



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

**STUDIUM SUBSTRUKTURNÍCH ZMĚN
ULTRAJEMNOZRNNÝCH Mg-SLITIN PŘI
CYKLICKÉM ZATĚŽOVÁNÍ A TEPLONÍ
EXPOZICI**

STUDY OF SUBSTRUCTURAL CHANGES OF ULTRA-FINE GRAINED
Mg-ALLOYS DURING CYCLIC LOADING AND THERMAL EXPOSITION

DIZERTAČNÍ PRÁCE

DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Ing. Roman Štěpánek

ŠKOLITEL

SUPERVISOR

doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.

BRNO 2016

Klíčová slova:

AZ91, equal channel angular pressing, ultrajemnozrný, velikost zrna, úhel dezorientace, kernel average misorientation, nerovnovážné hranice, teplotní stabilita, mechanická stabilita

Keywords:

AZ91, equal channel angular pressing, ultra fine grained, grain size, misorientation angle, kernel average misorientation, non-equilibrium boundaries, thermal stability, mechanical stability

Abstrakt:

Tato práce se zabývá komplexní analýzou jemnozrnné hořčíkové slitiny AZ91 připravené pomocí procesu ECAP. Jsou porovnávány mechanické vlastnosti této slitiny v několika různých stavech za různých vnějších podmínek. Struktura tohoto materiálu je inherentně nestabilní, proto v ní při určité teplotě nebo mechanickém zatížení dochází ke změnám na mikrostrukturní a sub-mikrostrukturní úrovni. Tyto změny jsou v rámci práce na vybraných stavech zkoumané slitiny analyzovány a kvantifikovány.

Abstract:

This thesis deals with complex analysis of fine-grained magnesium alloy AZ91 prepared by ECAP process. Mechanical properties of investigated alloy in different states at various external conditions are compared. The structure of this material is inherently unstable therefore changes on microstructural and sub-microstructural level occur during thermal exposure and/or mechanical loading. These changes are analysed and quantified for investigated alloy in selected states in this thesis.

Bibliografická citace:

ŠTĚPÁNEK, R. *Studium substrukturních změn ultrajemnozrnných Mg-slitin při cyklickém zatěžování a teplotní expozici*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2017. 108 s. Vedoucí dizertační práce doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.

Prohlášení autora o původnosti práce:

Prohlašuji, že jsem dizertační práci vypracoval samostatně pod vedením doc. Ing. Libora Pantělejeva, Ph.D. s využitím uvedené literatury.

Roman Štěpánek

V Brně dne 13. 12. 2016

.....

Poděkování:

Na tomto místě bych rád poděkoval doc. Ing. Liboru Pantělejevovi, Ph.D. za odborné konzultace a veškeré připomínky a rady při vedení této práce. Dále bych rád poděkoval Ing. Ondřeji Manovi, Ph.D. a Mgr. Janu Čuperovi za pomoc a spolupráci při provádění strukturních analýz. Dále bych také rád poděkoval prof. Mauriziovi Vedanimu a prof. Mariovi Guaglianimu z university Politecnico di Milano, Dipartimento di Meccanica a jejich výzkumným týmům za přípravu materiálu ve stavu exECAP a umožnění provedení parciálních mechanických zkoušek. V neposlední řadě bych rád poděkoval Mgr. Haně Glombové za pomoc s korekturami a typografií.

Tato práce vznikla za podpory projektů specifického výzkumu č. FSI-S-11-14 – „Mechanické vlastnosti a mikrostrukturní stabilita Mg-slitin“ a FSI-S-14-2511 – „Mechanické vlastnosti a mikrostrukturní stabilita materiálů připravených pomocí SPD“, řešitel projektů doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.

Obsah

1	Úvod	11
2	Hranice zrn	12
2.1	Maloúhlové hranice	12
2.2	Velkoúhlové hranice	13
2.3	Energie hranice zrna	13
2.4	Další vlastnosti hranic zrn.....	15
2.4.1	Segregace na hranicích zrn	16
2.4.2	Difúze po hranicích zrn	16
2.4.3	Pohyblivost hranice	18
2.4.4	Styk více zrn	19
3	Hranice zrn v procesech rekystalizace	21
3.1	Deformačně indukované dislokační hranice	21
3.2	Odpevňovací pochody	23
3.2.1	Dynamické odpevňovací pochody.....	23
3.2.2	Statické odpevňovací pochody	27
3.2.3	Sekundární rekystalizace.....	30
3.2.4	Terciární rekystalizace	31
4	Metody zvyšování úrovně mechanických vlastností materiálů.....	32
4.1	Deformační zpevňování materiálu.....	32
4.1.1	Vliv plastické deformace na výsledné vlastnosti materiálů.....	33
4.2	Metody zpevňování materiálu.....	34
4.2.1	Zpevňování metodami SPD.....	34
5	Mechanické vlastnosti UFG slitin	36
5.1	Statické vlastnosti UFG slitin	36
5.2	Chování UFG slitin při cyklickém zatěžování.....	37
6	Stabilita UFG slitin.....	40
6.1	Teplotní stabilita UFG slitin	40
6.2	Mechanická stabilita UFG slitin	41
7	Analýza odpevňovacích pochodů a mikrostrukturních změn	44
7.1	Změny mechanických vlastností.....	44
7.1.1	Změny únavových vlastností	46
7.2	Mikrostrukturní analýza.....	48
7.2.1	EBSD.....	48
7.2.2	TEM.....	54
7.3	DSC.....	56
8	Cíle práce.....	59
9	Experimentální materiál	60
9.1	Výchozí mikrostruktura	60
10	Mechanické vlastnosti	63
10.1	Mechanické vlastnosti za pokojové teploty	63
10.1.1	Fraktografická analýza	65
10.2	Mechanické vlastnosti za zvýšených teplot	66
10.2.1	Fraktografická analýza	69
10.3	Diskuze výsledků	70
11	Mikrostrukturní stabilita.....	73
11.1	Teplotní stabilita.....	73
11.1.1	Slitina AZ91 ve stavu ECAP.....	74
11.1.2	Slitina AZ91 ve stavu exECAP	77

11.1.3	Diskuse výsledků	80
11.2	Mikrostrukturní stabilita při mechanickém zatěžování	84
11.2.1	Výsledky únavových zkoušek.....	84
11.2.2	Diskuse výsledků	88
12	Shrnutí dosažených výsledků.....	90
13	Závěry	92
14	Použitá literatura	93
15	Použité symboly a zkratky	99
16	Přílohy.....	101

1 Úvod

Nejen ve strojírenském, ale ve všech odvětvích průmyslu existuje snaha snížit výrobní nebo provozní náklady. Jedním ze způsobů, jak tohoto docílit, je použití lehkých slitin, což vede např. ke snížení spotřeby paliva nebo k použití méně nákladné pohonné jednotky o menším výkonu.

Použití lehkých slitin (slitiny Al, Ti, Mg, ...) však může být do jisté míry omezeno některými jejich vlastnostmi jako třeba nižší pevností, horší korozní odolností, obtížnějšími výrobními postupy atd. Existuje proto snaha nalézt takové metody zpracování, které povedou k dalšímu zlepšení stávajících mechanických vlastností a minimalizaci nebo eliminaci ostatních nepříznivých vlastností.

Konvenční metody zpracování těchto slitin, jako je např. extruze, jsou v mnoha ohledech dostačující, ale v případě slitin s HCP mřížkou je z důvodu nedostatku nezávislých skluzových systémů tváření obtížné a výsledné zlepšení je obvykle méně výrazné, než je tomu v případě slitin s kubickou mřížkou. [1]

Jako efektivní prostředek pro další zlepšení mechanických vlastností (nejen) těchto slitin se jeví některá z metod intenzivní plastické deformace („severe plastic deformation“ – SPD), jejichž podstatou je tváření materiálu bez významnější změny rozměrů (především průřezu), a tudíž je postupným opakováním možno vnést do materiálu teoreticky neomezené množství (úroveň) deformace. Těmito metodami je dosahováno výrazně vyššího zjemnění zrna, než je tomu u konvenčních metod a je možné docílit i tzv. ultrajemnozrné struktury („ultra fine grained“ – UFG), v níž se velikost zrna pohybuje řádově ve stovkách nanometrů. Nevýhodou metod SPD je zatím stále relativně významné omezení rozměru polotovaru součástky, pro které jsou aplikovatelné, a také nestabilita takto vytvořené struktury, která je principiálním důsledkem podstaty metod SPD. [2,3]

Hořčík a jeho slitiny v (nejběžnějším) litém stavu dosahují velmi nízkých hodnot mechanických vlastností, avšak jako jedny z nejlépejších konstrukčních materiálů se jeví vhodné pro aplikaci metod SPD, kdy se u těchto slitin dosahuje významného zlepšení mechanických charakteristik. Na druhou stranu, hořčík a jeho slitiny mají omezené využití za zvýšených teplot vzhledem ke své nízké teplotě tání a případná mikrostrukturní nestabilita způsobená přípravou pomocí SPD metod může toto omezení prohlubovat a znemožňovat využití hořčíkových slitin pro některé aplikace. [4]

Nestabilita struktury se může obecně projevit tím způsobem, že po překročení určité kritické teploty (hovoříme o teplotní stabilitě slitiny), příp. určité hodnoty působícího napětí nebo amplitudy cyklického zatěžování (hovoříme o mechanické stabilitě), dojde k uvolnění uložené vnitřní energie v materiálu a tím k degradaci získané jemnozrné struktury a ztrátě vlastností v důsledku uplatnění některého z odpevňovacích pochodů, ke kterému by za jiných podmínek nemuselo z důvodu nedostatku hnací síly vůbec dojít. [5–7]

Cílem této práce je zjistit míru zlepšení mechanických vlastností zkoumané slitiny pomocí zpracování metodou ECAP („equal channel angular pressing“) s různými výchozími stavy materiálu (jmenovitě litý a extrudovaný) a dále určit mikrostrukturní stabilitu slitiny v oblasti zvýšených teplot a cyklického namáhání.

2 Hranice zrn

Hranicí zrna rozumíme rozhraní mezi dvěma oblastmi v materiálu s různou orientací krystalové mřížky. V ideálním případě je při 2D interpretaci hranice zrna rovinný útvar charakterizovaný vzájemnou dezorientací zrn na obou jejich stranách a orientací roviny. Dále je možno hranici charakterizovat např. její energií, pohyblivostí atd. [6,7]

Rozlišujeme např. hranice malouhlové („low angle boundaries“ – LAB) a velkouhlové („high angle boundaries“ – HAB), sklonové a zkrutové nebo náhodné a speciální. Hranice je malouhlová nebo velkouhlová v závislosti na úhlové dezorientaci mezi zrny, která odděluje. Jako přechod mezi malouhlovou a velkouhlovou hranicí se obvykle považuje hodnota úhlu dezorientace 15° , ale v různých zdrojích je možno nalézt i jiné hodnoty (např. 10°), popř. některé zdroje připouští ještě existenci tzv. přechodových hranic, jejichž úhel dezorientace se pohybuje okolo limitní hodnoty přechodu malouhlových hranic v hranice velkouhlové. Důvodem této klasifikace je především mnohdy výrazně odlišná reakce na mechanické nebo teplotní zatěžování a různé vlastnosti malouhlových a velkouhlových hranic. [6,7]

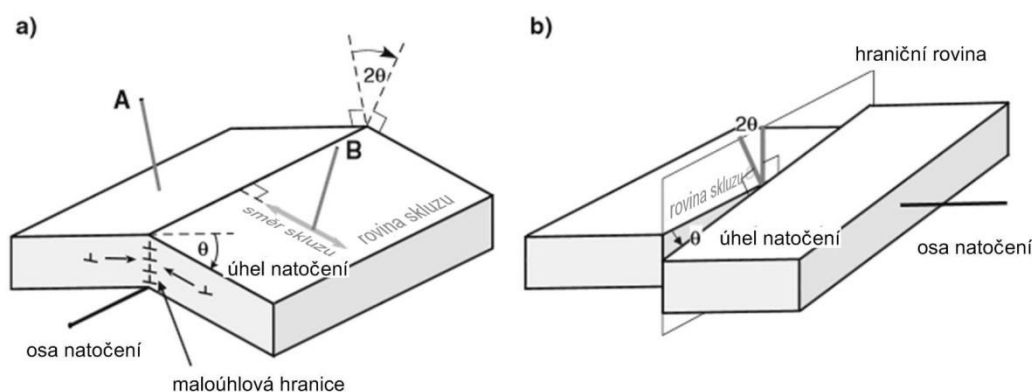
Speciální hranice jsou hranice s vysokou koincidencí (nízkou hodnotou Σ – která je definována jako převrácená hodnota hustoty mřížkových poloh společných pro dvě sousedící zrna), tj. velkým množstvím společných atomových pozic pro obě sousední zrna, tyto hranice obvykle vykazují výrazně odlišné vlastnosti než náhodné hranice. Každé hodnotě Σ odpovídá v určité krystalové mřížce konkrétní hodnota dezorientace, avšak i hranice blízké se této orientaci mohou vykazovat některé ze speciálních vlastností. [6,7]

Patrně nejvýznamnější charakteristikou hranice zrna je její energie, z níž vyplývají i její další vlastnosti.

2.1 Malouhlové hranice

Jedná se o uspořádání s řadou hranových dislokací, úhel dezorientace takto vzniklé hranice je menší než 15° . V prosté krychlové mřížce je nejjednodušší rozhraní tvořeno stěnou stejně vzdálených dislokací se stejným Burgersovým vektorem kolmým k rovině této stěny.

Je-li \mathbf{n} normálou rozhraní a \mathbf{u} směr osy rotace zrn vůči sobě, pak hranici, ve které platí $\mathbf{n} \perp \mathbf{u}$, nazýváme hranicí sklonovou („tilt boundary“) a hranici, ve které platí $\mathbf{n} \parallel \mathbf{u}$, hranicí zkrutovou („twist boundary“) – tato hranice je tvořena čtvercovou sítí šroubových dislokací (obr. 2.1). [8,9]

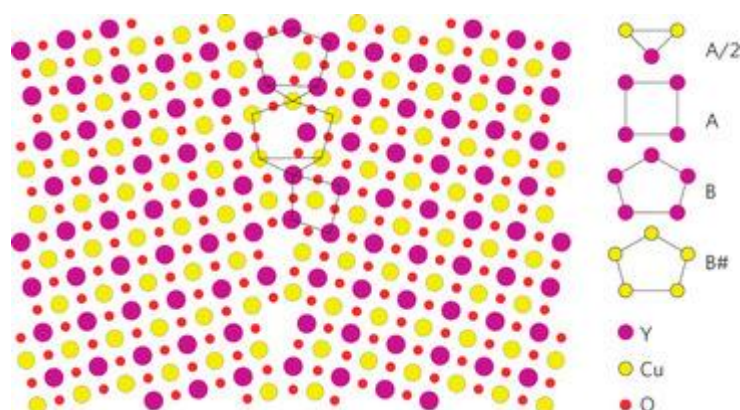


Obr. 2.1: Model malouhlové hranice: (a) „tilt boundary“, (b) „twist boundary“ [10]

2.2 Velkoúhlové hranice

Úhel dezorientace této hranice je větší než 15°. Vzdálenost mezi dislokacemi je srovnatelná s meziatomovou vzdáleností a dislokace ztrácejí svou identitu. Podle modelů se takováto hranice může skládat z periodického uspořádání určitých strukturních jednotek (obr. 2.2).

Kromě úhlu je tato hranice klasifikována i tzv. koincidenční mříží, což je mřížka atomových pozic společných pro obě sousední zrna. Limitním případem je dvojčatová hranice, jež má společné všechny pozice. Podle modelů a výpočtů jsou hranice s malou hustotou koincidenčních bodů tvořeny několika strukturními jednotkami vyznačujícími se speciálním uspořádáním. Protože tyto jednotky do sebe nezapadají, vznikají v okolí takovýchto obecných hranic lokální distorze, jež jsou příčinou některých interakcí a jevů na hranicích zrn. [8,9]



Obr. 2.2: Model velkoúhlové hranice [11]

2.3 Energie hranice zrna

Energie hranice zrna je hlavní faktor určující její stabilitu, od níž se odvíjí další vlastnosti, jako jsou mobilita, míra segregace vedlejších prvků atd. Energie hranice je závislá na více faktorech, ale převážně na typu hranice a jejím úhlu dezorientace. Obecně platí, že čím má hranice větší energii, tím méně je stabilní a má větší tendenci pomocí různých dějů směřovat ke stabilnějšímu stavu s nižší energií. [9]

U malouhlových hranic je jejich energie dána vztahem:

$$\gamma = E_0 \cdot \theta (A_m - \ln \theta), \quad (1)$$

kde θ je úhel dezorientace, E_0 materiálová konstanta závislá na orientaci hranice a makroskopických elastických konstantách a A_m materiálová konstanta závislá na lokální dezorientaci a vlastnostech dislokací. [12]

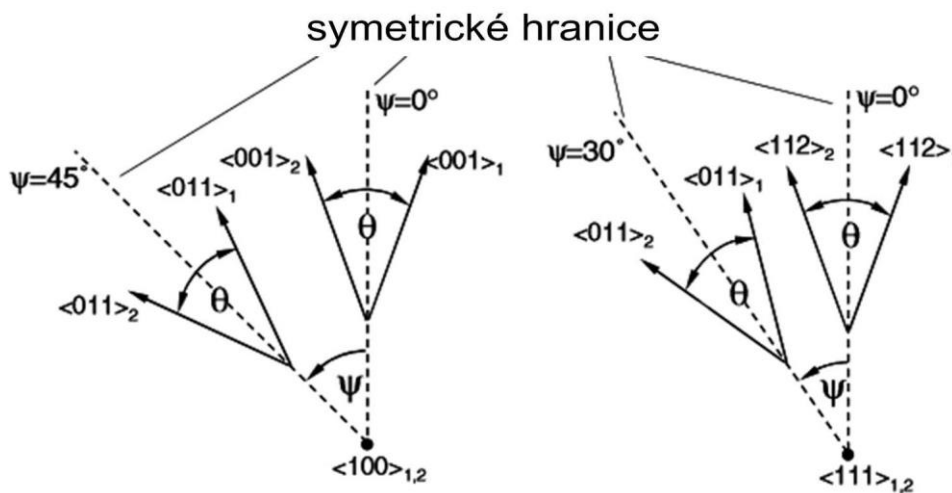
Konkrétně pro krychlovou mřížku Read a Shockley odvodili vztah:

$$\gamma = \frac{Ga(\cos \Psi + \sin \Psi)}{4\pi(1-\nu)} \cdot \theta (A_m - \ln \theta), \quad (2)$$

$$A_m = 1 + \ln \frac{a}{2\pi r_0} - \frac{2 \sin \Psi}{2} - \frac{\sin \Psi \cdot \ln(\sin \Psi) + \cos \Psi \cdot \ln(\cos \Psi)}{\sin \Psi \cos \Psi},$$

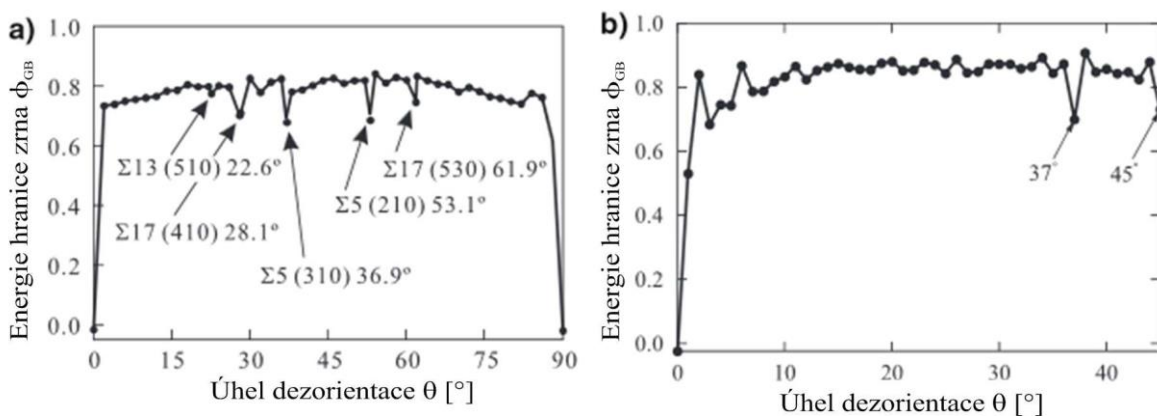
kde G je modul pružnosti ve smyku, a je mřížkový parametr, ν Poissonův poměr, r_0 velikost jádra dislokace a ψ sklon roviny hranice zrna (obr. 2.3). Od jisté velikosti úhlu dezorientace přestává být vliv sklonu roviny hranice zrna významný a energie je závislá pouze na dezorientaci. [13]

U velkoúhlových hranic není jejich energie dána pouze jejich dezorientací a k jejímu určení proto neexistuje empirický vztah a energii těchto hranic je nutno určit experimentálně. Velkoúhlové hranice totiž při určitých konkrétních hodnotách dezorientace vykazují výrazný pokles ve své energii, tento pokles je způsoben vyšší koincidencí při dané konfiguraci a s tím spojenou vyšší stabilitou. V jemnozrnných materiálech energie hranice zrn není závislá pouze na dezorientaci, ale také na dalších faktorech jako je tvar hranice (zakřivení), energie vrstevné chyby nebo textura. [14]

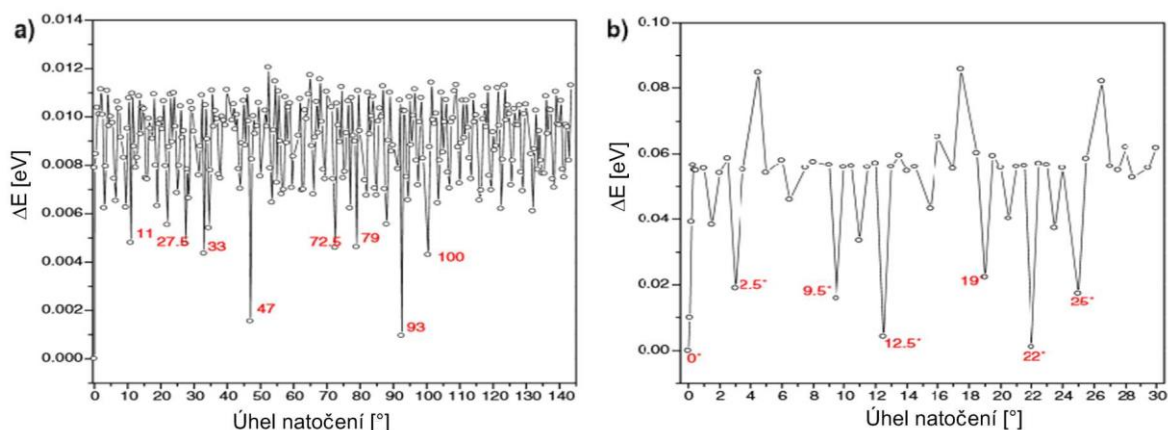


Obr. 2.3: Definice sklonu roviny hranice [13]

Průběh energie hranice zrna lze modelovat (např. pomocí software „Molecular dynamics“), hodnoty získané z těchto modelů dobře odpovídají experimentálně změřeným hodnotám. Z výsledků a experimentálního měření vyplývá, že stabilní konfigurace bude závislá především na typu mřížky (obr. 2.4, obr. 2.5), ale bude do jisté míry ovlivněna také např. chemickým složením materiálu atd. [15,16]



Obr. 2.4: Závislost energie hranice zrna na úhlu dezorientace (FCC):
 (a) symetrická (dvojčatová) hranice, (b) asymetrická hranice [15]



Obr. 2.5: Závislost energie hranice na její dezorientaci (HCP): (a) podle osy c, (b) podle osy a [16]

V okolí hranice zrna dochází také k jevu popisovanému jako relaxace atomů, tj. jejich určité přeskupení v těsném okolí hranice za účelem snížení celkové energie a z toho vyplývající zvýšení stability. Tento jev lze také relativně dobře modelovat a bývá nejvýraznější hlavně při nízkém nebo vysokém úhlu dezorientace. [15]

Kromě relaxace může hranice zrna snižovat svou energii také změnou tvaru, což je důsledek rozdělení původní hranice na několik segmentů se stabilnější konfigurací, popř. natočení, které může v případě malých dezorientací vést až k vymizení hranice. [15]

2.4 Další vlastnosti hranic zrn

Na energii hranice zrna jsou závislé ostatní vlastnosti hranic, jako např. pohyblivost, difuzivita, míra segregace, intenzita reakce na zvýšenou teplotní expozici atd. Vlastnosti materiálu se odvíjí od vlastností hranic, ale také od jejich uspořádání.

Jak bylo řečeno výše, při výrobě konstrukčních materiálů je snaha docílit co možná nejlepších vlastností a jedním z efektivních postupů je vytvoření UFG struktury pomocí metod SPD. Materiál s UFG strukturou se obvykle vyznačuje výrazně lepšími pevnostními charakteristikami a zároveň horšími, avšak často srovnatelnými, deformačními charakteristikami než materiál s konvenční velikostí zrna. U některých materiálů může dojít také např. k silnému zvýšení únavové životnosti nebo k superplastickému chování. Při výrobě UFG struktury je ovšem do hranic zrn vneseno velké množství energie, což vede k významným změnám vlastností těchto hranic a ty se stávají nerovnovážnými, což za zvýšených teplot může vést k rychlé degradaci UFG struktury (někdy i k vlastnostem horším než v případě slitiny s konvenční velikostí zrna). Nerovnovážné hranice jsou charakterizovány vysokou energií, přítomností elastických napětí dlouhého dosahu a zvýšeným tzv. volným objemem. [17,18]

Objemový podíl nerovnovážných hranic zrn v UFG materiálech, je výrazně vyšší než v materiálech s konvenční velikostí zrna, vlastnosti hranic mají proto větší vliv na vlastnosti materiálu jako celku a jejich modifikací můžeme velmi významně ovlivňovat nejen mechanické, ale i další vlastnosti, jako například míru difúze a segregace. Šířka těchto hranic zrn je přibližně dvojnásobná než u relaxovaných zrn. [18]

Nerovnovážné hranice vznikají podle modelu tak, že se mřížkové dislokace vzniklé při plastické deformaci pohybují směrem k velkoúhlovým hranicím a při jejich dosažení se z nich stávají tzv. „extrinsic grain boundaries dislocation“, což jsou hranice, které nepřispívají k vzájemné dezorientaci sousedních zrn, ale zvyšují celkovou energii hranice zrna. [18]

2.4.1 Segregace na hranicích zrn

Segregací na hranicích zrn rozumíme obohacení hranic zrn a jejich okolí o atomy příměsí. K tomuto jevu dochází z důvodu snížení volné energie hranic zrn, která je zvýšená odlišným uspořádáním atomů v těsném okolí hranice. Segregace je obvykle považována za negativní jev, avšak v určité kontrolované míře může být i žádoucí. V důsledku segregace může být koncentrace příměsového prvku na hranici až o několik řádů vyšší než ve zbytku objemu materiálu a může vést až k precipitaci segregovaného prvku. [19]

Je-li segregace řízena pouze snižováním energie hranice zrna, hovoříme o rovnovážné segregaci, v případě zvýšeného výskytu bodových poruch (vakancí) však dochází k tzv. nerovnovážné segregaci, kdy vzájemná interakce bodových poruch a příměsového prvku vede ke zvýšení míry segregace (např. dostatečné množství vakancí může umožnit difúzi i za nízkých teplot). Míru segregace také ovlivňuje přítomnost dislokací a vrstevných chyb. Zvýšeného množství těchto bodových a strukturních poruch lze dosáhnout např. ozářením nebo deformací, (např. metodami SPD při zjemňování zrna, kdy je ovlivňování segregace do jisté míry využíváno k ovlivnění některých vlastností). [18,19]

Mechanismus celkového zjemnění zrna je kontrolován vznikem a pohybem dislokací a jejich uspořádáním do malouhlových případně velkouhlových hranic. Je obecně známo, že případné přítomné nečistoty nebo doprovodné prvky mohou s dislokacemi interagovat (jejich přítomnost může i přispívat k tvorbě dislokací a tím i ke zpevnění materiálu v průběhu deformace). Legující prvky mohou také měnit energii vrstevné chyby, čímž mohou energeticky zvýhodňovat vznik dvojčat, který by bez jejich přítomnosti byl potlačen. Míra segregace tedy ovlivňuje přítomnost vměstků nebo sekundárních fází na hranicích zrn, čímž může silně ovlivnit jejich energii a stabilitu, což může mít za následek i významný vliv při zjemňování zrna materiálu, nebo jeho reakci na teplotní expozici (obojí z důvodů potlačení rekrytalizačních a zotavovacích pochodů). Přítomnost dalších prvků také silně ovlivňuje difuzivitu, a to v některých případech už v množství jednotek ppm. [18]

2.4.2 Difúze po hranicích zrn

Difúzí rozumíme přenosový děj, při kterém dochází k pohybu částic hmoty nebo vakancí vzhledem k ostatním částicím. Nezbytným předpokladem je dostatečná amplituda tepelných kmitů, tj. dostatečně vysoká teplota, jedná se tedy o tepelně aktivovaný děj, kdy rychlost difúze s rostoucí teplotou roste. [20]

Difúze je urychlována všemi druhy poruch krystalové mřížky, dostatečné množství poruch může umožnit difúzi i za nízkých teplot. Nejméně je difúze urychlena bodovými, nejvíce plošnými poruchami, z čehož lze usoudit, že difúze monokrystalem a zrny polykrystalu bude pomalejší než difúze po hranicích zrn. Rychleji než podél mřížkových poruch probíhá difúze na volném povrchu. [18,20]

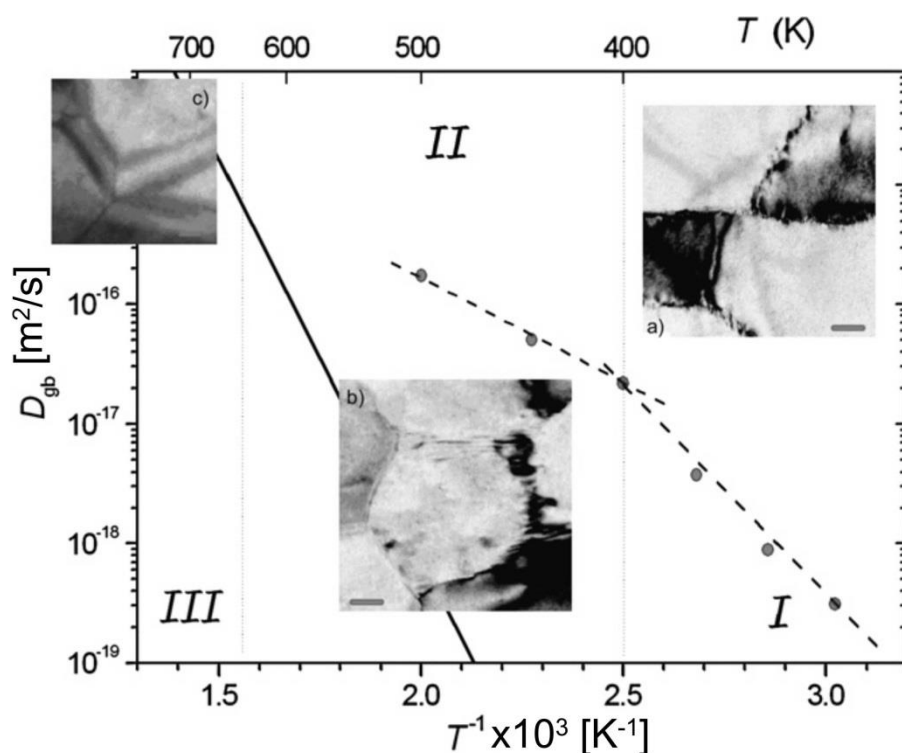
V UFG materiálech je pozorováno široké spektrum hodnot difúzních koeficientů při difúzi krátkého dosahu, tj. jak hodnoty obvyklé pro materiál s konvenční velikostí zrna, tak hodnoty výrazně vyšší. Hodnoty koeficientu difúze typické pro materiály s konvenční velikostí zrna přísluší relaxovaným velkouhlovým hranicím a zvýšené hodnoty hranicím nerovnovážným. [21]

Podle rychlosti difúze lze rozhraní, kde v UFG materiálech difúze probíhá, klasifikovat (podle klesající difuzivity) takto [18]:

- a) **nerovnovážná rozhraní** – různorodá struktura reprezentována určitým spektrem hodnot difuzivity, která se odvíjí právě od struktury nebo typu rozhraní,
- b) **velkoúhlová hranice** – struktura i difuzivita je podobná jako u konvenční relaxované velkoúhlové hranice,
- c) **dvojčátové hranice obsahující velké množství defektů** – hodnoty difuzivity podobné jako u velkoúhlových hranic,
- d) **maloúhlové hranice, dislokační stěny, osamocené dislokace**.

Výskyt a vzájemné poměry těchto rozhraní závisí na typu materiálu a detailech SPD procesu.

Např. porovnáním hodnot difuzivity u čistého niklu v UFG stavu a téhož materiálu s konvenční velikostí zrna lze jednoznačně pozorovat vyšší difuzivitu u UFG materiálu, ovšem míra změny je závislá na daném teplotním intervalu (obr. 2.6). Za teplot nižších než 130 °C (oblast I) lze difuzivitu vyjádřit Arrheniovou rovnicí a aktivační entalpie je přibližně poloviční oproti materiálu s konvenční velikostí zrna, nad teplotou 130 °C (oblast II) dochází ke změně, ale průběh lze stále popsat pomocí Arrheniovy rovnice, nižší difuzivita je připisována počátku relaxace nerovnovážných hranic. Oblast III odpovídá prolínání procesů relaxace nerovnovážných hranic, rekrystalizace a hrubnutí zrna. [22,23]



Obr. 2.6: Změna difuzivity v niklu: hrubozrný (plná čára), 4×ECAP (přerušovaná čára) [18]

Nerovnovážné hranice mají tedy odlišné vlastnosti než relaxované hranice, ale zároveň se jejich vlastnosti mohou lišit i navzájem, proto by nerovnovážné hranice měly být charakterizovány více parametry než relaxované (např. hustota defektů, velikost volného objemu), aby je bylo možno od sebe odlišit a klasifikovat.

Při klasifikaci nerovnovážných hranic bylo v minulosti obvykle používáno pouze množství přítomných „extrinsic grain boundary dislocations“, ovšem ve skutečnosti k nerovnovážnému stavu přispívají i ostatní defekty nebo procesy, jmenovitě:

- a) vakance a vakancím podobné defekty v rozhraní produkované intenzivní deformací,
- b) přeskupení oblastí volného objemu a uvolnění lokálních napětí,
- c) působení chemického prostředí – může brzdit redistribuci atomů a relaxační procesy,
- d) segregace.

Právě vliv některých z těchto procesů může být odpovědný za přechod mezi oblastí I a II. [18]

2.4.3 Pohyblivost hranice

Podle analýz pohybu hranice je rychlost pohybu dané hranice přímo úměrná hnací síle F podle obecného vztahu:

$$v = MF, \quad (3)$$

kde M je mobilita hranice.

Hnací síla je závislá na zdroji a v případě, že je jím uložena deformační energie, může být vyjádřena jako:

$$F = \rho G \mathbf{b}^2, \quad (4)$$

kde ρ je hustota dislokací, G smykový modul a \mathbf{b} Burgersův vektor.

Předpokládá se, že mobilita hranice zrna je závislá na teplotě podle Arrheniovy rovnice:

$$M = M_0 e^{-Q/k_B T}, \quad (5)$$

kde Q je aktivační energie pro migraci hranice, k_B Boltzmannova konstanta a M_0 teplotně (téměř) nezávislý pre-exponenciální faktor, jehož velikost je závislá především na vazebné energii.

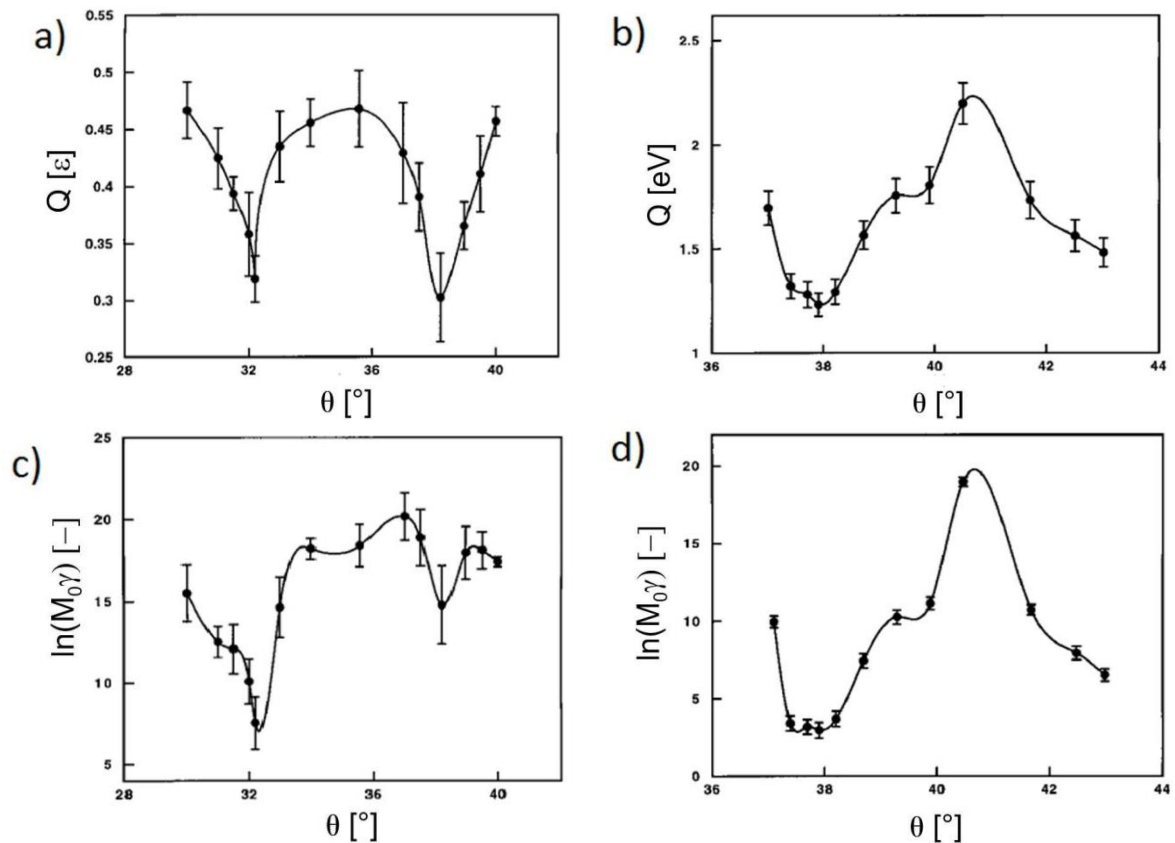
V případě migrace hranice řízené jejím zakřivením, kde hnací síla souvisí se snižováním energie zmenšením plochy hranice, je rychlost hranice dána vztahem:

$$v = M \gamma \kappa, \quad (6)$$

kde γ je jednotková energie hranice zrna a κ je zakřivení hranice. Zakřivení hranice je čistě geometrická charakteristika, zatímco jak vnitřní energie, tak mobilita jsou materiálové charakteristiky. V rámci jednoho materiálu dosahuje vnitřní energie podobných hodnot, zatímco mobilita se může lišit i o několik řádů, z toho důvodu se za klíčovou charakteristiku při migraci hranice považuje mobilita. Zároveň platí, že mobilita je s klesající teplotou více závislá na dezorientaci a taktéž existuje určitá teplota nad níž je mobilita na dezorientaci nezávislá. [6,24]

Upmannyu a kol. [24] předpokládá, že aktivační energie i pre-exponenciální faktor jsou závislé na dezorientaci a do jisté míry spolu korespondují, přičemž minimální hodnoty odpovídají orientaci s vyšší koincencí (obr. 2.7, $\Sigma = 7$ a $\Sigma = 13$). I přesto, že průběh modelu a skutečného experimentu se liší, v obou případech je viditelné minimum okolo hodnoty dezorientace 38° , což odpovídá koincidenční hranici $\Sigma = 7$.

Samotná aktivační energie je při orientacích blízkých koincidenčním hranicím téměř lineárně závislá na logaritmu pre-exponenciálního faktoru a je také citlivá na čistotu materiálu, kdy rychle roste v případě jeho nižší čistoty. [24]



Obr. 2.7: Závislost aktivační energie Q a pre-exponenciálního faktoru M_0 na úhlu dezorientace θ : (a), (c) model, (b), (d) skutečná experimentální data pro Al [24]

Obecně platí, že maloúhlové hranice se pohybují rychleji než velkoúhlové hranice a speciální hranice se pohybují rychleji než náhodné hranice. Segregace snižuje pohyblivost všech typů hranic. [6]

2.4.4 Styk více zrn

Předchozí data a modely obvykle uvažovaly pohyb a chování jednoduché hranice mezi dvěma zrny promítnutou do roviny. Styk tří (tzv. „triple junction“) a více zrn ovšem vykazuje specifické vlastnosti, které se mohou od vlastností jednoduché hranice lišit. Například mohou urychlovat difúzi na krátkou vzdálenost, zvyšovat preferenci nukleace sekundárních fází, ale také trhlin, kavit nebo koroze. Hrají důležitou roli při plastické deformaci, s tím souvisí jejich specifická termodynamika a kinetika, která by se podle předpokladů měla lišit vzhledem k materiálu a typu struktury. Konkrétní vlastnosti „triple junctions“ jsou silně závislé na jejich atomové struktuře. [25]

V průběhu strukturních změn má za určitých podmínek konfigurace styku více zrn brzdící efekt na růst zrna, pro kvantifikaci vlivu je nejlepší srovnat mobilitu hranic v místě styku více zrn s mobilitou jednoduchých hranic, které tomuto styku přísluší. Z modelů a experimentů vyplývá, že celkový vliv mobility hranic v místě styku více zrn na změny ve struktuře materiálu je nejvýraznější v případě malých zrn, nízkých teplot a dezorientací blízko hodnot s vysokou koincidencí. Výrazný vliv má také směr, kterým se hranice v místě styku více zrn při strukturních změnách pohybují. [25]

Vycházíme-li ze skutečnosti, že mobilita hranic v místě styku více zrn je menší než mobilita jednoduché hranice, lze výše uvedené skutečnosti odůvodnit následovně [25]:

a) Rychlost pohybu jednoduché hranice většího zrna je menší než v případě menšího zrna. Kritická hodnota velikosti zrna, od které přestává být vliv patrný, se liší v případě modelu a experimentu, tento efekt je však pravděpodobně způsoben vlivem nečistot, který je značný i v případě materiálů s vysokou čistotou.

b) S rostoucí teplotou roste mobilita hranic v místě styku více zrn výrazněji než mobilita jednoduché hranice.

3 Hranice zrn v procesech rekrytalizace

Při samovolných dějích dochází ke snižování celkové energie soustavy. V případě polykrystalických materiálů dochází ke snižování počtu poruch v mřížce a celkové plochy hranic zrn, což se navenek projeví jako některý ze zotavovacích nebo rekrytalizačních procesů. Aby tyto děje mohly nastat, musí být materiálu nejprve dodána energie odpovídající aktivační energii daného děje, k tomu dochází především v průběhu mechanického zatěžování nebo při teplotní expozici. Pokud je materiál zpevněn, je do hranic vnesená dodatečná energie a ty se tudíž nachází ve výrazně nerovnovážném stavu. Tato uložená energie může posléze fungovat jako hnací síla různých dějů a probíhající děj tedy může být výraznější nebo může proběhnout rychleji. Tyto děje mohou být zkoumány a klasifikovány mnoha metodami, jako např. změnou velikosti zrna v čase, změnou mechanických nebo fyzikálních vlastností atp. [20,26]

Odolnost vůči mikrostrukturním změnám při teplotní expozici nebo mechanickém zatížení přímo odpovídá stabilitě hranic zrna materiálu, která je závislá na celkové energii hranic zrn odvíjející se od jejich velikosti a orientace, mobility a dalších vlastnostech s nimi souvisejících (např. textura, množství sekundárních fází atd.). [27]

3.1 Deformačně indukované dislokační hranice

V průběhu plastické deformace se dislokační hranice (příp. dislokační stěny) objevují mezi oblastmi zrna s mírně odlišnou orientací (tzv. buňkami). V těchto hranicích se nachází přibližně stejné celkové množství dislokací s opačnou orientací Burgersova vektoru, ovšem jejich rozložení v hranici není rovnoměrné a vede k mírné dezorientaci mezi takto oddělenými oblastmi. Tyto hranice přispívají k energii uložené v materiálu v průběhu deformace a mohou mít určitý vliv na jeho výsledné vlastnosti. Obvykle se setkáváme s rozdělením na dva základní typy:

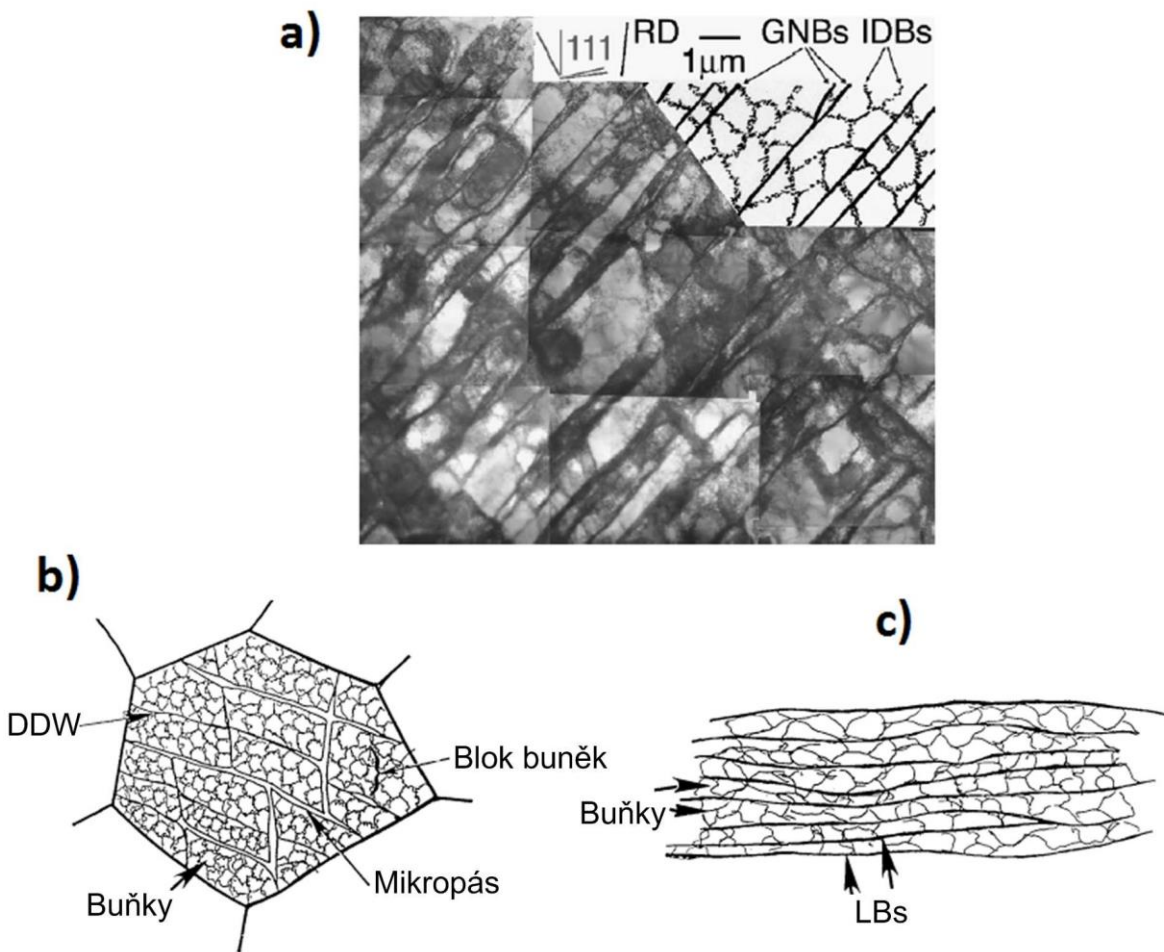
IDB – „incidentally dislocation boundaries“ – náhodné dislokační hranice, dislokace se stejnou orientací se akumuluje pouze v důsledku náhodných fluktuací v hustotě pohyblivých dislokací. V průběhu plastické deformace jsou dislokační smyčky emitovány z náhodně rovnoměrně umístěných zdrojů, každá taková smyčka (skládající se ze dvou dislokací opačných znamének) se pohybuje materiálem, dokud není zachycena dislokační hranicí, kde na základě střední dráhy, kterou smyčka urazí, dojde k oddělení dislokací. Mezi střední volnou dráhou a výslednou dezorientací oblastí existuje vzájemný vztah. [28–30]

GNB – „geometrically necessary boundaries“ – geometricky podmíněné hranice, dislokace se akumuluje v důsledku aktivity rozdílných skluzových systémů na obou stranách hranice, tento rozdíl vede ke geometricky podmíněné změně v dislokačním toku a tedy i v úhlu dezorientace, tato dezorientace přitom dále sílí, protože v důsledku malých rozdílů v orientaci nedokážou dvě dislokace opačného znaménka při setkání dokonale anihilovat, což vede k elastickým pnutím podél hranice. Toto pnutí je eliminováno vznikem „úseků“ na hranicích, které jsou schopny určité rotace, čímž je zamezeno vzniku napětí dlouhého dosahu, ale tato rotace se projeví jako přírůstek popř. úbytek k celkové dezorientaci. Někdy můžeme GNB podle vzhledu rozlišovat na dislokační stěny („dense dislocation walls“ – DDW), dislokační mikropásky („microbands“ – MB) a lamelární dislokační hranice („lamellar dislocation boundaries“ – LB). DDW jsou rovným úsekem deformačně indukovaných hranic seřazených v jedné stěně, MB jsou s nimi takřka totožné, ovšem mají dvě stěny (obr. 3.1b) a LB jsou speciálním případem DDW, které vznikají při vysokých deformacích a vyznačují se velkou nepřerušovanou délkou (obr. 3.1c). [6,7,28–30]

Hranice se při svém vzniku formují do buněk dělících zrn, které jsou pozorovatelné a rozlišitelné např. při pozorování v TEM (obr. 3.1a).

Průměrná dezorientace IDB i GNB v materiálu roste s celkovou deformací a pro GNB je výrazně (přibližně o jeden řád) vyšší. Obvykle jsou oba druhy dislokačních hranic variantou malouhlové hranice, avšak při velkých napětích může dezorientace GNB vzrůst natolik, že mohou transformovat na velkouhlové hranice, jejichž vlastnosti se blíží vlastnostem konvenčních hranic zrn (jedná se o jeden ze způsobů vzniku velkouhlových hranic v průběhu vysokých deformací). [7,30]

Oba typy dislokačních hranic mohou přispívat jistou mírou k celkové dezorientaci hranic zrn, tento příspěvek je závislý především na typu a množství dislokačních hranic. [28]



Obr. 3.1: IDB a GNB: (a) reálný vzhled v TEM [7],
(b) schematický náčrt DDW a MB, (c) schematický náčrt LB [30]

Mezi úhly dezorientace sousedních dislokačních hranic existuje jistý stupeň korelace, u IDB je možné vidět souvislost i pro více než nejbližšího souseda, u GNB je korelace obvykle pozorovatelná jen pro nejbližší sousedy. [28–30]

Celkový podíl deformačně indukovaných dislokačních hranic v deformačně zpevněném materiálu je až dvě třetiny ze všech dislokací v materiálu a přispívá přibližně stejným podílem k uložené energii v materiálu. [29]

Protože vznikem deformačně indukovaných hranic narůstá celková energie v materiálu, můžeme vznik těchto hranic chápat jako výchozí krok pro odpevňovací pochody, resp. pro jejich usnadnění, neboť přispívají k hnací síle těchto pochodů. [7]

3.2 Odpevňovací pochody

Pod pojmem odpevňovací pochody rozumíme tepelně nebo mechanicky aktivované děje, při nichž se deformační energie (popř. její část) uložená v materiálu spotřebuje na obnovení původních vlastností kovů až na úroveň před deformací. Tyto pochody probíhají na úrovni mřížkových poruch při odlišných vstupních podmínkách a s různou kinetikou, proto je možné volbou vhodných podmínek tyto děje částečně řídit. [20,26]

Existuje několik způsobů klasifikace odpevňovacích pochodů. Podle charakteru odpevňovacího pochodu rozlišujeme zotavení a rekrystalizaci. Pod pojmem rekrystalizace rozumíme formování nových struktur v deformovaném materiálu vznikáním a migrací velkoúhlových hranic, přičemž hnací silou je uložená deformační energie (na rozdíl od růstu zrna, kde je hnací silou snižování plochy hranic zrn), zotavení lze obecně definovat jako všechny odpevňovací pochody při kterých k migraci velkoúhlových hranic nedochází. Dalšími mechanismy uskutečňování odpevňovacích pochodů může být natáčení a koalescence zrn a pokluzu po hranicích zrn. [6,7,27]

Průběh odpevňovacích pochodů je mj. také silně závislý na čistotě materiálu a v případě rostoucího množství příměsových prvků (obzvláště těch s nízkou rozpustností v matici) mohou snižovat pohyblivost hranic a zvyšovat aktivační energii rekrystalizace i o několik řádů a tím zpomalit nebo úplně znemožnit odpevňovací pochody. Zároveň však přítomnost precipitátů obvykle působí pozitivně na nukleační fázi odpevňovacích pochodů, neboť jsou v jejich okolí příznivější podmínky pro vznik nukleačních zárodků. Celkový vliv sekundárních fází je ovlivněn množstvím, tvarem a distribucí v celkovém objemu materiálu. [5–7]

Kinetika odpevňovacích pochodů může být velmi složitá a je závislá např. na dezorientaci pohybující se hranice vzhledem k sousednímu zrnu, orientaci roviny této hranice, deformačním gradientu podél hranice, teplotě nebo působícím napětí. [6,7]

Je snahou porozumět odpevňovacím pochodům z důvodů možnosti kontroly jak konečných mechanických a jiných vlastností materiálů, tak z důvodů ovlivnění konečné struktury.

3.2.1 Dynamické odpevňovací pochody

Pochod označujeme za dynamický tehdy, uskuteční-li se v průběhu plastické deformace. Kinetika děje je ovlivněna především velikostí deformace a teplotou, při které k deformaci dochází, ale důležitým atributem je také rychlost deformace. Odpevňovací pochody jsou za vysokých teplot značně urychleny, avšak může k nim docházet i při tváření za studena. Tyto pochody působí proti deformačnímu zpevnění a za určitých podmínek může nastat situace, kdy jsou odpevňovací pochody natolik výrazné, že materiál nemusí být po deformaci vůbec zpevněn.

3.2.1.1 Dynamické zotavení

Jedná se o děj charakterizovaný odstraňováním poruch krystalové mřížky případně až do jejich rovnovážné koncentrace. Podle charakteru změn rozlišujeme zotavování bodových poruch, při němž dochází ke snížení celkové koncentrace bodových poruch zanikáním v norách a vzájemnou anihilací vakancí a intersticiálů. Skládá se z několika dějů, avšak ty se natolik prolínají, že je většinou nelze rozlišit. Rychlost roste s teplotou a je závislá na celkové koncentraci bodových poruch, proto s časem klesá. Ke změně mechanických vlastností v tomto stádiu nedochází, ale může nastat změna v některých fyzikálních vlastnostech, např. v měrném elektrickém odporu. [20]

Bezprostředně na zotavování bodových poruch navazuje zotavení dislokací, které probíhá buď vzájemnou anihilací dislokací opačného znaménka nebo uspořádáním dislokací do stěn a dislokačních hranic a vznikem subzrn a tzv. buněčné struktury, která představuje termodynamicky výhodnější uspořádání. Velikost a vnitřní hustota dislokací v buňkách je silně ovlivněna rychlostí deformace a teplotou. Při ději se uplatňuje zejména příčný skluz, proto je tento děj ovlivněn velikostí energie vrstevné chyby a dochází k němu především u materiálů u nichž má vyšší hodnoty (Al, Mg, ...). Hnací silou dynamického zotavení je povrchové napětí, zejména ve stěnách buněk. [5,6,20]

3.2.1.2 Dynamická rekrytalizace

Dynamická rekrytalizace nastává v materiálech v průběhu deformace za zvýšených teplot po dynamickém zotavení (předěl mezi zotavením a rekrytalizací splývá). Její průběh závisí nejenom na teplotních a deformačních podmínkách, ale je silně ovlivněn energií vrstevné chyby daného materiálu. Z tohoto hlediska rozlišujeme diskontinuální (konvenční) dynamickou rekrytalizaci a kontinuální dynamickou rekrytalizaci. Zvolením vhodných deformačních podmínek můžeme docílit jak výsledného nárůstu tažnosti, tak také nárůstu pevnosti.

A) Diskontinuální dynamická rekrytalizace

Dochází k ní v materiálech s nízkou až střední energií vrstevné chyby (Ni, Cu, Au, ...). U těchto materiálů je míra dynamického zotavení nízká, v materiálu zůstává relativně velké množství deformační energie uložené v dislokacích, která slouží jako hnací síla pro rekrytalizační pochody. [5,20,26]

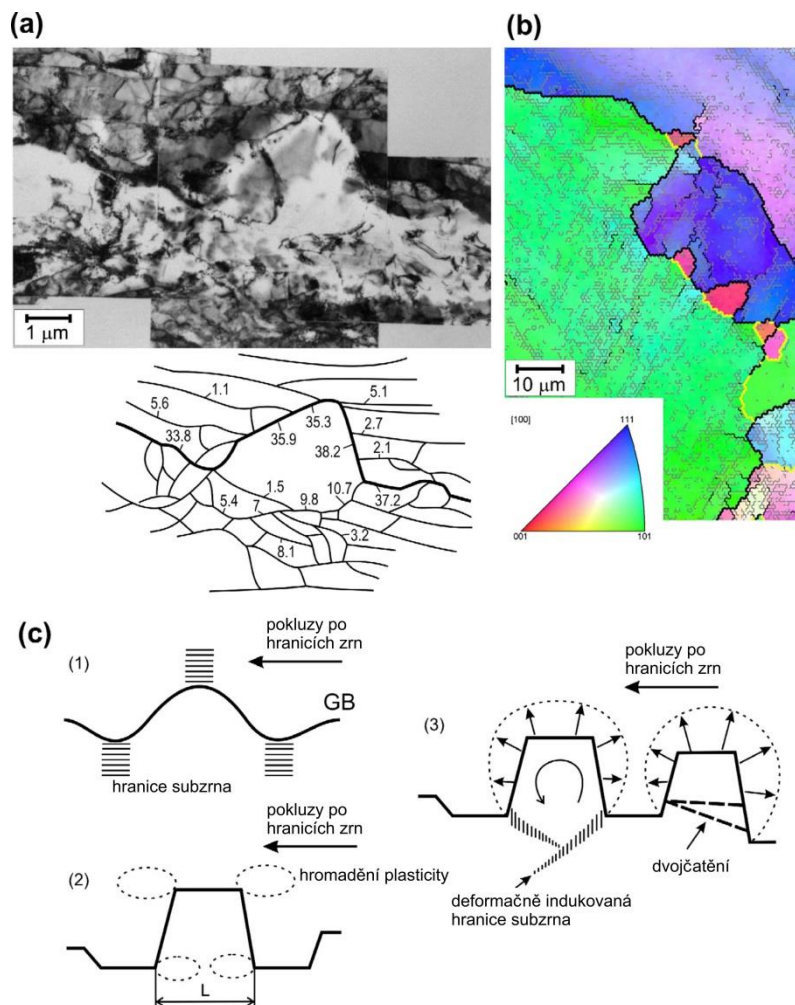
Proces se uskutečňuje nukleací nových zrn a jejich následným růstem. Tyto nukleační zárodky se objevují obvykle v okolí hranic zrn nebo v místech s vysokou koncentrací dislokací. Vznik zárodků je provázen nárůstem nehomogenní deformace, která dále přispívá k hnací síle rekrytalizace. Vzhledem k řádově nedostatečné energetické bilanci nemohou zárodky vznikat jako úplně nové útvary, ale vhodné útvary již přítomné ve struktuře, například seskupení rekrytalizovaných subzrn s vhodnou orientací, roli zárodků převezmou. Nukleace může být také výsledkem zakřivení hranic zrn v důsledku deformace, tato zakřivení poté fungují jako místa iniciace nukleace (obr. 3.2). [5,7]

Ač jako místa nukleace často slouží deformovaná subzrna, kterých se v materiálu nachází často velmi vysoké množství, pouze malá část z nich se opravdu stane nukleačními zárodky. Tato skutečnost je způsobena tím, že většina subzrn má velmi nízkou dezorientaci se svým okolím a z tohoto důvodu má tato hranice i velmi nízkou mobilitu, proto se nukleačními zárodky stávají pouze subzrna s relativně vysokou dezorientací. [7]

Obecně lze rozdělit typická místa nukleace do pěti kategorií [7]:

- a) velkoúhlové hranice s vysokou dezorientací,
- b) přechod mezi oblastmi jednoho zrna s různou rotací krystalové mřížky z důvodu zapojení různých skluzových systémů v průběhu deformace (tzv. tranzitní pásy),
- c) silně deformované oblasti v okolí velkých částic,
- d) silně deformované oblasti v okolí skluzových pásů,
- e) různá místa ve struktuře s vnesenou vysokou vnitřní deformací ($\epsilon > 3-5$).

Aby zárodek dále rostl, musí mít také dostatečnou energii spojenou s určitou kritickou velikostí, čehož obvykle dosáhne koalescencí několika subzrn, čímž dosáhne nadkritické velikosti. Jedná se o tepelně aktivovaný jev. [7]



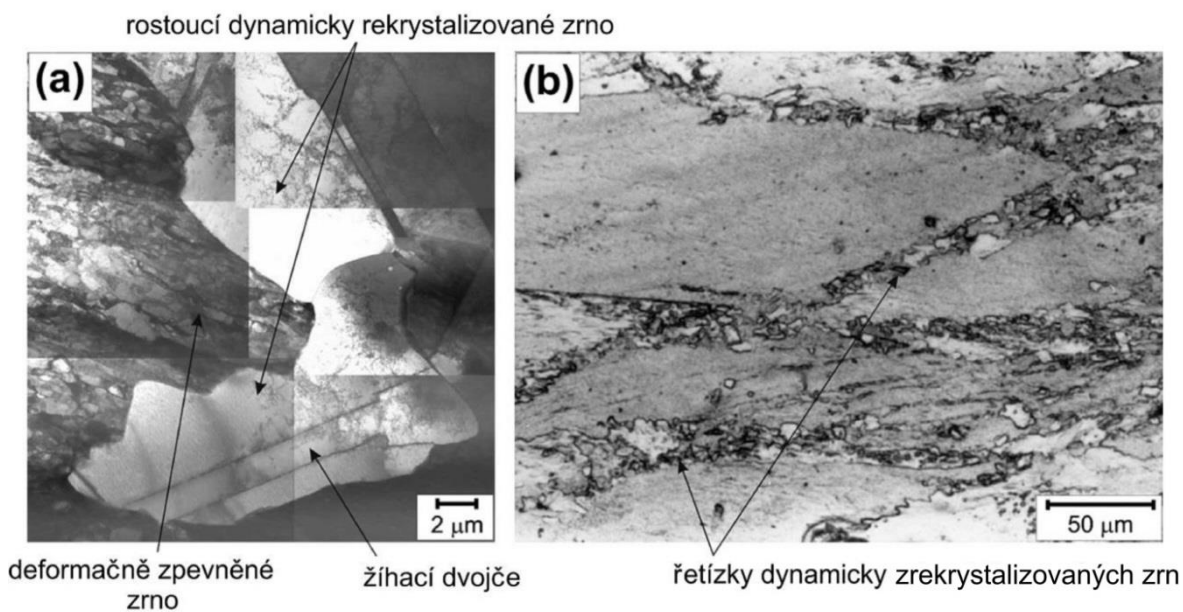
Obr. 3.2: Dynamická diskontinuální rekrytalizace: (a) reálný vzhled v TEM, dezorientace přiřazené jednotlivým hranicím, (b) IPF rekrytalizované struktury, (c) schematické znázornění různých způsobů vzniku nového zrna při dynamické rekrytalizaci [5]

Pro diskontinuální rekrytalizaci je typický vznik několika nukleačních oblastí v celém objemu materiálu a jejich následné prorůstání deformovanou strukturou, takže v každém okamžiku je struktura charakterizována určitým podílem rekrytalizované a nerekrystalizované oblasti (obr. 3.3). [5]

Při dynamické rekrytalizaci rostou zrna na konečnou velikost, která ve výsledku nemusí zahrnovat celý objem materiálu, tj. i při kompletní rekrytalizaci mohou v materiálu

zůstat původní deformované oblasti (obvykle za působení menších napětí). Růst zrn je brzděn nárůstem hustoty dislokací v již rekrystalizovaných zrnech, který snižuje hnací sílu pro růst zrn, zároveň však v rekrystalizovaném znu může dojít ke vzniku nových nukleačních zárodků a dochází k tzv. opakované nukleaci, která je typickým znakem pro diskontinuální dynamickou rekrystalizaci. [5,20]

Kritické napětí pro diskontinuální dynamickou rekrystalizaci klesá s rostoucí teplotou, klesající rychlostí deformace a nižší výchozí velikostí zrna. [5]



Obr. 3.3: Dynamická rekrystalizace v mědi: (a) deformace při 350 °C (detail), (b) deformace při 300 °C (řetízkovitá struktura) [5]

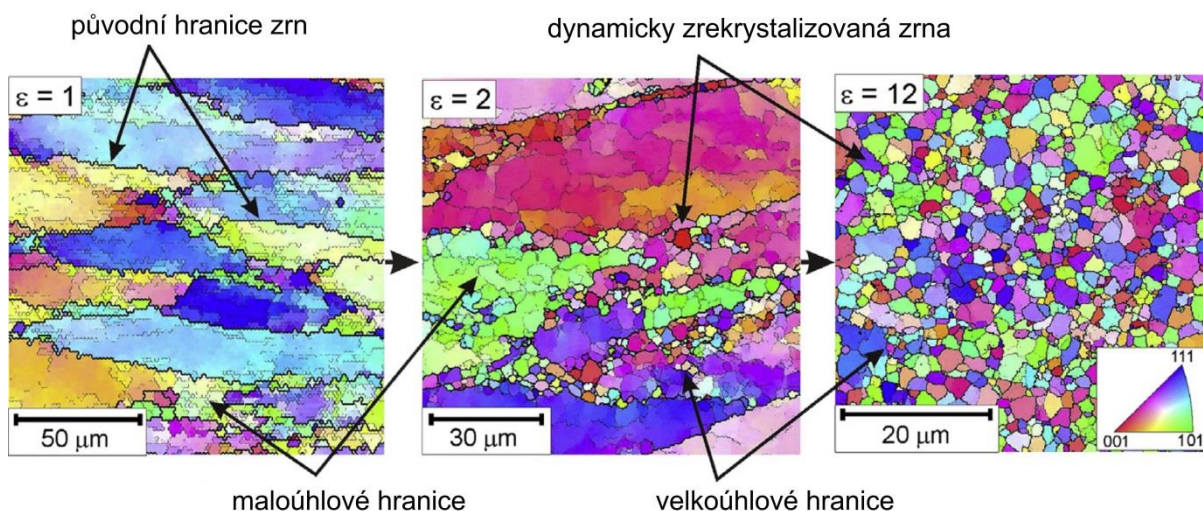
B) Kontinuální dynamická rekrystalizace

V materiálech s vysokou energií vrstevné chyby probíhá dynamické zotavení snadněji než v materiálech s nízkou a střední energií vrstevné chyby. Větší část uložené deformační energie se spotřebuje právě na zotavovací procesy a ve většině případů je zbylá energie nižší než hodnota aktivační energie rekrystalizace (diskontinuální), a proto k ní obvykle nedochází (s výjimkou deformace za vysokých teplot). I přesto dochází v těchto materiálech ke vzniku nových zrn transformací LAB na HAB z důvodů postupného nárůstu dezorientace hranic subzrn v důsledku plastické deformace. Kinetika u kontinuálního děje je mnohem pomalejší než u děje diskontinuálního, a to především z důvodu výrazně vyšší potřebné deformace. [5]

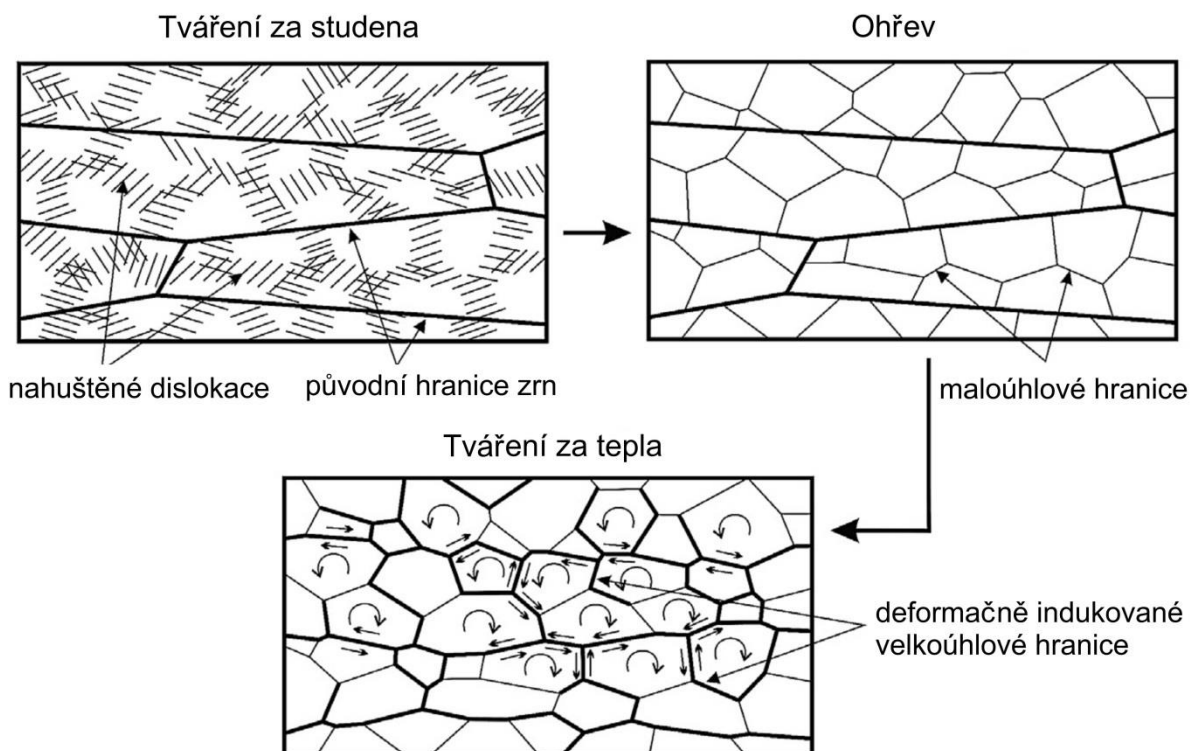
Podíl rekrystalizovaných zrn je závislý na celkové vnesené deformaci, v případě hliníku je přeměny v celém objemu materiálu dosaženo při hodnotách $\epsilon = 12$ (obr. 3.4), takových deformací lze ovšem dosáhnout pouze metodami SPD. [5]

Jeden z mechanismů vzniku UFG struktury pomocí kontinuální dynamické rekrystalizace popisuje např. Yang a kol. [31], kdy je materiál nejprve tvářen (za studena nebo za tepla) a homogenizován, čímž je docíleno struktury obsahující velké množství LAB, následně je materiál dynamicky namáhán za zvýšených teplot, čímž dojde k transformaci LAB na HAB (obr. 3.5).

Vznik UFG struktury pomocí kontinuální dynamické rekrystalizace je možný i u materiálů s nízkou energií vrstevné chyby potlačením diskontinuální rekrystalizace, čehož lze docílit např. deformací za nízkých teplot. [5]



Obr. 3.4: Průběh kontinuální dynamické rekrystalizace při různé celkové deformaci materiálu [5]



Obr. 3.5: Schematické znázornění vzniku UFG struktury mechanismem kontinuální dynamické rekrystalizace [31]

3.2.2 Statické odpevňovací pochody

Statické odpevňovací pochody probíhají za zvýšených teplot bez působení vnějšího napětí. Stejně jako u dynamických pochodů dochází ke spotřebování uložené deformační energie a změnám ve struktuře, které vedou ke snižování pevnostních charakteristik. Zvyšování teploty statické pochody urychluje. Jsou více závislé na teplotě a celkové předchozí vnesené deformaci než dynamické odpevňovací pochody a podle očekávání nejsou ovlivněny rychlostí deformace, která jim předchází. [7]

3.2.2.1 Statické zotavení

Mechanismus se ve své podstatě nijak neliší od dynamického pochodu a také se skládá z několika stadií, v nichž nejprve dochází k anihilaci bodových poruch, při zvýšené teplotě navazuje dále zotavování dislokací, které probíhá vzájemnou anihilací opačně orientovaných dislokací nebo jejich stavěním do stěn a vznikem typické polygonizované struktury. Od dynamického zotavení se statické odlišuje pouze pomalejším průběhem a méně výraznou výslednou substrukturou. [20,26]

3.2.2.2 Statická rekrytalizace

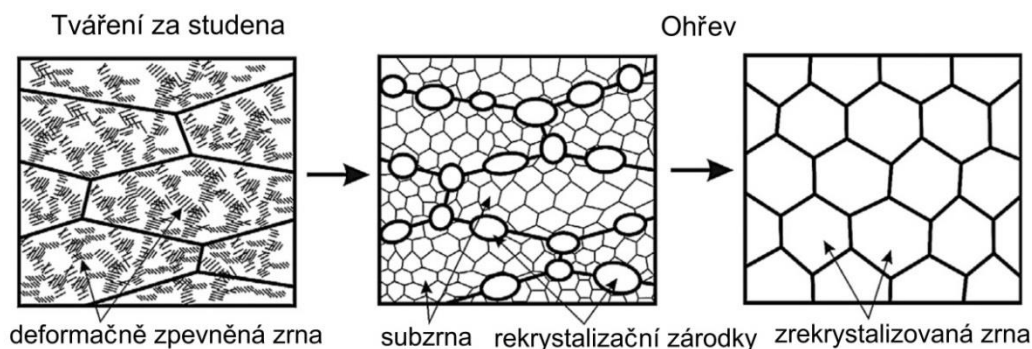
Pod pojmem statická neboli primární rekrytalizace rozumíme nahrazování deformovaných zrn souborem nových zrn bez deformace, oddělených novými HAB. K těmto dějům dochází za zvýšených teplot bez působení vnějšího napětí (např. při žhání) a obvykle je jejich průběh do určité míry analogický k pochodům dynamické rekrytalizace. Hnací silou je především uložená deformační energie (existují další příspěvky k hnací síle, ale ty je možno vzhledem k jejich hodnotám oproti uložené deformační energii zanedbat), naopak proti rekrytalizaci působí např. zakřivení hranice nebo přítomnost sekundární fáze. [26]

A) Diskontinuální statická rekrytalizace

Diskontinuální statická rekrytalizace je charakterizována migrací hranic zrn na dlouhou vzdálenost a s tím souvisejícím pohlcováním dislokací. Obdobně jako u dynamického pochodu rozlišujeme fázi nukleace a růstu. [5,15,26]

Podle nukleačních modelů by byl vznik nových rekrytalizačních zárodků energeticky velmi náročný, proto jako zárodky opět fungují útvary, které se již nachází ve struktuře. Podle modelů jsou nejpravděpodobnějšími mechanismy nukleace růst žhacích subzrn a deformačně indukovaná migrace původních hranic zrn. Model deformačně podmíněného růstu předpokládá pohyb úseku velkoúhlové hranice s rozdílnou dislokační hustotou, naproti tomu růst subzrn předpokládá koalescenci dvou a více sousedních subzrn s nízkou vzájemnou dezorientací, čímž vznikne zárodek o kritickém rozměru, popř. posun hranice subzrna směrem do vedlejšího subzrna s podobnou dezorientací. Realizace jednotlivých mechanismů je závislá na různých faktorech, např. na energii vrstevné chyby, avšak obecně platí, že se v určité míře realizují vždy oba současně. [7,20,26]

V průběhu děje je struktura charakterizována přibývajícím množstvím rekrytalizované struktury na úkor struktury původní, až do stavu, kdy je celý objem zaplněn rekrytalizovanými zrny (obr. 3.6). [5]



Obr. 3.6: Schematické znázornění průběhu diskontinuální statické rekrytalizace [5]

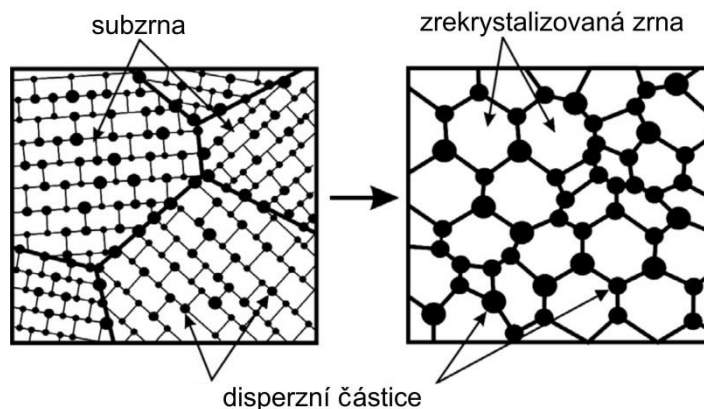
Růst rekrytalizovaného zárodku je na rozdíl od dynamického pochodu omezen pouze vzájemným stykem velkoúhlových hranic a za daných podmínek tedy neexistuje konečná velikost těchto zárodků. [26]

Samotný proces diskontinuální rekrytalizace je silně ovlivněn přítomností cizích atomů v mřížce základního materiálu a je výrazně brzděn již při stopovém množství některých prvků. Obdobný vliv má přítomnost sekundárních fází, která proces diskontinuální rekrytalizace rovněž brzdí a může ho dokonce úplně potlačit. [5,7,26]

B) Kontinuální statická rekrytalizace

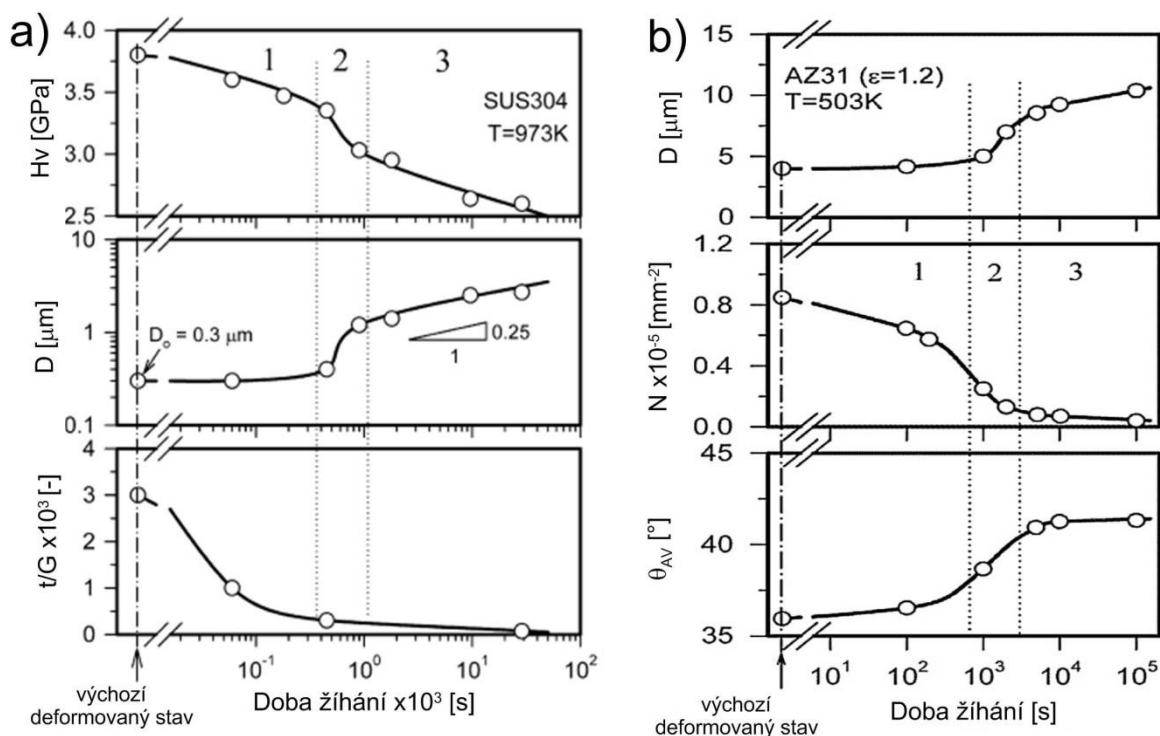
Pokud je materiál vystaven velké deformaci, a je tak docíleno velmi jemné struktury (u mědi $\epsilon \sim 2-3$) nebo se ve struktuře vyskytuje velké množství disperzních částic, je zpomalena nebo úplně zastavena migrace hranic zrn na dlouhou vzdálenost a k diskontinuální statické rekrytalizaci v průběhu následného žíhání nedojde. V tomto případě se uplatňuje jiný proces, kdy vznikají nová zrna jako důsledek růstu subzrn a postupné transformace LAB na HAB (obr. 3.7) [5,26]. K této transformaci může docházet pomocí růstu subzrna, slučováním LAB v průběhu koalescence subzrn nebo akumulací dislokací na hranicích subzrn. K tomuto jevu dochází v celém objemu materiálu a nazývá se kontinuální statická rekrytalizace. [5,7,26]

Ke kontinuální statické rekrytalizaci dochází především u UFG materiálů a také u jemnozrnných materiálů s vysokou hodnotou energie vrstvené chyby. Dochází k ní za nižších teplot než v případě diskontinuální statické rekrytalizace. Opět je silně ovlivněna přítomností precipitátů, které ji mohou výrazně zpomalit popř. úplně potlačit. [5,7]



Obr. 3.7: Schematické znázornění průběhu kontinuální statické rekrytalizace [5]

Kontinuální statická rekrytalizace obvykle probíhá ve třech relativně snadno rozlišitelných stádiích. V prvním tzv. inkubačním stádiu dochází obvykle k pozorovatelným změnám v tvrdosti nebo vnitřní napjatosti, avšak nedochází např. k významným změnám ve velikosti zrna nebo průměrné dezorientaci. V druhém stádiu naproti tomu dochází k výraznému nárůstu velikosti zrna i dezorientace, změny v tvrdosti a napjatosti jsou obvykle také výraznější. Ve třetím stádiu změny obvykle pokračují, avšak v menší míře a např. hodnota průměrné dezorientace může nabýt určité hodnoty a dále se neměnit (obr. 3.8).



Obr. 3.8: Závislost tvrdosti, velikosti zrna a vnitřního napětí normalizovaného smykovým modulem (případně počtu zrn menších než 10 μm na jednotku plochy) na době žihání:
a) nerezová ocel, b) AZ31 [5]

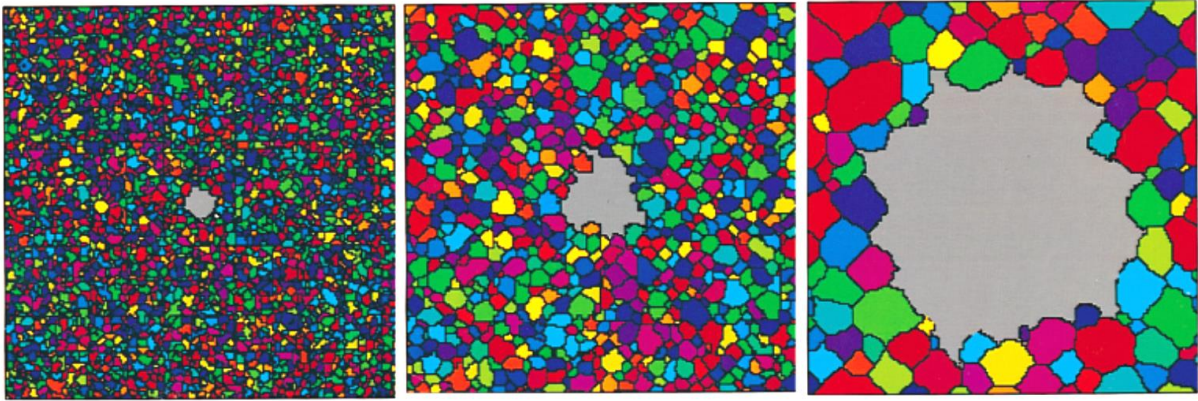
3.2.2.3 Metadynamická rekrytalizace

Metadynamickou rekrytalizací rozumíme beznukleační děj, který využívá zárodků rekrytalizované struktury vzniklých v závěru deformace. Tyto zárodky dále rostou při výdrži na deformační teplotě. Probíhá bez působení vnějšího napětí stejně jako statická rekrytalizace, ale je oproti ní výrazně urychlena a mnohem méně závislá na teplotě. Neprobíhá v celém objemu, ale pouze v oblastech s vhodnými zárodky. Výsledná struktura bývá obvykle jemnější než při statické rekrytalizaci. [5,26]

3.2.3 Sekundární rekrytalizace

Sekundární rekrytalizace neboli diskontinuální (abnormální) růst zrna je děj, ke kterému dochází při dlouhodobém žihání, jenž se projevuje náhlým růstem několika zrn na úkor zrn ostatních (obr. 3.9). Stejně jako při primární rekrytalizaci se samotný proces uskutečňuje migrací hranic zrn na dlouhou vzdálenost, ale na rozdíl od ní se jej neúčastní všechna zrna. Hnací silou je snižování povrchové energie hranice zrna, takže k abnormálnímu růstu dojde u zrn s hranicemi s nejvyšší energií. [26]

Začátek sekundární rekrytalizace je velmi pomalý a vyskytuje se určitá časově významná inkubační perioda. Růst určitých zrn je spojen se zpomalením růstu jiných zrn např. v důsledku přítomnosti vyloučené sekundární fáze, ovšem existují i jiné předpoklady, které by zrna měla splňovat, aby u nich sekundární rekrytalizace proběhla (např. větší rozměr zrna nebo specifická orientace). Sekundární rekrytalizace je obvykle nežádoucím jevem. [26]



Obr. 3.9: Model abnormálního růstu zrna [7]

3.2.4 Terciární rekrytalizace

Jedná se o speciální případ sekundární rekrytalizace, při které hrubnou přednostně vhodně orientovaná zrna nacházející se na volném povrchu materiálu, a lze ji výrazně ovlivnit volbou vhodné atmosféry při žíhacím procesu. Hnací silou je rozdíl povrchové energie zrn s různou orientací. [20,26]

4 Metody zvyšování úrovně mechanických vlastností materiálů

U konstrukčních materiálů vždy existuje snaha zlepšovat jeho mechanické vlastnosti a docílit tak jejich širšího využití i pro aplikace, které byly do té doby nerealizovatelné. Mechanické vlastnosti je možné zlepšovat např. povrchovými úpravami nebo termomechanickým zpracováním. V případě povrchových úprav se využívá přímo vlastností materiálu obsaženého v nanášené vrstvě, popř. dochází k reakci se substrátem, a např. vzniku chemických sloučenin o požadovaných vlastnostech v povrchové vrstvě, zatímco při termomechanickém zpracování dochází obvykle k modifikaci větší části příp. celého objemu materiálu z důvodů vnitřních změn v materiálu, jež mohou souviset se změnami v krystalické mřížce, vyloučením zpevňující fáze, strukturální transformací nebo změnami v hustotě a rozmístění dislokací v materiálu (deformační zpevnění).

4.1 Deformační zpevňování materiálu

Pod pojmem deformační zpevnění rozumíme nárůst kritického skluzového napětí materiálu, jenž byl podroben plastické deformaci. S touto změnou se pojí i změny jiných vlastností (např. elektrická vodivost), ve strojírenství jsou však nejvýznamnější změny mechanických vlastností. Samotné deformační zpevňování úzce souvisí především s počtem skluzových systémů v materiálu (je tudíž spjata s jeho krystalickou strukturou), ale souvisí i s přísadami, energií vrstevné chyby nebo teplotou při deformaci. [1,9,20]

Deformační zpevnění souvisí buď s těžším vznikem dislokací, nebo jejich omezeným pohybem. Teorie deformačního zpevňování obvykle vycházejí z předpokladu, formulovaného Taylorem v r. 1934, který říká, že dislokace vznikají snadno a zpevnění proto souvisí se zvýšením odporu mřížky proti pohybu dislokací. Skluzové napětí potřebné k pohybu dislokace v napěťovém poli je poté rovno:

$$\tau_R = \frac{Gb}{2\pi L}, \quad (7)$$

kde G je modul pružnosti ve smyku, \mathbf{b} je Burgersův vektor a L střední vzdálenost mezi dislokacemi:

$$L = \rho^{-1/2}, \quad (8)$$

kde ρ je hustota dislokací.

Z rovnice (7) je možné odvodit vztah, ze kterého získáme parabolickou závislost mezi skluzovým napětím a deformací:

$$\tau_R = K\varepsilon^{1/2}, \quad (9)$$

kde K je materiálová konstanta.

Tato teorie je ovšem stejně jako všechny ostatní velmi zjednodušená, protože chování nezávisí na chování jednotlivých dislokací, jako spíše na komplexních vlastnostech velkého počtu dislokací. [9,20]

Mezi nejlépe propracované patří teorie předpokládající tři stádia zpevňování. V prvním stádiu je aktivní pouze jeden skluzový systém, délka skluzu dislokací je velká, skluzové napětí je určováno především tím, jak lehce začnou pracovat dislokační zdroje. V druhé fázi, v níž dochází k aktivaci konjugovaných skluzových systémů, se pro popis

zpevnění používají následující modely, z nichž ovšem žádný plně nevysvětluje probíhající procesy a v určitých fázích zpevnění přestávají platit:

- teorie pile-up: předpokládá zastavení dislokace ze zdrojů před překážkou (např. hranice zrna) a nakupení dalších dislokací za ní, při pokračování deformace roste počet bariér, až je jimi zdroj obklopený,

- teorie dislokačního lesa: vychází ze skutečnosti, že kovy s nízkou a střední energií vrstevné chyby tvoří složité dislokační sítě (tzv. buněčná struktura), za normálních podmínek po dosažení kritického napětí začnou zdroje dislokací pracovat a vznikající dislokace mohou protínat tzv. dislokační les, za určitých podmínek mohou být ovšem zachyceny a postupně tak snižovat napěťové pole a zdroj může přestat pracovat,

- teorie dislokačních skoků: je založena na předpokladu, že při pohybu vakančních skoků ve většině kovů vznikají řady vakancí, které brzdí pohyb dislokací nezávisle na teplotě. [9,20]

Ve třetím stádiu zpevnění dochází k aktivaci mechanismu příčného skluzu a obvykle bývá spojen s deformačním odpevněním, které působí proti zpevnění a může výrazně snížit jeho rychlost. [20]

Všechny výše uvedené faktory a mechanismy byly formulovány na základě deformace v monokrystalech. Při deformaci v polykrystalech se však tyto mechanismy uplatňují také a zároveň zde existuje velmi výrazný vliv hranic zrn, které jsou pro dislokace nepřekonatelnými překážkami, tudíž na nich dochází k jejich hromadění a z toho plynoucímu zvyšování energie krystalů.

Vliv hranic zrn popisuje Hallův-Petchův vztah, který je platný za většiny okolností, obvykle psaný ve tvaru:

$$\sigma_y = \sigma_0 + K_y d_z^{-1/2}, \quad (10)$$

kde σ_y je mez kluzu, σ_0 napětí závislé na pohyblivosti dislokací v mřížce bez defektů, K_y materiálová konstanta související s vzájemnou koordinací tvarové změny jednotlivých zrn a d_z střední velikost zrna. [32]

V reálných materiálech má na zpevnění vliv také množství a charakteristika přísad a způsob jejich vyloučení, substruktura, energie vrstevné chyby, teplota nebo rychlost deformace.

4.1.1 Vliv plastické deformace na výsledné vlastnosti materiálu

S rostoucí plastickou deformací roste vnitřní energie v materiálu a ten se může stát termodynamicky nestabilním. Hodnota vnitřní energie může dosáhnout pouze určité maximální velikosti, kdy velikost jejího přírůstku přímo souvisí s množstvím a charakterem mřížkových poruch v materiálu (zjednodušeně lze říct, že množství absorbované energie roste se znečištěním materiálu a s klesající velikostí zrna). Nehomogenní deformace způsobí také nehomogenní nárůst vnitřní energie (platí také lokálně např. pro okolí precipitátů). Pro kovy platí, že uložená energie se může pohybovat v rozmezí $0,04-4 \text{ J}\cdot\text{g}^{-1}$. [20]

S rostoucí deformací roste také hustota dislokací, koncentrace vakancí a dochází k poklesu velikosti zrna a subzrn. Výsledné vlastnosti materiálu nezávisí pouze na množství a charakteru poruch, ale mohou být také významně ovlivněny jejich konfigurací. Se všemi výše uvedenými pochody souvisí změny mechanických vlastností materiálu. S rostoucí velikostí plastické deformace obvykle roste pevnost, tvrdost i mez kluzu, a naopak klesá

houževnatost, tažnost a kontrakce. Ke změnám ovšem může docházet také u magnetických, fyzikálních nebo korozních vlastností. [1,20]

4.2 Metody zpevňování materiálu

Ke zpevnění materiálu dojde tehdy, vzroste-li jeho odpor vůči plastické deformaci, tudíž je zpevnění materiálu podmíněno zvýšením jeho meze kluzu, a souvisí tedy přímo se zhoršením podmínek pro generování nových nebo pohybu již existujících dislokací v materiálu. [1,9,20]

Dislokace je v materiálu možno ukotvit např. přidáním příměsových prvků nebo zakotvením rozštěpených dislokací na vrstevných chybach. Je možno také zvýšit napětí potřebné k pohybu dislokací mřížkou (Peierlsovo-Nabarrovo napětí) vytvořením napěťových polí, shluků atomů přísad nebo snížením energie vrstevné chyby. Proti pohybu dislokací působí také dislokační sítě, nepohyblivé dislokační smyčky, hranice zrn a subzrn. [1,9,20]

Mez kluzu lze výrazně ovlivňovat legováním materiálu, je však třeba brát v potaz, že doprovodné prvky mohou také ovlivnit výsledné vlastnosti hranic zrn a jejich celkový vliv na zpevnění je tedy komplexním výsledkem více vlivů. Významný efekt má také odpovídající tepelné nebo mechanické zpracování, které může být taktéž úzce spjato s legováním. [1,9,20]

Obvykle se materiály zpevňují pomocí kalení, které může způsobit vznik za jiných podmínek nestabilní struktury s odpovídajícími vlastnostmi, popř. vznik přesyceného roztoku, který je možno dále tepelně zpracovat a docílit vyloučení precipitátů a sekundárních fází v jinak obtížně získatelné formě s příznivými vlastnostmi. Komplexní charakter zpevnění má tepelně mechanické zpracování, do této skupiny zpracování patří např. plastická deformace oceli v oblasti austenitu. [1,9,20]

4.2.1 Zpevňování metodami SPD

Ke zpevňování materiálu se také v posledních desetiletích začíná ve vyšší míře používat metod SPD. Při metodách SPD nedochází ke změnám rozměrů vzorku, a proto můžeme jejich opakováním docílit teoreticky libovolné úrovně vnitřní deformace. Za vhodných podmínek je takto možno v materiálu docílit až UFG struktury, která se obvykle vyznačuje výrazně odlišnými mechanickými vlastnostmi. Nevýhodou těchto metod je obvykle limitovaná velikost vzorku, který může být těmito způsoby zpracován, avšak maximální rozměry těchto vzorků díky technologickému pokroku v posledních letech rostou. [2,3]

Nejpoužívanějšími metodami SPD jsou v současné době metody „high pressure torsion“ (HPT), „accumulated roll bonding“ (ARB), „equal channel angular pressing“ (ECAP) a „continuous forming“ (CONFORM).

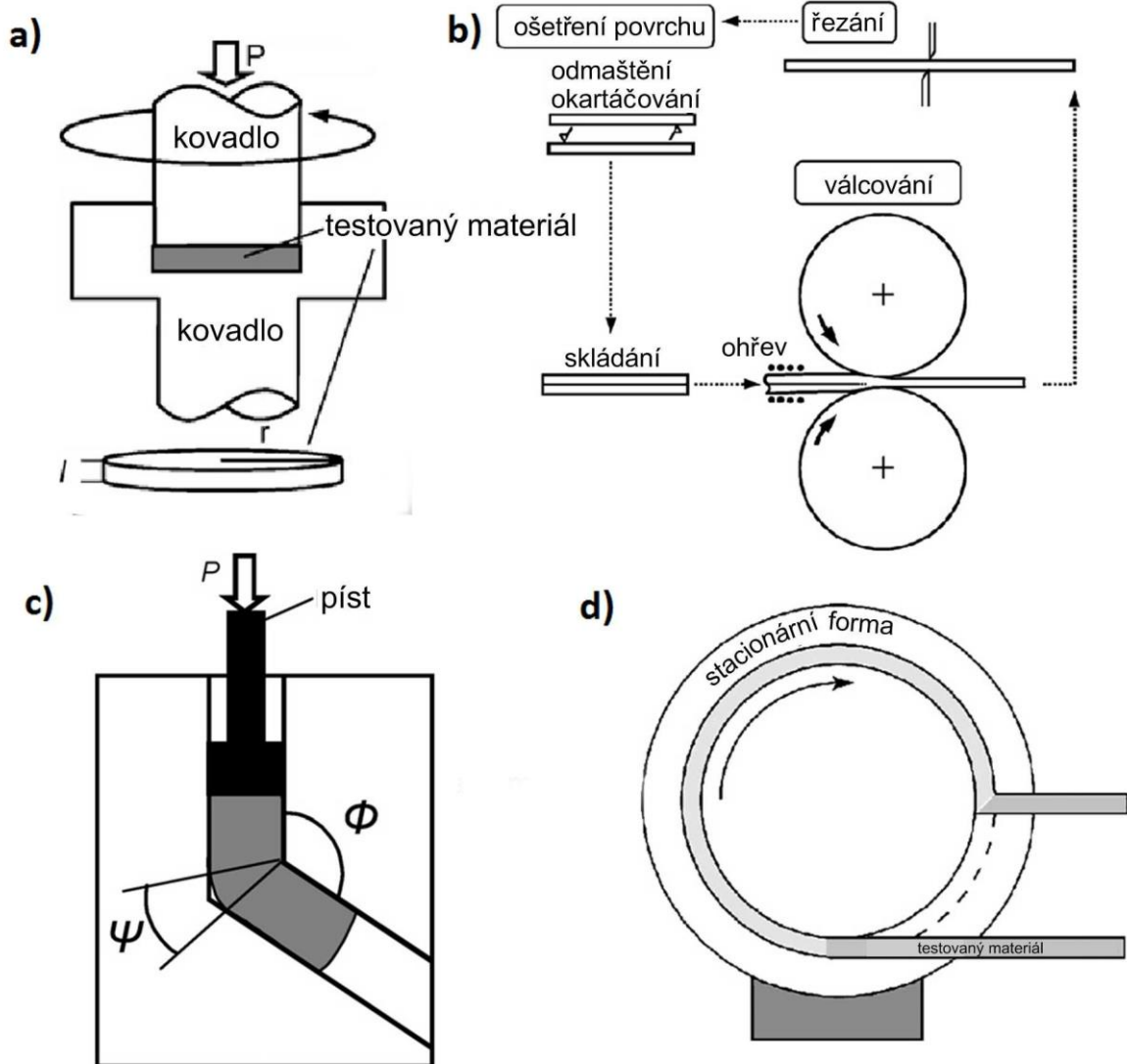
Metoda HPT spočívá principiálně v torzní deformaci malého disku umístěného mezi dvěma kovadly (obr. 4.1a). Při použití této metody je deformace ve vzorku nerovnoměrná, avšak množství vnesené deformace při každé otáčce je velmi vysoké. [2,3]

Metodou ARB je možno připravovat i relativně rozměrné plechy. Metoda spočívá v opakovaném dělení materiálu a jeho opětovném spojení při konvenčním válcování (obr. 4.1b). Nevýhodou této metody jsou vysoké požadavky na přípravu povrchu plechu před válcováním. [2,3]

Metoda ECAP spočívá v protlačování vzorku lomeným kanálem o konstantním průřezu (obr. 4.1c). Je-li úhel mezi kanály přesně 90°, je materiál deformován pouze smykem,

v praxi se ovšem častěji používá vyšších úhlů, které umožňují snížit sílu pro protlačení vzorku kanálem. Různými změnami orientace mezi jednotlivými protlačeními je také možno ve vzorku aktivovat různé skluzové systémy a docílit tak mikrostruktury požadovaných vlastností. Výslednou homogenitu struktury je také možno zvýšit pomocí pístu poskytujícího zpětný přítlak. [2,3,33]

Metoda CONFORM je v principu rozšíření metody ECAP, kdy je vzorek ve formě drátu navíjen na disk popř. válec, kdy vyústěním je principiálně kanál pro ECAP (obr. 4.1d). Tato metoda je v současné době aplikovatelná na tělesa o malém průřezu, avšak o teoreticky neomezené délce. [2,3,34]



Obr. 4.1: Schematické znázornění některých SPD metod:
(a) ECAP, (b) ARB, (c) HPT, (d) CONFORM [3]

5 Mechanické vlastnosti UFG slitin

Důvod výzkumu a výroby UFG slitin je ten, že vzhledem ke své velmi nízké velikosti zrna by měly disponovat velmi dobrými mechanickými vlastnostmi. Skutečnost je ovšem taková, že ne vždy to musí být bezpodmínečně pravda, neboť na vlastnostech slitin se nepodílí pouze velikost zrna, ale i jiné charakteristiky. V UFG materiálech tyto charakteristiky obvykle souvisí s výrobou, která je realizovaná pomocí metod SPD a má silný vliv na některé mikrostrukturní atributy, které ovlivňují další vlastnosti materiálu.

5.1 Statické vlastnosti UFG slitin

Statickými vlastnostmi budeme v této práci rozumět především tahové charakteristiky materiálu. UFG slitina má někdy až o několik řádů menší zrno než odpovídající slitina s konvenční velikostí zrna. Přestože by se z tohoto tvrzení mohlo zdát, že tahové charakteristiky materiálu budou také výrazně vyšší, tak jak již bylo řešeno dříve, je to pravda pouze do určité míry popř. v některých případech vůbec. Zatímco ve srovnání s litým stavem je použití např. metody ECAP pro zlepšení mechanických vlastností výhodné a vždy vede ke zlepšení mechanických vlastností, v případě, kdy je výchozím materiálem slitina v tvářeném, konkrétně extrudovaném stavu, je reakce na ECAP různá.

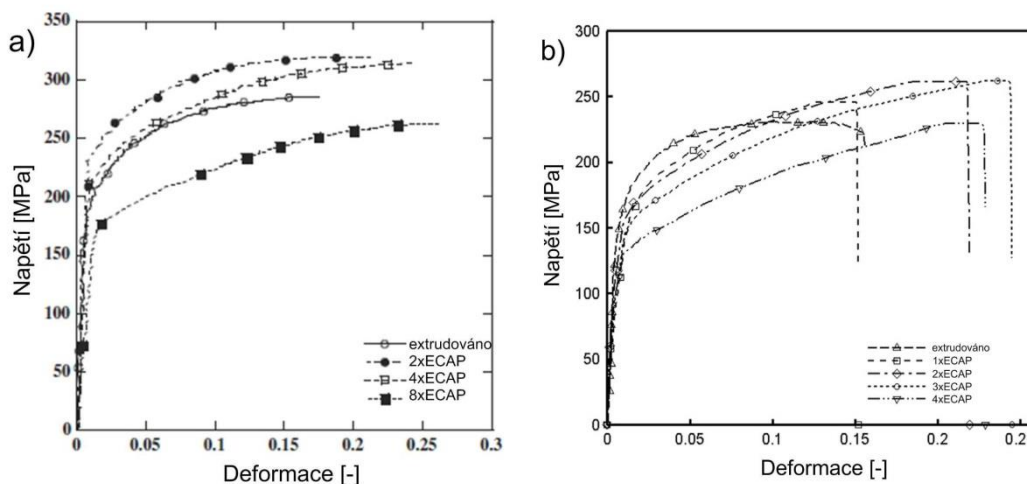
K obecnému zlepšení mechanických vlastností dochází obvykle u těch materiálů, kde je možno aplikovat ECAP za pokojových teplot, tj. u materiálů s BCC a FCC mřížkou, jako je třeba hliník, měď nebo ocel. U všech těchto materiálů dochází při aplikaci metody ECAP vlivem klesající velikosti zrna k nárůstu pevnostních charakteristik, tento nárůst je však provázen poklesem charakteristik deformačních. [35–37]

Oproti tomu Mg slitiny nemohou prodělávat ECAP za takto nízkých teplot z důvodů inherentních vlastností HCP mřížky matrice, proto je nutné je připravovat za výrazně vyšších teplot (obvykle 200–300 °C), kdy začíná docházet k dynamickým odpeňovacím pochodům (viz kap. 3.2.1). Z tohoto důvodu je efekt metody ECAP u Mg slitin méně výrazný, a navíc se v těchto slitinách více uplatňuje vliv texturních charakteristik, které mohou mít vliv na výsledné mechanické vlastnosti. Z těchto důvodů reagují Mg slitiny na ECAP obvykle tak, že ačkoli u nich dojde k výraznému zjemnění zrna, k nárůstu pevnostních charakteristik dochází pouze do určitého počtu průchodů komorou a poté dochází k jejich poklesu někdy i pod úroveň materiálu v extrudovaném stavu (obr. 5.1) [38–41]. Také v těchto případech je případný nárůst pevnostních charakteristik doprovázen poklesem deformačních charakteristik a naopak, ovšem po určitém počtu průchodů ECAP bylo u některých Mg slitin za vhodných podmínek docíleno i superplastického chování. [42]

Ying a kol. [40] zjistil, že přestože Mg slitina po ECAP může vykazovat horší mechanické vlastnosti než extrudovaný materiál, může sloužit jako polotovár k výrobě materiálu s výrazně lepšími konečnými mechanickými vlastnostmi. V tomto konkrétním případě bylo zjištěno, že slitina ZK60 dosahuje nejlepší kombinace mechanických vlastností tehdy, je-li připravena pomocí dvojnásobné extruze se zařazením ECAP procesu a žihání mezi jednotlivými procesy extrudování. Samotnou dvojnásobnou extruzí by v tomto případě nebylo dosaženo takových hodnot, protože by nebylo docíleno struktury s dostatečně jemným zrnem, kdy díky žihání je oslaben také vliv textury, který má na výsledné mechanické vlastnosti slitiny po ECAP nepříznivý vliv.

Shrneme-li předchozí poznatky, můžeme říct, že u velkého množství materiálů dosáhneme vytvořením UFG struktury výrazného zlepšení mechanických vlastností, ale

u některých slitin (především slitin z HCP mřížkou) je nutné brát v potaz i jiné faktory než velikost zrna, proto se při jejich zpracování musí dbát např. na výchozí stav, popř. je nutno zařadit ještě další výrobní kroky pro dosažení požadovaného zlepšení statických mechanických vlastností, a ne vždy je pro tento účel nutné dosáhnout struktury s nejmenší možnou velikostí zrna.



Obr. 5.1: Příklad změn tahových charakteristik Mg slitiny (a) AM60 a (b) AM30 [38,39]

5.2 Chování UFG slitin při cyklickém zatěžování

K mikrostrukturním změnám v důsledku dynamických odpevňovacích pochodů dochází také v průběhu cyklického zatěžování. Podstatou únavového procesu je postupná akumulace cyklické plastické deformace v materiálu, což může vést až k jeho porušení, a to i v případě, že amplituda zatížení nedosahuje meze pevnosti a někdy ani meze kluzu. [43,44]

Únavové procesy se obvykle dělí podle počtů cyklů do lomu na nízkocyklovou (10^4 a méně cyklů) a vysokocyklovou (10^5 a více cyklů), v oblasti nízkocyklové únavy je dominantní plastická složka amplitudy deformace, u vysokocyklové je to složka elastická. Při únavových zkouškách rozlišujeme také tzv. tvrdý mód (řízená amplituda deformace) a měkký mód (řízená amplituda napětí). [43,44]

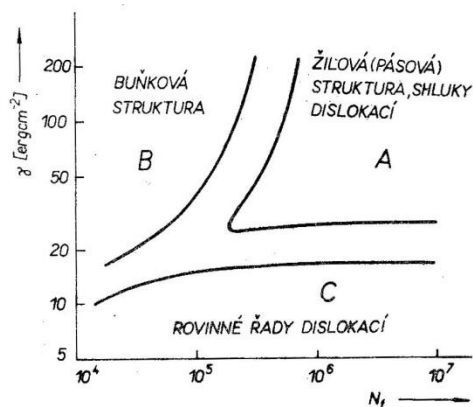
Únavový proces se obvykle dělí do tří stádií:

- stádium změn mechanických vlastností
- stádium iniciace únavových trhlin
- stádium šíření únavových trhlin.

V prvním stádiu dochází v důsledku cyklického zatěžování ke změnám mechanických vlastností, které se navenek projeví jako změny v odporu materiálu proti deformaci. Tento odpor může jak narůstat, pak hovoříme o cyklickém zpevňování, tak klesat, potom se jedná o cyklické změkčování. Obvykle obecně platí, že zpevňují materiály vyžíhané a změkčují naopak zpevněné. Tyto změny se obvykle nejlépe charakterizují přímo při průběhu únavového testování podle tvarů hysterezních smyček. [43,44]

S rostoucím počtem cyklů míra těchto změn klesá a může dojít k úplné saturaci mechanických vlastností, existují ovšem i materiály, které střídavě změkčují a zpevňují v průběhu celého cyklického zatěžování. [44]

Tyto změny jsou způsobeny pohybem dislokací a jiných poruch krystalové mřížky. Typ výsledné dislokační struktury souvisí jak s amplitudou plastické deformace, tak s typem, stavem a vlastnostmi materiálu. Existují diagramy, resp. mapy, z nichž lze výslednou dislokační strukturu odhadovat např. v závislosti na energii vrstevné chyby materiálu a počtu cyklů do lomu (souvisí s velikostí amplitudy plastické deformace), (obr. 5.2). [44]



Obr. 5.2: Typ dislokační struktury v závislosti na energii vrstevné chyby a počtu cyklů do lomu (FCC) [44]

Při druhém stádiu dochází k nukleaci únavové trhliny, a to obvykle na povrchu materiálu, ovšem výjimečně může dojít i k iniciaci uvnitř, a to zpravidla z důvodů existence vnitřních defektů.

Existuje několik modelů způsobů nukleace únavových mikrotrhin, mezi něž patří např. nukleace křehkým prasknutím v kořeni intruze nebo vznik trhliny kondenzací vakancí, žádný z těchto modelů ovšem není plně uspokojující. [44]

V třetím stádiu dochází k šíření a koalescenci vzniklých trhin (obvykle pouze jedna tzv. magistralní trhlina) a je ukončeno náhlým lomem součástky. [44]

Vliv na únavový proces má také velikost středního napětí jednoho cyklu a obecně platí, že únavová odolnost klesá se vzrůstající hodnotou středního napětí. Dále je únavová odolnost ovlivněna druhem zatěžování, kvalitou povrchu reálné součásti a velikostí zrna. [44]

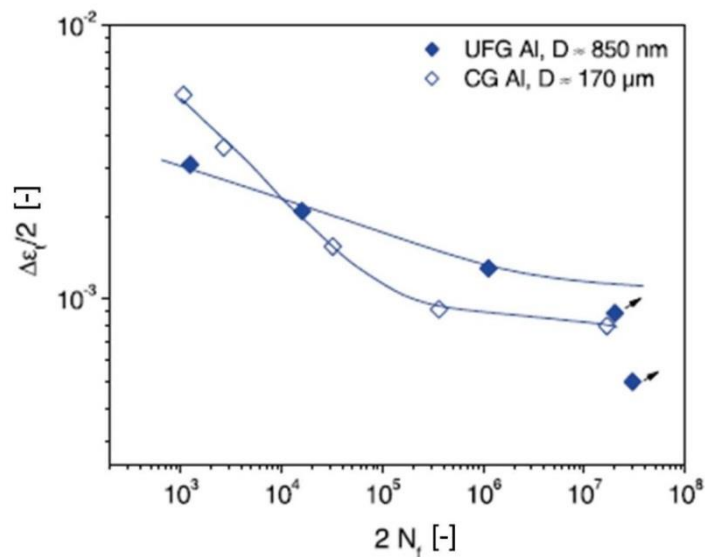
Přestože podstata únavového procesu UFG materiálů není stále dokonale popsána, výsledky experimentů předpokládají velmi podobný průběh jako u materiálů s konvenční velikostí zrna. Ačkoliv UFG materiály vykazují vyšší pevnost než materiály s konvenční velikostí zrna, jejich odezva na cyklické zatěžování bývá různá. Obvyklým jevem je nárůst životnosti v oblasti vysokocyklové únavy a pokles v oblasti nízkocyklové únavy (obr. 5.3). Toto chování lze poměrně jednoduše vysvětlit skutečností, že UFG slitiny jsou obvykle pevnější, ale mají menší tažnost než slitiny s konvenční velikostí zrna, tudíž změna celkové odezvy odpovídá změně reakce na příslušnou dominantní složku amplitudy celkové deformace. [45,46]

Únavové vlastnosti UFG slitin vykazují obvykle jistou závislost na ose namáhání vzhledem ke struktuře, a to i přesto, že ta se na první pohled jeví homogenní. Tento jev je způsoben vlivem oslabené textury. [47]

Zvolením vhodných parametrů při přípravě UFG materiálů je teoreticky možné kontrolovat výsledné vlastnosti materiálu při cyklickém zatěžování, a zvolit proto takové podmínky, při kterých bude dosaženo nejlepší kombinace vlastností. [45,46]

Únavové vlastnosti UFG materiálů vyrobených metodou ECAP při cyklickém namáhání jsou závislé na více parametrech, jako např. čistota materiálu, způsob namáhání, ale i parametry samotného procesu ECAP, jako např. počet průchodů, úhel kanálu nebo teplota.

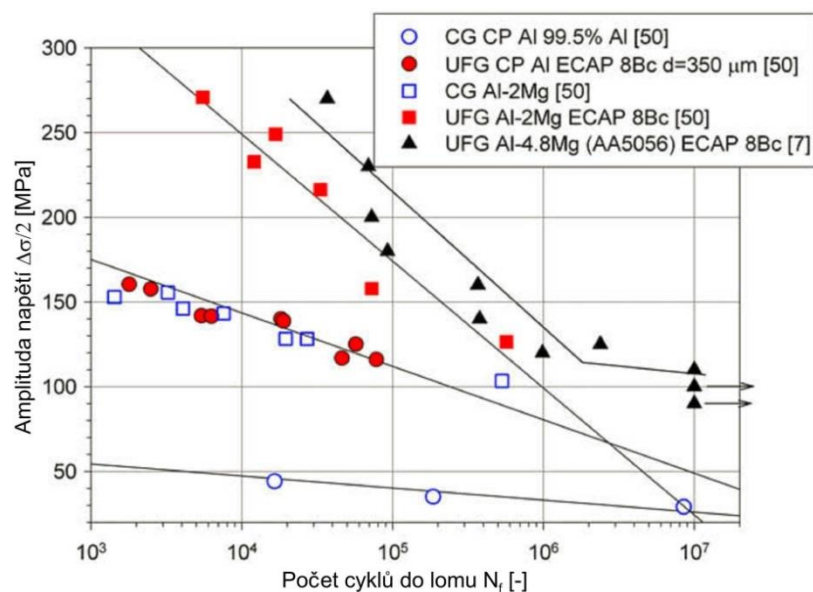
Např. dle Wu a kol. [47] dochází u slitiny AZ31B ke zlepšení únavových vlastností pouze do dvou průchodů ECAP a poté dochází k postupnému poklesu, použití zpětného přitlaku při ECAP ještě dále zlepšuje únavové vlastnosti. Podobné chování bylo pozorováno i u některých hliníkových slitin. [46,48]



Obr. 5.3: Závislost amplitudy celkové deformace na počtu cyklů do lomu pro čistý hliník [46]

Velká část lehkých UFG slitin vykazuje zlepšení výdrže v oblasti vysokocyklové únavy, avšak zlepšení samotné meze únavy může být velmi mírné, popř. dochází dokonce k jejímu zhoršení (obr. 5.4). Poměr mezi mezí únavy a pevností materiálu v tahu je v případě slitin s konvenční velikostí zrna obvykle mírně vyšší než 0,5, zatímco pro UFG slitiny to je maximálně 0,5 a ve většině případů o něco méně. [49]

Lze tedy říct, že při současné úrovni znalostí nelze jednoznačně určit vliv UFG struktury na únavové vlastnosti materiálu, protože vliv je velmi komplexní a závisí na mnoha faktorech a mechanismech, z nichž některé ještě nejsou dostatečně dobře pochopeny. Je však možno konstatovat, že chování a především stabilita UFG mikrostruktury v průběhu zatěžování hraje v této oblasti klíčovou roli.



Obr. 5.4: Únavové chování hliníkových slitin s komerční čistotou [49]

6 Stabilita UFG slitin

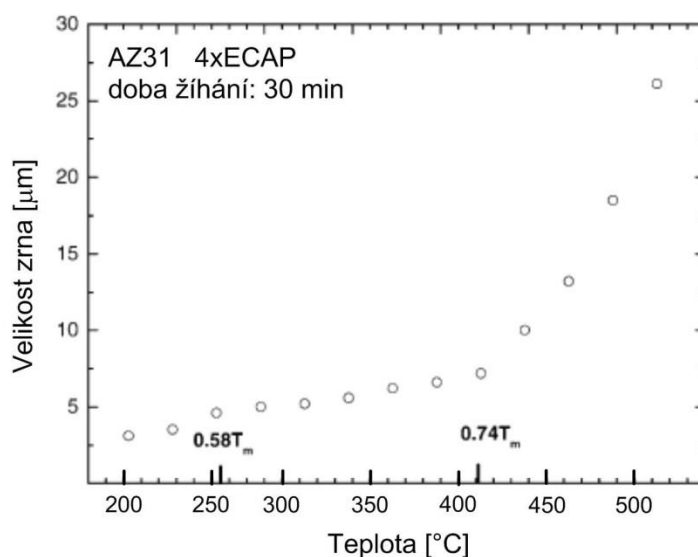
Jak bylo řečeno výše, odezva materiálu na tepelné či mechanické zatěžování je silně ovlivněna jeho vnitřní strukturní stabilitou. Tato stabilita je dána vnitřní energií materiálu a z termodynamického hlediska obecně platí, že materiály s vyšší vnitřní energií jsou za působení vnějších vlivů méně stabilní. V případě UFG slitin dochází při jejich výrobě ke značnému nárůstu vnitřní energie (především dochází k nárůstu celkové energie hranice zrn), kdy tato energie působí za vhodných podmínek jako hnací síla pro děje, ke kterým by v případě materiálu s konvenční velikostí zrna materiálu nedošlo, případně by probíhaly výrazně pomaleji. [26]

Stabilita však může být ovlivněna i jinými vlastnostmi hranic zrn, které se sice odvíjí od jejich energie, ale mohou být závislé také na dalších faktorech, které souvisí např. s energií vrstevné chyby. [6,26]

6.1 Teplotní stabilita UFG slitin

Za zvýšených teplot dochází k hrubnutí zrna, míra a rychlost tohoto procesu je závislá na stabilitě hranic zrn materiálu. K degradaci struktury za zvýšených teplot obvykle dochází až po dosažení určité tzv. kritické teploty. Hodnoty kritických teplot jsou u některých slitin natolik nízké, že daný materiál nemusí být použitelný za reálných podmínek. Samotná degradace a „rozpad“ UFG struktury se uskutečňuje pomocí některého z odpeňovacích pochodů popsaných v kap. 3.2.

Kim a kol. [50] zkoumali změnu mikrostruktury slitiny AZ31 po čtyřnásobném ECAP v průběhu žihání v teplotním rozsahu 200–500 °C po dobu 30 minut. Výchozí struktura nebyla v tomto případě zcela homogenní, patrně z důvodu vysoké teploty při prvních průchodech ECAP, průměrná velikost zrna byla 2,5 μm. Na základě získaných výsledků (obr. 6.1) bylo zjištěno, že struktura se stává vysoce nestabilní po překročení teploty 400 °C, kdy dojde ke skokové změně v rychlosti růstu zrna. Podle analýz dochází ke strukturním změnám ve struktuře i pod touto teplotou, avšak jsou méně výrazné.



Obr. 6.1: Velikost zrna slitiny AZ31 v závislosti na žihací teplotě při žihání po dobu 30 min [50]

Protože je u UFG slitin nestabilita mikrostruktury podmíněna vysokou vnesenou vnitřní energií a není je možné připravit způsobem, který by do jejich struktury vysokou vnitřní energii nevnesl, je nutné tyto slitiny buď nějakým způsobem alespoň částečně stabilizovat, popř. dostatečně podrobně zmapovat jejich chování, aby bylo jasné, do jakých teplot je ještě možné je využít, aniž by došlo k výrazné degradaci struktury.

Hranice některých slitin je možno stabilizovat dopováním různými prvky (např. Ca nebo prvky vzácných zemin), což vede ke vzniku teplotně stabilních precipitátů nebo intermetalik, které za zvýšených teplot mohou např. brzdit difúzní procesy nebo blokovat pohyb dislokací, čímž mohou přispívat k celkové stabilitě. Radi a kol. [51] např. zjistili, že přidání 1–2 % Al_2O_3 do hořčíkové slitiny AZ31 vede ke vzniku stabilních precipitátů, které vedou ke vzniku menších zrn v průběhu ECAP (z původních 6 na 4 μm po ECAP) a také stabilizují hranice natolik, že např. aktivační energie růstu zrna vzroste v závislosti na teplotě až o 10 %, a také že k degradaci vlastností, jako např. pevnosti, dochází znatelně pomaleji.

Obecně platí, že přítomnost sekundárních fází může mít velmi výrazný vliv na celkovou stabilitu struktury. Klíčová je velikost popř. tvar těchto částic, protože při nesprávných rozměrech mohou sice částice přispívat k teplotní stabilitě, avšak mohou také výrazně zhoršovat pevnost materiálu, popřípadě usnadňovat realizaci některého jinak nedosažitelného deformačního mechanismu nebo dokonce urychlovat difúzní či rekrytalizační děje a nejsou tedy v globálním pohledu ve struktuře výhodné. [51–53]

Míra vlivu sekundárních fází na celkovou stabilitu je také závislá na samotné žíhací teplotě a je významná spíše za nižších teplot, protože v případě vysokých žíhacích teplot proběhnou odpevňovací pochody dříve, než dojde k vyloučení precipitátů, které by případně stabilizovaly strukturu. [6,7]

6.2 Mechanická stabilita UFG slitin

Jak bylo řečeno výše, na rozdíl od jiných mechanických vlastností, které u UFG slitin obvykle vykazují více či méně významné zlepšení bez nepříznivých vlivů nestabilní UFG mikrostruktury, příp. jednoznačný trend ve změnách vlastností, na únavové vlastnosti nemá UFG mikrostruktura jednoznačný vliv. [49]

Důvodem je vliv mnoha faktorů na celkovou stabilitu UFG struktury, hlavními ovlivňujícími faktory jsou [46]:

- a) čistota zkoumaného materiálu,
- b) mód únavového zatěžování a vnější vlivy (teplota),
- c) parametry výrobního procesu zodpovědné za výslednou distribuci LAB a HAB (typ průchodu, počet průchodů, teplota, ...).

V kap. 5.2 byly obecně popsány únavové vlastnosti UFG slitin. Nebyl však věnován příliš velký prostor samotným změnám mechanických vlastností těchto slitin v průběhu mechanického zatěžování, ani strukturním a substrukturním změnám, které jsou příčinou těchto změn.

Změny v mikrostruktuře jsou přisuzovány dynamickým odpevňovacím pochodům (kap. 3.2.1). Protože se jedná o tepelně aktivované děje, jsou mikrostrukturní změny za nižších teplot méně výrazné a kinetika těchto procesů zároveň vysvětluje menší míru změn v mikrostruktuře v případě vzorků s malou únavovou životností, kdy plně proběhne pouze dynamické zotavení (které se projevuje pouze poklesem hustoty dislokací) a dynamická rekrytalizace (spojená s hrubnutím zrna) proběhne pouze částečně, případně vůbec. [54]

Důsledkem odpevňovacích pochodů jsou obvykle následující makro- a mikroskopické projevy [46]:

a) výrazně vyšší úroveň cyklického napětí v materiálech zatěžovaných v režimu řízené amplitudy deformace,

b) více či méně výrazné cyklické změkčení v režimu řízené amplitudy deformace a obvykle bezvýznamné změkčení v režimu řízeného napětí (výjimečně dochází i k cyklickému zpevňování) [49],

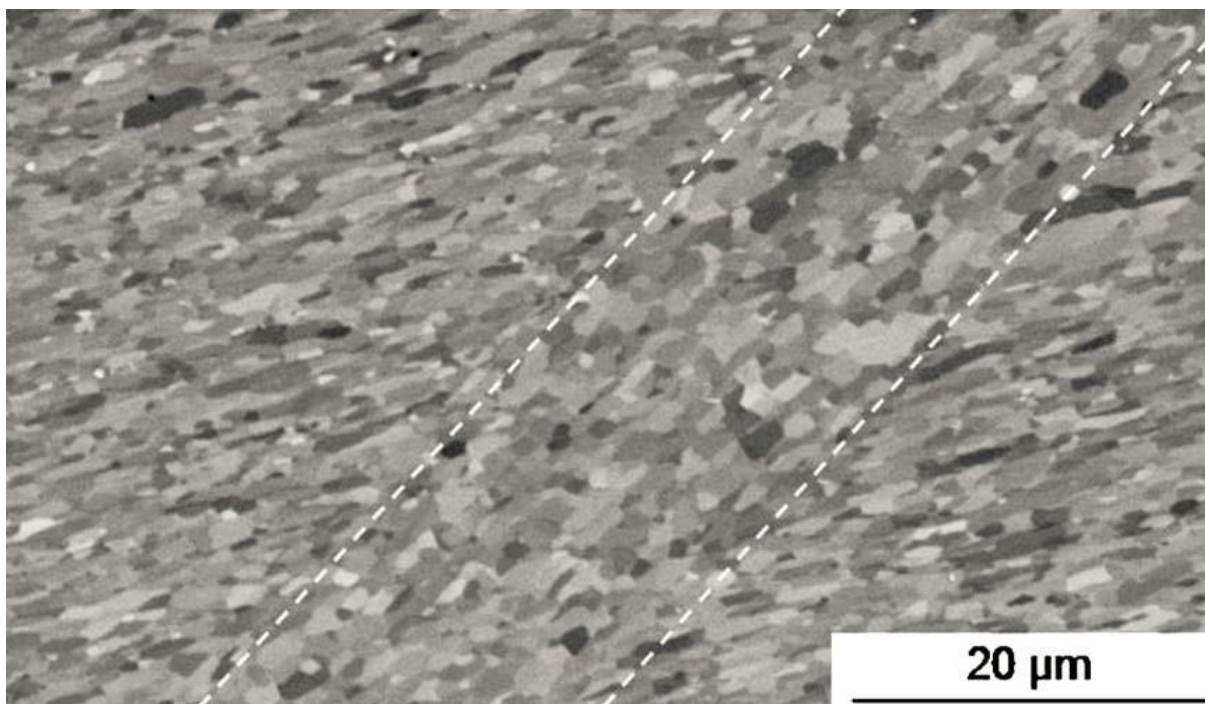
c) vznik makroskopických skluzových pásů na povrchu materiálu a v jeho blízkosti, velikost těchto pásů může výrazně převyšovat velikost zrna (obr. 6.2) a pásy samotné obvykle fungují jako iniciační místa únavových trhlin, tyto pásy se formují obvykle podél skluzové roviny posledního průchodu ECAP, ke vzniku těchto pásů však nemusí vždy dojít [49],

d) obvykle méně výrazné změny spojené se vznikem skluzových pásů ve vnitřním objemu materiálu, cyklická nestabilita v případě UFG materiálu projevuje častěji lokálním zhrubnutím struktury, vzniklá struktura je obvykle bimodální,

e) snížením životnosti v oblasti nízkocyklové únavy a zvýšením v oblasti vysokocyklové.

Nemalou roli (především v křehkých materiálech) hrají také residuální napětí, jež při SPD metodách vznikají. Vývoj změn v jejich rozložení a velikosti, jak v průběhu přípravy, tak při samotném namáhání, však není zatím plně zmapován, tudíž jejich role není plně pochopena. [49]

V UFG materiálech z důvodu příliš malé velikosti zrna prakticky vůbec nevznikají perzistentní skluzové pásy typické pro únavové namáhání materiálů s konvenční velikostí zrna. [56]



Obr. 6.2: Makroskopický skluzový pás v UFG hliníku [46]

Výše popsané projevy na sobě nejsou nezávislé, ale naopak spolu obvykle velmi úzce souvisí. Právě cyklické změkčení je důsledek lokálního zhrubnutí struktury a vzniku skluzových pásů, případně přesekávání měkkých precipitátů pohybem dislokací. Výsledný mechanismus vzniku únavových trhlin je také závislý na skluzovém módu daného materiálu.

Nejpodrobněji zmapovaná odezva na cyklické zatěžování je u UFG mědi, kde je silně závislá na amplitudě plastické deformace. Dle Höppela a kol. [54] při středních velikostech amplitudy plastické deformace ($2 \cdot 10^{-4} \leq \Delta \varepsilon_{pl}/2 \leq 1 \cdot 10^{-3}$) vykazuje měď v režimu řízené deformace s klesající amplitudou plastické deformace rostoucí míru hrubnutí zrna, při vyšší amplitudě plastické deformace není hrubnutí struktury výrazné a více se projeví až po snížení rychlosti deformace (stále je však méně výrazné než hrubnutí při středních hodnotách amplitudy plastické deformace). V režimu řízeného napětí míra hrubnutí s klesající amplitudou plastické deformace klesá. S hrubnutím zrna koresponduje cyklické změkčení materiálu, často provázeno vznikem smykových pásů ve zhrubnutých zrnech.

Odezva mikrostruktury jiných UFG materiálů není dostatečně zmapována a zároveň není tak jednoznačná jako u mědi. U hliníku a jeho slitin dochází také k hrubnutí zrna a vzniku smykových pásů, ale změny jsou obecně méně výrazné, než je tomu u mědi. U hořčíkových slitin dochází do jisté míry také k hrubnutí zrna, ale zároveň se v oblastech bez vyloučených sekundárních částic může objevit cyklicky indukované dvojčatění. [55,57]

V případě hořčíkové slitiny AZ31 Zhu a kol. [58] pozorovali přednostně orientované lokální hrubnutí, delší osa rekrystalizovaných zrn byla v tomto případě orientovaná v úhlu 45° vůči ose namáhání. I v tomto případě byla pozorována souvislost s posledním průchodem ECAP. Jako rekrystalizační zárodky totiž v tomto případě fungovala místa lokální deformace, která byla orientována rovnoběžně se skluzovou rovinou posledního průchodu.

Dle Fintové a kol. [59] dojde u slitiny AZ91 po ECAP k výraznému zvýšení životnosti v oblasti vysokocyklové únavy oproti těžce slitině v litém stavu, avšak samotná mez únavy se zvýší pouze mírně. Z mikrostrukturní analýzy vyplývá, že zkoumaný materiál má bimodální strukturu a skluzové pásy vznikají v oblasti hrubších zrn, podél nichž dochází k iniciaci únavových trhlin. Podle podrobnějších analýz tyto pásy vznikají pouze při amplitudách napětí vyšších než 120 MPa, pod tímto napětím pásy nevznikají a k iniciaci únavových trhlin dochází mechanismem praskání podél hranic zrn v jemnozrnných oblastech.

Stabilitu mikrostruktury UFG slitin je možno zvýšit žiháním, ovšem samotná stabilizace má u různých materiálů různou příčinu. U mědi dochází při žihání k částečnému zhrubnutí a výsledkem je bimodální struktura s téměř totožnými pevnostními charakteristikami, ale výrazně lepšími deformačními charakteristikami, což se projeví příznivě i při cyklickém namáhání. U hliníkových a hořčíkových slitin je stabilizace způsobena částečnou relaxací nerovnovážných vysokoenergetických hranic, příp. vyloučením sekundárních částic s příznivou morfologií v průběhu žihání. Tyto částice poté brzdí příp. úplně zabraňují pohybu hranice zrn, takže hrubnutí struktury je omezené. Takto stabilizovaná mikrostruktura obvykle vykazuje lepší odolnost proti nízkocyklové únavě, ale celková únavová životnost je snížena. [55,56,60]

V současné době je cyklická nestabilita UFG struktury stále natolik velký problém, že zamezuje efektivnímu použití těchto materiálů v aplikacích, při kterých k cyklickému zatěžování dochází. Důvodem je skutečnost, že přestože různými metodami zpracování je možné docílit u UFG slitin uspokojivých vlastností, u slitin s konvenční velikosti zrna lze obvykle docílit srovnatelných vlastností s nezanedbatelnou úsporou nákladů příp. času. Očekává se však, že s plným pochopením podstaty průběhu únavového poškozování u UFG struktur bude možné plně využít jejich potenciál a zvolením vhodných podmínek při výrobě bude možné docílit ideální kombinace vlastností, jinými metodami nedosažitelných. [49]

7 Analýza odpevňovacích pochodů a mikrostrukturních změn

Pro kvantifikaci a interpretaci odpevňovacích pochodů je možné použít různý přístup. Obvykle se sleduje buď změna mechanických vlastností, nebo se analyzují změny mikrostruktury před a po teplotní expozici či mechanickém namáhání. Při zpracování materiálu se očekává vyšší efekt deformačního zpevnění než dynamických odpevňovacích pochodů a s tím související nárůst pevnostních charakteristik, popř. zjemňování struktury (při nevhodně zvolených podmínkách může ovšem vliv dynamických odpevňovacích pochodů převážit a výsledný materiál může mít i horší vlastnosti než výchozí stav), u žíhacích pochodů působí v určité míře pouze odpevňovací pochody, tudíž se očekává opačný efekt. [6]

V případě měření mechanických vlastností se obvykle porovnává vliv mikrostrukturních změn na více mechanických charakteristikách materiálu (např. změna tvrdosti společně s porovnáním pevnosti a tažnosti při zkoušce tahem). Při zkoumání změn mikrostruktury se často měří pouze změny v průměrné velikosti zrna, ale někdy je provedena také detailnější analýza např. difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD), která poskytuje informace např. o změně v rozložení a charakteru malouhlových a velkouhlových hranic atd.

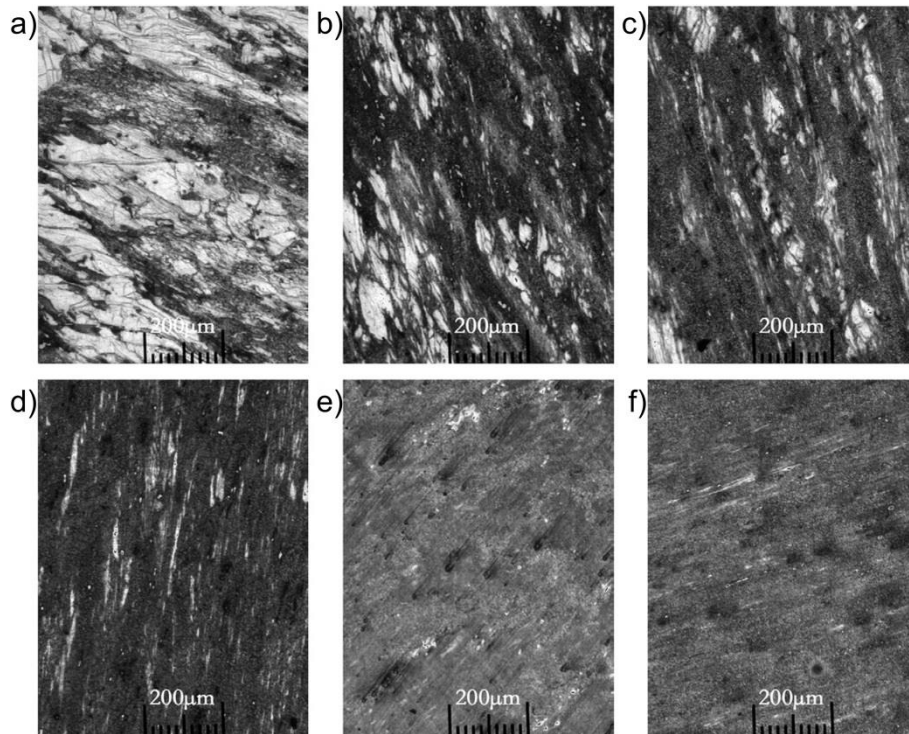
Hůře detekovatelné a interpretovatelné odpevňovací pochody a jiné mikrostrukturní změny mohou být detekovány také pomocí diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC), jejímž principem je měření změn energie absorbované či uvolněné zkoumaným materiálem/vzorkem jako funkce teploty případně času. [61]

7.1 Změny mechanických vlastností

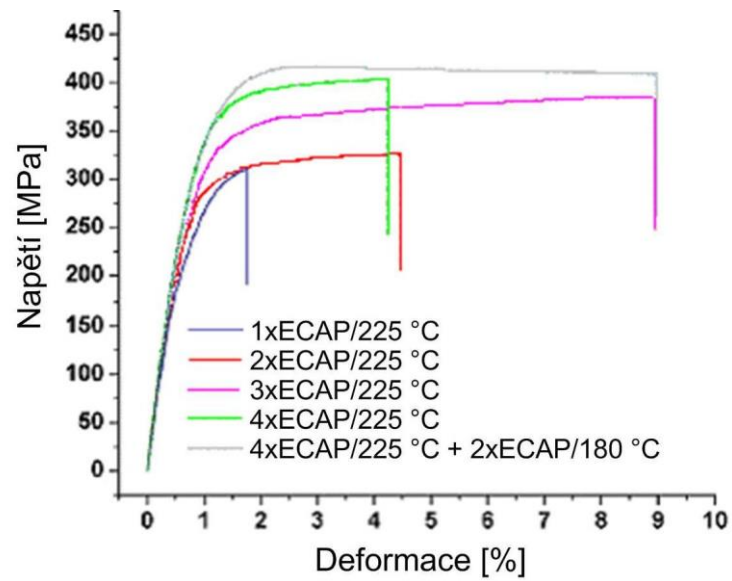
Hodnocení mechanických charakteristik je možno využít jak při zpracování např. pro ověření, zda za daných podmínek zpracování nejsou odpevňovací pochody příliš výrazné, tak i k měření změn v průběhu teplotní expozice. Experimentální výsledky bývají často doplněné o základní informace o mikrostruktuře, obvykle pomocí světelného mikroskopu.

B. Chen a kol. [62] zkoumal vliv počtu průchodů a teplot při procesu ECAP na tahové vlastnosti hořčikové slitiny AZ91. Byl zkoumán jak postupný vývoj mikrostruktury, tak změny chování materiálu v průběhu zkoušky tahem vlivem odlišných detailů přípravy vzorků pomocí ECAP. Bylo zjištěno, že po počátečních průchodech dochází k postupné rekrytalizaci a poté, co je tato dokončena, nastává homogenizace struktury (obr. 7.1). Pevnostní charakteristiky s počtem průchodů rostly, u deformačních charakteristik s rostoucím počtem docházelo jak jejich nárůstu, tak i poklesu (obr. 7.2).

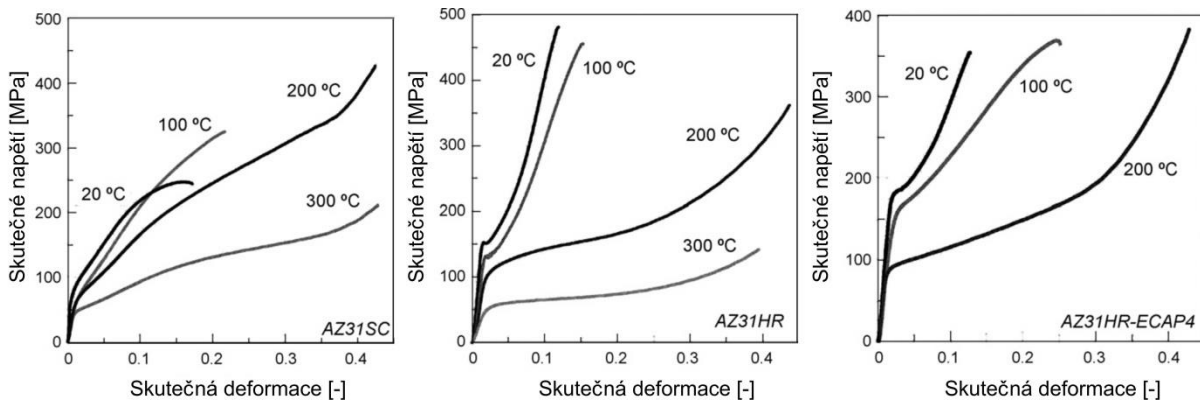
Z. Zúberová a kol. [63] zkoumala vliv metody přípravy materiálu na tahové vlastnosti za zvýšených teplot. V tomto případě byly porovnány vlastnosti slitiny AZ31 připravené pomocí metody squeeze-casting, válcované za tepla a válcované za tepla s dodatečným čtyřnásobným ECAP. Bylo zjištěno, že nejlepší tahové charakteristiky za pokojových teplot vykazuje slitina po prodělání ECAP, ovšem zároveň u ní při vyšších teplotách docházelo k výrazně rychlejší degradaci těchto vlastností až k postupné ztrátě unikátních vlastností jemnozrnné struktury po SPD procesu. Naopak slitina, která prodělala pouze squeeze-casting, vykazovala sice horší vlastnosti, které však s rostoucí teplotou méně degradují (obr. 7.3).



Obr. 7.1: Vývoj mikrostruktury slitiny AZ91 v průběhu ECAP: a) 1×ECAP, b) 2×ECAP, c) 3×ECAP, d) 4×ECAP, e) 5×ECAP, f) 6×ECAP – světelný mikroskop [62]



Obr. 7.2: Průběh tahových zkoušek při různém počtu průchodů [62]



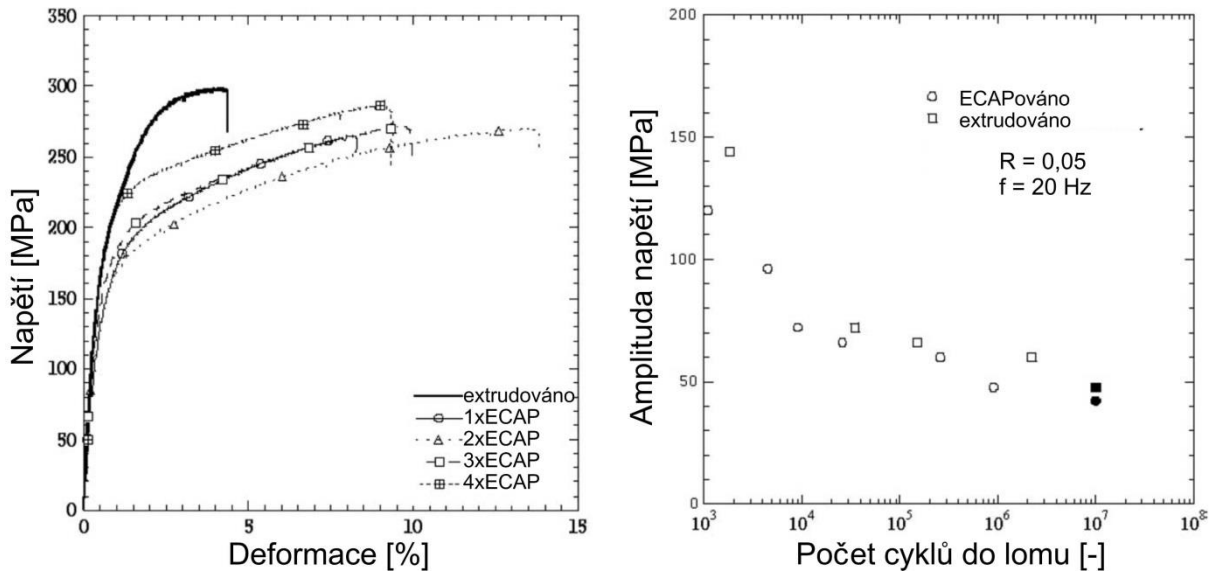
Obr. 7.3: Srovnání průběhů zkoušky tlakem na slitině AZ31 SC, HR a HR-4ECAP za různých teplot [63]

U některých hořčíkových slitin (AZ31, AZ91 připravená pomocí HPT, Mg-7,5Al-0,2Zr) je za zvýšených teplot pozorována superplasticita či tažnost blízká se hodnotám superplasticity [42,64–66]. Toto chování je často kromě teploty podmíněno i jinými faktory, jako je např. rychlost deformace nebo použitá SPD metoda, jejichž vliv je natolik komplexní, že i u téměř totožného materiálu nemusí být dosaženo stejných výsledků [65,66]. Na superplastickém chování jemnozrných slitin se podílí především teplotní aktivace dalších skluzových systémů a pokluz po hranicích zrn, který je s klesající velikostí zrna výhodnější, ale určitou roli hrají i pochody spojené s creepem [64,65].

7.1.1 Změny únavových vlastností

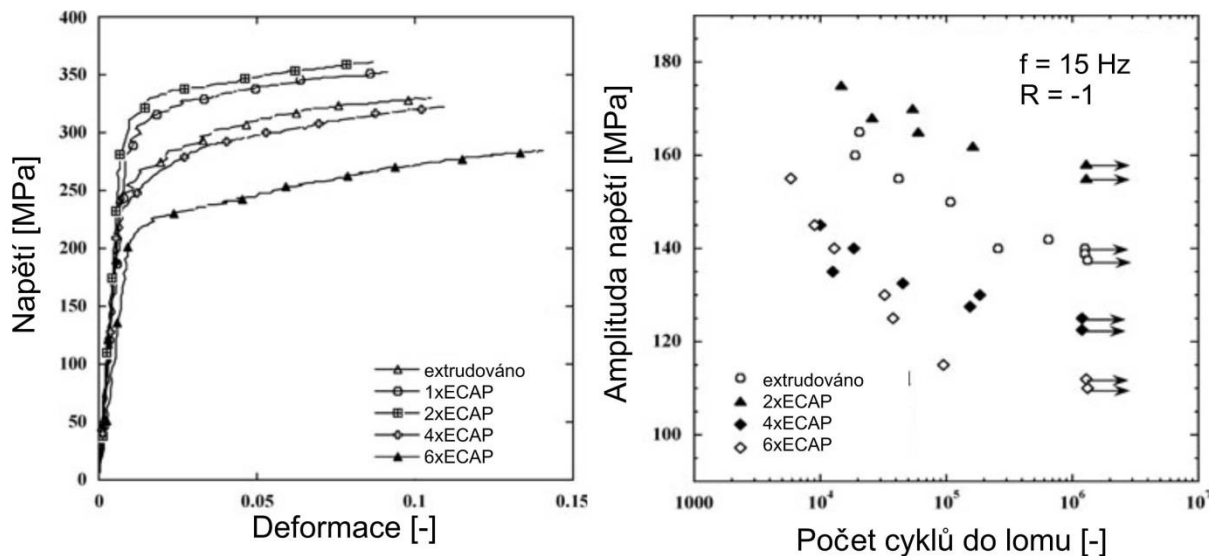
Únavové vlastnosti hořčíkových slitin zpracovaných procesem ECAP jsou již dlouho předmětem zkoumání. Jak bylo řečeno dříve, výsledky jsou často nejednoznačné a silně závislé na mnoha parametrech, především na samotném typu materiálu a režimu cyklického zatěžování, tudíž v dnešní době stále není jednoznačně popsán vliv metody přípravy jemnozrné struktury na únavové charakteristiky. Únavové vlastnosti se často porovnávají s tahovými vlastnostmi materiálu a obvykle se také měří průměrná velikost zrna testovaného materiálu a hledají se případné souvislosti mezi těmito údaji navzájem, příp. souvislosti mezi výslednými vlastnostmi a výrobou.

Kupříkladu Kim a kol. [67] zkoumali tahové a únavové vlastnosti jemnozrné hořčíkové slitiny AZ31 připravené pomocí čtyřnásobného ECAP s průchodem typu B_C, čímž bylo dosaženo průměrné velikosti zrna 2,5 μm. Bylo zjištěno, že pevnost materiálu nejprve mírně klesá a poté roste, ale nedosáhne stejné úrovně jako před ECAP (obr. 7.4a), ale i přesto v průběhu celého zpracování roste tvrdost. Materiál byl dále cyklicky namáhán v tahové oblasti v pulzujícím a mívivém cyklu, kdy výsledky ukazují, že únavové charakteristiky ve stavu po ECAP procesu jsou mírně horší než ve stavu bez ECAP zpracování (obr. 7.4b). Pokles únavové pevnosti je vysvětlován tak, že velikost zrna má lokální zpevňující charakter (nárůst tvrdosti), kdežto celková anizotropie textury způsobuje změkčení, které má výrazný efekt v makroskopickém měřítku (zhoršení tahových vlastností). Pokles meze únavy je spojován s poklesem meze kluzu, což vede ke zkrácení fáze iniciace trhliny a méně výraznému zavírání trhliny při odtěžování.



Obr. 7.4: Zkoušky tahem a Wöhlerovy křivky pro slitinu AZ31 po různém počtu průchodů ECAP [67]

Podobných výsledků docílili Fereshteh-Saniee a kol. [68] při zkoumání slitiny AZ80 připravené pomocí šestinásobného ECAP s průchodem typu B_C. V materiálu došlo ke zjemnění zrna z 12,8 na 1,4 μm. S rostoucím počtem průchodů pevnost nejprve roste, poté klesá až na hodnoty menší než v původním protlačovaném stavu (obr. 7.5a). Tento jev je vysvětlován opět vlivem anizotropie textury a/nebo změnou deformačního mechanismu na dvojčatění s klesající velikostí zrna (kritická velikost 7,9 μm). Obdobný trend je pozorován i u meze únavy (obr. 7.5b), je opět vysvětlován zkrácením fáze iniciace trhliny.



Obr. 7.5: Zkoušky tahem a Wöhlerovy křivky pro slitinu AZ80 po různém počtu průchodů ECAP [68]

7.2 Mikrostrukturní analýza

Jak bylo řečeno výše, mikrostrukturní analýza se provádí obvykle pro určování základních charakteristik materiálu. Obvykle se však jedná pouze o srovnávací snímky struktury získané pomocí světelného mikroskopu, popř. ukázkové snímky z TEM.

Zkoumaný materiál může být však podroben mnohem komplexnější mikrostrukturní analýze, např. metodě EBSD nebo RTG difrakci, které mohou poskytnout kvalitativně zcela odlišné informace oproti analýze změn mechanických vlastností. Tyto informace pak slouží k odhalení podstaty změn, ke kterým v mikrostruktuře dochází, a které jsou příčinami změn mechanických vlastností.

7.2.1 EBSD

Tato metoda využívá skutečnosti, že při interakci primárního elektronu se vzorkem vzniká signál v podobě sekundárních elektronů, zpětně odražených elektronů, Augerových elektronů, RTG záření a jiné, přičemž metoda EBSD detekuje signál zpětně odražených elektronů (BSE), který může poskytovat informaci o chemickém složení, morfologii i krystalové struktuře vzorku. [69]

Klíčová je detekce tzv. difrakčních stop EBSD, jejichž uspořádání poskytuje informace o krystalografických vlastnostech vzorku (např. natočení a typ mřížky). [69]

Zpracování stop probíhá automaticky pomocí vhodného programu a výstupní data jsou dále zpracovávána a poskytují další informace o materiálu. K pochopení interpretovaných dat je třeba vysvětlit následující pojmy [70]:

a) orientace – úhlový vztah mezi natočením krystalové mřížky v analyzovaném bodě a vnějším souřadným systémem, spojeným s makroskopickou podobou vzorku (obr. 7.6). Používá se např. notace pomocí Eulerových úhlů, případně notace rovina-směr pomocí Millerových indexů,

b) dezorientace – v podstatě totožná s orientací, jen za referenční systém je volen krystalový souřadný systém jiného datového bodu; zavedenou notací je pár osa-úhel (směrový vektor prostorově obecně orientované osy, okolo které dojde provedením rotace o definovaný úhel ke sjednocení obou systémů) (obr. 7.6), kvůli jednoznačnosti zápisu se volí hodnoty kterých je dosaženo pomocí nejmenšího úhlu rotace,

c) zrno – vychází se z definice, že při rekonstrukci struktury z orientačních dat, zjištěných metodou EBSD přísluší pixely stejnému zrnu, jsou-li splněny podmínky [70]:

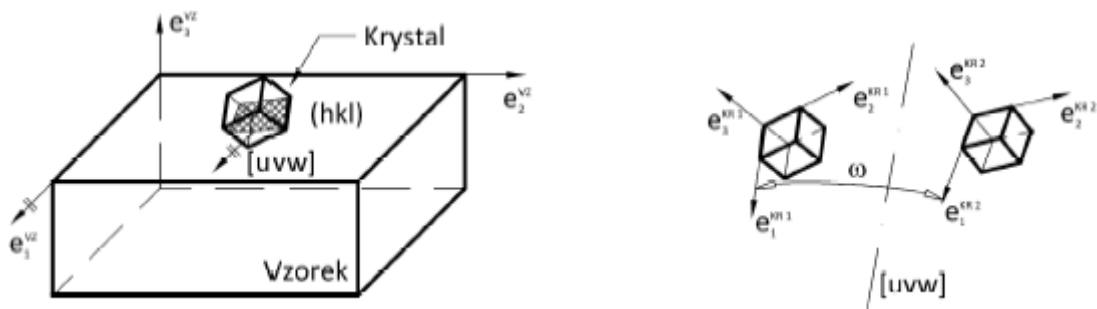
- dezorientace pixelů nepřesahuje zvolenou maximální mez,

- počet pixelů příslušící jednomu zrnu není menší než stanovené minimum, velikost zrna (GS – grain size) se poté např. udává jako průměr kruhu o stejné ploše jako zrno,

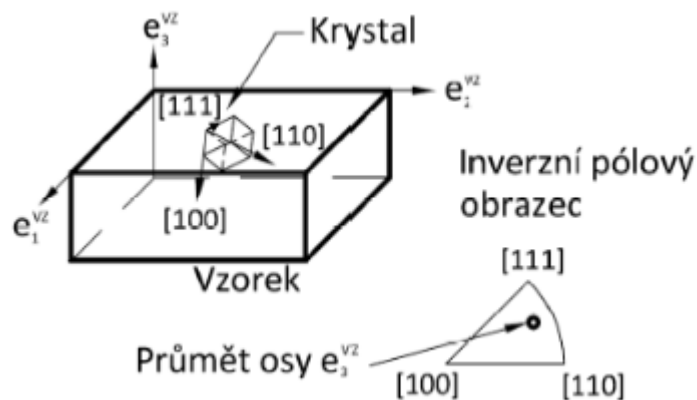
d) inverzní pólový obrazec – „inverse pole figure“ – IPF) – znázorňuje vztah zvoleného krystalografického směru v souřadném systému vzorku vzhledem k významným směrům dané krystalografické soustavy. Tento vztah je zakreslen do základního stereografického trojúhelníku (obr. 7.7),

e) mapa IPF – přiřazení barevného kontrastu základnímu stereografickému trojúhelníku a následné přiřazení těchto barev pixelům v analyzované oblasti podle jejich orientace, vždy se sestavuje pro jeden konkrétní sledovaný vnější souřadný směr (obr. 7.8),

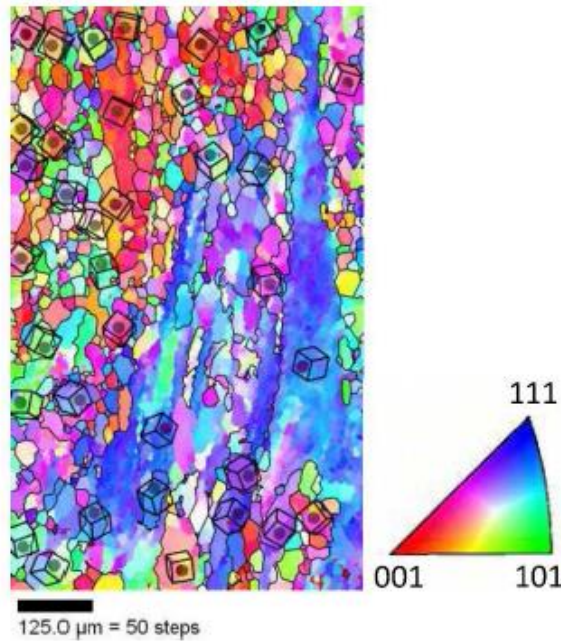
f) parametr KAM („kernel average misorientation“) – tzv. průměrná dezorientace na jádře; jedná se o rozšíření konvenční dezorientace na širší okolí sledovaného pixelu, v šestiúhelníkové nebo čtvercové síti je klasická dezorientace definována jako soubor samostatných hodnot, které určují úhlovou odchylku mezi krystalografickými orientacemi zkoumaného pixelu a šesti jeho nejbližšími sousedy (obr. 7.9a), parametr KAM je oproti tomu definován jako hodnota přiřazená pixelu ve středu jádra odpovídající průměrné hodnotě úhlu dezorientace mezi sledovaným pixelem a všemi jeho sousedy, kteří leží na kružnici o poloměru jádra (obr. 7.9b); z důvodů eliminace např. velkoúhlových hranic jsou z výpočtu vyloučeny všechny pixely překračující zvolenou prahovou hodnotu; hlavní význam tohoto parametru spočívá v tom, že je schopen zachytit míru distorze mřížky.



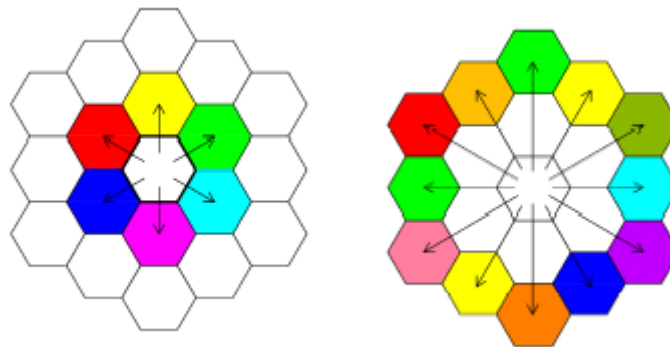
Obr. 7.6: Orientace a dezorientace [69]



Obr. 7.7: Vztah zvoleného směru v souřadném systému vzorku a významných směrů (krychlová soustava) [69]

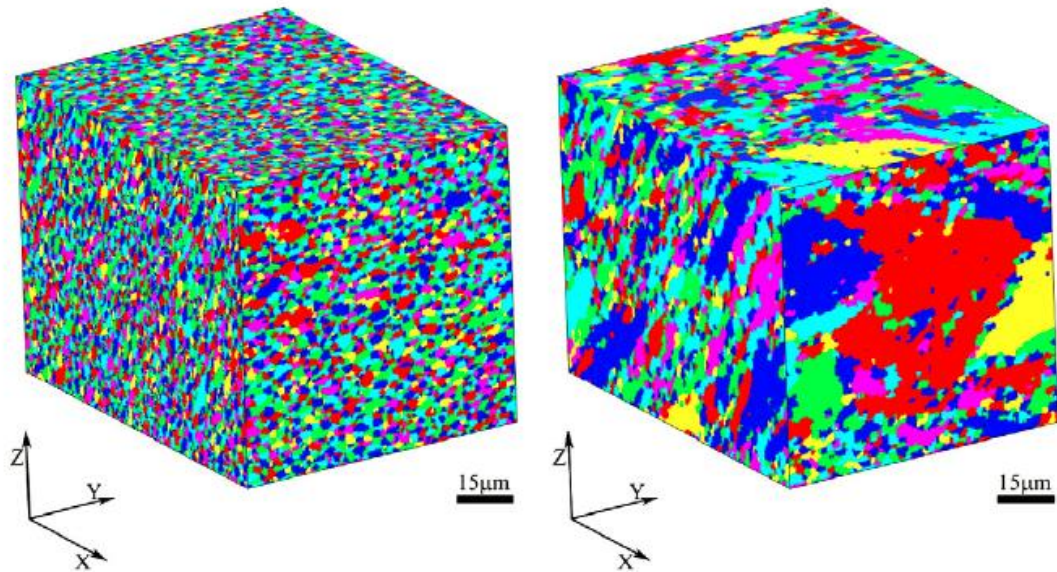


Obr. 7.8: Příklad mapy IPF s vloženými simulovanými polohami základní buňky a barevným klíčem [69]

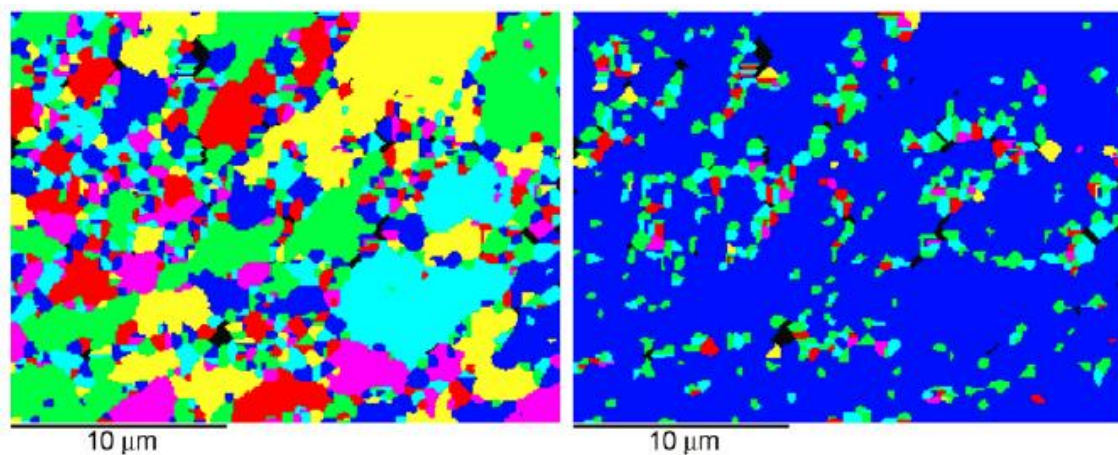


Obr. 7.9: (a) Schematické porovnání výpočtu standardní dezorientace, (b) výpočet parametru KAM (druhý nejbližší soused) [69]

Saxl a kol. [71] např. zkoumali vývoj rozložení a množství malouhlových ($<10^\circ$) a velkouhlových ($>15^\circ$) hranic v Al a Cu v průběhu několikanásobného ECAP pomocí EBSD. Celková hustota hranic je u obou materiálů podobná a v podstatě nezávislá na počtu průchodů, ovšem silně se mění vzájemný podíl, v Al s rostoucím počtem průchodů silně klesá početní podíl malouhlových hranic (po čtyřech průchodech z 94 % na 36 %), zatímco v mědi se výrazně nemění ($\sim 33\%$). Obě slitiny jsou tudíž charakterizovány velkým počtem malých zrn, které jsou v mědi přítomny již od prvních průchodů, zatímco v hliníku jsou nejprve tvořeny subzrny, které se s rostoucím počtem průchodů mění na zrna (obr. 7.10, obr. 7.11).



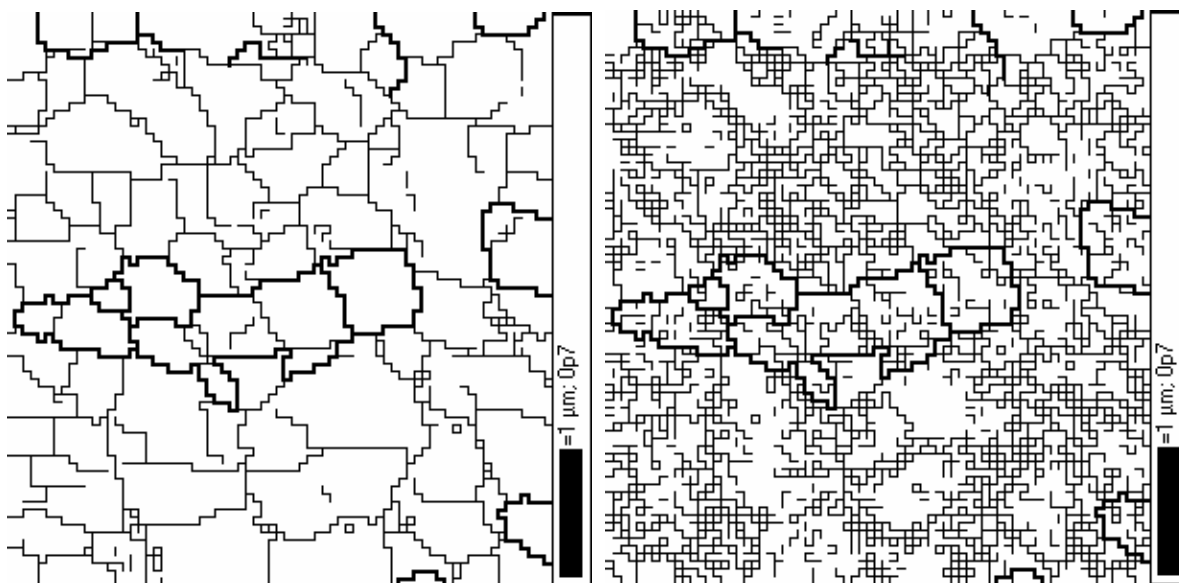
Obr. 7.10: Hranice v hliníku po čtyřnásobném ECAP
(a) všechny hranice $>2^\circ$ (b) HAB $>15^\circ$ (EBSD) [71]



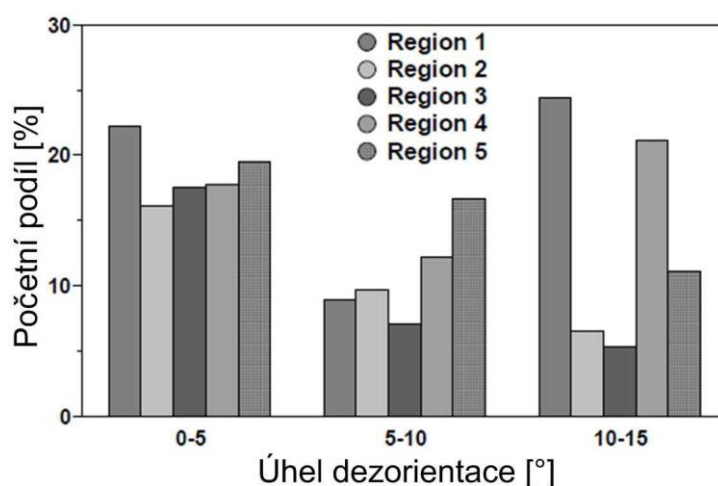
Obr. 7.11: Hranice v mědi po čtyřnásobném ECAP
(a) všechny hranice $>2^\circ$ (b) HAB $>15^\circ$ (EBSD) [71]

Mishin a kol. [72] analyzovali rozložení a typ hranic v hliníkové slitině Al-5,5Mg-2,2Li-0,12Zr připravené pomocí ECAP (8 průchodů při teplotě 400°C následovaných 4 průchody při teplotě 200°C , všechny typu B_C), přičemž vycházeli z předpokladu, že hranice mezi LAB a HAB je 15° a hranice s menší dezorientací než 2° lze považovat za deformačně indukované hranice (viz. kap. 3.1, tyto nebyly zahrnovány do celkového množství LAB). Analýzou bylo zjištěno, že se mikrostruktura skládá ze shluků menších zrn s velkoúhlovými hranicemi bez přítomnosti LAB uvnitř jejich objemu a z velkých zrn, jejichž vnitřní objem je rozdělen LAB na rovnoosá subzrna (obr. 7.12a). Materiál obsahoval také velké množství deformačně indukovaných hranic (obr. 7.12b).

Analýzou pěti oblastí bylo zjištěno, že se podíl LAB pohybuje mezi hodnotami 30–56 %. Tento velký rozptyl byl způsoben především LAB s dezorientací vyšší než 10° , jejichž podíl se v daných oblastech měnil nejvíce (obr. 7.13).

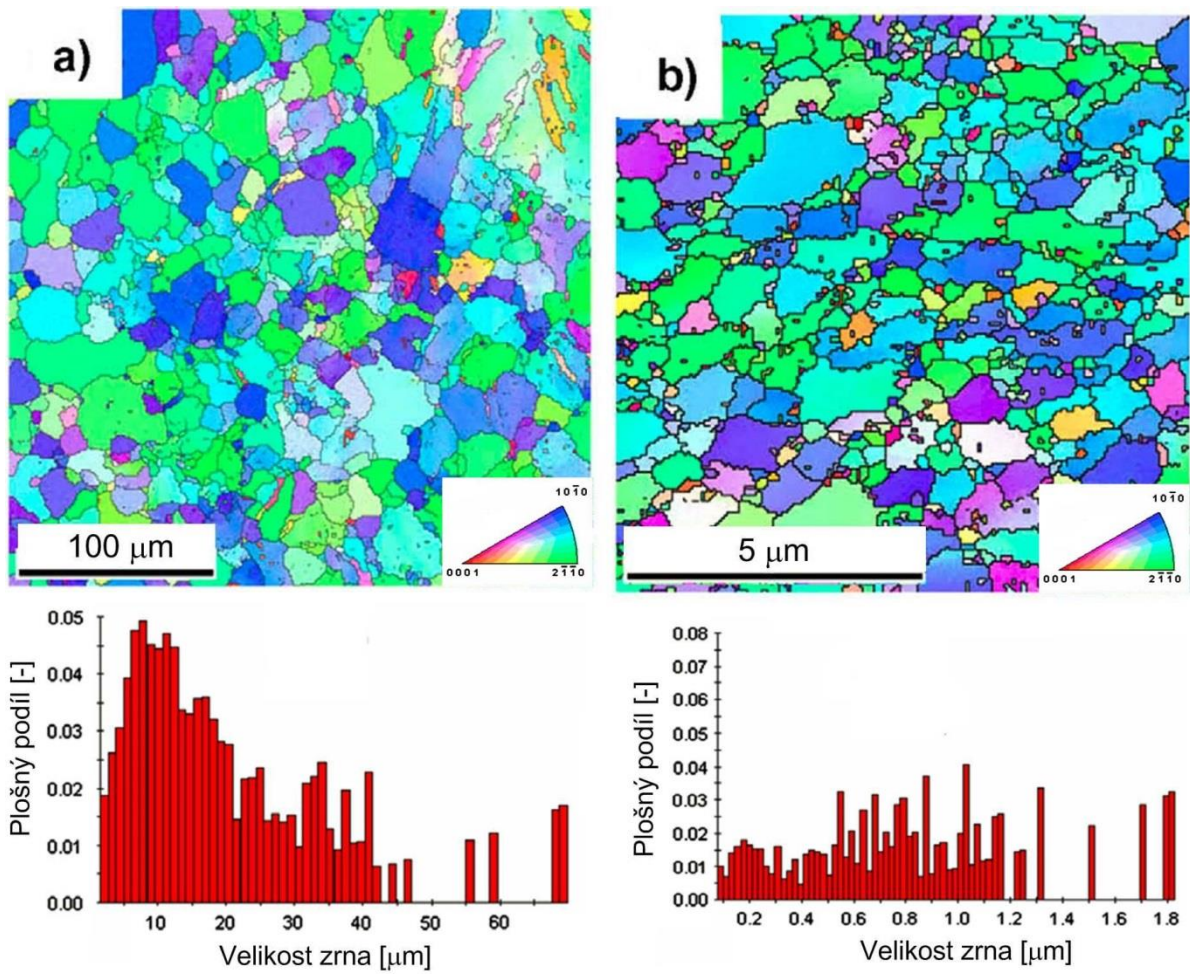


Obr. 7.12: Rozložení hranic v Al-5,5Mg-2,2Li-0,12Zr po ECAP – a) po filtraci ($>2^\circ$), b) před filtrací (LAB – tenké čáry, HAB – tlusté čáry) [72]

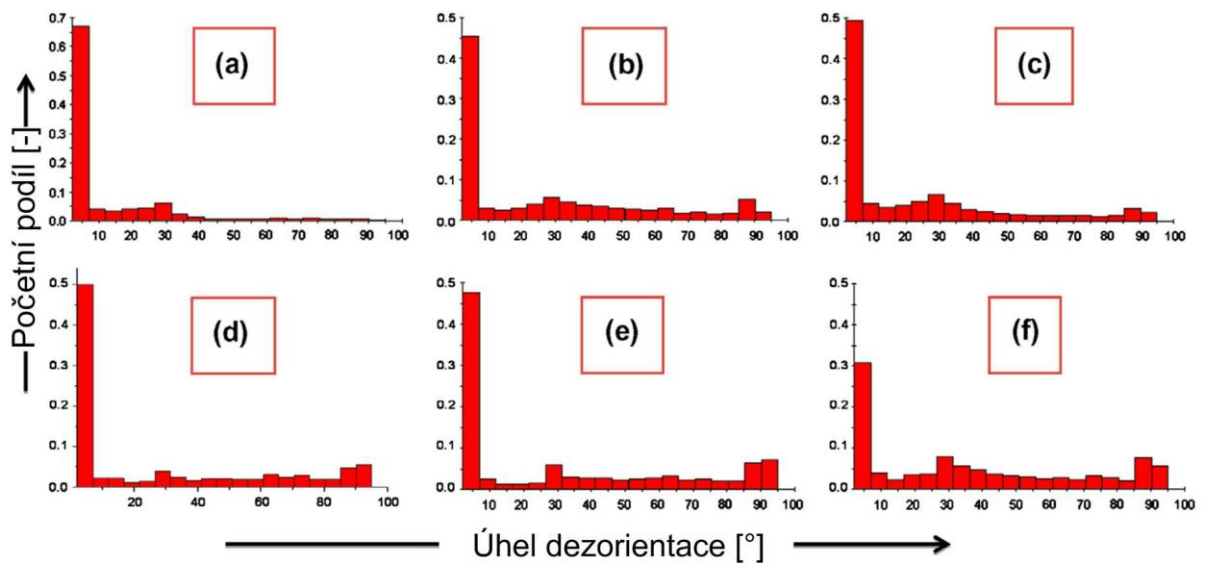


Obr. 7.13: Rozdělení LAB podle jejich dezorientace v různých zkoumaných oblastech [72]

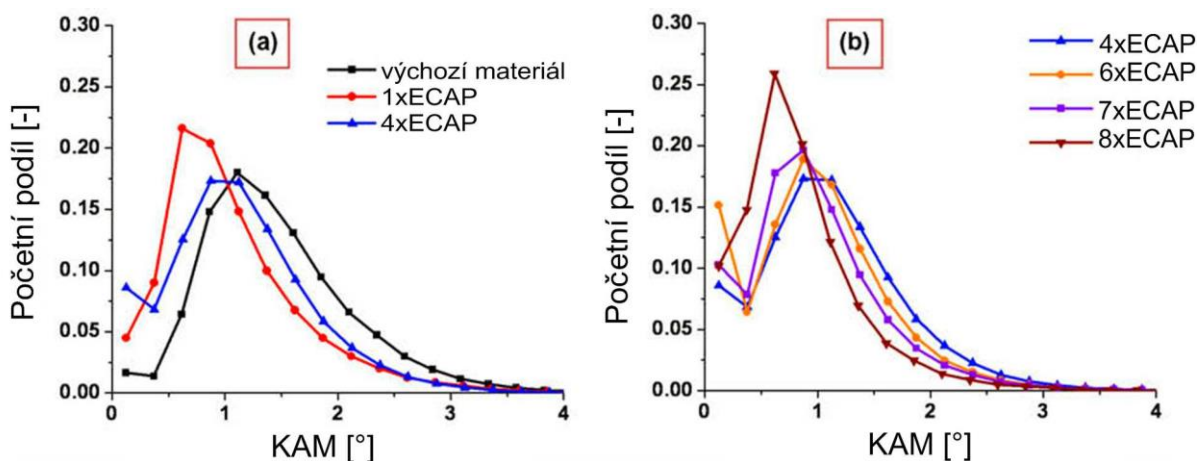
Biswas a kol. [73] se zabývali zpracováním čistého hořčíku pomocí několikanásobného ECAP, přičemž první čtyři průchody byly prováděny při 250°C , pátý průchod při 200°C , šestý a sedmý při 150°C a poslední průchod při pokojové teplotě, všechny typu A. Pro popis pochodů probíhajících v materiálu v průběhu ECAP procesu využili EBSD analýzy, kdy zkoumali velikost zrna a změny v dezorientaci mikrostruktury včetně lokální distorze míže pomocí parametru KAM (obr. 7.14, obr. 7.15, obr. 7.16). Díky této analýze byl zjištěn např. pokles v množství dvojčatových hranic mezi prvním a čtvrtým průchodem a jejich opětovný nárůst v následujících průchodech. Podobnou změnu vykazoval i parametr KAM, který nejprve rostl, avšak v závěrečných průchodech klesal, což odporovalo původním předpokladům. Na základě těchto analýz autoři zjistili, že při ECAP za nízkých teplot dochází ve všech skluzových rovinách k diskontinuální dynamické rekrytalizaci, zatímco při zvýšených teplotách se v prizmatické a pyramidální rovině tento mechanismus mění na kontinuální dynamickou rekrytalizaci.



Obr. 7.14: Mapa IPF a odpovídající distribuce velikosti zrna pro čistý Mg – a) původní stav, b) 8×ECAP [73]



Obr. 7.15: Distribuce úhlu dezorientace v čistém Mg – a) původní stav, b) 1×ECAP, c) 4×ECAP, d) 6×ECAP, e) 7×ECAP, f) 8×ECAP [73]



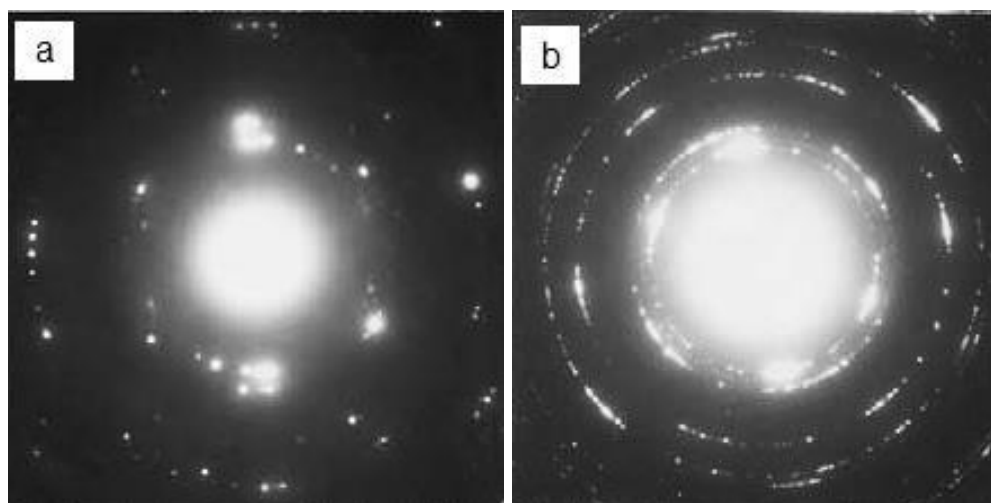
Obr. 7.16: Změna parametru KAM v průběhu přípravy čistého Mg pomocí ECAP [73]

7.2.2 TEM

Ačkoli analýza pomocí SEM, resp. EBSD obvykle poskytuje dostatečné informace o vzhledu a případných změnách mikrostruktury i sub-mikrostrukturních charakteristik, bývá v některých případech doplněna analýzou s využitím TEM.

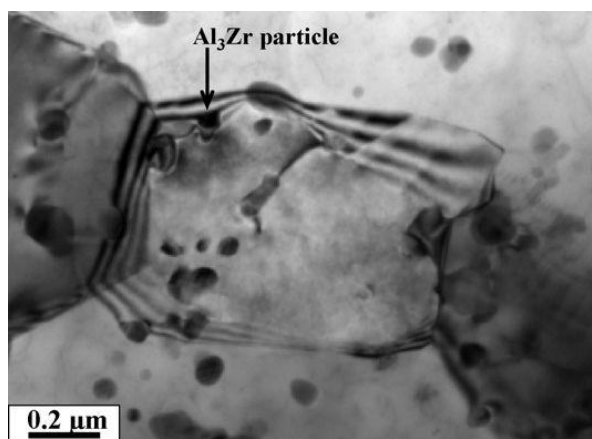
Důvody pro použití TEM analýzy jsou především vyšší dosažitelná zvětšení, která mohou být i o řád vyšší než je tomu v případě konvenčního SEM. Obvykle je použití TEM výhodnější v případě, že je v materiálu očekáváno velké množství malouhlových hranic, z důvodu omezené rozlišovací schopnosti většiny rastrovacích mikroskopů, která obvykle není vyšší než 2° resp. 1° i u velmi kvalitních FEG zdrojů [74]. Dále může být v některých případech výroba kvalitního vzorku pro EBSD natolik problematická, že výroba folie pro TEM bude výhodnější. V neposlední řadě nebývá analýza TEM zatížena chybou, kterou mohou vykazovat EBSD analýzy v případě velmi jemných zrn (tato chyba je způsobena podstatou samotné EBSD analýzy, kdy je struktura snímána po jednotlivých pixelech; při volbě příliš velkého kroku dojde ke ztrátě rozlišení, a naopak při příliš malém kroku enormně vzroste časová náročnost analýzy).

Velmi výhodné je při TEM analýze zobrazení pomocí difraktogramu, který ve své podstatě dokáže kvantifikovat orientaci zrna, je-li získán pouze z oblasti tomuto zrně příslušící a zároveň dokáže poskytnout jistou informaci o charakteru hranic v materiálu, je-li získán z větší oblasti. Skládá-li se takto získaný difraktogram z diskrétních bodů, znamená to, že v materiálu se nachází převážně velkouhlové hranice (obr. 7.17a), v případě, že se místo diskrétních bodů zobrazují spojité části kružnic, případně kružnice celé, znamená to, že v mikrostruktuře se nachází mnoho zrn s velmi podobnou orientací, což indikuje výskyt významného množství subzrn a malouhlových hranic (obr. 7.17b).



Obr. 7.17: Difrakční obrazce hliníkové slitiny Al-7034 –
a) výchozí stav (spray cast), b) 1×ECAP [75]

Pomocí analýzy TEM je také možné analyzovat distorzi mřížky, a to na značně detailnější úrovni než pomocí EBSD (parametr KAM). V oblastech materiálu s velkou lokální distorzi mřížky je pomocí TEM možno pozorovat tzv. extinkční kontury, které indikují vnitřní napjatost materiálu (obr. 7.18). Tuto skutečnost je možno efektivně využít při zkoumání teplotní stability některých materiálů, jako tomu bylo i v případě Ferrasse a kol. [76], který zkoumal vliv typu průchodu ECAP na teplotní stabilitu mikrostruktury hliníkové slitiny 3003. Z výsledků vyplývalo, že zatímco v případě vyžhání materiálu, který byl připraven pomocí průchodu typu A dojde k vymizení extinkčních kontur, a ve struktuře jsou dokonce jasně patrné rekrytalizační zárodky (obr. 7.19b). V případě materiálu připraveného pomocí průchodu typu B extinkční kontury nevymizí zcela (obr. 7.19d), což poukazuje na méně výrazný průběh odpevňovacích pochodů, a tudíž teplotně stabilnější mikrostrukturu.



Obr. 7.18: Extinkční kontury v Al-Mg-Mn slitině po ECAP [77]

Ačkoli v minulosti byla v případě zkoumání mikrostrukturní stability obvykle upřednostňována analýza pomocí TEM, s nástupem nových metod a se zdokonalováním metod „starších“ se dostala částečně do pozadí. Přestože stále dokáže poskytnout cenné a mnohdy i jinak nezjistitelné informace o mikrostruktuře a její stabilitě, používá se dnes převážně společně s jinými metodami jako např. EBSD, kde slouží spíše jako jakýsi nástroj pro ověření získaných dat pomocí jiného analytického přístupu, nebo např. slouží jako nástroj pro obrazovou analýzu a identifikaci termických pochodů v případě použití metody DSC (viz níže).



Obr. 7.19: Al slitina 3003 po ECAP a následném žíhání –
 a) 4×ECAP (průchod A), b) 4×ECAP (průchod A) + 140 °C/1 h,
 c) 4×ECAP (průchod B_c), d) 4×ECAP (průchod B_c) + 140 °C/1 h [76]

7.3 DSC

Jak bylo řečeno výše, diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC) je termická analytická metoda, jejíž princip je založen na sledování teplotně aktivovaných procesů, ke kterým dochází ve vzorku v důsledku fyzikálních procesů či chemických reakcí (exotermní i endotermní), fázové přeměny a jiných energetických změn. Principem je současné měření energetických bilancí v průběhu pozvolné změny teploty na známém referenčním vzorku a srovnání s hodnotami na vzorku měřeném. [61]

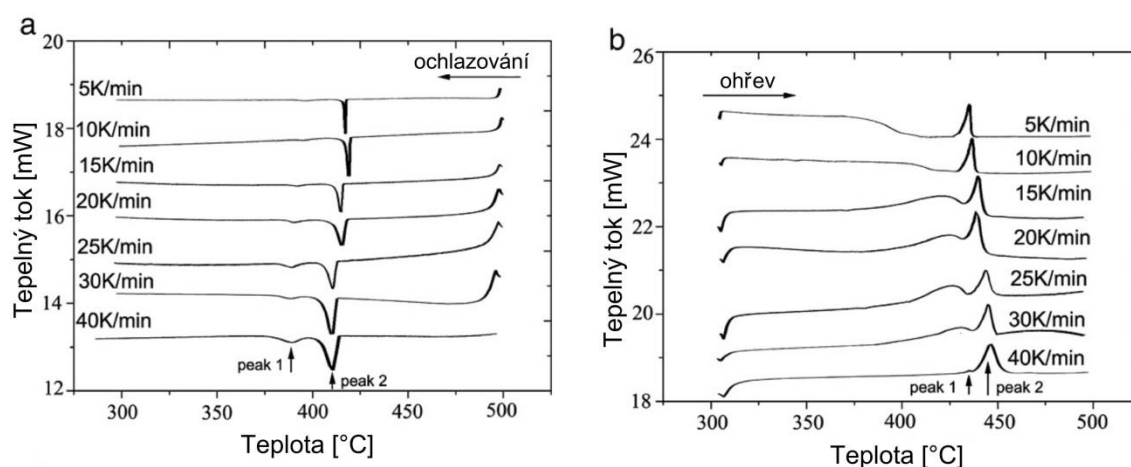
Klasifikovat je možno jak energetickou bilanci, tak např. přesnou teplotu, při které k jevu dochází, popř. čas, který je k přeměně potřebný, tj. změny lze vyjádřit jako funkci teploty i času.

Fázové přeměny jsou charakterizovány tepelným tokem v materiálu a peaky v signálu tohoto toku poskytují semikvantitativní informace o průběhu přeměn (např. oblast pod/nad peakem proporcionálně odpovídá entalpii děje, z posunutí peaku vzhledem ke změně teploty lze vypočítat aktivační energii přeměny, atd.)

Získaný signál je úměrný množství uvolněné či spotřebované energie, z čehož plyne, že pozorování jevů s nízkou energetickou bilancí je obtížnější.

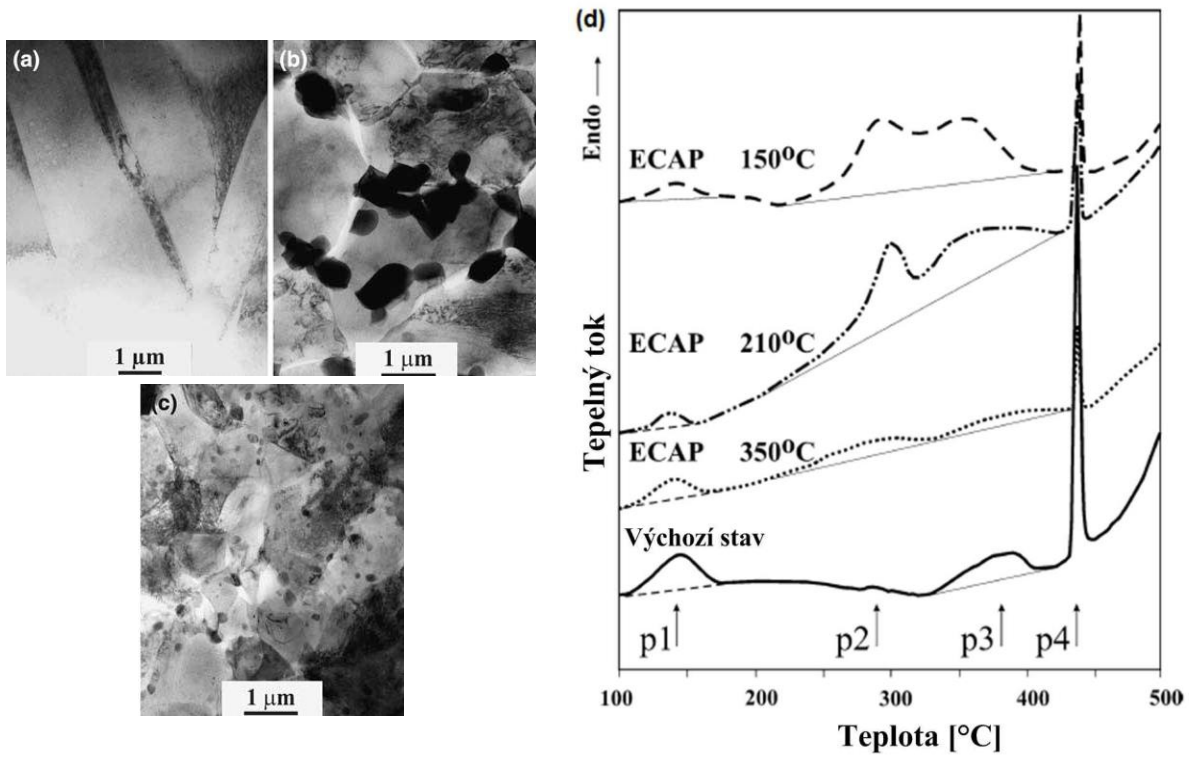
V případě potřeby je možné provádět měření jak v inertní, tak v reaktivní atmosféře. Různá zařízení k DSC mohou poskytovat zkoumaný rozsah teplot od -180 až do 1750 °C.

Zvolením vhodných podmínek je možné identifikovat i jinak velmi obtížně detekovatelné změny. Guan a kol. [78] provedli kalorimetrickou analýzu na slitině AZ91D, kdy z výsledných křivek určili aktivační energii pro rozpouštění/precipitaci a eutektickou transformaci $Mg_{17}Al_{12}$. Na DSC křivkách (obr. 7.20) se vyskytují dva peaky, peak 1 (široký), který podle všeho odpovídá rozpouštění/precipitaci lamelárního $Mg_{17}Al_{12}$, a peak 2 (úzký a ostrý), který odpovídá rozpouštění/precipitaci objemového $Mg_{17}Al_{12}$. Peak 1 je méně výrazný při vyšší rychlosti ohřevu z důvodu nedostatečného času pro přeměnu a naopak více výrazný při vyšší rychlosti ochlazování z důvodu větší potřebné energie pro přeměnu, kterou vzorek odebírá ze substrátu. Při různých rychlostech ohřevu/ochlazování dochází také k posunu peaků z důvodu výskytu přehřátí/přechlazení.

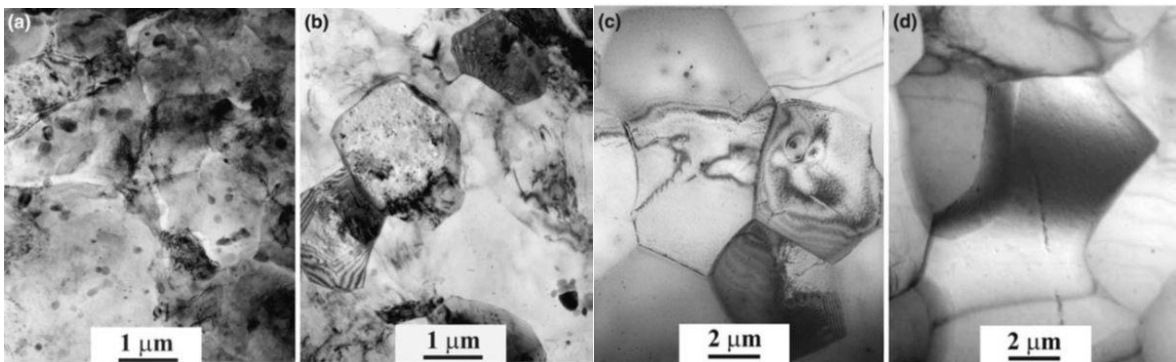


Obr. 7.20: Křivky DSC slitiny AZ91D pro různé rychlosti změny teploty: (a) ohřev, (b) ochlazování [78]

Pro zjištění změn probíhajících v materiálu je nutno data získaná z DSC experimentu korelovat se stavem materiálu (pro dané podmínky) s využitím dalších vhodných analytických metod, např. elektronové mikroskopie. Mingler a kol. [79] provedli DSC analýzu na hořčíkové slitině AM60 připravenou pomocí desetinásobného ECAP prováděného při různých teplotách. Výsledná DSC křivka získaná při ohřevu (obr. 7.21d) vykazovala celkem čtyři peaky, které byly postupně pomocí porovnání křivek příslušících různým teplotám při ECAP a se snímky v TEM (obr. 7.22) interpretovány. V tomto konkrétním případě byl první peak přisouzen zotavení vakancí, protože se objevuje i v materiálu nezpracovaném pomocí ECAP a vizuálně není v mikrostruktuře pozorovatelná žádná změna. Druhý peak poté patrně reprezentuje jistou změnu v rozložení dislokací, protože se nevyskytuje v „nezpracovaném“ materiálu a zároveň na snímcích z TEM není patrná výrazná změna v hustotě dislokací, proto se nejspíš jedná pouze o jejich určité přeskupení. Z důvodů absence precipitátů po ohřátí na 400 °C (obr. 7.22d) a skutečnosti, že se nachází i u nezpracovaného materiálu, odpovídá třetí peak pravděpodobně rozpouštění precipitátů, zároveň dochází k zanikání dislokací v rámci odpeňovacích pochodů. Čtvrtý peak je na základě svého tvaru a umístění považován za indikaci rozpouštění Al precipitátů související s maximální rozpustností hliníku v tuhém stavu.



Obr. 7.21: Mikrostruktura slitiny AM60 po ECAP provedeného při a) 350 °C, b) 210 °C, c) 150 °C, d) křivky DSC slitiny AM60 při různých teplotách ECAP (ohřev) [79]



Obr. 7.22: Vývoj mikrostruktury slitiny AM60 po ECAP provedeného při 150 °C s rostoucí teplotou; a) 100 °C, b) 230 °C, c) 330 °C, d) 400 °C [79]

8 Cíle práce

Tato práce je zaměřena na komplexní analýzu jemnozrné Mg struktury AZ91 včetně mechanických vlastností a její mechanickou a teplotní stabilitu. Byly stanoveny tyto dílčí cíle:

- Určení základních mechanických vlastností slitiny AZ91 za pokojových a zvýšených teplot v litém, extrudovaném a jemnozrném stavu docíleném pomocí metody ECAP.
- Analýza mikrostrukturních změn u jemnozrné slitiny v průběhu teplotní expozice s využitím metody EBSD.
- Analýza odezvy mikrostruktury jemnozrné slitiny na cyklické zatěžování v režimu řízené síly za pokojové teploty.

9 Experimentální materiál

Výchozím experimentálním materiálem byly hořčíkové slitiny AZ91 s chemickým složením uvedeným v tab. 1 v litém a extrudovaném stavu. Obě tyto slitiny byly zpracovány pomocí ECAP za různých podmínek, avšak ve všech případech byla osa výsledného vzorku totožná se směrem ECAP (a směrem extruze v případě extrudovaného materiálu). Slitina s výchozím litým stavem byla zpracována v Ufa State University, Rusko, pomocí šestinásobného průchodu typu B_C při teplotě 300 °C, úhel mezi kanály byl 120°, výsledné vzorky měly tvar válce o průměru 15 mm a délce cca 100 mm. Slitina ve výchozím extrudovaném stavu byla zpracována na Politecnico di Milano, Itálie, pomocí čtyřnásobného průchodu typu B_C při teplotě 200 °C, úhel mezi kanály byl 110°, výsledné vzorky měly tvar válce o průměru 10 mm a délce cca 90 mm.

Tab. 1: Chemické složení výchozích slitin AZ91 (v hm. %)

Stav	Al	Cu	Fe	Mn	Si	Zn	ostatní (celkem)	Mg
litý	9,043	-	0,003	0,144	-	0,748	-	zb.
extrudovaný	8,700	0,001	0,003	0,200	0,040	0,670	<0,030	zb.

9.1 Výchozí mikrostruktura

Pro prvotní mikrostrukturní analýzu byly vzorky nejprve děleny na metalografické pile LECO VC-50. Plocha určená k analýze byla poté konvenčně broušena a leštěna. Ve všech případech byla analyzována plocha orientovaná rovnoběžně s osou vzorku. Následná příprava se lišila v závislosti na způsobu analýzy:

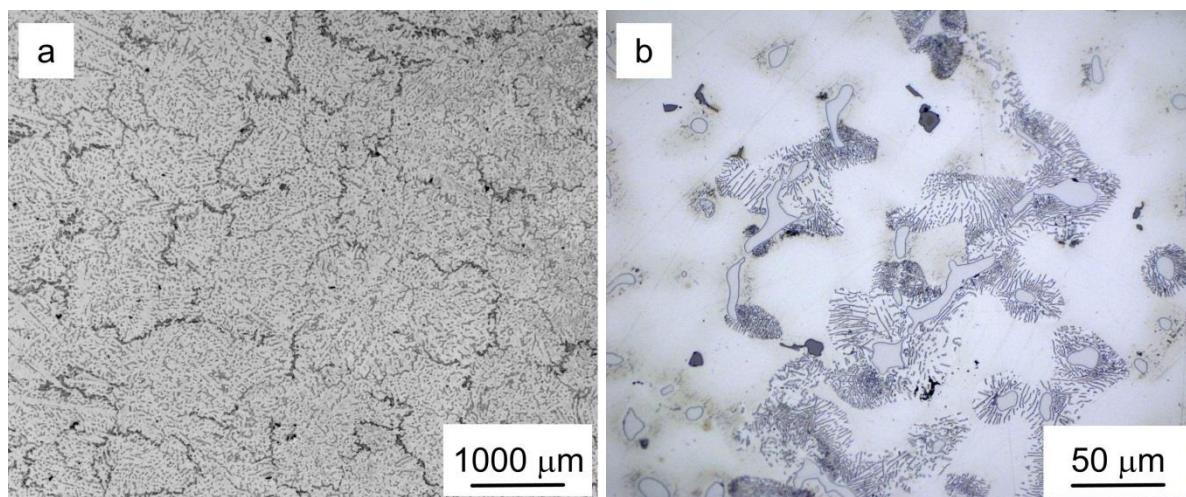
a) vzorky určené pro světelnou mikroskopii a SEM byly leptány pomocí acetic picralu (5 ml kys. octové, 5 g kys. pikrové, 10 ml destilované vody a 100 ml etanolu), příp. ve směsi kys. dusičné (1 ml), kys. octové (32 ml), ethylenglykolu (50 ml) a destilované vody (17 ml).

b) vzorky určené k analýze pomocí EBSD byly elektrolyticky leštěny ve směsi etoxyethanolu a kys. chlorovodíkové při teplotě -18 až -12 °C a napětí 60 V po dobu 20 s.

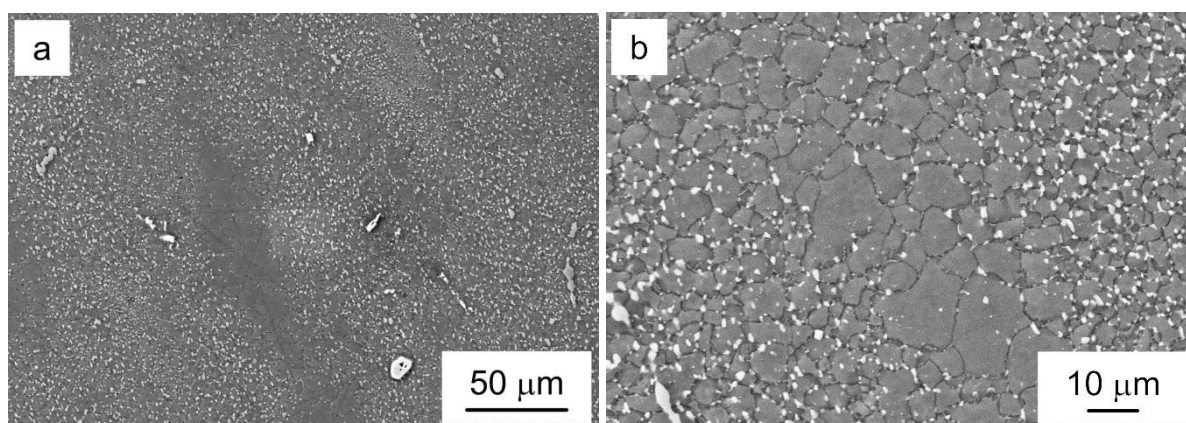
Analýzy byly prováděny na světelném mikroskopu Zeiss Axio Observer Z1m a rastrovacím elektronovém mikroskopu Zeiss Ultra Plus.

Materiál v litém stavu vykazoval typickou litou dendritickou mikrostrukturu s velmi hrubými zrny a velkým množstvím eutektika vyloučeným po hranicích zrn (obr. 9.1a). Průměrná velikost zrna byla vyšší než 500 μm .

Po následném ECAP došlo v materiálu k výraznému zjemnění zrna. Výsledná struktura byla bimodální, přičemž rozložení zrn (jemná vs. hrubá) bylo spojeno s různou distribucí sekundární fáze $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$; oblasti bohaté na tuto fázi byly jemnozrnné a oblasti, ve kterých byl této fázi nedostatek, byly hrubozrnné (obr. 9.2, Příloha 1). V celém objemu materiálu se také nacházelo relativně vysoké množství rovnoměrně distribuovaných vměstků na bázi manganu. Průměrná velikost zrna byla v tomto případě 6,1 μm .



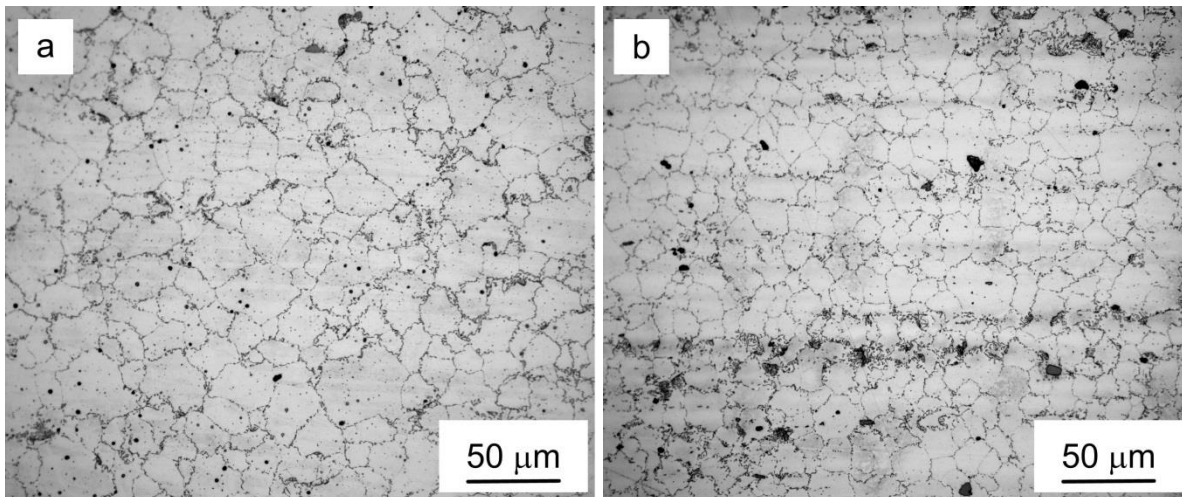
Obr. 9.1: Slitina AZ91 v litém stavu – a) celkový pohled, b) detail eutektika (světelný mikroskop)



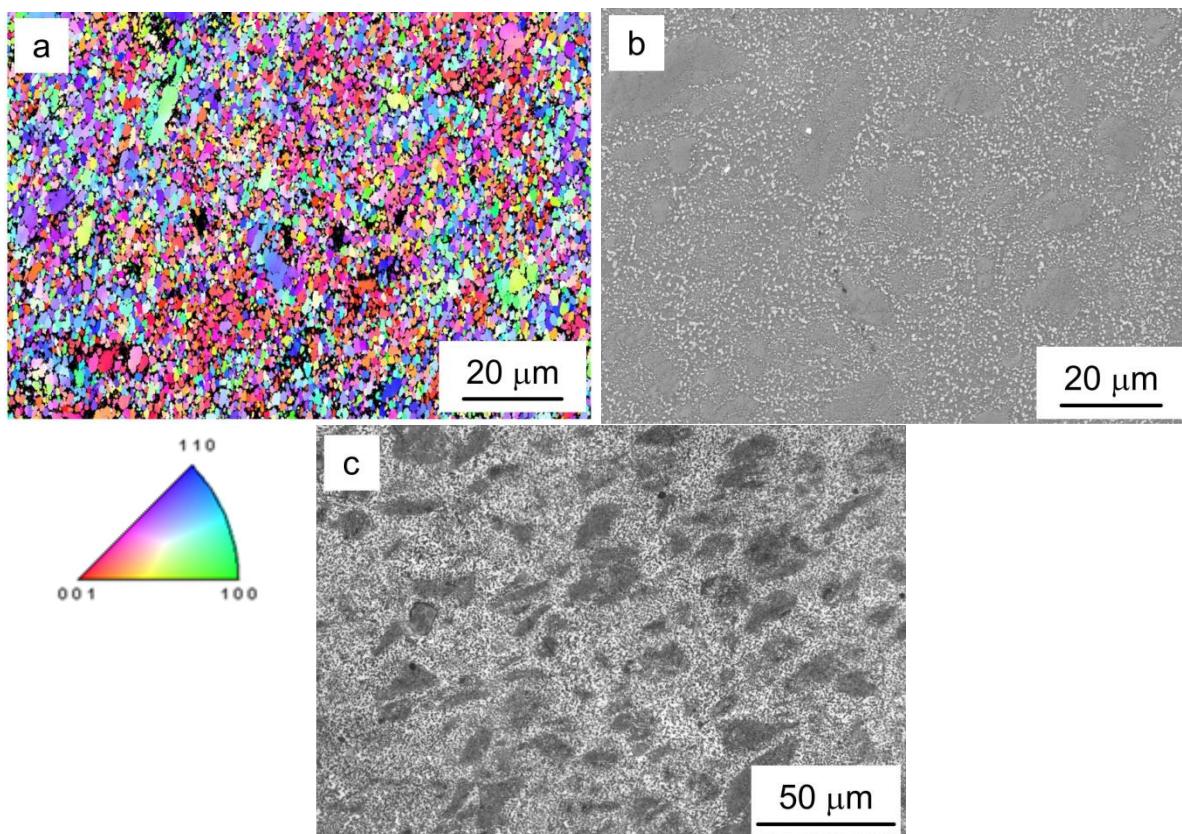
Obr. 9.2: Slitina AZ91 stav ECAP –
a) celkový pohled, b) detail bimodální oblasti (SEM)

Ve výchozím extrudovaném stavu byla mikrostruktura materiálu tvořena převážně rovnoosými zrní různých velikostí (obr. 9.3, příloha 1). V materiálu byla také přítomna fáze $Mg_{17}Al_{12}$ v očekávané formě podélných shluků orientovaných ve směru osy extruze (obr. 9.3b). Průměrná velikost zrna byla v tomto případě 15,9 μm .

Po následném ECAP (dále označen jako stav exECAP) došlo v materiálu k ještě výraznějšímu zjemnění zrna než v případě materiálu litého a následně podrobeného procesu ECAP. Výsledná struktura se skládala převážně z velmi jemných zrn s několika zbytkovými hrubými zrní o průměru $\sim 10 \mu m$ (obr. 9.4a, příloha 1), celkový plošný podíl těchto hrubých zrn byl menší než 5 %. V tomto stavu bylo velmi obtížné naleptat hranice zrn materiálu, proto bylo nutno materiál analyzovat pomocí EBSD. Pozorování pomocí světelného mikroskopu a zobrazení pomocí SE (SEM) materiálu v naleptaném stavu se ovšem ukázalo jako vhodnější při pozorování distribuce fáze $Mg_{17}Al_{12}$, která se po ECAP procesu nachází s vysokou četností v podstatě v celém objemu materiálu ve formě velmi jemných částic (obr. 9.4b). Tmavé shluky připomínající zrna, viditelné na snímcích ze světelného mikroskopu (obr. 9.4c), jsou ve skutečnosti výsledkem reakce velmi jemných částic $Mg_{17}Al_{12}$ při naleptání, které svým tvarem přibližně odpovídají zrnům po prvním průchodu ECAP. Pomocí EBSD a EDS analýzy bylo zjištěno, že tyto útvary jsou až na výjimky shluky/kolonie velmi jemných zrn bohatých na fázi $Mg_{17}Al_{12}$, jeví se ve světelném mikroskopu jako velké zrno. Výsledná průměrná velikost zrna materiálu v exECAP stavu byla v tomto případě 1,6 μm .



Obr. 9.3: Slitina AZ91 v extrudovaném stavu – a) příčný směr, b) podélný směr



Obr. 9.4: Slitina AZ91 – stav exECAP – a) mapa inverzního pólového obrazce (EBSD), b) sekundární elektrony (SEM), c) světelný mikroskop

10 Mechanické vlastnosti

Na vzorcích vyrobených ze zkoumaného materiálu byly provedeny mechanické zkoušky. Jmenovitě byly za pokojových teplot měřeny tahové charakteristiky a mikrotvrdomost všech čtyř stavů a tlakové charakteristiky extrudovaného materiálu a materiálu ve stavu exECAP. Dále byly za zvýšených teplot měřeny tahové charakteristiky extrudovaného materiálu a materiálu ve stavu exECAP.

Tahové zkoušky probíhaly dle EN ISO 6892 na univerzálním zkušebním stroji Zwick Z250. Rozměry poměrných zkušebních těles pro tahové zkoušky za pokojových teplot byly dle DIN 50125 \varnothing 6 mm \times 30 mm v případě litého a ECAP materiálu, \varnothing 8 mm \times 40 mm v případě extrudovaného materiálu a \varnothing 5 mm \times 25 mm v případě materiálu ve stavu exECAP. Rozměry těles pro tahové zkoušky za zvýšených teplot byly ve všech případech \varnothing 6 mm \times 30 mm. Osa vzorku pro tahovou zkoušku byla ve všech případech totožná s osou biletu po ECAP. Rychlost zatěžování byla ve všech případech 2 mm/min. Tlakové zkoušky byly provedeny na Politecnico di Milano, Itálie, dle ASTM E9-09 na univerzálním testovacím stroji MTS Alliance RT 100. Rozměry testovacích těles byly ve všech případech \varnothing 10 mm \times 20 mm a rychlost zatěžování byla totožná s tahovými zkouškami, tj. 2 mm/min. Výsledky tlakových zkoušek jsou se svolením spolupracujícího pracoviště (prof. Vedani – POLIMI) využity v této dizertační práci pro komplexní popis chování zkoumaného materiálu.

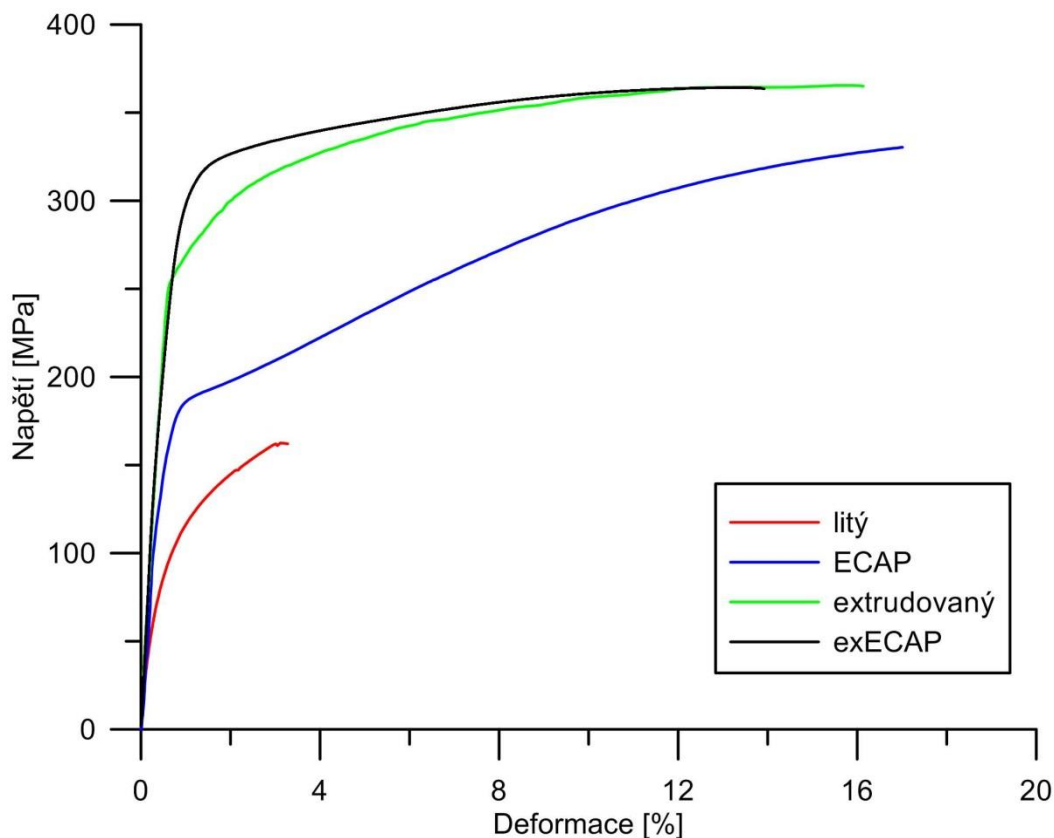
Mikrotvrdomost HV 0,1 byla měřena na mikrotvrdoměru LECO LM 247AT.

10.1 Mechanické vlastnosti za pokojové teploty

Cílem těchto zkoušek bylo porovnání změn mechanických vlastností způsobených zpracováním pomocí ECAP a případný vliv výchozího stavu materiálu. Dle výsledků (obr. 10.1, tab. 2.) má podle očekávání výrazně horší vlastnosti materiál v litém stavu, jehož smluvní mez kluzu a pevnost v tahu dosahuje hodnot pouze 87, resp. 168 MPa. Jeho deformační charakteristiky jsou také velmi nízké, jmenovitě tažnost dosáhla hodnoty pouze 3,1 %. Po následném ECAP došlo k výraznému zlepšení všech sledovaných vlastností, smluvní mez kluzu dosáhla 160 MPa a pevnost v tahu 321 MPa. Zvýšení tažnosti bylo ještě výraznější, přičemž její hodnota byla 15,6 %.

Materiál v extrudovaném stavu dosahoval i přes svou větší velikost zrna (15,9 μ m vs. 6,1 μ m) významně lepších pevnostních charakteristik, než tomu bylo u materiálu ve stavu ECAP. Jeho smluvní mez kluzu byla 260 MPa a pevnost v tahu 366 MPa. Tažnost nabývala hodnot srovnatelných, okolo 15 %. Po následném ECAP (exECAP) nedošlo v materiálu i přes výrazné zjemnění zrna k očekávanému zlepšení mechanických vlastností a s mezí kluzu 251 MPa a pevností v tahu 359 MPa byly vlastnosti spíše mírně horší, tažnost podle očekávání mírně poklesla na 11,9 % ve srovnání s extrudovaným stavem.

Na rozdíl od ostatních mechanických vlastností mikrotvrdomost vcelku dobře korespondovala s velikostí zrna (tab. 2) a nejvyšších hodnot 106 HV 0,1 bylo dosaženo u materiálu ve stavu exECAP.



Obr. 10.1: Tahové křivky slitiny AZ91 v různých stavech

Tab. 2: Porovnání mechanických vlastností slitiny AZ91 v různých stavech za pokojových teplot

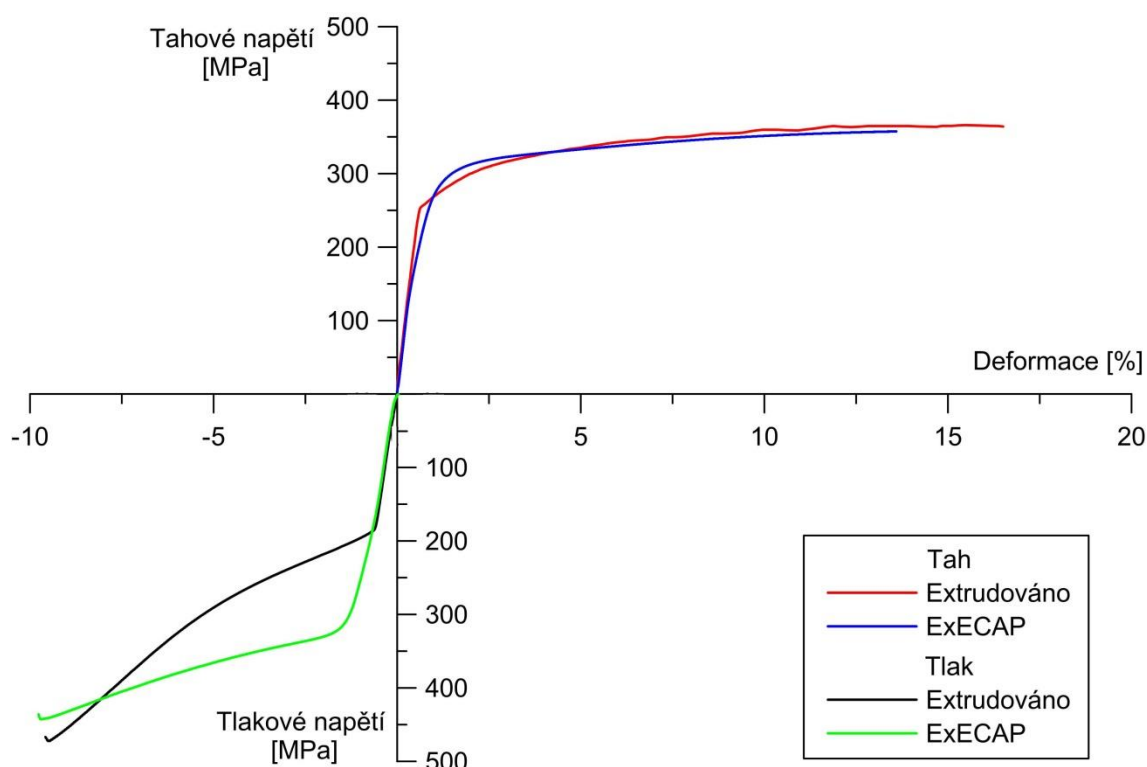
Stav	Průměrná velikost zrna [μm]	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A [%]	HV 0,1 [-]
litý	>500	87	168	3,1	64
ECAP	6,1	160	321	15,6	89
extrudovaný	15,9	260	366	15,7	74
exECAP	1,2	251	359	11,9	106

V tlaku vykazovala zkoumaná slitina odlišné chování. V extrudovaném stavu dosahovala smluvní mez kluzu v tlaku hodnoty 193 MPa a pevnost v tlaku 468 MPa, poměrné přetvoření nabývalo hodnoty 10 %. Po následném ECAP došlo k výraznému nárůstu smluvní meze kluzu na 293 MPa, naopak pevnost v tlaku mírně poklesla na 430 MPa. Na poměrné přetvoření nemělo ECAP zpracování vliv.

Z porovnání výsledků tahových a tlakových zkoušek (obr. 10.2, tab. 3) je patrné, že extrudovaná slitina vykazuje výraznou napěťovou i deformační asymetrii. Po následném ECAP došlo v obou případech ke snížení této asymetrie.

Tab. 3: Mechanické vlastnosti slitiny AZ91 v tahu a v tlaku v extrudovaném a exECAP stavu za pokojové teploty

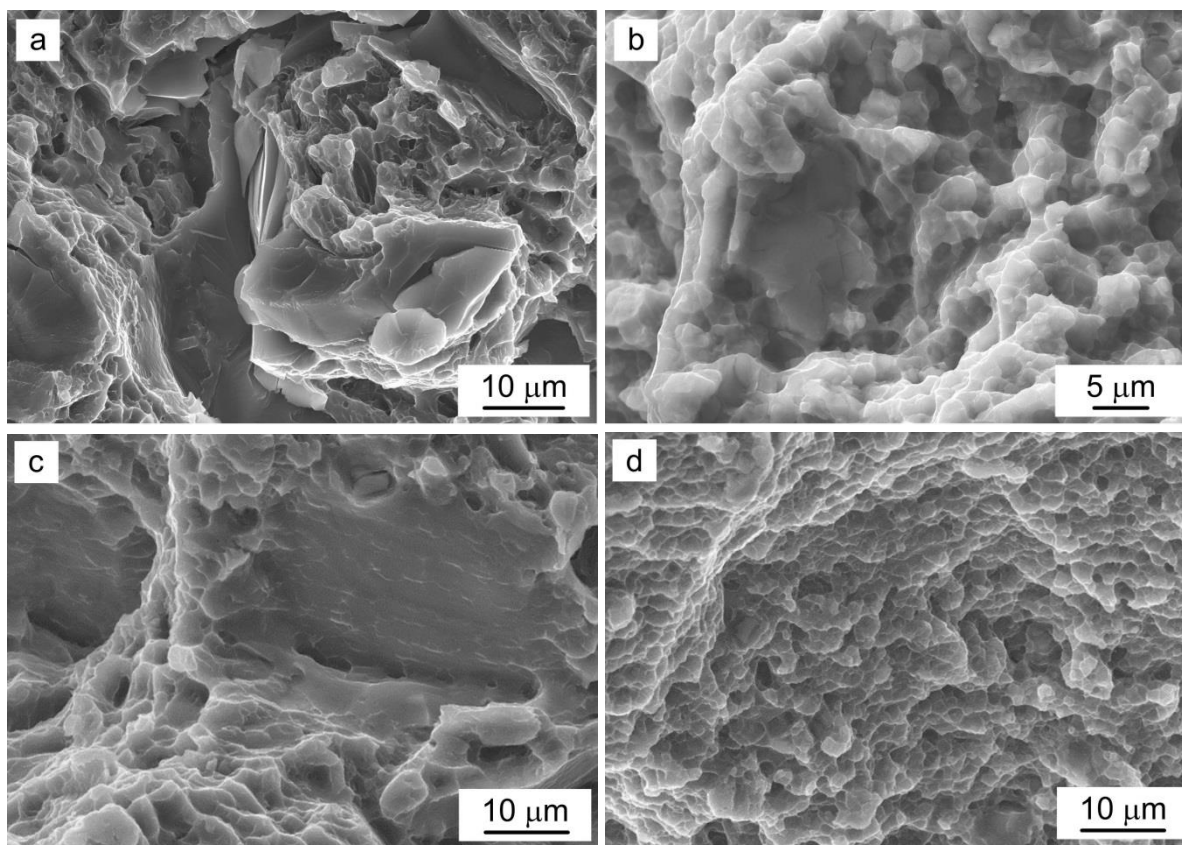
Typ zatěžování	Stav	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A [%]
tah	extrudovaný	260	366	15,7
	exECAP	251	359	11,9
		$R_{p0,2}$ [MPa]	R_{mt} [MPa]	A_t [%]
tlak	extrudovaný	193	468	10
	exECAP	293	430	10



Obr. 10.2: Tahové a tlakové křivky slitiny AZ91 v extrudovaném a exECAP stavu

10.1.1 Fraktografická analýza

Lomová plocha v případě litého materiálu odpovídala svým vzhledem transkrystalickému kvazi-štěpnému porušení. Na lomové ploše byly pozorovatelné jak převládající štěpné fazety, tak tvárné porušení s jamkovou morfologií, přičemž jamky byly velmi jemné a mělké (obr. 10.3a). Po následném ECAP vykazuje lom stále charakteristiky jak štěpného, tak tvárného porušení, ovšem nyní s jednoznačně převládajícím množstvím tvárných jamek (obr. 10.3b). Mechanismus porušení materiálu jak v extrudovaném stavu, tak ve stavu exECAP byl podobného charakteru, kdy lomové plochy vykazovaly prvky štěpného i tvárného porušení s mírně vyšším poměrem tvárných jamek oproti litému materiálu (obr. 10.3c, d). Snímky při jiném zvětšení jsou uvedeny v příloze 2.



Obr. 10.3: Vzhled lomových ploch: a) litý materiál, b) stav ECAP, c) extrudovaný materiál, d) stav exECAP

10.2 Mechanické vlastnosti za zvýšených teplot

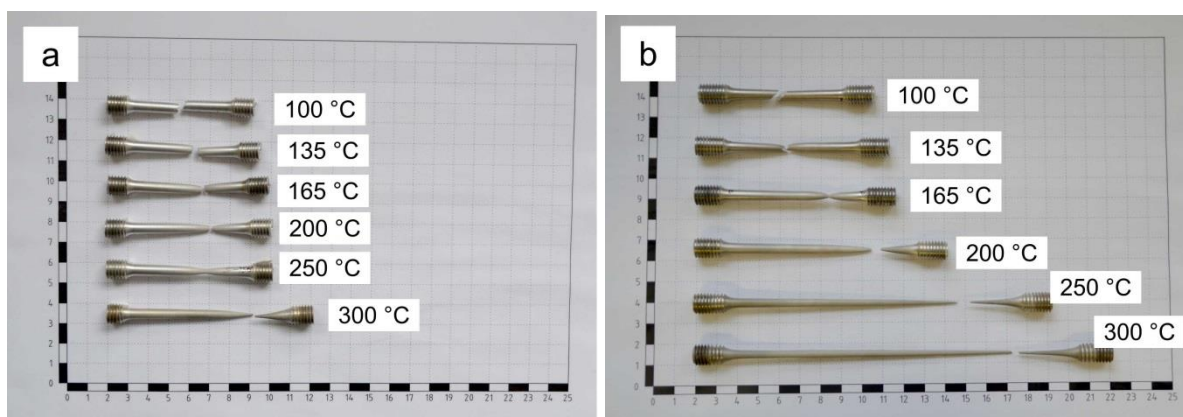
Pro posouzení vlivu zvýšené teploty na mechanické vlastnosti UFG struktury byly na analyzovaném materiálu v extrudovaném a exECAP stavu provedeny tahové zkoušky za zvýšených teplot. Pro testování byly zvoleny teplotní hladiny 100, 135, 165, 200, 250 a 300 °C. Zkušební tělesa byla před samotnou zkouškou ponechána 30 minut v teplotní komoře/peci na dané teplotní hladině.

Na základě provedených zkoušek (tab. 4) bylo zjištěno, že vlivem zvýšených teplot došlo k poklesu pevnostních a nárůstu deformačních charakteristik. U extrudovaného materiálu byla při teplotě 300 °C hodnota smluvní meze kluzu pouze 46 MPa a pevnosti v tahu 52 MPa, tažnost při těchto teplotách dosahovala 100 %. Změny vlastností materiálu ve stavu exECAP byly stejného charakteru avšak výraznější, smluvní mez kluzu byla při 300 °C pouze cca 7 MPa a pevnost v tahu 12 MPa. Výraznější nárůst tažnosti byl na první pohled patrný už ze vzhledu zkušebních těles po provedené zkoušce (obr. 10.4), kdy při 300 °C dosahovala hodnot vyšších než 250 %.

Na vzorcích byla po tahové zkoušce provedena metalografická analýza v oblasti dřívku (cca 5 mm od místa lomu), a to jak v podélném, tak v příčném směru. Jako reprezentativní byla vybrány vzorky zatěžované při pokojové teplotě, 100 °C a 300 °C.

Tab. 4: Mechanické vlastnosti slitiny AZ91 v extrudovaném a exECAP stavu za zvýšených teplot

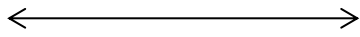
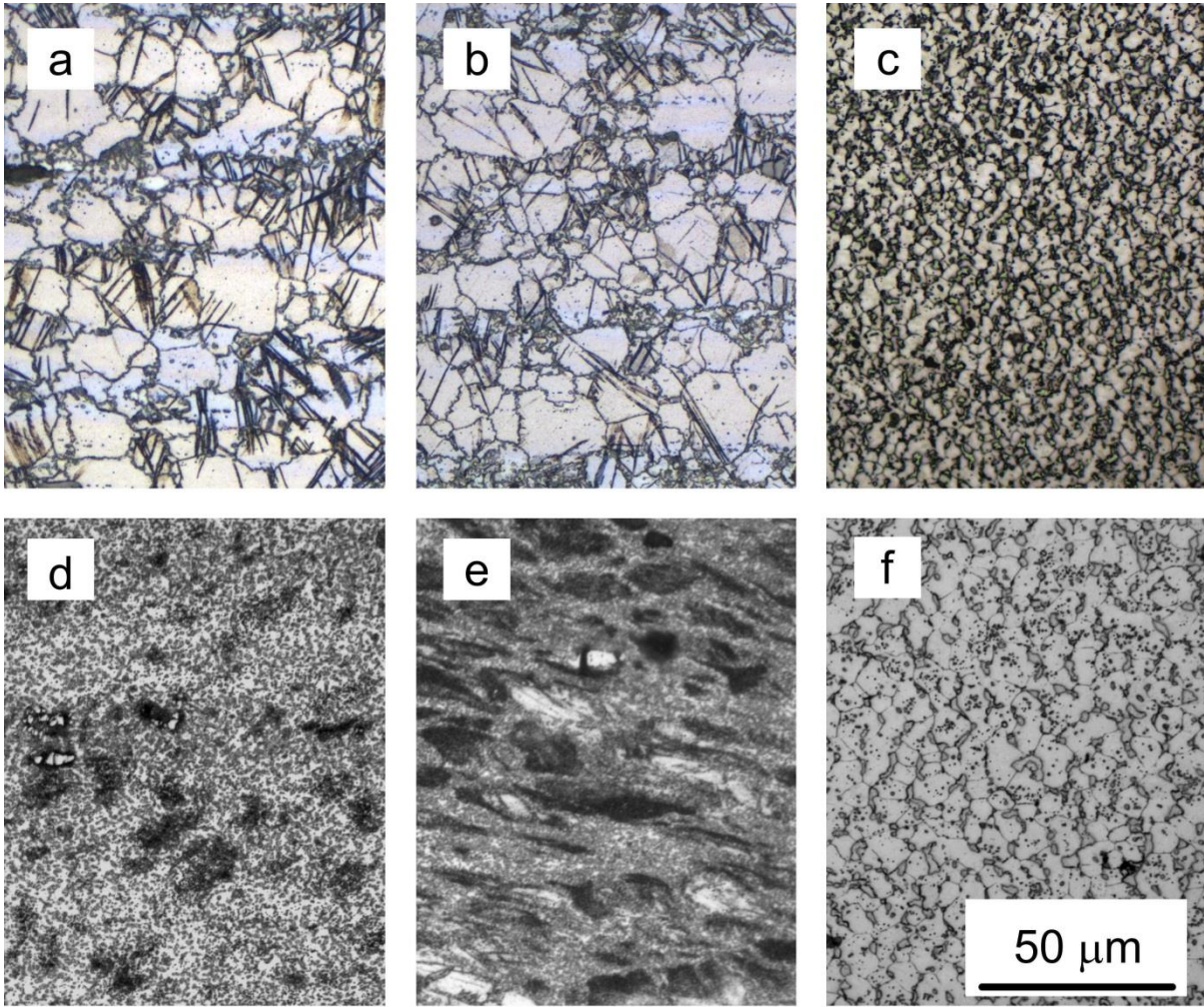
T [°C]	Extrudovaný				ExECAP			
	R _{P0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A [%]	Z [%]	R _{P0,2} [MPa]	R _m [MPa]	A [%]	Z [%]
300	46	52	100,3	96,6	~7	12	~263,8	95,9
250	104	118	63,7	82,5	~12	24	~216,7	99,3
200	153	172	60,2	82,2	37	67	~104,0	98,2
165	200	241	48,9	65,5	122	174	93,7	93,7
135	232	316	35,1	48,2	174	245	69,6	69,6
100	253	361	18,7	24,9	213	320	35,6	35,6
RT	260	366	15,7	21,0	251	359	11,9	8,5



Obr. 10.4: Vzhled zkušebních těles po tahových zkouškách za zvýšených teplot –
a) extrudovaný materiál, b) stav exECAP

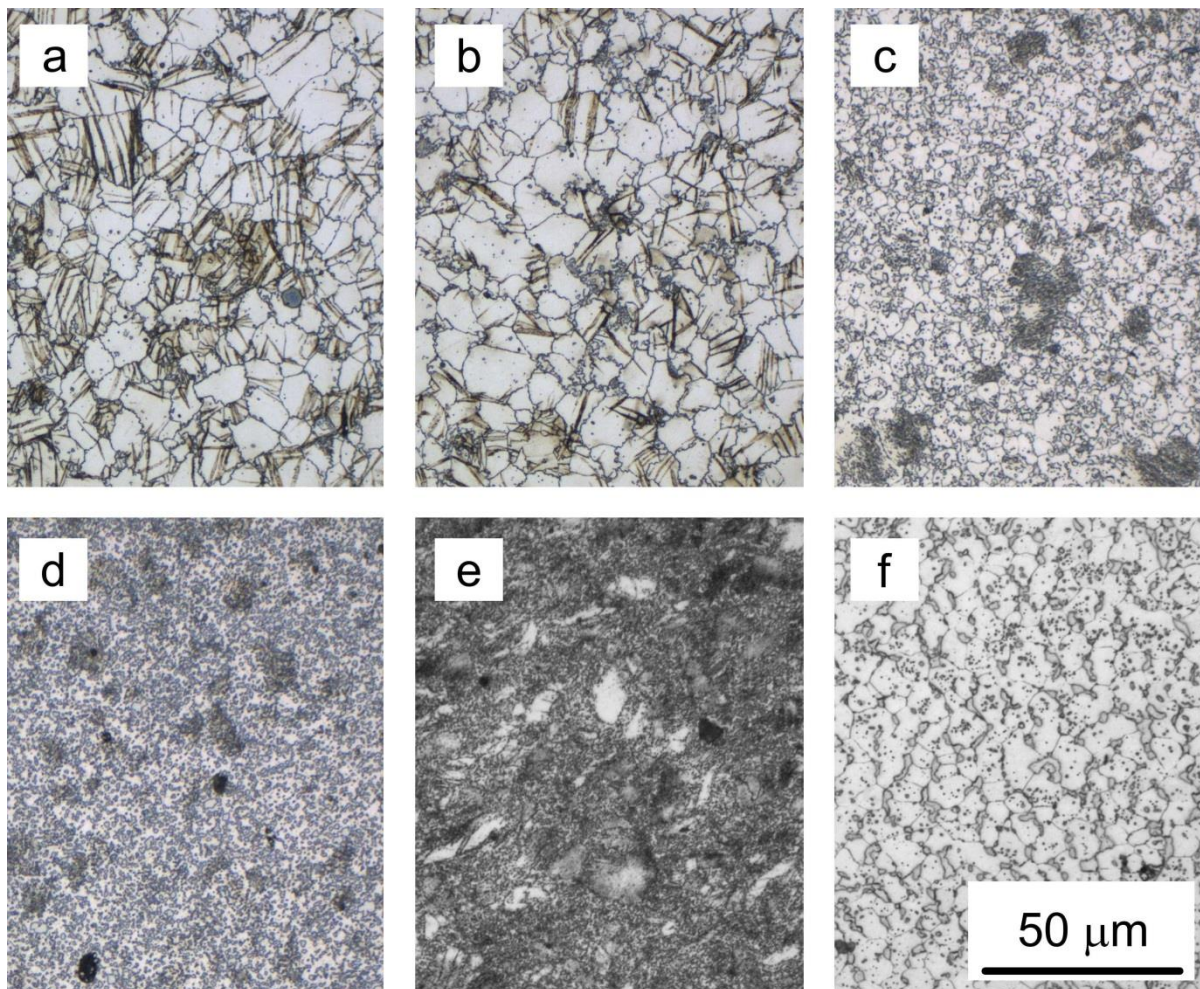
Podle metalografické analýzy dochází při zatěžování u extrudovaného materiálu při 100 °C pouze k minimálním změnám ve srovnání se zatěžováním při pokojové teplotě (obr. 10.5a, obr. 10.6a), struktura obsahuje velké množství deformačních dvojčat a nevykazuje pozorovatelnou směrovost – obr. 10.5b, obr. 10.6b (s výjimkou fáze Mg₁₇Al₁₂, kdy směrovost má souvislost se způsobem výroby, viz kap. 9.1). V průběhu zatěžování při 300 °C došlo k výraznému zjemnění mikrostruktury a vymizení dvojčat, zároveň lze jednoznačně pozorovat výrazně zvýšené množství a větší velikost částic fáze Mg₁₇Al₁₂ (obr. 10.5c), v příčném řezu (obr. 10.6c) který byl pořízen ve větší vzdálenosti od místa lomu lze také pozorovat tmavá zrna, v tomto případě se jedná o zrna mající v celém svém objemu velmi jemné částice této fáze.

Chování materiálu ve stavu exECAP je výrazně odlišné. Po zatěžování za pokojových teplot (obr. 10.5d, obr. 10.6d) je struktura takřka totožná ve srovnání se stavem před zatěžováním (obr. 9.4c), bez výrazné směrovosti, s výjimkou manganových vměstků, jež jsou ve směru zatěžovací osy protažené a porušené. Po zatěžování při 100 °C jsou ve struktuře již na první pohled výrazné změny, především částečné zhrubnutí a znatelná směrovost v ose zatěžování (obr. 10.5e, obr. 10.6e). Po zatěžování při 300 °C můžeme pozorovat mikrostrukturu skládající se ze silně zhrublých zrn (hrubších než v případě extrudovaného materiálu při stejném zatěžování) a také silně zhrublých částic Mg₁₇Al₁₂ (obr. 10.5f, obr. 10.6f).



Osa zatěžování

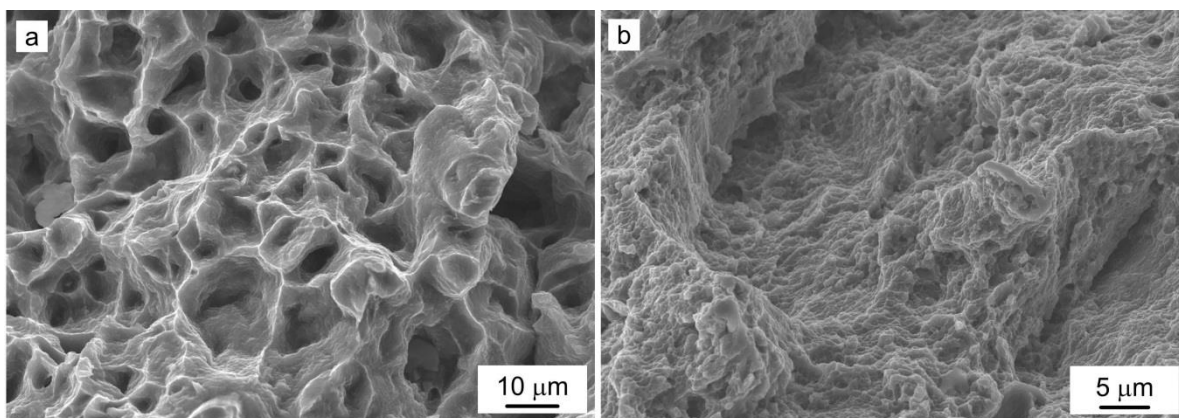
Obr. 10.5: Mikrostruktura v oblasti dříku po tahové zkoušce – podélný řez:
extrudovaný materiál – a) pokojová teplota, b) 100 °C, c) 300 °C,
stav exECAP – d) pokojová teplota, e) 100 °C, f) 300 °C



Obr. 10.6: Mikrostruktura v oblasti dříku po tahové zkoušce – příčný řez:
 extrudovaný materiál – a) pokojová teplota, b) 100 °C, c) 300 °C,
 stav exECAP – d) pokojová teplota, e) 100 °C, f) 300 °C

10.2.1 Fraktografická analýza

Fraktografickou analýzou lomových ploch po provedených zkouškách tahem za zvýšených teplot bylo zjištěno, že se s rostoucí teplotou mění charakter porušení. Při vyšších teplotách roste podíl tvárného porušení, kdy množství štěpných fazet klesá a lom je pak 100% tvárný. U materiálu v extrudovaném stavu dojde ke změně kvazi-štěpného porušení na tvárné při teplotě zkoušky 165 °C (obr. 10.7a), zatímco u materiálu ve stavu exECAP k této změně dochází již při 100 °C (obr. 10.7b). S dalším nárůstem teploty lze pozorovat postupné prohlubování tvárných jamek na lomové ploše a výraznější lokální zmenšení průřezu (vyšší hodnoty kontrakce), přičemž u materiálu ve stavu exECAP dochází za stejných teplot k výraznějšímu nárůstu kontrakce, než je tomu u extrudovaného materiálu (obr. 10.4). Snímky lomových ploch a jejich detaily při ostatních teplotách jsou uvedeny v příloze 3.



Obr. 10.7: Vzhled lomových ploch: a) extrudovaný stav – zkouška tahem při 165 °C
b) stav exECAP – zkouška tahem při 100 °C

10.3 Diskuze výsledků

Ačkoli zpracování litého materiálu pomocí ECAP vede k výraznému zlepšení mechanických vlastností, stejným postupem jsme u extrudovaného materiálu docílili přinejlepším srovnatelných vlastností, a to i přes významné zjemnění zrna, ke kterému ve struktuře prokazatelně došlo. Zároveň je nutné podotknout, že už samotný extrudovaný materiál vykazoval znatelně lepší vlastnosti než materiál ve stavu ECAP. Toto chování není u podobných slitin ojedinělé a bývá připisováno texturním modifikacím, ke kterým v průběhu ECAP dochází a které působí proti pozitivnímu efektu zjemnění zrna [80,81]. V případě stavu ECAP bude jistou roli hrát pravděpodobně i bimodalita struktury. V případě stavu exECAP má významný vliv (především na deformační charakteristiky) pravděpodobně přítomnost částic $Mg_{17}Al_{12}$, které působí jako překážka pro pohyb dislokací a nelze zcela vyloučit vliv zbylých hrubých zrn, avšak vzhledem k jejich nízkému plošnému podílu je jejich případný vliv spíše méně významný. Dá se také očekávat, že díky nižší anizotropii by materiál ve stavu ECAP i exECAP vykazoval v příčném směru lepší vlastnosti než materiál extrudovaný.

Přestože mechanické vlastnosti materiálu v extrudovaném a exECAP stavu jsou, jak již bylo řečeno, v nejlepší případě srovnatelné, je patrná změna tvaru tahových křivek těchto materiálů v elasticko-plastické oblasti. Tato změna by mohla poukazovat na jisté změny v mechanismu zpevnění, případně v deformačním mechanismu jako takovém, způsobené zpracováním pomocí ECAP. Je pravděpodobné, že v tomto případě je změna způsobena především výrazně rozdílnou morfologií sekundární fáze $Mg_{17}Al_{12}$ (kap. 9).

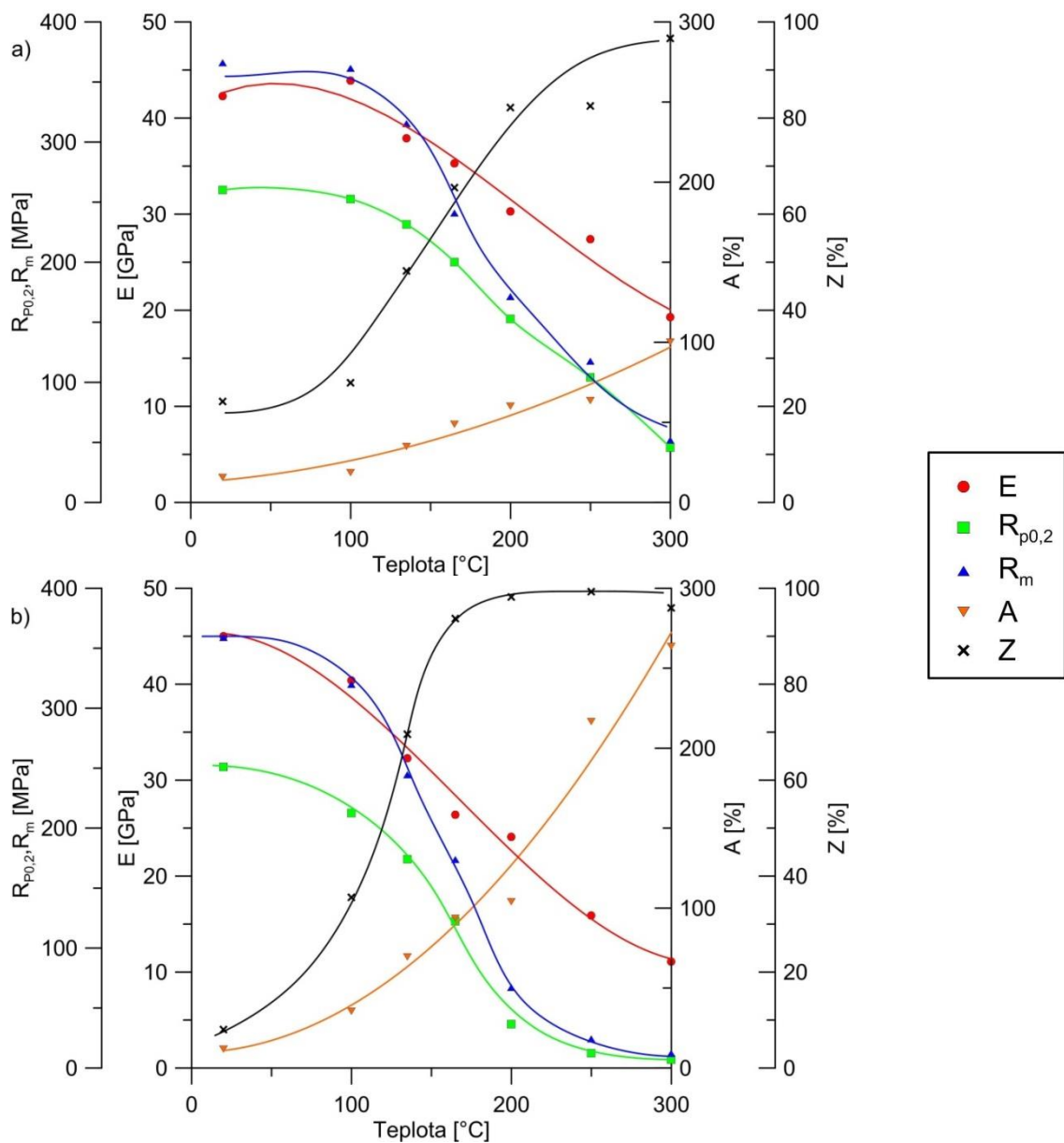
Na charakteristiky získané zkouškou tlakem má zpracování pomocí procesu ECAP výraznější vliv, dochází k jednoznačnému nárůstu smluvní meze kluzu v tlaku, zatímco pevnost v tlaku mírně klesá. Deformační charakteristiky v tlaku nejsou procesem ECAP ovlivněny. Změna ve tvaru křivky je velmi podobná změně v případě tahových zkoušek.

Napětová a deformační asymetrie v tahu a v tlaku i její zmírnění dodatečným ECAP je pro tuto i jiné Mg slitiny typické. Samotná asymetrie má důvod v různém dominantním deformačním mechanismu, při tahu se jedná o bazální skluz a při tlaku o dvojčatění. V jemnozrnné struktuře je dvojčatění obtížné, proto se rozdíly způsobené různým typem zatěžování snižují [82,83].

V obou případech má zpracování pomocí ECAP (tj. jak u litého tak extrudovaného výchozího polotovaru) vliv na mechanismus porušení materiálu, který přechází z kvazi-štěpného lomu na lom převážně tvárný s potlačením výskytu štěpných fazet. V případě výchozího litého polotovaru je tato změna doprovázená také výrazným zlepšením

mechanických vlastností a jak změna mechanických vlastností, tak změna mechanismu porušení má původ ve významných změnách v mikrostruktuře. V případě výchozího extrudovaného materiálu (stav exECAP) dochází v průběhu zpracování SPD také ke změnám v mikrostruktuře, které však nejsou doprovázeny výraznými změnami mechanických vlastností.

Pozorované změny v mechanických vlastnostech za zvýšených teplot (obr. 10.8) byly očekávané a úzce souvisí se změnami mikrostruktury, které jsou podmíněny samotnou přípravou materiálu. Dvojčatění je při dané velikosti zrna u extrudovaného materiálu přirozeným dějem a jeho absence při 300 °C je způsobena pouze okamžitým vyžháním, ke kterému za daných teplot dochází, pozorované zjemnění mikrostruktury je u takto relativně hrubozrnných materiálů taktéž očekávané a je způsobeno dynamickou rekrystalizací, která za daných teplot probíhá velmi snadno [84]. Je vhodné zdůraznit, že s takřka totožnou mikrostrukturou extrudovaného materiálu po zkoušce tahem za pokojových teplot a při 100 °C silně korespondují i velmi podobné vlastnosti na těchto teplotních hladinách.



Obr. 10.8: Vývoj mechanických vlastností slitiny AZ91 při rostoucí teplotě – a) extrudovaný materiál, b) stav exECAP

V porovnání s těmito výsledky dochází ke změnám mechanických vlastností za zvýšených teplot u materiálu ve stavu exECAP rychleji a s větší intenzitou. Tato skutečnost je s největší pravděpodobností způsobena přítomností velkého množství nerovnovážných hranic vzniklých při ECAP procesu. Tyto hranice, resp. jejich vznik vnáší do materiálu značné množství vnitřní energie a ta při termodynamických pochodech funguje jako hnací síla přičemž významně mění kinetiku daného zotavovacího a rekrytalizačního pochodu. Výrazně vyšší tažnost při teplotě 300 °C je způsobená částečně díky hrubšímu zrnu materiálu ve stavu exECAP, než je tomu v případě extrudovaného materiálu (obr. 10.5f, obr. 10.6f). K samotnému hrubnutí dochází právě v důsledku nerovnovážných hranic, které hrubnutí urychlují a to působí proti zjemňujícímu efektu dynamické rekrytalizace. Tento jev bývá pozorován i u jiných slitin vyrobených pomocí SPD [5]. Částečný vliv na vysokou tažnost může mít také mechanismus deformace pomocí pokluzů po hranicích zrn, který bývá často pozorován u UFG materiálů [85]. Nižší tažnost extrudovaného materiálu může mít souvislost se shluky křehké fáze $Mg_{17}Al_{12}$ pozorovaných na obr. 10.6c.

11 Mikrostrukturní stabilita

Jak již bylo řečeno výše, podstatou změn vlastností materiálů zjemňovaných pomocí SPD metod jsou odpevňovací pochody, a to jak statické, tak dynamické. Ve své rozvinuté fázi se tyto pochody projevují např. právě změnami mechanických vlastností, avšak v jejich počátečních fázích je nutno použít jiné metody analýzy. Velmi často se používá analýza pomocí EBSD, přičemž se obvykle porovnává několik mikrostrukturních či sub-mikrostrukturních charakteristik, obvykle velikost zrna a úhel dezorientace (viz kap. 7).

11.1 Teplotní stabilita

Protože předmětem našeho zájmu byla stabilita materiálu vyrobeného pomocí ECAP, byl analýze podroben pouze materiál ve stavu ECAP a exECAP. Postup přípravy vzorků pro mikrostrukturní analýzu byl identický s postupem popsáním v kap. 9.

Zkoumaný materiál byl izochronicky žhán po dobu 30 min při teplotě 300, 325 a 350 °C (teplotní hladiny byly zvoleny na základě výsledků předchozích experimentů [86,87]) v trubkové peci Heraeus ROS 4/50 v ochranné atmosféře argonu, teplota byla měřena přímo na vzorku pomocí termočlánku Pt100 a řízena s přesností $\pm 0,3$ °C.

Mikrostrukturní analýza probíhala na rastrovacím elektronovém mikroskopu Zeiss Ultra Plus pomocí EBSD. Zkoumanými parametry byly velikost zrna („grain size“ – GS), vzájemný poměr malouhlových a velkouhlových hranic („low angle boundaries/high angle boundaries“ – LAB/HAB) – případně početní podíl malouhlových hranic a parametr KAM (kap. 7.2.1). Zkoumané parametry byly porovnávány ve stavu před a po žhání. Byl použit přístup „site specific“, což znamená, že byla pozorována stejná oblast před i po teplotní expozici. Tento přístup je poněkud obtížněji realizovatelný, zejména u reaktivního materiálu, jakým je Mg slitina, avšak v případě zkoumání některých mikrostrukturních parametrů (obzvláště u materiálů s heterogenní strukturou) poskytuje přesnější výsledky. Stejně jako v případě analýzy výchozí mikrostruktury byla mikrostruktura po teplotní expozici analyzována v podélném řezu (vztaženo k podélné ose biletu).

Definice sledovaných sub-mikrostrukturních parametrů

EBSD analýza probíhala s využitím čtvercové sítě s krokem 0,1 μm . Urychlovací napětí svazku elektronů (SEM) bylo 20 kV a proud svazku se pohyboval v rozmezí 3,3–8,6 nA.

- MA: Úhel dezorientace byl definován v rozmezí 1–100° z důvodů rozlišovací schopnosti systému EBSD, která se pohybovala mírně pod 1°. Jako hranice mezi LAB a HAB byla zvolena hodnota 15°.

- GS: Zrno bylo definováno jako oblast oddělená od svého okolí hranicí s dezorientací alespoň 5°, skládající se z minimálně 5 pixelů. Samotný průměr zrna byl definován jako průměr zrna kruhového tvaru o stejné ploše jako zrno analyzované, z čehož plyne že minimální detekovatelná velikost zrna byla přibližně 0,25 μm .

- KAM: Parametr KAM byl počítán v intervalu jádrových dezorientací 0–3°, průměr na jádře byl roven 2 (tj. výpočet z právě druhého nejbližšího souseda), jako charakteristická hodnota je poté vybrána hodnota nejčastější (modus).

11.1.1 Slitina AZ91 ve stavu ECAP

Vzorky pro hodnocení teplotní stability byly vyrobeny z materiálu zpracovaného procesem ECAP z litého polotovaru (Sada I) – postup přípravy viz kap. 9. Na každém vzorku byly analyzovány alespoň dvě oblasti. Jak bylo uvedeno výše, na základě [86] a [87] byly pro experiment zvoleny teploty 300, 325 a 350 °C a čas expozice 30 minut (do této hodnoty není započítávána doba ohřevu a chladnutí).

V případě teploty 300 °C byla pro další analýzy uvedené v této práci zvolena doba žíhání 60 minut, a to na základě skutečnosti, že materiál vykazoval téměř identické chování ve srovnání s materiálem vzorku žíhaného po dobu 30 minut. Důvodem této volby byla také skutečnost, že u vzorku byla při delší teplotní expozici zkoumána výrazně větší oblast, a proto mají výsledky získané na tomto vzorku ze statistického hlediska větší váhu.

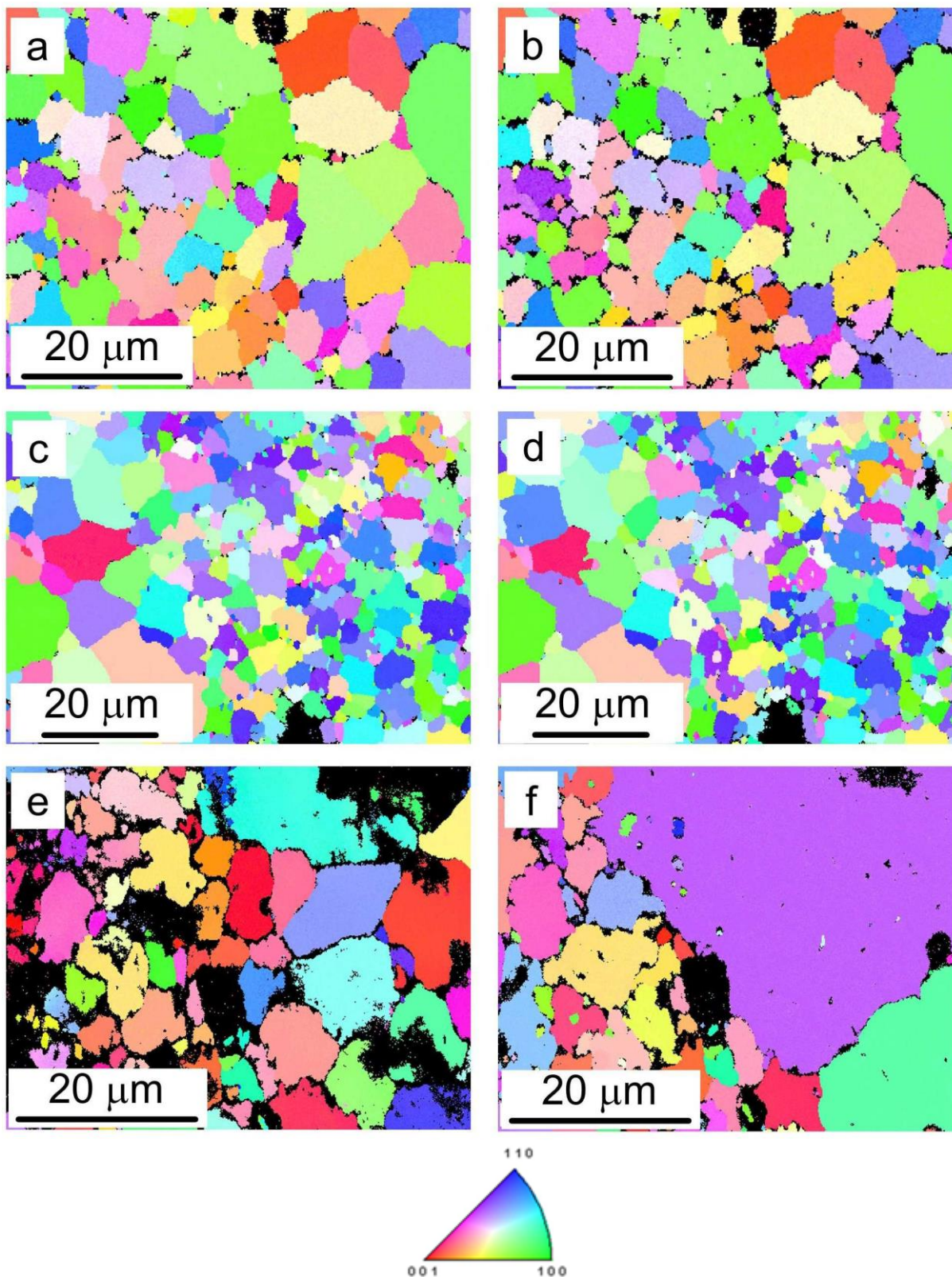
Naměřené hodnoty průměrné velikosti zrna, početního podílu LAB a parametru KAM jsou uvedeny v tab. 5. Z výsledků vyplývá, že při 300 °C dochází k mírnému nárůstu průměrné velikosti zrna, ale na základě porovnání map IPF a distribuce velikosti zrna (obr. 11.1, obr. 11.2) nelze jednoznačně prohlásit, že se jedná o hrubnutí zrna vlivem teplotní expozice ve smyslu ztráty stability mikrostruktury zrn, protože jak je vidět z grafů na obr. 11.2a, b, dochází ke vzniku nových tříd velikosti zrna a zániku či změně tříd původních. Po expozici na hladině 325 °C materiál vykazuje výraznější lokální změnu mikrostruktury, výrazněji se mění i plošný podíl jednotlivých tříd velikostí zrn (obr. 11.2c, d). Při 350 °C je již hrubnutí zrna velmi významné, přičemž průměrná velikost zrna je prakticky dvojnásobná ve srovnání se stavem před expozicí. Je nutno zmínit, že hodnota průměrné velikosti zrna oblasti 2 u vzorku žíhaného při 350 °C je ve skutečnosti výrazně vyšší než vypočtená hodnota, a to z toho důvodu, že se některá zrna nenacházející v analyzované oblasti celou svou plochou a jsou ze statistického výpočtu vyloučena kvůli filtraci (off-set). K tomuto zkresení dochází také v oblasti 1 při stejných teplotách, avšak není tak značné.

V případě určování typu hranic bylo ve většině analyzovaných oblastí zjištěno překvapivě vysoké množství LAB (~90 %). Toto množství v průběhu teplotní expozice ještě narůstalo, což bylo v rozporu s chováním popisovaným v literatuře [88,89].

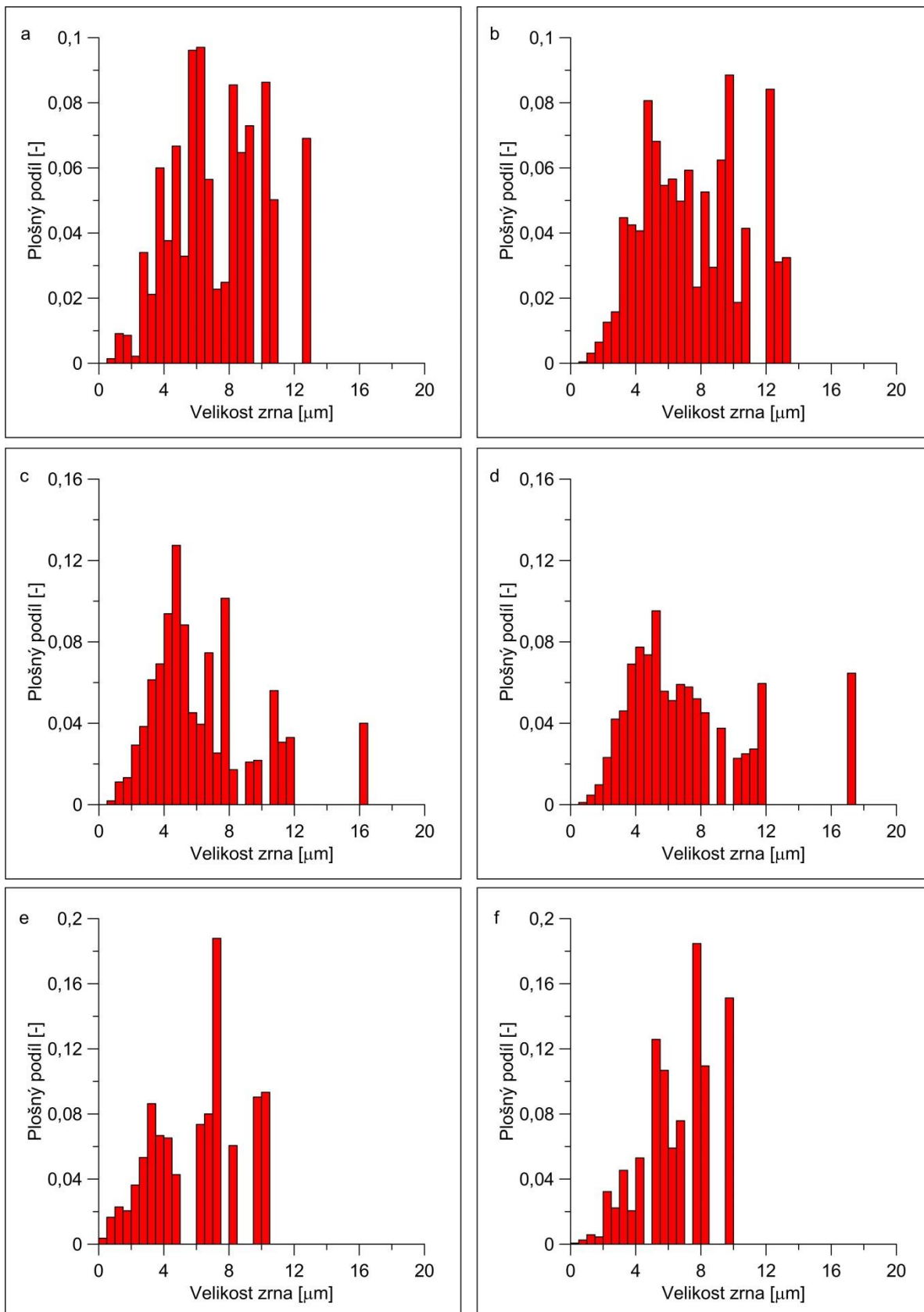
Změna parametru KAM při teplotě 300 °C částečně odpovídala nárůstu množství LAB. Při teplotě 325 °C byl také pozorován nárůst parametru KAM, avšak jeho změna již nijak významně nesouvisela se změnou množství LAB. Při teplotě 350 °C vývoj parametru KAM nebyl v jednotlivých oblastech stejný (viz tab. 5). Tento nesoulad je nutno spojovat s výše uvedeným vyloučením zrn, která neleží celá v analyzované oblasti a tím dochází ke zkresení i parametru KAM (ukázky map parametru KAM jsou uvedeny v příloze 4).

Tab. 5: Změna sledovaných parametrů v průběhu žíhání – AZ91 ECAP

parametry žíhání	průměrná velikost zrna (vážený průměr) [μm]		LAB (početní podíl) [%]		KAM [°]		
	výchozí stav	žíháno	výchozí stav	žíháno	výchozí stav	žíháno	
300 °C/ 60 min	oblast 1	7,26	7,55	93,60	95,90	1,05	1,15
	oblast 2	6,25	6,61	88,30	92,80	0,65	0,85
	oblast 3	9,61	9,79	90,60	96,20	0,75	1,25
325 °C/ 30 min	oblast 1	6,01	6,98	63,30	69,80	0,35	0,35
	oblast 2	5,47	5,59	64,30	78,10	0,25	0,35
350 °C/ 30 min	oblast 1	5,95	10,87	93,90	94,70	0,75	0,95
	oblast 2	6,01	6,60+	98,60	98,90	0,85	0,75



Obr. 11.1: Slitina AZ91 ve stavu ECAP – litý výchozí materiál – mapy IPF vybraných oblastí:
 300 °C/60 min – oblast 1: a) výchozí stav, b) po žihání
 325 °C/30 min – oblast 1: c) výchozí stav, d) po žihání
 350 °C/30 min – oblast 2: e) výchozí stav, f) po žihání



Obr. 11.2: Slitina AZ91 ve stavu ECAP (litý výchozí materiál) –
distribuce velikosti zrna vybraných oblastí:
300 °C/60 min – oblast 1: a) výchozí stav, b) po žihání
325 °C/30 min – oblast 1: c) výchozí stav, d) po žihání
350 °C/30 min – oblast 2: e) výchozí stav, f) po žihání

11.1.2 Slitina AZ91 ve stavu exECAP

Vzorky pro hodnocení teplotní stability byly vyrobeny z materiálu zpracovaného procesem ECAP z extrudovaného polotovaru (Sada II) – postup přípravy viz kap. 9. Na všech vzorcích byly analyzovány tři oblasti. Vzorky byly žíhány na stejných teplotních hladinách jako sada vzorků I., expoziční čas byl opět 30 minut.

Naměřené hodnoty průměrné velikosti zrna, početního podílu LAB a parametru KAM jsou uvedeny v tab. 6. Materiál vykazoval chování odlišné ve srovnání s materiálem ve stavu ECAP, kdy výchozí polotovar byl litý. Velikost zrna jednoznačně rostla již při expozici na teplotě 300 °C. Z map IPF (obr. 11.3) je navíc patrné, že přestože hrubnutí probíhalo podle všeho v celém objemu materiálu, v určitých oblastech bylo méně výrazné než v jiných, a mikrostruktura vykazuje jistý stupeň bimodality (obr. 11.3, obr. 11.4 – s nejčtenější velikostí zrna cca 3 a 9 μm v případě žíhání při 300 °C, resp. 6 a 14 μm při 325 °C).

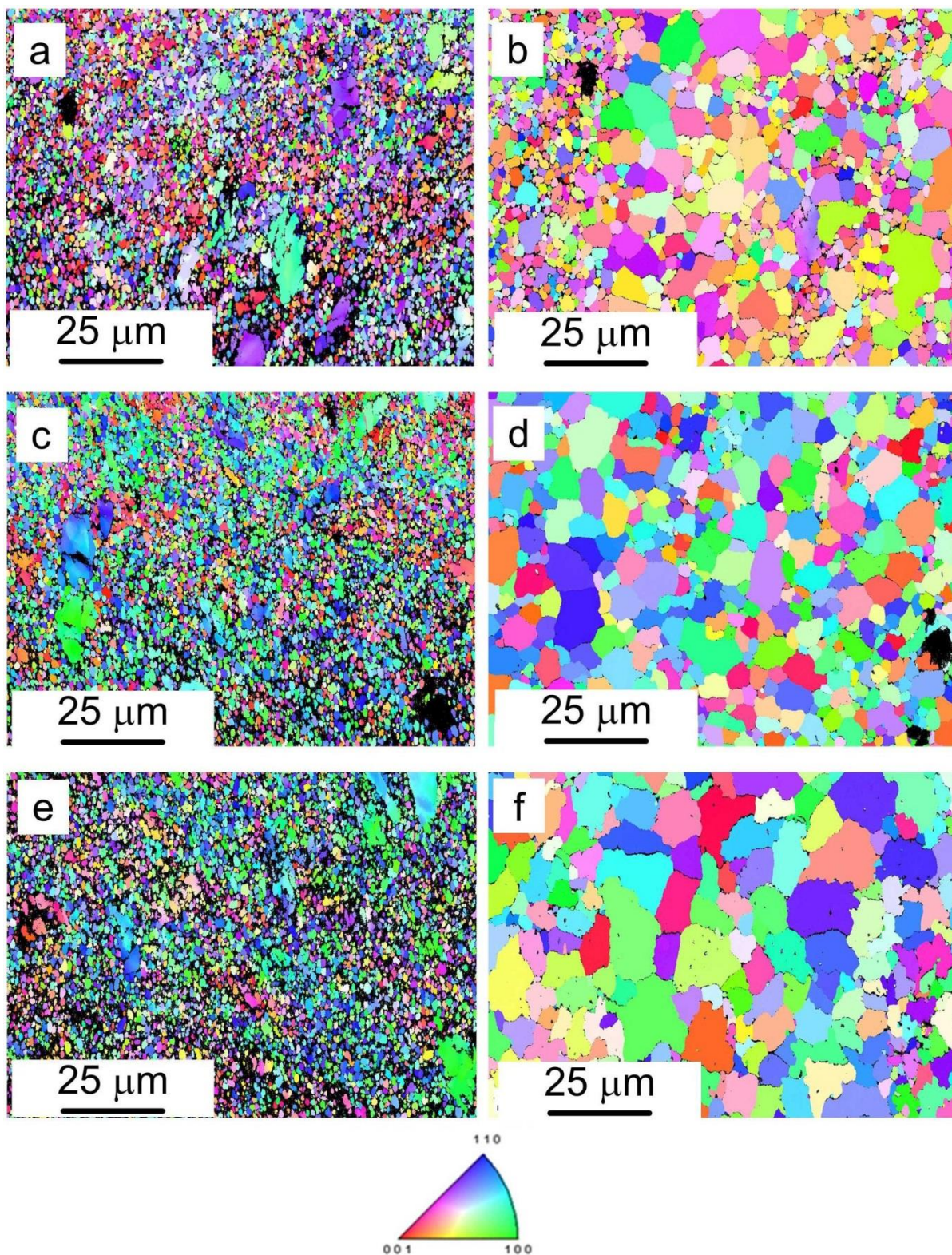
Početní podíl malouhlových hranic při 300 °C spíše roste a při vyšších teplotách naopak klesá, tyto změny však nejsou jednoznačné a podle výsledků silně závisí na stavu konkrétní analyzované oblasti. Trend ve vývoji početního podílu LAB je tedy spíše nejednoznačný.

Parametr KAM je ve výchozím stavu relativně nízký a i ten v průběhu žíhání nadále klesá (hodnoty v tab. 6 představují modus ve formě středu nejjobsazenější třídy, tudíž i přestože se samotný modus nemění, z celkového měření vyplývá, že parametr KAM ve všech případech mírně klesá, mapy parametru KAM jsou uvedeny v příloze 4).

Jak pokles početního podílu LAB, tak pokles parametru KAM jsou očekávanou reakcí na teplotní expozici na zvolených teplotních hladinách.

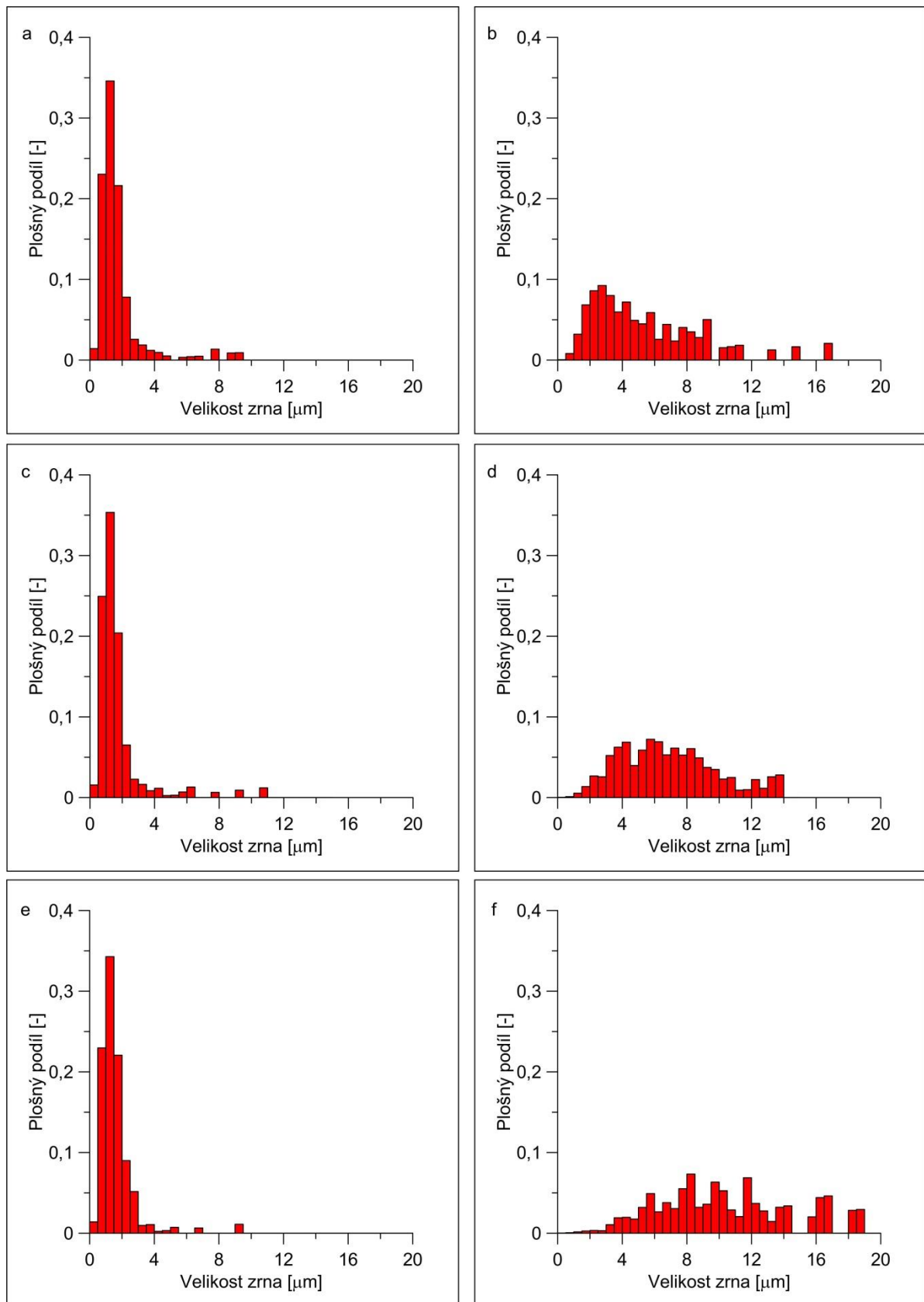
Tab. 6: Změna sledovaných parametrů slitiny AZ91 v průběhu žíhání – stav exECAP

parametry žíhání	průměrná velikost zrna [μm] (vážený průměr)		LAB (početní podíl) [%]		KAM [°]		
	výchozí stav	žíháno	výchozí stav	žíháno	výchozí stav	žíháno	
300 °C/ 30 min	oblast 1	1,74	5,47	63,10	45,90	0,25	0,25
	oblast 2	1,45	4,89	55,20	61,80	0,25	0,25
	oblast 3	1,50	4,75	56,00	71,10	0,25	0,25
325 °C/ 30 min	oblast 1	1,48	5,89	61,00	17,90	0,25	0,15
	oblast 2	1,86	6,77	58,50	25,10	0,25	0,15
	oblast 3	1,74	6,88	59,50	23,30	0,25	0,15
350 °C/ 30 min	oblast 1	1,59	10,09	74,20	49,30	0,35	0,25
	oblast 2	1,56	9,51	60,20	66,10	0,25	0,25
	oblast 3	1,61	10,35	80,40	44,30	0,45	0,25



Obr. 11.3: Slitina AZ91 ve stavu po ECAP – extrudovaný výchozí materiál –
mapy IPF vybraných oblastí:

300 °C/30 min – oblast 1: a) výchozí stav, b) po žíhání
 325 °C/30 min – oblast 3: c) výchozí stav, d) po žíhání
 350 °C/30 min – oblast 3: e) výchozí stav, f) po žíhání



Obr. 11.4: Slitina AZ91 ve stavu po ECAP – extrudovaný výchozí materiál –
distribuce velikosti zrna vybraných oblastí:

300 °C/30 min – oblast 1: a) výchozí stav, b) po žíhání

325 °C/30 min – oblast 1: c) výchozí stav, d) po žíhání

350 °C/30 min – oblast 2: e) výchozí stav, f) po žíhání

11.1.3 Diskuse výsledků

Porovnáním výchozích hodnot sledovaných parametrů (tab. 7) bylo zjištěno, že materiál ve stavu ECAP má více než čtyřikrát vyšší původní velikost zrna, a navíc průměrná velikost zrna relativně silně kolísá v závislosti na analyzované oblasti, ve srovnání s materiálem ve stavu exECAP, kdy tento vykazuje relativně vysokou shodu hodnot průměrných velikostí zrna u všech analyzovaných oblastí.

Překvapivě je u materiálu ve stavu ECAP před teplotní expozicí vyšší jak početní podíl LAB, tak hodnota parametru KAM, než je tomu v případě stavu exECAP i přesto, že vzhledem k velikosti zrna byl očekáván spíše opačný výsledek. Rozptyl hodnot těchto dvou parametrů je u obou výchozích stavů (před teplotní expozicí) materiálů proporcionálně podobný, přesto mírně menší v případě stavu exECAP.

Dále byly porovnávány průběhy změn pozorovaných parametrů obou stavů materiálu (tab. 8), případně byl hledán trend v jejich změně v závislosti na žíhací teplotě (obr. 11.5).

V případě změny velikosti zrna docházelo v materiálech v obou stavech k hrubnutí, při vyšších teplotách výrazněji. Hrubnutí zrna bylo, zejména za vyšších teplot, více konzistentní v případě materiálu ve stavu exECAP. Jak změna početního podílu LAB, tak změna parametru KAM nevykazovala ani jak ve stavu ECAP, tak v exECAP výraznější trend. Navíc, až na výjimku v případě změny početního podílu LAB u materiálu ve stavu ECAP, docházelo k velkému rozptylu v naměřených hodnotách v závislosti na analyzované oblasti.

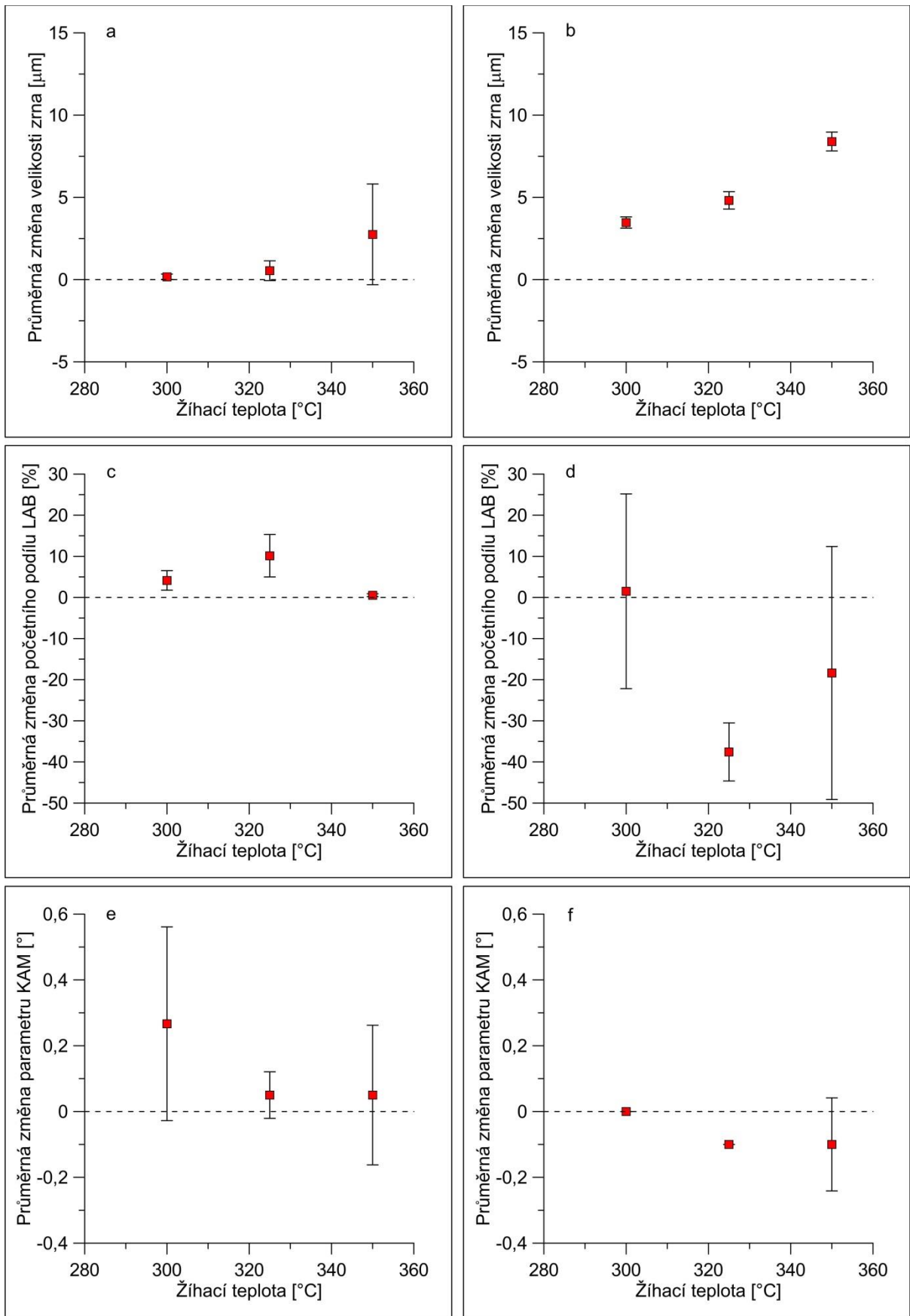
Je nutno dodat, že ze statistického hlediska se ve všech případech porovnávání výchozích hodnot sledovaných parametrů a jejich změn jedná o relativně malé soubory, proto jsou tyto výsledky (především rozptyly hodnot) zatíženy poměrně velkou mírou nepřesnosti.

Tab. 7: Sledované parametry – výchozí stav materiálu

	stav ECAP		stav exECAP	
	průměr	směrodatná odchylka	průměr	směrodatná odchylka
Průměrná velikost zrna [μm]	6,65	3,46	1,61	0,39
LAB [%]	84,66	35,76	63,12	24,13
KAM [°]	0,66	0,68	0,28	0,20

Tab. 8: Změna sledovaných parametrů v průběhu žíhání

	Doba žíhání	stav ECAP		stav exECAP	
		průměr	směrodatná odchylka	průměr	směrodatná odchylka
ΔGS [μm]	300 °C	0,18	0,16	3,47	0,34
	325 °C	0,55	0,60	4,82	0,52
	350 °C	2,76	3,06	8,40	0,57
ΔLAB [%]	300 °C	4,13	2,38	1,50	23,68
	325 °C	10,15	5,16	-37,57	7,06
	350 °C	0,55	0,35	-18,37	30,76
ΔKAM [°]	300 °C	0,27	0,29	0,00	0,00
	325 °C	0,05	0,07	-0,10	0,00
	350 °C	0,05	0,21	-0,10	0,14



Obr. 11.5: Průměrná změna sledovaných parametrů v závislosti na žíhací teplotě: a), c), e) materiál ve stavu ECAP, b), d), f) materiál ve stavu exECAP

Naměřené výsledky v mnoha ohledech neodpovídaly očekáváním založených na literárních údajích. Překvapivé byly především vysoké výchozí hodnoty parametru KAM a početního podílu LAB u materiálu ve stavu ECAP. Tato skutečnost může mít několik příčin, jako např. nezanedbatelný vliv relativně vysoké teploty při samotném ECAP procesu (300 °C), při které už mohlo docházet k částečné precipitaci anebo hrubnutí fáze $Mg_{17}Al_{12}$, která je výrazně tvrdší než základní matrice, a tudíž by způsobila nárůst lokální deformace a mohla by také fungovat jako zdroj nových dislokací a zvýšit tak i množství LAB.

Vysoká teplota při ECAP může být také příčinou výrazně hrubšího zrna u materiálu ve stavu ECAP v porovnání se stavem exECAP. Při takto vysoké teplotě existuje možnost, že již částečně proběhne rekrytalizace, a tudíž zrno do jisté míry zhrubne již při přípravě. Další příčinou hrubšího výchozího zrna může být skutečnost, že výchozí velikost zrna byla u litého materiálu více než 500 μm a ani šest průchodů ECAP nedokázalo zrno dostatečně zjemnit.

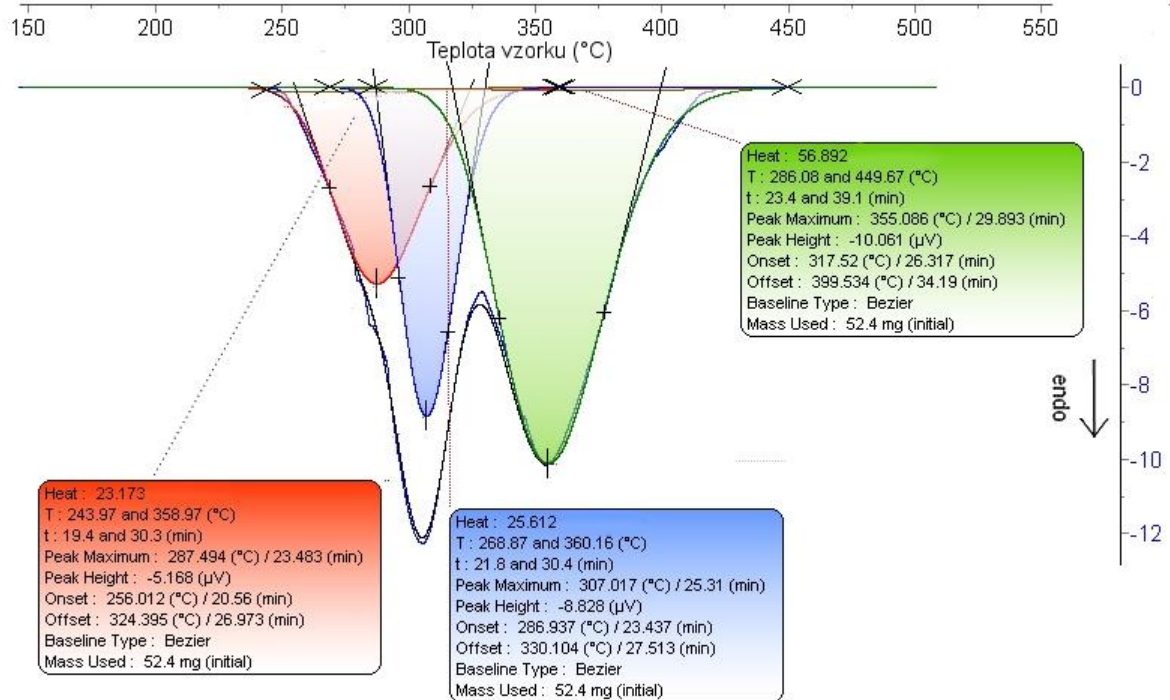
Budeme-li podrobněji zkoumat vývoj velikosti zrna v závislosti na žíhací teplotě, lze pozorovat narůstající míru hrubnutí, mírně silnější u materiálu ve stavu exECAP. Toto chování je standardní a bylo u Mg slitiny řady AZ pozorováno [50]. Na první pohled stabilnější chování při teplotní expozici materiálu ve stavu ECAP může mít několik příčin. První z nich může být prostý fakt, že v materiálu ve stavu exECAP je díky nižší teplotě při průchodu ECAP komorou a také z důvodu výchozího extrudovaného stavu vnesena výrazně vyšší deformace, a tudíž je také vyšší míra celkové vnitřní energie u tohoto materiálu. V průběhu teplotní expozice poté tato energie slouží jako hnací síla pro odpeňovací pochody a ty tudíž probíhají rychleji, případně s větší intenzitou než je tomu u materiálu ve stavu ECAP (podobný jev byl sledován mezi extrudovaným materiálem a materiálem ve stavu exECAP při tahových zkouškách za zvýšených teplot, (kap. 10). Dalším důvodem může být opět teplota 300 °C při ECAP procesu litého materiálu, díky které v tomto materiálu už částečně, případně úplně proběhly odpeňovací pochody na této teplotní hladině, a tudíž při opakované teplotní expozici do 300 °C již k žádným rekrytalizačním pochodům nemusí dojít. Určitou pozornost ovšem zasluhuje skutečnost, že v případě materiálu ve stavu exECAP je i po teplotní expozici do 325 °C velikost zrna menší než výchozí velikost zrna v materiálu ve stavu ECAP. Rovněž by měl být zdůrazněn fakt, že materiál ve stavu exECAP byl žíhán pouze po dobu 30 minut, a není tedy jisté, zda rekrytalizace proběhla v materiálu kompletně, či zda bude hrubnutí zrna pokračovat při delším žíhacím čase. Z výsledků pro žíhání při 350 °C lze usuzovat vyšší náchylnost materiálu ve stavu ECAP k abnormálnímu růstu zrna (kap. 3.2).

Nárůst početního podílu LAB a parametru KAM v průběhu teplotní expozice u materiálu ve stavu ECAP lze vysvětlit předpokládanou precipitací a hrubnutím fáze $Mg_{17}Al_{12}$ (ověřeno pomocí EBSD [86], příloha 5), která (jak bylo řečeno výše) může do materiálu vnášet další lokální distorzi mřížky. Bude-li tento vliv silnější než vliv odpeňovacích pochodů probíhajících v materiálu, může být celkové chování totožné s našim pozorováním.

Opačný trend u materiálu ve stavu exECAP (tj. pokles početního podílu LAB a parametru KAM) může být opět přisuzován vyšší vnitřní energii materiálu a tudíž silnějším odpeňovacím pochodům, které v tomto případě překonají vliv předpokládané precipitace a hrubnutí fáze $Mg_{17}Al_{12}$.

Jak již bylo řečeno výše, kolísání hodnot a relativně vysoké rozptyly u změny početního podílu LAB v obou případech mají pravděpodobně původ ve statisticky nedostatečně velkém souboru, ze kterého byly trendy počítány. Jistá podoba ve tvaru trendu změny parametru KAM u obou druhů materiálu je v tomto případě spíše dílem náhody, avšak obecně by mělo platit, že s rostoucí teplotou bude lokální distorze mřížky klesat intenzivněji, tudíž by i celkový trend změny parametru KAM měl mít s rostoucí teplotou klesající průběh.

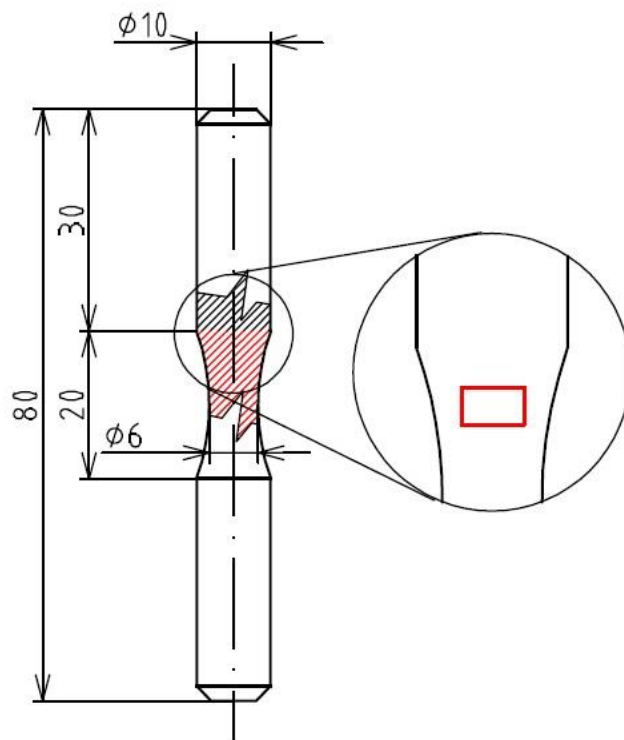
Protože chování fáze $Mg_{17}Al_{12}$ při teplotní expozici nebylo možno zcela popsat pomocí EBSD analýzy (limitace metody), byla na vzorcích provedena analýza DSC, která měla potvrdit nebo vyvrátit předpoklad precipitace a hrubnutí fáze. Protože se jedná pouze o ověřovací a svým charakterem spíše prvotní studii, nejsou její výsledky zařazeny v kapitolách 11.1.1 ani 11.1.2. Analýza probíhala na simultánním termoanalyzátoru Setsys Evolution, rychlost ohřevu byla $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Z výsledků (obr. 11.6) vyplývá, že v materiálu mezi teplotami cca 250 a $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ existují tři záporné peaky odpovídající třem různým probíhajícím endotermickým reakcím. Tato skutečnost je v rozporu s předpokládanou precipitací fáze $Mg_{17}Al_{12}$, protože precipitace by se musela v analýze projevit jako exotermický peak. Na základě těchto zjištění lze tedy prohlásit, že v průběhu teplotní expozice dochází pouze k hrubnutí fáze $Mg_{17}Al_{12}$, nikoli k její precipitaci. Zdánlivou absenci precipitátů ve výchozím stavu při EBSD analýze lze v tomto případě vysvětlit příliš malým průměrem precipitátů, nacházejícím se pod rozlišovací schopností mikroskopu při daném nastavení (kap. 11.1). Existuje možnost, že precipitace skutečně probíhá, ale její výskyt se kryje s některou z níže uvedených endotermických reakcí a její energetická bilance je natolik nízká, že dojde k úplnému odečtení exotermického peaku, tato možnost je však méně pravděpodobná. Zároveň je na základě analýzy podobné hořčikové slitiny [79] možno usuzovat, že jeden z prvních dvou peaků odpovídá přeskupování dislokací v materiálu a druhý pravděpodobně hrubnutí fáze $Mg_{17}Al_{12}$. Třetí peak bude pravděpodobně spojen s celkovou rekrytalizací matrice a bude v tomto případě odpovídat hrubnutí zrna (toto tvrzení podporuje skutečnost, že se rozsah teplot použitých při žhacích experimentech, při kterých bylo hrubnutí materiálu ve stavu exECAP jednoznačně pozorováno ve všech případech, nachází celý právě v oblasti třetího peaku). Peak odpovídající zotavení bodových poruch se vyskytuje okolo teploty $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ a z tohoto zpracování výsledků analýzy byl vypuštěn. Ověření výše uvedených tvrzení a jejich případné přesnější určení není bohužel bez dalších měření a srovnávacích testů možné.



Obr. 11.6: Výsledky analýzy pomocí DSC

11.2 Mikrostrukturní stabilita při mechanickém zatěžování

Materiál ve stavu ExECAP byl dále analyzován z hlediska své mechanické mikrostrukturní stability při cyklickém zatěžování v režimu ohyb za rotace. Pro vlastní experimenty byly použity válcové vzorky vyrobené z exECAP biletu s délkou měrné části 20 mm a průměrem 6 mm (obr. 11.7). Vzorky byly zatěžovány v režimu konstantní amplitudy síly se symetrickým tvarem cyklu ($R = -1$). Stav mikrostruktury vybraných únavových vzorků po provedené únavové zkoušce byl analyzován pomocí EBSD na rastrovacím elektronovém mikroskopu Zeiss Ultra Plus, kdy odběr vzorků byl proveden z oblasti měrné délky v podélném řezu (vztaženo k podélné ose únavového vzorku) postup přípravy vzorků pro mikrostrukturní analýzu byl opět totožný s postupem popsáním v kap. 9. Snímky z EBSD jsou orientovány tak, že svislý směr odpovídá orientaci osy únavového vzorku (obr. 11.7). Sledována byla opět změna velikosti zrna a změna početního podílu LAB a parametru KAM za totožných okrajových podmínek analýzy jako v případě teplotní mikrostrukturní stability (kap. 11.1).



Obr. 11.7: Oblast analyzovaných míst (červené šrafování) a orientace snímku vůči vzorku (velikost oblasti záměrně zvětšena)

11.2.1 Výsledky únavových zkoušek

Na základě získaných měření (tab. 9) byla zkonstruována Wöhlerova křivka pro analyzovaný materiál (obr. 11.8) a sestavena rovnice ve tvaru:

$$\sigma_a = 258,69 \cdot (N_f)^{-0,024}, \quad (11)$$

a pro 10^7 cyklů vypočtena hodnota meze únavy $\sigma_{Nc} = 176$ MPa.

Jako referenční byly vybrány vzorky č. 4, 5, 10 a 11. Protože v tomto případě vzorky, resp. stav substruktury nebyly zkoumány před únavovou zkouškou, byly jako výchozí

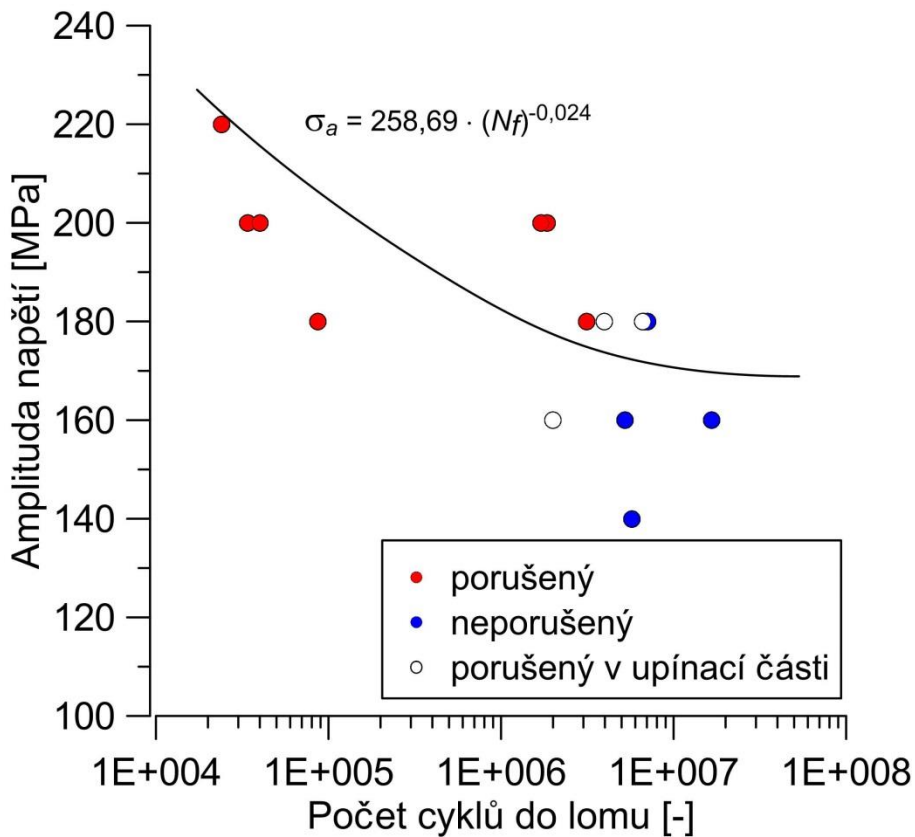
hodnoty sledovaných mikrostrukturních parametrů použity průměrné hodnoty určené na základě všech výchozích stavů (které byly získány při analýzách v rámci zkoumání teplotní stability slitiny ve stejném stavu zpracování – exECAP, viz kap. 11.1.2).

Z EBSD analýzy (tab. 10) pro sledované podmínky plyne, že při amplitudě 160 MPa početní podíl LAB klesá, avšak s dále rostoucí amplitudou napětí dochází k jeho postupnému nárůstu a to až o cca 20 % v případě zatěžování s amplitudou 220 MPa. Parametr KAM vykazuje stejný trend, avšak celková změna je proporcionálně menší než je tomu v případě změny početního podílu LAB (obr. 11.9).

Velikost zrna vykazuje spíše mírné změny (reakce na změnu zatěžování) s výjimkou vzorku zatěžovaného amplitudou napětí 180 MPa (obr. 11.9). Tato změna je také patrná z map IPF (obr. 11.10) kdy na této hladině cyklického zatěžování zrno materiálu lokálně hrubne, kdy bylo také pozorováno natáčení přibližně ve sklonu 45° k ose zatěžování (tato orientace však nemůže být ztotožňována s rovinou posledního průchodu ECAP komorou).

Tab. 9: Výsledky únavových zkoušek pro slitinu AZ91 – stav exECAP (ohyb za rotace)

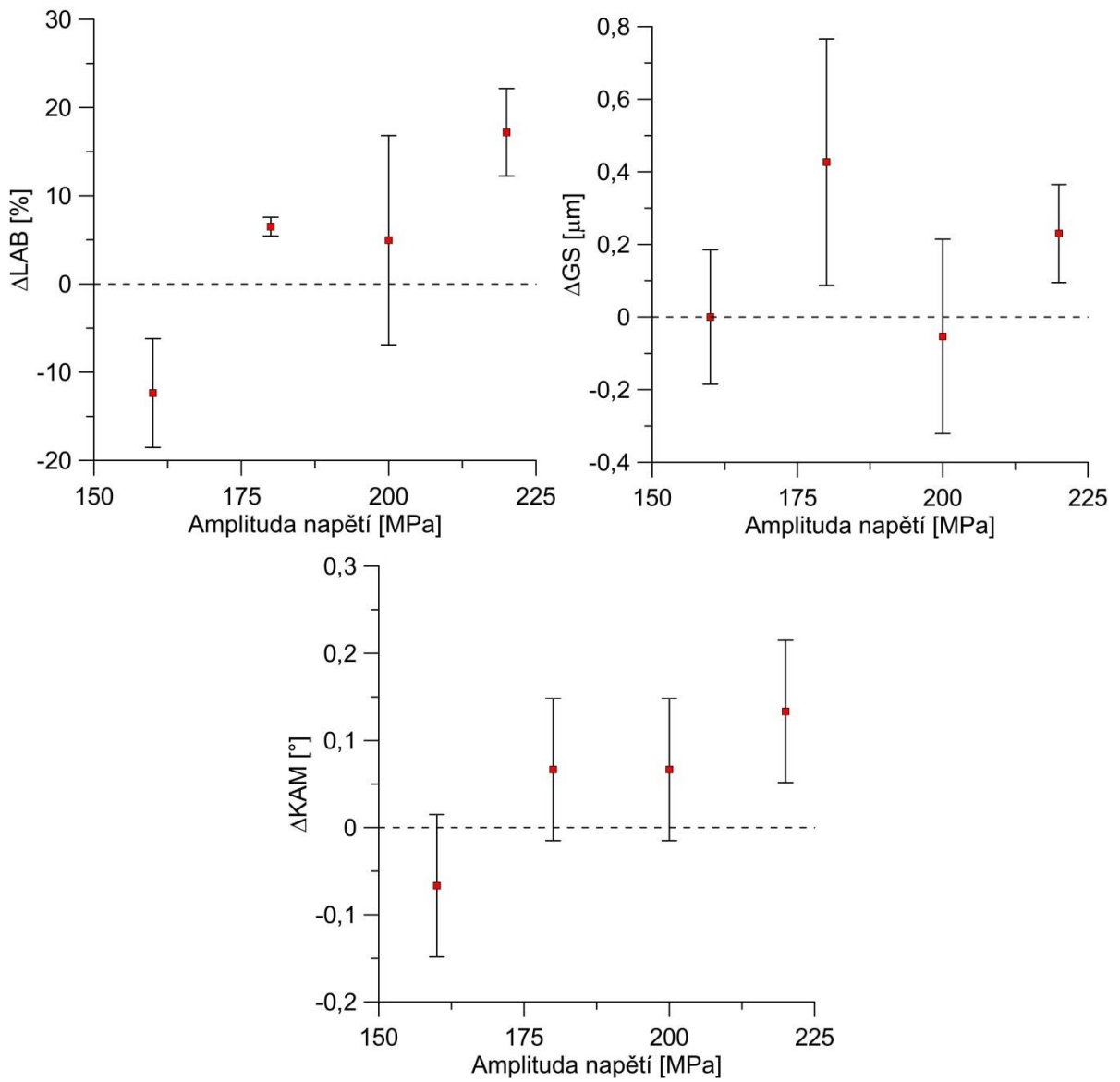
č. vzorku	Amplituda napětí [MPa]	Počet cyklů [-]	stav vzorku
1	140	5 735 000	porušený
2	180	3 967 000	porušený v upínací části
3	180	6 724 000	neporušený
4	220	24 000	porušený
5	200	34 000	porušený
6	200	1 852 000	porušený
7	180	6 622 000	porušený v upínací části
8	200	1 704 000	porušený
9	180	87 000	porušený
10	160	16 651 000	neporušený
11	180	7 063 000	neporušený
12	200	40 000	porušený
13	180	3 138 000	porušený
14	160	1 997 000	porušený v upínací části
15	160	5 228 000	neporušený



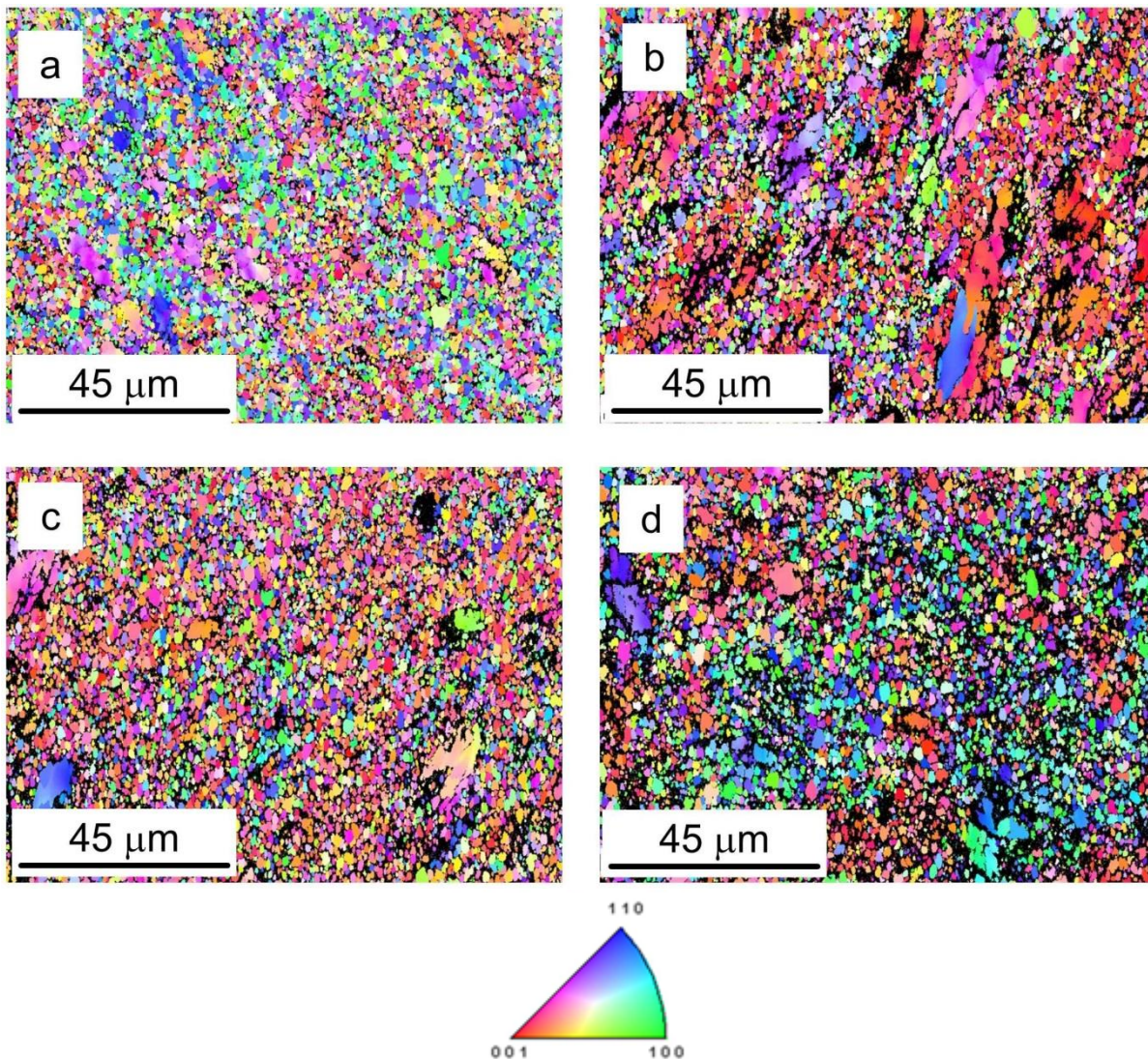
Obr. 11.8: Wöhlerova křivka analyzované slitiny ve stavu exECAP – ohyb za rotace

Tab. 10: Změna sledovaných parametrů v průběhu únavových zkoušek – stav exECAP

výchozí stav	LAB [%]		GS [μm]		KAM [$^\circ$]	
	absolutní hodnota	ΔLAB	absolutní hodnota	ΔGS	absolutní hodnota	ΔKAM
vz. 10 $\sigma_a = 160 \text{ MPa}$ $N = 16\,651\,000$	63,1		1,61		0,25	
	45,70	-17,40	1,46	-0,15	0,15	-0,10
	53,40	-9,70	1,70	0,09	0,15	-0,10
vz. 11 $\sigma_a = 180 \text{ MPa}$ $N = 7\,063\,000$	53,10	-10,00	1,67	0,06	0,25	0,00
	68,80	5,70	2,28	0,67	0,35	0,10
	69,70	6,60	2,03	0,42	0,35	0,10
vz. 5 $\sigma_a = 200 \text{ MPa}$ $N = 34\,000$	70,30	7,20	1,80	0,19	0,25	0,00
	70,60	7,50	1,64	0,03	0,35	0,10
	74,90	11,80	1,34	-0,27	0,35	0,10
vz. 4 $\sigma_a = 220 \text{ MPa}$ $N = 24\,000$	58,70	-4,40	1,69	0,08	0,25	0,00
	83,20	20,10	1,78	0,17	0,45	0,20
	76,40	13,30	1,79	0,18	0,35	0,10
	81,30	18,20	1,95	0,34	0,35	0,10



Obr. 11.9: Průměrné změny sledovaných parametrů



Obr. 11.10: Slitina AZ91 po únavové zkoušce – mapy IPF – amplituda napětí: a) 160 MPa, b) 180 MPa, c) 200 MPa, d) 220 MPa

11.2.2 Diskuse výsledků

Z výsledků únavových zkoušek je patrné, že zkoumaný materiál při cyklickém zatěžování vykazuje velký rozptyl výsledků a počet cyklů do lomu na jedné zatěžovací hladině se v některých případech liší i o dva řády. Zároveň v několika případech došlo k porušení vzorku jinde než v měrné části, což poukazuje na vrubovou citlivost materiálu a tyto konkrétní výsledky by měly být brány pouze jako orientační. Dle rovnice (11) byla konvenčně pro 10^7 cyklů určena mez únavy 176 MPa.

Pokles parametru KAM v případě amplitudy napětí 160 MPa je způsoben poklesem lokální distorze mřížky s čímž přímo souvisí také pokles početního podílu malouhlových hranic, které jsou jejím významným zdrojem (dislokační hranice). Samotný pokles parametru KAM může být způsoben dynamickými odpevnovacími pochody, které mohou působit proti kumulaci dislokací způsobenou cyklickým zatěžováním, která může být v případě této amplitudy zatěžování méně intenzivní. S rostoucí amplitudou zatěžování je pravděpodobnější i výraznější kumulace dislokací a její vliv celkově narůstá, tudíž dochází i k celkovému nárůstu parametru KAM a početního podílu LAB.

Změna velikosti zrna nevykazuje žádný trend, s výjimkou lokálního zhrubnutí mikrostruktury při zatěžování amplitudou 180 MPa. Vzhledem k tomu, že v případě hodnocení mechanické mikrostrukturní stability nebyly na materiálu provedeny EBSD analýzy ve výchozím stavu, je nutno vzít v úvahu také možnost, byť málo pravděpodobnou, že daný vzorek měl hrubší strukturu již před samotným zatěžováním. Druhou možností může být kombinace vyšší amplitudy cyklického napětí, která způsobí v materiálu výraznější změny než při amplitudě 160 MPa, v kombinaci se zatěžováním na hladině vypočtené meze únavy, která vyústí ve výrazně vyšší počet zátěžných cyklů (a tedy celkově delší dobu cyklického zatěžování) než je tomu při amplitudách 200 a 220 MPa, na kterých může být hrubnutí výraznější, avšak při řádově pouhých desetitisících cyklů nemusí proběhnout kompletně. S ohledem na skutečnost, že v dostupné literatuře je informací o vlivu únavového zatěžování na mikrostrukturu jemnozrnných hořčíkových slitin připravených pomocí metod SPD velmi málo [58], případně informace zcela chybí, nelze výše uvedené předpoklady potvrdit, či vyvrátit a to ani srovnáním se slitinami ze stejné série hořčíkových slitin, tj. typu AZ či slitin obdobných.

Stejně jako v případě teplotní mikrostrukturní stability je nutno poznamenat, že ze statistického hlediska se jedná o malé soubory a výsledky jsou opět zatíženy chybou (s čímž souvisí také vysoké rozptyly naměřených hodnot).

12 Shrnutí dosažených výsledků

Způsob zpracování slitiny AZ91 má zásadní vliv na strukturu, její stabilitu a výsledné vlastnosti. Tento vliv nelze snadno kvantifikovat a záleží vždy na konkrétní aplikaci a zatížení materiálu.

V případě mechanických vlastností nevykazuje nejvyšší pevnost materiál připravený pomocí extruze a následného ECAP procesu, který má nejmenší průměrnou velikost zrna, ale materiál zpracovaný pouze extruzí, kdy je střední velikost zrna o řád vyšší. Důvodem je slabší vliv textury v daném směru, která byla oslabena v průběhu následného zpracování procesem ECAP. I přes srovnatelné či spíše mírně horší tahové charakteristiky materiálu ve stavu exECAP je však patrný vliv na tvar tahové křivky v oblasti meze kluzu. Při zatěžování tlakem má materiál ve stavu exECAP výrazně vyšší mez kluzu a mírně menší pevnost než extrudovaný materiál. Změna tvaru zatěžovací křivky v důsledku ECAP je takřka stejná jako v případě tahového namáhání.

Z výsledků tahových zkoušek za zvýšených teplot vyplývá, že ve struktuře materiálu ve stavu exECAP dochází ke změnám při teplotách nižších, než je tomu u extrudovaného materiálu, což se projeví na mechanických vlastnostech. Zatímco extrudovaný materiál při 100 °C vykazuje téměř shodnou strukturu a mechanické vlastnosti jako při zatěžování za pokojové teploty, u materiálu ve stavu exECAP již dochází ke značnému poklesu pevnostních a nárůstu deformačních charakteristik. Tato změna je způsobena velkým množstvím vnesené vnitřní energie ve formě nerovnovážných hranic, která může fungovat jako aktivační nebo hnací energie některých pochodů. Změny ve struktuře také probíhají v materiálu ve stavu exECAP intenzivněji a jejich celkový vliv je výraznější, proto za teplot okolo 300 °C dosahuje výrazně nižších pevnostních charakteristik a deformačních charakteristik, na jejichž základě bychom mohli hovořit o pseudo-superplasticitě. S rostoucí teplotou dochází také k postupné změně mechanismu lomu, který se mění z kvazi-štěpného porušení na porušení tvárné. Na lomových plochách lze pozorovat postupné vymizení štěpných fazet a prohlubování tvárných jamek. Tato změna nastává u materiálu ve stavu exECAP za nižších teplot, než je tomu u extrudovaném materiálu, což opět pravděpodobně souvisí s vyšší vnitřní energií vnesenou do materiálu v průběhu ECAP procesu.

Mikrostruktura matrice materiálu ve stavu ECAP je až do 300 °C víceméně stabilní. Pod touto teplotou v materiálu dochází pouze k minimálním změnám, které mohou být částečně způsobeny např. zotavením bodových poruch. Nad teplotou 325 °C dochází k intenzivnímu hrubnutí matrice, které je způsobeno především kontinuální statickou rekrytalizací a při vyšších teplotách také rekrytalizací sekundární, což se projeví abnormálním zhrubnutím/růstem některých zrn. I za teplot nižších než 300 °C však dochází v materiálu k částečnému hrubnutí fáze $Mg_{17}Al_{12}$, která má na některé mikrostrukturní parametry, především na lokální distorzi mřížky, nezanedbatelný vliv. Tento vliv je natolik silný, že i při znatelném hrubnutí matrice (což bývá interpretováno nárůstem početního podílu HAB a poklesem početního podílu LAB) dochází dokonce oproti očekávání k nárůstu lokální distorze mřížky materiálu, a to i při teplotě 350 °C.

Materiál ve stavu exECAP vykazuje podobné trendy v chování, avšak k částečnému hrubnutí matrice u něj dochází za nižších teplot než u materiálu ve stavu ECAP. Hrubnutí matrice je intenzivnější, avšak vzhledem k velkému rozdílu výchozí velikosti zrna materiálu ve zmíněných stavech je po stejných dobách žihání průměrná velikost zrna nižší než je tomu u materiálu ve stavu ECAP při stejné žihací teplotě. Při teplotě 350 °C, tj. nejvyšší teplotě ze sledovaného rozsahu, materiál ve stavu exECAP nevykazuje známky abnormálního růstu zrna, což může být způsobeno rovnoměrnějším výskytem fáze $Mg_{17}Al_{12}$, která může mít ve

vztahu k růstu zrna brzdící vliv. Fáze $Mg_{17}Al_{12}$ stejně jako v případě stavu ECAP hrubne v celém analyzovaném teplotním rozsahu, ale nad teplotou 300 °C je již vliv hrubnutí matrice výraznější a dochází k celkovému poklesu lokální distorze mřížky i početního podílu malouhlových hranic.

Přestože materiál ve stavu exECAP hrubne již za nižších teplot než ve stavu ECAP, výsledná nižší průměrná velikost zrna po teplotní expozici se v tomto případě jeví výhodnější pro výsledné vlastnosti. Na základě předpokladu vyšší vnitřní energie a z toho plynoucí vyšší kinetiky rekrystalizačních pochodů v materiálu ve stavu exECAP lze předpokládat, že dané odpevňovací pochody zcela (příp. téměř zcela) proběhly již během 30 minutové teplotní expozice, a proto je pravděpodobné, že průměrná velikost zrna materiálu ve stavu exECAP bude nižší než ve stavu ECAP i při delších žíhacích časech. Jako výhoda se též jeví absence sekundární rekrystalizace a obecně uniformnější chování materiálu při žíhání s menšími rozdíly mezi jednotlivými analyzovanými oblastmi.

Při cyklickém zatěžování dochází v mikrostruktuře jako takové spíše k menším změnám, které mají při zatěžování s nižšími amplitudami napětí charakter poklesu lokální distorze mříže, který by mohl indikovat silnější vliv odpevňovacích pochodů a slabší vliv kumulace dislokací. S rostoucí amplitudou napětí patrně roste vliv kumulace dislokací, což se promítlo i na celkovém nárůstu lokální distorze mříže. Z tohoto hlediska se materiál chová nejstabilněji v blízkosti meze únavy, při těchto amplitudách cyklického napětí mají změny v lokální distorzi mříže i v početním podílu malouhlových hranic nejmenší rozptyl.

Změna velikosti zrna nevykazuje žádný jednoznačný trend a sama o sobě není příliš významná při zatěžování na žádné hladině amplitudy napětí. Určité zhrubnutí a možná změna tvaru zrna na hladině meze únavy je diskutabilní a vzhledem k počtu analyzovaných oblastí nelze jednoznačně vyvodit relevantní závěry. Obecně je možné konstatovat, že velikost zrna zůstává při všech zatěžovacích hladinách relativně neměnná.

13 Závěry

Na slitině AZ91 ve stavu litém následovaném ECAP a extrudovaném následovaném ECAP (exECAP) byla provedena analýza vlivu zpracování na mechanické vlastnosti a posouzena teplotní mikrostrukturní stabilita jemnozrnných stavů a mechanická mikrostrukturní stabilita stavu exECAP při cyklickém zatěžování. Na základě výsledků byly vyvozeny následující závěry:

- Mechanické vlastnosti slitiny AZ91 nejsou odvozeny pouze od velikosti zrna a nejlepších hodnot dosahuje materiál v extrudovaném stavu, těsně následován materiálem ve stavu exECAP.
- Za zvýšených teplot klesají pevnostní a rostou deformační charakteristiky a tato změna je nejvíce intenzivní u materiálu ve stavu exECAP.
- V průběhu žíhání je matrice materiálu ve stavu ECAP až do teploty 300 °C stabilní a při zvýšených teplotách dochází k jejímu abnormálnímu hrubnutí. Matrice materiálu ve stavu exECAP hrubne za nižších teplot, než je tomu u materiálu ve stavu ECAP, avšak i přes intenzivnější změny je výsledná struktura více homogenní.
- I při nižších teplotách (z vyšetřovaného rozsahu) dochází k hrubnutí fáze $Mg_{17}Al_{12}$, které se projevuje na změně sub-mikrostrukturních parametrů, konkrétně na nárůstu lokální distorze mřížky a početního podílu LAB. Hrubnutí fáze $Mg_{17}Al_{12}$ působí (ve vztahu k parametru KAM a početnímu podílu LAB) proti hrubnutí matrice a v materiálu ve stavu ECAP ani při teplotě 350 °C nedojde k jejímu potlačení, u materiálu ve stavu exECAP je již při teplotě 325 °C vliv hrubnutí matrice na výše uvedené parametry výraznější a dochází k jejich poklesu.
- Při cyklickém namáhání dochází u materiálu ve stavu exECAP na nižších hladinách amplitudy napětí k poklesu lokální distorze mřížky a početního podílu LAB. S rostoucí amplitudou cyklického napětí jak lokální distorze mřížky, tak početní podíl LAB postupně narůstá.
- Změna velikosti zrna nevykazuje při cyklickém namáhání jednoznačný trend a lze říct, že velikost zrna se v průběhu cyklického zatěžování téměř nemění.

14 Použitá literatura

- [1] RÖSLER, J.; HARDERS, H.; BÄKER, M. *Mechanical behaviour of engineering materials*, Berlin: Springer, 2007, 534 s.
- [2] TOTH, L. S.; GU, C. Ultrafine-grain metals by severe plastic deformation, *Materials Characterization*, 2014, Vol. 92, s. 1–14
- [3] AZUSHIMA, A.; KOPP, R.; KORHONEN, A.; YANG, D. Y.; MICARI, F.; LAHOTI, G. D.; GROCHE, P.; YANAGIMOTO, J.; TSUJI, N.; ROSOCHOWSKI, A.; YANAGIDA, A. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals, *CIRP Annals – Manufacturing Technology*, 2008, Vol. 57, s. 716–735
- [4] MORDIKE, B. L.; EBERT, T. Magnesium: Properties – applications – potential, *Materials Science and Engineering A*, 2001, Vol. 302, s. 37–45
- [5] SAKAI, T.; BELYAKOV, A.; KAIBYSHEV, R.; MIURA, H.; JONAS, J. J. Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions, *Progress in Materials Science*, 2014, Vol. 60, s. 130–207
- [6] HUMPHREYS, F. J.; HATHERLY, M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena: Second Edition*, Oxford: Elsevier, 2004, 574 s.
- [7] DOHERTY, D. A.; HUGHES, D. A.; HUMPHREYS, F. J.; JONAS, J. J.; JUUL JENSEN, D.; KASSNER, M. E.; KING, W. E.; McNELLEY, T. R.; McQUEEN, H. J.; ROLLET, A. D. Current issues in recrystallisation: a review, *Materials Science and Engineering A*, 1997, Vol. 238, s. 219–274
- [8] POKLUDA, J.; KROUPA, F.; OBDRŽÁLEK, L. *Mechanické vlastnosti a struktura pevných látek*, Brno: Vysoké učení technické v Brně, 1994, 385 s.
- [9] HULL, D. *Introduction to Dislocations*, Glasgow: Pergamon Press, 1965, 259 s.
- [10] REDDY, S. M.; TIMMS, N. E.; PANTLEON, W.; TRIMBY, P. Quantitative characterization of plastic deformation of zircon and geological implications, *Contribution to Mineralogy and Petrology*, 2007, Vol. 153, s. 625–645
- [11] GRASER, S.; HIRCHFELD, P. J.; KOPP, T.; GUTSER, R.; ANDERSEN, B. M.; MANNHART, J. How grain boundaries limit supercurrents in high-temperature superconductors, *Nature Physics*, 2010, Vol. 6, s. 609–614
- [12] READ, W. T.; SHOCKLEY, W. Dislocation models of crystal grain boundaries, *Physical Review*, 1950, Vol. 78, s. 275–289
- [13] KIRCH, D. M.; JANNOT, E.; BARRALES-MORRA, L. A.; MOLODOV, D. A.; GOTTSTEIN, G. Inclination dependence of grain boundary energy and its impact on the faceting kinetics of tilt grain boundaries in aluminium, *Acta Materialia*, 2008, Vol. 56, s. 4998–5011
- [14] SITARAMA RAJU, K.; GHANASHYAM KRISHNA, M.; PADMANABHAN, K. A.; MURALEEDHARAN, K.; GURAO, N. P.; WILDE, G. Grain size and grain boundary character distribution in ultra-fine grained (ECAP) nickel, *Materials Science and Engineering A*, 2008, Vol. 491, s. 1–7
- [15] UEHARA, T.; WAKABAYASHI, N.; HIRABAYASHI, Y.; OHNO, N. An atomistic study of grain boundary stability and crystal rearrangement using molecular dynamics techniques, *International Journal of Mechanical Sciences*, 2008, Vol. 50, s. 956–965
- [16] FARAOUN, H.; VINCENT, G.; ESLING, C.; AOURAG, H. Study of stability of twist grain boundaries in hcp zinc, *Scripta Materialia*, 2006, Vol. 54, s. 865–868

- [17] SAKAI, T.; MIURA, H. Mechanical properties of fine-grained magnesium alloys processed by severe plastic forging, *Magnesium Alloys – Design, Processing and Properties*, Frank Czerwinski (Ed.), InTech, 2011
- [18] SAUVAGE, X.; WILDE, G.; DIVINSKI, S. V.; HORITA, Z.; VAILEV, R. Z. Grain boundaries in ultrafine grained materials processed by severe plastic deformation and related phenomena, *Materials Science and Engineering A*, 2012, Vol. 540, s. 1–12
- [19] LEJČEK, P. Chemie rozhraní v pevných látkách, *Chemické listy*, 1998, Vol. 92, s. 114–122
- [20] PLUHAŘ, J.; PUŠKÁR, A.; KOURSKÝ, J.; MACEK, K.; BENEŠ, V. *Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálů*, Praha: SNTL, 1987, 418 s.
- [21] AMOUYAL, Y.; DIVINSKI, S. V.; ESTRIN, Y.; RABKIN, E. Short-circuit diffusion in ultrafine-grained copper-zirconium alloy produced by equal channel angular pressing, *Acta Materialia*, 2007, Vol. 55, s. 5968–5979
- [22] DIVINSKI, S. V.; REGLITZ, G.; RÖSNER, H.; ESTRIN, Y.; WILDE, G. Ultra-fast diffusion in pure Ni severely deformed by equal-channel angular pressing, *Acta Materialia*, 2011, Vol. 59, s. 1974–1985
- [23] DIVINSKI, S. V.; REGLITZ, G.; WILDE, G. Grain boundary self-diffusion in polycrystalline nickel of different purity levels, *Acta Materialia*, 2010, Vol. 58, s. 386–395
- [24] UPMANYU, M.; SROLOVITZ, D. J.; SHVINDLERMAN, L. S.; GOTTSTEIN, G. Misorientation dependence of intrinsic grain boundary mobility: Simulation and experiment, *Acta Materialia*, 1999, Vol. 47, s. 3901–3914
- [25] UPMANYU, M.; SROLOVITZ, D. J.; SHVINDLERMAN, L. S.; GOTTSTEIN, G. Molecular dynamics simulation of triple junction migration, *Acta Materialia*, 2002, Vol. 50, s. 1405–1420
- [26] SEDLÁČEK, V.; KUDRMAN, M.; OČENÁŠEK, V.; VOSTRÝ, P.; ZUNA, P. *Zotavení a rekrytalizace*, Praha: Academia, 1985, 280 s.
- [27] HUMPHREYS, F. J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures, *Acta Materialia*, 1997, Vol. 45, s. 4231–4240
- [28] PANTLEON, W.; HANSEN, N. Disorientations in dislocation boundaries: Formation and spatial correlation, *Materials Science and Engineering A*, 2001, Vol. 309–310, s. 246–250
- [29] WERT, J. A.; LIU, Q.; HANSEN, N. Dislocation boundaries and active slip systems, *Acta Metallurgica et Materialia*, 1995, Vol. 43, s. 4153–4163
- [30] HUGHES, D. A.; HANSEN, N.; BAMMANN, D. J. Geometrically necessary boundaries, incidental dislocation boundaries and geometrically necessary dislocations, *Scripta Materialia*, 2003, Vol. 48, s. 147–153
- [31] YANG, X.; MIURA, H.; SAKAI, T. Continuous dynamic recrystallization in a superplastic 7075 aluminium alloy, *Materials Transactions*, 2002, Vol. 43, s. 2400–2407
- [32] SAADA, G. Hall-Petch revised, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 400–401, s. 146–149
- [33] SEGAL, V. Plastic deformation of crystalline materials, US patent No. 5513512, 1996
- [34] XU, C.; SCHROEDER, S.; BERBON, P. B.; LANGDON, T. G. Principles of ECAP-Conform as a continuous process for achieving grain refinement: Application to an aluminium alloy, *Acta Materialia*, 2010, Vol. 58, s. 1379–1386

- [35] GOODARZY, M. H.; ARABI, H.; BOUTORABI, M. A.; SEYEDEIN, S. H.; HASANI NAJAFABADI, S. H. The effects of room temperature ECAP and subsequent aging on mechanical properties of 2024 Al alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, Vol. 585, s. 753–759
- [36] RANJBAR BAHADORI, S.; DEHGANI, K.; BAKHSHANDEH, F. Microstructure, texture and mechanical properties of pure copper processed by ECAP and subsequent cold rolling, *Materials Science and Engineering A*, 2013, Vol. 583, s. 36–42
- [37] FAN, Z. Q.; HAO, T.; ZHAO, S. X.; LUO, G. N.; LIU, C. S.; FANG, Q. F. The microstructure and mechanical properties of T91 steel processed by ECAP at room temperature, *Journal of Nuclear Materials*, 2013, Vol. 434, s. 417–421
- [38] AKBARIPANAH, F.; FERESHTEH-SANIEE, F.; MAHMUDI, R.; KIM, H. K. Microstructural homogeneity, texture, tensile and shear behavior of AM60 magnesium alloy produced by extrusion and equal channel angular pressing, *Materials and Design*, 2013, Vol. 43, s. 31–39
- [39] JAHADI, R.; SEDIGHI, M.; JAHED, H. ECAP effect on the micro-structure and mechanical properties of AM30 magnesium alloy, *Materials Science and Engineering A*, 2014, Vol. 593, s. 178–184
- [40] YING, T.; HUANG, J. P.; ZHENG, M. Y.; WU, K. Influence of secondary extrusion on microstructures and mechanical properties of ZK60 Mg alloy processed by extrusion and ECAP, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2012, Vol. 22, s. 1896–1901
- [41] MASOUDAPANAH, S. M.; MAHMUDI, R. The microstructure, tensile and shear behavior of an AZ31 magnesium alloy after extrusion and equal channel angular pressing, *Materials and Design*, 2010, Vol. 31, s. 3512–3517
- [42] MIYAHARA, Y.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Exceptional superplasticity in an AZ61 magnesium alloy processed by extrusion and ECAP, *Materials Science and Engineering A*, 2006, Vol. 420, s. 240–244
- [43] SEDLÁČEK, V. *Neželezné kovy a slitiny*, Praha: SNTL – Nakladatelství technické literatury, 1979, 398 s.
- [44] KLESNIL, M.; LUKÁŠ, P. *Únava kovových materiálů při mechanickém namáhání*, Praha: ACADEMIA, Nakladatelství Československé akademie věd, 1975, 224 s.
- [45] MUGHRABI, H.; HÖPPEL, H. W.; KAUTZ, M. Fatigue and microstructure of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation, *Scripta Materialia*, 2004, Vol. 51, s. 807–812
- [46] MUGHRABI, H.; HÖPPEL, H. W. Cyclic deformation and fatigue properties of very fine-grained metals and alloys, *International Journal of Fatigue*, 2010, Vol. 32, s. 1413–1427
- [47] WU, L.; STOICA, G. M.; LIAO, H. H.; AGNEW, S. R.; PAYZANT, E. A.; WANG, G. FIELDEN, D.; CHEN, L.; LIAW, P. K. Fatigue-property enhancement of magnesium alloy, AZ31B, through equal-channel-angular pressing, *Metalurgical and Materials Transactions A*, 2007, Vol. 38A, s. 2283–2289
- [48] CHUNG, C. S.; KIM, J. K.; KIM, H. K.; KIM, W. J. Improvement of high-cycle fatigue life in a 6061 Al alloys produced by equal channel angular pressing, *Materials Science and Engineering A*, 2002, Vol. 337, s. 39–44
- [49] ESTRIN, Y.; VINOGRADOV, A. Fatigue behaviour of light alloys with ultrafine grain structure produced by severe plastic deformation: An overview, *International Journal of Fatigue*, 2010, Vol. 32, s. 898–907

- [50] KIM, H. K.; KIM, W. J. Microstructural instability and strength of an AZ31 Mg alloy after severe plastic deformation, *Materials Science and Engineering*, 2004, Vol. A385, s. 300–308
- [51] RADI, Y.; MAHMUDI, R. Effect of Al₂O₃ nano particles on the microstructural stability of AZ31 Mg alloy after equal channel angular pressing, *Materials Science and Engineering A*, 2010, Vol. 527, s. 2764–2771
- [52] SESHAN, S.; JAYAMATHY, M.; KAILAS, S. V.; SRIVATSAN, T. S. The tensile behavior of two magnesium alloys reinforced with silicon carbide particulates, *Materials Science and Engineering A*, 2003, Vol. 363, s. 345–351
- [53] MAHMUDI, R.; KABIRIAN, F.; NEMATOLLAHI, Z. Microstructural stability and high-temperature mechanical properties of AZ91 and AZ91 + 2RE magnesium alloys, *Materials and Design*, 2011, Vol. 32, s. 2583–2589
- [54] HÖPPEL, H. W.; ZHOU, Z. M.; MUGHRABI, H.; VALIEV, R. Z. Microstructural study of the parameters governing coarsening and cyclic softening in fatigued ultrafine-grained copper, *Philosophical Magazine A*, 2002, Vol. 82, s. 1781–1794
- [55] HÖPPEL, H. W.; KAUTZ, M.; XU, C.; MURASHKIN, M.; LANGDON, T. G.; VALIEV, R. Z.; MUGHRABI, H. An overview: Fatigue behaviour of ultrafine-grained metals and alloys, *International Journal of Fatigue*, 2006, Vol. 28, s. 1001–1010
- [56] MUGHRABI, H.; HÖPPEL, H. W.; KAUTZ, M. Microstructural mechanisms governing the fatigue performance of ultrafine-grained metals and alloys, *Ultrafine Grained Materials IV*, TMS, 2006
- [57] KULYASOVA, O.; ISLAMGALIEV, R.; MINGLER, B.; ZEHETBAUER, M. Microstructure and fatigue properties of the ultrafine-grained AM60 magnesium alloy processed by equal-channel angular pressing, *Materials Science and Engineering A*, 2009, Vol. 503, s. 176–180
- [58] ZHU, R.; WU, Y. J.; JI, W. Q.; WANG, J. T. Cyclic softening of ultrafine-grained AZ31 magnesium alloy processed by equal-channel angular pressing, *Material Letters*, 2011, Vol. 65, s. 3593–3596
- [59] FINTOVÁ, S.; KUNZ, L. Fatigue properties of magnesium alloy AZ91 processed by severe plastic deformation, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2015, Vol. 42, s. 219–228
- [60] MUGHRABI, H.; HÖPPEL, H. W.; KAUTZ, M.; VALIEV, R. Z. Annealing treatments to enhance thermal and mechanical stability of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation, *Zeitschrift fuer Metallkunde*, 2003, Vol. 94, s. 1079–1083
- [61] GAO, N.; STARINK, M. J.; LANGDON, T. G. Using differential scanning calorimetry as an analytical tool for ultrafine-grained metals processed by severe plastic deformation, *Materials Science and Technology*, 2009, Vol. 25, s. 687–698
- [62] CHEN, B.; LIN, D. L.; ZENG, X. Q.; LU, C. Equal-channel angular pressing of magnesium alloy AZ91 and its effects on microstructure and mechanical properties, *Materials Science and Engineering A*, 2008, Vol. 483–484, s. 113–116
- [63] ZÚBEROVÁ, Z.; ESTRIN, Y.; LAMARK, T. T.; JANEČEK, M.; HELLMIG, R. J.; KRIEGER, M. Effect of equal channel angular pressing on the deformation behavior of magnesium alloy AZ31 under axial compression, *Journal of Materials Processing Technology*, 2007, Vol. 184, s. 294–299
- [64] MIYAHIRA, Y.; MATSUBATA, K.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Grain refinement and superplasticity in magnesium alloy processed by equal-channel angular pressing, *Metallurgical and Materials Transaction A*, 2005, Vol. 36, s. 1705–1711

- [65] AL-ZUBAYDI, A. S. J.; ZHILYAEV, A. P.; WANG, S. C.; REED, P. A. S. Superplastic behaviour of AZ91 magnesium alloy processed by high-pressure torsion, *Materials Science and Engineering A*, 2015, Vol. 637, s. 1–11
- [66] MATSUBARA, K.; MIYAHIRA, Y.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Developing superplasticity in a magnesium alloy through a combination of extrusion and ECAP, *Acta Materialia*, 2003, Vol. 51, s. 3073–3084
- [67] KIM, H. K.; LEE, Y. I.; CHUNG, C. S. Fatigue properties of a fine-grained magnesium alloy produced by equal channel angular pressing, *Scripta Materialia*, 2005, Vol. 52, s. 473–477
- [68] FERESHTEH-SANIEE, F.; AKBARIPANAH, F.; KIM, H. K.; MAHMUDI, R. Effects of extrusion and equal channel angular pressing on the microstructure, tensile and fatigue behaviour of the wrought magnesium alloy AZ80, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 2012, Vol. 35, s. 1167–1172
- [69] MAN, O. *Aplikace metody difrakce zpětně odražených elektronů v materiálovém inženýrství*, Brno, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010. 129 s. Vedoucí dizertační práce prof. Ing. Jiří Švejcar, CSc.
- [70] *OIM Data Collection 3.51*. [počítačový program] Ver. 3.51. [CD-ROM] Draper: TexSEM Laboratories, 2002
- [71] SAXL, I.; KALOUSOVÁ, A.; ILUCOVÁ, L.; SKLENIČKA, V. Grain and subgrain boundaries in ultrafine-grained materials, *Materials Characterisation*, 2009, Vol. 60, s. 1163–1167
- [72] MISHIN, O. V.; GODFREY, A. Characterization of boundary misorientations in a superplastic Al-alloy hot-deformed by ECAE, *Materials Science Forum*, 2007, Vol. 550, s. 295–300
- [73] BISWAS, S.; SINGH DHINWAL, S.; SUWAS, S. Room-temperature equal channel angular extrusion of pure magnesium, *Acta Materialia*, 2010, Vol. 58, s. 3247–3261
- [74] CABIBBO, M. A TEM Kikuchi pattern study of ECAP AA1200 via route A, C, B_C, *Materials Characterization*. 2010, Vol. 61, s. 613–625
- [75] XU, C.; FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; LANGDON, T. G. Influence of ECAP on precipitate distributions in spray-cast aluminum alloy, *Acta Materialia*, 2005, Vol. 53, s. 749–758
- [76] FERRASSE, S.; SEGAL, V. M.; HARTWIG, K. T.; GOFORTH, R. E. Microstructure and properties of copper and aluminum alloy 3003 heavily worked by equal channel angular pressing, *Metallurgical and Materials Transaction A*, 1997, Vol. 28, s. 1047–1057
- [77] NING, J. L.; JIANG, D. M. Influence of Zr addition on the microstructure evolution and thermal stability of Al-Mg-Mn alloy processed by ECAP at elevated temperature, *Materials Science and Engineering A*, 2007, Vol. 452–453, s. 552–557
- [78] GUAN, Y. C.; ZHOU, W. Calorimetric analysis of AZ91D magnesium alloy, *Materials Letters*, 2008, Vol. 62, s. 4494–4496
- [79] MINGLER, B.; KULYASOVA, O. B.; ISLAMGALIEV, R. K.; KORB, G.; KARNTHALER, H. P.; ZEHETBAUER, M. J. DSC and TEM analysis of lattice defects governing the mechanical properties of an ECAP-processed magnesium alloy, *Journal of Materials Science*, 2007, Vol. 42, s. 1477–1482
- [80] ŠTĚPÁNEK, R.; PANTĚLEJEV, L.; MAN, O. Influence of microstructure on tensile properties of magnesium alloy AZ91, *METAL 2015: 24th International Conference on Metallurgy and Materials*, 2015, s. 1252–1257

- [81] ŠTĚPÁNEK, R.; PANTĚLEJEV, L.; MOSTAED, E.; VEDANI, M. Mechanical properties of extruded and ECAP processed magnesium alloy AZ91 at elevated temperature, *Materials Science Forum*, In Press
- [82] XU, S.; LIU, T.; CHEN, H.; MIAO, Z.; ZHANG, Z.; ZENG, W. Reducing the tension-compression asymmetry in a hot-rolled Mg-3Al-1Zn alloy via multidirectional pre-compression, *Materials Science and Engineering A*, 2013, Vol. 565, s. 96–101
- [83] YU, X. LI, Y.; WEI, Q.; GUO, Y.; SUO, T.; ZHAO, F. Microstructure and mechanical behavior of ECAP processed AZ31B over a wide range of loading rates under compression and tension, *Mechanics of Materials*, 2015, Vol. 86, s. 55–70
- [84] VESPA, G.; MACKENZIE, L. W. F.; VERMA, R.; ZARANDI, F.; ESSADIQI, E.; YUE, S. The influence of the as-hot rolled microstructure on the elevated temperature mechanical properties of magnesium AZ31 sheet, *Materials Science and Engineering A*, 2008, Vol. 487, s. 243–250
- [85] WANG, H. Y.; ZHANG, E. B.; NAN, X. L.; ZHANG, L.; GUAN, Z. P.; JIANG, Q. C. A comparison of microstructure and mechanical properties of Mg-9Al-1Zn sheets rolled from as-cast, cast-rolling and as-extruded alloys, *Materials and Design*, 2016, Vol. 89, s. 167–172
- [86] PANTĚLEJEV, L.; ŠTĚPÁNEK, R.; MAN, O. Thermal stability of bimodal microstructure in magnesium alloy AZ91 processed by ECAP, *Materials Characterization*, 2015, Vol. 107, s. 167–173
- [87] ŠTĚPÁNEK, R. *Teplovní stabilita Mg-slity AZ91 připravené pomocí intenzivní plastické deformace*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2012. 79 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.
- [88] ZHAO, F. X.; XU, X. C.; LIU, H. Q.; WANG, Y. L. Effect of annealing treatment on the microstructure and mechanical properties of ultrafine-grained aluminum, *Materials and Design*, 2014, Vol. 53, s. 262–268
- [89] YANG, X. Y.; ZHU, Y. K.; MIURA, H.; SAKAI, T. Static recrystallization behavior of hot-deformed magnesium alloy AZ31 during isothermal annealing, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2010, Vol. 20, s. 1269–1274

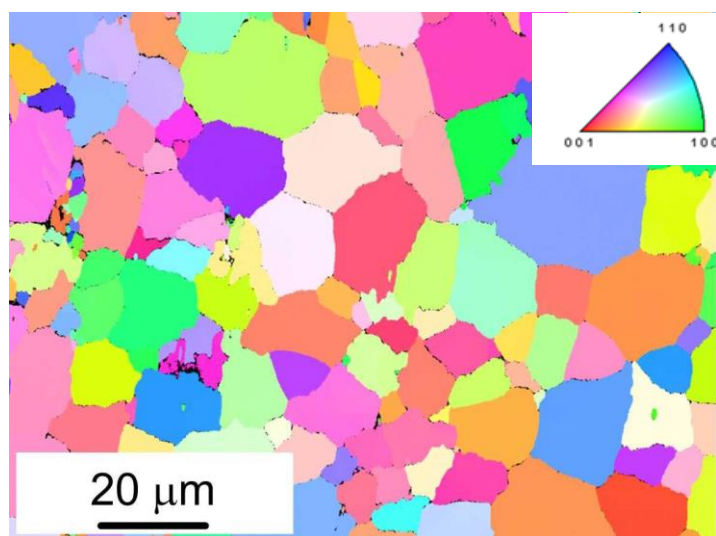
15 Použité symboly a zkratky

γ	jednotková energie hranice zrna
ε	poměrná deformace
$\Delta\varepsilon_{pl}/2$	střední velikost amplitudy plastické deformace
κ	zakřivení hranice
ν	Poissonův poměr
ρ	hustota dislokací
σ	napětí
σ_0	napětí závislé na pohyblivosti dislokací v mřížce bez defektů
σ_a	amplituda cyklického napětí
σ_{Nc}	mez únavy při daném počtu cyklů
σ_y	mez kluzu
τ_R	skluzové napětí potřebné k pohybu dislokace
Θ	úhel dezorientace
Σ	převrácená hodnota hustoty mřížkových poloh společných pro dvě sousedící zrna
Ψ	sklon roviny hranice zrna
a	mřížkový parametr
\mathbf{b}	Burgersův vektor
d_z	střední velikost zrna
k_B	Boltzmannova konstanta
\mathbf{n}	normála rozhraní
r_0	velikost jádra dislokace
\mathbf{u}	směr osy rotace zrn vůči sobě
v	rychlost pohybu hranice
A	tažnost
A_m	materiálová konstanta závislá na lokální dezorientaci a vlastnostech dislokací
A_t	poměrné přetvoření v tlaku
ARB	„accumulated roll bonding“ – kumulativní válcování
BCC	„body-centered cubic“ – tělesově středěná kubická (mřížka)
CG	„conventional grained“ – s konvenční velikostí zrna
CONFORM	„continuous forming“ – kontinuální protlačování
DDW	„dense dislocation walls“ – dislokační stěny
DSC	„differential scanning calorimetry“ – diferenciální skenovací kalorimetrie
E	modul pružnosti v tahu
E_0	materiálová konstanta závislá na orientaci hranice a makroskopických elastických konstantách
EBS	„electron backscattered diffraction“ – difrakce zpětně odražených elektronů
ECAP	„equal channel angular pressing“ – bezkontrakční kanálové protlačování
F	hnací síla

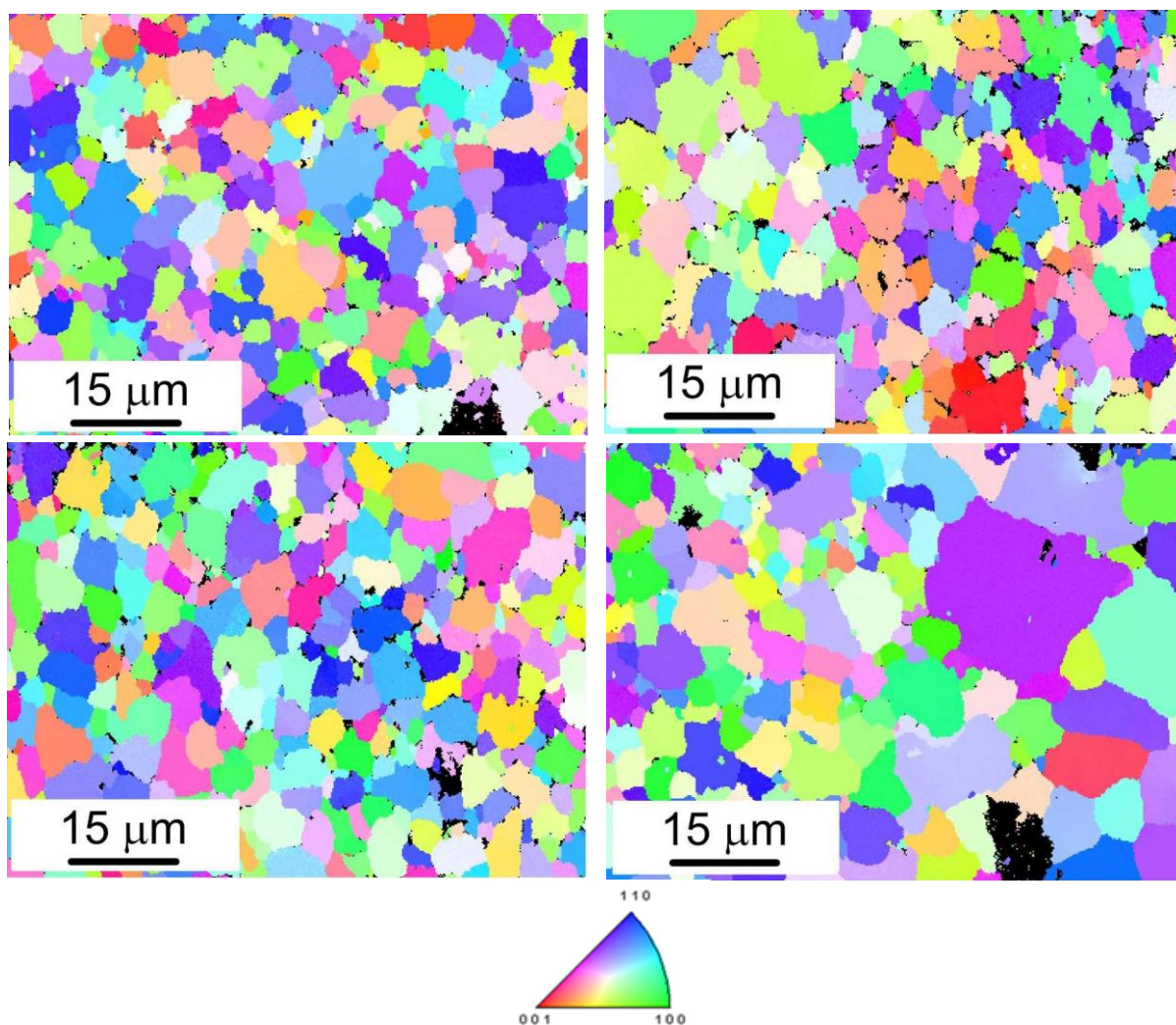
FCC	„face-centered cubic“ – plošně středěná kubická (mřížka)
FEG	„field emission gun“ – autoemisní zdroj elektronů
G	modul pružnosti ve smyku
GNB	„geometrically necessary boundaries“ – geometricky podmíněné hranice
GS	„grain size“ – velikost zrna
HAB	„high angle boundary/ies“ – velkoúhlová/é hranice
HCP	„hexagonal close packed“ – hexagonální nejtěsněji uspořádaná (mřížka)
HPT	„high pressure torsion“ – krut za vysokého tlaku
IDB	„incidentally dislocation boundaries“ – náhodné dislokační hranice
IPF	„inverse pole figure“ – inverzní pólový obrazec
K	materiálová konstanta
K_y	materiálová konstanta související s vzájemnou koordinací tvarové změny jednotlivých zrn
L	střední vzdálenost mezi dislokacemi
KAM	„kernel average misorientation“ – průměrná dezorientace na jádře
LAB	„low angle boundary/ies“ – malouhlová/é hranice
LB	„lamellar dislocation boundaries“ – lamelární dislokační hranice
M	mobilita hranice
M_0	teplotně nezávislý pre-exponenciální faktor
MB	„microbands“ – mikropásky
N	počet cyklů
N_f	počet cyklů do lomu
Q	aktivační energie
R	parametr asymetrie cyklického zatěžování
R_m	mez pevnosti v tahu
R_{mt}	mez pevnosti v tlaku
$R_{p0,2}$	smluvní mez kluzu v tahu
$R_{p0,2t}$	smluvní mez kluzu v tlaku
SEM	skenovací (rastrovací) elektronová mikroskopie/mikroskop
SPD	„severe plastic deformation“ – intenzivní plastická deformace
T	teplota
TEM	transmisní elektronová mikroskopie/mikroskop
UFG	„ultra fine grained“ – ultrajemnozrný
Z	kontrakce

16 Přílohy

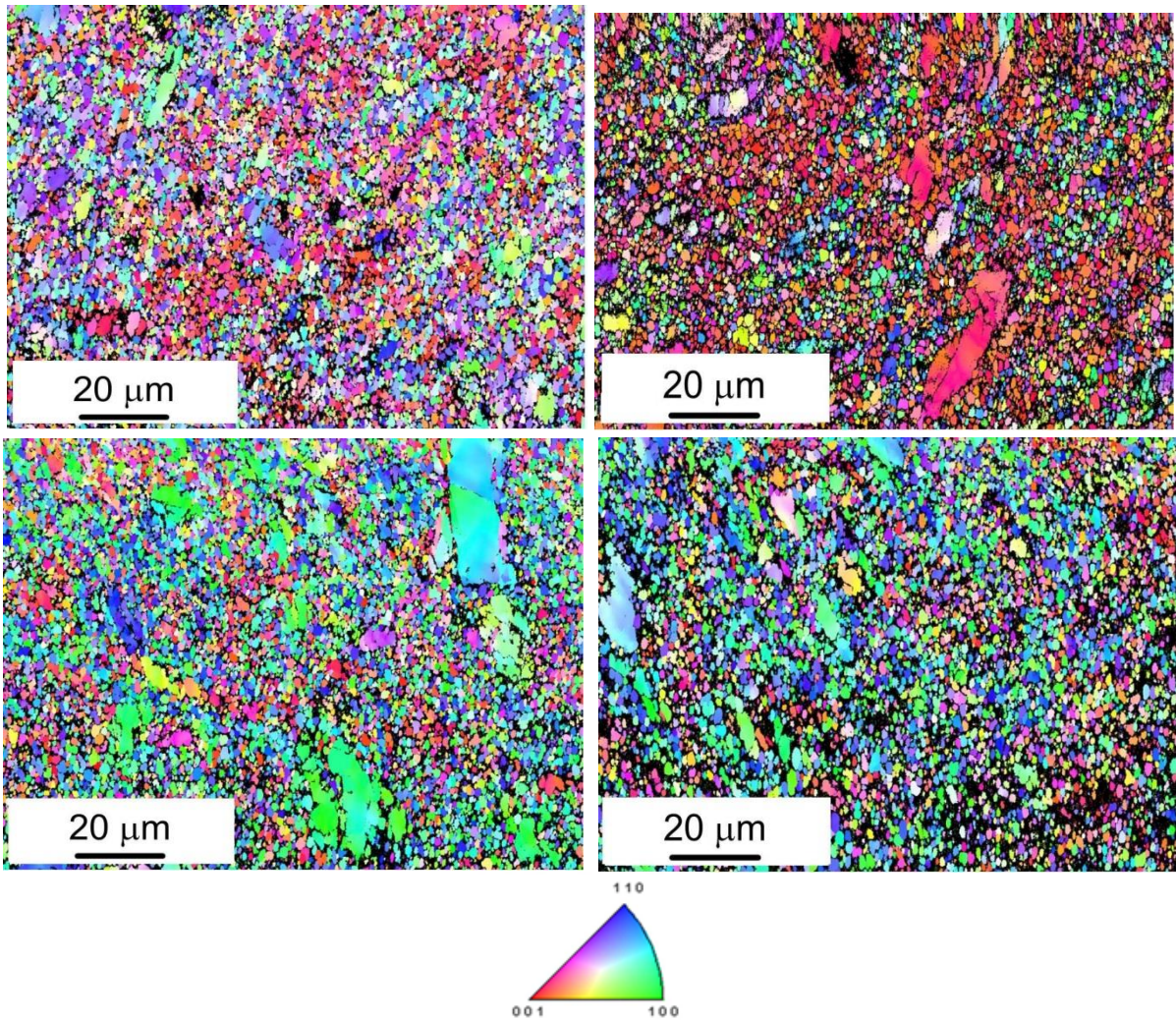
Příloha 1: Mapy IPF výchozích stavů (před teplotní expozicí)



Obr. P1: Mapa IPF slitiny AZ91 – extrudovaný stav

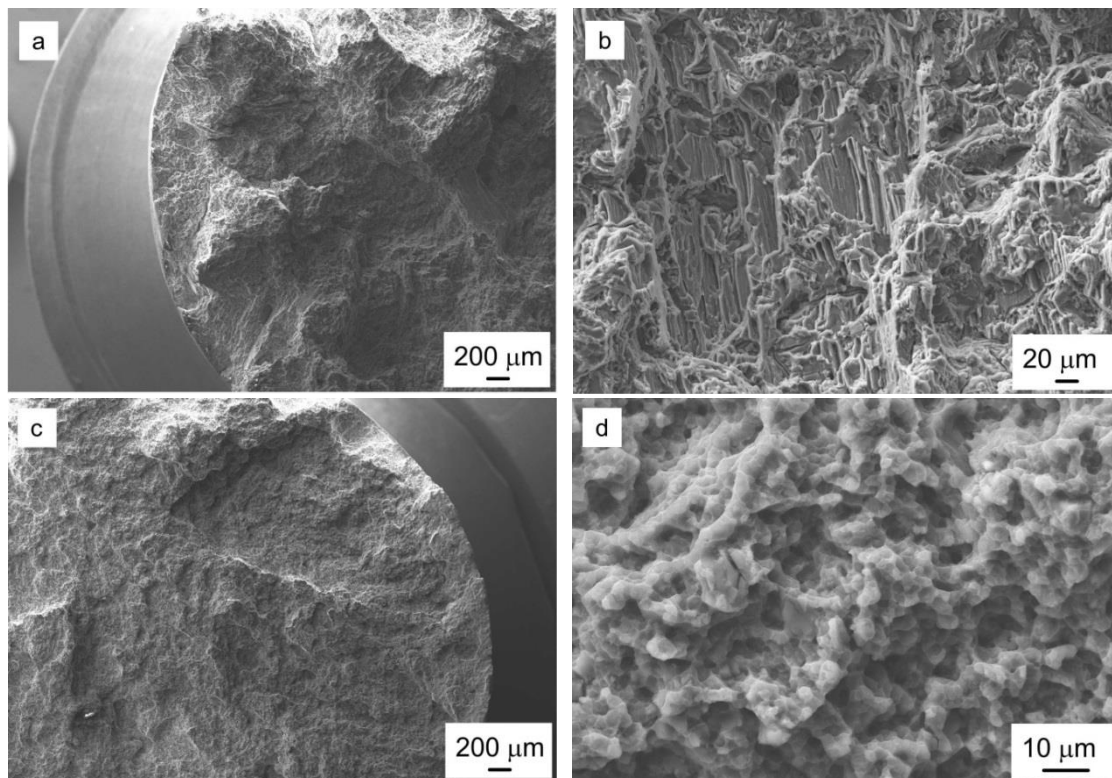


Obr. P2: Mapy IPF slitiny AZ91 – stav ECAP

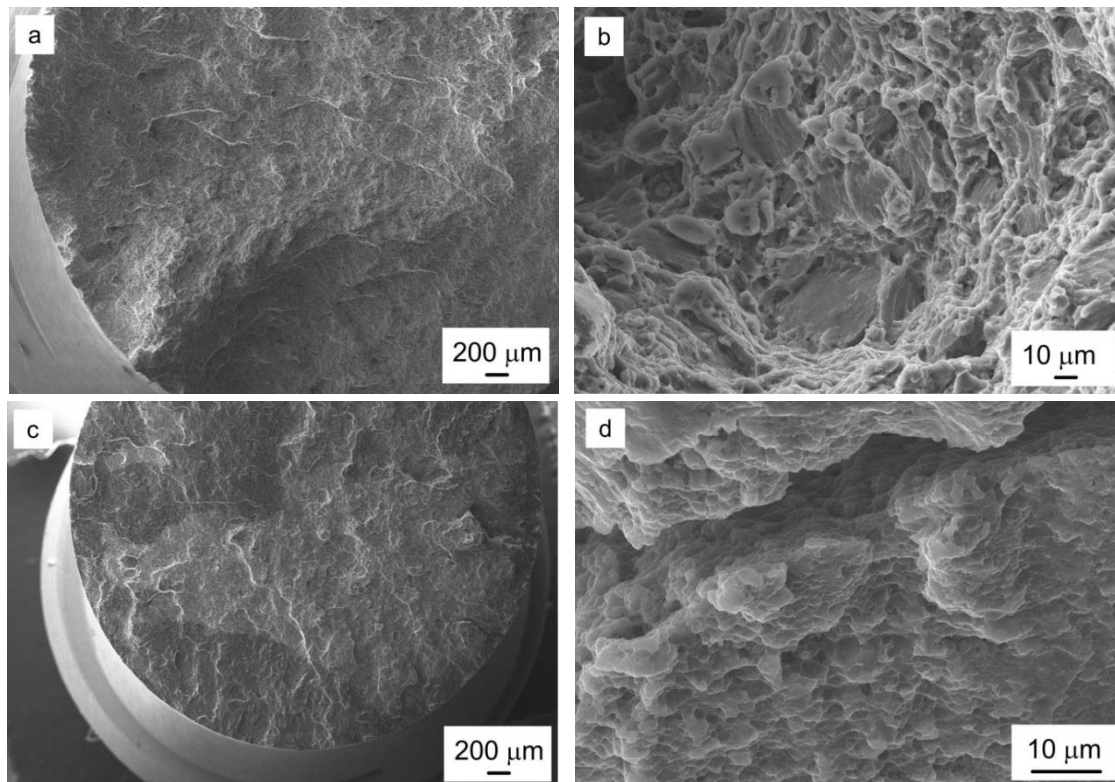


Obr. P3: Mapy IPF slitiny AZ91 – stav exECAP

Příloha 2: Fraktografická analýza vzorků po zkoušce tahem za pokojové teploty

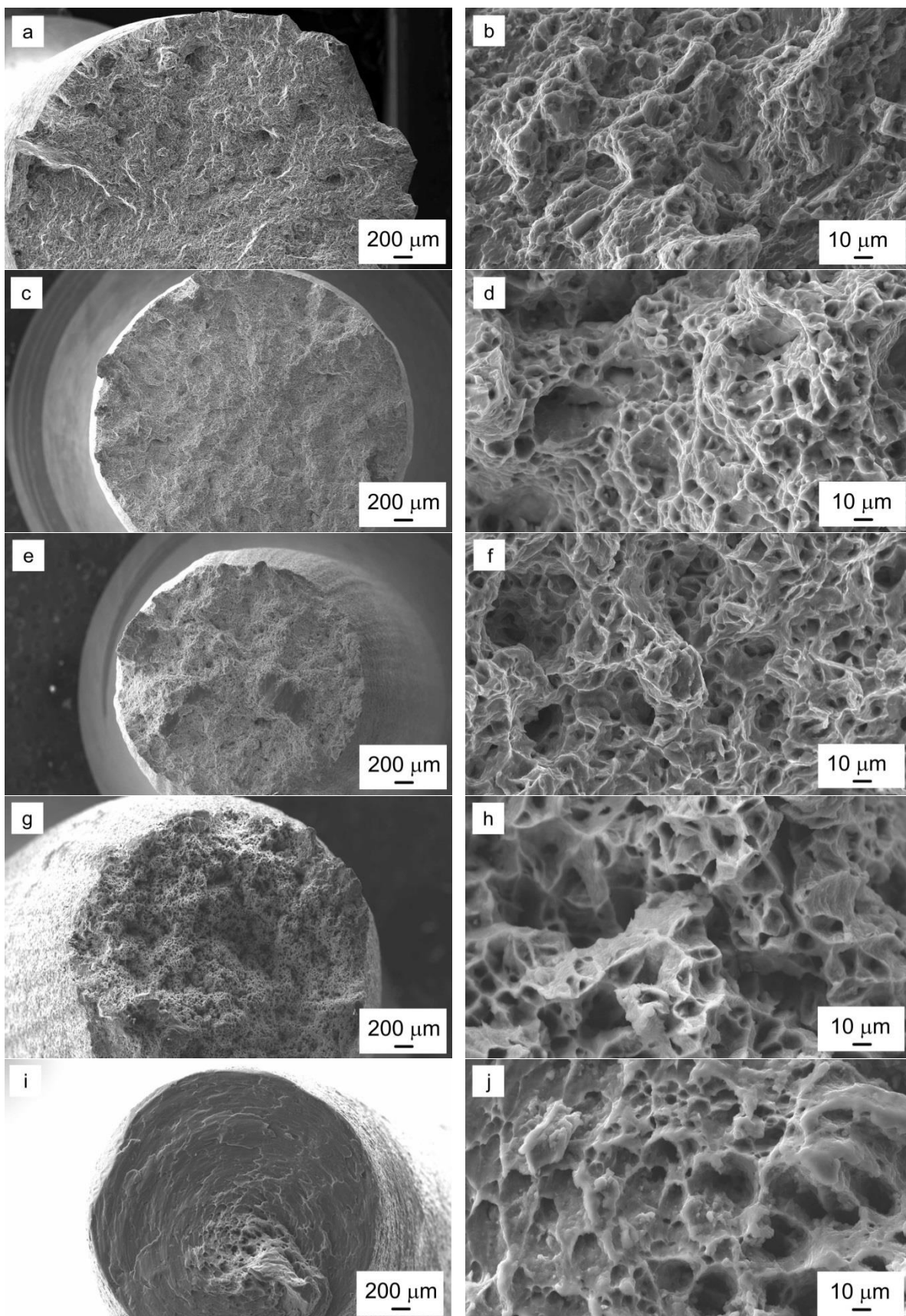


Obr. P4: Vzhled lomové plochy – slitina AZ91:
a), b) litý stav, c), d) stav ECAP

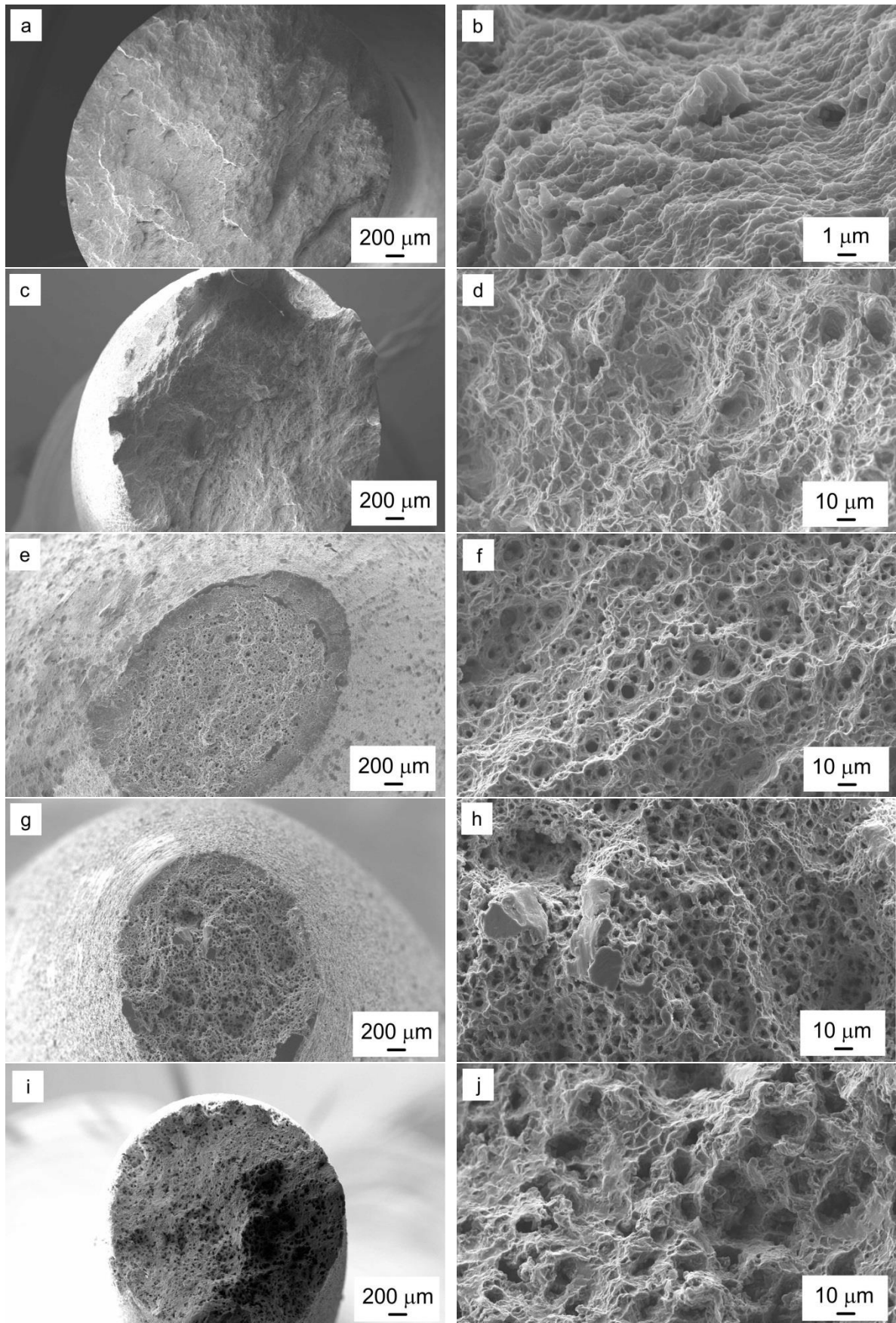


Obr. P5: Vzhled lomové plochy – slitina AZ91:
a), b) extrudovaný stav, c), d) stav exECAP

Příloha 3: Fraktografická analýza vzorků po zkoušce tahem za zvýšených teplot

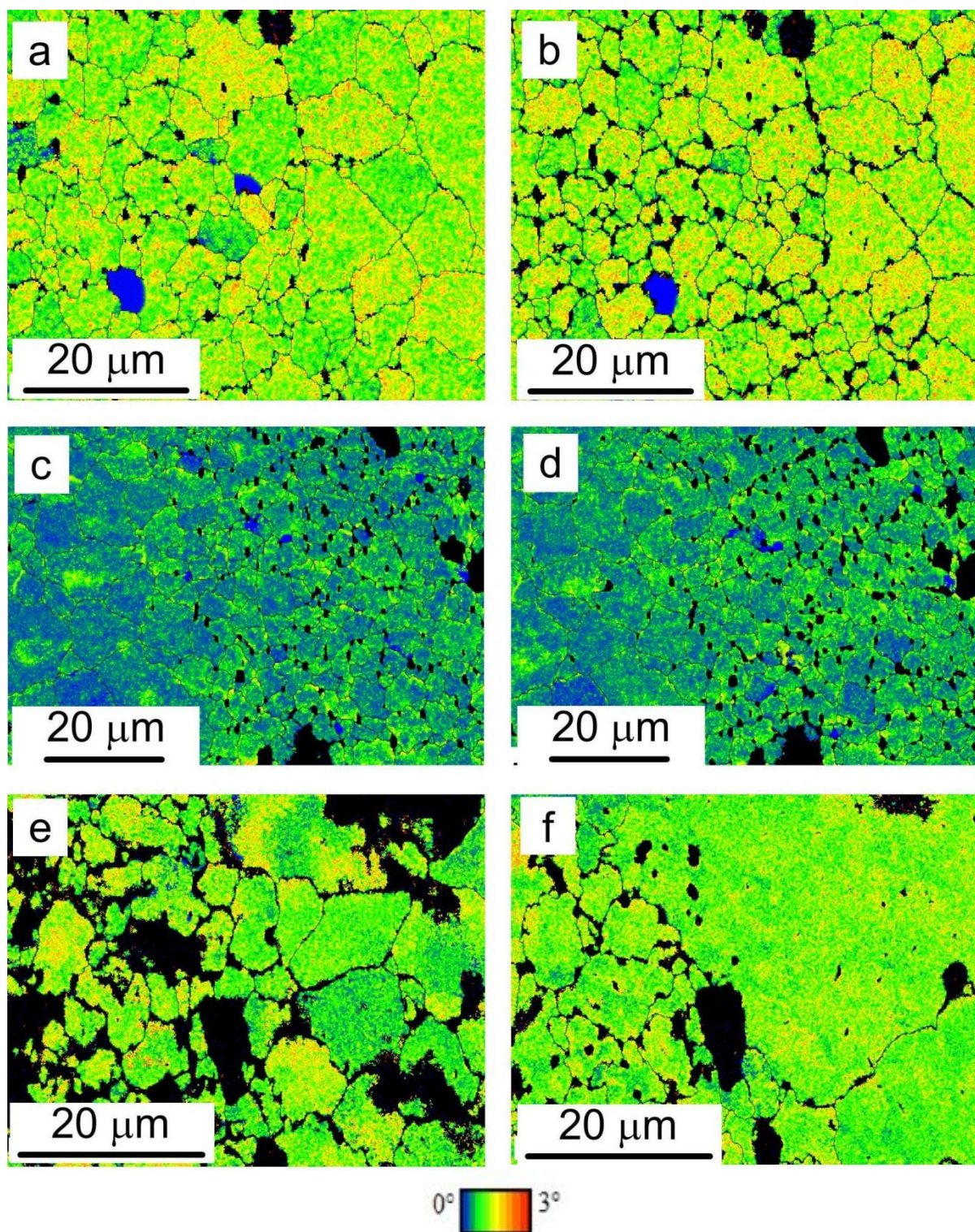


Obr. P6: Vzhled lomové plochy – slitina AZ91 – extrudovaný stav:
a), b) 100 °C, c), d) 135, e), f) 165 °C, g), h) 200 °C, i), j) 300 °C

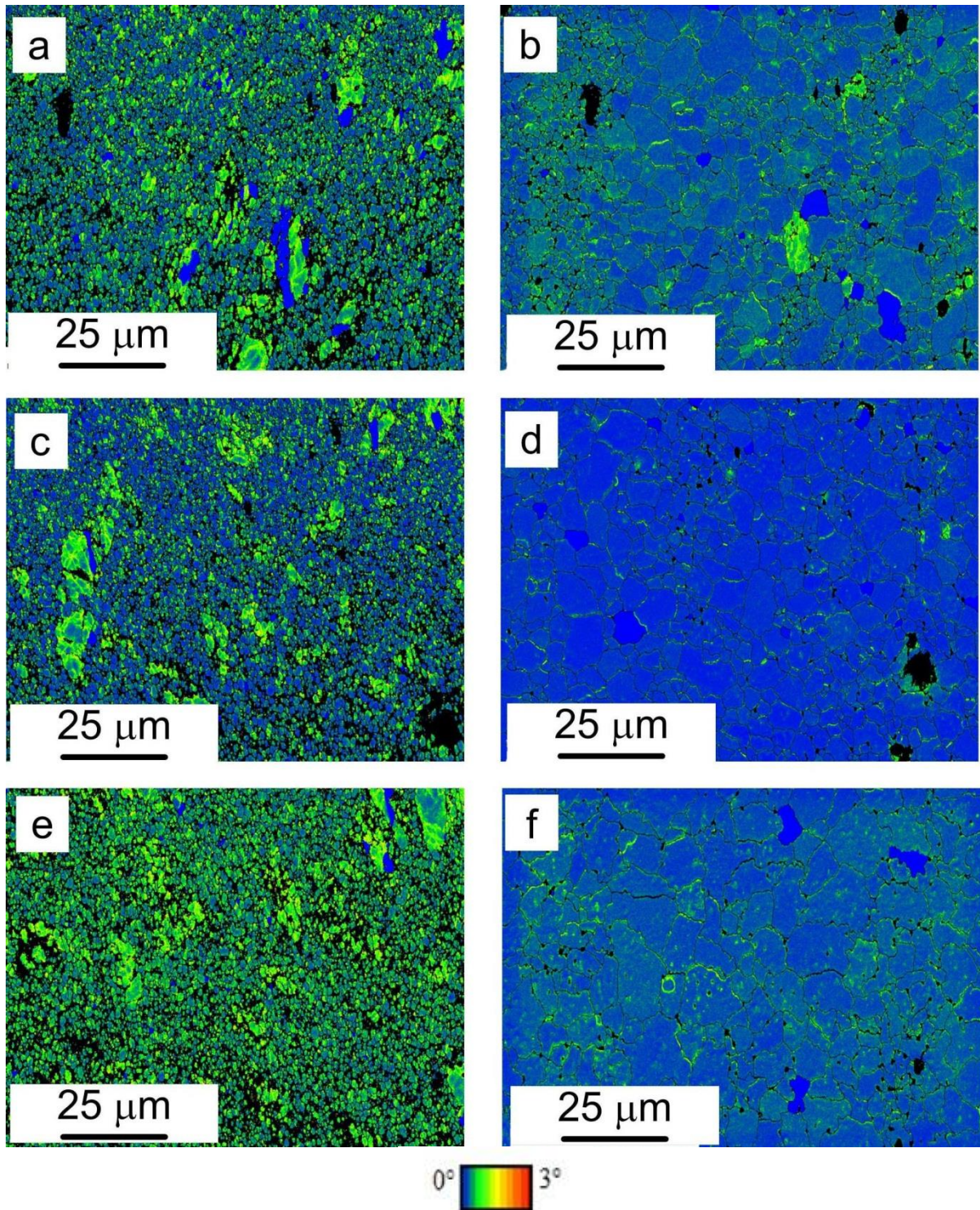


Obr. P7: Vzhled lomové plochy – slitina AZ91 – stav exECAP:
 a), b) 100 °C, c), d) 135, e), f) 200 °C, g), h) 250 °C, i), j) 300 °C

Příloha 4: Změny parametru KAM ve vybraných oblastech

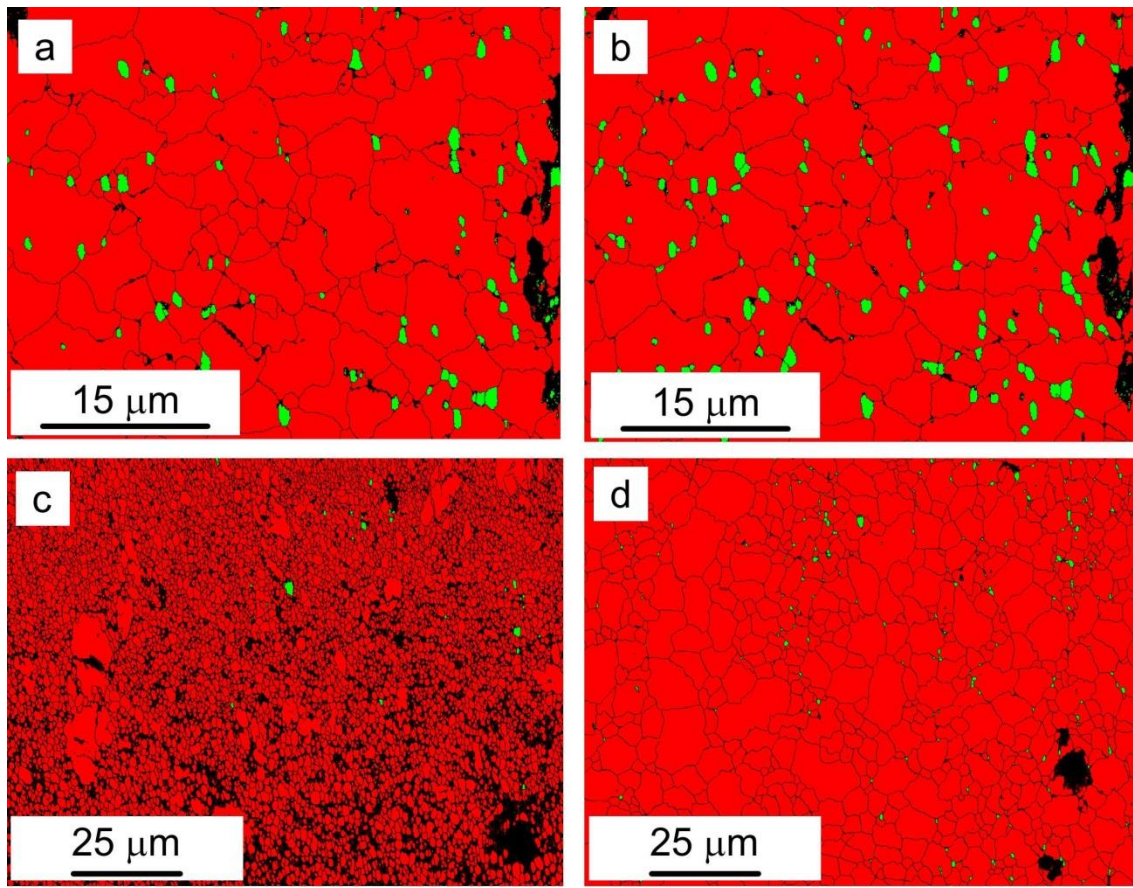


Obr. P8: Slitina AZ91 ve stavu ECAP – litý výchozí materiál – mapy KAM vybraných oblastí:
300 °C/60 min – oblast 1: a) výchozí stav, b) po žihání
325 °C/30 min – oblast 1: c) výchozí stav, d) po žihání
350 °C/30 min – oblast 2: e) výchozí stav, f) po žihání



Obr. P9: Slitina AZ91 ve stavu po ECAP – extrudovaný výchozí materiál –
 mapy KAM vybraných oblastí:
 300 °C/30 min – oblast 1: a) výchozí stav, b) po žihání
 325 °C/30 min – oblast 3: c) výchozí stav, d) po žihání
 350 °C/30 min – oblast 3: e) výchozí stav, f) po žihání

Příloha 5: Fáze $Mg_{17}Al_{12}$ v průběhu teplotní expozice



Obr. P10: Změny v distribuci fáze $Mg_{17}Al_{12}$ v průběhu teplotní expozice –
a) stav ECAP – 325 °C/30 min, b) stav exECAP – 325 °C/30 min