

**ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ  
V PRAZE**

**FAKULTA JADERNÁ  
A FYZIKÁLNĚ INŽENÝRSKÁ**



**BAKALÁŘSKÁ  
PRÁCE**

**2023**

**MAREK  
RUŠIN**

**ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ  
V PRAZE**

**FAKULTA JADERNÁ  
A FYZIKÁLNĚ INŽENÝRSKÁ**

**Efekt balotínování na reálnou strukturu  
válcované duplexní oceli**

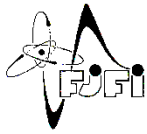
**BAKALÁŘSKÁ PRÁCE**

**AUTOR PRÁCE:** Marek Rušin

**VEDOUCÍ PRÁCE:** Ing. Jiří Čapek, Ph.D.

**KONZULTANT:** Ing. Karel Trojan, Ph.D.

**ŠKOLNÍ ROK:** 2022/2023



**ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE**  
**FAKULTA JADERNÁ A FYZIKÁLNĚ INŽENÝRSKÁ**  
*Katedra inženýrství pevných látek*

## **ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE**

<i>Student:</i>	<b>Marek Rušin</b>
<i>Studijní program:</i>	<b>Fyzikální inženýrství</b>
<i>Specializace:</i>	<b>Inženýrství pevných látek</b>
<i>Akademický rok:</i>	<b>2022/2023</b>
<i>Název práce:</i> (česky)	<b>Efekt balotínování na reálnou strukturu válcované duplexní oceli</b>
<i>Název práce:</i> (anglicky)	<b>Effect of shot peening on the real structure of rolled duplex steel</b>
<i>Jazyk práce:</i>	<b>slovenština</b>

### *Pokyny pro vypracování:*

Bakalářská práce bude zaměřena na rtg difrakční analýzu strukturních charakteristik ocelových plechů po balotínování.

Student bude mít nejprve za úkol vypracovat rešeršní práci, která bude shrnovat stávající stav dané problematiky. V experimentální části se student zaměří na analýzu strukturních charakteristik balotínované válcované duplexní oceli, primárně na přednostní orientaci. Experimenty budou realizovány na zařízení *X'Pert PRO MPD*, popř. *Empyrean* v Laboratoři strukturní rentgenografie.

Cílem práce bude posoudit vliv balotínování na hloubkový průběh reálné struktury válcované duplexní oceli.

### *Zadání:*

Při řešení postupujte podle následujících bodů.

#### **I. Rešeršní/teoretická část**

- 1) Mechanické zpracování duplexních ocelí
- 2) Rentgenové difrakční techniky
- 3) Rešerše stávající problematiky; základní charakteristiky problému

#### **II. Experimentální část**

- 1) Popis experimentálních zařízení a vzorků
- 2) Realizace experimentů
- 3) Zpracování dat
- 4) Výsledky a jejich diskuze

*Doporučená literatura:*

- [1] Alvarez-Armas, I., Degallainx-Moreuil, S.: Duplex Stainless Steels, John Wiley & Sons, New York 2009.
- [2] Wagner, L.: Shot peening, John Wiley & Sons, New York 2003.
- [3] Kraus, I., Ganev, N.: Technické aplikace difrakční analýzy, Vydavatelství ČVUT, Praha 2004.
- [4] Čapek, J.: Diffraction Analysis of Lattice Deformation of Polycrystalline Materials with Preferred Orientation, Doctoral thesis, KIPL FJFI ČVUT v Praze, Praha 2018.
- [5] Neslušán, M., Minárik, P., Čep, R., et al.: J. Mater. Res. Technol. **20** (2022) 748-762.
- [6] Engler, O., Randle, V.: Introduction to Texture Analysis - Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping, Taylor & Francis, London, 2010.

*Jméno a pracoviště vedoucího práce:*

Ing. Jiří Čapek, Ph.D., Katedra inženýrství pevných látek, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, ČVUT v Praze.

*Jméno a pracoviště konzultanta:*

Ing. Karel Trojan, Ph.D., Katedra inženýrství pevných látek, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, ČVUT v Praze.

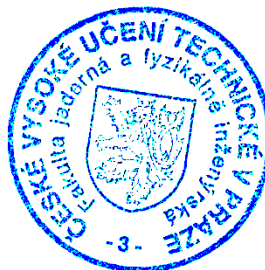
*Datum zadání bakalářské práce:* 20. 10. 2022

*Termín odevzdání bakalářské práce:* 2. 8. 2023

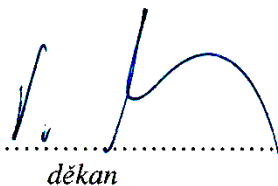
Doba platnosti zadání je dva roky od data zadání.



garant



vedoucí katedry



děkan

V Praze dne 20. 10. 2022

## **PREHLÁSENIE**

Prehlasujem, že som predloženú prácu vypracoval samostatne a že som uviedol všetku použitú literatúru.

V Prahe dňa 1. 8. 2023



Marek Rušin

## **POĎAKOVANIE**

Týmto by som rád poďakoval Ing. Jiřímu Čapkovi, Ph.D., ktorý ma viedol pri písaní tejto práce, môjmu konzultantovi Ing. Karlovi Trojanovi, Ph.D. ako aj ich kolegom a odborným pracovníkom, ktorí sa podieľali na vyhotovení vzoriek a ich prípadnom analyzovaní.

# Bibliografický záznam

*Názov práce:* Efekt balotínování na reálnou strukturu válcované duplexní oceli

*Druh práce:* Bakalárska práca

*Autor:* Marek Rušin  
České vysoké učení technické v Praze  
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská  
Katedra inženýrství pevných látek

*Študijný program:* Fyzikální inženýrství

*Špecializácia:* Inženýrství pevných látek

*Vedúci práce:* Ing. Jiří Čapek, Ph.D.  
České vysoké učení technické v Praze  
Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská  
Katedra inženýrství pevných látek

*Akademický rok:* 2022/2023

# Bibliographic Entry

*Title:* Effect of shot peening on the real structure of rolled duplex steel

*Type:* Bachelor Project

*Author:* Marek Rušin  
Czech Technical University in Prague  
Faculty of Nuclear Sciences and Physical Engineering  
Department of Solid State Engineering

*Degree programme:* Physical Engineering

*Specialization:* Solid State Engineering

*Supervisor:* Ing. Jiří Čapek, Ph.D.  
Czech Technical University in Prague  
Faculty of Nuclear Sciences and Physical Engineering  
Department of Solid State Engineering

*Academic Year:* 2022/2023



# Abstrakt

Predložená práca sa zaoberá stanovením reálnej štruktúry, predovšetkým textúry či prednostnej orientácie v duplexných oceliach po ich opracovaní. Využitie techník a postupov štruktúrnej röntgenografie za týmto účelom je príkladom aplikácie teoretických poznatkov inžinierstva pevných látok v technickej praxi. Duplexná oceľ patrí medzi triedy ocelí so širokým uplatnením. Balotínovanie je už v dnešnej dobe bežne zaužívanou praxou opracovávanía kovov a ich zliatin. Tieto materiály často nie sú izotropnými polykryštálmi, naopak sa u nich vyskytuje prednostná orientácia. Tá sa často pri mechanickom či tepelnom spracovaní mení. Súvislosť medzi anizotropiou makroskopických vlastností a textúrou je pre technickú prax významná, z čoho vyvstáva potreba určenia a popisu textúry po procesoch spracovania. Napriek ich dôležitosti, neboli doposiaľ v tejto oblasti odhalené všetky zákonitosti a vlastnosti, nakoľko sa jedná o široké spektrum vzájomných interakcií a parametrov jednotlivých metód. Hlavnou náplňou a cieľom tejto práce, bolo preto zhromaždiť teoretické poznatky z oblasti štruktúrnej röntgenografie duplexných ocelí a efektoch balotínovania a následne ich porovnať či rozšíriť o poznatky o vplyve tejto metódy získané experimentálnymi postupmi. Práca popisuje vývoj textúry, fázového zloženia a ich hĺbkový priebeh pre obe fázy duplexnej oceli zvlášť, v závislosti na intenzite balotínovania. Zároveň je do budúcnosti navrhnuté pokračovanie výskumu, ktorý by zahŕňal ďalšie kombinácie jednotlivých parametrov opracovania a tepelného spracovania oceľových vzoriek a priniesol tak rozšírenie doposiaľ získaných výsledkov a poznatkov.

# Abstract

The presented thesis deals with the determination of the real structure, primarily the texture, or preferred orientation in duplex steels after their processing. The use of X-ray diffraction techniques for this purpose is an example of applying theoretical knowledge of solid-state engineering in technical practice. Duplex steel belongs to a class of steels with wide applications. Shot peening is nowadays a commonly used practice for metal and alloy processing. These materials are often anisotropic polycrystals and exhibit preferred orientation. Such orientation often changes during mechanical or thermal processing. The anisotropy of macroscopic properties of these materials is influenced by their texture, which necessitates its determination and description after processing stages. Despite their importance, not all regularities and characteristics in this field have been fully revealed so far, as it involves a broad spectrum of interactions and parameters of individual methods. The focus and objective of this work were to gather theoretical knowledge in the field of X-ray diffraction of duplex steels and the effects of shot peening. Subsequently, these were compared or extended with insights into the impact of this method obtained through experimental procedures. The work describes the development of texture, phase composition, and their depth profiles for both phases of duplex steel separately, depending on the intensity of shot peening. Additionally, future research is proposed, which would include further combinations of individual processing and heat treatment parameters, leading to the expansion of the obtained results and knowledge.

## Kľúčové slová

balotínovanie, duplexná ocel', textúra, rtg difrakcia

## Keywords

shot peening, duplex steel, texture, X-ray diffraction

# Obsah

Úvod.....	1
1 Železo a oceľ.....	2
1.1 Železo a jeho modifikácie.....	2
1.2 Oceľ.....	2
1.3 Duplexná oceľ.....	5
1.4 Vlastnosti duplexných ocelí.....	8
1.5 Spracovanie ocelí.....	9
1.5.1 Žihanie.....	9
1.5.2 Valcovanie.....	10
2 Balotínovanie.....	12
2.1 Základný popis metódy.....	12
2.2 Aplikácie.....	13
2.3 Vplyv na povrch a vlastnosti.....	13
3 Röntgenové difrakčné metódy.....	16
3.1 Vznik a zdroje röntgenového žiarenia.....	16
3.2 Interakcia rtg lúčov s kryštálovou mriežkou.....	17
3.3 Debyeova–Scherrerova metóda štúdia polykryštalických látok.....	18
3.4 Fázová difrakčná analýza.....	19
4 Reálna štruktúra.....	21
4.1 Textúra.....	21
4.2 Popis textúry.....	22
4.2.1 Pólové obrazce.....	22
4.2.2 Eulerov priestor a Eulerove uhly.....	24
4.2.3 Orientačná distribučná funkcia.....	24
4.3 Textúra kovov a zliatin.....	26
4.3.1 Deformačná textúra.....	26
4.3.1.1 Valcovacia textúra kovov s mriežkou typu fcc.....	26
4.3.1.2 Valcovacia textúra kovov s mriežkou typu bcc.....	27
4.3.2 Textúra duplexných ocelí.....	28
5 Experimentálna časť.....	30
5.1 Skúmané vzorky.....	30
5.2 Výsledky a diskusia.....	31
5.2.1 Debyeova–Scherrerova metóda v usporiadaní na spätný odraz.....	31

5.2.2	Fázová analýza .....	32
5.2.3	Textúra .....	35
5.2.3.1	Feritická fáza.....	36
5.2.3.2	Austenitická fáza.....	39
	Záver .....	41
	Citované diela.....	43
	Zoznam obrázkov .....	45
	Zoznam tabuliek.....	46

# Úvod

Dobré znalosti základných vlastností materiálov sú pre ich správne využitie neodmysliteľným predpokladom. Mnoho užitočných vlastností je ovplyvnených takzvanou reálnou štruktúrou, ktorá zahŕňa aj pojem prednostnej orientácie či textúry. Tejto oblasti je už desaťročia venovaná pozornosť a je známe, že reálna štruktúra sa mení a vyvíja vplyvom výrobných a obrábacích procesov. Nakoľko existuje množstvo spôsobov spracovania, ich modifikácií a kombinácií, je stále v oblasti štúdia reálnej štruktúry čo skúmať a objavovať. Možnosť určenia reálnej štruktúry nám prináša röntgenová difrakcia, v ktorej sme pomocou röntgenového žiarenia a jeho interakcie s hmotou schopní nedeštruktívne určiť charakteristiky materiálu, a teda aj popísať prednostnú orientáciu či textúru.

Medzi jeden z najvyužívanejších materiálov v technickej a inžinierskej praxi patrí bezpochyby oceľ. Existuje množstvo jej druhov líšiacich sa v chemickom zložení, fyzikálnych a chemických vlastnostiach a v súvislosti s tým aj v ich uplatnení. Od 30. rokov minulého storočia sa začína objavovať nový druh nehrdzavejúcich dvojfázových ocelí. Jedná sa o takzvané duplexné ocele. Táto trieda prešla markantným vývojom a dnes sú duplexné nehrdzavejúce ocele vďaka svojej kombinácii výborných mechanických a korózných vlastností často využívané v rôznych oblastiach priemyselnej výroby.

Jedným spomedzi dnes už bežných spôsobov opracovania je aj balotínovanie. Jedná sa o proces, pri ktorom je povrch materiálu bombardovaný malými časticami s cieľom jeho plastickej deformácie. Týmto postupom sú v povrchových a podpovrchových oblastiach materiálu generované tlakové zvyškové napätia, ktoré zlepšujú jeho vlastnosti, najmä v oblasti odolnosti voči vzniku a šíreniu trhlin. Balotínovanie má taktiež mnoho modifikácií a jeho použitím pri rôznych podmienkach možno dosiahnuť odlišné výsledky. Nakoľko sa jedná o spôsob opracovania materiálu, vyvstáva otázka jeho efektu na reálnu štruktúru, jej hĺbkový priebeh a samotnú textúru. Odpoveďou na túto problematiku sa zaoberá táto bakalárska práca.

# Kapitola 1

## Železo a oceľ

### 1.1 Železo a jeho modifikácie

V Mendelejevovej periodickej sústave chemických prvkov sa v štvrtej perióde ôsmej skupiny nachádza železo (lat. *Ferrum*) s protónovým číslom 26 a označením Fe. Jedná sa o prechodový prvok, chemicky pomerne reaktívny. Je druhým najrozšírenejším kovom na zemi a bezpochyby jedným z technicky najvýznamnejších. Z hľadiska jeho fyzikálnych vlastností je mäkké a tvárne, svetlosivej až bielej farby. Jeho hustota je  $7,874 \text{ g/cm}^3$  a teplota topenia  $1539 \text{ }^\circ\text{C}$ . Pri tomto kove možno takisto pozorovať jav polymorfie. Jeho alotropické modifikácie závisia od teploty. Do teploty  $768 \text{ }^\circ\text{C}$ , známej tiež ako Curieho bod, sa vyskytuje v modifikácii  $\alpha$ -Fe, v ktorej je feromagnetické s kubickou mriežkou typu I (bcc, base-centered cubic). V rozmedzí teplôt  $768\text{--}910 \text{ }^\circ\text{C}$  je takzvaná  $\beta$ -Fe modifikácia paramagnetická, ktorá má taktiež mriežku typu I. Typ mriežky sa následne mení na kubickú, typu F (fcc, face-centered cubic). Tú má v teplotnom intervale  $910\text{--}1400 \text{ }^\circ\text{C}$  modifikácia  $\gamma$ -Fe. Napokon má od teploty  $1400 \text{ }^\circ\text{C}$  až po teplotu topenia  $\delta$ -Fe opäť bcc mriežku [1], [2].

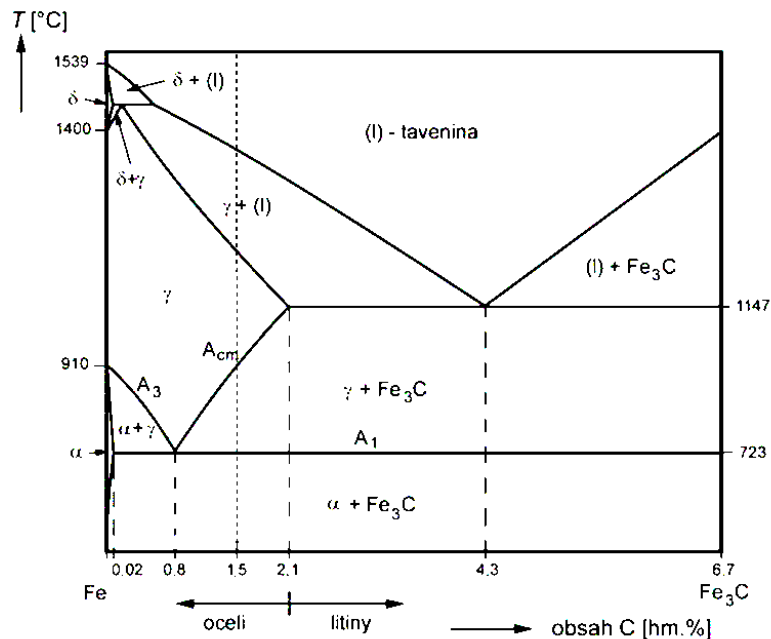
### 1.2 Oceľ

Pri získavaní železnej rudy a výrobkov vo vysokých peciach nie je našim produktom čistý prvok Fe ale jeho zlúčeniny s inými prvkami. Medzi tieto prvky patrí predovšetkým uhlík, ktorý je prítomný v tuhom roztoku, vo forme intermediálnej fázy so železom s chemickým vzorcom  $\text{Fe}_3\text{C}$  alebo vo forme grafitu [2]. Chovanie takéhoto systému popisujeme pomocou fázových diagramov. Ak je uhlík prítomný ako grafit, využijeme stabilný diagram Fe-C. V prípade, že je prítomný ako karbid železa  $\text{Fe}_3\text{C}$ , nazývaný tiež *cementit* používame metastabilný diagram Fe- $\text{Fe}_3\text{C}$ , vid' Obr. 1. Z diagramu je na prvý pohľad zrejmé rozdelenie týchto zlúčenín na dve skupiny, a to oceli a liatiny. Oceľ tak možno definovať ako zliatinu železa s uhlíkom, s obsahom uhlíka do 2,1 hm.%. Diagram znázorňuje závislosť fázového zloženia zliatin na teplote a ich chemickom zložení. V oblasti ocelí nájdeme tri typy tuhých fáz.

Pri nižších teplotách je gréckym  $\alpha$  označený  $\alpha$ -ferit, často nazývaný jednoducho *ferit*. Ide o tuhý roztok Fe a C, pričom atómy uhlíka sa nachádzajú v intersticiálnych polohách bcc bunky. Pri eutektoidnej teplote  $723 \text{ }^\circ\text{C}$  sa vo ferite rozpustí maximálne 0,018 hm.% uhlíka.

Väčšiu rozpustnosť, až do 2,1 hm.% má uhlík pri eutektickej teplote  $1147 \text{ }^\circ\text{C}$  vo fáze zvanej *austenit*. Označujeme ju gréckym písmenom  $\gamma$  ( $\gamma$ -Fe) nakoľko sa jedná o tuhý roztok uhlíka v Fe, s atómami uhlíka v intersticiálnych polohách fcc bunky.

Pri najvyšších teplotách sa uhlík rozpúšťa v  $\delta$ -Fe a nazývame ho  $\delta$ -ferit [2].

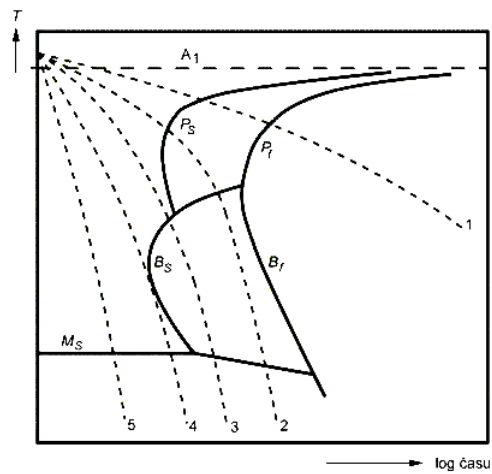


Obr. 1 Metastabilný diagram systému Fe-Fe<sub>3</sub>C [2]

Pre názornosť možno diskutovať proces tuhnutia pri koncentrácii uhlíka 1,5 hm.%, vid' bodkovaná čiara na Obr. 1. Po stuhnutí taveniny má oceľ štruktúru austenitu. Po ďalšom znížení teploty sa dostáva do oblasti  $\gamma + \text{Fe}_3\text{C}$ . Tu sa na hraniciach zŕn austenitu vytvára sekundárny cementit  $\text{Fe}_3\text{C}$  so sieťovou štruktúrou. Po prebehnutí eutektoidnej reakcie sa všetok austenit pod teplotou 723 °C fázovo transformuje na jemnú zmes  $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$  nazývanú *perlit*. Výsledná štruktúra takto vznikutej oceli je tvorená perlitickými zrnami, obklopenými cementitom [2].

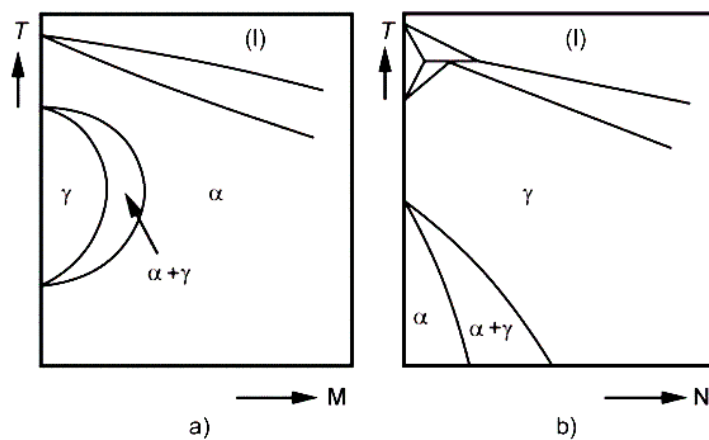
Je taktiež dôležité zmieniť, že takéto binárne fázové diagramy ostávajú v platnosti len pre pomalé chladnutie. Ak je rýchlosť ochladzovania dostatočne nízka na to, aby stihla prebehnúť difúzia prvkov v oceli, austenit sa mení na vyššie spomínaný perlit. Pri vyšších rýchlostiach neprebehne premena perlitická ale bainitická. Výsledná štruktúrna zložka sa nazýva *bainit* a je tvorený ihlicovitými kryštálmi feritu presýteného uhlíkom a jemnými časticami cementitu. Vďaka tomu je táto štruktúra tvrdšia ako perlit. Bainitická premena však nie je úplná, čo znamená, že vo výslednej zliatine ostáva aj tzv. zvyškový austenit. Pri vysokej ochladzovacej rýchlosti nedôjde k difúzii vôbec a takáto premena sa nazýva martenzitická. Jej výsledkom je veľmi silne presýtený tuhý roztok uhlíka v Fe nazývaný tiež *martenzit*, tzv.  $\alpha'$ -Fe. Mriežka martenzitu je tetragonálna, táto fáza je veľmi tvrdá a krehká. Martenzit je najčastejším produktom priemyselného kalenia ocelí [2]. Jednotlivé rýchlosti chladenia a štruktúry pri nich vznikajúce sa zaznamenávajú do tzv. ARA diagramov (anizotropický rozpad austenitu) poprípade IRA diagramov (izotropický rozpad austenitu). Príklad ARA

diagramu je na Obr. 2, kde indexy  $s$  a  $f$  značia začiatok a koniec jednotlivých premien (P-perlitická, B-bainitická a M-martenzitická).



Obr. 2 ARA diagram eutektoidnej ocele [2]

Oceľ samozrejme neobsahuje iba železo a uhlík. Podľa chemického zloženia sa dajú ocele rozdeliť na nelegované a legované. Práve legovanie výrazne mení mechanické, fyzikálne a technologické vlastnosti ocelí, ako napr. ich odolnosť voči korózii. Medzi najčastejšie legujúce prvky patria Cr, Ni, Mn, Si, Mo [2]. Legujúce prvky možno rozdeliť na feritotvorné (Cr, Si, W, Mo, Al, Ti) a austenitotvorné (Ni, Mn, Co, C, N), na základe toho, či rozširujú teplotnú oblasť stability feritu alebo austenitu. Taktiež ich možno rozdeliť na karbidotvorné (Cr, Mn, Mo, W, Ti) a nekarbidotvorné (Ni, Co, Si) na základe ich podielu na tvorbe karbidov v oceliach. Je zrejmé, že takéto prímеси modifikujú fázoové diagramy, vid' Obr. 3. Od určitej koncentrácie feritotvorného legujúceho prvku je ferit stabilný v celom teplotnom rozsahu. V takomto prípade oceľ neprechádza oblasťou austenitu. Naopak vhodnou prímесou austenitotvorného prvku je austenit stabilný aj pri izbovej teplote. Tieto druhy ocelí sú však nekaliteľné, v zmysle ich schopnosti, dosahovať rýchlym ochladením z oblasti austenitu nerovnovážne martenzitické štruktúry [2].



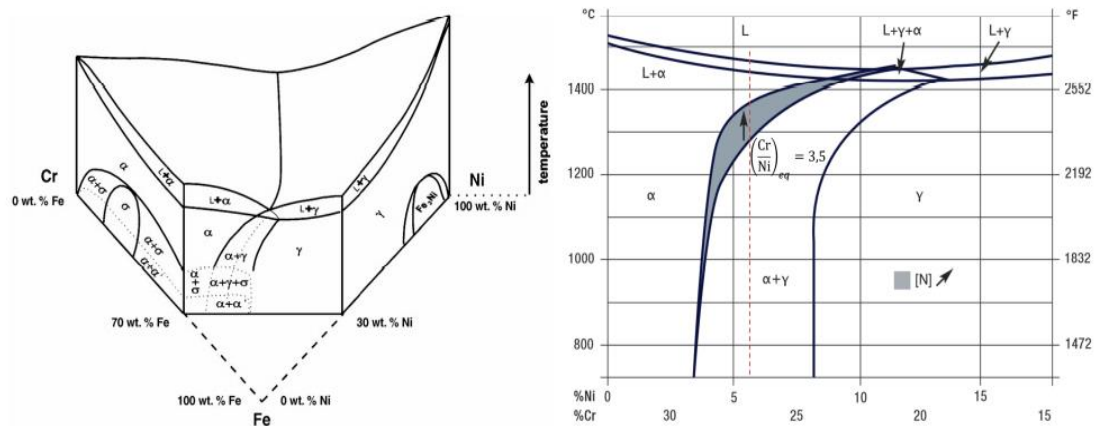
Obr. 3 Schéma rovnovážnych stavových diagramov s feritotvornými (a) a austenitotvornými (b) prvkami ( $M = Cr, Si, Al, W, Mo, V, Ti$ ;  $N = Ni, Mn, Co$ ) [2]



### 1.3 Duplexná oceľ

Vhodným chemickým zložením je možné dosiahnuť stav, v ktorom bude oceľ, pozostávajúca z feritickej aj austenitickej fázy stabilná aj za nižších teplôt. Takéto ocele nazývame duplexné, kde sú obe fázy v pomere cca 1:1. Hlavnými legujúcimi prvkami sú pre tento typ ocele Cr, Mo, N a Ni, pričom je ich pomer rozhodujúcim faktorom pre dosiahnutie stabilnej ocele s požadovanými vlastnosťami. Efekty jednotlivých prvkov možno nájsť napríklad v [2], [3].

Pri obsahu od 10,5 % chrómu (Cr) sa na povrchu vytvorí tenký pasivačný film oxidu chromitého ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ), ktorý bráni korózii. So zvyšujúcim sa obsahom chrómu rastie odolnosť voči korózii a to aj za vyšších teplôt. Na vytvorenie rovnomernej vrstvy po celom povrchu je potrebné, aby oceľ obsahovala aspoň 12 hm.% Cr. Chróm je ako už bolo zmienené feritotvorným prvkom, preto je pri jeho zvýšených koncentráciách potrebné zvýšiť aj prímes niklu. Obyčajne sa v duplexných oceliach nachádza 20–26 % Cr. Molybdén (Mo) taktiež zvyšuje odolnosť voči korózii. Pri obsahu chrómu aspoň 18 % je pridanie molybdénu až trikrát účinnejšie voči korózii v prostredí obsahujúcom chlór, než ďalšie pridávanie Cr. Nakoľko je však Mo taktiež feritotvorným prvkom, jeho obsah sa obmedzuje na 4 %. Naopak stabilizátorom austenitickej fázy je nikel (Ni), ktorý zvyšuje koróznú odolnosť v neoxidujúcich kyselinách a zásaditom prostredí. Jeho obsah sa v duplexných oceliach pohybuje v rozmedzí 1,5–7 %, pričom sa často podriaďuje obsahu dusíka. Práve dusík (N) je jedným z najefektívnejších legujúcich prvkov pre zvýšenie pevnosti. Jedná sa o silne austenitotvorný prvok. Zvýšená pevnosť je práve dôsledkom väčšieho podielu austenitu a zníženého podielu intermetalických fáz, ktorých tvorbu dusík spomaľuje. Naopak negatívny dopad môže mať na duplexnú oceľ samotný uhlík. Podieľa sa totiž na tvorbe karbidov chrómu a tým ochudobňuje tuhý roztok o chróm. Hranice zrn, na ktorých sa tieto karbidy vylučujú, sú potom náchylnejšie na tzv. medzikryštálovú koróziu.



Obr. 4 Ternárny fázový diagram Fe-Ni-Cr (vľavo) a jeho rez pri 68 % Fe (vpravo) [4], [5]

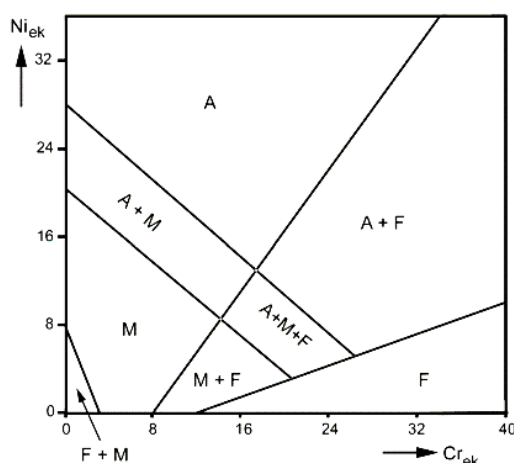
Ako veľmi tieto prvky vplyvajú nielen na odolnosť voči korózii ale aj na fázové premeny pri rôznych teplotách možno vidieť na ternárnom diagrame Fe-Ni-Cr a jeho reze pri obsahu 68 % Fe (napr. oceľ AISI 2205) na Obr. 4. Vidíme, že takéto zliatiny začínajú kryštalizovať ako feritické a následne sa čiastočne menia na austenitické. Pridanie dusíka ovplyvní počiatočnú teplotu prechodu z fázy  $\alpha$  do fázy  $\gamma$  a zvýši tak stabilitu systému.

Ako bolo spomenuté vyššie, niektoré z legovaných prvkov v oceliach patria k feritotvorným (Cr, Mo, Si), zatiaľ čo iné k austenitotvorným (Ni, Mn, C). Výsledné fázové zloženie ocele tak závisí na skutočnosti, ktorý vplyv prevažuje. Nakoľko jednotlivé prvky majú rôzne veľký vplyv, zavádza sa tzv. *ekvivalent chrómu*  $Cr_{eq}$  a *ekvivalent niklu*  $Ni_{eq}$  dané (1.1)<sup>1</sup>, pričom symboly týchto prvkov reprezentujú ich zastúpenie v hm.% [3].

$$Cr_{eq} = Cr + 1,73 \times Si + 0,88 \times Mo \quad (1.1)$$

$$Ni_{eq} = Ni + 24,55 \times C + 21,75 \times N + 0,4 \times Cu$$

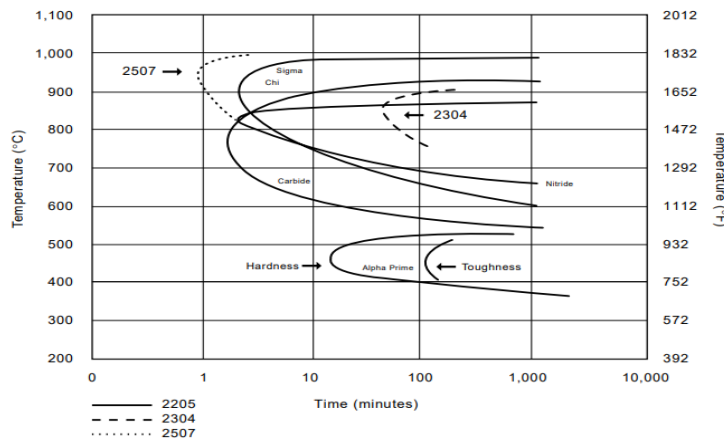
Vplyv týchto ekvivalentov potom zobrazujú Schäfflerove diagramy. Príklad takéhoto diagramu možno vidieť na Obr. 5. Podľa tohto diagramu možno definovať štyri najdôležitejšie skupiny nehrdzavejúcich ocelí. Chromové martenzitické (oblasť M, poprípade M + F), chromové feritické (oblasť F), chrom-niklové austenitické (oblasť A) a ocele chrom-niklové austeniticko-feritické, t. j. duplexné (oblasť A + F), ktoré sú bodom nášho záujmu. Tieto ocele obsahujú 20–26 % Cr a 4–7 % Ni. Obsah C býva veľmi nízky. Podľa toho ich ešte možno rozdeliť na duplexné ocele s nízkym obsahom uhlíka (0,01–0,08 hm.% C) a s vysokým obsahom uhlíka (0,3–0,5 hm.% C). Vzorky použité v tejto práci obsahujú aj martenzit, preto spadajú na Obr. 5 do oblasti A + M + F [2], [4], [5].



Obr. 5 Schematické znázornenie Schäfflerovho diagramu pre fázové zloženie nehrdzavejúcej ocele v závislosti na  $Cr_{eq}$  a  $Ni_{eq}$  [2]

<sup>1</sup> Rôzne zdroje uvádzajú tieto hodnoty rôzne, viď [2], [3], [5].

Pre dosiahnutie požadovaného pomeru 45 až 50 % feritu ku austenitu je najvhodnejším výrobným procesom žihanie a následné kalenie. Je veľmi dôležité ocel' zakaliť čo najskôr po opustení vyhne. V opačnom prípade môže dôjsť k tepelným stratám, ktoré môžu mať za následok vznik nežiadúcich fáz. Na to je podstatné myslieť aj pri zvaraní ocelí. Rýchlosť ochladenia zvaru musí byť dostatočná na to, aby nevznikali nežiadúce fázy, avšak nie príliš vysoká, aby v tepelne ovplyvnenej zóne neostával prebytok feritickej či martenzitickej fázy. Aj z toho dôvodu sa ukazuje legovanie ocele dusíkom, ktorý umožní zvýšiť rýchlosť chladenia, za opodstatnené [3].



Obr. 6 IRA diagram pre duplexnú nehrdzavejúcu ocel' 2205 [3]

Nežiadúce fázy vznikajúce v závislosti na čase chladenia ocele môžu výrazne zmeniť mechanické vlastnosti, znižujú odolnosť voči korózii, ako aj húževnatosť a zapríčiňujú krehkosť materiálu. Diagram na Obr. 6 znázorňuje vznik týchto fáz v závislosti na rýchlosti chladnutia. Pre ich odstránenie je potrebné tzv. popúšťanie - opätovné žihanie a následné kalenie. V rozmedzí teplôt 650–970 °C vznikajú z feritu prevažne intermetalické fázy  $\sigma$  a  $\chi$  ako aj karbidy a nitridy. V rozsahu 300–500 °C sa tvorí fáza  $\alpha'$  [4].

Fáza  $\sigma$  je označenie intermetalicej fázy s priestorovo centrovanou tetragonálnou mriežkou. Vzniká z feritu pri teplotách 650–975 °C, pričom začína na rozhraní  $\alpha/\gamma$  a postupne pohlcuje ferit. V oceliach vzniká  $\sigma$  fáza Fe-Cr v dôsledku zvýšeného obsahu Cr a Ni. K jej vzniku prispieva zvýšený obsah austenitu, ktorý obsahuje tieto prvky. Jej prítomnosť má negatívny dopad na odolnosť voči korózii, húževnatosť a pevnosť. Jej odstránenie je však možné žiháním pri teplote 1050 °C už po niekoľkých minútach [3], [4], [5].

Fáza  $\chi$  má negatívny vplyv na korózne a mechanické vlastnosti. Objavuje sa výlučne v ternárnych Fe-Cr-Mo a kvartárnych Fe-Cr-Ni-Mo a Fe-Cr-Ni-Ti systémoch. V porovnaní so  $\sigma$  fázou obsahuje viac molybdénu a menej chrómu, pričom jej existencia je podmienená obsahom aspoň 2 hm.% Mo. Vyskytuje sa na rozhraní fáz  $\alpha/\gamma$  ako aj na hraniciach feritických zŕn. Pri dlhodobom starnutí ocelí sa  $\chi$  fáza mení na fázu  $\sigma$  [4].

Fáza  $\alpha'$  vzniká vo ferite pod teplotou 528 °C a jej vznik trvá v porovnaní s ostatnými fázami podstatne dlhšie. Na začiatku sa prejaví zvýšením tvrdosti, neskôr dochádza

k zníženiu húževnatosti. Vo feritických oceliach spôsobuje po dlhodobom vystavení teplote približne 475 °C krehnutie. Vďaka austenitu však tento efekt nemá na duplexné ocele tak závažný vplyv. Fáza má bcc štruktúru a obsahuje predovšetkým Cr a Fe. Zrná tejto fázy sú malé o veľkostiach 20 až 200 Å, čo sťažuje jej detekciu. Jej prítomnosť zvyšuje tvrdosť, medzu klzu a pevnosť v ťahu, zatiaľ čo znižuje predĺženie a odolnosť voči nárazom [3], [4].

## 1.4 Vlastnosti duplexných ocelí

Medzi najdôležitejšie vlastnosti patrí už niekoľkokrát spomínaná odolnosť voči korózii. K jej charakterizácii sa používa číslo PREN (Pitting Resistance Equivalent Number)<sup>2</sup> dané vzťahom (1.2).

$$\text{PREN} = \text{Cr} + 3,3 \times \text{Mo} + 16 \times \text{N} \quad (1.2)$$

Prvok tu značí jeho hm.% v oceli [4]. Na základe tohto čísla delíme duplexné ocele na nízkolegované (PREN < 32), strednelegované (PREN = 32–39), superduplexné či vysokolegované (PREN = 39–45) a hyperduplexné (PREN > 45) [5]. Vďaka vysokému obsahu chrómu dokážu odolávať oxidačným kyselinám, zatiaľ čo im prímies molybdénu a niklu dodáva odolnosť voči mierne redukčným kyselinám. Kvôli týmto prvkom sú odolné najmä voči jamkovej a štrbinovej korózii. Pri obsahu už 30 % feritu je duplexná štruktúra odolnejšia voči koróznemu praskaniu v prostredí bohatom na chlór [3].

Samotný fakt existencie dvoch základných fáz  $\alpha$  a  $\gamma$  železa v duplexnej oceli má na jej vlastnosti vplyv. Kvôli rozdielnej plastickej deformácii a tepelnej rozťažnosti sú v duplexných oceliach často prítomné zvyškové napätia. Tieto fázy obmedzujú jedna druhú navzájom v rozširovaní a tak je veľkosť zŕn oboch fáz relatívne malá. Nakoľko je rozpustnosť legujúcich prvkov v každej fáze iná, budú sa tieto fázy líšiť tiež chemickým zložením. Dislokačné spevnenie je taktiež rozdielne, čo bude mať vplyv na deformáciu jednotlivých fáz takejto ocele počas samotnej deformácie [5]. Aj ďalšie vlastnosti duplexných ocelí sú výrazne lepšie ako pri iných typoch. Medza klzu je až dvojnásobne väčšia v porovnaní s austenitickou oceľou. To dovoľuje zmenšenie hrúbky materiálu v niektorých aplikáciách. Je však dôležité dbať na maximálnu povolenú teplotu, nakoľko pri 475 °C dochádza k vyššie spomínanému krehnutiu feritu. Pevnosť, dobrá plasticita, húževnatosť, vysoká tepelná vodivosť a nízky koeficient tepelnej rozťažnosti patria medzi ďalšie význačné vlastnosti tohto druhu ocelí. Mechanické vlastnosti sú vďaka rôznym fázam a výrobným procesom anizotropické. Napriek vysokej pevnosti majú stále dobrú ťažnosť a húževnatosť a to až do nízkych teplôt v okolí –40 °C. Je však namieste poznamenať, že v týchto ohľadoch sú vlastnosti horšie ako pri austenitických oceliach. Vďaka ich náročnejšej obrábatelnosti a vyššej tvrdosti môžu duplexné ocele znižovať životnosť mechanických nástrojov [3], [5].

---

<sup>2</sup> Niekedy tiež PRE či PREN<sub>W</sub> v závislosti na započítaných prvkoch, vid' [4]

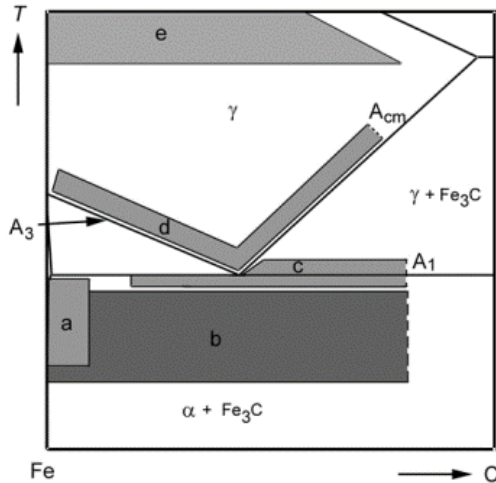
Vďaka ich vlastnostiam nachádzajú duplexné ocele široké uplatnenie. Jednou z prvých aplikácií bolo ich využitie pri spracovaní celulózy a papiera. Postupne nahradili austenitické ocele a v dnešnej dobe sa z nich vyrábajú prevažne nádrže na skladovanie potrebných surovín či zariadenia pre bielenie papiera a potrebné chemické procesy. Pre ich vysokú pevnosť a odolnosť voči korózii hrajú podstatnú rolu pri preprave ropy a plynu. Využitie môžu byť na výrobu potrubí, zariadení na záchyt a odstránenie škodlivých látok z emisií, púmp, nádrží, protipožiarnych systémov a ochranných prvkov. Používajú sa tiež pre vedenie týchto látok pod hladinou mora či pri výstavbe vrtných veží. V slanom prostredí majú totiž lepšie vlastnosti a dlhšiu životnosť, preto sú využívané aj pre výrobu podmorských káblov alebo výparníkov pre odsol'ovacie plantáže, kde sú vystavované náročným podmienkam vysokých teplôt, tlakov a slaného prostredia. V architektúre sú vhodným materiálom pri výstavbe náročných konštrukcií ako striech a mostov, kde sa spája ich vysoká nosnosť pri zaťažení s odolnosťou voči korózii v teplom a vlhkom prostredí, aké možno nájsť napríklad v prímorských oblastiach. Ich výhodou sú taktiež nižšie náklady pri uvážení menšieho množstva potrebného materiálu a následnej údržby. Pre zaujímavosť, výstavbou Eiffelovej veže z duplexnej ocele (napr. AISI 2304) mohol byť ušetrený materiál predstavujúci minimálne 30 % jej terajšej váhy. Výnimkou použitia týchto ocelí nie je ani skladovanie potravín. V tomto odvetví je možné využiť duplexné ocele na výrobu veľkokapacitných nádrží a síl [3], [4].

## 1.5 Spracovanie ocelí

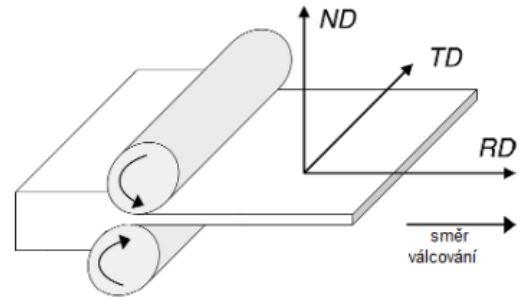
### 1.5.1 Žihanie

Žihanie je proces zahrňujúci ohrev na požadovanú teplotu, výdrž na teplote a následné ochladenie. Pre dosiahnutie požadovaných výsledkov je to často zdĺhavý proces. Jeho cieľom je predovšetkým zníženie heterogenity štruktúrnej či chemickej, relaxácia vnútorných napätí vzniknutých následkom predchádzajúceho spracovania či zlepšenie obrábatel'nosti a tvárniteľnosti za studena. Na základe najvyššej dosiahnutej teploty možno pre ocele tento proces rozdeliť na dve skupiny. Do teploty 723 °C hovoríme o žíhaní bez prekryštalizácie, nad touto teplotou ide o tzv. žíhanie s prekryštalizáciou. Pri tomto druhu žíhania dochádza k austenitizácii, t. j. premene feritickej a perlitickej fázy na austenitickú. Medzi prekryštalizačné žíhania patrí normalizačné, homogenizačné a izotermické žíhanie. Každý s týchto druhov vyžaduje iné teploty a dĺžku výdrže na danej teplote, s cieľom pozmeniť konkrétne vlastnosti, vid' Obr. 7, ktorý zobrazuje teploty rôznych postupov žíhania [2], [6].

Medzi žíhanie bez prekryštalizácie patrí najmä žíhanie na mätko, rekryštalizačné žíhanie a žíhanie k odstráneniu vnútorného pnutia. Pri takýchto procesoch nedochádza k fázovým premenám. Namiesto toho nastávajú štruktúrne zmeny ako rozdelenie a koncentrácia mriežkových porúch, zmena veľkosti a tvaru jednotlivých zrn a zmena veľkosti vnútorných napätí.



Obr. 7 Teploty rôznych postupov žihania nelegovaných ocelí: a-rekryštalizačné, b-na odstránenie vnútorného pnutia, c-žihanie na mätko, d-normalizačné, e-homogenizačné [2]



Obr. 8 Schéma valcovania [5]

## 1.5.2 Valcovanie

Pri valcovaní sa materiál, v tomto prípade oceľ, nechá pretláčať medzi dvoma rotujúcimi valcami, ktorých vzdialenosť je menšia ako hrúbka materiálu, vid' Obr. 8. Tým je materiál silne plasticky deformovaný a dochádza k redukcii jeho hrúbky. Materiál mení svoj tvar, dochádza k pohybu dislokácií, prerozdeľovaniu zvyškových napätí a vzniku valcovanej štruktúry. Výsledná textúra, vlastnosti a geometria valcovaného objektu závisia na smeroch valcovania. Napríklad pevnosť v smere kolmom k smeru valcovania (TD) je väčšia ako v smere valcovania (RD). Výsledná textúra závisí tiež od počiatočnej textúry a od hĺbky v materiáli. Tým vzniká v materiáli valcovanom za studena tzv. textúrny gradient. Valcovaním za studena rozumieme proces deformácie, pri ktorom je teplota ocele pod jej rekryštalizačnou teplotou. Týmto procesom možno získať vlastnosti, ktoré sa pri takzvanom valcovaní za tepla nedajú dosiahnuť. Metóda prináša možnosť opracovávať oceľ presnejšie z hľadiska vlastností aj rozmerov. Povrch takto opracovaného kovu je hladší, zvýši sa jeho pevnosť avšak zníži húževnatosť a oceľ je krehkejšia. Na druhú stranu valcovanie za tepla, to jest nad rekryštalizačnou teplotou, robí oceľ mäkkou a tvárnou, jej tvrdosť sa po tomto procese nemení. Pri výslednom produkte nemožno dosiahnuť presné rozmery, nakoľko sa pri chladnutí ocele mení jej tvar [7].

Vďaka morfológii dvojfázovej štruktúry budú vzniknuté valcované štruktúry duplexných ocelí odlišné od ocelí jednofázových. Dôvod pre tento jav je morfológia jednotlivých fáz, t. j. spôsob ich usporiadania počas deformácie materiálu. Okrem deformačného spevňovania jednotlivých fáz dochádza počas valcovania v dôsledku plastickej deformácie k transformácii austenitu na napätovo indukovaný martenzit. Austenit vykazuje po valcovaní za studena vyššie deformačné spevnenie a schopnosť rekryštalizácie než ferit [5]. Rýchlosť spevňovania austenitu však nie je tak vysoká

ako by sa očakávalo v dôsledku nízkej nahromadenej poruchovej energie<sup>3</sup> (SFE). Jednofázová austenitická oceľ s rovnakým zložením ako austenit v duplexnej oceli by mala vyššiu rýchlosť spevňovania. Dôvodom tohto správania je rozdelenie plastickej deformácie vyskytujúce sa v oboch fázach počas valcovania za studena. Deformačné spevnenie austenitu je veľmi vysoké pri nízkych deformáciách, ale pri zmenšení hrúbky o približne 15 % sa viac a viac koncentruje vo feritickej fáze, ktorá má väčší počet aktívnych sklzových rovín a podstatne vyššiu SFE. Napät'ovo indukovaný martenzit sa vyskytne v oceli najmä pri zúžení o 20 až 50 % pôvodnej hrúbky. Pre jeho odstránenie je potrebné žihanie [4].

---

<sup>3</sup> anglicky stacking fault energy (SFE). S nižšou SFE klesá schopnosť deformácie sklzom.

# Kapitola 2

## Balotínovanie

### 2.1 Základný popis metódy

Gul'ôčkovanie, balotínovanie či brokovanie (anglicky shot peening) je proces spracovania kovov za studena, pri ktorom je povrch objektu bombardovaný malými gul'ovitými keramickými či kovovými časticami anglicky nazývanými „shot“. Pri náraze spôsobujú tieto gul'ôčky plastickú deformáciu povrchu v podobe malých jamiek a priehlbínok, ktoré ovplyvňujú parametre integrity povrchu. Medzi nimi je aj zvyškové napätie, ktoré vzniká, pretože podpovrchové vrstvy bránia šíreniu tejto deformácie. Tlakovo predpätá vrstva bráni vzniku trhlin a iných defektov. Aj z tohto dôvodu má balotínovanie výrazný vplyv na životnosť materiálu [8], [9].

Tlakové napätia vzniknuté touto metódou sú prospešné pri zvyšovaní odolnosti voči únavovým poruchám, pri prevencii korózie pod napätím a znižujú riziko korózneho praskania. K tomu sa pridávajú benefity získané v dôsledku charakteru balotínovania ako opracovávanie za studena, zahŕňajúce odolnosť voči medzikryštálovej korózii, spevnenie, uzatváranie pórovitosti a štruktúrovanie povrchu [8]. Zlepšenie mechanických vlastností zaručuje zvýšenie životnosti, vyššiu spoľahlivosť, poprípade umožňuje zmenšenie rozmerov a hmotnosti dielov, čo je výhodné z hľadiska úspory materiálu a nákladov.

Jedným zo spôsobov aplikácie gul'ôčok na povrch vzorky je tryskanie vzduchovým systémom. Stlačený vzduch odnáša gul'ôčky zo zásobníka cez trysku na povrch balotínovaného objektu. Tlak vzduchu v tryske ako jeden z parametrov balotínovania, je potom interpretovaný ako tlak tryskania a rýchlosť gul'ôčiek ako rýchlosť tryskania. Väčšia rýchlosť má za následok rast povrchovej drsnosti, tvrdosti, medze únavy a hrúbky ovplyvnenej povrchovej vrstvy. Z celkovej kinetickej energie prúdu gul'ôčok je k plastickej deformácii však využitých len 10 %, zvyšok energie sa premieňa na teplo v dôsledku trenia [9].

Dôležitým faktorom pri balotínaní je voľba gul'ôčok. Tie môžu byť zhotovené z liatej ocele, keramiky či skla alebo často aj zo zaobl'ovaného rezaného drôtu. Každý druh je samozrejme vhodný na iný účel. Ocelové gul'ôčky sú väčšie, ich vysoká tvrdosť však môže spôsobiť rýchle opotrebenie a trieštenie, čo je nežiadúce z dôvodu možnosti poškodenia cieleného povrchu. Sklenené sú naopak omnoho menšie a hodia sa k obrábaniu malých dielov či dokonca závitov na skrutkách [9].

Okrem typu gul'ôčok, ich relatívnej tvrdosti vzhľadom k obrábanému povrchu a rýchlosti dopadu má na výsledné zvyškové napätia, hrúbku tlakovo predpätej vrstvy a stupeň pokrytia vplyv aj veľkosť a vzdialenosť trysky od povrchu materiálu, expozičná doba a uhol, pod ktorým gul'ôčky dopadajú na povrch. Pokrytie sa udáva v percentách a je dané podielom zasiahnutej plochy. Tvrdosti materiálu je priamo úmerný čas potrebný pre úplné 100 % pokrytie. Intenzita gul'ôčkovania je meraná



pomocou tzv. Almenových prúžkov a je definovaná ich ohybom a typom. Almenove prúžky sú oceľové pliešky s presne definovanou štruktúrou a tepelným spracovaním. Tým je zabezpečená reprodukovateľnosť ich vlastností a možnosť ich využitia ako štandardov pri meraní [9].

## 2.2 Aplikácie

Úprava súčiastok balotínaním sa často využíva v automobilovom a leteckom priemysle. Takmer všetky mechanicky namáhané súčiastky ako sú časti prevodoviek, hriadele a ozubené kolesá sú opracované touto metódou. Balotínaním sa znižuje trenie a predchádza sa zadieraniu dotýkajúcich sa strojných dielov. Malé priehlbinky totiž pôsobia ako zásobníky mazacieho média, čím umožňujú lepšie mazanie. Pri výrobe pružín sa jedná o neodmysliteľnú súčasť výrobného procesu [9].

Nakoľko je balotínanie známe už desaťročia, objavujú sa jeho obmeny či alternatívne procesy ako napríklad hĺbkové valcovanie (ang. deep rolling), valčekové leštenie (ang. roller burnishing), balotínanie laserovým šokom (ang. laser shock peening), ultrasonické a vodné balotínanie (ang. ultrasonic shot peening, water peening) a mnoho iných. Ich základný princíp je rovnaký, a to istým spôsobom plastickej deformácie vložiť do povrchu materiálu tlakové predpätie. Nakoľko aj pozmenenie parametrov v rámci jednej metódy má za následok odlišné výsledné vlastnosti, nie je ľahké tieto metódy porovnať medzi sebou. Napriek tomu je možné dôjsť k niektorým základným odlišnostiam. Drsnosť povrchu najviac redukuje hĺbkové valcovanie a valčekové leštenie. Rozdiel najvyššieho a najnižšieho bodu na povrchu na jednotkovú dĺžku ( $R_z$ ) je po týchto metódach 0,5 až 1  $\mu\text{m}$  zatiaľ čo po klasickom balotínaní 4–8  $\mu\text{m}$ . Vodné či laserové balotínanie menia drsnosť len minimálne. Dôležitým faktorom je tiež hĺbka, do ktorej siahajú efekty povrchových úprav. Maximálna ovplyvnená hĺbka od povrchu je dosahovaná po laserovom balotínaní a hĺbkovom valčekovaní a to 2–3 mm. Pre porovnanie je typická hĺbka po klasickom balotínaní 0,3–0,5 mm. Vodné balotínanie ovplyvní materiál len do hĺbky 0,1 mm [10]. Ďalšie porovnania možno taktiež nájsť napríklad v [10].

## 2.3 Vplyv na povrch a vlastnosti

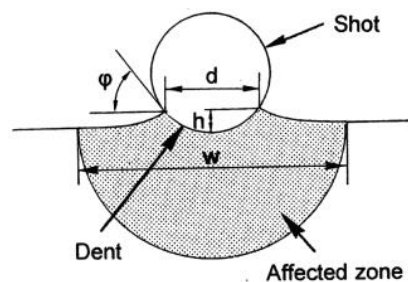
Nakoľko balotínanie predstavuje určitý spôsob obrábania, podpíše sa na výslednej štruktúre a integrite povrchu. Pod pojmom štruktúra povrchu si možno predstaviť drsnosť povrchu, rôzne prehĺbeniny v podobe jamiek a trhlín, vyvýšeniny a iné geometrické nedokonalosti. Integrita zasa zahŕňa tvrdosť, zvyškové napätia, plasticke deformácie, rekryštalizáciu, tepelne ovplyvnené zóny a iné [11].

Vplyv veľkosti guľôčky, jej rýchlosti a tvrdosti balotínaného povrchu možno nájsť v [11]. Pomocou odstredivej trysky bola stredne uhlíková oceľ (S45C) balotínaná štyrmi druhmi média pri pozorovaní nasledujúcich výsledkov pre štruktúru povrchu [11].

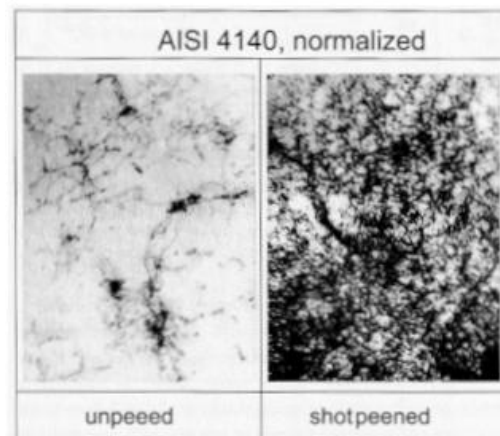
- Priemer vzniknutej priehlbinky je lineárnou závislosťou veľkosti častôčiek média, úmerný druhej odmocnine z jej rýchlosti a nepriamo úmerný štvrtej odmocnine tvrdosti balotinovaného povrchu. Najviac ovplyvňujúcim faktorom je teda veľkosť guľôčky.
- Hĺbka priehlbinky je úzko spätá z drsnosťou povrchu. Jej hodnoty sa pohybovali od 5 do 50  $\mu\text{m}$ , čo predstavovalo 1/100 až 3/100 násobku veľkosti guľôčky.
- Drsnosť vytvoreného povrchu je v lineárnej závislosti k veľkosti a rýchlosti častôčky média, zatiaľ čo je nepriamo úmerná druhej odmocnine z tvrdosti povrchu.

Na integritu povrchu bude mať medzi inými vplyv aj takzvaná ovplyvnená zóna, ktorá vzniká popri priehlbinke pri náraze častôčky na povrch, ako ilustruje Obr. 9. Pomer objemu ovplyvnenej zóny a priehlbinky je pre daný typ ocele medzi 250 až 300:1 [11].

Ukázalo sa, že zvyškové napätia v tzv. saturovanom stave, kedy je pokrytie povrchu viac ako 80 %, už nezávisia na veľkosti či rýchlosti média. Dôležitá je však hrúbka materiálu. Pre efektívne zavedenie tlakových zvyškových napätí je totiž potrebná istá minimálna hrúbka [11].



Obr. 9 Vplyv nárazu na povrch.  $d$ -priemer priehlbinky,  $h$ -hĺbka priehlbinky,  $\varphi$ -kontaktný uhol,  $w$ -šírka ovplyvnenej zóny [11]



Obr. 10 Dislokačná štruktúra normalizovanej AISI 4140 [14]

Balotívanie má taktiež priamy vplyv na mikroštruktúru. Viacero výskumov vykazuje zvýšenie hustoty dislokácií a nasvedčuje vysokorýchlostnú deformáciu počas balotínovania. Pri skúmaní rôznych druhov ocelí sa našli tiež dôkazy statickej rekryštalizácie počas balotínovania ako aj jeho vplyv na vznik či pozmenenie textúry preorientovaním zŕn. Môže tak vzniknúť charakteristická textúra zmenou pôvodnej, či dokonca aj v materiáloch bez textúry pred balotínovaním. Balotívanie môže taktiež pozmeniť veľkosť zŕn a kryštálikov. To možno vidieť napríklad v [12] kde je na duplexnej oceli SAF 2507 ukázané ako sú väčšie zrná rozbité na menšie fragmenty a balotívanie spôsobuje tzv. nanokryštalizáciu. Štúdia rovnakej ocele v [13] ukázala, že deformácia spôsobená balotínovaním je v tejto duplexnej oceli heterogénna. Pri rovnakých podmienkach bola viac deformovaná austenitická fáza ako feritická. Taktiež tu došlo k premene austenitu na  $\alpha'$ -Fe. Vplyv balotínovania na hustotu dislokácií možno vidieť na príklade normalizovanej ocele AISI 4140

študovanej pomocou TEM<sup>4</sup> na Obr. 10. Pôvodná pomerne nízka dislokačná štruktúra sa mení na rovnomerne rozloženú štruktúru s výrazne zvýšenou hustotou dislokácií [14].

Známe sú taktiež zmeny fáz, najmä v cementovanej oceli, kalenej nástrojovej oceli s vysokým obsahom uhlíka a metastabilnej austenitickej oceli, kde sa austenit transformuje na tzv. napätovo indukovaný martenzit. V nástrojovej oceli AISI D3 boli pozorované zmeny zvyškového austenitu, ktorého obsah je po kalení vyšší, so zvyšujúcou sa teplotou austenitizácie. V dôsledku balotínovania sa vyskytli tým menšie transformácie súvisiace s počiatočnou hodnotou, čím vyššia bola austenitizačná teplota. To je dôsledkom zvýšenia chemickej stability austenitu [14].

Jednou z modifikácií balotínovania je tento proces nasledovaný žíhaním. To môže byť využité na optimalizáciu mikroštruktúry ocelí a zliatin na báze hliníka a titánu. Ako však vieme z predchádzajúcej kapitoly, duplexné ocele sú pri zvýšených teplotách náchylné na tvorbu fáz, ktoré môžu byť nežiadúce. Vplyvom balotínovania na formáciu  $\sigma$  fázy v blízkosti povrchu pri zvýšených teplotách sa zaoberali napríklad v [15]. Duplexnú oceľ najprv podrobili balotínovaniu a následnému žíhaniu po dobu 64 minút pri 600, 650 a 700 °C. Okrem premeny feritu na austenit pozorovali vznik  $\sigma$  fázy pri žíhaní na 700 °C po 32 minútach, pričom jej obsah s časom rástol. Ukázalo sa, že formácia  $\sigma$  fázy sa deje len tesne pod povrchom, do hĺbky 75  $\mu\text{m}$ , čo môže byť spôsobené balotínovaním [15]. Je však pozoruhodné, že z výsledkov vyplýva, že najväčšie hmotnostné percento tejto fázy sa nachádzalo v hĺbke 10  $\mu\text{m}$  a nie priamo na balotínovanom povrchu. To môže byť vysvetlené smerom toku tepla a časom potrebným pre transformáciu. Pri procese žíhania je teplo vedené z povrchu do väčších hĺbok a preto je teoreticky rýchlosť rastu veľkosti zŕn na povrchu nižšia ako pod povrchom. Nakoľko tvorba  $\sigma$  fázy potrebuje dostatočný čas, zrná na povrchu sa stihnú zväčšiť dostatočne na to aby sa znížila tendencia tvorby  $\sigma$  fázy v týchto oblastiach [15].

---

<sup>4</sup> Transmisná elektrónová mikroskopia

# Kapitola 3

## Röntgenové difrakčné metódy

### 3.1 Vznik a zdroje röntgenového žiarenia

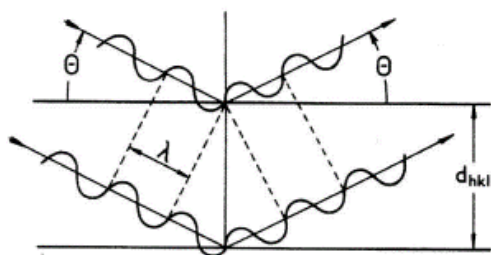
Röntgenové žiarenie vzniká pri dopade rýchlo sa pohybujúcich elektrónov na atómy hmoty dvoma procesmi. Prvým z nich je ionizácia atómov, pri ktorej vzniká tzv. charakteristické spektrum. Druhým spôsobom je zabrzdzenie elektrónov v elektrickom poli jadra atómu a takto získané spektrum sa nazýva spojité. Najčastejším zdrojom takéhoto žiarenia sú takzvané röntgenky. Ide o vákuové trubice s elektródami na koncoch, medzi ktorými je udržiavané napätie. Elektróny uvoľnené termoemisiou z katódy sú urýchľované na anódu, na ktorej vzniká žiarenie [16]. Vlnová dĺžka rtg žiarenia sa pohybuje z rozmedzí 0,01–10 nm a jeho energia rádovo v keV.

*Spojité spektrum* vzniká pri brzdení elektrónu v elektrónovom obale atómov anódy. Ten má pôvodnú energiu  $E_1 = eU$ , kde  $e$  je jeho náboj a  $U$  rozdiel potenciálov elektród. Pri zabrzdení sa jeho energia zmenší na  $E_2$  a ak rozdiel týchto energií prejde v energiu žiarivú vzniká kvantum energie  $h\nu = E_1 - E_2$ . Elektrón môže byť zabrzdžený naraz ( $E_2 = 0$ ) pri vzniku fotónu s vlnovou dĺžkou  $\lambda_{min} = \frac{hc}{eU}$  alebo častejšie postupne, pričom vzniká niekoľko fotónov s vlnovými dĺžkami väčšími ako  $\lambda_{min}$ . Výsledkom je spojité spektrum, tiež nazývané biele žiarenie. So zvýšením potenciálu  $U$  vzrastie spektrálna aj integrálna intenzita spojitého žiarenia približne s druhou mocninou napätia dôsledkom zvýšenia počtu zrážok elektrónov s vyššou energiou s atómami anódy. Zvýšenie intenzity možno taktiež dosiahnuť zvýšením protónového čísla materiálu anódy [16].

*Charakteristické spektrum*, nazývané tiež čiarové vzniká pri uvoľnení elektrónu z niektorej vnútornej hladiny atómu. Prázdne miesta obsadia elektróny s vyššími energiami. Rozdiel energií zodpovedajúcich hladín určuje dĺžku vyžiarenej vlny. Spektrálne línie tohto druhu môžu mať až o dva rády vyššiu intenzitu než línie spojitého spektra. Spektrá klasifikujeme podľa hladín, z ktorých boli elektróny uvoľnené. Ak došlo k uvoľneniu elektrónov z hladiny K, získavame línie (čiary) série K a pod. Práve uvoľnenie elektrónu z hladiny K je predpokladom pre vznik všetkých sérií L, M, N, ... [16]. Pre uvoľnenie elektrónu z určitej hladiny musí mať dopadajúci elektrón istú minimálnu energiu. Najmenší rozdiel potenciálov na elektródach potrebný pre dosiahnutie takejto energie sa nazýva prah budenia. Podľa toho, či potrebnú energiu pre odtrhnutie elektrónu z vnútornej hladiny odovzdá voľne letiaci elektrón alebo fotón už vzniknutého röntgenového žiarenia nazývame vzniknuté žiarenie primárne, resp. sekundárne. V difrakčnej analýze sú najpodstatnejšie tri najintenzívnejšie spektrálne línie série K, a to  $K_{\alpha 1}$ ,  $K_{\alpha 2}$ , ktoré vytvárajú dublet, a  $K_{\beta}$  [16].

### 3.2 Interakcia rtg lúčov s kryštálovou mriežkou

Každá látka vyžaruje po dopade fotónov rtg žiarenia elektromagnetické vlny s rádovo rovnakou dĺžkou akú mali vlny primárneho zväzku. Jedná sa o pružný rozptyl, ktorý je rozhodujúcim pre vznik difrakčného obrazu. Interferenčný jav možno pozorovať iba ak majú vlny rozptýlené atómami v rovnobežných rovinách rovnakú fázu. V opačnom prípade sa vlny vyrušia a dochádza k vyhasnutiu rozptýlených zväzkov. Pre splnenie tohto pravidla sa musí dráhový rozdiel pri rozptyle na susedných rovinách rovnať celému násobku počtu vlnových dĺžok. Geometrické vyjadrenie na Obr. 11 nás privedie k Braggovej rovnici (3.1).

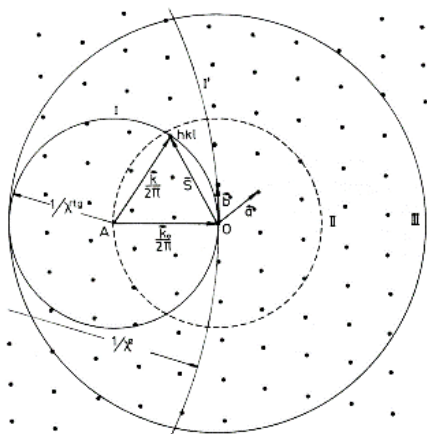


Obr. 11 Geometrická interpretácia pre odvodenie Braggovej rovnice [9]

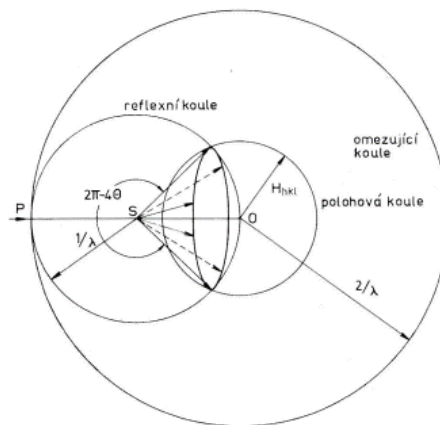
$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (3.1)$$

Číslo  $n$  je rádom reflexie, a  $\theta$  je takzvaný Braggov uhol meraný od systému rovín ( $hkl$ ) navzájom vzdialených  $d_{hkl}$  [9]. V rtg difraktometrii je častejšie uvažovaný uhol  $2\theta$ , medzi reflektovaným a dopadajúcim zväzkom.

Braggov zákon možno vyjadriť aj pomocou Ewaldovej konštrukcie, vid' Obr. 12. Z bodu A v recipročnom priestore sú vedené vektory  $\mathbf{k}_0/2\pi$  a  $\mathbf{k}/2\pi$  o veľkosti  $\lambda^{-1}$ , kde  $\mathbf{k}_0$  a  $\mathbf{k}$  sú vlnové vektory dopadajúcej a rozptýlenej vlny. Povrch Ewaldovej reflexnej gule I opísanej bodu A je množinou koncov vektorov  $\mathbf{S} = (\mathbf{k} - \mathbf{k}_0)/2\pi$ . Pre vznik difraktovaného zväzku s indexami  $hkl$  musia na tejto guli ležať uzly  $[[hkl]]$  a teda musí platiť  $\mathbf{S} = \mathbf{H}_{hkl}$ , kde  $\mathbf{H}_{hkl} = 1/d_{hkl}$  označuje vektor recipročnej mriežky.



Obr. 12 Ewaldova konštrukcia [16]

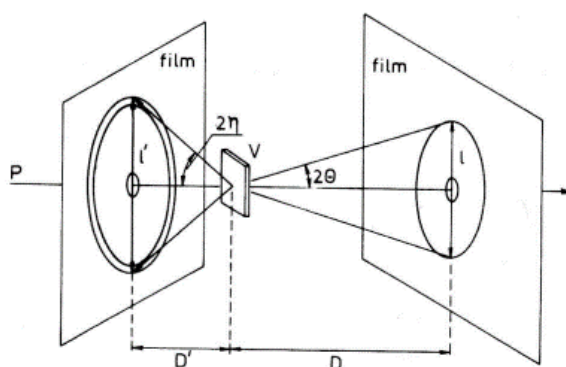


Obr. 13D Ewaldova konštrukcia pre polykryštalický materiál [16]

Orientácia kryštálu a polomer gule  $\lambda^{-1}$  tak ovplyvnia vznik difraktovaných zväzkov. Tie budú pochádzať z tzv. efektívnej hĺbky vnikania  $T^{ef}$ , čo je hrúbka vrstvy, z ktorej pochádza 63,2 % celkovej difraktovanej energie. Pre röntgenové žiarenie je to rádovo 1–10  $\mu\text{m}$  [16].

### 3.3 Debyeova–Scherrerova metóda štúdia polykryštalických látok

Debyeova-Scherrerova metóda predpokladá monochromatický zväzok röntgenového žiarenia dopadajúci na polykryštalickú vzorku. Takýto materiál je zložený z veľkého počtu menších kryštálikov, ktoré majú náhodnú orientáciu a difraktujú nezávisle od seba. Pri ich chaotickej orientácii vzhľadom k orientácii zväzku ich bude vždy dostatočne mnoho k splneniu Braggovej podmienky [16]. Tento efekt možno docieľiť teoretickou rotáciou recipročnej mriežky, kde sa jednotlivé uzly  $[[hkl]]$  presúvajú cez všetky možné polohy na povrchu guľovej plochy o polomere  $|H_{hkl}|$ . Uzly recipročnej mriežky charakterizované vektormi  $H_{hkl}$  sa tak menia na guľové plochy nazývané polohové gule. Tie sa budú v kružniciach pretínať s reflexnou guľou ako ukazuje Obr. 13. Tento prístup je z hľadiska geometrickej konštrukcie podmienok vzniku difrakčného obrazu ekvivalentný polykryštálu zloženého z kryštálikov s rovnakou pravdepodobnosťou svojich priestorových orientácií. Z bodu S na Obr. 13 vychádzajú difraktované lúče, ktoré sú povrchmi kužeľov [16].



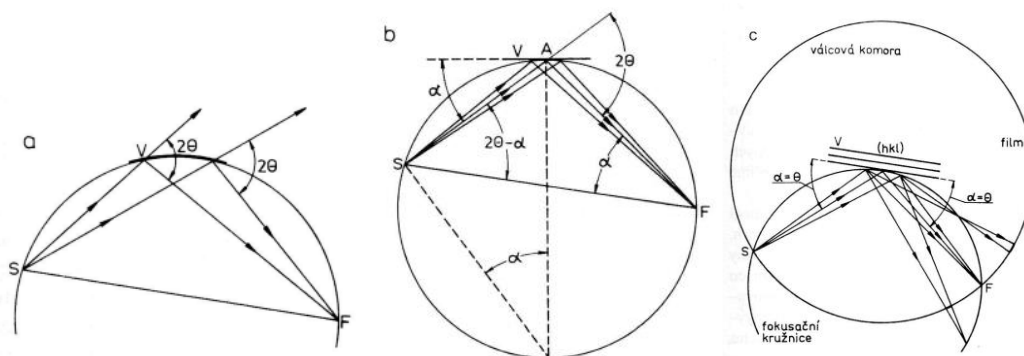
Obr. 14 Schéma usporiadania Debyeovej-Scherrerovej metódy na spätný odraz a priechod [16]

Existuje viacero usporiadaní tejto metódy ako napríklad usporiadanie s valcovým filmom, usporiadanie na priechod a odraz či fokusačné a semifokusačné usporiadanie. Usporiadanie na spätný odraz možno vidieť v ľavej časti<sup>5</sup> Obr. 14. Toto usporiadanie sa využíva k analýze difrakčných línií v oblasti veľkých uhlov. Na rovinný povrch vzorky V, dopadá kolmo primárny zväzok P. V prípade rovinného detektoru (napr. filmu) sú snímané difrakčné línie vo forme sústredných krúžkov.

Pri semifokusačnom usporiadaní divergentné lúče zo zdroja S dopadajú na vzorku V, difraktujú pod uhlom  $2\theta$  a sú fokusované do bodu F ako ukazuje Obr. 15a.

<sup>5</sup> Pravá časť Obr. 14 zobrazuje usporiadanie na priechod

Pri malej rozbiehavosti lúčov možno aproximovať zakrivený povrch dotyčnicovou plochou.



Obr. 15 a) rozptyl lúčov, b) pre odvodenie všeobecnej fokusačnej podmienky, c) princíp semifokusačného usporiadania [16]

Ak stredný lúč zo zväzku SA dopadá na rovinný povrch vzorky V pod uhlom  $\alpha$ , viď Obr. 15b, platí (3.2). Pri umiestnení vzorku do stredu komory tak ako na Obr. 15c vyplýva z (3.2) a rovnosti  $\overline{SA} = \overline{AF}$  rovnosť (3.3) a teda  $\alpha = \theta$ .

$$\frac{\sin \alpha}{\overline{SA}} = \frac{\sin(2\theta - \alpha)}{\overline{AF}} \quad (3.2)$$

$$\sin \alpha = \sin(2\theta - \alpha) \quad (3.3)$$

Ostatné línie, ktorých uhol reflexie na atómových mriežkových rovinách ( $hkl$ ),  $\theta$  nebude zhodný s uhlom  $\alpha$  budú fokusované len čiastočne [16].

Takéto usporiadanie nazývame Braggovo-Brentanovo. Zdroj žiarenia, ožiarená plocha rovinnej vzorky aj detektor ležia na rovnakej kružnici, nazývanej fokusačná, Obr. 15c. Jej polomer  $r_f$  sa mení s uhlom  $\theta$ . Pri tomto symetrickom usporiadaní difraktujú iba roviny rovnobežné s povrchom vzorky. Toto usporiadanie umožňuje taktiež merať difrakčné línie s uhlami  $\theta$  v blízkosti  $0^\circ$ . To je výhodou, ktorú má toto usporiadanie oproti usporiadaniu Seemanovmu-Bohlinovmu, pri ktorom je vzorka aj detektor na rovnakej kružnici, ktorej polomer je však nemenný [16].

### 3.4 Fázová difrakčná analýza

Každý materiál je jednoznačne charakterizovaný svojim difrakčným spektrom, t. j. množinou hodnôt medzirovinných vzdialeností reflektujúcich rovín a intenzitou odpovedajúcich difrakčných línií. To nám umožňuje identifikovať jednotlivé fázy a štruktúry v danej vzorke. Poznáme dva druhy röntgenovej difrakčnej fázovej analýzy a to analýzu kvalitatívnu a kvantitatívnu. Na registráciu všetkých prítomných fáz v danom materiáli slúži prvý typ. Kvantitatívna analýza nám poskytuje informácie o percentuálnom zastúpení jednotlivých fáz v danom materiáli [9]. Najmenšie množstvo fázy v danej vzorke určuje citlivosť kvalitatívnej analýzy. Tá samozrejme záleží aj na použitej optike, detektore a type žiarenia. S rastúcou reflexnou

schopnosťou atómových rovín kryštálikov danej fázy sa zvyšuje aj citlivosť metódy. Intenzita pozadia má na citlivosť opačný efekt. Pomer absorpčných koeficientov celej zmesi a určovanej fázy hrá taktiež dôležitú úlohu, nakoľko látky, ktoré absorbujú lúče žiarenia silno, sa ľahšie odhalia v slabo absorbujúcich zmesiach a naopak [9].

Metóda kvalitatívnej fázovej analýzy je založená na porovnávaní získaných difrakčných spektier skúmanej látky so štandardnými diagramami. Tie sú dostupné v špecializovaných databázach, obsahujúcich všetky potrebné informácie týkajúce sa difrakčných ako aj iných fyzikálnych a kryštalografických vlastností [16].



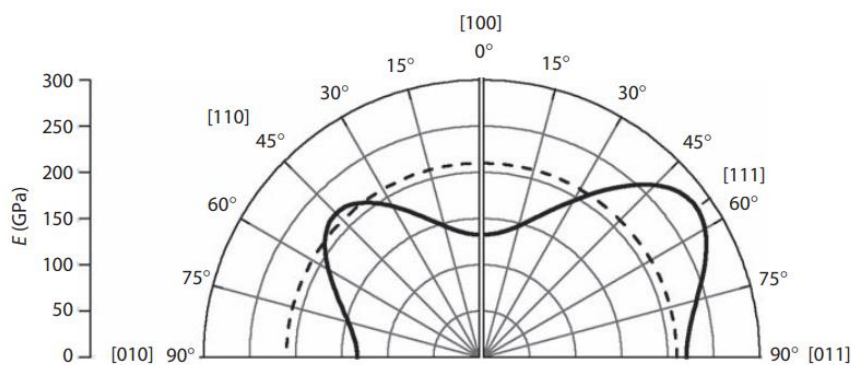
# Kapitola 4

## Reálna štruktúra

Pojem štruktúra v sebe zahŕňa rôzne usporiadania materiálu v závislosti na základnej stavebnej jednotke, ktorú pozorujeme. Ak budeme sledovať jednotlivé atómy a ich usporiadanie, hovoríme o kryštálovej štruktúre. Väčšími celkami sú potom jednotlivé fázy a zrná. Sledovaním ich tvaru, rozloženia a veľkosti hovoríme o mikroštruktúre daného materiálu. V prípade makroštruktúry sledujeme vlastnosti pozorovateľné voľným okom, ako je napr. drsnosť materiálu alebo jeho makroskopické štruktúrne útvary. Pod pojem štruktúry patria aj jej nedokonalosti ako rôzne defekty či poruchy [2]. Práve odchýlky od ideálnych parametrov sú v [1] označené pojmom reálna štruktúra. Reálnou štruktúrou teda popisujeme napr. veľkosti zrn, zvyškové napätia alebo poruchy ideálnej štruktúry. Pri sledovaní reálnej štruktúry sa môžeme tiež zamerať na pozorovanie orientácie mikroštruktúrnych stavebných jednotiek. Tento aspekt reálnej štruktúry nazývame textúra či prednostná orientácia. Zvyšok práce sa zameriava na štúdium textúry a jej vývoja po balotinovaní duplexnej oceli.

### 4.1 Textúra

Polykryštalické látky sú, ako je známe, zložené z množstva kryštálikov, poprípade zrn. Orientácia týchto zrn, či už v prírodnom alebo umelo vytvorenom materiáli je len z mála náhodná. Vo väčšine materiálov možno nájsť istý vzor v orientácii. Tendencia zrn vytvárať isté usporiadania je známa ako preferovaná orientácia, alebo kryštalografická textúra. Dôležitosť textúry tkvie v tom, že mnoho vlastností je textúrne špecifických. V mnohých prípadoch predstavuje vplyv textúry 20 až 50 % hodnoty danej vlastnosti. Medzi bežné vlastnosti ovplyvnené textúrou patria mechanické, magnetické a elektrické vlastnosti [17]. Vplyv textúry možno pre názornosť vidieť na Obr. 16, ktorý znázorňuje Youngov modul v závislosti na smere v monokryštalickom železe (plná čiara). Je zrejmé, že hodnoty sa líšia od hodnoty 210 GPa (čiarkovaná čiara) získanej pre netextúrovaný materiál.



Obr. 16 Youngov modul  $E$  monokryštalického železa v závislosti na kryštalografickom smere [17]

Najpoužívanejšou metódou pre kvantitatívne určenie textúry je difrakcia. Pri rgt žiarení je hĺbka prenikania niekoľko mikrometrov (napr. 5–10  $\mu\text{m}$  pre oceľ a žiarenie  $\text{CoK}_\alpha$ ) [1]. Ďalšou metódou je neutrónová difrakcia, ktorá poskytuje možnosť ožiarenia väčšieho objemu. Minimálne množstvo látky pre analýzu je okolo 1  $\text{cm}^3$  [16] zatiaľ čo hĺbka vnikania sa pohybuje rádovo v jednotkách až desiatkach mm (15 mm pre oceľ a až 50 mm pre hliníkové zliatiny) [1]. Poslednou je metóda spätne odrazených elektrónov (Electron Back-Scatter diffraction – EBSD), ktorá poskytuje orientačnú mapu povrchu [5]. Pri elektrónovej difraktografii preniká žiarenie do hĺbky približne 10 nm a ožiarená plocha býva rádovo 0,1  $\text{mm}^2$  [1], [16].

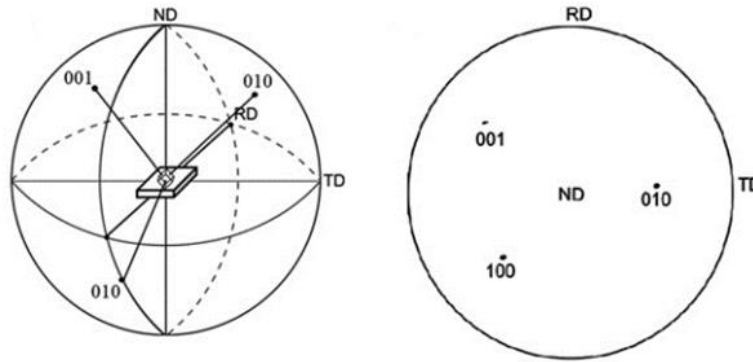
Textúra vzniká, vyvíja sa a mení počas takmer všetkých štádií spracovania materiálu. Kovy a zliatiny majú v odliatom stave silne preferované orientácie zrn. Počas nasledujúceho spracovania, ktoré môže zahŕňať deformáciu za tepla a za studena (valcovanie, kovanie, ťahanie drôtov apod.) ako tiež žihanie, pri ktorom dôjde k rekryštalizácii a rastu zrn, sa textúra mení. Problematika textúry sa týka aj nekovových materiálov, keramik, polymérov a kompozitných materiálov. Typ a stupeň textúry v materiáloch je tak zložitou funkciou výrobného procesu a odzrkadľuje celú históriu daného materiálu. Na základe vzniku možno textúry v materiáloch rozdeliť do štyroch tried a to na *textúru tuhnutia*, ktorá vzniká počas tavenia a odlievania, *deformačnú textúru*, ktorá vzniká napríklad pri kutí či valcovaní, *textúru rekryštalizácie a rastu zrn*, vznikajúcu pri žíhaní a *transformačnú textúru*, ktorá sa tvorí pri transformácii fáz [18].

## 4.2 Popis textúry

Pre popis textúry pomocou difrakcie sa dá využiť niekoľko možností zahrňujúcich priame a inverzné pólové obrazce (PPO, resp. IPO) a orientačnú distribučnú funkciu (ODF). Pólové obrazce možno namerať (avšak nie kompletne) a predstavujú dvojrozmernú stereografickú projekciu. Aj keď ide o užitočný opis textúry, nie je úplný, nakoľko kryštál je trojrozmerným objektom. Úplný popis nám poskytne ODF, ktorá popisuje frekvenciu výskytu konkrétnych kryštálových orientácií v trojrozmernom Eulerovom priestore, ktorého súradnice sú definované tromi Eulerovými uhlami a je potrebné ju vypočítať [18].

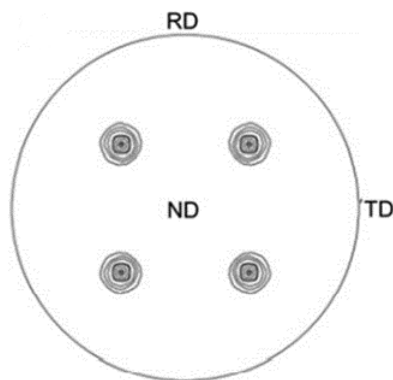
### 4.2.1 Pólové obrazce

Pólový obrazec je dvojdimenzionálna stereografická projekcia, v ktorej sú zobrazené pozície a intenzity od jednotlivých kryštalografických orientácií vo vzťahu ku geometrii vzorky [18]. Priamy pólový obrazec (PPO) je stereografickou projekciou priestorového rozloženia rovín  $\{hkl\}$  do projekčnej roviny, ktorá je paralelná s niektorou význačnou rovinou vzorky. Ako význačnú geometriu vzorky možno voliť smery ND, RD a TD po valcovaní, vid' Obr. 17. Pri určovaní konkrétnej roviny budú podľa Braggovho zákona difraktovať len vhodne orientované kryštáliky polykryštalickej látky. Preto je potrebné so vzorkou rotovať okolo osi kolmej k jej povrchu (uhol  $\varphi$ ) a okolo k nej ortogonálnej osi (uhol  $\psi$ ). Priradením intenzity ku každej dvojici ( $\varphi$ ,  $\psi$ ) získame stereografickú projekciu. Nakoľko jednotlivé intenzity

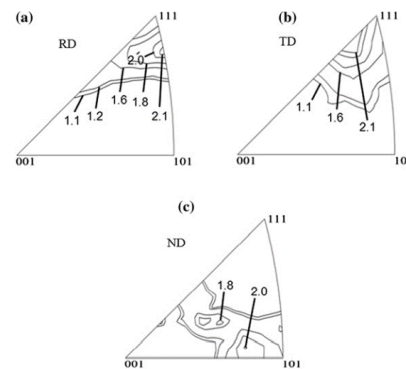


Obr. 17 Princíp vytvorenia PPO [18]

budú proporcionálne k hustote pólov od rovín  $\{hkl\}$ , získame tým ich distribúciu a teda priamy pólový obrazec. Pred jeho použitím je však potrebné urobiť vhodné korekcie na pozadie a defokusáciu. Intenzita pozadia, ktoré vzniká v dôsledku nesúvislého rozptylu, fluorescencie vo vzorke a v malom príspevku aj z interakcie zväzku s akýmkoľvek materiálom v jeho ceste, sa od nameranej intenzity odčíta. Nameraná intenzita taktiež podlieha chybám spôsobeným defokusáciou zväzku pri náklone vzorky. Zvýšením náklonu vzorky sa rozširujú namerané píky, avšak detektor vybavený systémom clôn a optiky „vidí“ iba malú plochu povrchu vzorky, a tak má toto rozšírenie za následok pokles intenzity. Pre korekciu tejto chyby je potrebná korekčná funkcia, ktorá pre každý uhol náklonu normalizuje intenzitu náhodne usporiadanej vzorky na hodnoty nulového náklonu. Touto funkciou sa potom nameraná intenzita po odčítaní pozadia vydolí, vid' (5.1). Pre jej získanie je potrebné namerať pólové obrazce netextúrovaného materiálu [17], [18]. Jeden pólový obrazec však na určenie presnej orientácie kryštáliku nestačí, nakoľko ten ešte môže okolo daného pólu rotovať. Vo špeciálnosti sú pre určenie orientácie potrebné minimálne tri pólové obrazce. Ich počet závisí taktiež na kryštalografickej symetrii [17].



Obr. 18 Příklad PPO [18]



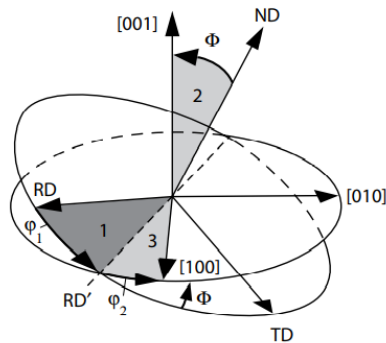
Obr. 19 Příklad IPO. 95 % za studena valcovaný Ni v smere a) RD, b) TD, c) ND [18]

Ak chceme namiesto orientácie kryštáliku vzhľadom k orientácii vzorky zobrazit orientáciu vzorky v súradnicovom systéme kryštáliku využijeme inverzný pólový obrazec (IPO). IPO vznikne zo štandardnej stereografickej projekcie monokryštálu daného materiálu tak, že k priemetom pólov priradíme hodnoty  $p_i$  udávajúce koľko krát je počet rovín  $\{hkl\}_i$  väčší či menší než u netexturovaného stavu. Orientácia tak môže byť definovaná osami ND, RD a TD. Pri takomto zobrazení sú potrebné tri

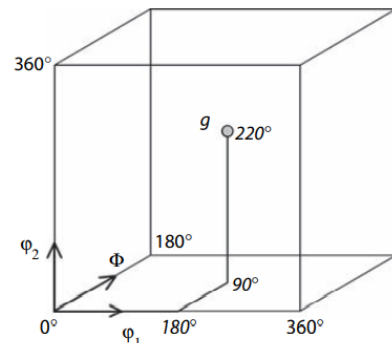
projekcie, po jednej pre každý smer. Projekčnou rovinou pre IPO je štandardná projekcia, t. j. projekcia pólov niekoľkých rovín, z ktorej vďaka symetrii stačí zobrazit jednotkový stereografický trojuholník. Príkladmi pólových obrazcov sú Obr. 18 a Obr. 19 [18].

#### 4.2.2 Eulerov priestor a Eulerove uhly

Pre popis orientácie konkrétneho kryštáliku v celej vzorke máme na začiatok dva súradnicové systémy, jeden prislúchajúci kryštáliku, jeden celej vzorke. Eulerove uhly predstavujú tri po sebe idúce rotácie, ktoré vykonané v správnom poradí prevedú osi súradnicového systému celej vzorky na osi súradnicovej sústavy kryštáliku [17]. To je názorne ukázané na Obr. 20. Osi vzorky tu predstavujú osi ND, RD, a TD, ktoré vypovedajú o smeroch vo valcovanom materiáli, tak ako tomu bolo na Obr. 8. Súradnicový systém konkrétneho kryštáliku tvoria osi [100], [010] a [001]. V tomto prípade sú použité Eulerove uhly  $\varphi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\varphi_2$  podľa Bungeho definície aj keď definícií Eulerových uhlov je viacero (Roe, Kocks, Williams a iný) [17], [18]. Tieto tri uhly, vynesené na tri kolmé osi tvoria trojrozmerný orientačný priestor, ktorý nazývame Eulerovým priestorom. Každý bod tohto priestoru (hodnota troch Eulerových uhlov) potom predstavuje konkrétnu orientáciu. Príkladom toho je Obr. 21. Eulerov priestor možno často krát zmenšiť v dôsledku symetrie kryštálu [5], [17], [18].



Obr. 20 Diagram znázorňujúci prevod z osí vzorky na osi kryštáliku [17]



Obr. 21 Príklad reprezentácie orientácie g v Eulerovom priestore [17]

#### 4.2.3 Orientačná distribučná funkcia

Povedzme, že všetky kryštáliky s orientáciou  $g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$  tvoria objem  $\Delta V$  a  $V$  je celkový ožiarený objem. Orientačnú distribučnú funkciu (ODF) potom možno definovať vzťahmi (4.1). Predstavuje tak hustotu pravdepodobnosti výskytu kryštáliku s orientáciou  $g$  v celkovom objeme  $V$ . ODF sa normalizuje na jednotku, čo predstavuje náhodnú orientáciu kryštálikov [5], [17]. Pre výpočet ODF možno využiť experimentálne dáta pólových obrazcov  $P_h(y)$  a vzťah (4.2), kde  $dy = \sin \psi d\psi d\varphi$  pričom  $\psi$  predstavuje azimut a  $\varphi$  rotáciu okolo pólovej osi v stereografickej projekcii, podrobnejšie vid' [17].

$$f(g)dg = \frac{\Delta V}{V}$$

$$dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin \Phi d\varphi_1 d\Phi d\varphi_2 \quad (4.1)$$

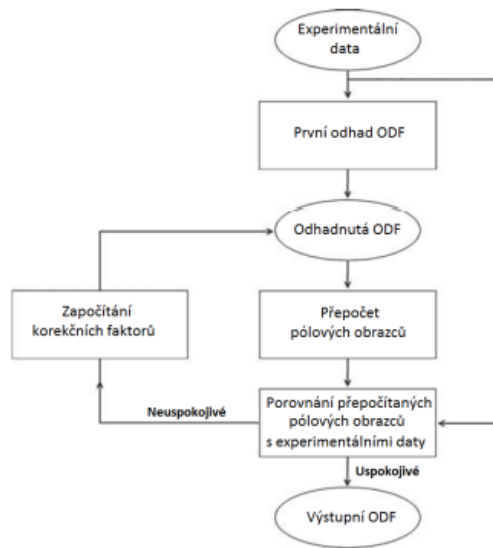
$$\oint f(g)dg = 1$$

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} P_h(y)dy \quad (4.2)$$

Ďalším zo spôsobov je rozložiť ODF pomocou zovšeobecnených sféricky harmonických funkcií. Taktiež využívanou metódou pre priamy výpočet ODF z experimentálnych výsledkov je takzvaná WIMV metóda, pomenovaná po jej autoroch [5], [17]. Predpokladom je však konečný počet dát a orientácií, čo nemusí byť vždy splnené. Ide o metódu iteračnú, ako naznačuje schéma na Obr. 22. Pre samotný výpočet sa využívajú vzťahy (4.3), kde  $I$  je počet PPO,  $M_i$  je násobnosť pólu  $i$  a  $N$  je normalizácia [5].

$$f_0(g) = N_0 \prod_{i=1}^I \prod_{m_i=1}^{M_i} [P_{h_i}^{exp}(y_{m_i})]^{1/IM_i} \quad (4.3)$$

$$f_{n+1}(g) = N_n f_n(g) \frac{f_0(g)}{\prod_{i=1}^I \prod_{m_i=1}^{M_i} [P_{h_i}^n(y_{m_i})]^{1/IM_i}}$$



Obr. 22 Schéma iteračnej WIMV metódy [5]

## 4.3 Textúra kovov a zliatin

### 4.3.1 Deformačná textúra

Zmena tvaru kryštálikov a zväčšenie plochy ich hraníc je dôsledkom plastickej deformácie materiálu. Počas deformácie dochádza taktiež k rotácii zŕn, ktoré sa snažia dostať do stabilnejších orientácií. Tieto zmeny majú za následok vznik preferovanej orientácie či textúry. Povaha deformačnej textúry v podstate závisí od kryštálovej štruktúry materiálu a jeho tokových charakteristík. Výsledná štruktúra môže byť do určitej miery ovplyvnená mnohými ďalšími faktormi, ako je počiatočná štruktúra, chemické zloženie, predchádzajúce tepelné alebo mechanické spracovanie, teplota a rýchlosť deformácie alebo iné fyzikálne obmedzenia počas deformácie [5], [18].

Najdôležitejšími mechanizmami pre deformáciu kovov a ich zliatin sú sklz a dvojčatenie. V dôsledku sklzu sa vonkajší tvar materiálu zmení posunutím celého bloku kryštálu rovnobežne s kryštalografickou rovinou o vzdialenosť, ktorá je celočíselným násobkom medziatómovej vzdialenosti. Vo všeobecnosti k nemu dochádza na rovinách a v smeroch najhustejšie obsadených. Rovina a smer sklzu spolu vytvárajú tzv. sklzový systém. Počas sklzu dochádza zároveň k rotácii mriežky, a to tak aby sa smer sklzu zhodoval so smerom aplikovaného tlaku. Pri dvojčatení dôjde k zmene časti objemu kryštálu, ktorý získa orientáciu akoby operáciou zrkadlenia pôvodného objemu. S dvojčatením sú tiež spojené konkrétne roviny a smery.

#### 4.3.1.1 Valcovacia textúra kovov s mriežkou typu fcc

V kovoch s mriežkou typu fcc (fcc kov) rozlišujeme dve základné kategórie textúry a to mosadzný či zliatinový typ (mosadz, austenitická oceľ) v materiáloch s nízkou SFE (pod 20 mJ/m<sup>2</sup>) a medený alebo taktiež typ čistých kovov (Cu, Ni, Al) s vysokou SFE (nad 200 mJ/m<sup>2</sup>). Závislosť textúry na SFE vyplýva zo závislosti deformácie na jej veľkosti. V materiáloch so strednou a vysokou SFE nie je deformácia dvojčatením vôbec pozorovaná. Textúrne typy môžu byť popísané pomocou štyroch hlavných textúrnych komponentov. Komponent medi (Cu), komponent S, komponent mosadze (B – brass) a komponent Goss (G), ktorých Millerove indexy a Eulerove uhly možno nájsť v Tab. 1. Valcovaný austenit, ktorý patrí do zliatinového typu, by mal typicky obsahovať silný komponent B a slabší G [18]. Porovnanie kategórií textúry zobrazuje Obr. 23 [5], [17], [18].

Tab. 1 Textúrne komponenty fcc kovov a zliatin [18]

Textúrny komponent	Millerove indexy $\{hkl\}\langle uvw \rangle$	Eulerove uhly $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$
medený (Cu)	$\{112\}\langle 111 \rangle$	90°, 30°, 45°
S	$\{123\}\langle 634 \rangle$	59°, 29°, 63°
mosadzný (B)	$\{110\}\langle 112 \rangle$	35°, 45°, 0°
Goss (G)	$\{110\}\langle 001 \rangle$	0°, 45°, 0°

Pri lepšom popise pomocou ODF sa ukazuje ako vhodnejšie popísať textúru ako rozdelenie orientácií prechádzajúcich jednotlivými komponentmi. Jednotlivé komponenty sú pri popise pomocou ODF spojené tzv. orientačným valcom, popísaným pomocou jeho centrálného vlákna. Pre valcované fcc kovy možno nájsť štyri základné vlákna. Najdôležitejšími sú  $\alpha$  vlákno pre malé deformácie (spájajúce G a B komponent) a pri vyšších deformáciách  $\beta$  vlákno (spájajúce C a B cez S komponent). Vlákna  $\gamma$  a  $\tau$  sú menej časté. V tabuľke Tab. 2 možno nájsť jednotlivé vlákna s ich osami [5], [17], [18].

Tab. 2 Charakteristické vlákna fcc kovov a zliatin [17]

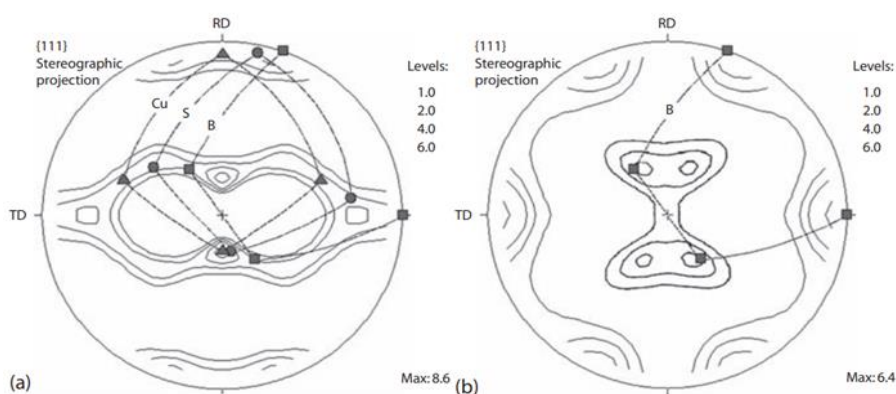
Vlákno	Os vlákna
$\alpha$	$\langle 011 \rangle    \text{ND}$
$\gamma$	$\langle 111 \rangle    \text{ND}$
$\tau$	$\langle 011 \rangle    \text{TD}$
$\beta$	definované max. intenzitou

#### 4.3.1.2 Valcovacia textúra kovov s mriežkou typu bcc

Tak ako pre kovy s mriežkou typu fcc sa dajú aj tie s mriežkou typu bcc (bcc kov) popísať pomocou vlákien v Eulerovom priestore. Ich prehľad ponúka tabuľka Tab. 3 a Obr. 24. Namiesto  $\alpha_1$  a  $\gamma$  sa môžeme stretnúť aj s označením RD a ND pre tieto vlákna ako napríklad v [18]. Vlákno  $\alpha_1$  totiž zahŕňa orientácie charakterizované kryštálovým smerom  $\langle 110 \rangle$ , ktorý je paralelný na smer RD a to menovite  $\{001\}\langle 110 \rangle$ ,  $\{112\}\langle 110 \rangle$  a  $\{111\}\langle 110 \rangle$ . Podobne, vlákno  $\gamma$  zahŕňa roviny  $\{111\}$ , ktoré sú paralelné k smeru ND a spája tak orientácie  $\{111\}\langle 110 \rangle$  a  $\{111\}\langle 112 \rangle$ . Pre lepšie vyobrazenie textúry sa pomocou vlákien zobrazuje ODF prostredníctvom jej rezov. Tie možno porovnať s reprezentáciami typických vlákien v reze pri danom uhle, ako napríklad s Obr. 25 [5], [17], [18].

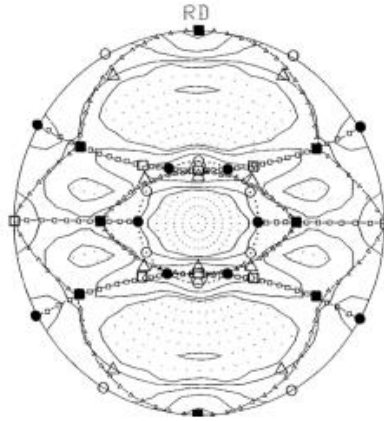
Tab. 3 Vybrané charakteristické vlákna bcc kovov a zliatin [17]

Vlákno	Os vlákna
$\alpha_1$	$\langle 011 \rangle    \text{RD}$
$\gamma$	$\langle 111 \rangle    \text{ND}$
$\varepsilon$	$\langle 110 \rangle    \text{TD}$
$\beta$	definované max. intenzitou

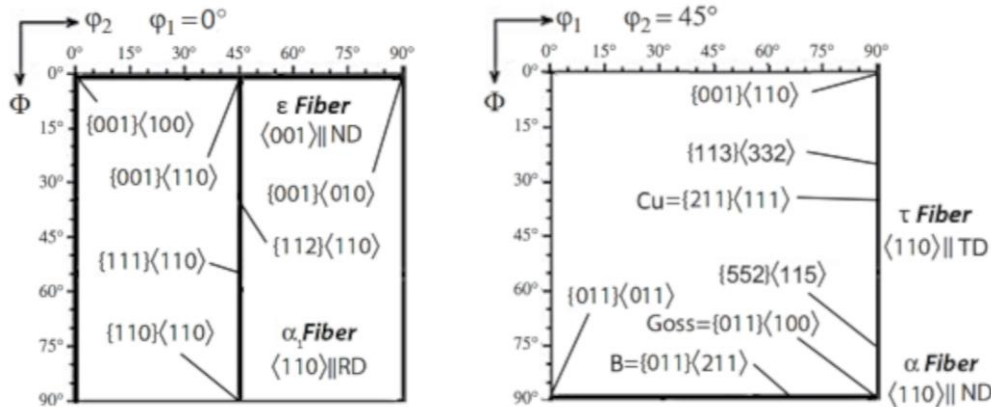


Obr. 23 Valcovacia textúra (pólový obrazec  $\{111\}$ ) pre a) čistú meď a b) mosadz (Cu-37%Zn) [17]





Obr. 24 Valcovacia textúra bcc materiálov (pólový obrazec  $\{110\}$ ) s vyznačenými textúrnymi vláknami  $\alpha_1$ : $\square$ ,  $\beta$ : $\triangle$  a  $\gamma$ : $\circ$  [25]



Obr. 25 Reprézentácia typických vlákien deformovaných bcc (vľavo) a fcc (vpravo) kovov [5]

#### 4.3.2 Textúra duplexných ocelí

Textúra je v duplexných oceliach prítomná vždy, avšak pre jednotlivé fázy je odlišná. Navyše sa textúra jednotlivých fáz môže líšiť od textúry jednofázových ocelí. V duplexných oceliach vykazuje austenitická fáza komplexnejší typ textúry než fáza feritická, čo môže byť zapríčinené rozdielnym chemickým zložením [5]. V [19] sa Čapek et al. zaoberali porovnávaním textúry po valcovaní v duplexnej oceli a oceliach jednofázových. Objektom výskumu boli feritická AISI 420, austenitická AISI 304 a duplexná AISI 318LN. Vzorky boli žíhané a následne valcované. Vo feritickej oceli vznikli typické vlákna  $\alpha$  a  $\gamma$ . Dominantnými textúrnymi komponentmi boli  $\{001\}\langle 110\rangle$  (rotovaný kubický),  $\{112\}\langle 110\rangle$  a  $\{111\}\langle 110\rangle$ . V austenitickej oceli sa valcovaním vytvorili komponenty B, G a Cu a vymizol rotovaný kubický komponent  $\{001\}\langle 110\rangle$ . Pre vzorku s 50 % deformáciou mala väčšina zŕn orientáciu B. Textúra duplexnej ocele je od týchto jednofázových prípadov odlišná. V prípade feritickej fázy má vzájomný vplyv  $\alpha$  a  $\gamma$  fáz a hlavne ich rozdielne mechanické vlastnosti za následok obmedzenie rotácie  $\alpha$  zŕn pri deformácii. Z tohto dôvodu sú zložky jej textúry veľmi



pevné a nie sú typické pri tejto deformácii pre bcc materiály. Zložky textúry  $\gamma$  fázy duplexnej ocele sú pevnejšie v porovnaní s jednofázovou oceľou, čo je taktiež spôsobené vzájomnou interakciou pri plastickej deformácii. Z ich práce teda vyplýva, že intenzita a vývoj zložiek textúry sú rôzne pre jednofázové a dvojfázové typy ocelí, textúra  $\alpha$  fázy duplexnej ocele je silnejšia v porovnaní s feritickými vzorkami a v prípade  $\gamma$  fázy tvorí po výraznom zúžení textúru najmä komponent B [19]. Podobné výsledky dosiahli už skôr v práci [20]. Austenitická fáza mala po valcovaní textúru typu B, typickú pre materiály s nízkou SFE. V prípade  $\alpha$  fázy nedošlo k vytvoreniu textúry ako pri bežných feritických oceliach. Komponent  $\{001\}\langle 110\rangle$ , ktorý je typický na začiatku  $\alpha$  vlákna feritických ocelí sa v skúmaných duplexných oceliach takmer vôbec nevyskytoval. Dominujúcimi boli orientácie  $\{111\}\langle 110\rangle$  a  $\{111\}\langle 112\rangle$  [20].

# Kapitola 5

## Experimentálna časť

### 5.1 Skúmané vzorky

Boli analyzované vzorky vyrobené z duplexnej ocele (podľa normy ČSN EN 0088-3) 1.4470 (AISI 2205). Jej chemické zloženie vid' v Tab. 4.

Tab. 4 Chemické zloženie duplexnej ocele 1.4470 [5]

hmotnostné zastúpenie v hm. %									
Fe	Cr	Ni	Mo	Si	Cu	Al	V	Nb	Sn
68,27	22,18	5,51	3,28	0,41	0,13	0,18	0,03	0,006	0,0005

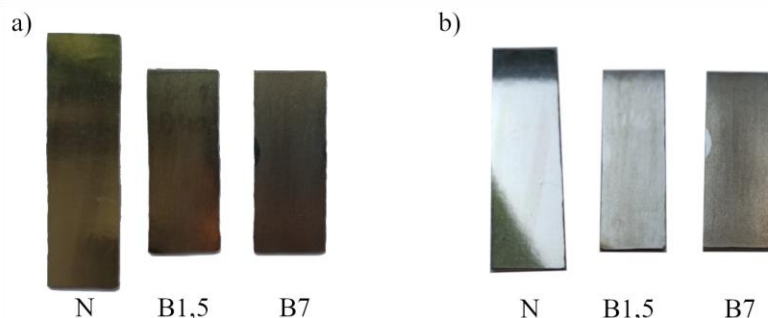
Plátky narezané z pôvodného materiálu boli žíhané s cieľom relaxácie zvyškových napätí pri teplote 650 °C po dobu 7 hodín. Následne boli za studena valcované na konečnú hrúbku 1,5 mm, čím došlo k redukcii hrúbky na 50 % pôvodnej. Vzorky boli opätovne žíhané pre odstránenie zvyškových napätí po valcovaní. Pre bližšiu špecifikáciu výrobného procesu vid' [5]. Následne na vzorkách vykonal prof. Dr. Ing. Miroslav Neslušan<sup>6</sup> balotínovanie, ktorého parametre obsahuje Tab. 5.

Tab. 5 Parametre balotínovania

typ média	veľkosť média (mm)	tlak (bar)	Almenova intenzita (mmA)
Kalená oceľ (S1070)	0,43	1,5	0,9 ± 0,008
		7	1,9 ± 0,078

Analyzované boli tri vzorky, nebalotínovaná a balotínované pri tlakoch 1,5, resp. 7 baru, ktoré sú predmetom výskumu v tejto práci. Vzorky budú v ďalšom texte označované ako N pre nebalotínovanú a B1,5, resp. B7 pre balotínované. Pretože rtg žiarenie vniká do materiálu len do niekoľkých mikrometrov, boli povrchové vrstvy postupne elektrochemicky odlešťované pomocou prístroja *Electrolytic polisher 8818-V3* od spoločnosti PROTO s elektrolytom A2. Odlešťovaná oblasť bola definovaná krycou maskou o priemere 15 mm. Hrúbka odobranej vrstvy bola meraná pomocou mikrometrického meradla. Vzorky možno vidieť na Obr. 26. Na Obr. 26b sú odfotené pod sklonom, pre zobrazenie vplyvu balotínovania na drsnosť povrchu. Na vzorke B7 sú priehlbinky po balotínovaní najhlbšie, preto stráca svoju schopnosť odrážať svetlo, a preto je matnejšia než vzorka N. Taktiež na nej možno vidieť miesto, v ktorom bola vzorka upevnená do držiaku a preto ostáva táto plôška lesklá.

<sup>6</sup> Žilinská univerzita v Žiline, Strojnícka fakulta, Katedra technologického inžinierstva



Obr. 26 Vzorky pri pohľade zhora a) a pod uhlom b)

## 5.2 Výsledky a diskusia

### 5.2.1 Debyeova–Scherrerova metóda v usporiadaní na spätný odraz

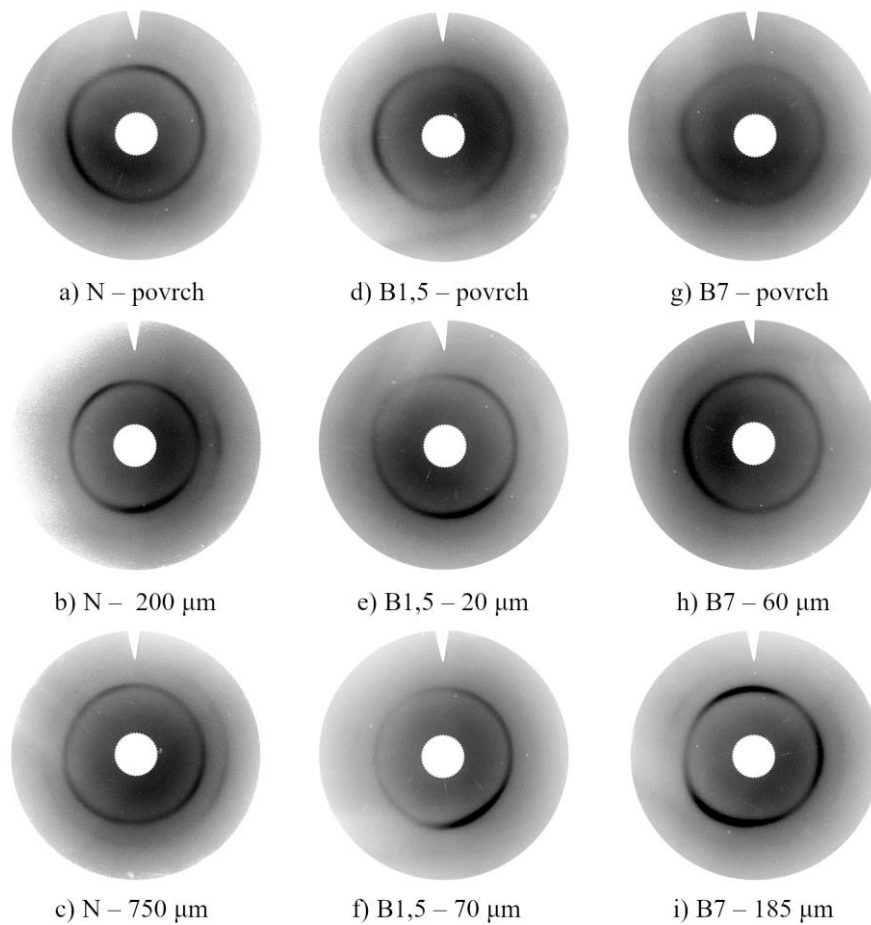
Pre získanie základných poznatkov o stave povrchových vrstiev a overenie mikroštruktúry vzoriek boli tieto analyzované Debyeovým–Scherrerovým (DS) experimentom v usporiadaní na spätný odraz diskutovaným v kapitole 3.3. Analyzované boli povrchy všetkých vzoriek priamo po balotínaní ako aj podpovrchové oblasti po elektrochemickom odlešťovaní. Získané difrakčné obrazce poskytujú kvalitatívnu predstavu o mikroštruktúre skúmanej vzorky akou je veľkosť kryštálikov a textúra.

Experiment bol vykonaný na prístroji *Seifert ID 3003* s nasledujúcimi parametrami:

- röntgenka s chrómovou anódou,
- doba expozície 4 minúty,
- valcový kolimátor o priemere 1 mm,
- vzdialenosť povrchu vzorky od detektoru 50 mm,
- plošný detektor *imaging plate*.

Výsledné debyeogramy možno vidieť na Obr. 27. Značka v tvare „V“ značí smer valcovania, číslo za pomlčkou podpovrchovú hĺbku. Na týchto debyeogramoch možno identifikovať tzv. debyeove krúžky (difrakčné stopy rovín  $\{hkl\}$ ). Pre fázu  $\gamma$ -Fe sú to väčšie, menej intenzívne  $K_{\beta}$  krúžky od rovín  $\{311\}$  a pre  $\alpha$ -Fe menšie a intenzívnejšie  $K_{\alpha}$  krúžky od rovín  $\{211\}$ . Na každom zo získaných debyeogramov sú difrakčné krúžky spojité, z čoho možno usúdiť jemnozrnnú mikroštruktúru. Z intenzít vidíme, že v rovine RD-TD difraktujú predovšetkým zrná feritu, respektíve martenzitu. Difrakčné línie nie sú rozlíšiteľné a tak nedokážeme určiť, či ide v ožiarennej oblasti o ferit alebo martenzit. Difrakčné krúžky sú taktiež nehomogénne, čo nasvedčuje prítomnosti textúry. Väčšina feritických zrn s rovinami  $\{211\}$  vhodne orientovanými pre difrakciu sa orientuje v smere RD, poprípade kolmo na tento smer. Orientáciu austenitických zrn nemožno z týchto záznamov konštatovať, nakoľko majú dané krúžky od  $\beta$  línie niekoľko násobne menšiu intenzitu. Prítomnosť textúry možno pozorovať už na povrchu vzoriek, avšak so zvyšujúcou sa hĺbkou je zreteľnejšia pre

fázu feritu, ako aj austenitu. V bulkovej oblasti Obr. 27c už textúra nie je tak výrazná. Rovnako tomu tak je na povrchu vzorky B7 Obr. 27g.



Obr. 27 Vybrané debyeogramy jednotlivých vzoriek

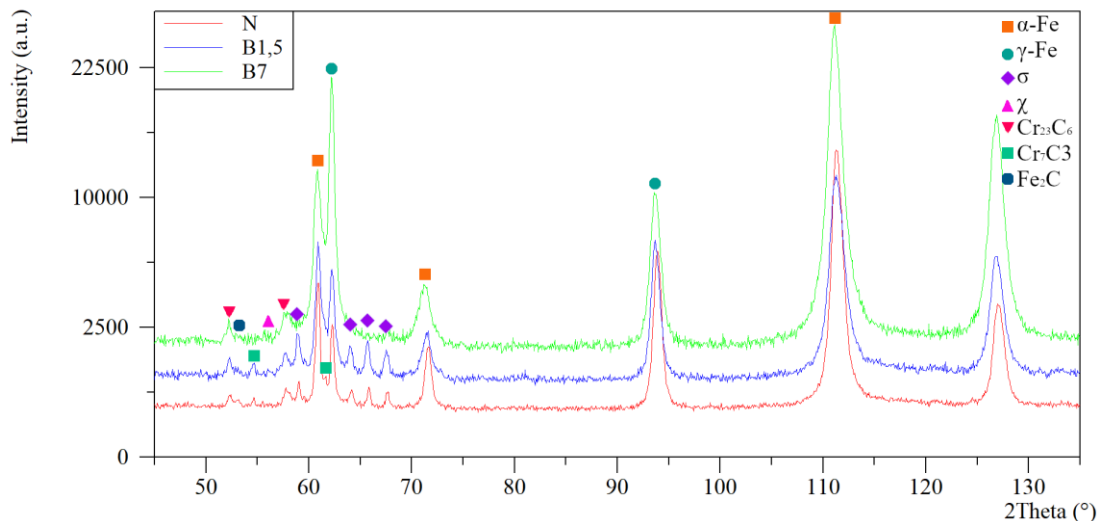
### 5.2.2 Fázová analýza

Pomocou fázovej analýzy boli získané informácie o prítomnosti jednotlivých kryštálových fáz vo vzorkách a hodnotách difrakčných uhlov prislúchajúcich difrakčných maxim, ktoré boli následne využité pri určovaní textúry.

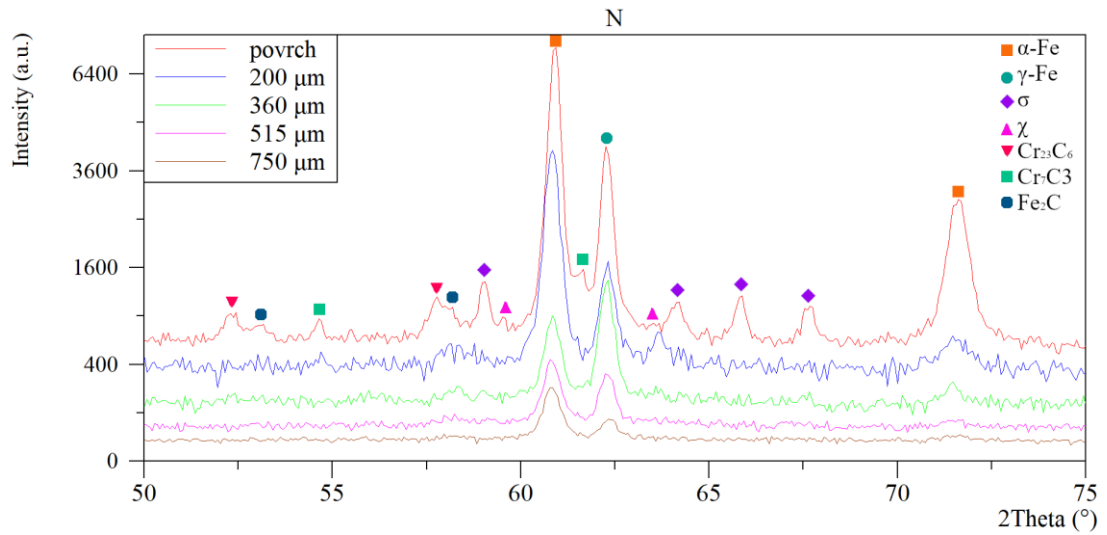
Experiment bol vykonaný na prístroji *Empyrean* od spoločnosti PANalytical. Jedná sa o  $\Theta/\Theta$  goniometer v Braggovom-Brentanovom usporiadaní. Parametre experimentu boli:

- röntgenka s mangánovou anódou ( $\lambda(\text{MnK}\alpha) = 0,210319 \text{ nm}$ ) s bodovým ohniskom,
- v dráhe primárneho zväzku krížové clony ( $0,5 \times 1 \text{ mm}^2$ ) a  $\beta$ -filter z tenkej chróm-berýliovej fólie,
- v dráhe sekundárneho zväzku modul dCore obsahujúci Sollerove clony  $0,04 \text{ rad}$ , protirozptylovú clonu  $0,5^\circ$  a lineárny pozičný detektor 1Der s aktívnou dĺžkou  $2,1223^\circ 2\theta$  a PHD levelmi nastavenými na 48–52 %.

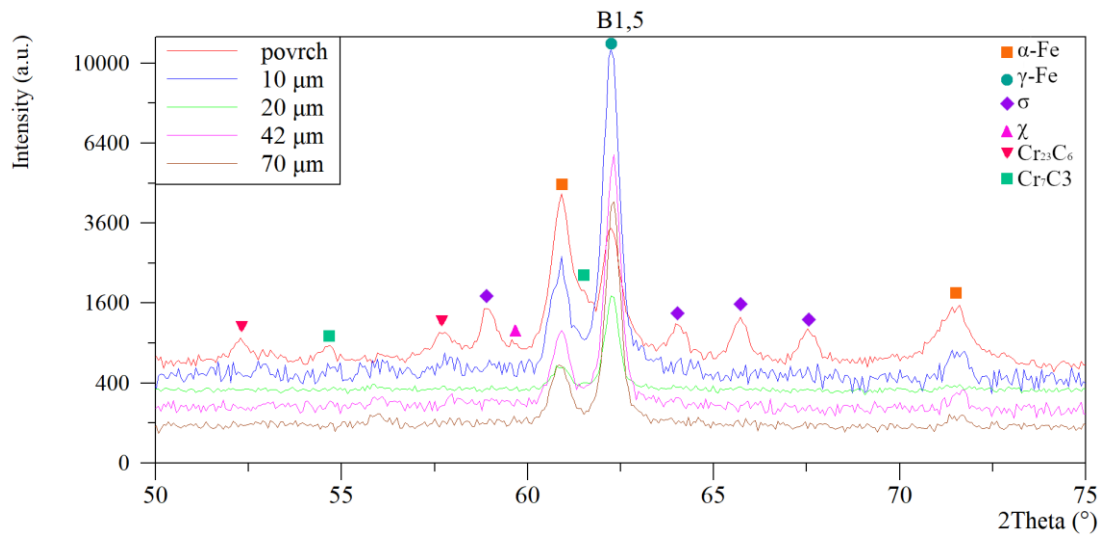
V povrchových vrstvách nebalotinovanej vzorky boli programom *X'Pert HighScore Plus*, okrem očakávaných majoritných fáz  $\alpha$ -Fe (ferit a/alebo martenzit) a  $\gamma$ -Fe, identifikované taktiež minoritné fáze  $\sigma$  (Fe-Cr) a  $\chi$  ( $\text{Cr}_{12}\text{Fe}_{32}\text{Mo}_7\text{Ni}_7$ ) ako aj karbidy  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ,  $\text{Cr}_7\text{C}_3$  a  $\text{Fe}_2\text{C}$ . Toto fázové zloženie prisudzujeme kombinácii žihania a plastickej deformácie pri zhotovení vzoriek. Porovnaním výsledkov pre nebalotinovanú a balotinované vzorky možno konštatovať vplyv balotinovania na fázové zloženie, čo možno vyčítať zo zmeny intenzity jednotlivých píkov na Obr. 28. Pôvodne sa vo vzorkách nachádza viac austenitu ako feritu. To je spôsobené prítomnosťou fáz  $\sigma$  a  $\chi$ , ktoré pri žíhaní z feritu vznikajú. Po balotínaní sú však píky  $\sigma$  fáze nižšie až napokon vymiznú. Zároveň sa zvyšuje intenzita píkov od feritu. Ako bolo spomenuté v kapitole 2.3, dochádza pri balotínaní k premene austenitu na napäťovo indukovaný martenzit. Na Obr. 29 je ukázaný hĺbkový priebeh fázových analýz nebalotinovanej vzorky. Z tohto grafu možno vidieť, že fáza  $\sigma$  sa nachádza len na povrchu a tesne pod ním. Toto pozorovanie sa zhoduje s výsledkami práce [15] spomenutými v kapitole 2.3. S narastajúcou hĺbkou tiež vymiznú karbidy a pomer austenitu k feritu sa v bulkových oblastiach vyrovnáva. Rovnaké chovanie nájdeme aj pri vzorkách B1,5 a B7, vid' Obr. 30 a Obr. 31. Môžeme taktiež porovnať vzorky medzi sebou. Zo záznamu vzorky B1,5 v hĺbke 70  $\mu\text{m}$  a vzorky B7 v hĺbkach 60 a 80  $\mu\text{m}$  môžeme vidieť rozdielnu intenzitu píkov feritickej fáze. Zároveň sa v týchto porovnateľných hĺbkach nachádza u vzorky B7 menej karbidov. Aj pri porovnaní vzoriek N v hĺbke 200  $\mu\text{m}$  a B7 v hĺbke 185  $\mu\text{m}$  spozorujeme tento rozdiel. Možno teda konštatovať, že silnejším balotínaním dochádza k rozbíjaniu karbidov a iných intermetalických fáz ako aj k premene austenitu na napäťovo indukovaný martenzit, čo zvyšuje obsah feritickej fáze v duplexných oceliach.



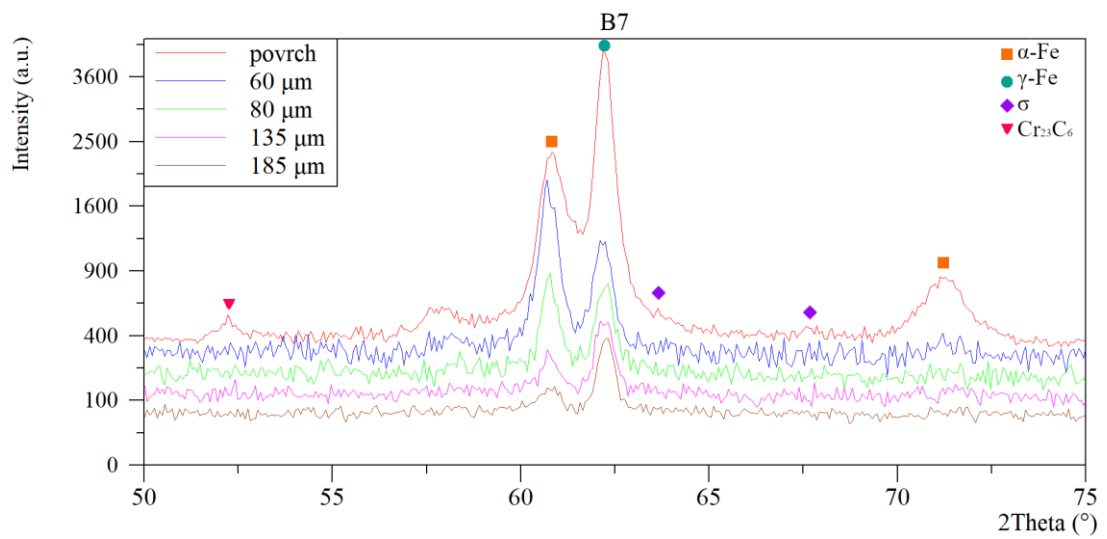
Obr. 28 Rtg záznamy pre povrchy vzoriek N, B1,5 a B7



Obr. 29 Detail rtg záznamov v rôznych hĺbkach vzorky N



Obr. 30 Detail rtg záznamov v rôznych hĺbkach vzorky B1,5



Obr. 31 Detail rtg záznamov v rôznych hĺbkach vzorky B7

### 5.2.3 Textúra

Výrobný proces vzoriek zahŕňa metódy, ktoré sa podpíšu na výslednej textúre. Pred samotným balotínaním možno vo vzorkách predpokladať pre jednotlivé fázy valcovaciu textúru. Textúra sa nebude líšiť len vzhľadom k fázam ale aj vzhľadom k hĺbke vo vzorke. Určiť vplyv balotínovania na hĺbkový priebeh textúry je cieľom tejto bakalárskej práce.

Pre určenie textúry v duplexnej oceli boli skúmané roviny  $\{110\}$ ,  $\{200\}$  a  $\{211\}$  pre fázu  $\alpha$ -Fe a  $\{111\}$ ,  $\{200\}$  a  $\{220\}$  fáze  $\gamma$ -Fe. Využitý bol opäť prístroj *Empyrean* s nasledujúcimi parametrami:

- röntgenka s mangánovou anódou ( $\lambda(\text{MnK}\alpha) = 0,210319 \text{ nm}$ ) s bodovým ohniskom,
- v dráhe primárneho zväzku krížové clony ( $0,5 \times 1 \text{ mm}^2$ ) a  $\beta$ -filter z tenkej chróm-berýliovej fólie,
- v dráhe sekundárneho zväzku modul dCore obsahujúci Sollerove clony  $0,04 \text{ rad}$ , protirozptylovú clonu  $0,5^\circ$  a lineárny pozičný detektor 1Der v 0D režime s oknom  $8,89 \text{ mm}$  a PHD levelmi nastavenými na 25–80 %.

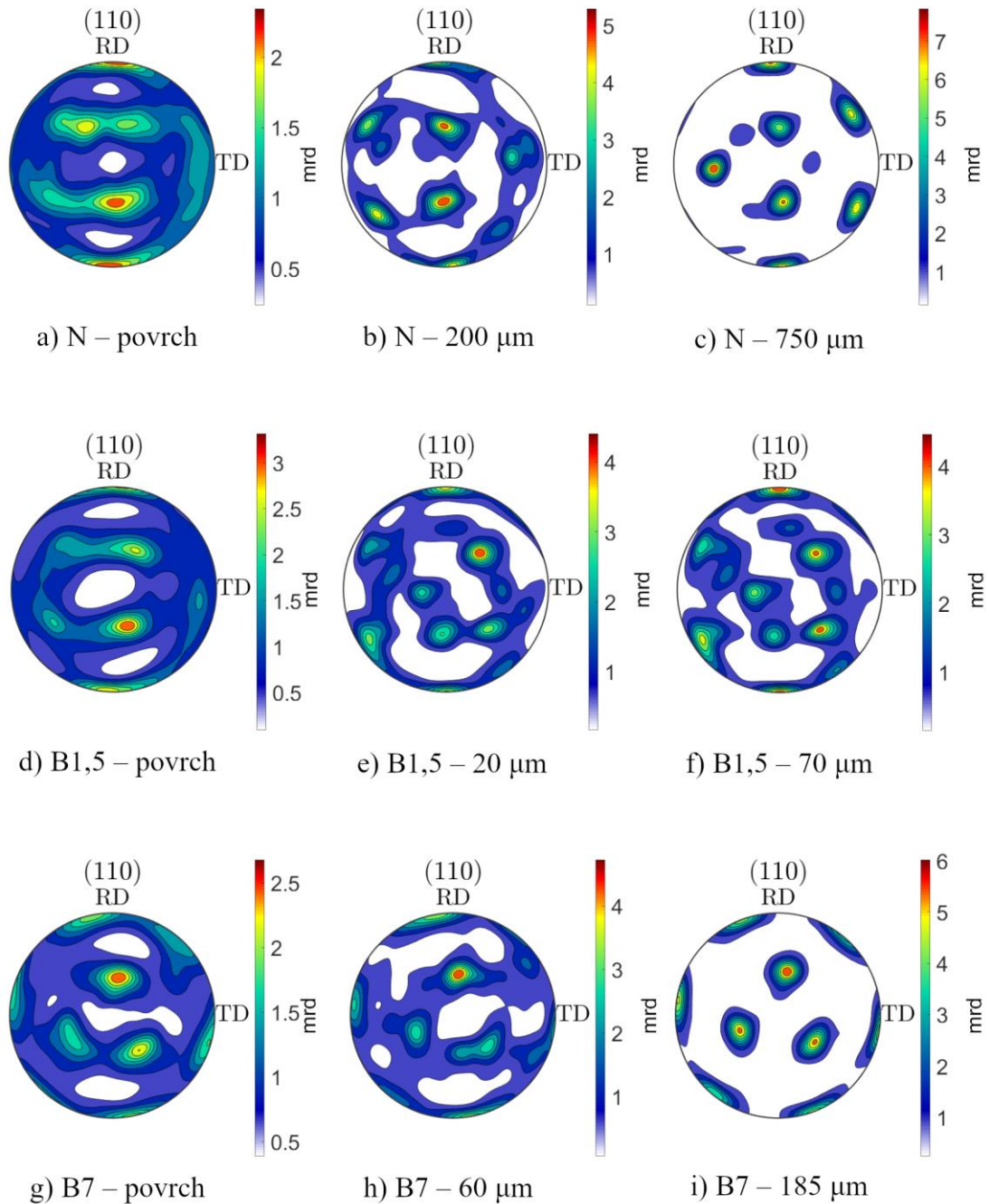
Difrakčné uhly jednotlivých reflexií boli nastavené podľa hodnôt z fázovej analýzy. Vzorky boli počas merania upevnené k tzv. Eulerovej kolíske, typu stolčeka, ktorý umožňuje posun v smere osi  $z$ , rotáciu okolo osi  $z$  o uhol  $\varphi$  ako aj naklápanie o uhol  $\psi$  od tejto osi. Každá vzorka bola analyzovaná v rovinách RD-TD. Meranie bolo krokované po  $5^\circ$ , t. j. hodnoty  $\Delta\varphi$  a  $\Delta\psi$  boli  $5^\circ$ , pričom  $\psi_{\max} = 65^\circ$ . Pri meraní pozadia vzorky rotovali okolo svojej normály. Defokusácia bola meraná na práškových vzorkách feritu a kobaltu, ktorý nahradil austenit vzhľadom k ich zrovnateľnému difrakčnému záznamu. Dáta boli následne spracované v programe *MTEX*<sup>7</sup>. Namerané priame pólové obrazce boli korigované vzhľadom k pozadiu a defokusácii, vid' (5.1), kde  $I_{\text{mer}}$  je nameraná intenzita,  $I_{\text{poz}}$  je intenzita pozadia,  $I_{\text{kor}}$  je korigovaná intenzita a  $D$  je defokusácia, ako bolo spomenuté v časti 4.2.1 [18]. Na základe korigovaných PPO bola spočítaná ODF. Z nej boli spätne vypočítané kompletne PPO.

$$I_{\text{kor}} = \frac{I_{\text{mer}}(\varphi, \psi) - I_{\text{poz}}(\psi)}{D(\psi)} \quad (5.1)$$

<sup>7</sup> Software špecializovaný na textúry, <https://mtex-toolbox.github.io/>

### 5.2.3.1 Feritická fáza

Na Obr. 32 sú znázornené prepočítané PPO rovín  $\{110\}$  fáze  $\alpha$ -Fe pre všetky tri vzorky v troch vybraných hĺbkach, označených číslom za pomlčkou, merané v tzv. násobkoch náhodného rozdelenia<sup>8</sup> (mrd). Obr. 33 potom obsahuje rezy ODF vo  $\varphi_1 = 0^\circ$  vybranými pre porovnanie s typickými textúrami vid' Obr. 25, poprípade obdobné mapy napr. v [21]. Tie nám dajú informáciu o prítomných textúrnych komponentoch.

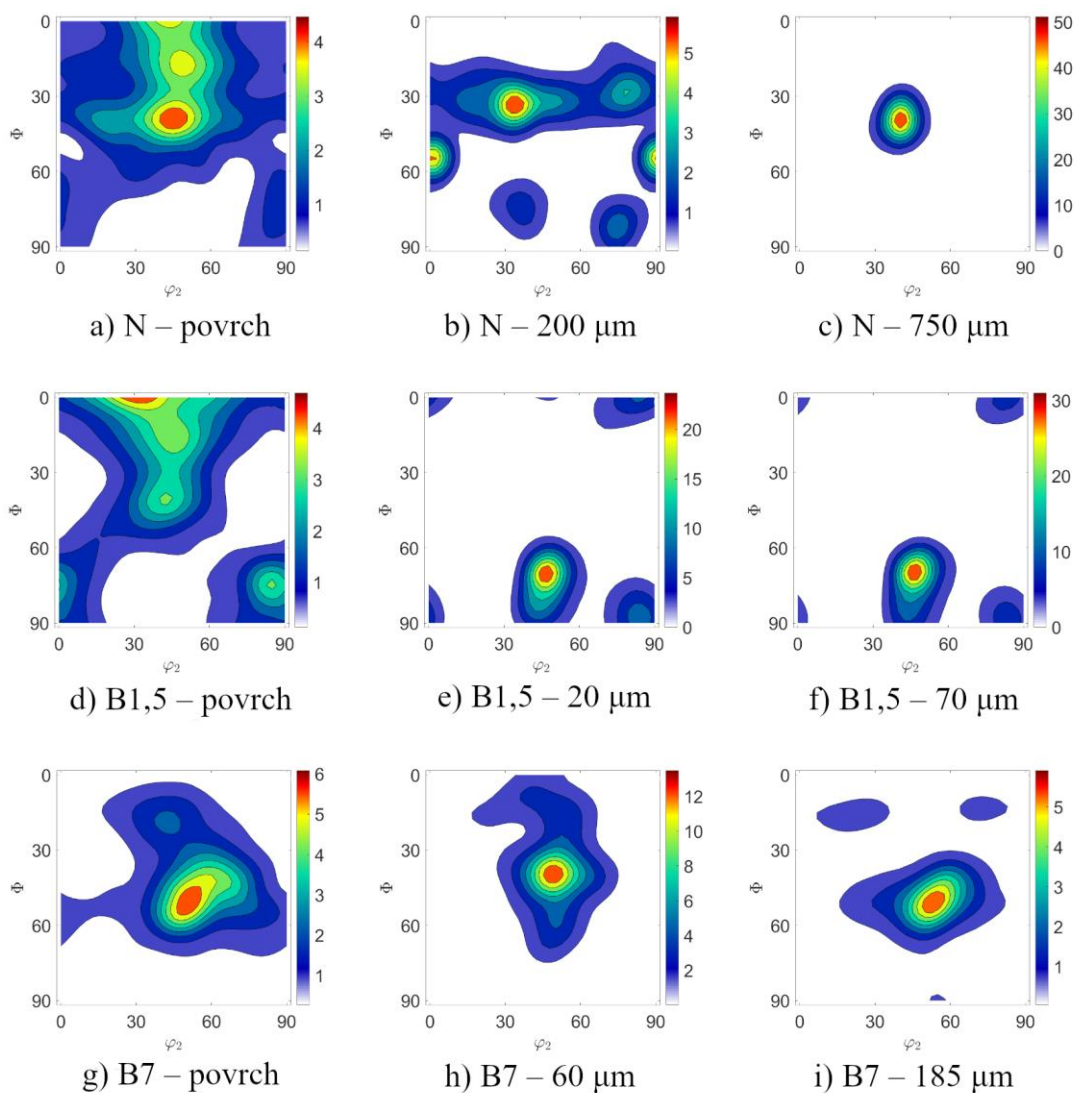


Obr. 32 Vybrané PPO rovín  $\{110\}$  fázy  $\alpha$ -Fe

<sup>8</sup> anglicky multiples of a random distribution (mrd)



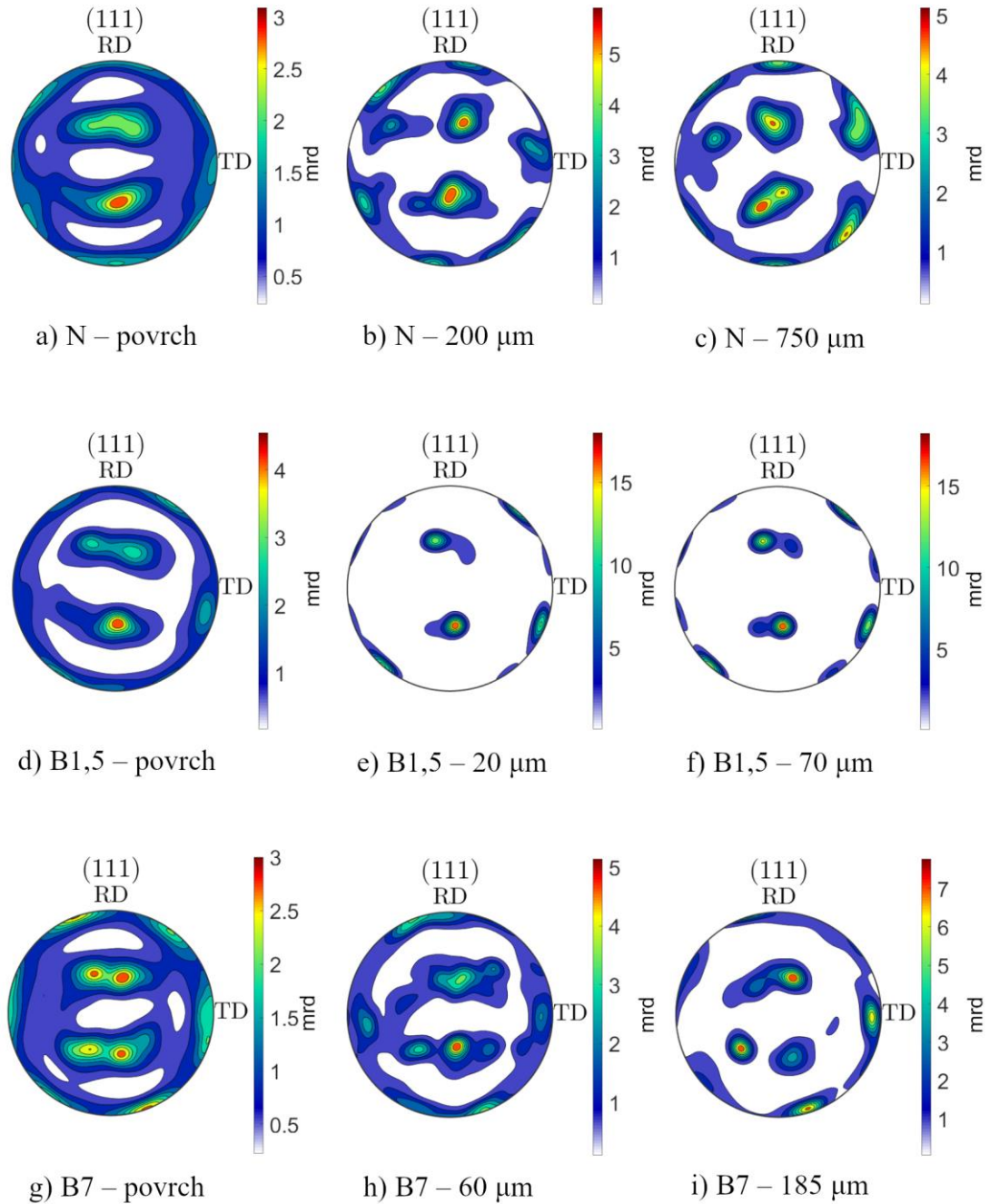
Z porovnania PPO s typickými PPO valcovaných bcc kovov na Obr. 24 možno usúdiť prítomnosť komponentov, ktoré primárne obsahuje vlákno  $\alpha_1$  a s menšou intenzitou aj komponentov vlákna  $\gamma$ . Z týchto PPO taktiež vidieť postupnú izoláciu jednotlivých komponentov so zväčšujúcou sa hĺbkou vo vzorke. Vzhľadom na symetriu mapy na Obr. 24 sú PPO mierne pootočené, čo je spôsobené zakrivením vzorky počas valcovania.



Obr. 33 Vybrané rezy ODF vo  $\varphi_1 = 0^\circ$  fázy  $\alpha\text{-Fe}$

Z rezov ODF nájdeme pre nebalotinovanú vzorku N očakávanú textúru po valcovaní. Kryštáliky sú na povrchu orientované pozdĺž nekompletného  $\alpha_1$  vlákna s najvýraznejším komponentom  $\{112\}\langle 110\rangle$  a taktiež prítomnými rotačným kubickým  $\{001\}\langle 110\rangle$ . Vo väčších hĺbkach sa kryštáliky orientujú medzi komponentmi  $\{123\}\langle 210\rangle$  a  $\{112\}\langle 110\rangle$ . V hĺbke 200  $\mu\text{m}$  sa začína taktiež objavovať komponent  $\{032\}\langle 100\rangle$ . V bulkových oblastiach je orientácia kryštálikov len mierne odchylená od komponentu  $\{112\}\langle 110\rangle$ . Vzorka B1,5 má na povrchu najintenzívnejší komponent mierne odchylený od rotačného kubického  $\{001\}\langle 110\rangle$ . Konkrétne sa jedná o komponent  $\{001\}\langle 320\rangle$ . Prítomný je taktiež komponent  $\{112\}\langle 110\rangle$  ako tomu bolo pri povrchu vzorky N avšak s nižšou intenzitou.

So zväčšujúcou sa hĺbkou sa zvyšuje intenzita komponentu  $\{221\}\langle 110\rangle$ . Vo väčších hĺbkach ostáva taktiež slabý kubický komponent  $\{001\}\langle 100\rangle$ . U vzorky B7 prevažuje textúra opísateľná komponentom  $\{323\}\langle 230\rangle$ , ktorý je v závislosti na hĺbke rotovaný, na povrchu smerom ku komponentu  $\{111\}\langle 110\rangle$ , pod povrchom k  $\{223\}\langle 110\rangle$  a  $\{112\}\langle 110\rangle$  a následne so zväčšujúcou sa hĺbkou naspäť do pôvodnej polohy komponentu  $\{323\}\langle 230\rangle$ .

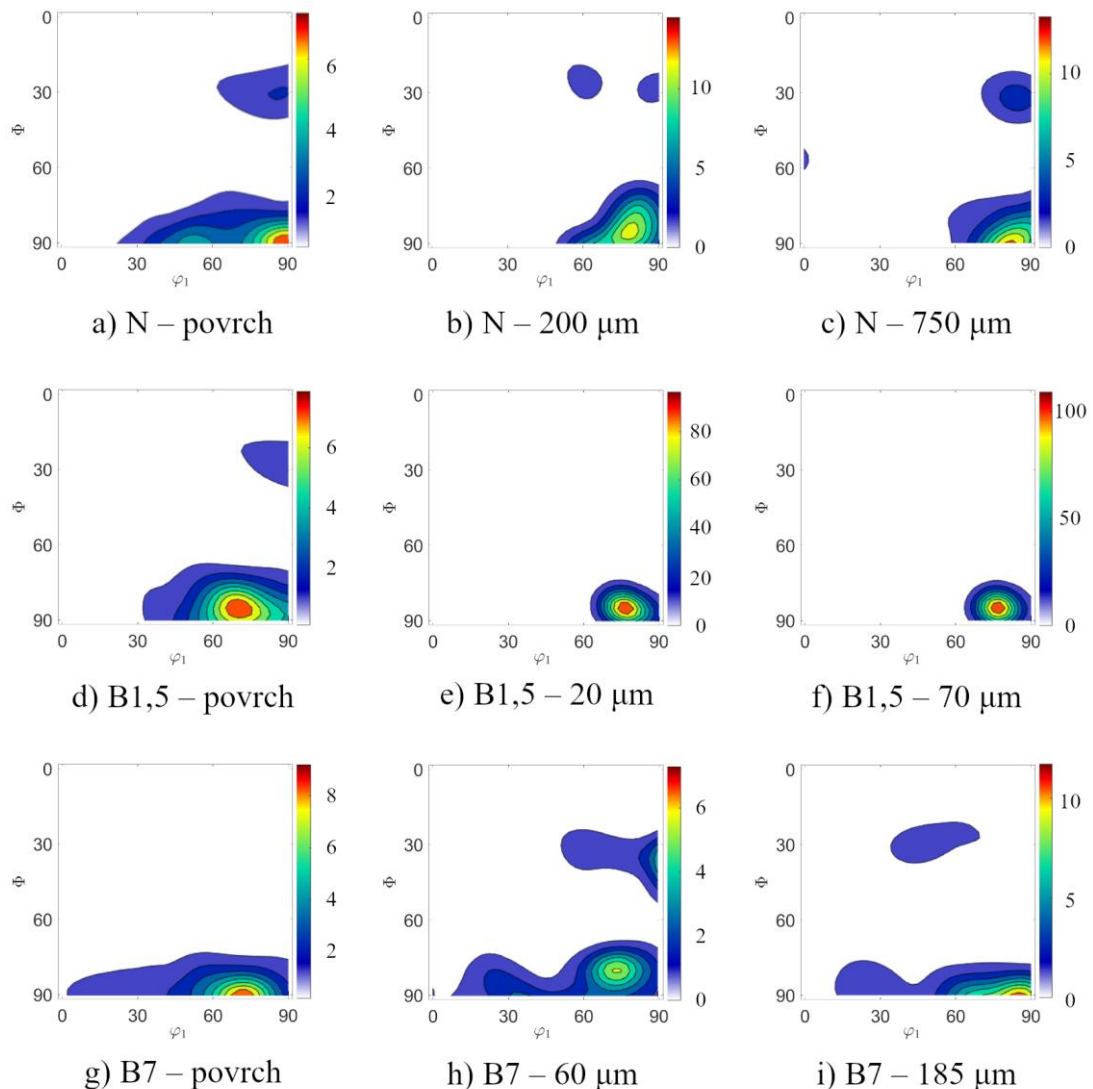


Obr. 34 Vybrané PPO rovín  $\{111\}$  fázy  $\gamma$ -Fe

### 5.2.3.2 Austenitická fáza

Na Obr. 34 sú znázornené prepočítané PPO rovín  $\{111\}$  fázy  $\gamma$ -Fe pre všetky tri vzorky v troch hĺbkach, označených číslom za pomlčkou. Obr. 35 potom obsahuje rezy ODF vo  $\varphi_2 = 45^\circ$  vybranými pre porovnanie s typickými textúrami na Obr. 25.

Z príslušných PPO a Obr. 23 je zrejmé, že sa na povrchu vzoriek jedná o typickú valcovaciu textúru mosadzného typu. To je v zhode s nižšou SFE austenitu ako bolo poznamenané v kapitole 1.5.2. PPO môžu byť rovnako ako tie od feritu mierne rotované, čo je v súhlase s tým, že boli získané počas jedného merania a tak sa vzorka ani jej orientácia v kolíske nezmenila. So zväčšujúcou sa hĺbkou sa jednotlivé orientácie izolujú a prestávajú byť v zhode s typickou mapou na Obr. 23. V bulkových oblastiach už nemožno hovoriť o textúre typickej pre povrchu valcovaných materiálov.



Obr. 35 Vybrané rezy ODF vo  $\varphi_2 = 45^\circ$  fázy  $\gamma$ -Fe

Austenitická fáza nebalotinovanej vzorky na povrchu vykazuje jednoznačnú prítomnosť textúrneho komponentu Goss ( $\{111\}\langle 110\rangle$ ) a ďalej pozdĺž  $\alpha$  vlákna aj slabšieho komponentu B ( $\{011\}\langle 211\rangle$ ). Tieto komponenty boli očakávané, ako je uvedené v kapitole 4.3.1.1. S nižšou intenzitou je taktiež prítomný komponent Cu ( $\{211\}\langle 111\rangle$ ). Vo väčšej hĺbke prestávajú byť komponenty B a Goss rozlíšené a kryštáliky sú s nižšou intenzitou orientované v polohách medzi nimi. V bulkových oblastiach sa zvýši ako intenzita takto orientovaných kryštálikov tak aj intenzita komponentu Cu. Pri vzorke B1,5 má väčšina kryštálikov orientáciu medzi komponentmi Goss a B, ktorá sa s hĺbkou viac izoluje do tohto stavu a je omnoho intenzívnejšia. Povrch vzorky B7 sa dá popísať textúrou pozdĺž  $\alpha$  vlákna. Tak ako pri vzorke N, aj tu prevažuje orientácia kryštálikov medzi komponentmi B a Goss. So zväčšujúcou sa hĺbkou sa tieto textúrne komponenty začínajú izolovať.

Pri oboch fázach možno pozorovať fenomén niekoľkonásobne vyššej intenzity ODF pre vzorky B1,5. Zvýšená intenzita ODF bola pozorovaná aj pre vzorku B7 v hĺbke 80  $\mu\text{m}$  od povrchu. Tento efekt by mohol byť zviazaný s podobným správaním zvyškových napätí. To možno nájsť napríklad v [22]. Oceľ 18CrNiMo7-6 bola v tejto štúdii podrobená balotinovaniu pri rôznych intenzitách ako aj niekoľkonásobnému. Ukázalo sa, že nižšia intenzita balotinovania (v prípade tejto štúdie 0,15 mmA) síce spôsobí zvyškové napätia v menšej hĺbke, sú však väčšie ako tie spôsobené silnejšou balotinou. To avšak platí len do určitej intenzity. Pri niekoľkonásobnom balotinovaní s intenzitou viac ako 0,9 mmA už boli napätia opäť väčšie ako tie od slabšej balotiny. Rovnaký efekt nájdeme v práci [23], kde bola skúmaná duplexná oceľ SAF 2507 po niekoľkých cykloch balotinovania. Pre intenzity 0,11–0,51 mmA tu platí, že slabšia intenzita spôsobuje v menšej hĺbke vyššie napätia. V prípade niekoľkonásobného balotinovania s postupne zvyšujúcimi sa intenzitami je výsledkom opäť očakávaný záver, a to že s rastúcou intenzitou budú rásť aj napätia. Aj počas výskumu ocele AISI 304 v práci [24] boli analyzované zvyškové napätia v závislosti na počte cyklov balotinovania a nepriamo tak intenzity, so zhodným záverom pre priebeh zvyškových napätí. Spoločným záverom týchto štúdií je pozorovanie neintuitívneho vývoja zvyškových napätí v rozmedzí slabších intenzít balotinovania. Je preto na mieste uvažovať o podobnom efekte aj pre textúru. Znamenalo by to, že balotinovanie so slabšou intenzitou má na orientáciu kryštálikov tesne pod povrchom väčší vplyv, respektíve, že plastická deformácia je pri nižšej intenzite balotinovania viac koncentrovaná v menšej podpovrchovej hĺbke. To možno pozorovať najmä pri porovnaní intenzít pre vzorky B1,5 a B7 v približne rovnakých hĺbkach na Obr. 33f a Obr. 33h a analogickej dvojici Obr. 35f a Obr. 35h. Pre objasnenie tejto hypotézy budú však potrebné ďalšie merania a analýzy, čo otvára možnosti ďalšiemu výskumu v tejto oblasti. Vyhodnotenie textúr týchto vzoriek postupne v rovnakých hĺbkach od povrchu, spojené s analýzou ich zvyškových napätí, by mohlo odhaliť pôvod týchto vyšších intenzít.

## Záver

Na základe meraní uskutočnených na skúmaných vzorkách možno konštatovať nasledujúce závery.

Debye–Scherrerovou metódou bola overená a potvrdená prítomnosť textúry ako aj vhodnosť použitia ďalších rtg metód ku skúmaniu daných vzoriek, vzhľadom na ich jemnozrnnú mikroštruktúru. Fázovou analýzou bol v zhode s teóriou rešeršnej časti pozorovaný vplyv balotinovania na fázové zloženie duplexnej oceli. Bola pozorovaná premena austenitu na napäťovo indukovaný martenzit, ako aj zníženie obsahu karbidov.

Rtg difrakčnou analýzou bola na vzorkách následne skúmaná reálna štruktúra, predovšetkým textúra. Jednotlivé vzorky obsahujú prevažne izolované textúrne komponenty, charakteristické vlákna sú často nekompletné. To možno vysvetliť vzájomnou interakciou jednotlivých fáz pri plastickej deformácii, pretože deformácia duplexných ocelí je komplikovanejšia než deformácia jej jednotlivých fáz. Pri použitých vzorkách navyše dochádza k fázovým premenám, čo môže mať na výslednú textúru taktiež vplyv. Nakoľko sa fáze počas vývoja textúry ovplyvňujú, hrá rolu aj ich množstvo, vzájomné pomery a rozdielne vlastnosti. V jednotlivých hĺbkach vzoriek je iné fázové zloženie a teda možno očakávať aj inú textúru. Pri porovnaní výsledkov pre jednotlivé vzorky možno konštatovať efekt balotinovania na reálnu štruktúru.

Pre feritickú fázu je na povrchu vzoriek prítomná typická textúra po valcovaní. Jednotlivé vzorky sa však líšia, prevažne intenzitami svojich textúrnych komponentov. Pri porovnaní textúry v približne rovnakých hĺbkach vzoriek, medzi nimi taktiež nájdeme rozdiely. Vzorka B7, s najvyššou intenzitou balotinovania, má v hĺbke 185  $\mu\text{m}$  odlišnú textúru od nebalotinovanej vzorky N v hĺbke 200  $\mu\text{m}$ . Orientácia ich kryštálikov sa nezhoduje ani význačnou rovinou vzhľadom k povrchu vzorky a ani význačným smerom vzorky. Tento efekt by mohlo vysvetliť rozdielne fázové zloženie vzorky N na povrchu a v hĺbke 200  $\mu\text{m}$ , o ktorom vieme z fázovej analýzy. Počas balotinovania sa tak vo väčších hĺbkach okrem austenitu nenachádzajú fázy, ktoré by feritu bránili v reorientácii do nových polôh. Zároveň na povrchu v skutočnosti sledujeme okrem valcovacej textúry feritu aj transformačnú textúru martenzitu, nakoľko od seba tieto fáze nedokážeme difrakčnou fázovou analýzou odlíšiť. Odlišné komponenty nájdeme aj pre balotinované vzorky s odlišnou intenzitou B7 v 60  $\mu\text{m}$  a B1,5 v 70  $\mu\text{m}$ . Zatiaľ čo význačný smer  $\langle 110 \rangle$  je zhodný v oboch prípadoch, význačné roviny kryštálikov jednotlivých vzoriek sú rozdielne. Konkrétne pre tento prípad balotinovanie spôsobuje rotáciu kryštálikov okolo osi  $\langle 110 \rangle$ , ktorá je rovnobežná so smerom RD. Takéto kryštáliky, líšiac sa iba rotáciou okolo význačnej osi nájdeme aj na povrchu vzoriek N, B7 a tesne pod povrchom vzorky B1,5.

Austenitická fáza je balotinovaním taktiež ovplyvnená. Na povrchu nájdeme opäť typickú valcovaciu textúru, tentoraz až na malé odchýlky zhodnú pre všetky tri vzorky. Kryštáliky sú orientované pozdĺž  $\alpha$  vlákna a svoje textúrne komponenty si prevažne zachovávajú, pri ich rastúcej izolácii so zväčšujúcou sa hĺbkou. Porovnaním vzoriek N a B7 v porovnateľných hĺbkach vidíme, že nevymizne komponent B pre vzorku B7.

Balotívanie pri zvýšenom tlaku (vzorka B7) tak opäť natáča kryštáliky do polôh pozdĺž  $a$  vlákna ako na povrchu tak aj v podpovrchových oblastiach. Porovnaním vzoriek medzi sebou vidíme, že balotívanie má na austenitickú fázu menší efekt ako na feritickú. Zatiaľ, čo pre ferit sa pri meniacej sa hĺbke menia aj jednotlivé textúrne komponenty, v prípade austenitu tomu tak nie je. Väčšina austenitických kryštálikov si zachováva svoju orientáciu, poprípade sa len mierne odchýli od pôvodnej. To možno vysvetliť väčším deformačným spevnením austenitu po valcovaní, ktorý tak bude lepšie odolávať ďalšej deformácii spôsobenej balotívaním. Pre vysvetlenie hĺbkových priebehov intenzít skúmaných textúrnych komponentov bola diskutovaná možná analógia, poprípade spojitosť s hĺbkovým priebehom zvyškových napätí a ich závislosťou na intenzite balotívania. Túto hypotézu bude nutné preveriť ďalším výskumom.

Do budúca sa aj preto naskytá možnosť pokračovať v tomto výskume. Ku použitým vzorkám existujú analogické, líšiace sa stupňom valcovania, tlakom pri balotívaní či fázovým zložením. Použitím týchto vzoriek je tak možné skúmať vplyv rôznych efektov, ich zmien a kombinácií na výslednú reálnu štruktúru. Na daných vzorkách je taktiež možnosť sledovať vplyv balotívania aj na iné vlastnosti, ako napríklad na zvyškové napätia. Práve tie by mohli objasniť spomínaný nárast intenzít textúrnych komponentov.

Nameraním, spracovaním a vyhodnotením príslušných dát bol študovaný a diskutovaný vplyv balotívania na hĺbkový priebeh reálnej štruktúry valcovanej duplexnej ocele. Spolu s vypracovaním rešeršnej časti tak možno ciele práce a jej zadanie považovať za splnené.

## Citované diela

- [1] KRAUS, Ivo a Jaroslav FIALA. Krystalografie. Praha: Česká technika - nakladatelství ČVUT, 2021. ISBN 978-80-01-06868-7.
- [2] VOJTĚCH, Dalibor. Kovové materiály [online]. Praha: Vydavatelství VŠCHT Praha, 2006 [cit. 2023-07-26]. ISBN 80-7080-600-1. Dostupné z: [http://147.33.74.135/knihy/uid\\_isbn-80-7080-600-1/pages-img/001.html](http://147.33.74.135/knihy/uid_isbn-80-7080-600-1/pages-img/001.html)
- [3] TMR STAINLESS. Practical Guidelines for the Fabrication of Duplex Stainless Steel [online]. Third edition. London: International Molybdenum Association (IMOA), 2014 [cit. 2022-11-05]. ISBN 978-1-907470-09-7. Dostupné z: [https://www.imoa.info/download\\_files/stainless-steel/Duplex\\_Stainless\\_Steel\\_3rd\\_Edition.pdf](https://www.imoa.info/download_files/stainless-steel/Duplex_Stainless_Steel_3rd_Edition.pdf)
- [4] ALVARES-ARMAS, Iris a Suzanne DEGALLAIX-MOREUIL, ed. Duplex Stainless Steels. London: ISTE, 2009. ISBN 978-1-84821-137-7.
- [5] ČAPEK, Jiří. Difrakční analýza mřížkových deformací polykrystalických materiálů s přednostní orientací. Praha, 2018. Dizertační práce. ČVUT.
- [6] GÁBRIŠOVÁ, Zuzana a Alena BRUSILOVÁ. Tepelné spracovanie: Návod na cvičenia [online]. Bratislava: Spektrum STU, 2019 [cit. 2022-11-13]. ISBN 978-80-227-4894-0. Dostupné z: [https://www.sjf.stuba.sk/buxus/docs/docs/edicne/el\\_publ/Gabrisova\\_\\_Brusilova\\_Tepelne\\_spracovanie\\_Navody\\_na\\_cvicenia\\_na\\_CD\\_1.pdf](https://www.sjf.stuba.sk/buxus/docs/docs/edicne/el_publ/Gabrisova__Brusilova_Tepelne_spracovanie_Navody_na_cvicenia_na_CD_1.pdf)
- [7] Rolling Process for Steel. CALMET [online]. 2017 [cit. 2022-12-23]. Dostupné z: <https://www.calmet.com/rolling-process-for-steel/>
- [8] CHAMPAINE, Jack. Shot Peening Overview [online]. 2001 [cit. 2022-12-03]. Dostupné z: <https://www.shotpeener.com/library/pdf/2001012.pdf>
- [9] KRAUS, Ivo a Nikolaj GANEV. Technické aplikace difrakční analýzy. Praha: Vydavatelství ČVUT, 2004. ISBN 80-01-03099-7.
- [10] ALTENBERGER, Igor. Alternative Mechanical Surface Treatments: Microstructures, Residual Stresses & Fatigue Behavior. In: WAGNER, Lothar. Shot Peening. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. Clausthal-Zellerfeld: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2003, s. 421-434. ISBN 3-527-30537-8.
- [11] TOSHA, K. Effect of Shot Peening on Surface Texture and Surface Integrity [online]. USA, 2011 [cit. 2022-11-27]. Dostupné z: <https://www.shotpeener.com/library/detail.php?anc=2011013>
- [12] CHEN, Ming, Huabing LIU, Liaobo WANG, Zhou XU, Vincent JI a Chuanhai JIANG. Residual stress and microstructure evolutions of SAF 2507 duplex stainless steel after shot peening. Applied Surface Science [online]. Elsevier B.V., 2018, (459), 155-163 [cit. 2023-04-03]. ISSN 0169-4332. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169433218320798>
- [13] CHEN, Ming, Chuanhai JIANG, Zhou XI a Vincent JI. Surface layer characteristics of SAF2507 duplex stainless steel treated by stress shot peening. Applied Surface Science [online]. Elsevier B.V., 2019, (481), 226-233 [cit. 2023-04-14]. ISSN 0169-4332. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169433219306579>



- [14] SCHULZE, Volker. Characteristics of Surface Layers Produced by Shot Peening. In: WAGNER, Lothar. Shot Peening. Clausthal-Zellerfeld: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2003, s. 145-160. ISBN 3-527-30537-8.
- [15] QUIANG, F, J CHUANHAI a H PAN. Investigations into the Transformation of Sigma Phase in Shot-peened Duplex Stainless Steel at Elevated Temperatures by Rietveld Method [online]. 2014 [cit. 2022-12-03]. Dostupné z: <https://www.shotpeener.com/library/detail.php?anc=2014126&keyword=duplex+steel>
- [16] KRAUS, Ivo. Úvod do strukturní rentgenografie. Praha: ACADEMIA PRAHA, 1985.
- [17] ENGLER, Olaf a Valerie RANDLE. Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, Microtexture, and Orientation Mapping. Second edition. Boca Raton, Florida: CRC Press, 2010. ISBN 978-1-4200-6365-3.
- [18] SUWAS, Satyam a Ranjit Kumar RAY. Crystallographic Texture of Materials [online]. London: Springer, 2014 [cit. 2022-12-04]. ISBN 978-1-4471-6313-8. Dostupné z: <https://link.springer.com/book/10.1007/978-1-4471-6314-5>
- [19] J Capek *et al* 2018 IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng. 375 012025. Dostupné z: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1757-899X/375/1/012025>
- [20] AKDUT, Nuri, Jacques FOCT a Günter GOTTSTEIN. Cold rolling texture development of  $\alpha/\gamma$  duplex stainless steels. Steel research: international [online]. 2016, 1996, 67(10), 450-455 [cit. 2023-04-03]. ISSN 1869-344X. Dostupné z: doi:10.1002/srin.199605518
- [21] BUNGE, H. J. a Peter R. MORRIS. Texture Analysis in Materials Science: Mathematical Methods. Butterworth & Co (Publishers), 1982. ISBN 0-408-10642-5.
- [22] FU, Peng, Ke ZHAN a Chuanhai JIANG. Micro-structure and surface layer properties of 18CrNiMo7-6 steel after multistep shot peening. Materials and Design [online]. Elsevier B.V., 2013, 2013, (51), 309-314 [cit. 2023-07-20]. ISSN 1873-4197. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0261306913003269>
- [23] CHEN, Ming, Huabing LIU, Lianbo WANG, Chengxi WANG, Kaiyuan ZHU, Zhou XU, Chuanhai JIANG a Vincent JI. Evaluation of the residual stress and microstructure character in SAF 2507 duplex stainless steel after multiple shot peening process. Surface and Coatings Technology [online]. Elsevier B.V., 2018, (344), 132-140 [cit. 2023-07-20]. ISSN 1879-3347. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897218302639>
- [24] NESLUŠAN, M, P MINÁRIK, R ČEP, J URÍČEK, K TROJAN, N GANEV a L TRŠKO. Barkhausen noise emission of AISI 304 stainless steel originating from strain induced martensite by shot peening. Journal of Materials Research and Technology [online]. Elsevier B.V., 2022, 748-762 [cit. 2023-07-23]. ISSN 2238-7854. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2238785422011462>
- [25] HÖLSCHER, Martin, Dierk RAABE a Kurt LÜCKE. Rolling and recrystallization textures of bcc steels. Steel Research [online]. Dusseldorf, 1991, 62(12), 567-575 [cit. 2023-07-29]. Dostupné z: <https://www.dierk-raabe.com/app/download/5807275577/Overview+textures+steels.pdf>



# Zoznam obrázkov

Obr. 1 Metastabilný diagram systému Fe-Fe <sub>3</sub> C [2] .....	3
Obr. 2 ARA diagram eutektoidnej ocele [2] .....	4
Obr. 3 Schéma rovnovážnych stavových diagramov s feritotvornými (a) a austenitotvorným (b) prvkami (M = Cr, Si, Al, W, Mo, V, Ti; N = Ni, Mn, Co) [2] ..	4
Obr. 4 Ternárny fázový diagram Fe-Ni-Cr (vľavo) a jeho rez pri 68 % Fe (vpravo) [4], [5] .....	5
Obr. 5 Schematické znázornenie Schöfflerovho diagramu pre fázové zloženie nehrdzavejúcej ocele v závislosti na Cr <sub>eq</sub> a Ni <sub>eq</sub> [2] .....	6
Obr. 6 IRA diagram pre duplexnú nehrdzavejúcu oceľ 2205 [3] .....	7
Obr. 7 Teploty rôznych postupov žihania nelegovaných ocelí: a-rekryštalizačné, b-na odstránenie vnútorného pnutia, c-žihanie na mätko, d-normalizačné, e-homogenizačné [2] .....	10
Obr. 8 Schéma valcovania [5] .....	10
Obr. 9 Vplyv nárazu na povrch. d-priemer priehlbinky, h-hĺbka priehlbinky, φ-kontaktný uhol, w-šírka ovplyvnenej zóny [11] .....	14
Obr. 10 Dislokačná štruktúra normalizovanej AISI 4140 [14] .....	14
Obr. 11 Geometrická interpretácia pre odvodenie Braggovej rovnice [9] .....	17
Obr. 12 Ewaldova konštrukcia [16] .....	17
Obr. 13 3D Ewaldova konštrukcia pre polykryštalický materiál [16] .....	17
Obr. 14 Schéma usporiadania Debyeovej-Scherrerovej metódy na spätný odraz a priechod [16] .....	18
Obr. 15 a) rozptyl lúčov, b) pre odvodenie všeobecnej fokusačnej podmienky, c) princíp semifokusačného usporiadania [16] .....	19
Obr. 16 Youngov modul E monokryštalického železa v závislosti na kryštalografickom smere [17] .....	21
Obr. 17 Princíp vytvorenia PPO [18] .....	23
Obr. 18 Príklad PPO [18] .....	23
Obr. 19 Príklad IPO. 95 % za studena valcovaný Ni v smere a) RD, b) TD, c) ND [18] .....	23
Obr. 20 Diagram znázorňujúci prevod z osí vzorky na osi kryštáliku [17] .....	24
Obr. 21 Príklad reprezentácie orientácie g v Eulerovom priestore [17] .....	24
Obr. 22 Schéma iteračnej WIMV metódy [5] .....	25
Obr. 23 Valcovacia textúra (pólový obrazec {111}) pre a) čistú meď a b) mosadz (Cu-37 %Zn) [17] .....	27
Obr. 24 Valcovacia textúra bcc materiálov (pólový obrazec {110}) s vyznačenými textúrnymi vláknami α <sub>1</sub> :□, β:△ a γ:○ [25] .....	28
Obr. 25 Reprezentácia typických vlákien deformovaných bcc (vľavo) a fcc (vpravo) kovov [5] .....	28
Obr. 26 Vzorky pri pohľade zhora a) a pod uhlom b) .....	31
Obr. 27 Vybrané debyeogramy jednotlivých vzoriek .....	32
Obr. 28 Rtg záznamy pre povrchy vzoriek N, B1,5 a B7 .....	33
Obr. 29 Detail rtg záznamov v rôznych hĺbkach vzorky N .....	34
Obr. 30 Detail rtg záznamov v rôznych hĺbkach vzorky B1,5 .....	34
Obr. 31 Detail rtg záznamov v rôznych hĺbkach vzorky B7 .....	34

Obr. 32 Vybrané PPO rovín $\{110\}$ fázy $\alpha$ -Fe.....	36
Obr. 33 Vybrané rezy ODF vo $\varphi_1 = 0^\circ$ fázy $\alpha$ -Fe .....	37
Obr. 34 Vybrané PPO rovín $\{111\}$ fázy $\gamma$ -Fe .....	38
Obr. 35 Vybrané rezy ODF vo $\varphi_2 = 45^\circ$ fázy $\gamma$ -Fe .....	39

## Zoznam tabuliek

Tab. 1 Textúrne komponenty fcc kovov a zliatin [18].....	26
Tab. 2 Charakteristické vlákna fcc kovov a zliatin [17] .....	27
Tab. 3 Vybrané charakteristické vlákna bcc kovov a zliatin [17].....	27
Tab. 4 Chemické zloženie duplexnej ocele 1.4470 [5] .....	30
Tab. 5 Parametre balotínovania .....	30