



**MATEMATICKO-FYZIKÁLNÍ  
FAKULTA**  
Univerzita Karlova

## **BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**

Anna Terynková

**Mikrostruktura a mechanické vlastnosti slitiny Ti15Mo  
připravené metodou ECAP**

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: PhDr. RNDr. Josef Stráský, Ph. D.

Studijní program: Fyzika

Studijní obor: Obecná fyzika

Praha 2017

Ráda bych poděkovala svému vedoucímu PhDr. RNDr. Josefu Stráskému, Ph. D. za to, že mě uvedl do tématiky, za řadu teoretických přednášek a v neposlední řadě za to, že se mnou měl nevyčerpávající trpělivost. Dále bych chtěla poděkovat Mgr. Kristíně Václavové, za pomoc při měření zejména na skenovacím elektronovém mikroskopu, za rady týkající se psaní práce a za všechnen ten čas, který mi věnovala. Děkuji rovněž kolegům z ústavu termomechaniky za měření modulu pružnosti. Nakonec musím poděkovat svým rodičům a příteli, kteří mě podporovali po celou dobu studia a měli se mnou trpělivost i během zkouškových období, kdy to se mnou nejspíše nebylo lehké.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracovala samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů, literatury a dalších odborných zdrojů.

Beru na vědomí, že se na moji práci vztahují práva a povinnosti vyplývající ze zákona č. 121/2000 Sb., autorského zákona v platném znění, zejména skutečnost, že Univerzita Karlova má právo na uzavření licenční smlouvy o užití této práce jako školního díla podle § 60 odst. 1 autorského zákona.

V Praze dne

Název práce: Mikrostruktura a mechanické vlastnosti slitiny Ti15Mo připravené metodou ECAP

Autor: Anna Terynková

Katedra: Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: PhDr. RNDr. Josef Stráský, Ph.D., Katedra fyziky materiálů

Abstrakt: V bakalářské práci byly studovány mechanické vlastnosti a mikrostruktura slitiny Ti-15Mo připravené pomocí protlačování lomeným kanálem (equal channel angular pressnig – ECAP) a jejich závislost na počtu průchodů lomeným kanálem. Byla studována mikrotvrdość Vickersovou metodou, mikrostruktura pomocí skenovací elektronové mikroskopie a pomocí difrakce zpětně odražených elektronů. Nakonec byl změřen modul pružnosti pomocí rezonanční ultrazvukové spektroskopie. Mikrotvrdość po prvním průchodu lomeným kanálem výrazně vzrostla oproti nedeformovanému stavu, po dvou a třech průchodech se příliš nezměnila a opět vzrostla po čtvrtém průchodu kanálem. Na všech vzorcích byla pozorována zrna o velikosti řádově stovek mikrometrů. S rostoucí deformací se zvyšoval podíl dvojčat. V některých vzorcích byly pozorovány také deformační pásy. Modul pružnosti výrazně rostl s rostoucí deformací ECAP a jeho vývoj je kvalitativně srovnatelný s vývojem mikrotvrdości. Vzhledem k tomu, že deformace ECAP byla prováděna při teplotě 250°C, lze očekávat, že při zpracování materiálu docházelo k tvorbě fáze omega. Vyšším objemovým podílem fáze omega lze vysvětlit současný nárůst mikrotvrdości a modulu pružnosti.

Klíčová slova: Slitiny titanu, protlačování lomeným kanálem, Vickersova metoda, skenovací elektronová mikroskopie, difrakce zpětně odražených elektronů, rezonanční ultrazvuková spektroskopie

Title: Microstructure and mechanical properties of Ti15Mo alloy prepared by ECAP.

Author: Anna Terynková

Department: Department of Physics of Materials

Supervisor: PhDr. RNDr. Josef Stráský, Ph.D., Department of Physics of Materials

Abstract: In the bachelor thesis, mechanical properties and microstructure of Ti-15Mo alloy prepared by equal channel angular pressing were studied along with their dependence on the number of passes. Microhardness was studied by Vickers method, microstructure was studied by scanning electron microscopy and by electron back-scattered diffraction (EBSD). Finally, the elasticity modulus was measured by resonant ultra-sound spectroscopy. Microhardness significantly increased after the first ECAP pass. After the second and the third pass it was almost constant and it again distinctly rose after the fourth pass. Grains with the size of hundreds of micrometres were observed in all samples. The volume fraction of twinned material increased with the number of passes. Deformation bands were also observed, namely in samples after two and three passes. Elastic modulus significantly increased with increasing deformation by ECAP and the evolution of elastic modulus is qualitatively similar to the evolution of microhardness. Considering that the material was processed by ECAP at 250°C, the omega phase may have formed during the processing. The increase of microhardness and elastic modulus can be explained by the increasing volume fraction of the omega phase.

Keywords: Titanium alloys, equal channel angular pressing, Vickers method, electron scanning microscopy, electron back-scattered diffraction, resonant ultra-sound spectroscopy

# Obsah

<b>1. Úvod</b>	<b>1</b>
1.1. Titan a jeho slitiny	1
1.1.1 Klasifikace slitin titanu	1
1.2. Ultrajemnozrné materiály	4
1.3. Protlačování lomeným kanálem – ECAP	5
<b>2. Cíle práce</b>	<b>6</b>
<b>3. Experimentální materiál</b>	<b>7</b>
3.1 Metastabilní $\beta$ -slitiny Ti	7
3.2. Slitina Ti-15Mo	7
<b>4. Experimentální metody</b>	<b>9</b>
4.1 Příprava vzorků	9
4.2 Mikrotvrdość	9
4.3 Skenovací elektronový mikroskop	10
4.3.1 Difrakce zpětně odražených elektronů	12
4.4 Rezonanční ultrazvuková spektroskopie	15
<b>5 Výsledky měření a diskuze</b>	<b>18</b>
5.1 Mikrotvrdość	18
5.2 Skenovací elektronová mikroskopie	20
5.2.1 Difrakce zpětně odražených elektronů	22
5.3 Modul pružnosti	28
<b>Závěr</b>	<b>29</b>
<b>Seznam použité literatury</b>	<b>30</b>
<b>Seznam tabulek</b>	<b>32</b>
<b>Seznam použitých zkratk</b>	<b>32</b>
<b>Seznam obrázků</b>	<b>33</b>

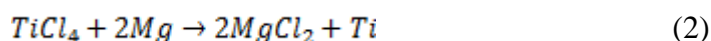
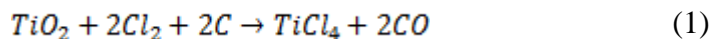
# 1. Úvod

## 1.1. Titan a jeho slitiny

Titan byl poprvé objeven v roce 1791 britským mineralogem a chemikem Williamem Gregorem v minerálu zvaném ilmenit ( $\text{FeTiO}_3$ ). O čtyři roky později ho německý chemik Klaproth objevil v minerálu rutilu ( $\text{TiO}_2$ ) a pojmenoval ho „titan“ podle potomků bohů z řecké mytologie [1].

Titan má atomové číslo 22 a patří do 4. skupiny v periodické soustavě prvků. Má hustotu  $4510 \text{ kg/m}^3$ . V přírodě se vyskytuje v pěti izotopech. Nejlehčí je  $^{46}\text{Ti}$ , nejtěžší  $^{50}\text{Ti}$  a mezi nimi je  $^{48}\text{Ti}$ , který je nejhojnější [2].

Zemská kůra obsahuje 0.6% titanu, což jej činí čtvrtým nejhojnějším kovem, který se v zemské kůře vyskytuje. Jeho izolace je však obtížná, a tak se komerčně začal vyrábět až ve 20. století. Proces izolace se nazývá Krollův proces po svém vynálezci Lucemburčanovi Guillaume Krollovi a používá se dodnes. Chemicky je proces popsán rovnicemi [3]:

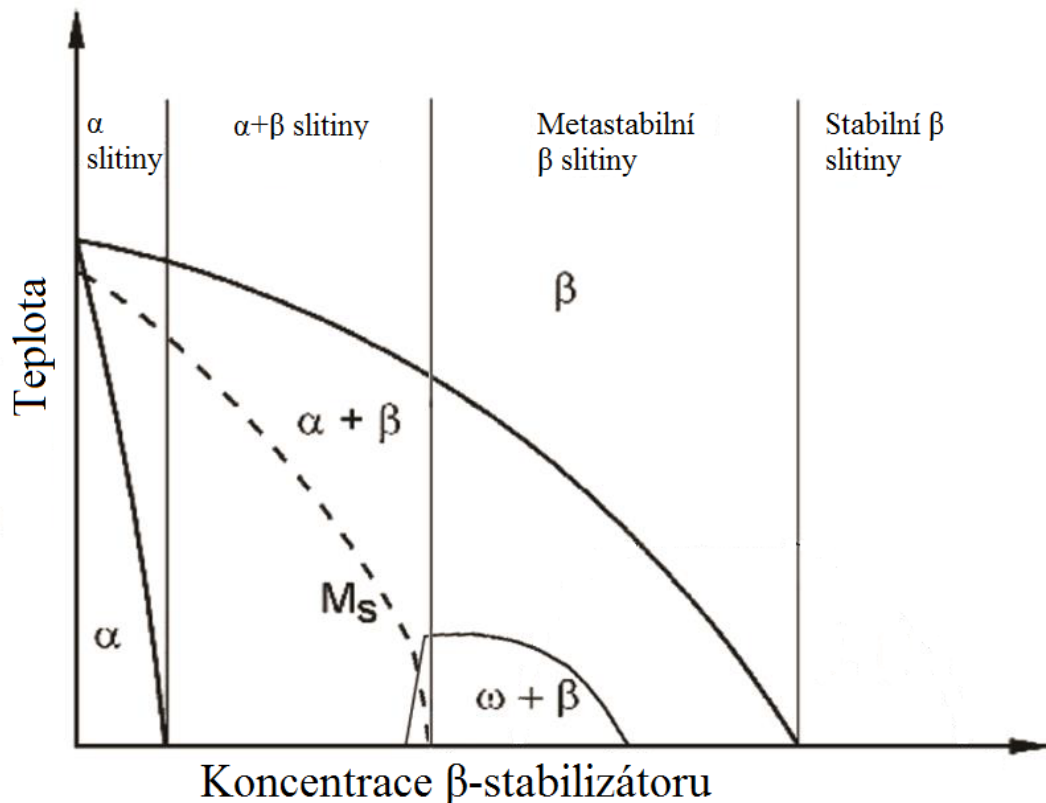


Titan a jeho slitiny jsou používány v mnoha odvětvích, jako je letectví, architektura, medicína, energetika, sport a mnohé další [4]. Důvodem jsou jeho dobré vlastnosti, jako odolnost proti korozi, biokompatibilita, vysoká pevnost, nízká hustota a přiměřený modul pružnosti [4]. Nevýhodou je již výše zmíněná nesnadná příprava a od toho se odvíjející vysoká cena.

### 1.1.1. Klasifikace slitin titanu

Titan se vyskytuje ve více fázích a je tedy polymorfním materiálem. Nad teplotou tzv.  $\beta$ -přechodu (pro čistý titan je teplota  $\beta$ -přechodu  $882^\circ\text{C}$  [1]) se vyskytuje ve vysokoteplotní fázi  $\beta$  a pod touto teplotou v nízkoteplotní fázi  $\alpha$ . Tyto dvě fáze se liší krystalovou strukturou a také vlastnostmi. Fáze  $\alpha$  má hexagonální těsně uspořádanou (HCP) krystalovou strukturu a fáze  $\beta$  má kubicky prostorově centrovanou (BCC) krystalovou strukturu. Kromě těchto dvou stabilních fází se v titanových slitinách

mohou vyskytovat precipitáty fáze  $\omega$ . Jedná se opět o hexagonální krystalovou mřížku koherentní s  $\beta$ -fází.  $\omega$ -fáze může vznikat při zakalení nebo při deformaci kolapsem dvou rovin  $\beta$ -fáze. Rovina (111)  $\beta$ -fáze odpovídá rovině (0001)  $\omega$ -fáze. Žíháním se  $\omega$ -fáze stabilizuje. Oblast, kde se tvoří precipitáty  $\omega$ -fáze je zobrazena na obrázku 1.1.



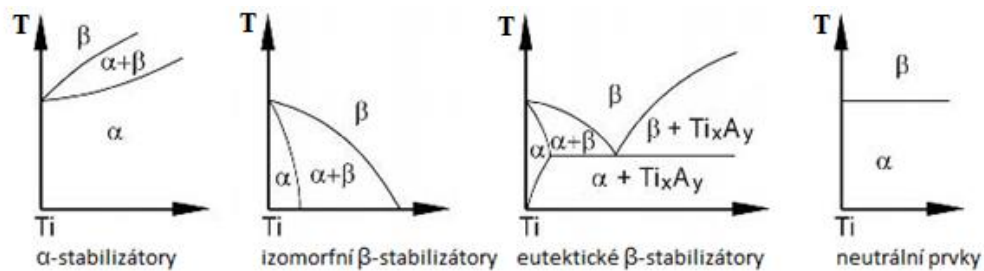
Obrázek 1.1: Fázový diagram  $\beta$ -slitin titanu [1]

Příměsové prvky a nečistoty v materiálu ovlivňují teplotu  $\beta$ -přechodu. Podle tohoto vlivu se příměsi titanu dělí na 3 skupiny:

- neutrální prvky, které nemají na teplotu  $\beta$ -přechodu vliv (např.: Sn, Zr),
- $\alpha$ -stabilizační prvky, které zvyšují teplotu  $\beta$ -přechodu (např.: Al, O, N, C),
- $\beta$ -stabilizační prvky, které snižují teplotu  $\beta$ -přechodu (např.: Mo, V, Ta, Nb).

$\beta$ -stabilizátory se dále dělí na izomorfní, které jsou v titanu zcela rozpustné a eutektické, které rozpustné nejsou a vytvářejí tak intermetalickou sloučeninu. Na obrázku 1.2 jsou schematicky naznačeny fázové diagramy titanu s jednotlivými druhy příměsí.





Obrázek 1.2: Fázové diagramy titanu s příměsemi [1]

Na obrázku 1.1 je podrobněji zakreslen fázový diagram slitin titanu v závislosti na množství  $\beta$ -stabilizačních prvků [1]. Jak je vidět, slitiny titanu se dělí do čtyř skupin:  $\alpha$ -slitiny,  $\alpha+\beta$ -slitiny, metastabilní a stabilní  $\beta$ -slitiny.

$\alpha$ -slitiny titanu obsahují při pokojové teplotě pouze  $\alpha$ -fázi. V těchto slitinách převažují  $\alpha$ -stabilizační nebo neutrální prvky a fázový přechod mezi  $\alpha$  a  $\beta$ -fází je rovnovážný.

Kromě rovnovážných fázových rozhraní, vyznačených plnými čarami, obsahuje fázový diagram ještě nerovnovážnou tzv. martenzitickou křivku vyznačenou čárkovaně. Při poklesu teploty pod tuto křivku vznikne (martenzitickou transformací)  $\alpha$ -fáze nezávisle na rychlosti chlazení. Slitiny, které mají teplotu počátku tvorby  $\alpha$ -fáze martenzitickou transformací (teplota martenzit start) nad pokojovou teplotou a obsahují větší množství  $\beta$ -stabilizačních prvků, se nazývají  $\alpha+\beta$ -slitiny. Při pokojové teplotě nevyhnutelně obsahují  $\alpha$  i  $\beta$ -fázi, přičemž  $\alpha$ -fáze může být ve formě martenzitu i precipitátů (které však již nejsou nevyhnutelné). Příkladem slitin  $\alpha+\beta$  jsou slitiny Ti-6Al-4V nebo Ti-6Al-7Nb.

Obsahuje-li slitina dostatečné množství  $\beta$ -stabilizátorů, aby potlačily teplotu martenzit start  $\alpha$ -fáze pod pokojovou teplotu, jedná se o  $\beta$ -slitinu. Má-li slitina teplotu přechodu  $\alpha+\beta \rightarrow \beta$  vyšší, než pokojovou teplotu, jedná se o metastabilní  $\beta$ -slitinu, v opačném případě se jedná o stabilní  $\beta$ -slitinu. Výhodou metastabilních  $\beta$ -slitin Ti je, že mohou být připraveny tak, aby obsahovaly pouze  $\beta$ -fázi, nebo obě fáze. Například je-li takováto slitina žhánána na teplotě nad teplotou  $\beta$ -přechodu a následně dostatečně rychle zakalena na pokojovou teplotu, bude výsledný materiál obsahovat pouze  $\beta$ -fázi, byť struktura bude metastabilní. Tento proces se nazývá

rozpouštěcí žíhání (anglicky solution treatment – ST). Bude-li slitina následně žíhána pod teplotou  $\beta$ -přechodu, bude obsahovat  $\alpha$  i  $\beta$ -fázi.

Při dostatečném množství  $\beta$ -stabilizačních prvků zůstane  $\beta$ -fáze stabilní i při pokojové teplotě – takovéto slitiny se nazývají stabilní  $\beta$ -slitiny.

## 1.2. Ultrajemnozrné materiály

Ultrajemnozrné (anglicky ultra-fine grained – UFG) materiály se vyznačují homogenní a rovnoosou mikrostrukturou se zrny menšími než 1  $\mu\text{m}$ . UFG materiály mají lepší fyzikální a mechanické vlastnosti, mezi něž patří zvýšená pevnost, tvrdost, odolnost proti únavě, nebo poměr pevnosti a hmotnosti [5].

Pevnost materiálu se zvyšuje s klesající velikostí zrna dle Hallova-Petchova vztahu [6], [7]:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad (1)$$

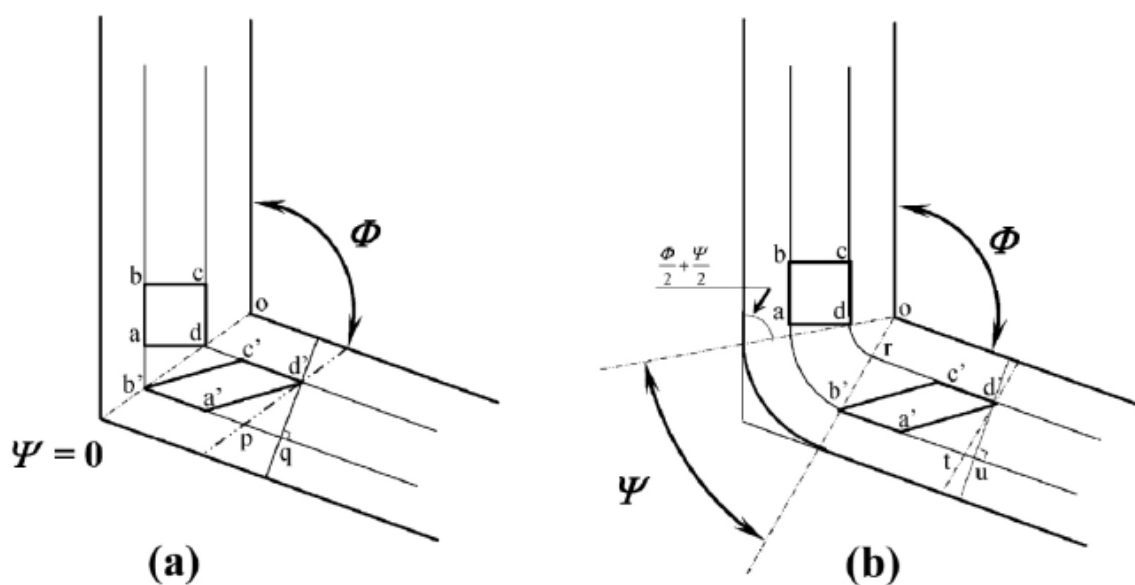
kde  $\sigma_y$  je mez kluzu,  $\sigma_0$  a  $k_y$  jsou materiálové konstanty a  $d$  je velikost zrna.

Pro přípravu UFG materiálů existují dva základní postupy: „bottom-up“ a „top-down“. V případě postupu „bottom-up“ se jedná o přípravu ultrajemnozrných prášků a jejich následná kompaktizace [8]. V případě postupu „top-down“ se materiál objemově deformuje metodami intenzivní plastické deformace (anglicky severe plastic deformation – SPD). SPD metody umožňují deformovat vzorek beze změny jeho rozměrů. Díky tomu může být deformace opakována víckrát a může tak být dosaženo vysoké hodnoty vložené deformace. Mezi tyto metody patří například torze za vysokého tlaku (anglicky high pressure torsion – HPT) [9], protlačování lomeným kanálem (anglicky equal-channel angular pressing – ECAP) [10], kumulativní válcování (anglicky accumulative roll bonding - ARB) [11], atd.

Pro přípravu materiálu studovaného v této bakalářské práci byla použita metoda ECAP, která je popsána v následující části.

### 1.3. Protlačování lomeným kanálem - ECAP

Metoda ECAP je nejpoužívanější metoda plastické deformace za účelem zlepšení jeho fyzikálních a mechanických vlastností pomocí redukce velikosti zrna a vložení velké deformace do materiálu. Základním principem metody je, že se vzorek ve tvaru válečku protlačí skrz speciální lomený kanál, přičemž dochází k deformaci prostým smykem. Kanál je charakterizován dvěma úhly  $\phi$  a  $\psi$  (viz obrázek 1.3).



Obrázek 1.3: Schematické znázornění metody ECAP [12]

Deformaci vloženou do materiálu po průchodu kanálem lze pak vyjádřit podle vzorce [12]:

$$\varepsilon_{VM} = \frac{1}{3} \left[ 2 \cot \frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} + \psi \operatorname{cosec} \left( \frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (2)$$

Díky stejnému průřezu kanálu před a po ohnutí lze deformaci opakovat víckrát. Celková deformace po  $N$  opakováních je pak rovna:

$$\varepsilon_N = N \varepsilon_{VM} \quad (3)$$

## 2. Cíle práce

Cílem bakalářské práce je charakterizace mikrostruktury a mechanických vlastností slitiny Ti-15Mo po různých počtech průchodů ( $N=1, 2, 3, 4$ ) lomeným kanálem. Pro splnění tohoto cíle byly provedeny následující experimenty:

- Měření mikrotvrlosti Vickersovou metodou
- Strukturní pozorování pomocí skenovací elektronové mikroskopie a pomocí difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD)
- Měření modulu pružnosti pomocí rezonanční ultrazvukové spektroskopie

### 3. Experimentální materiál

#### 3.1. Metastabilní $\beta$ -slitiny Ti

Metastabilní  $\beta$ -slitiny titanu se vyznačují vysokou pevností, excelentní korozní odolností a nižší hustotou v porovnání s ocelí. Používají se především v letectví, ale jejich využití stále roste. Mimo jiné se také očekává jejich využití v medicíně. K výrobě kloubních implantátů se dodnes používá  $\alpha+\beta$ -slitina Ti-6Al-4V, která ale obsahuje toxický prvek vanad. Nahradit tuto slitinu by mohly právě metastabilní  $\beta$ -slitiny, které mají podobně nízký modul pružnosti a navíc jsou více biokompatibilní.

V současnosti se studují například slitiny: Ti5553 (Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr), TIMETAL LCB (Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al), TNTZO (Ti-35.3Nb-7.3Zr-5.7Ta-0.7O), Beta C (Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr), Beta CEZ (Ti-5Al-2Sn-2Cr-4Mo-4Zr-1Fe) nebo námi studovaná slitina Ti-15Mo, která je popsána níže.

V metastabilních  $\beta$ -slitinách titanu lze ultrajemnozrné mikrostruktury dosáhnout více způsoby. Klasický mechanismus je založen na pohybu dislokací, tvorbě dislokačních stěn a hranic sub-zrn, z kterých vznikají hranice zrn.

Dalším mechanismem podporujícím zjemnění zrn je dvojčatění. Jedná se o jev, kdy dva nebo více samostatných krystalů sdílí část jedné krystalové mřížky souměrným způsobem a jsou pravidelně uspořádané podle roviny souměrnosti [13]. Dvojčatění může být vícenásobné. Primární dvojčata vznikají v mřížce krystalu, sekundární dvojčata v primárních, atd. V BCC struktuře probíhá dvojčatění v systému  $\{112\}$   $[111]$  [14].

#### 3.2. Slitina Ti-15Mo

V bakalářské práci jsme studovali metastabilní  $\beta$ -slitinu Ti-15Mo, která obsahuje 15 hm.%  $\beta$ -stabilizačního molybdenu. Její přesné složení je uvedeno v Tabulce 2.1. Některé typické vlastnosti slitiny Ti-15Mo jsou uvedeny v Tabulce 2.2.

Prvek	Obsah [hm. %]
Ti	84.473
Mo	15.200
O	0.185
Si	0.090
Fe	0.030
N	0.014
C	0.007
H	0.001

Tabulka 2.1: Chemické složení slitiny Ti-15Mo [15]

Hustota [g/cm <sup>3</sup> ]	4960
Teplota $\beta$ -přechodu [°C]	790
Modul pružnosti v tahu [GPa]	78 ( $\beta$ )
	105 ( $\alpha+\beta$ )
Prodloužení [%]	20
Mez pevnosti v tahu [MPa]	690

Tabulka 2.2: Základní vlastnosti slitiny Ti-15Mo [16]

## 4. Experimentální metody

### 4.1. Příprava vzorků

Slitina Ti-15Mo, připravená firmou Carpenter Co., byla podrobena rozpouštěcímu žíhání při teplotě 810°C po dobu 4h [17] a následně zakalena do vody.

Deformace metodou ECAP byla provedena na Ufské státní univerzitě letecké techniky (Ufa, Ruská federace). Vzorky byly připraveny různým počtem  $N = 1, 2, 3, 4$  průchodů kanálem s úhly  $\varphi = 120^\circ$  a  $\psi = 0^\circ$  při teplotě 250°C. Vložená deformace po jednom průchodu je tedy podle vzorce (2):  $\varepsilon_{VM} = 0.38$ .

Vzorky byly dodány v podobě tyček s kruhovým průřezem o průměru 10 mm a délkou cca 6 cm.

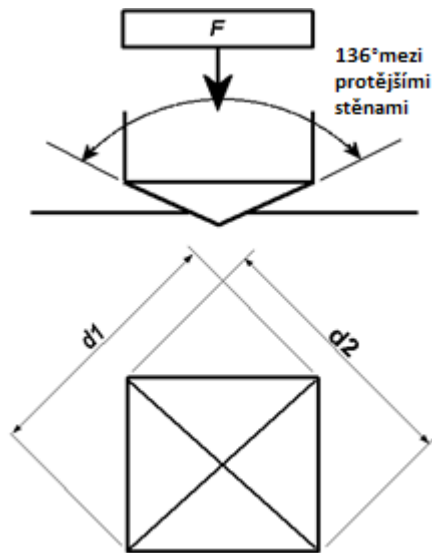
Vzorky pro jednotlivé experimentální metody byly nařezány diamantovým kotoučem kotoučovou pilou Struers Accutom-50 a následně připraveny pro měření jednotlivými experimentálními metodami. V následujících částech práce jsou tyto metody stručně popsány a je zde uveden i způsob přípravy vzorků.

### 4.2. Mikrotvrdomost

Mikrotvrdomost byla měřena Vickersovou metodou mikrotvrdoměrem Qness Q10a. Při této metodě je použit diamantový indentor ve tvaru jehlanu se čtvercovou podstavou a vrcholovým úhlem mezi stěnami 136°. Indentor je vtlačen definovanou silou  $F$  do materiálu po dobu 10 s, přičemž v něm zanechá otisk s plochou  $A$ , kterou lze spočítat dle vzorce:

$$A = \frac{d^2}{2 \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)} \approx \frac{d^2}{1.8544} \quad , \quad (4)$$

kde  $d$  je průměr úhlopříček otisku.



Obrázek 4.1: Vickersova metoda měření mikrotvrlosti [18]

Mikrotvrdot v jednotkách Vickers (HV) je dána poměrem  $F/A$ :

$$HV = \frac{F}{A} \quad (5)$$

Vzorky pro měření mikrotvrlosti byly nejprve příčně uříznuty a následně broušeny na SiC papírech do hrubosti 2000 a leštěny pomocí vibrační leštičky Vibromet. Byla použita suspenze aluminu  $0,3 \mu\text{m}$ .

Mikrotvrdot každého vzorku byla měřena řadou 23 vpichů napříč průřezem vzorku. Pro měření bylo použito zatížení 0,5 kg (HV 0.5).

### 4.3. Skenovací elektronový mikroskop

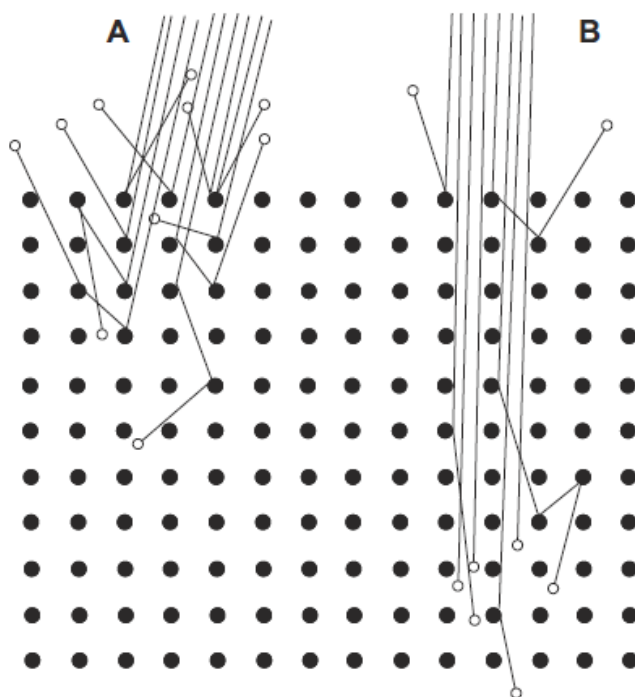
Mikrostrukturu materiálů lze přímo studovat pomocí rastrovacího (též skenovacího) elektronového mikroskopu (anglicky scanning electron microscope – SEM).

Elektrony emitované z elektronového děla a urychlené urychlovacím napětím (desítky kilovoltů) se nazývají primární elektrony. Po interakci primárního svazku s materiálem lze pozorovat několik typů signálu: zpětně odražené elektrony (anglicky back-scattered electrons – BSE), sekundární elektrony (anglicky secondary electrons – SE), nebo charakteristické rentgenové záření.



Zpětně odražené elektrony jsou elektrony z primárního svazku, které po rozptýlení vzorkem vzorek opět opustí. Pomocí detekce zpětně odražených elektronů lze pozorovat chemický kontrast (tzv. Z-kontrast): V místě výskytu atomů těžkých atomů (s větším atomovým číslem –  $Z$ ) se elektrony rozptylují blíže k povrchu vzorku a více elektronů proto vystoupí zpět ze vzorku a je detekováno detektorem. Místa s výskytem těžších atomů se proto v BSE obrázcích jeví světleji, než místa s výskytem lehčích atomů.

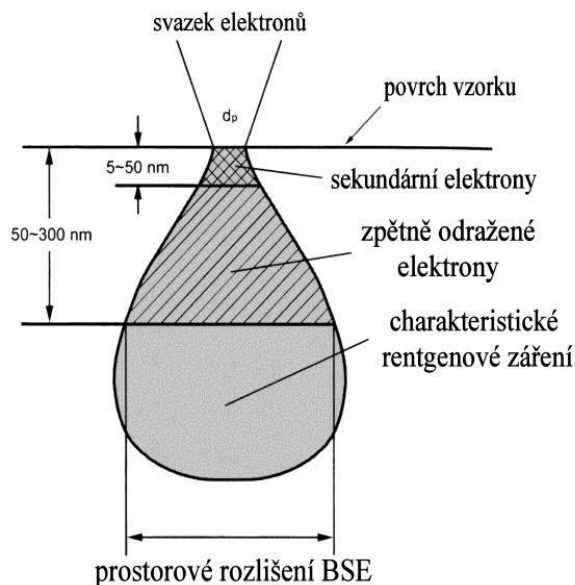
Druhý typ kontrastu je tzv. orientační kontrast (anglicky channeling contrast) [19]. Princip je přibližně zobrazen na obrázku 4.2. Pokud svazek elektronů dopadá rovnoběžně se systémem rovin s velkou mezivinnou vzdáleností, většina elektronů se dostane do velké hloubky vzorku, aniž by byly rozptýleny a jejich šance, že se dostanou zpět ze vzorku a do detektoru je výrazně nižší než u elektronů, které na vzorek dopadají v obecném směru a jsou tak rozptýleny blíže povrchu. Různě natočená zrna jsou tedy zobrazena v jiném stupni šedé.



Obrázek 4.2: Orientační kontrast [20]

Sekundární elektrony jsou elektrony vyražené dopadajícími elektrony z obalu atomů vzorku. Mají mnohem nižší energii než BSE a proto se z objemu vzorku dostanou (a

mohou být detekovány) pouze elektrony vyražené blízko povrchu. Na obrázku 4.3 je znázorněn interakční objem BSE, SE a charakteristického rentgenového záření, tedy objem vzorku, z kterého jsou signály detekovány. Dopadá-li primární svazek na povrch, který k němu není kolmý, je interakční objem sekundárních elektronů větší a je tedy detekováno více signálu. V důsledku toho lze pomocí sekundárních elektronů pozorovat topologii vzorku.



Obrázek 4.3: Interakční objem [21]

Charakteristické rentgenové záření je emitováno, pokud na místo vyraženého sekundárního elektronu přeskočí elektron z vyšší slupky. Energie tohoto záření je charakteristická pro daný atom a daný přechod a lze na jejím základě určit složení studovaného materiálu.

#### 4.3.1. Difrakce zpětně odražených elektronů

Difrakce zpětně odražených elektronů (anglicky electron back-scatter diffraction – EBSD) je metoda, která poskytuje informace o mikrostruktuře a orientaci zrn pozorovaného materiálu. Pomocí této metody lze určit texturu, velikost zrn, vzájemnou misorientaci zrn a další vlastnosti materiálu.

Orientace materiálu v každém bodě se určí pomocí analýzy Kikuchiho linií, které vznikají při rozptylu elektronů, které se rozptýlí nejprve nepružně (přičemž si ale ponechají více než 90% své energie) a následně pružně. Princip jejich vzniku je naznačen na obrázku 4.4. Intenzita nepružně rozptýlené vlny je závislá na směru rozptylu. Ve směru původní vlny je intenzita maximální a se zvyšujícím se úhlem od původního směru intenzita rozptýlené vlny klesá. Dojde-li v nějakém místě A k nepružnému rozptylu, budou mít vlny ve dvou směrech, označme je 1 a 2, které splňují Braggovu difrakční podmínku:

$$\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta_{hkl} , \quad (6)$$

kde  $\lambda$  je vlnová délka elektronů,  $d_{hkl}$  mezivrstevná vzdálenost a  $\theta_{hkl}$  Braggův úhel (viz obrázek 4.4), různou intenzitu v závislosti na odchylce od původního směru. Na obrázku 4.4 má vlna 2 větší intenzitu než vlna 1. V místě B se část vlny 2 rozptýlí do směru vlny 1. Rozptýlenou část označme 21, prošlou 22. Obdobně pro místo C a vlnu 1. Platí nerovnosti:

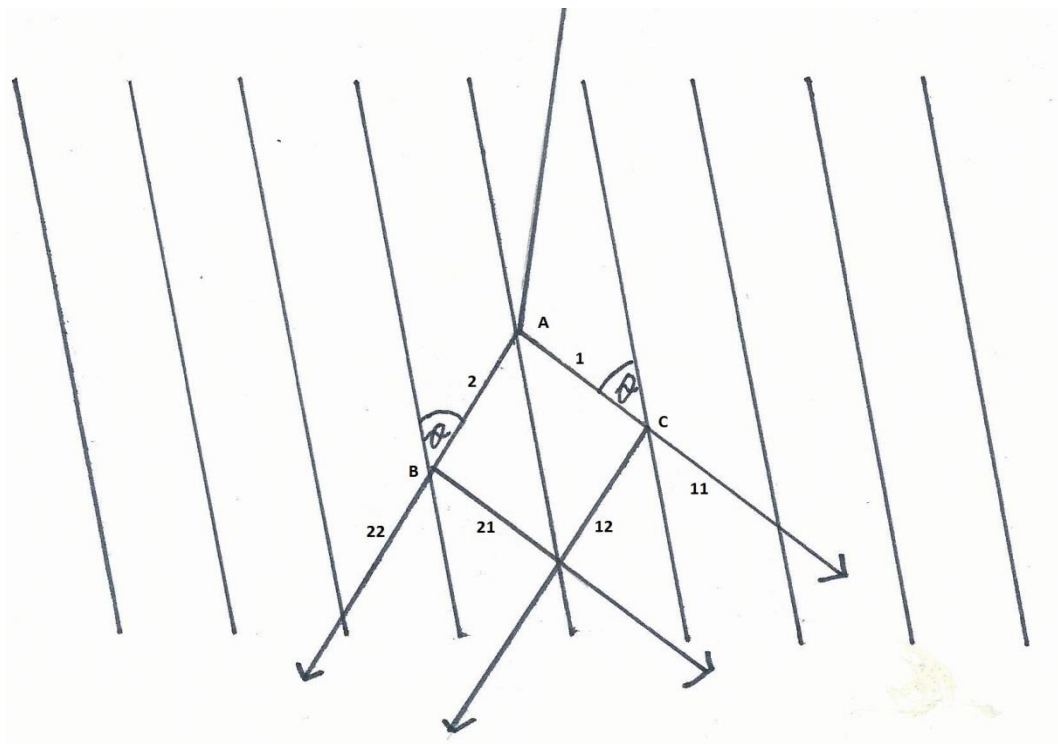
$$I_2 > I_1 \Rightarrow I_{21} > I_{12}$$

$$I_2 - I_{21} + I_{12} < I_2; I_1 - I_{12} + I_{21} > I_2 . \quad (7)$$

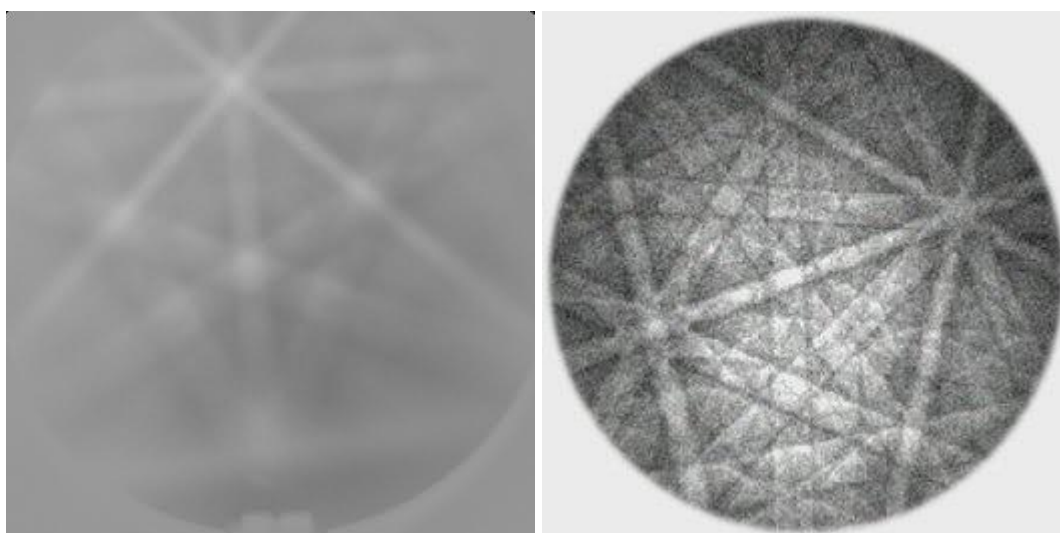
Na pozadí intenzity  $I_2$  je tedy ve směru 1 maximum a ve směru 2 minimum.

obrázek 4.4 je kreslen ve dvou dimenzích. Ve třech dimenzích se elektrony rozptylují do kužele a Kikuchiho linie jsou průsečnice kužele s rovinou stínítka.

Na obrázku 4.5 jsou zobrazeny Kikuchiho linie, které se zobrazují na stínítku, jehož obraz je zachycen EBSD kamerou.



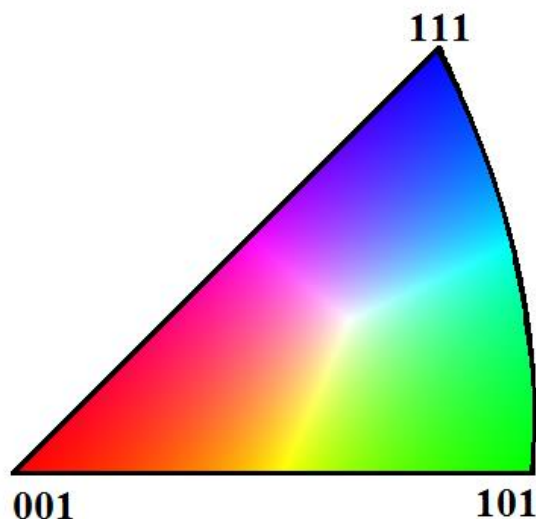
Obrázek 4.4: Princip vzniku Kikuchiho linií



Obrázek 4.5: Fotky Kikuchiho linií: vlevo vlastní pozorování, vpravo z [22]

Každé Kikuchiho linii přísluší systém rovin v krystalické látce. Proces přiřazení jednotlivých systémů rovin jednotlivým Kikuchiho liniím se nazývá indexace. Již z indexace tří Kikuchiho linií lze na základě jejich vzájemné orientace určit krystalografickou orientaci zkoumaného vzorku v daném bodě. Na základě orientace

se každému zkoumanému bodu přidělí barva podle orientačního trojúhelníku. Orientační trojúhelník je část stereografické projekce a obsahuje všechny možné směry. Jeho příklad pro BCC mřížku je na obrázku 4.6. Výsledný EBSD obrázek se nazývá mapa inverzního pólového obrazce (anglicky inverse pole figure map).



Obrázek 4.6: Orientační trojúhelník pro kubickou prostorově centrovanou krystalickou strukturu

Pro studium materiálu pomocí SEM a EBSD byly vyrobeny příčné i podélné řezy ze vzorků popsaných v části 4.1, které byly následně broušeny pomocí papírů SiC do hrubosti 2000 a následně leštěny třístupňovým vibračním leštěním pomocí vibrační leštičky. Pro leštění byly postupně použity suspenze aluminy 0,3 a 0,05  $\mu\text{m}$  a dále koloidní silika 0,05  $\mu\text{m}$ . Vzorky byly doleštěny pomocí iontové leštičky Leica EM RES102.

Ultrajemnozrná mikrostruktura byla pozorována skenovacím elektronovým mikroskopem ZEISS Auriga vybaveným katodou FEG (field emission gun). Bylo použito urychlovací napětí 10 kV.

#### 4.4. Rezonanční ultrazvuková spektroskopie

Rezonanční ultrazvuková spektroskopie (anglicky resonant ultra-sound spectroscopy – RUS) je bezkontaktní metoda, umožňující úplný popis elastických konstant materiálu pouze z měření jednoho planparalelního vzorku [23].

Elastické konstanty  $C_{ijkl}$  jsou konstanty úměrnosti mezi tenzorem napětí  $\sigma_{ij}$  a tenzorem deformace  $\varepsilon_{kl}$  vzorku podle Hookova zákona:

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl}\varepsilon_{kl}. \quad (8)$$

Tenzory napětí i deformace jsou symetrické, je tedy třeba znát pouze 6 hodnot napětí (resp. deformace). Napíšeme-li těchto šest hodnot do vektoru, bude mít rovnice (8) tvar:

$$\sigma_\alpha = C_{\alpha\beta}\varepsilon_\beta; \quad \alpha, \beta = 1 \text{ až } 6. \quad (9)$$

Matice  $C_{\alpha\beta}$  je opět symetrická, stačí tedy znát pouze 21 elastických konstant. Jejich počet je navíc výrazně redukován symetrií materiálu. Pro izotropní materiál platí [24]:

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \frac{3C_{44}+C_{11}}{2} & \frac{C_{11}-C_{44}}{2} & \frac{C_{11}-C_{44}}{2} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{C_{11}-C_{44}}{2} & \frac{3C_{44}+C_{11}}{2} & \frac{C_{11}-C_{44}}{2} & 0 & 0 & 0 \\ \frac{C_{11}-C_{44}}{2} & \frac{C_{11}-C_{44}}{2} & \frac{3C_{44}+C_{11}}{2} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{12} \end{pmatrix}. \quad (10)$$

Je tedy třeba určit pouze dvě konstanty. Známe-li elastické konstanty, víme přesně, jak se bude vzorek při daném napětí elasticky deformovat. Vyhodnocení měření pomocí RUS ovšem reprezentuje inverzní problém. Ze znalosti deformace a napětí určují elastické konstanty.

Princip metody RUS spočívá v tom, že se na vzorek posvítí laserovým pulsem, v důsledku čehož se vzorek lokálně zahřeje a vzhledem k teplotní roztažnosti vzniká deformační vlna. Vlna vyvolá rezonanci v celém objemu vzorku ve tvaru rovnoběžnostěnu. Kmitání vzorku se v různých místech povrchu vzorku snímá He-Ne laserem. Pomocí Fourierovské analýzy se určí rezonanční spektrum vzorku. Na základě přesného měření rozměrů vzorku a jeho hustoty jsou pomocí tzv. inverzní úlohy vypočteny elastické konstanty [23].

Youngův modul pružnosti  $E$  se z výše uvedených veličin vypočítá podle vzorce:

$$E = C_{44} \frac{3C_{11}+C_{44}}{C_{11}+C_{44}}. \quad (11)$$

Poissonův poměr  $\nu$  se pak počítá podle vzorce:

$$\nu = C_{11} - \frac{C_{44}}{2(C_{44}+C_{11})}. \quad (12)$$

Vzorky byly připraveny ve tvaru kvádrů o rozměrech 2x3x4 mm a následně byly všechny stěny broušeny a leštěny papíry SiC do hrubosti 800 pro dosažení planparalelních stěn.

## 5. Výsledky měření a diskuze

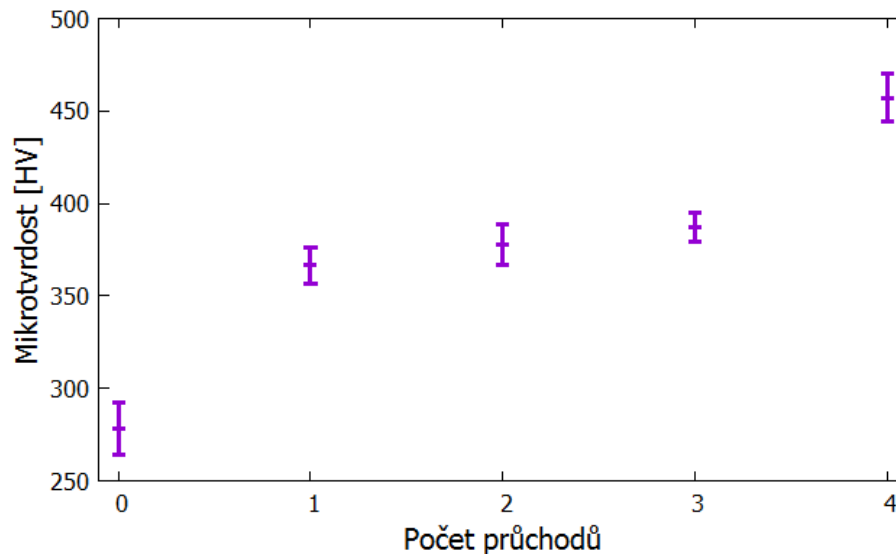
### 5.1. Mikrotvrdot

Mikrotvrdot byla změřena Vickersovou metodou pro vzorky slitiny Ti-15Mo po 1, 2, 3 a 4 průchodech ECAP. Výsledky jsou uvedeny v Tabulce 5.1. a vyneseny v grafu na obrázku 5.1. Pro porovnání je uvedena také hodnota mikrotvrdoti slitiny Ti-15Mo zkoumané v [25], která byla podrobena pouze rozpouštěcímu žíhání a nebyla deformována metodou ECAP. Tuto hodnotu označujeme jako hodnotu po „nula“ průchodech ECAP.

Počet průchodů	Střední hodnota mikrotvrdoti	Směrodatná odchylka mikrotvrdoti
0	278 [25]	14
1	367	10
2	378	11
3	387	8
4	457	13

Tabulka 5.1: Mikrotvrdot slitiny Ti-15Mo připravené metodou ECAP v závislosti na počtu průchodů





Obrázek 5.1: Mikrotvrdość slitiny Ti-15Mo připravené metodou ECAP v závislosti na počtu průchodů

Mikrotvrdość slitiny Ti-15Mo se již po jednom průchodu lomeným kanálem výrazně zvýšila. Po dvou a třech průchodech byla jen mírně vyšší než po prvním průchodu. Po čtvrtém průchodu došlo opět k razantnímu nárůstu.

Zvýšení mikrotvrdości může být způsobeno tím, že při teplotě 250°C, která byla použita při deformaci ECAP, vzniká a roste  $\omega$ -fáze, nebo vloženou deformací: při průchodu lomeným kanálem dochází k vložení deformace do materiálu, čemuž odpovídá změna mikrostrutury.

Po čtyřech průchodech lomeným kanálem, tedy při ekvivalentní deformaci  $\varepsilon_{VM} = 1.52$ , bylo dosaženo mikrotvrdości přes 450 HV.

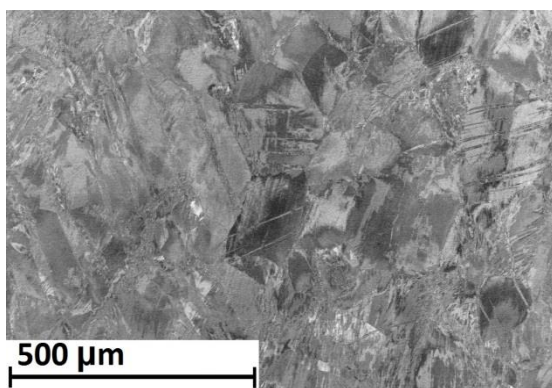
Při deformaci pomocí HPT bylo po deseti otáčkách (ekvivalentní deformace  $\varepsilon_{eq} = 350$ ) dosaženo mikrotvrdości kolem 460 HV [25]. To je podobná hodnota jako u vzorku po čtyřech průchodech lomeným kanálem, který má ovšem mnohonásobně menší ekvivalentní deformaci. Důvodem tohoto rozdílu může být přítomnost  $\omega$ -fáze v našem vzorku.

Hrubozrnná slitina Ti-15Mo stárnutá při teplotě 375 °C po dobu 16 hodin má mikrotvrdość 490 HV. [25], tedy opět obdobnou, jako námi studovaný vzorek.

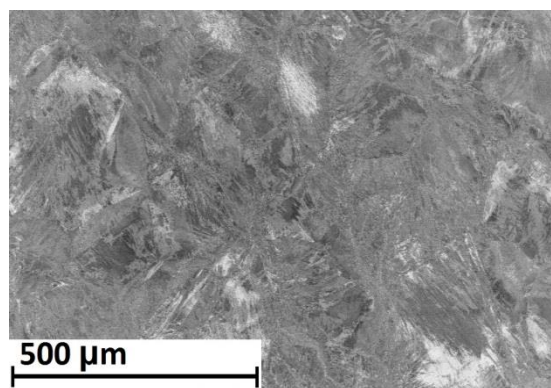
Komerčně čistý titan deformovaný metodou ECAP s vloženou ekvivalentní deformací  $\varepsilon_{VM} = 45.6$  má mikrotvrdotost asi 280 HV a  $\alpha+\beta$ -slitina Ti-6Al-7Nb deformovaná rovněž metodou ECAP s vloženou ekvivalentní deformací  $\varepsilon_{VM} = 2.3$  má mikrotvrdotost asi 370 HV [26]. Mikrotvrdotost námi studované slitiny byla výrazně vyšší,  $\beta$ -slitiny ve stavu po rozpouštěcím žíhání lze tedy vytvrdit pomocí intenzivní plastické deformace mnohem více než čistý titan nebo  $\alpha+\beta$ -slitiny.

## 5.2. Skenovací elektronová mikroskopie

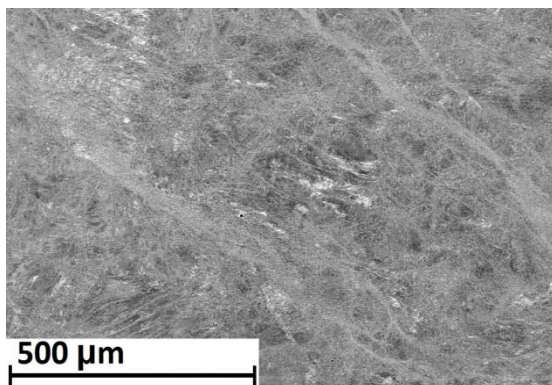
Prostřednictvím skenovací elektronové mikroskopie bylo provedeno pozorování celkem osmi vzorků pomocí zpětně odražených elektronů: příčný řez a podélný řez po 1-4 průchodech lomeným kanálem. Na obrázcích 5.2 až 5.9 jsou výsledky pozorování při poměrně malém zvětšení.



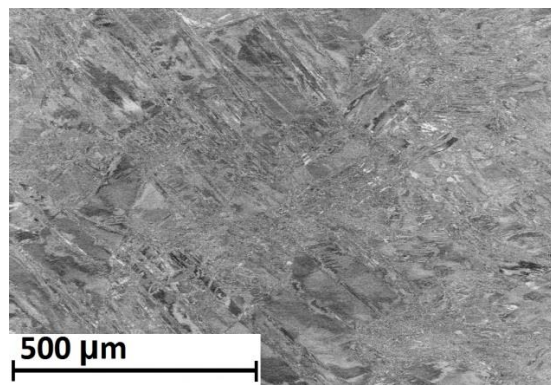
Obrázek 5.2: Příčný řez vzorkem 1P



Obrázek 5.3: Příčný řez vzorkem 2P



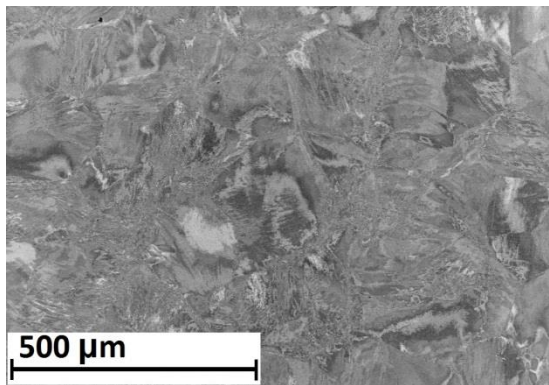
Obrázek 5.4: Příčný řez vzorkem 3P



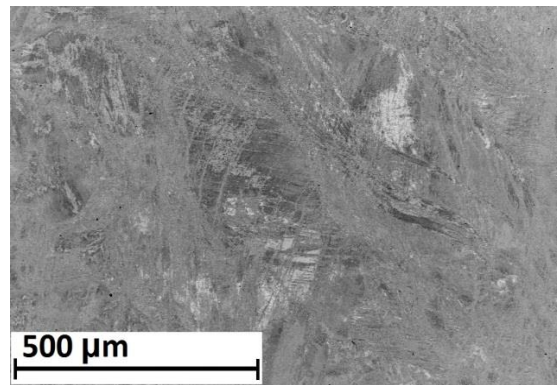
Obrázek 5.5: Příčný řez vzorkem 4P

Kontrast na obrázcích je orientační kontrast. Na vzorku po jednom průchodu lomeným kanálem pozorujeme hrubozrnnou strukturu s velikostí zrn v řádu stovek mikrometrů. Kontrast v rámci jednoho zrna je způsoben jeho deformací. Dále zde pozorujeme podlouhlé útvary připomínající dvojčata. Po dvou a zejména třech průchodech lomeným kanálem nelze pomocí zpětně odražených elektronů pozorovat jednotlivá zrna. Na obrázku 5.4 po třech průchodech pozorujeme světlé šikmé pruhy, zřejmě skluzové pásy. Mikrostruktura vzorku po čtyřech průchodech je překvapivě odlišná. Nepozorujeme deformační pásy, ale struktura je zřejmě výrazně zdvojitělá.

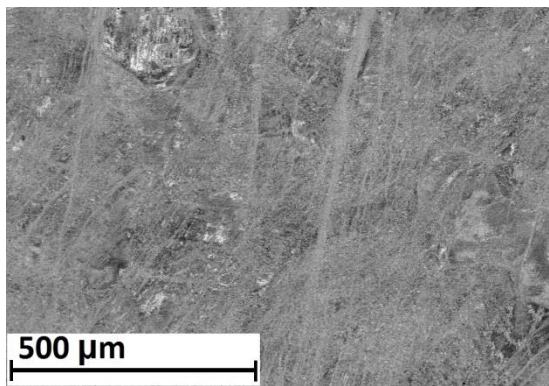
Pro podrobnější analýzu jsou nezbytná pozorování pomocí EBSD.



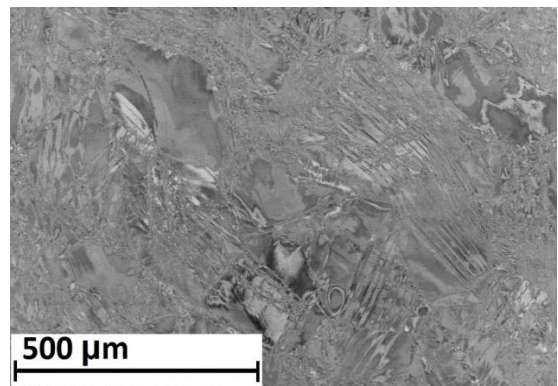
Obrázek 5.6: Podélný řez vzorkem 1P



Obrázek 5.7: Podélný řez vzorkem 2P



Obrázek 5.8: Podélný řez vzorkem 3P



Obrázek 5.9: Podélný řez vzorkem 4P

Pozorovaná mikrostruktura na vzorcích podélných řezů je srovnatelná s mikrostrukturou pozorovanou pro příčné řezy. Vertikální směr na obrázcích odpovídá směru průchodu lomeným kanálem.

Na vzorku po jednom průchodu lze pozorovat zrna o velikosti stovek mikrometrů. Oproti předchozímu pozorování příčných řezů, na podélném řezu vzorkem po dvou

průchodech lomeným kanálem lze dobře pozorovat zrna a podlouhlé útvary připomínající dvojčata. Na vzorku po třech průchodech jsou opět pozorovány deformační pásy, které jsou zde vertikální, tedy shodné se směrem průchodu materiálu kanálem. Vzorek po čtyřech průchodech lomeným kanálem je nehomogenní. Lze zde pozorovat jak zrna o velikosti řádově stovek mikrometrů, tak jemnou zdvojitou strukturu, ve které už nejsou původní zrna rozeznatelná.

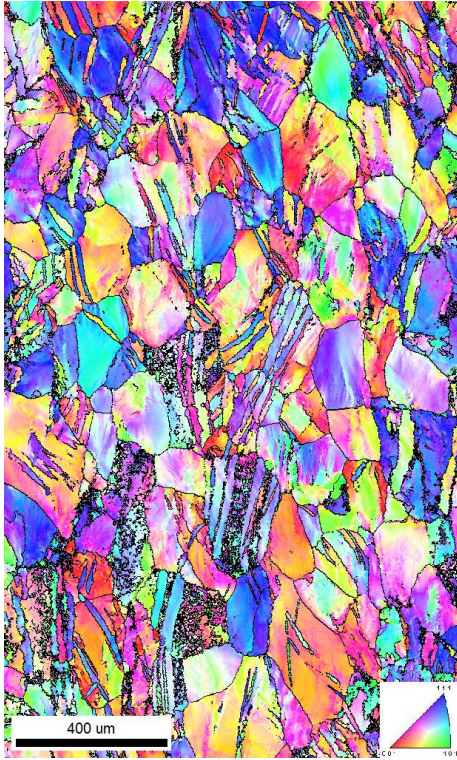
### 5.2.1. Difrakce zpětně odražených elektronů

Mikrostruktura všech výše popsaných osmi vzorků (podélně a příčně uříznutých po jednom až čtyřech průchodech lomeným kanálem) byla pozorována také pomocí EBSD. Na obrázcích 5.10 až 5.17. jsou zobrazeny inverzní pólové obrazce těchto vzorků.

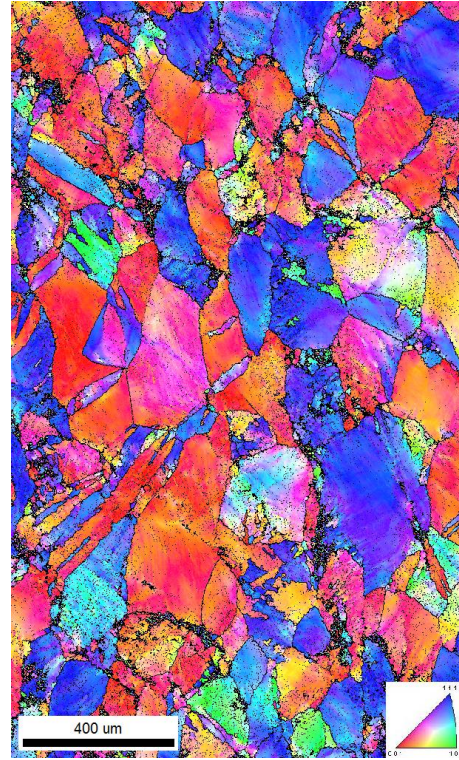
Každý bod obrázku má barvu odpovídající krystalografické orientaci materiálu v daném bodě, která mu byla přiřazena na základně orientačního trojúhelníku zobrazeného v pravém dolním rohu obrázku. Je-li bod černý, znamená to, že krystalografická orientace nebyla v tomto bodě určena. Dále jsou černou barvou zvýrazněny vysokoúhlové hranice zrn, tedy hranice s misorientací větší než  $15^\circ$ . Misorientace je rozdíl mezi orientacemi dvou zrn v polykrystalickém materiálu.

Na všech obrázcích 5.10 – 5.17 můžeme pozorovat černě ohraničená zrna. Jejich velikost se liší pro jednotlivé vzorky. V některých zrnech dochází ke změnám orientace, které pozorujeme jako změnu barvy. Jedná se o deformaci mřížky v rámci tohoto zrna. Dále si můžeme všimnout, například vpravo nahoře na obrázku 5.10, nízkoúhlové hranice, která není vyznačena černě. Nízkoúhlová hranice odděluje dvě subzrna.

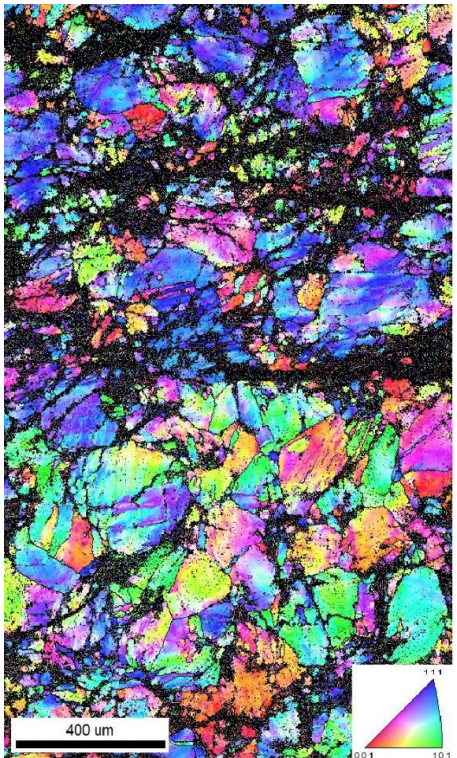




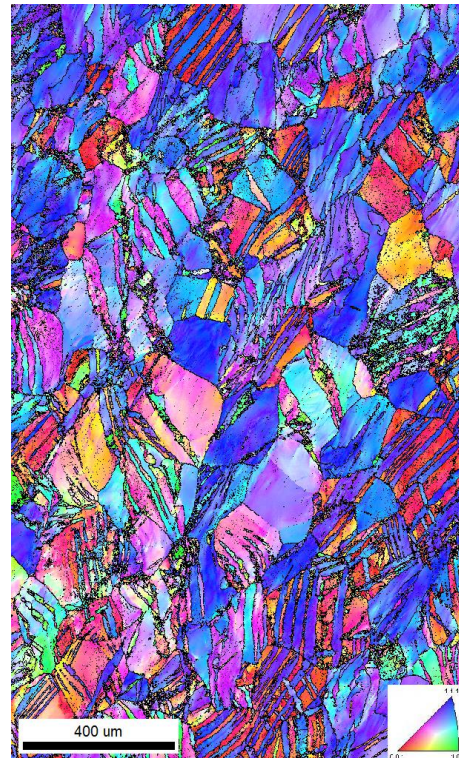
Obrázek 5.10: Inverzní pólový obrazec příčného řezu vzorku 1P



Obrázek 5.11: Inverzní pólový obrazec příčného řezu vzorku 2P

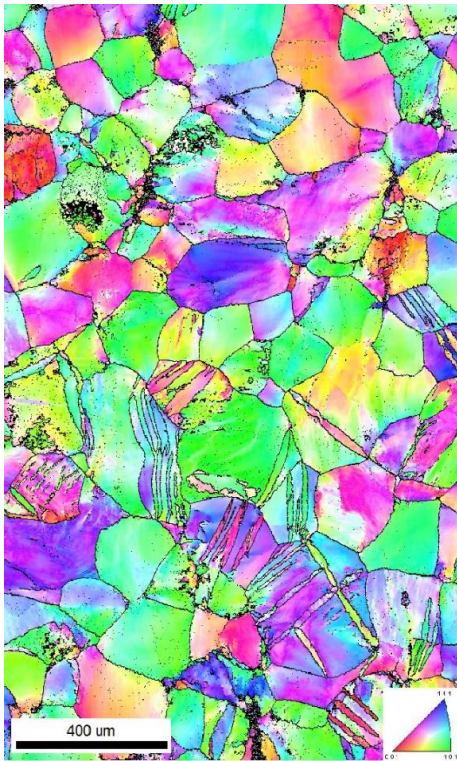


Obrázek 5.12: Inverzní pólový obrazec příčného řezu vzorku 3P

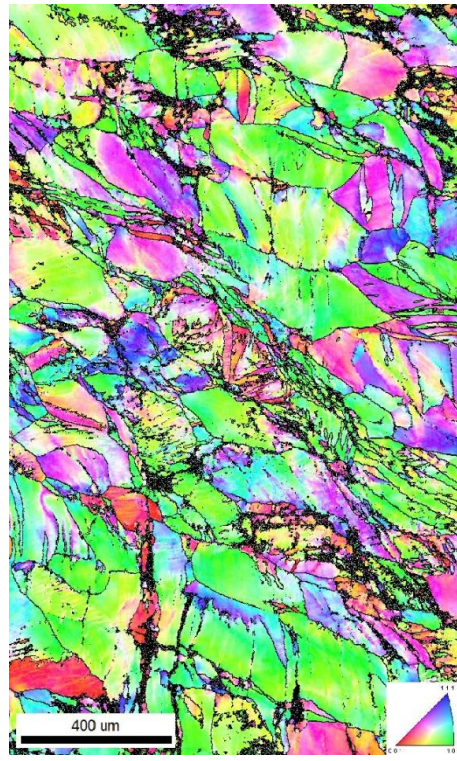


Obrázek 5.13: Inverzní pólový obrazec příčného řezu vzorku 4P

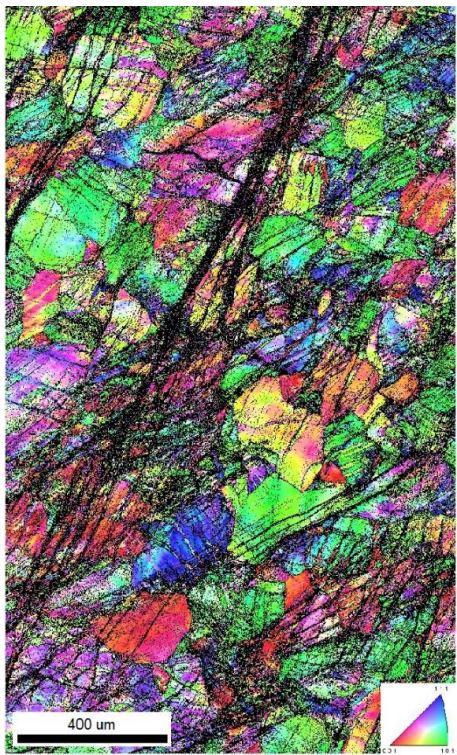




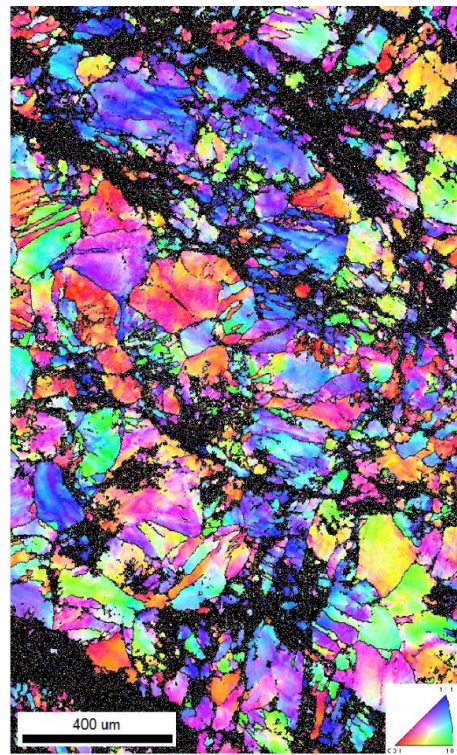
Obrázek 5.14: Inverzní pólový obrazec podélného řezu vzorku 1P



Obrázek 5.15: Inverzní pólový obrazec podélného řezu vzorku 2P



Obrázek 5.16: Inverzní pólový obrazec podélného řezu vzorku 3P



Obrázek 5.17: Inverzní pólový obrazec podélného řezu vzorku 4P

Na příčně uříznutém vzorku po jednom průchodu lomeným kanálem můžeme pozorovat zrna o velikosti řádově stovek mikrometrů, která jsou výrazně zdvojitělá. Podobně na příčně uříznutém vzorku po čtyřech průchodech, který se od vzorku po jednom průchodu liší pouze vyšší koncentrací dvojčat. Na příčně uříznutém vzorku po dvou průchodech dvojčata téměř pozorovatelná nejsou, což příliš neodpovídá předpokladům. Jsou zde vidět pouze velká (řádově stovky mikrometrů) nezdeformovaná zrna. Na příčně uříznutém vzorku po třech průchodech jsou opět rozeznatelná zrna podobné velikosti, která jsou dosti zdeformovaná. Mezi nimi jsou černá místa s neurčenou krystalografickou orientací. V těchto místech mohou být malá zrna, jejichž krystalografickou orientaci nelze spolehlivě určit.

Zajímavé je, že v případě příčně uříznutých vzorků roste s počtem průchodů podíl bodů s orientací blízkou orientaci (111). To ukazuje na texturu materiálu (existence preferované krystalické orientace po průchodech kanálem).

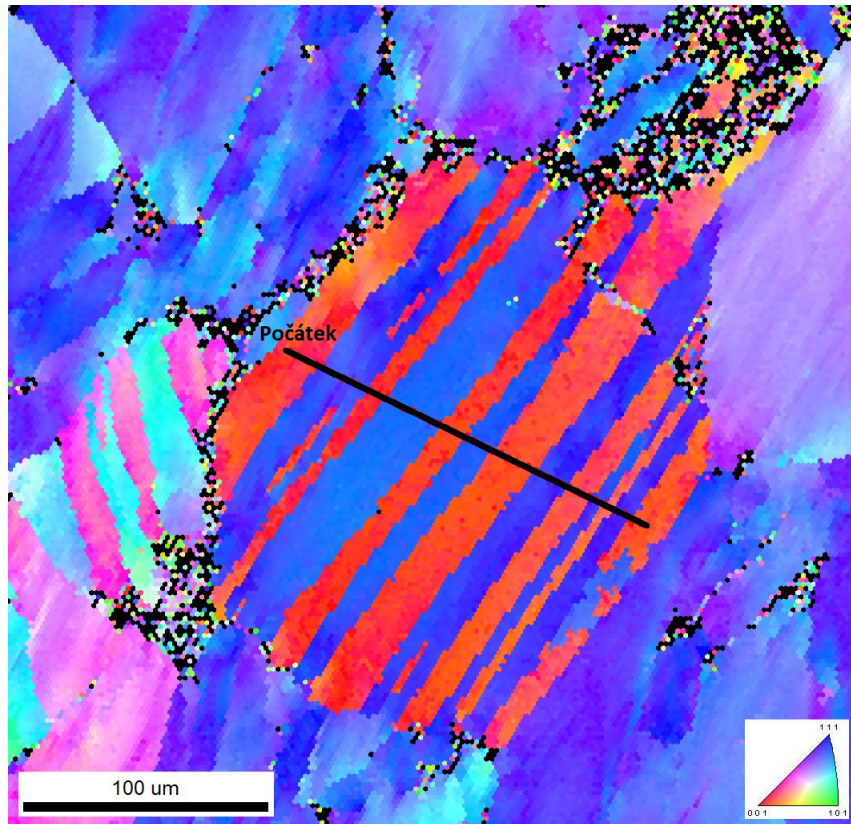
Směr průchodu kanálem je shodný s vertikálním směrem v inverzních pólových obrazcích podélně uříznutých vzorků.

Struktura podélně uříznutých vzorků je podobná jako příčně uříznutých vzorků. Na vzorku po jednom průchodu kanálem můžeme pozorovat zrna o velikosti řádově stovek mikrometrů a několik dvojčat. Po dvou průchodech zůstala mikrostruktura téměř stejná, pouze se zvýšil počet dvojčat. Na vzorku po třech průchodech pozorujeme opět deformační pásy podobně jako při pozorování pomocí zpětně odražených elektronů. Tyto pásy jsou opět vertikální, tedy shodné se směrem průchodu kanálem. Pod nimi lze opět pozorovat zrna stejné velikosti. Dvojčata nepozorujeme, ale to může být způsobeno právě deformačními pásy. Na vzorku po čtyřech průchodech pozorujeme opět podobně velká zrna a mezi nimi černé oblasti, jejichž krystalová orientace nebyla určena. Stejně jako pro příčně uříznutý vzorek po třech průchodech, i zde mohou být malé částice, jejichž krystalovou orientaci neumí metoda určit.

Fakt, že se struktura nemění tak, jak bylo předpokládáno (zmenšování velikosti zrn a zvětšování počtu dvojčat s počtem průchodů kanálem) může být způsoben



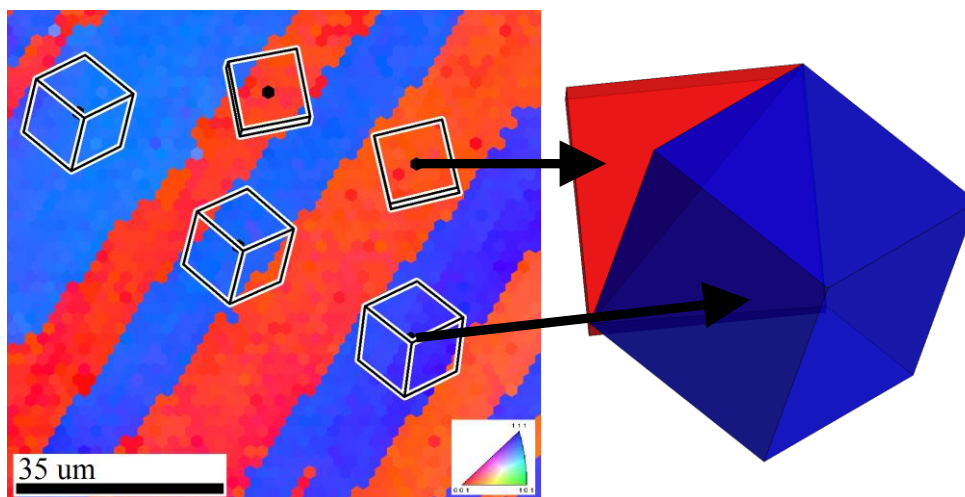
nedostatečnou kontrolou parametrů procesu, například nepřesnou teplotou deformace.



Obrázek 5.18: Inverzní pólový obrazec vybraného zrna z příčného řezu vzorku 4P

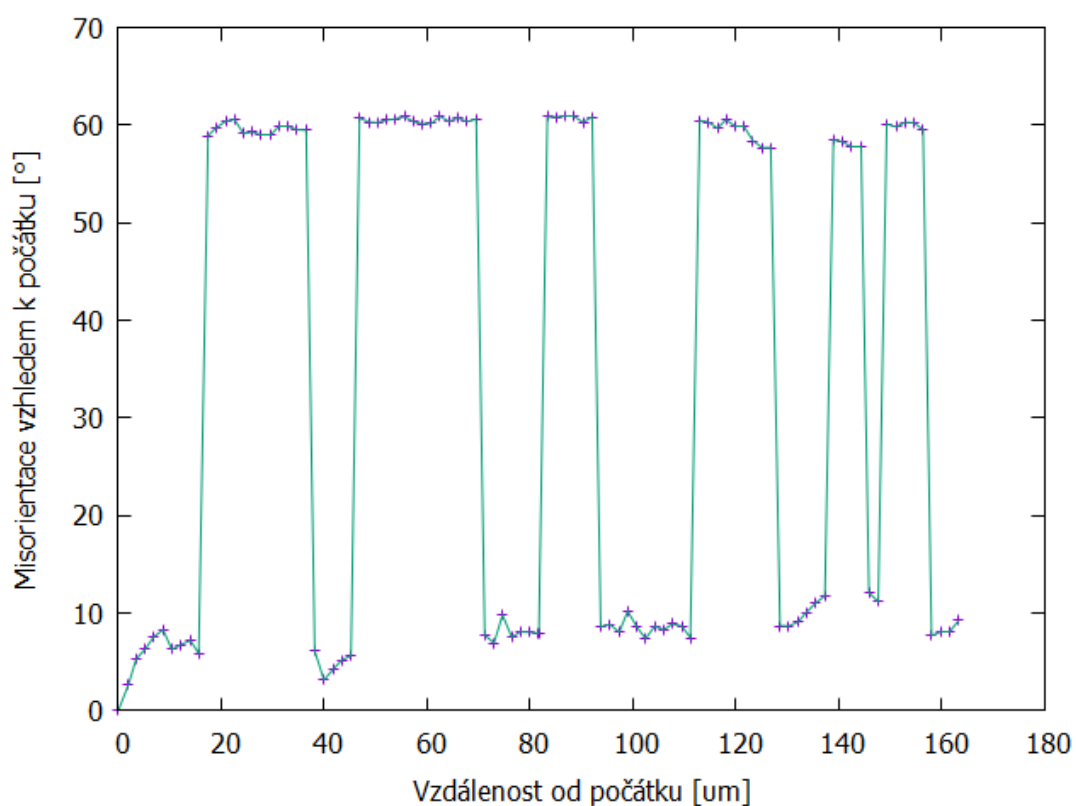
V práci [25] byla pomocí EBSD studována slitina Ti-15Mo po deformaci pomocí HPT uprostřed vzorku. Mikrostruktura je zde také zdvojitělá, podobně jako po jednom průchodu lomeným kanálem, zrna jsou zde ale menší, mají velikosti kolem padesáti mikrometrů.





Obrázek 5.19: Vlevo: Detail obrázku 5.18; Vpravo: Grafická reprezentace systému dvojčatění mezi dvěma dvojčaty

Na obrázku 5.18 vlevo je zobrazena vybraná část příčně uříznutého vzorku 4P, na které je jasně vidět původní zrna a dvojčata, navíc je zobrazena orientace krystalové mřížky. Vpravo je znázorněná grafická reprezentace roviny dvojčatění, z které je vidět, že rovinou dvojčatění je rovina  $\{112\}$ .



Obrázek 5.20: Misorientace vzhledem k počátku podle linie z obrázku 5.18

V grafu na obrázku 5.20 je zobrazena misorientace vzhledem k počátku podél linie zobrazené na obrázku 5.18. Je vidět, že misorientace dvojčete vzhledem k matici je cca 52°, což odpovídá modelu na obrázku 5.19 vpravo. Dvojčatění tedy opravdu probíhá v systému {112}, [111].

### 5.3 Modul pružnosti

V Tabulce 5.2 jsou uvedeny hodnoty elastických konstant určené pomocí rezonanční ultrazvukové spektroskopie popsané v části 4.4. Při zpracovávání dat bylo předpokládáno, že materiál je izotropní. Vzhledem k úspěšnosti a přesnosti fitování lze dovodit, že tento předpoklad byl splněn.

vzorek	C <sub>11</sub> [GPa]	směrodatná odchylka	C <sub>44</sub> [GPa]	směrodatná odchylka	E [GPa]	směrodatná odchylka	v	směrodatná odchylka
1P	168.0	0.8	33.5	0.1	89.4	0.2	0.334	0.001
2P	160.0	0.8	34.5	0.2	91.3	0.5	0.323	0.001
3P	160.4	2.2	35.6	0.2	93.9	0.5	0.318	0.002
4P	165.0	3.0	47.4	0.1	121.0	0.4	0.277	0.003

Tabulka 5.2: Elastické konstanty

Modul pružnosti roste s počtem průchodů obdobně jako mikrotvrdost. Nárůst modulu pružnosti nelze vysvětlit zjemněním mikrostruktury. Lomený kanál (matrice ECAP) a vkládaný materiál je zahřátý na 250°C, ale teplota vzorku během deformace může být vyšší. V tomto oboru teplot může docházet k nárůstu objemového podílu  $\omega$ -fáze [27], jejíž modul pružnosti je 220 GPa [28].

Youngův modul pružnosti slitiny Ti-15Mo podrobené torzi za vysokého tlaku high pressure torsion – HPT) byl při vloženém ekvivalentní deformaci  $\varepsilon_{eq}=35$  roven 98 GPa, což je podobná hodnota, jako v případě naší slitiny, ale při mnohonásobně vyšší ekvivalentní deformaci, nicméně deformace HPT probíhá nominálně při pokojové teplotě. Takto vysoký modul pružnosti vzorků deformovaných metodou ECAP je pravděpodobně důsledek přítomnosti  $\omega$ -fáze.

## Závěr

V práci byly studovány mechanické vlastnosti a mikrostruktura slitiny Ti-15Mo deformované pomocí protlačování lomeným kanálem a jejich změna v závislosti na počtu průchodů. Použita byla Vickersova metoda měření mikrotvrdomosti, skenovací elektronová mikroskopie včetně difrakce zpětně odražených elektronů pro studium mikrostruktury a rezonanční ultrazvuková spektroskopie pro měření elastických konstant.

Mikrotvrdomost koreluje s modulem pružnosti, (obě veličiny rostou s počtem průchodů) a tudíž se domníváme, že jejich nárůst je důsledek přítomnosti  $\omega$ -fáze. Pro potvrzení této domněnky je třeba provést další měření, například pozorování pomocí transmisní elektronové mikroskopie.

Při mikrostrukturním pozorování bylo potvrzeno dvojčatění v systému  $\{112\}, [111]$ . Koncentrace dvojčat roste s počtem průchodů. Materiál po čtyřech průchodech má pravděpodobně texturu, ale pro její přesnější určení je třeba další analýza pomocí EBSD.

## Seznam použité literatury

- [1] G. Lütjering and J. C. Williams, *Titanium*. Springer-Verlag, 2003.
- [2] *Wikipedia titanium*, 04-Apr-2017. [Online]. Available: <http://en.wikipedia.org/wiki/Titanium>.
- [3] I. Polmear, *Light alloys: from traditional alloys to nanocrystals*. Butterworth-Heinemann, 2006.
- [4] C. Leyens and M. Peters, *Titanium and titanium alloys*. Wiley-VCH., 2003.
- [5] T. G. Langdon, *Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement*. Acta Materialia, 2013.
- [6] E. O. Hall, *The deformation and ageing of mild steel*. Proceedings of the Royal Society of London, 1951.
- [7] N. J. Petch, *The cleavage strength of polycrystals*. The Journal of the Iron and Steel Institute, 1953.
- [8] Y. T. Zhu, *Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation*. Scripta Materialia, 2004.
- [9] N. A. Smirnova, V. I. Levit, V. I. Pilyugin, R. I. Kuznetsov, L. S. Davydova, and V. A. Sazonova, *Evolution of the structure of FCC single crystals subjected to strong plastic deformation*. Fiz. Metal Metalloved, 1986.
- [10] V. M. Segal, V. I. Reznikov, A. D. Drobyshvsky, and V. I. Kopylov, *Plastic working of metals by simple shear*. Russian Metallurgy, 1981.
- [11] N. Tsuji, Y. Saito, H. Utsunomiya, and S. Tanigawa, *Ultra-fine grained bulk steel produced by accumulative roll bonding (ARB) process*. Scripta Materialia, 1999.
- [12] Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, and T. G. Langdon, *Principle of equal channel angular pressing for processing of ultra-fine grained materials*. Scripta Materialia, 1996.
- [13] *Wikipedia dvojčatění*, 18-Apr-2017. [Online]. Available: <https://cs.wikipedia.org/wiki/Dvojčatění>.
- [14] J. W. Christian, *Deformation twinning and its effect on crack extension*. Progress in Materials Science, 1995.
- [15] *Supplier technical sheet*. Carpenter Co. Belgium, 2012.
- [16] J. Disegi, *Implant Materials. Wrought Titanium -15% Molybdenum*. Synthes, 2009.
- [17] M. Janeček et al., *Microstructure evolution in solution treated Ti15Mo alloy processed by high pressure torsion*. Materials Characterisation, 2014.
- [18] *Gordon england*, 18-Apr-2017. [Online]. Available: <http://www.gordonengland.co.uk/hardness/vickers.htm>.
- [19] A. J. Wilkinson and P. B. Hirsch, *Electron diffraction based techniques in scanning electron microscopy of bulk materials*. Micron, 1997.
- [20] *Fyzikální praktikum MFF UK. Určení strukturních parametrů krystalických látek metodami scanovací elektronové mikroskopie (SEM)*, 18-Apr-2017. [Online]. Available: [www:  
http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/\\_media/zadani/texty/txt\\_418.pdf](http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/_media/zadani/texty/txt_418.pdf).
- [21] Y. Leng, *Materials Characterisation - Introduction to Microscopis and Spectroscopic Methods*. Hong Kong: John Wiley & Sons (Asia) Pte Ltd., 2008.
- [22] *Jeol*, 02-May-2017. [Online]. Available: [https://www.jeol.co.jp/words/semterms/contents\\_list.html?category=51](https://www.jeol.co.jp/words/semterms/contents_list.html?category=51).
- [23] P. Sedlák, H. Seiner, J. Zídek, M. Janovská, and M. Landa, *Determination of All 21 Independent Elastic Coefficients of Generally Anisotropic Solids by Resonant Ultrasound Spectroscopy: Benchmark Examples*. Society for Experimental Mechanics, 2014.
- [24] *Wikipedia Hook's law*, 10-May-2017. [Online]. Available: [https://en.wikipedia.org/wiki/Hooke%27s\\_law](https://en.wikipedia.org/wiki/Hooke%27s_law).
- [25] K. Václavová, *Master thesis: Microstructure and mechanical properties of ultra-grained titanium alloys*. Karlova univerzita v Praze, 2015.

- [26] P. Zháňal *et al.*, *Thermal stability of ultrafine-grained commercial purity Ti and Ti-6Al-7Nb alloy investigated by electrical resistance, microhardness and scanning electron microscopy*. Elsevier B. V., 2015.
- [27] P. Zháňal, *Master thesis: Study of phase transformations in Ti alloys*. Charles University in Prague, 2014.
- [28] J. Nejezchlebová *et al.*, *The effect of athermal and isothermal  $\omega$  phase particles on elasticity of  $\beta$ -Ti single crystals*. Acta Materialia, 2016.

## Seznam tabulek

2.1 Chemické složení slitiny Ti-15Mo.....	8
2.2 Základní vlastnosti slitiny Ti-15Mo.....	8
5.1 Mikrotvrdość slitiny Ti-15Mo připravené metodou ECAP v závislosti na počtu průchodů.....	18
5.2 Elastické konstanty.....	28

## Seznam použitých zkratk

HCP	Hexagonální těsně uspořádaná krystalová mřížka
BCC	Kubická prostorově centrovaná krystalová mřížka
ST	Rozpouštěcí žihání
UFG	Ultrajemnozrnný materiál
SPD	Intenzivní plastická deformace
HPT	Torze za vysokého tlaku
ECAP	Protlačování lomeným kanálem
ARB	Akumulativní válcování
HV	Jednotky mikrotvrdości podle Vickerse
SEM	Skenovací elektronová mikroskopie
BSE	Zpětně odražené elektrony
SE	Sekundární elektrony
EBSD	Difrakce zpětně odražených elektronů
RUS	Rezonanční ultrazvuková spektroskopie

## Seznam obrázků

1.1 Fázový diagram $\beta$ -slitin titanu .....	2
1.2 Fázové diagramy titanu s příměsemi .....	3
1.3 Schematické znázornění metody ECAP.....	5
4.1 Vickersova metoda měření mikrotvrdosti.....	10
4.2 Orientační kontrast.....	11
4.3 Interakční objem.....	12
4.4 Princip vzniku Kikuchiho linií.....	14
4.5 Fotky Kikuchiho linií: vlevo vlastní pozorování, vpravo z [22].....	14
4.6 Orientační trojúhelník pro kubickou prostorově centrovanou krystalickou strukturu.....	15
5.1 Mikrotvrdost slitiny Ti-15Mo připravené metodou ECAP v závislosti na počtu průchodů.....	19
5.2 Příčný řez vzorkem 1P.....	20
5.3 Příčný řez vzorkem 2P.....	20
5.4 Příčný řez vzorkem 3P.....	20
5.5 Příčný řez vzorkem 4P.....	20
5.6 Podélný řez vzorkem 1P.....	21
5.7 Podélný řez vzorkem 2P.....	21
5.8 Podélný řez vzorkem 3P.....	21
5.9 Podélný řez vzorkem 4P.....	21
5.10 Inverzní pólový obrazec příčného řezu vzorku 1P.....	23
5.11 Inverzní pólový obrazec příčného řezu vzorku 2P.....	23
5.12 Inverzní pólový obrazec příčného řezu vzorku 3P.....	23
5.13 Inverzní pólový obrazec příčného řezu vzorku 4P.....	23
5.14 Inverzní pólový obrazec podélného řezu vzorku 1P.....	24
5.15 Inverzní pólový obrazec podélného řezu vzorku 2P.....	24
5.16 Inverzní pólový obrazec podélného řezu vzorku 3P.....	24
5.17 Inverzní pólový obrazec podélného řezu vzorku 4P.....	24
5.18 Inverzní pólový obrazec vybraného zrna z příčného řezu vzorku 4P.....	26
5.19 Vlevo: Detail obrázku 5.18; Vpravo: Grafická reprezentace systému dvojčatění mezi dvěma dvojčaty.....	27
5.20 Misorientace vzhledem k počátku podle linie z obrázku 5.18.....	27