



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

REKRYS TALIZACE AUTOMATOVÉ OCELI STUDOVANÉ TECHNIKOU IN-SITU SEM/EBSD

RECRYSTALLIZATION STUDY OF FREE-CUTTING STEEL BY IN-SITU SEM/EBSD TECHNIQUE

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Tomáš Babinský

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Martin Petre nec, Ph.D.

BRNO 2018

Zadání diplomové práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství
Student: **Bc. Tomáš Babinský**
Studijní program: Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor: Materiálové inženýrství
Vedoucí práce: **Ing. Martin Petrevec, Ph.D.**
Akademický rok: 2017/18

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č. 111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Rekrystalizace automatové oceli studované technikou in-situ SEM/EBSD

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Náplní diplomové práce je in-situ studie statické rekrystalizace za studena tažené automatové oceli (11SMnPb30, 11SMnBi30) ve skenovacím elektronovém mikroskopu (SEM) s využitím moderní experimentální techniky difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD) a mechanického tahového stolečku s ohřevem. Pro stanovení vhodných teplot zotavení/rekrystalizace bude použito metody termické analýzy – diferenční kompenzační kalorimetrie (DSC). Součástí studie je i testování tahových mechanických vlastností technikou in-situ SEM/EBSD pro zdokumentování průběhu degradačního mechanismu a vlivu vměstků na plasticitu oceli.

Cíle diplomové práce:

Vypracování in-situ rekrystalizační studie ve spolupráci s firmou TESCAN Brno, s.r.o. s návrhem vhodné teploty a doby žihání zotavení/rekrystalizace ocelové hmoždinky z automatové oceli (11SMnPb30, resp. 11SMnBi30) pro firmu Fischer Vyškov spol. s r.o., vedoucí ke zvýšení tažnosti při minimálním poklesu pevnosti.

Posloupnost dílčích kroků vedoucích k cíli je:

- řešerše související problematiky rekrystalizace ocelí s vlivem vměstků,
- seznámení se s obsluhou SEM, EBSD a 10 kN trhacím stolečkem Swift Instruments,
- provedení kalorimetrického měření latentního tepla na DSC,
- vyhodnocení získaných dat a volba dvou až tří charakteristických teplot,
- provedení in-situ statické rekrystalizace na vybraných teplotách s pomocí EBSD,
- zhodnocení naměřených dat a provedení in-situ SEM tahových zkoušek těchto vzorků pro získání mechanických charakteristik,
- provést popis a interpretaci degradačního mechanismu a vlivu vměstků na plasticitu,
- zhodnocení dosažených výsledků formou diskuse s literaturou a závěr.

Seznam doporučené literatury:

PLUHAŘ, J. et al. Nauka o materiálech, 1. vyd. Praha: SNTL, 1989.

PTÁČEK, L. et al. Nauka o materiálu I, 2. vyd. Brno: CERM, 2003. ISBN 80-7204-283-1.

PTÁČEK, L. et al. Nauka o materiálu II, 2. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-7204-248-3.

HORÁČEK, J. Nauka o materiálu, 1. vyd. Praha: katedra materiálu a strojírenské technologie Tf v Praze, 2000. ISBN 80-213-0397-2.

HUANG, K. and R. E. LOGÉ. A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic mater Materials & Design, Elsevier, Vol. 111, 5 December 2016, pp. 548-574. ISSN 0264-1275.

LAROUK, Z. and H. BOUHALAIS. Recrystallization behavior of a low carbon steel wire. Physics Procedia, Elsevier, Vol. 2 (3), listopad 2009, pp. 1223-1229. ISSN 1875-3892.

HUMPHREYS, F. J. and M. HATHERLY. Recrystallization and related annealing phenomena. 2 Amsterdam: Elsevier, 2004. ISBN 0-08-044164-5.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2017/18.

V Brně, dne 25. 10. 2017



prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan fakulty

Abstrakt

Rekrystalizační žihání bývá zařazováno při výrobě součástí z automatových ocelí za účelem zvýšení tažnosti tvářených polotovarů před tvářením na finální tvar. K pochopení dějů odehrávajících se během žihání v materiálu je vhodné užít *in-situ* technik, které umožňují sledovat změny v materiálu v reálném čase na původním místě, kde děj probíhá. Ke sledování změn na úrovni zrn je ideální metodou pozorování na základě difrakce zpětně odražených elektronů – EBSD – v rastrovacím elektronovém mikroskopu – SEM. Je tak možné sledovat nukleaci, růst a následně potenciální hrubnutí rekrystalizované struktury. Speciální konstrukce tahového stolku umožňuje pozorovat změny na vzorku přímo při tahové zkoušce. Díky tomu lze posoudit vliv vměstků MnS na plasticitu automatových ocelí. Materiály studovanými v této práci jsou konvenční automatová ocel 11SMnPb30 a její bezolovnatá varianta 11SMnBi30.

Klíčová slova

Automatová ocel, 11SMnPb30, 11SMnBi30, *in-situ*, žihání, rekrystalizace, zotavení, EBSD, SEM, tahová zkouška, vměstky, MnS

Abstract

Placing recrystallization annealing in a manufacturing process is often necessary in order to restore plasticity of worked blanks right before working products to its final shape. For better understanding of processes which are taking place in a material during annealing the use of *in-situ* techniques is favorable. Such observations enable us to watch changes in the material in real time at the original spot. Observations at grain-level are ideally made with scanning electron microscope – SEM by electron back-scattered diffraction – EBSD. The technique makes watching nucleation, growth and potential coarsening of recrystallized grains possible. Special construction of a tensile stage allows us to watch changes of a sample during tensile tests which can be used in observing influence of MnS inclusions on plasticity of free-cutting steels. Materials studied in this work are commonly used free-cutting steel 11SMnPb30 and its lead-free alternative 11SMnBi30.

Keywords

Free-cutting steel, 11SMnPb30, 11SMnBi30, *in-situ*, annealing, recrystallization, recovery, EBSD, SEM, tensile test, inclusions, MnS

Bibliografická citace

BABINSKÝ, T. *Rekrytalizace automatové oceli studované technikou in-situ SEM/EBSD*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2018. Vedoucí diplomové práce Ing. Martin Petrevec, Ph.D.

Prohlášení autora o původnosti práce

Já, Tomáš Babinský, čestně prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma *Rekrytalizace automatové oceli studované technikou in-situ SEM/EBSD* vypracoval samostatně pod vedením Ing. Martina Petrence, Ph.D. a že jsem uvedl všechny použité prameny a literaturu.

V Brně dne 30. 5. 2018

Bc. Tomáš Babinský

Poděkování

Touto cestou bych rád poděkoval pánům Ing. Martinu Petrencovi, Ph.D., bez něhož by tato práce nevznikla, bez něhož bych možná nepronikal do tajů elektronové mikroskopie a bez jehož cenných rad a vstřícnosti by zpracování této práce bylo o stupeň těžší, a Ing. Jiřímu Dluhošovi, který se mnou měl dostatek trpělivosti na to, aby mne naučil ovládat SEM a EBSD alespoň na základní úrovni, který měl olbřímí podíl na překonávání všech technických potíží, které se během experimentů vyskytly, a jehož zápal pro věc dokazuje to, že byl ochotný na 3 dny odjet do Francie provádět experimenty na náhradním zařízení.

Poděkování patří také společnosti Tescan Brno, s. r. o., za poskytnutí experimentálního zařízení – SEM LYRA3. Dík patří dále panu Antoinu Candeiasovi z NewTec Scientific, neboť bez jím, resp. jimi zapůjčeného stolku by polovina experimentální práce vůbec nemohla vzniknout. V neposlední řadě si poděkování zaslouží pan Ing. Pavel Doležal, Ph.D. za umožnění last-minute žihání a poskytnutí cenných rad, jak na věc, a paní Ing. Petra Krajňáková, Ph.D. za pomoc při metalografii vzorků.

Obsah

1	Úvod	11
2	Statická rekrytalizace	12
2.1	Deformovaný stav	13
2.1.1	Energie deformace	13
2.1.2	Mechanismy deformace	15
2.1.3	Deformace v kovech preferujících skluz	16
2.1.4	Mikrostruktura deformovaných dvoufázových slitin.....	18
2.1.5	Vliv vměstků na plasticitu.....	21
2.1.6	Deformační zpevnění a textura	23
2.2	Hranice zrn a jejich mobilita	24
2.2.1	Nízkoúhlové hranice zrn	25
2.2.2	Velkoúhlové hranice zrn	26
2.2.3	Migrace hranic zrn	26
2.2.3.1	Migrace nízkoúhlových hranic zrn	26
2.2.3.2	Migrace velkoúhlových hranic zrn	27
2.2.3.3	Migrace trojných styků zrn.....	28
2.3	Zotavení.....	28
2.3.1	Kinetika zotavení	29
2.3.2	Subzrna a jejich růst.....	31
2.4	Rekrytalizace jednofázových soustav	32
2.4.1	Kinetika nukleace a růstu	32
2.4.2	Zákony rekrytalizace	36
2.5	Rekrytalizace dvoufázových slitin.....	37
2.5.1	Částicemi stimulovaná nukleace	37
2.5.2	Zenerova zarážka	38
2.6	Růst zrn po rekrytalizaci	39
2.7	Rekrytalizační textura	40
2.8	<i>In-situ</i> pozorování zotavení a rekrytalizace	41
3	Experimentální část	42
3.1	Cíle experimentální práce.....	42

3.2	Materiál.....	42
3.3	Příprava vzorků.....	43
3.4	DSC měření.....	43
3.5	<i>In-situ</i> experimenty	44
3.5.1	Ocel 11SMnPb30 – vzorek A.....	44
3.5.1.1	Rekrytalizace	44
3.5.1.2	Tahová zkouška.....	47
3.5.2	Ocel 11SMnPb30 – vzorek B	48
3.5.2.1	Tahová zkouška.....	48
3.5.3	Ocel 11SMnPb30 – vzorek C	52
3.5.3.1	Tahová zkouška.....	52
3.5.4	Ocel 11SMnBi30 – vzorek D	53
3.5.4.1	Rekrytalizace	53
3.5.4.2	Tahová zkouška.....	54
3.6	<i>Post-mortem</i> experimenty	55
3.6.1	<i>Post-mortem</i> SEM/SE – ohřev rychlostí 7,5 °C/min.....	55
3.6.2	<i>Post-mortem</i> makro tahové zkoušky – ohřev rychlostí 15 °C/min.....	55
4	Diskuze.....	56
5	Závěr.....	58
6	Citovaná literatura	59
7	Seznam obrázků	64
8	Seznam tabulek	66
9	Seznam zkratk a symbolů.....	67
10	Seznam příloh.....	70

1 Úvod

Automatové oceli, dle ČSN EN 10087 oceli s obsahem síry vyšším než 0,1 % [1], jsou díky zvýšenému obsahu síry utvářející vměstky MnS snadno obrobitelné, čehož se využívá především při výrobě velkých sérií součástek, pro něž je určující cena. Příkladem budiž výroba hmoždinek, matic nebo přírub.

Automatové oceli s nízkým obsahem uhlíku, jako např. 11SMnPb30, nelze bez cementování povrchu kalit, a proto se ke zpevnění materiálu využívá tváření – například válcování nebo tažení za studena. Válcováním zpevněný materiál ztrácí tažnost, a proto chceme-li polotovar tvářet na finální tvar, je zapotřebí tažnost alespoň částečně obnovit. K tomu se využívá postupu tzv. rekrystalizačního žíhání, při němž dochází k relaxaci napětí a poklesu energie uložené v materiálu. Nedochozí přitom explicitně k tvorbě zrn nových, nýbrž k růstu vhodných subzrn, která jsou v materiálu zanesena deformací, příp. během zotavení. Zásadním rozdílem vzhledem k překrystalizačním procesům je, že rekrystalizací se nemění typ krystalové mřížky. Procesy zotavení a rekrystalizace, ke kterým během rekrystalizačního žíhání dochází, jsou popsány v rešeršní části práce.

V práci je představena alternativa ke konvenční olovnaté automatové oceli 11SMnPb30 ve formě bezolovnaté bizmutové varianty 11SMnBi30. Bizmut není na rozdíl od olova toxický, což znamená odstranění nutnosti zvýšené environmentální ochrany a přísných bezpečnostních opatření spojených s toxicitou olova při metalurgii oceli, jak uvádí Klapsia [2]. Podle Blacka a Kohsera [3, s. 67] je navíc bizmut ve srovnání s olovem v oceli rovnoměrněji rozmístěn, protože má hustotu podobnější k hustotě železa.

Pozorování dynamických dějů, jako jsou nukleace a růst zárodků či růst rekrystalizovaných zrn, je možné jedinečně *in-situ* technikami v elektronových mikroskopech. Vhodnou metodou je EBSD – metoda založená na difrakci zpětně odražených elektronů, resp. *in-situ* EBSD. Zavedením času jako nové proměnné lze určit, kdy a ve kterých místech k nukleaci dochází. Je-li znám např. vztah mezi množstvím rekrystalizované fáze a mechanickými vlastnostmi, lze určit vhodnou kombinaci teplota/čas pro žíhání. Omezeními užití *in-situ* technika jsou čas nutný k vytvoření snímku, stabilita studovaného systému za podmínek v elektronovém mikroskopu (vakuum, vystavení proudu elektronů) a rozlišení nutné k zachycení pozorovaných detailů. [4]

Experimentální část práce se skládá z kalorimetrického měření pro určení potenciálních žíhacích teplot, *in-situ* experimentů zachycujících nukleaci a růst zárodků a vzrůst podílu rekrystalizované fáze, *post-mortem* experimentů a tahových zkoušek pro stanovení vhodné kombinace teplota/čas pro účely žíhání. Práci se nepodařilo provést v rozsahu plánovaném v zadání a muselo se přistoupit k náhradním řešením, jako v případě provedení *post-mortem* experimentů, a to z důvodu technických potíží experimentálního zařízení klíčového pro provedení *in-situ* pozorování.

Tato práce předpokládá přímé uplatnění v praxi výroby a tepelného zpracování ocelových kotev do pórobetonu FPX-I ve společnosti Fischer Vyškov, s. r. o., která je zadavatelem práce. Experimenty byly provedeny ve spolupráci se společností Tescan Brno, s. r. o.

2 Statická rekrytalizace

Rekrytalizace je proces, který probíhá v deformovaných strukturách za zvýšených teplot. Jev je doprovázen nejen změnou mikrostruktury, ale i změnou charakteristických makrovlastností, jako jsou pevnost, tvrdost, houževnatost nebo tažnost. Toho se využívá v technologickém procesu zvaném rekrytalizační žíhání. V technické praxi se nejčastěji používá k obnovení plasticity silně deformovaných (tvářených) strojních součástí.

Teplotně navazuje rekrytalizace na jev zvaný zotavení. Při zotavení dochází k uvolnění dislokací, jejich přeskupení a uspořádání do energeticky výhodnějších substruktur v rámci těchto zrna; při rekrytalizaci dochází jednak k anihilaci dislokací s opačnými Burgersovými vektory, jednak ke spojování dostatečně stabilních subzrn v zárodky zrn nových. Nová zrna vznikají přednostně v oblastech trojných styků deformovaných zrn, tedy v oblastech s lokálně největší uloženou deformační energií. Oba děje – zotavení a rekrytalizace – spolu úzce souvisí a plynule na sebe navazují. Průvodním jevem obou dějů je přitom snížení celkové volné energie systému skrze uvolnění energie, která byla do struktury zanesena deformací. [5, s. 2; 6, s. 179]

U čistých kovů probíhá rekrytalizace za teplot přibližně 0,3–0,4 T_T (teploty tání). Ukazatelem je teplota t_R , což je nejnižší teplota, kdy „v deformačně zpevněném kovu ještě dojde k rekrytalizaci – obvykle při době žíhání 2 h.“ [6, s. 178] Proces je ukončen, když nová zrna plně nahradí výchozí deformovanou strukturu. Vzniklá zrna jsou rovnoosá, což ale nevylučuje existenci textury – krystalografického usměrnění, které je závislé na výchozí deformaci. Potlačení rekrytalizační textury je obtížné, je ale možné předejít jejímu vzniku tvářením za teplot vyšších než t_R , kdy dochází souběžně s deformací k zotavení a následně rekrytalizaci deformované struktury. V takovém případě je deformační zpevnění částečně nebo úplně potlačeno a hovoří se o tvářením za tepla a dynamických odpevňovacích pochodech – dynamickém zotavení a dynamické rekrytalizaci – kontrastně vůči statickému zotavení a statické rekrytalizaci, které probíhají bez působení vnějšího napětí. Vliv na souběh zpevnění/odpevnění má rychlost deformace. Obecně lze říci, že „čím je menší rychlost deformace, tím výrazněji se uplatňuje dynamické odpevňování a deformační napětí je menší.“ [6, s. 178] Využitím dynamických procesů lze během tepelnomechanického zpracování dosahovat zlepšených vlastností již během tvářením. Speciálním případem je tzv. metadynamická rekrytalizace. Uskutečňuje se růstem zárodků, které vznikly v závěru deformace, při výdrži na deformační teplotě. Jev je méně teplotně závislý, rychlejší a z pohledu mikrostruktury zpravidla jemnější než statická varianta.

Rekrytalizační proces lze také členit podle homogenity nukleačních a růstových procesů. Jsou-li heterogenní, hovoří se o diskontinuálních procesech. Diskontinuální nukleace je typická pro primární rekrytalizaci, diskontinuální abnormální růst pro sekundární a terciární rekrytalizaci. Jsou-li procesy homogenní, hovoří se o kontinuálních procesech. Homogenní případ je kineticky náročný a nepravděpodobný, fáze nukleace lze obtížně identifikovat. Homogenní neboli normální růst je ideální případ, kdy zárodky nerostou na úkor zárodků jiných. Pokud žíhání pokračuje i po ukončení rekrytalizace, dochází ke zmenšování energie v systému. Celková plocha hranic zrn se zmenšuje a tím i energie hranic. Vnější projevem je nárůst středního rozměru zrna. V technických slitinách je růst brzděn segregovanými atomy nečistot, zejm. P, As a Sb. Růst zrna je zastaven na kritickém rozměru d_{kr} , který je dán vztahem

$$d_{kr} = \frac{8r_c}{3f}, \quad (2.1)$$

kde r_c je poloměr částic a f objemový podíl. Z toho plyne, že pro čisté kovy je nebezpečí hrubnutí struktury větší, neboť objemový podíl nečistot je menší. V některých případech dochází po

ukončení rekrytalizace ke zhroucení brzdicího vlivu dispergovaných částic, čehož důsledkem je rychlý lokální nárůst některých zrn. Systém se snaží dospět k rovnováze snížením povrchové energie na hranicích zrn, což je označováno jako abnormální růst zrn nebo sekundární rekrytalizace. U tenkých plechů se navíc objevuje jev nazývaný terciární rekrytalizace. Jde o růst zrn na povrchu, která mají vzhledem ke své orientaci nejmenší povrchovou energii. Principiálně jde o snižování celkové volné energie snížením členitosti povrchu. [5, s. 3; 6, s. 180; 7, s. 30]

2.1 Deformovaný stav

Podmínkou nastartování rekrytalizace je přítomnost poruch v krystalové mříži, přičemž zásadní roli hrají dislokace. Bodové poruchy nemají ve srovnání s dislokacemi tak velký vliv na mechanické vlastnosti a jejich hustota klesá při menší teplotě. Při nízkých homologických teplotách jsou z krystalických materiálů schopny plastické deformace pouze kovy; při vysokých homologických teplotách lze plasticky deformovat i keramiky. Dislokace, zanesené do struktury plastickou deformací, poskytují systému potřebnou hnací sílu k uskutečnění rekrytalizace.

Během plastické deformace dochází kromě generace nových dislokací také ke klouzání, příp. k natáčení zrn vůči ose zatěžování tak, že roste Schmidův faktor jednotlivých zrn. Burgersův vektor \mathbf{b} primárního skluzového systému se přitom blíží k ose zatěžování. U bcc kovů je problém složitější, což je dáno velkým počtem (až 48) skluzových systémů. Důsledkem natáčení zrn je deformační textura, která je výraznější s postupující deformací. [5, s. 11–12]

2.1.1 Energie deformace

Většina práce vynaložené na deformaci je přeměněna na teplo a pouze velmi malé množství, přibližně 1 %, zůstává uloženo v materiálu ve formě deformační energie. Tato energie je zdrojem veškerých změn vlastností deformovaných kovů. Jejimi nositeli jsou bodové poruchy a dislokace, které vznikly během deformace. Mobilita vakancí a intersticií je obvykle vysoká, takže kromě speciálních případů deformace za velmi nízkých teplot nepřispívají tyto poruchy významně k celkové energii. Celkovou uloženou energii lze měřit buď přímo kalorimetricky nebo rentgenovou difrakcí nebo nepřímo ze změny fyzikálních nebo mechanických vlastností.

Dislokace ve svém okolí způsobuje přesunutí atomů, čímž vytváří napětové pole. Je-li materiál homogenní, izotropní elastické kontinuum, má toto pole v případě šroubové dislokace ve válcových souřadnicích tvar [8, s. 68]

$$\sigma_{\theta z} = \sigma_{z\theta} = \frac{Gb}{2\pi r}, \quad (2.2)$$

kde G je modul pružnosti ve smyku, b velikost Burgersova vektoru a r vzdálenost od dislokace. Ostatní složky tenzoru napětí jsou nulové. Teoretické smykové pevnosti, kterou lze vyjádřit vztahem [8, s. 14]

$$\tau_{th} = \frac{Gb}{2\pi a} \cong \frac{G}{2\pi}, \quad (2.3)$$

kde a je mřížkový parametr, je dosaženo, pokud $r \approx b$. V blízké oblasti dislokace, která se označuje jako jádro dislokace, nemůže být z tohoto důvodu použit lineárně-elastický přístup. Použití přístupu je omezeno poloměrem jádra dislokace r_0 , což přibližně odpovídá vzdálenosti, kde deformace přesahuje 10 %. Hodnota r_0 není přesně definována a je obtížné ji určit. Obvykle se pohybuje v rozmezí [8, s. 69]

$$r_0 \in \langle b; 4b \rangle; r_0 \leq 1 \text{ nm}. \quad (2.4)$$

V případě hranové dislokace je tenzor napětí složitější, leč situace je obdobná. Dislokace přispívá celkové energii krystalu hodnotou

$$E_{dis} = E_c + E_e, \quad (2.5)$$

kde E_c představuje energii jádra dislokace a E_e energii elastické deformace v okolí dislokace. E_c může být vypočítána pomocí molekulární dynamiky nebo ab initio výpočtů a tvoří přibližně 10 až 30 % celkové energie. Hodnotu E_e lze vypočítat lineárně elastickým přístupem ze vztahu (2.2) pomocí úvahy, že energie E_e je rovna práci, kterou je třeba vykonat při přemístění dvou částí materiálu vůči sobě o vzdálenost b . Elastická složka energie šroubové dislokace jednotkové délky má tvar

$$E_{e,screw} = \frac{Gb^2}{4\pi} \ln \frac{r}{r_0}. \quad (2.6)$$

Obdobně lze odvodit vztah pro hranovou dislokaci

$$E_{e,edge} = \frac{Gb^2}{4\pi(1-\nu)} \ln \frac{r}{r_0}, \quad (2.7)$$

kde ν je Poissonovo číslo daného materiálu. Pro smíšenou dislokaci platí stejný princip. Rovnice (2.6) a (2.7) lze zobecnit na tvar

$$E_e = \alpha Gb^2, \quad (2.8)$$

kde $\alpha \approx 0,5-1$ podle typu, resp. charakteru dislokace. [8, s. 71–73] Energie uložená v dislokační struktuře je přibližně rovna

$$E_D \approx \rho E_{dis}. \quad (2.9)$$

kde ρ je hustota dislokací, která je dána délkou čárových poruch v objemu. Takto určená energie je vztažena na dislokace o jednotkové délce. Deformační energie přirozeně roste s rostoucí plastickou deformací, která generuje nové dislokace. Uvedený vztah ale platí pouze tehdy, kdy se napěťová pole dislokací vzájemně neovlivňují, jinak platí pouze přibližně. V reálných strukturách se dislokace pohybují mj. pomocí difuzních mechanismů „kink“ a „jog“ nebo jsou nahromaděné v některé části krystalové mříže. Celková energie proto závisí také na prostředí, ve kterém se pohybují, a kupříkladu nejvyšší je v oblasti dislokačního „pile-up“ a nejnižší v hranicích buněčné substruktury. [5, s. 18]

K nárůstu dislokační hustoty dochází jednak s deformací, jednak zachycením mobilních dislokací ukotvenými dislokacemi a jejich začleněním do různých mikrostruktur. Nárůst dislokační hustoty dosahuje až pěti řádů, pohybuje přibližně mezi $\sim 10^{11} \text{ m}^{-2}$, což je stav typický pro vyžíhaný materiál, a $\sim 10^{16} \text{ m}^{-2}$, což je stav typický pro silně deformovaný materiál. Velikost deformace je řízena Orowanovým vztahem

$$\gamma = \rho_m b l, \quad (2.10)$$

kde γ je smyková deformace, ρ_m hustota mobilních dislokací a l střední volná dráha mobilních dislokací. [5, s. 4, 14]

Průvodním jevem deformace je změna tvaru zrn, což v důsledku znamená nárůst plochy hranic zrn a zvýšení příspěvku energie hranice k celkové energii krystalu. Uvnitř zrn se vytváří interní substruktura, kde se ukotvují mobilní dislokace. Vznikají rovnoosé útvary o poloměru přibližně $1 \mu\text{m}$ ohraničené „dislokačními zdi“. Zdi mají buď difuzní charakter, a útvary jsou označovány jako dislokační buňky, nebo mají ostrý přechod ve formě nízkoúhlové hranice, kdy

se hovoří o subzrnech. Vlivem zvýšené teploty je tendence ke vzniku těchto struktur vyšší. Vznik buněk/subzrn je podstatou jevu zvaného zotavení, který předchází rekrytalizaci. Orientace útvarů je různá, což charakterizuje úhel misorientace θ mezi jednotlivými útvary, resp. orientační gradient v rámci zrna, který vyjadřuje změnu orientace jednotlivých strukturních útvarů v zrně. Jsou-li dislokace uspořádány v subzrnech, lze uloženou deformační energii E_D přibližně vyjádřit pomocí energie nízkoúhlových hranic γ_{LB} , které jsou tvořeny dislokacemi:

$$E_D \approx \frac{3\gamma_{LB}}{d_{sub}}, \quad (2.11)$$

kde d_{sub} je velikost subzrna. Energie uložená v buňce/subzrnu je přitom přímo úměrná úhlu misorientace podle vztahu

$$E_D \approx \frac{K\theta}{d_{sub}}, \quad (2.12)$$

kde K je konstanta vyjadřující vliv hranice zrna a misorientace a d_{sub} velikost subzrna. V buněčných substrukturách je situace komplikovaná tím, že se uvnitř buněk ještě mnoho dislokací nachází a hranice buněk nemají jednoduší charakter. Srovnáním vztahů (2.11) a (2.12) vyplývá, že uložená energie roste jednak se zmenšující se velikostí buňky/subzrna, jednak s rostoucí misorientací vůči směru deformace. To vede k preferenci určitých krystalografických směrů při jednoosé deformaci. Dillamore a kol. [9] ukázali, že při fixním směru válcování [110] polykryystalu Fe závisí velikost buněk na orientaci vzhledem ke směru válcování. Z toho plyne, že v určitých směrech je uložená energie větší; v tomto případě platí nerovnosti

$$E_{110} > E_{111} > E_{112} > E_{100}, \quad (2.13)$$

kde E_{hkl} představuje uloženou energii v zrnech s příslušnou krystalografickou orientací. To je příčinou vzniku deformační textury, která je podrobněji popsána v kapitole 2.1.5. [5, s. 17–23]

2.1.2 Mechanismy deformace

Základními mechanismy deformace v technických kovech jsou skluz dislokací a dvojčatění a důležitým parametrem ovlivňujícím preferovaný mechanismus je energie vrstevné chyby. V kovech s nízkou energií vrstevné chyby je obtížný příčný skluz, což omezuje schopnost materiálu měnit svůj tvar během plastické deformace, a tudíž se může vyskytnout dvojčatění. Nejčastěji dochází ke skluzovému pohybu dislokací v atomy nejhustěji obsazených rovinách a v nejhustěji obsazených směrech krystalu. Skluzové systémy v nejběžnějších kubických mřížích ukazuje Tab. 1.

Tab. 1. Skluzové systémy v fcc a bcc mřížích.

Přednostní skluzové systémy	Roviny	Směry
fcc	{111}	<110>
bcc	{110}	<111>
	{112}	<111>
	{123}	<111>

Při zvýšených teplotách se navíc mohou aktivovat další systémy, např. v fcc kovech roviny {100}, {110} {112} a {122}. V bcc kovech závisí volba aktivního skluzového systému na teplotě a prvku, např. v železu mohou být za pokojové teploty aktivní všechny uvedené skluzové systémy, nejčastěji roviny {110} a {112}, kdežto v draslíku nejčastěji roviny {123}. Důsledkem velkého počtu skluzových systémů a vysoké energie vrstevné chyby v bcc mřížích je

deformace skluzem. Skluzové chování vykazují rovněž fcc kovy s vysokou energií vrstevné chyby, např. měď ($\sim 80 \text{ mJm}^{-2}$). Je-li energie vrstevné chyby nízká, kov má tendenci k rozštěpení dislokací a vytvoření vrstevné chyby. V takovém případě je preferovaným mechanismem deformace dvojčatění. Sklon k dvojčatění roste s klesající teplotou deformace a s rostoucí mírou deformace.

V hcp mříži je pouze bazální rovina kompaktní, což znemožňuje příčný skluz. Schopnost plasticky se deformovat je proto omezena orientací zatěžování vůči bazální rovině. Skluz v ostatních rovinách je možné aktivovat teplotou. Preferovaným mechanismem v případě deformace je dvojčatění.

V polykrystalickém materiálu se každé zrno deformuje unikátně, ale přitom je ovlivňováno i ostatními zrny, což vede k mikrostrukturní nehomogenitě v rámci zrna. Deformační mikrostruktura je určena mechanismem deformace a změnami orientace. [5, s. 23–26]

2.1.3 Deformace v kovech preferujících skluz

Deformace je většinou heterogenní, a protože zrna se většinou vzájemně natačejí, vzniká vnitřní uspořádání v rámci jednotlivých zrn. Klíčovou roli při tom hrají dislokace, které mohou zaujmout jednu z těchto forem, jak schematicky ukazuje Obr. 1:

- neuspořádané spleti dislokací
- buňky a subzrna
- Taylorova mříž
- deformační pásy
- smykové pásy

Neuspořádaná spleť dislokací je častá při nižších deformacích ($\varepsilon < 0,3$), v některých kovech netvořících buňky i při vyšších deformacích. Větší stupeň uspořádání vykazují buňky a subzrna, jejichž hranice dislokace vytváří a které jsou produktem zotavení. Jednotlivé buňky jsou odděleny tzv. incidentálními dislokačními hranicemi, které mají náhodný difuzní charakter. Skupina buněk s podobnou krystalografií skluzových systémů bývá uspořádána v pásech, které jsou odděleny tzv. geometricky nezbytnými hranicemi o vyšší misorientaci než jednotlivé buňky. Jsou tvořeny tzv. geometricky nezbytnými dislokacemi, které svým uspořádáním zajišťují misorientaci. Velikost a tvar buněk, resp. buněčných pásů a misorientace podél hranic se s deformací příliš nemění při deformacích $\varepsilon < 1,5$. Buňky se při takové deformaci pohybují migrací hranic a/nebo difuzí atomů, jako strukturní složka mají přechodný charakter. Při deformacích $\varepsilon > 0,3$ se uvnitř zrn tvoří tzv. mikrosmykové pásy o šířce typicky 1–2 μm , které mohou protínat buněčné pásy a podél nichž se přednostně zvětšuje misorientace při nárůstu deformace. Jestliže k vytvoření mikrosmykového pásu dojde, jde o trvalý jev. Při deformacích $\varepsilon > 1,5$ nejsou hranice aktivní, natačejí se buňky i mikrosmykové pásy s celým zrnem a oba jevy mají trvalý charakter. Podobné chování vykazují i subzrna, která vznikají anihilací a přeskupením dislokací dislokací v dislokační buňce a její hranici.

Některé kovy a slitiny buňky a subzrna netvoří, např. slitina Al-3%Mg. Přísada Mg v Al předchází dynamickému zotavení a slitina tak není schopna vytvářet buňky nebo subzrna. Dislokace v zrně utvářejí difuzní geometrické hranice mezi jednotlivými doménami (tzv. Taylorova mříž) s misorientací $0,5\text{--}1^\circ$. [5, s. 26–35; 9]

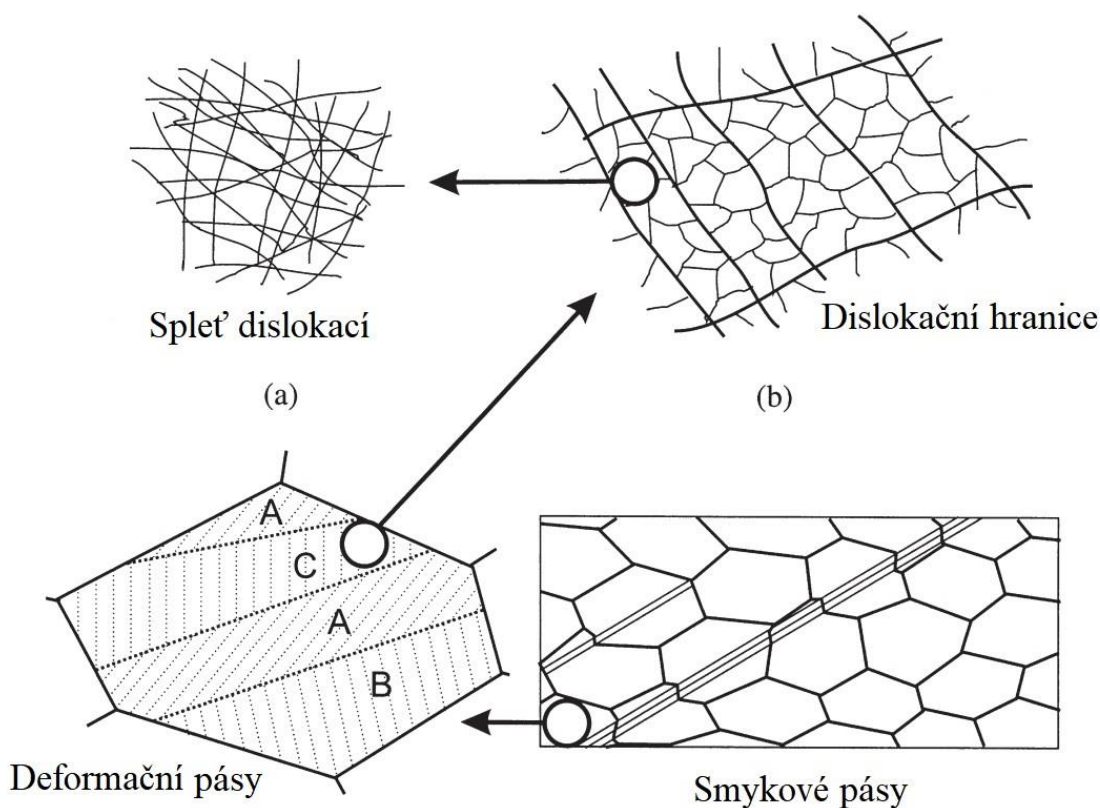
Deformační pásy jsou oblasti v zrně s orientací odlišnou, než jakou má „původní“ zbytek zrna. Vznikají zejména v hrubozrnných materiálech. Na Obr. 1 reprezentuje deformační pás oblast B a C, „původní“ orientaci představuje oblast A. Je-li přechod plynulý, je nazýván jako

přechodový pás, je-li změna orientace ostrá, hovoří se o deformačně indukované hranici. Deformační pás vzniká v důsledku nehomogenní plastické deformace v rámci zrna. K tomu může dojít několika způsoby:

- i. jako důsledek lokálních odlišností v deformaci se mohou odlišné části krystalu jinak deformovat a mohou se vzájemně pootáčet,
- ii. pokud je deformace homogenní, pak jako důsledek výběru odlišných skluzových systémů v různých místech stejného krystalu mohou být části krystalu vůči sobě pootáčeny,
- iii. je-li působící napětí menší než velikost nutná pro homogenní deformaci, může dojít k lokalizaci deformací a vzájemné rotaci,
- iv. když je krystal orientován tak, že při působení napětí nerotuje, ale malé odchylky orientace se začnou pootáčet v opačných směrech.

Sklon k vytváření deformačních pásů klesá se vzrůstající teplotou. Důležitým faktorem je i orientace zrna. [9; 10]

Smykové pásy jsou pásové poruchy nekystalografického charakteru, které protínají několik zrn. Vznikají jako důsledek plastické nestability v rovinách blízkých rovině deformace. Odpovídají intenzivnímu smyku v úzké oblasti pásu, který se objevuje nezávisle na krystalové struktuře a struktuře zrn. Často je jev doprovázen poklesem napětí v okolí a s tím spojeným změkčením materiálu. Ve válcovaných materiálech se objevují pod úhlem přibližně 35° vzhledem k rovině válcování, paralelně s příčným směrem. Někdy (např. měď při $\epsilon > 1,2$) se objevují v koloniích, které sestávají z páru paralelních pásů. Misorientace napříč smykovým pásem roste se vzrůstajícím napětím. Tendence ke vzniku smykových pásů roste, když se snižuje teplota deformace. [5, s. 44–47]



Obr. 1. Hierarchické seřazení mikrostrukturních poruch způsobených dislokacemi. [1, s. 28]

2.1.4 Mikrostruktura deformovaných dvoufázových slitin

V technických slitinách se většinou vyskytuje více než jedna fáze. Dispergované částice sekundární fáze ovlivňují deformační chování materiálu, resp. následný žíhací proces. Působí jako efektivní bariéry pohybu dislokací a společně s nimi ovlivňují mechanické vlastnosti; např. existence koherentních a semikoherentních GP zón Cu v duralu je příčinou precipitačního vytvrzení. Částice mohou mít vzhledem k matici obecnou mříž o obecné orientaci a ovlivňují:

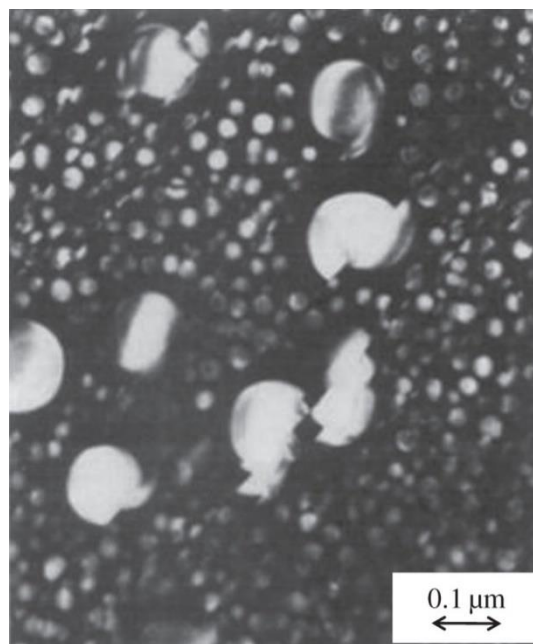
- celkovou deformační hustotu, která je určující pro hnací sílu rekrystalizačního procesu,
- lokalizaci plastické deformace ve struktuře, což je určující pro vznik nukleačních center během rekrystalizace,
- charakter deformace v okolí částice, což určuje, zda bude rekrystalizace částicově stimulovaná či nikoliv.

Inkluze, popř. precipitáty sekundární fáze s dislokacemi interagují. Za vysokých homologických teplot se dislokace mohou částici vyhnout příčným skluzem nebo dislokačním šplhem. Za nízkých homologických teplot, kdy nelze vlivem vysokého tření mřížky uplatnit ani jeden z těchto mechanismů, dochází k přeseknutí nebo obtečení částice dislokací. [5, s. 48]

1. *Částici lze smykově deformovat* tehdy, když je dostatečně malá anebo vykazuje značnou koherenci s mříží matrice. V takovém případě dojde k průchodu dislokace po skluzové rovině matrice i skrze částici a k přeseknutí. Smykové napětí nutné k přeseknutí je tvaru

$$\tau_{cut} = \frac{\pi r_c \gamma_s}{2bx}, \quad (2.14)$$

kde r_c je poloměr částice, γ_s plošná hustota energie rozhraní, které vznikne při průchodu dislokace, b Burgersův vektor dislokace, resp. posun dvou polorovin, které vznikly přeseknutím částice, vůči sobě, a x je střední vzdálenost mezi částicemi. Po průchodu obecně n částic se poloměr částice zmenší o nb , takže napětí nutné k přeseknutí se sníží. Důsledkem je lokální *geometrické* změkčení, což znamená preferenci této skluzové roviny dislokacemi a jejich nahromadění. Intenzivní plastická nebo cyklická deformace mohou vést k tomu, že se obě poloroviny úplně oddělí, příp. se zmenší natolik, že dojde k rozpuštění. K nahromadění nemusí dojít, pokud je vnější napětí tak velké, že vede k homogennímu skluzu. Je-li přeseknutá částice nekoherentní s maticí, po přeseknutí vznikne nové rozhraní, které je nestabilní, má velkou povrchovou energii a velký zpevňující účinek. [5, s. 50–52; 11, s. 581–583; 12]



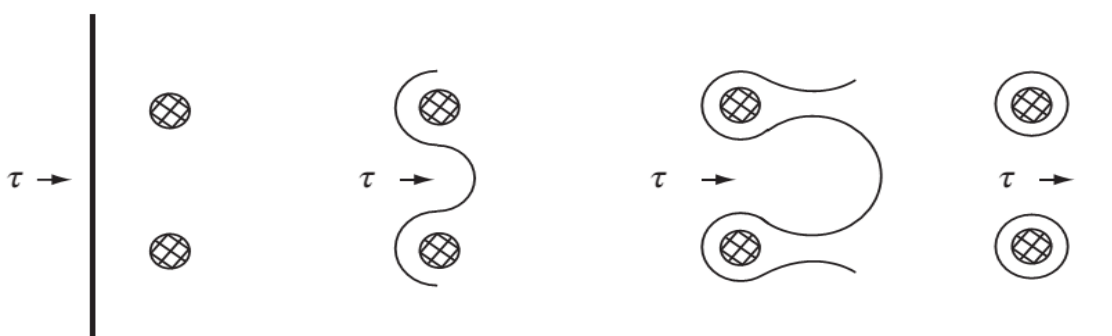
Obr. 2. Přeseknutí precipitátů γ' při únavě v niklové slitině Waspaloy. (zobrazení pomocí TEM v tmavém poli). [12]

2. *Částice nelze smykově deformovat* tehdy, když je částice sekundární fáze velká a pro dislokace neprostupná. Kolem částice se vytvoří dislokační (*Orowanovy*) smyčky, jak ukazuje Obr. 3. Skluz je narozdíl od mechanismu přesekávání v podstatě homogenní. Smyčky zvyšují napětí v materiálu, čímž brání v pohybu dalším dislokacím a materiál

zpevňuje. Smykové napětí nutné k obtečení je dáno napětím nutným k prohnutí dislokace mezi dvěma částicemi. Podle [11, s. 581] má přibližný tvar

$$\tau_{bow} \approx \frac{Gb}{x}. \quad (2.15)$$

Obtečení částic, resp. generace nových dislokací ve smyčkách vede ke zvýšení dislokační hustoty, která přímo ovlivňuje energii uloženou ve struktuře podle vztahu (2.9). Tato energie je zároveň původcem hnací síly pro rekrytalizaci. Během velkých deformací ($\epsilon > 1$) ale hodnota energie saturuje, protože vlivem dynamického zotavení jsou nové dislokace anihilovány anebo ukotveny v dislokačních buňkách či subzrnech. Dislokační hustota proto není oproti jednofázovému materiálu výrazně vyšší. Pokud je velikost buňky/subzrna vyšší než střední vzdálenost mezi částicemi sekundární fáze, přispívají částice k homogenizaci deformace prostřednictvím snížením misorientace v interní struktuře zrna. Velké částice mohou být původci vzniku deformačních a smykových pásů; v jejich blízkém okolí se matrice plasticky deformuje méně a v jiném smyslu než v okolí. [5, s. 54–57; 11, s. 579–581]



Obr. 3. Mechanismus obtečení a tvorba prizmatických smyček. [11, s. 580]

Přechod mezi přeseknutím a obtečením určuje maximální možnou mez kluzu dvoufázového materiálu. Tomu odpovídá určitá kritická hodnota poloměru částice r_{krit} , při němž platí

$$\tau_{cut} = \tau_{bow}. \quad (2.16)$$

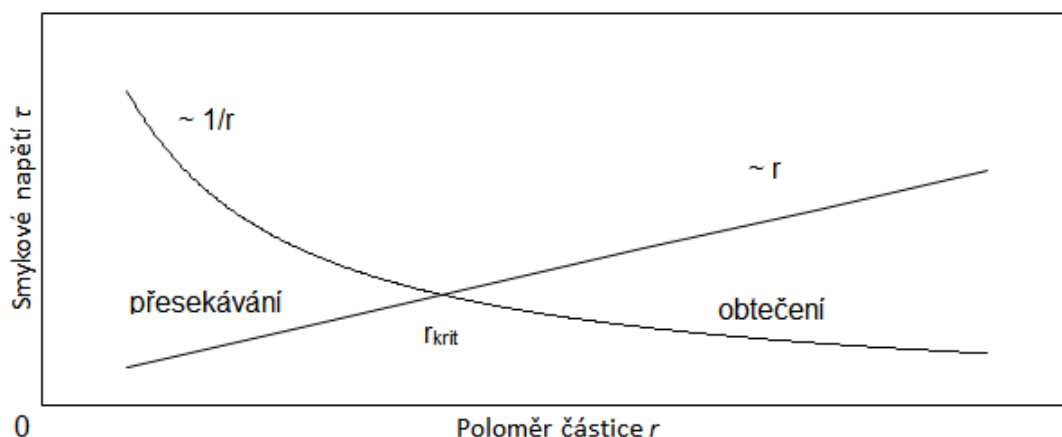
Z hlediska zpevnění materiálu disperzními částicemi je proto r_{krit} nejlepším poloměrem částice, neboť mu odpovídá maximální hodnota meze kluzu. Gerold a Haberkorn [13] uvádí, že kritický poloměr částice je přibližně roven

$$r_{kr,\check{c}} \approx \frac{b}{3|\delta|}, \quad (2.17)$$

kde δ je parametr nesouladu¹ mezi částicí a maticí. Preferovaný mechanismus závisí jednak na velikosti částic, jednak na míře koherence vyjádřené nesouladem mřížkových parametrů. Rostoucí částice (s neměnicí se koherencí) se po dosažení kritického poloměru (~ 20 nm) začne deformovat Orowanovým mechanismem, neboť energie nutná pro přeseknutí částice dále roste s poloměrem částice, jak ukazuje vztah (2.14). Další hrubnutí precipitátu způsobí nárůst střední

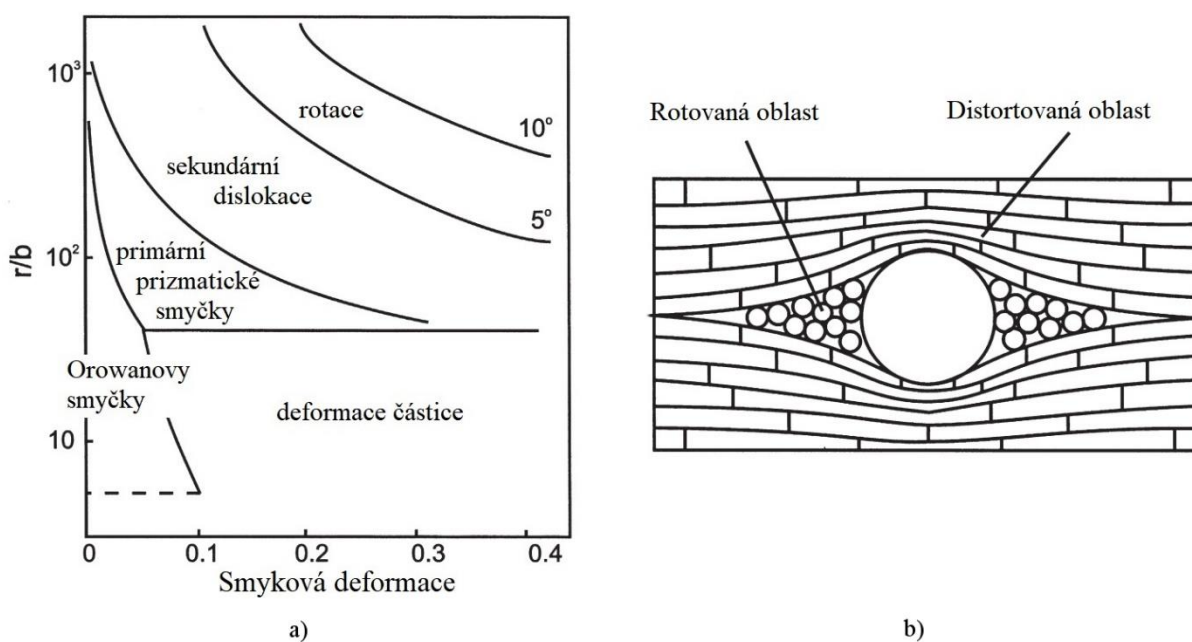
¹ Nesoulad – *misfit* – charakterizuje koherenci rozhraní. Určí se podílem rozdílu obou mřížek a mřížkového parametru matrice.

vzdálenosti částic a pokles napětí potřebného k obečení částice; u precipitačně vytvrditelných slitin se hovoří o přestárnutí.



Obr. 4. Preferovaný mechanismus v závislosti na poloměru částice. Podle [6, s. 585].

Orowanovy smyčky, které se tvoří kolem pevných velkých částic sekundární fáze, způsobují výrazný lokální nárůst napětí v oblasti, která bývá označována jako deformační zóna částice (dále jen „PDZ“ z angl. „particle deformation zone“). K relaxaci plastické deformace dochází mechanismy, jak ukazuje Obr. 5. Utváří se primární prizmatické dislokační smyčky, které mají nižší energii než Orowanovy smyčky a stejné Burgersovy vektory jako klouzající dislokace. S rostoucí deformací a zvětšující se částicí vznikají komplexnější dislokační struktury; nejprve se formují sekundární prizmatické dislokace s obecnými Burgersovými vektory, později dochází k rotaci mřížky. PDZ se vyznačuje vysokou energií a může tak sloužit jako vhodné místo pro nukleaci nových zrn při rekrytalizaci – v takovém případě se hovoří o částicemi stimulované nukleaci. Podmínky v PDZ ovlivňují i velikost zrna a texturu po rekrytalizaci. [5, s. 57–63]



Obr. 5. a) Mechanismy deformace v PDZ jako funkce deformace a normalizovaného poloměru částice. [1, s. 59] b) Schéma PDZ [1, s. 63]

2.1.5 Vliv vměstků na plasticitu

Při průmyslové výrobě ocelí aj. technických slitin je přítomnost nekovových vměstků nevyhnutelná. U ocelí se jedná zejm. o oxidické a sulfidické vměstky, které jsou produktem metalurgických reakcí při výrobě materiálu. Většinou je přítomnost vměstků nežádoucí, neboť vede ke zhoršení mechanických vlastností. U automatových ocelí je tomu naopak; přítomnost vměstků MnS je výhodná z hlediska obrobitelnosti – materiál tvoří drobnou třísku, obrobitelnost je snadná. Obrobitelnost se zlepšuje legováním nízkotavitelnými prvky Pb, resp. Bi, které tvoří obálky vměstků MnS, zlepšují lubrikaci, a umožňují tak aplikaci vyšších řezných rychlostí. [2]

Vměstky mají obecnou mříž vůči matici, většinou i špatnou kohezi a s dislokacemi v matici nereagují. Pro dislokace jsou nepřekonatelnou překážkou, a proto v okolí vměstků vzniká „pile-up“ dislokací, tedy neuspořádané nakupení. To je příčinou lokálně zvýšeného napětí, které blokuje další pohyb dislokací, materiál zpevňuje a vyčerpává se jeho plasticita. Tím se zvyšuje interakce mezi vměstkem a maticí; důležitými činiteli jsou tvrdost a modul pružnosti vměstku i matrice. „Vměstky o vysokém modulu pružnosti by měly působit menším účinkem na koncentraci napětí než vměstky s nižším modulem E .“ [14, s. 88]

Vliv vměstku na vlastnosti materiálu je silně závislý na morfologii. Rozlišujeme několik typů vměstků podle klasifikace Simse a Dahla upřesněné Bůžkem:

- I. typ – vzniká typicky v neuklidněných, polouklidněných, resp. ve špatně dezoxidovaných ocelích, jde o tvařitelný, náhodně rozmístěný kulovitý konglomerát oxidů Fe, Mn, Si a sulfidů Mn,
- II. typ – vzniká typicky v nízkouhlíkových uklidněných ocelích s vysokým obsahem Al (více než 0,0025 hm%), jde o propojenou „chobotnicovitou“ síť MnS, která se na metalografickém výbrusu jeví jako řetízky v mezidendritických prostorách,
- III. typ – vzniká typicky v uhlíkových uklidněných ocelích, jde o hrubé, netvařitelné a hranaté, náhodně rozmístěné oxidy s obálkami MnS,
- IV. typ – vzniká v uklidněných ocelích s velkým přebytkem dezoxidačního činidla, jde o netvařitelné shluky oxidů a sulfidů o průměru v řádu stovek μm .

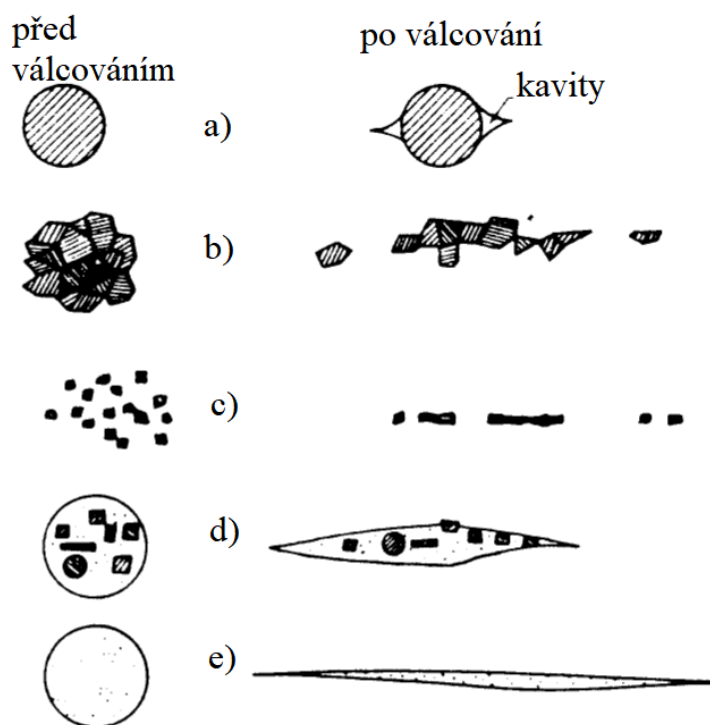
Z hlediska vlivu na vlastnosti oceli jsou nejhorší vměstky II. typu. Segregují v mezidendritických prostorách a jsou příčinou mezidendritických lomů. Jsou velmi dobře tvařitelné, jejich tvařitelnost je vyšší než tvařitelnost matrice – to je příčinou poklesu rázové houževnatosti a tranzitní teploty u feritických ocelí. Negativně ovlivňují i plasticitu, neboť snadno propojují trhliny v místě krčku. Menší vliv na houževnatost mají vměstky III. typu, které jsou netvařitelné. Vměstky IV. typu jsou příčinou povrchových vad při válcování tenkých plechů. Nejmenší vliv na mechanické vlastnosti mají vměstky I. typu. „Ideální“ z hlediska plasticity je kulovitý tvar vměstků. Plasticita vměstku je ovlivňována jeho „čistotou“ – přítomností dalších sloučenin. Důsledkem je zdánlivý rozpor, kdy čistý MnS III. typu je nejplastičtějším typem, kdežto MnS I. typu je typem nejméně plastickým, což odporuje výše popsané klasifikaci, která uvažuje přítomnost křehkých, netvařitelných oxidů. Plasticita MnS roste s poklesem teploty, plasticita oxidických vměstků s poklesem teploty klesá. Účinek vměstků na vlastnosti ocelí je nejvýraznější u vysoce pevných ocelí s nízkou plasticitou. [14, s. 46, 88; 15, s. 20–24]

Zásadní vliv na typ vměstku v oceli má kvalita provedené dezoxidace a chemické složení dezoxidačního činidla. Modifikací oceli silným dezoxidačním činidlem (Ca, prvky vzácných zemin) lze přeměnit vměstky na typ I.b. Vznikají komplexní kulovité vměstky – oxisulfidy Ca, Mn a Al. Typ I.b je nejvhodnější z hlediska houževnatosti a tranzitního chování ocelí, není vhodný z hlediska únavových vlastností. V materiálu průmyslové čistoty se vždy vyskytuje několik typů vměstků.

Během tváření se velikost a morfologie vměstků mění. Vměstky se, jsou-li tvárné, usměrní do řádků. Řádkovitost způsobuje zesílení anizotropie vlastností – ve směru kolmo na tváření může hodnota rázové houževnatosti dosahovat jen 50 % hodnoty ve směru tváření. Anizotropii vlastností lze částečně potlačit tepelným zpracováním a zejména zvýšením mikročistoty oceli, zejm. desulfurací. Na Obr. 6 je schematicky znázorněn vliv válcování na různé druhy vměstků. [15, s. 21–22; 16, s. 3–9]

Odlíšná tvařitelnost a tepelná roztažnost vměstků a matrice vede k přítomnosti zbytkových napětí v soustavě. „Obtékání“ vměstků matricí při tváření je jednodušší v případě větších vměstků. Zbytková napětí jsou příčinou vzniku trhlin, příp. dutin, které se v závislosti na lokálních podmínkách mohou šířit nestabilně. „Při podélném válcování, kdy převažují tlaková napětí, lze do jisté míry předpokládat uzavření dutin a mikrotrhlin v okolí vměstků.“ [14, s. 51] Při válcování trub převažuje stav tříosého tahového napětí a hrozí propojení dutin, resp. tvorba trhlin. Z důvodu lokálně zvýšené energie v matrici je okolí vměstku vhodným místem k nukleaci rekrystalizačních procesů. „Nehomogenita plastické deformace se nejvíce projeví u velkých ostrohranných vměstků.“ [14, s. 88]

„Zvláštním případem programové mikročistoty ocelí je výroba automatových ocelí. Dobrá obrobitelnost oceli je podmíněna výskytem méně soudržných míst v oceli. Pokud je záměrně vyvolávána vměstky, pak je optimální nepříliš tvrdý vměstek soudečkového tvaru. Intenzifikace obráběcích procesů má požadavky protichůdné požadavkům zvýšení mechanických vlastností ocelové součásti.“ [14, s. 52] Obrobitelnost je zvyšována jednak snižováním plasticity MnS modifikací na méně plastický typ, jednak snižováním tvrdosti oxidů. V automatových ocelích (neuklidněných Si) se vyskytují vměstky podobně jako v polouklidněných ocelích, jejich rozložení je nerovnoměrné. Jde především o vměstky I. typu. [14, s. 150]



Obr. 6. a) Tvrdý vměstek za podmínek válcování. b) Tvrdý vměstek rozlomený během válcování. c) Uspořádání klastru vměstků v řádky. d) Vměstek složený z tvrdých krystalů v měkké matrici. e) Měkký vměstek za podmínek válcování. [16, s. 4]

2.1.6 Deformační zpevnění a textura

Generace nových dislokací při tváření zvyšuje napětí v materiálu. Dislokace vzájemně interagují a omezují se v pohybu. K další plastické deformaci je proto nutno zvýšit napětí. Tento jev je nazýván jako deformační zpevnění. Průvodním jevem je anizotropie a změna makroskopických vlastností; zvýšení meze kluzu, snížení tažnosti. Po dosažení pevnosti materiál změkčuje vlivem lokalizace plastické deformace v krčku.

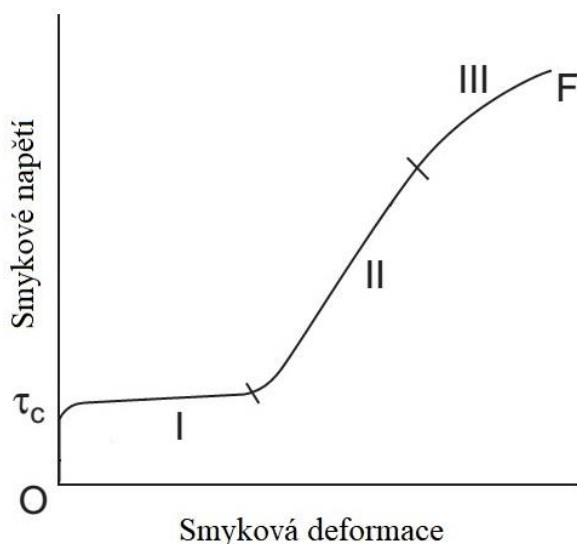
Smykové napětí potřebné pro pohyb dislokací roste s dislokační hustotou podle vztahu

$$\tau = \tau_0 + \alpha Gb\sqrt{\rho}, \quad (2.18)$$

kde τ_0 je napětí potřebné pro pohyb dislokace bez přítomnosti dalších dislokací a α je bezrozměrný parametr s hodnotou mezi 0,3 a 0,6. Hustotu a distribuci dislokací je obtížné určit v závislosti na stupni deformace, protože není možné určit historii pohybu dislokací. Problém je navíc velmi citlivý na chyby v krystalové struktuře a teplotu. Jednotná teorie deformačního zpevnění proto chybí; různé teorie představili např. Taylor, Seeger a Kuhlmann s Wilsdorfem.

Deformační zpevnění lze, jak je ukázáno na schematickém diagramu smykové napětí–smyková deformace pro monokrystal fcc na Obr. 7, rozdělit do 3 fází:

1. fáze se vyznačuje jednoduchým skluzem nejvhodněji orientovaného skluzového systému vzhledem k vnějšímu zatížení, deformační zpevnění je slabé.
2. fáze se vyznačuje aktivací konjugovaného skluzového systému; dislokace kloužou v různých systémech („dislokační les“), interagují a skluz je obtížnější. Dislokace primárního skluzového systému se hromadí a zvyšují vnitřní napětí. V polykrystalu dochází k natáčení zrn. Deformační zpevnění je velké.
3. fáze se vyznačuje stále častějším příčným skluzem a částečnou anihilací dislokací, která zpomaluje nárůst dislokační hustoty. Materiál má tendenci tvořit buněčnou strukturu, popř. subzrna a deformační zpevnění se zmenšuje. Jeví bývá označován jako dynamické zotavení. [8, s. 237–242]



Obr. 7. Schematický diagram smykové napětí–smyková deformace ukazující fáze deformačního zpevnění. [4, s. 206]

Schéma představené na Obr. 7 není obecně platné pro všechny materiály. V kovech s bcc strukturou není přítomna 1. fáze, protože v bcc mříži dochází k aktivaci více než jednoho skluzového systému ihned po dosažení kritického smykového napětí v znu. V kovech s hcp strukturou, pokud jsou tvárné, bývá naopak přítomna pouze 1. fáze, protože v hcp mříži nelze obvykle aktivovat více než jeden skluzový systém.

V technické praxi ale k čistě deformačnímu zpevnění nedochází. Např. při válcování hraje důležitou roli zmenšení hranice zrna. Účinky různých zpevňovacích mechanismů nelze jednoduše sečíst. Jisté řešení nabízí např. Huskins a kol. [17]

V polykrystalickém materiálu se přednostně deformují zrna, která dosáhla podle Schmidova zákona kritického skluzového napětí

$$\tau_0 = \sigma_0 \cos \phi \cos \lambda, \quad (2.19)$$

kde σ_0 je tahové (tlakové) napětí odpovídající mezi kluzu, ϕ úhel mezi zatížením a normálou skluzové roviny a λ úhel mezi zatížením a směrem skluzu. Rovnici (2.19) lze zjednodušit na

$$\tau_0 = m\sigma_0, \quad (2.20)$$

kde m je Schmidův faktor. Ten nabývá maximální hodnoty 0,5 při $\phi = \lambda = 45^\circ$. Skluz proto po vyčerpání elasticity materiálu nejprve nastane ve vhodně orientovaných zrnech polykrystalu s maximálním Schmidovým faktorem. Méně vhodně orientovaná zrna se začnou natáčet tak, aby se jejich Schmidův faktor zvýšil. To je příčinou vzniku přednostní krystalografické orientace v polykrystalických agregátech při deformaci, což bývá označováno jako deformační textura. [11, s. 369–386]

Důležitou roli hraje textura při rekrystalizaci, kdy obvykle dochází k diskontinuální nukleaci nových zrn v oblastech s určitou krystalografickou orientací. Orientace okolních strukturních jednotek ovlivňuje růst zárodku, takže textura se objevuje i v rekrystalizované struktuře – hovoří se o rekrystalizační textuře.

Málokdy se v praxi stane, že by deformační struktura byla uniformní napříč tloušťkou deformovaného tělesa. Nejčastěji je přitom uvažováno válcování jako typ deformace; vliv mají zejm. technologické parametry geometrie válcování a tření. Gradient textury lze zvýšit volbou menšího poloměru válců válcovací stolice, homogenitu zvýšit lubrikací tvářeného materiálu. Další faktory ovlivňující deformační texturu, resp. její intenzitu jsou:

- *teplota deformace*, významná z důvodu potenciálně vyššího sklonu k dynamickému zotavení, zvýšení homogenity deformace nebo aktivace nových skluzových systémů,
- *velikost zrna*, podle Lee a Duggana [18] má hrubozrný materiál větší sklon tvořit deformační pásy, což nejspíš zpomaluje postup textury při deformaci,
- *smykové pásy*, mohou zapříčinit rotaci materiálu okolo příčného směru vůči válcování, čímž mohou ovlivnit intenzitu textury,
- *částice sekundární fáze*, jež jsou zajímavé vůči textuře z hlediska velikosti, objemového podílu a pevnosti. Disperze malých částic vede ke zvýšení meze kluzu, ale nízkému deformačnímu zpevnění a ke sklonu tvořit smykové pásy, zatímco u velkých částic oslabuje texturu PDZ; vliv PDZ je relativně nevýznamný až do objemového podílu 30 % částic v základní matici. [5, s. 67–83]

Klasickým kvalitativním způsobem zobrazení deformační textury jsou pólové obrazce. Nověji se používají tzv. distribuční funkce orientace, která poskytuje komplexnější informace o textuře. Dále lze využít zobrazení misorientací v Eulerově prostoru nebo na inverzním pólovém obrazci. Kvantitativní informace poskytuje např. rentgenová nebo neutronová difrakce, hluboké leptání nebo dnes asi nejpoužívanější metoda EBSD (z angl. „electron back-scattered diffraction“) – principiálně založené na difrakci zpětně odražených elektronů. [5, s. 527–537]

2.2 Hranice zrn a jejich mobilita

Hranice zrn je porucha v polykrystalickém materiálu, která odděluje dvě oblasti krystalograficky, fázově nebo chemicky odlišné – zrna. Pro pohyb dislokací představují nepřekonatelnou překážku. Hranice zrna proto přispívá ke zpevnění materiálu, a to podle Hall-Petchova vztahu. Geometrie hranice je dána nejmenší rotací, kterou musí rovina rozhraní podstoupit, aby se

krystaly oddělené rozhraním staly koincidentními. Tento úhel je nazýván (úhel) misorientace. Za běžných podmínek (atmosférický tlak, pokojová teplota) má hranice zpravidla statický charakter, tepelnou aktivací se ale může začít pohybovat. Hranice zrn se dělí na nízkoúhlové a velkoúhlové hranice zrn.

2.2.1 Nízkoúhlové hranice zrn

Nízkoúhlové hranice zrn jsou tvořeny pravidelnou sítí dislokací. Dislokace se tak uspořádávají proto, že se snižuje energie jejich konfigurace. Energie nízkoúhlové hranice zrn jednotkové plochy je přímo úměrná misorientaci θ podle vztahu, který odvodili Read a Shockley [19]:

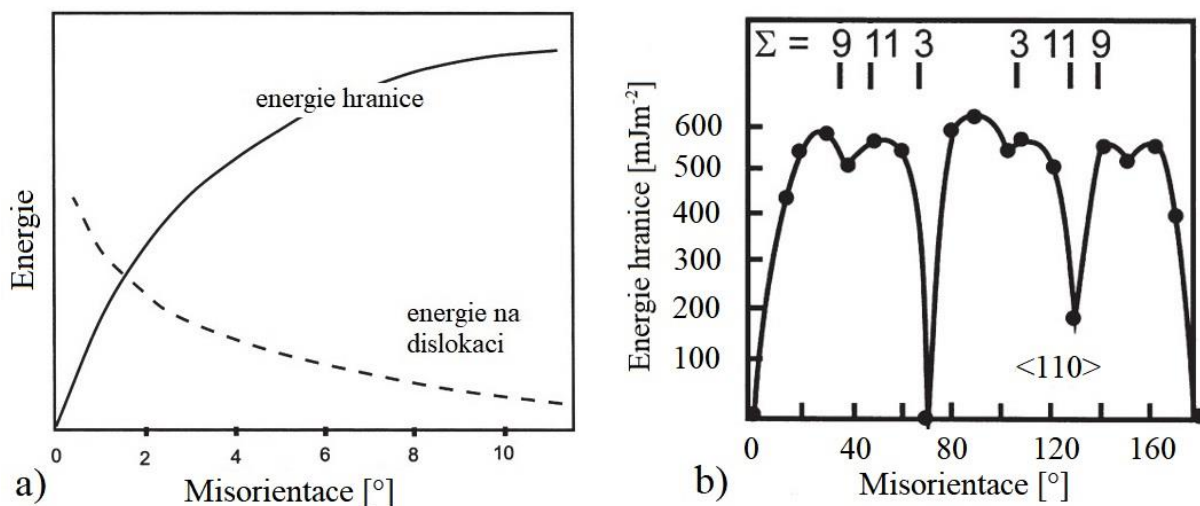
$$\gamma_{LB} \approx \left(\frac{Ga}{4\pi(1-\nu)} \right) \theta (A - \ln \theta), \quad (2.21)$$

kde a je mřížkový parametr, ν Poissonovo číslo a $A \approx 0,23$ je hodnota závislá na energii atomů kolem dislokace. Někdy se vztah (2.21) uvádí v normalizovaném tvaru vůči θ_m , což je úhel odpovídající přechodu mezi nízkoúhlovou a velkoúhlovou hranicí ($\sim 15^\circ$) a energií γ_m při tomto úhlu misorientace

$$\gamma_{LB} = \gamma_m \frac{\theta}{\theta_m} \left(1 - \ln \frac{\theta}{\theta_m} \right). \quad (2.22)$$

Se zvyšující se misorientací energie vztažená na hranici zrn sice roste, ale měrná energie na dislokaci klesá, jak ukazuje Obr. 8a). Z pohledu dislokací je proto poloha v hranici energeticky výhodná. Úměra platí pouze při malé misorientaci, od určité kritické hodnoty $\sim 15^\circ$ je situace komplikována faktem, že se jádra dislokací překrývají. Z toho důvodu je úhel 15° zpravidla považován za limitní k odlišení nízkoúhlových a velkoúhlových hranic. Maloúhlové hranice jsou dvojího typu:

- symetrické *sklonové hranice* („tilt“), tvořené hranovými dislokacemi s jistou pravidelností rozmístění, krystaly jsou vůči sobě pootočený kolem osy ležící v rovině rozhraní,
- zkrutové hranice* („twist“), tvořené šroubovými dislokacemi, krystaly jsou vzájemně pootočené kolem osy kolmo na rovinu rozhraní.



Obr. 8. a) Schématický diagram závislosti energie nízkoúhlové hranice zrn a energie vztažené na dislokaci na misorientaci. [5, s. 96] b) Energie hranice zrn jako funkce misorientace v Al. [20, s. 38]

2.2.2 Velkoúhlové hranice zrn

Velkoúhlové hranice zrn nejsou z hlediska struktury do dnešní doby dobře prozkoumány. Modelují se síťovými koincidenčními body, což jsou body společné pro oba sousedící krystaly. Pevnost hranice je tím větší, čím větší je hustota koincidenčních bodů. Energie atomů, které leží v rozhraní mimo síť koincidenčních bodů, je větší než energie atomů ležících v koincidenčních bodech. Hustota koincidenčních bodů se vyjadřuje parametrem Σ , který se určí podílem hustoty obecných uzlů mřížky a hustoty koincidenčních bodů v rozhraní. „Je-li Σ velké, říkáme, že je rozhraní obecné či náhodné.“ [20, s. 37] Parametru Σ je přímo úměrná hustota energie rozhraní. Energie velkoúhlové hranice je obecně nezávislá na misorientaci, jak ukazuje Obr. 8b). Pokles energie odpovídající $\Sigma = 3$ je nejspíš dán vznikem koherentní dvojčatové hranice. [5, s. 91–102; 20, s. 35–37]

2.2.3 Migrace hranic zrn

Migrace hranic zrn hraje klíčovou roli v žihacích procesech za studena válcovaných dílců. Migrace nízkoúhlových hranic se objevuje při zotavení a nukleaci rekrystalizačních zárodků, migrace velkoúhlových hranic v následné primární rekrystalizaci. Mechanismy migrace mají difuzní charakter a závisí na struktuře hranice dané misorientací a rovinou rozhraní, dále na teplotě a silách působících na rozhraní. Nezanedbatelný vliv mají také atomy přísadových prvků a vakance. Teorie a mechanismy migrace nejsou jednoznačně objasněné a naměřené výsledky si mnohdy protirečí.

Narušení atomového uspořádání na hranicích zrn poskytuje volný prostor pro atomy příměsí, které difundují z energeticky méně výhodných substitučních nebo vakantních poloh. Je-li rychlost migrace rozhraní nízká, „stíhá“ atom příměsí difundovat společně s hranicí a ztěžuje její postup. Vliv příměsí je omezen, je-li migrací rozhraní rychlejší než rychlost difuze příměsí. Příkladem takového jevu je rekrystalizace. Rychlost pohybu hranice zrn, tedy přírůstek rozměru zrna za jednotku času, je dána vztahem

$$v_{GB} = p_{GB}M, \quad (2.23)$$

kde p_{GB} je napětí působící na plochu hranice a M mobilita hranice zrn. Mobilita hranice zrn je teplotně závislá a je určena Arrheniovým vztahem

$$M = M_0 \exp\left(-\frac{Q_m}{RT}\right), \quad (2.24)$$

kde M_0 je preexponenciální faktor, Q_m aktivační energie spojená s tepelnou aktivací atomů řídicích pohyb rozhraní, R univerzální plynová konstanta a T teplota. [5, s. 121–124; 21]

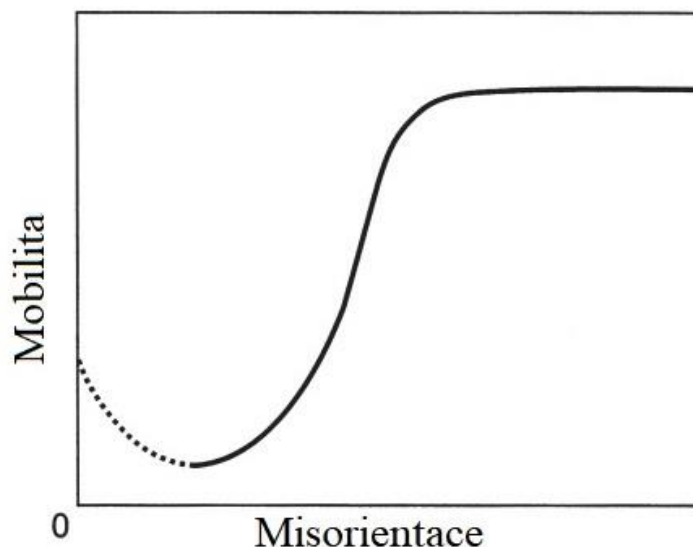
2.2.3.1 Migrace nízkoúhlových hranic zrn

Nízkoúhlové hranice migrují díky své dislokační povaze šplhem a skluzem dislokací. Mobilita rozhraní je ovlivňována pozitivně teplotou a misorientací; podle Bainbridge a kol. [22] když misorientace roste, dislokace v rozhraní se dostávají blíž k sobě, ve zmenšovaném zrně vznikají vnitřní napětí, která působí proti dalšímu pohybu rozhraní a mobilita klesá.² Naproti tomu Huang a Humphreys [23] naměřili trend rostoucí mobility se zvyšující se misorientací.³ Aktivační

² Testováno s nízkými úhly misorientace $\theta < 2^\circ$.

³ Testováno při $2,5^\circ < \theta < 6^\circ$.

energie potřebná k migraci nízkoúhlové hranice je podle Sun a Bauera [21] přibližně konstantní a rovna energii potřebné k samodifuzi, což odpovídá dislokačnímu šplhu a přibližně o 1,5–2krát větší než aktivační energie velkoúhlové hranice zrn⁴, naopak Huang a Humphreys [23] naměřili nárůst aktivační energie se zvyšující se misorientací do ~15°, následovaný saturací na konstantní hodnotě.⁵ Vysvětlením může být, že při rozdílných podmínkách experimentů (materiál, teplota, aplikované zatížení) se uplatňovaly různé mechanismy. Podle zde uvedených experimentů [21; 22; 23] lze vyslovit hypotézu, znázorněnou schematicky v diagramu



Obr. 9. Schématický diagram vlivu misorientace na mobilitu rozhraní. [1, s. 134]

mobilita–misorientace na Obr. 9. Při velmi malých hodnotách misorientace $\theta \rightarrow 0$ je dominantním mechanismem šplh dislokací, okolo $\theta = 2^\circ$ se nachází minimum, kdy se pravděpodobně vlivem zmenšení rozestupů mezi dislokacemi zvýší množství vakancí, což umožní snadnější šplh dislokací; dále je děj řízen difuzí atomů přes rozhraní. Difuze je předpokládána jako základní mechanismus i v případě migrace velkoúhlových hranic, nicméně ty již jsou nezávislé na velikosti misorientace. Vzhledem k odlišnosti testovaných materiálů lze předpokládat, že roli v chování hranice mohou hrát i přísadové prvky. [5, s. 124–134]

2.2.3.2 Migrace velkoúhlových hranic zrn

Migrace velkoúhlových hranic se uskutečňuje několika mechanismy: přeskoky atomů přes rozhraní, migrací poruch rovinného rozhraní, jako jsou výstupky a „schody“ zvyšující křivost povrchu, bezdifuzním smykem (při bezdifuzních fázových přeměnách), příp. kombinací se skluzem dislokací. [5, s. 122–135] Průběh závislosti aktivační energie a mobility na misorientaci nemá jednoduchý tvar; i při vysokých teplotách se objevují přechodové hodnoty, kde se hodnoty diskontinuálně změny nebo se začnou odlišovat od předchozího trendu, jak ukázala Maksimova a kol. [24] Důvodem pro to mohou být změny ve struktuře hranice, kde body koincidenční sítě nebo uspořádané hranice se mohou stát neuspořádanými, a proto ztratí své vlastnosti. Podle Gottsteina a Shvindlermana [25, s. 226–228] jsou náhlé změny trendu důsledkem existence speciálních, např. dvojčatových hranic; vysoce koherentní dvojčatová hranice má nízkou povrchovou energii, a tudíž je obtížné ji „přinutit“ k pohybu – mobilita je nízká. Segregace příměsí na hranicích je navíc závislá na orientaci. Při určitých úhlech mezi krystaly, kdy k segregaci nedochází nebo je oslabena, není pohyb hranice brzděn cizími atomy a mobilita je tudíž vyšší. Významný vliv má i teplota, která snižuje aktivační energii. Vliv má nejspíš i na volbu preferovaného mechanismu. Jednotný kvantitativní model ozřejmující migraci velkoúhlových hranic nebyl dodnes představen.

⁴ Testováno při $\theta < 30^\circ$.

⁵ Testováno při $2,5^\circ < \theta < 20^\circ$.

2.2.3.3 Migrace trojných styků zrn

Vliv na rovnováhu a migraci hranic zrn mají i místa trojných, příp. čtverných styků zrn. Jsou-li úhly mezi hranicemi v tomto bodě obecné a energie hranic přibližně stejné, trojný bod není v rovnováze; té lze docílit, pokud budou úhly mezi hranicemi 120° . Hranice zrn jsou proto nuceny se zakřivit, současně se snaží minimalizovat svou plochu, a tak dojde k migraci rozhraní směrem k rovnováze, tedy tak, aby úhel mezi hranicemi byl 120° . Při obecných energiích hranic je princip stejný, jen úhel je odlišný v závislosti na energetické bilanci v místě trojného styku. [5, s. 166,194] Protasova a kol. [26] ukázali, že teplotní závislost mobility hranic a trojných styků je odlišná. Aktivační energie je přitom dvakrát větší než aktivační energie samodifuze. Protasova a Sursaeva [27] dále ukázaly, že význam mobility trojných styků hranic je vyšší, je-li velikost zrna malá. Jev má proto význam zejména ultrajemné a nanokrystalické materiály.

2.3 Zotavení

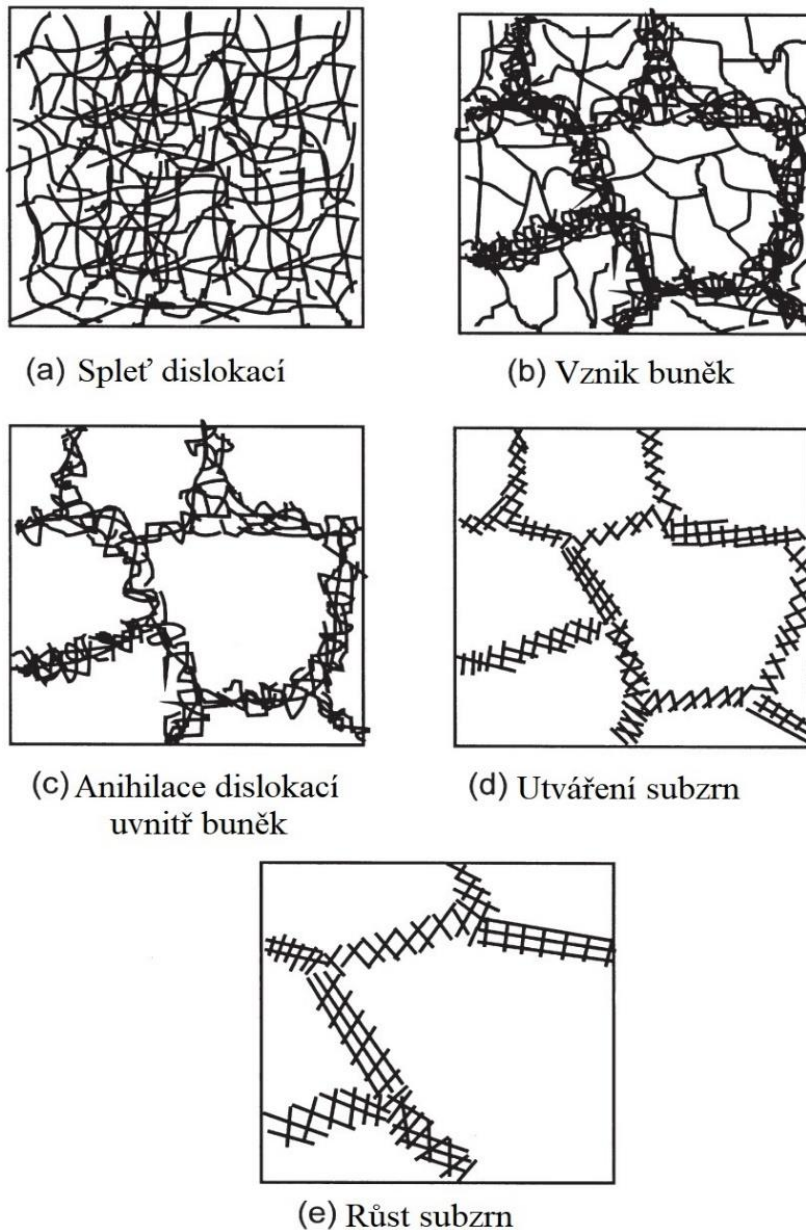
Zotavení odpovídá strukturním změnám, kterými se deformovaná soustava snaží dospět k rovnováze. Postup zotavení je schematicky zobrazen na Obr. 10. Ze spleti neuspořádaných dislokací se utvoří dislokační buňky, v nichž dochází k anihilaci dislokací, dalším uspořádáním dislokací vzniknou stabilnější subzrna, která mohou růst. Jev je ale výrazně závislý na několika faktorech, jako mikrostruktura žíhaného materiálu, stupeň a teplota deformace a teplota žíhání. Ne vždy se proto musí všechny fáze objevit. V některých případech se materiál začne zotavovat již během deformace; v takovém případě se hovoří o dynamickém zotavení. Zotavení je stejně jako rekrytalizace jev řízený uvolňováním uložené deformační energie a rekrytalizaci předchází; nastane-li rekrytalizace, k zotavení již nedochází, neboť rekrytalizace vede ke stabilnějšímu stavu soustavy. Hnací síla rekrytalizace je během zotavení oslabována, a proto je zotavení významným jevem z pohledu vlivu na rekrytalizaci. Přesnou hranici mezi oběma jevy je ale obtížné určit.

Z hlediska mikrostruktury je změna příliš malá na to, aby se dala postihnout optickou mikroskopií. Zpravidla se proto zkoumá změna některé fyzikální nebo mechanické vlastnosti. Vzhledem k endotermnímu charakteru⁶ jevu vhodnou metodou, která slouží k postihnutí podmínek, kdy k zotavení dochází, je diferenciální skenovací kalorimetrie (dále „DSC“). Jev se projevuje také změnou hustoty a elektrické vodivosti, z mechanických vlastností se zkoumá souvislost makroskopické meze kluzu a tvrdosti s mikrostrukturou.

Rozsah zotavení je přímo závislý na krystalové struktuře materiálu a na deformaci. Kovy s hcp strukturou, které nejsou zpevnovány sekundárním, příp. některým dalším skluzovým systémem, jsou schopny úplného zotavení struktury. Totéž platí pro kubické kovy zpevněné pouze v 1. fázi. Pokud jsou ale krystaly v 2., resp. 3. fázi deformačního zpevnění, rekrytalizace může začít dříve, než dojde k pozorovatelnému zotavení. Podíl struktury, která se může zotavit, je úměrný podstoupené deformaci, což nemusí platit tehdy, kdy rekrytalizace zotavení „předběhne“. V kovech s nízkou energií vrstevné chyby je šplh obtížný a před rekrytalizací probíhá pouze krátké zotavení. Naopak je-li energie vrstevné chyby v daném kovu vysoká, šplh je snadný a zotavení před rekrytalizací je rozsáhlé. Vliv mají i atomy příměsí, které mohou ukotvit pohyblivé dislokace, a tím brzdit zotavení, anebo mohou ovlivnit koncentraci a mobilitu

⁶ K aktivaci procesu, resp. k aktivaci pohybu rozhraní, je nutno dodat teplo podle rovnice (2.24), teplo je spotřebováno na tvorbu nových povrchů.

vakancí tak, že šplh, považmo zotavení jako proces je snazší. Dalším faktorem je teplota žíhání; při vyšších teplotách je dosaženo výraznějšího zotavení struktury. [5, s. 169–174]



Obr. 10. Schématické zobrazení fází zotavení. [1, s. 170]

2.3.1 Kinetika zotavení

Snižování deformační energie během zotavení je dosahováno dvěma dílčími pochody: anihilací dislokací a přeskupením dislokací do stabilnějších útvarů. Nemusí jít nutně o dva navazující děje, ale mohou se vyskytnout současně a vzájemně si konkurovat. K anihilaci může dojít, mají-li dvě dislokace Burgersovy vektory opačného znaménka. Jsou-li takové dislokace⁷ na stejné skluzové rovině, k anihilaci postačí skluz. Takový jev se může objevit i při nízké homologické teplotě a vede k dynamickému zotavení. Leží-li ale dislokace na různých skluzových rovinách,

⁷ Těto konfiguraci se říká dislokační dipól.

k anihilaci může dojít kombinací šplhu a skluzu. Jelikož šplh dislokací je tepelně aktivovaný proces, vyskytuje se za vysokých homologických teplot. K anihilaci a zániku dislokačního dipólu dochází podle vztahu

$$\frac{dx_{dipol}}{dt} = \frac{c_1}{x_{dipol}}, \quad (2.25)$$

kde x_{dipol} je vzdálenost mezi póly dislokačního dipólu a c_1 konstanta. Změna dislokační hustoty je dána vztahem

$$\frac{d\rho}{dt} = -c_2\rho^2, \quad (2.26)$$

kde c_2 je konstanta. Vztahy (2.25) a (2.26) platí pouze pro jednoduchý případ, kdy dipóly vzájemně neinteragují a dislokace jsou rovnoběžné a mají podobný Burgersův vektor.

V reálném kovu je ale situace složitější, dislokace jsou obecného typu, charakteru a Burgersova vektoru. Určení je navíc komplikováno tím, že během zotavení není vždy jasné, jaký mechanismus řídí pohyb dislokací. Těmito mechanismy mohou být šplh dislokací, objemová difuze, tepelně aktivovaný skluz nebo příčný skluz. Kinetika se v takto komplikovaném případě zpravidla určuje jako změna určité vlastnosti za jednotku času. Rychlost dislokace řízenou dislokačním šplhem lze určit jako změnu střední vzdálenosti dislokací. Je určena vztahem

$$v_{dis} = \frac{d\bar{x}}{dt} = \frac{D_s G b^3 c_3}{kT\bar{x}}, \quad (2.27)$$

kde D_s je difuzní koeficient, c_3 konstanta, k Boltzmannova konstanta a \bar{x} střední vzdálenost mezi dislokacemi. Předpokládá se, že za vysokých teplot je šplh řízen tvorbou a pohybem vakancí, podobně jako samodifuze. Za teplot nízkých je navíc aktivační energie navýšena o složku energie potřebné pro vznik/zánik tzv. „jogs“, což jsou difuzní výstupky, které vznikají kolmo na skluzovou rovinu a které ukotvují dislokace. Je-li zotavení řízeno tepelně aktivovaným skluzem nebo příčným skluzem, předpokládá se závislost ve tvaru

$$v_{dis} = \frac{d\sigma_i}{dt} = -c_4 \exp\left(-\frac{Q(\sigma_i)}{kT}\right), \quad (2.28)$$

kde c_4 je konstanta a $Q(\sigma_i)$ aktivační energie, která je klesající funkcí interního napětí σ_i v materiálu. Z makropohledu je kinetika postihována jako časová změna některé vlastnosti. [5, s. 177–185]

Zotavení se podle Wawszczaka a kol. [28] projevív v první fázi relaxací tzv. napětí prvního řádu, tedy napětí způsobených heterogenitou materiálu a procesu. Mívají velký dosah (až několik cm). Makronapětí relaxují přeskupováním dislokací do buněk, resp. subzrn. Ve druhé fázi jsou relaxována tzv. napětí druhého řádu, což jsou napětí určující rozdíl mezi napětím v konkrétním zrně a makronapětím; spadají zde např. napětí daná drobnými rozdíly koeficientů tepelné roztažnosti sousedních zrn nebo plastickou deformací realizovanou velkoúhlovou hranicí mezi zrny. K relaxaci tohoto napětí je zapotřebí vyšší teplotní aktivace, aby mohlo docházet k anihilaci dislokací a celkovému snížení dislokační hustoty. Tvrdost je na zotavení závislá, ale změna je malá, obtížně měřitelná. Substrukturní změny během zotavení je obtížné sledovat technikou EBSD s vysokým rozlišením.

Wawszczak a kol. [28] na feritické a austenitické korozivzdorné oceli ukázali, že zotavení ve feritu probíhá intenzivněji než v austenitu, což vysvětlili jako důsledek odlišných

mechanismů pohybu dislokací – zatímco ve feritu k pohybu dochází šplhem, resp. příčným skluzem, v austenitu dvojčatěním. Mobilita rozhraní ve feritu je vyšší. Příčinou upřednostnění určitého mechanismu je velikost energie vrstevné chyby, která vzniká průchodem Shockleyho parciálních dislokací a která je materiálovou charakteristikou. Vysoká energie vrstevné chyby ztěžuje disociaci úplné dislokace na parciální, takže přednostními mechanismy jsou šplh a příčný skluz. Naopak v kovech s nízkou energií vrstevné chyby je „rozpad“ dislokací na parciální dislokace energeticky výhodnější než šplh a příčný skluz, způsobuje ale „zpoždění“ zotavení. Proto může v takových kovech docházet k teplotnímu překryvu zotavení a rekrystalizace.

2.3.2 Subzrna a jejich růst

Z nakupení dislokací vznikají hranice třídimenzionální buněčné struktury, jejichž velikost je závislá na materiálu a deformaci. Anihilací a dalším přeskupením dislokací na neuspořádané buněčné hranici mohou vzniknout nízkoúhlové hranice útvarů, které jsou označovány jako subzrna. Sklon k formaci subzrn na úkor buněk je podporován vysokou energií vrstevné chyby, vysokou teplotou deformace, vysokým napětím a nízkým podílem přísady.

Jak ukazuje vztah (2.21) a Obr. 8a), dislokace v nízkoúhlových hranicích mají během zotavení tendenci tvořit méně hranic s větší misorientací. Energie proto může být dále snižována hrubnutím subzrn, což vede ke snižování podílu energie hranic na celkové energii. Hnací síla pro růst pochází z energie uložené v nízkoúhlových hranicích subzrn a určí se jako změna uložené energie při změně poloměru subzrna r_s :

$$\Delta G_z = -\frac{dE_D}{dr_s} = -\frac{b_z \gamma_{LB}}{r_s} \frac{d}{dr_s} \quad (2.29)$$

kde $b_z \approx 1,5$ je tvarový faktor. Hnací síla je podle rovnice (2.29) závislá na energii nízkoúhlové hranice, a tedy i na misorientaci. Jak subzrna rostou, snižuje se energie rozhraní, ale roste misorientace. To je příčinou orientačních gradientů ve struktuře. Kinetika růstu subzrn je určena vztahem

$$d_{sub}^n - d_{sub,0}^n = c_5 t, \quad (2.30)$$

kde d_{sub} je velikost subzrna, $d_{sub,0}$ je velikost subzrna v čase $t = 0$, c_5 konstanta závislá na teplotě a n kinetický exponent. Růst subzrn je obvykle přerušen rekrystalizací, poměr $d_{sub}/d_{sub,0}$ je málokdy větší než ~ 2 . Dodnes není jasné, jak hranice subzrn přispívají ke zpevnění v materiálu. [5, s. 185–193]

Hrubnutí subzrn se uskutečňuje dvěma mechanismy: migrací hranic subzrn a rotací subzrn, která je následována jejich koalescencí:

1. Je-li růst subzrn řízen *migrací hranic*, nezanedbatelný je vliv místa trojného styku subzrn. Odlišností od obecného případu trojných styků hranic zrn je, že subzrna jsou oddělena nízkoúhlovými hranicemi, jejichž energie je závislá na misorientaci. Rovnovážné úhly proto mohou být výrazně odlišné od 120° . Při nízké deformaci mívají subzrna na metalografickém výbrusu obdélníkový tvar, při větších deformacích potom mají tendenci zaujmout tvar spíše hexagonální. V některých případech, kdy je ve struktuře přítomen žádný nebo malý orientační gradient (menší než $5^\circ/\mu\text{m}$), dochází při růstu subzrn ke zmenšování misorientace, jak ukázal Humphreys. [29] Původ migrace v takovém případě leží nejspíše ve snaze subzrn zaujmout energeticky nejméně náročný povrch; k poklesu energie dochází odstraňováním a zkracováním hranic s vyšší misorientací. Nepřítomnost orientačních gradientů je ale spíše výjimečná záležitost. Rostou-li

subzrna v oblasti, kde je přítomen orientační gradient, dochází ke zvyšování misorientace nízkoúhlové hranice se sousedy podle rovnice

$$\theta = \theta_0 + \Omega(r_s - r_{s,0}), \quad (2.31)$$

kde θ_0 je misorientace při začátku růstu, Ω orientační gradient a $r_{s,0}$ poloměr subzrna na začátku růstu. Tlak na nízkoúhlovou hranici je dán vztahem

$$p_{LB} = \frac{b_z \gamma_{LB}}{r_s}. \quad (2.32)$$

Z rovnice (2.23) a dosazením podle rovnic (2.22), (2.31) a (2.32) vyplývá, že růst subzrna za jednotku času v závislosti na misorientaci je dán vztahem

$$v_{LB} = p_{LB} M = \frac{b_z M \gamma_m}{\theta_m r_s} [\theta_0 + \Omega(r_s - r_{s,0})]. \quad (2.33)$$

Vztah není v této formě přesný, neboť je obtížné určit závislost mobility na misorientaci. Subzrna, která jsou větší a více misorientována oproti průměru, rostou diskontinuálně – rychleji a na úkor ostatních. Důsledkem je substruktura analogická rekrystalizované struktury po abnormálním růstu, který je typický například pro sekundární rekrystalizaci. Diskontinuální růst subzrna ale není častým jevem, neboť je obvykle přerušen rekrystalizací.

2. Mechanismus *rotace subzrna* s následnou *koalescencí* byl experimentálně pozorován pouze při *in-situ* žhání za vysokých teplot (~ 550 °C) u tenkých filmů Al–6hm%Ni, a to pouze v případě velmi nízké misorientace.

Nukleace prvních rekrystalizačních zárodků začíná v oblastech s velkým orientačním gradientem. Z toho důvodu se předpokládá, že růst subzrna je stejně jako nukleace rekrystalizace z již existujících subzrna řízena migrací nízkoúhlových hranic. [5, s. 193–206]

2.4 Rekrystalizace jednofázových soustav

Kromě speciálních případů je rekrystalizací většinou myšlena diskontinuální, primární rekrystalizace. Oproti zotavení, které je z pohledu na úrovni zrna poměrně homogenní proces, jde o typicky heterogenní jev. Nová zrna vznikají v určitých místech materiálu a následný růst zárodků postupně pohlcuje zbytky deformované nebo zotavením částečně relaxované struktury. Během růstu přitom mohou nukleovat další zárodky. Produktem rekrystalizace má být heterogenní struktura rovnoosých zrn s relaxovaným vnitřním napětím. Jak ukázali Wawszczak a kol. [28], ve feritu relaxují napětí druhého řádu, pokud k jejich relaxaci nedošlo již během zotavení. To je důležité z hlediska hnací síly rekrystalizace, která je výraznou relaxací napětí během zotavení, a tedy úbytkem dislokační hustoty, oslabována. Posloupností nukleace a růstu se rekrystalizace podobá fázovým přeměnám, nevznikají ale přitom zárodky nové fáze, nýbrž dochází k růstu existujících krystalů pohybem dislokací. Tepelná bilance při rekrystalizaci je neporovnatelně menší, např. v porovnání s tavením až stokrát.

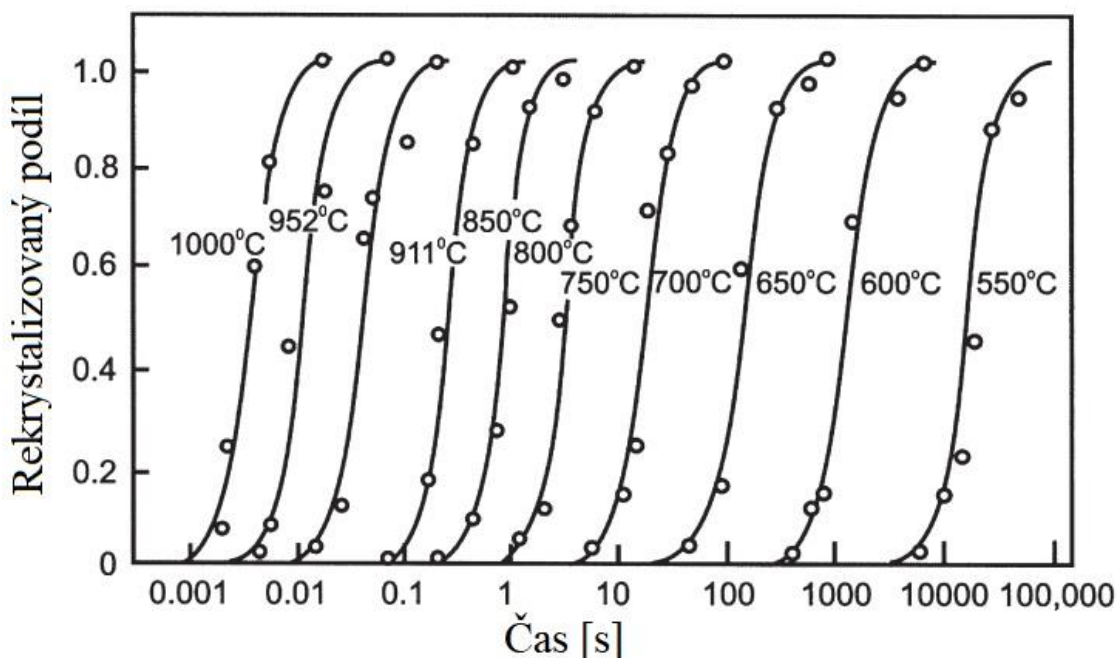
2.4.1 Kinetika nukleace a růstu

Kinetika rekrystalizace se většinou vyjadřuje jako závislost podílu rekrystalizované struktury na čase. Závislost má charakteristický sigmoidální tvar, jak ukazuje Obr. 11. Časový úsek při nulovém podílu nové fáze se označuje jako inkubační doba. Po jejím uplynutí nukleují první zárodky a rekrystalizace je „měřitelná“. Následuje vzrůst podílu rekrystalizované struktury, zpomalení rekrystalizace a posléze úplné zastavení. Hranice mezi nukleací a růstem není ostrá,

neboť oba děje mohou probíhat současně; obvykle se v kinetických diagramech uvádí hranice 5 % jako limitní pro rozlišení nukleace a růstu. Izotermická závislost rekrystalizovaného podílu na čase se postihuje Avramiho vztahem

$$X_V = 1 - \exp(-Bt^n); X_V \in (0; 1) \quad (2.34)$$

kde B je parametr závislý na tvaru zárodků a rychlosti nukleace a růst; přesný výpočet je obtížný a obvykle se určuje pouze přibližně jako konstanta závislá na teplotní aktivaci z Arrheniova vztahu. Základním předpokladem Avramiho modelu je náhodná distribuce zárodků, takže vzhledem k většinou heterogennímu, místně určenému charakteru rekrystalizace je platnost modelu omezená. Larouk a Bouhalais [30] potvrdili přibližnou platnost Avramiho přístupu experimentálně na nízkouhlíkové oceli. Přesnější a komplexnější přístup nabízí např. metoda mikrostrukturní cesty. Kinetiku je také možné postihnout, podobně jako při zotavení, jako změnu určité vlastnosti za jednotku času. [5, s. 215–235; 6, s. 176–177]



Obr. 11. Kinetické křivky pro Fe-3,5%Si, žhánáno při různých teplotách. [5, s. 230]

Neexistuje jednotná shoda na tom, co je to rekrystalizační zárodek. „Pracovní“ definici nabízí Humphreys a Hatherly [5], že jde o krystalit o malé vnitřní energii, který roste do deformovaného nebo zotaveného materiálu, od něhož je oddělen vysokoúhlovou hranicí. Dillamore a kol. [9] uvádí, že potenciálním rekrystalizačním zárodkem je vždy subzrno, které je oproti sousedům větší, přičemž nezbytná velikost závisí na geometrii a energii hranice. Označení „zárodek“ je sporné; v materiálu nedochází k nukleaci nové fáze, ale přeskupení dislokačního uspořádání a růstu již existujících substrukturních útvarů.

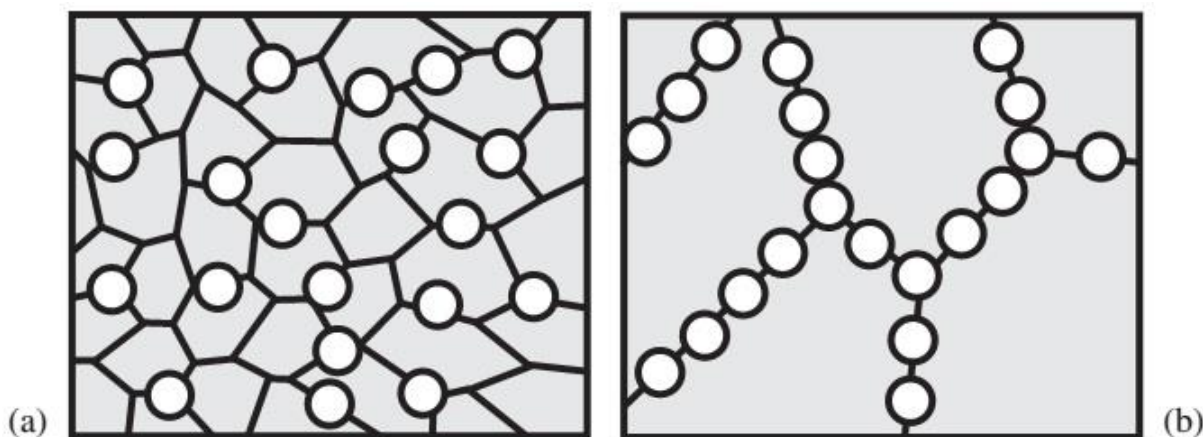
Vhodná subzrna bývají přítomna v deformačních, resp. přechodových pásech, dalšími vhodnými místy pro nukleaci jsou hranice zrn nebo smykové pásy. Při nízké deformaci je těchto míst generováno méně a rekrystalizovaná struktura je proto výrazně heterogenní. Přestože přítomnost orientačních gradientů ve struktuře značí větší uloženou energii a potenciálně více zárodků, z hlediska růstu jsou dle Dillamore a kol. [9] nejlepší latková subzrna s „tak akorát“ malou misorientací. Důvodem je, že subzrna s příliš malou křivostí mají větší tendenci se zakulacovat a subzrna s vysokou misorientací vůči sousedům jsou relativně stabilní a jejich hnací síla růstu je malá. Počet zárodků v jednotce objemu nemusí být konstantní, ale může se měnit

s časem, v závislosti na měnících se energetických podmínkách v soustavě. Počet a distribuce se mění i v závislosti na velikosti zrna, jak ukazuje Obr. 12. Jemnější struktura poskytuje více nukleačních míst, a proto je výsledná struktura po rekrystalizaci homogenní více než v případě hrubozrnné výchozí struktury. Je výhodné znát nukleační stupeň, resp. rychlost nukleace, který se určí jako počet zárodků v jednotkovém objemu za jednotku času. Nukleace rekrystalizace je komplexní nehomogenní proces, a proto není možné nukleační stupeň postihnout jako jednoduchý parametr závislý pouze na teplotní aktivaci z Arrheniova vztahu. [9]

Růst nových zrn je určen rychlostí pohybu velkoúhlové hranice podle rovnice (2.23), kde rychlost pohybu hranice odpovídá rychlosti růstu zrna. Jako tepelně aktivovaný proces lze rychlost růstu vyjádřit Arrheniovou rovnicí:

$$J_G = c_7 \exp\left(-\frac{Q_G}{kT}\right), \quad (2.35)$$

kde c_7 je konstanta, Q_G aktivační energie růstu, kterou lze interpretovat jako změnu volné energie v důsledku snížení dislokační hustoty. Problémem je, že rychlost růstu není během děje konstantní; mění se v čase i prostoru v závislosti na lokální mikrostrukturní heterogenitě, mobilitě rozhraní a energii, která se liší podle krystalografických směrů. Z globálního pohledu uvedený vztah platí.



Obr. 12. Schématické zobrazení vlivu velikosti zrna na heterogenitu nukleačních míst. a) Jemné zrna. b) Hrubé zrna. [1, s. 239]

Heterogenita struktury je zpravidla umocňována růstem. Ne všechny rekrystalizační zárodky rostou stejně rychle, což je dáno velikostí deformace, resp. uložené deformační energie v okolí a energií, která je určena krystalografickou orientací zrn. Výrazněji se tento vliv projevuje u kovů s malým počtem skluzových systémů, typicky mosaz s hcp mříží, u bcc struktur není tento vliv tolik patrný. Zárodek vždy roste do míst, která mají největší energii, a tedy i hnací sílu růstu, růst je přitom uskutečňován usměrněným tokem atomů přes rozhraní. Je-li zárodek uprostřed zrna (např. v přechodovém nebo smykovém pásu), většinou roste v první fázi migrací bodu trojného styku hranic, následovanou migrací nízkoúhlových hranic. Dalším vhodným místem nukleace a růstu jsou vysokoúhlové hranice zrn. Zárodek v blízkosti hranice zrn roste mechanismem tzv. deformačně indukované migrace hranic zrn (dále SIBM z angl. „stress induced boundary migration“).

Subzrno, resp. zárodek v blízkosti vysokoúhlového rozhraní, roste do zrna s větší energií migrací hranice a za sebou nechává rekrystalizovaný, dislokacemi méně posetý objem. Charakteristickým znakem tohoto mechanismu je, že zárodek má podobnou orientaci jako

„matečné“ zrna. Hnací síla SIBM pochází z rozdílu dislokační hustoty v obou zrnech, jak naznačuje Obr. 13. U zárodku kulovitěho tvaru je celková energie hranice dána vztahem

$$E_{B,N} = 4\pi r_N^2 \gamma_b, \quad (2.36)$$

kde r_N je poloměr zárodka a γ_b plošná hustota energie obecné hranice. Změna této energie při růstu zárodka je rovna

$$\frac{dE_{B,N}}{dr_N} = 8\pi r_N \gamma_b. \quad (2.37)$$

Hnací síla růstu zárodka v rané fázi je dána rozdílem energií zrn

$$\Delta E = E_2 - E_1 \quad (2.38)$$

při změně poloměru zárodka. Úbytek energie je dán vztahem

$$\frac{dE}{dr_N} = 4\pi r_N^2 \Delta E. \quad (2.39)$$

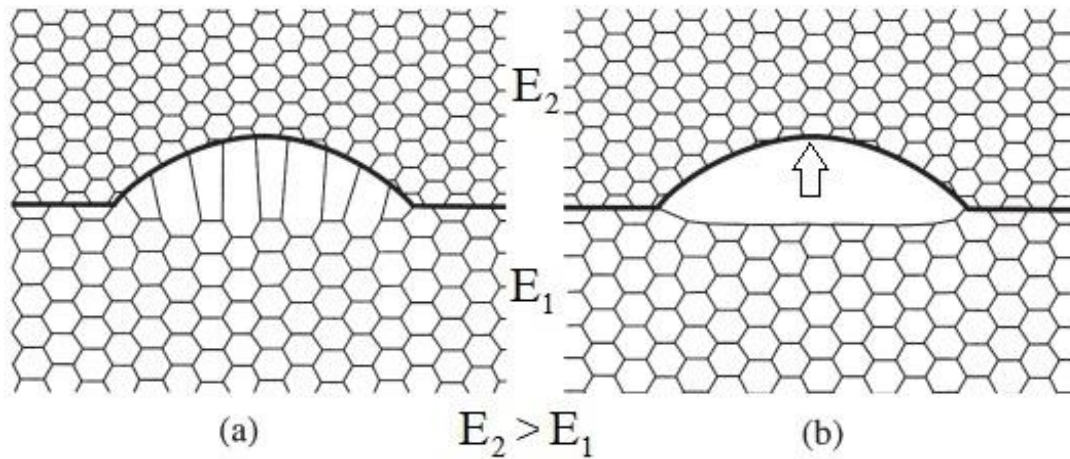
Hnací síla SIBM je dána rozdílem protichůdných sil od úbytku energie vlivem snížení dislokační hustoty zárodka a přírůstku energie v důsledku zvětšení plochy hranice zrna:

$$\Delta G_{SIBM} = \frac{dE}{dr_N} - \frac{dE_{B,N}}{dr_N}. \quad (2.40)$$

Porovnáním rovnic (2.37) a (2.39) lze odvodit kritický poloměr zárodka

$$r_{kr,N} = \frac{2\gamma_b}{\Delta E}. \quad (2.41)$$

Podmínkou růstu zárodka je poloměr větší než kritický. [5, s. 250–259; 9]



Obr. 13. Schématické zobrazení SIBM. a) "Protažení" dislokační struktury s hranicí zrna. b) Zánik dislokační struktury uvnitř zárodka. [1, s. 252]

Z globálního pohledu odpovídá hnací síla růstu zrn uložené deformační energii, která je dána rovnicí (2.9). Zanedbáním energie jádra dislokace ji lze zjednodušit na

$$\Delta G_r = E_D \approx \rho \alpha G b^2. \quad (2.42)$$

Hnací síla je v tomto vztahu vztažena na jednotkový objem. Velikost hnací síly závisí i na rozsahu zotavení, které rekrytalizaci předchází. Pokud jsou dislokace uspořádány

v nízkoúhlových hranicích, lze vyjádřit závislost na velikosti subzrn a misorientaci. Nukleaci a růstem vznikají nová velkoúhlová rozhraní, nelze proto opomenout kapilární efekt. Podle Gibbs-Thomsonova vztahu je přírůstek volné energie v důsledku existence nových hranic zrn o jednotkovém objemu tvaru

$$\Delta G_{GB} = \frac{2\gamma_b}{r_G}, \quad (2.43)$$

kde r_G je poloměr zrna. Přírůstek má význam především v rané fázi rekrystalizace, kdy mají zárodky malý poloměr. V další fázi je naopak celková energie hranic snižována, neboť rekrystalizací zaniká dislokační substruktura uvnitř zrn. [5, s. 215–220; 9]

2.4.2 Zákony rekrystalizace

Zákony rekrystalizace jsou soubor pravidel, která jsou založena na experimentálních pozorováních a která předpovídají vliv mikrostruktury (zejm. velikosti zrna) a procesních parametrů (zejm. deformaci a žíhací teplotu) na žíhací čas a velikost zrna po žíhání. Zákony nemají obecnou platnost, ale vztahují se na množinu případů, kdy je rekrystalizace založena na nukleaci a růstu a je řízena jako tepelně aktivovaný proces, jehož hnací silou je ve struktuře uložená deformační energie.

1. *Minimální deformace je potřebná k iniciaci rekrystalizace.* K iniciaci stačí taková deformace, která „poskytne“ dostatek energie pro vznik a růst rekrystalizačních zárodků.
2. *Rekrystalizační teplota klesá s žíhacím časem.* Příčinou je, že rekrystalizace je tepelně aktivovaný proces. Vztah mezi rychlostí rekrystalizace a teplotou je dán Arrheniovou rovnicí.
3. *Rekrystalizační teplota klesá, zvětšuje-li se deformace.* Deformační energie roste s deformací, takže potřebná hnací síla je dosažena při menší tepelné aktivaci.
4. *Velikost rekrystalizovaných zrn závisí především na velikosti deformace.* Čím větší deformace, tím jemnější rekrystalizovaná struktura.
5. *Čím větší je velikost původních zrn, tím větší musí být deformace, aby bylo dosaženo ekvivalentní rekrystalizační teploty a žíhací doby.*
6. *Čím vyšší je teplota deformace, tím větší musí být deformace, aby bylo dosaženo ekvivalentního deformačního zpevnění.*
7. *Žíhání po dokončení rekrystalizace vede k hrubnutí struktury.* [31]

Rychlost, resp. stupeň rekrystalizace ovlivňuje více faktorů. Jsou-li porovnány vzorky ze stejného výchozího materiálu, které byly vystaveny různým deformacím, nejrychleji rekrystalizuje nejvíce deformovaný vzorek. Barto a Ebert [32] na vzorku Mo ukázali, že rychlost rekrystalizace je závislá na módu zatěžování; rychlost deformace klesá od nejrychlejšího módu v pořadí tah, tažení drátů, válcování a tlak. V polykrystalech je rychlost rekrystalizace závislá na deformační textuře, jak ukázal vztahem (2.13) Dillamore a kol. [9] Rekrystalizace různých texturních komponent proto probíhá jinak, takže rekrystalizace má s výjimkou speciálních případů heterogenní charakter. Vliv má i charakter posouvajícího se rozhraní, resp. orientační vztah mezi původním a rekrystalizovaným zrnem. Hranice s velkou mobilitou jsou příčinou orientovaného růstu a mohou silně ovlivnit rekrystalizační texturu. Jak ukázal vztah (2.43), volná energie polykrystalu je navýšena o hodnotu úměrnou energii hranice zrn. To znamená, že čím jemnější je výchozí struktura, tím větší je energie uložená v soustavě a tím intenzivnější je rekrystalizace, což je ekvivalentní zdůvodnění pravidla 6 výše. Velký vliv má čistota materiálu; např. rekrystalizační teplota Fe komerční čistoty je 480 °C, zatímco zonálním tavením lze dosáhnout vyšší čistoty a snížení teploty na 300 °C. Nečistoty ovlivňují i mobilitu rozhraní a

tím rychlost růst rekrystalizovaných zrn. Dojde-li v průběhu rekrystalizace k precipitaci, je rekrystalizace zpomalena. Precipitaci ve dvoufázových slitinách se lze vyhnout rychlým ohřevem. Rychlost ohřevu má vliv i na rychlost rekrystalizace tehdy, kdy je dostatečně pomalá na to, aby bylo mohlo proběhnout rozsáhlé zotavení struktury, což by znamenalo snížení hnací síly a zpomalení rychlosti rekrystalizace. [5, s. 220–232]

2.5 Rekrystalizace dvoufázových slitin

Většina technických slitin obsahuje více než jednu fázi. Sekundární fáze se může vyskytovat ve formě disperzních částic nebo precipitátů, které vznikly žiháním. Důležitými důsledky existence částic druhé fáze na rekrystalizaci slitiny jsou:

- uložená energie v soustavě, resp. hnací síla rekrystalizace může být vyšší,
- velké částice mohou být vhodnými místy pro nukleaci zárodků,
- částice mohou ukotvit dislokace a snižovat tak mobilitu rozhraní.

Vliv částic na rekrystalizaci je určen tím efektem, který převládne nad ostatními. Složení slitiny a technologický postup výroby ovlivňuje velikost, tvar, distribuci a objemový podíl částic sekundární fáze. Všechny zmíněné aspekty mají vliv na rekrystalizační chování slitiny.

Existence husté sítě částic sekundární fáze vede ke zpomalení, někdy i k zastavení rekrystalizace; tento jev je principem disperzního zpevnění slitin pro vysokoteplotní aplikace. Příčinou je ukotvení dislokací částicemi. Humphreys [33] na slitině Al–Si ukázal, že čím větší je částice, tím rychlejší je rekrystalizace a tím jemnější je rekrystalizovaná struktura. Urychlení oproti jednofázové rekrystalizaci je způsobeno navýšením hnací síly kvůli dislokacím generovaným v okolí částic, příp. z důvodu částicemi stimulované rekrystalizace.

Koherentní částice s malou pevností, příp. nízkou houževnatostí zpomalují rekrystalizaci. Během deformace se částice protáhnou, během žihání se rozlomí a zakulatí. Klesá střední vzdálenost částic, čímž se zvyšuje efekt ukotvení dislokací. Distribuce tvrdých částic v primární fázi rekrystalizaci většinou urychluje. Je-li částice dostatečně malá, lokální napětí v důsledku nárůstu dislokační hustoty se může zvýšit natolik, že částice praskne.⁸ V okolí prasknuté částice se vytvoří deformační pásy, které mohou sloužit jako vhodná místa pro nukleaci rekrystalizace. Při vyšších deformacích (ε vyšší než $\sim 0,9$) vede zjemnění disperze částic k více homogenní deformaci, zvýšenému ukotvení dislokací a zpomalením rekrystalizace. [5, s. 285–292]

2.5.1 Částicemi stimulovaná nukleace

Částicemi stimulovaná nukleace (dále jen „PSN“ z angl. „particle stimulated nucleation“) se může vyskytnout ve slitinách (např. Al, Fe, Cu, Ni), ve kterých je velikost částic sekundární fáze větší než $\sim 1 \mu\text{m}$. [33] Ve většině případů na jedné částici nukleuje jeden zárodek, nicméně na velkých částicích (větších než $5\text{--}10 \mu\text{m}$) může být zárodků více. Je-li ve struktuře vysoký podíl takových částic, může být PSN hlavním mechanismem nukleace zárodků. V takovém případě je snadné rekrystalizaci řídit prostřednictvím tepelného zpracování. Rekrystalizační textura PSN je odlišná a snadněji ovlivnitelná, než v případě „obvyklé“ nukleace. Rekrystalizačními zárodky jsou stejně jako u jednofázových slitin již existující subzrna; nukleace se uskutečňuje velmi rychlou migrací subzrn a růst může být zastaven, když je pohlcena substruktura celé PDZ.

⁸ Roli hraje i tvar, nejvýhodnější z hlediska snadnosti porušení je tvar protáhlý zploštělý.

Podmínkou vzniku zárodku je, že maximální misorientace v PDZ je dostatečná na to, aby mohla vzniknout velkoúhlová hranice zrn s matricí. Z rovnice (2.33) vyplývá, v oblastech s velkým orientačním gradientem růst zárodku nezávisí na velikosti subzrna. Jak zárodek roste, zvyšuje svou misorientaci vůči sousedícím subzrnům. Když misorientace přesáhne $\sim 15^\circ$, subzrno se stane potenciálním rekrystalizačním zárodkem. Kritická velikost zárodku je nepřímo úměrná orientačnímu gradientu. Čas potřebný k vytvoření zárodku je nepřímo úměrný druhé mocnině orientačního gradientu, a proto jsou kineticky preferovány zárodky na povrchu částice sekundární fáze, kde je orientační gradient nejvyšší. Velikost zrn, resp. zárodků je závislá na deformaci, jak říká 4. zákon rekrystalizace. Vztah pro kritický poloměr zárodku lze odvodit analogicky ke vztahu (2.41), hnací silou je v tomto případě změna dislokační hustoty:

$$r_{kr,PSN} = \frac{2\gamma_b}{E_D}. \quad (2.44)$$

Zásadní vliv na kritickou velikost zárodku, potažmo na jemnozrnnost struktury, má deformace. [5, s. 293–298]

Humphreys [34] na monokrystalu Ni s disperzí SiO_2 ukázal, že PSN zárodky nemají náhodnou krystalografickou orientaci a podílí se na tvorbě rekrystalizační textury. Na polykrystalech je ale textura slabá, případně není žádná textura pozorována, jak ukázali Chan a Humphreys [35], přestože vzhledem k jednotlivým zrnům není náhodně orientována.

Význam PSN tkví, kromě absence textury, především v možnosti kontrolovat velikost zrna rekrystalizované struktury. Pokud každá částice představuje jeden nukleační případ⁹, pak průměrná velikost zrna ve struktuře je přibližně dána vztahem

$$d_G = d_\varepsilon f, \quad (2.45)$$

kde d_ε je velikost částice a f objemový podíl částic. Pokud dochází k nukleaci více zárodků na jedné částici, efektivita PSN je vyšší. Nejvyšší efektivita PSN lze teoreticky docílit disperzí velkých částic (větších než 5–10 μm) s řídkou distribucí. Cílem takové distribuce je zajistit, aby zárodky vzájemně „nesoupeřily“ a objevily se v přibližně stejný čas. [5, s. 293–304]

2.5.2 Zenerova zarážka

Je-li disperze částic sekundární fáze dostatečně hustá, dochází k ukotvení dislokací částicemi tzv. Zenerovou zarážkou. Efekt se stupňuje tím, čím hustější je distribuce částic, jejichž rozmístění může v limitním případě dosáhnout až velikosti subzrn. K pohybu dislokací se Zenerovou zarážkou je potřeba vyšší aktivační energie, o niž je navýšena hnací síla rekrystalizace. Pohyb rozhraní je zpomalen a může být úplně zastaven, čehož důsledkem je zastavení rekrystalizace, příp. ani nedojde k jejímu projevu. V takovém případě nemohou subzrna růst a nevznikají vysokoúhlové hranice. Energie potřebná k překonání Zenerových zarážek v jednotkovém objemu je dána vztahem

$$\Delta G_{Zener} = \frac{3f\gamma_b}{d_\varepsilon}. \quad (2.46)$$

Energie je místně určená, je-li distribuce částic v matrici nehomogenní. Velký význam má v částicových kompozitech s kovovou matricí. [5, s. 304–306]

⁹ Efektivita takové situace je rovna 1.

2.6 Růst zrn po rekrystalizaci

Po ukončení primární rekrystalizace, která je řízena uvolňováním deformační energie, stále není struktura ve stabilním stavu. Příčinou je existence hranic zrn; systém se hranic „zbavuje“, což je příčinou růstu zrna. Hnací silou hrubnutí struktury je uvolňování energie hranic zrn. Hnací síla je v porovnání s primární rekrystalizací až o dva řády menší, a proto je v porovnání pohyb hranic zrn pomalejší a efekt ukotvení dislokací, resp. hranic zrn příměsemi větší. Z technologického hlediska je růst zrn důležitý, neboť při něm dochází ke změně mechanických vlastností. Vlivem hrubnutí zrna se snižuje pevnost a tažnost, ale zlepšují se creepové vlastnosti. Podle charakteru růstu se obvykle odlišují dva typy růstu: normální a abnormální růst.

Při normálním růstu hrubne struktura jednotně, jde o kontinuální proces. Je výsledkem interakcí mezi topologickou nutností (vyplnění prostoru) a geometrickou nutností (dosažení rovnováhy snižováním povrchových napětí). Jediným geometrickým útvarem, který může tento požadavek ve dvourozměrném prostoru splnit, je hexagon. Objeví-li se ve struktuře pětistranný polygon, je nestabilní vůči okolním zrnům a migrací hranic, příp. trojných styků zrn zanikne. Kinetika růstu není dodnes objasněna, o vysvětlení se pokouší teorie, které lze rozlišit na deterministické a statistické. Podstatou deterministických teorií je, že chování zrna ve struktuře je závislé na chování všech ostatních zrn. Metody jsou výpočetně velice náročné. Statistické modely předpokládají zobecnění chování celé struktury na vzorek několika zrn.

Dojde-li lokálně ke zvětšení zrna tak, že jeho hranice svírají v bodech trojného styku zrn úhly větší než 120° , hranice takového zrna migrují a zrno roste na úkor zrn sousedních. Proces je označován jako abnormální růst zrn, příp. sekundární rekrystalizace a má diskontinuální charakter. Rozborem kinetických podmínek lze ukázat, že velká zrna vždy rostou pomaleji než zrna menší, a proto nemůže k abnormálnímu růstu dojít v ideálním materiálu. Výskyt je podmíněn přítomností poruch – zejm. se jedná o částice sekundární fáze, texturu a povrchové jevy. Výskyt abnormálního růstu je častý v případě tenkostěnných materiálů; někdy bývá růst silně ovlivněný povrchovými jevy označován jako terciární rekrystalizace.

Hlavními faktory ovlivňující růst zrn jsou:

- teplota – růst zrn zahrnuje migraci velkoúhlových hranic, jejichž kinetika je silně ovlivněna teplotou,
- příměsi a cizí částice – atomy druhé fáze ukotvují mobilní dislokace, složitější vměstky tvoří geometrickou překážku pohybu hranic,
- velikost vzorku – rychlost růstu klesá, když je zrno větší než šířka vzorku,
- textura – materiál se silnou texturou obsahuje hodně nízkoúhlových hranic, takže hnací síla růstu je menší.

Grey a Higgins [36] ukázali, že růst zrna je omezený limitní velikostí zrna, která je materiálovou charakteristikou, a tedy je konečný. Kinetika růstu je zjednodušeně dána vztahem

$$v_{GB} = (p_{GB} - C)M, \quad (2.47)$$

kde C je materiálová konstanta, jejíž význam je podobný Zenerově zářezce. Grey a Higgins její fyzikální původ v jednofázových slitinách vysvětlili v neschopnosti difuze shluků atomů nečistot přes rozhraní. Ve dvoufázových slitinách je velikost zrna omezena kvůli přítomnosti Zenerových zářezek. [5, s. 333–341]

2.7 Rekrystalizační textura

Zásadní význam existence rekrystalizační textury tkví ve směrovosti vlastností finálních produktů, což je důležité vzhledem k tomu, rekrystalizačním žíháním nelze odstranit anizotropii vlastností zvýrazněnou předchozí deformací.

Zárodky rekrystalizovaných zrn jsou malé oblasti, které jsou přítomné v deformované struktuře, takže orientace zárodků je daná již ve výchozím stavu před rekrystalizací. Původ rekrystalizační textury je vysvětlován dvěma teoriemi: teorií orientovaného růstu a teorií orientované nukleace.

1. *Teorie orientovaného růstu.*

Teorie předpokládá preferovaný růst zrn se specifickou orientací při náhodným rozmístění zárodků. Lücke [37] při experimentech na několika kovech (slitiny Al, Cu) ukázal, že nejčastější orientační vztah u fcc kovů je rotace $\sim 40^\circ$ okolo osy $\langle 111 \rangle$, a vysvětlil to tím, že mobilita hranic je při misorientaci 40° maximální, což vede k přednostnímu růstu. Teorie se potýká s několika problémy, které se nepodařilo vysvětlit:

- a) počet zárodků je limitovaný, takže orientovaný růst se neobjeví nezávisle na orientované nukleaci,
- b) existenci orientačního vztahu mezi deformační a rekrystalizační texturou se podařilo potvrdit Hjelenovi a kol. [38] pouze při malých deformacích, v případě velké deformace jsou orientační vztahy silně lokalizované, mění se při růstu zrn do okolí,
- c) preference růstu v určitém směru je určena i dalšími faktory, kterými jsou velikost rekrystalizačních zárodků, poloha zárodků v materiálu vzhledem k rozmístění uložené energie,
- d) textura nemusí podléhat rotaci $40^\circ \langle 111 \rangle$, protože mobilita hranic s misorientací $20\text{--}40^\circ$ je rovněž vyšší než průměrná mobilita hranic a zárodků se „správnou“ misorientací 40° není statisticky dost na to, aby samostatně byly dominantní.

2. *Teorie orientované nukleace.*

Teorie předpokládá, že rekrystalizační textura vzniká díky preferované nukleaci zrn s určitou orientací. Vysvětlení podal model, který představili Dillamore a Katoh [39]: podle výpočtů rotačních tras vznikají během komprese polykrystalického Fe deformační přechodové pásy koncentrované ve směrech $\langle 411 \rangle$, pokud se rotační trasy sousedících objemů rozbíhají. Mříž je v oblastech přechodových pásů silně „zkřivená“ a poskytuje vhodná místa pro nukleaci a růst a určuje ráz textury, jak experimentálně potvrdili Inokuti a Doherty. [40] Problémem modelu je, že podceňuje orientační gradient v deformačních, resp. přechodových pásích.

Ani jedna z teorií nemá obecnou platnost. Problémem je absence jasné hranice mezi koncem nukleace a začátkem růstu, což ostré hrany mezi teoriemi otupuje. Teorie orientovaného růstu dobře popisuje např. růst po PSN, teorie orientované nukleace např. rekrystalizační texturu silně deformovaných ($\sim 80\%$) ocelí. Lze usuzovat, že obě teorie představují jednotlivé mechanismy, z nichž při určitých podmínkách je právě jeden dominantní. [5, s. 393–408]

2.8 *In-situ* pozorování zotavení a rekrytalizace

K pozorování dynamických dějů, jako jsou nukleace a růst, se využívá *in-situ* technik. Jejich principem je pozorování určitou technikou (např. EBSD) na „svém původním místě“ za podmínek děje, tedy v případě rekrytalizace je snímkování prováděno přímo na žíhací teplotě. Výhodou *in-situ* pozorování je, že lze zachytit dynamické změny v materiálu v reálném čase, což lze využít při pozorování nukleačních míst, růstu zárodků a hrubnutí zrn při statické primární i sekundární rekrytalizaci. Zásadní význam hraje *in-situ* pozorování u dynamické rekrytalizace, jejíž mechanismy by nebylo možné pozorováním *post-mortem* (tedy např. po žíhání; též *ex-situ*) zachytit.

In-situ experimenty lze provádět v transmisních i skenovacích elektronových mikroskopech. Využívá se pro daný typ mikroskopu speciálně upravených stolků, které zajišťují ohřev, příp. plní i funkci tahového stolku.¹⁰ Zásadním omezením *in-situ* je čas, který zabere vytvoření jednoho snímku. V případě EBSD snímkování uvádí firma Oxford Instruments průměrnou dobu snímkování svých detektorů 6 minut. [41] Dalšími omezeními jsou stabilita studovaného systému za podmínek v elektronovém mikroskopu, kde je vzorek vystaven vakuu a urychlenému proudu elektronů, a rozlišení nutné k zachycení pozorovaných detailů. [4] Údaj se může výrazně lišit v závislosti na velikost snímané plochy a velikosti kroku (velikosti oblasti odpovídající jednomu pixelu v SEM – skenovacím elektronovém mikroskopu). Dalším problémem vyskytujícím se při ohřívání materiálu je driftování obrazu. Požadavky kladené na ohřívací stolky jsou maximální dosažitelná teplota, tepelná stabilita, systém měření teploty a snadná obsluha. Trhací stůl musí zajistit především tuhost, v kombinaci s ohřevem¹¹ navíc zamezení odvodu tepla čelistmi stolku. Je rovněž důležité zajistit maximální stínění radiace ze vzorku, aby došlo k co nejmenšímu tepelnému ovlivnění částí mikroskopu, příp. zajistit chlazení.

Vhodnou technikou k *in-situ* testování zotavení je např. rentgenová difrakce k měření napětí v materiálu, jak ukázali Wawszczak a kol. [28] K pozorování rekrytalizace se zpravidla využívá techniky EBSD v SEM. Výhodou oproti pozorování v transmisním módu je snazší příprava vzorků a možnost pozorování i v tlustostěnných objemových materiálech. V kombinaci s iontovým odprašováním lze vytvořit 3D EBSD mapy, jak ukázali Petrevec a kol. [42] Substrukturní změny během zotavení jsou postižitelné EBSD pouze při skenování velmi malé oblasti (řádově μm). Zotavení probíhá navíc poměrně rychle a bývá přerušeno rekrytalizací, takže se EBSD při jeho dokumentaci moc často nepoužívá.

Při ohřevu nad 400 °C může být signál zpětně odražených elektronů, příp. EBSD rušen infračerveným zářením, což lze vyřešit aplikací filtru před/na EBSD detektor. Signál za zvýšených teplot (cca nad 200 °C) bývá, je-li odstíněno infračervené záření, zpravidla lepší než za pokojové teploty, což je způsobeno vypařením nečistot, které zůstaly na povrchu po mechanické přípravě vzorku. Silná deformace vzorku, příp. nerovnost povrchu je příčinou zhoršení kvality difrakčních stop BSE (z angl. back-scattered electron) – zpětně odražených elektronů. Při teplotách nad 1000 °C je signál silně rušen termální emisí elektronů a fotonů, problémem je i znečištění vakua odpařenými atomy z povrchu vzorku. [41; 43; 44; 45]

¹⁰ Moderní stolky jsou schopny různých módů namáhání – tahu, tlaku i ohybu.

¹¹ Vhodné pro studium dynamické rekrytalizace.

3 Experimentální část

3.1 Cíle experimentální práce

Cílem experimentální práce je vypracovat *in-situ* studii rekrystalizace automatových ocelí 11SMnPb30 a bezolovnaté alternativy 11SMnBi30. Na základě kalorimetrického měření mají být zvoleny vhodné žíhací teploty. Cílem je nalézt vhodné podmínky (teplotu a čas), které zaručí obnovení plasticity tvářeného materiálu při minimálním poklesu pevnosti:

- pevnost minimálně 550 MPa,
- mez kluzu minimálně 460 MPa,
- tažnost 12 %.

Podle specifikace dané firmou Fischer (vizte Přílohu 1) má dodávaná ocel dosahovat:

- pevnosti R_m 510–810 MPa,
- meze kluzu $R_{p0,2}$ minimálně 440 MPa,
- tažnosti A_5 minimálně 6 %.

Aktuální dodavatel dodává (vizte Přílohu 2) čtyřhranný tyčový polotovár oceli 11SMnPb30 následujících vlastností:

- pevnost 623–633 MPa,
- mez kluzu minimálně 548 MPa,
- tažnost minimálně 10 %.

Dílními cíli práce je provést popis a interpretaci degradačního mechanismu a zdokumentovat vliv vměstků na plasticitu oceli.

3.2 Materiál

Experimentálně testovanými materiály jsou automatové oceli 11SMnPb30 a 11SMnBi30 s feritickou strukturou (do 10 % perlitu; vizte Přílohu 3). Chemické složení podle EN 10087 je uvedeno v Tab. 2. Primární technologickou vlastností je obrobiteľnosť, ktorá je zajištěna vysokým obsahem fosforu a síry ve formě vměstků MnS s obálkami Pb, resp. Bi, které se při obrábění vlivem zvýšených teplot taví a vytváří na povrchu tenký film, který zlepšuje lubrikaci a umožňuje užití vyšších řezných rychlostí. Oba dva materiály vlivem přítomnosti vměstků MnS snadno tvoří drobnou třísku, díky čemuž je omezen kontakt třísky s obrobkem, což umožňuje použít vyšší řezné rychlosti a prodlužuje životnost nástroje. Problémem Pb je toxicita, Bi toxický není. Materiál je dodán ve tvářeném, za studena taženém stavu. Oceli jsou dodávány jinými dodavateli (11SMnPb30 WDI GmbH, 11SMnBi30 Třineckými železárnami, a. s.), míra zpevnění je odlišná, jak vyplývá ze srovnání pevnostních charakteristik ocelí v Tab. 3. Podle metalografického rozboru oceli v Příloze 3 je typ vměstků v oceli klasifikován jako typ 1.1.

Tab. 2. Chemické složení testovaných automatových ocelí podle EN 10087. [2]

Označení oceli	[hm%]						
	C	Mn	Si	P	S	Pb	Bi
11SMnPb30	min.	0,90			0,27	0,20	
	max.	0,14	1,30	0,05	0,11	0,33	0,35
11SMnBi30	min.	0,90			0,27		0,08
	max.	0,14	1,30	0,05	0,11	0,33	0,20

3.3 Příprava vzorků

Vzorky byly odebrány elektrojiskrovým obráběním z čtyřhranného tyčového polotovaru 10x10 mm². Jde o ploché zkušební tyče odlišných geometrií pro dva odlišné typy trhacích stůlů s ohřevem. Vzorky pro trhací stůl SWF 5000 (firmy Swift Instruments) podle geometrie na výkrese v Příloze 4 byly kvůli technickým potížím v průběhu experimentů nahrazeny vzorky pro trhací stůl MT-1000 (firmy NewTec Scientific) podle geometrie na výkrese v Příloze 5.

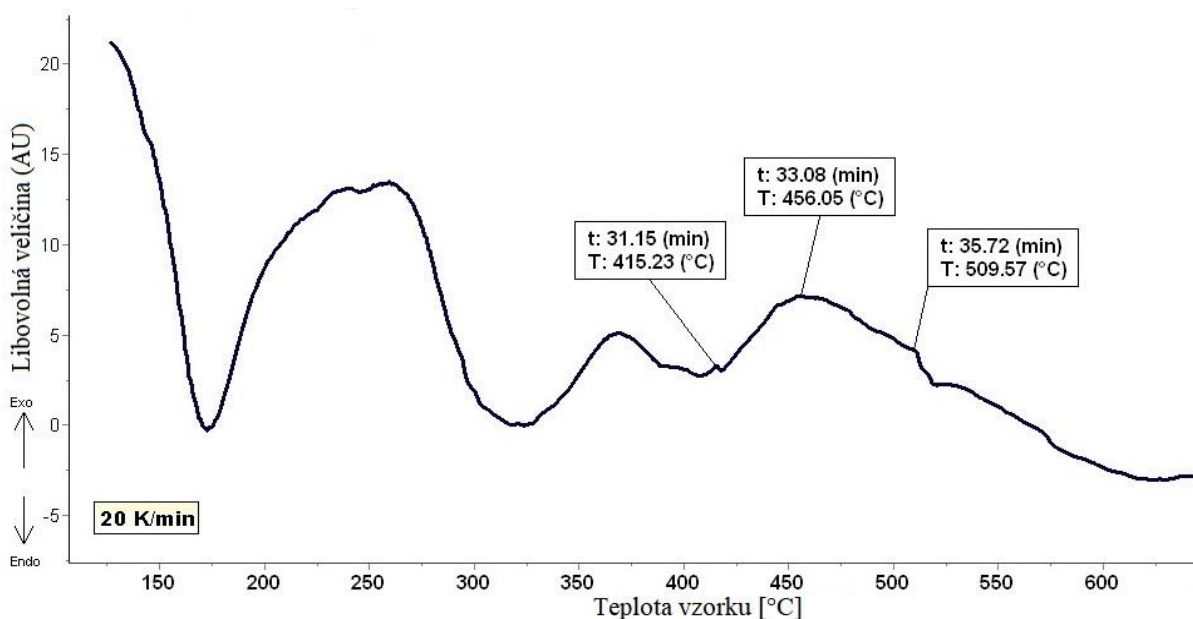
Vzorky pro EBSD jsou velmi citlivé na kvalitu povrchu, neboť signál BSE pochází z hloubky řádově 10¹ až 10² nm. V případě, že vzorek není kvalitně připraven, jsou Kikuchiho čáry obtížně nebo vůbec identifikovatelné. Vzorky byly připraveny na stolní jednokotoučové rotační brusce/leštičce posloupností těchto kroků:

- mechanické broušení na brusných papírech SiC o zrnitostech postupně 320, 500, 800, 1200, 2000 a 4000 po 2 minuty, smáčení vodou, 250 ot./min,
- mechanické leštění diamantovou pastou o zrnitostech postupně 6, 3 a 1 μm po 7 minut, smáčení ethanolem, příp. izopropylenem, 125 ot./min,
- chemicko-mechanické leštění OP-S (koloidní SiO₂) po 20 minut, 125 ot./min.

Následovalo iontové leštění fokusovaným svazkem iontů Xe⁺. Nejprve „na hrubo“ urychlovacím napětím 30 kV s proudem 1 μA do hloubky cca 200–500 nm, následně „na jemno“ napětím 5 kV s proudem 100 nA do cca 100 nm. Orientace vzorků vůči tubusu činila 10°.

3.4 DSC měření

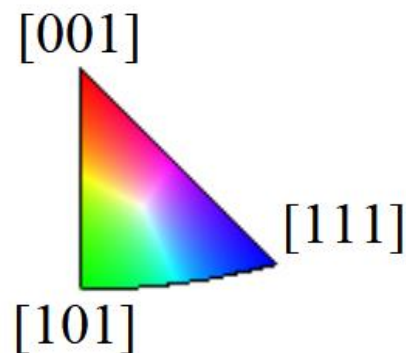
Na kalorimetru Setsys - 1750 CS Evolution (firmy SETARAM Instrumentation) se sondou TG-DSC 1500 C byla provedena měření za účelem zjištění vhodných teplot pro rekrystalizační žihání. Výstupem měření je kalorimetrická křivka na Obr. 14. Na ose y jsou zaznamenávány změny určité veličiny (napětí, tepelný tok atd.) v literatuře, např. Verma a kol. [46], obecně označované jako „arbitrary unit“ (AU), volně přeloženo jako „libovolná veličina“. Měření bylo provedeno pouze na jednom materiálu (11SMnPb30), neboť se nepředpokládá významný vliv Pb, resp. Bi na teplotní závislost strukturních dějů v oceli.



Obr. 14. DSC křivka oceli 11SMnPb30.

3.5 In-situ experimenty

Teploty pro *in-situ* pozorování bylo voleno s ohledem na kalorimetrické měření. Nedošlo-li ani po uplynutí určité doby k zásadním strukturním změnám, teplota byla odhadem zvýšena. EBSD snímkování bylo prováděno za podmínek urychlovacího napětí 20 kV, proudu 20 nA. Doba EBSD snímkování přibližně 15 minut v závislosti na velikosti a rozlišení snímané plochy. Barevné schéma EBSD map se řídí podle stereografického trojúhelníku znázorněného na Obr. 15. Rychlost ohřevu činila 1 °C/s.



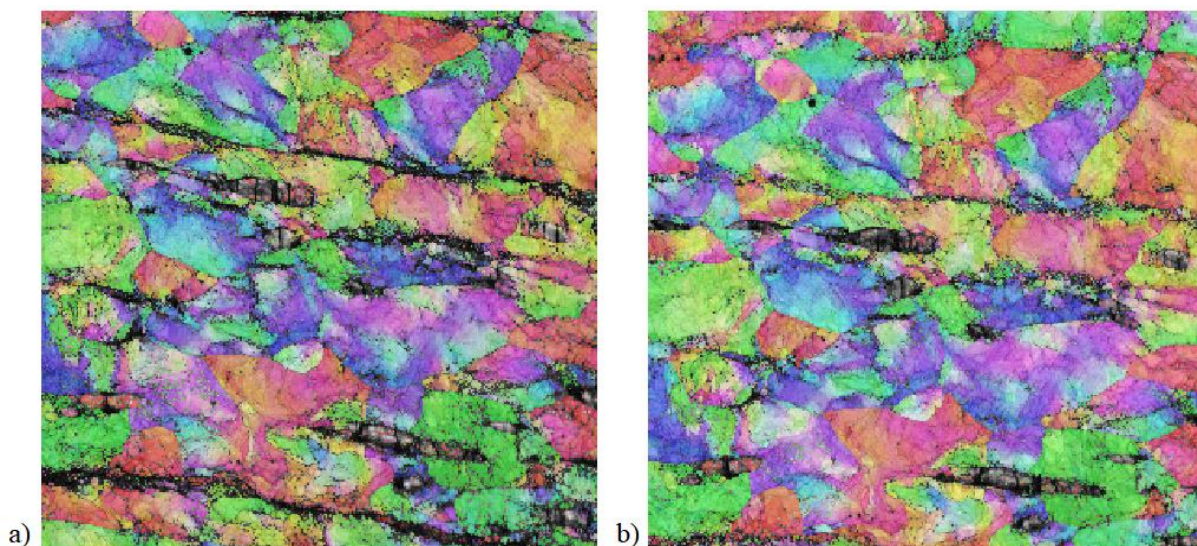
Obr. 15. Stereografický trojúhelník.

3.5.1 Ocel 11SMnPb30 – vzorek A

Měření byla provedena na ohřívacím a trhacím stolku SWF 5000.

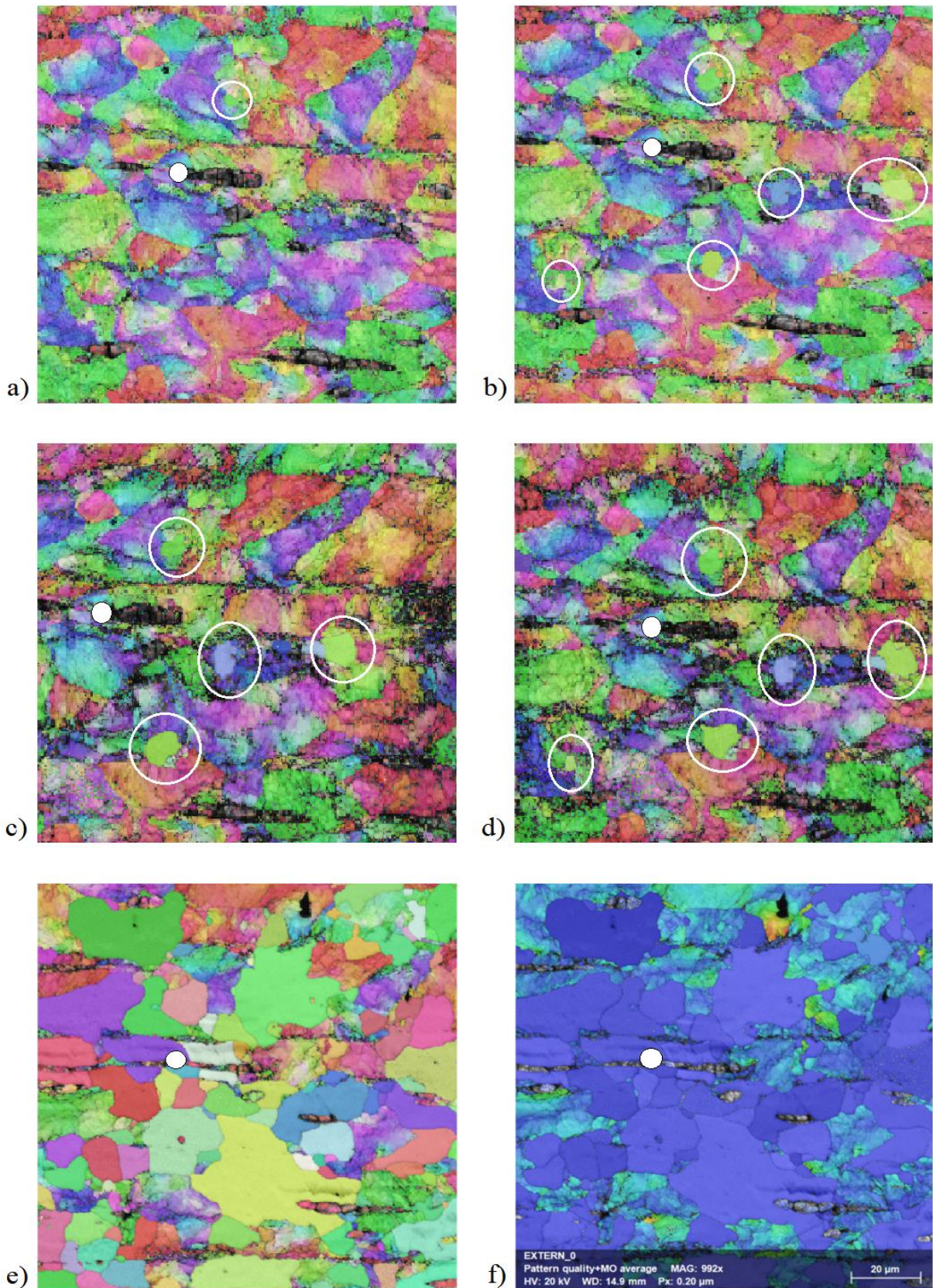
3.5.1.1 Rekrystalizace

Byla vybrána teplota 450 °C, přibližně odpovídající píku DSC křivky. Velikost rastrované plochy byla 120x120 μm^2 . Makroskopicky se struktura nezměnila ani po 30 minutách žihání, jak ukazuje Obr. 16.

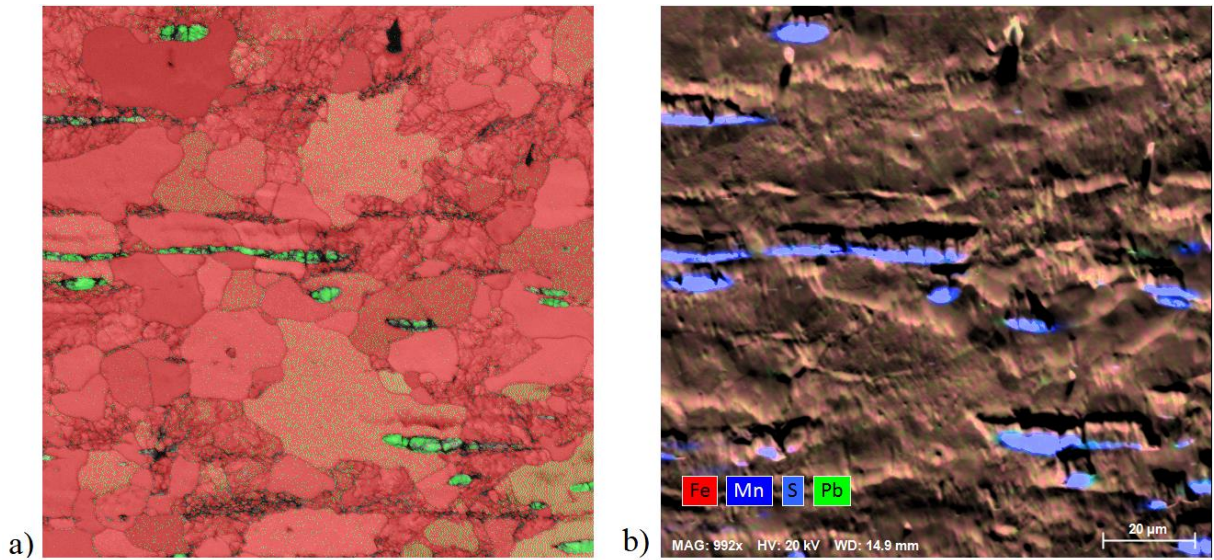


Obr. 16. EBSD snímky (120x120 μm^2) a) před žiháním, b) 450 °C/15–30 min.

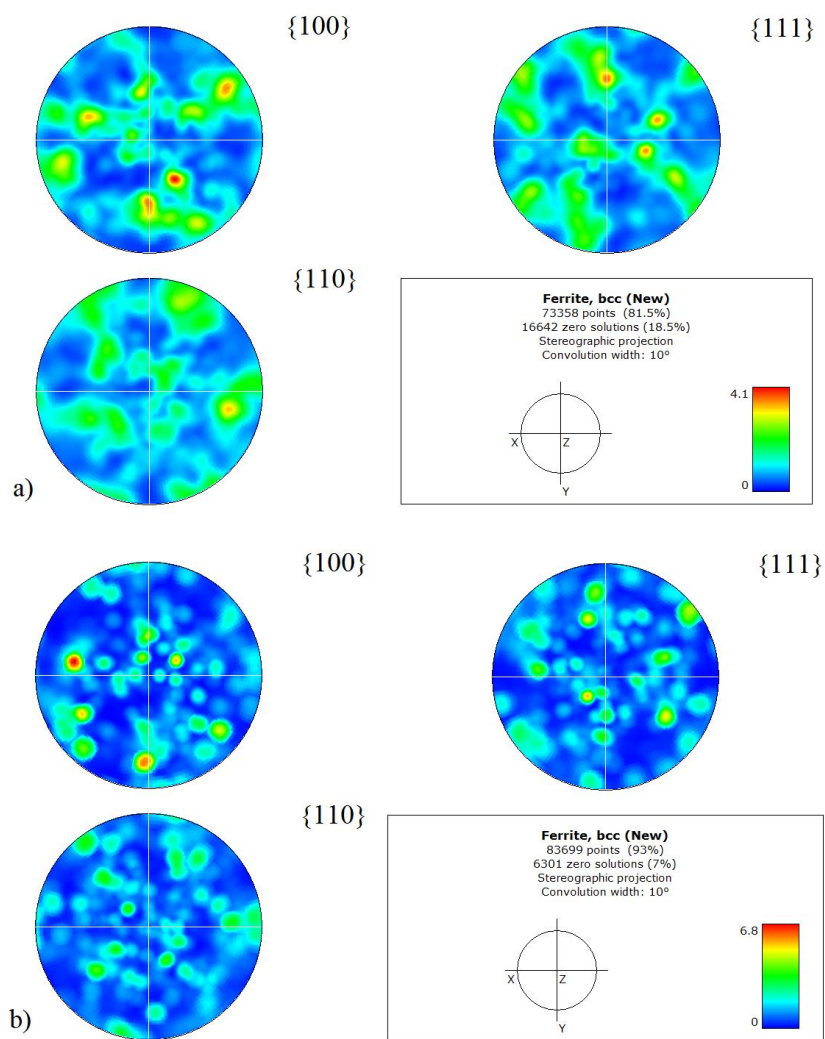
Tentýž vzorek byl dále žihán při teplotě 480 °C po dobu 30 minut. Na snímcích na Obr. 17a) a Obr. 17b) jsou patrné první rekrystalizační zárodky, označené v bílých kroužcích. Dále byla provedena další měření při teplotě 500 °C po dobu 45 minut, jak ukazují snímky na Obr. 17c) a Obr. 17d). Pro urychlení děje byla provedena další měření při teplotě 550 °C po dobu 15 minut. Během snímkování bylo zřejmé, že došlo k rychlému růstu zárodků a vzniku zárodků nových, žihání bylo ukončeno a EBSD mapa na Obr. 17e) byla pořízena *post-mortem* po zchládnutí vzorku. Rychlost ohřevu činila 1 °C/s. Bílá tečka usnadňuje orientaci ve snímcích. Post-processingem dat byla získána mapa znázorňující odchylky snímaných bodů od průměrné misorientace (dále „mapa misorientací“) jednotlivých zrn, což umožňuje graficky přibližně určit rekrystalizovaný podíl, který činí ~50 % struktury. Dále byl určen podíl feritu a MnS na snímané ploše a provedena EDS analýza pro určení zastoupení a místa výskytu Fe, Mn, S a Pb, což ukazuje Obr. 18. Rozdíl výchozí a rekrystalizační textury ukazuje Obr. 19.



Obr. 17 EBSD snímky téže oblasti ($120 \times 120 \mu\text{m}^2$) při žhání a) $480 \text{ }^\circ\text{C}/0\text{--}15 \text{ min}$, b) $480 \text{ }^\circ\text{C}/15\text{--}30 \text{ min}$, c) $500 \text{ }^\circ\text{C}/5\text{--}20 \text{ min}$, d) $500 \text{ }^\circ\text{C}/30\text{--}45 \text{ min}$, e) $550 \text{ }^\circ\text{C}/15 \text{ min}$. Na snímcích a), b), c) a d) vyznačeny zárodky v bílých kroužcích. f) Mapa misorientací po $550 \text{ }^\circ\text{C}/15 \text{ min}$.



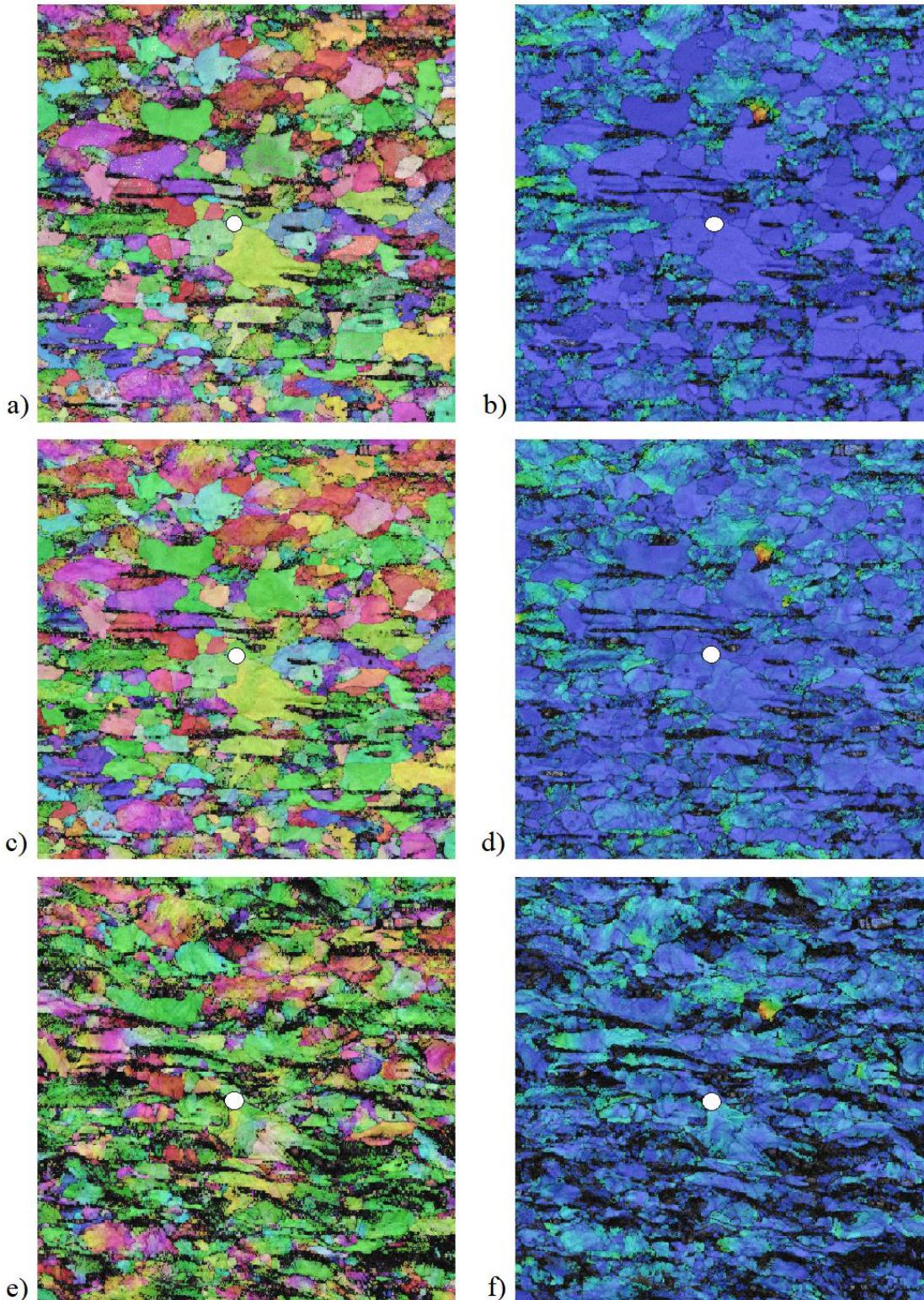
Obr. 18. a) Podíl fází v částečně rekrystalizované struktuře. Ferit červeně, MnS zeleně. b) Prvkové zastoupení podle plošné analýzy EDS.



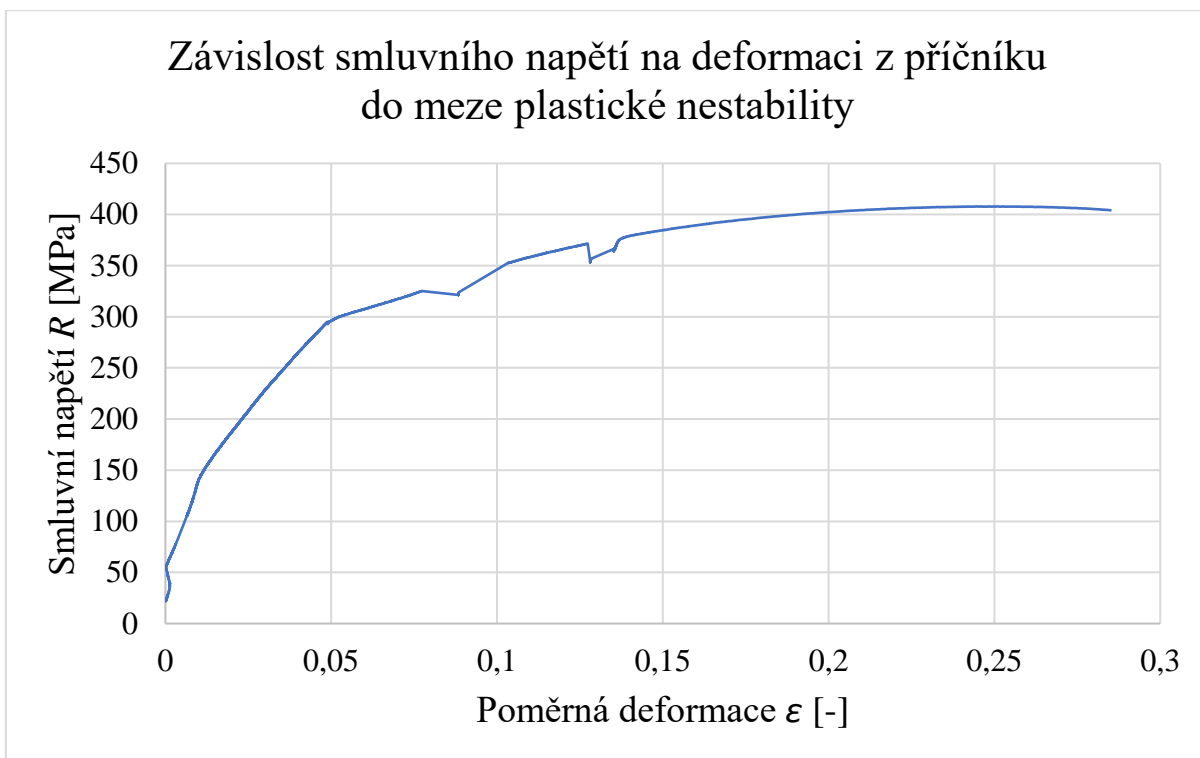
Obr. 19. Pólové obrazce a) před žiháním b) po žihání.

3.5.1.2 Tahová zkouška

Na stolku SWF 5000 byla provedena tahová zkouška, změny struktury byly snímány pomocí EBSD při napětích 340, 375 a 405 MPa, jak ukazuje Obr. 20. Zkouška byla řízena posuvem (rychlostí 2 $\mu\text{m/s}$), který byl odečítán z příčnicku. Testování bylo po vytvoření krčku zastaveno.



Obr. 20. EBSD snímky + mapy misorientací téže oblasti ($200 \times 200 \mu\text{m}^2$). a) a b) při 340 MPa, c) a d) při 375 MPa, e) a f) při 405 MPa, kdy se vytvořil krček.



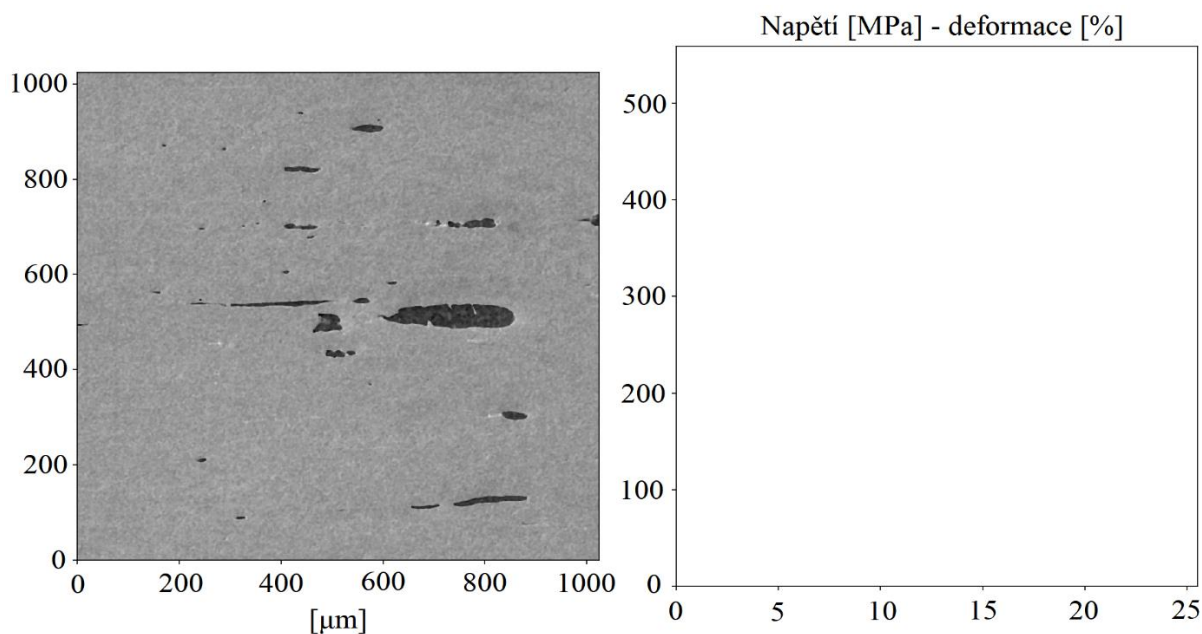
Obr. 21. Tahový diagram oceli 11SMnPb30 (vzorek A) po stupňovitém žhání.

3.5.2 Ocel 11SMnPb30 – vzorek B

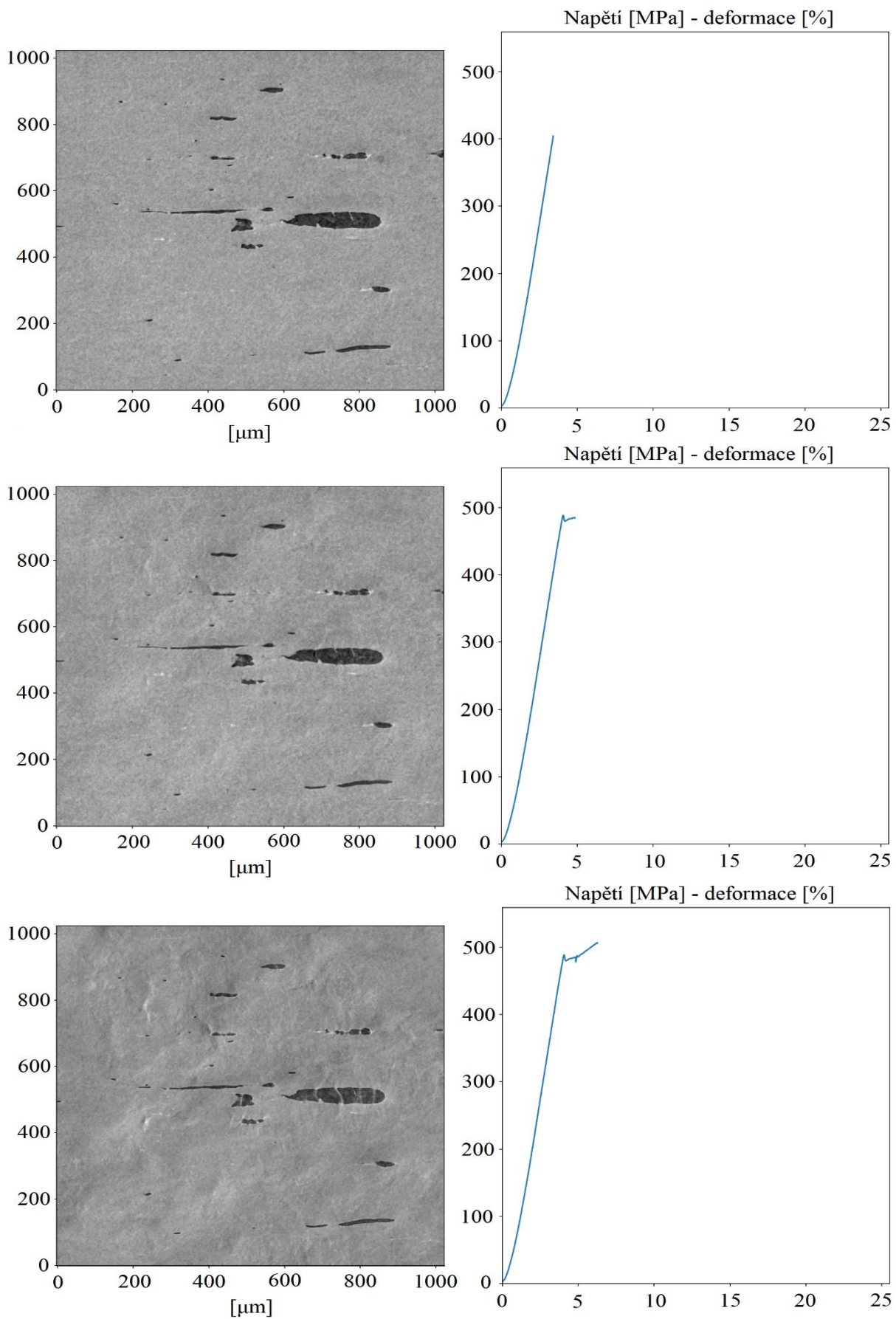
Měření byla provedena na ohřivacím a trhacím stolku MT-1000.

3.5.2.1 Tahová zkouška

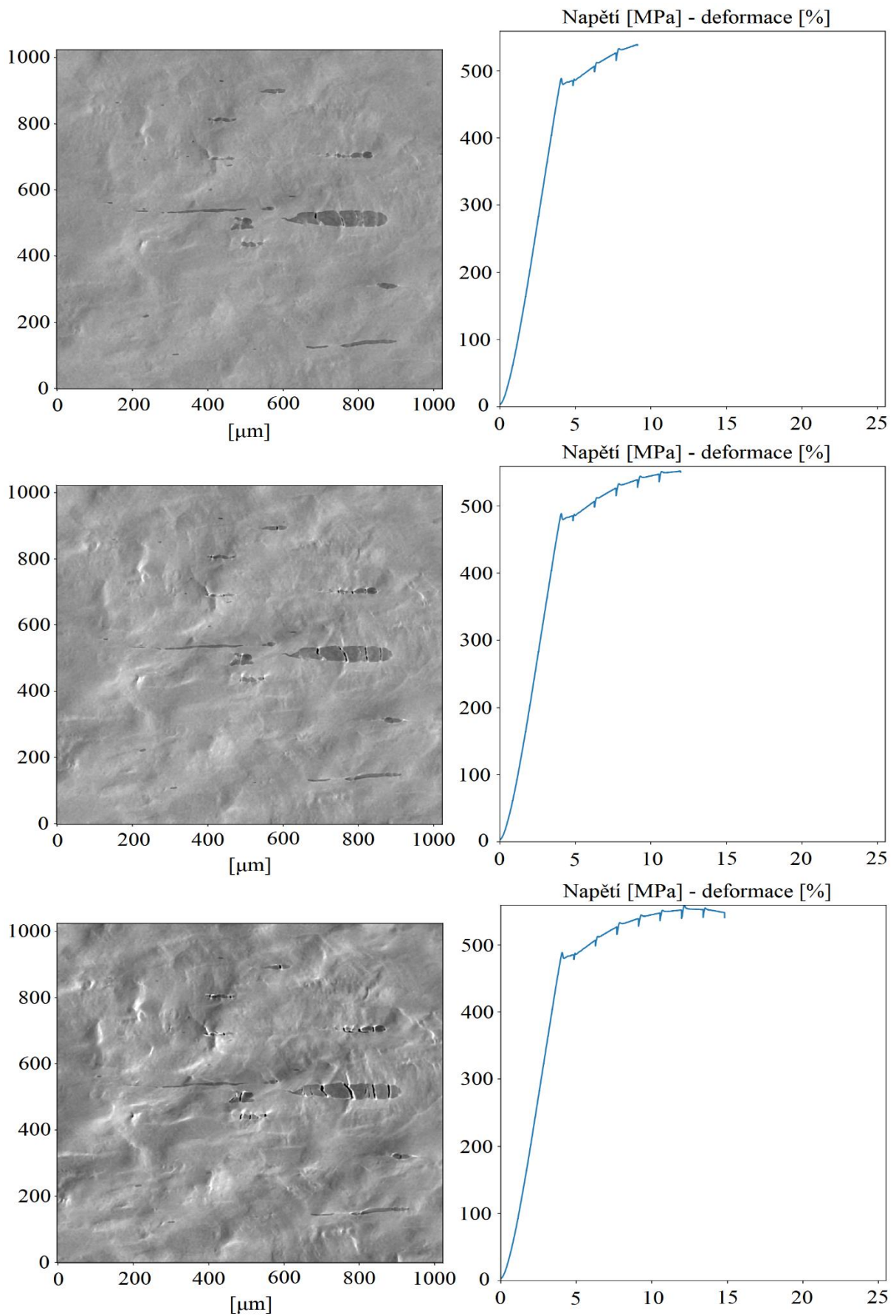
Vzorek byl žhán 480 °C/1 hod (rychlost ohřevu 1 °C/s) a po zchládnutí bylo provedeno *in-situ* snímkování detektorem sekundárních elektronů (dále „SE“). Posunutí, popř. deformace byla určena z optického pravítka. Zkouška byla řízena posuvem (rychlost 2 $\mu\text{m/s}$).



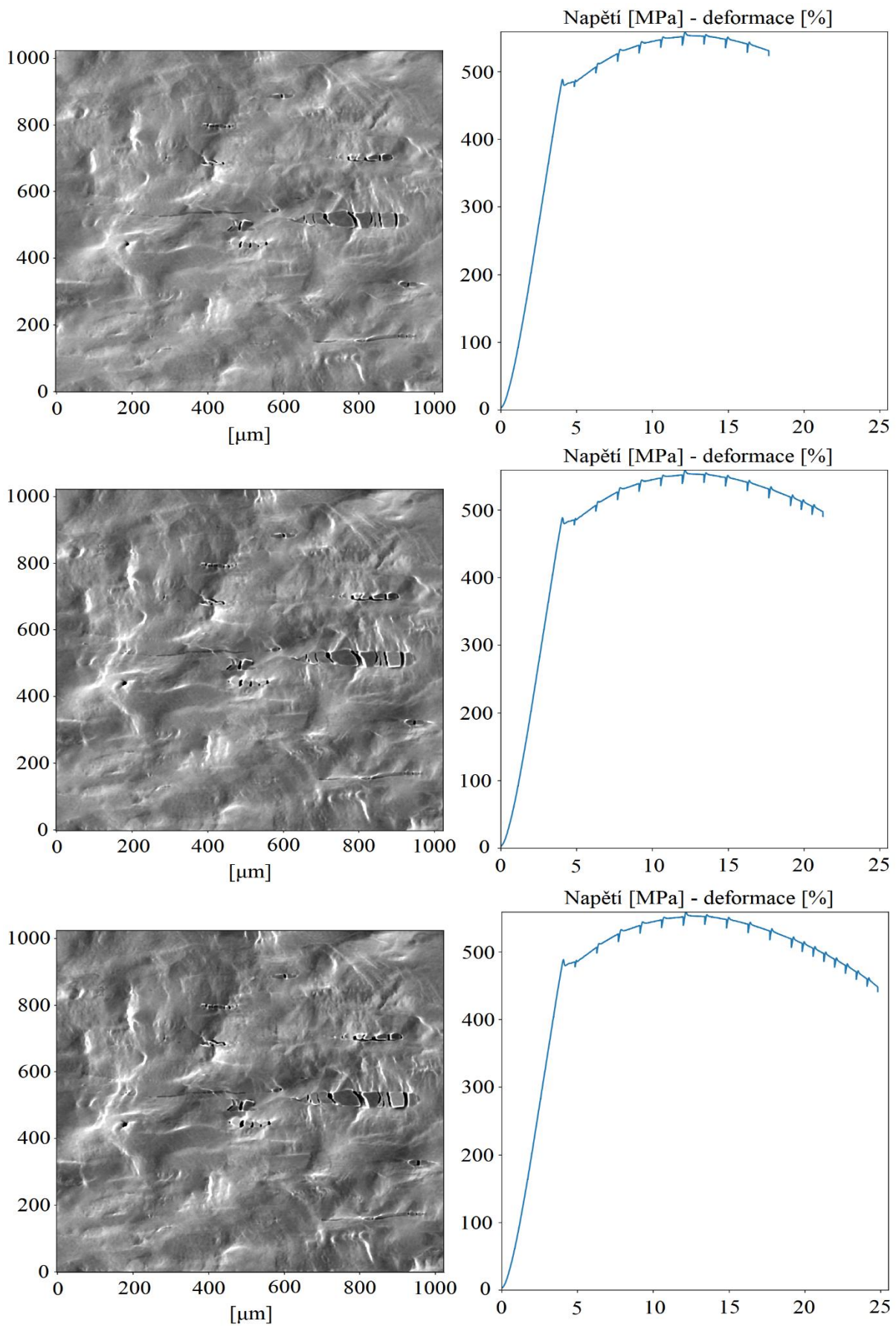
Obr. 22. SE snímek + přiložený tahový diagram před zatížením.



Obr. 23. SE snímky + tahový diagram odpovídající určitému zatížení.



Obr. 24. SE snímky + tahový diagram odpovídající určitému zatížení.



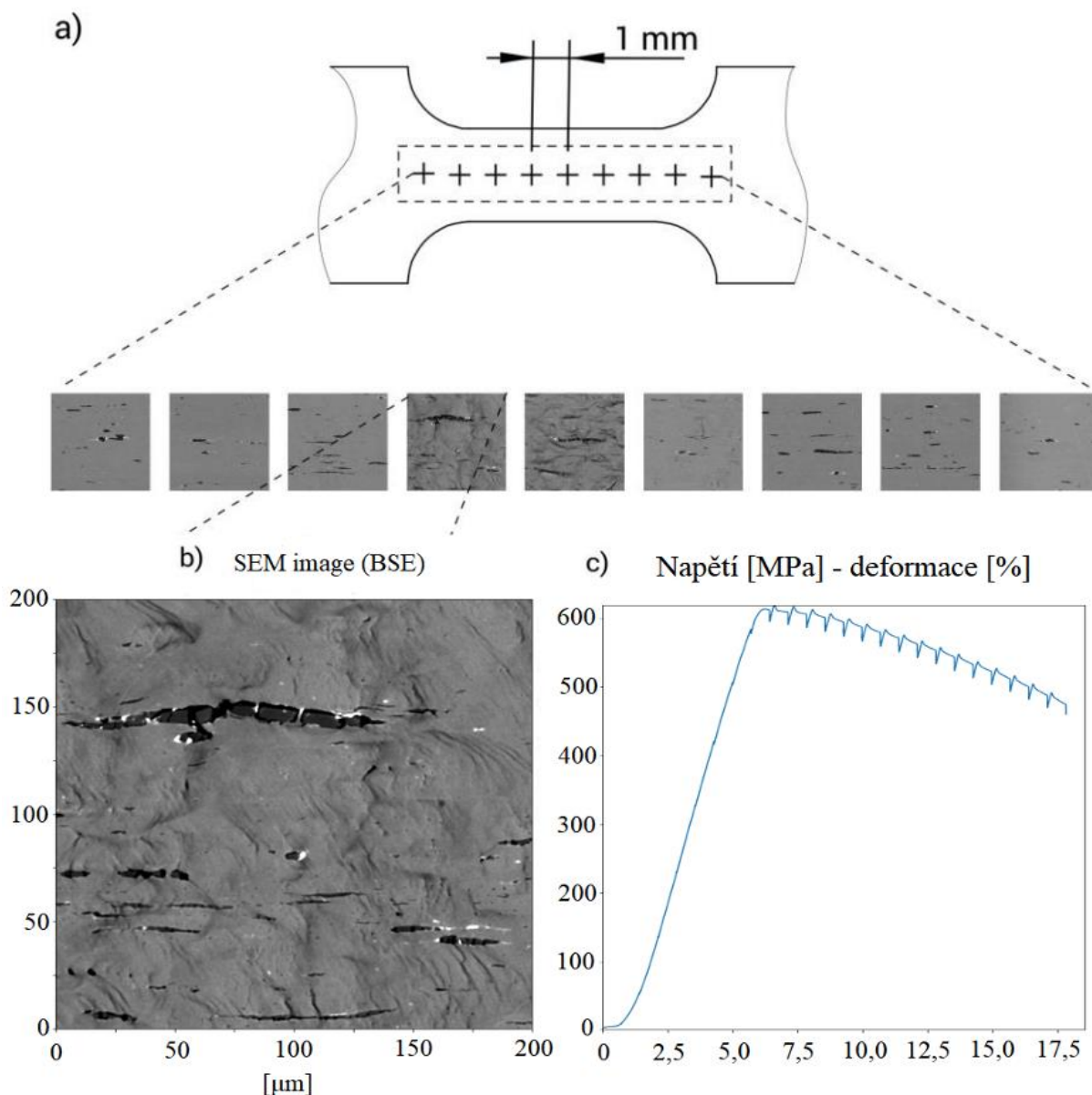
Obr. 25. SE snímky v oblasti krčku + tahový diagram

3.5.3 Ocel 11SMnPb30 – vzorek C

Měření byla provedena na trhacím stolku MT-1000.

3.5.3.1 Tahová zkouška

Vzorek nebyl žhán, bylo provedeno *in-situ* snímkování detektorem zpětně odražených elektronů na několika místech podél vzorku s rozestupy 1 mm, jak schématicky ukazuje Obr. 26a). Posunutí, popř. deformace byla určena z optického pravítka. Zkouška byla řízena posuvem (rychlost 2 $\mu\text{m/s}$). Snímky na Obr. 26 ukazují stav těsně před lomem zkušební tyče.

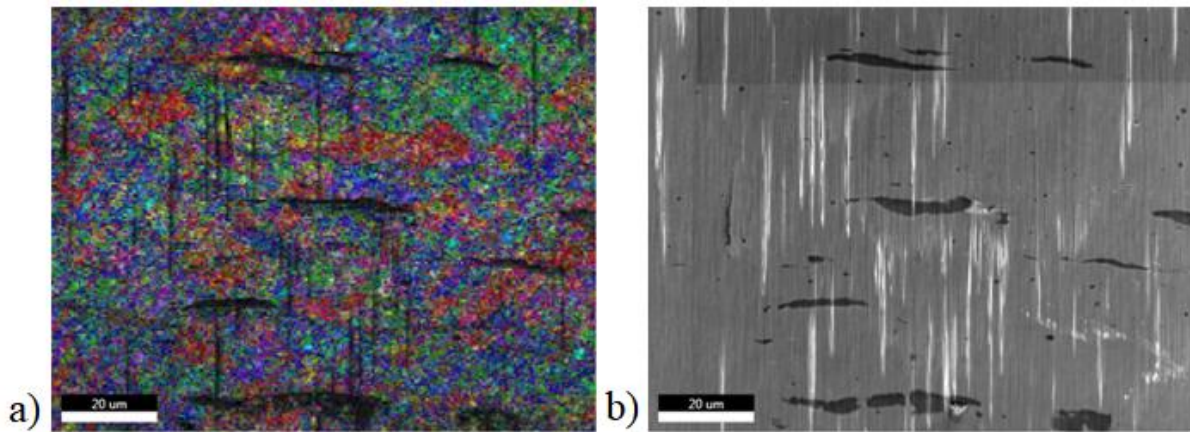


Obr. 26. a) Znázornění snímaných míst podél vzorku. b) BSE snímek oblasti v krčku těsně před lomem zkušební tyče. c) Odpovídající tahový diagram.

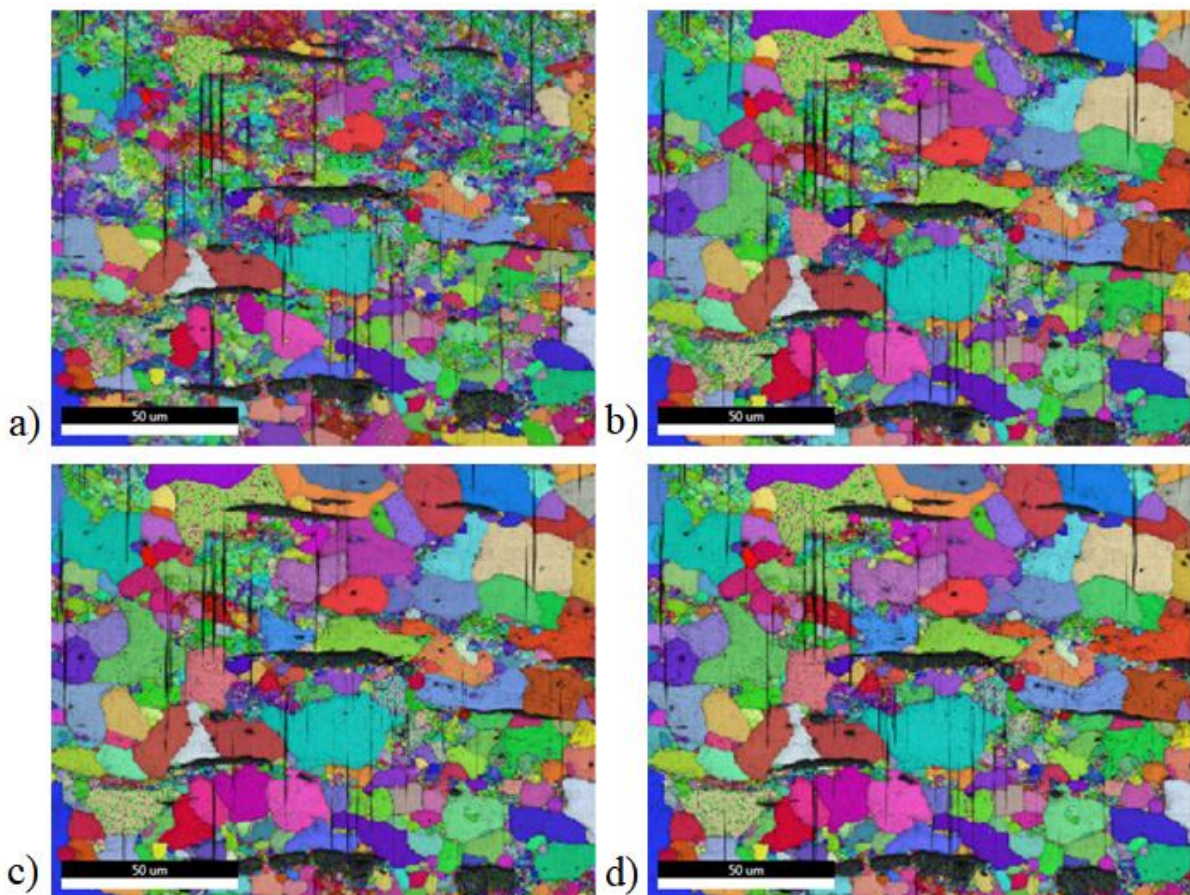
3.5.4 Ocel 11SMnBi30 – vzorek D

Měření byla provedena na ohřívacím a trhacím stolku MT-1000. Rychlost ohřevu činila 1 °C/s. Vzorek se nepodařilo kvalitně připravit, EBSD snímek výchozího stavu proto není kvalitní. Artefakty iontového leštění jsou patrné na Obr. 27b).

3.5.4.1 Rekrystalizace



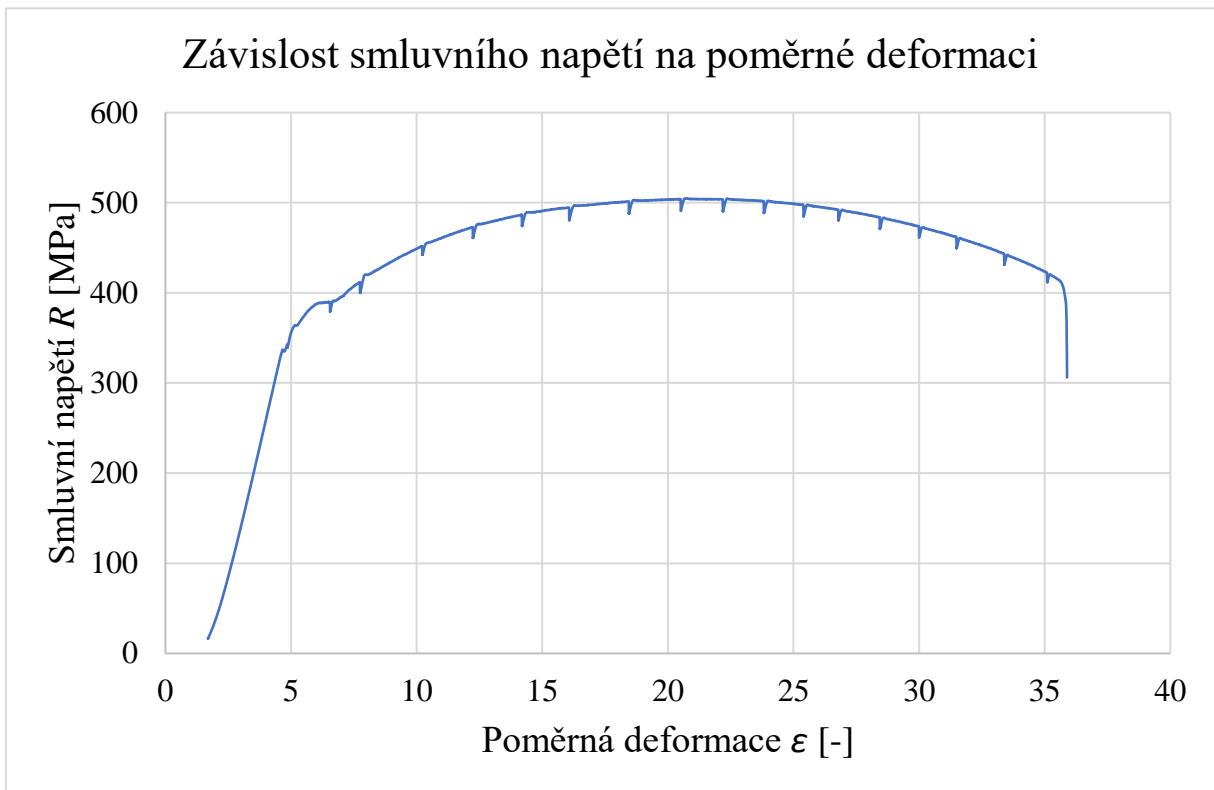
Obr. 27. a) EBSD snímek před žiháním. b) SE snímek před žiháním.



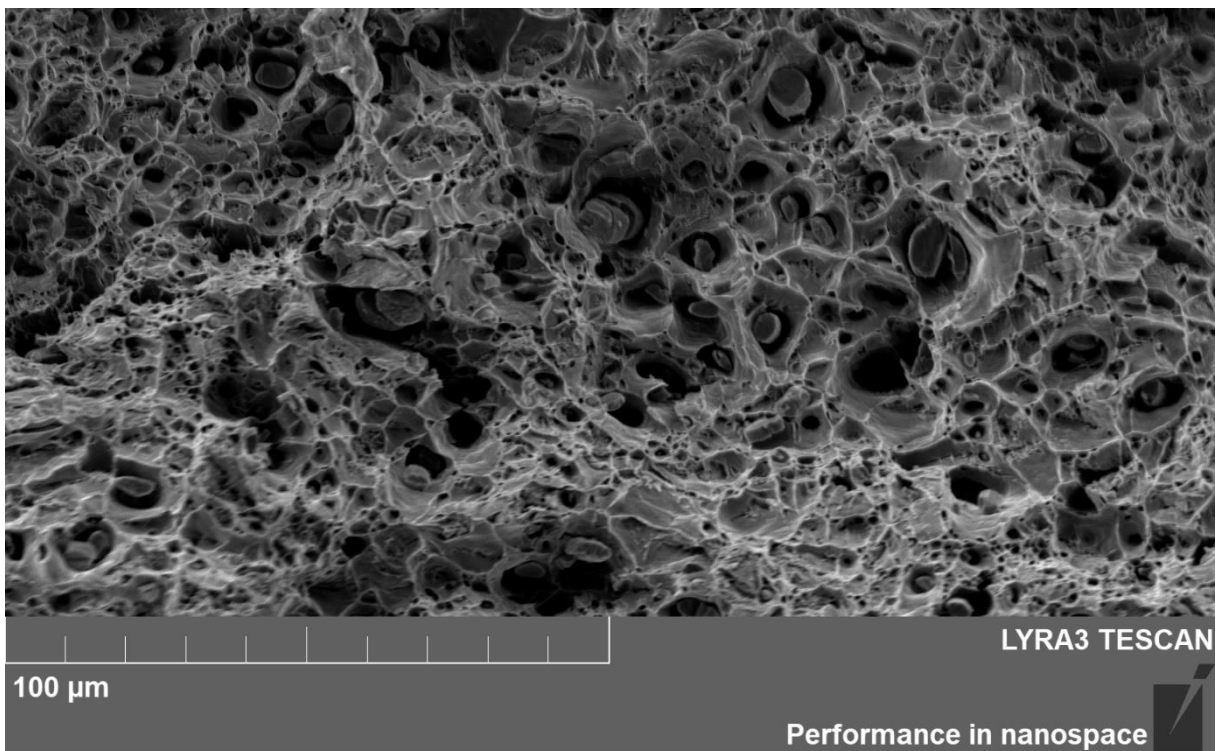
Obr. 28. EBSD snímky při žihání na 550 °C za dobu a) 5–15 min, b) 15–30 min, c) 30–45 min, d) 45–60 min.

3.5.4.2 Tahová zkouška

Na stolku MT-1000 byla provedena tahová zkouška. Zkouška byla řízena posuvem (rychlostí 2 $\mu\text{m/s}$), který byl odečítán optickým pravítkem.



Obr. 29. Tahový diagram oceli 11SMnBi30 po žihání 550 °C/1 hod.



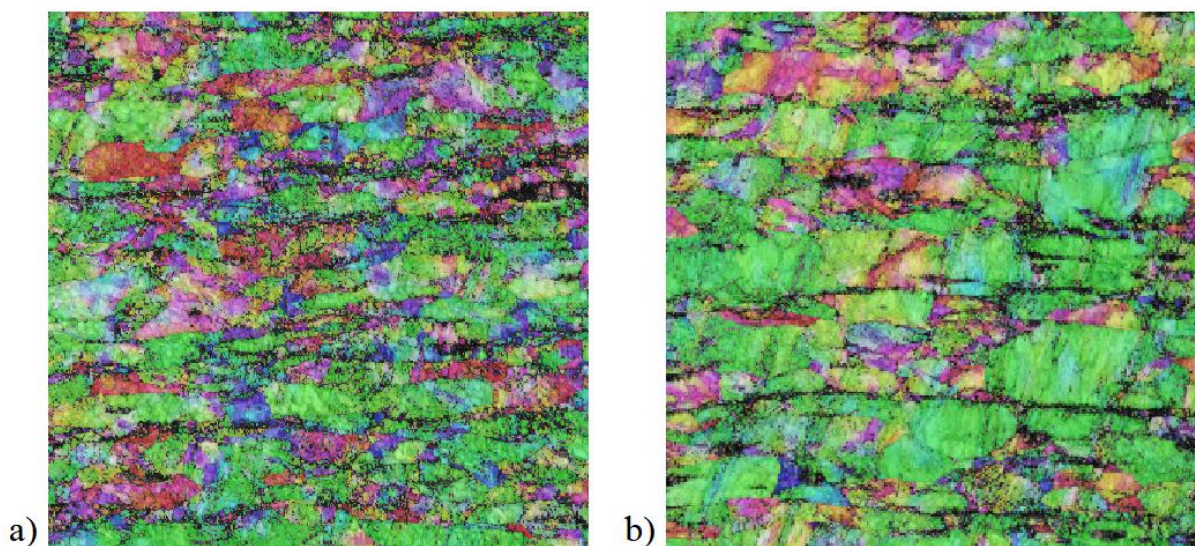
Obr. 30. Fraktografická analýza (SE/SEM, 10 kV, 10 nA) zkušební tyče z oceli 11SMnBi30.

3.6 Post-mortem experimenty

Protože se nepodařilo provést *in-situ* experimenty v plánovaném rozsahu kvůli technickým potížím stolku SWF 5000 a omezené dostupnosti MT-1000, byly provedeny *post-mortem* experimenty po žihání vzorků v peci na různých teplotách po 1 hod.

3.6.1 Post-mortem SEM/SE – ohřev rychlostí 7,5 °C/min

EBSD snímkování bylo prováděno za podmínek urychlovacího napětí 20 kV, proudu 20 nA. Barevné schéma se řídí podle stereografického trojúhelníku na Obr. 15.



Obr. 31. EBSD mapy (200x200 μm^2) po žihání a) 480 °C/1 hod, b) 520 °C/1 hod.

3.6.2 Post-mortem makro tahové zkoušky – ohřev rychlostí 15 °C/min

Pro upřesnění volby teploty žihání xxx °C/1 hod a pro porovnání výsledků na mikro a makro úrovni byly provedeny tahové zkoušky poměrných zkušebních tyčí (5,65). Teploty žihání byly voleny 460, 480 a 500 °C. Tahové zkoušky byly provedeny firmou Fischer Vyškov, s. r. o. na trhačím stroji Zwick/Roell BZ1-EXZVV025, rychlost zatěžování byla 30 MPa/s. Výsledky tahových zkoušek výchozí i žihané oceli 11SMnPb30+C jsou uvedeny v Příloze 6. Výsledky tahových zkoušek výchozí i žihané oceli 11SMnBi30+C jsou uvedeny v Příloze 7. Porovnání výsledků je uvedeno v Tab. 3.

Tab. 3. Srovnání mechanických vlastností ocelí 11SMnPb30 a 11SMnBi30 po žihání v peci na různých teplotách.

Označení oceli	Žiháno	R_{eL}	R_m	A_5
11SMnPb30	bez žihání	618	632	6,5
	460 °C/1 hod	550	581	13,3
	480 °C/1 hod	544	578	13,9
	500 °C/1 hod	531	567	14,1
11SMnBi30	bez žihání	529	567	11,0
	460 °C/1 hod	480	544	14,6
	480 °C/1 hod	474	540	11,8
	500 °C/1 hod	465	532	16,2

4 Diskuze

Kalorimetrické měření na Obr. 14 je od teploty 415 °C přibližně (tvarem) v souladu s měřením na nízkouhlíkové oceli, které provedli Wawszczak a kol. [28] nebo Torres a kol. [45] Výkyvy křivky pod 415 °C byly nejspíš způsobeny šumem a chybnou regulací stroje. Byla sice použita stejná rychlost ohřevu (20 K/min), ale testovaný materiál byl jinak deformovaný – Wawszczak a kol. [28] zkoumali válcovanou nízkouhlíkovou ocel s 85% redukcí, námi studovaný materiál (ocel 11SMnPb30) byl tažen za studena z tyčoviny o průměru 14 mm na čtyřhran 10x10 mm² (redukce ~20%). Odlišnost ve vnesené deformaci může být příčinou odlišného určení píku měřením DSC, další příčinou může být odlišné chemické složení – Wawszczak a kol. [28] zkoumali ocel s obsahem C ~0,002 hm%, Torres a kol. [45] ocel s obsahem C ~0,03 hm%, námi studovaná ocel má obsah C 0,07 hm% (vizte Přílohu 2).

Zotavení probíhající do teplot cca 455 °C, které předchází samotné rekrytalizaci, je odpovědné za změnu tahových vlastností (viz. Tab. 3 a 4) oproti výchozímu stavu a i koresponduje začátku hlavního píku na DSC křivce Wawszczak a kol. [28]. Toho se nám nepodařilo díky malému zvětšení EBSD map dostatečně zachytit neboť se jedná o suzrna/buňky o velikosti 0,1 – 0,5 um.

Strukturní změny způsobené rekrytalizací, které ukazují snímky na Obr. 17 (stupňovitý ohřev ze 480 °C na 550 °C oceli 11SMnPb30) a Obr. 28 (žihání 550 °C/1 hod oceli 11SMnBi30), jsou v souladu s měřeními, která provedl Taendl a kol. [47] Rekrytalizovaná zrna vznikají přednostně v oblastech s velkou uloženou deformací – vhodnými místy jsou např. hranice zrn nebo okolí vměstků. Substrukturní změny by bylo možné sledovat při rastrování menší oblasti, jako to provedl Taendl a kol. [47] Na Obr. 17 lze sledovat vývoj „nových“ zrn na označených v bílém kroužku. Měření na vzorku A (ocel 11SMnPb30) byla provedena za účelem *in-situ* pozorování jevů nukleace a růstu a pochopení jednotlivých mechanismů odpevnovacích pochodů a naměřené DSC křivky, nikoli za účelem volby žihací teploty. Na Obr. 28 je patrný rychlý nástup rekrytalizace na vzorku D (ocel 11SMnBi30) po 30 minutách žihání na teplotě 550 °C se struktura prakticky nemění. Hrubnutí struktury, které předpokládá při pokračujícím žihání Humphreys a Hatherly [5, s. 333–341] a které nasnímal na Ta Kerisit a kol. [48], nebylo pozorováno, což může být ovlivněno rozdíly v podmínkách na volném povrchu a v objemu materiálu, jak ukázal Humphreys a kol. [49], nebo difuzí a segregací Pb, resp. Bi na hranicích zrn, jak popisuje Pluhař. [6, s. 180]

Rozdíly v *in-situ* pozorování ocelí 11SMnPb30 a 11SMnBi30 mohou plynout z odlišné deformace vnesené do struktury při výrobě polotovarů, což ukazuje srovnání tahových zkoušek v Tab. 3 podle Příloh 6 a 7.

Z porovnání Obr. 17 a Obr. 31 vyplývá, že roli hraje i rychlost ohřevu na teplotu. Při nižší rychlosti ohřevu mohlo dojít k rozsáhlému zotavení, které zmenšuje hnací sílu rekrytalizace. Dalším vysvětlením, proč nedošlo po hodině žihání v peci na teplotách 480 °C a 520 °C k rekrytalizaci, může být lidský faktor – záměna materiálu nebo špatné nastavení pece.

Pro částečně zrekrytalizovaný stav po 480°C/1hod lze z pořízené série snímku (Obr. 25) v závislosti na působícím napětí lze sledovat reliéfní a morfologické změny ve struktuře feritické matrice a vměstků MnS. DO meze kluzu nedochází k žádným změnám, ale po jejím překročení se začíná tvořit charakteristický povrchový reliéf ve vhodně orientovávaných zrn tvoření skluzovými stopami a postupně de-kohezi vměstků od kovové matrice vedoucí až k samotnému popraskání fází MnS. Při dosažení meze pevnosti je vidět silný povrchový reliéf dokazující intenzivní plastickou deformaci všech zrn koncesovanou v okolí vměstků. Tahový záznam

vykazuje dostatečné zpevnění po překročení meze kluzu na rozdíl od výchozího stavu (Obr. 26), který je jen o tvorbě krčku s nízkou hodnotou tažnosti ((viz. Tab. 3 a 4). Tedy jednoznačně proces zotavení a částečné rekystalizace po 480°C/1hod vedl k obnově plastických vlastností při malém poklesu pevnosti.

Rozdíly mezi tahovými zkouškami provedenými *in-situ* a *post-mortem* na poměrných zkušebních tyčích mohou být způsobeny tím, že zatímco *in-situ* vzorky pocházejí z určitého místa tyčového polotovaru, tedy výchozí deformace je značně závislá na místě odběru vzorku, *post-mortem* zkušební vzorky mají silnější profil.

Srovnání Obr. 18 a Obr. 26 ukazuje, že Pb po žihání 480 °C/1 hod není přítomno v dutinkách vzniklých okolo vměstků MnS. Podle Obr. 18 se Pb „rozteče“ po povrchu anebo odpaří do vakua, v objemu se nejspíš bude chovat jinak – nejspíš zůstane uvězněné v objemu s možnou difuzí podél hranic zrn, což by podle Pluhaře [6, s. 180] mohlo způsobit zamezení hrubnutí struktury při příliš dlouhém žihání, jak ukazuje Obr. 28c) a d). Náhrada Pb za Bi nehraje roli, neboť oba kovy jsou při testovaných žihacích teplotách vysoko nad svými rovnovážnými teplotami tání (Pb 328 °C, Bi 270 °C). Sekvence snímků na Obr. 22 až Obr. 25 ukazuje chování vměstku MnS pod napětím. Vměstek se při zatížení po vyčerpání vlastní plasticity „potrhá“, čímž vytváří další dutinky ve svém okolí a lokálně zvyšuje napětí, která usnadňují šíření trhliny a jejichž důsledkem je snížení plasticity materiálu. Tím je potvrzena teorie, kterou představil Luo [16, s. 4–10], šíření trhliny podporované vměstky MnS ukázal též Baker a kol. [50] Tento jev je využíván při tvorbě třísky při obrábění automatových ocelí. Kim a kol. [51] ukázali, že zásadnější roli při šíření trhliny, resp. pro potenciálně křehké chování oceli hrají tvrdé oxidické vměstky, které se v prezentovaných analýzách nepodařilo zjistit. Fraktografická analýza SE na Obr. 30 ukazuje tvárný lom s jamkovou morfológií, v dutinách jsou patrné zbytky „potrhaných“ vměstků, což je v souladu s měřením publikovaným Sobotkou. [52, s. 49]

5 Závěr

Zadáním diplomové práce bylo navrhnout vhodnou kombinaci teploty a času pro žíhání ocelových kotev do pórobetonu FPX-I vyráběných firmou Fischer Vyškov, s. r. o., s využitím experimentálních technik *in-situ* SEM/EBSD. Práce vedla ke zjištěním a splnění cílů:

- vypracování rešerše problematiky zotavení a rekrytalizace ocelí s vlivem vměstků za použití literatury uvedené v kapitole 6,
- provedeno kalorimetrické měření na vzorku oceli 11SMnPb30 s určením píku na teplotě 456 °C (Obr. 14) k přibližnému určení potenciálních žíhacích teplot,
- provedení *in-situ* SEM/EBSD pozorování statické rekrytalizace na ocelích 11SMnPb30 a 11SMnBi30, které ukázalo
 - nukleaci a růst zárodků při žíhání na 480 °C po dobu 15 min (Obr. 17a), resp. po dobu 30 min (Obr. 17b),
 - rychlou rekrytalizaci při žíhání 550 °C/15 min (Obr. 17e a Obr. 28a), která nebyla následována hrubnutím struktury při pokračujícím žíhání,
 - výrazné potlačení deformační textury rekrytalizací (Obr. 19),
- provedení *in-situ* SEM/SE a SEM/EBSD tahových zkoušek na ocelích 11SMnPb30 a 11SMnBi30, které ukázaly
 - tvorbu substruktury a textury při tahové zkoušce již žíhaného vzorku (Obr. 20),
 - tvorbu dutin v okolí vměstků při rostoucím zatížení vzorku (sekvence snímků na Obr. 22 až Obr. 25),
 - „roztržení“ vměstků vlivem vyčerpání vlastní plasticity (Obr. 23),
 - vznik skluzových pásů na povrchu sledovaného vzorku (Obr. 26b),
 - pokles mechanických vlastností vzhledem k výchozímu stavu,
- provedení fraktografické analýzy, která ukázala dekohezi vměstků v dutinách tvárného lomu s jamkovou morfologií,
- provedení tahových zkoušek poměrných zkušebních tyčí ve výchozím stavu a žíhaných na teplotách 460, 480 a 500 °C po dobu 1 hod, které ukázalo na odlišnosti *in-situ* a *post-mortem* experimentů (Tab. 4),
- volba žíhacích podmínek 460 °C/1 hod pro ocel 11SMnPb30 na základě dat v Tab. 4, případně vyšší teplotu pro další zvýšení tažnosti až na požadovaných 12 %, což by bylo nutno ověřit,
 - uplatňovaným odpevňovacím mechanismem během žíhání bylo zotavení,
- ocel 11SMnBi30 lze použít jako náhradu oceli 11SMnPb30

Tab. 4. Porovnání provedených tahových zkoušek.

Označení oceli		Žíháno	Re	ReL	Rm	A5
11SMnPb30	in-situ	bez žíhání	583		620	13,3
		480 °C/1 hod		480	559	15,4
	post-mortem	bez žíhání	618		632	6,5
		460 °C/1 hod		550	581	13,3
		480 °C/1 hod		544	578	13,9
11SMnBi30	in-situ	500 °C/1 hod		531	567	14,1
		550 °C/1 hod	335		505	25,6
	post-mortem	bez žíhání	529		567	11,0
		460 °C/1 hod		480	544	14,6
		480 °C/1 hod		474	540	11,8
		500 °C/1 hod		465	532	16,2

6 Citovaná literatura

- [1] ČSN EN 10087: *Oceli automatové - Technické dodací podmínky pro předvýrobky, tyče a dráty válcované za tepla*. Praha: Český normalizační institut, 2000.
- [2] KLAPSIA, J. Vývoj v automatových ocelích, zvyšování obrobitelnosti bismutem; olovem v TŽ, a. s. In: *METAL 2006, Sborník přednášek* [online]. Ostrava: TANGER, 2006 [cit. 2018-05-19]. ISBN 80-86840-18-2.
- [3] BLACK, J. a R. KOHSER. *DeGarmo's Materials and Processes in Manufacturing*. 11th ed. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 2012. ISBN 978-0-470-92467-9.
- [4] RAVAUX, J. a H. BRAU, R. PODOR, ed. In Situ Experiments in the Scanning Electron Microscope Chamber. KAZMIRUK, V. *Scanning Electron Microscopy*. 1st ed. Rijeka: INTECH, 2012, 31–54. ISBN 9535100920.
- [5] HUMPHREYS, F. a M. HATHERLY. *Recrystallization and related annealing phenomena*. 2nd ed. Boston: Elsevier, 2004. ISBN 0080441645.
- [6] PLUHAŘ, J. *Nauka o materiálech*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1989.
- [7] ŠTĚPÁNEK, R. *Studium substrukturálních změn ultrajemnozrných Mg-slitin při cyklickém zatěžování a teplotní expozici*. Brno, 2016. Dizertační práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce Doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.
- [8] HULL, D. a D. BACON. *Introduction to dislocations*. 5th ed. Oxford: Elsevier, 2011. ISBN 978-0-08-096672-4.
- [9] DILLAMORE, I., P. MORRIS, C. SMITH a W. HUTCHINSON. Transition Bands and Recrystallization in Metals. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical & Engineering Sciences*. 1972, **329**(1579), 405–420.
- [10] MAHESH, S. Deformation banding and shear banding in single crystals. *Acta Materialia*. 2006, **54**(17), 4565–4574. ISSN 1359-6454.
- [11] MEYERS, M. a K. CHAWLA. *Mechanical behavior of materials*. 2nd ed. New York: Cambridge University Press, 2009. ISBN 9780521866750.
- [12] ANTOLOVICH, S. Microstructural aspects of fatigue in Ni-base superalloys. *Philosophical Transactions of The Royal Society. A Mathematical Physical and Engineering Sciences* [online]. 2015, **373**(2038), 9 [cit. 2018-04-19]. DOI: 10.1098/rsta.2014.0128.
- [13] GEROLD, V. a H. HABERKORN. On the critical resolved shear stress of solid solutions containing coherent precipitates. *Physica Status Solidi B*. 1966, **16**(2), 675–684.
- [14] MITURA, K. a S. LANDOVÁ. *Vměstky v oceli a jejich vliv na užité vlastnosti oceli*. Praha: SNTL, 1986.

- [15] PTÁČEK, L. *Nauka o materiálu II*. 2. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-7204-248-3.
- [16] LUO, C. *Modeling the Behavior of Inclusions in Plastic Deformation of Steels*. Stockholm, 2001. Dizertační práce. KTH Royal Institute of Technology in Stockholm. Vedoucí práce Prof. Ulf Ståhlberg.
- [17] HUSKINS, E.L., B. CAO a K.T. RAMESH. Strengthening mechanisms in an Al–Mg alloy. *Materials Science & Engineering A* [online]. Elsevier, 2010, **527**(6), 1292-1298 [cit. 2018-04-21]. DOI: 10.1016/j.msea.2009.11.056. ISSN 0921-5093.
- [18] LEE, C. a B. DUGGAN. Deformation banding and copper-type rolling textures. *Acta Metallurgica et Materialia*. 1993, **41**(9), 2691-2699.
- [19] READ, W. a W. SHOCKLEY. Dislocation Models of Crystal Grain Boundaries. *Physical Review* [online]. 1950, **78**(3), 275-289 [cit. 2018-04-23]. DOI: 10.1103/PhysRev.78.275. ISSN 0031-899X.
- [20] FIALA, J. a I. KRAUS. *Povrchy a rozhraní*. 2. přepracované vydání. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2016. ISBN 9788001058817.
- [21] SUN, R. a C. BAUER. Tilt boundary migration in NaCl bicrystals. *Acta Metallurgica*. 1970, **18**(6), 639–647.
- [22] BAINBRIDGE, D., H. CHOH a E. EDWARDS. Recent observations on the motion of small angle dislocation boundaries. *Acta Metallurgica*. 1954, **2**(2), 322–333.
- [23] HUANG, Y. a F. HUMPHREYS. Subgrain growth and low angle boundary mobility in aluminum crystals of orientation $\{110\} \langle 001 \rangle$. *Acta Materialia* [online]. 2000, **48**(8), 2017–2030 [cit. 2018-04-22]. ISSN 1359-6454.
- [24] MAKSIMOVA, E., L. SHVINDLERMAN a B. STRAUMAL. Transformation of $\Sigma 17$ special tilt boundaries to general boundaries in tin. *Acta Metallurgica*. 1988, **36**(6), 1573-1583. ISSN 0001-6160.
- [25] GOTTSTEIN, G. a L. SHVINDLERMAN. *Grain boundary migration in metals: thermodynamics, kinetics, applications*. 2nd ed. Boca Raton: Taylor & Francis, 2010. Materials science and technology (Boca Raton, Fla.). ISBN 9781420054354.
- [26] PROTASOVA, S., G. GOTTSTEIN, D. MOLODOV, V. SURSAEVA a L. SHVINDLERMAN. Triple junction motion in aluminum tricrystals. *Acta Materialia* [online]. Elsevier Ltd, 2001, **49**(13), 2519-2525 [cit. 2018-04-23]. DOI: 10.1016/S1359-6454(01)00142-2. ISSN 1359-6454.
- [27] PROTASOVA, S. a V. SURSAEVA. Triple Junctions Effect on the Grain Growth in Nanostructured Materials. *Interface Science* [online]. 2001, **9**(3), 307-310 [cit. 2018-04-23]. DOI: 10.1023/A:1015123214987. ISSN 0927-7056.

- [28] WAWSZCZAK, R., A. BACZMAŃSKI, M. MARCISZKO, M. WRÓBEL, T. CZEPPE, K. SZTWIERTNIA, C. BRAHAM a K. BERENT. Evolution of microstructure and residual stress during annealing of austenitic and ferritic steels. *Materials Characterization* [online]. Elsevier, 2016, **112**, 238–251 [cit. 2018-05-06]. DOI: 10.1016/j.matchar.2015.12.019. ISSN 1044-5803.
- [29] HUMPHREYS, F. A network model for recovery and recrystallisation. *Scripta Metallurgica et Materialia*. 1992, **27**(11), 1557-1562. ISSN 0956-716X.
- [30] LAROUK, Z. a H. BOUHALAIS. Recrystallization behavior of a low carbon steel wire. *Physics Procedia* [online]. 2009, **2**(3), 1223-1229 [cit. 2018-05-13]. DOI: 10.1016/j.phpro.2009.11.085. ISSN 1875-3892.
- [31] BURKE, J. a D. TURNBULL. Recrystallization and grain growth. *Progress in Metal Physics*. 1952, **3**, 220–244. ISSN 0502-8205.
- [32] BARTO, R. a L. EBERT. Deformation stress state effects on the recrystallization kinetics of molybdenum. *Metallurgical Transactions*. 1971, **2**(6), 1643–1649. ISSN 0360-2133.
- [33] HUMPHREYS, F. The nucleation of recrystallization at second phase particles in deformed aluminium. *Acta Metallurgica*. 1977, **25**(11), 1323–1344. ISSN 0001-6160.
- [34] HUMPHREYS, F. Particle stimulated nucleation of recrystallization at silica particles in nickel. *Scripta Materialia* [online]. 2000, **43**(7), 591-596 [cit. 2018-04-26]. DOI: 10.1016/S1359-6462(00)00442-5. ISSN 1359-6462.
- [35] CHAN, H. a F. HUMPHREYS. Effect of particle stimulated nucleation on orientation of recrystallized grains. *Metal Science*. 1984, **18**(11), 527–530. ISSN 0306-3453.
- [36] GREY, E. a G. HIGGINS. Solute limited grain boundary migration: A rationalisation of grain growth. *Acta Metallurgica*. 1973, **21**(4), 309–321. ISSN 0001-6160.
- [37] LÜCKE, K. The orientation dependence of grain boundary motion and the formation of recrystallization textures. *Canadian Metallurgical Quarterly. The Canadian Journal of Metallurgy and Materials Science*. 1974, **13**(1), 261–274. ISSN 0008-4433.
- [38] HJELEN, J., R. ØRSUND a E. NES. On the origin of recrystallization textures in aluminium. *Acta Metallurgica et Materialia*. 1991, **39**(7), 1377–1404. ISSN 0956-7151.
- [39] DILLAMORE, I. a H. KATOH. The Mechanisms of Recrystallization in Cubic Metals with Particular Reference to Their Orientation-Dependence. *Metal Science*. 1974, **8**(1), 73–83. ISSN 0306-3453.
- [40] INOKUTI, Y. a R. DOHERTY. Transmission kossel study of the structure of compressed iron and its recrystallization behaviour. *Acta Metallurgica*. 1978, **26**(1), 61–80. ISSN 0001-6160.
- [41] In-situ Heating Characterisation Using EBSD. In: <https://www.oxford-instruments.com> [online]. Oxford Instruments, 2014 [cit. 2018-05-14]. Dostupné z: <https://www.oxford-instruments.com/OxfordInstruments/media/nanoanalysis/Webinars/In-situ-Heating-Characterisation-Using-EBSD-slides.pdf>

- [42] PETRENEC, M., P. KRÁL, J. DVOŘÁK, M. SVOBODA a V. SKLENIČKA. In Situ Testing and Heterogeneity of UFG Cu at Elevated Temperatures. *Advanced Materials Research* [online]. 2015, **1127**, 67–72 [cit. 2018-05-14]. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.1127.67. ISSN 1022-6680.
- [43] UBHI, H, J PARSONS, N OTHER, S CAMPBELL, R POOLE a A GHOLINIA. In-situ EBSD Phase Transformation and Recrystallisation. *Journal of Physics: Conference Series* [online]. 2014, **522**, 1-3 [cit. 2018-05-13]. DOI: 10.1088/1742-6596/522/1/012011. ISSN 1742-6588.
- [44] PIAZOLO, S., G. SEWARD, N. SEATON a D. PRIOR. The Potential of Combined In-Situ Heating Experiments and Detailed EBSD Analysis in the Investigation of Grain Scale Processes such as Recrystallization and Phase Transformation. *Materials Science Forum* [online]. 2004, **467-470**, 1407-1412 [cit. 2018-05-13]. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.467-470.1407. ISSN 0255-5476.
- [45] TORRES, E., F. PETERNELLA, R. CARAM a A. RAMÍREZ. In Situ Scanning Electron Microscopy High Temperature Deformation Experiments to Study Ductility Dip Cracking of Ni–Cr–Fe Alloys. In: KANNENGIESSER, T., S. S. BABU, Y. KOMIZO a A. J. RAMÍREZ. *In-situ Studies with Photons, Neutrons and Electrons Scattering*. Berlin, Heidelberg: Springer, 2010, 27–37. ISBN 9783642147937.
- [46] VERMA, R., R. DHAR, M.C. RATH, S.K. SARKAR, V.K. WADHAWAN, R. DABROWSKI a M.B. TYKARSKA. Optimization of the Display Parameters of a Room Temperature Nematic Material (6CHBT) by Using Electron Beam Irradiation. *Journal of Display Technology* [online]. 2010, **6**(1), 8–13 [cit. 2018-05-23]. DOI: 10.1109/JDT.2009.2033393. ISSN 1551-319X.
- [47] TAENDL, J, S NAMBU, A ORTHACKER, G KOTHLEITNER, J INOUE, T KOSEKI a C POLETTI. In-situ observation of recrystallization in an AlMgScZr alloy using confocal laser scanning microscopy. *Materials Characterization* [online]. 2015, **108**, 137–144 [cit. 2018-05-30]. DOI: 10.1016/j.matchar.2015.09.002. ISSN 1044-5803.
- [48] KERISIT, C., R. E. LOGÉ, S. JACOMET, V. LLORCA a N. BOZZOLO. EBSD coupled to SEM in situ annealing for assessing recrystallization and grain growth mechanisms in pure tantalum. *Journal of Microscopy* [online]. 2013, **250**(3), 189–199 [cit. 2018-05-30]. DOI: 10.1111/jmi.12034. ISSN 0022-2720.
- [49] HUMPHREYS, F. J., M. FERRY, I. BROUGH a C. P. JOHNSON. Combined in Situ Sem Annealing and Ebsd of Deformed Materials. *Textures and Microstructures* [online]. 1996, **26**, 281–301 [cit. 2018-05-30]. DOI: 10.1155/TSM.26-27.281. ISSN 0730-3300.
- [50] BAKER, T. J., F. P. L. KAVISHE a J. WILSON. Effect of non-metallic inclusions on cleavage fracture. *Materials Science and Technology*. 1986, **2**(6), 576–582.
- [51] KIM, Y., H. KIM, S. SHIN, K. RHEE, S. AHN, D. LEE, N. KIM a S. LEE. Cracking Phenomenon Occurring in Bi-S–Based Free-Machining Steel Wire Rods During Hot Rolling. *Metallurgical and Materials Transactions A* [online]. 2011, **42**(10), 3095–3105 [cit. 2018-05-30]. DOI: 10.1007/s11661-011-0736-6. ISSN 1073-5623.

[52] SOBOTKA, P. *Vady a vlastnosti masivních odlitků*. Brno: Vysoké učení technické v Brně. Fakulta strojního inženýrství, 2012. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce Ing. Antonín Záděra, Ph.D.

7 Seznam obrázků

Obr. 1. Hierarchické seřazení mikrostrukturních poruch způsobených dislokacemi. [1, s. 28]	17
Obr. 2. Přeseknutí precipitátů γ' při únavě v niklové slitině Waspaloy. (zobrazení pomocí TEM v tmavém poli). [12]	18
Obr. 3. Mechanismus obtečení a tvorba prizmatických smyček. [11, s. 580]	19
Obr. 4. Preferovaný mechanismus v závislosti na poloměru částice. Podle [6, s. 585].	20
Obr. 5. a) Mechanismy deformace v PDZ jako funkce deformace a normalizovaného poloměru částice. [1, s. 59] b) Schéma PDZ [1, s. 63]	20
Obr. 6. a) Tvrdý vměstek za podmínek válcování. b) Tvrdý vměstek rozlomený během válcování. c) Uspořádání klastru vměstků v řádky. d) Vměstek složený z tvrdých krystalů v měkké matici. e) Měkký vměstek za podmínek válcování. [16, s. 4]	22
Obr. 7. Schematický diagram smykové napětí–smyková deformace ukazující fáze deformačního zpevnění. [4, s. 206]	23
Obr. 8. a) Schématický diagram závislosti energie nízkoúhlové hranice zrn a energie vztažené na dislokaci na misorientaci. [5, s. 96] b) Energie hranice zrn jako funkce misorientace v Al. [20, s. 38]	25
Obr. 9. Schématický diagram vlivu misorientace na mobilitu rozhraní. [1, s. 134]	27
Obr. 10. Schématické zobrazení fází zotavení. [1, s. 170]	29
Obr. 11. Kinetické křivky pro Fe-3,5%Si, žháno při různých teplotách. [5, s. 230]	33
Obr. 12. Schématické zobrazení vlivu velikosti zrna na heterogenitu nukleačních míst. a) Jemné zrno. b) Hrubé zrno. [1, s. 239]	34
Obr. 13. Schématické zobrazení SIBM. a) "Protažení" dislokační struktury s hranicí zrna. b) Zánik dislokační struktury uvnitř zárodku. [1, s. 252]	35
Obr. 14. DSC křivka oceli 11SMnPb30.	43
Obr. 15. Stereografický trojúhelník.	44
Obr. 16. EBSD snímky ($120 \times 120 \mu\text{m}^2$) a) před žháním, b) $450 \text{ }^\circ\text{C}/15\text{--}30 \text{ min}$	44
Obr. 17 EBSD snímky téže oblasti ($120 \times 120 \mu\text{m}^2$) při žhání a) $480 \text{ }^\circ\text{C}/0\text{--}15 \text{ min}$, b) $480 \text{ }^\circ\text{C}/15\text{--}30 \text{ min}$, c) $500 \text{ }^\circ\text{C}/5\text{--}20 \text{ min}$, d) $500 \text{ }^\circ\text{C}/30\text{--}45 \text{ min}$, e) $550 \text{ }^\circ\text{C}/15 \text{ min}$. Na snímcích a), b), c) a d) vyznačeny zárodky v bílých kroužcích. f) Mapa misorientací po $550 \text{ }^\circ\text{C}/15 \text{ min}$	45
Obr. 18. a) Podíl fází v částečně rekrystalizované struktuře. Ferit červeně, MnS zeleně. b) Prvkové zastoupení podle plošné analýzy EDS.	46
Obr. 19. Pólové obrazce a) před žháním b) po žhání.	46
Obr. 20. EBSD snímky + mapy misorientací téže oblasti ($200 \times 200 \mu\text{m}^2$). a) a b) při 340 MPa, c) a d) při 375 MPa, e) a f) při 405 MPa, kdy se vytvořil krček.	47
Obr. 21. Tahový diagram oceli 11SMnPb30 (vzorek A) po stupňovitém žhání.	48

Obr. 22. SE snímek + přiložený tahový diagram před zatížením.	48
Obr. 23. SE snímky + tahový diagram odpovídající určitému zatížení.	49
Obr. 24. SE snímky + tahový diagram odpovídající určitému zatížení.	50
Obr. 25. SE snímky v oblasti krčku + tahový diagram	51
Obr. 26. a) Znázornění snímaných míst podél vzorku. b) BSE snímek oblasti v krčku těsně před lomem zkušební tyče. c) Odpovídající tahový diagram.....	52
Obr. 27. a) EBSD snímek před žiháním. b) SE snímek před žiháním.	53
Obr. 28. EBSD snímky při žihání na 550 °C za dobu a) 5–15 min, b) 15–30 min, c) 30–45 min, d) 45–60 min.	53
Obr. 29. Tahový diagram oceli 11SMnBi30 po žihání 550 °C/1 hod.....	54
Obr. 30. Fraktografická analýza (SE/SEM, 10 kV, 10 nA) zkušební tyče z oceli 11SMnBi30.	54
Obr. 31. EBSD mapy (200x200 μm^2) po žihání a) 480 °C/1 hod, b) 520 °C/1 hod.	55

8 Seznam tabulek

Tab. 1. Skluzové systémy v fcc a bcc mříži.	15
Tab. 2. Chemické složení testovaných automatových ocelí podle EN 10087. [2]	42
Tab. 3. Srovnání mechanických vlastností ocelí 11SMnPb30 a 11SMnBi30 po žihání v peci na různých teplotách.....	55
Tab. 4. Porovnání provedených tahových zkoušek.	58

9 Seznam zkratek a symbolů

Symbol	Rozměr	Význam
A	[-]	Hodnota závislá na energii atomů v dislokaci
A_5	[%]	Tažnost poměrné zkušební tyče
a	[m]	Mřížkový parametr
B	[-]	Parametr závislý na tvaru rekrytalizačních zárodků, rychlosti nukleace a růstu
b	[m]	Velikost Burgersova vektoru
b_z	[-]	Tvarový faktor
C	[-]	Materiálová konstanta vyjadřující limitní velikost zrna
$c_1, c_2, \dots c_7$	[-]	Konstanta
D_s	[m ² s ⁻¹]	Difuzní koeficient
d_c	[m]	Velikost částice
d_G	[m]	Velikost zrna
d_{kr}	[m]	Kritický průměr zrna
d_{sub}	[m]	Velikost subzrna
$d_{sub,0}$	[m]	Velikost subzrna na začátku růstu
$E_{B,N}$	[J]	Energie rozhraní zárodku
E_c	[Jm ⁻¹]	Energie jádra dislokace jednotkové délky
E_D	[J; Jm ⁻¹]	Deformační energie
E_{dis}	[Jm ⁻¹]	Energie dislokace jednotkové délky
E_e	[Jm ⁻¹]	Energie elastické deformace kolem dislokace jednotkové délky
$E_{e,edge}$	[Jm ⁻¹]	Energie elastické deformace kolem hranové dislokace jednotkové délky
$E_{e,screw}$	[Jm ⁻¹]	Energie elastické deformace kolem šroubové dislokace jednotkové délky
E_{hkl}	[J]	Energie uložená v krystalech s normálou [hkl]
f	[-]	Objemový podíl
G	[Pa]	Modul pružnosti ve smyku
J_G	[m ³ s ⁻¹]	Rychlost růstu zrn při rekrytalizaci
K	[J]	Konstanta vyjadřující vliv rozhraní a misorientace
k	[JK ⁻¹]	Boltzmannova konstanta
l	[m]	Střední volná dráha mobilních dislokací
M	[m ⁴ J ⁻¹ s ⁻¹]	Mobilita rozhraní
M_0	[m ⁴ J ⁻¹ s ⁻¹]	Preexponenciální mobilitní faktor
m	[-]	Schmidův faktor
n	[-]	Kinetický exponent
p_{LB}	[Pa]	Napětí působící na plochu nízkoúhlové hranice zrna
p_{GB}	[Pa]	Napětí působící na plochu hranice zrna
Q_G	[J]	Aktivační energie růstu rekrytalizovaných zrn
Q_m	[Jmol ⁻¹]	Aktivační energie atomů řídících pohyb rozhraní

$Q(\sigma_i)$	[J]	Aktivační energie skluzového pohybu
R	[Jmol ⁻¹ K ⁻¹]	Univerzální plynová konstanta
R	[MPa]	Smluvní napětí
R_{eL}	[MPa]	Dolní mez kluzu
R_m	[MPa]	Smluvní mez pevnosti
$R_{p0,2}$	[MPa]	Smluvní mez kluzu
r	[m]	Vzdálenost od dislokace (poloměr kolem dislokace)
$r_{\check{c}}$	[m]	Poloměr částice
r_G	[m]	Poloměr zrna
$r_{kr,\check{c}}$	[m]	Kritický poloměr částice
$r_{kr,N}$	[m]	Kritický poloměr rekrystalizačního zárodku
$r_{kr,PSN}$	[m]	Kritický poloměr rekrystalizačního zárodku při PSN
r_N	[m]	Poloměr zárodku
r_s	[m]	Poloměr subzrna
$r_{s,0}$	[m]	Poloměr subzrna na začátku růstu
r_0	[m]	Poloměr jádra dislokace
T_T	[°C]	Teplota tání
t	[s]	Čas
t_R	[°C]	Rekrystalizační teplota
T	[K]	Termodynamická teplota
v_{dis}	[ms ⁻¹]	Rychlost pohybu dislokace
v_{GB}	[ms ⁻¹]	Rychlost pohybu rozhraní
X_V	[-]	Rekrystalizovaný podíl
x	[m]	Sřední vzdálenost mezi částicemi (precipitáty)
\bar{x}	[m]	Sřední vzdálenost mezi dislokacemi
x_{dipol}	[m]	Vzdálenost mezi póly dislokačního dipólu
α	[-]	Parametr závislý na typu a charakteru dislokace
γ	[-]	Smyková deformace
γ_b	[Jm ⁻²]	Plošná hustota energie obecné hranice
γ_m	[Jm ⁻²]	Plošná hustota energie při $\theta_m \approx 15^\circ$
γ_s	[Jm ⁻²]	Plošná hustota energie rozhraní
γ_{LB}	[Jm ⁻²]	Energie nízkoúhlové hranice
ΔG_{GB}	[Jm ⁻³]	Změna volné energie v důsledku kapilárního efektu
ΔG_r	[Jm ⁻³]	Hnací síla pro růst rekrystalizovaných zrn
ΔG_{SIBM}	[J]	Hnací sílu deformačně indukované migrace rozhraní
ΔG_z	[J]	Hnací síla pro růst subzrn
ΔG_{Zener}	[Jm ⁻¹]	Energie potřebná k překonání Zenerových zarážek
δ	[-]	Nesoulad
ε	[-]	Deformace; Poměrná deformace
ϑ	[°; rad]	Misorientace
ϑ_m	[°; rad]	Misorientace odlišující nízkoúhlovou a velkoúhlovou hranici (~15°)
ϑ_0	[°; rad]	Misorientace na začátku růstu subzrna
λ	[°; rad]	Úhel mezi zatížením a směrem skluzu

ν	[-]	Poissonovo číslo
ρ	[m ⁻²]	Hustota dislokací
ρ_m	[m ⁻²]	Hustota mobilních dislokací
σ_i	[Pa]	Interní napětí
$\sigma_{\vartheta z}, \sigma_{z\vartheta}$	[Pa]	Složka tenzoru napětí ve válcových souřadnicích
σ_0	[Pa]	Mez kluzu
τ	[Pa]	Smykové napětí
τ_{bow}	[Pa]	Smykové napětí nutné k obtečení částice
τ_{cut}	[Pa]	Smykové napětí nutné k přeseknutí částice
τ_{th}	[Pa]	Teoretická smyková pevnost
τ_0	[Pa]	Kritické skluzové napětí osamocené dislokace
φ	[°; rad]	Úhel mezi zatížením a normálou skluzové roviny
Ω	[°m ⁻¹ ; radm ⁻¹]	Orientační gradient

Zkratka	Význam
BSE	Zpětně odražené elektrony
bcc	Kubická prostorově středěná mříž
DSC	Diferenciální skenovací kalorimetr/kalorimetrie
EBSD	Difrakce zpětně odražených elektronů
fcc	Kubická plošně středěná mříž
GP zóna	Guinier-Prestonova zóna
hcp	Hexagonální těsně uspořádaná mříž
PDZ	Deformační zóna částice
PSN	Částicemi stimulovaná nukleace
SE	Sekundární elektrony
SEM	Skenovací elektronový mikroskop/mikroskopie
SIBM	Deformačně indukovaná migrace rozhraní

10 Seznam příloh

Příloha 1: Technická specifikace oceli daná firmou Fischerwerke GmbH

Příloha 2: Výrobní specifikace dodávané oceli firmou Westfälische Drahtindustrie GmbH

Příloha 3: Metalografický rozbor oceli 11SMnPb30

Příloha 4: Výkres vzorků pro trhací stůl s ohřevem SWF 5000 od firmy Swift Instruments

Příloha 5: Výkres vzorků pro trhací stůl s ohřevem MT-1000 od firmy NewTec Scientific

Příloha 6: Záznamy tahových zkoušek oceli 11SMnPb30+C

Příloha 7: Záznamy tahových zkoušek oceli 11SMnBi30+C

Production and Technology

production network



innovative solutions

Technical delivery specification 054

Revision: 4 / 17.10.14

Technische Liefervorschrift

Document No.:10088084

Designation <i>Bezeichnung</i>	Square bar free cutting steel from EN 10277-3 - 11SMnPb37 ¹⁾ <i>Vierkant Stab - Automatenstahl</i>						
Material no. <i>Werkstoff-Nr.</i>	1.0737 ¹⁾						
Delivery condition <i>Lieferzustand</i>	cold drawn [+C] <i>kaltgezogen</i>						
Standard; <i>Norm</i>	DIN EN 10277-3						
Surface treatment <i>Oberflächenbehandlung</i>	easy oiled <i>leicht geölt</i>						
Surface properties <i>Oberflächenbeschaffenheit</i>	surface flaws as per DIN EN 10277-part 1, surface quality class 1 <i>Oberflächenfehler nach DIN EN 10277-Teil 1, Oberflächengüteklasse 1</i>						
Chemical composition <i>Chemische Zusammensetzung</i>	DIN EN 10277-3 cast (heat) analysis % by mass <i>Schmelzanalyse, Massenanteil in %</i>						
		C	Si	Mn	P	S	Pb
	1.0737	max.0,14	max.0,05	1,00-1,50	max.0,110	0,34-0,40	0,20-0,35
	1.0718	max.0,14	max.0,05	0,90-1,30	max.0,110	0,27-0,33	0,20-0,35
Material number Dimension Mechanical properties <i>Materialnummer</i> <i>Abmessung</i> <i>Mechanische Eigenschaften</i>	Material number	wrench		tensile strength	yield point	elongation after fracture	
	<i>Materialnummer</i>	wrench size AF mm	tolerance mm	<i>Zugfestigkeit</i> R _m N/mm ²	<i>Dehngrenze</i> R _{p0,2} N/mm ²	<i>Bruchdehnung</i> A ₅ %	
	122656	10,0	-0,15	510 - 810	min. 440	min. 6	
Allowance; <i>zul. Abweichung</i>	the allowance is according to DIN EN 10278, ISO- tolerance zone h12 <i>die zulässige Abweichung nach DIN EN 10278, ISO-Toleranzfeld h12</i>						
Remark <i>Bemerkung</i>	¹⁾ Alternative 11SMnPb30 (M.-No. 1.0718) allowed, <i>alternativ 11SMnPb30 (W.-Nr. 1.0718) zulässig</i>						
Futher applicaple docu. <i>Mitgeltende Unterlagen</i>	FISNO 0 000 563						

Attend comment according to ISO 16016!; *Schutzvermerk DIN ISO 16016 beachten!*

Free:	13.04.12	Schäuffele
Checked:	13.04.12	Schäuffele
Edit	13.04.12	Stich
	Date	Name

4	add. 1.0718 chemical composition	Stich	Schäuffele	17.10.14	Schäuffele
3	surface quality class 1	Stich	Schäuffele	15.08.12	Schäuffele
2	FISNO 563	Stich	Graclik	02.08.12	Graclik
1	Alternative 11SMnPb30 (M.-No. 1.0718) allowed,	Stich	Schäuffele	20.07.12	Schäuffele
Rev.	Change; <i>Anderungsbeschreibung</i>	Edit	Checked	Date	Free

Príloha 2: Výrobní specifikace dodávané oceli firmou Westfälische Drahtindustrie GmbH



ISO 9001
Zertifiziertes
Management-
system



Binnerheide 23
D-58239 Schwerte
Tel.: +49 / (0) 23 04 / 94 11 20
Fax: +49 / (0) 23 04 / 94 11 288
E-Mail: blank.schwerte@wdi.de
Internet: www.wdi.de

WESTFÄLISCHE DRAHTINDUSTRIE GMBH
BLANKSTAHL Werk Schwerte

Westfälische Drahtindustrie GmbH • Postfach 1245 • 58207 Schwerte

FISCHER VYSKOV spol. s.r.o.
Osvoboditelu 816/59

CZ 68323 IVANOVIC Ā

ABNAHMEPRÜFZEUGNIS
nach EN 10204/3.1

Datum 26.08.2016
Kunden-Nr. 1780169
Abnahmebeauftragter: QS/ M.Hoffmann
Tel. 02304 / 94112 -19

Ihre Bestellung vom 17.05.2016 451059556/C03

FA-Nr.: 650036
Auftragsbestätigungs-Nr. 215546 POS.: 1,0

Artikel: M04578 AUTOMATENSTÄHLE NACH EN 10277-3: 06/08
11SMNPB30+C
BLANKGEZOGEN RM 510 - 810 N/QMM RP 0,2 MIN. 440 N/QMM
DEHNUNG A5 MIN. 6 %
BEIDSEITIG ANGEFAST 2 - 3 MM X 45 GRAD BUNDE CA. 1000 KG
VIERKANT Abm. in mm 10,00 3000,00
Toleranz EN 10278 - h 11: 12/99
IN HERSTELL LÄNGEN -0/+50 MM WZ 3.1
gemäß Fischer TL054 Revision 3/15.08.12 und FISNO 0 000 563

Charge 650036

Chemische Analyse in %

C	Si	Mn	P	S
,07	,00	1,09	,020	,312

Cr	Mo	Ni	Al	Cu
,07	,01	,02	,003	,01

N	B	Ti	V	Pb
	,0000			,255

Prüfwert Endprodukt

Eigenschaften	Dimension	Prüferergebnis	
		min.	max.
Abmessung/ size	mm		10,000
Streckgrenze/ yield point	MPa	548	580
Festigkeit/ tensile strength	MPa	623	633
Bruchdehnung/ elongation	%	10,0	10,6
Einschnürung/ reduction of area	%		

4062 kg 25.08.16

Wir bestätigen, dass die Prüfergebnisse den vereinbarten Lieferbedingungen entsprechen.
Dieses Dokument wurde maschinell erstellt und ist ohne Unterschrift gültig.

Westfälisch Drahtindustrie GmbH
Qualitätswesen/Abnahmebeauftragter

TŘINECKÉ ŽELEZÁRNYTT – Technologie a výzkum
Metalografické zkušebny

Mč:	47432
Počet stran:	4
Počet tabulek:	5
Počet příloh:	-

ZKUŠEBNÍ PROTOKOL

Výsledky metalografického rozboru

Název: **Mikročistota**

Zákazník:	TT – p. Milata	Datum přijetí	Datum provedení
		06. 02. 2017	07. 02. 2017
Dodané vzorky: Vzorek 1, jakost C45, rozměr 6 mm, 1ks Vzorek 2, jakost C45PB, rozměr 19 mm, 1ks Vzorek 3, jakost 11SMNPB30, rozměr 12 mm, 1ks Vzorek 4, jakost 11SMNPB30, rozměr 15 mm, 1ks			
Požadavek: mikročistota DIN 50602-K2, K3, ISO4967 metoda A+DS, SEP1572, zrna ISO 643, podíl fází			

Mikroskopické hodnocení

Z výše dodaných polotovarů byly zhotoveny příčné i podélné metalografické výbrusy, na kterých se provedlo hodnocení vměstků podle DIN 50602 metodou M a metodou K ve 2 a 3 stupni znečištění. Dále bylo provedeno hodnocení mikročistoty ISO 4967 metodou A. U automatových jakostí se hodnotil oxidický stupeň znečištění a sulfidické vměstky byly zhodnocené podle srovnávacího etalonu normy SEP 1572.

Jednotlivé zjištěné strukturní parametry jsou uvedené v následujících tabulkách 1-5 spolu se zjištěným podílem fází a velikosti sekundárního zrna dle ISO 643.

Tab. 1 Přiřazení sulfidických vměstků k nejbližší se hodícímu poli SEP1572

vzorek č.	povrch	střed	obr. č.
2	3.2	2.2	1, 2
3	1.1	1.2	3, 4
4	1.1	1.2	5, 6

Prohlášení:	1) Uvedené výsledky zkoušení se týkají pouze zkoušených zkušebních těles uvedených v záhlaví 2) Protokol může být reprodukován pouze celý, jinak jen se souhlasem TTz			
Zkoušel	Mikroskop	Datum	Vedoucí TTz	Rozdělovník
Krzok Radek 32155	Jenavert 859384	07. 02. 2017	Petr Kučírek 35325	1x TT 1x TTz

Příloha 3: Metalografický rozbor oceli 11SMnPb30

Tab. 2 Mikročistota DIN 50602 (M)

Vz. č.	Nejhorší pole			
	SS	OA	OS	OG
1	0	0	0	OG0
2	-	0	0	0
3	-	0	0	0
4	-	0	0	0

Tab. 3 Mikročistota dle ASTM E45

Vz. č.	A		B		C		D		DS
	Jemný	Hrubý	Jemný	Hrubý	Jemný	Hrubý	Jemný	Hrubý	
1	-	-	-	-	-	-	1	0,5	-

Tab. 4 Mikročistota DIN 50602-K2, K3

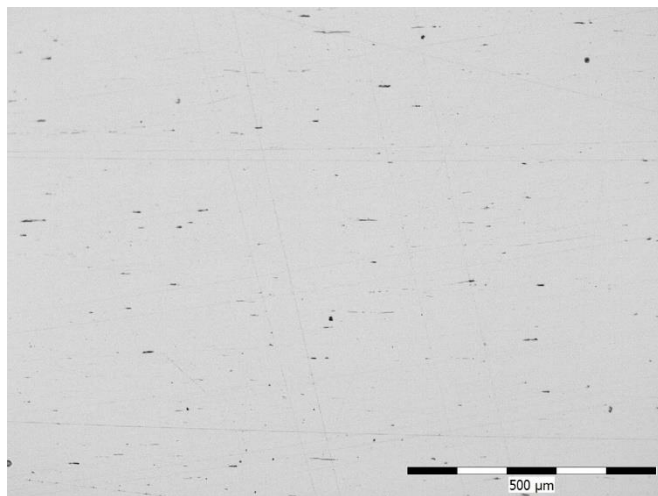
Vzorek	Plocha (mm ²)	Typ	Výskyt polí s hodnocením										1. mezi-součet		stupeň znečištění
			0	1	2	3	4	5	6	7	8	S	O		
			faktor fg												
			0,05	0,1	0,2	0,5	1	2	5	10	20				
1	110	SS	-	-	0	0	0	0	0	0	0	0	-	0	Ko2,3 = 0
		OA	-	-	0	0	0	0	0	0	0				
		OS	-	-	0	0	0	0	0	0	0				
		OG	-	-	0	0	0	0	0	0	0				
2	361	SS	-	-	0	0	0	0	0	0	0	-	0	Ko2,3 = 0	
		OA	-	-	0	0	0	0	0	0	0				
		OS	-	-	0	0	0	0	0	0	0				
		OG	-	-	0	0	0	0	0	0	0				
3	247	SS	-	-	0	0	0	0	0	0	0	-	0	Ko2,3 = 0	
		OA	-	-	0	0	0	0	0	0	0				
		OS	-	-	0	0	0	0	0	0	0				
		OG	-	-	0	0	0	0	0	0	0				
4	175	SS	-	-	0	0	0	0	0	0	0	-	0	Ko2,3 = 0	
		OA	-	-	0	0	0	0	0	0	0				
		OS	-	-	0	0	0	0	0	0	0				
		OG	-	-	0	0	0	0	0	0	0				

Tab. 5 Podíl fází, velikost zrna

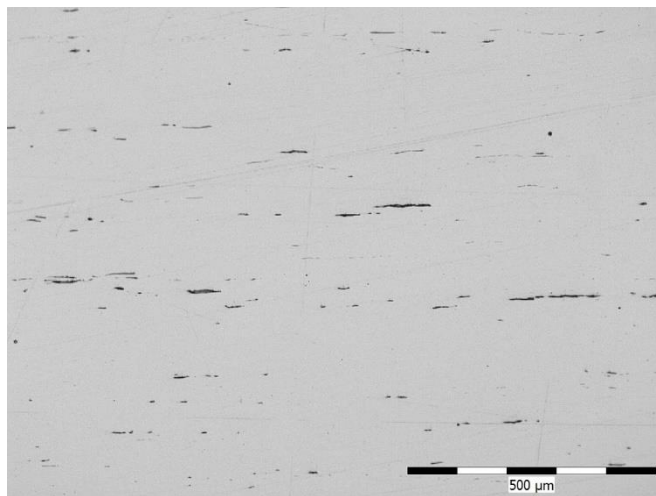
vzorek č.	podíl fází [%]	velikost ferit. zrna	velikost perlit. bloků	Obr.
1	75 ferit + 25 perlit částečně sferoidizovaný	síťoví	9	7
2	80 ferit + 20 perlit	síťoví	7	8
3	90 ferit + 10 perlit	8	10	9
4	90 ferit + 10 perlit	8	11	10

Příloha 3: Metalografický rozbor oceli 11SMnPb30

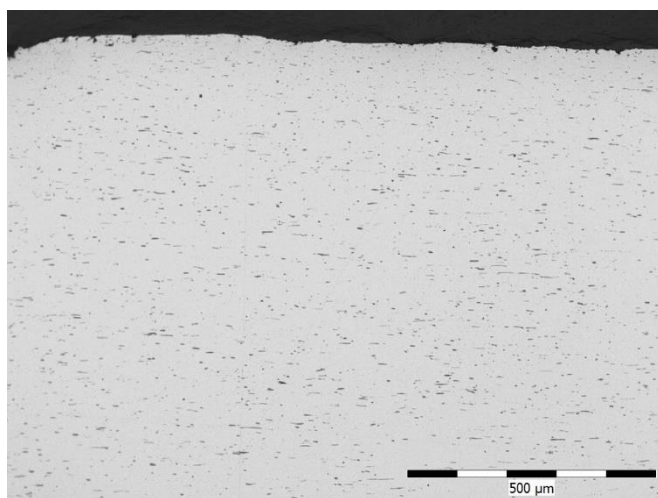
Obr. 1 Vzhled sulfidů na povrchu
oceli č. 2 (100x)



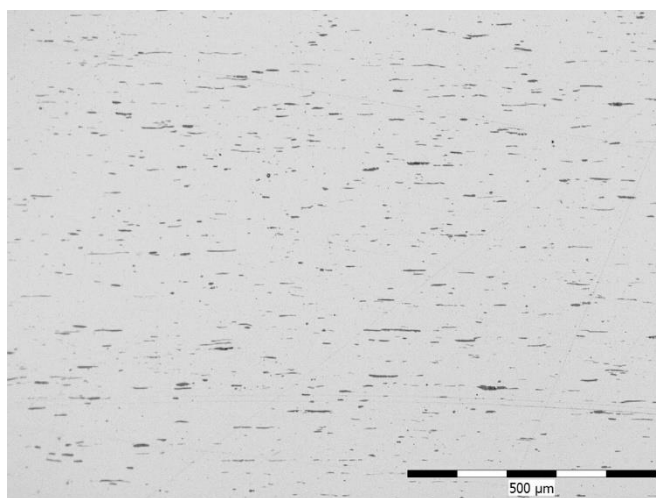
Obr. 2 Vzhled sulfidických vměstků
ve středu oceli č. 2 (100x)



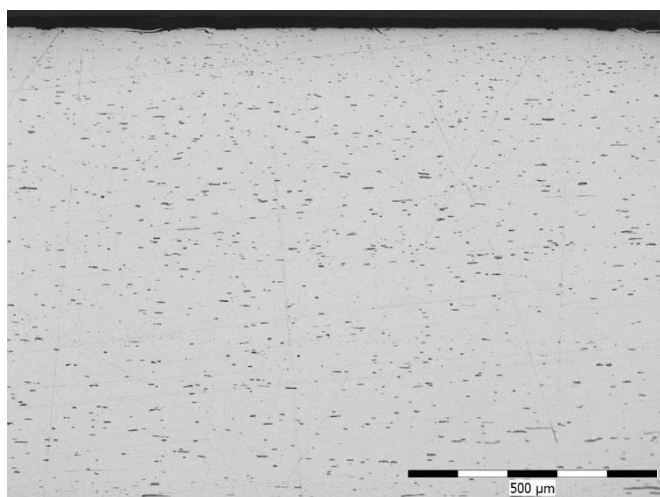
Obr. 3 Vzhled sulfidů na povrchu
oceli č. 3 (100x)



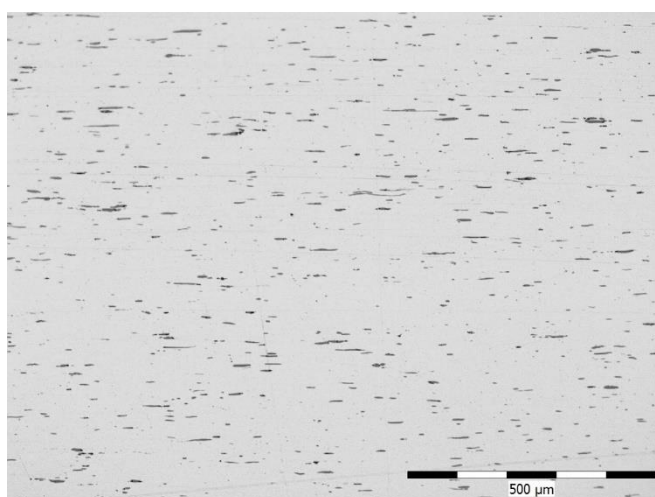
Obr. 4 Vzhled sulfidických vměstků
ve středu oceli č. 3 (100x)



Obr. 5 Vzhled sulfidů na povrchu
oceli č. 4 (100x)

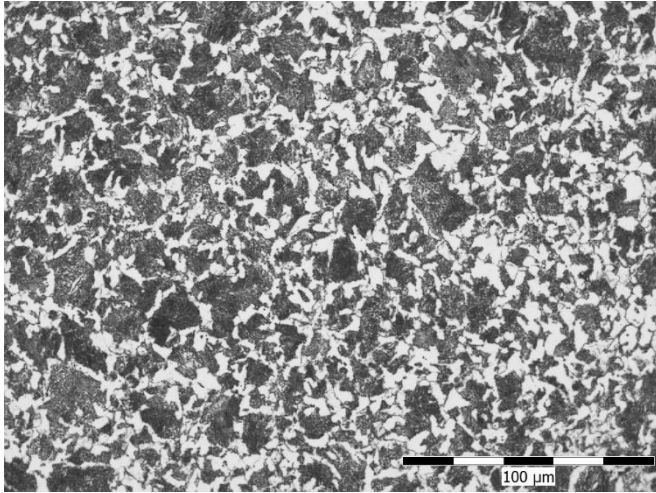


Obr. 6 Vzhled sulfidických vměstků
ve středu oceli č. 4 (100x)

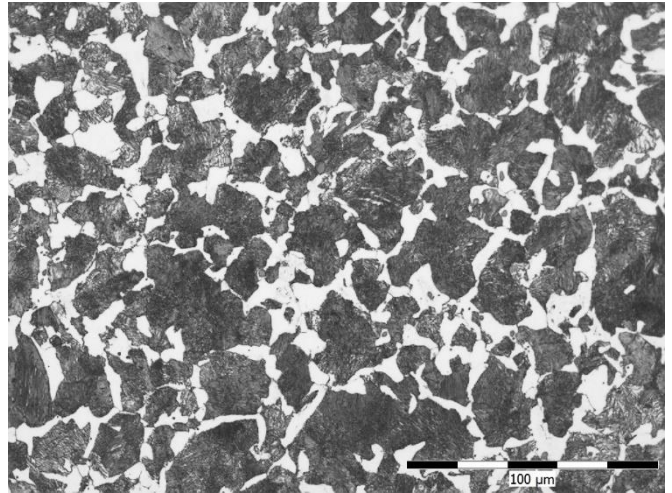


Příloha 3: Metalografický rozbor oceli 11SMnPb30

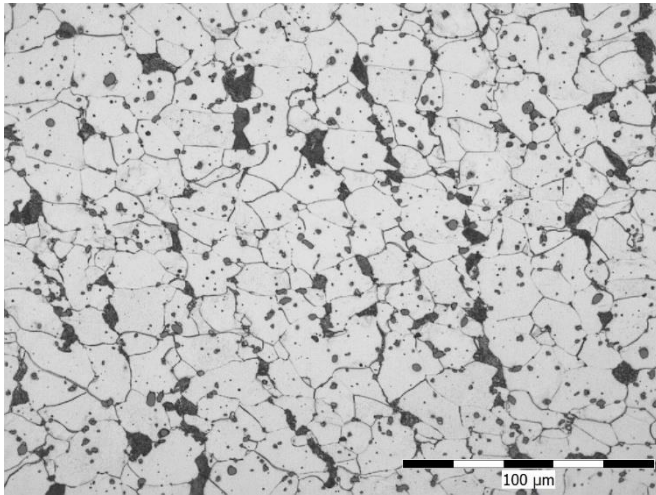
Obr. 7 Struktura vzorek č. 1 (500x)



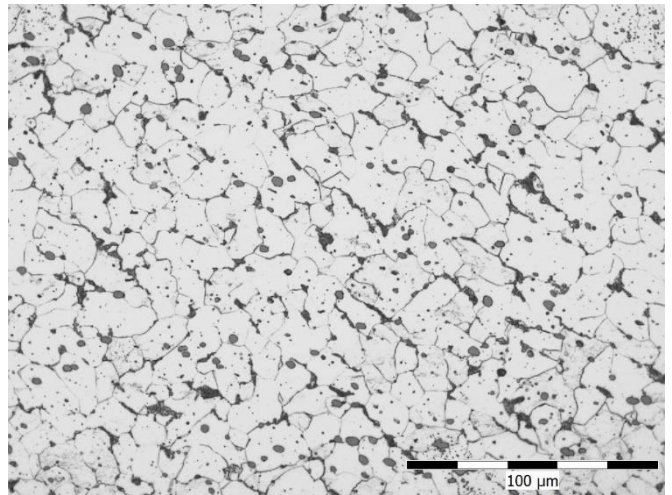
Obr. 8 Struktura vzorek č. 2 (500x)



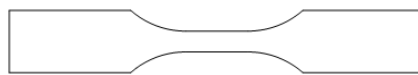
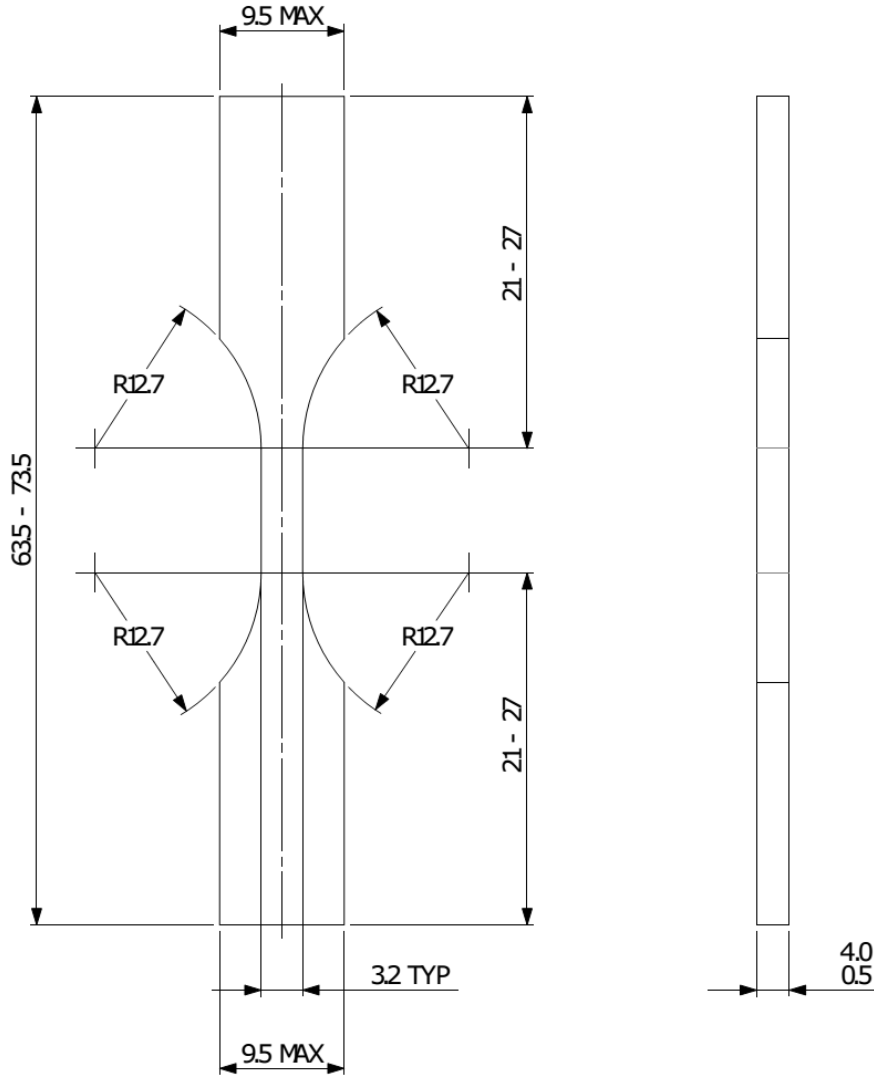
Obr. 9 Struktura vzorek č. 3 (500x)



Obr. 10 Struktura vzorek č. 4 (500x)



Tensile test samples



1 : 1

PLEASE REPORT ERRORS AND OMISSIONS

REMOVE ALL BURRS AND SHARP EDGES

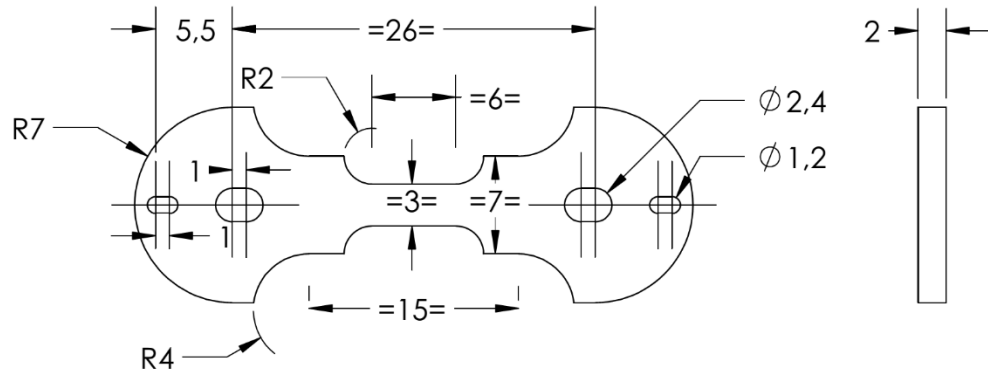
DO NOT SCALE PRINT

Material	Customer-defined	Finish	Customer-defined	Colour	N/A
Editions	A 210616				
Drawn	JHP	Checked		Product	5kN tensile stage
Client	Quadrature Technology Ltd	Title	Tensile test specimen	Scale	2 : 1
				Sht.	1 of 1
				Tolerance	ISO 2768-f
					mm[in]
				Nb.	16113
				A4	

PembertonDear

Příloha 5: Výkres vzorků pro trhací stůl s ohřevem MT-1000 od firmy NewTec Scientific

EPROUVETTE



Echelle 2:1

SAUF INDICATION CONTRAIRE: LES COTES SONT EN MILLIMETRES ETAT DE SURFACE: Rq 1.6 TOLERANCES: ISO 2768 K LINEAIRES: ANGULAIRES:		MATERIAU .	CASSER LES ANGLES VIFS	NE PAS CHANGER L'ECHELLE		AUTEUR: D.Nogues
		FINITION .		NEWTEC SCIENTIFIC		285, Rue Gilles Roberval 30900 NIMES - FRANCE Tél: 33 (0)4 66 62 33 04
		MASSE .				
		QUANTITE .				
REVISION	Objet	Date	TITRE:			
A	Edition originale	27/02/2017				
.	.	.				
.	.	.				
.	.	.				
Nota			No. DE PLAN	implantation pour test		
			ECHELLE: 1:2	FEUILLE 1		

Zwick / Roell

fischer



innovative solutions

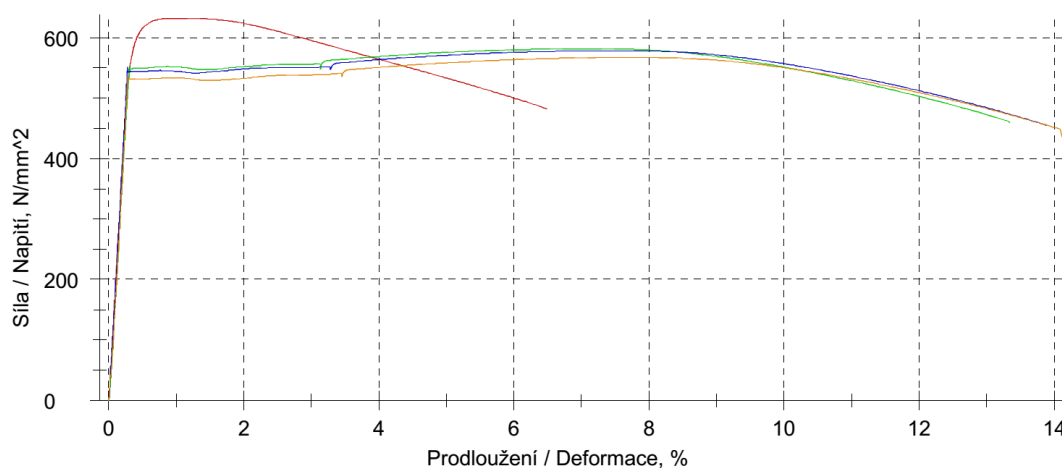
Zkušební protokol Metall fpcz

Artikel-Nr. : 122656 Dodavatel : WDI
 Název : STAB VIERKANT 10X10 Zkoušel(a) : Horák Roman
 Materiál : 11SMNPB30+C Definování : Uvolněno/i.O

Výsledky zkoušek:

Ne.	R _m N/mm ²	R _{p0.2} N/mm ²	A ₅ %	Z %	S ₀ mm ²	Poznámka...
max	810	---	---	---		
min	510	440	6,0	30,00		
1	632	618	6,5	38,39	99,0	Původní materiál
2	581	550	13,3	43,03	99,0	materiál žíhané na 460°
3	578	544	13,9	44,39	99,0	materiál žíhané na 480°
4	567	531	14,1	46,03	99,0	materiál žíhané na 500°

Grafické záznamy série:



Statistika:

Série n = 4	R _m N/mm ²	R _{p0.2} N/mm ²	A ₅ %	S ₀ mm ²
\bar{x}	590	561	11,9	99,0
s	29	39	3,7	0,0
v [%]	4,89	6,94	30,59	0,00

Zwick / Roell

fischer



innovative solutions

Zkušební protokol Metall fpcz

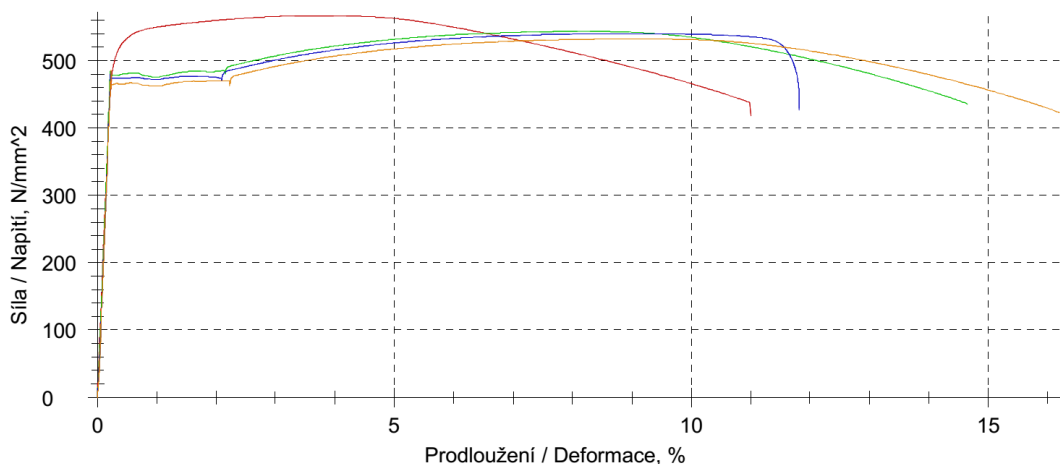
Artikel-Nr. : 104356
Název : STAB RD.15,0
Materiál : 11SMNBI30+C

Dodavatel : Třinecké Železářny
Zkoušel(a) : Horák Roman

Výsledky zkoušek:

Ne.	R _m N/mm ²	R _{p0.2} N/mm ²	A ₅ %	Z %	S ₀ mm ²	Poznámka...
max	800	---	---	---		
min	550	420	8,0	30,0		
1	567	529	11,0	46,6	174,37	Původní materiál
2	<544	480	14,6	47,7	174,37	materiál žihany na 460°
3	<540	474	11,8	47,9	174,37	materiál žihany na 480°-mimo SZ
4	<532	465	16,2	48,6	174,37	materiál žihany na 500°

Grafické záznamy série:



Statistika:

Série n = 4	R _m N/mm ²	R _{p0.2} N/mm ²	A ₅ %	Z %	S ₀ mm ²
\bar{x}	546	487	13,4	47,7	174,37
s	15	28	2,4	0,8	0,00
v [%]	2,72	5,83	18,05	1,76	0,00