

**MATEMATICKO-FYZIKÁLNÍ
FAKULTA**
Univerzita Karlova

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Marian Detvan

**Vliv koncentrace lokálního napětí na mobilitu dvojčatových
hranic v binárních slitinách Mg-Y**

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: RNDr. Daria Drozdenko, Ph.D.

Studijní program: Fyzika

Praha 2025

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval 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

V prvom rade by som sa chcel poďakovať vedúcej mojej bakalárskej práce RNDr. Darii Drozdenko, Ph.D. za jej asistenciu pri príprave materiálu a pomoc pri SEM meraniach, no predovšetkým za trpezlivosť, obrovskú ochotu a ústretivosť preukázanú v priebehu celého roka. Touto cestou by som sa chcel taktiež poďakovať doc. Ing. Patrikovi Dobroňovi, Ph.D. za pomoc a cenné rady pri deformačných testoch a meraní odozvy akustickej emisie. V neposlednom rade ďakujem aj mojej rodine a priateľom za preukázanú dôveru a trpezlivosť pri mojom štúdiu.

Název práce: Vliv koncentrace lokálního napětí na mobilitu dvojčatových hranic v binárních slitinách Mg-Y

Autor: Marian Detvan

Katedra: Katedra fyziky materiálů, Matematicko-fyzikální fakulta, Univerzita Karlova

Vedoucí bakalářské práce: RNDr. Daria Drozdenko, Ph.D., Katedra fyziky materiálů

Abstrakt: Táto práca bola zameraná na štúdium mobility dvojčatových hraníc v binárnych extrudovaných zliatinách Mg-1Y a Mg-4Y (hm. %). Pôvodná mikroštruktúra bola charakterizovaná pomocou svetelnej a skenovacej elektrónovej mikroskopie a bola zistená predovšetkým jej homogenita. Zliatiny vykazovali bazálnu textúru (prednostná orientácia bazálnych rovín jednotlivých zŕn v smere extrúzie), v dôsledku čoho dochádzalo pri preddeformácii tlakom k deformačnému dvojčateniu. Prítomnosť tohto deformačného mechanizmu počas plastickej deformácie bola preukázaná meraním odozvy akustickej emisie a následne potvrdená aj pomocou elektrónovej mikroskopie. Výsledky práce poukázali v prvom rade na výrazný polárny charakter deformačných dvojčiat. Hlavný dôraz bol následne kladený na sledovanie hrubnutia, resp. stenčovania dvojčiat pri deformácii tlakom alebo ťahom v smere extrúzie pri izbovej teplote. Mobilita dvojčatových hraníc bola sledovaná predovšetkým v závislosti na koncentrácii lokálneho napätia v ich okolí, vneseného vonkajším mechanickým zaťažením zliatin a modifikovaného následným tepelným spracovaním pri teplote 200 °C po dobu 12 hodín. Okrem iného, mobilita dvojčatových hraníc bola študovaná aj v závislosti na množstve ytria prítomného v zliatine (1 vs. 4 hm. %). K detailnému štúdiu vývoja mikroštruktúry boli využité metódy skenovacej elektrónovej mikroskopie vrátane snímok spätne odrazených elektrónov (angl. backscattered electrons – BSE) a difrakcie spätne odrazených elektrónov (angl. electron backscattered diffraction – EBSD). Detailný rozbor EBSD dát, vrátane analýzy misorientácie v jednotlivých zrnách, umožnil odhalenie lokálneho napätia a sledovanie jeho vývoja.

Kľúčová slova: hořčikové slitiny, mikroštruktúra, deformační dvojčatení, mobilita dvojčatových hranic, akustická emise, skenovací elektronová mikroskopie

Title: Effect of local stress concentration on the mobility of twin boundaries in binary Mg-Y alloys

Author: Marian Detvan

Department: Department of Physics of Materials, Faculty of Mathematics and Physics, Charles University

Supervisor: RNDr. Daria Drozdenko, Ph.D., Department of Physics of Materials

Abstract: This thesis was focused on studying mobility of twin boundaries in extruded Mg-1Y and Mg-4Y (wt. %) alloys. The initial microstructure was characterised using light microscopy and scanning electron microscopy. The investigated alloys exhibited homogenous microstructure with basal texture having basal planes preferentially oriented parallel to the extrusion direction (ED). This type of texture leads to appearance of deformation twinning during compression along ED. The activation of twinning during mechanical loading was confirmed by the acoustic emission technique and subsequently proven by scanning electron microscopy, including backscatter electron (BSE) imaging and electron backscattered diffraction (EBSD) mapping. Detailed analysis of EBSD data, including analysis of misorientation in individual grains, allowed for the detection of local stress and monitoring of its development. Thus, the mobility of twin boundaries was analysed with respect to local stress concentrations in their vicinity. These stress concentrations were introduced by dislocations produced during processing and mechanical loading, and modified by subsequent heat treatment at 200 °C for 12 hours. Moreover, the mobility of twin boundaries was studied as the function of the amount of yttrium in the alloy (1 vs. 4 wt. %). Obtained results provide an insight on twinning mechanism in terms of twin boundaries mobility during subsequent compression or tension at room temperature.

Keywords: magnesium alloys, microstructure, deformation twinning, twin boundaries mobility, acoustic emission, scanning electron microscopy

Obsah

Úvod	1
1. Teoretická časť	2
1.1. Horčík a jeho vlastnosti	2
1.2. Deformačné správanie kovov a ich zliatin	3
1.3. Mechanizmy plastickej deformácie	4
1.3.1. Deformačné dvojčatenie	5
1.3.2. Stabilita deformačných dvojčiat	7
1.4. Skenovacia elektrónová mikroskopia	8
1.4.1. Difrakcia spätne odrazených elektrónov	9
1.5. Akustická emisia	10
2. Ciele práce	12
3. Materiál a experimentálne metódy	13
3.1. Používaný materiál	13
3.2. Charakterizácia mikroštruktúry a deformačného správania	13
4. Výsledky a diskusia	15
4.1. Charakterizácia materiálu v pôvodnom stave	15
4.1.1. Pôvodná mikroštruktúra	15
4.1.2. Deformačné správanie a odozva akustickej emisie	18
4.2. Charakterizácia materiálu v preddeformovanom stave a vplyv lokálneho napätia na mobilitu dvojčatových hraníc	22
4.2.1. Zliatina W1 namáhaná tlakom	26
4.2.2. Zliatina W4 namáhaná tlakom	30
4.2.3. Zliatina W1 namáhaná ťahom	32
4.2.4. Zliatina W4 namáhaná ťahom	35
Záver	37
Perspektíva do budúcnosti	39
Zoznam použitej literatúry	40
Zoznam použitých skratiek a symbolov	45

Úvod

V súčasnej dobe je čoraz väčší dôraz kladený na vývoj pevnosťou dostatočujúcich, no ľahkých a ekologicky udržateľných konštrukčných materiálov. Hlavným adeptom v tejto oblasti je horčík, ktorý patrí k najľahším bežne používaným a dostupným kovovým materiálom ideálnym pre aplikácie v rôznych priemyselných odvetviach, predovšetkým v automobilovom či leteckom priemysle, kde použitím horčíkových zliatin oproti alternatívnym materiálom môže dôjsť až k 70 % redukcii hmotnosti finálnych produktov [1]. V posledných rokoch došlo k výraznému progresu aj pri využívaní biokompatibility tohto kovu pre medicínske účely a z jeho zliatin sa začali vyrábať ortopedické implantáty a kardiovaskulárne stenty (výstuže) [2].

Limitujúcim faktorom pre široké použitie horčíka a jeho zliatin v aplikáciách je relatívne nízka pevnosť, obmedzená tvárnosť a nestabilné korózne správanie. Zlepšenie týchto vlastností je možné dosiahnuť prímiesovými prvkami, najčastejšie hliníkom, zinkom, mangánom, zirkóniom, či kovmi vzácnych zemín (ytrium, gadolínium,...). Mechanické vlastnosti kovových materiálov sú dané predovšetkým ich kryštálovou štruktúrou, na ktorej výrazne závisí ich správanie pri plastickej deformácii. V horčíkových zliatinách dochádza v dôsledku nedostatku sklzových systémov k tzv. deformačnému dvojčateniu, ktoré zohráva dôležitú úlohu v kontexte ich mechanických vlastností. Tento mechanizmus mení kryštalografickú orientáciu jednotlivých zŕn, čím výrazne ovplyvňuje aktiváciu dislokačných systémov, čo má následne vplyv na anizotropiu mechanických vlastností [3]. Dvojčatenie je teda kľúčovým mechanizmom, ktorý musí byť správne pochopený a ovládaný, pokiaľ majú byť vlastnosti horčíkových zliatin v kritických podmienkach cielene vylepšované.

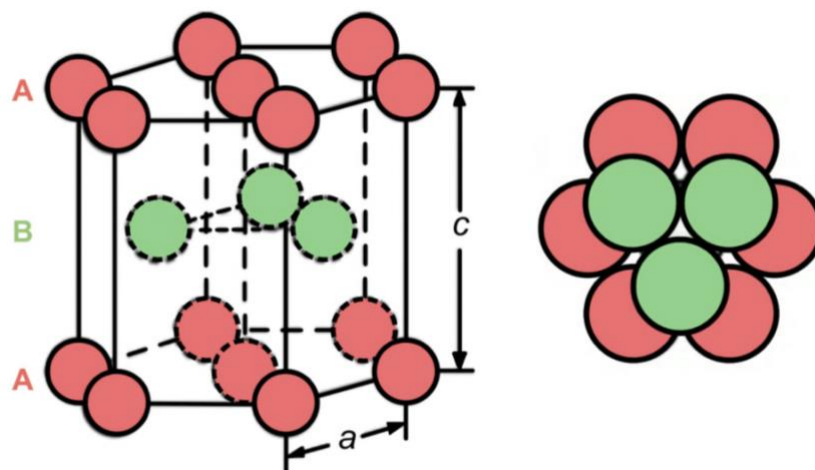
Táto práca sa zameriava na odhalenie vplyvu lokálneho napätia, vneseného vonkajším mechanickým zaťažením a ovplyvneného množstvom prímiesových prvkov a tepelným spracovaním, na mobilitu dvojčatových hraníc v binárnych zliatinách Mg-Y počas deformácie tlakom i ťahom.

1. Teoretická časť

1.1. Horčík a jeho vlastnosti

Horčík (lat. magnesium – Mg) je jedným z najľahších bežne dostupných a používaných kovov. Jeho hustota sa pohybuje okolo $1.74 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$, čo predstavuje zhruba jednu pätinu hustoty ocele [4]. Medzi základné výhody tohto kovu patrí okrem nízkej hustoty napr. nízky modul pružnosti (45 GPa [5]), biokompatibilita a predovšetkým jeho ľahká dostupnosť. Na druhej strane existujú určité obmedzenia, s ktorými sa pri používaní Mg treba nevyhnutne vyrovnáť. Predovšetkým je to nízka odolnosť voči korózii, vysoká chemická reaktivita a nízka teplota tavenia, ktorej hodnota pri atmosférickom tlaku je $650 \text{ }^\circ\text{C}$. Niektoré z uvedených vlastností sú vylepšované pomocou prímiesových prvkov (najčastejšie zinok, hliník, mangán, či kovy vzácnych zemín ako neodým a yttrium (lat. yttrium – Y)).

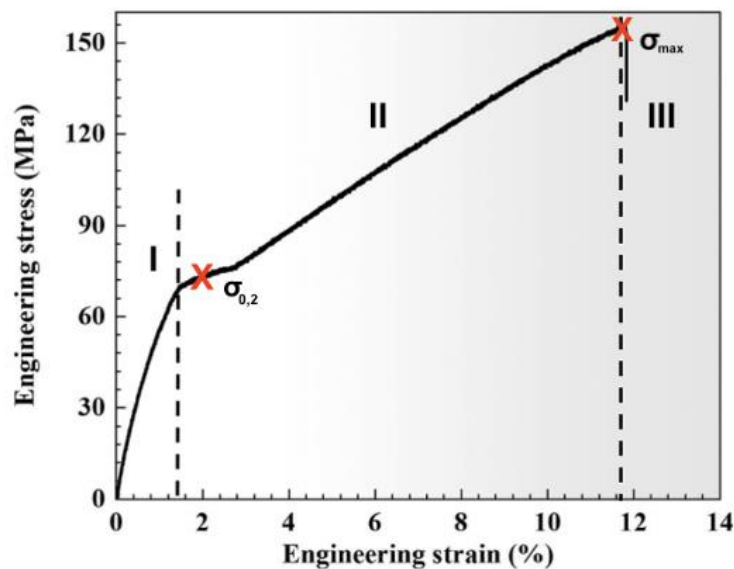
Mg zliatiny patria ku kovom s hexagonálnou kryštálovou mriežkou v najtesnejšom usporiadaní (angl. hexagonal close-packed – *hcp*). Táto mriežka je charakterizovaná dvomi mriežkovými parametrami a a c , na ktorých pomere výrazne závisí správanie zliatiny pri plastickej deformácii. V prípade Mg a jeho zliatin je pomer c/a rovný hodnote 1.624, ktorá je blízka ideálnemu pomeru $\sqrt{8/3}$ odpovedajúcemu dokonale sférickým atómom, ktorých vrstvy sú ukladané systémom ABABAB (Obr. 1).



Obr. 1: Hexagonálna kryštálová mriežka v najtesnejšom usporiadaní [6].

1.2. Deformačné správanie kovov a ich zliatin

Deformačné testy (v tlaku i ťahu) sú kľúčové pre odhalenie mechanických vlastností materiálu, ktoré je možné popísať napr. pomocou jeho pevnosti, či ťažnosti. Hlavnými parametrami pri sledovaní deformačného správania materiálov sú relatívne predĺženie ε (často len deformácia, angl. strain) a mechanické napätie σ (angl. stress), pričom závislosť $\sigma = \sigma(\varepsilon)$ nazývame deformačná krivka. Typický priebeh tejto závislosti pre polykryštalický horčík namáhaný ťahom je uvedený na Obr. 2, na ktorom môžeme pozorovať niekoľko význačných oblastí: I – oblasť elastickej (vratnej) deformácie, II – oblasť spevnenia (závislá napr. od množstva prímiesových prvkov a aktívnych deformačných mechanizmov) a III – oblasť pretrhnutia materiálu [7]. Charakteristické veličiny získané z deformačných kriviek sú medza klzu $\sigma_{0,2}$ (angl. yield strength – YS), maximálna hodnota napätia σ_{max} (medza pevnosti, angl. ultimate strength – US) a deformácia do lomu ε_f . Pre materiály, ktoré nemajú výraznú YS sa jej hodnota určuje pri relatívnom predĺžení 0.2 % a jej prekročenie označuje prechod od elastickej k plastickej deformácii. Následne, po prekročení US, sa deformácia stáva nestabilnou a dochádza k zúženiu priemeru skúšobnej vzorky a formovaniu tzv. krčku, až ku konečnému pretrhnutiu vzorky.



Obr. 2: Typický priebeh deformačnej krivky v ťahu s vyznačením charakteristických oblastí, medze klzu $\sigma_{0,2}$ a medze pevnosti σ_{max} [8].

V kontexte plastickej deformácie polykryštalických materiálov, ktoré sú tvorené množstvom zŕn (oblastí s rovnakou kryštalografickou orientáciou), má na hodnotu medze klzu vplyv priemerná veľkosť zŕn (definovaná priemerom d), pričom táto hodnota je za pomoci konštánt σ_0 a k špecifických pre daný materiál charakterizovaná Hall-Petchovým vzťahom [9]

$$\sigma_{0.2} = \sigma_0 + kd^{-1/2}, \quad (1)$$

podľa ktorého pevnosť materiálu rastie s klesajúcou veľkosťou zrna. Zjemňovanie zrna je teda jedným zo spôsobov spevnenia materiálu [10].

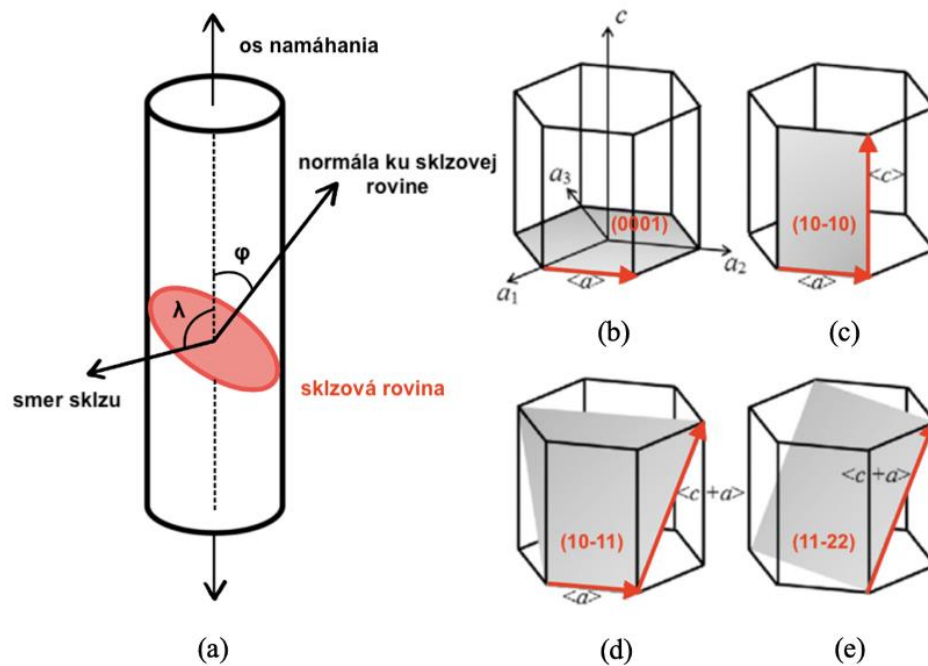
1.3. Mechanizmy plastickej deformácie

Plastická deformácia polykryštalických materiálov sa realizuje pomocou deformačných mechanizmov, ktorých aktivácia závisí predovšetkým na kryštalografickej štruktúre, veľkosti a orientácii jednotlivých zŕn (textúre), prítomnosti precipitátov druhých fáz (ich typu a distribúcie), či deformačných podmienkach (smer zaťaženia, teplota a pod.). Primárnym mechanizmom plastickej deformácie v kovových materiáloch je dislokačný sklz. Dislokačný sklz vzniká pri pohybe dislokácií kryštalovou mriežkou. K jeho charakterizácii sa používa Burgersov vektor \mathbf{b} , ktorý vyjadruje jednak veľkosť a jednak smer sklzu. Sklz je obecné aktivovaný vo chvíli, keď aplikované šmykové napätie prekročí kritickú hodnotu šmykového napätia (angl. critical resolved shear stress – CRSS). Aktivácia jednotlivých sklzových systémov závisí na orientácii sklzovej roviny voči smeru namáhania a všeobecne platí, že aktivované sú primárne sklzové systémy s maximálnym Schmidovým faktorom m , ktorého hodnota sa v polykryštalických materiáloch v jednotlivých zrnách líši kvôli ich orientácii. Tento faktor závisí na uhloch φ (medzi osou namáhania a normálou k sklzovej rovine) a λ (medzi osou namáhania a smerom sklzu) znázornených na Obr. 3 (a), konkrétne

$$m = \cos \varphi \cos \lambda. \quad (2)$$

V kovoch s *hcp* kryštalovou mriežkou sa môžu aktivovať bazálne, prizmatické a pyramidálne sklzové systémy prvého a druhého druhu (Obr. 3), a to v závislosti na pomere c/a . Pre Mg a jeho zliatiny je pomer c/a rovný 1.624 (blízky ideálnej hodnote), v dôsledku čoho je CRSS pri izbovej teplote nízke v prípade bazálneho sklzu, ktorý je preto jednoducho aktivovaný, a naopak vysoké pre ostatné (nebazálne)

sklzové systémy. Samotný sklzový systém je pritom definovaný rovinou a smerom sklzu, napr. $(0001)\langle a \rangle$ v prípade bazálneho sklzu pozdĺž smeru $\langle a \rangle$ [11].

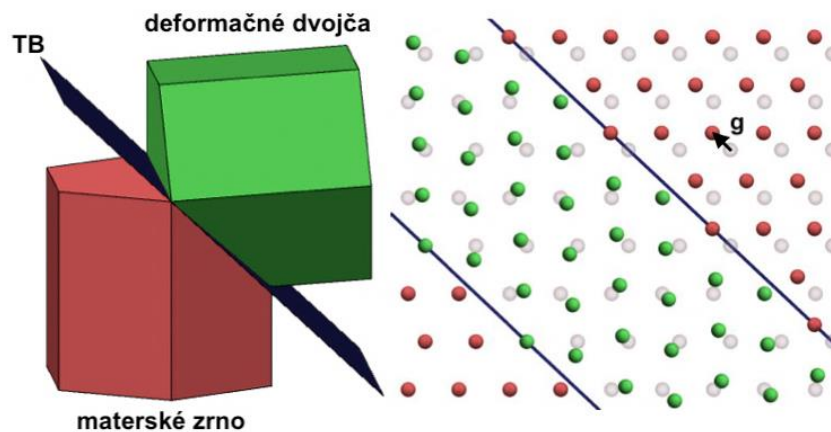


Obr. 3: Plastická deformácia v monokryštáli (a) a sklzové systémy v hcp kovoch: (b) bazálny, (c) prizmatický, (d) pyramídálny 1. druhu, (e) pyramídálny 2. druhu [12].

Pri plastickej deformácii polykryštalických materiálov platí, že musí byť splnené von Misesovo kritérium, ktoré vyžaduje aktivovanie minimálne 5 nezávislých sklzových systémov [13]. Mg ako zástupca hcp kryštalografickej triedy toto kritérium nespĺňa, v dôsledku čoho (spolu s veľmi vysokým CRSS pre nebazálne sklzové systémy, ktoré musia byť aktivované, aby sa plastická deformácia realizovala pozdĺž osi c) pozorujeme deformačné dvojčatenie ako dodatočný mechanizmus plastickej deformácie.

1.3.1. Deformačné dvojčatenie

Dvojčatenie vo svojej podstate odpovedá preorientovaniu časti kryštálovej mriežky a jeho výsledkom je vznik menšieho kryštálu v rámci pôvodného (materského) zrna [14]. Materské zrno a dvojča majú rovnakú štruktúru, no odlišnú orientáciu a sú oddelené rovinou, ktorú nazývame hranicou dvojčat'a (angl. twin boundary – TB). Každý dvojčatový systém je definovaný rovinou a smerom dvojčatenia, napr. $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$. Princíp vzniku deformačného dvojčat'a je schematicky znázornený na Obr. 4.



Obr. 4: Schéma vzniku deformačného dvojčata (bielou sú vyznačené pôvodné polohy atómov a g označuje posun atómu v dôsledku dvojčatenia) [11].

Proces dvojčatenia pri mechanickom zaťažovaní rozdeľujeme do nasledujúcich odlišných fáz (Obr. 5) [15]. Nukleácia (vznik) dvojčiat je poháňaná lokálnym napät'ovým stavom a začína vo chvíli, kedy priemet napätia do smeru šmyku dosiahne kritickú hodnotu. Nukleácia väčšinou začína na hraniciach zŕn (angl. grain boundaries – GB), kde možno pozorovať vyššie koncentrácie napätia. Rast dvojčiat pozdĺž roviny dvojčatenia (propagácia) je rýchly proces [16, 17], ktorý sa zastaví vo chvíli, keď dvojča narazí na hranicu zrna alebo inú prekážku. Nasledujúcou fázou je laterálny rast (hrubnutie), pri ktorom dvojča rastie v smere kolmom k rovine dvojčatenia. Tento rast je pomalší než propagácia [16]. Hrubnutie je spôsobené ďaleko dosahovými napät'ovými stavmi naprieč zrnami, ktoré sú dôsledkom pohybu TB kolmo k pôvodnej rovine propagácie [18]. Existujúce dvojča následne výrazne mení stav napätia vo vnútri zrna, čím ovplyvňuje nukleáciu nových dvojčiat. Pri odťažovaní materiálu (alebo namáhaní opačným smerom) naopak môže dôjsť k stenčeniu deformačného dvojčata, a to zrkadlovo vzhľadom k jeho hrubnutiu. Posledným štádiom je zánik (kolaps) dvojčata, ktorý predstavuje proces porovnateľne rýchly s jeho propagáciou [16].



Obr. 5: Schematická reprezentácia fáz dvojčatenia (zelená šípka – smer pozdĺž roviny dvojčatenia, červená šípka – laterálny smer rastu).

Najbežnejším typom dvojčatenia aktivovaným v Mg zliatinách pri izbovej teplote je $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ charakterizovaný uhlom natočenia 86.3° voči pôvodnej mriežke [19] a veľmi nízkou hodnotou kritického napätia. Tento typ dvojčatenia je aktivovaný buď pri namáhaní ťahom pozdĺž osi c alebo pri namáhaní tlakom kolmo k osi c . Je možné ho pozorovať napr. v extrudovaných Mg zliatinách pri deformácii tlakom pozdĺž smeru extrúzie (angl. extrusion direction – ED), a to kvôli bazálnej textúre týchto zliatin, ktoré majú bazálne roviny primárne orientované paralelne s ED. Samotné dvojčatenie zmenou orientácie kryštálovej mriežky prispieva k predĺženiu/skráteniu materiálu až o 6.4 % [20]. Prítomnosť dvojčiat a novo orientovaných frakcií navyše následne vedie k aktivácii ďalších deformačných mechanizmov: dislokačný sklz, ktorého aktivita bola obmedzená v pôvodnej mriežke sa stáva funkčným v preorientovanej mriežke. Lamely dvojčiat (to jest TB) tiež rozdeľujú zrná, čím prekážajú pohybu dislokácií a prispievajú k spevňovaniu materiálu (spôsobeného hromadením lokálnych napät'ových polí v okolí dvojčiat).

1.3.2. Stabilita deformačných dvojčiat

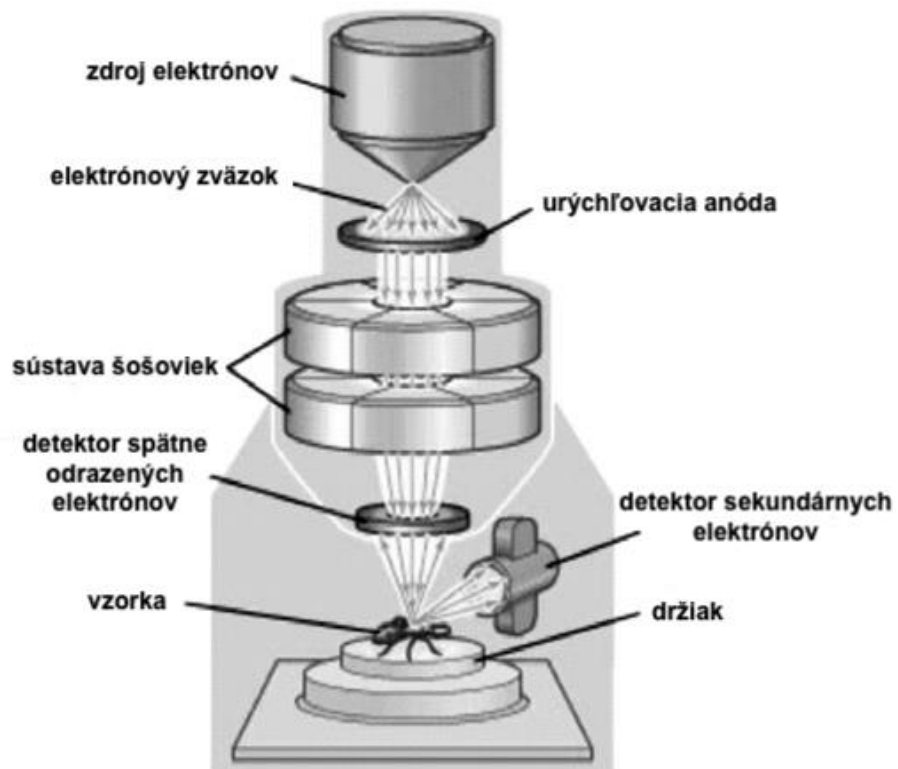
Mechanizmus deformačného dvojčatenia môže rozdeľovaním zŕn pozitívne prispievať k zlepšovaniu mechanických vlastností materiálu, pričom samotné zlepšenie závisí na stabilite dvojčatovej štruktúry. Stabilita deformačných dvojčiat závisí na defektoch kryštálovej mriežky (prevažne) v podobe dislokácií (zvyšovaním dislokačnej hustoty môže dochádzať k zníženiu mobility TB), či segregácii atómov prímiesových prvkov na hraniciach deformačných dvojčiat. Segregáciou týchto atómov dochádza k ukotveniu TB (angl. pinning of TB), ktoré vedie k celkovému spevneniu materiálu [21]. Úplné odstránenie dvojčatovej štruktúry je možné realizovať pomocou tepelného spracovania (skrz proces rekryštalizácie) alebo použitím opačného smeru zaťaženia (angl. detwinning), ako je uvedené napr. v [22]. Proces odstraňovania dvojčiat je teda prítomný najmä pri zmene smeru namáhania a je závislý na lokálnych napät'ových stavoch, prítomnosti prímiesových prvkov a rýchlosti deformácie.

Opísané deformačné mechanizmy majú výrazný vplyv na celkové deformačné správanie zliatin. Špeciálne v prípade Mg zliatin je typická asymetria tlakových a ťahových napätí (charakterizovaná rozdielom hodnôt medzi klzu $\Delta\gamma_S$ a medzi pevnosti $\Delta\sigma_S$ v tlaku a ťahu), na ktorej sa podieľa silná bazálna textúra prítomná práve v extrudovaných Mg zliatinách. Dôležitú rolu tu opäť zohráva mechanizmus

$\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$ dvojčatenia, ktorý je aktivovaný preferovane pri namáhaní tlakom pozdĺž ED a mení pôvodnú mriežku o takmer 90° . Okrem toho dôležitú úlohu zohráva aj množstvo prímiesového prvku, pretože zvyšovaním podielu Y v zliatine dochádza k nárastu aktivity nebazálnych sklzových systémov, a tým pádom k zníženiu aktivity dvojčiat [23].

1.4. Skenovacia elektrónová mikroskopia

Skenovacia elektrónová mikroskopia (SEM) je jednou z najkomplexnejších techník využívaných k obdržaniu detailných informácií o zmene mikroštruktúry sledovaného materiálu.



Obr. 6: Schematické znázornenie skenovacieho elektrónového mikroskopu [24].

Skenovací elektrónový mikroskop využíva zväzok urýchlených elektrónov (štandardne napätím v rozsahu 5 – 30 kV), ktorý prechádza sústavou šošoviek, ktoré znižujú jeho priemer (na jednotky nm) a zaostrujú ho na povrch vzorky umiestnenej v pevnom držiaku. Samotné elektróny sú uvoľňované zo zdroja, ktorým je najčastejšie volfrámové vlákno a po dopade na povrch vzorky interagujú so sledovaným

materiálom. Na základe tejto interakcie rozlišujeme viacero typov detekovateľných signálov:

- Spätne odrazené elektróny (angl. backscatter electrons – BSE), ktoré vznikajú pružným rozptylom pri veľkých uhloch na kladne nabitých jadrách atómov vo vzorke. Energia týchto elektrónov je podobná energii primárneho zväzku a ich množstvo závisí na atómovom čísle (ťažšie prvky poskytujú väčšie množstvo elektrónov). Pomocou spätne odrazených elektrónov teda sledujeme fázový kontrast, ktorý poskytuje informácie o zložení povrchu a orientačný kontrast (spôsobený zmenami hĺbok prieniku do vzorky na základe kryštalografickej orientácie), pri ktorom môžeme rozoznať jednotlivé zrná alebo dvojčatá.
- Sekundárne elektróny (angl. secondary electrons – SE), ktoré sú vyrazené z orbitálov atómov vzorky primárnym zväzkom a ich energia je menšia ako 50 eV. Tieto elektróny pochádzajú z tenkej vrstvy pod povrchom, v dôsledku čoho nám poskytujú topografický kontrast (morfológiu povrchu).
- Ďalšie signály v podobe charakteristického röntgenového žiarenia (vhodného k identifikácii prítomných prvkov), či Augerových elektrónov.

1.4.1. Difrakcia spätne odrazených elektrónov

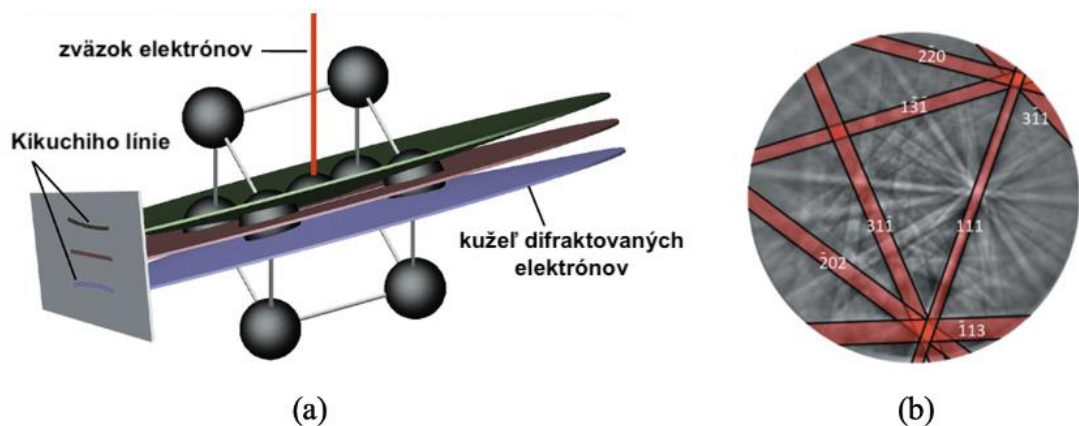
Difrakcia spätne odrazených elektrónov (angl. electron backscatter diffraction – EBSD) je technika na báze SEM, ktorá umožňuje vykonávať detailnú analýzu a kvantifikáciu mikroštruktúry. Primárne elektróny dopadajú na povrch vzorky (naklonenej pod uhlom 70°) a odrážajú sa do rôznych smerov. Niektoré z týchto elektrónov narážajú na atómové roviny kryštálovej mriežky tak, že spĺňajú Braggovu difrakčnú podmienku

$$2d_{hkl} \sin \vartheta = \lambda, \quad (3)$$

kde d_{hkl} je medzirovinná vzdialenosť, λ vlnová dĺžka elektrónov a ϑ difrakčný uhol [25]. Takto difraktované elektróny vytvárajú sadu kužeľov, ktoré odpovedajú jednotlivým difrakčným rovinám (Obr. 7 (a)). V EBSD detektore je následne vytvorený obraz tvorený charakteristickými Kikuchiho líniami o rôznych intenzitách, ktorý umožňuje presnú kryštalografickú identifikáciu.

Metódu EBSD možno použiť k analýze jednotlivých zrn skúmaného materiálu s ohľadom na ich veľkosť, rozloženie, tvar, orientáciu a hranice medzi nimi. Jednotlivé

zrná pozorujeme napr. na orientačnej mape, na ktorej je každému bodu priradená charakteristická farba odpovedajúca kryštalografickému smeru definovanému Millerovými indexmi hkl (Obr. 7 (b)). Ďalším výsledkom EBSD mapovania je misorientačná analýza (angl. kernel average misorientation – KAM). KAM mapa pomocou farebnej škály znázorňuje priemernú orientačnú odchýlku jednotlivých bodov vzhľadom k ich najbližším susedom a slúži k určeniu distribúcie vnútorného napätia. Vyššie hodnoty KAM signalizujú vyššie hodnoty deformácie spôsobené hromadením dislokácií. EBSD je teda vhodnou technikou pre sledovanie vývoja deformačných dvojčiat a napätových polí v ich okolí.



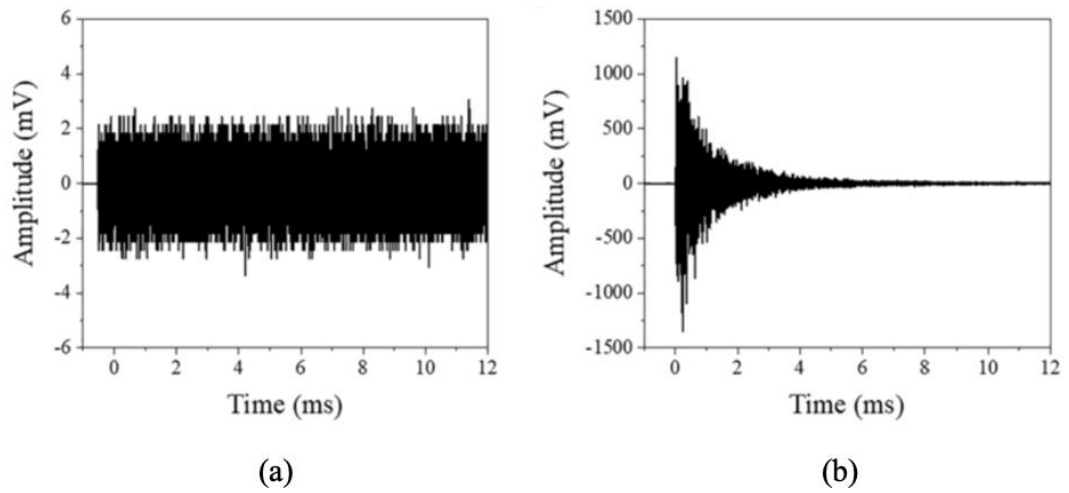
Obr. 7: Schematické znázornenie vzniku (a) a indexácie (b) Kikuchiho línií [25].

1.5. Akustická emisia

Akustická emisia (AE) je nedeštruktívna metóda používaná k detekcii deformačných mechanizmov a analýze ich dynamiky v reálnom čase. Zdrojom AE v kryštalických materiáloch sú lokálne dynamické procesy spôsobené vonkajším namáhaním, ako napr. pohyb dislokácií alebo vznik deformačných dvojčiat. Pri rýchlom uvoľnení lokalizovaného napätia vznikajú elastické vlny, ktoré sa šíria skrz materiál až k jeho povrchu. Tieto vlny sú následne zaznamenávané napr. pomocou piezoelektrických senzorov, ktoré ich transformujú na elektrický signál a prenášajú do meracieho prístroja.

Signál AE (reprezentovaný amplitúdou elektrického napätia) môže mať spojitý alebo nespojitý charakter (Obr. 8). Spojitý typ signálu je spájaný s kolektívnym pohybom dislokácií a nespojitý poukazuje na vznik dvojčiat, trhlín a pod. [26]. V kontexte AE predstavuje mechanické dvojčatenie pomerne silný zdroj signálu AE, pričom sa dá objasniť spojitosť odozvy AE s jednotlivými fázami dvojčatenia. Najmä

sa ukázalo, že signál AE produkujú propagácia [27] a zánik [15] dvojčat'a (vyznačené zelenými šípkami na Obr. 5) a naopak hrubnutie alebo stenčenie dvojčat'a detekovateľný signál AE neprodukuje (vyznačené červenými šípkami na Obr. 5).



Obr. 8: Ilustrácia spojitého (a) a nespojitého (b) signálu AE [28].

2. Ciele práce

Bakalárska práca je zameraná na odhalenie a pochopenie činnosti deformačných mechanizmov (najmä deformačného dvojčatenia) v extrudovaných Mg zliatinách s obsahom 1 hm. % a 4 hm. % Y, ktoré majú zásadný vplyv na ich výsledné mechanické vlastnosti. Hlavným cieľom je odhalenie vplyvu koncentrácie lokálneho napätia, pridaného preddeformáciou tlakom a modifikovaného tepelným spracovaním, na mobilitu hraníc deformačných dvojčiat v zliatinách. Pre dosiahnutie týchto cieľov je potrebné:

- Charakterizovať pôvodnú mikroštruktúru skúmaných zliatin vrátane veľkosti a orientácie zŕn.
- Určiť deformačné mechanizmy aktivované počas namáhania tlakom a ťahom s ohľadom na zloženie študovaných zliatin.
- Analyzovať mobilitu dvojčatových hraníc, vytvorených preddeformáciou tlakom, v závislosti na koncentrácii lokálneho napätia a s ohľadom na:
 - smer následného namáhania (tlak vs. ťah);
 - obsah Y (1 vs. 4 hm. %) v študovaných zliatinách;
 - tepelné spracovanie zliatin (200 °C po dobu 12 hodín) po preddeformácii.

3. Materiál a experimentálne metódy

3.1. Používaný materiál

Pre účely tejto práce boli pripravené dve binárne zliatiny: Mg-1Y (Mg + 1 hm. % Y – ďalej W1) a Mg-4Y (Mg + 4 hm. % Y – ďalej W4). Materiál bol vyrobený na partnerskom pracovisku Institute of Material and Process Design, Helmholtz-Zentrum hereon, Geesthacht, Nemecko. Obe zliatiny boli pripravené gravitačným liatím a následne homogenizačne žíhané pri 400 °C počas 16 hodín. Samotná extrúzia prebiehala pri teplote 450 °C, rýchlosťou 7.1 mm · s⁻¹. Extrúzný pomer plôch S_2 (extrudovaný materiál – tyč o priemere 10 mm) : S_1 (pôvodný materiál – valec vyrobený z odliateho ingotu) bol 1:25. Parametre extrúzie boli zvolené tak, aby bola dosiahnutá homogénna mikroštruktúra.

3.2. Charakterizácia mikroštruktúry a deformačného správania

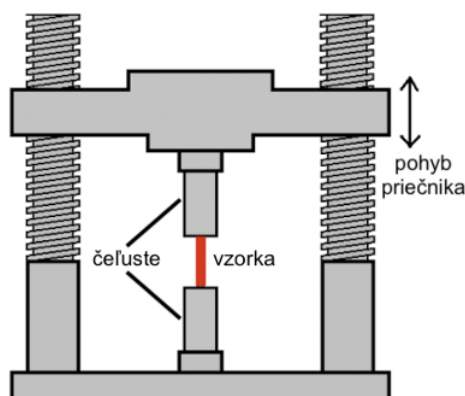
Mikroskopia

Vzorky boli najskôr brúsené za stáleho prítoku vody na prístroji Struers TegraPol pomocou brúsnych papierov SiC o rôznej zrnitosti (konkrétne 800, 1200, 2000, 2400 a 4000), kde jemnosť brúsneho papiera rástla vzostupne. Následne boli vzorky leštené použitím diamantových pást o veľkosti zrna 3 μm a 1 μm. Za účelom zvýraznenia hraníc zŕn pre pozorovanie svetelným mikroskopom ZEISS Olympus GX51 boli povrchy vzoriek naleptané kyselinou pikrovou.

Povrchy všetkých vzoriek boli pred SEM analýzou rovnako leštené na brúsnych papieroch a pomocou diamantových pást. Povrchy vzoriek pripravovaných do SEM boli nakoniec elektrolyticky leštené na stroji Struers LectroPol5 s roztokom AC2, a to po dobu 60 s, pri teplote -29 °C a elektrickom napätí 18 V. K analýze mikroštruktúry zliatin boli použité mikroskopy FEI Quanta a ZEISS Auriga s EBSD kamerou EDAX Velocity. EBSD mapovanie bolo realizované s krokom 0.5 μm pre väčšie analyzované oblasti. Pre lepšie znázornenie distribúcie lokálneho napätia boli k analýze vybrané aj menšie oblasti, ktoré boli mapované s krokom 0.3 μm. Získané EBSD dáta boli spracované v softvéri OIM Analysis.

Deformačné skúšky

Deformačné testy (schematicky znázornené na Obr. 9) v tlaku a ťahu boli vykonávané na univerzálnom stroji INSTRON 5882. V prípade namáhania tlakom (angl. compression – ďalej C) boli vzorky vyrobené v tvare valčeka o priemere 9 mm a výške 13 mm. V prípade namáhania ťahom (angl. tension – ďalej T) boli vzorky vyhotovené tak, že sa na oboch koncoch vyrobili závity, ktoré uľahčili ich uchytenie v čeľustiach. Aktívna časť vzoriek mala priemer 5 mm a dĺžku 12 mm. Všetky testy boli vykonávané pozdĺž ED, pri izbovej teplote a pri konštantnej počiatočnej deformačnej rýchlosti 10^{-3} s^{-1} . Pre odhalenie vplyvu tepelného spracovania na mobilitu TB boli pripravené dve sady vzoriek. Prvá sada zahŕňala vzorky po preddeformácii tlakom (angl. pre-compression – ďalej pC) a odťazení pre vykonanie mikroskopickej analýzy vzoriek v tomto stave. Druhá sada zahŕňala vzorky, ktoré boli po preddeformácii tlakom dodatočne tepelne spracované (angl. heat treatment – ďalej HT). Parametre spracovania boli na základe [29] a vlastných predchádzajúcich testov zvolené na 200 °C a 12 hodín.



Obrázok 9: Schéma univerzálného stroja INSTRON 5882 [30].

Akustická emisia

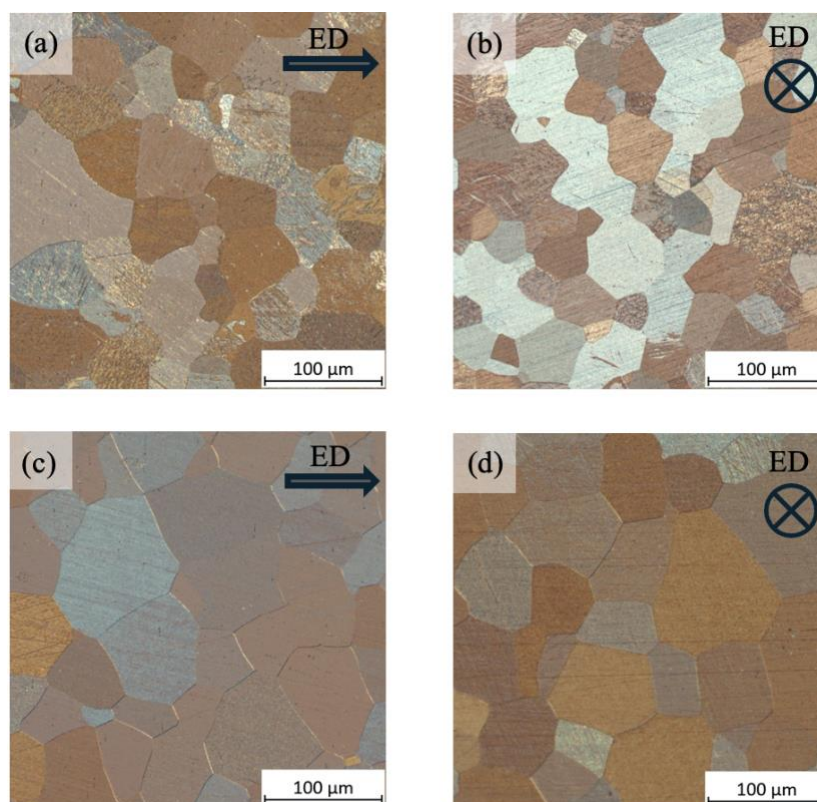
Pre účely merania odozvy AE bol použitý počítačom riadený prístroj od firmy Physical Acoustic Corporation (PAC), ktorý umožňuje kontinuálny záznam dát. Piezoelektrický snímač Nano30 so širokospektrálnou odozvou bol umiestnený priamo na povrch vzorky v prípade deformácie ťahom a na čeľuť, čo najbližšie k vzorke, v prípade deformácie tlakom, a to z dôvodu malých rozmerov vzoriek. K zlepšeniu kontaktu medzi snímačom a povrchom bola použitá silikónová pasta Apiezon M. Predzosilňovač PAC 2/4/6 so zosilnením 60 dB umožnil zachovanie vysokého pomeru medzi reálnym signálom a šumovým pozadím.

4. Výsledky a diskusia

4.1. Charakterizácia materiálu v pôvodnom stave

4.1.1. Pôvodná mikroštruktúra

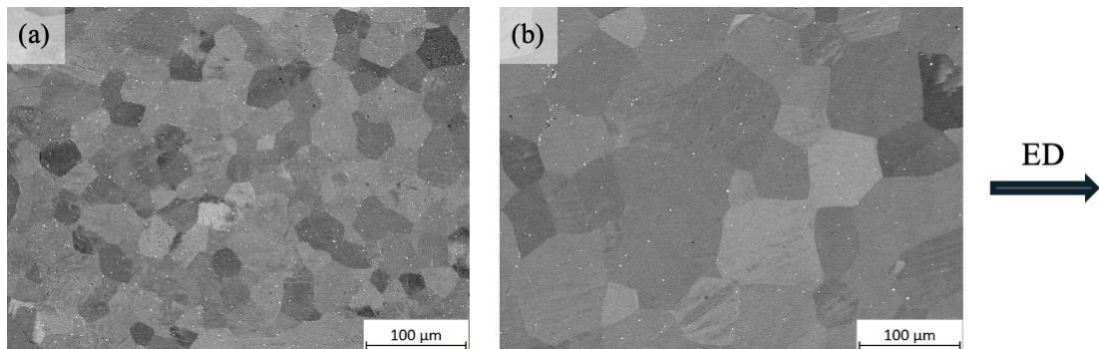
Pôvodná mikroštruktúra študovaných zliatin W1 a W4 bola najskôr pozorovaná pomocou svetelnej mikroskopie. Analyzovala sa veľkosť zŕn v pozdĺžnom (rovnobežne s ED) a priečnom (kolmo k ED) smere. Porovnaním získaných snímok v oboch týchto smeroch (Obr. 10) bolo zistené, že mikroštruktúra je homogénna, to jest jednotlivé zrná sú podobne veľké a rovnomerne rozmiestnené bez ohľadu na smer pozorovania, a to v prípade oboch zliatin. Na základe týchto zistení sú ďalšie výsledky štúdia mikroštruktúry prezentované len v smere pozdĺž ED.



Obr. 10: Pôvodná mikroštruktúra zliatin W1 (a, b) a W4 (c, d) v pozdĺžnom (a, c) a priečnom (b, d) smere získaná pomocou svetelného mikroskopu.

Mikroštruktúra oboch zliatin bola následne analyzovaná na základe SEM-BSE snímok, na ktorých boli za pomoci orientačného kontrastu sledované jednotlivé zrná (Obr. 11). V prípade oboch zliatin je možné pozorovať aj jednotlivé precipitáty

(častice sekundárnej fázy) obohatené o Y, ktorých prítomnosť zlepšuje pevnosť zliatiny (tzv. precipitačné spevnenie [31]), jej odolnosť voči korózii a zároveň obmedzuje pohyb dislokácií a mobilitu TB. V [32] bolo zistené, že v zliatinách Mg-Y sú prítomné najmä β a β' precipitáty, no ich presná identifikácia (napr. pomocou transmisného elektrónového mikroskopu) je nad rámec tejto práce.

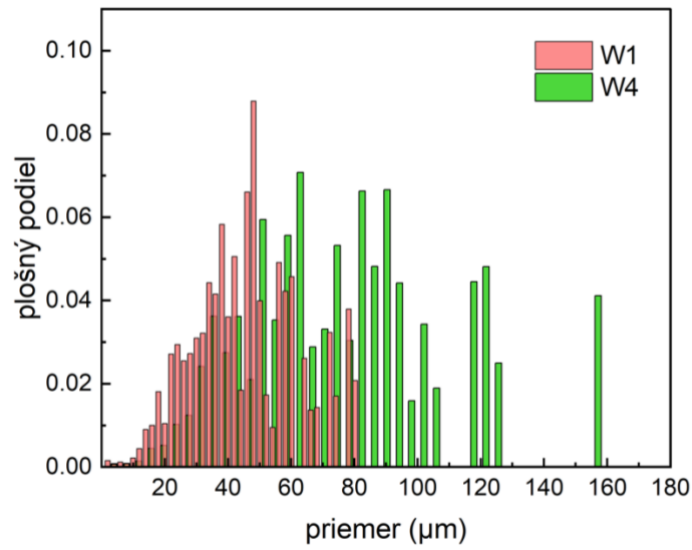


Obr. 11: SEM-BSE snímky pôvodnej mikroštruktúry zliatin W1 (a) a W4 (b).

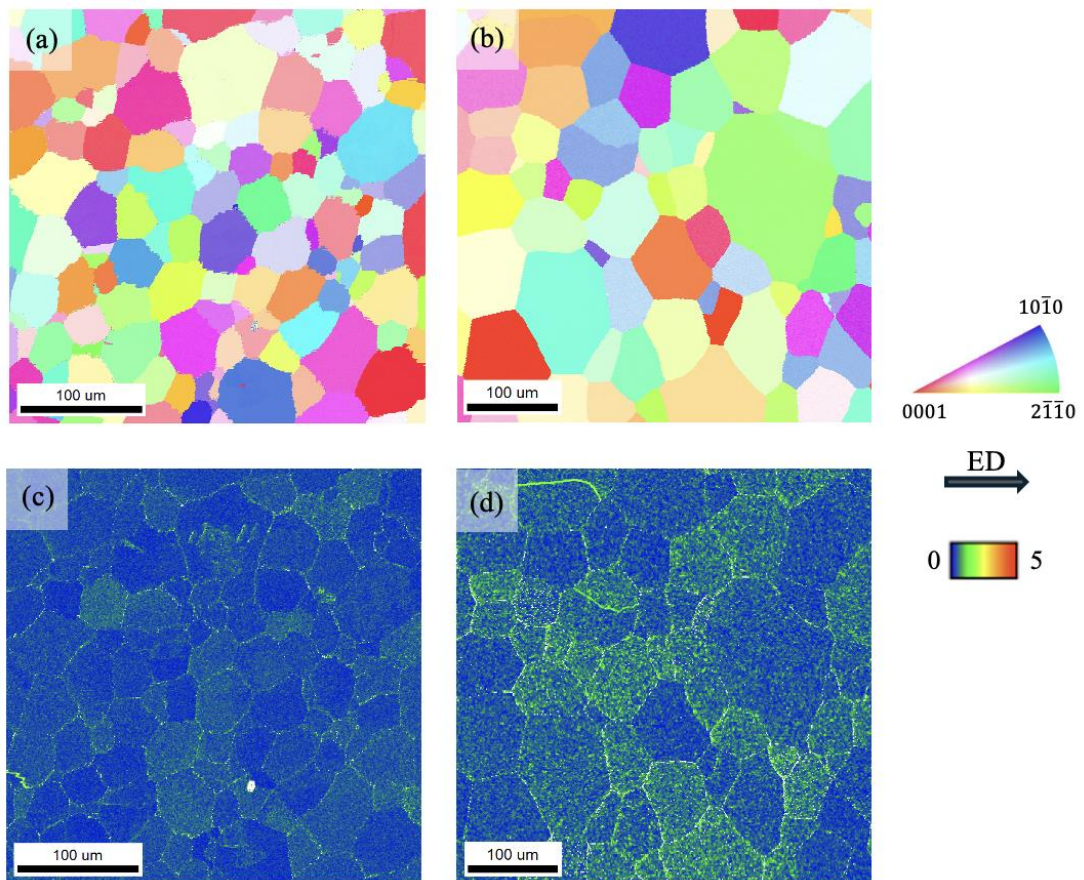
Pôvodná mikroštruktúra (bez akejkoľvek deformácie či HT) zliatin W1 a W4 bola následne analyzovaná pomocou metódy EBSD. V prvom rade bola u oboch zliatin odhalená veľkosť zŕn a jej distribúcia, ktorá predstavuje dôležitý faktor v kontexte plastickej deformácie (vzťah (1)) a tiež mechanického dvojčatenia (väčšie zrná poskytujú viac priestoru pre propagáciu a hrubnutie dvojčiat [33]). Výsledky distribúcie veľkosti zŕn sú znázornené na Obr. 12 a ukazujú, že priemerná hodnota v prípade zliatiny W1 je $(46 \pm 17) \mu\text{m}$ a v prípade zliatiny W4 $(77 \pm 31) \mu\text{m}$ (s cieľom presnejšieho štatistického vyhodnotenia bola priemerná veľkosť zŕn zistená z piatich orientačných máp pre každú zliatinu).

Jednotlivé zrná a ich kryštalografická orientácia boli následne sledované prostredníctvom orientačných máp (Obr. 13 (a) a (c)). Rovnaké miesta sledovaných zliatin sú zobrazené aj pomocou KAM máp (Obr. 13 (b) a (d)), na ktorých môžeme vidieť distribúciu lokálneho napätia a dislokačnej hustoty, ktorá podľa predpokladov dosahuje vyšších hodnôt na hraniciach zŕn. Vo vnútri niektorých zŕn môžeme pozorovať vyššie hodnoty KAM, čo môže byť spôsobené rozdielmi v hustote dislokácií vytvorených počas prípravy materiálu [34]. Na Obr. 13 (d) (zliatina W4) je pritom možné pozorovať vyššie KAM hodnoty oproti Obr. 13 (c) (zliatina W1), ktoré sú spôsobené vyššou koncentráciou Y, ktorého atómy sú v zliatine homogénne

rozložené a na týchto atómov dochádza k ukotveniu dislokácií (vytvorených pri výrobe materiálu) a k ich vyššej koncentrácii vo vnútri zrn.

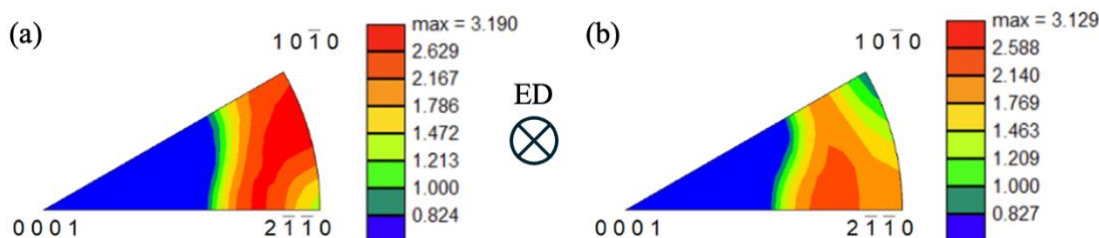


Obr. 12: Distribúcia veľkosti zrn zliatin W1 a W4 stanovená pomocou SEM-EBSD.



Obr. 13: Pôvodná mikroštruktúra zliatin W1 (a, c) a W4 (b, d) znázornená pomocou orientačných (a, b) a KAM (c, d) máp.

Z orientačných máp je rovnako možné vypočítať aj textúrne obrazce (Obr. 14), ktoré znázorňujú distribúciu orientácie jednotlivých zŕn vzhľadom k zvoleným osiam (v našom prípade osi ED). V prípade oboch zliatin môžeme pozorovať bazálnu textúru, kde má väčšina zŕn os c (takmer) kolmú k ED. V zliatine W1 (Obr. 14 (a)) je rovnako možné pozorovať vyššiu intenzitu okolo pólu $10\bar{1}0$, čo naznačuje, že roviny $\{10\bar{1}0\}$ sú orientované kolmo k ED. V [35] bolo ukázané, že takéto usporiadanie rovín je spôsobené aktiváciou nebazálneho $\{11\bar{2}0\}\{10\bar{1}0\}$ sklzu počas procesu extrúzie. Pridávaním väčšieho množstva Y (v hm. %) následne dochádza k oslabeniu bazálnej textúry (odkloneniu osí c od pôvodne preferovaného smeru), tak, ako bolo ukázané v [36], kde bolo zistené, že po pridaní kovov vzácnych zemín do extrudovanej Mg zliatiny dôjde k zmene textúry, a to predovšetkým v závislosti na ich množstve a na parametroch extrúzie (rýchlosti a teplote) [37].



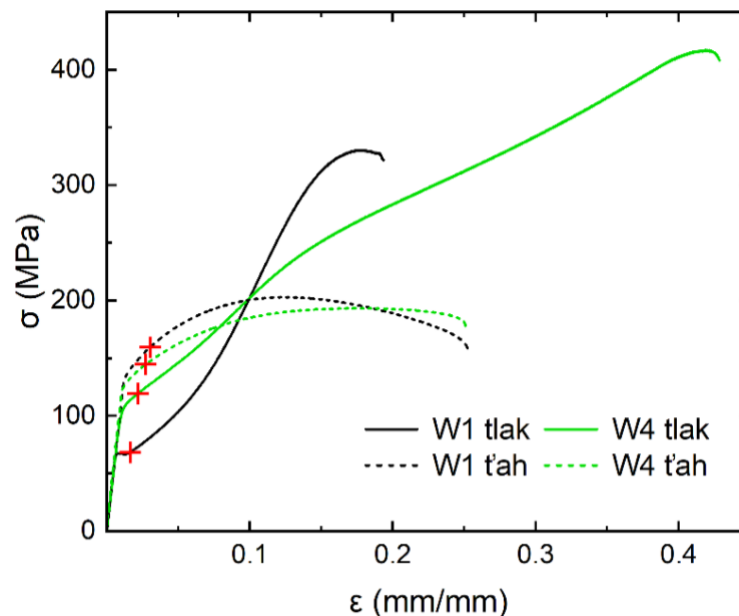
Obr. 14: Pôvodná textúra zliatin W1 (a) a W4 (b).

4.1.2. Deformačné správanie a odozva akustickej emisie

K zisteniu deformačného správania boli zliatiny W1 a W4 postupne namáhané tlakom i ťahom (pozdĺž ED). Získané deformačné krivky sú uvedené na Obr. 15. Z tvaru týchto kriviek možno v prvom rade vo všetkých prípadoch odpozorovať lineárny charakter počiatkovej fázy, ktorý odpovedá elastickej deformácii. Prechod k plastickej deformácii bol kontinuálny (bez výraznej medze klzu), v dôsledku čoho boli hodnoty Y_S určené štandardne pri deformácii 0.2 % (Tab. 1).

Pri porovnaní deformačných kriviek v tlaku a ťahu (zhodne pre obe zliatiny) pozorujeme asymetriu tlakových a ťahových napätí na medzi klzu (vypočítané hodnoty rozdielu ΔY_S sú uvedené v Tab. 1). Výrazný rozdiel pozorujeme aj v tvare samotných kriviek. Deformačné krivky v ťahu majú konvexný tvar v dôsledku dislokačného sklzu ako dominantného mechanizmu plastickej deformácie počas celého procesu zaťaženia, zatiaľ čo deformačné krivky v tlaku vykazujú typický sigmoidálny tvar, ktorý signalizuje prítomnosť mechanizmu deformačného

dvojčatenia. Preto sa dá predpokladať, že pri namáhaní ťahom deformácia začína v bazálnych rovinách (kvôli najnižšiemu CRSS) a v okolí YS dôjde k aktivácii nebazálnych sklzových systémov (dvojčatenie sa na deformácii nepodieľa). Pri namáhaní tlakom deformácia rovnako začína v bazálnych rovinách, no v okolí YS sa aktivuje deformačné dvojčatenie, ktoré preklopí kryštálovú mriežku o takmer 90°, čím umožní sklz v už preklopených bazálnych rovinách, čo sa prejaví vo forme nižšej hodnoty YS [38]. Na Obr. 15 môžeme rovnako pozorovať markantný rozdiel ΔU_S . Dvojčatá sú aktivované primárne pri namáhaní tlakom, kde preorientovaním mriežky umožňujú aktiváciu viacerých deformačných mechanizmov, čím materiálu pomáhajú prenášať zaťaženie a zvyšujú jeho pevnosť.



Obr. 15: Deformačné krivky v tlaku a ťahu zliatin W1 a W4 (červenou sú vyznačené body, v ktorých boli deformačné testy zastavované pri preddeformácii).

Porovnaním deformačných kriviek (v tlaku i ťahu) zliatin W1 a W4 môžeme tiež sledovať vplyv koncentrácie Y, veľkosti zŕn a textúry na mechanické vlastnosti materiálu. Zistená korelácia priemernej veľkosti zŕn zliatin W1 a W4 (Obr. 12) s hodnotami YS (Tab. 1) je v súlade s [39], kde bolo ukázané, že znižovaním priemernej veľkosti zrna dochádza k nárastu aktivity nebazálnych sklzových systémov, čoho výsledkom je zvýšenie hodnoty YS: priemerná veľkosť zŕn d je nepriamo úmerná YS – vzťah (1).

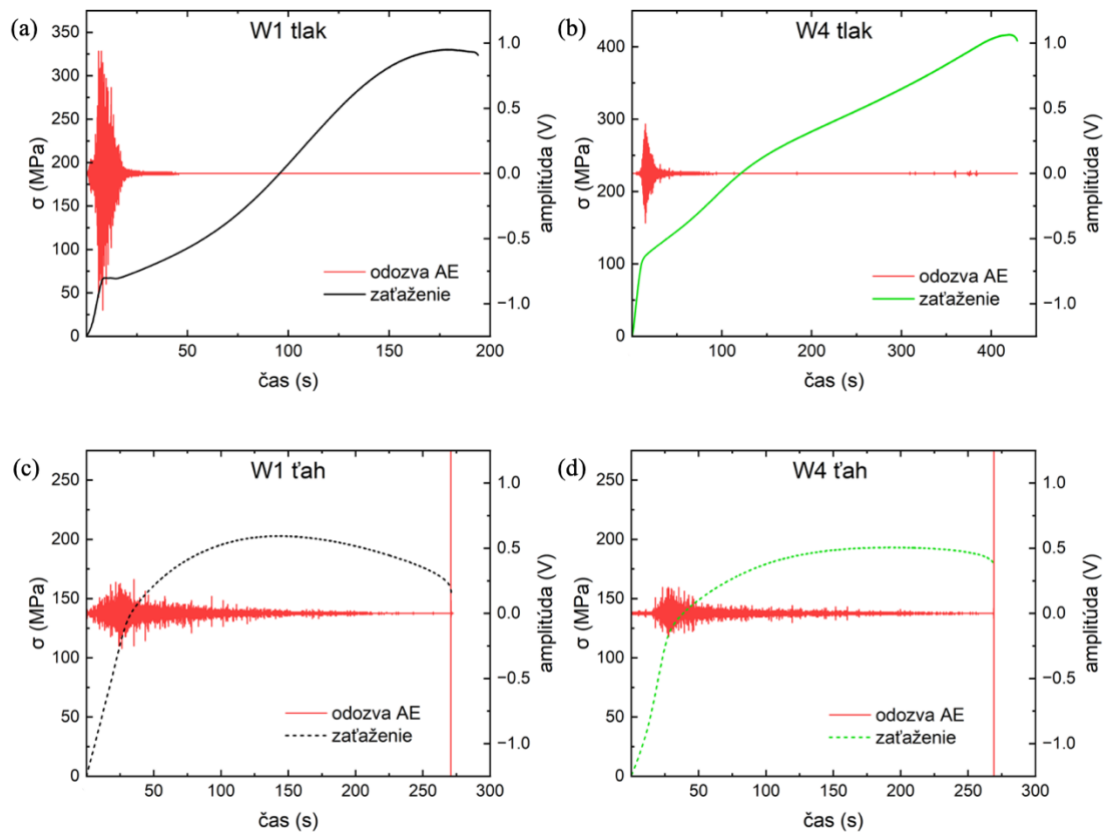
Tab. 1: Základné charakteristiky zliatin získané pri deformačných testoch (chyba merania YS a $US - 5 \text{ MPa}$, chyba merania $\varepsilon_f - 3 \%$).

typ testu	zliatina	YS (MPa)	ΔYS (MPa)	US (MPa)	ΔUS (MPa)	ε_f (%)
tlak	W1	67	70	330	127	19
ťah		137		203		25
tlak	W4	107	19	417	224	42
ťah		126		193		25

Deformačná krivka v tlaku zliatiny W1 má typický priebeh: oblasť spevnenia má sigmoidálny tvar, ktorý naznačuje vysokú aktivitu dvojčiat. Zvyšovaním podielu Y však dochádza k zníženiu aktivity dvojčiat v tlaku i ťahu (v dôsledku čoho je sigmoidálny tvar deformačnej krivky v prípade zliatiny W4 výrazne potlačený oproti zliatine W1), čo vedie k zvýšeniu aktivity nebazálnych sklzových systémov (až o 30 % [21]). V [15] bolo rovnako ukázané, že segregáciou prímiesových prvkov (v našom prípade Y) na TB sa znižuje ich mobilita, výsledkom čoho je vznik menších (a hlavne tenších) dvojčiat, z čoho rovnako vyplýva zlepšenie pevnosti a ťažnosti, resp. deformácie do lomu, Mg zliatin. V prípade zliatiny W4 dochádza kvôli odkloneniu bazálnych rovín od preferovaného smeru paralelne s ED (na rozdiel od W1) k aktivácii viacerých dislokačných systémov, čo prispieva k ťažnosti (Tab. 1).

Deformačné správanie skúmaných zliatin bolo analyzované aj za pomoci odozvy AE, ktorá slúžila k odhaleniu a charakterizácii deformačných mechanizmov počas mechanického namáhania. Na Obr. 16 sú zobrazené deformačné krivky (v podobe časovej závislosti napätia σ) zliatin W1 a W4 v tlaku i ťahu, ktoré sú doplnené o časovú závislosť amplitúdy signálu AE. Vo všetkých prípadoch pozorujeme najväčšiu odozvu v oblasti medze klzu, kde dochádza k aktivovaniu bazálneho sklzu a nukleácii dvojčiat. Následne so vzrastajúcou deformáciou dochádza k nárastu počtu prekážok (dislokácie a TB) obmedzujúcich pohyb dislokácií, čo sa prejavuje poklesom AE. V prípade deformačných kriviek v tlaku prispieva k akustickej emisii vznik dvojčiat, pričom oproti deformačným krivkám v ťahu pozorujeme strmší pokles AE za medzou klzu, a to v dôsledku hrubnutia dvojčiat (neprodukuje detekovateľnú AE) a vzniku nových dvojčiatových hraníc, ktoré tvoria prekážky pohybu dislokácií. So vzrastajúcou deformáciou, prejavujúcou sa

výraznejším spevnením, signál AE v prípade deformačných kriviek v tlaku úplne vymizne. V zliatine W1 rovnako pozorujeme výrazne vyššiu odozvu AE v porovnaní so zliatinou W4, čo naznačuje väčšiu aktivitu nukleácie dvojčiat. Ako bolo rozobrané v odseku 1.5. a Obr. 5, nukleácia, propagácia a zánik (zelené šípky) sú rýchle procesy, ktoré prispievajú k odozve AE a hrubnutie a stenčovanie (červené šípky) sú pomalšie procesy bez výraznej odozvy AE [15, 27].



Obr. 16: Deformačné krivky v tlaku (a, b) a ťahu (c, d) zliatin W1 (a, c) a W4 (b, d) spolu so záznamom AE.

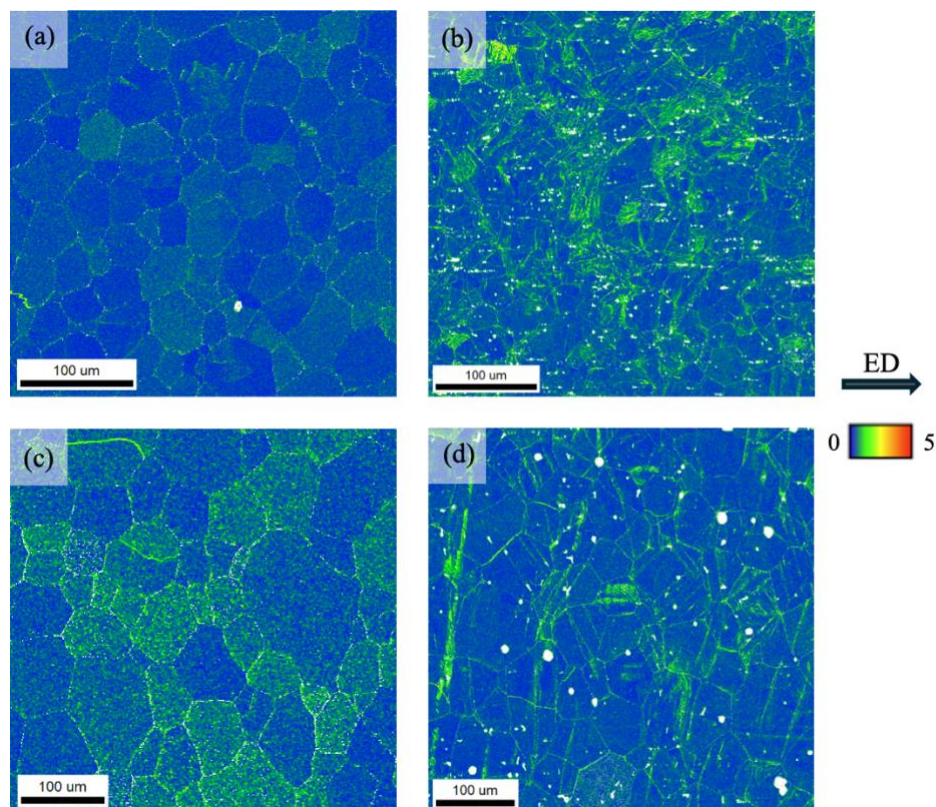
Počas deformačných testov v ťahu je plastická deformácia ovládaná prevažne kolektívnym pohybom dislokácií, ako bolo podrobnejšie rozobrané v [40]. Pokles signálu AE za medzou klzu je oproti deformačným testom v tlaku pozvoľnejší, a to v dôsledku zvyšujúcej sa hustoty dislokácií. Podobne ako pri zaťažení tlakom je odozva AE o čosi vyššia v prípade zliatiny W1 v porovnaní so zliatinou W4. Na deformačné správanie Mg zliatin vplyva okrem iného aj výrazná bazálna textúra, pričom v zliatine W1 sú bazálne roviny oproti zliatine W4 viacej rovnobežné s ED (Obr. 14). V zliatine W4 (kde sú bazálne roviny viacej odklonené od ED) teda

dochádza k jednoduchšej aktivácii dislokačného sklzu (vzťah (2), Obr. 3 (a)), a tým pádom teoreticky i k väčšej kolektívite pohybujúcich sa dislokácií, ktorej by mala odpovedať vyššia odozva AE. Takéto zmeny v signáloch AE sú ukázané v [41] na zliatine Mg-Al-Mn. Okrem textúry je však potrebné zohľadniť aj množstvo prímiesových prvkov v zliatine, pričom väčší obsah Y v zliatine W4, ktorého atómy tvoria prekážky pohybujúcim sa dislokáciám (znižujú ich strednú voľnú dráhu), odozvu AE naopak znižuje. Väčšie odklonenie bazálnych rovín od ED (prítomné v zliatine W4) teda uľahčuje aktiváciu sklzových systémov, no väčší obsah Y naopak prispieva k celkovému spevneniu materiálu. Na Obr. 16 (c) a (d) tiež možno pozorovať výraznú odozvu AE na konci deformačného testu, a to v dôsledku lomu.

Pri mechanickom namáhaní však dislokačný sklz a dvojčatenie operujú súčasne od začiatku až do lomu, čo bolo preukázané aj pomocou pokročilej analýzy odozvy AE v [42]. Pre potvrdenie aktívnych deformačných mechanizmov je teda potrebná detailná analýza makroštruktúry.

4.2. Charakterizácia materiálu v preddeformovanom stave a vplyv lokálneho napätia na mobilitu dvojčatových hraníc

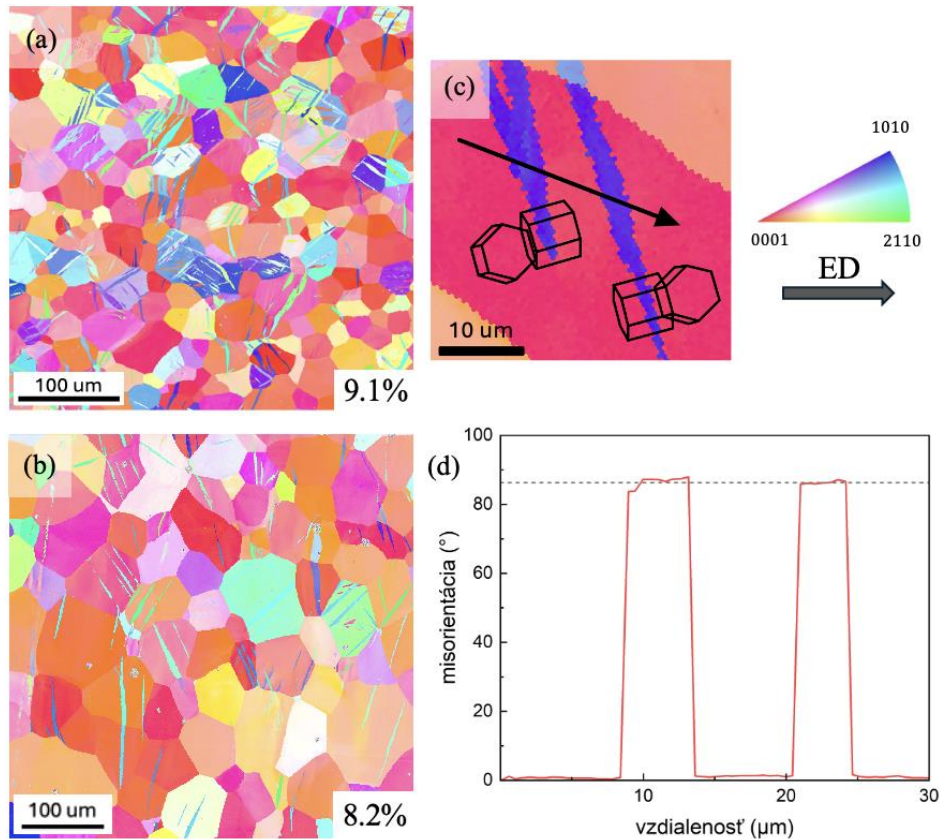
Mobilita dvojčatových hraníc bola sledovaná v preddeformovaných zliatinách W1 a W4, a to v prvom rade v závislosti na koncentrácii lokálneho napätia vneseného mechanickým namáhaním. Pri samotnej preddeformácii (do úrovne 1 % – Obr. 15) pritom došlo k vytvoreniu nemalého množstva dislokácií a dvojčatových frakcií, a tým pádom viditeľnému nárastu koncentrácie lokálneho napätia. Pre porovnanie distribúcie a koncentrácie napätia sú KAM mapy zliatin W1 a W4 v pôvodnom a preddeformovanom stave uvedené na Obr. 17, kde miesta s vyššími hodnotami misorientácie KAM indikujú akumulovanú deformáciu. Získané výsledky sú v súlade s výsledkami prezentovanými v [43]. V prípade oboch zliatin pozorujeme vyššie hodnoty misorientácie v okolí TB, no v prípade zliatiny W1 aj vnútri pôvodných zŕn a dvojčiat samotných (Obr. 17 (b)). V prípade zliatiny W4 je pozorovateľné výrazné zníženie lokálneho napätia vnútri jednotlivých zŕn a jeho premiestnenie na hranice zŕn a dvojčiat (Obr. 17 (d)).



Obr. 17: Distribúcia lokálneho napätia v zliatinách W1 (a, b) a W4 (c, d) v pôvodnom (a, c) a preddeformovanom (b, d) stave znázornená pomocou KAM máp.

V stave po preddeformácii tlakom boli pre obe zliatiny vyhotovené aj orientačné mapy (Obr. 18), z ktorých bol vypočítaný objemový podiel dvojčiat (angl. twin volume fraction – TVF) – vypočítané hodnoty sú uvedené priamo na Obr. 18 a chyba merania bola stanovená na 1 %. V zliatine W4 je menší objem dvojčiat než v zliatine W1, čo je v súlade s výsledkami prezentovanými v [44], kde bolo zistené, že so zvyšovaním obsahu Y v Mg zliatine došlo pri rovnakej preddeformácii k znižovaniu dvojčiatového podielu. Mierny pokles TVF sa dá očakávať aj vplyvom HT, no sledovanie tohto vplyvu je nad rámec tejto práce.

Podrobná analýza deformačných dvojčiat ukázala, že v oboch študovaných zliatinách boli aktivované najmä $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$ deformačné dvojčatá, ktoré sú práve v Mg zliatinách aktivované najľahšie [45] a sú charakterizované preorientovaním kryštálovej mriežky o 86.3° (odsek 1.3.1.). Na Obr. 18 (c) je uvedený príklad identifikácie dvojčat'a pre vybrané zrnó zliatiny W1, pričom k overeniu uhla misorientácie bol použitý tzv. profilový vektor, prostredníctvom ktorého bola sledovaná závislosť uhla misorientácie od bodu k bodu na vzdialenosti týchto bodov od počiatku (Obr. 18 (d)).



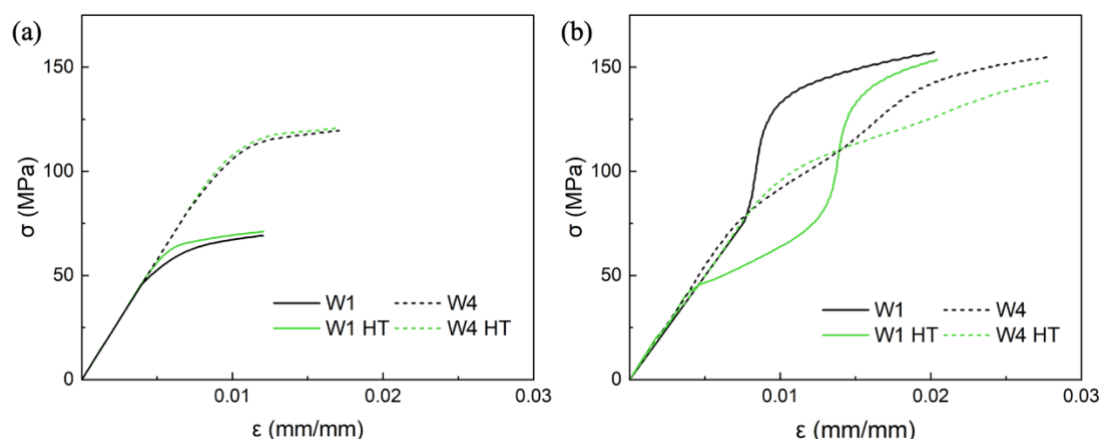
Obr. 18: Orientačné mapy zliatin W1 (a) a W4 (b) po preddeformácii do 1 %; vybrané zrno (c) použité k overeniu uhla misorientácie (d).

Za účelom sledovania samotnej mobility TB s ohľadom na koncentráciu lokálneho napätia boli preddeformované vzorky následne podrobené mechanickému namáhaniu tlakom i ťahom (pre obe zliatiny), pričom vo všetkých štyroch prípadoch bol sledovaný aj vplyv HT. Pre zjednodušenie ďalšieho popisu bolo pre všetkých osem stavov zvolené značenie uvedené v Tab. 2.

Všetky deformačné krivky sú následne uvedené na Obr. 19 pre testy v tlaku a ťahu. Na Obr. 19 (a) môžeme sledovať aj vplyv HT na mechanické vlastnosti použitých zliatin, konkrétne na YS v tlaku. Vplyv množstva prímiesových prvkov na hodnotu YS a pevnosť zliatiny bol pritom podrobne rozobraný pri prvotných deformačných testoch (odsek 4.1.2.). Porovnaním deformačných kriviek v tlaku vzoriek len po preddeformácii so vzorkami po preddeformácii a následnom HT (zhodne pre zliatiny W1 a W4) sme zistili, že vyžíhaním vzoriek došlo k nepatrnému nárastu hodnoty YS, čím sa použitý materiál stal odolnejším voči plastickej deformácii. V [46] bolo zhodne ukázané, že vhodnou kombináciou preddeformácie a HT dochádza pri deformačných testoch v tlaku k nárastu hodnôt YS.

Tab. 2: Prehľad značenia vzoriek pre rôzne kombinácie deformačných parametrov.

typ deformačného testu	zliatina	HT	značenie
tlak	W1	nie	W1_pC_C
tlak	W1	áno	W1_pC_HT_C
tlak	W4	nie	W4_pC_C
tlak	W4	áno	W4_pC_HT_C
ťah	W1	nie	W1_pC_T
ťah	W1	áno	W1_pC_HT_T
ťah	W4	nie	W4_pC_T
ťah	W4	áno	W4_pC_HT_T



Obr. 19: Deformačné krivky po preddeformácii a následnom namáhaní tlakom (a) a ťahom (b) zliatin W1 a W4 s ohľadom na použité HT.

V prípade deformačných kriviek v ťahu môžeme zhodne sledovať vplyv preddeformácie na YS a tvar krivky, pričom pri oboch zliatinách došlo k výraznému poklesu hodnoty YS oproti prípadu, v ktorom sa nepoužila preddeformácia (porovnateľné na Obr. 15 a Obr. 19 (b)). V [44] bolo ukázané, že deformačné správanie v ťahu s použitím preddeformácie má v prvotnej fáze plastickej deformácie podobný charakter ako v tlaku bez preddeformácie. Deformačné krivky na Obr. 19 (b) (napriek tomu, že odpovedajú deformácii ťahom) vykazujú sigmoidálny tvar spojený s prítomnosťou mechanizmu deformačného dvojčatenia. Ako bolo odhalené v [47], vplyvom preddeformácie je plastická deformácia ťahom realizovaná primárne

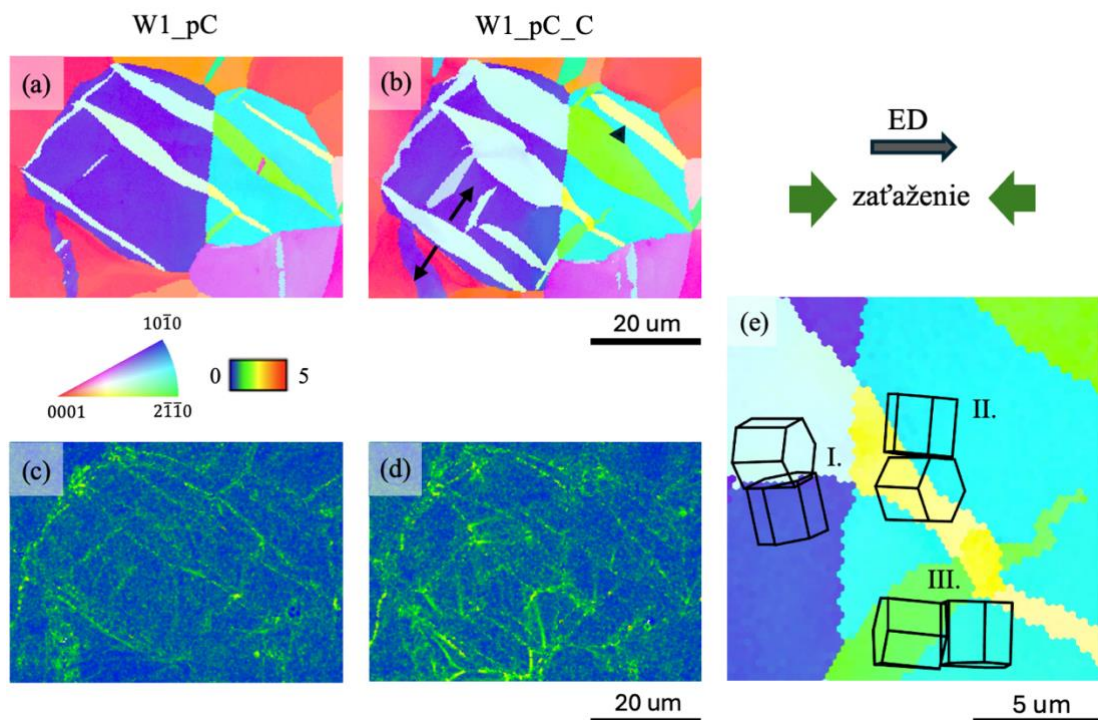
mechanizmom stenčenia až zániku deformačných dvojčiat (angl. detwinning), a nie dislokačným sklzom (tvar kriviek v ťahu teda svedčí o aktívnom procese dvojčatenia, najmä stenčenia dvojčiat). V prípade zliatiny W1 pozorujeme širšie dvojčatá oproti zliatine W4 (Obr. 18 (a) a (b)). V procese spätného namáhania teda v zliatine s menším obsahom Y potrebujeme k zániku dvojčiat o čosi väčšiu deformáciu, v dôsledku čoho je sigmoidálny tvar krivky v prípade zliatiny W1 výraznejší (Obr. 19 (b)). V prípade zliatiny W4 je tento tvar potlačený, no vzniknuté dvojčatá (napriek tomu, že sú tenšie) tvoria prekážky pohybu dislokácií a v kombinácii s vyšším obsahom Y materiál spevňujú. Porovnaním týchto kriviek v závislosti na HT zároveň vidíme, že v zliatine W1 došlo k výraznému odpevneniu a v zliatine W4 naopak k miernemu spevneniu materiálu. V prípade zliatiny W1 totiž došlo použitím HT k uvoľneniu lokálneho napätia a regenerácii materiálu (angl. recovery), čo umožnilo priestor pre dislokačný sklz, v dôsledku čoho sú hodnoty napätia na deformačnej krivke nižšie. Zmena tvaru krivky v prípade zliatiny W4 je vplyvom HT minimálna, čo naznačuje len nepatrný vplyv HT na lokálne napätie (následne diskutované na základe SEM-EBSD analýzy).

Mobilita dvojčatových hraníc bola následne sledovaná prostredníctvom SEM-BSE snímok, orientačných a KAM máp získaných metódou EBSD, a to v každom z ôsmich uvedených stavov. Vzhľadom k dodržaniu adekvátneho obsahu práce bolo z každej vzorky vybrané vždy jedno reprezentatívne zrnó, prípadne skupina zrn. Hodnoty lokálneho napätia sú rovnako ovplyvnené aj tvarom či veľkosťou zrna, v dôsledku čoho boli s cieľom minimalizovania vplyvu týchto faktorov vo všetkých prípadoch vybrané zrná o podobnej veľkosti a, ak to bolo možné, orientácii.

4.2.1. Zliatina W1 namáhaná tlakom

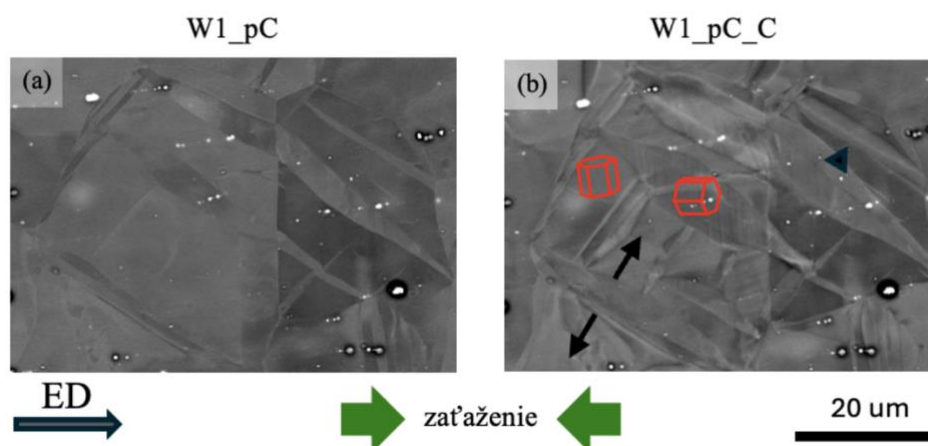
Prvým zo sledovaných prípadov boli vzorky zliatiny W1 (W1_pC_C a W1_pC_HT_C), pri ktorých porovnaní bola mobilita dvojčatových hraníc sledovaná primárne v závislosti na koncentrácii lokálneho napätia pridaného pri preddeformácii tlakom (Obr. 17 (b)) a modifikácii pomocou HT. Na Obr. 20-22 (a) je možné vidieť, že v nami vybraných zrnách vzniklo po preddeformovaní do úrovne 1 % hneď niekoľko dvojčatových variant (všetky typu $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$) a po následnom deformovaní tlakom je možné jasne pozorovať nárast deformačného dvojčat'a (Obr. 20-22 (b)). Výsledky sa zhodujú s výsledkami obdržanými napr. v prípade zliatiny AM30 v [48], kde bolo ukázané, že zvyšovaním deformácie tlakom dochádza

v extrudovaných Mg zliatinách k nárastu (hrubnutiu), až splynutiu deformačných dvojčiat. K samotnej nukleácii a následnému hrubnutiu deformačných dvojčiat typu $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ pritom dochádza pomerne jednoducho (pri malých hodnotách deformácie), a to najmä vďaka nízkym hodnotám CRSS. V prípade vzorky bez HT (Obr. 20) je oproti vzorke s HT (Obr. 22) viditeľný markantný nárast a vznik nových deformačných dvojčiat. V Mg zliatinách môže totiž pri použití HT dôjsť k rýchlej segregácii atómov rozpustnej látky (v našom prípade Y) na TB, ktorej výsledkom je ukotvenie TB a súčasné zníženie jej mobility. Podobný vplyv HT bol pozorovaný aj v prípade zliatiny Mg-1Zn v [49]. V našom prípade však takáto segregácia pomocou SEM nebola detekovateľná (Obr. 22(e)). Tento jav je ale možné overiť pomocou mikroskopickej metódy s vyšším rozlíšením (napr. transmisná elektrónová mikroskopia), čo presahuje rámec tejto práce a pozornosť mu bude venovaná v budúcnosti.



Obr. 20: Vybrané zrná zliatiny W1 v preddeformovanom stave (a, c) a po následnom namáhaní tlakom (b, d) znázornené pomocou orientačných (a, b) a KAM máp (c, d) (čierna šípka – smer pohybu TB v kladnom smere, čierny trojuholník – stagnácia TB); detailný pohľad (e) na jedno dvojčia prerastené cez dve zrná (I. a II.) a dve varianty jedného dvojčiatového systému (II. a III.) v jednom zrne.

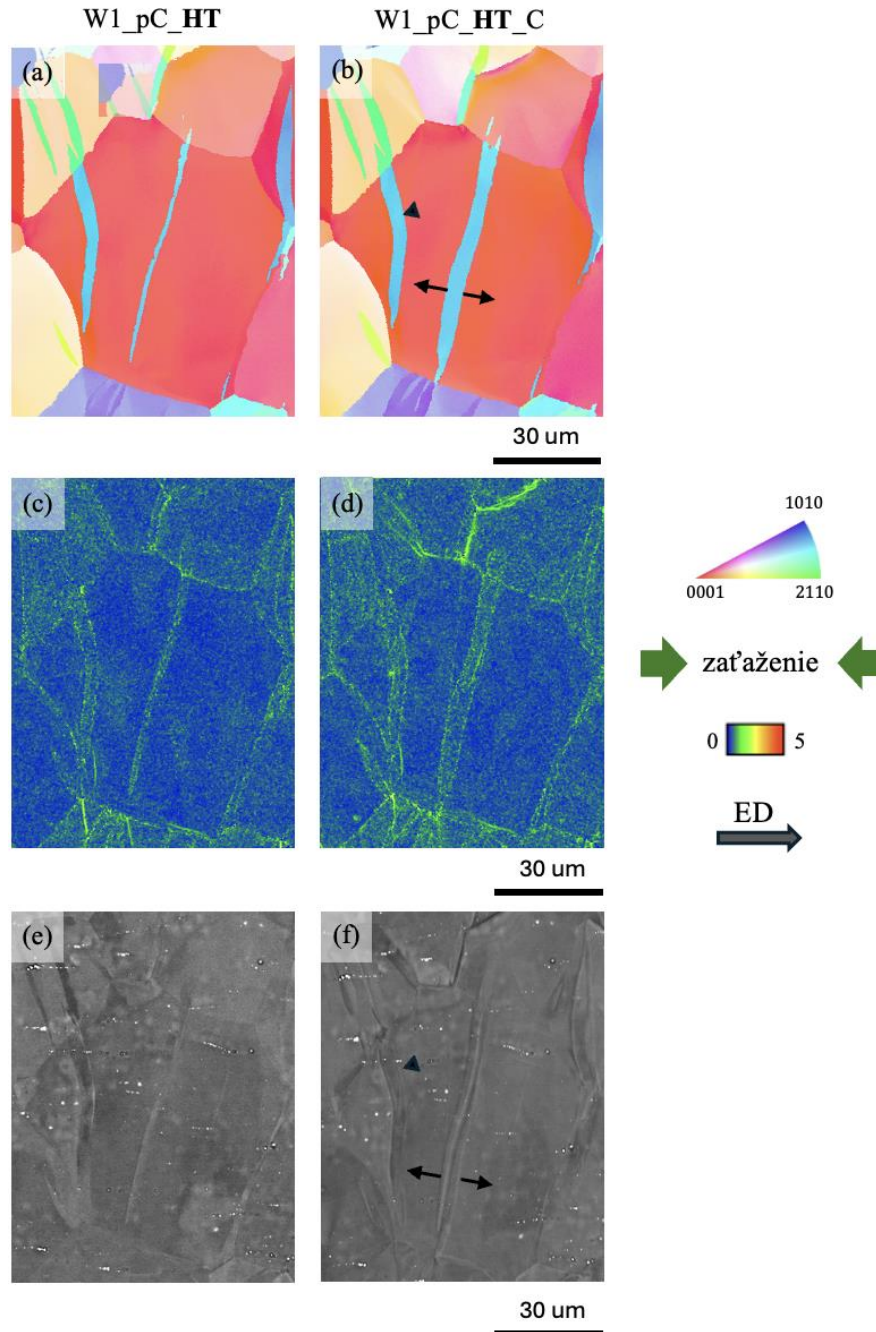
Na Obr. 20 (e) je rovnako zobrazený detailný pohľad na rozhranie dvoch pozorovaných zrn, na ktorom je možné prostredníctvom kryštálových mriežok sledovať jedno deformačné dvojča prerastené cez dve rôzne zrná a zároveň dve rôzne varianty jedného dvojčatového systému v rámci jedného zrna. Na Obr. 21 je zobrazené rovnaké miesto vybrané zo vzorky W1_pC_C, tentokrát pomocou SEM-BSE snímok, na ktorých je vývoj dvojčatového systému a mobilita TB zreteľne pozorovateľná vďaka orientačnému kontrastu. Napriek tomu, že nebolo použité HT, niektoré TB ostali nehybné (stagnácia TB označená čiernym trojuholníkom na Obr. 20 a 21 (b)), čo môže byť spôsobené ukotvením dislokácií a TB počas zastavenia a odľahenia nutného pre analýzu mikroštruktúry stavu W1_pC. Na Obr. 21 (b) sú rovnako pozorovateľné sklzové pásy, ktoré (na základe analýzy sklzových stôp, angl. slip trace analysis) odpovedajú aktivácii bazálneho sklzu v preorientovanej mriežke (zobrazené pomocou kryštálovej mriežky pre materské zrno a dvojča na Obr. 21 (b)). Podobná analýza bola použitá napr. v [15].



Obr. 21: SEM-BSE snímky vybraných zrn zliatiny W1 v preddeformovanom stave (a) a po následnom namáhaní tlakom (b) (čierna šípka – smer pohybu TB v kladnom smere, čierny trojuholník – stagnácia TB).

Na Obr. 20 (c, d) a 22 (c, d) je možné pozorovať lokálne hodnoty napätových polí zobrazené cez misorientácie na KAM mapách, pričom vyššie hodnoty (vyššie koncentrácie napätia) sú typicky viditeľné na rozhraní medzi dvojčat'om a materským zrnom alebo vnútri dvojčat'a samotného – to jest okolo TB. V zliatine W1 bez HT navyše pozorujeme výrazne väčšie lokálne napätie v pôvodnom zrne a formovanie sietí s výrazne väčším napätím. Vznik deformačného dvojčat'a teda viedol k zvýšeniu napätia vo vnútri zrna a jeho následný nárast viedol k prerazeniu hranice zrna

a k nukleácii nových dvojčiat v susednom zrne (Obr. 20 (c) a (d)). V zliatine W1 je po preddeformácii a následnom HT lokálne napätie a jeho distribúcia v pôvodnom zrne nižšia a homogénnejšia. Možno teda dosiahnuť záveru, že priemerná misorientácia v prípade využitia HT dosahuje viditeľne nižších hodnôt, čo sa zhoduje s [50], kde bolo ukázané, že po použití HT došlo k výraznému uvoľneniu lokálneho napätia.

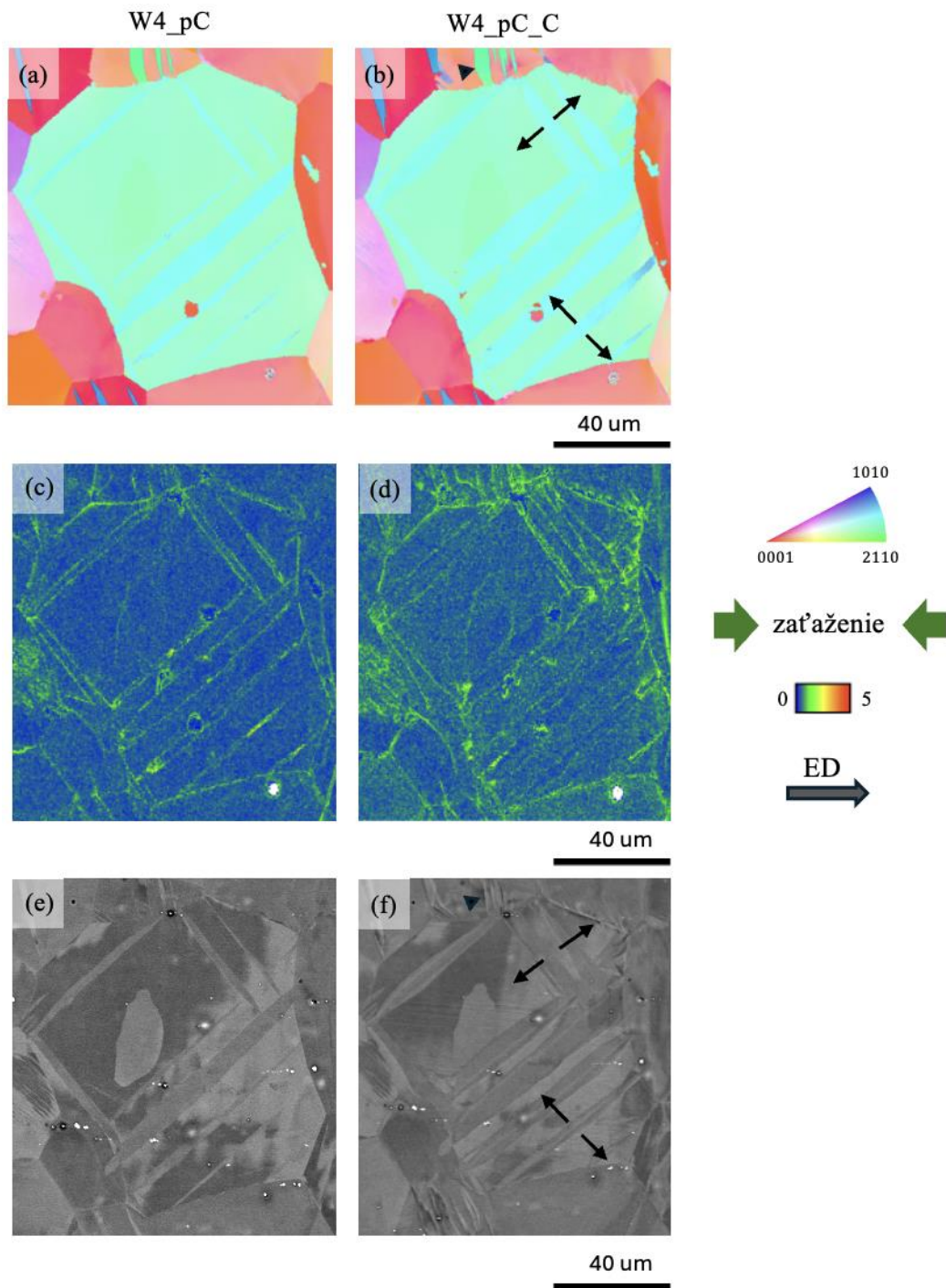


Obr. 22: Vybrané zrná zliatiny W1 v preddeformovanom stave (a, c, e) a po následnom namáhaní tlakom (b, d, f) znázornené pomocou orientačných (a, b) a KAM máp (c, d) a SEM-BSE snímok (e, f) (čierna šípka – smer pohybu TB v kladnom smere, čierny trojuholník – stagnácia TB).

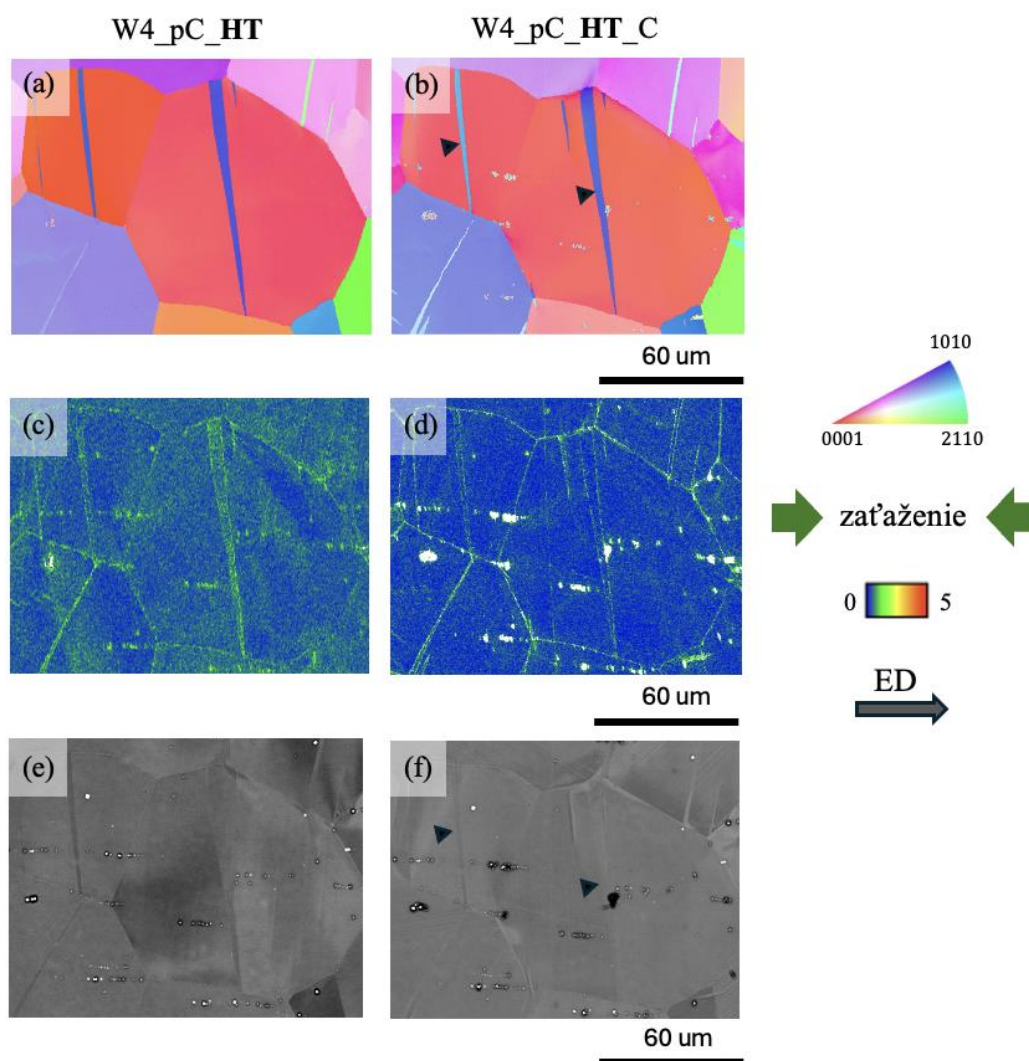
4.2.2. Zliatina W4 namáhaná tlakom

V ďalšej časti analýzy mobility TB boli sledované vzorky zliatiny W4 (W4_pC_C a W4_pC_HT_C), pre ktoré boli rovnako ako v predchádzajúcom prípade vyhotovené orientačné a KAM mapy (Obr. 23 a 24). Analýzou uvedených prípadov dospejeme pri sledovaní vplyvu HT k podobným výsledkom ako v prípade vzoriek s nižším obsahom Y (podrobnejšie rozobrané v odseku 4.2.1.). Po následnej deformácii tlakom zliatiny W4 je však nukleácia dvojčiat výrazne potlačená a prevláda nárast dvojčiat vytvorených preddeformáciou, čo je v súlade s výsledkami v [51]. Na Obr. 23 a 24 je rovnako možné pozorovať, že deformačné dvojčatá vykazujú lentikulárny (pretiahnutý) tvar, z čoho možno usúdiť, že mali za daných podmienok preferovaný smer propagácie a ich hrubnutie bolo výrazne obmedzené na rozdiel od zliatiny W1 (Obr. 20 a 22), kde je takýto rast do šírky výraznejší.

Jedným z hlavných faktorov ovplyvňujúcich mobilitu TB je obsah prímiesových prvkov, v dôsledku čoho je vhodné porovnať nárast dvojčatá (s alebo bez HT) pre vzorky s 1 hm % a so 4 hm % Y. Atómy Y v oboch prípadoch mobilitu TB znižujú, čo je v súlade s [17, 52], kde bolo ukázané, že prítomnosť Y [52] alebo gadolína [17] v zliatine výrazne potláča mechanizmus dvojčatenia. Na Obr. 24 (b) je zároveň jasne vidieť, že prítomnosť prímiesových prvkov v okolí TB síce ovplyvní ich mobilitu, no neovplyvní prípadnú nukleáciu nových dvojčiat (rovnako pozorované v [53]). V prípade zliatiny W4 po preddeformácii a následnom HT (W4_pC_HT_C) teda môžeme pozorovať najmenší nárast dvojčatá zo všetkých deformačných testov v tlaku, z čoho možno usúdiť, že pri daných podmienkach by sme pre viditeľnejší nárast dvojčatá potrebovali väčšiu deformáciu (napr. 5 – 9 %, ako bolo dokumentované v [48]). Výsledky teda naznačujú, že TB boli počas HT výrazne ukotvené.



Obr. 23: Vybrané zrná zliatiny W4 v preddeformovanom stave (a, c, e) a po následnom namáhaní tlakom (b, d, f) znázornené pomocou orientačných (a, b) a KAM máp (c, d) a SEM-BSE snímok (e, f) (čierna šípka – smer pohybu TB v kladnom smere, čierny trojuholník – stagnácia TB).



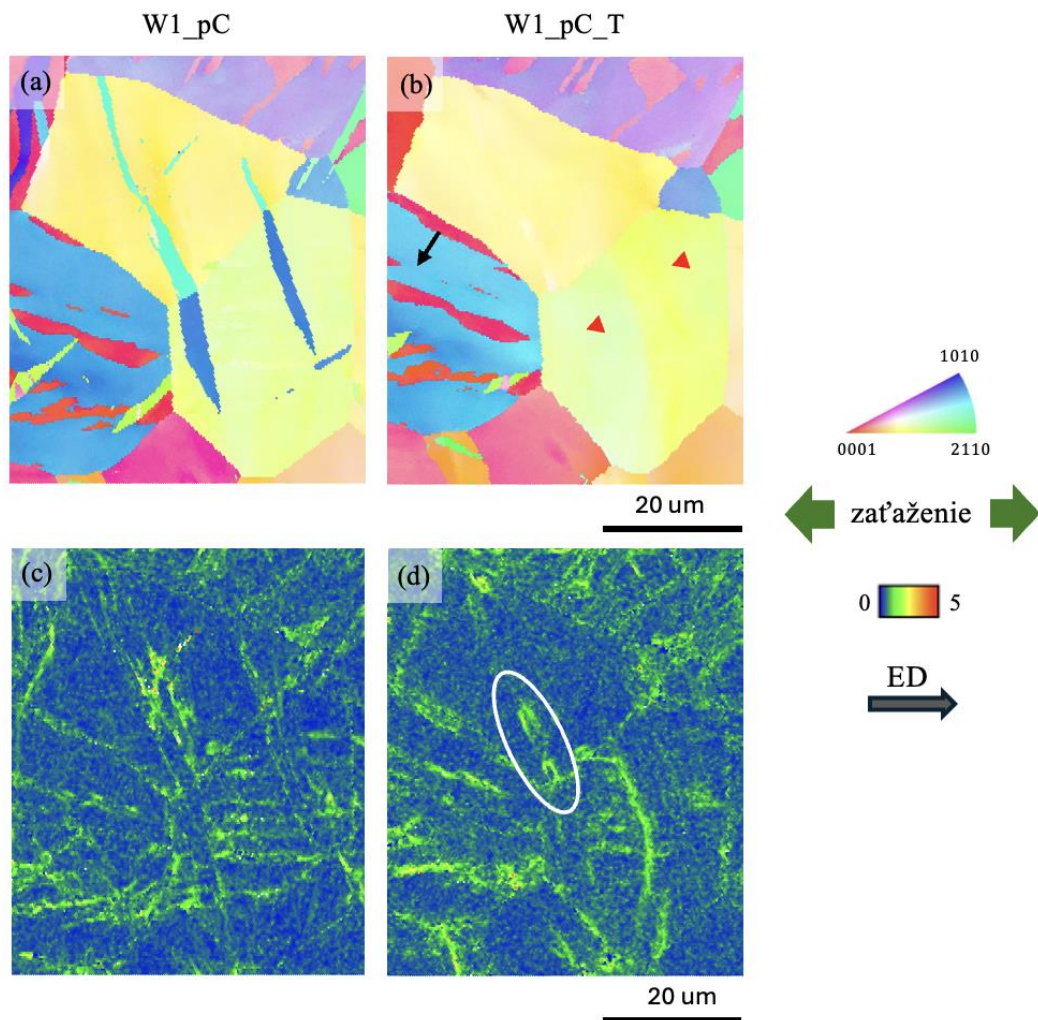
Obr. 24: Vybrané zrná zliatiny W4 v preddeformovanom stave (a, c, e) a po následnom namáhaní tlakom (b, d, f) znázornené pomocou orientačných (a, b) a KAM máp (c, d) a SEM-BSE snímok (e, f) (čierny trojuholník – stagnácia TB).

4.2.3. Zliatina W1 namáhaná ťahom

V nasledujúcej časti analýzy bola sledovaná mobilita TB pri následnom spätnom namáhaní ťahom zliatiny W1 preddeformovanej tlakom a s ohľadom na HT (W1_pC_T a W1_pC_HT_T). Pri spätnom namáhaní ťahom oproti vzorkám namáhaným tlakom, v ktorých bol pozorovaný viditeľný nárast dvojčiat, dochádza k stenčeniu, až úplnému zániku (kolapsu) existujúceho deformačného dvojčat'a. V [53, 54] bolo rovnako ukázané, že pri spätnom namáhaní ťahom môže v extrudovanej Mg zliatine dôjsť aj k nukleácii nových dvojčiat (Obr. 26 (b)), a to napriek nepriaznivej orientácii kryštálovej mriežky. Mobilita TB, realizovaná

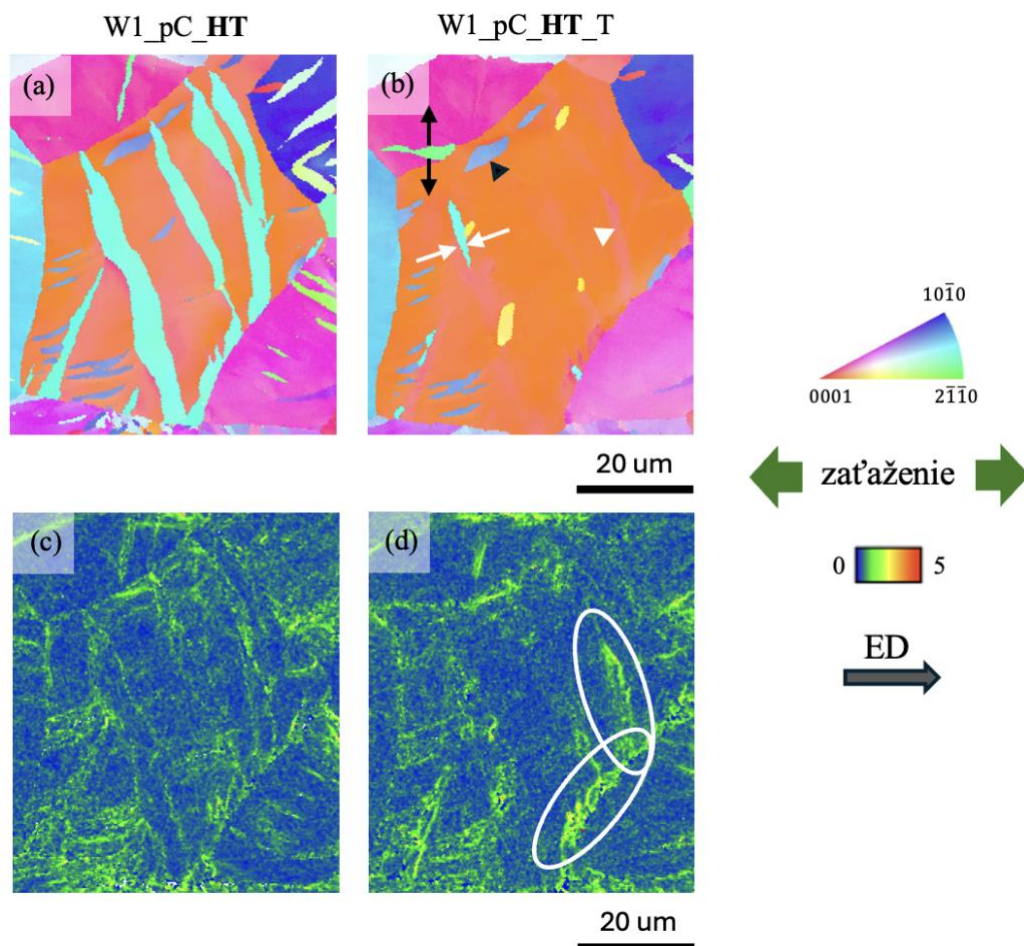
propagáciou vpred alebo vzad (v prípade hrubnutia alebo stenčovania) deformačného dvojčat'a, je pritom podľa [55] nezávislá na orientácii materského zrna.

Na Obr. 25 a 26 (c) je zároveň možné sledovať distribúciu napätia v rámci pozorovaných zrn, pričom vyššie koncentrácie možno opäť pozorovať na samotných hraniciach zrn a TB alebo miestach, kde TB boli. Následným namáhaním ťahom (Obr. 25 a 26 (d)) sú zhodne vo všetkých prípadoch viditeľné vyššie hodnoty KAM v oblastiach, v ktorých došlo ku kolapsu deformačných dvojčiat. Tento fakt bol rovnako zdôraznený v [56], kde bolo ukázané, že pri deformačných testoch v ťahu došlo v oblastiach, v ktorých dvojčatá zmizli (lokálne zdeformované oblasti) k nahromadeniu dislokácií, čomu odpovedali vyššie hodnoty na KAM mapách.



Obr. 25: Vybrané zrná zliatiny W1 v preddeformovanom stave (a, c) a po následnom namáhaní ťahom (b, d) znázornené pomocou orientačných (a, b) a KAM máp (c, d) (čierna šípka – smer pohybu TB v kladnom smere, červený trojuholník – zánik TB, biela elipsa – oblasť s vyššími hodnotami misorientácie v dôsledku zániku dvojčat'a).

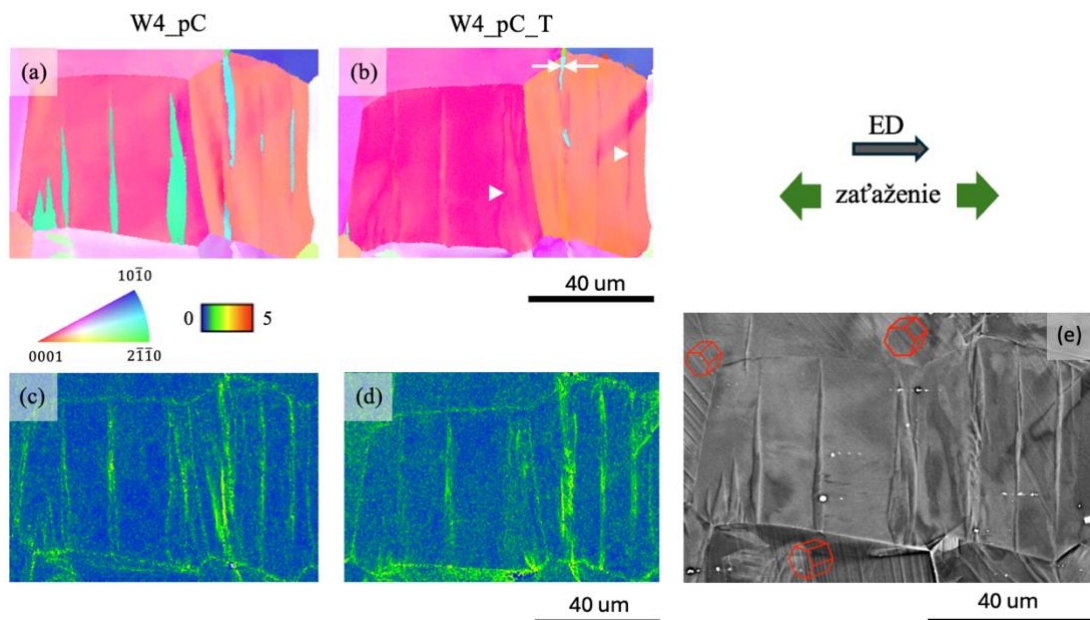
Porovnaním Obr. 25 a 26 možno sledovať aj vplyv HT na proces zániku dvojčiat. V prípade vzorky, kde HT použité nebolo (W1_pC_T, Obr. 25), je možné pozorovať (rovnako ako pri deformačných testoch v tlaku) vyššie KAM hodnoty a sledované deformačné dvojčá zmlzlo úplne. Dôležitú úlohu tentokrát zohralo spätné napätie (angl. back stress), ktoré sa formuje v tesnom okolí dvojčiat a pomáha ich stenčovaniu počas spätnej deformácie [57]. V prípade vzoriek po HT však vidíme, že dvojčatá po aplikácii spätného zaťaženia nezaničili úplne. HT teda opäť pomohlo uvoľniť napätie okolo dvojčiat vytvorených preddeformáciou. V [58] bolo tiež ukázané, že takéto uvoľnenie zároveň zvyšuje hodnotu CRSS potrebnú ku kolapsu dvojčat'a, čím sa aktivácia tohto procesu stáva náročnejšou.



Obr. 26: Vybrané zrná zliatiny W1 v preddeformovanom stave (a, c) a po následnom namáhaní ťahom (b, d) znázornené pomocou orientačných (a, b) a KAM máp (c, d) (čierna šípka – smer pohybu TB v kladnom smere, biela šípka – smer pohybu TB v zápornom smere, čierny trojuholník – stagnácia TB, biely trojuholník – zánik TB, biela elipsa – oblasť s vyššími hodnotami misorientácie v dôsledku zániku dvojčat'a).

4.2.4. Zliatina W4 namáhaná ťahom

V poslednej časti detailnej analýzy mobility TB boli sledované vzorky zliatiny W4 deformované ťahom, konkrétne W4_pC_T a W4_pC_HT_T. Zhodne k vzorkám zliatiny W1 možno pozorovať vplyv HT na napäťové polia v okolí deformačných dvojčiat a na mobilitu TB, na ktorú má HT aj v zliatine s vyšším obsahom Y rovnaký vplyv. Na Obr. 28 (b) je v porovnaní s Obr. 27 (b) viditeľne pozorovateľné stenčenie deformačných dvojčiat v dôsledku spätného namáhania ťahom, no nie ich úplný zánik, v dôsledku možno usúdiť, že HT výrazne sťažilo proces zániku deformačných dvojčiat v zliatine W4. Získané výsledky tak potvrdzujú predpoklad z [59], kde bolo navrhnuté, že pri dostatočne dlhom žíhaní môže dôjsť k stabilizácii (a ukotveniu) TB.

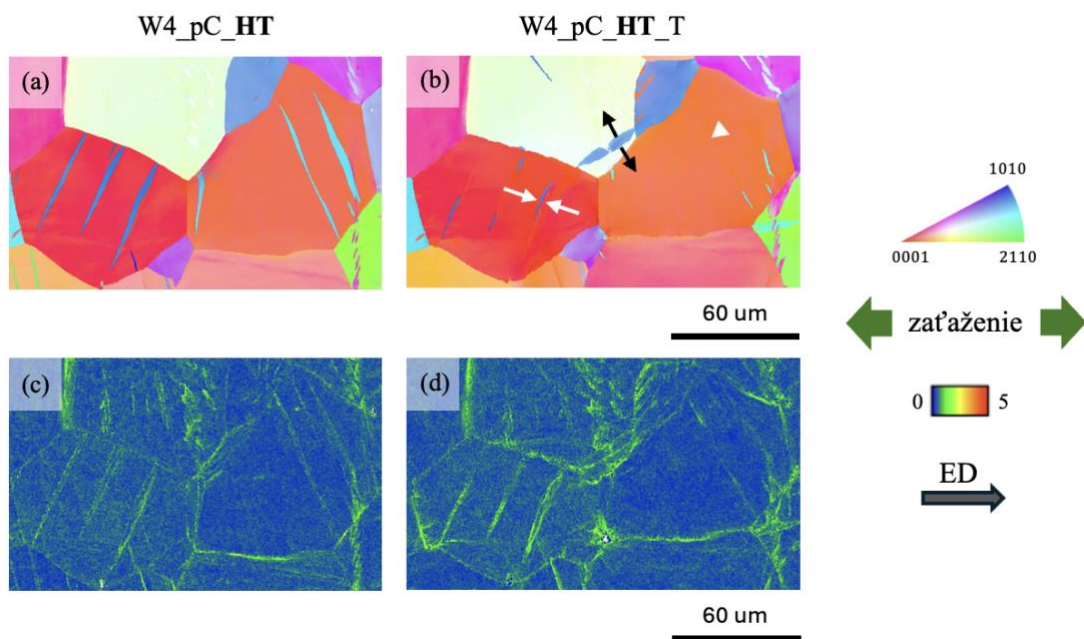


Obr. 27: Vybrané zrná zliatiny W4 v preddeformovanom stave (a, c) a po následnom namáhaní ťahom (b, d) znázornené pomocou orientačných (a, b) a KAM máp (c, d) (biela šípka – smer pohybu TB v zápornom smere, biely trojuholník – zánik TB); detailný pohľad (e) na bazálny sklz znázornený pomocou SEM-BSE snímok.

Na Obr. 27 (e) je tiež možné pozorovať, že v preddeformovanej zliatine sa pri následnom namáhaní ťahom prejavil okrem dvojčatenia aj iný typ deformačného mechanizmu, konkrétne bazálny sklz (vyznačený pomocou kryštálovej mriežky), a to v susedných zrnách obklopujúcich zrno, v ktorom dvojčatá zmizli. Preferovaná aktivácia dvojčatenia a bazálneho sklzu v preddeformovanej Mg zliatine bola

podrobnejšie rozobraná v [58], kde sa ukázalo, že proces kolapsu deformačných dvojčiat podporuje aktiváciu sklzových systémov, ktoré uchovávajú lokálne napätie.

Okrem HT má na mobilitu TB výrazný vplyv aj obsah prímiesových prvkov v zliatine. Pri porovnaní Obr. 26 a 28 (b) možno sledovať, že pri rovnakých podmienkach HT bola mobilita TB výrazne ovplyvnená množstvom Y v Mg zliatine, pričom práve v zliatine s vyšším obsahom Y bol proces zániku dvojčiat výrazne obmedzený. Mobilita TB bola pri spätnom namáhaní ťahom najvýraznejšie potlačená v prípade vyžihanej vzorky s vyšším obsahom Y (viditeľné pri porovnaní Obr. 25, 26, 27 a 28 (b)). Tento predpoklad bol potvrdený aj v [51], kde bolo na Mg zliatinách s rôznym obsahom zinku ukázané, že HT naozaj sťažuje proces miznutia deformačných dvojčiat, čo sa najjasnejšie prejavilo vo vzorkách s vyšším obsahom prímiesových prvkov. Tento fenomén bol rovnako pozorovaný aj v zliatinách Mg-Y, a to aj napriek odlišnej povahe prímiesového prvku (segregácia atómov na TB a jej následné ukotvenie výrazne závisí aj od veľkosti týchto atómov [60]).



Obr. 28: Vybrané zrná zliatiny W4 v preddeformovanom stave (a, c) a po následnom namáhaní ťahom (b, d) znázornené pomocou orientačných (a, b) a KAM máp (c, d) (čierna šípka – smer pohybu TB v kladnom smere, biela šípka – smer pohybu TB v zápornom smere, biely trojuholník – zánik TB).

Záver

Cieľom bakalárskej práce bolo okrem odhalenia mechanických vlastností zistiť súvislosť medzi koncentráciou lokálneho napätia a mobilitou dvojčatových hraníc v preddeformovaných zliatinách Mg-1Y (W1) a Mg-4Y (W4). Hlavné výsledky bakalárskej práce sú zhrnuté v nasledovných bodoch:

- Pôvodná mikroštruktúra zliatin W1 a W4 vykazuje homogénny charakter, pričom priemerná veľkosť zŕn je $(44 \pm 7) \mu\text{m}$ v prípade zliatiny W1 a $(73 \pm 13) \mu\text{m}$ v prípade zliatiny W4. V oboch zliatinách je prítomná bazálna textúra (bazálne roviny sú vo väčšine zŕn paralelné s ED), ktorá je výraznejšia v zliatine W1.
- Plastická deformácia ťahom je realizovaná prostredníctvom bazálnych a nebazálnych sklzových systémov, zatiaľ čo pri deformácii tlakom sa navyše zapája ďalší deformačný mechanizmus, dvojčatenie. V študovaných zliatinách sú prítomné predovšetkým deformačné dvojčatá typu $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$.
- Aktivita deformačných mechanizmov bola monitorovaná pomocou AE, kde v oboch zliatinách je pozorovaná maximálna odozva AE na medzi klzu. V prípade deformácie tlakom je pokles signálu za medzou klzu strmší v porovnaní s namáhaním ťahom, a to kvôli novo vzniknutým dvojčatovým hraniciam, ktoré tvoria prekážky pohybu dislokácií. Prítomnosť deformačných dvojčiat pri namáhaní tlakom má za následok asymetriu tlakových a ťahových napätí na medzi klzu pozorovanú v oboch zliatinách.
- Preddeformácia tlakom výrazne zvýšila koncentráciu lokálneho napätia v oboch zliatinách, pričom v zliatine s vyšším obsahom Y boli pozorované tenšie dvojčatá a bol stanovený nižší objemový podiel deformačných dvojčiat.
- Mobilita hraníc deformačných dvojčiat je ovplyvnená viacerými faktormi:
 - typ deformačného testu: v zliatinách deformovaných tlakom dochádza k hrubnutiu a v zliatinách deformovaných ťahom k stenčeniu (až úplnému zániku) deformačných dvojčiat;
 - množstvo Y prítomného v Mg zliatine, ktoré segreguje na dvojčatových hraniciach a bráni ich pohybu;
 - koncentrácia lokálneho napätia v okolí deformačných dvojčiat.

- Lokálne napätia vnesené preddeformáciou do oboch zliatin sú prevažne distribuované na dvojčatových hraniciach alebo vo vnútri dvojčiat. V prípade zliatiny W1 sú navyše pozorované siete s výrazne väčším napätím aj v pôvodnom zrne. V prípade zliatiny W4 je ale koncentrácia lokálneho napätia najvyššia na dvojčatových hraniciach, v dôsledku čoho je ich mobilita znížená podstatne viac ako v zliatine W1. K modifikácii lokálneho napätia je vhodné použiť tepelné spracovanie, ktoré v oboch zliatinách viedlo k jeho redukcii. Výraznejší účinok tepelného spracovania na zníženie mobility dvojčatových hraníc bol dosiahnutý v zliatine s vyšším obsahom Y.
- Dosiahnuté výsledky ukazujú, že najvhodnejšou kombináciou je zliatina W4 s využitím tepelného spracovania, ktorá zabezpečí nižšiu asymetriu napätí na medzi klzu, lepšie stabilizovanie dvojčatových hraníc a javí sa ako perspektívna možnosť pre zlepšovanie mechanických vlastností Mg zliatin.

Perspektíva do budúcnosti

Všetky zistenia v tejto práci napovedajú tomu, že mechanické vlastnosti Mg zliatin používaných v najrôznejších oblastiach sú výrazne ovplyvnené mechanizmom deformačného dvojčatenia. Tieto vlastnosti teda môžu byť kontrolované napr. ovplyvňovaním mobility dvojčatových hraníc, na ktorú okrem napätia a teploty vplýva množstvo ďalších faktorov vhodných k budúcemu výskumu. Na samotné dvojčatenie a mobilitu hraníc deformačných dvojčiat môžeme v budúcnosti nahliadnuť napr. prostredníctvom transmisnej elektrónovej mikroskopie či matematického modelovania, ktoré nám umožnia tieto mechanizmy skúmať na atomistickej úrovni. O procese odtrhávania dvojčatových hraníc zakotvených prímiesovými atómami (angl. unpinning) môže veľa napovedať aj odozva akustickej emisie, ktorej meranie vyžaduje ďalšie skúmanie a analýzu.

Zoznam použitej literatúry

- [1] M.K. Kulekci, Magnesium and its alloys applications in automotive industry, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 39 (2008) 851-965.
- [2] Y. Chen, Z. Xu, et al., Recent advances on the development of magnesium alloys for biodegradable implants, *Acta Biomaterialia* 10 (2014) 4561-4573.
- [3] A. Gao, Q. Li, X. Chen, et al., Twinning Behavior in Wrought Magnesium Alloys and its Connection with Texture, Precipitates and Mechanical Properties, *Transactions of the Indian Institute of Metals* 77 (2024) 17-31.
- [4] S. Jayasathyakawin, M. Ravichandran, N. Baskar, C. Anand Chairman, R. Balasundaram, Mechanical properties and applications of Magnesium alloy – Review, *Materials Today: Proceedings* 27 (2020) 909-913.
- [5] T. Sumitomo, C.H. Cáceres, M. Veidt, The elastic modulus of cast Mg–Al–Zn alloys, *Journal of Light Metals* 2 (2002) 49-56.
- [6] P. Hojnoš, Bachelor thesis: Study of deformation mechanisms in extruded magnesium alloys containing neodymium and yttrium, MFF UK, 2017.
- [7] P. Kratochvíl, P. Lukáč, B. Sprušil, Úvod do fyziky kovů I., Praha, 1984.
- [8] Z. Feng, Y. Zhang, J. Tang, et al., Large strain hardening of magnesium containing in situ nanoparticles, *Nanotechnology Reviews* 10 (2021) 1018-1030.
- [9] E.O. Hall. The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results, *Proceedings of the Physical Society* 64 (1951) 747-753.
- [10] R.W. Armstrong, 60 Years of Hall-Petch: Past to Present Nano-Scale Connections, *Materials Transactions* 55(1) (2014) 2-12.
- [11] J. Čapek, Dissertation thesis: Investigation of basic deformation mechanisms of magnesium alloys by means of advanced in-situ methods and theoretical modeling, MFF UK, 2017.
- [12] H. Fan, J. El-Awady, Molecular Dynamics Simulations of Orientation Effects During Tension, Compression, and Bending Deformations of Magnesium Nanocrystals, *Journal of Applied Mechanics* 82(10) (2015) 101006.
- [13] R. von Mises, Mechanik der plastischen Formänderung von Kristallen, *Z Angew Math Mech* 8 (1928) 161-185.
- [14] J.W. Christian, S. Mahajan, Deformation twinning, *Progress in Materials Science* 39 (1995) 1-157.

- [15] D. Drozdenko, J. Čapek, B. Clausen, A. Vinogradov, K. Máthis, Influence of the solute concentration on the anelasticity in Mg-Al alloys: A multiple-approach study, *Journal of Alloys and Compounds* 786 (2019) 779-790.
- [16] A. Vinogradov, E. Vasilev, et al., On the limits of acoustic emission detectability for twinning, *Materials Letters* 183 (2016) 417-419.
- [17] K. Máthis A. Farkas, M. Knappek, A. Ostapovets, D. Drozdenko, G. Farkas, G. Németh, P. Harcuba, The influence of gadolinium concentration on the twin propagation rate in magnesium alloys, *J Alloy Compd* 948 (2023) 169635.
- [18] F. Siska, D. Drozdenko, K. Mathis, J. Cizek, T. Guo, M. Barnett, Three-dimensional crystal plasticity and HR-EBSD analysis of the local stress-strain fields induced during twin propagation and thickening in magnesium alloys, *Journal of Magnesium and Alloys* 11 (2023) 657-670.
- [19] M.R. Barnett, Twinning and the ductility of magnesium alloys: Part I: “Tension” twins, *Materials Science and Engineering: A* 464 (2007) 1-7.
- [20] G.E. Dieter, *Mechanical metallurgy*, McGraw-Hill, New York, 1961.
- [21] J.F. Nie, Y. Zhu, J. Liu et al., Periodic segregation in fully coherent twin boundaries, *Science* 340 (2013) 957-960.
- [22] S.Y. Lee et al., Twinning-Detwinning Behaviour during Cyclic Deformation of Magnesium Alloy, *Metals* 5(2) (2015) 881-890.
- [23] D.D. Yin, C.J. Boehlert, L.J. Long, G.H. Huang, H. Zhou, J. Zheng, Q.D. Wang, Tension-compression asymmetry and the underlying slip/twinning activity in extruded Mg–Y sheets, *International Journal of Plasticity* 136 (2021) 102878.
- [24] A. Bonneau, J. Moreau, R. Hancock, K. Karklins, Archaeometrical analysis of glass beads: potential, limitations and results, *Journal of the Society of Bead Researchers* 26 (2014) 35-46.
- [25] Electron Backscatter diffraction, dostupné online: <https://www.ebsd.com/ebsd-explained/what-is-ebsd> (citované 21.4.2025).
- [26] C.R. Heiple, S.H. Carpenter, Acoustic emission produced by deformation of metals and alloys – A review: Part I, *J. Acoustic Emission* 6(3) (1977) 177-204.
- [27] J.P. Toronchuk, Acoustic emission of Zinc single crystals, *Materials Evaluation* 35(10) (1977) 51-53.
- [28] M. Ha, J.H. Kim, S. Kim, Crack detection in upsetting of aluminium alloy using acoustic emission monitoring technology, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 124(4) (2022) 2823-2834.

- [29] Y.J. Kim, J.U. Lee, et al., Microstructural evolution of pre-twinned Mg alloy with annealing temperature and underlying boundary migration mechanism, *Journal of Magnesium and Alloys* 11 (2023) 2953-2966.
- [30] J. Olejňák, Bachelor thesis: Influence of heat treatment on deformation behaviour of wrought Mg-Zn-based alloys, MFF UK, 2018.
- [31] F. Liu, H. Cui, C. Liu, X. Song, et al., Understanding the interaction of {10–12} twins and Mg₁₇Al₁₂ precipitates in magnesium alloys via high-resolution electron microscopy, *Journal of Materials Research and Technology* 27 (2023) 7129-7137.
- [32] Q. Zhu, Y. Li, Z. Ding, et al., Unveiling precipitation behavior in Mg-Y based alloys, *Materials & Design* 202 (2021) 109570.
- [33] P. Dobroň, F. Chmelík, S. Yi, K. Parfenenko, D. Letzig, J. Bohlen, Grain size effects on deformation twinning in an extruded magnesium alloy tested in compression, *Scripta Materialia* 65 (2011) 424-427.
- [34] C. Fressengeas, B. Beausir, C. Kerisit, A. Helbert, T. Baudin, et al., On the evaluation of dislocation densities in pure tantalum from EBSD orientation data, *Matériaux & Techniques* 106 (2018) 604.
- [35] T. Mayama, M. Noda, R. Chiba, M. Kuroda, Crystal plasticity analysis of texture development in magnesium alloy during extrusion, *International Journal of Plasticity* 27 (2011) 1916-1935.
- [36] J.F. Nie, K.S. Shin, Z.R. Zeng, Microstructure, Deformation and Property of Wrought Magnesium Alloys, *Metallurgical and Materials Transactions A* 51 (2020) 6045-6109.
- [37] J. Bohlen, G. Kurz, S. Yi, D. Letzig, 10 - Rolling of magnesium alloys, In *Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering* (2012) 346-375.
- [38] Y.Q. Chi, X.H. Zhou, X.G. Qiao, H.G. Brokmeier, M.Y. Zheng, Tension-compression asymmetry of extruded Mg-Gd-Y-Zr alloy with a bimodal microstructure studied by in-situ synchrotron diffraction, *Materials & Design* 170 (2019) 107705.
- [39] Y. Wang, Y. Zhang, et al., Tension-compression asymmetry and corresponding deformation mechanism in ZA21 magnesium bars with bimodal structure, *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials* 30 (2023) 92-103.
- [40] K. Máthis, P. Beran, J. Čapek, P. Lukáš, In-situ neutron diffraction and acoustic emission investigation of twinning activity in magnesium, *Journal of Physics: Conference Series* 340 (2012) 012096.

- [41] P. Dobroň, D. Drozdenko, et al., The slip activity during the transition from elastic to plastic tensile deformation of the Mg-Al-Mn sheet, *Journal of Magnesium and Alloys* 9 (2021) 1057-1067.
- [42] A. Vinogradov, D. Orlov, A. Danyuk, et al., Deformation mechanisms underlying tension–compression asymmetry in magnesium alloy ZK60 revealed by acoustic emission monitoring, *Materials Science and Engineering: A* 621 (2015) 243-251.
- [43] Luo, L., Li, W., Luo, M., et al., The Influence of Various Deformation Amounts on the Microstructure and Deformation Mechanism of Mg-Y-Nd-Gd-Zr Alloy under Dynamic Compression, *Journal of Materials Engineering and Performance* (2024), <https://doi.org/10.1007/s11665-024-10375-z>.
- [44] J. Wang, X. Wang, K. Yu, et al., Manipulating deformation mechanisms with Y alloying of Mg, *Materials Science and Engineering: A* 817 (2021) 141373.
- [45] M. Li, M. Meng, et al., A method to weaken the texture of magnesium alloys by preparing deformation twins with different orientations and subsequent annealing treatment, *Journal of Alloys and Compounds* 1010 (2025) 178302.
- [46] P. Dobroň, D. Drozdenko, J. Olejňák, et al., Compressive yield stress improvement using thermomechanical treatment of extruded Mg-Zn-Ca alloy, *Materials Science and Engineering: A* 730 (2018) 401-409.
- [47] Y.N. Wang, J.C. Huang, The role of twinning and untwinning in yielding behavior in hot-extruded Mg–Al–Zn alloy, *Acta Materialia* 55 (2007) 897-905.
- [48] D. Sarker, J. Friedman, D.L. Chen, Twin Growth and Texture Evolution in an Extruded AM30 Magnesium Alloy During Compression, *Journal of Materials Science & Technology* 30 (2014) 884-887.
- [49] D. Drozdenko, P. Dobroň, S. Yi, K. Horváth, D. Letzig, J. Bohlen, Mobility of pinned twin boundaries during mechanical loading of extruded binary Mg-1Zn alloy, *Materials Characterization* 139 (2018) 81-88.
- [50] Q. Li, Study of growth twins produced through heat treatment of fine-grained magnesium, *Materials Science and Engineering: A*, 841 (2022) 143047.
- [51] Y. Cui, Y. Li, Z. Wang, et al., Regulating twin boundary mobility by annealing in magnesium and its alloys, *International Journal of Plasticity* 99 (2017) 1-18.
- [52] L. Wang, Z. Huang, H. Wang, et al., Study of slip activity in a Mg-Y alloy by in situ high energy X-ray diffraction microscopy and elastic viscoplastic self-consistent modeling, *Acta Materialia* 155 (2018) 138-152.

- [53] Y. Xin, X. Zhou, H. Chen, et al., Annealing hardening in detwinning deformation of Mg–3Al–1Zn alloy, *Materials Science and Engineering: A* 594 (2014) 287-291.
- [54] D. Drozdenko, J. Bohlen, S. Yi, P. Minárik, F. Chmelík, P. Dobroň. Investigating a twinning–detwinning process in wrought Mg alloys by the acoustic emission technique, *Acta Mater* 110 (2016) 103-113.
- [55] D. Drozdenko, P. Dobroň, K. et al., Twinning-detwinning in Pre-Compressed and Thermally Treated ZX10 and ZN10 Alloys, *Materials* 13(24) (2020) 5605.
- [56] J. Singh, M. Kim, et al., Twinning-detwinning behavior of E-form Mg alloy sheets during in-plane reverse loading, *International Journal of Plasticity* 127 (2020) 102637.
- [57] K. Máthis, M. Knapek, F. Šiška, P. Harcuba, D. Ugi, P.D. Ispánovity, I. Groma, K.S. Shin, On the dynamics of twinning in magnesium micropillars, *Materials & Design* 203 (2021) 109563.
- [58] S.H. Park, J.H. Lee, et al., Enhancing the effect of texture control using {10–12} twins by retarding detwinning activity in rolled Mg–3Al–1Zn alloy, *Scripta Materialia* 69 (2013) 797-800.
- [59] Y. Cui, Y. Li, Z. Wang, et al., Regulating twin boundary mobility by annealing in magnesium and its alloys, *International Journal of Plasticity* 99 (2017) 1-18.
- [60] L. Li, W. Liu, F. Qi, et al., Effects of deformation twins on microstructure evolution, mechanical properties and corrosion behaviors in magnesium alloys - A review, *Journal of Magnesium and Alloys* 10 (2022) 2334-2353.

Zoznam použitých skratiek a symbolov

Mg (lat. magnesium) – horčík

Y (lat. yttrium) – ytrium

hcp (angl. hexagonal close-packed) – hexagonálny s najtesnejším usporiadaním

YS (angl. yield strength) – medza klzu

US (angl. ultimate strength) – medza pevnosti

ε_f – deformácia do lomu

CRSS (angl. critical resolved shear stress) – kritická hodnota šmykového napätia

TB (angl. twin boundary) – hranica dvojčat'a

GB (angl. grain boundaries) – hranice zrn

KAM – angl. kernel average misorientation

AE – akustická emisia

ED (angl. extrusion direction) – smer extrúzie

SEM – skenovacia elektrónová mikroskopia

BSE (angl. backscatter electrons) – spätne odrazené elektróny

SE (angl. secondary electrons) – sekundárne elektróny

EBSD (angl. electron backscatter diffraction) – difrakcia spätne odrazených elektrónov

C (angl. compression) – namáhanie tlakom

T (angl. tension) – namáhanie ťahom

pC (angl. pre-compression) – preddeformácia tlakom

HT (angl. heat treatment) – tepelné spracovanie

TVF (angl. twin volume fraction) – objemový podiel deformačných dvojčiat