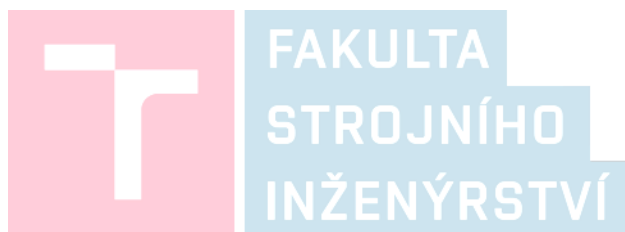


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta strojního inženýrství

Ústav strojírenské technologie



Deformační chování kompozitních materiálů při
zpracování vybranými procesy intenzivní plastické deformace

HABILITAČNÍ PRÁCE

Ing. Lenka Kunčická, Ph.D.

Brno, 2023

Protože některé pojmy odborné termíny či názvy související s touto tématikou, pocházející ze zahraničních zdrojů jsou velmi obtížně přeložitelné do českého jazyka, je pro účely této práce v těchto případech použito rovněž originální terminologie.

Obsah

1	Úvod.....	7
2	Deformační mechanismus při intenzivní plastické deformaci	8
2.1	Procesy definované jednoduchým skluzem	14
3	Tvářecí metody založené na intenzivní plastické deformaci.....	17
3.1	Konvenční metody	18
3.1.1	Válcování.....	19
3.1.2	Protlačování	25
3.1.3	Kování.....	26
3.1.4	Metody založené na inkrementální deformaci	27
3.1.4.1	Rotační kování	29
3.2	SPD metody.....	33
3.2.1	Rozdělení SPD metod	34
3.2.1.1	Diskontinuální SPD procesy	35
3.2.1.2	Kontinuální SPD procesy.....	42
3.3	Integrované postupy	44
4	Materiály zpracovávané intenzivní plastickou deformací.....	47
4.1	Kovy s nízkou teplotou tání.....	49
4.2	Kovy se střední teplotou tání	51
4.3	Kovy s vysokou teplotou tání	52
4.4	Kompozitní materiály	52
4.4.1	Příprava kompozitních materiálů intenzivní plastickou deformací	56
4.4.1.1	Kompozity typu kov/kovové částice	58
4.4.1.2	Kompozity typu kov/nekovové částice	59
4.4.1.3	Kompozity typu kov/částice na bázi uhlíku	61
4.4.1.4	Kompozity s amorfní kovovou maticí.....	62
4.4.1.5	Kompozitní vrstvené materiály.....	62
5	Experimentální část	71
5.1	Kompozit W-NiCo	72
5.1.1	Použité metody	72
5.1.2	Příprava materiálu.....	72
5.1.3	Strukturní analýza výchozích W-NiCo slinků	75
5.1.4	Analýza rotačně kovaných kompozitních tyčí	76
5.1.5	Dílčí závěry	91
5.2	Vrstvené kompozity Al/Cu	92
5.2.1	Použité metody	92
5.2.2	Příprava materiálu.....	93

5.2.3	Kompozit tvořený vrstvami	94
5.2.3.1	Experimentální výsledky	94
5.2.3.2	Díličí závěry.....	100
5.2.4	Kompozit tvořený matricí a dráty	100
5.2.4.1	Experimentální výsledky, rotačně kované kompozity	101
5.2.4.2	Experimentální výsledky, kompozity zpracované TCAP.....	112
5.2.4.3	Díličí závěry.....	118
5.2.5	Kompozit tvořený matricí a lamelami	119
5.2.5.1	Experimentální výsledky	120
5.2.5.2	Díličí závěry.....	131
6	Přínos vědeckých výsledků pro praxi.....	133
7	Závěr	134
	Literatura.....	136

Seznam použitých veličin a jejich jednotek

d	μm, nm	průměrná velikost zrna
σ	MPa	normálové napětí
τ	MPa	smykové napětí
R _m , UTS	MPa	mez pevnosti
σ _y , YS	MPa	mez kluzu
k	MPa	mez kluzu ve smyku
T _σ	MPa	tenzor napětí
σ _p	MPa	deformační odpor
E	MPa	Youngův modul
τ _{ONB}	MPa	kritické napětí <i>Critical Resolved Shear Stress</i>
T _{ε̇}	s ⁻¹	tenzor deformační rychlosti
ε̇	s ⁻¹	deformační rychlost
η, η _α , η _β	s ⁻¹	smyková deformační rychlost
m	-	koeficient citlivosti na deformační rychlost
v _α , v _β	m·s ⁻¹	rychlost
v _r , v _z	m·s ⁻¹	složky vektoru rychlosti toku materiálu
γ	-	smyková deformace
e	-	skutečná vložená deformace
ε	%	relativní deformace
Δh	m	poměrná výšková deformace
A	%	tažnost
c	-	parametr charakterizující deformační mechanismus
t, τ	s	čas
T	°C	teplota
w, a, b	m	charakteristický rozměr
t	m	tloušťka
d	m	délka, vzdálenost
r	m	poloměr, vzdálenost od osy vzorku
S	m ²	obsah
z _n	m	pozice neutrální roviny u rotačního kování
L _r	m	délka redukční zóny kovádky
L _k	m	délka kalibrační části kovádky
α	°	vstupní úhel polotovaru při kování
N	-	počet otáček, počet průchodů
ω	rad·s ⁻¹	úhlová rychlost otáčení

Φ	$^{\circ}$	úhel hlavní deformační zóny
ψ	$^{\circ}$	vnější úhel zaoblení kanálu
R	-	protlačovací poměr
k_y	-	konstanta označována jako Hallova-Petchova směrnice
ϕ	-	redukční poměr
HV	HV	mikrotvrдость
F	N	síla
ν	-	Poissonovo číslo
ρ	$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	hustota
$\varphi_1, \phi, \varphi_2$	$^{\circ}$	Eulerovy úhly
ρ	Ωm	specifický elektrický odpor
σ	$\text{S}\cdot\text{m}^{-1}$	měrná elektrická vodivost
I	A	elektrický proud
U	V	napětí
L	m	délka
λ	$\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	tepelná vodivost
δ	m	hloubka vniku elektrického proudu (<i>skin effect</i>)
Ω	$\text{rad}\cdot\text{s}^{-1}$	úhlová frekvence
μ	$\text{H}\cdot\text{m}^{-1}$	permeabilita
f	Hz	frekvence
dP_{AC}	W	ztráty proudu
J	$\text{A}\cdot\text{m}^{-2}$	proudová hustota

1 Úvod

Kovové materiály se vyznačují specifickými užitnými vlastnostmi plynoucími z jejich strukturního uspořádání. Mezi charakteristiky klíčové pro jejich uplatnění v praxi patří zejména mechanické, termo-fyzikální, a korozní, či tranzitní teplota. Je obecně známo, že vlastnosti materiálu vychází ze struktury a mohou tak být významnou mírou ovlivněny procesem výroby. Moderní způsoby výroby umožňují přípravu specializovaných materiálů na bázi ocelí i neželezných kovů (např. gradientní nebo kompozitní struktury [1–3]), které jsou schopny uspokojit individuální a stále se zvyšující nároky vycházející z požadavků současných technologií. Výroba takových materiálů bez přísad poměrně drahých legujících prvků, či zařazení energeticky i ekonomicky náročného tepelného zpracování často využívaného pro zvyšování mechanických vlastností (zejména specifické pevnosti), je však stále velkou výzvou. Jednou z perspektivních možností je zvyšování užitných vlastností kovových materiálů snižováním velikosti zrn v jejich struktuře.

Z pohledu velikosti zrna lze kovové materiály rozdělit do několika skupin. První skupinu tvoří materiály definované lící strukturou, tj. odlitky. Druhou skupinu materiálů definuje snížená velikost zrna, dosažitelná například pomocí plastické deformace, tj. konvenčními tvářecími postupy. Třetí skupina materiálů je charakterizována velmi malou velikostí zrn, tj. materiály připravené pomocí intenzivní plastické deformace, práškové metalurgie, atd. Tato lze dále rozdělit na ultrajemnozrné (*ultra-fine-grained* – UFG) materiály, a nanomateriály (NM). NM mohou být definovány jako materiály s rozměrem strukturních jednotek (zrn) v rozsahu 1-100 nm (alespoň v jednom směru), zatímco UFG materiály lze definovat velikostí strukturních jednotek (zrn) v rozmezí 100-1000 nm. UFG materiály o relativně velkých objemech bývají také někdy (mylně) označovány jako NM, jelikož i v těchto materiálech se vyskytují strukturní jednotky (dislokační buňky, subzrna, nanodvojčata, atd.), jejichž rozměr je menší než 100 nm.

Nejen velikost zrn, ale také povaha a množství jejich hranic významnou měrou ovlivňuje deformační chování daného materiálu. Hranice zrn jsou v podstatě nedokonalostí materiálu, hrají však důležitou roli při zpevnění a ovlivňují tvařitelnost polykrystalických materiálů [4]. Například materiály s velikostí zrn pod 10 μm a velkým podílem hranic zrn vykazují při nízkých teplotách vyšší pevnost než materiály s větší velikostí zrna, přičemž za vysokých teplot je tento trend opačný. Nicméně, s klesající velikostí zrna definovaného v řádech nanometrů se dramaticky mění vlastnosti materiálů tak, že i za vysokých teplot mohou být tyto materiály pevnější než ty hrubozrné. Na druhou stranu, při velikostech zrn nad 100 μm mají hranice zrn zanedbatelný vliv a dominuje vliv interiérů zrn [5]. Řízení průběhu strukturních dějů (tedy i ovlivnění velikosti zrna a podílu a povahy hranic zrn), a tím i definování finálního uspořádání struktury, tj. mechanických vlastností, materiálu již v průběhu jeho zpracování umožňuje termomechanické (TM) zpracování. Ačkoliv tento typ tváření může v praxi vést ke snížení velikosti zrna do oblasti jednotek mikrometrů, další zjemnění pomocí konvenčních tvářecích technik, byť využitých v rámci TM zpracování, již

obvykle není možné. Z tohoto důvodu jsou hledány jiné metody pro výrobu UFG a nano materiálů, mezi nimiž jsou i metody intenzivní plastické deformace.

Při přípravě NM i UFG materiálů jsou rozhodující dva faktory – teplota zpracování a smykové napětí. Právě smykové napětí je, mimo jiné, faktorem, který, zejména u materiálů připravených práškovou metalurgií, ovlivňuje uzavírání pórů, čímž zvyšuje hustotu takto připravených materiálů. Deformační postupy, u kterých převládá smyková složka napětí, jsou tedy těmi nejvhodnějšími k dosažení velmi jemnozrnných struktur. Závislost mezi mechanickými vlastnostmi a velikostí zrna obecně udává Hallův-Petchův vztah, definující nárůst pevnostních vlastností s klesající velikostí zrn. Tato závislost však není úplně jednoznačná, protože je sestavena na základě vzájemné interakce mezi dislokacemi a hranicemi (sub)zrn. Pro zrna menších rozměrů (< 30 nm) jsou dominantním mechanismem procesy probíhající na hranicích zrn, což se projevuje poklesem deformačního napětí a meze kluzu s klesající velikostí zrna (inverzní Hallův-Petchův vztah). Přejímová oblast mezi klasickým a inverzním vztahem je v oblasti 20-30 nm [6].

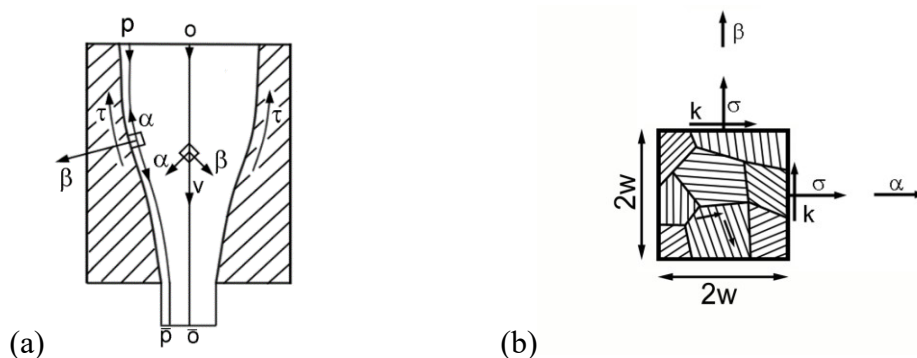
V současnosti jsou známy dva základní přístupy pro přípravu NM a UFG materiálů. První přístup – *bottom-up* (zdola-nahoru) – je založen na konsolidaci ultrajemných práškových materiálů pomocí různých postupů (práškové metalurgie, napařování, elektrodepozice, atd.). *Bottom-up* procesy jsou označovány jako dvoustupňové, jelikož obvykle sestávají ze dvou kroků (příprava polotovaru a samotná konsolidace při vysokých teplotách). Pevnostní vlastnosti takto připravených UFG materiálů sice výrazně překračují vlastnostmi konvenčně připravených materiálů, ovšem jejich plastické vlastnosti jsou velice nízké, především kvůli přítomnosti výrobních defektů (např. zbytková porozita, nedostatečné spojení jednotlivých zrn nebo přítomnost nečistot). Další nevýhodou je pak poměrně malá velikost takových produktů spolu s problematickou sériovostí případné výroby. Druhý přístup – *top-down* (shora-dolů) – je založen na využití konvenčních hrubozrnných materiálů, u kterých je postupně snižována velikost zrn pomocí vysokých hodnot vložené plastické deformace. Do této skupiny patří např. rychlá solidifikace, vysokoenergetické mletí, či metody velkých plastických deformací, také uváděny pod zkratkou SPD – *severe plastic deformation*. K akumulaci vysokých hodnot plastické deformace, potřebných pro zmíněné zjemnění struktury, je potřeba použít vhodných tvářecích metod. Je ovšem také nutné dodržet jisté zásady, bez nichž by efektivita metod založených na intenzivní plastické deformaci nebyla tak vysoká. Tyto zásady platí nejen v případě zpracování čistých kovů, ale také slitin či kompozitních materiálů.

2 Deformační mechanismus při intenzivní plastické deformaci

Tváření polykrystalických kovových materiálů intenzivní plastickou deformací je charakterizováno poměrně složitým rozdělením dodané mechanické energie. V závislosti na podmínkách deformace může být drtivá část této energie (v některých případech až 98%) odvedena ve formě deformačního tepla. Zbylá část je využita na uskutečnění požadované tvarové změny tj. plastické deformace [7]. Deformační teplo generované v průběhu

deformace není v objemu tvářeného kovu distribuováno homogenně, ale pouze v přesně lokalizovaných oblastech, tzv. tepelných liniích. Bylo potvrzeno, že tyto tepelné linie odpovídají oblastem koncentrace smykové deformace (velmi často označovaných jako smykové pásy) [8]. Minoritní část mechanické energie je pak uložena v materiálu ve formě vznikajících a následně se pohybujících dislokací. Rostoucí hustota dislokací postupně ztěžuje průběh plastické deformace a stává se tak hlavním faktorem stojícím za nárůstem deformačního napětí a deformačního zpevnění. V těchto případech je tak nahrazen stabilní kontinuální plastický tok materiálu, známý například z případů konvenční plastické deformace, diskontinuálním plastickým tokem lokalizovaným ve smykových pásách [9]. Tyto se vyskytují jak na mikro (např. v jednotlivých zrnech), tak i na makro úrovni a jsou orientovány ve směru hlavního skluzu, který také do značné míry určuje jejich morfologii.

S rostoucí plastickou deformací klesá podíl skluzu probíhajícího ve smykových pásách v mikro úrovni na celkové deformaci, a naopak roste podíl skluzu ve smykových pásách na makro úrovni. Přestože v případě intenzivní plastické deformace malého objemu materiálu je jeho zatížení homogenní, plastický tok materiálu je na mikro úrovni nehomogenní [10]. Rostoucí nehomogenita deformace plynoucí z lokalizovaných smykových pásů pak sice snižuje deformační odpor, ale může také vést ke zrychlené ztrátě koheze, tj. k porušení [11]. Principiálně je možné tento jev objasnit na příkladu toku materiálu při plastické deformaci realizované protlačováním v matici. Historie deformace libovolné části objemu materiálu je během jeho pohybu podél skluzových čar (směr hlavních smykových napětí – α, β) určena napěťově-deformačním stavem a existujícím třením (obr. 1a). Tento stav lze popsat tenzorem napětí $\mathbf{T}_\sigma = \{\sigma, k\}$ a tenzorem deformační rychlosti $\mathbf{T}_\dot{\epsilon} = \{\eta_\alpha, \eta_\beta\}$, kde σ je hlavní normálové napětí, k je mez kluzu ve smyku, η_α, η_β jsou smykové deformační rychlosti podél linií skluzu α, β [12].

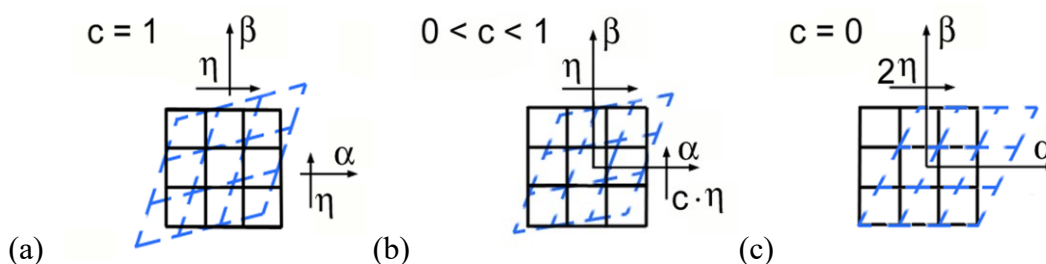


Obr. 1: Schematické znázornění plošného plastického toku materiálu podél skluzových čar při protlačování maticí (a), detail elementu objemu z oblasti skluzových čar (b).

Na základě teorie plastického toku lze předpokládat, že v deviátorovém prostoru jsou všechny napěťové stavy identické, přičemž stavy rychlosti deformace se mohou pohybovat od čistého smyku ($\eta_\alpha = \eta_\beta$) k jednoduchému skluzu ($\eta_\alpha \neq 0, \eta_\beta = 0$) [13]. V případě maximálního tření ($\tau = k$) jsou těmito mezními stavy osová část (skluzová čára $o - \bar{o}$), resp. styková plocha matrice a materiálu (skluzová čára $p - \bar{p}$) [14], mezi těmito oblastmi se

nachází přechodová oblast. Pro malé elementy objemu materiálu jsou tak rychlostní okrajové podmínky (komponenty rychlostí v_α , v_β) podél skluzových linií určeny homogennou rychlostí deformace ve směrech α a β . Tyto podmínky souvisí se změnami deformačního mechanismu od čistého smyku k jednoduchému skluzu a měly by tudíž být pro jednotlivé případy definovány s ohledem na krystalografické orientace a tím i možnosti lokalizovaných pokluzů či rotací jednotlivých zrn v prostředí těchto elementů (obr. 1b).

Pro popis všech možných stavů distorze elementu objemu materiálu je zapotřebí modifikovat Cauchyho tenzor rychlosti deformace – $\mathbf{T}_\dot{\epsilon} = \{\eta, \eta\}$, kde $\eta = (\eta_\alpha + \eta_\beta)/2$ – předpokládající pouze symetrické distorze elementů objemu (tzn. čistý skluz). Navíc je nutné vzít v úvahu různé rychlosti deformace, což lze postihnout zavedením parametru c (charakteristika deformačního mechanismu). Po jeho zakomponování pak jednotlivé složky smykových deformačních rychlostí nabývají tvaru ($\eta_\alpha = (2-c) \cdot \eta$) a ($\eta_\beta = c \cdot \eta$). Dále platí, že $c = 1$ pro čistý smyk, $c = 0$ pro jednoduchý skluz, $0 < c < 1$ pro přechodovou oblast, tj. kombinaci čistého a jednoduchého skluzu. Tyto typické případy jsou zachyceny na obr. 2a až 2c. Při plastické deformaci jsou elementy objemu materiálu vyskytující se zejména podél skluzových čar vystaveny působení normálového napětí σ a tangenciálního napětí k (obr. 1b). To znamená, že parametr c a daný převládající režim deformace budou majoritně ovlivňovat plastický tok u polykrystalických materiálů. Jejich konkrétní distribuce je pak definována fyzikálními podmínkami pro vývoj dislokačních struktur.



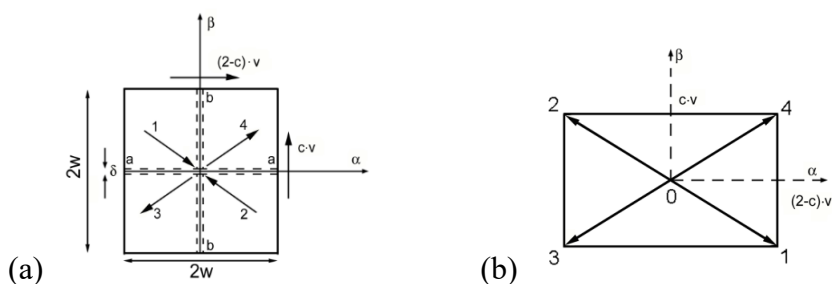
Obr. 2: Deformační mechanismus: čistý smyk (a), čistý smyk/jednoduchý skluz (b), jednoduchý skluz (c).

Uvedený rozbor naznačuje existenci paralely mezi plastickým tokem v ploše a plastickým tokem materiálu u konvenčních tvářecích postupů. Například při válcování pásů za studena probíhá, díky nízkému tření a pozvolna konvergujícímu toku materiálu, čistý smyk přibližně ve středu tloušťky válcovaného pásu. V případě jednoduchého skluzu je však situace složitější – zde by typickým procesem mohl být standartní krutový test prováděný na válcovém vzorku. Je ale známo, že tento umožňuje provést homogenní deformaci pouze do hodnot ~ 2 pro většinu kovových materiálů. Při vyšších deformacích dochází k neregulovatelné lokalizaci krutu do preferenčních oblastí průřezu vzorku [14]. Jiné metody plastické deformace definované jednoduchým skluzem, například SPD metody, již předpokládají lokalizaci skluzu do úzké oblasti objemu materiálu.

Typickým znakem tvářecích technik vyvinutých za účelem zjemnění struktury materiálů až do oblasti UFG je vložená deformace výrazně přesahující hodnotu $\gamma = 1$.

Intenzivní plastická deformace jde ruku v ruce se dvěma charakteristickými znaky vývoje struktury: kontinuální vývoj dislokační substruktury v důsledku krystalografického skluzu v sub-oblastech rozděleného zrna, a vysoce lokalizovaný tok materiálu v důsledku tvorby smykových pásů [15]. Faktory, jako jsou způsob deformace či historie zatěžování, jsou proto klíčové pro specifickou realizaci a sekvenci vývoje těchto charakteristických jevů. Z hlediska vývoje struktury je tedy zjevné, že v případě kontinuálního vývoje dislokační substruktury musí při intenzivní plastické deformaci, podle typu a režimu deformace, docházet k tvorbě různých typů hranic (náhodné dislokační hranice (NDH), geometricky potřebné hranice (GPH), atd.). Zejména GPH hrají při tvorbě UFG struktury důležitou roli – s nárůstem vložené deformace dochází k vývoji GPH v několika krocích (reorganizace ve smykových pásách, snížení jejich vzdálenosti až na hodnoty velikosti buněk, rotace do směru výsledného skluzu a nárůst úhlů disorientace, detailní popis mechanismu vzniku GPH v cit. [7]). Současně probíhající změny mikrostruktury a textury přinášejí zpevnění nebo změkčení tvářeného materiálu. V závislosti na typu materiálu a druhu deformace může zpevnění prodloužit tento kontinuální vývoj až do oblasti vysokých deformací. Naopak změkčení může tento kontinuální vývoj přerušit výskytem lokalizovaného toku již při středně vysokých deformacích. Případná lokalizace plastického toku materiálu a vznik smykových pásů je tedy závislá na tom, zda se změkčení stane dominantním procesem [16].

Smykové pásy lze charakterizovat jako rovinné, velmi tenké vrstvy materiálu s výrazně vyšší lokálně vloženou deformací. Průměrná hodnota vzdálenosti mezi smykovými pásy je přibližně shodná s velikostí buněk ohraničených buněčnými stěnami tvořenými dislokačními spleťmi. Právě možnost vícenásobného skluzu uvnitř smykových pásů stojí za postupným nárůstem úhlů disorientace podél jejich hranic. Smykové pásy proto nevykazují stejné krystalografické orientace jako zbytek objemu materiálu, což vždy vede k jejich proniku do dalších zrn bez zjevných deviací. Postupně tak smykové pásy nahradí existující strukturu, čímž definují finální strukturu intenzivně deformovaných materiálů.



Obr. 3: Lokalizovaný plastický tok na mikro-úrovni (a), vektorový diagram rychlostí toku materiálu podél skluzových čar (b).

Lokalizaci plastického toku lze znázornit na příkladu reprezentativního objemu materiálu tvořeného čtyřmi elementy (obr. 3a) [10]. Na obrázku je možné rozpoznat jednoduchý diskontinuální tok ve smykových pásách ($a-a$) a ($b-b$) probíhající podél hranic jednotlivých elementů (tj. ve směru skluzových čar α , β). Předpokládá se, že tloušťka smykových pásů (δ) je mnohokrát menší nežli strana jednoho elementu (w). Vnitřní šipky

ukazují trajektorie pohybu elementů. Rychlostní situaci ve všech elementech pak vystihuje obr. 3b, na kterém jsou vidět trajektorie vektorů rychlostí (1 ÷ 4) uvnitř jednotlivých elementů.

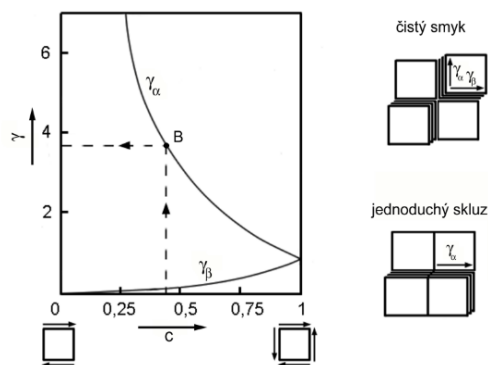
Normálovou složku rychlosti (v_n) a její tangenciální komponentu (v) ve smykových pásech lze vyjádřit rovnicemi (1) až (4). Poté co se jednotlivé linie protnou, dochází ke smykové deformaci v jednotlivých směrech, jak udávají vztahy (5) a (6).

$$v_n = 2cv; [v] = 2(2 - c)v \quad \text{podél skluzových linií } \alpha \quad (1); (2)$$

$$v_n = 2(2 - c)v; [v] = 2cv \quad \text{podél skluzových linií } \beta \quad (3); (4)$$

$$\gamma_\alpha = \left[\frac{v}{v_n} \right] = (2 - c)/c; \gamma_\beta = c/(2 - c) \quad (5); (6)$$

Je zřejmé, že mezi deformacemi γ_α a γ_β bude existovat rozdíl. Tento, jak vystihuje obr. 4a, závisí na parametru c vyskytující se v rovnicích. Rozdíl mezi oběma složkami smykových deformací γ_α a γ_β je velký pokud $c < 0,5$ a dále narůstá, když $c \rightarrow 0$.



Obr. 4: Smyková deformace podél skluzových linií, typy plastického toku na mikro úrovni.

V případě Cauchyho tenzoru deformačních rychlostí tento rozdíl neexistuje, protože, jak již bylo uvedeno, je uvažován pouze čistý smyk. Pokud tedy zůstane normálová složka rychlosti ve smykovém páse konstantní, pak lze čas potřebný pro protnutí α smykového pásu vyjádřit jako $t_p = \frac{\delta}{2cw\eta}$, přičemž deformace uvnitř smykového pásu proporcionálně narůstá s časem (rovnice (7) až (9)).

$$\gamma_\alpha = 2(2 - c)wt\eta/\delta \quad (\text{při předpokladu } 0 < t < t_p) \quad (7)$$

$$\gamma_\alpha = \gamma_\beta = 1 \quad (\text{pro čistý smyk}) \quad (8)$$

$$\gamma_\alpha = 4wt\eta/\delta \quad (\text{pro jednoduchý skluz}) \quad (9)$$

V případě jednoduchého skluzu ($c = 0, t \rightarrow \infty$), se smykové pásy v materiálu nemohou křížit (tj. protínat) a deformace může narůstat bez omezení. Maxima smykové deformace stanovená pomocí rovnice (7) pak odpovídají deformacím stanoveným v rovnicích (5) a (6). Při konstantním deformačním režimu ($c = \text{konst.}, t < t_p$), kdy bod B na obr. 4 je popsán rovnicí (7), oblast, ve které narůstá deformace s časem z $\gamma_\alpha = 0$ v čase $t = 0$ na γ_α z rovnice

(5) tj. bod *B*. V těchto dvou limitních případech jsou maxima smykové deformace definována rovnicí (7). Tyto případy odpovídají specifickým distorzím mikrostruktury při malých přírůstcích deformace. V obou případech dochází k lokalizaci plastického toku materiálu do rovinných struktur (obr. 4). Nicméně, pro čistý smyk je standardizovaná hodnota deformace ($\gamma = 1$) s narůstajícím časem postupně rozšiřována v celém materiálu – například mikrostruktury po válcování velkými redukcemi (uspořádání ve tvaru rybí kosti [9]). Naproti tomu při jednoduchém skluzu vykazuje deformace tendenci akumulace do stále stejného smykového pásu, kde může dosáhnout velmi vysokých hodnot, což předznamenává vznik velmi tenkých a dlouhých pásů, obvykle spojených s lokalizací toku materiálu [17].

Tento zjednodušený výklad tedy předpokládá lokalizovaný tok materiálu, koncentrovaný do smykových pásů, spojený s vícenásobným skluzem. Související krystalografické rotace zrn uvnitř těchto pásů jsou úměrné velikostem vložených deformací (rovnice (8) a (9)), bez ohledu na aktivovaný skluzový systém. Tyto rotace pak také definují úhel disorientace, čímž přímo ovlivňují vznik nových hranic a tím i zjemnění struktury během lokalizovaného toku materiálu. Na rozdíl od čistého smyku, u kterého může být dosažená deformace pouze $\gamma \sim 1$, lze tak při jednoduchém skluzu uvnitř smykových pásů s časem docílit velmi vysokých deformací. Z uvedeného vyplývá, že u deformace probíhající jednoduchým skluzem mohou podél smykových pásů vznikat vysokoúhlové hranice zrn (VÚHZ) daleko dříve než v případě čistého smyku, kdy je pro jejich vznik zapotřebí opakovaného zpracování [17]. To potvrzují i některé další studie uvádějící, že při velikosti smykové deformace $\gamma \sim 10$ byly smykové pásy tvořeny vysoce disorientovanými zrny o průměrné velikosti 100 nm [9].

Vývoj struktury materiálu při plastické deformaci je určen především napěťově–deformační historií. Je tedy potřeba optimalizovat způsob jeho zpracování. Kroky vedoucí k zamýšlenému zisku jemnozrnných struktur zahrnují například střídání charakteru deformace pomocí změn vnějšího zatěžování při snížené teplotě. Střídáním charakteru zatěžování dochází k přeskupování dislokačních sítí a tím ke změně aktivovaného skluzového systému nezávisle na typu kovu či teplotě [18]. Pro udržení a rozvoj lokalizovaného plastického toku je potřeba realizovat změny charakteru deformace vícenásobně (opakovaně). Přestože při střídání způsobů zatěžování dochází k lokálnímu nárůstu deformačního odporu z důvodu odlišných podmínek deformace, ve výsledku toto přináší nižší velikost aplikovaného deformačního napětí, pokles deformační práce, snížení opotřebení nástrojů, eliminaci mezioperačního žíhání a další benefity [19]. Navíc lze, díky snížené teplotě při tomto způsobu zpracování, dosáhnout vyšších vložených deformací v jediném průchodu než je tomu v případě konvenčních tvářecích postupů.

Vedle střídání smyslu deformace je další možností křížové (příčné) zatěžování, kdy je napěťově–deformační stav (orientace polotovaru, změna deformačního režimu, atd.) měněn velmi rychle. Tento způsob je využitelný především u tvářecích procesů definovaných vyšším počtem průchodů. U procesů definovaných čistým smykem nemá tento způsob z pohledu intenzívnějšího zjemnění struktury význam, protože vložené deformace dosahují

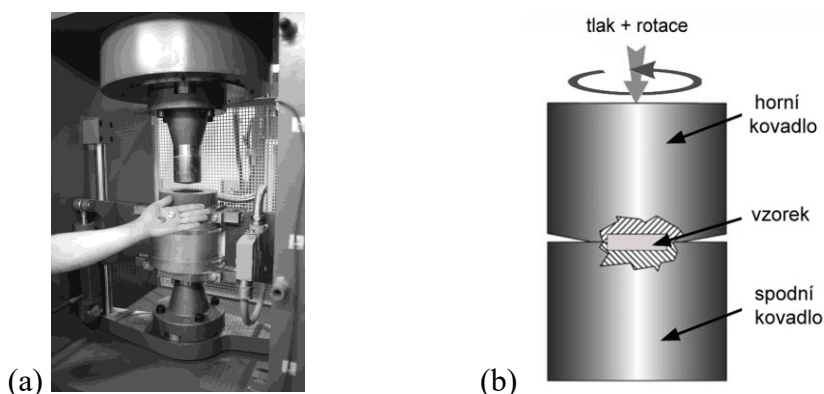
pouze středních hodnot ($\gamma \sim 1$) a jsou uplatňovány ve dvou ekvivalentních smykových směrech zajišťujících již zmiňovaný ustálený vývoj struktury. Nicméně, v případě procesů definovaných jednoduchým skluzem znamená příčné zatěžování okamžité změkčení materiálu a tím i lokalizaci plastického toku [20]. Pokud je navíc úhel, pod kterým k příčnému zatěžování dochází, dostatečně velký, dojde ke vzniku nové skupiny smykových pásů. Jejich vzájemné interakce pak značně přispívají ke zjemnění struktury a to dokonce i při relativně malých deformacích při jednotlivých průchodech.

Podstata čistého smyku je velmi podrobně diskutována například v práci [21], ve které autoři uvádí teorém vzniku tohoto deformačního mechanismu následovně: pokud je dvojrozměrné těleso vystaveno smykovému napětí, pak vzniklá deformace způsobí úhlové změny. Smyková deformace na každé stěně tohoto tělesa je rovna $\gamma/2$, což indikuje přítomnost čistého smyku. Naproti tomu při jednoduchém skluzu je deformace na každé stěně rovna γ . Jinými slovy, deformace při jednoduchém skluzu je rovna deformaci při čistému skluzu s rotací $\gamma/2$, z čehož plyne, že pokud je těleso deformováno bez rotace (zkrutu) lze předpokládat čistý smyk jako deformační mechanismus.

2.1 *Procesy definované jednoduchým skluzem*

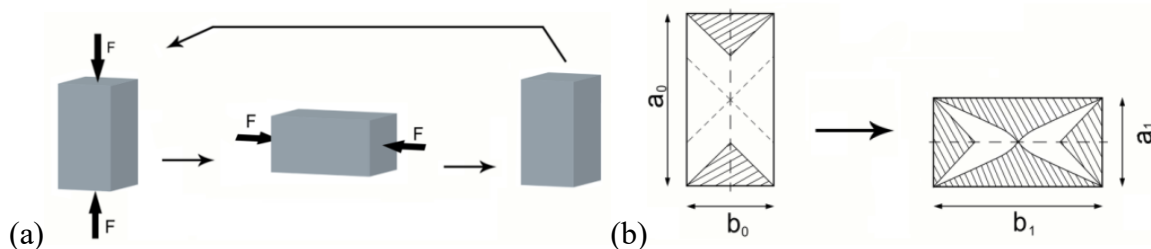
Pravděpodobně nejrozšířenějším procesem uplatňujícím mechanismus jednoduchého skluzu je krut. Nicméně, jak již bylo uvedeno, v případě extrémního deformačního zpevnění materiálu se začíná při krutu objevovat lokalizovaná deformace a další plastická deformace se stává z pohledu řízeného rovnoměrného zvyšování vložené deformace nekontrolovatelná (z tohoto důvodu také nemůže být, kromě speciálních případů, u krutového testu zajištěna rovnoměrná deformace během velkých plastických deformací). Pro odstranění tohoto problému bylo navrženo několik různých řešení založených na spojení tlaku a krutu, čímž byly v podstatě položeny základy pro vznik SPD procesů. Jednu z prvních experimentálních verifikací uskutečnil Bridgman pomocí postupu později známého jako HPT (*high pressure torsion*) [22], který je zároveň zřejmě i první navrženou SPD metodou. Původní návrh však počítal s velmi tenkými vzorky – disky o tloušťce $< 0,5$ mm a několikanásobně větším průměrem, které není možné prakticky využít. Později proto došlo ke změnám týkajícím se tvaru nástrojů a/nebo velikosti vzorků, původní myšlenka však zůstává zachována. Princip HPT spočívá v aplikaci smykové deformace na tenký kovový disk (průměr 10-20 mm, tloušťka 1-5 mm) pomocí dvojice kovadel umístěných ve speciálně konstruovaných lisech (obr. 5a). Jedno z kovadel je obvykle fixováno proti pohybu a rotaci, zatímco druhé kovadlo se postupně otáčí a zároveň působí vysokým tlakem proti prvnímu kovadlu (obr. 5b). Vzorek je během procesu vystaven hydrostatickému tlaku, přičemž tlakové zatížení dosahuje hodnot v oblasti 1-10 GPa (nesmí dojít k prokluzu mezi vzorkem a kovadlem, z toho důvodu může být povrch kovadel dodatečně zdrsňen, například pískováním). Mezi hlavní výhody patří především možnost postupného vkládání deformace, kterou lze navíc i kontinuálně měnit [23]. Nesporným pozitivem je také dosažení velmi vysokých deformací za jeden pracovní cyklus (otáčku), které nelze docílit žádnou jinou dosud známou SPD metodou. Obrovský

potenciál HPT spočívá především v možnosti přípravy krystalických UFG materiálů, ale i NM či amorfních materiálů [24]. Detailněji je tato metoda popsána v kapitole 3.2.1.1, anebo například v práci [25].



Obr. 5: Sestava pro metodu HPT (a), princip metody HPT (b).

Jinou možností vkládání velkých plastických deformací je skupina procesů založených na cyklickém zatěžování ve dvou na sebe kolmých směrech. Tímto dochází k opakované změně a obnově tvaru polotovaru a tak k postupné akumulaci velké deformace v materiálu pomocí jednoduchého skluzu. Typickým zástupcem takového zpracování je vícesměrové kování, jehož princip je zachycen na obr. 6a. Původní polotovar obdélníkového průřezu ($a_0 \times b_0$) je fixován mezi dvěma bočními zábranami a postupně přechován kovádky až k dosažení inverzního tvaru ($a_1 \times b_1$, přičemž platí, že $a_1 = b_0$, $b_1 = a_0$). Následně je polotovar reverzně deformován na původní tvar. Tento postup lze násobně opakovat. Problémem je zde však homogenita vložené deformace a deformačního režimu, která není po dobu celého cyklu konstantní. V počátečních fázích dochází k diskontinuálnímu toku podél skluzových linií daných třecími kužely (plastický tok je lokalizován vně těchto nedeformovaných oblastí). Jako deformační mechanismus dominuje jednoduchý skluz limitovaný časem a deformací v kterékoliv fázi procesu (rovnice (9)). V dalších fázích procesu jsou tyto nedeformující se oblasti stále poměrně objemově výrazné, i když již došlo k jejich jistému zmenšení (obr. 6b). Právě při této fázi procesu dochází ve směru b_1 ke změně mechanismu deformace z jednoduchého skluzu na čistý smyk. Nejmarkantnější je toto ve středových oblastech polotovaru. V důsledku těchto nehomogenit v rozložení deformace je proto při takovémto opakovaném zpracování zapotřebí velký počet kovacích cyklů aby došlo ke zjemnění struktury v celém objemu materiálu.

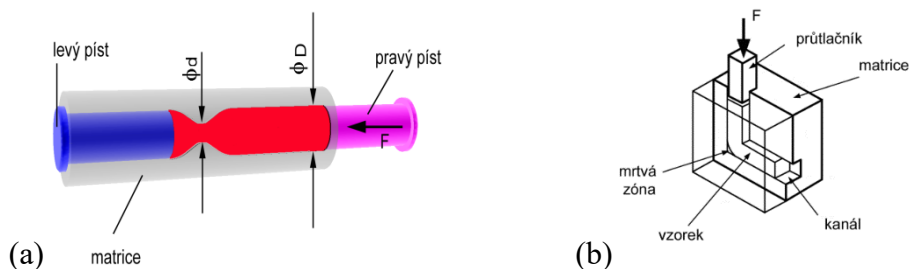


Obr. 6: Princip vícesměrového tváření (a), plastický tok materiálu při tváření (b).

Podobně je tomu i u procesu CEC (*Cyclic Extrusion Compression*), obr. 7a, kde dochází k ustálenému, ale nehomogennímu plastickému toku se značnými rozdíly vložené deformace mezi osovými a povrchovými oblastmi materiálu. I u tohoto procesu velmi prudce narůstá hodnota vložené deformace směrem od osy polotovaru k jeho povrchu, spolu s tím se také mění mechanismus deformace z čistého smyku na jednoduchý skluz. K dosažení homogenní struktury po průřezu polotovaru je tedy zapotřebí velmi vysoký počet cyklů [26].

Jiná je ale situace při deformaci pomocí SPD procesu ECAP (*Equal Channel Angular Pressing*), obr. 7b [27]. Ve srovnání s uvedenými postupy se odlišuje zejména následujícím:

- pomocí ECAP lze za jistých podmínek realizovat plastickou deformaci jednoduchým skluzem bez ohledu na druh materiálu, velikost polotovaru a deformační podmínky;
- při každém průchodu dochází k vložení vysoké deformace, přičemž tato je po průřezu rozdělena daleko homogenněji, než u výše zmíněných deformačních technik. Velmi často je tak jediný průchod dostačující k požadovanému nárůstu mechanických vlastností (dochází k počátečním fázím mikrolokalizace plastického toku, při každém následném průchodu vzniká velká frakce VÚHZ ve směrech skluzu);
- podobně jako u jiných SPD metod lze pomocí ECAP akumulovat velké plastické deformace do objemových polotovarů pomocí vysokého počtu průchodů, přičemž tak mohou být indukovány 3D VÚHZ pomocí mechanismu rotace zrn. Odlišností je ale efektivnější tvorba sítí VÚHZ pomocí rotace polotovaru mezi jednotlivými průchody. Tento faktor tak významně snižuje počet nezbytných průchodů pro zjemnění struktury.



Obr. 7: Princip procesu: CEC (a), ECAP (b).

Jak bylo nastíněno, tvářecí postupy definované velkými plastickými deformacemi založené na jednoduchém skluzu lze využít pro přípravu NM či UFG materiálů. Obě skupiny vykazují excelentní mechanické vlastnosti, které jsou v oblastech současného zájmu [28, 29]. Obvykle jsou charakterizovány vysokými pevnostními, ale nízkými plastickými vlastnostmi. Na druhé straně jsou známy případy, kdy velmi pevné materiály vykazovaly rovněž dobrou tažnost při pokojové teplotě, nebo superplasticitu při zvýšených teplotách [30, 31]. Tento jev známý jako paradox pevnosti a tvařitelnosti lze, mimo jiné, vysvětlit pomocí předpokladu, že plastické deformace probíhají na tzv. specifických hranicích zrn. V důsledku přítomnosti nanozrn a velkého množství těchto hranic mohou tyto deformační mechanismy stát za vyšší tvařitelností. Známým případem je tzv. rotační typ deformace, tj. plastická deformace, při které v NM dochází k rotacím zrn (obvykle extorzí) [32] (podrobněji také v kapitole 5).

3 Tvářecí metody založené na intenzivní plastické deformaci

Efektivita zjemnění struktury kovových materiálů při tváření závisí především na velikosti vložené deformace, je tudíž obecnou snahou tuto hodnotu maximalizovat. Intenzivní plastickou deformaci lze do materiálu vkládat pomocí konvenčních tvářecích technik (válcování, kování, protlačování či tažení), tyto jsou však limitovány maximální možnou vloženou deformací plynoucí z provedených redukcí průřezu. Druhým problémem je pak výsledný charakter struktury plynoucí z deformačního mechanismu daného postupu.

Metody intenzivní plastické deformace, založené především na vysoce efektivní výše zmíněné kombinaci krutu a tlaku, doznaly v oblasti materiálového inženýrství značného rozvoje zejména v posledních dvaceti letech a jejich příznivý vliv na konečné vlastnosti materiálu (díky až extrémnímu zjemnění struktury) je v současnosti již dobře prokázán. Mezi konkrétními příklady tvářecích technik vedoucích k takovému zjemnění mikrostruktury lze uvést například postupy rychlostně diferenčního podélného válcování (DSR – *differential speed rolling*), vysokorychlostně diferenčního podélného válcování (HRDSR – *high speed ratio differential speed rolling*), rychlostně diferenčního protlačování (DSE – *differential speed extrusion*), či asymetrického dopředného protlačování (ASE – *assymetric extrusion*). Všechny tyto postupy byly vyvinuty na základě konvenčních technik s cílem modifikovat deformační mechanismus tak, aby bylo dosaženo intenzivnějšího zjemnění struktury. Nicméně, i když změna deformačního mechanismu umožňuje intenzivnější zjemnění zrna, problém limitované deformace s ohledem na výslednou redukci průřezu zůstává nevyřešen.

Jistou alternativou umožňující eliminovat toto omezení jsou již zmíněné SPD metody, tj. metody založené na aplikaci extrémních plastických deformací. Stejně tak jako konvenční metody jsou i SPD metody založeny na postupných přírůstcích jednotlivých deformací až do dosažení velmi vysokých hodnot. Přestože na první pohled se obě skupiny tvářecích technik (konvenční i SPD metody) mohou zdát podobné, existují zde zásadní rozdíly. Diametrální odlišnost spočívá především v jiném strukturním vývoji během deformace. SPD metody jsou velmi populární především díky svému potenciálu zvyšovat (nejen) mechanické vlastnosti konvenčních kovových materiálů velmi efektivním způsobem. Nárůst pevnostních vlastností čistých kovů po SPD zpracování může činit až 800 %, u slitin je pak toto zvýšení o 30–50% oproti výchozímu stavu [33]. Oproti konvenčním metodám tváření však při zpracování pomocí SPD metod dochází k žádným nebo minimálním změnám geometrie tvářeného polotovaru. Existují však i další rozdíly. Samotné zjemnění struktury materiálu do oblasti velikostí zrn $d \leq 1 \mu\text{m}$ však ještě neznamená vznik UFG materiálu ve smyslu obvykle udávaných definic. Základními znaky UFG materiálů připravených pomocí SPD metod je totiž nejen struktura definovaná velikostí zrn $d \leq 1 \mu\text{m}$, ale také dominantní frakce zrn s vysokoúhlovou disorientací hranic (VÚHZ) [34]. Konkrétním příkladem tohoto rozdílu může být ocelový drát s velikostí zrn v oblasti 200-500 nm vyrobený konvenčním tažením, v jehož struktuře byly patrné pouze zrna s nízkoúhlovou disorientací hranic (NÚHZ) [35].

Samotný způsob vkládání velkých plastických deformací je velkou výzvou a poměrně náročným problémem, protože vyžaduje, z důvodů vysokých energo-silových parametrů, nejen dostatečnou tuhost a pevnost nástrojů, ale také zajištění podmínek, při nichž bude zachována soudržnost tvářeného materiálu. Vedle těchto požadavků je při SPD zpracování kladen důraz také na minimalizaci rozměrových změn daného polotovaru. K zajištění tohoto slouží speciálně navržené nástroje, které brání volnému plastickému toku. Takto je generován značný hydrostatický tlak, díky němuž mohou být vkládány do materiálu velké plastické deformace zajišťující významné zjemnění struktury. Dosažení takových podmínek nabízí ale i další benefity. Nezanedbatelná je především možnost tváření obtížně tvařitelných křehkých materiálů (WO, B₂O₃ skla, amorfni materiály, atd.), bez porušení soudržnosti.

Odlišnosti týkající se průběhu deformace však existují i u jednotlivých SPD metod, deformačním mechanismem může jak čistý smyk, tak i jednoduchý skluz. Stejně tak může při deformaci (v závislosti na typu metody) probíhat zatěžování monotónní, cyklické, či příčné. Právě z důvodů odlišností v napěťově-deformační historii je velmi obtížné srovnávat efektivitu vlivu typu deformace na strukturu. Jedním z klíčových hledisek může být způsob vývoje dislokační struktury včetně její transformace do nových vysokoúhlových hranic. Problémem je také stále nejednotný způsob výkladu dislokačního mechanismu popisující vývoj struktury na základě definice deformačních parametrů. Platnost tohoto mechanismu je navíc limitována na předpoklad, že tento postupný rozvoj struktury probíhá při stabilním kontinuálním toku materiálu a hodnotách vložených deformací v oblasti 1-4 (v závislosti na procesních podmínkách). Zejména novější SPD techniky však umožňují vkládat deformace dalece přesahující toto rozmezí. Kromě toho dochází při SPD metodách namísto stabilního kontinuálního toku materiálu k diskontinuálnímu toku silně lokalizovanému ve smykových pásech (např. [9]), které jsou pak na makro-úrovni orientovány ve směru skluzu, přičemž jejich morfologie je definována spíše mechanikou kontinua, než krystalograficky [36]. Právě tyto poznatky spolu s detaily získanými ze strukturního pozorování pak mohou sloužit k analýze způsobu deformace během SPD metod.

3.1 Konvenční metody

Původním cílem konvenčních tvářecích metod bylo dosáhnout požadovaného tvaru tvářeného polotovaru. S postupem času se však ukázalo, že je nezbytné ovlivňovat i jeho finální vlastnosti. Rostoucí požadavky na nižší hmotnost a zároveň vyšší hlubokotažnost a pevnost některých materiálů (například pásů z IF ocelí pro automobilový průmysl) vedou k optimalizaci celých výrobních procesů a k různým modifikacím původních tvářecích technologií. Navzdory značnému vývoji nelze však, například ani po termomechanickém zpracování, mnohdy docílit požadovaných výsledků [37]. Jedním z parametrů významných při optimalizaci struktury během tváření (tj. zjemnění), je velikost vložené deformace. Díky tomu došlo také k intenzivnímu výzkumu vlivu velkých plastických deformací aplikovaných pomocí konvenčních tvářecích technik (válcování, protlačování nebo kování). Důvodem bylo především velké zastoupení těchto metod v komerčním průmyslu.

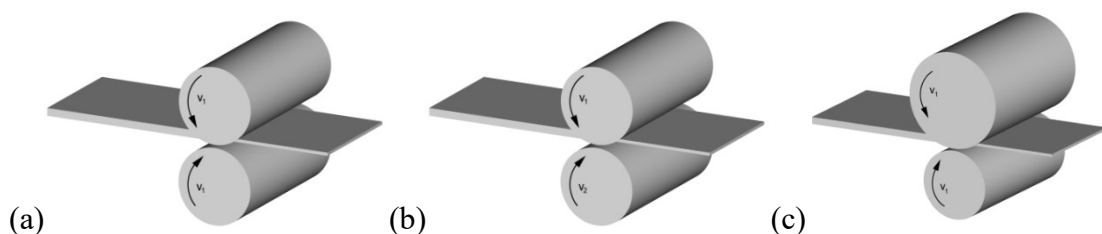
3.1.1 Válcování

Podélným válcováním za tepla i za studena je možné, v závislosti na typu materiálu, tento intenzívně plasticky deformovat a viditelně tak zjemnit jeho strukturu až na zrna o velikostech jednotek mikrometrů [38]. Bylo prokázáno, že současné postupné snižování teploty při pokračujícím válcování může značně přispět k zisku jemnozrnných struktur (např. u MgZnZr slitiny [39]). Ke snížení velikosti zrn lze ale významně přispět i vhodnou úpravou parametrů deformace [40]. U UFG/C oceli s feriticko-cementitickou strukturou bylo po válcování v kalibrech za snížených teplot dosaženo bimodální jemnozrnné struktury (ferit o velikosti zrn $\sim 0,7 \mu\text{m}$ s lokálně velmi hustým výskytem cementitu, a ferit o velikosti zrn $\sim 4 \mu\text{m}$ bez výskytu cementitických částic) vedoucí ke zlepšení pevnostních, ale také plastických vlastností [41]. Příznivý vliv nižší válcovací teploty ($\sim 500 \text{ }^\circ\text{C}$) při válcování v kalibrech na nárůst pevnosti ($R_m = 1500 \text{ MPa}$ při vložené deformaci $e = 1,8$ díky lamelární struktuře) byl prokázán i u středněuhlíkové nízkolegované oceli [42]. Podobný způsob výroby u nelegované uhlíkové oceli však takto vysoké pevnostní charakteristiky nepřinesl i přes průměrnou velikost feritických zrn $\sim 0,4 \mu\text{m}$. Hlavní rozdíl byl právě ve tvaru zrn feritické matrice: u nelegované oceli byla struktura po válcování tvořena rovnoosými zrny, protože v důsledku absence precipitátů docházelo k přeuspořádání dislokací a migraci hranic zrn [43]. Pomocí optimalizace úběrového plánu bylo podobných výsledků laboratorně docíleno i u nízkouhlíkové mikrolegované oceli (0,03% C, 1,6% Mn, a 0,06% Nb) díky aktivaci dynamické rekrystalizace při vysokém Zener-Holomonově parametru [44]. To však může být v reálných podmínkách poměrně problematické. Navíc je potřeba mezi průchody úplně potlačit statickou rekrystalizaci aby byla velikost zrn co nejvíce homogenní. Jistým řešením je postupná akumulace nižších stupňů deformace v jednotlivých průchodech.

Vedle již zmíněných materiálů byly publikovány i studie zabývající se například válcováním UFG Ti nebo Cu slitin [45]. Mezi nejčastěji testované materiály v souvislosti se zjemněním zrna však patří slitiny lehkých kovů, především pak Al, Mg a jejich slitiny. Stejně tak jako některé Al slitiny, i Mg slitiny jsou velmi obtížně tvaritelné především při nízkých deformačních teplotách. Na druhé straně, díky jejich specifickým vlastnostem jsou slibnými materiály nejen ve strojírenství, ale také například v medicíně. Pro širší uplatnění Mg slitin je však potřeba zlepšit jejich mechanické vlastnosti – pokud by tyto dosahovaly alespoň úrovní Al slitin, mohly by je v některých případech adekvátně nahradit. Přestože lze pomocí konvenčního podélného válcování i u těchto materiálů dosáhnout jistého (limitního) zjemnění struktury, je nutné hledat cesty směrem k nižším velikostem zrna a tedy vyšším mechanickým vlastnostem. Při válcování vybraných slitin se často používá způsob řízení rekrystalizace a deformačně indukované precipitace. Současně s aplikovanou deformací lze takto v některých případech dosáhnout značného zjemnění struktury až do oblasti UFG (např. u Al₃Mg a Al₃Mg_{0,2}Sc_{0,1}Zr slitin), i zde však existují rozdíly. Zatímco ve slitině Al₃Mg_{0,2}Sc_{0,1}Zr dochází k tvorbě UFG pouze při vyšších deformacích za vyšších teplot (díky interakci disperzních částic s hranicemi zrn), u slitiny Al₃Mg je vhodná oblast tváření značně ovlivněna množstvím rozpuštěného, resp. precipitovaného, Mg [46].

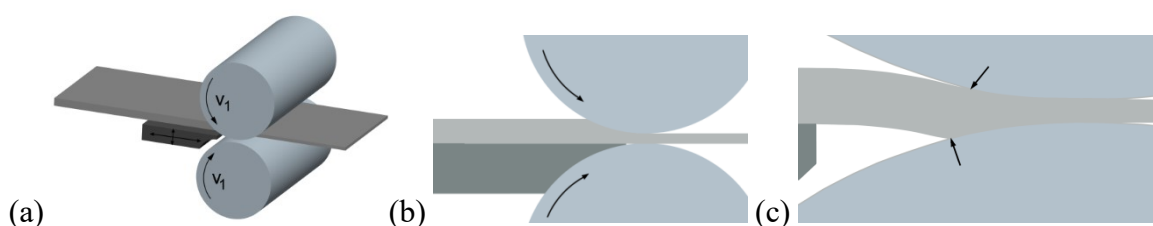
Zhang a kol. [47] navrhli řešení pro snížení velikosti zrna u AZ31 Mg slitiny pomocí opakovaného válcování malými redukcemi kombinovaného s mezižháním (velikost zrna klesla z $d \sim 22 \mu\text{m}$ na $d \sim 7 \mu\text{m}$). Další z cest vedoucích k efektivnímu snížení velikosti zrn je i modifikace parametrů konvenčních válcovacích stolic – významný vliv změny některého z parametrů při konvenčním podélném válcování na vývoj struktury tvářeného materiálu byl již mnohokrát prokázán. Známým způsobem je asymetrické válcování (ASR – *assymetrical rolling*), u kterého byly zkoumány např. vlivy teploty [48], velikosti redukce a válcovací síly [49], geometrie nástrojů [50], rychlosti válcování [51], a dalších procesních parametrů [52] na zjemnění zrna nebo výsledné mechanické vlastnosti. Mezi v současnosti využívané patří zejména asymetrie rychlosti válcování (kinetická asymetrie), asymetrie průměru válců (geometrická asymetrie), a asymetrie třecích podmínek na stykových plochách válců a materiálu (tribologická asymetrie). Přestože se jmenované způsoby principiálně liší, jejich cíl je stejný: akumulace co nejvyšší smykové deformace do válcovaného materiálu. Ukázalo se, že v důsledku proměnlivých deformačních podmínek je posledně jmenovaný způsob nejméně spolehlivým. Nejlepší možnost ovlivnění finálních struktur válcovaných materiálů nabízí kinetická nebo geometrická asymetrie. Pro realizaci těchto dvou způsobů je obvykle využita válcovací stolice duo se shodným (resp. odlišným) průměrem válců (obr. 8) s cílem dosažení asymetrie rychlosti válců. Hlavní rozdíl oproti konvenčnímu podélnému válcování tak spočívá v odlišné obvodové rychlosti válců, přičemž tento rozdíl bývá vyjádřena koeficientem >1 . Rozdílné obvodové rychlosti válců způsobují rozdíly v rychlostech plastického toku v povrchových a podpovrchových vrstvách tvářeného materiálu. Jinými slovy, rychleji rotující válec nutí jemu přilehlý povrch válcovaného materiálu k rychlejšímu plastickému toku ve směru hlavní deformace. Díky těmto nerovnoměrnostem je tak tlaková složka deformace (od válců) doplněna o složku smykovou (odlišné rychlosti toku materiálu).

Na základě experimentů s asymetrickým válcováním (zejména Al slitiny) lze říci, že za zjemněním struktury stojí dynamická rekrytalizace, jejíž průběh přímo souvisí s velikostí plastické deformace a akumulací vložené energie (hustota dislokací). Míra zjemnění tedy poroste s rostoucím třením, vyšší redukcí za průchod a rostoucí asymetrií nástrojů, přičemž asymetrie válců bude mít nižší vliv [53]. Na druhou stranu právě asymetrie válců stojí za vyšší homogenitou velikosti zrna po průřezu válcovaného materiálu ve srovnání s konvenčním válcováním, po němž bývá zrno jemnější v povrchových vrstvách a hrubší ve středových vrstvách. Tento gradient lze tedy asymetrickým válcováním značně potlačit [54].



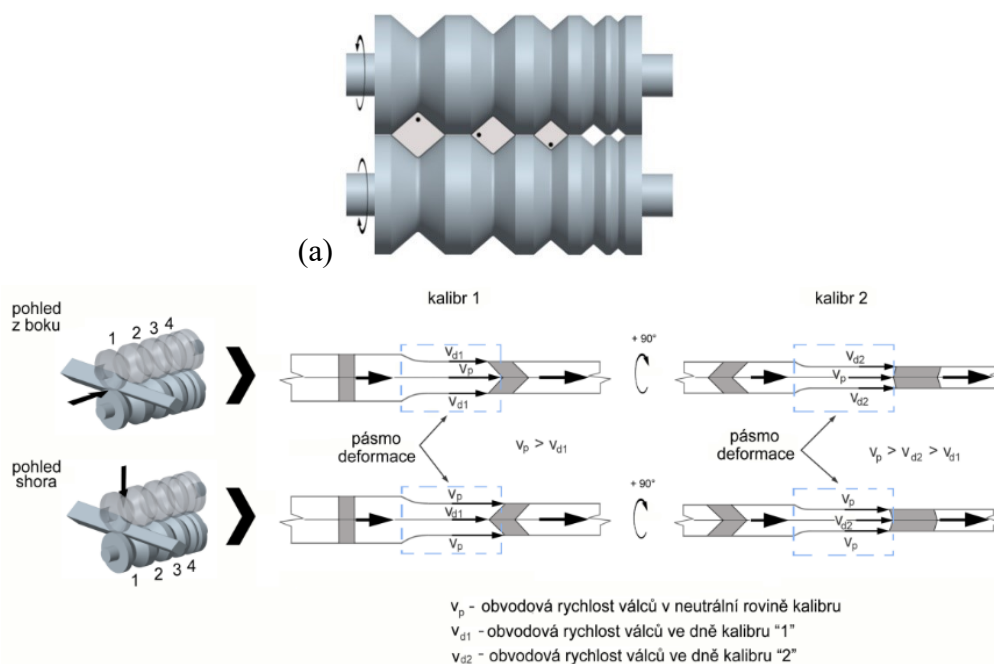
Obr. 8: Válcovací stolice Duo: (a) konvenční válcování (b) asymetrie kinetická (c) asymetrie geometrická.

Asymetrické válcování lze do jisté míry uplatnit, i když se oba válce duo stolice otáčejí shodnou rychlostí a mají stejnou geometrii. Jednou z možností je použití variabilní armatury válcovací stolice (stěrače), na které je polotovár položen (obr. 9a). Polohováním je pás umístěn mezi válce tak, aby byl deformován (vtahován) nerovnoměrně vzhledem ke svému hornímu, resp. spodnímu, povrchu (obr. 9b, 9c). Tímto způsobem vzniká asymetrie rychlosti plastického toku i přes shodné rychlosti otáčení i průměry válců, jelikož díky horizontálnímu nebo vertikálnímu posunutí armatury dojde na tvářeném pásu k posunutí místa prvního styku s válcem (šipky na obr. 9c), v důsledku čehož musí nutně vzniknout rozdíl plastického toku mezi horním a spodním povrchem válcovaného pásu (tzn. vznik smykové deformace). Na tomto principu byl založen postup ARR – *asymmetric reduction rolling* [55].



Obr. 9: Princip metody ARR (a), příklady polohování armatury válcovací stolice (b, c).

Jiným příkladem asymetrického válcování při shodné geometrii i kinetice válců může být válcování dlouhých tyčových polotovarů v kalibrech. Kalibr je obvykle tvořen zářezy, které jsou identické v horním i spodním válci dané stolice. V důsledku jeho geometrie však dochází k asymetrickému toku materiálu – s hloubkou kalibru se mění i obvodová rychlost daného místa, musí se tedy lišit i rychlost plastického toku přiléhajícího polotovaru.



(b)

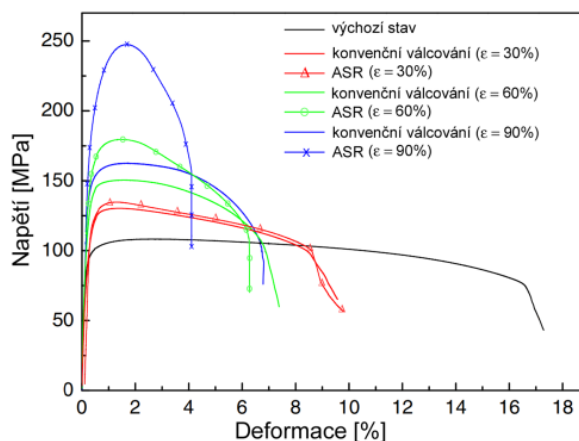
Obr. 10: Válcovací stolice s kalibrovanými válci (černá tečka značí otáčení provalku o 90° mezi průchody) (a), schématické znázornění rozdílu rychlostí plastického toku materiálu (b).

Po každém průchodu skrze kalibr je polotovár otočen o 90° kolem své podélné osy a válcován v následném kalibru (obr. 10), ve kterém je provedena stejná redukce průřezu jako v předchozím kalibru. Díky této rotaci však ke smykové deformaci dochází v opačném směru, než v předešlém průchodu (obr.10b). Tímto způsobem bylo po 18 průchodech na kalibrovaných válcích (95 % redukce průřezu) dosaženo velikosti zrna $d \sim 1,5 \mu\text{m}$ u slitiny AZ31 [56]. Navíc vedly opakované změny směru deformace ke vzniku náhodné bazální textury, která snížila anizotropii vlastností. Výsledná kombinace této textury a zjemnění zrna pak způsobily zvýšení pevnosti až na hodnotu $R_m = 400 \text{ MPa}$ při tažnosti $A = 9,5 \%$.

Přestože lze tedy asymetrické válcování uplatnit i u dlouhých tyčových polotovarů, větší pozornost je upírána na ploché vývalky (pásy, plechy). Podle koeficientu rozdílu rychlostí otáčejících se válců se obvykle odlišují dva postupy: diferenční podélné válcování (DSR – *differential speed rolling*, někdy také ASR – *asymmetric rolling*, nebo SRDR – *single roller drive rolling*), a vysokorychlostní diferenční podélné válcování (HRDSR – *high speed ratio differential speed rolling*). Efektivita zjemnění struktury již byla pro tyto metody potvrzena na různých materiálech (např. [57–59]). Cílem je vždy zajistit průnik smykové deformace pokud možno celou tloušťkou zpracovávaného polotovaru při co nejnižším počtu průchodů (vhodné tedy hlavně pro ploché vývalky). Na druhé straně, zejména v poslední době se objevují snahy o přípravu tzv. gradientních materiálů, tj. materiálů, které záměrně obsahují jistý gradient vlastností (například po tloušťce pásů). Asymetrické válcování je velmi vhodným kandidátem pro jejich přípravu. Mezi významné benefity diferenčního válcování oproti konvenčnímu válcování patří snížení válcovacího tlaku, zlepšení tvaru pásů, ale hlavně vnesení vyšší deformace definované jednoduchým skluzem [60].

Srovnání vývoje struktury při konvenčním a DSR válcování bylo provedeno např. u MG slitiny AZ31 (teplota válcování $350 \text{ }^\circ\text{C}$, celková redukce výšky 85 %) [61]. Konvenční válcování vedlo k bimodálnímu rozložení zrn (hlavní frakce byla tvořena většími původními zrny s dvojčaty a deformačními pásy), zatímco po DSR byla struktura homogenní, jemnozrná bez větších zrn a dvojčat (absence dvojčat potvrzuje průběh dynamické rekrytalizace z důvodu působení smykové deformace). Během DSR hrají roli především velikost a rychlost deformace během průchodu – při vysokých hodnotách deformace začíná dominovat lokalizace plastického toku materiálu před nástupem dynamické rekrytalizace [62]. Naopak při velmi malých redukcích za průchod (pod 10 %) nelze úplně potlačit vznik deformačních dvojčat [61]. Metoda DSR byla experimentálně srovnávána s konvenčním válcováním i za pokojové teploty (válcování Al při celkové deformaci $\varepsilon_h = 90 \%$ [57]). Trend zpevňování byl u obou metod podobný, v důsledku přídavné smykové deformace však po DSR došlo k vyššímu zpevnění (obr. 11). S narůstající deformací ($\varepsilon_h = 30 \%$) docházelo při DSR k dělení původních zrn na subzrna s velikostí $d < 1 \mu\text{m}$ oddělené dislokacemi. Dislokační hustota přitom byla poměrně malá a dislokační stěny uspořádány náhodně. Po dosažení deformace $\varepsilon_h = 60 \%$ struktura obsahovala relativně rovnoosá subzrna oddělená dislokačními stěnami. Po deformaci $\varepsilon_h = 90 \%$ již ve struktuře dominovala jemná zrna o průměrné velikosti $d < 1 \mu\text{m}$ s velmi nízkou dislokační hustotou. Za poklesem dislokační

hustoty stojí podle autorů studie absorpce dislokací hranicemi subzrn a jejich transformace na VÚHZ. Struktura však lokálně obsahovala vysokou hustotou dislokací i po DSR, homogenizaci velikosti zrna do oblasti $d \sim 500$ nm a formaci převažující frakce VÚHZ zajistilo následné žhání v režimu 150 °C/1 hod, které dodalo energii potřebnou k pohybu dislokací směrem k subhranicím a jejich následné transformaci na VÚHZ. Podobné zjemnění struktury dokládá i jiná studie věnovaná DSR u Al při pokojové teplotě [63].



Obr. 11: Mechanické vlastnosti Al po konvenčním válcování a DSR. Zpracováno na základě studie [57].

Srovnání konvenčního válcování a HRDSR pro komerčně čistou Cu při deformacích $\varepsilon_h = 35\%$ a $\varepsilon_h = 65\%$ provedli Kim a kol [64]. Válcování probíhalo na duo stolici s totožným průměrem válců, při konvenčním válcování byly smysl i rychlost otáčení válců shodné, zatímco při HRDSR rotoval horní válec ve směru hodinových ručiček rychlostí 1 ot/min a spodní válec rychlostí 0,33 ot/min v opačném směru. Zatímco rozdíly pro nižší aplikovanou deformaci nebyly významné, po deformaci $\varepsilon_h = 65\%$ došlo při konvenčním válcování k prodlužování původních zrn ve směru hlavní deformace (vznik „palačinkovité“ struktury) a tvorbě deformačních pásů v některých zrnech, a při HRDSR vznikaly v důsledku vysoké smykové deformace velmi tenké smykové pásy orientované paralelně se směrem válcování a původní zrna zcela zanikla. Výsledná struktura po HRDSR obsahovala zrna o velikosti $0,82 \mu\text{m}$ a 60 % VÚHZ (struktura po konvenčním válcování obsahovala 17 % VÚHZ). Mechanické vlastnosti vzrostly u obou, po HRDSR však vykazovala Cu o 105 MPa vyšší pevnost než po konvenčním válcování (u mikrotvrdomosti byl rozdíl až 30 %).

Tento postup nachází praktické uplatnění i při válcování ocelových pásů. Bylo např. porovnáváno zpracování pásů z IF ocelí pomocí konvenčního válcování a ASR (geometrická asymetrie, poměry válců 1:1,3, 1:1,6, a 1:2), celková výšková deformace za 6 průchodů dosahovala až 88 % [65]. Práce také zkoumala vliv orientace provalku vzhledem k válci s větším průměrem – pás byl válcován ve stále stejném směru, nebo rotován o 180° kolem své podélné osy mezi průchody. ASR přineslo vyšší nárůst pevnosti při obou variantách než konvenční válcování. Také se ukázalo, že zpevnění při ASR bylo vyšší v případě kdy, nebyl pás rotován (rotace mezi jednotlivými průchody způsobily značné oslabení asymetrie textury

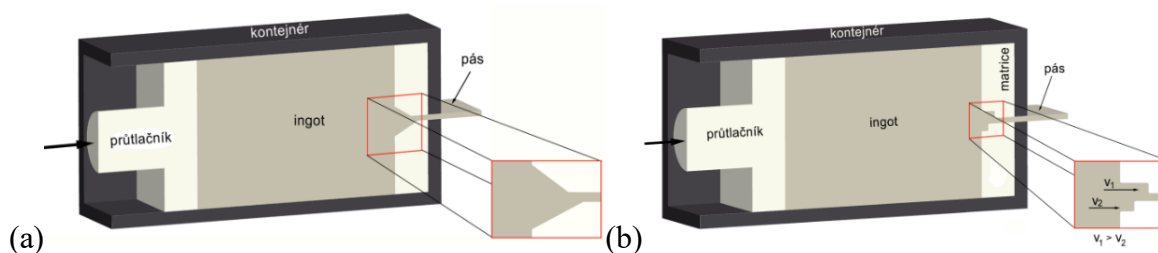
v porovnání s ASR bez rotací). Na druhé straně vykazovaly vzorky díky těmto rotacím vyšší plastické vlastnosti (srovnatelné s konvenčně válcovaným pásem). Jelikož by výsledný pás měl být v dalším kroku podroben hlubokému tažení, je nutné, mimo zvýšení pevnosti, také zachovat určitou míru plasticity. Velmi často se tedy zavádí dodatečné tepelné zpracování, jehož optimalizace je nezbytným předpokladem výroby pásů s vyššími užitnými vlastnostmi ve srovnání s konvenčním válcováním. Žíhání v režimu 600 °C/30 min se ukázalo být vhodným pro dosažení nejlepšího poměru pevnosti, tvařitelnosti a hlubokotažnosti [66].

Velmi často bývá DSR kombinováno s dalším deformačním postupem, jako například konvenční podélné válcování, nebo dopředné protlačování. Kombinace DSR a konvenčního válcování (300 °C, celková redukce 45 %) byla provedena na slitině ZK60 vyrobené pomocí odlévání mezi dva rotující válce (*twin roll casting*, TRC), což je kombinace odlévání a válcování za tepla v jednom kroku [67]. Výsledné zjemnění zrna po TRC + DSR bylo srovnatelné s konvenčním válcováním, přesto materiál po DSR vykazoval vyšší plasticitu a nižší pevnostní vlastnosti (pravděpodobně díky oslabení bazální textury). Při lití slitiny Al1050 mezi dva licí válce otáčející se rozdílnou rychlostí došlo k potlačení středové vrstvy segregací spolu se 40 % poklesem velikosti zrna ve srovnání s variantou symetricky otáčejících se licích válců [68] (smykovou deformaci lze tudíž uplatnit již v průběhu odlévání polotovarů při relativně vysokých teplotách). Vysoká efektivita zjemnění zrna kombinací dopředného protlačování a HRDSR byla experimentálně prokázána i u Mg slitiny typu LZ91 (Mg-Li-Zn) [59]. Struktura po zpracování vykazovala vláknitý charakter, vlákna byla orientována ve směru hlavní deformace (tj. protlačování). Po dopředném protlačování při 200 °C klesla velikost zrna na $d \sim 15 \mu\text{m}$, a po následném HRDSR na průměrnou hodnotu $\sim 1 \mu\text{m}$, zrna byla navíc tvořena ultrajemnými subzrny o velikosti 300-500 nm s VÚHŽ. Takováto kombinace metod tak přináší i možnost superplastického chování (výsledná slitina LZ91 vykazovala tažnost $A \sim 500 \%$ při rychlosti deformace $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ a teplotě 200 °C).

Z výsledků zmíněných experimentů je patrné, že vyšší efektivita zjemnění struktury lze dosáhnout snížením teploty deformace (válcování). Tento fakt byl hlavním důvodem pro navržení techniky kryo-válcování, kdy je válcování prováděno na polotovaru podchlazeném tekutým dusíkem. Například Cu vykazovala po takovémto zpracování díky bimodálnímu charakteru struktury (zrna o velikosti $\sim 20 \text{ nm}$, a $\sim 1 \mu\text{m}$) vedle velmi vysokých pevnostních vlastností i relativně vysokou plasticitu, došlo také ke zlepšení elektrických vlastností [69]. Zatímco jemná zrna způsobila nárůst pevnostních vlastností, hrubší zrna zajišťovala dostatečnou plasticitu. Yu a kol. [70] navrhli kryo-proces ACR (*asymmetric cryo rolling*) a aplikovali jej na duo stolici s průměrem pracovního válce 50 mm a rychlostním koeficientem otáček válců 1,4 na Al slitiny AA1050 a AA6061. ACR vedlo u AA1050 k extrémnímu zjemnění velikosti zrna až na $d \sim 210 \text{ nm}$. Podobného nárůstu pevnostních vlastností spolu se zachováním dostatečné plasticity bylo dosaženo i ve studiích [69, 71]. Srovnání efektivita zjemnění struktury u procesů ACR a ASR ukazuje na významný vliv teploty deformace [63]. Kryo-podmínky však nelze, s ohledem na tvařitelnost, aplikovat u všech typů materiálů [70].

3.1.2 Protlačování

Jak již bylo uvedeno, tento postup se při zjemňování struktury velmi často uplatňuje v kombinaci s jinými deformačními metodami. Při použití dopředného protlačování jako jediného tvářecího postupu je získání UFG struktury často podmíněno dalším předpokladem, např. použitím nanoprášků. Konkrétními příklady mohou být studie [72] (příprava UFG struktury s velikostí zrna ~ 350 nm u Armco Fe pomocí třístupňového protlačování) a [73] (zjemnění zrna komerčně čistého Ti na $d \sim 50$ nm po 20 průchodech). Pomocí samotného protlačování za tepla lze obvykle snížit průměrnou velikost zrna u konvenčních materiálů jen do oblasti $d \sim 10$ μm) [74, 75]. Příkladem je protlačování slitiny 93W4.9Ni2.1Fe0.03Y při teplotě 1150 °C [76], u které došlo k významnému zpevnění ($R_m = 1570$ MPa) z důvodu potlačení průběhu dynamické rekrytalizace díky vysoké rychlosti tváření ($d \sim 100$ mm/s). Pokud je však protlačování za tepla doplněno například protlačováním za studena, lze docílit velmi jemnozrnné struktury. Protlačování slitiny AZ31 za studena vedlo k poklesu velikosti zrna až na $d \sim 2$ μm a 88 %-ní frakci VÚHZ (vysoká hodnota vložené deformace zapříčinila dynamickou rekrytalizaci za studena) [77]. Kim a kol. [78] připravili UFG Al7,5Mg slitinu pomocí mechanického mletí kovových prášků v tekutém dusíku (velikost částic 30 ± 13 nm), následného izostatického lisování za tepla (velikost částic 320 ± 10 nm) a hydrostatického dopředného protlačování při teplotě 250 °C (velikost zrn 350 ± 14 nm). Přestože podobné kombinace postupů mohou přinést slibné výsledky, je nutné si uvědomit relativně zdlouhavé zpracování a požadavky na četnost nástrojů/vybavení a tím i ekonomickou stránku procesu. Možností, jak celý proces zjednodušit a zároveň docílit významného zjemnění struktury pomocí protlačování je metoda asymetrického protlačování (ASE – *asymmetric extrusion*) [79], nebo rychlostně diferencního protlačování (DSE – *differential speed extrusion*) [80], což je v podstatě obdoba výše zmíněného procesu DSR upravená pro protlačování. Metody ASE i DSE jsou si principiálně podobné, liší se pouze v geometrii použité matrice – rozdílné rychlosti plastického toku materiálu je dosaženo zkosením resp. výstupkem na výstupním otvoru matrice (obr. 12). Horní vrstva polotovaru (pásu) teče rychleji než vrstva spodní, čímž vzniká gradient plastického toku po tloušťce pásu, tj. smyková deformace, přispívající ke zjemnění zrna. Efektivita procesu ASE byla verifikována např. na slitině AZ31 s velikostí zrna ~ 75 μm , kdy tato po protlačení rychlostí 10 mm/s při teplotě 400 °C klesla na ~ 3 μm , díky dynamické rekrytalizaci byla navíc zrna rovnoosá [79]. Při ASE dochází i k oslabení bazální textury, což pozitivně ovlivňuje pevnostní i plastické vlastnosti za pokojové teploty.



Obr. 12: Princip různých způsobů dopředného protlačování: asymetrické protlačování – proces ASE (a), rychlostně diferencní protlačování – proces DSE (b).

Práce [80, 81] srovnávají konvenční dopředné protlačování a DSE pro pás ze slitiny AZ31 (rychlost tváření 20 mm/min, poměr protlačování $R=101:1$, poměr rychlostí toku mezi horní a spodní vrstvou při DSE 2:1). Po konvenčním protlačování byla velikost zrna $\sim 12 \mu\text{m}$, zatímco po DSE klesla na $\sim 6 \mu\text{m}$, poklesla rovněž anizotropie mechanických vlastností. Ještě komplexnější srovnání různých metod (konvenční dopředné protlačování, ASE a DSE, obr. 13) pro AZ31 lze nalézt ve studii [82], která rozebírá vliv konkrétní geometrie redukce výstupního otvoru matrice. Nejvýraznějšího zjemnění zrna bylo dosaženo při procesu DSE, především díky náhlé změně a lokalizaci plastického toku (v porovnání s ASE vnáší geometrie matrice větší smykovou deformaci). Při konvenčním dopředném protlačování bylo protlačování pásů díky silné bazální textuře velmi problematické, vznikla tedy výrazná anizotropie vlastností. Oslabení bazální textury a zároveň zrychlená aktivace nebazálních skluzových systémů v důsledku smykové deformace v normálovém směru u ASE a DSE souviselo i s nárůstem Schmidova faktoru, tj. významným zvýšením tvařitelnosti [83, 84].



Obr. 13: Rozdělení zón rychlosti plastického toku při různých způsobech protlačování.

3.1.3 Kování

Podobně jako u válcování a protlačování jsou u kování hledány cesty k efektivnějšímu zjemnění struktury pro dosažení příznivějších vlastností a povrchů výkovek bez trhlin [85]. Kování je vhodnou metodou pro tváření ocelí a materiálů na bázi slitin lehkých kovů, ale i slitin těžkovitelných materiálů, např. W. Posledně zmiňované jsou perspektivní především jako náhrada ochuzeného U pro kinetické penetrátory. Střely z U slitin jsou efektivní, jelikož se při nárazu (např. na pancíř tanku) roztrhají na částice, které po styku s okolním vzduchem prudce hoří. Kinetická energie střely spolu s vysokou teplotou jsou tedy hlavními faktory podílejícími se na penetraci střely pancířem. Velkým problémem je ale zdravotní riziko (radioaktivita). Řešením však může být náhrada U za W. Přestože má však W rovněž vysokou hustotu, nemá požadované mechanické vlastnosti. Za jistých předpokladů lze ale tyto významně zvýšit pomocí kování [75, 86]. Výrazného zjemnění struktury lze v určitých případech dosáhnout samotným volným kovááním. Např. u slitiny AlMgScZr bylo dosaženo tažnosti $\sim 1590 \%$ (frakce VÚHZ $\sim 70 \%$, velikost zrna $\sim 3,7 \mu\text{m}$) po kováání při teplotě $475 \text{ }^\circ\text{C}$ a rychlosti deformace $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ [87]. Při transformaci NÚHZ na VÚHZ dochází často ke značnému nárůstu velikosti zrna a tudíž ke ztrátě superplastického chování, tomuto však zamezila přítomnost precipitátů $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ které zaručily stabilitu jemnozrnného materiálu. Jiným případem je kováání za použití velmi malých deformací vycházející z multisého kováání (viz. sekce 2.1) využívající proces stárnutí takto tvářené Mg slitiny AZ61 [88].

Pro zjemnění struktury až do oblasti UFG a nano struktur je kování často kombinováno s dalšími postupy (válcování, protlačování za tepla apod.) [89, 90]. Jak bylo experimentálně potvrzeno při dopředném protlačení a následném kování (teplota 250 °C, rychlost deformace 10 s⁻¹) slitiny AZ31, kombinace metod umožňuje ovlivnění uzdravovacích procesů a tím také počtu zárodečných míst pro tvorbu nových zrn, tj. finální velikosti zrna (zjemnění struktury na ~ 5,5 μm díky vzniku dvojčat) [91]. Zejména u Mg slitin indukuje kování vznik deformačních dvojčat, které se následně shlukují do pásů sloužících jako nukleační místa rekrystalizovaných zrn, což pak zvyšuje pevnostní i plastické vlastnosti. Kombinace volného kování a protlačování jsou realizovatelné i v případě tzv. *mikrotvářecích* procesů [92], kdy se jedná o přizpůsobení konvenčních tvářecích postupů potřebám produkce miniaturních komponent. Hlavní ideou je zde značné zlepšení vlastností, pokud je velikost zrn srovnatelná s rozměry příčného průřezu produktu. Existuje jistá kritická hodnota počtu zrn definujících příčný průřez součásti, která zaručuje potlačení vzniku smykových pásů [93]. Jinými slovy lze předpokládat mnohem menší anizotropii konečných vlastností takového mikro-produktu.

Vedle tváření objemových materiálů je kování (v kombinaci s protlačováním) často využíváno i pro konsolidaci a zpracování kovových práškových materiálů [94, 95]. Tímto postupem lze docílit výrazně většího zjemnění struktury a zvýšení mechanických vlastností. Kombinací izostatického lisování za tepla (HIP – *hot isostatic pressing*) a izotermálního kování tak lze např. připravit UF ($d \sim 1 \mu\text{m}$) Ti se superplastickými vlastnostmi ($A = 1353 \%$ při teplotě 830 °C) [96]. Stejně jako u jiných tvářecích technik je zde třeba dbát na optimální teplotu kování (ale i jiné parametry deformace), zejména u výkovků z Mg slitin. Příliš nízká teplota zvyšuje pravděpodobnost vzniku porušení, vysoká teplota naopak může znamenat nežádoucí růst zrn, sekundární rekrystalizaci, či porušení v důsledku lokálního natavení [97]. Mezi postupy, které vycházejí z kování a umožňují dosažení významného zjemnění struktury je potřeba zmínit také rotační kování [98–101]. Tento proces je však deformační metodou s inkrementální deformací, proto bude detailněji popsán v následující kapitole.

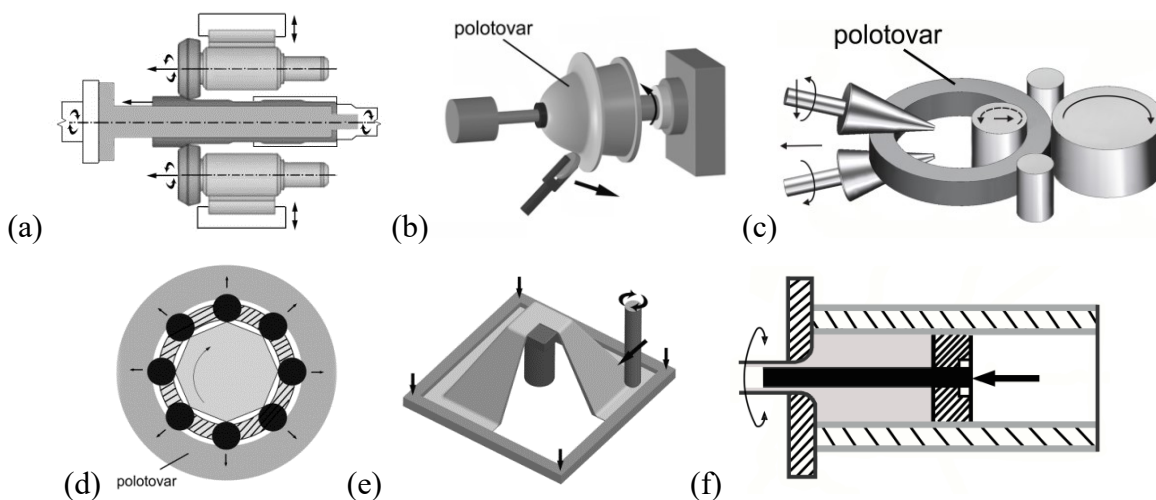
3.1.4 Metody založené na inkrementální deformaci

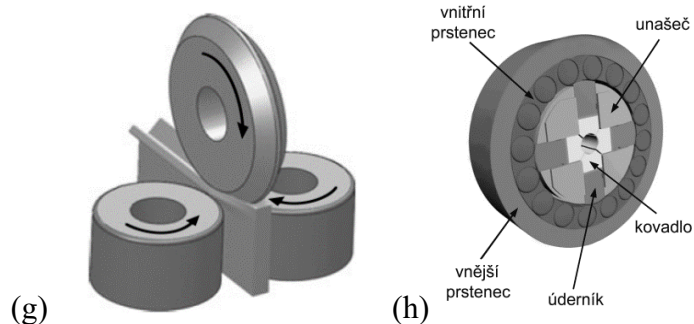
Mezi konvenčními tvářecími postupy umožňujícími aplikaci intenzivních plastických deformací je také potřeba zmínit skupinu metod založených na vkládání inkrementálních (postupných) deformací. Přestože byly tyto postupy jedny z prvních tvářecích technik (výroba Damascénských ocelí, atd.) jejich uplatnění v průmyslovém měřítku bylo poměrně komplikované. Jelikož mají poměrně vysoké nároky na řízení procesu a tvářecí zařízení, mohly obtížně konkurovat jednodušším postupům (např. zápusťkovému kování) při sériové výrobě. V důsledku rozvoje řídicích technologií však začínají tyto postupy opět nacházet své uplatnění. U těchto metod dochází ve vybrané oblasti objemu materiálu k více než jednomu cyklu zatížení–odlehčení v jednom procesním kroku [102]. Geometrie tvářecích nástrojů není shodná s geometrií finálního produktu a požadovaných tvarů je dosahováno pomocí mnoha malých tvářecích úběrů. Ve styku s tvářecími nástroji je tak při daném úběru vždy jen určitá oblast materiálu (nedochází ke kontaktu celého objemu), celý polotovar je

protvářen díky postupnému posouvání nástroje (polotovaru) ve směru jeho osy a opakování úběrů. To odlišuje inkrementální tvářecí postupy např. od podélného válcování, kde je sice deformace aplikována lokálně, ale každá část materiálu je v každém kroku deformována jen jednou. Přestože je tedy k získání finálního produktu zapotřebí většího počtu procesních kroků (inkrementů), tj. delšího výrobního času, mají tyto postupy významné výhody.

Pomocí inkrementálních deformací lze, díky jinému napěťově-deformačnímu stavu, dosáhnout vyšších celkových deformací bez porušení soudržnosti než u postupů založených na jediné operaci [102]. Mezi hlavními benefity je významně nižší tvářecí síla, s čímž souvisí i nižší zatěžování tvářecích nástrojů a nižší třecí síla, a tudíž i vyšší životnost nástrojů a nižší provozní náklady. Díky vysoké kvalitě geometrie a povrchu produktů jsou minimalizovány i náklady na jejich finální opracování. Velkou výhodou je také možnost výroby velkého množství rozměrů komponent (velmi velké i velmi malé). Z tohoto důvodu jsou tyto metody upřednostňovány při tváření dlouhých polotovarů, u kterých v případě tváření konvenčními postupy hrozí vznik nežádoucích deformací, nebo pro výrobu tzv. gradientních struktur. Právě možnost vytvořit rozdílnou strukturu v (pod)povrchových a středových oblastech umožňuje výrobu komponent, jež jsou houževnaté a zároveň na povrchu velmi pevné a tvrdé.

Někteří autoři provádějí bližší kategorizaci metod založených na postupném vkládání přírůstků (inkrementů) plastické deformace na základě geometrie výchozího polotovaru [103]. První skupina je tak tvořena postupy vhodnými pro tváření plochých polotovarů, druhá skupina zahrnuje postupy pro objemové polotovary. Takovéto rozdělení je však poněkud problematické. I když je známo poměrně dosti způsobů využitelných pro inkrementální tváření plochých produktů, může být jejich zařazení zavádějící. Při inkrementální deformaci plochých polotovarů, dochází k lokalizaci deformace do malé deformační zóny, která je proměnlivá v závislosti na tloušťce polotovaru (tím se tak podobají konvenčním postupům objemové deformace) [104]. Jiné rozdělení může být na základě typu pohybu nástroje. Pak lze rozlišovat procesy s převážně translačním pohybem nástrojů (kovací procesy) a procesy s rotačním pohybem nástrojů (válcovací procesy). Ani toto dělení však není ideální, protože jeden proces obvykle zahrnuje více typů pohybu. Schematické znázornění některých postupů inkrementální deformace jsou uvedeny na obr. 14.





Obr. 14: Princip vybraných metod založených na inkrementální deformaci: tváření dutých polotovarů (a), kovotlačení (b), válcování kroužků (c), *roll forming* (d), tváření plechů (e), metoda Kobo (f), *linear flow splitting* (g), rotační kování (h).

Jedním ze známých postupů vyvinutých se záměrem omezení vysoké rychlosti deformačního zpevnění, je metoda Kobo (obr. 14f) založená na vkládání inkrementálních deformací umožňujících lokální průběh deformačního změkčení v průběhu deformace [11]. Principiálně jde o záměrné změny aktivovaných skluzových systémů a řízení strukturních stavů tvářených materiálů s ohledem na požadované vlastnosti.

3.1.4.1 Rotační kování

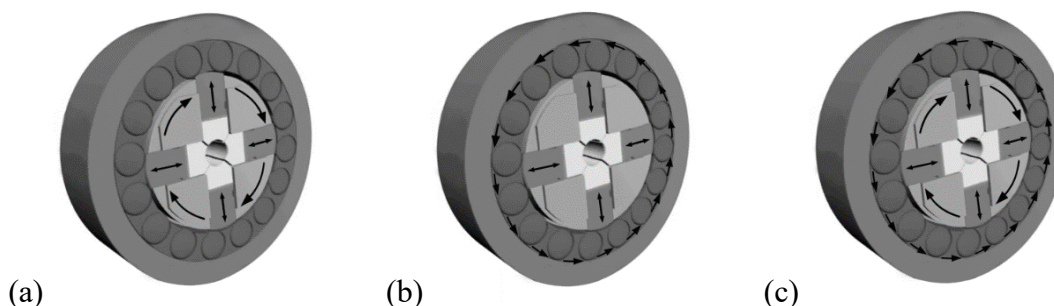
Tento tvářecí postup je určen především pro redukci příčného průřezu plných i dutých tyčových polotovarů, dá se nicméně využít i pro další účely, jako např. spojování materiálů pomocí plastické deformace (dráty, tyče, nebo trubky ze stejných či rozdílných materiálů [105–107]). Asi nejčastěji je ale rotační kování využíváno k výrobě osově symetrických (ale i nesymetrických) produktů (příklady na obr. 15). Díky poměrně jednoduchému principu a tvarové variabilitě kovádel lze tento postup využívat pro malosériovou i velkosériovou výrobu. Produkty získané tímto postupem mají velmi vysokou povrchovou jakost (tolerance až IT 6-10), vyznačují se rovněž úsporou materiálu a krátkými výrobními časy. Rozdělení této techniky na jednotlivé varianty zpracování je možné udělat z několika různých hledisek.



Obr. 15 Příklady rotačně kovaných produktů.

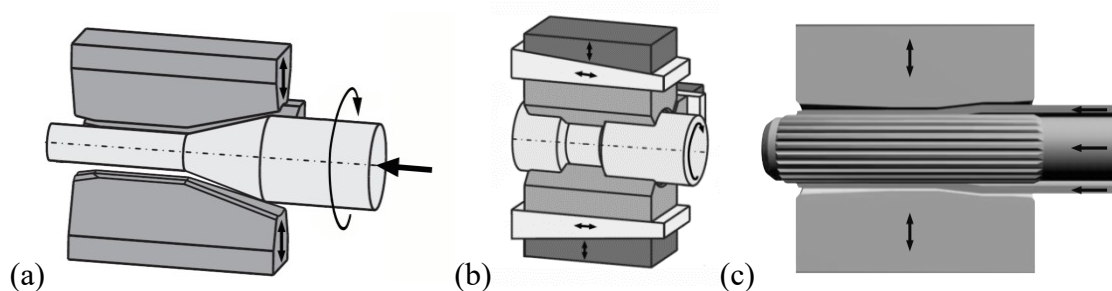
Z hlediska kinematiky procesu lze rozlišit tři typy strojů pro rotační kování. Prvním a nejjednodušším typem je rotační kování se stacionárním vnitřním prstencem a rotujícím unašečem s kovádkou, vhodné pro výrobu dlouhých osově symetrických produktů (obr. 16a). Druhým typem je stroj, u něhož rotuje vnitřní prstenec a unašeč s kovádkou je stacionární a umožňuje řízený dostředivý pohyb kovádel, což je vhodné pro výrobu osově nesymetrických

produktů (obr. 16b). To je však podmíněno absencí rotace polotovaru vzhledem k pozicím kovadel během kování. Třetím typem je stroj, u kterého se otáčí jak vnitřní prstavec, tak i unašeč, přičemž směr jejich vzájemné rotace je opačný, což umožňuje zvýšení frekvence úderů a intenzivnější protváření (obr. 16c). Pro zamezení nechtěného zatékání tvářeného materiálu mezi kovadla se u všech variant často otáčí i tvářený polotovar kolem své osy.



Obr. 16: Varianty rotačního kování: rotující unašeč (a), rotující vnitřní prstavec (b), rotující unašeč i vnitřní prstavec (c).

Další možné dělení metody rotačního kování je z pohledu technologie výroby. Při dopředném rotačním kování (obr. 17a) je polotovar zaváděn konstantní osovou rychlostí mezi oscilující kovadla, čímž je zaručena rovnoměrná deformace polotovaru po celé délce. Naproti tomu při lokálním rotačním kování (obr. 17b) je materiál zaveden při rozevřených kovadlech a následně lokálně kován, přičemž kovaný polotovar pouze rotuje okolo své osy, ale osově se nepohybuje. Alternativou k těmto dvěma postupům je rotační kování okolo vloženého trnu (obr. 17c), při kterém lze v podstatě po celé délce (ale také lokálně) měnit geometrii vnitřního povrchu (podle tvaru trnu) tvářené trubky. Změny vnitřního povrchu lze provádět také v kombinaci se současnými změnami reliéfu vnějšího povrchu kované trubky.



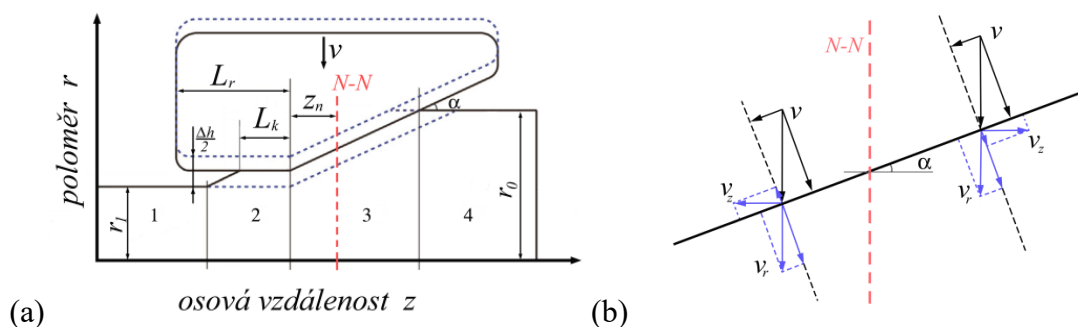
Obr. 17: Rotační kování: dopředné (a), lokální (b), dutých polotovarů s trnem (c).

Rotační kování patří mezi inkrementální tvářecí postupy. Tvářecí nástroje (kovadla) jsou zde rozmístěny soustředně okolo tvářeného polotovaru tak, aby byl umožněn jejich vysokofrekvenční radiální pohyb (obr. 14h). V závislosti na typu stroje se frekvence úderů pohybuje v rozmezí 25-170 Hz, přičemž každý úder realizuje výškovou deformaci v oblasti 0,2-5 mm. U většiny strojů se pohybují všechna (obvykle 2 až 8) kovadla současně. Při rotačním kování tak dochází pomocí opakovaných vysokorychlostních tlakových redukci k postupnému vkládání malých deformací do materiálu, čímž lze dosáhnout intenzivní celkové

vložené deformace. V důsledku vysoké deformační rychlosti dochází ale také k intenzivnímu plastickému toku materiálu, což je doprovázeno významným nárůstem teploty tvářeného materiálu i kovadel (způsobeno transformací vložené energie na teplo a vzájemným třením). Pronik vložené deformace do osových vrstev materiálu je limitován velikostí deformace za průchod, tj. při rotačním kování dochází k intenzivnějšímu toku materiálu v povrchových vrstvách. V případě kování plných tyčových polotovarů nebo vrstvených (kompozitních) materiálů tak bude pronik deformace významně ovlivňovat strukturní charakteristiky, tj. vlastnosti kovaných materiálů. Vkládáním přírůstků deformace je ve tvářeném materiálu indukováno relativně malé napětí, což umožňuje fragmentaci zrn a případných strukturních fází [108]. Rotačním kováním je tak možné postupně významně snížit velikost zrn a zvýšit mechanické vlastnosti materiálu [109], což je výhodou např. u těžkotvařitelných Mg slitin, u kterých konvenční tváření často vede ke vzniku silné anizotropie a texturních gradientů [110]. Podobně tomu je i při rotačním kování polotovarů připravených pomocí práškové metalurgie [111–113] (zde bude pronik deformace hlavním faktorem pro finální zhutnění).

Na rozdíl od jiných tvářecích procesů jsou detailnější studie věnované rotačnímu kování spíše vzácné. Existují numerické studie věnované napětí-ově-deformačnímu stavu [114] nebo rozložení teploty [115] při kování, vlivu axiální rychlosti vzorku na rozložení deformace [116], vlivu tření a vstupního úhlu kovadel na rozložení napětí [117], atd. Většina prací však obsahuje zjednodušující předpoklady, jako 2D symetrie, izotermické podmínky, konstantní tření, atd., platnost jejich výsledků je tedy značně limitována. Při rotačním kování je poměrně složité stanovit plastický tok v důsledku deformace aplikované při každém úderu. Zjednodušeně lze kovaný polotovar rozdělit na čtyři zóny (1-4, viz obr. 18a). Ačkoliv by teoreticky měl materiál téci v axiálním směru posuvu materiálu (v ose z), obecně toto není možné zejména kvůli geometrii kovadel (vstupní úhel) a faktorům spojeným s tribologií deformace (kvalita povrchů, třecí podmínky, atd.). Z těchto důvodů je vhodné definovat tzv. neutrální rovinu $N-N$, což je rovina orientovaná kolmo na příčný průřez kovaného vzorku v místě definovaném nulovou rychlostí toku jak v dopředném, tak i zpětném směru podélné osy vzorku (obr. 18a). Pozice této roviny (z_n) není během procesu konstantní, ale mění se s každým úderem kovadel v závislosti na podmínkách deformace (např. délce redukční zóny (L_r) a kalibrační části (L_k) kovadla, vstupním úhlem (α), velikosti redukce (Δh), atd.) [118]. S nižším koeficientem tření například dochází k posunu neutrální roviny směrem ke kalibrační oblasti kovadel [119]. Rozložení rychlostí před a za neutrální rovinou není stejná (obr. 18b), přestože oba vektory rychlosti toku materiálu v radiálním směru (v_r) jsou před i za neutrální rovinou $N-N$ orientovány shodně – jinak je tomu u axiální složky tohoto vektoru (v_z). Vektor v_z je na vstupní části polotovaru (poloměr r_0) orientován proti pohybu kované tyče, zatímco za neutrální rovinou (výstupní část kovaného vzorku) je orientován opačně. U polotovarů z materiálů s nižším deformačním odporem je navíc nutné aplikovat nižší axiální rychlost podávání, zejména za použití maziva. Tento zjednodušený výklad však neumožňuje vystihnout změnu složky radiálního toku materiálu v případě jeho rotace při kování. Navíc je velmi problematické matematicky stanovit posun neutrální roviny reagující na způsob a

rychlost rotace polotovaru. Z těchto důvodů je pro popis rotačního kování vhodné využít numerických simulací, které jsou schopny zahrnout i další faktory, jako teplota, tření, pružné deformace, proměnlivé rychlosti posuvu polotovaru, oscilace polotovaru během tváření, atd.



Obr. 18 Schéma rotačního kování: pozice neutrální roviny (a), kinematika procesu (b).

Provázání výsledků numerických simulací s experimentálně zjištěnými poznatky však dokládá pouze několik studií. Například Sanjari a kol. [120] a Mustafa a kol. [121] ověřili výsledky svých numerických simulací rotačního kování Al polotovarů pomocí analýz struktury a mikrotvrdosti. Častěji jsou 3D numerické simulace využívány pro kování dutých polotovarů [106, 122, 123], ani tyto však zdaleka neposkytují komplexní soubor detailních informací. Současný výzkum v oblasti rotačního kování je tak zaměřen na komplexní rozbor deformačního chování u jednofázových materiálů, slitin, i kompozitů. Publikované výsledky přinášejí ucelené informace o vlivu rotačního kování na mikrostruktury i deformační chování plných i dutých polotovarů [124–126]. Na druhé straně, ojedinělé jsou studie informující o vlivu deformačních parametrů. Protože při rotačním kování dochází k postupnému vkládání dílčích deformací, deformační síly budou pravděpodobně relativně malé. Nicméně znalost deformačního chování materiálu a energo-silových parametrů (deformační síla a práce, deformační odpor) při rotačním kování je velmi důležitá, jelikož tak lze nepřímou sledovat správnost zvolených parametrů stroje (otáčky stroje, posuv materiálu apod.) či predikovat možný vznik výronku nebo lokální poškození kovadel v průběhu kování. Při kování s více průchody lze také nepřímou monitorovat deformační zpevnění materiálu, které je nepřímou úměrné životnosti kovadel, což významně ovlivňuje ekonomiku celého tvářecího procesu. Publikované práce se v tomto směru zaměřují na čistě teoretické predikce a modelování silového zatížení či vložené deformační práce, a to výlučně u jednofázových materiálů. Podrobnější analýza parametrů rotačního kování v případě vícevrstevných materiálů (např. vrstvených kompozitních materiálů) zcela schází. Výjimkou je práce [127], ve které byl při kování trubky pomocí sensorů umístěných ve středovém trnu monitorován průběh sil. I tato však obsahuje zjednodušení (např. vložená deformace, tj. radiální síla, je značně zkreslena umístěním sensoru na vnitřním povrchu trubky, jelikož v závislosti na tloušťce trubky a aplikované deformaci bude docházet k vyššímu nebo nižšímu axiálnímu plastickému toku trubky, tj. vektorová složka síly v_r bude oslabována na úkor vektorové složky síly v_z). Navíc, bude záznam značně ovlivněn lokálním objemem materiálu nacházejícím se v daném

okamžiku nad senzorem, protože se trn neotáčí kolem své osy. Navíc není možné tuto metodu využít pro plné polotovary.

3.2 SPD metody

Skupina tvářecích technik často označovaných jako SPD metody je tvořena metodami nekonvenčního tváření umožňujícími postupné vkládání velkých plastických deformací do materiálů. Přestože velká část těchto metod principiálně vzešla z konvenčních tvářecích postupů, jejich koncepce se liší. Nekonvenčnost SPD metod spočívá v několika základních rysech. Při aplikaci těchto postupů dochází ve zpracovávaném materiálu obvykle k extrémnímu zjemnění zrn do oblasti UFG, v některých případech až do oblasti NM. Aby bylo zmíněné zjemnění struktury umožněno, měla vložená (skutečná) deformace překročit hodnotu 6-8 [128]. Pomocí SPD metod je možné zpracovávat jak čisté kovy, tak i slitiny či kombinované materiály, včetně kompozitů. Podstata SPD technik zůstává stejná bez ohledu na použitý typ materiálu, jejich cílem je vždy dosažení jemnozrnných materiálů s relativně homogenní rovnoosou strukturou s dominancí VÚHZ [27]. Tyto pak vykazují velmi vysoké pevnostní vlastnosti a často i rozumnou plasticitu, což může být základem pro produkci komponent s lehčí váhou a zároveň požadovanými mechanickými vlastnostmi. Navíc je díky cílené lokalizaci rozdílných strukturních oblastí možné v objemu materiálu lokalizovat i požadované mechanické vlastnosti a vytvořit tak gradientní struktury. Dalším rozdílem ve srovnání s konvenčními metodami je průběh tvarových změn. Zatímco při běžných tvářecích postupech dochází při aplikaci velkých plastických deformací ke značné změně rozměrů polotovaru, čímž je prakticky znemožněno vkládání dalších deformací, v případě SPD metod jsou polotovary po provedené deformaci obvykle charakterizovány jen minimální nebo žádnou tvarovou změnou. Množství vložené deformace je tak teoreticky limitováno pouze fyzikálně-metalurgickými charakteristikami zpracovávaného materiálu. Na druhé straně je žádoucí jak z hlediska ekonomického, tak i z pohledu efektivity, minimalizovat počet cyklů. Je tedy potřeba maximalizovat hodnotu deformace vložené do materiálu za daný cyklus.

Cílem současného vývoje SPD metod je umožnit jejich implementaci do reálných podmínek. Přestože jsou SPD metody relativně mladou skupinou tvářecích postupů, zejména v posledních letech došlo k významnému vývoji směrem k jejich uzpůsobení pro praktické podmínky [34, 129]. Prioritně jde o zlepšení vlastností výsledných produktů pro jejich využití nejen pro konstrukční účely, ale také například pro elektrotechniku či medicínu [130–132]. Vždy je však nutné přihlížet ke konkrétním požadavkům na daný produkt a těmto přizpůsobit i využitou SPD metodu [133, 134]. Pomocí SPD procesů lze například také získat UFG struktury vhodné pro následné vysokorychlostní superplastické tváření [135]. Prvním hlavním směrem vývoje je návrh a následná verifikace samostatných SPD metod s přímým využitím pro přípravu finálního produktu (metody vyvinuté pro zpracování pásů, tyčí, nebo drátů). Druhým hlavním směrem je kombinace SPD metod s konvenčními postupy (poměrně časté [136–138]). Vyskytují se ale také návrhy unifikovaných technologií zahrnujících SPD i konvenční zpracování v jediném celku, u kterých jsou SPD metody

uplatněny jako dílčí krok při celkovém zpracování (např. výroba šroubů [139]), nebo jako přípravná operace (např. výroba ostřelovacích terčů v elektrotechnice [140]).

Podstatou většiny SPD metod je vkládání velkých plastických deformací (hlavním deformačním mechanismem je jednoduchý skluz) do materiálů za současného působení hydrostatického tlaku. Existují však ale výjimky, jako např. pokluz po hranicích zrn v průběhu velkých plastických deformací při 20 °C (role jiných deformačních mechanismů při SPD je podrobně popsána například v práci [31]). Mezi dalšími lze zmínit také například poměrně nedávno navrženou SPD metodu *Pure Shear Extrusion* (PSE) – po zpracování Al polotovaru pomocí PSE (jeden průchod) [141] bylo dosaženo podobného zjemnění struktury jako po metodě ECAP (deformační cesta C, 8 průchodů) [142]. Z tohoto srovnání vyplývá, že efektivita zjemnění struktury pomocí čistého smyku či jednoduchého skluzu může být výrazně odlišná. I přes existenci uvedených výjimek však zůstává majoritním mechanismem deformace u SPD metod jednoduchý skluz (případně v kombinaci s jiným mechanismem). Finální vlastnosti materiálů zpracovávaných pomocí SPD metod jsou ale ovlivňovány také dalšími faktory, jako jsou distribuce a velikost zbytkových napětí po zpracování [143, 144]. Zatímco zbytková napětí v (pod)povrchových oblastech vzorku zpracovaného metodou ECAP jsou zapříčiněna především třením mezi vzorkem a stěnami matrice a následnými mikro-deformacemi vzorku, zbytková napětí ve středových oblastech vzorku jsou především pozůstatkem z raných fází ECAP procesu (první průchody), kdy dochází k hlavnímu nárůstu mechanických vlastností i když mikrostruktura ještě není homogenní. Zbytková napětí jsou hlavním faktorem komplikujícím snahu snižovat celkový počet průchodů ECAP, jelikož je pro malý počet průchodů dosažení požadovaného zjemnění a zejména homogenity struktury velmi problematické (klíčové např. pro únavové vlastnosti či opotřebení). Samotný charakter zbytkových napětí (tahová, tlaková) je závislý na směru hlavních normálových napětí. Při odstranění povrchové vrstvy (např. 450 μm) lze zvýšit mechanické vlastnosti již po jednom průchodu ECAP při zachování nízkých zbytkových napětí v osových oblastech [145].

3.2.1 Rozdělení SPD metod

Zatímco v začátcích SPD metod bylo známo jen několik málo postupů, jako je HPT či ECAP, vhodných pro zpracování objemově velmi malých vzorků, v současné době jsou známy četné metody, které se dají využít i pro objemově větší vzorky. Přesto se však hlavní pozornosti těší zejména dva zmíněné procesy – ECAP pro svou snadnou aplikovatelnost a relativní nenáročnost na vybavení, a HPT pro nejvyšší efektivitu strukturního zjemnění [146]. Metoda HPT umožňuje přípravu nejjemnozrnějších struktur kovových materiálů (velikost zrna i pod 100 nm) s největším podílem VÚHZ [24], což je dáno především hodnotou vložené deformace, která může být značně vyšší než u ostatních SPD procesů. Nevýhodou HPT je pak omezení pouze na malé objemy materiálu. Oproti tomu metoda ECAP je dobře využitelná na objemově větší materiály, nedochází však k tak markantnímu snížení velikosti zrna (200–300 nm) [30]. Zmíněné nedostatky uvedených technik vedly k jejich poměrně masivnímu rozvoji, během kterého došlo k postupné úpravě původně

navržených postupů, nástrojů, či geometrií, aby mohly být zpracovávány i materiály s nízkou tvařitelností, či těžkotvařitelné kovy [27]. Postupy lze navíc nyní využít i při zpracování dutých polotovarů, práškových, či kompozitních materiálů. Za poslední dvě desetiletí se podařilo vyvinout řadu odvozených ale i zcela nových způsobů a dnes již existuje řada přehledových prací, ve kterých jsou popsány původní i nové SPD metody [147, 148]. Díky pokračujícímu vývoji zde však není možné zmínit všechny existující metody.

Rozdělení SPD metod lze učinit na základě různých faktorů. Jedno hledisko dělení je například založeno na charakteru zatěžování polotovaru. Z tohoto pohledu jsou jako *typ I* definovány metody s tlakovým charakterem zatěžování, a jako *typ II* metody s krutovým charakterem zatěžování [149]. Problémem tohoto členění je však separace obou typů zatěžování při konkrétní metodě (např. metoda HPT je založena na současném působení tlaku a krutu). Vhodnější hledisko je založeno na základě objemového množství materiálu (zejména délka), které je možno danou technologií zpracovávat. V tomto smyslu lze rozlišovat mezi procesy *diskontinuálními* a *kontinuálními*. Dílčí přehled uvádí obr. 19, který shrnuje nejvýznamnější zástupce obou skupin. V dalším přehledu je zmíněná i integrace SPD s jinými tvářecími postupy, přičemž vybrané postupy jsou uvedeny také na obr. 19.

Diskontinuální	Kontinuální	Integrované
<ul style="list-style-type: none"> ■ Accumulative Back Extrusion (ABE) ■ Ball Milling (BM) ■ Cyclic Close Die Forging (CCDF) ■ Cyclic Extrusion Compression (CEC) ■ Cyclic Expansion Extrusion (CEE) ■ C-shape Equal Channel Angular Extrusion (CECRE) ■ Equal Channel Angular Pressing (ECAP) ■ High Pressure Torsion (HPT) ■ Twist Extrusion (TE) ■ Twist Channel Angular Pressing (TCAP) ■ Twist Channel Multi Angular Pressing (TCMAP) ■ Torsion Extrusion (ToE) ■ Variable Lead Axisymmetric Forward Spiral Extrusion (VLAFFE) ■ Accumulative spin bonding (ASS) ■ Cyclic Extrusion Compression Angular Pressing (CECAP) ■ Tubular Channel Angular Pressing (TuCAP) 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Accumulative Roll Bonding (ARB) ■ Continuous High Pressure Torsion (CHPT) ■ Continuous Shearing (CON-SHEARING) ■ Continuous Confined Strip Shearing (C2S2) ■ Constrained Groove Pressing (CGP) ■ ECAP Conform ■ Incremental ECAP (I-ECAP) ■ Friction Stir Processing (FSP) ■ Repetitive Corrugation Straightening (RCS) ■ Severe Torsion Straining (STS) ■ Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) ■ Equal Channel Angular Drawing (ECAD) ■ Continuous Frictional Angular Extrusion (CFAE) ■ Continuous Repetitive Corrugation Straightening (CRCS) 	<ul style="list-style-type: none"> ■ Accumulative Continuous Extrusion Forming (ACEF) ■ Repetitive Upsetting Extrusion (RUE) ■ Integrated Extrusion-Equal Channel Angular Pressing (IEECAP) ■ Half Channel Angular Pressing (HCAE) ■ Incremental Angular Splitting (I-AS) ■ Equal Channel Angular Pressing-Partial Back Pressure (ECAP-PBP)

Obr. 19: Schématické rozdělení SPD metod.

3.2.1.1 Diskontinuální SPD procesy

Prvním krokem při vývoji SPD technik byly metody pro laboratorní testování, tato skupina procesů je nazvána jako diskontinuální. Přestože umožňují zpracovávat pouze malé objemy materiálů, jejich obrovský přínos spočívá především v informacích, které se daří při

laboratorním výzkumu získávat a následně pak uplatňovat (například při jejich implementaci do kontinuálních procesů). Kromě zmíněných metod HPT a ECAP je možné v této skupině zmínit například metody *Cyclic Closed Die Forging* (CCDF) [150] – později inovována jako *Repetitive Forging* (RF) [151], *Simple Shear Extrusion* (SSE) [152], *Cyclic Extrusion Compression* (CEC) [26], *Torsion Extrusion* (ToE) [153], *Twist Channel Angular Pressing* (TCAP) [154] – později rozvinuto do *Twist Channel Multi Angular Pressing* (TCMAP) [155, 156], *C-shape Equal Channel Reciprocating Extrusion* (CECRE) [157], *Cyclic Expansion Extrusion* (CEE) [158], *Twist Extrusion* (TE) [159] – později inovována jako *Variable Lead Axisymmetric Forward Spiral Extrusion* (VLAFFE) [160], *Accumulative Back Extrusion* (ABE) [161], *Tube Channel Pressing* (TCP) [162], *Repetitive Upsetting and Extrusion* (RUE) [163], *Tube Cyclic Expansion-Extrusion* (TCEE) [164], *Repetitive Tube Expansion and Shrinking* (RTES) [165], *Accumulative Spin Bonding* (ASB) [166], *Friction Stir Back Extrusion* (FSBE) [167], *Vortex Extrusion* (VE) [168], *Cyclic Extrusion Compression Angular Pressing* (CECAP) [169], atd. Jelikož nelze v rámci této práce uvést podrobný popis všech SPD metod, pozornost je soustředěna především na pionýrské metody, HPT a ECAP.

Metoda HPT

Jak již bylo zmíněno, tato metoda je jednou z prvně navržených SPD technik (obr. 5a) a je vhodná pro přípravu UFG materiálů, NM, i amorfních materiálů [170]. Mezi její hlavní výhody patří možnost dosažení velmi vysokých deformací za jeden cyklus (otáčku), ale i možnost postupného vkládání deformace, kterou lze navíc kontinuálně měnit. Existují dvě konstrukční varianty HPT, varianta s omezeným tokem materiálu, a varianta s volným tokem materiálu [171]. U první varianty v podstatě nedochází ke změnám průměrů zpracovávaných vzorků a lze provádět i velmi vysoké počty otáček (obr. 5b, radiální tok materiálu je omezen tvarem zápustek), zatímco u druhé varianty je umožněn volný tok materiálu ve vertikálním i laterálním směru a počet otáček je tak omezen [172]. Bez ohledu na konkrétní variantu umožňuje příznivý stav napjatosti při HPT zpracování křehkých i velmi pevných materiálů (např. Mo, W, intermetalika) i při relativně nízkých teplotách. Je také možné implementovat ohřev nebo chlazení zápustek. Navzdory uvedeným výhodám má však HPT i jisté nevýhody.

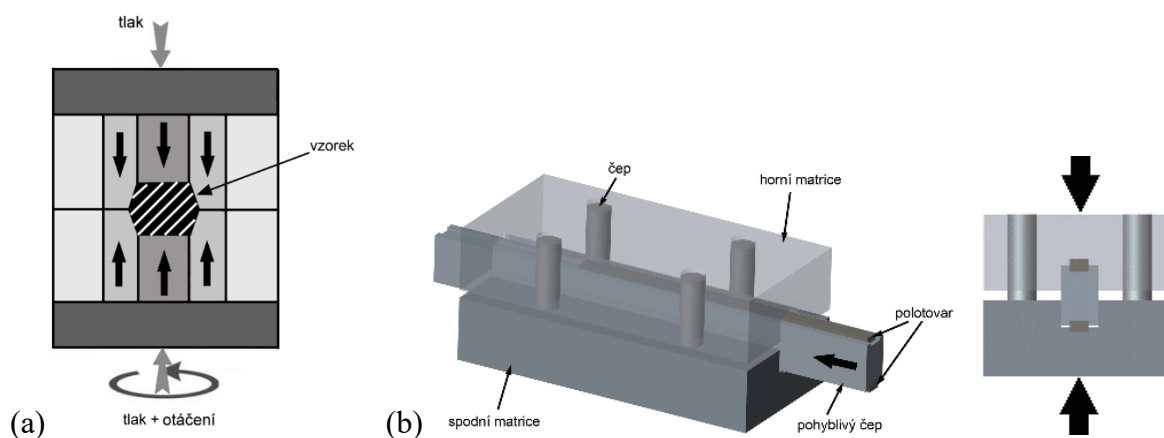
Poměrně složité je například stanovení velikosti skutečné vložené deformace. Použití teoretického vztahu (10) totiž předpokládá lineární zvýšení velikosti deformace v závislosti na vzdálenosti od osy deformovaného materiálu, ve které by měla být nejvyšší. Nicméně dle některých publikovaných výsledků je však zřetelné, že není velkých rozdílů mezi zjištěnou mikrotvrdostí (tj. vloženou deformací) v závislosti na měřeném místě od osy vzorku [173].

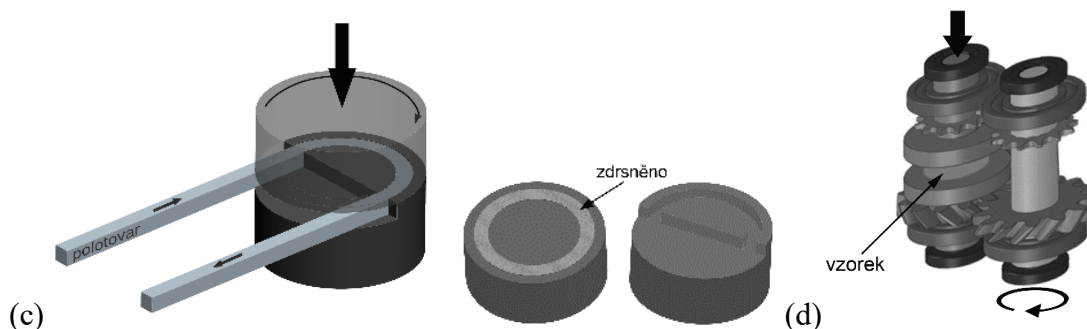
$$\varepsilon = N \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{\pi \cdot r}{t} = \frac{r \cdot \omega \cdot \tau}{\sqrt{3} \cdot t} \quad (10)$$

kde N je počet otáček, r je vzdálenost od osy vzorku, t je tloušťka vzorku, ω je úhlová rychlost otáčení, τ je doba zpracování.

Jinými slovy, vztah (10) platí pouze v idealizovaném případě, při kterém neexistuje tření po obvodu vzorku. Pro jednoznačné vyjádření homogenity deformace ve vzorku po HPT je třeba vzít v úvahu jeho rozměry, zejména pak tloušťku, od které se homogenita deformace v podstatě odvíjí. Další zkruslení rozložení deformace může vnést možné vychýlení jedné nebo obou zápustek [173]. Další z nevýhod HPT je již zmíněná malá velikost vzorků, jejichž uplatnění je pak převážně v miniaturizovaných komponentech (malé zubní implantáty, mikropružiny, mikrosystémy, atd.). Omezení velikostí vzorků má totiž přímou souvislost s rostoucími silovými nároky v případě objemově větších polotovarů. Ruku v ruce s rostoucím objemem tvářeného polotovaru jde také narůstající nehomogenita vložené deformace v radiálním směru vzorku a strukturní nehomogenita. Gradient vložené deformace lze však silně potlačit zvýšením počtu otáček [174].

Zmíněné problémy vedly k významnému rozvoji techniky HPT směrem k cílenému odbourání těchto nedostatků. Například byly snahy o návrh HPT pro vzorky o objemech srovnatelných s jinými SPD technikami. Jedno z prvních řešení bylo prosté zvětšení dutiny mezi zápustkami (obr. 20a), u takového objemově většího materiálu byl však problém s nehomogenitou vložené deformace [175]. Díky dalšímu rozvoji ale existují různé varianty pro zpracování kovových materiálů různých geometrií (disky, prstence, kuželové prstence, trubky, duté kužely, ...). Z původní techniky HPT tak vznikly odvozené postupy jako *High Pressure Sliding* (HPS) [176] pro zpracování pásových polotovarů (obr. 20b), *Cone-Cone Method* (CCM) pro tenkostěnné konické vzorky [177], *Continuous High Pressure Torsion* (C-HPT) pro zpracování dlouhých tyčových polotovarů [178] (obr. 20c), *High Pressure Tube Twisting* (HPTT) pro zpracování trubek [179], *Hollow Cone High Pressure Torsion* (HC-HPT) [180], nebo *High Pressure Double Torsion* (HPDT) [181]. Posledně jmenovaný postup je definován volným tokem materiálu a oproti konvenčnímu HPT procesu se zde obě zápustky otáčejí stejnou rychlostí ale opačným směrem (obr. 20d). Při volném toku materiálu dochází k narůstání průměru vzorku s pokračující deformací. Pro zachování požadovaného tlaku tak musí v průběhu procesu taktéž stoupat působící i síla. Prakticky je toto ale velmi obtížně dosažitelné s ohledem na parametry nutného vybavení.





Obr. 20: Modifikovaná technologie HPT pro objemově větší materiály (a), schéma procesu HPS (b), C-HPT s detailem nástrojů (c), HPDT (d).

Vývoj HPT se ale neomezil pouze na zpracovávání konvenčních litých polotovarů, ale cílil i na konsolidaci kovových prášků. Přestože je pro úspěšnou konsolidaci částic zapotřebí splnění poměrně náročných podmínek (tlak 2,5–16 GPa, počet otáček 5–60 RPM) [182], při úpravě geometrie procesu je možné tyto hodnoty snížit. Takovou úpravu může představovat například metoda *Sheathed Powder Compaction* (SPC) [183]. Mezi jinými variantami je také například použití prstence, do kterého je umístěn kovový prášek určený ke kompaktaci. Tímto způsobem je možné potlačit některé nežádoucí projevy konvenčního HPT jako jsou vznik výronku, vyosení záпустek, či přítomnost mrtvé zóny [184].

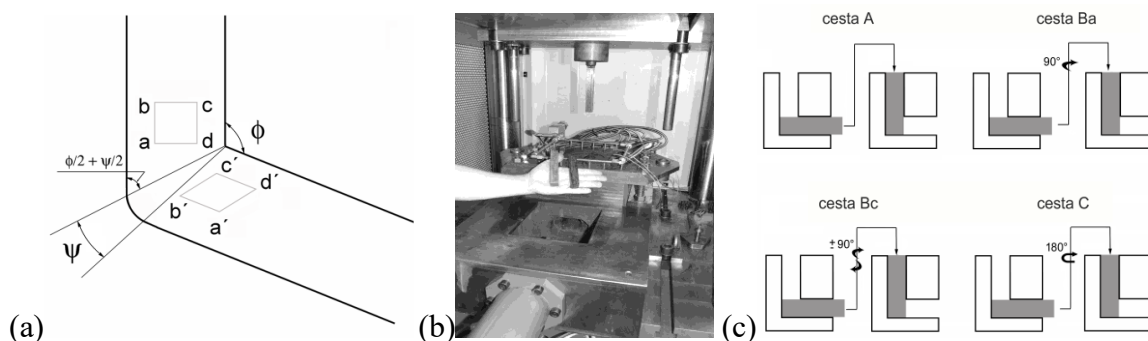
Metoda ECAP

Ačkoliv je i metoda ECAP jednou z raných technik, enormní zájem o ní nastal zejména v posledních dvaceti letech (asi nejvyužívanější a nejrozvíjenější SPD metoda současnosti). Vysoké plastické deformace je dosahováno protlačováním objemově většího vzorku skrze matrici s kanálem složeným ze dvou částí s identickým průřezem svírajících úhel Φ v rozmezí 30–150° (nejčastěji 90–120°, obr. 21a). Smyková deformace je do materiálu vkládána během průchodu kanálem, který může mít rozličnou geometrii. Tvářený polotovár je při protlačování deformován jednoduchým skluzem v přechodové oblasti kanálu (HDZ-hlavní deformační zóna, obr. 21a), přitom nedochází k větším změnám rozměrů či tvaru jeho příčného průřezu, vyjma konců (obr. 21b). Díky konstantním rozměrům průřezu vzorku lze za účelem dosažení vysokých hodnot vložené deformace provádět opakované protlačování, během něhož dochází k postupné tvorbě UFG struktury. Vývoj struktury je však mimo jiné ovlivněn i aktivací různých skluzových systémů při daných průchodech. Jednotlivé skluzové systémy se aktivují díky rotacím vzorku mezi konkrétními průchody. Variace rotací vede ke čtyřem odlišným způsobům průchodů vzorku kanálem, jež jsou nazývány deformačními cestami – typy *A*, *Ba*, *Bc* a *C*. Při aplikaci deformační cesty typu *A* je vzorek protlačován bez otáčení, při cestách *B* je vzorek otáčen o 90° mezi každým protlačením, při cestě *Ba* dochází ke změně smyslu rotace, při cestě *Bc* probíhá otáčení ve stejném směru. Při cestě *C* je vzorek otáčen o 180° mezi každým průchodem (obr. 21c) [27]. Plastickou deformaci vloženou do materiálu při metodě ECAP ve zjednodušeném tvaru (rovnice (11)) stanovil již poměrně dávno Iwahashi [185]. Nicméně uvedená rovnice nezahrnuje důležité faktory, jako je vliv tření, teploty nebo rychlosti protlačování, a tak se může skutečně dosažená hodnota vložené

deformace od této teoretické hodnoty odlišovat. Díky tření dochází i k nehomogennímu rozložení deformace po průřezu zpracovaného materiálu.

$$\varepsilon = (N/\sqrt{3})[2 \cdot \cot((\Phi/2) + (\psi/2)) + \psi \cos ec((\Phi/2) + (\psi/2))] \quad (11)$$

kde N je počet průchodů, Φ je úhel HDZ, ψ je vnější úhel zaoblení kanálu.

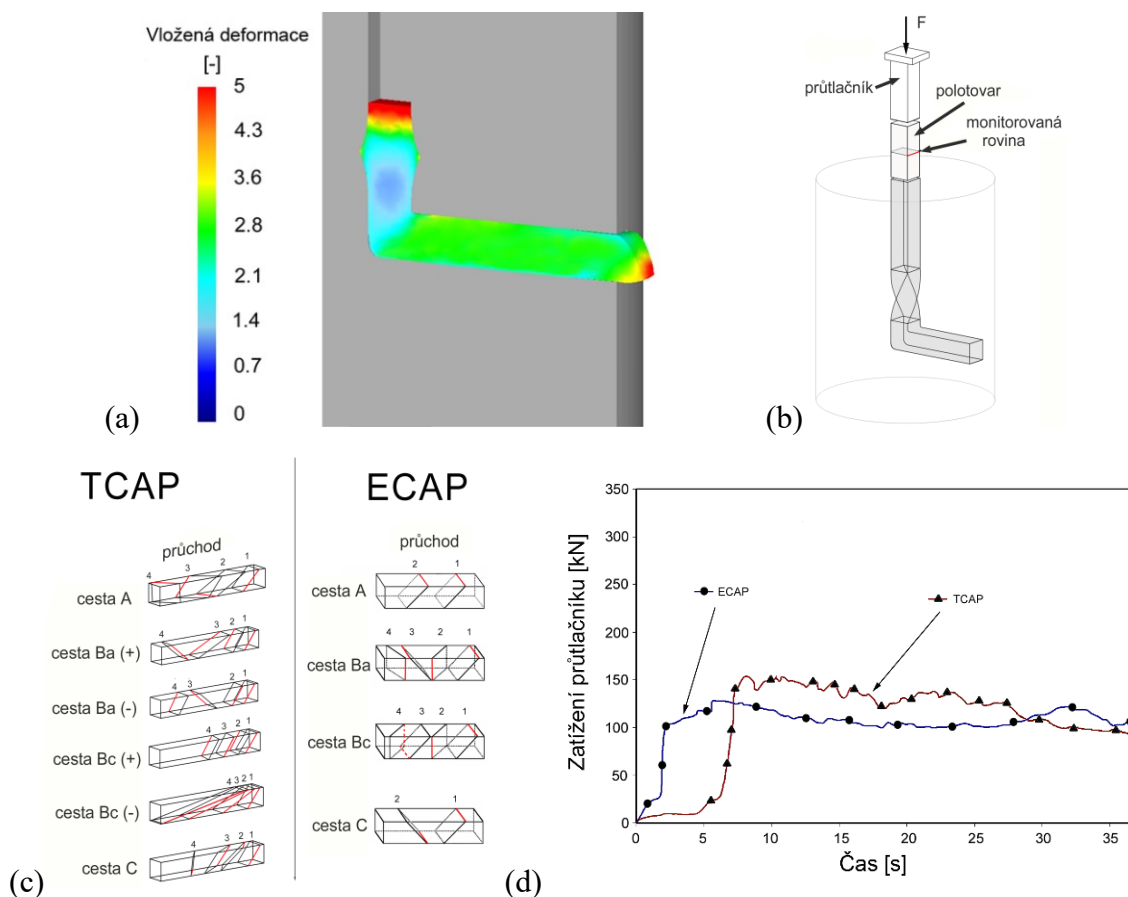


Obr. 21: Proces ECAP: geometrie kanálu (a), sestava pro realizaci metody včetně zpětného tlaku (b), možné deformační cesty (c).

Jak již bylo naznačeno, samotná deformace se v ideálním případě odehrává ve velmi tenké zóně (HDZ), její velikost, tvar i poloha je však ovlivněna četnými faktory. ECAP je nejefektivnější když je HDZ nejužší (s ohledem na homogenitu a velikost vložené deformace tomuto nejlépe odpovídá matrice s úhlem $\Phi = 90^\circ$, minimální tření a ostrý vnější roh matrice. Absence ostrého rohu ($\Psi = 0^\circ$) má stejný efekt jako vyšší tření, tj. rozšiřuje oblast HDZ a zvyšuje heterogenitu deformace [186]. Tření bylo jedním z prvních faktorů zkoumaných ve spojitosti s modifikacemi geometrie matrice (protlačovacího kanálu) [187, 188]. Jedním ze způsobů řešení vlivu tření je eliminace třecích sil od stěn kanálu pomocí aplikace úhlového hydro-protlačování, tzv. *Equal Channel Angular Hydroextrusion* (ECAH). Podobně jako při konvenčním dopředném hydro-protlačování je u této metody protlačovaný vzorek obklopen kapalinou, nad kterou je píst, který na kapalinu vyvíjí tlak a protlačuje tak polotovar skrze ohyb matrice. Vedle snížení tření je zde výhodou značný pokles protlačovací síly [189].

Jedním z hlavních cílů rozvoje metody ECAP je i její využitelnost pro objemové a dlouhé polotovary. Velikost zpracovávaných materiálů se zde může pohybovat od velmi malých objemů až do $50 \times 50 \times 500 \text{ mm}^3$ [190]. Po zpracování ECAP je však nezanedbatelný objem materiálu (konce vzorku) nevyužitelný kvůli nehomogenitě (odlišný plastický tok, odlišná vložená deformace), což může mít při zpracování drahých materiálů ekonomický dopad. Eliminace těchto nehomogenit za účelem vyššího využití materiálu je jedním z cílů stále probíhajícího výzkumu této metody. Například výše zmíněná metoda SSE se vyznačuje vyššími objemy využitelného materiálu ve srovnání s metodou ECAP [152]. Mezi dalšími metodami umožňujícími potlačení gradientu vložené deformace po délce ale i po průřezu zpracovávaného vzorku patří i již zmíněná metoda TCAP [191–193], jejímiž hlavními výhodami jsou zvýšení hodnoty i homogenity (obr. 22a) vložené deformace za průchod [194] – deformace za jediný průchod se při metodě TCAP pohybuje okolo $\sim 2,3$, přičemž

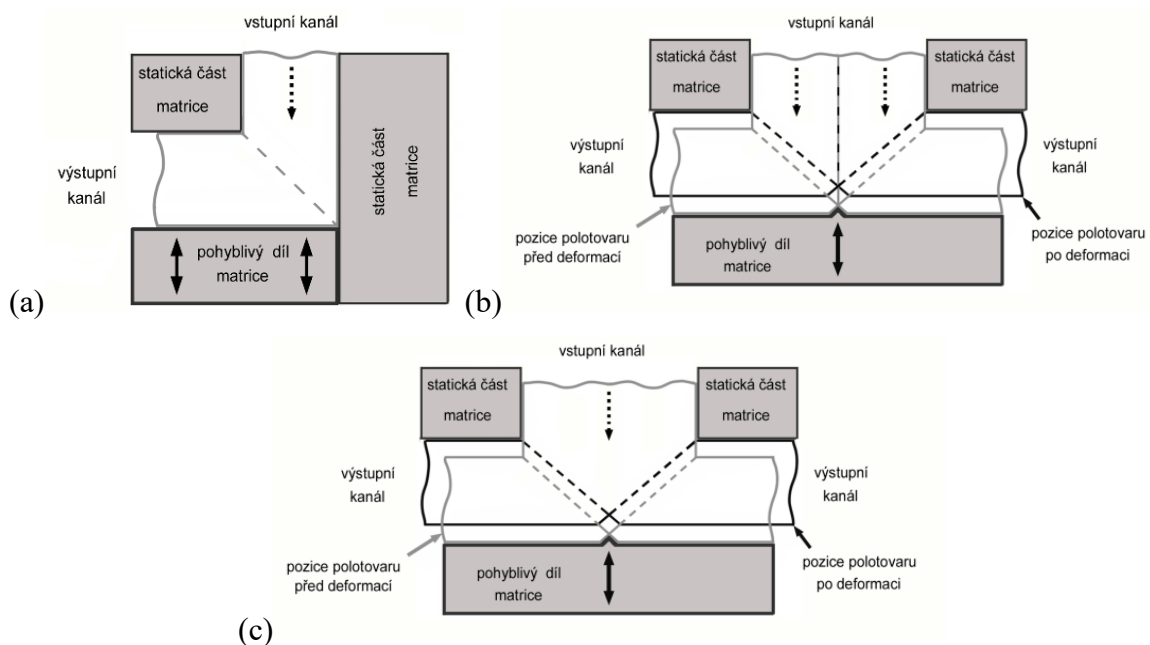
její heterogenita v koncových oblastech vzorku je výrazně nižší než při metodě ECAP [195]. Její princip spočívá v protlačování materiálu skrze matici se zkrutem a následným ohybem (obr. 22c) a umožňuje tak aplikovat vysoké úhly zkrutu i negativní deformace vzorku (známé např. z procesu twist extrusion), korigované následným ohybem. Tímto způsobem je možné ve většině případů eliminovat i nutnost zpětného tlaku. Přestože jsou si procesy TCAP a ECAP částečně podobné, rozdíl je zejména v aktivovaných skluzových rovinách (obr. 22d) – konstrukční provedení procesu TCAP tak přináší nové deformační cesty. Jak je zřejmé, je u metody TCAP nutno uvažovat např. směr otáčení vzorku mezi jednotlivými průchody (+ značí rotaci ve směru hodinových ručiček, - značí rotaci proti směru hodinových ručiček). Zvolená deformační cesta pak určuje výsledné zjemnění mikrostruktury, z čehož plyne i odlišná efektivita ve srovnání s úhlovým protlačováním [196]. V případě aplikace procesu TCAP lze očekávat srovnatelné zatížení průtlačníku jako u procesu ECAP (obr. 22d) [197]. Díky popsaným charakteristikám lze modifikovat vlastnosti materiálů zpracovávaných metodou TCAP efektivněji a při významně nižším počtu průchodů než u metody ECAP.



Obr. 22: Rozložení vložené deformace po jednom průchodu (a), principiální podstata metody TCAP (b), srovnání aktivovaných skluzových rovin při jednotlivých průchodech s metodou ECAP (c), zatížení průtlačníku při plastické deformaci (d).

Přestože byla vyvinuta řada SPD procesů, jen málo z nich bylo uzpůsobeno tak, aby jimi bylo možné zpracovávat tvarově i typově různé dlouhé polotovary (dráty, tyče, pásy, trubky). Díky značnému rozvoji metody ECAP však již její aplikovatelnost není omezena

pouze na plné tyčové polotovary, ale lze jí uplatnit taktéž na duté polotovary, např. trubky, profily, je ale nutno zamezit možnému zborcení stěny dutého polotovaru. Asi neslibnějším řešením je použití písku nebo měkčího kovového materiálu jako výplně protlačovaného kusu [198]. Stále však zůstávají nedořešeny některé problémy spojené s tloušťkou stěny, délkou zpracovávané trubky, či problematickým plastickým tokem trubky i výplňového materiálu. Proces nazvaný *Incremental ECAP* (I-ECAP) (obr. 23a) je jedním z kandidátů pro eliminaci některých zmíněných nedostatků [199]. Touto metodou lze zpracovávat i více polotovarů najednou (obr. 23b). Další výhodou je rovněž možnost zpracování teoreticky neomezeně dlouhých polotovarů (vstup polotovaru do matrice může být zajištěn pomocí podávacích válečků). Metoda I-ECAP však úplně nesplňuje definici SPD procesu (nemělo by docházet k významným změnám rozměrů polotovaru), jelikož při ní dochází ke změně průměru zpracovávané trubky. Postupů, při kterých dochází k tvarovým resp. rozměrovým změnám, ale přesto svou podstatou vychází z procesu ECAP, je však známo vícero. Jako příklad lze zmínit obrábění, u kterého dochází při tvorbě třísky k jednoduchému skluzu (podobně jako při ECAP), přičemž distribuce deformace v třisce není homogenní [200]. Jiným příkladem takového obrábění může být postup *Linear Flow Splitting* (LFS) [201], při kterém jsou hrany zpracovávaného pásu postupně deformovány do tvaru „Y“ (obr. 14g). Spojením I-ECAP a LFS vzniknul postup nazvaný *Incremental Angular Splitting* (I-AS) [202] sestávající ze dvou fází – posuv materiálu a následné pěchování (obr. 23c). Protože jsou fáze časově posunuty, není zapotřebí tak vysoké tvářecí síly jako u metody ECAP. Rozložení vložené deformace je zde značně nehomogenní, nicméně poměrně dobře odstupňované ve vrstvách. U plochých produktů (plechy, pásy) by tak uplatnění této metody mohlo být pro přípravu gradientních materiálů, tzn. materiálů se záměrně odlišnou strukturou a vlastnostmi skrz tloušťku. Velkou výhodou postupů odvozených od metody ECAP je jejich aplikovatelnost na komerční dlouhé polotovary, čímž v podstatě (s výhradami) spadají do skupiny kontinuálních SPD procesů.



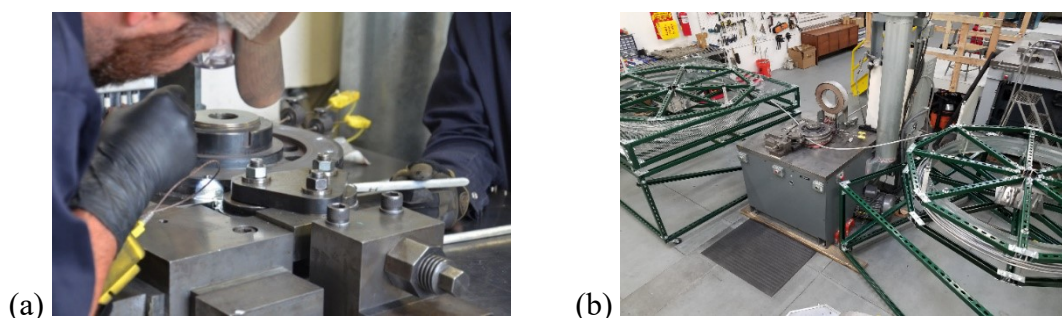
Obr. 23: Schéma metod: I-ECAP (a), inovovaný I-ECAP (b), I-AS (c).

3.2.1.2 Kontinuální SPD procesy

Na základě poznatků z výzkumů diskontinuálních SPD postupů jsou v posledních letech stále častěji navrhovány kontinuální SPD procesy, které mají komerčně využitelný potenciál. Kromě konstrukčních detailů je však potřeba řešit i efektivitu daného postupu, která výrazně ovlivňuje ekonomickou stránku produkce. Konkrétními příklady mohou být nutnost snížení materiálových ztrát (např. konce vzorků po ECAP), nebo získání rovnoměrné a teplotně stabilní struktury (např. po 8 průchodech ECAP cestou *A* lze 30 % materiálu považovat za plně deformovaný, pro cestu *Bc* je to 45 %, a pro cestu *C* 83 % materiálu). Zmíněné faktory jsou tedy poměrně důležité zejména při produkci drahých materiálů pro specifické účely (UFG Ti pro medicínu, atd.). V neposlední řadě je potřeba zvážit i nezbytné náklady na implementaci SPD procesů do stávajících provozů. Mezi navrženými a experimentálně verifikovanými kontinuálními SPD procesy lze zmínit např. *Continuous Shearing* (CON-SHEARING) [203], *Continuous Confined Strip Shearing* (C2S2) [204], *Continuous Frictional Angular Extrusion* (CFAE) [205], *Equal Channel Angular Drawing* (ECAD) [206], *Repetitive Corrugation Straightening* (RCS) [207], *Constrained Groove Pressing* (CGP) [208], *Friction Stir Processing* (FSP) [209], *Severe Torsion Straining* (STS) [210], *Multi Axial Forging* (MAF) [211], *Incremental Angular Splitting* (I-AS) [202], *Dissimilar Channel Angular Pressing* (DCAP) [212], *Accumulative Roll Bonding* (ARB) [213], či *Equal Channel Angular Pressing – Conform* (ECAP-Conform) [214].

Mezi v současnosti nejvíce využívanými kontinuálními SPD postupy vhodnými ke zpracování dlouhých polotovarů jsou ECAP-Conform a ARB. Metoda ECAP-Conform je založena na zavedení vzorku (pomocí tření) do kanálu matrice s ohybem. Její aplikace pro relativně větší objemy materiálů charakterizované vyšším deformačním odporem však stále není dořešena. Právě v důsledku vyššího deformačního odporu totiž může dojít k prokluzu rotujícího kola po polotovaru a k selhání funkčnosti. Jisté řešení představuje postup *Frictional Angular Rolling Extrusion* (FARE) lišící se od metody ECAP-Conform zejména úhlem kontaktu polotovaru a rotujícího válce [215]. V důsledku kratší kontaktní plochy však dochází k větším prokluzům mezi materiálem a rotujícím válcem. Některým vědeckým pracovištím se podařilo hlavní problémy metody ECAP-Conform do jisté míry vyřešit, jak zachycuje například obr. 24a, pocházející z Laboratoře nanostrukturních materiálů Colorado School of Mines. Jde o první aplikaci metody ECAP-Conform v uspořádání svitek-svitků, u kterého je drát z prvního svitku přímo zpracováván a následně navíjen do druhého svitku (obr. 24b). Díky působení navíjecí síly lze do jisté míry snížit třecí síly v místě ohybu kanálu, čímž dochází ke zlepšení plastického toku polotovaru. Zde je však potřeba zdůraznit nutnost přesného řízení tažné síly vzhledem k rychlosti protlačování (mohlo by dojít k problémům spojeným se změnou průřezu polotovaru známým z technologie ECAD). Zatím nedorozřešený zůstává také problém související se změnou průřezu z původně kruhového na čtvercový. Přestože je tato změna nutná z pohledu zajištění dostatečně vysokého tření nezbytného pro vedení polotovaru skrz matrici, znamená také bohužel i potřebu dodatečné tvářecí operace. Při požadavku na drát kruhového průřezu bude tedy nutno drát s pravoúhlým průřezem po

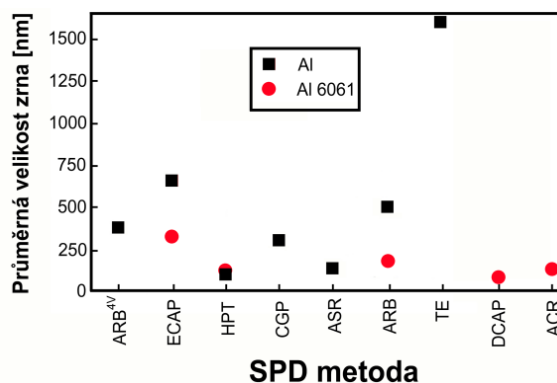
zpracování ECAP-Conform transformovat zpět na průřez kruhový (např. pomocí válcování v kalibrech). Na druhé straně ale je možné tento krok poměrně snadno začlenit do samotné technologie ECAP-Conform implementací válečků s kalibry za výstup drátu z matrice.



Obr. 24: Laboratorní zařízení pro aplikaci metody ECAP-Conform: detail (a), celkový pohled na systém svitek-svitek (b).

Pro svou snadnou aplikovatelnost na konvenčních zařízeních (běžná válcovací stolice) patří mezi velmi často využívané kontinuální postupy také metoda ARB, jejímž principem je opakovaná postupná redukce výšky pásových polotovarů. Finální produkt je definován počtem vrstev, tloušťka pásu však zůstává během celého procesu konstantní. Tato metoda se zprvu ideální pro produkci objemových UFG a nano materiálů, s postupem času se však objevily jisté limity omezující její využití. Redukce tloušťky pásu o 50 % by měla teoreticky být dostatečná pro dobré přilnutí jednotlivých vrstev. Ukázalo se však, že záleží na typu použitého materiálu. Navíc je poměrně problematické ovlivnit kvalitu spojů mezi vrstvami, důležitou roli hraje i rozložení napětí v materiálu, včetně rozhraní [213]. Dalším problémem je, že pro většinu kovových materiálů je téměř nemožné úspěšně využít ARB při pokojové teplotě. Li a kol. [216] upozornili na nutnost daleko vyšších výškových redukcí při každém průchodu (vyšších než 70%) pro dosažení vysoce pevného spojení vrstev při pokojové teplotě. To přináší další komplikace, jelikož by za těchto podmínek tloušťka pásu během procesu klesala, navíc by narůstala potřebná deformační síla. Nabízejícím se řešením je namísto dvou výchozích vrstev využít čtyři (ARB^{4V}). Využití většího počtu vrstev při stejné celkové tloušťce pásu potenciálně umožňuje zvýšení kvality přilnutí jednotlivých vrstev i zjemnění struktury při pokojové teplotě. Takto modifikovaný postup u komerčně čistého Al přinesl markantní snížení velikosti zrna až na $d \sim 380$ nm (obr. 25 [217]). Metoda ARB byla tímto způsobem ale také s úspěchem testována jako nástroj pro mechanické legování [218]. Z pohledu materiálu je tato metoda využitelná pro všechny kovové materiály, ovšem s rozdíly v efektivitě jejich zpracování. Konkrétním příkladem mohou být Mg a jeho slitiny, které jsou slibné nejen pro konstrukční využití, obvykle se však vyznačují poměrně nízkými mechanickými vlastnostmi, zejména v litém stavu. Tvářením lze tyto hodnoty výrazně zlepšit, nicméně tvařitelnost těchto materiálů je velmi problematická, především za nižších teplot. Hlavními důvody jsou zejména malý počet skluzových rovin, velikost strukturních jednotek výchozí lité struktury a silná bazální textura [219] – tuto lze charakterizovat paralelní orientací zrna, resp. osy c , s normálovým směrem válcovaného pásu. Právě kvůli

tomuto faktoru mají pásy velmi nízkou schopnost měnit svou tloušťku při deformaci. Spolu s tímto vzniká i silná anizotropie vlastností, což v součtu znamená značné omezení aktivovaných deformačních mechanismů [220]. Pro zvýšení tvařitelnosti Mg a jeho slitin je tedy potřeba zajistit tvorbu bazální textury mimo rovinu válcování spolu s poklesem velikosti zrna.



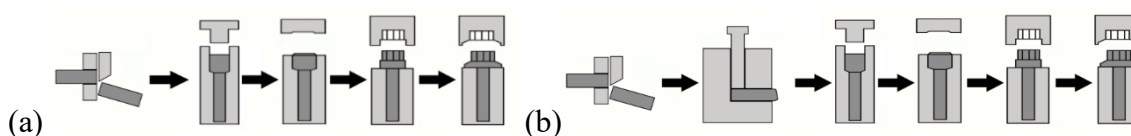
Obr. 25: Efektivita zjemnění struktury Al a slitiny Al 6061 pomocí vybraných SPD metod. Zpracováno na základě studie [217].

SPD procesy jako např. ECAP dokáží iniciovat texturu se silnou bazální komponentou lokalizovanou 45° mezi směrem protlačování a normálovým směrem. Obvykle jsou však aplikovatelné pouze pro tyčové produkty. Pro ploché produkty (pásy, plechy) lze k tomuto účelu využít právě metod jako ARB či ASR, které kromě tlakové složky deformace vnášejí do materiálu i smykovou deformaci, byť u těchto dvou postupů není smyková deformace vnášena stejným způsobem. Zatímco u ASR je smyková deformace vložena po celé tloušťce pásu v jediném průchodu pomocí rozdílné rychlosti horního a spodního válce, při ARB je smyková deformace při jednom průchodu vnesena pouze do povrchových oblastí vrstev pásu v důsledku tření mezi válcem a pásem. Při dalším skládání a deformaci jednotlivých již dříve deformovaných vrstev se povrchová smyková textura rozšiřuje do celého objemu pásu [221].

3.3 Integrované postupy

Z výše uvedeného vyplývá, že k tvorbě UFG materiálů a NM mohou vést jednotlivé SPD postupy i jejich kombinace. Potenciál kombinace dvou různých SPD postupů – ECAP a HPT – dokládá například práce [222]. Přestože může takovéto kombinované zpracování znamenat extrémní zjemnění zrna, problém spojený s omezeným objemem zpracovávaného materiálu však zůstává. Na druhé straně se ale nabízí možnost propojit mezi sebou obě skupiny tvářecích postupů. Vzájemným spojením konvenčních a nekonvenčních technik lze docílit spojení pozitiv konvenčních postupů (především zpracování objemných polotovarů), s benefity SPD postupů (významné strukturální zjemnění). Mezi ranými způsoby založenými na kombinaci tvářecích technik lze zmínit především procesy sestávající z jednotlivých technologických kroků. Prvním krokem bylo obvykle zpracování pomocí SPD, následně bylo zařazeno tváření konvenčním postupem, a případně tepelné zpracování. Takto byly například laboratorně připraveny UFG produkty slitin Cu, Al, Ti, nebo Mg získané pomocí

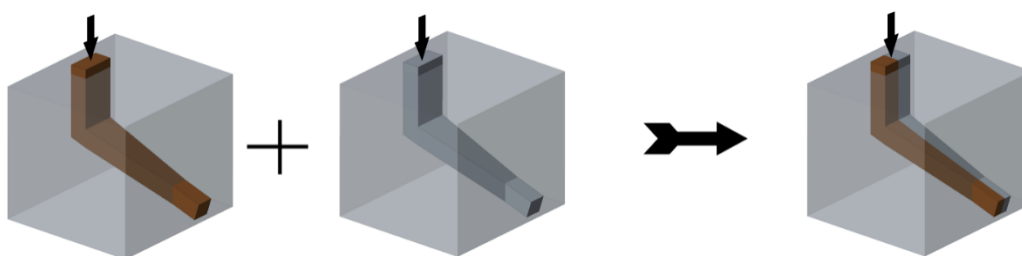
kombinací ECAP s válcováním [223], dopředným protlačováním [224], tažením [225], dopředným protlačováním a tažením [138], kování a tažením [226], rotačním kování [227] a následným tepelným [228] či termomechanickým zpracováním [98, 131], MAF s válcováním za tepla [229], atd. Jiným, velmi zdařilým příkladem kombinace metod (ECAP + dopředné protlačování + pěchování) je i experimentální výroba šroubů z Al slitiny s výrazně vyššími pevnostními vlastnostmi [230] (obr. 26). Experiment byl původně navržen se 3 průchody ECAP maticí (deformační cesty *A*, *Bc*, *C*) a následným dopředným protlačením. Největšího nárůstu deformačního zpevnění při ECAP bylo docíleno deformační cestou *A*. Nevýhodou tohoto postupu však bylo velké snížení tvařitelnosti před samotným protlačováním, což s sebou neslo riziko vzniku defektů. Proto bylo ve výsledku namísto tří průchodů využito pouze jediného průchodu ECAP s kombinací dopředného protlačení a pěchování hlavy. Tak došlo k nepatrnému poklesu tvařitelnosti a markantnímu zvýšení pevnosti [139]. Podobně postupovali i Yanagida a kol. [231] při výrobě vysoce pevných ocelových šroubů s UFG strukturou vyráběných kombinací ECAP + válcování za studena + rotační kování. Výsledné šrouby byly pevnější než ty připravené konvenční cestou. Velkou výhodou pro deformační zpevnění povrchové vrstvy rotačně symetrických šroubů zde bylo zařazení rotačního kování jako poslední tvářecí operace.



Obr. 26: Srovnání technologie výroby šroubů: konvenční (a), inovované (b).

Přestože mohou přinést podobné kombinace pozitivní výsledky, současné snahy jsou směrem k návrhu jednostupňového procesu. Spojení metody ECAP s dopředným protlačováním může přinést daleko větší zjemnění struktury s vyšším podílem VÚHZ již po jediném průchodu v porovnání s metodou ECAP, nebo dopředným protlačováním [188]. Začlenění dopředného protlačování stojí zejména za zlepšením mechanických vlastností (s rostoucím redukčním poměrem rostou i pevnostní vlastnosti) [232]. Jiným příkladem může být postup zahrnující v jednom kroku oba tyto zmíněné postupy ale v opačném pořadí, tedy dopředné protlačování následované metodou ECAP, aniž by musel být polotovar přemístěn k jinému zařízení. Tento postup nazvaný jako *Integrated Extrusion and Equal Channel Angular Pressing* (iECAP) byl testován zejména na obtížně tvařitelných materiálech, jako jsou Mg slitiny [233]. Nevýhodou metody iECAP je však omezené zjemnění zrna ve výstupním kanále, definované jen jedním ohybem (je možné zvýšit počet ohybů v kanále, to však přináší značný nárůst protlačovacího tlaku). Na podobném principu je založen i postup nazvaný *Half Channel Angular Pressing* (HCAE), u kterého je protlačován polotovar obdélníkového průřezu skrze matici, ve které je kanál navržen tak, aby při každém protlačení došlo k 50 % redukci šířky vzorku [234]. Po protlačení tak bude mít polotovar čtvercový průřez a může být spojen s dalším geometricky stejným polotovarem a znovu protlačen v dalším průchodu. Hlavní benefit této metody je možnost

aplikovat vrstvení materiálů, podobně jako při ARB (obr. 27). Přestože lze tímto způsobem docílit zvýšení efektivity oproti ECAP procesu, a to jak z pohledu vyšší vložené deformace za průchod tak i z pohledu homogennějšího rozložení deformace koncových částí vzorku, při pohledu na obr. 27 je patrné, že deformace vložená dopředným protlačováním je aplikována pouze ve směru šířky vzorku. Tím bude v materiálu docházet k významnému gradientu vložené deformace a nehomogennímu zjemnění struktury. Je taktéž zjevné, že tato technika neumožňuje rotaci vzorkem mezi průchody a v podstatě limituje původní ECAP na realizaci deformační cesty *A*. Navíc budou v důsledku nerovnoměrného plastického toku případná rozhraní jednotlivých částí vzorku definována neodstranitelnou heterogenitou. Velkým problémem je také poměrně dlouhá část kanálu, ve které dochází k redukci průřezu vzorku. V důsledku velké stykové plochy (velké tření) a redukci průřezu (nárůst deformačního odporu) bude průtlačník (matrice) vystaven velkému silovému zatížení.

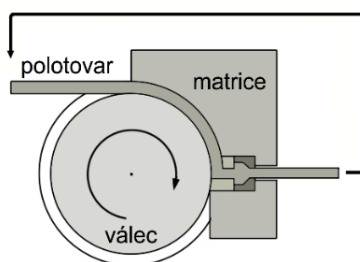


Obr. 27: Schématický postup realizace metody HCAE.

Dalším příkladem úspěšné kombinace opakovaného pēchování a protlačování bez vytažení polotovaru z matrice je již zmíněná metoda RUE [163], která přináší úsporu času, ekonomickou úsporu na vybavení, ale taktéž daleko snazší řízení podmínek procesu. Díky integraci je možné daleko lépe řídit teplotní, rychlostní i tribologické podmínky deformace a tím ovlivňovat výslednou strukturu. Pro dlouhé polotovary byl navržen podobný postup založený na kombinaci dvou metod – *Accumulative Continuous Extrusion Forming* (ACEF) integruje ECAP-Conform a dopředné protlačování [235]. Oproti procesu ECAP-Conform se tento nedávno navržený postup vyznačuje jiným tvarem kanálu, v jeho první části se nachází ohyb (smyková zóna), ve druhé pak dochází k opětovnému napēchování deformovaného tyčového polotovaru na větší průřez, který je vzápětí redukován na finální tvar (obr. 28). U ACEF procesu lze v závislosti na tvaru dutiny druhé části matrice modifikovat příčný průřez polotovaru, což rozšiřuje využití v porovnání s procesem ECAP-Conform. Negativem je ale značný nárůst deformačního odporu způsobený změnami průřezu protlačovaného polotovaru. To s sebou nese i jisté nebezpečí, spočívající v možném překročení třecích podmínek zajišťujících průchod materiálu skrze matrici (tj. hrozí prokluz mezi polotovarem a rotujícím válcem). Aplikovatelnost a efektivita tohoto postupu tak bude značně záviset na typu materiálu. Pravděpodobné je jeho využití zejména pro kovy s nízkým deformačním odporem nebo za zvýšené teploty, což ale znamená nižší zjemnění struktury [236].

Kombinace konvenčních a nekonvenčních postupů mohou být přínosné i při recyklaci kovových materiálů ve formě špon nebo pilin – obvykle je využito dopředného protlačování

v kombinaci s metodou ECAP. Na rozdíl od již zmíněného procesu iECAP je však potřeba obvykle zařadit vyšší počet ohybů do výstupního kanálu. Důvodem je především nutnost vyššího zhutnění a vzájemné spojení špon (pilin) v důsledku vložené smykové deformace, která napomáhá rozbití oxidické povrchové vrstvy jednotlivých špon. Díky konstrukčnímu provedení k tomu značně přispívá i zpětný tlak v důsledku mnoha změn toku materiálu na krátkých vzdálenostech (těsná lokalizace ohybů v kanále). Toto pak může být prováděno za tepla, ale i za studena (zpracování špon za studena však nepřináší úplné zhutnění materiálu, $< 97\%$, je navíc nutno volit vysoké protlačovací poměry, $R > 4$, což přispívá ke vzniku trhlin) [237]. Zřejmě nejvhodnější je kombinace částečného zhutnění špon protlačením za tepla v prvním kroku, a následného finálního protlačení za studena [238] (nebo v opačném pořadí [239]). Zatímco při protlačování špon za tepla je primárním cílem rozbít povrchovou vrstvu oxidů a umožnit tím lepší svaření jednotlivých špon, protlačení za studena je aplikováno především pro výrobu finálního produktu. Bohužel je tato technika zatím reálně aplikovatelná pouze pro vybrané materiály (zejména Cu, Al a Mg slitiny). Zbývá ještě dořešit několik problémů jako je přítomnost oxidické vrstvy na povrchu jednotlivých špon.

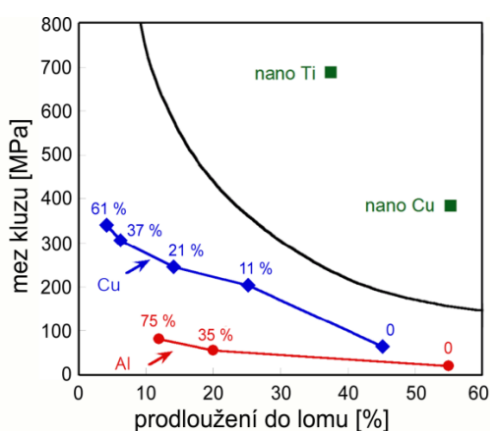


Obr. 28: Princip integrovaného postupu ACEF.

4 Materiály zpracovávané intenzívní plastickou deformací

Při uplatňování intenzívní plastické deformace je pozornost věnována jak konvenčním materiálům na bázi Fe, tak i neželezným kovům. S rozvojem samotných tvářecích metod ale i požadavků ze strany průmyslu však začínají tyto postupy pronikat i do oblasti netradičních či nově navrhovaných materiálů. Bez ohledu na použitý materiál jsou ale cíle podobné. Na materiály připravené intenzívní plastickou deformací jsou kladeny poměrně vysoké nároky vycházející z jejich UFG struktur. Velmi často vykazují tyto materiály za pokojové teploty vysoké pevnostní vlastnosti, ale pouze omezené plastické vlastnosti. Pokles plastických vlastností je u velmi malé velikosti zrn způsoben nízkou rychlostí deformačního zpevnění v kombinaci s nízkou hodnotou koeficientu citlivosti na deformační rychlost (m). Jinými slovy, když je rychlost deformačního zpevnění vysoká, akumulují se dislokace uvnitř zrn a v kombinaci s vysokým koeficientem m je počátek vzniku porušení při plastické deformaci (např. tahová zkouška) výrazně oddálen, lze tak dosáhnout rozumné úrovně plasticity před porušením. Na druhé straně existují způsoby jak u těchto materiálů dosáhnout současně vysoké pevnosti i plasticity. Tento stav bývá označován jako paradox pevnosti a tvařitelnosti [30]. Konkrétní způsoby jak toho dosáhnout spočívají ve zvyšování vložené deformace až

na velmi vysoké hodnoty, nebo ve velmi krátkém žihání uskutečněném okamžitě po aplikaci intenzivní plastické deformace při kterém dojde k uspořádání defektů uvnitř hranic zrn, čímž se tyto hranice dostávají do rovnovážnějšího stavu. Právě to je základní předpoklad pro zamezení významného růstu zrna. Druhým přínosem žihání je pokles hustoty dislokací (anihilace, přeuspořádání), čímž je usnadněno efektivní skladování nových dislokací, což může zvýšit deformační zpevnění vedoucí k nárůstu tvařitelnosti. Paradox pevnosti a plasticity vystihuje obr. 29. Zde je patrné, že jak pro Al tak i Cu roste pevnost a klesá tažnost se stoupající vložkou deformací (válcování). Kromě těchto materiálů s konvenční velikostí zrna jsou vyznačeny i pozice pro Cu a Ti s UFG/nanostrukturou zpracované pomocí HPT, které dokazují, že současně s nárůstem pevnostních vlastností může zůstat zachována i vysoká tažnost. Mezi prvními materiály, které potvrdily existenci paradoxu, byla i slitina Al4Cu0.5Zr zpracovaná SPD metodou, vykazující vysokou pevnost a superplasticitu [30].



Obr. 29: Vzájemná relace pevnostních a plastických vlastností pro vybrané materiály. Zpracováno na základě [30].

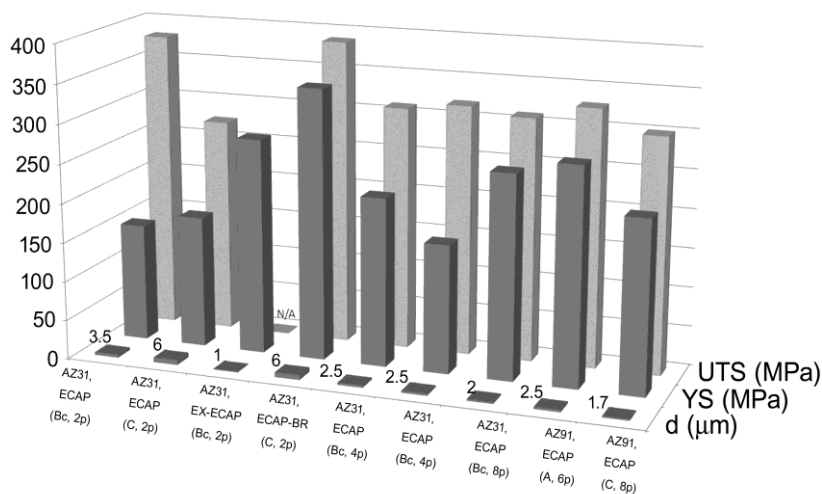
V důsledku intenzivní plastické deformace může docházet i k dalším neobvyklým jevům. Difuzní mechanismus plastické deformace je podporován vyšší teplotou ($> 0,5 \cdot T_t$). Mělo by tedy platit, že plastická deformace kovových materiálů může v důsledku difuze pomocí mechanismu pokluzu po hranici zrn probíhat pouze za tepla [240]. K pokluzu na hranicích zrn však může u UFG struktur docházet i za nízkých teplot [31]. Po SPD zpracování obsahuje deformovaná struktura nerovnovážné hranice zrn, podél kterých může docházet k difuzi [241]. Tyto hranice mají vyšší energii, větší volný objem, vyšší hustotu dislokací a bývají významně širší než normální hranice. Také obsahují nadbytek nevlastních dislokací způsobujících větší deformaci struktury. Tyto dislokace leží ve velmi úzké zóně vedle nerovnovážných hranic. Vysoká energie, velký volný objem nebo koncentrace vakancí jejich v blízkosti podporují daleko rychlejší průběh difuze než u normálních hranic [242]. Vyšší difuzivita, širší hranice zrn, a vyšší počet hranic zrn znamená rychlejší transport materiálu skrze hranice v porovnání s konvenčními hrubozrnnými materiály, což znamená možnost výskytu deformačního mechanismu pokluzem po hranicích i při nízkých teplotách.

Detailně popsat všechny kovové materiály dosud zpracovávané pomocí intenzivní (extrémní) plastické deformace s konkrétními dosaženými výsledky je prakticky nemožné.

Z tohoto důvodu je dále uvedeno alespoň základní rozdělení nejčastěji využívaných materiálů z pohledu teploty tání nejfrekventovanějších zástupců jednotlivých skupin. Samostatnou kapitolou je realizace takových tvářecích postupů u specializovaných slitin či kombinovaných kompozitních struktur, ve kterých se tyto kovy mohou taktéž vyskytovat, nicméně s odlišnou teplotou tání. Individuální skupinou jsou drahé kovy a jejich slitiny. Přestože jsou i tyto materiály využívány ve specifických oblastech průmyslu, není jejich uplatnění pro konstrukční účely tak hojné ve srovnání s výše diskutovanými materiály. V této práci jim proto není věnována velká pozornost a jsou zde zmíněny především jako přísadové prvky. Jak dokazují některé publikované výsledky, metody intenzivní plastické deformace nejsou striktně omezeny na kovové materiály; využití mohou nacházet také u plastů nebo polymerů, kde mohou rovněž modifikovat vlastnosti takových látek.

4.1 Kovy s nízkou teplotou tání

Díky poměrně snadné dostupnosti Al a jeho relativně dobré tvařitelnosti i za nízkých teplot byly a jsou metody intenzivní plastické deformace převážně rozvíjeny na Al slitinách. Poměrně velký počet prací se také věnuje Mg a jeho slitinám, jejichž tvařitelnost je na rozdíl od Al daleko problematičtější, především za nižších teplot. Velkou skupinou experimentálně testovaných Mg materiálů jsou, díky jejich rozmanitému využití v mnoha průmyslových oblastech (automobilový průmysl, telekomunikace, apod.), slitiny MgAlZn. Mechanismus zjemnění zrn při metodě ECAP se však u obou zmíněných skupin materiálů – Al i Mg slitin – liší [243]. Změny ve velikosti zrn a jejich distribuci spolu s typem hranic (NÚHZ a VÚZH) výrazně ovlivňují mechanické a fyzikální vlastnosti slitin. Značné zjemnění zrna způsobené SPD zpracováním za pokojové teploty obvykle vede k významnému zvýšení meze kluzu. Konkrétní výsledky mechanických vlastností dosažených u vybraných Mg slitin a rozdíly vyplývající z podmínek deformace zachycuje obr. 30 [131]. Mezi hlavními vlivy jsou nejen velikost zrn, textura, či homogenita vložené deformace, ale také teplota, protlačovací poměr, počet průchodů, atd., jelikož u Mg slitin může docházet ke vzniku silné anizotropie [244].



Obr. 30: Mechanické vlastnosti slitiny MgAlZn po ECAP za různých podmínek [131].

Jak již bylo uvedeno, závislost meze kluzu σ_y , na velikosti zrna d lze vyjádřit pomocí Hallova-Petchova vztahu (12),

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \quad (12)$$

kde σ_0 je třecí napětí zahrnující příspěvek rozpuštěných atomů a precipitátů (částic), k_y je konstanta označována jako Hallova-Petchova směrnice. Hodnotu k_y je možno považovat úměrnou k (τ_{ONB})^{1/2}, přičemž τ_{ONB} je *Critical Resolved Shear Stress* (CRSS) pro sekundární skluz, v případě Mg slitin nebazální skluzový systém u monokrystalů. CRSS pro nebazální skluzový systém u Mg a jeho slitin je vyšší než pro sekundární skluzový systém u Al a jeho slitin. To je důvod proč je Hallova-Petchova směrnice u Mg slitin vyšší než u Al slitin.

Platnost rovnice (12) dokazují četné publikace, např. pro slitinu AZ31 po zpracování ECAP za studena se hodnoty $\sigma_0 = 30$ MPa a $k_y = 0.170$ MPa·m^{1/2} ukázaly jako velmi přesné pro popis mechanických vlastností [245]. U některých Mg slitin, zejména při deformaci za vyšších teplot, však vztah (12) úplně neplatí – např. studie [246] dokumentuje pokles meze kluzu a nárůst prodloužení do lomu s klesající velikostí zrna. S tímto souvisí i fakt, že CRSS pro nebazální skluz u Mg slitin s rostoucí teplotou velmi rychle klesá. U slitiny AZ31 po zpracování ECAP (6 průchodů, cesta *Bc*) bylo maximálního prodloužení (430 %) dosaženo při teplotě zkoušení 172°C a deformační rychlosti 3.3×10^{-5} s⁻¹ [243]. Podobné superplastické chování po SPD bylo pozorováno i u dalších Mg slitin [247]. Vysokorychlostní (400 % při 1×10^{-2}) ale i nízkoteplotní (800 % při 150 °C) superplasticity lze po vhodném zpracování dosáhnout u Mg i Al slitin. Při superplastickém chování hrají významnou roli přítomné precipitáty působící jako překážky proti růstu zrna při vysokých teplotách. Po metodě ECAP je u slitiny Al3Mg díky majoritnímu podílu VÚHZ možné dosáhnout prodloužení až 2000% při rychlosti 3×10^{-2} [185]. U slitin MgAlZn se při ECAP zpracování precipitáty typu β fáze (Mg₁₇Al₁₂) mění z původního laťkového tvaru na kulové částice o velikosti cca 50 nm. Na rozdíl od sekundárních fází u některých Al slitin však není β fáze u Mg slitin příliš vhodným stabilizátorem UFG struktury (během superplastické deformace dochází k jejímu růstu). Při použití materiálu s velkou velikostí zrna dochází po SPD často k bimodálnímu rozložení zrn. Je-li však velikost zrna před aplikací SPD snížena, je zde předpoklad jemných rovnoosých zrn. Na výslednou velikost zrn a jejich distribuci má (příznivý) vliv proměnlivá teplota zpracování. Použití klesající teploty s rostoucím počtem průchodů vedlo k přípravě vzorků s různou velikostí zrna (33 μ m – 350 nm) a následujícími vlastnostmi: mez kluzu 385 MPa, pevnost 455 MPa, prodloužení do lomu 12.7 % [248].

Jedním z řešení pro zpracování špatně tvařitelných materiálů je využití vyšších teplot, což zlepšuje tvařitelnost díky aktivaci nebazálních skluzových systémů. Nevýhodou takového zpracování je však větší výsledná velikost zrn. Jiným přístupem je použití matic s vyššími úhly mezi jednotlivými částmi kanálu (ECAP) – zvýšení úhlu z konvenčních 90° často vede k zachování soudržnosti materiálu i po vícenásobném protlačení, nevýhodou je zde však nižší množství vložené deformace za průchod a tudíž větší časová i materiálová náročnost. Další přístup spočívá v kombinaci konvenčních a nekonvenčních deformačních

metod (např. EX-ECAP sestává z dopředného protlačení lité Mg struktury v prvním kroku a následného úhlového protlačování při teplotách v intervalu 200 – 300 °C [249]. Pomocí SPD lze však modifikovat i jiné vlastnosti zpracovávaných materiálů [250]. Snížením velikosti zrna u slitiny ZK60 lze zvýšit její adsorpční (desorpční) kinetický potenciál vodíku.

4.2 Kovy se střední teplotou tání

Do této skupiny je vedle Cu a jejích slitin možno řadit také Ti a jeho slitiny, oblíbené především pro vysoký poměr pevnosti k hmotnosti. Ti po SPD zpracování vykazuje, mimo jiné, nižší koeficient tření při obrábění a nižší drsnost povrchu obrobené části než Ti zpracovaný konvenčními postupy, což je důležité zejména pro biokompatibilitu těchto materiálů [251–253]. Právě drsnost povrchu a faktory jako počet hranic zrn na jednotku povrchu jsou důležitými ukazateli při růstu buněčných struktur. Od těchto faktorů se následně odvíjí i doba léčení, respektive kvalita integrace implantátu do organismu. SPD zpracování je také často prováděno na TiNi(Me) slitinách, tzv. *shape memory alloys* (SMA) [254], jelikož lze takto připravit velmi jemnozrné struktury s velikostí zrna 200 – 600 nm. To mimo jiné znamená i ovlivnění transformačních (přechodových) teplot definujících paměťový efekt. Při aplikaci SPD technik může dojít k vytvoření amorfních struktur stabilních při nízkých teplotách, z nichž lze UFG materiály nebo NM získat pomocí žíhání na 230 – 300 °C. Finální velikosti zrn se pak mohou pohybovat od 10 nm do 70 nm [255]. Většina experimentů s Ti byla uskutečněna při teplotě vyšší než teplota rekrystalizace, což ale znamená nižší zjemnění z důvodů výskytu uzdravovacích procesů. Existují ovšem i studie zaměřené na aplikaci SPD při teplotách pod teplotou rekrystalizace Ti, předpokládá se ale použití matric s úhly vyššími než 90° (nejlépe 120°). Nejnižší teplotou pro úspěšné protlačení Ti v matrici s úhlem 90° je cca 200 °C [256]. Rozbor deformačního chování a mechanických vlastností Ti při úhlovém protlačování za studena (8 průchodů, úhel matrice 120°, rychlost protlačování 2 mm/s) je publikován v práci [257], ve které je zdokumentováno zvýšení pevnosti ze 407 MPa na 790 MPa a pokles tažnosti z 35 % na konečných 19 %, přičemž po 1 průchodu klesla na 16 %.

Rozdílný vliv tvářecích metod lze demonstrovat na příkladu porovnání Ti po ECAP a HPT. Zatímco tepelné zpracování (300 – 500 °C) po metodě ECAP nezpůsobilo výrazný pokles tvrdosti a naopak přispělo ke zvýšení tažnosti až na ~ 10 %, po HPT při pokojové teplotě způsobilo následné žíhání na 500 °C pokles tvrdosti o ~ 30 % [258]. Po intenzívních plastických deformacích mohou být pevnostní vlastnosti Ti slitin zvýšeny až k ~ 1600 MPa, přičemž plastické vlastnosti mohou zůstat na relativně dobré úrovni. Takovéto kombinace mechanických charakteristik bývají často pozorovány u β slitin s velikostí zrna 30 – 50 μm . Zpevňující efekt je nižší u slitin Ti než u čistého Ti, především z důvodů vyšších výchozích hodnot pevnosti a částečného rozpadu metastabilní fáze během následného žíhání. Efekt zpevnění zjemněním zrna díky přítomnosti sekundární fáze značně převyšuje efekt zpevnění stárnutím. Důvodem je napětí, které v materiálu po provedené deformaci značně brzdí nukleaci sekundární fáze, čímž potlačuje rozklad metastabilního tuhého roztoku.

4.3 Kovy s vysokou teplotou tání

V této skupině je stále publikováno velké množství nových informací věnovaných speciálně vyvíjeným materiálům, určeným například pro výrobu magnetů, nebo extrémně pevným kompozitním materiálům vyztuženým pomocí vláken. Poměrně diskutovaná je i aplikace intenzivní plastické deformace u těžko-tvařitelných materiálů, jako např. W, Mo. Přestože při využití SPD pro materiály s vysokou teplotou tání existují jisté technologické problémy (např. nebezpečí vzniku trhlin), byly publikovány dílčí výsledky jejich zpracování (HPT, ECAP) [259]. Velký význam při SPD zpracování nejen materiálů s vysokou teplotou tání má stanovení vhodné deformační cesty. Pokud je například ECAP prováděn cestou *A*, pak je deformace akumulována stále ve stejném směru a hrozí vyšší nebezpečí vzniku trhlin. Při cestě *C* naopak dochází k reverzi deformace. Pro kvalifikaci vlivu deformačních cest lze využít i hodnoty faktoru α [260]. U cesty *A* je velká závislost faktoru α na úhlu matrice, s klesající hodnotou α klesá i efektivita tvorby VÚHZ. Většina experimentů s metodou ECAP u těžko-tvařitelných kovů byla dosud prováděna při teplotě okolo 500 °C, přičemž samotný materiál (W) byl přehříván na teploty okolo 900 °C. Jak bylo uvedeno výše, pro získání homogenní jemnozrnné struktury je zapotřebí vložené deformace o hodnotách 6 – 8 (deformace $\gamma \sim 2$ – velikost zrna $d \sim 400$ nm, deformace $\gamma \sim 12$ – velikost zrna $d < 100$ nm). Experimentálně potvrzené výsledky prokázaly platnost teoretických předpokladů – struktury po HPT vykazovaly po tepelném zpracování (835 °C/ 1 a 64 min) velmi jemná zrna (40 – 350 nm a 60 – 1200 nm). Aplikovaná teplota indukovala průběh uzdravovacích procesů, které snížily vnitřní napětí [261]. Pracovní teplota pro ECAP u W (< 1000 °C) je volena z důvodů nástupu dynamické rekystalizace při teplotách nad 1200 °C a technického omezení materiálů nástrojů. Často se také provádí uzavření W vzorků do kapslí z důvodu oxidace při teplotách nad 650 °C. Kvůli nízké tvařitelnosti W a hodnotám parametru α bývá využito matic s úhlem 120° (proto bývá použito vyššího počtu průchodů). UFG W je možno získat např. kombinací ECAP a konvenční metody (válcování za snížených teplot, kování atd.). Podobná kombinace může vést k poklesu velikosti zrna po metodě ECAP (4 průchody) z původní velikosti (~ 40 μ m) na několik mikrometrů, po následném válcování lze snížit velikost zrna až na 500 nm. To je sice v porovnání s HPT vyšší hodnota, ale při zvažování tvaru a velikosti vzorku jsou výhody zmíněné kombinace nesporné.

4.4 Kompozitní materiály

Zjednodušeně lze jako kompozitní materiál definovat materiál obsahující dvě nebo více různých fází či složek odlišných fyzikálních a chemických vlastností, oddělených od sebe rozhraním [262]. Právě existence rozhraní odlišuje kompozity od slitin vyráběných např. tavením a odléváním. Díky kombinaci vlastností různých kovů (dobrá tvařitelnost, pevnost, dobrá tepelná a elektrická vodivost, atd.) či keramiky (tvrdost, pevnost, odolnost při vysokých teplotách, nízká teplotní roztažnost) lze produkovat kompozitní materiály

s vyššími vlastnostmi ve srovnání s materiály s monolitickou maticí. V současnosti existuje široké spektrum kovových kompozitů, jejichž základní členění může být následující:

- a) kompozity typu kov/kov
- b) kompozity s kovovou maticí
- c) kompozity s amorfní kovovou maticí

Obecně je tedy kompozit tvořen maticí (tj. první fáze) a jednou nebo více dalších fází zvyšujících mechanické vlastnosti (tj. vyztužující fáze). Právě díky přítomnosti minimálně dvou fází se často rozlišuje u kompozitů tzv. kontinuální a diskontinuální fáze. Rozlišení na základě tohoto hlediska ale není jednoznačné. Například u kompozitů s kovovou maticí lze považovat za kontinuální fázi samotnou matici, přičemž diskontinuální fází je vyztužující element (keramická částice, whisker, krátké vlákno apod.). Podobně je tomu u kompozitů s polymerní maticí, kde izolovaná fáze je fáze zpevňující a kontinuální fází je matrice. Nicméně, u kompozitů s keramickou nebo intermetalickou maticí s homogenní či lamelární strukturou slouží přidávaný kov nebo keramická částice ke zvýšení houževnatosti/tvařitelnosti, nikoliv pevnosti – ta je zajištěna samotnou keramickou maticí [263]. V takových případech lze za kontinuální fázi považovat tvrdší fázi. Typickým příkladem může být kompozit $Ti_{\text{keramické částice}}/Ti6Al4V$. Ještě složitější je situace u bi-kontinuálních struktur, u kterých lze obě fáze považovat za kontinuální, protože je jejich zastoupení relativně stejné (např. kompozity Cr_3C_2-Cu , nebo TiB_{whiskery}/Ti) [264, 265]. Pro zjednodušení se proto vžilo rozlišování kompozitů podle typu vyztužujících elementů. Prvním typem jsou kontinuální elementy, tj. dlouhá vlákna (tzv. kontinuální kompozity), a druhým jsou diskontinuální elementy, tj. částice, whiskery, krátká vlákna, apod. (tzv. diskontinuální kompozity). Druhý typ byl vyvinut zejména z důvodů snazší a levnější výroby a lepším možnostem při finalizaci tvaru při sekundárním zpracování (kování, válcování, protlačování, SPD metody, atd.). Bez ohledu na typ kompozitu mají ale majoritní vliv na efektivitu nárůstu jeho mechanických vlastností velikost zrn a způsob rozložení vyztužující fáze.

Podobně jako u konvenčních materiálů je i u kompozitů jedním z hlavních cílů dosažení homogenní struktury s vhodnou distribucí a velikostí částic zpevňující fáze, přičemž velikost zrn i částic bude co nejmenší. Hlavní pozornost je věnována samotnému způsobu výroby kompozitu, který by zajišťoval tyto požadavky. Velmi často je pro přípravu kompozitů využívána prášková metalurgie. Příkladem může být kompozit $W/Mo/Cu$ [266], hojně využíván pro velmi namáhané kontakty pro svůj nízký koeficient tepelné roztažnosti, odolnost proti opotřebení, pevnost při vysokých teplotách a elektrickou a tepelnou vodivost. Běžný způsob výroby spočívá v infilraci Cu do Mo pre-kompaktátu a následném spékání v tekuté fázi. Obvykle však takto nelze dosáhnout vysokého zhutnění kompozitu z důvodu vzájemné nerozpustnosti obou prvků. Spékatelnost Mo/Cu kompozitů lze zvýšit malým přídatkem Co , Ni , nebo Fe , což ale znamená vnášení nečistot snižujících elektrickou a tepelnou vodivost kompozitu. Pomocí tradičních technik výroby jako je izostatické lisování za tepla (HIP), protlačování práškových materiálů, či kování slinutých polotovarů je velmi

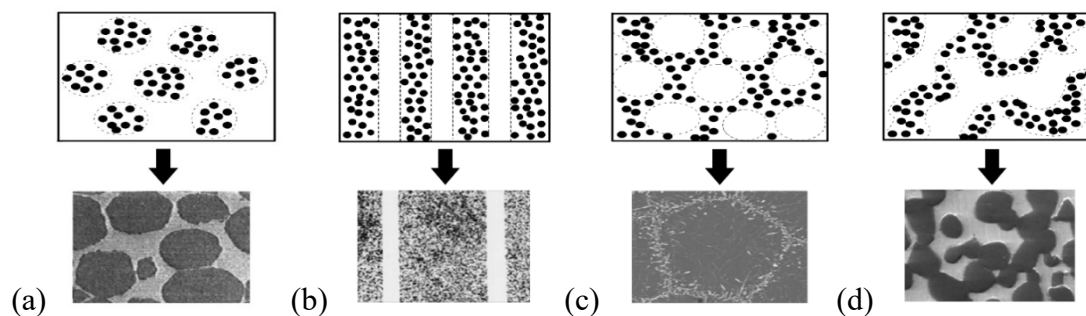
obtížné dosáhnout plně zhutněného materiálu a zároveň UFG nebo nano struktury. Jiným, relativně lákavým, způsobem přípravy kompozitů by mohla být výroba cestou práškové metalurgie z nanoprášků (jednotlivé částice prášků mají velikost v jednotkách až stovkách nm). Výsledkem mohou být tzv. mikrokompozity pro využití v mikroelektronice [267]. Obzvláště je toto vhodné pro výrobu mikrokompozitů z prášků potažených jinými materiály, přičemž tyto materiály mohou mít formu fragmentů nebo kontinuálních vrstev na povrchu práškových částic. Výsledné kompozitní materiály tak mohou mít značně zvýšené vlastnosti. Příkladem takového kompozitu může být ocel vyrobená spékáním Fe prášku, na jehož částicích je nanovrstva Cu vytvořená chemickým povlakováním. Při srovnání takto vyrobeného kompozitu může materiál vykazovat až o 20 – 50 % vyšší mechanické vlastnosti než stejný materiál vyrobený konvenčním spékáním Fe a Cu prášků. Dalšími benefity při využití nanoprášků jsou nižší tlak potřebný pro kompaktaci a nižší teplota spékání [268]. Přestože s klesající velikostí částic výchozích prášků a vyšší homogenitou jejich promísení dochází k nárůstu spékateľnosti, existují při výrobě z nanoprášků i jisté problémy. Hlavním problémem je posloupnost konvenčních kroků, které čítají konsolidaci prášků/nanoprášků (keramické, kovové, nebo směs) a spékání při zvýšených teplotách (dochází k inter-difuzi mezi částicemi prášku). Právě etapa spékání je nejrizikovější, protože při ní nelze zabránit růstu zrna a tím ztrátě výhodného výchozího stavu (nanostrukturní prášek).

Diskontinuální kompozity s homogenním rozložením vyztužujících elementů mají řadu výhodných vlastností, zejména vysokou specifickou pevnost, houževnatost a špičkovou odolnost proti opotřebení. Na druhou stranu však znamená homogenní rozložení relativně nízkou úroveň odolnosti proti vzniku porušení (trhlin, lomů) při zatěžování za pokojové teploty (malá schopnost absorbovat energii) a to i pokud je matrice z jinak velmi tvárného materiálu (např. Al). Záměrně nehomogenně navržená distribuce vyztužujících elementů tak může vést k významnému zlepšení plasticity kompozitů. Díky rozložení zajišťujícímu dostatečný prostor (plastický region) mezi jednotlivými zpevňujícími elementy lze docílit ztlumení nebo odklonění trhlin vznikajících při zatěžování. Konkrétním příkladem může být kompozit Ti/TiB_{whiskery}, u kterého se pomocí navržené distribuce elementů podařilo dosáhnout významného zlepšení mechanických vlastností. Při srovnání tohoto kompozitu se stejným kompozitem vyrobeným práškovou metalurgií (s neřízenou distribucí elementů) vzrostla plasticita a rovněž významně klesla rychlost šíření trhlin [269]. Přestože lze různými způsoby připravit řízeně nehomogenní strukturu, zřejmě největším problémem při výrobě diskontinuálních kompozitů je zajištění řízené redistribuce elementů [270]. Při konvenčním způsobu výroby (lití s promícháváním taveniny) mají totiž vyztužující elementy tendenci shlukovat se do izolovaných clusterů. Takovéto uspořádání však značně limituje efektivitu vyztužující fáze. Cílem při výrobě diskontinuálních kompozitů je proto dosažení struktury, ve které je zpevňující fáze distribuována nehomogenně v mikro-měřítku, ale homogenně v makro-měřítku. Takové kompozity pak vykazují nejvyšší zlepšení pevnosti, tvařitelnosti, či lomové pevnosti [271]. Podle homogenity prostorového rozložení zpevňující fáze v dvoufázových diskontinuálních kompozitech na bázi kovové matrice lze definovat:

- Mikrostrukturně homogenní kompozity definované homogenní distribucí vyztužující fáze ve všech třech rozměrech (vzájemný kontakt částic je nulový a naopak kontakt s matricí je blízky maximu), které vykazují izotropní chování.
- Mikrostrukturně nehomogenní ale makrostrukturně homogenní kompozity vykazující izotropní chování, přičemž distribuce zpevňující fáze má odchylky od homogenního uspořádání (zpevňující fáze může být rozptýlena v matrici lokalizovaně s hustší resp. méně hustou koncentrací ve všech třech směrech).
- Mikrostrukturně i makrostrukturně nehomogenní kompozity, u kterých je lokálně bohatší resp. řidší distribuce zpevňující fáze pouze v některých oblastech materiálu (např. ve vrstvách nebo stupňovitě).

Podle prostorové distribuce zpevňující fáze v mikrostrukturně nehomogenních kompozitech pak lze rozeznávat měkkou kompozitní fázi (tzn. oblasti s řídkým výskytem zpevňující fáze) a tvrdou kompozitní fázi (tzn. oblasti s bohatým výskytem zpevňující fáze). Na základě variací výskytu a kontaktu jednotlivých elementů v izolovaných shlucích (clusterech) je podle autorů studie [269] možné definovat 4 základní modely:

- Model *A*, také *0D*. Tvrdá kompozitní fáze je ve formě izolovaných clusterů (obr. 31a).
- Model *B*, také *1D* nebo *2D*. Sloupcovitě, vrstevnatě, nebo prstencovitě uspořádaná tvrdá fáze. Clustery jsou kontinuální v jednom nebo dvou směrech (obr. 32b).
- Model *C*. Tvrdá kompozitní fáze je uspořádána ve třech směrech a tvoří sítě, např. na hranicích zrn, zatímco měkká fáze je lokálně izolovaná (obr. 32c).
- Model *D*. Bi-kontinuální tvrdá fáze i měkká fáze tvoří 3D sítě (obr. 32d).



Obr. 31: Schématické rozložení mikrostrukturní nehomogenity definované jako: model *A* (a), model *B* (b), model *C* (c), model *D* (d). Zpracováno na základě studie [269].

Zatímco modely *A*, *C* a *D* jsou mikrostrukturně nehomogenní ale makrostrukturně homogenní kompozity, model *B* je typický pro mikro i makrostrukturně nehomogenní kompozity. Původně se předpokládalo, že model *A* obvykle vzniká při konvenčním lití a v porovnání s homogenní distribucí zpevňující fáze přináší horší mechanické vlastnosti [272]. Některé práce však toto vyvracejí. Například u WC/Co kompozitu s uspořádáním *A* bylo zvýšení houževnatosti, tvrdosti i odolnosti proti opotřebení vyšší než u stejného kompozitu s homogenní distribucí [273]. Podobně tomu bylo u SiC/Al kompozitu, u kterého byla zjištěna mnohem vyšší pevnost i odolnost proti šíření trhlin [274]. Model *B* je typický

stupňovitým nebo vrstevnatým uspořádáním, které znamená vyšší houževnatost ve srovnání s homogenní distribucí [275]. Příkladem mohou být kompozity Al/Al-Si_{keramické částice}, Si_{keramické částice}/Al7093, nebo Ti/Ti-TiB_{whisker}. Kompozit modelu C lze připravit různými způsoby lití. Konkrétní shlukování částic je pak indukováno zvolenou ochlazovací rychlostí [276]. Nicméně experimentálně byla potvrzena i příprava kompozitu s tímto uspořádáním pomocí práškové metalurgie [277]. Velmi dobré kombinace pevnosti a tvařitelnosti je zde dosaženo díky uspořádání zpevňující fáze. Zatímco zpevnění je způsobeno uspořádáním tvrdé fáze do sítě pevně spojené s matricí, nárůst houževnatosti je zapříčiněn přítomností měkké fáze podílející se na zpomalení/brždění šíření trhlin [278]. Mezi konkrétní příklady tohoto modelu patří kompozit Ti/TiC_{částice} s uspořádáním částic do formy včelích pláství, což přineslo excelentní nárůst pevnosti v tlaku ale také významný nárůst odolnosti proti vysokoteplotní oxidaci [279]. O vlastnostech kompozitů s distribucí dle modelu C rozhoduje kontinuita distribuce zpevňující fáze i míra jejího spojení s matricí. Mezi kompozity s uspořádáním podle modelu D patří například bi-kontinuální kompozit připravený infiltrací bronzu a polymerové pryskyřice do porézních pěn z nerezové oceli [280]. Obě složky tvoří separátní kontinuální sítě, což vede při určitém obsahu měkké fáze ke zvýšení houževnatosti. Zhang a kol. [264] publikovali studii týkající se Cu/Cr₂C₃ kompozitu připraveného infiltrací tekuté Cu do kovové pěny Cr₂C₃. I zde tvořily obě fáze kompozitu kontinuální síťoví znamenající ve výsledku zvýšení elastických vlastností.

4.4.1 Příprava kompozitních materiálů intenzivní plastickou deformací

Kovové kompozity jsou oblíbeným předmětem výzkumu, jelikož mohou být řešením často protichůdných požadavků [281]. Pomocí konvenčních tvářecích metod však bylo jen zřídka dosážno zamýšleného zjemnění struktury, nebo redistribuce zpevňujících částic. Alternativním přístupem pro výrobu kompozitů s velmi jemnozrnnou (UFG/nano) strukturou jsou i metody intenzivní plastické deformace umožňující strukturální zjemnění bez výraznějších tvarových změn polotovaru (zjemnění lze záměrně provádět i nehomogenně). V případě kovových práškových materiálů dochází ke snížení pórovitosti struktury až na hodnoty blízké 0. Intenzivní plastická deformace definovaná vysokým tlakem a krutem prováděná při pokojových nebo zvýšených teplotách je zároveň vhodným řešením pro vzájemné spojování materiálů, a to jak shodných, tak i rozdílných [2, 282].

Mezi SPD procesy nejčastěji využívané pro přípravu kompozitních materiálů patří metody ECAP, HPT a ARB. První dva jmenované jsou vhodné jak ke kompaktování prášků, tak k jejich zpracování do formy finálního kompozitu. Naproti tomu technologii ARB lze s úspěchem využít především pro zjemnění struktury konsolidovaných materiálů a přípravu vrstvených kompozitů. V literatuře se pro přípravu kompozitů zmiňuje ještě jeden podobný proces nazvaný *Repeated Folding* (RF), jehož podstata je podobná jako u metody ARB. Při procesu RF však obvykle materiál obsahuje více vrstev materiálu již před válcováním. Navíc zde schází povrchová úprava styčných ploch jednotlivých vrstev mezi průchody. Ve výsledku se procesy RF a SRB vyznačují odlišnou velikostí a rozložením vložené deformace

v polotovaru [283]. Metody intenzivní plastické deformace lze teoreticky aplikovat na všechny kovové materiály. U jednofázových materiálů lze tvorbu UFG/nano struktury pomocí SPD popsat v několika etapách. V původním hrubozrnném materiálu se při HPT významně zvyšuje hustota dislokací, začínají se utvářet buněčné bloky s velkými disorientacemi a vznikají dislokační buňky, jejichž velikost s rostoucí deformací postupně klesá, ale narůstá jejich vzájemná disorientace, až nakonec dojde při nejvyšších deformacích k jejich transformaci na rovnoměrnou zrnitou strukturu. Při velkých vložených deformacích (obvykle $\varepsilon = 5 - 50$) bývá dosaženo saturace zjemnění struktury při podílu VÚHZ $\sim 85\%$ [284]. Podobně tomu je také u metody ECAP, při které dochází k postupnému snižování velikosti zrna s rostoucím počtem průchodů. Naproti tomu u ARB procesu se tvoří spíše lamelární substruktura, než rovnoosá struktura. Vzdálenost lamel se snižuje s rostoucí deformací a vzrůstá disorientace lamelárních hranic. Výsledná struktura je tak tvořena lamelárními VÚHZ a malým procentem spojených NÚHZ. Oproti konvenčnímu válcování zde není rozdíl pouze ve zrychleném vývoji mikrostruktury, ale také v textuře. Velkou výhodou ARB je i dobré spojení vrstev, přestože je proces realizován při nízkých teplotách. To je způsobeno velkou redukcí v každém průchodu a také vlivem průchodů následných. Minimální dosažitelná velikost zrna u jednofázových materiálů po SPD zpracování je charakterizována zejména velikostí vložené deformace, smyslem deformace (cyklická, monotónní) a teplotou deformace. V menší míře pak závisí na deformační rychlosti a tlaku.

U vícefázových materiálů neplatí přímá úměra snižování velikostí fází s vloženou deformací. S klesající tloušťkou vrstvy dochází k markantnějšímu snížení velikosti zrn v této vrstvě, nicméně po dosažení kritické deformace (závislé na typu materiálu) často dochází k amorfizaci a vzniku přesycených tuhých roztoků bez ohledu na zvolenou SPD techniku [285]. K těmto jevům může docházet i ve smykových pásech [218]. Samotné důvody vzniku nerovnovážných roztoků jsou však stále diskutovány. Pomocí SPD lze připravit nanokompozitní materiál s průměrnou velikostí zrna ~ 10 nm [286]. Nicméně, zpracovávají-li se jednotlivé materiály tvořící kompozit samostatně je velikost zrn výrazně větší. Intenzivní plastická deformace tak skrze zpracování dvoufázových nebo multifázových materiálů skýtá slibné možnosti přípravy nanokompozitů. Důvodem nižších dosahovaných velikostí zrn u vícefázových materiálů je interakce jednotlivých fází při plastické deformaci.

Pokud je kompozit připravován pomocí SPD z kovových prášků, bude finální stav kompozitu záviset na velikosti výchozí frakce. Z tohoto pohledu lze práškové materiály pro přípravu kompozitů dle studie [287] rozdělit do 3 skupin. První skupinou jsou mechanicky legované prášky, tzn. nejjemnější nanoprášky a prášky metastabilní. Druhou skupinu tvoří prášky, u nichž má jedna fáze nano velikost (prášek, povlak, disperzoidy, precipitáty) a druhá fáze je o velikosti mikrometrů. Třetí skupinu tvoří pouze fáze o velikosti mikrometrů. U první skupiny jsou SPD metody používány především pro konsolidaci. Oproti konvenční konsolidaci lze aplikací SPD metod prášky konsolidovat při relativně nízkých teplotách a při použití dostatečného tlaku a smykové deformace lze připravit jakostní materiál bez pórů či dutin. Navíc lze v určitých případech dosáhnout až amorfizace materiálu. Cílem aplikace

SPD metod u druhé skupiny je především homogenní distribuce nano fáze a zjemnění zrn matrice. Velmi často tak vzniká materiál definovaný oběma fázemi v nano měřítku, nebo NM stabilizovaný nanočásticemi sekundární fáze. Základem je homogenizace a rozdrobení shluků částic. U třetí skupiny jde při aplikaci SPD metod především o zjemnění všech fází tvořících kompozit. Velmi často k tomu dochází skrze transformaci do přesyceného tuhého roztoku nebo amorfního stavu, což vyžaduje zjemnění fází pod průměrnou velikost ~10 nm.

Zatímco u první skupiny není při SPD důležitá tvarová změna objemových frakcí, u zbylých dvou skupin je to zásadní předpoklad pro tvorbu nanokompozitu. O tvarové změně zrn dané fáze rozhoduje efektivita SPD procesů, významnou roli sehrává i výchozí velikost zrna. Cyklické techniky jako je ECAP (cesta *C, Bc*), CEC, či MDF nejsou z pohledu změn tvaru elementu mikrostruktury nejlepšími postupy, jelikož jen málo ovlivňují malé strukturní elementy, jejichž velikost může za jistých podmínek (cyklická deformace) zůstat nezměněna nebo ještě narůst. Naproti tomu jsou k dispozici postupy (např. HPT) u kterých lze úpravou technologie efektivitu zjemnění značně zvýšit [288]. Intenzivní plastickou deformací tak lze zpracovávat kompozity již připravené jiným způsobem s cílem strukturních modifikací, ale také přímo vyrábět objemové kompozitní materiály definované UFG/nano strukturou, a to bez ohledu na to, jestli je výchozím materiálem prášek nebo konvenční objemový polotovar.

4.4.1.1 Kompozity typu kov/kovové částice

Kombinací dvou různých materiálů a jejich zpracování pomocí intenzivní plastické deformace mohou být v ideálním případě připraveny dvě nanostrukturní fáze (v závislosti na vložené deformaci mohou vzniknout unikátních struktury, jako přesycené tuhé roztoky, nebo amorfní fáze). Konkrétním příkladem může být výroba kompozitu W/25Cu pomocí HPT. Přestože existuje velký rozdíl mezi pevnostními vlastnostmi W a Cu, došlo po aplikaci intenzivní deformace ($\varepsilon = 256$) ke vzniku homogenní struktury s velikostí W zrn 10 – 20 nm [289]. Takto malé velikosti zrna dokážou zvýšit vzájemnou rozpustnost jednotlivých složek. Ačkoliv má Cr/Cu kompozit za normálních podmínek nulovou vzájemnou rozpustnost, pokud je velikost zrn 10 – 20 nm tvoří se díky extrémní vložené deformaci přesycený tuhý roztok Cu snižující tvrdost kompozitu [290] (pokud nedochází k tvorbě přesyceného tuhého roztoku narůstá tvrdost kompozitu s rostoucí deformací). Následné žíhání může zapříčinit jak růst zrna, tak i rozpad přesyceného tuhého roztoku. Podobné chování bylo pozorováno u kompozitu Fe/Cu, a to jak připraveného konvenčně, tak cestou práškové metalurgie [288]. Za nárůstem rozpustnosti pravděpodobně stojí kapilární síly podpořené vakancemi generovanými v důsledku intenzivní plastické deformace, které usnadňují difuzi prvků.

Tyto poznatky neplatí jen pro aplikaci SPD metod, k obdobným výsledkům může vést i konvenční tažení za studena. Např. u tažení kompozitních drátů Cu/Ag dochází při velkých deformacích ke vzájemnému rozpouštění obou fází [291], při jeho deformaci pomocí HPT může dojít až k amorfizaci [292]. Příprava pomocí ARB vedla ke vzniku lamelární struktury o tloušťce lamel v jednotkách nanometrů [218]. Stejná práce popisuje i ARB u kompozitu Cu/Zr, tento kompozit však oproti Cu/Ag projevoval nehomogenitu vložené deformace po

průřezu a také tvorbu trhlin a lomů v Zr vrstvách. O schopnosti ARB technologie produkovat amorfní struktury ale není pochyb, což potvrdili Sun a kol., kteří ve studii [293] předkládají možnost výroby kovového skla na bázi Cu/Zr postupným ARB válcováním a následným žiháním při teplotě 400 °C. Amorfizace struktury po aplikaci SPD metod je možná u různých kompozitů, např. Cu/Ti/Zr, Cu/Ti/Zr/Ni, Ni/Al, Al/Mg, Al/Cu, Cu/Nb, Ti/Al, Al/Al(Sc), Cu/Co. Zmíněné kompozity vykazovaly při testování společné rysy deformačního chování [294], z důvodu rozdílných plastických toků však u některých vznikly nestability plastického toku a docházelo ke vzniku trhlin a rozdrobování tvrdší fáze kompozitu v průběhu tváření.

Kromě kompozitů na bázi neželezných kovů byly ale publikovány také studie věnující se kompozitům na bázi ocelí. Velmi často se jedná o perlitické oceli, u kterých dochází v důsledku intenzivní plastické deformace k rozpouštění uhlíku, resp. tvorbě přesyceného tuhého roztoku. Přestože jsou známy i práce popisující vznik takových kompozitů pomocí konvenčních tvářecích postupů (tažení), nebyla zde detekována přítomnost přesyceného tuhého roztoku, ale potvrzeno jen částečné rozpouštění uhlíku [295]. Naproti tomu po HPT došlo u perlitické oceli k poklesu velikosti feritických zrn až na průměrnou velikost ~10 nm a rozpuštění cementitu, čímž vznikla nanostrukturní slitina Fe-C vyznačující se výjimečnou tvrdostí a vysokou teplotní stabilitou [296]. V jiném experimentu bylo pomocí technologie ECAP u nízkouhlíkové oceli dosaženo UF velikosti zrn ve feritu a částečného rozpuštění cementitu, následné žihání vedlo k precipitaci nanočástic cementitu v UFG feritické matici [297]. K podobným výsledkům dospěla i práce, v rámci které byla pomocí ECAP a žihání u dvoufázové oceli připravena UFG struktura tvořená feritem a ostrůvky martenzitu [298].

Souhrnně lze uvést, že intenzivní plastické deformace je velmi vhodným nástrojem k přípravě kompozitů typu kov/kov tvořeného více kovy odlišujících se od sebe velikostí zrn. Multifázové kompozity definované velikostí fází v řádu mikrometrů vyznačujících se zvýšenou pevností a rozumnou úrovní plasticity lze efektivně připravit metodou ARB. Metody ECAP a HPT jsou naproti tomu vhodné pro přípravu dvoufázových kovových kompozitů. V obou případech ale platí, že při dostatečně vysoké deformaci vložené do materiálu při tváření (znamenající vznik fází o velikosti nanometrů) lze připravit i reálný nanokompozit. Na druhé straně je potřeba zmínit problematiku teplotní stability všech fází a tím i nanokompozitu – kombinace mechanického zpracování a tepelného zpracování často umožňuje přípravu nanokompozitu se zvýšenou teplotní stabilitou. Konkrétním příkladem může být studie [288], podle které vykazoval kompozit Fe/Cu stabilitu i při 620°C.

4.4.1.2 Kompozity typu kov/nekovové částice

Typickými zástupci tohoto typu kompozitů jsou kompozity vyztužené keramickými nebo jinými sekundárními fázemi. Jejich charakteristickými rysy jsou vysoká pevnost, tuhost a odolnost proti opotřebení. Částice sekundárních fází mohou být například Al₂O₃, SiO₂, SiC, nebo whiskery. Nárůst pevnostních vlastností však často také znamená velký pokles vlastností plastických. Míra ovlivnění mechanických vlastností kompozitů závisí zejména na velikosti částic a jejich distribuci v kovové matici, snížení velikosti částic a

zajištění jejich vhodné distribuce je tak primární cíl aplikace intenzivní plastické deformace. Například u kompozitu Cu/0,5%_{hm}.Al₂O₃ způsobilo zpracování pomocí HPT při pokojové teplotě pokles velikosti zrna matrice na 80 nm a velikosti vyztužujících částic na 20 nm, kompozit vykazoval teplotní stabilitu až do 500 °C a jeho pevnost byla 680 MPa [299]. Po ARB (9 cyklů) stoupla u podobného kompozitu (Cu/15%_{obj}.Al₂O₃) pevnost v tahu a byla dosažena vysoká homogenita distribuce částic v matici, zjemnění obou fází kompozitu však nebylo tak významné (velikosti zůstaly v oblasti mikrometrů) [300]. Intenzivní plastická deformace však může mít i odlišný vliv, např. kompozit Al6061/10%_{obj}.Al₂O₃ vykazoval po zpracování ECAP zjemnění zrna Al matrice až do oblasti UFG, ale částice zůstaly v podstatě nezměněny [301]. Podobné závěry přinesly i práce popisující aplikaci ARB [302], nebo HPT [303] (při HPT ale docházelo díky vyšší vložené deformaci k odtrhávání částic od shluků). Pokud však byl tentýž kompozit připravován z Al prášku pomocí HPT konsolidace a následné deformace, pak tyto projevy nebyly pozorovány. Při zpracování dvou různých Al prášků (velikost částic ~ 90 μm a ~1 μm) bylo po HPT dosaženo velkého zjemnění (střední velikost zrna ~ 140 nm, resp. ~ 105 nm). V důsledku kotvícího efektu částic Al₂O₃ vzniklých v průběhu kompaktace zůstala UFG struktura zachována [182]. Podobné výsledky přinesla studie [304] zaměřená na konsolidaci Al prášků s různými velikostmi částic pomocí ECAP se zpětným tlakem, (4 průchody, teplota 400 °C). Nejvyšší pevnosti (740 MPa) dosahovaly vzorky z prášků obsahujících 100 % částic o velikosti jednotek nanometrů, jejichž struktura byla tvořena Al zrny o velikosti ~10 nm, částicemi Al₂O₃ (fáze γ) o velikosti ~5 – 10 nm a amorfním Al₂O₃. Typ a tvar částic sekundárních fází tak dokáže při deformaci významně změnit chování mikrostruktury kompozitu – kompozit Al/Al₂O₃/SiO₂ obsahující nanočástice Al₂O₃ a mikročástice SiO₂ (whiskery) po ARB procesu vykazoval diametrálně odlišný vývoj struktury. V průběhu deformace způsobovaly obsažené částice rozdrobování zrn a tím jejich rychlejší zjemňování. Ve výsledku to znamenalo daleko nižší počet cyklů potřebných pro dosažení UFG struktury než v případě ARB u konvenčních materiálů [305].

Pro vytvrzování kompozitů se však kromě keramických částic využívají i jiné typy. Například Al je díky svým specifickým vlastnostem často využíván ve formě kompozitů i s jinými materiály. Příkladem může být kompozit Al/7%_{obj}.Si [306], u něhož zpracování ECAP (ε ~ 7, pokojová teplota) způsobilo zjemnění zrna Al matrice až na ~160 nm a rozdrobení částic Si na ~1 μm. Kompozit Al/TiAl_{částice} připravený metodou ECAP vykazoval zjemnění zrna na ~ 600 nm (v závislosti na typu deformační cesty) a 75 % nárůst meze kluzu. Vliv metody ECAP na zpevnění a stabilitu mikrostruktury je větší než vliv zvýšeného obsahu částic u stejného dopředně protlačeného kompozitu (např. Al-TiAl [307]). Toto bylo mimo jiné potvrzeno u kompozitu Al/5%_{hm}.TiB₂ [308] (výchozí materiál litý polotovar s velkými zónami bez obsahu částic i lokalizovanými shluky částic), který po 4 průchodech vykazoval téměř úplnou eliminaci zón bez částic díky redistribuci částic z původních shluků (významné zjemnění Al matrice na ~500 nm, velikost sekundárních částic nezměněna ~500 nm). Jiný experiment srovnával chování kompozitu Al/14%_{at}.W_{částice} vyrobeného z kovových nano-prášků zpracovaného dvěma různými způsoby [309] (kompaktace při 300 °C, a kompaktace

a následná HPT konsolidace, 5 otáček, při pokojové teplotě). Oba způsoby vedly k přípravě nanokompozitu, případě začlenění HPT však došlo k vyššímu zpevnění v důsledku velkého množství dislokací nahromaděných v okolí W částic. Extrémně významný vliv teploty dokládají i další práce u jiných typů kompozitů (např. [310, 311]).

4.4.1.3 Kompozity typu kov/částice na bázi uhlíku

Z předchozího textu plyne, že technologie využívající intenzivní plastické deformace umožňují připravit v podstatě jakýkoliv kompozit na bázi kovové matrice. Je také zřejmé, že lze díky těmto metodám nejen zjemnit strukturu u konvenčních kompozitů s hrubým zrnem, ale taktéž připravit nanokompozity, včetně netradičních kompozitů připravených za použití nanočástic, jako jsou uhlíkové nanotrubičky (CNT), fulereny (C_{60}) a černé uhlíkové částice. CNT kompozity, zejména na bázi Al/CNT, lze připravit např. pomocí protlačování za tepla [312], válcování [313], mechanického legování [314], *spark plasma extrusion* [315], nebo *spark plasma sintering* [316]. Mezi přetrvávající problémy patří však morfologické změny v kompozitu (např. tvorba Al_4C_3) v průběhu času, které markantně degradují (nejen) jeho mechanické vlastnosti. Přestože již byla publikována řada studií věnujících pozornost tvorbě karbidů a shluků CNT/ C_{60} během přípravy těchto kompozitů jinými technikami, využití intenzivní plastické deformace (SPD metod) pro tyto účely je teprve v počátcích. Mezi prvními byla příprava kompozitu Cu/CNT pomocí konsolidace prášků a následného HPT. Kompozit s velikostí zrna $d < 25$ nm a homogenní distribucí CNT byl připraven smícháním Cu prášku, umletého v kulovém mlýnu, o výchozí velikosti částic 0,5 – 1,5 μm s 1 obj.% CNT. Ve srovnání se stejným způsobem připravenou Cu vykazoval kompozit nižší velikost zrna a vyšší pevnost, tuhost a lomovou houževnatost bez významného poklesu tvařitelnosti [317]. Tímto směrem pokračovali i další autoři, např. Jenei a kol. [318], kteří testovali chování kompozitu Cu/3%obj.CNT po přímé konsolidaci směsi prášků pomocí HPT. Přídavek CNT přinesl velmi vysoký nárůst hustoty dislokací a silnou tendenci ke tvorbě dvojčat, pevnost byla 2,31 GPa. HPT způsobilo také rozdrobení CNT na fragmenty, které působily kotvícím efektem proti růstu zrna. Metoda ECAP byla rovněž použita pro přípravu Cu/CNT kompozitů, například Quang a kol. [319] zpracovávali směs prášků Cu/1%obj.CNT deformační cestou C při pokojové teplotě. S rostoucím počtem průchodů docházelo k rozdrobování shluků CNT, nicméně až po osmém průchodu bylo dosaženo homogenní distribuce v Cu matrici a finální hustoty kompozitu 97 %. Přestože došlo k dvojnásobnému nárůstu tvrdosti oproti stejnému zpracování Cu prášku bez CNT, dosažené pevnostní vlastnosti byly nižší než po zpracování pomocí HPT. Mezi dalšími testovanými kompozity byly i kompozity na bázi Al matrice – HPT u prášku Al/5_{hm.}%CNT přineslo pokles velikosti zrna na ~ 100 nm a nárůst pevnosti na ~200 MPa [320]. Podobná velikost zrna byla potvrzena i v práci [321] popisující přípravu téhož kompozitu (Al/5_{obj.}%CNT) pomocí HPT při 200 °C. Významný rozdíl byl však v dosažené pevnosti (~ 500 MPa) a tažnosti (~ 9 %). Jiná studie sledovala chování kompozitu na bázi Al/5_{hm.}% fulerenů, zde bylo dosaženo zjemnění na velikost zrna ~ 80 nm a pevnosti v tahu 250 MPa [322]. Oproti CNT kompozitům však při HPT nedochází k rozdrobování (lámání) uhlíkových částic fulerenů. Další typ kompozitu

(Al/C_{částice}) byl například připravován pomocí ECAP při pokojové teplotě. U tohoto velikost zrna poklesla na ~300 nm, přičemž došlo až ke dvojnásobnému nárůstu pevnosti oproti stejnému zpracování čistého Al prášku [323].

4.4.1.4 Kompozity s amorfni kovovou maticí

Do této skupiny lze řadit speciální kompozity s různými typy zpevňujících částic (keramika, těžkotavitelné kovy, uhlíkové vlákna apod.). Přidání kovových částic sekundární fáze do amorfního materiálu má prospěšný efekt zejména na tvařitelnost kompozitu [324]. Jiným přístupem je příprava kompozitů na bázi kovové sklo a polymer (jako měkká fáze). Mezi konkrétními lze uvést Au, Ce, nebo Al + polyetylén [325]. Jejich příprava spočívala v použití vzorku kovového skla, ke kterému se po umístění do HPT matrice doplnil zbylý objem dutiny polyetylémem. U kompozitu Al/polyetylén došlo po vyšší deformaci pomocí HPT k formaci UFG struktury. Obecně ale není tato skupina kompozitních materiálů až tak rozšířená jako první dvě skupiny, i s ohledem na jejich praktické uplatnění. Přestože je výzkumu této skupiny materiálů v současné době věnována limitovaná pozornost, je pravděpodobné, že se situace v budoucnu s nástupem nových technologií může změnit.

4.4.1.5 Kompozitní vrstvené materiály

Jako kompozitní vrstvené (někdy také zapouzdřené, či hybridní) materiály se často označují také materiály, které jsou tvořeny dvěma nebo více odlišnými kovy spojenými na vzájemných rozhraních. Takovéto kompozitní materiály nacházejí stále vyšší uplatnění pro rostoucí počet odvětví. Hlavní příčinou tohoto zájmu je snaha o současné dosažení vysokých hodnot často protichůdných vlastností, např. mechanických a tepelných či elektrických, což je u jednofázových materiálů velmi obtížné [326]. Své využití tak tyto vrstvené komponenty nachází v leteckém, automobilovém a lodním průmyslu, tepelné technice či elektrotechnice, nebo medicíně. Nejtypičtější jsou bimetalické materiály, nicméně často studovanými jsou i multimetalické kompozity. Multivrstvé materiály – vrstvené pásy, nebo zapouzdřené dráty či tyče – jsou velmi slibné například pro přenos energie. Prospěšnost vrstvených kompozitů tkví například v odlišných vlastnostech vnitřních a vnějších vrstev konkrétního produktu. Mezi těmito vlastnostmi mohou figurovat korozní odolnost, opotřebení, teplotní či elektrická vodivost, tepelná izolace, magnetické vlastnosti, akustické tlumení, absorpce energie při současně vyšších mechanických vlastnostech či redukovaných hmotnostech. Dosud bylo navrženo poměrně široké spektrum multikomponentních materiálů s různou architekturou, od bimetalických až po multivrstvé, a intenzivní výzkum s cílem optimalizace samotné výroby kompozitů ve smyslu dosažení požadovaných vlastností a současně ekonomické výroby, nadále pokračuje. Konkrétním příkladem může být použití Mg a jeho slitin v automobilovém průmyslu z důvodu redukce hmotnosti automobilů – ve srovnání s Al slitinami má však jejich aplikace jistá úskalí. Vedle nízkých mechanických vlastností a problémů s tvařitelností se Mg vyznačuje poměrně malou korozní odolností. Hlavním důvodem je charakteristická vlastnost Mg tvořit oxidické povlaky bez ochranného efektu. Dosud provedené experimenty zaměřené na zvýšení korozní odolnosti Mg slitin případným

legováním přinesly jen dílčí zlepšení. Efektivním řešením však může být ochrana těchto materiálů pomocí vrstev z jiných materiálů. Mezi vhodné kandidáty připadají do úvahy materiály s vyšší korozní odolností, například Al. Výsledné vlastnosti takového kompozitu jsou pak velmi příznivé nejen z pohledu tvařitelnosti, ale i korozní odolnosti [327]. Díky svým vlastnostem se jeví být velmi zajímavým vrstveným kompozitem Mg/nerezová ocel. Přestože má tato ocel relativně vysokou hustotu, což značně omezuje její použití pro lehčí automobilové komponenty, má optimální kombinaci korozní odolnosti a pevnosti. Kompozit tvořený těmito materiály může mít velmi dobré mechanické vlastnosti [328].

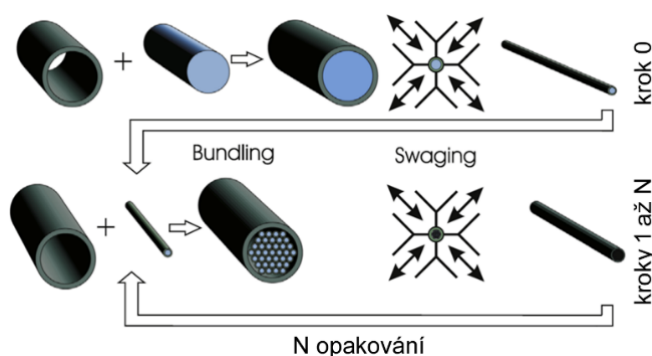
Výrobě vrstvených kompozitů je věnována velká pozornost, a to jak z hlediska výběru vhodných materiálů, tak i způsobů jejich přípravy. Často aplikovanými výrobními postupy jsou technologie založené svařování, např. svařování výbuchem [329]. Tyto však mají jisté nevýhody, mezi kterými je především produkce tepla, což obvykle znamená vznik tzv. tepelně ovlivněné oblasti, která se vyznačuje lokálně významně odlišnými vlastnostmi. Velikost, respektive rozsah této oblasti je důležitý s ohledem na ovlivnění požadovaných vlastností. Dalším problémem souvisejícím se strukturními změnami (velikost zrn) je tvorba dalších fází, obvykle intermetalických, negativně ovlivňujících jak mechanické, tak i užité vlastnosti kompozitu. To mimo jiné znemožňuje aplikaci těchto způsobů na tenčí polotovary, u kterých by mohla tepelně ovlivněná oblast zahrnovat celý objem komponenty. Vedle těchto uplatňovaných způsobů doznalo proto značného rozvoje využití plastické deformace jako hlavního nástroje pro přípravu těchto kompozitů (např. [107, 191]). Podobně jako u jiných materiálů lze i v případě výroby kompozitů využít konvenčních i nekonvenčních tvářecích metod, je však potřeba vždy postupovat tak, aby bylo dosaženo co nejjakostnějšího vzájemného spojení jednotlivých kovů na jejich rozhraní. Při výrobě vrstvených kompozitů plastickou deformací za studena jsou tyto náchylné k destrukci vzájemného spoje (oddělení), naopak při přípravě za tepla hrozí na rozhraní vznik a růst intermetalických vrstev [330]. Často se proto hledá „ideální“ teplota deformace, nebo vhodné tepelné zpracování (TZ). Problematika návrhu optimálního režimu TZ u vrstvených materiálů je ale poměrně složitá, jelikož TZ do značné míry ovlivňuje kvalitu (pevnost) spojení jednotlivých vrstev. Existuje několik teorií, které podávají vysvětlení mechanismu vzniku spoje za různých podmínek u různých kovů. Mezi hlavními jsou teorie na bázi energetických bariér, difuzního spojování, tenkých filmů, či rekystalizace [216], velmi však záleží na typu použitých kovů. V případě kompozitu tvořeného vzájemně nerozpustnými kovy (například Cu a Pb) nelze bez tepelného zpracování dosáhnout maximální pevnosti spoje. Naopak bude-li se jednat o kompozit tvořený kovy vzájemně mísitelnými nebo s omezenou vzájemnou rozpustností (například Cu a Ni), může vést tepelné zpracování k oslabení již vytvořeného spoje. Důvodem je tvorba meziplošných dutin/trhlinek (Kirkendallových dutin) v důsledku meziatomární difuze [331]. Posledním případem jsou kompozity tvořené kombinací kovů, které spolu mohou reagovat za vzniku intermetalických sloučenin (například Cu a Al, Ti). V těchto případech může tepelné zpracování jak zlepšit tak i snížit pevnost vzájemného spoje.

Mezi často aplikované konvenční tvářecí techniky patří dopředné nebo zpětné protlačování [332]. Přestože byla výroba multimetalických materiálů pomocí dopředného protlačování vyvinuta již kolem roku 1970, probíhá i v současnosti optimalizace tohoto postupu pro konkrétní materiály. Kvalita takto připraveného materiálu z pohledu rovnoměrné deformace jednotlivých kovů závisí především na kombinaci faktorů, jako je úhel v matici, tření, nebo redukční poměr. Mezi další vlivy patří také rozdílné toky materiálů ve středových a povrchových vrstvách, nebo délka (tloušťka) jednotlivých vrstev materiálů, jelikož gradient materiálového toku může zapříčinit významné změny v rozložení deformace i ovlivnit jakost přilnutí na vzájemném rozhraní [333]. Jisté zlepšení přilnutí materiálů lze docílit vyšší teplotou protlačování, která umožní akceleraci difuze na rozhraní obou kovů. Na druhé straně však také znamená nebezpečí růstu zrna, vzniku zbytkových napětí a zejména tvorbu intermetalických sloučenin, což má neblahý vliv na mechanickou pevnost a únavové vlastnosti [334]. Kromě těchto problémů je dále potřeba uvést i nutnost zamezení oxidace povrchů jednotlivých materiálů v některých případech, např. kompozit Ti/Cu je vhodné pro zamezení oxidace v oblasti kontaktu kovů při zpětném protlačování za tepla opatřit vakuem [332]. Dopředné protlačování však není limitováno použitím objemových polotovarů, např. kompozit Al2014/Al₂O₃ byl vyroben ze směsi špon a nanočástic [335].

Další velmi frekventovanou konvenční tvářecí technikou pro přípravu vrstvených kompozitních materiálů je válcování. Přestože může být prováděno za tepla, hledají se cesty jeho aplikace za studena s případným následným žíháním. Publikované studie zahrnují např. Al/ocel/Al, Ti/Cu, Cu/Mo/Cu, Mg/ocel, atd. [336–339]. Při takové přípravě kompozitů, zejména při zpracování značně odlišných materiálů, je potřeba zajistit specifické podmínky. Například při přípravě vrstveného kompozitu AZ31/nerezová ocel je největším problémem teplota tváření – při pokojové nebo zvýšené teplotě je problém jak na straně Mg (limitovaný počet skluzových rovin za teplot nižších než 220 °C), tak na straně oceli (vysoký deformační odpor). Jako jisté řešení se nabízí použití mezivrstvy s dobrou tvařitelností v širokém intervalu teplot, kterou lze spojit jak s AZ31 tak s nerezovou ocelí (např. Al). Na druhou stranu spojení nerezová ocel/Al/AZ31 reálně vykazuje určitá negativa [340] – rozhraní AZ31/Al sice po samotném válcování nevykazovalo stopy vzniku intermetalické vrstvy, po následném žíhání při teplotách nad 300 °C však došlo k významným změnám a po žíhání v režimu 400 °C/3 hod narostla tloušťka intermetalické vrstvy až na ~100 μm. Její nepříznivý vliv se projevil zejména při vyšších žíhacích teplotách, u kterých byl přínos rozhraní AZ31/Al k celkové pevnosti kompozitu nulový a ta byla dána pouze rozhraním Al/nerezová ocel. Velmi často ale bývá válcování kombinováno ještě jiným procesem. Příkladem může být bimetalický kompozit Ti/ocel připravený pomocí explozivního spojení s následným válcováním, jenž našel uplatnění v petrochemickém průmyslu [341]. Podobně jako u konvenčního protlačování bylo i podélné válcování úspěšně využito k výrobě vrstveného kompozitu Fe_{špony}/nerezová ocel [342]. Při hodnocení výsledných vlastností se však projeví některé nedostatky zmíněných metod (kromě individuálních nedostatků jednalo především o společný problém spojený s nedostatečným finálním zhutněním). Jako jedna

z příčin se ukázala být limitovaná velikost vložené deformace. Spolu s tímto mezi důvody figurovalo poměrně problematické rozložení napětí, či velikost smykové složky deformace. Nejen na základě těchto poznatků, a díky již dříve zmíněnému neutuchajícímu vývoji, bylo pro přípravu vrstvených kompozitů (Cu/Al) využito také asymetrického válcování [343]. Příznivého účinku rozdílu rychlostí otáčejících se válců je v těchto případech využíváno zejména pro generování značného smykového napětí působícího na stykové ploše materiálů. Toto napětí významně napomáhá průběhu plastické deformace lokalizované do oblastí vzájemného kontaktu materiálů. Výsledkem velké aplikované deformace a rozdílného toku jednotlivých materiálů je ale také deformací indukované teplo přispívající k atomární difuzi na rozhraní. Při následném tepelném zpracování pak může vznikat přechodová mezivrstva. Jak uvádí například studie [344], při využití ASR a následného žíhání pro přípravu Al/Cu/Al vrstveného kompozitu mohou být vzniklé intermetalické vrstvy na rozhraní obou kovů jak kontinuálního, tak diskontinuálního charakteru. Takto vyrobené vrstvené materiály vykazují rovněž velmi dobrou pevnost spoje při dynamickém zatěžování (deformační rychlosti až 100 s^{-1}). Za tímto faktem stojí podle autorů především vznik deformačně indukovaných dvojčat.

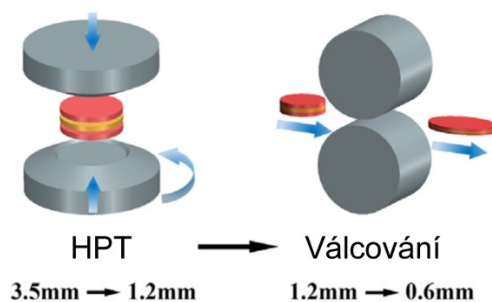
Přestože volné ani zápuskové kování nejsou typickými technikami využitelnými pro přípravu vrstvených kompozitů, kování může být v jistých případech velmi efektivním postupem. Velmi zajímavým se pro tyto účely jeví uplatnění rotačního kování. Důkazem toho je i speciálně navržená varianta rotačního kování – metoda *Accumulative Swaging and Bundling* (ASB) použitá např. pro výrobu Ti/Al kompozitu (obr. 32) [345]. Uvedená práce osvětluje možnosti rotačního kování pro výrobu vrstvených kompozitů ve formě dlouhých produktů (tyče, dráty, profily apod.). Velkou výhodou tohoto postupu je poměrně snadná příprava délkově teoreticky neomezených tyčových kompozitů. Na druhé straně nevýhodou této technologie jsou relativně rozdílné vlastnosti finálního produktu, tj. anizotropie mechanických vlastností, především kvůli způsobu uložení „předkovaných“ tyčí do trubky před rotačním kováním. Jak je zřejmé z obr. 32, pole z tyčí je ve tvaru šestiúhelníku, zatímco trubka, ve které jsou tyče lokalizovány, je kruhového průřezu. Nutně tak musí při rotačním kování docházet k jinému proniku vložené deformace ke všem tyčím v radiálním směru. Protože je deformační zpevnění rotačně kovaného polotovaru definováno zejména velikostí vložené deformace, bude výsledný gradient textury a s ním spojená nehomogenita struktury a vlastností výkovku dána především tímto uložením.



Obr. 32: Schematické znázornění procesu ASB [345].

Vedle těchto způsobů jsou však publikovány i snahy o přípravu vrstvených kompozitů pomocí nekonvenčních postupů, tj. SPD metod. Využití SPD metod pro přípravu kompozitů má zřejmé benefity, např. homogenní distribuce sekundárních částic v matici kompozitu, zjemnění matrice kompozitu, redukce lokalizovaných míst bez obsahu částic. Mezi hlavní důvody ale patří již zmíněný pozitivní přínos ve formě velké smykové deformace a možnosti zisku UFG struktur. Oba faktory tak předurčují tyto postupy pro možné (vysoce jakostní) vzájemné spojování shodných i rozdílných materiálů [346]. To je podpořeno schopností smykové deformace rozrušit oxidické vrstvy na povrchu jednotlivých materiálů, umožnit vzájemné přilnutí kovů a zvýšit difuzní schopnost v důsledku nárůstu mřížkových poruch. V případě aplikace SPD metod lze očekávat velmi pozitivní nárůst vlastností vrstveného kompozitu (např. [282, 347, 348]). V centru zájmu jsou zejména HPT, ECAP a ARB, z nichž nejslibnější se jeví být HPT, jelikož díky hydrostatickému tlaku zabraňuje vzniku porušení (prasklin), jež bývá někdy pozorováno u jiných SPD metod. To potvrzují i některé provedené práce mapující další zmíněné techniky. Například při přípravě Al/5TiB₂ pomocí metody ECAP mohly být v důsledku vzniklých trhlin aplikovány pouze 4 průchody, čímž se velikost částic TiB₂ v kompozitu téměř nezměnila [323]. S malou aplikovanou deformací je také v některých případech svázán i problém existence shluků sekundárních částic v matici. Jistým protiopatřením u ECAP by mohl být zpětný tlak, který dokáže zvýšit homogenitu vložené deformace, ale také redukovat nebezpečná tahová napětí způsobující vznik porušení [349]. Zpětný tlak však není aplikovatelný například pro technologii ARB taktéž použitelnou pro přípravu kompozitů – ARB často nedokáže efektivně snižovat velikosti netvárných sekundárních částic, které tak zůstávají ve struktuře i po tváření [350]. Na druhou stranu, má ARB i svá pozitiva – např. multivrstvý plochý kompozit Cu/Nb vyrobený technikou ARB je díky vysoké odolnosti proti radiačnímu poškození vhodný pro jadernou energetiku [351]. Výhodou přípravy kompozitních materiálů těmito postupy je také možnost tvorby gradientu struktury, při potenciálu dosažení jemnozrnné struktury či dodatečného vytvrzení povrchu [352]. Pro tyto účely lze využít i kombinace SPD a konvenčních postupů. Například postup HPT + válcování za studena + tepelné zpracování byl využit pro přípravu třívrstvého kompozitu Cu/Cu₁₀Zn/Cu [353] (obr. 33). Gradient struktury zde vzniká na základě různé efektivity zjemnění zrna (u Cu₁₀Zn bronzu lze dosáhnout vyššího poklesu velikosti zrna díky nižší energii vrstevné chyby) a rozdílné teplotní stability obou kovů (bronz má vyšší teplotní stabilitu díky přítomnosti legujících prvků a jejich kotvícího účinku na hranice zrn). To znamená, že následné optimalizované tepelné zpracování (240 °C/2 hod) může způsobit nárůst velikosti zrna Cu (~ 4 μm), přičemž velikost zrna u bronzu zůstane stejná (~ 100 nm). Stejný materiál byl připraven i s využitím technologie ARB [354] (finální kompozit byl po pěti cyklech tvořen 32 vrstvami) a bylo dosaženo srovnatelné velikosti zrna u obou materiálů (Cu ~ 5 μm, bronz ~ 100 nm). Autoři studie uvádí, že vzájemné přechodové oblasti mezi materiály v případě nanostrukturního bronzu usnadňují aktivaci jiných deformačních mechanismů (dvojčatění), což vede k vyššímu deformačnímu zpevnění a současnému zachování dobré tvařitelnosti. Tyto mechanismy probíhají v zrnech v blízkosti rozhraní kovů

díky dvěma faktorům: 1) v důsledku hromadění dislokací dochází ke vzniku smykových napěťových polí v blízkosti rozhraní, přičemž tato pole jsou silnější než v případech běžných nahromaděných dislokací v oblastech konvenčních hranic v důsledku rozdílné plasticity obou materiálů. Druhým faktorem je role rozhraní jako dislokačního zdroje, čímž je průběh plastické deformace podporován [355]. Potvrdilo se tak, že jak pevnost, tak i plastické vlastnosti vrstvených kompozitů rostou s klesající vzdáleností jednotlivých rozhraní.



Obr. 33: Schematické znázornění kombinace HPT a válcování u Cu/Cu10Zn/Cu [353].

Velmi často se při výrobě vrstvených kompozitů pomocí velkých plastických deformací využívá Al a jeho slitiny, které mohou vykazovat rozdílné vlastnosti a lze je vzájemně kombinovat. Příkladem může být výroba ultratenkých folií AA6061/AA1050 kompozitu pomocí kombinace technologií ARB a ASR [356]. Pás o celkové tloušťce 3 mm složený ze dvou vrstev zmíněných materiálů byl válcován (předehřev na 200 °C) pomocí ARB (3 průchody), ochlazen na pokojovou teplotu a následně zpracován pomocí ASR s postupnou redukcí z tloušťky 1,5 mm na finálních 0,04 mm (v kontaktu s menším válcem byla vrstva z AA6061). Při hodnocení vlivu ARB se prokázalo nedostatečné přilnutí vrstev v případě 50 % redukce výšky, při výškové redukcí 75 % však už nebylo možné rozpoznat původní hranici v celé její délce, nicméně i přesto byly znatelné lokální nedokonalosti v přilnutí obou vrstev. V průběhu následného ASR (po třetím průchodu) došlo k zániku nedokonalostí na rozhraní obou vrstev. Při kombinaci ARB s ASR došlo ke zjemnění struktury u obou materiálů, přičemž průměrná velikost zrna u AA6061 dosahovala ~ 140 nm, u AA1050 to bylo ~ 235 nm. Stejnou kombinací metod byl také úspěšně připraven kompozit Ti/Al ve formě pásů, které se vyznačují kombinací výborných vlastností jak Ti (velmi dobrá specifická pevnost, dobré vlastnosti při vysokých teplotách, korozní odolnost), tak Al (nízká hustota, vysoká tepelná a elektrická vodivost) [356]. Tyto typy kompozitů však byly připravovány i jinými (efektivnějšími) metodami – např. kompozit AA5049/Ti_{CP1} byl připravený pomocí ASB ve formě dlouhých Al tyčí, uvnitř kterých byly rozloženy Ti vlákna definované UFG strukturou, ale poněkud problematickou texturou [345]. Dalším z postupů vhodných pro přípravu takového kompozitu je *Friction Stir Welding* (FSW). Kompozit Al/Ti₆Al₄V byl připraven z pásů Ti₆Al₄V a Al (oba o tloušťce 2 mm) pomocí více průchodového FSW [357]. Pracovní ocelový hrot rotujícího nástroje měl průměr 6 mm a délku 2 mm, což znamená, že při postupném natavování Al vrstvy (pomocí tření hrotu) byla částečně natavena i vrstva Ti₆Al₄V. Následné tuhnutí obou lokálně natavených míst pásů

umožnilo jejich spojení, přičemž rozhraní obsahovalo cca 70 % Ti ve formě intermetalické vrstvy. Po provedeném FSW bylo aplikováno žíhání kompozitu v režimech 400-600 °C/1 hod (s rostoucí teplotou se zvyšovala tloušťka a porozita intermetalické vrstvy na rozhraní).

Al a jeho slitiny jsou velmi často používány v elektrotechnice, mimo jiné i jako materiál pro výrobu vodičů elektrického proudu. Pro účely distribučních soustav bývají tyto vodiče ve formě splétaných svazků s Al dráty po obvodu a ocelovým drátem uvnitř. Tento zajišťuje potřebnou pevnost vodiče při jeho vedení na sloupech/stožárech, jelikož by jinak vlivem elektrického odporu ale i výkyvů okolních teplot docházelo k nechtěným délkovým dilatacím vodiče, nebo i k přetržení. Dráty používané pro tyto účely jsou obvykle vyrobeny z feromagnetických vysoko uhlíkových ocelí, které vytváří při průchodu elektrického proudu magnetické pole. Toto pole se následně kříží s procházejícím elektrickým proudem a ve výsledku dochází ke ztrátám (nárůst elektrického odporu Al vodiče) a zároveň nárůstu teploty, což může vést k nestabilitě vodiče. Významným pokrokem by mohlo být použití nemagnetické oceli namísto stávajících typů. Pokud by se navíc podařilo vyrobit podobný vodič v jednom technologickém kroku, znamenalo by to další zjednodušení. Jisté řešení představuje spojení slitiny AA6201 a nemagnetické oceli 316L pomocí technologie ECAP [358]. Ve zmíněném experimentu bylo uskutečněno protlačování čtyřmi průchody v matici s úhlem 90° při teplotě 175 °C a byl využit zpětný tlak z důvodu potlačení diferencí toku materiálů (středová část – nerezová ocel, vnější plášť – Al slitina). Zatímco pevnost kompozitu oproti samotné Al slitině narostla po čtyřech průchodech o cca 25 %, elektrická vodivost kompozitu byla významně nižší (cca 50 % ve srovnání s vodivostí AA6201). Je ale třeba uvést, že zatímco elektrická vodivost samotné Al slitiny s rostoucí deformací klesá na úkor nárůstu pevnosti, u kompozitu je to opačně (s rostoucí deformací roste pevnost a mírně i vodivost). Pravděpodobnou příčinou je deformačně indukovaná precipitace v Al matici (precipitáty zvyšují elektrický odpor a s rostoucí deformací roste jejich množství a snižuje se jejich velikost). S rostoucím příčným průřezem ocelové části kompozitu byl pokles vodivosti vyšší než nárůst pevnosti. Jak se také potvrdilo, efektivitu vzájemného přilnutí obtížně spojitelných materiálů (např. Al/ocel) lze při aplikaci metody ECAP zvýšit s pomocí přechodové vrstvy. Byť v tomto případě již sice nelze hovořit o bi-metalickém materiálu, lze díky mezivrstvě docílit nárůstu kvality spoje mezi majoritními kovy [359]. Optimalizovaný finální vrstvený kompozit by tak mohl nalézt využití třeba jako krytí elektrických vodičů.

Jedním z často studovaných kompozitů na bázi kov–kov je také systém Al/Cu. Své uplatnění nachází například jako sběrné vedení trolejbusů, u chladičů, radiátorů, výměníků tepla a podobně. Velkou pozornost přitahují tyto kompozity především díky nízké hustotě, vysoké tepelné a elektrické vodivosti a cenové konkurenceschopnosti ve srovnání s Cu nebo Cu slitinami. Kompozitní pás (Al/Cu) může být lehčí až o 60 % a o 30–40 % levnější ve srovnání se stejným pásem vyrobeným z Cu slitiny při zachování stejné teplotní a elektrické vodivosti [359]. Existuje zde tak reálný předpoklad náhrady relativně drahých produktů z Cu nebo Cu slitin produkty z Cu/Al kompozitů [360]. Z pohledu mechanických vlastností se ukazuje, že třívrstvý kompozit Cu/Al/Cu může dosahovat daleko vyšších lomových pevností

než jednotlivé materiály. Důvodem je pozitivní vzájemný vliv jednotlivých vrstev. Při tahovém testu tohoto kompozitu se v okamžiku překročení meze kluzu (tvorba krčku) v Al vrstvě projevil vliv přilehlé Cu vrstvy, což mělo pozitivní vliv na výslednou tvařitelnost (prodloužení do lomu) [361]. Vedle toho má kompozit vyšší pevnost a lepší pájitelnost než Al, což je pozitivní například pro případnou výrobu kompozitních elektrických kontaktů.

Velkou výzvou je však připravit vrstvený (zapouzdřený) kompozit bez významného ovlivnění jeho finálních fyzikálních vlastností, zejména elektrické vodivosti. Tu mohou velmi negativně snižovat intermetalické sloučeniny, které se obvykle tvoří na vzájemném rozhraní těchto materiálů buď ve formě ostrůvků, nebo (v horším případě) ve formě souvislé vrstvy. Z pohledu chemického složení se na rozhraních nacházejí především sloučeniny Al_4Cu_9 , $AlCu$, Al_3Cu_4 a Al_2Cu [362]. Tato intermetalika jsou velmi křehká a významně snižují mechanické vlastnosti i soudržnost vrstev. Je známo, že teplota deformace, při které je kompozit připravován, hraje v tomto ohledu zvláště důležitou roli. S rostoucí teplotou dochází ke vzniku většího podílu intermetalické fáze, resp. narůstá její tloušťka na rozhraní. To je také důvodem, proč se hledají možnosti výroby těchto kompozitů pomocí plastické deformace za studena, při které však postupně dochází k významnému zpevnění a vyčerpání plasticity. Pro komerční účely je však zapotřebí garantovat určitou úroveň plastických vlastností. Aby tedy bylo možné výslednému kompozitu navrátit jistou plasticitu, a často i zlepšit adhezi rozhraní jednotlivých vrstev, přistupuje se ke krátkodobému žíhání [336]. Zde je nutné velmi pečlivě volit režimy tepelného zpracování s ohledem na pokles pevnostních vlastností a možný vznik (růst) intermetalických vrstev. Mezi faktory ovlivňujícími vznik intermetalické vrstvy je i způsob přípravy kompozitu.

Tvařitelnost vrstvených kompozitů je silně závislá na výběru jednotlivých vrstev, jejich posloupnosti a kvalitě vzájemného přilnutí, může ale záviset i na tloušťce jednotlivých vrstev. S klesající tloušťkou vrstev roste kvalita vzájemného přilnutí a obvykle také tažnost v důsledku zvyšujícího se odporu proti delaminaci. Tento závěr však platí pouze pokud je tloušťka jednotlivých vrstev podobná. To potvrdila i práce [363] zaměřená na srovnání mechanických vlastností Cu/Al/Cu vrstveného kompozitu a jednotlivých kovů (Al, Cu) – vrstvený kompozit dosahoval vyšších pevností do lomu než jednotlivé materiály (stejná deformace). Studie zároveň sledovala i vliv žíhání u tohoto kompozitu připraveného válcováním (celková redukce výšky 80 %) pásů rozdílných výchozích tlouštěk při pokojové teplotě. Po plastické deformaci bylo aplikováno tepelné zpracování v rozmezí teplot 200 – 500 °C (3 hod), zaměřené na ovlivnění intermetalických vrstev na rozhraních. Zatímco žíhání při 200 °C v podstatě nemělo vliv na mechanické charakteristiky kompozitu, teplota v oblasti 300–400 °C znamenala pokles pevnostních a nárůst plastických hodnot. Nejvyšší teplota žíhání však způsobila náhlý pokles pevnostních i plastických vlastností (delaminace vrstev). Problém existence intermetalických vrstev v kompozitech Al/Cu se pokusili ovlivnit i autoři studie [183], a sice volbou výchozího materiálu. Práce je zaměřena na chování Al/Cu zapouzdřeného kompozitu připraveného cestou kompaktování Al prášku pomocí upravené technologie HPT. K samotnému kompaktování za pokojové teploty byla využita Cu „miska“

uvnitř které se nacházel Al prášek a pomocí současného lisování a krutu došlo ke zhutnění Al prášku. Protože Cu miskou obepínal prstenec zabraňující laterálnímu toku materiálu, bylo možné použít výrazně nižší tlak i počet otáček (1,5 GPa a 2 otáčky) než při klasickém HPT. Díky kombinaci krutu a tlaku při tomto zhutňování došlo ke spojení obou materiálů. Přestože je tato technika pro přípravu Al/Cu kompozitů lákavá, HPT umožňuje přípravu pouze velmi malých a relativně tenkých kompozitů ve formě disků. Problémem je zde také homogenita zhutnění, respektive vložené deformace (její hodnota klesá od povrchu směrem k osovým částem vzorku) a související anizotropie vlastností. Dalším ovlivňujícím faktorem je teplota: přestože dochází k deformaci při pokojové teplotě, teplota deformovaného materiálu je vyšší v důsledku působení krutu a vysokého tlaku [364, 365]. Pro přípravu bi-metalických Al/Cu materiálů byla ale testována i metoda ECAP a její modifikace (např. [191, 366]). U metody ECAP byla nejprve testována vyšší teplota protlačování (350 °C) [367]. Za těchto podmínek došlo ke spojení obou kovů a zároveň nárůstu pevnosti cca o 12 % ve srovnání s konvenčním dopředným protlačováním. Tuto techniku lze tedy označit za poměrně efektivní, má však i určitá negativa, mezi kterými je především teplota deformace, v důsledku které dochází jak k intenzivnějšímu plastickému toku materiálů, tak i k nechtěným projevům, jako je růst zrna.

Nezbytným předpokladem pro spojování za studena je rozrušení celistvosti povrchů jednotlivých kovů na vzájemném rozhraní a plastický tok obou kovů do těchto necelistvostí. Pro toto jsou klíčovými faktory roztažnost spojovaného povrchu a tlak aplikovaný na tento povrch. Expanze kontaktního povrchu bude definována především množstvím a velikostí jednotlivých trhlinek. Aplikovaný tlak bude touto expanzí významně ovlivněn a bude mít pravděpodobně jiné rozložení na rozhraní obou spojovaných materiálů než v místě kontaktu s deformačním nástrojem. Oba parametry tedy budou významnou měrou ovlivňovat pevnost výsledného spojení. S rostoucí expanzí povrchu i aplikovaným tlakem je obecně dosahováno kvalitnějšího spojení materiálů [367]. Problém pracovní teploty při přípravě kompozitů Al/Cu pomocí metody ECAP se pokoušelo řešit několik autorů, například v rámci testování různých geometrií matic a polotovarů, vždy se však jednalo o Al tyč vsunutou do Cu trubky (proměnlivá tloušťka stěny trubky na úkor průměru Al tyče). Mezi výsledky figuruje i poznatek, že s klesající tloušťkou stěny Cu trubky klesá kvalita spojení obou materiálů. Pravděpodobným důvodem byl pokles aplikovaného tlaku na vzájemné rozhraní zapříčiněný tenčí stěnou trubky (nižší tuhostí), respektive nižší deformační silou na průtlačníku. Dalším poznatkem je klesající kvalita spoje s rostoucími úhly Φ i Ψ . Efekt úhlu Ψ se projevil ale jen v případech matic s úhlem $\Phi < 120^\circ$, kdy značně zhoršoval pevnost spoje obou materiálů.

Pokud se připravují kompozity pomocí SPD metod z konvenčních prášků, je pokles velikosti zrna značný, ale obvykle nedojde k zisku nanokompozitu. Reálné nanokompozity se připravují z výchozích nanoprášků (ty lze připravit např. mletím konvenčních prášků). Konsolidace čistých prášků pomocí SPD metod umožňuje uplatnění povrchových oxidů hrajících významnou roli při tváření nanostruktur. Oxidy, které se vytvoří na povrchu během konsolidace, nejsou během slinování zpětně redukovány do kovu, čímž obvykle dochází k nárůstu pevnosti a teplotní stability finálního produktu. Během SPD zpracování jsou oxidy

rozdobovány a redistribuovány tak, že ve výsledku lze hovořit o oxidicky disperzně zpevněném kompozitu. Na druhé straně příliš mnoho oxidů v matrici způsobuje křehnutí. Podobně je tomu i u uhlíku (kovové prášky se mohou nauhličovat), nebo v případě nových typů kovových prášků, u kterých se povrch částic záměrně pokrývá zvoleným typem povlaku. K těmto důležitým faktům je potřeba ještě zmínit i další důležité skutečnosti a sice: pokud je velikost částic příliš velká vzhledem k zrnům matrice, nebo pokud nejsou homogenně distribuovány, pak není ani efektivně uplatněn jejich potenciál ke zlepšení vlastností kompozitu (omezení růstu zrna, průběhu uzdravování či rekrytalizace, nebo zvýšení teplotní stability struktury). Na druhou stranu, u většiny SPD metod používaných k přípravě kompozitů dochází k nárůstu pevnostních vlastností (především tvrdosti). Tyto důsledky plynou ze zjemnění zrn matrice ale i částic způsobující Hallovo-Petchovo zpevnění, Orowanovo zpevnění a zejména kompozitní zpevnění. Protože je tvorba kompozitů pomocí SPD metod poměrně novou oblastí, je pro optimalizaci pevnostních a plastických vlastností spolu s teplotní stabilitou potřeba ještě dalšího výzkumu.

5 Experimentální část

Cílem experimentální části této práce bylo připravit vybrané kompozitní materiály pomocí intenzivní plastické deformace. Konkrétně byla pozornost věnována dvěma skupinám materiálů, a sice kompozitu typu W-NiCo připravenému z výchozích kovových prášků, a několika typům vrstvených Al-Cu kompozitů. Důvody volby těchto systému vyvstaly ze stále rostoucího zájmu o jejich návrh a vývoj v celosvětovém měřítku. Jak již bylo uvedeno, materiály na bázi W jsou mimo jiné perspektivní náhradou problematických uranových materiálů pro kinetické penetrátory, a navíc nachází široké uplatnění jako ochrana proti radiaci například v medicíně. Kompozity typu Al-Cu jsou oproti tomu velice perspektivní pro své využití v automobilovém průmyslu, nebo v elektrotechnice. Obě zmíněné skupiny materiálů jsou tak intenzivně zkoumány i jinými výzkumníky a tudíž nově dosažené výsledky tak mohou přispět k rozšiřování znalostí vedoucích k jejich komerční implementaci. Pro jejich přípravu bylo z metod intenzivní plastické deformace využito zejména rotačního kování (přestože tento způsob není komerčně rozšířeným způsobem výroby kompozitních polotovarů, některé jeho výhody by mohly tuto významně zefektivnit), a dále pak originálně navržené metody TCAP spadající do oblasti SPD metod.

V rámci experimentálních prací byly prováděny detailní strukturní analýzy, které byly dány do souvislosti s výsledky analýz fyzikálně-mechanických vlastností a deformačního chování uvedených kompozitních materiálů. Vliv některých parametrů, které jsou pro deformační chování velmi důležité, jako kovací síla či deformační práce při rotačním kování, byl posuzován pomocí originálního patentovaného systému dynamické detekce kovacích sil umožňujícího on-line monitoring radiálního zatížení kovaného polotovaru KOMAFU S600. Tento systém rovněž umožňuje mimo jiné i snímání povrchové teploty polotovaru během kování. Podobnou výzvou ve smyslu zjištění skutečného stavu bylo i sledování rozložení vnitřního napětí ve tvářených produktech. V tomto ohledu bylo s úspěchem využito

nedestruktivních metod testování, jako je elektronová mikroskopie či rentgenová a neutronová difrakce.

5.1 Kompozit W-NiCo

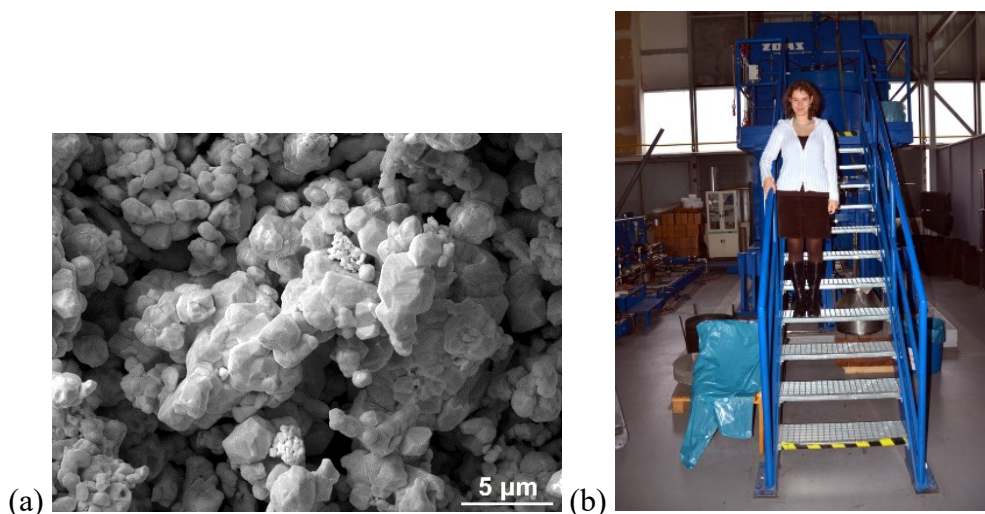
Prvním zvoleným materiálem připravovaným pomocí plastické deformace byla pseudoslitina WNiCo, jejíž samotná příprava probíhala cestou práškové metalurgie v kombinaci s aplikací intenzivní plastické deformace.

5.1.1 Použité metody

Analýzy strukturních charakteristik slinků i kovaných tyčí pomocí zpětně odražených elektronů (SEM BSE a EBSD) byly prováděny na skenovacím elektronovém mikroskopu Tescan Lyra 3 XMU FEG/SEMxFIB vybaveném Symmetry EBSD detektorem (např. [124, 368, 369]). Detailní strukturní analýzy byly prováděny na transmisním elektronovém mikroskopu (TEM) JEOL 2100 F (např. [370, 371]), vše bylo následně vyhodnocováno pomocí software AZTec a ATEX [372]. Statické mechanické vlastnosti za tepla i za studena, tj. deformační chování slinků i kovaných kompozitních tyčí při zatížení v tahu a mikrotvrdot, byly zkoumány pomocí zařízení Zwick/Roell (vše ÚFM AVČR). Kvazistatické a dynamické mechanické vlastnosti kovaných kompozitů byly zjišťovány pomocí Taylorova testu (TAT – *Taylor Anvil Test*, např. [373]) (FSI, VUT Brno).

5.1.2 Příprava materiálu

Samotná příprava tohoto kompozitního systému sestávala z míchání prášků (92,6 hm.% W, 5 hm.% Ni, 2,4 hm.% Co), izostatického lisování za studena (CIP), slinování a tepelného zpracování. Výsledkem této technologické sekvence byl slínek, který byl následně zpracováván pomocí rotačního kování. SEM snímek směsi původních prášků je zachycen na obr. 34a, zatímco obr. 34b zobrazuje CIP lis pro izostatické lisování použitý pro kompaktaci W-NiCo prášků.

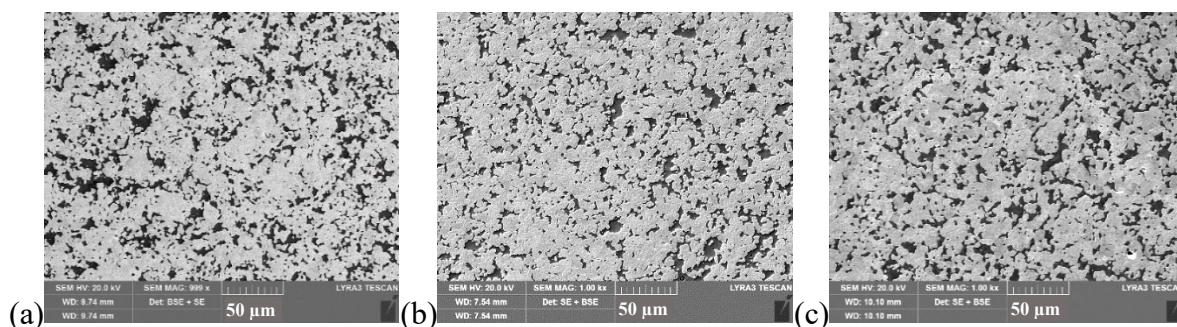


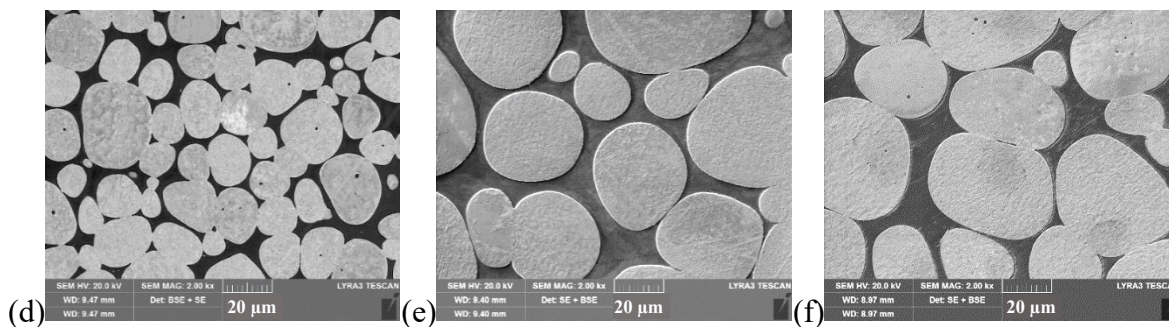
Obr. 34: Výchozí prášek (a), lis pro izostatické lisování za studena (ÚJP Praha a.s.) (b).

V první fázi práce bylo z důvodu optimalizace výchozí struktury testováno několik teplot slinování v rozmezí 1450 °C až 1550 °C s krokem 25 °C. Pro všechny teploty slinování byla aplikována doba výdrže 30 min. Výsledky strukturních pozorování prokázaly, že všechny struktury slinků slinovaných nad teplotou 1525 °C vykazovaly klasické zastoupení kulovitých částic tvořených W aglomeráty spolu s NiCo maticí obklopující tyto aglomeráty. Pod teplotou 1525 °C byly však struktury složeny z neclistvých oblastí W částic a NiCo matrice, vykazovaly tedy náhodnější distribuci W, jakož i Ni a Co. Po slinovacích režimech za teplot nižších než 1525 °C tedy nebyla ve struktuře patrná sferoidizace W a jasné vyčlenění NiCo fáze, struktury také často obsahovaly trhliny a nedostatečně slinuté oblasti. Jinými slovy, při teplotách slinování nad 1525 °C docházelo k lokálnímu natavení NiCo fáze, jejíž teplota tání je nižší než teplota slinování (1455 °C pro Ni a 1495 °C pro Co), což podporuje utváření výsledné struktury difuzními pochody [374].

Obr. 35a zachycuje strukturu slinku slinovaného při režimu 1450 °C/30 min. Na snímku je patrná nehomogenita struktury, jakožto i přítomnost neclistvostí (trhlin) způsobených nedostatečným natavením přítomných fází během slinování. Struktura slinku slinovaného při režimu 1475 °C/30 min je zobrazena na obr. 35b. Je patrné, že při tomto režimu již vykazovala struktura menší přítomnost neclistvostí, stejně tak jako tendenci vytvořit homogenní distribuci jednotlivých fází. Obr. 35c pak zachycuje snímek struktury slinku slinovaného při režimu 1500 °C/30 min. Tento slinovací režim vedl k částečné homogenizaci struktury a eliminaci neclistvostí, nicméně, struktura stále nevykazovala žádaný charakter W aglomerátů. Slinovací režim 1525 °C/30 min již vedl k tvorbě žádané struktury tvořené W aglomeráty obklopenými NiCo maticí (obr. 36d), což potvrzuje výše uvedené závěry. Na obrázku 36e je pak zachycena struktura slinku slinovaného při režimu 1550 °C/30 min. U tohoto slinku je rovněž patrná tvorba homogenní struktury tvořené W aglomeráty a NiCo maticí, struktury slinků zpracovaných na teplotách 1525 °C a 1550 °C tudíž nevykazovaly výrazné rozdíly.

Pro úplnost byl ještě proveden výzkum vlivu slinovacího času při teplotě 1500 °C, která se ukázala být zlomová pro tvorbu žádané struktury. Při této teplotě však struktura vykazovala žádaný charakter, až při slinovacím čase 180 min. S ohledem na ekonomickou náročnost slinování byl, s přihlédnutím k použitým teplotám a časům slinování a výsledným strukturám, pro následující výzkum vybrán kompozit slinovaný v režimu 1525 °C/30 min.





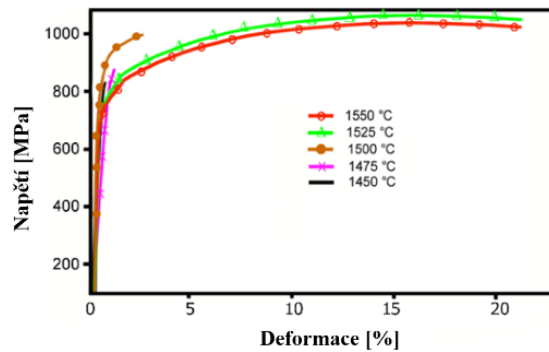
Obr. 36: Struktury slinků po slinovacích režimech: 1450 °C/30 min (a); 1475 °C/30 min (b); 1500 °C/30 min (c), 1525 °C/30 min (d); 1550 °C/30 min (e), 1500 °C/180 min (f).

Pro potvrzení správnosti závěrů vyplývajících ze strukturních analýz bylo přistoupeno k realizaci testování mechanických vlastností kompozitních slinků. Pro orientační zjištění jejich mechanických vlastností byly pro všechny výše zmiňované slinky provedeny testy mikrotvrdomosti. Tyto byly provedeny se zatížením 100 g, které bylo aplikováno po dobu 15 sekund. Průměrná hodnota mikrotvrdomosti byla pro jednotlivé vzorky vypočítána ze záznamu měření v jednotlivých bodech s rozestupem 1 mm vedených po přímce skrz průměr vzorku. Výsledky jsou shrnuty v tab. 1. Jak je z výsledků měření patrné, zvýšení slinovacího času působí za nižší teploty, tj. 1500 °C, pozitivně, jelikož podporuje difuzi a tím také potřebné slinutí jednotlivých prvků. Za vyšší teploty však již působí negativně, jelikož zvýšení slinovacího času podporuje uzdravování struktury a odpevnění, jak bylo prokázáno pomocí dodatečného experimentu, při kterém byl aplikován slinovací čas 180 min také při teplotě 1525 °C. Testy mikrotvrdomosti prokázaly, že zvýšení slinovací teploty má pozitivní vliv na zvýšení mikrotvrdomosti při zachování relativně nízkého slinovacího času.

Tab. 1: Průměrná mikrotvrdomost pro jednotlivé slinky.

vzorek	1450 °C 30 min	1475 °C 30 min	1500 °C 30 min	1500 °C 180 min	1525 °C 30 min	1525 °C 180 min	1550 °C 30 min
průměrná mikrotvrdomost (HV)	378,54	389,75	376,61	483,99	377,97	337,56	392,83

Při výrobě slinků pro následné zpracování pomocí intenzivní plastické deformace mohou být využity dva typy přípravy lišící se od sebe typem ochlazování po slinování. První režim spočívá v tom, že po slinutí je slínek zakalen do vody, zatímco při druhém režimu byl slínek po slinutí ponechán v peci, ve které pozvolně probíhal pokles teploty. Po zmapování vlivu teploty a času slinování na charakter struktury slinků, jejich složení a základní mechanické vlastnosti, bylo přistoupeno k analýze vlivu zakalení po slinování na tyto charakteristiky. Pro tento experiment byly vyžity představené slinovací režimy, tj. vzorky byly slinovány při teplotách 1450 °C až 1550 °C po dobu 30 min. Navíc byl zkoumán také slinovací režim 1500 °C/180 min. Analýzy struktur prokázaly podobnost se strukturami nekalených vzorků, kalení tedy nemělo vliv na charakter nebo homogenitu struktury daného slinku. Zkoušky mechanických vlastností provedené pomocí tahových testů však prokázaly příznivý vliv kalení na pevnost a hlavně plasticitu slinovaných vzorků (obr. 37).



Obr 37: Výsledky tahových testů pro slinované a kalené vzorky, slinovací čas 30 min.

Po zakalení nejenže narostla pevnost slinovaných vzorků, výrazně se ale také zvýšila jejich plasticita, zejména u vzorků slinovaných při vyšších teplotách (1525 °C a 1550 °C). Tyto výsledky potvrzují, že struktura tvořená W aglomeráty a NiCo maticí je žádoucí z pohledu zvýšení mechanických vlastností, jelikož vzorky slinované při teplotách nižších než 1525 °C, které nevykazovaly tento charakter struktury, měly nižší pevnost a velmi nízkou plasticitu. Zakalení vzorků po slinování tak přineslo velmi pozitivní vliv z pohledu nárůstu pevnostních vlastností, přičemž plastické charakteristiky vzrostly na významně vyšší úroveň než při postupném ochlazení na vzduchu. Zvýšení plastických schopností před následným tvářením ukazovalo na možnost vyššího protváření slinků. Proto byla následně pozornost soustředěna především na takto připravené polotovary.

Optimalizovaná příprava slinků pro následné zpracování pomocí intenzivní plastické deformace tak sestávala z míchání výchozích prášků se střední velikostí zrna 2,78 μm, izostatického lisování za studena ve vodíkové atmosféře při tlaku 400 MPa, slinování při teplotě 1525 °C po dobu 30 min, a následného kalení pro homogenizaci struktury (prováděno ve spolupráci s ÚJP Praha a.s., např. [375]). Výsledné slinky byly zpracovány pomocí tří režimů rotačního kování – při teplotě 20 °C, 900 °C a 1200 °C (ve spolupráci s VŠB – TUO) – aby bylo možné zjistit vliv teploty zpracování na struktury a mechanické vlastnosti připravených kompozitů a optimalizovat tak postup deformačního zpracování pro výrobu kompozitní tyče vyznačující se vhodnou strukturou, vysokými mechanickými vlastnostmi a co nejvyšší možnou mírou zhutnění. Kování bylo vždy provedeno čtyřmi úběry s výsledným redukčním poměrem 1,4 (vypočteno podle rovnice (13)),

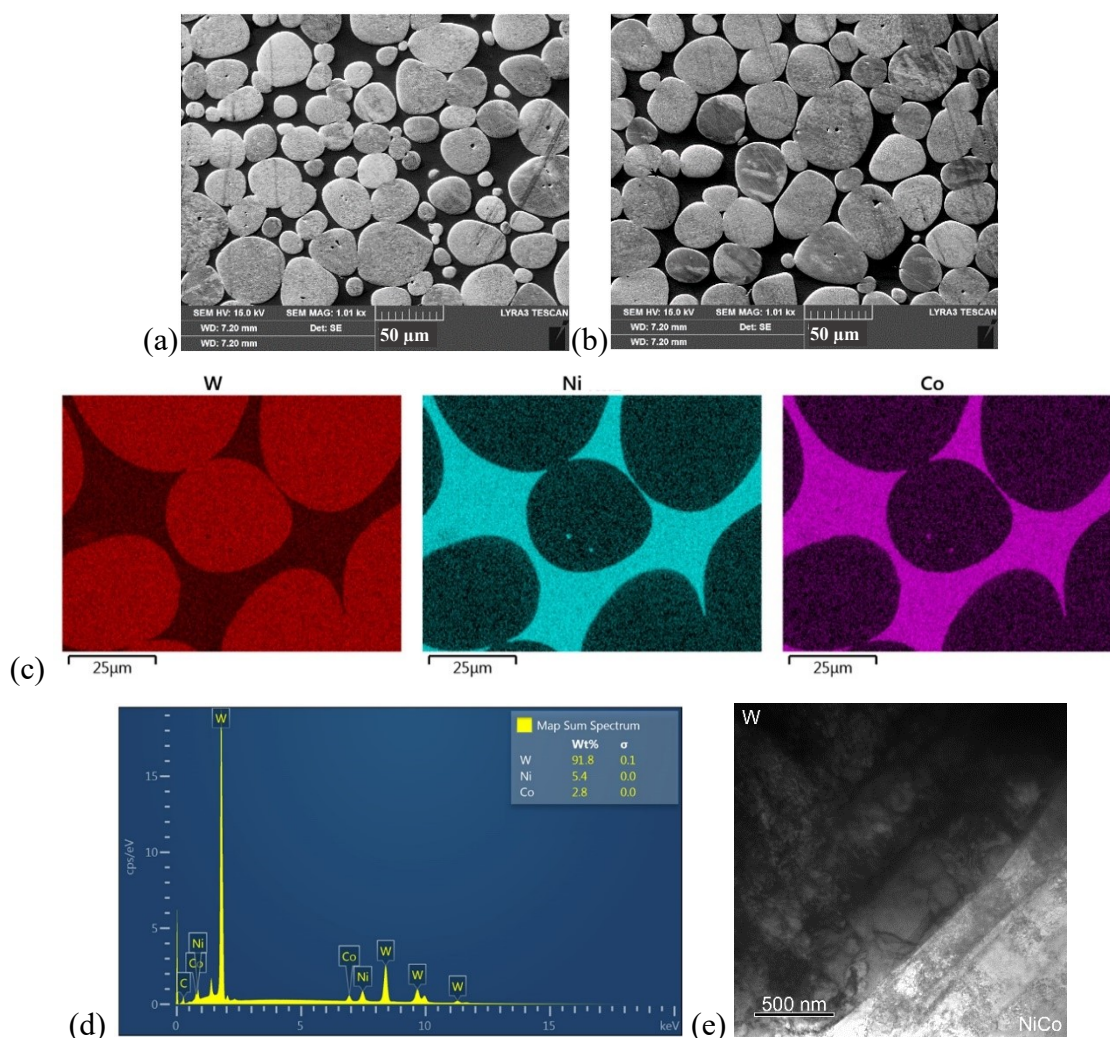
$$\varphi = \ln \frac{S_0}{S_1} \quad (13)$$

kde S_0 a S_1 jsou plochy průřezů polotovaru před a po kování.

5.1.3 Strukturní analýza výchozích W-NiCo slinků

Výsledky SEM-BSE pozorování výchozích slinků jsou zachyceny na obr. 38a a 38b, které zobrazují struktury dvou náhodně vybraných slinků před deformačním zpracováním. Jak je z obrázků patrné, struktury vykazovaly jasnou podobnost a je tak možno usuzovat na

jistou robustnost slinovacího procesu. Z obrázků lze vypožorovat místy zhuštěně rozložené W aglomeráty, a velké oblasti NiCo matrice ve struktuře. Střední velikost aglomerátů byla $\sim 35 \mu\text{m}$. Analýza chemického složení u slinovaných vzorků prokázala přítomnost W v kulovitých aglomerátech, zatímco okolní matrice obsahovala výhradně Ni a Co. Distribuce prvků ve struktuře slinky byla v jeho celkovém objemu homogenní, jak ukazuje obr. 38c zachycující výsledky plošné analýzy chemického složení pomocí SEM-EDX mapování. Obr. 38d pak zobrazuje graf průměrného chemického složení pro dané slinky, zastoupení jednotlivých prvků je uvedeno v hmotnostních procentech. Jak ukázala následná detailní TEM analýza, rozhraní obou fází bylo po slinování bezchybně spojeno (obr. 38e).



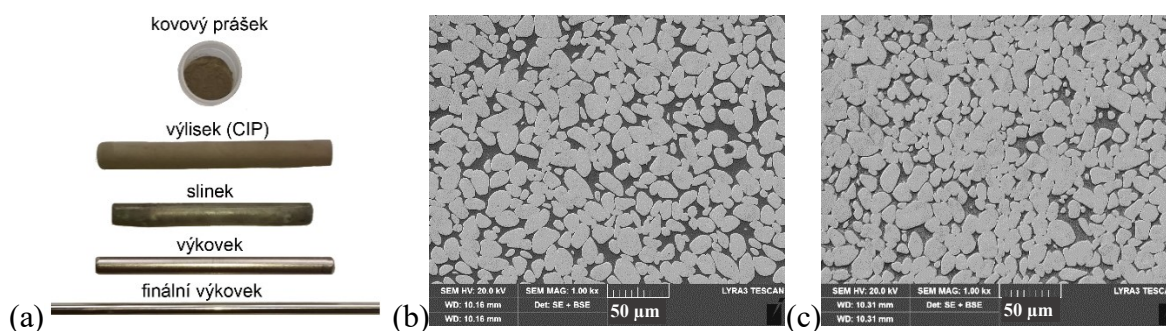
Obr. 38: Struktury náhodně vybraných slinek před zpracováním pomocí rotačního kování: slinek 1 (a), slinek 2 (b), SEM-EDX analýza chemického složení kompozitu (c), (d), TEM snímek rozhraní W-NiCo ukazující na dokonalé spojení obou fází po slinování (e).

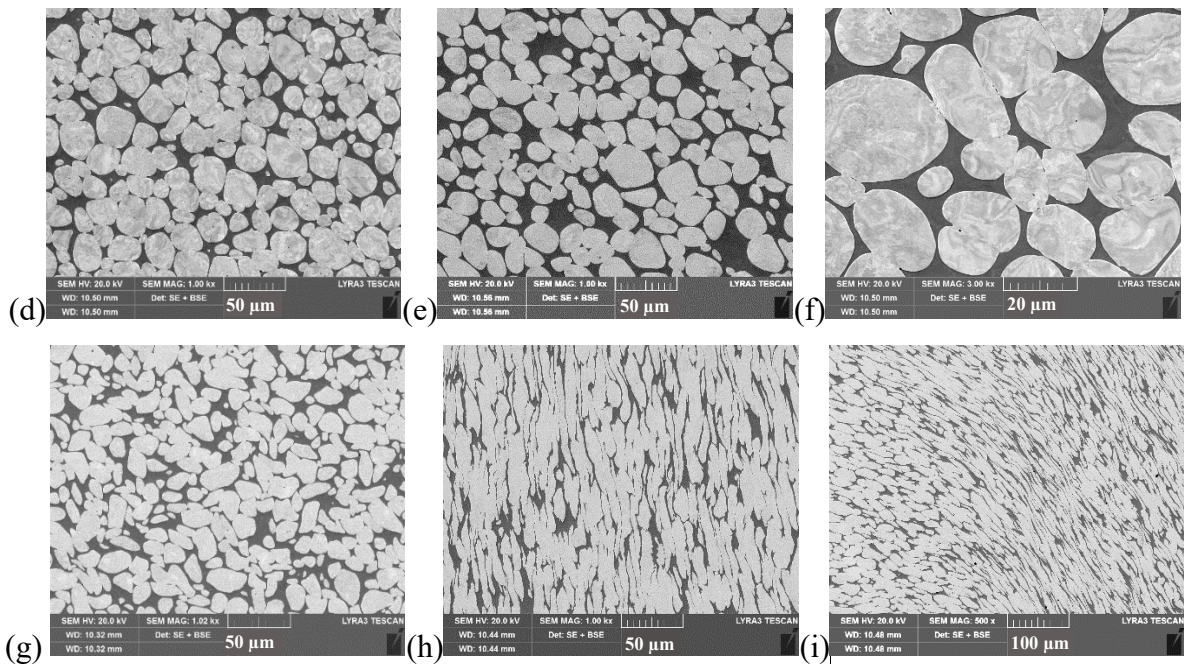
5.1.4 Analýza rotačně kovaných kompozitních tyčí

Slinky byly zpracovány pomocí rotačního kování při teplotě 20 °C, 900 °C a 1200 °C. Schematické vyjádření jednotlivých kroků vedoucích k zisku kompaktních kompozitních tyčí je vyobrazeno na obr. 39a. Z tyčí kovaných při navržených režimech byly opět vybrány

tyče, jejichž struktury byly analyzovány. Snímky struktur pořízených z osově a okrajové oblasti tyče kované při 20 °C jsou zachyceny na obr. 39b a 39c, zatímco snímky struktur pořízených z osově a okrajové oblasti tyče kované při 900 °C jsou zachyceny na obr. 39d a 39e, obr. 39f zobrazuje detailní pohled na strukturu okrajové části této kompozitní tyče. Obr. 39g a 39h pak dokládají strukturní uspořádání po kování při teplotě 1200 °C.

Ze snímků je patrné, že všechny režimy rotačního kování vedly k přetvoření struktury. V porovnání se slinovanými strukturami zachycenými na obr. 38a a 38b jsou W aglomeráty na snímcích 39b-h zploštělé a protažené ve směru působení tangenciální kovací síly (zejména v okrajových částech tyčí), jejich vzdálenost se rovněž zmenšila. Struktury se vyznačují zdeformovanými W aglomeráty již po deformaci při 20 °C. Z původně kulovitých aglomerátů vlivem deformace vznikala zrna n-hraného tvaru. Jelikož je při pokojové teplotě deformační odpor NiCo matrice vyšší než při kování za vysokých teplot, je tato tužší a umožňuje lepší přenos deformačního efektu na W aglomeráty lokalizované v osových částech polotovaru. Jistou nevýhodou je pak ale celkově vyšší deformační odpor tyče a tudíž vyšší nároky na kovací síly. Z hlediska typu hranic zrn zde převažují hranice typu matrice NiCo–W, ale v mnoha případech je vrstva matrice poměrně slabá. Oproti stavu po slinování je rozložení zrn a matrice rovnoměrnější. Kování při teplotě 900 °C evidentně nemělo tak velký vliv na tvar W aglomerátů v osových oblastech kompozitu, kde tyto zůstaly víceméně rovnoosé. Z obrázku 39d je patrné, že došlo ke zmenšení vzdáleností mezi aglomeráty, což je z velké míry zapříčiněno sníženým deformačním odporem matrice při zvýšené kovací teplotě. Při velkém přiblížení je patrné, že ve struktuře, především v okrajových oblastech tyče, je jistý podíl hranic typu W-W (detail na obr. 39f), což může nepříznivě působit na pevnostní i plastické vlastnosti (viz. dále). Nicméně, snížení deformačního odporu matrice je pozitivní pro životnost nástrojů, jelikož je možno použít nižších kovacích sil než při kování za pokojové teploty. V okrajových částech polotovaru je při 900 °C vliv kovací síly evidentní, začíná se zde jasně projevovat radiální tok materiálu (obr. 36e). Při teplotě 1200 °C již dochází i k markantní deformaci W aglomerátů v okrajových částech polotovaru (obr. 39h). Plasticita matrice je navíc velmi vysoká a tak je radiální tok materiálu patrný i v osových částech kované kompozitní tyče (obr. 39g). Tento fakt má bezesporu pozitivní vliv na kovací síly. Nicméně, při takto vysoké kovací teplotě se začíná projevovat nehomogenní plastický tok materiálu, a začínají se objevovat výrazné smykové pásy (obr. 39i). Velkou nevýhodou je rovněž významná oxidace při ohřevu na 1200 °C, která nejenže ztěžuje manipulaci a tvařitelnost, ale může rovněž znamenat významné materiálové ztráty.

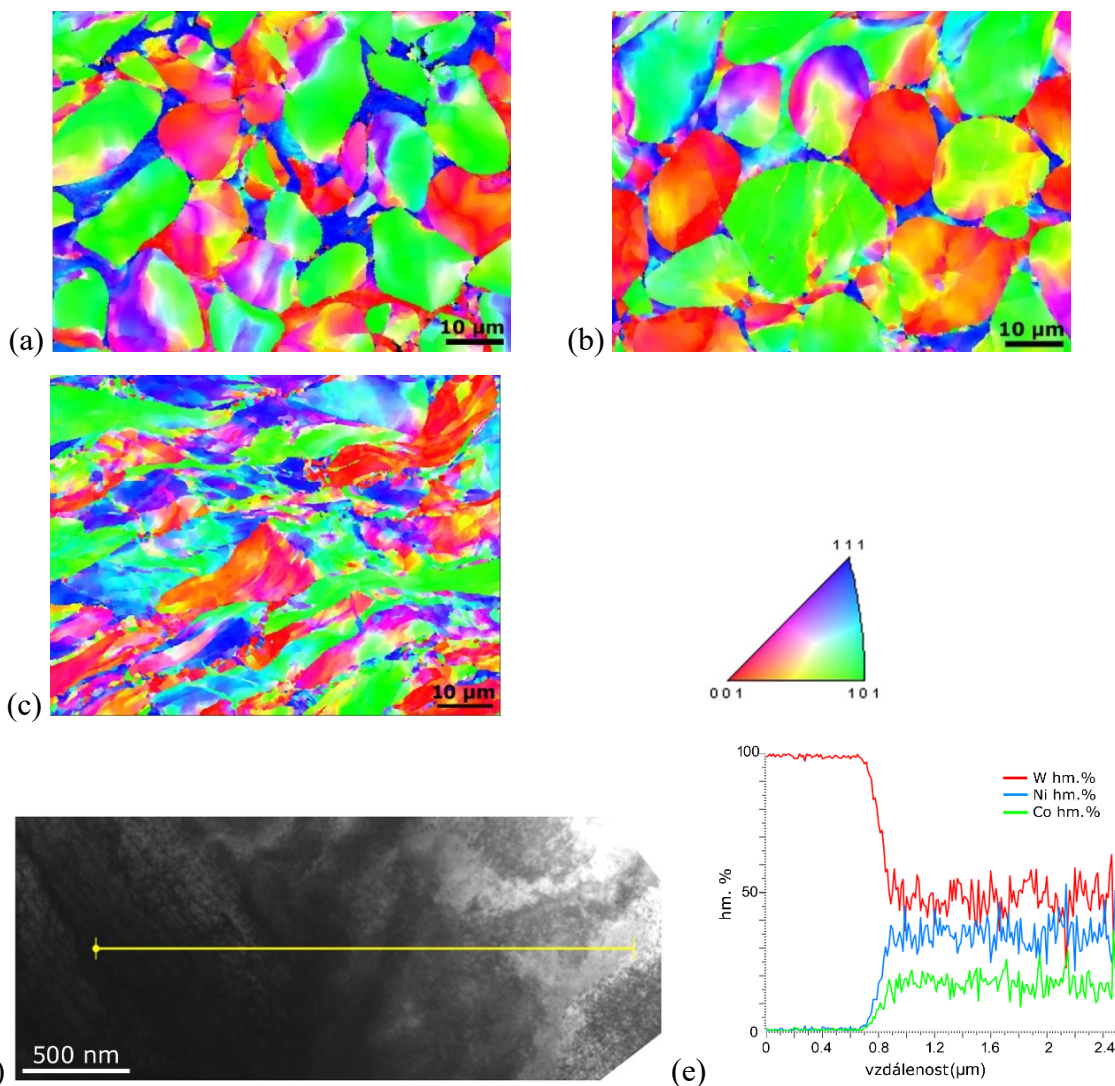




Obr. 39: Schematické vyjádření jednotlivých technologických kroků (a). Struktury kompozitů rotačně kovaných při teplotách: 20 °C – osová oblast (b), okrajová oblast (c), 900 °C – osová oblast (d), okrajová oblast (e), okrajová oblast, detail (f), 1200 °C – osová oblast (g), okrajová oblast (h), okrajová oblast, smykový pás (i).

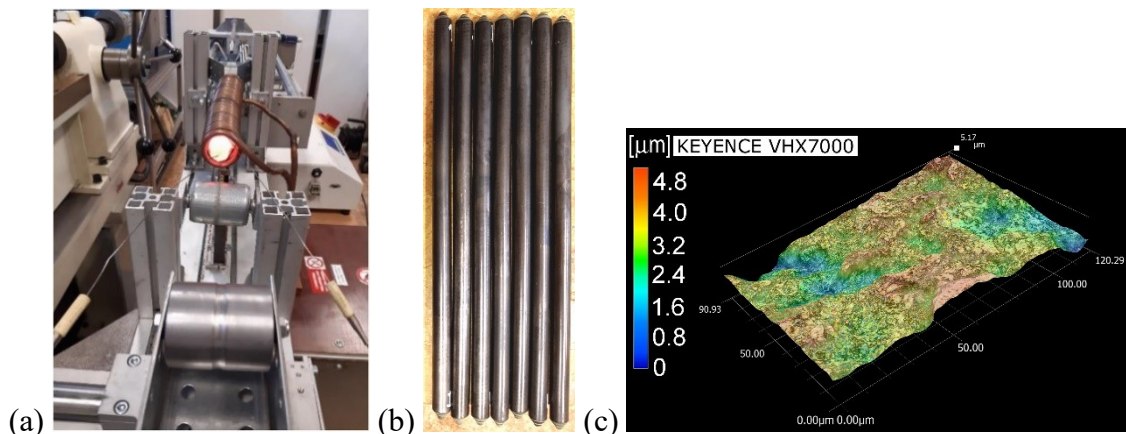
SEM–EBSD analýzy byly pro zachycení orientace jednotlivých zrn obou fází provedeny v okrajových částech kovaných tyčí, ve kterých byl vliv vložené deformace největší. Obr. 40a zobrazuje OIM (*Orientation Image Map*) tyče kované při 20 °C, zatímco OIM struktur tyčí kovaných při 900 °C a 1200 °C jsou vyobrazeny na obr. 40b a 40c. Co se týče tvarů W aglomerátů, tyto snímky potvrzují výše popsané výsledky BSE pozorování – aglomeráty byly mírně zdeformované po kování při 20 °C, jelikož zde byla vysoká tuhost matrice. Zvýšení teploty na 900 °C snížilo deformační odpor matrice, která se při této teplotě deformovala primárně a W aglomeráty tak zůstaly více méně kulovité. Teplota kování 1200 °C pak byla dost vysoká pro snížení deformačního odporu nejen NiCo matrice, ale také W aglomerátů, které se následně deformovaly především vlivem tangenciální složky kovací síly. OIM pro kompozit kovaný při 20 °C ukazuje, že zrna v rámci W aglomerátů byla orientována primárně ve směru $\langle 110 \rangle \parallel SD$ (*swaging direction*), určitá část zrn, především na okrajích aglomerátů, preferovala orientaci $\langle 100 \rangle \parallel SD$. Matrice vykazovala preferenční orientaci $\langle 111 \rangle \parallel SD$. Zrna ve W aglomerátech kompozitu kovaném při 900 °C byla ve zmíněných dvou preferenčních směrech orientována více méně stejnou měrou. Poslední teplota kování, tj. 1200 °C, prokázala významný vliv jak na W zrna v rámci aglomerátů, tak i na zrna NiCo matrice, která byla značně zjemněná v porovnání s ostatními kovacími teplotami. Zároveň orientace rekrystalizovaných zrn NiCo matrice byla více náhodná, než v předchozích dvou případech. Velkou nevýhodou u takto vysoké teploty kování však byla interdifuze prvků jednotlivých složek kompozitu. Tento fakt byl potvrzen TEM analýzou chemického složení na rozhraní W/NiCo (snímek rozhraní je zobrazen na obr. 40d, příslušná

liniová analýza složení pak na obr. 40e). Tato interdifuze jednotlivých prvků je nežádoucí, jelikož může dramaticky snižovat plasticitu NiCo matrice a iniciovat porušení v průběhu deformačního zpracování [376].



Obr. 40: OIM z kompozitů rotačně kovaných při: 20 °C (a), 900 °C (b), 1200 °C (c). TEM chemická analýza rozhraní W/NiCo (1200 °C): snímek rozhraní (d), liniová analýza (e).

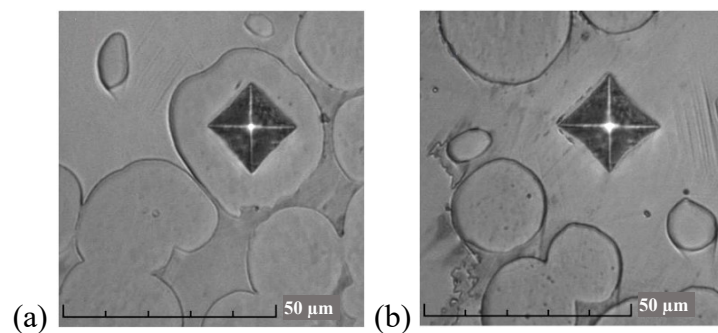
Na základě výše popsaných výsledků strukturních analýz a chování kompozitu v průběhu zpracování (především povrchová oxidace) bylo v následujících experimentálních pracích využito pouze kování za teplot 20 °C a 900 °C. I při ohřevu na teplotu 900 °C však do jisté míry probíhá povrchová oxidace ohřívaného materiálu. Abychom redukovali oxidaci vzorku na minimum, bylo pro ohřev na 900 °C před kováním za tepla využito indukčního ohřevu (použitá experimentální sestava je zachycena na obr. 41) [377]. Implementace indukčního ohřevu měla velmi pozitivní vliv na výslednou kvalitu povrchu kovaných tyčí. Obr. 41b zobrazuje fotografii výsledných tyčí kovaných při teplotě 900 °C, a obr. 41c zachycuje 3D topologický snímek povrchu kované tyče z mikroskopu KEYENCE VHX7000.



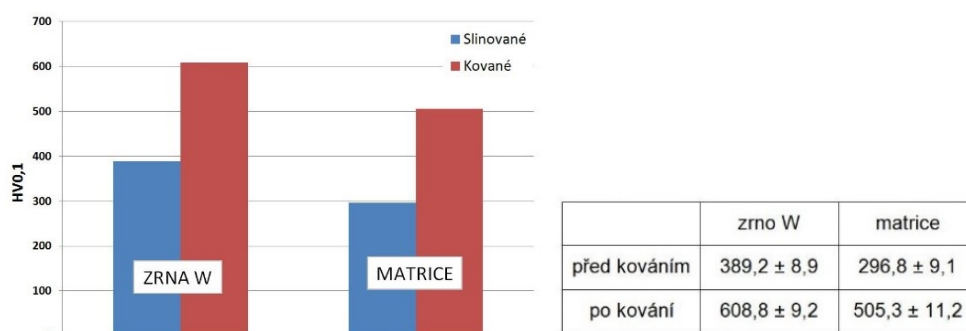
Obr. 41: Sestava pro rotační kování s implementací indukčního ohřevu (VŠB – TUO) (a), kompozitní tyče kované při 900 °C (b), 3D snímek povrchu tyče (Keyence VHX7000) (c).

Mechanické vlastnosti

Vliv rotačního kování na mechanické vlastnosti kompozitu kovaného při 20 °C byl v první řadě zjišťován stanovením mikrotvrdomosti (HV0,1) jednotlivých fází. Měření v tomto případě probíhalo na mikrotvrdoměru FM-100 s řídicí jednotkou FM-ARS 900 (VŠB – TUO). Každé měření bylo provedeno 5 krát v různých místech po průřezu kompozitní tyče pro zajištění objektivnosti měření. Příklad vtisků pro stanovení tvrdosti je zobrazen na obr. 41a (měření W aglomerátů) a 41b (měření NiCo matrice). Již ze snímků vtisků je patrné, že W aglomeráty dosahují vyšší tvrdosti. Srovnání tvrdosti vzorků po slinování a po kování je na obr. 42. Je zřejmé, že ke zvýšení tvrdosti po rotačním kování došlo u obou fází kompozitu.

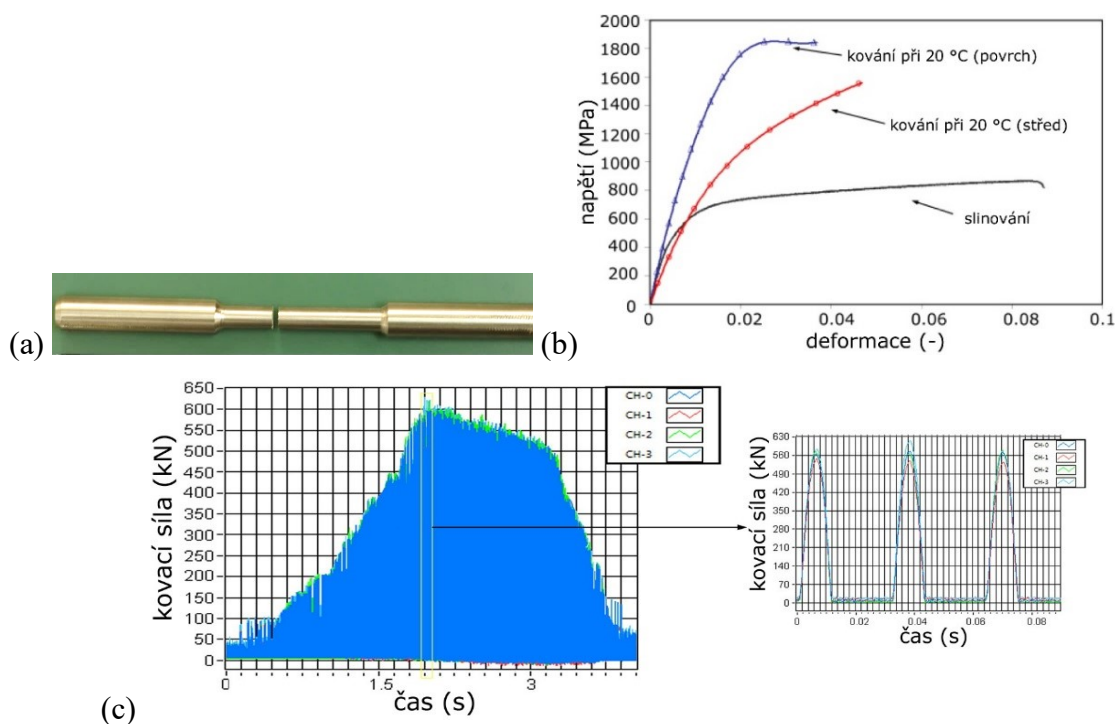


Obr. 41: Snímky z měření mikrotvrdomosti HV0,1 kompozitního slinku: W (a), NiCo (b).



Obr. 42: Srovnání mikrotvrdomosti před a po rotačním kování při 20 °C.

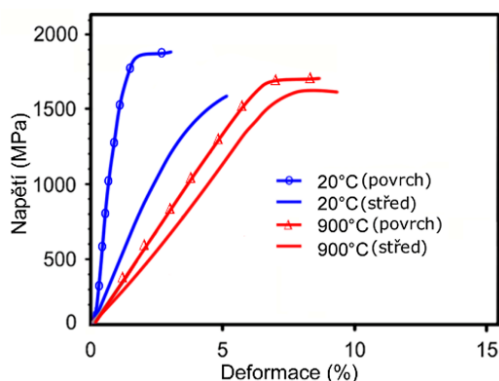
Následně byly s využitím tahových tyčí kruhového průřezu o průměru 6 mm (obr. 43a) provedeny tahové zkoušky ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) ze slinovaného polotovaru a z osových a okrajových částí tyče kované při pokojové teplotě. Výsledky testů jsou souhrnně uvedeny na obr. 43b. Pevnost před deformací činila cca 860 MPa. Ze srovnání křivek lze jasně pozorovat velmi výrazné zpevnění vlivem deformace. U kovaného kompozitu vykazovala jeho okrajová část vyšší pevnost, až 1850 MPa, a nižší deformaci do lomu. Naopak středová část dosahovala nižší pevnosti ale o něco větší hodnoty deformace do lomu. Charakter lomu potvrzuje nízkou tažnost materiálu, z porušených vzorků je zřejmý křehký lom bez náznaku plastické zóny. Menší deformace ve středu dokládá výše uvedené závěry ze strukturního pozorování, tj. pronik deformace do osových částí kompozitu byl při kování při 20 °C nižší ve srovnání s jeho okrajovými částmi. Nicméně, po deformaci i tyto dosahovaly hodnoty 1500 MPa, což je téměř dvojnásobek ve srovnání s původní hodnotou. Naopak plastické vlastnosti po rotačním kování za studena prudce klesají, tažnost slinovaného vzorku se pohybovala okolo 8-9 %, u vzorku po deformaci byla tažnost pouze ~ 4 %. Kování za studena se rovněž vyznačovalo poměrně vysokými kovacími silami, jak zobrazuje záznam z kování pořízený pomocí systému KOMAFU S600 (obr. 43c).



Obr. 43: Fotografie přetržené tahové tyče (kování při 20 °C) (a), výsledky tahových zkoušek kompozitu po deformaci při 20 °C (b), záznam kovací síly z kování při 20 °C (c).

Srovnání mechanických vlastností kompozitů po kování při teplotách 20 °C a 900 °C bylo prováděno následně, souhrnné výsledky tahových zkoušek jsou uvedeny na obr. 44b. Jak je z tohoto obrázku patrné, kování při teplotě 900 °C přineslo zvýšení pevnosti srovnatelné s kovááním při 20 °C, plastické vlastnosti kompozitu kovaného za tepla byly však o poznání vyšší. Ze srovnání zkoušek z okrajových a osových částí kompozitu kovaného při

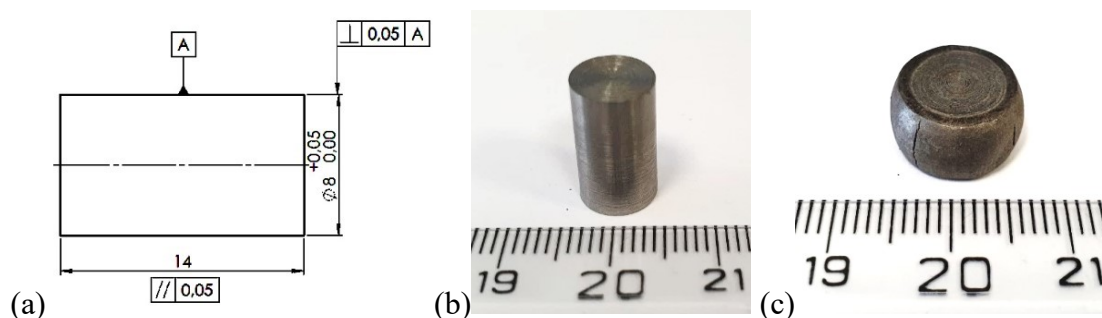
900 °C je rovněž patrná vyšší homogenita vlastností po průřezu kované tyče. S přihlédnutím k nižším kovacím silám je tak možné konstatovat, že kování při 900 °C je vhodnější než při 20 °C jelikož spolu s nižšími nároky na zařízení přináší současné zvýšení plastických i pevnostních vlastností a zároveň jejich vyšší homogenitu v objemu kompozitní tyče.



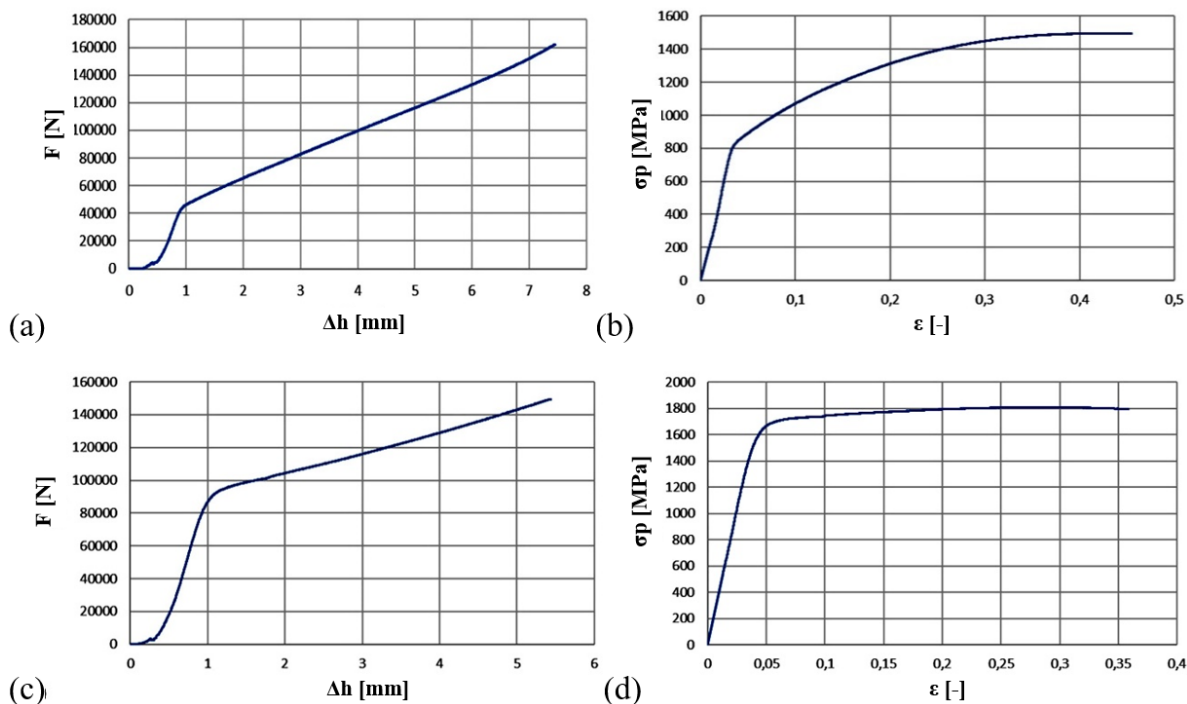
Obr. 44: Výsledky tahových zkoušek kompozitu W-NiCo po deformaci při 20 °C a 900 °C.

Charakterizace kompozitu připraveného optimalizovaným postupem

Po optimalizaci výrobního postupu, tj. času a teploty slinování, jakožto i teploty následného rotačního kování, byl pro kompozit W-NiCo experimentálními zkouškami v tlaku zjišťován deformační odpor v závislosti na logaritmické deformaci. Jako výchozí podmínky byly stanoveny různé deformační rychlosti spadající do oblasti kvazistatických hodnot, ale i do velmi vysokých rychlostí. Výchozím polotovarem pro tyto zkoušky byly válečky, jejichž rozměry jsou znázorněny na obr. 45a. Pro srovnání byly testovány stavy po slinování a po kování při teplotě 900 °C. Fotografie válečku před a po experimentální deformaci jsou na příkladu slinku znázorněny na obr. 45b a 45c. Experimenty byly provedeny na hydraulickém lisu CZR 600. Pro měření tvářecí síly byl použit dynamometr fy. HBM typ RA/100 Mp. Pěchovaná dráha byla měřena induktivním snímačem W 50 od stejné firmy. Dynamometr i snímač dráhy byly zapojeny na měřící zesilovač KWS/6A-5 s výstupem na souřadnicový zapisovač XY/T-BAK4T (vše FSI VUT Brno).



Obr. 45: Zkušební vzorek kompozitu W-NiCo pro pěchovací zkoušku za kvazistatických podmínek: navržená geometrie (a), slinek před testem (b), slinek po testu (c).

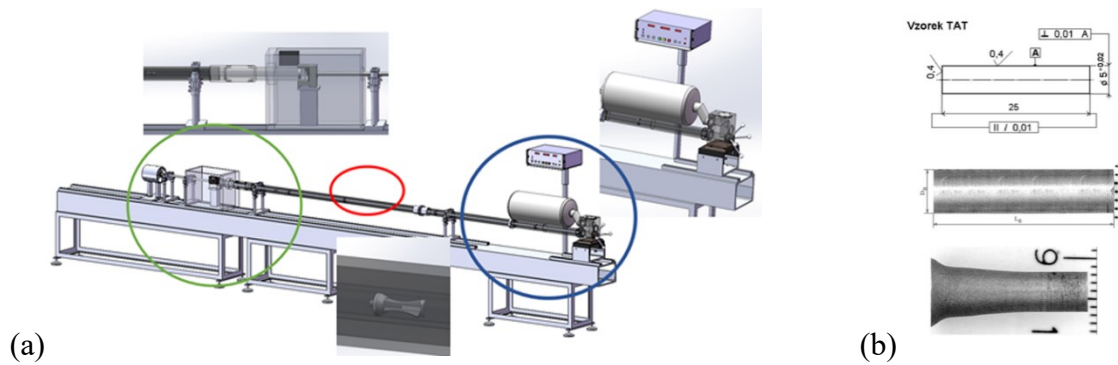


Obr. 46: Získané závislosti pro kompozit W-NiCo: slinek – pēchovací síla (a), deformační odpor (b), rotačně kovaný kompozit – pēchovací síla (c), deformační odpor (d).

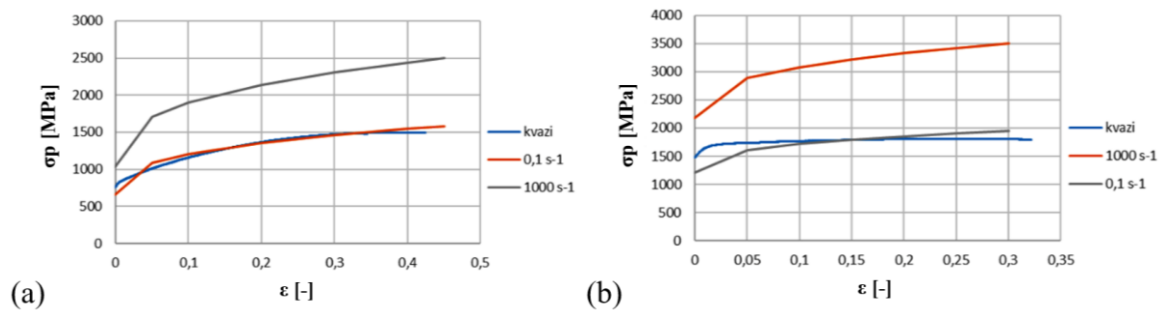
Výsledky kvazistatických testů pro slinek W-NiCo jsou znázorněny pomocí závislostí pēchovací síly a deformačního odporu na deformaci na obr. 46a a 46b. Pro srovnání jsou stejné parametry zhodnoceny i pro kompozit kovaný při teplotě 900 °C, viz. obr. 46c a 46d. Z obrázků je patrné, že kování při teplotě 900 °C vedlo ke zvýšení deformačního odporu až na cca 1800 MPa a tudíž pozitivně ovlivnilo pevnostní vlastnosti daného kompozitu.

Charakterizace mechanických vlastností kompozitu W-NiCo doplnilo testování těchto charakteristik za dynamických podmínek, k čemuž bylo využito Taylorova testu, který se velmi často využívá pro zmapování situace z pohledu energo-silových parametrů při procesech, u kterých jsou aplikovány daleko vyšší rychlosti deformace než v oblasti kvazistatické. Zjednodušené schéma zařízení pro Taylorův test je zachyceno na obrázku 47a. V podstatě se jedná o testování vysokorychlostní deformace, při kterém je experimentální vzorek (obr. 47b) vystřelen proti dopadové desce. Během letu tohoto vzorku je měřena jeho rychlost v určených místech jeho dráhy. Spolu s tímto je dále monitorováno i místo dopadu vzorku, kde jsou umístěny velmi citlivé snímače mapující silové zatížení [373].

Dynamické experimenty při různých deformačních rychlostech poskytly informace o závislostech deformačního odporu na deformaci pro dané vzorky kompozitu W-NiCo. Křivky těchto závislostí jsou zachyceny na obr. 48a (slinek) a 48b (rotačně kovaná tyč). Z výsledků zkoušek vyplývá, že nejvyšší deformační odpor byl při dynamickém testování zaznamenán pro oba vzorky (slinovaný i kovaný) při rychlosti testování 1000 s^{-1} , přičemž u kovaného kompozitu tento dosahoval hodnoty o téměř 1000 MPa vyšší než u slinku.



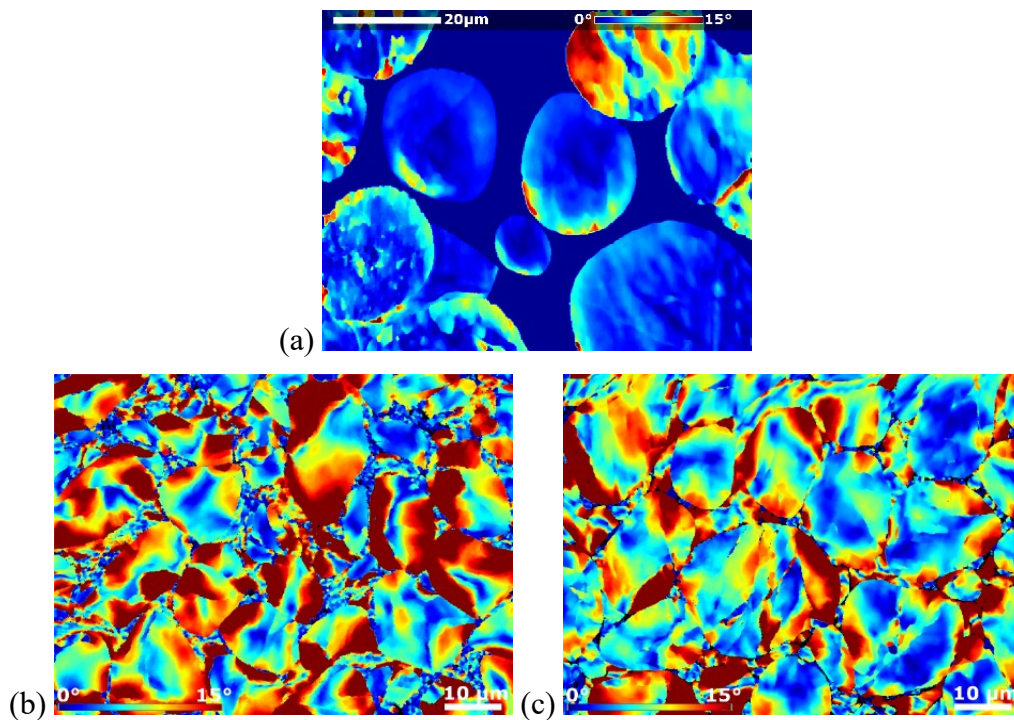
Obr. 47: Taylorův test: schématický princip (a), geometrie vzorků před a po deformaci (b).



Obr. 48: Experimentálně zjištěný deformační odpor kompozitu při různých deformačních rychlostech: slinek (a), rotačně kovaný kompozit (b).

Zbytková napětí a mikrostruktura

Měření zbytkového napětí u kovaných kompozitních tyčí (a slinků) byla prováděna vícero způsoby. Rozložení mikronapětí ve struktuře tyčí bylo orientačně pozorováno na SEM–EBSD skenech. Napětí bylo vyhodnocováno pomocí lokálních disorientací v rozsahu $0^\circ - 15^\circ$, tyto poukazují na vývoj substruktury (geometricky vynucených dislokací), čímž naznačují větší nebo menší přítomnost vnitřního mikronapětí, ovšem bez kvantitativního vyjádření. Obr. 49a zachycuje disorientace v původním slinku, zatímco obr. 49b a 49c zobrazují tyto v kompozitech kovaných při 20°C a 900°C . Ze snímků je patrné, že původní slinek vykazoval pouze lokální přítomnost vyšších disorientací, a to téměř výhradně ve W aglomerátech. Toto zjištění koresponduje s výše prezentovanými výsledky strukturního pozorování – NiCo matrice prošla během slinování tekutou fází, což umožnilo tvorbu struktury bez přítomnosti zbytkového napětí. Po kování při pokojové teplotě struktura vykazovala o poznání větší zastoupení lokálních disorientací, a to jak ve W aglomerátech, tak v NiCo matrici. Vlivem výše zmiňovaného vyššího deformačního odporu matrice při kování při 20°C se disorientace v aglomerátech vyskytovaly primárně v jejich okrajových částech, které byly v přímém kontaktu s matricí podléhající intenzivnější deformaci, než tyto aglomeráty. Struktura kompozitu kovaného při 900°C pak vykazovala nižší zastoupení vysokých disorientací a to jak v NiCo matrici, tak především ve W aglomerátech, u kterých se disorientace vyskytovaly převážně v okrajových oblastech, ovšem s nižší intenzitou než u kompozitu kovaného za 20°C . Závěry jsou v souladu s popsányými strukturními analýzami.



Obr. 49: Lokální disorientace poukazující na rozložení vnitřního napětí: slínek (a), kompozit rotačně kovaný při 20 °C (b), 900 °C (c).

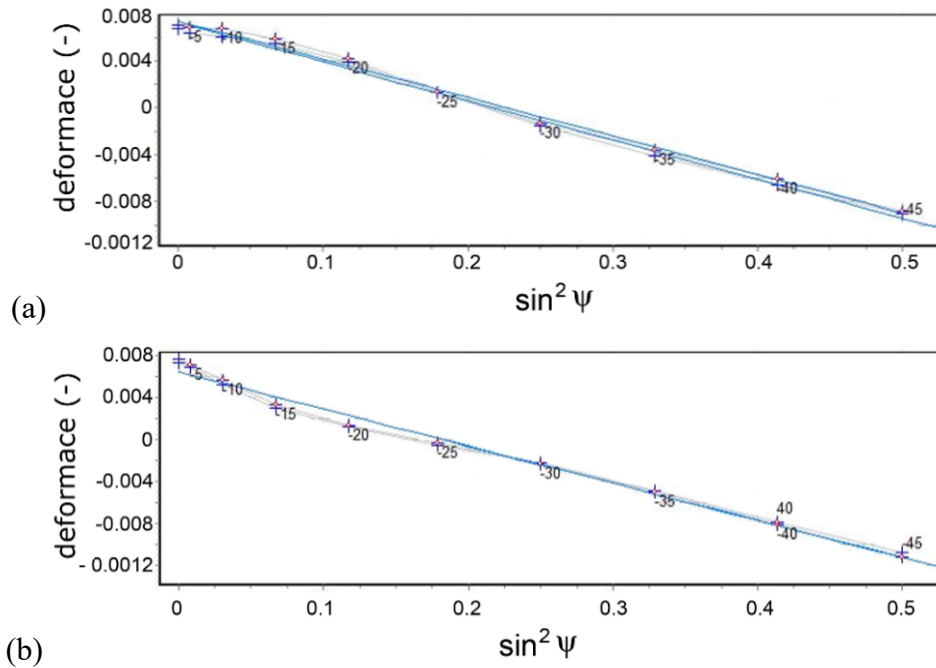
Následně bylo zbytkové napětí v tyčích kvantifikováno pomocí RTG měření a neutronové difrakce. RTG analýzy byly prováděny ve spolupráci se Swansea University, Wales, UK na zařízení BRUCKER D8. Bližší informace o nastavení aparatury a parametrech měření lze nalézt ve společné publikaci [98]. Závislost deformace na úhlu Ψ (úhel, který spolu svírají hlavní napětí σ_2 a σ_3 , viz. [98]) pro kompozit kovaný při 20 °C je zachycena na obr. 50a, zatímco obr. 50b zobrazuje tuto závislost pro kompozit kovaný při 900 °C (modré linky v grafech znázorňují regresní křivky). Pomocí výsledků těchto analýz byly následně vypočítány hodnoty zbytkových napětí pro kované kompozity s využitím rovnice (14),

$$\sigma = \frac{E}{(1+\nu)\sin^2\psi} \left(\frac{d_\psi - d_n}{d_n} \right) \quad (14)$$

kde E je Youngův modul (GPa), ν je Poissonovo číslo, d_n je délka krystalové mřížky podél normály k povrchu, a d_ψ je délka krystalové mřížky ve směru Ψ . Aby však byly výpočty umožněny, bylo ještě potřeba změřit parametry potřebné k dosazení do rovnice (14). Tato měření, jejichž výsledky jsou uvedeny v tab. 2, byla provedena pomocí ultrazvuku [98].

Tab. 2: Výsledky měření materiálových parametrů.

veličina	Youngův modul	Smykový modul	Poissonovo	Průměrná
vzorek	(GPa)	(GPa)	číslo (-)	hustota ρ ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$)
slínek	340	130	0,280	16,98
výkovek 20 °C	350,5	137,2	0,278	17,47
výkovek 900 °C	359,1	141,3	0,270	17,20



Obr. 50: Závislost deformace na úhlu Ψ , tj. rozložení napětí, v kompozitu kovaném při 20 °C (a), 900 °C (b).

Z obrázků i z naměřených hodnot je patrné, že detekované rozdíly mezi kovanými kompozity nejsou zásadní. Výsledné hodnoty zbytkových napětí pro kované tyče zjištěné popsáním způsobem jsou uvedeny v tab. 3. Výsledky hodnocení zbytkových napětí ukazují, že kompozit kovaný při 20 °C obsahoval heterogenitu v jejich rozložení, zatímco rozložení napětí v kompozitu kovaném při 900 °C vykazovalo homogennější charakter. Celková hodnota zbytkového napětí byla rovněž nižší v obou charakterizovaných směrech u kompozitu kovaného při 900 °C. Tyto závěry potvrzují výše uvedené výsledky z pozorování rozložení napětí pomocí SEM.

Tab. 3: Výsledné hodnoty zbytkových napětí v měřených směrech zjištěné pomocí RTG.

vzorek	σ_{11} (MPa)	σ_{22} (MPa)
výkovek 20 °C	-979,9±20,0	-973,9±20,0
výkovek 900 °C	-936,2±14,8	-912,2±40,3

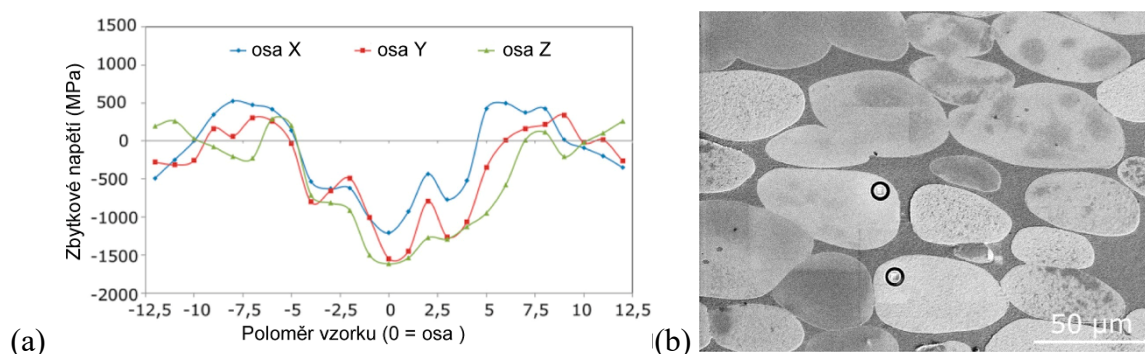
Dalším krokem při měření zbytkových napětí bylo jeho zjištění pomocí neutronové difrakce, které probíhalo na difraktometru SPN-100 instalovaném na výzkumném reaktoru LVR-15 v Řeži [378]. Bližší informace ohledně experimentálního uspořádání lze nalézt v publikaci [371]. Výpočet hodnot zbytkových napětí byl založen na určení zbytkových deformací pomocí měření úhlové deviace difrakčního profilu od hodnoty pro stav bez napětí ($\Delta\theta hkl$) a následného výpočtu diferencované Braggovy rovnice (rovnice (15)) pro určení relativní deformace mřížky ϵhkl ,

$$\epsilon = \frac{\Delta d}{d_0} = \frac{\sin\theta_0}{\sin\theta} - 1 \quad (15)$$

kde d_0 je mezivrstvicová vzdálenost pro stav bez napětí. Následný výpočet komponent zbytkového napětí σ_x , σ_y a σ_z v jednotlivých osách x , y a z byl proveden pomocí Hookova zákona (příklad výpočtu pro osu x rovnice (16), bližší informace v publikaci [371]).

$$\sigma_x = \frac{E}{(1-2\nu)(1+\nu)} [(1-\nu)\varepsilon_x + \nu(\varepsilon_y + \varepsilon_z)] \quad (16)$$

Výsledky měření zbytkových napětí pomocí neutronové difrakce pro kompozit kovaný při teplotě 20 °C jsou zobrazeny na obr. 51a. Z obrázku vyplývá, že tato tyč rozhodně vykazovala přítomnost zbytkových napětí, ačkoli tato byla variabilní v objemu kovaného materiálu. V okrajových částech kované tyče byla v osách x a y , tedy v radiálním směru vzhledem ke kované tyči, přítomna napětí tlakového charakteru, zatímco osový směr, tj. směr z , vykazoval tahová napětí. Takováto zjištění jsou v souladu s charakterem rotačního kování, kdy na kovaný polotovár působí radiální kompresní síly a je tak podporován materiálový tok ve směru kování, tj. v ose polotovaru [375]. Směrem k ose kovaného kompozitu se charakter napětí v radiálním směru měnil v tahový charakter a napětí ve směru osy z přecházelo do tlakového charakteru. V okolí osy kované tyče byla pak zbytková napětí ve všech směrech srovnatelná a dosahovala maxim až k hodnotě -1500 MPa. Takto vysoké hodnoty tlakových napětí pocházejí především od W aglomerátů, jelikož plastičtější NiCo matrice na tyto aglomeráty působí a iniciuje jejich deformaci – tyto závěry podporuje jak výše uvedené SEM-EBSD pozorování, které potvrdilo přítomnost disorientací především v okrajových částech aglomerátů, tak i doplňkové *high resolution* EBSD (HR-EBSD) měření (ve spolupráci s TESCAN Brno s.r.o.), pomocí něhož bylo zjištěno, že okrajové části W aglomerátů byly zatíženy lokálním zbytkovým napětím dosahujícím hodnot až -2000 MPa (na obr. 51b je snímek kované slitiny a pozice, ve kterých byly hodnoty zbytkových napětí zjišťovány).

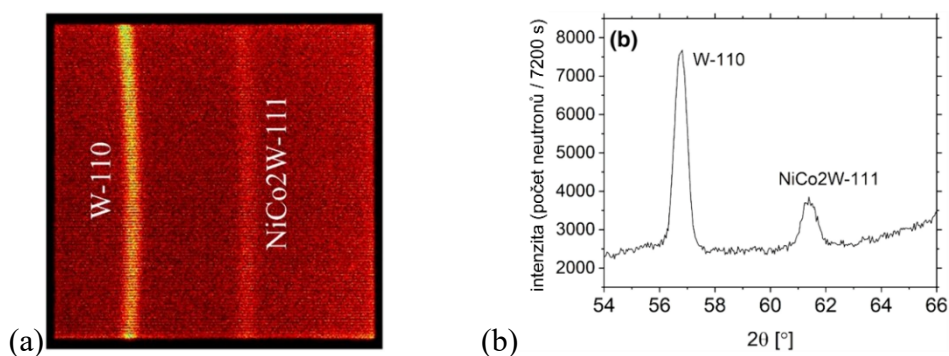


Obr. 51: Výsledky měření zbytkových napětí pro kompozit kovaný při teplotě 20 °C zjištěné pomocí neutronové difrakce (a), pozice měření napětí pomocí HR-EBSD (b).

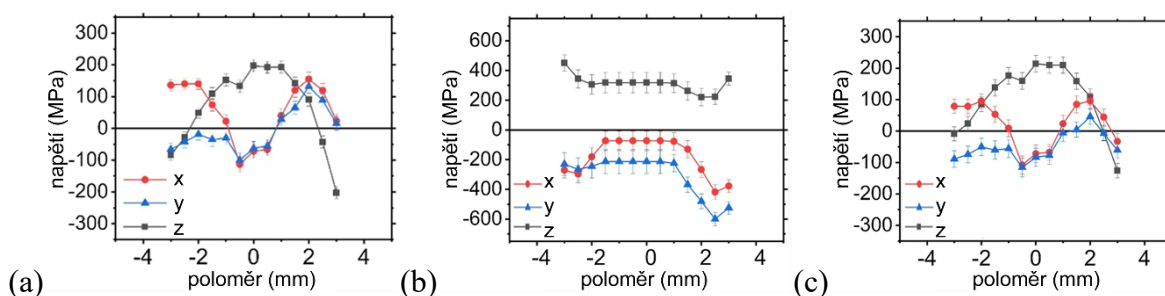
Jelikož bylo při kování za pokojové teploty prokázáno, že zbytková napětí jsou rozdílná v obou dvou fázích kompozitu, napětí u kompozitu kovaného při 900 °C byla měřena zvlášť pro fázi W a NiCo. Měření opět probíhalo na difraktometru SPN-100 instalovaném na výzkumném reaktoru LVR-15 v Řeži a výpočet komponent zbytkového

napětí σ_x , σ_y a σ_z v jednotlivých osách x , y a z byl opět proveden pomocí Hookova zákona (více info o experimentální sestavě a výpočtech v publikaci [379]).

Jako první proběhla identifikace jednotlivých fází, výsledky tohoto pozorování jsou zobrazeny na obr. 52a (Debye–Scherrerův prstenec) a 52b (difraktogram). Následně byla provedena samotná měření pro výpočet zbytkových napětí pro obě tyto fáze a pro kovaný kompozit jako celek, jejich výsledky jsou zachyceny na obr. 53a – 53c. Z obrázků je patrné, že zbytková napětí byla celkově dramaticky nižší než u kompozitu kovaného při 20 °C. Rovněž je patrné, že zbytková napětí byla vyšší v NiCo matrici než ve W aglomerátech – jak bylo uvedeno na základě strukturních pozorování, při zvýšené teplotě kování došlo k významné deformaci NiCo matrice, která absorbovala velkou část vložené deformace a podléhala tak intenzivnějšímu rozvoji substruktury a tím i zjemnění zrna. Zbytková napětí v matrici byla evidentně poměrně homogenně rozložena v objemu kovaného kompozitu a vykazovala tlakový charakter v příčném směru, a tahový charakter ve směru podélném. Vzhledem k nižší tvařitelnosti W aglomerátů bylo rozložení napětí v této fázi poněkud méně homogenní, tato nehomogenita tak velkou mírou přispěla k celkově nehomogennímu rozložení zbytkových napětí v objemu kompozitu (obr. 53c).



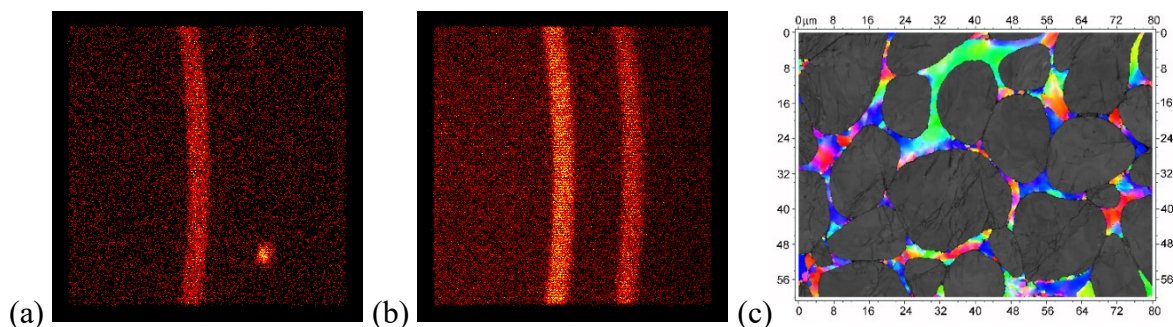
Obr. 52: Debye-Scherrerův prstenec z ex-situ měření (a), difraktogram (příčný směr) (b).



Obr. 53: Výsledky měření zbytkových napětí pro kompozit kovaný při teplotě 900 °C zjištěné pomocí neutronové difrakce: W aglomeráty (a), NiCo matrice (b), kompozit (c).

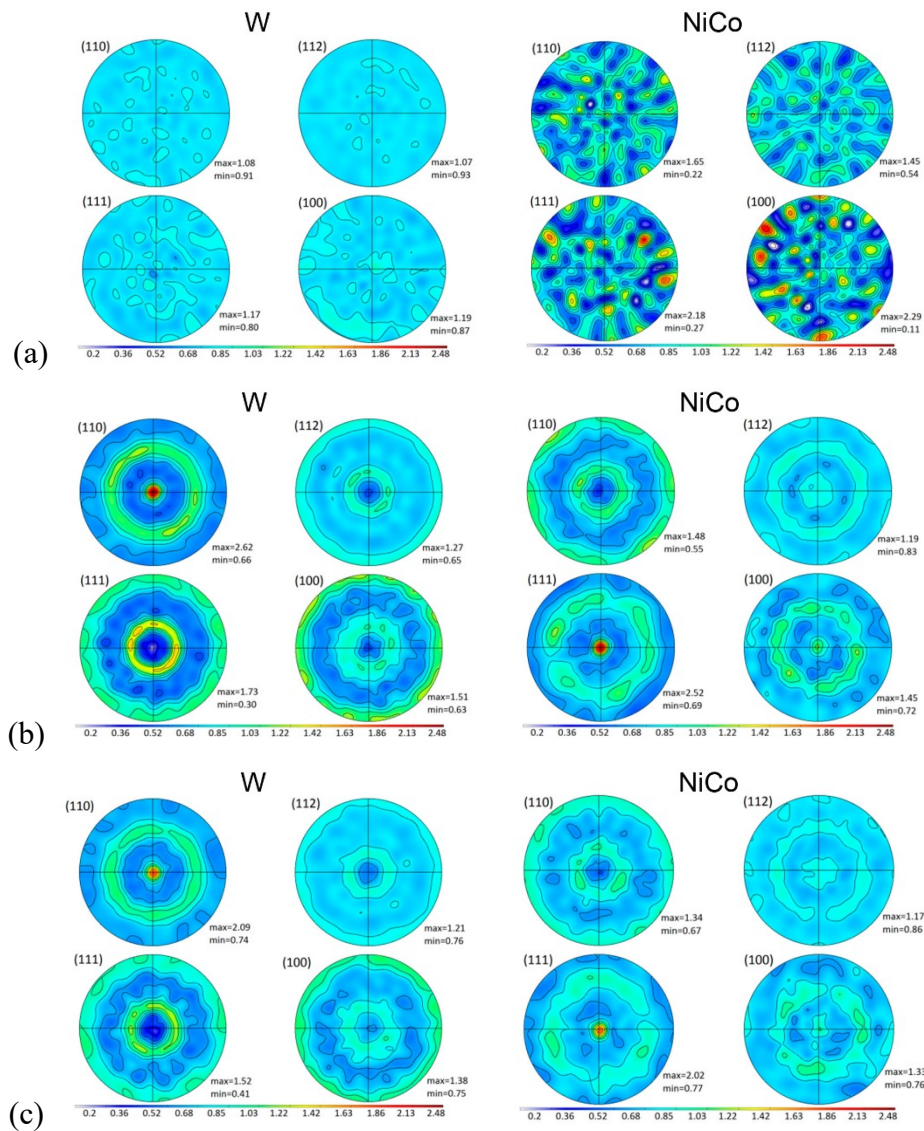
Neutronová difrakce byla rovněž použita k určení velikosti zrn kompozitu před a po kování. Tato měření byla v makroměřítku prováděna na 2D difraktometru TKS-400 instalovaném na výzkumném reaktoru LVR-15 v Řeži (např. [380, 381]). Zatímco v mikroměřítku byla uskutečněna pomocí SEM-EBSD analýz. Obr. 54a zobrazuje Debye-Scherrerův prstenec z měření výchozího slinku, ze kterého je patrné, že zrna tvořící W

aglomeráty byla poměrně malá, zatímco zrna NiCo matrice byla po slinování velká a dosahovala velikosti až 1 mm [382]. Kování při teplotě 900 °C (obr. 54b) pak iniciovalo výrazné zjemnění zrn NiCo matrice, zatímco velikost zrn W aglomerátů zůstala víceméně srovnatelná. Obr. 54c zachycuje výsledky EBSD analýzy pro NiCo fázi, které potvrzují, že po rotačním kování při 900 °C došlo k fragmentaci jednotlivých zrn NiCo matrice, jelikož jejich průměrná velikost se po kování pohybovala okolo 1 μm. Tyto závěry jsou v souladu výše uvedenými výsledky strukturních pozorování a rovněž potvrzují výsledky měření mechanických charakteristik.



Obr. 54: Část difraktogramu pro: výchozí slínek – levý pruh znázorňuje poměrně jemnozrnnou fázi W, pravý pruh (bod) zobrazuje hrubozrnnou fázi NiCo (a), rotačně kovaný kompozit, 900 °C – levý pruh (W) i pravý pruh (NiCo) poukazují na jemnozrnné fáze (b), EBSD analýza NiCo matrice po kování při teplotě 900 °C (c).

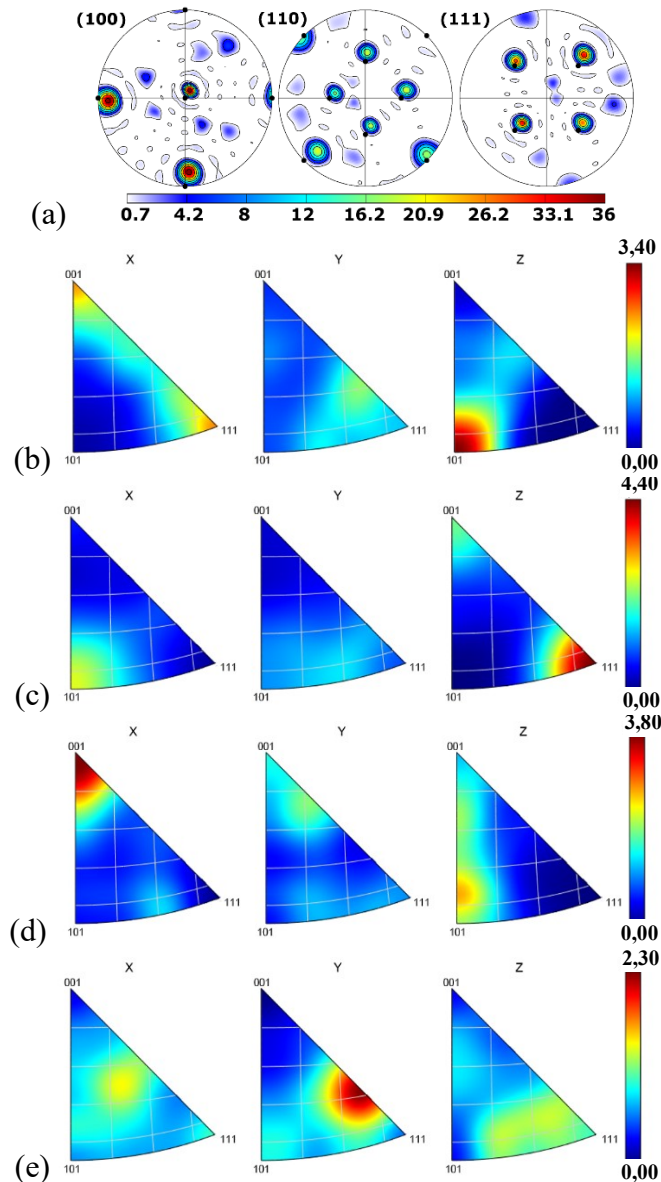
Poslední analýza sestávala z měření texturních orientací, které bylo opět prováděno pomocí neutronové difrakce (makrotextura), i pomocí SEM-EBSD (mikrotextura). Měření makrotextury probíhalo pomocí difraktometru MEREDIT instalovaném na výzkumném reaktoru LVR-15 v Řeži (více info o experimentální sestavě lze nalézt v publikaci [378]). Výsledky pro obě fáze kompozitu W-NiCo – slínek a tyče rotačně kované za pokojové teploty a při teplotě 900 °C – jsou zobrazeny na obr. 55a – 55c pomocí pólových obrazců (*pole figure*, PF) pro roviny 110, 112, 111, a 100 (obrazce jsou vyhodnoceny ve stejné škále texturní intenzity, aby bylo možno tuto pro jednotlivé fáze a stavy materiálu lépe porovnat). Z obr. 55a je patrné, že zrna ve W aglomerátech slínek nevykazovala žádnou významnou preferenční texturní orientaci. Zrna NiCo matrice byla velká a rovněž náhodně orientovaná, což odpovídá faktu, že při slinování došlo k natavení Ni a Co a jejich slinutí do formy jednolitě hrubozrnné matrice. Výsledky texturního pozorování pro NiCo matrici u kovaných kompozitů byly srovnatelné pro 20 °C i pro 900 °C, oba kompozity vykazovaly zjemněná zrna s tendencí tvořit preferenční texturní orientaci $\langle 111 \rangle \parallel SD$, její intenzita ovšem nebyla příliš vysoká, především u kompozitu kovaného za zvýšené teploty (max. $\sim 2,50$). Zrna W aglomerátů měla tendenci tvořit preferenční texturu $\langle 110 \rangle \parallel SD$ a to při kování za pokojové i zvýšené teploty.



Obr. 55: Makrotextura pro kompozit: slinek (a), rotačně kovaný při 20 °C (b), 900 °C (c).

Mikrotexturní pozorování pomocí EBSD potvrdila přítomnost rekrystalizační textury typu *Cube* ($(001)\langle 100 \rangle$) [383] u výchozího slinku. Tato textura byla především dána zrní NiCo matrice, která během tuhnutí po natavení vytvořila tuto preferenční orientaci (obr. 56a zachycuje příslušné PF obrazce spolu s ideálními pozicemi pro texturu typu *Cube* – černé tečky). Nicméně, textura slinku byla od ideální orientace vychýlena cca o 10°. Tento fakt je možné vysvětlit následovně: Ni má vysokou energii vrstevné chyby a má velkou tendenci tvořit během rekrystalizace (tuhnutí) ideální texturní orientaci *Cube*. Na druhou stranu Co má nízkou energii vrstevné chyby a snižuje celkovou energii vrstevné chyby NiCo matrice, čímž také ovlivňuje texturu. Přídavek Co tak velmi pravděpodobně způsobil tuto deviaci textury od ideální orientace. Po intenzivní plastické deformaci v obou fázích kovaných kompozitů převládala, vlivem rotačního kování, texturní vlákna. EBSD pozorování potvrdila vznik textury $\langle 111 \rangle \parallel SD$ u NiCo matrice především po kování za studena (obr. 56c). Po kování za tepla (obr. 56e) zde byla stále tendence tvořit toto preferenční texturní vlákno, ovšem o mnoho slabší. Textura zrn ve W aglomerátech vykazovala po kování za tepla i za

studena podobnou maximální intenzitu, ideální texturní orientace se však vlivem kovací teploty změnila. Zatímco po kování při 20 °C vykazovala zrna W jasnou tendenci tvořit vlákno $\langle 110 \rangle \parallel SD$ (obr. 56b), po kování za teploty 900 °C byla tato tendence slabší a zrna rovněž inklinovala k orientaci $\langle 100 \rangle \parallel SD$ (obr. 56d).



Obr. 56: Mikrotextura pro kompozit: slinek (a), kování při 20 °C – W aglomeráty (b), NiCo matrice (c), kování při 900 °C – W aglomeráty (d), NiCo matrice (e).

5.1.5 Dílčí závěry

První část experimentální práce byla věnována tématice zpracování W-NiCo kompozitu pomocí intenzivní plastické deformace. Jelikož jsou kompozity tohoto typu hojně využívány např. pro kinetické penetrátory, nebo jako radiační stínění, je potřeba, aby jejich struktura byla co možná nejvíce zhutněná a vykazovala optimální vlastnosti, spolu s přívětivými hodnotami a rozložením vnitřního napětí. Zároveň je potřeba, aby byla navržena technologie zpracování, která bude nejen výhodná po stránce výsledných

charakteristik finálních produktů, ale aby byla rovněž průmyslově využitelná. Z tohoto důvodu byla pro zpracování W-NiCo kompozitů zvolena metoda rotačního kování.

Prvním krokem výzkumu bylo nalezení optimálních podmínek slinování z pohledu času a teploty. Jako optimální režim byl zvolen teplota 1525 °C a čas 30 minut – při slinování za nižší teploty nedošlo k tvorbě žádané struktury tvořené W aglomeráty a NiCo maticí, čas 30 minut byl zvolen jako nejnižší možná doba pro tvorbu této struktury (tyto dva parametry byly optimalizovány také z pohledu ekonomické výhodnosti případné průmyslové výroby). Co se týče ochlazování slinku, je velmi vhodné tento ze slinovací teploty zakalit do vody, jelikož tak dojde k výraznému nárůstu mechanických vlastností, především plasticity.

Následně bylo přistoupeno k plastické deformaci pomocí rotačního kování. Pro tento krok byla rovněž v první fázi optimalizována teplota kování. Jako nevhodnější režim bylo zvoleno kování za teploty 900 °C. Při vyšší kovací teplotě (1200 °C) docházelo k výrazným nehomogenitám ve struktuře (tvorba smykových pásů), rovněž byla zaznamenána výrazná oxidace povrchu tyče při ohřevu. Kování při pokojové teplotě (20 °C) se sice vyznačovalo nulovým znehodnocením povrchu tyče, nicméně takto nízká teplota zpracování vyžadovala, z důvodu vysokého deformačního odporu kompozitu, velmi vysoké kovací síly a celý proces byl tak velice náročný na obsluhu i zařízení. Kompozit kovaný za studena rovněž vykazoval velmi vysoké hodnoty vnitřního napětí, texturu o poměrně vysoké intenzitě, a v neposlední řadě také nízké plastické vlastnosti (ačkoliv pevnostní vlastnosti dosahovaly hodnot 1800 MPa). Rovněž zde byla patrná nehomogenita vložné deformace po průřezu kované tyče.

Kombinace slinování v režimu 1525 °C/30 min a rotačního kování při teplotě 900 °C přineslo nejspokojivější výsledky. Takto připravený kompozit se vyznačoval tvorbou mírné textury v obou fázích a poměrně nízkými hodnotami zbytkového napětí (v porovnání s kompozitem kovaným za studena). Došlo zde také k výraznému zjemnění zrna, především u NiCo matrice. Kompozit rovněž vykazoval uspokojivé mechanické vlastnosti s jejich minimální nehomogenitou po průřezu, a to jak při statických, tak při kvazistatických i dynamických podmínkách testování.

5.2 Vrstvené kompozity Al/Cu

Dalším zvoleným studovaným materiálem byl kompozitní kovový systém na bázi Al-Cu, přičemž jeho příprava byla realizována i s ohledem na sekvenci vrstvení jednotlivých kovů a také formu jejich lokalizace.

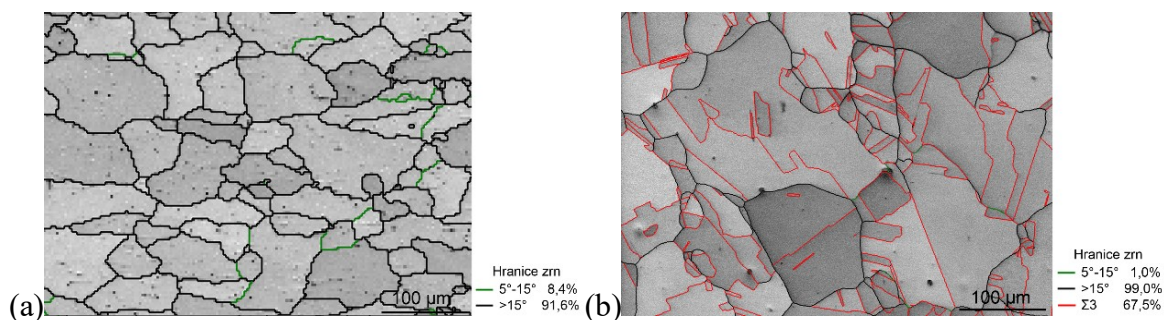
5.2.1 Použité metody

Podobně jako u předchozích experimentů byly analýzy strukturních charakteristik výchozích materiálů i výsledných kompozitů prováděny pomocí SEM BSE a EBSD na skenovacím elektronovém mikroskopu Tescan Lyra 3 XMU FEG/SEMxFIB vybaveném Symmetry EBSD detektorem a detailní strukturní analýzy byly prováděny na transmisním elektronovém mikroskopu (TEM) JEOL 2100 F. Analýzy byly následně vyhodnocovány

pomocí software AZTec a Atex (vše ÚFM AVČR). Některé strukturní analýzy byly prováděny ve spolupráci s Colorado School of Mines, USA, kde byla uskutečněna příprava vzorků pomocí iontového leštění na zařízení JEOL CP a jejich následná strukturní charakterizace pomocí mikroskopu JEOL FESEM 7000F vybaveného EDAX DigiView kamerou s vysokým rozlišením (bližší podrobnosti lze nalézt například v [384]). 3D pozorování a charakterizace jednotlivých Al a Cu vrstev ve vybraných kompozitech zpracovaných pomocí extrémní plastické deformace bylo prováděno s využitím zařízení pro RTG mikro-tomografii – mikroCT (ve spolupráci s výzkumným centrem AdMaS, VUT Brno). Statické mechanické vlastnosti vrstvených kompozitů byly zkoumány především pomocí tahových testů a měření mikrotvrdomosti s využitím zařízení Zwick/Roell (ÚFM AVČR), a mikrotvrdoměru FM ARS 900 (VŠB – TUO). U vybraných mechanických testů byla zařazena akustická emise pro evaluaci deformačního chování a mapování odezvy struktury v reakci na zatěžování (VŠB – TUO, více informací v [385]). Charakteristiky kompozitů při vedení elektrického proudu byly prováděny s využitím vysoce přesné metody čtyř drátů (FWRM – *Four-Wire Resistance Measurement*, ve spolupráci s VŠB – TUO), bližší informace o experimentální sestavě ve společných publikacích (např. [360, 386]).

5.2.2 Příprava materiálu

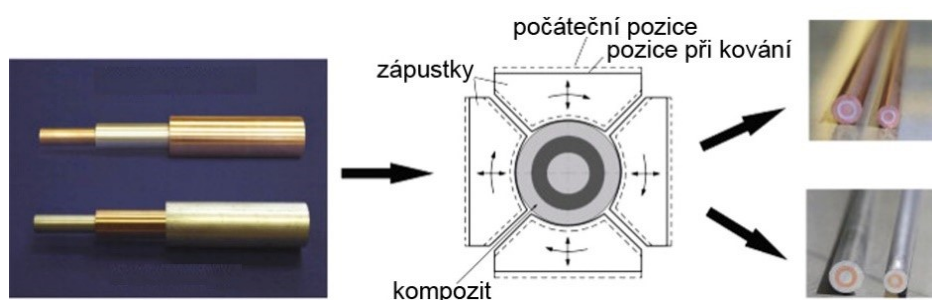
V rámci výzkumu vlivu intenzivní plastické deformace na výsledné chování Al/Cu kompozitů byly navrženy tři základní způsoby uložení jednotlivých komponent – kompozit tvořený jednotlivými vrstvami, kompozit tvořený maticí a dráty, a kompozit s lamelami. U některých variant byly navíc zkoumány také sekvence uložení, tj. matrice tvořená Al, nebo Cu, a doplněná druhou komponentou (Cu, nebo Al). Výchozím materiálem pro všechny varianty byly komerčně čistá elektrovedná Cu (+ 0,002% O, 0,015 % P, a 0,002 % Zn), a komerčně čistý elektrovedný Al (+ 0,20 % Si, 0,25 % Fe, a 0,05% Cu), oba v žíhaném stavu s minimální přítomností vnitřního napětí. Struktury výchozích materiálů s vyznačenými NÚHZ a VÚHZ jsou vyobrazeny na obr. 57a (Al) a 57b (Cu), pro Cu jsou navíc vyznačeny CSL (*coincidence site lattice*) hranice $\Sigma 3$ zobrazující přítomnost žíhacích dvojčat $\langle 111 \rangle 60^\circ$, která byla v původní Cu výrazná. Průměrná velikost zrna byla 61,0 μm pro Al, a 40,5 μm pro Cu (měřeno s využitím parametru *max. feret diameter*, který je definován jako největší vzdálenost mezi dvěma protilehlými body v rámci jediného zrna [360]). Maximální pevnost výchozích materiálů určená tahovými testy byla 195 MPa pro Al, a 343 MPa pro Cu.



Obr. 57: Výchozí struktury původních materiálů s hranicemi zrn: Al (a), Cu (b).

5.2.3 Kompozit tvořený vrstvami

Tento typ kompozitu byl kruhového průřezu a byl tvořen třemi jednotlivými vrstvami, sekvence vrstvení zde byla dvojího typu – Al/Cu/Al, nebo Cu/Al/Cu. V obou případech byl maximální průměr vnější vrstvy, tj. průměr výchozího polotovaru, 30 mm. Prostřední vrstva měla průměr 20 mm, a osová pak 10 mm. Jelikož bylo záměrem vyrobit kompozitní tyče/dráty, bylo využito rotačního kování. Tyče byly tímto způsobem zpracovány za pokojové teploty až na výsledný průměr 10 mm, celková vložená deformace vypočtená podle rovnice (13) byla 2,2. Schematické znázornění výroby výsledných kompozitů je zobrazeno na obr. 58.



Obr. 58: Schematické znázornění výroby kompozitních tyčí pomocí rotačního kování.

5.2.3.1 Experimentální výsledky

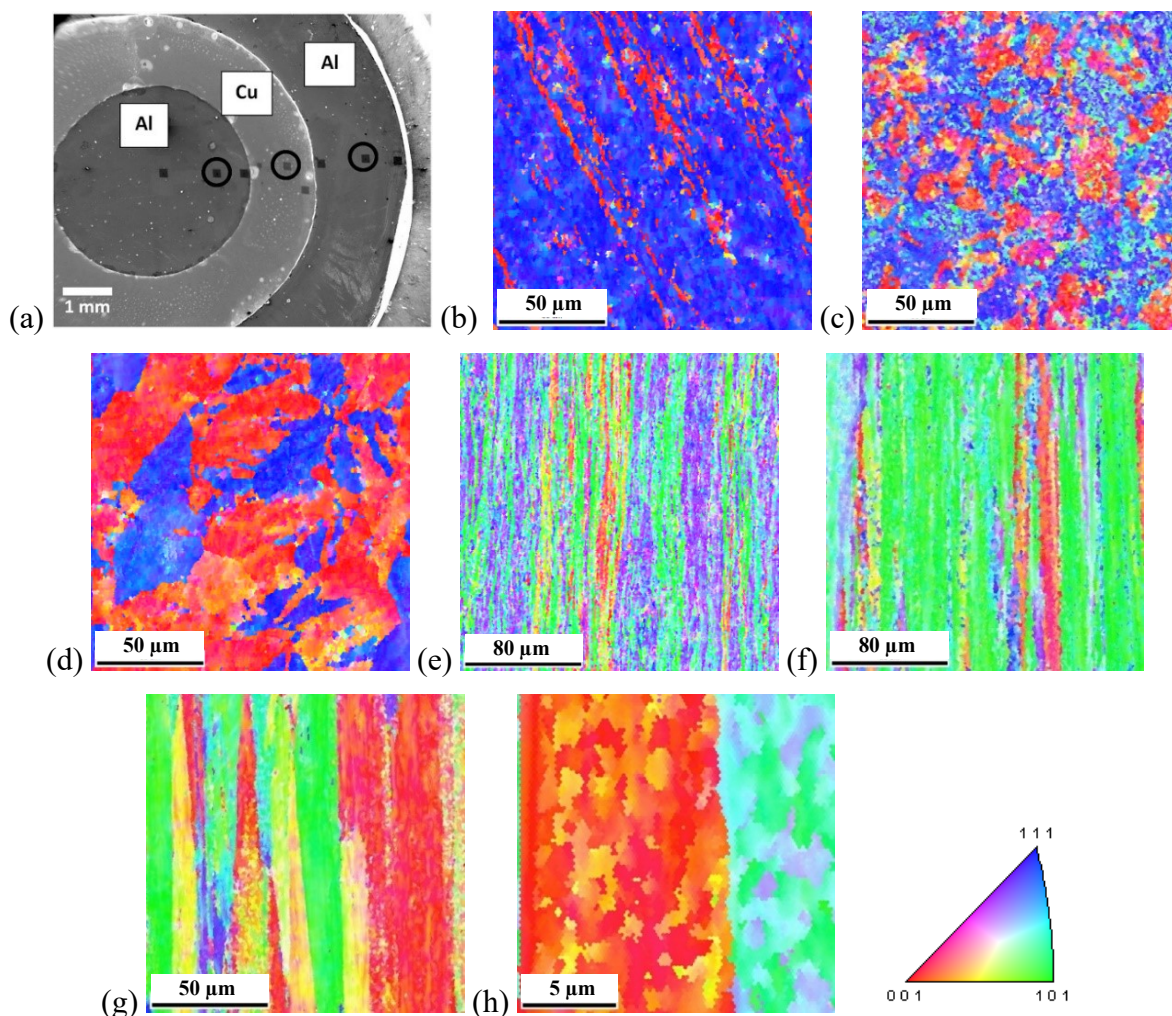
Hlavní pozornost byla u těchto kompozitů věnována studiu struktury s cílem zjistit jejich vliv na mechanické vlastnosti. K těmto účelům pak bylo využito také například i akustické emise, která doprovázela tahové testy a přispěla tak zmapovat mimo jiné i lokalizaci dějů jako je delaminace jednotlivých vrstev.

Mikrostruktura

Detailní pozorování mikrostruktury bylo u těchto kompozitů provedeno především u kompozitu s větším objemový podílem Al, jelikož primárním cílem výzkumu těchto materiálů je snížit podíl Cu ve vodičích a tím snížit pořizovací cenu a taktéž redukovat jejich hmotnost při zachování rozumné kombinace mechanických (a elektrických) vlastností.

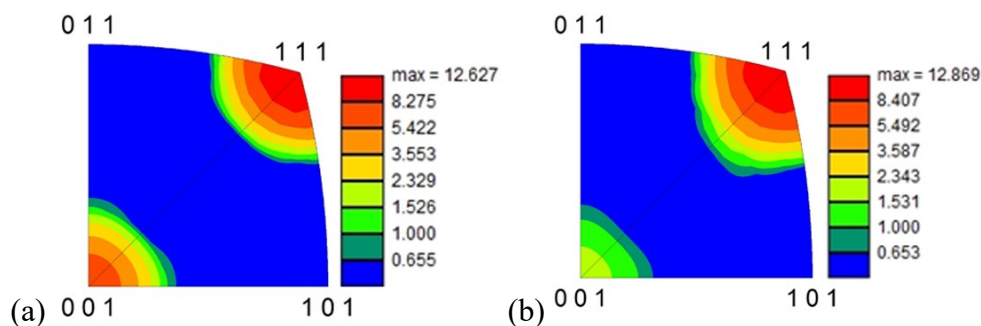
Snímek zobrazující místa detailního pozorování struktury v příčném i podélném směru u Al/Cu/Al kompozitu kovaného na 10 mm je na obr. 59a, obr. 59b až 59g pak zachycují OIM pro příčné a podélné řezy jednotlivými vrstvami. Všechny zobrazené mapy dokazují značnou modifikaci zrn indukovanou rotačním kovááním. Obr. 59b a 59e zachycují vláknitou strukturu tvořenou pásy s jemnými zrny u vnitřní Al vrstvy. Tyto pásy byly o šířce 2 až 25 μm a většinou byla jejich šířka tvořena pouze jedním zrnem. V těchto zmech byla navíc pozorována subzrna o velikostech $< 1 \mu\text{m}$, tj. struktura vnitřní Al vrstvy kompozitu může být považována za UFG. Jak je patrné z porovnání obr. 59b a 59e, zrna byla protáhlá ve směru hlavní deformace, což potvrzuje dominantní tok materiálu ve směru osy kované kompozitní tyče. Obr. 59d a 59g ukazují, že ve vnější Al vrstvě se nacházela větší zrna, o

velikostech 10 až 55 μm . Nicméně, tato byla rovněž tvořena subzrny o velikostech $< 1,8 \mu\text{m}$. Tento rozdíl ve velikostech zrn mezi vnitřní a vnější Al vrstvou může být vysvětlen současným působením několika faktorů. V průběhu opakované deformace, tj. rotačního kování v několika průchodech, docházelo k postupnému proniku vlivu deformace směrem k ose kovaného kompozitu, a tudíž i k postupnému zjemňování zrna. Jelikož je však deformace v průběhu rotačního kování vkládána směrem od povrchu polotovaru k jeho ose, byla po ukončení kování celková deformace v okrajových částech polotovaru větší než v jeho ose. V okrajových částech tak snáze docházelo k rekrytalizaci. Navíc je v průběhu kování přítomno tření mezi polotovarem a zápustkami, což způsobuje lokální zvýšení teploty v okrajových částech polotovaru. Spojením těchto dvou faktorů tak mohlo snáze dojít k sekundární rekrytalizaci, tj. hrubnutí zrna, v okrajové vrstvě kovaného kompozitu [384]. Tento fakt byl potvrzen pomocí následného detailního pozorování vnější Al vrstvy (obr. 59h), které potvrdilo přítomnost malých rovnoosých rekrytalizovaných zrn.



Obr. 59: SEM foto příčného průřezu kovaným kompozitem s vyobrazením pozic skenování (a). OIM pro příčný řez kovaným kompozitem: vnitřní vrstva Al (b), mezivrstva Cu (c), vnější vrstva Al (d). OIM pro podélný řez kovaným kompozitem: vnitřní vrstva Al (e), mezivrstva Cu (f), vnější vrstva Al (g). Detailní OIM vnější Al vrstvy, podélný sken (h).

Pro potvrzení výše uvedených závěrů byly provedeny analýzy mikrotextury u vnitřní Al vrstvy a Cu mezivrstvy pomocí IPF obrazců. Z obr. 60a je patrné, že zrna Cu mezivrstvy měla silnou tendenci tvořit texturní vlákno $\langle 111 \rangle$, vlákno $\langle 100 \rangle$ zde však také bylo patrné a ve srovnatelné intenzitě. Zrna vnitřní vrstvy Al vykazovala podobnou tendenci k tvorbě texturního vlákna $\langle 111 \rangle$, a slabší tendenci tvořit vlákno $\langle 001 \rangle$ (obr. 60b). Tyto poznatky odpovídají výše prezentovaným obrazcům a závěrům ohledně probíhající rekrystalizace.

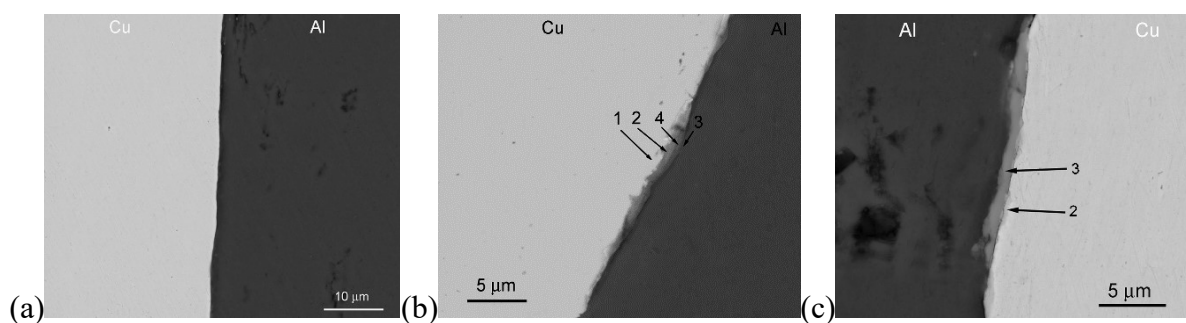


Obr. 60: IPF pro kompozit Al/Cu/Al: osová vrstva Al (a), Cu mezivrstva (b).

Podobný způsob tvorby struktury byl pozorován i u rotačně kovaného Cu/Al/Cu kompozitu. Trend vývoje (sub)struktury v okrajové a osově Cu vrstvě (charakterizováno z podélného řezu) byl však poněkud odlišný v porovnání s kompozitem Al/Cu/Al. U této tyče byla rovněž zaznamenána zrna protáhlá ve směru hlavní deformace, tj. ve směru osy kompozitu. Nicméně, vnější vrstva vykazovala poměrně homogenní distribuci zjemněných zrn, dominovaly velikosti $< 5 \mu\text{m}$. Na druhé straně vnitřní vrstva Cu obsahovala cca o polovinu méně zrn zjemněných na tyto velikosti na úkor zrn o velikostech $10 \mu\text{m}$ a větších. Tento jev, opačný k vývoji substruktury u kompozitu Al/Cu/Al, může být opět vysvětlen souhrnným vlivem vložené deformace a tření, tj. teploty, při tváření. Je však třeba brát v úvahu také další parametry, jako jsou energie vrstevné chyby, deformační odpor, nebo plastický tok obou komponent. Například deformační odpor je obecně vyšší pro Cu než pro Al, zjemnění zrn u této komponenty tak bude probíhat obtížněji [7]. S tímto je také spojen plastický tok, který je během kování výraznější u Al komponent, které tak mají tendenci pohlcovat větší množství vložené energie. Fakt že byla u tohoto typu vrstveného kompozitu pozorována menší zrna ve vnější Cu vrstvě v porovnání s osovou Cu vrstvou může být z velké míry přičten souhrnnému vlivu výše uvedených parametrů, které zbrzdily rekrystalizaci a neumožnily tak výrazné hrubnutí zrna ani mezi průchody [387].

Jednou z hlavních komplikací při výrobě kompozitů typu Al-Cu je případná tvorba intermetalických fází na rozhraní vrstev. Tato intermetalika jsou velice nežádoucí, jelikož jsou křehká a mohou snižovat životnost a způsobit porušení nebo delaminaci. Při kování obou typů kompozitů za pokojové teploty nebyla tvorba intermetalik pozorována, lokální zvýšení teploty kování vlivem třecích sil a vložené energie tak nebylo dostatečné pro jejich tvorbu. Z tohoto důvodu byl proveden dodatečný experiment, ve kterém byly kované kompozity podrobeny dvěma režimům žíhání: $300 \text{ }^\circ\text{C}/30 \text{ min}$, a $350 \text{ }^\circ\text{C}/30 \text{ min}$. Po těchto žíhacích režimech byly provedeny analýzy Al/Cu rozhraní, žíhané kompozitní tyče byly také

dále zařazeny do mechanického testování. Oba typy žíhaných kompozitů se vyznačovaly přítomností intermetalických fází na Al/Cu rozhraních (souhrnné informace jsou uvedeny v tab. 4), po žíhání na 300 °C však vrstva intermetalik nebyla souvislá, tyto se vyskytovaly pouze lokálně. Po žíhání na 350 °C se již na rozhraních vyskytovala téměř souvislá vrstva intermetalických fází, především u kompozitu typu Cu/Al/Cu, jejich tloušťka byla rovněž vyšší než v případě žíhání na 300 °C. Obr. 61a – 61c zachycují snímky rozhraní kompozitu Cu/Al/Cu po rotačním kování, žíhání na 300 °C, a žíhání na 350 °C.



Obr. 61: SEM BSE snímky rozhraní kompozitu Cu/Al/Cu: rotačně kovaný (a), žíhaný 300 °C/30 min (b), žíhaný 350 °C/30 min (c).

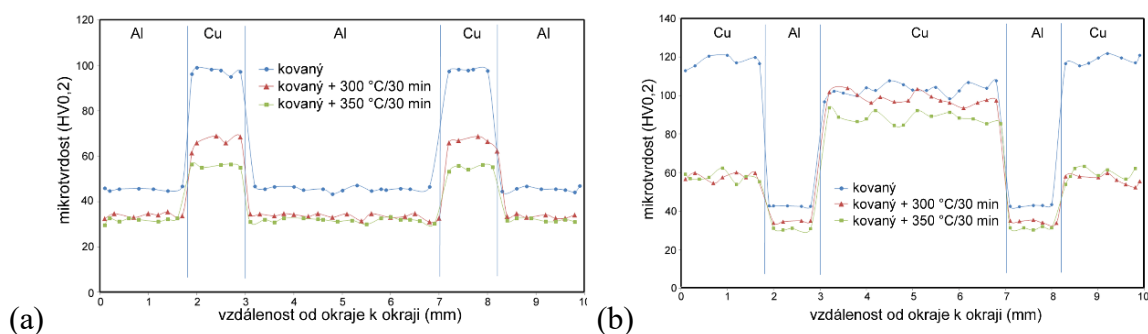
Tab. 4: Intermetalické fáze v jednotlivých vrstvených kompozitech.

bod v obr. 61	fáze	typ kompozitu			
		Al/Cu/Al 300°C/30 min	Cu/Al/Cu 300°C/30 min	Al/Cu/Al 350°C/30 min	Cu/Al/Cu 350°C/30 min
1	Al ₄ Cu ₉	√	√	√	√
2	AlCu	√	√	√	√
3	Al ₂ Cu	√	√	√	√
4	Al ₂ Cu ₃	x	√	√	x
5	Al ₃ Cu ₄	x	x	x	x

Mechanické vlastnosti a deformační chování

V rámci měření mechanických vlastností byla jako první zkoumána mikrotvrдость HV_{0,2} pro oba typy rotačně kovaných vrstvených kompozitů, do měření byly zahrnuty i žíhané tyče. Výsledky ve formě grafických závislostí HV_{0,2} na vzdálenosti po průřezích výkovek jsou uvedeny na obr. 61a (Al/Cu/Al), a 61b (Cu/Al/Cu). Výsledná mikrotvrдость u kompozitu Al/Cu/Al se pohybovala okolo 100 HV_{0,2} pro Cu, a 45 HV_{0,2} pro Al, zatímco u kompozitu Cu/Al/Cu se hodnoty mikrotvrдости pro Cu pohybovaly okolo 120 HV_{0,2} a hodnoty pro Al byly srovnatelné s předchozím kompozitem (~ 42 HV_{0,2}). Tento rozdíl může být přičten na vrub jak většímu objemovému podílu Cu v kompozitu Cu/Al/Cu, tak charakteru rotačního kování – v tomto kompozitu se Cu nacházela ve vnější vrstvě a byla tak vystavena nejintenzivnější deformaci, což potvrdila i výše zmíněná strukturní pozorování. Při kování kompozitu Al/Cu/Al došlo naopak k pohlcení největšího podílu vložené deformace vnější Al vrstvou. Z tohoto důvodu byla Cu mezivrstva u tohoto kompozitu vytvrzena v menší míře než u druhého typu, a naopak vnější Al vrstva vykazovala vyšší zpevnění než Al mezivrstva u opačného řazení. Následné žíhání pak vedlo k poklesu

mikrotvrdosti u obou kompozitů, nejvýraznější rozdíl mezi nežíhaným a žíhaným stavem byl zaznamenán u vnější Cu vrstvy kompozitu Cu/Al/Cu, což bylo s největší pravděpodobností způsobeno uzdravením struktury z podnětu dodané tepelné energie.

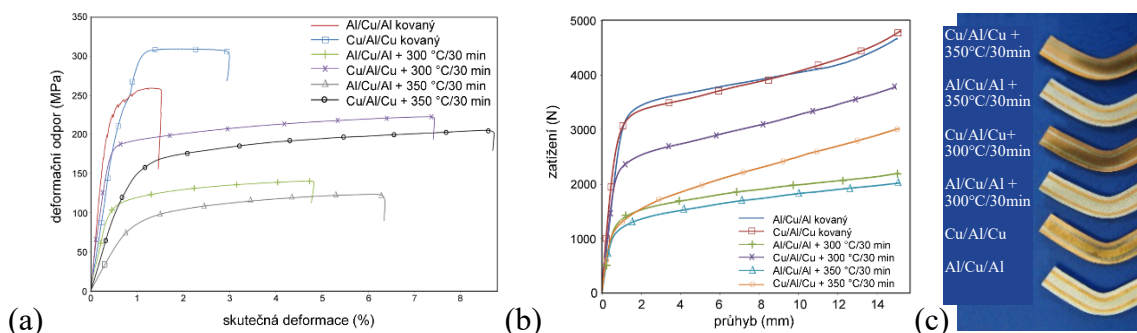


Obr. 61: Mikrotvrdost po průřezu kovaných kompozitů: Al/Cu/Al (a), Cu/Al/Cu (b).

Následně bylo přistoupeno k provedení tahových zkoušek, jejichž výsledky pro všechny zkoumané kompozity jsou shrnuty na obr. 62. Z obrázku je patrné, že kompozit s vrstvením Al/Cu/Al vykazoval obecně nižší pevnost než kompozit s vrstvením Cu/Al/Cu. Tento jev byl zapříčiněn především větším objemovým podílem Cu ve druhém kompozitu. Oba typy kompozitů po kování vykazovaly značné deformační zpevnění vyznačující se zvýšenou pevností, ale velmi nízkou plasticitou, jejich deformační chování při zkoušce však bylo rozdílné. Kompozit s větším podílem Al se vyznačoval strmým nástupem deformačního zpevnění hned na začátku zatěžování, krátkou zónou nestabilního plastického toku („zubatá“ část křivky – tento jev, vyznačující se dynamickým stárnutím, tj. precipitací, známý jako Portevin-LeChatelier (PLC) efekt, je typický pro materiály na bázi Al [362]), a rychlým zlomem po dosažení maximální pevnosti. Kompozit s větším podílem Cu rovněž vykazoval strmé deformační zpevnění zpočátku zatížení, na rozdíl od předchozího typu však vykazoval zónu ustáleného plastického toku před finálním lomem. PLC efekt zde nebyl nijak výrazný z důvodu menšího podílu Al ve struktuře tohoto kompozitu. Následné žíhání na 300 °C mělo pozitivní vliv na zvýšení plasticity obou kompozitů, bylo však také doprovázeno snížením maximální pevnosti. Tento vliv byl ještě patrnější po žíhání na 350 °C. Ačkoliv je zvýšení plasticity po obou dvou těchto žíhacích režimech výhodné, snížení pevnosti je negativním jevem, který je pravděpodobně spojen s delaminací jednotlivých vrstev z důvodu snížení pevnosti rozhraní vznikajícími intermetaliky (viz. tab. 4). Tento závěr byl potvrzen také ohybovými testy, u kterých byl vliv delaminace po žíhání na snížení celkové pevnosti ještě více patrný. Oba kované kompozity vykazovaly podobný charakter deformačního chování v ohybu, po žíhání došlo ke snížení pevnosti v ohybu (obr. 62b a 62c).

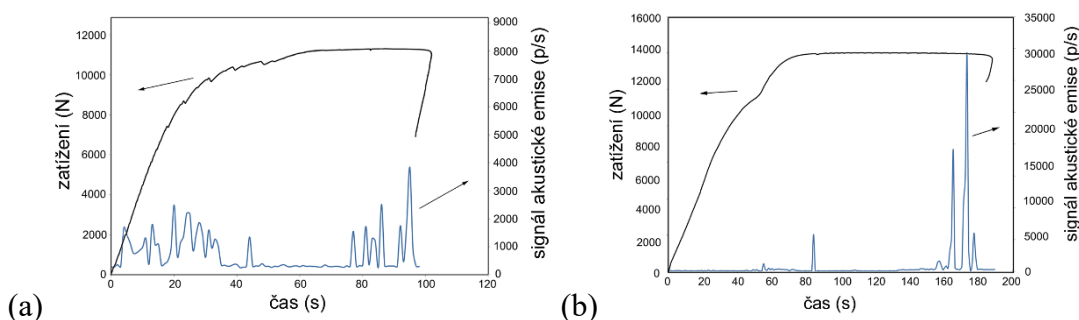
Pro doplnění uvedených výsledků a podrobnější zmapování deformačního chování kompozitů bylo při mechanickém testování zařazeno sledování akustické emise (z výše uvedených důvodů budou nadále předmětem této práce pouze kované kompozity bez dodatečného žíhání). Signál akustické emise je schopen zachytit změny v materiálu probíhající během zatěžování, mezi něž patří například pohyb dislokací, dvojčatění, nebo právě delaminace vrstev a vznik trhlin [388]. Záznam měření akustické emise při tahovém

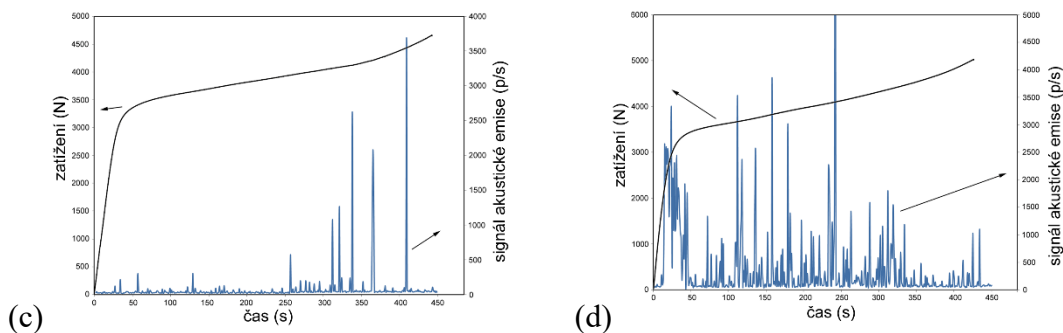
testu pro kompozit Al/Cu/Al je uveden na obr. 63a, zatímco stejný záznam pro kompozit Cu/Al/Cu je vyobrazen na obr. 63b. Z obrázků je patrné, že u obou kompozitů docházelo k aktivitě akustického signálu již od počátku zatěžování. Tato aktivita byla s největší pravděpodobností způsobena relaxací vnitřního napětí, které vnesl především rozdílný plastický tok obou materiálů během kování [389].



Obr. 62: Mechanické vlastnosti kompozitů: tahové zkoušky (a), ohybové zkoušky (b). Fotografie zkušebních vzorků po ohybových zkouškách (c).

U akustické emise signál většinou zaznamenaná větší aktivitu na počátku zatěžování a ustálení po dosažení meze kluzu a nástupu plastické deformace. Takovéto deformační chování bylo pozorováno i u kovaných kompozitů, a to v časech cca 50 – 75 s u kompozitu Al/Cu/Al, a 90 – 150 s u kompozitu Cu/Al/Cu. U Al/Cu/Al byla navíc pozorována zvýšená aktivita signálu v čase cca 20 – 50 s dokládající dynamické zpevnování a průběh zmíněného PLC efektu. Zvýšená aktivita signálu před koncem testu koresponduje s delaminací a vznikem trhlin a porušení. Zajímavostí je fakt, že u kompozitu Cu/Al/Cu byla amplituda signálu několikrát vyšší než u Al/Cu/Al. Tento kompozit rovněž vykazoval poměrně stabilní charakter signálu až do konečné delaminace a lomu. Záznamy signálů akustické emise pořízené během ohybových testů rovněž obsahovaly rozdíly. Signál pro kompozit Al/Cu/Al vykazoval značnou aktivitu až v poslední třetině zkoušky (obr. 63c), zatímco signál pro kompozit Cu/Al/Cu vykazoval vysokou aktivitu po celou dobu průběhu zkoušky (obr. 63d). Z obrázku 62c je patrné, že mezivrstva Cu u kompozitu Al/Cu/Al byla po ukončení zkoušky méně zploštělá, tj. zdeformovaná, než mezivrstva Al u kompozitu Cu/Al/Cu. Jinými slovy plastický tok během zatěžování byl intenzivnější u Al mezivrstvy, což následně ovlivnilo i přilehlé Cu vrstvy, a v neposlední řadě rovněž rozložení zbytkových napětí. K vysoké aktivitě akustického signálu u tohoto kompozitu také pravděpodobně přispělo přeskupování substrukтуры díky vysoké naakumulované deformaci v Cu vrstvách (viz. výše).





Obr. 63: Záznam signálu akustické emise: Al/Cu/Al, tahový test (a), Cu/Al/Cu, tahový test (b), Al/Cu/Al, ohybový test (c), Cu/Al/Cu, ohybový test (d).

5.2.3.2 Dílčí závěry

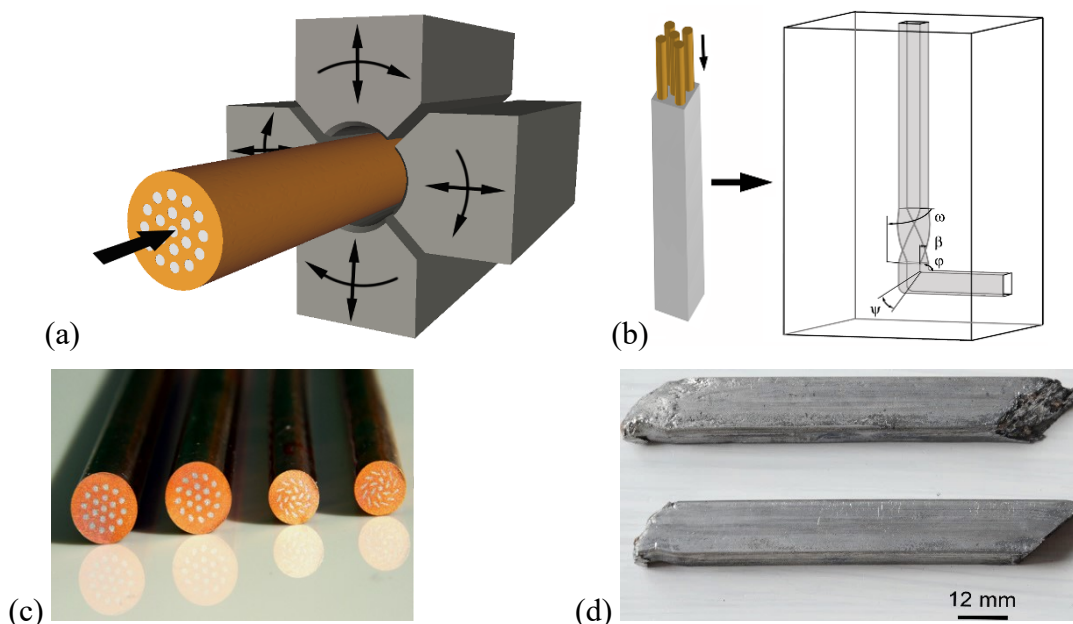
V první části experimentálních prací věnovaných přípravě vrstvených Al-Cu kompozitních materiálů pomocí rotačního kování byl prokázán pozitivní vliv intenzivní plastické deformace za pokojové teploty na tyto materiály. V obou případech – kompozit typu Al/Cu/Al a kompozit typu Cu/Al/Cu – byla výroba finální tyče pomocí rotačního kování úspěšná, došlo k významnému zjemnění zrna ve strukturách všech vrstev kompozitů a k jejich zpevnění. Vyšší zpevnění bylo prokázáno u kompozitu typu Cu/Al/Cu, jehož vnější vrstva vykazovala mikrotvrdost až 120 HV_{0,2} a pevnost v tahu u kované tyče překračovala 300 MPa, ačkoliv plasticita byla nízká (prodloužení do lomu ~ 3%). Pozitivní vliv na plasticitu obou kovaných kompozitů mělo následné tepelné zpracování, oba dva zkoumané režimy (300 °C/30 min a 350 °C/ 30 min) však měly velmi negativní vliv na pevnost, jelikož podporovaly rozvoj intermetalických fází.

Rotační kování se tedy ukázalo jako vhodná metoda pro výrobu kompozitních tyčí z elektrovedných materiálů. Nicméně, složení kompozitního polotovaru z jednotlivých trubek je poněkud náročné, jelikož tyto musí být vyrobeny velice přesně, aby nedocházelo k tvorbě dutin a prasklin na rozhraní. Následující experimenty počítaly s modifikovanými geometriemi obou fází tak, aby byla výroba výchozích polotovarů učiněna příznivější.

5.2.4 Kompozit tvořený maticí a dráty

Dalším studovaným typem Al/Cu kompozitů byl kompozit tvořený maticí, ve které byly lokalizovány jednotlivé dráty druhé fáze. V našem případě byla matrice vždy připravena tak, že byly v původním špalku daného materiálu vyvrtány díry, do kterých byly vsunuty komerčně vyráběné dráty druhé fáze. Pokud se však příprava tohoto typu vrstvení osvědčí, může být matrice s výhodou vyráběna dopředným protlačováním. V této části práce byly zkoušeny dvě metody plastické deformace. Opět bylo vybráno rotační kování, jelikož se tento způsob zpracování osvědčil již při předchozích experimentech. Navíc byla zařazena SPD metoda TCAP, která slouží k evaluaci vlivu extrémní smykové deformace na strukturu jednotlivých složek kompozitu z pohledu vědeckého přínosu a rovněž tak dává tušit přínos případného spojení dopředného protlačování a rotačního kování ve výrobním procesu.

Co se týče zkoumaných variant kompozitu, opět byly zvoleny dvě sekvence uložení, tj. matrice tvořená Al nebo Cu doplněná dráty druhé komponenty (Cu nebo Al). Kompozitní polotovar připravený pro následné rotační kování byl opět kruhového průřezu, zatímco polotovar pro následné zpracování metodou TCAP byl průřezu čtvercového. Polotovar kruhového průřezu byl tvořen matricí o výchozím průměru 30 mm, do které bylo vsunuto 19 drátů opačné složky kompozitu, polotovar čtvercového průřezu byl o rozměrech 12 x 12 x 130 mm³ a opět obsahoval dráty druhé složky lokalizované v charakteristických pozicích. Rotační kování bylo opět prováděno za pokojové teploty, byla ale také zařazena teplota zpracování 250 °C, TCAP byl prováděn pouze za studena. Kování probíhalo na výsledné průměry 10 mm, 7,5 mm, 6 mm a 5 mm, celková vložená deformace vypočtená podle rovnice (13) tak byla 2,2, 2,8, 3,2 a 3,6 pro dané průměry. TCAP byl prováděn jedním nebo dvěma průchody (tj. vložená deformace dosáhla hodnot 2,3 resp. 4,6). Oba typy polotovarů jsou schematicky zobrazeny na obr. 64a (kování) a 64b (TCAP), výsledné kompozity pak na obr 64c (po kování) a 64d (po zpracování TCAP).



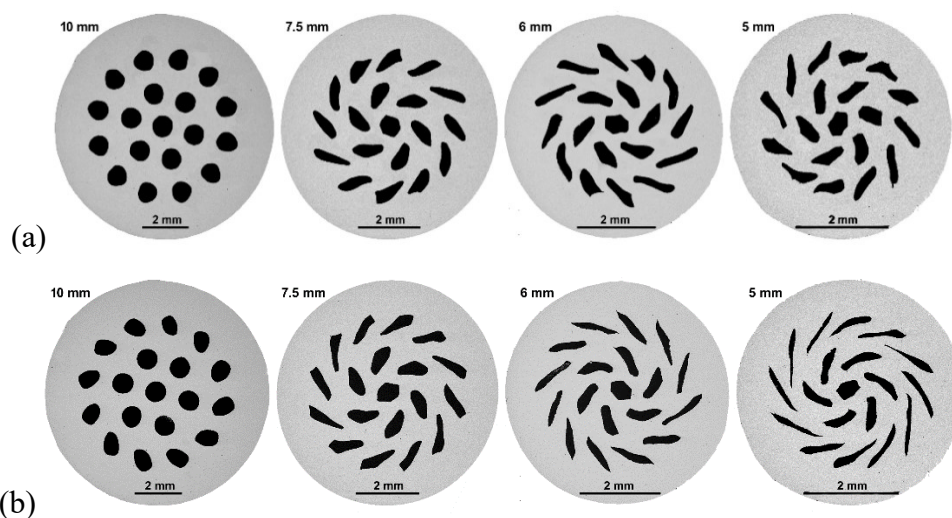
Obr. 64: Schématické znázornění polotovarů pro výrobu kompozitů metodami rotační kování (a) a TCAP (b). Zpracované kompozity po rotačním kování (c) a metodě TCAP (d).

5.2.4.1 Experimentální výsledky, rotačně kované kompozity

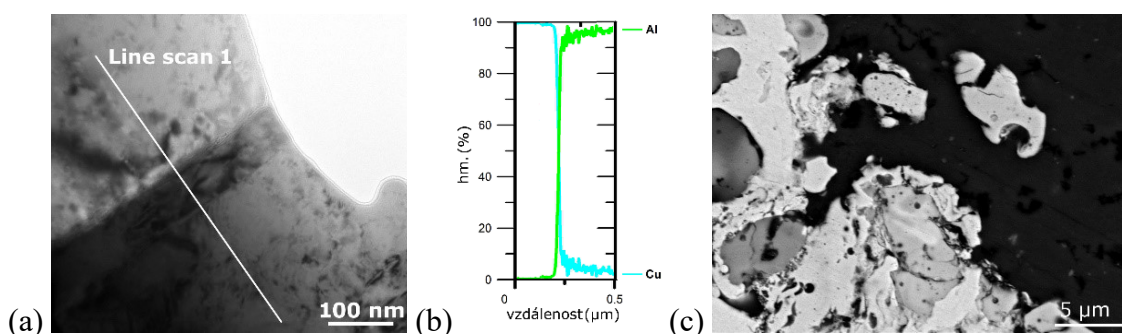
Mikrostruktura

U všech kompozitů došlo po rotačním kování k významným změnám geometrického rozložení jednotlivých komponent vlivem působení intenzivní smykové deformace. Obr. 65a zobrazuje průřezy kompozity rotačně kovanými při pokojové teplotě, obr. 65b pak zachycuje stejné průřezy kompozitů kovaných při 250 °C. Je patrné, že po kování na průměr 10 mm za pokojové teploty si jednotlivé dráty zachovaly více méně kruhovitý průřez, zatímco při zvýšené teplotě umožnil snížený deformační odpor již u 10 mm kompozitu jejich

deformace (především vnější vrstva). Se zvětšující se vloženou deformací účinek radiální složky kovací síly postupoval intenzivněji směrem k ose kompozitu, kde způsoboval čím dál intenzivnější tendenci k vířivému plastickému toku materiálu. U kompozitu kovaného při 250 °C byly deformace geometrií jednotlivých drátů u všech kovaných průměrů evidentně intenzivnější, než u kompozitu kovaného za pokojové teploty. Spojení jednotlivých vrstev u obou typů kompozitů bylo bezchybné, jak ukazují TEM snímek a sken chemického složení rozhraní Cu/Al kompozitu kovaného na 5 mm za pokojové teploty na obr. 66a a 66b. Především u kompozitu kovaného za zvýšené teploty se však u nižších průměrů začala lokálně objevovat intermetalika na rozhraní jednotlivých fází (5 mm kompozit kovaný při 250 °C s viditelnou lokální tvorbou intermetalik je zobrazen na obr. 66c).



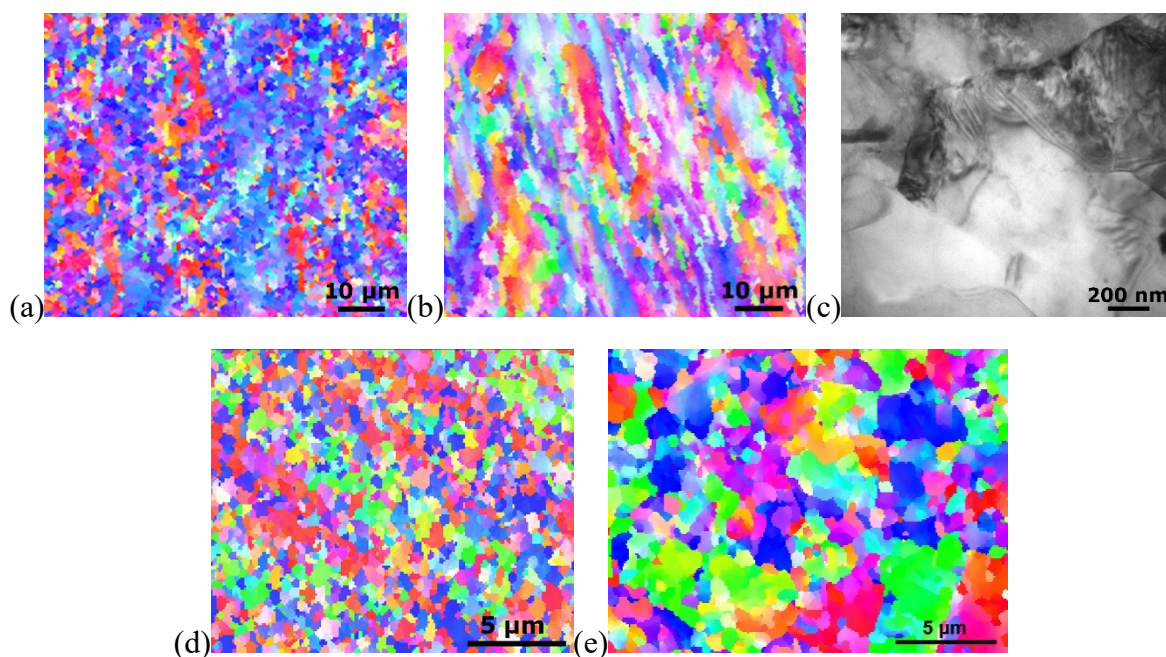
Obr. 65: Průřezy kovanými kompozity: pokojová teplota (a), 250 °C (b).



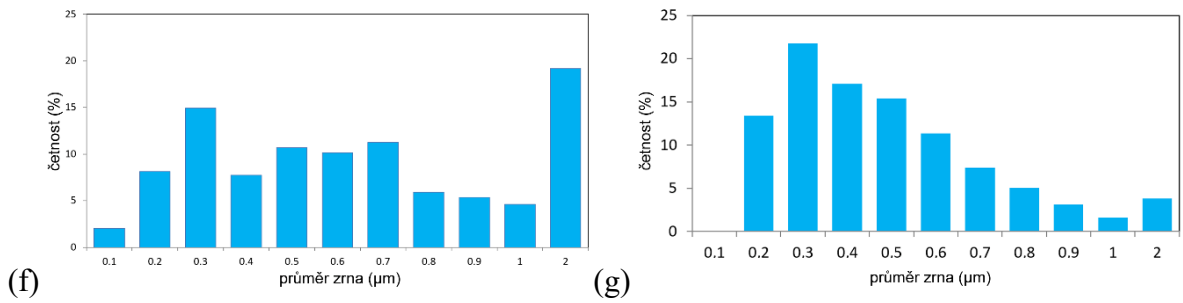
Obr. 66: TEM snímek rozhraní Cu matrice – Al drát kompozitu kovaného při 20 °C s označením linie skenování chemického složení (a), chemické složení podél linie rozhraní (b). SEM snímek rozhraní Cu matrice – Al drát kompozitu kovaného při 250 °C (c).

V prvním kroku byly vyhodnoceny mikrostrukturní změny u kompozitů s větším objemovým podílem Cu, tj. Cu/Al, pozorování byla prováděna v polovině průměrů kompozitů a ve vnější vrstvě Al drátů. Výsledky, které zde nejsou znázorněny graficky, lze dohledat v publikacích [380, 390]. U obou kompozitů kovaných na 10 mm tvořila zrna Al drátů preferenční vláknitou texturu $\langle 111 \rangle$ a $\langle 100 \rangle \parallel SD$ v porovnatelné intenzitě. Po kování na 7,5 mm došlo k rekrytalizaci a zeslabení intenzity preferenční textury a zrna drátů nabyla

více méně rovnoosého charakteru. Pro tento průměr byly výsledky analýz pro oba kované kompozity opět porovnatelné, rozdíly začaly být patrné po kování na průměr 6 mm. Po kování na 6 mm za pokojové teploty vykazovala zrna Al drátů dynamické zpevnění (obr. 67a, viz. také sekce mechanické vlastnosti) a opět se tvořila silná texturní vlákna $\langle 111 \rangle$ a $\langle 100 \rangle \parallel$ SD. Na druhé straně po kování při 250 °C obsahovala struktura drátů také část rekrystalizovaných zrn s náhodnou orientací (obr. 67b). Rekrystalizaci zde dokládá také TEM snímek (obr. 67c), který zobrazuje strukturu Al drátu obsahující rekrystalizovaná zrna s minimálním obsahem dislokací. Tento trend pokračoval při kování na finální průměr 5 mm. Struktura tohoto kompozitu zpracovaného za teploty 250 °C vykazovala jemná UFG zrna s převážně náhodnou orientací (obr. 67d). Průběh rekrystalizace však byl patrný už při kování za pokojové teploty. Strukturní změny zaznamenala také Cu matrice, a to především v posledních dvou průchodech rotačního kování (podobně jako struktury Al drátů). Průměrná velikost zrn v Cu matrici po kování na 6 mm za pokojové teploty klesla na ~ 2.0 μm , zatímco po kování na 5 mm měla struktura UFG charakter, většina zrn měla velikost okolo 0,1 μm . Po kování na průměr 6 mm za teploty 250 °C byla výsledná velikost zrn Cu poněkud větší, vlivem vyšší teploty zde došlo k růstu zrna. Energie dodaná v dalším kovací průchodu však, spolu s energií dodanou zvýšenou kovací teplotou, byla dostatečná pro iniciaci rekrystalizace a tak byla zrna v kompozitu kovaném na 5 mm za teploty 250 °C nejjemnější ze všech analyzovaných vzorků nejen u Al, ale i u Cu složky. Obr. 67e zachycuje OIM strukturu Cu matrice kompozitu kovaného při teplotě 250 °C. Obr. 68a a 68b pak zobrazují distribuci velikostí zrn v Al drátu a Cu matrici u téhož kompozitu dokládající přítomnost UFG struktury v obou dvou složkách kovaného kompozitního drátu.



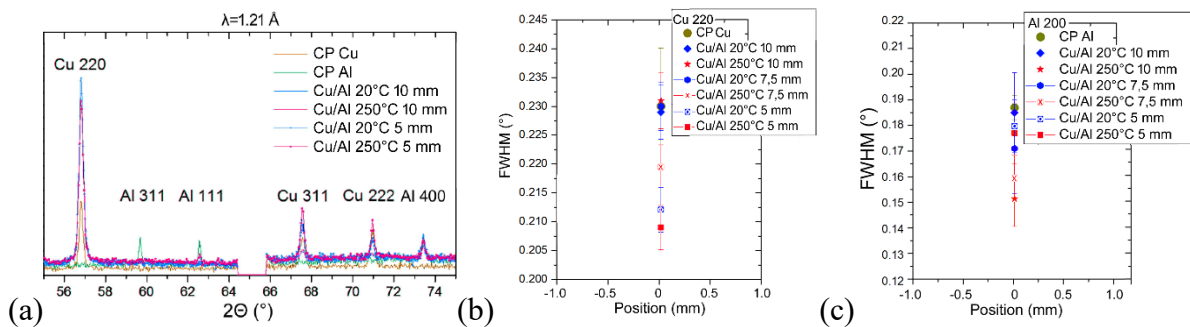
Obr. 67: OIM struktury Al drátu kompozitu kovaného na 6 mm při 20 °C (a) a při 250 °C (b). TEM snímek struktury Al drátu kompozitu kovaného na 6 mm při 250 °C (c). OIM struktura kompozitu kovaného na 5 mm při 250 °C: Al drát (d), Cu matrice (e).



Obr. 68: Distribuce velikostí zrn u kompozitu kovaného na 5 mm při 250 °C: Al drát (a), Cu matrice (b).

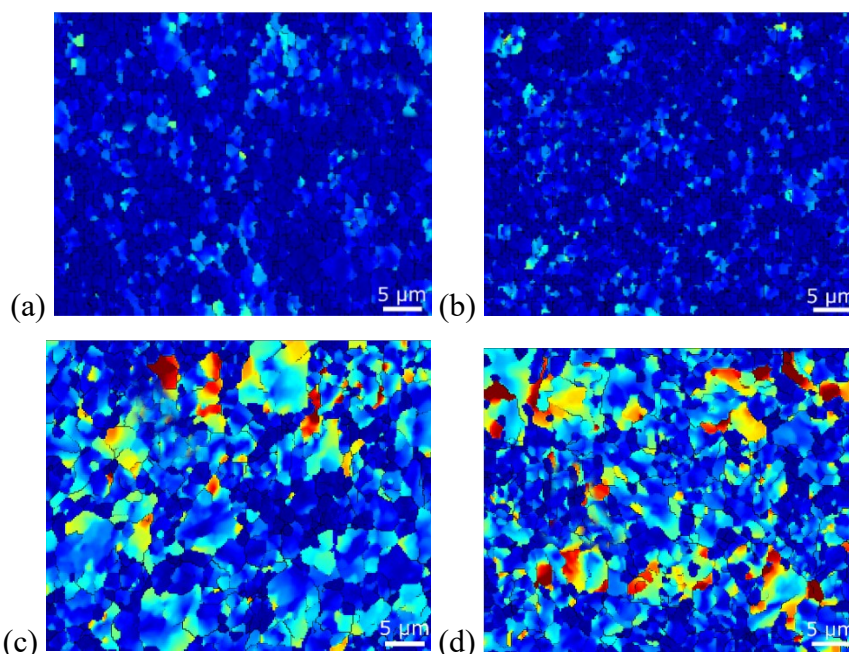
Výše uvedené závěry podložené mikrostrukturním pozorováním byly potvrzeny analýzami textury a šířky difrakčního píku (*width of diffraction peak*, FWHM) pomocí neutronové difrakce na difraktometru TKS-400 [391]. Výsledky pozorování textury zobrazené na obr. 69a potvrdily, že původní materiály neobsahovaly žádnou převažující ideální texturní orientaci. V obou kompozitech kovaných na průměr 10 mm byly pozorovány silné texturní orientace Cu (220) a Al (200) || SD, u tyče kované při pokojové teplotě byly tyto intenzity silnější. Intenzita ideálních texturních orientací se u Al drátů po kování na 5 mm dramaticky snížila (především po kování za zvýšené teploty), což potvrzuje intenzivní průběh rekrytalizace při obou kovací teplotách. Textura u Cu však byla viditelná až do konce kovacího procesu, především u kompozitu kovaného za pokojové teploty. U této složky kompozitu tak došlo pouze k částečné rekrytalizaci během posledního průchodu. Vznik UFG struktury u Cu složky 5 mm kompozitu tak zapříčinil především opakovaný průběh rekrytalizace během předchozích průchodů (viz. popsaná strukturní pozorování).

Analýzy parametru FWHM poukazují na dislokační hustotu a velikost zrna ve strukturách jednotlivých složek kompozitů. Obr. 69b znázorňuje, že především u Cu matrice došlo ke změnám spojeným s průběhem rekrytalizace především při kování na průměry 7,5 mm a 6 mm, zatímco u Al, u kterého probíhá rekrytalizace snáze, nebyly rozdíly v hodnotách FWHM mezi jednotlivými průchody tak patrné (rekrytalizace zde do jisté míry probíhala během každého průchodu, obr. 69c). Porovnání kovací teplot opět potvrdilo, že kování při zvýšené teplotě mělo pozitivní efekt na podpoření uzdravovacích procesů.



Obr. 69: Texturní analýza kovaných kompozitů pomocí neutronové difrakce (a). Analýzy šířky difrakčního píku (FWHM) pro komponenty kompozitů: Cu matrice (b), Al drát (c).

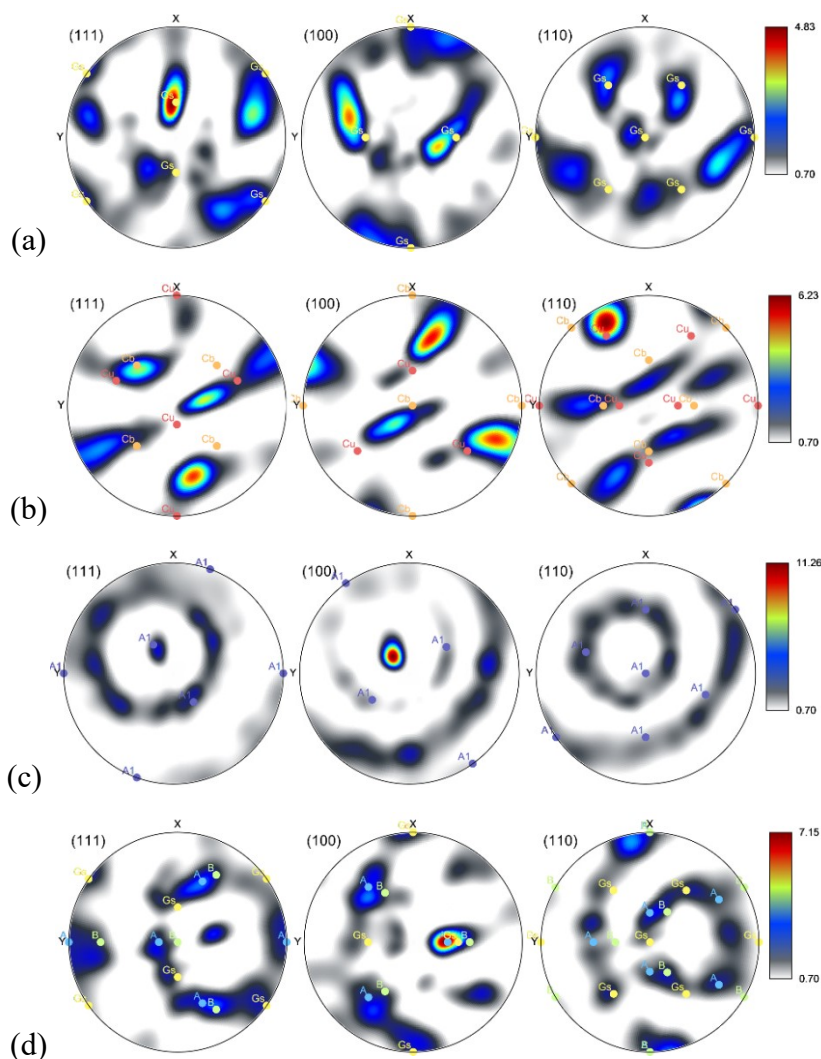
Při vyhodnocování mikrostrukturních změn u kompozitů s větším podílem Al, tj. Al/Cu, byla pozorování opět prováděna v polovině průměru kompozitu, a to u především u tyče kované na finální průměr 5 mm. Po kování při obou dvou teplotách došlo ke zjemnění zrna Al matrice, průměrná plocha zrna po kování za pokojové teploty byla $0,62 \mu\text{m}^2$, zatímco po kování při $250 \text{ }^\circ\text{C}$ byla tato hodnota $0,39 \mu\text{m}^2$. Deformační zpracování tedy evidentně opět indukovalo opakovaný průběh rekrytalizace, který vyústil ve tvorbu UFG struktury. Průběh rekrytalizace dokládá rovněž analýza disorientací ve struktuře poukazující na přítomnost vnitřního napětí a rozvoj substruktury, jejíž výsledky pro Al matrice kovaných kompozitů jsou uvedeny na obr. 70a a 70b. Jak je z obrázků patrné, obě matrice 5 mm kompozitů byly tvořeny poměrně rovnoosými zrny a nevykazovaly významnější přítomnost disorientací. Oproti tomu Cu dráty vykazovaly přítomnost lokálních disorientací (obr. 70c a 70d), rovněž velikost zrna byla u této složky větší. Průměrná plocha zrna zde byla $2,10 \mu\text{m}^2$ po kování za pokojové teploty, a $2,92 \mu\text{m}^2$ po kování při $250 \text{ }^\circ\text{C}$. Podobně jako u předchozího typu kompozitu, tj. Cu/Al, došlo k významnějšímu zjemnění zrna u Al složky.

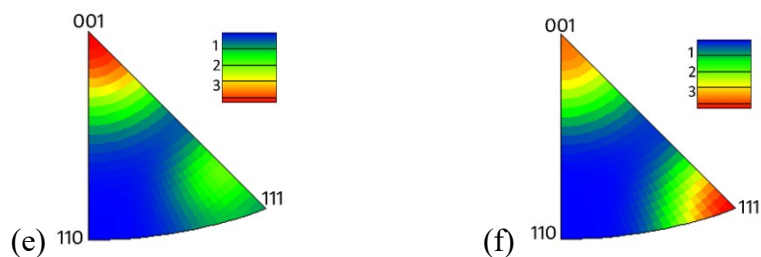


Obr. 70: Disorientace ve struktuře kompozitů kovaných na 5 mm: Al matrice, $20 \text{ }^\circ\text{C}$ (a), Al matrice, $250 \text{ }^\circ\text{C}$ (b), Cu drát, $20 \text{ }^\circ\text{C}$ (c), Cu drát, $250 \text{ }^\circ\text{C}$ (d). Barevná škála od modré přes žlutou k červené, modrá barva disorientace 0° , červená barva disorientace 15° .

Průběh rekrytalizace po kování na 5 mm dokládají i SEM texturní pozorování, jejichž výsledky jsou pomocí PF obrazců pro skupiny rovin (111), (100) a (110) vyobrazeny na obr. 71a až 71d. Obr. 71a a 71b zobrazující PF obrazce pro Al matrice dokládají, že zrna matric obou kovaných kompozitů měla tendenci vyvářet ideální orientace typické pro válcovanou a rekrytalizovanou strukturu FCC kovů [383]. Přítomnost ideálních texturních orientací typických pro válcované produkty je způsobena dominantním axiálním plastickým tokem materiálu [107]. U kompozitu kovaného za pokojové teploty měla struktura Al matrice tendenci tvořit ideální texturní orientaci typu Goss (G_s), zatímco zrna matrice kompozitu

kovaného při 250 °C měla primárně tendenci tvořit texturní orientace *Copper* (*Cu*) a *Cube* (*Cb*) dokládající probíhající rekrytalizaci při zvýšené kovací teplotě. Tyto orientace však byly přibližně o 10° vychýlené z ideálních pozic, což může být přičteno na vrub smykové složce deformace, tj. vlivu radiálních kovacích sil. Na druhou stranu struktury *Cu* drátů u obou kompozitů měly tendenci tvořit ideální texturní orientace typické pro smykovou deformaci (obr. 71c a 71d). Tento fakt dokládá, že radiální složka kovací síly ovlivnila především vložené dráty, což je také dokládají výše uvedené obr. 65a a 65b. Tento jev je spojen především s rozdílnými deformačními odpory a plastickými toky obou materiálů. Struktura *Cu* drátů kompozitu kovaného při pokojové teplotě vykazovala tendenci tvořit ideální smykovou texturu typu *A1* [392]. U kompozitu kovaného při 250 °C pak zrna *Cu* drátů vykazovala tendenci k tvorbě smíšené textury, byly zde patrné jak ideální smykové orientace (vlákna *A* a *B*), tak i orientace válcované + rekrytalizované textury (*Gs*). Vlákennitá textura byla u *Cu* drátů patrná také při předcházejícím průběhu kování, např. po kování na průměr 10 mm. Na obr. 71e je patrná vláknitá textura $\langle 001 \rangle \parallel \text{SD}$ po kování za pokojové teploty, zatímco kování za teploty 250 °C vedlo k tvorbě ideálních texturních vláken $\langle 100 \rangle$ a $\langle 111 \rangle \parallel \text{SD}$ v porovnatelné intenzitě. Podobný vývoj textury byl pozorován i při kování předchozího typu kompozitu (*Cu*-*Al*, obr. 69a).





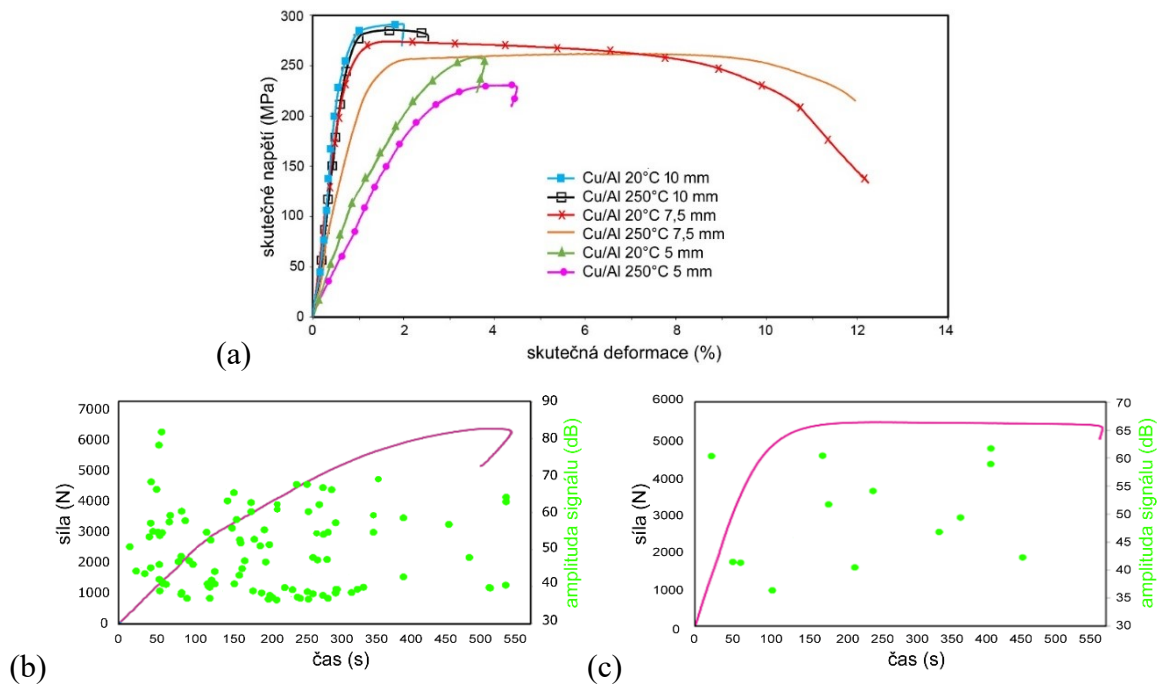
Obr. 71: Textura struktur kompozitů kovaných na 5 mm: Al matrice, 20 °C (a), Al matrice, 250 °C (b), Cu drát, 20 °C (c), Cu drát, 250 °C (d). Textura Cu drátů kompozitů kovaných na 10 mm: 20 °C (e), 250 °C (f).

Mechanické vlastnosti a deformační chování

Měření mikrotvrdosti u předchozího typu vrstveného kompozitu prokázalo nárůst tohoto parametru u všech vrstev kovaných kompozitů. V následujících experimentech tak bylo přistoupeno pouze k testování mechanických charakteristik kovaných tyčí jako celek. Křivky závislosti napětí na deformaci pro Cu/Al kompozity kované na průměry 10 mm, 7,5 mm a 5 mm při obou kovacích teplotách získané na základě tahových testů jsou zobrazeny na obr. 72. Z výsledků testů je patrné, že kompozity kované za pokojové teploty vykazovaly obecně vyšší pevnosti, než stejné kompozity zpracované za zvýšené teploty, tyto však vykazovaly vyšší prodloužení do lomu, tj. vyšší plasticitu, u všech průměrů. Nejvyšší pevnosti (téměř 300 MPa) dosáhly kompozity kované na průměr 10 mm. Během kování na tento průměr tedy docházelo při obou dvou kovacích teplotách k výraznému zpevňování, o čemž svědčí i velmi nízká plasticita těchto vzorků. Kování na průměr 7,5 mm přineslo výrazný nárůst plasticity při drobném poklesu pevnosti pro obě aplikované kovací teploty. V tomto průchodu tak evidentně došlo k dynamické rekrytalizaci a uzdravení struktury, což bylo doloženo i výše popsáním měřením FWHM parametru (obr. 69b a 69c). Obě křivky vykazovaly strmý nárůst pevnosti následovaný ustáleným plastickým tokem, iniciací trhlin a dolomením. Následné kování na průměr 5 mm vyústilo v opětovné zpevňování, plasticita zde byla vyšší než po kování na 10 mm, ale nižší než po kování na 7,5 mm. Z obrázku je rovněž patrné, že intenzita dynamického zpevňování klesala se zmenšujícím se průměrem kovaného kompozitu (zmenšující se sklon křivky).

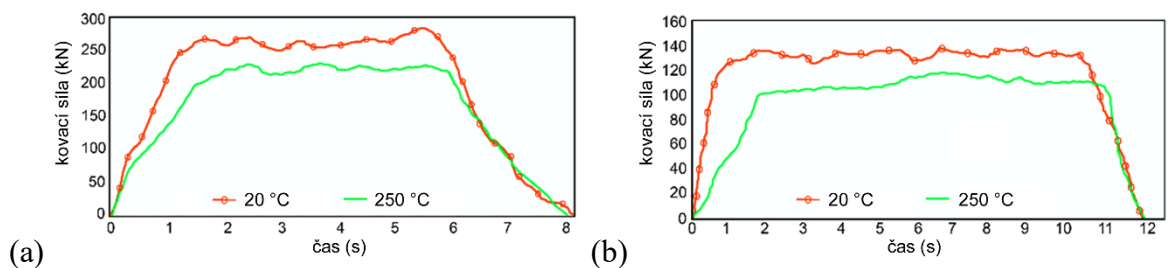
Doplňková měření signálu akustické emise dávala porovnatelné výsledky vždy pro daný průměr kompozitu kovaný při obou teplotách. Kompozity o průměrech 10 mm a 7,5 mm vykazovaly vysokou aktivitu signálu, což bylo s největší pravděpodobností způsobeno nedokonalé pevným spojením fází při menších redukčních stupních, tj. vložených deformacích, (podíl na tomto pravděpodobně měl především drát umístěný v ose kompozitu), a také anihilací dislokací z podnětu energie dodané deformací při tahové zkoušce (lehce vyšší aktivitu vykazovaly kompozity kované při 250 °C). Viditelné rozdíly pak vykazovaly kompozity kované na 6 mm. U tohoto průměru byla aktivita signálu z kompozitu kovaného za pokojové teploty vysoká (obr. 72b), zatímco aktivita signálu z kompozitu kovaného při 250 °C byla velice střídá (obr. 72c). Tento jev byl do velké míry

spojen s průběhem uzdravovacích procesů (výše uvedené výsledky strukturních pozorování prokázaly největší rozdíly v uzdravení struktury u kompozitů kovaných na 6 mm).



Obr. 72: Mechanické vlastnosti Cu-Al kompozitů podle tahových zkoušek (a). Záznam signálu akustické emise při testování kompozitů kovaných na 6 mm: 20 °C (b), 250 °C (c).

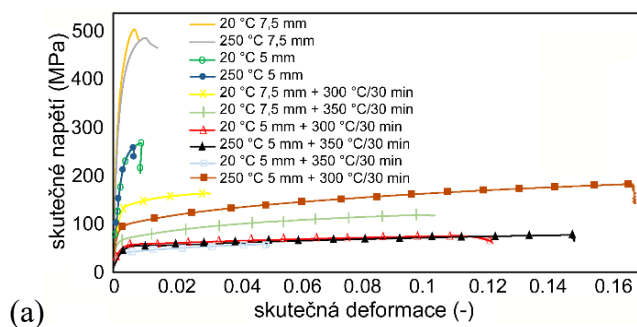
Průběh dynamických uzdravovacích procesů především u kompozitu kovaného při 250 °C potvrdilo i monitorování kovací síly. Na obr. 73a a 73b jsou zobrazeny výsledné obalové křivky znázorňující celkové kovací síly pro kování Cu/Al kompozitů za pokojové i zvýšené teploty na počátku kování a při kování na průměr 10 mm. Z obrázků je patrné, že během kování kovací síly poklesly, a to především z důvodu zmenšování průřezu polotovaru – při menším průřezu polotovaru je usnadněn pronik smykové deformace až do jeho osových oblastí, plastický tok je homogennější a polotovar tak klade menší odpor proti deformaci. U všech průchodů však bylo patrné, že kovací síly byly vždy menší při kování za zvýšené teploty. Průběh křivek také dává tušit probíhající dynamické zpevňování – nárůst kovací síly je při kování za pokojové teploty zřejmý hned na začátku úběru, tj. při vstupu polotovaru do kovací zóny. Při kování za zvýšené teploty je tento nárůst pozvolnější, což je zapříčiněno jak odpevňováním struktury během (a částečně i mezi) průchody, tak i usnadněným plastickým tokem, tj. sníženým deformačním odporem při zvýšené kovací teplotě.

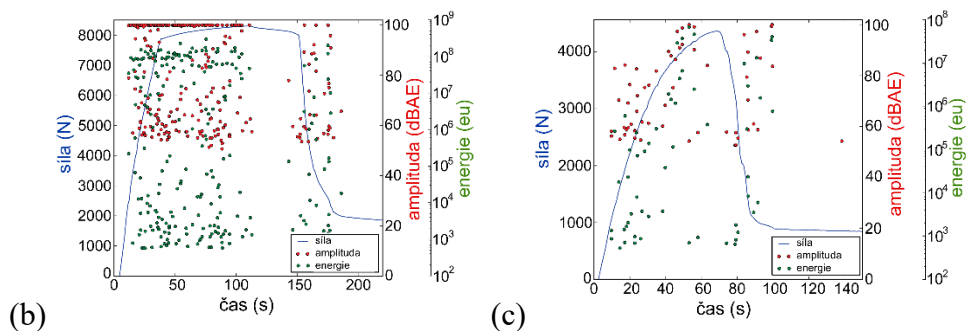


Obr. 73: Srovnání kovací síly při kování: první průchod (a), průchod na 10 mm (b).

Jelikož je Al/Cu kompozit s vyšším obsahem Al vzhledem k jeho nižší hmotnosti i ceně potenciálně výhodnějším vodičem než kompozit Cu/Al, bylo testování mechanických vlastností u tohoto typu kompozitu provedeno detailněji, než u typu Cu/Al. Obr. 74a zachycuje srovnání výsledků tahových testů pro Al/Cu kompozity kované na průměry 7,5 mm a 5 mm při obou teplotách, navíc bylo opět zařazeno následné žihání v režimech 300 °C/30 min a 350 °C/30 min. Kování na průměr 7,5 mm evidentně přineslo významné zpevnění, pevnost obou kompozitů dosahovala 500 MPa, ačkoliv plasticita byla velice nízká. Tento jev byl zapříčiněn především vysokým obsahem Al, který má velkou tendenci k deformačnímu zpevňování. V tomto existuje významný rozdíl mezi kompozity Cu/Al a Al/Cu – výše uvedené výsledky prokázaly vysokou plasticitu, ale nižší pevnost u 7,5 mm Cu/Al kompozitů. Jak vyplynulo ze strukturního pozorování, u kompozitu typu Al/Cu existovala u větších kovaných průměrů stále silná textura především ve strukturách Cu drátů a k rozvoji uzdravovacích procesů docházelo ve větší míře až při kování na průměr 6 mm. Kování na průměr 5 mm vedlo k poklesu deformačního odporu a mez pevnosti byla u kompozitů Al/Cu srovnatelná s typem Cu/Al pro obě kovací teploty, vlivem nižšího obsahu Cu však tento typ kompozitu vykazoval nižší plasticitu (srovnatelnou s kompozity 7,5 mm Al/Cu). Svou roli zde sehrálo také limitní naakumulované zpevnění u Al matrice (na obr. 65 je jasně patrné, že u průřezu 5 mm docházelo k nejvýznamnější deformaci vložených drátů vlivem vysoké tuhosti matrice) [385]. U 5 mm kompozitů byla paradoxně zaznamenána vyšší plasticita po kování za pokojové teploty, což bylo s největší pravděpodobností zapříčiněno právě akumulací deformace, která indukovala zotavení struktury. Následná tepelná zpracování významně ovlivnila mechanické charakteristiky kovaných kompozitů. Jak je patrné z obr. 74a, po žihání došlo k významnému nárůstu plastických vlastností, především u kompozitů kovaných za zvýšené teploty. Markantně však také poklesla maximální pevnost u všech zkoumaných vzorků, což bylo zapříčiněno především rozvojem intermetalických fází na rozhraních Al-Cu.

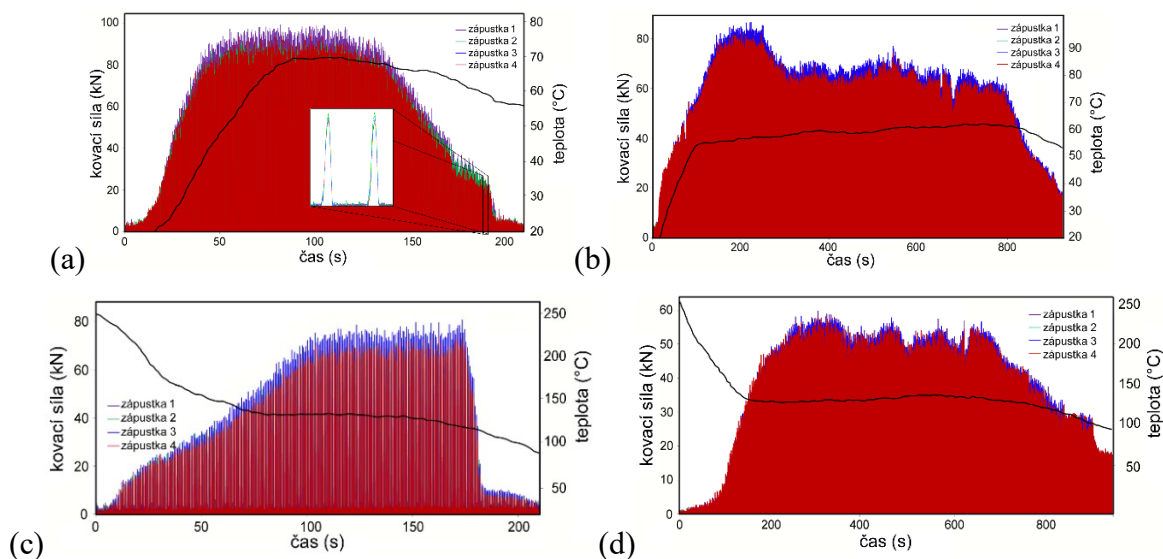
Záznam signálu akustické emise byl opět porovnatelný pro většinu kompozitů. Nižší aktivita byla obecně pozorována u kompozitů kovaných za zvýšené teploty. Nejvyšší aktivitu signálu vykazoval Al/Cu kompozit kovaný na průměr 7,5 mm za pokojové teploty (obr. 74b), což bylo z velké míry zapříčiněno uvolňováním naakumulované energie, uzdravováním struktury a průběhem anihilace dislokací. Tento závěr podporuje i fakt, že aktivita signálu u kompozitu kovaného na 5 mm, který již prošel uzdravením a rekrytalizací, byla výrazně nižší (obr. 74c).





Obr. 74: Křivky závislosti napětí na deformaci pro kované kompozity typu Al/Cu (a), záznam signálu akustické emise pro kování při 20 °C: 7,5 mm, (b), 5 mm (c).

Monitorování kovací síly bylo zapojeno i při kování Al/Cu kompozitu, navíc zde byla měřena i teplota kompozitu během průchodu. Obr. 75a a 75b zobrazují průběhy kovací síly a teplot kovaného polotovaru ze zařízení KOMAFU S600 pro první průchod a kování na 10 mm za pokojové teploty, a obr. 75c a 75d zobrazují tytéž záznamy pro kování za teploty 250 °C. Z obrázků je patrné, že kovací síly byly opět obecně vyšší pro kování za pokojové teploty, které se vykazovalo vyšším deformačním odporem. Rovněž se síly snižovaly se snižujícím se průřezem polotovaru. Srovnání průběhů kovací síly také ukazuje na průběh dynamického zpevňování. Především u 5 mm kompozitu kovaného za pokojové teploty byl nárůst kovací síly zřejmý hned při vstupu polotovaru do kovací zóny. Takto strmý nárůst nebyl pozorován ani při větších průměrech kompozitů, ani při zvýšené kovací teplotě (zde byl nárůst vždy pozvolnější). Zajímavostí je lehce se svažující charakter křivek kovací síly při kování na 5 mm za pokojové teploty. Toto je zapříčiněno snižujícím se deformačním odporem kvůli zvýšení kovací teploty vlivem dynamického zpevňování a tření polotovaru a kovací zápustek. Celkově zde byly kovací síly nižší než při kování kompozitu typu Cu/Al, především z důvodu velkého obsahu Al vyznačujícího se vyšší tvařitelností oproti Cu.



Obr. 75: Srovnání kovací síly při kování: 20 °C první průchod (a), 20 °C průchod na 10 mm (b), 250 °C první průchod (c), 250 °C průchod na 10 mm (d).

Elektrické vlastnosti

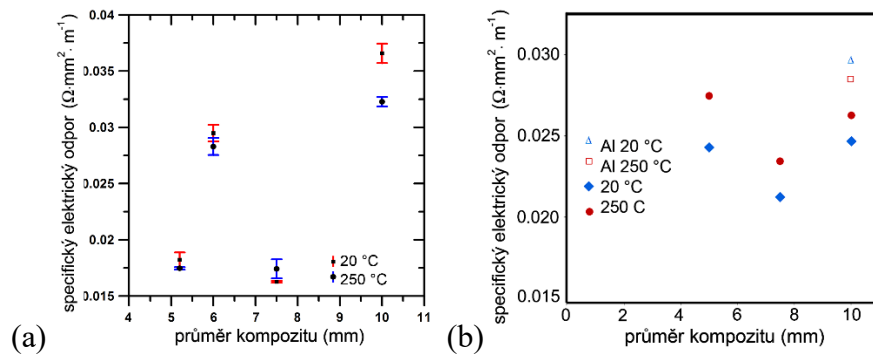
U obou typů kompozitů s dráty kovaných na průměry 10 mm, 7,5 mm a 5 mm byly nakonec měřeny elektrické vlastnosti při průchodu stejnosměrného proudu (DC). Elektrický odpor je definován jako materiálová vlastnost, která brání průchodu elektrického proudu. Hodnota odporu objektu, zde tedy kované kompozitní tyče, závisí na rozměrech, teplotě a druhu materiálu, z něhož se skládá. Základní materiálovým parametrem pro určení vlastnosti elektrického vodiče je specifický elektrický odpor ρ (Ωm), resp. měrná elektrická vodivost $\sigma=1/\rho$ (S/m). Hodnota měrného odporu je vztažena na geometrické vlastnosti kompozitu. V našem experimentu byl určován specifický elektrický odpor ρ . Na kovaných tyčích o délce 700 mm bylo s využitím zařízení Metex MS-9170 měřeno elektrické napětí U , pomocí něhož byl parametr ρ vypočten s využitím rovnice (17),

$$\rho = \frac{U \cdot S}{I \cdot L} \quad (17)$$

kde S je plocha průřezu kovaného kompozitu (mm^2), I je proud (A) a L je měřená délka kompozitu (m). Uvedená rovnice je však vhodná pouze pro výpočty s využitím DC, při kterých je předpokládáno rovnoměrné rozložení proudu po průřezu vodiče. Více podrobností o měření lze nalézt v publikacích [380, 385].

Výsledky měření ukazují, že specifický elektrický odpor ρ primárně závisel na strukturních změnách způsobených vloženou smykovou deformací a jeho závislost na průměru kovaných kompozitů nebyla lineární. U kompozitu typu Cu/Al (obr. 76a) byly nejvyšší hodnoty odporu naměřeny pro tyče kované na průměr 10 mm, úplně nejvyšší hodnota byla pozorována po kování za pokojové teploty. Kování na průměr 7,5 mm přineslo významný pokles elektrického odporu, jeho hodnoty byly dokonce lehce nižší než po kování na výsledný průměr 5 mm při obou teplotách. Největší absolutní rozdíl hodnot byl pozorován mezi kováním z 10 mm na 7,5 mm při 20 °C, což bylo způsobeno především rozvojem dynamické rekrytalizace. Následný drobný nárůst odporu po kování na 5 mm, především při pokojové teplotě, byl způsoben dalším deformačně indukovaným zpevněním (jelikož však současně docházelo i k rekrytalizaci byl rozdíl mezi 5 mm a 7,5 mm kompozity zanedbatelný v porovnání s rozdílem mezi 10 mm a 7,5 mm kompozity).

Výsledky měření specifického elektrického odporu pro Al/Cu kompozity jsou na obr. 76b. U tohoto kompozitu byly nejvyšší hodnoty opět zaznamenány pro průměry 10 mm, poté došlo k poklesu odporu po kování na 7,5 mm, a opětovnému mírnému nárůstu po kování na průměr 5 mm. Pro porovnání bylo provedeno rovněž kování původního Al materiálu (obr. 76b). Obecně byla u všech kovaných tyčí/drátů vyšší vodivost pozorována po kování za pokojové teploty. Tento jev mohl být z velkou pravděpodobností zapříčiněn tendencí k tvorbě vláknité textury u těchto kompozitů, jelikož zrna protažená ve směru osy kování, tj. také ve směru průchodu elektrického proudu, jsou výhodná pro průchod elektronů, jelikož tyto tak naráží na menší podíl hranic zrn než v případě stejného materiálu s rovnoosými zrny.

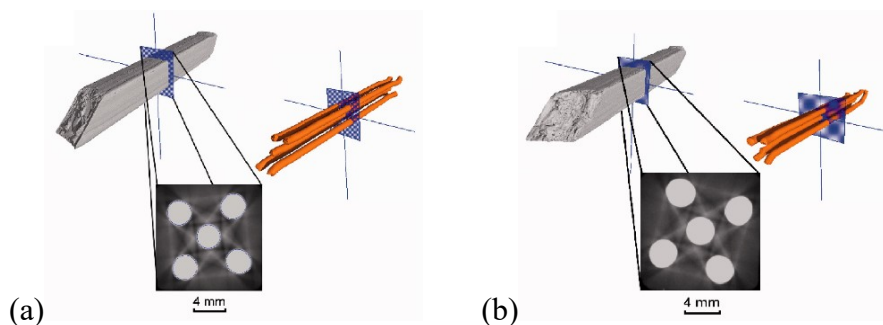


Obr. 76: Specifický elektrický odpor pro kované kompozity: Cu/Al (a), Al/Cu (b).

5.2.4.2 Experimentální výsledky, kompozity zpracované TCAP

Mikrostruktura

Experimenty s metodou TCAP byly prováděny na kompozitech typu Al/Cu, u kterých byl uskutečněn první průchod, a následně druhý průchod deformační cestou *A* (viz. obr. 22c). Změna geometrie vnitřních Cu drátů po prvním i druhém průchodu byla mapována pomocí RTG mikroCT skenování, jejichž výsledky jsou zobrazeny na obr. 77a a 77b. Extrémní vložená deformace podpořila intenzivní plastický tok materiálu při obou průchodech, mezi prvním a druhým průchodem však byly patrné rozdíly především na koncích Cu drátů. Po prvním průchodu se konce Cu drátů lokalizovaných v horní části polotovaru ohnuly směrem nahoru, zatímco konce Cu drátů lokalizovaných ve spodní části polotovaru se ohnuly směrem dolů. Tyto změny nastaly při průchodu polotovaru skrz hlavní deformační zónu, tj. ohyb kanálu, ve které je vlivem intenzivní smykové deformace plastický tok materiálu v horní části protlačovaného polotovaru rychlejší než v jeho spodní části [393]. Při následujícím průchodu došlo vlivem zkrutové zóny k otočení polotovaru o 90° vzhledem k jeho pozici v předchozím průchodu, čímž došlo ke korekci rozbíhavého tvaru konců drátů. Rozdíly v tvarech drátů na vstupním a výstupním konci byly dány především rozdíly v možnostech jejich plastického toku – zatímco jediným limitem pro plastický tok drátů na předním, tj. vstupním, konci polotovaru je objem Al matrice, na zadním, tj. výstupním, konci polotovaru je plastický tok limitován průtláčnickem.

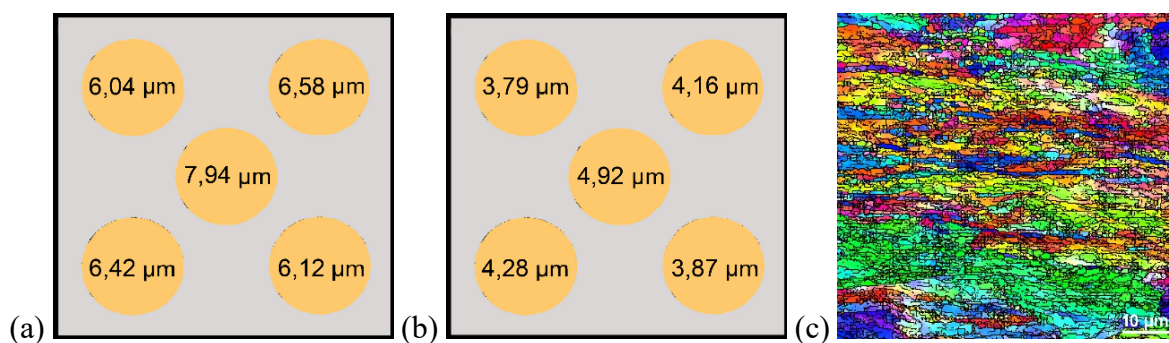


Obr. 77: Prostorové rozložení Cu v kompozitu po TCAP: 1 průchod (a), 2 průchody (b).

Po zhodnocení deformačního chování kompozitů byla vyhodnocena velikost zrna jednotlivých Cu drátů po obou průchodech (parametr *max. feret diameter*), která je graficky

znázorněna na obr. 78a a 78b. Již první průchod skrz matrici evidentně přinesl značné zjemnění struktury drátů a po druhém průchodu klesla průměrná velikost zrna na hodnoty pohybující se mezi 3,8 až 4,9 μm . Po jednom i dvou průchodech byly největší průměrné velikosti zrna detekovány v drátu lokalizovaném v ose polotovaru, i když rozdíly napříč polotovarem nebyly zásadní (zejména po druhém průchodu). Ve zkrutové části zápusťky (*twist extrusion*) je vložena deformace největší v okrajových částech polotovaru, zatímco v jeho ose je vložena deformace prakticky nulová [394] – v této části kanálu tak byl plastický tok v osových částech kompozitu nejméně patrný. Na druhé straně v následné zóně ohybu kanálu (*equal channel angular extrusion*) je plastický tok a s ním spojená vložena deformace poměrně intenzivní v ose polotovaru a snižuje je směrem k jeho okrajový částem, ve kterých je plastický tok zpomalován vlivem tření [197]. Zápusťka pro metodu TCAP tak optimálně kombinuje výhody obou dvou zmíněných SPD metod a má poměrně homogenní vliv na zjemňování struktury protlačovaných polotovarů, zejména při využití více průchodů [395].

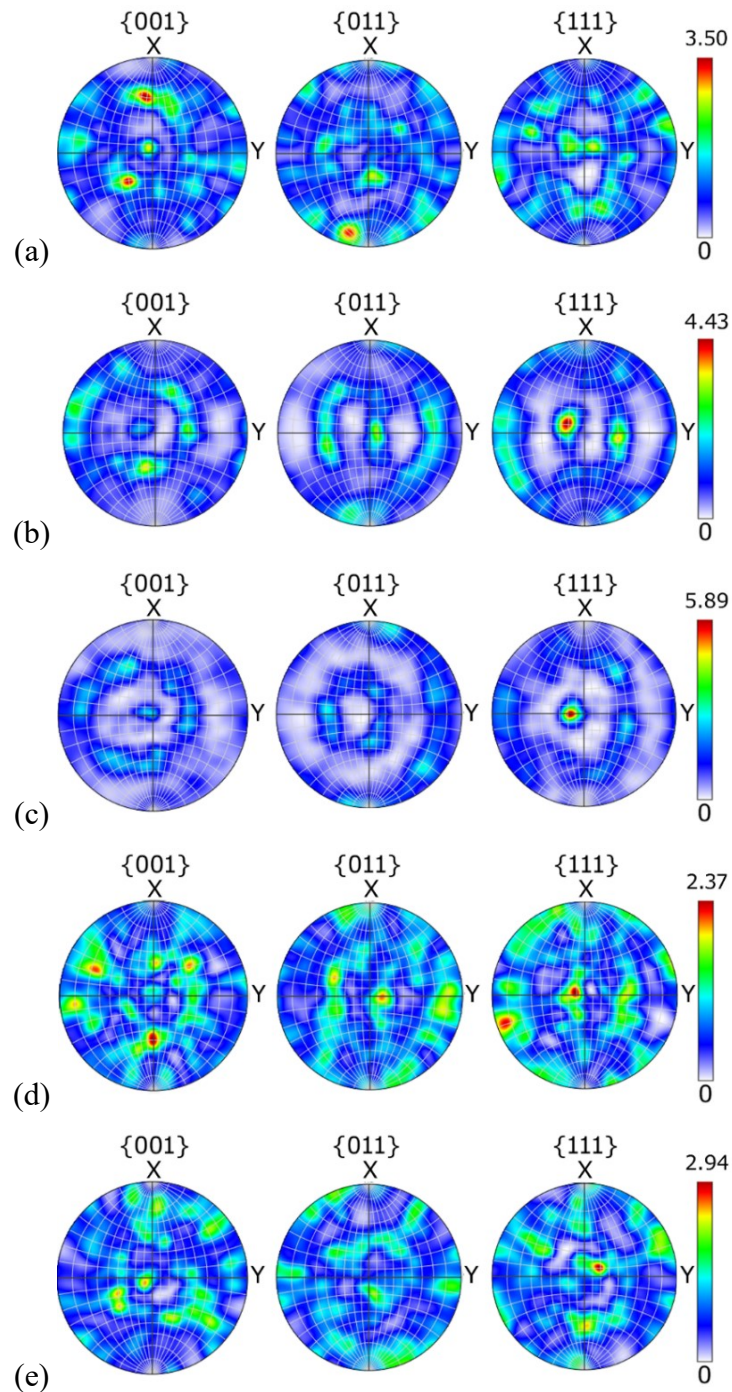
Co se týče jednotlivých drátů, nejmenší velikost zrna byla vždy pozorována pro drát umístěný v levém horním rohu protlačeného kompozitu, tato však byla porovnatelná s velikostí zrna drátu lokalizovaného v pravém spodním rohu. Stejně tak velikost zrna ve struktuře drátu lokalizovaného v pravém horním rohu byla vždy porovnatelná s velikostí zrna drátu lokalizovaného v levém spodním rohu. Tato podobnost struktur ve směrech uhlopříček je zapříčiněna vlivem zkrutové zóny, která indukuje vířivý tok materiálu – jeho pozůstatky byly ve struktuře Al matrice stále patrné i po dvou průchodech (OIM snímek struktury vnějšího okraje Al matrice protlačovaného kompozitu je zachycen na obr. 78c). Velikost zrna ve struktuře Al po dvou průchodech TCAP klesla na 1,66 μm , tj. téměř UFG. U Al/Cu kompozitu zpracovaného metodou TCAP se tak, podobně jako u stejného typu kompozitu po rotačním kování, prokázalo extrémní zjemnění zrna vlivem smykové deformace, především ve struktuře Al matrice.



Obr. 78: Velikost zrna Cu drátů v kompozitu po TCAP: 1 průchod (a), 2 průchody (b). OIM struktura Al matrice po 2 průchodech (c).

Efekt obou deformačních zón byl rovněž zdokumentován pomocí texturních orientací, které byly pro Cu dráty protlačených kompozitů vyhodnocovány pomocí PF obrazců. Obr. 79a až 79e zobrazují sady (001), (011) a (111) PF obrazců pro Cu dráty kompozitu po prvním průchodu skrz TCAP matrici. Nejvyšší texturní intenzita byla zaznamenána u drátu lokalizovaného v ose kompozitu, který vykazoval silnou tendenci tvořit ideální smykovou

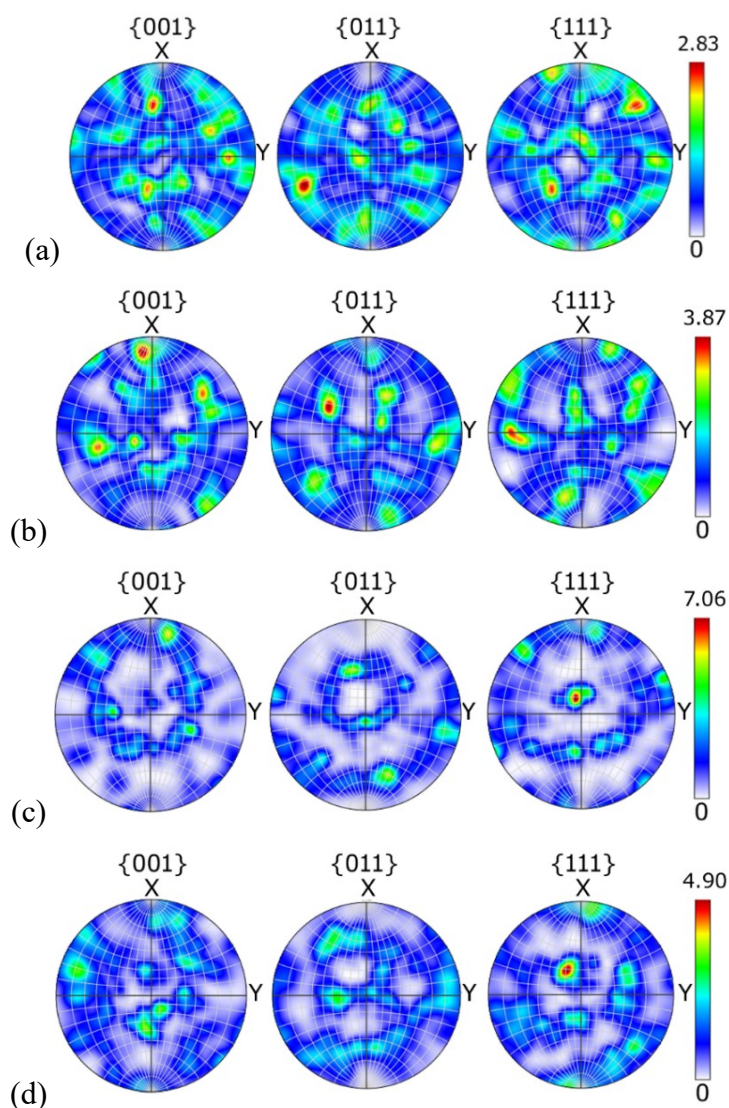
texturu typu *A* ($\{111\} \parallel \text{SD}$) [392]. Dráty lokalizované na okrajích kompozitu pak vykazovaly nejen nižší maximální intenzity textury, ale také rozdílné ideální texturní orientace. Opět zde však byla patrná podobnost v diagonálních směrech napříč kompozitem. Drát lokalizovaný se spodním pravém rohu kompozitu vykazoval tendenci tvořit ideální smykovou texturní orientaci *Ab* definovanou Eulerovými úhly $\varphi_1=180^\circ$, $\varphi_2=35.26^\circ$, $\varphi_3=45^\circ$. Stejná tendence byla pozorována i u drátu v levém horním rohu kompozitu, i když zde byla tato ideální orientace lehce vychýlena směrem k ideální orientaci *Bb* ($\varphi_1=180^\circ$, $\varphi_2=54.74^\circ$, $\varphi_3=45^\circ$).

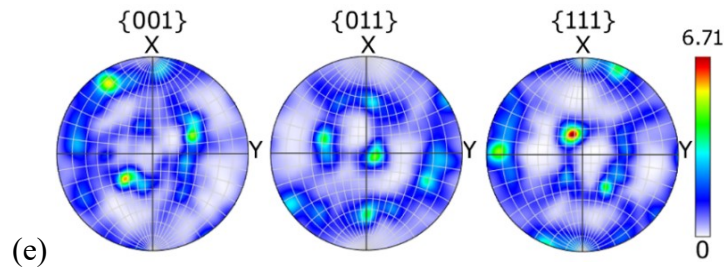


Obr. 79: Textura Cu drátů kompozitu po jednom průchodu TCAP: horní drát vlevo (a), horní drát vpravo (b), drát uprostřed (c), spodní drát vlevo (d), spodní drát vpravo (e).

Drát lokalizovaný v pravém horním rohu pak vykazoval tendenci tvořit ideální smykovou texturní orientaci typu *C* ($\varphi_1=90^\circ$, $\phi=45^\circ$, $\varphi_2=0^\circ$), stejně jako drát nacházející se ve spodním levém rohu protlačeného kompozitu. U této dvojice drátů byly texturní orientace vychýlené přibližně o 10° ze svých ideálních pozic – zde je podobnost jak s druhou diagonální dvojicí drátů, tak s kompozity zpracovanými pomocí rotačního kování. V předchozím případě byla pravděpodobnou příčinou vychýlení z těchto ideálních pozic radiální složka kovací síly. V případě metody TCAP za tímto pravděpodobně stojí vliv zkrutové části zápustky, která má na plastický tok materiálu podobný efekt.

Po druhém průchodu skrz zápustku TCAP byla opět největší intenzita textury pozorována u drátu lokalizovaného v ose kompozitu. Opět zde byla tendence k tvorbě texturní orientace *A*, tato však byla vychýlena směrem k ideální orientaci *A2* ($\varphi_1=144.7^\circ$, $\phi=45^\circ$, $\varphi_2=0^\circ$) [396]. Orientace *A2* byla rovněž pozorována u drátů lokalizovaných ve spodním levém i pravém rohu kompozitu, drát ve spodním levém rohu navíc vykazoval tendenci k tvorbě orientace *A1* ($\varphi_1=35.3^\circ$, $\phi=45^\circ$, $\varphi_2=0^\circ$). Podobnost texturních orientací v diagonálních směrech byla zachována i po druhém průchodu, proto byly orientace v ostatních dvou drátech podobné těmto popsaným (typ *A*).

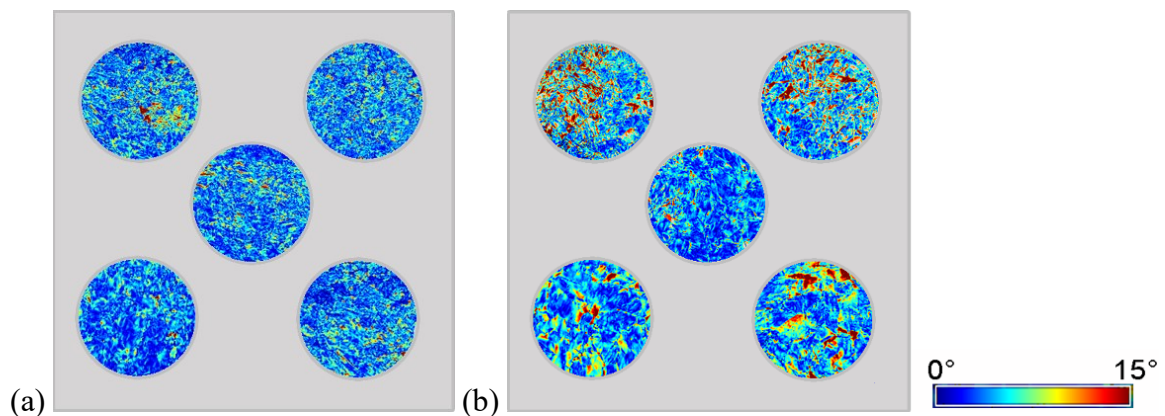




Obr. 80: Textura Cu drátů kompozitu po dvou průchodech TCAP: horní drát vlevo (a), horní drát vpravo (b), drát uprostřed (c), spodní drát vlevo (d), spodní drát vpravo (e).

Druhý průchod měl tedy velice pozitivní vliv na homogenizaci vložené deformace a sjednocení texturních orientací ve všech vložených drátech (jakož i na homogenizaci velikosti zrna, viz. obr. 78b). Na rozdíl od prvního průchodu, po kterém byly obecně nižší texturní intenzity pozorovány ve spodní části protlačeného kompozitu, po druhém průchodu byly maximální texturní intenzity nižší v jeho horní části. Tento fakt může být vysvětlen působením tří nezávislých smykových cest díky implementaci zkrutu do zápusky typu ECAP [196]. Takto intenzivní smyková deformace rovněž způsobila výše charakterizované strukturní zjemnění.

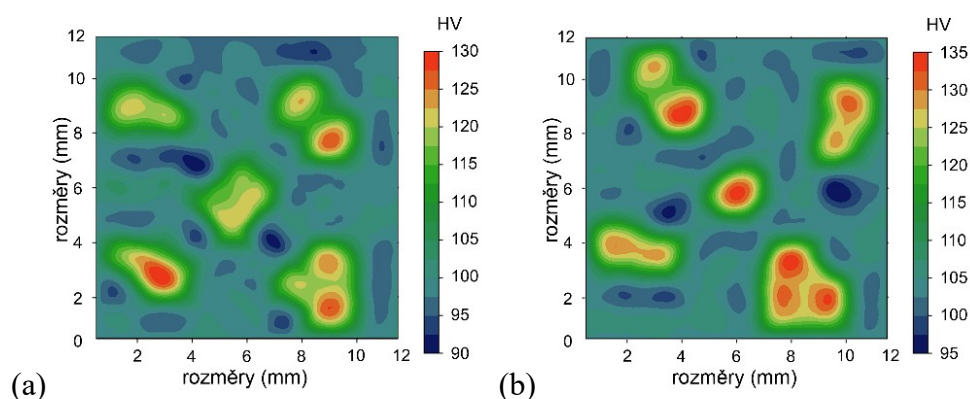
Pro doplnění charakterizace vlivu metody TCAP na strukturu vyztužujících Cu drátů bylo provedeno vyhodnocení rozložení vnitřního napětí pomocí disorientací ve struktuře. Obr. 81a a 81b schematicky zobrazují přítomnost disorientací v jednotlivých drátech po jednom a dvou průchodech. Je patrné, že přítomnost disorientací ve struktuře osového Cu drátu byla porovnatelná po obou dvou průchodech. Dráty lokalizované v okrajových částech kompozitu však vykazovaly vyšší přítomnost disorientací po druhém průchodu. Tyto však byly ve strukturách poměrně homogenně rozložené, což značí absenci píků zbytkového napětí a poukazuje na rovnoměrný rozvoj substruktury související se značným zjemňováním zrn (homogennější rozložení napětí bylo pozorováno v horní dvojici drátů, u kterých byla rovněž pozorována nižší intenzita textury po druhém průchodu). Souvislost přítomnosti disorientací s rozvojem substruktury a následným zjemněním zrna dokládá i fakt, že u obou protlačených kompozitů byla přítomnost disorientací nižší v osových drátech (ve kterých rovněž došlo k menšímu zjemnění zrna), než v drátech na periferiích.



Obr. 81: Disorientace ve struktuře Cu drátů po průchodu skrz TCAP: jeden (a), dva (b).

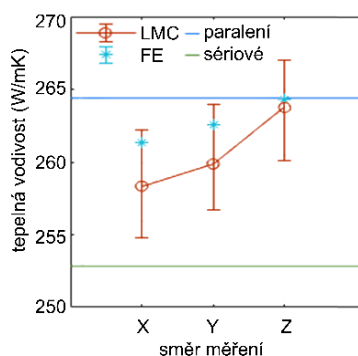
Mechanické a tepelné vlastnosti

Detailní strukturní pozorování Al/Cu kompozitů zpracovaných metodou TCAP bylo doplněno o mapování mikrotvrdomosti a měření tepelných charakteristik. Před složením kompozitu byla určena mikrotvrdomost HV_{0,2} pro obě komponenty v žíhaném stavu (58,6 HV_{0,2} pro Cu a 37,4 HV_{0,2} pro Al). Mapy měření mikrotvrdomosti po jednom a dvou průchodech skrz TCAP jsou zobrazeny na obr. 82a a 82b. Oba průchody evidentně vedly ke zvýšení HV_{0,2} napříč kompozity. Nejvyšší nárůst byl zaznamenán po prvním průchodu, po druhém průchodu již byla struktura Al více méně saturována co do možného zpevnění a hodnoty mikrotvrdomosti se již výrazně nezvýšily. Ke zvýšení hodnot došlo pouze u Cu drátů, u kterých nedošlo ke zvýšení mikrotvrdomosti na možné maximum již po prvním průchodu (např. drát lokalizovaný v ose kompozitu). Tento fakt potvrzuje výše uvedená tvrzení o homogenizaci vlivu vložené deformace skrz protlačovaný kompozit po druhém průchodu, a je rovněž v souladu s pozorovaným markantním strukturním zjemněním.



Obr. 82: Mikrotvrdomost napříč kompozitem po průchodu skrz TCAP: jeden (a), dva (b).

Posledním krokem experimentálních prací v rámci výzkumu Al/Cu kompozitu po zpracování metodou TCAP bylo měření tepelných charakteristik na průřezu protlačovaného kompozitu, konkrétně tepelné vodivosti ($W/(m \cdot K)$). V rámci těchto měření byly provedeny i numerické simulace metodami konečných prvků (*finite element method*, FEM) a Monte Carlo (*lattice monte carlo*, LMC). Více informací o nastavení simulací, okrajových podmínkách a podmínkách měření lze nalézt v publikaci [393]. Použité naměřené hodnoty tepelných vodivostí pro výchozí materiály byly $246,8 W/(m \cdot K)$ pro Al a $399,2 W/(m \cdot K)$ pro Cu. Porovnání výsledných hodnot tepelné vodivosti na průřezu kompozitu po jednom průchodu TCAP zjištěných experimentálně při paralelním i sériovém zapojení i pomocí simulací je vyobrazeno na obr. 83. Hodnoty predikované na základě simulací byly průměrně $263,6 W/(m \cdot K)$ a $260,8 W/(m \cdot K)$, podle použité metody, zatímco hodnoty naměřené experimentálně byly $264,2 W/(m \cdot K)$ v paralelním a $253,8 W/(m \cdot K)$ v sériovém zapojení. Naměřené hodnoty evidentně vzrostly v porovnání s původním Al, ale klesly v porovnání s Cu, což je dáno majoritním podílem Al v kompozitu, ale také akumulovaným deformačním zpevněním, které zvyšuje počet překážek, jako jsou hranice zrn nebo případné precipitáty, ve struktuře, které mohou tepelnou vodivost ve výsledku snižovat.



Obr. 83: Experimentálně zjištěné a simulované hodnoty tepelné vodivosti.

5.2.4.3 Dílčí závěry

Další částí experimentálních prací byla příprava kompozitů tvořených pevnou maticí a vloženými dráty zpracovávaných pomocí rotačního kování a metody TCAP.

Zkoumané sekvence uložení, tj. Cu matrice s Al dráty i Al matrice s Cu dráty, byly úspěšně rotačně vykovány až na výsledný průměr tyče 5 mm. Kování probíhalo za pokojové teploty a za teploty 250 °C. Tyče kované za pokojové teploty se obecně vykazovaly vyšší pevností a nižší plasticitou. U teploty kování 250 °C docházelo ve finálních úběrech k intenzivní deformaci průřezů vložených drátů vlivem radiálních kovacíh sil a k lokálnímu vzniku intermetalických fází na rozhraních Al a Cu. Toto bylo iniciováno zvýšením teploty z popudu kombinace tření mezi polotovarem a zápustkami, vysoké vložené deformace a malého průměru polotovaru, který se tak snadno zahříval. Strukturní analýzy a monitorování kovacíh sil potvrdily, že k masivnímu rozvoji uzdravovacích procesů obecně docházelo při kování na průměr 7,5 mm a nižší, kompozitní tyče kované na výsledný průměr 5 mm se vyznačovaly UFG strukturou (u kompozitu typu Cu/Al obsahovaly submikronová zrna obě jeho složky). Nejvýhodnější kombinace mechanických charakteristik a elektrických vlastností byly pozorovány u kovaných drátů s průměrem 7,5 mm, tj. po vložené deformaci 2,8. K tomuto jevu zde největší mírou přispěl rozvoj (dynamických) uzdravovacích procesů

Rotační kování se opět ukázalo být vhodnou metodou pro výrobu elektrovedných Al/Cu kompozitních tyčí/drátů. Vzhledem k tomu, že u této metody dochází k postupnému zmenšování průřezu kované tyče a v praxi je třeba dosáhnout určitého požadovaného finálního průměru kovaného drátu, je maximální vložená deformace při rotačním kování omezena. Z tohoto důvodu bylo následně přistoupeno k experimentu s Al/Cu kompozity zpracovány metodou TCAP, u níž maximální vložená deformace teoreticky není omezena. Zpracování těchto kompozitů pomocí této SPD metody, tj. extrémní vložené deformace, rovněž dává tušit případný vliv spojení protlačování a rotačního kování při průmyslové výrobě kovaných kompozitních drátů.

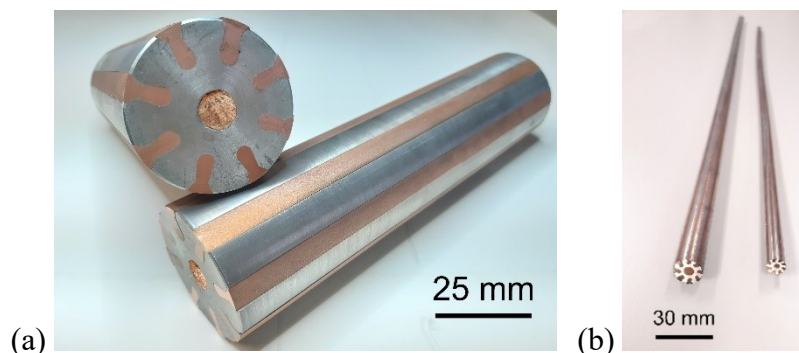
TCAP byl proveden jedním a dvěma průchody deformační cestou A. Již první průchod přinesl významné zjemnění zrna, které bylo dále zintenzivněno druhým provedeným průchodem. Tento strukturní jev byl doprovázen výrazným zvýšením mikrotvrdomosti. Využití dvou průchodů podpořilo homogenizaci co do velikosti zrna, texturních orientací, i

mechanických charakteristik. Pro tento typ zpracování Al/Cu kompozitů bylo rovněž provedeno množství numerických simulací metodou FEM, které mělo za cíl monitorovat rozložení deformace po průřezu kompozitu a to nejen v rámci Cu drátů, ale také Al matrice. Dále byl sledován také plastický tok a rozložení vnitřního napětí a výsledky simulací byly srovnány se zde uvedenými experimentálními daty za účelem vytvoření vhodného numerického modelu mapujícího vliv extrémní smykové deformace (výsledky simulací lze nalézt v publikacích [191, 393, 395, 397]). Souhrn všech získaných výsledků tak potvrzuje příznivý vliv extrémní smykové deformace na tento typ kompozitů a pozitivní možnost využití kombinace protlačování a rotačního kování při případné výrobě těchto kompozitů.

5.2.5 Kompozit tvořený maticí a lamelami

V předchozích experimentech byl prokázán pozitivní vliv rotačního kování na přípravu elektrovedných tyčí/drátů Al/Cu kompozitů. Nehledě na design kompozitu, tj. geometrické uspořádání jednotlivých fází, se kompozity vyznačovaly značně zjemněnou strukturou a uspokojivými mechanickými vlastnostmi. Jelikož je však prvotním záměrem využít takto vyráběné kompozity jako potenciální elektrovedné dráty, je žádoucí detailněji prozkoumat jejich chování při napojení na zdroj elektrického proudu. Tento může být stejnosměrný (DC), nebo střídavý (AC). V běžném životě je majoritně využíván střídavý proud. Jeho přenos skrz elektrický vodič však vyvolává vznik elektromagnetických vln, které významně ovlivňují distribuci proudu po průřezu vodiče. Střídavý proud je pak většinou koncentrován jeho v okrajových částech (jejichž hloubka může být přesně určena výpočtem), což je podstata charakteristického jevu zvaného *skin effect* [386]. V souladu s uvedenými fakty byl třetím typem Al/Cu kompozitu, který byl v rámci uvedených experimentů studován, kompozit tvořený Al maticí a Cu lamelami. Tyto byly primárně lokalizovány v okrajových částech polotovaru, ve kterých byla předpokládána zvýšená koncentrace elektrického proudu při transferu AC. Pro náš experiment byly matrice i lamely připraveny obráběním a následně složeny do kompozitního polotovaru. Stejně jako v předchozím případě však může být případná průmyslová výroba založena na protlačování, jak matrice, tak lamel, a následována rotačním kovááním, které zde bylo opět využito pro přípravu výsledných elektrovedných tyčí.

Kompozitní polotovar pro rotační kování byl kruhového průřezu o výchozím průměru 50 mm (výchozí průměr byl zvolen větší než v předchozích případech, aby bylo možné zhodnotit také vliv vyšších stupňů deformace). Do osy polotovaru bylo vsunuto Cu jádro a po jeho obvodu bylo zasazeno 8 Cu lamel. Rotační kování bylo prováděno za pokojové teploty, aby bylo zamezeno vzniku intermetalických fází. Nicméně, pro zhodnocení vlivu zvýšené teploty na strukturu a vodivost kovaných vodičů bylo v určitých případech zařazeno i následné tepelné zpracování v režimech 250 °C/15 min a 350 °C/15 min. Kování probíhalo na výsledné průměry 20 mm, 15 mm, 12,5 mm a 10 mm, celková vložená deformace vypočtená podle rovnice (13) tak pro dané průměry byla 1,8, 2,4, 2,8 a 3,2. Obr. 84a zobrazuje složené polotovary, obr. 84b pak zachycuje výsledné kované kompozitní tyče.

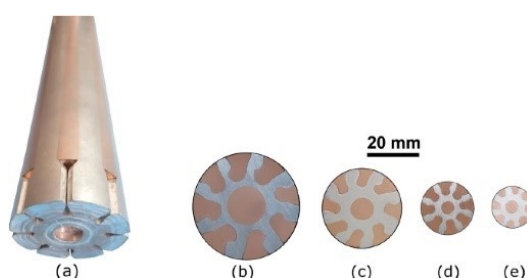


Obr. 84: Polotovary pro výrobu kompozitů (a), kompozitní tyče po rotačním kování (b).

5.2.5.1 Experimentální výsledky

Mikrostruktura

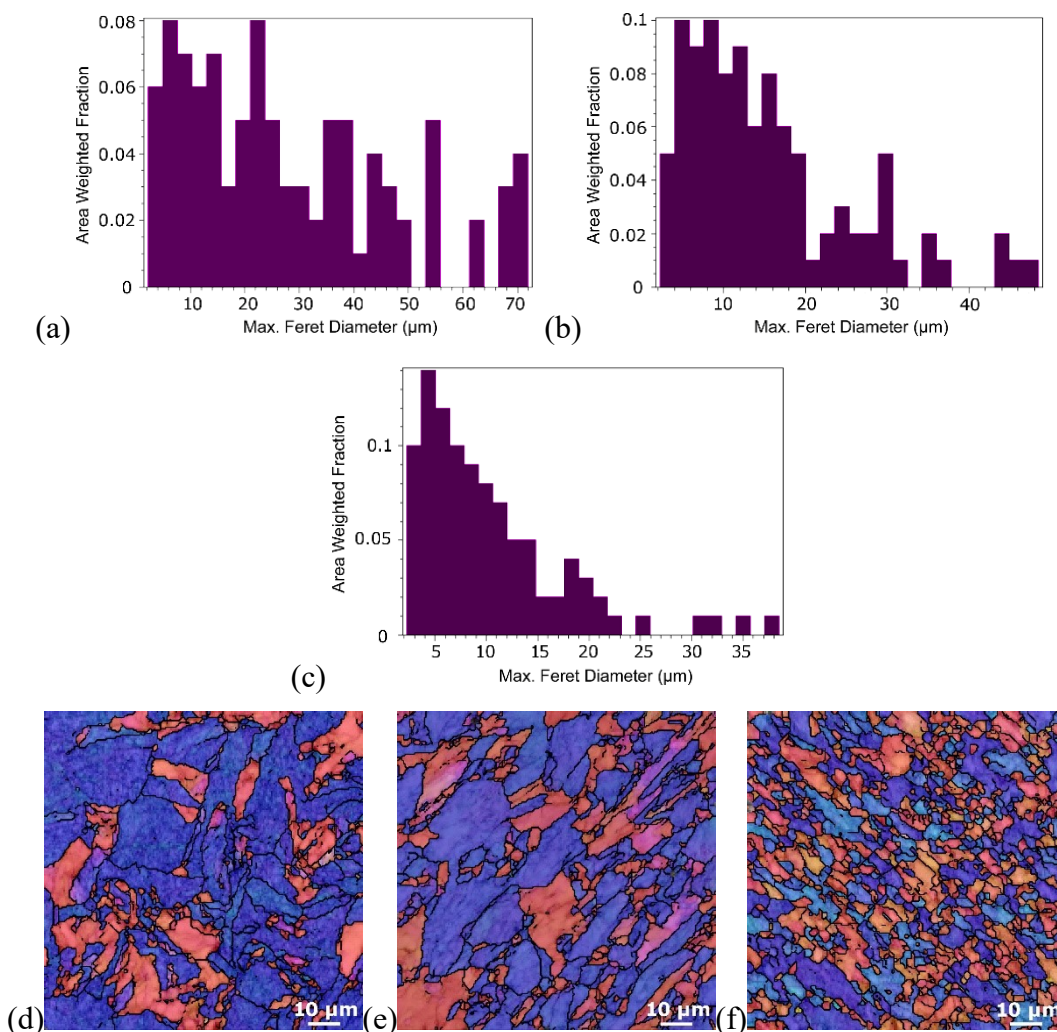
Podobně jako v případě kompozitů s dráty došlo u kompozitů s lamelami po rotačním kování ke změnám geometrie na průřezu kovaných tyčí. Tento jev opět souvisel jak s rozložením sil při rotačním kování, tak s vlastnostmi jednotlivých kovů, především s jejich deformačním odporem a energií vrstevné chyby [227]. Díky rozdílům v těchto vlastnostech byla vložená deformační energie primárně pohlcována Al maticí, která se tak velmi rychle zpevňovala, ale také primárně tekla ve směru osy kování, což je dobře patrné z obr. 85a zachycujícího kovanou kompozitní tyč po prvním průchodu. Obr. 85b – 85e zobrazují řezy kompozitními tyčemi kovanými na výsledné průměry. Na obrázcích je patrné, že s postupujícím kováním docházelo ke změně tvaru Cu lamel, u posledního kovaného průměru měly tyto poměrně souměrný tvar rozšiřující se směrem k periférii kované tyče. U průměrů kompozitů < 20 mm byla již rovněž patrná redukce průřezu Cu jádra umístěného v ose kompozitu, což zajistila kombinace intenzivního proniku radiálních kovacích sil do osových oblastí polotovaru a vysokého zpevnění Al matrice. Na průběh dynamického zpevňování/odpevňování struktury Al matrice lze usuzovat také podle míry přiblížení Cu komponent na průřezu kované tyče.



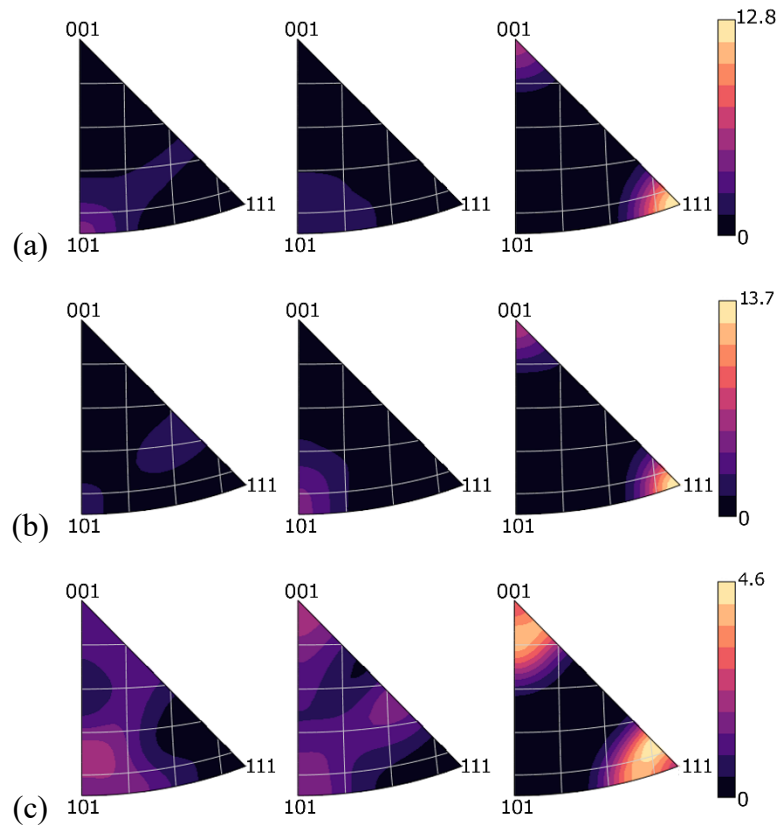
Obr. 85: Kovaná kompozit po prvním úběru (a), řezy kompozity kovanými na 20 mm, 15 mm, 12,5 mm a 10 mm (b-e).

V rámci mikrostrukturních analýz kovaných kompozitů byl kladen důraz nejen na velikost zrn a jejich orientaci, ale také na texturu nebo rozvoj substruktury, jelikož všechny tyto jevy mohou pozitivně nebo negativně ovlivnit elektrické charakteristiky kompozitů. Analýza velikostí zrn v Cu lamelách a Al maticích kompozitů kovaných na 20 mm, 15 mm

a 10 mm opět prokázala pozitivní vliv rotačního kování na zjemnění zrna. Pro Cu lamely byly průměrné velikosti zrn (*max. feret diameter*) 8,0 μm (20 mm), 6,9 μm (15 mm) a 5,7 μm (10 mm). Vlivem menšího proniku smykové deformace do osových částí polotovaru byly velikosti zrn ve strukturách osových Cu tyčí lehce vyšší (10,2 μm , 9,7 μm a 8,4 μm pro 20 mm, 15 mm a 10 mm kompozity) [386]. Obr. 86a až 86c zobrazují grafy distribucí velikostí zrn pro Cu lamely kovaných kompozitů, odpovídající OIM skeny jsou zobrazeny na obr. 86d až 86f. Z OIM obrázků je patrné, že po kování na 20 mm a 15 mm převládala ve strukturách Cu lamel vláknitá textura typu $\langle 111 \rangle \parallel \text{SD}$, při kování na průměr 10 mm však došlo k rekrytalizaci a tvorbě více méně náhodně orientovaných rovnoosých zrn. Přítomnost rekrytalizace dále dokládají také analýza hranic zrn – po kování na průměr 15 mm byl podíl VÚHZ ve struktuře Cu lamel 32,4 %, po kování na 10 mm však vzrostl na 70 % – a texturní pozorování, jejichž výsledky pro Cu lamely jsou zobrazeny na obr. 87a až 87c pomocí IPF obrázků. U kompozitů kovaných na 20 mm a 15 mm vykazovala zrna Cu lamel intenzivní tendenci tvořit preferenční texturní orientaci $\langle 111 \rangle \parallel \text{SD}$, kování na 10 mm pak vedlo k téměř trojnásobnému snížení maximální intenzity preferenčního texturního vlákna $\langle 111 \rangle$ a tvorbě vlákna $\langle 100 \rangle$ i dalších náhodných orientací.

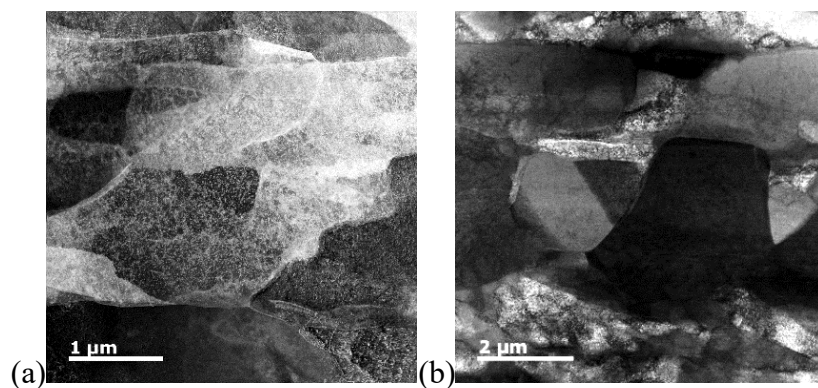


Obr. 86: Distribuce velikostí zrn Cu lamel kovaných kompozitů: 20 mm (a), 15 mm (b), 10 mm (c). OIM struktury Cu lamel kovaných kompozitů: 20 mm (d), 15 mm (e), 10 mm (f).



Obr. 87: IPF texturní obrazce pro struktury Cu lamel kovaných kompozitů: 20 mm (a), 15 mm (b), 10 mm (c).

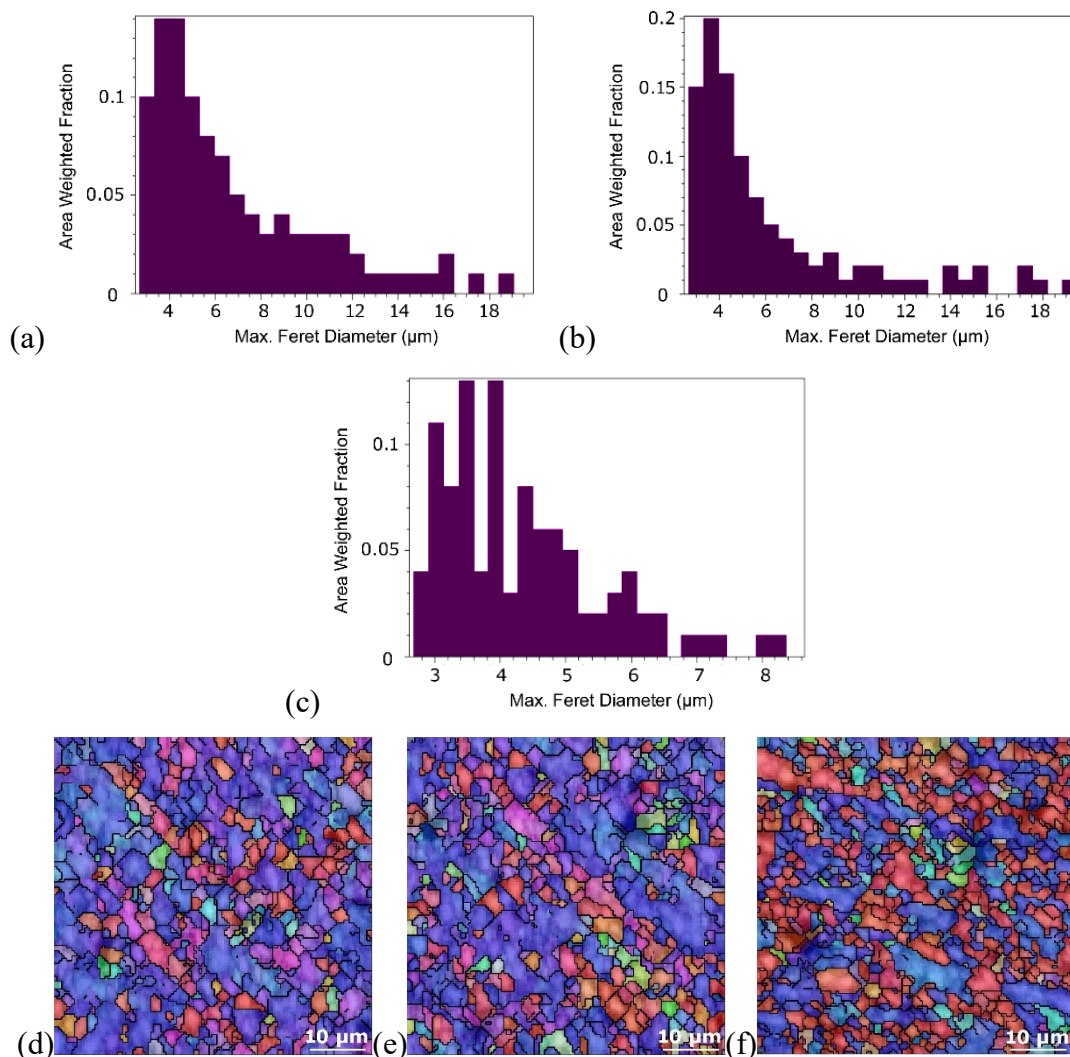
Průběh rekrystalizace u struktur Cu lamel mezi úběry na 15 mm a finálních 10 mm dokládají také STEM (stereo transmisní elektronová mikroskopie) analýzy substruktury, jejichž výsledky jsou patrné z obr. 88a a 88b. Zatímco v Cu lamela 15 mm kompozitu byla jasně patrná rozvinutá substruktura a vysoká hustota dislokací, Cu lamela 10 mm kompozitu vykazovala přítomnost rekrystalizovaných zrn a značně menší podíl dislokací ve struktuře.



Obr. 88: Rozvoj substruktury (*dark field* STEM snímek) ve strukturách Cu lamel kovaných kompozitů: 15 mm (a), 10 mm (b).

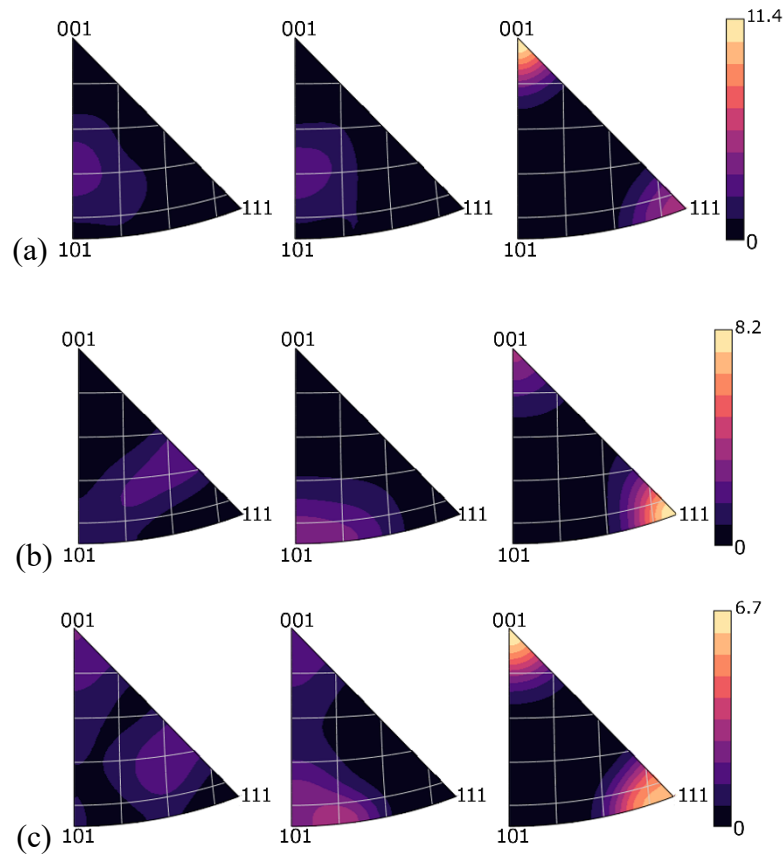
Podrobné analýzy byly provedeny i pro Al matrice kovaných kompozitů (obr. 89a až 89c zobrazují grafy distribuce velikostí zrn, jejichž OIM jsou na obr. 89d až 89f). Zde byly průměrné velikosti zrn 4,7 μm pro 20 mm, 4,4 μm pro 15 mm, a 4,0 μm pro 10 mm kompozit.

Al matrice kompozitu o průměru 10 mm byla tvořena nejmenšími zrna a také jejich nejhomogennější distribucí, jelikož největší pozorovaná zrna zde měla velikosti do 8,4 μm . Z obrázků OIM je patrné, že zrna Al matrice měla převážně rovnoosý charakter, v této složce kompozitu tedy docházelo k intenzivnější rekrystalizaci během procesu kování, než u Cu složek (podobný jev byl pozorován i u výše představených typů Al/Cu kompozitů). Zrna Al měla tendenci tvořit preferenční orientace $\langle 111 \rangle$ a $\langle 100 \rangle \parallel \text{SD}$, ovšem v rozdílné intenzitě.



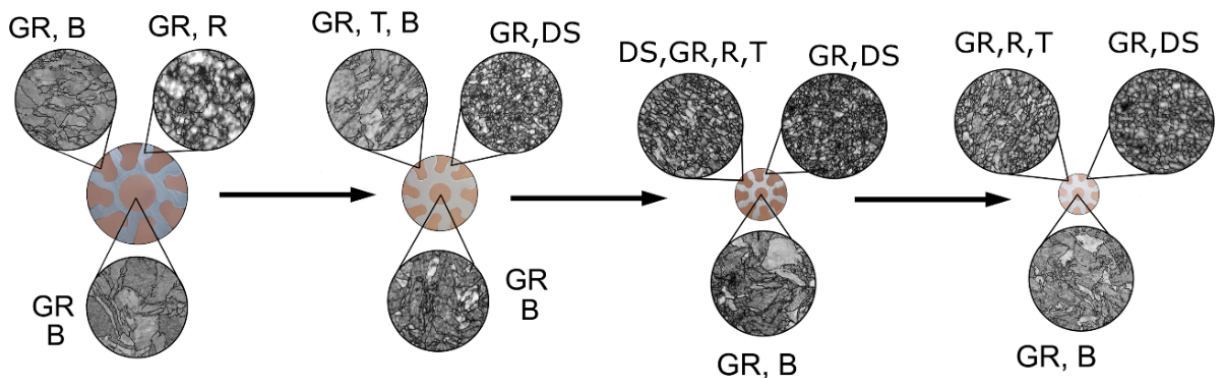
Obr. 89: Distribuce velikostí zrn Al matrice kovaných kompozitů: 20 mm (a), 15 mm (b), 10 mm (c). OIM struktury Al matrice kovaných kompozitů: 20 mm (d), 15 mm (e), 10 mm (f).

IPF obrazce vyobrazené na obr. 90a až 90c dokládají, že maximální intenzita preferenční textury klesala s narůstajícím počtem průchodů, nejvyšší byla po kování na 20 mm a po kování na finální průměr 10 mm klesla přibližně na polovinu. Navíc došlo k reorientaci zrn vlivem rekrystalizace – zatímco u struktury Al matrice 20 mm kompozitu převládalo texturní vlákno $\langle 100 \rangle \parallel \text{SD}$, po kování na 10 mm zde byla pozorována jak tato orientace, tak také orientace $\langle 100 \rangle \parallel \text{SD}$ v porovnatelné intenzitě.



Obr. 90: IPF texturní obrazce pro struktury Al matrice kovaných kompozitů: 20 mm (a), 15 mm (b), 10 mm (c).

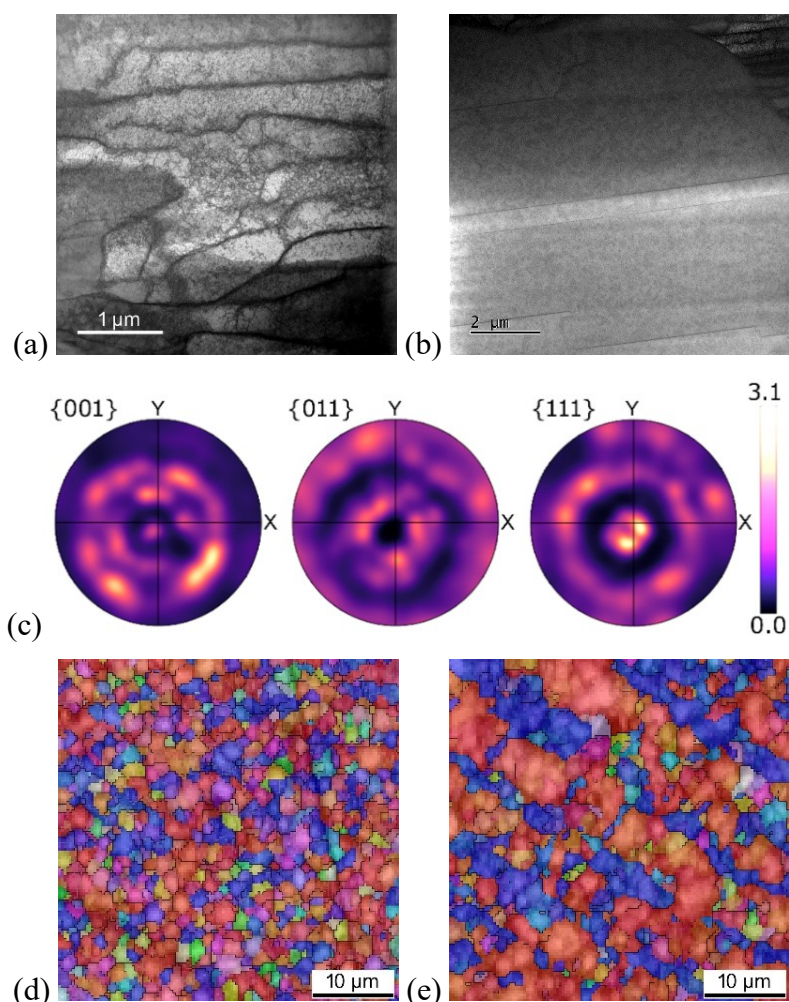
Pro shrnutí průběhu zpevňovacích a uzdravovacích procesů v Cu i Al komponentech zkoumaného kompozitu během rotačního kování bylo vypracováno schéma na obr. 91, kde GR – zjemnění zrna (*grain refinement*), B – bimodální struktura, T – dvojčatění (*twinning*), DS – deformační zpevňování (*deformation strengthening*), R – zotavení (*restoration*).



Obr. 91: Schéma průběhu zpevňovacích a uzdravovacích procesů během rotačního kování.

Z důvodu případné optimalizace kombinací mechanických a elektrických vlastností byla u kompozitů kovaných na průměry 15 mm a 10 mm zařazena dodatečná tepelná zpracování na zmíněných 250 °C, nebo 350 °C po dobu 15 min (zkrácený čas žíhání v porovnání s předchozími experimenty byl zvolen z důvodu eliminace rozvoje nežádoucích

intermetalických fází). Vliv těchto žhacích režimů na struktury Cu lamel byl rozdílný u obou kovaných průměrů. Zatímco u průměru 15 mm vedlo žhání na obě dvě teploty k mírnému poklesu průměrné velikosti zrna, u průměru kompozitu 10 mm vedlo naopak k jeho mírnému nárůstu [227]. Tento jev byl způsoben právě výše popsány rozvoji zpevňovacích a uzdravovacích procesů – Cu lamely u kompozitu kovaného na 15 mm v tomto průchodu neprošly rekrytalizací, tato však byla následně iniciována energií dodanou ve formě tepelného zpracování (především na vyšší teplotu). Toto tvrzení dokládají také STEM pozorování. Obr. 92a a 92b zachycují struktury Cu lamel 15 mm kompozitu tepelně zpracovaných na 250 °C a 350 °C, které ukazují postupné snižování hustoty dislokací a uzdravování struktury. Po žhání na teplotu 250 °C je však také patrný rozvoj substruktury a tvorba četných subzrn. Na druhé straně, struktura Cu lamel kompozitu kovaného na 10 mm prošla při finálním úběru rekrytalizací. Z tohoto důvodu iniciovala následně dodaná tepelná energie nejprve lokální přeskupování dislokací v místech, kde struktura nebyla při kování dynamicky uzdravena úplně, a následně sekundární rekrytalizaci, tj. růst zrna [398].



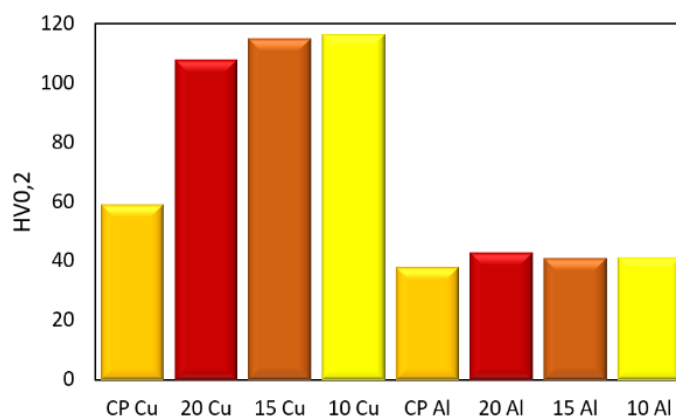
Obr. 92: Substruktura (*dark field* STEM snímky) ve strukturách Cu lamel 15 mm kompozitů žháných na: 250 °C (a), 350 °C (b). Textura struktury Cu lamely kompozitu kovaného na 10 mm po žhání na 350 °C (c). OIM struktury Al matrice 15 mm kompozitů žháných na: 250 °C (d), 350 °C (e).

Průběh rekrystalizace u lamel 10 mm kompozitu po žíhání na 350 °C dokládají také PF obrazce na obr. 92c, ze kterých je rozvoj náhodných texturních orientací během růstu rekrystalizovaných zrn patrný, stejně jako pokles maximální intenzity textury. Na rozdíl od Cu komponent nemělo dodatečné žíhání významný vliv na strukturu Al matrice, jejíž OIM obrazce po kování na průměry 15 mm a 10 mm zachycují obr. 92d a 92e. Tento jev pravděpodobně souvisel s faktem, že struktura Al projevovала známky rekrystalizace během každého z analyzovaných úběrů i bez dodatečného žíhání – stejně jako po kování obsahovaly žíhané struktury poměrně rovnoosá zrna orientovaná převážně ve směrech $\langle 100 \rangle$ a $\langle 111 \rangle \parallel$ SD, ale také v náhodných orientacích. Velikost zrna po žíhání byla u struktur Al matric rovněž porovnatelná s velikostmi pozorovanými po rotačním kování.

Mechanické vlastnosti

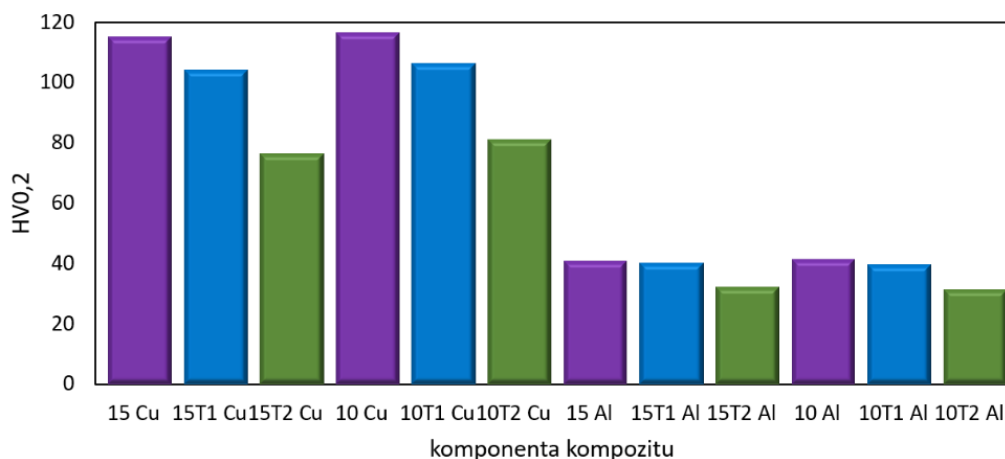
Analýza mechanických vlastností byla u tohoto typu Al/Cu kompozitu provedena pomocí měření mikrotvrdomosti HV_{0,2} po průřezu kovaných tyčí a následným zprůměrováním 10 náhodně naměřených hodnot pro jednotlivé komponenty kovaných kompozitů. Srovnání naměřených hodnot bylo jako první provedeno pro kované tyče o průměrech 20 mm, 15 mm a 10 mm (obr. 93a), a následně bylo provedeno srovnání hodnot HV_{0,2} pro komponenty 15 mm a 10 mm kompozitů po kování a tepelném zpracování (obr. 93b).

Nejvyšší hodnoty mikrotvrdomosti po kování byly pozorovány u Cu komponent tyčí kovaných na 15 mm a 10 mm, obě dosahovaly cca 116 HV_{0,2}, což znamenalo nárůst o téměř 100 % oproti původní hodnotě Cu (59 HV_{0,2}). Po kování na 20 mm byla tato hodnota poněkud nižší, a to ~ 108 HV_{0,2}. Mezi hodnotami naměřenými pro Cu u 15 mm a 10 mm kompozitů nebyl velký rozdíl, rozdílné však byly jejich standardní odchylky, tj. rozptyl hodnot, který byl menší u 10 mm kompozitu (6,3 v porovnání s hodnotou 8,6 pro Cu u 15 mm kompozitu). Tento jev souvisel s pozorovanou rekrystalizací a homogenizací velikosti zrna při posledním úběru. Hodnoty mikrotvrdomosti u Al matrice nevykazovaly větší rozdíly, pohybovaly se mezi 42,5 HV_{0,2} pro 20 mm kompozit, po 41,3 pro 10 mm kompozit. Toto zjištění je v souladu s výsledky strukturních analýz, v rámci kterých byl pozorován rovnovážný poměr mezi průběhy zpevňovacích a uzdravovacích procesů ve struktuře Al matrice během kování [124].



(a)

komponenta kompozitu



(b)

Obr. 93: Mikrotvrdość kovaných kompozitů: srovnání komponent u kovaných průměrů (a), srovnání komponent 15 mm a 10 mm kompozitů po žihání na 250 °C (T1), 350 °C (T2)(b).

Měření mikrotvrdości u žiháných 15 mm a 10 mm kompozitů je shrnuto na obr. 93b. Z tohoto je patrné, že oba dva režimy tepelného zpracování vedly k odpevnění struktury, jak bylo předpokládáno na základě výše uvedených strukturních pozorování. Nicméně, pokles mikrotvrdości po žihání byl patrnější u 15 mm kompozitů, u tyčí kovaných na 10 mm nebyl tak výrazný. Jinými slovy, žihané kompozity kované na 10 mm se vyznačovaly vyššími hodnotami HV0,2 než žihané 15 mm kompozity při porovnání stejného typu tepelného zpracování. Tento jev může být opět vysvětlen průběhem rekystalizace při kování na 10 mm – dodatečné žihání nemělo tak výrazný efekt na uzdravení struktury a její odpevnění, jako u kompozitu kovaného na 15 mm, u kterého iniciovalo významnější strukturní změny.

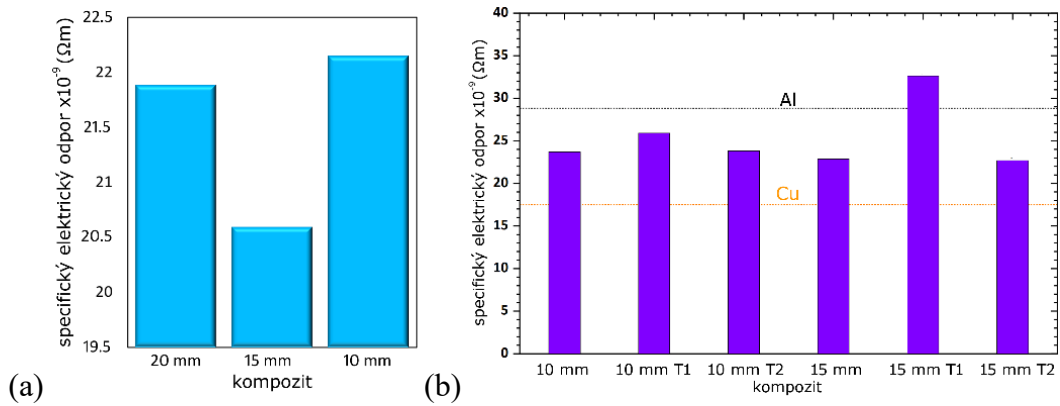
Elektrické vlastnosti

U předchozích typů kovaných kompozitů byl v rámci charakterizace elektrických vlastností určován specifický elektrický odpor ρ při průchodu DC. Nicméně, kompozity s lamelami byly navrženy tak, aby byly vhodné nejen pro vedení DC, ale také AC. Z tohoto důvodu jsou níže popsány vlastnosti navržených vodičů charakteristické pro oba případy.

Výsledky měření specifického elektrického odporu pro kompozity kované na průměry 20 mm, 15 mm a 10 mm jsou vyobrazeny na obr. 94a. Podobně jako u předchozích typů kompozitů byla měření elektrických charakteristik prováděna pomocí vysoce přesné metody čtyř drátů (FWRM) s využitím zařízení Metex MS-9170, např. [227, 386]. Hodnoty tohoto parametru pro původní materiály byly $28,769 \cdot 10^{-9} \Omega\text{m}$ pro Al a $17,466 \cdot 10^{-9} \Omega\text{m}$ pro Cu. Kompozit kovaný na 20 mm vykazoval odpor o hodnotě $21,882 \cdot 10^{-9} \Omega\text{m}$. Tento poklesl na $20,589 \cdot 10^{-9} \Omega\text{m}$ pro kompozit kovaný na 15 mm a následně vzrostl na $22,144 \cdot 10^{-9} \Omega\text{m}$ po kování na finální průměr 10 mm. Tento průběh může být dán do souvislosti s výše popsanými probíhajícími strukturními jevy, jako jsou snižující se velikost zrna (tj. zvyšující se podíl hranic zrn znamenajících překážky pro pohyb elektronů), narůstající hustota dislokací, nebo změna (intenzity) texturních orientací. Poměrně vysoký odpor vodiče kovaného na 20 mm s velkou pravděpodobností souvisí s bimodálním rozložením velikostí

zrn a vysokým stupněm rozvoje substruktury ve struktuře Cu lamel (velký podíl NÚHZ) [124]. U struktury Al matrice tohoto vodiče byla navíc pozorována vláknitá textura orientovaná kolmo na osu vodiče, tj. kolmo na trajektorii procházejících elektronů (obr. 89d, 90a). Kompozitní vodič kovaný na 15 mm vykazoval poměrně vysokou hustotu dislokací a rozvinutou substrukturu v rámci Cu lamel. Jeho relativně nízký elektrický odpor tak může být přičten na vrub silné textury $\langle 111 \rangle \parallel SD$, která byla pozorována jak u Cu lamel, tak u Al matrice (obr. 87b, 90b). Takovéto markantní a poměrně homogenní protažení zrn ve směru osy vodiče snižuje podíl překážek, především hranic zrn, které musí procházející elektrony překonat. Rovněž zde také mohlo do určité míry probíhat zotavení, které má také obecně pozitivní vliv na elektrickou vodivost. U kompozitu kovaného na 10 mm byl pozorován průběh rekrystalizačních procesů. Intenzivní zjemnění zrna tak způsobilo velký nárůst podílu VÚHZ v objemu materiálu, což přispělo ke zvýšení elektrického odporu tohoto kovaného vodiče.

Následně bylo měření specifického elektrického odporu provedeno pro kompozity kované na průměry 15 mm a 10 mm a tepelně zpracované při režimech 250 °C/15 min (T1) a 350 °C/15 min (T2). Výsledky těchto měření jsou vyobrazeny na obr. 94b, ze kterého je patrné, že u 15 mm kompozitu vedlo žihání na teplotu 250 °C k výraznému nárůstu elektrického odporu, zatímco žihání na 350 °C vedlo k jeho snížení na hodnotu porovnatelnou s hodnotou pozorovanou po kování na tento průměr. U 10 mm kompozitu byl pozorován podobný trend, změny v hodnotách odporu po obou režimech tepelného zpracování však nebyly tak výrazné. Z obr. 94b také vyplývá, že hodnoty elektrického odporu měřené pro kované kompozity se nacházely v rozmezí mezi hodnotami naměřenými pro původní Al a Cu, kromě hodnoty pro 15 mm kompozit žiháný na teplotu 250 °C, která byla vyšší než pro původní Al. Tento jev může být vysvětlen následovně: jak prokázala strukturní pozorování, kování na průměr 15 mm se vyznačovalo dominancí zpevňovacích procesů a akumulací deformační energie. Žihání na nižší teplotu pravděpodobně nedodalo dostatek energie k odpevnění struktury, dodaná tepelná energie ale přispěla k dodané deformační energii, jejichž kombinace podnítila přeskupování dislokací a významný rozvoj substruktury (obr. 92a), které ve výsledku způsobily významný nárůst elektrického odporu. Žihání na teplotu 350 °C následně dodalo dostatek tepelné energie, která podnítila rozvoj rekrystalizace a uzdravení struktury, tj. současné snížení hustoty dislokací a zmenšení velikosti zrna, jejichž souběh ve výsledku způsobil pokles elektrického odporu. Podobný průběh strukturních jevů lze očekávat také u kompozitů kovaných na 10 mm, ovšem v mnohem menší míře, jelikož u tohoto došlo již při posledním úběru k rekrystalizaci. Tyto závěry potvrzují také výše popsané strukturní pozorování i měření mikrotvrdosti. Obecné zhoršení elektrické vodivosti ve srovnání s původní elektrovodnou Cu je způsobeno nižším objemovým podílem této složky, stejně tak jako deformačním zpevňováním při kování.



Obr. 94: Specifický elektrický odpor pro kované kompozity (a), srovnání 15 mm a 10 mm kompozitů po kování a žihání na 250 °C (T1) a 350 °C (T2) (b).

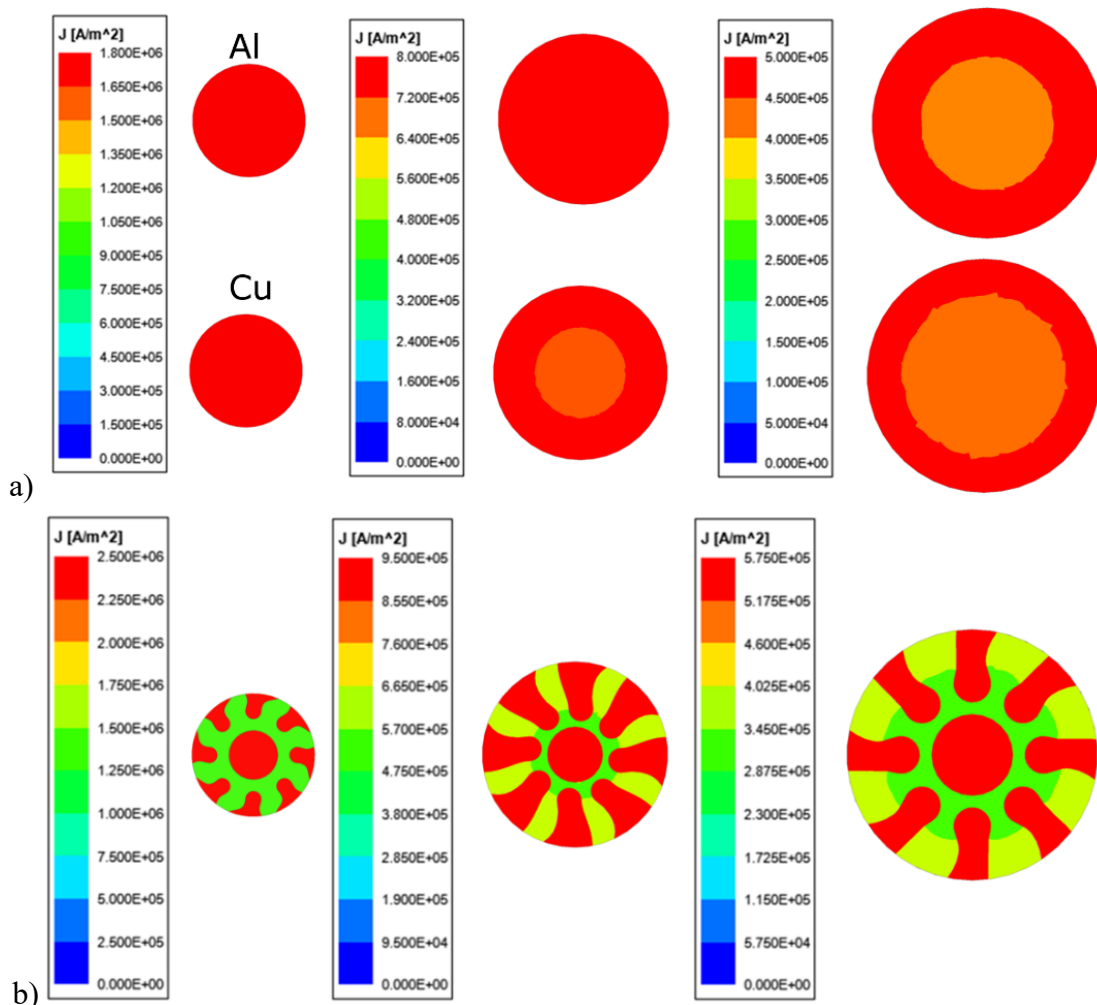
Ve srovnání s výše uvedeným popisem měření elektrického odporu při průchodu DC se při napájení AC situace výrazně mění. V souladu s Maxwellovou teorií vzniká při střídavém napájení elektromagnetická vlna, která proniká do prostoru vodiče a zásadním způsobem ovlivňuje rozložení proudové hustoty. Míru deformace v rozložení proudové hustoty ve vodiči popisuje parametr hloubka vniku δ (m), která je definována jako vzdálenost od povrchu vodiče směrem do jeho středu, ve které dojde k útlumu elektromagnetické vlny na hodnotu $1/e$ ($\sim 37\%$). Elektromagnetická vlna způsobuje přesouvání jinak rovnoměrně rozložené proudové hustoty směrem k povrchu vodiče, kde se pak její hodnota zvyšuje, což je nazýváno jako výše zmíněný *skin effect*. Obecně platí, že AC vždy ovlivňuje celkový odpor vodiče. Nicméně, z praktického hlediska je důležité, že k podstatnému vlivu tohoto efektu dochází, pokud je charakteristický rozměr vodiče (průměr) $d > 2 \times \delta$. Hloubka vniku je definována dle vztahu (18),

$$\delta = \sqrt{\frac{2\rho}{\omega\mu}} = \sqrt{\frac{\rho}{\pi f \mu_0 \mu_r}} \quad (18)$$

kde δ (m) je hloubka vniku, ρ ($\Omega \cdot m$) je měrný elektrický odpor, Ω (rad/s) je úhlová frekvence, μ (H/m) je permeabilita materiálu, f (Hz) je frekvence napájecího proudu, μ_0 (H/m) je permeabilita vakua, a μ_r (-) je relativní permeabilita.

Střídavý proud způsobuje deformaci v rozložení proudové hustoty ve vodiči a nikoliv vlastní změnu měrného odporu ρ . Vzniklá deformace proudové hustoty je však příčinou nárůstu ztrát proudu dP_{AC} (W) při střídavém napájení. Z tohoto důvodu byly pro komplexní charakterizaci chování rotačně kovaných kompozitních vodičů provedeny numerické simulace rozložení proudové hustoty J ($A \cdot m^{-2}$) na průřezích kovaných vodičů. Tyto simulace byly prováděny jako harmonické elektromagnetické analýzy pomocí software Ansys Electronic Desktop, geometrie jednosložkových i kompozitních kovaných vodičů vycházely z experimentálně naměřených rozměrů. Jelikož numerické simulace nejsou hlavním předmětem této práce, jejich výsledky jsou zde zmíněny pouze okrajově pro doplnění, podrobnější informace o příslušných analytických i numerických výpočtech lze nalézt např. v publikacích [360, 386].

Obr. 95a zobrazuje predikované výsledky rozložení parametru J na průřezích 20 mm, 15 mm a 10 mm jednosložkových Al a Cu vodičů. Z obrázků je patrné, že oba vodiče o průměru 10 mm nevykazovaly *skin effect*, proudová hustota zde byla na průřezu homogenně rozložena. U průměru 15 mm byl *skin effect* patrný pouze u Cu vodiče, což bylo zapříčiněno vyšší vodivostí tohoto materiálu ve srovnání s Al (tento opět vykazoval homogenní rozložení parametru J na průřezu). U kovaných jednosložkových vodičů o průměru 20 mm již byla nehomogenita proudové hustoty patrná u obou materiálů, u Cu však byla opět viditelná menší hloubka vniku. U kovaných kompozitních vodičů byla obecně vyšší proudová hustota pozorována v Cu komponentech (obr. 95b). Co se týče homogenity rozložení proudové hustoty na průřezu vodiče, vliv hloubky vniku, tj. *skin effect*, se projevoval převážně v části tvořené Al matricí (hlavně u větších průměrů, tj. 20 mm a 15 mm), která se na průřezu kompozitního vodiče rozkládá u všech kovaných průměrů po celém jeho charakteristickém rozměru (na rozdíl od implementovaných Cu komponent). Od průměru kompozitu 15 mm byl viditelný vliv hloubky vniku v osové oblasti, tento kovaný průměr se svým charakterem nejvíce lišil od kovaných jednosložkových vodičů, především Al vodiče. U největšího průměru, tj. 20 mm, byl vliv deformace proudnic nejvýraznější.



Obr. 95: Numericky predikované rozložení proudové hustoty na průřezích vodičů kovaných na 10 mm, 15 mm a 20 mm: Al a Cu (a), Al/Cu kompozit (b).

5.2.5.2 Dílčí závěry

Finálním úkolem v rámci zde představených experimentálních prací byla příprava Al/Cu kompozitu tvořeného pevnou maticí a vloženými lamelami, tento typ kompozitu byl zpracováván pomocí rotačního kování za pokojové teploty. V rámci představeného experimentu byl původní polotovar vykován na výsledný průměr 10 mm, aby však mohl být vyhodnocen postupný vliv intenzivní deformace na strukturu a vlastnosti tohoto kompozitu, bylo zkoumáno několik jednotlivých průměrů, především 20 mm, 15 mm a 10 mm (průměr 12,5 mm byl rovněž zařazen ale z důvodu přehlednosti zde nebyl diskutován, podrobnější výsledky lze nalézt v publikacích, např. [368]).

Kompozitní tyče byly opět úspěšně rotačně vykovány až na finální průměr, nedocházelo k delaminaci nebo jinému typu porušení kovaných kompozitů. Podobně jako u předchozího typu kompozitů docházelo vlivem radiálních kovacíh sil k intenzivní deformaci geometrií průřezů vložených Cu lamel, především během finálních úběrů. Detailní strukturní analýzy podaly ucelený přehled o interakci zpevňovacích/uzdravovacích procesů v obou složkách kompozitu během kování. Zatímco Al matrice se vyznačovala jistým stupněm rekrystalizované struktury již od průměru 20 mm, u Cu lamel došlo k rozvoji rekrystalizace až při kování na 10 mm. Zařazení dodatečného tepelného zpracování v režimu 350 °C/15 min však iniciovalo rozvoj rekrystalizace již u 15 mm kompozitu. Kompozity tohoto typu se po kování nevyznačovaly UFG strukturou, zrna Al byla zjemněna na průměrnou velikost ~ 4 μm. Tento fakt byl s největší pravděpodobností způsoben designem kompozitu, jelikož opakované střídání Al a Cu vrstev, tj. lamel, vnašelo časté lokální změny v tendenci k plastickému toku. Jinými slovy radiální plastický tok zde byl těmito vlivy poněkud omezen. O tomto svědčí také intenzivní textura v obou komponentách, která byla pozorována v průběhu celého kovacího procesu. Měření mikrotvrdosti však prokázala pozitivní vliv kovacího procesu na zvýšení mechanických vlastností kompozitu.

Měření elektrických vlastností, konkrétně specifického elektrického odporu prokázalo přímou souvislost tohoto parametru s pozorovanými strukturními jevy. Zvýšení elektrické vodivosti obecně podporovalo uzdravení struktury, tj. snížení hustoty dislokací, ale také vytvoření jednotné textury ve směru průchodu elektrického proudu. Uzdravení struktury, tj. rekrystalizace, mělo na elektrický odpor dvojí vliv, na jedné straně způsobilo zvýšení počtu hranic zrn, tj. překážek pro průchod elektronů, ale také znamenalo pokles hustoty dislokací a uzdravení substruktury. Velmi dobrá elektrická vodivost byla pozorována u kompozitu kovaného na 15 mm, který sice vykazoval vysokou hustotu dislokací, zároveň se však ale také vyznačoval velmi silnou texturní orientací $\langle 111 \rangle \parallel SD$ u obou Al i Cu komponent.

Jelikož je tento design kompozitu velice slibný pro přenos elektrického proudu obou typů, jak DC tak AC, byla na tomto provedena řada dalších experimentálních prací, které zde nemohly být představeny z důvodu zachování rozumného rozsahu této práce. Například byl zkoumán vliv využití rozdílných směrů rotačního kování, tj. deformačních cest s otáčením polotovaru o 180° mezi průchody, nebo bez jeho otáčení, na aktivaci skluzových

systemů a následně texturu kovaných drátů – o této práci lze nalézt podrobnosti v publikaci [368]. Velká pozornost byla věnována chování kompozitu při zapojení na zdroj elektrického proudu, jak DC tak AC, a to pomocí analytických výpočtů i numerických simulací ([124, 227, 360, 386]). V této práci byly představeny pouze dílčí výsledky těchto rozsáhlých numerických i analytických studií. Na jejich základě však lze konstatovat, že navržený design kompozitu působí pozitivně na celkové rozložení proudové hustoty po jeho průřezu – Cu lamely v okrajových částech vodiče podporují vodivost okrajové části vodiče, což je nanejvýš přínosné pro omezení celkových ztrát při transferu AC [386]. Implementace Cu jádra v ose kompozitního vodiče pak podporuje vodivost v této oblasti, tudíž je design tohoto kompozitu i při využití větších průměrů vhodný rovněž pro přenos DC, při kterém je předpokládáno jeho rovnoměrné rozložení po průřezu vodiče. Při případné průmyslové výrobě je možné pro výrobu polotovaru využít spojení protlačování a rotačního kování, podobně jako v předchozím případě.

6 Přínos vědeckých výsledků pro praxi

Výsledky představených prací mají velký potenciál praktické uplatnitelnosti, ať se jedná o oblast wolframových materiálů, nebo elektrovedných Al/Cu kompozitů.

Materiály na bázi W, jako zde využitá pseudoslitina WNiCo, jsou perspektivní např. jako náhrada uranových materiálů. Nachází uplatnění jako kinetické penetrátory, nebo ochrana proti radiaci. Mezi specifickými oblastmi jejich využití tak může být vojenský průmysl nebo oblast medicíny. Pro obě tyto vysoce náročná odvětví je však potřeba, aby měl materiál co největší hustotu a požadované mechanické vlastnosti. Jak bylo prokázáno, oběma těmito požadavkům lze dostát s využitím rotačního kování, které nejen že dokáže materiál ztuhnout a eliminovat tak zbytkovou porozitu po předchozím slinování původních prášků, vliv intenzivní plastické deformace ale rovněž působí velice příznivě na zvýšení mechanických charakteristik těchto materiálů skrz ovlivnění struktury. Dalšími výhodami při využití této metody jsou úspora materiálu – rotačním kovááním lze docílit téměř libovolného finálního tvaru produktu (v závislosti na použitém typu stroje), rychlost výroby – jeden úběr se při rotačním kováání pohybuje v řádu sekund až desítek sekund, nebo eliminace potřeby následného obrábění na finální tvar a kvalitu povrchu – po dokování lze při optimálně zvolené technologii dosáhnout zrcadlového lesku produktu. Celý výrobní proces je tak velice efektivní a zařazení metody intenzivní plastické deformace má potenciálně velmi pozitivní vliv na ekonomiku výroby, kde díky nově navrženému zpracování došlo k úsporám přesahujícím 30% původních nákladů. Nespornou předností rovněž je, že metoda rotačního kování je v průmyslu již využívána, čímž je implementace nových poznatků do výroby usnadněna. Výsledky tohoto výzkumu již našly uplatnění při praktické výrobě kinetických penetrátorů firmou ÚJP Praha a.s..

Kompozity typu Al/Cu jsou velice perspektivní pro využití v dopravním průmyslu, nebo v elektrotechnice. V minulosti byl pro přenos elektrického proudu využíván především Al, jeho efektivita však není tak příznivá jako u Cu, která je v současnosti pro přenos proudu využívána většinou (snad mimo silovou elektřinu a přenos proudu na velké vzdálenosti, pro něž je stále dominantní Al). Využití Cu namísto Al má však jisté praktické nevýhody, jako jsou vysoká hmotnost vodiče, a také jeho vysoká cena. Kombinací Al/Cu je možné dosáhnout příznivých vlastností, jelikož hmotnost i cena vodiče mohou být sníženy a při optimalizované technologii výroby si navíc zachová velmi příznivou vodivost. Představené výsledky prokázaly příznivý vliv intenzivní plastické deformace na optimalizaci struktur i mechanických vlastností Al/Cu kompozitů. Použití rotačního kování pro výrobu je přínosné i z pohledu geometrie elektrovedných drátů, jelikož je tato metoda vhodná pro zpracování teoreticky neomezeně dlouhých produktů. Rotačně kované kompozitní tyče (tlusté dráty) jsou perspektivními materiály např. pro tramvajové a trolejbusové vedení, u kterého je žádoucí kombinace výhodných elektrických vlastností, dobré pevnosti a dlouhé životnosti. Kompozitní dráty jsou také velice perspektivní pro automobilový průmysl díky potenciálně snížené výsledné hmotnosti automobilu při zachování plné funkčnosti jeho elektroniky.

7 Závěr

Cílem této práce bylo zmapovat deformační chování kompozitních materiálů při zpracování vybranými metodami intenzivní plastické deformace. První část práce byla zaměřena na teoretický výklad vlivu smykové deformace na struktury a vlastnosti kovů a uvedení obecných principů, rovněž zde byly představeny vybrané konvenční i nekonvenční tvářecí metody. Ve druhé části práce byly tyto principy uvedeny do experimentální praxe – tato byla věnována experimentální přípravě kompozitních materiálů, konkrétně práškovému kompozitu WNiCo a vrstveným kompozitům Al/Cu, pomocí metod intenzivní a extrémní plastické deformace, tj. rotačního kování a metody TCAP (*twist channel angular pressing*).

V rámci zkoumání W-NiCo kompozitů byl v prvním kroku nalezen vhodný režim slinování původních prášků z pohledu optimalizace výchozí struktury, ale také ekonomické výhodnosti případné průmyslové výroby tj. teplota 1525 °C a čas 30 minut. Ukázalo se, že z pohledu zvýšení plasticity před následným tvářením je vhodné slinek ze slinovací teploty zakalit do vody. Pro následné rotační kování byla zvolena jako nejvhodnější teplota 900 °C. Po takovémto zpracování se kompozit vyznačoval tvorbou mírné textury v obou fázích, W aglomerátech i NiCo matici, a poměrně nízkými hodnotami zbytkového napětí. Bylo rovněž pozorováno výrazné zjemnění zrna (především u NiCo matrice), kompozit také vykazoval výhodné mechanické vlastnosti při statických, kvazistatických i dynamických podmínkách testování s jejich minimální nehomogenitou po průřezu.

Ačkoliv jsou vrstvené kompozity typu Al/Cu velice perspektivní, jejich příprava zahrnuje jisté kritické oblasti, jímž je potřeba věnovat pozornost. Jednou z takových oblastí je případná tvorba intermetalických fází na rozhraní Al a Cu. Tato většinou vzniká při (lokálně) zvýšené teplotě zpracování. V této práci byly představeny tři typy vrstvení Al/Cu kompozitů. Při zpracování za pokojové teploty se všechny vykazovaly dokonalým spojením fází bez přítomnosti směsných intermetalik na jejich rozhraních. Pro deformační zpracování Al/Cu kompozitů bylo vybráno rotační kování, jelikož je tato metoda velice vhodná a perspektivní pro výrobu dlouhých elektrovedných tyčí/drátů. Vybraný typ kompozitu byl rovněž zpracován metodou TCAP, aby bylo možné zhodnotit vliv extrémní plastické deformace. Všechny typy navržených kompozitů, jak kompozit tvořený ucelenými vrstvami, tak kompozity s dráty a lamelami, byly zvolenými metodami úspěšně připraveny.

U prvního typu Al/Cu kompozitu tvořeného vrstvami (Al/Cu/Al a Cu/Al/Cu) byla po rotačním kování za pokojové teploty ve strukturách všech vrstev pozorována významně zjemněná zrna. U obou typů vrstvení došlo ke zpevnění, vyšší zpevnění bylo zaznamenáno u kompozitu Cu/Al/Cu, jeho plasticita však byla nízká. Pozitivní vliv na plasticitu obou typů vrstvení tohoto kompozitu mělo následné tepelné zpracování, které ale naopak negativně ovlivnilo pevnost z důvodu podpory rozvoje intermetalických fází. Nevýhodou tohoto typu kompozitu je, že přesné skládání polotovarů z trubek by bylo při sériové výrobě náročné. Následující experimenty tak byly prováděny s modifikovanými geometriemi obou fází.

Druhý typ Al/Cu kompozitu tvořený pevnou maticí a vloženými dráty (Al/Cu a Cu/Al) byl rotačně kován za pokojové teploty i za teploty 250 °C. Kování za pokojové teploty obecně přinášelo vyšší pevnost a nižší plasticitu, teplota kování 250 °C zase podporovala pronik smykové deformace do vnitřního objemu polotovaru i při větších kovaných průměrech (v posledních úběrech ale také docházelo k lokálnímu vzniku intermetalických fází na rozhraních). Rozvoj uzdravovacích procesů byl pozorován u posledních dvou úběřů, výsledné kompozitní dráty se vyznačovaly UFG strukturou (především kompozit Cu/Al, u kterého obě jeho složky obsahovaly submikronová zrna). Nejvýhodnější kombinaci elektrických a mechanických vlastností vykazovaly kované dráty s vloženou deformací 2,8 (průměr 7,5 mm). TCAP byl u tohoto kompozitu o typu vrstvení Al/Cu proveden jedním a dvěma průchody deformační cestou *A*. Intenzivní zjemnění zrna a výrazné zvýšení mechanických vlastností byly pozorovány již po prvním průchodu. Po druhém průchodu došlo k homogenizaci velikosti zrna, texturních orientací, i mechanických charakteristik napříč kompozitem. Souhrn experimentálně získaných výsledků pro typ Al/Cu kompozitu s dráty potvrzuje příznivý vliv extrémní smykové deformace a možnost využití kombinace protlačování a rotačního kování při případné průmyslové výrobě takovýchto kompozitů.

Třetím a posledním typem zkoumaných Al/Cu kompozitů byl kompozit tvořený pevnou Al maticí a vloženými Cu lamelami zpracovaný metodou rotačního kování za pokojové teploty. Strukturní analýzy prokázaly, že zatímco Al matrice procházela jistým stupněm uzdravení struktury během kovacích úběřů již od průměru polotovaru 20 mm, u Cu byla pozorována významná rekrytalizace až při kování na finální průměr 10 mm. Dodatečné tepelné zpracování při 350 °C však podnítilo rozvoj statické rekrytalizace v Cu struktuře již u průměru 15 mm. Nejjemnější struktura byla u tohoto kompozitu pozorována u Al matice (~ 4 μm), nedosahovala však UFG velikostí, což bylo s největší pravděpodobností spojeno s designem kompozitu. Opakované střídání Al a Cu rozhraní způsobovalo brždění plastického toku, což podpořila i texturní pozorování (intenzivní textura byla pozorována v obou komponentách). Vliv rotačního kování na zvýšení mechanických vlastností kompozitu byl však bezesporu pozitivní. Snížení elektrického odporu obecně podporovalo uzdravení struktury, ale také vytvoření jednotné textury ve směru průchodu elektronů. Velmi dobrá elektrická vodivost byla pozorována u kompozitu kovaného na 15 mm, který sice vykazoval vysokou hustotu dislokací, zároveň se však ale také vyznačoval velmi silnou texturní orientací $\langle 111 \rangle \parallel SD$ u obou Al i Cu komponent. Design kompozitu rovněž prokázal pozitivní vliv na rozložení proudové hustoty při průchodu střídavého proudu kompozitem kovaným na výsledný průměr 15 mm, který se tak ukázal být velice vhodným pro přenos elektrického proudu, jak stejnosměrného tak střídavého typu. Stejně jako v předchozím případě u kompozitu s dráty lze při případné průmyslové výrobě kompozitu s lamelami využít pro výrobu polotovaru spojení protlačování a rotačního kování.

Literatura

- [1] WU, X. a Y. ZHU. Heterogeneous materials: a new class of materials with unprecedented mechanical properties. *Materials Research Letters*. 2017, **5**(8), 527–532. doi:10.1080/21663831.2017.1343208
- [2] KUNČICKÁ, L., T.C. LOWE, C. F. DAVIS, R. KOCICH a M. POHLUDKA. Synthesis of an Al/Al₂O₃ composite by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A*. 2015, **646**, 234–241. doi:10.1016/j.msea.2015.08.075
- [3] KUNČICKÁ, L. a R. KOCICH. Deformation behaviour of Cu-Al clad composites produced by rotary swaging. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2018, **369**(1), 012029. doi:10.1088/1757-899X/369/1/012029
- [4] MASUMURA, R.A., P.M. HAZZLEDINE a C.S. PANDE. Yield stress of fine grained materials. *Acta Materialia*. 1998, **46**(13), 4527–4534. doi:10.1016/S1359-6454(98)00150-5
- [5] KASHYAP, B.P. Enhancement of Flow Properties by Grain Refinement and other Structural Modification. *Procedia Engineering*. 2014, **86**, 18–26. doi:10.1016/j.proeng.2014.11.006
- [6] MURASHKIN, M. Yu, I. SABIROV, X. SAUVAGE, R. Z. VALIEV, I SABIROV, X SAUVAGE, R Z VALIEV, I. SABIROV, X. SAUVAGE a R. Z. VALIEV. Nanostructured Al and Cu alloys with superior strength and electrical conductivity. *Journal of Materials Science*. 2016, **51**(1), 33–49. doi:10.1007/s10853-015-9354-9
- [7] HUMPHREYS, F.J., M. HETHERLY, Anthony ROLLETT, Gregory S. ROHRER, John HUMPHREYS. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2nd vyd. Oxford: Elsevier Ltd, 2004. doi:10.1016/j.matchar.2020.110382
- [8] ROSAKIS, P., A.J. ROSAKIS, G. RAVICHANDRAN a J. HODOWANY. A thermodynamic internal variable model for the partition of plastic work into heat and stored energy in metals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. 2000, **48**(3), 581–607. ISSN 00225096. doi:10.1016/S0022-5096(99)00048-4
- [9] HIRSCH, J, K LÜCKE a M HATHERLY. Overview No. 76. *Acta Metallurgica*. 1988, **36**(11), 2905–2927. doi:10.1016/0001-6160(88)90174-5
- [10] SEGAL, V.M. Deformation mode and plastic flow in ultra fine grained metals. *Materials Science and Engineering: A*. 2005, **406**(1–2), 205–216. doi:10.1016/j.msea.2005.06.035
- [11] BOCHNIAK, W., K. MARSZOWSKI a A. KORBEL. Theoretical and practical aspects of the production of thin-walled tubes by the KOB method. *Journal of Materials Processing Technology*. 2005, **169**(1), 44–53. doi:10.1016/j.jmatprotec.2005.02.258
- [12] HILL, R. *The Mathematical Theory of Plasticity*. 2nd vyd. Oxford: Oxford University Press, 1998. ISBN 9780198503675.
- [13] NADAI, A. *Theory of flow and fracture of solids. Vol. 1*. 1st vyd. New York: McGraw-Hill, 1950.
- [14] SEGAL, V.M. Severe plastic deformation: simple shear versus pure shear. *Materials Science and Engineering: A*. 2002, **338**(1–2), 331–344. doi:10.1016/S0921-5093(02)00066-7
- [15] HUGHES, D.A. a N. HANSEN. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms. *Acta Materialia*. 1997, **45**(9), 3871–3886. doi:10.1016/S1359-6454(97)00027-X
- [16] HARREN, S.V., H.E. DÈVE a R.J. ASARO. Shear band formation in plane strain compression. *Acta Metallurgica*. 1988, **36**(9), 2435–2480. doi:10.1016/0001-6160(88)90193-9
- [17] KORBEL, A. a M. RICHERT. Formation of shear bands during cyclic deformation of aluminium. *Acta Metallurgica*. 1985, **33**(11), 1971–1978. doi:10.1016/0001-6160(85)90119-1
- [18] JACKSON, P.J. Dislocation modelling of shear in f.c.c. crystals. *Progress in Materials*

- Science*. 1985, **29**(1–2), 139–175. doi:10.1016/0079-6425(85)90009-X
- [19] BOCHNIAK, W. a A. KORBEL. Plastic flow of aluminium extruded under complex conditions. *Materials Science and Technology*. 2000, **16**(6), 664–669. doi:10.1179/026708300101508243
- [20] GASPÉRINI, M., C. PINNA a W. SWIATNICKI. Microstructure evolution and strain localization during shear deformation of an aluminium alloy. *Acta Materialia*. 1996, **44**(10), 4195–4208. doi:10.1016/S1359-6454(96)00046-8
- [21] HOSFORD, W.F. a R.M. CADDELL. *Metal Forming: Mechanics and Metallurgy*. 1st vyd. Cambridge: Cambridge University Press, 2011. ISBN 978-1-107-00452-8.
- [22] BRIDGMAN, P. W. Effects of High Shearing Stress Combined with High Hydrostatic Pressure. *Physical Review*. 1935, **48**(10), 825–847. doi:10.1103/PhysRev.48.825
- [23] KOCICH, R., L. KUNČICKÁ, P. KRÁL a T.C. LOWE. Texture, deformation twinning and hardening in a newly developed Mg–Dy–Al–Zn–Zr alloy processed with high pressure torsion. *Materials & Design*. 2016, **90**, 1092–1099. doi:10.1016/j.matdes.2015.11.062
- [24] ZHILYAEV, A.P. a T.G. LANGDON. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. *Progress in Materials Science*. 2008, **53**(6), 893–979. doi:10.1016/j.pmatsci.2008.03.002
- [25] KRÁL, P., J. STANĚK, L. KUNČICKÁ, F. SEITL, L. PETRICH, V. SCHMIDT, V. BENEŠ a V. SKLENIČKA. Microstructure changes in HPT-processed copper occurring at room temperature. *Materials Characterization*. 2019, **151**, 602–611. doi:10.1016/j.matchar.2019.03.046
- [26] RICHERT, M., Q. LIU a N. HANSEN. Microstructural evolution over a large strain range in aluminium deformed by cyclic-extrusion–compression. *Materials Science and Engineering: A*. 1999, **260**(1–2), 275–283. doi:10.1016/S0921-5093(98)00988-5
- [27] VALIEV, R.Z. a T.G. LANGDON. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*. 2006, **51**, 881–981. doi:10.1016/j.pmatsci.2006.02.003
- [28] GREER, J.R. a J.Th.M. DE HOSSON. Plasticity in small-sized metallic systems: Intrinsic versus extrinsic size effect. *Progress in Materials Science*. 2011, **56**(6), 654–724. doi:10.1016/j.pmatsci.2011.01.005
- [29] KARAVAEVA, M. V., S. K. KISELEVA, A. V. GANEEV, E. O. PROTASOVA, M. M. GANIEV, L. A. SIMONOVA a R. Z. VALIEV. Superior strength of carbon steel with an ultrafine-grained microstructure and its enhanced thermal stability. *Journal of Materials Science*. 2015, **50**(20), 6730–6738. doi:10.1007/s10853-015-9227-2
- [30] VALIEV, R. Z., I. V. ALEXANDROV, Y. T. ZHU a T.C. LOWE. Paradox of Strength and Ductility in Metals Processed Bysevere Plastic Deformation. *Journal of Materials Research*. 2002, **17**(1), 5–8. doi:10.1557/JMR.2002.0002
- [31] KUMAR, P., M. KAWASAKI a T.G. LANGDON. Review: Overcoming the paradox of strength and ductility in ultrafine-grained materials at low temperatures. *Journal of Materials Science*. 2016, **51**(1), 7–18. doi:10.1007/s10853-015-9143-5
- [32] WANG, L., J. TENG, P. LIU, A. HIRATA, E. MA, Z. ZHANG, M. CHEN a X. HAN. Grain rotation mediated by grain boundary dislocations in nanocrystalline platinum. *Nature Communications*. 2014, **5**(1), 4402. doi:10.1038/ncomms5402
- [33] VALIEV, R. Z., M. J. ZEHETBAUER, Y. ESTRIN, H. W. HÖPPEL, Y. IVANISENKO, H. HAHN, G. WILDE, H. J. ROVEN, X. SAUVAGE a T. G. LANGDON. The Innovation Potential of Bulk Nanostructured Materials. *Advanced Engineering Materials*. 2007, **9**(7), 527–533. doi:10.1002/adem.200700078
- [34] ESTRIN, Y. a A. VINOGRADOV. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science. *Acta Materialia*. 2013, **61**(3), 782–817. doi:10.1016/j.actamat.2012.10.038
- [35] RACK, H.J. a M. COHEN. Influence of recovery on the tensile behavior of highly-strained

- iron alloys. *Frontiers of Materials Science*. 1976, 365.
- [36] VALIEV, R. Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties. *Nature Materials*. 2004, **3**(8), 511–516. doi:10.1038/nmat1180
- [37] USHIODA, K., S. TAKEBAYASHI a Y.R. ABE. Control of Structures and Properties of Cold-Rolled Sheet Steels. *Materials and Manufacturing Processes*. 2010, **25**(1–3), 185–194. doi:10.1080/10426910903202195
- [38] ZHAO, H., S. NI, M. SONG, X. XIONG, X. LIANG a H. LI. Grain refinement via formation and subdivision of microbands and thin laths structures in cold-rolled hafnium. *Materials Science and Engineering: A*. 2015, **645**, 328–332. doi:10.1016/j.msea.2015.08.019
- [39] CHEN, W.Z., W.C. ZHANG, L.X. ZHANG a E.D. WANG. Property improvements in fine-grained Mg–Zn–Zr alloy sheets produced by temperature–step–down multi–pass rolling. *Journal of Alloys and Compounds*. 2015, **646**, 195–203. doi:10.1016/j.jallcom.2015.06.112
- [40] OHMORI, A., S. TORIZUKA, K. NAGAI, N. KOSEKI a Y. KOGO. Evolution of Ultrafine-grained Ferrite Structure through Multi-pass Warm Caliber-rolling. *Tetsu-to-Hagane*. 2003, **89**(7), 781–788. doi:10.2355/tetsutohagane1955.89.7_781
- [41] ZHAO, M.-C., T.-Y. ZENG, J.-L. LI, H. XIAOFANG, Y.-C. ZHAO a A. ATRENS. Identification of the effective grain size responsible for the ductile to brittle transition temperature for steel with an ultrafine grain size ferrite/cementite microstructure with a bimodal ferrite grain size distribution. *Materials Science and Engineering: A*. 2011, **528**(12), 4217–4221. doi:10.1016/j.msea.2011.02.027
- [42] KIMURA, Y., T. INOUE, F. YIN, O. SITDIKOV a K. TSUZAKI. Toughening of a 1500MPa class steel through formation of an ultrafine fibrous grain structure. *Scripta Materialia*. 2007, **57**(6), 465–468. doi:10.1016/j.scriptamat.2007.05.039
- [43] BALACHANDRAN, G., M. L. BHATIA, N. B. BALLAL a P. Krishna RAO. Processing Nickel Free High Nitrogen Austenitic Stainless Steels through Conventional Electrosag Remelting Process. *ISIJ International*. 2000, **40**(5), 478–483. doi:10.2355/isijinternational.40.478
- [44] ZHU, G. a S.V. SUBRAMANIAN. Ultra-fine grain size control and mixed grains elimination in industrial multi-pass rolling processing. *Materials Science and Engineering: A*. 2006, **426**(1–2), 235–239. doi:10.1016/j.msea.2006.04.006
- [45] CHAO, L., Z. XIAOYONG, L. ZHIYOU a Z. KECHAO. Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Ultra-fine Grained Ti-55511 Near β Titanium Alloy. *Rare Metal Materials and Engineering*. 2015, **44**(2), 327–332. doi:10.1016/S1875-5372(15)30029-1
- [46] GHOLINIA, A., F. J. HUMPHREYS a P. B. PRANGNELL. Production of ultra-fine grain microstructures in Al-Mg alloys by conventional rolling. *Acta Materialia*. 2002, **50**(18), 4461–4476. doi:10.1016/S1359-6454(02)00253-7
- [47] ZHANG, H., W. CHENG, J. FAN, B. XU a H. DONG. Improved mechanical properties of AZ31 magnesium alloy sheets by repeated cold rolling and annealing using a small pass reduction. *Materials Science and Engineering: A*. 2015, **637**, 243–250. doi:10.1016/j.msea.2015.04.057
- [48] HWANG, Y.-M. a G.-Y. TZOU. Analytical and experimental study on asymmetrical sheet rolling. *International Journal of Mechanical Sciences*. 1997, **39**(3), 289–303. doi:10.1016/S0020-7403(96)00024-0
- [49] AKBARI MOUSAVI, S.A.A., S.M. EBRAHIMI a R. MADOLIAT. Three dimensional numerical analyses of asymmetric rolling. *Journal of Materials Processing Technology*. 2007, **187–188**, 725–729. doi:10.1016/j.jmatprotec.2006.11.045
- [50] ROUMINA, R. a C.W. SINCLAIR. Deformation Geometry and Through-Thickness Strain Gradients in Asymmetric Rolling. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2008,

- 39(10), 2495–2503. doi:10.1007/s11661-008-9582-6
- [51] JIN, H. a D.J. LLOYD. Evolution of texture in AA6111 aluminum alloy after asymmetric rolling with various velocity ratios between top and bottom rolls. *Materials Science and Engineering: A*. 2007, **465**(1–2), 267–273. doi:10.1016/j.msea.2007.02.128
- [52] HALLBERG, H. Influence of process parameters on grain refinement in AA1050 aluminum during cold rolling. *International Journal of Mechanical Sciences*. 2013, **66**, 260–272. doi:10.1016/j.ijmecsci.2012.11.016
- [53] WAUTHIER, A., H. REGLE, J. FORMIGONI a G. HERMAN. The effects of asymmetrical cold rolling on kinetics, grain size and texture in IF steels. *Materials Characterization*. 2009, **60**(2), 90–95. doi:10.1016/j.matchar.2008.07.004
- [54] KANG, S.-B., B.-K. MIN, H.-W. KIM, D.S. WILKINSON a J. KANG. Effect of asymmetric rolling on the texture and mechanical properties of AA6111-aluminum sheet. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2005, **36**(11), 3141–3149. doi:10.1007/s11661-005-0085-4
- [55] MA, R., L. WANG, Y.N. WANG a D.Z. ZHOU. Microstructure and mechanical properties of the AZ31 magnesium alloy sheets processed by asymmetric reduction rolling. *Materials Science and Engineering: A*. 2015, **638**, 190–196. doi:10.1016/j.msea.2015.03.093
- [56] MUKAI, T., H. SOMEKAWA, T. INOUE a A. SINGH. Strengthening Mg–Al–Zn alloy by repetitive oblique shear strain with caliber roll. *Scripta Materialia*. 2010, **62**(2), 113–116. doi:10.1016/j.scriptamat.2009.09.005
- [57] JIANG, J., Y. DING, F. ZUO a A. SHAN. Mechanical properties and microstructures of ultrafine-grained pure aluminum by asymmetric rolling. *Scripta Materialia*. 2009, **60**(10), 905–908. doi:10.1016/j.scriptamat.2009.02.016
- [58] CHO, J.-H., H.-W. KIM, S.-B. KANG a T.-S. HAN. Bending behavior, and evolution of texture and microstructure during differential speed warm rolling of AZ31B magnesium alloys. *Acta Materialia*. 2011, **59**(14), 5638–5651. doi:10.1016/j.actamat.2011.05.039
- [59] KIM, W.J., M.J. KIM a J.Y. WANG. Ultrafine-grained Mg–9Li–1Zn alloy sheets exhibiting low temperature superplasticity. *Materials Science and Engineering: A*. 2009, **516**(1–2), 17–22. doi:10.1016/j.msea.2009.03.089
- [60] LAPOVOK, R., D. ORLOV, I. B. TIMOKHINA, A. POUGIS, L. S. TOTH, P. D. HODGSON, A. HALDAR a D. BHATTACHARJEE. Asymmetric Rolling of Interstitial-Free Steel Using One Idle Roll. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2012, **43**(4), 1328–1340. doi:10.1007/s11661-011-0960-0
- [61] XIA, W., Z. CHEN, D. CHEN a S. ZHU. Microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy sheets produced by differential speed rolling. *Journal of Materials Processing Technology*. 2009, **209**(1), 26–31. doi:10.1016/j.jmatprotec.2008.01.045
- [62] KIM, S.-H., B.-S. YOU, C. DONG YIM a Y.-M. SEO. Texture and microstructure changes in asymmetrically hot rolled AZ31 magnesium alloy sheets. *Materials Letters*. 2005, **59**(29–30), 3876–3880. doi:10.1016/j.matlet.2005.07.024
- [63] ZUO, F.-Q., J.-H. JIANG, A.-D. SHAN, J.-M. FANG a X.-Y. ZHANG. Shear deformation and grain refinement in pure Al by asymmetric rolling. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2008, **18**(4), 774–777. doi:10.1016/S1003-6326(08)60133-8
- [64] KIM, W.J., K.E. LEE a S.-H. CHOI. Mechanical properties and microstructure of ultra fine-grained copper prepared by a high-speed-ratio differential speed rolling. *Materials Science and Engineering: A*. 2009, **506**(1–2), 71–79. doi:10.1016/j.msea.2008.11.029
- [65] ORLOV, D., A. POUGIS, R. LAPOVOK, L.S. TOTH, I.B. TIMOKHINA, P.D. HODGSON, A. HALDAR a D. BHATTACHARJEE. Asymmetric Rolling of Interstitial-Free Steel Using Differential Roll Diameters. Part I: Mechanical Properties and Deformation Textures. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2013, **44**(9), 4346–4359. doi:10.1007/s11661-013-1791-y
- [66] ORLOV, D., R. LAPOVOK, L.S. TOTH, I.B. TIMOKHINA, P.D. HODGSON, A.

- HALDAR a D. BHATTACHARJEE. Asymmetric Rolling of Interstitial-Free Steel Using Differential Roll Diameters. Part II: Microstructure and Annealing Effects. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2014, **45**(1), 447–454. doi:10.1007/s11661-013-1958-6
- [67] GONG, X., S.B. KANG, S. LI a J.H. CHO. Enhanced plasticity of twin-roll cast ZK60 magnesium alloy through differential speed rolling. *Materials & Design*. 2009, **30**(9), 3345–3350. doi:10.1016/j.matdes.2009.03.040
- [68] SHI, C., D.-H. MAO a Z.-L. FU. Asymmetric cast-rolling of 1050 aluminum alloy strip under multi-energy field. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2014, **24**(9), 2815–2823. doi:10.1016/S1003-6326(14)63413-0
- [69] WANG, Y., M. CHEN, F. ZHOU a E. MA. High tensile ductility in a nanostructured metal. *Nature*. 2002, **419**(6910), 912–915. doi:10.1038/nature01133
- [70] YU, H., K. TIEU a C. LU. Advanced Rolling Technologies for Producing Ultrafine-grain/nanostructured Alloys. *Procedia Engineering*. 2014, **81**, 96–101. doi:10.1016/j.proeng.2014.09.133
- [71] YU, H.-L., A.K. TIEU, C. LU, X.-H. LIU, A. GODBOLE a C. KONG. Mechanical properties of Al–Mg–Si alloy sheets produced using asymmetric cryorolling and ageing treatment. *Materials Science and Engineering: A*. 2013, **568**, 212–218. doi:10.1016/j.msea.2013.01.048
- [72] GIZYNSKI, M., Z. PAKIELA, W. CHROMINSKI a M. KULCZYK. The low temperature fracture behaviour of hydrostatically extruded ultra-fine grained Armco iron. *Materials Science and Engineering: A*. 2015, **632**, 35–42. doi:10.1016/j.msea.2015.02.066
- [73] PACHLA, W., M. KULCZYK, M. SUS-RYSZKOWSKA, A. MAZUR a K.J. KURZYDLOWSKI. Nanocrystalline titanium produced by hydrostatic extrusion. *Journal of Materials Processing Technology*. 2008, **205**(1–3), 173–182. doi:10.1016/j.jmatprotec.2007.11.103
- [74] XIAOQING, Z., L. SHUKUI, L. JINXU, W. YINGCHUN a W. XING. Self-sharpening behavior during ballistic impact of the tungsten heavy alloy rod penetrators processed by hot-hydrostatic extrusion and hot torsion. *Materials Science and Engineering: A*. 2010, **527**(18–19), 4881–4886. doi:10.1016/j.msea.2010.04.050
- [75] GONG, X., J.L. FAN, B.Y. HUANG a J.M. TIAN. Microstructure characteristics and a deformation mechanism of fine-grained tungsten heavy alloy under high strain rate compression. *Materials Science and Engineering: A*. 2010, **527**(29–30), 7565–7570. doi:10.1016/j.msea.2010.07.102
- [76] GONG, X., J.L. FAN, F. DING, M. SONG, B.Y. HUANG a J.M. TIAN. Microstructure and highly enhanced mechanical properties of fine-grained tungsten heavy alloy after one-pass rapid hot extrusion. *Materials Science and Engineering: A*. 2011, **528**(10–11), 3646–3652. doi:10.1016/j.msea.2011.01.070
- [77] LIANG, S.J., Z.Y. LIU a E.D. WANG. Microstructure and mechanical properties of Mg–Al–Zn alloy deformed by cold extrusion. *Materials Letters*. 2008, **62**(17–18), 3051–3054. doi:10.1016/j.matlet.2008.01.114
- [78] KIM, E.-Z., S.-I. OH, Y.-S. LEE a K.-H. NA. Backward can extrusion of ultra-fine-grained bulk Al–Mg alloy fabricated by cryomilling and hydrostatic extrusion. *Journal of Materials Processing Technology*. 2008, **201**(1–3), 163–167. doi:10.1016/j.jmatprotec.2007.11.291
- [79] CHANG, L.L., Y.N. WANG, X. ZHAO a J.C. HUANG. Microstructure and mechanical properties in an AZ31 magnesium alloy sheet fabricated by asymmetric hot extrusion. *Materials Science and Engineering: A*. 2008, **496**(1–2), 512–516. doi:10.1016/j.msea.2008.06.015
- [80] YANG, Q., B. JIANG, J. HE, B. SONG, W. LIU, H. DONG a F. PAN. Tailoring texture and refining grain of magnesium alloy by differential speed extrusion process. *Materials Science and Engineering: A*. 2014, **612**, 187–191. doi:10.1016/j.msea.2014.06.045
- [81] YANG, Q., B. JIANG, Y. TIAN, W. LIU a F. PAN. A tilted weak texture processed by an

- asymmetric extrusion for magnesium alloy sheets. *Materials Letters*. 2013, **100**, 29–31. doi:10.1016/j.matlet.2013.02.118
- [82] YANG, Q., B. JIANG, H. PAN, B. SONG, Z. JIANG, J. DAI, L. WANG a F. PAN. Influence of different extrusion processes on mechanical properties of magnesium alloy. *Journal of Magnesium and Alloys*. 2014, **2**(3), 220–224. doi:10.1016/j.jma.2014.10.001
- [83] ZHANG, H., G. HUANG, J. FAN, H.J. ROVEN, B. XU a H. DONG. Deep drawability and drawing behaviour of AZ31 alloy sheets with different initial texture. *Journal of Alloys and Compounds*. 2014, **615**, 302–310. doi:10.1016/j.jallcom.2014.06.199
- [84] HUTCHINSON, B., J. JAIN a M.R. BARNETT. A minimum parameter approach to crystal plasticity modelling. *Acta Materialia*. 2012, **60**(15), 5391–5398. doi:10.1016/j.actamat.2012.06.057
- [85] WANG, Z., Z. LV, X. BAI, Y. GAO, M. QU a W. FU. Study on transformation characteristics of carbides in an 8 % Cr roller steel. *Journal of Materials Science*. 2012, **47**(20), 7132–7137. doi:10.1007/s10853-012-6636-3
- [86] KATAVIĆ, B., Z. ODANOVIĆ a M. BURZIĆ. Investigation of the rotary swaging and heat treatment on the behavior of W- and γ -phases in PM 92.5W–5Ni–2.5Fe–0.26Co heavy alloy. *Materials Science and Engineering: A*. 2008, **492**(1–2), 337–345. doi:10.1016/j.msea.2008.05.021
- [87] DUAN, Y.L., G.F. XU, D. XIAO, L.Q. ZHOU, Y. DENG a Z.M. YIN. Excellent superplasticity and deformation mechanism of Al–Mg–Sc–Zr alloy processed via simple free forging. *Materials Science and Engineering: A*. 2015, **624**, 124–131. doi:10.1016/j.msea.2014.11.054
- [88] JIANG, M.G., H. YAN a R.S. CHEN. Enhanced mechanical properties due to grain refinement and texture modification in an AZ61 Mg alloy processed by small strain impact forging. *Materials Science and Engineering: A*. 2015, **621**, 204–211. doi:10.1016/j.msea.2014.10.075
- [89] PARK, S.H., H.S. KIM, J.H. BAE, C.D. YIM a B.S. YOU. Improving the mechanical properties of extruded Mg–3Al–1Zn alloy by cold pre-forging. *Scripta Materialia*. 2013, **69**(3), 250–253. doi:10.1016/j.scriptamat.2013.04.011
- [90] PARK, S.H., J.H. LEE, H. YU, J. YOON a B.S. YOU. Effect of cold pre-forging on the microstructure and mechanical properties of extruded Mg–8Sn–1Al–1Zn alloy. *Materials Science and Engineering: A*. 2014, **612**, 197–201. doi:10.1016/j.msea.2014.06.053
- [91] LI, Y., S. WU, H. BIAN, N. TANG, B. LIU, Y. KOIZUMI a A. CHIBA. Grain refinement due to complex twin formation in rapid hot forging of magnesium alloy. *Scripta Materialia*. 2013, **68**(3–4), 171–174. doi:10.1016/j.scriptamat.2012.10.007
- [92] CHAN, W.L. a M.W. FU. Meso-scaled progressive forming of bulk cylindrical and flanged parts using sheet metal. *Materials & Design*. 2013, **43**, 249–257. doi:10.1016/j.matdes.2012.07.004
- [93] GHASSEMALI, E., M.J. TAN, C.B. WAH, A.E.W. JARFORS a S.C.V. LIM. Grain size and workpiece dimension effects on material flow in an open-die micro-forging/extrusion process. *Materials Science and Engineering: A*. 2013, **582**, 379–388. doi:10.1016/j.msea.2013.06.023
- [94] JOSHI, T.C., U. PRAKASH a V.V. DABHADE. Microstructural development during hot forging of Al 7075 powder. *Journal of Alloys and Compounds*. 2015, **639**, 123–130. doi:10.1016/j.jallcom.2015.03.099
- [95] LIANG, C., M.X. MA, M.T. JIA, S. RAYNOVA, J.Q. YAN a D.L. ZHANG. Microstructures and tensile mechanical properties of Ti–6Al–4V bar/disk fabricated by powder compact extrusion/forging. *Materials Science and Engineering: A*. 2014, **619**, 290–299. doi:10.1016/j.msea.2014.09.083
- [96] ZHAO, Z.L., H.Z. GUO, T. WANG a Z.K. YAO. Enhanced superplasticity of ultra-fine grained Ti-17 powder compact prepared through HIP/IF. *Journal of Alloys and Compounds*.

- 2013, **577**, 152–157. doi:10.1016/j.jallcom.2013.04.173
- [97] BEHRENS, B.-A. a I. SCHMIDT. Improving the properties of forged magnesium parts by optimized process parameters. *Journal of Materials Processing Technology*. 2007, **187–188**, 761–765. doi:10.1016/j.jmatprotec.2006.11.057
- [98] KUNČICKÁ, L., A. MACHÁČKOVÁ, N.P. LAVERY, R. KOCICH, J.C.T. CULLEN a L.M. HLAVÁČ. Effect of thermomechanical processing via rotary swaging on properties and residual stress within tungsten heavy alloy. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2020, **87**, 1–15. doi:10.1016/j.ijrmhm.2019.105120
- [99] WANG, Z., J. CHEN, C. BESNARD, L. KUNČICKÁ, R. KOCICH a A.M. KORSUNSKY. In situ neutron diffraction investigation of texture-dependent Shape Memory Effect in a near equiatomic NiTi alloy. *Acta Materialia*. 2021, **202**, 135–148. doi:10.1016/j.actamat.2020.10.049
- [100] CHLUPOVÁ, A., I. ŠULÁK, L. KUNČICKÁ, R. KOCICH a J. SVOBODA. Microstructural aspects of new grade ODS alloy consolidated by rotary swaging. *Materials Characterization*. 2021, **181**, 111477. doi:10.1016/J.MATCHAR.2021.111477
- [101] WANG, Z., J. CHEN, R. KOCICH, S. TARDIF, I.P. DOLBANYA, L. KUNČICKÁ, J.-S. MICHA, K. LIOGAS, O.V. MAGDYSYUK, I. SZURMAN a A.M. KORSUNSKY. Grain Structure Engineering of NiTi Shape Memory Alloys by Intensive Plastic Deformation. *ACS Applied Materials & Interfaces*. 2022, **14**(27), 31396–31410. doi:10.1021/acsami.2c05939
- [102] GROCHE, P., D. FRITSCHKE, E.A. TEKKAYA, J.M. ALLWOOD, G. HIRT a R. NEUGEBAUER. Incremental Bulk Metal Forming. *CIRP Annals*. 2007, **56**(2), 635–656. doi:10.1016/j.cirp.2007.10.006
- [103] JESWIET, J., F. MICARI, G. HIRT, A. BRAMLEY, J. DUFLOU a J. ALLWOOD. Asymmetric Single Point Incremental Forming of Sheet Metal. *CIRP Annals*. 2005, **54**(2), 88–114. doi:10.1016/S0007-8506(07)60021-3
- [104] HORITA, K. a K. TAGUCHI. Extrusion of Micro Billets From Metal Sheets. In: *18th ICTP (International Conference on Technology of Plasticity)*. Verona: The Japan Society for Technology of Plasticity, 2005, s. 205–206.
- [105] ZHANG, Q., Y. ZHANG, M. CAO, N. BEN, X. MA a H. MA. Joining process for copper and aluminum tubes by rotary swaging method. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2017, **89**(1–4), 163–173. doi:10.1007/s00170-016-8994-5
- [106] ZHANG, Q., K. JIN, D. MU, P. MA a J. TIAN. Rotary Swaging Forming Process of Tube Workpieces. *Procedia Engineering*. 2014, **81**, 2336–2341. doi:10.1016/j.proeng.2014.10.330
- [107] KUNČICKÁ, L., A. MACHÁČKOVÁ, L. KRÁTKÁ a R. KOCICH. Analysis of deformation behaviour and residual stress in rotary swaged Cu/Al clad composite wires. *Materials*. 2019, **12**(21), 3462. doi:10.3390/ma12213462
- [108] PACHLA, W., M. KULCZYK, S. PRZYBYSZ, J. SKIBA, K. WOJCIECHOWSKI, M. PRZYBYSZ, K. TOPOLSKI, A. SOBOLEWSKI a M. CHARKIEWICZ. Effect of severe plastic deformation realized by hydrostatic extrusion and rotary swaging on the properties of CP Ti grade 2. *Journal of Materials Processing Technology*. 2015, **221**, 255–268. doi:10.1016/j.jmatprotec.2015.02.027
- [109] GROSMAN, F. a A. PIELA. Metal flow in the deformation gap at primary swaging. *Journal of Materials Processing Technology*. 1996, **56**(1–4), 404–411. doi:10.1016/0924-0136(95)01854-9
- [110] GAN, W.M. M., Y.D. D. HUANG, R. WANG, Z.Y. Y. ZHONG, N. HORT, K.U. U. KAINER, N. SCHELL, H.-G. G. BROKMEIER a A. SCHREYER. Bulk and local textures of pure magnesium processed by rotary swaging. *Journal of Magnesium and Alloys*. 2013, **1**(4), 341–345. doi:10.1016/j.jma.2013.12.004
- [111] CALISKAN, N.K., N. DURLU a B. SAKIR. Swaging of liquid phase sintered 90W-7Ni-

- 3Fe tungsten heavy alloy. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2013, **36**, 260–264. doi:10.1016/j.ijrmhm.2012.10.001
- [112] RAVI KIRAN, U., A. SAMBASIVA RAO, M. SANKARANARAYANA a T. K. NANDY. Swaging and heat treatment studies on sintered 90W-6Ni-2Fe-2Co tungsten heavy alloy. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2012, **33**, 113–121. doi:10.1016/j.ijrmhm.2012.03.003
- [113] SVOBODA, J., L. KUNČICKÁ, N. LUPTÁKOVÁ, A. WEISER a P. DYMÁČEK. Fundamental improvement of creep resistance of new-generation nano-oxide strengthened alloys via hot rotary swaging consolidation. *Materials*. 2020, **13**(22), 1–11. doi:10.3390/ma13225217
- [114] PIELA, A. Analysis of the metal flow in swaging—numerical modelling and experimental verification. *International Journal of Mechanical Sciences*. 1997, **39**(2), 221–231. doi:10.1016/0020-7403(96)00056-2
- [115] AMELI, A. a M. R. MOVAHHEDY. A parametric study on residual stresses and forging load in cold radial forging process. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2007, **33**(1–2), 7–17. doi:10.1007/s00170-006-0453-2
- [116] CHEN, J., K. CHANDRASHEKHARA, V.L. RICHARDS a S.N. LEKAKH. Three-Dimensional Nonlinear Finite Element Analysis of Hot Radial Forging Process for Large Diameter Tubes. *Materials and Manufacturing Processes*. 2010, **25**(7), 669–678. doi:10.1080/10426910903536790
- [117] RONG, L., Z.-R. NIE a T.-Y. ZUO. FEA modeling of effect of axial feeding velocity on strain field of rotary swaging process of pure magnesium. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2006, **16**(5), 1015–1020. doi:10.1016/S1003-6326(06)60370-1
- [118] RONG, L., Z. NIE a T. ZUO. 3D finite element modeling of cogging-down rotary swaging of pure magnesium square billet—Revealing the effect of high-frequency pulse stroking. *Materials Science and Engineering: A*. 2007, **464**(1–2), 28–37. doi:10.1016/j.msea.2007.01.086
- [119] GHAEI, A., A. KARIMI TAHERI a M.R. MOVAHHEDY. A new upper bound solution for analysis of the radial forging process. *International Journal of Mechanical Sciences*. 2006, **48**(11), 1264–1272. doi:10.1016/j.ijmecsci.2006.06.002
- [120] SANJARI, M., P. SAIDI, A. KARIMI TAHERI a M. HOSSEIN-ZADEH. Determination of strain field and heterogeneity in radial forging of tube using finite element method and microhardness test. *Materials & Design*. 2012, **38**, 147–153. doi:10.1016/j.matdes.2012.01.048
- [121] ABDULSTAAR, M.A., E.A. EL-DANAF, N.S. WALUYO a L. WAGNER. Severe plastic deformation of commercial purity aluminum by rotary swaging: Microstructure evolution and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*. 2013, **565**, 351–358. doi:10.1016/j.msea.2012.12.046
- [122] LI, Y., T. HE a Z. ZENG. Numerical simulation and experimental study on the tube sinking of a thin-walled copper tube with axially inner micro grooves by radial forging. *Journal of Materials Processing Technology*. 2013, **213**(6), 987–996. doi:10.1016/j.jmatprotec.2012.12.002
- [123] PIWEK, V., B. KUHFUSS, E. MOUMI a M. HORK. Light weight design of rotary swaged components and optimization of the swaging process. *International Journal of Material Forming*. 2010, **3**(S1), 845–848. doi:10.1007/s12289-010-0902-1
- [124] KUNČICKÁ, L., R. KOCICH a M. JAMBOR. Shear strain induced recrystallization/recovery phenomena within rotary swaged Al/Cu composite conductors. *Materials Characterization*. 2022, **194**, 112399. doi:10.1016/j.matchar.2022.112399
- [125] KOCICH, R., L. KUNČICKÁ, D. DOHNALÍK, A. MACHÁČKOVÁ a M. ŠOFER. Cold rotary swaging of a tungsten heavy alloy: Numerical and experimental investigations. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2016, **61**, 264–272. doi:10.1016/j.ijrmhm.2016.10.005

- [126] CHEN, S., X. JIN a L. RONG. Improving the strength and ductility of reduced activation ferritic/martensitic steel by cold-swaging and post-annealing. *Materials Science and Engineering: A*. 2015, **631**, 139–143. doi:10.1016/j.msea.2015.02.044
- [127] GROCHE, P. a M. KRECH. Efficient production of sensory machine elements by a two-stage rotary swaging process—Relevant phenomena and numerical modelling. *Journal of Materials Processing Technology*. 2017, **242**, 205–217. doi:10.1016/j.jmatprotec.2016.11.034
- [128] VALIEV, R. Nanostructuring of metallic materials by spd processing for advanced properties. *International Journal of Materials Research*. 2009, **100**(6), 757–761. doi:10.3139/146.110095
- [129] AZUSHIMA, A., R. KOPP, A. KORHONEN, D.Y. YANG, F. MICARI, G.D. LAHOTI, P. GROCHE, J. YANAGIMOTO, N. TSUJI, A. ROSOCHOWSKI a A. YANAGIDA. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. *CIRP Annals*. 2008, **57**(2), 716–735. doi:10.1016/j.cirp.2008.09.005
- [130] CUBERO-SESIN, J.M., H. IN, M. ARITA, H. IWAOKA a Z. HORITA. High-pressure torsion for fabrication of high-strength and high-electrical conductivity Al micro-wires. *Journal of Materials Science*. 2014, **49**(19), 6550–6557. doi:10.1007/s10853-014-8240-1
- [131] KOCICH, R. a P. LUKÁČ. SPD Processes - Methods for Mechanical Nanostructuring. In: *Handbook of Mechanical Nanostructuring*. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2015, s. 235–262. doi:10.1002/9783527674947.ch11
- [132] KUNČICKÁ, L., R. KOCICH a T.C. LOWE. Advances in metals and alloys for joint replacement. *Progress in Materials Science*. 2017, **88**, 232–280. doi:10.1016/j.pmatsci.2017.04.002
- [133] TOHIDI, A.A., M. KETABCHI a A. HASANNIA. Nanograined Ti–Nb microalloy steel achieved by Accumulative Roll Bonding (ARB) process. *Materials Science and Engineering: A*. 2013, **577**, 43–47. doi:10.1016/j.msea.2013.04.025
- [134] SKROTZKI, W., A. ESCHKE, B. JÓNI, T. UNGÁR, L.S. TÓTH, Yu. IVANISENKO a L. KURMANAEVA. New experimental insight into the mechanisms of nanoplasticity. *Acta Materialia*. 2013, **61**(19), 7271–7284. doi:10.1016/j.actamat.2013.08.032
- [135] LANGDON, T.G. Seventy-five years of superplasticity: historic developments and new opportunities. *Journal of Materials Science*. 2009, **44**(22), 5998–6010. doi:10.1007/s10853-009-3780-5
- [136] LUKÁČ, P., R. KOCICH, M. GREGER, O. PADALKA a Z. SZARAZ. Microstructure of AZ31 and AZ61 Mg alloys prepared by rolling and ECAP. *Kovové materiály-metallic materials*. 2007, **45**(3), 115–120.
- [137] SABIROV, I., M.T. PEREZ-PRADO, J.M. MOLINA-ALDAREGUIA, I.P. SEMENOVA, G.Kh. SALIMGAREEVA a R.Z. VALIEV. Anisotropy of mechanical properties in high-strength ultra-fine-grained pure Ti processed via a complex severe plastic deformation route. *Scripta Materialia*. 2011, **64**(1), 69–72. doi:10.1016/j.scriptamat.2010.09.006
- [138] SPUSKANYUK, V., O. DAVYDENKO, A. BEREZINA, O. GANGALO, L. SENNIKOVA, M. TIKHONOVSKY a D. SPIRIDONOV. Effect of combining the equal-channel angular hydroextrusion, direct hydroextrusion and drawing on properties of copper wire. *Journal of Materials Processing Technology*. 2010, **210**(13), 1709–1715. doi:10.1016/j.jmatprotec.2010.06.001
- [139] JIN, Y.G., H.M. BAEK, Y.-T. IM a B.C. JEON. Continuous ECAP process design for manufacturing a microstructure-refined bolt. *Materials Science and Engineering: A*. 2011, **530**, 462–468. doi:10.1016/j.msea.2011.09.113
- [140] FERRASSE, S., V.M. SEGAL, F. ALFORD, J. KARDOKUS a S. STROTHERS. Scale up and application of equal-channel angular extrusion for the electronics and aerospace industries. *Materials Science and Engineering: A*. 2008, **493**(1–2), 130–140. doi:10.1016/j.msea.2007.04.133

- [141] RAHIMI, F. a A.R. EIVANI. A new severe plastic deformation technique based on pure shear. *Materials Science and Engineering: A*. 2015, **626**, 423–431. doi:10.1016/j.msea.2014.12.024
- [142] EL-DANAF, E.A., M.S. SOLIMAN, A.A. ALMAJID a M.M. EL-RAYES. Enhancement of mechanical properties and grain size refinement of commercial purity aluminum 1050 processed by ECAP. *Materials Science and Engineering: A*. 2007, **458**(1–2), 226–234. doi:10.1016/j.msea.2006.12.077
- [143] MAHMOODI, M., M. SEDIGHI a D.A. TANNER. Investigation of through thickness residual stress distribution in equal channel angular rolled Al 5083 alloy by layer removal technique and X-ray diffraction. *Materials & Design*. 2012, **40**, 516–520. doi:10.1016/j.matdes.2012.03.029
- [144] CIOFFI, F., J.I. HIDALGO, R. FERNÁNDEZ, T. PIRLING, B. FERNÁNDEZ, D. GESTO, I. PUENTE ORENCH, P. REY a G. GONZÁLEZ-DONCEL. Analysis of the unstressed lattice spacing, d_0 , for the determination of the residual stress in a friction stir welded plate of an age-hardenable aluminum alloy – Use of equilibrium conditions and a genetic algorithm. *Acta Materialia*. 2014, **74**, 189–199. doi:10.1016/j.actamat.2014.04.035
- [145] REYES-RUIZ, C., I.A. A FIGUEROA, C. BRAHAM, J.M. M CABRERA, O. ZANELATO, S. BAIZ a G. GONZALEZ. Residual stress distribution of a 6061-T6 aluminum alloy under shear deformation. *Materials Science and Engineering: A*. 2016, **670**, 227–232. doi:10.1016/j.msea.2016.06.016
- [146] KRÁL, P., J. DVOŘÁK, V. SKLENÍČKA, T. MASUDA, Y. TANG, Z. HORITA, L. KUNČICKÁ, K. KUCHAROVÁ, M. KVAPILOVÁ a M. SVOBODOVÁ. Effect of severe plastic deformation on creep behaviour and microstructure changes of P92 at 923 K. *Kovové materiály-metallic materials*. 2021, **59**(03), 1741–148. doi:10.4149/km_2021_3_141
- [147] VALIEV, R.Z, R.K ISLAMGALIEV a I.V ALEXANDROV. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science* . 2000, **45**(2), 103–189. doi:10.1016/S0079-6425(99)00007-9
- [148] ALEXANDER, D.J. New Methods for Severe Plastic Deformation Processing. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2007, **16**(3), 360–374. doi:10.1007/s11665-007-9054-y
- [149] UM, H.Y., H.J. JEONG, H.Y. KIM, L.J. PARK, S. LEE a H.S. KIM. Circumferential shear strain in torsion-based severe plastic deformation. *Scripta Materialia*. 2014, **82**, 41–44. doi:10.1016/j.scriptamat.2014.03.017
- [150] GHOSH, A. K. a W. HUANG. Severe Deformation Based Process for Grain Subdivision and Resulting Microstructures. In: *Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation*. Dordrecht: Springer Netherlands, 2000, s. 29–36. doi:10.1007/978-94-011-4062-1_4
- [151] BABAEI, A., G. FARAJI, M.M. MASHHADI a M. HAMDI. Repetitive forging (RF) using inclined punches as a new bulk severe plastic deformation method. *Materials Science and Engineering: A*. 2012, **558**, 150–157. doi:10.1016/j.msea.2012.07.103
- [152] PARDIS, N. a R. EBRAHIMI. Deformation behavior in Simple Shear Extrusion (SSE) as a new severe plastic deformation technique. *Materials Science and Engineering: A*. 2009, **527**(1–2), 355–360. doi:10.1016/j.msea.2009.08.051
- [153] MIZUNUMA, S. Large Straining Behavior and Microstructure Refinement of Several Metals by Torsion Extrusion Process. *Materials Science Forum*. 2006, **503–504**, 185–19. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.503-504.185
- [154] KOCICH, R., M. GREGER, M. KURSA, I. SZURMAN a A. MACHÁČKOVÁ. Twist channel angular pressing (TCAP) as a method for increasing the efficiency of SPD. *Materials Science and Engineering A*. 2010, **527**(23), 6386–6392. doi:10.1016/j.msea.2010.06.057
- [155] KOCICH, R., A. MACHÁČKOVÁ a L. KUNČICKÁ. Twist channel multi-angular pressing (TCMAP) as a new SPD process: Numerical and experimental study. *Materials Science and*

- Engineering: A.* 2014, **612**, 445–455. doi:10.1016/j.msea.2014.06.079
- [156] KOCICH, R., L. KUNČICKÁ a A. MACHÁČKOVÁ. Twist Channel Multi-Angular Pressing (TCMAP) as a method for increasing the efficiency of SPD. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering.* 2014, **63**, 012006. doi:10.1088/1757-899X/63/1/012006
- [157] WANG, Q.D., Y.J. CHEN, J.B. LIN, L.J. ZHANG a C.Q. ZHAI. Microstructure and properties of magnesium alloy processed by a new severe plastic deformation method. *Materials Letters.* 2007, **61**(23–24), 4599–4602. doi:10.1016/j.matlet.2007.02.067
- [158] PARDIS, N., B. TALEBANPOUR, R. EBRAHIMI a S. ZOMORODIAN. Cyclic expansion-extrusion (CEE): A modified counterpart of cyclic extrusion-compression (CEC). *Materials Science and Engineering: A.* 2011, **528**(25–26), 7537–7540. doi:10.1016/j.msea.2011.06.059
- [159] LATYPOV, M.I., M.G. LEE, Y. BEYGELZIMER, D. PRILEPO, Y. GUSAR a H.S. KIM. Modeling and Characterization of Texture Evolution in Twist Extrusion. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2015. doi:10.1007/s11661-015-3298-1
- [160] FATEMI-VARZANEH, S.M., A. ZAREI-HANZAKI a S. IZADI. Shear deformation and grain refinement during accumulative back extrusion of AZ31 magnesium alloy. *Journal of Materials Science.* 2010, **46**(6), 1937–1944. doi:10.1007/s10853-010-5029-8
- [161] MOHARAMI, Ali. Improving the dry sliding-wear resistance of as-cast Cu-10Sn-1P alloy through accumulative back extrusion (ABE) process. *Journal of Materials Research and Technology.* 2020, **9**(5), 10091–10096. doi:10.1016/j.jmrt.2020.07.022
- [162] FARSHIDI, M.H., M. KAZEMINEZHAD a H. MIYAMOTO. Microstructural evolution of aluminum 6061 alloy through tube channel pressing. *Materials Science and Engineering: A.* 2014, **615**, 139–147. doi:10.1016/j.msea.2014.07.061
- [163] ZAHARIA, L., R. COMANECI, R. CHELARIU a D. LUCA. A new severe plastic deformation method by repetitive extrusion and upsetting. *Materials Science and Engineering: A.* 2014, **595**, 135–142. doi:10.1016/j.msea.2013.12.006
- [164] BABAEI, A., M. M. MASHHADI a H. JAFARZADEH. Tube cyclic expansion-extrusion (TCEE) as a novel severe plastic deformation method for cylindrical tubes. *Journal of Materials Science.* 2014, **49**(8), 3158–3165. doi:10.1007/s10853-014-8017-6
- [165] JAFARZADEH, H. a K. ABRINIA. Fabrication of ultra-fine grained aluminium tubes by RTES technique. *Materials Characterization.* 2015, **102**, 1–8. doi:10.1016/j.matchar.2014.12.025
- [166] MOHEBBI, M.S. a A. AKBARZADEH. Accumulative spin-bonding (ASB) as a novel SPD process for fabrication of nanostructured tubes. *Materials Science and Engineering: A.* 2010, **528**(1), 180–188. doi:10.1016/j.msea.2010.08.081
- [167] ABU-FARHA, F. A preliminary study on the feasibility of friction stir back extrusion. *Scripta Materialia.* 2012, **66**(9), 615–618. doi:10.1016/j.scriptamat.2012.01.059
- [168] SHAHBAZ, M., N. PARDIS, J.G. KIM, R. EBRAHIMI a H.S. KIM. Experimental and finite element analyses of plastic deformation behavior in vortex extrusion. *Materials Science and Engineering: A.* 2016, **674**, 472–479. doi:10.1016/j.msea.2016.07.044
- [169] ENSAFI, M., G. FARAJI a H. ABDOLVAND. Cyclic extrusion compression angular pressing (CECAP) as a novel severe plastic deformation method for producing bulk ultrafine grained metals. *Materials Letters.* 2017, **197**, 12–16. doi:10.1016/j.matlet.2017.03.142
- [170] ZHILYAEV, A.P., F. GÁLVEZ, A. SHARAFUTDINOV a M.T. PÉREZ-PRADO. Influence of the high pressure torsion die geometry on the allotropic phase transformations in pure Zr. *Materials Science and Engineering: A.* 2010, **527**(16–17), 3918–3928. doi:10.1016/j.msea.2010.02.066
- [171] ZHILYAEV, A.P., G.V. NURISLAMOVA, B.-K. KIM, M.D. BARÓ, J.A. SZPUNAR a T.G. LANGDON. Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural

- evolution during high-pressure torsion. *Acta Materialia*. 2003, **51**(3), 753–765. doi:10.1016/S1359-6454(02)00466-4
- [172] ZHILYAEV, A.P., T.R. MCNELLEY a T.G. LANGDON. Evolution of microstructure and microtexture in fcc metals during high-pressure torsion. *Journal of Materials Science*. 2007, **42**(5), 1517–1528. doi:10.1007/s10853-006-0628-0
- [173] VORHAUER, A. a R. PIPPAN. On the homogeneity of deformation by high pressure torsion. *Scripta Materialia*. 2004, **51**(9), 921–925. doi:10.1016/j.scriptamat.2004.04.025
- [174] KAWASAKI, M., R.B. FIGUEIREDO a T.G. LANGDON. An investigation of hardness homogeneity throughout disks processed by high-pressure torsion. *Acta Materialia*. 2011, **59**(1), 308–316. doi:10.1016/j.actamat.2010.09.034
- [175] SAKAI, G., K. NAKAMURA, Z. HORITA a T.G. LANGDON. Application of High Pressure Torsion to Bulk Samples. *Materials Science Forum*. 2006, **503–504**, 391–398. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.503-504.391
- [176] KRAL, P., J. DVORAK, V. SKLENICKA, Z. HORITA, Y. TAKIZAWA, Y. TANG, L. KUNČICKÁ, M. KVAPILOVA a M. OHANKOVA. Influence of High Pressure Sliding and Rotary Swaging on Creep Behavior of P92 Steel at 500 °C. *Metals*. 2021, **11**(12), 2044. doi:10.3390/met11122044
- [177] LAPOVOK, R., A. POUGIS, V. LEMIALE, D. ORLOV, L. S. TOTH a Y. ESTRIN. Severe plastic deformation processes for thin samples. *Journal of Materials Science*. 2010, **45**(17), 4554–4560. doi:10.1007/s10853-010-4403-x
- [178] EDALATI, K., S. LEE a Z. HORITA. Continuous high-pressure torsion using wires. *Journal of Materials Science*. 2012, **47**(1), 473–478. doi:10.1007/s10853-011-5822-z
- [179] TOTH, L.S., C. CHEN, A. POUGIS, M. ARZAGHI, J.-J. FUNDENBERGER, R. MASSION a S. SUWAS. High Pressure Tube Twisting for Producing Ultra Fine Grained Materials: A Review. *Materials Transactions*. 2019, **60**(7), 1177–1191. doi:10.2320/matertrans.MF201910
- [180] GUO, J., X. ZHANG, D. KONG, S.-H. JOO, W. KIM, H.S. KIM a X. ZHANG. Microstructure, Micro-Hardness, and Corrosion Resistance of Commercial Purity Al Processed by Hollow-Cone High-Pressure Torsion. *Advanced Engineering Materials*. 2019, **21**(3), 1800905. doi:10.1002/adem.201800905
- [181] JAHEDI, M., M. KNEZEVIC a M.H. PAYDAR. High-Pressure Double Torsion as a Severe Plastic Deformation Process: Experimental Procedure and Finite Element Modeling. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2015, **24**, 1471–1482. doi:10.1007/s11665-015-1426-0
- [182] BACHMAIER, A. a R. PIPPAN. Effect of oxide particles on the stabilization and final microstructure in aluminium. *Materials Science and Engineering A*. 2011, **528**(25–26), 7589–7595. doi:10.1016/j.msea.2011.06.071
- [183] SAPANATHAN, T., S. KHODDAM, S.H. ZAHIRI, A. ZAREI-HANZAKI a R. IBRAHIM. Hybrid metallic composite materials fabricated by sheathed powder compaction. *Journal of Materials Science*. 2016, **51**(6), 3118–3124. doi:10.1007/s10853-015-9621-9
- [184] HUANG, Y., M. KAWASAKI a T.G. LANGDON. Influence of Anvil Alignment on Shearing Patterns in High-Pressure Torsion. *Advanced Engineering Materials*. 2013, **15**(8), 747–755. doi:10.1002/adem.201200363
- [185] IWAHASHI, Y., Z. HORITA, M. NEMOTO a T.G. LANGDON. An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing. *Acta Materialia*. 1997, **45**(11), 4733–4741. doi:10.1016/S1359-6454(97)00100-6
- [186] SEGAL, V.M. Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation. *Materials Science and Engineering: A*. 1999, **271**(1–2), 322–333. doi:10.1016/S0921-5093(99)00248-8
- [187] ASGARI, M., F. FERESHTEH-SANIEE, S. M. PEZESHKI a M. BARATI. Non-equal

- channel angular pressing (NECAP) of AZ80 Magnesium alloy: Effects of process parameters on strain homogeneity, grain refinement and mechanical properties. *Materials Science and Engineering A*. 2016, **678**, 320–328. doi:10.1016/j.msea.2016.09.102
- [188] NAIZABEKOV, A B, V.A. ANDREYACHSHENKO a R. KOCICH. Study of deformation behavior, structure and mechanical properties of the AlSiMnFe alloy during ECAP-PBP. *Micron*. 2013, **44**, 210–217. doi:10.1016/j.micron.2012.06.011
- [189] SPUSKANYUK, V., A. SPUSKANYUK a V. VARYUKHIN. Development of the equal-channel angular hydroextrusion. *Journal of Materials Processing Technology*. 2008, **203**, 305–309. doi:10.1016/j.jmatprotec.2007.10.018
- [190] FRINT, P., M. HOCKAUF, T. HALLE, G. STREHL, T. LAMPKE a M.F.X. WAGNER. Microstructural Features and Mechanical Properties after Industrial Scale ECAP of an Al 6060 Alloy. *Materials Science Forum*. 2010, **667–669**, 1153–1158. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.667-669.1153
- [191] KOCICH, R. a L. KUNČICKÁ. Development of structure and properties in bimetallic Al/Cu sandwich composite during cumulative severe plastic deformation. *Journal of Sandwich Structures & Materials*. 2021, **23**(8), 4252–4275. doi:10.1177/1099636221993886
- [192] KUNČICKÁ, L. a R. KOCICH. Structure Development after Twist Channel Angular Pressing. *Acta Physica Polonica A*. 2017, **134**(3), 681–685.
- [193] KUNČICKÁ, L., R. KOCICH, V. RYUKHTIN, J.C.T. CULLEN a N.P. LAVERY. Study of structure of naturally aged aluminium after twist channel angular pressing. *Materials Characterization*. 2019, **152**, 94–100. doi:10.1016/j.matchar.2019.03.045
- [194] KOCICH, R., L. KUNČICKÁ, P. KRÁL a A. MACHÁČKOVÁ. Sub-structure and mechanical properties of twist channel angular pressed aluminium. *Materials Characterization*. 2016, **119**, 75–83. doi:10.1016/j.matchar.2016.07.020
- [195] KOCICH, R., J. FIALA, I. SZURMAN, A. MACHÁČKOVÁ a M. MIHOLA. Twist-channel angular pressing: effect of the strain path on grain refinement and mechanical properties of copper. *Journal of Materials Science*. 2011, **46**, 7865–7876. doi:10.1007/s10853-011-5768-1
- [196] KUNČICKÁ, L., R. KOCICH, P. KRÁL, M. POHLUDKA a M. MAREK. Effect of strain path on severely deformed aluminium. *Materials Letters*. 2016, **180**, 280–283. doi:10.1016/j.matlet.2016.05.163
- [197] KOCICH, R., L. KUNČICKÁ, M. MIHOLA a K. SKOTNICOVÁ. Numerical and experimental analysis of twist channel angular pressing (TCAP) as a SPD process. *Materials Science and Engineering A*. 2013, **563**, 86–94. doi:10.1016/j.msea.2012.11.047
- [198] NAGASEKHAR, A.V., U. CHAKKINGAL a P. VENUGOPAL. Candidature of equal channel angular pressing for processing of tubular commercial purity-titanium. *Journal of Materials Processing Technology*. 2006, **173**(1), 53–60. doi:10.1016/j.jmatprotec.2005.10.024
- [199] CIEMIOREK, M., M. LEWANDOWSKA a L. OLEJNIK. Microstructure, tensile properties and formability of ultrafine-grained Al–Mn square plates processed by Incremental ECAP. *Materials & Design*. 2020, **196**, 109125. doi:10.1016/j.matdes.2020.109125
- [200] SEVIER, M., S. LEE, M.R. SHANKAR, H.T.Y. YANG, S. CHANDRASEKAR a W. D. COMPTON. Deformation Mechanics Associated with Formation of Ultra-Fine Grained Chips in Machining. *Materials Science Forum*. 2006, **503–504**, 379–384. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.503-504.379
- [201] MONNERJAHN, V., M. LOBERS a P. GROCHE. Simultaneous Forming and Joining by Linear Flow Splitting - From Basic Mechanisms to the Continuous Manufacturing Line. *Procedia Engineering*. 2017, **207**, 962–967. doi:10.1016/j.proeng.2017.10.859
- [202] ROSOCHOWSKI, A., M. ROSOCHOWSKA a L. OLEJNIK. Severe plastic deformation

- by incremental angular splitting. *Journal of Materials Science*. 2013, **48**(13), 4557–4562. doi:10.1007/s10853-012-7108-5
- [203] MIAO, H. a G. WANG. Shear rate effect on the residual strength of saturated clayey and granular soils under low- to high-rate continuous shearing. *Engineering Geology*. 2022, **308**, 106821. doi:10.1016/j.enggeo.2022.106821
- [204] PENG, J., Z. ZHANG, P. YANG, Y. LI, P. GUO, W. ZHOU a Y. WU. The effect of continuous confined strip shearing deformation on the mechanical properties of AZ31 magnesium alloys. *Materials Science and Engineering: A*. 2019, **743**, 397–403. doi:10.1016/j.msea.2018.11.069
- [205] HUANG, Y. a P.B. PRANGNELL. Continuous frictional angular extrusion and its application in the production of ultrafine-grained sheet metals. *Scripta Materialia*. 2007, **56**(5), 333–336. doi:10.1016/j.scriptamat.2006.11.011
- [206] CARUSO, S. a S. IMBROGNO. Finite element modelling of microstructural changes during equal channel angular drawing of pure aluminium. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. 2021, **114**(5–6), 1487–1495. doi:10.1007/s00170-021-06972-0
- [207] THANGAPANDIAN, N., S. BALASIVANANDHA PRABU a K. A. PADMANABHAN. Effect of Temperature on Grain Size in AA6063 Aluminum Alloy Subjected to Repetitive Corrugation and Straightening. *Acta Metallurgica Sinica*. 2019, **32**(7), 835–844. doi:10.1007/s40195-018-0866-6
- [208] GOOGARCHIN, H.S., B. TEIMOURI a R. HASHEMI. Analysis of constrained groove pressing and constrained groove pressing-cross route process on AA5052 sheet for automotive body structure applications. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part D: Journal of Automobile Engineering*. 2019, **233**(6), 1436–1452. doi:10.1177/0954407018785734
- [209] JAMILI, A.M., A. ZAREI-HANZAKI, H.R. ABEDI, M. MOSAYEBI, R. KOCICH a L. KUNČICKÁ. Development of fresh and fully recrystallized microstructures through friction stir processing of a rare earth bearing magnesium alloy. *Materials Science and Engineering: A*. 2019, **775**, 138837. doi:10.1016/j.msea.2019.138837
- [210] KAWASAKI, Y., K. NEISHI, Y. MIYAHARA, K. NAKAMURA, K. KANEKO, M. NAKAGAKI a Z. HORITA. Application of Severe Torsion Straining Process for Grain Refinement of Steel. *Materials Science Forum*. 2006, **503–504**, 943–948. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.503-504.943
- [211] MANJUNATH, G.A., S. SHIVAKUMAR, R. FERNANDEZ, R. NIKHIL a P.C. SHARATH. A review on effect of multi-directional forging/multi-axial forging on mechanical and microstructural properties of aluminum alloy. *Materials Today: Proceedings*. 2021, **47**, 2565–2569. doi:10.1016/j.matpr.2021.05.056
- [212] HUH, M.Y., H.J. CHOI, J.H. OK, B.B. HWANG a B.C. KANG. A Numerical Analysis on the Dissimilar Channel Angular Pressing Process by Rolling. *Materials Science Forum*. 2005, **475–479**, 3231–3234. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.475-479.3231
- [213] KOCICH, R., A. MACHÁČKOVÁ a F. FOJTÍK. Comparison of strain and stress conditions in conventional and ARB rolling processes. *International Journal of Mechanical Sciences*. 2012, **64**(1), 54–61. doi:10.1016/j.ijmecsci.2012.08.003
- [214] ZHAO, P.C., G.J. YUAN, R.Z. WANG, B. GUAN, Y.F. JIA, X.C. ZHANG a S.T. TU. Grain-refining and strengthening mechanisms of bulk ultrafine grained CP-Ti processed by L-ECAP and MDF. *Journal of Materials Science & Technology*. 2021, **83**, 196–207. doi:10.1016/J.JMST.2021.01.019
- [215] HUANG, Y. Frictional angular rolling extrusion of interstitial-free steel sheets. *Journal of Materials Research and Technology*. 2015, **4**(1), 93–99. doi:10.1016/j.jmrt.2014.12.004
- [216] LI, L., K. NAGAI a F. YIN. Progress in cold roll bonding of metals. *Science and Technology of Advanced Materials*. 2008, **9**(2), 023001. doi:10.1088/1468-6996/9/2/023001

- [217] DU, Q.-L., C. LI, X.-H. CUI, C. KONG a H.-L. YU. Fabrication of ultrafine-grained AA1060 sheets via accumulative roll bonding with subsequent cryorolling. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2021, **31**(11), 3370–3379. doi:10.1016/S1003-6326(21)65735-7
- [218] OHSAKI, S., S. KATO, N. TSUJI, T. OHKUBO a K. HONO. Bulk mechanical alloying of Cu–Ag and Cu/Zr two-phase microstructures by accumulative roll-bonding process. *Acta Materialia*. 2007, **55**(8), 2885–2895. doi:10.1016/j.actamat.2006.12.027
- [219] KUNČICKÁ, L., P. KRÁL, J. DVOŘÁK a R. KOCICH. Texture evolution in biocompatible mg-y-re alloy after friction stir processing. *Metals*. 2019, **9**(11), 1–13. doi:10.3390/met9111181
- [220] LI, R., F. PAN, B. JIANG, Q. YANG a A. TANG. Effects of combined additions of Li and Al–5Ti–1B on the mechanical anisotropy of AZ31 magnesium alloy. *Materials & Design*. 2013, **46**, 922–927. doi:10.1016/j.matdes.2012.11.032
- [221] BEAUSIR, B., S. BISWAS, D.I. KIM, L.S. TÓTH a S. SUWAS. Analysis of microstructure and texture evolution in pure magnesium during symmetric and asymmetric rolling. *Acta Materialia*. 2009, **57**(17), 5061–5077. doi:10.1016/j.actamat.2009.07.008
- [222] KHMELEVSKAYA, I.Y., S.D. PROKOSHKIN, I.B. TRUBITSYNA, M.N. BELOUSOV, S.V. DOBATKIN, E.V. TATYANIN, A.V. KOROTITSKIY, V. BRAILOVSKI, V.V. STOLYAROV a E.A. PROKOFIEV. Structure and properties of Ti–Ni-based alloys after equal-channel angular pressing and high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*. 2008, **481–482**, 119–122. doi:10.1016/j.msea.2007.02.157
- [223] STEPANOV, N.D., A.V. KUZNETSOV, G.A. SALISHCHEV, G.I. RAAB a R.Z. VALIEV. Effect of cold rolling on microstructure and mechanical properties of copper subjected to ECAP with various numbers of passes. *Materials Science and Engineering: A*. 2012, **554**, 105–115. doi:10.1016/j.msea.2012.06.022
- [224] KANG, D.-H. a T.-W. KIM. Mechanical behavior and microstructural evolution of commercially pure titanium in enhanced multi-pass equal channel angular pressing and cold extrusion. *Materials & Design*. 2010, **31**(SUPPL. 1), S54–S60. doi:10.1016/j.matdes.2010.01.004
- [225] RAAB, G.I., R.Z. VALIEV, D. GUNDEROV, T.C. LOWE, A. MISRA a Y.T. ZHU. Long-Length Ultrafine-Grained Titanium Rods Produced by ECAP-Conform. *Materials Science Forum*. 2008, **584–586**, 80–85. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.584-586.80
- [226] VALIEV, R.Z., I.P. SEMENOVA, E.JAKUSHINA, V.V. LATYSH, H.J. RACK, T.C. LOWE, J. PETRUŽELKA, L. DLUHOŠ, D. HRUŠÁK, a J. SOCHOVA. Nanostructured SPD Processed Titanium for Medical Implants. *Materials Science Forum*. 2008, **584–586**, 49–54. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.584-586.49
- [227] KUNČICKÁ, L. a R. KOCICH. Optimizing electric conductivity of innovative Al-Cu laminated composites via thermomechanical treatment. *Materials and Design*. 2022, **215**. doi:10.1016/j.matdes.2022.110441
- [228] ZHAO, Y., H. GUO, Z. SHI, Z. YAO a Y. ZHANG. Microstructure evolution of TA15 titanium alloy subjected to equal channel angular pressing and subsequent annealing at various temperatures. *Journal of Materials Processing Technology*. 2011, **211**(8), 1364–1371. doi:10.1016/j.jmatprotec.2011.03.004
- [229] SALISHCHEV, G. A., R. M. GALEEV, S. P. MALYSHEVA, S. V. ZHEREBTSOV, S. Yu. MIRONOV, O. R. VALIAKHMETOV a É. I. IVANISENKO. Formation of submicrocrystalline structure in titanium and titanium alloys and their mechanical properties. *Metal Science and Heat Treatment*. 2006, **48**(1–2), 63–69. doi:10.1007/s11041-006-0045-7
- [230] CHOI, J.S., S. NAWAZ, S.K. HWANG, H.C. LEE a Y.T. IM. Forgeability of ultra-fine grained aluminum alloy for bolt forming. *International Journal of Mechanical Sciences*. 2010, **52**(10), 1269–1276. doi:10.1016/j.ijmecsci.2010.06.002
- [231] YANAGIDA, A., K. JOKO a A. AZUSHIMA. Formability of steels subjected to cold

- ECAE process. *Journal of Materials Processing Technology*. 2008, **201**(1–3), 390–394. doi:10.1016/j.jmatprotec.2007.11.199
- [232] ABD EL AAL, M.I., H.Y. UM, E.Y. YOON a H.S. KIM. Microstructure evolution and mechanical properties of pure aluminum deformed by equal channel angular pressing and direct extrusion in one step through an integrated die. *Materials Science and Engineering: A*. 2015, **625**, 252–263. doi:10.1016/j.msea.2014.11.089
- [233] ORLOV, D., G. RAAB, T.T. LAMARK, M. POPOV a Y. ESTRIN. Improvement of mechanical properties of magnesium alloy ZK60 by integrated extrusion and equal channel angular pressing. *Acta Materialia*. 2011, **59**(1), 375–385. doi:10.1016/j.actamat.2010.09.043
- [234] KIM, K. aj. YOON. Evolution of the microstructure and mechanical properties of AZ61 alloy processed by half channel angular extrusion (HCAE), a novel severe plastic deformation process. *Materials Science and Engineering: A*. 2013, **578**, 160–166. doi:10.1016/j.msea.2013.04.073
- [235] SHEN, Y.F., R.G. GUAN, Z.Y. ZHAO a R.D.K. MISRA. Ultrafine-grained Al–0.2Sc–0.1Zr alloy: The mechanistic contribution of nano-sized precipitates on grain refinement during the novel process of accumulative continuous extrusion. *Acta Materialia*. 2015, **100**, 247–255. doi:10.1016/j.actamat.2015.08.043
- [236] WANG, Y., R. GUAN, D. HOU, Y. ZHANG, W. JIANG a H. LIU. The effects of eutectic silicon on grain refinement in an Al–Si alloy processed by accumulative continuous extrusion forming. *Journal of Materials Science*. 2017, **52**, 1137–1148. doi:10.1007/s10853-016-0409-3
- [237] HAASE, M., N. BEN KHALIFA, A.E. TEKKAYA a W.Z. MISIOLEK. Improving mechanical properties of chip-based aluminum extrudates by integrated extrusion and equal channel angular pressing (iECAP). *Materials Science and Engineering: A*. 2012, **539**, 194–204. doi:10.1016/j.msea.2012.01.081
- [238] HAASE, M. a A.E. TEKKAYA. Cold extrusion of hot extruded aluminum chips. *Journal of Materials Processing Technology*. 2015, **217**, 356–367. doi:10.1016/j.jmatprotec.2014.11.028
- [239] KONDOH, K., T. LUANGVARANUNT a T. AIZAWA. Morphology-Free Processing of Magnesium Alloys. *Materials Transactions*. 2001, **42**(7), 1254–1257. doi:10.2320/matertrans.42.1254
- [240] LANGDON, T.G. Grain boundary sliding revisited: Developments in sliding over four decades. *Journal of Materials Science*. 2006, **41**(3), 597–609. doi:10.1007/s10853-006-6476-0
- [241] HORITA, Z., D.J. SMITH, M. FURUKAWA, M. NEMOTO, R.Z. VALIEV a T.G. LANGDON. An investigation of grain boundaries in submicrometer-grained Al-Mg solid solution alloys using high-resolution electron microscopy. *Journal of Materials Research*. 1996, **11**(8), 1880–1890. doi:10.1557/JMR.1996.0239
- [242] SAUVAGE, X., G. WILDE, S.V. V. DIVINSKI, Z. HORITA a R.Z. Z. VALIEV. Grain boundaries in ultrafine grained materials processed by severe plastic deformation and related phenomena. *Materials Science and Engineering: A*. 2012, **540**, 1–12. doi:10.1016/j.msea.2012.01.080
- [243] FIGUEIREDO, R.B. a T.G. LANGDON. Grain refinement and mechanical behavior of a magnesium alloy processed by ECAP. *Journal of Materials Science*. 2010, **45**(17), 4827–4836. doi:10.1007/s10853-010-4589-y
- [244] FIGUEIREDO, R.B., Z. SZÁRAZ, Z. TROJANOVÁ, P. LUKÁČ a T.G. LANGDON. Significance of twinning in the anisotropic behavior of a magnesium alloy processed by equal-channel angular pressing. *Scripta Materialia*. 2010, **63**(5), 504–507. doi:10.1016/j.scriptamat.2010.05.016
- [245] YOSHIDA, Y., L. CISAR, S. KAMADO a Y. KOJIMA. Effect of Microstructural Factors on Tensile Properties of an ECAE-Processed AZ31 Magnesium Alloy. *Materials*

- Transactions*. 2003, **44**(4), 468–475. doi:10.2320/matertrans.44.468
- [246] KANG, S.H., Y.S. LEE a J.H. LEE. Effect of grain refinement of magnesium alloy AZ31 by severe plastic deformation on material characteristics. *Journal of Materials Processing Technology*. 2008, **201**(1–3), 436–440. doi:10.1016/j.jmatprotec.2007.11.305
- [247] KAI, M., Z. HORITA a T.G. LANGDON. Developing grain refinement and superplasticity in a magnesium alloy processed by high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering A*. 2008, **488**(1–2), 117–124. doi:10.1016/j.msea.2007.12.046
- [248] RAZAVI, S. M., D. C. FOLEY, I. KARAMAN, K. T. HARTWIG, O. DUYGULU, L. J. KECSKES, S. N. MATHAUDHU a V. H. HAMMOND. Effect of grain size on prismatic slip in Mg-3Al-1Zn alloy. *Scripta Materialia*. 2012, **67**(5), 439–442. doi:10.1016/j.scriptamat.2012.05.017
- [249] JANEČEK, M., S. YI, R. KRÁL, J. VRÁTNÁ a K. U. KAINER. Texture and microstructure evolution in ultrafine-grained AZ31 processed by EX-ECAP. *Journal of Materials Science*. 2010, **45**(17), 4665–4671. doi:10.1007/s10853-010-4675-1
- [250] KRYSZTIAN, M., M.J. ZEHETBAUER, H. KROPIK, B. MINGLER a G. KREXNER. Hydrogen storage properties of bulk nanostructured ZK60 Mg alloy processed by Equal Channel Angular Pressing. *Journal of Alloys and Compounds*. 2011, **509**, S449–S455. doi:10.1016/j.jallcom.2011.01.029
- [251] TRUONG, V.K, R. LAPOVOK, Y.S ESTRIN, S. RUNDELL, J.Y. WANG, C.J. FLUKE, R.J. CRAWFORD a E.P. IVANOVA. The influence of nano-scale surface roughness on bacterial adhesion to ultrafine-grained titanium. *Biomaterials*. 2010, **31**(13), 3674–3683. doi:10.1016/j.biomaterials.2010.01.071
- [252] ZACH, L., L. KUNČICKÁ, P. RŮŽIČKA a R. KOCICH. Design, analysis and verification of a knee joint oncological prosthesis finite element model. *Computers in biology and medicine*. 2014, **54**, 53–60. doi:10.1016/j.combiomed.2014.08.021
- [253] MÁLEK, J., J. ZÝKA, F. LUKÁČ, J. ČÍŽEK, L. KUNČICKÁ a R. KOCICH. Microstructure and mechanical properties of sintered and heat-treated hfnbtatizr high entropy alloy. *Metals*. 2019, **9**(12), 11–14. doi:10.3390/met9121324
- [254] SZURMAN, I., R. KOCICH a M. KURSA. *Shape Memory Alloys - Fabrication and Processing*. Saarbrücken: LAP Lambert Academic Publishing GmbH & Co. KG, 2012.
- [255] SERGUEEVA, A.V, C SONG, R.Z VALIEV a A.K MUKHERJEE. Structure and properties of amorphous and nanocrystalline NiTi prepared by severe plastic deformation and annealing. *Materials Science and Engineering: A*. 2003, **339**(1–2), 159–165. doi:10.1016/S0921-5093(02)00122-3
- [256] LI, X., M. DU, Z. MAO, T. HUANG a C. BAN. Study of microstructure and mechanical properties of pure titanium processed by new route of equal channel angular pressing. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2020, **768**(2), 022047. doi:10.1088/1757-899X/768/2/022047
- [257] ZHAO, X., X. YANG, X. LIU, X. WANG a T.G. LANGDON. The processing of pure titanium through multiple passes of ECAP at room temperature. *Materials Science and Engineering: A*. 2010, **527**(23), 6335–6339. doi:10.1016/j.msea.2010.06.049
- [258] DOBATKIN, S. a X. SAUVAGE. Bulk Nanostructured Multiphase Ferrous and Nonferrous Alloys. In: *Bulk Nanostructured Materials*. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, s. 569–603. doi:10.1002/9783527626892.ch26
- [259] GANEEV, A. V., R. K. ISLAMGALIEV a R. Z. VALIEV. Refinement of tungsten microstructure upon severe plastic deformation. *The Physics of Metals and Metallography*. 2014, **115**(2), 139–145. doi:10.1134/S0031918X14020070
- [260] DUPUY, L. a E.F. RAUCH. Deformation paths related to equal channel angular extrusion. *Materials Science and Engineering: A*. 2002, **337**(1–2), 241–247. doi:10.1016/S0921-5093(02)00027-8
- [261] KECSKES, L.J., K.C. CHO, R.J. DOWDING, B.E. SCHUSTER, R.Z. VALIEV a Q. WEI.

- Grain size engineering of bcc refractory metals: Top-down and bottom-up-Application to tungsten. *Materials Science and Engineering: A*. 2007, **467**(1–2), 33–43. doi:10.1016/j.msea.2007.02.099
- [262] MATTHEWS, F. L., R.D. D. RAWLINGS, F.L. MATTHEWS a R.D. D. RAWLINGS. *Composite Materials: Engineering and Science*. B.m.: Elsevier, 1999. ISBN 9781855734739. doi:10.1016/C2013-0-17714-8
- [263] SHARATH, B.N., C.V. VENKATESH, Asif AFZAL, Maughal AHMED ALI BAIG a A. PRAVEEN KUMAR. Study on effect of ceramics on dry sliding wear behaviour of Al-Cu-Mg based metal matrix composite at different temperature. *Materials Today: Proceedings*. 2021, **46**, 8723–8733. doi:10.1016/j.matpr.2021.04.034
- [264] ZHANG, L., A. ELIAS, W. CHEN a K. GAO. Electrical conductivity and wear behavior of bi-continuous Cr₃C₂-Cu composites. *Ceramics International*. 2015, **41**(9), 11075–11079. doi:10.1016/j.ceramint.2015.05.053
- [265] XIA, M., Q. LUO, R. TAN, N. LI, Y. LIN, Z. ZHANG, A. LIU a D. DAI. Corrosion behavior of in situ-synthesized (TiC+TiB)/Ti composites by laser powder-bed fusion: Role of scan strategy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2022, **929**, 167255. doi:10.1016/j.jallcom.2022.167255
- [266] LI, B., Z. CHEN, Q. ZHANG, X. HU, W. KANG, Y. DING a S. LIANG. Preparation and properties of W-Mo-Cu composite using solution combustion synthesized W Mo solid solution nanopowder. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2023, **111**, 106064. doi:10.1016/j.ijrmhm.2022.106064
- [267] TATSUMI, H. a H. NISHIKAWA. Anisotropic highly conductive joints utilizing Cu-solder microcomposite structure for high-temperature electronics packaging. *Materials & Design*. 2022, **223**, 111204. doi:10.1016/j.matdes.2022.111204
- [268] SHEN, Z., Q. ZHU, T. FENG, K. QIAN, J. XIE, L. LIU, G. ZHANG, W. WANG, Q. YUAN, M. FENG, B. JIANG, J. FAN a L. ZHANG. Fabrication of infrared-transparent Y₂O₃-MgO composites using nanopowders synthesized via thermal decomposition. *Ceramics International*. 2021, **47**(9), 13007–13014. doi:10.1016/j.ceramint.2021.01.164
- [269] HUANG, L.J., L. GENG a H-X. PENG. Microstructurally inhomogeneous composites: Is a homogeneous reinforcement distribution optimal? *Progress in Materials Science*. 2015, **71**, 93–168. doi:10.1016/j.pmatsci.2015.01.002
- [270] HARPER, L.T., C. QIAN, T.A. TURNER, S. LI a N.A. WARRIOR. Representative volume elements for discontinuous carbon fibre composites – Part 1: Boundary conditions. *Composites Science and Technology*. 2012, **72**(2), 225–234. doi:10.1016/j.compscitech.2011.11.006
- [271] HUANG, L.J., L. GENG, H.Y. XU a H.X. PENG. In situ TiC particles reinforced Ti₆Al₄V matrix composite with a network reinforcement architecture. *Materials Science and Engineering: A*. 2011, **528**(6), 2859–2862. doi:10.1016/j.msea.2010.12.046
- [272] KUMAI, S., J. HU, Y. HIGO a S. NUNOMURA. Effects of dendrite cell size and particle distribution on the near-threshold fatigue crack growth behaviour of cast Al/SiCp composites. *Acta Materialia*. 1996, **44**(6), 2249–2257. doi:10.1016/1359-6454(95)00357-6
- [273] DENG, Xin, B.R PATTERSON, K.K CHAWLA, M.C KOOPMAN, Z FANG, G LOCKWOOD a A GRIFFO. Mechanical properties of a hybrid cemented carbide composite. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2001, **19**(4–6), 547–552. doi:10.1016/S0263-4368(01)00060-9
- [274] TODA, H., T. GOUDA a T. KOBAYASHI. Finite element analysis of observed high strengthening in composites with regularly segregated microstructures. *Materials Science and Technology*. 1998, **14**(9–10), 925–932. doi:10.1179/mst.1998.14.9-10.925
- [275] LIU, C., S. QIN, G. ZHANG a M. NAKA. Micromechanical properties of high fracture performance SiCp-6061Al/6061Al composite. *Materials Science and Engineering: A*. 2002, **332**(1–2), 203–209. doi:10.1016/S0921-5093(01)01739-7

- [276] MURPHY, A. M., S. J. HOWARD a T. W. CLYNE. Characterisation of severity of particle clustering and its effect on fracture of particulate MMCs. *Materials Science and Technology*. 1998, **14**(9–10), 959–968. doi:10.1179/mst.1998.14.9-10.959
- [277] PRASAD, V.V.B., B.V.R. BHAT, Y.R. MAHAJAN a P. RAMAKRISHNAN. Structure–property correlation in discontinuously reinforced aluminium matrix composites as a function of relative particle size ratio. *Materials Science and Engineering: A*. 2002, **337**(1–2), 179–186. doi:10.1016/S0921-5093(02)00024-2
- [278] HUANG, L.J., L. GENG, H.X. PENG a J. ZHANG. Room temperature tensile fracture characteristics of in situ TiBw/Ti6Al4V composites with a quasi-continuous network architecture. *Scripta Materialia*. 2011, **64**(9), 844–847. doi:10.1016/j.scriptamat.2011.01.011
- [279] HUANG, L.J., L. GENG, Y. FU, B. KAVEENDRAN a H.X. PENG. Oxidation behavior of in situ TiCp/Ti6Al4V composite with self-assembled network microstructure fabricated by reaction hot pressing. *Corrosion Science*. 2013, **69**, 175–180. doi:10.1016/j.corsci.2012.12.001
- [280] WEGNER, L.D. a L.J. GIBSON. The mechanical behaviour of interpenetrating phase composites — III: resin-impregnated porous stainless steel. *International Journal of Mechanical Sciences*. 2001, **43**(4), 1061–1072. doi:10.1016/S0020-7403(00)00035-7
- [281] YOUSEFI MEHR, V., M.R. TOROGHINEJAD a A. REZAEIAN. The effects of oxide film and annealing treatment on the bond strength of Al–Cu strips in cold roll bonding process. *Materials & Design*. 2014, **53**, 174–181. doi:10.1016/j.matdes.2013.06.028
- [282] SAPANATHAN, T., S. KHODDAM, S.H. ZAHIRI a A. ZAREI-HANZAKI. Strength changes and bonded interface investigations in a spiral extruded aluminum/copper composite. *Materials & Design*. 2014, **57**, 306–314. doi:10.1016/j.matdes.2014.01.030
- [283] EDALATI, K., A. BACHMAIER, V.A. BELOSHENKO, Y. BEYGELZIMER, V.D. BLANK, W.J. BOTTA, K. BRYŁA, J. ČÍŽEK, S. DIVINSKI, N.A. ENIKEEV, Y. ESTRIN, G. FARAJI, R.B. FIGUEIREDO, M. FUJI, T. FURUTA, T. GROSDIDIER, J. GUBICZA, A. HOHENWARTER, Z. HORITA, J. HUOT, Y. IKOMA, M. JANEČEK, M. KAWASAKI, P. KRÁL, S. KURAMOTO, T.G. LANGDON, D.R. LEIVA, V.I. LEVITAS, A. MAZILKIN, M. MITO, H. MIYAMOTO, T. NISHIZAKI, R. PIPPAN, V.V. POPOV, E.N. POPOVA, G. PURCEK, O. RENK, Á. RÉVÉSZ, X. SAUVAGE, V. SKLENICKA, W. SKROTZKI, B.B. STRAUMAL, S. SUWAS, L.S. TOTH, N.TSUJI, R.Z. VALIEV, G. WILDE, M.J. ZEHETBAUER a X. ZHU. Nanomaterials by severe plastic deformation: review of historical developments and recent advances. *Materials Research Letters*. 2022, **10**(4), 163–256. doi:10.1080/21663831.2022.2029779
- [284] PIPPAN, R., S. SCHERIAU, A. TAYLOR, M. HAFOK, A. HOHENWARTER a A. BACHMAIER. *Saturation of Fragmentation During Severe Plastic Deformation*. Palo Alto, CA: Annual reviews, 2010. doi:10.1146/annurev-matsci-070909-104445
- [285] TOLAMINEJAD, B., A.KARIMI TAHERI, M. SHAHMIRI a H. ARABI. Development of Crystallographic Texture and Grain Refinement in the Aluminum Layer of Cu - Al - Cu Tri-Layer Composite Deformed by Equal Channel Angular Extrusion. *International Journal of Modern Physics: Conference Series*. 2012, **05**, 325–334. doi:10.1142/S201019451200219X
- [286] SABIROV, I., T. SCHÖBERL a R. PIPPAN. Fabrication of a W-25%Cu Nanocomposite by High Pressure Torsion. *Materials Science Forum*. 2006, **503–504**, 561–566. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.503-504.561
- [287] BACHMAIER, A. a R. PIPPAN. Generation of metallic nanocomposites by severe plastic deformation. *International Materials Reviews*. 2013, **58**(1), 41–62. doi:10.1179/1743280412Y.0000000003
- [288] BACHMAIER, A., M. KERBER, D. SETMAN a R. PIPPAN. The formation of supersaturated solid solutions in Fe–Cu alloys deformed by high-pressure torsion. *Acta Materialia*. 2012, **60**(3), 860–871. doi:10.1016/j.actamat.2011.10.044
- [289] SABIROV, I. a R. PIPPAN. Formation of a W-25%Cu nanocomposite during high pressure

- torsion. *Scripta Materialia*. 2005, **52**(12), 1293–1298. doi:10.1016/j.scriptamat.2005.02.017
- [290] SAUVAGE, X., P. JESSNER, F. VURPILLOT a R. PIPPAN. Nanostructure and properties of a Cu–Cr composite processed by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*. 2008, **58**(12), 1125–1128. doi:10.1016/j.scriptamat.2008.02.010
- [291] OHSAKI, S., K. YAMAZAKI a K. HONO. Alloying of immiscible phases in wire-drawn Cu–Ag filamentary composites. *Scripta Materialia*. 2003, **48**(12), 1569–1574. doi:10.1016/S1359-6462(03)00162-3
- [292] WILDE, G. a H. RÖSNER. Stability aspects of bulk nanostructured metals and composites. *Journal of Materials Science*. 2007, **42**(5), 1772–1781. doi:10.1007/s10853-006-0986-7
- [293] SUN, Y., N. TSUJI, S. KATO, S. OHSAKI a K. HONO. Fabrication of Bulk Metallic Glass Sheet in Cu-47 at% Zr Alloys by ARB and Heat Treatment. *Materials Transactions*. 2007, **48**(7), 1605–1609. doi:10.2320/matertrans.MJ200735
- [294] DINDA, G.P., H. RÖSNER a G. WILDE. Cold-rolling induced amorphization in Cu–Zr, Cu–Ti–Zr and Cu–Ti–Zr–Ni multilayers. *Journal of Non-Crystalline Solids*. 2007, **353**(32–40), 3777–3781. doi:10.1016/j.jnoncrysol.2007.05.147
- [295] ZELIN, M. Microstructure evolution in pearlitic steels during wire drawing. *Acta Materialia*. 2002, **50**(17), 4431–4447. doi:10.1016/S1359-6454(02)00281-1
- [296] SHABASHOV, V.A, L.G. KORSHUNOV, A.G. MUKOSEEV, V.V. SAGARADZE, A.V. MAKAROV, V.P. PILYUGIN, S.I. NOVIKOV a N.F. VILDANOVA. Deformation-induced phase transitions in a high-carbon steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2003, **346**(1–2), 196–207. doi:10.1016/S0921-5093(02)00549-X
- [297] SHIN, D.H. a K.-T. PARK. Ultrafine grained steels processed by equal channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*. 2005, **410–411**, 299–302. doi:10.1016/j.msea.2005.08.025
- [298] SON, Y.I., Y.K. LEE, K.-T. PARK, C.S. LEE a D.H. SHIN. Ultrafine grained ferrite–martensite dual phase steels fabricated via equal channel angular pressing: Microstructure and tensile properties. *Acta Materialia*. 2005, **53**(11), 3125–3134. doi:10.1016/j.actamat.2005.02.015
- [299] ISLAMGALIEV, R.K., W. BUCHGRABER, Y.R. KOLOBOV, N.M. AMIRKHANOV, A.V. SERGUEEVA, K.V. IVANOV a G.P. GRABOVETSKAYA. Deformation behavior of Cu-based nanocomposite processed by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A*. 2001, **319–321**, 872–876. doi:10.1016/S0921-5093(01)01073-5
- [300] RAEI, M., M.R. TOROGHINEJAD, R. JAMAATI a J.A. SZPUNAR. Effect of ARB process on textural evolution of AA1100 aluminum alloy. *Materials Science and Engineering: A*. 2010, **527**(26), 7068–7073. doi:10.1016/j.msea.2010.07.089
- [301] HAN, B.Q. a T.G. LANGDON. Achieving enhanced tensile ductility in an Al-6061 composite processed by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A*. 2005, **410–411**, 430–434. doi:10.1016/j.msea.2005.08.045
- [302] JAMAATI, R. a M.R. TOROGHINEJAD. Application of ARB process for manufacturing high-strength, finely dispersed and highly uniform Cu/Al₂O₃ composite. *Materials Science and Engineering: A*. 2010, **527**(27–28), 7430–7435. doi:10.1016/j.msea.2010.08.038
- [303] SABIROV, I., O. KOLEDNIK a R. PIPPAN. Homogenization of metal matrix composites by high-pressure torsion. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2005, **36**(10), 2861–2870. doi:10.1007/s11661-005-0281-2
- [304] XU, W., X. WU, T. HONMA, S.P. RINGER a K. XIA. Nanostructured Al–Al₂O₃ composite formed in situ during consolidation of ultrafine Al particles by back pressure equal channel angular pressing. *Acta Materialia*. 2009, **57**(14), 4321–4330. doi:10.1016/j.actamat.2009.06.010
- [305] HUANG, Y. D., Y. L. LIU a P. WAMBUA. Formation of ultrafine scale structures in aluminium containing small amounts of particles by conventional rolling deformation. *Journal of Materials Science*. 2001, **36**(19), 4711–4717.

doi:10.1023/A:1017922920488/METRICS

- [306] MUÑOZ MORRIS, M.A., I. GUTIERREZ-URRUTIA a D.G. MORRIS. The effect of geometrically necessary dislocations on grain refinement during severe plastic deformation and subsequent annealing of Al–7% Si. *Materials Science and Engineering: A*. 2008, **493**(1–2), 141–147. doi:10.1016/j.msea.2007.07.096
- [307] MUÑOZ-MORRIS, M.A., N. CALDERÓN, I. GUTIERREZ-URRUTIA a D.G. MORRIS. Matrix grain refinement in Al–TiAl composites by severe plastic deformation: Influence of particle size and processing route. *Materials Science and Engineering: A*. 2006, **425**(1–2), 131–137. doi:10.1016/j.msea.2006.03.027
- [308] RAVI, K.R., M. SARAVANAN, R.M. PILLAI, A. MANDAL, B.S. MURTY, M. CHAKRABORTY a B.C. PAI. Equal channel angular pressing of Al–5wt% TiB₂ in situ composite. *Journal of Alloys and Compounds*. 2008, **459**(1–2), 239–243. doi:10.1016/j.jallcom.2007.05.025
- [309] RAJULAPATI, K.V., R.O. SCATTERGOOD, K.L. MURTY, Z. HORITA, T.G. LANGDON a C.C. KOCH. Mechanical Properties of Bulk Nanocrystalline Aluminum-Tungsten Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2008, **39**(10), 2528–2534. doi:10.1007/s11661-008-9593-3
- [310] KUNČICKÁ, L., T.C. LOWE, C.F. DAVIS, R. KOCICH a M. POHLUDKA. Synthesis of an Al/Al₂O₃ composite by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering A*. 2015, **646**, 234–241. doi:10.1016/j.msea.2015.08.075
- [311] VALIEV, R.Z., N.A. ENIKEEV, M.Y. MURASHKIN, V.U. KAZYKHANOV a X. SAUVAGE. On the origin of the extremely high strength of ultrafine-grained Al alloys produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*. 2010, **63**(9), 949–952. doi:10.1016/j.scriptamat.2010.07.014
- [312] KWON, H., D.H. PARK, J.F. SILVAIN a A. KAWASAKI. Investigation of carbon nanotube reinforced aluminum matrix composite materials. *Composites Science and Technology*. 2010, **70**(3), 546–550. doi:10.1016/j.compscitech.2009.11.025
- [313] LEE, S.-H. a D. HONG. Fabrication and Evaluation of Carbon Nanotube Reinforced Al Matrix Composite by a Powder-in-sheath Rolling Method. *Journal of Korean Powder Metallurgy Institute*. 2014, **21**(1), 50–54. doi:10.4150/KPMI.2014.21.1.50
- [314] HAO, X.-N., H.-P. ZHANG, R.-X. ZHENG, Y.-T. ZHANG, K. AMEYAMA a C.-L. MA. Effect of mechanical alloying time and rotation speed on evolution of CNTs/Al-2024 composite powders. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2014, **24**(7), 2380–2386. doi:10.1016/S1003-6326(14)63360-4
- [315] MORSI, K., A.M.K. ESAWI, S. LANKA, A. SAYED a M. TAHER. Spark plasma extrusion (SPE) of ball-milled aluminum and carbon nanotube reinforced aluminum composite powders. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2010, **41**(2), 322–326. doi:10.1016/j.compositesa.2009.09.028
- [316] NIE, J.-H., C.-C. JIA, N. SHI, Y.-F. ZHANG, Y. LI a X. JIA. Aluminum matrix composites reinforced by molybdenum-coated carbon nanotubes. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*. 2011, **18**(6), 695–702. doi:10.1007/s12613-011-0499-5
- [317] LI, H., A. MISRA, Y. ZHU, Z. HORITA, C.C. KOCH a T.G. HOLESINGER. Processing and characterization of nanostructured Cu-carbon nanotube composites. *Materials Science and Engineering: A*. 2009, **523**(1–2), 60–64. doi:10.1016/j.msea.2009.05.031
- [318] JENEI, P., E.Y. YOON, J. GUBICZA, H.S. KIM, J.L. LÁBÁR a T. UNGÁR. Microstructure and hardness of copper–carbon nanotube composites consolidated by High Pressure Torsion. *Materials Science and Engineering: A*. 2011, **528**(13–14), 4690–4695. doi:10.1016/j.msea.2011.02.066
- [319] QUANG, P., Y.G. JEONG, S.C. YOON, S.H. HONG a H.S. KIM. Consolidation of 1vol.% carbon nanotube reinforced metal matrix nanocomposites via equal channel angular pressing. *Journal of Materials Processing Technology*. 2007, **187–188**, 318–320. doi:10.1016/j.jmatprotec.2006.11.116

- [320] TOKUNAGA, T., K. KANEKO a Z. HORITA. Production of aluminum-matrix carbon nanotube composite using high pressure torsion. *Materials Science and Engineering: A*. 2008, **490**(1–2), 300–304. doi:10.1016/j.msea.2008.02.022
- [321] JOO, S.-H., S.C. YOON, C.S. LEE, D.H. NAM, S.H. HONG a H.S. KIM. Microstructure and tensile behavior of Al and Al-matrix carbon nanotube composites processed by high pressure torsion of the powders. *Journal of Materials Science*. 2010, **45**(17), 4652–4658. doi:10.1007/s10853-010-4382-y
- [322] TOKUNAGA, T., K. KANEKO, K. SATO a Z. HORITA. Microstructure and mechanical properties of aluminum–fullerene composite fabricated by high pressure torsion. *Scripta Materialia*. 2008, **58**(9), 735–738. doi:10.1016/j.scriptamat.2007.12.010
- [323] RAVI, K.R., M. SARAVANAN, R.M. PILLAI, A. MANDAL, B.S. MURTY, M. CHAKRABORTY a B.C. PAI. Equal channel angular pressing of Al–5wt% TiB₂ in situ composite. *Journal of Alloys and Compounds*. 2008, **459**(1–2), 239–243. doi:10.1016/j.jallcom.2007.05.025
- [324] SUN, Y. F., H. FUJII, N. TSUJI, Y. TODAKA a M. UMEMOTO. Fabrication of ZrAlNiCu bulk metallic glass composites containing pure copper particles by high-pressure torsion. *Journal of Alloys and Compounds*. 2010, **492**(1–2), 149–152. doi:10.1016/j.jallcom.2009.11.135
- [325] KÜNDIG, A.A., T. SCHWEIZER, E. SCHAFLER a J.F. LÖFFLER. Metallic glass/polymer composites by co-processing at similar viscosities. *Scripta Materialia*. 2007, **56**(4), 289–292. doi:10.1016/j.scriptamat.2006.10.019
- [326] USCINOWICZ, R. Impact of temperature on shear strength of single lap Al–Cu bimetallic joint. *Composites Part B: Engineering*. 2013, **44**(1), 344–356. doi:10.1016/j.compositesb.2012.04.073
- [327] YILAMU, K., R. HINO, H. HAMASAKI a F. YOSHIDA. Air bending and springback of stainless steel clad aluminum sheet. *Journal of Materials Processing Technology*. 2010, **210**(2), 272–278. doi:10.1016/j.jmatprotec.2009.09.010
- [328] INOUE, J., A. SADEGHI, N. KYOKUTA, T. OHMORI a T. KOSEKI. Multilayer Mg–Stainless Steel Sheets, Microstructure, and Mechanical Properties. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2017, **48**(5), 2483–2495. doi:10.1007/s11661-017-3997-x
- [329] FRONCZEK, D.M., J. WOJEWODA-BUDKA, R. CHULIST, A. SYPIEN, A. KORNEVA, Z. SZULC, N. SCHELL a P. ZIEBA. Structural properties of Ti/Al clads manufactured by explosive welding and annealing. *Materials & Design*. 2016, **91**, 80–89. doi:10.1016/J.MATDES.2015.11.087
- [330] HA, J.S. a S.I. HONG. Deformation and fracture of Ti/439 stainless steel clad composite at intermediate temperatures. *Materials Science and Engineering: A*. 2016, **651**, 805–809. doi:10.1016/j.msea.2015.11.041
- [331] XU, H., C. LIU, V.V. SILBERSCHMIDT, S.S. PRAMANA, T.J. WHITE, Z. CHEN a V.L. ACOFF. Behavior of aluminum oxide, intermetallics and voids in Cu–Al wire bonds. *Acta Materialia*. 2011, **59**(14), 5661–5673. doi:10.1016/J.ACTAMAT.2011.05.041
- [332] LEE, J.S., H.T. SON, I.H. OH, C.S. KANG, C.H. YUN, S.C. LIM a H.C. KWON. Fabrication and characterization of Ti–Cu clad materials by indirect extrusion. *Journal of Materials Processing Technology*. 2007, **187–188**, 653–656. doi:10.1016/j.jmatprotec.2006.11.144
- [333] KAZANOWSKI, P., M.E. EPLER a W.Z. MISIOLEK. Bi-metal rod extrusion—process and product optimization. *Materials Science and Engineering: A*. 2004, **369**(1–2), 170–180. doi:10.1016/J.MSEA.2003.11.002
- [334] GUEYDAN, A., B. DOMENGÈS a E. HUG. Study of the intermetallic growth in copper-clad aluminum wires after thermal aging. *Intermetallics*. 2014, **50**, 34–42. doi:10.1016/j.intermet.2014.02.007
- [335] ROSHAN, M.R., M. MIRZAEI a S.A. JENABALI JAHROMI. Microstructural

- characteristics and tensile properties of nano-composite Al 2014/4wt.% Al₂O₃ produced from machining chips. *Journal of Alloys and Compounds*. 2013, **569**, 111–117. doi:10.1016/j.jallcom.2013.03.182
- [336] KIM, W.N. a S.I. HONG. Interactive deformation and enhanced ductility of tri-layered Cu/Al/Cu clad composite. *Materials Science and Engineering: A*. 2016, **651**, 976–986. doi:10.1016/J.MSEA.2015.11.062
- [337] MOVAHEDI, M., A.H. KOKABI a S.M. SEYED REIHANI. Investigation on the bond strength of Al-1100/St-12 roll bonded sheets, optimization and characterization. *Materials & Design*. 2011, **32**(6), 3143–3149. doi:10.1016/J.MATDES.2011.02.057
- [338] MASAHASHI, N., K. KOMATSU, S. WATANABE a S. HANADA. Microstructure and properties of iron aluminum alloy/CrMo steel composite prepared by clad rolling. *Journal of Alloys and Compounds*. 2004, **379**(1–2), 272–279. doi:10.1016/J.JALLCOM.2004.02.043
- [339] LIU, J.-J., Z.-J. CHEN, Z.-S. ZHOU, T.-Q. MO, P.-J. WANG a W.-J. HE. Microstructure evolution, mechanical properties and tailoring of coefficient of thermal expansion for Cu/Mo/Cu clad sheets fabricated by hot rolling. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2022, **32**(7), 2290–2308. doi:10.1016/S1003-6326(22)65948-X
- [340] KIM, I.-K. a S.I. HONG. Roll-Bonded Tri-Layered Mg/Al/Stainless Steel Clad Composites and their Deformation and Fracture Behavior. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2013, **44**(8), 3890–3900. doi:10.1007/s11661-013-1697-8
- [341] POLYANSKII, S. N. a V. S. KOLNOGOROV. Cladded Steel for the Oil and Gas Industries. *Chemical and Petroleum Engineering*. 2002, **38**(11/12), 703–707. doi:10.1023/A:1023355018056
- [342] ZHANG, S., H. XIAO, H. XIE a L. GU. The preparation and property research of the stainless steel/iron scrap clad plate. *Journal of Materials Processing Technology*. 2014, **214**(6), 1205–1210. doi:10.1016/j.jmatprotec.2014.01.006
- [343] LI, X., G. ZU a P. WANG. Effect of strain rate on tensile performance of Al/Cu/Al laminated composites produced by asymmetrical roll bonding. *Materials Science and Engineering: A*. 2013, **575**, 61–64. doi:10.1016/J.MSEA.2013.03.056
- [344] LI, X.B., G.Y. ZU a P. WANG. High strain rate tensile performance and microstructural evolution of Al/Cu laminated composite under dynamic loading. *Materials Science and Engineering: A*. 2014, **612**, 89–95. doi:10.1016/j.msea.2014.06.032
- [345] ESCHKE, A., J. SCHARNWEBER, C.-G. OERTEL, W. SKROTZKI, T. MARR, J. ROMBERG, J. FREUDENBERGER, L. SCHULTZ, I. OKULOV, U. KÜHN a J. ECKERT. Texture development in Ti/Al filament wires produced by accumulative swaging and bundling. *Materials Science and Engineering: A*. 2014, **607**, 360–367. doi:10.1016/J.MSEA.2014.04.003
- [346] MARTINSEN, K., S.J. HU a B.E. CARLSON. Joining of dissimilar materials. *CIRP Annals*. 2015, **64**(2), 679–699. doi:10.1016/J.CIRP.2015.05.006
- [347] KHODDAM, S., Y. ESTRIN, H.S. KIM a O. BOUAZIZ. Torsional and compressive behaviours of a hybrid material: Spiral fibre reinforced metal matrix composite. *Materials & Design*. 2015, **85**, 404–411. doi:10.1016/J.MATDES.2015.06.165
- [348] KHODDAM, S., T. SAPANATHAN, S. ZAHIRI, P.D. HODGSON, A. ZAREI-HANZAKI a R. IBRAHIM. Inner Architecture of Bonded Splats under Combined High Pressure and Shear. *Advanced Engineering Materials*. 2016, **18**(4), 501–505. doi:10.1002/adem.201500418
- [349] KUNČICKÁ, L., R. KOCICH, J. DRÁPALA a V.A. ANDREYACHSHENKO. FEM simulations and comparison of the ecap and ECAP-PBP influence on Ti6Al4V alloy's deformation behaviour. *METAL 2013: 22nd International Conference on Metallurgy and Materials*. Brno, Czech Republic. 2013, 391–396.
- [350] JAMAATI, R., M.R. TOROGHINEJAD, M. HOSEINI a J.A. SZPUNAR. Texture

- development in Al/Al₂O₃ MMCs produced by anodizing and ARB processes. *Materials Science and Engineering: A*. 2011, **528**(10–11), 3573–3580.
doi:10.1016/j.msea.2011.01.056
- [351] HAN, W., M.J. DEMKOWICZ, N.A. MARA, E. FU, S. SINHA, A.D. ROLLETT, Y. WANG, J.S. CARPENTER, I.J. BEYERLEIN a A. MISRA. Design of Radiation Tolerant Materials Via Interface Engineering. *Advanced Materials*. 2013, **25**(48), 6975–6979.
doi:10.1002/adma.201303400
- [352] LU, K. Making strong nanomaterials ductile with gradients. *Science*. 2014, **345**(6203), 1455–1456. doi:10.1126/science.1255940
- [353] MA, X.L., C.X. HUANG, W.Z. XU, H. ZHOU, X.L. WU a Y.T. ZHU. Strain hardening and ductility in a coarse-grain/nanostructure laminate material. *Scripta Materialia*. 2015, **103**, 57–60. doi:10.1016/J.SCRIPTAMAT.2015.03.006
- [354] MA, X., C. HUANG, J. MOERING, M. RUPPERT, H.W. HÖPPEL, M. GÖKEN, J. NARAYAN a Y. ZHU. Mechanical properties of copper/bronze laminates: Role of interfaces. *Acta Materialia*. 2016, **116**, 43–52. doi:10.1016/J.ACTAMAT.2016.06.023
- [355] MARA, N.A. a I.J. BEYERLEIN. Review: effect of bimetal interface structure on the mechanical behavior of Cu–Nb fcc–bcc nanolayered composites. *Journal of Materials Science*. 2014, **49**(19), 6497–6516. doi:10.1007/s10853-014-8342-9
- [356] NG, H.P., T. PRZYBILLA, C. SCHMIDT, R. LAPOVOK, D. ORLOV, H.-W. HÖPPEL a M. GÖKEN. Asymmetric accumulative roll bonding of aluminium–titanium composite sheets. *Materials Science and Engineering: A*. 2013, **576**, 306–315.
doi:10.1016/j.msea.2013.04.027
- [357] LI, B., Y. SHEN, L. LUO a W. HU. Effects of processing variables and heat treatments on Al/Ti-6Al-4V interface microstructure of bimetal clad-plate fabricated via a novel route employing friction stir lap welding. *Journal of Alloys and Compounds*. 2016, **658**, 904–913.
doi:10.1016/j.jallcom.2015.10.288
- [358] QI, Y., R. LAPOVOK a Y. ESTRIN. Microstructure and electrical conductivity of aluminium/steel bimetallic rods processed by severe plastic deformation. *Journal of Materials Science*. 2016, **51**(14), 6860–6875. doi:10.1007/s10853-016-9973-9
- [359] JAFARLOU, D.M., E. ZALNEZHAD, M.A. EZAZI, N.A. MARDI a M.A. HASSAN. The application of equal channel angular pressing to join dissimilar metals, aluminium alloy and steel, using an Ag–Cu–Sn interlayer. *Materials & Design*. 2015, **87**, 553–566.
doi:10.1016/j.matdes.2015.08.062
- [360] KUNČICKÁ, L., R. KOCICH, P. KAČOR, M. JAMBOR a M. MAREK. Characterising Correlations between Electric Conductivity and Structural Features in Rotary Swaged Al/Cu Laminated Conductors. *Materials*. 2022, **15**(3), 1003. doi:10.3390/ma15031003
- [361] KIM, H. a S.I. HONG. Deformation and fracture of diffusion-bonded Cu–Ni–Zn/Cu–Cr layered composite. *Materials & Design*. 2015, **67**, 42–49.
doi:10.1016/J.MATDES.2014.11.005
- [362] KOCICH, R., A. MACHÁČKOVÁ, L. KUNČICKÁ a F. FOJTÍK. Fabrication and characterization of cold-swaged multilayered Al-Cu clad composites. *Materials and Design*. 2015, **71**, 36–47. doi:10.1016/j.matdes.2015.01.008
- [363] LI, X., G. ZU, M. DING, Y. MU a P. WANG. Interfacial microstructure and mechanical properties of Cu/Al clad sheet fabricated by asymmetrical roll bonding and annealing. *Materials Science and Engineering: A*. 2011, **529**(1), 485–491.
doi:10.1016/J.MSEA.2011.09.087
- [364] HOHENWARTER, A. Incremental high pressure torsion as a novel severe plastic deformation process: Processing features and application to copper. *Materials Science and Engineering: A*. 2015, **626**, 80–85. doi:10.1016/j.msea.2014.12.041
- [365] PEREIRA, P.H.R., R.B. FIGUEIREDO, Y. HUANG, P.R. CETLIN a T.G. LANGDON. Modeling the temperature rise in high-pressure torsion. *Materials Science and Engineering:*

- A. 2014, **593**, 185–188. doi:10.1016/j.msea.2013.11.015
- [366] ESLAMI, P., A. KARIMI TAHERI a M. ZEBARDAST. A Comparison Between Cold-Welded and Diffusion-Bonded Al/Cu Bimetallic Rods Produced by ECAE Process. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2013, **22**(10), 3014–3023. doi:10.1007/s11665-013-0591-2
- [367] EIVANI, A.R. a A. Karimi TAHERI. A new method for producing bimetallic rods. *Materials Letters*. 2007, **61**(19–20), 4110–4113. doi:10.1016/j.matlet.2007.01.046
- [368] KUNČICKÁ, L. a R. KOCICH. Effect of activated slip systems on dynamic recrystallization during rotary swaging of electro-conductive Al-Cu composites. *Materials Letters*. 2022, **321**, 10–13. doi:10.1016/j.matlet.2022.132436
- [369] KUNČICKÁ, L., R. KOCICH, G. NÉMETH, K. DVOŘÁK a M. PAGÁČ. Effect of post process shear straining on structure and mechanical properties of 316 L stainless steel manufactured via powder bed fusion. *Additive Manufacturing*. 2022, **59**, 103128. doi:10.1016/j.addma.2022.103128
- [370] KUNČICKÁ, L. a R. KOCICH. Comprehensive characterisation of a newly developed Mg-Dy-Al-Zn-Zr alloy structure. *Metals*. 2018, **8**(1). doi:10.3390/met8010073
- [371] KUNČICKÁ, L., R. KOCICH, C. HERVOCHES a A. MACHÁČKOVÁ. Study of structure and residual stresses in cold rotary swaged tungsten heavy alloy. *Materials Science and Engineering A*. 2017, **704**, 25–31. doi:10.1016/j.msea.2017.07.096
- [372] BEAUSIR, B. a J. J. FUNDENBERGER. *Analysis Tools for Electron and X-ray diffraction, ATEX - software*, www.atex-software.eu. Metz, France: Université de Lorraine. 2017
- [373] KUNČICKÁ, L., M. JOPEK, R. KOCICH a K. DVOŘÁK. Determining Johnson-Cook Constitutive Equation for Low-Carbon Steel via Taylor Anvil Test. *Materials*. 2021, **14**(17), 4821. doi:10.3390/ma14174821
- [374] KUNČICKÁ, L., R. KOCICH a Z. KLEČKOVÁ. Effects of Sintering Conditions on Structures and Properties of Sintered Tungsten Heavy Alloy. *Materials*. 2020, **13**(10), 2338.
- [375] MACHÁČKOVÁ, A., L. KRÁTKÁ, R. PETRMICHL, L. KUNČICKÁ a R. KOCICH. Affecting Structure Characteristics of Rotary Swaged Tungsten Heavy Alloy Via Variable deformation temperature. *Materials*. 2019, **12**(24), 4200. doi:10.3390/ma12244200
- [376] RAVI KIRAN, U., S. VENKAT, B. RISHIKESH, V. K. IYER, M. SANKARANARAYANA a T. K. NANDY. Effect of tungsten content on microstructure and mechanical properties of swaged tungsten heavy alloys. *Materials Science and Engineering A*. 2013, **582**, 389–396. doi:10.1016/j.msea.2013.06.041
- [377] KUNČICKÁ, L., A. MACHÁČKOVÁ, R. PETRMICHL, Z. KLEČKOVÁ a M. MAREK. Optimizing Induction Heating of WNiCo Billets Processed via Intensive Plastic Deformation. *Applied Sciences*. 2020, **10**, 8125.
- [378] STRUNZ, P., R. KOCICH, D. CANELO-YUBERO, A. MACHÁČKOVÁ, P. BERAN a L. KRÁTKÁ. Texture and Differential Stress Development in W/Ni-Co Composite after Rotary Swaging. *Materials*. 2020, **13**(12), 2869. doi:10.3390/ma13122869
- [379] CANELO-YUBERO, D., R. KOCICH, C. HERVOCHES, P. STRUNZ, L. KUNČICKÁ a L. KRÁTKÁ. Neutron Diffraction Study of Residual Stresses in a W–Ni–Co Heavy Alloy Processed by Rotary Swaging at Room and High Temperatures. *Metals and Materials International*. 2021, 1–12. doi:10.1007/s12540-020-00963-8
- [380] KOCICH, R., L. KUNČICKÁ, P. KRÁL a P. STRUNZ. Characterization of innovative rotary swaged Cu-Al clad composite wire conductors. *Materials and Design*. 2018, **160**, 828–835. doi:10.1016/j.matdes.2018.10.027
- [381] STRUNZ, P., L. KUNČICKÁ, R. KOCICH, G. FARKAS, A. MACHÁČKOVÁ a V. RYUKHTIN. Neutron Diffraction Study of Ti–Zr Alloy Microstructure Evolution during Annealing after Severe Plastic Deformation. *Journal of Surface Investigation*. 2020, **14**. doi:10.1134/S1027451020070459
- [382] STRUNZ, P., L. KUNČICKÁ, P. BERAN, R. KOCICH a C. HERVOCHES. Correlating

- Microstrain and Activated Slip Systems with Mechanical Properties within Rotary Swaged WNiCo Pseudoalloy. *Materials*. 2020, **13**(1), 208. doi:10.3390/ma13010208
- [383] ENGLER, O. a V. RANDLE. *Introduction to Texture Analysis, Macrotexture, Microtexture, and Orientation Mapping*. 2nd vyd. B.m.: Taylor and Francis Group, 2010. ISBN 9781420063653.
- [384] KOCICH, R., L. KUNČICKÁ, C.F DAVIS, T.C. LOWE, I. SZURMAN a A. MACHÁČKOVÁ. Deformation behavior of multilayered Al-Cu clad composite during cold-swaging. *Materials and Design*. 2016, **90**, 379–388. doi:10.1016/j.matdes.2015.10.145
- [385] KOCICH, R., L. KUNČICKÁ, A. MACHÁČKOVÁ a M. ŠOFER. Improvement of mechanical and electrical properties of rotary swaged Al-Cu clad composites. *Materials and Design*. 2017, **123**, 137–146. doi:10.1016/j.matdes.2017.03.048
- [386] KUNČICKÁ, L., R. KOCICH, P. KAČOR, M. JAMBOR a M. JOPEK. Influence of (Sub) Structure Development within Rotary Swaged Al–Cu Clad Conductors on Skin Effect during Transfer of Alternating Current. *Materials*. 2022, **15**(2). doi:10.3390/ma15020650
- [387] VERLINDEN, B., J. DRIVER, I. SAMAJDAR a R.D. DOHERTY. *Thermo-mechanical processing of metallic materials*. Amsterdam: Elsevier, 2007. ISBN 9780080444970.
- [388] KOCICH, R., A. MACHÁČKOVÁ, L. KUNČICKÁ a F. FOJTÍK. Fabrication and characterization of cold-swaged multilayered Al–Cu clad composites. *Materials & Design*. 2015, **71**, 36–47. doi:10.1016/j.matdes.2015.01.008
- [389] LU, Y., M.A. GHARGHOURI a F. TAHERI. Effect of texture on acoustic emission produced by slip and twinning in AZ31B magnesium alloy. *Nondestructive Testing and Evaluation*. 2008, **23**(2), 141–161. doi:10.1080/10589750802002632
- [390] KUNČICKÁ, L., R. KOCICH, K. DVOŘÁK a A. MACHÁČKOVÁ. Rotary swaged laminated Cu-Al composites: Effect of structure on residual stress and mechanical and electric properties. *Materials Science and Engineering: A*. 2019, **742**, 743–750. doi:10.1016/j.msea.2018.11.026
- [391] KUNČICKÁ, L., R. KOCICH, P. STRUNZ a A. MACHÁČKOVÁ. Texture and residual stress within rotary swaged Cu/Al clad composites. *Materials Letters*. 2018, **230**, 88–91. doi:10.1016/j.matlet.2018.07.085
- [392] BEYERLEIN, I.J. a L.S. TÓTH. Texture evolution in equal-channel angular extrusion. *Progress in Materials Science*. 2009, **54**(4), 427–510. doi:10.1016/j.pmatsci.2009.01.001
- [393] KOCICH, R. Effects of twist channel angular pressing on structure and properties of bimetallic Al/Cu clad composites. *Materials and Design*. 2020, **196**, 109255. doi:10.1016/j.matdes.2020.109255
- [394] BEYGELZIMER, Y., V. VARYUKHIN, S. SYNKOV a D. ORLOV. Useful properties of twist extrusion. *Materials Science and Engineering A*. 2009, **503**, 14–17. doi:10.1016/j.msea.2007.12.055
- [395] KUNČICKÁ, L. a Z. KLEČKOVÁ. Structure Characteristics Affected by Material Plastic Flow in Twist Channel Angular Pressed Al/Cu Clad Composites. *Materials*. 2020, **13**(18), 4161. doi:10.3390/ma13184161
- [396] TOTH, L.S., P. GILORMINIS a J.J. JONAS. *Effect of rate sensitivity on the stability of torsion textures*. 1988.
- [397] KOCICH, R. Deformation Behavior of Al/Cu Clad Composite During Twist Channel Angular Pressing. *Materials*. 2020, **13**(18), 4047. doi:10.3390/ma13184047
- [398] ROLLETT, A., F. HUMPHREYS, G.S. ROHRER a M. HATHERLY. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena: Second Edition*. B.m.: Elsevier Ltd, 2004. ISBN 9780080441641. doi:10.1016/B978-0-08-044164-1.X5000-2