



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

TEPLOTNÍ STABILITA Mg-SLITINY AZ91 PŘIPRAVENÉ POMOCÍ INTENZIVNÍ PLASTICKÉ DEFORMACE

THERMAL STABILITY OF Mg-ALLOY AZ91 PREPARED BY SEVERE PLASTIC
DEFORMATION

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. ROMAN ŠTĚPÁNEK

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. LIBOR PANTĚLEJEV, Ph.D.

Klíčová slova:

Hořčík, hořčíkové slitiny, AZ91, intenzivní plastická deformace, ultrajemnozrná struktura, teplotní stabilita, strukturní stabilita, EBSD.

Keywords:

Magnesium, magnesium alloys, AZ91, severe plastic deformation, ultra-fine grained structure, thermal stability, structural stability, EBSD.

Abstrakt:

Tato práce se zabývá teplotní stabilitou hořčíkové slitiny AZ91 připravené pomocí intenzivní plastické deformace, čímž je dosaženo jemnozrné struktury. Tato struktura se vyznačuje svojí inherentní nestabilitou a v této práci je cílem zjistit, při jaké kritické teplotě a v jaké míře k této destabilizaci, jež se projeví zhrubnutím zrna, dochází.

Abstract:

This thesis dealt with thermal stability of magnesium alloy AZ91 prepared by severe plastic deformation, which leads to fine grained structure. This structure is characterised by its inherent instability and this thesis tries to find out the value of critical temperature and rate of this instability, which manifests as grain coarsening.

Bibliografická citace:

ŠTĚPÁNEK, R. *Teplotní stabilita Mg-slitiny AZ91 připravené pomocí intenzivní plastické deformace*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2012. 79 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D..

Prohlášení autora o původnosti práce:

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně s využitím uvedené literatury.

Roman Štěpánek

V Brně dne 16. 5. 2012

.....

Poděkování:

Děkuji doc. Ing. Liboru Pantělejevovi, Ph.D. za vedení, odborné konzultace a veškeré připomínky při psaní této práce. Dále děkuji Ing. Ondřeji Manovi, Ph.D. za spolupráci a pomoc při provádění odborných analýz a postupů a Ing. Lucii Navrátilové za pomoc při přípravě vzorků.

Tato práce vznikla za podpory projektu specifického výzkumu reg. č. FSI-S-11-14, identifikační č. 22172 s názvem „Mechanické vlastnosti a mikrostrukturní stabilita Mg-slitin“, řešitel doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.

Obsah

| | | |
|-------|--|----|
| 1 | ÚVOD..... | 11 |
| 2 | METODY INTENZIVNÍ PLASTICKÉ DEFORMACE..... | 13 |
| 2.1 | Úhlové bezkontrakční protlačování (ECAP)..... | 13 |
| 2.2 | Krut za vysokého tlaku (HPT)..... | 15 |
| 2.3 | Cyklické protlačování a pýchování (CEC)..... | 16 |
| 2.4 | Cyklické pýchování v kanálu (CCDC)..... | 17 |
| 2.5 | Protlačování v kombinaci s krutem (TE)..... | 18 |
| 2.6 | Kontinuální vytlačování spojené s pýchováním (CONFORM)..... | 19 |
| 2.7 | Kumulativní válcování (ARB)..... | 19 |
| 2.8 | Omezené tvarové lisování (CGP)..... | 20 |
| 3 | VLASTNOSTI A STABILITA ULTRAJEMNOZRNNÝCH MATERIÁLŮ..... | 21 |
| 3.1 | Struktura a stabilita některých ultrajemnozrnných materiálů..... | 21 |
| 3.2 | Struktura a stabilita hořčíkových slitin..... | 24 |
| 3.2.1 | Slitiny typu AZ..... | 24 |
| 3.2.2 | Vliv přísadových prvků..... | 26 |
| 3.2.3 | Vliv počtu průchodů..... | 27 |
| 3.2.4 | Vliv teploty..... | 34 |
| 3.3 | Shrnutí..... | 41 |
| 4 | METODA EBSD..... | 43 |
| 4.1 | Vznik difrakčních stop EBSD..... | 44 |
| 4.2 | Informační obsah difrakčních stop..... | 44 |
| 4.3 | Detekce a zpracování stop EBSD..... | 44 |
| 4.4 | Indexace a ranking..... | 45 |
| 4.5 | Filtrace a další zpracování dat..... | 45 |
| 4.5.1 | Orientace..... | 45 |
| 4.5.2 | Dezorientace..... | 46 |
| 4.5.3 | Zrno..... | 46 |
| 4.5.4 | Inverzní pólový obrazec..... | 46 |
| 4.5.5 | Mapa inverzního pólového obrazce..... | 47 |
| 4.5.6 | Značení souřadných os..... | 48 |
| 4.5.7 | Parametr KAM..... | 48 |
| 5 | CÍLE PRÁCE..... | 49 |
| 6 | MATERIÁL A EXPERIMENTÁLNÍ METODY..... | 51 |
| 6.1 | Příprava vzorku..... | 51 |
| 6.1.1 | Dělení..... | 51 |
| 6.1.2 | Broušení a leštění..... | 51 |
| 6.1.3 | Žihání..... | 52 |

| | | |
|---------|---------------------------------|----|
| 6.2 | Mikrostrukturní stabilita | 52 |
| 6.2.1 | Základní struktura | 52 |
| 6.2.2 | Vlastní experiment | 54 |
| 6.2.2.1 | Experiment 1 | 55 |
| 6.2.2.2 | Experiment 2 | 58 |
| 6.2.2.3 | Experiment 3 | 58 |
| 6.2.2.4 | Experiment 4 | 59 |
| 6.2.2.5 | Experiment 5 | 62 |
| 6.2.2.6 | Experiment 6 | 65 |
| 7 | DISKUZE..... | 69 |
| 8 | ZÁVĚRY | 73 |
| 9 | POUŽITÁ LITERATURA | 75 |
| 10 | POUŽITÉ SYMBOLY A ZKRATKY | 79 |

1 Úvod

Hořčík je v současném průmyslu relativně široce používaným prvkem. Patří mezi nejlehčí materiály a je to 6. nejvíce zastoupený prvek v zemské kůře (prakticky neomezené zásoby). Čistý hořčík není vhodný jako konstrukční materiál, protože má nízkou pevnost v tahu (190 MPa) a je nepoužitelný pro přenos zátěžných sil. Jeho hexagonální mřížka dále způsobuje nízkou tvařitelnost kvůli existenci nízkého počtu skluzových systémů. Je proto využíván hlavně jako legující prvek pro hliníkové (dural) a jiné neželezné slitiny, k odsíření oceli a pro výrobu hořčíkových slitin.[1]

Výhody hořčíkových slitin jsou především nízká měrná hmotnost, měrná pevnost srovnatelná s jinými neželeznými slitinami i s některými ocelmi, dobrý útlum vibrací a obrobitelnost. Jejich nedostatky jsou hlavně nižší tvárnost, sklon ke korozi, vyšší výrobní náklady a náklady na zpracování, především v důsledku vysoké reaktivity hořčíku za vysokých teplot. Velmi významné jsou slitiny s hliníkem a zinkem, často označované jako AZ. Tyto slitiny již jsou používány ke konstrukcím.[2]

V důsledku špatné tvařitelnosti mají mnohem širší využití slévárenské slitiny oproti slitinám pro tváření (rozdíl je pouze ve způsobu výroby, chemické složení je takřka stejné). Slévárenské slitiny mohou nahrazovat menší ocelové dílce, ale převážně se používají jako náhrada jiných lehkých slitin, např. hliníkových (i přes svou vyšší cenu jsou pro některé aplikace vhodnější). V současné době se tyto slitiny využívají především v leteckém a automobilovém průmyslu (litá kola, ale např. i bloky motorů), jako materiál korpusů pro notebooky a jinou elektroniku.

I přes obtížnější zpracování však vykazují slitiny pro tváření lepší mechanické vlastnosti než slévárenské slitiny, proto byly předmětem výzkumu metody pro další zlepšení těchto vlastností, aby byly vyváženy vysoké výrobní náklady. Zjistilo se, že mechanické vlastnosti hořčíkových slitin úzce souvisí s velikostí zrna. Velmi dobré vlastnosti vykazují tzv. ultrajemnozrné (ultra-fine grained – UFG) materiály.

UFG materiály jsou materiály, jež prošly takovým mechanickým zpracováním, že v jejich struktuře bylo docíleno velmi jemných (desetiny mikrometru) rovnoosých zrn. Obvykle se užívá některá z metod intenzivní plastické deformace (severe plastic deformation – SPD) za poměrně nízkých homologických teplot. Takto upravené materiály vykazují někdy výrazně lepší mechanické vlastnosti jako pevnost v tahu a tlaku nebo tažnost, avšak za zvýšených teplot, popř. za vysokého zatížení se tyto vlastnosti postupně ztrácí většinou v důsledku nestability UFG struktury (zejména kvůli hrubnutí zrna a postupné rekrystalizaci).

2 Metody intenzivní plastické deformace

Cílem těchto metod je dosáhnout rovnoměrného zjemnění struktury v celém objemu materiálu pomocí deformace, aniž by došlo k porušení polotovaru, zároveň je důležité vyvarovat se příliš velkému stupni zpevnění.

V důsledku přítomnosti UFG struktury se u materiálu očekává výrazný vzrůst pevnostních charakteristik vyplývajících z Hall-Patchova vztahu a zlepšení některých dalších mechanických vlastností jako např. mez únavy. Některé UFG materiály mohou za určitých podmínek vykazovat superplastické vlastnosti.[3]

Mezi technologie využívající SPD patří např.:

- úhlové bezkontrakční protlačování (equal channel angular pressing)
- krut za vysokého tlaku (high pressure torsion)
- cyklické protlačování a pěchování (cyclic extrusion-compression)
- cyklické pěchování v kanálu (cyclic channel die compression)
- protlačování v kombinaci s krutem (twist extrusion)
- kontinuální válcování spojené s pěchováním (continuous extrusion forming)
- kumulativní válcování (accumulative roll bonding)
- omezené tvarové lisování (constrained groove pressing)

2.1 Úhlové bezkontrakční protlačování (ECAP)

Tato metoda umožňuje získat UFG strukturu ve větších objemech bez změny výchozího příčného průřezu.

Samotná plastická deformace je u tohoto procesu závislá na mnoha faktorech jako např. homologická teplota, původní velikost zrna, rychlost deformace, velikost protlačovací síly a výsledné napětí vzhledem k modulu pružnosti nebo hustota strukturních poruch.[3]

Metoda spočívá v protlačování vzorku lomeným kanálem. Je-li úhel mezi oběma částmi kanálu roven právě 90° , je vzorek v okamžiku přechodu mezi těmito částmi namáhán prostým stříhem. Nedochozí ke změně velikosti příčného průřezu, což tuto metodu odlišuje od konvenčních způsobů protlačování. V praxi je vhodné definovat jednotlivé roviny ve vzorku. Nejčastěji se používá označení X pro rovinu kolmo na podélnou osu a Y a Z pro roviny rovnoběžné s boční a horní stěnou vzorku (obr. 2.1).[3], [4]

Deformace je závislá především na úhlu Φ , jež svírají dvě části kanálu, ale významný je i úhel Ψ (oblouk zakřivení v místě protnutí obou kanálů) (obr. 2.2). S rostoucím úhlem Φ klesá celková deformace, optimálních hodnot nabývá při $\Phi = 90^\circ$, je-li úhel Φ menší, je dosaženo vyšší celkové deformace a jemnější struktury, avšak potřebný tlak na jeden průchod neúměrně vzroste. Úhel Ψ ovlivňuje celkovou deformaci a to tak, že s jeho rostoucí velikostí deformace klesá, nejlepších výsledků je tedy dosaženo při konfiguraci, kde $\Psi = 0^\circ$, avšak to je v praxi téměř nemožné.[5]

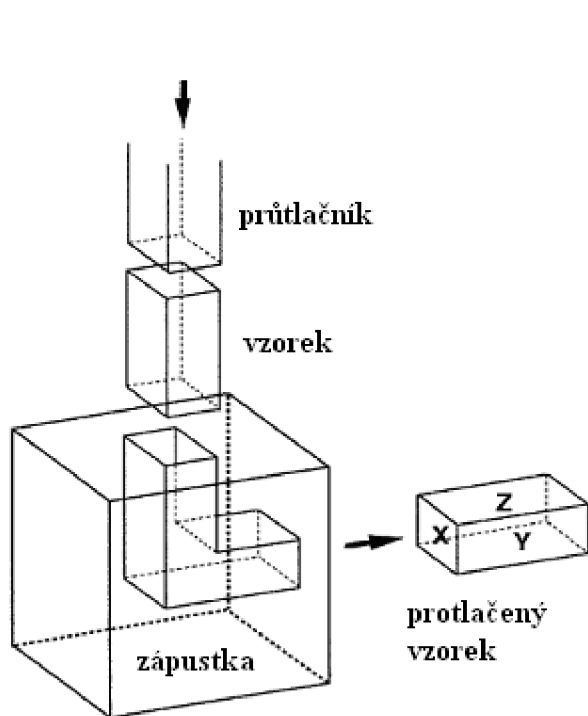
Vzhledem k tomu, že je plocha příčného průřezu neměnná, je zřejmé, že opakovaným protlačováním lze docílit velmi vysokého stupně deformace. Mezi jednotlivým protlačováním je vzorek možno pootáčet, čímž dojde k aktivaci jiného stříhového systému. V praxi se nejčastěji používají čtyři způsoby průchodu vzorku kanálem, které jsou označovány jako A, B_A, B_C a C (obr. 2.3). Při průchodu typu A se vzorek mezi jednotlivými průchody vůbec neotáčí, při průchodu typu B_A je vzorek otáčen střídavě o 90° v kladném a záporném směru, u typu B_C je vzorek rovněž otáčen o 90°, avšak stále ve stejném směru, při průchodu typu C je vzorek otáčen mezi protlačováním o 180°.[4]

Například při průchodu typu C se vyskytuje opakovaný stříh ve stejných rovinách, naproti tomu při průchodu typu A vzniknou střížné roviny, které svírají úhel 90°. Průchody typu B je dosaženo čtyř odlišných rovin, jež svírají úhel 120°.[3]

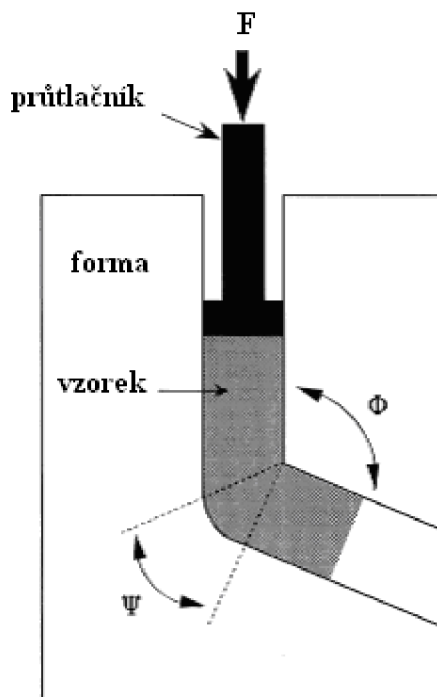
Z analýz vyplývá, že průchod typu A vede ke zvýšení deformace v rovinách X a Y, ale neprojeví se zvýšením deformace v rovině Z. Průchod typu B_A vede ke zvýšení deformace ve všech třech ortogonálních rovinách. Při průchodech typu B_C a C se vzorek po každém čtvrtém resp. druhém protlačování navrátil do polohy před prvním průchodem, rozdílem mezi těmito metodami je skutečnost, že průchod typu B_C zahrnuje deformaci ve všech třech ortogonálních rovinách, kdežto u průchodu typu C nedochází ke zvýšené deformaci v rovině Z.[4]

Protože je proces ECAP za pokojových teplot relativně obtížný, provádí se (obzvlášť u materiálů s vyšší mezí kluzu) za zvýšených teplot, čímž klesne síla potřebná k protlačení vzorku. Zároveň však musíme brát v potaz, že při vyšších teplotách dochází u mnoha materiálů k hrubnutí zrna, proto se volí taková teplota, aby tento efekt nebyl příliš výrazný.

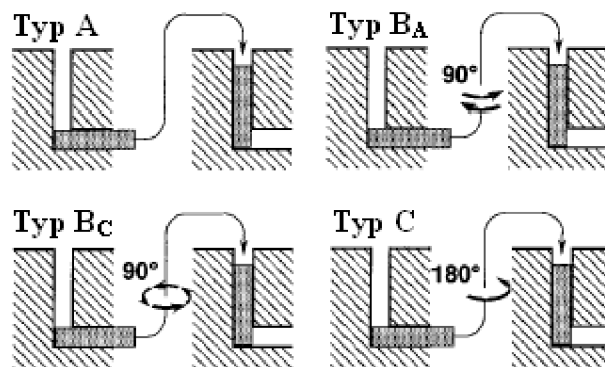
Při průchodu má rychlost deformace (v rozsahu obvykle používaných hodnot, tj. $\sim 20 \text{ mm.s}^{-1}$) výrazně menší vliv na výslednou strukturu než teplota.



Obr. 2.1: Schematické znázornění metody ECAP [4]



Obr. 2.2: Geometrické uspořádání metody ECAP s vyznačenými úhly Φ a Ψ [5]



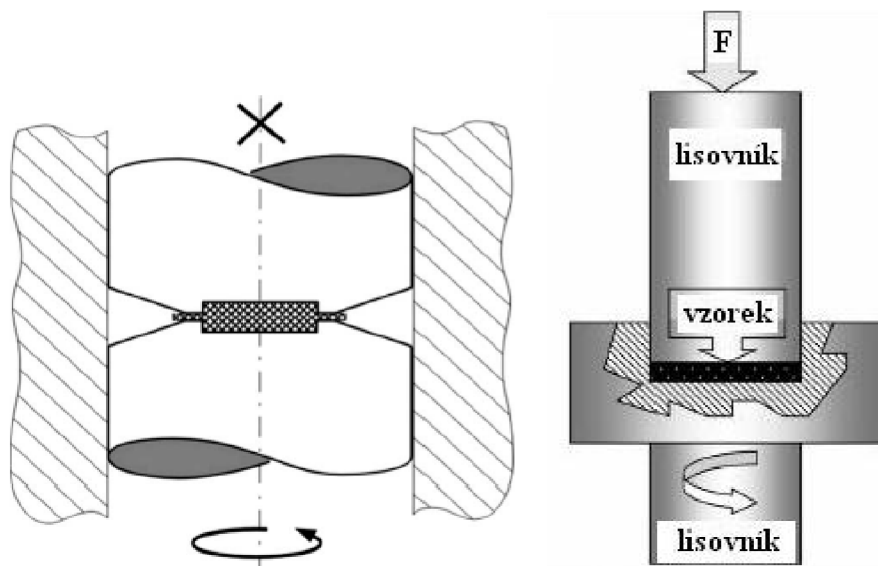
Obr. 2.3: Způsoby průchodu při ECAP [4]

2.2 Krut za vysokého tlaku (HPT)

Vzorek ve tvaru disku nebo kroužku je vložen mezi dva lisovníky s válečkovým vybráním o výšce menší než výška vzorku (možných je více konfigurací: obr. 2.4). Vzorek je vystaven tlaku v řádu GPa a zároveň rotuje spodní lisovník, čímž dochází k deformaci krutem.

Dále dochází v důsledku tření mezi vzorkem a lisovníkem k intenzivní smykové deformaci. Deformace roste směrem od středu k okrají vzorku. Použitím HPT dochází také významnému vzrůstu tvrdosti.

Celková deformace dosažitelná metodou HPT je u některých kovových materiálů až 1000 %, deformace však není rovnoměrná, nejvyšších hodnot je dosaženo na okrajích, nejnižších v ose disku.[6], [7]



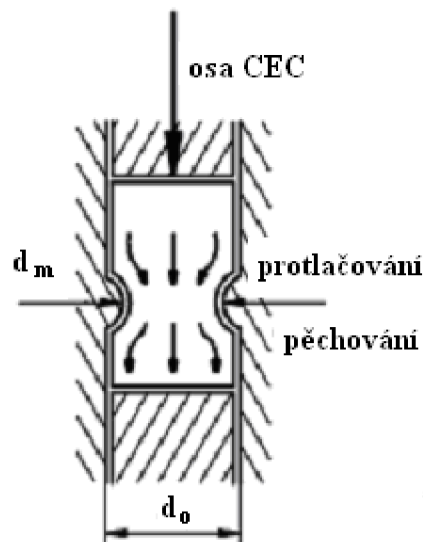
Obr. 2.4: Schematické znázornění dvou konfigurací metody HPT [6], [7]

2.3 Cyklické protlačování a pěchování (CEC)

Vzorek je vložen do formy, skládající se ze dvou částí o stejném průřezu, jež jsou propojeny zúženým kanálem. Působením horního razníku je materiál protlačován, avšak zároveň je působením dolního razníku pěchován na původní průřez. Tento proces je několikrát opakován.

Před samotným protlačováním je materiál nejprve stlačen tak, aby bylo dosaženo podmínek co nejblíže hydrostatickému tlaku. V průběhu procesu dochází v materiálu k trojosé napjatosti, což je výhodné pro zpracovávání obtížně tvařitelných materiálů.

K největšímu zjemnění zrn dochází po prvním průchodu, poté průměrná velikost zrna klesá výrazně pomaleji. U materiálů z výraznou texturou dochází k jejímu postupnému zeslabování. Orientace výsledných zrn je silně ovlivněna celkovou deformací, a to tak, že s rostoucí celkovou deformací klesá počet malouhlových hranic zrn. Výsledná struktura bývá velmi jemná, avšak obvykle ne tolik jako při ECAP nebo HPT.[8]

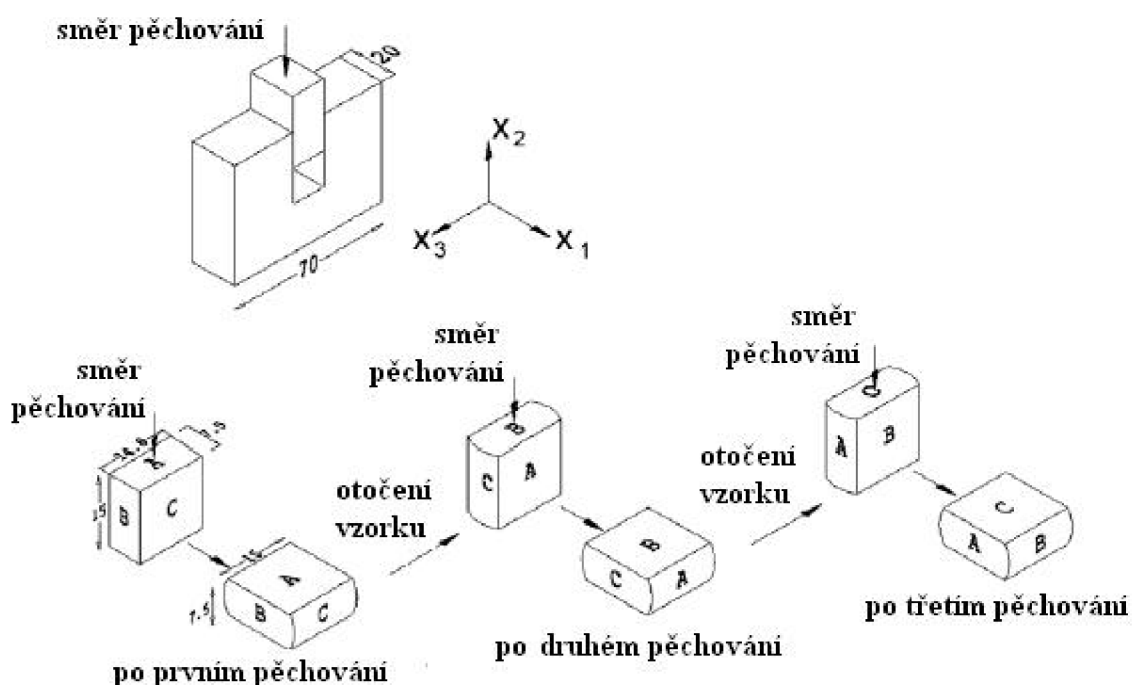


Obr. 2.5: Schematické znázornění metody CEC [9]

2.4 Cyklické pēchování v kanálu (CCDC)

Jedná se principiēlnē o velmi jednoduchý proces, kdy je vzorek pēchován v kanále o čtvercovém průřezu, poté je vzorek otočen o 90° a proces se opakuje. Vzorek se otáčí tak, aby byl na konci celého procesu počet pēchování ve všech osách stejný. Nevýhodou podobných procesů je, že může docházet k vyboulení vzorku v příčných osách, což vede k nutnosti broušení po každém pēchování, to je při CCDC eliminováno tvarem kanálu, který omezuje deformaci v jedné příčné ose, čímž je dosaženo podmínek rovinné deformace. Velikost deformace v podélné ose se volí taková, aby výška vzorku po pēchování odpovídala šířce kanálu (obr. 2.6). Omezením deformace v jedné ose je dosaženo vyšší celkové deformace než je tomu v případě prostého jednoosého tlaku při stejné změně výšky vzorku.

Metodu lze velmi přesně modelovat. U vzorků je pozorován obdobný vývoj mikrostruktury jako při ECAP.[10], [11]



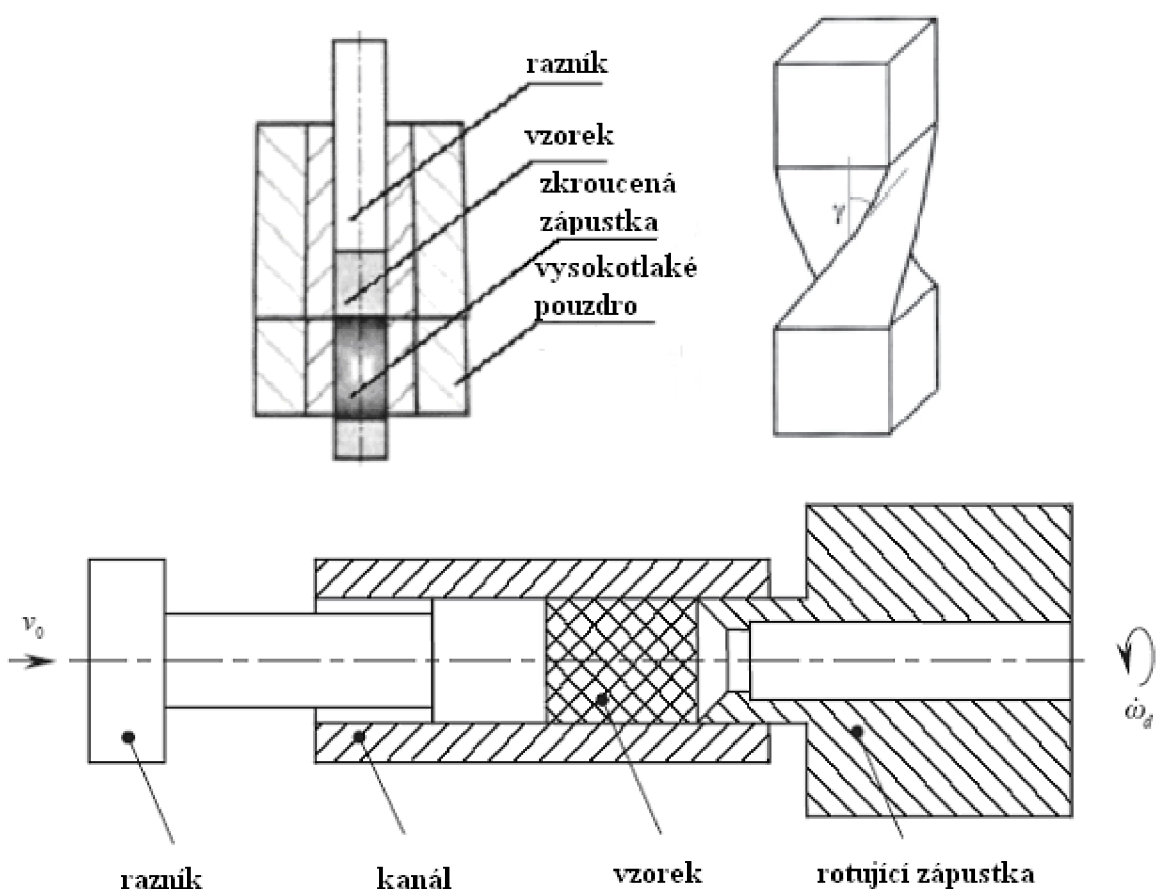
Obr. 2.6: Schematické znázornění metody CCDC [11]

2.5 Protlačování v kombinaci s krutem (TE)

Princip této metody spočívá v protlačení vzorku o čtvercovém průřezu dvěma kanály, které jsou spojené zápustkou ve tvaru šroubovice. Existují i jiné varianty, při níž je vzorek např. protlačován složeným kanálem, přičemž jedna jeho část rotuje (obr. 2.7), popř. rotuje i razník, a to opačným směrem než forma, což vede ke snížení tlaku potřebného k protlačení.

Podobně jako u ECAP je deformace vzorku realizovaná stříhovým namáháním, ale celková deformace je nerovnoměrná podobně jako u HPT, tj. v ose vzorku dochází k menším deformacím než na jeho okrajích (tuto nerovnoměrnost lze snížit otáčením vzorku mezi jednotlivými průchody). Na rozdíl od ECAP dovoluje protlačovat i duté vzorky.

Tato metoda nachází spolu s ECAP největší uplatnění v praxi.[12], [13]



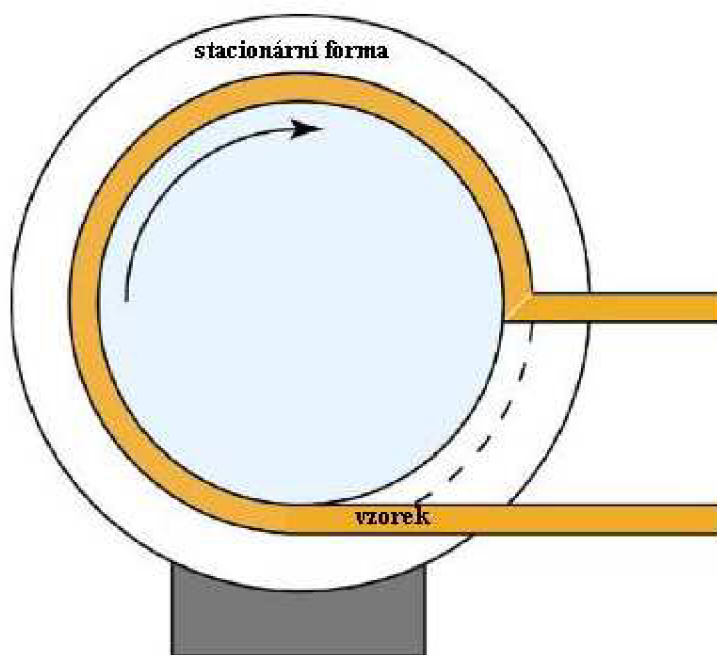
Obr. 2.7: Schematické znázornění dvou variant metody TE [12], [13]

2.6 Kontinuální vytlačování spojené s pěchováním (CONFORM)

Vzorek je působením třecích sil vyvolanými otáčením středového disku nebo válce protlačován stacionární formou (obr. 2.8). Hlavním důvodem vzniku bylo zvýšení efektivity ECAP.

Jedná se v podstatě o kontinuální ECAP proces. Narozdíl od konvenční metody není limitován délkou formy a navíc dochází k menším ztrátám na vzorku v důsledku vzniku trhlin u předního a zadního čela vzorku (typické pro konvenční ECAP).

Metoda dovoluje zpracovávat vzorky čtvercového nebo obdélníkového průřezu značných délek, avšak oproti ECAP je nutno docílit vyšších třecích sil.[14]



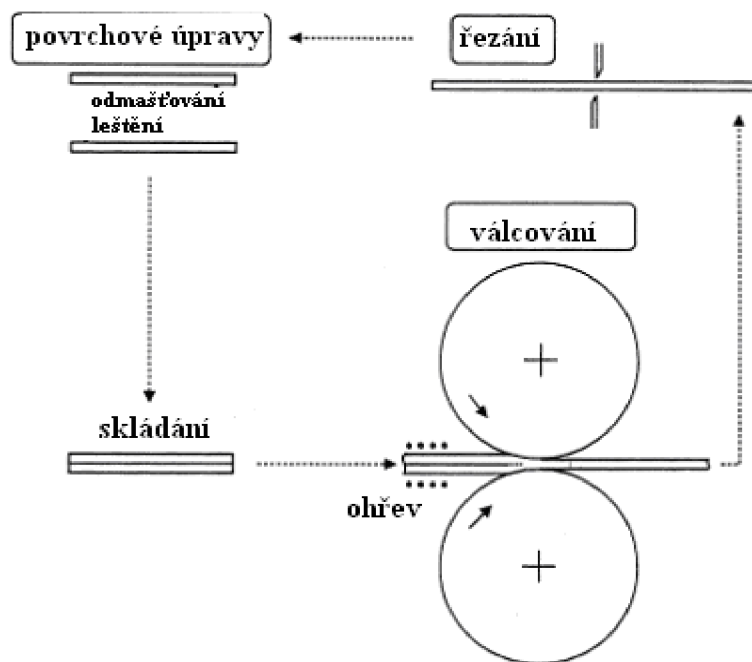
Obr. 2.8: Schematické znázornění metody CONFORM [14]

2.7 Kumulativní válcování (ARB)

Vzorek ve tvaru plechu nebo pásu se rozřízne na dvě stejně velké části, pečlivě očistí, části se položí přes sebe a válcují se na původní tloušťku. Během tohoto procesu by mělo být zajištěno difúzní svaření obou plechů (důležitá je vyšší teplota deformace, která zároveň není vyšší než rekrystalizační teplota, a nižší rychlost). Proces je poté opakován. Z podstaty procesu vyplývá, že můžeme teoreticky dosáhnout libovolné celkové deformace, aplikujeme-li dostatečný počet průchodů.

Takto zpracované materiály vykazují plynulý nárůst pevnosti, avšak značný pokles tažnosti, zejména po prvním průchodu.

Nevýhodou je značná heterogenita struktury a vysoké výrobní náklady v důsledku potřeby opakovat důsledné očišťování stykových ploch, na druhou stranu dovoluje tato metoda zpracování větších vzorků.[2], [15]



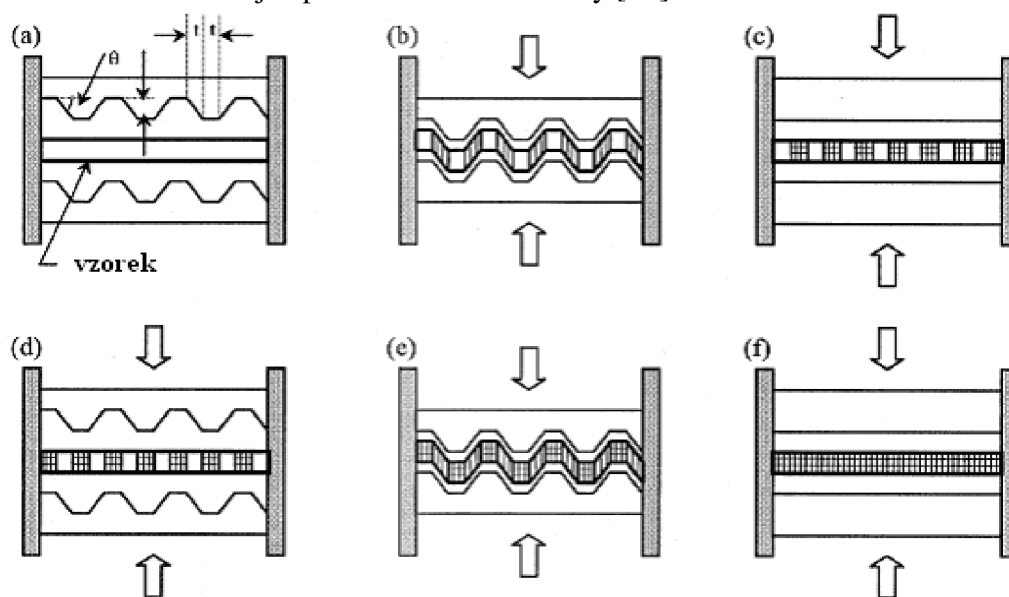
Obr. 2.9: Schematické znázornění metody ARB [15]

2.8 Omezené tvarové lisování (CGP)

Vzorek ve tvaru plechu je lisován v asymetrické formě, čímž je dosaženo vysoké deformace stříhem cyklickým způsobem. V dalším kroku je plech vyrovnán lisováním v rovné formě, obrácen a proces se opakuje.

Pevnost i tvrdost obvykle roste, ale u některých materiálů může po několika cyklech začít pozvolna klesat. Vzorek není deformován rovnoměrně, na povrchu je celková deformace nižší než v jeho ose. Tato metoda není nejvhodnější pro slitinové materiály, které vykazují menší tažnost než jejich čisté složky, protože některé mají tendenci praskat, pokud byly před samotným procesem žháný při vyšších teplotách.[16]

Tato metoda dovoluje zpracovávat větší vzorky.[17]



Obr. 2.10: Schematické znázornění metody CGP [17]

3 Vlastnosti a stabilita ultrajemnozrnných materiálů

Obecně dělíme materiály podle velikosti zrna na materiály s konvenční velikostí zrna (nad 1 μm), UFG (100 – 1000 nm) a nanostrukturní (méně než 100 nm). Mezi UFG materiály ovšem řadíme i některé materiály s hrubším zrnem, u nichž obvyklými metodami nelze jemnějšího zrna dosáhnout (např. Mg a jeho slitiny, kdy za UFG považujeme již materiál s velikostí zrna $\sim 5 \mu\text{m}$).

Některé vlastnosti UFG materiálů se mohou velmi odlišovat od vlastností materiálů s konvenční velikostí zrna. Velikost zrna je běžně o několik řádů menší, navíc je zjemnění obvykle homogenní v celém objemu. S tím souvisí obecně výrazný nárůst pevnostních charakteristik a mírný pokles deformačních charakteristik.

Přes všechny své výhody je však struktura v důsledku vnitřních pnutí a velké hustoty dislokací inherentně nestabilní. Samotnou stabilitu struktury ovlivňuje převážně použitá metoda a velikost celkové deformace, velkou roli hraje také čistota materiálu původního vzorku.

U těchto materiálů je možné určit tzv. kritickou teplotu nebo kritické zatížení, které udávají hodnotu popř. rozptyl hodnot teploty nebo mechanického zatížení, kdy dochází k rekrytalizaci UFG struktury. Existují různé metody zjišťování kritických hodnot, např. zkouška mikrotvrlosti, zkouška tlakem, analýza pomocí EBSD apod. Kritické hodnoty se mohou lišit v závislosti na použité metodě.

Tyto hodnoty bývají u mnoha materiálů relativně nízké, proto se často může ukázat, že daný UFG materiál má vynikající vlastnosti, avšak je nepoužitelný za vyšších provozních teplot, což znemožňuje další zpracování a výrazně omezuje oblast použití

3.1 Struktura a stabilita některých ultrajemnozrnných materiálů

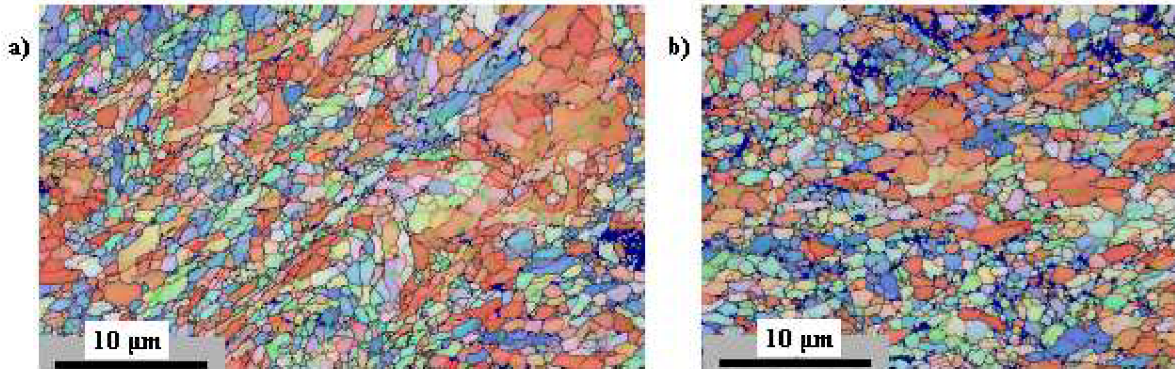
X. Molodova a C. Gottstein [18] zkoumali jednotlivé vzorky hliníkové slitiny 3103, jež prodělaly jedno-, dvoj-, čtyř-, šesti- a osminásobný ECAP s průchodem typu B_C a poté byly izotermicky žháný v solné lázni o teplotě 330 °C. Účelem bylo zjistit, jak rychle dojde k destabilizaci UFG struktury v závislosti na počtu průchodů. Struktura byla hodnocena vizuálně pomocí EBSD a zkouškou mikrotvrlosti v různých časových intervalech.

V původní struktuře měla zrna průměrnou velikost přibližně 130 μm , po šesti průchodech došlo k výraznému zjemnění na 500 nm, avšak struktura nebyla homogenní, po dalších dvou průchodech došlo pouze k mírnému zjemnění zrna, ale zároveň k homogenizaci celé struktury (obr. 3.1). I po osmi průchodech byl ve struktuře zjištěn vysoký podíl malouhlových hranic zrn (okolo 50 %).

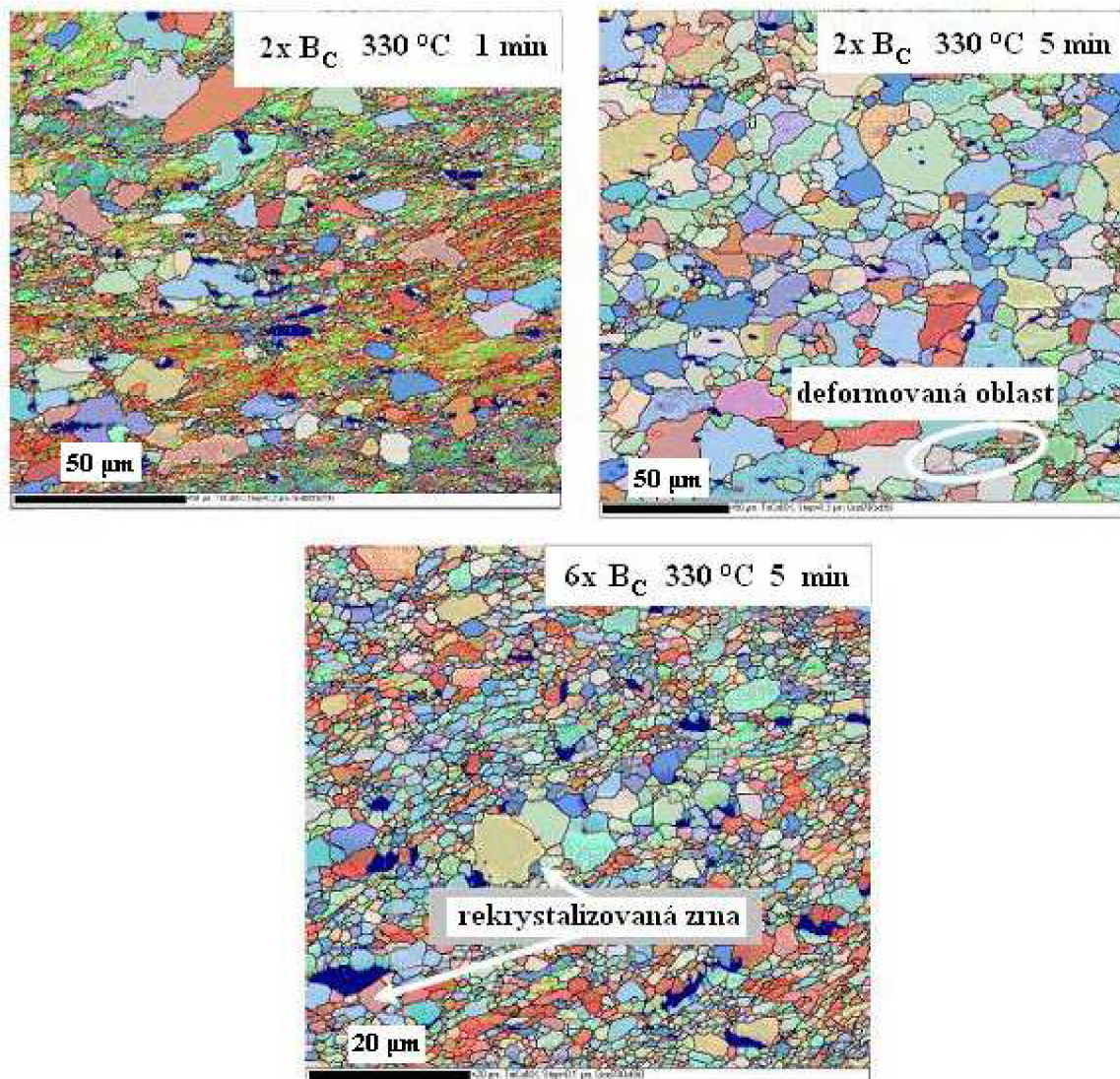
Při následném žhání vykazovaly vzorky obdobné chování bez ohledu na počet průchodů, rozdílem byla pouze rychlost tohoto procesu. Na obr. 3.2 je vidět, že po dvojnásobném ECAP jsou už po minutové prodlevě při 330 °C patrné známky rekrytalizace a po 5 minutách došlo k rekrytalizaci prakticky v celém objemu, zatímco při 6 průchodech je po stejné době vidět pouze počátek nerovnoměrné rekrytalizace.

Z testů mikrotvrlosti (obr. 3.3) je patrné, že při nižším počtu průchodů (1–2) klesá mikrotvrlost zpočátku velmi výrazně, ale při žhacích dobách vyšších než 200 sekund, dojde ke zpomalení až zastavení tohoto poklesu, naproti tomu u vzorků které prodělaly čtyři a více průchodů je pokles mikrotvrlosti zpočátku mírnější, avšak při delší době žhání dochází k výraznému poklesu. I přesto je výsledná mikrotvrlost stále vyšší.

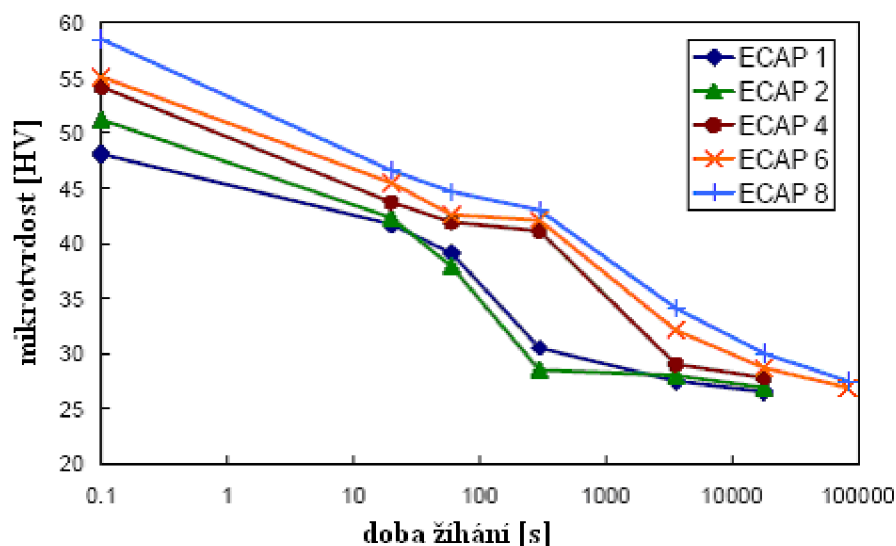
Z pozorování vývoje struktury jednoznačně vyplývá, že počet průchodů má výrazný vliv na stabilitu struktury, a to patrně z důvodu vzniku stabilních jemných precipitátů v průběhu ECAP, jež brzdí rychlost rekystalizace. Při vysokých teplotách nebo při dlouhé době výdrže však dochází u UFG struktury hliníku k degradaci a hrubnutí i po osminásobném ECAP.



Obr. 3.1: Struktura hliníkové slitiny 3103 po šesti průchodech (a), po osmi průchodech (b) – EBSD [18]



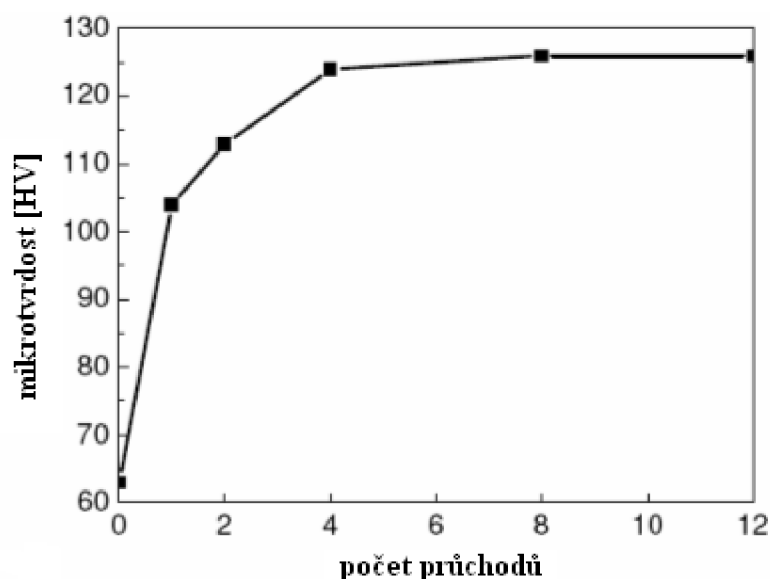
Obr. 3.2: Struktura hliníkové slitiny 3103 v průběhu žíhání – EBSD [18]



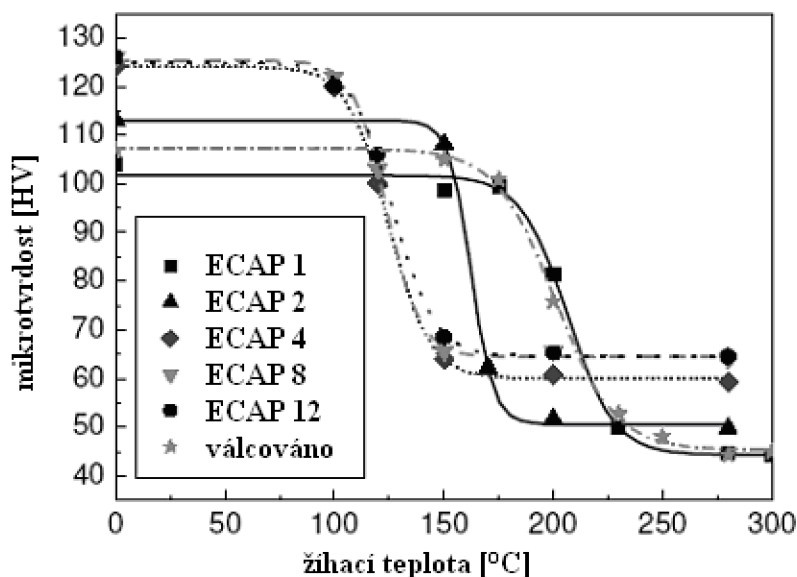
Obr. 3.3: Závislost mikrotvrlosti hliníkové slitiny 3103 na době žihání [18]

X. Molodova a kol. [19] se zabývali teplotní stabilitou čisté mědi (99,95 %), jež prodělala jedno- až dvanáctinásobný ECAP s průchodem typu B_C a poté byly jednotlivé vzorky žihány za různých teplot v rozmezí 100–300 °C v solné lázni po dobu deseti minut. Na vzorcích byla poté provedena zkouška mikrotvrlosti a výsledné hodnoty byly vzájemně porovnány s hodnotami mikrotvrlosti vzorku jenž byl pouze válcován za studena na 13,1 % původní tloušťky.

Vzorky byly před samotným ECAP žihány za teploty 450 °C po dobu dvou hodin, čímž bylo docíleno plně rekrystalizované struktury o průměrné velikosti zrna 20 μm . ECAP probíhalo za pokojové teploty a celková ekvivalentní deformace po dvanácti průchodech byla rovna 13,8. Mikrotvrdot po ECAP nejprve prudce vzrostla, ale po čtvrtém průchodu došlo k saturaci (obr. 3.4). Maximální naměřená mikrotvrdot byla 125 HV (po dvanácti průchodech). Pomocí EBSD bylo zjištěno, že po dvanácti průchodech bylo dosaženo struktury s průměrnou velikostí zrna 440 nm s podílem malouhlových hranic zrn okolo 50 %.



Obr. 3.4: Závislost mikrotvrlosti čisté mědi na počtu průchodů ECAP [19]



Obr. 3.5: Závislost mikrotvrdosti čisté mědi na žíhací teplotě [19]

Ze získaných výsledků měření (obr. 3.5) plyne, že po rekrystalizaci vykazují vzorky s vícenásobným ECAP vyšší mikrotvrdost, avšak k degradaci jejich struktury dochází dříve než u válcovaného vzorku, u něhož nastává při 175 °C. Po dvou průchodech pozorujeme pokles mikrotvrdosti při 150 °C, při více průchodech dokonce už při 100 °C. Pokles mikrotvrdosti je natolik výrazný, že v tomto rozsahu teplot dosahují po vyžhání vzorky z vyšším počtem průchodů horších hodnot. Při zvýšení žíhací teploty nad 250 °C výsledná mikrotvrdost opět roste s počtem průchodů.

Dále je z experimentu patrné, že po čtyřech průchodech již nedochází u mědi k výrazné změně chování.

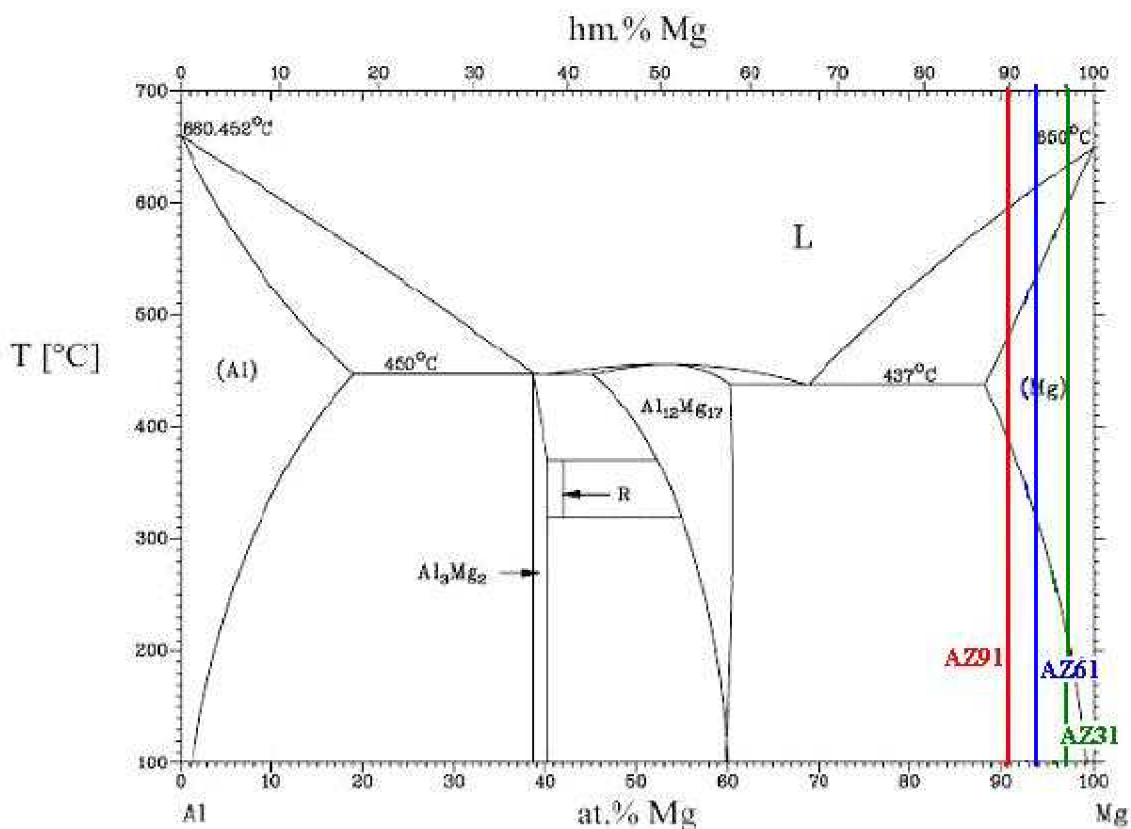
3.2 Struktura a stabilita hořčíkových slitin

Strukturu a stabilitu může ovlivnit hned několik různých činitelů. Tato kapitola se bude zabývat možným vlivem přísadových prvků, vlivem teploty (jak při výrobě, tak při mechanických zkouškách) a vlivem počtu průchodů ECAP. Vliv je posuzován z hlediska změny mikrostruktury (zjemnění zrna, změna poměru malouhlových a velkouhlových hranic, atd.) nebo mechanických vlastností.

3.2.1 Slitiny typu AZ

Jedná se o hořčíkové slitiny s přidávkem hliníku 3–9 % a zinku do 1,5 % (s rostoucím obsahem zinku roste měrná hmotnost a slitina má vyšší náchylnost k růstu zrna).

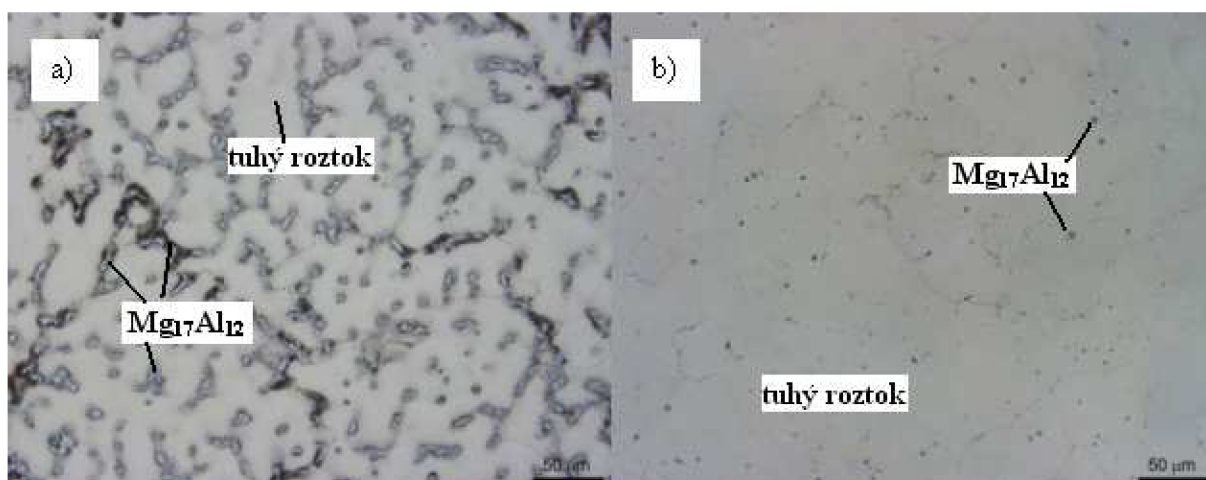
Různé obsahy hliníku mají významný vliv na výslednou mikrostrukturu, zpravidla se používá ~3 %, 6 % nebo 9 % odpovídající slitinám AZ31, AZ61 a AZ91 (obr. 3.6). Z diagramu Al-Mg vyplývá, že v těchto oblastech bude slitina tvořena směsí substitučního roztoku hliníku v hořčíku (fáze δ) a intermediární fáze $Mg_{17}Al_{12}$ (fáze γ).



Obr. 3.6: Rovnovážný diagram Al – Mg [20]

Mechanické vlastnosti těchto slitin jsou ovšem určeny hlavně mikrostrukturou, kterou kromě chemického složení výrazně ovlivňuje tepelné zpracování. Nejdůležitějšími faktory jsou velikost a morfologie zrna a morfologie precipitátů.

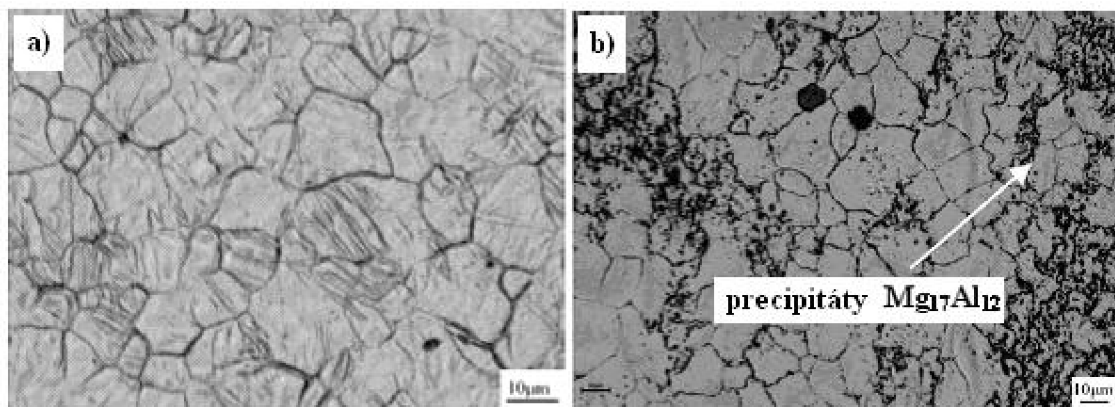
Např. na slitině AZ91 (obr. 3.7) můžeme vidět, že po odlití jsou tvrdé precipitáty $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ nepříznivě rozmístěny po hranicích zrn, což (vzhledem k jejich velké tvrdosti) způsobuje pokles pevnostních i deformačních charakteristik. Zlepšením vlastností se dosahuje homogenizačním žháním, kdy se vyloučené precipitáty rozpouští v matici.[21]



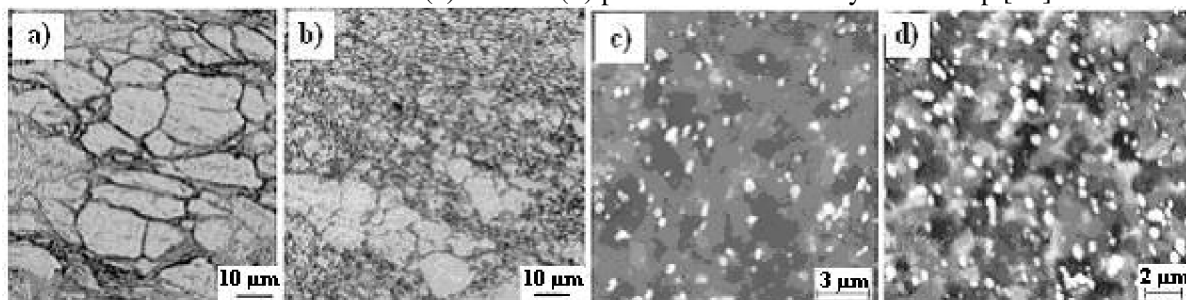
Obr. 3.7: Struktura slitiny AZ91 po odlití (a) a po homogenizačním žháním (b) – světelný mikroskop [21]

3.2.2 Vliv přísadových prvků

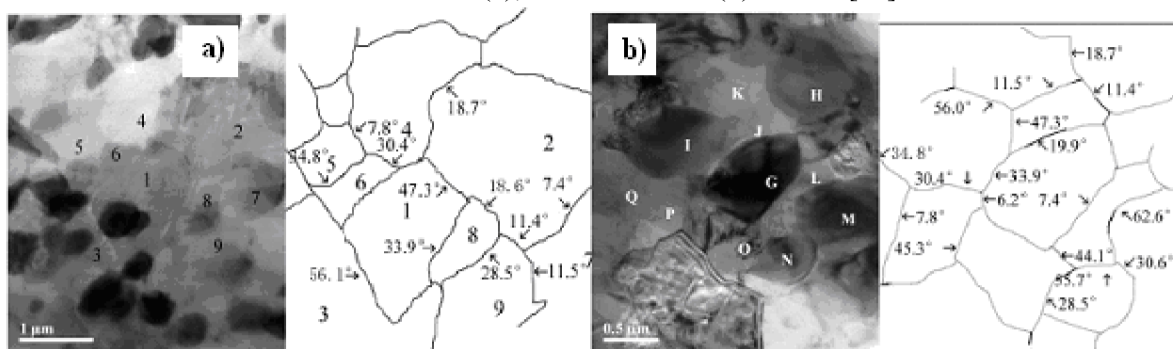
U slitin AZ61 a AZ91 J Li. a kol. [22] pozorovali vliv obsahu hliníku na množství precipitátů $Mg_{17}Al_{12}$ a jejich vliv na vývoj mikrostruktury při ECAP. Vzorek prodělal osminásobný ECAP při 225 °C a rychlosti 16,8 mm za minutu s průchodem typu B_C. Vzorky byly pozorovány ve světelném mikroskopu, TEM i SEM.



Obr. 3.8: Slitina AZ61 (a) a AZ91 (b) před ECAP – světelný mikroskop [22]

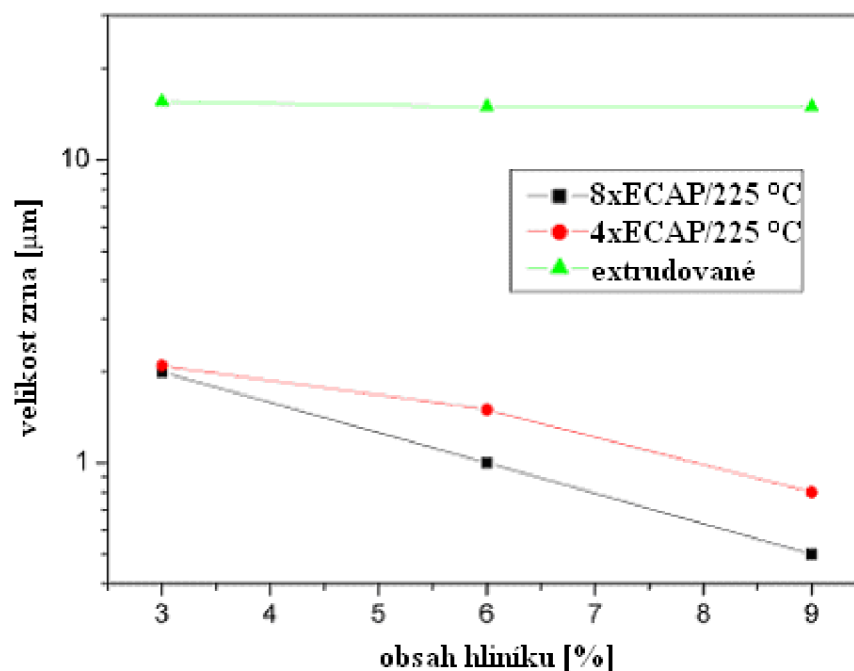


Obr. 3.9: AZ61 1xECAP (a), AZ91 1xECAP (b) – světelný mikroskop, AZ61 8xECAP (c), AZ91 8xECAP (d) – SEM [22]



Obr. 3.10: Morfologie a orientace zrn AZ61 (a) a AZ91 (b) po osminásobném ECAP – TEM [22]

Z obr. 3.8 je patrné, že v původním stavu mají obě slitiny přibližně stejnou velikost zrn okolo 15 μm, avšak v AZ91 je mnohem více precipitátů $Mg_{17}Al_{12}$, což má za následek větší zjemnění struktury při po ECAP, viditelné již po prvním průchodu (obr. 3.9 a, b). Po osmi průchodech (obr. 3.9 c, d) je struktura obou slitin rovnoměrně zjemněná, přičemž ve slitině AZ91 je patrné jemnější zrna a vyšší obsah precipitátů (na snímku jako bílé částice). Snímky z TEM (obr. 3.10) ukazují, že ve výsledné struktuře se vyskytují jak malouhlové, tak velkouhlové hranice.

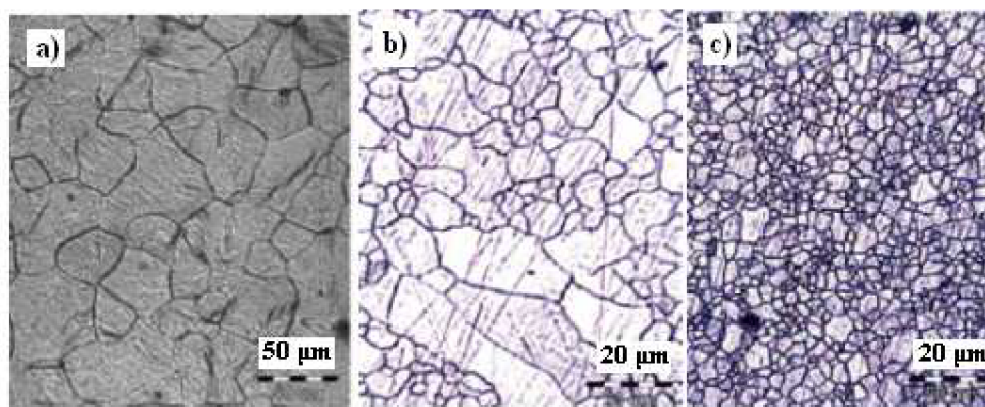


Obr. 3.11: Vliv obsahu hliníku na velikost zrna ve slitinách AZ [22]

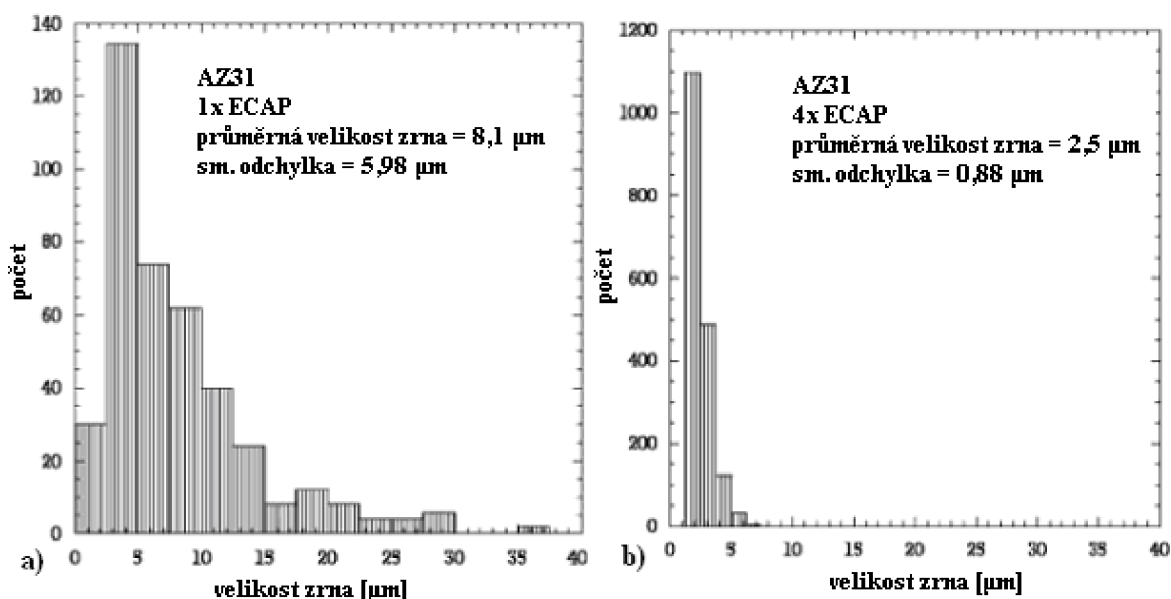
Z výsledků vyplývá, že na výslednou strukturu a tím pádem i na vlastnosti má u slitin AZ výrazný vliv množství precipitátů $Mg_{17}Al_{12}$, které souvisí s obsahem hliníku. U slitiny AZ91 je možno získat zrna až poloviční velikosti oproti AZ61 (obr. 3.11).

3.2.3 Vliv počtu průchodů

H. K. Kim a W. J. Kim [23] zkoumali slitinu AZ31, která prodělala čtyřnásobný ECAP při zvýšené teplotě s průchodem typu B_C . Byla provedena tahová zkouška na vzorcích s různým počtem průchodů, výsledky byly porovnány s hliníkovou slitinou 2024. Slitina byla poté žhána po dobu 30 minut na intervalu teplot 200–500 °C. Byl zkoumán vliv žhací teploty na velikost zrna, mikrotvrdost a aktivační energii růstu zrna.



Obr. 3.12: AZ31 nedeformovaný stav (a), 1x ECAP (b), 4x ECAP (c) – světelný mikroskop [23]



Obr. 3.13: Distribuce velikosti zrna AZ31 1x ECAP (a) a 4x ECAP (b) [23]

Před samotným ECAP byly vzorky po dobu 2 h žháný při teplotě 420 °C a následně ochlazený vodou o pokojové teplotě, čímž bylo docíleno zrna o střední velikosti 48,3 μm. První dva průchody ECAP byly aplikovány při teplotě 320 °C, třetí a čtvrtý při teplotě 250 °C, resp. 200 °C, čímž je docíleno zrna o střední velikosti 2,5 μm.

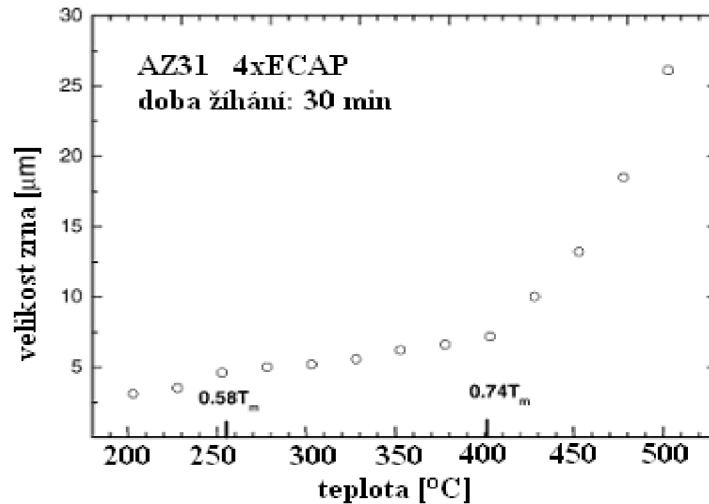
Z obr. 3.12 a obr. 3.13 vyplývá, že po prvním průchodu je struktura bimodální (tj. ve struktuře se vyskytují jak jemná, tak hrubá zrna) a až s rostoucím množstvím průchodu se stává homogenní, avšak ne tolik, jak by se očekávalo, což je pravděpodobně způsobeno vyšší teplotou při ECAP, než je obvyklé. Takto vysoká teplota (320 °C) byla použita z důvodu potřeby získat strukturu bez defektů, což bylo u hořčíkových slitin za nižších teplot obtížné.

Pomocí TEM bylo zjištěno, že se ve struktuře nachází jak zrna s velmi vysokou, tak i s nízkou hustotou dislokací uvnitř zrna. Dále bylo zjištěno, že ve struktuře nejsou přítomny nerovnovážné hranice zrn, která jsou obvyklá např. u UFG slitin na bázi mědi nebo hliníku. Tato skutečnost byla nejspíš také způsobena vyšší teplotou při ECAP, která zapříčinila jejich transformaci na rovnovážné.

Na obr. 3.14 je zobrazen vliv žhací teploty na velikost zrna. Je jasně patrné, že struktura se stává vysoce nestabilní po překročení teploty 400 °C, avšak k méně výrazné degradaci struktury dochází viditelně již za nižších teplot. Mikrostruktura materiálu klesá s rostoucí velikostí zrna prakticky přesně podle upraveného Hall-Petchova vztahu:

$$H_v = H_0 + K_H d^{-1/2}, \quad (1)$$

kde H_0 a K_H jsou materiálové konstanty.



Obr. 3.14: Velikost zrna v závislosti na žihací teplotě při žihání po dobu 30 min [23]

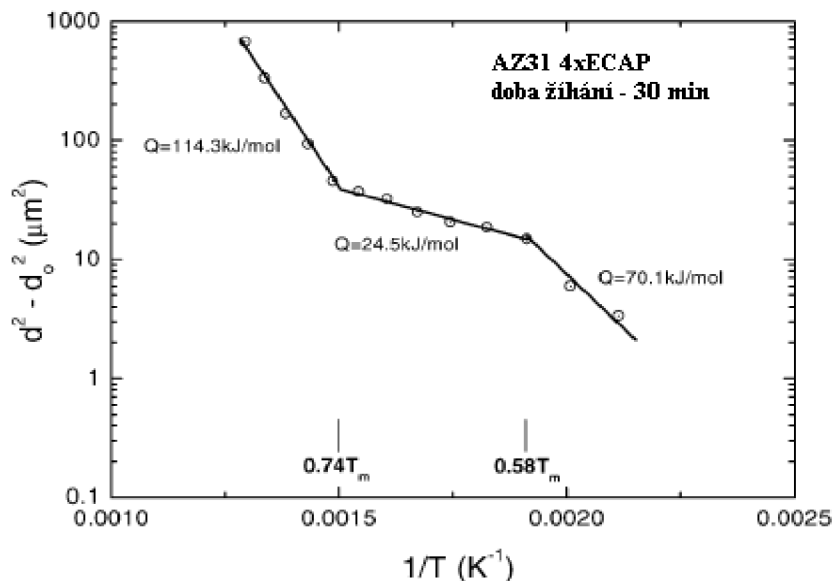
Za účelem zjištění mechanismu růstu zrna při žihání byla měřena aktivační energie růstu zrna. Vychází-li se z předpokladu, že růst zrna má parabolický průběh, tudíž velikost zrna je na čase závislá podle:

$$d^2 - d_0^2 = kt^2, \quad (2)$$

kde d_0 je původní velikost zrna, d je velikost zrna po daném čase t a k je konstanta, kterou lze vyjádřit z Arrheniovy rovnice ve tvaru:

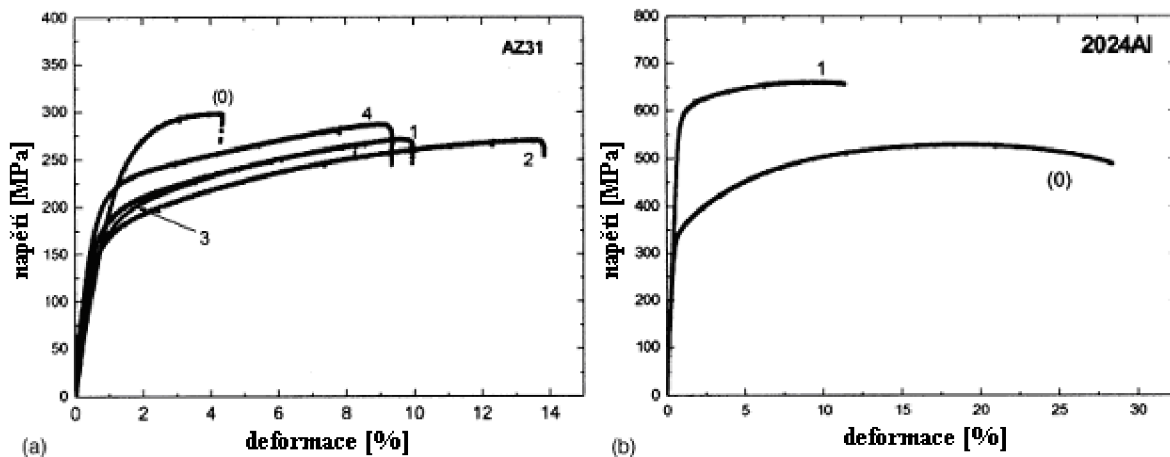
$$k = k_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right), \quad (3)$$

kde k_0 je konstanta, R univerzální plynová konstanta, T příslušná žihací teplota a Q aktivační energie růstu zrna, pak může být aktivační energie vyjádřena jako směrnice průběhu dané části křivky závislosti $d^2 - d_0^2$ na převrácené hodnotě žihací teploty v semilogaritmických souřadnicích (obr. 3.15).



Obr. 3.15: Závislost rozdílu velikosti zrna na převrácené hodnotě teploty [23]

Bylo zjištěno, že aktivační energie nabývá překvapivě nízkých hodnot v teplotním rozsahu 250–400 °C, tento jev je pozorován i u UFG materiálů na bázi hliníku, avšak u nich je vysvětlen chováním nerovnovážných hranic zrn, které se ve slitině AZ31 nevyskytují. Možným vysvětlením je v tomto případě pokles hustoty dislokací při rostoucí teplotě v důsledku zrychleného procesu zotavení.



Obr. 3.16: Průběh zkoušky tahem při různém počtu průchodů: AZ31 (a), 2024Al (b) [23]

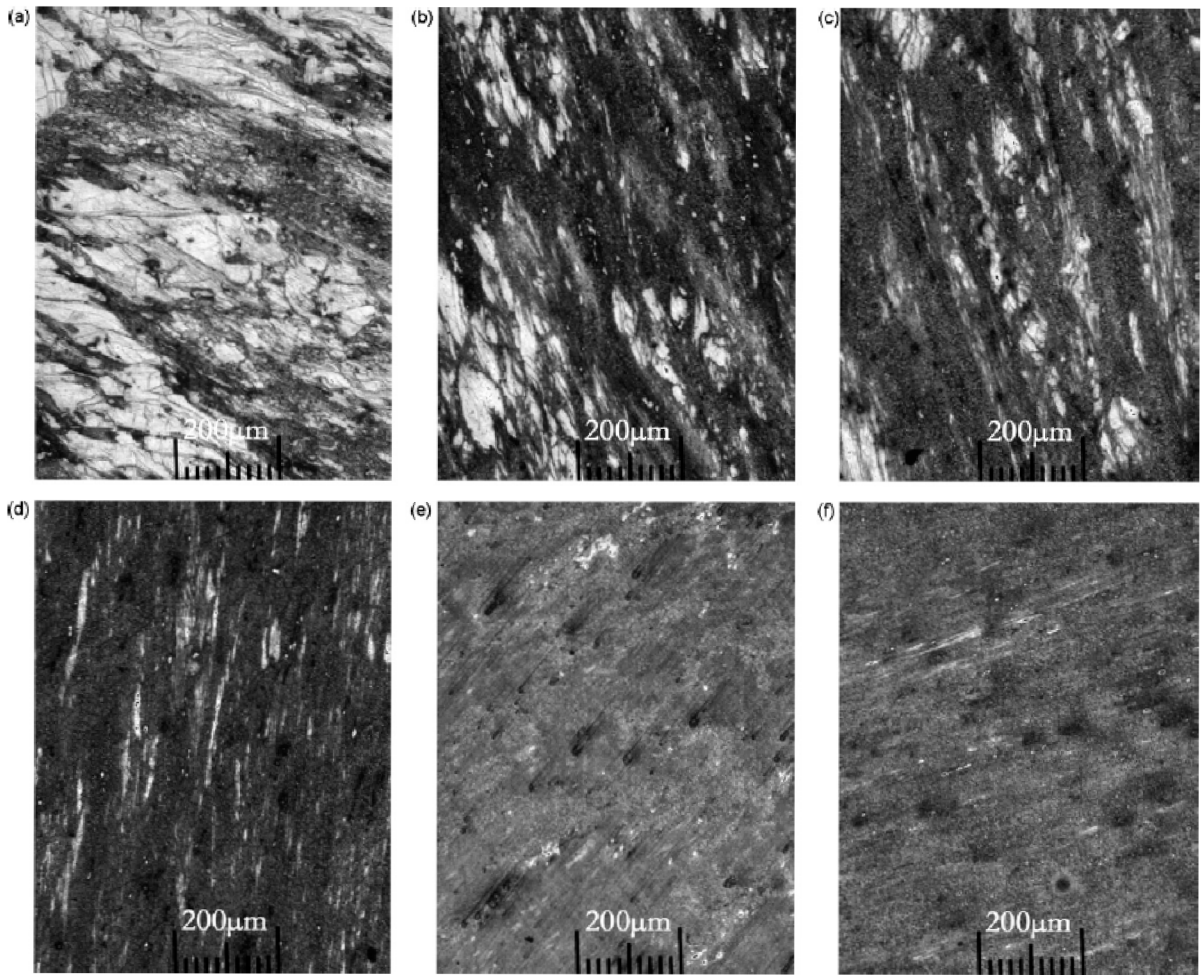
Při porovnání tahové zkoušky AZ31 a hliníkové slitiny 2024 (obr. 3.16) je patrné výrazně odlišné chování po podstoupení ECAP, hliníková slitina ukazuje výrazný nárůst meze kluzu a pokles tažnosti, zatímco u AZ31 dochází nejprve k výraznému nárůstu tažnosti a poklesu meze kluzu, přičemž s dalšími průchody se tento rozdíl oproti původnímu stavu snižuje. Rozdíl je vysvětlován různým chováním v průběhu deformačního zpevnění u hliníkových a hořčíkových slitin.

B. Chen a kol. [24] zkoumali vývoj pevnostních a deformačních charakteristik a morfologie vměstků fáze $Mg_{17}Al_{12}$ u válcované slitiny AZ91, jež prodělala dvoustupňový ECAP (čtyři průchody při 225 °C a dva průchody při 180 °C, všechny typu B_C , rychlost protlačování 25,2 mm za minutu).

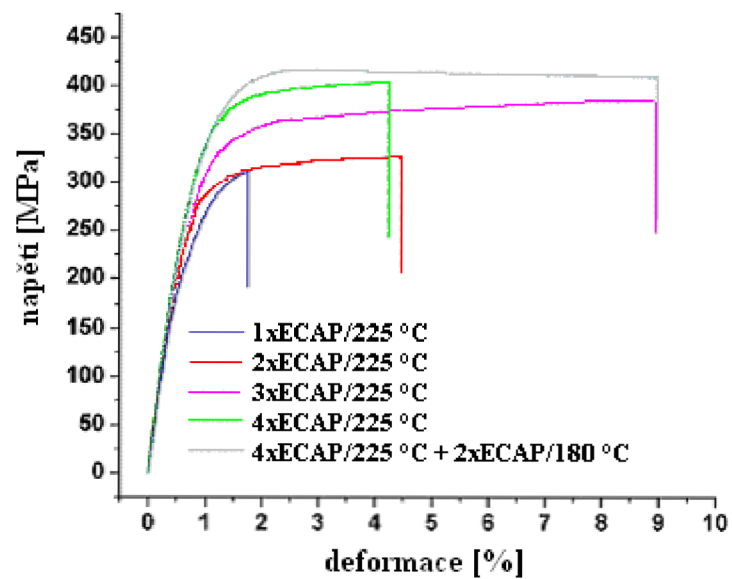
Na obr. 3.17, získaných pomocí světelného mikroskopu, je vidět postupný vývoj mikrostruktury v průběhu ECAP. Po prvním průchodu je viditelná pouze počínající částečná rekrytalizace, do čtvrtého průchodu roste podíl rekrytalizovaných zrna a při posledních dvou průchodech dochází k homogenizaci. Vměstky $Mg_{17}Al_{12}$ precipitují rovnoměrně na hranicích zrn.

Z průběhu tahových zkoušek prováděných při pokojové teplotě (obr. 3.18) plyne, že s rostoucím počtem průchodů nejprve roste jak mez kluzu a pevnost, tak tažnost, po čtyřech průchodech ovšem dochází k překvapivě silnému poklesu tažnosti. Nárůst pevnostních a deformačních charakteristik podle všeho souvisí s vyšším podílem precipitátů $Mg_{17}Al_{12}$. Po dodatečných dvou průchodech při nižší teplotě tažnost opět vzrostla.

S rostoucím podílem fáze $Mg_{17}Al_{12}$ dochází vždy k nárůstu pevnostních charakteristik, avšak její morfologie silně ovlivňuje deformační charakteristiky. Pokud se ve vzorku vyskytnou rozsáhlejší oblasti této fáze, dochází v těchto místech k iniciaci mikrotrhlin z důvodu styku dvou rozdílných mřížek (což způsobilo pokles tažnosti po čtvrtém průchodu). Tento efekt lze výrazně zmírnit dodatečnými průchody za nižších teplot.



Obr. 3.17: Vývoj mikrostruktury slitiny AZ91 v průběhu ECAP: 1x ECAP (a), 2x ECAP (b), 3x ECAP (c), 4x ECAP (d), 5x ECAP (e), 6x ECAP (f) – světelný mikroskop [24]

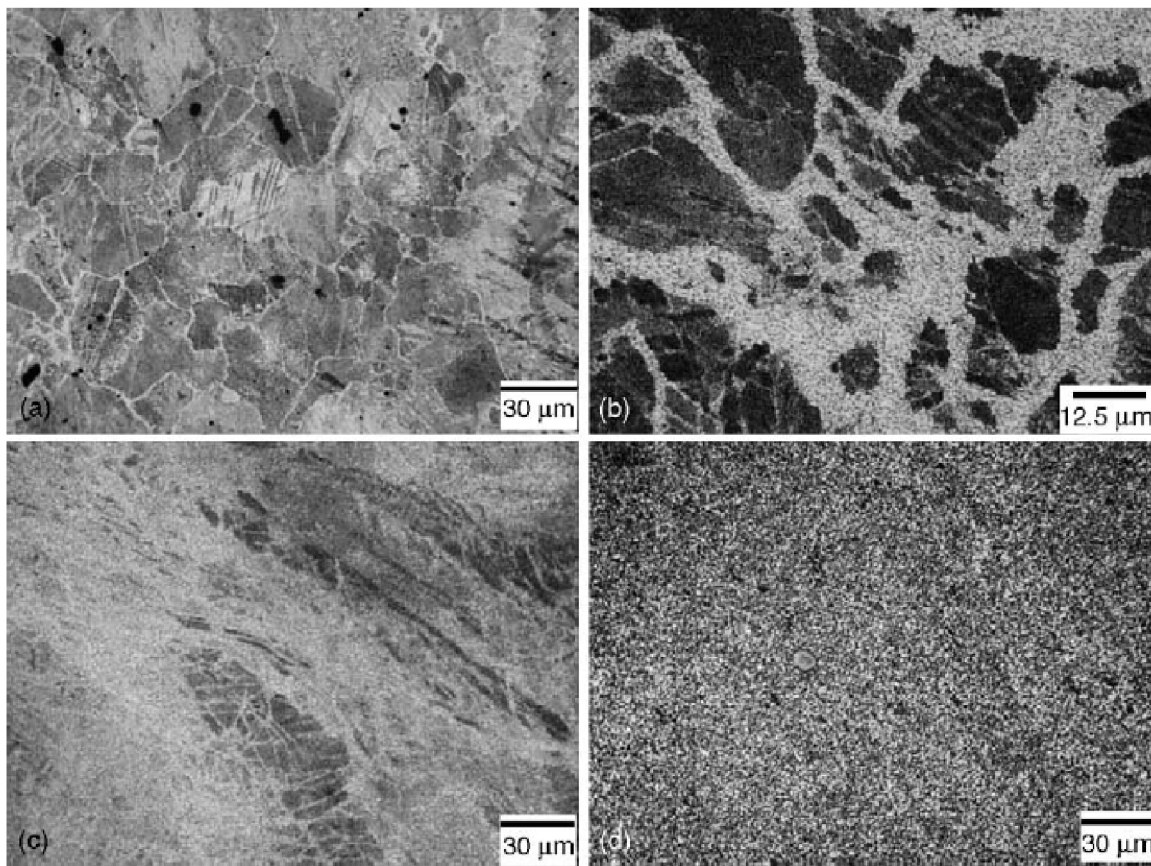


Obr. 3.18: Průběh tahových zkoušek při různém počtu průchodů [24]

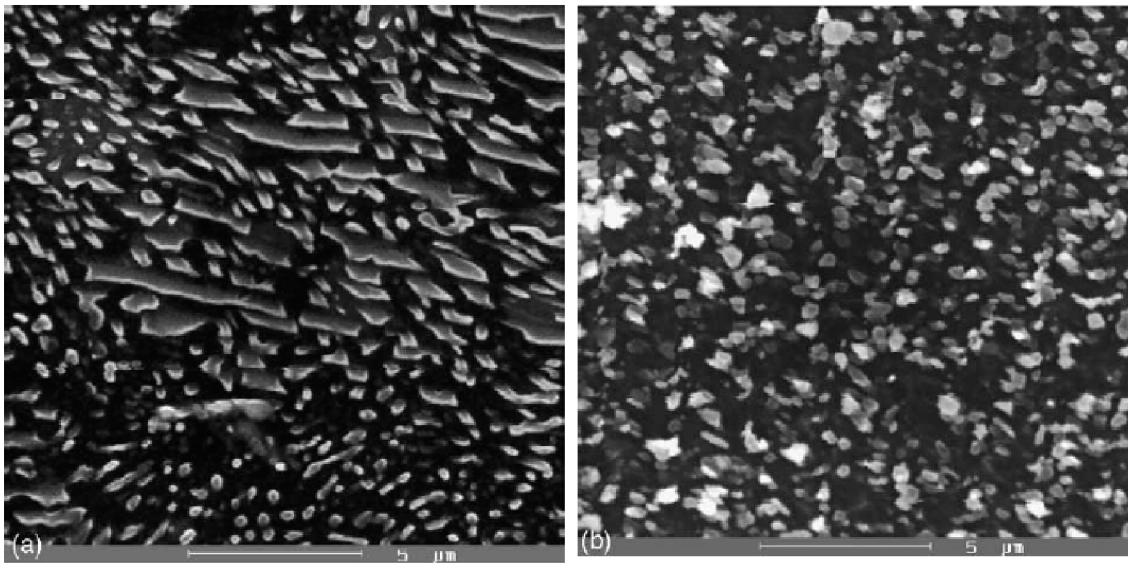
K. Máthis a kol. [25] zkoumali vliv počtu průchodů na výslednou mikrostrukturu a mechanické vlastnosti při zkoušce tahem provedené v rozsahu od pokojové teploty do 300 °C na slitině AZ91, jež prodělala dvou- až osminásobný ECAP při 270 °C, rychlostí 5 mm za minutu s průchodem typu C. Vzorky byly před ECAP žíhány při teplotě 413 °C po dobu 18 h. Celková hodnota ekvivalentní deformace byla po osmém průchodu rovna 9,2.

Z obr. 3.19, získaných pomocí světelného mikroskopu, je patrné, že ke zjemnění struktury dochází nejdříve v oblasti původních hranic zrn. Z původní velikosti zrna ~40 μm bylo po osmi průchodech docíleno homogenní struktury s průměrnou velikostí zrna 1,2 μm (podle TEM). Z pozorování pomocí RTG difrakce vyplývá, že skutečná velikost zrna je ještě nižší. Tento jev je pravděpodobně způsoben tím, že zrna se skládají z menších subzrn o velikosti do 0,1 μm oddělených malouhlovou hranicí s velmi nízkou desorientací menší než 1°. Hustota dislokací vzrostla přibližně pětikrát.

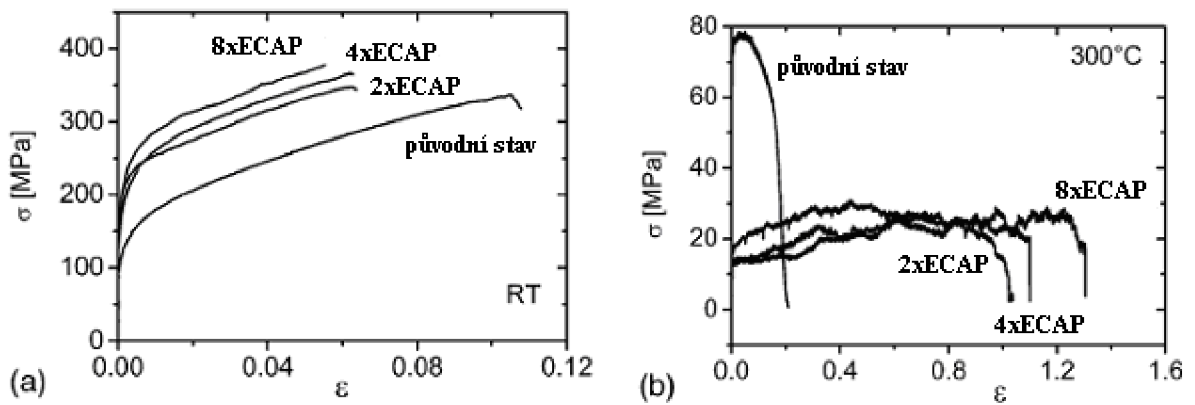
RTG difrakcí bylo dále zjištěno, že už po dvou průchodech se začínají ve struktuře objevovat precipitáty fáze Mg₁₇Al₁₂ (dle [25] by precipitace stejného množství této fáze pouze za zvýšené teploty trvala přibližně 8 h, zatímco dva průchody ECAP trvaly pouze cca 50 min, v tomto případě je precipitace urychlena právě intenzivní plastickou deformací). Pomocí SEM bylo zjištěno, že tvar precipitátů se s počtem průchodů mění z podlouhlých (obr. 3.20 a) až na homogenní malé částice (obr. 3.20 b).



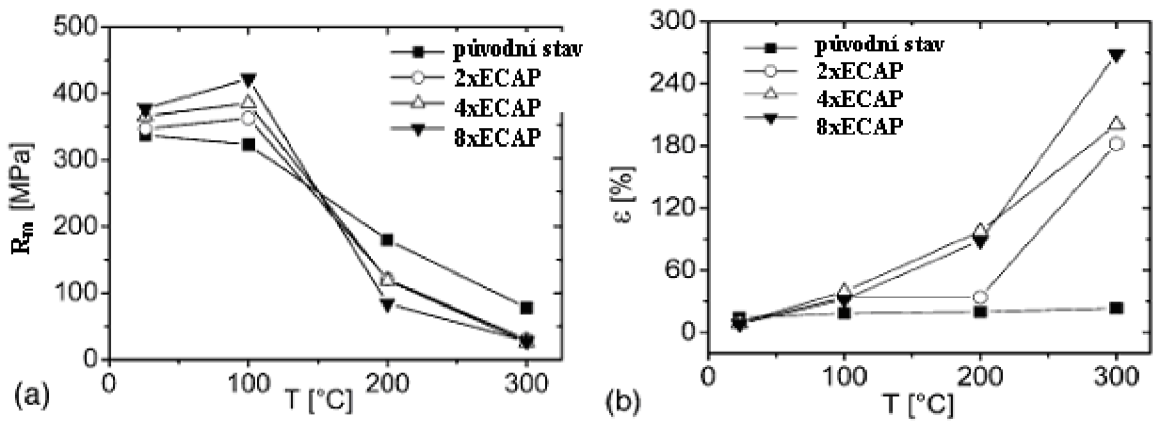
Obr. 3.19: Mikrostruktura slitiny AZ91 v původním stavu (a), 2x ECAP (b), 4x ECAP (c), 8x ECAP (d) – světelný mikroskop [25]



Obr. 3.20: Morfologie precipitátů $Mg_{17}Al_{12}$ 4xECAP (a) a 8xECAP (b) – SEM [25]



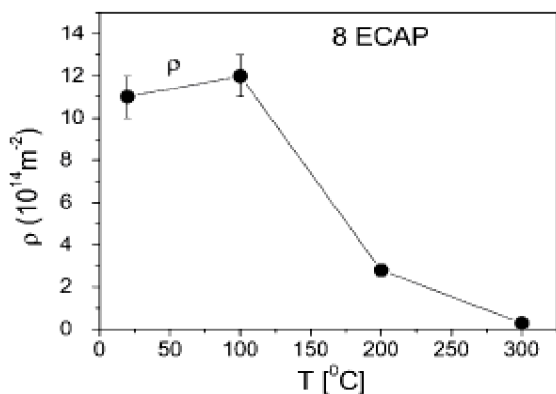
Obr. 3.21: Skutečné napětí a skutečná deformace slitiny AZ91 v závislosti na počtu průchodů ECAP při 20 °C (a) a 300 °C (b) [25]



Obr. 3.22: Mez pevnosti (a) a tažnost (b) slitiny AZ91 v závislosti na teplotě [25]

Na obr. 3.21 jsou uvedeny záznamy tahových zkoušek za pokojové a zvýšené teploty, z nich je patrné, že za pokojových teplot s rostoucím počtem průchodů roste mez kluzu i mez pevnosti a klesá tažnost, zatímco při teplotě 300 °C mez pevnosti výrazně klesá oproti původnímu stavu, avšak počet průchodů ji příliš neovlivňuje, oproti tomu tažnost výrazně roste. Nízká pevnost a vysoká tažnost při 300 °C je podle všeho způsobena mikroskopickými precipitáty $Mg_{17}Al_{12}$, které umožňují pohyb dislokací, který vede k dynamickému zotavení a relativně malými zrny, které umožňují dislokaci pomocí skluzu na hranicích zrn.

Na obr. 3.22 je uvedena závislost meze pevnosti a tažnosti na teplotě, je zřejmé, že za nízkých teplot vykazuje slitina AZ91 lepší pevnostní charakteristiky po vyšším počtu průchodů, a to až do teploty 100 °C. Při dalším zvyšování teploty dochází k prudkému poklesu pevnosti (efekt je výraznější pro vzorky s vyšším počtem průchodů). Z experimentů při teplotě 200 °C dále vyplývá, že vzorky s nižším počtem průchodů vykazují vyšší pevnostní charakteristiky než vzorky s vyšším počtem průchodů. S rostoucí teplotou pevnost v tahu dále klesá, po dosažení teploty 300 °C materiály po ECAP dosahují stejné hodnoty pevnosti bez ohledu na počet průchodů. Tažnost s rostoucí teplotou narůstá, vyšších hodnot dosahují vzorky s vyšším počtem průchodů. Při 300 °C je dokonce u vzorku jež prodělal osm průchodů dosaženo superplasticity.



Obr. 3.23: Závislost hustoty dislokací na teplotě [25]

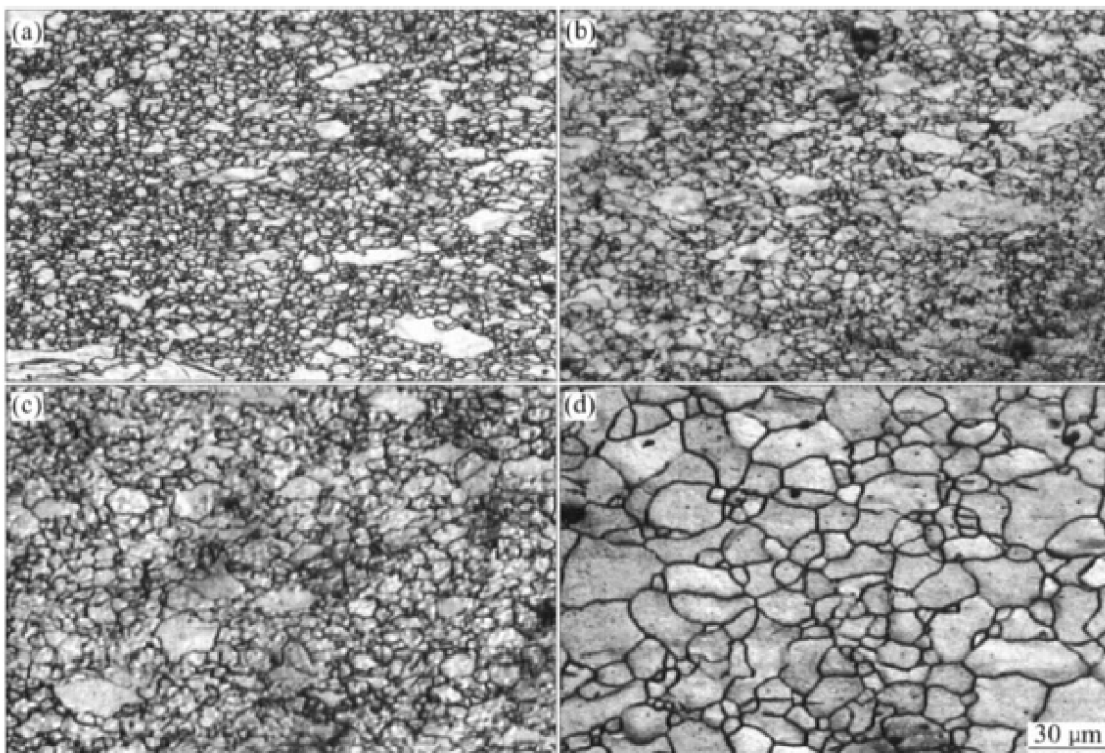
Na obr. 3.23 je zobrazena závislost hustoty dislokací na teplotě, porovnáním s obr. 3.22 je patrná silná souvislost hustoty dislokací a meze pevnosti. Zároveň lze vyvodit, že při teplotách nad 100 °C dochází k silnému poklesu dislokační hustoty v důsledku dynamického zotavení.

3.2.4 Vliv teploty

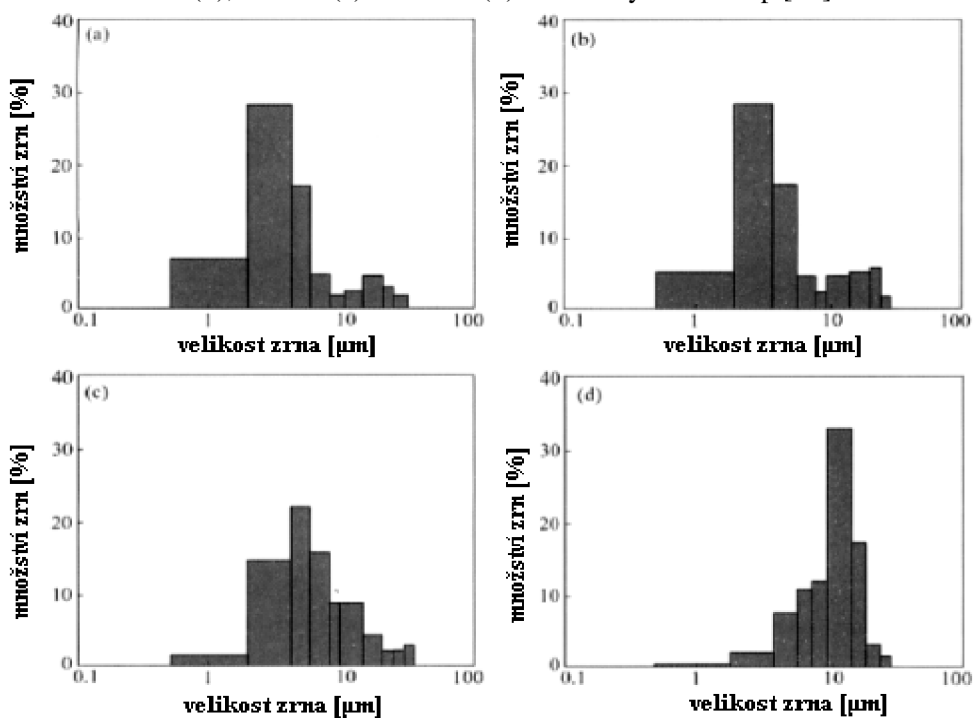
X.-Y. Yang a kol. [26] pomocí světelné mikroskopie, SEM a EBSD zkoumali vliv žíhací teploty na růst zrna ve slitině AZ31, která prodělala výraznou deformaci za tepla při 300 °C. Vzorky byly nejprve žíhány při teplotě 460 °C po dobu 2 h a následně ochlazeny v peci. Poté byly deformovány za teploty 300 °C, velikost celkové deformace byla 1,2. Následně byly žíhány v rozsahu od pokojových teplot do 400 °C po dobu 1000 s.

Na obr. 3.24 je vidět, že za daných podmínek deformace je i původní struktura bimodální. Při žíhání za teplot okolo 200 °C dochází k rovnoměrnému růstu zrn a původní hrubá zrna jsou stále dobře rozeznatelná, při zvýšení teplot nad 220 °C, zrna hrubnou rychleji a po stejné době už je problematické určit rozdíl mezi původními hrubými zrny a těmi, které zhrubly až při žíhání, pokud teplota ještě vzroste, vznikne po dané době struktura hrubých, prakticky rovnoosých zrn.

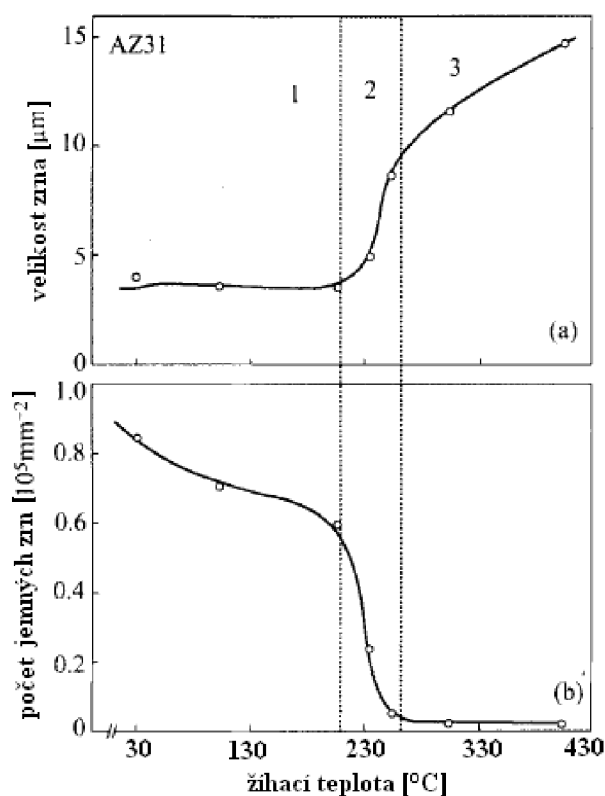
Z obr. 3.25 popisujícího rozložení velikosti zrn za daných podmínek žíhání je patrné, že při nižších teplotách dochází k pomalému hrubnutí zrna, přičemž si struktura zachovává trend původního rozdělení (bimodální struktura, maxima v oblasti 2 a 20 μm). S rostoucí teplotou dochází k porušení tohoto trendu a v konečné struktuře hrubých zrn pozorujeme nejvyšší zastoupení zrn s velikostí přibližně 15 μm .



Obr. 3.24: Mikrostruktura slitiny AZ31 po deformaci za tepla (a), izochronní žíhání (1000 s) při 200 °C (b), 220 °C (c) a 300 °C (d) – světelný mikroskop [26]



Obr. 3.25: Distribuce velikosti zrna v závislosti na žíhací teplotě: původní stav (a), 100 °C (b), 200 °C (c), 300 °C (d) [26]



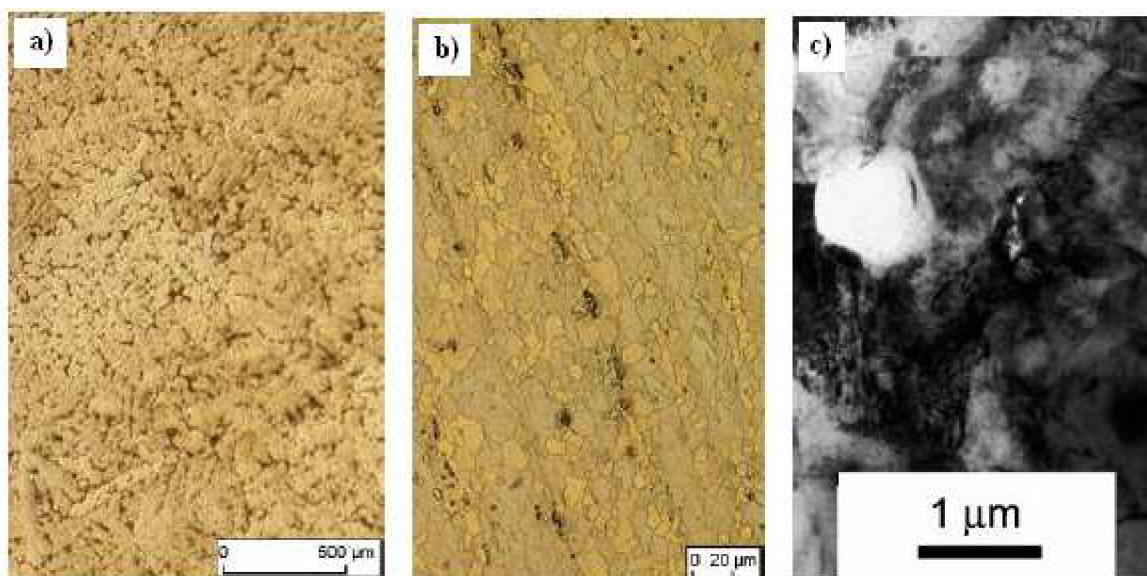
Obr. 3.26: Průměrná velikost zrna (a) a počet jemných zrn (b) v závislosti na teplotě [26]

Na obr. 3.26 je vidět závislost velikosti zrna a počtu jemných zrna ve struktuře. Je patrné, že závislost lze rozdělit do tří oblastí: počátek růstu zrna, zrychlené hrubnutí zrna a normální růst zrna. Lze říct, že až do teploty 200 °C prakticky neroste průměrná velikost zrna, po překročení této teploty však dochází k prudkému nárůstu v důsledku náhlého hrubnutí zrna. Zároveň však můžeme pozorovat, že již při nižších teplotách dochází v oblasti 1 k poklesu podílu jemných zrn, z čehož můžeme odvodit, že jako první hrubnou právě velmi jemná zrna. Porovnáním obr. 3.25 a obr. 3.26 můžeme usoudit, že právě v oblasti teplot okolo 220 °C dochází k rozpadu původní bimodální struktury. Tuto teplotu můžeme proto označit za kritickou teplotu tohoto materiálu, avšak je vidět, že k destabilizaci struktury dochází i za nižších teplot, pouze mnohem pomaleji.

Z. Zúberová a kol. [27] zkoumali velikost zrna a její vliv na pevnostní a deformační charakteristiky hořčkové slitiny AZ31 připravené pomocí squeeze castingu (squeeze cast – SC), ve válcovaném stavu (hot-rolled – HR) a válcované s dodatečným čtyřnásobným ECAP (HR–4ECAP). Mechanické vlastnosti byly zjišťovány při zkoušce tlakem za teplot 20, 100, 200 a 300 °C ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$). Zkoušky byly zastaveny při dosažení celkové skutečné deformace 0,4 z důvodu porušení podmínek jednoosé napjatosti.

Squeeze casting probíhal jako dvoustupňová procedura, první fáze s tlakem 80 MPa po dobu 15 s následovaná tlakem 140 MPa po dobu 90 s, vše při 200 °C. Válcování probíhalo při 400 °C a následný ECAP při 200 °C rychlostí 5 mm za minutu s typem průchodu B_C.

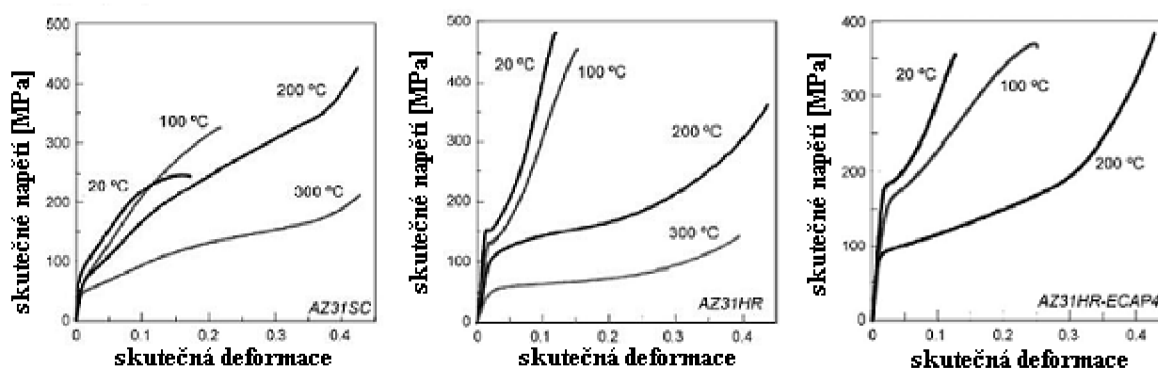
V litém stavu byla průměrná velikost zrna přibližně 450 μm, po válcování to bylo již 20 μm a po dodatečném ECAP 1–2 μm, s velkým množstvím přítomných dislokací (obr. 3.27). Litý materiál vykazoval při 20 °C mez kluzu přibližně 90 MPa a poměrné stlačení 15 %, zatímco jak u válcovaného, tak protlačovaného materiálu došlo k výraznému nárůstu meze kluzu a mírnému poklesu poměrného stlačení.



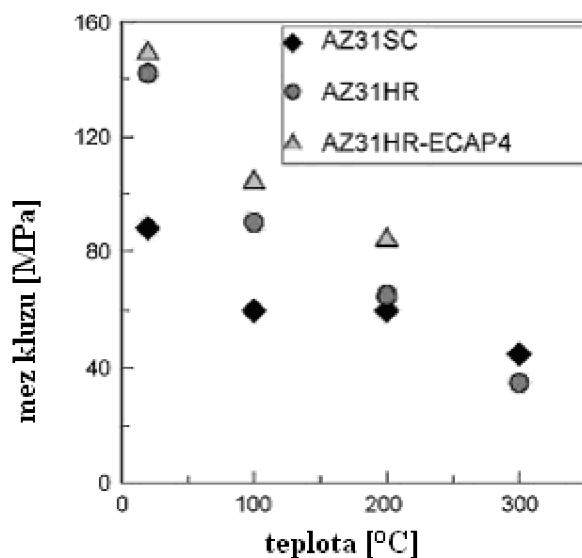
Obr. 3.27: Mikrostruktura AZ31 SC (a), AZ31 HR (b) – světelný mikroskop, AZ31 HR-4ECAP (c) – TEM [27]

Při rostoucí teplotě došlo u litého materiálu pouze k mírnému poklesu meze kluzu. Naproti tomu ostatní vzorky vykazovaly za nižších teplot lepší hodnoty, avšak v důsledku degradace struktury byly už při 200 °C naměřené hodnoty výrazně horší než tomu bylo u litého materiálu (hodnoty naměřené při 200 °C u vzorků jež prodělaly dodatečné zpracování byly srovnatelné s hodnotami u litého materiálu při 300 °C). V litém materiálu také jako v jediném docházelo s rostoucí teplotou k nárůstu meze pevnosti (obr. 3.28, obr. 3.29).

Z tlakových zkoušek vyplývá, že přestože za pokojových teplot je u dodatečně zpracovaných materiálů dosaženo vyšší meze kluzu a pevnosti v tlaku, tak v důsledku teplotní nestability zjemněné i UFG struktury dochází za vyšších teplot k postupným ztrátám těchto vlastností z důvodů rekrytalizace.



Obr. 3.28: Srovnání průběhů zkoušky tlakem na slitině AZ31 SC, HR a HR-4ECAP za různých teplot [27]

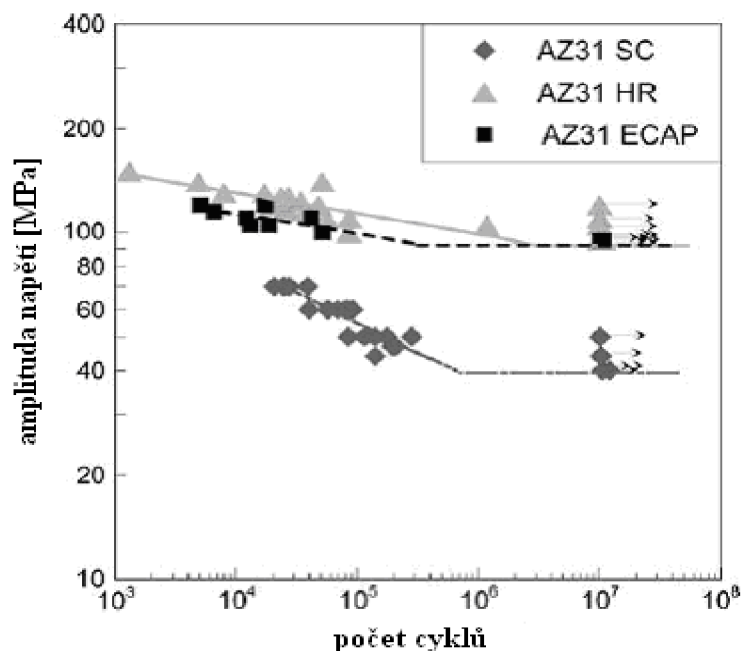


Obr. 3.29: Hodnoty meze kluzu slitiny AZ31 za různých teplot [27]

U těchto slitin byly Z. Zúberovou a kol. [28] zkoumány i únavové vlastnosti za pokojových teplot. Squeeze casting, válcování i ECAP probíhal za totožných podmínek. Únavová zkouška probíhala za ohybu v střídavém symetrickém módu.

Válcovaný i ECAP vzorek vykazovaly oba přibližně srovnatelnou, avšak znatelně vyšší mez únavy než vzorek litý, přičemž při vyšším zatížení měl válcovaný vzorek vyšší životnost než vzorek po ECAP a to pravděpodobně v důsledku vyšší nestability UFG struktury při cyklickém zatěžování.

Na obr. 3.30 je patrné, že naměřené hodnoty mají u UFG struktury menší rozptyl, což poukazuje na více homogenní strukturu. Souhrnně tedy můžeme říct, že únavové vlastnosti jednoznačně souvisí s velikostí zrna, avšak tuto souvislost nelze vyjádřit jednoduchou závislostí.



Obr. 3.30: Zkouška únavy slitiny AZ31 [28]

Z obou experimentů [27], [28] vyplývá, že velikost zrna má přímý vliv na některé mechanické vlastnosti, jako např. mez kluzu v tlaku, některé ovšem ovlivňuje nepřímo, jako je tomu v případě meze únavy, protože velkou roli hraje nejen samotná struktura, ale i její stabilita při zatěžování. Zároveň bylo prokázáno, že i přes velmi dobré mechanické vlastnosti není UFG struktura hořčíkové slitiny AZ31 stabilní za zvýšených teplot ani při cyklickém mechanickém působení.

S. H. Kang a kol.[29] zkoumali slitinu AZ31, jež prodělala jedno- až šestinásobný ECAP při různé teplotě. Na vzorcích byla provedena zkouška tahem za zvýšených teplot. Byl zkoumán vliv teploty na mez kluzu, mez pevnosti, tažnost a mikrotvrdost.

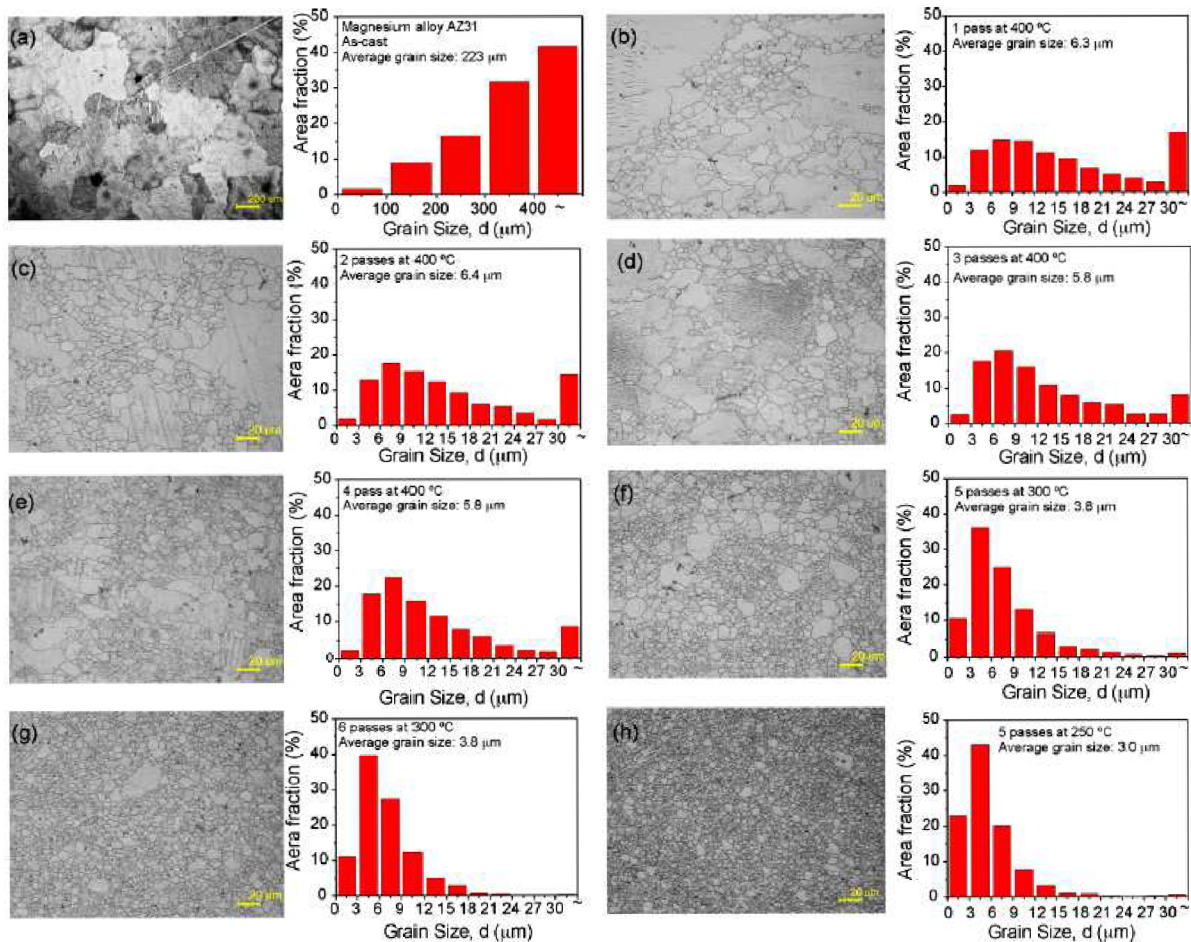
Vzorky byly před ECAP homogenizovány při teplotě 425 °C po dobu 24 hodin, čímž bylo docíleno průměrné velikosti zrna 223 μm. ECAP probíhal ve třech různých módech: 4 průchody při 400 °C, 6 průchodů při 300 °C a 5 průchodů při 250 °C, všechny s průchodem typu B_C. Před samotným protlačováním byly vzorky ponechány 10 minut ve formě, aby došlo k vyrovnání teploty. Velikost zrna byla měřena pomocí obrazového analyzátoru. Tahové zkoušky probíhaly za teplot v rozmezí 200–350 °C s rychlostí 10⁻⁴–10⁻¹ s⁻¹.

Na obr. 3.31 jsou srovnány mikrostruktury vzorků připravených za různých podmínek a distribuce velikosti zrn. Z výsledků lze vypožorovat, že při teplotě 400 °C je i po čtyřech průchodech struktura výrazně bimodální, navíc již nedochází ke zjemnění zrna. Při snížení teploty na 300 °C je po pěti průchodech struktura jednoznačně více homogenní a jemnější, avšak s rostoucím počtem průchodů se velikost zrna opět dále nemění. Při dalším poklesu teploty na 250 °C je již po pěti průchodech dosaženou jemnější a více homogenní struktury než v předchozím případě po šesti průchodech. Z toho plyne, že teplota při ECAP má výraznější vliv na výslednou strukturu než počet průchodů.

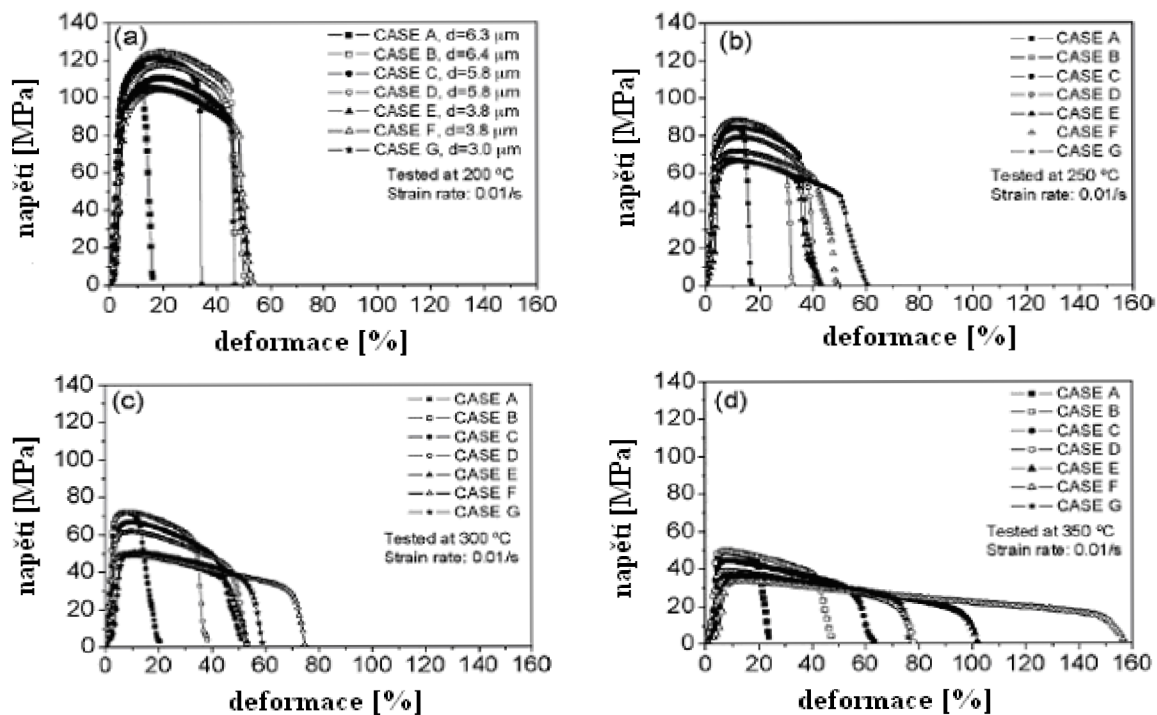
Ze záznamů z tahových zkoušek (obr. 3.32) vyplývá, že ve všech případech dochází při deformaci nejprve k velmi prudkému nárůstu napětí a vzorky vykazují vysoké deformační zpevnění, které je za nízkých teplot (do 250 °C) způsobené nahromaděnými dislokacemi a dvojčatěním a za vyšších teplot růstem zrn. Pokles napětí po dosažení maxima je způsoben začínající dynamickou rekrystalizací.

Na obr. 3.33 můžeme vidět, že na mechanické vlastnosti vzorků má hlavní vliv teplota při zatěžování. Je vidět, že s rostoucí teplotou výrazně klesají pevnostní charakteristiky a rostou deformační charakteristiky. Při klesající velikosti zrna dochází k mírnému poklesu pevnostních charakteristik a k nárůstu tažnosti, tento pokles je spíše mírný. Je vhodné zdůraznit, že ač s klesající velikostí zrna klesá pevnost, mikrotvrdost mírně roste, tento jev velmi pravděpodobně souvisí s rozdílem mezi lokální deformací při zkoušce mikrotvrdosti a makrodeformací při zkoušce tahem.

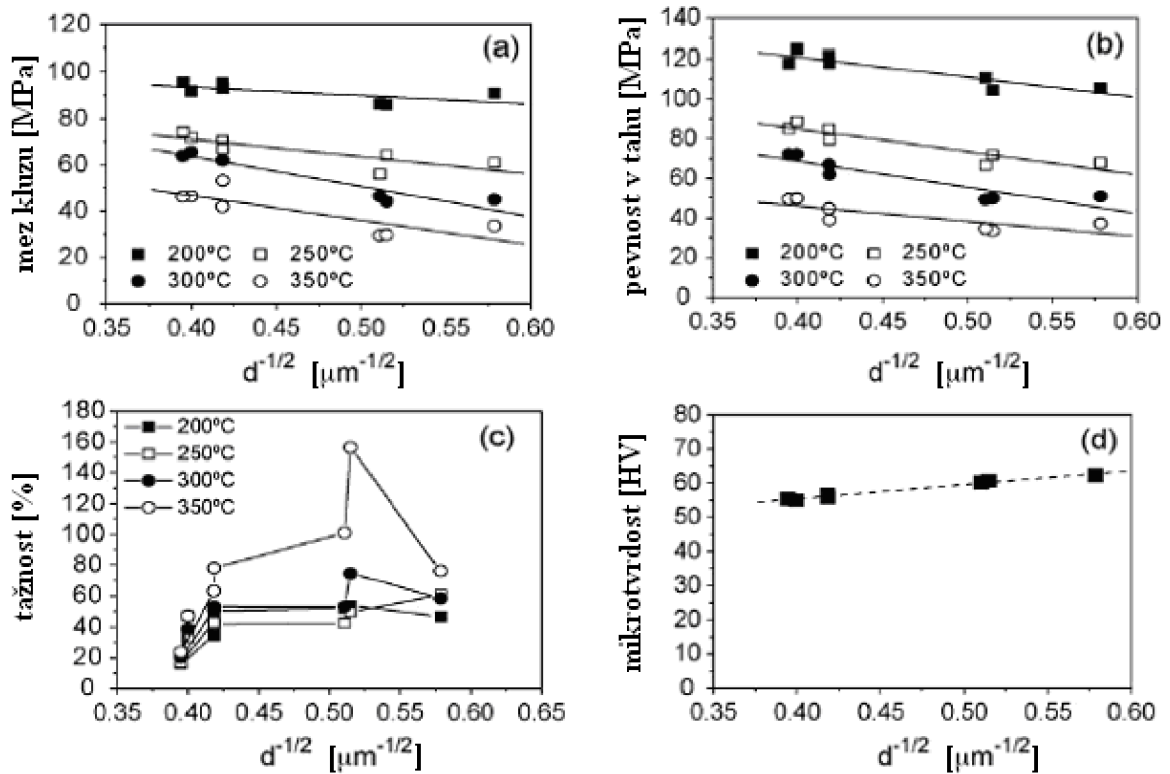
Závěrem lze říct, že na výslednou strukturu a velikost zrna UFG slitiny AZ31 má výrazný vliv teplota při ECAP, avšak na mechanické vlastnosti s výjimkou tažnosti má tato struktura menší vliv než teplota při samotném zatěžování, navíc s rostoucí teplotou vliv struktury ještě mírně klesá.



Obr. 3.31: Distribuce velikosti zrna a snímky struktury AZ31 za původního stavu (a), 1x ECAP, 400 °C (b), 2x ECAP, 400 °C (c), 3x ECAP, 400 °C (d), 4x ECAP, 400 °C (e), 5x ECAP, 300°C (f), 6x ECAP, 300 °C (g), 5x ECAP, 250 °C (h) – světelný mikroskop [29]



Obr. 3.32: Záznam tahové zkoušky při 200 °C, 250 °C, 300 °C a 350 °C [29]



Obr. 3.33: Závislost meze kluzu, pevnosti a tažnosti a mikrotvrdości na velikosti zrna za různých teplot [29]

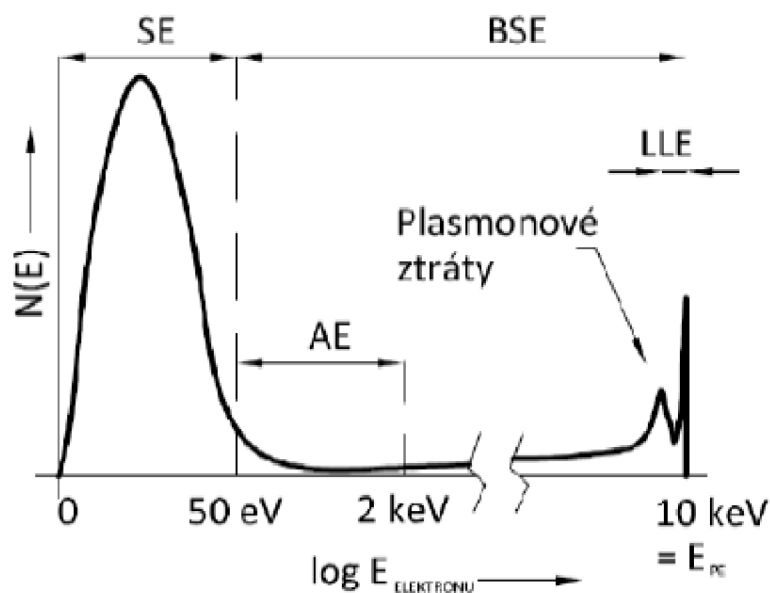
3.3 Shrnutí

Z výsledků výše uvedených experimentů je možné usoudit, že všechny slitiny AZ i jiné UFG materiály vykazují v mnoha ohledech podobné chování, a to zejména ve změnách vlastností způsobených SPD a ve stabilitě takto získané struktury, jak mechanické, tak teplotní.

Vycházíme-li z této skutečnosti, můžeme na základě provedeného experimentu na jedné slitině předpokládat chování příbuzné slitiny při totožném experimentu. Tento předpoklad samozřejmě nelze považovat za přesný a musí být ověřen, ale může nám pomoci eliminovat např. zbytečně nízké nebo vysoké podmínky při experimentu (zmenšení rozsahu teplot při žíhání, zatížení při únavové zkoušce, atp.).

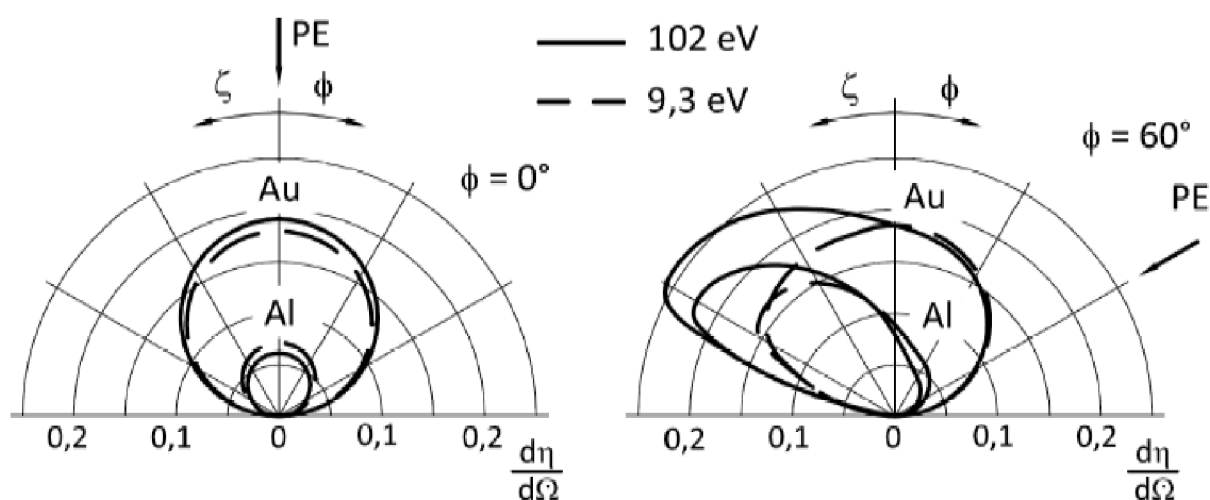
4 Metoda EBSD

Při interakci primárního elektronu se vzorkem vzniká signál v podobě sekundárních elektronů, zpětně odražených elektronů, Augerových elektronů, RTG záření a jiné (např. viditelné světlo) (obr. 4.1). Metoda EBSD (electron backscattered diffraction – difrakce zpětně odražených elektronů) používá k analýze signál zpětně odražených elektronů (BSE – back-scattered electrons), které poskytují informaci o chemickém složení, morfologii i krystalové struktuře vzorku.[30]



Obr. 4.1: Energiové spektrum elektronů [31]

Výtěžek signálu BSE, tj. proud vzhledem k proudu primárních elektronů, roste s rostoucím úhlem dopadu primárního svazku a zároveň také s protonovým číslem zkoumaného prvku (obr. 4.2). Vyšší výtěžek znamená kvalitnější výstupní data v analýze. Pro EBSD se používá úhel $60\text{--}75^\circ$.

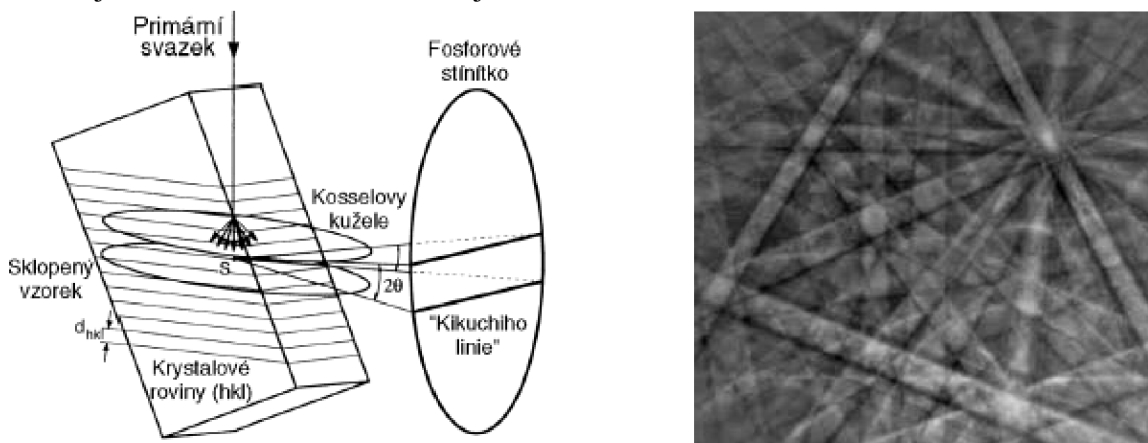


Obr. 4.2: závislost výtěžku BSE na protonovém čísle materiálu a úhlu dopadu primárního svazku a) 0° b) 60° [30], [31], [32]

4.1 Vznik difrakčních stop EBSD

Vznik difrakčních stop EBSD (obr. 4.3) je v současné době popisován pomocí dvou modelů [30], [31], [33]. První je tzv. dvojinterakční model, který předpokládá vznik ve dvou navzájem se neovlivňujících fázích, přičemž v první dochází k pronikání primárních elektronů do určité hloubky vzorku, kde dojde k jejich rozptylu, a ve druhé fázi dochází k šíření elektronů (nyní již BSE) ve vzorku a jejich difrakci na vhodně orientovaném systému krystalových rovin.[30]

Druhým modelem je tzv. kanálovací model, jenž předpokládá, že celý proces vzniku stop se skládá s navzájem provázanou posloupností kanálování svazku primárních elektronů do vzorku, jejich nepružných srážek a kanálování ven ze vzorku. Jednotlivé fáze se narozdíl od dvojinterakčního modelu ovlivňují.[30]



Obr. 4.3: Princip vzniku difrakčních stop (a) [30], [34], příklad difrakčních stop (b)

4.2 Informační obsah difrakčních stop

Z některých prvků difrakčního obrazce lze vyjádřit určité krystalografické vlastnosti vzorku. Jsou to např. úhly mezi difrakčními pásy, jež odpovídají úhlům mezi osnovami rovin, šířka samotných difrakčních pásů, odpovídající převrácené hodnotě meziorovinné vzdálenosti dané osnovy rovin, gradient jasu na hranici difrakčních pásů, související s napjatostí mřížky, průsečíky pásu, sloužící jako základní prvek při čtení difraktogramu a kontrast difrakčních pásů vzhledem k pozadí, související s hustotou dislokací.[30]

4.3 Detekce a zpracování stop EBSD

Podstatou EBSD je detekce difrakčních stop a zachycení celkové distribuce jasu v snímaném poli, obraz je proto potřeba snímat jako celek.

Při automatickém zpracování signálu se v současnosti používají následující způsoby zpracování. Všechny tyto postupy probíhají až po expozici dat do počítače.[30]

Pro zvýšení kontrastu je možné odečíst pozadí a následně upravit jas a kontrast. Odečtení pozadí probíhá jednoduše tak, že je nejprve nasnímán obraz samotného pozadí a poté je odečten od obrazu stop EBSD.[30]

Pro zvýšení celkové intenzity signálu je možné použít tzv. binning, což je v podstatě slučování pixelů kamery. Zvýšení signálu nastává na úkor snížení rozlišení obrazu. Dalším pozitivním efektem binningu je urychlení dalšího zpracování.[30]

Dalším krokem je detekce difrakčních pásů pomocí Houghovy transformace. Jedná se v podstatě o převedení přímek (difrakčních stop) z kartézských souřadnic do bodů v polárních souřadnicích (Houghově prostoru). Umístění bodů v Houghově prostoru koresponduje s intenzitou difrakčních stop v reálném obraze.[30]

V této fázi se stanovuje první parametr, který je možno fyzikálně interpretovat. Jedná se o parametr kvality difrakčních stop, označovaný obvykle jako IQ (image quality), a je definován např. jako průměrná výška nejintenzivnějších bodů v Houghově prostoru. Parametr IQ nabývá hodnoty mezi 0 a 255, je-li v dané ploše méně dislokací, difrakce je lepší a obraz bude světlejší (vysoké hodnoty IQ), v opačném případě bude obraz v důsledku vysoké hustoty dislokací tmavý (nízké hodnoty IQ).[30], [35], [36]

4.4 Indexace a ranking

Jedná se postup, kdy je jednotlivým difrakčním pásům na základě shody se všemi možnými mezipásovými úhly v daném materiálu přiřazena příslušnost k dané rovině. Ranking je seřazení těchto hodnot podle míry shody. Z hodnoty s nejvyšší mírou shody je určena skutečná krystalografická orientace. Postup bývá automatizován.[30]

4.5 Filtrace a další zpracování dat

Zpracování výstupních dat spočívá v zaznamenání následujících údajů:

- Souřadnice pixelu v rámci analyzované oblasti
- Orientace daného pixelu ve formě Eulerových úhlů
- Přidělené fáze
- Index spolehlivosti

Data lze použít v původně získané formě, ale ve většině případů dochází nejprve k jejich filtraci z důvodu eliminace chybových bodů.

Samotná filtrace spočívá v některém z následujících postupů. V rámci jednoho zrna je možno zprůměrovat některý z parametrů, chybí-li hodnota některého parametru úplně, je možno ji na základě parametrů z okolních bodů rekonstruovat. Dále existují další speciální algoritmy kontrolující např. vzájemný orientační vztah sousedních pixelů s ohledem na riziko chyby indexace. Po filtraci lze data použít k výpočtům, popř. interpretacím pomocí histogramů a map.[30]

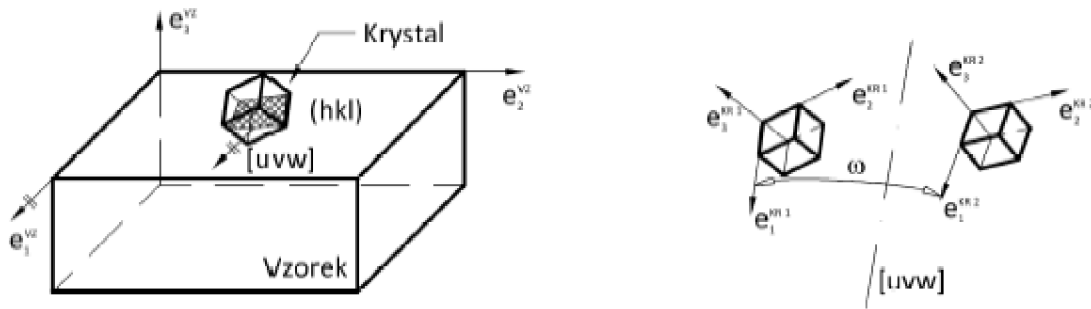
K úplnému pochopení interpretovaných dat je třeba vysvětlit některé pojmy, jako je orientace, dezorientace, zrno, inverzní pólový obrazec, mapa inverzního pólového obrazce, značení souřadných os a parametr KAM.[30]

4.5.1 Orientace

Orientací je myšlen úhlový vztah mezi natočením krystalové mřížky v analyzovaném bodě a vnějším souřadným systémem, spojeným s makroskopickou podobou vzorku. Obecně se používá notace pomocí Eulerových úhlů, což je vhodnější pro následné výpočty, protože potřebný matematický aparát je vypracován na jejich základě, a notace rovina-směr pomocí Millerových indexů, používaná pro popis přednostní orientace.[30]

4.5.2 Dezorientace

Dezorientace je v podstatě totožná s orientací, pouze za referenční systém je volen krystalový souřadný systém jiného datového bodu, tj. jedná se o vzájemné porovnání orientace dvou bodů v analyzované oblasti. Zavedenou notací je pár osa-úhel, konkrétně osa směřového vektoru prostorově obecně orientované osy, okolo které dojde provedením rotace o definovaný úhel ke sjednocení obou systémů (obr. 4.4). Aby byl zápis jednoznačný, volí se taková osa a úhel takový, aby byl tento úhel minimální.[30]



Obr. 4.4: Orientace a dezorientace: zápis rovina-směr (a), osa-úhel (b) [30]

4.5.3 Zrno

Vychází se z definice, že v signálu EBSD přísluší pixely stejnému zrnu, jsou-li splněny podmínky [35]:

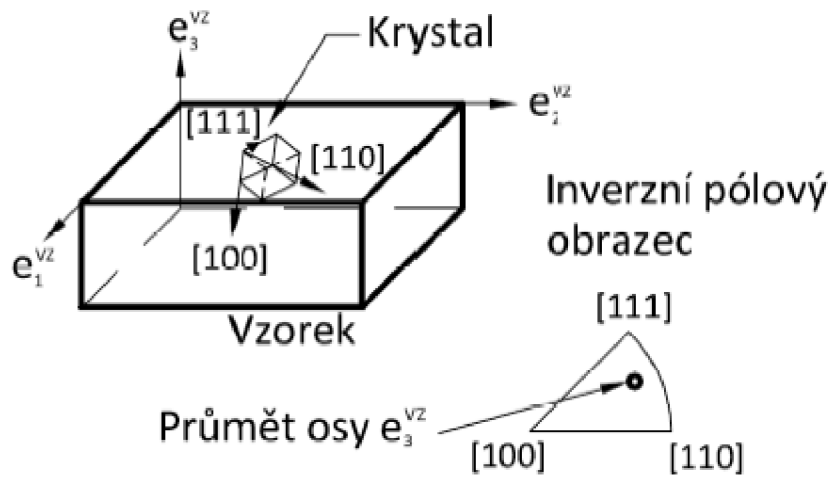
- Dezorientace pixelů nepřesahuje zvolenou mez
- Počet pixelů příslušící jednomu zrnu není menší než stanovené minimum

V případě první podmínky můžeme vhodnou volbou míry dezorientace vyloučit hranice subzrn, popřípadě dvojčatové hranice. Díky druhé podmínce jsou eliminovány chybně indexované body a nedochází k nadhodnocení tzv. jednopixelových zrn.[30]

Velikost zrna (GS – grain size) se obvykle udává jako průměr kruhu o stejné ploše jako zrno.[30]

4.5.4 Inverzní pólový obrazec

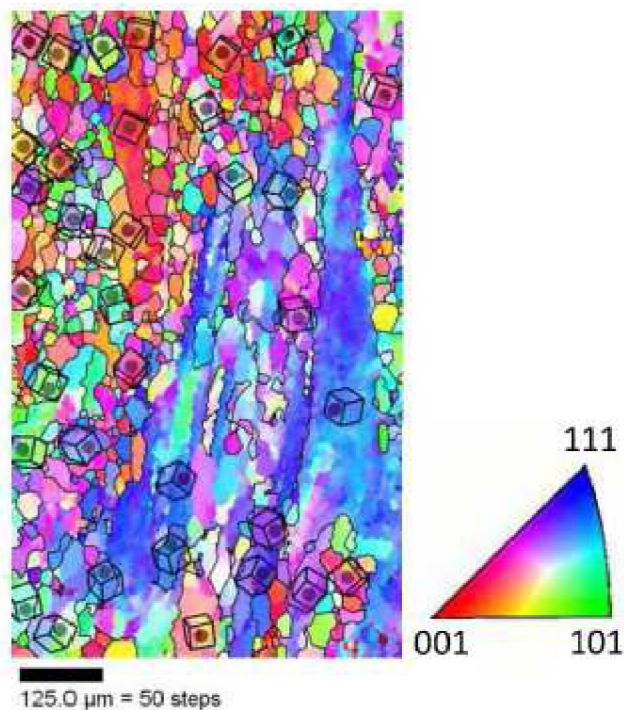
Inverzní pólový obrazec (IPF – inverse pole figure) znázorňuje vztah zvoleného krystalografického směru v souřadném systému vzorku vzhledem k významným směrům dané krystalografické soustavy. Tento vztah je zakreslen do základního stereografického trojúhelníku (obr. 4.5).[30]



Obr. 4.5: Vztah zvoleného směru v souřadném systému vzorku a významných směrů (krychlová soustava) [30]

4.5.5 Mapa inverzního pólového obrazce

Spočívá v přiřazení barevného kontrastu základnímu stereografickému trojúhelníku a následné přiřazení těchto barev pixelům v analyzované oblasti podle jejich orientace (obr. 4.6). Mapa se vždy sestavuje pro jeden konkrétní sledovaný směr.[30]



Obr. 4.6: Příklad mapy IPF s vloženými simulovanými polohami základní buňky a barevným klíčem [30]

4.5.6 Značení souřadných os

Vyplývá z ustálených konvencí a vychází z RTG texturní analýzy. Názvosloví odpovídá významným směrům v tvářených materiálech:

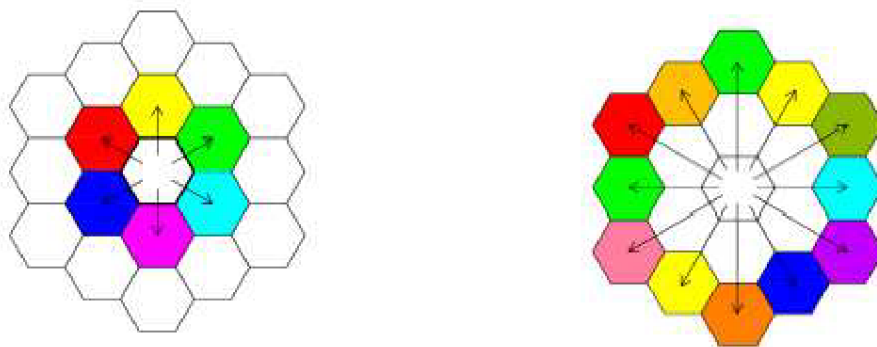
- RD – rolling direction – směr válcování
- TD – transverse direction – příčný směr
- ND – normal direction – normálový směr

V analytickém software odpovídá RD směru spádu povrchu vzorku při natočení do pracovní polohy, TD ose okolo které otočení probíhá a ND normále povrchu vzorku.[30]

4.5.7 Parametr KAM

Zkratka pro kernel average misorientation, tj. průměrná dezorientace na jádře. Jedná se o rozšíření standardní dezorientace na širší okolí sledovaného pixelu. V šestiúhelníkové síti je klasická dezorientace definována jako úhlová odchylka mezi krystalografickými orientacemi zkoumaného pixelu a šesti jeho nejbližšími sousedy (obr. 4.7 a), naproti tomu je parametr KAM definován jako průměrná hodnota úhlu dezorientace a mezi sledovaným pixelem a všemi jeho sousedy, kteří leží na kružnici o poloměru jádra (obr. 4.7 b). Poloměr bývá volen od hodnoty jednoho až několika desítek pixelů. Aby do výpočtu nevstupovaly např. velkoúhlové hranice zrn, je zvolena určitá hodnota maximální dezorientace, pokud některý z těchto pixelů tuto hodnotu překročí, není do výpočtu započítán.[30]

Hlavní význam tohoto parametru spočívá v tom, že je schopen zachytit míru distorze mřížky (citlivost detekce lze ovlivnit volbou poloměru jádra).[30]



Obr. 4.7: Schematické porovnání výpočtu standardní dezorientace (a) a parametru KAM (druhý nejbližší soused) (b) [30]

5 Cíle práce

Cílem práce je určení kritické teploty při izochronním žíhání nad níž dochází k hrubnutí zrn Mg slitiny AZ 91 připravené intenzivní plastickou deformací.

V rámci EBSD analýz ověřit vhodnost metody „konkrétního místa“ pro zkoumanou slitinu a navržený rozsah teplot žíhání.

Na základě EBSD analýz posoudit míru změn mikrostrukturních parametrů jako je velikost zrna s uvážením plošného podílu a distribuci dezorientačních úhlů.

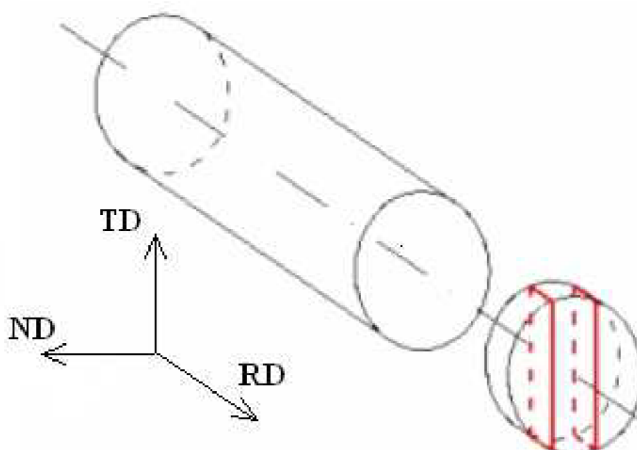
6 Materiál a experimentální metody

Experimentálním materiálem byla hořčíková slitina AZ91, jež proděla šestinásobný ECAP proces při teplotě 300 °C s typem průchodu B_C, přičemž úhel mezi kanály byl 120°. Slitina byla dodána ve formě válcového vzorku o průměru 15 mm a délce cca 100 mm.

6.1 Příprava vzorku

6.1.1 Dělení

Dělení probíhalo na metalografické pile LECO VC-50 pomocí kotouče z Al₂O₃. Proces probíhal za nízkých otáček přibližně 20 otáček za minutu, aby nedošlo k tepelnému ovlivnění UFG struktury. Vzorek byl příčně rozřezán na disky o tloušťce 5 mm. Tyto disky byly dále děleny na třetiny (obr. 6.1).



Obr. 6.1: Schematické znázornění dělení vzorku

6.1.2 Broušení a leštění

Vzorky byly zalévány za studena, aby nedocházelo k tepelnému ovlivnění struktury, které by mohlo nastat při zalisování za tepla. Metalografické výbrusy byly připravovány konvenčně, broušením za mokra na metalografické brusce LECO GPX300 za daných podmínek (tab. 6.1). Broušena byla vždy jedna z plošek rovnoběžná s osou vzorku.

Tab. 6.1: Podmínky při broušení vzorku

| Zrnitost brusného papíru | Přítlak [N] | Otáčky disku [min ⁻¹] | Otáčky hlavy [min ⁻¹] | Smysl otáček | Doba broušení |
|--------------------------|-------------|-----------------------------------|-----------------------------------|--------------|---------------|
| 320 | 80 | 190 | 115 | sousledné | 40 s |
| 600 | 80 | 190 | 115 | sousledné | 40 s |
| 1000 | 80 | 190 | 115 | sousledné | 40 s |
| 2400 | 80 | 190 | 115 | sousledné | 1 min 40 s |
| 4000 | 80 | 190 | 115 | sousledné | 1 min 40 s |

Po broušení následovalo leštění pomocí diamantové pasty o zrnitosti 6 μm , 3 μm , 1 μm a diamantovou suspenzí o zrnitosti 0,25 μm , a to vždy v desetiminutových cyklech následovaných kontrolou kvality povrchu a případným opakováním, nebylo-li v daném cyklu dosaženo požadované kvality. Vzorky byly poté elektrolyticky leštěny ve směsi etoxyethanolu a kyseliny chlorovodíkové při teplotě -18 až -12 $^{\circ}\text{C}$ a napětí 60 V po dobu 30 s.

6.1.3 Žihání

Žihání probíhalo v peci Heraeus ROS 4/50, s regulačním článkem Eurotherm v ochranné atmosféře proudícího argonu (~0,5 l/s) regulované pomocí regulátoru průtoku plynu Omega typ FMA5400/5500, žihací teplota byla řízena s přesností $\pm 0,3$ $^{\circ}\text{C}$ pomocí termosondy Pt100 umístěné přímo na vzorku. Po uplynutí stanovené doby byl vzorek přemístěn do netopené části pece a ochlazen proudícím argonem (1–2 l/s). Podmínky žihání jsou uvedeny v tab. 6.2)

Tab. 6.2: Podmínky žihání

| Číslo experimentu | Číslo vzorku | Žihací teplota [$^{\circ}\text{C}$] | Doba žihání [min] |
|-------------------|--------------|---------------------------------------|-------------------|
| 1 | 27 | 220 | 30 |
| 2 | 9 | 250 | 30 |
| 3 | 15 | 250 | 30 |
| 4 | 22 | 300 | 30 |
| 5 | 19 | 350 | 30 |
| 6 | 20 | 400 | 30 |

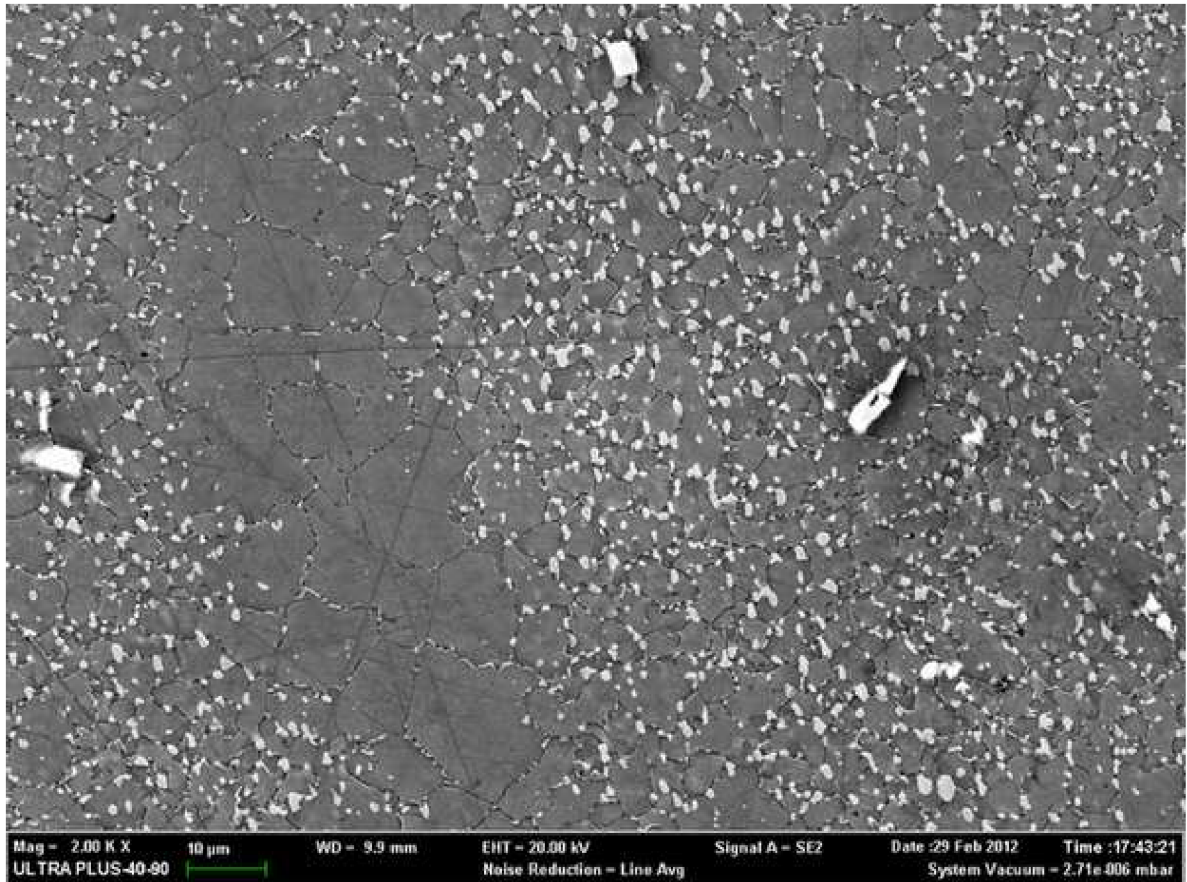
6.2 Mikrostrukturní stabilita

Vzorky byly analyzovány před a po žihání. K posouzení stavu mikrostruktury byla použita metoda EBSD s přístupem „analýza stejného místa“, tj. všechny analýzy na jednom vzorku jsou prováděny na totožném místě. Tento přístup je obtížněji realizovatelný, avšak vzhledem k obecné heterogenitě struktur po SPD poskytuje podstatně přesnější výsledky [37].

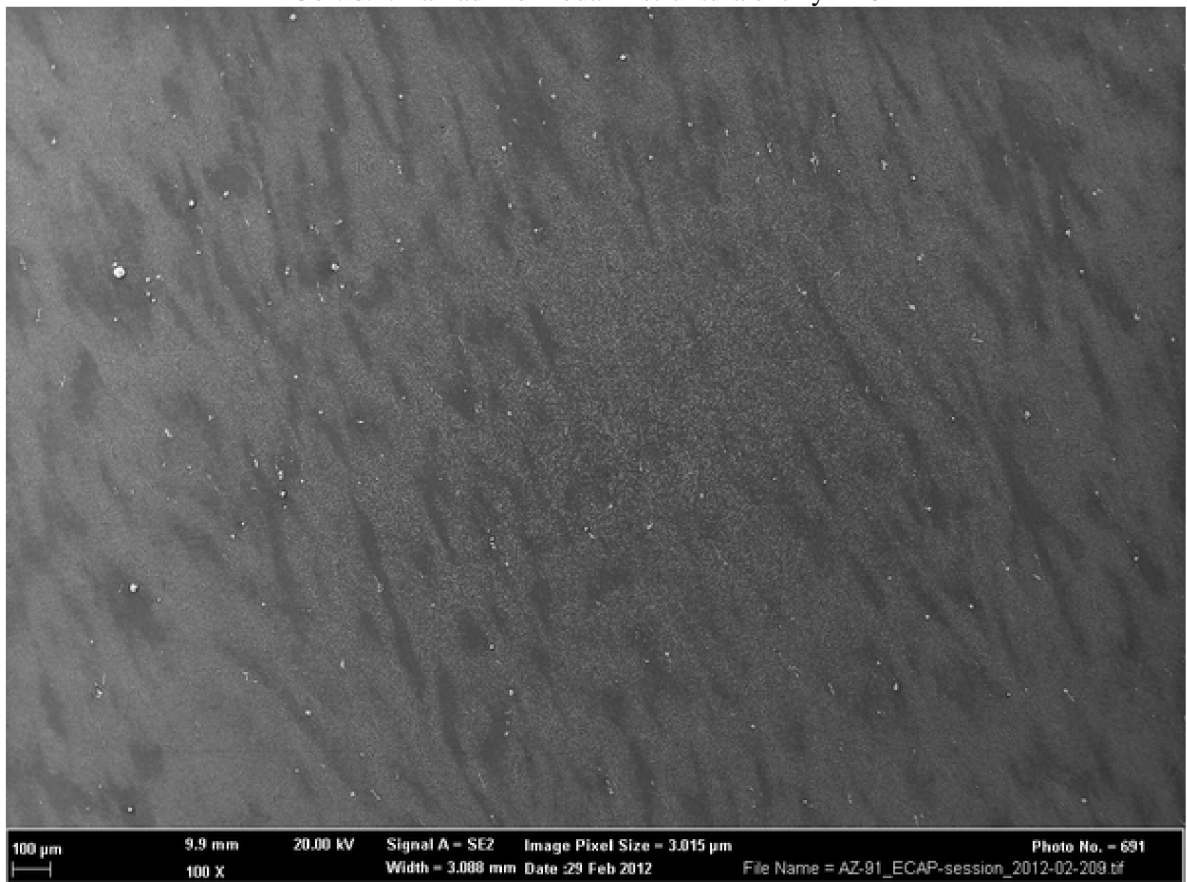
Poloha analyzovaného místa byla vymezena vůči významnému rozměru vzorku (při jeho dané geometrii) tak, aby při analýze po žihacím experimentu bylo možno toto místo opět nalézt. Přesná orientace se určovala také podle kontaminační stopy vzniklé při analýze výchozího stavu. Pokud nebylo možné původní místo najít (z důvodu zániku stopy při žihacím procesu), bylo použito konvenčního přístupu, tj. k analýze po žihání byla zvolena jiná vzdálená oblast dostatečné velikosti. Analýza probíhala na elektronových mikroskopech Phillips XL–30 (experiment 1) a Zeiss Ultra Plus 50.

6.2.1 Základní struktura

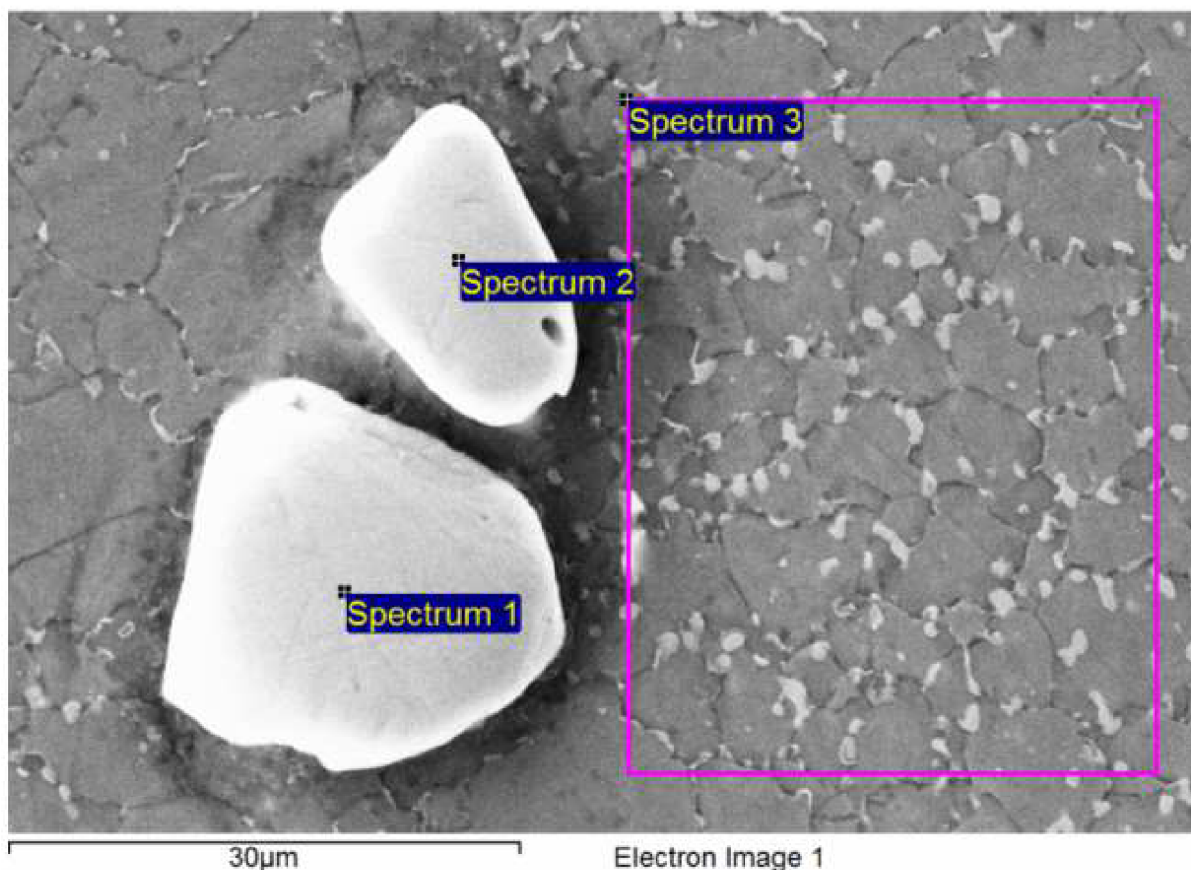
Před samotným žiháním byla pozorována základní struktura vzorků. Ze snímků (obr. 6.2) je zřejmé, že struktura je v základním stavu bimodální, přičemž hrubá zrna se vyskytují v oblastech sníženého výskytu částic $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ a jemná zrna v oblastech bohatých na tyto částice, které se nachází jak na hranici zrn, tak i v jejich objemu. Zároveň se ve struktuře vyskytuje velké množství relativně rovnoměrně distribuovaných manganových vměstků (obr. 6.3). Složení vměstků i matrice bylo ověřeno pomocí EDS analýzy (obr. 6.4, tab. 6.3). Prvky jako Cr, Fe a Ti, přítomné ve vměstcích, jsou nečistoty, které se do materiálu dostaly pravděpodobně při metalurgických procesech. Průměrná střední velikost zrna výchozího materiálu 6,07 μm byla určena EBSD analýzou 4 oblastí (vzorky č. 27, 22, 19, 20).



Obr. 6.2: Základní bimodální struktura slitiny AZ91



Obr. 6.3: Rozložení manganových vměstků (bílé částice) v základní struktuře



Obr. 6.4: Oblasti analyzované pomocí EDS

Tab. 6.3: Chemické složení zkoumaných oblastí

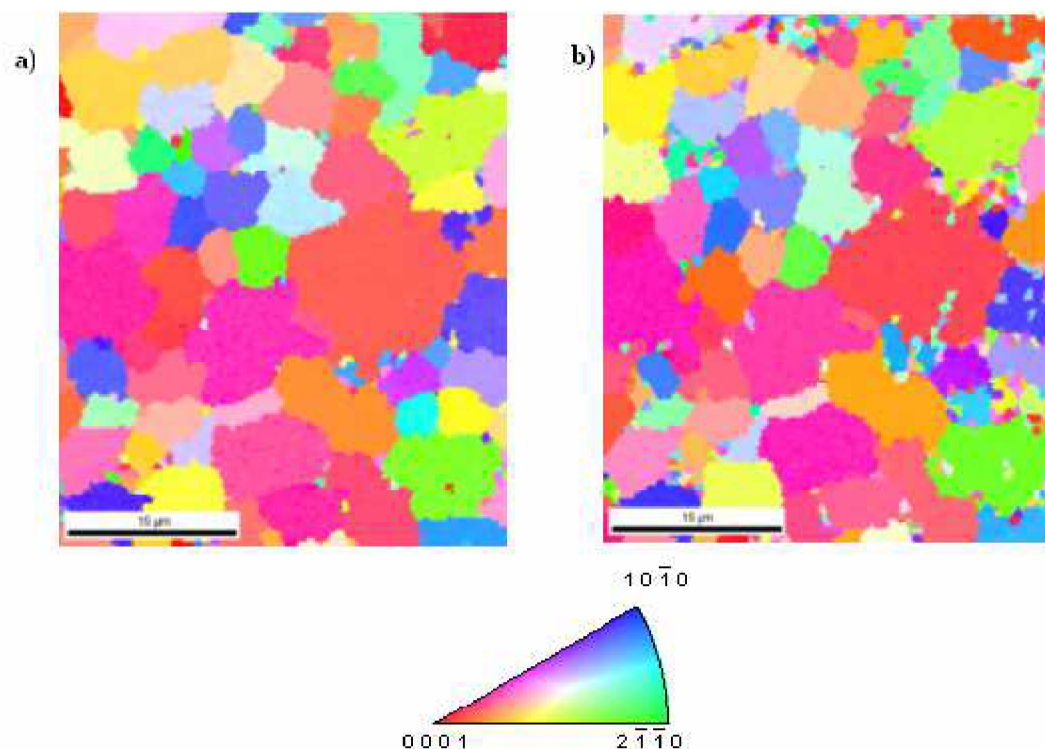
| | Mg [hm.%] | Al [hm.%] | Ti [hm.%] | Cr [hm.%] | Mn [hm.%] | Fe [hm.%] | Zn [hm.%] |
|------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Spectrum 1 | 0,582 | 40,409 | 0,420 | 0,344 | 49,865 | 8,380 | - |
| Spectrum 2 | 0,631 | 40,060 | 0,255 | 0,324 | 50,775 | 7,955 | - |
| Spectrum 3 | 90,065 | 9,043 | - | - | 0,144 | - | 0,748 |

6.2.2 Vlastní experiment

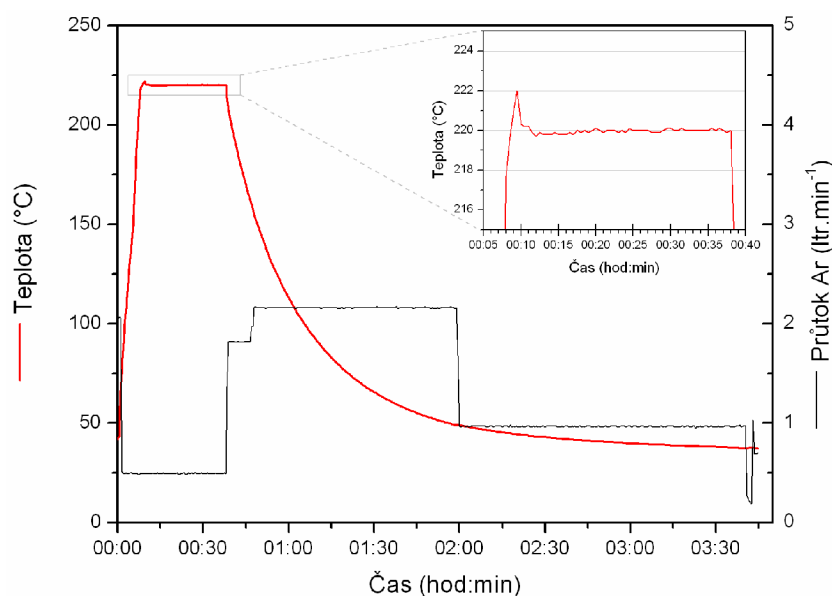
Vzorky byly izochronně žíhány za dané teploty po dobu 30 min. Po teplotní expozici bylo zkoumáno totožné místo jako při výchozím stavu. Na základě literárních dat poskytujících informace o hořčíkových slitinách s ultrajemnozrnou strukturou, byla jako výchozí teplota pro experimenty zvolena 220 °C. Následující (vyšší) teplota byla volena na základě posouzení dat získaných pomocí EBSD analýzy z předchozího experimentu.

6.2.2.1 Experiment 1

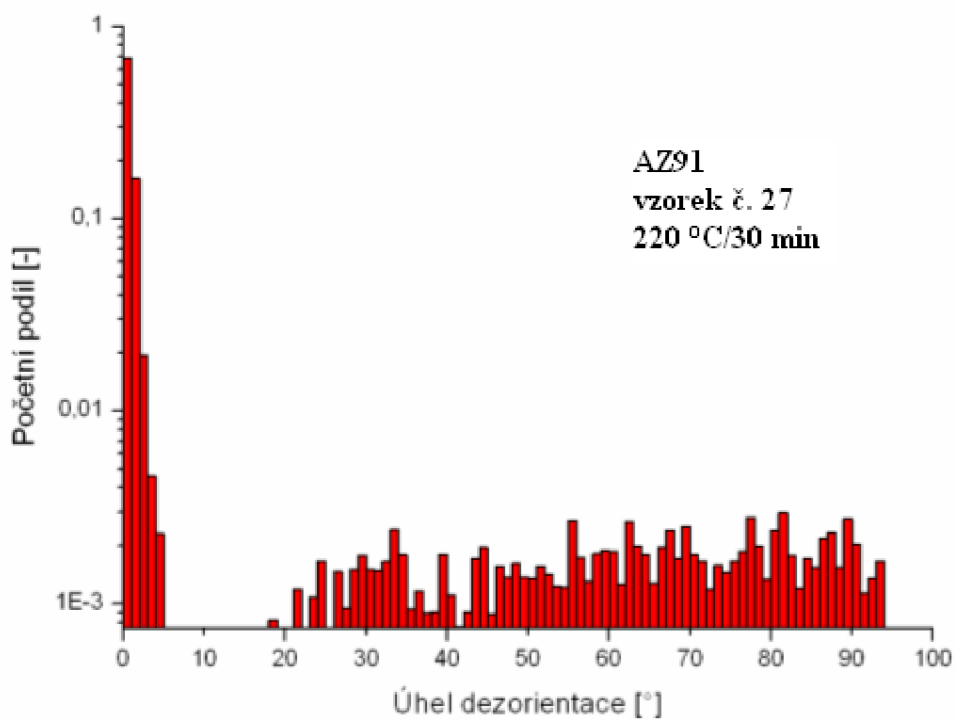
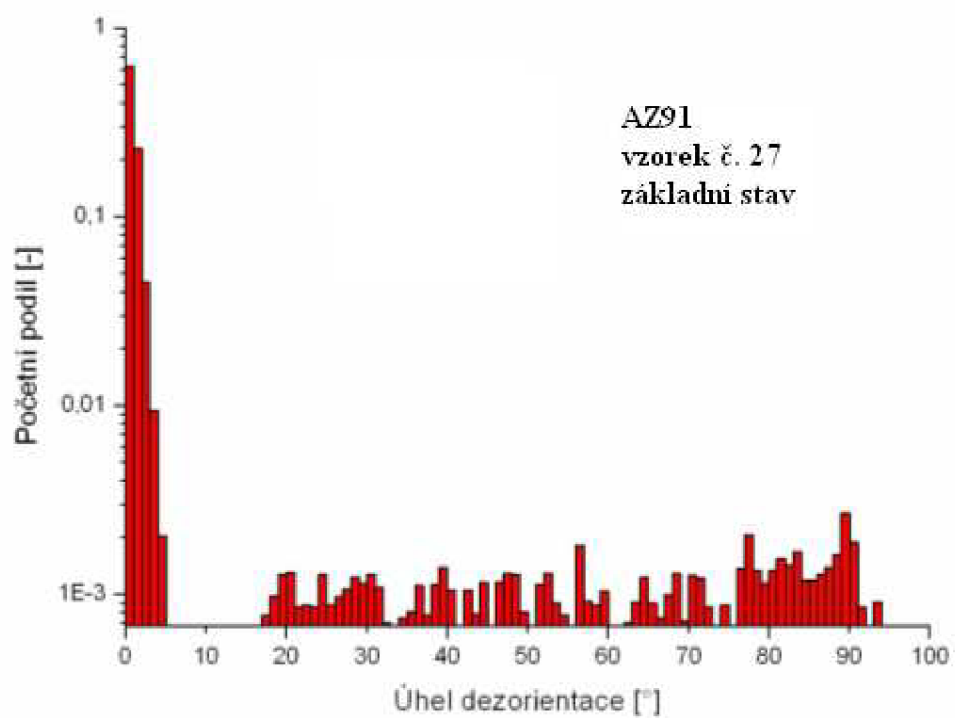
Vzorek č. 27 byl žíhán při 220 °C, doba výdrže 30 minut, po dobu experimentu byla snímána a zaznamenávána teplota a průtok argonu (obr. 6.6), průtok argonu byl při ochlazování v čase cca 2 hod od začátku experimentu snížen, protože při teplotě nižší než 50 °C již argon nemá výrazný chladicí efekt a slouží pouze jako ochranná atmosféra. Data z EBSD byla zpracována do mapy IPF ke vztahné ose RD (obr. 6.5). Na základě získaných dat bylo možno zkonstruovat distribuci úhlu dezorientace a velikosti zrna (obr. 6.7, obr. 6.8).



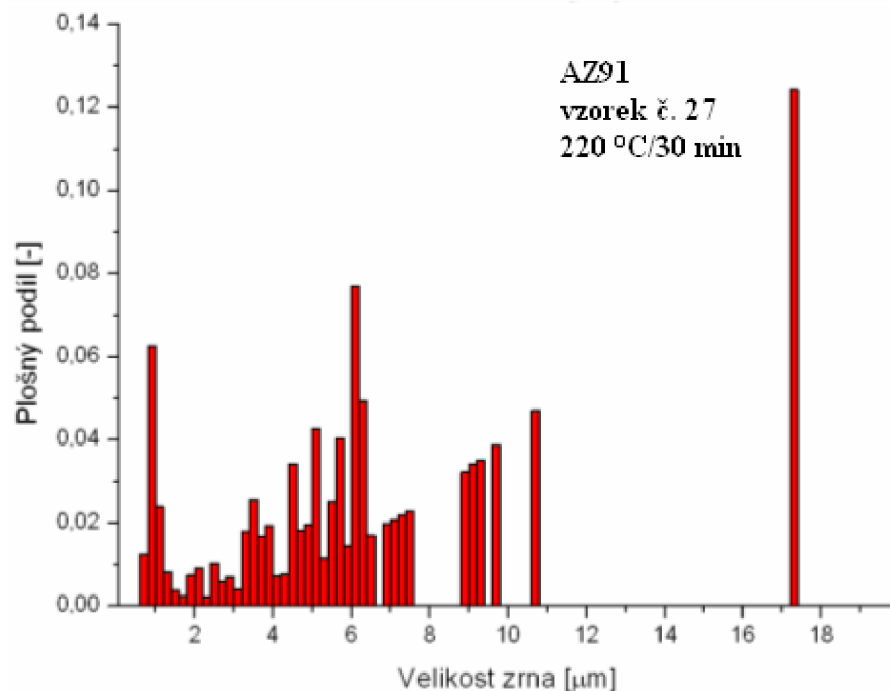
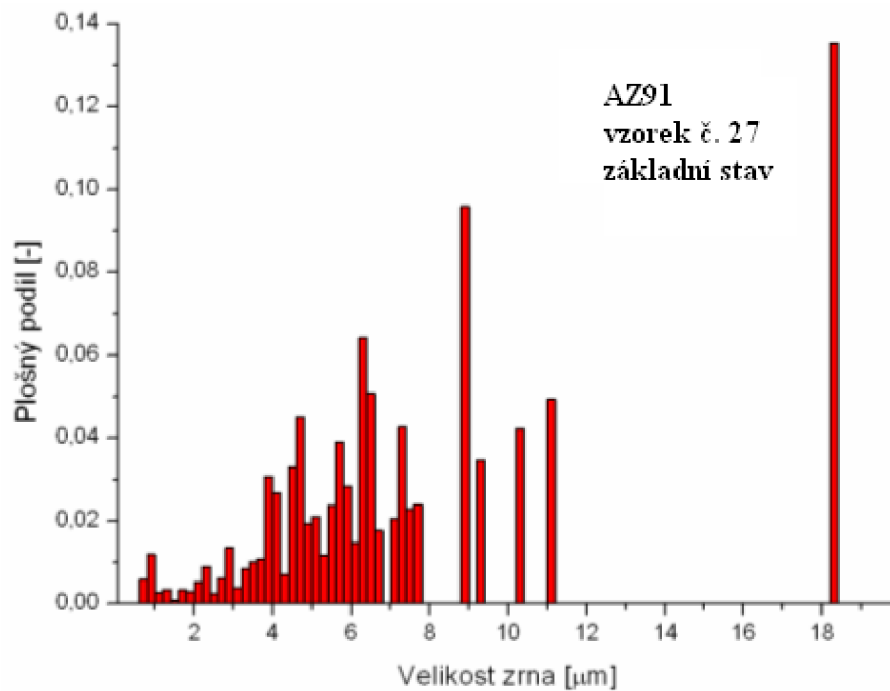
Obr. 6.5: Mapa IPF: Struktura slitiny AZ91, vztahná osa RD: základní stav (a), 220 °C/30 min (b) – EBSD (po filtraci)



Obr. 6.6: Průběh teploty a průtoku chladicího plynu v během žíhání a chladnutí



Obr. 6.7: Distribuce úhlu dezorientace: základní stav, žhání 220 °C/30 min



Obr. 6.8: Distribuce velikosti zrna: základní stav, žhání 220 °C/30 min

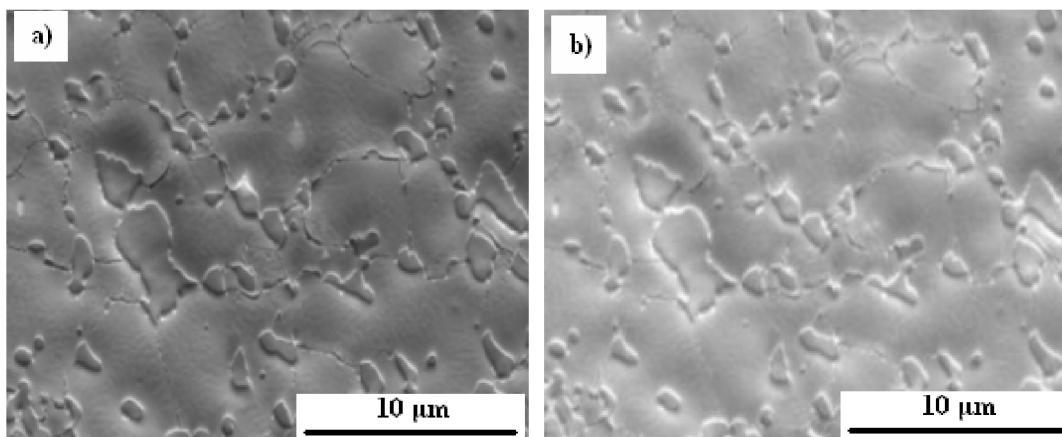
Při teplotě 220 °C nebylo základním posouzením mapy IPF (obr. 6.5) pozorováno žádné významné zhrubnutí zrna (výskyt drobných zrn ve struktuře je důsledkem vzniku chyb při filtraci dat). Toto zjištění potvrzují získaná číselná data, na jejichž základě bylo možno posoudit distribuci dezorientačních úhlů – v průběhu teplotní expozice došlo pouze k mírnému nárůstu množství velkoúhlových hranic, jejichž podíl však zůstává nadále malý (12,8 %), a minimálním lokálním změnám v třídách velikostí zrn (pozorovaný nárůst počtu malých zrn je způsoben výše zmíněnými chybami při filtraci). Podle výsledků došlo k mírnému poklesu průměrné velikosti zrna z 8,02 na 7,08 μm. Tento pokles je pravděpodobně způsoben změnou velikosti některého z velkých zrn na úkor zhrubnutí více malých, což vede k mylné interpretaci celkového zjemnění struktury v důsledku jejich původního vysokého plošného podílu. Jako následující teplota byla zvolena 250 °C.

6.2.2.2 Experiment 2

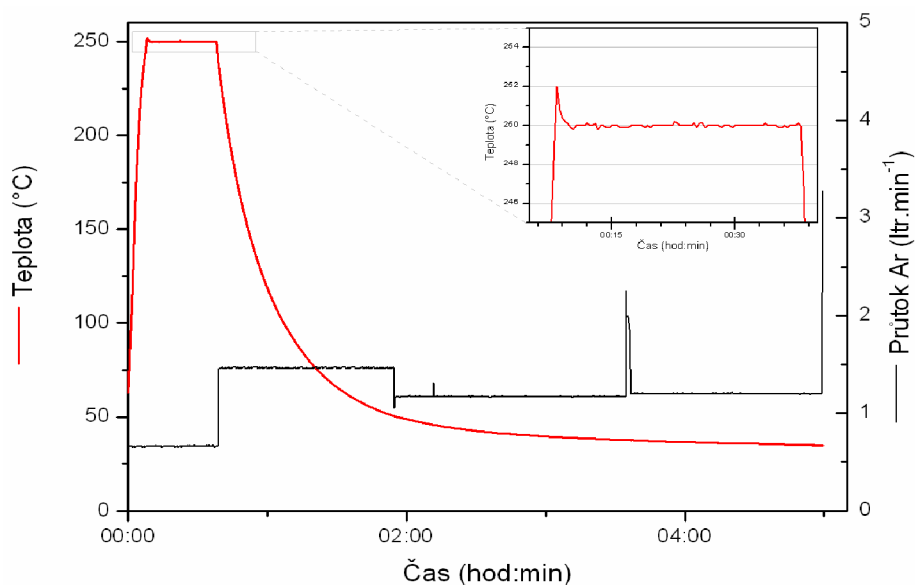
Vzorek č. 9 byl žhán při 250 °C, doba výdrže 30 min, ovšem vlivem vyšší žhací teploty došlo k poškození leštěného povrchu, což zapříčinilo výskyt velkého množství nezměřených pixelů, následkem čehož nebyly výsledky relevantní. V důsledku těchto zjištění byla optimalizována metoda elektrolytického leštění. Zmíněná úprava procesu zajistila dostatečnou kvalitu povrchu, kdy nedocházelo ke znehodnocování připraveného povrchu vzorku leptacím účinkem elektrolytu a data získaná z EBSD analýzy bylo možno použít pro další hodnocení.

6.2.2.3 Experiment 3

Vzorek č. 15 s povrchem připraveným optimalizovaným elektrolytickým leštěním byl žhán při 250 °C, doba výdrže 30 min, po dobu experimentu byla snímána a zaznamenávána teplota a průtok argonu (obr. 6.10). V důsledku volby příliš jemného kroku pro EBSD analýzu však nebylo možné data transformovat do formátu umožňujícího tvorbu IPF map, distribucí dezorientací a velikostí zrn. Proto bylo zhrubnutí posuzováno pouze na základě snímků z SEM (obr. 6.9).



Obr. 6.9: Struktura slitiny AZ91: základní stav (a), žhání 250 °C/30 min (b) – SEM



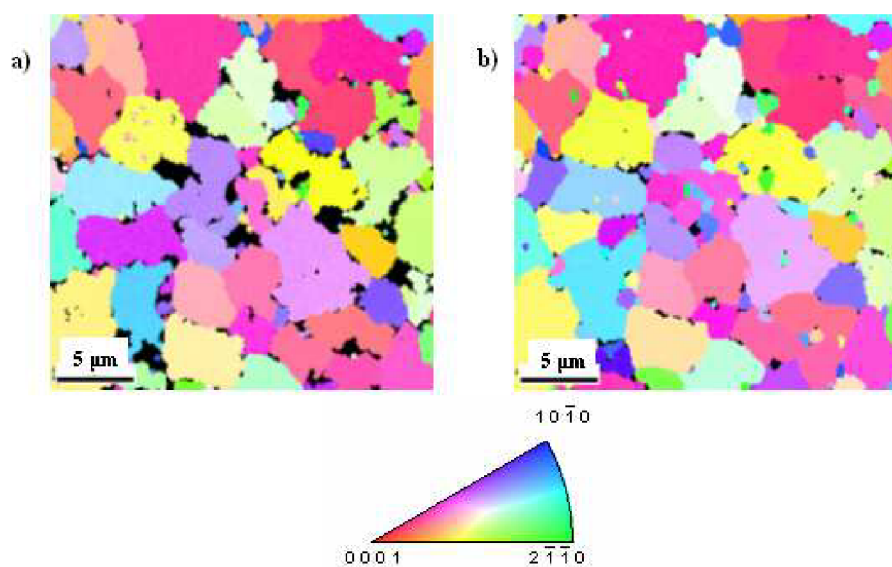
Obr. 6.10: Průběh teploty a průtoku chladícího plynu v během žhání a chladnutí

Na základě vizuálního hodnocení snímků před teplotní expozicí a po teplotní expozici bylo zjištěno, že v mikrostruktuře vyšetřovaného materiálu nedošlo k podstatným změnám. Detailnější hodnocení není možné z důvodu problematických dat v reálném čase provést.

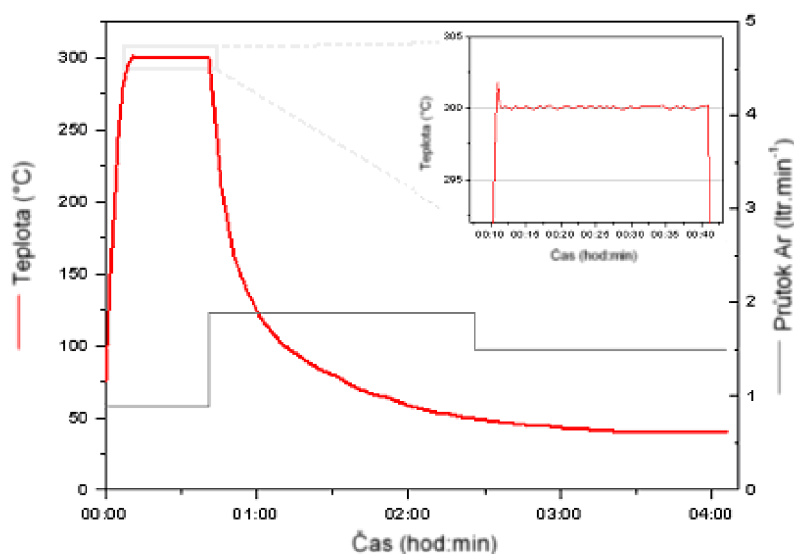
Protože opět nedošlo při tomto experimentu k pozorovatelnému zhrubnutí, byly následující experimenty plánovány pro teploty o 50 °C vyšší než předchozí za účelem získání přehledu o chování struktury v širším teplotním spektru.

6.2.2.4 Experiment 4

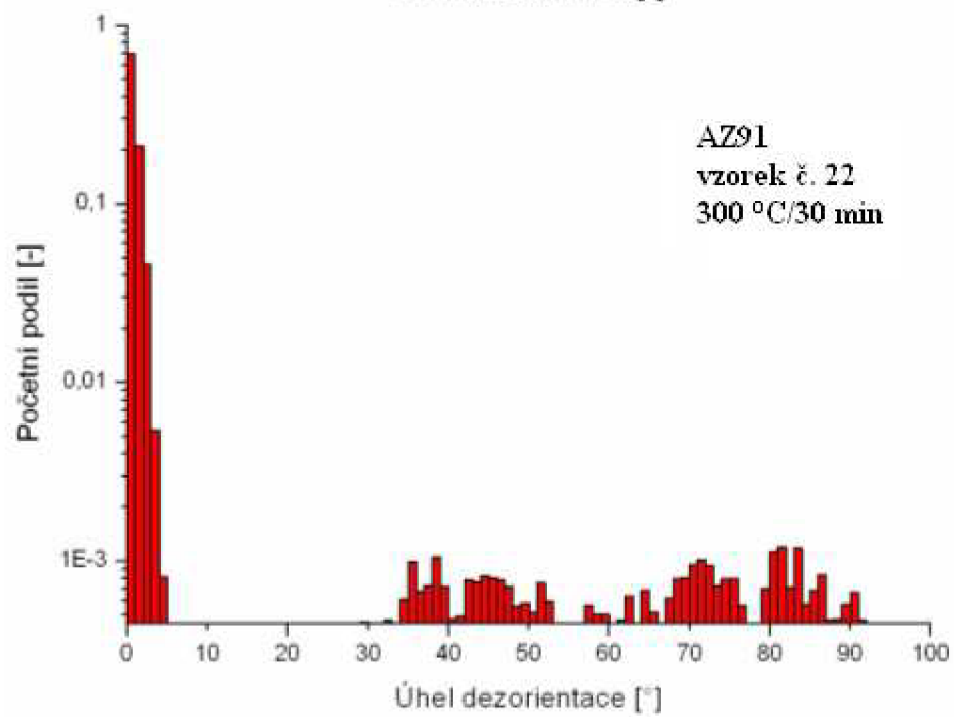
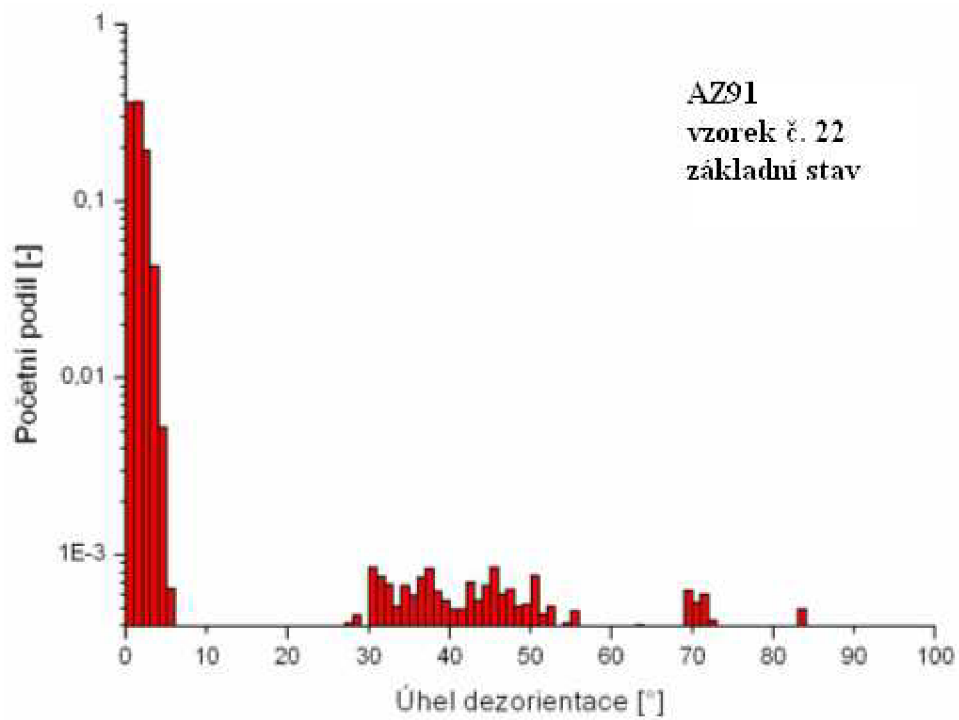
Vzorek č. 22 byl žhán při 300 °C po dobu 30 minut, po dobu experimentu byla snímána a zaznamenávána teplota a průtok argonu (obr. 6.12). Data z EBSD byla zpracována do mapy IPF ke vztažné ose RD (obr. 6.11), v základním stavu nebylo možno indexovat některá místa (tmavé oblasti), nejspíš se jedná o oblasti malých zrn nebo částice $Mg_{17}Al_{12}$. Na základě získaných dat bylo možno zkonstruovat distribuci úhlu dezorientace a velikosti zrna (obr. 6.13, obr. 6.14).



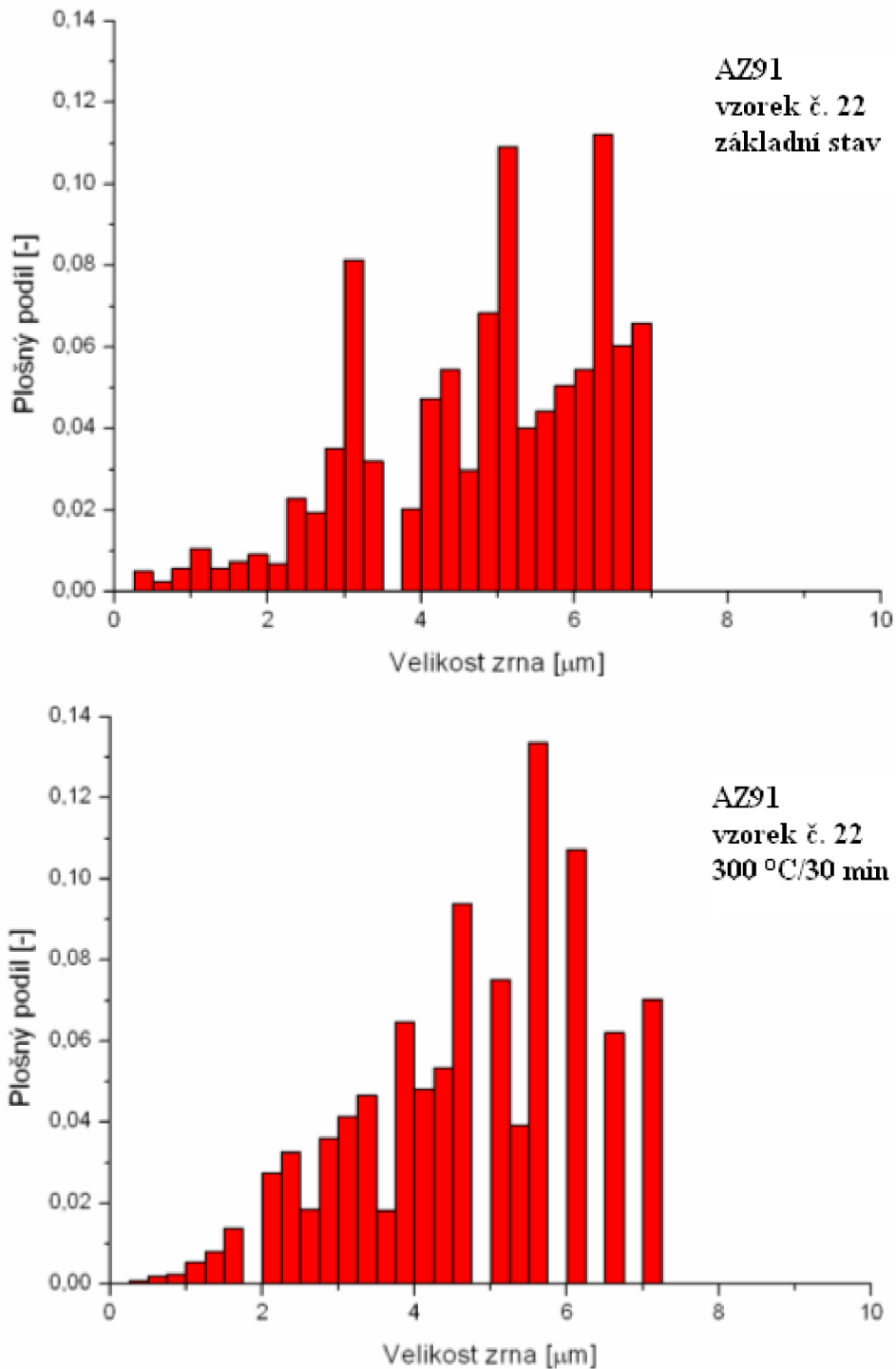
Obr. 6.11: Mapa IPF: Struktura slitiny AZ91, vztažná osa RD: základní stav (a), 300 °C/30 min (b) – EBSD (po filtraci)



Obr. 6.12: Průběh teploty a průtoku chladícího plynu v během žhání a chladnutí



Obr. 6.13: Distribuce úhlu dezorientace: základní stav, žíhání 300 °C/30 min

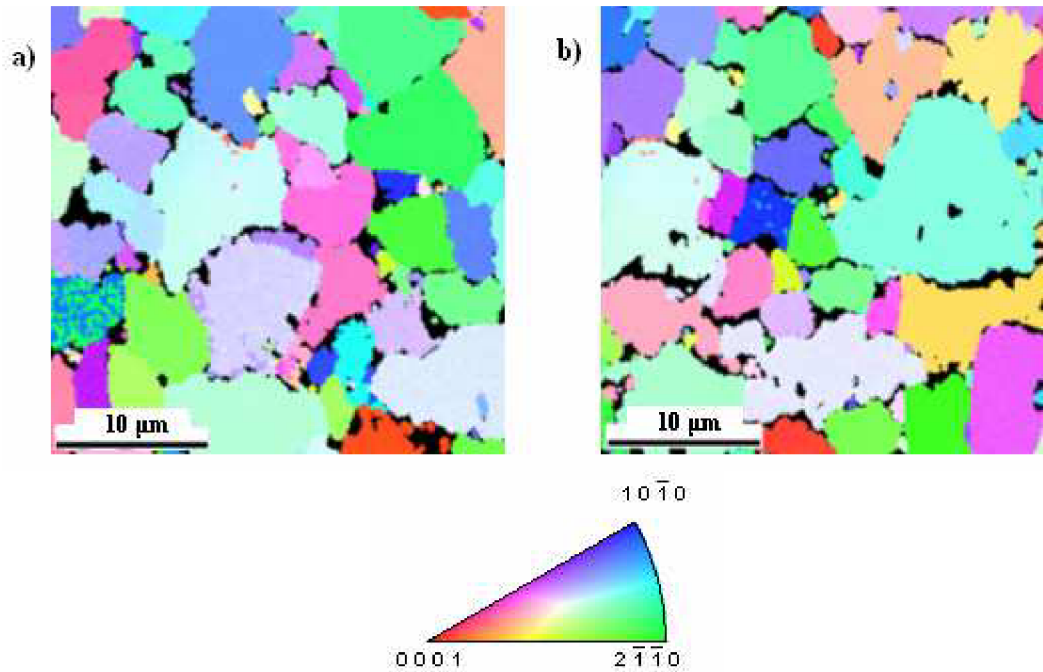


Obr. 6.14: Distribuce velikosti zrna: základní stav, žihání 300 °C/30 min

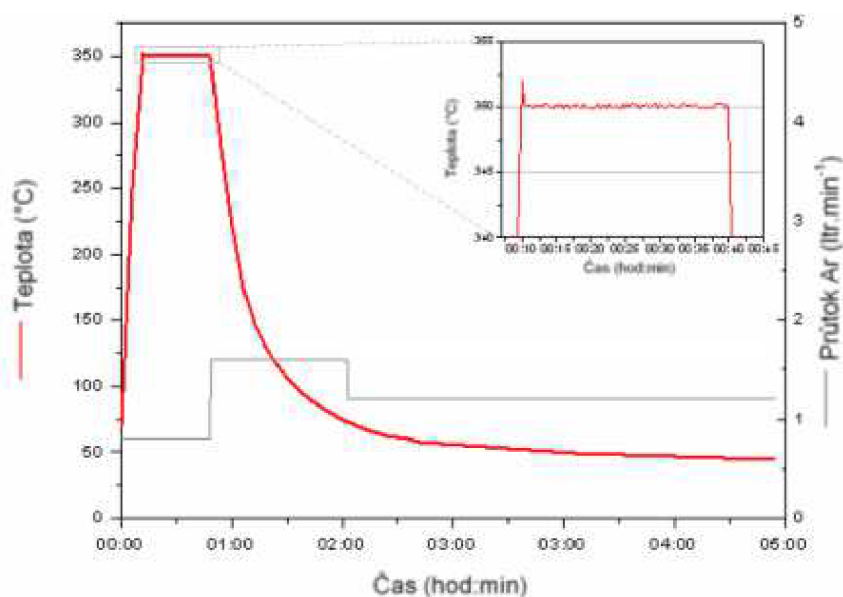
Na mapách IPF (obr. 6.11) lze jednoznačně pozorovat změny ve struktuře, avšak nelze s určitostí říct, zda hrubne zrna. Z analyzovaných dat však vyplývá, že došlo k určitému nárůstu počtu velkoúhlových hranic (obr. 6.13) a k určitým změnám v distribuci velikosti zrna (konkrétně vznik nových, resp. zánik některých sousedících tříd, což značí mírné zhrubnutí popř. zjemnění některých zrn) (obr. 6.14). I přesto, že opět nedošlo k nárůstu průměrné velikosti zrna (klesla z 4,49 na 4,41 μm), lze na základě získaných dat jednoznačně říct, že při teplotě 300 °C již dochází k jistým strukturním změnám, aniž by hrublo zrna.

6.2.2.5 Experiment 5

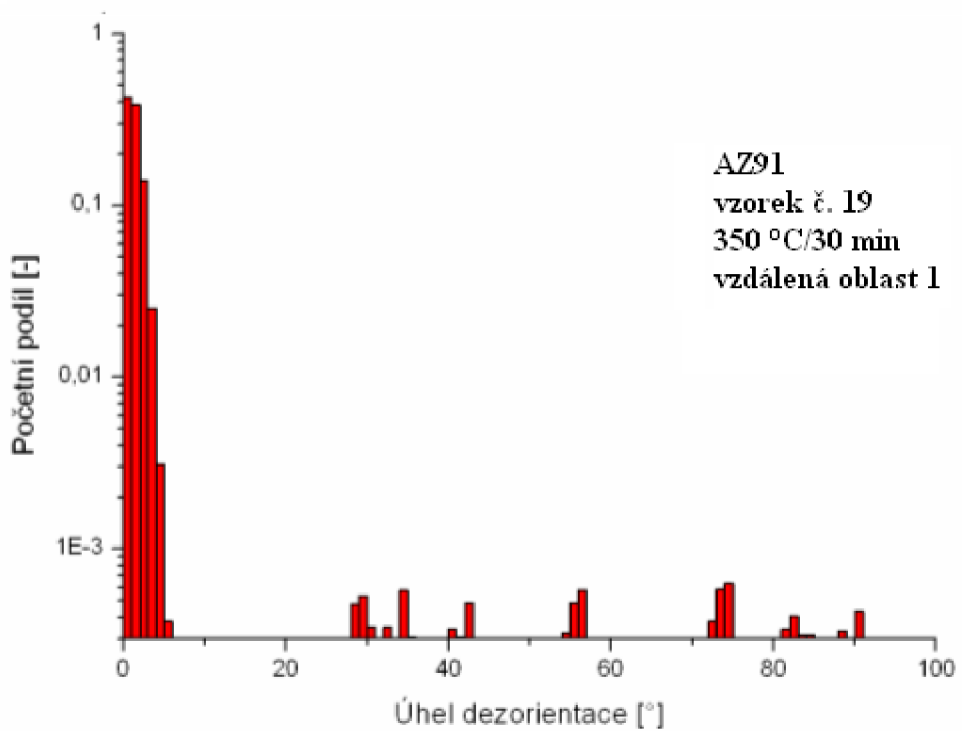
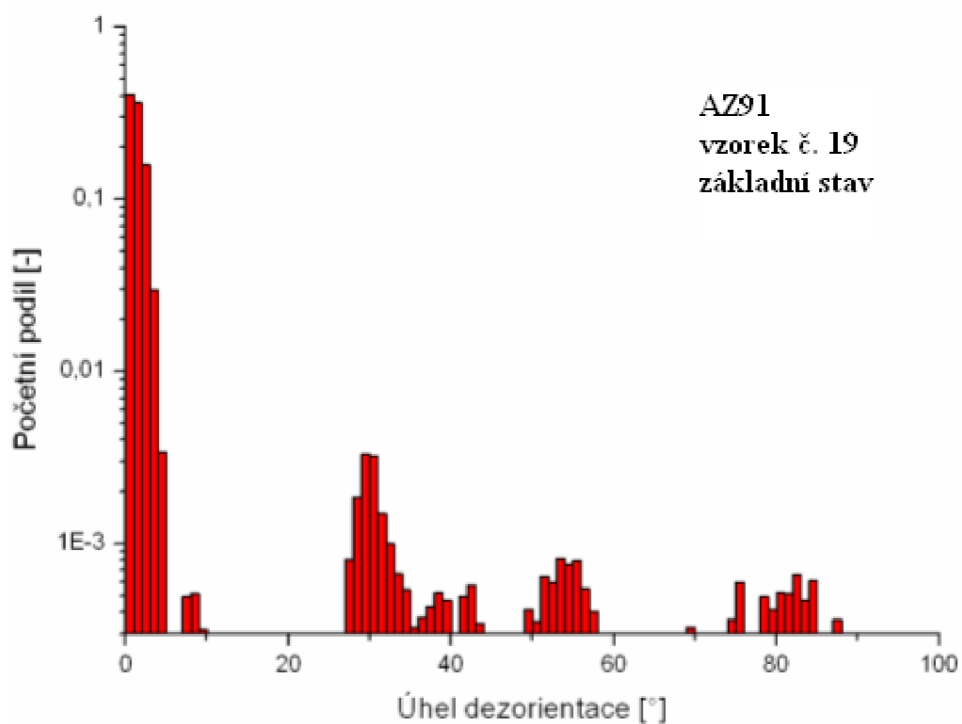
Vzorek č. 19 byl žhán při 350 °C, doba výdrže 30 minut, po dobu experimentu byla snímána a zaznamenávána teplota a průtok argonu (obr. 6.16). Data z EBSD byla zpracována do mapy IPF ke vztažné ose RD (obr. 6.15). V důsledku úplného odpaření vzniklé stopy při žhání nebylo při vysokých teplotách již nadále možno zkoumat stejné místo, proto byla analyzovaná vzdálená oblast, která se s tímto místem neshoduje, avšak stále se nachází v oblasti výskytu jemných zrn. Výsledky (obr. 6.17, obr. 6.18) mají v tomto případě menší vypovídací hodnotu, protože neznáme původní stav struktury v místě pozorovaném po teplotní expozici, avšak mohou naznačovat trend chování.



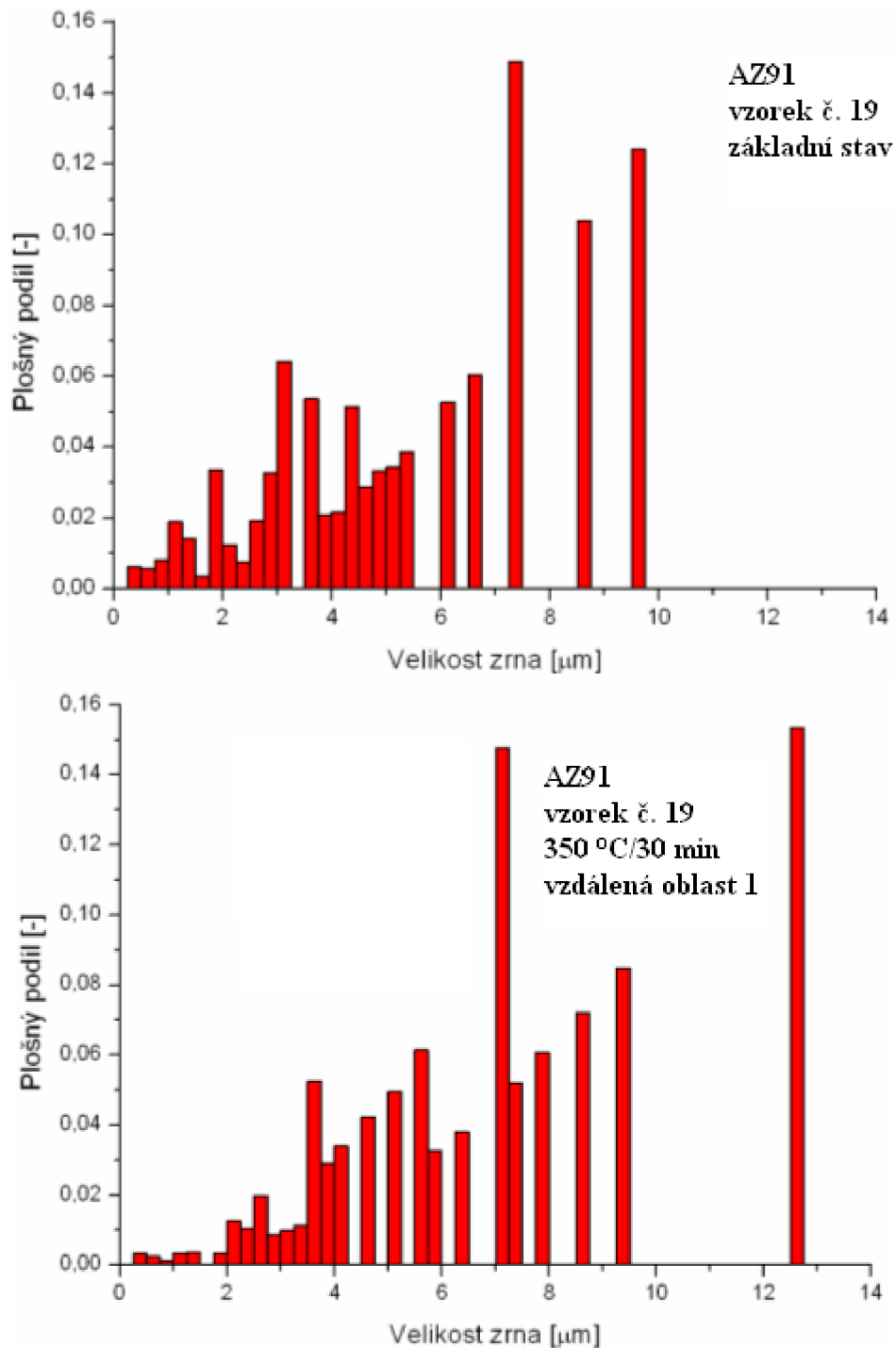
Obr. 6.15: Mapa IPF: Struktura slitiny AZ91, vztažná osa RD: základní stav (a), 350 °C/30 min – vzdálená oblast 1 (b) – EBSD (po filtraci)



Obr. 6.16: Průběh teploty a průtoku chladícího plynu v během žhání a chladnutí



Obr. 6.17: Distribuce úhlu dezorientace: základní stav, žíhání 350 °C/30 min



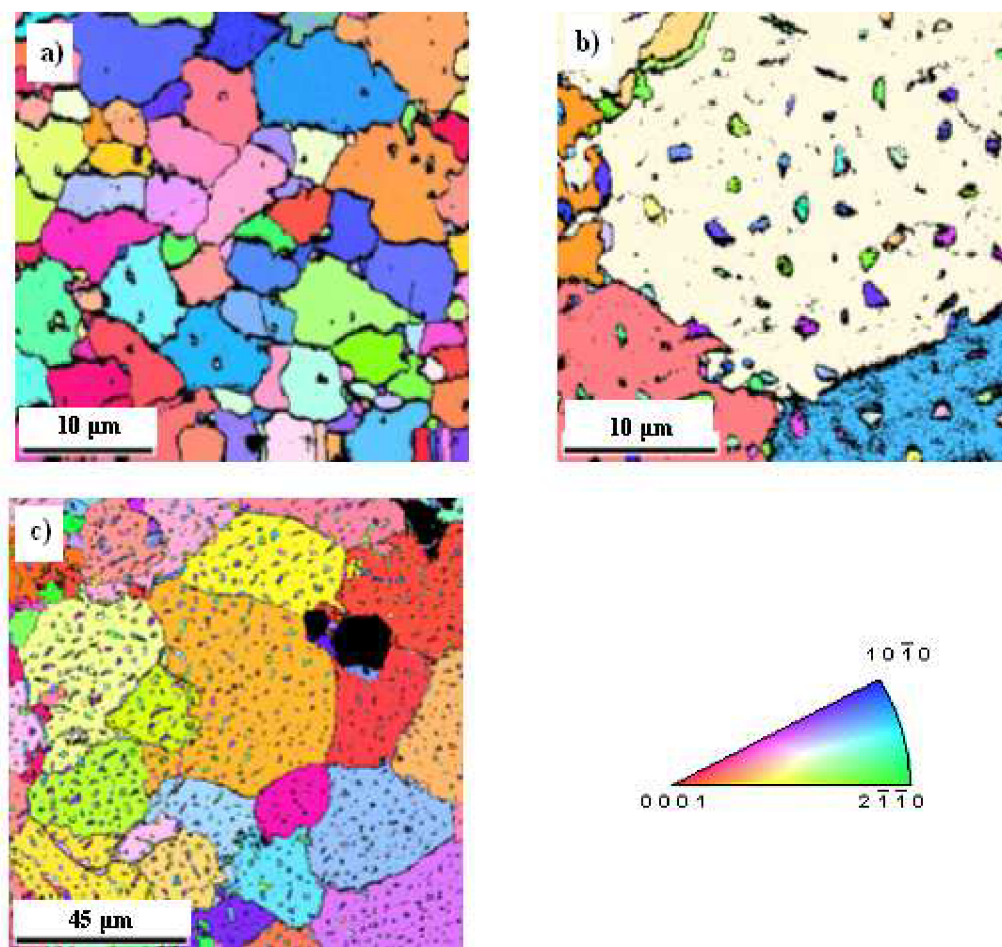
Obr. 6.18: Distribuce velikosti zrna: základní stav, žhání 350 °C/30 min

I přes skutečnost, že nebylo pozorováno stejné místo a výsledky jsou tudíž zatíženy nepřesností, lze z daných hodnot usoudit, že při teplotě 350 °C již k došlo k jistému zhrubnutí struktury, protože v analyzované oblasti můžeme pozorovat obecně větší zrna než v oblasti původní (obr. 6.15). Přestože bylo toto měření zatíženo chybou, poskytuje určitou představu o chování struktury. Podle výsledků analýzy vzrostla průměrná velikost zrna 5,70 μm na 7,14 μm, lze proto říct, že při těchto teplotách již není struktura plně stabilní a při delší expozici by bylo zhrubnutí významnější. Pro potvrzení těchto předpokladů byl proveden závěrečný experiment při teplotě 400 °C, přičemž bylo očekáváno silné zhrubnutí.

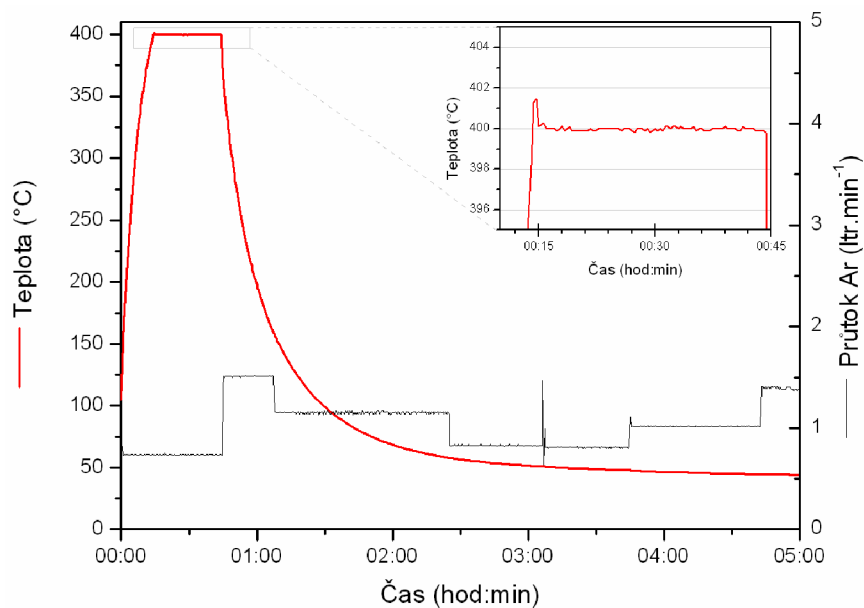
6.2.2.6 Experiment 6

Vzorek č. 20 byl žhán při 400 °C, doba výdrže 30 minut, po dobu experimentu byla snímána a zaznamenávána teplota a průtok argonu (obr. 6.20). Data z EBSD byla zpracována do mapy IPF ke vztažné ose RD (obr. 6.19). Aby bylo možné najít původní oblast, byla na vzorek napařena uhlíková mřížka, která měla sloužit jako rastr pro snazší orientaci na vzorku (obr. 6.21).

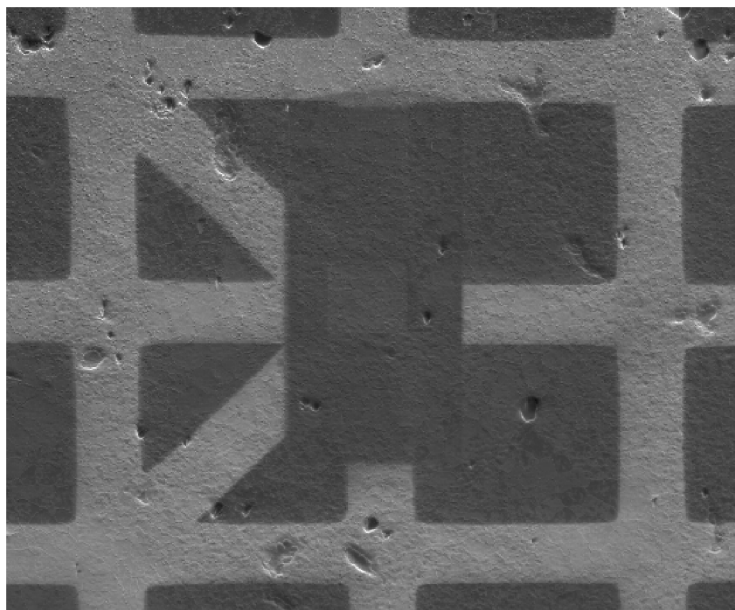
Při analýze bylo zjištěno, že v pozorované oblasti došlo k enormnímu zhrubnutí zrna, a to v té míře, že tato oblast byla umístěna v jeho objemu. Pro kvantifikaci úrovně zhrubnutí bylo nutno analyzovat mikrostrukturu mimo původní oblast, ovšem první zvolená oblast obsahovala taktéž pouze jedno zrno (obr. 6.19 b), tudíž by také nebylo možné kvantifikovat míru zhrubnutí, proto byla zvolena druhá oblast o větší ploše (obr. 6.19 c).



Obr. 6.19: Mapa IPF: Struktura slitiny AZ91, vztažná osa RD:
základní stav (a), 400 °C/30 min (b),
400 °C/30 min – vzdálená oblast 1 (c) – EBSD (po filtraci)



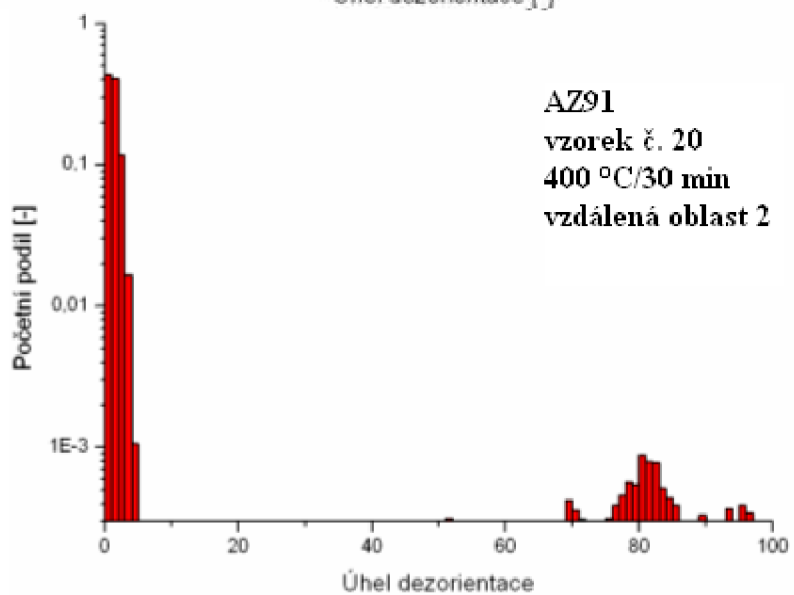
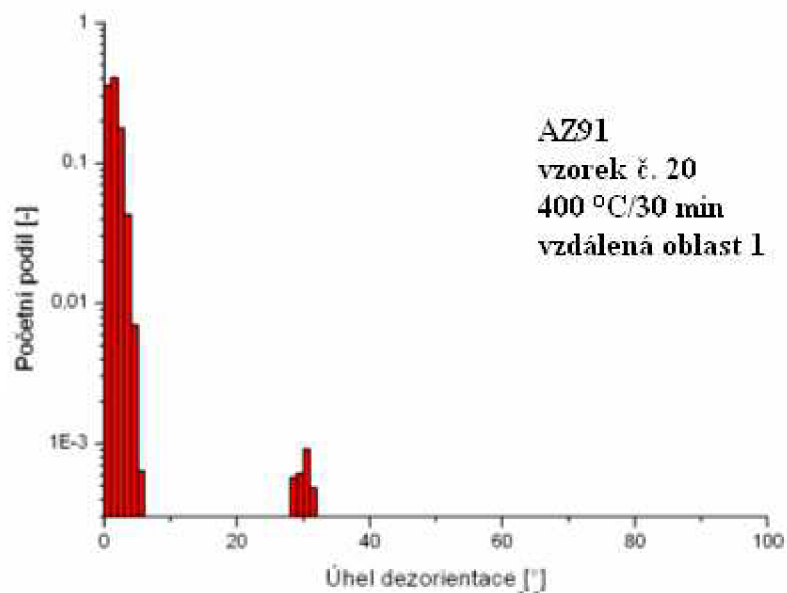
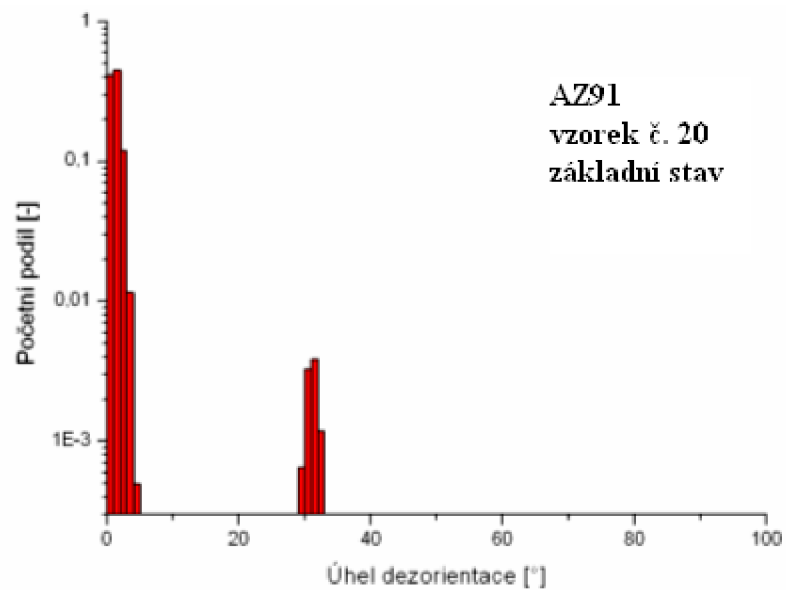
Obr. 6.20: Průběh teploty a průtoku chladícího plynu v během žíhání a chladnutí



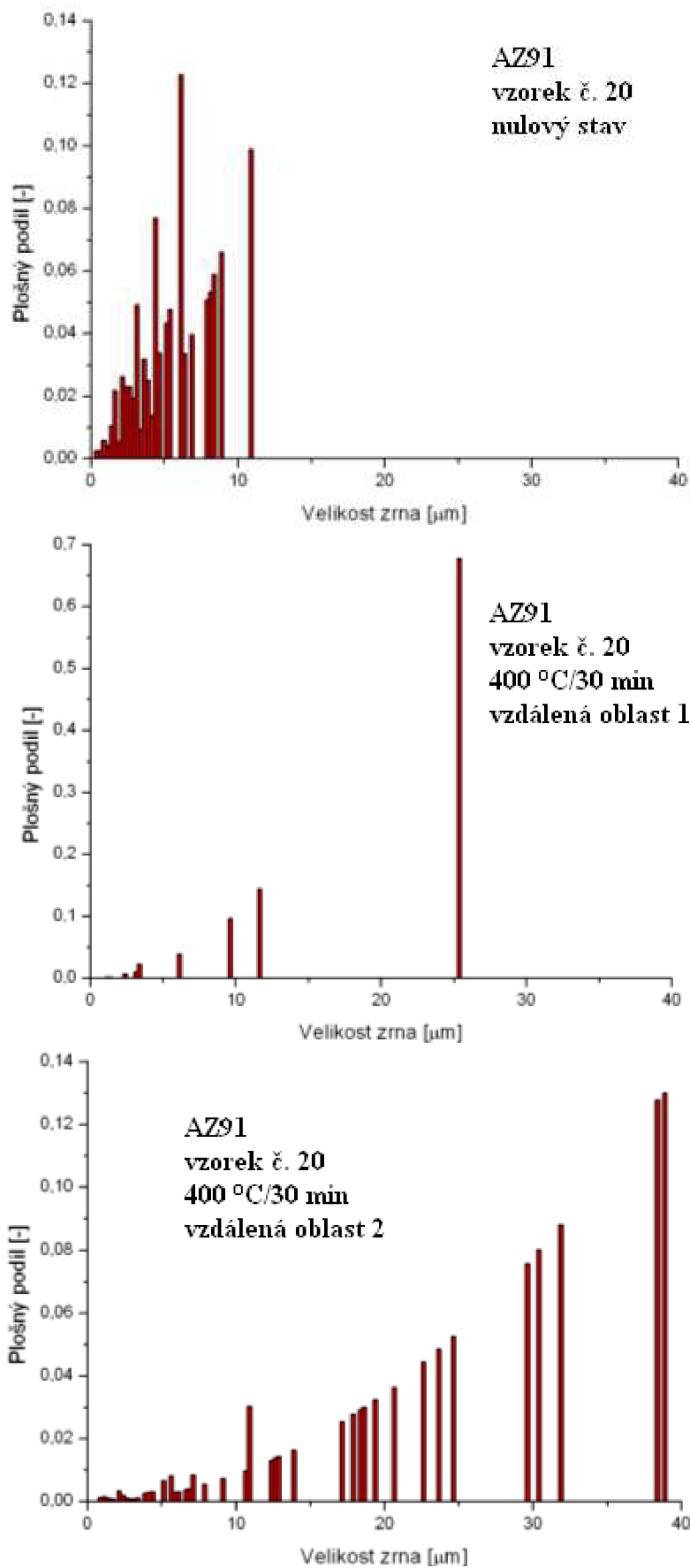
Obr. 6.21: Uhlíková mřížka usnadňující orientaci napařená na vzorku

Na základě posouzení stavu struktury, došlo dle předpokladu k silnému zhrubnutí a to v obou zkoumaných oblastech (obr. 6.19 a, b). V obou oblastech se po teplotní expozici nachází obdobný velký podíl velkoúhlových hranic (obr. 6.22) (99,4, resp. 98,2 %).

Z distribuce velikosti zrna (obr. 6.23) lze jednoznačně říct, že došlo k silnému zhrubnutí zrna. Ke kvantifikaci je nutné použít data z druhé oblasti, protože výsledky z první oblasti jsou zkreslené skutečností, že se v ní nenachází žádné zrno celou svou plochou. Průměrná velikost zrna vzrostla z 5,9 na 20 μm .



Obr. 6.22: Distribuce úhlu dezorientace: základní stav, žhání 400 °C/30 min



Obr. 6.23: Distribuce velikosti zrna: základní stav, žíhání 400 °C/30 min

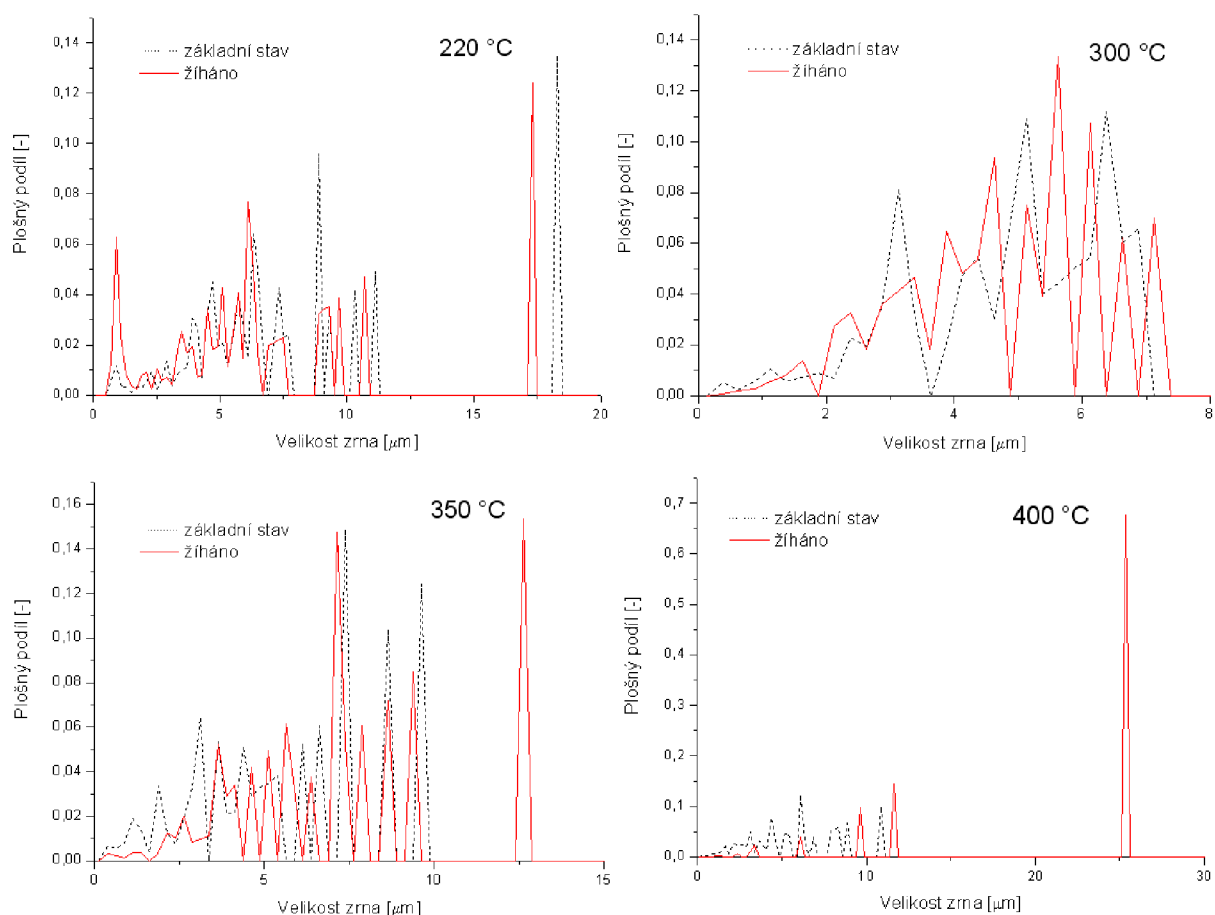
7 Diskuze

Ultrajemnozrná hořčíková slitina AZ91 byla žhána za různých teplot, byl zkoumán vliv teploty na stabilitu této struktury. Stabilita struktury byla posuzována pomocí EBSD analýzy, s použitím metody konkrétního místa. V případě, že nebylo možno přístup konkrétního místa použít, byl volen konvenční přístup.

Porovnáme-li vliv teploty na změnu podílu malouhlových (LAB, do 15°) a velkouhlových (HAB, nad 15°) hranic (tab. 7.1) (porovnávané pouze tehdy, jsou-li použita data z totožného místa), můžeme vidět, že při teplotách 220 a 300 °C dochází k mírnému poklesu počtu malouhlových hranic a nárůstu hranic velkouhlových. Tato změna je však malá a lze říct, že změny v distribuci úhlů dezorientace nejsou významné.

Tab. 7.1: Podíl malouhlových a velkouhlových hranic v závislosti na žhací teplotě

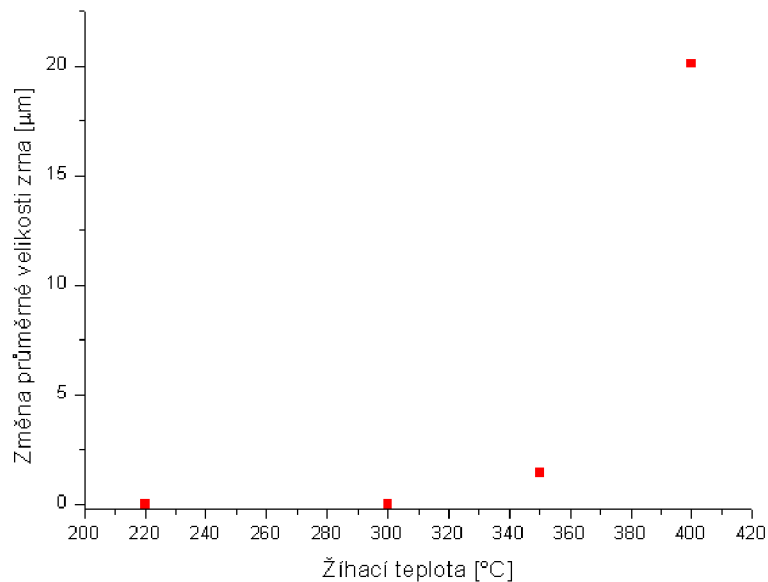
| Doba žhání 30 min | Žhací teplota | |
|----------------------|---------------|-------------|
| | 220 °C | 300 °C |
| | LAB/HAB [%] | LAB/HAB [%] |
| Základní stav | 91,7/8,3 | 97,0/3,0 |
| Žháno | 87,2/12,8 | 95,5/4,5 |



Obr. 7.1: Změna velikosti zrna v závislosti na žhací teplotě

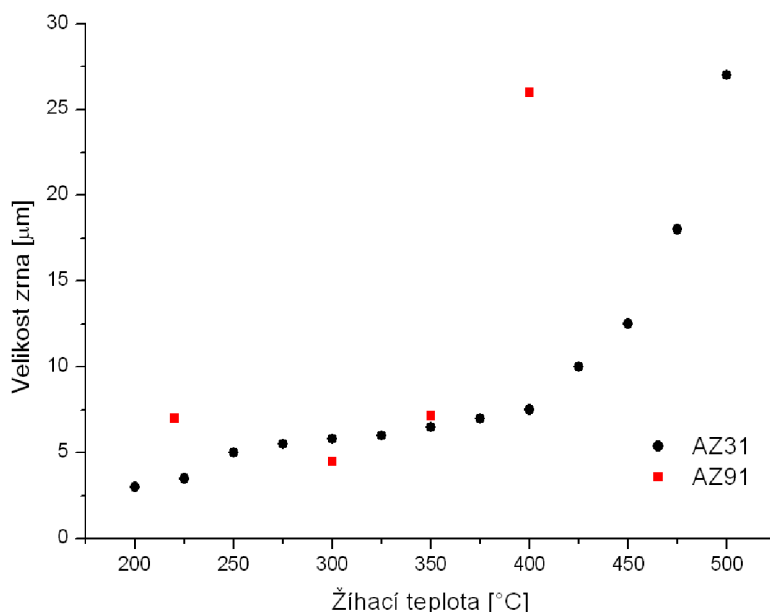
Pokud porovnáme změnu velikosti zrna v závislosti na žíhací teplotě (obr. 7.1) můžeme při teplotách 220 a 300 °C pozorovat podobný profil obou rozdělání, přičemž dochází pouze k zániku některých tříd na úkor tříd vedlejších. Při teplotách 350 a 400 °C je již ovšem patrné zhrubnutí projevující se vznikem větších zrn reprezentovaných samostatnými třídami.

Uvážíme-li změnu velikosti zrna v závislosti na žíhací teplotě (obr. 7.2), můžeme konstatovat, že struktura je stabilní až do teploty 300 °C a při vyšších teplotách začíná docházet k její postupné degradaci.

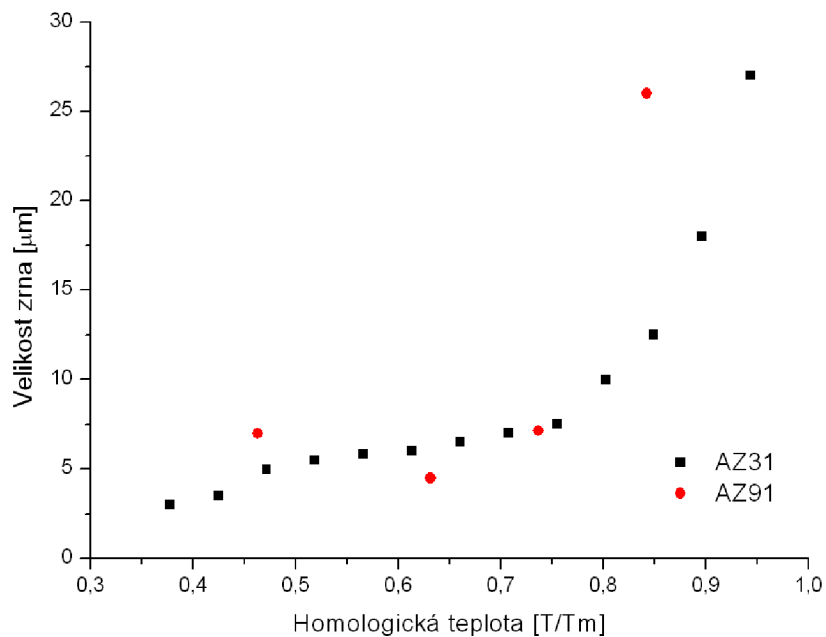


Obr. 7.2: Závislost změny průměrné velikosti zrna slitiny AZ91 na žíhací teplotě

Při porovnání velikost zrna po expozici zkoumané slitiny AZ91 a slitiny AZ31 z podobného experimentu W. J. Kima a H. K. Kima [23] (obr. 7.3), bychom mohli usoudit, že slitina AZ91 je méně teplotně stabilní než slitina AZ31, ovšem vyneseme-li stejné hodnoty vzhledem k teplotě tavení dané slitiny (AZ31: 530 °C [23], AZ91: 475 °C [38]) (obr. 7.4), můžeme pozorovat výrazně menší rozdíl mezi chováním obou slitin.

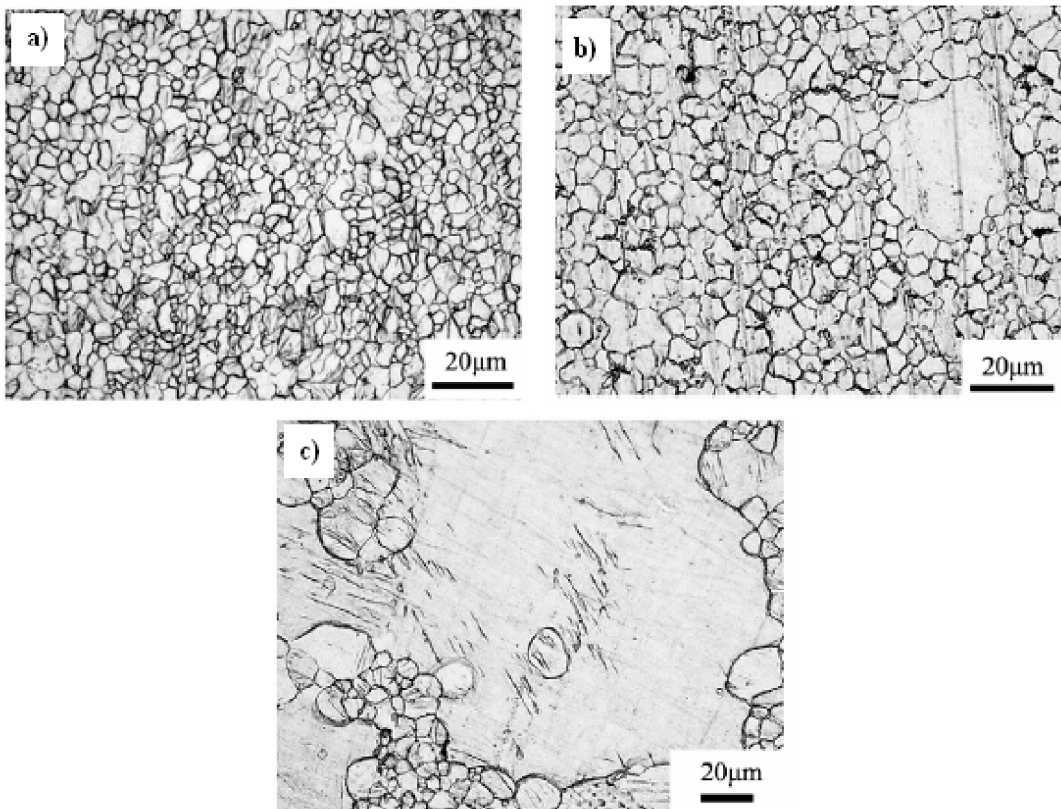


Obr. 7.3: Velikost zrna slitiny AZ31 a AZ91 po žíhání v závislosti na teplotě, doba žíhání 30 min



Obr. 7.4: Velikost zrna slitiny AZ31 a AZ91 po žhání vzhledem k teplotě tavení

Je třeba také brát v úvahu, že slitiny mají různou výchozí průměrnou velikost zrna (AZ31: 2,5 μm [23], AZ 91: 6,07 μm) a obě prodělaly různý počet průchodů ECAP, tudíž je do jejich struktury vnesena jiná hodnota ekvivalentní deformace, což silně ovlivňuje stabilitu. Z tohoto důvodu má toto srovnání spíše ilustrativní charakter.



Obr. 7.5: Mikrostruktura slitiny AZ31 – podmínky žhání: 250 °C/10 min (a), 350 °C/10 min (b), 400 °C/10 min (c) – světelný mikroskop [39]

Pokud porovnáme vliv žíhací teploty na strukturní změny s experimentem, který byl prováděn na slitině AZ31, jež prodělala intenzivní tváření za studena a dosáhla podobné výchozí struktury [39], můžeme konstatovat, že struktura vykazovala stabilitu za obdobných teplot (obr. 7.5 a) a taktéž po překročení 300 °C začala hrubnout (obr. 7.5 b, c). K hrubnutí došlo při výrazně kratší expozici. Tento jev je možné vztahovat k odlišnému chemickému složení a celkové ekvivalentní deformaci dosažené při dané metodě tváření.

8 Závěry

Na základě získaných výsledků lze vyslovit tyto závěry:

- Slitina AZ91 připravena pomocí metody ECAP má bimodální strukturu s oblastmi hrubších zrn (průměrná velikost 20 μm) a oblastmi jemných zrn (průměrná velikost 6 μm), v oblasti jemných zrn je zvýšená četnost fáze $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ oproti oblastem s hrubšími zrny s nižší četností této intermediární fáze,
- žíhacími experimenty s konstantní dobou výdrže na teplotě (30 min) bylo zjištěno, že mikrostruktura zkoumané slitiny je stabilní do teploty 300 °C, při vyšších teplotách dochází k postupnému hrubnutí zrn, kdy se průměrná velikost zrna změní z 6,07 μm na cca 25 μm ,
- pomocí analýzy EBSD bylo zjištěno, že vyskytující se hranice jsou převážně maloúhlové; v průběhu teplotní expozice dochází pouze k minimálnímu nárůstu množství hranic velkoúhlových a to i při teplotách nad 300 °C,
- srovnání výsledků této práce s literárními údaji ukázalo, že zkoumaná slitina AZ91 vykazuje obdobné chování jako slitina AZ31 připravená ECAP procesem.

9 Použitá literatura

- [1] MICHNA, Š. *Výroba hořčíku* [online]. 2008, dostupné z: <http://www.stefanmichna.com/download/technicke-materialy_II/vyroba_horciku.pdf>
- [2] PTÁČEK, L. Slévárenské slitiny hořčíku, *Slévárenství*, 2004, č. 2–3, s. 61–66
- [3] RUSZ, S. Moderní metody ve tváření [online]. 2009, dostupné z: <http://www.345.vsb.cz/KE%20vyuka/Rusz/Moderni_metody_ve_tvareni_sylaby.pdf>
- [4] Furukawa, M.; Horita, Z.; Nemoto, M.; Langdon, T. G. Processing of Metals by Equal-Channel Angular Pressing, *Journal of Material Science*, 2001, Vol. 36, s. 2835-2843
- [5] NAKASHIMA, K.; HORITA, Z.; MINORU, M.; LANGDON, T. G. Influence of Channel Angle on the Development of Ultrafine Grains in Equal-Channel Angular Pressing, *Acta Materialia*, 1998, Vol. 46, s. 1589-1599
- [6] ZHILYAEV, A. P.; NURISLAMOVA, G. V.; KIM, B.-K.; BARÓ, M. D.; SZPUNAR, J. A.; LANGDON, T. G. Experimental Parameters Influencing Grain Refinement and Microstructural Evolution During High-Pressure Torsion, *Acta Materialia*, 2003, Vol. 51, s. 753–765
- [7] HEBESBERGER, T.; STÜWE, H. P.; VORHAUER, A.; WETSCHER, F.; PIPPAN, R. Structure of Cu Deformed by High Pressure Torsion, *Acta Materialia*, 2005, Vol. 53, s. 393–402
- [8] CHEN, Y. J.; WANG, Q. D.; ROVEN, H. J.; KARLSEN, M.; YU, Y. D.; LIU, M. P.; HJELEN, J. Microstructure Evolution in Magnesium Alloy AZ31 During Cyclic Extrusion Compression, *Journal of Alloys and Compounds*, 2007
- [9] RICHERT, M.; STÜWE, H. P.; ZEHETBAUER, M. J.; RICHERT, J.; PIPPAN, R.; MOTZ, Ch. SCHAFLER, E. Work Hardening and Microstructure of AlMg5 After Severe Plastic Deformation by Cyclic Extrusion and Compression, *Materials Science and Engineering*, 2003, Vol. A355, s. 180–185
- [10] REZAEI-BAZZAZ, A.; AHMADIAN, S. Modeling of Mechanical Behavior of Ultra Fine Grained Aluminium Produced by Multiple Compressions in a Channel Die, *Materials and Design*, 2012, Vol. 34, s. 230–234
- [11] KUNDU, A.; KAPOOR, R.; TEWARI, R.; CHAKRAVARTTY, J. K. Severe Plastic Deformation of Copper Using Multiple Compression in a Channel Die, *Scripta Materialia*, 2008, Vol. 58, s. 235–238
- [12] MA, X.; BARNETT, M. R.; KIM, Y. H. Forward Extrusion Through Steadily Rotating Conical Dies, *International Journal of Mechanical Sciences*, 2004, Vol. 46, s. 449–464
- [13] ZRNÍK, J.; KRAUS, L.; PRNKA, T.; ŠPERLINK, K. Příprava ultrajemnozrných a nanokrystalických kovových materiálů extrémní plastickou deformací a jejich vlastnosti [online]. 2007, dostupné z: <<http://www.nanotechnologie.cz/storage/strategie4.pdf>>
- [14] RAAB, G. J.; VALIEV, R. Z.; LOWE, T. C.; ZHU, Y. T. Continuous Processing of Ultrafine Grained Al by ECAP–Conform, *Materials Science and Engineering*, 2004, Vol. A382, s. 30–34

- [15] SAITO, Y.; TSUJI, N.; UTSUNOMIYA, H.; SAKAI, T.; HONG, R. G. Ultra-Fine Grained Bulk Aluminium Produced by Accumulative Roll-Bonding Process, *Scripta Materialia*, 1998, Vol. 39, s. 1221–1227
- [16] PENG, K.; SU, L.; SHAW, L. L.; QIAN, K.-W. Grain Refinement and Crack Prevention in Constrained Groove Pressing of Two-Phase Cu-Zn Alloys, *Scripta Materialia*, 2007, Vol. 56, s. 987–990
- [17] SHIN, D. H.; PARK, J.-J.; KIM, Y.-S.; PARK, K.-T. Constrained Groove Pressing and its Application to Grain Refinement of Aluminium, *Materials Science and Engineering*, 2002, Vol. A328, s. 98–103
- [18] MOLODOVA, X.; GOTTSTEIN, G. Annealing Behavior of ECAP Deformed Aluminium Alloy 3103, *Materials Science Forum*, 2008, Vols. 584–586, s. 944–949
- [19] MOLODOVA, X.; BHAUMIK, S.; WINNING, M.; GOTTSTEIN, G. ECAP Processed Copper During Deformation and Subsequent Annealing, *Materials Science Forum*, 2006, Vols. 503–504, s. 469–474
- [20] MASSALSKI, T. B. *Binary Alloys Phase Diagrams*, American Society for Metals, Metals Park Ohio 44073, 1986, Vol. 1, s. 187
- [21] DOLEŽAL, P.; POSPÍŠILOVÁ, S.; PAVLÍKOVÁ, P. Příprava a hodnocení materiálografických vzorků [online]. 2011, dostupné z: <<http://ime.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/PHMV/index.html>>
- [22] LI, J.; LIN, D.-L.; ZENG, X.-Q.; DALI, M.; DING, W. Effect of Second-phase Particles on Grain Refinement of Mg-Al-Zn Alloy During ECAE, *Materials Science Forum*, 2007, Vols. 546–579, s. 315–318
- [23] KIM, H. K.; KIM, W. J. Microstructural Instability and Strength of an AZ31 Mg Alloy After Severe Plastic Deformation, *Materials Science and Engineering*, 2004, Vol. A385, s. 300–308
- [24] CHEN, B.; LIN, D.-L.; ZENG, X.-Q.; LU, C. Equal-Channel Angular Pressing of Magnesium Alloy AZ91 and its Effects on Microstructure and Mechanical Properties, *Materials Science and Engineering*, 2008, Vols. A483–A484, s. 113–116
- [25] MÁTHIS, K.; GUBICZA, J.; NAM, N. H. Microstructure and Mechanical Behavior of AZ91 Mg Alloy Processed by Equal Channel Angular Pressing, *Journal of Alloys and Compounds*, 2005, Vol. 394, s. 194–199
- [26] YANG, X.-Y.; MIURA, H.; SAKAI, T. Recrystallization Behaviour of Fine-Grained Magnesium Alloy After Hot Deformation, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2007, Vol. 17, s. 1139–1142
- [27] ZÚBEROVÁ, Z.; ESTRIN, Y.; LAMARK, T. T.; JANEČEK, M.; HELLMIG, R. J.; KRIEGER, M. Effect of Equal Channel Angular Pressing on the Deformation Behavior of Magnesium Alloy AZ31 Under Axial Compression, *Journal of Materials Processing Technology*, 2007, Vol. 184, s. 294–299
- [28] ZÚBEROVÁ, Z.; KUNZ, L.; LAMARK, T. T.; ESTRIN, Y.; JANEČEK, M. Fatigue and Tensile Behavior of Cast, Hot-Rolled and Severely Plastically Deformed AZ31 Magnesium Alloy, *Metallurgical and Materials Transactions*, 2007, Vol. 38A, s. 1934–1940

- [29] KANG, S. H.; LEE, Y. S.; LEE, J. H. Effect of Grain Refinement of Magnesium Alloy AZ31 by Severe Plastic Deformation on Material Characteristics, *Journal of Materials Processing Technology*, 2008, Vol. 201, s. 436–440
- [30] MAN, O. *Aplikace metody difrakce zpětně odražených elektronů v materiálovém inženýrství*, Brno, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010. 129 s.
- [31] REIMER, L. *Scanning Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis*, Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo: Springer-Verlag, 1985. 457 s.
- [32] AUTRATA, R. Detekce signálních elektronů v rastrovací elektronové mikroskopii, Podzimní škola základů elektronové mikroskopie, 15. 10. 2003, Brno. Brno: ÚPT AVČR, 2003, s. 96
- [33] WELLS, O. C. Comparison of Different Models for the Generation of Electron Backscattering Patterns in the Scanning Electron Microscope, *Scanning*, 1999, Vol. 21, No. 6, s. 368–371
- [34] DINGLEY, D. D. The Development of Automated Diffraction in Scanning and Transmission Electron Microscopy, *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*. A. J. Schwartz; M. Kumar; B. L. Adams (editoři), New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 2000, s. 1–18
- [35] *OIM Data Collection 3.51*. [počítačový program] Ver. 3.51. [CD-ROM] Draper: TexSEM Laboratories, 2002
- [36] KELLER, R. R., et. al. EBSD Measurements of Strains in GaAs due to Oxidation of Buried AlGaAs Layers, *Microelectronic Engineering*, 2004, Vol. 75, No. 1, s. 96–102
- [37] MAN, O.; PANTĚLEJEV, L.; KUNZ, L. Study of Thermal Stability of Ultrafine Grained Copper by Means of Electron Back Scattering Diffraction, *Materials Transactions*, 2010, Vol. 51, No. 2, s. 209–213
- [38] OHNO, M.; MIRKOVIC, D.; SCHMID-FETZER, R. Liquidus and Solidus Temperatures of Mg-Rich Mg-Al-Zn Alloys, *Acta Materialia*, 2006, Vol. 54, s. 3883–3891
- [39] CHAO, H. Y.; SUN, H. F.; CHEN, W. Z.; WANG, E. D. Static Recrystallization Kinetics of Heavily Cold Drawn AZ31 Magnesium Alloy Under Annealing Treatment, *Materials Characterization*, 2011, Vol. 62, s. 312–320

10 Použité symboly a zkratky

| | |
|---------------------|--|
| γ | intermediární fáze $Mg_{17}Al_{12}$ |
| δ | substituční tuhý roztok hliníku v hořčíku |
| ε | deformace |
| $\dot{\varepsilon}$ | rychlost deformace |
| ζ | úhel snímání |
| σ | napětí |
| Φ | úhel mezi dvěma kanály v záпустce pro ECAP |
| φ | úhel dopadu primárního svazku |
| Ψ | oblouk zakřivení v místě protnutí obou kanálů v záпустce pro ECAP |
| ω | úhel dezorientace |
| ARB | kumulativní válcování – „accumulative roll bonding“ |
| BSE | zpětně odražené elektrony – „back-scattered electrons“ |
| CCDC | cyklické přechování v kanálu – „cyclic channel die compression“ |
| CEC | cyklické protlačování a přechování – „cyclic extrusion-compression“ |
| CGP | omezené tvarové lisování – „constrained groove pressing“ |
| CONFORM | kontinuální válcování spojené s přechováním – „continuous extrusion forming“ |
| d | okamžitá velikost zrna |
| d_0 | původní velikost zrna |
| EBS | difrakce zpětně odražených elektronů – „electron backscattered diffraction“ |
| ECAP | úhlové bezkontrakční protlačování – „equal channel angular pressing“ |
| EDS | energieová disperzní spektroskopie – „energy dispersive spectroscopy“ |
| H_0 | materiálová konstanta |
| H_v | tvrdost |
| HAB | velkoúhlové hranice – „high-angle boundaries“ |
| HPT | krut za vysokého tlaku – „high pressure torsion“ |
| HR | válcované za tepla – „hot-rolled“ |
| IPF | inverzní pólový obrazec – „inverse pole figure“ |
| IQ | kvalita difrakčních stop – „image quality“ |
| K_H | materiálová konstanta |
| KAM | průměrná dezorientace na jádře – „kernel average misorientation“ |
| LAB | malouhlové hranice – „low-angle boundaries“ |
| ND | normálový směr – „normal direction“ |
| Q | aktivační energie růstu zrna |
| R | univerzální plynová konstanta |
| RD | směr válcování – „rolling direction“ |
| SC | squeeze casting |
| SEM | rastrovací elektronová mikroskopie (mikroskop) |
| SPD | intenzivní plastická deformace – „severe plastic deformation“ |
| T | teplota |
| t | čas |
| T_m | teplota tavení |
| TD | příčný směr – „transverse direction“ |
| TE | protlačování v kombinaci s krutem – „twist extrusion“ |
| TEM | transmisní elektronová mikroskopie (mikroskop) |
| UFG | ultrajemnozrný – „ultra-fine grained“ |