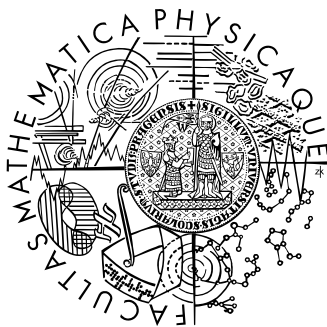


Univerzita Karlova v Praze  
Matematicko-fyzikální fakulta  
**DIPLOMOVÁ PRÁCE**



Tomáš Krajňák

**Studium vývoje mikrostruktury jemnozrnných IF ocelí**

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí diplomové práce: RNDr. Kristián Máthis, PhD.

Studijní program: fyzika, fyzika kondenzovaných soustav a materiálů

**Pod'akovanie:** Chcel by som poďakovať pani Marte Čepovej za pomoc pri príprave vzoriek a svetelnej mikroskopii. RNDr. Kristiánovi Máthisovi, PhD. ďakujem za vedenie mojej diplomovej práce, za jeho pomoc pri jej meraní a pripomienok a rád pri písaní.

Prof. H.S. Kimovi ďakujem za poskytnutie vzoriek. Ďalej ďakujem Mgr. Milanovi Dopitovi za preskúmanie mikroštruktúry pomocou EBSD, RNDr. Milošovi Janečkovi, CSc. za vyhotovenie TEM snímky a Doc. RNDr. Radomírovi Kuželovi, CSc. za premeranie a pomoc pri vyhodnotení textúry. Doc. RNDr. Jenő Gubiczovi, CSc. ďakujem za pomoc pri meraní a vyhodnocovaní röntgenových difrakčných profilov.

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

V Praze dne

*Tomáš Krajňák*

# Obsah

|       |  |    |
|-------|--|----|
| 1     | Teoretická časť  | 5  |
| 1.1   | Úvod.....  | 5  |
| 1.2   | Kanálové uhlové pretlačovanie (ECAP-Equal Channel Angular Pressing)..... | 6  |
| 1.3   | IF oceľ (interstitial-free steel).....                                   | 10 |
| 2     | Experimentálne metódy  | 11 |
| 2.1   | Meranie mikrotvrdości podľa Vickersa .....                               | 11 |
| 2.2   | Svetelná a transmisná elektrónová mikroskopia .....                      | 12 |
| 2.3   | Difrakcia spätne odrazených elektrónov (EBSD).....                       | 12 |
| 2.3.1 | Princíp metódy .....   | 13 |
| 2.3.2 | Príprava vzoriek na EBSD meranie .....                                   | 15 |
| 2.3.3 | Druhy experimentov EBSD .....  | 16 |
| 2.3.4 | Dostupné informácie získané z EBSD .....                                 | 17 |
| 2.4   | Analýza röntgenových difrakčných profilov.....                           | 18 |
| 2.4.1 | Teoretický princíp .....   | 18 |
| 2.4.2 | Program CMWP-fit (Convolutional Multiple Whole Profile).....             | 20 |
| 2.5   | Príprava vzoriek na merania .....  | 23 |
| 2.6   | Textúra a jej meranie.....   | 23 |
| 3     | Experimentálne výsledky  | 25 |
| 3.1   | Mikrotvrdosť.....  | 25 |
| 3.2   | Metalografia vzoriek.....  | 26 |
| 3.3   | Transmisná elektrónová mikroskopia .....                                 | 32 |
| 3.4   | Teplotná stabilita.....  | 34 |
| 3.5   | Difrakcia spätne odrazených elektrónov (EBSD).....                       | 36 |
| 3.6   | Štúdium mikroštruktúry pomocou analýzy rtg difrakčných profilov .....    | 39 |
| 3.7   | Textúra .....  | 42 |
| 3.8   | Mechanické vlastnosti.....   | 46 |
| 4     | Diskusia   | 52 |
| 5     | Záver  | 55 |
| 6     | Literatúra   | 57 |

*Název práce:* Studium vývoje mikrostruktury jemnozrnných IF ocelí

*Autor:* Tomáš Krajňák

*Katedra :* Katedra fyziky materiálů

*Vedoucí diplomové práce:* RNDr. Kristián Máthis, PhD.

*e-mail vedoucího:* [mathis@met.mff.cuni.cz](mailto:mathis@met.mff.cuni.cz)

*Klíčová slova:* kanálové uhlové pretlačovanie, mikrotvrdosť, veľkosť zrna, mikroštruktúra

*Abstrakt:* Kanálové uhlové pretláčanie (ECAP – equal channel angular pressing) patrí medzi pokrokové metódy zlepšovania mechanických vlastností materiálov. Táto práca sa zaoberá skúmaním vplyvu počtu pretlačaní cestou  $B_C$  na veľkosť zrna, hustotu a typ dislokácii, vývoj mikroštruktúry a mechanické vlastnosti IF ocelí pomocou svetelnej mikroskopie, difrakcie spätne odrazených elektrónov (EBSD), analýzy röntgenových difkračných profilov, meraním mikrotvrdoosti a ťahovými deformačnými skúškami. Bolo zistené, že veľkosť zrna klesá so zvyšujúcim sa počtom pretlačaní. Súčasne mikrotvrdosť, hustota dislokácii a medza pevnosti narastá. Pozoroval sa aj vývoj mikroštruktúry so zvyšujúcim sa počtom pretlačaní, pričom sa sústredilo na tvorbu vysokouhlových hraníc.

*Title:* Microstructural evolution of equal-channel angular pressed IF steel

*Author:* Tomáš Krajňák

*Department:* Department of Physics of Materials

*Supervisor:* RNDr. Kristián Máthis, PhD.

*Supervisor's e-mail address:* [mathis@met.mff.cuni.cz](mailto:mathis@met.mff.cuni.cz)

*Keywords:* ECAP – equal channel angular pressing, microhardness, grain size, microstructure

*Abstract:* Equal channel angular pressing (ECAP) belongs to advanced technologies for improving mechanical properties of materials. In the present work the influence of number of pressing by route  $B_C$  on grain size, density and type of dislocation, evolution of microstructure and mechanical properties of IF steel has been investigated by means of optical microscopy, electron back-scattering diffraction (EBSD), diffraction profile analysis, microhardness testing and tensile deformations. It has been found, that the grain size decreasing with increasing number of passes. Simultaneously, the microhardness, density of dislocation and maximum true strength has been increased. The evolution of microstructure with increasing pressing number, particularly the forming of high-angle boundaries has been also examined.

# Kapitola 1

## Teoretická časť

### 1.1 Úvod

V súčasnej doba sa vyvíja veľké množstvo moderných materiálov, ktorých vlastnosti by mali vyhovovať neustále zvyšujúcim sa požiadavkám. V poslednom desaťročí sa jedná hlavne o prudký nárast záujmu o submikrokryštalické a nanokryštalické kovové materiály. Príčinou toho je skutočnosť, že u takýchto materiálov sa predpokladajú lepšie mechanické vlastnosti v porovnaní s materiálmi, ktoré majú hrubšiu štruktúru zrna. Tento predpoklad je vykonaný na základe známeho Hall-Petchova vzťahu, v ktorom je medza klzu závislá na  $d^{-1/2}$  rozmeru zrna a teda s jeho zmenšením dochádza k zvýšeniu pevnosti materiálov.

Schopnosť pripraviť materiály s lepšími pevnostnými vlastnosťami umožní použitie konštrukčných prvkov s menším prierezom, čím dôjde k zníženiu hmotnosti celých konštrukcií. Dobrá húževnatosť prispieje k zlepšeniu bezpečnosti konštrukcií (ocel pre diaľkové plynovody, automobilový priemysel, mosty, výškové budovy, veže pre podmorskú ťažbu, zliatiny hliníku v leteckom priemysle atď.). Taktiež kombinácia vysokej pevnosti, húževnatosti s biokompatibilitou zabezpečí väčšiu životnosť súčiastok (titan v implantátoch).

Všetky tieto skutočnosti viedli k vývoji rôznych metód prípravy ultrajemnozrných mikroštruktúr, založených na použití extrémnej plastickej deformácii hrubozrných materiálov. Z doposiaľ známych poznatkov je možné vniesť extrémnu deformáciu do materiálov za predpokladu, že je aplikované vysokotlakové namáhanie a deformačným mechanizmom je strih. Uvedené predpoklady sú splnené napr. v prípade použitia metódy extrudovania a metódy kanálového uhlového pretlačovania (ECAP), pri ktorej na rozdiel od extrúzie nedochádza k zmene tvaru a rozmeru vzoriek. Metódou ECAP je možné obecné dosiahnuť veľkosť zŕn dosahujúcu niekoľko stoviek nanometrov [1- 4], čo je ešte stále ďaleko od nanometrického merítka, za ktorého hornú hranicu sa považuje  $0,1\mu\text{m}$ . Pre pochopenie mechanizmu vývoja mikroštruktúry materiálov pripravených metódami extrémnej plastickej deformácie je veľmi dôležité zistiť podiel subzŕn vzniknutých zotavením a podiel zŕn oddelených vysokouhlovými hranicami (uhol dezorientácie je medzi  $10-15^\circ$ ), ktoré vznikajú rekryštalizáciou. Toto zistenie je rovnako dôležité aj z pohľadu mechanických vlastností, nakoľko zrna s veľkouhlovými hranicami podstatnejšie ovplyvňujú mechanické vlastnosti než subzrna oddelené nízkouhlovými hranicami. Pri dosiahnutí veľkosti zŕn pod cca  $0,3\mu\text{m}$ , sa už

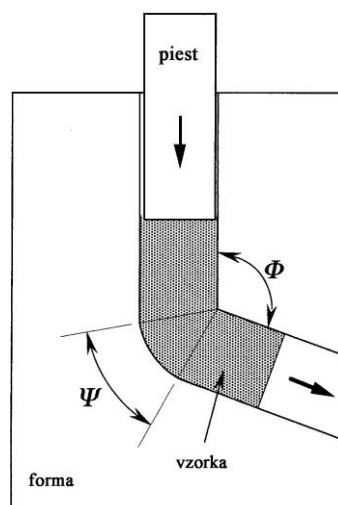
neuplatňuje klasický mechanizmus plastickej deformácie realizovaný sklzom dislokácií. To je spôsobené v najväčšej miere nárastom podielu hraníc zŕn v štruktúre, poklesom hustoty dislokácií vo vnútri zŕn a lokalizácia deformácie do strihovných pásov.

Súčasný vývoj ultrajemnozrných materiálov sa zaoberá problémami nižšej úrovne plastických vlastností, nehomogenitami štruktúry v prierezu pretlačovaných polotovarov a tepelnej stability mikroštruktúry.

## 1.2 Kanálové uhlové pretlačovanie (ECAP-Equal Channel Angular Pressing)

Patrí dnes medzi najviac rozvinuté metódy zjemňovania zŕn v polykryštalických materiáloch využívajúce extrémnu plastickej deformáciu. Vypracoval ju V.M. Segal [5] so svojimi spolupracovníkmi v 70-80 rokoch minulého storočia. Použitie tejto metódy je možné pre široké spektrum materiálov a umožňuje vzniku ultrajemnozrnej štruktúry v celom objeme vzorky, bez výskytu reziduálnych dutín.

Podstatou ECAPu je extrémna deformácia vzorky uskutočnená jednoduchým strihom. Pri tejto metóde je vzorka tvaru hranolu pretlačená pomocou piestu cez formu, ktorá obsahuje dva kanály rovnakého prierezu, krížiace sa pod určitým uhlom. Pretlačovanie prebieha buď za izbovej alebo zvýšenej teploty. Pre vývoj mikroštruktúry a výsledné vlastností vzorky je podstatný počet priechodov a spôsob otáčania vzorky po každom priechode. V mieste kríženia sa dvoch častí kanálov, dochádza k aplikácii šmykového napätia. Prierez formou a dva uhly  $\phi, \psi$  charakterizujúce uhlový pomer kanálov sú znázornené na Obr.1 [6].



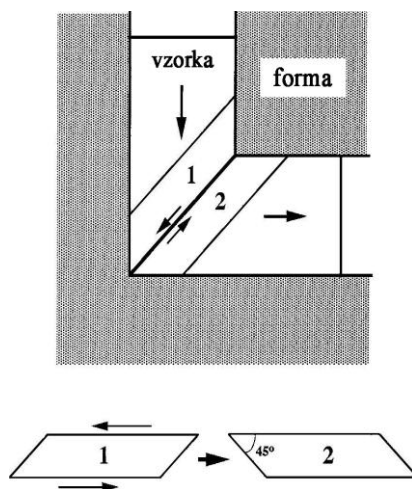
*Obr. 1 – Schéma metódy ECAP [6].*

Vnútorňý uhol  $\phi$  sa nachádza medzi kanálmi a uhol  $\psi$  na vonkajšom oblúku zakrivenia, kde sa oba kanály pretínajú. Veľkosť deformácie pôsobiacej na vzorku pri prechode formou je závislá na hodnote uhlov  $\phi$  a  $\psi$ . Nakoľko po pretlačení vzorky ostáva prierez vzorky nemenný, je možné vzorku pretlačovať opakovane. Týmto spôsobom môžeme akumulovať deformáciu. Celková strihová deformácia  $\varepsilon_N$  nahromadená sériou opakovaných pretlačovaní je dané vzťahom [7]:

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[ 2 \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \phi \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \right], \quad (1.1)$$

kde  $N$  určuje celkový počet pretlačovaní a  $\phi, \psi$  sú uhly definované vyššie. Pre hodnotu uhlu  $\phi = 90^\circ$  je napätie uložené počas prvého prechodu formou vo vzorke blízke 1 pre všetky hodnoty uhlu  $\psi$  a teda jeho hodnota po  $N$  prechodoch činí približne  $N$ .

Smer strihového napätia pôsobiaceho na vzorku pri jej prechode formou je znázornený na Obr. 2, v ktorom uvažujeme pre jednoduchosť uhol  $\phi = 90^\circ$  [6].



**Obr. 2** – Smer pôsobenia napätia [6].

Takto pôsobí jednoduchý strih na deformačné roviny, medzi dvoma hraničiacimi časťami označenými **1** a **2**.

Po prvom pretlačení vzorky je možné jej rotáciou okolo pozdĺžnej osi a následným pretláčaním aktivovať ďalšie sklzové systémy a meniť tým charakteristiky strihového namáhania. Táto skutočnosť umožňuje definovať štyri základné deformačné cesty pretlačovania:

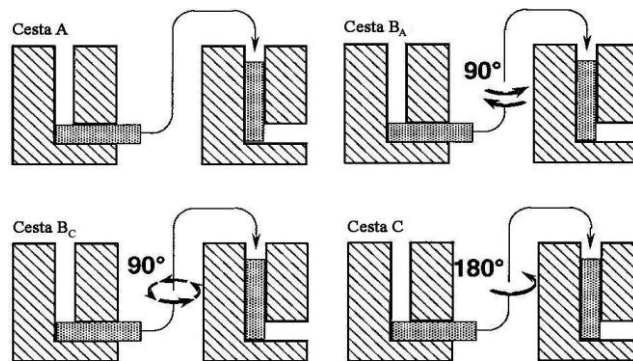
Cesta **A**: vzorka nie je rotovaná medzi opakovaným pretlačovaním.

Cesta **B<sub>A</sub>**: vzorka je po každom pretlačení striedavo pootočená o 90°.

Cesta **B<sub>C</sub>**: vzorka sa otáča o 90° v rovnakom smere pred každým pretlačení.

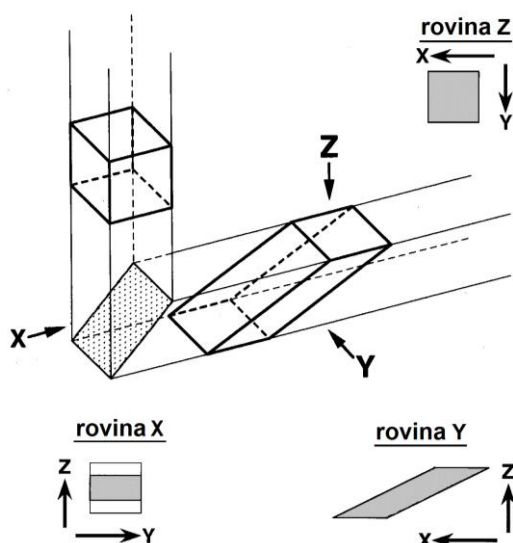
Cesta **C**: vzorka je pootočená o 180° medzi každým pretlačení.

Princíp týchto odlišných deformačných ciest je znázornený na Obr. 3[6].



**Obr. 3** – Štyri deformačné cesty pre opakované pretlačovanie vzorky [6].

Pri použití formy s uhlom  $\phi = 90^\circ$  je cesta **B<sub>C</sub>** najefektívnejšia pre vývoj objemných ultrajemnozrných štruktúr zložených z homogénnych a rovnoosých zŕn oddelených veľkouglovými hranicami. Účinok týchto ciest môže byť vysvetlený pomocou zmien, ku ktorým dochádza pri pretlačení základného prvku tvaru kocky naprieč formou s uhlami  $\phi = 90^\circ$  a  $\psi = 0$ . Situácia pre jeden priechod, pri ktorom sa kocka deformuje na kosodĺžnik je schematicky znázornená na Obr. 4 [8]. V obrázku sú rovnako znázornené rezy výsledného kosodĺžniku charakteristickými rovinami X, Y, Z.



**Obr. 4** – Deformácie vzorky tvaru kocky pri prechode formou [8].



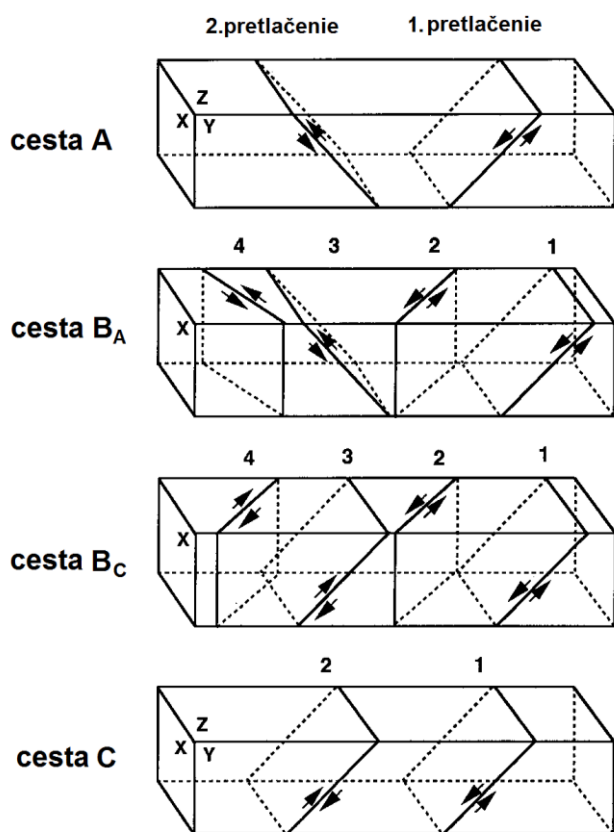
Ďalšie zmeny tvaru skúšobnej vzorky z pohľadu rovín X, Y, Z až do počtu pretlačení 8, štyrmi rôznymi deformačnými cestami je znázornený na Obr. 5 [8].

| Cesta          | Rovina | Počet pretlačení |   |   |   |   |   |   |   |   |
|----------------|--------|------------------|---|---|---|---|---|---|---|---|
|                |        | 0                | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| A              | X      |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|                | Y      |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|                | Z      |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
| B <sub>A</sub> | X      |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|                | Y      |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|                | Z      |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
| B <sub>C</sub> | X      |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|                | Y      |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|                | Z      |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
| C              | X      |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|                | Y      |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |
|                | Z      |                  |   |   |   |   |   |   |   |   |

Obr. 5 – Strihové charakteristiky pre štyri deformačné cesty [8].

Z obrázku je vidieť, že pretlačovanie cestou A ma za následok nárast deformácie vzorky v rovinách X a Y ale v rovine Z k deformácii nedochádza. Cesta B<sub>A</sub> spôsobuje zvyšovanie deformácie vo všetkých troch kolmých rovinách. Pri ceste B<sub>C</sub> nadobúda skúšobná vzorka počiatočný tvar po každom 4 pretlačení a pri ceste C dokonca už po každom druhom. Avšak napriek tomu je medzi nimi jasný rozdiel, nakoľko pri ceste B<sub>C</sub> je vzorka deformovaná vo všetkých troch rovinách, pričom pri ceste C nedochádza v rovine Z k deformácii.

Rotáciou vzoriek medzi jednotlivými pretlačeními dochádza k aktivácii rôznych sklzových rovín. Porovnanie týchto rovín, ktoré sa aktivujú vo vnútri materiálu pri každej so štyroch ciest prípravy je znázornené na Obr. 6 [6]. V ňom sú 1 až 4 onačené roviny, v ktorých smyk nastane v priebehu prvých štyroch pretlačení formou. Charakteristické roviny vzorku X,Y,Z sú v ňom rovnako uvedené.



**Obr. 6** – Šmykové roviny spojené so štyrmi rôznymi cestami spracovania [6].

Pri spracovaní vzorky cestou A dochádza k šmyku v dvoch rovinách pretínajúcich sa vzájomne pod uhlom  $90^\circ$ .

Pri použití ciest  $B_A$  a  $B_C$  je pri prvých dvoch pretlačeniach orientácia sklzových rovín rovnaká pre obe cesty. Pre ďalšie dva pretlačenie, sú už však sklzové roviny cesty  $B_A$  orientované zrkadlovo voči rovinám  $B_C$ . K šmyku tu dochádza na súbore rovín vzájomne sa pretínajúcich pod uhlom  $120^\circ$ .

Prípravou vzorky použitím cesty C dochádza k opakujúcemu sa šmyku na rovnakej rovine, jedine smer šmyku sa mení na opačný.

### 1.3 IF oceľ (interstitial-free steel)

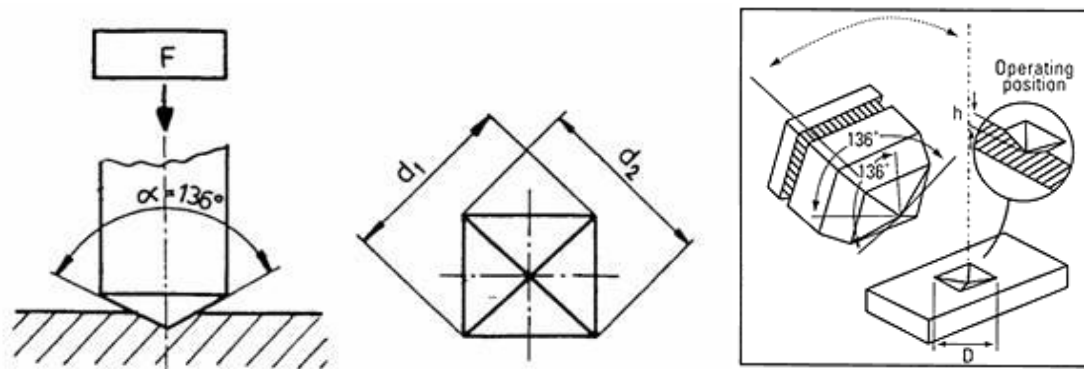
Jedná sa o oceľ s jednofázovou feritickou mikroštruktúrou a veľmi nízkym obsahom uhlíku a dusíku (max 30ppm). Pridané prímеси  $Ti$ ,  $Nb$  a  $V$  prednostne vytvárajú precipitáty s uhlíkom a dusíkom, než by boli rozpustené inetrsticiálne vo ferite. Tým dochádza k zamedzeniu nežiaduceho spevnenia, spôsobeného zbytkovým množstvom  $C$  a  $N$  intersticiálne rozpustených v štruktúre. Táto oceľ dosahuje vyššej ťažnosti na úkor pevnosti a výrobky nepodliehajú starnutiu. V dôsledku veľmi nízkeho obsahu  $C$  a  $N$  sa *IF* oceľ vyznačuje dobrou lisovateľnosťou. Má vysokú deformačnú schopnosť a výrazne nízku redukčnú hrúbku steny pri ťahaní materiálu. Uplatňuje sa nielen ako za tepla a za studena valcované pásy bez povrchovej úpravy, ale taktiež slúži ako vysoko pevnostná oceľ, pozinkované pásy, zvukovo izolačná oceľ atď.

## Kapitola 2

### Experimentálne metódy

#### 2.1 Meranie mikrotvrdości podľa Vickersa

Mikrotvrdość charakterizuje odpor povrchu materiálu voči lokálnej plastickej deformácii, vyvolanej prenikajúcim telesom (indentorom). Najpresnejšou metódou merania mikrotvrdości vhodnou pre všetky materiály, je meranie mikrotvrdości podľa Vickersa. Princíp tejto metódy spočíva v zatláčaní diamantového indentoru v tvare pravidelného štvorbokého ihlanu so štvorcovou základňou a vrcholným uhlom  $136^\circ$  do povrchu skúšobného telesa. Následne je odmeraná veľkosť uhlopriečok vtlačku, ktorý zostane po odľahčení skúšobného indentoru vid' Obr. 7.



Obr. 7 – Podstata skúšky mikrotvrdości podľa Vickersa [9].

Hodnota mikrotvrdości podľa Vickersa (HV) je potom určená pomocou vzťahu:

$$HV = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2}, \quad (2.1)$$

kde  $d$  – aritmetický priemer dĺžok dvoch uhlopriečok  $d_1$  a  $d_2$  v mm z Obr.7,

$F$  – skúšobné zaťaženie v Newtonoch,

$$\text{konštanta} - \frac{1}{g_n} = \frac{1}{9,80665} = 0,102.$$

Pre meranie mikrotvrdości musí mať skúšobná vzorka materiálu hladký a rovný povrch, bez nečistôt. Vzorka sa preto pripravuje ako metalografický výbrus brúsením za mokra a leštením na diamantových pastách, poprípade elektroleštením. Hrúbka testovanej vzorky má

mať hodnotu najmenej 1,5 násobku dĺžky uhlopriečky vtláčku. Miesta vpichu sa musia umiestňovať vo vzdialenosti najmenej 2,5 násobku  $d$  (priemerná dĺžka uhlopriečky vtláčku) od okraja vzorky. Vzdialenosť stredov dvoch susedných vtláčkov nesmie klesnúť pod hodnotu  $3d$ . Merania sa uskutočňujú v malom objeme materiálu, čím je umožnené meranie mikrotvrdosti jednotlivých fázy a tenkých vrstiev. V našom prípade sa vzorka položila na tuhú podložku a upevnila do držiaka mikrotvrdometru Leco M-400-A tak, aby sa počas merania nepohla. Pomocou mikroskopu prepojeného analógovou kamerou na monitor počítača, sa prehliadol povrch vzorky a zvolilo sa miesto merania. Preklopením indentoru do pracovnej polohy a použitím prednastavenej sily 100g (HV 0,1) smerujúcej kolmo k povrchu vzorky, sa vtlačil indentor do vzorky. Doba pôsobenia skúšobného zaťaženia bola 10s a po nich sa vzorka odľahčila. Opätovným preklopením mikroskopu sa zmeral rozmer vtláčku v dvoch osách. Pomocou vzťahu (2.1) a softvéru LUCIA (Laboratory Universal Computer Analysis) sa vyhodnotila hodnota mikrotvrdosti.

## **2.2 Svetelná a transmisná elektrónová mikroskopia**

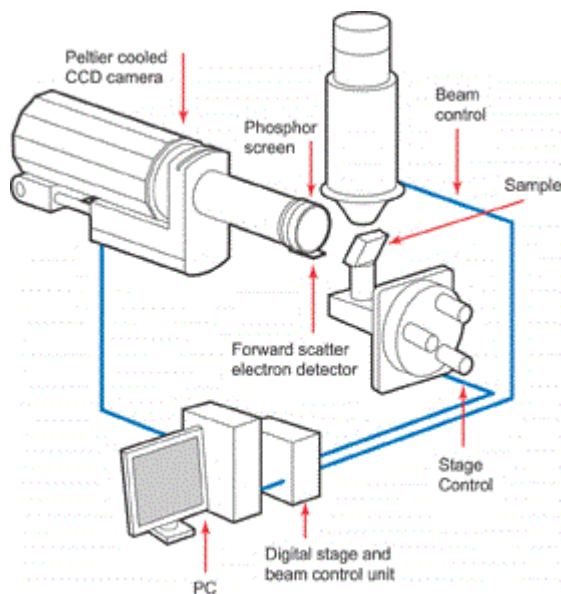
Na pozorovanie štruktúry a čistoty kovov, veľkosti, tvaru a spôsobu rozmiestnenia štruktúrnych zložiek a chemickú nerovnorodosť sa využívajú svetelné alebo elektrónové mikroskopy, s omnoho väčšou rozlišovacou schopnosťou rádovo desiatky nanometrov a zväčšením až  $10^6$ . To umožňuje detailnejšie štúdium mikroštruktúry. V našom prípade bol použitý svetelný mikroskop Olympus IX70 s maximálnym zväčšením 1000x, prepojený CCD kamerou k počítaču a transmisný elektrónový mikroskop Jeol FX2000. Pomocou softveru Lucia spomenutého vyššie, boli vyhotovené a upravené metalografické snímky povrchu IF oceli zo svetelného mikroskopu.

## **2.3 Difrakcia spätne odrazených elektrónov (EBSD)**

Metóda difrakcie spätne odrazených elektrónov (EBSD) predstavuje modernú techniku riadkovej elektrónovej mikroskopie, umožňujúcu získať informácie o orientácii jednotlivých zŕn a prítomnosti ďalších fáz rôznej kryštalografie v povrchovej vrstve skúmaného materiálu. Je založená na analýze Kikuchiho línií pozorovaných na fluorescenčnom tienidle a snímaných pomocou CCD kamery. Táto metóda bola vyvinutá už v sedemdesiatych rokoch minulého storočia, avšak k jej rozšíreniu došlo až v poslednom desaťročí s rozvojom počítačovej techniky umožňujúcej automatické indexovanie difraktogramov.

### 2.3.1 Princíp metódy

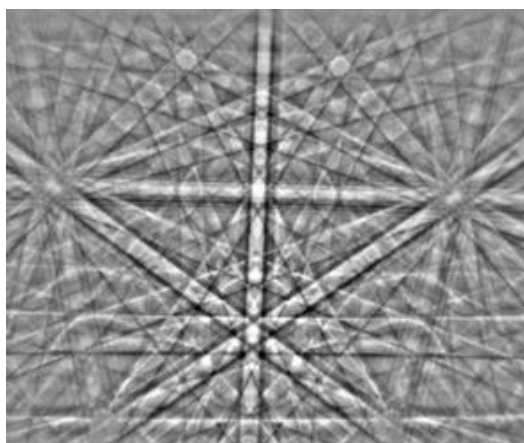
Schéma aparatury pozostávajúcej zo skenovacieho elektronového mikroskopu a detektoru spätne odrazených elektrónov je znázornená na Obr. 8. Základné súčasti systému EBSD:



- detektor EBSD
- fluorescenčné tienidlo
- vákuové okienko (prípadne je vnútro mikroskopu sledované kamerou)
- CCD kamera vysokej citlivosti (rozlíšenie: 10-100nm, rýchlosť zberu: 100 s<sup>-1</sup>, doba expozície :<10 s)
- zdroj elektrónov (FEG) a držiak vzorku
- počítač spolu so softwarom na riadenie

**Obr. 8** – Usporiadanie aparatury EBSD [10]. experimentu a vyhodnocovanie výsledkov

Pri EBSD meraní dopadá na naklonenú vzorku pod uhlom cca 70° stabilný elektrónový zväzok. Elektróny sú vo vnútri materiálu nepružne rozptyľované na atómoch kryštálu všetkými smermi, čím plnia funkciu bodových zdrojov pod povrchom vzorky. Niektoré elektróny môžu byť dodatočne elasticky rozptýlene na rovinách (*hkl*) splňujúcich Braggovu rovnicu. Tieto takzvané spätne odrazené elektróny sa po difrakcii pohybujú po dvojici kužeľových plôch s vrcholovým uhlom ( $\pi - 2\theta$ ) a ich osou je normála príslušných rovín (*hkl*). Prienikom difrakčných kužeľov s fluorescenčným tienidlom sú dve hyperboly, ktoré sa v okolí stredu difraktogramu javia ako dve rovnobežne čiary nazývané Kikuchiho línie (KL). Príklad difrakčného záznamu z EBSD je uvedený na Obr. 9. Stred každého pásu KL odpovedá priesečníku roviny, na ktorej príslušný pás KL vznikol s rovinou tienidla. Dôležitými informáciami získanými z difrakčného obrazu sú vzájomná poloha a smery Kikuchiho čiar, hrúbka pásu KL a poloha priesečníkov. Mapa kryštalografických orientácií skúmané plochy sa vypočíta z polohy Kikuchiho čiar počítačovým spracovaním difrakčného záznamu snímaného pomocou CCD kamery.

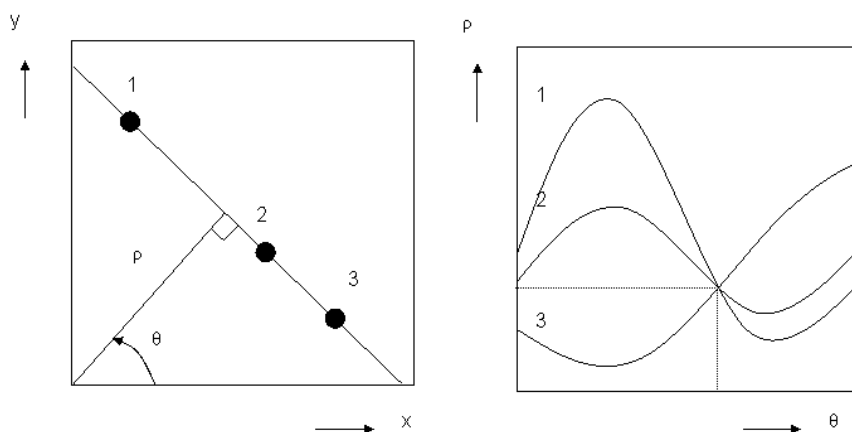


**Obr. 9** – Difrakčný obrazec tvorí sústava pásu Kikuchiho línií charakterizujúcich štruktúru a orientáciu vzorku [11].

Poloha KL je nájdená použitím Houghovej polárnej transformácie. Z nej sa stanoví orientácia tej časti vzorku, z ktorej bol pas KL vytvorený. Transformácia medzi kartézskými súradnicami  $(x,y)$  difrakčnej stopy a súradnicami Haughova priestoru (HP) je daná rovnicou:

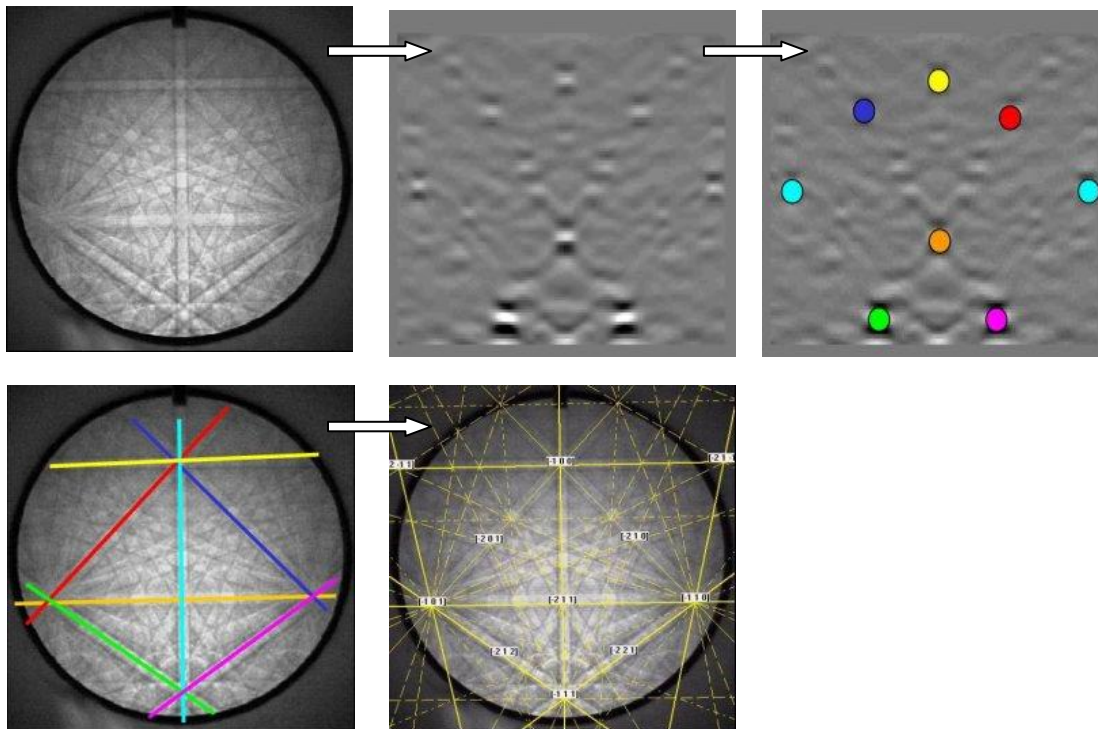
$$\rho = x \cos \theta + y \sin \theta \quad (2.2)$$

Jej podrobný princíp je opísaný na Obr.10 [10].



**Obr. 10** – Houghova transformácia (HT) prevádza priamky KL na body v Houghovom priestore. Vstupné parametre transformácie sú súradnice  $x, y$  bodov 1,2,3 a hľadáme hodnoty  $\rho, \theta$ . Pri vložení súradníc vybraného bodu do parametrického modelu priamky, vytvorí množina všetkých možných riešení  $(\rho, \theta)$  v HP spojitú krivku. Ďalším vkladaním bodov ležiacich na našej priamke, docielime preŕatie kriviek na jednom mieste, ktorého súradnice sú nami hľadané parametre priamky.

Postup pri indexovaní difrakčného záznamu je zobrazený na Obr.11[10].



**Obr. 11** – Stanovenie pozície Kikuchiho pásov použitím HT v piatych samostatných krokoch

Jednotlivé kroky pri indexácii difrakčného záznamu sú:

1. pôvodný difrakčný obrazec, 2. Houghova transformácia obrazca, 3. detekcia a vyfarbenie maxím HT, 4. spätná transformácia - línie príslušných maxím v pôvodnom obraze označené rovnakými farbami, 5. oindexovaný obrazec [10].

Použitím dát z kalibrácie systému sú vypočítané vzájomné uhly medzi rovinami, ktoré boli zdrojom Kikuchiho čiar. Na základe porovnania hodnôt uhlov so zoznamom medzirovinných uhlov, sú pridelené rovinám príslušné Millerove indexy. Posledným krokom je výpočet orientácie kryštálovej mriežky vzhľadom na súradnice stanovené vo vzorke.

### 2.3.2 Príprava vzoriek na EBSD meranie

Difrakčné informácie v prípade EBSD sú získavané z povrchovej vrstvy hrúbky niekoľko desiatok nanometrov, preto je kvalita prípravy povrchu kľúčovým bodom k dosiahnutiu dobrej analýzy. Povrch študovaných vzoriek musí byť relatívne rovný, aby nedochádzalo k tieneniu signálu vystupujúceho zo silne nakloneného vzorku a povrch nesmie

vykazovať deformácie vyvolané mechanickým leštením. V počiatočnej fáze, sa vzorky pripravujú štandardnými postupmi prípravy metalografických výbrusov. Následne sa odporúča záverečné doleštenie koloidným roztokom silika gelu po dobu niekoľkých desiatok minút. Veľmi uspokojivé výsledky sú dosiahnuté chemickými alebo elektrochemickými postupmi leštenia. Nevodivé vzorky musia byť pokryté tenkou vrstvou uhlíku alebo pokovované.

### 2.3.3 Druhy experimentov EBSD

#### *A, Bodová analýza*

Slúži na zistenie orientácie manuálne vybraných zŕn a základných informácií o testovanom materiáli. Je použitý statický zväzok elektrónov a na vyhodnotenie sa používajú Kikuchiho mapy z jedného bodu.

#### *B, Mapy orientácii*

Pre zistenie orientácie kryštálov nami vybranej oblasti povrchu vzorky sa volí dynamické riadkovanie, priechodom ktorého sa vyhodnocujú mapy KL z jednotlivých bodov pravidelnej siete. Výsledkom je mapa zložená zo zŕn označených rôznymi farbami, priradenými na základe orientácie podľa príslušného orientačného trojuholníka. Tato mapa teda odráža morfológiu kryštálov, ich orientáciu a rozmiestnenie hraníc zŕn. Na základe nej môže byť zistená aj mikrotextúra, teda prednostná orientácia zŕn.

#### *C, Meranie kvality*

Medzi faktory ovplyvňujúce kvalitu difrakčného obrazca patria:

- lokálna dokonalosť kryštálu (defekty kryštálovej mriežky napr. dislokácie zhoršujú kvalitu, čo umožňuje vyhodnotiť zmeny hustoty mriežkových defektov)
- príprava vzorku (kvalita povrchu)
- kontaminácia povrchu (usadzovanie nečistôt)
- konkrétne fázy a ich orientácie

Kvalita EBSD difraktogramu je rovnako výrazne ovplyvňovaná parametrami SEM ako napr. hodnotou prúdu, urýchľovacieho napätia, dĺžky času snímania signálu alebo kvalitou vákua.

Pre každú vzorku je treba hľadať optimálne nastavenie.



Sledovaním výšky maxima Houghovej transformácie je možné stanoviť kvalitu difrakčného obrazca podľa vzťahu [10]:

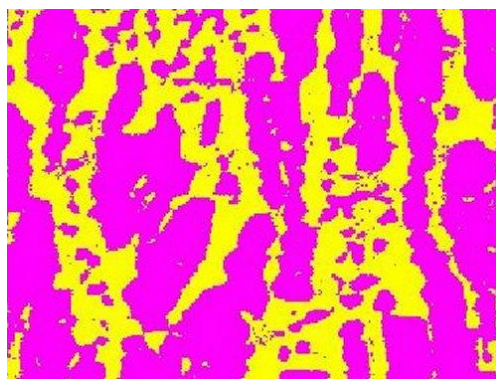
$$p = \sum_{i=1-3} h_i / 3\sigma_h, \quad (2.3)$$

kde  $h$  je výška maxima HT prislúchajúceho  $i$ -tej najintenzívnejšej Kikuchiho čiare a  $\sigma_h$  je štandardná odchýlka HT.

Mapy kvality difrakcie zviditeľnia zrna, hranice zrn, povrchové defekty ako napr. ryhy atď.

### 2.3.4 Dostupné informácie získané z EBSD

Metóda EBSD umožňuje okrem stanovenia orientácie kryštálov nami vybraného povrchu, aj zobrazenie hraníc zrn. Pri mapovaní kryštálovej orientácie je zrno vyhodnotené ako súbor pixelov, ktorých vzájomná odchýlka v orientácii je menšia ako definovaný prahová hodnota. Distribúcia hraníc zrn môže byť určená zo súboru dát nameraných pri mapovaní povrchu. K mape orientácii tak možno pridať ďalšiu vrstvu zobrazujúcu samotne hranice zrn a distribúciu a rozloženie špeciálnych hraníc zrn. Individuálne meranie kryštálovej orientácie je možné rovnako použiť na stanovenie textúry materiálu. Automaticky je možné vytvoriť tradičné pólové obrazce mapujúce prevládajúci smer kryštálov. EBSD merania umožňujú rozlíšenie fázy s rozdielnou kryštálovou štruktúrou porovnaním a najlepšou zhodou medzi rovinnými uhľami nameraných z difrakčných obrazcov s databázou známych kombinácií vzájomných uhlov kryštalografických plôch. Obr. 5 ukazuje mapu fáz korózií odolnej oceli obsahujúcej dve fázy austenitu s plošne centrovanou a ferritu s objemovo centrovanou mriežkou.



**Obr. 12** – Mapa ukazuje koľko plochy skúmaného povrchu zaberá austenit fialovej farby a ferrit žltej[10].

V spolupráci s Technickou univerzitou vo Freibergu, sa vzorky preskúmali na mikroskope Zeiss-LEO1530. Toto zariadenie je vybavené autoemisným zdrojom, v dôsledku čoho sa jeho rozlíšenie blíži k 50 nm a nastavcom Nordlys II na pozorovanie difrakcie spätne odrazených elektrónov. Softvér vyhodnocujúci meranie umožnil aj určenie priemernej veľkosti zŕn (algoritmus výpočtu je založený na tzv. metóde lineárnych úsekov – linear intercept method). Do tohto výpočtu boli zahrnuté iba zrná, ktorých vzájomný orientačný rozdiel bol väčší ako 15°. Príprava vzoriek pred meraním bola rovnaká, ako je uvedené v kapitole 2.5 *Príprava vzoriek na merania*. Jediný rozdiel bol v poslednom kroku, kde namiesto leptania boli vzorky vyleštené roztokom „colloidal silica“. Tento roztok obsahuje 20 nm častice oxidu kremičitého, ktoré zabezpečujú jemné ošetrovanie povrchu.

## 2.4 Analýza röntgenových difrakčných profilov

Fyzikálne vlastnosti pevných látok úzko súvisia s ich mikroštruktúrou. Pre pochopenie súvislosti medzi mikroštruktúrou a vlastnosťami materiálov, bolo vyvinuto niekoľko metód jej skúmania. Medzi najefektívnejšie a tým pádom aj najviac používané patrí transmisná elektrónová mikroskopia (TEM), ktorá poskytuje priamy obraz mikroštruktúry a riadkovaná elektrónová mikroskopia (SEM), umožňujúca skúmať povrch objemných vzoriek. V posledných rokoch došlo k výraznému zdokonaleniu metódy analýzy röntgenových difrakčných profilov a tá sa stala najefektívnejšou alternatívou k elektrónovej mikroskopii. Táto metóda nám umožňuje získať informácie o textúre, zbytkových napätiach, hustote a charaktere dislokácii, o veľkosti a rozdelení kryštálov, o rovinných defektoch, predovšetkým vrstevnej chybe a frekvencii výskytu dvojčatových hraníc.

### 2.4.1 Teoretický princíp

Podľa kinematickej teórie röntgenovej difrakcie má na rozšírenia difrakčných línii vplyv veľkosť kryštálov a deformácia mriežky. Fyzikálny profil Bragových reflexii je preto daný konvolúciou veľkostného  $I^S$  a deformačného profilu  $I^D$  [12]:

$$I^F = I^S * I^D, \quad (2.4)$$

kde  $I^F$  označuje fyzikálny profil bez obsahu inštrumentálneho efektu.

Fourierovou transformáciou tejto rovnice získame vzťah Warrena-Averbacha [13]:

$$\ln A(L) \cong \ln A^S(L) - 2\pi^2 L^2 g^2 \langle \varepsilon_L^2 \rangle, \quad (2.5)$$

kde  $A(L)$  je absolútna hodnota Fourierových koeficientov  $I^F$  profilu,  $A^S(L)$  sú veľkostné Fourierové koeficienty,  $g$  je absolútna hodnota difrakčného vektoru a  $\langle \varepsilon_L^2 \rangle$  je stredná hodnota druhej mocniny napätia, závislého na posunutí atómov vzhľadom k svojim ideálnym polohám. Lomené zátvorky označujú, že sa jedná o priestorové stredovanie.  $L$  označuje Fourierovu dĺžku definovaná ako  $L = na_3$  (Warren, 1959), kde  $a_3 = \lambda / 2(\sin \theta_2 - \sin \theta_1)$ ,  $n$  sú celé čísla začínajúce od 0,  $\lambda$  je vlnová dĺžka röntgenového žiarenia a  $(\theta_2 - \theta_1)$  je uhlový rozsah meraného difrakčného profilu.

Za predpokladu nekonečne dlhých rovnobežných skrutkových dislokácií s náhodným rozdelením bolo pre  $\langle \varepsilon_L^2 \rangle$  odvodený vzťah [14]:

$$\langle \varepsilon_L^2 \rangle = (b/2\pi)^2 \pi \rho C f(\eta), \quad (2.6)$$

kde  $\eta = L/R_e$ ,  $R_e$  je efektívny vonkajší polomer dislokácii,  $b$  je absolútna hodnota Burgesovho vektora,  $\rho$  je hustota dislokácii,  $C$  je kontrastný alebo orientačný faktor dislokácii a  $f$  je napäťová funkcia (Wilkensova funkcia), ktorej explicitný tvar je uvedený v [14] rovnice (A.6) až (A.8). V skutočnosti sa ukázalo, že Wilkensova funkcia  $f(\eta)$  platí aj pre hranové a zakrivené dislokácie a môže byť rozšírená aj pre najjednoduchší prípad infinitezimálneho dislokačného dipólu, keď parameter dislokačného usporiadania  $M = \text{Re} \sqrt{\rho}$  [14,15] sa blíži k nule [16]. V prípade, že hodnota  $M$  je väčšia alebo menšia ako jedna, tak dislokácie majú slabý alebo silný dipólový charakter a rovnaký je aj dosah deformačného poľa [14,17].

V prípade, že dislokácie sú hlavným zdrojom napätia v kryštáli, hodnota kontrastného faktoru  $C$  závisí na vzájomnej orientácii Burgesovho, čiarového a difrakčného vektoru značených v poradí  $b$ ,  $l$  a  $g$ .

Napäťová anizotropia je počítaná priemerným kontrastným faktorom dislokácii. Pre kubický kryštál bez textúry je priemerný kontrastný faktor dislokácii daný vzťahom [18]:

$$C = C_{h00} (1 - qH^2), \quad (2.7)$$

kde

$$H^2 = \frac{h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2}$$

a hodnoty konštánt  $C_{h00}$  a  $q$  získame číselne pre rôzne typy dislokácii ako funkciu elastických vlastností kryštálu [19]. Pre materiály s textúrou by mal byť kontrastný faktor vypočítaný samostatne pre každú reflexiu [20].

#### 2.4.2 Program CMWP (Convolutional Multiple Whole Profile)-fit

*CMWP-fit* (konvolučný fit úplného súboru profilov) je počítačový program, vyvinutý pre stanovenie mikroštruktúrnych parametrov z nameraných difrakčných profilov materiálov s kubickou, hexagonálnou alebo ortorombickou kryštálovou mriežkou, bez nutnosti separovať prekrývajúce sa difrakčné píky alebo robiť dekonvolúciu inštrumentálneho efektu [21]. Celý difrakčný záznam je fitovaný súčtom funkcie pozadia a ab-initio teoretickými funkciami pre veľkostné a napätové rozšírenie. Označením kľúčových bodov fyzikálneho pozadia, je funkcia pozadia definovaná ako interpolačná krivka prislúchajúca špecifikovaným základným bodom. Pri výpočte teoretických funkcií sa predpokladá, že kryštalinity majú lognormálne rozdelenie veľkostí a napätie je spôsobené dislokáciami. Anizotropia napätia a veľkostí sa započítava pomocou dislokačného kontrastného faktoru a elipticity kryštalitov. Vyhodnocovacia procedúra poskytuje medián (strednú hodnotu)  $m$ , rozptyl rozdelenia veľkostí kryštalitov  $\sigma$  a ich eliptičnosť. Rovnako z nej zistíme hustotu  $\rho$  a usporiadanie dislokácií dané parametrom dislokačného usporiadanie  $M$  a hustotu a usporiadanie vrstevných chýb alebo dvojčatových hraníc. Pre sférický tvar kryštalitov s lognormálnym rozdelením je veľkosť kryštalitov počítaná pomocou vzťahu [22]:

$$\langle x \rangle_{area} = m \exp(2.5\sigma^2) \quad (2.8)$$

Fitovacia procedúra programu je zložená z nasledujúcich krokov [23]:

- 1, Uvedenie mena vzorky.
- 2, Výber kryštálovej sústavy kubickej (východzia), hexagonálnej alebo ortorombickej.
- 3, Nastavenie hodnôt vstupných parametrov (hodnoty mriežkových konštánt, absolútnej hodnoty Burgesovho vektoru a kontrastných faktorov  $C_{h00}$  alebo  $C_{hk0}$  - v prípade hexagonálnej štruktúry). Vlnová dĺžka žiarenia meracieho prístroja musí byť tiež uvedená.

- 4, Špecifikácia inštrumentálnych profilov. Ak ich máme k dispozícii, zvolíme názov adresára v ktorom sú profily uložené a zvolíme započítanie inštrumentálneho efektu.
- 5, Definovanie pozadia. Kľúčové body spojené krivkou určujúce pozadie môžu byť stanovené interaktívne použitím programu *mkspline*.
- 6, Hľadanie pík. V tomto kroku by mali byť určené indexy, stredy a maximálne intenzity všetkých pík.
- 7, Definovanie dolnej a hornej hranice intervalu v  $2\theta$  stupňoch používaného pre fitovanie a vykreslovanie .
- 8, Vyber funkcie veľkostí sférickej alebo elipsoidálnej. Popríklad aj voľbu bez veľkostných účinkov.
- 9, Určenie vzorkovania teoretickej Fourierovej transformácie nameraných dát. Intenzitný limit normalizovanej teoretickej Fourierovej transformácie môže byť špecifikovaný, ale to len v prípade , že inštrumentálne profily nemáme k dispozícii.
- 10, Určenie vzorkovania simulovaných dát práškoveho vzorku. Hodnoty  $N1$ ,  $N2$  a prahový parameter profilu by mali byť zadané. Význam týchto parametrov je vysvetlený v [23].
- 11, Výpočet normalizovanej Fourierovej transformácie nameraných dát. Tento krok je vynechaný v prípade, že Fourierova transformácia je dostupná z inštrumentálnych korekcií alebo z predošlého výpočtu. Po výpočte je transformácia uložená.
- 12, Špecifikácia počiatočných hodnôt parametrov. Počiatočné fitovacie parametre sú stále ukladané, čím sú dostupné pre nasledujúce spustenia programu. Tu je možnosť fixovať hodnotu nejakého parametru, ktorý sa počas vyhodnocovacej procedúry nemení. Parameter  $M^*$  fixujeme v prípade, že sa program dostane do asymptotického minima, teda hodnoty  $\rho$  a  $R_c$  idú do nekonečna a nuly v tomto poradí. Rovnako je možné nastaviť aj interval hodnôt jednotlivých parametrov.

13, Spresnenie a priemerovanie parametrov píkov. Tu môžeme spresniť pozície a intenzity píkov. Ak intenzity píkov sú veľmi rozdielne, môžeme zvoliť použitie priemerovania vo fitovacom algoritme. Podrobne detaily ohľadom algoritmu priemerovania sú uvedené v [23].

14, Kontrola fitu. Bod zastavenia fitu je daný konvergenčným kritériom Marquardt-Levenberg algoritmu. Teda fit je zastavený v prípade dosiahnutia maximálneho počtu interakcii (pôvodný počet je 200) alebo ak relatívna zmena WSSR medzi dvoma iteráciami je menšia než špecifikovaný limit  $10^{-9}$ .

15, Fitovanie. V tomto kroku sú hodnoty parametrov upresňované pomocou programu *Gnuplot* upraveného pre *CMWP* procedúru. Nameraný profil a fitovaná teoretická funkcia sú vynášané vedľa seba po každej iterácii, čo umožňuje priebežne sledovať ako sa teoretický profil približuje k nameraným dátam. Po konvergencii fitu je graf uložený.

16, Znázornenie riešenia. Okrem výsledných parametrov  $m$ ,  $\sigma$ ,  $\varepsilon$ ,  $\rho$ ,  $R_e^*$  a  $q$  sú znázornené aj prídavné parametre dislokačného usporiadania  $M^* = R_e^* \rho^{1/2}$  a veľkostné parametre,  $d$  a  $L_0$ .

Parameter  $d$  je definovaný ako 
$$d = \frac{1}{\beta} = \frac{I^S(0)}{\int_{-\infty}^{\infty} I^S(S) dS} \text{ a } L_0 = - \frac{A^S(0)}{\left[ dA^S(L) / dL \right]_{L=0}} .$$

17, Príprava grafov. Program vykreslí namerané a teoretické fitované difrakčné profily spolu s ich rozdielom v lineárnom merítku a uloží súbor obsahujúci štyri stĺpce:  $2\theta$ , namerané intenzity, fitované intenzity a ich rozdiel.

18, Ukladanie výsledkov a odstránenie dočasných súborov. Po ukončení fitu sú prezentované výsledné mikroštruktúrne parametre a grafy meraných a teoretických profilov. Program umožňuje ukázať výsledky predošlých vyhodnotení a to parametrov vo formáte *ASCII* a grafov nameraných a teoretických profilov v *ASCII/PostScript/GIF*.

Vstup programu tvorí nameraný fyzikálny profil zložený zo spojených dvoch častí meraného profilu po odčítaní pozadia a prekrývajúcich sa píkov.

Detailné informácie ohľadom metódy *CMWP-fit* a všetkých jej súčastí sú uvedené v [23].

## 2.5 Príprava vzoriek na merania

Merania boli uskutočnené na vzorkách IF oceli obsahujúcej 0.0026 wt.% C, 0.096 wt.% Mn, 0.045 wt.% Al and 0.041 wt.% Ti vyrobených v Pohang Steel Company (Posco, Korea). Postup výroby vzoriek bol nasledovný: po odliatí bol ingot vyvalcovaný na dosku hrúbky 5 mm, ktorá bola homogenizovaná po dobu 1 hodiny pri teplote 973 K a potom ponechaná v peci do vychladnutia. Pred procesom ECAPu bola doska nastrihaná na hranoly o rozmeroch 5 x 5 mm a dĺžke 55 mm, ktoré boli žíhané 2 hodiny pri teplote 973 K a po vychladnutí v peci bol ich povrch vyleštený SiC papierom zrnitosti 1200. Vzorky boli pretlačované cez formu s charakteristickými uhlami  $\phi = 90^\circ$  a  $\psi = 0^\circ$  pri pokojovej teplote použitím cesty  $B_C$ . Forma bola mazaná zmesou prášku MoS<sub>2</sub> a komerčného oleja. Počet pretlačení činil: 1, 2, 4 a 8 a deformačná rýchlosť bola 2 mm.min<sup>-1</sup>.

Pri príprave vzoriek na všetky uskutočnené merania okrem transmisnej elektronickej mikroskopie a deformačných skúšiek sme postupovali nasledujúcim spôsobom:

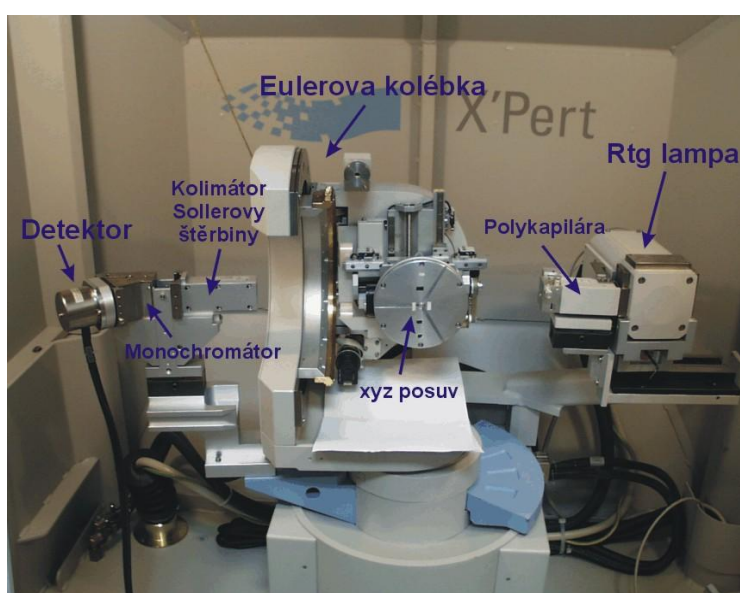
Po narezaní a zaliatí vzoriek do foriem, bol vyhotovený metalografický výbrús. Najprv boli vzorky brúsené za mokra brúsnyimi papiermi zrnitosti postupne 800, 1200 a 2400. Každé brúsenie s papierom danej zrnitosti trvalo 5 minút. Následne po tom, boli vzorky leštené diamantovými pastami zrnitosti 3 a 1  $\mu\text{m}$ , až kým nebol dosiahnutý zrkadlovo lesklý povrch bez viditeľných rýh. V prípade svetelnej mikroskopie boli hranice zrn vyvolané leptaním roztokom zloženým z 40 ml HNO<sub>3</sub> a 15 ml HF po dobu 10 s. Tenké fólie pre TEM boli pripravené dvojprúdovým leštením použitím zmesi 6% HClO<sub>4</sub> a metanolu pri teplote -30°C. Pre ťahové skúšky bola stredná časť vzoriek ofrézovaná symetrický z obidvoch strán z pôvodných 5mm na cca 3.5 mm. Dĺžka frézovanej oblasti bola 12 mm. Následné boli vzorky narezané na tenké plátky o hrúbke 0.8 mm.

## 2.6 Textúra a jej meranie

V polykryštalických materiáloch sa často vyskytuje prednostná orientácia kryštálov tzv. textúra. Tá vzniká buď nerovnovážnym rastom zrn pri vzniku materiálu, alebo pri následnom tepelnom a mechanickom spracovaní. Prítomnosť textúry má za následok anizotropné vlastnosti polykryštalických materiálov. Meranie textúry je založené na registrácii intenzity vybranej difrakcie, pre rôzne natočenia vzorky, pri pevnej polohe detektora. Intenzita žiarenia je úmerná počtu kryštálov, ktoré sú pre danú orientáciu vzorky v difrakčnej polohe. K úplnej

analýze textúry pomocou rtg difrakcie je potrebný špeciálny držiak vzorky – textúrny goniometer. Ten umožňuje jej otáčanie okolo osi kolmej na rovinu vzorky –  $\varphi$  os, ako aj vyklápanie vzorky okolo vodorovnej –  $\chi$  osi. Výsledky úplných textúrnych meraní sú prezentované vo forme tzv. pólových obrazcov. Rozdeľovacia funkcia orientácie kryštálov je definovaná na referenčnej guľovej ploche a pólový obrazec je špeciálnym priemetom časti tejto plochy do roviny. Stred pólového obrazca zodpovedá normále k povrchu vzorky. Ak má napr. pólový obrazec (001) maximum v strede, tak je väčšina kryštálov orientovaná rovinami (001) rovnobežne s povrchom vzorky.

Textúrne merania IF oceli boli uskutočnené na difraktometri PHILIPS X'Pert PRO, ktorého usporiadanie je znázornené na Obr. 13.



**Obr. 13** – Usporiadanie difraktometru na textúrne meranie [24].

Za *Cu* rtg lampou s bodovým ohniskom, ktorá je pootočená o  $90^\circ$  sa nachádza tzv. polykapilára, ktorá pozostáva z veľkého množstva optických vlákien. Tá prevádza divergentný (rozbiehavý) zväzok z lampy na úzky, intenzívny, vo všetkých smeroch pomerne dobre rovnobežný zväzok. Kolíska umožňuje náklony a posuvy vzorky tak, že je možné skúmať jednak rôzne časti vzorky a hlavne atómové roviny rôzne sklonené voči povrchu. Potrebné uhlové rozlíšenie sa dosahuje umiestnením vertikálnej Sollerovej štrbiny do difraktovaného zväzku. Je to sústava tenkých rovnobežných plieškov, ktoré prepúšťajú žiarenie len v úzkom uhlovom intervale. Pred detektorom je umiestnený grafitový monochromátor. Aby sa zachytila maximálna intenzita, meranie prebieha bez detektorovej štrbiny. Prístroj je počas merania plne ovládaný počítačom.



# Kapitola 3

## Experimentálne výsledky

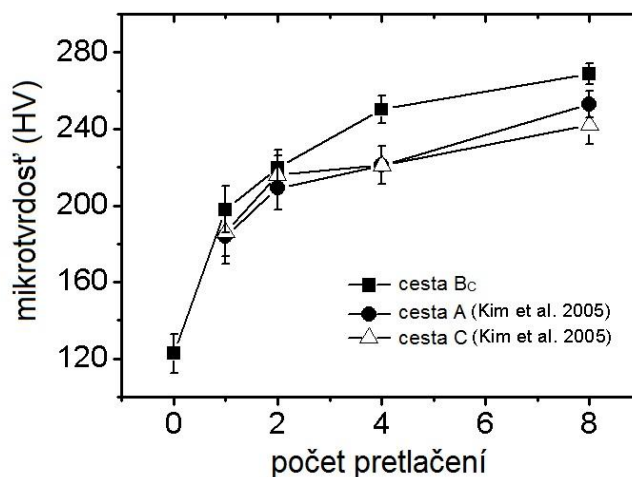
### 3.1 Mikrotvrdosť

Nakoľko sme disponovali iba veľmi obmedzeným počtom vzoriek, ktoré navyše boli malého rozmeru, zvolili sme na prvotné preskúmanie mechanických vlastností vzoriek pripravených metódou ECAP meranie mikrotvrdości.

Pozorovali sme nárast hodnoty mikrotvrdości so zvyšujúcim sa počtom pretlačení, čo je zrejme spôsobené zjemňovaním štruktúry materiálu a teda zmenšovaním veľkosti zŕn. Znižovanie chyby určenia mikrotvrdości s počtom pretlačení naznačuje postupnú homogenizáciu celej mikroštruktúry, počas jednotlivých pretlačení. Namerané hodnoty mikrotvrdości spolu s chybami, ktoré sme určili pomocou softvéru LUCIA sú zhrnuté v Tabuľke 1. Závislosť mikrotvrdości na počte pretlačení je vynesená v Grafe 1. V ňom sú rovnako vynesené pre porovnanie hodnoty mikrotvrdości odpovedajúce vzorkám pripravených cestou A a C získané z [26].

| počet pretlačení | Mikrotvrdosť [Hv] | chyba [Hv] |
|------------------|-------------------|------------|
| 0                | 122,6             | 10,1       |
| 1                | 197,8             | 12,1       |
| 2                | 219,7             | 9,4        |
| 4                | 250,1             | 7,3        |
| 8                | 283,3             | 5,7        |

*Tabuľka 1 – Hodnoty mikrotvrdości prierezu IF oceli pre rôzny počet pretlačení.*



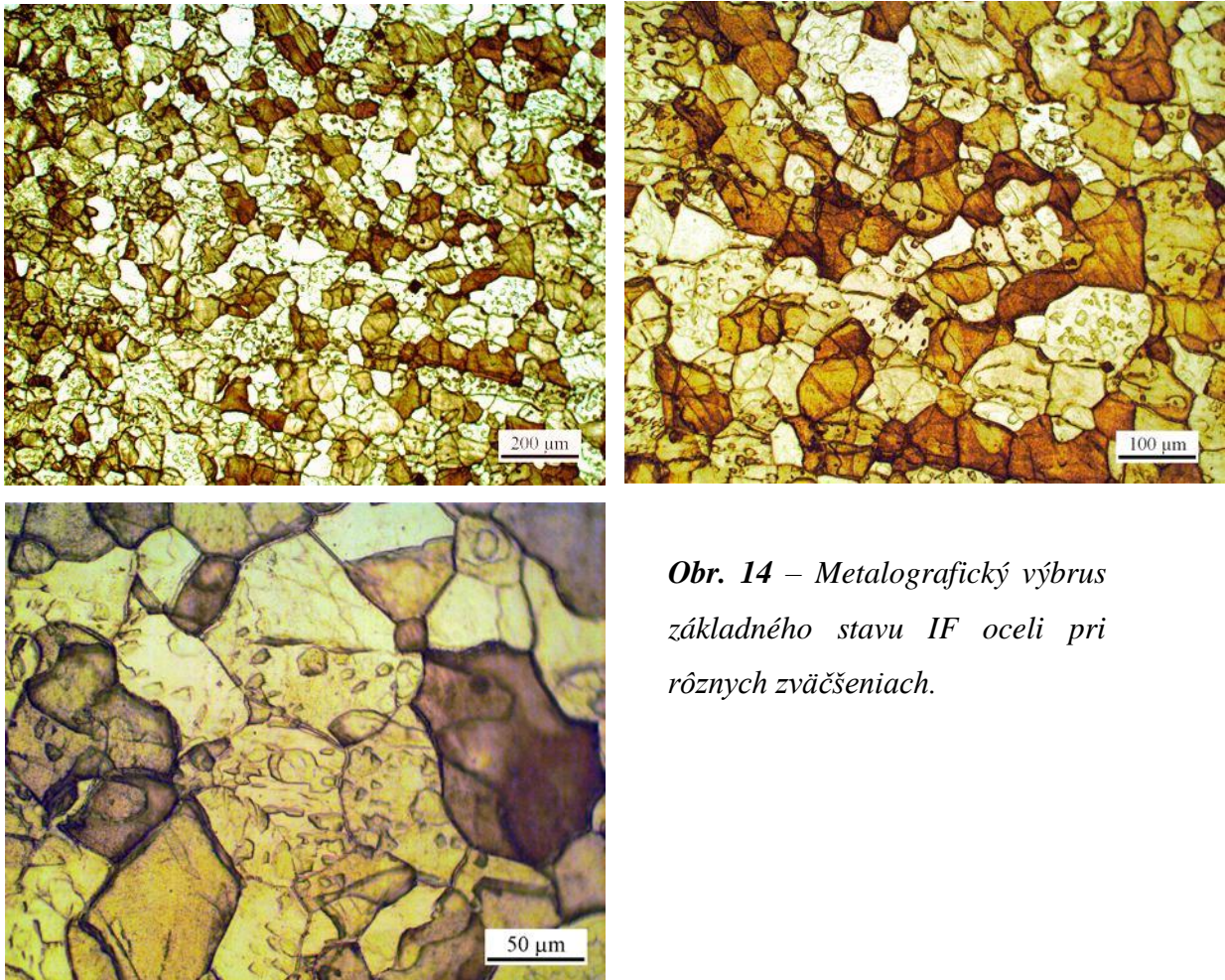
*Graf 1 – Závislosť mikrotvrdości prierezu IF oceli na počte pretlačení.*

### 3. 2 Metalografia vzoriek

Na overenie predpokladu, že s počtom pretlačení skutočne dochádza k zjemneniu mikroštruktúry, sme urobili metalografiu prierezu vzoriek.

Snímky prierezu vzorky

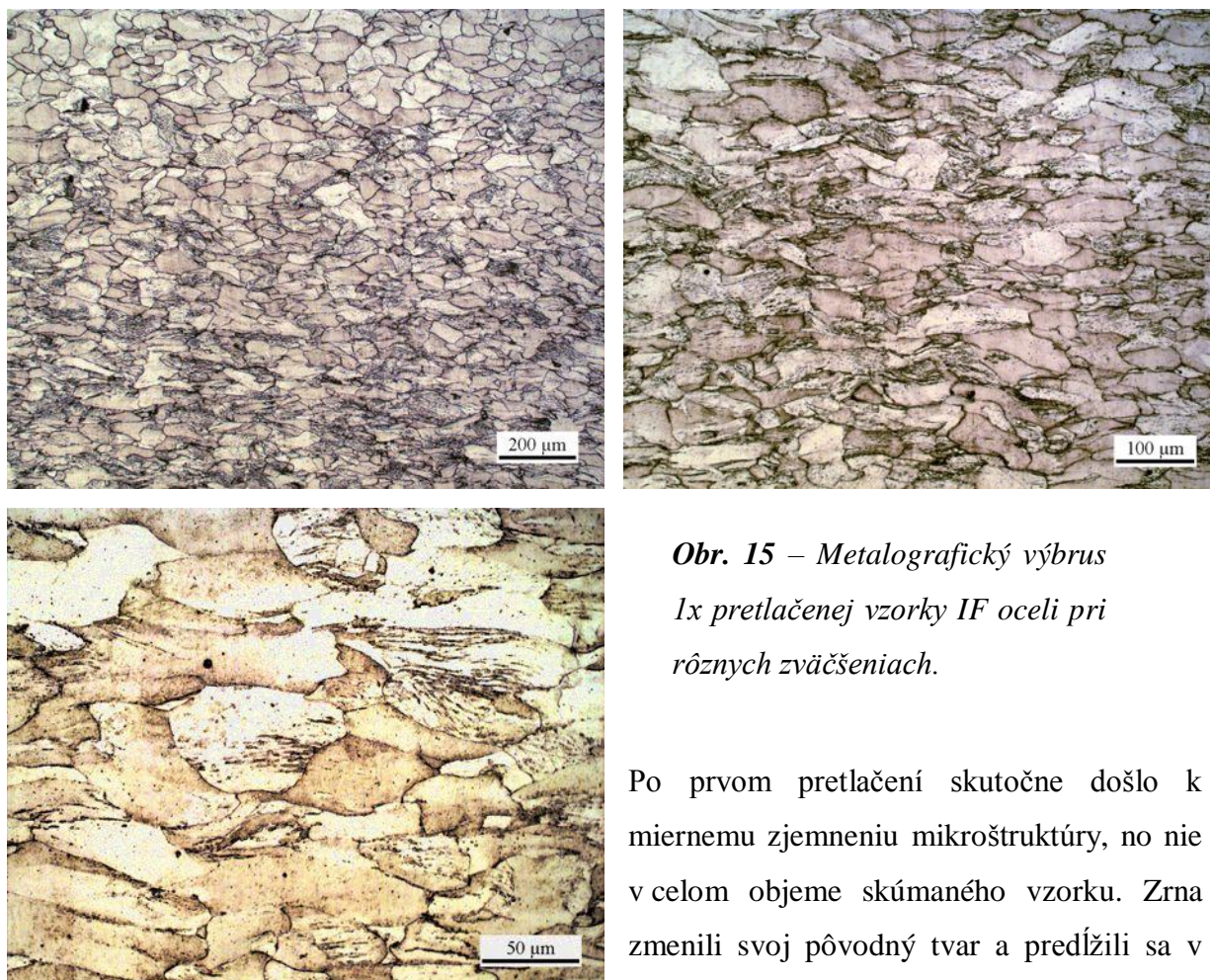
A.) základný stav:



*Obr. 14 – Metalografický výbrus základného stavu IF oceli pri rôznych zväčšeniach.*

Na metalografických snímkach základného stavu IF oceli je možno pozorovať homogénnu mikroštruktúru. Zrna sú klasického polyedrického tvaru, oddelené vysokouhlovými hranicami, bez žiadnej preferenčnej orientácie. Po naleptaní, sa na povrchu niektorých zrn vytvorili malé výbežky. Príčinou toho je skutočnosť, že tieto zrna majú v porovnaní s ostatnými zrnami inú orientáciu a leptadlo s nimi reagovalo slabšie, než so zvyškom mikroštruktúry.

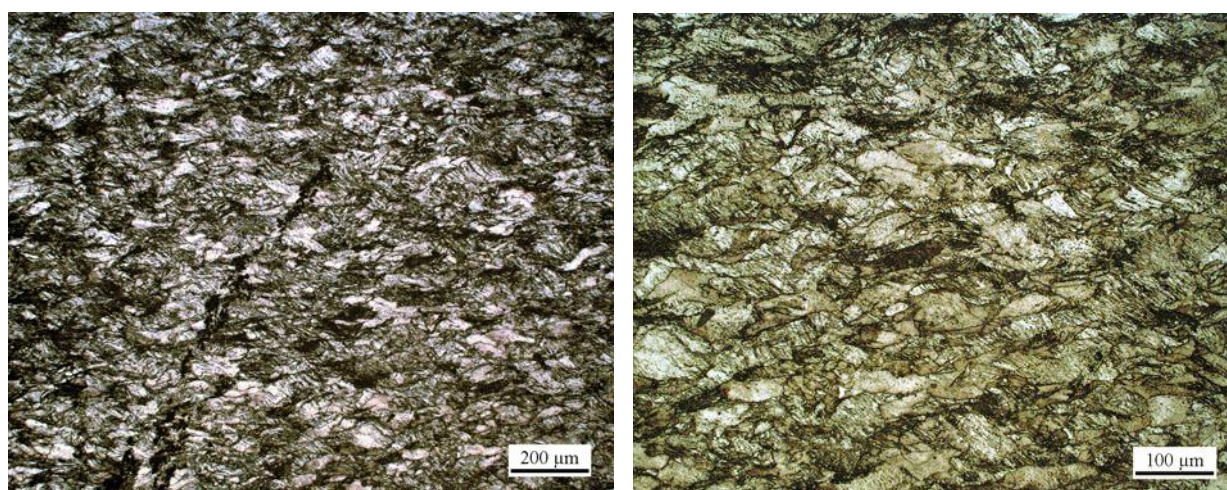
**B.) vzorky 1x pretlačené :**

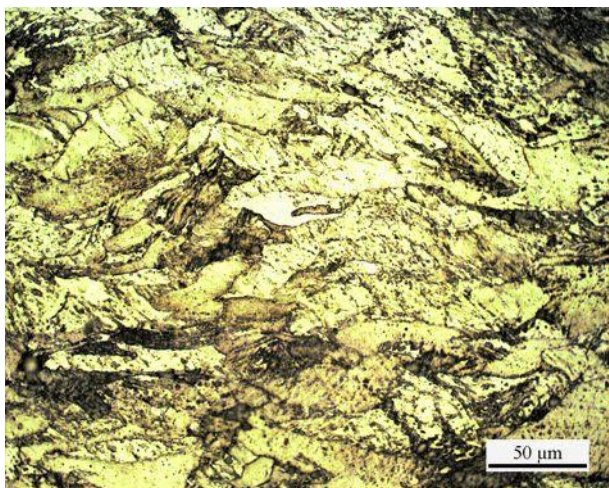


*Obr. 15 – Metalografický výbrus  
1x pretlačenej vzorky IF oceli pri  
rôznych zväčšeniach.*

Po prvom pretlačení skutočne došlo k miernemu zjemneniu mikroštruktúry, no nie v celom objeme skúmaného vzorku. Zrna zmenili svoj pôvodný tvar a predĺžili sa v smere prevládajúcej deformácie. Náhodná orientácia mriežky sa zmenila v čiastočne usmernenú. Na snímkach je možné pozorovať aj oblasti, kde nedošlo k narušeniu pôvodnej mikroštruktúry.

**C.) vzorky 2x pretlačené:**

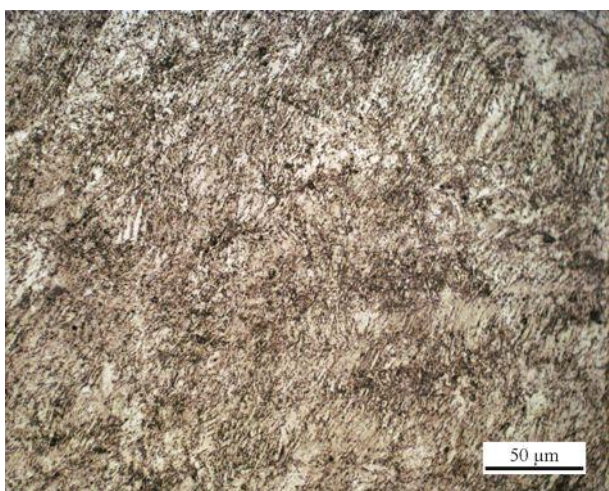
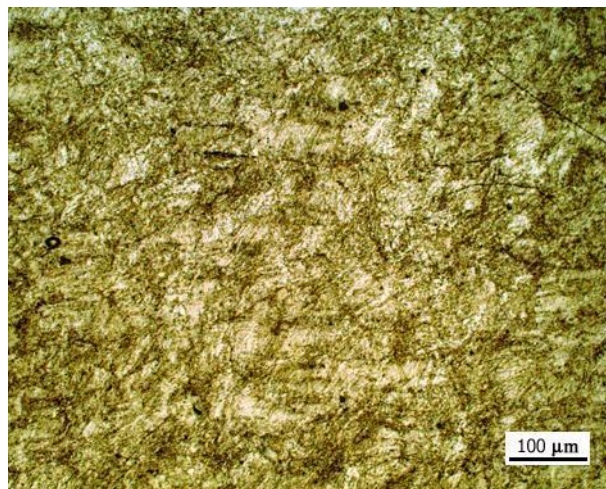
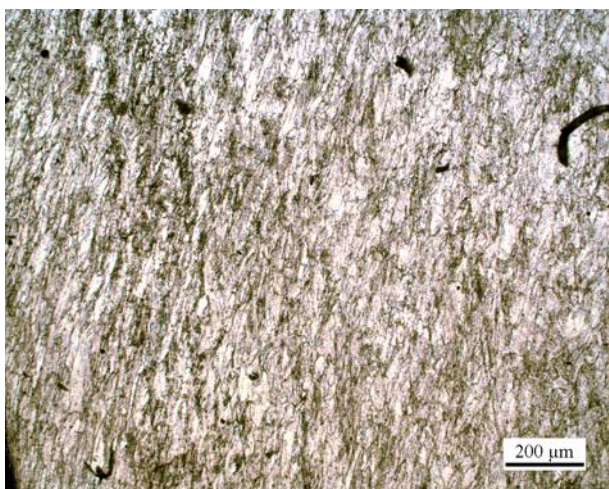




*Obr. 16 – Metalografický výbrus 2x pretlačenej vzorky IF oceli pri rôznych zväčšeniach.*

V tomto prípade už došlo v porovnaní s 1x pretlačenými vzorkami k väčšiemu rozrušeniu mikroštruktúry a to v celom skúmanom objeme. V dôsledku toho sú hranice zŕn ťažko identifikovateľné. Tvar zrna sa čiastočne vrátil k pôvodnému tvaru, avšak zrna sú viac nepravidelné.

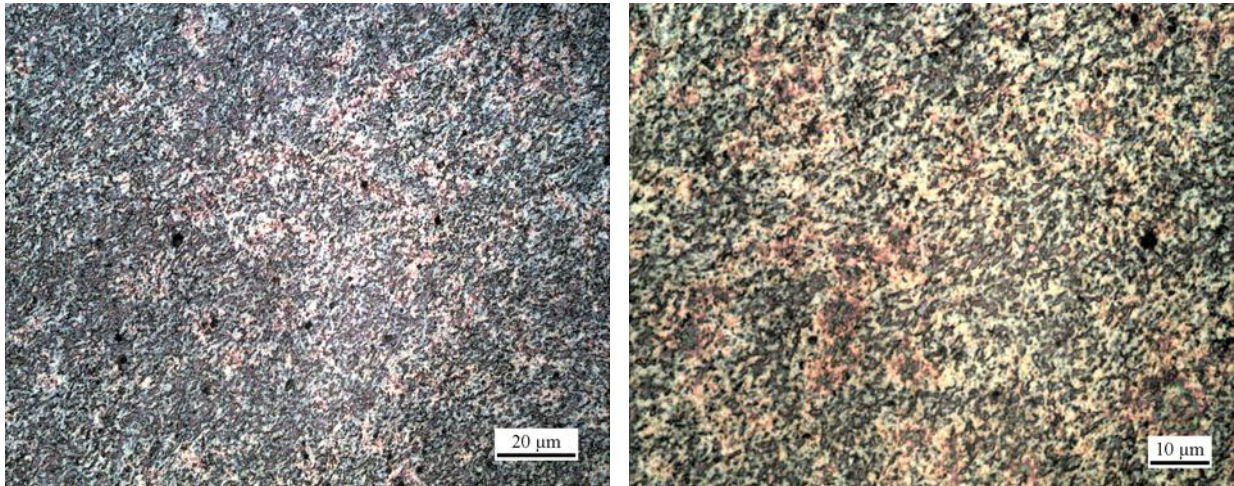
**D.) 4x pretlačená:**



*Obr. 17 – Metalografický výbrus 4x pretlačenej vzorky IF oceli pri rôznych zväčšeniach.*

U 4x pretlačenej vzorky sú vidieť markantné deformačné pásy v smere pôsobiaceho šmyku. Došlo k ďalšiemu zjemneniu mikroštruktúry, avšak hranice zŕn sa už nedajú skoro vôbec identifikovať.

#### D.) 8x pretlačená:

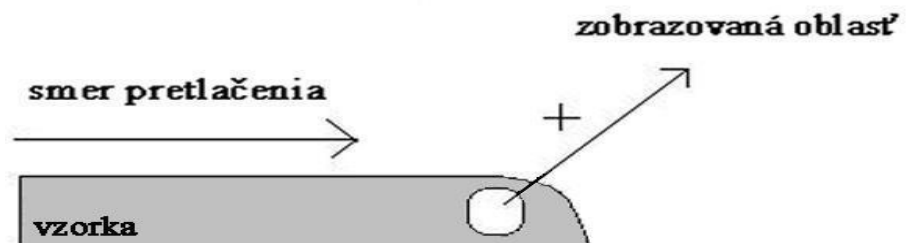


*Obr. 18 – Metalografický výbrus 8x pretlačenej vzorky IF oceli pri rôznych zväčšeniach.*

Na snímkach prierezu vzorky je pozorovaná veľmi jemná a homogénna mikroštruktúra. Vplyvom osemnásobného pretlačovania došlo k zmenšeniu rozmeru zrna do takej miery, že už svetelná mikroskopia nepostačuje na detailné zobrazenie zŕn a ich hraníc.

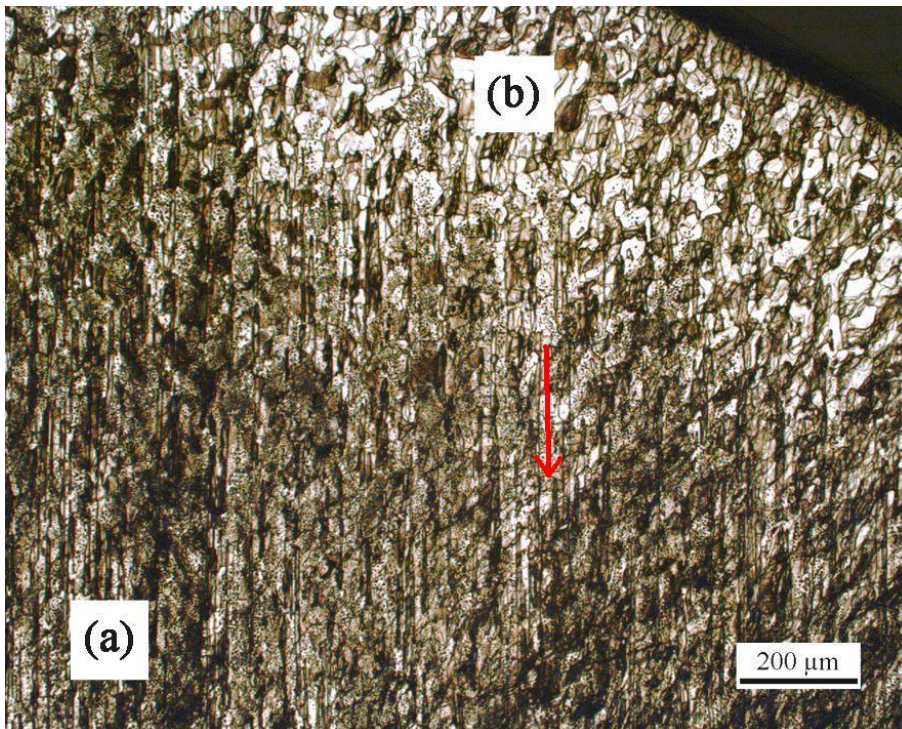
#### **Snímky prechodovej oblasti medzi neporušenou a porušenou štruktúrou z bočnej strany vzorky**

Pre pozorovanie priebehu šmykovej deformácie vzoriek pri ECAPe sme urobili metalografický výbrus z hrotu materiálu. Oblasť výbrusu je vyznačená na Obr. 19.

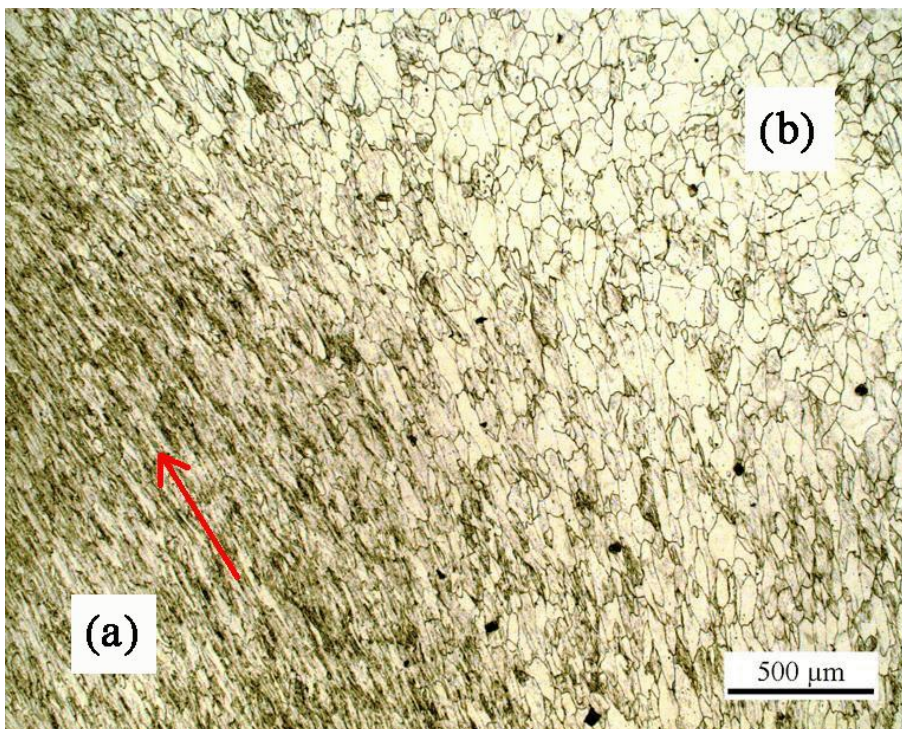


*Obr. 19 – Vyznačená oblasť metalografického výbrusu.*

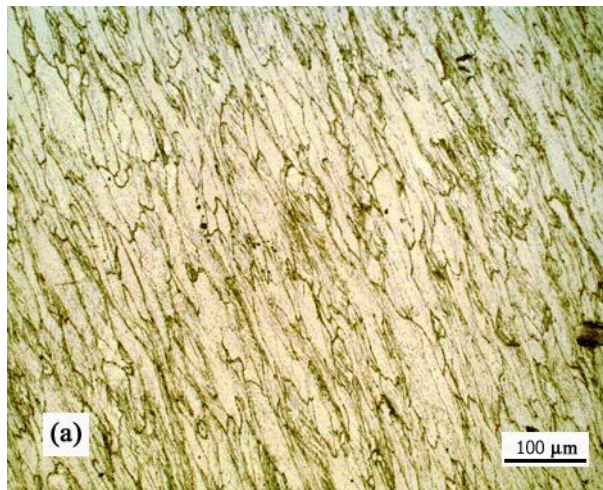
Výsledkom sú nasledujúce tri snímky, na ktorých je jasne vidieť, ako šmykový mechanizmus pôsobiaci v priebehu ECAPu mení tvar zrna. Smer pôsobiacej deformácie je v snímkach vyznačený červenou šípkou a oblasť (a) označuje porušenú štruktúru, a oblasť (b) neporušenú.



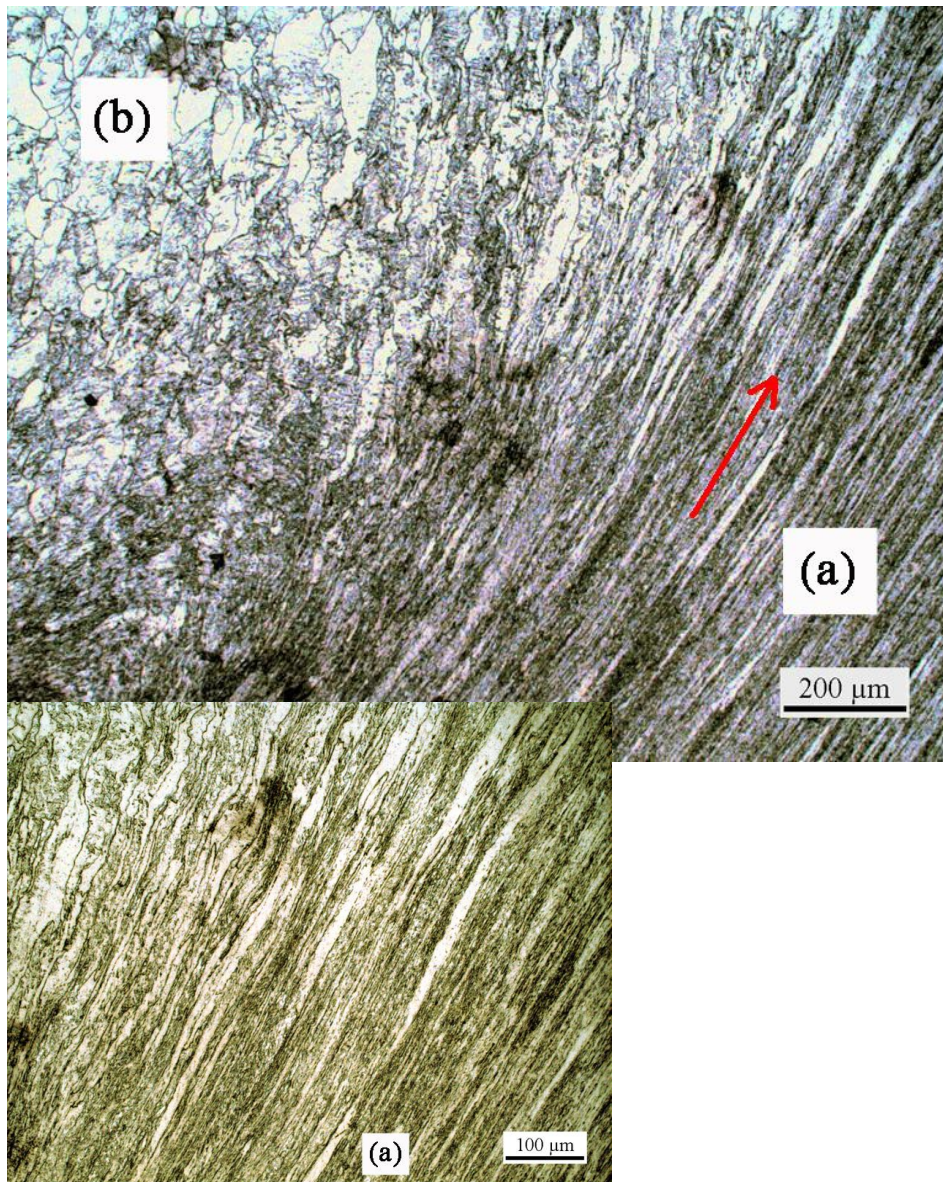
*Obr. 20 – Prechodová oblasť vzorky 1x pretlačenej cez formu.*



*Obr. 21 – Prechodová oblasť vzorky 2x pretlačenej cez formu.*



*Obr. 22 – Detail oblasti (a) z Obr. 21.*

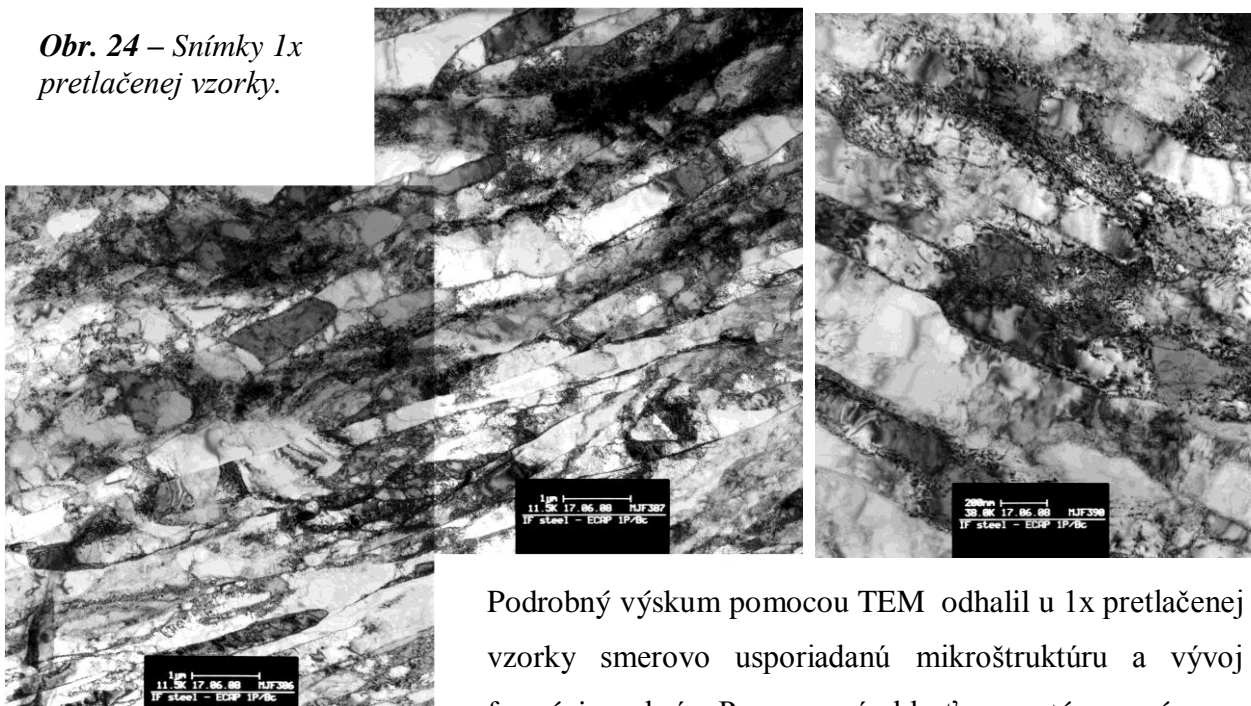


*Obr. 23 – Prechodová oblasť vzorky 8x pretlačenej cez formu a detail porušenej mikroštruktúry.*

### 3.3 Transmisná elektronová mikroskopia (TEM)

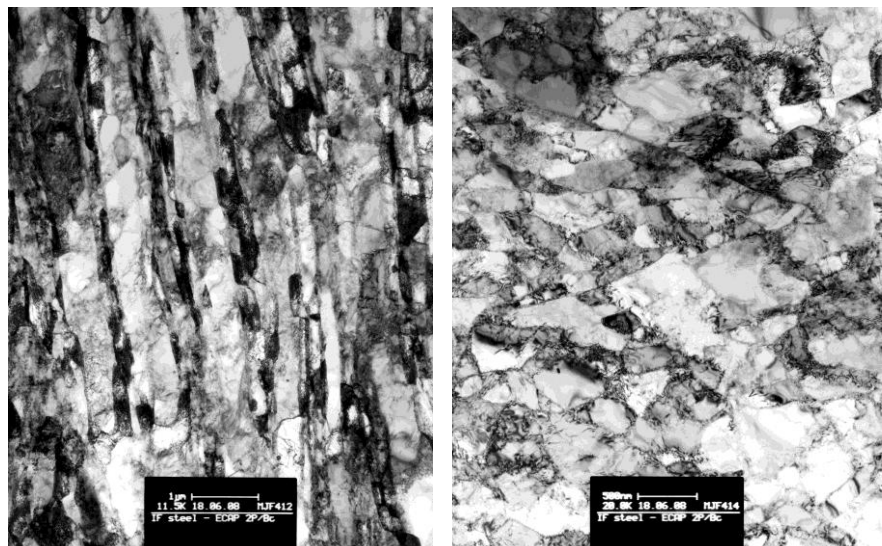
Mikroštruktúra pretlačovanej oceli bolo preskúmaná aj pomocou transmisné elektronového mikroskop JeolFX2000 s urychlovacím napätím 200kV a rozlíšením 1-2 Å. Práve väčšie rozlíšenie a zväčšenie než u svetelného mikroskopu umožnilo detailne pozorovať hlavne jemnozrnú štruktúru u 4 a 8x pretlačenej vzorky. Fotky z TEM boli nafotené na film a následne naskenované. Jednotlivé snímky z priečneho smeru kolmého na smer pretlačenia sú uvedné nižšie.

*Obr. 24 – Snímky 1x pretlačenej vzorky.*



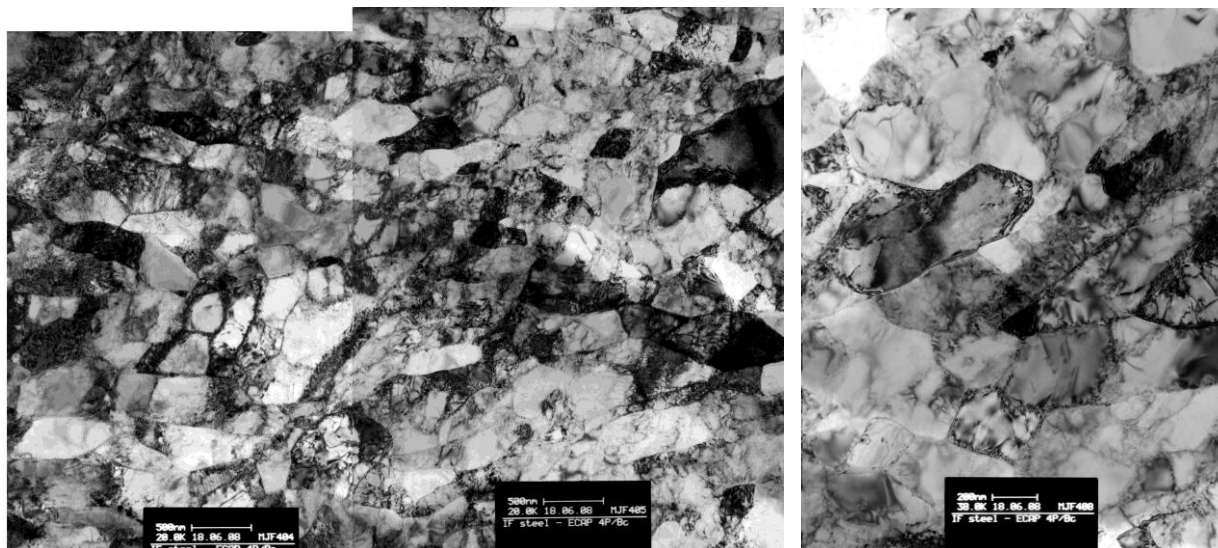
Podrobný výskum pomocou TEM odhalil u 1x pretlačenej vzorky smerovo usporiadanú mikroštruktúru a vývoj formácie subzrn. Pozorovaná oblasť pozostáva z pásov subzrn s ostrými hranicami a buniek bohatých na dislokácie s neurčitými hranicami. Subzrna majú dĺžku 1-2 μm a šírku 300-500 nm.

*Obr. 25 – Snímky 2x pretlačenej vzorky.*



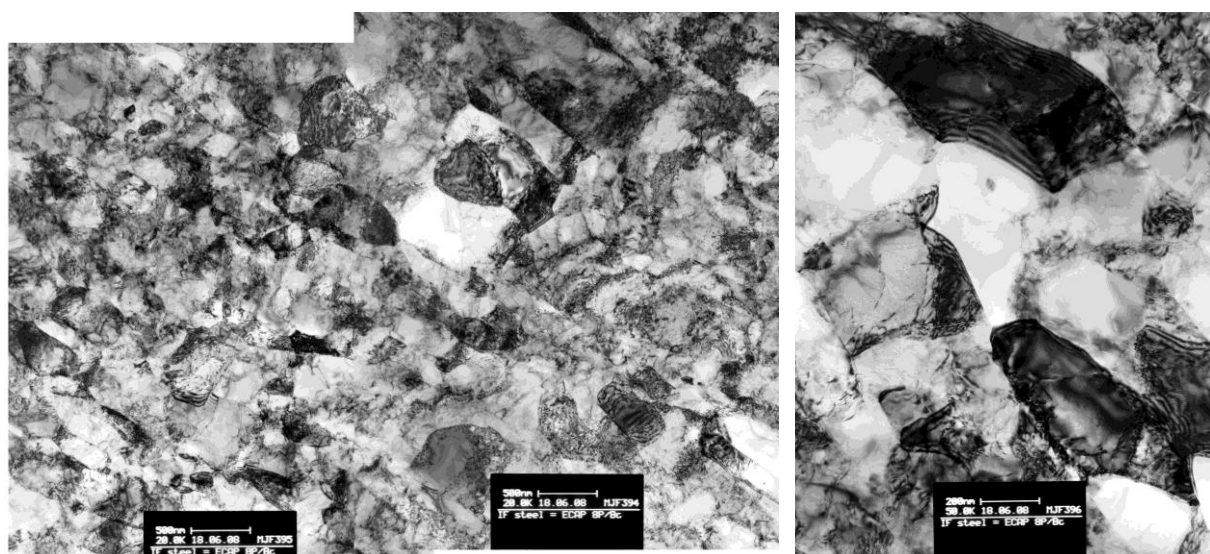


Po druhom pretlačení vzorka vykazuje podobnú mikroštruktúru ako u 1x ECAP. Rovnako je možno pozorovať predĺžené zrna, avšak výrazné subzrná s ostrými hranicami sú tvorené na veľkom počte miest. Misorientácia je väčšia ako v predošlom prípade a podiel veľkouglových hraníc tiež trochu narástol. Na niektorých miestach (len výnimočne) došlo k zaniknutiu predĺzenej štruktúry a k vytváraniu rovnoosých zŕn.



*Obr. 26 – Snímky 4x pretlačenej vzorky.*

4x ECAP spôsobí podstatné rozdrobenie mikroštruktúry. Nové zrná sú tvorené z predĺžených pásov subzŕn a pôvodné difúzne hranice sa stávajú zreteľnejšie. Avšak boli ešte pozorované oblasti s pôvodnou predĺženou štruktúrou.



*Obr. 27 – Snímky 8x pretlačenej vzorky.*

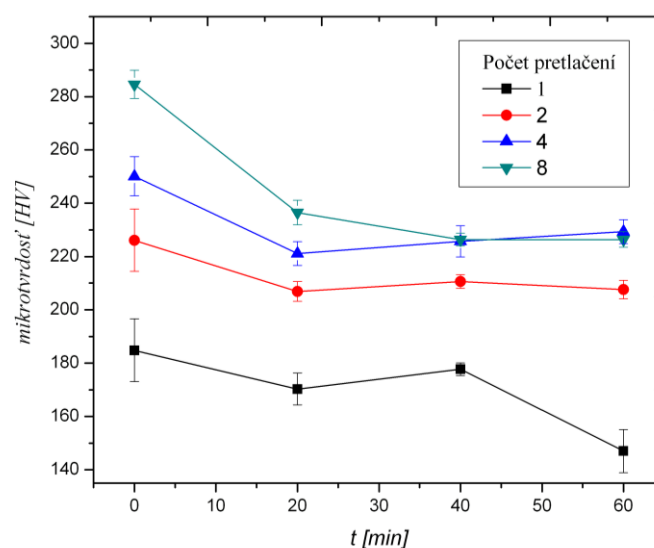
Mikroštruktúra po ôsmom pretlačení vykazuje zmiešaný charakter. Jej prevažujúca časť je tvorená novými rovnoosými zrnami s veľkosťou 200-500 nm, obsahujúcimi iba malý počet dislokácií. Napriek tomu proces rozdrobenia mikroštruktúry nebol ukončený, stále ostávajú niektoré zrna predĺžené. Pokles veľkosti zrna je menej výrazný, než po štvrtom pretlačení. Na druhú stranu narástol podiel veľkohlavých hraníc.

### 3.4 Teplotná stabilita

Pre zistenie teplotnej stability mikroštruktúry a s ňou súvisiacimi mechanickými vlastnosťami, boli vzorky žíhané pri teplote 500°C po dobu 20, 40 a 60 minút a následne zakalené do vody. Teplota a čas žihania boli zvolené na základe výsledkov uvedených v [24]. Po žíhaní boli urobené metalografické snímky a odmeraná mikrotvrdosť z prierezu vzoriek. Namerané hodnoty mikrotvrdości spolu s chybami sú uvedené v Tabuľke 2 a vynesené do Grafu 2. Metalografické snímky ukazuje Obr.28.

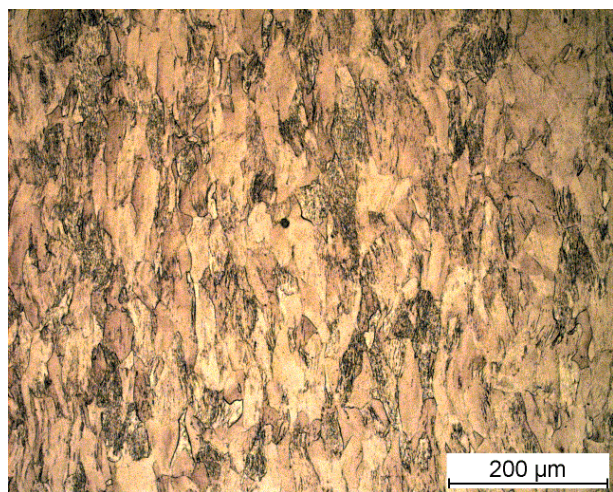
*Tabuľka 2 – Hodnoty mikrotvrdości IF oceli pre rôzne časy žihania*

| Mikrotvrdosť ([HV]±chyba merania) |            |           |           |           |
|-----------------------------------|------------|-----------|-----------|-----------|
| Počet pretlačení                  | 0 min      | 20 min    | 40 min    | 60 min    |
| 1                                 | 184.8±11.8 | 170.3±6.0 | 177.7±2.4 | 147.0±8.1 |
| 2                                 | 226.1±11.7 | 206.9±3.7 | 210.6±2.6 | 207.6±3.5 |
| 4                                 | 250.1±7.3  | 221.1±4.5 | 225.7±5.8 | 229.3±4.5 |
| 8                                 | 284.6±5.3  | 236.5±4.6 | 226.4±2.4 | 226.4±2.9 |

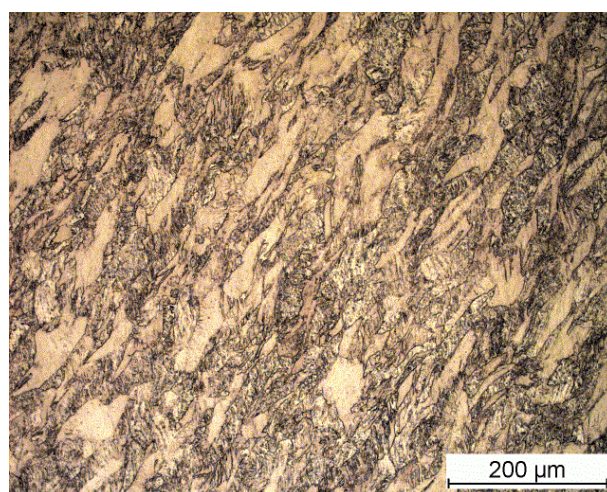


*Graf 2 – Vývoj mikrotvrdości s narastajúcim časom žihania, pre jednotlivé počty pretlačenia.*

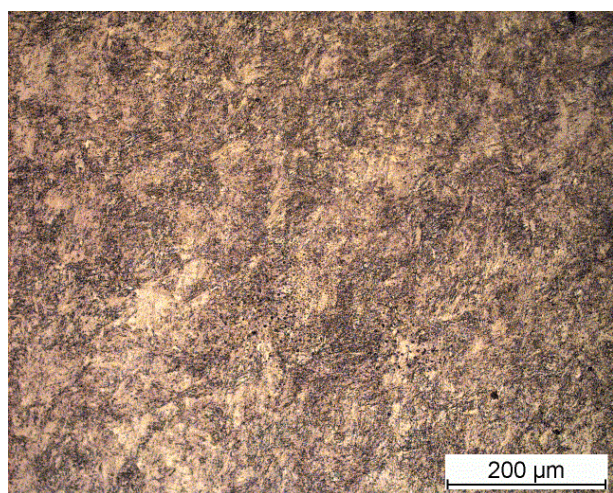
Po 20 minútach žihania, došlo k poklesu mikrotvrdości približne o 10% u všetkých vzoriek okrem 8x pretlačenej vzorky, kde sa mikrotvrdość znížila o 15%. Ďalším teplotným spracovaním sa hodnoty mikrotvrdości pre jednotlivé počty pretlačení výrazne nemenili a v rámci chyby sa zhodujú. Jedine v prípade 1x pretlačenej vzorky došlo po 60 minútach k ďalšiemu zníženiu mikrotvrdości. Metalografické snímky neodhaľujú žiadne výrazne pozorovateľné zmeny v mikroštruktúre, ktorá je takmer rovnaká ako pri nežihanych vzorkách. Nedošlo teda k rekryštalizácii, ale k zotaveniu mikroštruktúry. Hodnota mikrotvrdości sa zrejme znížila v najväčšej miere v dôsledku poklesu hustoty dislokácií, ich vzájomnou anihiláciou. Tento predpoklad by bolo vhodné overiť röntgenografickým meraním hustoty dislokácií žihanych vzoriek. Je možné očakávať, že zvýšením teploty žihania, dôjde znovu k poklesu mikrotvrdości v dôsledku začínajúcej rekryštalizácie.



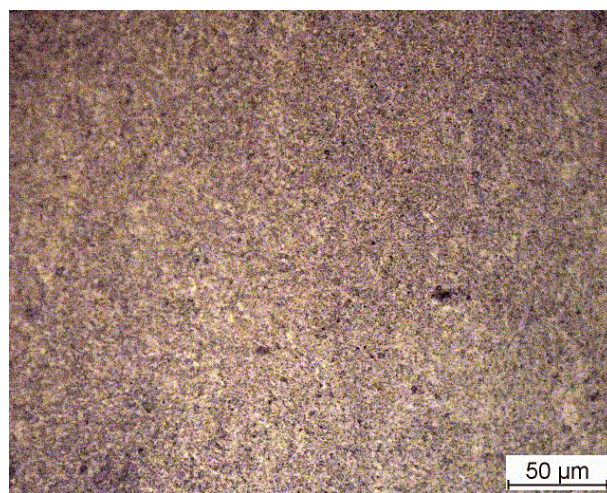
**a, 1x ECAP**



**b, 2x ECAP**



**c, 4x ECAP**



**d, 8x ECAP**

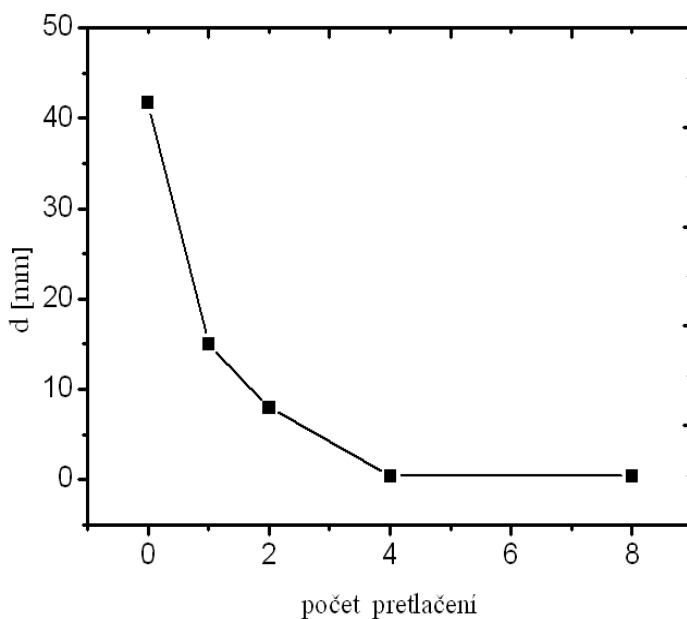
**Obr. 28** – Snímky mikroštruktúry prierezu vzoriek žihanych 40 min.

### 3.5 Difrakcia spätne odrazených elektrónov (EBSD)

Nakoľko rozlíšenie svetelného mikroskopu nebolo dostatočné k detailnému zobrazeniu mikroštruktúry vzoriek pri vyššom počte pretlačení, preskúmali sme mikroštruktúru pomocou EBSD. Zaujímali sme sa hlavne o vývoj podielu veľkouglových k malouglovým hraniciam a vzájomnej misorientácii jednotlivých zrn. Softvér spolupracujúci s experimentálnym zariadením umožnil automatické vyhodnotenie veľkosti zrna materiálu metódou lineárnych úsekov, pričom iba veľkouglové hranice boli brané do úvahy. Namerané hodnoty sú uvedené v Tabuľke 3 a závislosť veľkosti zrna na počte pretlačení je vynesená v Grafe 3.

*Tabuľka 3 – Veľkosť zrna pre rôzny počet pretlačení.*

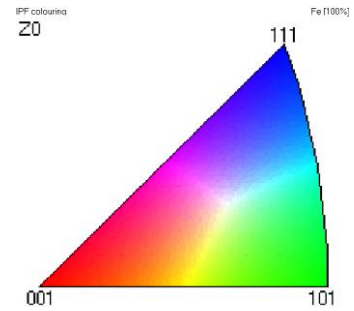
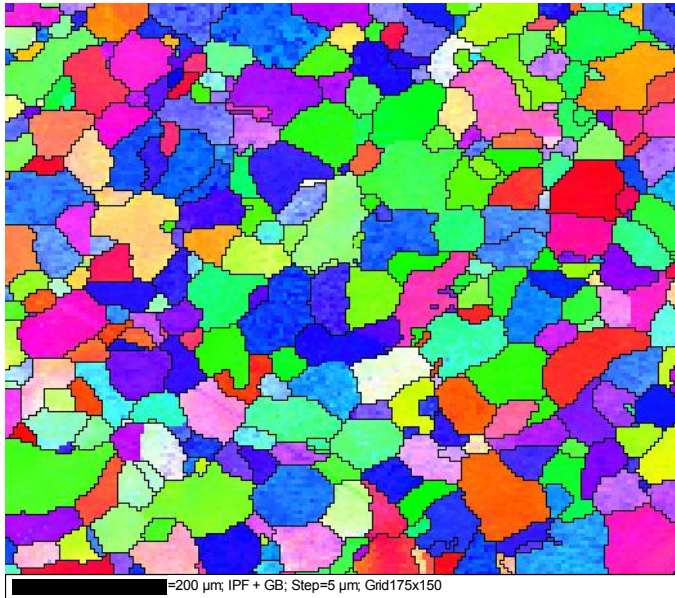
| Počet pretlačení    | 0    | 1  | 2 | 4   | 8    |
|---------------------|------|----|---|-----|------|
| d [ $\mu\text{m}$ ] | 41,7 | 15 | 8 | 0,4 | 0,36 |



*Graf 3 – Závislosť veľkosti zrna na počte pretlačení.*

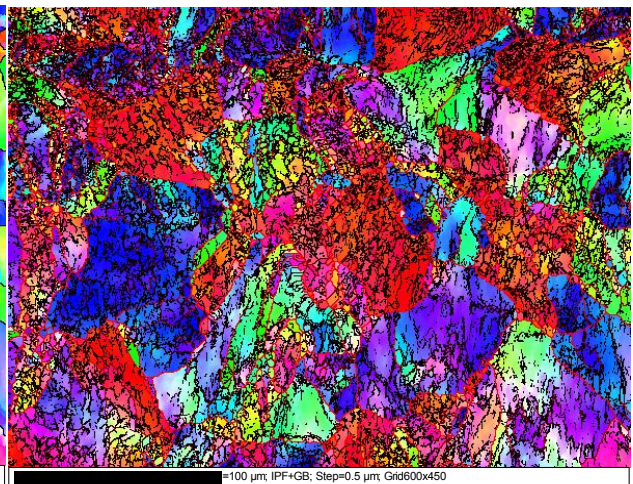
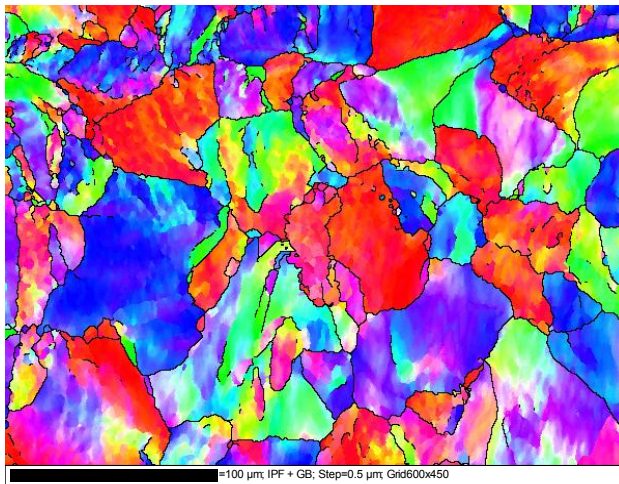
Z hodnôt Tabuľky 3 a Grafu 3 je názorne vidieť, ako počet pretlačení ovplyvňuje veľkosť zrna materiálu. K najväčšiemu zmenšeniu rozmeru zrna dochádza po prvom pretlačení. Ďalšie pretlačovanie vzorky má rovnako za následok zjemňovanie mikroštruktúry, avšak už nie v takej miere ako prvé pretlačenie. Po štvrtom pretlačení vzorky dochádza k ustáleniu mikroštruktúry a zrna sa už ďalej výrazne nezmenšujú. Možno tu predpokladať, že ďalšie pretlačovanie by už veľkosť zrna neovplyvnilo.

Na Obr. 29 je znázornená orientačná mapa počiatočného stavu IF oceli. K určitej orientácii zrna je priradená farba, ako je to vidieť na priloženom orientačnom trojuholníku (tento farebný kód platí pre všetky obrázky v tomto odstavci). Zo snímku je očividné, že zrná sú orientované celkom náhodne a vzorka nevykazuje žiadnu dominantnú orientáciu, tzv. textúru. Na obrázku sú čiernou farbou vyznačené vysokouglové hranice ( $>15^\circ$ ).



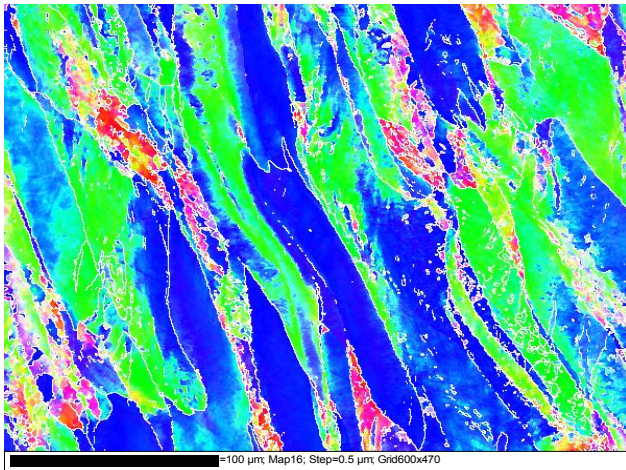
**Obr. 29** – Orientačná mapa počiatocného stavu. Jednotlivé farby odpovedajú orientáciám podľa priloženého orientačného trojuholníku.

Obr. 30 ukazuje orientačné pomery po jednom pretlačení na priereze vzorky. Zrná ohraničené vysokouhlovými hranicami už nie sú jednofarebné, čo naznačuje tvorbu subzŕn. Tento záver potvrdzuje Obr. 31, kde okrem vysokouhlových hraníc (ich podiel je len 11%), teraz značených červenou farbou, sú zakreslené aj tie hranice, kde rozdiel v orientácii dvoch susediacich oblastí je  $1,5^\circ$ .



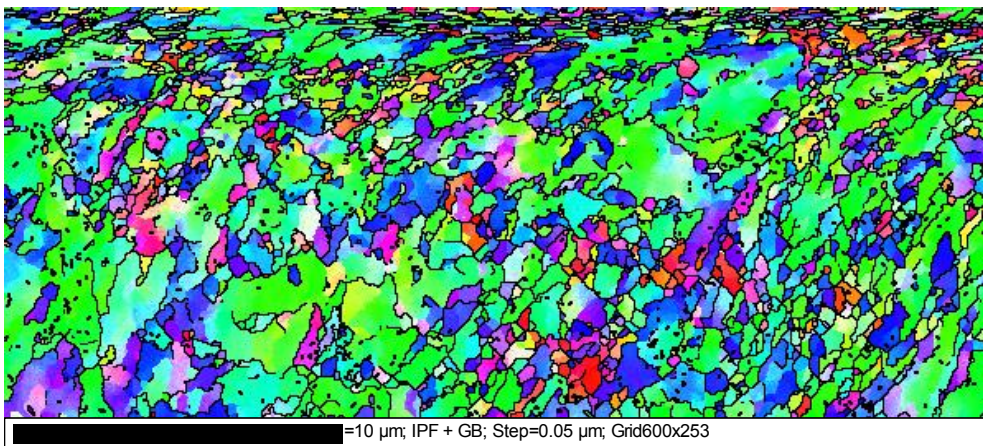
**Obr. 30** – Orientačná mapa po 1x ECAP - prierez. Vysokouhlové hranice ( $>15^\circ$ ) sú vyznačené čiernou čiarou.

**Obr. 31** – Orientačná mapa po 1x ECAP - prierez. Oblasť je totožná s tou na Obr. 30, ale sú vyznačené aj nízkouhlové hranice. Vysokouhlové hranice ( $>15^\circ$ ) sú vyznačené červenou čiarou, hranice  $1,5^\circ$  čiernou čiarou.

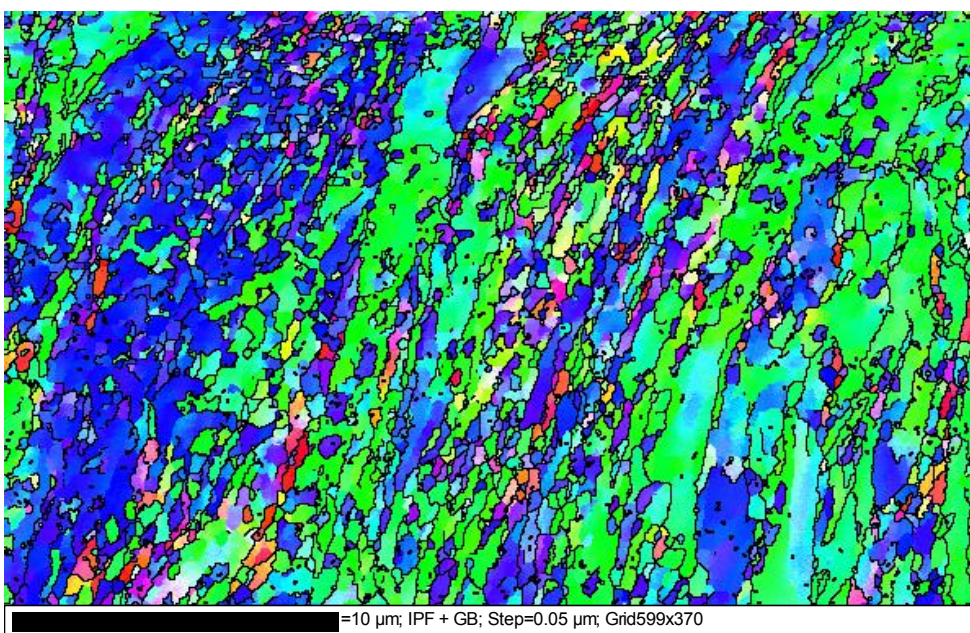


*Obr. 32 – Orientačná mapa po 1x ECAP –  
pozdlžny rez.*

Situáciu v pozdlžnom smere jedenkrát pretlačenej vzorky znázorňuje Obr. 32. Je jednoznačné, že došlo k predĺženiu zŕn v smere pôsobiaceho šmykového napätia. Tento fakt je v súlade s výsledkami získanými pomocou svetelného mikroskopu a TEM. Rozdrobenie pôvodnej štruktúry sa dá pozorovať aj na dvakrát pretlačených vzorkách. Bohužiaľ kvôli technickým problémom obrázky nie sú dostatočne kvalitné na to, aby sme ich uviedli.

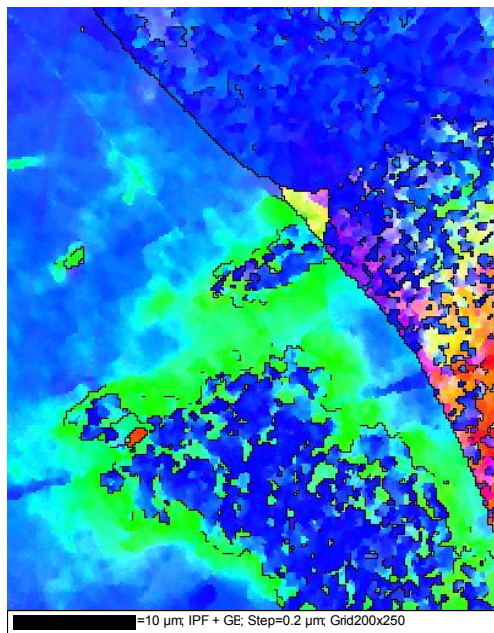


*Obr. 33 – Orientačná mapa po 4x ECAP – prierez.*



*Obr. 34 – Orientačná mapa po 8x ECAP – prierez.*

Meranie veľkosti zrna ukázalo, že rozdiel tejto hodnoty pre vzorky pretlačené štyrikrát a osemkrát je zanedbateľný (viď. Graf 3). Ako je vidieť na Obr. 33 (4x ECAP) a 34 (8x ECAP), mikroštruktúra pre obidva prípady vyzerá veľmi podobne. Je ešte stále možné pozorovať predĺžené zrná. V prípade 8x pretlačeného vzorku však nepatrne narástol podiel vysokouhlových hraníc (z 28% na 31%).



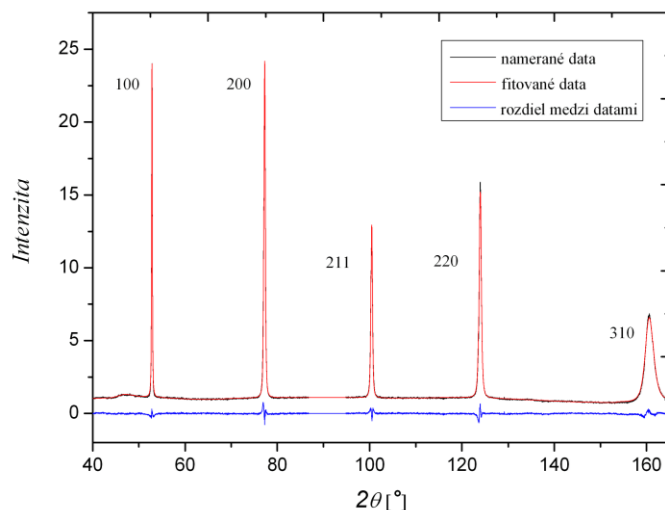
Veľmi zaujímavý pohľad nám poskytuje Obr. 35, kde je znázornená orientačná mapa podobnej prechodovej oblasti (prechod medzi porušenou a neporušenou štruktúrou), ako na Obr. 20, 21, 23. Vplyvom šmykovej deformácie sa jednotlivé subzrná vychýlia z pôvodnej orientácie a vytvoria vysokouhlové hranice.

**Obr. 35** – Orientačná mapa po 8x ECAP – prierez. Prechodová oblasť medzi porušenou a neporušenou oblasťou.

### 3.6 Štúdium mikroštruktúry pomocou analýzy rrtg difrakčných profilov

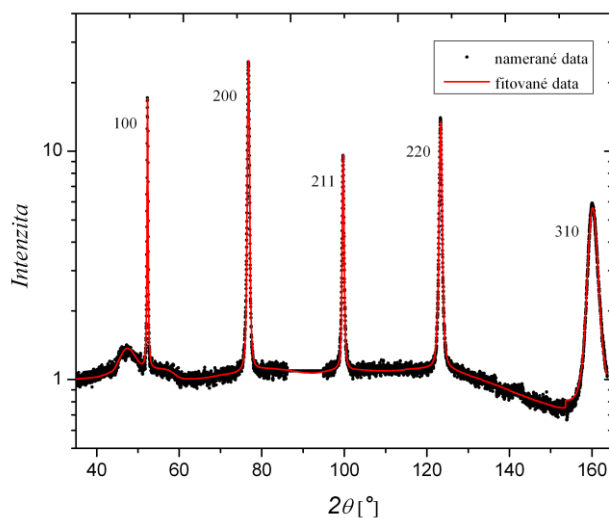
Mikroštruktúra vzoriek IF oceli pripravených metódou *ECAP*, bola študovaná pomocou analýzy röntgenových difrakčných profilov. Difrakčné záznamy sa merali na difraktometri s veľkým rozlíšením vybavenom *Co* lampou, ktorá je zdrojom žiarenia o vlnovej dĺžke  $\lambda = 0.1789$  nm. Namerané profily boli vyhodnotené pomocou metódy *Convolutional Multiple Whole Profile (CMWP) fitting*. Pri tejto metóde sú namerané profily fitované konvolúciou inštrumentálnych efektov a teoretickou hodnotou veľkostného a deformačného profilu  $I^m = I^I * I^V * I^D$ . Vzhľadom k jemnozrnnej štruktúre skúmaných vzoriek, bolo fyzikálne rozšírenie profilu omnoho väčšie než inštrumentálne rozšírenie a preto neboli inštrumentálne korekcie započítané do vyhodnocovania. Teoretické profilové funkcie použité vo vyhodnocovacej procedúre sú počítané na základe modelu mikroštruktúry, v ktorom kryštality majú sféricky tvar a log-normálne rozdelenie veľkostí a mriežkové napätie je spôsobené dislokáciami. Vzorový príklad fitovaného profilu vzorky IF oceli 1-krát pretlačenej cestou *B<sub>c</sub>*.

získaného metódou *CMWP* je znázornený v *Grafe 4*. Červenou krivkou je označený nameraný profil a čiernou farbou nafitovaná teoretická závislosť. Rozdiel medzi nameranými a spočítanými hodnotami intenzít je vyneseny v spodnej časti grafu modrou farbou. Veľkosť rozdielu je minimálna a tak možno skonštatovať, že obe hodnoty sú v dobrej zhode.



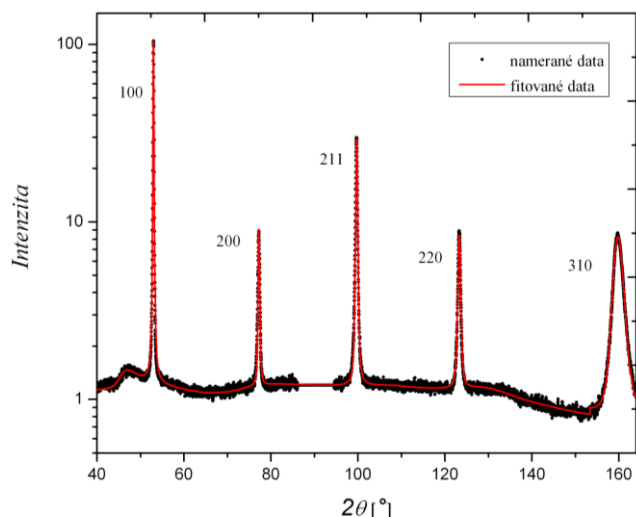
**Graf 4** – Difrakčný záznam IF ocele 1-krát pretlačenej cestou  $B_c$ .

Pre detailnejšie preskúmanie presnosti fitu sme do *Grafu 5* a *Grafu 6* vynesli meraný profil (čierne body) a fitovaný profil (červená krivka) IF ocele 2 a 4-krát pretlačenej s osou intenzity v logaritmickej škále. Aj v tomto prípade bola pozorovaná vynikajúca zhoda medzi nameranými a teoretickými hodnotami, čo je dôkazom veľmi úspešného použitia fitovacej metódy *CMWP*. Na základe toho môžeme považovať výsledne mikroštruktúrne parametre získane pomocou nej za odpovedajúce realite.



**Graf 5** – Difrakčný záznam IF ocele 2-krát pretlačenej cestou  $B_c$ .





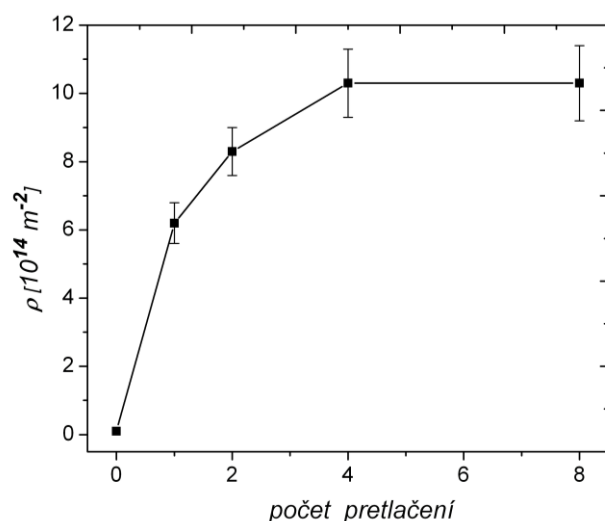
**Graf 6** – Difrakčný záznam IF oceli 4-krát pretlačenej cestou  $B_c$ .

Výsledne hodnoty parametrov získané použitím procedúry CMWP sú zhrnuté v *Tabuľke 4*. Veľkosť kryštálov  $\langle x \rangle_{area}$  bola dopočítaná podľa vzťahu (2.8).

**Tabuľka 4** – Prehľad hodnôt fitovaných parametrov.

| <i>vzorka</i> | $\langle x \rangle_{area}$ [nm] | $\rho$ [ $10^{14} m^{-2}$ ] | $q$           |
|---------------|---------------------------------|-----------------------------|---------------|
| 0 ECAP        | 1 $\mu$ m<                      | <0.1                        | –             |
| 1 ECAP        | 72 $\pm$ 10                     | 6.2 $\pm$ 0.6               | 2.3 $\pm$ 0.1 |
| 2 ECAP        | 80 $\pm$ 10                     | 8.3 $\pm$ 0.7               | 2.4 $\pm$ 0.1 |
| 4 ECAP        | 80 $\pm$ 8                      | 10.3 $\pm$ 1.0              | 2.4 $\pm$ 0.1 |
| 8 ECAP        | 66 $\pm$ 8                      | 10.3 $\pm$ 1.1              | 2.5 $\pm$ 0.1 |

Z tabuľky je vidieť, že už po prvom pretlačení vzorky dochádza k ustáleniu veľkosti kryštálov. Závislosť hustoty dislokácií na počte pretlačení je vynesená v Grafe 7. V ňom môžeme pozorovať, že hustota dislokácií narastá až do 4. pretlačenia. Ďalšími pretlačovaniami sa jej hodnota už nezvyšuje, čo poukazuje na vytvorenie nasýtenej dislokačnej štruktúry a teda nové vznikajúce dislokácie zanikajú vzájomnou anihiláciou. Hodnota parametru  $q$  charakterizujúceho typ dislokácií je v prípade čistého železa a hranových dislokácií  $q_{hran}=1,28$ ,  $q_{skrutk}=2,67$  pre skrutkové a  $q_{mieš}=1,98$  pre miešaný typ dislokácií. V našom prípade je charakter dislokácií viac skrutkový ako ukazuje hodnota parametru  $q$ , čo môže byť vysvetlené redukovanou pohyblivosťou skrutkových dislokácií v *bcc* štruktúrach.

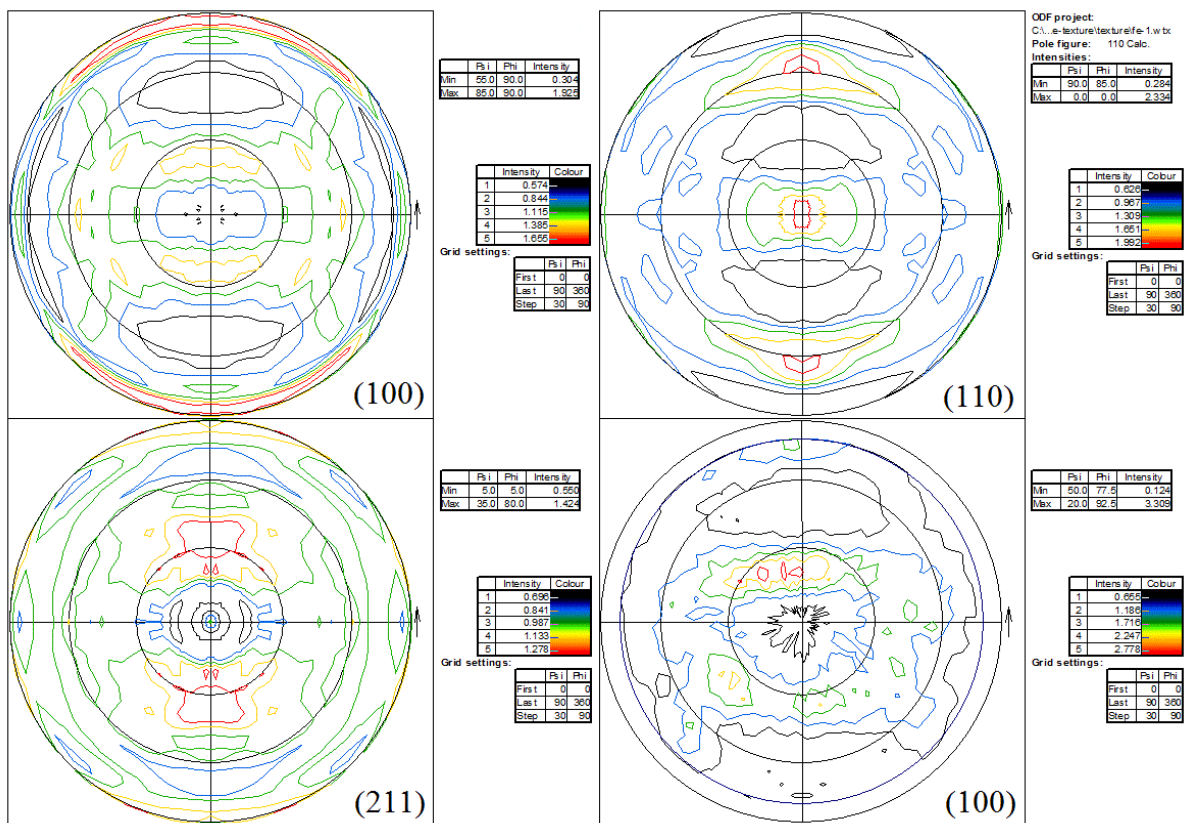


**Graf 7** – Závislosť hustoty dislokácii IF oceli na počte pretlačení.

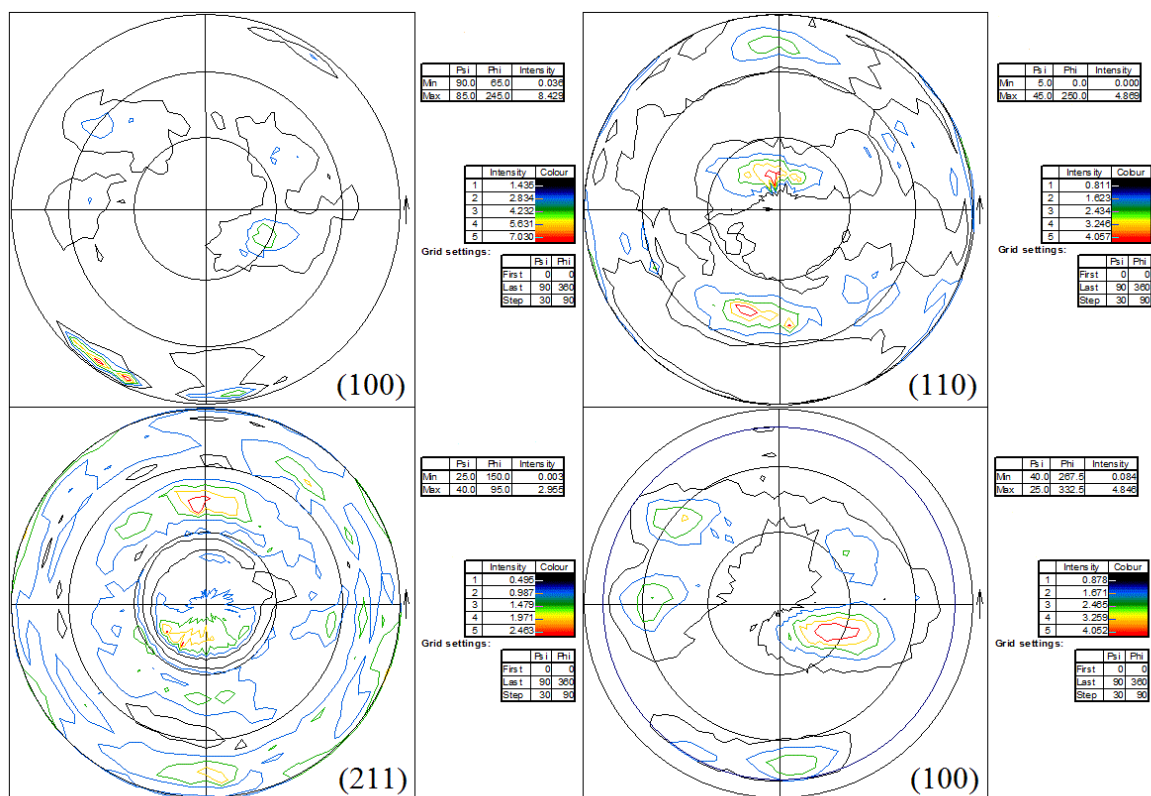
### 3.7 Textúra

Meranie textúr IF oceli bolo uskutočnené z pozdĺžneho smeru vzoriek, rovnobežného so smerom pretlačovania (SP) a priečného smeru. Pri meraní bol zvolený  $\varphi$ ,  $\psi$  sken s krokom  $3^\circ$  a zaznamenávala sa integrálna intenzita. Hodnoty pozadí boli namerané odchylením vzoriek z difrakčných polôh o  $\pm 3^\circ$  a menením uhlu  $\psi$ . Experimentálne pólové obrazce (PO) rovín (100), (110) a (211) sme získali spracovaním nameraných dát s odseparovaným pozadím pomocou programu Philips X' Pert Texture 1.0a. Z PO bola následne spočítaná orientačná distribučná funkcia. Z nej sme spätne dopočítali kompletne PO, ktoré boli zreteľnejšie ako pôvodné a preto ich budeme uvádzať. Vývoj textúry po ECAPE je prezentovaný pomocou dopočítaných PO vyššie uvedených rovín, spolu s pôvodným PO roviny (100) umiesteným na štvrtej pozícii v grafoch, na porovnanie miery podobnosti. Pre jednotlivý počet pretlačení, sú PO z pozdĺžneho rezu uvedené v Grafoch 8–11 a z priečného rezu v Grafoch 12–14.

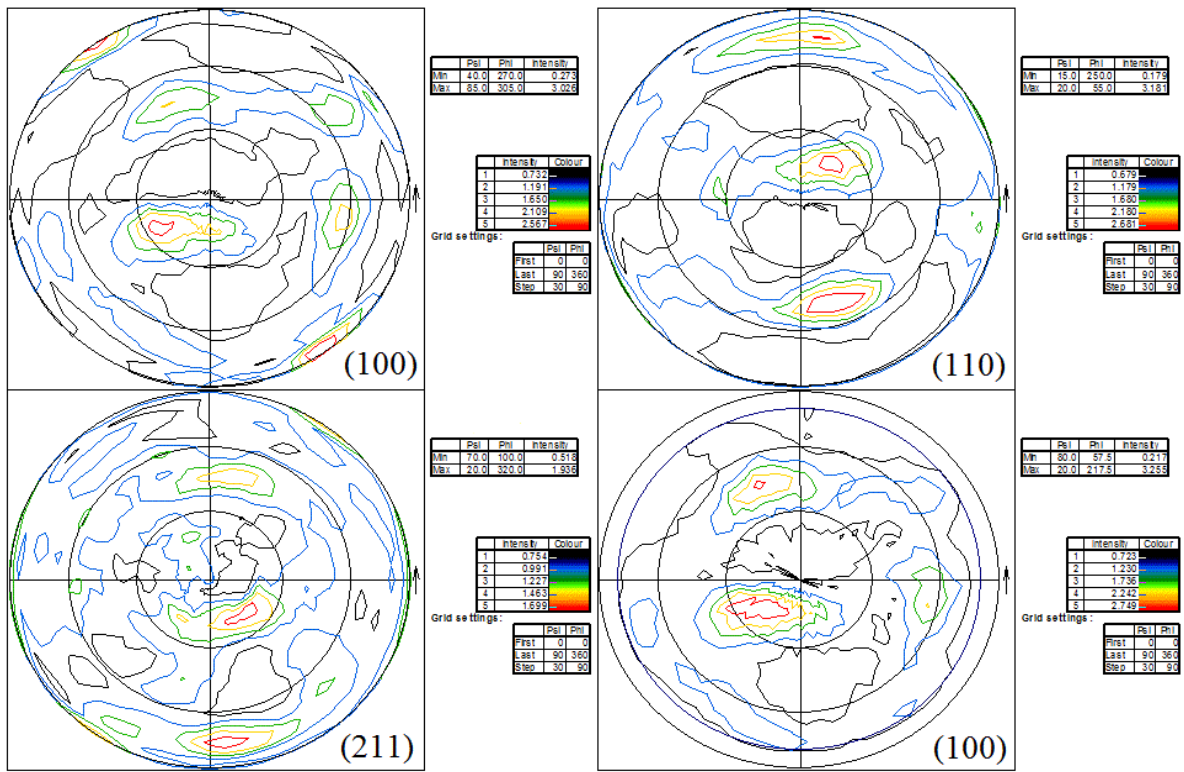
Po prvom pretlačení vzorky sa vytvorí silná textúra (110). Na pólovom obraze je možno vidieť tri výrazne maxima. Prvé maximum s najväčšou intenzitou 2,3 je umiestené presne uprostred, so súradnicami  $\varphi$ ,  $\psi = 0^\circ$ . Ďalšie maxima sú voči normále k (SP) naklonené o cca  $45^\circ$ , čo ale odpovedá podľa tabuľky medzirovinných uhlov v kubických kryštáloch [27] rovnako rovinám (110). Následkom druhého pretlačenia dochádza čiastočne k rozbíjaniu textúry. Pri štvrtom pretlačení pozorujeme obnovenie textúry (110). Objavujú sa rovnako tri intenzívne maxima, avšak to s najväčšou intenzitou 3,2 je uklonené o  $20^\circ$  voči normále k (SP). Osmé pretlačenie vzorky ma za následok úplne rozrušenie a zaniknutie pôvodnej textúry. Podobný vývoj textúr je možno sledovať aj na výbrusoch z priečného smeru vzorky.



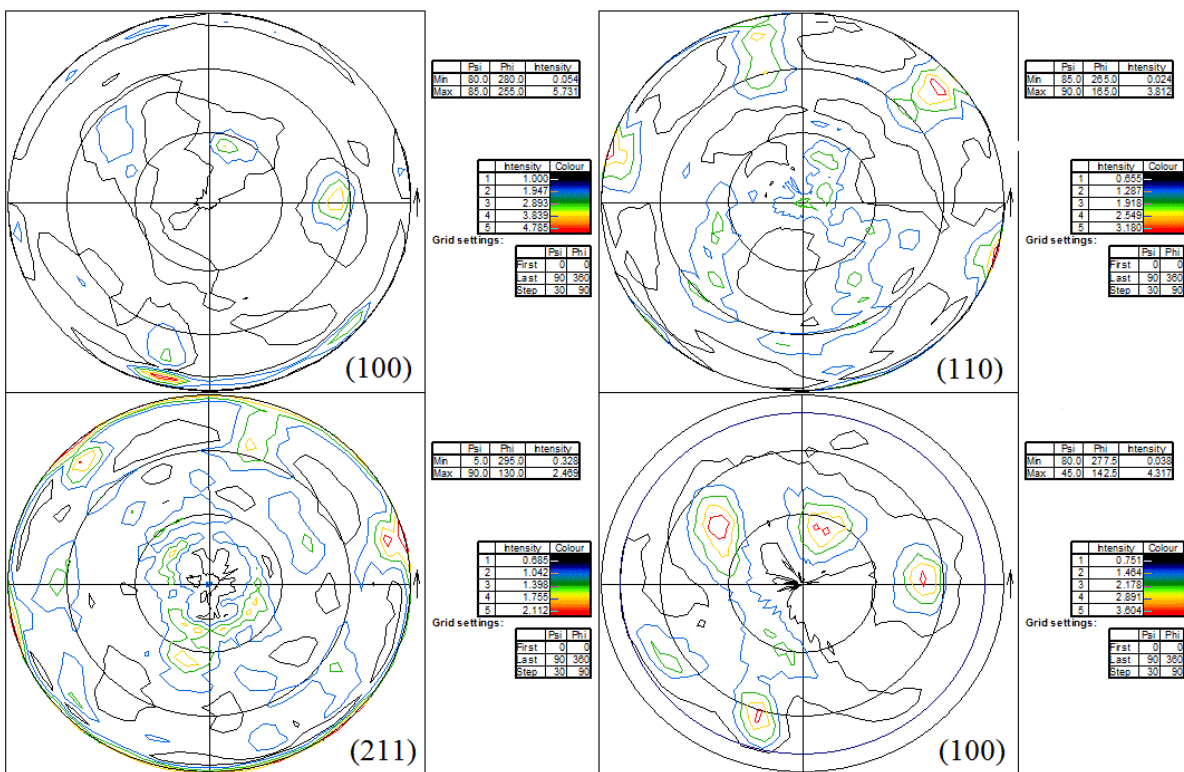
**Graf 8** – Pólové obrazce jednotlivých rovin 1x pretlačenej vzorky z pozdĺžneho smeru.



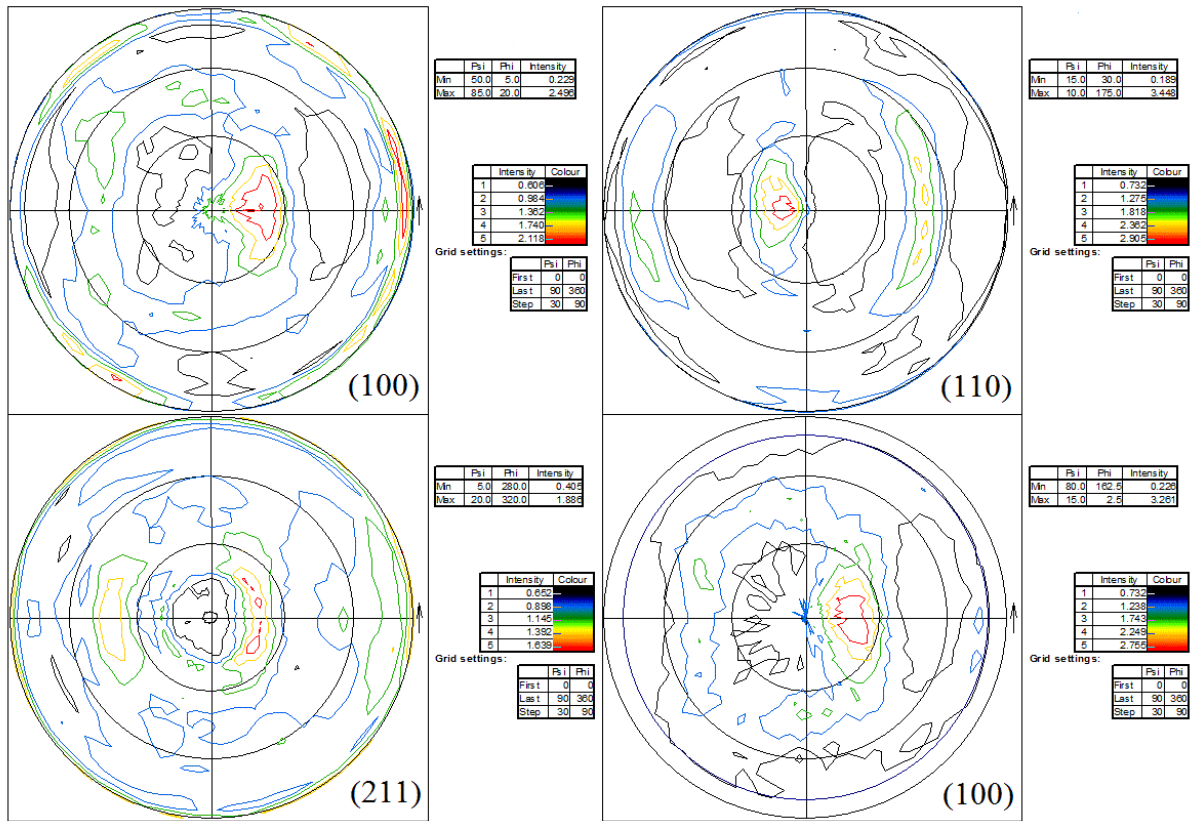
**Graf 9** – Pólové obrazce jednotlivých rovin 2x pretlačenej vzorky z pozdĺžneho smeru.



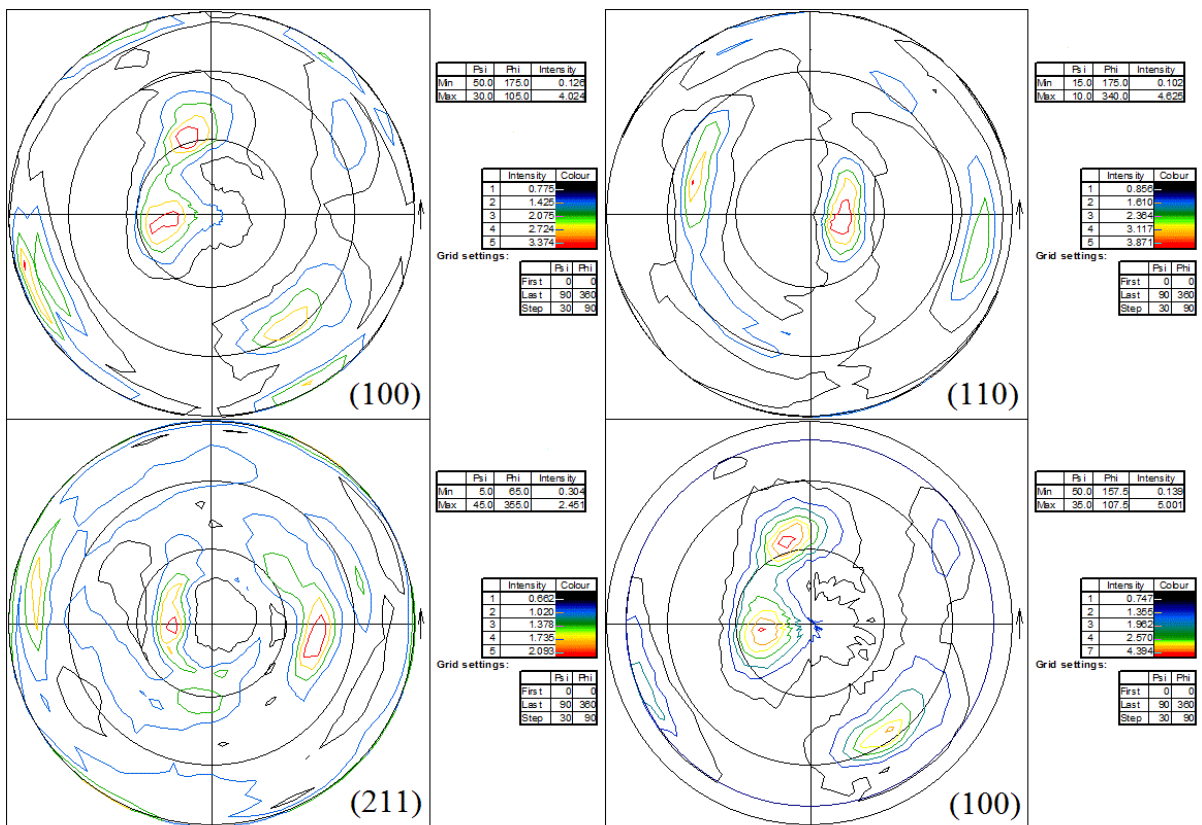
Graf 10 – Pólové obrazce jednotlivých rovin 4x pretlačenej vzorky z pozdĺžneho smeru.



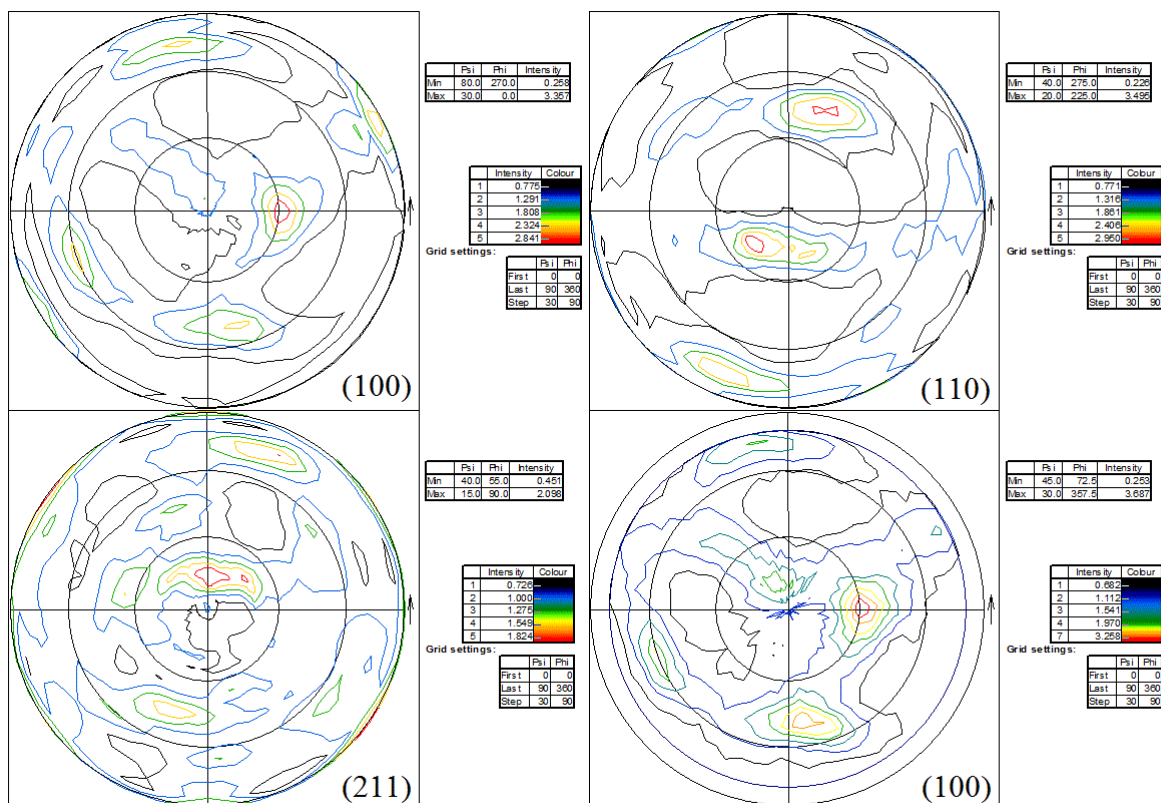
Graf 11 – Pólové obrazce jednotlivých rovin 8x pretlačenej vzorky z pozdĺžneho smeru.



Graf 12 – Pólové obrazce jednotlivých rovín 1x pretlačenej vzorky z priečného smeru.



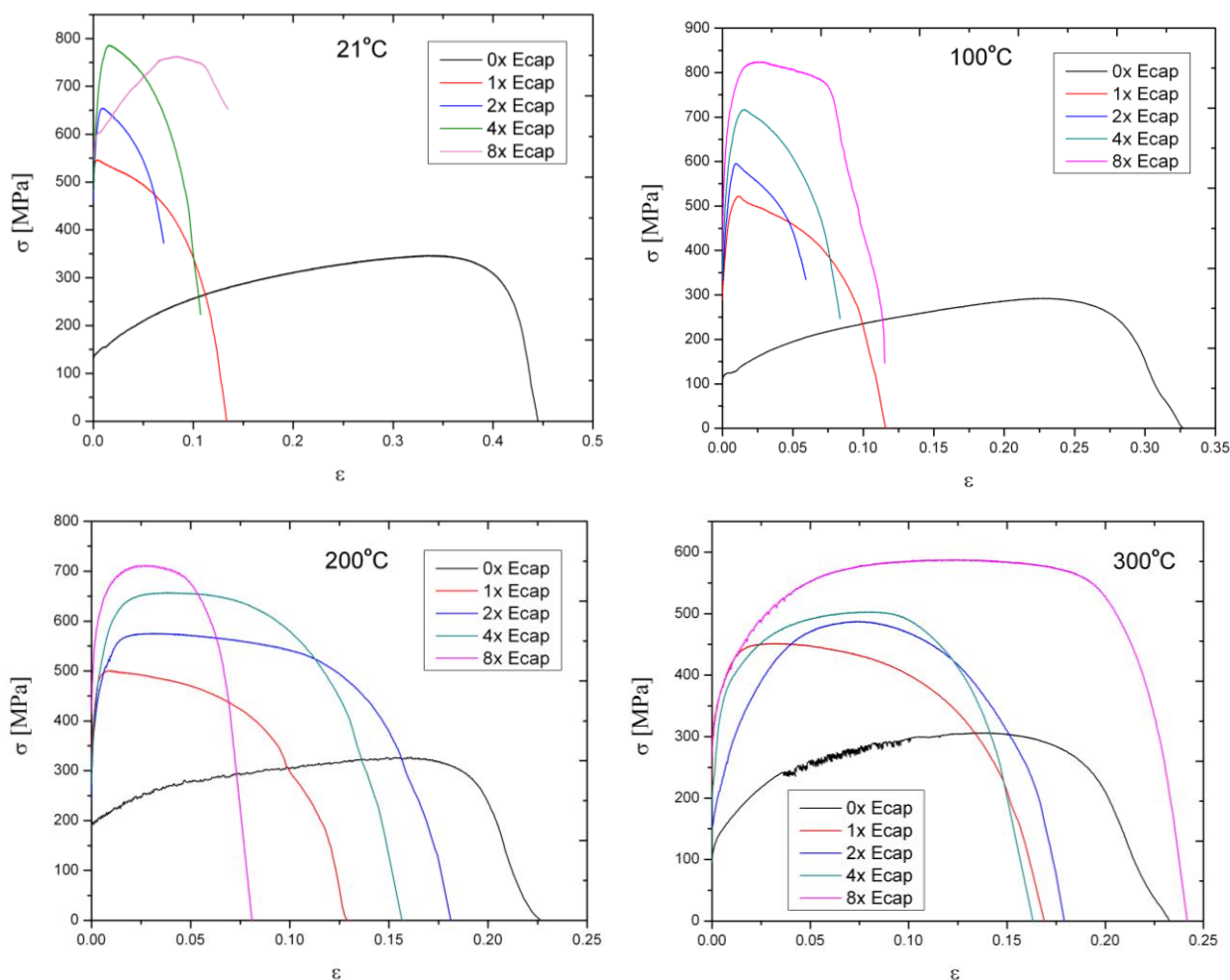
Graf 13 – Pólové obrazce jednotlivých rovín 2x pretlačenej vzorky z priečného smeru.



**Graf 14** – Pólové obrazce jednotlivých rovín 4x pretlačenej vzorky z priečného smeru.

### 3.8 Mechanické vlastnosti

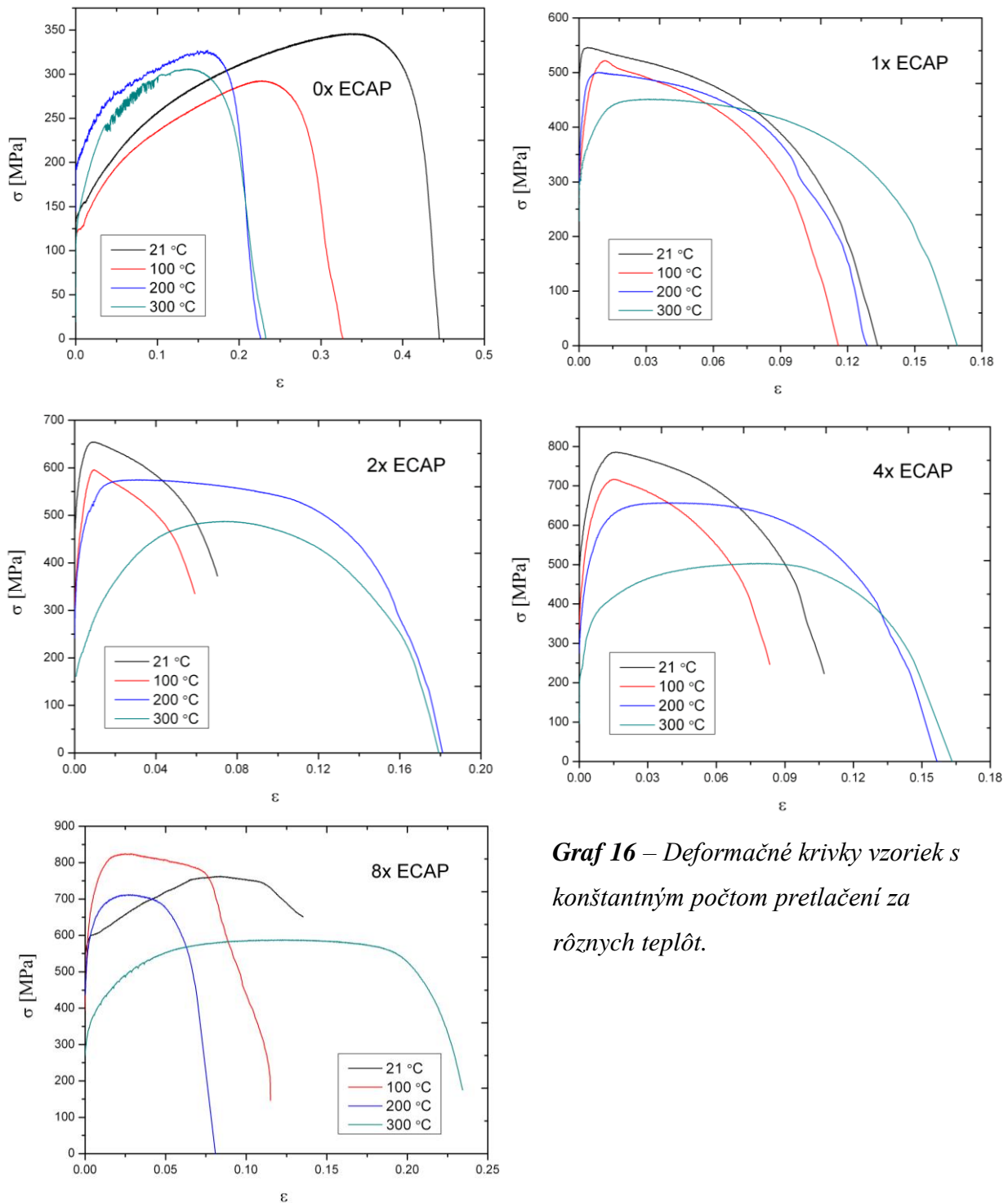
Odozva materiálu na mechanické namáhanie bola otestovaná deformačnými skúškami v ťahu na prístroji Instron 5882, s konštantnou deformačnou rýchlosťou  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , pri izbovej teplote (v tabuľkách a grafoch je uvádzaná hodnota  $21^\circ\text{C}$ ). Rovnako sme uskutočnili deformačné skúšky pri teplotách  $100^\circ\text{C}$ ,  $200^\circ\text{C}$  a  $300^\circ\text{C}$ . Pri deformovaní 8x pretlačených vzoriek za izbovej teploty, dochádzalo po dosiahnutí určitej deformácie k vyťahovaniu materiálu z hlavičiek vzoriek uchytených v čeľustiach, čím sme dostali skreslené závislosti. Výsledné deformačné krivky pre rôzny počet pretlačení a konštantnú deformačnú teplotu sú uvedené v Grafe 15 a pre rôznu teplotu a rovnaký počet pretlačení v Grafe 16.



**Graf 15** – Deformačné krivky pre rôzny počet pretlačení pri teplotách 21°C, 100°C, 200°C a 300°C.

Ako je možné vidieť z Grafu 15, dochádza počas deformácie pri teplotách 21°C a 100°C k zvyšovaniu medzi pevnosti vzoriek s narastajúcim počtom pretlačení, na úkor poklesu ťažnosti. Tá sa znížila pri teplote 21°C z hodnoty 45% v prípade 0x pretlačenej vzorky, len na 7% pre 2x pretlačenú vzorku. Tato skutočnosť je v súlade s vývojom hustoty dislokácií, ktorá sa s počtom pretlačení zvyšuje a nárastom podielu veľkouglových hraníc. Jedine v prípade deformácie pri 300°C, bola hodnota ťažnosti 8x pretlačenej vzorky vyššia ako u pôvodnej vzorky a činila 24%. Pri deformácii za teplôt 200°C a 300°C rovnako dochádza k zvyšovaniu medze pevnosti vzoriek s narastajúcim počtom pretlačení, avšak pozorujeme aj nárast maximálneho predĺženia u všetkých pretlačených vzoriek, v porovnaní s predĺžením pri nižších teplotách. Pri teplote 200°C je ťažnosť 2x pretlačenej vzorky väčšia než u ostatných počtoch pretlačení. Na deformačnej krivke 0x pretlačenej vzorky pri teplote 300°C je možno pozorovať skoky napätia. To je zrejme prejavom Portevin-Le Chatelierovho javu, pri ktorom

dochádza k zakotveniu dislokácií prímesovými atómami. Nárastom napätia sa dislokácie uvoľnia z atmosféry prímesových atómov, čo spôsobí jeho pokles. Tento proces sa pravidelne opakuje. V našom prípade je teda teplota 300°C dostatočná na to, aby sa rýchlosť prímesových atómov vyrovnala rýchlosti dislokácii a atómy prímesty mohli obklopiť pohybujúce sa dislokácie. Pri ostatných počtoch pretlačení tento jav nepozorujeme, čo je spôsobené nárastom hustoty dislokácií. Konštantná koncentrácia prímesty už totiž nepostačuje na brzdenie zvýšeného počtu dislokácií.



**Graf 16** – Deformačné krivky vzoriek s konštantným počtom pretlačení za rôznych teplôt.



Graf 16 nám poskytuje prehľad o správaní sa jednotlivých vzoriek pri deformácii za rôznych teplôt. V prípade 0x pretlačenej vzorky dochádza počas deformácie pri 100°C k odpevneniu a zníženiu ťažnosti. Naopak pri teplotách 200°C a 300°C pozorujeme zvýšenie pevnosti ale ťažnosť sa naďalej znižuje až na hodnotu 24%. Rovnako je pri teplote 200°C možné pozorovať malé skoky napätia, čo je prejavom začínajúceho Portevin-Le Chatelierovho javu. Pri teplote deformácie 100°C pozorujeme u všetkých pretlačených vzoriek pokles pevnosti aj hodnoty maximálneho predĺženia. Pri vyšších teplotách sa pevnosť pretlačených vzoriek naďalej znižuje v súlade s predpokladom anihilácie dislokácií a dochádza k nárastu ťažnosti v dôsledku väčšej pohyblivosti dislokácií.

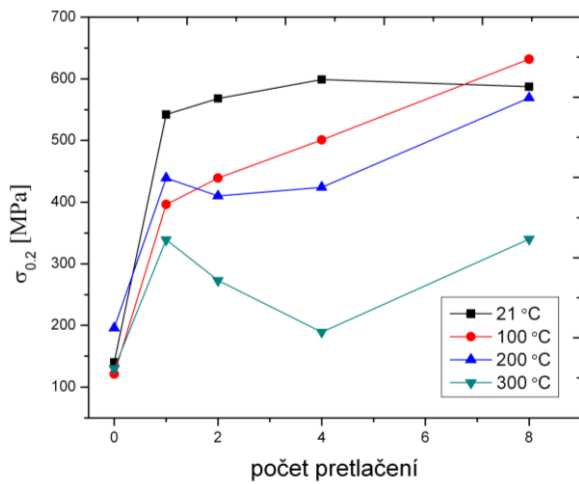
Z vyššie uvedených deformačných kriviek boli odčítané hodnoty medze sklzu odpovedajúcej plastickej deformácii 0.2%, medzi pevnosti  $\sigma_{max}$  a hodnoty maximálneho predĺženia  $\epsilon_{max}$ . Všetky tieto údaje sú zhrnuté v Tabuľkách 5 a 6. Závislosti  $\sigma_{0,2}$ ,  $\sigma_{max}$  a  $\epsilon_{max}$  na počte pretlačení pri konštantných teplotách sú vynesené v Grafoch 17, 19, 21 a ich závislosti na teplote deformácie pri konštantnom počte pretlačení v Grafoch 18, 20, 22.

**Tabuľka 5** – Prehľad hodnôt parametrov  $\sigma_{0,2}$  a  $\sigma_{max}$  pre rôzne teploty a počty pretlačení.

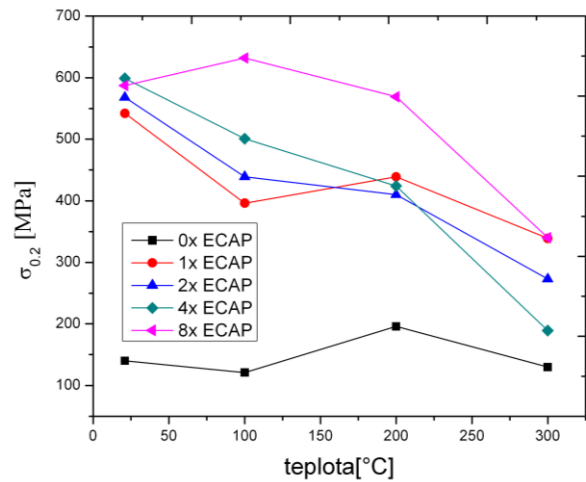
| Počet pretlačení | $\sigma_{0,2}$ [MPa] |       |       |       | $\sigma_{max}$ [MPa] |       |       |       |
|------------------|----------------------|-------|-------|-------|----------------------|-------|-------|-------|
|                  | 21°C                 | 100°C | 200°C | 300°C | 21°C                 | 100°C | 200°C | 300°C |
| 0                | 140                  | 121   | 196   | 130   | 346                  | 293   | 327   | 306   |
| 1                | 542                  | 396   | 439   | 339   | 546                  | 522   | 501   | 452   |
| 2                | 568                  | 439   | 410   | 273   | 654                  | 596   | 575   | 487   |
| 4                | 599                  | 501   | 424   | 189   | 786                  | 717   | 657   | 503   |
| 8                | 587                  | 632   | 569   | 340   | 763                  | 825   | 712   | 588   |

**Tabuľka 6** – Prehľad hodnôt parametru  $\epsilon_{max}$  pre rôzne teploty a počty pretlačení.

| Počet pretlačení | $\epsilon_{max}$ |       |       |       |
|------------------|------------------|-------|-------|-------|
|                  | 21°C             | 100°C | 200°C | 300°C |
| 0                | 0.45             | 0.33  | 0.23  | 0.24  |
| 1                | 0.14             | 0.12  | 0.13  | 0.17  |
| 2                | 0.07             | 0.06  | 0.18  | 0.18  |
| 4                | 0.11             | 0.08  | 0.16  | 0.17  |
| 8                | 0.14             | 0.11  | 0.08  | 0.24  |

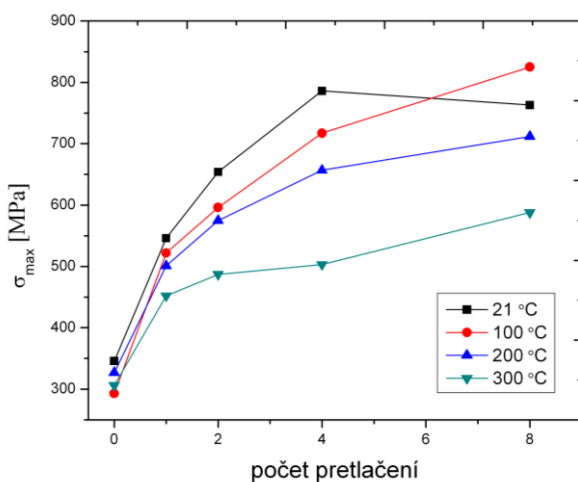


**Graf 17** – Závislosť  $\sigma_{0.2}$  na počte pretlačení.

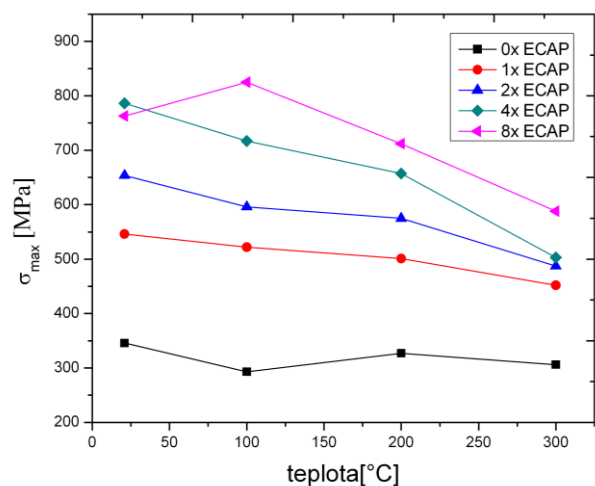


**Graf 18** – Závislosť  $\sigma_{0.2}$  na teplote deformácie.

Po prvom pretlačení dochádza pri všetkých meraných teplotách k zvyšovaniu medzi sklzu, spôsobenom nárastom hustoty dislokácií a podielu veľkohlavých hraníc. Najväčší prírastok približne o 200% je pri teplote 21 °C a so zvyšujúcou sa teplotou sa hodnota prírastku znižuje, čo je spôsobené narastajúcou anihiláciou dislokácií a tepelne aktivovaným pohybom dislokácií. Pri teplotách 21 °C a 100 °C je zachovaný nárast  $\sigma_{0.2}$  so zvyšujúcim sa počtom pretlačení, avšak pri vyšších teplotách dochádza naopak po druhom a štvrtom pretlačení k jej poklesu.



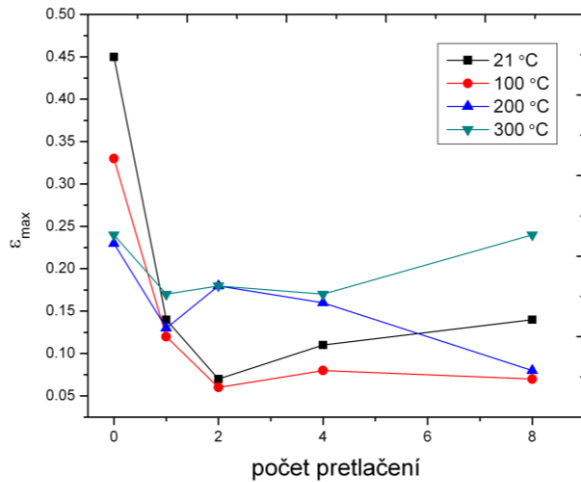
**Graf 19** – Závislosť  $\sigma_{max}$  na počte pretlačení.



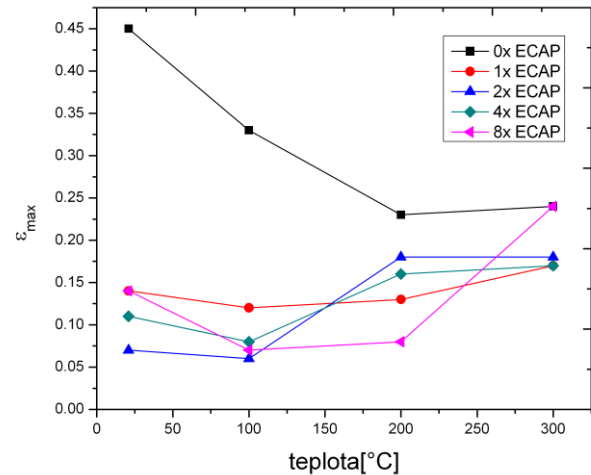
**Graf 20** – Závislosť  $\sigma_{max}$  na teplote deformácie.

Medza pevnosti sa pri deformácii za všetkých teplôt zvyšuje s počtom pretlačení (hodnota pri izbovej teplote 8x pretlačenej vzorky je len orientačná, nakoľko deformačná krivka bola

nameraná s vyššie uvedenými problémami). Rovnako dochádza k jej poklesu s narastajúcou teplotou deformácie, čo je spôsobené poklesom hustoty dislokácií ich vzájomnou anihiláciou a tepelne aktivovaným pohybom dislokácií.



**Graf 21** – Závislosť  $\varepsilon_{max}$  na počte pretlačení.



**Graf 22** – Závislosť  $\varepsilon_{max}$  na teplote deformácie.

Hodnoty maximálneho predĺženia, majú všeobecne klesajúcu tendenciu so zväčšujúcim sa počtom pretlačení, čo je ovplyvnené zníženou pohyblivosťou dislokácií a tým pádom narastajúcim počtom zakotvených dislokácií. Hodnoty ťažnosti sú aj podstatne ovplyvňované teplotou deformácie a s jej zvyšovaním dochádza k jej nárastu, okrem 0x pretlačenej vzorky, kde dochádzalo k prejavom deformačného starnutia.

## Kapitola 4

### Diskusia výsledkov

Základný (počiatočný) stav IF oceli sa vyznačuje homogénnou štruktúrou zŕn, ktorých veľkosť je približne rovnaká. Kryštalografická orientačná mapa povrchu ukazuje, že orientácia zŕn v základnom stave je náhodná. Z metalografického výbrusu vzoriek je zreteľné, že táto štruktúra sa naruší už po prvom pretlačení. Dochádza k signifikantnému zmenšeniu rozmeru zŕn, a to až na 1/3 pôvodnej veľkosti. Záber z pozdĺžnej strany vzorky, jedenkrát pretlačenej ukazuje, že zároveň dochádza aj k predĺženiu zŕn v smere pôsobiacej deformácie a náhodná orientácia zŕn sa zmení na usmernenú, vytvorí sa textúra. Toto pozorovanie je v súlade s textúrnymi meraniami, ktoré potvrdili výraznú textúru po prvom pretlačení. Predpokladám, že v tomto prípade bude možné pozorovať anizotropické deformačné vlastnosti v pozdĺžnom, resp. priečnom smere. Ďalšie pretlačovanie vzoriek malo za následok zjemnenie mikroštruktúry, avšak už nie v takej miere, v akej to nastalo po prvom pretlačení. U 4x ECAPovaných vzoriek došlo k ustáleniu mikroštruktúry, zrna sa už ďalším pretlačovaním príliš nezmenšovali, tzn. že najmenšia dosiahnutá priemerná veľkosť zrna bola cca. 0,4  $\mu\text{m}$ . Ďalším pretláčaním pravdepodobne dochádzalo k rozšíreniu jemnozrnnej štruktúry do väčšieho objemu materiálu, ako to matematickým modelovaním ukázal Kim [39]. V súlade s týmto predpokladom, 8x pretlačené vzorky vykazovali veľmi jemnú a homogénnu mikroštruktúru. Veľkosť zŕn vyhodnotená pomocou analýzy difrakčných profilov sa výrazne líšili od hodnôt získaných metódou EBSD. To je spôsobené tým, že pri difrakcii sú vyhodnotené veľkosti kryštálov na rozdiel od EBSD, kde sa do vyhodnocovania započítavajú len zrná oddelené veľkouglovými hranicami. Pri pozorovaní hrotu pretlačených vzoriek sme objavili prechodové oblasti medzi porušenou a neporušenou štruktúrou, čo taktiež poukazuje na to, že deformácia nenastáva v celom objeme vzorku. Tieto oblasti môžu v budúcnosti veľmi dobre poslúžiť na pozorovanie vývoja textúry priebehom Je dôležité poznamenať, že zrná po 8 ECAPe cestou B<sub>c</sub> sú menšie a viac rovnoosej povahy, než zrná pripravené cestou A a C. Podľa pozorovaní uskutočnených v [26] ostávajú zrna po ôsmom pretlačení cestou A a C pretiahnuté, s priemernou dĺžkou 500 nm - 1  $\mu\text{m}$  a šírkou 200-300 nm a dĺžkou 500-800 nm a šírkou 100-200 nm v tomto poradí. Proces zjemňovania zŕn v bcc materiáloch bol detailne diskutovaný v [28]. Autori tu predpokladajú, že mechanizmus

zjemňovania zrn je citlivý na rotáciu mriežky. Bolo dokázané, že u rôznych deformačných ciest je rotácia mriežky rôzna [29]. Jednoduchý šmyk pôsobiaci pri  $n$ -tom priechode formou natočí zrná do stabilnej polohy v zhode so smerom šmyku. Táto orientácia je stabilná s ohľadom na  $(n + 1)$ -tý priechod pre cestu C ale nestabilná pre cestu A. Celková rotácia mriežky a následná fragmentácia zrn je preto intenzívnejšia pri ceste A než pri ceste C. Vzhľadom k tomu, že smer šmyku po  $(n + 1)$ -tom priechode cestou  $B_c$  je kolmý na smer predošlého šmyku, predpokladáme, že intenzita procesu rotácie mriežky by mala byť ešte väčšia ako v prípade cesty A. Pozorovania De Messemaekera et al. [30] sú v súlade s týmto predpokladom. Textúrne merania týchto autorov na IF oceliach ukázali, že zrná pri cestách A a  $B_c$  nie sú natočené do orientácie, v ktorej sa uskutočnil sklz, čo však neplatí v prípade cesty C. Okrem toho zistili, že  $B_c$  vzorky vykazujú slabšiu textúru ako vzorky pripravené cestou A a C. Môžeme teda dôjsť k záveru, že pretlačovaním IF oceli cestou  $B_c$ , dochádza k najefektívnejšiemu zjemňovaniu zrn a teda celej mikroštruktúry. Namerané hodnoty mikrotvrdości podľa Vickersa spolu s hodnotami získanými z [26] boli vynesené v Grafe 3 s cieľom porovnať vplyv rôznych ciest na mikrotvrdosť. Pre vzorky 4 a 8x krát pretlačené cestou  $B_c$  je hodnota mikrotvrdości väčšia ako pre cesty A a C, ktorých hodnoty sa v rámci chyby zhodujú. Rozdiel je pravdepodobne spôsobený rozdielnou hodnotou veľkosti deformačnej cesty  $\alpha$ . V prípade ECAPU je závislosť parametru  $\alpha$  na hodnotách uhlu  $\theta$  kríženia dvoch kanálov a uhlu  $\chi$  rotácie vzorky medzi dvoma pretlačeniami vyjadrená nasledovne [31]:

$$\alpha = \cos \chi - \frac{1}{2} \sin^2 \theta (1 + \cos \chi)^2.$$

Parameter  $\alpha = 0$  v prípade cesty  $B_c$  a  $\alpha = -1$  pre cesty A a C a uhol  $\theta = 90^\circ$ . Dupuy and Rauch [31] ukázali, že nulová hodnota  $\alpha$  má v prípade cesty  $B_c$  za následok dodatočné spevnenie, ktoré vedie k vyššej medzi sklzu a rýchlosti akumulácie dislokácii. V dôsledku toho je dodatočné spevnenie dôležitý faktor pre vyššiu hodnotu tvrdosti, ale ostatné parametre ako napr. veľkosť zrna, textúra ho môže rovnako ovplyvňovať.

Metóda ECAP podstatne ovplyvňuje mechanické vlastnosti IF oceli. So zvyšujúcim sa počtom pretlačení, dochádza pri izbovej teplote k nárastu medzi sklzu a pevnosti na úkor ťažnosti. To je spôsobené narastajúcou hustotou dislokácii. Rovnako k spevneniu prispieva aj zvyšujúci sa podiel veľkouglových hraníc v priebehu ECAPu. V porovnaní s deformačnými vlastnosťami IF oceli pri izbovej teplote pripravenej cestou A a C uvedenými [26], dochádza použitím cesty  $B_c$  k viditeľnému nárastu napätia na medzi sklzu.. Medza pevnosti v prípade cesty  $B_c$ , po štvrtom pretlačení dosahuje vyšších hodnôt než u cesty A a v prípade cesty C sa

medze pevnosti od 2x ECAP približne rovnaké. Hodnoty ťažnosti klesajú v prípade cesty B<sub>c</sub> pod hodnotu 10% a pri cestách A a C sa ťažnosť pohybuje okolo 15%, čo je pozitívnejší výsledok voči pomeru dosiahnutého spevnenia a ťažnosti materiálu. Deformačné krivky cestou A a C uskutočnené pri vyšších teplotách nie sú dostupné, takže ich nemôžem porovnať s našimi dosiahnutými výsledkami. Pri teplotách 200°C a 300°C je možno pozorovať u vzoriek pôvodného materialu a 1x pretlačených, nárast napätia na medzi sklzu, čo je prejavom deformačného starnutia materiálu.

Naša analýza ukazuje, že pre formu s uhlom kríženia kanálov  $\phi = 90^\circ$ , je cesta B<sub>c</sub> najviac efektívnou cestou pre spracovanie IF oceli, čo sa týka zjemňovania zŕn a mechanických vlastností. Značné množstvo experimentálnych výsledkov uvedených v tejto práci potvrdzuje obecnú platnosť tohto pozorovania. Cesta B<sub>c</sub> bola zistená ako najúčinnnejšia pre bcc [28,32], fcc [33-35] and hcp [36,37] materiály. Je potreba zdôrazniť, že vyššie uvedené výsledky boli získané pri forme  $\phi = 90^\circ$ . Situácia pre iné hodnoty ulov sa môže meniť. Napr. cesta A je vhodnejšia pri forme s uhlom kríženia kanálov  $120^\circ$  [38].

# Kapitola 5

## Záver

V tejto práci som študoval vplyv opakovaného uhlového kanálového pretlačovania (ECAP) na mikroštruktúru a mechanické vlastností IF oceli pretlačenej pri izbovej teplote cestou  $B_c$ . Vývoj mikroštruktúry vzoriek až do ôsmeho pretlačenia bol preskúmaný pomocou svetelnej mikroskopie, transmisnej elektrónovej mikroskopie, metódou difrakcie spätne odrazených elektrónov (EBSD) a analýzou röntgenových difrakčných profilov. Rovnako boli uskutočnené merania teplotnej stability mikroštruktúry a vývoja textúry s počtom pretlačení. Mechanické vlastnosti boli otestované meraním mikrotrvdosti podľa Vickersa a deformačnými skúškami v ťahu s konštantnou deformačnou rýchlosťou. Na základe uskutočnených meraní bolo pozorované, že metóda ECAP má podstatný vplyv na vývoj mikroštruktúry a mechanické vlastnosti IF oceli. Nami zistené poznatky z jednotlivých meraní sú zhrnuté v nasledujúcich bodoch. S narastajúcim počtom pretlačení dochádzalo k:

- Výraznému zjemňovaniu mikroštruktúry. Pôvodná veľkosť zrna  $41,7 \mu\text{m}$  postupne klesala až na hodnotu  $0,36 \mu\text{m}$ , v prípade 8x pretlačenej vzorky. Nad 4x ECAP dochádzalo k postupnej homogenizácii mikroštruktúry a oblasť jemnozrnnej štruktúry sa rozšírila do väčšieho objemu materiálu.
- Nárastu podielu veľkouglových hraníc vyplývajúci z EBSD meraní.
- Nárastu hustoty dislokácii z počiatočnej hodnoty  $0,1 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$  na hodnotu  $10,3 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$  v prípade 4x pretlačenej vzorky. Ďalšími pretlačovaniami sa jej hodnota už nezvyšovala.
- Vytvoreniu textúry (110) po prvom pretlačení, ktorá úplne vymizla v prípade 8x pretlačenej vzorky
- Nárastu hodnoty mikrotrvdosti, medzi sklzu a pevnosti.
- Vo väčšine prípadov k poklesu hodnoty ťažnosti.

Nakoľko som mal k dispozícii iba obmedzený počet vzoriek, zostalo ešte veľa otázok nezodpovedaných. Pri ďalšom výskume by som chcel podrobne premerať teplotnú stabilitu mikroštruktúry so zameraním na pozorovanie priebehu rekryštalizácie a následným zmenám

mechanických vlastností. Rovnako by som chcel premerať zmenu hustoty dislokácií v žíhaných vzorkách a detailnejšie tak vysvetliť priebeh deformácie za vyšších deformačných teplôt. Vzorky po druhom pretlačení už majú veľkosť zrna splňujúcu predpoklad superplastického chovania a preto by som chcel venovať pozornosť aj superplastickej problematike týchto materiálov.



# Literatúra

- [1] K.J. Kurzydłowski, Bulletin of the Polish Academy of Science 52, 2004, p. 301.
- [2] P.B. Pragnell, J.R. Bowen, A. Gholinia, Proc. 22nd. Riso Int. Symp. Science of Metastable and Nanocrystalline Alloys, 2001, p. 105.
- [3] J. Zrník, I. Mamuzic, S.V.Dobatkin, Z. Stejskal, L. Kraus, Metalurgia 46, 2007.
- [4] R. Song, D. Ponge a D. Raabe, [www.mpie.de/1081](http://www.mpie.de/1081), 2005.
- [5] V.M. Segal, Mater. Sci.Eng. A195, 1995, p. 157.
- [6] M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, J Mater. Sci. 36, 2001, p. 2836-2841.
- [7] Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, Scripta Mater. 35, 1996, p. 143.
- [8] Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, Mater. Sci.Eng. A257, 1998, p. 329,331.
- [9] <http://ime.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/hmsm/Mikrotrvdost/Vickers.htm>.
- [10] <http://www.ebsd.com/ebsd-explained/>.
- [11] <http://www.oxinst.ru/html/EBSDbasics.files/image010.gif>.
- [12] B. E Warren, X-ray Diffraction, Dover Publications, 1996.
- [13] B.E. Warren, B.L. Averbach 1950, J. Appl. Phys. 21, p. 595.
- [14] M. Wilkens, J.A Simmons, R. de Wit, R. Bullough(eds.), Vol. II. Nat. Bur. Stand. (US) Spec. Publ. 317, 1970, p. 1195.
- [15] M. Wilkens, Phys. stat. sol.(a) 2, 1970, p. 359.
- [16] F.F Csikor, I.Groma, Phys. Rev. B70, 2004, 064106.
- [17] I. Groma, Phys. Rev. B 57, 1998, p. 7535.
- [18] T. Ungár, G. Tichý, Phys. Status Solidi A, 1999, p. 171,425.
- [19] T. Ungár, I. Dragomir, Á. Révész, A. Borbély 1999, J. Appl. Crystallogr. 32, p. 992.
- [20] A. Borbély, J. H. Driver, T. Ungar, Acta Mater. 48, 2000, p. 2005-2016.
- [21] <http://www.renyi.hu/cmwp/doc/>.

- [22] W.C. Hinds., *Aerosol Technology*, New Yourk, Wiley 1982.
- [23] G. Ribárik, Ph.D Thesis: Modeling of diffraction patterns based on microstructural properties, 2008.
- [24] <http://www.xray.cz/kfes/osa/cz/osainst.htm>.
- [25] T. Niendorf, D. Canadinc , H.J. Maier , I. Karaman, *International Journal of Fatigue* 30, 2008, p. 429.
- [26] H.S. Kim, W.S. Ryu, M. Janeček, S.C. Baik, Y. Estrin, *Adv. Eng. Mater.* 7, 2005, p. 43.
- [27] R.M. Bozorth, *Phys. Rev.* 26, 1925, p. 390.
- [28] K. Máthis, E. Rauch, *Mater. Sci. Eng.* A462, 2007,p. 248.
- [29] E.F. Rauch: *Mater. Sci. Eng.* A241, 1998, p. 179.
- [30] J. De Messemaeker, B. Verlinden, J. Van Humbeeck, *Acta Mater.* 53, 2005, p. 4245.
- [31] L. Dupuy, E.F. Rauch: *Mater. Sci. Eng.* A337, 2002, p. 241.
- [32] Y. Fukuda, K. Oh-ishi, Z. Horita, T.G. Langdon, *Acta Mater.* 50, 2002, p. 1359.
- [33] Y.T. Zhu, T.C. Lowe: *Mater. Sci. Eng.* A291, 2000, p. 46.
- [34] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, *Acta Mater.* 45, 1997, p. 4733.
- [35] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, *Acta Mater.* 46, 1998, p. 3317.
- [36] K. Máthis, A. Mussi, Z. Trojanová, P. Lukáč, E. Rauch, *Kovove Mater.* 41, 2003, p. 293.
- [37] V.V. Stolyarov, Y.T. Zhu, T.C. Lowe, R.Z. Valiev, *Mater. Sci. Eng.* A303, 2001, p. 82.
- [38] A. Gholinia, P. B. Prangnell, M. V. Markushev, *Acta Mater.* 48, 2000, p. 1115.
- [39] H.S. Kim, M.H. Seo, S. I. Hong, *J Mat Proc Techn.*, 130-131, 2002, p. 497.