



ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI  
**FAKULTA STROJNÍ**

Studijní program: P2301      Doktorský studijní program  
Studijní obor: 3911V016      Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

**Dizertační práce**  
k získání akademického titulu doktor

Vliv parametrů tváření rotačním kováním a  
podmínek umělého stárnutí na mechanické  
vlastnosti a strukturu vytvrditelné hliníkové  
slitiny řady 2024

Autor: **Ing. Jan Nacházel**  
Školitel: **Dr. Ing. Zbyšek Nový**

Plzeň, 2019

## **Prohlášení o autorství**

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě písemnou práci na téma „Vliv parametrů tváření rotačním kovááním a podmínek umělého stárnutí na mechanické vlastnosti a strukturu vytvrditelné hliníkové slitiny řady 2024“ ke státní doktorské zkoušce, zpracovanou na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

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

V Plzni dne: .....

.....

Podpis autora

## **Autorská práva**

Podle zákona o právu autorském č. 35/1965 Sb. (175/1996 Sb. ČR), §17, a zákona o vysokých školách č. 111/1998 Sb., je využití a společné uplatnění této práce, včetně uvedených vědeckých a výrobně technických poznatků, nebo jakékoli nakládání s nimi možné pouze na základě smlouvy se souhlasem autora, autorů citovaných prací a Západočeské univerzity v Plzni.

## **Poděkování**

Děkuji svému školiteli Dr. Ing. Zbyšku Novému za vedení disertační práce a za cenné rady a připomínky během celého doktorského studia.

Dále děkuji kolegům z COMTES FHT a.s. za jejich pomoc. Především pak RNDr. Peterovi Slámovi za konzultace a Ing. Janu Palánovi za pomoc s experimentálním programem.

A hlavně děkuji své manželce Daniele za podporu, bez které bych tuto práci nikdy nedokončil.

## **Anotace**

Dizertační práce se zabývá mechanickými vlastnostmi v kontextu s mikrostrukturními změnami vytvrditelné hliníkové slitiny EN AW-2024 ve stavu po tváření a tepelném zpracování. Ve zpracovaném materiálu se tak projevuje synergie tří mechanismů zpevnění: zpevnění hranicemi zrn, deformační (dislokační) zpevnění a precipitační zpevnění. První dva mechanismy zpevnění byly v experimentálním materiálu vyvolány tvářením rotačním kovááním, tedy SPD metodou s vysokým potenciálem průmyslového využití, například v leteckém průmyslu, kde se tyče z tohoto materiálu používají v konstrukci sedadel. Precipitační zpevnění bylo vyvoláno díky schopnosti tohoto materiálu vytvrzovat stárnutím. Primárně byl materiál tepelně zpracován umělým stárnutím v peci při teplotách od 140 do 180 °C, sekundárně byl ponechán přirozenému stárnutí. Materiál, který byl podroben experimentálnímu programu, byl následně studován z hlediska mechanických vlastností a mikrostrukturních dějů především pomocí elektronové mikroskopie a DSC analýzy. Jako nejlepší varianta zpracování se ukázal postup: rozpouštěcí žihání 500 °C/1 hod. + ochlazení do vody + rotační kováání ( $\epsilon=0,103$ ) + umělé stárnutí 160 °C/21 hod. Tímto postupem zpracování bylo dosaženo meze kluzu blížíící se 640 MPa, meze pevnosti přes 660 MPa, při zachování dostatečné tažnosti na úrovni 8 %. Pomocí elektronové mikroskopie bylo zjištěno, že v tomto stavu je poměr nízkoúhlových ku vysokoúhlovým hranicím zrn 80:20. Ve struktuře se nachází jak T-fáze ( $Al_{20}Cu_2Mn_3$ ) přítomná v objemu zrn, která má převážně oválný tvar a velikost 10 – 100 nm, tak S-fáze ( $Al_2CuMg$ ) přítomná ve dvou morfologiích: ve formě malých oválných částic nebo koherentních jehlic orientovaných ve směrech  $\langle 100 \rangle$ .

## **Klíčová slova**

Hliníková slitina, EN AW-2024, rotační kováání, umělé stárnutí, EBSD, TEM

## **Annotation**

This work concerns mechanical properties in relation to microstructural changes in hardenable EN AW-2024 aluminium alloy in wrought and heat treated condition. The treated material benefits from synergistic effects of three hardening mechanisms: grain boundary strengthening, work hardening and precipitation hardening. In this material, the first two mechanisms were activated by rotary swaging. Rotary swaging is an SPD method which shows great promise for industrial use. For instance, aircraft seats are made of bars from this material. Precipitation hardening was achieved thanks to the material's age hardening ability. First, the material was artificially-aged in a furnace at 140–180 °C. Second, natural ageing was used. Mechanical properties of the as-treated material were studied and microstructural processes were explored using electron microscopy and DSC. The treatment route which delivered the best results was as follows: solution annealing 500 °C/1 hour + water cooling + rotary swaging ( $\epsilon=0.103$ ) + artificial ageing 160 °C/21 hours. It led to a yield strength close to 640 MPa, an ultimate strength above 660 MPa, and sufficient elongation of 8%. Electron microscopic observation revealed that in this condition, the ratio of low-angle to high-angle boundaries is 80:20. The microstructure contains both T-phase ( $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ ) in the interior of grains, whose particles are normally oval-shaped with a size of 10 – 100 nm, and S-phase ( $\text{Al}_2\text{CuMg}$ ) which is present in two shapes: small oval particles or coherent needles aligned to  $\langle 100 \rangle$  direction.

## **Key words**

Aluminium alloy, EN AW-2024, rotary swaging, artificial aging, EBSD, TEM

## Obsah

1	Úvod.....	9
1.1	Cíle disertační práce.....	9
2	Teoretická část.....	10
2.1	Hliník.....	10
2.1.1	Vliv legujících prvků.....	11
2.1.2	Slitiny řady 2000.....	13
2.2	Možnosti zvýšení mechanických vlastností hliníkových slitin.....	15
2.2.1	Mechanismy zpevnění způsobené legováním.....	15
2.2.1.1	Stárnutí.....	16
2.2.2	Mechanismy zpevnění způsobené tvářením.....	22
2.3	SPD metody.....	24
2.3.1	Tváření po jednotlivých dávkách.....	24
2.3.2	Poloplynulé procesy.....	29
2.3.3	Plynulé procesy.....	30
2.3.4	Další metody.....	30
2.4	Metody zkoumání mikrostruktury a mechanických vlastností.....	31
2.4.1	Studium UFG struktur.....	31
2.4.2	Termická analýza.....	33
2.4.3	Měření mechanických vlastností.....	34
3	Experimentální program.....	35
3.1	Experimentální materiál.....	35
3.2	Experimentální proces zpracování.....	37
3.2.1	Rozpouštěcí žíhání (SA).....	37
3.2.2	Rychlé ochlazení (Q).....	37
3.2.3	Rotační kování (RS).....	37
3.2.4	Umělé stárnutí a přirozené stárnutí (AA a NA).....	39
3.2.5	Získané stavy a jejich značení.....	39
3.3	Použité experimentální metody.....	40
3.3.1	Analýza mikrostruktury.....	40
3.3.2	Termická analýza - DSC.....	41
3.3.3	Měření mechanických vlastností.....	41
4	Výsledky a jejich rozbor.....	42
4.1	Vliv rychlosti ochlazení.....	42

4.2	Vliv velikosti vnesené deformace .....	44
4.3	Vliv teploty a času umělého stárnutí .....	46
4.4	Analýza mikrostruktury.....	48
4.4.1	Světelná mikroskopie .....	48
4.4.2	Skenovací elektronová mikroskopie .....	50
4.4.3	Transmisní elektronová mikroskopie .....	53
4.5	Výsledky DSC.....	57
5	Diskuze.....	59
6	Závěr .....	64
7	Seznam literatury.....	65
8	Přílohy .....	69

## Seznam použitých symbolů a zkratek

ARB	Accumulative Roll Bonding
BSE	Backscattered Electrons
CEC	Cyclic Extrusion – Compression
DSC	Differential Scanning Calorimetry
EBS	Electron Backscatter Diffraction
ECAP	Equal Channel Angular Pressing
FSP	Friction Stir Processing
GPB	Guinier-Preston-Bagaryatsky
HAGB	High Angle Grain Boundaries
HPT	High Pressure Torsion
LAGB	Low Angle Grain Boundaries
NC	Nano-Crystalline
RCS	Repetitive Corrugation and Straightening
RS	Rotary Swaging
SE	Secondary Electrons
SEM	Scanning Electron Microscopy
SPD	Severe Plastic Deformation
SSSS	Super Saturated Solid Solution
TE	Torsion Extrusion
TEM	Transmission Electron Microscopy
UFG	Ultra-Fine Grain

$A_5$	[%]	tažnost
$d$	[ $\mu\text{m}$ ]	střední průměr zrna
$d$	[nm]	mezirovinná vzdálenost
$F$	[N]	síla
$k$	[-]	materiálová konstanta
$n$	[-]	řád reflexe
$R_m$	[MPa]	mez pevnosti
$R_{p0,2}$	[MPa]	smluvní mez kluzu
$S$	[ $\text{mm}^2$ ]	koncový průřez
$S_0$	[ $\text{mm}^2$ ]	počáteční průřez
$u$	[mm]	aritmetický průměr délek úhlopříček
$Z$	[%]	kontrakce
$\varepsilon$	[-]	skutečná deformace
$\vartheta$	[°]	Braggův úhel
$\lambda$	[nm]	vlnová délka
$\sigma_0$	[MPa]	třecí napětí
$\sigma_y$	[MPa]	mez kluzu



# 1 Úvod

V současné době je snaha zefektivňovat stávající procesy a technologie, případně nacházet nové postupy a technologie pro zvýšení konkurenceschopnosti na trhu. Důležitým faktorem je ušetření času a nákladů. V tomto duchu je vyvíjena řada inovovaných technologických procesů na stávajících hliníkových slitinách.

Tato práce byla vypracována za účelem komplexního poznání vlivů tváření metodou rotačního kování a následného tepelného zpracování umělým stárnutím na vlastnosti a strukturu vytvrditelné hliníkové slitiny EN AW-2024.

V teoretické části je rozebrána především problematika zvyšování mechanických vlastností hliníkových slitin, zejména meze kluzu a meze pevnosti při zachování dostatečné tažnosti. Nejprve jsou diskutovány mechanismy způsobené legováním a tepelným zpracováním, tedy substituční a precipitační zpevnění, které souvisí s procesem stárnutí. Dále jsou zde probrány mechanismy deformačního zpevnění a zpevnění hranicemi zrn, které zase úzce souvisí s tvářením za studena a SPD metodami.

V kapitole věnované experimentálnímu programu je detailně popsána použitá hliníková slitina, jednotlivé fáze procesu jejího zpracování a experimentální metody vhodné pro zkoumání jejích vlastností a mikrostruktury. A to jednak problematika studia struktur s velikostí zrna pod 1  $\mu\text{m}$ , jednak termální analýza metodou DSC a jednak měření mechanických vlastností.

Samotný experimentální program byl zaměřen na nalezení optimálních parametrů tváření a tepelného zpracování a porozumění probíhajících strukturních přeměn v tuhém stavu. Jeho výsledky jsou popsány v samostatných kapitolách vždy s ohledem na sledované proměnné, tj. vliv rychlosti ochlazení, vliv velikosti vnesené deformace a vliv teploty a času umělého stárnutí. Jsou zde popsány jak dosažené mechanické hodnoty, tak výsledky metalografických analýz prováděných jak pomocí světelné mikroskopie, tak pomocí elektronové mikroskopie. Výsledky DSC analýz dávají doplňující informace o kinetice mikrostrukturních změn.

## 1.1 Cíle disertační práce

Hlavními výstupy práce je nalezení způsobu zpracování hliníkové slitiny EN AW-2024 pro dosažení unikátních mechanických vlastností – kombinace pevnostních vlastností a tažnosti a dále popis mikrostruktury, která je v materiálu s těmito vlastnostmi.

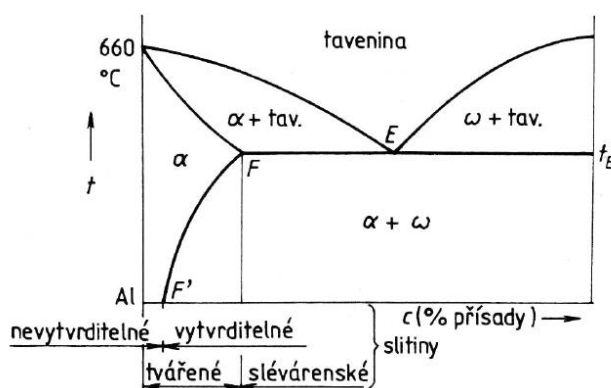
## 2 Teoretická část

### 2.1 Hliník

Hliník má kubickou plošně středěnou mřížku K12 s mřížkovým parametrem  $a = 0,404958$  nm. Skluzové roviny jsou roviny  $\{111\}_\alpha$ , skluzové směry  $\langle 110 \rangle_\alpha$ . Teplota tavení čistého hliníku je  $660,4$  °C, při pokojové teplotě má hustotu  $2,6989$  g/cm<sup>3</sup> [1].

Tento neušlechtilý, stříbřitě šedý, nestálý, kujný kov se vyznačuje vysokou tepelnou a elektrickou vodivostí a dobrou houževnatostí jak za tepla, tak i za studena. Zároveň má vysokou korozní odolnost a především nízkou hustotu. Tato kombinace vlastností činí z hliníku i dnes velmi perspektivní materiál. Nevýhodou čistého hliníku je jeho nízká pevnost, tvrdost a nízký modul pružnosti. Tyto nepříznivé vlastnosti lze do určitého stupně zvýšit legováním. Vliv jednotlivých legujících prvků je popsán v následující kapitole.

Základní rozdělení slitin hliníku je dle jejich vhodnosti k tváření, slévání a tepelnému zpracování vytvrzováním (**Obr. 1**). Podle vhodnosti způsobu výroby se dělí na slitiny pro tváření a pro odlitky. Podle možnosti precipitačního vytvrzení se dělí na vytvrditelné a nevytvrditelné slitiny.



**Obr. 1** Schématický rovnovážný binární diagram [1]

Podle hlavního legujícího prvku je také vytvořen systém označování slitin hliníku dle ČSN EN 573: *Hliník a slitiny hliníku. Chemické složení a druhy tvářených výrobků*:

- předpona EN, písmeno A určuje hliník a písmeno W určuje tvářené výrobky,
- čtyři číslice určující chemické složení, přičemž první číslice udává řadu slitin dle hlavního legujícího prvku:

řada 1000 – Al minimálně 99,0% a více

řada 2000 – slitina Al-Cu

řada 3000 – slitina Al-Mn

řada 4000 – slitina Al-Si

řada 5000 – slitina Al-Mg

řada 6000 – slitina Al-Mg-Si

řada 7000 – slitina Al-Zn

řada 8000 – slitina Al s různými prvky

Číselné označení lze doplnit i chemickým označením, např. EN AW-2024 = EN AW-Al Cu4Mg1.

### 2.1.1 Vliv legujících prvků

Chemické složení slitiny má významný vliv na výsledné vlastnosti materiálu. Zde je uveden výčet vlivu jednotlivých legujících prvků [1] [2]:

Antimon – zvyšuje odolnost vůči korozi v mořské vodě. Snižuje náchylnost Al-Mg slitin ke vzniku trhlin za tepla.

Bor – jeho přítomností se zjemňuje struktura, zvyšuje elektrická vodivost u technicky čistého Al, zvyšuje schopnost Al zachytávat neutrony.

Bismut – je legován za účelem zlepšení obrobitelnosti.

Cín – malé množství u slitin typu Al-Cu zvyšuje jejich citlivost ke stárnutí za vyšších teplot – zvyšuje rychlost procesu a také pevnostní vlastnosti. Zároveň ale způsobuje vznik trhlin za tepla a u slitin Al-Cu zhoršuje odolnost vůči korozi.

Fosfor – u nadeutektických slitin Al-Si může být aplikován ke zjemnění struktury.

Hořčík – Je hlavním legujícím prvkem u slitin řady 5000. Když dojde k vyloučení precipitátu typu  $Mg_5Al_3$  na hranicích zrn, slitina se stává náchylnou k interkrystalickému porušení a korozi. Je běžným legujícím prvkem u slitin řady 2000 a 6000, u kterých se podílí především na zvýšení pevnostních vlastností.

Chrom – snižuje elektrickou vodivost. Je aplikován za účelem snížení náchylnosti k růstu zrn u Al-Mg slitin a za účelem ztížení procesu rekrystalizace u Al-Mg-Si a Al-Mg-Zn slitin.

Indium – u slitin Al-Cu malé množství redukuje proces stárnutí při pokojové teplotě a akceleruje proces stárnutí za tepla.

Kobalt – u některých Al-Si slitin s obsahem Fe je legován za účelem transformace jehlicovité  $\beta$  fáze bohaté na Fe na fázi s kulovitou morfologií. Tím se u těchto slitin zvyšují pevnostní i plastické vlastnosti.

Křemík – je hlavní legující prvek pro slévárenské slitiny Al-Si (siluminy). Slitiny řady 6000 jsou díky jeho přítomnosti schopny vytvrzování.

Lithium – je legujícím prvkem např. u slitiny Al-Cu-Mg-Li. Ve slitině se vytváří koherentní precipitát  $LiAl_3$ , díky kterému má slitina vysoké pevnostní vlastnosti a modul E. Jelikož se jedná o prvek s nízkou specifickou hmotností, jsou jím současně legovány tzv. lehké slitiny.

Mangan – je legován za účelem zvýšení pevnostních vlastností, zvýšení teplot rekrystalizace, zjemnění zrna, blokování růstu zrn v případě jeho vyloučení ve formě disperzních precipitátů, zvýšení citlivosti ke kalení a potlačení vyloučení Fe v destičkovitém tvaru. U slitin řady 3000 je hlavní legurou.

Měď – je legována za účelem zvýšení pevnostních vlastností vytvrzováním. Snižuje odolnost proti korozi. V technických slitinách je nejčastěji legován spolu s Mg.

Molybden – v ojedinělých případech je v malém množství legován s cílem zjemnění struktury.

Nikl – u slitin typu Al-Cu a Al-Si je legován kvůli zvýšení pevnostních vlastností za zvýšených teplot, snížení koeficientu teplotní roztažnosti a zlepšení odolnosti vůči korozi

Olovo – je toxickým prvkem. Je doposud aplikováno jako legující prvek s cílem zlepšit mechanickou obrobiteľnost. U slitin Al-Cu-Mg může být příčinou vzniku trhlin za tepla v důsledku segregace v průběhu krystalizace.

Stříbro – u slitin Al-Zn-Mg významně zvyšuje odolnost vůči korozi za napětí při současném zvýšení pevnostních vlastností.

Titan – je legován spolu s B za účelem zjemnění struktury a tvorbě jemné intermetalické částice  $TiB_2$ .

Zinek – hlavní legující prvek u tepelně zpracovatelných slitin řady 7000, kde v součinnosti s Mg vytváří intermetalickou fázi  $MgZn_3$ .

Zirkon – vytváří jemné precipitáty, které blokují procesy zotavení a rekrystalizace. U slitin typu Al-Zn-Mg je legován s cílem získání jemné struktury u odlitků. Je také legován ke slitinám vykazujícím efekt superplasticity s cílem zachování jemnozrné struktury.

Železo – je běžnou nečistotou v Al. Rozpustnost v tuhém stavu je nízká, v důsledku toho je ve struktuře Fe přítomné ve formě intermetalických sloučenin s Al, resp. v kombinaci s jinými prvky. U slitin typu Al-Cu vytvořením fáze  $Al_7FeCu_2$  dochází k ochuzení tuhého roztoku  $\alpha$  o Cu, a tím i ke snížení pevnostních vlastností. Fe dále blokuje růst zrn v případě disperzně vyloučených částic (bohatých na Fe). U slitin Al-Cu-Ni zvyšuje pevnostní vlastnosti za zvýšených teplot a creepové vlastnosti.

### 2.1.2 Slitiny řady 2000

Tato práce se zabývá vytvrditelnými slitinami pro tváření, konkrétně řadou 2000 a možnostmi, jak zvyšovat jejich mechanické vlastnosti, které jsou podrobně rozebrány v kapitole 2.2.

U slitin série 2000 je hlavním legujícím prvkem měď, sekundární je hořčík. Běžnými nečistotami v těchto ocelích jsou mangan, železo a křemík. Litá struktura obsahuje fáze  $(\text{Mn,Fe})_3\text{SiAl}_{12}$ ,  $\text{MgSi}$ ,  $\text{CuAl}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  a někdy také  $(\text{FeMn})\text{Al}_3$  nebo  $(\text{FeMn})\text{Al}_6$ . Následným tepelným zpracováním dochází k rozpuštění většiny mědi a hořčíku kromě fází  $\text{CuAl}_2$  a  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ . Fáze obsahující železo se přemění na  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Mg}$  a zároveň se z tuhého roztoku vyprecipituje mangan do disperzoidu  $\text{Cu}_2\text{Mn}_3\text{Al}_{20}$ . V tvářené struktuře se vyskytuje nerozpuštěná globulární fáze  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ , nezreagovaná fáze  $(\text{Mn,Fe})_3\text{SiAl}_{12}$  a produkt reakcí  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  spolu s  $\text{Cu}_2\text{Mn}_3\text{Al}_{20}$  [2].

Tyto slitiny jsou vytvrditelné. Tepelným zpracováním - stárnutím, ať už přirozeným nebo umělým, se dosahuje výrazně vyšších mechanických vlastností oproti stavu po vyžhání (více v kapitole 2.2.1). Hodnoty jsou pak srovnatelné s nelegovanými oceli.

Především slitina EN AW-2024 je již dlouhá desetiletí využívána v konstrukci draku letadel, především kvůli své vysoké odolnosti vůči šíření únavové trhliny v porovnání s ostatními hliníkovými slitinami [2]. Největší nevýhodou slitiny řady 2000 je jejich nízká korozní odolnost.

Vzhledem k zaměření experimentálního programu je zde uvedeno normované chemické složení slitiny EN AW-2024 (**Tab. 1**) a její minimální normované a také obvykle dosahované mechanické vlastnosti (**Tab. 2**)

**Tab. 1** Chemické složení slitiny EN AW-2024 dle ČSN EN 573-3 (v hm. %)

Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Zn	Ti	Cr	ostatní jednotl.	ostatní celkem	Al
3,8 - 4,9	1,2 - 1,8	0,3 - 0,9	max 0,50	max 0,50	max 0,25	max 0,15	max 0,10	max 0,05	max 0,15	zbytek

**Tab. 2** Hodnoty mechanických vlastností pro EN AW-2024 [2] [3]

	<b>Polotovar/ Stav</b>	<b>Mez kluzu [MPa]</b>	<b>Mez pevnosti [MPa]</b>	<b>Tažnost [%]</b>
Mínimální	Plechý/ Vytvrzený	275	430	12
	Tyče lisované za tepla/ Vytvrzený	325	460	9
	Tyče tažené za studena/ Vytvrzený	330	470	8
Obvyklé	O	75	185	20
	T3	345	485	18
	T36	395	495	13
	T4, T351	325	470	20
	T81, T851	450	485	6

Označování stavů tepelného zpracování bylo převzato z ASM norem a je v souladu s normou ČSN EN 515: *Hliník a slitiny hliníku – Výrobky tvářené – Označování stavů*. Označení stavu se píše za označení slitiny a je ve tvaru:

- písmeno označující jednotlivé druhy základních stavů výrobků (F – z výroby, O – žíhaný, H – deformačně zpevněný, W – po rozpouštěcím žíhání, T – tepelně zpracovaný k získání stabilních stavů jiných než F, O, H),
- číslice označující způsob zpracování nebo postup, který má významný vliv na charakteristické vlastnosti výrobku.

Příklady označení:

- T3 – po rozpouštěcím žíhání, tvářeni za studena a přirozeném stárnutí,
- T351 – po rozpouštěcím žíhání, uvolnění vnitřního pnutí vypnutím řízené velikosti trvalé deformace (0,5 – 3 % pro plechy, 1,5 – 3 % pro desky a tyče, 1 – 5 % pro výkovky a válcovaný kruh) a přirozeném stárnutí. Po vypnutí se výrobky dále nevyrovnávají,
- T36 – po rozpouštěcím žíhání, tvářeni za studena s přibližně 6 % deformací a přirozeném stárnutí,
- T4 – po rozpouštěcím žíhání a přirozeném stárnutí,
- T6 – po rozpouštěcím žíhání a umělém stárnutí,
- T8 – po rozpouštěcím žíhání, tvářeni za studena a umělém stárnutí,
- T9 – po rozpouštěcím žíhání, umělém stárnutí a tvářeni za studena.

## 2.2 Možnosti zvýšení mechanických vlastností hliníkových slitin

Vlastnosti, především mechanické vlastnosti, hliníkových slitin lze v poměrně širokém rozsahu zvyšovat především těmito procesy:

- legováním (způsobující substituční zpevnění a zpevnění částicemi sekundárních fází),
- tvářením (způsobující deformační zpevnění a zpevnění hranicemi zrn),
- kombinací obojího.

Jednotlivé mechanismy těchto procesů budou rozebrány v následujících kapitolách.

### 2.2.1 Mechanismy zpevnění způsobené legováním

Již století uběhlo od roku 1906, kdy Alfred Wilm, vlastně náhodou, objevil a popsal jev vytvrzování hliníkových slitin. S využitím tohoto jevu lze do značné míry měnit mechanické a fyzikální vlastnosti nejen hliníkových slitin. Objev tohoto jevu napomohl tak ke značnému rozšíření hliníkových slitin, jelikož pomáhá překonat nízké pevnostní vlastnosti čistého hliníku [5].

Pro porozumění jevu vytvrzování a jeho vlivu na mechanické vlastnosti je potřeba porozumět základním mechanismům zpevnování, které se zde uplatňují, a které mohou existovat díky legování [1] [2]:

- 1) Substituční zpevnění mřížky Al vytvořením tuhého roztoku alfa.

Vložení příměsových atomů do mřížky základního kovu má za následek vytvoření napětového pole v jeho okolí. To je způsobeno buď rozdílnou velikostí obou druhů atomů, nebo rozdíly smykových napětí. K překonání napětového pole a pokračování deformace je třeba působit na dislokace vyšším napětím.

- 2) Zpevnění částicemi sekundárních fází lze pozorovat u materiálů s částečnou rozpustností v tuhém stavu, u kterých dochází ke tvorbě sekundárních fází. Tyto pak představují významnou překážku pro pohyb dislokací a tak výrazně ovlivňují zpevnění materiálu.

Sekundární fáze, které v hliníkových slitinách způsobují vytvrzovací mechanismy, lze rozdělit do tří skupin: základní složky, disperzoidy a precipitáty.

Základní složky se formují při tuhnutí taveniny mezi likvidem a solidem. Všeobecně se jedná o hrubé částice o rozměrech jednotek až desítek mikrometrů. Tyto částice se dají ještě dále rozdělit na rozpustné a nerozpustné (během tepelného zpracování). Tyto fáze a především ty nerozpustné jsou nežádoucí, jelikož jsou častými zdroji trhlin a koroze. Z mechanických vlastností se tento vliv nejvíce projevuje na lomové houževnatosti, která výrazně klesá s rostoucím objemovým podílem těchto

složek. Také mají výrazný vliv na korozní odolnost. Složení primárních fází ve slitinách řady 2000 může být různé, např.:  $\text{Al}_{12}(\text{Fe},\text{Mn})_3\text{Si}$  -  $\alpha$ ,  $\text{A}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ ,  $\text{Mg}_2\text{Si}$ ,  $\text{Al}_2\text{Cu}$  -  $\theta$ ,  $\text{Al}_2\text{CuMg}$  -  $\text{S}$  [6].

Disperzoidy vznikají během dlouhodobého tepelného zpracování – homogenizaci. Dosahují velikosti od setin do desetin mikrometru a dalším tepelným zpracováním se již nerozpustí. Právě při dalším tepelném zpracování nastává hlavní úloha těchto fází – řídí velikosti zrna (zjemňují ho) a posouvají teplotu rekrystalizace k vyšším hodnotám. Hlavním disperzoidem u slitin řady 2000 je  $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$  - fáze T [6].

Precipitáty vznikají během tepelného zpracování – stárnutí, a proto mechanismus precipitačního zpevnění je v návaznosti na předkládaný experimentální program v další kapitole rozebrán podrobněji.

### 2.2.1.1 Stárnutí

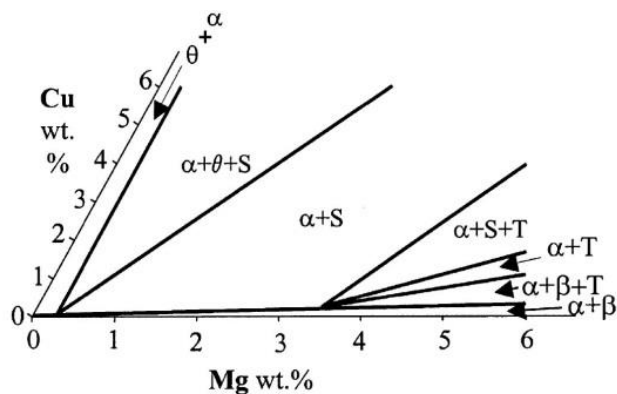
Během procesu stárnutí dochází ke vzniku žádoucích precipitátů, které strukturu vytvrzují. Procesu stárnutí musí předcházet rozpouštěcí žihání a rychlé ochlazení.

Rozpouštěcí žihání je nezbytné k tomu, aby došlo k maximálnímu rozpuštění legujících prvků do tuhého roztoku hliníku. Teplota se volí tedy co nejvyšší, ovšem nesmí dojít k překročení teploty solidu.

Rychlé ochlazení, je nutné pro vznik přesyceného tuhého roztoku při teplotě okolí, u kterého je obsah rozpuštěných příměsí vyšší než odpovídá její rovnovážné rozpustnosti při dané teplotě. Rychlé ochlazení zároveň zajišťuje udržení přebytku vakancí v přesyceném tuhém roztoku. Všeobecně platí, že je nutné ochlazovat nadkritickou rychlostí, která se dá stanovit z diagramu rozpadu přesyceného tuhého roztoku. Pro soustavu Al-Cu-Mg je to přibližně 90 K/s [6].

Po žihání a rychlém ochlazení vznikne přesycený tuhý roztok, označovaný SSSS z anglického výrazu Super-saturated solid solution, který je termodynamicky nestabilní a má tedy tendenci se rozpadat. U některých slitin dochází k rozpadu při teplotě okolí – toto se označuje jako přirozené stárnutí. Tento proces lze urychlit ohřevem – toto zpracování se označuje jako umělé stárnutí. Stárnutím je žádoucí získat strukturu, ve které jsou vyprecipitované drobné hustě rozptýlené precipitáty. U hliníkových vytvrditelných slitin se všeobecně tato precipitace děje během řady přeměn, během níž se vytvoří nejprve koherentní a následně nekoherentní stabilní precipitáty. Ačkoliv vytvrditelné slitiny Al-Cu-Mg byly vyvinuty již před více než 100 lety a jejich sekundární fáze jsou zkoumány více než 50 let, stále mnoho detailů o těchto fázích a o jejich sekvenci není uspokojivě vysvětleno. Navíc v různých pracích se lze setkat s různým označením stejných fází. [6].





**Obr. 2** Řez diagramem Al-Cu-Mg při 200 °C [6]

Souhrnný článek [6] o precipitátech ve slitinách řady 2000, tedy u slitin, které spadají v ternárním diagramu Al-Cu-Mg do pole  $\alpha + S$  (**Obr. 2**), poskytuje přehled a pomáhá srovnat závěry dlouhé řady prací, které se věnují problematickému složení těchto precipitátů a mechanismům vedoucích k jejich vzniku. První sekvenci navrhl v 50. letech Bagaryatsky [7]:



GPB je zkratka pro Guinier-Preston-Bagaryatsky, což je obdoba GP zón v systému Al-Cu. Pojmem GPB zóny pojmenoval Silcock [8] atomární zóny, jejich existenci navrhl Bagaryatskij. Ten považoval tyto zóny za shluky rozpuštěných Cu a Mg atomů s uspořádáním na krátkou vzdálenost.

V pozdějších pracích byl zaveden pojem Cu-Mg klastry (anglicky clusters) [9]. Ovšem nebyla nalezena žádná zjevná odlišnost, jako např. tvar, složení, uspořádání a orientace struktury, podle které by se tyto dvě fáze daly rozlišit [5].

$S''$  je fáze, která se má odlišovat od GPB zón i od rovnovážné fáze S, příp.  $S'$ . Bylo navrženo množství možných struktur, kterých by tato fáze mohla nabývat [10] [11]. Jiní autoři, jako [12] [13], navrhovali a snažili se ověřit existenci fáze, kterou nazvali GPB2 zóny. V každém případě podoba této fáze, která má být plně koherentní s maticí, není dosud jednoznačně prokázána [6]. Jedna z pravděpodobnějších podob této fáze je  $Al_5(CuMg)_3$  s ortorombickou mřížkou (prostorová grupa  $Imm2$ , mřížkové parametry  $a = 0,405 \text{ nm}$ ,  $b = 1,62 \text{ nm}$ ,  $c = 0,405 \text{ nm}$ ) [14].

$S'$  je fáze se stejnou strukturou jako fáze S, odlišuje se pouze v mřížkovém parametru a tedy i stupněm koherence. Dnes se nepovažuje za nutné tyto fáze rozlišovat a v sekvenci se proto uvádí pouze fáze S [6].

S je rovnovážná fáze nekoherentní s Al maticí. Její stechiometrické složení je  $Al_2CuMg$ . O struktuře této fáze bylo také publikováno mnoho prací a dnes je za nejprůběžnější model považován tzv. PW model, který má ortorombickou ( $Cmcm$ ) strukturu s mřížkovým parametrem  $a=0,400 \text{ nm}$ ,  $b=0,923 \text{ nm}$ ,  $c=0,714 \text{ nm}$  [6].

V novějších pracích lze najít sekvenci [14]:

*SSSS – Cu-Mg klastry – GPB2 – S*

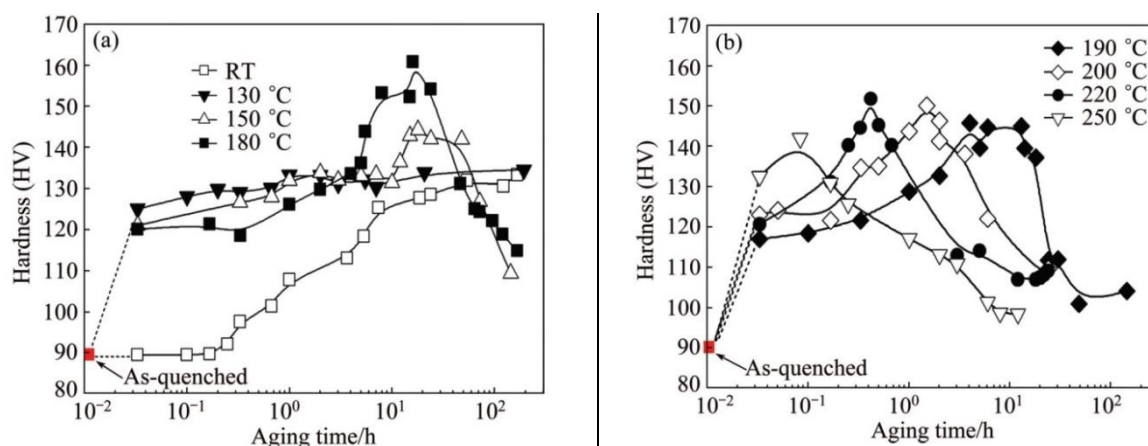
V podstatě ale, jak plyne z odstavců výše, se jedná stále o stejnou řadu, jen jinak pojmenovanou. Zjednodušeně řečeno těchto šest názvů (Cu-Mg klastry/GPB zóny, GPB2/S'', S'/S) tedy označují fáze v sekvenci, ve které lze rozeznat obecně tři etapy:

- shlukování atomů do zón/klastrů, které jsou uspořádány na krátkou vzdálenost,
- formování nerovnovážné fáze koherentní s maticí,
- formování rovnovážné fáze nekoherentní s maticí.

V aktuální práci [15] je předkládáno tvrzení, že při nižších teplotách (pod 180 °C) tvorba S fáze předchází tvorba GPB zón. Ovšem při vyšších teplotách (nad 220 °C) se obě fáze tvoří zároveň. Z toho vyplývá, že S fáze může nukleovat a růst nezávisle na existenci GPB zón.

Je nasnadě zmiňované tři etapy rozpadu SSSS přiřadit k etapám pozorovaným během procesu stárnutí, neboli procesu vytvrzování stárnutím, které lze při dostatečně nízké teplotě stárnutí (pod 200 °C) pozorovat (**Obr. 3** vlevo). V první fázi, která nastává okamžitě (v řádu vteřin) po ochlazení z teploty žíhání, dochází k rychlému nárůstu tvrdosti. Při této fázi dojde k nárůstu na přibližně 60 % maximální tvrdosti. Poté následuje ustálení, které více či méně strmě přechází v maximální hodnotu vytvrzení. Poté již následuje fáze nazývaná přestárnutí. Při vyšších teplotách je toto rozdělení potlačeno (**Obr. 3** vpravo).

Velikost precipitátů ve fázi maximálního vytvrzení tedy ve stavu, kdy struktura precipitátů dosáhla téměř termodynamické rovnováhy [6], je dostatečně velká, aby nedošlo k jejich stíhnutí, ale zároveň jsou dostatečně hustě rozmístěné, aby pohybu dislokací bránili [5].



**Obr. 3** Závislosti tvrdosti na době stárnutí při nízkých (vlevo) a vysokých (vpravo) teplotách [15]

Za příčinu rychlého nárůstu tvrdosti během první fáze je považován rozdíl v modulech pružnosti mezi klastry a maticí. Během fáze ustálení se výrazně nemění nejen tvrdost, ale také elektrická vodivost

(**Obr. 4** vlevo). To svědčí o velmi pomalém růstu Cu-Mg klastru  $\alpha'$  nebo GPB2/S'' fází a o jejich podobném složení. V případě druhého nárůstu na maximální tvrdost je hlavní příčinou vyprecipitování nekoherentní S fáze. I v této fázi stárnutí se ovšem ve struktuře stále nachází také předchozí sekundární fáze. Spolu s nárůstem tvrdosti v této fázi také značně vzroste elektrická vodivost [12]. To je možné pouze v důsledku toho, že dojde k výraznému snížení množství rozpuštěných prvků v  $\alpha$  fázi. Což samozřejmě odpovídá tvorbě S fáze. Při přestárnutí dochází k zhrubnutí precipitátů, čímž se zvětší vzdálenost mezi nimi a dislokace se tak mohou snáze pohybovat. To vede ke snížení tvrdosti.

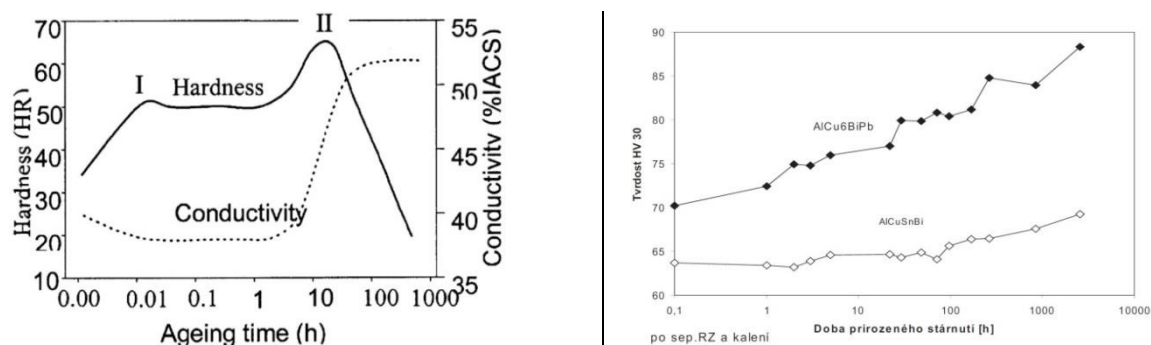
Kromě již zmíněných fází se mohou ve struktuře vyskytovat ještě další fáze jako je T a  $\sigma$  fáze.

## Další vlivy na proces stárnutí

### Vliv prodlevy

Vzhledem ke kinetice precipitace výše zmiňovaných fází je zřejmé, že na ně a potažmo na výsledné vlastnosti bude mít vliv také prodleva mezi jednotlivými operacemi (žihání – ochlazení – stárnutí). Asi nejvýznamnější vliv z pohledu technologie výroby má prodleva mezi rychlým ochlazením a stárnutím.

Velikost tohoto vlivu, který lze nazvat jako stabilita struktury za pokojových teplot, lze do jisté míry ovlivnit cínem. Vlivem nedostatku pohyblivých vakancí vázaných na shluky atomů Sn je přesycený tuhý roztok systému Al-Cu-Sn podstatně stabilnější oproti systému Al-Cu (**Obr. 4** vpravo) [1].

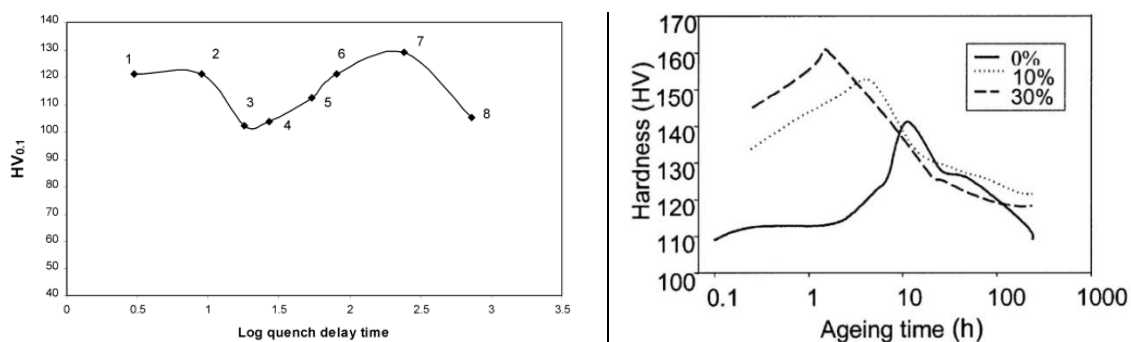


**Obr. 4** Závislost vodivosti na době stárnutí (vlevo) [12] a vliv cínu na stabilitu struktury (vpravo) [1]

Článků, kde by byla prodleva mezi operacemi tepelného zpracování brána jako sledovaný parametr, není mnoho. V práci [23] byl sledován vliv prodlevy mezi žiháním a následným ochlazením na mikrostrukturu a na korozní odolnost. Jako vedlejší výsledek je ale také uveden vliv této prodlevy na tvrdost plechů (**Obr. 5** vlevo). Prodlužováním prodlevy se tvrdost nejprve snižuje a poté zvyšuje. Maximum při prodlevě jsou přibližně 4 min. V návaznosti na korozní odolnost je výhodnější ochladit materiál dříve, přibližně do 30 s.

## Vliv deformace

Deformace potlačuje tvorbu Cu-Mg klastrů, jelikož způsobuje zánik vakancí, které tvorbu klastrů podporují. Deformace ale zároveň vytváří množství heterogenit sloužících jako nukleační místa pro tvorbu S fáze. To vede jednak ke zvýšení pevnosti a jednak k posunu maximální tvrdosti směrem k nižším časům a teplotám stárnutí (**Obr. 5** vpravo) [16]. Autoři v jiné práci [18] naopak tvrdí, že vliv dislokačních čar a dislokačních sítí, vzniklých při deformaci, na nukleaci S fázi je malý.



**Obr. 5** Vliv prodlevy na tvrdost (vlevo) [23] a vliv deformace na tvrdost (vpravo) [16]

Na slitině 2024 byla provedena řada experimentů zkoumající vliv deformace především na mechanické vlastnosti. Proces deformace lze v řetězci tepelného zpracování vložit na různá místa: před rozpouštěcí žíhání, po rozpouštěcím žíhání a před stárnutí, nebo po stárnutí, příp. ještě čtvrtá varianta je během stárnutí. Dle práce [19], ve které byla deformace aplikována válcováním, je nejvhodnější ji umístit po rozpouštěcím žíhání a před stárnutí.

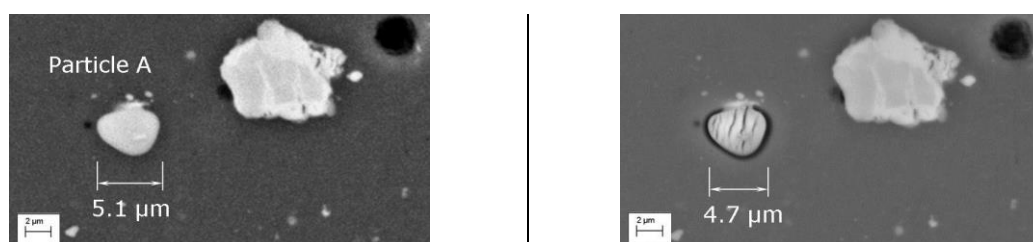
O vlivech deformace vyvozených řadou procesů na mechanické vlastnosti pojednává kapitola 2.3.

## Koroze Al slitin řady 2000

Korozní odolnost slitin hliníku s mědí, tedy i slitin řady 2000, je nízká. To je způsobeno hlavně sekundárními fázemi přítomnými ve struktuře a to především těmi, které obsahují měď. Mnoho z nich totiž v Al matici působí jako katody, čímž se anoda – tedy matrice v okolí fáze – díky vytvoření galvanického článku začne rozpouštět.

Dle práce [20] je 60 % přítomných fází ve struktuře větších než 0,5  $\mu\text{m}$  (tedy hrubých primárních fází vytvořených během tuhnutí taveniny), což odpovídá 2,7 % celkové plochy povrchu, fáze S. A právě v těchto místech je narušena oxidická vrstva vytvářející bariérovou ochranu mezi materiálem a okolním prostředím.

Částice fáze S tedy hraje významnou roli při korozi. Při korozi v neutrálním roztoku nejprve dochází k vylučování hořčíku z této Al-Cu-Mg fáze. Vzniká tak fáze bohatá na měď, která má společně s matricí charakter katody v porovnání s matricí v bezprostředním okolí této fáze, která je o měď ochuzena. Toto stádium trvá řádově jednotky minut [21]. V dalším stádiu koroze poté dochází k rozpouštění matrice ochuzené o měď díky vzniku článku mezi touto rozpouštějící se anodou a katodami – tedy S fází bohatou na Cu a matricí (**Obr. 6**). Takto vzniká lokalizovaná forma koroze, která ještě může být podpořena přítomností iontů halogenidů (nejčastěji Cl<sup>-</sup>) v prostředí [22].



**Obr. 6** Porovnání S fáze před ponořením do roztoku NaCl (vlevo) a po 15 minutách (vpravo) [22]

Nejčastější typ lokalizované koroze je bodová koroze – pitting. Ve většině korozních prostředí se tvorba bodových poruch uskutečňuje na rovině  $\{100\}$ . Plošná koncentrace korozních důlků souvisí s jejich hloubkou, a tedy koncentrace hlubokých důlků je obvykle menší než v případě důlků mělkých. Anodická reakce u ústí důlku vede díky chloridovým iontům ke vzniku korozních produktů, jejichž hydrolyzou se lokálně snižuje pH. Nízké pH omezuje vývoj repasivace. Bodové napadení může u slitin hliníku vznikat také na dalších heterogenitách, např. podél hranic zrn [1].

Korozní odolnost, resp. druh koroze, která se rozvine, závisí také na tvaru precipitátů. Ve studii [23] byla sledována koroze plechu ze slitiny 2024 v roztoku NaCl. U experimentálních plechů bylo provedeno rozdílné tepelné zpracování, konkrétně rozdílná prodleva před ochlazením z teploty rozpouštěcího žíhání tak, aby systematicky vznikly různé precipitáty, jak složením, tak především velikostí a tvarem. S tím jak se prodlužovala prodleva, tak hrubly sekundární precipitáty a korozní procesy se měnily od rovnoměrné koroze, přes pitting, až po exfoliaci (koroze po vrstvách).

## 2.2.2 Mechanismy zpevnění způsobené tvářením

Druhý způsob vedle legování, jak zvyšovat mechanické vlastnosti, jsou procesy tváření. V těchto procesech se uplatňují mechanismy deformačního zpevnění a především zpevnění hranicemi zrn. Principy a aplikace těchto procesů a mechanismů jsou rozebrány v této kapitole.

Od doby, kdy v 50. letech 20. století nezávisle na sobě E.O.Hall a N.J.Petch popsali závislost pevnostních vlastností polykrystalických materiálů na velikosti zrn (krystalů) vzrostl zájem o materiály, které mají velikost zrna pod 1  $\mu\text{m}$ . Dnes takovéto materiály nazýváme „ultrajemnozrné materiály“ (Ultra Fine Grain sized materials – UFG), jež mají rozměr zrn mezi 100 až 1000 nm a „nanokrystalické materiály“ (Nano-Crystalline materials – NC), jež mají rozměr zrn pod 100 nm. Metody vhodné pro dosažení ultrajemnozrné, příp. nanokrystalické struktury, masivních materiálů byly a stále jsou předmětem výzkumu. Hlavním problémem zůstává vnitřní homogenita polotovarů při přípravě zhutňování práškových materiálů, velikost polotovaru a především nízké plastické vlastnosti u metod SPD [24].

Z hlediska strategie přípravy rozeznáváme dvě základní cesty, kterými lze takovéto „submikronové“ materiály připravit. Označují se „shora-dolů“ a „zdola-nahoru“ (z anglických výrazů „Top-down“ a „Bottom-up“).

Cesta shora-dolů vede od makrolátky k nanostruktuře a spočívá v postupném zmenšování částic materiálu. Sem patří i metody extrémní plastické deformace (Severe Plastic Deformation –SPD), na které jsou zaměřeny další kapitoly.

Cesta zdola-nahoru vede od jednotlivých nano-částic (molekul, klastrů) k větším seskupením, kdy se tyto spojují a vytvářejí větší a složitější útvary.

Pro porozumění těchto metod je klíčové pochopení mechanismů zpevnění zrn plastickou deformací. Všeobecně se přijímá, že proces zjemnění struktury během extrémní plastické deformace má svůj původ v dislokacích. Plastickou deformací jsou v původních zrnech indukovány mřížkové poruchy, především tedy dislokace, o vysoké hustotě, které se navzájem uspořádávají do různých konfigurací v závislosti na krystalické struktuře za vzniku hustých dislokačních stěn na specifických skluzových rovinách (střihové pásy), dislokačních smyčkách a dislokačních buňkách. Interakce dislokací vede k tvorbě subzrn s nízkoúhlovými hranicemi. Další vývoj těchto sub-hranic vede při rostoucí deformaci k tvorbě vysokoúhlových hranic, které rozdělují původní zrna. Při plastické deformaci se hranice pohybují. Pohyb nízkoúhlových hranic probíhá podle dislokačních teorií. Pohyb vysokoúhlových hranic je zprostředkován transferem atomů mezi sousedícími zrny. Tyto pochody byly prokázány v kovech s mřížkou kubickou plošně středěnou (FCC – např. Al, Cu, Ni), kubickou prostorově středěnou (BCC – např. Fe) a šesticennou těsně uspořádanou (HCP – např. Ti).

Pouze samotný mechanismus zpevnování hranicemi zrn má za následek jak zvýšení pevnosti, tak i zvýšení plastických vlastností materiálu. Proto se výzkum soustřeďuje na metody, které k tomuto mechanismu vedou. Souběžně ovšem při procesech působí v různé míře ještě další mechanismy zpevnění, které sice také přispívají k vyšší pevnosti, ale zároveň snižují houževnatost materiálu. Další mechanismus, který během SPD procesu ovlivňuje strukturu, je tedy deformační zpevnění:

#### 1) Mechanismus deformačního zpevnění

Při tváření resp. při plastické deformaci dochází ke skluzu dislokací a rovněž vznikají ze zdrojů dislokací dislokace nové, např. Frank-Readův zdroj dislokací. Pro kvantifikaci dislokací se používá parametr hustota dislokací  $\rho$  (jednotka  $\text{cm}^{-2}$ ). S tím jak roste hustota dislokací, začíná docházet v důsledku jejich interakce s překážkami a také v důsledku jejich vzájemné interakce k deformačnímu zpevnění.

Deformační zpevnování vede ke zvyšování pevnostních charakteristik materiálu (mez pevnosti, mez kluzu a tvrdost) spojené ovšem se snižováním plastických vlastností (tažnost a tvárnost).

#### 2) Mechanismus zpevnění hranicemi zrn

U polykrystalických materiálů se uplatňuje mechanismus zpevnění hranicemi zrn, které jsou pro dislokace neprůchodné. Dislokace se zde kupí a napětí potřebné k další deformaci se zvětšuje. Odpor roste s množstvím hranic v jednotce objemu kovu, tedy se zmenšujícím se zrnem. Přesto, že tento princip je známý již staletí, teprve v polovině minulého století byl zformulován Hall-Petchův vztah:

$$\sigma_y = \sigma_0 + kd^{1/2},$$

Kde  $\sigma_y$  je mez kluzu,  $\sigma_0$  je třecí napětí potřebné pro překonání Peierls-Nabarrova napětí mřížky, odporu rozpuštěných cizích atomů, odporu precipitátů přítomných v matici a defektů mřížky,  $k$  je součinitel vyjadřující působení napěťových polí nakupených dislokací a  $d$  je střední průměr zrna. Z rovnice vyplývá, že mez kluzu roste se zmenšujícím se rozměrem zrn.

Po letech výzkumu stále není uspokojivě vysvětlena platnost vztahu při velmi malých velikostech zrn. Při velikosti zrna v řádu desítek nanometrů se totiž pevnostní vlastnosti stávají nezávislé na velikosti zrna, případně i klesají [25].

V návaznosti na studium metod přípravy materiálů s velikostí zrna v řádu nano je potřeba řešit ještě jeden technický problém, a to je samotné hodnocení střední velikosti zdeformovaných a velmi malých zrn a subzrn a také samotná definice rozdílu mezi zrny a subzrny – tomuto se věnuje kapitola 2.4.1.

## 2.3 SPD metody

Vzrůstající zájem o UFG a NC materiály vedl v posledních desetiletích k vývoji různých metod jejich přípravy. U SPD metod se jedná o cestu shora-dolů, kdy materiál s normální velikostí zrna pomocí vysoké plastické deformace přetváříme na jemnozrnnější materiál. Takto získaný materiál poté disponuje zajímavými vlastnostmi, jako je vysoká pevnost i houževnatost, superplasticita, případně také změněnými magnetickými vlastnostmi. Výsledná struktura je tvořena rovnoosými zrny (alespoň je o to snaha), čímž se liší od struktur dosahovaných konvenčním tvářením za studena, které vede k protažení zrn ve směru tváření. Strukturu s rovnoosými zrny lze získat již v průběhu SPD procesu díky dynamické rekrytalizaci, resp. dynamickému zotavení a rekrytalizaci, které je částečně způsobeno zvýšenou teplotou vyvinutou při vysoké deformaci. Proto u SPD procesů převažuje vliv zpevnění hranicemi zrn nad deformačním zpevněním [24].

Valiev [26] formuloval tři požadavky k získání materiálu s velikostí zrna pod 1  $\mu\text{m}$ :

- musí obsahovat převážně vysokoúhlové hranice zrn,
- musí mít homogenní mikrostrukturu v celém objemu,
- nesmí nastat vnitřní poškození nebo trhliny.

Tyto požadavky nejsou dosahovány konvenčními technologiemi, jako je válcování a tažení.

Naopak tyto požadavky splňují SPD metody, které mohou být děleny dle různých hledisek, jako například dle velikosti aplikovaného tlaku, dle způsobu deformace nebo dle plynulosti procesu, podle které jsou rozděleny metody v následujících kapitolách:

- tváření po jednotlivých dávkách,
- poloplynulé procesy,
- plynulé procesy.

### 2.3.1 Tváření po jednotlivých dávkách

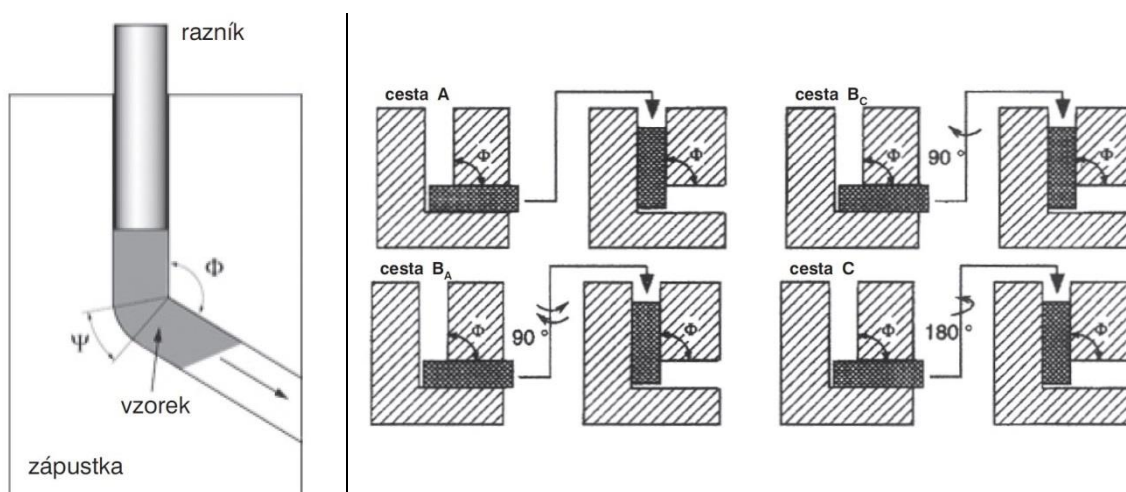
Mezi tyto procesy patří:

- Kanálové úhlové protlačování (ECAP – Equal Chanel Angular Pressing)
- Vysokotlaký krut (HPT – High Pressure Torsion)
- Protlačování s krutem (TE – Torsion Extrusion)
- Cyklické protlačování a stlačování (CEC – Cyclic Extrusion – Compression)
- Opakované zvlňování a rovnání (RCS – Repetitive Corrugation and Straightening)
- Rotační kování (RS – Rotary Swaging)



## ECAP

Tato metoda byla navržena V.M.Segalem a jeho spolupracovníky a o její rozvoj se zasloužil R.Z.Valiev (**Obr. 7** vlevo). Podstatou metody je protlačování masivních vzorků kruhového nebo čtvercového průřezu zápustkou, ve které se protínají dva kanály svírající úhel  $\Phi$  ( $60^\circ < \Phi < 135^\circ$ , obvykle  $90^\circ$ ). Úhel  $\Psi$  je v některých případech roven nule, v jiných je roh zakulacen (obvykle  $20^\circ$ ). Deformace v zápustce se uskutečňuje čistým stříhem a vstupní a výstupní kanály mají identický příčný průřez. Pro obvyklé úhly se po každém průchodu hodnota vložené deformace rovná přibližně 1 [26].



**Obr. 7** Princip metody ECAP (vlevo) a její 4 deformační cesty (vpravo) [24]

Během procesu je možné variovat s deformačními cestami – existují 4 různé způsoby otáčení vzorků mezi jednotlivými průchody (**Obr. 7** vpravo). Tyto „cesty“ jsou charakterizovány úhlem  $\varphi$ , který udává úhel pootočení vzorku kolem podélné osy:

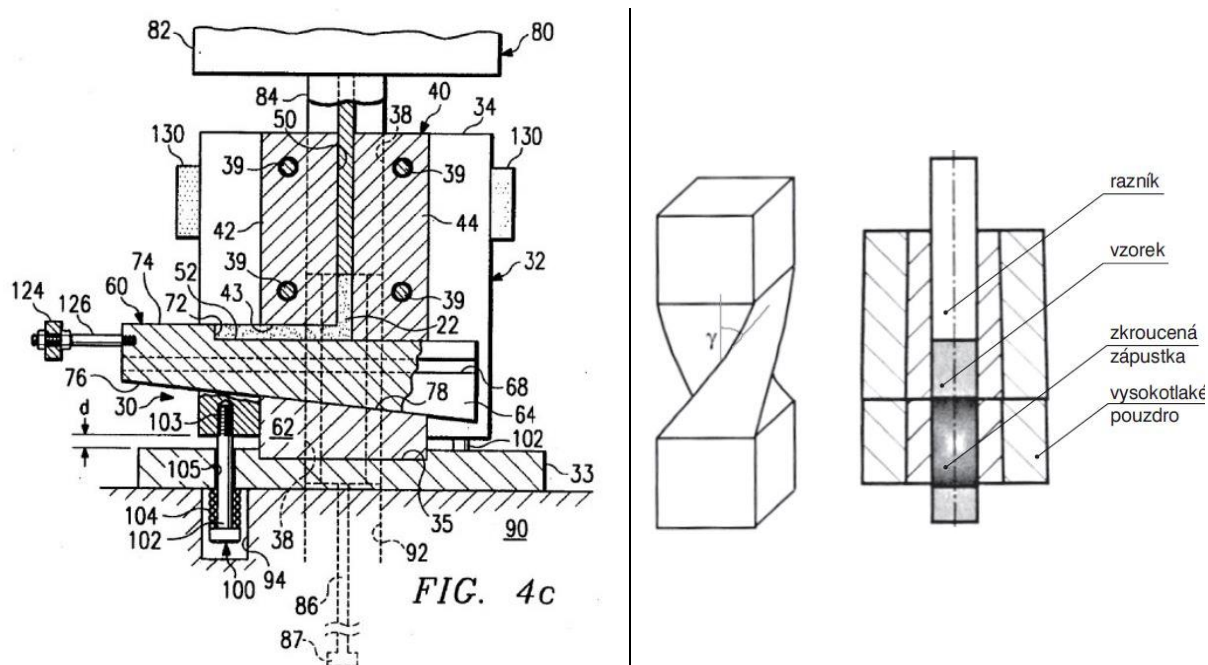
- Cesta A –  $\varphi = 0^\circ$  (bez rotace)
- Cesta BC –  $\varphi = 90^\circ$
- Cesta BA –  $\varphi =$  střídavě  $+90^\circ$  a  $-90^\circ$
- Cesta C –  $\varphi = 180^\circ$

Dle [28] je (za použití úhlu  $\Phi=90^\circ$ ) nejvhodnější cesta BC.

Nevýhoda ECAP metody, stejně jako dalších v této kapitole, je množství získaného materiálu. Navíc u této metody není celý získaný objem materiálu dostatečně protvářen - pouze část objemu podstoupila požadovanou deformaci a mikrostruktura tak splňuje dříve zmíněné požadavky, tedy homogenní mikrostrukturu bez trhlin. Dle [29] je po osmi průchodech plně protvářeno pouze cca 30 % materiálu při použití cesty A, cca 45 % při použití cest B a cca 83 % při použití cesty C.

Vliv úhlu  $\Phi$  na čistém hliníku studoval Nakashima [30]. Při stejném objemu deformace k největšímu zjemnění zrna došlo při úhlu  $\Phi = 90^\circ$ .

Základní konstrukční princip metody ECAP byl vylepšován mnohými výzkumníky, např. V.M.Segal [31] snížil tření ve výstupním kanále. Toho bylo docíleno pohyblivou stěnou výstupního kanálu (pohyblivý díl 60 na **Obr. 8** vlevo).



**Obr. 8** Modifikace metody ECAP (vlevo) [31] a princip metody TE (vpravo) [24]

## TE

Metoda TE je vlastně obdoba metody ECAP, s tím rozdílem, že kanál, kterým se materiál protlačuje, je sice rovný, ale zkroucený (**Obr. 8** vpravo). Kanál je pravoúhlého průřezu, tento průřez a tvar se podél osy nemění. Materiál ovšem není v průběhu protlačování kanálem deformován rovnoměrně. Nejmenší deformaci podstupuje materiál v ose, naopak největší na okraji vzorku [24].

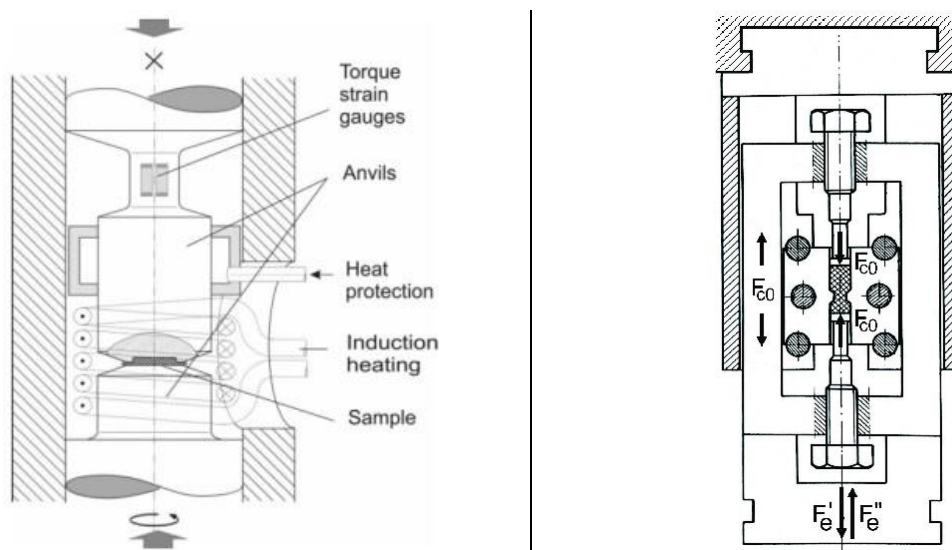
## HPT

Tato metoda byla poprvé použita V.A.Zorinem, D.P.Šaškinem a N.S.Jenikoponjanem. Vzorky, které splňují podmínky homogenní submikronové až nanometrické mikrostruktury, jsou v tomto případě tvaru disku. Princip metody spočívá ve stlačování materiálu mezi dvěma kovadlinami, z nichž jedna zároveň vykonává rotační pohyb (**Obr. 9** vlevo). Na vzorek tak působí zatížení jak tlakové (obvykle v řádu jednotek GPa), tak střihové, které vzniká mezi povrchem vzorku a rotující kovadlinou. Opět se jedná o metodu spíše laboratorní, jelikož rozměry takto získaných disků jsou obvykle o průměru do 20 mm a tloušťce do 1 mm. Ačkoliv z principu rotačního pohybu plyne, že střed vzorku není deformován,

bylo dokázáno, že po několikanásobném otočení kovadliny je dosaženo homogenní mikrostruktury v celém průřezu [26].

Prakticky pouze metodou HPT, oproti jiným metodám, lze docílit extrémně vysoké deformace. Například ekvivalentní deformace pro disk o průměru 8 mm a tloušťce 0,8 mm po 100 otáčkách odpovídá hodnotě 2000 [32].

K tváření vzorku může docházet v širokém rozsahu teplot, od podchlazení po vysoké teploty dosažené indukčním ohřevem. Také velikost přtlaku a rychlost otáčení kovadliny lze široce měnit.



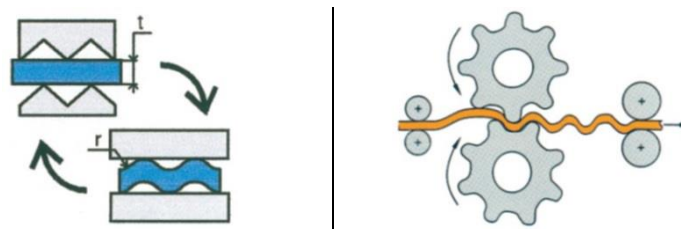
**Obr. 9** Princip metody HPT (vlevo) [32] a metody CEC (vpravo) [34]

### CEC

Metodu vyvinul a patentoval J.Richter [33]. Princip metody je založen na tom, že po vytvoření počátečního tlaku na vzorek se písty již nepohybují a cyklicky se pohybuje zápusťka, která má uprostřed zúžení (**Obr. 9** vpravo). Tato metoda klade vysoké nároky na zápusťky, kvůli vysokým tahovým napětím a vysokému tření. U této metody se dosahuje ekvivalentní deformace větší než 4 [34].

### RCS

Metoda vyvinutá Y.T.Zhu v roce 2001 spočívá v opakovaném zvlňování a rovnání sochoru (**Obr. 10** vlevo). Pro získání jemnozrnné mikrostruktury je potřeba proces opakovat a sochor otáčet podél jeho osy. Tuto metodu lze vhodnými nástroji modifikovat na plynulý proces (CRCS - **Obr. 10** vpravo) [24].

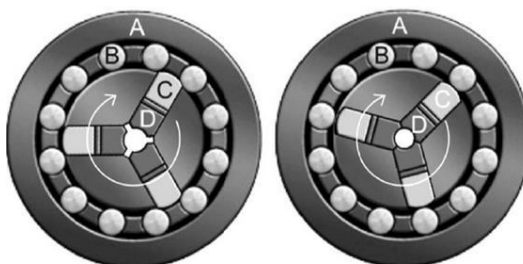


**Obr. 10** Princip metody RCS (vlevo) a CRCS (vpravo) [24]

## **RS**

Rotační kování je sice metoda vyvinutá před více než 60 lety, nicméně její užití jako SPD metody k tvorbě UFG materiálů je málo rozšířené, o čemž svědčí malé množství publikací.

Deformace během rotačního kování je vyvolávána opakovanými údery kovadlin (může jich být 2 – 8), které se pohybují do středu a zpět (**Obr. 11**). Pohyb kovadlin (C, D) je vyvozen rotačním pohybem kroužku s válečky (B) umístěným v nepohyblivém plášti (A). Výhody této metody tkví především v relativně vysoké rychlosti zpracovávání, dobré jakosti povrchu a také vhodnosti k průmyslovému využití.



**Obr. 11** Princip metody RS [35]

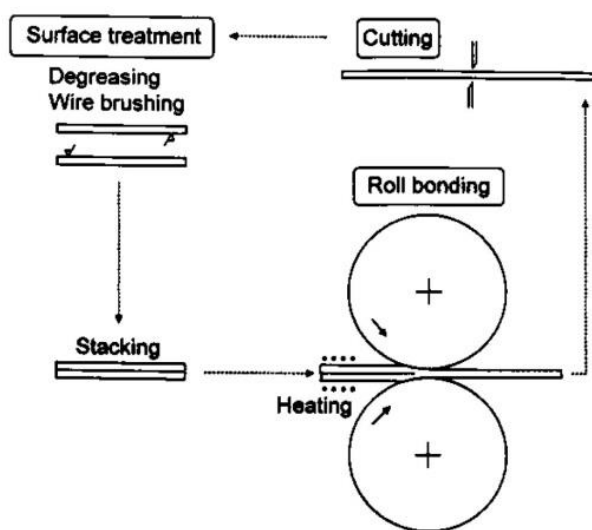
I přes nevýhody metody, jako je vznik textury, která má následně vliv na anizotropii vlastností, je tato metoda slibná, jak ukazuje práce [35], ve které byl kován čistý hliník 1050 a práce [36] založena na experimentech s rotačním kovááním a umělým stárnutím slitiny 6082. V práci [35] bylo u 99,5% čistého hliníku dosaženo průměrné velikosti zrna pod  $1\mu\text{m}$ . V práci [36] bylo u slitiny Al-Si dosaženo meze kluzu těsně pod 400 MPa.

## 2.3.2 Poloplynulé procesy

### ARB

Metodu kumulativního válcování (Accumulative Roll Bonding) vyvinuli Y. Saito a N. Tsuji [37]. Metoda je založena na opakovaném válcování pásů, které jsou po 50% redukci své tloušťky rozděleny na polovinu, složeny na sebe a opětovně rozválcovány na polovinu tloušťky (**Obr. 12**). Pro úspěšné získání submikronové mikrostruktury je zásadní dobré spojení pásů. Proto se pásy před stohováním upravují – odmašťují, kartáčují – nebo přehřívají pod rekrystalizační teplotu. Problémem při ARB bývá praskání hran, což se děje kvůli indukovaným tahovým napětím. Tímto procesem se podařilo získat velikost zrna 47 – 320 nm u celé řady kovů a slitin, zejména na bázi Al [37]. V jiné práci [38] kombinací ARB procesu, válcování za studena a umělého stárnutí bylo dosaženo u materiálu 2024 meze pevnosti 635 MPa.

I přes obtíže s nehomogenní velikostí zrna, praskáním hran a komplikacemi s kvalitním difuzním spojením pásů, se na této metodě intenzivně pracuje. Je to tím, že má velký potenciál k industrializaci s možností získat poměrně velký objem materiálu. Navíc tento proces nepotřebuje žádná speciální zařízení, ale jen válcovací stoličky s dostatečnými parametry.



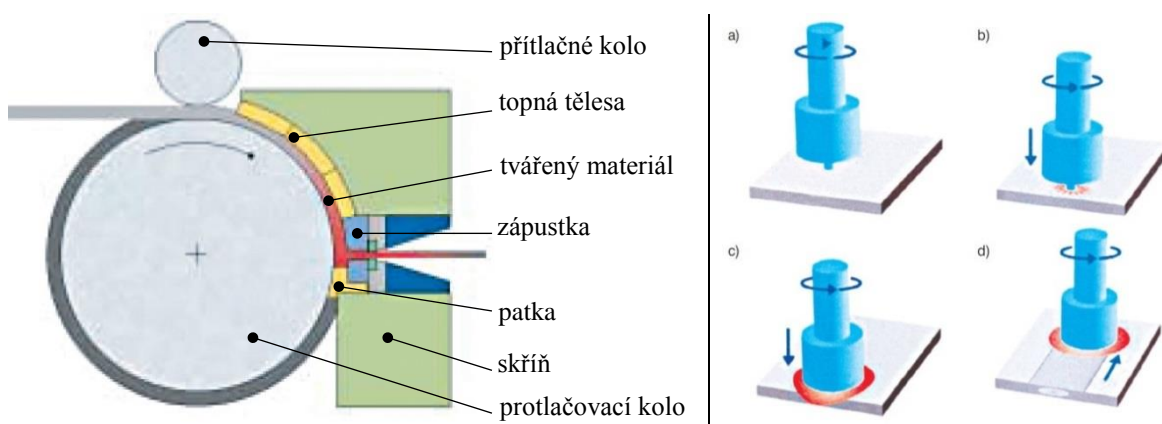
**Obr. 12** Princip metody ARB [37]

### 2.3.3 Plynulé procesy

Průmyslová aplikace SPD procesů je omežována absencí vhodné metody, která by umožňovala efektivní a plynulou výrobu dostatečně dlouhých polotovárů, ať už plechů, tyčí nebo sochorů. Nejslibnější v tomto ohledu se jeví metody založené na kombinaci metody ECAP a plynulého vytlačování [39].

#### ECAP-Conform

Deformace je u této metody vytvářena v zápustce, do které je kontinuálně přiváděn materiál. Materiál je přiváděn otáčením přítlačného kola a protlačovacího kola s drážkou do prostoru zápustky. V drážce vznikají vysoké tlaky a lze ji zahřívat topnými tělesy. Na protlačovací kolo přiléhá patka, která uzavírá drážku a usměrňuje tak tok materiálu pod úhlem 90° do zápustky (**Obr. 13** vlevo). Zápustka může vytvářet různé tvary (tyče, trubky, profily).



**Obr. 13** Princip metody ECAP-Conform (vlevo) a princip metody FSP (vpravo) [24]

V článku [40] bylo potvrzeno, že při zpracování slitiny hliníku 6082 touto metodou a následným stárnutím, lze dosáhnout výrazného zvýšení meze pevnosti (až 400 MPa) i při nižších teplotách a kratších časech stárnutí.

### 2.3.4 Další metody

Dalšími metodami využívajícími SPD procesy lze vytvářet masivní vrstvy s UFG a NC strukturou. Jedná se například o metodu využívající princip svařování třením – **FSP** (Friction Stir Processing). Rotující nástroj se přiblíží ke zpracovávanému materiálu, špička nástroje se dostane do kontaktu s tvářeným dílem, čímž je omezeno další pronikání nástroje a rozšiřuje se tepelná zóna. Díl se pohybuje vůči nástroji a vytváří plně rekrystalizovanou UFG mikrostrukturu (**Obr. 13** vpravo).

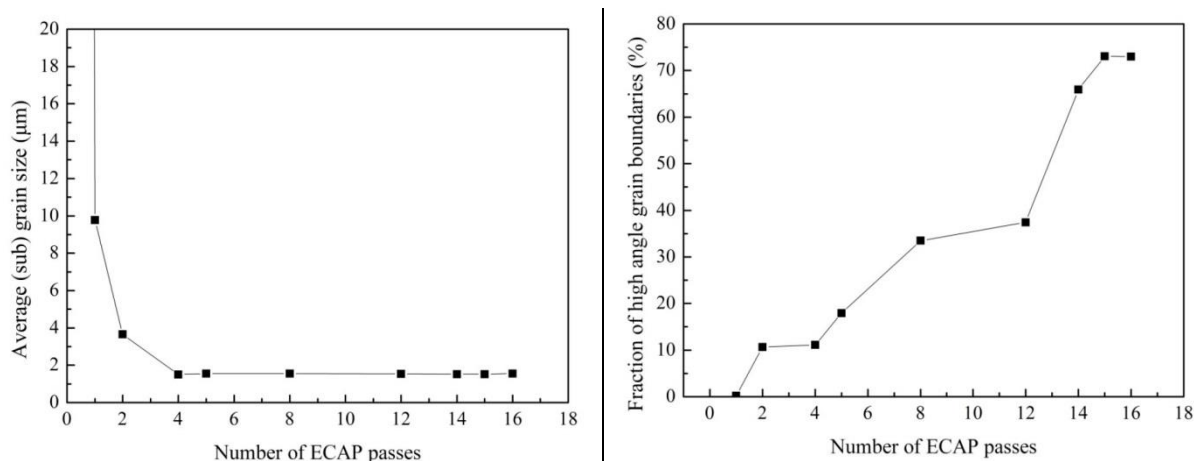
V práci [41] byly optimalizovány parametry FSP procesu pro Al slitinu 2024. U materiálu připraveného za optimálních podmínek byla naměřena mez kluzu 1,3x vyšší než vykazoval základní materiál při zachování stejné tažnosti.

## 2.4 Metody zkoumání mikrostruktury a mechanických vlastností

### 2.4.1 Studium UFG struktur

Při studiu UFG struktur je potřeba rozlišit mezi sebou zrna, která jsou od sebe oddělena vysokoúhlovými hranicemi a subzrna, která jsou oddělena nízkoúhlovými hranicemi. Hranice mezi zrny a subzrny, potažmo mezi vysoko- a nízko-úhlovou hranicí není rigidní, obvykle se jako mezní úhel dezorientace uvažují hodnoty 10 – 15°. Je známo, že zrna oddělená vysokoúhlovými hranicemi mají obecně mnohem významnější vliv na úroveň mechanických vlastností, než subzrna oddělená nízkoúhlovými hranicemi [24].

Problematika zrn a subzrn lze demonstrovat na výsledcích [42], kde byl metodou ECAP deformován makrokrytal čistého hliníku. Z grafů je vidět, že od 4. průchodu se již průměrná velikost (sub)zrn nemění (**Obr. 14** vlevo), zatímco podíl vysokoúhlových hranic zrn, v tomto případě nad 15°, stále roste (**Obr. 14** vpravo).



**Obr. 14** Závislost velikosti zrn (vlevo) a vysokoúhlových hranic zrn (vpravo) na počtu průchodů [42]

Mezi základní metody užívané při studiu UFG struktur, tedy materiálů s velikostí zrn pod 1 μm, patří elektronová mikroskopie.

### Skenovací elektronová mikroskopie

Skenovací elektronová mikroskopie (SEM) je založena na interakci svazku primárních elektronů se vzorkem a následným zachycením a analýzou produktu této interakce pomocí vhodných detektorů. Tyto detektory přemění zachycené informace na elektrický signál, který je následně zpracován počítačem. Mezi nejdůležitější produkty interakce elektronů s materiálem patří sekundární elektrony (SE), které dávají především informace o tvaru povrchu – topografický kontrast. Dalšími produkty, které dávají informace o chemickém složení, jsou Augerovy elektrony a rentgenové záření. Zpětně odražené elektrony (BSE), resp. jejich množství je silně závislé na atomovém čísle interagujícího prvku a využívají se pro chemický kontrast [43].



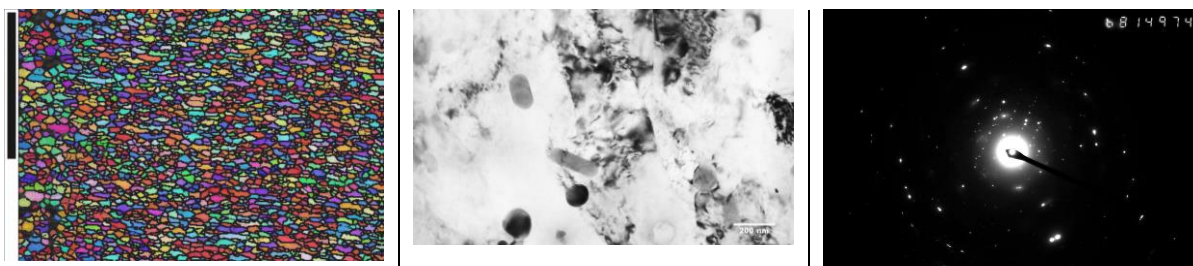
## Difrakce zpětně odražených elektronů

U této metody (zkráceně EBSD) je využívána difrakce BSE na krystalové mřížce. Touto metodou lze studovat UFG materiály vyrobené SPD metodami. Lze stanovit krystalografickou orientaci zrn, velikosti zrn a jejich orientaci (**Obr. 15** vlevo). Po interakci s krystalickým materiálem dochází k pružnému rozptylu elektronů, tj. k difrakci na krystalových rovinách ve směrech daných Braggovým zákonem:

$$n \lambda = 2d \sin \theta,$$

kde  $n$  je řád reflexe,  $\lambda$  je vlnová délka,  $d$  je mezirovinná vzdálenost difraktující osnovy krystalografických rovin a  $\theta$  je úhel dopadu a odrazu elektronů, tzv. Braggův úhel. Difrakční stopa se poté zachytí pomocí fosforového stínítka, na které se promítnou Kosselovy kružnice.

Tato metoda je velice citlivá na kvalitu povrchu, proto se pro přípravu vzorku využívá iontové leštění [43].



**Obr. 15** Příklady snímků: EBSD (vlevo), TEM - fázový kontrast (střed), TEM - difrakční kontrast (vpravo) [44]

## Transmisní elektronová mikroskopie

Pomocí transmisní elektronové mikroskopie (TEM) lze dosáhnout nejvyššího rozlišení (pod 1 nm). V porovnání se SEM, TEM využívá elektrony, které materiálem vzorku projdou skrz. To je možné jednak vyšším urychlovacím napětím a jednak rozměry vzorku. Ten musí být max. cca 200 nm tlustý. Vzorky pro TEM se připravují dvěma způsoby, jednak jako repliky (=otisk povrchu) a jednak ztenčováním vzorku (nejprve mechanicky, poté iontovým dělem nebo elektrolyticky). Příprava vzorků pro TEM je značně zdlouhavá a složitá.

Obraz v TEM se tvoří buď fázovým kontrastem (**Obr. 15** střed), nebo difrakčním kontrastem (**Obr. 15** vpravo). Optický systém může promítat na stínítka jak obraz vzorku (fázový kontrast), tak přestřením do zadní ohniskové roviny objektivu difrakční obrazec. Fázový kontrast je způsoben elektrony rozptýlenými pod malými úhly a lze takto pozorovat vzorek jak ve světlém poli, tak v tmavém poli. Navíc v krystalických látkách lze navíc získat difrakční kontrast z elektronů rozptýlených do velmi odlišných směrů závislých na krystalické struktuře. Díky difrakčnímu kontrastu tak lze určit například orientaci krystalové mřížky nebo složení fází [43].



## **Světelná mikroskopie**

Ve světelné mikroskopii se k vytvoření kontrastu využívá viditelné světlo. Kvůli vlnové délce viditelného světla se rozlišení světelných mikroskopů pohybuje kolem 0,2  $\mu\text{m}$ . Při zobrazování lze použít řadu filtrů umožňujících například pozorování v polarizovaném světle.

Při pozorování v polarizovaném světle je do optické soustavy mikroskopu vložen také polarizátor a analyzátor. Polarizátor polarizuje světlo, které následně dopadá na vzorek. Zde může dojít k částečné změně směru polarizace na tzv. opticky aktivních prvcích, typicky jde o krystaly, které vykazují dvojlom. Takto ovlivněné světlo pokračuje do analyzátoru, kde dojde k další polarizaci. Za analyzátozem dochází k interferenci dvou navzájem fázově zpožděných světelných vln. Tuto interferenci lze již okulárem pozorovat nebo kamerou zaznamenat. Polarizátor a i analyzátor lze natáčet a řídit tak míru interference.

Před samotným pozorováním je nutné připravit metalografický vzorek. Ten je vhodné nejprve za studena zalít a následně broušením a leštěním připravit jeho povrch. Finální krok je leštění koloidním křemíkem, který strukturu také částečně naleptává. Na takto připraveném vzorku (= vyleštěný stav) je možné pozorovat mikroskopem intermetalické fáze. Poté je možné vzorek naleptat vhodným činidlem například pro zvýraznění hranic zrn nebo k dosažení fázového kontrastu (= naleptaný stav).

### **2.4.2 Termická analýza**

Metodami termické analýzy můžeme sledovat pochody probíhající při zahřívání nebo ochlazování vzorku. Lze ji použít pro přímé i nepřímé pozorování zotavovacích a rekrystalizačních procesů a také pro pozorování precipitace. Pro studium pevných chemických látek jsou nejčastěji používané dynamické metody termické analýzy, kde je vzorek zahříván konstantní rychlostí. Během experimentálního programu byla použita diferenční kompenzační kalorimetrie (Differential scanning calorimetry – DSC), při které je měřenou veličinou reakční entalpie.

### **Diferenční skenovací kalorimetrie**

Diferenční skenovací kalorimetrie (DSC) umožňuje zkoumat tepelné vlastnosti materiálů. Metoda spočívá v ohřívání / chlazení dvou nádob konstantní rychlostí, přičemž jedna nádoba obsahuje vzorek a druhá je prázdná – referenční. Měří se rozdíl v tepelných tocích do jednotlivých nádob.

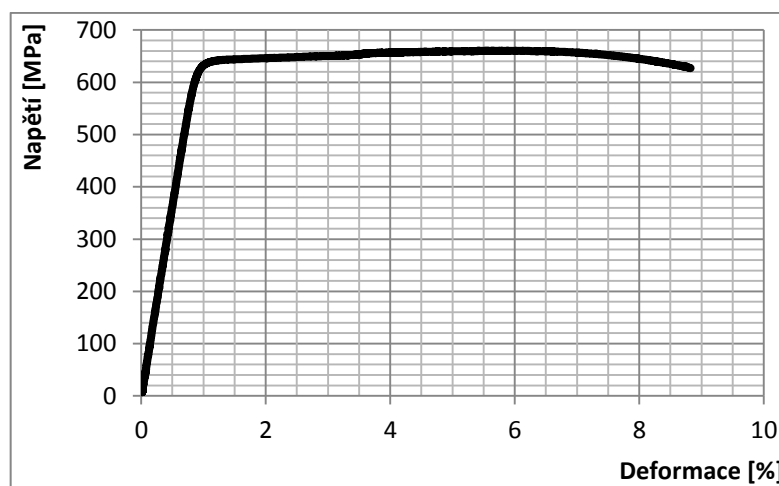
Metoda DSC je vhodný doplněk k TEM, jelikož dává rychlý přehled o dějích probíhajících v tuhém stavu a to jak formování GP zón při nízkých teplotách, tak precipitaci při vyšších teplotách. Navíc lze z DSC křivek stanovit také kinetické parametry / aktivační energii.

V případě Al-Cu-Mg slitin je i přes řadu článků, které se těmito slitinami zabývají, nejsou stále upokojivě vysvětleny všechny děje [53].

### 2.4.3 Měření mechanických vlastností

#### Zkouška tahem

Mezi základní a nejrozšířenější mechanické zkoušky patří zkouška tahem. Hlavním důvodem je její jednoduchost a vysoká využitelnost při popisu chování materiálů. Pro zkoušku tahem je charakteristické převládající jednoosé tahové napětí vyvolávající prodloužení zkušební tělesa. Výsledkem této zkoušky je obvykle tahový diagram (**Obr. 16**), ze kterého se získávají základní mechanické charakteristiky popisující chování materiálu – mez pevnosti  $R_m$ , smluvní mez kluzu  $R_{p0,2}$ , tažnost  $A$  a kontrakce  $Z$ . Mez pevnosti je napětí vztahené k maximální síle dosažené během zkoušky k počátečnímu průřezu zkušební tělesa. Mez kluzu je napětí, které odpovídá přechodu mezi elastickou a plastickou deformací. Smluvní mez kluzu se používá u materiálů s nevýraznou mezí kluzu a vztahuje se právě k trvalé plastické deformaci 0,2 %. Z přetrženého vzorku lze následně stanovit tažnost z podélného prodloužení a kontrakci z příčného zúžení průřezu.



**Obr. 16** Příklad záznamu tahové zkoušky (vzorek Voda-1RS-160 °C/21 hod)

#### Měření tvrdosti

Tvrdość je definována jako odpor materiálu vůči vnikajícímu cizímu tělesu. Existuje řada metod, které se liší způsobem měření nebo geometrií indentoru. Jednou z nejběžnějších metod je měření tvrdosti podle Vickerse. V této metodě má indentor tvar čtyřbokého jehlanu s vrcholovým úhlem 136°. Jehlan je do materiálu vtlačován zatížením  $F$ . Doba působení zatížení je 10 až 15 s. Pro vyhodnocení zkoušky se změří délky obou úhlopříček vzniklého vtisku a vypočte se jejich aritmetický průměr  $u$ . Výsledná hodnota tvrdosti je bezrozměrná a vypočte se ze vztahu:

$$HV = 0,189 \frac{F}{u^2}$$

### 3 Experimentální program

V posledních desetiletích je v popředí zájmu u hliníkových slitin výzkum různých metod velkých plastických deformací (severe plastic deformation - SPD) kvůli schopnosti zlepšovat vlastnosti materiálu. U vytvrditelných slitin lze SPD metody ještě zkombinovat s následným tepelným zpracováním, které vede k precipitaci velmi jemných částic. Vlastnosti výsledného materiálu tak plynou ze synergie (ultra-)jemnozrnné mikrostruktury, částic sekundárních fází a hustoty dislokací.

Byla vyvinuta řada SPD metod, přičemž většinou se jedná pouze o experimentální metody a kvůli množství produkovaného materiálu má jen několik z nich potenciál ke komerčnímu využití. Jednou z nich je rotační kování.

Předkládaná práce se zabývá mechanickými vlastnostmi a mikrostrukturou hliníkové slitiny EN AW-2024 dosažené kombinací rotačního kování a tepelného zpracování umělým stárnutím. Cílem je zhodnotit a popsat chování tohoto materiálu především pro široké spektrum teplot a časů umělého stárnutí a dalších vlivů.

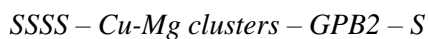
#### 3.1 Experimentální materiál

Pro experimentální program byl zvolen materiál EN AW-2024 především kvůli svému slibnému potenciálu dosahovat nárůstu meze kluzu a meze pevnosti až o 50 % (ve srovnání s **Tab. 2**) při zachování dostatečné tažnosti. Těchto vlastností lze dosáhnout kombinací zpracování pomocí rotačního kování následovaného umělým stárnutím [44][46]. Experimentální materiál je běžně dostupný v sortimentu dodavatelů hliníkových slitin, to je rovněž důvodem výběru této slitiny k experimentálnímu programu.

Jde o široce využívanou slitinu v nejrůznějších průmyslových oblastech, např. v leteckém průmyslu. V podobě desek má tento materiál relativně dobrou únavovou odolnost, tuhost a pevnost a používá se v konstrukci trupu letadel, jejich křídel, obzvláště jako výztužných žeber namáhaných ohybem. Plechy z tohoto materiálu se používají hojně na potahy trupů a křídel. Polotovary v podobě tažených trubek a protlačovaných tyčí se používají pro výrobu částí leteckých sedadel a jiných konstrukčních aplikací. Takové díly vykazují velmi dobré mechanické vlastnosti a používají se zejména při extrémně náročných tvářecích operacích. Při obrábění tvoří tato slitina krátké třísky a tedy je vhodná pro tuto úpravu. Má nízkou odolnost vůči korozi a není vhodná pro svařování.

Jedná se o hliníkovou slitinu série 2000, kde hlavním legujícím prvkem je měď a sekundárním je hořčík. Běžně se tato slitina nechává přirozeně stárnout (20 °C / 5 dnů dle [47]). Tyto slitiny jsou vytvrditelné také tepelným zpracováním – umělým stárnutím. Před stárnutím je nutné získat přesycený tuhý roztok (super-saturated solid solution - SSSS) a to rozpouštěcím žíháním

(490 - 505 °C, ochlazení ve vodě 20 – 40 °C dle [47]). Tento vzniklý SSSS je termodynamicky nestabilní a má tendenci se rozpadat, což se děje při procesu stárnutí, ať už přirozeného, nebo umělého (190 °C / 12 hodin dle [1] a [3]). Během stárnutí dochází ke vzniku žádoucích precipitátů a to sekvencí přeměn, během níž se po počátečním shlukování atomů do klastrů vytvoří nejprve nerovnovážná fáze koherentní s maticí (ozn. GPB2) a následně rovnovážná fáze nekoherentní s maticí (ozn. S):



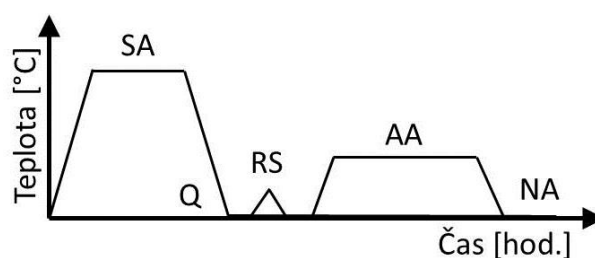
Chemické složení experimentálního materiálu je v **Tab. 3**. Jednalo se o extrudované tyče s průměrem 12 mm. Dodané vzorky byly ve stavu T351.

**Tab. 3** Chemické složení experimentální slitiny EN AW-2024 (v hm. %)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti
0,33	0,23	4,35	0,66	1,46	0,020	0,084	0,14	0,055
Co	Sn	V	Sb	Al				
0,001	0,006	0,015	<0,007	zbytek				

## 3.2 Experimentální proces zpracování

Materiál prošel procesem zpracování, jehož základní varianta je schematicky zobrazena na **Obr. 17**. V souladu s dříve uvedeným byl materiál nejprve podroben rozpouštěcímu žihání (solution annealing - SA) následovaným rychlým ochlazením (quenching - Q). V dalším kroku bylo prováděno rotační kování (rotary swaging - RS). Jelikož při kování v důsledku deformace dochází k nezanedbatelnému zahřívání, následovalo po RS opětovné ochlazení. Posledním krokem bylo umělé stárnutí v peci (artificial aging - AA) případně přirozené stárnutí na vzduchu (natural aging - NA).



**Obr. 17** Schéma základní varianty experimentálního procesu zpracování

Jednotlivé operace této základní varianty procesu zpracování experimentálního materiálu jsou podrobněji vysvětleny v následujících kapitolách.

### 3.2.1 Rozpouštěcí žihání (SA)

Teplota rozpouštěcího žihání byla zvolena 500 °C s výdrží na teplotě 1 hodina. Teplota byla stanovena na základě analýzy diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC). Popis experimentu je v kapitole 3.3.2 a výsledky experimentu v kapitole 0. Při zvolené teplotě a výdrži se vyloučené fáze rozpustí a vytvoří se jednofázový tuhý roztok. Všechny zkoušené vzorky byly podrobeny stejné teplotě a času rozpouštěcího žihání. Žihání bylo prováděno v komorové peci s nucenou cirkulací vnitřní atmosféry.

### 3.2.2 Rychlé ochlazení (Q)

Rychlé ochlazení po rozpouštěcím žihání bylo primárně prováděno do vody o pokojové teplotě. Sekundárně, v případě části vzorků pro porovnání, bylo také provedeno ochlazení do tekutého dusíku (-196 °C).

### 3.2.3 Rotační kování (RS)

Rotační kování bylo prováděno bezprostředně po rychlém ochlazení. Rotační kování bylo aplikováno ve čtyřech režimech. Přesněji řečeno ve třech režimech, plus jeden režim pro porovnání byl ponechán bez rotačního kování (označení 0RS). Kování bylo prováděno z výchozího průměru 12 mm. V prvním režimu (označení ½RS) bylo kováno jedním průchodem na průměr 11,6 mm. Ve druhém režimu (označení 1RS) bylo kováno jedním průchodem na průměr 11,4 mm. Ve třetím režimu (označení 2RS) bylo kováno dvěma průchody a to postupně na průměr 11,4 mm a na průměr 10,3 mm. Jednotlivé parametry rotačního kování jsou přehledně shrnuty v **Tab. 4**.

**Tab. 4** Parametry aplikovaného rotačního kování

Označení	Počáteční průměr	Průměr po 1. úběru	Průměr po 2. úběru	Skutečná deformace
<b>0RS</b>	12 mm	-	-	<b>0</b>
<b>½RS</b>		11,6 mm	-	<b>0,068</b>
<b>1RS</b>		11,4 mm	-	<b>0,103</b>
<b>2RS</b>			10,3 mm	<b>0,306</b>

Skutečná deformace  $\varepsilon$  je bezrozměrná veličina a je dána vztahem:

$$\varepsilon = \ln \frac{S}{S_0},$$

kde  $S$  je koncový průřez a  $S_0$  je počáteční průřez.

Rotační kování bylo prováděno na rotačním kovací lisu R4 – 4 (**Obr. 18**) se systémem dvou protiběžných oběžných kol od firmy Heinrich Müller Phorzheim G.m.b.H. Parametry kovacího lisu jsou uvedeny v **Tab. 5**.

**Tab. 5** Parametry rotačního kovacího lisu

Rozměry kovátek	32 x 40 x 100 mm
Kování plných průměrů	4 – 22 mm
Kování trubek	do Ø 40 mm



**Obr. 18** Použitý rotační kovací lis

### 3.2.4 Umělé stárnutí a přirozené stárnutí (AA a NA)

Parametry umělého stárnutí, tedy teplota a čas výdrže, byly hlavní proměnnou v provedeném experimentu. Teploty byly zvoleny 140, 150, 160, 180 °C a časy od 1 hodiny po 29 hodin u nejvyšší teploty a až po 168 hodin u nejnižší teploty. Umělé stárnutí bylo prováděno v komorové peci s nucenou cirkulací vnitřní atmosféry. Pro porovnání bylo také provedeno přirozené stárnutí (na vzduchu při pokojové teplotě po dobu 1 měsíce).

### 3.2.5 Získané stavy a jejich značení

Experimentálním procesem zpracování byla získána matice stavů (Obr. 19), jejichž označování bylo vytvořeno podle klíče X-Y-Z, kde:

X udává ochlazovací medium použité po rozpouštěcím žíhání (Voda / Dusík),

Y udává velikost deformace aplikované rotačním kováním (0RS / ½RS / 1RS / 2RS),

Z udává teplotu umělého stárnutí příp. přirozené stárnutí (180 / 160 / 150 / 140 °C / NA),

a v závorce je uvedena doba umělého příp. přirozeného stárnutí.

		Deformace			
		0RS	½RS	1RS	2RS
Teplota [°C]	180	Voda-0RS-180 (1 až 29 hod)		Voda-1RS-180 (1 až 29 hod)	
	160	Voda-0RS-160 (1 až 66 hod)	Voda-½RS-160 (1 až 66 hod)	Voda-1RS-160 (1 až 41 hod)	Voda-2RS-160 (1 až 41 hod)
		Dusík-0RS-160 (1 až 41 hod)		Dusík-1RS-160 (1 až 41 hod)	Dusík-2RS-160 (1 až 41 hod)
	150	Voda-0RS-150 (1 až 43 hod)		Voda-1RS-150 (1 až 43 hod)	Voda-2RS-150 (1 až 43 hod)
	140	Voda-0RS-140 (1 až 168 hod)		Voda-1RS-140 (1 až 168 hod)	Voda-2RS-140 (1 až 43 hod)
	NA	Voda-0RS-NA (1 měsíc)		Voda-1RS-NA (1 měsíc)	Voda-2RS-NA (1 měsíc)
Dusík-0RS-NA (1 měsíc)			Dusík-1RS-NA (1 měsíc)	Dusík-2RS-NA (1 měsíc)	

Obr. 19 Matice získaných stavů a jejich značení

### **3.3 Použité experimentální metody**

#### **3.3.1 Analýza mikrostruktury**

##### **Světelná mikroskopie**

V této práci byly pozorovány metalografické vzorky jak ve vyleštěném stavu, kvůli pozorování intermetalických fází, tak i v naleptaném stavu. Bylo použito elektrochemické leptání (21 V dc, 1 min) v činidle Barker (vodný roztok kyseliny fluoroborité) a pozorování v polarizovaném světle pro zviditelnění hranic zrn. Pozorování bylo prováděno na mikroskopu Carl Zeiss – Observer.Z1m, který je vybaven softwarem pro obrazovou analýzu AxioVision SE64.

Intermetalické fáze byly hodnoceny kvantitativně. Pomocí softwaru byly snímky nasnímané při 100x zvětšení prahováním překryty binárním obrazem. Dále byly automatickými nástroji měření spočteny objekty a byla změřena jejich velikost parametrem ekvivalentní průměr. Ekvivalentní průměr udává průměr kruhu, který má stejný obsah jako je obsah analyzované částice v jejím nasnímaném 2D řezu. Toto kvantitativní hodnocení bylo vždy provedeno na 6 polích podélného řezu.

##### **SEM - EBSD**

V této práci byly provedeny analýzy na SEM Jeol JSM-IT500HR, který je vybaven Schottkyho katodou. Pro analýzu velmi jemných fází byla použita difrakční technika EBSD – systém EDAX. Hlavním důvodem využití této techniky je možnost určovat vzájemný úhel misorientace sousedních zrn. EBSD mapy byly sbírány při urychlovacím napětí 30 kV, velikost snímaných polí byla 85x65  $\mu\text{m}$  s krokem 0,2  $\mu\text{m}$ . Záznamy EBSD analýz byly vyhodnoceny pomocí softwaru IOM Analysis.

Hranice zrn s misorientací mezi  $2^\circ$  a  $15^\circ$  byly považovány za nízkoúhlové (Low-angle Grain Boundaries – LAGB) a hranice s misorientací vyšší než  $15^\circ$  za vysokoúhlové (High-angle Grain Boundaries – HAGB). Hranice zrn s misorientací nižší než  $2^\circ$  byly vyřazeny z vyhodnocování všech stavů, jelikož u vysoce deformovaných materiálů je vysoký tzv. orientační šum. Tento šum v orientačních mapách neboli v mapách inverzního pólového obrazce vzniká díky stopám, u kterých dochází k chybné indexaci. Zpravidla se tento šum dá odfiltrovat, avšak především u materiálů žíhaných a mírně deformovaných.

##### **TEM**

TEM pozorování bylo provedeno pomocí mikroskopu TEM Jeol 2100F, při urychlovacím napětí 200 kV. Snímky byly snímány ve skenovacím módu (STEM) pro odstranění rušivých interferenčních jevů přítomných v pozorování v transmisním módu (TEM). Mapy rozložení prvků byly snímány EDS detektorem X-Max80 firmy Oxford Instruments se software Aztec.



Vzorek Voda-IRS-180 byl pozorován také v mikroskopu FEI Titan Themis 60-300 cubed, při urychlovacím napětí 300 kV. Byl použit STEM mód s detektorem HAADF.

Fólie byly připraveny dvěma různými způsoby, abychom vyloučili případný vliv přípravy fólií na mikrostrukturu.

Prvním způsobem bylo klasické elektrochemické leptání v přístroji Tenupol 5. Leptadlem byl roztok 30% HNO<sub>3</sub> v metanolu. Teplota leptání byla -20 °.

Druhým způsobem přípravy fólií bylo standardní leštění ionty argonu v přístroji Gatan PIPS.

### **3.3.2 Termická analýza - DSC**

DSC analýza byla provedena pomocí kalorimetru DSC PT1600 od výrobce Linseis. Jedná se o techniku měření tepelným mostem mezi měřeným a referenčním vzorkem, tzv. heat flux DSC. Byl použit senzor typu S, jako ochranná atmosféra byl použit dusík, hmotnost jednotlivých vzorků byla kolem 25 mg a vzorky se vkládaly do korundových kelímků. Rychlost ohřevu pro stanovení teploty rozpouštěcího žíhání byla 10 K/min, v dalším experimentu byla rychlost měněna: 5, 10, 15 a 20 K/min.

### **3.3.3 Měření mechanických vlastností**

Vývoj mechanických vlastností materiálu během experimentálních režimů zpracování rotačním kovářím a stárnutím byl vyhodnocován pomocí měření tvrdosti a zkoušky tahem.

#### **Měření tvrdosti**

Měření tvrdosti bylo prováděno metodou podle Vickerse dle platné normy ČSN EN ISO 6507-1 [49]. Měření bylo prováděno na automatickém tvrdoměru Struers DuraScan 50 se zatížením HV10 (nominální zatížení 98,07 N). Na každém vzorku byly provedeny minimálně 3 měření. Hodnota udávaná ve výsledcích je aritmetickým průměrem těchto hodnot.

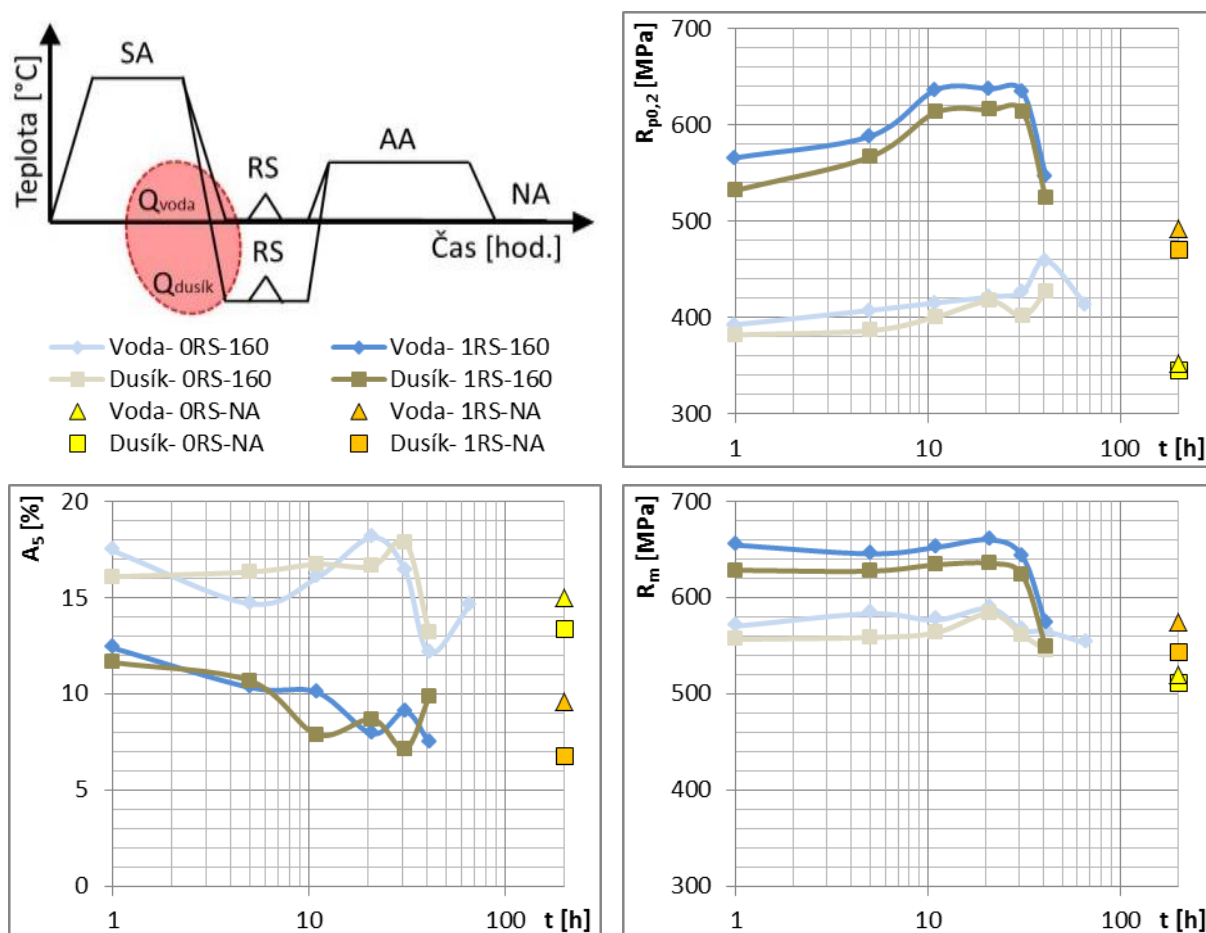
#### **Zkouška tahem**

Zkouška tahem byla prováděna při teplotě okolí dle platné normy ČSN EN ISO 6892-1 [50]. Zkouška byla prováděna na zkušební stroji Zwick (maximální zatížení 250 kN). Z experimentálního materiálu byly pro každý stav vyrobeny a následně zkoušeny dvě kulatá zkušební tělesa s aktivní částí o průměru 6 mm a délce 40 mm, na jejichž koncích byl závit M10 pro upnutí do trhačického stroje. Zkouška byla provedena při konstantní rychlosti 2 mm/min. Měření deformace byl použit mechanický extenzometr s počáteční délkou 25 mm.

## 4 Výsledky a jejich rozbor

Experimentálně získané stavy materiálu byly zkušeny a analyzovány experimentálními metodami. Veškeré získané výsledky jsou uvedeny v následujících kapitolách, ve kterých byl nejprve sledován vliv jednotlivých parametrů tváření a tepelného zpracování na mechanické hodnoty, tj. vliv rychlosti ochlazení, vliv vnesené deformace a vliv teploty a času umělého stárnutí. Tyto výsledky jsou prezentovány především pomocí křivek stárnutí, tedy závislosti mechanické vlastnosti na čase stárnutí. Dále jsou uvedeny výsledky analýz mikrostruktury a DSC analýz.

### 4.1 Vliv rychlosti ochlazení



**Obr. 20** Schéma experimentu a jeho výsledky

Vliv rychlosti ochlazování byl zkoumán na vzorcích, které absolvovaly experimentální zpracování (schematicky zobrazené na **Obr. 20** vlevo nahoře) s tím, že se lišilo médium, do kterého byly zchlazeny ihned po výdrži na teplotě rozpouštěcího žhání. Polovina vzorků byla ochlazována do vody o pokojové teplotě (25 °C) a polovina vzorků byla ochlazována do tekutého dusíku (-196 °C).

Před rozdílným ochlazením absolvovaly všechny vzorky rozpouštěcí žhání při teplotě 500 °C po dobu 1 hodiny. Po rozdílném ochlazení následovalo rotační kování. To bylo v tomto experimentu

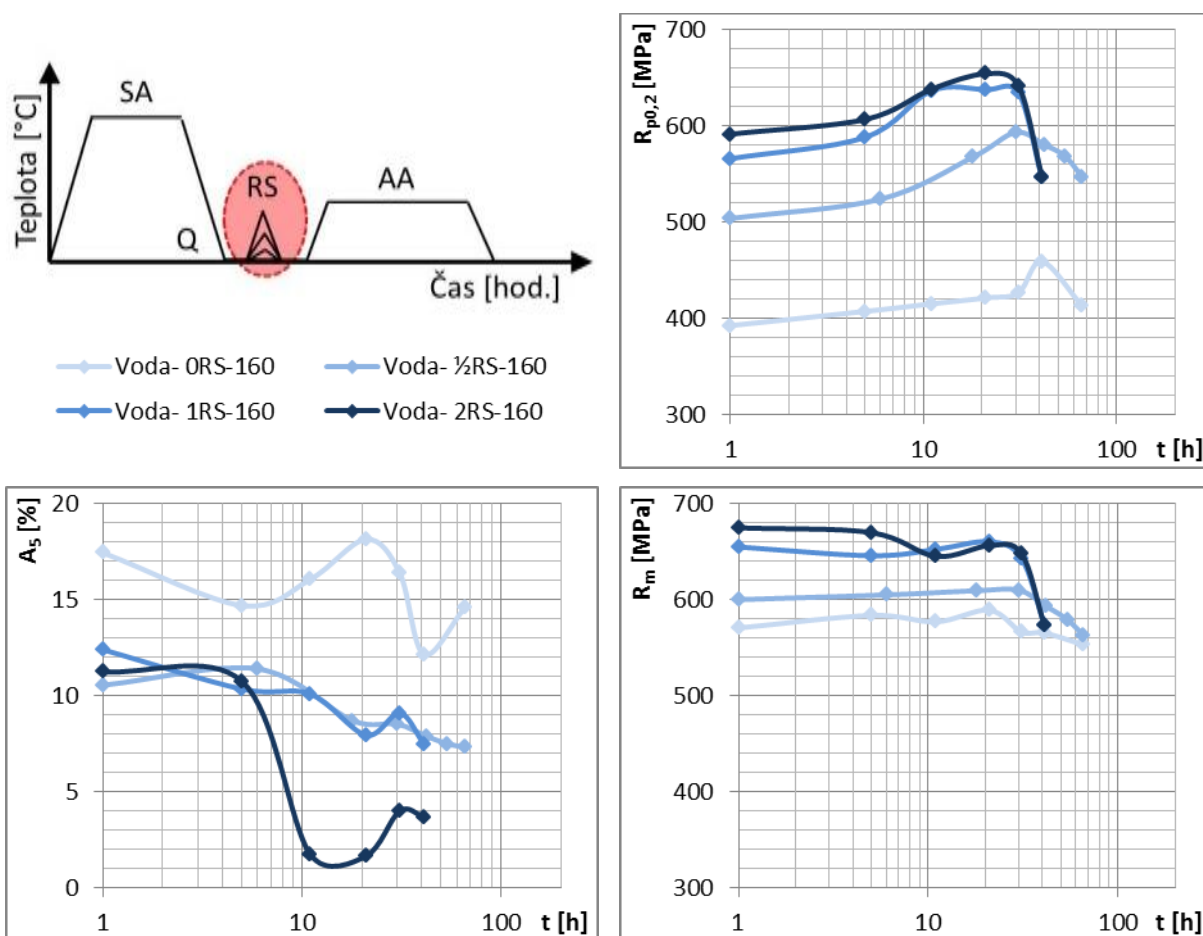
aplikováno se třemi rozdílnými stupni deformace, resp. jedna referenční sada vzorků byla ponechána bez deformace (0RS), druhá sada podstoupila jeden úběr (1RS) a třetí sada podstoupila dva úběry (2RS). Během zpracovávání vzorků rotačním kovááním dochází k nezanedbatelnému zahřívání vzorků deformačním teplem. Toto zahřívání je významné z hlediska termodynamických dějů, ovšem pro všechny kované vzorky by mělo být na podobné úrovni. Lze tak předpokládat, že sice došlo k tepelnému ovlivnění vzorků, avšak k ovlivnění velmi podobnému. Pro minimalizaci tohoto ovlivnění a tedy nežádoucímu nedefinovatelnému stárnutí byly vzorky, pokud nebyly právě zpracovávány rotačním kovááním, vráceny a ponechávány v jednotlivých chladicích mediích.

Po dokování následovalo založení do pece na teplotu umělého stárnutí 160 °C nebo alternativně ponechání vzorků na vzduchu pro přirozené stárnutí.

Na **Obr. 20** jsou ve třech grafech uvedeny výsledky v podobě závislosti mechanických vlastností na čase stárnutí. Výše popsaným procesem zpracování bylo získáno celkem 6 křivek stárnutí a k tomu 6 stavů po přirozeném stárnutí, které jsou v grafech zobrazeny jako samostatné body v čase  $t = 200$  hodin, i když stárnutí probíhalo 1 měsíc. Pro přehlednost jsou zde uvedeny pouze vybrané výsledky, na kterých lze demonstrovat zjištěné skutečnosti. Kompletní výsledky jsou součástí přílohy. U všech křivek kromě křivky Dusík-0RS-160 lze pozorovat tři fáze stárnutí, tedy nedostárnutý stav, stav maximálního vytvrzení a přestárnutí.

Výsledky jsou konzistentní, ať už porovnáváme vzorky ovlivněné či neovlivněné deformací, nebo vzorky po umělém či přirozeném stárnutí. Výsledky ukazují, že rychlost ochlazení po rozpouštěcím žíhání a teplota, na kterou je vzorek ochlazován, nemají významný vliv na sledované parametry mechanických vlastností. Jinými slovy rychlost ochlazení dosažená ochlazením do vody je nadkritická a zvyšování této rychlosti ani snižování konečné teploty po ochlazení se na sledovaných vlastnostech významně neprojevovalo. Tato skutečnost vyplývá z toho, že vždy dvě křivky (pro vzorky stárnuté při 160 °C) nebo dva body (pro vzorky přirozeně stárnuté), které se liší v označení Voda/Dusík (ostatní parametry mají stejné), leží v těsné blízkosti. Ovšem dá se říct, že mírně lepší mechanické vlastnosti vykazovaly vzorky ochlazené do vody. Z toho důvodu bylo od technologicky problematickejšího ochlazování do dusíku v dalších experimentech upuštěno.

## 4.2 Vliv velikosti vnesené deformace



**Obr. 21** Schéma experimentu a jeho výsledky

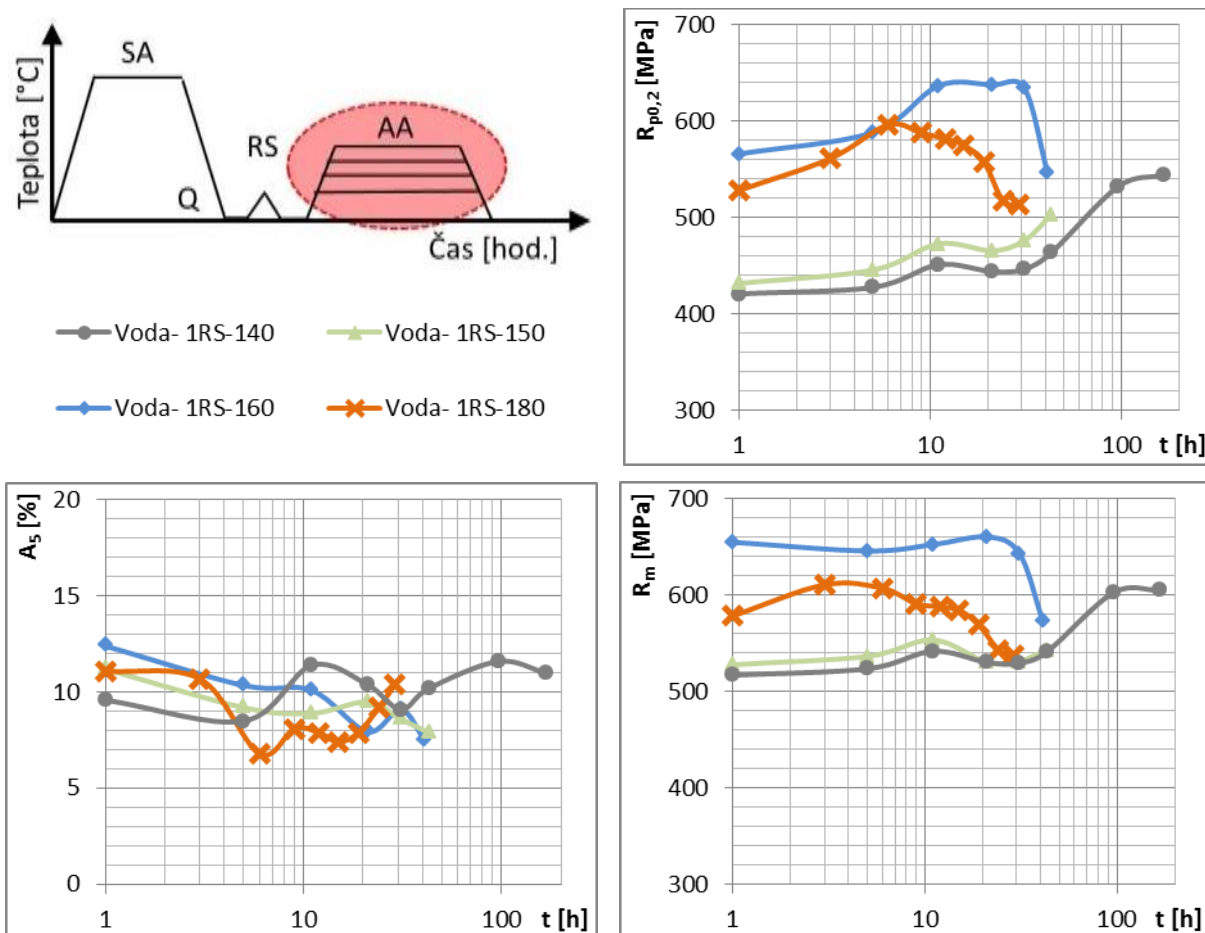
Vliv velikosti vnesené deformace byl zkoumán na vzorcích, které absolvovaly experimentální zpracování (schematicky zobrazené na **Obr. 21** vlevo nahoře) s tím, že se lišily v parametrech aplikovaného rotačního kování. Mimo sady referenčních vzorků nezpracovaných rotačním kovááním (ORS) byly zpracovány další tři sady vzorků ( $\frac{1}{2}$ RS, 1RS, 2RS), které se lišily počtem a/nebo velikostí úběru, potažmo vnesenou deformací (**Tab. 4**).

Před rozdílným rotačním kovááním absolvovaly všechny vzorky rozpouštěcí žihání při teplotě 500 °C po dobu 1 hodiny s ochlazením do vody. Po rozdílném rotačním kováání následovalo umělé stárnutí při teplotě 160 °C po dobu až 66 hodin.

Na **Obr. 21** jsou ve třech grafech uvedeny výsledky v podobě závislosti mechanických vlastností na čase stárnutí. Výše popsaným procesem zpracování byly získány celkem 4 křivky stárnutí. Kompletní výsledky jsou součástí přílohy. U všech křivek lze pozorovat tři fáze stárnutí, tedy nedostárnutý stav, stav maximálního vytvrzení a přestárnutí.

Výsledky ukazují, že zvyšováním vnesené deformace dochází ke zvyšování výsledné meze kluzu a meze pevnosti a naopak k poklesu výsledné tažnosti. Toto ovšem platí pouze do určitého stupně deformace. Jak je vidět při porovnávání křivek 0RS – ½RS – 1RS, zde dochází k postupnému nárůstu hodnot meze kluzu a meze pevnosti a zároveň k poklesu tažnosti. U tažnosti tedy pouze mezi 0RS a ½RS. U ½RS a 1RS není znatelný rozdíl v tažnosti. Další zvyšování vnesené deformace, tedy porovnání 1RS a 2RS, již k nárůstu meze kluzu a meze pevnosti nevede. Ovšem u tažnosti k dalšímu poklesu došlo. Kolísání tažnosti je pravděpodobně způsobeno zotavovacími procesy probíhajícími souběžně s precipitací během umělého stárnutí.

### 4.3 Vliv teploty a času umělého stárnutí



Obr. 22 Schéma experimentu a jeho výsledky

Vliv teploty a času umělého stárnutí byl zkoumán na vzorcích, které absolvovaly experimentální zpracování (schematicky zobrazené na Obr. 22 vlevo nahoře) s tím, že se lišily parametry umělého stárnutí. Teploty umělého stárnutí byly zvoleny 140, 150, 160 a 180 °C. Časy umělého stárnutí byly až 29 hodin u nejvyšší teploty a až 168 hodin u nejnižší teploty.

Před rozdílným umělým stárnutím absolvovaly všechny vzorky rozpouštěcí žihání při teplotě 500 °C po dobu 1 hodiny s ochlazením do vody. Poté následovalo rotační kování, které bylo aplikováno ve dvou úrovních, resp. jedna referenční sada vzorků byla ponechána bez rotačního kování (ORS), druhá sada podstoupila jeden úběr (1RS: Ø12 mm → Ø11,4 mm). Umělé stárnutí následovalo po kování vzorků.

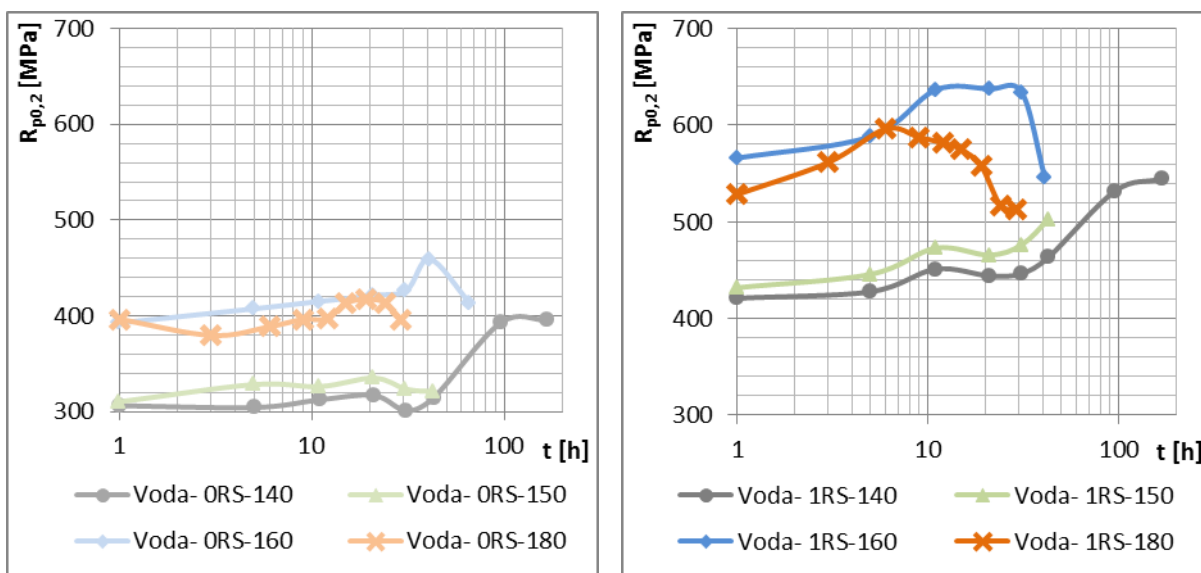
Na Obr. 22 jsou ve třech grafech uvedeny výsledky v podobě závislosti mechanických vlastností na čase stárnutí. Výše popsaným procesem zpracování bylo získáno celkem 8 křivek stárnutí. Pro přehlednost jsou zde uvedeny pouze vybrané výsledky, na kterých lze demonstrovat zjištěné významné skutečnosti. Kompletní výsledky jsou součástí přílohy.

Výsledky ukazují, že zvyšováním teploty umělého stárnutí dochází ke zvyšování výsledné meze kluzu a meze pevnosti. Toto ovšem platí pouze do určité teploty. Jak je vidět při porovnávání výsledků vzorků stárnutých při 140, 150 a 160 °C, zde dochází k postupnému nárůstu hodnot meze kluzu a meze pevnosti. V případě vzorků stárnutých při 160 a 180 °C naopak došlo k poklesu hodnot meze kluzu a meze pevnosti.

Je také potřeba se dívat na druhou proměnnou a to na délku umělého stárnutí, resp. na čas, při kterém je dosaženo nejvyšší meze kluzu. U vzorků stárnutých při 140 a 150 °C nebyla ve sledovaném čase tato maximální hodnota nalezena. Přesněji řečeno, dosažené maximální hodnoty nebyly potvrzeny tím, že by došlo k přestárnutí. U vzorků stárnutých při 160 °C je maximální hodnota meze kluzu dosažena po 21 hodinách, u vzorků stárnutých při 180 °C to je po 6 hodinách. Z toho plyne, že se zvyšující se teplotou se posouvá maximální hodnota meze kluzu ke kratším časům.

Pokud se zaměříme na tažnost, je vidět, že teplota umělého stárnutí, oproti deformaci diskutované v předešlé kapitole, na ní nemá významný vliv. Křivky tažnosti sice v čase oscilují, ale zároveň se překrývají.

Zákonitosti popsané výše jsou známy a jsou popsány např. v [1][2]. Pokud avšak výsledky dáme do kontextu s vnesenou deformací, tedy porovnáním stavů bez deformace a s deformací (**Obr. 23**) lze konstatovat nové důležité skutečnosti. A to, že při aplikaci deformace rotačním kování tvar křivek a jejich trendy zůstávají zachovány, že jejich maxima se posunou ke kratším časům stárnutí a že deformací dojde k nárůstu o cca 100 až 150 MPa.



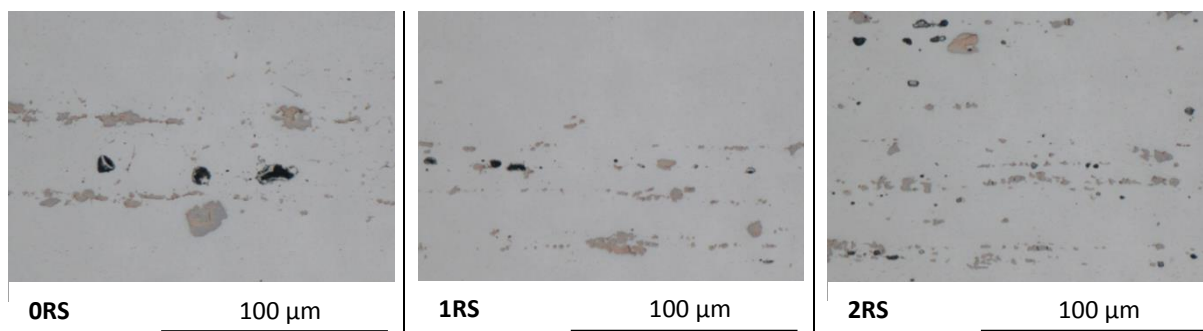
**Obr. 23** Porovnání stavů bez deformace (ORS) a s deformací (1RS)

## 4.4 Analýza mikrostruktury

Analýza mikrostruktury je nezbytná k popsání a pochopení dějů v materiálu, jejichž důsledek se projevuje jako změna mechanických vlastností. Základní nástroje sloužící k analýze mikrostruktury jsou světelná mikroskopie, skenovací elektronová mikroskopie a transmisní elektronová mikroskopie, které zároveň byly také použity v této práci.

### 4.4.1 Světelná mikroskopie

Světelná mikroskopie byla provedena na vzorcích ochlazovaných do vody a přirozeně stárnutých s tím, že jednotlivé vzorky se lišily vnesenou deformací, tj. stavy Voda-**0RS**-NA, Voda-**1RS**-NA a Voda-**2RS**-NA. Mikroskopie vzorků ve vyleštěném stavu ukázala rozložení a morfologii hrubých intermetalických fází (**Obr. 24**). Běžně se vyskytující intermetalické fáze ve slitině EN AW-2024 jsou  $Mg_2Si$ ,  $FeAl_3$ ,  $Al(Fe,Mn)Si$ ,  $Al_{20}Cu_2Mn_3$  a  $Al_2CuMg$ . Detailní analýza přítomných fází byla provedena pozorováním pomocí TEM, viz kapitola 4.4.3.



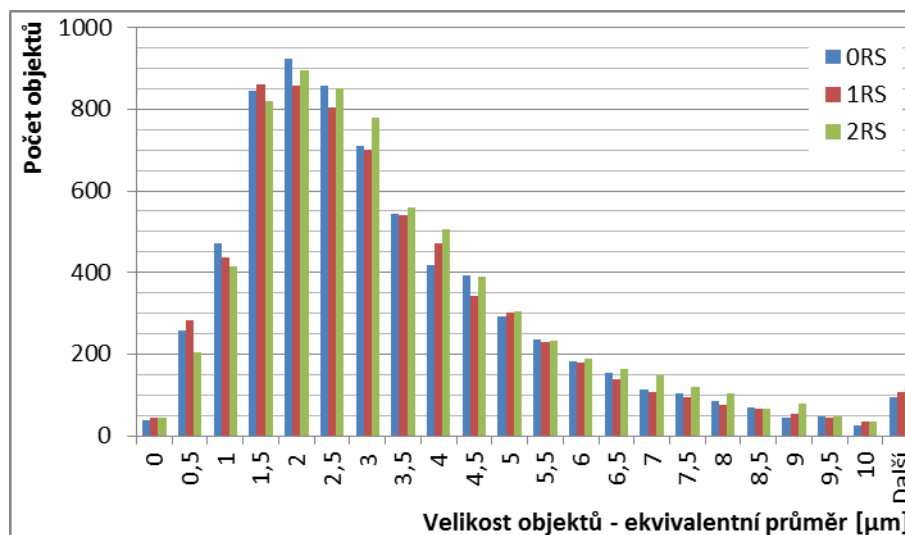
**Obr. 24** Intermetalické fáze v  $\alpha$ -Al matrici (vyleštěný stav)

Výsledky kvantitativního hodnocení intermetalických fází ukazují, že co se týče jejich počtu, velikosti a rozložení jsou si všechny tři analyzované stavy blízké. Ve všech stavech, které se lišily vnesenou deformací, je srovnatelný počet fází a tyto fáze zaujímají srovnatelnou plochu (**Tab. 6**). Histogram na **Obr. 25** ukazuje, že nejsou významné rozdíly ani v počtech objektů rozdělených do jednotlivých velikostních tříd vycházejících z jejich ekvivalentních průměrů. Výsledky tedy ukazují, že deformace aplikovaná rotačním kováním nemá na měřené parametry hrubých intermetalických fází podstatný vliv.

**Tab. 6** Kvantitativní vyhodnocení intermetalických fází

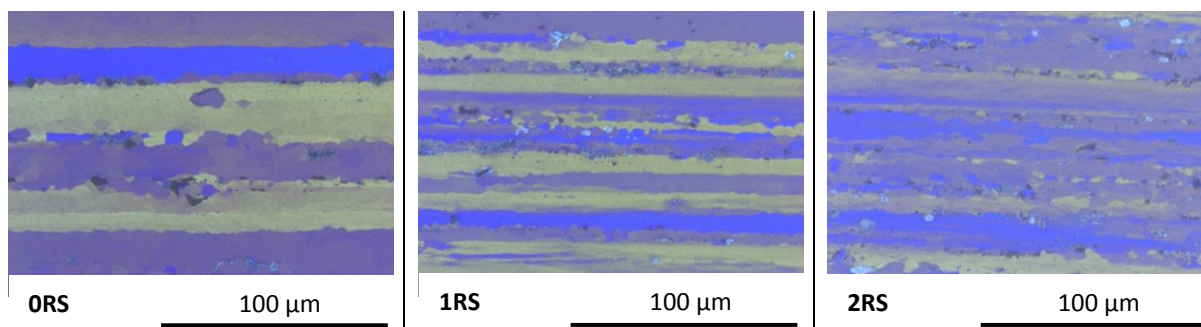
	<b>0RS</b>	<b>1RS</b>	<b>2RS</b>
Počet objektů	6731	7029	6870
Plocha objektů	2,3%	2,6%	2,3%





**Obr. 25** Rozdělení počtu intermetalických fází do velikostních tříd

Na naleptaných vzorcích pod polarizovaným světlem bylo možné pozorovat protažená zrna, což je způsobeno výrobou výchozích tyčí technologií protlačování. Lze pozorovat, že s narůstající deformací dochází k určitému zjemňování zrn (**Obr. 26**), avšak tento trend nelze pomocí světelné mikroskopie kvantifikovat. Lze to analyzovat metodou EBSD, viz kapitola 4.4.2.



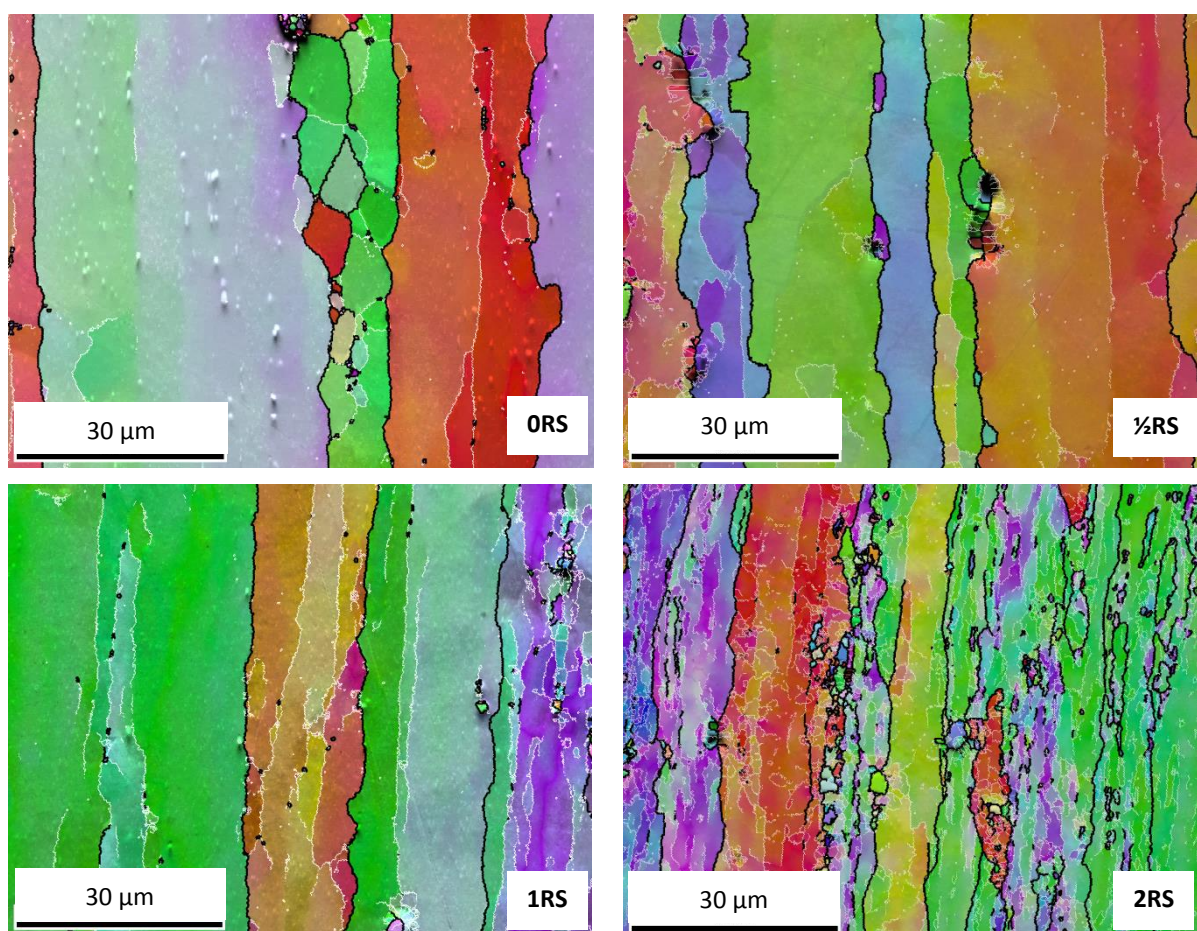
**Obr. 26** Protažená zrna (naleptaný stav)

Mezi vzorky jednotlivých stavů lišících se deformací nebylo možné pomocí světelné mikroskopie pozorovat kvantitativní rozdíly. Jinými slovy pro výzkum mikrostrukturních dějů je potřeba využít metod elektronové mikroskopie, která umožní jak vyhodnocení velikosti zrn a subzrn, tak pozorování precipitátů.

#### 4.4.2 Skenovací elektronová mikroskopie

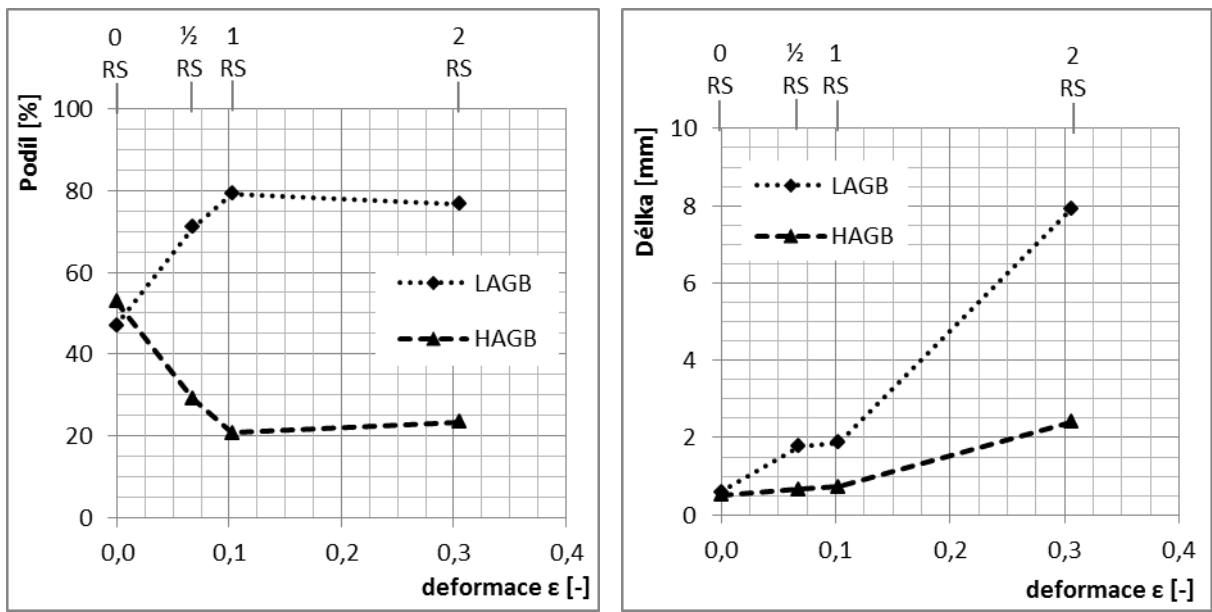
##### EBSD

Skenovací elektronovou mikroskopií, přesněji řečeno metodou EBSD, byla vyhodnocena velikost, rozložení a orientace zrn a subzrn a byla provedena analýza lokální textury. EBSD analýza byla provedena na vzorcích ochlazovaných do vody a přirozeně stárnutých s tím, že jednotlivé vzorky se lišily vnesenou deformací, tj. Voda-**0RS**-NA, Voda- $\frac{1}{2}$ **RS**-NA, Voda-**1RS**-NA a Voda-**2RS**-NA.



**Obr. 27** Snímky z EBSD analýzy – HAGB jsou černé a LAGB jsou bílé

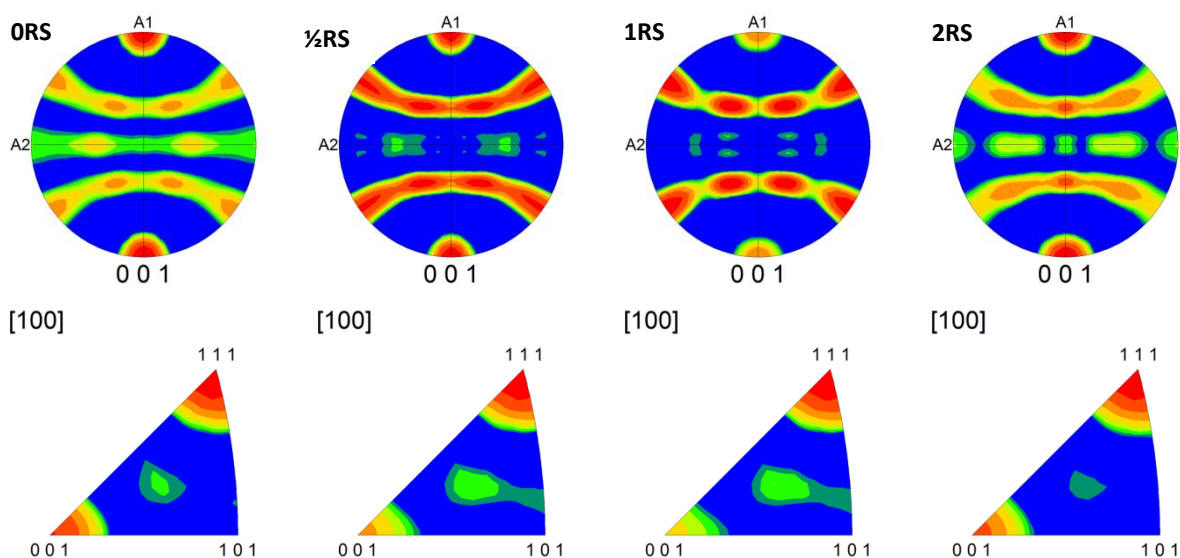
Na snímcích z EBSD analýzy (**Obr. 27**) je zřetelně vidět vývoj struktury s rostoucí mírou deformace. Tato míra byla pomocí softwarových nástrojů kvantifikována, přesněji řečeno byl změřen podíl nízkoúhlových (LAGB) a vysokoúhlových (HAGB) hranic zrn a také jejich celková délka v měřeném poli. Z výsledků (**Obr. 28**) je vidět, že z počátečního podílu, který je téměř 50:50, se vnesenou deformací zvyšuje podíl LAGB až na úroveň cca 80 % ve stavu 1RS. Další deformací (stav 2RS) se již tento poměr téměř nemění. Co se ovšem mění i mezi stavy 1RS a 2RS je celková délka hranic zrn, a to jak LAGB tak i HAGB, která neustále roste. A to při stabilním poměru 80:20.



Obr. 28 Kvantitativní hodnocení LAGB a HAGB

## Textura - Pólové obrazce

Vedle struktury je také důležitá znalost textury, která popisuje přednostní orientaci zrn materiálu. Textura je výsledkem provedeného technologického postupu a v tomto případě lze pozorovat u všech vzorků silně orientovanou texturu ve směru tváření. To dokládají jak získané pólové obrazce, tak i inverzní pólové obrazce (**Obr. 29**). Zjištěná orientace textury je způsobena jak procesem lisování polotovaru, tak rotačním kovááním, které tuto orientaci ve směru tváření ještě umocňuje. Textura výchozí tyče (0RS) je vláknitá  $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$ .



**Obr. 29** Pólové obrazce (nahore; A1 = směr tváření, A2 = příčný směr) a inverzní pólové obrazce (dole)

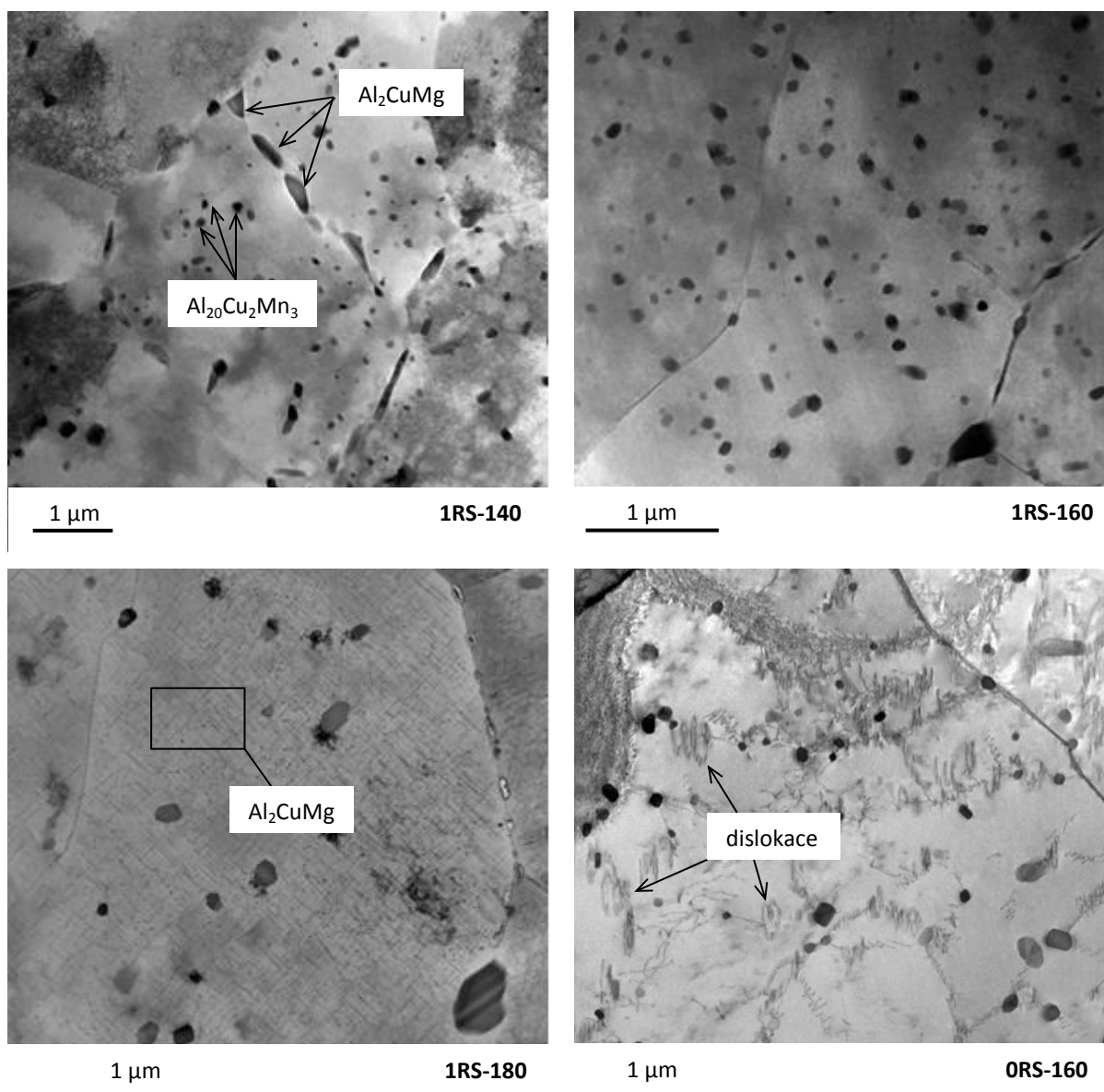
**Tab. 7.** Maximální intenzity vláknité textury

Vzorek	Vláknitá textura $\langle 111 \rangle$	Vláknitá textura $\langle 100 \rangle$
0RS	16,1	10,3
1/2RS	22,3	5,6
1RS	23,6	3,7
2RS	16,1	7,5

Z inverzních pólových obrazců byly odečteny maximální intenzity vláknité textury ve směru tváření. U vzorků po deformaci (1/2RS a 1RS) roste podíl tvářecí vláknité textury  $\langle 111 \rangle$  a klesá podíl rekrytalizační textury  $\langle 100 \rangle$ . Po další deformaci (2RS) byl pozorován pokles podílu vláknité textury  $\langle 111 \rangle$  a nárůst podílu rekrytalizační textury  $\langle 100 \rangle$ .

#### 4.4.3 Transmisní elektronová mikroskopie

Transmisní elektronovou mikroskopií byly pozorovány intermetalické fáze a precipitáty vyskytující se v mikrostruktuře. Pro TEM byly vybrány příčné řezy vzorků v různých stavech stárnutí (Voda-**1RS-140/21** – nedostárnutý stav; Voda-**1RS-160/21** - stav maximálního vytvrzení; Voda-**1RS-180/19** – přestárnutý stav). Výběr vzorků byl podřízen možnosti, co nejprůkazněji pozorovat vývoj přítomných fází v průběhu stárnutí. Další vzorek pozorovaný TEM byl vzorek stavu Voda-**0RS-160/21** kvůli porovnání vzorku bez deformace se vzorkem s deformací.



**Obr. 30** Snímky z TEM pozorování (T-fáze a S-fáze)

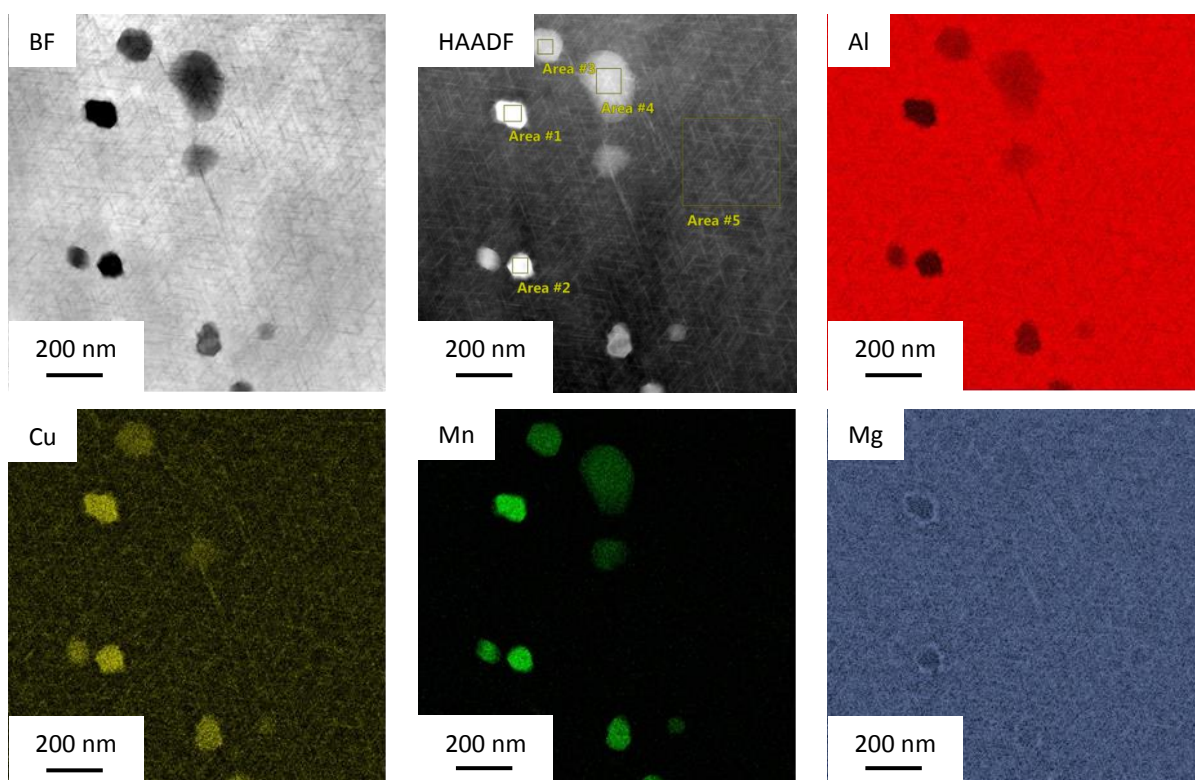
Vybrané TEM snímky jsou na **Obr. 30**. Kompletní záznamy TEM analýzy včetně EDS map jsou součástí přílohy. Na základě měření chemického složení a sledovaných morfologických znaků je možno konstatovat, že ve všech vzorcích se vyskytuje T-fáze s chemickým složením  $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ . Poměrně velké precipitáty T- fáze precipitují převážně uvnitř zrn. Tato fáze má převážně oválný tvar a



velikost 10 – 100 nm. Částice této fáze se jeví jako velmi tmavé. Řídce se vyskytují i ve formě tyčinek až 1 µm dlouhých. Výskyt T-fáze ve formě tyčinek je dokumentován v práci [52].

Vzhledem k tomu, že T-fáze neobsahuje Mg vznikají v jejím okolí vhodné podmínky pro vznik S-fáze bohaté právě na Mg. Tato fáze, která má pravděpodobně složení  $Al_2CuMg$ , se vytváří na obvodu T-fáze, nebo v jejím okolí, na snímcích patrná jako světlejší část precipitátu (**Obr. 31** Mg).

Z EDS map je zřejmé, že S-fáze precipituje také výrazně na hranicích zrn, kde dosahuje velikosti až 1 µm. Za určitých podmínek vzniká S-fáze ve formě jehlic koherentních s maticí Al, orientovaných ve směrech  $\langle 100 \rangle$  Al matrice. Nejvýrazněji je tento jev patrný u vzorku Voda-1RS-180/19. Tedy u vzorku, který je v přestárnutém stavu (**Obr. 31**).



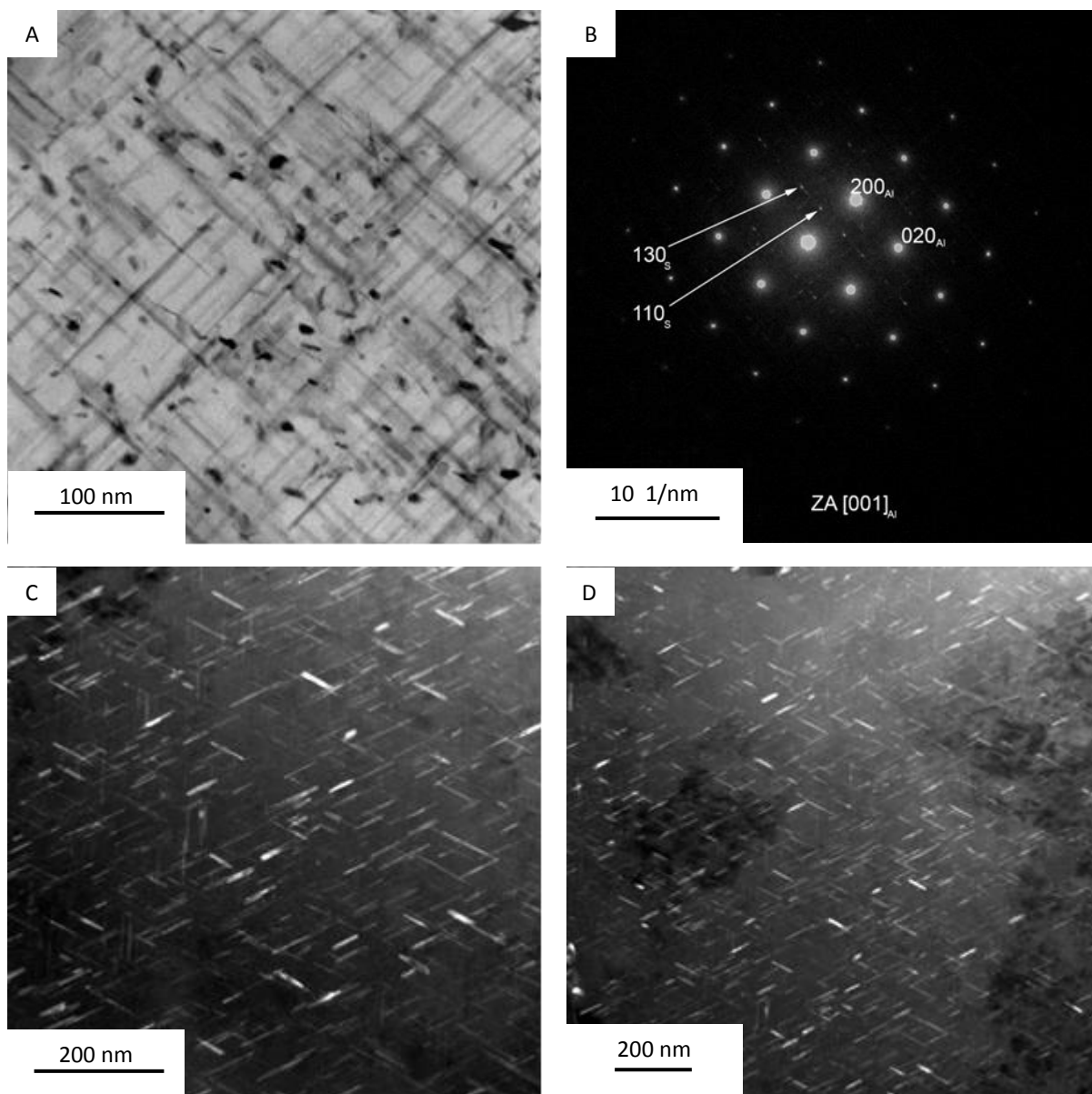
**Obr. 31** EDS mapa na vzorku 1RS-180

**Tab. 8** Výsledky EDS analýzy (**Obr. 31** HAADF)

At. %	Area #1	Area #2	Area #3	Area #4	Area #5
Mg	0,54	0,77	1,23	1,48	1,99
Al	80,09	80,29	89,28	92,57	96,06
Cu	8,01	7,95	4,34	2,11	1,89
Mn	11,36	10,99	5,15	3,85	0,06

Area #1 a #2 = T-fáze. Area #3 a #4 = Průměr částic je menší než tloušťka fólie a proto je zde příspěvek od Al matrice. Poměr Mn/Cu je blízký T-fázi, zvýšený Mg je patrně v důsledku fáze s obsahem Mg, která je kolem precipitátů T-fáze. Area #5 = S-fáze, ve spektru je převaha Al matrice, pro tuto fázi svědčí přibližně stejný obsah Mg a Cu.

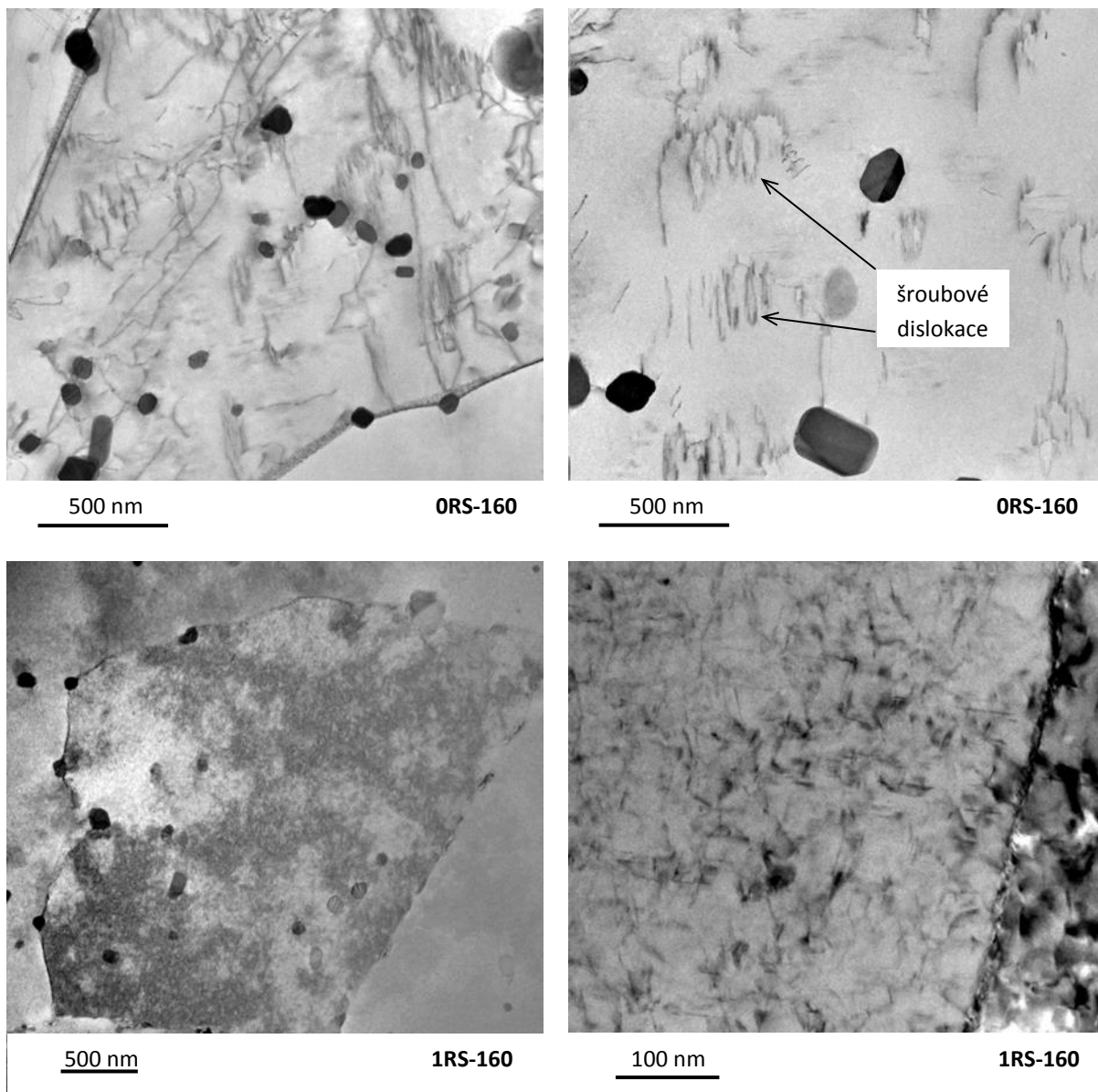
Byla provedena podrobnější analýza jehlicovitých precipitátů. Na **Obr. 32 B** je selekční difrakce z oblasti snímku **Obr. 32 A**. Snímky v temném poli (**Obr. 32 C a D**) jsou ze slabých difrakčních stop (šipky na **Obr. 32 B**) a lze na nich vidět právě tyto jehlicovité precipitáty.



**Obr. 32** TEM snímky vzorku IRS-180

Výše popsané fáze jsou precipitáty, které vznikly při stárnutí, a které se zásadním způsobem podílejí na změně mechanických vlastností. Dalším mikrostrukturním jevem, který ovlivňuje výsledné mechanické hodnoty, jsou dislokace.

Při takzvaném dojopaprskovém zobrazení je v TEM možné pozorovat dislokace, které byly analyzovány porovnáním stavů 0RS-160 a 1RS-160. Na snímcích vzorku 0RS-160 (**Obr. 33** nahoře) lze pozorovat jak dislokace reagují spolu navzájem a současně i s precipitáty. Poměrně častý je výskyt šroubových dislokací. U vzorku 1RS-160 není mikrostruktura zrna v dvojpaprskové podmínce dobře čitelná (**Obr. 33** dole) a to v důsledku misfitu mezi vzdáleností atomů v S-fázi a Al maticí, kdy vzniká vnitřní pnutí. Jistě je ale ve struktuře přítomno mnohem větší množství dislokací, které vytvářejí dislokační spleť.

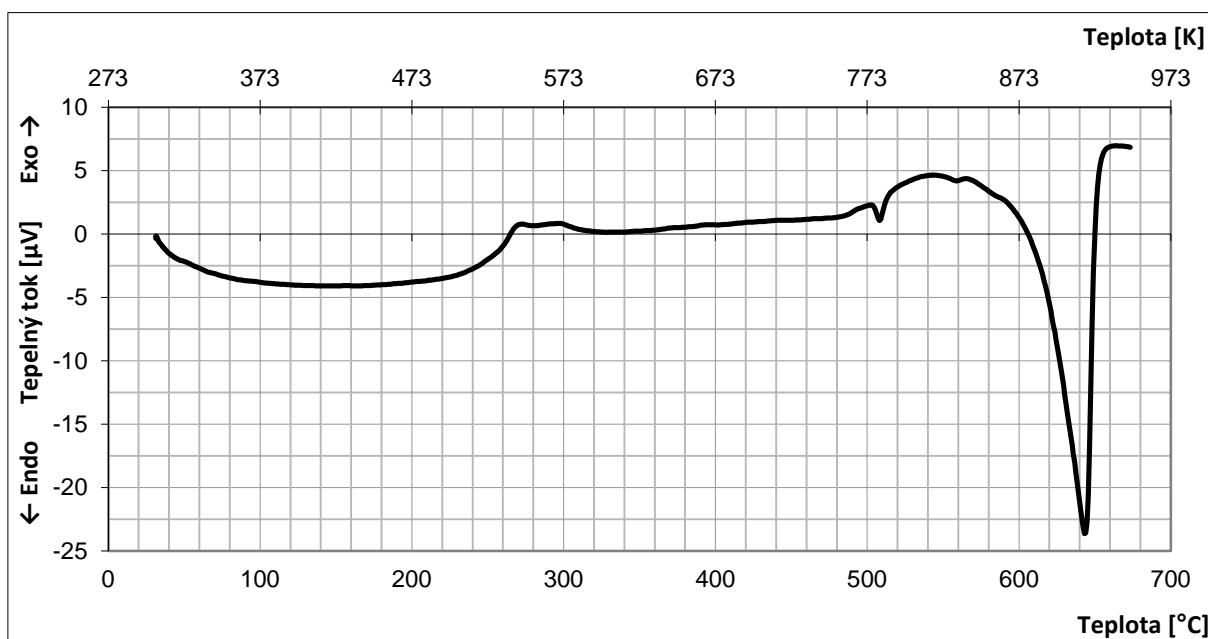


**Obr. 33** Snímky TEM pro pozorování dislokací



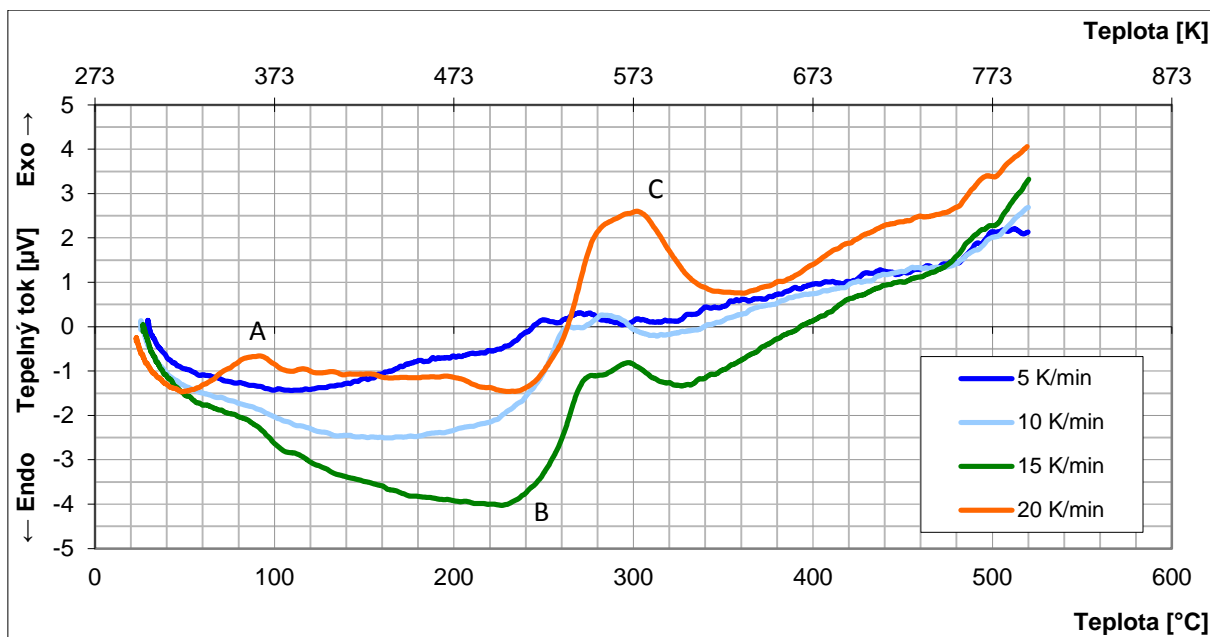
## 4.5 Výsledky DSC

Termická analýza metodou DSC při ohřevu ukazuje teplotní rozsah a intenzitu tepelně ovlivněných procesů stárnutí v závislosti na teplotě. Na základě porovnání záznamů DSC při různých rychlostech ohřevu můžeme studovat rychlost (kinetiku) reakcí. Díky měření termoelektrického napětí, které je přímo úměrné rozdílu teplot a tedy i tepelnému toku, mezi referenčním kelímkem a kelímkem s analyzovaným vzorkem lze pozorovat průběh transformačních dějů v experimentální hliníkové slitině. Vzorky podrobeny DSC analýze byly ve stavu po rozpouštěcím žíhání a rychlém ochlazení, tedy v nevystárnutém stavu. Pro potlačení přirozeného stárnutí byly vzorky uchovávány v tekutém dusíku.



**Obr. 34** DSC křivka pro stanovení teploty rozpouštěcího žíhání

První experiment byl zaměřen na hledání ideální teploty rozpouštěcího žíhání. Rychlost ohřevu byla 10 K/min. Na **Obr. 34** je záznam DSC křivky, na které je potřeba se zaměřit především na pík, který se objevuje při teplotě 503 °C a svůj vrchol má při teplotě 508 °C. Při teplotě 503 °C začíná docházet k natavování prvních fází - toto je počáteční teplota tavení. Teplota rozpouštěcího žíhání by měla být volena těsně pod touto teplotou [54]. Z toho důvodu byla teplota rozpouštěcího žíhání stanovena na 500 °C. Při této teplotě a dostatečné výdrži se vyloučené fáze rozpustí a vytvoří se jednofázový tuhý roztok. Další a nejvýraznější endotermický pík má vrchol při teplotě 644 °C - toto je teplota tavení experimentální slitiny EN AW-2024.



**Obr. 35** DSC křivky s různými rychlostmi ohřevu

Na **Obr. 35** jsou výsledné záznamy DSC křivek experimentální slitiny EN AW-2024 pro čtyři různé rychlosti ohřevu: 5, 10, 15 a 20 K/min. DSC křivky vykazují několik exotermických a endotermických píků, které svědčí o probíhajících procesech precipitace a rozpouštění. Při maximální teplotě daného píku dochází ke dvěma navzájem protichůdným dějům. Jednak se snižuje hybná síla precipitace v důsledku poklesu přesycení SSSS a jednak se zvyšuje difuzivita jednotlivých prvků. V precipitačně vytvrditelných hliníkových slitinách všeobecně platí, že precipitace je děj exotermický a rozpouštění je děj endotermický [48].

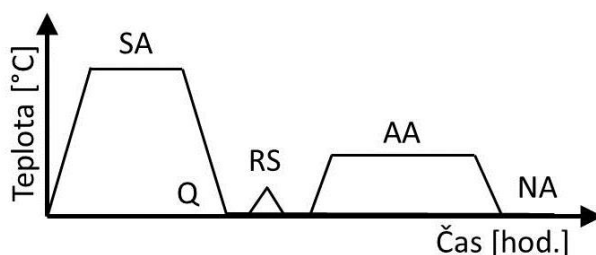
V souladu s pracemi [2] a [53] lze rozlišit celkem tři píky, a to: **A** - formování Cu-Mg klastrů a GPB2 zón; **B** - rozpouštění GPB2 zón; **C** - precipitace S fáze. Se zvyšující se rychlostí ohřevu, se píky stávají výraznější a jejich vrcholy se posouvají k vyšším teplotám (**Tab. 9**). To je dáno tím, že při vyšších rychlostech ohřevu musí reakce (precipitace/rozpouštění) proběhnout za kratší dobu a tedy musí být intenzivnější. Z toho plyne, že tyto reakce jsou tepelně aktivované a jejich průběh je řízen rychlostí ohřevu. Pík A se zřetelně objevuje pouze u nejvyšší rychlosti ohřevu. Pík B lze rozeznat u dvou nejvyšších rychlostí ohřevu. Pík C je viditelný u všech čtyř rychlostí ohřevu. DSC křivky potvrzují sekvenci přeměn popsanou v kapitole 2.2.1.1.

**Tab. 9** Teploty maxima jednotlivých píků (v °C)

	5 K/min	10 K/min	15 K/min	20 K/min
Pík A	-	-	-	92
Pík B	-	-	227	230
Pík C	270	282	297	302

## 5 Diskuze

Během experimentálního programu (**Obr. 36**) byly získány vzorky více než 100 různých stavů slitiny EN AW-2024, které se lišily způsobem tváření a/nebo tepelného zpracování. Sledován byl vliv rychlosti ochlazování (Q), vliv deformace (RS) a vliv teploty a času umělého stárnutí (AA). Měření mechanických vlastností, analýzou mikrostruktury a DSC analýzou byla zjištěna řada výsledků, které jsou v následující kapitole diskutovány.

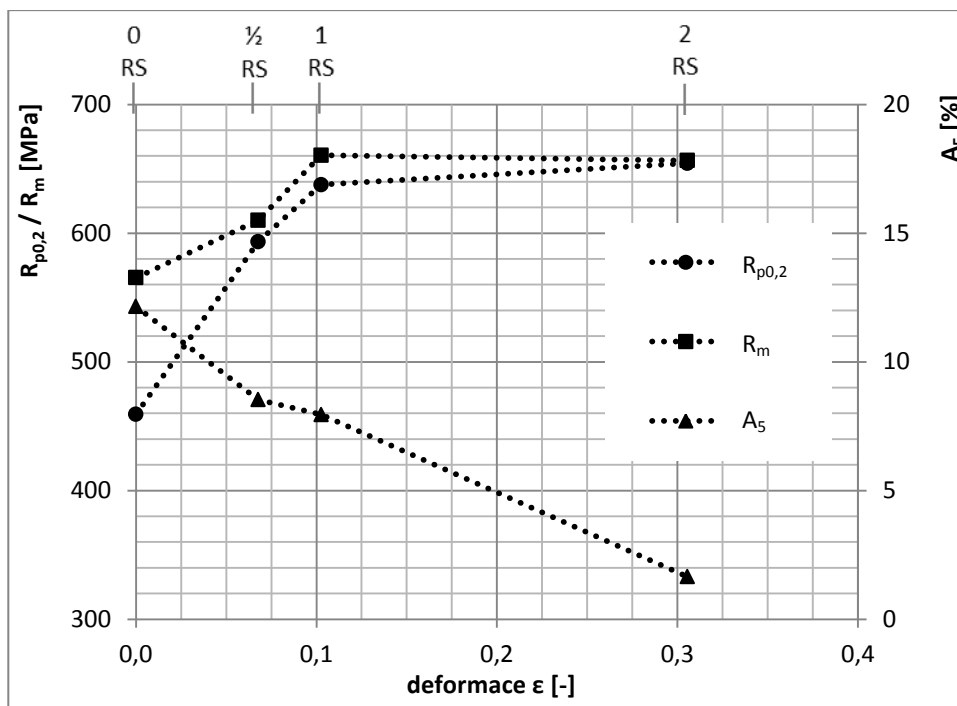


**Obr. 36** Základní schéma experimentálního procesu

### Vlivy na mechanické hodnoty

Výsledky experimentu s rozdílným způsobem ochlazování vzorků po rozpouštěcím žhání ukázaly, že rychlost ochlazení ani finální teplota, na kterou je vzorek ochlazen, nemají významný vliv na sledované parametry mechanických vlastností. Jinými slovy rychlost ochlazení dosažená ochlazením do vody je nadkritická a zvyšování této rychlosti chlazením do dusíku se na sledovaných vlastnostech významně neprojevilo.

Druhou sledovanou proměnnou byla velikost deformace. Tento vliv je nejlépe vidět na grafu znázorňující závislost mechanických vlastností vzorků ve stavu maximálního dosaženého vytvrzení (pro 0RS po 41 hod, pro ½RS po 30 hod, pro 1RS a 2RS po 21 hod) v závislosti na vnesené deformaci (**Obr. 37**). Zvyšováním deformace nad hodnotu  $\epsilon=0,103$  (označeno 1RS), již nedochází k významnému nárůstu meze kluzu a dokonce k malému poklesu meze pevnosti, avšak dochází k výraznému poklesu tažnosti. Tento pokles je způsoben vyčerpáváním plasticity.



**Obr. 37** Mechanické vlastnosti v závislosti na deformaci

Dalšími pozorovanými vlivy byly parametry umělého stárnutí. V případě vzorků, které nebyly podrobeny rotačnímu kování, měla teplota a čas umělého stárnutí na mechanické vlastnosti následující vliv. S rostoucím časem přecházel stav vzorků od nedostárnutého, přes stav maximálního vytvrzení, až po přestárnutý stav. S rostoucí teplotou se stav maximálního vytvrzení posouval ke kratším časům umělého stárnutí. U vzorků, které rotační kování absolvovaly, byly také tyto stavy a trendy pozorovány s tím rozdílem, že stav maximálního vytvrzení se posunul ke kratším časům umělého stárnutí. [1][2][16].

Velmi pozoruhodné jsou výsledné hodnoty mechanických vlastností, kterých se podařilo dosáhnout. Za nejlepší dosažený stav lze označit materiál, který prošel zpracováním:

SA 500 °C / 1 hod + Q Voda + 1RS + AA 160 °C / 21 hod

a vykazuje mechanické hodnoty uvedené v **Tab. 10**. Tento vzorek byl vybrán, jelikož má vysoké hodnoty meze kluzu a meze pevnosti, při zachování relativně vysoké tažnosti. Běžně se tato slitina zpracovává umělým stárnutím při teplotě 190 °C. Aplikovaným procesem bylo výhodné snížit teplotu stárnutí na 160 °C. Pro srovnání jsou v **Tab. 11** uvedeny hodnoty mechanických vlastností z jiných prací na materiálu EN AW-2024. Z tohoto pohledu jsou dosažené mechanické hodnoty unikátní vzhledem k použité průmyslově využitelné technologii tváření rotačním kováním.

**Tab. 10** Dosažené mechanické vlastnosti vzorku Voda-1RS-160/21

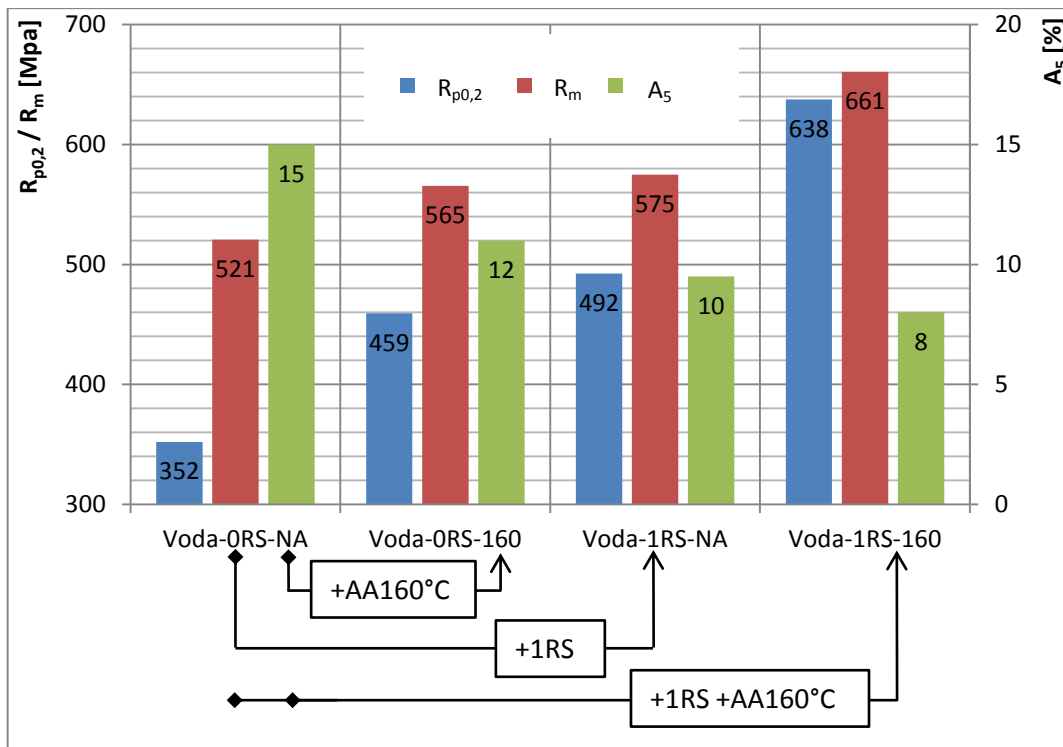
<b>R<sub>p0,2</sub></b> [MPa]	<b>R<sub>m</sub></b> [MPa]	<b>A<sub>5</sub></b> [%]	<b>A<sub>g</sub></b> [%]	<b>Z</b> [%]	<b>HV10</b>
638	661	8,0	3,0	17,6	188,3

**Tab. 11** Mechanické vlastnosti publikované v jiných pracích

<b>R<sub>p0,2</sub></b> [MPa]	<b>R<sub>m</sub></b> [MPa]	<b>A<sub>5</sub></b> [%]	<b>Lit.</b>	<b>Aplikovaný proces</b>
541	609	7,8	[17]	SA500°C/1h+CR40%+AA175°C/7h
599	635	7	[38]	SA500°C/1h+3xARB+CR50%+AA100°C/20h
610	670	7,7	[44]	SA500°C/1h+ECAP+AA100°C/25h
632	711	9	[51]	SA500°C/12hECAP+AA100°C/20h

(CR = cold rolling / válcování za studena; ARB a ECAP viz kapitola 2.3)

Dosažené vlastnosti jsou zapříčiněné synergií mechanismů zpevnění vyvolaných experimentálním procesem. Je zde jak příspěvek mechanismů vyvolaných tvářením, tedy zpevnění hranicemi zrn a deformační zpevnění, tak mechanismu vyvolaného umělým stárnutím, tedy precipitační zpevnění. Vzájemné ovlivňování zmíněných mechanismů je dobře patrné z grafu na **Obř. 38**. Vlevo jsou znázorněny hodnoty vzorku, který nebyl ani deformován rotačním kováním, ani nebyl uměle vystárnutý, byl pouze přirozeně vystárnutý (Voda-0RS-NA). Vedle jsou hodnoty pro vzorek, který nebyl deformován rotačním kováním, ale podstoupil umělé stárnutí při (Voda-0RS-160). Dále jsou hodnoty pro vzorek, který podstoupil rotační kování a poté byl ponechán přirozenému stárnutí (Voda-1RS-NA). A zcela vpravo jsou hodnoty vzorku nejlepšího dosaženého stavu (Voda-1RS-160, viz **Tab. 10**). Pouze zpracování umělým stárnutím (šipka +AA160°C) resp. pouze zpracování rotačním kováním (šipka +1RS) má za následek zvýšení meze kluzu o 107 MPa resp. o 140 MPa, meze pevnosti o 44 MPa resp. o 54 MPa a snížení tažnosti o 3 % resp. o 5 %. Je zřejmé, že hodnoty mechanických vlastností nejlepšího dosaženého stavu nejsou prostým součtem jednotlivých oddělených vlivů, ale že výsledný účinek je větší (638 MPa > 352 + 107 + 140; 661 MPa > 521 + 44 + 54; 8 % > 15 - 3 - 5) .



Obr. 38 Mechanické hodnoty čtyř vybraných stavů

### Změny v mikrostruktuře

Získané stavy materiálu, resp. jejich mechanické hodnoty mají svou příčinu v mikrostruktuře, která byla měněna díky výše popsaným mechanismům zpevňování. Jednak se jedná o změny velikosti, distribuce a orientace zrn a subzrn a jednak o vznik precipitátů.

Změny týkající se zrn lze pozorovat při relativně malém zvětšení, kdy již na světelném mikroskopu je patrné zjemňování zrn zapříčiněné deformací rotačním kovááním. Použitím metody SEM EBSD lze tyto změny kvantifikovat a popsat. Co se týče velikosti zrn a subzrn lze dát do kontextu grafy uvedené na **Obr. 28** a **Obr. 37**, kdy lze pozorovat stejný trend meze kluzu, meze pevnosti a podílu nízkoúhlových hranic zrn (LAGB) v závislosti na deformaci. Se vzrůstající deformací roste podíl LAGB až na úroveň 80% vůči vysokoúhlovým hranicím zrn (HAGB) a zároveň roste také mez kluzu a pevnosti. Maximum je dosaženo právě při deformaci 1RS (kování rotačním kovááním z Ø12 mm na Ø 11,4 mm, deformace  $\epsilon = 0,103$ ), což odpovídá zpracování vzorku s nejlepšími vlastnostmi. Další deformací (2RS) se již podíl LAGB a ani mez kluzu a pevnosti téměř nemění, naopak klesá významně tažnost, což je způsobeno významným nárůstem dislokační hustoty.

Vývoj precipitátů lze pozorovat a popsat kvůli jejich velikosti pouze pomocí TEM. V mikrostruktuře analyzovaných stavů byly pozorovány především T-fáze se složením  $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$  a S-fáze se složením  $\text{Al}_2\text{CuMg}$ .

Poměrně velké precipitáty T- fáze precipitují převážně uvnitř zrn. Tato fáze má převážně oválný tvar a velikost 10 – 100 nm. Částice této fáze se jeví jako velmi tmavé. Řídce se vyskytují i ve formě tyčinek až 1  $\mu\text{m}$  dlouhých. Výskyt T-fáze ve formě tyčinek koresponduje se závěry práce [52].

S-fáze je rovnovážná fáze nekoherentní s Al maticí a je to koncová fáze sekvence:



Kinetika této sekvence přeměn byla studována metodou DSC. Výsledné křivky ukázaly teplotní rozsah a intenzitu procesů probíhajících během stárnutí.

Analyzované vzorky byly stárnuté dostatečně dlouho, aby se ve struktuře S-fáze vyskytovala. Pomocí TEM bylo zjištěno že, poměrně velké precipitáty S-fáze se nacházejí ve všech analyzovaných vzorcích na hranicích zrn. S-fáze se nachází také uvnitř zrn jednak ve formě malých oválných částic a jednak ve formě koherentních jehlic orientovaných ve směrech  $\langle 100 \rangle$  matrice. Jehlicovité precipitáty byly pozorované především na vzorku v přestárnutém stavu. Snímek selekční difrakce na **Obr. 32 B** je shodný s difrakcí uváděnou v práci [55]. Že se jedná o orientaci, kdy je svazek kolmý na rovinu  $[100]$  matrice svědčí **Obr. 32**, kde lze vidět jen dvě orientace jehlic ze tří, a že jehlice jsou vzájemně kolmé.

Z TEM vyplývá, že v závislosti na teplotě stárnutí precipituje uvnitř zrn S-fáze buď ve formě malých oválných částic pozorovaných především v nedostárnutém stavu nebo koherentních jehlic orientovaných ve směrech  $\langle 100 \rangle$  matrice pozorovaných především v přestárnutém stavu. Ve vzorku nacházejícího se ve stavu maximálního vytvrzení bylo zjištěno, že se tato fáze může objevovat v různých zrnech v jedné nebo druhé morfologii. A tedy, že ve stavu maximálního vytvrzení jsou tyto dvě morfologie v rovnováze a mají žádoucí efekt na mechanické vlastnosti.

## 6 Závěr

Byl nalezen postup zpracování hliníkové slitiny EN AW-2024 pro dosažení vynikajících mechanických vlastností – kombinace pevnostních vlastností a dodatečné tažnosti. Zároveň byla popsána mikrostruktura a děje v ní probíhající, které tyto vlastnosti způsobují.

Nejlepší mechanické hodnoty byly dosaženy zpracováním rozpouštěcím žíháním při teplotě 500 °C po dobu 1 hodiny s ochlazením do vody, následované SPD metodou rotačního kování (skutečná deformace  $\varepsilon = 0,103$ ) v kombinaci s finálním tepelným zpracováním umělým stárnutím v peci s nucenou cirkulací při teplotě 160 °C po dobu 21 hodin.

Tímto zpracováním byl získán materiál s výjimečnými mechanickými vlastnostmi: mez kluzu  $R_{p0,2} = 638$  MPa, mez pevnosti  $R_m = 661$  MPa, tažnost  $A_5 = 8$  %, kontrakce  $Z = 17,6$  % a tvrdost 188 HV10.

Těchto hodnot mechanických vlastností bylo dosaženo kvůli synergickému efektu tváření rotačním kovááním a tepelného zpracování umělým stárnutím, tedy technologickým postupem, který je velmi dobře aplikovatelný v praxi.

Pomocí metody SEM EBSD bylo zdokumentováno, že díky aplikovanému tváření došlo jednak k nárůstu celkové délky nízko a vysokoúhlových hranic zrn a jednak ke změně jejich poměru z počátečního cca 50:50 až na úroveň cca 80:20 ve prospěch nízkoúhlových. Vzrostla také dislokační hustota.

Pomocí TEM bylo zdokumentováno, že v mikrostruktuře se nachází precipitáty T-fáze ( $Al_{20}Cu_2Mn_3$ ) a S-fáze ( $Al_2CuMg$ ). T-fáze jsou vyprecipitované převážně uvnitř zrn, mají převážně oválný tvar a velikost 10 – 100 nm. S-fáze jsou vyprecipitované jak na hranicích zrn tak uvnitř zrn, kde se objevují ve dvou morfológiích. Jednak formě malých oválných částic nebo ve formě koherentních jehlic orientovaných ve směrech  $\langle 100 \rangle$ . Tyto precipitáty vznikly při stárnutí a zásadním způsobem se podílejí na zvýšení mechanických vlastností.

Kinetika procesů probíhajících během stárnutí byla popsána pomocí DSC analýzy.

Tento materiál zpracovaný výše popsanou technologií má vysoký potenciál v leteckém průmyslu, například v konstrukci leteckých sedadel, kde se tento materiál běžně používá a zvýšení mechanických hodnot zde může vést k žádané úspoře hmotnosti.



## 7 Seznam literatury

- [1] Michna, Š.; Lukáč, I.; Očenášek, V.; Kořený, R.; Drápala, J.; Schneider, H.; Miškuřová, A. a kol.: Encyklopedie hliníku. Adin s.r.o., Prešov 2005, ISBN 80-89041-88-4
- [2] Hatch, J.E: Aluminum: Properties and physical metalurgy. ASM, Metals park, Ohio 1984
- [3] ASM Handbook, Vol. 4, Heat Treating, ASM International, USA, 1991
- [4] Dursun, T.; Soutis, C.: Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys. *Mater. and Design* 56 (2014) 862-871
- [5] Polmear, I.J.: Aluminium Alloys - A Century of Age Hardening. *Materials forum* 28 (2004)
- [6] Wang, S.C.; Starink, M.J.: Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al-Cu-Mg-(Li) based alloys. *Int. Mater. Rev.* 50 (2005) 193-215
- [7] Bagaryatsky, Y.A.: The mechanism of artificial aging of Al-Cu-Mg alloy. *Dokl. Akad. Nauk. SSSR* 87 (1952) 391-400
- [8] Silcock, J.M.: The structural ageing characteristics of Al-Cu-Mg alloys with cooper:magnesium weight ratios of 7:1 and 2.2:1. *Inst. Metals* 89 (1960-1961) 203-210
- [9] Ringer, S.P.; Hono, K.; Polmear, I.J.; Sakurai, T.: Precipitation processes during the early stages of ageing in Al-Cu-Mg alloys. *Applied Surface Science* 94/95 (1996) 253-260
- [10] Charai, A.; Walther, T. ; Alfonso, C.; Zahra, A.M.; Zahra, C.Y.: Coexistence of clusters, GPB zones, S''-, S'- and S-phases in Al-0.9% Cu-1.4% Mg alloy. *Acta Mater.* 48 (2000) 2751-2764
- [11] Kovarik, L.; Gouma, P.I.; Kisielowski, C.; Court, S.A.; Mills, M.J.: A HRTEM study of metastable phase formation in Al-Mg-Cu alloys during artificial aging. *Acta Mater.* 52 (2004) 2509-2520
- [12] Shih, H.; Ho, N.J.; Huang, J.: Precipitation behaviours in Al-Cu-Mg and 2024 aluminum alloys. *Metall. and Mater. Trans.* 27A (1996) 2479-2494
- [13] Wolverton, C.: Crystal structure and stability of complex precipitate phases in Al-Cu-Mg-(Si) and Al-Zn-Mg alloys. *Acta Mater.* 49 (2001) 3129-3142
- [14] Wang, S.C.; Starink, M.J.; Gao, N.: Precipitation hardening in Al-Cu-Mg alloys revisited. *Scripta Mater.* 54 (2006) 287-291
- [15] Yin, M.; Chen, J.; Wang, S.; Liu, Z.; Cha, L.; Duan, S.; Wu, C.: Anisotropic ant temperature-dependent growth mechanism of S-phase precipitates in Al-Cu-Mg alloy in relation with GPB zones. *Trans. of Nonferrous Met. Soc. of China* 26 (2016) 1-11
- [16] Sen, N.; West, D.R.F.: Some factors influencing S precipitation in Al-Cu-Mg and Al-Mg-Cu-Ag alloys. *Inst. Met.* 97 (1996) 87-92
- [17] Huang, Y.J.; Chen, Z.G.; Zheng, Z.Q.: A conventional thermo-mechanical proces of Al-Cu-Mg alloy for increasing ductility while maintaining high strength. *Scripta Materialia* 64 (2011) 382-385

- [18] Ning, A.; Liu, Z.; Zeng, S.: Effect of large cold deformation after solution treatment on precipitation characteristic and deformation strengthening of 2024 and 7A04 aluminum alloys. *Trans. of Nonferrous Met. Soc. of China* 16 (2006) 1341-1347
- [19] He, S.X.; Wang, X.; Ma, B.,R.; Shi, Y.; Zhang, W.X.; Zhu, M.; Jiang, L.T.; Wu, G.H: Influence of deformation on precipitation behaviour of 2024Al alloy. *Mat. Sci. Forum* 788 (2014) 674-679
- [20] Buchheit, R.G.; Grant, R.P.; Hlava, P.F.; McKenzie, B.; Zender, G.L.: Local dissolution phenomena associated with S phase (Al<sub>2</sub>CuMg) particles in aluminum ally 2024-T3. *J. Electrochem. Soc.* 144 (1997) 2621-2628
- [21] Boag, A.; Hughes, A.E.; Glenn, A.M.; Muster, T.H.; McCulloch, D.: Corrosion of AA2024-T3 Part I: Localised corrosion og isolated IM particles. *Corr. Sci.* 53 (2011) 17-26
- [22] Luo, Ch.: Role of microstructure on corrosion control of AA2024-T3 aluminium alloy. Ph.D. thesis – The Uni. of Manchester (2011)
- [23] Campestrini, P.; van Rooijen, H.W; van Westing, E.P.M.; de Wit, J.H.W.: Influence of quench delay time on the corrosion behavior of aluminium alloy 2024. *Mat. and Corr.* 51 (2000) 616-627
- [24] Zrník, J.; Kraus, L.; Prnka, T.; Šperlink, K.: Příprava ultrajemných a nanokrystalických kovových materiálů extrémní plastickou deformací a jejich vlastnosti. Repronis s.r.o., Ostrava 2007, ISBN 978-80-7329-153-2
- [25] Ito, Y.; Edalati, K.; Horita, Z.: High-pressure torsion of aluminum with ultrahigh purity (99.9999%) and occurrence of inverse Hall-Petch relationship. *Mat. Sci. and Eng. A* 679 (2017) 428-434
- [26] Valiev, R.Z.; Islamgaliev, R.K.; Alexandrov, I.V.: Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Prog. in Mat. Sci.* 45 (2000) 103-189
- [27] Verlinden, B.: Severe plastic deformation of metals. *Metalurgija - J. of Metallurgy* (2004) 165-182
- [28] Furukawa, M.; Horita, Z.; Langdon, T.G.: Developing Ultrafine Grain Sizes Using Severe Plastic Deformation. *Adv. Eng. Mat* 3 (2001) 121-125
- [29] Barber, R.E; Dudo, T.; Yasskin, P.B.; Hartwig, T.: Product yield for ECAE processing. *Scripta Mater.* 51 (2004) 373-377
- [30] Nakashima, K; Horita, Z.; Nemoto, M.; Langdon, T.G.: Influence of chanel angle on the development of ultrafine grains in equal-channel angular pressing. *Acta Mat.* 46 (1998) 1589-1599
- [31] Segal, V.M.: U.S.Patent No. 5400633 (1995)
- [32] Pippan, R.; Wetscher, F.; Hafok, M.; Vorhauer, A.; Sabirov, I.: The limits of refinement by severe plastic deformation. *Adv. Eng. Mat* 8 (2006) 1046-1056
- [33] Richter, J.: Polský patent č. 123026 (1979)

- [34] Richter, J.: Strain-stress conditions of shear band formation during CEC processing on a new machine with control back-pressure. *Arch. of Metall. and Mater.* 55 (2010) 391-408
- [35] Abdulstaar, M.A.; El-Danaf, E.A.; Waluyo, N.S.; Wagner, L.: Severe plastic deformation of commercial purity aluminum by rotary swaging: Microstructure evolution and mechanical properties. *Mat. Sci. and Eng. A* 565 (2013) 351-358
- [36] Maleček, L.; Palán, J.; Nacházel, J.; Dlouhý, J.: Influence of rotary swaging and subsequent age hardening on properties of EN AW 6082 aluminium alloy. *IOP Conf. Series: Mat. Sci. and Eng.* 179 (2017)
- [37] Tsuji, N.: Production of bulk nanostructured metals by accumulative roll bonding (ARB) process. *Severe Plastic Deformation*, ed. Altan, B.S., Nova Science Publ. 2006 ISBN 1-59454-508-1.
- [38] Zheng, R.; Bhattacharjee, T.; Shibata, A.; Nobuhiro, T.; Chaoli, M.: Effect of accumulative roll bonding and subsequent aging on microstructure and mechanical properties of 2024 Al alloy. *Mat. Transactions* (2016)
- [39] Dobatkin, S.; Zrník, J.; Mamuzic, I.: Development of SPD continuous processes for strip and rod production. *Metalurgija* 49 (2010) 343-347
- [40] Kubina, T.; Kövér, M.; Dlouhý, J.; Nacházel, J.: Link between technological parameters and material properties of EN 6082 Processed by ECAP-CONFORM and precipitation hardening. *Int. J. of Mat. and Mech. Eng.* 4 (2015) 36-43
- [41] Nadammal, N.; Kailas, S.V.; Suwas, S.: A bottom-up approach for optimization of friction stir processing parameters; a study on aluminium 2024-T3 alloy. *Mater. and Design* 65 (2015) 127-138
- [42] Jinfang, D.; Qing, D.; Yongbing, D.; Hui, X.; Yanfeng, H.; Jianbo, M.; Jiao, Z.; Jun, W.; Baode, S.: Microstructure evolution in high purity aluminum single crystal processed by equal channel angular pressing (ECAP). *Materials* 10 (2017)
- [43] Goldstein, J.; Newbury, D.E.; Joy, D.C.; Lyman, C.E.; Echlin, P.; Lifshin, E.; Sawyer, L.; Michael, J.R.: *Scanning electron microscopy and x-ray microanalysis*. New York: Plenum Press (2003) ISBN 030640768X
- [44] Goodarzy, M.H.; Arabi, H.; Boutorabi, M.A.; Sayedein, S.H.; Najafabadi, S.H.: The effects of room temperature ECAP and subsequent aging on mechanical properties of 2024 Al alloy. *Journal of Alloys and Compounds* 585 (2014) 753-759
- [45] Kövér, M.: Novel Approaches and experimental methods for investigation of thermomechanically treated aluminium alloys. *Dissertation thesis, Slovak university of technology in Bratislava* (2016)
- [46] Kövér, M.; Sláma, P.; Palán, J.: Impact of rotary swaging and age hardening on mechanical properties of EN AW 2024. *Journal of Achievements in Mat. and Manuf. Eng.* 72 (2015) 61-66
- [47] ČSN 42 4203 Slitina hliníku tvářená 42 4203 AlCu4Mg1

- [48] Mukhopadhyay, A.K; Tite, C.N.J; Flower, H.M.; Gregson, P.J.; Sale, F.: Aluminium lithium alloys IV. In: Champier, G.; Dubost, B., Miannay, D.; Sabetay, L.; Editors. Proceedings of the 4th international conference on aluminium lithium alloys, Paris , June 1987; C3:439
- [49] ČSN EN ISO 6507-1: Kovové materiály – Zkouška tvrdosti podle Vickerse – Část 1: Zkušební metoda
- [50] ČSN EN ISO 6892-1: Kovové materiály – Zkoušení tahem – Část 1: Zkušební metoda za pokojové teploty
- [51] Kim, W.J.; Chung, C.S.; Ma, D.S.; Hong, S.I.; Kim, H.K.: Optimization of strength and ductility of 2024 Al by equal channel angular pressing (ECAP) and post-ECAP aging. Scripta Materialia 49 (2003) 333-338
- [52] Shen, Z.; Liu, C.; Ding, Q.; Zhang, Z.: The structure determination of  $Al_{20}Cu_2Mn_3$  by near atomic resolution chemical mapping. Journal of Alloys and Compounds (2014) 601:25-30
- [53] Gosh, K.S.: Calorimetric studies of 2024 Al-Cu-Mg and 2014 Al-Cu-Mg-Si alloys of various tempers. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry (2019) 136:447-459
- [54] Chia-Wei, L.; Fei-Yi, H.; Truan-Sheng, L.; Hsuan-Po, C.: Effect of rotary swaging on microstructure and mechanical properties of 2024 aluminium tubes, Int. Journal of Research Science and Management 5 (2018) 37-54 ISSN: 2349-5197
- [55] Zhao, Y.L.; Yang, Z.Q.; Zhang, Z.; Su, G.Y.; Ma, X.L.: Double-peak strengthening of cold-worked 2024 aluminium alloy. Acta Materialia 61 (2013) 1624-1638

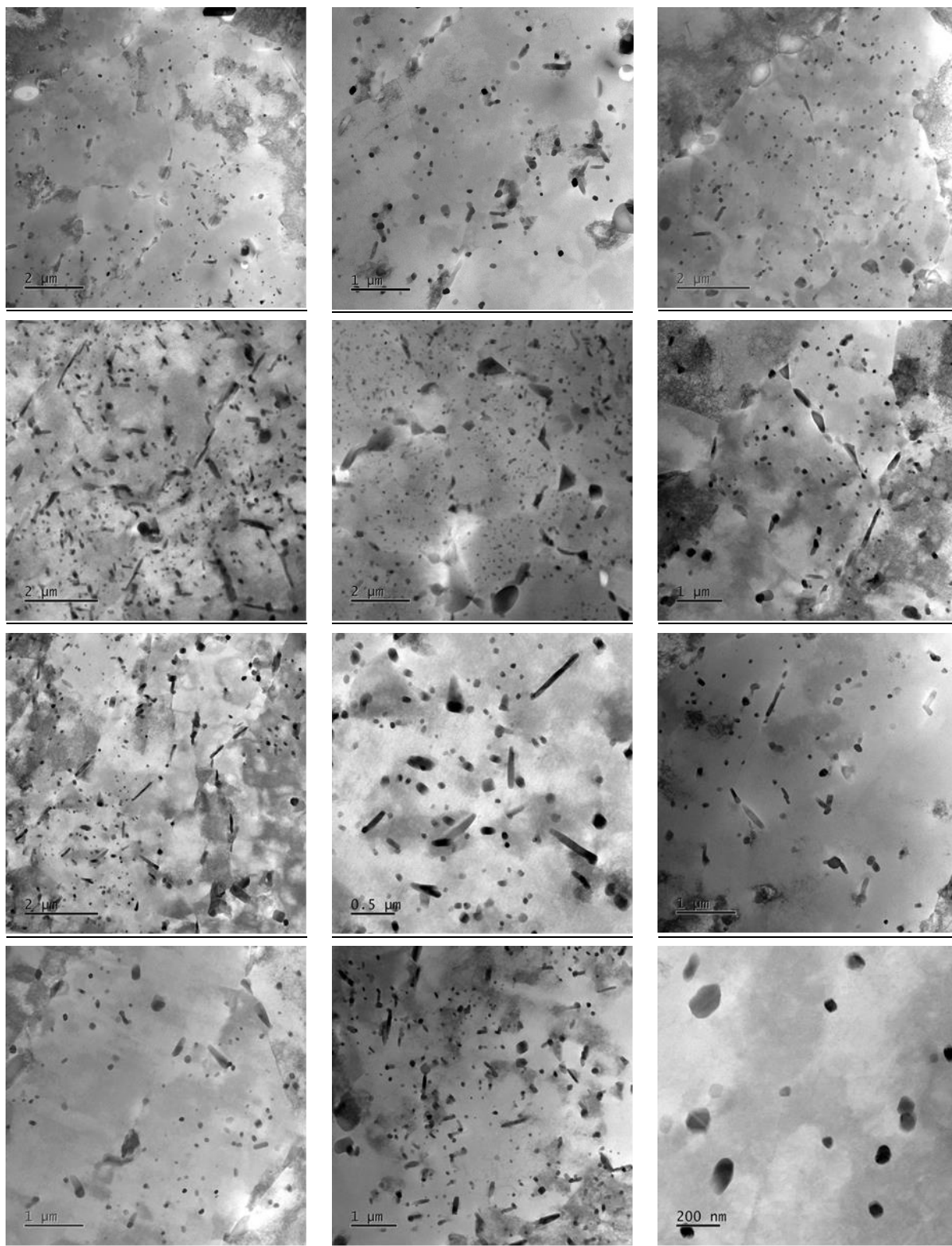
# 8 Přílohy

## Tabulka mechanických vlastností všech získaných stavů

Teplota [°C]	Deformace																																																																					
	ORS					1/4RS					1RS					2RS																																																						
	Voda-ORS-180		Voda-ORS-160		Dusik-ORS-150		Voda-1/4RS-160		Dusik-1/4RS-150		Voda-1RS-160		Dusik-1RS-150		Voda-2RS-160		Dusik-2RS-150		Voda-2RS-NA		Dusik-2RS-NA																																																	
	R <sub>po.2</sub>	R <sub>m</sub>	A <sub>g</sub>	A <sub>5</sub>	Z	R <sub>po.2</sub>	R <sub>m</sub>	A <sub>g</sub>	A <sub>5</sub>	Z	R <sub>po.2</sub>	R <sub>m</sub>	A <sub>g</sub>	A <sub>5</sub>	Z	R <sub>po.2</sub>	R <sub>m</sub>	A <sub>g</sub>	A <sub>5</sub>	Z	R <sub>po.2</sub>	R <sub>m</sub>	A <sub>g</sub>	A <sub>5</sub>	Z	R <sub>po.2</sub>	R <sub>m</sub>	A <sub>g</sub>	A <sub>5</sub>	Z	R <sub>po.2</sub>	R <sub>m</sub>	A <sub>g</sub>	A <sub>5</sub>	Z	R <sub>po.2</sub>	R <sub>m</sub>	A <sub>g</sub>	A <sub>5</sub>	Z																														
180	396,5	537,9	11,6	15,7	17,1	379,5	550,7	14,3	18,0	21,8	386,6	552,0	13,4	16,1	17,0	528,3	578,5	6,5	11,1	20,5	561,4	610,8	7,9	10,7	22,4	586,2	607,2	3,7	6,8	23,4	587,6	591,2	4,0	8,1	24,1	581,8	588,1	2,9	7,9	22,7	574,8	584,3	3,7	7,4	24,6	558,0	570,0	3,6	7,9	26,6	516,9	543,4	4,1	9,2	27,3	513,4	537,4	4,3	10,4	28,6	471,0	544,4	7,2	6,8	14,5	471,0	544,4	7,2	6,8	14,5
160	381,9	556,9	13,2	16,1	18,6	407,4	583,7	13,8	14,7	19,3	386,3	559,0	13,9	16,4	18,1	503,9	600,1	8,9	10,6	17,3	524,0	605,0	8,8	11,4	16,6	567,6	609,5	5,7	8,7	16,8	566,1	655,0	9,0	12,4	16,2	636,7	652,5	4,2	10,1	18,3	634,4	643,3	5,4	9,1	17,4	546,5	573,6	3,7	7,5	24,7	546,5	573,6	3,7	7,5	24,7															
150	310,2	486,9	11,6	13,4	23,5	328,2	504,7	12,1	13,2	23,6	315,0	501,8	11,7	13,8	18,8	445,6	536,5	6,8	9,2	16,2	472,8	533,6	6,8	8,9	17,9	465,6	530,4	5,9	9,5	21,0	476,1	531,5	4,8	8,6	22,9	502,8	543,2	4,2	7,9	21,5	431,7	527,8	7,1	11,2	17,8	443,7	516,9	6,6	9,6	21,8	443,7	516,9	6,6	9,6	21,8															
140	306,0	483,9	11,5	13,5	22,2	304,2	481,5	11,7	14,0	21,5	316,8	491,8	12,2	14,3	21,2	420,8	516,9	6,6	9,6	21,8	427,6	523,6	7,5	8,5	18,5	451,0	540,3	7,0	10,4	21,8	463,5	529,4	6,5	9,1	19,5	463,5	529,4	6,5	9,1	19,5	463,5	529,4	6,5	9,1	19,5	463,5	529,4	6,5	9,1	19,5	463,5	529,4	6,5	9,1	19,5															
NH	345,5	512,6	13,0	13,4	17,2	352,0	520,7	11,9	15,0	17,9	395,6	560,6	13,9	15,0	18,1	492,4	574,8	7,7	9,6	11,3	492,4	574,8	7,7	9,6	11,3	544,4	605,0	7,3	11,0	23,6	544,4	605,0	7,3	11,0	23,6	544,4	605,0	7,3	11,0	23,6	544,4	605,0	7,3	11,0	23,6	544,4	605,0	7,3	11,0	23,6																				

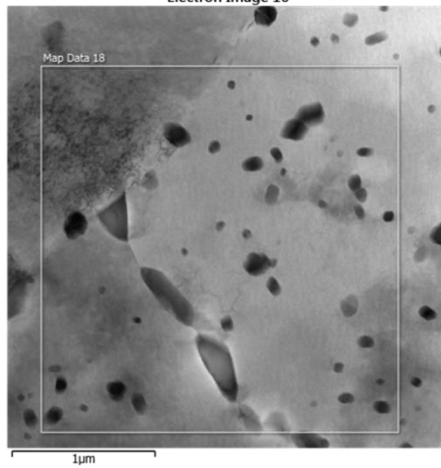
## Snímky z TEM

Vzorek Voda-1RS-140

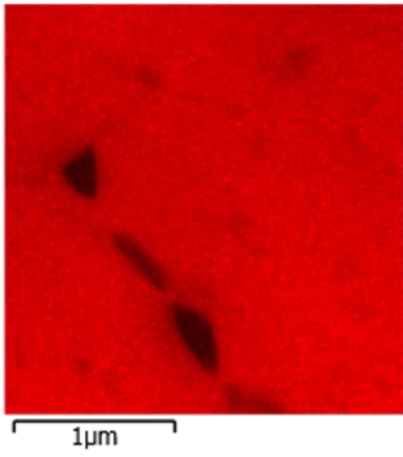


Obr. 39 TEM snímky vzorku Voda-1RS-140 (T-fáze a S-fáze)

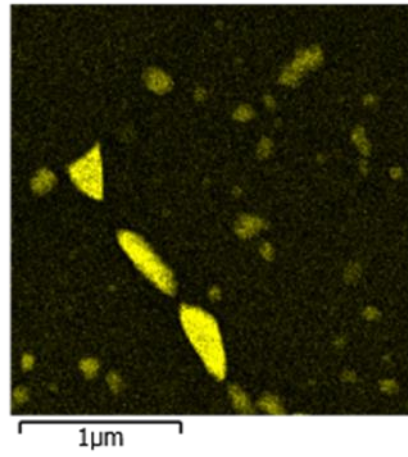
Electron Image 16



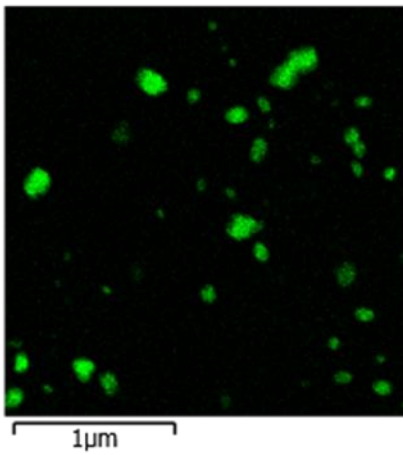
Al Kα1



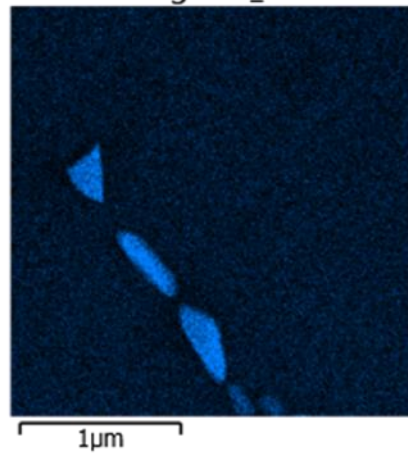
Cu Kα1



Mn Kα1

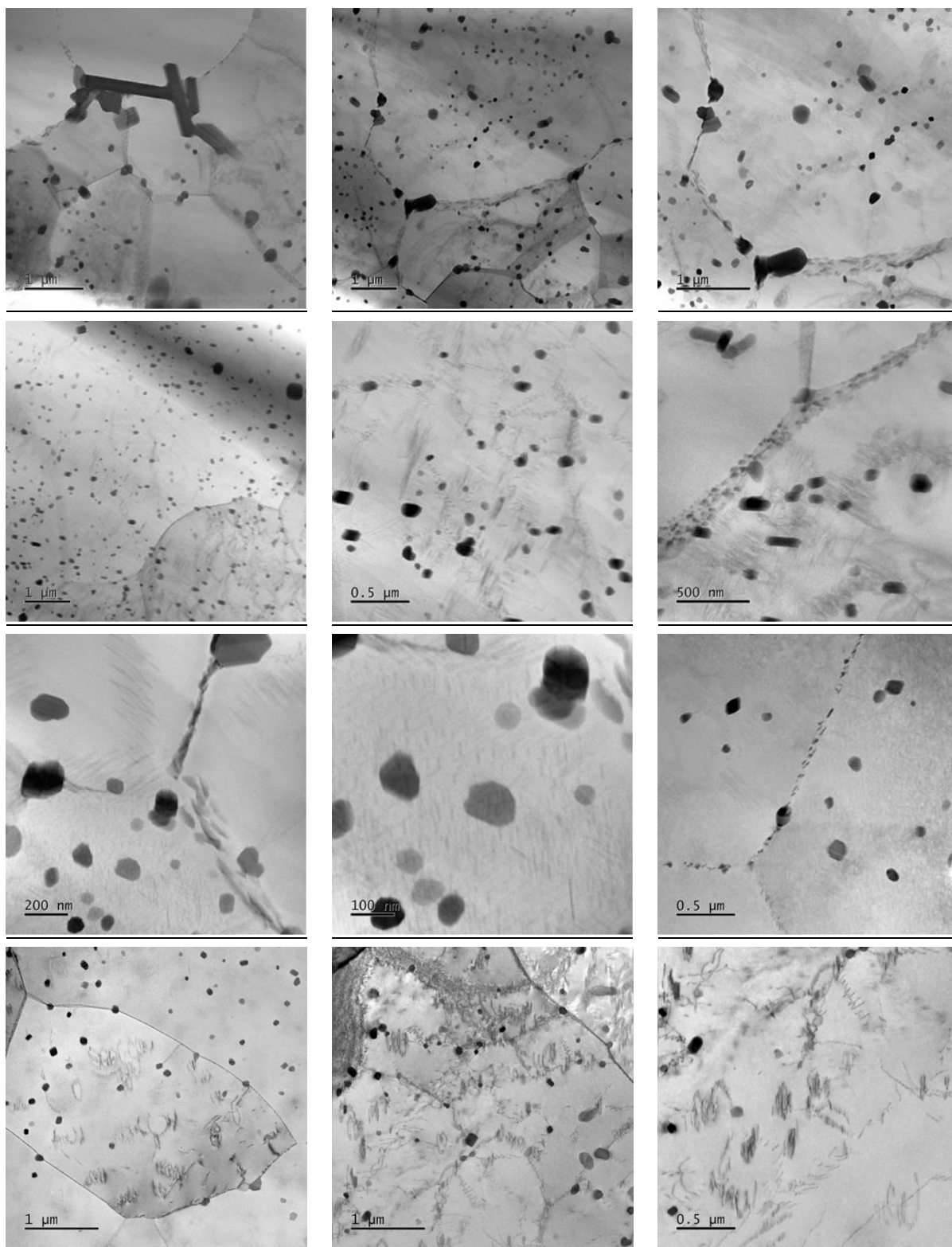


Mg Kα1\_2



Obr. 40 EDS mapa vzorku Voda-1RS-140

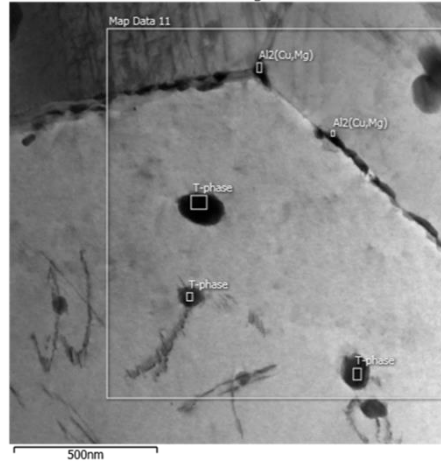
Vzorek Voda-ORS-160



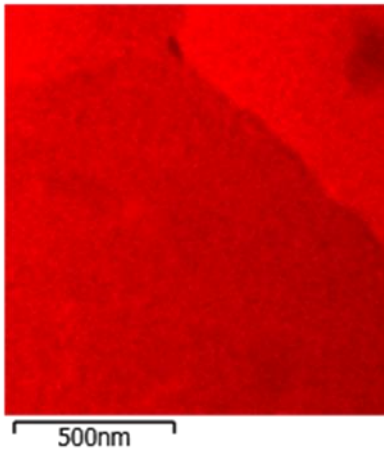
**Obr. 41** TEM snímky vzorku Voda-ORS-160 (T-fáze a S-fáze)



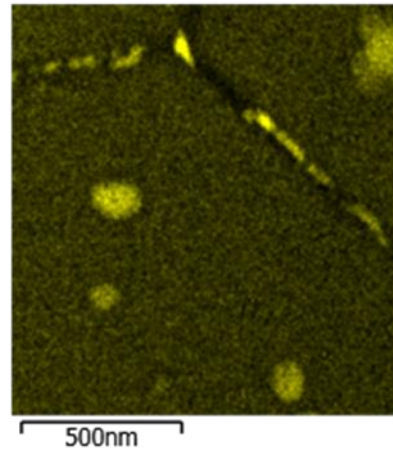
Electron Image 10



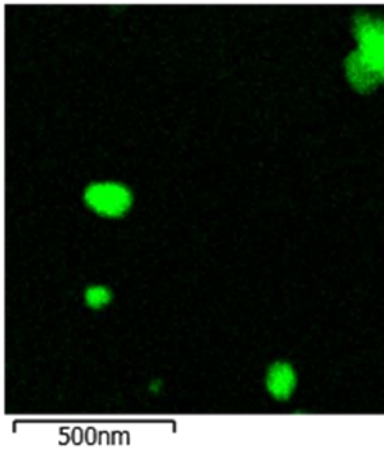
Al K $\alpha$ 1



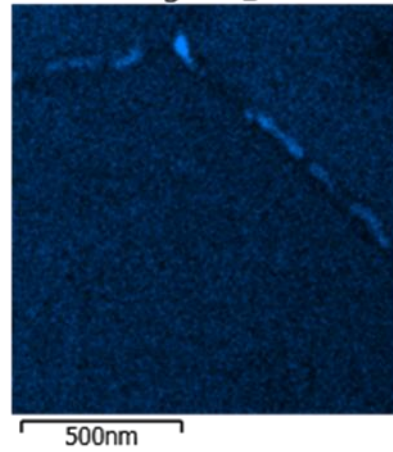
Cu K $\alpha$ 1



Mn K $\alpha$ 1

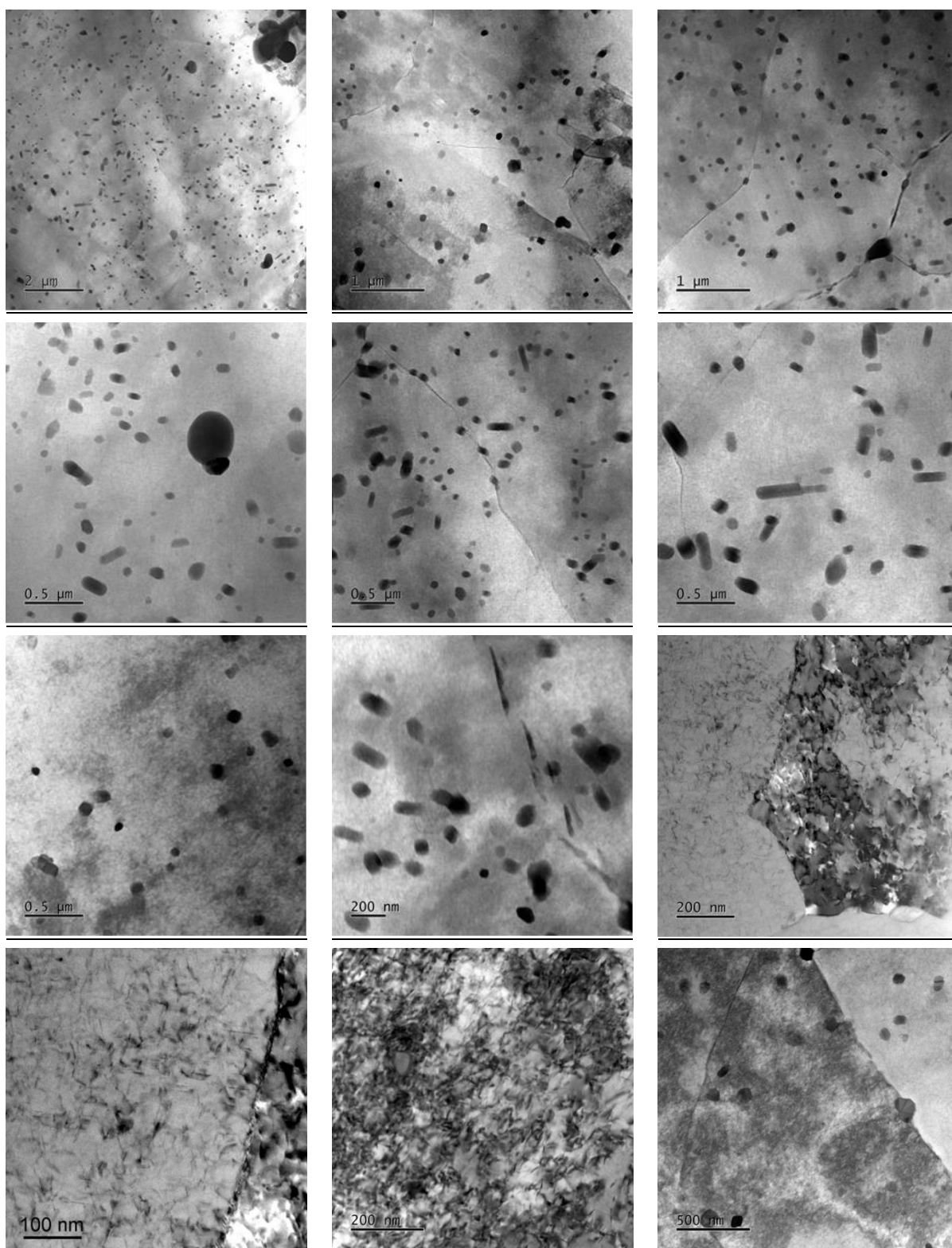


Mg K $\alpha$ 1\_2

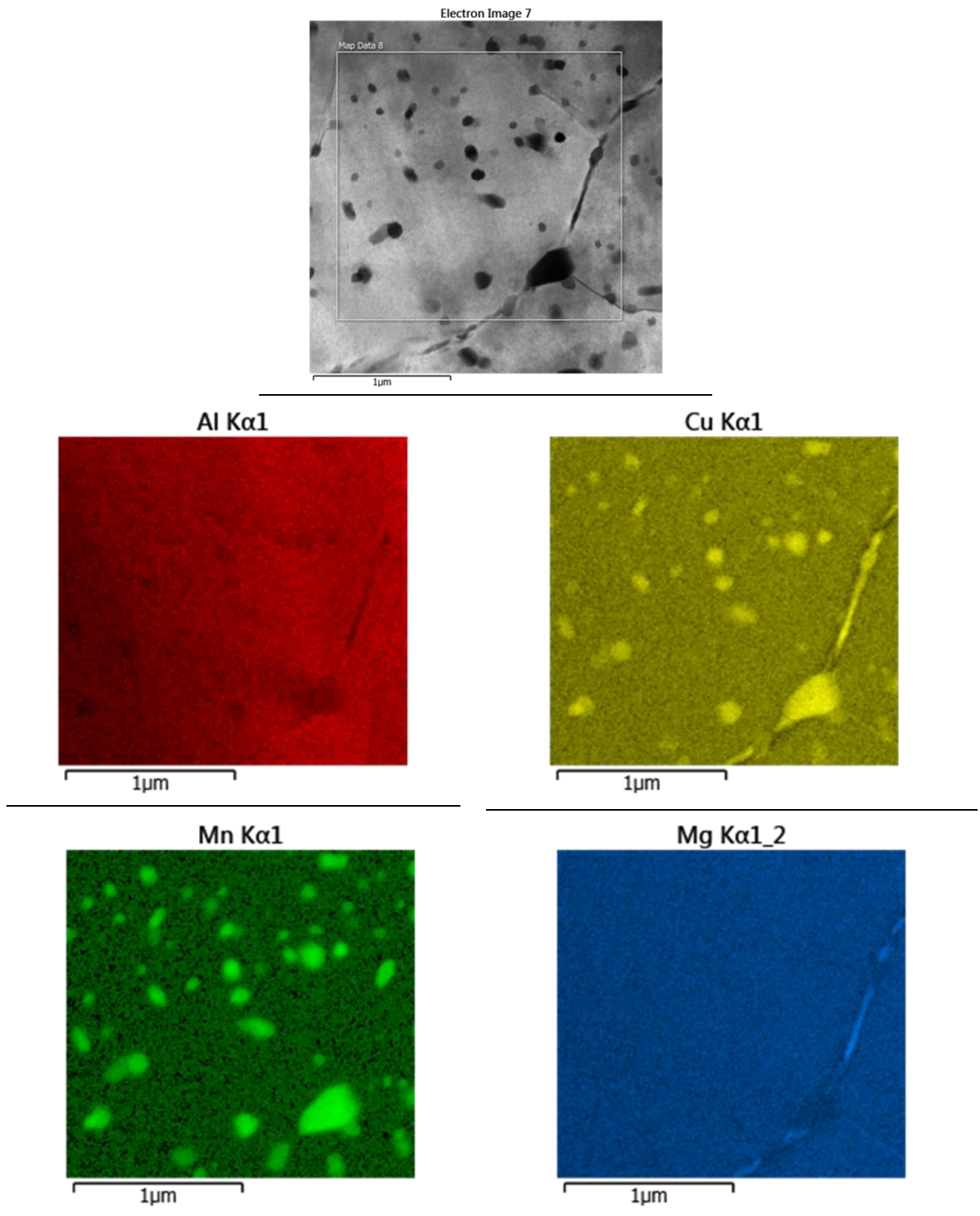


Obr. 42 EDS mapa vzorku Voda-ORS-160

Vzorek Voda-1RS-160

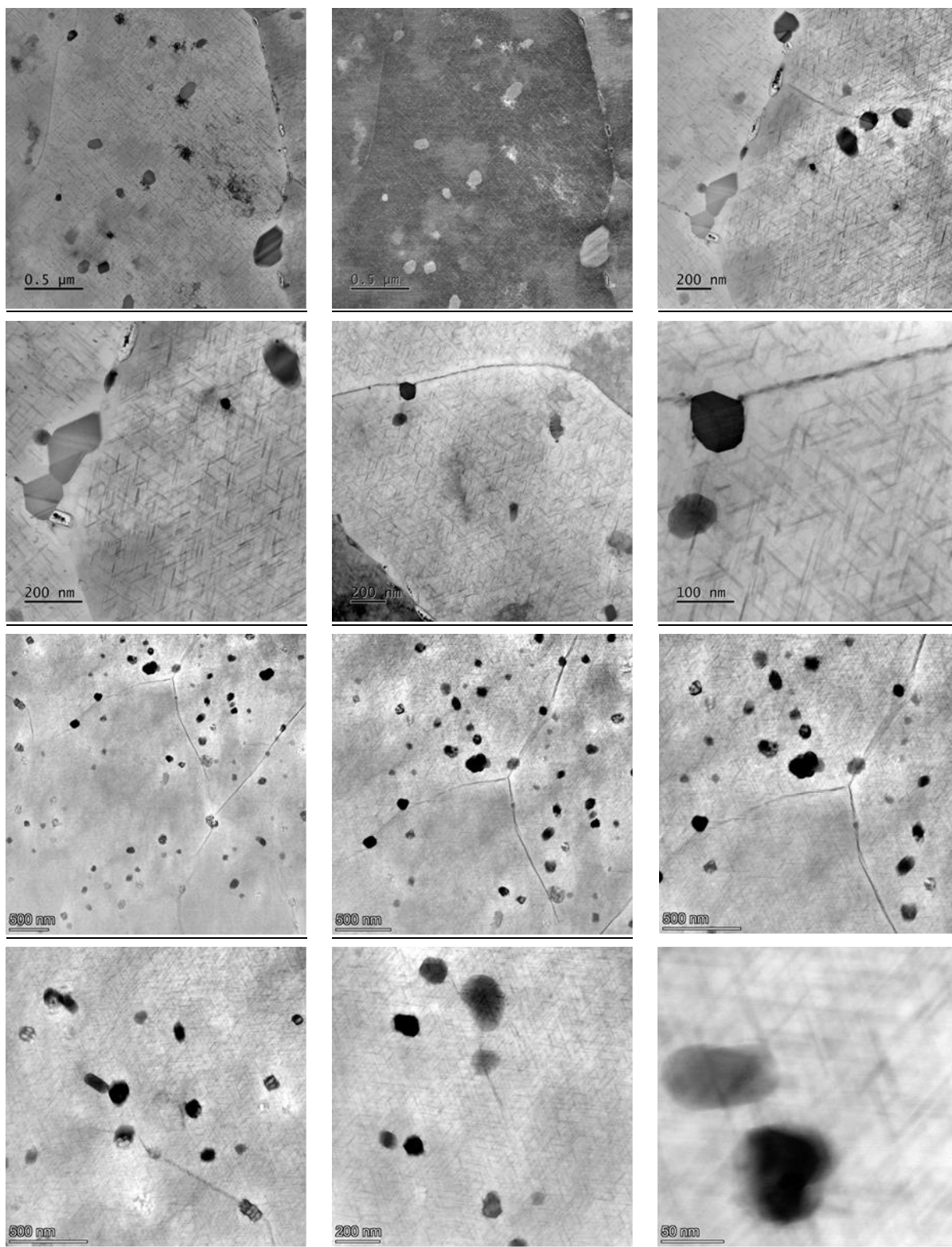


**Obr. 43** TEM snímky vzorku Voda-1RS-160 (T-fáze a S-fáze)



**Obr. 44** EDS mapa vzorku Voda-1RS-160

Vzorek Voda-1RS-180



**Obr. 45** TEM snímky vzorku Voda-1RS-180 (T-fáze a S-fáze)