procesy v České republice OBOROVÁ KONTAKTNÍ ORGANIZACE PRO MATERIÁLY a COMTES FHT (FIRMA). *Evropská strategie výrobních procesů. IV. řada, 4, IV. řada, 4.* Ostrava: Repronis, 2007. ISBN 978-80-7329-153-2.
- [37] CALLISTER, William D. a David G. RETHWISCH. *Fundamentals of materials science and engineering: an integrated approach*. 4th ed. Hoboken, N.J: Wiley, 2012. ISBN 978-1-118-06160-2.
- [38] WU, Haoran, Jinghua JIANG, Huan LIU, Jiapeng SUN, Yanxia GU, Ren TANG, Xincan ZHAO a Aibin MA. Fabrication of an Ultra-Fine Grained Pure Titanium with High Strength and Good Ductility via ECAP plus Cold Rolling. *Metals* [online]. 2017, **7**(12), 563. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met7120563
- [39] STANFORD, N., U. CARLSON a M.R. BARNETT. Deformation Twinning and the Hall–Petch Relation in Commercial Purity Ti. *Metallurgical and Materials Transactions A* [online]. 2008, **39**(4), 934–944. ISSN 1073-5623, 1543-1940. Dostupné z: doi:10.1007/s11661-007-9442-9
- [40] POPOVA, Natalya, Elena NIKONENKO, Ivan YUREV, Mark KALASHNIKOV a Irina KURZINA. Grain size effect on yield strength of titanium alloy implanted with aluminum ions. In: *ADVANCED MATERIALS IN TECHNOLOGY AND CONSTRUCTION (AMTC-2015): Proceedings of the II All-Russian Scientific Conference of Young Scientists “Advanced Materials in Technology and Construction”* [online]. 2016, s. 050002 [vid. 2020-04-29]. Dostupné z: doi:10.1063/1.4937851
- [41] TMS, ed. *HSLA Steels 2015, Microalloying 2015 & Offshore Engineering Steels 2015: Conference Proceedings* [online]. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2015 [vid. 2020-04-29]. ISBN 978-1-119-22339-9. Dostupné z: doi:10.1002/9781119223399
- [42] SICILIANO, Fulvio a John J. JONAS. Mathematical modeling of the hot strip rolling of microalloyed Nb, multiply-alloyed Cr-Mo, and plain C-Mn steels. *Metallurgical and Materials Transactions A* [online]. 2000, **31**(2), 511–530. ISSN 1073-5623, 1543-1940. Dostupné z: doi:10.1007/s11661-000-0287-8
- [43] ALANEME, Kenneth Kanayo a Eloho Anita OKOTETE. Recrystallization mechanisms and microstructure development in emerging metallic materials: A review. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices* [online]. 2019, **4**(1), 19–33. ISSN 24682179. Dostupné z: doi:10.1016/j.jsamd.2018.12.007
- [44] SEDLÁČEK VLADIMÍŘ. *Zotavení a rekrytalizace*. nedatováno.

- [45] ZHAO, Baochun, Tan ZHAO, Guiyan LI a Qiang LU. Research on the Static Recrystallization and Precipitation Behaviors of a V-N Microalloyed Steel. *Advances in Materials Science and Engineering* [online]. 2013, **2013**, 1–7. ISSN 1687-8434, 1687-8442. Dostupné z: doi:10.1155/2013/390285
- [46] DIETER, George E., Howard A. KUHN a S. L. SEMIATIN, ed. *Handbook of workability and process design*. Materials Park, OH: ASM International, 2003. ISBN 978-0-87170-778-9.
- [47] BARRACLOUGH, D. R. a C. M. SELLARS. Static recrystallization and restoration after hot deformation of Type 304 stainless steel. *Metal Science* [online]. 1979, **13**(3–4), 257–268. ISSN 0306-3453. Dostupné z: doi:10.1179/msc.1979.13.3-4.257
- [48] WANG, Rui-Yang, Shu-Fen ZOU, Bai-Yu JIANG, Bin FAN, Meng-Fei HOU, Biao ZUO, Xin-Ping WANG, Jun-Ting XU a Zhi-Qiang FAN. A Generalized Avrami Equation for Crystallization Kinetics of Polymers with Concomitant Double Crystallization Processes. *Crystal Growth & Design* [online]. 2017, **17**(11), 5908–5917. ISSN 1528-7483, 1528-7505. Dostupné z: doi:10.1021/acs.cgd.7b01016
- [49] KUBINA, Tomáš, Jaromír DLOUHÝ a Michal KÖVER. Preparation and thermal stability of ultra-fine and nano-grained commercially pure titanium wires using CONFORM equipment. *Materiali in tehnologije* [online]. 2015, **49**(2), 213–217. ISSN 15802949, 15803414. Dostupné z: doi:10.17222/mit.2013.226
- [50] HUMPHREYS, F. J. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Third Edition. Amsterdam, Netherlands: Elsevier, 2017. ISBN 978-0-08-098235-9.
- [51] NES, E, K MARTHINSEN a Y BRECHET. On the mechanisms of dynamic recovery. *Scripta Materialia* [online]. 2002, **47**(9), 607–611. ISSN 13596462. Dostupné z: doi:10.1016/S1359-6462(02)00235-X
- [52] HUANG, K. a R.E. LOGÉ. A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. *Materials & Design* [online]. 2016, **111**, 548–574. ISSN 02641275. Dostupné z: doi:10.1016/j.matdes.2016.09.012
- [53] LI, Y, Y ZHANG, N TAO a K LU. Effect of the Zener–Hollomon parameter on the microstructures and mechanical properties of Cu subjected to plastic deformation. *Acta Materialia* [online]. 2009, **57**(3), 761–772. ISSN 13596454. Dostupné z: doi:10.1016/j.actamat.2008.10.021
- [54] MEDINA, S.F. a C.A. HERNANDEZ. General expression of the Zener-Hollomon parameter as a function of the chemical composition of low alloy and microalloyed steels. *Acta Materialia* [online]. 1996, **44**(1), 137–148. ISSN 13596454. Dostupné z: doi:10.1016/1359-6454(95)00151-0
- [55] MCQUEEN, H.J. Development of dynamic recrystallization theory. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2004, **387–389**, 203–208. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2004.01.064

- [56] TERLINDE, G., T. WITULSKI a G. FISCHER. Forging of Titanium. In: Christoph LEYENS a Manfred PETERS, ed. *Titanium and Titanium Alloys* [online]. Weinheim, FRG: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2005 [vid. 2020-04-29], s. 289–304. ISBN 978-3-527-60211-7. Dostupné z: doi:10.1002/3527602119.ch11
- [57] MITCHELL, Alec. Melting, casting, and forging problems in titanium alloys. *JOM* [online]. 1997, **49**(6), 40–42. ISSN 1047-4838, 1543-1851. Dostupné z: doi:10.1007/BF02914712
- [58] JACKSON, Martin a Rodney R. BOYER. Titanium and its Alloys: Processing, Fabrication and Mechanical Performance. In: Richard BLOCKLEY a Wei SHYY, ed. *Encyclopedia of Aerospace Engineering* [online]. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd, 2010 [vid. 2020-04-29], s. eae199. ISBN 978-0-470-75440-5. Dostupné z: doi:10.1002/9780470686652.eae199
- [59] DJAVANROODI, F. a M. JANBAKSH. Formability Characterization of Titanium Alloy Sheets. In: Jan SIENIAWSKI, ed. *Titanium Alloys - Advances in Properties Control* [online]. B.m.: InTech, 2013 [vid. 2020-04-29]. ISBN 978-953-51-1110-8. Dostupné z: doi:10.5772/55889
- [60] MOISEEV, V. N. Heat treatment and mechanical properties of titanium alloys with 5?13% aluminum. *Metal Science and Heat Treatment* [online]. 1960, **2**(6), 337–342. ISSN 0026-0673, 1573-8973. Dostupné z: doi:10.1007/BF00715785
- [61] VALIEV, R.Z, R.K ISLAMGALIEV a I.V ALEXANDROV. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science* [online]. 2000, **45**(2), 103–189. ISSN 00796425. Dostupné z: doi:10.1016/S0079-6425(99)00007-9
- [62] IQBAL, Parvez, Jon A. PREECE a Paula M. MENDES. Nanotechnology: The “Top-Down” and “Bottom-Up” Approaches. In: Philip A. GALE a Jonathan W. STEED, ed. *Supramolecular Chemistry* [online]. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd, 2012 [vid. 2020-04-29], s. smc195. ISBN 978-0-470-74640-0. Dostupné z: doi:10.1002/9780470661345.smc195
- [63] MISHNAEVSKY, Leon, Evgeny LEVASHOV, Ruslan Z. VALIEV, Javier SEGURADO, Ilchat SABIROV, Nariman ENIKEEV, Sergey PROKOSHKIN, Andrey V. SOLOV'YOV, Andrey KOROTITSKIY, Elazar GUTMANAS, Irene GOTMAN, Eugen RABKIN, Sergey PSAKH'E, Luděk DLUHOŠ, Marc SEEFELDT a Alexey SMOLIN. Nanostructured titanium-based materials for medical implants: Modeling and development. *Materials Science and Engineering: R: Reports* [online]. 2014, **81**, 1–19. ISSN 0927796X. Dostupné z: doi:10.1016/j.mser.2014.04.002
- [64] DE VITERI, Virginia Senz a Elena FUENTES. Titanium and Titanium Alloys as Biomaterials. In: Jrgen GEGNER, ed. *Tribology - Fundamentals and Advancements* [online]. B.m.: InTech, 2013 [vid. 2020-04-29]. ISBN 978-953-51-1135-1. Dostupné z: doi:10.5772/55860
- [65] LOWE, Terry C. a Ruslan Z. VALIEV, ed. *Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation* [online]. Dordrecht: Springer Netherlands, 2000 [vid. 2020-04-29]. ISBN 978-0-7923-6281-4. Dostupné z: doi:10.1007/978-94-011-4062-1

- [66] YANG, S., Z. PU, D. A. PULEO, O. W. DILLON a I. S. JAWAHIR. Cryogenic Processing of Biomaterials for Improved Surface Integrity and Product Sustainability. In: Günther SELIGER, Marwan M.K. KHRAISHEH a I.S. JAWAHIR, ed. *Advances in Sustainable Manufacturing* [online]. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2011 [vid. 2020-04-29], s. 177–182. ISBN 978-3-642-20182-0. Dostupné z: doi:10.1007/978-3-642-20183-7_26
- [67] MISHRA, A., B.K. KAD, F. GREGORI a M.A. MEYERS. Erratum to “Microstructural evolution in copper subjected to severe plastic deformation: Experiments and analysis” [Acta Mater 55 (2007) 13–28]. *Acta Materialia* [online]. 2007, **55**(7), 2563–2564. ISSN 13596454. Dostupné z: doi:10.1016/j.actamat.2007.01.002
- [68] DONG, Jinfang, Qing DONG, Yongbing DAI, Hui XING, Yanfeng HAN, Jianbo MA, Jiao ZHANG, Jun WANG a Baode SUN. Microstructure Evolution in High Purity Aluminum Single Crystal Processed by Equal Channel Angular Pressing (ECAP). *Materials* [online]. 2017, **10**(1), 87. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma10010087
- [69] KUBINA, Tomáš a Jan PALAN. Mechanické a mikrostrukturní vlastnosti rotačně kovaného drátu z čistého titanu. *Kovárenství*. nedatováno, **2016**(57).
- [70] PALAN, Jan, Tomáš KUBINA, MICHAL KOEVER a Peter SLAMA. Mechanical and microstructural properties of Mg-based AZ31 alloy processed by ARB. nedatováno, **2015**(2).
- [71] KOMKOVA, D. A., O. V. ANTONOVA a A. Yu. VOLKOV. On the Issue of the Improvement of Magnesium Plasticity by Cold Severe Plastic Deformation. *Physics of Metals and Metallography* [online]. 2018, **119**(11), 1120–1126. ISSN 0031-918X, 1555-6190. Dostupné z: doi:10.1134/S0031918X18110108
- [72] ALIOFKHAZRAEI, Mahmood, ed. *Handbook of Mechanical Nanostructuring: Aliofkhaezei/Handbook of Mechanical Nanostructuring* [online]. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2015 [vid. 2020-04-29]. ISBN 978-3-527-67494-7. Dostupné z: doi:10.1002/9783527674947
- [73] Description of Severe Plastic Deformation (SPD): Principles and Techniques. In: Ruslan Z. VALIEV, Alexander P. ZHILYAEV a Terence G. LANGDON *Bulk Nanostructured Materials* [online]. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons, Inc, 2013 [vid. 2020-04-29], s. 6–21. ISBN 978-1-118-74267-9. Dostupné z: doi:10.1002/9781118742679.ch2
- [74] ALTAN, Burhanettin, ed. *Severe plastic deformation: toward bulk production of nanostructured materials*. New York: Nova Science, 2006. ISBN 978-1-59454-508-5.
- [75] KOCH, Carl C. Ductility in Nanostructured and Ultra Fine-Grained Materials: Recent Evidence for Optimism. *Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials* [online]. 2003, **18**, 9–20. ISSN 2297-6620. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/JMNM.18.9

- [76] VALIEV, R. Z., I. V. ALEXANDROV, Y. T. ZHU a T. C. LOWE. Paradox of Strength and Ductility in Metals Processed By severe Plastic Deformation. *Journal of Materials Research* [online]. 2002, **17**(1), 5–8. ISSN 0884-2914, 2044-5326. Dostupné z: doi:10.1557/JMR.2002.0002
- [77] HAOUAOUI, M. a I. KARAMAN. Nanostructured Bulk Cu Obtained by Consolidation of Cu Particles Using Equal Channel Angular Extrusion. In: Fernand D.S MARQUIS, ed. *Powder Materials: Current Research and Industrial Practices III* [online]. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2014 [vid. 2020-04-29], s. 125–138. ISBN 978-1-118-98423-9. Dostupné z: doi:10.1002/9781118984239.ch14
- [78] VINOGRADOV, Alexei a Satoshi HASHIMOTO. Multiscale Phenomena in Fatigue of Ultra-Fine Grain Materials — an Overview. *MATERIALS TRANSACTIONS* [online]. 2001, **42**(1), 74–84. ISSN 1345-9678, 1347-5320. Dostupné z: doi:10.2320/matertrans.42.74
- [79] THOMPSON, Anthony W. The comparison of yield and fatigue strength dependence on grain size. *Scripta Metallurgica* [online]. 1971, **5**(10), 859–863. ISSN 00369748. Dostupné z: doi:10.1016/0036-9748(71)90059-7
- [80] THOMPSON, A.W. a W.A. BACKOFEN. The effect of grain size on fatigue. *Acta Metallurgica* [online]. 1971, **19**(7), 597–606. ISSN 00016160. Dostupné z: doi:10.1016/0001-6160(71)90012-5
- [81] NAVRÁTILOVÁ LUCIE. *Mikrostruktura, její stabilita a únavové vlastnosti ultrajemnozrné mědi připravené metodou ECAP*. nedatováno.
- [82] VALIEV, Ruslan Z., Yuri ESTRIN, Zenji HORITA, Terence G. LANGDON, Michael J. ZECHETBAUER a Yuntian T. ZHU. Producing bulk ultrafine-grained materials by severe plastic deformation. *JOM* [online]. 2006, **58**(4), 33–39. ISSN 1047-4838, 1543-1851. Dostupné z: doi:10.1007/s11837-006-0213-7
- [83] SEGAL, V.M. Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 1999, **271**(1–2), 322–333. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/S0921-5093(99)00248-8
- [84] AZUSHIMA, A., R. KOPP, A. KORHONEN, D.Y. YANG, F. MICARI, G.D. LAHOTI, P. GROCHE, J. YANAGIMOTO, N. TSUJI, A. ROSOCHOWSKI a A. YANAGIDA. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. *CIRP Annals* [online]. 2008, **57**(2), 716–735. ISSN 00078506. Dostupné z: doi:10.1016/j.cirp.2008.09.005
- [85] WEI, Wei, Wei ZHANG, Kun Xia WEI, Yi ZHONG, Gang CHENG a Jing HU. Finite element analysis of deformation behavior in continuous ECAP process. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2009, **516**(1–2), 111–118. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2009.03.001
- [86] SIVARAMAN, A. a Uday CHAKKINGAL. Investigations on workability of commercial purity aluminum processed by equal channel angular pressing. *Journal of Materials Processing*

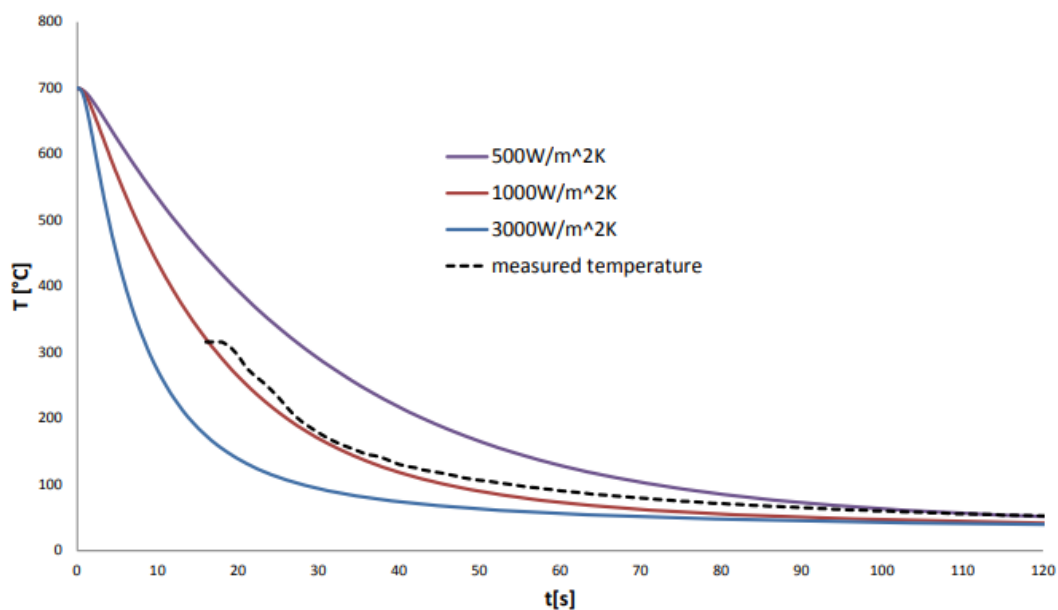
- Technology* [online]. 2008, **202**(1–3), 543–548. ISSN 09240136. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmatprotec.2007.10.006
- [87] PAUL K.C. WOOD. *The mechanics of the conform continuous extrusion process*. nedatováno.
- [88] VALBERG, Henry, Nijenthan RAJENDRAN a Wojciech Z. The Mechanics of the Continuous Rotary Extrusion Process Investigated by FEM analysis. In: *Eighth International Conference On Advances in Mechanical, Aeronautical and Production Techniques - MAPT 2018: Eighth International Conference On Advances in Mechanical, Aeronautical and Production Techniques - MAPT 2018* [online]. B.m.: Institute of Research Engineers and Doctors, 2018, s. 1–7 [vid. 2020-04-29]. ISBN 978-1-63248-147-4. Dostupné z: doi:10.15224/978-1-63248-147-4-19
- [89] SEGAL, V. Engineering and commercialization of equal channel angular extrusion (ECAE). *Materials Science and Engineering A* [online]. 2004, **386**(1–2), 269–276. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/S0921-5093(04)00934-7
- [90] RAAB, Georgy I., Ruslan VALIEV, Dmitriy GUNDEROV, Terry C. LOWE, Amit MISRA a Yun Tian ZHU. Long-Length Ultrafine-Grained Titanium Rods Produced by ECAP-Conform. *Materials Science Forum* [online]. 2008, **584–586**, 80–85. ISSN 1662-9752. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.584-586.80
- [91] GUNDEROV, D.V., A.V. POLYAKOV, I.P. SEMENOVA, G.I. RAAB, A.A. CHURAKOVA, E.I. GIMALTDINOVA, I. SABIROV, J. SEGURADO, V.D. SITDIKOV, I.V. ALEXANDROV, N.A. ENIKEEV a R.Z. VALIEV. Evolution of microstructure, macrotexture and mechanical properties of commercially pure Ti during ECAP-conform processing and drawing. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2013, **562**, 128–136. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2012.11.007
- [92] HODEK, Josef a Michal ZEMKO. FEM MODEL OF CONTINUOUS EXTRUSION OF TITANIUM IN DEFORM SOFTWARE. *COMAT*. nedatováno, **2012**.
- [93] DUCHEK, Michal, Tomáš KUBINA, Josef HODEK a Jaromír DLOUHÝ. DEVELOPMENT OF THE PRODUCTION OF ULTRAFINE-GRAINED TITANIUM WITH THE CONFORM EQUIPMENT. *Materials and technology*. nedatováno, **2012**.
- [94] NIJENTHAN RAJENDRAN. *Numerical Simulation of Continuous Rotary Extrusion of Magnesium AZ91 Alloy*. nedatováno.
- [95] PALAN, Jan, José TABOADA, Tomáš KUBINA, Josef HODEK a Michal ZEMKO. Continuous extrusion of commercially pure titanium GRADE. 4. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering* 69/1 (2015) 33-37. nedatováno, **2015**.
- [96] FOREJT, Milan. *Teorie tváření*. Brno: Vysoké učení technické, 1992. ISBN 978-80-214-0415-1.

- [97] TEMPELMAN, Erik, Hugh SHERCLIFF a Bruno Ninaber VAN EYBEN. Extrusion of Metals. In: *Manufacturing and Design* [online]. B.m.: Elsevier, 2014 [vid. 2020-04-29], s. 69–83. ISBN 978-0-08-099922-7. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-08-099922-7.00005-6
- [98] DEVENDRA KUMAR SINHA. Virtual Design And Fabrication Of A Continuous Extrusion Setup With Process Analysis. nedatováno, **29-10-2012**. ISSN 2278-0181.
- [99] ZHANG, Qi, Kaiqiang JIN, Dong MU, Pengju MA a Jie TIAN. Rotary Swaging Forming Process of Tube Workpieces. *Procedia Engineering* [online]. 2014, **81**, 2336–2341. ISSN 18777058. Dostupné z: doi:10.1016/j.proeng.2014.10.330
- [100] BABUSKA, Vaclav, Jan PALAN, Jana KOLAJA DOBRA, Vlastimil KULDA, Michal DUCHEK, Jan CERNY a Daniel HRUSAK. Proliferation of Osteoblasts on Laser-Modified Nanostructured Titanium Surfaces. *Materials* [online]. 2018, **11(10)**, 1827. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma11101827
- [101] LAPOVOK, R. Ye. The role of back-pressure in equal channel angular extrusion. *Journal of Materials Science* [online]. 2005, **40(2)**, 341–346. ISSN 0022-2461, 1573-4803. Dostupné z: doi:10.1007/s10853-005-6088-0
- [102] The latent energy remaining in a metal after cold working. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character* [online]. 1934, **143(849)**, 307–326. ISSN 0950-1207, 2053-9150. Dostupné z: doi:10.1098/rspa.1934.0004
- [103] EIVANI, A. R., J. ZHOU a J. DUSZCZYK. Mechanism of the formation of peripheral coarse grain structure in hot extrusion of Al-4.5Zn-1Mg. *Philosophical Magazine* [online]. 2016, **96(12)**, 1188–1196. ISSN 1478-6435, 1478-6443. Dostupné z: doi:10.1080/14786435.2016.1157637
- [104] GU, Yanxia, Aibin MA, Jinghua JIANG, Yuchun YUAN a Huiyun LI. Deformation Structure and Mechanical Properties of Pure Titanium Produced by Rotary-Die Equal-Channel Angular Pressing. *Metals* [online]. 2017, **7(8)**, 297. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met7080297
- [105] Kování titanu a jeho slitin. *Technický týdeník* [online]. nedatováno, **2006**. Dostupné z: https://www.technickytydenik.cz/rubriky/archiv/kovani-titanu-a-jeho-slitin_16624.html
- [106] CHAPPUIS, Vivianne, Laura MAESTRE, Alexander BÜRKI, Sébastien BARRÉ, Daniel BUSER, Philippe ZYSSET a Dieter BOSSHARDT. Osseointegration of ultrafine-grained titanium with a hydrophilic nano-patterned surface: an *in vivo* examination in miniature pigs. *Biomaterials Science* [online]. 2018, **6(9)**, 2448–2459. ISSN 2047-4830, 2047-4849. Dostupné z: doi:10.1039/C8BM00671G

12 Přílohy

Tab. 20 Vyhodnocení koeficientu tření při teplotě 500°C.

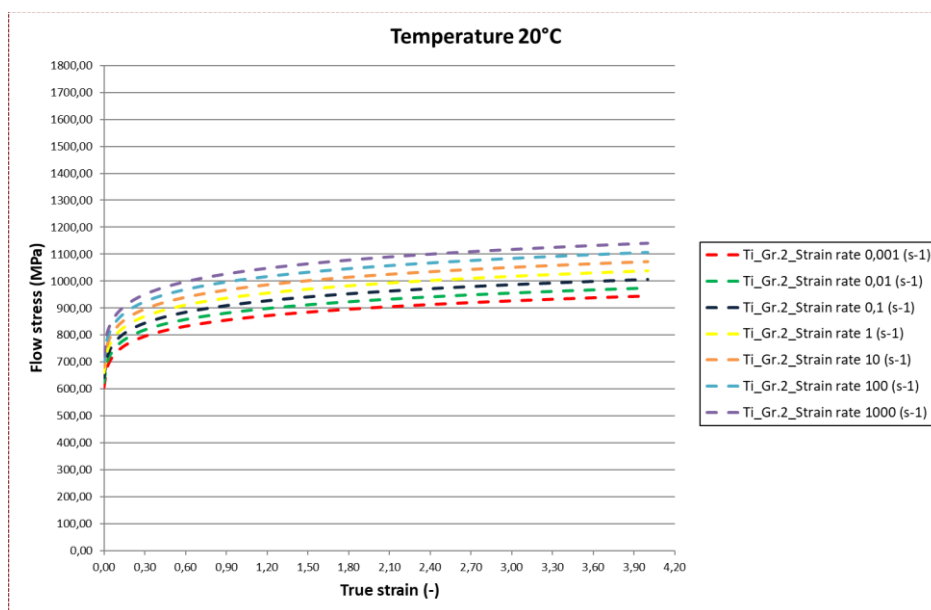
Č. testu	Kulička	Poloměr kuličky [mm]	Poloměr stopy [mm]	Počet cyklů	Teplota [°C]	Zatížení [N]	Celková vzdálenost [m]	Střední koeficient tření
1	Si ₃ N ₄	6,00	3,00	5000	500°C	10	220	0,723
2	Si ₃ N ₄	6,00	3,00	5000	500°C	10	220	0,745
3	Si ₃ N ₄	6,00	3,00	5000	500°C	10	220	0,724
4	Si ₃ N ₄	6,00	3,00	5000	500°C	10	220	0,725
Průměr								0,73



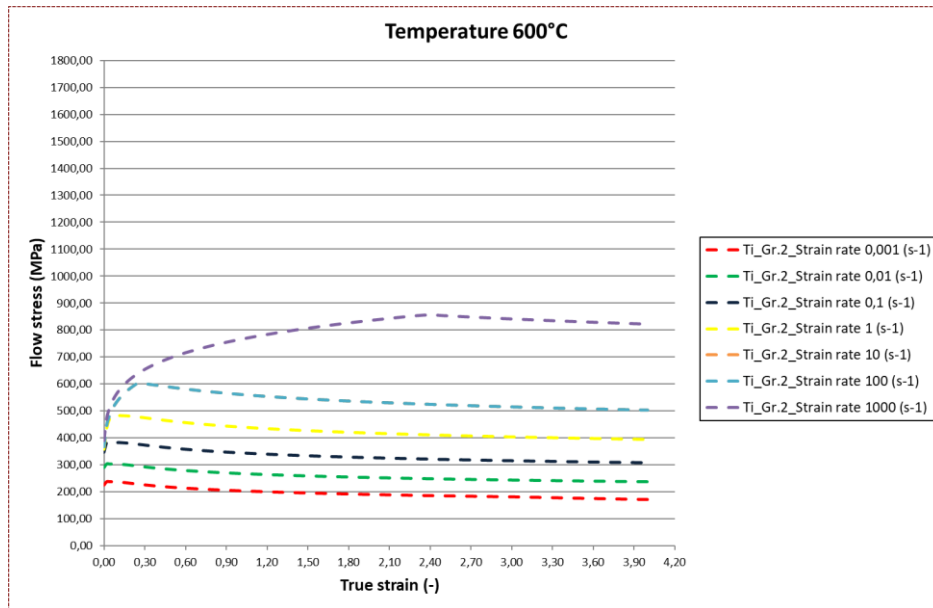
Obr. 123 Srovnání poklesu teploty pro reálný polotovar v drážce tvářecího kola Conformu (measured temperature) z teploty 700 °C s numerickou simulací obdobného experimentu pro různé koeficienty přestupu tepla.

Tab. 21 Vstupní data Ti Grade 2 – použity pro simulaci flow – stress dat v softwaru JMatPro..

Standard ASTM F67-00						
	Fe	O	N	C	V	Ti
Ti Grade 2	max 0.3	max 0.25	max 0.03	max 0.08	max 0.15	zbytek
JMatPro						
	Fe	O	N	C	V	Ti
Ti Grade 2	0,0460	0,1200	0,0076	0,0230	0,1500	Zbytek
Teplota rekrytalizačního žhání		700	°C			
OYS		481	MPa			
UTS		373	MPa			
Ag		7,7	%			
EL		25,7	%			
ROA		52,4	%			
Střední velikost zrna		27	µm			



Obr. 124 Flow – stress křivky simulované v JMat Pro pro teplotu 20°C.



Obr. 125 Flow – stress křivky simulované v JMat Pro pro teplotu 600°C.