



**MATEMATICKO-FYZIKÁLNÍ
FAKULTA**
Univerzita Karlova

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Andrea Szabóová

Studium deformačních procesů v slitinách Mg-Gd

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: doc. RNDr. Kristián Mathis, DrSc.

Studijní program: Fyzika

Studijní obor: Obecná fyzika

Praha 2019

V tomto mieste by som chcela poďakovať všetkým, ktorí mi pomáhali pri vypracovaní tejto práce. V prvom rade moje poďakovanie patrí vedúcemu práce doc. RNDr. Kristiánovi Máthisovi, DrSc. za jeho trpezlivosť, pomoc, venovaný čas a vzorné vedenie práce. Moje poďakovanie patrí ďalej Ing. Jane Káralovej a Marte Čepovej za ich pomoc s prípravou vzoriek a pri metalografických pozorovaniach. Ďalej som veľmi vdáčná RNDr. Jitke Stráskej, Ph.D. a RNDr. Klaudii Fekete za nameranie máp EBSD a RNDr. Petrovi Cejpekovi za nameranie textúry. V neposlednom rade by som chcela poďakovať mojej rodine a priateľom za ich neustálu podporu a povzbudzovanie.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracovala samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů, literatury a dalších odborných zdrojů.

Beru na vědomí, že se na moji práci vztahují práva a povinnosti vyplývající ze zákona č. 121/2000 Sb., autorského zákona v platném znění, zejména skutečnost, že Univerzita Karlova má právo na uzavření licenční smlouvy o užití této práce jako školního díla podle § 60 odst. 1 autorského zákona.

V dne.....

podpis

Název práce: Studium deformačních procesů v slitinách Mg-Gd

Autor: Andrea Szabóová

Katedra / Ústav: Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: doc. RNDr. Kristián Mathis, DrSc.

Abstrakt: Předložená práce se zabývá studiem deformačního chování binárních slitin hořčík-gadolinium v závislosti na koncentraci Gd a na teplotě deformace. Extrudované vzorky vykazovaly poměrně silnou výchozí texturu. Tlakové deformační zkoušky byly prováděny při pokojové teplotě a při 200°C. Souběžně s deformací byla zaznamenávána i akustická emise, kterou jsme analyzovali s pokročilými statistickými metodami. Kombinací těchto dvou experimentálních metod jsme ukázali, že v počátečním stádiu deformace dominuje dvojčatění, ale v pozdější fázi plastická deformace proběhne převážně nebazálním kluzem. S vyšším obsahem Gd klesá velikost dvojčat, v důsledku snížení mobility dvojčatových hranic příměsovými atomy. Při vyšších deformačních teplotách dvojčatění bylo usnadněno tepelnou aktivací. Závěry byly ověřené kombinací optické světelné a skenovací elektronové mikroskopie.

Klíčová slova: hořčíková slitina, deformační zkoušky, akustická emise, mikroskopie

Title: Investigation of deformation mechanisms in Mg-Gd alloys

Author: Andrea Szabóová

Department: Department of Physics of Materials

Supervisor: doc. RNDr. Kristián Mathis, DrSc.

Abstract: In the present work, the deformation behavior of magnesium-gadolinium binary alloys was investigated. Dependence on the concentration of Gd and deformation temperatures was studied. Extruded samples had relatively strong initial texture. Compression tests were done at room temperature and 200°C. Simultaneously with deformation acoustic emission was recorded. Data from acoustic emission was analyzed with advanced statistical methods. Results of the combination of these two experimental methods indicated that at the beginning of the deformation twinning is the dominant mechanism. In the following stage of plastic deformation non-basal slip systems became the governing deformation mechanism. With higher content of Gd the size of twins decreases as a result of the decreased mobility of twin boundaries caused by solute atoms. At higher temperatures twinning activity was increasing. In addition, results were confirmed by optical light and scanning electron microscopy.

Keywords: magnesium alloy, deformation tests, acoustic emission, microscopy

Názov práce: Štúdium deformačných procesov v zliatinách Mg-Gd

Autor: Andrea Szabóová

Katedra / Ústav: Katedra fyziky materiálov

Vedúci bakalárskej práce: doc. RNDr. Kristián Mathis, DrSc.

Abstrakt: Predložená práca sa zaoberá štúdiom deformačného chovania binárnych zliatin horčík-gadolinium v závislosti na koncentrácii Gd a na teplote deformácie. Extrudované vzorky vykazovali pomerne silnú východiskovú textúru. Tlakové deformačné skúšky boli prevedené pri izbovej teplote a pri 200°C. Súbežne s deformáciou bola zaznamenávaná aj akustická emisia, ktorú sme analyzovali s pokročilými štatistickými metódami. Kombináciou týchto dvoch experimentálnych metód sme ukázali, že v počiatočnom štádiu deformácie dominuje dvojčatenie, ale v neskoršej fáze plastická deformácia prebieha prevažne nebazálnym sklzom. S vyšším obsahom Gd klesá veľkosť dvojčiat, v dôsledku zníženia mobility dvojčatových hraníc prímiesovými atómami. Pri vyšších deformačných teplotách dvojčatenie bolo uľahčené tepelnou aktiváciou. Závety boli overené kombináciou optickej svetelnej a skenovacej elektrónovej mikroskopie.

Kľúčové slová: horčíková zliatina, deformačné skúšky, akustická emisia, mikroskopie

Obsah

Úvod	1
1. Použitý materiál a jeho vlastnosti	3
1.2. Plastická deformácia hexagonálnych kovov	3
1.2. Použitý materiál	6
1.3. Legovanie horčíku so vzácnymi zeminami	6
2. Ciele bakalárskej práce	8
3. Použité experimentálne metódy	9
3.1. Deformačné skúšky	9
3.2. Akustická emisia	11
3.3. ASK analýza	12
3.4. Optická mikroskopia	14
3.5. EBSD (Electron backscatter diffraction)	14
3.6. Meranie textúry	14
4. Výsledky merania a diskusia	16
4.1. Východiskový stav materiálu	16
4.2. Výsledky merania	19
4.2.1. Deformácia pri izbovej teplote	19
4.2.2. Deformácia pri teplote 200°C	21
4.2.3. Porovnanie výsledkov deformačných skúšok a akustickej emisie na základe teploty	23
4.3. ASK analýza	24
4.4. Mikroštruktúra materiálu pomocou optickej mikroskopie a EBSD	26
5. Záver	30
5.1. Zhrnutie výsledkov	30
5.2. Námety pre ďalší výskum	30
Zoznam použitej literatúry	31
Zoznam tabuliek	33
Zoznam použitých skratiek	34

Úvod

Rýchly vývoj vedy a techniky 20. storočia viedol k značnej zmene priemyslu. Došlo k mechanizácii a automatizácii výroby. Tým bolo umožnené efektívne spracovanie a obrábanie aj takých materiálov, ktoré do tej doby kvôli technologickým problémom nešlo používať. Súčasne vzniklo vedecké odvetvie na posúdenie kvality týchto materiálov a ich ďalší vývoj s cieľom vylepšenia ich fyzikálnych vlastností. Ochrana životného prostredia je dôležitým faktorom dnešnej doby. Jedna z najväčších ekologických problémov je znečistenie ovzdušia, ktoré úzko súvisí s emisiou a spotrebou dopravných prostriedkov. Preto v automobilovom a leteckom priemysle vznikla požiadavka na výrobu nových, ľahších materiálov, ktoré majú dlhú životnosť a súčasne vykazujú potrebné fyzikálne a mechanické vlastnosti.

Vyššie uvedené požiadavky s prehľadom splňujú zliatiny horčíku, ktoré patria medzi najľahšie konštrukčné materiály. Horčík tvorí 2% zemskej kôry, čo ho zaraduje na 8. miesto najbežnejšie sa vyskytujúcim prvkom [1]. V najväčšom množstve sa získava z morskej vody, odkiaľ sa z 1m³ vody dá dostať 1,3 kg horčíku. Výroba horčíku je energeticky menej náročný proces než ostatných ľahkých kovov (ako napríklad hliník a zinok). Ďalšou výhodou je, že k recyklácii je potrebné len 5% výrobnéj energie [2].

Jeden z ich najväčších predností z hľadiska priemyselných aplikácií je ich optimálny pomer pevnosti voči hustote, dobré tlmiace vlastnosti, veľká tepelná vodivosť, zlievateľnosť a recyklovateľnosť.

Na druhej strane, slabá odolnosť voči korózii, zlá tvarovateľnosť pri bežných teplotách, relatívne veľká chemická reaktivita a nižšia pevnosť pri vyšších teplotách (už nad 200°C) sú hlavné nevýhody horčíkových zliatin a predstavujú výraznú prekážku ich širším použitím v priemysle.

Prvá aplikácia zliatiny Mg-Al-Si (AS21) v automobilovom priemysle sa objavila v roku 1936 pri výrobe modelu Volkswagen Beetle. Na konci 70-tých rokov, kedy došlo k rozšíreniu vodou chladených motorov, použitie autosúčiastok z horčíkových zliatin sa výrazne poklesla z dôvodu malej koróznej odolnosti týchto materiálov.

Na začiatku 90-tých rokov zliatiny horčíka sa znovu vrátili do výroby: jednak kvôli ropnej kríze, ďalej kvôli prísnejším emisným limitám. Od tej doby patrí medzi

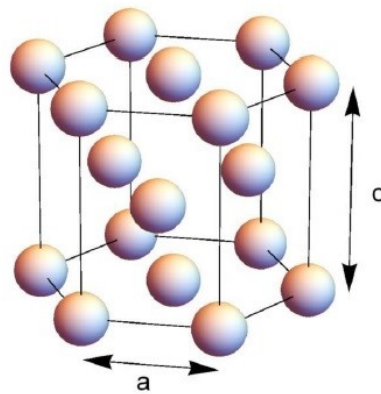
populárne materiály v automobilovom priemysle, predovšetkým v koncerne Volkswagen.

Čistý horčík má veľmi nízku medzu sklzu a je nevhodný pre strojárenské aplikácie. Jeho mechanické vlastnosti sa výrazne dajú zlepšiť legovaním. V posledných pár rokoch bolo študované legovanie so vzácnymi zeminami, nakoľko niektoré z týchto elementov majú pozitívny vplyv na spevnenie horčíkových zliatin. Jeden z týchto prvkov je gadolínium. Cieľom tejto práce je skúmať zmen mechanických vlastností horčíkových binárnych zliatin s gadolíniom v závislosti na koncentrácii a teplote deformácie.

1. Použitý materiál a jeho vlastnosti

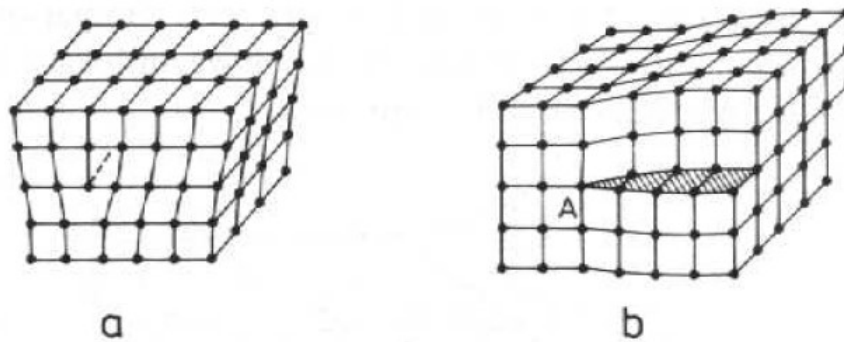
1.1. Plastická deformácia hexagonálnych kovov

Horčík je prvok, s hexagonálnou kryštálovou štruktúrou s tesným usporiadaním. Dva význačné parametre, ktoré charakterizujú hexagonálnu mriežku sú vzdialenosti kryštalografických ôs a a c . Parameter a označuje vzdialenosť medzi dvoma susednými atómami v bazálnej rovine – tzn. v rovine, ktorá je najhustejšie obsadená - parameter c určuje vzdialenosť medzi atómami kolmo nad sebou v bazálnych rovinách. Mechanizmy plastickej deformácie významne závisia na pomere c/a týchto kryštalografických ôs. U horčíkových zliatin tento pomer je veľmi blízko k ideálnej hodnote, ktorá je $\sqrt{8/3}$. Keď predpokladáme, že atómy majú sférický tvar, tak v tomto prípade vyplnia priestor najtesnejšie.



Obr.1.1- Hexagonálna mriežka[3]

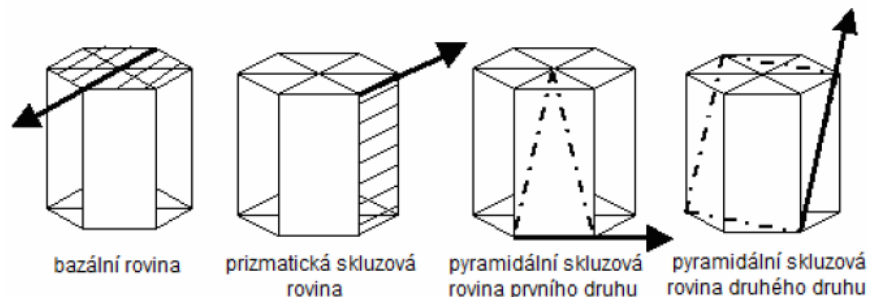
Aby sme lepšie rozumeli čo sa deje na mikroskopickej úrovni počas deformácie v kryštalických materiáloch, musíme si objasniť chovanie porúch kryštálovej mriežky, lebo tie majú najväčší vplyv na makroskopické mechanické vlastnosti. Najdôležitejšiu rolu z hľadiska deformácie hrajú čiarové poruchy, tzv. *dislokácie*. Narušujú pravidelnú štruktúru kryštálu pozdĺž určitej čiary, s tým tvoria rozhranie medzi deformovanou a nedeformovanou časťou kryštálu. Môžeme rozlíšiť medzi dvoma základnými typmi dislokácie, v závislosti na tom, že v ktorom smere zapôsobíme smykovým napätím. Tieto typy sú nasledujúce: hranová dislokácia (obr.1.2.a) a skrutková dislokácia (obr.1.2.b)[4].



Obr. 1.2.a) hranová dislokácia; b) skrutková dislokácia[4]

Hranovú dislokáciu si môžeme predstaviť tak, že vložíme jednu polorovinu atómov navyše do pravidelnej kryštálovej mriežky. Okraj tejto vloženej poloroviny sa nazýva *dislokačná hrana*. Vznik skrutkovej dislokácie si predstavíme tak, že kryštál narežeme pozdĺž atómovej roviny a jednu časť posunieme rovnobežne s dislokačnou hranou. Počas plastickej deformácie môže dochádzať k pohybu, vzniku a anihilácii dislokácií.

U hexagonálnych kovov môžeme rozlíšiť medzi štyrmi hlavnými sklzovými systémami, ktoré sú nasledujúce: bazálny, prizmatický, a pyramidálny prvého a druhého druhu.



Obr. 1.3 – Sklzné systémy hexagonálnych kovov[5]

Ako sme už uviedli, mechanizmy plastickej deformácie výrazne závisia na pomere kryštalografických ôs c/a . Najhustejšie obsadená rovina je bazálna rovina v prípade, keď tento pomer má väčšiu hodnotu, než ideálna $\sqrt{8/3}$. Pri izbovej teplote sú aktívne práve tieto bazálne roviny, pretože v tejto rovine dochádza najľahšie k sklzu kvôli hustote atómov. V opačnom prípade, keď tento pomer je menší než ideálny, tak primárne sklzové roviny budú prizmatické a pyramidálne roviny. V horčiku pomer kryštalografických ôs je vo veľmi dobrej zhode s ideálnou

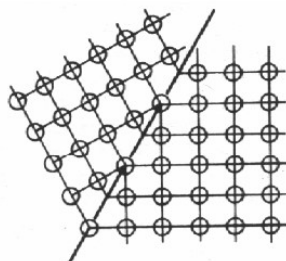
hodnotou a práve preto za určitých podmienok môžu byť aktivované aj prizmatické a pyramidálne sklzové roviny. Aktivácia týchto rovín silne závisí na teplote a chemickom zložení materiálu.

Podľa von Misesovo pravidla [6] aspoň päť nezávislých sklzových systémov je potrebné pre homogénnu plastickú deformáciu polykryštalických materiálov. Ako to v ďalšom odseku uvidíme, že tento kritérium hexagonálna mriežka za normálnych podmienok nespĺňa.

U horčiku k sklzu dochádza najľahšie v bazálnej rovine (0001) v smeroch $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, prípadne v prizmatických $\{10\bar{1}0\}$ a pyramidálnych rovinách $\{10\bar{1}1\}$ prvého druhu, v smeroch $\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Tieto systémy dávajú dohromady len štyri nezávislé sklzové systémy, čo je málo k splneniu von Misesovho pravidla. Tieto sklzové systémy navyše zaisťujú sklz len v smere a , pričom akomodácie deformácie v smere c ne je zaistená. Preto je nutné aktivovať buď pyramidálny systém druhého druhu $\{11\bar{2}2\} \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ alebo alebo musí dôjsť deformačnému dvojčateniu. Pri izbovej teplote k aktivácii pyramidálneho systému druhého druhu je potreba pomerne vysoké kritické napätie, preto tento sklz bol pozorovaný predovšetkým pri vyšších aplikovaných napätiach v textúrovaných materiáloch resp. pri teplotách deformácie nad 200 °C.

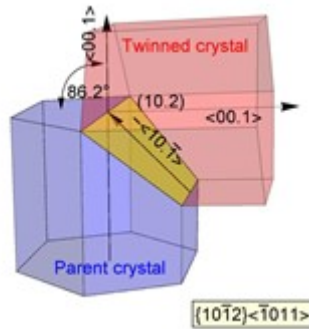
Kritické sklzové napätie pre aktiváciu pyramidálneho systému druhého druhu $\{11\bar{2}2\} \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ do zhruba 200°C [7] je oveľa vyšší, ako kritické sklzové napätie pre vznik deformačných dvojčiat, preto sa dvojčatenie patrí medzi základné mechanizmy plastickej deformácie horčikových zliatin.

V priebehu dvojčatenia atómy sa posunujú nielen o celočíselné násobky medziatómových vzdialeností ale aj o ich zlomky. Priebehom dvojčatenia vznikne v kryštálu rovina, podľa ktorej sú obidve časti kryštálu v zrkadlovej orientácii. Táto rovina sa nazýva *rovinou dvojčatenia* (Obr.1.4.).



Obr.1.4. – Rovina dvojčatenia[4]

Primárnym dvojčatovým systémom je $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$. kde pôvodná a zdvojitá časť mriežky zvierajú uhol $86,3^\circ$.

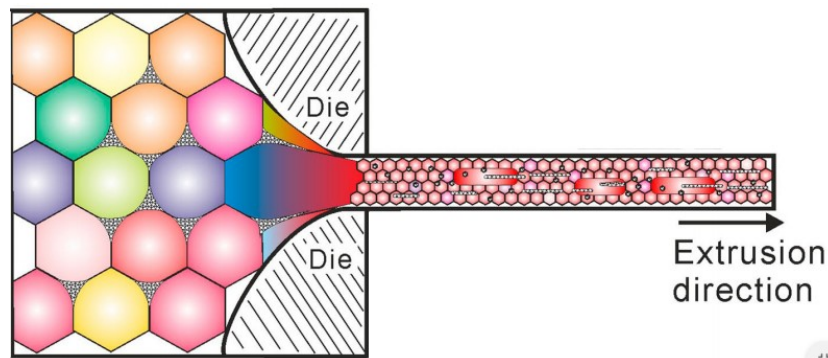


Obr.1.5. – Schéma dvojčatenia [3]

1.2. Použitý materiál

V práci sme skúmali deformačné mechanizmy horčikových zliatin obsahujúcich 1 hm.%, a 6 hm.% Gd (neskoršie označené ako Mg1Gd, Mg6Gd).

Materiál bol pripravený zmiešaním technicky čistého horčíku a pre-zliatiny Mg-20%Gd(hm.%). Zliatina bola podrobená rozpúšťaciemu žihaniu 24 h pri teplote 550°C , potom extrudovaná pri teplote 450°C s pomerom extrúzie 25:1.[8] Valce s priemerom 5 mm a výškou 10 mm boli vyrezané z extrudovaného valca v smere extrúzie.



Obr.1.6. – Schéma extrúzie [9]

1.3. Legovanie horčíku so vzácnymi zeminami

Pridanie vzácnych zemín k čistému horčíku môže výrazne ovplyvniť mechanické vlastnosti materiálu. Pozoruje sa predovšetkým zlepšenie hodnôt pevnosti, tvarovateľnosti pri teplotách deformácie pod 200°C , odolnosti voči korózii a zníženie asymetrie hodnôt medze sklzu pri ťahovej resp. tlakovej deformácii [10].

Časť týchto zmien mechanických vlastností je prisudzované vplyvu zloženia na textúru materiálu [11]. Legovanie so vzácnymi zeminami (RE – rare earth) môže zoslabiť textúru po extrúzii: zníži sa predovšetkým intenzita najsilnejších difrakčných maxím.

2. Ciele bakalárskej práce

Hlavné ciele bakalárskej práce sú nasledujúce:

- Preskúmať chovanie horčikových zliatin s Gd počas tlakových skúšok pri izbovej teplote a pri 200°C
- Študovať priebeh akustickej emisie počas deformácie
- Dokumentovať mikroštruktúru skúmaného materiálu pred a po deformácii
- Sledovať vplyv koncentrácie Gd a veľkosti zŕn na mechanické vlastnosti
- Objasniť priebeh dvojčatenia počas deformácie

3. Použité experimentálne metódy

3.1. Deformačné skúšky

Na skúmanie mechanických vlastností materiálu je vhodná metóda deformačného namáhania. Na vzorkách horčíku boli urobené deformačné skúšky v tlaku použitím zariadenia INSTRON®. Meranie prebiehalo pri izbovej teplote a potom pri teplotách 100°C, 200°C a 300°C vo vysokoteplotnej peci pri konštantnej deformačnej rýchlosti 10^{-3}s^{-1} . Teplota peci bola nastavená s presnosťou $\pm 1^\circ\text{C}$. Pre ustálenie teploty v peci vzorka bola ponechaná pred deformáciou za približne 10 minút. Frekvencia zaznamenania dát bola 4 Hz.

Pomocou počítača boli zaznamenávané nasledujúce parametre merania: čas merania t , skrátenie vzorku Δl a sila F . V inžinierskej praxi sa pre charakterizáciu deformácie používa závislosť *zmluvného napätia* σ_s na *relatívnom predĺžení* e , ktoré sú môžeme vypočítať nasledujúcim spôsobom z nameraných dát:

$$\sigma_s = \frac{F}{S_0}, \quad (4.1)$$

$$\Delta l = l - l_0 \quad (4.2)$$

$$e = \frac{\Delta l}{l_0}, \quad (4.3)$$

kde S_0 je počiatočný prierez vzorku, ktorý je kolmý na smer namáhania, l_0 je počiatočná dĺžka, l je dĺžka po deformácii.

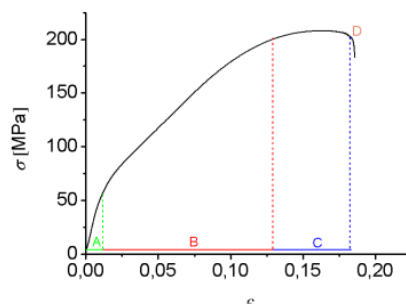
Z dôvodu, že tieto vzorce nepredpokladajú zmenu prierezu vzorky k čomu dochádza pri plastickej deformácii, sa definujú veličiny, ktoré s týmto faktorom počítajú.

Skutočné napätie σ , a *skutočná deformácia* ε sú definované nasledovne:

$$\sigma = \sigma_s(1+e) \quad (4.4)$$

$$\varepsilon = \ln(1+e) \quad (4.5)$$

Závislosť skutočného napätia σ na skutočnej deformácii ε určuje deformačnú krivku pre daný materiál. Podľa toho, aký má tvar táto krivka môžeme vyvodit' rôzne mechanické vlastnosti skúmaného materiálu. Na obrázku 3.1 je znázornená krivka tejto závislosti.



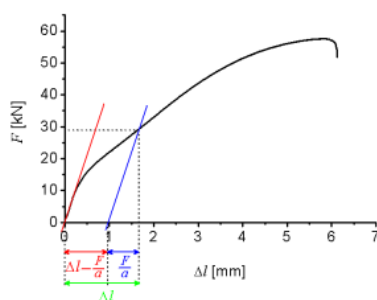
Obrázok 3.1.: Deformačná krivka [12]

V časti A dochádza k elastickej deformácii, závislosť skutočného napätia na skutočnej deformácii je lineárna, platí Hookov zákon. V oblastiach B a C dochádza k plastickej deformácii. Tieto oblasti môžu byť rôzne dlhé alebo mať iný priebeh v závislosti na materiálu a na natočenia vzorky voči ose namáhania. V oblasti B môžeme vidieť, že krivka má stále rastúci charakter pri zvyšujúce sa deformácie. V časti C napätie pri ďalšom náraste deformácie sa už nezvyšuje napätie, čo je dané rovnováhou medzi spevňovacími a odpevňovacími dejmi. V bode D dochádza k lomu vzorky.

Pre výskumné účely najpodstatnejšia časť je časť plastickej deformácie.

Smernicu lineárnej časti a zistíme lineárnou regresiou zo závislosti pôsobiacej sily F a predĺženia/skrátenia Δl . Relatívne predĺženie bez elastickej časti e_p je definované ako:

$$e_p = \frac{\Delta l - \frac{F}{a}}{l_0} \quad (4.6)$$



Obrázok 3.2.: Vytvorenie deformačnej krivky bez elastickej časti [12]

Takisto sa definuje aj skutočná deformácia ϵ_p bez elastickej časti, ktoré vypočítame ako:

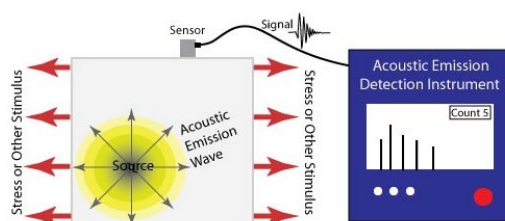
$$\varepsilon_p = \ln(1 + e_p) \quad (4.7)$$

Ďalšie dôležité parametre závislosti σ na ε sú $\sigma_{0.2}$, ktoré udáva skutočné napätie pri plastickej deformácii 0,2%, $\varepsilon_p=0,002$, maximálne skutočné napätie σ_{max} a maximálna skutočná deformácia ε_{max} .

Nameraná závislosť sily na čase bola prepočítaná na závislosť skutočného napätia σ a na skutočnú deformáciu ε podľa vzoriek uvedených v tejto kapitole a spracovaná v programe Origin®.

3.2. Akustická emisia

Akustická emisia (ďalej AE) je fyzikálny jav, pri ktorom sa uvoľní časť elastickej energie napr. pri vzniku alebo šírení trhlín, sklzu dislokácií, vzniku dvojčiat. Táto uvoľnená energia sa šíri ako prechodová elastická vlna na povrch materiálu, kde môžeme zaznamenávať jej kolmú zložku pomocou piezoelektrického snímača [2]. Táto zložka je transformovaná na napäťový signál, ktorý je potom zosilnený a vyhodnotený.



Obrázok 3.3.: Schéma AE prístroja [13]

K AE dochádza len prípade, keď materiál nejakým spôsobom stimulujeme, buď deformáciou. V našom prípade vzorky boli mechanicky deformované v tlaku za rôznych teplôt.

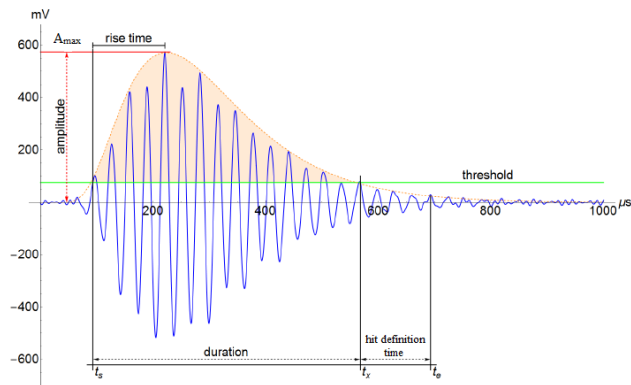
Hlavnými výhodami tejto metóde sú, že žiadnym spôsobom neovplyvňuje podmienky merania a v reálnom čase dostaneme informáciu o štruktúre skúmaného materiálu. AE detekuje len aktívne poruchy v materiálu, ktoré mali na meranie vplyv – v našom prípade sa jedná hlavne o vznik nových dvojčiat a kolektívny pohyb dislokácií. Priebeh záznamu AE značne závisí od zdroje emisie. Môžeme rozlíšiť dva základné typy signálov AE: spojitý alebo diskretný [14].

V prípade keď amplitúda elastických vln po určitej dlhšej dobe neklesne pod určitú prahovú úroveň tak hovoríme o spojitom signále AE. Tento typ signálu sa

zaznamenáva napríklad pri pohybu dislokácií. Šum pozadia tiež má charakter spojitého signálu.

Diskrétny (nespojité) signál má charakter časovo oddelených pulzov. Energia diskrétného signálu je 10-15krát väčšia než v prípade spojitého. Taký emisný jav vznikne pri vzniku a šírení trhlin a dvojčiat.

Záznam AE sa vyhodnocuje dvojakým spôsobom. V prípade klasického prístupu pred začiatkom merania sa nastaví prahová úroveň a tzv. mŕtva doba, pomocou ktorých sa záznam rozdelí na jednotlivé udalosti AE. Záznam jednej udalosti AE začne keď signál AE prekmitne cez prahovú úroveň a je ukončený, pokiaľ za dobu mŕtvej doby nedôjde k ďalšiemu prekmitu. Parametre takto určenej udalosti AE sú napríklad maximálna amplitúda signálu (A_{\max}), risetime – doba uplynutá od začiatku udalosti do dosiahnutiu maximálnej amplitúdy, energia (plocha pod obalovou krivkou udalosti), počet prekmitov (counts), doba trvania udalosti (duration) odosiahol maximálnu amplitúdu. Taktiež môžeme určovať strednú kvadratickú úroveň detekovaného signálu alebo počty prekmitnutia cez prahových úrovni za nastavený časový interval.

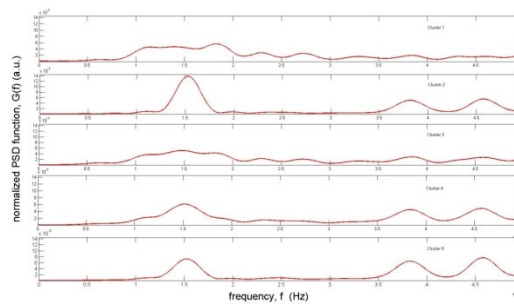


Obr.3.5.: Schematický obrázok diskretného AE signálu [14]

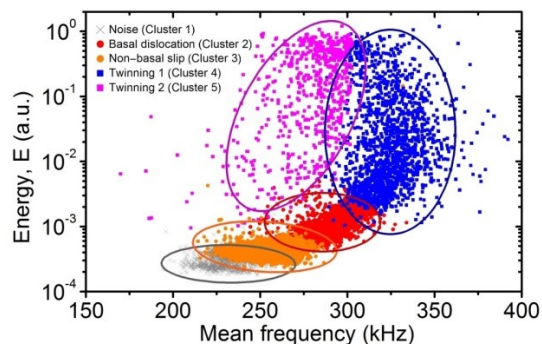
3.3. ASK analýza

V prípade horčikových zliatin, kde v dôsledku veľkého počtu aktívnych zdrojov AE signál je prakticky neustále nad prahovou úrovňou vyššie uvedený postup zlyháva. Preto sa zaznamenáva signál AE v surovom stave, bez nastavenia prahovej úrovne a mŕtvej doby. Taký záznam sme vyhodnotili pomocou adaptívnej k -means analýzy (angl. adaptive k -means analysis – ASK) vypracovaný Pomponim a Vinogradovom v 2013 [15].

V ASK sa najprv rozdelí na menšie úseky pomocou analytických okien (šírka je 1 až 4 ms). Pre každé jedno okno sa vypočíta tzv. funkcia spektrálnej hustoty (angl. power spectral density – PSD – Obr. 3.6). Na základe charakteristických hodnôt (amplitúda, priemerná a medián frekvencia, energia, štatistické rozdelenie spektra) sa realizácie AE v jednotlivých oknách sa rozdelia do zhlukov (angl. cluster). Sleduje sa predovšetkým vývoj počtu elementov v zhluke, ktorý charakterizuje dynamiku celého procesu. Na základe fyzikálnych parametrov signálov v danom zhluke (energia, frekvencia, amplitúda) a časového vývoja počtu elementov môžeme priradiť dominantný zdroj AE k danému zhluke [16]. Na Obr. 3.6 je príklad na také zhlukovanie, kde je znázornená energia a stredná frekvencia na jednotlivých osách. Farby reprezentujú jednotlivé klastre a elipsy úrovne konfidencie 95%.



Obrázok 3.6.: Tvary PSD funkcií pre jednotlivé klastre [16]



Obrázok 3.7.: Distribúcia AE zhlukov v závislosti na energii a strednej frekvencii [16]

Niektoré klastre sa prekrývajú v dôsledku dvojdimenzionálnej projekcie 7-dimenzionálneho priestoru. Je dôležité si zdôrazniť, že ASK metóda určuje síce dominantný mechanizmus AE v danom okne, ale nevylučuje súčasnú aktivitu ďalších mechanizmov.

3.4. Optická mikroskopia

Pomocou optickej mikroskopie bola pozorovaná mikroštruktúra základných a deformovaných stavov. Vzory sme rozrezali kolmo aj pozdĺž smere extrúzie, na veľkosti vhodné pre pozorovanie v optickom mikroskope. Tieto kusy potom boli zaliate do špeciálnej hmoty pre jednoduchšiu manipuláciu.

Aby sme odstránili povrchovú vrstvu a ryhy, vzorky boli postupne vybrúsené s brúsnyimi papiermi rôznej hrúbosti (od 800 do 4000), následne vyleštené s diamantovou pastou o veľkosti zrna 3, 1 až 0,25 μm . Pre lepšiu viditeľnosť hraníc zrníek pod optickým mikroskopom vzorky boli naleptané s 10% kyselinou dusičnou – HNO_3 – zhruba 10 sekúnd.

Pre snímání vzoriek bol použitý mikroskop OLYMPUS GX51 s pripojenou okalibrovanou kamerou PIXELINE. Obrázky boli následne spracovávané pomocou programu NIS – Elements AR. V tomto programe boli vypočítané aj priemerné veľkosti zrn d v základnom stave pomocou priesečnikovej metódy.

3.5. EBSD (Electron backscatter diffraction)

Mikroštruktúra bola skúmaná aj pomocou riadkovacieho elektrónového mikroskopu Quanta FEI 200 FEG. Využívala sa difrakcia nepružne rozptýlených späťne odrazených elektrónov. Tieto elektróny vytvoria na detektore Kikuchiho línie, ktoré program sám indexuje pomocou Houghovej transformácie. Tým je možné určiť orientáciu jednotlivých zrn.

Výsledky boli vyhodnotené pomocou programu OIM, ktorý je z nameraných dát schopný určiť napr. veľkosť zrn, vzájomnú orientáciu jednotlivých zrn a pólové obrázky.

Vzorky na EBSD boli najprv vybrúsené (do hrúbosti 4000), potom diamantovými pastami vyleštené o veľkosti zrna 3, 1 a 0,25 μm . Nasledovalo iónové leštenie s argónovými iónmi po dobu 25 minút v prístroji Leica, aby sme dosiahli dostatočne hladký povrch materiálu pre EBSD.

3.6. Meranie textúry

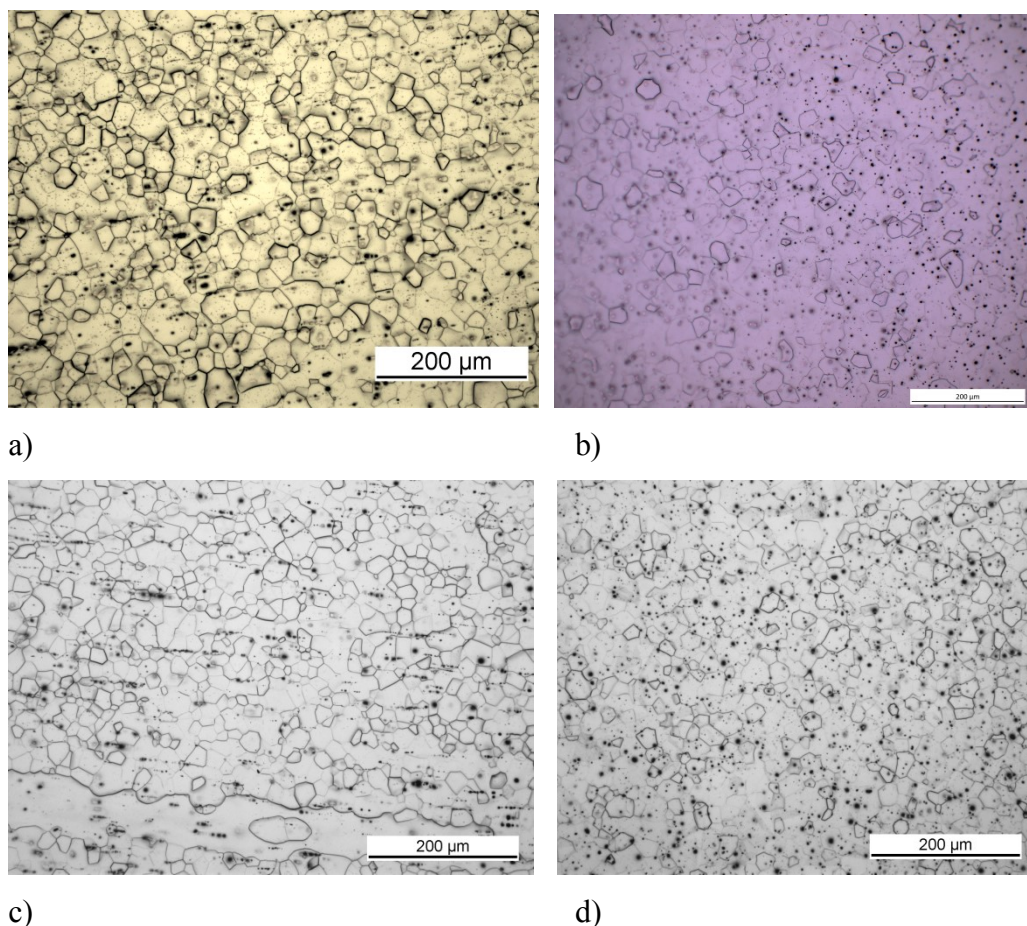
Pre skúmanie kryštalografickej textúry v horčikových zliatinách bola používaná metóda röntgenovej difrakcie. Meranie textúry sa uskutočnilo na Katedre fyziky kondenzovaných látok Univerzity Karlovej s použitím prístroja PANalytical

X'Pert PRO MRD DIFFRACTOMETER. Požívané bolo žiarenie CuK_α s prierezom primárneho zväzku 2 mm x 2 mm. Textúra bola nameraná na vyleštených vzorkách (vid' kap.2.3.), ktoré boli vyrezané kolmo na smer extrúzie. Výsledky boli spracovávané v module MTEX programu MatLab.

4. Výsledky merania a diskusia

4.1. Východiskový stav materiálu

Povrchy nedeformovaných horčičkových binárnych zliatin s gadolíniom boli upravené pre pozorovanie s optickým mikroskopom (viď kapitola 3.4). Na obrázku 4.1 môžeme vidieť mikroštruktúru materiálu s 200x zväčšením v závislosti na smere extrúzie.



Obrázok 4.1.: Základné stavy: a) Mg1Gd, c) Mg6Gd - pozdĺžny smer
b) Mg1Gd, d) Mg6Gd – kolmý smer

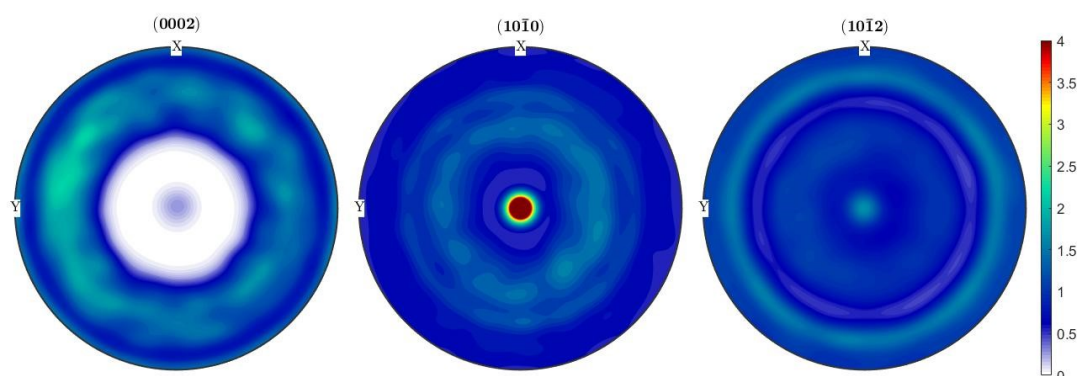
Veľkosť zŕn sme zistili pomocou priesečnikovej metódy, s absolútnou chybou merania, ktorá je pri každých vzorkách rovnaká $\pm 5\mu\text{m}$. Namerané hodnoty sú uvedené v tabuľke 4.1.

	Mg1Gd	Mg6Gd
d[μm]	17	15

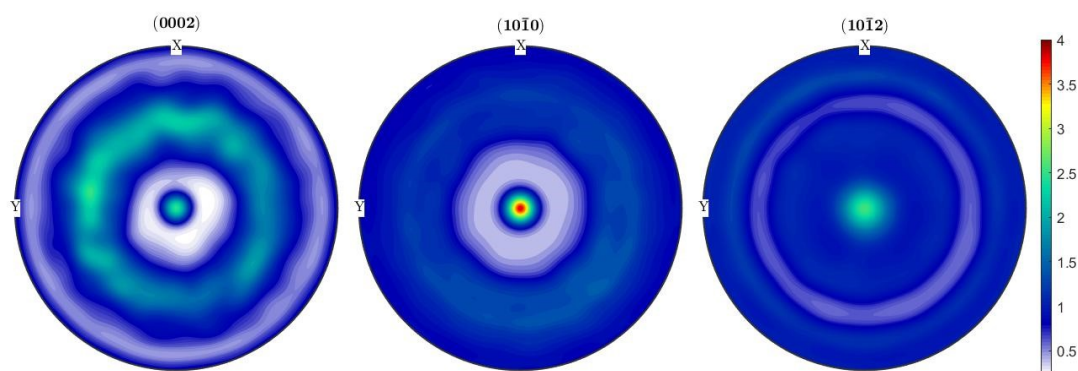
Tabuľka 4.1: Veľkosť zrna v základnom stave

Na obrázku 4.1a)c) môžeme vidieť mikroštruktúru materiálu pozdĺž smere extrúzie, na obrázku 4.1b)d) mikroštruktúru kolmo na smer extrúzie. Na obrázkoch ktoré boli snímané v pozdĺžnom smere pri vzorke s 6% sú pozorovateľné nerekrystalizované zrna ktoré sú predĺžené v smere extrúzie. U vzorky Mg1Gd taká zrná nie sú pozorovateľné, napriek tomu ich prítomnosť nemôžeme úplne vylúčiť. V smere kolmom na smer extrúzie štruktúra zrn je u každej vzorky homogénna. Na obrázku 4.1b) môžeme vidieť, že sa v niektorých zrnách objavajú aj dvojčatá. K ich vzniku zrejme došlo priebehom extrúzie.

Na vzorkách s 1% a 6% Gd boli namerané textúry v smeroch: $\langle 0002 \rangle$, $\langle 10\bar{1}0 \rangle$, $\langle 10\bar{1}2 \rangle$. Na obrázku 5.2a)b) môžeme vidieť textúru vzorky Mg1Gd a Mg6Gd východiskového stavu.



4.2.a)

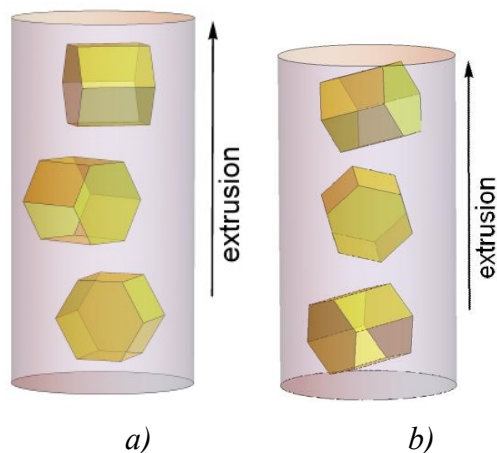


4.2.b)

Obrázok 4.2. Pólové obrázky východiskového stavu a) Mg1Gd, b) Mg6Gd v smeroch $\langle 0002 \rangle$, $\langle 10\bar{1}0 \rangle$, $\langle 10\bar{1}2 \rangle$

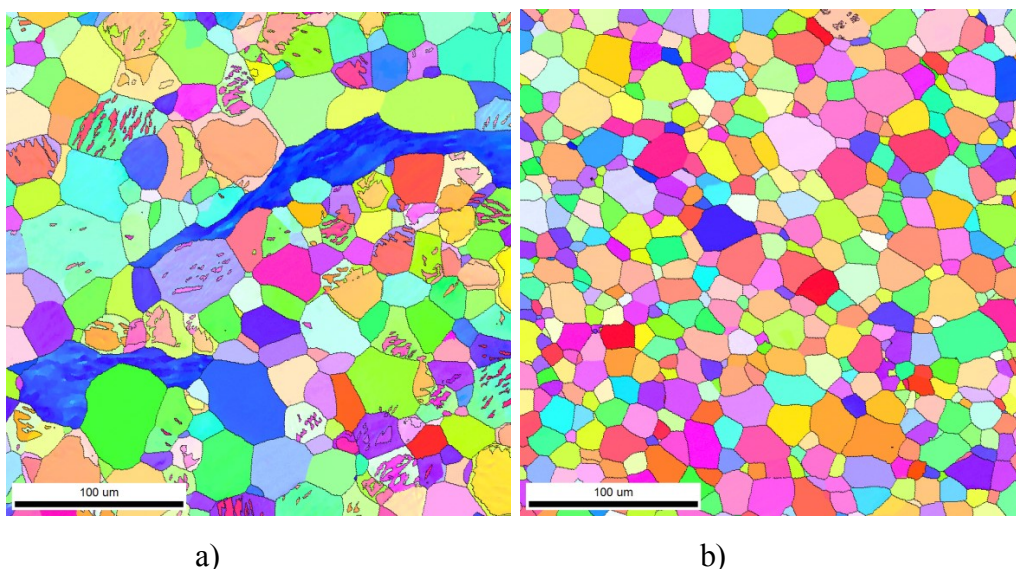
Pri vzorku Mg1Gd je vidieť, že veľká väčšina zrn je orientované spôsobom, ktoré je znázornené na obrázku 4.3a) – tzn. prizmatická rovina $\{10\bar{1}0\}$ je kolmá na

smer extrúzie. Niektoré zrná ale zostali natočené, preto môžeme pozorovať slabšie maximum v smere $\langle 10\bar{1}2 \rangle$.

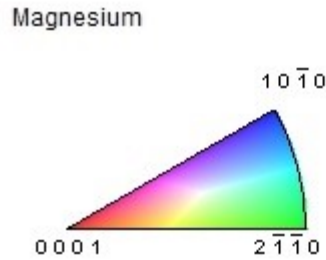


Obrázok 4.3 – Schéma najbežnejších východiskových orientácií zŕn
a)Mg1Gd, b)Mg6Gd

Pri vzorku Mg6Gd môžeme pozorovať, že väčší obsah Gd má značný vplyv na textúru – dochádza k jej oslabeniu. Na textúru meraná v smere $\langle 0002 \rangle$ je vidieť, že niektoré zrna sa reorientovali priebehom extrúzie do smeru $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ a niektoré zostali v smere $\langle 0002 \rangle$, preto vidíme značný maximum aj v strede tohto pólového obrázku. Najbežnejšiu východiskovú orientáciu zŕn vzorky Mg6Gd môžeme vidieť na obrázku 4.3b).



Obrázok 4.4: Východiskový EBSD obrázky- IPF mapy-a)Mg1Gd,
b)Mg6Gd kolmo na smer extrúzie



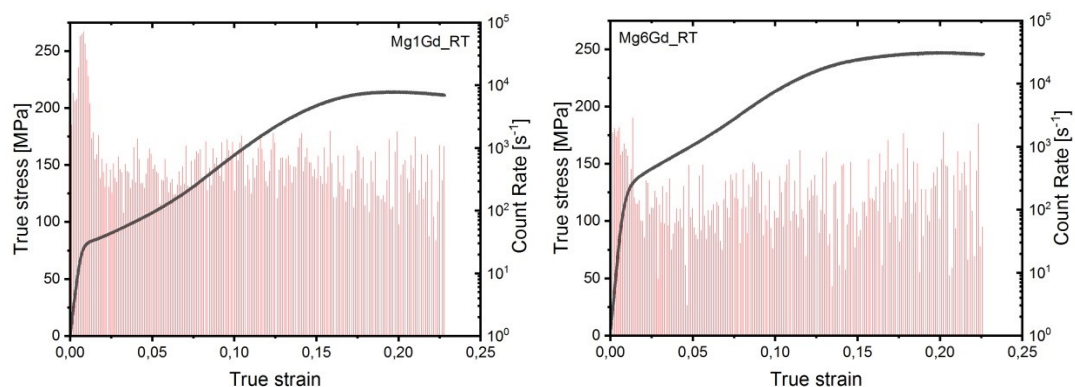
Obrázok 4.5.: Legenda IPF mapy

Na obrázku 4.4a) je vidieť inverzný pólový obrazec (IPF - Inverse Pole Figure) mapa vzorky Mg1Gd, kde jednotlivé farby označujú orientáciu jednotlivých zrn. Sú pozorovateľné aj dvojčatá, ktoré mohli vzniknúť kvôli extrúzi. Je vidieť, že sú aj zrna, ktoré ešte nerekrystalizovali. Orientácia zrn je v dobrej zhode s textúrou. Na obrázku 4.4b) vidíme IPF mapu vzorky Mg6Gd. V tomto prípade nie sú pozorovateľné dvojčatá, zrnová štruktúra je homogénna. Môžeme vidieť, že pri tejto vzorky sa objavuje viac zrn, ktoré majú orientáciu v smere $\langle 0002 \rangle$, to je konzistentné s tým, že na textúre je vidieť maximum aj v tomto smere.

To, že ktorá farba značí ktorý smer je vidieť na legende príslušnej k IPF mape na Obrázku 4.5.

4.2. Výsledky merania

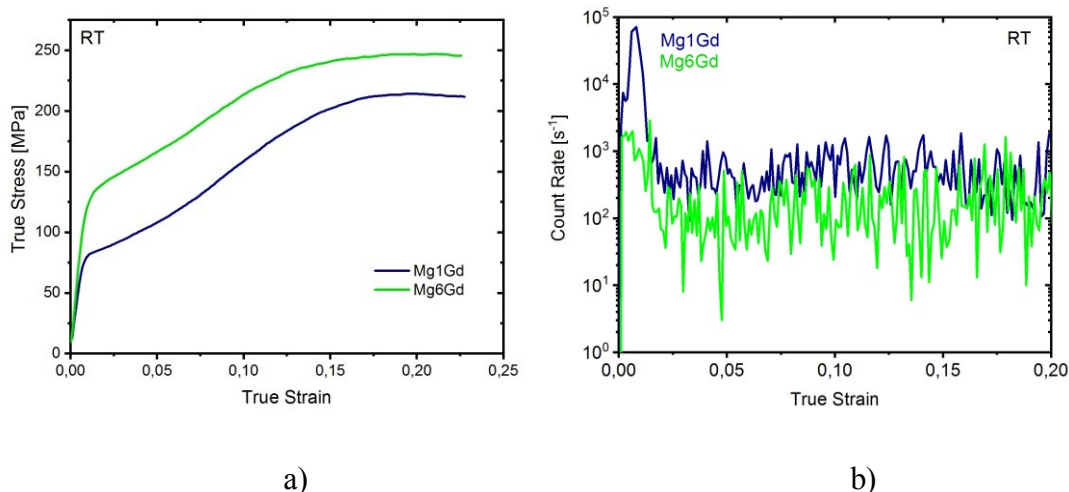
4.2.1. Deformácia pri izbovej teplote



a)

b)

Obrázok 4.6.: Deformačná krivka so záznamom AE a) Mg1Gd, b) Mg6Gd pri izbovej teplote



Obrázok 4.7: Porovnanie a) deformačných kriviek, b) akustickej emisie Mg1Gd a Mg6Gd pri izbovej teplote

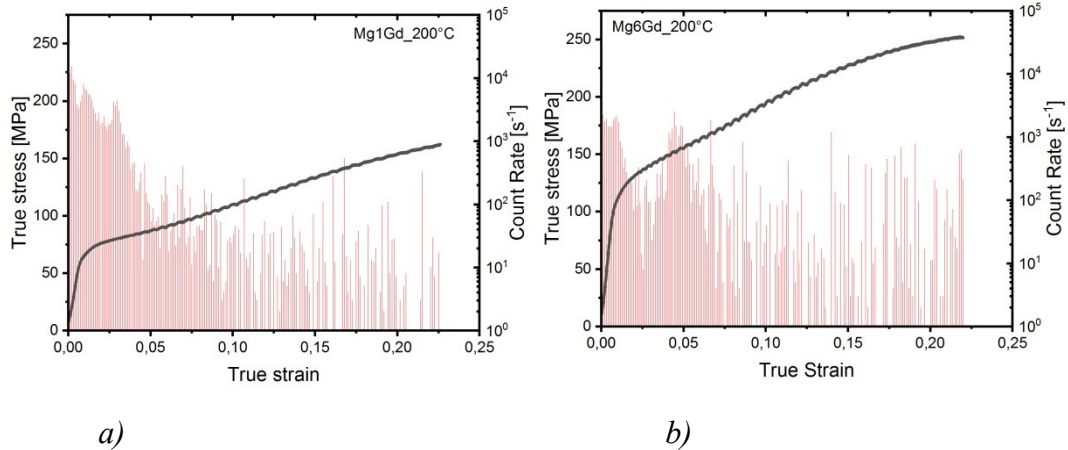
Na obrázku 4.6 môžeme vidieť deformačné krivky vzoriek Mg1Gd a Mg6Gd so súbežne zaznamenanou akustickou emisiou. Na obr. 4.7 je priame porovnanie deformačné kriviek a záznamu AE. Môžeme pozorovať, že s rastúcou koncentráciou Gd rastie sklzové napätie.

V odozve AE je vidieť zreteľný maximum AE v blízkom okolí medze sklzu, ktoré je výraznejšie pre Mg1Gd. Toto maximum v literatúre je prisúdený synergickému vplyvu nukleácie dvojčiat a masívnej aktivity dislokačného sklzu. Pokles AE na medzou sklzu má dva hlavné dôvody. Jednak s rastúcou deformáciou rastie aj dislokačná hustota a zároveň klesá stredná voľná dráha dislokácií, ktorá je priamo úmerná intenzite signálu AE [17]. Ďalej, ako už bolo uvedené už v kapitole 2.2, s AE deteguje len vznik nových dvojčiat a ich nárast do dĺžky (propagáciu) [18]. Ich laterálne rozšírenie je pomalší proces, ktoré nemôžeme zaznamenávať pomocou AE [18]. V neskorších štádiách tvárnenia deformácia sa akomoduje predovšetkým rozšírením dvojčiat, preto signál AE klesá. Napriek tomu aj pri vyšších napätiach môžeme pozorovať silné diskkrétne udalosti AE, ktoré sú zrejme spojené s dvojčatením v menej vhodne orientovaných zrnách.

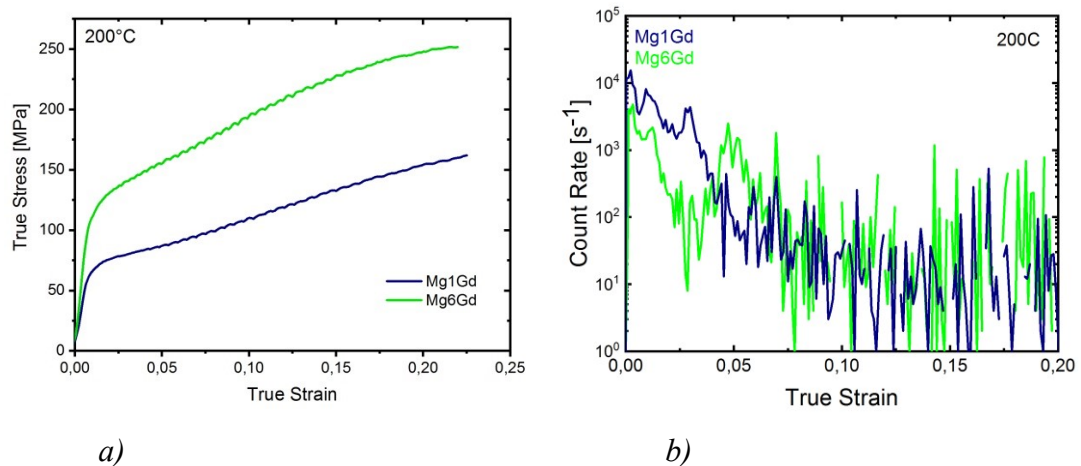
Odozva AE je silnejší pre vzorku s menšou koncentráciou Gd. V tomto prípade tvorba väčších dvojčiat a ich nárast (pozdĺžny aj laterálny) nie brzdený s rozpustenými atómami Gd ako u Mg6Gd. V dôsledku toho uvoľnená energia pri vzniku nových dvojčiat je väčší. Záznam Mg1Gd AE rýchle klesá po maximum potom má takmer konštantný charakter, v tomto úseku dôjde hlavne ku sklzu dislokácií. Pri

vzorke Mg6Gd maximum AE nie taký výrazný pri medzi sklzu, potom taktiež poklesne na takmer konštantnú hodnotu, ale tento pokles nie je taký výrazný ako u Mg1Gd. Vzhľadom k tomu, že nárast dvojčiat je brzdený rozpustenými atómami, je potrebné, aby sa nukleovali nové dvojčatá pre pokračovanie plastickej deformácie.

4.2.2. Deformácia pri teplote 200°C



Obrázok 4.8.: Deformačná krivka so záznamom AE a) Mg1Gd, b) Mg6Gd pri teplote 200°C



Obrázok 4.9: Porovnanie a) deformačných kriviek, b) akustickej emisie Mg1Gd a Mg6Gd pri teplote 200°C

Na obrázku 4.8 môžeme vidieť deformačné krivky vzoriek Mg1Gd a Mg6Gd so súbežným záznamom AE pri teplote 200°C. Na obr. 4.9 môžeme porovnať deformačné krivky a záznam AE. Podobne ako u výsledkov pri izbovej teplote môžeme taktiež pozorovať, že s rastúcou koncentráciou Gd sa rastie sklzové napätie. Na zázname AE tiež môžeme vidieť u medze sklzu zreteľný maximum signálu, a pri tom okolo $\epsilon = 0,05$ je vidieť ešte jeden výrazné maximum. Pri vzorku Mg1Gd

je signál AE aj v tomto prípade je silnejší z podobného dôvodu, ako pri izbovej teplote. Prvé maximum vzniká znovu predovšetkým v dôsledku nukleácie a propagácie dvojčiat. Druhé maximum môže byť pôsobené dvoma mechanizmami. Jednak môže dochádzať ku kolektívnemu pohybu dislokácií v nebazálnych rovinách. V tomto prípade by sme ale mali vidieť tento efekt pre obe zliatiny. Tento efekt skôr môžeme prisúdiť uvoľneniu dvojčiatových hraníc z atmosféry prímiesových atómov Gd. S týmto javom sa zaoberá niekoľko prací [19,20]. Napríklad v [21] bolo skúmané, že Gd atómy sa separujú pri hraniciach zŕn počas statickej termálnej úprave pri 200°C v deformovaných vzorkách. Konkrétny priebeh tohto mechanizmu v našich zliatinách je treba v budúcnosti podrobnejšie preskúmať.

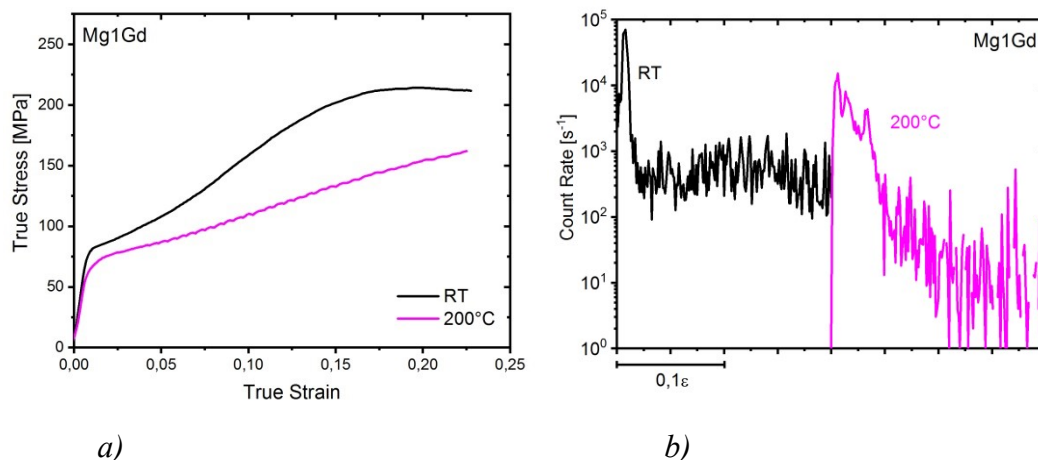
Deformačné krivky pri 200°C majú zaujímavý ozubený tvar. Tento efekt je výsledkom dynamickej interakcie dislokácií a rozpustených Gd atómov, známe ako „dynamic strain ageing“ DSA, skúmané vo viacerých systémoch Mg-RE [22]. Rozpustené Gd atómy samovoľne difundujú na čiarové poruchy v materiálu, s tým sa stávajú prekážkami pre dislokácie počas deformácie. Po dosiahnutí určitej hodnoty napätia s dôjde k odtrhnutiu dislokácií od a napätie okamžite klesne. Podobne sa môžu chovať aj hranice dvojčiat priebehom ich rastu.

Hodnoty maximálneho napätia σ_{max} a napätia pri medzi sklzu σ_{02} pri izbovej a pri 200°C sú znázornené v tabuľke 4.2.

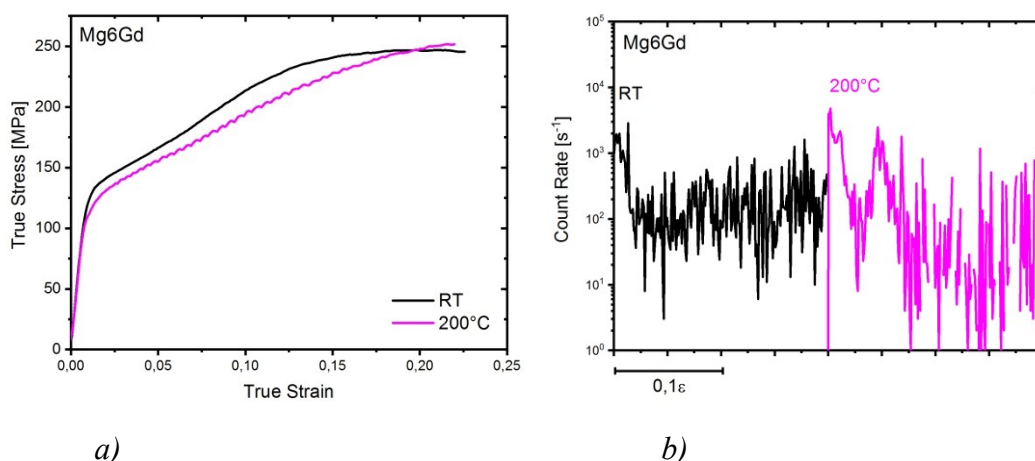
t [°C]	Mg1Gd		Mg6Gd	
	σ_{02} [MPa]	σ_{max} [MPa]	σ_{02} [MPa]	σ_{max} [MPa]
20	76	214	122	247
200	64	162	109	200

Tabuľka 4.2: Maximálne napätia σ_{max} a sklzové napätia σ_{02}

4.2.3. Porovnanie výsledkov deformačných skúšok a akustickej emisie na základe teploty



Obrázok 4.10: Porovnanie a) deformačných kriviek, b) akustickej emisie Mg1Gd pri izbovej teplote a pri 200°C



Obrázok 4.11: Porovnanie a) deformačných kriviek, b) akustickej emisie Mg6Gd pri izbovej teplote a pri 200°C

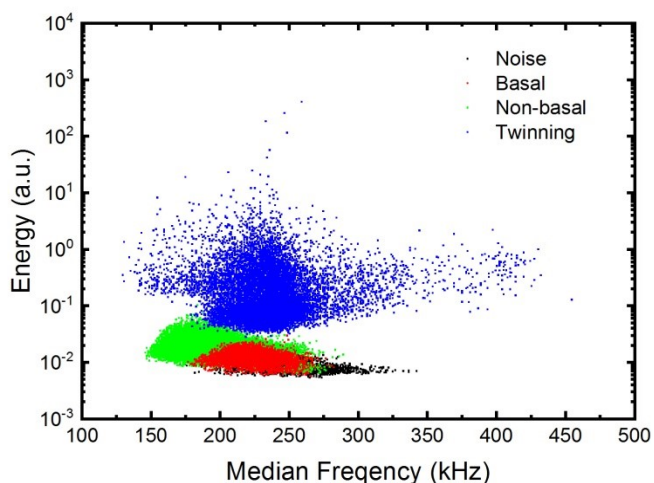
Na obrázku 4.10. môžeme vidieť a) priebeh deformačných kriviek a b) signál AE pri izbovej teplote a pri 200°C vzorky Mg1Gd. Na obrázku 4.11a) je vidieť deformačné krivky, na 4.11b) záznam AE pri izbovej teplote a pri 200°C. Funkcia AE v prípade 200°C je posunutá v oboch prípadoch o 0,2 ϵ pre lepšiu viditeľnosť. Môžeme pozorovať pri oboch prípadoch, že medze sklzu aj maximálne napätie σ_{\max} sú vyššie pri izbovej teplote. Pri izbovej teplote po zhruba $\epsilon=0,17$ dôjde k vyrovnaniu spevňovacích a odpevňovacích dejov v materiálu, k ďalšej deformácii už nie je potrebné zvyšovať napätie. Pri teplote 200°C k takej vyrovnaniu

nedochádza, deformačná krivka má celou dobu rastúci charakter. K plastickej deformácii materiálu bolo potrebné zvyšovať napätie počas celého merania.

Na obrázku 4.10b) vidíme, že signál AE na začiatku má výrazný maximum pri izbovej teplote, potom to poklesne na určitú hodnotu, pri 200°C tento maximum je nižší na začiatku, ale v tomto prípade sú pozorovateľné 2 maxima. U vzorky s 6% Gd (Obr.4.11b))pri izbovej teplote taktiež je maximum na začiatku ale nie je taký výrazný ako pri 200°C. Pri 200°C sú viditeľné takisto 2 výrazné maxima ako u vzorky s 1% Gd. Amplitúda signálu AE je veľmi podobný.

4.3. ASK analýza

Detailnejšou analýzou signálu AE môžeme dať odhad na časový vývoj deformačných mechanizmov. Pomocou ASK analýzy sme rozdelili AE signál do 4 zhlukov: šum pozadia, bazálny sklz dislokácií, nebazálny sklz dislokácií a dvojčatenie. Na obrázku 4.12 je vidieť ako vypadá energia jednotlivých klastrov v závislosti na mediánu frekvencie v prípade Mg6Gd pri izbovej teplote (závislosti pre ostatné zliatiny a stavy vypadajú podobne). Do jednotlivých zhlukov boli zoradené realizácie AE v jednotlivých analytických oknách podľa charakteristických fyzikálnych (energia, frekvencia, amplitúda) a štatistických (šikmosť, špicatosť) parametrov.

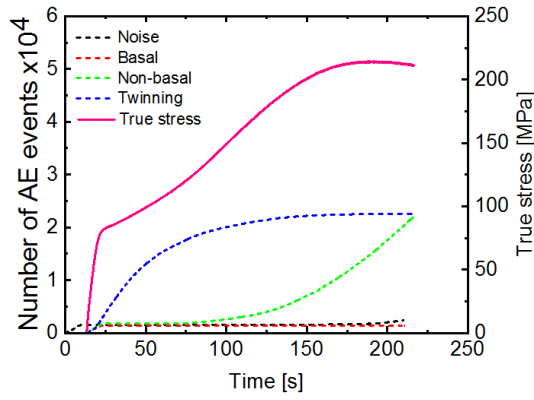


Obrázok 4.12: Distribúcia AE klastrov v závislosti na energii a strednej frekvencii v prípade vzorky Mg6Gd pri pokojovej teplote

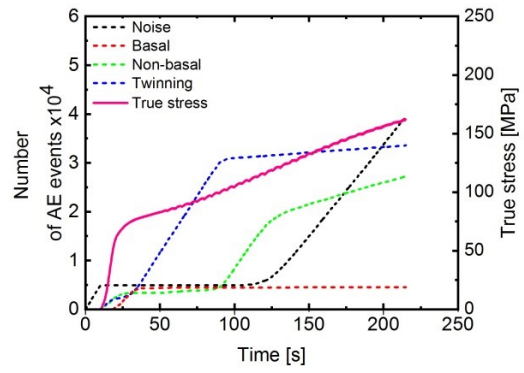
V ďalšom kroku je treba priradiť fyzikálny význam jednotlivým zhlukom. K tomu sa využíva jak závislosť energia – frekvencia (Obr. 4.12), tak časová

závislosť kumulatívneho počtu udalostí AE v jednotlivých zhlukoch (Obr. 4.13). Identifikácia čierneho zhluku je jednoduchá. Objaví sa ešte pred začiatkom deformácie a preto jednoznačne pochádza od šumu. Navyše tento klaster má najnižšiu energiu, a má široké spektrum frekvencie a to je typické pre šum pozadia [15]. Modrý zhluk tvorený signálmi AE vysokých energií môžeme priradiť k dvojčateniu. Pri dvojčatení dochádza k reorientácii veľkého objemu kryštálovej mriežky a korelovanému pohybu dvojčatových dislokácií. Preto výsledná udalosť AE vykazuje väčšie energie [23]. Signál od dvojčatenia má rýchlo rastúci charakter od začiatku deformácie, čo je v dobrom súlade s nízkym kritickým sklzovým napätím dvojčatenia ($< 10 \text{ MPa}$ – [7]). V inflexnom bode deformačnej krivky AE krivka dvojčatenia tiež vykazuje zlom - potom už nemôžeme pozorovať ďalší značný nárast. To znamená, že po vyrovnaní spevňovacích a odpedvňovacích dejov už nedôjde k výraznej nukleácii dvojčat. Môžeme pozorovať pri oboch vzorkách tepelnú aktiváciu dvojčatenia: pri 200°C vzorky ukazujú vyššiu aktivitu dvojčatenia. Všeobecne vo vzorkách Mg6Gd aktivita dvojčatenia sa zdá byť vyššia. Dôvodom je zrejme vyššia koncentrácia atómov Gd, ktoré zabraňujú objemovému rastu dvojčiat, preto s vyššou pravdepodobnosťou dochádza k nukleácii ďalších dvojčiat. Podľa výsledkov predpokladáme, že na mikroštruktúre budeme vidieť pri Mg6Gd viac tenkých dvojčat, pri Mg1Gd menej väčších dvojčiat.

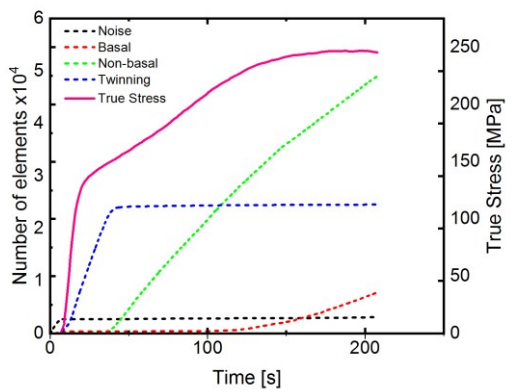
Červené a modré zhluky majú tvar slzy a nízke až stredné energie, čo naznačuje dislokačný pôvod AE. So zvyšujúcim sa deformačným napätím rastie aj hustota dislokácií, klesá stredná voľná dráha dislokácií a preto signál AE sa posunie k vyšším frekvenciám [23]. Podľa časového vývoja zelený zhluk súvisí s nebazálnym sklzom. Po vyčerpaní možnosti akomodovať deformáciu dvojčatením aktivizujú sa nebazálne sklzové systémy (predovšetkým prizmatický $\langle a \rangle$ -sklz a pyramidálny $\langle c+a \rangle$ -sklz), ktoré pôsobia sekundárne spevnenie, čo vedie ku charakteristickému S-tvaru deformačnej krivky.



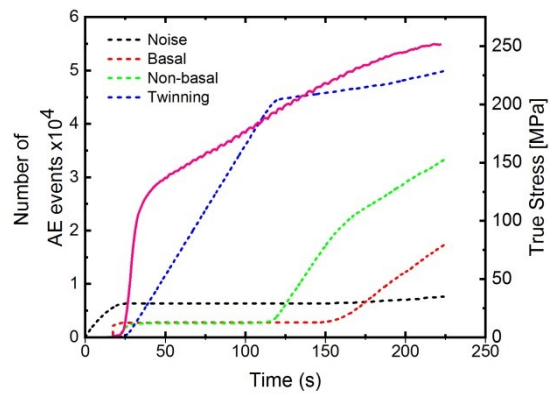
a)



b)



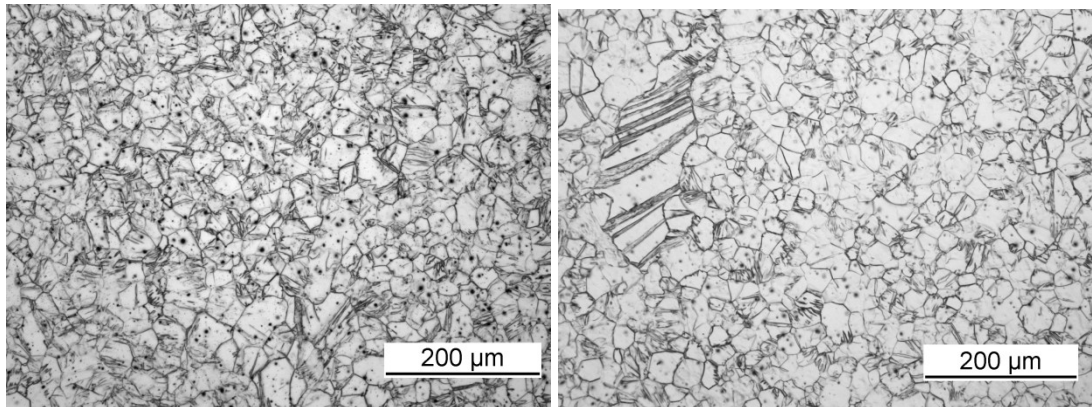
c)



d)

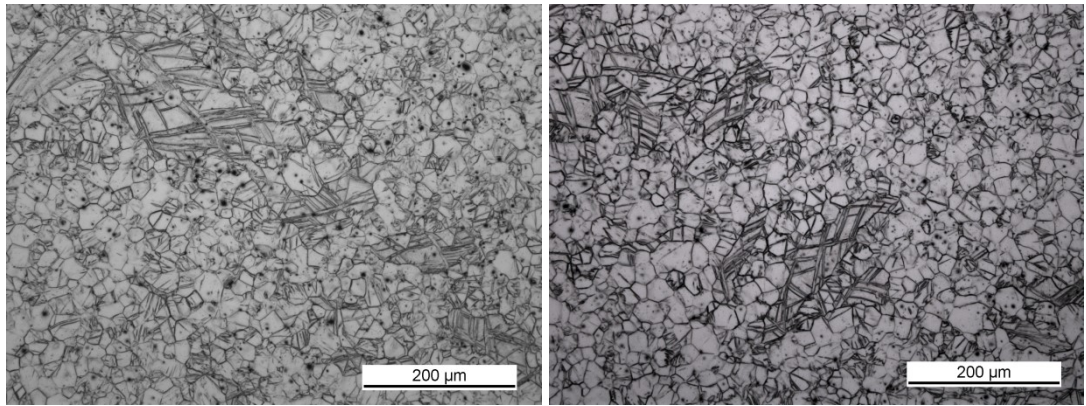
Obrázok 4.13: Časová závislosť kumulatívny počet elementov udalostí AE a deformačná krivka a) Mg1Gd – RT, b) Mg1Gd - 200°C, c) Mg6Gd – RT, d) Mg6Gd - 200°C

4.4. Mikroštruktúra materiálu pomocou optickej mikroskopie a EBSD



a)

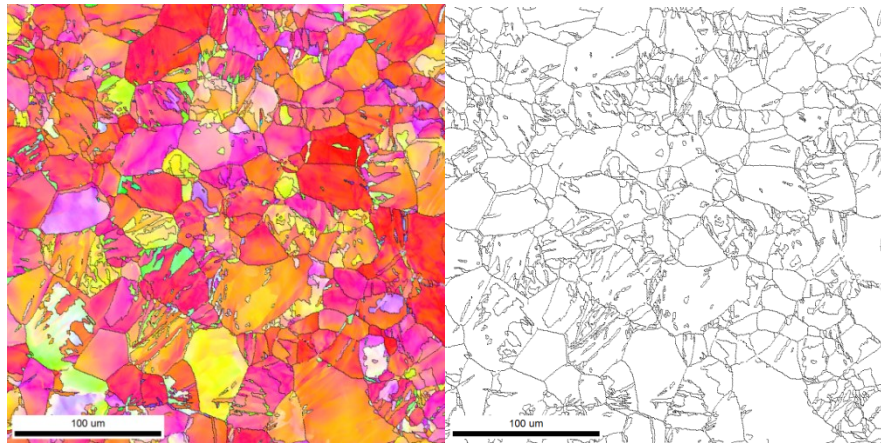
b)



c)

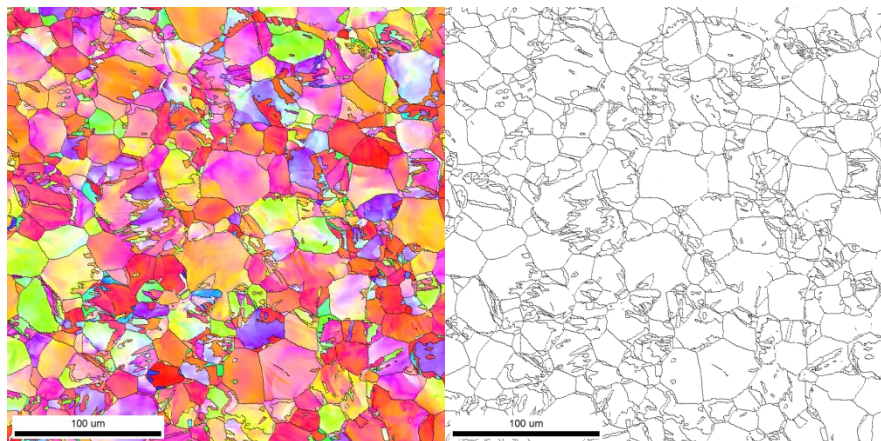
d)

Obrázok 4.14: Mikroštruktúra v smere kolmo na extrúzii a)Mg1Gd – RT, b)Mg1Gd - 200°, c)Mg6Gd – RT, d)Mg6Gd - 200°C



a)

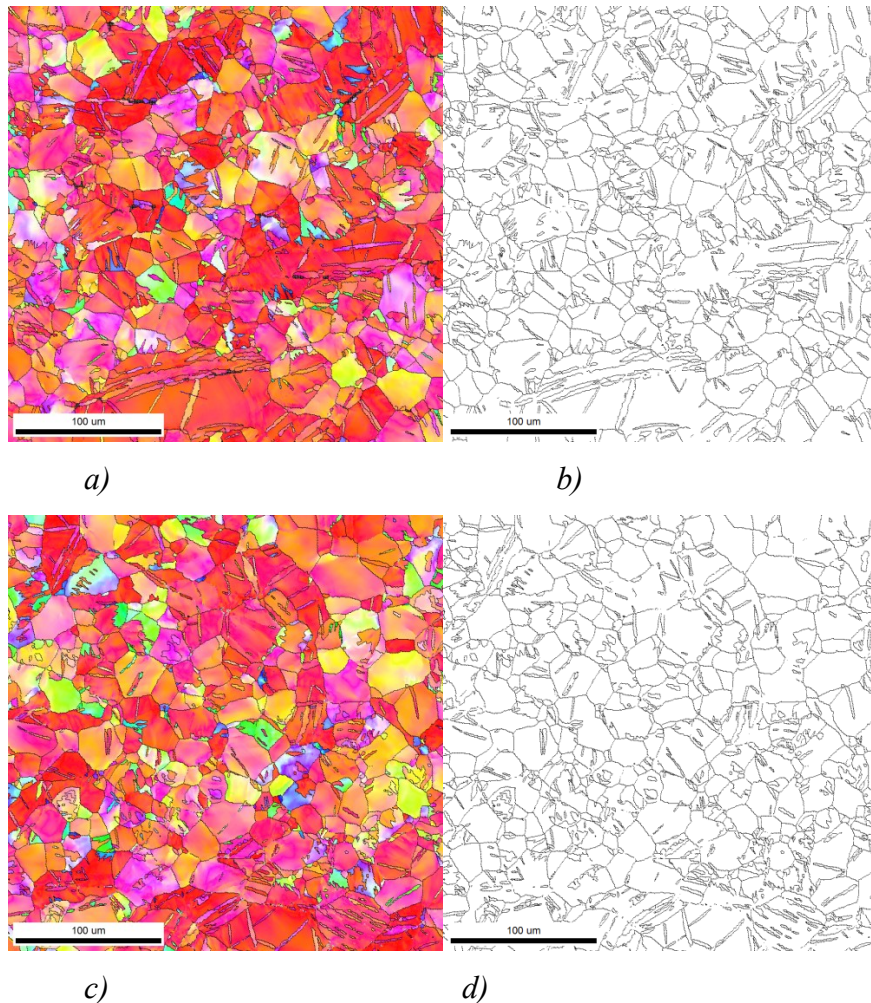
b)



c)

d)

Obrázok 4.15: IPF mapy Mg1Gd a)RT,c)200°C,označené hranice zrna a dvojčatové hranice b)RT, d)200°



Obrázok 4.16: IPF mapy Mg6Gd a)RT,c)200°C, označené hranice zrna a dvojčatové hranice b)RT, d)200°

Pomocou optickej mikroskopie boli vyhotovené obrázky 4.14. na ktorých môžeme vidieť mikroštruktúru vzoriek po deformácii v smere kolmo na deformáciu. Na obrázku 4.14 a) je vidieť Mg1Gd deformovaný pri izbovej teplote, b) pri 200°C. Na snímku 4.14.a) môžeme pozorovať homogénnu štruktúru zŕn a objavili aj dvojčatá, ktoré sú zreteľnejšie na EBSD obrázkoch. Na 4.14b) homogenita mikroštruktúry je menej výrazná. Môžeme vidieť veľké zrná, v ktorých sa vytvorili dvojčatá. Dvojčatá vznikli aj v iných zrnách, vid' EBSD mapy.

Na obrázku 4.14c) vidíme mikroštruktúru vzorky Mg6Gd po deformácii pri izbovej teplote. V mikroštruktúre sa zachovali veľké zrna, ktoré sú veľkosti okolo 150-200μm. Môžeme pozorovať veľa dlhých a tenkých dvojčiat, ktoré vznikli počas deformácie. Mikroštruktúru Mg6Gd po deformácii pri 200°C vidíme na obrázku 4.14.d). Takisto je možné pozorovať prítomnosť väčších zŕn (veľkosti až 200μm),

mikroštruktúra nie je homogénna. Je možné pozorovať vznik väčšieho množstva tenkých dvojčiat.

Na obrázku 4.15 je vidieť a)c) IPF mapy vzorky Mg1Gd, na b)d) čiernou farbou označené hranice zŕn a dvojčatové hranice. Ako sme to predpokladali, u vzorky Mg1Gd dvojčatá sú väčšie, širšie. Vo viacerých prípadoch môžeme vidieť, že takmer celé zrno sa dvojčatovalo. Na IPF mape 4.15a) môžeme je zrejme, že priebehom deformácie sa vytvorila deformačná textúra v smere $\langle 0001 \rangle$.

Na druhej strane vzorky Mg6Gd, ktorej IPF mapy môžeme vidieť na obrázku 4.16a)c) obsahujú väčšie množstvo dvojčiat, ktoré sú ale tenšie. Taktiež je možné vidieť, že mikroštruktúra nie je homogénna, objavili aj väčšie zrna.

5. Záver

5.1. Zhrnutie výsledkov

V tejto práci sme preskúmali deformačné chovanie extrudovaných horčíkových zliatin s Gd v závislosti na koncentrácii a teplote pri tlakových skúškach. Hlavné výsledky práce sú zhrnuté v nasledujúcich bodoch:

- Napätie na medzi sklzu rastie so zväčšujúcou koncentráciou Gd.
- Napätie na medzi sklzu klesá so zvyšujúcou sa teplotou deformácie.
- K vzniku dvojčiat dochádza len na začiatku deformácie. Maximum nukleácie dvojčatenia nastáva na začiatku plastickej deformácie.
- Pri vzorku s 1% Gd signál AE po maximum má rýchle klesajúci charakter, vznik nových dvojčiat sa redukuje, dochádza k objemovému nárastu vznikajúcich sa dvojčiat.
- Pre vzorku s 6% Gd signál AE nemá taký výrazný pokles. K plastickej deformácii je potrebné vznik nových dvojčiat.
- Pri 200°C boli namerané dva maxima AE. Z toho sme predpokladali že pri druhom maximum dochádza k aktivácii bazálnych a nebazálnych sklzových systémov. Pomocou ASK analýzy bol dokázaný tento predpoklad.

Môžeme konštatovať, že z výsledkov AE a ASK analýzy sme schopní vyvodit' závery, ktoré mechanizmy boli aktívne počas deformácie. EBSD mapy sú vhodné pre overenie výsledkov deformačných skúšok a AE.

5.2. Námety pre ďalší výskum

Pre detailnejší popis deformačných mechanizmov by sme mali spraviť in-situ difrakčné merania. Z toho by sa dalo určiť úlohu nasledujúcich mechanizmov počas deformácie:

- dvojčatenie – pomocou skúmania zmenu intenzít určitých difrakčných maxim sa dá určiť zmenu dvojčatového objemu. Pomocou tejto metódy môžeme získať informáciu z celého objemu materiálu.
- dislokačné sklzové systémy – analýza difrakčných profilov sa umožňuje aby určili dislokačnú hustotu a hustotu jednotlivých sklzových systémov v rôznych štádiách deformácie.

Zoznam použitej literatúry

- [1] Wikipedia, Magnesium (dňa 5.4.2019)
- [2] K. Máthis: Doktori értekezés: Deformációs mechanizmusok magnézium alapú könnyűfém ötvözetekben, ELTE, Budapest , 2004
- [3] G.Farkas: Doctoral thesis: Investigation of residual stresses and deformation mechanisms of magnesium-based composites by means of neutron diffraction and acoustic emission methods, MFF UK, 2017
- [4] P. Kratochvíl, P. Lukáč, B. Sprušil: *Úvod do fyziky kovu I*, SNTL, Praha 1984
- [5] J. Čapek: Diplomová práce: Studium deformačních procesů v hexagonálních materiálech, MFF UK, 2013
- [6] R.Mises: Mechanics of the ductile form changes of crystals. *Z. Angew. Math. Mech.*, 8, 1928: s. 161–185
- [7] A. Chapuis, J.H. Driver: Temperature dependency of slip and twinning in plane strain compressed magnesium single crystals, *Acta Materialia* , 59, March 2011, s. 1986-1994
- [8] W.B. Chavez, G.Garcés, R. Barea, K. Máthis, P.Pérez, J. Medina, A.Starkd, N. Schelle, P. Adeva: Effect of Gadolinium segregation in Mg-6%Gd alloy on the compressive behavior at intermediate temperature, příprava článku
- [9] Z. Zeng, N. Stanford, C.H.J. Davies, J.-F. Nie, N. Birbilis: Magnesium extrusion alloys: a review of developments and prospects. *International Materials Reviews*, 64, 2019, s. 27-62.
- [10] S. You, Y. Huang, K.U. Kainer, N Hort: Recent research and developments on wrought magnesium alloys. *Journal of Magnesium and Alloys*, 5, (2017), s. 239-253.
- [11] N. Stanford, M.R Barnett: The origin of "rare earth" texture development in extruded Mg-based alloys and its effect on tensile ductility. *Materials Science and Engineering A*, 496 (1-2), (2008) s. 399-408.
- [12] Z. Zdražilová: Diplomová práce: Studium anizotropie tvorby mechanických dvojčat v hořčíkové slitině AZ31, *MFF UK* , 2011.
- [13] https://www.ndeed.org/EducationResources/CommunityCollege/Other%20Methods/AE/AE_Intro.php (dňa 16.6.2019)
- [14] J. Čapek, A. Szabóová, K. Máthis: Mechanical properties of Mg-Re alloys studied by acoustic emission. *METAL 2018, Conference Proceedings*, 2018, s. 1740-1745.

- [15] E. Pomponi, A. Vinogradov: A real-time approach to acoustic emission clustering. *Mechanical Systems and Signal Processing*, 40 (2), 2013, s. 791-804.
- [16] K. Máthis, G. Csiszar, J. Čapek, J. Gubicza, B. Clausen, P. Lukas, A. Vinogradov, S.R. Agnew, Effect of the loading mode on the evolution of the deformation mechanisms in randomly textured magnesium polycrystals - Comparison of experimental and modeling results. *Int. J. Plast.* 72 (2015) 127-150.
- [17] K. Máthis, F. Chmelík: Exploring Plastic Deformation of Metallic Materials by the Acoustic Emission Technique. *Acoustic Emission*, 2012, s. 23-50
- [18] A., Vinogradov, E. Vasilev, M. Seleznev, K. Máthis, D. Orlov, D. Merson: On the limits of acoustic emission detectability for twinning, *Materials Letters*, 183 (2016), s. 417-419.
- [19] J.F. Nie, Y.M. Zhu, J.Z. Liu, X.Y. Fang: Periodic segregation of solute atoms in fully coherent twin boundaries, *Science*, 340 (6135), 2013, s. 957-960.
- [20] K. Horváth, D. Drozdenko, S. Daniš, G. Garcés, K. Máthis, S. Kim, P. Dobroň: Characterization of Microstructure and Mechanical Properties of Mg–Y–Zn Alloys with Respect to Different Content of LPSO Phase. *Advanced Engineering Materials*, 20, 2018
- [21] Y.M. Zhu, M.Z. Bian, J.F. Nie: Tilt boundaries and associated solute segregation in a Mg–Gd alloy. *Acta Materialia*, 127, 2017, s. 505-518.
- [22] N. Stanford, I. Sabirov, G. Sha, A. La Fontaine, S.P. Ringer, M.R. Barnett: Effect of Al and Gd solutes on the strain rate sensitivity of magnesium alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 41, 2010 s. 734-743.
- [23] A. Vinogradov, K. Máthis: Acoustic Emission as a Tool for Exploring Deformation Mechanisms in Magnesium and Its Alloys In Situ, *JOM*, 68 (12), (2016), s. 3057-3062.

Zoznam tabuliek

Tabuľka 4.1: Veľkosť zrna v základnom stave, str. 16

Tabuľka 4.2: Maximálne napätia σ_{\max} a sklzové napätia σ_{02} , str.22

Zoznam použitých skratiek

a, c	vzdialenosti kryštalografických ôs
Mg1Gd, Mg6Gd	horčíkové zliatiny obsahujúcich 1 hm.%, a 6 hm.% Gd
RE	rare earth (vzácná zemina)
t	čas
Δl	skrátene vzorku
F	sila
σ_s	zmluvné napätie
e	relatívne predĺženie
S_0	počiatočný prierez vzorku
l_0	počiatočná dĺžka vzorky
l	dĺžka vzorky po deformácii
σ	skutočné napätie
ε	skutočná deformácia
e_p	relatívne predĺženie bez elastickej časti
ε_p	skutočná deformácia bez elastickej časti
σ_{02}	skutočné napätie pri plastickej deformácii 0,2%, sklzové napätie
σ_{max}	maximálne skutočné napätie
ε_{max}	maximálna skutočná deformácia
AE	akustická emisia
EBSD	electron backscatter diffraction (difrakcia spätne odrazených elektrónov)
RT	room temperature (izbová teplota)
IPF	inverse pole figure (inverzný pólový obrazec)

