

UNIVERZITA KARLOVA V PRAZE

Matematicko-fyzikální fakulta

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Kryštof Turba

MECHANICKÉ VLASTNOSTI A STRUKTURA MIKROKRYSALICKÝCH MATERIÁLŮ

Katedra fyziky kovů

Vedoucí diplomové práce: doc. RNDr. Přemysl Málek, CSc.

Studijní program: Fyzika kondenzovaných soustav a materiálů

Rád bych poděkoval všem, kdo se podíleli na vzniku této práce. Mé díky patří především doc. Málkovi, který mé práci věnoval mnoho času a pozornosti. Poskytl mi cenné teoretické zázemí a zároveň mi umožnil i osvojení potřebných experimentálních metod. Dále bych rád poděkoval dr. Cieslarovi za pomoc v části práce týkající se pozorování TEM a v neposlední řadě paní Čepové za cenné rady ohledně přípravy vzorků a pomoc při zpracování obrazové dokumentace. Děkuji také dr. Kopylovovi a prof. Chvildeevovi za přípravu a poskytnutí experimentálního materiálu, bez něhož by tato práce nemohla vzniknout.

Prohlašuji, že jsem svou diplomovou práci napsal samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů. Souhlasím se zapůjčováním práce.

V Praze dne 19. 4. 2005

Kryštof Turba

OBSAH

ÚVOD	1
1. ZÁKLADNÍ POJMY	2
2. SUPERPLASTICITA	4
2.1 Úvod	4
2.2 Experimentální poznatky	5
2.2.1 Podmínky superplastické deformace	5
2.2.2 Deformační křivky	5
2.2.3 Vliv deformační rychlosti	6
2.2.4 Vliv velikosti zrna.....	8
2.2.5 Vliv teploty	10
2.2.6 Mikrostruktura superplasticky deformovaných materiálů.....	10
2.3 Modely superplastické deformace	11
2.3.1 Mechanizmy na bázi difúze	12
2.3.2 Modely založené na pohybu dislokací.....	14
2.3.3 Modely založené na pokluzu po hranicích zrn	15
3. PŘÍPRAVA ULTRAJEMNOZRNNÝCH MATERIÁLŮ	22
3.1 Úvod	22
3.2 Metoda ECAP	23
4. EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL A METODIKA	25
4.1 Materiál	25
4.2 Deformační zkoušky	28
4.3 Strukturní pozorování	29
5. EXPERIMENTÁLNÍ VÝSLEDKY	31
5.1 Deformační zkoušky	31
5.2 Strukturní pozorování	40
5.2.1 Metoda světelné mikroskopie	40
5.2.2 Metoda AFM	47
5.2.3 Metoda TEM.....	62
6. DISKUZE	66
7. ZÁVĚR	75
8. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	77

ÚVOD

Ultrajemnozrné materiály, tj. polykrystalické materiály s velikostí zrna v mikronovém až submikronovém oboru, vykazují řadu atraktivních mechanických vlastností. Především se jedná o obecně vysokou pevnost při nízkých teplotách a zároveň superplastické chování při teplotách zvýšených. Superplasticita, tj. schopnost materiálu dosáhnout vysokého stupně plastické deformace, aniž by došlo k lomu, nachází v poslední době uplatnění i při komerčním tváření. Výhodou superplastického tváření je možnost získat jedinou operací konečný tvar produktu, odpadá tak nutnost z časového i ekonomického hlediska náročného obrábění. Získaný tvar může být navíc velmi komplikovaný, při zachování homogenní tloušťky. Výraznému rozšíření superplastického tváření v komerční sféře (například v automobilovém průmyslu) doposud brání fakt, že superplasticita je u každého materiálu omezena na určitý obor deformačních rychlostí. Pro komerční aplikace je žádoucí, aby byly vyvinuty materiály mající superplastické vlastnosti při co možná nejvyšších deformačních rychlostech. Ukazuje se, že zvýšení optimální deformační rychlosti lze u superplastických materiálů docílit zjemňováním zrna. Z tohoto důvodu jsou v posledních letech v centru zájmu materiálového výzkumu ultrajemnozrné materiály připravené moderními metodami intenzivní plastické deformace, jako např. ECAP, mající často velikost zrna menší než 1 μm .

Cílem této práce je studium vysokoteplotní plastické deformace slitiny Al - 4,5 Mg - 0,2 Zr - 0,2 Sc, která byla připravena výše uvedenou metodou ECAP, spojené se studiem její mikrostruktury. Práce byla vedena snahou o nalezení korelace výsledků strukturních pozorování s výsledky deformačních zkoušek. Pozornost byla věnována především sledování vlivu příměsí Zr a Sc na stabilitu jemnozrné struktury a jeho důsledkům pro mechanické vlastnosti studovaného materiálu za zvýšených teplot.

1. ZÁKLADNÍ POJMY

Deformaci materiálu označujeme jako plastickou v případě, že je trvalá - tzn. v případě, kdy deformovaný materiál nezaujme po odtížení svůj původní tvar tak, jako je tomu u deformace elastické. Plastická deformace je vždy doprovázena určitou změnou mikrostruktury materiálu, konkrétní mechanizmy deformace se však mohou lišit v závislosti na daném typu materiálu, jeho struktuře a v neposlední řadě na podmínkách experimentu (teplota, deformační rychlost, atd.). Při studiu mechanických vlastností lze materiál deformovat například v tahu, tlaku, smyku či torzi. V praxi se velmi často používá deformační zkouška v jednoosém tahu s konstantní rychlostí deformace. Zde se zpravidla sleduje závislost napětí na poměrném prodloužení. Poměrné prodloužení (deformace) e je definováno vztahem

$$(1) \quad e = \frac{l - l_0}{l_0}$$

kde l_0 je počáteční a l okamžitá délka vzorku. Takzvané smluvní napětí σ_s je dáno vztahem

$$(2) \quad \sigma_s = F/S_0$$

kde F je velikost působící síly a S_0 počáteční průřez vzorku. Průřez vzorku se však s deformací mění, a proto je výhodné zavést další veličiny, a sice skutečné poměrné prodloužení (skutečnou deformaci) ε a skutečné napětí σ , definované následujícími vztahy:

$$(3) \quad \varepsilon = \int_{l_0}^l \frac{dl}{l} = \ln(l/l_0)$$

$$(4) \quad \sigma = F/S = \frac{F}{S_0}(1 + e)$$

kde S je okamžitý průřez vzorku. Průběh plastické deformace se obvykle znázorňuje závislostí smluvního napětí σ_s na poměrném prodloužení e (deformační křivka), případně závislostí skutečného napětí σ na skutečné deformaci ε (skutečná deformační křivka).

K charakterizaci pevnosti materiálu se často používají následující parametry deformační křivky: tzv. mez 0,2 v tahu $\sigma_{0,2}$, odpovídající napětí, při kterém je dosaženo plastické deformace 0,2 %, a mez pevnosti σ_{Pt} , daná vztahem

$$(5) \quad \sigma_{Pt} = F_{max} / S_0$$

kde F_{max} je maximální síla. K charakterizaci plasticity materiálu se zavádí tzv. tažnost A , definovaná vztahem

$$(6) \quad A = \frac{l_f - l_0}{l_0}$$

kde l_f je délka vzorku poté, co došlo k lomu. K popisu rychlosti deformace se zavádí veličiny počáteční deformační rychlost $\dot{\varepsilon}_0$ a skutečná deformační rychlost $\dot{\varepsilon}$, definované vztahy

$$(7) \quad \dot{\varepsilon}_0 = de/dt = \dot{l}/l_0$$

$$(8) \quad \dot{\varepsilon} = d\varepsilon/dt = \dot{l}/l$$

Je zřejmé, že při tahové zkoušce s konstantní rychlostí pohybu příčnicku v_p se skutečná deformační rychlost s deformací snižuje podle vztahu

$$(9) \quad \dot{\varepsilon} = \frac{v_p}{l_0(1+e)}$$

2. SUPERPLASTICITA

2.1 Úvod

Při deformaci v jednoosém tahu se polykrystalické materiály obvykle deformují na několik desítek procent, poté dochází k lomu. V určitých případech však může být hodnota tažnosti mnohonásobně vyšší, dosahující až několika tisíc procent. Tento jev se nazývá superplasticita. Jako spodní mez hodnoty tažnosti charakteristické pro superplastické chování materiálu se obvykle udává 300 % [1]. Rozlišují se dva základní typy superplasticity:

- superplasticita podmíněná speciálními vnějšími podmínkami,
- strukturní superplasticita.

V prvním případě souvisí superplasticita obvykle s anizotropií deformace daného materiálu za velmi specifických podmínek. Vysoké tažnosti se zde dosahují např. teplotním cyklováním při aplikaci malého vnějšího napětí takovým způsobem, aby v materiálu docházelo k fázové transformaci. Pokud má poměrné prodloužení vzorku při zpětné transformaci (v druhé polovině teplotního cyklu) menší absolutní hodnotu, je celkové prodloužení po uzavření jednoho cyklu nenulové. Opakováním cyklu tak lze naakumulovat vysoký stupeň deformace. Tento jev pozorovali např. de Jong a Rathenau na vzorku čistého železa teplotním cyklováním přes transformaci austenit – ferit [2]. Jiným příkladem superplasticity podmíněné vnějšími podmínkami je teplotní cyklování materiálů s anizotropním součinitelem teplotní roztažnosti. Dosažené hodnoty tažnosti se obvykle pohybují v rozmezí 150 - 500 % [1].

Superplasticita podmíněná vnějšími podmínkami je však jevem, pro který doposud nebylo nalezeno praktické uplatnění [3], a nebyla mu tudíž věnována příliš velká pozornost. Naproti tomu jako velmi slibný z hlediska praktického využití se v současnosti jeví druhý typ superplasticity, tj. superplasticita strukturní, na níž se v dalším omezíme.

Pro vznik strukturní superplasticity je podmínkou především existence specifické mikrostruktury daného materiálu a zároveň její stabilita během deformace. Vzhledem k tomu, že strukturní superplasticitě byla věnována podstatně větší pozornost než superplasticitě podmíněné speciálními vnějšími podmínkami, podařilo se o ní od doby jejího objevení (v první polovině 20. století) nashromáždit velké množství experimentálních poznatků. Těm nejpodstatnějším z nich je věnován následující oddíl.

2.2 Experimentální poznatky

2.2.1 Podmínky superplastické deformace

Ukazuje se, že nutným předpokladem pro superplastickou deformaci polykrystalického materiálu jsou následující podmínky:

- rovnoosá zrna dostatečně malého rozměru s velkým podílem vysokoúhlových hranic - tato mikrostruktura musí být navíc stabilní během deformace,
- dostatečně vysoká homologická teplota deformace,
- vhodně zvolená deformační rychlost.

Konkrétně se v literatuře často uvádí maximální hodnota velikosti zrna $d = 10 \mu\text{m}$ [1] a minimální teplota deformace $0,4 T_m$ [4], nebo $0,5 T_m$ [1], kde T_m je homologická teplota tání daného materiálu. Tyto hodnoty jsou však pouze přibližné, protože ve skutečnosti výrazně závisejí na typu materiálu i podmínkách experimentu.

2.2.2 Deformační křivky

Deformační křivky typické pro superplastické materiály mají často přibližně stacionární charakter, což naznačuje určitou analogii mezi superplastickou deformací a ustáleným creepem za vysokých teplot, jíž se také částečně využívá při fenomenologickém popisu superplastické deformace. Maximum křivky odpovídá podle Wraye [5] vzniku prvního zaškrcení (tzv. nestabilita 1. typu). Zaškrcením nazýváme lokální zmenšení průřezu vzorku. To způsobí, že deformace přestane probíhat homogenně, což může vést až k lomu. Náhlý pokles napětí těsně před tím, než lom nastane, odpovídá vzniku posledního, nestabilního zaškrcení (tzv. nestabilita 2. typu). Obvykle pozorujeme postupný pokles napětí během celého průběhu deformace, to je však efekt zdánlivý, způsobený jednak postupným zmenšováním průřezu deformovaného vzorku, jednak vysokou rychlostní citlivostí napětí, která je charakteristická pro superplastické materiály. Při deformační zkoušce v tahu s konstantní deformační rychlostí (což je v experimentální praxi nečastější případ) skutečná deformační rychlost s rostoucí deformací klesá, viz vztah (9). V případě superplastických materiálů, kde prodloužení dosahují řádově stovek až tisíců procent, se tak skutečná rychlost deformace může během experimentu změnit velmi výrazně. Provedou-li se korekce na oba výše zmíněné efekty, získáme často spíše deformační křivky, které jsou mírně rostoucí. Za možný důvod tohoto mírného zpevnování materiálu lze považovat změny mikrostruktury během deformace, především pak růst velikosti zrn [6, 7].

Pro superplastickou deformaci jsou charakteristická celkově nižší deformační napětí, než jaká jsou běžná při deformaci konvenčních materiálů. Při superplastické deformaci se obvykle setkáváme s napětími řádu jednotek až desítek MPa [12]. Tyto hodnoty je však opět třeba brát pouze jako orientační. Existují i superplastické materiály v tomto ohledu velmi atypické, např. v případě slitiny Ni3Al-Cr bylo během superplastické deformace zaznamenáno mimořádně vysoké deformační napětí přes 1 GPa [13].

2.2.3 Vliv deformační rychlosti

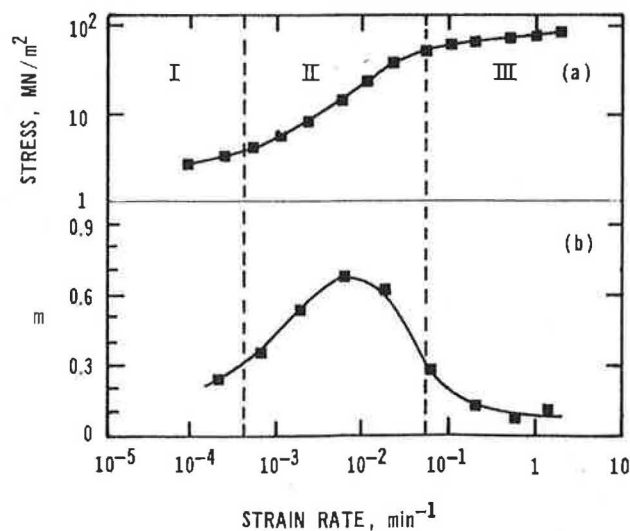
Deformační napětí je u superplastických materiálů silně závislé na rychlosti deformace. Tato závislost se obvykle popisuje fenomenologickým vztahem

$$(10) \quad \sigma = K_1 \dot{\epsilon}^m$$

kde m je tzv. parametr rychlostní citlivosti napětí, definovaný jako

$$(11) \quad m = \frac{\partial \log \sigma}{\partial \log \dot{\epsilon}}$$

a K_1 fenomenologická konstanta, závislá především na mikrostruktuře daného materiálu a deformační teplotě. Na obr. 1 je pro superplastické materiály typická sigmoidální závislost deformačního napětí na rychlosti deformace spolu se svou derivací, obě v logaritmickém měřítku.



Obr. 1: Závislost deformačního napětí na deformační rychlosti typická pro superplastické materiály [1]

Závislosti na obr. 1 se obvykle dělí na tři oblasti. Vidíme, že parametr rychlostní citlivosti nabývá maxima u středně vysokých deformačních rychlostí (oblast II) a jeho hodnota klesá jak v oblasti nízkých, tak v oblasti vysokých deformačních rychlostí (oblasti I a III). Vzhledem k výrazným rozdílům v hodnotě parametru m mezi jednotlivými oblastmi, lze předpokládat, že se v každé z nich při deformaci uplatňuje odlišný deformační mechanismus. Závislost tažnosti daného materiálu na deformační rychlosti má u superplastických materiálů obdobný průběh, jako závislost parametru m na deformační rychlosti z obr. 1 - viz např. [8]. Vysokých tažností, charakteristických pro superplastickou deformaci, je dosahováno pouze v oblasti II. V literatuře se obvykle k vymezení superplastické oblasti II uvádí minimální hodnota parametru rychlostní citlivosti napětí $m = 0,3$ [1]. Při optimálních superplastických podmínkách nabývá m většinou hodnot kolem 0,5.

Experimentálně je možné hodnoty parametru m pro dané deformační rychlosti získat několika způsoby [1, 4]. Například je možné měřit deformační napětí při konstantní deformační rychlosti na různých vzorcích, přičemž u každého z nich zvolíme jinou rychlost deformace. Tato metoda však není příliš rozšířená, protože při měřeních na různých vzorcích při různých deformačních rychlostech není splněn předpoklad konstantní struktury materiálu. Alternativně lze k určení parametru m použít měření napětíové relaxace na jednom vzorku. Nejrozšířenější je však tzv. metoda náhlých změn deformační rychlosti. Měření je opět prováděno pouze na jednom vzorku. Ten je nejprve předdeformován na alespoň 10 % poměrného prodloužení s konstantní rychlostí pohybu příčnicku, poté je deformační rychlost opakovaně skokově měněna. Výhodou této metody je kromě přibližného splnění předpokladu konstantní struktury také její nižší náročnost na čas a množství použitého materiálu. Při interpretaci výsledků je však i u metody náhlých změn deformační rychlosti zapotřebí jistá dávka obezřetnosti, protože při odečítání napětí je nutná určitá míra extrapolace, a výsledky tak mohou být v některých případech zatíženy velkou chybou.

Zjevná korelace mezi hodnotami tažnosti a hodnotami parametru rychlostní citlivosti je dána faktem, že vysoká rychlostní citlivost napětí zamezuje zaškrcování vzorku. Jakmile se vzorek v nějakém místě začne zaškrcovat, dojde k lokálnímu zvýšení deformační rychlosti a tím pádem v důsledku vysoké rychlostní citlivosti i ke zvýšení napětí, které by bylo potřebné pro další šíření deformace v daném místě. Deformace tak přestane být nestabilní a nedojde k lomu. Tomuto jevu se blíže věnovali např. Avery a Stuart [9]. Zatímco konvenční polykrystalické materiály odolávají díky deformačnímu zpevnění

vzniku zaškrčení, v případě superplastických materiálů zaškrčení sice vznikne poměrně snadno, díky vysoké rychlostní citlivosti napětí však nezačne nestabilně postupovat, a nedojde tak k lomu. Bylo experimentálně ověřeno [5, 10], že se během superplastické deformace může pomalu vyvíjet několik různých zaškrčení zároveň, než se nakonec z jednoho z nich stane nestabilita 2. typu a nastane lom. Je však třeba podotknout, že přes zjevnou souvislost mezi vysokými hodnotami parametru rychlostní citlivosti napětí a vysokými hodnotami tažnosti nemusí být u konkrétního materiálu vždy dosaženo maximální tažnosti při přesně stejných podmínkách, při jakých byla zjištěna maximální hodnota parametru m . Kromě parametru rychlostní citlivosti může být hodnota tažnosti ovlivněna například rychlostí tvorby a růstu kavit v deformovaném materiálu za daných podmínek, jak ukázal např. Sagat při sérii experimentů na mosazi s 3% příměsí železa [11]. Práce [11, 61] prokázaly, že v materiálech, u kterých během superplastické deformace dochází k výrazné kavitaci, nastává lom v důsledku propojení jednotlivých kavit.

2.2.4 Vliv velikosti zrna

Jedním z nejpodstatnějších charakteristických rysů superplastické deformace je bezesporu její závislost na velikosti zrna. Předně je superplastická deformace možná pouze u materiálů s dostatečně jemnozrnnou mikrostrukturou, jak již bylo uvedeno výše. Při teplotách typických pro superplastickou deformaci však mají hranice zrn obvykle vysokou mobilitu a během deformace proto dochází k výraznému hrubnutí jemnozrnné struktury. Následkem toho ztrácí materiál své superplastické vlastnosti. Jemnozrnnou strukturu je však možné stabilizovat za pomoci jemných částic různých intermetalických fází, které mobilitu hranic výrazně snižují. Například u hliníkových slitin se v tomto ohledu osvědčily příměsí Mn a Cr, v posledních letech se středem zájmu stává vliv Zr a především Sc, viz např. [14, 15].

Během superplastické deformace je na velikosti zrna závislé i deformační napětí, a to zcela opačným způsobem než v případě deformace konvenčních polykrystalických materiálů za nižších teplot. U nich lze zmíněnou závislost popsat známým Hall – Petchovým vztahem [62]:

$$(12) \quad \sigma = K_2 + K_3 d^{-1/2}$$

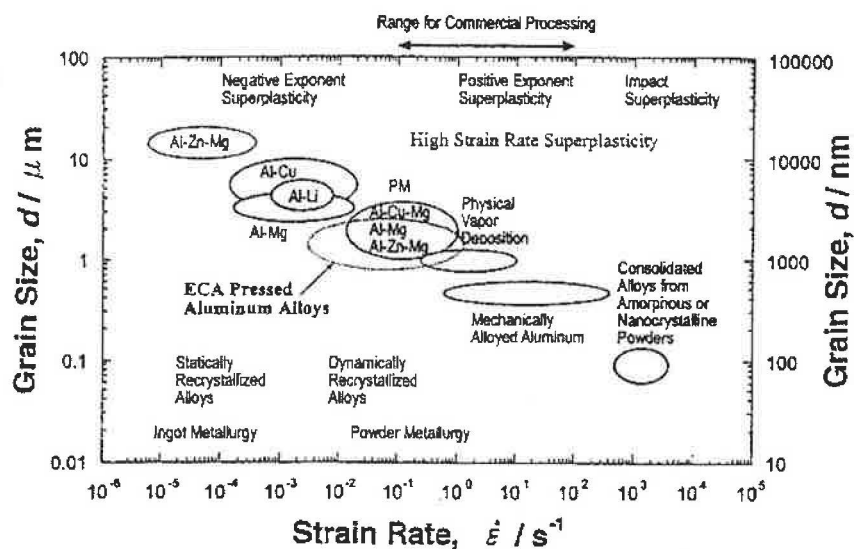
kde d je velikost zrna, K_2 a K_3 pak empirické konstanty, závislé mimo jiné na teplotě, deformační rychlosti nebo mikrostruktuře daného materiálu. Ze vztahu (12) je patrné, že

deformační napětí s rostoucí velikostí zrna klesá. Naproti tomu v případě superplastické deformace napětí s rostoucí velikostí zrna roste. Tuto závislost je možné popsat rovnicí

$$(13) \quad \sigma = K_4 d^{mp}$$

odvozenou z empirického vztahu pro rychlost ustáleného creepu, který uvádí Langdon v práci [16]. Zde je K_4 opět empirická konstanta. Ohledně hodnoty exponentu p panuje v literatuře určitá neshoda mezi jednotlivými autory, a to i v pracích týkajících se stejného materiálu, viz [1], str. 71. Hodnota exponentu p se mění při přechodu z oblasti II do oblasti III. V práci [17] byla při studiu superplastické slitiny Al - Zn -Mg - Cu zjištěna v oblasti I a II přibližně konstantní hodnota $p = 2$, v oblasti III pak hodnota p s rostoucí deformační rychlostí klesala k nule.

Zjemňování zrna navíc způsobí posun oblasti II směrem k vyšším deformačním rychlostem a zvyšuje maximální hodnotu parametru m . Tento efekt má mimořádný význam pro komerční aplikace superplastického tváření. Obr. 2 ilustruje závislost optimální deformační rychlosti pro superplastickou deformaci na velikosti zrna pro slitiny na bázi hliníku, připravené pomocí různých metod.



Obr. 2: Závislost optimální deformační rychlosti pro superplastickou deformaci na velikosti zrna [58]

2.2.5 Vliv teploty

Superplastická deformace je vysokoteplotním jevem, neboť se při ní ve velké míře uplatňují tepelně aktivované děje. Deformační napětí jsou v případě superplastických materiálů na teplotě silně závislá, s rostoucí teplotou dochází k jejich poklesu [1]. Vliv teploty na deformační napětí lze, opět v analogii se stacionárním creepem, fenomenologicky popsat vztahem

$$(14) \quad \sigma = K_5 \exp(Q_{\dot{\epsilon}}/RT)$$

kde K_5 je konstanta závislá na typu materiálu a podmínkách experimentu, R plynová konstanta a $Q_{\dot{\epsilon}}$ hodnota aktivační energie při konstantní deformační rychlosti [4]. Vliv teploty na deformační rychlost lze vyjádřit podobným vztahem:

$$(15) \quad \dot{\epsilon} = K_6 \exp(-Q_{\sigma}/RT)$$

Zde je K_6 opět empirická konstanta a Q_{σ} hodnota aktivační energie při konstantním napětí. Lze ukázat, že mezi oběma hodnotami aktivační energie platí vztah [18]

$$(16) \quad Q_{\dot{\epsilon}} = m Q_{\sigma}$$

Z experimentu dostáváme pro oblast II obvykle hodnoty aktivačních energií blízké aktivační energii difúze po hranicích zrn, případně aktivační energii samodifúze [4].

S rostoucí teplotou se obvykle také zvyšuje maximální hodnota parametru rychlostní citlivosti napětí a celá křivka závislosti parametru m na deformační rychlosti se posouvá směrem k vyšším deformačním rychlostem [1]. Posune se tak celý interval deformačních rychlostí, které pro daný materiál zajišťují optimální podmínky pro superplastickou deformaci. Vliv zvyšování teploty na superplastickou deformaci je tedy podobný jako vliv zjemňování zrna.

2.2.6 Mikrostruktura superplasticky deformovaných materiálů

Při studiu mikrostruktury superplasticky deformovaných materiálů nebyly ve většině případů pozorovány skluzové čáry, viz např. [19, 20]. Hustoty dislokací pozorovaných pomocí TEM uvnitř zrn jsou zpravidla také velmi nízké [21, 22, 23]. Tato pozorování byla

potvrzena i na materiálu, který byl po deformaci zakalen pod napětím, viz např. [21]. Dislokační aktivita byla naproti tomu pozorována v oblasti III [19, 21]. Z výše uvedených pozorování však nutně nevyplývá, že se dislokace v oblasti II nepodílejí na deformaci. Vysoký podíl rozhraní na celkovém objemu u jemnozrnných materiálů představuje zároveň velký počet míst vhodných pro rychlou anihilaci dislokací. To je spolu s velkou pohyblivostí dislokací i hranic během superplastické deformace nejpravděpodobnějším zdůvodněním faktu, že se obvykle nepozoruje žádný skluzový obraz, neboť jednou skluzovou rovinou nikdy neprojde dostatečný počet dislokací potřebný k vytvoření viditelné skluzové čáry.

Dalším charakteristickým rysem superplastické deformace je, že během ní probíhá pokluz po hranicích zrn, tj. dochází k vzájemnému pohybu jednotlivých zrn podél společných hranic. Tento jev již byl dokumentován velkým počtem experimentů, viz např. [20, 21, 24]. Zrna přitom zůstávají přibližně rovnoosá i při vysokých stupních deformace [25], což naopak není běžné u konvenčních materiálů, kde se při velkém prodloužení vzorku pozoruje výrazná deformace jednotlivých zrn. Jako důsledek pokluzu po hranicích zrn a jejich současné rotace se interpretuje rovněž postupná redukce krystalografické textury během superplastické deformace, která byla experimentálně pozorována, viz např. [26].

Pokluz po hranicích zrn lze měřit několika způsoby. Například je možné vytvořit na leštěném povrchu vzorku jemné rýhy, které se v průběhu deformace přeruší v místech, kde protínají hranice zrn, na nichž probíhal pokluz. Vzájemné změny poloh segmentů těchto rýh lze pak sledovat například metodou světelné mikroskopie nebo řádkovací elektronové mikroskopie (SEM). Modernější metodou, s jejíž pomocí lze získat detailnější informace o průběhu pokluzu po hranicích zrn je *in situ* SEM, případně *in situ* TEM (transmisní elektronová mikroskopie) [1].

2.3 Modely superplastické deformace

V současné době existuje množství teoretických modelů, které se snaží objasnit mechanismy uplatňující se při superplastické deformaci a zároveň vysvětlit všechny výše uvedené experimentální poznatky. Bohužel žádný z nich v tomto ohledu není stoprocentně úspěšný.

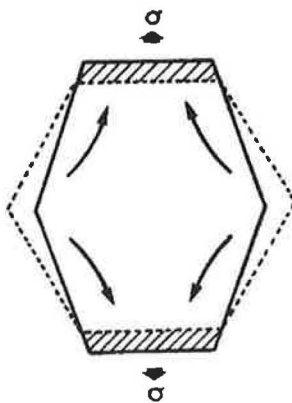
Vytvoření univerzálního modelu superplastické deformace představuje značný problém. Z dosavadních experimentálních poznatků totiž vyplývá, že při superplastické deformaci probíhá vždy několik různých procesů zároveň. Jde především o pokluzu po hranicích zrn, pohyb dislokací a různé difúzní procesy. Míra, jakou se jednotlivé procesy na průběhu superplastické deformace podílejí, a jejich konkrétní podoba však do značné míry závisí na daném materiálu i na podmínkách deformace. Navíc je z experimentu obvykle obtížné určit 1) které procesy probíhají jako hlavní deformační mechanismus a které jen jako mechanismy akomodační, 2) který z procesů je určující pro rychlost deformace [1].

Následující oddíl obsahuje stručný popis možných deformačních mechanismů superplastické deformace, doplněný o výběr modelů, které jsou na nich založené. Přehled modelů zdaleka není úplný a má pouze orientační charakter. Pokud nebude řečeno jinak, vztahují se následující odstavce k superplastické oblasti II, jíž byla v teoretických pracích i v experimentu věnována největší pozornost. K oblastem I a III tedy jen v krátkosti:

Experimentální výsledky naznačují, že se v oblasti III výrazně snižuje příspěvek pokluzu po hranicích zrn k celkové deformaci a materiály naopak jeví známky zvýšené dislokační aktivity, jak již bylo uvedeno výše. Po deformaci v oblasti III byly v materiálech pozorovány vyšší hustoty dislokací i tvorba subzrn. Pro oblast I bohužel neexistuje příliš velké množství experimentálních výsledků, což výrazně komplikuje určování deformačního mechanismu. Z tohoto důvodu se představy jednotlivých autorů o průběhu deformace v oblasti I značně liší. V literatuře je pro oblast I jako hlavní deformační mechanismus například uváděn difúzní creep, nebo difúzně akomodovaný pokluz po hranicích zrn s průběhem specifickým pro extrémně nízká napětí [1].

2.3.1 Mechanizmy na bázi difúze

Některé z modelů se snaží superplastickou deformaci v oblasti II objasnit na základě difúzního creepu. Vychází se především z Herring - Nabarrova tečení [27] a Cobleho tečení [28]. Podstatou Herring - Nabarrova tečení je mřížková difúze. Působením deformačního napětí difundují k hranicím, které jsou přibližně paralelní s osou deformace, vakance. Zároveň probíhá difúze atomů k hranicím, které jsou k ose deformace kolmé, a zrna se tak prodlužují ve směru působícího napětí, viz obr. 3.



Obr. 3: Schéma mechanismu Herring – Nabarrova tečení [27]

Za zjednodušujícího předpokladu, že hranice představují ideální zdroje i místa zániku vakancí, lze pro deformační rychlost odvodit vztah

$$(17) \quad \dot{\epsilon} = \frac{B_1 \Omega \sigma D_L}{d^2 kT}$$

kde B_1 je numerický faktor závislý na tvaru zrn, Ω atomární objem, d velikost zrna a D_L koeficient mřížkové difúze.

Cobleho creep je analogickým mechanismem, s tím rozdílem, že difúze probíhá po hranicích zrn. Vztah (17) se pak změní na

$$(18) \quad \dot{\epsilon} = \frac{B_2 \Omega w \sigma D_{gb}}{\pi d^3 kT}$$

kde B_2 je opět numerický faktor, w šířka hranice a D_{gb} koeficient difúze po hranicích zrn. Je možné uvažovat i obě difúzní cesty zároveň, což vede na složitější vztah pro rychlost deformace [29], který je však opět analogický vztahům (17) a (18):

$$(19) \quad \dot{\epsilon} = \frac{20 \sigma \Omega D_L}{d^2 kT} \left(1 + \frac{\pi w}{d} \frac{D_{gb}}{D_L} \right)$$

Superplastická deformace pak může být interpretována jako difúzní creep, při němž zároveň dochází v určité míře k pokluzu po hranicích zrn, který zde hraje roli akomodačního mechanismu kvůli výrazné změně tvaru jednotlivých zrn [29].

Mechanismem určujícím deformační rychlost však zůstává difúze. Jak je vidět ze vztahů (17) - (19), je deformační napětí lineárně závislé na rychlosti deformace, parametr rychlostní citlivosti má tedy konstantní hodnotu $m = 1$, což ve většině případů odporuje experimentálním poznatkům. Tento zdánlivý rozpor však může být odstraněn zavedením konceptu tzv. prahového napětí σ_0 , tj. napětí pod nímž nenastane deformace. Z experimentu pak získáme hodnotu

$$(20) \quad m = m^* \left(\frac{\sigma - \sigma_0}{\sigma} \right)$$

zatímco o deformačním mechanismu vypovídá hodnota $m^* = 1$. Fyzikální podstatou existence prahového napětí může být v případě difúzního tečení fakt, že hranice zrn v reálu nepředstavují ideální zdroje a místa zániku vakancí [32].

Přesto existuje proti modelům na bázi difúze řada dalších, opodstatněných námitek. V první řadě se u superplasticky deformovaných materiálů nepozoruje výrazné prodlužování zrn, rozhodně ne takové, které by odpovídalo prodloužení vzorku. Dále se nepodařilo prokázat, že by pokluzu po hranicích zrn plnící roli akomodacího mechanismu difúzního creepu měly takový charakter, aby při nich docházelo k rotaci zrn, a v důsledku toho k redukci krystalografické textury, která se experimentálně pozoruje. Také deformační rychlosti předpovídané rovnicemi pro difúzní creep jsou obvykle příliš nízké v porovnání s deformačními rychlostmi typickými pro superplastickou deformaci. Výrazné prodlužování zrn (které by v tomto modelu bylo zapotřebí k docílení extrémních hodnot tažnosti) a tím i prodlužování difúzních drah navíc celý proces dále zpomaluje. Přestože difúzní creep zřejmě nepředstavuje hlavní deformační mechanismus v superplastické oblasti, neznamená to, že se difúzní procesy na superplastické deformaci vůbec nepodílejí, jak ostatně naznačuje i její vysokoteplotní charakter a hodnoty aktivačních energií získávané z experimentu.

2.3.2 Modely založené na pohybu dislokací

Modelů, u nichž figuruje pohyb dislokací jako hlavní deformační mechanismus existuje celá řada, v podstatě žádný z nich však nepopisuje superplastickou deformaci uspokojivě [1]. Uvedme například model Haydena [30], vycházející z modelů popisujících dislokační creep. Model je založen na předpokladu, že u jemnozrných materiálů je

vzdálenost šplhání dislokací úměrná velikosti zrna a nezávislá na deformačním napětí, což vede na rovnici

$$(21) \quad \dot{\varepsilon} = K_7 \frac{\sigma^2}{d} \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right)$$

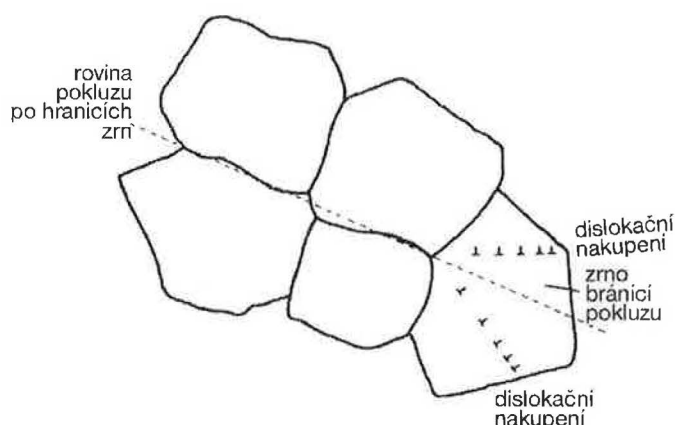
kde K_7 je konstanta a Q aktivační energie mřížkové difúze [30], případně difúze po hranicích zrn [31]. Předpokládá se, že šplhající dislokace tvoří na hranicích zrn dislokační nakupení a rychlost, s jakou mohou dislokace unikat z čela nakupení, je určována difúzí. Zda se jedná o difúzi po hranicích zrn, nebo o difúzi mřížkovou, závisí na vzdálenosti čela nakupení od hranice. Proti tomuto modelu však existuje řada argumentů. Především dislokační nakupení po superplastické deformaci nejsou pozorována, a to ani v případě materiálů, které byly zakaleny pod napětím. Závislost deformační rychlosti na velikosti zrna daná rovnicí (21) rovněž neodpovídá experimentálním poznatkům. Z modelu také vyplývá výrazné prodlužování zrn. Navíc obecně platí, že modely založené výhradně na pohybu dislokací nejsou schopné vysvětlit pokluzu po hranicích zrn, k nimž během superplastické deformace prokazatelně dochází.

2.3.3 Modely založené na pokluzu po hranicích zrn

V současné době se superplastická deformace popisuje nejčastěji pomocí různých modelů založených na konceptu pokluzu po hranicích zrn. Motivace je v tomto případě zřejmá, neboť pohyb jednotlivých zrn vůči sobě byl již mnohokrát experimentálně prokázán u řady materiálů, a tak ho nelze při teoretickém popisu superplastické deformace opomíjet. Navíc doposud nebyl popsán žádný jiný mechanismus, který by uspokojivě vysvětlil extrémní prodloužení superplastických materiálů při zachování přibližně rovnoosého charakteru zrn a redukci krystalografické textury během deformace. Pokluz po hranicích zrn však nemůže být jediným procesem, který při superplastické deformaci probíhá – musí být doprovázen tzv. akomodacním mechanismem, aby se zachovala koheze materiálu. V tomto ohledu hraje významnou roli především akomodace v okolí styčných bodů tří zrn. Navíc je potřeba lokální akomodace k odstranění koncentrací napětí, které vznikají v místech, kde existují pro pokluz v hranicích překážky. To mohou být například precipitáty umístěné v hranicích zrn nebo stupně na hranicích. Modely založené na pokluzu po hranicích zrn se liší především v popisu akomodacních mechanismů. Ty obvykle souvisejí buď s pohybem dislokací, nebo mají difúzní charakter. Novější modely

pak často uvažují jako akomodační mechanismus kombinaci několika různých procesů. V poslední době se teoretické práce soustřeďují také na topologické aspekty superplastické deformace. Vedle snahy vysvětlit mechanismy podílející se na deformaci z mikroskopického hlediska se vyšetřují pokluzu po hranicích zrn na mezoskopické úrovni. Takovéto modely jsou často založeny na představě tzv. kooperativního pokluzu po hranicích zrn, při kterém se zrna většinou nepohybují jednotlivě, ale ve skupinách.

Jako příklad modelu založeného na pokluzu po hranicích zrn s dislokačním akomodačním mechanismem může být uveden model Balla a Hutchinsona [19]. Za proces určující rychlost deformace je zde považována akomodace ve styčných bodech tří zrn. Model předpokládá, že zrna kloužou ve skupině, dokud nenarazí na zrn s nevýhodnou pozicí a orientací (viz obr. 4).



Obr. 4: Schéma deformačního mechanismu podle Balla a Hutchinsona [19]

Dojde ke koncentraci napětí, jehož relaxace probíhá pohybem dislokací v zrně, které stojí ostatním zrnům v cestě. Po průchodu zrnem začnou dislokace tvořit nakupení u jeho hranice. Rychlost pokluzu po hranicích zrn je pak určována rychlostí šplhání dislokací z čela nakupení k nejbližším místům anihilace v hranicích. Tento model vede na rovnici

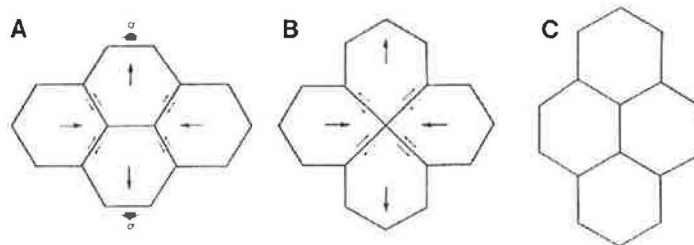
$$(22) \quad \dot{\epsilon} = K_8 \frac{D_{gb} G}{kT} \left(\frac{\sigma b}{Gd} \right)^2$$

kde K_8 je konstanta, b Burgersův vektor a G modul ve smyku. Ostatní veličiny mají stejný význam jako výše.

Ballův a Hutchinsonův model byl později modifikován Mukherjeem [34], který předpokládá pokluz zrn samostatně spíše než ve skupinách. Dislokace jsou pak generovány u výstupků v hranicích zrn, pohybují se opět napříč zrnem a u hranic vytvářejí nakupení. Mechanismus úniku dislokace z čela nakupení je pak stejný, Mukherjeeho model také dospívá k velmi podobnému vztahu pro deformační rychlost, jako je (22).

Nejzávažnější námitkou proti oběma modelům je, že při vysokých deformačních teplotách, které jsou typické pro superplastickou deformaci, existuje jen velmi malá pravděpodobnost, že by dislokace během pohybu napříč zrnem nebyly schopné měnit rovinu skluzu šplháním či příčným skluzem, a mohlo by tak dojít k vytvoření dislokačních nakupení [1]. Ta také v superplasticky deformovaných materiálech zpravidla nebyla pozorována, a to ani Ballem a Hutchinsonem [19].

Zástupcem modelů uvažujících difúzní akomodaci pokluzu po hranicích zrn je například model Ashbyho a Verralla [35]. Model vysvětluje akomodaci ve styčných bodech tří zrn pomocí mechanismu výměny míst několika sousedících zrn. Tento proces je umožněn současnou difúzí mřížkou i po hranicích zrn. Čtyři sousedící zrna si pokluzem po hranicích vymění vzájemné polohy tak, jak je patrné z obr. 5.



Obr. 5: Průběh pokluzu po hranicích zrn v modelu Ashbyho a Verralla [35]

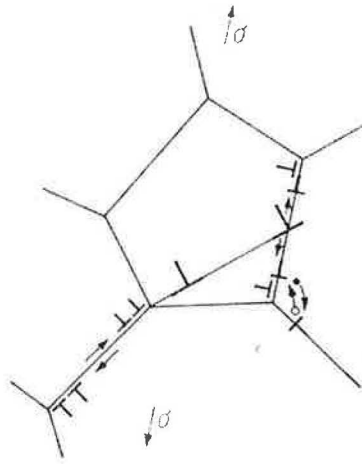
Rovnoosá zrna jsou pro jednoduchost modelována pravidelnými šestiúhelníky. Během výměny míst dochází k deformaci zrn prostřednictvím difúzních toků mřížkou i hranicemi, v konečném uspořádání však zrna mají stejný tvar jako na počátku. Přitom se skupina jako celek ve směru působícího napětí prodlouží o 55 %. Na základě tohoto modelu dospěli Ashby a Verrall k rovnici

$$(23) \quad \dot{\epsilon} = \frac{100\Omega}{d^2 kT} \left(\sigma - \frac{0,72\Gamma}{d} \right) \cdot \left(1 + \frac{3,3w}{d} \frac{D_L}{D_{gb}} \right) \cdot D_L$$

kde Γ je volná energie hranice zrn, a w její šířka. Člen s volnou energií hranice představuje prahové napětí σ_0 , které souvisí se zvětšením plochy rozhraní (a tím i zvýšení jejich energie) ve střední fázi výměny pozic zrn. Rovnice (23) je do jisté míry podobná vztahu (19) pro kombinaci Cobleho a Nabarro – Herringova tečení, ale předpovídá mnohem vyšší deformační rychlosti, protože difúzní cesty jsou zde kratší a celkový objem přeneseného materiálu menší. Vzhledem k doposud omezeným informacím o struktuře hranic zrn a s ní souvisejících parametrech, jako je například jejich volná energie, není bohužel možné určit, jak přesně model Ashbyho a Verralla předpovídá křivky $\log \sigma / \log \dot{\epsilon}$ získané z experimentu.

Více současně probíhajících akomodačních procesů uvažuje například model Kajbyševa et al. [36, 37]. Jako hlavní deformační mechanismus předpokládá pokluz po hranicích zrn, Kajbyšev udává hodnotu 70 - 80 % pro jeho příspěvek k celkové deformaci v oblasti II. Přitom dochází také k deformaci jednotlivých zrn dislokačními mechanismy i difúzním creepem, tyto procesy však mají vůči pokluzu po hranicích zrn nejen akomodační, ale současně i stimulující efekt. Jejich příspěvek k makroskopické deformaci vzorku je nicméně podstatně menší, protože deformace jednotlivých zrn má oscilující charakter. Přestože se jejich tvar během deformace neustále mění, zůstávají po celou dobu přibližně rovnoosá.

Pokluz po hranicích zrn je podle Kajbyševa realizován za pomoci pohybu dislokací hranic zrn. Ty při něm narážejí na překážky, jimiž jsou především styčné body tří zrn, ale také stupně v hranicích nebo precipitáty, a vytvářejí u nich nakupení. Vznikají koncentrace napětí, které jsou odbourávány generací mřížkových dislokací. Ty mohou bez obtíží procházet zrnem až k protilehlé hranici, kde jsou absorbovány a disociují na tzv. extrinzické dislokace hranic zrn. Při tomto procesu navíc dochází ke generaci a absorpci vakancí. Z tohoto důvodu vznikají v důsledku různých hustot a pohyblivostí dislokací hranic zrn mezi jednotlivými hranicemi lokální difúzní toky, tj. dochází k difúzní akomodaci. Zvýšením počtu pohyblivých dislokací hranic zrn v důsledku absorpce mřížkových dislokací se navíc dále usnadňuje pokluz po hranicích zrn. Dislokace hranic zrn se pohybují především šplháním, protože Burgersův vektor extrinzických dislokací hranic zrn zpravidla neleží v rovině hranice. Celý mechanismus je ilustrován na obr. 6.



Obr. 6: Schéma modelu superplastické deformace podle Kajbyševa [36]

Optimální deformační rychlost určuje dynamická rovnováha mezi generací a absorpcí mřížkových dislokací v hranicích zrn. Kajbyšev et al. odvodili vztah [36]

$$(24) \quad \dot{\varepsilon} = \frac{\Omega G}{1,25b^2kT} \left(\frac{\sigma - \sigma_0}{G} \right)^2 \left(\frac{b}{d} \right)^2 D_{gb}$$

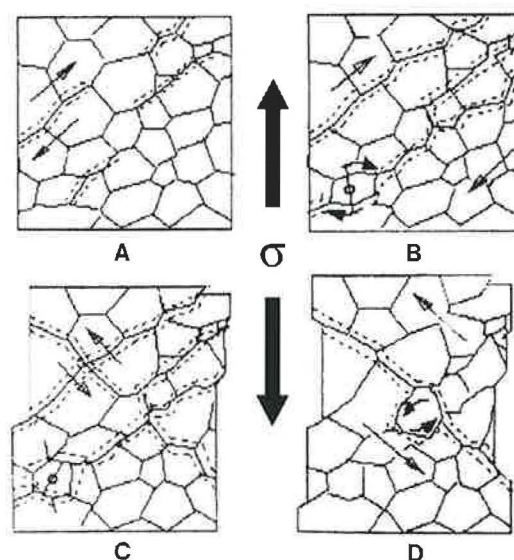
Prahové napětí σ_0 je zde rovno napětí potřebnému ke generaci mřížkových dislokací zdroji v hranicích zrn.

Rozvoj novějších experimentálních metod, jako např. in situ SEM, umožnil v poslední době pozorování, z nichž vyplývá, že se pokluzu po hranicích zrn během superplastické deformace pravděpodobně neúčastní všechny hranice stejnou měrou, tj. že zrna se pohybují ve skupinách podél určitých preferovaných rozhraní (viz např. [38]). Toto zjištění dalo vzniknout mnoha modelům založeným na konceptu kooperativního pokluzu po hranicích zrn.

Starší modely založené na kooperativním pokluzu po hranicích zrn předpokládaly pokluz pevných útvarů složených z více zrn podél vhodných rozhraní, bez jakéhokoliv vzájemného pohybu zrn v rámci daného útvaru. Typickým představitelem této kategorie modelů je model Rajce a Ashbyho [39]. Novější modely zpravidla tuto představu opouštějí a interpretují kooperativní charakter pokluzu po hranicích zrn jako postupné šíření lokalizovaného pokluzu podél rozhraní tvořeného vhodným propojením většího počtu sousedících hranic. Zelin a Mukherjee ve svém modelu [40] popisují toto postupné šíření

lokalizovaného pokluzu jako pohyb tzv. celulárních dislokací. Celulární dislokace je chápána jako topologický defekt v jinak pravidelném uspořádání zrn. Ve své nejjednodušší podobě představuje přímou analogii hranové dislokace, ovšem na úrovni zrn, nikoliv atomové mřížky (blíže viz např. [41]). Zelin a Mukherjee navíc uvádějí řadu akomodačních procesů, probíhajících mezi jednotlivými zrny v rámci klouzajících skupin. Především se jedná o kooperativní migraci hranic, kooperativní rotaci zrn, deformaci zrn a pokluz po hranicích zrn. Je třeba zdůraznit, že pokluz po hranicích zrn v rámci skupiny zde plní pouze akomodační úlohu a má, stejně jako deformace jednotlivých zrn, oscilující charakter, takže se na celkové deformaci materiálu v podstatě nepodílí.

Nedávno publikoval Kajbyšev et al. nový model, který již bere v potaz kooperativní charakter pokluzu po hranicích zrn [42]. Podobně jako Zelin a Mukherjee předpokládá, že se zrna pohybují ve skupinách v řadě deformačních pásů, podél rozhraní skládajících se z mnoha sousedících hranic. Pozornost však obrací k mechanismům, kterými se jednotlivá zrna během superplastické deformace uspořádávají tak, aby jejich hranice vytvořily tato společná, vůči směru působícího napětí výhodně orientovaná rozhraní. Podél nich následně probíhá pokluz, který je zodpovědný za makroskopickou deformaci vzorku. Podle Kajbyševa se zrna uspořádávají pomocí lokální migrace hranic. Konkrétně jde především o změnu úhlů, které jednotlivé hranice svírají ve styčných bodech tří zrn, migraci těchto bodů a lokální změnu zakřivení hranic. Je zřejmé, že důsledkem výše uvedených procesů může být i rotace jednotlivých zrn. Celý mechanismus je schématicky znázorněn na obr. 7.



Obr. 7: Kooperativní pokluz po hranicích zrn podle Kajbyševa [42]

Z mikroskopického hlediska hraje v Kajbyševově pojetí nadále nejpodstatnější roli interakce mřížkových dislokací s hranicemi zrn. Umožňuje totiž lokální migraci hranic, popsanou výše. V důsledku interakce s mřížkovými dislokacemi se zvyšuje energie hranice, lokální migrací se systém snaží opět navrátit do rovnováhy. V případě zrn, u nichž nemůže dojít k akomodaci polohy lokální migrací hranice, je kontinuita pokluzu zajištěna skluzovým pohybem dislokací napříč zrnem. Obecně je pro průběh superplastické deformace podstatný počet hranic, u nichž může dojít k lokální migraci, a které se tak mohou podílet na vytvoření deformačních pásů. Tento počet se s rostoucí deformační teplotou a snižující se velikostí zrna zvyšuje, model je tedy v souladu se základními experimentálními poznatky o superplastické deformaci.

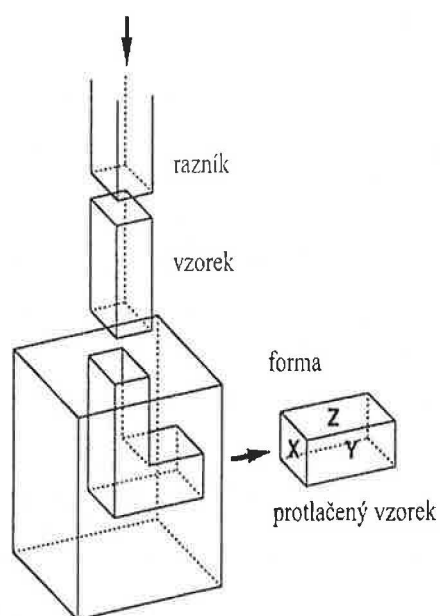
3. PŘÍPRAVA ULTRAJEMNOZRNNÝCH MATERIÁLŮ

3.1 Úvod

Jak již bylo uvedeno, je jemnozrná struktura jedním ze základních předpokladů pro vznik strukturní superplasticity. Zmenšování velikosti zrna má zásadní vliv na parametry superplastické deformace – mimo jiné způsobuje posun celé oblasti II, v níž se daný materiál deformuje superplasticky, k vyšším deformačním rychlostem. Tento efekt má velký význam pro komerční využití superplastického tváření. Jemnozrné materiály navíc mají obecně vyšší pevnost za nízkých teplot. Není tedy překvapivé, že se v poslední době věnuje velká pozornost přípravě tzv. ultrajemnozrných materiálů, tj. materiálů s velikostí zrna řádově 1 μm nebo menší. K tomuto účelu byla vyvinuta řada postupů, mezi nimiž jsou významnou měrou zastoupeny různé metody práškové metalurgie. Jedná se zejména o metody rychlého tuhnutí (např. tzv. metoda atomizace, při které se proud taveniny rozbíjí vysokoenergetickým proudem kapaliny či plynu), metodu kondenzace z plynné fáze či metodu mechanického legování. Nevýhodou metod práškové metalurgie je nutnost následného zhutnění prášku, s následkem většinou nezanedbatelného vnitřního znečištění a porézности zhutněného materiálu. Vedle metod práškové metalurgie se však v poslední době začínají rozšiřovat metody založené na intenzivní plastické deformaci. Je obecně známo, že konvenční postupy tváření, při nichž dochází k silné deformaci materiálu, jako například tažení nebo válcování, mohou výrazně zjemňovat mikrostrukturu. Nově vzniklé hranice však mají zpravidla jen nízkoúhlový charakter, tj. v materiálu se vytvoří subzrna. K vytvoření ultrajemnozrné struktury s převažujícím počtem vysokoúhlových rozhraní je obvykle potřeba dosažení hodnoty skutečné deformace vyšší než 6 – 8 [43]. S použitím konvenčních metod by však při tak vysokém stupni deformace byla výsledným produktem vlákna nebo fólie, mající v praxi jen omezené uplatnění [44]. Z tohoto důvodu byly vyvinuty metody intenzivní plastické deformace, jako je vysokotlaková torze nebo úhlové protlačování s konstantním průřezem (ECAP). Ty umožňují dosažení potřebného stupně deformace při zachování objemového charakteru vzorku. Takto připravené materiály na rozdíl od materiálů připravených metodami práškové metalurgie neobsahují póry.

3.2 Metoda ECAP

V současnosti nejrozšířenější metodou pro přípravu materiálů pomocí intenzivní plastické deformace je ECAP (z anglického Equal Channel Angular Pressing), viz statistické údaje v práci [45]. Původní koncept této metody publikoval roku 1981 Segal [46], k jejímu pozdějšímu rozvoji výrazně přispěla práce Valieva [47]. Princip metody (viz např. [45, 48]) je ilustrován na obr. 8. Spočívá v protlačování vzorku speciální formou, tvořenou dvěma kanály stejného průřezu, které svírají úhel rovný obvykle 90° (méně často se používá i 120° , viz např. [44]).



Obr. 8: Schéma metody ECAP

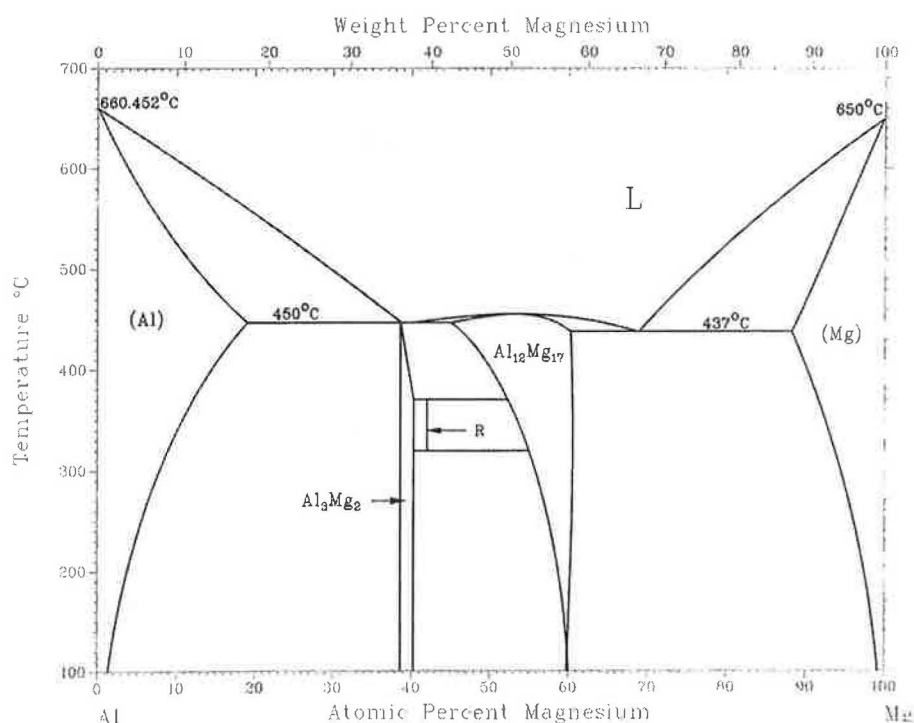
V případě, kdy kanály svírají úhel 90° , získá materiál během jednoho průchodu skutečnou deformaci ~ 1 , vzorek si přitom zachová svůj původní tvar. Průchodů je třeba realizovat větší počet – při prvním průchodu se v původních zrnech vytvoří substruktura tvořená nízkoúhlovými hranicemi, s rostoucím počtem průchodů se jejich rozorientace postupně zvyšují, až dojde k vytvoření ultrajemnozrné struktury s dostatečně velkým objemovým podílem hranic vysokoúhlových. Při větším počtu průchodů si navíc zrna zachovávají přibližně rovnoosý charakter díky dynamické rekrystalizaci. Konečná mikrostruktura je také výrazně závislá na způsobu rotace vzorku mezi jednotlivými průchody. Byly zavedeny čtyři různé cesty protlačování: tzv. cesta A, při níž se vzorek mezi jednotlivými průchody neotáčí, cesta B_A, při níž dochází k rotaci vzorku střídavě

o $+ 90^\circ$ a $- 90^\circ$, cesta B_C , při níž se vzorek otáčí pokaždé o 90° a cesta C, označující rotaci o 180° . V otázce efektivity jednotlivých cest z hlediska vytvoření pokud možno homogenní mikrostruktury s rovnoosými zrny oddělenými vysokoúhlovými rozhraními nepanuje v literatuře mezi jednotlivými autory stoprocentní shoda. V současné době však převažují experimentálními výsledky, které poukazují na velkou efektivitu cesty B_C , viz např. Langdon et al. [48].

4. EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL A METODIKA

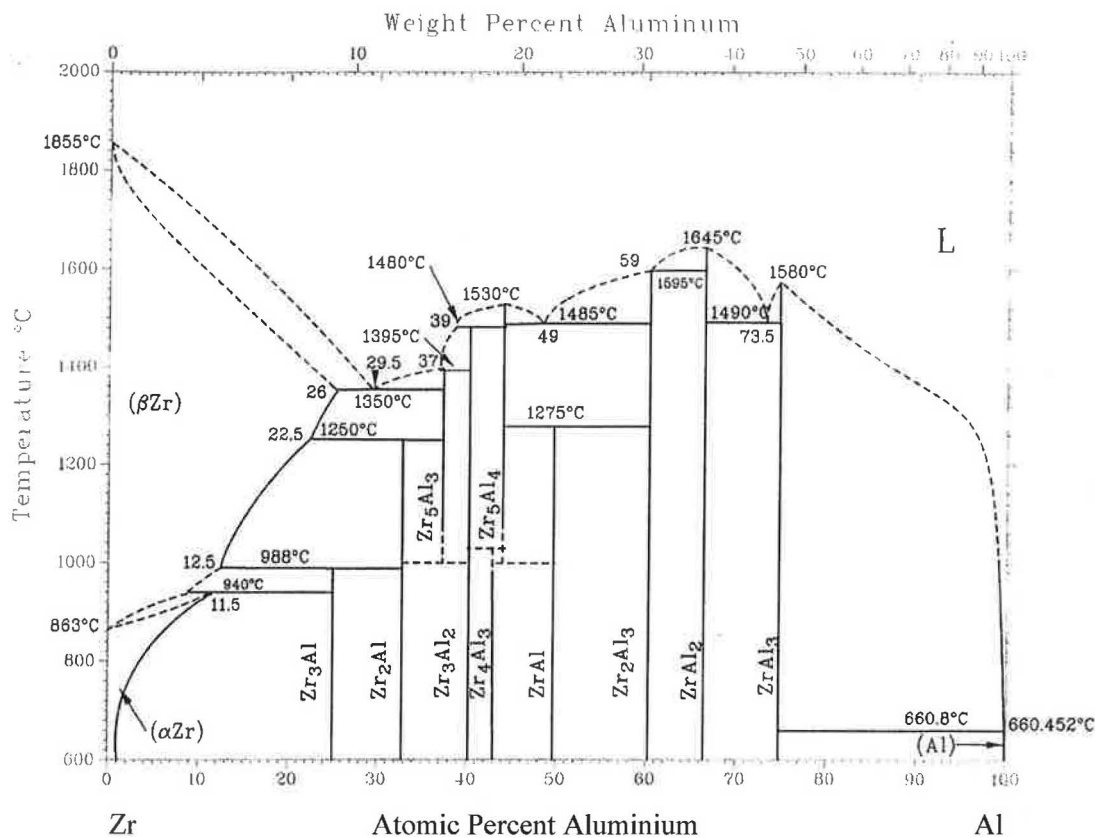
4.1 Materiál

Studovaný materiál měl složení Al - 4,5 % Mg - 0,2 % Zr - 0,2 % Sc, podíly jednotlivých příměsí jsou uváděny v hmotnostních procentech. Slitiny Al - Mg tvoří jednu ze základních řad komerčně využívaných hliníkových slitin (AA 5XXX). V případě materiálu určeného pro superplastickou deformaci je žádoucí, aby obsahoval jemné precipitáty, které budou stabilizovat jeho jemnozrnnou strukturu. Jak je patrné z fázového diagramu pro binární systém Al - Mg, uvedeného na obr. 9 [63], má hořčík v hliníku velkou rozpustnost (18,9 at. % při teplotě 723 K), a proto není k vytvoření takovýchto precipitátů vhodný.



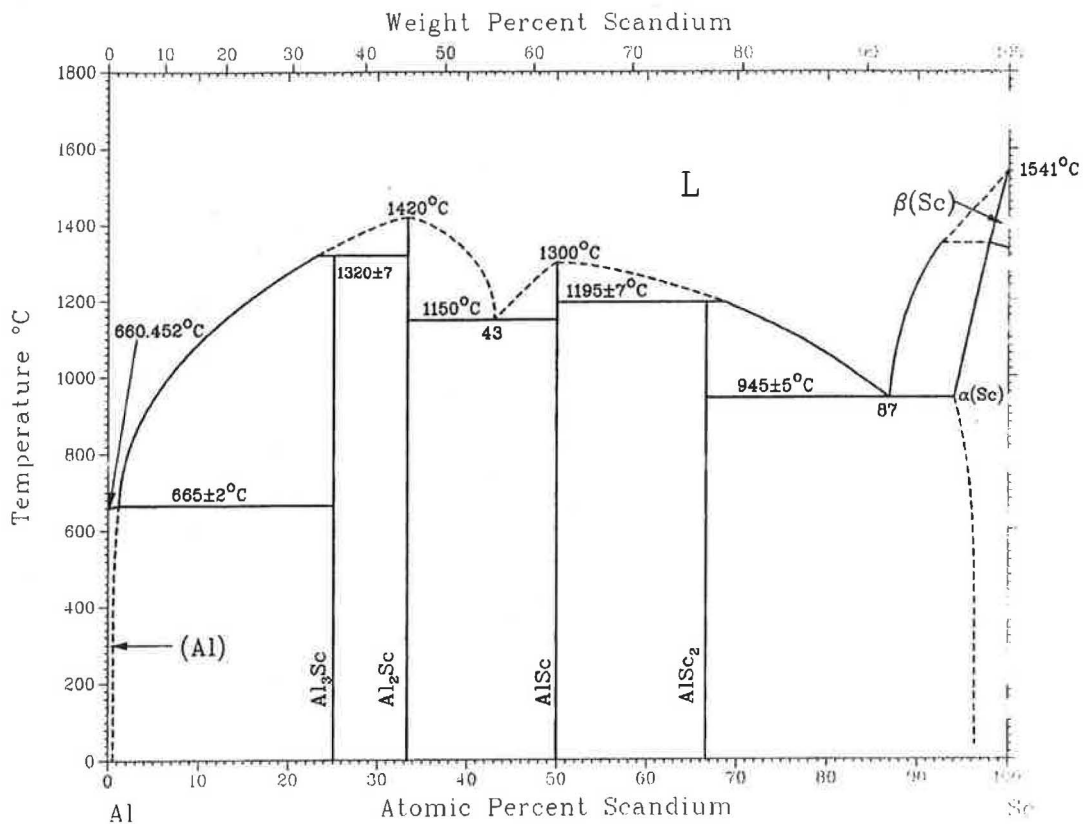
Obr. 9: Fázový diagram binárního systému Al - Mg

Ke stabilizaci jemnozrnné struktury byly ve studovaném materiálu použity příměsí Zr a Sc. Zirkon má v hliníku velmi nízkou mez rozpustnosti, konkrétně 0,07 at. % při teplotě 933 K [49]. Fázový diagram binárního systému Al - Zr, je uveden na obr. 10.



Obr. 10: Fázový diagram binárního systému Al - Zr.

Rychlým ochlazením taveniny lze však získat přesycený tuhý roztok s koncentrací Zr až 3at. % [50]. Stárnutím materiálu ve stavu přesyceného tuhého roztoku se vytvoří disperze jemných kulovitých částic metastabilní kubické fáze Al_3Zr , strukturního typu L_{12} , viz např. [51]. Tyto částice výrazně snižují mobilitu hranic zrn a stabilizují tak strukturu materiálu. Při vyšších teplotách, shodných s deformačními teplotami očekávanými pro optimální průběh superplastické deformace u daného typu materiálu, se však transformují na stabilní modifikaci Al_3Zr s tetragonální strukturou typu D_{023} , tvořenou hrubými částicemi, které již nejsou schopny efektivně snižovat mobilitu hranic zrn. Jemnozrnná struktura tak při vysokých teplotách zhrubne a materiál ztrácí své superplastické vlastnosti [52]. Naproti tomu v binárním systému Al - Sc vzniká z přesyceného tuhého roztoku přímo stabilní fáze Al_3Sc s kubickou strukturou typu L_{12} tvořená jemnými precipitáty, které jsou schopny plnit požadovanou funkci stabilizace jemnozrnné struktury i za výrazně vyšších teplot. Fázový diagram binárního systému Al - Sc, založený na pracích [53, 54] je uveden na obr. 11.



Obr. 11: Fázový diagram binárního systému Al - Sc

V poslední době se ke stabilizaci jemnozrnné struktury v Al slitinách používá i kombinace Zr a Sc. V těchto materiálech byly kromě fází Al₃Zr a Al₃Sc identifikovány také jemné precipitáty Al₃Zr_xSc_{1-x} [55]. Dosavadní experimentální výsledky naznačují, že tyto precipitáty snižují mobilitu hranic stejným způsobem jako precipitáty Al₃Sc, ale vykazují ještě větší stabilitu za vysokých teplot [52, 55]. Tato vlastnost má pochopitelně pozitivní důsledky pro stabilitu jemnozrnné struktury materiálu.

Materiál studovaný v této práci byl připraven metodou ECAP. Forma se skládala z kanálů čtvercového průřezu s rozměrem 14 x 14 mm svírajících úhel 90°. Bylo realizováno 6 průchodů cestou B_C s teplotou protlačování 523 K. Z materiálu byly na diamantové pile Struers Accutom 2 rovnoběžně s rovinou Z řezány vzorky o tloušťce 1 mm s rozměry aktivní oblasti 8 x 17 mm a 6 x 7,5 mm. Ty byly následně broušeny na brusce Struers Dap 7 několika brusnými kotouči s postupně se snižující hrubostí. Konečná nehomogenita v tloušťce aktivní oblasti vzorků byla do 0,01 mm u vzorků pro měření

tažnosti a do 0,02 mm u ostatních vzorků. Vzorky určené pro strukturní pozorování byly navíc leštěny pomocí diamantové suspenze s velikostí zrna 3 a 1 μm .

4.2 Deformační zkoušky

Pro studium mechanických vlastností materiálu byla na deformačním stroji Instron 1195 provedena série deformačních zkoušek v jednoosém tahu. Tahové zkoušky byly prováděny při různých teplotách z intervalu 573 - 823 K. K tomuto účelu byla použita trubková pec Heraeus, vybavená měděnými vložkami, které slouží k prodloužení oblasti konstantní teploty. Teplota byla měřena pomocí dvou plášťovaných termočlánků typu K o průměru 0,5 mm. Ty byly upevněny na obou koncích aktivní oblasti vzorku, což umožnilo během deformace sledovat podél vzorku teplotní gradient. Rozdíl teplot mezi oběma konci aktivní oblasti vzorku byl na počátku deformace menší než 1,5 K, s deformací pak v některých případech rostl, obvykle však ani při nejvyšších prodlouženích vzorku nepřekročil hodnotu 3 K. Vzorky byly do pece vkládány přibližně 1 hodinu před začátkem deformace, aby se materiál dostal do stavu termodynamické rovnováhy. Po deformaci byly vzorky ihned vyjmuty z pece a chlazeny pod tekoucí vodou. Tento proces odpovídal rychlosti ochlazování v řádu desítek K za sekundu.

K měření parametru rychlostní citlivosti byla zvolena metoda náhlých změn deformační rychlosti, neboť je při ní nejlépe splněn předpoklad konstantní struktury. Další výhodou této metody je její úspornost vzhledem k použitému experimentálnímu materiálu. Toho bylo k dispozici pouze omezené množství, a tak bylo nutné zvažovat efektivitu jednotlivých experimentů. Přístroj Instron 1195 umožňuje skokové změny rychlosti příčnicku. Při určování parametru rychlostní citlivosti byly vzorky nejprve deformovány na 10 % plastické deformace s rychlostí příčnicku 1 mm/min, což při použití vzorků s délkou aktivní oblasti 17 mm odpovídá počáteční deformační rychlosti $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Poté byla rychlost příčnicku snížena na 0,02 mm/min a následně vždy po dosažení kvazistacionárního stavu zvyšována až k 70 mm/min. Poměr dvou po sobě následujících rychlostí se pohyboval v rozmezí 1,4 : 1 až 1,7 : 1.

Po vyhodnocení optimální deformační rychlosti pro superplastickou deformaci na základě měření parametru rychlostní citlivosti byly vzorky za různých teplot deformovány do lomu s konstantní rychlostí příčnicku. Vzhledem k očekávaným hodnotám tažnosti byla

použita sada vzorků menšího rozměru ($l_0 = 7,5$ mm), aby bylo zajištěno, že při všech teplotách nastane lom i v rámci omezených geometrických rozměrů aparatury. Byla zvolena rychlost příčnicku 20 mm/min, což odpovídá počáteční deformační rychlosti $4,5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Data byla v tomto případě snímána elektronicky s časovým intervalem 113 ms.

Vzorky pro strukturní pozorování byly deformovány s konstantní rychlostí příčnicku 20 mm/min na 10 % plastické deformace při teplotách od 573 do 798 K. Při teplotách 723 K a vyšších bylo nutné deformaci realizovat v ochranné atmosféře Ar, aby se zamezilo vzniku oxidické vrstvy na povrchu vzorku. Byla použita aparatura s vodním uzávěrem. Vzorek, čelisti i táhla deformačního stroje byly umístěny do ocelové trubky. Ta byla v dolní části utěsněna silikonovým tmelem, v horní části byl nejprve ponechán otvor, aby bylo možné trubku propláchnout argonem. Následně byla do speciálního elementu v horní části trubky napuštěna voda, která zabránila průniku vnější atmosféry do aparatury během experimentu.

4.3 Strukturní pozorování

Strukturní pozorování se zakládala především na metodách světelné mikroskopie a AFM (Atomic Force Microscopy). Po vyleštění vzorky nebyly leptány, ke zviditelnění mikrostruktury bylo využito jevu pokluzu po hranicích zrn. Při plastické deformaci zkoumaného materiálu se jednotlivá zrna vůči sobě pohybují (a to i ve směru kolmém na osu deformace) a mění tak topologii původně hladkého leštěného povrchu vzorku. Po 10% plastické deformaci již vznikne na povrchu vzorku reliéf poskytující dostatečný kontrast pro světelnou mikroskopii i AFM.

K pozorováním metodou světelné mikroskopie byl použit mikroskop Olympus IX 70 pro zvětšení 50 - 750 x a mikroskop Neophot 21 od firmy Carl Zeiss Jena pro zvětšení 1000 – 2000 x. Oba přístroje umožňují pozorování v polarizovaném světle. Přístroj Neophot 21 navíc umožňuje pozorování při šikmém osvětlení vzorku. Při zvětšení 1000 a 2000 x byl použit imerzní olej pro zvětšení hloubky ostrosti. Snímky byly pořízeny digitálním fotoaparátem Olympus.

Pro pozorování pomocí AFM tzv. kontaktní metodou byl použit přístroj Explorer dry scanner od firmy Thermomicroscopes. Při kontaktní metodě je hrot (zde o poloměru 50 nm) přitlačován na vzdálenost několika nm k povrchu vzorku. Při scanování je pomocí laserového paprsku měřena souřadnice z v jednotlivých bodech. Přístroj tak umožňuje získat nejen obraz, ale zároveň i kvantitativní informaci o topologii povrchu. Toho bylo využito k měření pokluzu po hranicích zrn. Studovány byly vzájemné posuny zrn na ose z, nikoliv v rovině x - y, jak je tomu v případě markerových metod. Scanovány byly oblasti o různých plochách (což odpovídá různým zvětšením) v rozmezí od $100 \times 100 \mu\text{m}^2$ do $1 \times 1 \mu\text{m}^2$.

Oběma výše uvedenými metodami byla zkoumána mikrostruktura materiálu deformovaného na 10 % plastické deformace s počáteční deformační rychlostí $2 \cdot 10^{-2} \text{s}^{-1}$ při různých teplotách od 573 do 798 K.

Mikrostruktura materiálu byla navíc studována i metodou transmisní elektronové mikroskopie (TEM) na mikroskopu JEOL JEM 2000 FX. Zkoumány byly vzorky deformované při teplotách v rozmezí 573 - 798 K a materiál v základním stavu. Materiál pro pozorování TEM byl odebrán z nedeformovaných hlav vzorků. Na brusce Struers byl nejprve ztenčen na tloušťku 0,15 mm a mechanickou raznicí z něj byly vyraženy disky o průměru 3 mm. Ty byly posléze elektrolyticky slešťovány na zařízení Tenupol fy. Struers při teplotě $-15 \text{ }^\circ\text{C}$, napětí 10 V a proudu 100 mA. Použit byl elektrolyt 33 % HNO_3 + metanol. Vlastní pozorování na TEM provedl Dr. Miroslav Cieslar. Můj příspěvek spočívá v návržení experimentu a interpretaci výsledků, podílel jsem se rovněž na přípravě vzorků.

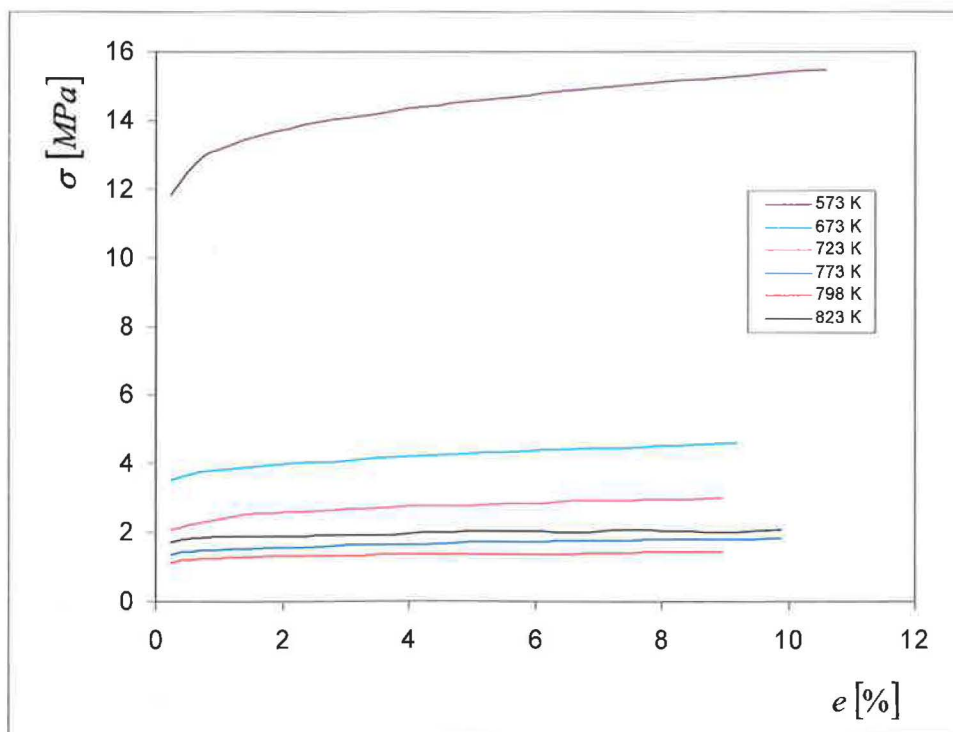
5. EXPERIMENTÁLNÍ VÝSLEDKY

5.1 Deformační zkoušky

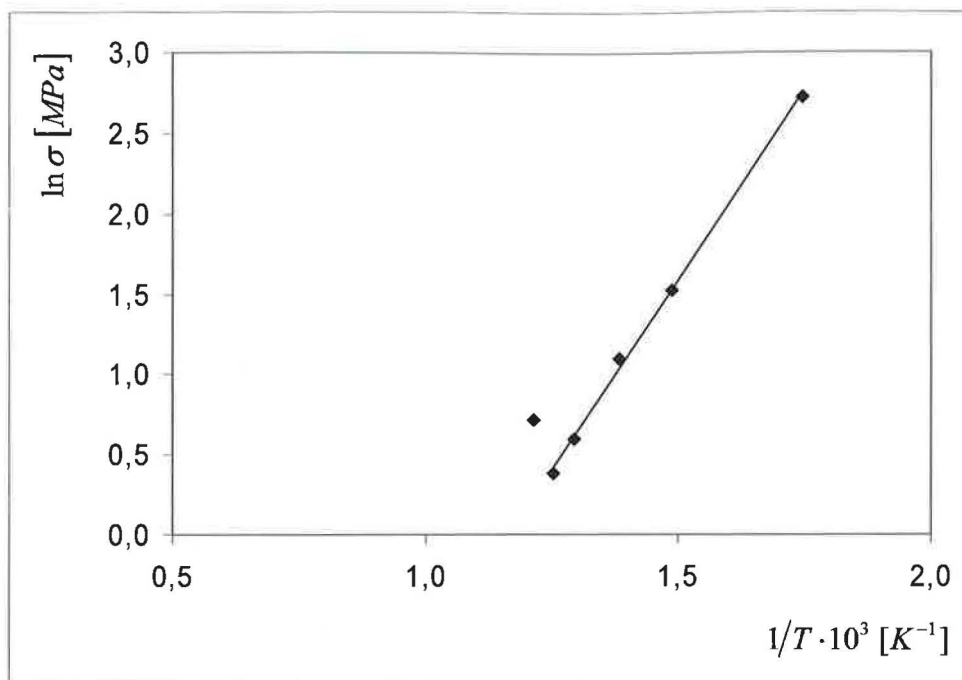
Výsledky tahových zkoušek se změnami deformačních rychlostí jsou uvedeny na obr. 12 - 21. Na obr. 12 je pro různé teploty v rozmezí 573 - 823 K vynesena závislost skutečného deformačního napětí na poměrném prodloužení v počáteční fázi tahové zkoušky, kdy byly vzorky deformovány s počáteční deformační rychlostí $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Hodnoty napětí σ_{02} jsou uvedeny v tab. 1.

T [K]	σ_{02} [MPa]
573	11,8
673	3,5
723	2,1
773	1,4
798	1,1
823	1,7

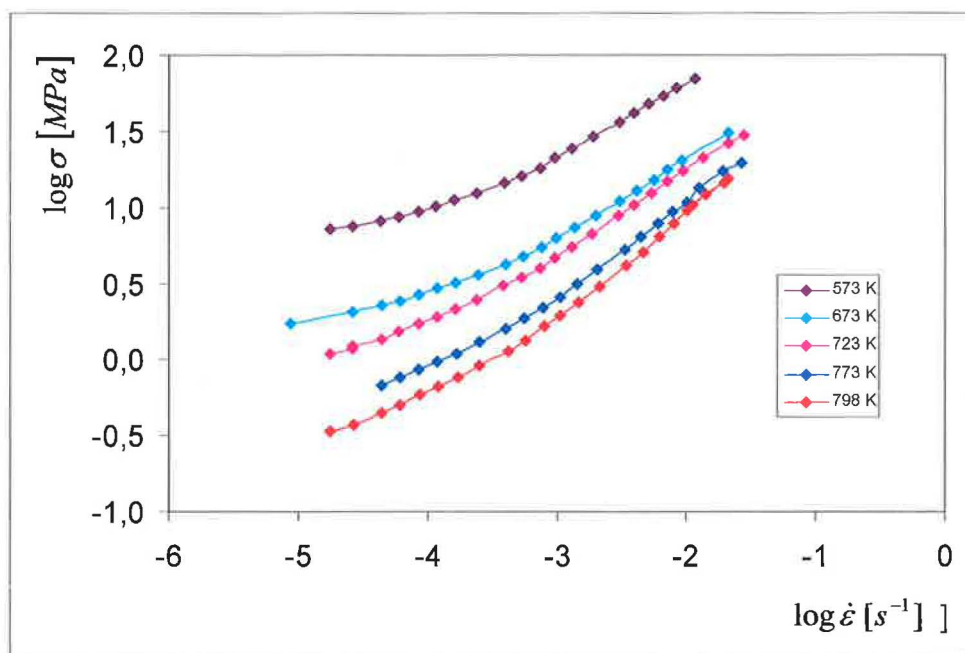
Tab. 1: Mez σ_{02} při počáteční deformační rychlosti $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$



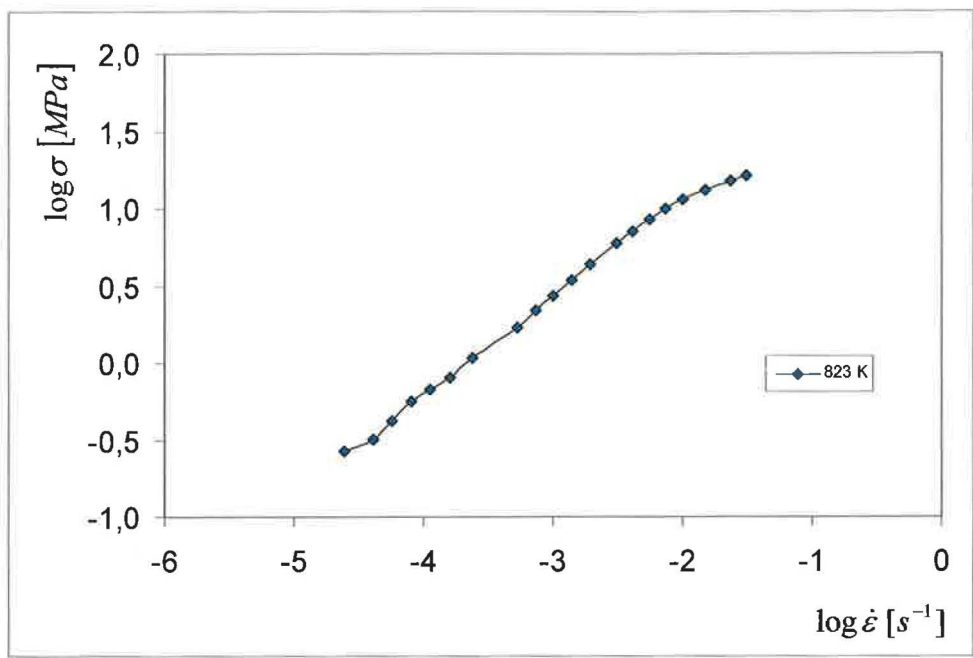
Obr. 12: Deformační křivky pro počáteční deformační rychlost $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$



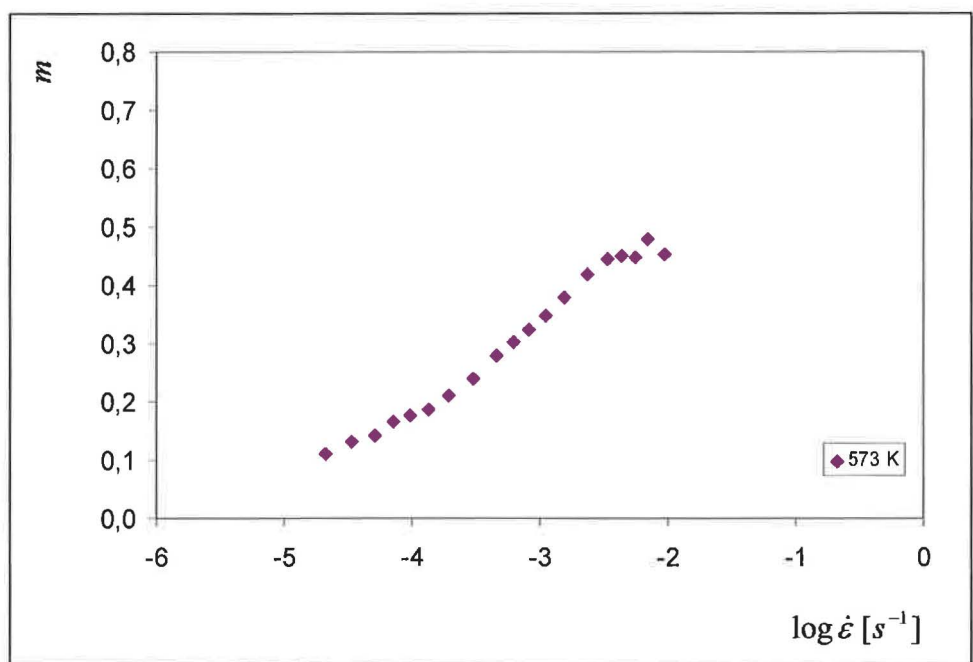
Obr. 13: Závislost $\ln \sigma$ na $1/T$



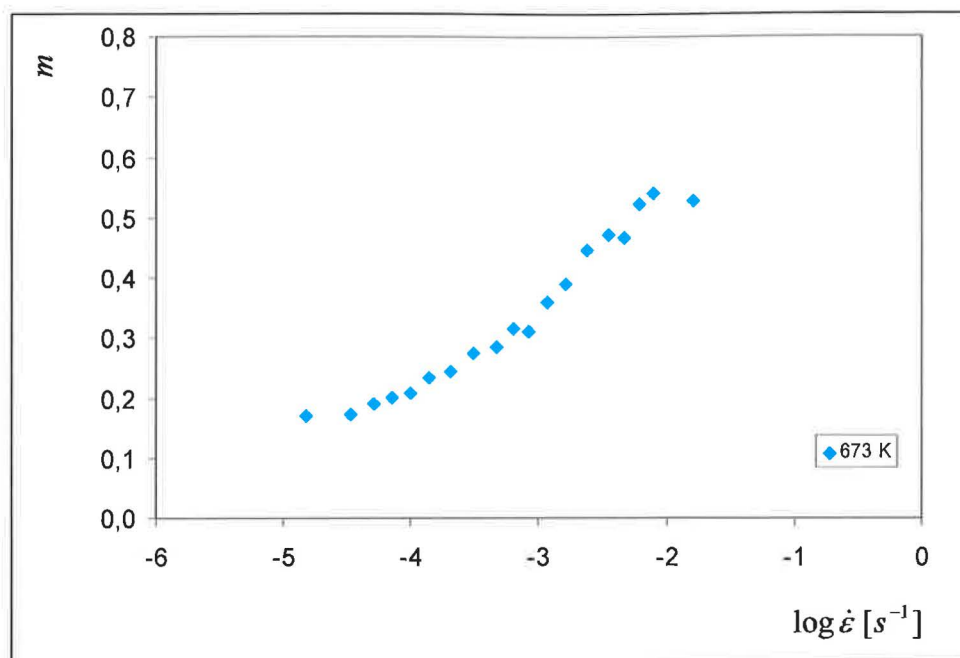
Obr. 14: Závislost $\log \sigma$ na $\log \dot{\epsilon}$ pro deformační teploty 573 – 798 K



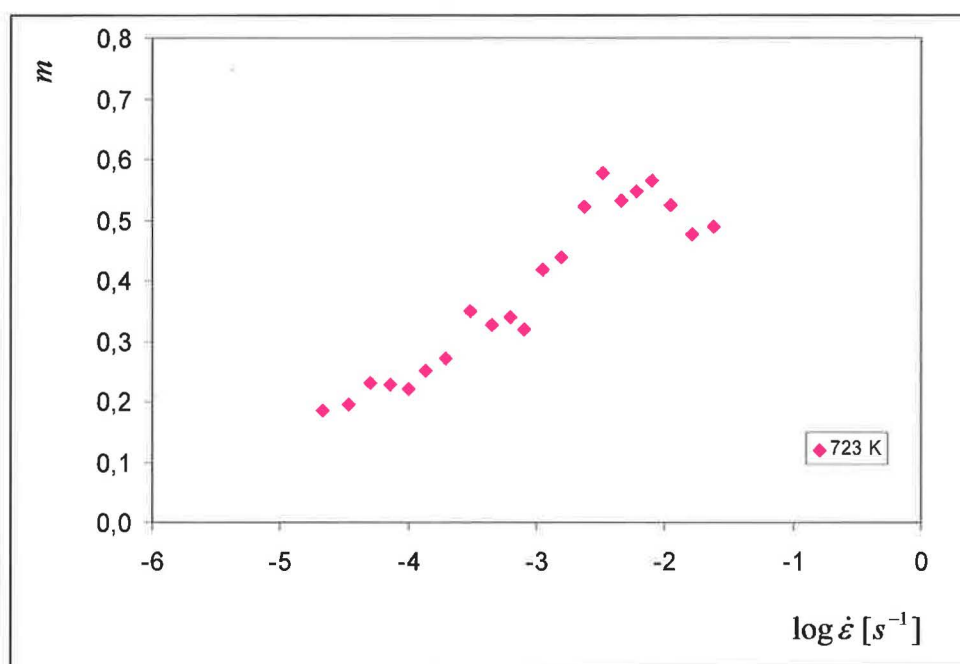
Obr. 15: Závislost $\log \sigma$ na $\log \dot{\epsilon}$ pro deformační teplotu 823 K



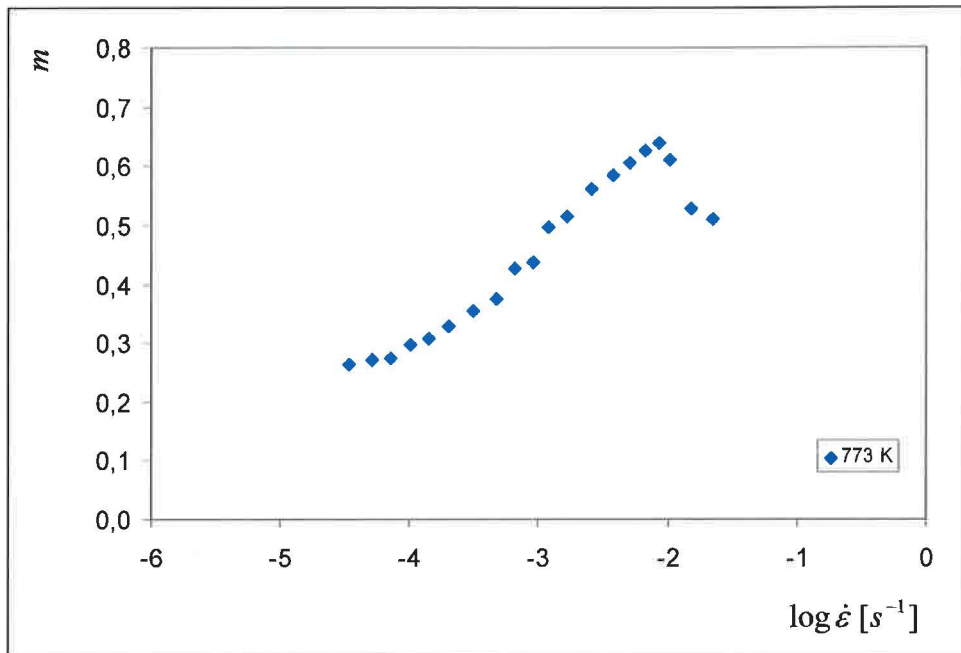
Obr. 16: Závislost parametru m na logaritmu deformační rychlosti pro teplotu 573 K



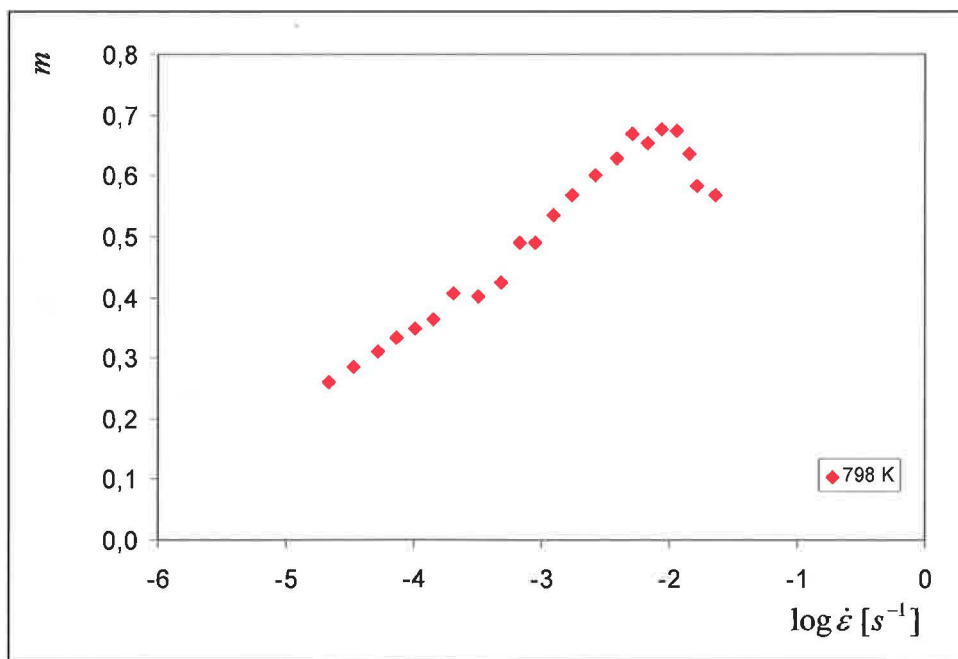
Obr. 17: Závislost parametru m na logaritmu deformační rychlosti pro teplotu 673 K



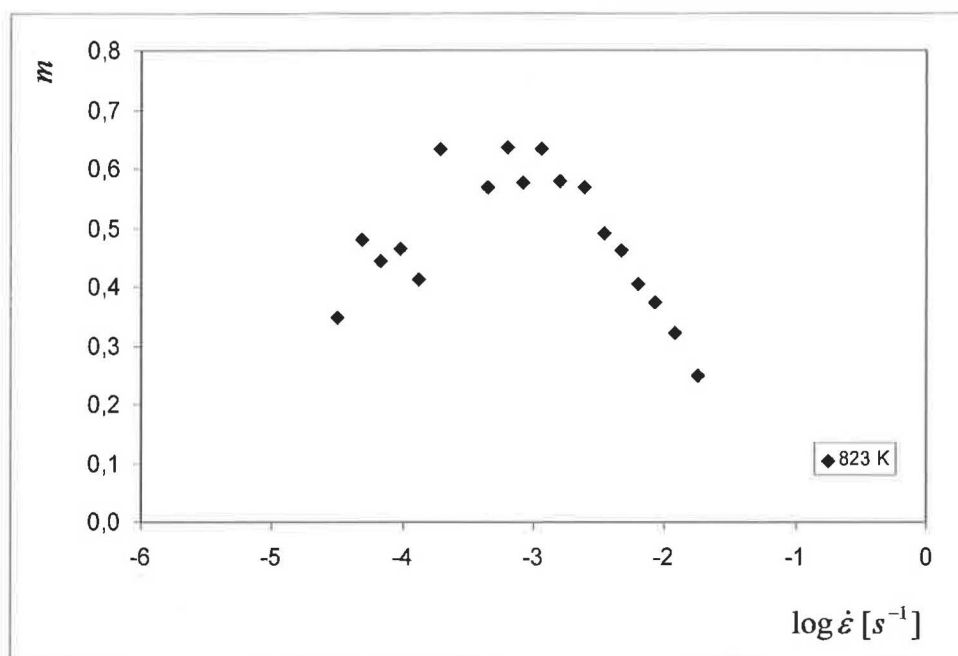
Obr. 18: Závislost parametru m na logaritmu deformační rychlosti pro teplotu 723 K



Obr. 19: Závislost parametru m na logaritmu deformační rychlosti pro teplotu 773 K



Obr. 20: Závislost parametru m na logaritmu deformační rychlosti pro teplotu 798 K



Obr. 21: Závislost parametru m na logaritmu deformační rychlosti pro teplotu 823 K

Vidíme, že deformační napětí s rostoucí teplotou od 573 do 798 K klesá, při dalším zvyšování teploty dochází k jeho opětovnému nárůstu. Pokles napětí při zvýšení teploty z 573 na 673 K je výraznější než v oblasti vyšších teplot. Vyneseme-li závislost $\ln \sigma$ na $1/T$ (viz obr. 13), vidíme, že všechny body, s výjimkou bodu odpovídajícímu teplotě 823 K, leží přibližně na přímce, což je v souladu se vztahem (14). Deformační napětí jsou obecně velmi nízká, tj. s výjimkou deformace při 573 K se pohybují v řádu jednotek MPa. Materiál vykazuje jen velmi malé deformační zpevnění.

Na obr. 14 jsou uvedeny závislosti $\log \sigma$ na $\log \dot{\epsilon}$ získané metodou náhlých změn deformační rychlosti pro teploty 573 - 798 K. Závislost pro teplotu 823 K je pro přehlednost vynesena samostatně v obr. 15. S rostoucí teplotou opět pozorujeme pokles deformačního napětí až k teplotě 798 K, při teplotě 823 K jeho opětovný nárůst. Křivky mají přibližně sigmoidální průběh, očekávaný pro materiál vykazující superplastické vlastnosti, nejsou však úplné, neboť při většině teplot nebylo možné získat data pro oblast III. Důvodem byly omezené možnosti experimentální aparatury.

Na obr. 16 - 21 jsou uvedeny závislosti parametru rychlostní citlivosti napětí na logaritmu deformační rychlosti pro různé deformační teploty. U křivek odpovídajícím teplotám 573 - 798 K vidíme celkový posun k vyšším hodnotám parametru m s rostoucí

deformační teplotou. Poloha maxima vzhledem k deformační rychlosti se však výrazně nemění, zůstává pro teploty 573 - 798 K v blízkosti hodnoty $1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Díky posunu celých křivek k vyšším hodnotám parametru m se však s teplotou mění minimální deformační rychlost potřebná k dosažení hodnoty $m = 0,3$, která vymezuje počátek superplastické oblasti II. Zatímco při nižších teplotách se jedná o deformační rychlosti v blízkosti $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, při teplotě 798 K začíná oblast II již u deformační rychlosti $5 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Při zvýšení deformační teploty na 823 K pozorujeme výrazný posun celé křivky k nižším deformačním rychlostem. Maximum se nyní nachází u hodnoty $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, na ose deformačních rychlostí tedy došlo k posunu o celý jeden řád.

Na obr. 22 jsou uvedeny deformační křivky vzorků, které byly deformovány do lomu s počáteční deformační rychlostí $4,5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Deformační křivky pro teploty 773 a 798 K jsou uvedeny pouze do 1200 %, protože při vyšším stupni deformace již byla příliš velká chyba měření, související s obtížnou registrací velmi malých sil daných vysokou deformační teplotou a zároveň malým průřezem vzorku. Deformační rychlost byla záměrně zvolena o něco vyšší než rychlost, při které byly u studovaného materiálu naměřeny maximální hodnoty parametru m ($1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$). V případě tahové zkoušky s konstantní rychlostí příčnicku skutečná deformační rychlost s deformací klesá, a bylo žádoucí, aby se ideální hodnoty $1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ docílilo později v průběhu deformace, kdy začne narůstat pravděpodobnost, že dojde k zaškrcení vzorku. Deformační zkoušky byly s ohledem na výsledky předchozí série experimentů provedeny při teplotách 573 - 798 K.

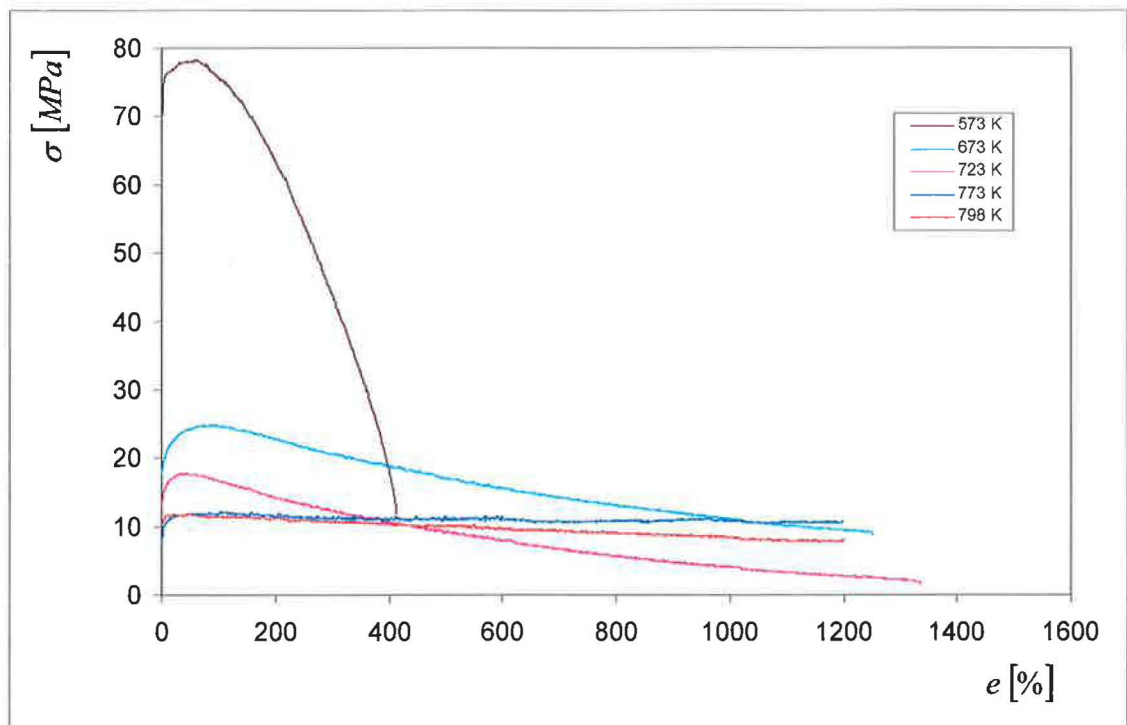
Dosažené hodnoty tažnosti jsou dokumentovány fotografií deformovaných vzorků (obr. 23). Maximální tažnosti, 2130 % bylo dosaženo při deformační teplotě 773 K. I při teplotě 798 K se však tažnost stále blížila 2000 %. Při teplotě 573 K tažnost činila 410 %, což lze ještě stále považovat za superplastické chování. Z obr. 22 nicméně vidíme, že deformační křivka při teplotě 573 K má průběh výrazně odlišný od deformačních křivek při vyšších teplotách: deformační napětí při 573 K během deformace velmi výrazně klesá. Teplotní závislost meze σ_{02} je obdobná, jako v případě deformační rychlosti $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, jak ilustruje tab. 2.

T [K]	σ_{02} [MPa]
573	67
673	17
723	13
773	7
798	10

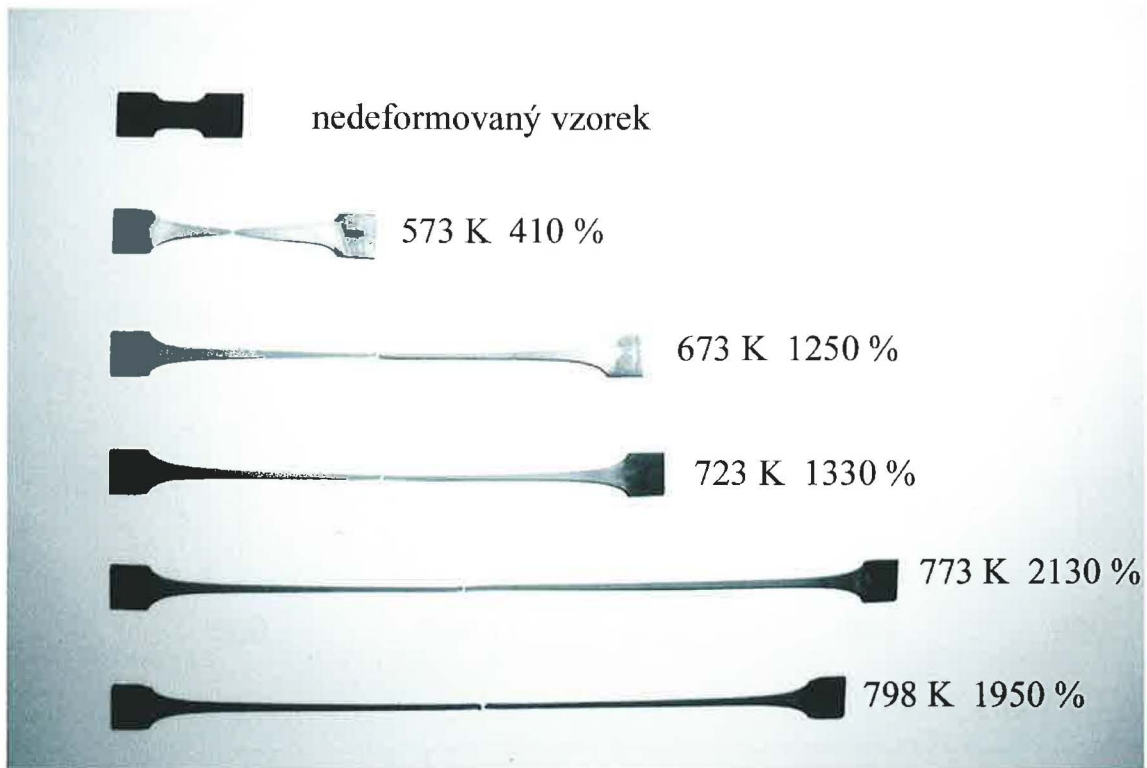
Tab. 2: Teplotní závislost meze σ_{02} při počáteční deformační rychlosti $4,5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

Napětí s rostoucí teplotou klesá, u teploty 798 K pozorujeme jeho mírný nárůst. Celkový průběh deformačních křivek při teplotách 773 a 798 K lze však s ohledem na výše diskutovanou chybu měření považovat za identický.

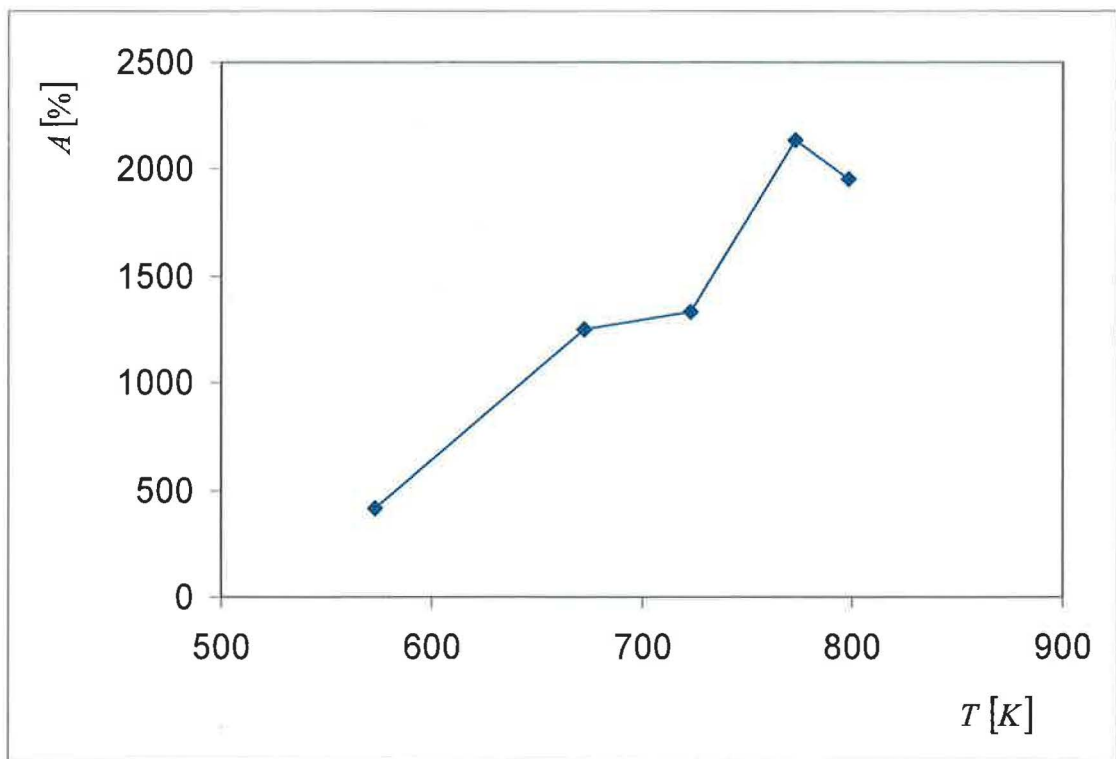
Obr. 24 a 25 ilustrují korelaci mezi teplotní závislostí tažnosti a parametru m . Obě závislosti mají s výjimkou oblasti odpovídající teplotám 798 – 823 K kvalitativně stejný průběh. S rostoucí teplotou pozorujeme u obou veličin nárůst, který je mezi teplotami 673 a 723 K méně výrazný než v ostatních teplotních oblastech.



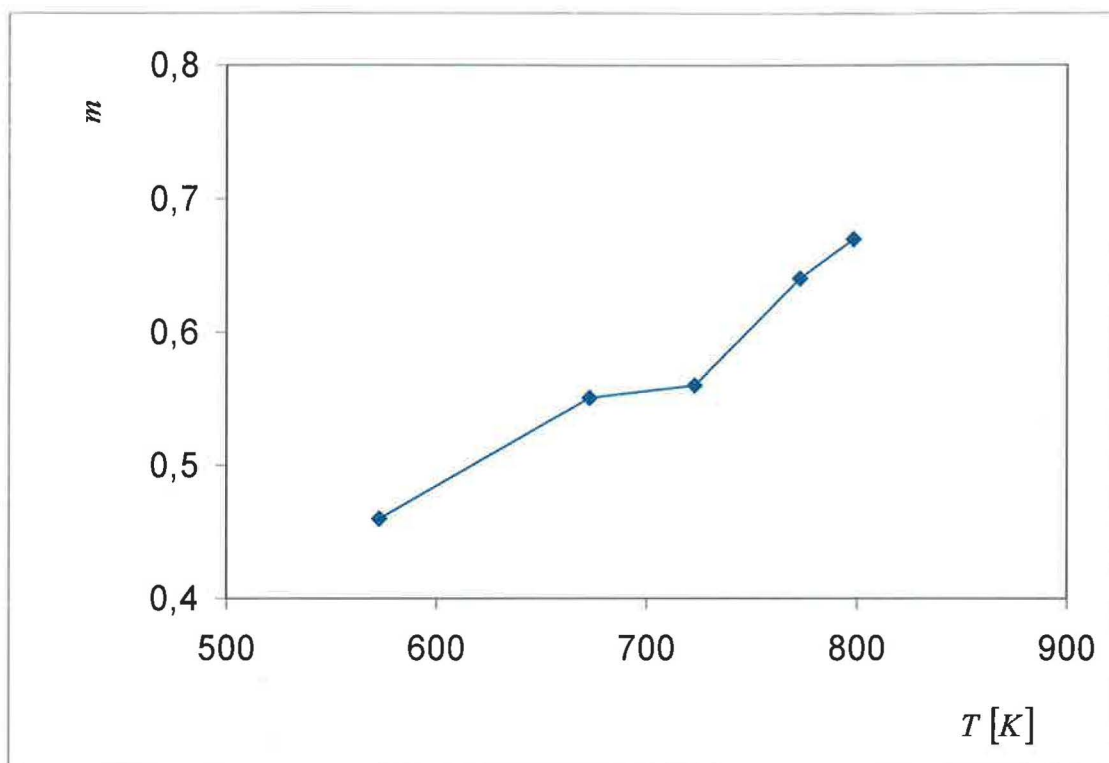
Obr. 22: Deformační křivky pro počáteční deformační rychlost $4,5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$



Obr. 23: Vzorky deformované s počáteční deformační rychlostí $4,5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, $l_0 = 7,5 \text{ mm}$



Obr. 24: Závislost tažnosti na deformační teplotě



Obr. 25: Závislost maximální hodnoty parametru m na deformační teplotě

5.2 Strukturní pozorování

5.2.1 Metoda světelné mikroskopie

Metodou světelné mikroskopie byla studována mikrostruktura vzorků deformovaných na 10 % plastické deformace s počáteční deformační rychlostí $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ při teplotách od 573 do 798 K. Z provedených pozorování vyplývá, že plastická deformace u zkoumaného materiálu neprobíhá homogenně. Tento jev je společný pro všechny uvedené deformační teploty, nicméně homogenita deformace u vyšších teplot roste, jak ilustrují obr. 26 - 28. Při porovnání snímků materiálu deformovaného při teplotách 673, 773 a 798 K vidíme, že nedeformované oblasti, jevící se na snímcích jako světlé, mají při vyšších teplotách menší rozměry.

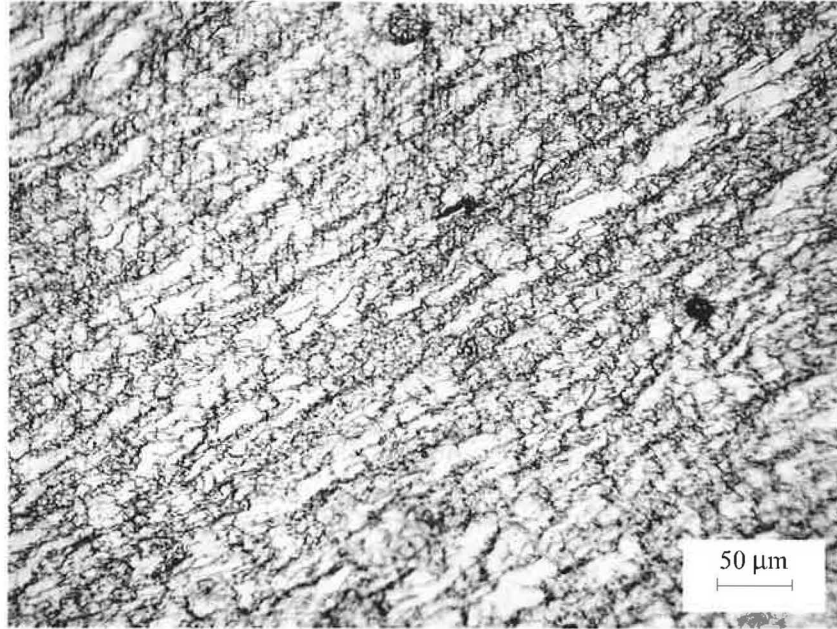
U teplot 573 a 673 K se velikost a tvar nedeformovaných oblastí v podstatě shodují (obr. 29 a 30), pouze v případě teploty 673 K se reliéf celkově jeví jako výraznější. V obou případech zpravidla pozorujeme pásy o šířce 10 – 30 μm , často orientované přibližně 45° k ose tahu. Obr. 31 ilustruje, že se jedná o oblasti, kde neprobíhal pokluz po hranicích zrn,

a povrch vzorku zde tudíž zůstal hladký. Na snímku 32 se podařilo zachytit abnormálně velkou plochu, na které probíhal pokluz po hranicích zrn přibližně homogenně. Snímek je i přes velké zvětšení (2000 x) poměrně ostrý, a lze tak dobře rozlišit jednotlivá zrna. Jejich velikost má poměrně širokou distribuci, můžeme však konstatovat, že při teplotě 673 K je většina menší než 2 μm , místy se objevují i zrna s rozměrem menším než 1 μm .

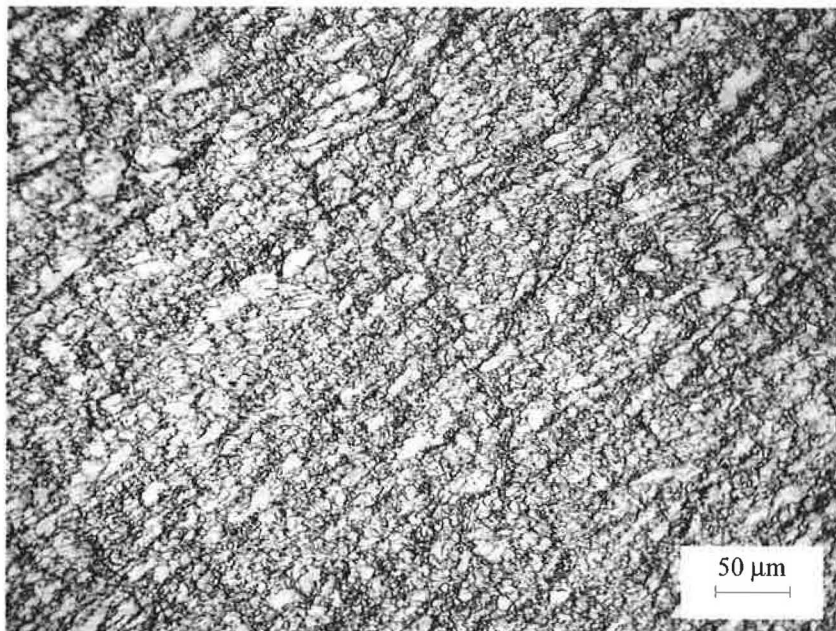
Při teplotách 723 a 773 K je šířka nedeformovaných oblastí zpravidla do 20 μm , jak ilustruje obr. 33, na němž je dobře patrná i jejich orientace pod úhlem 45° ke směru tahu. Velikost zrna lze určit ze snímků 34 a 35. Při teplotě 723 K má většina zrn velikost 1,5 - 2 μm , objevují se však již i zrna s velikostí přesahující 3 μm . Při teplotě 773 K pozorujeme v některých oblastech stále zrna s velikostí 2 μm , ale místy i zrna s velikostí dvojnásobnou. Situaci při teplotě 798 K ilustrují obr. 36 a 37. Nedeformované oblasti mají zpravidla šířku do 10 μm . Opět pozorujeme zrna různých velikostí – místy se stále ještě objevují zrna dvoumikronová, výjimkou však nejsou ani zrna s velikostí blížící se 5 μm . I přes značnou šířku distribuce velikosti zrn při každé z teplot tedy můžeme konstatovat, že u studovaného materiálu dochází k mírnému růstu zrn se zvyšující se deformační teplotou. Přesto velikost většiny zrn v oblastech, kde docházelo k pokluzům po hranicích, nepřesahuje ani při deformační teplotě 798 K hodnotu 5 μm . O velikosti zrn v oblastech, kde k pokluzům nedocházelo, použitá metoda neposkytuje žádnou informaci. Uvedená tvrzení na ně tedy nelze uplatnit.



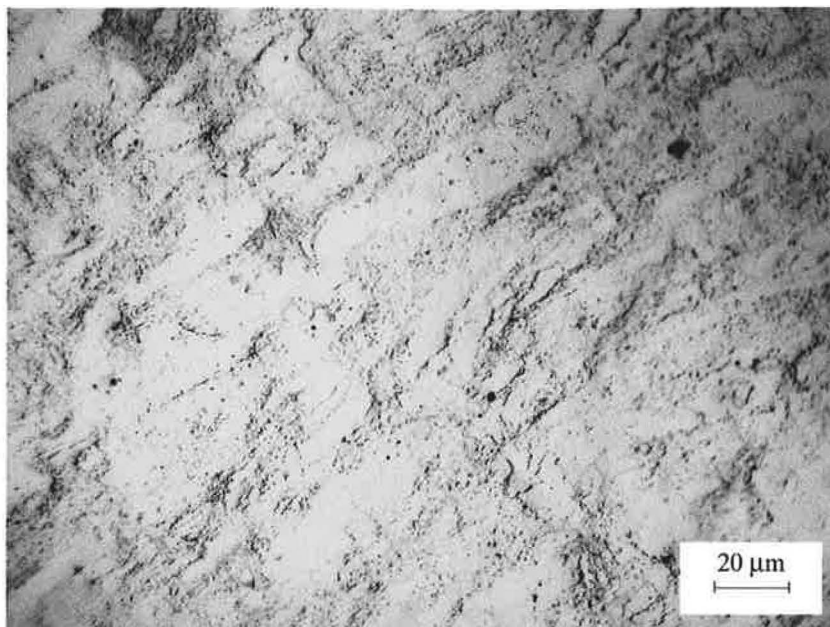
Obr. 26: Světelná mikroskopie - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 673 K, $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$



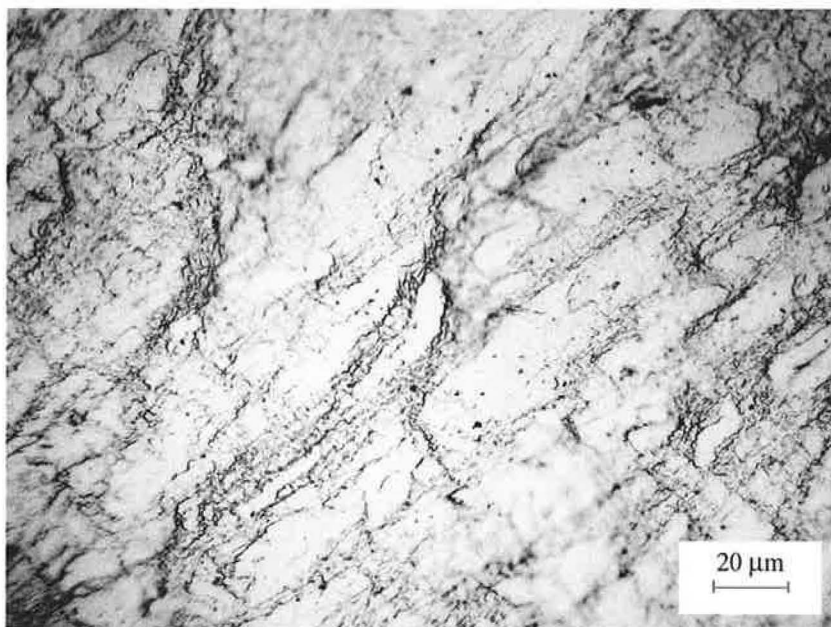
Obr. 27: Světelná mikroskopie - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 773 K, $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



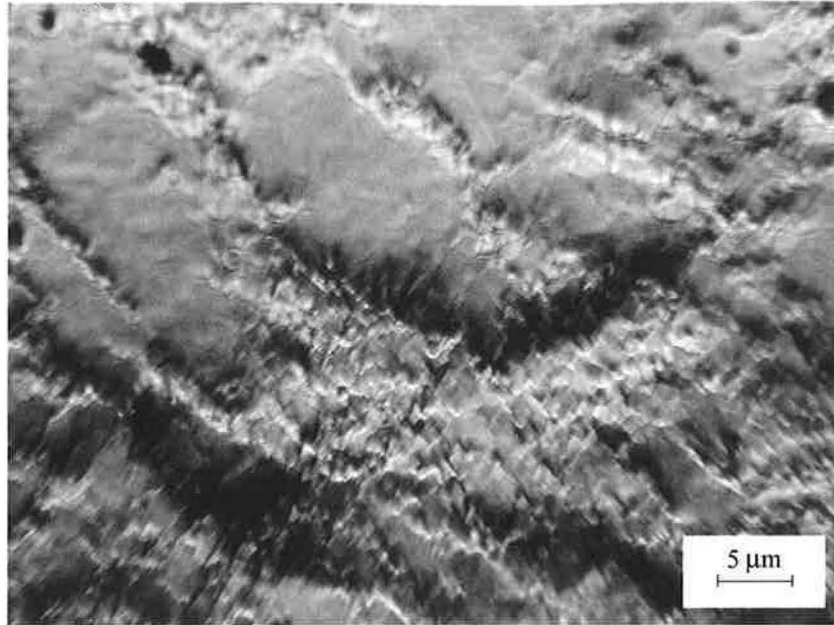
Obr. 28: Světelná mikroskopie - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 798 K, $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



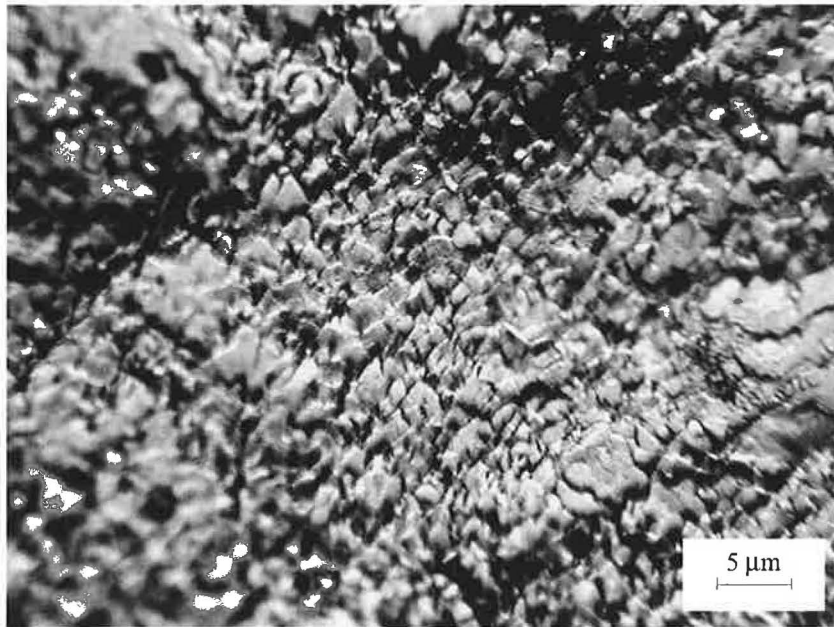
Obr. 29: Světelná mikroskopie - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 573 K, $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



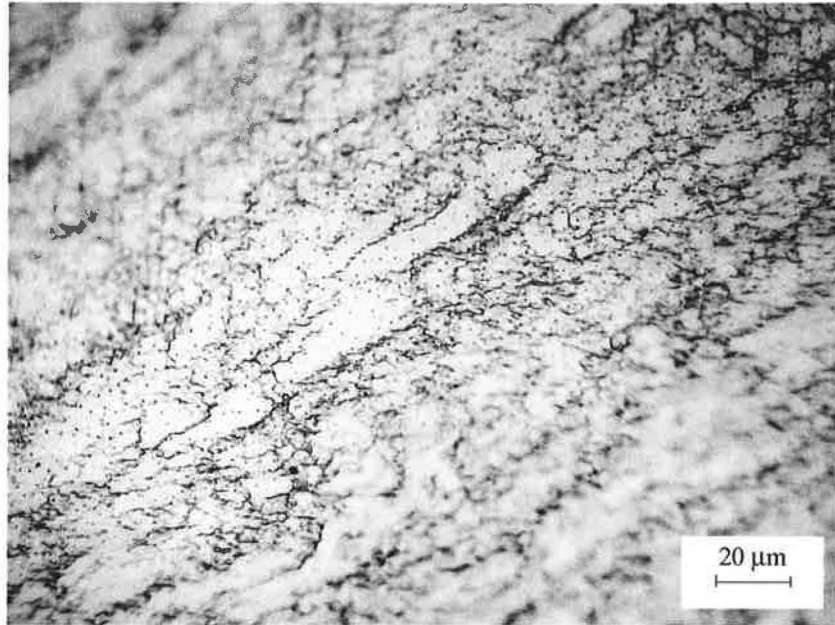
Obr. 30: Světelná mikroskopie - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 673 K, $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



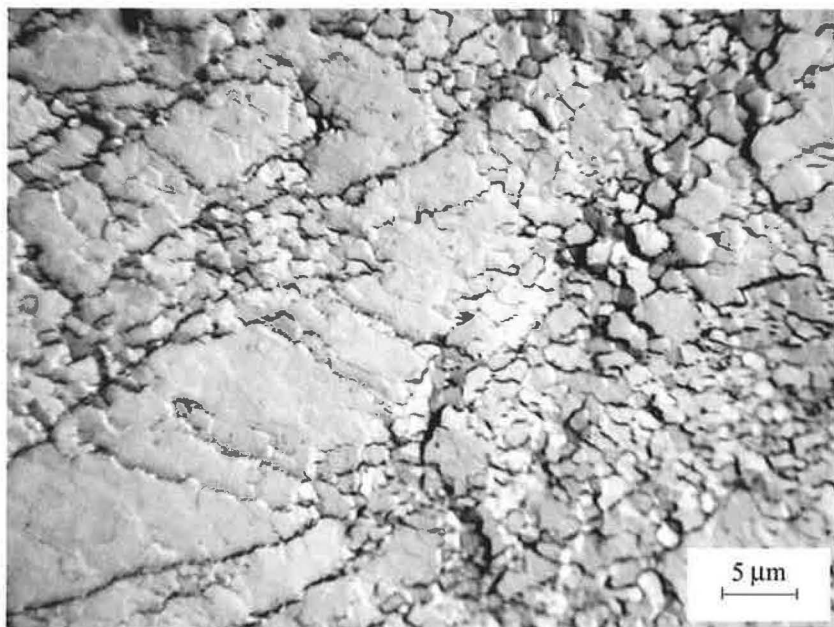
Obr. 31: Světelná mikroskopie - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 573 K, $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



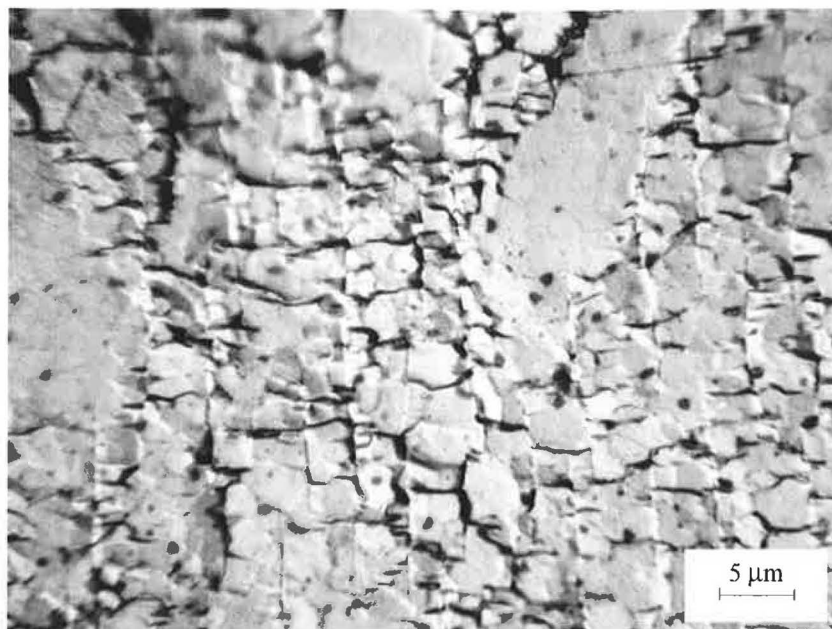
Obr. 32: Světelná mikroskopie - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 673 K, $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



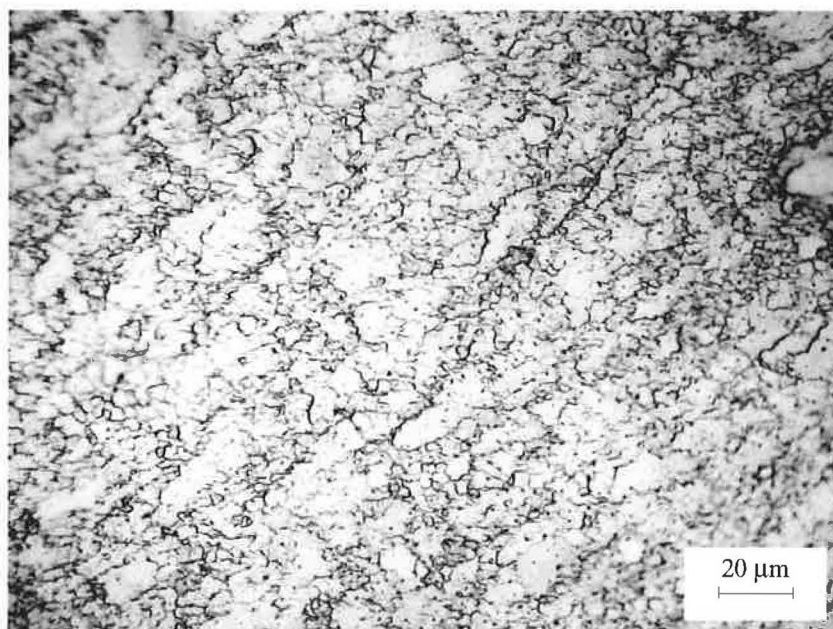
Obr. 33: Světelná mikroskopie - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 773 K, $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



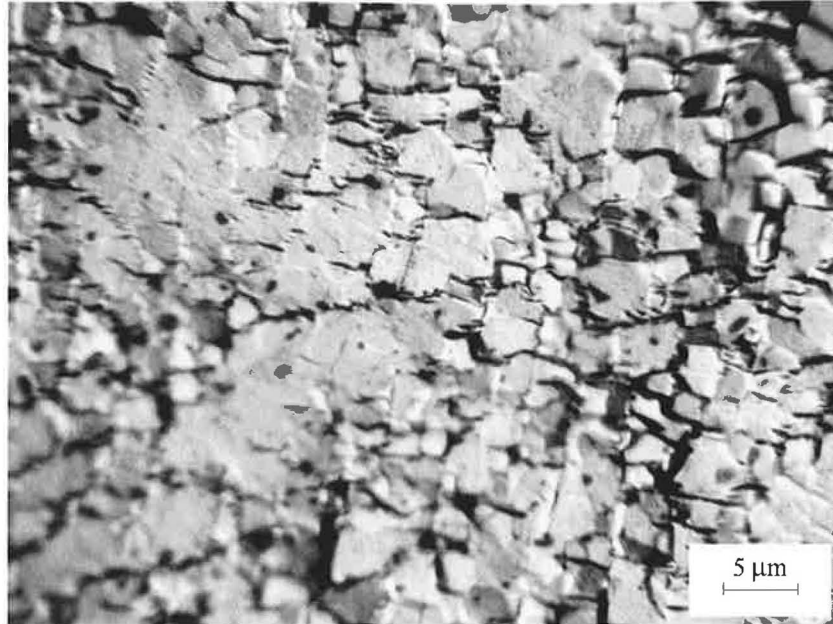
Obr. 34: Světelná mikroskopie - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 723 K, $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



Obr. 35: Světelná mikroskopie - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 773 K, $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



Obr. 36: Světelná mikroskopie - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 798 K, $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



Obr. 37: Světelná mikroskopie - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 798 K, $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$

5.2.2 Metoda AFM

Metodou AFM byla studována stejná sada vzorků jako v případě světelné mikroskopie, tj. vzorky deformované při teplotách 573 - 798 K na 10 % plastické deformace s počáteční deformační rychlostí $2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$. Kromě větších zvětšení ve srovnání se světelnou mikroskopií umožnila metoda AFM studovat vzdálenost, o kterou při pokluzu po hranicích zrn jednotlivá zrna změnila polohu vůči svým sousedům. Tato vzdálenost byla sledována v ose z, tj. kolmo k rovině povrchu vzorku.

Studium povrchu deformovaného materiálu metodou AFM poskytlo další informace o charakteru nedeformovaných oblastí, které byly pozorovány světelným mikroskopem. Výškový rozdíl mezi okrajem nedeformované oblasti a oblastí sousední, kde deformace probíhala, má obvykle hodnotu v rozmezí 500 – 850 nm, nejedná se však o pokluz na úrovni jedné hranice. Tento jev ilustruje obr. 38. Z uvedených profilů je patrné, že takovéto výškové rozdíly jsou realizovány na vzdálenosti několikanásobně překračující velikost zrna. Z toho plyne, že výškové rozdíly na hranicích nedeformovaných oblastí vzniknou na jakési „kaskádě“, tvořené několika sousedícími řadami zrn, mezi nimiž dochází k výrazným pokluzům. Na vzorku deformovaném při teplotě 673 K byly místy pozorovány

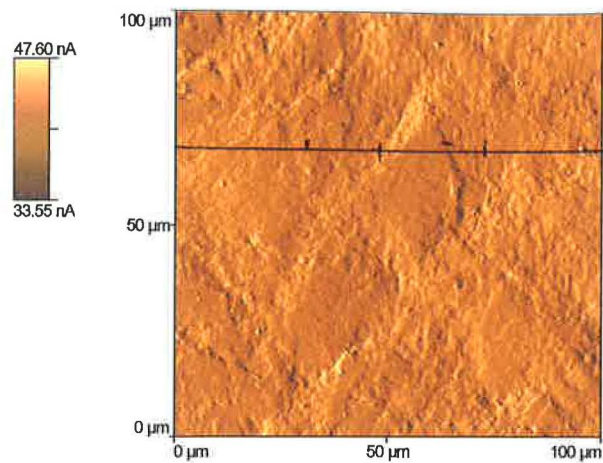
i výškové rozdíly překračující 1 μm . Při porovnání teplot 573 a 673 K se výškové rozdíly obecně jeví jako výraznější při teplotě 673 K.

Dále byl při různých deformačních teplotách zkoumán charakter pokluzů, které proběhly na jedné hranici. Výšky jednotlivých pokluzů (tj. vzdálenosti, o kterou zrna změnila vzájemnou polohu v ose z) mají, podobně jako velikost zrn, značný rozptyl. Uváděné hodnoty proto mají pouze orientační charakter.

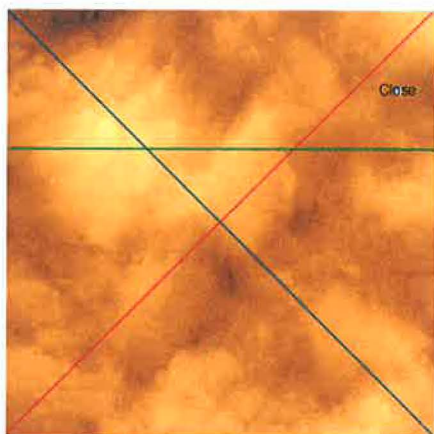
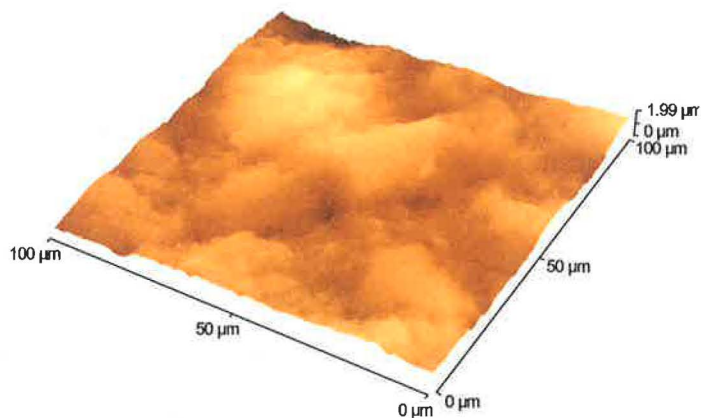
Při teplotě 573 K docházelo na jednotlivých hranicích k pokluzům zpravidla do 150 nm, ojediněle do 200 nm. Toto pozorování lze ilustrovat na obr. 39. Z něj lze zároveň pro teplotu 573 K určit velikost zrna – vidíme, že většina zrn v oblasti, kde docházelo k pokluzům, má velikost 0,6 - 1,1 μm . Při teplotě 673 a 723 K měla opět výška jednotlivých pokluzů většinou hodnotu do 150 nm, ojediněle však až 300 nm. Typický průběh pokluzu po hranicích zrn při teplotě 723 K ilustruje obr. 40. Zároveň vidíme, že velikost zrna, zpravidla v rozmezí 1,5 - 2 μm , souhlasí s pozorováními metodou světelné mikroskopie. Určování velikosti zrna metodou AFM při teplotě 673 K stejně jako při teplotách 773 a 798 K nebylo tak efektivní jako v případě světelné mikroskopie. Na vině je pravděpodobně oxidická vrstva na povrchu vzorku, která ztěžovala rozlišení hranic v místech, kde nedošlo k výraznějšímu pokluzu. Průběh pokluzu po hranicích zrn v detailu ilustrují obr. 41 a 42. Obr. 42 navíc dokumentuje jev rotace zrn. Obr. 43 a 44 ilustrují situaci při teplotách 773 a 798 K. Při obou teplotách dochází běžně k pokluzům o 200 - 300 nm. Z profilů byl odečítán rozdíl výšek povrchů sousedících zrn, nikoliv rozdíl maximální a minimální výšky v místě hranice. U hranic se při teplotách 773 a 798 K vyskytují útvary, které podle mého názoru souvisí s oxidickou vrstvou, a ne s původní topologií povrchu materiálu. Z toho důvodu nebyly při odečítání výšky pokluzů brány v potaz. Přesto je zřejmé, že při teplotách 773 a 798 K nabývá výška jednotlivých pokluzů vyšších hodnot než v případě všech nižších teplot.

Při velkých zvětšeních byly metodou AFM v materiálu pozorovány útvary s charakteristickými rozměry menšími, než je výše uvedená velikost zrna. Na jejich hranicích neprobíhaly pokluzu. Obr. 45 - 49 dokumentují, jak se velikost těchto útvarů mění s teplotou. Při 573 K jsou sotva rozlišitelné, povrch je v podstatě hladký. Nerovnosti mají výšku řádově jednotek nm. Při teplotě 673 K se již jedná o útvary s rozměrem 50 - 200 nm, ojediněle až 300 nm, s výškou 10 - 30 nm. Na vzorku deformovaném při teplotě 723 K jsou jejich rozměry do 100 nm a výška do 10 nm. S dalším zvyšováním teploty se tyto

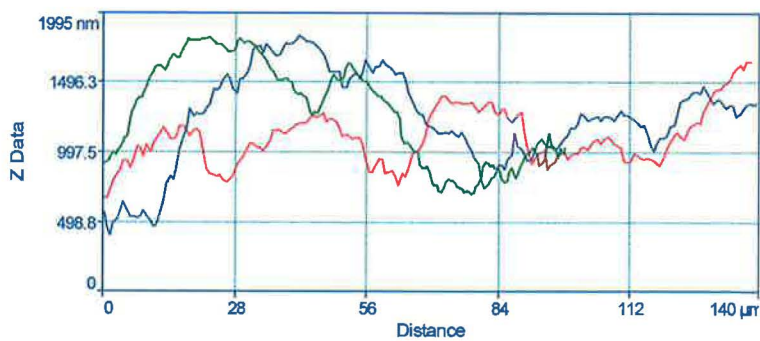
útvary opět zvětšují. Při 773 K je jejich rozměr sice stále do 100 nm, mají však zhruba dvojnásobnou výšku, tedy do 20 nm. Při teplotě 798 K mají tyto útvary rozměr 100 - 150 nm, místy až 250 nm. Jejich výška se pohybuje v rozmezí 10 - 30 nm.



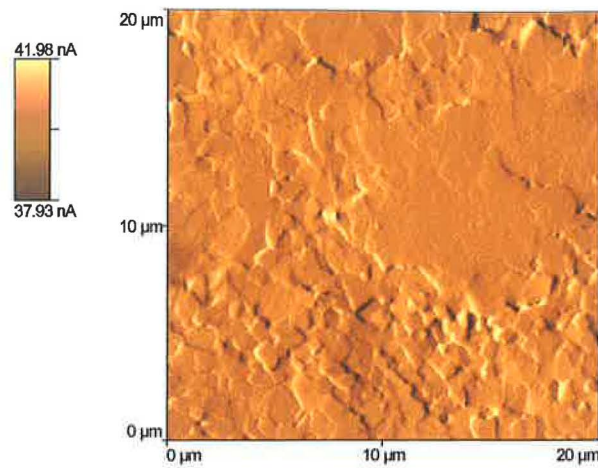
al4-5mg-400-10-100-1
rms = 292.4 nm



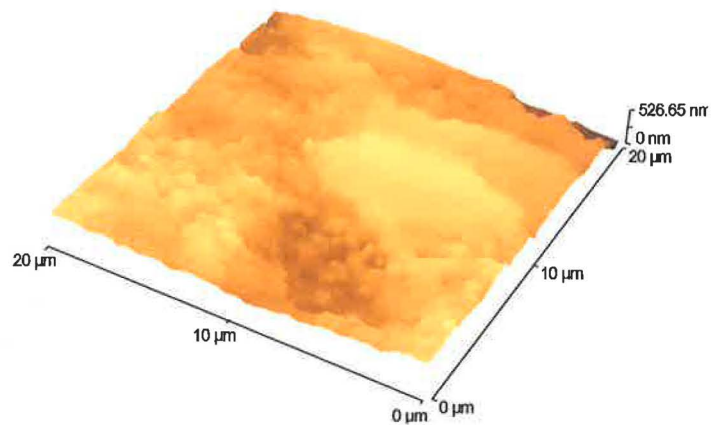
al4-5mg-400-10-100-1



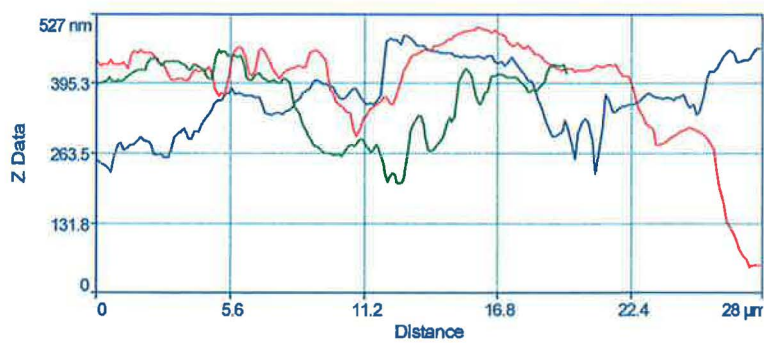
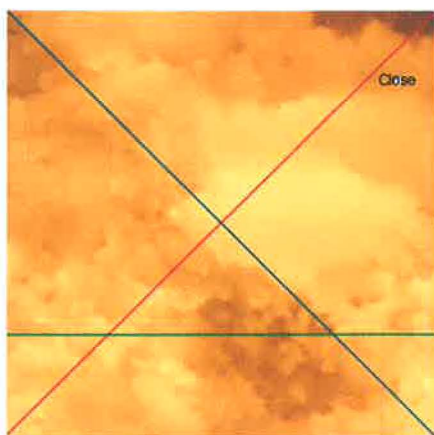
Obr. 38: AFM - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 673 K,
 $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



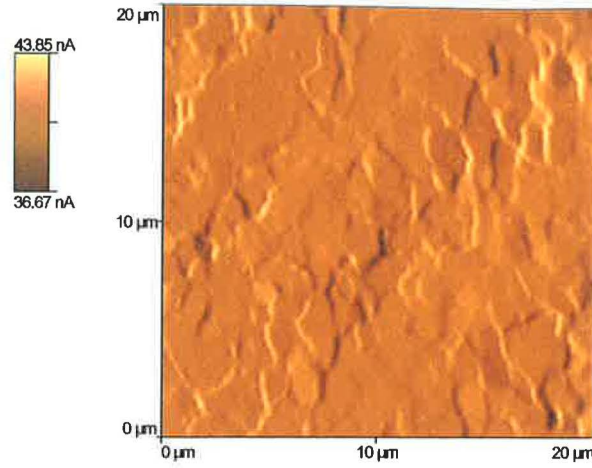
al4-5mg-300-10-020-1
rms = 68.01 nm



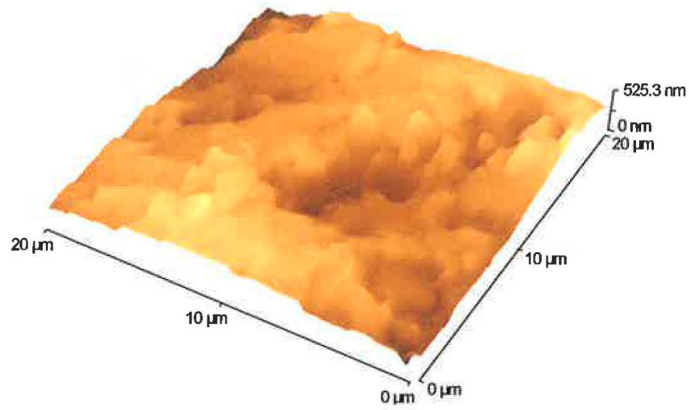
al4-5mg-300-10-020-1



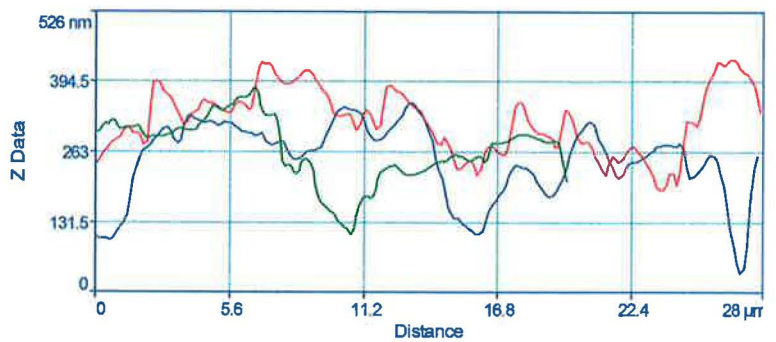
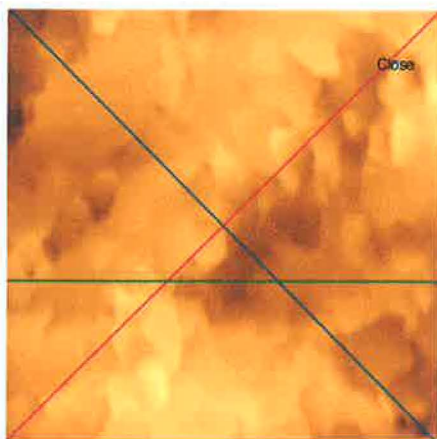
Obr. 39: AFM - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 573 K,
 $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



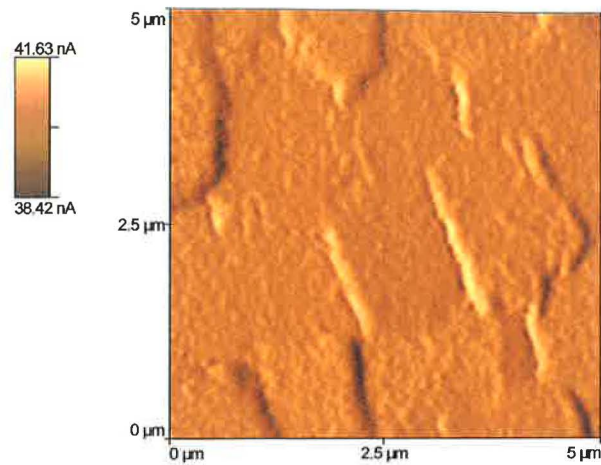
a14-5mg-zrsc-450-10d-020-2
rms = 80.91 nm



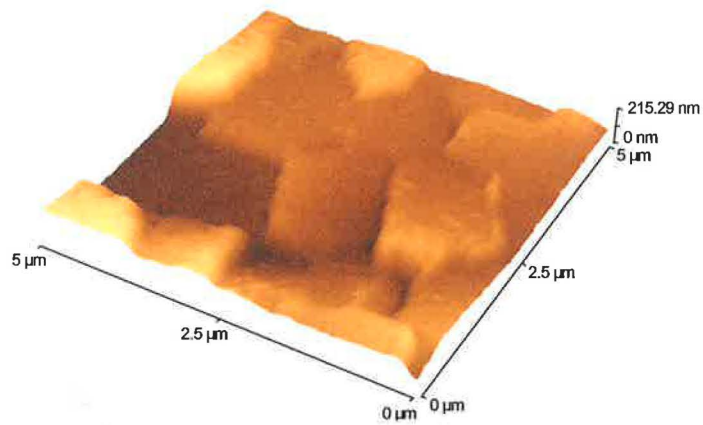
a14-5mg-zrsc-450-10d-020-2



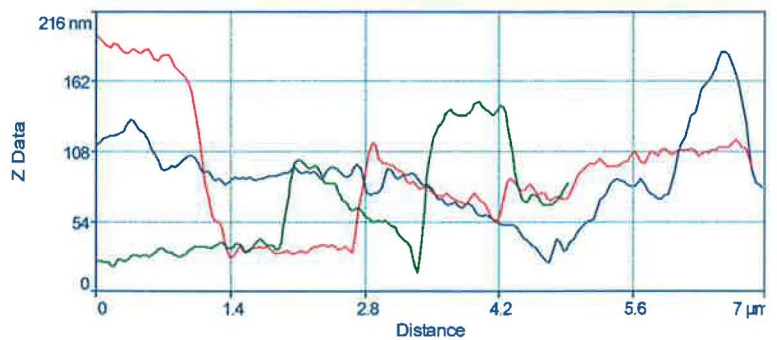
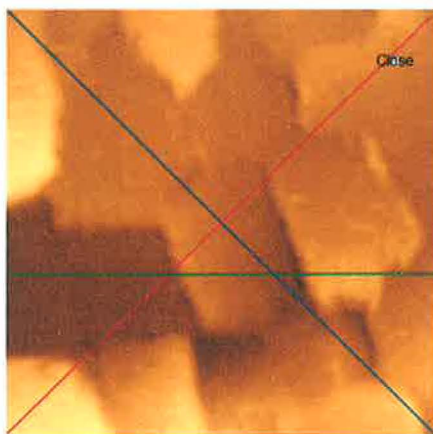
Obr. 40: AFM - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 723 K,
 $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



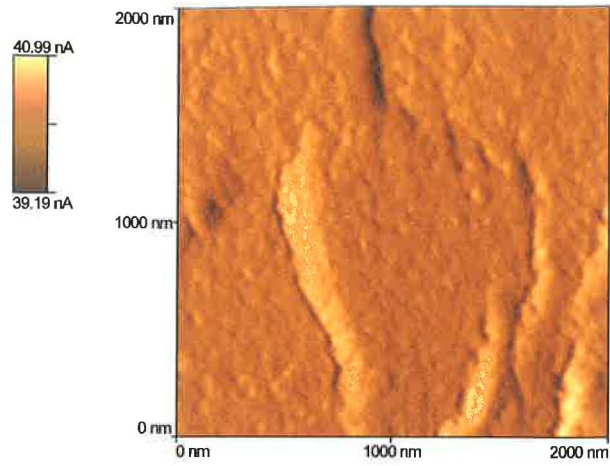
a14-5mg-zrsc-450-10d-005-3
rms = 40.14 nm



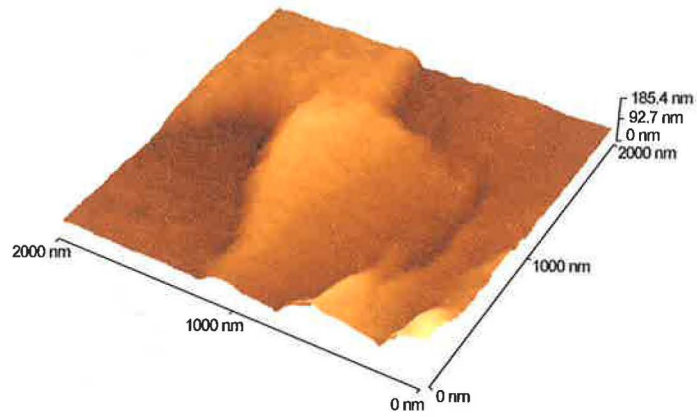
a14-5mg-zrsc-450-10d-005-3



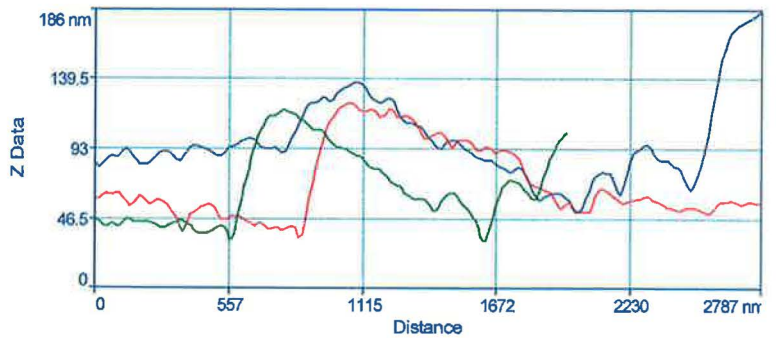
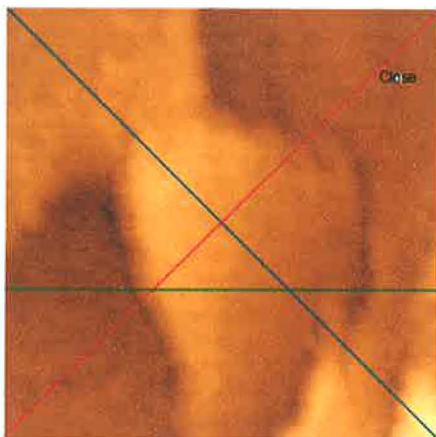
Obr. 41: AFM - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 723 K,
 $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$



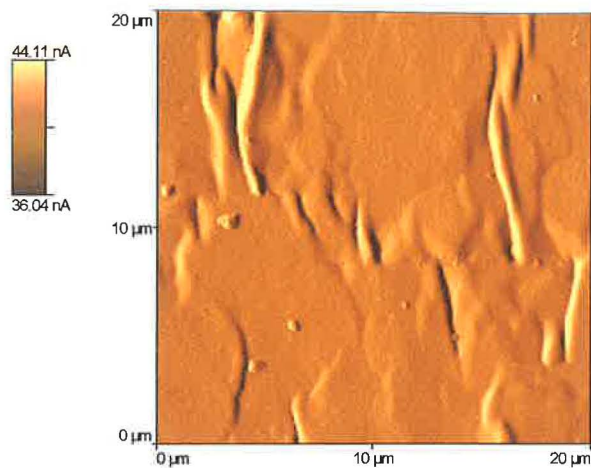
a14-5mg-zrsc-450-10d-002-1
rms = 26.71 nm



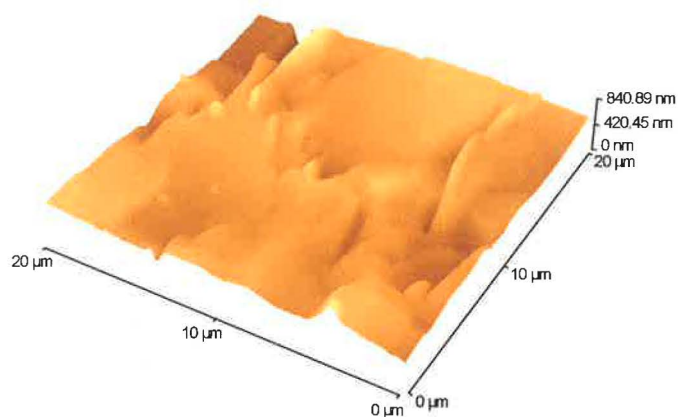
a14-5mg-zrsc-450-10d-002-1



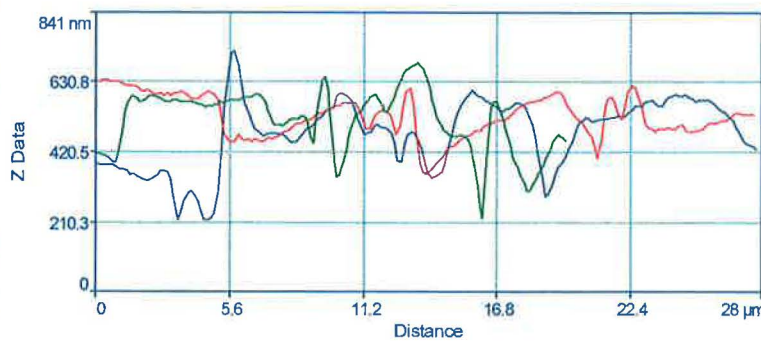
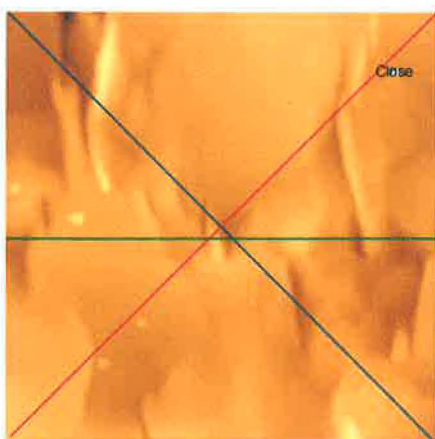
Obr. 42: AFM - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 723 K,
 $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



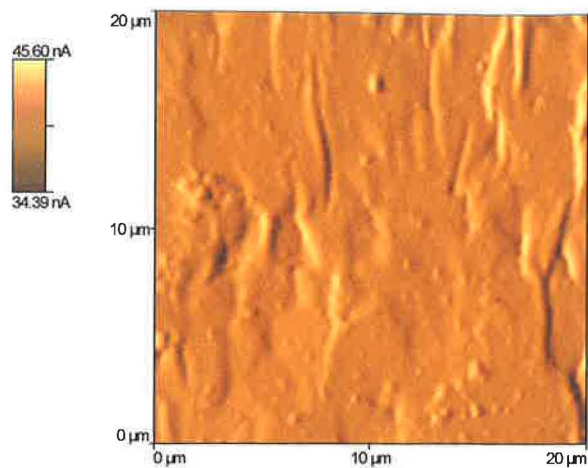
a14-5mg-zrsc-500-10d-020-3
rms = 85.03 nm



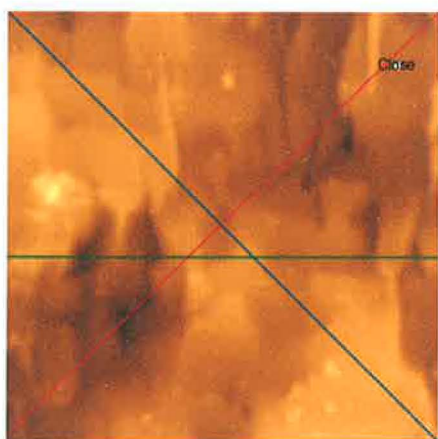
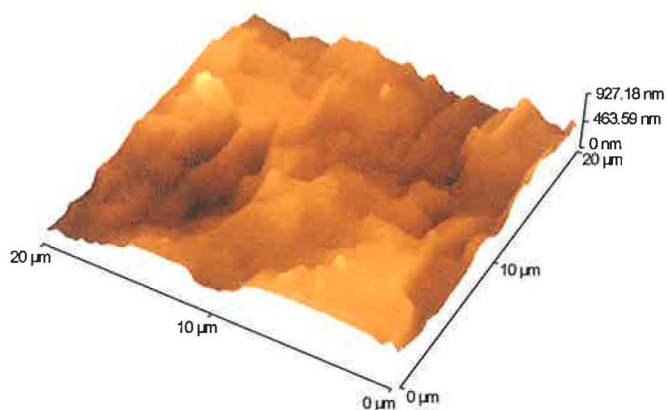
a14-5mg-zrsc-500-10d-020-3



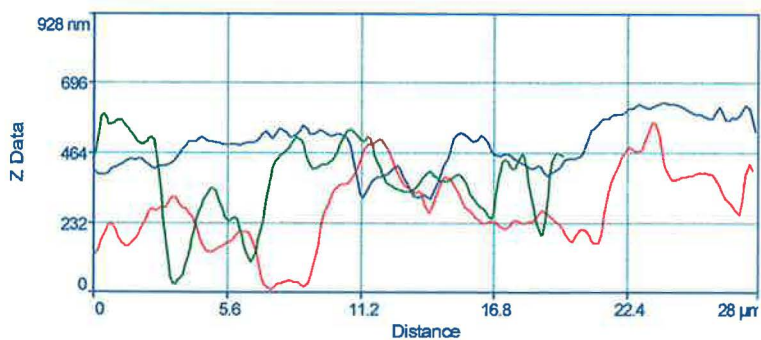
Obr. 43: AFM - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 773 K,
 $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



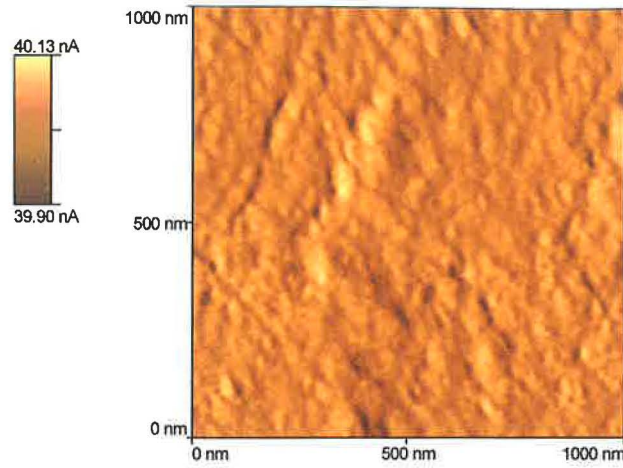
a14-5mg-zrsc-525-10d-020-1
rms = 143 nm



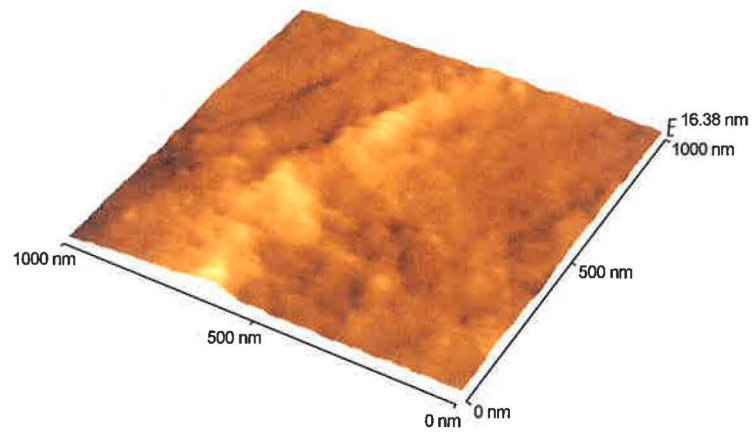
a14-5mg-zrsc-525-10d-020-1



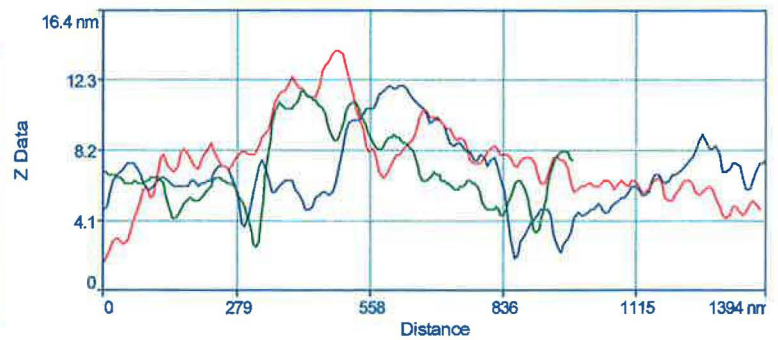
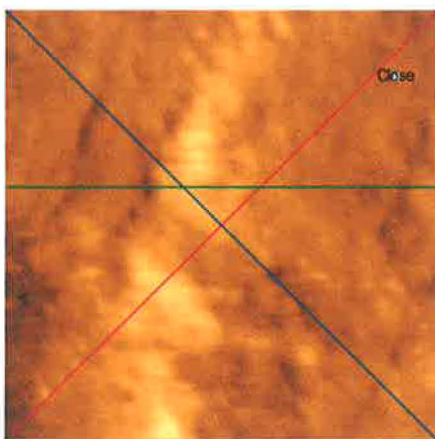
Obr. 44: AFM - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 798 K,
 $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



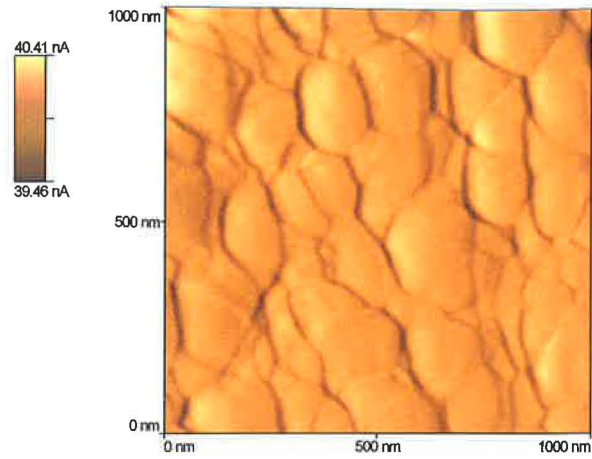
a14-5mg-300-10-001-3
rms = 2.10 nm



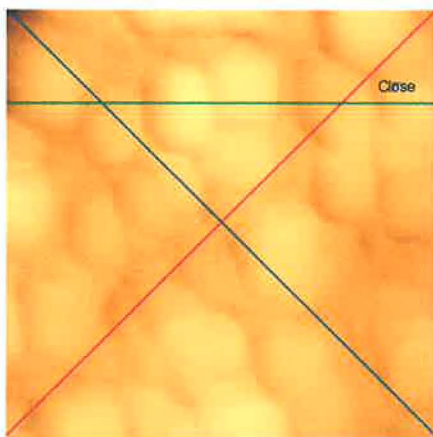
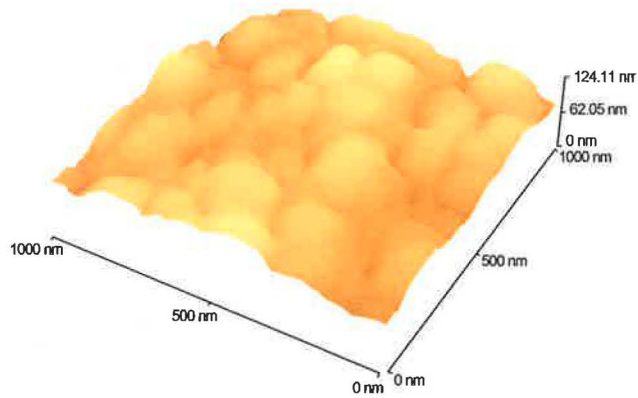
a14-5mg-300-10-001-3



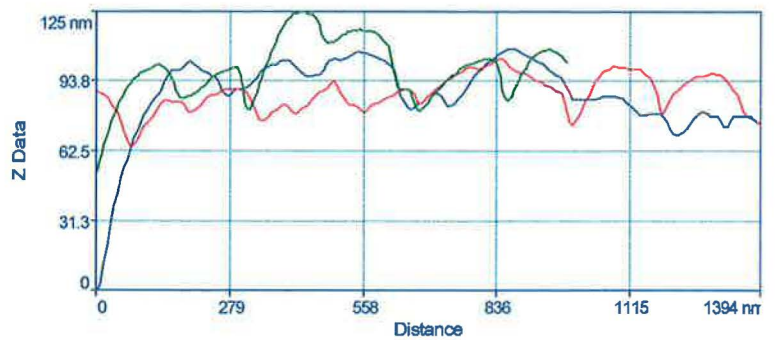
Obr. 45: AFM - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 573 K,
 $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



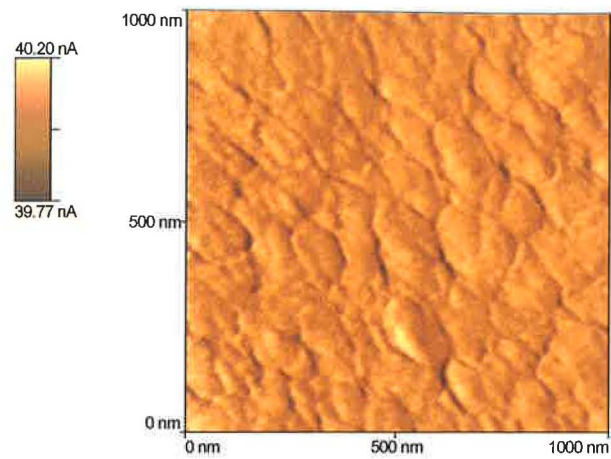
a14-5mg-400-10-001-3
rms = 11.79 nm



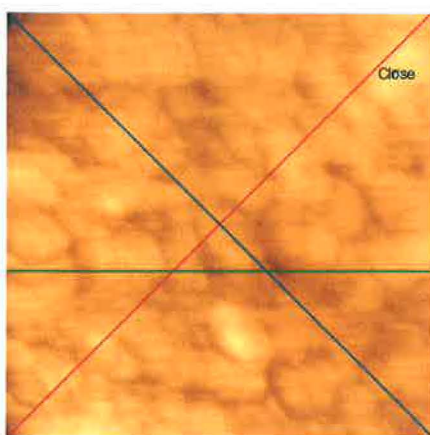
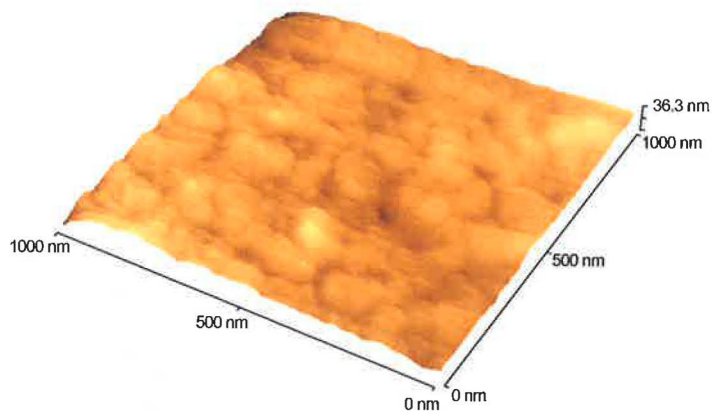
a14-5mg-400-10-001-3



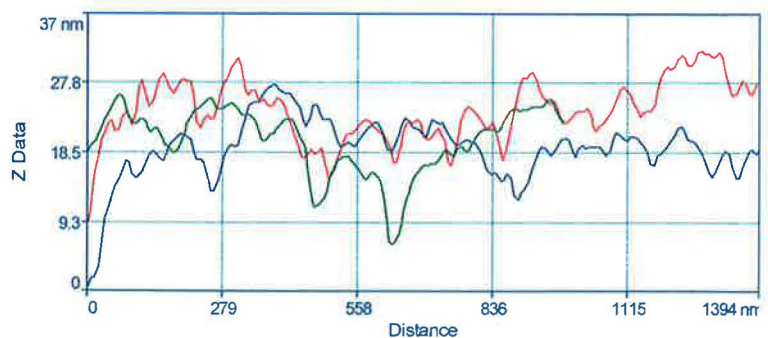
Obr. 46: AFM - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 673 K,
 $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



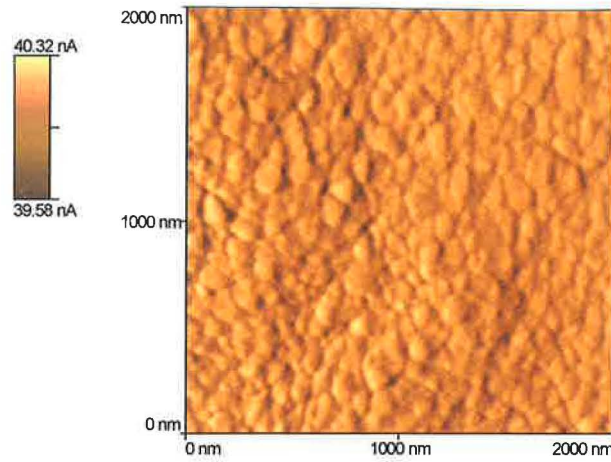
al4-5mg-zrsc-450-10d-001-3
rms = 3.97 nm



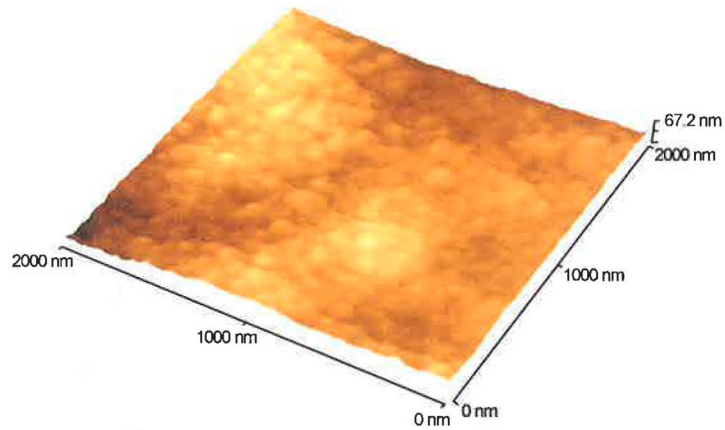
al4-5mg-zrsc-450-10d-001-3



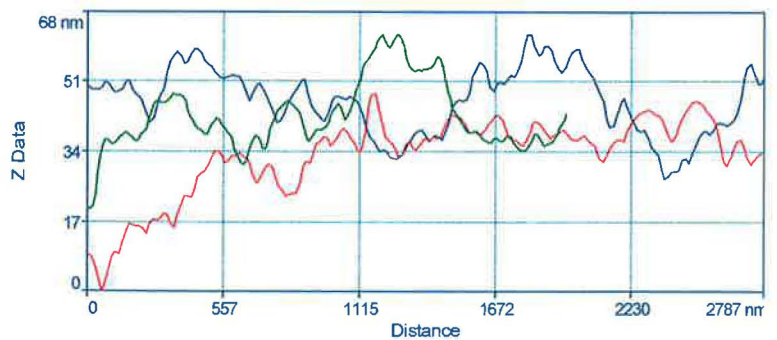
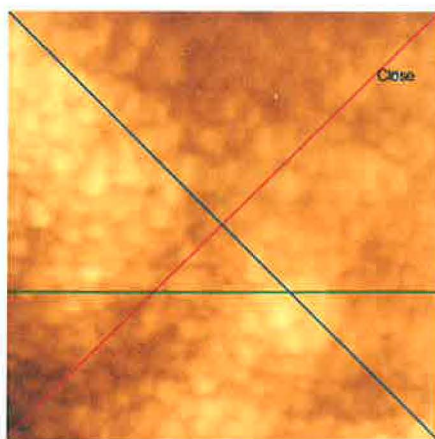
Obr. 47: AFM - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 723 K,
 $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



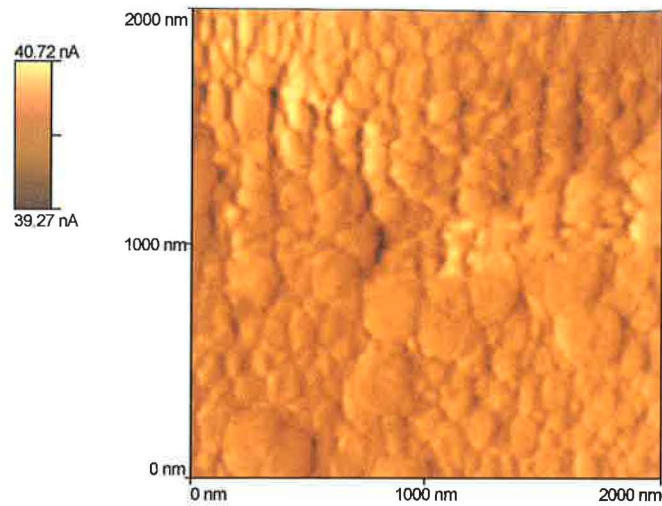
a14-5mg-zrsc-500-10d-002-2
rms = 10.22 nm



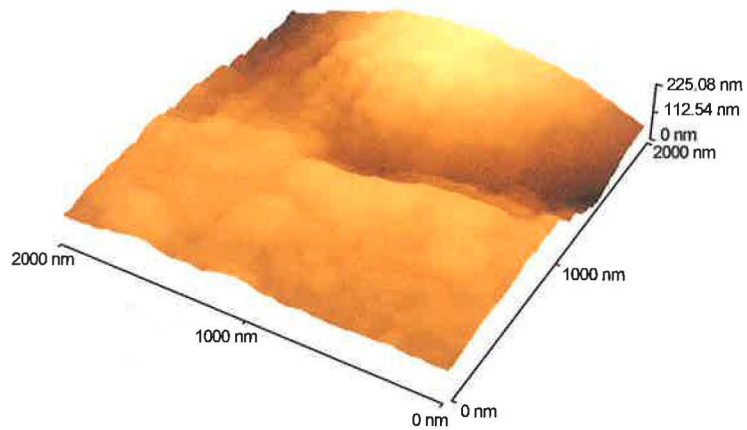
a14-5mg-zrsc-500-10d-002-2



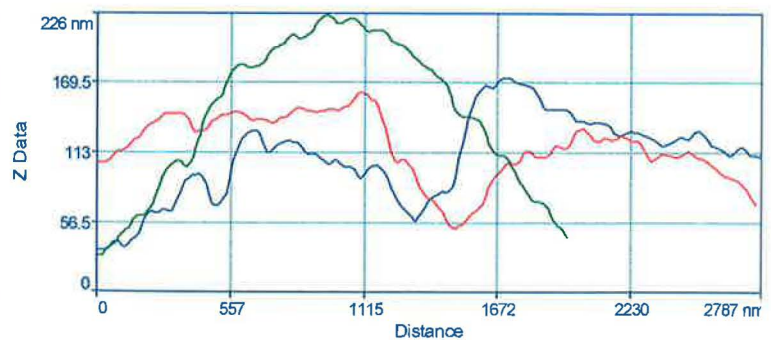
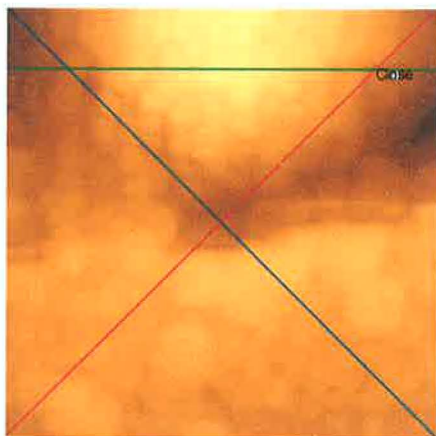
Obr. 48: AFM - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 773 K,
 $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$



a14-5mg-zrsc-525-10d-002-2
rms = 39.47 nm



a14-5mg-zrsc-525-10d-002-2



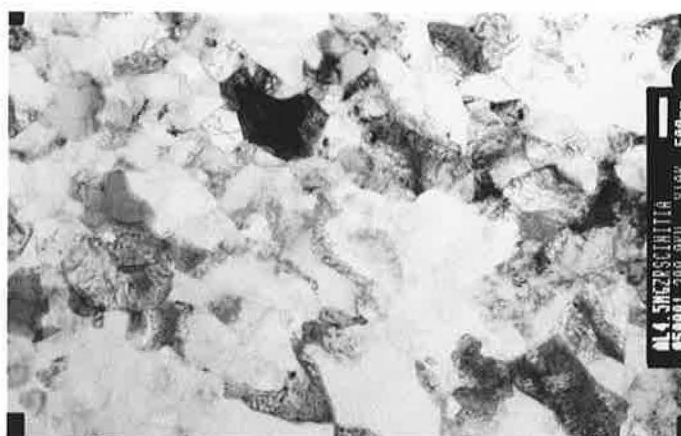
Obr. 49: AFM - materiál deformovaný na 10 % plastické deformace při teplotě 798 K,
 $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$

5.2.3 Metoda TEM

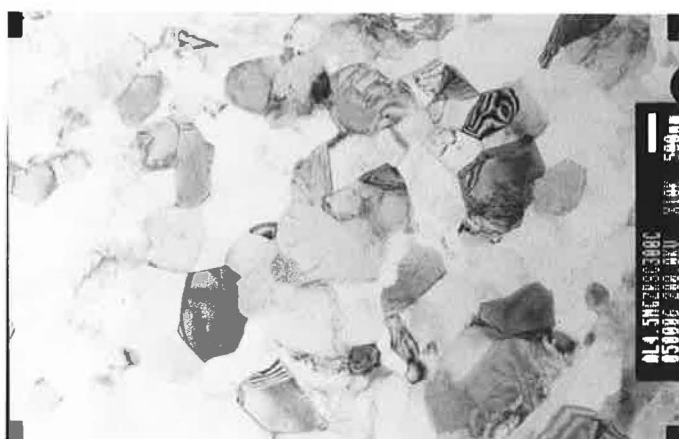
Pozorování metodou transmisní elektronové mikroskopie poskytla především informace o vývoji velikosti zrna s rostoucí teplotou. Na rozdíl od obou výše uvedených metod jsou zrna metodou TEM dobře viditelná i v místech, kde se materiál nedeformoval. Obr. 50 a 51 dokumentují mikrostrukturu materiálu v základním stavu. Vidíme, že rozměr většiny zrn na snímcích je v rozmezí 0,3 - 1 μm , místy se však objevují zrna s velikostí 2 μm , mnohdy obsahující nízkoúhlové hranice. Snímky materiálu v základním stavu také ukazují množství defektů, které u vzorků deformovaných za vyšších teplot nepozorujeme. Na snímcích mikrostruktury při vyšších teplotách jsou naopak dobře viditelné jemné precipitáty. Velikost zrn při teplotě 573 K je prakticky stejná jako u materiálu v základním stavu, viz obr. 52. I zde pozorujeme nízkoúhlové hranice ve větších zrnech, zmizely však silně deformované oblasti. Při teplotě 673 K pozorujeme zrna s rozměrem obvykle 1 - 2 μm , výjimkou však nejsou ani zrna s rozměrem 3 μm . Místy se stále ještě objevují zrna submikronová, viz obr. 53. Struktura materiálu při teplotách 673 a 723 K je srovnatelná, jak ilustruje obr. 54. Další zvýšení teploty na 773 K vede opět k růstu zrn. Větší počet zrn má rozměr minimálně 2 μm , některá však i výrazně více. Na obr. 55 například vidíme mimořádně velké zrno s rozměrem více než 5 μm . Obr. 56 ilustruje situaci v materiálu při teplotě 798 K. Mikrostruktura je podobná jako při 773 K, zrna však mají v průměru ještě o něco větší rozměr. Zrn s rozměrem menším než 2 μm je již velmi málo, zrna s velikostí přesahující 5 μm nejsou výjimkou. I největší pozorovaná zrna mají stále velikost do 10 μm . Ve styčných bodech tří zrn se hranice velmi často setkávají pod úhlem 120°.



Obr. 50: TEM – materiál v základním stavu po protlačování ECAP



Obr. 51: TEM – materiál v základním stavu po protlačování ECAP



Obr. 52: TEM – materiál žíhaný 1 hod. při teplotě 573 K



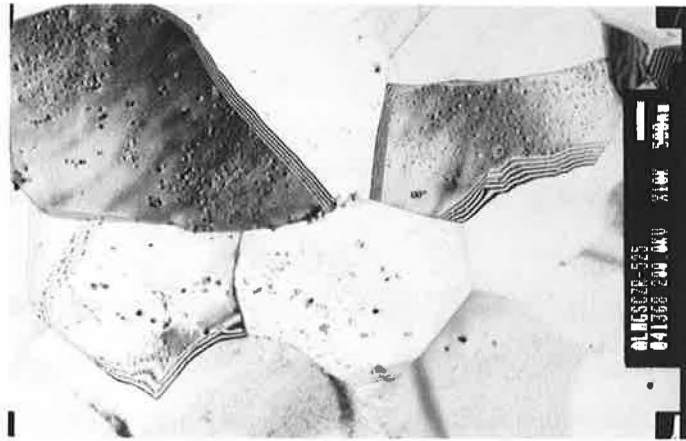
Obr. 53: TEM – materiál žíhaný 1 hod. při teplotě 673 K



Obr. 54: TEM – materiál žíhaný 1 hod. při teplotě 723 K



Obr. 55: TEM – materiál žíhaný 1 hod. při teplotě 773 K



Obr. 56: TEM – materiál žíhaný 1 hod. při teplotě 798 K

6. DISKUZE

Naměřená závislost deformačního napětí na teplotě pro počáteční deformační rychlost $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, uvedená na obr. 12, je v souladu se závislostí očekávanou pro superplastickou deformaci [1]. Klesající úroveň deformačního napětí s rostoucí deformační teplotou je jednou ze základních charakteristik plastické deformace. Fakt, že materiál vykazuje jen velmi malé deformační zpevnění, rovněž odpovídá dosavadním experimentálním poznatkům o průběhu superplastické deformace. Nárůst deformačního napětí při teplotě 823 K je s největší pravděpodobností důsledkem hrubnutí jemnozrné struktury materiálu. Vzhledem k pozorovaným rozměrům zrn při teplotách 773 a 798 K lze předpokládat, že při teplotě 823 K již bude rozměr zrna natolik velký, že jeho vliv na úroveň deformačního napětí začne převažovat nad vlivem deformační teploty. Ze směrnice závislosti $\ln \sigma$ na $1/T$ může být podle vztahu (14) určena hodnota aktivační energie Q_ϵ , omezíme-li se na teplotní interval 573 - 798 K. Hodnota napětí pro deformační teplotu 823 K již leží, z výše uvedeného důvodu, mimo přibližně lineární závislost, kterou pozorujeme u nižších teplot. S použitím naměřených hodnot parametru m lze na základě vztahu (16) získat hodnotu aktivační energie při konstantním napětí Q_σ . Ta se pro studovaný materiál pohybuje v rozmezí od 79 kJ/mol při deformační teplotě 798 K do 112 kJ/mol při teplotě 573 K. Uvedené hodnoty jsou nižší než hodnota aktivační energie mřížkové difúze v Al (142 kJ/mol) [57], velmi dobře však odpovídají hodnotě aktivační energie difúze po hranicích zrn v Al (86 kJ/mol) [56]. Nejpresnější shody bylo dosaženo při deformační teplotě odpovídající optimálním podmínkám pro superplastickou deformaci, tj. přibližně 773 K (viz naměřená závislost tažnosti na deformační teplotě), kdy byla naměřena aktivační energie 87 kJ/mol. Je však třeba podotknout, že získané hodnoty mají pouze orientační charakter a bez dalšího výzkumu (například měření prahového napětí) z nich nelze získat jednoznačné informace o mechanizmech, které se při deformaci studovaného materiálu uplatňují. Pro srovnání uvádím výsledek Parka et al. [60], který získal pro komerční slitinu 5083 (Al - 4,4 Mg - 0,7 Mn - 0,15 Cr) připravenou metodou ECAP hodnotu aktivační energie 63 kJ/mol. Fakt, že je tato hodnota nižší než hodnota aktivační energie difúze po hranicích zrn v Al, Park zdůvodňuje nerovnovážnou strukturou hranic zrn ve studovaném materiálu.

Sigmoidální charakter naměřených závislostí $\log \sigma$ na $\log \dot{\epsilon}$ (obr. 14 a 15) souhlasí s průběhem očekávaným pro superplastický materiál. Úroveň deformačních napětí klesá

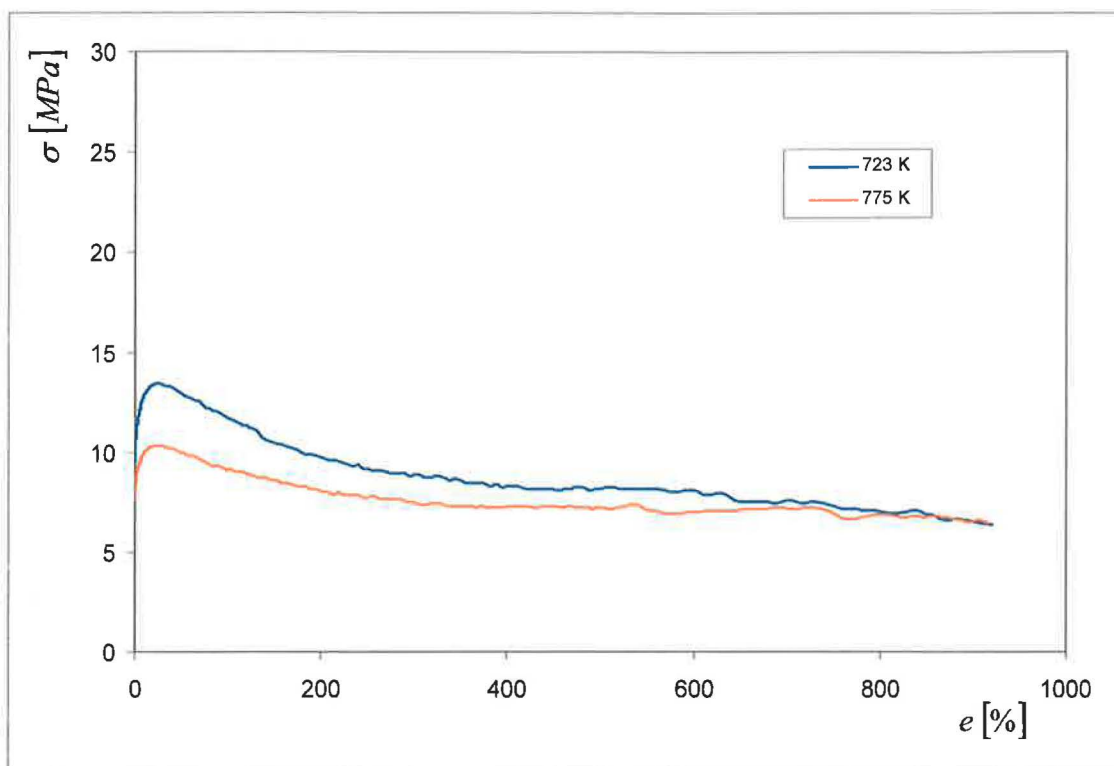
s rostoucí teplotou v intervalu 573 - 798 K, s dalším zvýšením teploty opět roste. Jedná se o stejný jev, jako v případě výše diskutovaných deformačních křivek pro počáteční deformační rychlost $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Naměřená závislost parametru rychlostní citlivosti na deformační teplotě rovněž splňuje očekávání. Nárůst hodnoty parametru m s rostoucí deformační teplotou je dalším charakteristickým rysem superplastické deformace. Maximální hodnoty parametru m jsou v případě studovaného materiálu poměrně vysoké, při teplotách 773 a 798 K je $m > 0,6$. Horita et al. [59] získal pro materiál Al - 3 Mg - 0,2 Sc připravený metodou ECAP maximální hodnotu parametru m rovnou 0,5 při deformační rychlosti mírně přes 10^{-2} s^{-1} , ovšem při výrazně nižší deformační teplotě 673 K. Lee et al. [52] srovnával superplastické vlastnosti slitin připravených metodou ECAP o složení Al - 3 Mg - 0,2 Zr, Al - 3 Mg - 0,2 Sc a Al - 3 Mg - 0,2 Sc - 0,12 Zr. V případě slitiny Al - Mg - Sc dospěl ke stejným výsledkům jako Horita, pro slitinu Al - Mg - Sc - Zr získal maximální hodnotu parametru rychlostní citlivosti opět 0,5, ale při vyšší deformační teplotě 773 K. Maximum se i v tomto případě nacházelo u deformační rychlosti $1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Slitina Al - Mg - Zr se při teplotách 673 K a 773 K, ale již ani při teplotě 573 K, vlivem hrubnutí jemnozrnné struktury nedeformovala superplasticky.

Do 798 K se nepozoruje výraznější vliv teploty na polohu maxima parametru m . Tento jev může být výsledkem dvou protichůdných vlivů. Zvýšení teploty by mělo superplastickou oblast II posunout směrem k vyšším deformačním rychlostem, zároveň však lze očekávat mírný nárůst velikosti zrna, který má vliv opačný. Deformační rychlost $1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, u níž pozorujeme maximální hodnoty parametru m se již blíží rychlostem charakteristickým pro tzv. vysokorychlostní superplasticitu, která má mimořádný význam při komerčním uplatnění superplastického tváření. Náhlý posun závislosti m na $\log \dot{\epsilon}$ k o jeden řád nižším deformačním rychlostem při teplotě 823 K lze přičíst výraznějšímu růstu zrna. Tento posun, spolu s pozorovaným nárůstem deformačního napětí, naznačuje, že při teplotě 823 K již precipitáty obsahující Zr a Sc v materiálu nejsou schopny efektivně blokovat pohyb hranic zrn. Velká část hranic je po zpracování materiálu metodou ECAP v nerovnovážném stavu, jak ostatně naznačují i pozorování TEM (obr. 50 a 51). Hnací silou růstu zrn je snaha materiálu přejít do stavu termodynamické rovnováhy. Hranice zrn mají při teplotě 823 K již velmi vysokou mobilitu, protože jejich migrace je spjata s tepelně aktivovanými procesy. Při takto vysoké teplotě nelze vyloučit ani hrubnutí blokujících částic, které vede k poklesu brzdící síly pro migraci hranic zrn [64]. Z těchto

důvodů nastane v momentě, kdy precipitáty přestanou být schopné hranice blokovat, rychlý růst zrn a materiál začne ztrácet své superplastické vlastnosti.

Z naměřených hodnot tažnosti (viz obr. 23), stejně jako z měření parametru rychlostní citlivosti, je však zřejmé, že precipitáty obsahující Zr a Sc jsou ve studovaném materiálu schopny stabilizovat jemnozrnnou strukturu do té míry, aby se mohl deformovat superplasticky ještě při teplotě 798 K. Tento fakt byl potvrzen i metodou TEM. Při teplotě 798 K mají i největší pozorovaná zrna stále velikost do 10 μm . Dosažené tažnosti 2130 % při 773 K a 1950 % při 798 K jsou mimořádně vysoké, řadí se k dosud nejvyšším dokumentovaným tažnostem u slitin Al - Mg. Uvedené výsledky jsou navíc ojedinělé tím, že takto vysoké hodnoty tažnosti byly pozorovány při neobvykle vysokých deformačních teplotách, což opět svědčí o velmi dobré schopnosti precipitátů obsahujících Zr a Sc stabilizovat jemnozrnnou strukturu. Pro srovnání například Horita et. al [59] zaznamenal u slitiny Al - 3 Mg - 0,2 Sc připravené metodou ECAP tažnost 2280 % při počáteční deformační rychlosti $3,3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, ovšem při podstatně nižší deformační teplotě 673 K. Lee et al. [52] zaznamenal u materiálu Al - 3 Mg - 0,2 Sc - 0,12 Zr maximální tažnost při počáteční deformační rychlosti $1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ a teplotě 773 K, což jsou podobné podmínky jako v případě mnou studovaného materiálu Al - 4,5 Mg - 0,2 Zr - 0,2 Sc. Zjištěná hodnota tažnosti 1680 % však byla nižší. Při počáteční deformační rychlosti $3,3 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ měl materiál tažnost již jen 1230 %. Tato počáteční deformační rychlost je přitom stále ještě nižší než počáteční deformační rychlost $4,5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, při níž jsem u materiálu Al - 4,5 Mg - 0,2 Zr - 0,2 Sc naměřil tažnost 2130 %.

Průběh deformačních křivek pro počáteční deformační rychlost $4,5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ a deformační teploty, při nichž byly pozorovány maximální hodnoty tažnosti (773 a 798K), viz obr. 22, odpovídá, stejně jako nízká úroveň deformačních napětí, dosavadním experimentálním poznatkům o superplastické deformaci. Pro srovnání uvádím na obr. 57 deformační křivky pro materiál Al - 1,5 Mg - 0,2 Zr - 0,2 Sc připravený metodou ECAP, deformovaný při teplotách 723 a 773 K s počáteční deformační rychlostí $2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Jedná se o výsledky experimentů, které jsem provedl mimo rámec této práce. Materiál Al - 1,5Mg - Zr - Sc nebyl z důvodu omezených rozměrů experimentální aparatury deformován až do lomu. Vidíme, že charakter deformačních křivek i úroveň deformačních napětí jsou u obou materiálů srovnatelné.



Obr. 57: Deformační křivky pro materiál Al - 1,5 Mg - 0,2 Zr - 0,2 Sc, $\dot{\epsilon}_0 = 2 \cdot 10^{-2} s^{-1}$

Hodnoty deformačních napětí, které uvádí Lee et al. [52] pro materiál Al - 3 Mg - 0,2 Sc - 0,12 Zr deformovaný různými deformačními rychlostmi při teplotě 773 K, jsou mnou získaným hodnotám pro Al - 4,5 Mg - 0,2 Zr - 0,2 Sc rovněž velmi blízké.

Srovnatelný průběh závislosti tažnosti a parametru rychlostní citlivosti na deformační teplotě dokumentuje další významný rys superplastické deformace, a sice fakt, že superplastické materiály dosahují mimořádně vysokých hodnot tažnosti především díky vysoké rychlostní citlivosti napětí. Tento jev byl blíže popsán v úvodu práce, v části 2.2.3.

Strukturní pozorování metodami světelné mikroskopie, AFM a TEM prokázala, že metodou ECAP lze u studované slitiny připravit ultrajemnozrnnou mikrostrukturu s velikostí zrna v submikronovém oboru. Mikrostruktura však není zcela homogenní, velikost zrna má poměrně širokou distribuci. V rámci větších zrn často pozorujeme nízkoúhlové hranice. V materiálu jsou navíc velké dislokační hustoty, hranice zrn se v TEM jeví jako neostře, což svědčí o tom, že jsou v nerovnovážném stavu. Všechny popsané jevy jsou s největší pravděpodobností důsledkem procesu ECAP. Při zvýšené teplotě se díky tepelně aktivovaným procesům zvýší mobilita dislokací, které tak mohou snadno putovat k nejbližším místům anihilace, jimiž jsou pravděpodobně hranice zrn.

Zvýšená teplota zároveň způsobí, že hranice zrn začnou přecházet do rovnovážného stavu. Důsledkem uvedených procesů je, že při teplotě 573 K již v materiálu nepozorujeme téměř žádné dislokace a hranice zrn se v TEM jeví jako výrazně ostřejší. Velikost zrn je však při teplotě 573 K stejná jako v základním stavu materiálu, protože migraci hranic brání precipitáty obsahující Zr a Sc. Při dalším zvyšování teploty precipitáty tuto schopnost postupně ztrácejí, proto pozorujeme mírný růst zrn až k velikostem několika μm při teplotě 798 K. Při této teplotě jsou úhly mezi jednotlivými hranicemi ve styčných bodech tří zrn zpravidla blízké 120° , což naznačuje, že se mikrostruktura blíží rovnovážnému stavu. Pozorovaný růst zrn při teplotách do 798 K lze však považovat za velmi mírný. Fakt, že i při teplotě 798 K jsou zrna menší než $10\mu\text{m}$, dokumentuje mimořádně velkou efektivitu kombinace příměsí Zr a Sc při stabilizaci jemnozrné mikrostruktury slitin Al - Mg připravených metodou ECAP. To ostatně potvrzuje i výše diskutované superplastické chování studovaného materiálu při vysokých deformačních teplotách. Pro srovnání Lee et al. [52] uvádí pro slitinu Al - 3 Mg - 0,2 Sc - 0,12 Zr v základním stavu po zpracování metodou ECAP průměrnou velikost zrna 300 nm, při 800 K však již $10\mu\text{m}$. Park et al. [14] studoval komerční slitinu 5083 s příměsí Sc (Al - 4,2 Mg - 0,6 Mn 0,1 Cr - 0,2 Sc). Po zpracování metodou ECAP uvádí velikost zrna 300 nm. V základním stavu materiálu po protlačování pozoroval Park rovněž vysoké dislokační hustoty a neostré hranice zrn. Při teplotě 723 K měl již materiál homogenní mikrostrukturu s velikostí zrna $8\mu\text{m}$. Langdon et al. [48] pozoroval u slitiny Al - 3 Mg - 0,2 Sc po zpracování metodou ECAP rovněž velikost zrna v submikronovém oboru, při 673 K velikost zrna ještě stále jen mírně přesahovala hodnotu $1\mu\text{m}$.

Metodou AFM byla v rámci jednotlivých zrn pozorována substruktura, tvořená útvary s velikostí řádově desítek až stovek nm. Pozorování TEM nepotvrdila původní hypotézu, že se jedná o subzrna. Navíc přítomnost tak vysokého počtu nízkoúhlových hranic i za vysokých teplot je nepravděpodobná. Je možné, že se jedná o oxidickou strukturu na povrchu vzorků. Nasvědčuje tomu závislost velikosti pozorovaných útvarů na podmínkách experimentu. Při teplotě 573 K jsou takřka nepozorovatelné, při teplotě 673 K již mají výrazně větší rozměry. Fakt, že při teplotě 723 K jsou tyto útvary opět menších rozměrů, lze vysvětlit vlivem argonové atmosféry, v níž byl vzorek deformován. Při teplotách nižších než 723 K argonová atmosféra použita nebyla. S dalším nárůstem teploty se rozměr pozorovaných útvarů opět zvětšuje. Vzorek, na němž byla tato struktura nejvýraznější, byl dodatečně znovu zbrúšen, vyleštěn, a poté opět zkoumán metodou AFM. Útvary byly

tentokrát takřka nepozorovatelné, což opět naznačuje, že by se mohlo jednat o povrchový efekt, nesouvisející se skutečnou mikrostrukturou studovaného materiálu.

Metoda AFM umožnila detailněji studovat průběh pokluzu po hranicích zrn v daném materiálu. Bylo prokázáno, že s použitím této metody je možné sledovat nejen změny vzájemných poloh zrn, ale i jejich rotaci. AFM tak představuje alternativu ke klasickým metodám, založeným na sledování poloh rýh na povrchu superplasticky deformovaného vzorku, či náročnější in situ SEM a TEM.

Měření rozdílu výšek sousedních zrn v místě, kde došlo k pokluzu, prokázala závislost velikosti jednotlivých pokluzů na deformační teplotě. Velikost pokluzů ve studovaném materiálu roste s teplotou. Zároveň je však vidět, že tato závislost má kvalitativně stejný průběh, jako závislost velikosti zrna na teplotě. Větší pokluzy na jednotlivých hranicích při teplotách 773 K a vyšších je tak spíše třeba interpretovat v kontextu růstu zrn, než v souvislosti s tepelnou aktivací. Při hrubnutí jemnozrné struktury se snižuje celkový počet hranic, které jsou pro průběh pokluzu po hranicích zrn během deformace k dispozici. Vzhledem k tomu, že pokluz po hranicích zrn je při superplastické deformaci hlavním deformačním mechanismem, zajišťujícím makroskopické prodloužení vzorku, musí nyní na jednotlivých hranicích docházet k větším pokluzům. Tím lze vysvětlit i ztrátu superplastických vlastností materiálu, v němž velikost zrna překročí určitou kritickou mez.

Lze očekávat, že při vzrůstající velikosti zrn, a v důsledku toho i vzrůstající velikosti pokluzů na jednotlivých hranicích, nastane při určité velikosti zrn, deformační rychlosti a deformační teplotě moment, kdy akomodační mechanismy (související pravděpodobně mimo jiné s difúzními ději, jak ostatně naznačují i získané hodnoty aktivační energie) přestanou v rámci jednotlivých pokluzů být schopny probíhat s potřebnou rychlostí. Z tohoto důvodu se začnou uplatňovat jiné mechanismy deformace, než je pokluz po hranicích zrn, které však již nevedou k superplastickým tažnostem.

Metodou AFM i metodou světelné mikroskopie byla ve studovaném materiálu dokumentována nehomogenita deformace. Byly pozorovány pásy, v nichž povrch vzorku zůstal nedeformovaný, což poukazuje na fakt, že v rámci těchto oblastí neprobíhal pokluz po hranicích zrn. Tento jev by teoreticky bylo možné vysvětlit na základě některého z modelů popisujících kooperativní pokluz po hranicích zrn (např. [42]), v nichž se skupiny zrn pohybují současně ve větších útvarech. Většina novějších modelů kooperativního pokluzu po hranicích zrn však předpokládá z důvodu potřeby akomodace

i určitou menší mírou pokluzu po hranicích zrn a rotace zrn v rámci těchto útvarů. Ty však u studovaného materiálu nebyly pozorovány, a to ani metodou AFM, která poskytovala detailnější informace o průběhu pokluzu po hranicích zrn než světelná mikroskopie.

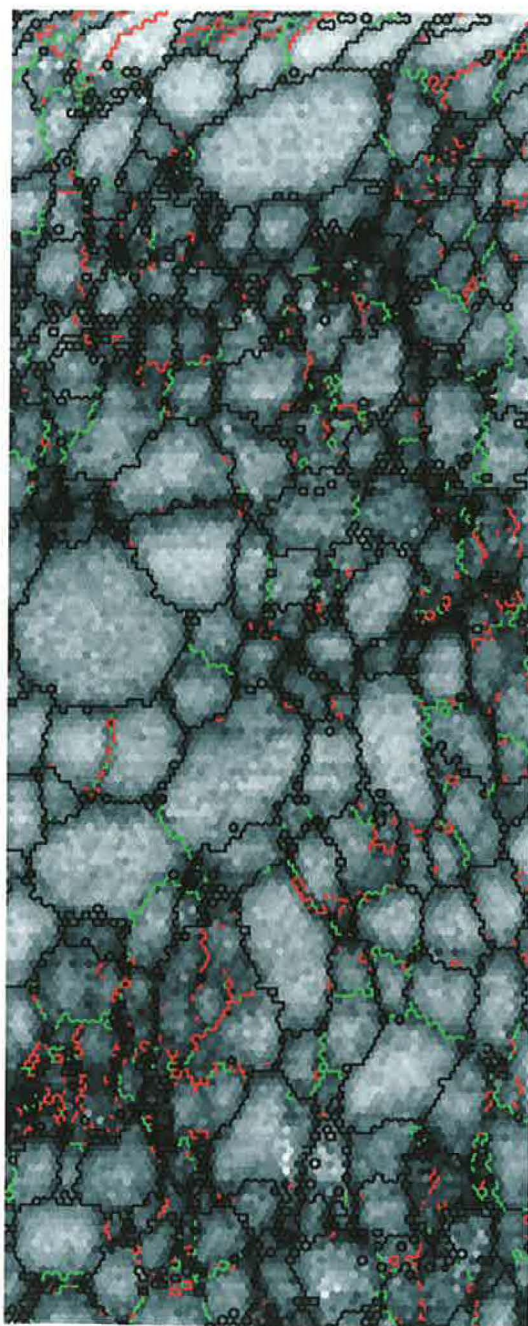
Příčinu nehomogenity deformace je třeba hledat spíše v nehomogenitě mikrostruktury materiálu v důsledku protlačování ECAP. Lowe et al. [45] v popisu typického průběhu vývoje mikrostruktury během ECAP uvádí, že při všech cestách protlačování kromě cesty C v materiálu vzniká jemnozrná struktura v deformačních páslech, jejichž hustota se zvyšuje s rostoucím počtem průchodů. Prangnell et al. [44] studoval metodou EBSD mikrostrukturu slitiny Al - 3 Mg - 0,2 Zr - 0,2 Fe připravené metodou ECAP s použitím různých cest protlačování. V případě rotace vzorku o 90° mezi jednotlivými průchody uvádí rovněž výskyt deformačních pásů, jehož důsledkem byla bimodální distribuce velikosti zrn, složená ze submikronových zrn a zrn s velikostí 4 - 6 μm.

Metodou TEM byla v materiálu Al - 4,5 Mg - 0,2 Zr - 0,2 Sc, studovaném v této práci, místy pozorována zrna větších rozměrů, než jaká byla viditelná metodami AFM a světelné mikroskopie. Vzhledem k tomu, že v případě AFM a optické mikroskopie byly ke zviditelnění jednotlivých zrn využity pokluzu po jejich hranicích, nabízí se vysvětlení, že zrna větších rozměrů pozorovaná TEM se nacházela právě v oblastech, kde k pokluzům nedocházelo. Tuto domněnku potvrdily experimentální výsledky, získané metodou EBSD [65]. Obr. 58 a 59 dokumentují mikrostrukturu materiálu staticky žíhaného po dobu 1 hod. při teplotách 773 a 798 K. Vysokouhlové a nízkouhlové hranice jsou barevně odlišeny. Černá barva označuje misorientaci větší než 10°, zelená odpovídá 5 - 10°, červená označuje misorientaci menší než 5°. Data byla získána na mikroskopu Philips XL30 FEG.

Vidíme, že mikrostruktura není homogenní, pásy obsahující převážně malá zrna jsou odděleny pásy se zrny podstatně většími. Šířka pásů tvořených velkými zrny navíc při obou teplotách přibližně odpovídá šířce nedeformovaných pásů pozorovaných v materiálu metodou světelné mikroskopie. Tato korelace byla potvrzena i při teplotě 673 K, výsledky však v tomto případě nejsou zcela průkazné z důvodu menší plochy oblasti zobrazené metodou EBSD v poměru k charakteristické šířce pásů při dané teplotě.

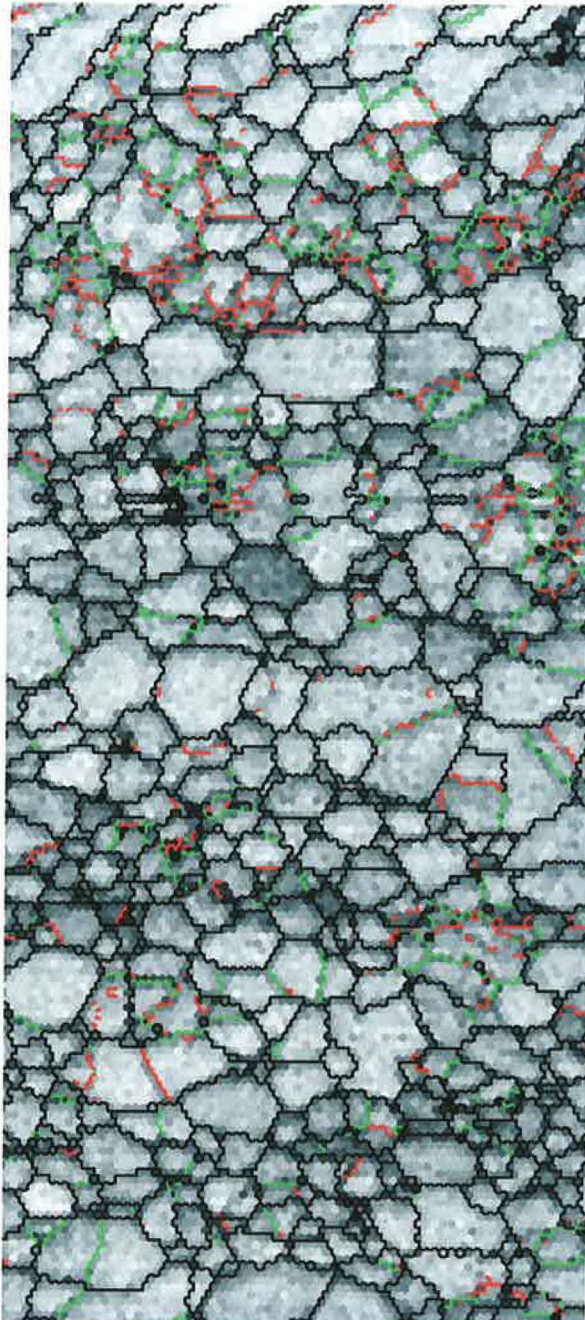
Pokluz po hranicích zrn u studovaného materiálu probíhá především v oblastech, kde se vyskytují pokud možno co nejmenší zrna, v páslech tvořených zrny většími deformace probíhá minimálně. Nehomogenita deformace je v tomto případě tedy ve velké míře způsobena nehomogenitou mikrostruktury materiálu v důsledku protlačování ECAP.

Z tohoto důvodu se při hledání optimálního postupu pro přípravu ultrajemnozrných materiálů metodou ECAP jeví jako klíčové zaměřit se kromě velikosti zrn a charakteru hranic především na homogenitu mikrostruktury, chceme-li získat materiály vykazující vysokorychlostní superplasticitu.



4.50 μm = 15 steps

Obr. 58: EBSD – materiál Al – 4,5 Mg – 0,2 Zr – 0,2 Sc připravený metodou ECAP, žíhaný 1 hod. při teplotě 773 K



7.50 μm = 15 steps

Obr. 59: EBSD – materiál Al – 4,5 Mg – 0,2 Zr – 0,2 Sc připravený metodou ECAP, žíhaný 1 hod. při teplotě 798 K

7. ZÁVĚR

V práci byla studována vysokoteplotní plastická deformace materiálu Al – 4,5 Mg – 0,2 Zr – 0,2 Sc, připraveného metodou ECAP. Byla provedena série deformačních zkoušek při teplotách 573 – 823 K. Mikrostruktura materiálu byla studována metodami světelné mikroskopie, AFM a TEM.

Výsledky deformačních zkoušek prokázaly superplastické vlastnosti studovaného materiálu při teplotách 573 – 798 K. Při teplotě 823 K již materiál superplastické vlastnosti ztrácí. Při teplotách 773 a 798 K byly při počáteční deformační rychlosti $4,5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ dosaženy extrémně vysoké hodnoty tažnosti 2130 % resp. 1950 %. Jedná se o dosud nejvyšší hodnoty tažnosti dokumentované u slitiny Al – Mg za takto vysokých deformačních teplot. Při teplotě 573 K a počáteční deformační rychlosti $4,5 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ byla naměřena tažnost 410 %. Materiál tedy vykazuje na jedné straně vysokorychlostní superplasticitu i za velmi vysokých teplot, na druhé straně současně i superplasticitu nízkoteplotní.

Při teplotách 773 – 798 K nabýval parametr rychlostní citlivosti maximální hodnoty $m > 0,6$ v blízkosti deformační rychlosti $1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Pro deformační teplotu 773 K, při níž bylo dosaženo nejvyšší hodnoty tažnosti, byla získána hodnota aktivační energie při konstantním napětí $Q_\sigma = 87 \text{ kJ/mol}$, odpovídající hodnotě aktivační energie difúze po hranicích zrn v Al. Naměřené závislosti $\log \sigma$ na $\log \dot{\epsilon}$ mají sigmoidální charakter, typický pro superplastické materiály. Teplotní závislost tažnosti koreluje s teplotní závislostí parametru rychlostní citlivosti.

Strukturní pozorování prokázala, že přípravou materiálu Al - 4,5 Mg - 0,2 Zr - 0,2 Sc metodou ECAP se podařilo docílit ultrajemnozrné mikrostruktury, s velikostí zrna v submikronovém oboru. Se zvyšováním deformační teploty sice dochází k růstu zrn, mikrostruktura přesto zůstává jemnozrná až do teploty 798 K. Při ní mají zrna ještě stále velikost menší než 10 μm . Tato pozorování, spolu s dosaženou tažností blízkou hodnotě 2000 % při deformační teplotě 798 K, prokázala mimořádně velkou efektivitu kombinace příměsí Zr a Sc při stabilizaci jemnozrné struktury studovaného materiálu.

Metodou AFM byla v rámci jednotlivých zrn pozorována substruktura. Pozorování TEM však nepotvrdila hypotézu, že se jedná o subzrna. Závislost velikosti těchto útvarů na

podmínkách experimentu, zejména pak na deformační teplotě, naznačuje, že by mohlo jít o povrchový efekt nesouvisející se skutečnou mikrostrukturou materiálu. Jednoznačné zodpovězení této otázky je však podmíněno dalším výzkumem.

Studium mikrostruktury ukázalo, že dominantním deformačním mechanismem při superplastické deformaci studovaného materiálu je pokluz po hranicích zrn. Metodou AFM byla kromě velké míry pokluzu po hranicích zrn dokumentována i rotace zrn. Pomocí této metody bylo rovněž zjištěno, že velikost jednotlivých pokluzů má přibližně stejnou závislost na teplotě deformace jako velikost zrna. Zvyšováním velikosti jednotlivých pokluzů s rostoucím zrnem lze vysvětlit ztrátu superplastických vlastností materiálu při překročení určité kritické velikosti zrna.

Dále bylo zjištěno, že deformace ve studovaném materiálu neprobíhá homogenně. Existují v něm přibližně 10 – 30 μm široké pásy, v nichž nedochází k pokluzu po hranicích zrn. Výsledky strukturních pozorování metodami TEM a EBSD naznačují, že jde o důsledek nehomogenity mikrostruktury materiálu po protlačování ECAP. Pásy submikronových zrn jsou ve studovaném materiálu odděleny oblastmi se zrny většího rozměru. Během superplastické deformace pak pokluz po hranicích zrn probíhá přednostně v oblastech, kde je rozměr zrn nejmenší.

8. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] J. W. Edington, K. N. Melton, C. P. Cutler, *Progr. Mat. Sci.* 21 (1976) 61
- [2] M. De Jong, G. W. Rathenau, *Acta Met.* 7 (1959) 246
- [3] P. Málek, *Strukturní superplasticita kovových materiálů*, habilitační práce, 2003
- [4] P. Lukáč, *Pokroky matematiky, fyziky a astronomie* 36 (1991) 91
- [5] P. J. Wray, *J. Appl. Phys.* 41 (1970) 3347
- [6] B. M. Watts, M. J. Stowell, *J. Mat. Sci.* 6 (1971) 228
- [7] M. A. Clark, T. H. Alden, *Acta Met.* 21 (1973) 1195
- [8] F. A. Mohamed, M. M. I. Ahmed, T. G. Langdon: *Metall. Trans.* 8A (1977) 933
- [9] D. H. Avery, J. M. Stuart, 14th Sagamore Army Materials Research Conf., Raquette Lake, N. Y. (1967)
- [10] W. B. Morrison, *Trans. Quart. A.S.M.* 61 (1968) 423
- [11] S. Sagat, University of Waterloo, Ph. D. Thesis (1971)
- [12] R. S. Mishra, S. X. McFadden, A. K. Mukherjee, NATO Advanced Research Workshop on Investigations of Severe Plastic Deformation, Moskva (1999), s. 233
- [13] R. S. Mishra, R. Z. Valiev, S. X. McFadden, A. K. Mukherjee, *Mat. Sci. Eng.* A252 (1998) 174
- [14] K. T. Park, D. Y. Hwang, Y. K. Lee, Y. K. Kim, D. H. Shin, *Mat. Sci. Eng.* A341 (2003) 273
- [15] C. B. Fuller, A. R. Krause, D. C. Dunand, D. N. Seidman, *Mat. Sci. Eng.* A338 (2002) 8
- [16] T. G. Langdon, *J. Amer. Ceram. Soc.* 51 (1972) 630
- [17] P. Málek, M. Cieslar, *Mat. Sci. Eng.* A234 - 236 (1997) 782
- [18] K. A. Padmanabhan, G. J. Davies, *Superplasticity*, Berlín, Springer Verlag 1980
- [19] A. Ball, M. M. Hutchinson, *Metal. Sci. J.* 3 (1969) 1
- [20] T. H. Alden, *Acta Met.* 15 (1967) 469
- [21] D. Lee, *Acta Met.* 17 (1969) 1057
- [22] H. W. Hayden, J. H. Brophy, *Trans. Quart. A. S. M.* 61 (1968) 542

- [23] R. D. Schmidt-Whitley, *Z. Metallk.* 64 (1973) 552
- [24] S. W. Zehr, W. A. Backofen, *Trans. Quart. A. S. M.* 61 (1968) 300
- [25] H. Naziri, R. Pearce, *J. Inst. Metals* 97 (1969) 326
- [26] C. M. Packer, R. H. Johnson, O. D. Sherby, *Trans. A. I. M. E.* 242 (1968) 2485
- [27] F. R. N. Nabarro, *Report on Conference on Strength of Solids*, Physical Society London (1948), s. 75
- [28] R. L. Coble, *J. Appl. Phys.* 34 (1963) 1679
- [29] R. Raj, M. F. Ashby, *Met. Trans.* 2 (1971) 1113
- [30] H. W. Hayden, R. C. Gibson, H. F. Merrick, J. H. Brophy, *Trans. Quart. A. S. M.* 60 (1967) 3
- [31] P. Chaudhari, *Acta Met.* 15 (1967) 1777
- [32] A. Karim, *Met. Trans.* 1 (1970) 1045
- [33] L. C. A. Samuelsson, K. N. Melton, J.W. Edington, *Proc. 8th Int. Cong. on Elec. Mic.* 1 (1974) 566
- [34] A. K. Mukherjee, *Mater. Sci. Eng.* 8 (1971) 83
- [35] M. F. Ashby, R. A. Verrall, *Acta Met.* 21 (1973) 149
- [36] O. A. Kajbyšev, R. Z. Valiev, A. K. Emaletdinov, *Phys. Stat. Sol. (a)* 90 (1985) 197
- [37] R. Z. Valiev, O. A. Kajbyšev, V. I. Sergejev, M.G. Zelin, *Res Mechanica* 12 (1984) 219
- [38] M. G. Zelin, Q. Li, A. K. Mukherjee, *Proc. TMS Conf. Symp. on Superplasticity and Superplastic Forming, Las Vegas NV, 1995*
- [39] R. Raj, M.F. Ashby, *Metal. Trans. A* 2 (1971) 1113
- [40] M. G. Zelin, A. K. Mukherjee, *Mater. Sci. Eng.* A208 (1996) 210
- [41] M. G. Zelin, A. K. Mukherjee, *Philos. Mag. A* 68 (1993) 1183
- [42] O. A. Kajbyšev, A. I. Pšeničňuk, V. V. Astanin, *Acta Mater.* 46 (1998) 4911
- [43] R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, *Progr. Mat. Sci.* 45 (2000) 103
- [44] P. B. Prangnell, A. Gholinia, M. V. Markušev, *NATO Advanced Research Workshop on Investigations of Severe Plastic Deformation, Moskva (1999)*, s. 65
- [45] T. C. Lowe, Y. T. Zhu, S. L. Semiatin, D. R. Berg, *NATO Advanced Research Workshop on Investigations of Severe Plastic Deformation, Moskva (1999)*, s. 347

- [46] V. M. Segal, V. I. Reznikov, A. E. Drobyševskij, V. I. Kopylov, Russ. Metall 1 (1981) 99
- [47] R. Z. Valiev, A. V. Korznikov, R. R. Muljukov, Mat. Sci. Eng. A 168 (1993) 141
- [48] T. G. Langdon, M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, NATO Advanced Research Workshop on Investigations of Severe Plastic Deformation, Moskva (1999), s. 149
- [49] V. M. Glazov, G. Lasarev, Korolkov, Metalloved. Term. Orab. Met. 10 (1959) 48
- [50] S. K. Pandey, D. K. Gangopadhyay, C. Suryanarayana, Z. Metallkd. (1) 77 (1986) 12
- [51] N. Ryum, Acta Met. 17 (1969) 269
- [52] S. Lee, A. Utsunomiya, H. Akamatsu, K. Neishi, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon, Acta Mater. 50 (2002) 553
- [53] O. P. Naumkin, V. F. Terekhova, E. M. Savitskij, Izv. Akad. Nauk SSSR, Met. 4 (1965) 128
- [54] M. E. Drits, E. S. Kadaner, T. V. Dobatkina, N. I. Turkina, Izv. Akad. Nauk SSSR, Met. 4 (1973) 213
- [55] S. Fujikawa, J. Japan. Inst. Light Metals 49 (1999) 128
- [56] S. J. Rothman, N. J. Peterson, L. J. Lowicki, L. C. Robinson, Phys. Stat. Sol. B63 (1974) 29
- [57] T. S. Lundy, J. F. Murdock, J. Appl. Phys. 33 (1968) 1671
- [58] T. G. Langdon, Mater. Sci. Forum 304-306 (1999) 13
- [59] Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, A. J. Barnes, T. G. Langdon, Acta Mater. 48 (2000) 3633
- [60] K. T. Park, D. Y. Hwang, S. Y. Chang, D. Y. Shin, Met. Mater. Trans. A 33 (2002) 2859
- [61] R. G. Fleck, C. J. Beevers, D. M. R. Taplin, J. Mat. Sci. 9 (1974) 1737
- [62] N. J. Petch, J. I. S. I. 173 (1953) 25
- [63] J. L. Murray, *Phase Diagrams of Binary Magnesium Alloys*, 1988
- [64] C. Zener, citováno soukromé sdělení v C. S. Smith, Trans. A. I. M. E. 175 (1949) 11
- [65] T. Kruml, nepublikované výsledky