

# Strukturní analýza ECAP materiálů

Jiří Hubáček

---

Bakalářská práce  
2006



Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

---

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická  
Ústav fyziky a mater. inženýrství  
akademický rok: 2005/2006

# ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Jiří HUBÁČEK**  
Studijní program: **B 2808 Chemie a technologie materiálů**  
Studijní obor: **Chemie a technologie materiálů**  
  
Téma práce: **Strukturní analýza ECAP materiálů**

Zásady pro vypracování:

Ultrajemnozrné ECAP (equal channel angular pressed) materiály se vyznačují širokou distribucí velikostí zrn a extrémní anizotropií. Cílem práce bude analyzovat rovinné řezy takovýmto materiálem a zjistit distribuci ploch profilů, texturu (ortogonální projekce zrn do izotropního svazku přímek) a srovnat experimentální materiál s odpovídajícími teselacemi.

Rozsah práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

1) T. Hanlon et al.: Effects of grain refinement and strength on friction and damage evolution under repeated sliding contact in nanostructured metals, international Journal of Fatigue 27 1160 (2005) 1159–1163

2) Miroslav Cerny, Petr Sestak, Jaroslav Pokluda: First Principles Study of Ni-Ti Ordered Systems under Isotropic Loading, JUNIORMAT '05, Brno, 20–21.9.2005.

Vedoucí bakalářské práce:

**doc. RNDr. Petr Ponižil, Ph.D.**

Ústav fyziky a mater. inženýrství


Datum zadání bakalářské práce:

**14. února 2006**

Termín odevzdání bakalářské práce:

**13. června 2006**

Ve Zlíně dne 31. května 2006

  
prof. Ing. Ignác Hoza, CSc.  
děkan



  
31.5. 2006  
prof. Ing. Lubomír Lapčík, Ph.D.  
ředitel ústavu

## ABSTRAKT

Cílem této práce je seznámit čitatele s významnou a v posledních desetiletích pozoruhodně slibnou oblastí vývoje ušlechtilých kovových materiálů. Abych mohl v praktické části práce provést analýzu vzorku, bude třeba v teoretické části pochopit určité základní principy dané problematiky.

Teoretická část je zaměřena na ultrajemnozrné kovy a kovové slitiny zpracované za pomoci extrémní plastické deformace, konkrétně metodou ECAP. Ukážu základní principy zjemňování materiálů. Tyto se vyznačují jak neobvyklou strukturou, tak i řadou zvláštních a užitečných vlastností.

Všechny předchozí poznatky budou nezbytné pro provedení analýzy rovinnými řezy. Porovnává se mikrostruktura ultrajemnozrné kovové slitiny vzorku před a po zátěži. Analýza je provedena s pomocí statistických metod a vychází ze struktury zrn. Hlavním účelem práce je ukázat jednu z možností porovnávání vzorků ECAP materiálů .

Klíčová slova: SPD, ECAP, velikost zrn, ultrajemnozrné kovy, strukturní analýza, kovové slitiny

## ABSTRACT

Purpose of this work is to introduce readers into interesting and in a few last decades remarkable promising area of development fine metal materials. To be able analyse a sample in the practical part of the work, it is necessary to understand some basic principles of given subject.

Theoretical part is aimed on ultrafine-grained metals and metal alloys processed by Severe Plastic Deformation, concretely by ECAP method. I will present basic principles of material refinement. These materials are characterized by unusual structure and also by a lot of interesting and useful properties.

All previous pieces of knowledge will be essential for planar cut analyse accomplishment. The microstructure of ultrafine-grain metal alloy before stress is compared with that after the stress. Analyse is realized with help of statistical methods and it is based on grain structure. The main purpose of the work is to present one possibility how to compare samples of ECAP materials.

Keywords: SPD, ECAP, grain size, ultrafine-grained metal, structural analysis, metal alloys

Za pomoc s přípravou práce bych chtěl poděkovat vedoucímu své práce doc. RNDr. Petru Ponížilovi, Ph.D.

**OBSAH**

<b>ÚVOD</b> .....	<b>5</b>
<b>TEORETICKÁ ČÁST</b> .....	<b>6</b>
<b>1 ULTRAJEMNOZRNÉ MATERIÁLY</b> .....	<b>7</b>
1.1 ROZDĚLENÍ KOVOVÝCH MATERIÁLŮ DLE VELIKOSTI ZRN .....	7
1.2 NOVÉ METODY ZUŠLECHŤOVÁNÍ MATERIÁLU - SPD.....	8
1.3 MATERIÁLY VYUŽÍVANÉ PRO METODY SPD .....	8
<b>2 ECAP</b> .....	<b>9</b>
2.1 ZÁKLADNÍ PRINCIP ECAP.....	9
2.2 METODY A POSTUPY ECAP .....	12
2.3 STRUKTURA A VLASTNOSTI ECAP.....	16
2.4 FYZIKÁLNÍ VLASTNOSTI MATERIÁLŮ ECAP .....	18
<b>PRAKTICKÁ ČÁST</b> .....	<b>19</b>
<b>3 ANALÝZA ROVINNÝCH ŘEZŮ</b> .....	<b>20</b>
3.1 ROZBOR VELIKOSTI PLOCH ZRN A HOMOGENITY STRUKTURY .....	22
3.2 ROZBOR VELIKOSTI A ORIENTACE ZRN.....	25
<b>ZÁVĚR</b> .....	<b>28</b>
<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY</b> .....	<b>29</b>
<b>SEZNAM OBRÁZKŮ</b> .....	<b>30</b>
<b>SEZNAM TABULEK</b> .....	<b>31</b>
<b>SEZNAM GRAFŮ</b> .....	<b>32</b>

## ÚVOD

V dnešní době se do popředí zájmu nejen odborníků, ale i laické veřejnosti, dostávají technologie související se schopností poznávat a zkoumat jevy na hranicích vzdálenosti atomových vazeb. S těmito takzvanými „nanotechnologiemi“ se setkáváme už pomalu na každém kroku a pronikají do všech oblastí vědy, materiálový výzkum nevyjímaje. Přestože nám tyto technologie nabízejí materiály zdánlivě neuvěřitelných charakteristik, leckdy je výroba značně drahá a nabízené materiály nebývají zcela prosty různých negativních vlastností. A zde je pole výzkumu otevřeno, neboť existuje řada nadějných nových materiálů, u kterých je možno stále nejen zefektivňovat výrobu, ale také zlepšovat jejich vlastnosti. Kromě polymerních, keramických a jiných materiálů jsou zde stále i kovové materiály, které hrají stále nezastupitelnou úlohu v životě člověka. A i jich se dotkl rozvoj nových technologií. Ukázalo se, že je možno pozměnit mikrostrukturu těchto polykrystalických materiálů a dosáhnout tak neočekávaných kvalit.

## **I. TEORETICKÁ ČÁST**



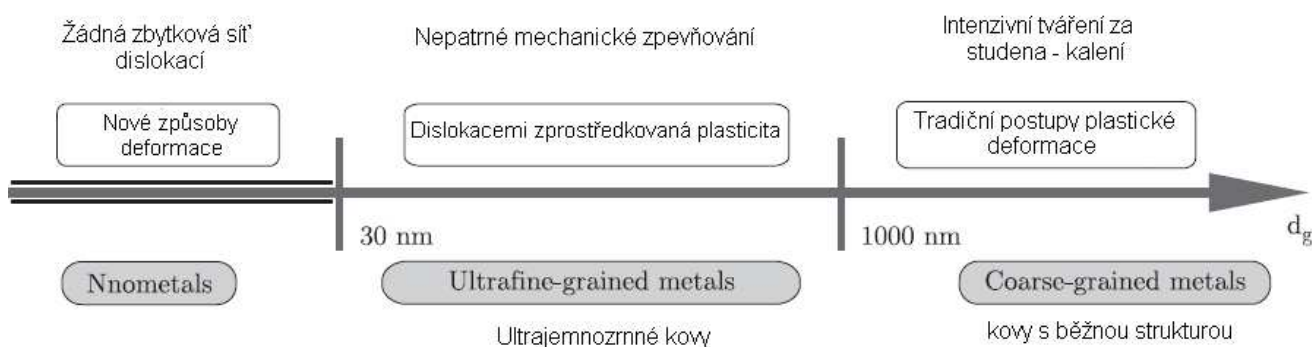
# 1 ULTRAJEMNOZRNÉ MATERIÁLY

Veškerá snaha kolem ušlechtilých kovových materiálů a kovových slitin je založena na jednom základním poznatku. A to, že zjemnění mikrostruktury, snížení velikosti zrn a tím i zvýšení podílu hraničních oblastí mezi jednotlivými zrny s sebou nese také vznik nových vlastností materiálu nebo aspoň zlepšení těch stávajících. Již dříve existovaly různé metody na zušlechťování materiálů jako je například prášková metalurgie nebo válcování. Ale tyto metody jsou bohužel buď příliš drahé nebo nám neumožňují zpracovávat dostatečné objemy materiálu. Především však s nimi nelze dosáhnout požadované mikrostruktury. Další nevýhodou stávajících technologií je neschopnost zachovat původní rozměr. Proto si získávají stále větší pozornost jiné cesty snižování velikosti zrn polykrystalů.

## 1.1 Rozdělení kovových materiálů dle velikosti zrn

Kovové materiály lze dělit na:

- klasické kovy s běžnou strukturou a standardní velikostí částic
- ultrajemnozrné materiály se průměrnou velikostí částic v maximálně jednotkách mikrometrů
- “nanokovy“ s velikostí částic v jednotkách až desítkách nanometrů



Graf 1 – Rozdělení kovových materiálů a jejich vlastnosti

## 1.2 Nové metody zušlechťování materiálu - SPD

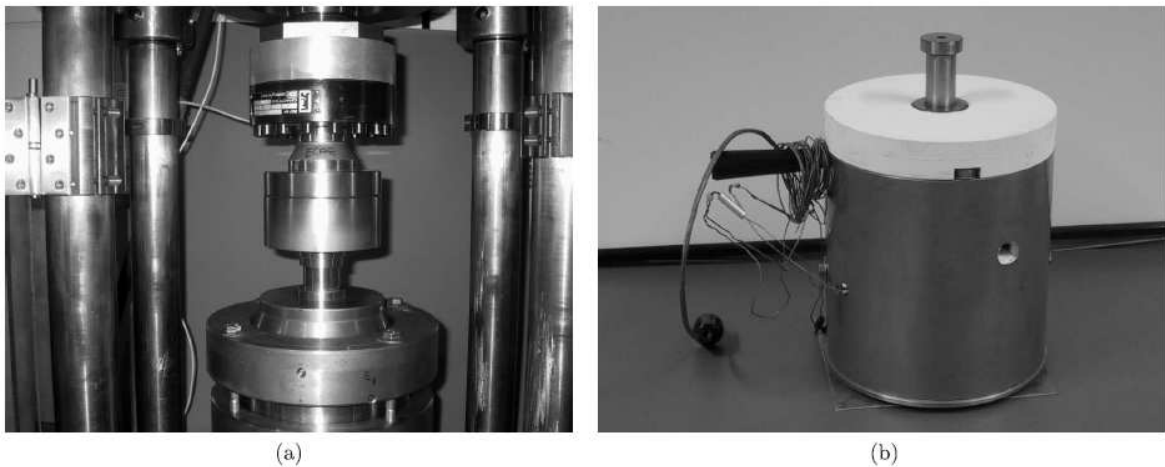
Jednou ze slibných způsobů zjemňování krystalové struktury kovů a kovových slitin je využití extrémních plastických deformací (Severe Plastic Deformation) dále jen SPD. Konkrétně sem spadají např. tyto metody: Severe Plastic Torsion Straining (SPTS), Multiple Forging (MF), High Pressure Torsion (HPT), Hydrostatic Extrusion (HE). Všechny tyto techniky prokázaly schopnost snížit velikost zrn v materiálu na rozměry menší než mikrometr. Nás bude ovšem zajímat především velice nadějná metoda nazývaná Equal Channel Angular Pressing, dále jen ECAP. Prakticky jde o protlačování materiálu skrze speciální matici a k deformaci dochází během průchodu dvěma kanály navazujícími na sebe pod určitým úhlem. Tato metoda má oproti jiným jednu velkou výhodu, a to tu, že zachovává rozměry zpracovávaného materiálu. To nám umožňuje proces mnohokrát opakovat a vkládat do materiálu další napětí.

## 1.3 Materiály využívané pro metody SPD

Výše uvedené metody nám umožňují objevit skryté vlastnosti kovů a jejich slitin. Proto se experimentuje se složením zpracovávaného materiálu. Po řadě výzkumů bylo zjištěno, že slitiny jsou schopné absorbovat větší napětí a dá se docílit příznivější vnitřní struktury. Ačkoliv tedy nezavrhuje klasické železné kovy, výzkum se zaměřuje spíše na slitiny hliníku a mědi. Mezi často používané příměsi patří železo, zinek, chrom, nikl, olovo, hořčík, mangan, křemík, zirkonium a skandium, kde posledně tři jmenované příměsi jsou často užívány pro svůj pozitivní vliv na vlastnosti materiálu. Díky nim si materiály mohou udržet své nově získané vlastnosti i za vyšších teplot cca 700-800K. To umožňuje využít jevu superplasticity. U různých materiálů dosáhneme i při použití stejného způsobu zpracování rozdílné struktury a tedy i odlišných vlastností. Zatím co u oceli dosáhneme ECAP pouze ultrajemnozrné struktury, u některých slitin lze dosáhnout bez problémů nanostruktur. Toto platí při tváření za studena, neboť dalším kritériem výsledných vlastností je teplota zpracování.

## 2 ECAP

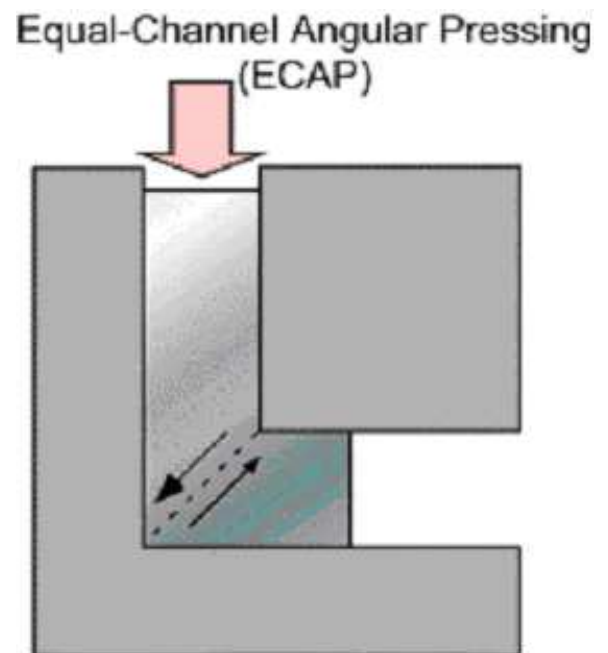
Equal Channel Angular Pressing čili ECAP je technika objevená počátkem 80. let V.M. Segalem a jeho spolupracovníky. Od začátku 90. let je tato metoda intenzivně zkoumána mnoha různými vědeckými skupinami. A přestože její výzkum neustále probíhá, nejsou doposud její možnosti plně využity. Většina zařízení slouží právě pro výzkum ECAP. Na obrázku 1 a) je vidět zařízení ECAP pro zpracování materiálů za běžných teplot a na 1 b) zařízení ECAP pro zpracování zahřátých vzorků.



Obrázek 1 – zařízení ECAP, a) pro zpracování za studena, b) pro zpracování za vyšších teplot

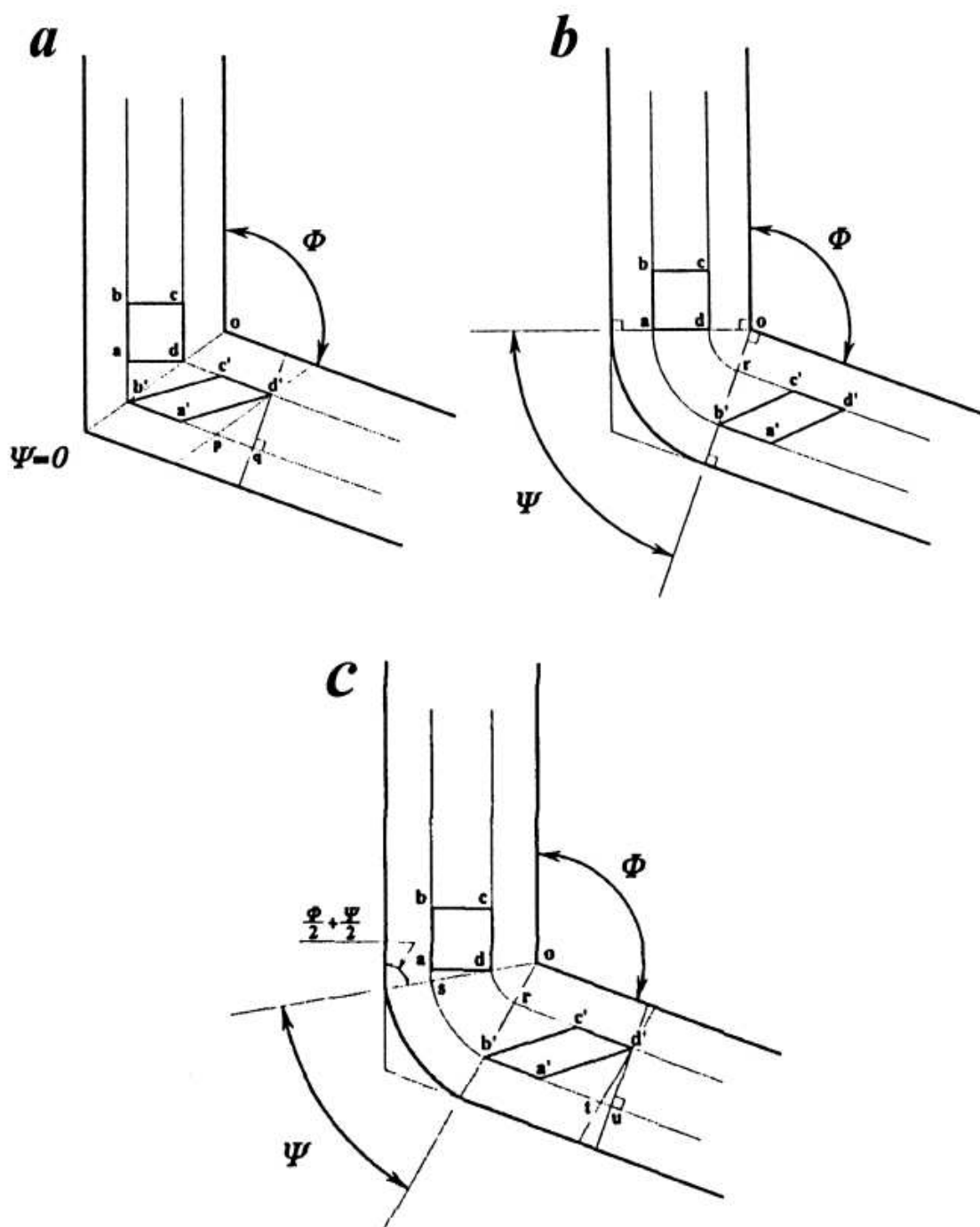
### 2.1 Základní princip ECAP

Metoda ECAP je založena na plastické deformaci protlačováním materiálu z jednoho tunelu o čtvercovém průřezu do druhého tunelu o identickém průřezu, jenž navazuje na první pod úhlem 90 – 135 stupňů (obrázek 2). Vzorek, jenž je vložen do svislého tunelu, je následně stlačen pístem lisovacího stroje až do vodorovného tunelu, jak je vidět na obrázku 2. Při každém průchodu matricí je na vzorek vloženo značné napětí a zároveň se mění i mikrostruktura krystalů. Využíváme výhodné vlastnosti této metody, a to je možnost několikanásobného opakování deformačního procesu, čímž dosáhneme značného



Obrázek 2 - Princip metody ECAP

vnitřního přetvoření vzorku. Existují různé způsoby vkládání vzorku do matrice, a to nám umožní ovlivnit zpracování a do určité míry i výsledné vlastnosti vzorku. Konečné napětí závisí na dvou hlavních faktorech: na úhlu a geometrii ECAP matrice a na počtu průchodů touto maticí.



Obrázek 3 - Geometrie napojení tunelů v ECAP matici, a) ostuholá geometrie, b) a c) geometrie s oblou hranou

Teoretické napětí vložené na vzorek může být odhadnuto na základě níže uvedené rovnice:

$$\varepsilon_N = (N/\sqrt{3}) * (2 \cot (\phi/2 + \psi/2) + \psi \operatorname{cosec} (\phi/2 + \psi/2))$$

Kde :

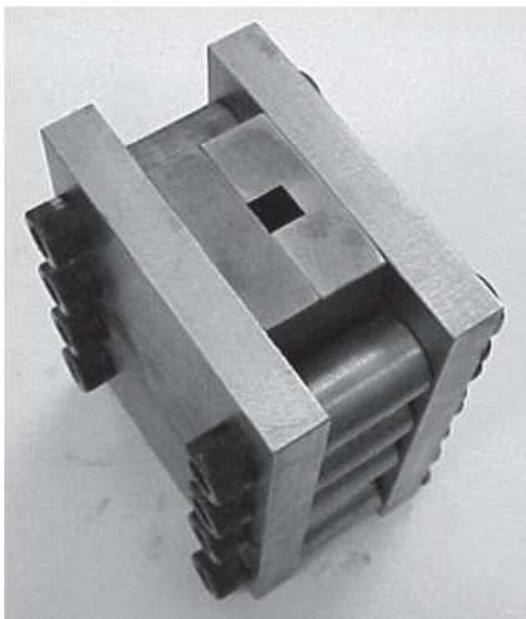
$\varepsilon_N$  – napětí vložené do materiálu

$\phi$  - úhel napojení obou tunelů (vnitřní úhel)

N – počet průchodů skrze matici

$\psi$  - vnější úhel napojení tunelů

Je tedy zřejmé že v případě ostrých hran ECAP matrice a menšího úhlu ( $\phi \approx 90^\circ$ ) je vložené napětí i deformace materiálu větší, ale na druhou stranu mohou v materiálu vznikat nehomogenní oblasti a také tření mezi maticí a vzorkem je větší. Navíc okrajové části vzorku jsou více deformovány. Opačně je tomu pak v případě větších úhlů ( $\phi \approx 120^\circ$ ) a zakulacených hran ECAP matrice. Protože výše uvedená rovnice vloženého napětí odpovídá situaci, kdy nedochází ke tření, je skutečně vložené napětí vždy menší. Nejpřesněji pak rovnice platí pro centrální oblast vzorku a nejméně pak pro jeho krajní oblasti. Při zpracování materiálů ECAP se užívají maziva, aby se minimalizovalo tření. Dále je na obrázku 4 vidět matrice ECAP a na obrázku 5 blok materiálu prošlý maticí.



Obrázek 4 – ECAP matrice

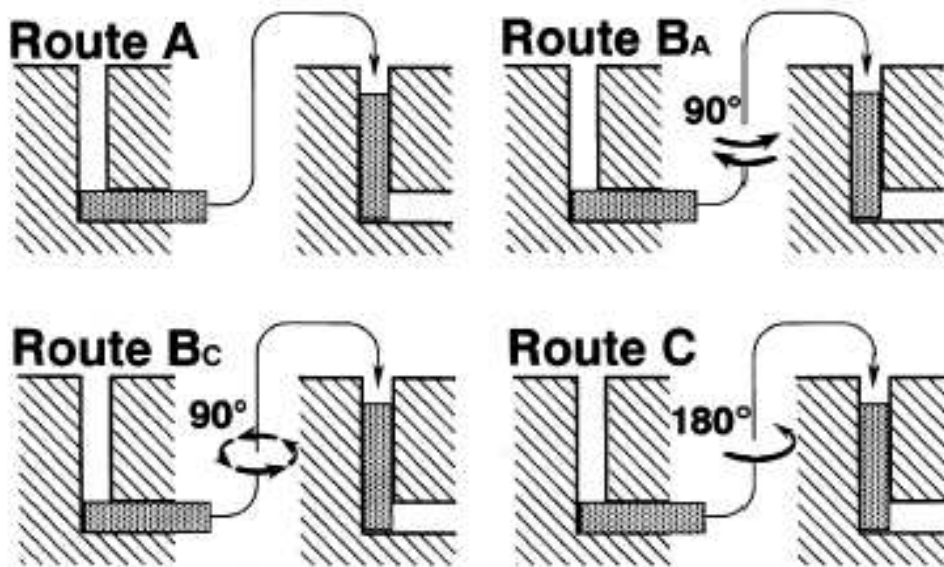


Obrázek 5 – Blok materiálu prošlý maticí

## 2.2 Metody a postupy ECAP

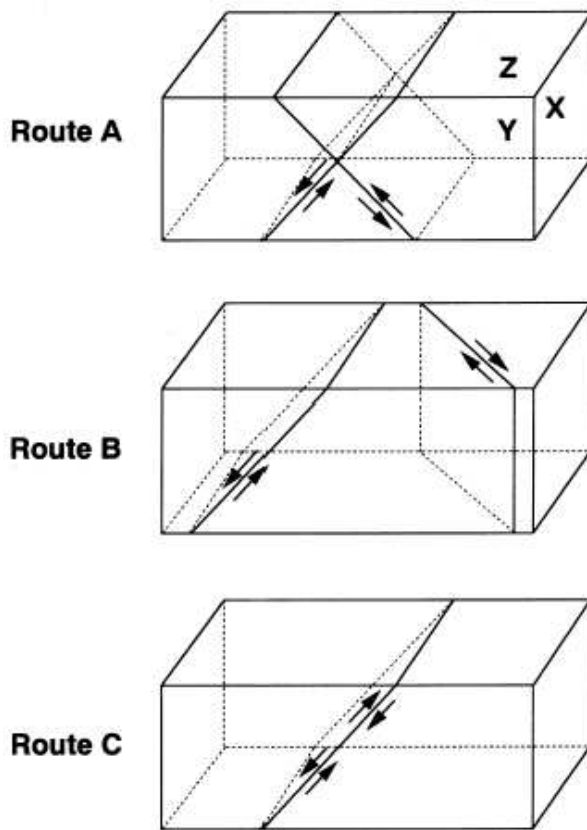
Blok procházející skrze matrici je vždy deformován specifickým způsobem. Nejčastěji je použita jedna z těchto čtyř metod. Tyto jsou znázorněny na obrázku číslo 6.

- A – žádné pootočení mezi po sobě jdoucími ECAP procedurami
- B<sub>C</sub> – pootočení o + 90 stupňů po každé ECAP proceduře
- B<sub>A</sub> – pootočení o ± 90 stupňů po každé ECAP proceduře
- C – pootočení o 180 stupňů po každé ECAP proceduře



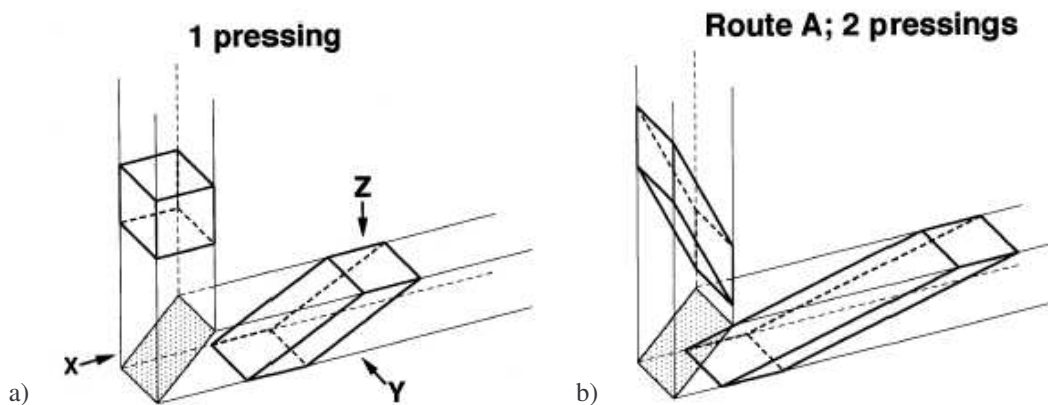
Obrázek 6 – Čtyři základní způsoby provedení deformace metodou ECAP

Pro každou zmíněnou metodu jsou smykové roviny odlišné a tedy je také různý způsob deformace. To je vidět z obrázku 7.

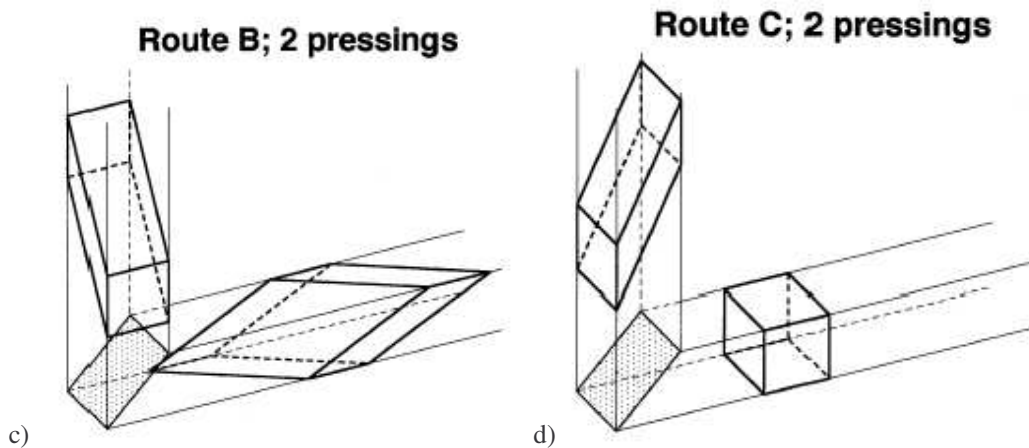


Obrázek 7 – Smykové roviny pro různé způsoby deformace

Na obrázku 8 je uvažovaná změna tvaru krychlového elementu obsaženého uvnitř testovacího vzorku během jeho průchodu skrze matici. Vystínovaná část spojení tunelů představuje teoretickou rovinu zlomu a roviny X,Y a Z definují tři vzájemně ortogonální roviny. Roviny byly vybrány tak, aby ležely kolmo na podélné osy stlačovaného vzorku a souběžně buď s boční nebo s vrchní stranou vzorku ve chvíli, kdy vzorek opouští matici.



Obrázek 8 – Krychlový element a) po 1 průchodu ECAP b) po 2 průchodech ECAP bez pootočení



Obrázek 8 – Krychlový element c) po 2 průchodech ECAP s pootočením  $+90^\circ$ , d) po 2 průchodech ECAP s pootočením  $+180^\circ$

Z obrázku 8 a) je zjevné, že jeden průchod skrze matici přetvoří krychlový element do kosočtverečného tvaru. Deformace vznikající po dalším průchodu závisí na pootočení vzorku. Obrázek 8 b) až d) ukazuje účinek druhého průchodu skrze matici u různých způsobů pootočení. Průzkum ukazuje, že opakovaný postup A slouží ke značnému zvýšení deformace kosočtverce, postup B zvyšuje pokřivení ve směru rovin X a Z a postup C navrácí element do kubického tvaru tak, že napětí bylo vloženo, ale bez nějaké zvláštní deformace celkového tvaru vzorku. Následující stlačování vedou k dalším změnám tvaru analyzovaného krychlového elementu. Výsledky jsou vidět v tabulce 1.



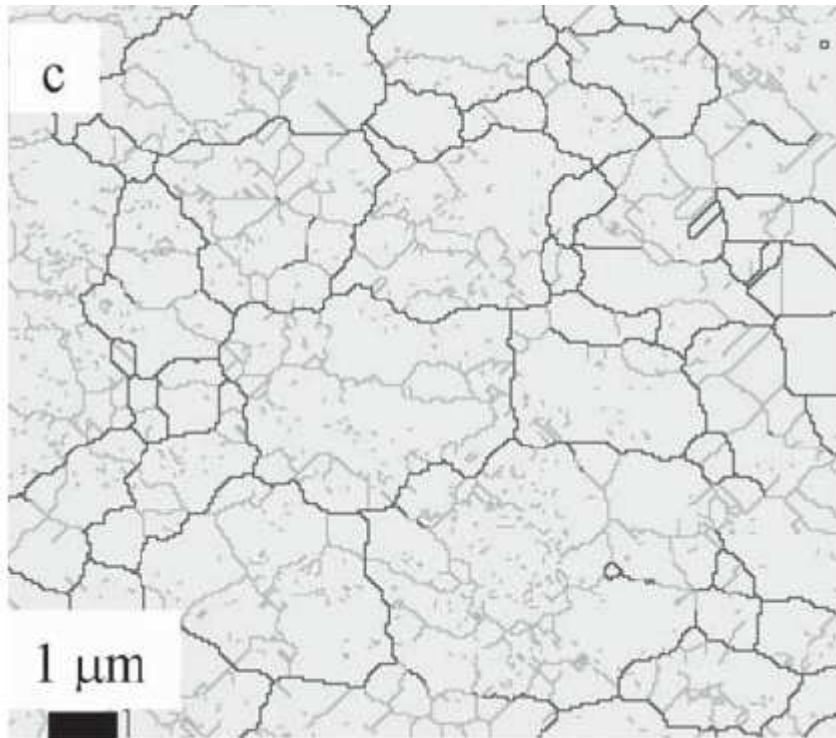
Route	Plane	Number of pressings								
		0	1	2	3	4	5	6	7	8
A	X									
	Y									
	Z									
B <sub>A</sub>	X									
	Y									
	Z									
B <sub>C</sub>	X									
	Y									
	Z									
C	X									
	Y									
	Z									

Tabulka 1 – Změna tvaru krychlového elementu ve vzorku v závislosti na způsobech vkládání vzorku do matrice ECAP

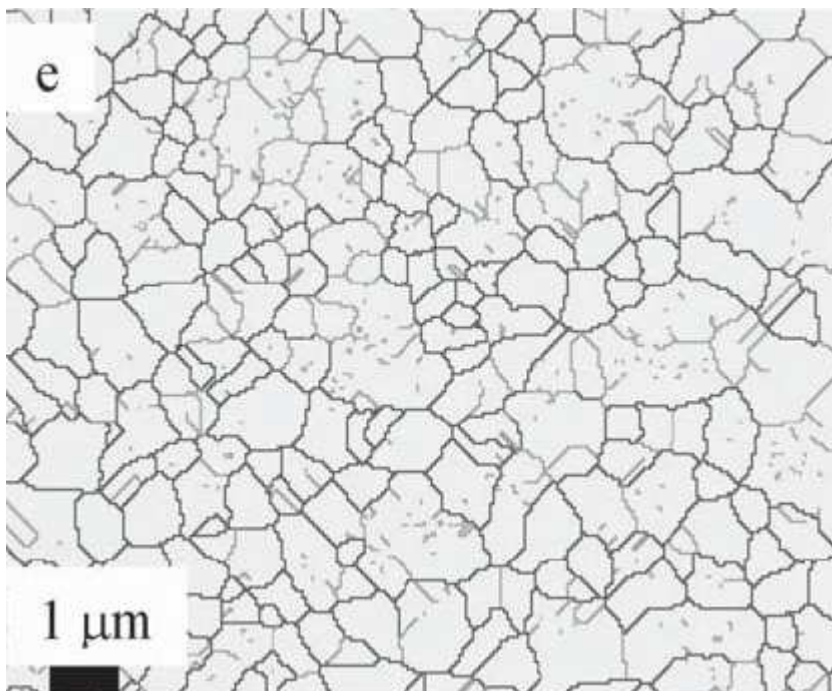
Jak je možno si všimnout z tabulky 1, jsou zde podstatné rozdíly ve skluzných rovinách pro různé postupy. Vkládání vzorku způsobem A vede k rostoucí změně tvaru krychlového elementu v rovinách X a Y, zatímco rovina Z není deformována. Pro postup B<sub>A</sub> je viditelná postupná změna tvaru ve všech třech rovinách. A u postupu B<sub>C</sub> a C je obnoven původní krychlový tvar elementu po každých čtyřech, respektive dvou, průchodech maticí.

### 2.3 Struktura a vlastnosti ECAP

Veškeré vlastnosti všech materiálů závisí na struktuře. Nejinak je tomu i u materiálu ECAP. Jako příklad nám poslouží hliník. Po jednom průchodu skrze ECAP matici se hrubozrnná mikrostruktura čistého hliníku (velikost zrn přibližně 1mm) silně deformovala a velikost zrn je snížena na zhruba 4 $\mu$ m. Mikrostruktura se skládá ze značného množství zrn oddělených od sebe malouhými hranicemi zrn. Pozorovaná zrna jsou protažena v pásovou strukturu. Další opakování procesu ECAP zvýší vložené napětí, způsobí stupňovité snížení velikosti zrn a oslabí pásovou strukturu. Na druhou stranu, míra rozbití pásové struktury závisí na způsobu provedení procesu ECAP – to znamená na pootočení vzorku při dalších průchodech maticí. Pro postup A je pásová struktura zrn stále viditelná i po 4 průchodech maticí. Na druhou stranu, jestliže byl vzorek zpracováván postupem B<sub>C</sub>, pak pásová struktura téměř vymizí po 3 průchodech a již není patrná po 4. průchodu. Důvody pro pozorované rozdíly jsou odlišné smykové roviny pro tyto dva případy (Obrázek 7). Zjevně je tedy smyk vyskytující v případě procesu cestou B<sub>C</sub> účinnější ve zpracování mikrostruktury. Srovnáme-li postup A a C, pak otočení vzorku o 180° mezi každým protlačováním vede k rychlejšímu odstranění protáhlých zrn a podporuje přechod hranic zrn s malými úhly na hranice zrn s velkými úhly. Je ale také pravda, že po 10 zpracováních vzniká podobná mikrostruktura oběma metodami. Metoda B<sub>C</sub> je ve vytváření velkouhých hranic zrn v čistém hliníku účinnější než metoda C. Poměrné zastoupení velkouhých hranic zrn pro postup B<sub>C</sub> je určen na 65% zatímco pro postup C to bylo 38 % a to vše po 8 zpracováních. Ve stručnosti to znamená, že výběr postupu pro zpracování ECAP ovlivňuje rychlost vývoje mikrostruktury a také poměrnou změnu zastoupení hranic zrn. Ale po několika zpracováních jakoukoliv metodou získáváme nakonec podobnou mikrostrukturu. Na obrázku 9 je vidět struktura hliníku po 1 průchodu ECAP na obrázku 10 pak po 8 průchodech ECAP.



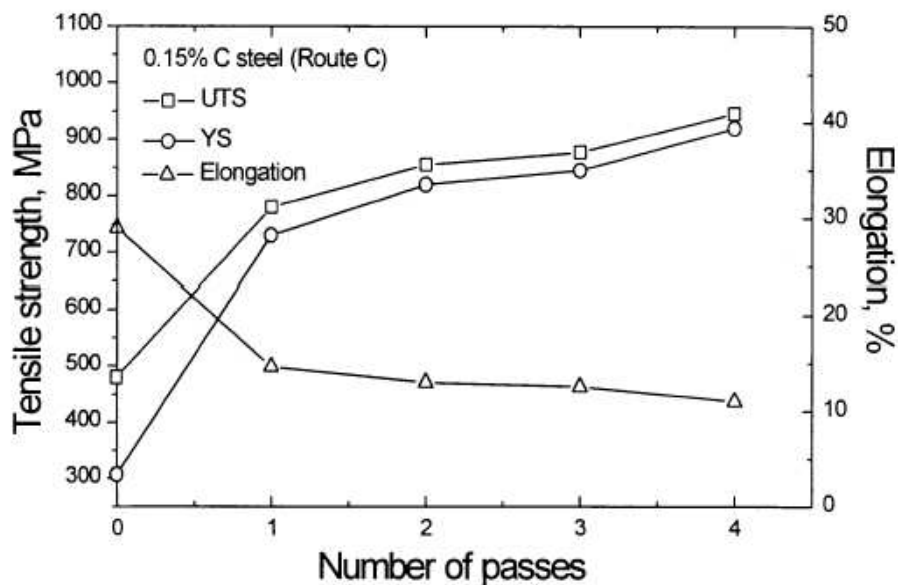
Obrázek 9 – Struktura hliníku po absolvování jednoho zpracování ECAP



Obrázek 10 – Struktura hliníku po absolvování osmi zpracování ECAP

## 2.4 Fyzikální vlastnosti materiálů ECAP

Hlavním záměrem zpracování materiálu pomocí ECAP je předpokládané zvýšení fyzikálních vlastností. ECAP ovlivňuje jak mechanické chování materiálu (např. modul pružnosti), tak i jeho další fyzikální vlastnosti včetně Curierovy teploty. Nejvíce zkoumanými parametry jsou mez pružnosti, pevnost v tahu a tažnost. V případě zpracování ECAP je zajímavé to, že se zdatelně zvýší pevnost materiálu, ale toto zvýšení není doprovázeno razantním snížením pružnosti a tvárnosti materiálu. To můžeme zaznamenat i v grafu 2 pro ocel, kde je ukázána závislost meze pružnosti (YS), pevnosti v tahu (UTS) a tažnosti (Elongation) na počtu průchodů zařízení ECAP



Graf 2 – Mechanické vlastnosti ECAP oceli v závislosti na počtu průchodů ECAP

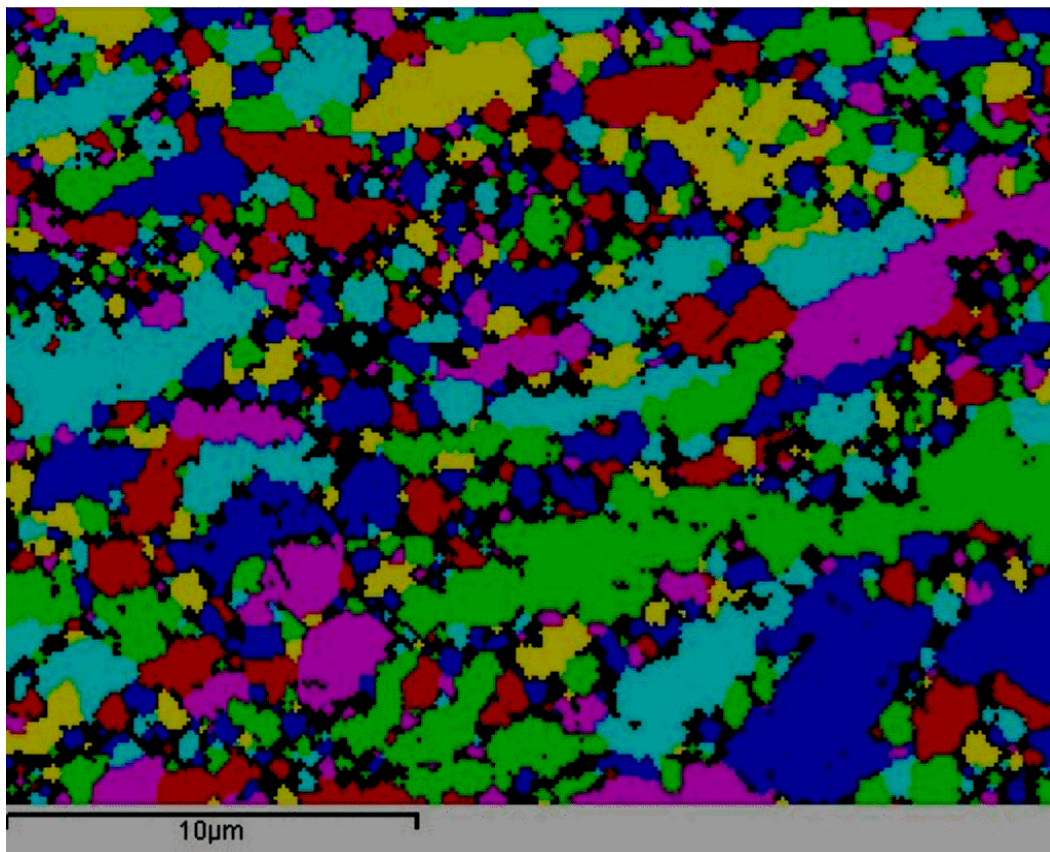
U většiny slitin nastane snížení tvárnosti, ale je mnohem menší než pro případ běžného kalení materiálu. U některých slitin vedl ECAP k vysoké rychlosti přetvoření (deformace) a vzniku super plasticity. Intenzivní výzkum postupů SPD a zvláště ECAP ukázal, že je možné dosáhnout velmi jemné mikrostruktury s vysokým stupněm homogenity. Navíc mohou být tyto mikrostruktury vytvářeny poměrně jednoduše ve větších objemech, což nám dává naději pro pozdější využití v průmyslu. Na druhou stranu bude ještě třeba odvést hodně práce před tím, než se ECAP stane levnou a účinnou technologií.

## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**

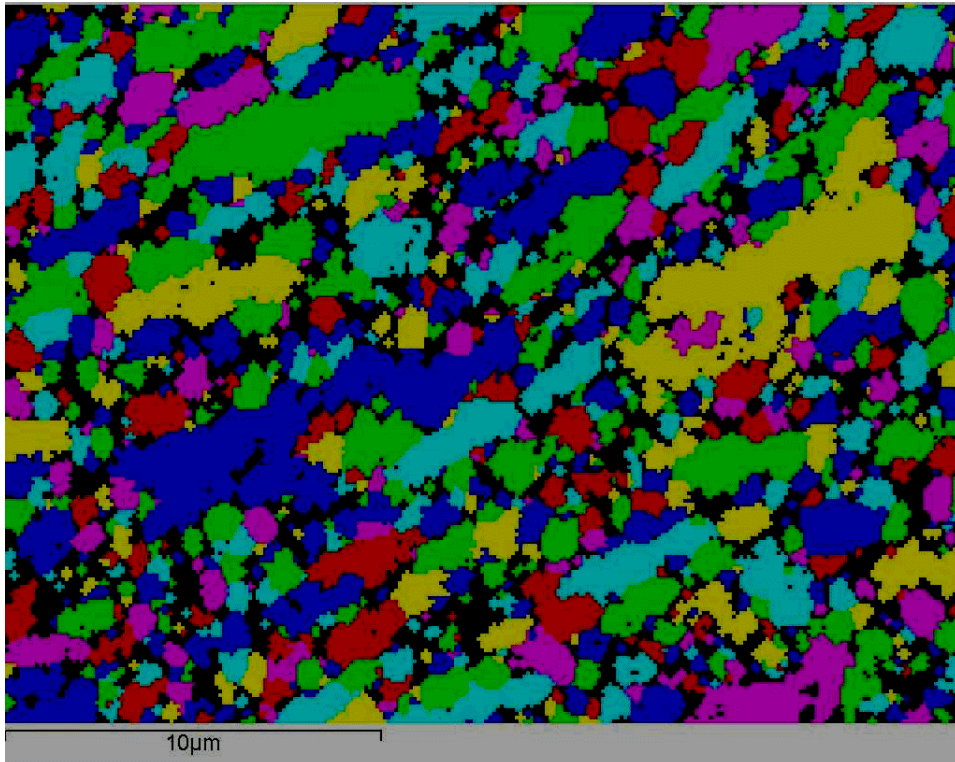
### 3 ANALÝZA ROVINNÝCH ŘEZŮ

Analýza materiálů je nezbytnou součástí procesu jejich vývoje. Často je nutno provádět různá srovnání vzorků, abychom mohli pochopit děje odehrávající se uvnitř materiálu a mohli tak směřovat vývoj správným směrem. Základem všech analýz jsou matematické, potažmo statistické výpočty. Také je nutno vyházet z určitých naměřených hodnot.

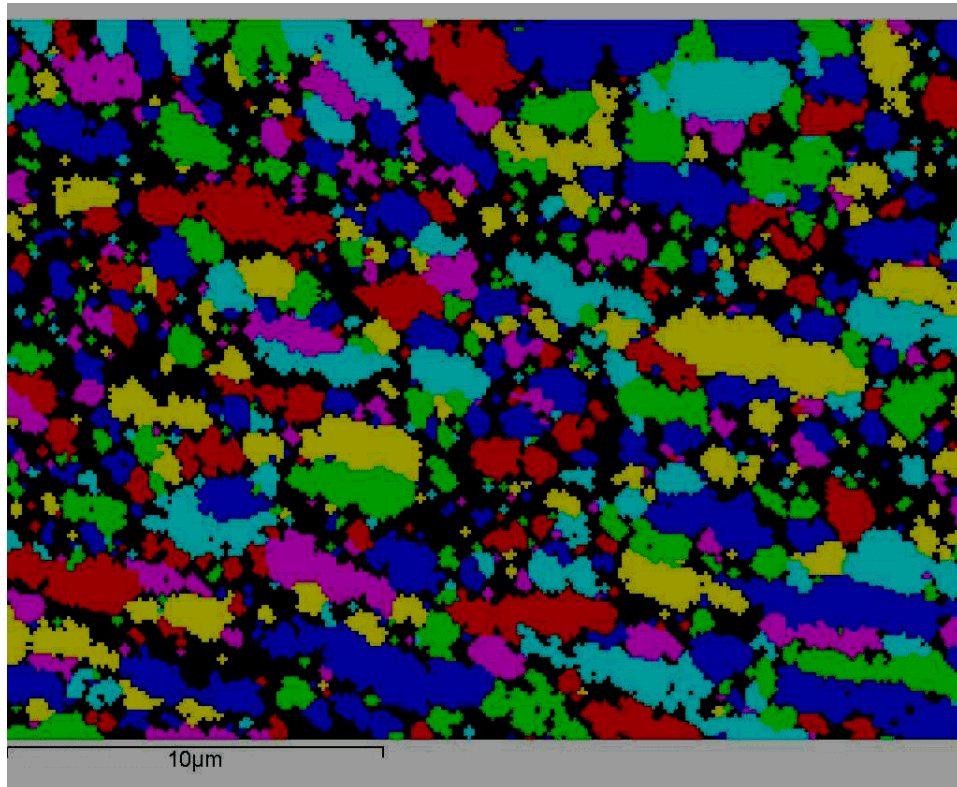
Záměrem této práce bylo provést právě takovou analýzu vzorků ultrajemnozrné mědi získané metodou ECAP. Porovnával jsem vzorek před zatížením a po tlakovém zatížení 200 MPa a 255 MPa. Ze vzorků byly získány obrázky pro analýzu, a to pomocí elektronové mikroskopie na řezech materiálem. Obrázky je možno vidět pod čísly 11) až 13).



Obrázek 11 – snímek analyzovaného materiálu před zátěží



Obrázek 12 – snímek analyzovaného materiálu po zátěži 200MPa



Obrázek 13 – snímek analyzovaného materiálu po zátěži 255MPa

### 3.1 Rozbor velikosti ploch zrn a homogenity struktury

Pro získání velikosti ploch krystalových zrn jsem jednotlivá zrna za pomoci počítačové techniky zpracoval a získal tak velikost plochy každého jednotlivého zrna. Spočítal jsem základní charakteristiky výběru jakožto statistické veličiny. Veličiny jsem následně porovnal pro jednotlivé vzorky (V tabulce 2 je vidět srovnání ploch zrn) a vynesl srovnávací grafy distribuce ploch profilů.

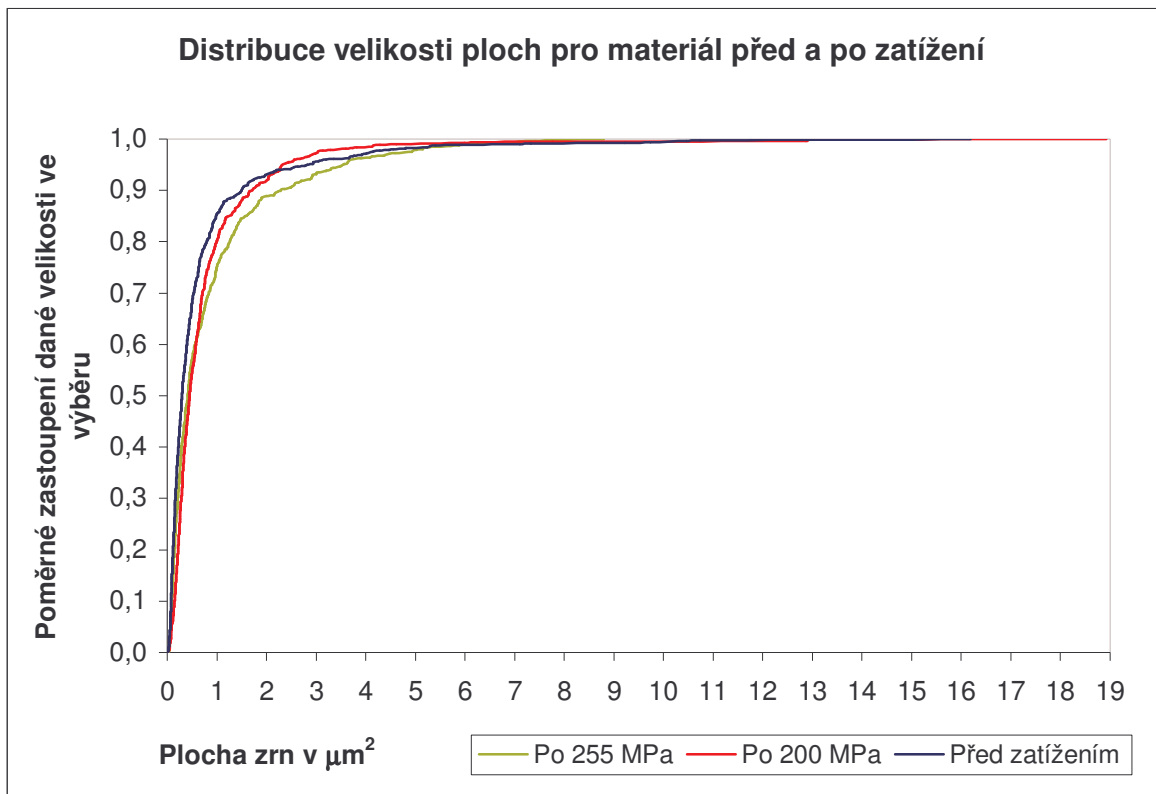
Srovnání ploch jednotlivých vzorků	Před zatížením	Po 200 MPa	Po 255 MPa
Aritmetický průměr [ $\mu\text{m}^2$ ]	0,6984	0,7870	0,8849
Medián [ $\mu\text{m}^2$ ]	0,2963	0,4484	0,4155
Směrodatná odchylka [ $\mu\text{m}^2$ ]	1,3876	1,2948	1,2439
Koeficient variace [1]	1,9869	1,6453	1,4056

Tabulka 2 - srovnání ploch zrn

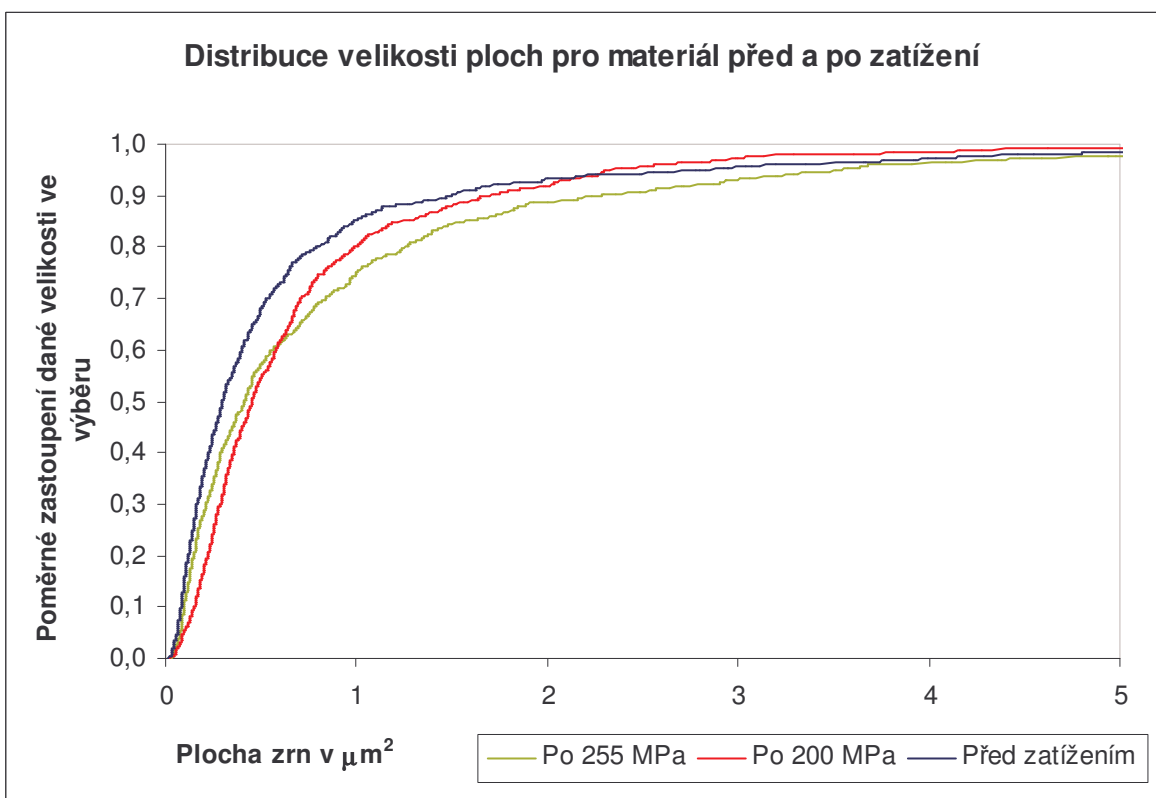
Srovnání distribuce ploch zrn je vidět v následujících grafech 3, 4 a 5.

Porovnáním aritmetických průměrů je vidět, že po zatížení se velikost zrn zvětšila a koeficient variance zase říká, že po zátěži vzrostla homogenita materiálu. Z grafu je zase patrné, že valná většina zrn u všech vzorků (přes 65% u všech vzorků) se vešla do plochy  $1 \mu\text{m}^2$ . Více si ale z jednoho snímku pro každé zatížení určit netroufám.

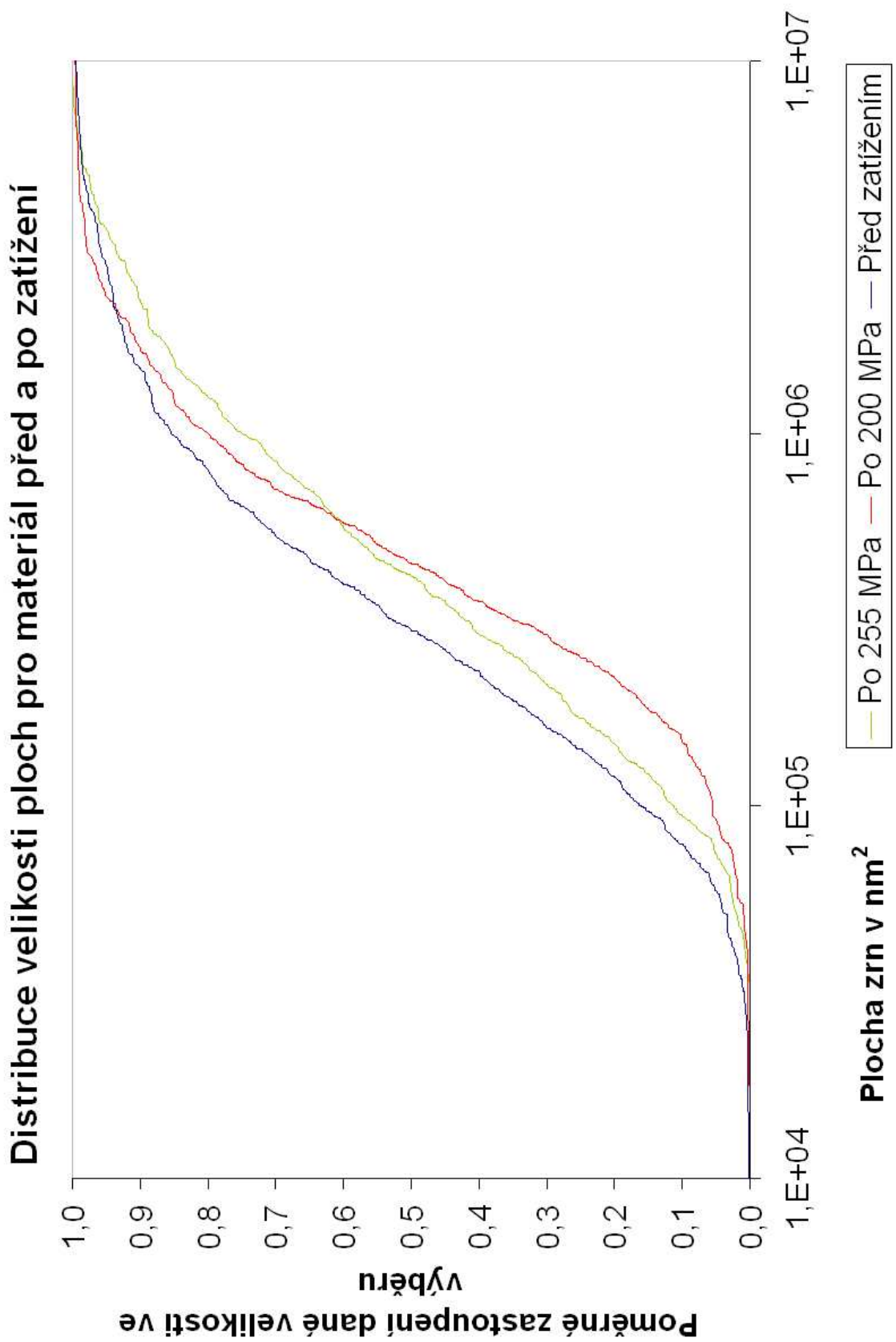




Graf 3 – Distribuce velikosti ploch zrn před a po zatížení v mikrometrech pro veškerá zrna



Graf 4 – Distribuce velikosti ploch zrn před a po zatížení v mikrometrech pro zrna do velikosti  $5 \mu\text{m}^2$

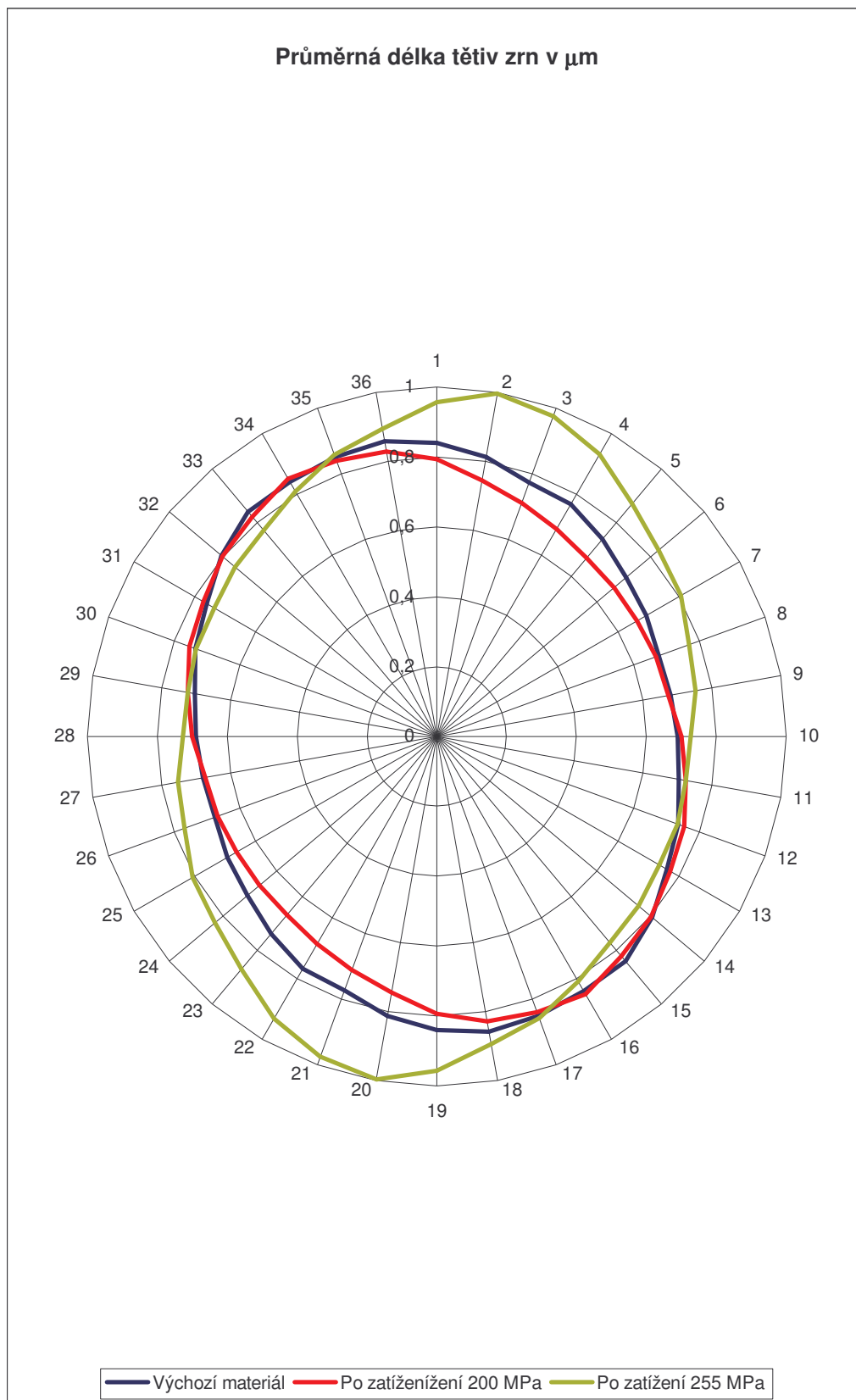


Graf 5 – Distribuce velikosti ploch zrn před a po zatížení v nanometrech

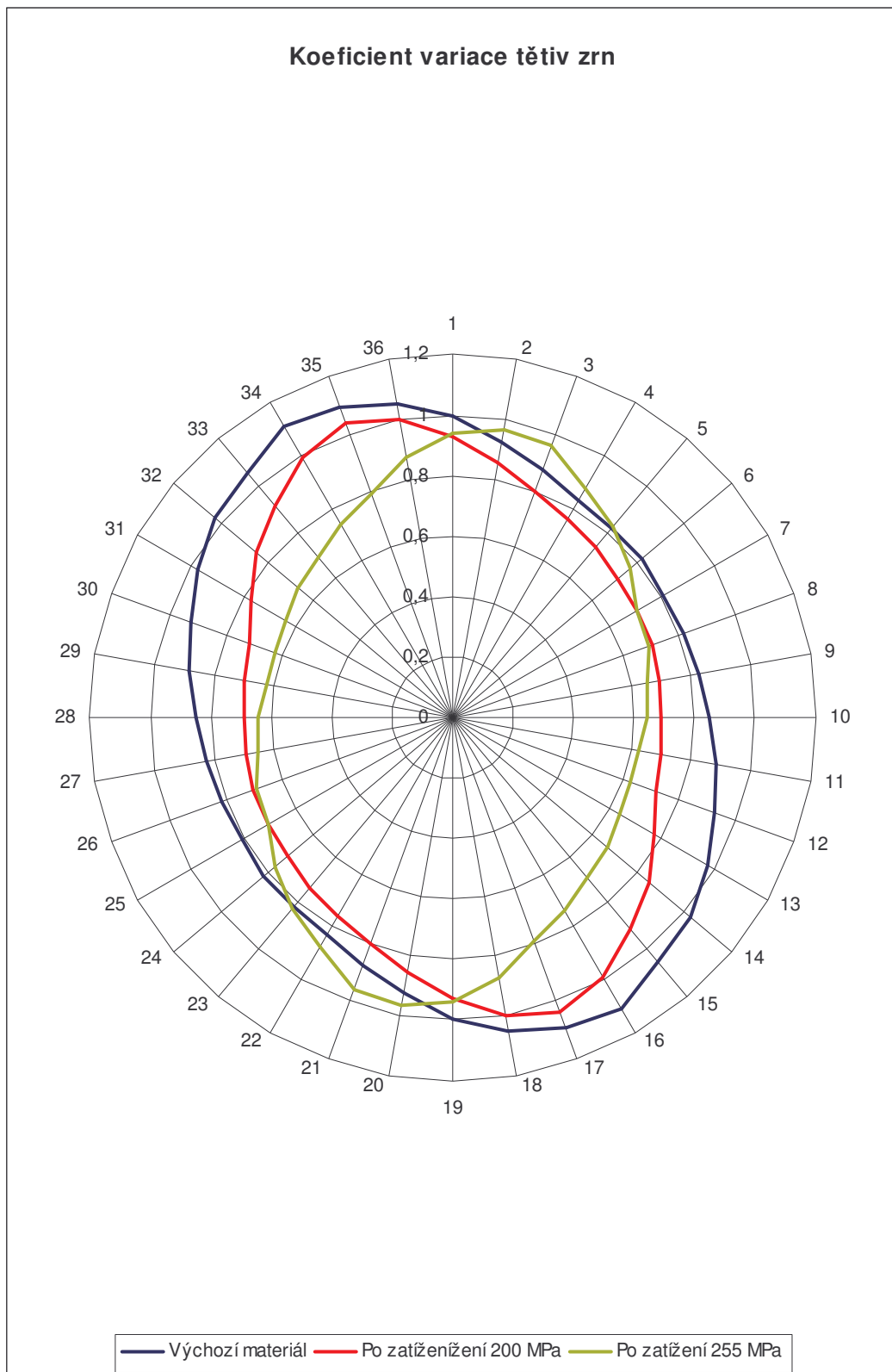
### 3.2 Rozbor velikosti a orientace zrn

Postupoval jsem podobně jako u rozboru ploch zrn a taktéž jsem vycházel z předchozího počítačového zpracování snímků. Za pomoci statistických metod bylo možno získat průměrnou délku tětivy, směrodatnou odchylku a koeficient variace pro každý úhel a zvláště pro každý snímek. Po vynesení všech hodnot do paprskového grafu bylo patrné, že průměrná délka tětív po zatížení mírně vzrostla a koeficient variace zase mírně poklesl. Tento trend byl patrný už po srovnání velikosti a distribuce ploch. Odvážím se proto tvrdit, že zatížení zvýšilo homogenitu ale zároveň i zvýšilo fázi zrn o větších rozměrech. Toto se dalo očekávat, ale odhadnout, zda a do jaké míry zatížení narušuje strukturu ECAP materiálů, takto není možno. Z rozboru je také vidět, že zrna jsou na všech snímcích orientována převážně jedním směrem. U snímku materiálu před zátěží a po zátěži 200 MPa je tato orientace shodná, u posledního snímku je však odlišná. Mám ale za to, že k tomu došlo snímkováním v jiné poloze a ne orientací zrn během zatížení.

Srovnání průměrných délek tětív je vidět na grafu 6 a srovnání koeficientů variace znázorňuje graf 7.



Graf 6 – Srovnání průměrných délek tětív



Graf 7 – Srovnání koeficientů variace

## ZÁVĚR

Tato práce byla mým prvním větším krokem od široké a velice zajímavé oblasti vývoje a výzkumu materiálů. Pokusil jsem se v ní poukázat na jednu snad perspektivní metodu zúšlechťování materiálů (ECAP) a také na důležitost zkoumání získaných materiálů. Nesnažil jsem se za každou cenu hledat nějaké nové metody či postupy, ale spíše sám vyzkoušet, jestli a jak se taková analýza materiálu provádí. Při tom, že jsem vycházel ze tří snímků ECAP mědi, jsem byl opravdu rád, že se i tak podařilo získat rozumné a docela očekávané výsledky. Navíc se veškerá získaná data opravdu shodovala v tom, že namáhání materiálu ECAP může vést ke změně jeho struktury a že by to mohly být změny snižující fyzikální vlastnosti ECAP materiálu. Myslím, že použitá metoda analýzy vzorku může být přes svou jednoduchost dále použita a může přinést další poznatky do této přínosné vědní disciplíny.

**SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY**

- [1] T.Hanlon et al.: Effects of grain refinement and strength on friction and damage evolution under repeated sliding contact in nanostructured metals, international Journal of Fatigue 271160 (2005) 1159-1163
- [2] Miroslav Černý, Petr Sestak, Jaroslav Pokluda: First Principles Study of Ni-Ti Ordered Systems under Isotropic Loading, JUNIORMAT '05, Brno, 20-21.9.2005
- [3] L. OLEJNIK and A. ROSOCHOWSKI: Methods of fabricating metals for nano-technology
- [4] Y. Wu and I. Baker: AN EXPERIMENTAL STUDY OF EQUAL CHANNEL ANGULAR EXTRUSION
- [5] Roberto Braga Figueiredo, André Luiz de Moraes Costa, Margareth Spangler Andrade, Maria Teresa Paulino Aguilari, Paulo Roberto Cetlin: Microstructure and Mechanical Properties of Pb-4%Sb Alloy Processed by Equal Channel Angular Pressing
- [6] Shun Cai Wang, Marco J.Starink, Nong Gao, Cheng Xu and Terence G.Langdon : GRAIN STRUCTURE AND TEXTURE DEVELOPMENT DURING ECAP OF TWO HEAT-TREATABLE AI-BASED ALLOYS
- [7] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov : Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation
- [8] M.Umemoto, Y.Todaka and K.Tsuchiya : NANO-GRAINED STEELS PRODUCED BY VARIOUS SEVER PLASTIC DEFORMATION PROCESSES

**SEZNAM OBRÁZKŮ**

Obrázek 1 – zařízení ECAP .....	9
Obrázek 2 – princip metody ECAP .....	9
Obrázek 3 – Geometrie napojení tunelů v ECAP matrici .....	10
Obrázek 4 – ECAP matrice .....	11
Obrázek 5 – Blok materiálu prošlý matricí .....	11
Obrázek 6 – Čtyři základní způsoby provedení deformace metodou ECAP .....	12
Obrázek 7 – Smykové roviny pro různé způsoby deformace.....	13
Obrázek 8 – Krychlový element po průchodu ECAP.....	13
Obrázek 9 – Struktura hliníku po absolvování jednoho zpracování ECAP .....	17
Obrázek 10 – Struktura hliníku po absolvování osmi zpracování ECAP .....	17
Obrázek 11 – snímek analyzovaného materiálu před zátěží .....	20
Obrázek 12 – snímek analyzovaného materiálu po zátěži 200MPa.....	21
Obrázek 13 – snímek analyzovaného materiálu po zátěži 255MPa.....	21



**SEZNAM TABULEK**

Tabulka 1 – Změna tvaru krychlového elementu ve vzorku v závislosti na způsobech vkládání vzorku do matrice ECAP .....	15
Tabulka 2 – srovnání ploch zrn .....	22

**SEZNAM GRAFŮ**

Graf 1 – Rozdělení kovových materiálů a jejich vlastnosti.....	7
Graf 2 – Mechanické vlastnosti ECAP oceli v závislosti na počtu průchodů ECAP .....	18
Graf 3 – Distribuce velikosti ploch zrn před a po zatížení v mikrometrech pro veškerá zrna .....	23
Graf 4 – Distribuce velikosti ploch zrn před a po zatížení v mikrometrech pro zrna do velikosti $5 \mu\text{m}^2$ .....	23
Graf 5 – Distribuce velikosti ploch zrn před a po zatížení v nanometrech... ..	24
Graf 6 – Srovnání průměrných délek tětív .....	26
Graf 7 – Srovnání koeficientů variace .....	27