

VĚDECKÉ SPISY VYSOKÉHO UČENÍ TECHNICKÉHO V BRNĚ

Edice PhD Thesis, sv. 390

ISSN 1213-4198

thesis
S
IS

Ing. Jiří Dvořák

**Příprava a vlastnosti
ultrajemnozrnného hliníku
tvářeného intenzivní
plastickou deformací**

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství

Ing. Jiří Dvořák

**PŘÍPRAVA A VLASTNOSTI
ULTRAJEMNOZRNNÉHO HLINÍKU
TVÁŘENÉHO INTENZIVNÍ PLASTICKOU
DEFORMACÍ**

**FABRICATION AND PROPERTIES OF
ULTRAFINE-GRAINED ALUMINIUM
PROCESSED BY SEVERE PLASTIC
DEFORMATION**

ZKRÁCENÁ VERZE PH.D. THESIS

Obor: Kovové materiály
Školitel: Prof. Ing. Václav Sklenička, DrSc.
Oponenti: Prof. Ing. Karel Stránský, DrSc.
Prof. RNDr. Jan Vřešťál, DrSc.
Prof. RNDr. Pavel Lukáč, DrSc., Dr.h.c.
Datum obhajoby: 6. 3. 2006

KLÍČOVÁ SLOVA

smyková deformace při bezkontrakčním protlačování (ECAP), hliník, creep, intenzivní plastická deformace, ultrajemnozrný materiál

KEY WORDS

equal channel angular pressing (ECAP), aluminium, creep, severe plastic deformation, ultrafine-grained material

MÍSTO ULOŽENÍ PRÁCE:

Disertační práce je uložena na oddělení vědy a výzkumu
VUT FSI Brno
Technická 2
616 69

OBSAH

OBSAH	3
1 ÚVOD	5
2 SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY	5
3 FORMULACE CÍLŮ DOKTORSKÉ PRÁCE	6
3.1 Cíle práce	6
4 ZVOLENÉ METODY ZPRACOVÁNÍ	7
4.1 ECAP technika	7
4.2 Volba experimentálního materiálu	9
4.3 Postup experimentálních prací	9
5 HLAVNÍ VÝSLEDKY PRÁCE	10
5.1 Konstrukce tvářecího přípravku pro ECAP techniku	10
5.2 Charakterizace UFG hliníku po aplikaci ecap	12
5.2.1 Mikrostruktura stavu po ECAP	12
5.2.2 Měření mikrotvrdosti	12
5.2.3 Mechanické zkoušky v tahu	13
5.3 Mikrostrukturní stabilita a creepové chování ufg hliníku	14
5.3.1 Mikrostrukturní stabilita	14
5.3.2 Mechanické zkoušky žíhaného ECAP hliníku	14
5.3.3 Výsledky creepových zkoušek v tlaku	14
5.3.4 Výsledky creepových zkoušek v tahu	15
5.4 Pokluzy po hranicích zrn a aktivační analýza creepových dat ECAP hliníku	17
5.4.1 Pokluzy po hranicích zrn (GBS)	17
5.4.2 Napětíová závislost rychlosti creepu a creepové expozice	18
5.4.3 Teplotní závislost rychlosti creepu	19
6 ZÁVĚR	20
7 SUMMARY	21
8 LITERATURA	22
9 SEZNAM AUTOROVÝCH PUBLIKACÍ A PREZENTACÍ ZAMĚŘENÝCH NA SLEDOVANOU PROBLEMATIKU	23
10 AUTOROVO CURRICULUM VITAE	27

1 ÚVOD

Je velmi dobře známo, že plastická deformace má významný vliv na mikrostrukturu a materiálové vlastnosti. Zjemňování mikrostruktury a tvorba zrn, subzrn a fragmentů v průběhu průmyslového válcování a tažení, může vést ke zlepšení zejména mechanických vlastností, například pevnosti. Nicméně, toto zvýšení je obvykle doprovázeno ztrátou plastických vlastností. Bylo ukázáno [1], že vzniku ultrajemnozrné struktury je možné dosáhnout použitím intenzivní plastické deformace (SPD), tj. intenzivní plastickou deformací za působení vysokého tlaku o několika GPa.

Objemové nanostrukturní i ultrajemnozrné materiály, zhotovené metodami intenzivní plastické deformace, poskytují řadu unikátních vlastností [1]. V průběhu posledních let byla navržena řada chemických a fyzikálních metod přípravy UFG materiálů [2]. UFG materiály, připravené SPD technikami, představují novou skupinu materiálů s neobvyklou strukturou a v řadě ohledů s vyjímečnými fyzikálními vlastnostmi ve srovnání s konvenčními polykrystalickými materiály. Proto je výzkumu UFG materiálů, zhotovených SPD technikami, věnována celosvětově vzrůstající intenzivní pozornost.

2 SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY

Při přípravě UFG materiálů o větším objemu jsou zpravidla voleny dva rozdílné přístupy. V prvním případě jde o zhotovení UFG materiálů z jednotlivých nanometrických komponent, např. nanočástic. Typickým příkladem jsou technologie, založené na principu práškové metalurgie. Kritickým a ne zcela vyřešeným problémem je konsolidace či zhutňování nanočástic v objemu UFG materiálů. Druhý postup přípravy UFG materiálů spočívá v aplikaci intenzivní (lokální) plastické deformace u polykrystalického kovu či slitiny o standardní velikosti zrna (tj. desítky či stovky mikrometrů). Ačkoliv byla předložena značná paleta variantních metod na principu tvářecích procesů zejména válcování, povzbudivých výsledků bylo dosaženo pouze při aplikaci metod intenzivní lokální plastické deformace dvěma postupy: a) torzní deformací při vysokém tlaku (high pressure torsion, dále HPT), či b) smykovou deformací při bezkontrakčním protlačování (equal channel angular pressing, dále ECAP).

Pomocí obou technik (HPT a ECAP) můžeme dosáhnout skutečné deformace materiálu ~ 100% či dokonce vyšší bez znatelného poškození integrity struktury materiálu. Aplikace obou technik se zpravidla uskutečňuje při relativně nízkých teplotách (menších než $0,4 T_m$, kde T_m je teplota tavení). Výsledná velikost UFG zrna se zpravidla pohybuje ve stovkách nanometrů. V současné době byly SPD techniky zvládnuty u širokého spektra materiálů, počínaje čistými polykrystalickými kovy (např. Al, Cu, Mg) a jejich tuhými roztoky, přes různé třídy ocelí a konče částicovými kompozitními materiály s kovovou maticí [1]. Podstatné zvýšení výsledných mechanických, elektromagnetických, chemických a dalších vlastností

oproti polykrystalům se standardní velikostí zrna je však výrazně determinováno volbou typu SPD techniky, případně zvoleným režimem aplikace.

3 FORMULACE CÍLŮ DOKTORSKÉ PRÁCE

3.1 CÍLE PRÁCE

Disertační práce je orientována na problematiku krátkodobého či dlouhodobého vlivu teploty na mechanické vlastnosti vybraných UFG materiálů za současného působení vnějšího konstantního tahového zatížení či konstantního tlakového napětí. Jak již bylo uvedeno, přestože je vliv těchto faktorů velmi výrazný a v praxi závažný, byl dosud proveden velmi omezený počet studií creepového chování UFG materiálů [3–5]. K dalšímu vývoji a zdokonalení UFG materiálů a k jejich širšímu uplatnění je proto nezbytná hlubší znalost mechanismů creepové deformace UFG materiálů, připravených různými postupy SPD technik. Proto hlavním cílem disertační práce je popis a vysvětlení creepového chování UFG hliníku vysoké čistoty, tj. za podmínek jeho statického namáhání za zvýšených teplot, a určení rozhodujících mechanismů creepové deformace tohoto materiálu. Pro řešení cílů disertační práce byl pro experimentální zkoušky zvolen hliník o čistotě 99,99%, jehož strukturní charakteristiky po různých postupech ECAP metodou byly ve značné míře popsány v odborné literatuře.

Dalším problémem je nedostatek poznatků o vzájemném vztahu deformačních a degradačních mechanismů a mikrostrukturní stabilitě UFG materiálů. K objasnění tohoto vztahu a k optimalizaci návrhu procesního postupu je tedy naléhavě potřebný rozsáhlý experimentální a teoretický výzkum. Příspěvkem k řešení takto pojatého výzkumu je provedení systematické studie mikrostruktury a creepových vlastností zvoleného UFG hliníku.

Pro splnění těchto cílů bylo třeba navrhnout zařízení, umožňující samotnou přípravu UFG materiálů a zajistit tak možnost zpětného využití získaných poznatků pro optimalizaci procesní fáze.

Cíle disertační práce můžeme shrnout do následujících bodů:

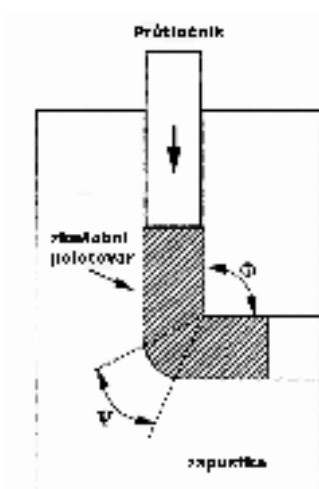
- Návrh a zhotovení různých typů ECAP přípravků (průřezový profil kanálů, varianty úhlu svíraného kanály, kompatibilita přípravku se zkušebním strojem Zwick atd.).
- Další rozvoj ECAP techniky (aplikace různých procesních postupů).
- Příprava a výroba ECAP vzorků pro metalografii a creepové testy.
- Mikrostrukturní výzkum výchozího stavu, stavu po aplikaci techniky ECAP, po statickém žíhání a po creepových zkouškách.
- Mechanické vlastnosti v tahu a creepové zkoušky (při teplotním rozmezí 150 – 250°C, při jednoosém konstantním tahovém zatížení a konstantním tlakovém napětí).
- Příspěvek k fyzikálnímu modelu vzniku UFG mikrostruktury a představ o deformačních a degradačních creepových mechanismech u UFG hliníku.

4 ZVOLENÉ METODY ZPRACOVÁNÍ

Přes povzbudivé výsledky při přípravě UFG materiálů pomocí HPT techniky zůstává jejím nedostatkem dosažení relativně malého rozměru či objemu tvářeného materiálu. Experimentální výsledky rovněž svědčí o tom, že dosažení přijatelné homogenity HPT materiálu je značně pracné [6] a v řadě případů se žádaného výsledku nedosáhne. Je to způsobeno rozdílností dosažené deformace ve středu vzorku a na jeho okraji. V poslední době byly předloženy výsledky úspěšných experimentů, spočívajících ve využití HPT metody při konsolidaci nanometrických prášků [7]. Během torzní deformace při pokojové teplotě a tlaku několika GPa bylo dosaženo nanometrického materiálu o hustotě téměř 100%. Zdá se, že tento směr použití HPT technik má před sebou velmi dobrou perspektivu. Nicméně rozhodující význam při hromadné přípravě UFG materiálů pro industriální využití má zřejmě aplikace smykové deformace při bezkontrakčním protlačování – ECAP technika, která byla následně použita i při realizaci cílů disertační práce.

4.1 ECAP TECHNIKA

Princip metody ECAP navrhli V.M.Segal a jeho spolupracovníci [8] na začátku 80-tých let. V průběhu 90-tých let R.Z.Valiev a jeho spolupracovníci [9] poprvé rozvinuli a aplikovali techniku ECAP jako SPD techniku pro vytvoření mikrostruktury s výskytem submikrometrické a nanometrické velikosti zrna. ECAP technika se stala důležitou technikou pro zjemnění zrna nejen u kovů, ale např. i u kompozitů s kovovou maticí. V posledních několika letech je technika ECAP efektivně využívána pro přípravu UFG materiálů s optimální mikrostrukturou a texturou poskytující vyšší pevnost při nižší hmotnosti materiálu. Hlavní výhodou této techniky je zachování přibližně stejného průřezu polotovaru materiálu před a po deformaci. Další předností ECAP techniky je i možnost vytvořit relativně velký objem UFG materiálu s nulovou pórovostí a vyšší pevností a houževnatostí oproti



Obr. 1 Princip metody ECAP

materiálům se standardní velikostí zrna. Základní princip popisované techniky je ilustrován na obr.1. Tvářecí nástroj tvoří blok (zápustka) se dvěma protínajícími se extruzními kanály o téměř stejném (kruhovém či čtvercovém) průřezu. Polotovár materiálu, potřeny vhodným lubrikátorem, je vložen do vertikálního (vstupního) kanálu a tlakem průtlačníku protlačen do horizontálního (výstupního) kanálu pod úhlem Φ . Za těchto podmínek se polotovár pohybuje kanálem jako tuhé těleso a lokálního přetváření je dosaženo intenzivní smykovou plastickou deformací v průsečkové rovině obou kanálů. Takto je celý polotovár (s výjimkou malých oblastí na okrajích) deformován homogenním způsobem. Intenzita plastické deformace je závislá na úhlu, který kanály svírají. Přednostně se používají úhly 90° , 120° a 150° , přičemž podle empirických poznatků je největší deformace dosaženo při úhlu 90° [10–12]. V tomto případě je dosaženo při prvním průchodu ekvivalentní deformace ~ 1 bez redukce počátečního průřezu vzorku.

Analýzy ukazují, že působící tlak (p) a přírůstek deformace $\Delta\varepsilon_i$, kterým je materiál podroben po průchodu rovinou smyku, jsou funkcí úhlu ($2\varphi = \Phi$) mezi oběma kanály a kluzového napětí (Y):

$$\frac{p}{Y} = \Delta\varepsilon_i = \frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \cot g \frac{\Phi}{2}. \quad (1)$$

Při vícenásobných průchodech lze dosáhnout velmi velkých efektivních deformací v objemu materiálu. Je zde rovněž řada možností pro vytvoření různých struktur a textur v stejném materiálu modifikací smykových rovin a směru smyku při jednotlivých průchodech. Mezi řadou možných situací lze při vícenásobných průchodech materiálu aplikovat tři rozdílné mezní případy v závislosti na rotaci vzorku mezi jednotlivými tvářecími operacemi. Z literatury vyplývá, že provedené rotace mají zásadní význam na dosaženou mikrostrukturu materiálu, ale především na jeho výslednou mikrotexturu [11].

Možné aplikované postupy jsou následující (obr.2) [1]:

postup A – orientace polotovaru se nemění, k rotaci mezi jednotlivými průchody nedochází; **postup B** – polotovár je otočen o 90° před následným průchodem a konečně **postup C** – rotace představuje 180° mezi jednotlivými průchody. Postup B můžeme dále rozdělit v závislosti na směru rotace na **postup B_A** (rotace střídavě o $\pm 90^\circ$) či **postup B_C** (rotace o 90° vždy v jednom směru).

Je evidentní, že pomocí ECAP techniky lze při průchodu dosáhnout velké a jednotné intenzity deformace v materiálu při nízkém tlaku a namáhání bez redukce počátečního průřezu polotovaru. Tato výhoda je ještě výraznější, porovnáme-li techniku ECAP se současnými procesy průmyslového tváření kovů.

Výhody úhlového protlačování jsou patrnější zejména při vícenásobném průchodu materiálu zápustkou. Díky tomu, že při tváření nedochází ke změně průřezu polotovaru, lze celý proces snadno několikrát opakovat a celková úroveň kumulované deformace odpovídá příslušnému počtu absolvovaných průchodů.

4.2 VOLBA EXPERIMENTÁLNÍHO MATERIÁLU

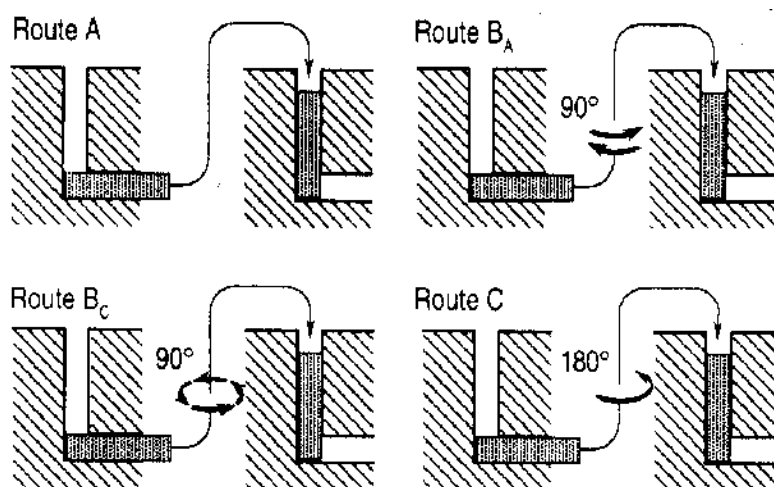
Jako zkušební materiál byl zvolen hliník o čistotě 4 N (99,99%), válcovaný za tepla a dodaný ve formě pásu o průřezu $45 \times 100 \times 500 \text{ mm}^3$. Z takto dodaného materiálu byly nařezány hranoly o průřezu $9,9 \times 9,9 \text{ mm}^2$ a délce 75 mm tak, že podélná osa byla rovnoběžná se směrem válcování. Takto získané hranoly byly později použity pro následné tváření technikou ECAP.

U získaného materiálu v dodaném stavu byla světelnou mikroskopií zjišťovaná velikost zrna, která se pohybovala v rozmezí od 3 do 7 μm . Zrna byla částečně orientována v důsledku předcházejících tvářecích deformací.

4.3 POSTUP EXPERIMENTÁLNÍCH PRACÍ

K analýze mikrostrukturního stavu ECAP vzorků byla použita světelná i elektronová mikroskopie. Vzorky, získané metodou ECAP, byly broušeny a následně leštěny na $1 \mu\text{m}$ diamantové pastě. Příprava povrchu vzorku byla zakončena mechanickým leštěním na OPS a následným elektrolytickým leštěním. Pro potřeby transmisní elektronové mikroskopie (Philips CM 12 STEM) byly vzorky nařezány na 1mm plátky a dále iontově obrobeny na tenké folie. Některé mikrostrukturní pozorování byla realizována na zařízení OIM pomocí metody zpětně odražených elektronů EBSD (Elektron Back – scattered Diffraction) v rastrovacím elektronovém mikroskopu (SEM) a poté zpracovány počítačovým programem INCA Crystal.

Výsledky systematické studie tvrdosti byly provedeny na rozsáhlém souboru ECAP vzorků. Tvrdost HV_{0,2} byla měřena na leštěných vzorcích při použití tvrdoměru Zwick při zatížení 200g po dobu 15s. Měření probíhalo minimálně na pěti místech po celé délce podélného řezu polotovaru. Měření tvrdosti bylo provedeno na ECAP polotovarech tvářených jedním až 12-ti průchody za aplikace všech tří procesních postupů (A, B a C) a na výchozím hrubozrnném stavu.



Obr. 2 Čtyři variantní procesní postupy pro ECAP techniku lišící se rotací polotovaru

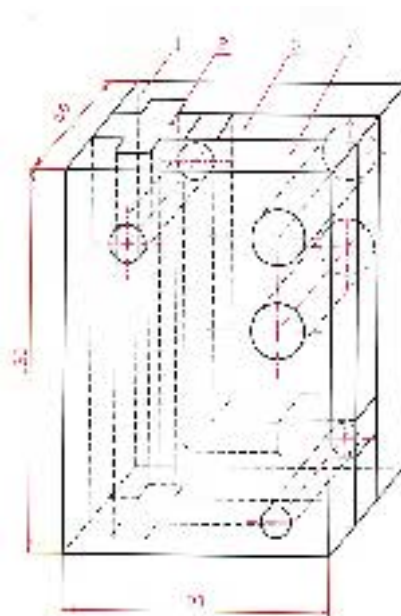
Informativní mechanické zkoušky v tahu byly realizovány na ECAP vzorcích a pro srovnání i na hrubozrnném hliníku při teplotě 293 K. Tyto zkoušky byly uskutečněny na stroji ZWICK v laboratoři ÚFM AV ČR a rovněž v laboratoři mechanických vlastností FSI VUT. Jako zkušební vzorky byly zvoleny ploché i válcové vzorky. Převážná část vzorků byla tvářena definovanou rychlostí $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$. Stejně zkoušky byly provedeny i ve stavu po žíhání při 473 K/4h.

Creepové zkoušky byly provedeny na creepových strojích pracujících při konstantním zatížení (zkoušky v tahu) a při konstantním napětí (zkoušky v tlaku). Všechny zkoušky v tahu byly vedeny do lomu; tlakové zkoušky pouze do předem předurčené deformace $\sim 0,35$. Před vlastní creepovou expozicí byl každý creepový vzorek žíhán v peci creepového stroje po dobu přibližně 2,5 hodiny pro stabilizaci zkušební teploty. Creepové testy byly uskutečněny při aplikaci napětí v rozmezí hodnot 10–25 MPa a teplotách 423–523 K. Creepová expozice byla provedena u ECAP vzorků s různou procesní historií (A, B a C) a rozdílným počtem průchodů (maximálně 12). Pro porovnání byly uskutečněny též testy na hrubozrnném hliníku.

5 HLAVNÍ VÝSLEDKY PRÁCE

5.1 KONSTRUKCE TVÁŘECÍHO PŘÍPRAVKU PRO ECAP TECHNIKU

Vlastní ECAP přípravek byl zkonstruován pro několik pracovních alternativ a po následném vlastním vývoji bylo nejoptimálnější řešení realizováno v mechanické



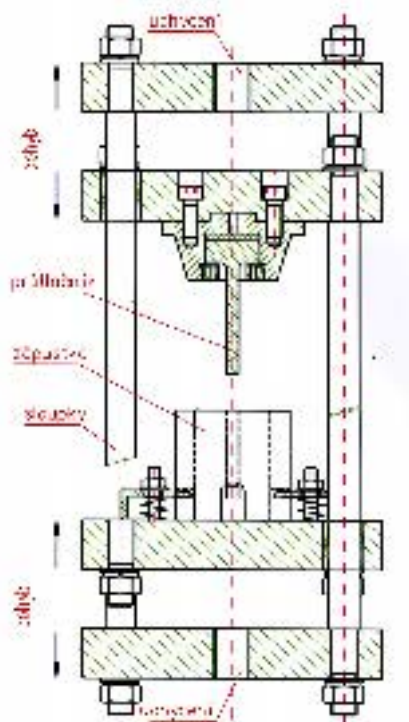
Obr. 3 Konstrukce přípravku ÚFM – AV ČR

dílně Ústavu fyziky materiálů AV ČR [13,14]. Přípravek, znázorněný na obr.3, je složen ze 4 rovinných dílů. Vzájemná poloha po složení těchto částí je vymezena

válcovými čepy a tvarovými výstupy. Ty zároveň zachycují tlakové síly při tvářecím procesu ve směru výstupního pohybu polotovaru.

Průtlačník byl vyroben ze stejného materiálu a slícován s přípravkem na vůli 0,015mm. Tato vůle je dostačující na to, aby se průtlačník volně pohyboval v profilu kanálu bez výrazného tření, ale zároveň aby nedocházelo k úniku (výronu) materiálu vzorku podél plochy průtlačníku.

V průběhu protlačování dochází uvnitř přípravku ke značným tlakům, které působí na stěny kanálů a hrozí tím již zmíněný únik materiálu mimo pracovní profil přípravku. Bylo proto třeba vyvinout přítlačnou sílu, která by tomuto úniku zamezila. Z toho důvodu je přípravek vložen do zděře čtvercového profilu a fixován



Obr. 4 Instalace tvářecího přípravku ECAP a průtlačníku na zkušební stroj Zwick

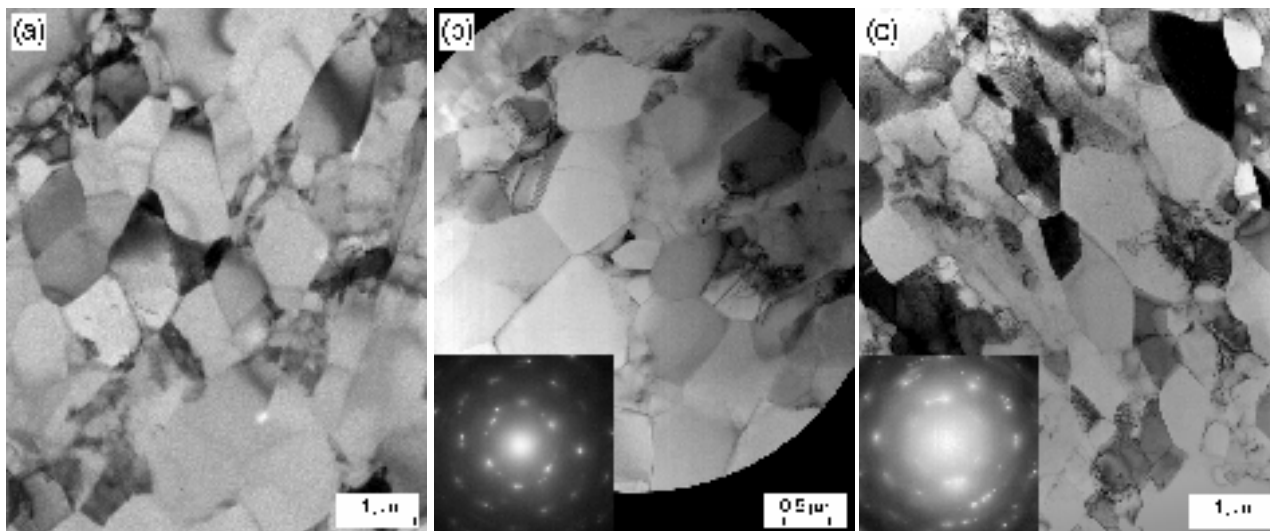
pomocí samosvorných klínů. Tímto řešením je zajištěno rovnoměrné rozložení přítlačné síly bez nutnosti zeslabení konstrukce přípravku.

Jako lis byl použit univerzální zkušební stroj Zwick instalovaný v ÚFM AV ČR pracující se zatížením 200 kN. Aby bylo možno instalovat přípravek na zkušební stroj Zwick, byl navržen speciální stojan, na který se přípravek s průtlačníkem uchytl. Konstrukční sestava ECAP zařízení je patrná z obr.4. Těleso stojanu je tvořeno čtyřmi deskami a stejným počtem vodících sloupků. Vzájemně jsou pevně spojeny vždy vnitřní a vnější deska tak, aby se při vlastním procesu tváření pohybovaly vnitřní desky proti sobě. Dochází tak k transformaci tahového napětí na tlakové a tím k vzájemné interakci vzorku s průtlačníkem.

5.2 CHARAKTERIZACE UFG HLINÍKU PO APLIKACI ECAP

5.2.1 Mikrostruktura stavu po ECAP

Výsledky transmisní elektronové mikroskopie (Philips CM 12 STEM) odhalily, že již po jednom průchodu dochází k podstatnému snížení velikosti (sub)zrna ($\sim 1,4 \mu\text{m}$) a mikrostruktura obsahuje souběžné pásy táhnoucí se ve směru smyku. Mikrostruktura je velmi nehomogenní a jednotlivá zrna obsahují oblasti subzrn.



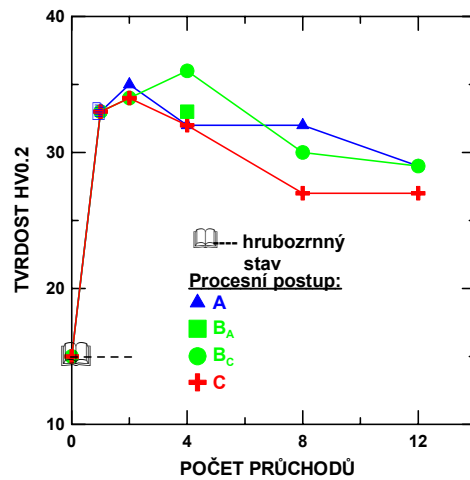
Obr. 5 Typická mikrostruktura a příslušné selekční elektronové difrakce (SAED patterns) ECAP vzorků po (a) jednom průchodu, (b) 4 průchodech postupem B_C a (c) 8 průchodech postupem C. Transmisní elektronová mikroskopie (TEM)

Nehomogenní povaha mikrostruktury může odrážet výchozí hrubozrnný stav ($\sim 5 \mu\text{m}$) předcházející ECAP operaci. Mikrostruktura se stává převážně homogenní po aplikaci 4 průchodů, ačkoliv tendence protažení zrn ve směru tváření je i nadále udržována. Po aplikaci 4 průchodů dochází k redukci zrna na $1 \mu\text{m}$ a tato velikost se ze vzrůstajícím počtem průchodů již nadále výrazně nemění. Typická mikrostruktura ECAP vzorků je patrná z obr.5; bez ohledu na zvolený procesní postup (A, B_C či C) a absolvovaný počet průchodů se velikost (sub)zrna pohybovala okolo $1 \mu\text{m}$. Podstatnější rozdíl spočíval v morfologii (sub)zrn – protáhlý či rovnoosý tvar a ve vzájemné orientaci sousedících (sub)zrn – rozdílná distribuce nízkoúhlých a vysokoúhlých hranic. Jak je zřejmé z difrakčních obrazců, misorientace obrazců vzrůstá souběžně se vzrůstajícím počtem průchodů.

5.2.2 Měření mikrotvrdomosti

Výsledky studie mikrotvrdomosti ukázaly (obr. 6), že tvrdost ECAP materiálu vzrostla již po prvním průchodu více jak na dvojnásobek tvrdosti dosažené u hrubozrnného stavu (16HV). Nejvyšší hodnoty HV je však obecně dosaženo po dvou průchodech, kdy je tvrdost přibližně stejná u všech tří procesních postupů. Při následném zvyšování počtu průchodů již dochází k poklesu tvrdosti s výjimkou postupu B_C , u něhož je možno pozorovat mírný nárůst u vzorku tvářeného

4 průchody. V tomto konkrétním případě máme možnost bezprostředního porovnání se vzorkem B_A . Zatímco vzorek B_A se svojí tvrdostí nikterak neliší od ostatních procesních postupů, vykazuje vzorek B_C vyšší hodnotu tvrdosti. Nelze vyloučit, že



Obr. 6 Průběh tvrdosti u ECAP materiálu v závislosti na počtu průchodů

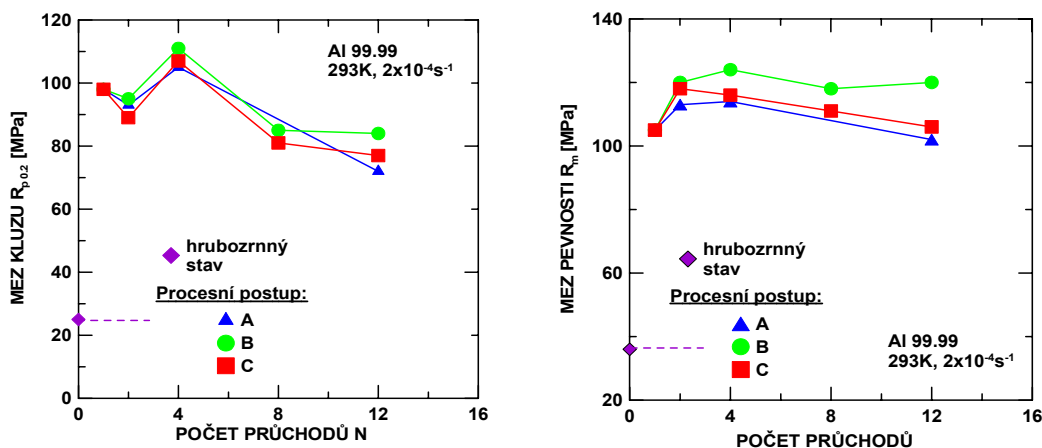
zmíněná anomálie u vzorků B_C je záležitostí rozptylu měření hodnot tvrdosti. Tvrdost po 8 průchodech je poněkud nižší než hodnoty stanovené pro 4 průchody a dále už zůstává přibližně konstantní při vzrůstajícím počtu průchodů.

5.2.3 Mechanické zkoušky v tahu

Na obr.7a. je znázorněna závislost meze kluzu ($R_{p0.2}$) na počtu průchodů. Hodnota meze kluzu u ECAP materiálu byla po prvním průchodu přibližně čtyřnásobná v porovnání s hrubozrnným stavem. Nejvyšší hodnota meze kluzu je dosažena po čtyřech průchodech a se zvyšujícím se počtem průchodů významně klesá.

Porovnání hodnot meze pevnosti je znázorněno na obr 7b. Nejvyšší pevnost vykazují vzorky po aplikaci 4 průchodů, kdy je dosaženo meze pevnosti ~ 120 MPa. Se zvyšujícím se počtem průchodů nedochází na rozdíl od meze kluzu k významnému snížení této hodnoty, která zůstává přibližně konstantní.

Z obr.7 je zřejmé, že zvolený procesní postup ECAP techniky nemá prakticky žádný vliv na mechanické hodnoty ultrajemnozrného materiálu.



Obr. 7 Závislosti meze kluzu a meze pevnosti na počtu průchodů u ECAP materiálu

5.3 MIKROSTRUKTURNÍ STABILITA A CREEPOVÉ CHOVÁNÍ UFG HLINÍKU

5.3.1 Mikrostrukturní stabilita

Ke zjištění tepelné stability ultrajemnozrného stavu hliníku bylo provedeno statické (izotermní) žihání ECAP vzorků při teplotě 473 K. Toto žihání bylo provedeno před vlastní creepovou expozicí pro vyloučení vlivu růstu zrna na výsledky creepových zkoušek v odstupňovaných časových intervalech: 0,5–168 hodin. Provedený metalografický rozbor prokázal, že k markantnímu růstu (sub)zrna dochází již v průběhu počátečních 30 minut. Po této době dochází k určité „stabilizaci“ (sub)zrna; jeho střední hodnota činila 8–10 μm a nebyla významně ovlivněna (při stejném počtu průchodů) použitým variantním procesním postupem.

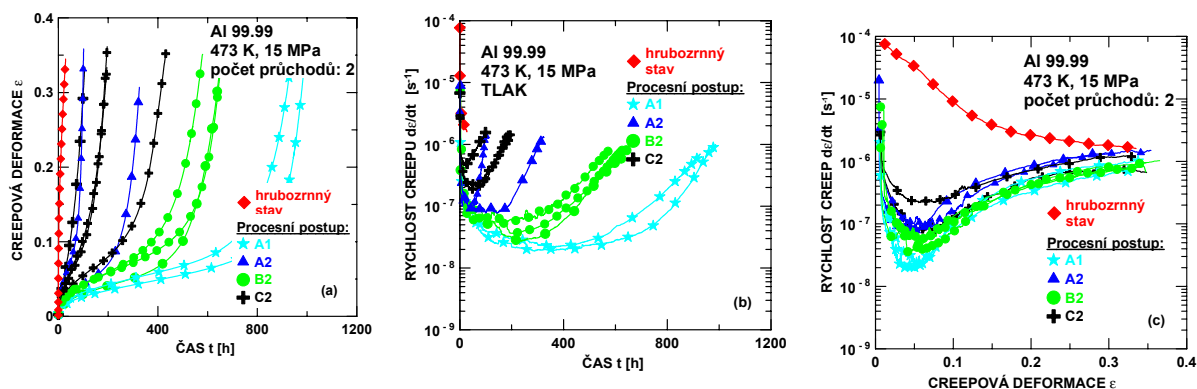
5.3.2 Mechanické zkoušky žihaného ECAP hliníku

Měřená mikrotvrdost HV prokázala významný pokles hodnot žihaných ECAP vzorků.

Vzájemné srovnání stanovených hodnot meze kluzu a pevnosti pro materiál žiháný při teplotě 473 K po dobu 4 hodin prokázalo, že statické žihání vede k podstatnému poklesu meze kluzu i meze pevnosti (zhruba 2–3 \times). Průběh obou parametrů v závislosti na počtu ECAP průchodů je zcela analogický jako u nežihaného stavu. I pro žiháný ECAP stav nebyla nalezena výrazná závislost na aplikovaném postupu ECAP techniky.

5.3.3 Výsledky creepových zkoušek v tlaku

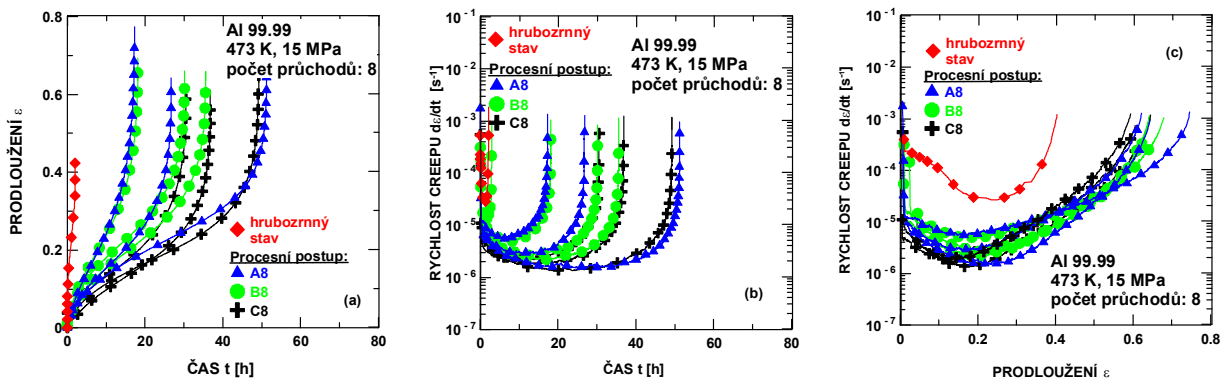
Reprezentativní creepová data na obr.8 znázorňují standardní závislost creepového prodloužení ϵ a creepové rychlosti ($\dot{\epsilon}$) na čase (t) u ECAP materiálu po 1 a 2 průchodech a aplikovaném procesním postupu A, B_C a C. Pro porovnání je zde uveden i hrubozrný stav. Z obr.8 je zřejmé, že ECAP materiál vykazuje významně



Obr. 8 Časové závislosti (a) creepového prodloužení (creepové křivky), (b) okamžité rychlosti creepu a (c) závislosti okamžité rychlosti creepu na deformaci pro hrubozrný hliník a ECAP materiál s použitím různé procesní historie

delší trvání creepové expozice v porovnání s hrubozrnným stavem. Odolnost ECAP materiálu po jednom průchodu je asi 4× delší než u ECAP materiálu ve stavu po dvou průchodech a asi 30× vyšší v porovnání s hrubozrnným stavem. Vzorky podrobené 2 průchodům vykazují rovněž výrazné zvýšení creepové odolnosti, které je ovšem v porovnání se vzorkem A1 přibližně poloviční. Navíc je tato odolnost závislá na zvoleném procesním postupu. Vzhledem k omezené dosažené deformaci nelze stanovit, jaký vliv má aplikovaný procesní postup a počet průchodů na konečnou deformaci. Vliv počtu průchodů na minimální rychlost creepu je zřejmý z obr.8 b,c. Minimální rychlost creepu je u vzorku A1 nižší než je tomu u vzorků 2× protlačených. Zajímavý je průběh creepu u hrubozrnného stavu. V průběhu omezené deformace není zřejmé, zda bylo dosaženo minimální rychlosti creepu (obr.8c). Nicméně, průběh křivky hrubozrnného stavu vykazuje v závěrečné fázi stabilní charakter. Při relativně vysokých hodnotách creepového prodloužení (>0,3) dochází k patrnému sblížení rychlosti creepu (obr.8c) vzorků ECAP i hrubozrnného stavu. Je nutno podotknout, že creepové křivky prezentované na obr.8 neznázorňují zřetelně individuální stadia creepu. Je však zřejmé, že žádná z ECAP křivek nevykazuje přesně definovanou oblast stacionárního creepu. Ve skutečnosti je tato oblast redukována na inflexní bod křivky závislosti ϵ vs t ; odsud je používán termín minimální rychlost creepu.

Podobné průběhy můžeme sledovat i u creepových charakteristik materiálu podrobenému vyššímu počtu průchodů, kdy dochází ke snížení creepové odolnosti a také vlivu jednotlivých procesních postupů.



Obr.9 Časové závislosti (a) creepového prodloužení (creepové křivky), (b) okamžité rychlosti creepu a (c) závislosti okamžité rychlosti creepu na deformaci pro hrubozrnný hliník a ECAP materiál s použitím různé procesní historie

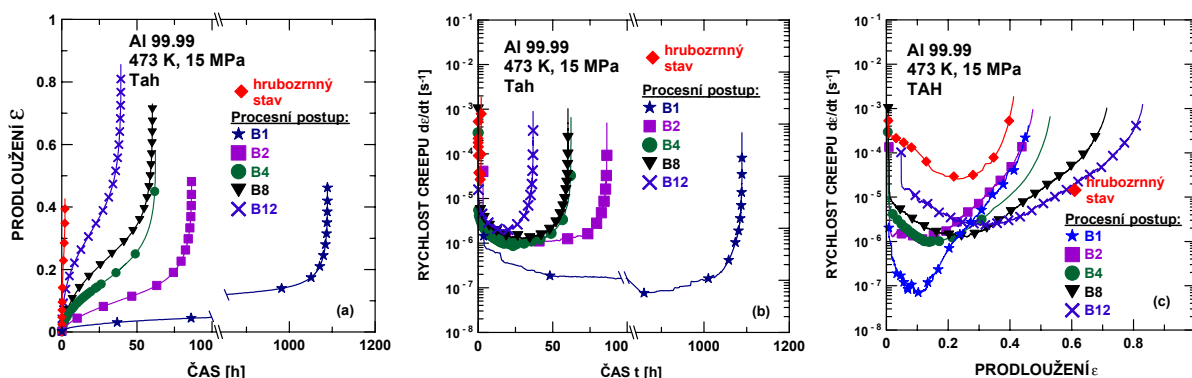
5.3.4 Výsledky creepových zkoušek v tahu

Podobné průběhy creepového chování jako u tlakových zkoušek můžeme pozorovat i u zkoušek tahových. Vzhledem k tomu, že tahové creepové zkoušky byly vedeny do lomu, máme možnost sledovat vliv jednotlivých procesních postupů a počtu průchodů na konečnou deformaci materiálu. Na obr.9 jsou znázorněny creepové křivky pro ECAP materiál tvářený všemi třemi procesními postupy (A, B, C,

C), po osmi průchodech a aplikaci napětí 15 MPa. Pro porovnání je vyneseno i průběh hrubozrnného stavu. Z obr.9 je patrné, že po aplikaci osmi průchodů nemá zvolený procesní postup výraznější vliv na celkovou životnost, ani na creepové prodloužení ECAP materiálu.

Provedená studie creepového chování prokázala, že aplikací metody ECAP a získáním ultrajemnozrnného stavu materiálu lze dosáhnout významného zvýšení creepové životnosti a do jisté míry – alespoň v oboru creepového vnitrokrystalového lomu – i zlepšení creepové lomové plasticity. Rozsah zvýšení uvedených creepových charakteristik závisí na počtu průchodů (ECAP operaci) při nízkém počtu průchodů i na použitém procesním postupu (postup A, B či C). Z provedené studie vyplývá, že dosažená mikrostruktura ECAP materiálu má na výsledné creepové vlastnosti a chování v některých aspektech zcela paradoxní vliv. K získání materiálu s nejvyšší creepovou životností (nejdelší dobou do lomu) postačí minimální počet průchodů. Tím získáme značně heterogenní mikrostrukturu s vysokou relativní četností nízkoúhlových (sub)hranic (tj. hranic s úhly $< 15^\circ$). Tyto nízkoúhlové hranice neumožňují aktivitu pokluzů jako významného deformačního mechanismu creepu při zvýšených teplotách u materiálů s malou velikostí zrna, ani zachování kompatibility plastické deformace sousedících (sub)zrn. Naproti tomu, větší počet průchodů vede k vysoké četnosti vysokoúhlových hranic, jejichž přítomnost vede ke snadnějšímu průběhu creepové deformace a k dosažení větší creepové lomové plasticity. Makroskopickou odezvou je potom vlastní creepové chování ECAP materiálu; za stejných podmínek creepového zatěžování proto vykazují nejnižší hodnoty minimální rychlosti creepu a nejdelší dobu do lomu ECAP materiály s nejnižším počtem průchodů bez ohledu na použitý procesní postup.

Výsledky prezentovaných creepových zkoušek v tahu je možné využít k demonstraci výše uvedeného tvrzení. Na obr.10 jsou uvedeny relevantní creepové křivky vždy pro jediný procesní postup (B_C). Dramatický pokles creepové životnosti se vzrůstajícím počtem průchodů je zcela zřejmý.



Obr. 10 Creepové křivky pro hrubozrnný stav a rozdílný počet ECAP průchodů za použití procesního postupu B_C (tahový creep-zkouška do lomu)

5.4 POKLUZY PO HRANICÍCH ZRN A AKTIVAČNÍ ANALÝZA CREEPOVÝCH DAT ECAP HLINÍKU

Mechanismy řídící creepové chování čistých kovů bývají obvykle stanoveny ze závislostí minimální či stacionární rychlosti creepu $\dot{\epsilon}_m$ na napětí, teplotě a velikosti zrna, užitím mocninového vztahu ve formě

$$\dot{\epsilon}_m = A \sigma^n (1/d)^p \exp(-Q_c / RT), \quad (2)$$

kde A , n , p a R jsou konstanty a Q_c je aktivační energie creepu. Vzhledem k tomu, že n , p a Q_c jsou samostatné funkce napětí, teploty a velikosti zrna lze předpokládat, že různě působící mechanismy budou reprezentovány, rozdílnými hodnotami exponentů n a p a hodnotou Q_c . Dominantní mechanismy při specifických zkušebních podmínkách jsou poté obecně určeny porovnáním stanovených experimentálních hodnot n , p a Q_c s hodnotami určenými teoretickými modely pro různé creepové procesy.

5.4.1 Pokluzy po hranicích zrn (GBS)

Pokluzy po hranicích zrn byly měřeny na povrchu metalograficky vyleštěných creepových vzorků pomocí značkových rysek. K umožnění kvantitativního měření pokluzů byly creepové testy ukončeny při předem zvolené deformaci ($\epsilon \approx 0.15$), při které ještě nedocházelo k vytvoření podstatného povrchového reliéfu způsobeného deformačními procesy. Pomocí SEM bylo možno určit pokluzy charakterizované hodnotou posunutí $u \geq 0.1 \mu\text{m}$. Jak již bylo uvedeno, pokluzy po hranicích zrn se nevyskytují na všech hranicích zrn; z toho důvodu byla určována relativní četnost pokluzujících hranic κ_s (podíl hranic s pozorovatelným výskytem pokluzů). Tento podíl κ_s je roven N_s/N , kde N_s je počet hranic s pozorovatelnými pokluzy po hranicích zrn a N vyjadřuje celkový počet vyšetřovaných hranic zrn. Deformační příspěvek ϵ_{gb} způsobený GBS je vyjádřen vztahem [15]

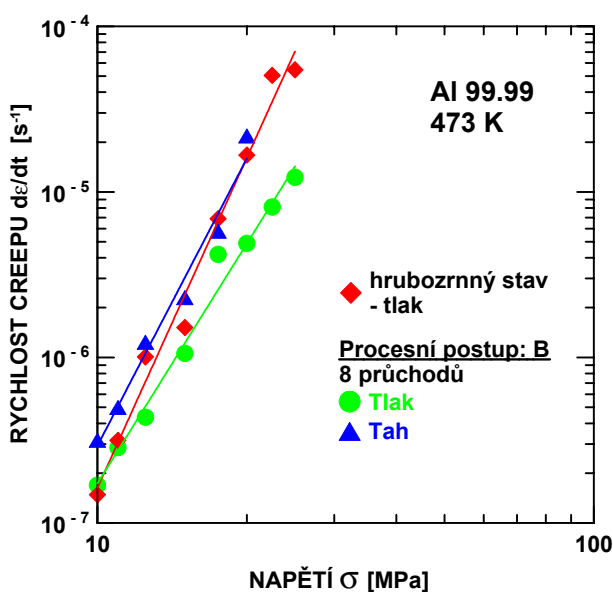
$$\epsilon_{gb} = (1 + \epsilon) \bar{u} \cdot \kappa_s / \bar{L}, \quad (3)$$

kde \bar{L} je průměrná velikost zrna určena lineární průsečíkovou metodou a příspěvek pokluzů po hranicích zrn k celkové creepové deformaci je $\gamma = \epsilon_{gb}/\epsilon$. Z dosažených výsledků vyplývá, že intenzita pokluzů po hranicích zrn vzrůstá s rostoucím počtem ECAP průchodů. Tento výsledek silně podporuje myšlenku, že pokluzy po hranicích zrn jsou úzce spojeny s mikrostrukturálními změnami hranic zrn [1, 16].

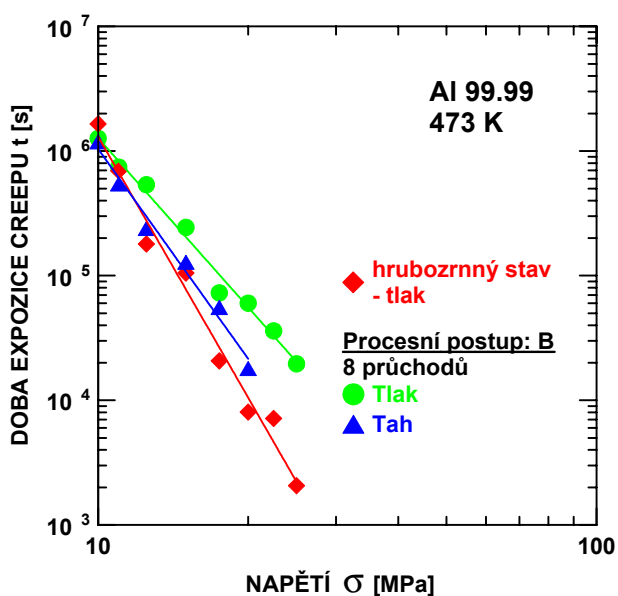
5.4.2 Napěťová závislost rychlosti creepu a creepové expozice

Rozdíly v minimální rychlosti creepu pro ECAP materiál a hrubozrnný stav shodně klesají se vzrůstajícím počtem ECAP průchodů. Proto stanovení napěťové závislosti minimální rychlosti creepu musí být provedeno při stejném počtu průchodů ECAP a stejným procesním postupem. Proto byl v následujících experimentech použit ECAP hliník připravený metodou B_C po aplikaci osmi průchodů. Získané závislosti jsou souhrnně uvedeny na obr.11. Výsledky ukazují, že při vyšších napětích je hodnota minimální rychlosti creepu ECAP materiálu o jeden řád nižší v případě tahových zkoušek než u hrubozrnného materiálu, a tento rozdíl klesá spolu se snižujícím se napětím. Naproti tomu, napěťové závislosti tahových zkoušek hrubozrnného stavu a ECAP materiálu se v rámci rozptylu významně neliší.

Pod termínem creepová expozice se v této práci rozumí buď doba do lomu (creepové zkoušky v tahu) či doba do dosažení předem předurčené creepové deformace (creepové zkoušky v tlaku). Získané napěťové závislosti creepové expozice jsou souhrnně znázorněny v bilogarithmických souřadnicích na obr.12. Zatímco hodnoty creepových expozic jsou pro použité stavy materiálů a způsoby creepových zkoušek při napětí 10 MPa prakticky stejné, rozdíly nastávají při vzrůstající hodnotě aplikovaného napětí. Zjištěná hodnota n činila $\sim 5,5$ a $\sim 6,5$ pro



Obr. 11 Napěťové závislosti rychlosti creepu pro hrubozrnný stav (pouze tlakový creep) a ECAP materiál po 8 průchodech procesním postupem B_C (tahový a tlakový creep).



Obr. 12 Napěťové závislosti času expozice creepu (doba do lomu pro tahový creep a čas do dosažení deformace $\sim 0,35$ pro tlakový creep) pro hrubozrnný stav a ECAP materiál po 8 průchodech procesním postupem B_C .

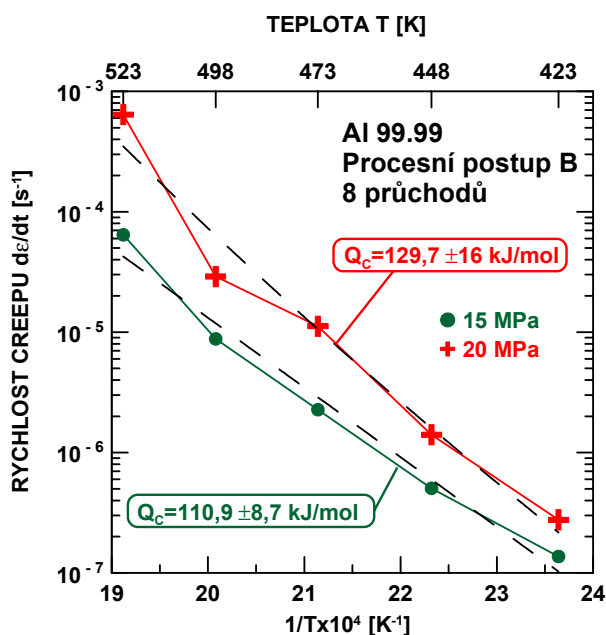
ECAP materiál, respektive pro hrubozrnný materiál. Podobné hodnoty zjistili i Tobolová a Čadek [17] pro creep polykrystalického čistého hliníku se standardní velikostí zrna. Jak je všeobecně známo, pro $n \geq 4$ platí, že creep nastává pohybem dislokací kontrolovaným mřížkovou difúzí uvnitř zrn a pokluzem po hranicích zrn. Rychlost pokluzů po hranicích zrn může být popsána podobným způsobem: $\dot{\epsilon}_{gb} \cong A^* \sigma^{n^*}$, kde napěťový exponent pokluzů po hranicích zrn $n^* \cong 0.8n$ [15]. Nižší hodnoty n pro ECAP materiál mohou odrážet efekt více intenzivních pokluzů po hranicích zrn creepu ultrajemnozrnného materiálu v porovnání s hrubozrnným stavem.

5.4.3 Teplotní závislost rychlosti creepu

Jednou z význačných a i z hlediska inženýrské praxe mimořádně důležitých charakteristik creepu je závislost rychlosti creepu na teplotě. Aktivační energie creepu Q_c je definována jako

$$Q_c = \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_{\min}}{\partial (-1/kT)} \right]_c. \quad (4)$$

Aktivační energie Q_c může být vysvětlena jako k -násobek směrnice závislosti $\log \dot{\epsilon}_m$ vs $1/T$ jak je znázorněno na obr.13. Minimální rychlost creepu byla měřena při různých teplotách v intervalu 423–523 K při dvou konstantních aplikovaných tahových napětích 15 a 20 MPa. Teplotní závislost minimální rychlosti creepu je ukázána na obr.13.



Obr. 13 Teplotní závislost rychlosti creepu pro dvě různá napětí a ECAP materiál (8 průchodů, procesní postup B)

Hodnota aktivační energie byla určena metodou nejmenších čtverců. Q_C je závislá na napětí a rovna hodnotě $129,7 \pm 16$ a $110,9 \pm 9$ kJ/mol pro napětí 20 MPa a 15 MPa.

Mechanismus, který s největší pravděpodobností hraje rozhodující úlohu při creepu hliníku je dislokační šplh řízený mřížkovou samodifúzí. Proto aktivační energie creepu Q_C by měla být totožná s hodnotou aktivační entalpie samodifúze ΔH_{SD} hliníku ($\Delta H_{SD} \cong 127 \div 143$ kJ/mol [17]). Poněkud vyšší experimentální hodnota aktivační energie pro creep $Q_c \cong 151$ kJ/mol byla zjištěna Tobolovou a Čadkem [15] pro polykrystalický hliník o čistotě 99,99% s průměrnou velikostí zrna ~ 400 μm . Hodnoty získané pro Q_c v této práci (obr.13) jsou poněkud nižší než uváděná hodnota ΔH_{SD} . Předpokládáme-li, že pokluzy po hranicích zrn jsou řízeny difúzí hranicemi zrn (aktivační entalpie difúze hranic zrn $\Delta H_{gb} < \Delta H_{SD}$) máme další podporu k navržené interpretaci creepového mechanismu ultrajemnozrného hliníku jako synergetického účinku vnitrokrystalové deformace a pokluzů po hranicích zrn. Navíc, rozsah pokluzů po hranicích zrn k celkové deformaci vzrůstá při konstantní teplotě s poklesem aplikovaného napětí [15]. To může vysvětlovat i nižší hodnotu Q_C zjištěnou pro $\sigma=15$ MPa v porovnání s hodnotou Q_C pro $\sigma=20$ MPa (obr.13).

6 ZÁVĚR

V rámci doktorské disertační práce bylo zjištěno, že metoda úhlového protlačování (ECAP) vede k dosažení ultrajemnozrné struktury v celém objemu studovaného hliníku.

Vývoj mikrostruktury závisí na úhlu rotace polotovaru mezi jednotlivými průchody a tudíž na zvoleném procesním postupu. Získání mikrostruktury s vysokoúhlovými hranicemi je nejrychleji dosaženo aplikací procesního postupu B_C, po 4 průchodech polotovaru záпустkou.

Provedené zkoušky v tahu a tvrdosti při pokojové teplotě potvrdily nárůst mechanických vlastností společně se zvyšujícím se počtem průchodů, přičemž nejvyšších hodnot bylo dosaženo po čtyřech průchodech nezávisle na zvoleném procesním postupu.

Provedená komparační studie creepového chování hrubozrného čistého hliníku s jeho ultrajemnozrnou verzí, připravenou metodou bezkontrakčního protlačování (metodou ECAP), prokázala podstatné zvýšení creepové životnosti a do jisté míry i creepové plasticity u ultrajemnozrného materiálu. Creepová odolnost je výrazně vyšší již po prvním průchodu; opakované průchody vedou k patrnému poklesu creepových vlastností ECAP materiálu. Naopak, se zvyšujícím se počtem průchodů dochází k mírnému zvýšení creepového prodloužení. Dosažená úroveň těchto creepových parametrů je však kriticky závislá na mikrostrukturních charakteristikách a tudíž na vlastní procesní historii ECAP materiálu.

Aktivační analýza creepových dat vedla k závěru, že creep ECAP hliníku je pravděpodobně řízen stejným mechanismem jako hrubozrný stav, tj. kombinací vnitrokrystalového skluzu a šplhu mobilních dislokací. Nicméně, nižší hodnoty

napětového exponentu rychlosti creepu n a příslušné hodnoty aktivační energie creepu Q_C zjištěné pro ECAP hliník vedou k závěru, že pokluzy po hranicích zrn při creepu ultrajemnozrnných materiálů hrají významnou roli.

Fraktografický rozbor prokázal, že creepový lomový proces hrubozrnného i ultrajemnozrnného hliníku je kontrolován stejným mechanismem řízeným plastickou deformací a vedoucím k vnitrokystalovému tvárnému lomu.

7 SUMMARY

Within the results of this doctoral work it was found, that method of equal channel angular pressing (ECAP) leads to achieve ultrafine grained structure on the whole volume of pure aluminium under investigation.

Microstructure development depends upon the processing route and the number of ECAP passes through the die. Resulting relatively homogenous microstructure with high-angle boundaries is fastest reached by application of the processing route B_C, after 4 passes at room temperature through a die that had a 90° angle between the channels.

Mechanical tests were performed in tension and hardness at room and elevated temperatures. They exhibit markedly improved mechanical properties of ECAP aluminium with increasing number of ECAP passes. The highest values of mechanical parameters were reached after four passes regardless on the processing route used.

A comparison of creep behaviour of coarse-grained (unpressed) aluminium with its ultrafine grained counterpart preparing by ECAP method had shown a substantial improvement of the creep life and the creep fracture plasticity for ultrafine grained material. The creep resistance is considerably improved after one ECAP pass, however, repetitive pressing leads to a noticeable decrease in the creep properties of the ECAP material. By contrast, increasing number of ECAP passes lead to a small increase in the creep strain. Attained level of these creep parameters is critically dependent on the microstructure characteristics and consequently on the applied processing history of ECAP material.

The activation analysis of the creep data has lead to the conclusion, that creep in ECAP aluminium is probably controlled by the same mechanisms as coarse-grained one. Possible creep mechanism is combination lattice self-diffusion and dislocation climb. However, lower values of the stress exponent of the creep rate n and the apparent activation energy of creep Q_C found for ECAP aluminium in comparison to coarse-grained counterpart indicate an important role of grain boundary sliding in creep of UFG materials.

Fractographic analysis has shown that creep fracture process of both coarse-grained and ultrafine grained aluminium is controlled by the same mechanism controlling plastic deformation and leading to transgranular ductile fracture mode.

8 LITERATURA

- [1] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, *Progress in Mater. Sci.*, 45, (2000), 103.
- [2] C. Suryanarayana, C.C. Koch: in: *Non-Equilibrium Processing of Materials*, ed. C. Suryanarayana, *Pergamon Materials Series*, vol. 2., Pergamon, Amsterdam 1999, 313.
- [3] G.P. Grabovetskaya, K.V. Ivanov, Z.R. Kolobov, *Ann. Chim. Sci. Mat.*, 27, (2002), 89.
- [4] Yu.R. Kolobov, R.Z. Valiev, G.P. Grabovetskaya, A.P. Zhilyaev, E.F. Dudarev, K.V. Ivanov, M.B. Ivanov, O.A. Kashin, E.V. Naidenkin, *Nauka publ.*, 2001 (in Russian).
- [5] Yu.R. Kolobov, G.P. Grabovetskaya, K.V. Ivanov, M.B. Ivanov, *Interface Science*, 9 (3-4) (2001) 389.
- [6] R.Z. Valiev, Yu.V. Ivanisenko, E.F. Rauch, B. Baudele, *Acta Mater.*, 44, (1997), 4705.
- [7] I.V. Alexandrov, Y.T. Zhu, T.C. Lowe, R.K. Islamgaliev, R.Z. Valiev, *Metal. Mater. Trans.*, 29A, (1998), 2253.
- [8] V.M. Segal, *Mater.Sci.Eng.*, A197, (1995), 157.
- [9] R.Z. Valiev, A.V. Korznikov, R.R. Mulynkov, *Mater.Sci.Eng.*, 25, (1993), 141.
- [10] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, *Acta Mater.*, 45, (1997), 4733.
- [11] T.R. McNelley et al.: in: *Ultrafine – grained Materials II*, Seattle 2002, eds. Y.T. Zhu et al., *TMS Warrendale*, February 2002, 15.
- [12] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, *Acta Mater.*, 46, (1998), 3317.
- [13] J. Dvořák, V. Sklenička, M. Svoboda, Creepové chování ultrajemnozrného hliníku, *12. mezinárodní konference metalurgie a materiálů, Sborník abstraktů, CD-ROM, Hradec nad Moravicí, Červený zámek, květen 2003, Referát č.44.*
- [14] J. Dvořák, Příprava a vlastnosti ultrajemnozrných kovových materiálů zhotovených intenzivní plastickou deformací, *Pojednání k státní doktorské zkoušce, ÚMI na FSI VUT Brno, červen 2003*
- [15] V. Sklenička, I. Saxl., J. Čadek, *Mezikrystalový lom při vysokoteplotním creepu kovů a slitin*. Praha: Academia, *Studie ČSAV č. 8*, (1977), (In Czech).
- [16] J. Čadek, *Creep in metallic materials*. Amsterdam: Elsevier Science Publishers, (1988).
- [17] Z. Tobolová, J. Čadek, *Phil. Mag.*, 26, (1972), 1419.

9 SEZNAM AUTOROVÝCH PUBLIKACÍ A PREZENTACÍ ZAMĚŘENÝCH NA SLEDOVANOU PROBLEMATIKU

a) Časopisecké publikace

- [I] SKLENIČKA, V., DVOŘÁK, J., SVOBODA, M., KRÁL, P., VLACH, B., Effect of Processing Route on Microstructure and Mechanical Behaviour of Ultrafine Grained Metals, *Mater. Sci. Forum*, 482, (2005), 83.
- [II] SKLENIČKA, V., DVOŘÁK, J., SVOBODA, M. Creep in ultrafine grained aluminium, *Mater. Sci. Eng., A* 387-389, (2004), 696.
- [III] SKLENIČKA, V., DVOŘÁK, J., KRÁL, P., STONAWSKÁ, Z., SVOBODA, M., Creep processes in pure aluminium processed by ECAP technique, *TMS*, 2005, San Francisco, California, *Mater. Sci. Eng. A*, (2005).
- [IV] SKLENIČKA, V., KRÁL, P., ILUCOVÁ, L., SAXL, I., DVOŘÁK, J., SVOBODA, M. Inhomogeneity of microstructure and creep of ECAP Aluminium, *Mater. Sci. Forum*, 503-504, (2006), 245.

b) Příspěvky ve sborníku konferencí

- [I] SKLENIČKA, V., DVOŘÁK, J., SVOBODA, M. Creep and microstructural characteristics of an ultrafine grained aluminium processed by equal-channel angular pressing (ECAP), *Proc. Nat. Conference NANO'2, Sborník přednášek, ČSNMT and Brno University of Technology*, Brno, November 2002, 60.
- [II] SKLENIČKA, V., DVOŘÁK, J., SVOBODA, M. Creep Behaviour of Pure Aluminium Processed by Equal-Channel Angular Pressing, *2nd int. Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (nano SPD2), Sborník přednášek*, University of Vienna, December 2002, 200.
- [III] DVOŘÁK, J., SKLENIČKA, V., SVOBODA, M. Creepové chování ultrajemnozrného hliníku, *12. mezinárodní konference metalurgie a materiálů, Sborník abstraktů, CD-ROM*, Hradec nad Moravicí, Červený zámek, květen 2003, Referát č.44.

- [IV] SKLENIČKA, V., DVOŘÁK, J., SVOBODA, M. Creep in ultrafine grained aluminium, *13th International Conference on the Strength of Materials, Sborník přednášek*, Budapest, August 2003, rozšířená verze přijata do časopisu *Mater. Sci. Eng.*
- [V] DVOŘÁK, J., SKLENIČKA, V., KRÁL, P. Mechanismy creepové deformace ultrajemnozrného hliníku připraveného metodou ECAP, *13. mezinárodní konference metalurgie a materiálů (Metal 2004), Sborník přednášek, CD-ROM*, Hradec nad Moravicí, Červený zámek, květen 2004, Referát č.48.
- [VI] KRÁL, P., DVOŘÁK, J., SKLENIČKA, V. Vztah mezi mikrostrukturou a vlastnostmi ultrajemnozrného hliníku připraveného technikou ECAP, *13. mezinárodní konference metalurgie a materiálů (Metal 2004), Sborník přednášek, CD-ROM*, Hradec nad Moravicí, Červený zámek, květen 2004, Referát č.25.
- [VII] SKLENIČKA, V., DVOŘÁK, J., SVOBODA, M. Influence of procesing route on creep of ultrafine grained aluminium prepared by ECAP, *Ultrafine Grained Materials III*, edited by Y.T. Zhu, T.G. Langdon, R.Z. Valiev, S.L. Semiatin, D.H. Shin, and T.C. Lowe. *TMS (The Minerals, Metals & Materials Society)*, Warrendale, 2004, *sborník TMS konference*, 647.
- [VIII] KRÁL, P., DVOŘÁK, J., SVOBODA, M., SKLENIČKA, V., Microstructure/properties relationship in ultrafine grained aluminium processed by ECAP technique, *Junior-Euromat 2004, Sborník abstraktů* <http://www.dgm.de/past/2004/junior-euromat/Program/>, Lausanne Switzerland, September 2004.
- [IX] SKLENIČKA, V., DVOŘÁK, J., SVOBODA, M., KRÁL, P. Effect of Processing Route on Microstructure and Mechanical Behaviour of Ultrafine Grained Metals Processed by Severe Plastic Deformation, *Materials structure & micromechanics of fracture*, Brno University of Technology, Brno, July 2004, *sborník z konference*, 83.
- [X] KRÁL, P., DVOŘÁK, J., ILUCOVÁ, L., SAXL, I., SVOBODA, M., SKLENIČKA, V., Mechanismy creepové deformace ultrajemnozrného hliníku připraveného metodou ECAP, *14. mezinárodní konference metalurgie a materiálů (Metal 2005), Sborník přednášek, CD-ROM*, Hradec nad Moravicí, Červený zámek, květen 2005, Referát č.136.

- [XI] DVOŘÁK, J., KRÁL, P., SKLENIČKA, V., Creepové chování hliníkové slitiny Al-3Mg-0,2Sc připravené metodou ECAP, *14. mezinárodní konference metalurgie a materiálů (Metal 2005), Sborník přednášek, CD-ROM*, Hradec nad Moravicí, Červený zámek, květen 2005, Referát č.61.
- [XII] KRÁL, P., DVOŘÁK, J., ILUCOVÁ, L., SAXL, I., SVOBODA, M., SKLENIČKA, V., Mechanismy creepové deformace ultrajemnozrného hliníku připraveného metodou ECAP, *14. mezinárodní konference metalurgie a materiálů (Metal 2005), Sborník přednášek, CD-ROM*, Hradec nad Moravicí, Červený zámek, květen 2005, Referát č.136.
- [XIII] SKLENIČKA, V., DVOŘÁK, J., KRÁL, P., STONAWSKÁ, Z., SVOBODA, M., Creep processes in pure aluminium processed by ECAP technique, *předneseno na TMS, 2005, San Francisco, California, rozšířená verze přijata do časopisu Mater. Sci. Eng. A*.
- [XIV] SKLENIČKA, V., KRÁL, P., ILUCOVÁ, L., SAXL, I., DVOŘÁK, J., SVOBODA, M. Inhomogeneity of microstructure and creep of ECAP Aluminium, *3rd Int. Conference of Nanomaterials by SPD (Nano SPD3)*, September 2005, Fukuoka, Japonsko, *rozšířená verze přijata do časopisu Mater. Sci. Forum*.
- [XV] DVOŘÁK, J., KRÁL, P., KVAPILOVÁ, M., SKLENIČKA, V., Effect of equal – channel angular pressing (ECAP) on microstructure and creep behaviour of Al-3Mg-0.2Sc alloy, *Proc. Nat. Conference NANO'5, Sborník přednášek, ČSNMT and Brno University of Technology, Brno, November 2005, přijato do sborníku konference*.
- [XVI] KRÁL, P., DVOŘÁK, J., SVOBODA, M., SKLENIČKA, V., Microstructure and creep behaviour of aluminium after severe plastic deformation (ECAP), *Juniormat '05, Brno, 2005, sborník přednášek, 147*.
- [XVII] SKLENIČKA, V., DVOŘÁK, J., SVOBODA, M., KRÁL, P., KVAPILOVÁ, M., HORITA, Z., Compressive creep in an Al-3%Mg-0.2Sc alloy processed by equal-channel angular pressing, *Ultrafine Grained Materials IV*, edited by Y.T. Zhu et al., *TMS (The Minerals, Metals & Materials Society)*, San Antonio, 2006, *příspěvek zaslán k publikaci ve sborníku konference*.

c) Přednášky (přednesené J. Dvořákem)

- [I] DVOŘÁK, J. Creepové chování ultrajemného hliníku připraveného metodou intenzivní plastické deformace (ECAP), *Soutěž doktorandů ÚFM AVČR (cyklus přednášek)*, Brno, 2002.
- [II] DVOŘÁK, J., SKLENIČKA, V., SVOBODA, M. Creepové chování ultrajemnozrného hliníku, *12. mezinárodní konference metalurgie a materiálů, Sborník abstraktů, CD-ROM*, Hradec nad Moravicí, Červený zámek, květen 2003, Referát č.44.
- [III] DVOŘÁK, J., Příprava a vlastnosti ultrajemnozrných kovových materiálů zhotovených intenzivní plastickou deformací, *Pojednání k státní doktorské zkoušce, ÚMI na FSI VUT Brno*, červen 2003, (22 stran).
- [IV] DVOŘÁK, J., SKLENIČKA, V., KRÁL, P. Mechanismy creepové deformace ultrajemnozrného hliníku připraveného metodou ECAP, *13. mezinárodní konference metalurgie a materiálů (Metal 2004), Sborník přednášek, CD-ROM*, Hradec nad Moravicí, Červený zámek, květen 2004, Referát č.48.
- [V] DVOŘÁK, J., KRÁL, P., SKLENIČKA, V., Creepové chování hliníkové slitiny Al-3Mg-0,2Sc připravené metodou ECAP, *14. mezinárodní konference metalurgie a materiálů (Metal 2005), Sborník přednášek, CD-ROM*, Hradec nad Moravicí, Červený zámek, květen 2005, Referát č.61.

10 AUTOROVO CURRICULUM VITAE

Jméno: Ing. Jiří Dvořák
Narozen: 9.2. 1975 v Brně
Národnost: česká
Stav: svobodný

Tel: +420 532 290 397
E-mail: Dvorak@ipm.cz



Vzdělání

2000–2005	Postgraduální doktorské studium	Vysoké učení technické Brno Fakulta strojního inženýrství Ústav materiálového inženýrství Specializace: Kovové materiály Pracoviště: Ústav fyziky materiálů AV ČR
1993–1998	Vysoká škola	Vysoké učení technické Brno Fakulta strojního inženýrství Specializace: Výrobní stroje, systémy a robotika
1989–1993	Střední škola	Střední průmyslová škola Brno Kotlářská 9

Pracovní zkušenosti

1999 do současnosti	Ústav fyziky materiálů AV ČR, Brno	Skupina: Pokrokové vysokoteplotní materiály
2000–2003	Vysoké učení technické Brno Fakulta strojního inženýrství	Vedení cvičení z Nauky o materiálu I a II