

Univerzita Karlova v Praze  
Matematicko-fyzikální fakulta

## BAKALÁŘSKÁ PRÁCE



Jitka Vrátná

### **Strukturní stabilita jemnozrnných hořčíkových slitin připravených různými technologiemi**

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: Doc. RNDr. Miloš Janeček, CSc.

Studijní program: Obecná Fyzika

2008

Tímto chci poděkovat svému vedoucímu Doc. Janečkovi za pomoc při psaní této práce. Velký dík patří zejména paní Čepové za užitečné rady a mimořádnou pomoc při provádění mikrostrukturních pozorování a dr. Hájkovi za pomoc při měření elektrické rezistivity.

Prohlašuji, že jsem svou bakalářskou práci napsala samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů. Souhlasím se zapůjčováním práce a jejím zveřejňováním.

V Praze dne

Jitka Vrátná

# Obsah

<b>1 Úvod</b>	<b>5</b>
<b>2 Použitý materiál a jeho příprava</b>	<b>8</b>
2.1 Studovaná slitina . . . . .	8
2.2 Příprava materiálu . . . . .	9
2.2.1 Protlačování (extruze) . . . . .	9
2.2.2 Kruhové kování (RS) . . . . .	10
<b>3 Cíle práce a použité experimentální metody</b>	<b>11</b>
3.1 Cíle bakalářské práce . . . . .	11
3.2 Experimentální metody . . . . .	11
3.2.1 Optická mikroskopie . . . . .	11
3.2.2 Měření mikrotvrlosti . . . . .	12
3.2.3 Měření elektrického odporu . . . . .	12
<b>4 Výsledky měření a diskuse</b>	<b>14</b>
4.1 Výchozí stav . . . . .	14
4.1.1 Optická mikroskopie . . . . .	14
4.1.2 Mikrotvrlost . . . . .	17
4.2 Strukturní stabilita . . . . .	17
4.2.1 Vývoj mikrotvrlosti během izochronního žíhání . . . . .	17
4.2.2 Změny mikrotvrlosti během izotermického žíhání . . . . .	20
4.2.3 Optická mikroskopie vzorků při izochronním žíhání . . . . .	26
4.2.4 Optická mikroskopie vzorků při izotermickém žíhání . . . . .	26
4.3 Měření elektrického odporu . . . . .	27
<b>5 Závěr</b>	<b>31</b>
<b>6 Navazující experimenty</b>	<b>32</b>
<b>Literatura</b>	<b>33</b>
<b>Příloha</b>	<b>35</b>

Název práce: Strukturální stabilita jemnozrnných hořčíkových slitin připravených různými technologiemi

Autor: Jitka Vrátná

Katedra (ústav): Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: Doc. RNDr. Miloš Janeček, CSc.

E-mail vedoucího: Milos.Janecek@mff.cuni.cz

Abstrakt: V předložené práci je studován vývoj mikrostruktury a teplotní obory stability jemnozrnné hořčíkové slitiny AZ31 připravené dvěma různými technologiemi - přímým protlačováním (extruzí) a kruhovým kováním (RS). Experimentální studium probíhalo pomocí optické mikroskopie, měřením změn mikrotvrdosti a elektrického odporu. Mikrostrukturní pozorování a změny mikrotvrdosti prokázaly stabilitu jemnozrnné struktury přibližně do teplot 150 až 200 °C. Při vyšších teplotách dochází ke ztrátě stability a hrubnutí zrna. Avramiho analýza vývoje mikrotvrdosti během izotermického žíhání potvrdila, že k hrubnutí zrna dochází migrací vysokoúhlových hranic zrn. Změny elektrické rezistivity během lineárního ohřevu prokázaly rozpouštění precipitátů fáze  $MgZn_2$  při teplotách 220 až 250 °C a výrazné hrubnutí zrna při teplotách vyšších než 400 °C.

Klíčová slova: jemnozrnné hořčíkové slitiny, extruze, kruhové kování, strukturální stabilita, hrubnutí zrna

Title: Structure stability of fine-grained Mg-based alloys prepared by various processing routes

Author: Jitka Vrátná

Department: Název katedry či ústavu v angličtině

Supervisor: Doc. RNDr. Miloš Janeček, CSc.

Supervisor's e-mail address: Milos.Janecek@mff.cuni.cz

Abstract: In the present work the microstructure evolution and the structure stability of fine-grained magnesium alloy AZ31 prepared by two processing routes, namely the extrusion and the rotary swaging was studied by optical microscopy, Vickers microhardness and electrical resistivity. The results of optical microscopy and microhardness evolution proved the stability of the fine-grained structure up to 150–200 °C. At higher temperatures the loss of structure stability accompanied by significant grain coarsening was observed. Avrami's analysis of microhardness evolution during isothermal annealing confirmed that the grain coarsening was controlled by the high-angle grain boundary migration at high temperatures. Electrical resistivity changes due to linear heating revealed  $MgZn_2$  precipitates dissolution in the temperature range of 220–250 °C and grain coarsening at temperatures above 400 °C.

Keywords: fine-grained Mg-based alloys, extrusion, rotary swaging, structure stability, grain coarsening



# Kapitola 1

## Úvod

Při rozvoji technologických odvětví je kladen důraz na nové, lehké konstrukční materiály, od kterých se očekávají zlepšené mechanické vlastnosti, cenová výhodnost a zároveň šetrnost k životnímu prostředí. Jednou z možností je použití materiálu na bázi hořčíku. Tato myšlenka není nová. Stala se předmětem zájmu vědců, technologů a konstruktérů již před mnoha desetiletími.

První využití hořčíkových slitin (AS21) v automobilovém průmyslu (VW Beetle) se uskutečnilo ještě před druhou světovou válkou. Z důvodů neefektivnosti výroby vznikající litím do písku došlo brzy k jeho útlumu. K dalšímu rozvoji a masovému používání došlo počátkem 50. let s objevem tlakového lití. Vzhledem ke špatné korozní odolnosti a zvýšeným nákladům na její zlepšení i relativně vysokým výrobním nákladům se však v této době v automobilovém a leteckém průmyslu používaly výhradně slitiny hliníku.

Teprve v posledním desetiletí došlo k opětovnému rozvoji používání hořčíkových slitin. Důvodem se staly zejména zvýšené požadavky na ochranu životního prostředí a objevy nových technologií, které vedly ke zlepšení mechanických vlastností a korozní odolnosti některých hořčíkových slitin. Velkou předností těchto slitin je nízká hmotnost a dostatečná pevnost. Snižováním hmotnosti konstrukce dopravního prostředku dochází k úspoře pohonných hmot při zachování bezpečnostních požadavků. Hořčíkové slitiny mají navíc velmi dobré tlumící účinky, které se s výhodou využívají při pohlcování rázové energie v deformačních zónách automobilů. Další velkou výhodou je možnost získávání hořčíku z mořské vody. Z 1 m<sup>3</sup> lze totiž vyrobit více než 1 kg hořčíku při relativně nízké spotřebě energie. Podobně příznivá situace nastává i při recyklování hořčíku, při kterém se spotřebuje jen 5 % výrobní energie a nevznikají žádné škodlivé produkty.

Mechanické vlastnosti hořčíku jsou určeny jeho hexagonální strukturou. Podle von Misesova kritéria [1] je třeba ke kompaktní plastické deformaci 5 nezávislých skluzových systémů. U hexagonálních materiálů probíhá skluz za nízkých teplot v bazální rovině, kde jsou k dispozici pouze dva nezávislé krystalografické směry. K plastické deformaci za pokojové teploty je tedy třeba další mechanismus - dvojčatění [2]. Za nízkých teplot se u hořčíku a jeho litin dosahuje jen velmi nízké tvárnosti. Za vyšších teplot se aktivují nebazální skluzové systémy - prizmatický [3] a pyramidální [4, 5], což vede sice k vyšší tvárnosti bohužel na úkor značného poklesu pevnosti.

Zvýšení pevnosti lze u polykrystalických materiálů dosáhnout zmenšováním velikosti zrna. Podle známého Hallova–Petchova vztahu je velikost deformačního napětí  $\sigma$

nepřímo úměrná velikosti zrna  $d$ :

$$\sigma_0 = K_0 + K_1 d^{1/2}, \quad (1.1)$$

kde  $K_0$  a  $K_1$  jsou konstanty [6, 7]. V posledním desetiletí výrazně vzrostl zájem o výzkum materiálů s ultrajemným zrnem (UJZ). Příčinou tohoto zájmu je unikátní mikrostruktura a vynikající mechanické vlastnosti, které nabízejí četná praktická uplatnění těchto materiálů. Pevnost UJZ materiálů je velmi často 2-3krát vyšší než pevnost materiálů s velkým zrnem ( $d > 50\mu\text{m}$ ) a současně se zachovává jejich dobrá obrobiteľnosť. Bylo vyvinuto mnoho technologií přípravy UJZ materiálů. Mezi neznámější patří metoda equal channel angular pressing (ECAP) [8], torze za vysokého tlaku (high pressure torsion - HPT) [9], akumulativní spojování válcováním (accumulative roll-bonding - ARB) [10], kondenzace v inertním plynu [11], vysokoenergetické mletí kuličkovým mlýnem [12] a řada dalších.

Metodami ECAP a HPT je možné vyrobit pouze vzorky malých objemů, což je pro průmysl málo použitelné. V současné době nacházejí takto připravené materiály uplatnění zejména při výrobě miniaturních součástek. Naopak protlačováním (extruzí) a tvářením kruhovým kovááním, v anglo-saské literatuře označované jako rotary swaging (RS), lze vyrábět jemnozrnné bulk materiály, které mají v průmyslu daleko větší uplatnění. Technologie kruhového kováání byla původně používána na redukci průřezu ocelových a hliníkových tyčí v řadě průmyslových aplikací [13]. V nedávné době se ukázalo, že touto metodou lze tvářet hořčík a jeho slitiny mnohem účinněji než klasickým tlakovým litím a přímým protlačováním [14]. Hlavním důvodem je skutečnost, že při kruhovém kováání se používá nižší teplota a vyšší rychlost tváření než při klasickém protlačování (extruzi) [15, 16]. Optimalizací podmínek lze kruhovým kovááním získat mnohem jemnější mikrostrukturu než přímým nebo nepřímým protlačováním [17].

Jak již bylo uvedeno patří hořčíkové slitiny mezi nejlehčí konstrukční materiály. Vzhledem k jejich vysokému poměru pevnosti k hmotnosti jsou velmi žádané pro řadu konstrukčních prvků v automobilovém a leteckém průmyslu. Většímu průmyslovému použití hořčíkových slitin brání problémy s tvárností, korozní a creepovou odolností. Výzkumní a vědeckí pracovníci vyvíjejí značné úsilí při vývoji nových hořčíkových slitin a optimalizaci technologických postupů jejich výroby s cílem získat kvalitnější výrobky, které by mohly konkurovat jiným konstrukčním materiálům v leteckém a automobilovém průmyslu. Mezi nejpopulárnější a nejvíce používané patří slitiny řady AZ a AM, ve kterých jsou nejvýznamnějšími přísadami hliník (A), zinek (Z) a mangan (M). U těchto slitin se pozoruje výborná kombinace mechanické pevnosti, obrobiteľnosti a tvárnosti. Typické použití slitin AM jsou rámy sedadel, přístrojové desky a kola. U slitiny AM20 (obsahující 2 hm. % Al a 0,6 % Mn) byla zjištěna vynikající kombinace pevnosti a tvárnosti, což ji předurčuje pro výrobu bezpečnostních prvků v automobilech. Mezi hlavní oblastí použitelnosti slitin AZ patří automobilový a elektrotechnický průmysl, např. nejrůznější kryty a mateřské desky pro počítače. Jejich využití je však bohužel stále omezené, vzhledem k jejich špatné tvaritelnosti a rychlé degradaci mechanických vlastností při vyšších teplotách ( $T > 150\text{ }^\circ\text{C}$ ). Významným aspektem ovlivňujícím degradaci mechanických vlastností je stabilita struktury. Mechanismy ztráty stability v hořčíkových slitinách nebyly dosud systematicky studovány. Porozumění těmto mechanismům může významným způsobem rozšířit možnosti aplikací těchto materiálů. Otázky stability struktury jsou zvláště významné u jemnozrnných materiálů, jejichž

využití v oboru vyšších teplot je vázáno právě na udržení jemnozrného charakteru mikrostruktury.

V průběhu deformace materiálu vznikají mřížkové poruchy, zejména dislokace. Z energetického hlediska je ukládání mřížkových poruch v materiálu spojeno s růstem jeho vnitřní energie. Tuto změnu vnitřní energie nazýváme uloženou deformační energií  $U_s$ . Uvolňuje se během žíhání a je hybnou silou mechanismů odpevnění a mikrostrukturních změn, které probíhají v materiálu v průběhu žíhání (např. migrace hranic zrn, zotavování dislokační struktury příp. rekrytalizace). Při plastické deformaci je  $U_s$  ovlivněna především hustotou dislokací a jejich uspořádáním. Příspěvek elastické deformace k  $U_s$  činí maximálně 10% [18].

Při deformaci polykrystalického materiálu jednoosým tahem se vykoná deformační práce  $W_D$ , kterou lze vyjádřit vztahem

$$\int_0^\epsilon \sigma d\epsilon, \quad (1.2)$$

kde  $\epsilon$  je deformace a  $\sigma$  napětí. Uložená deformační energie je úměrná deformační práci  $W_D$  a obvykle nepřesahuje 20%  $W_D$ . Čím jednodušší způsob deformace je použit, tím nižší je  $U_s$  [19].

Uložená deformační energie je ovlivňována podmínkami deformace podobně jako deformační napětí, tzn. že  $U_s$  roste s rostoucí rychlostí deformace  $\dot{\epsilon}$ , se zvyšující se deformací  $\epsilon$  a s klesající teplotou deformace  $T_D$ .

# Kapitola 2

## Použitý materiál a jeho příprava

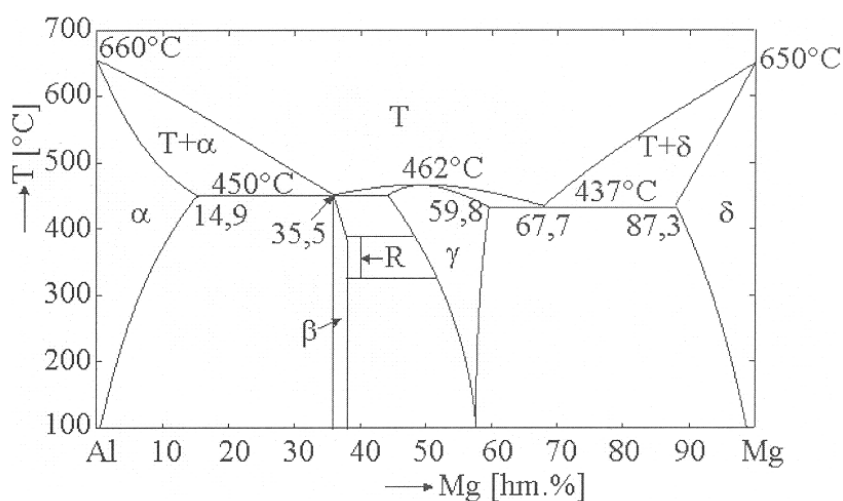
### 2.1 Studovaná slitina

Pro studium byla použita komerční hořčíková slitina AZ31, jejíž složení je uvedeno v tabulce 2.1.

Prvek	Al	Zn	Mn	Mg
Obsah [hm. %]	3	0,8	0,2	96

Tabulka 2.1: Chemické složení AZ31

Rovnovážný fázový diagram binárního systému AlMg je uveden na obrázku 2.1 [20]. Z hlediska slitiny AZ31 je zajímavá ta část, která odpovídá vysokému obsahu Mg. Fáze  $\delta$  je substituční tuhý roztok hliníku v hořčíku. Fáze  $\gamma$  odpovídá rovnovážné fázi  $Mg_{17}Al_{12}$ . Oblast fázového diagramu  $\gamma + \delta$  představuje mechanickou směs fází  $\gamma$  a  $\delta$ .



Obrázek 2.1: Fázový diagram AlMg

V této práci byly experimentálně studovány materiály připravené intenzivní plastickou deformací (tvářením za tepla) metodou příčné extruze a následným termomechanickým zpracováním kruhovým kování. Použité mají označení:

- EX - materiál připravený protlačováním (extruzí)
- SW1, SW2 - extrudovaný materiál s následným zpracováním kruhovým kování (RS) s různým stupněm redukce průřezu

## 2.2 Příprava materiálu

### 2.2.1 Protlačování (extruze)

Extruze materiálu proběhla na TU Clausthal v Německu pomocí horizontálního tlakového lisu o kapacitě 630 t (viz obrázek 2.2). Protlačovací formou s parametry 70 mm (počáteční průměr) a 15 mm (koncový průměr) došlo k redukci průměru, kterou charakterizujeme parametrem

$$ER = \frac{A_0}{A}, \quad (2.1)$$

kde  $A$  resp.  $A_0$  jsou koncová resp. počáteční plocha průřezu protlačovaného materiálu. V případě použitého materiálu má parametr  $ER$  hodnotu přibližně 22. Protlačování probíhalo při teplotě 350 °C.



Obrázek 2.2: Horizontální protlačovací lis

### 2.2.2 Kruhové kování (RS)

Princip metody RS je znázorněn na obrázku 2.3. Materiál tyčového tvaru je danou rychlostí zasouván do zařízení, jež obsahuje čelisti (kladiva), které se otáčejí konstantní rychlostí. Během otáčení se střídavě otevírají a zavírají, a tím simulují proces kování. Kruhové kování probíhalo při teplotě 250 °C rovněž na TU Clausthal v Německu. Velikost čelistí, které určují průměr vykované tyče, je nastavitelná. Vzorek označený SW1 byl z původního průměru 15 mm vykován na 11 mm, vzorek SW2 na 7 mm.



Obrázek 2.3: Schéma zařízení na kruhové kování

# Kapitola 3

## Cíle práce a použité experimentální metody

### 3.1 Cíle bakalářské práce

V bakalářské práci jsem se zaměřila na dvě oblasti:

- charakteristiku struktury materiálu připraveného intenzivním tvářením,
- studium teplotních oborů stability jemnozrné struktury,
- studium mechanismů mikrostrukturních změn při ztrátě stability.

### 3.2 Experimentální metody

#### 3.2.1 Optická mikroskopie

Pro studium materiálů optickým mikroskopem je nutné vzorek upravit tak, aby měl hladký povrch bez nečistot a škrábanců. Pro lepší manipulaci je vhodné nařezané vzorky zafixovat. Pro pozorování v optickém mikroskopu byl k fixaci použit polyetylen. Zafixované vzorky prošly třemi úpravami - mechanickým broušením, leštěním a leptáním.

Mechanické broušení probíhalo za mokra na brusných papírech různé drsnosti. Mechanickým broušením byly odstraněny největší nerovnosti povrchu. V dalším kroku byly vzorky leštěny na leštících kotoučích  $3\ \mu\text{m}$  a  $1\ \mu\text{m}$ . Tím se dosáhlo zrcadlového lesku povrchu, který byl takto připraven pro chemické leptání. Leptání proběhlo krátkou aplikací zředěného roztoku kyseliny pikrové a následných rychlým oplachem alkoholem. Délku chemického leptání je třeba vhodně optimalizovat, aby se dosáhlo maximálního zviditelnění hranic zrn bez artefaktů přeleptáním.

Měření průměrné velikosti zrn bylo provedeno průsečíkovou metodou. Na zkalibrované fotografii byly programem NIS-Elements AR vygenerovány úsečky, na kterých se ručně zaznamenávaly průsečíky úseček s hranicemi zrn. Program z těchto údajů spočítá průměrný rozměr zrn ve směru rovnoběžném s přímkami. Tento postup se zopakuje i po otočení fotografie o  $90^\circ$ . Výslednou průměrnou velikost zrna dostaneme zprůměrováním těchto dvou hodnot.

### 3.2.2 Měření mikrotvrlosti

Mikrotvrdot vzorků byla měřena pomocí automatického mikrotvrdoměru Leco M-400-A. Vlastní měření probíhá tak, že se na mikrotvrdoměru zvolí zatížení hrotu, který je následně vtlačen do rovného povrchu vzorku. Hrot je tvořen diamantem ve tvaru pyramidy se čtvercovou podstavou a s úhlem  $136^\circ$  mezi protějšími stěnami. Po odtížení hrotu zůstane na povrchu vzorku vpich, jehož okraje se manuálně označí v programu Lucia Hardness, který automaticky spočte plochu vpichu  $A$  pomocí vztahu [21]

$$A = \frac{d^2}{2\sin(136/2)}, \quad (3.1)$$

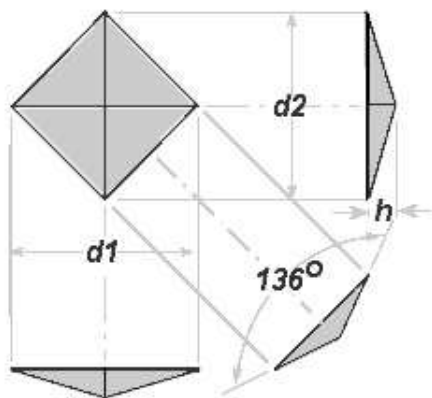
který můžeme přibližně aproximovat vztahem

$$A \approx \frac{d^2}{1,854}, \quad (3.2)$$

kde  $d$  je průměrná délka úhlopříček vytačených vpichů na povrchu vzorků ( $d = \frac{1}{2}(d_1 + d_2)$ ) – viz obrázek 3.1). Mikrotvrdot (tzv. Vickers Pyramid Number (HV)) stanovíme jako poměr síly  $F$ , kterou hrot tlačí na povrch vzorku, a plochy vpichu  $A$ .

$$HV = \frac{F}{A} \approx \frac{1,854F}{d^2} \quad (3.3)$$

Velikost HV se obvykle udává v jednotkách MPa. Při měření mikrotvrlosti byla použita síla 100 g.



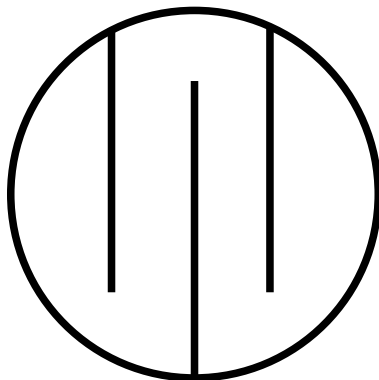
Obrázek 3.1: Hrot mikrotvrdoměru

### 3.2.3 Měření elektrického odporu

Odpor vzorků byl měřen tzv. čtyřbodovou metodou. Měření spočívá v tom, že dvěma krajními kontakty je přiváděn do vzorku proud z vnějšího zdroje stejnosměrného proudu a na vnitřních kontaktech je připojen vhodný voltmetr, kterým se měří rozdíl potenciálů. Odpor závisí na tvaru, tloušťce a teplotě vzorku.



Vzorky byly pro měření nařezány na tenké plátky a na protilehlých stranách byly vytvořeny zářezy, které délku vodiče maximálně prodloužily (viz obrázek 3.2). Tímto uspořádáním bylo dosaženo maximálního odporu vzorku, tedy i maximálního poměru signál/šum, za oprávněného předpokladu, že šum nezávisí na velikosti odporu.



Obrázek 3.2: Schéma vzorku SW2 na měření rezistivity čtyřbodovou metodou

Před vlastním měřením byly na vzorky nabodovány kontakty s přívodními vodiči. Byly použity hliníkové vodiče, mikrobodovačka značky Tesla a ochranná atmosféra argonu, aby při bodování nedošlo ke vzplanutí materiálu. U vzorků EX a SW1 bylo z technických důvodů použito podélných řezů (obrázek 3.3), u vzorku SW2 byl použit příčný řez (obrázek 3.2).



Obrázek 3.3: Vzorek EX připravený na měření rezistivity čtyřbodovou metodou

Nabodované vzorky byly umístěny do unikátní měřicí aparatury sestavené na MFF, kde byl v ochranné atmosféře argonu měřen odpor vzorků metodou in-situ při lineárním ohřevu. Ohřev probíhal rychlostí 2 °C za minutu v intervalu teplot od pokojové teploty do 450 °C.

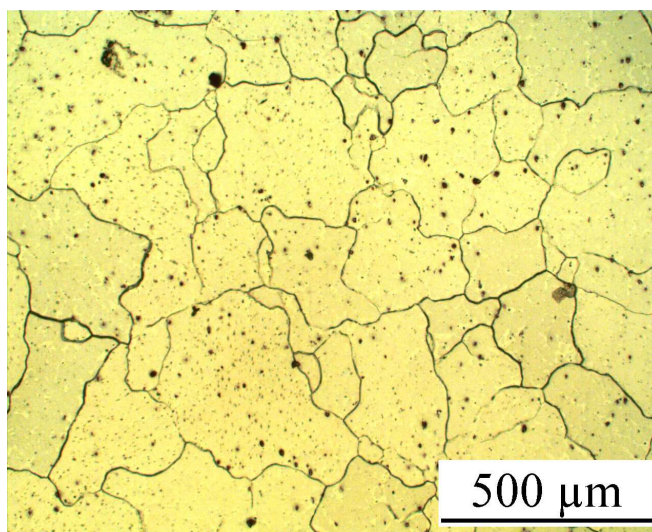
# Kapitola 4

## Výsledky měření a diskuse

### 4.1 Výchozí stav

#### 4.1.1 Optická mikroskopie

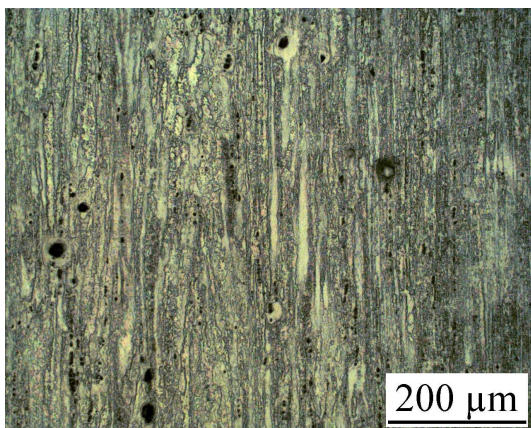
Mikrostruktura vzorku ze slitiny AZ31 v litém stavu je tvořena polyedrickými zrny přesyceného tuhého roztoku hliníku, zinku a ostatních přísadových prvků v hořčíku. Na metalografickém výbrusu na obrázku 4.1 můžeme pozorovat další, blíže neanalyzované fáze resp. dutiny, které vznikly při lití resp. při ochlazování z lící teploty (útvary v levém horním okraji obrázku). Průměrná velikost zrna je asi  $130\ \mu\text{m}$ .



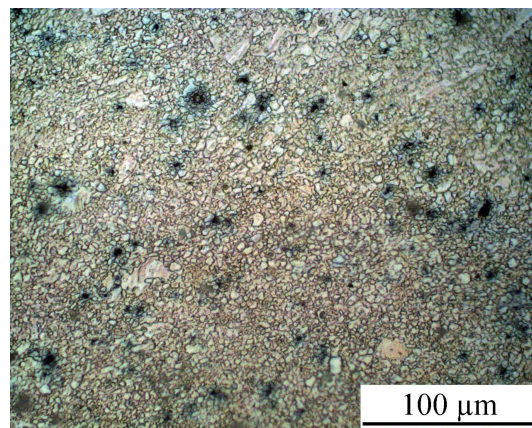
Obrázek 4.1: AZ31–litý stav

Mapy zobrazující větší části plochy příčných řezů jednotlivých vzorků jsou vyobrazeny v příloze na straně 1. V levé části fotografie je vždy okraj tyče, v pravé části střed tyče.

Na horním obrázku (EX), který představuje výchozí stav po extruzi, vidíme, že zrna v okrajové části tyče jsou podstatně menší než zrna ve středové části. Tato nehomogenita struktury je způsobena tím, že při výstupu tyče z extrudéru docházelo



Obrázek 4.2: Podélný řez vzorkem EX



Obrázek 4.3: Příčný řez vzorkem EX

k pomalejšímu chladnutí centrálních částí tyče. Díky zvýšené teplotě nastalo v těchto částech zhrubnutí zrna (sekundární rekrystalizace) [22].

U kovaných vzorků došlo k dodatečnému protváření pouze povrchových částí tyče. Tím se vytvořily nehomogenity v rozložení uložené deformační energie, která se projevila nehomogenním hrubnutím zrna od povrchu ke středu tyče. U vzorku SW1, ve kterém je díky menší redukci průřezu množství uložené deformační energie menší, probíhá proces hrubnutí pomaleji. Na snímku s malým rozlišením (příloha 1, obrázek SW1) je tento jev téměř nerozlišitelný. Nicméně levý dolní okraj obrázku SW1 dokazuje, že zrna v povrchové části tyče jsou větší než zrna v centrální části.

Naopak u vzorku SW2 (dolní snímek v příloze 1) je jasně patrné hrubší zrna v povrchových oblastech (levá část snímku), neboť množství uložené deformační energie a tedy i hybná síla k hrubnutí zrna je ve vzorku SW2 mnohem vyšší. V dalším textu popíšeme rozdíly mikrostruktury v podélném a příčném směru u všech tří vzorků.

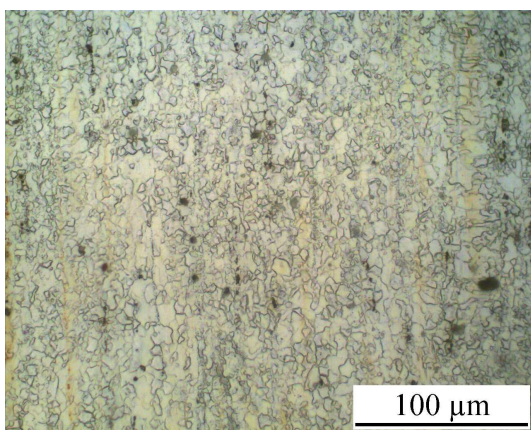
U extrudovaného materiálu došlo k výraznému zjemnění mikrostruktury. Zrna jsou výrazně protažená ve směru protlačování (viz obrázek 4.2), průměrný rozměr zrn kolmo na směr extruze je  $2,6 \mu\text{m}$ , velikost zrn v podélném směru lze obtížně stanovit. Na obrázcích 4.2 a 4.3 můžeme opět vidět blíže neanalyzované fáze, které mají oproti výchozímu stavu menší velikost. Protlačování způsobilo rozdrobení těchto fází a jejich rozložení resp. protažení ve směru osy extruze.

Kováním došlo k výraznému zhomogenizování mikrostruktury. Na snímcích 4.4 (podélný směr) a 4.5 (příčný směr, střed vzorku) vidíme téměř rovnoosá polyedrická zrna přibližně stejné velikosti. Průměrná velikost zrna v příčném směru ve střední části vzorku SW1 byla  $2,8 \mu\text{m}$ .

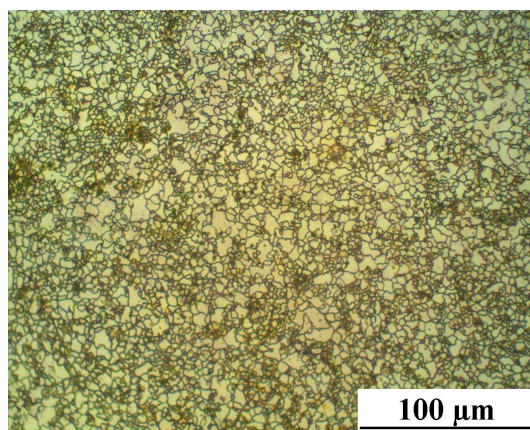
Podobnou situaci pozorujeme u kovaného vzorku SW2. Na snímcích 4.6 (podélný směr) a 4.7 (příčný směr – střed vzorku) pozorujeme rovněž homogenní strukturu bez výrazných rozdílů. Průměrná velikost zrn v příčném směru ve střední části činila asi  $1,6 \mu\text{m}$ .

Na snímcích 4.8 a 4.9 jsou zobrazeny oblasti v blízkosti okraje vzorku. Na obou snímcích vidíme detail přechodové oblasti mezi hrubšími zrny u kraje vzorku a jemnějšími zrny směrem ke středu vzorku, která je patrná na přehledové mapě v příloze 1 (dolní snímek – SW2). Nejhrubší zrna v okrajové části mají velikost 20 až  $30 \mu\text{m}$  v obou směrech.

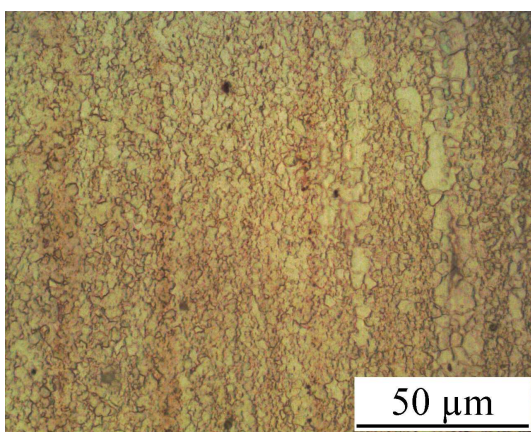




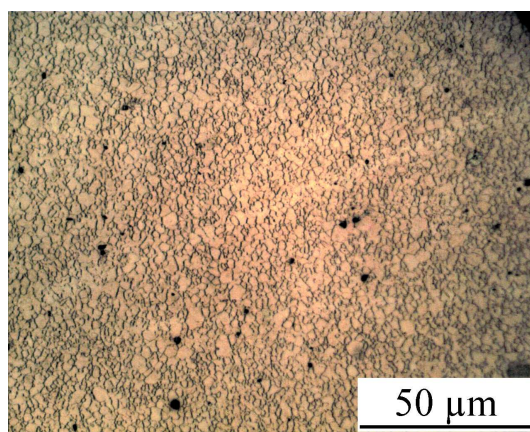
Obrázek 4.4: Podélný řez vzorkem SW1



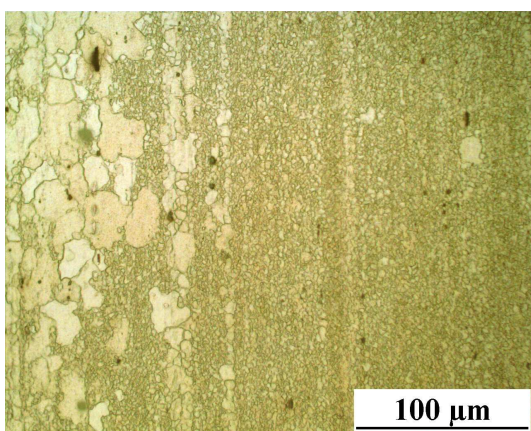
Obrázek 4.5: Příčný řez vzorkem SW1



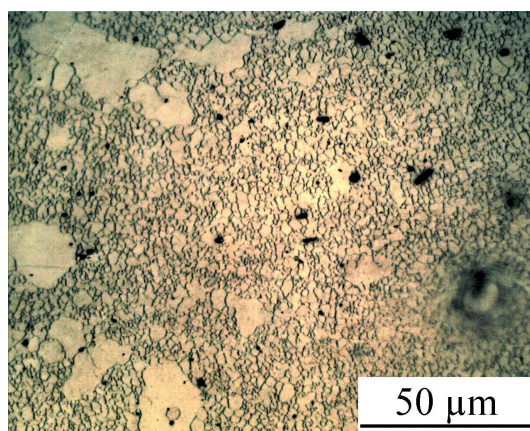
Obrázek 4.6: Podélný řez vzorkem SW2, střed tyče



Obrázek 4.7: Příčný řez vzorkem SW2, střed tyče



Obrázek 4.8: Podélný řez vzorkem SW2, okraj tyče



Obrázek 4.9: Příčný řez vzorkem SW2, okraj tyče

## 4.1.2 Mikrotvrдость

Na každém vzorku bylo provedeno minimálně 10 vpichů, z jejichž parametrů program Lucia Hardness spočítal mikrotvrдость materiálu. Vpichy byly umístovány vždy od kraje tyče k jejímu středu (po krocích přibližně 0,5 mm), aby byl prozkoumán celý průřez tyče a získána orientační průměrná hodnota. V tabulce 4.1 jsou uvedeny spočítané hodnoty pro příčné i podélné řezy vzorků EX, SW1 a SW2. Vzhledem k nehomogenitě struktury vzorků ve výchozím stavu má toto měření jen orientační charakter.

	HV [MPa]
EX (podélný řez)	68,4 ± 1,6
EX (příčný řez)	71,3 ± 1,6
SW1 (podélný řez)	71,0 ± 1,3
SW1 (příčný řez)	71,3 ± 1,4
SW2 (podélný řez)	73,1 ± 3,1
SW2 (příčný řez)	72,1 ± 3,5

Tabulka 4.1: Naměřená mikrotvrдость vzorků ve výchozím stavu

## 4.2 Strukturální stabilita

Hlavním cílem práce bylo studovat stabilitu jemnozrnné struktury, která byla získána intenzivním tvářením (extruzí resp. kruhovým kováním). Ztráta stability se projevuje hrubnutím zrna, čemuž dle Hallova–Petchova vztahu (1.1) odpovídá pokles mikrotvrlosti. Průběh mikrotvrlosti tedy reflektuje příslušné změny v mikrostruktuře.

Strukturální stabilita byla sledována dvojím způsobem:

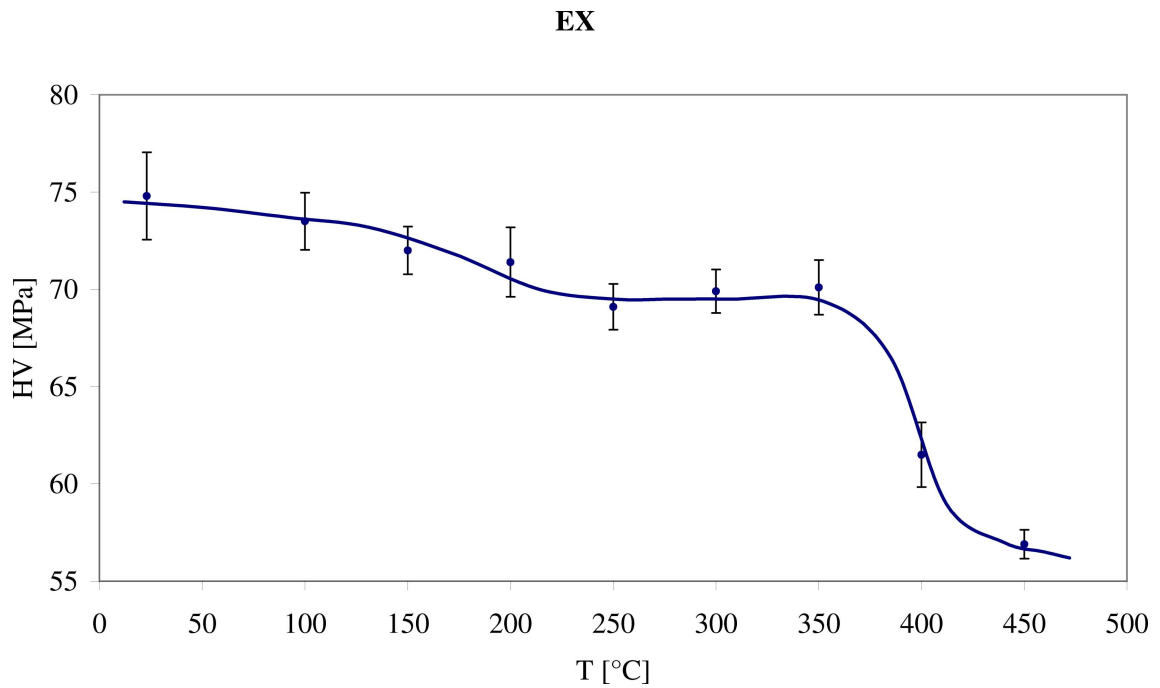
- izochronním žíháním, tj. žíháním konstantní dobu při různých teplotách,
- izotermickým žíháním, tj. žíháním při konstantní teplotě různou dobu.

### 4.2.1 Vývoj mikrotvrlosti během izochronního žíhání

Izochronní žíhání probíhalo po dobu 30 minut od pokojové teploty do 450 °C s krokem 50 °C. Během experimentu byly vzorky umístěny do pece předehřáté na danou teplotu  $T$ , ve které byla ochranná atmosféra argonu, aby se zabránilo nadměrné oxidaci materiálu. Po uplynutí 30 minut byly vzorky vyjmuty z pece, vyleštěn jejich povrch a provedeno měření mikrotvrlosti. Poté byly vzorky vloženy zpět do pece vyhřáté na teplotu dalšího měření. Takto se celý proces opakoval až do 450 °C. Vývoj mikrotvrlosti během izochronního žíhání jednotlivých vzorků vidíme v grafech na obrázcích 4.10, 4.11, 4.12 a 4.13.

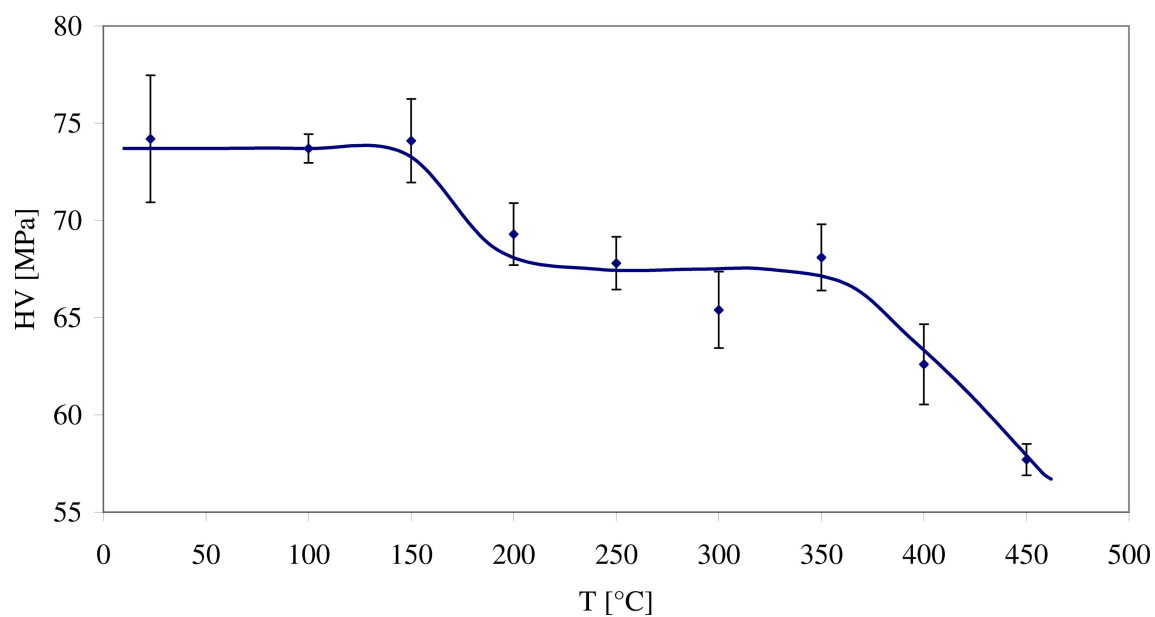
U vzorku EX je příslušná křivka dvoustádiová. Během žíhání do teploty 200 °C mikrotvrдость monotónně klesá, v intervalu 200 až 350 °C je mikrotvrдость konstantní a od teploty 350 °C opět monotónně klesá (obrázek 4.10). U vzorku SW1 je průběh

také dvoustádiový. V teplotních oborech 150 až 200 °C a 350 až 450 °C mikrotvrdość klesá, zatímco při nízkých teplotách do 150 °C a v intervalu 200 až 350 °C zůstává mikrotvrdość konstantní (obrázek 4.11). Naproti tomu u vzorku SW2 je průběh pouze jednostádiový. Do teploty 150 °C je mikrotvrdość konstantní, při zvyšování teploty nad 150 °C mikrotvrdość monotónně klesá v celém měřeném teplotním oboru (obrázek 4.12).



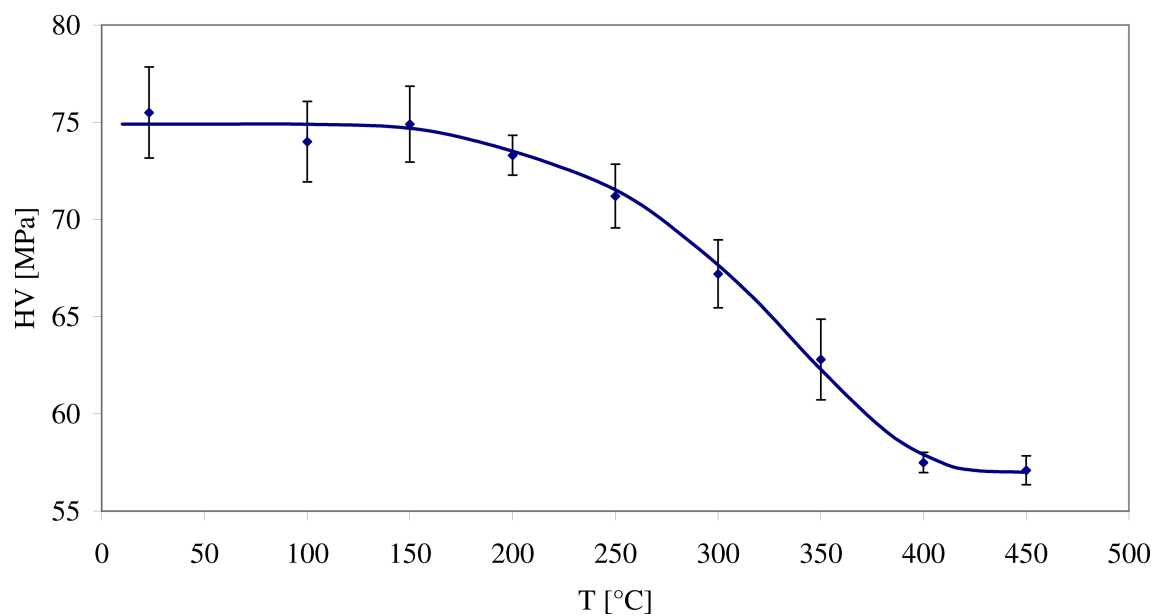
Obrázek 4.10: Graf závislosti mikrotvrdości vzorku EX na teplotě při izochronním žíhání

SW1

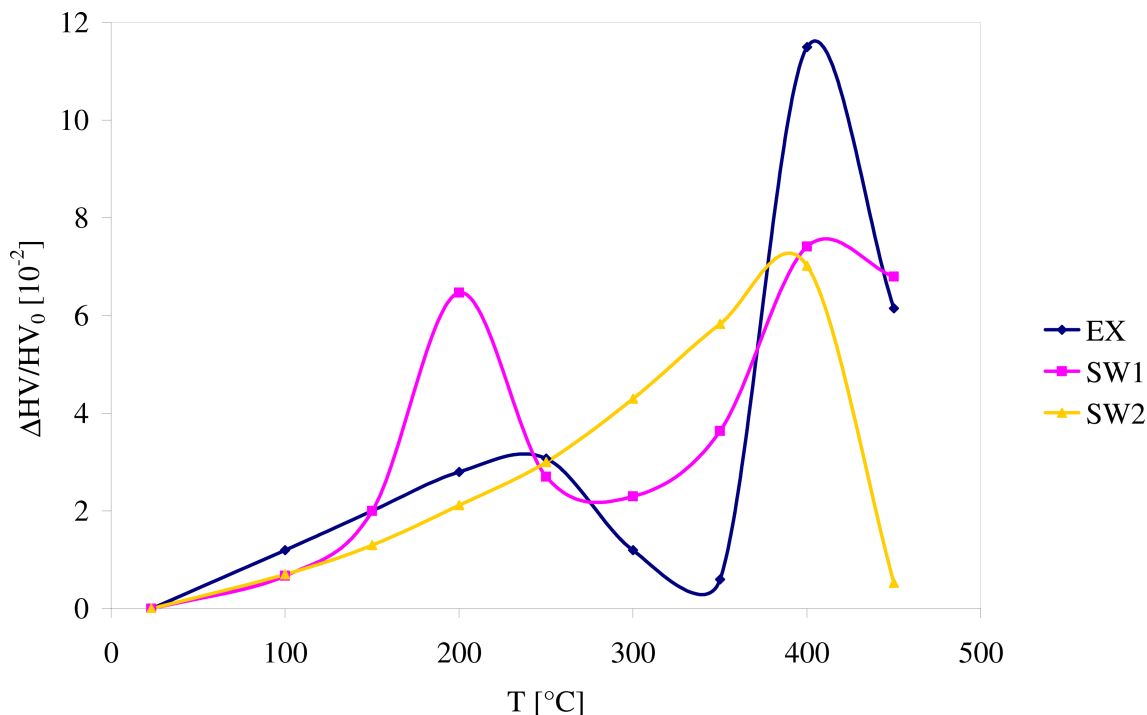


Obrázek 4.11: Graf závislosti mikrotvrlosti vzorku SW1 na teplotě při izochronním žhání

SW2



Obrázek 4.12: Graf závislosti mikrotvrlosti vzorku SW2 na teplotě při izochronním žhání



Obrázek 4.13: Graf závislosti derivace mikrotvrlosti na teplotě při izochronním žihání

#### 4.2.2 Změny mikrotvrlosti během izotermického žihání

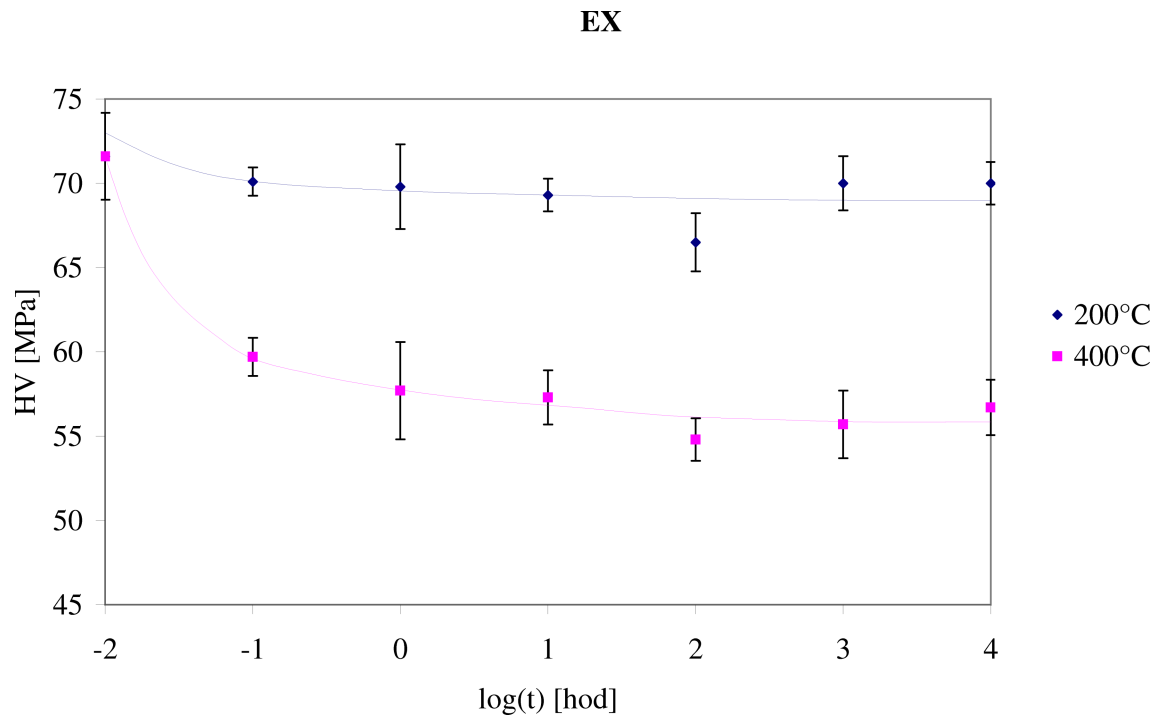
Na základě výsledků měření změn mikrotvrlosti při izochronním žihání byly vybrány teploty izotermického žihání s cílem co nejlépe zmapovat kinetiku mikrostrukturních změn v jednotlivých vzorcích. Teploty izotermického žihání stanovíme nejlépe rozбором zderivovaných křivek izochronního žihání z obrázku 4.13, které se zde projeví jako lokální maxima pro danou teplotu. U vzorku EX je výrazný pík kolem teploty 400 °C, menší pak kolem teploty 200 °C. U vzorku SW1 pozorujeme monotónní růst do teploty 250 °C, pak pokles a následný růst až do 400 °C, kde se nachází další maximum. U vzorku SW2 se neobjevil žádný výrazný úzký pík, derivace monotónně rostla až do maxima, které leží těsně pod teplotou 400 °C.

U vzorků EX a SW1 byly zvoleny teploty žihání 200 a 400 °C. V případě jednodíkové křivky u vzorku SW2 jsme zvolili teplotu 300 °C, abychom lépe zmapovali kinetiku změn mikrostruktury v širokém teplotním oboru. Vzorky byly izotermicky žihány po dobu 1/2, 1, 2, 4, 8 a 16 hodin. Změřené hodnoty mikrotvrdotí jsou znázorněny v grafech na obrázcích 4.14, 4.15, 4.16 a 4.17. Vodorovná osa v grafech je logaritmická. Výchozímu stavu  $t=0$  hod, kterému by správně odpovídala hodnota  $-\infty$ , jsme z důvodů přehlednosti grafu přiřadili hodnotu -2; ostatní hodnoty odpovídají měřeným časům 0,5 až 16 hodin. U vzorku SW1 jsme prováděli měření pro okrajové a centrální části tyče odděleně.

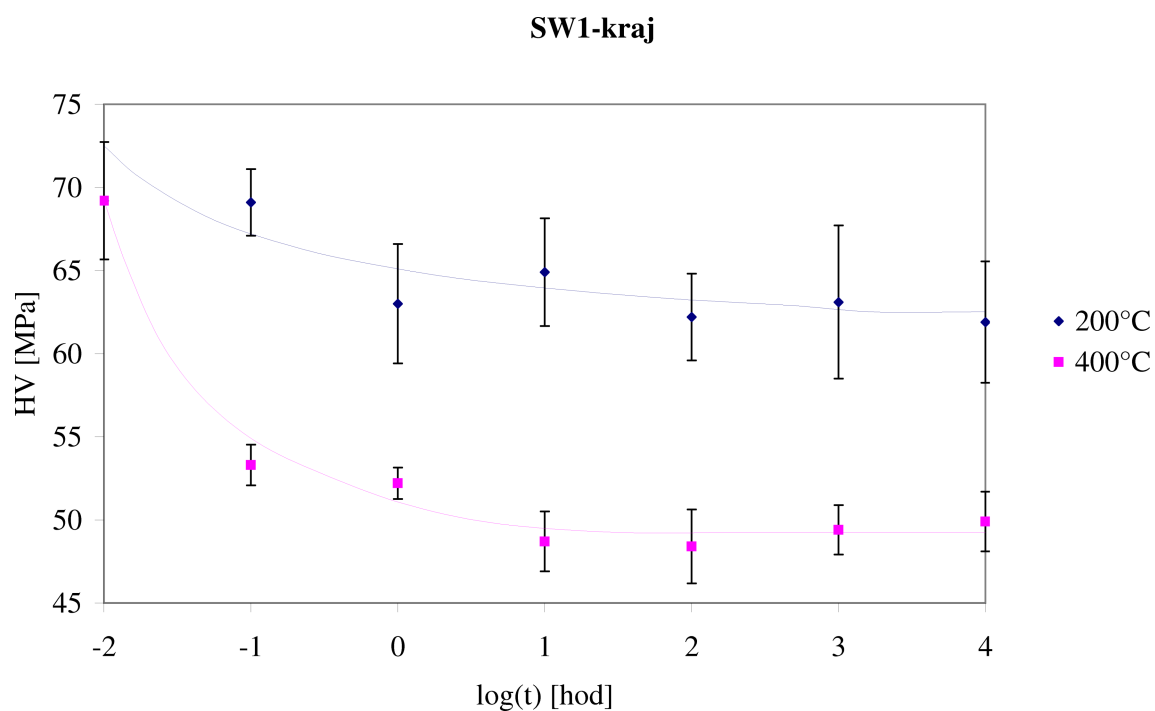
Ve všech grafech mají průběhy změn mikrotvrlosti stejný charakter, velikost mikrotvrdoti monotónně klesá, až se po určité době žihání ustálí a zůstává konstantní. Zajímavé je ale porovnání obrázků 4.15 a 4.16, které odpovídají vývoji mikrotvrdoti



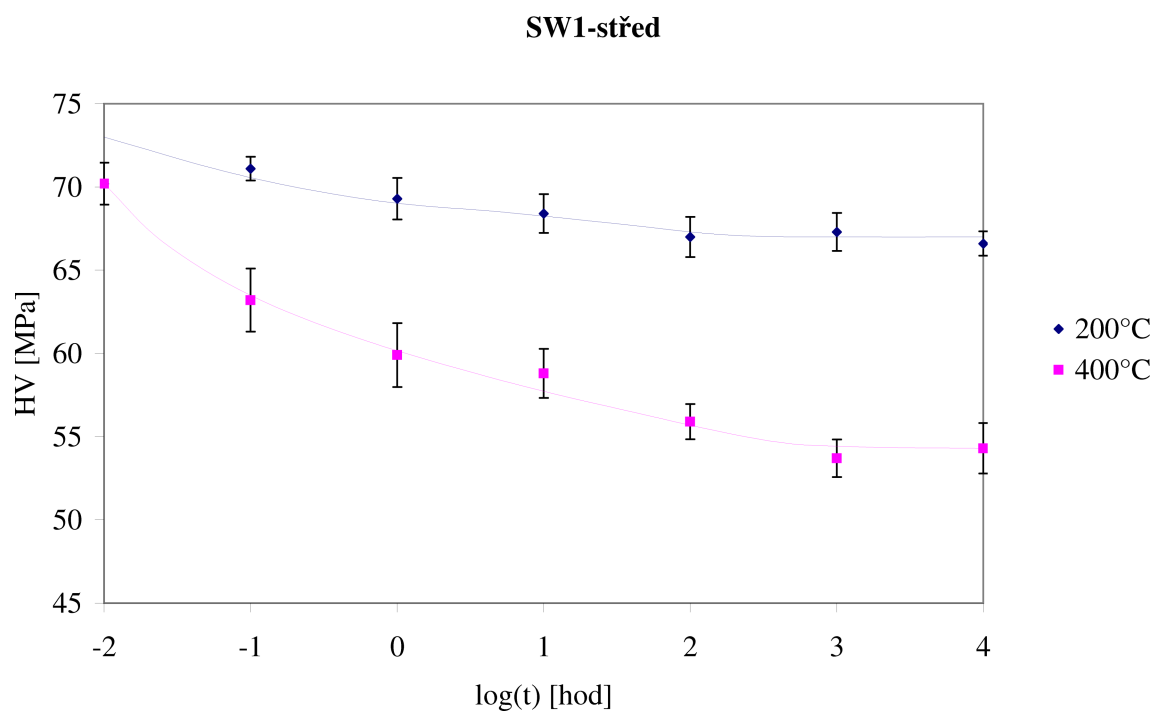
u okraje a ve středu vzorku. V okrajových částech tyče (obrázek 4.15) klesá mikro-  
 tvrdost velmi rychle a dále zůstává na konstantní hodnotě přibližně odpovídající  
 mikro-  
 tvrdosti po hodinovém žíhání. Naopak v centrální části tyče (obrázek 4.16) klesá  
 mikro-  
 tvrdost pomaleji, její velikost se ustálí až po asi 8 hodinovém izotermickém žíhání  
 ( $\log(t) = -3$ ). Tento rozdílný průběh lze snadno vysvětlit na základě rozdílů uložené  
 deformační energie  $U_s$ . U kraje vzorku je díky tváření kováním velikost  $U_s$  vyšší. Tomu  
 odpovídá větší hybná síla pro migraci hranic zrn. Zrno v tomto případě hrubne rychleji  
 až dosáhne rovnovážné velikosti. V centrální části tyče probíhá celý proces hrubnutí  
 zrna díky menší  $U_s$  pomaleji. Rovnovážná velikost zrna u kraje a ve středu vzorku je  
 statisticky nerozlišitelná. To odpovídá téměř homogenní struktuře zrn, kterou pozor-  
 ujeme ve vzorku SW1 pomocí optické mikroskopie (viz příloha 3).



Obrázek 4.14: Graf závislosti mikro-  
 tvrdosti vzorku EX na době izotermického žíhání

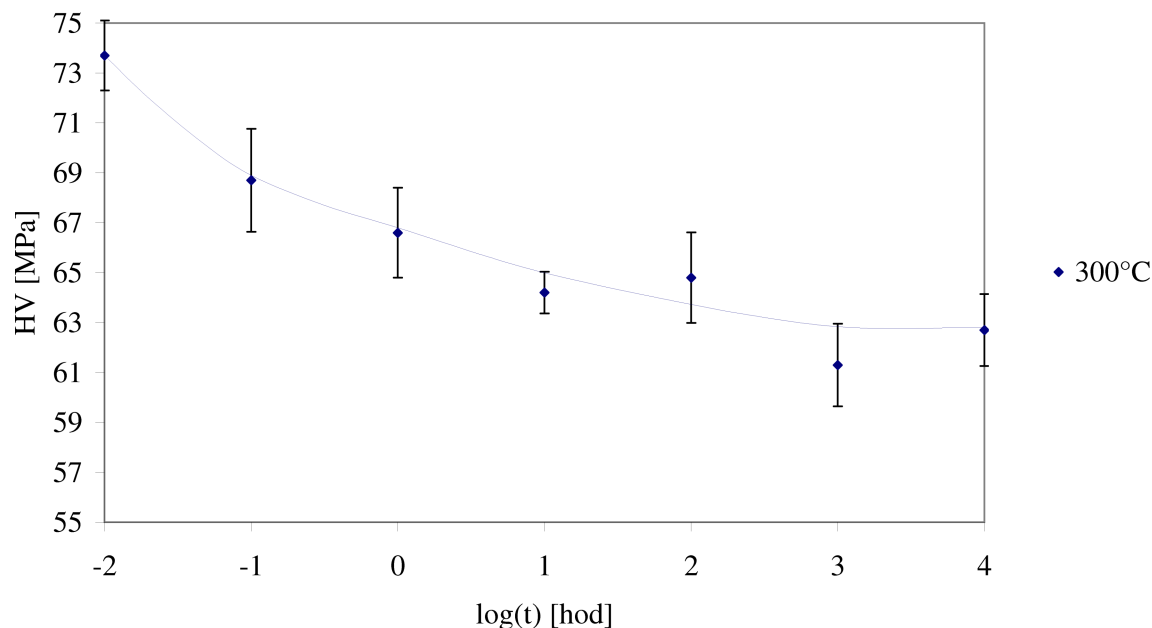


Obrázek 4.15: Graf závislosti mikrotvrlosti vzorku SW1 (z okrajové části tyče) na době izotermického žhání



Obrázek 4.16: Graf závislosti mikrotvrlosti vzorku SW1 (z centrální části tyče) na době izotermického žhání

## SW2



Obrázek 4.17: Graf závislosti mikrotvrlosti vzorku SW2 na době izotermického žíhání

Pro studium kinetiky mikrostrukturních změn je vhodné vyjádřit objemový podíl vzorku  $X_V$  (tzv. přetvořený objem), ve kterém došlo k příslušné změně mikrostruktury (v našem případě k zhrubnutí zrna). Podle [25] používáme Avramiho analýzu tepelně aktivovaných procesů, jedná o tzv. JMAK teorii (Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov). Pro přetvořený objem  $X_V$  platí vztah

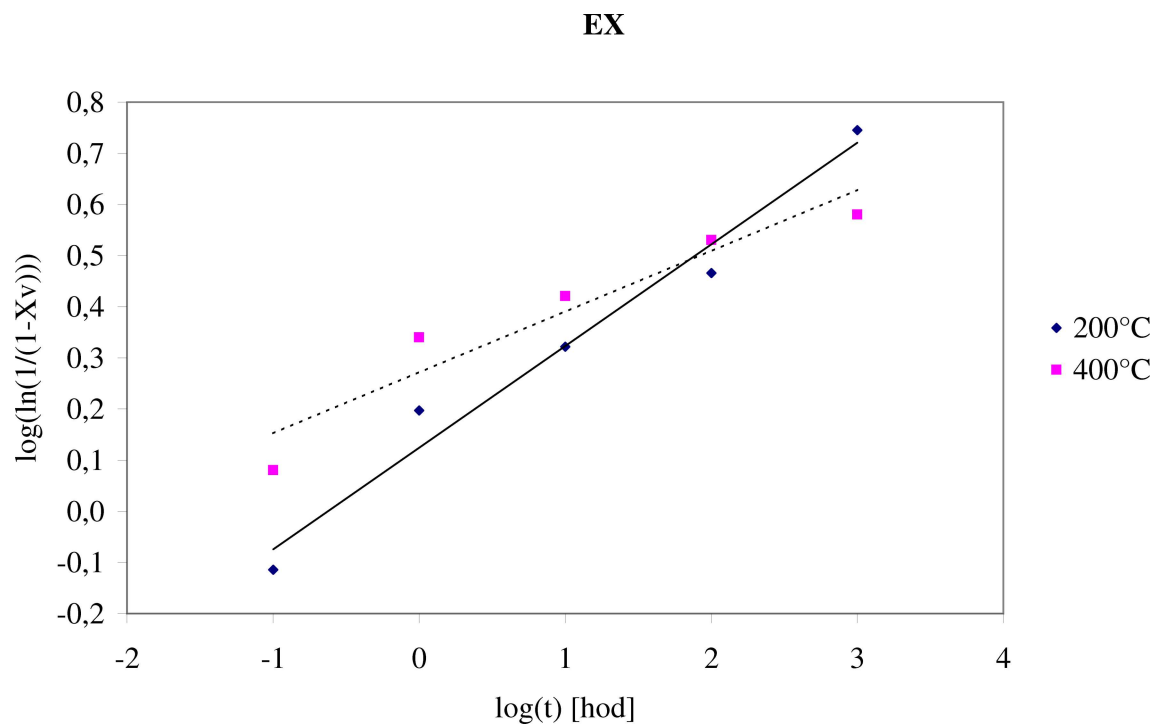
$$X_{Vi} = \frac{HV_0 - HV(t_i)}{HV_0 - HV_\infty}, \quad (4.1)$$

kde  $HV_0$  je mikrotvrdot vzorku ve výchozím stavu,  $HV(t_i)$  je mikrotvrdot vzorku, který byl žíhán po dobu  $t_i$ , a  $HV_\infty$  je výsledná hodnota mikrotvrdoti, které je dosaženo v rovnovážném stavu, tj. po zhrubnutí všech zrn ve vzorku.

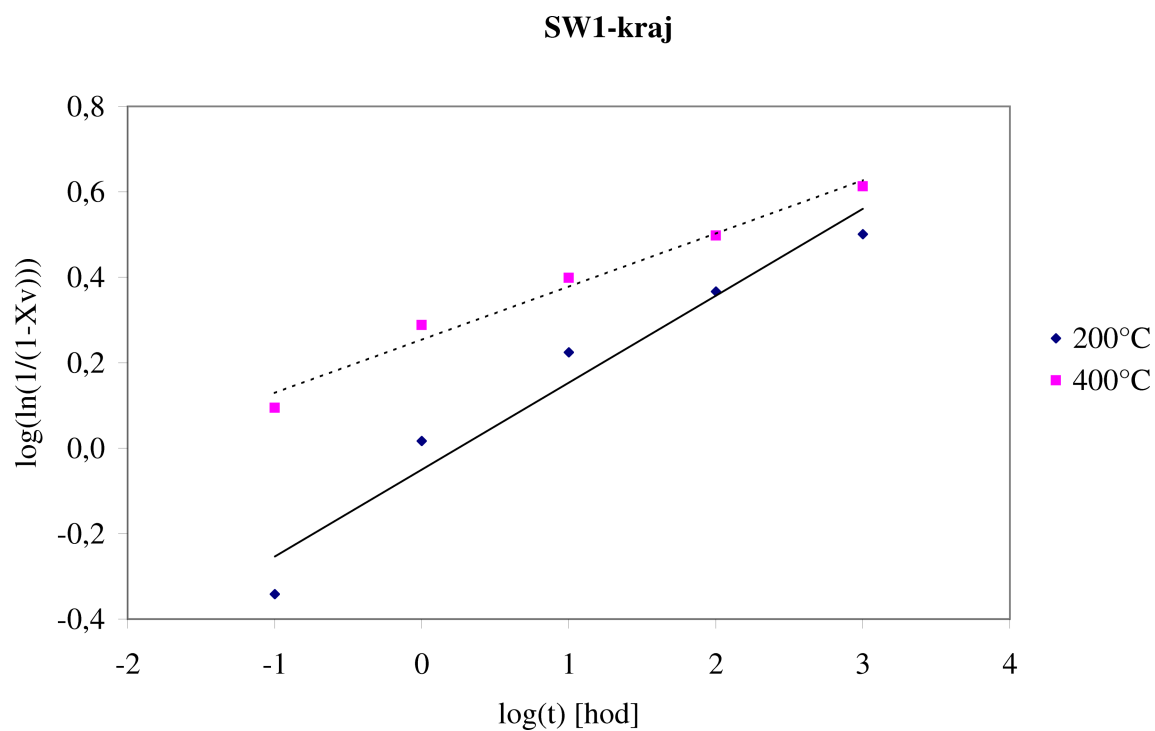
Na obrázcích 4.18, 4.19, 4.20 a 4.21 jsou naměřené průběhy změn přetvořeného objemu  $X_V$  znázorněné v Avramiho souřadnicích, kde jsou na svislé ose vyneseny hodnoty  $\log(\ln(\frac{1}{1-X_V}))$  a na vodorovné ose  $\log(t)$ . Experimentální hodnoty se proloží přímkou, jejíž směrnice odpovídá Avramiho (kinetickému) exponentu  $n$  v Avramiho rovnici

$$X_V = 1 - \exp(-Kt^n), \quad (4.2)$$

kde  $X_V$  je velikost přetvořeného objemu (v našem případě odpovídá podílu objemu, ve kterém došlo ke zhrubnutí zrna) při izotermickém žíhání,  $t$  je doba izotermického žíhání a  $K$  je kinetický koeficient. Spočítané Avramiho kinetické koeficienty jsou uvedeny v tabulce 4.2.

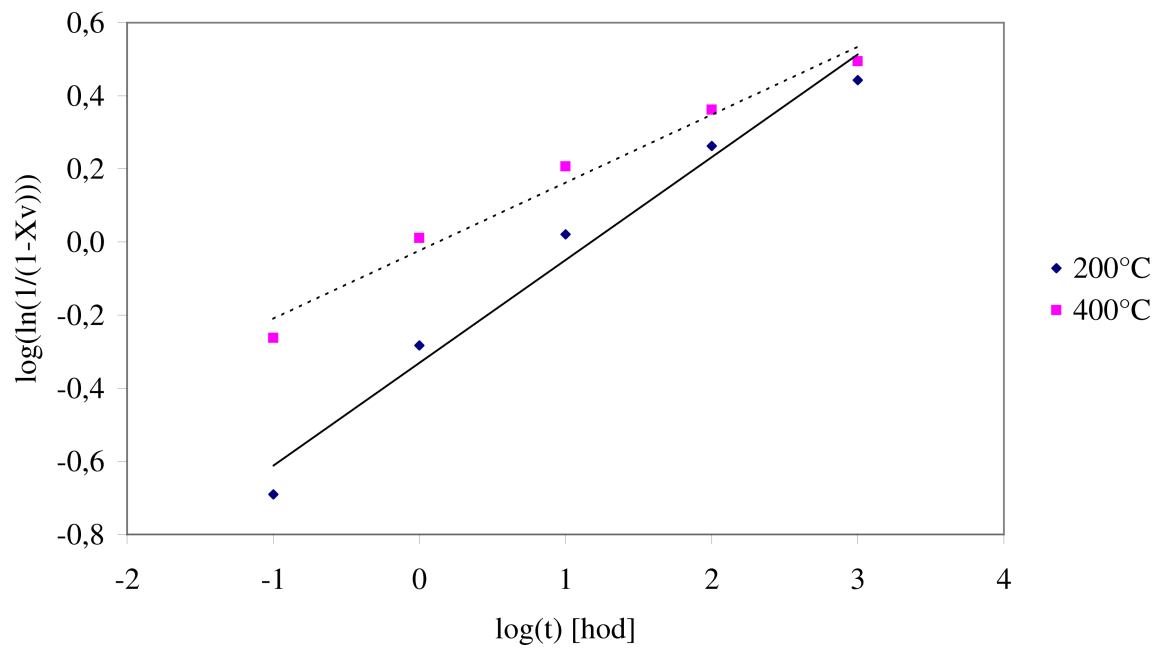


Obrázek 4.18: Avramiho ploty vzorku EX



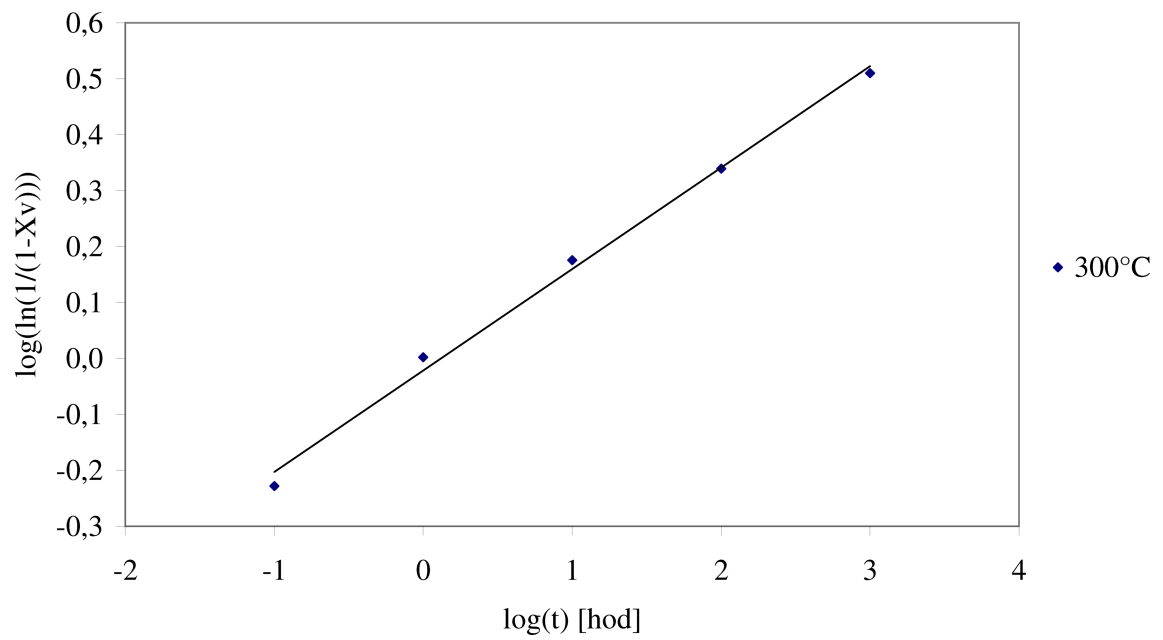
Obrázek 4.19: Avramiho ploty pro okrajovou část vzorku SW1

### SW1-střed



Obrázek 4.20: Avramiho ploty pro centrální část vzorku SW1

### SW2



Obrázek 4.21: Avramiho ploty vzorku SW2

	<b>n</b>
EX (200 °C)	0,66 ± 0,06
EX (400 °C)	0,37 ± 0,05
SW1–kraj (200 °C)	0,68 ± 0,09
SW1–kraj (400 °C)	0,41 ± 0,03
SW1–střed (200 °C)	0,92 ± 0,07
SW1–střed (400 °C)	0,60 ± 0,04
SW2 (300 °C)	0,60 ± 0,02

Tabulka 4.2: Avramiho kinetické exponenty

Z tabulky je jasně patrné, že koeficienty  $n$  u vzorků EX a SW1, kde probíhalo izotermické žíhání při dvou teplotách, jsou významně nižší pro vyšší teplotu žíhání. Z teoretických modelů kinetiky tepelně aktivovaných procesů [23] plyne, že u procesů řízených mřížkovou difúzí nabývá koeficient hodnoty  $1/2$ , zatímco u procesů řízených pohybem rozhraní se koeficient  $n$  blíží k 1. Porovnáním hodnot  $n$  z tabulky 4.2 můžeme konstatovat, že při nízkých teplotách jsou mikrostrukturní změny řízeny převážně rychlostí pohybu rozhraní, tedy hrubnutí zrna probíhá čistě kinematickou cestou bez výrazného vlivu difúze. U teplot vyšších (300 °C vzorek SW2 a 400 °C - EX a SW1) probíhá migrace hranic zrn za výrazného přispění difúze, jejíž rychlost je při vyšší teplotě nepochybně vyšší. Námi zjištěné koeficienty  $n$  jsou tedy ve velmi dobrém souladu s teoretickými modely sekundární rekrystalizace.

### 4.2.3 Optická mikroskopie vzorků při izochronním žíhání

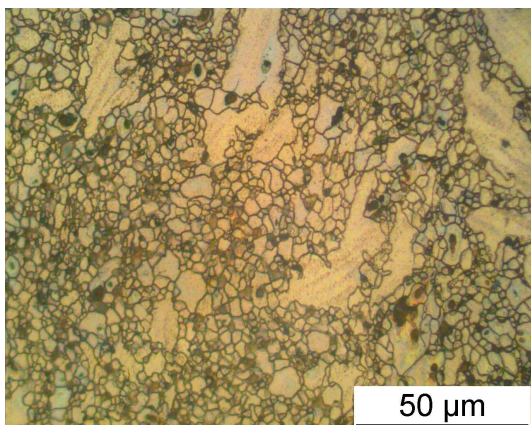
V příloze jsou na straně 2 a 3 mapy mikrostruktury vzorků po izochronním žíhání na 300 a 450 °C. Strukturu žíhaných vzorků můžeme porovnávat s výchozím stavem, který je zachycen na obrázcích na první straně přílohy.

Po izochronním žíhání na 300 °C se struktura mírně změnila (viz příloha strana 2). Na obrázku EX je vidět, že se velikost zrn změnila pouze minimálně, také výrazné nehomogenní oblasti ve vzorku zůstaly zachovány. Na obrázku SW1 vidíme, že se zrna v okrajové části vzorku zvětšila, protože už začal proces hrubnutí zrna. Na obrázku SW2 je situace obdobná, větší zrna se už ale nevyskytují pouze na okraji vzorku jako tomu bylo ve výchozím stavu, nýbrž rovněž ve větší vzdálenosti od kraje.

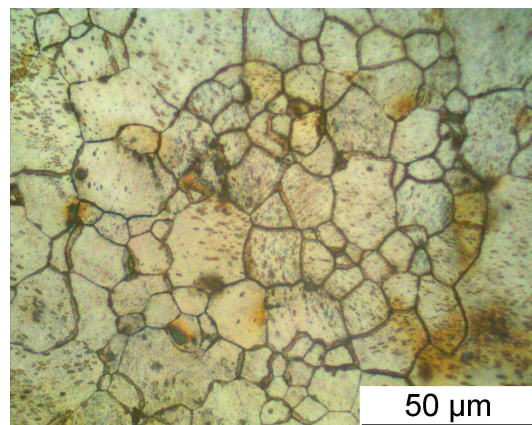
V příloze na straně 3 můžeme pozorovat, jak se při žíhání na 450 °C struktura vzorků zásadně změnila. Zrna výrazně narostla a došlo také k homogenizaci. Strukturu na všech snímcích lze považovat téměř za rovnovážnou.

### 4.2.4 Optická mikroskopie vzorků při izotermickém žíhání

Průměrné velikosti zrn nežíhaných a izotermicky žíhaných vzorků, které byly spočítány průsečíkovou metodou, jsou uvedeny v tabulce 4.3. Obrázky 4.22 a 4.23 dobře ilustrují výrazný rozdíl ve velikosti zrn u vzorků EX žíhaných stejnou dobu při 200 a 400 °C. Průměrná velikost zrn je u vzorků EX žíhaných při 400 °C přibližně čtyřikrát větší než



Obrázek 4.22: Vzorek EX žíhaný po dobu 16 hodin při 200 °C



Obrázek 4.23: Vzorek EX žíhaný po dobu 16 hodin při 400 °C

u zrn žíhaných při 200 °C. U vzorku žíhaném při 200 °C vidíme jasně nehomogenní strukturu zrn s několika významně nahnubšími zrny, která vznikla migrací jejich hranic a pohlcením okolních malých zrn. U vzorku SW1 je situace obdobná, rozdíl velikostí je přibližně trojnásobný. Při porovnání naměřených hodnot  $d$  u výchozích stavů EX a SW1 s hodnotami po 200 °C žíhání zjistíme, že se liší pouze minimálně, což dokazuje, že ke hrubnutí zrna zatím nedošlo nebo je teprve v počáteční fázi. Naopak naměřené hodnoty pro 400 °C žíhání ukazují, že mikrostruktura v tomto vzorku je již nahnublá. U vzorku SW2 se během žíhání při 300 °C zrna zvětšila oproti výchozímu stavu přibližně třikrát, což opět dokazuje výrazné zhrubnutí zrna.

	$d$ [ $\mu\text{m}$ ]
EX (vých. stav)	$2,6 \pm 1,6$
EX (200 °C)	$2,9 \pm 2,4$
EX (400 °C)	$12,4 \pm 12,6$
SW1 (vých. stav)	$2,8 \pm 1,4$
SW1 (200 °C)	$3,1 \pm 1,9$
SW1 (400 °C)	$9,8 \pm 6,7$
SW2 (vých. stav)	$1,6 \pm 0,7$
SW2 (300 °C)	$4,4 \pm 3,2$

Tabulka 4.3: Průměrné velikosti zrn

### 4.3 Měření elektrického odporu

Na obrázku 4.24 jsou znázorněny výsledky měření změn elektrické rezistivity v průběhu lineárního ohřevu vzorků rychlostí 2 K za minutu v teplotním intervalu 150 až 450 °C. Pro přehled jsou v grafu znázorněny pouze části křivek odpovídající cyklu ohřevu, tj. postupnému zvyšování teploty. Větve odpovídající chladnutí vzorku z teploty 450 °C

na pokojovu teplotu v grafu uvedeny nejsou. Na všech křivkách (EX, SW1 a SW2) pozorujeme výrazné maximum v intervalu teplot 220–250 °C. Měrný odpor materiálu lze vyjádřit podle známého Matthiessenova pravidla jako součet teplotně závislé a teplotně nezávislé složky následujícím vztahem [24]:

$$\rho = \rho(T) + \rho_i, \quad (4.3)$$

kde  $\rho(T)$  představuje fononový příspěvek k elektrické rezistivitě a  $\rho_i$  je příspěvek daný rozptylem elektronů na atomech příměsí a poruchách krystalové mříže. Při dané teplotě odpovídá za změnu elektrické rezistivity druhý člen uvedeného vztahu  $\rho_i$ . Vzrůst elektrické rezistivity je tedy způsoben vzrůstem koncentrace příměsí v matici. Z mikrofyzikálního hlediska tomu odpovídá rozpouštění fází, které jsou přítomny v dané mikrostrukturu. Podle [26] vytváří hlavní příměs Al ve slitině AZ31 rovnovážně precipitáty fáze  $\text{Mg}_{12}\text{Al}_{12}$ , které jsou však stabilní a rozpouští se žháním 18 hod/413 °C, tzv. T4. Rozpouštěním těchto precipitátů nelze tedy zjištěné změny elektrické rezistivity vysvětlit. Další příměs Zn vytváří v přesyceném tuhém roztoku známou rozpadovou řadu:

přesycený tuhý roztok  $\rightarrow$  GP zóny  $\rightarrow$   $\text{MgZn}_2$  (koherentní)  $\rightarrow$   $\text{MgZn}_2$  (semikoherentní)  $\rightarrow$   $\text{Mg}_2\text{Zn}_3$  (nekoherentní rovnovážný precipitát).

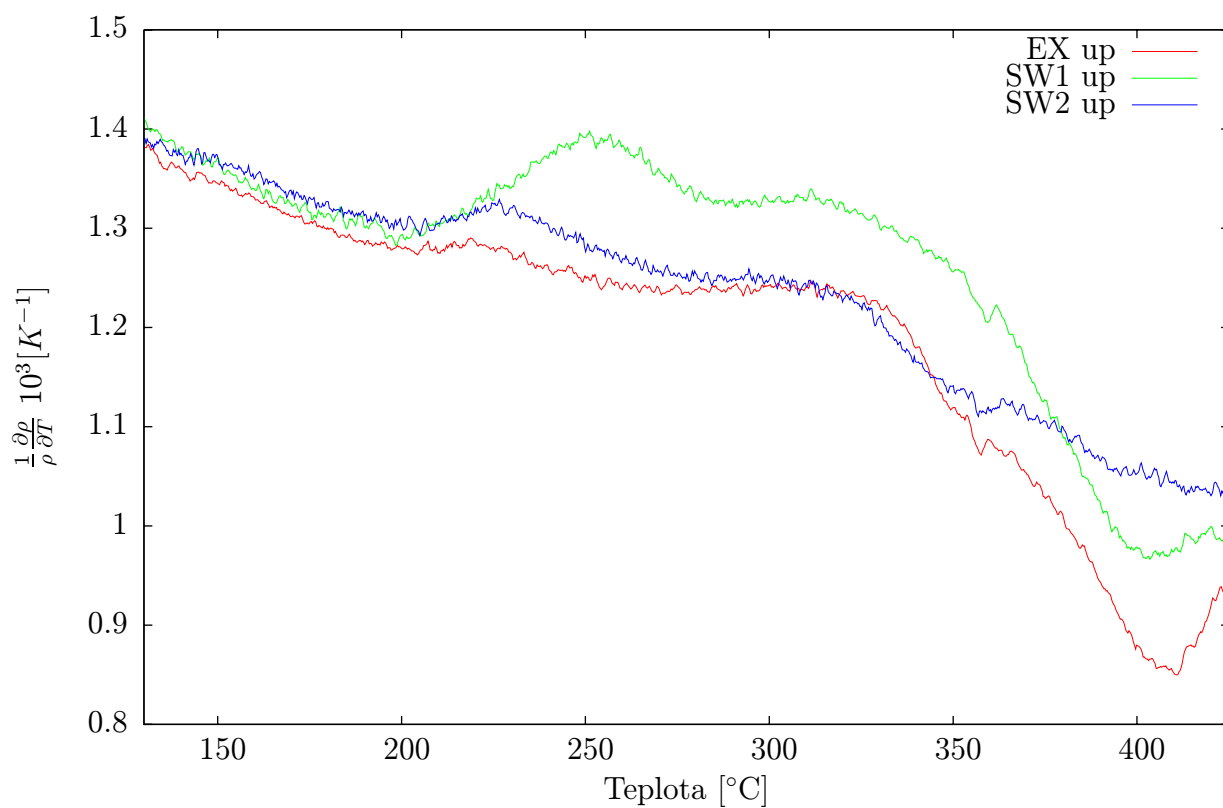
Lokální maxima křivek elektrické rezistivity lze tedy pravděpodobně přiřadit rozpouštění metastabilních precipitátů fáze  $\text{MgZn}_2$ .

Při vysokých teplotách ( $T \approx 450$  °C) pozorujeme výrazná minima na křivkách elektrické rezistivity. Tato minima jsou způsobena výraznými změnami mikrostruktury, ke kterým dochází při těchto teplotách. Na základě zjištěných změn vývoje mikrostruktury pomocí optické mikroskopie (viz kap. "izotermické žhání") lze zjištěná minima elektrické rezistivity vysvětlit přeuspořádáním dislokační substruktury během hrubnutí zrn.

Z metodického hlediska je velmi poučné na tomto místě zmínit ovlivnění mikrostruktury při bodování kontaktů přírodních vodičů z hliníku. Mikrostrukturní změny v okolí kontaktu na extrudovaném vzorku jsou znázorněny na obr. 4.26. Místo kontaktu vidíme v levé části přehledové mapy. Při bodování došlo k lokálnímu ohřevu okolí místa kontaktu a nadifundování atomů Al do matrice AZ31. Tím došlo k lokálnímu zvýšení koncentrace Al v matici AZ31 a zároveň k zhrubnutí zrna, které je jasně patrné na přehledové mapě na obr.4.26. Detail mikrostruktury vzorku SW1 v okolí kontaktu, vidíme na snímku 4.27. Na něm je jasně patrná hranice mikrostruktury ovlivněné bodováním kontaktu v horní části snímku (kontakt nad oblastí snímku není vidět) a mikrostruktury vzniklé kovaním. V ovlivněné části jasně vidíme drobné precipitáty, které leží podél hranic hrubých zrn. Jedná se pravděpodobně o precipitáty fáze  $\gamma$  ( $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ ), pro jejichž vznik jsou díky nadbytku atomů Al v matici AZ31 příznivé podmínky. V dolní části snímku (tepelně neovlivněná oblast) pozorujeme typickou strukturu kovaného vzorku tvořenou rovnoosými zrny bez výrazné precipitace. Podobnou situaci vidíme na snímku 4.28, kde je znázorněna ovlivněná zóna v okolí kontaktu kovaného vzorku SW2 (kontakt vpravo od oblasti snímku).

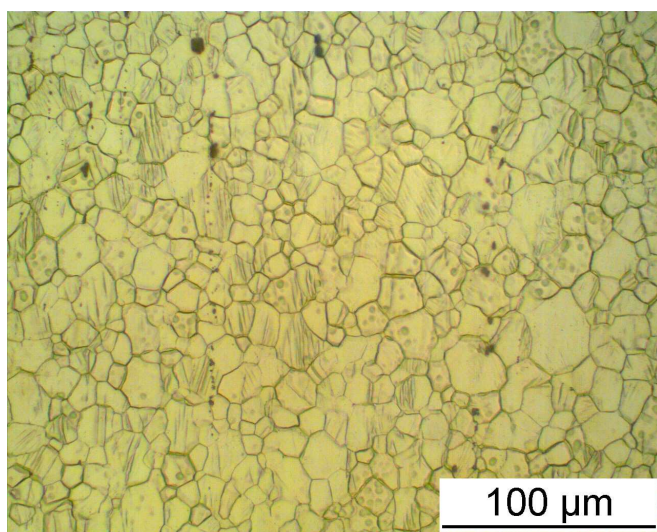
Z těchto pozorování plyne jednoznačný závěr, že použitý způsob bodování kontaktů pro přírodní vodiče z hliníku není optimální a kromě mikrostruktury může zřejmě ovliv-



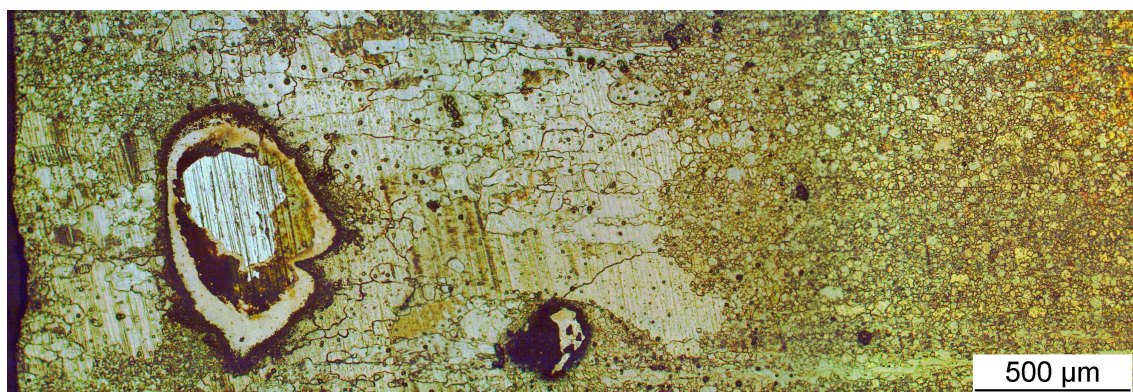


Obrázek 4.24: Žíhací křivky elektrické rezistivity

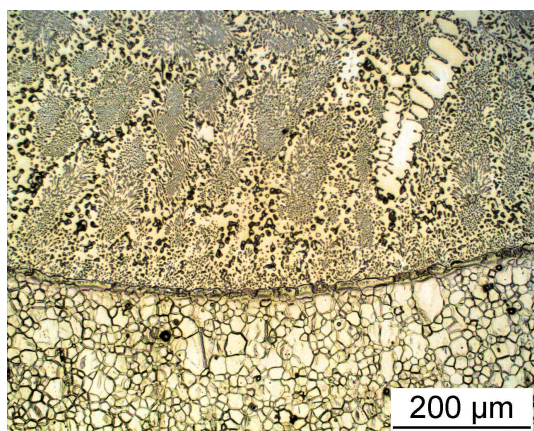
nit i průběh elektrické rezistivity, neboť lokálně v okolí kontaktu máme de facto jinou koncentraci příměsí v Mg než jaká odpovídá nominální koncentraci příměsí ve slitině AZ31. Jako možná alternativa se nabízí bodování přírodních vodičů z Mg nebo použití přímých kontaktů na vzorek např. formou krokosvorek.



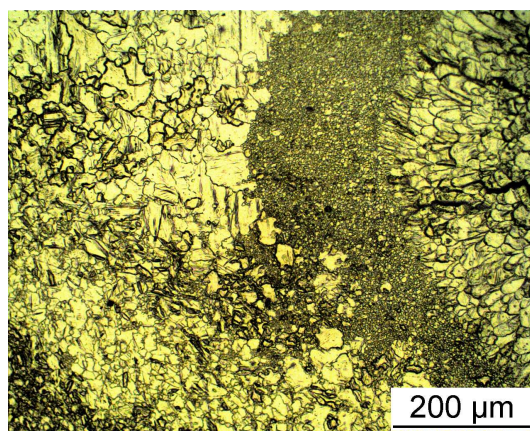
Obrázek 4.25: Vzorek SW1 po měření rezistivity



Obrázek 4.26: Růst zrn u nabodovaného kontaktu vzorku EX



Obrázek 4.27: Strukturální změny u nabodovaného kontaktu vzorku SW1



Obrázek 4.28: Strukturální změny u nabodovaného kontaktu vzorku SW2

# Kapitola 5

## Závěr

V práci byla studována struktura jemnozrnného materiálu AZ31 připraveného intenzivním tvářením metodou přímé extruze a následného termomechanického zpracování metodou kruhového kování. Hlavním cílem práce bylo nalézt teplotní obory stability jemnozrnné struktury a studovat mechanismy mikrostrukturních změn při ztrátě stability v různě připravených stavech. Pro experimentální studium byla použita metoda optické mikroskopie, měření mikrotvrdosti a elektrické rezistivity.

Nejvýznamnější poznatky získané v této práci lze shrnout do následujících bodů:

- Ve všech materiálech došlo během přípravy k výraznému zjemnění mikrostruktury. Struktura extrudovaných vzorků má výrazný směrový charakter – zrna jsou protažená ve směru extruze. Kruhové kování extrudovaného vzorku způsobilo zhomogenizování a částečné zjemnění mikrostruktury.
- Jemnozrnná struktura zůstává u všech vzorků zachována přibližně do teplot 150 °C. Při vyšších teplotách dochází k hrubnutí zrna (sekundární rekrytalizaci) migrací vysokoúhlových hranic.
- Avramiho analýza kinetiky hrubnutí zrna ukázala, že při nízkých teplotách (přibližně do 200 °C) jsou mikrostrukturní změny řízeny převážně rychlostí pohybu rozhraní. Hrubnutí zrna tedy probíhá čistě kinematickou cestou bez výrazného vlivu difúze. U teplot vyšších ( $T \approx 400$  °C) probíhá migrace hranic zrn za výrazného přispění difúze.
- Měření elektrické rezistivity ukázala, že při teplotách 220 až 250 °C dochází k rozpouštění metastabilních precipitátů fáze  $MgZn_2$ .
- Při bodování přívodních kontaktů pro měření elektrické rezistivity může dojít vlivem lokálního ohřátí ke změnám mikrostruktury a koncentrace příměsí v okolí kontaktu.

# Kapitola 6

## Navazující experimenty

Studium dále rozšíříme o jemnozrné materiály připravené jinými metodami intenzivní plastické deformace, zejména metodou ECAP a HPT. V poslední době vznikla řada prací ukazujících některé vynikající mechanické a jiné fyzikální vlastnosti materiálů [11]. Otázky stability však byly u těchto materiálů studovány poměrně méně.

Pro detailnější charakteristiku mikrostruktury a jejího vývoje využijí navíc metody transmisní elektronové mikroskopie, pozitronové anihilace a rentgenové difrakční analýzy.

# Literatura

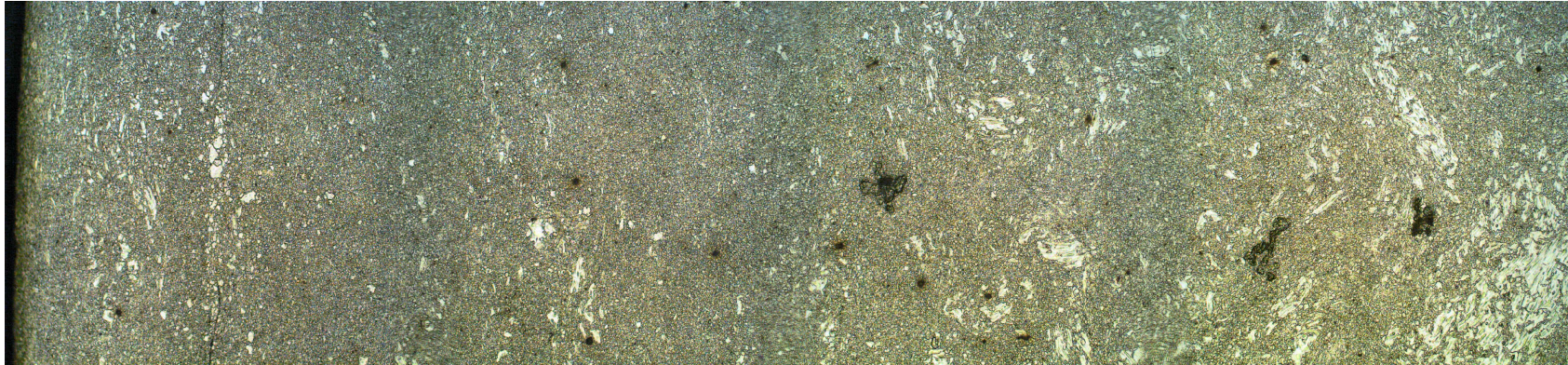
- [1] R. von Mises: *Z. Angew. Math. Mech.* 8 (1928), 161.
- [2] E. Schmid, R. Wassermann: *Z. Phys.* 48, (1928), 370.
- [3] P.W. Flynn, J. Mote, J.E. Dorn: *Trans. Metall. Soc. AIME* 221 (1961), 1148.
- [4] T. Obara, H. Yoshinaga, S. Morozumi: *Acta Metall.* 21 (1973), 845.
- [5] S.R. Agnew, M.H. Yoo, C.N. Tomé: *Acta Mater.* 49 (2001), 4277.
- [6] E.O. Hall: *Proc. Roy. Soc. B* 64 (1951), 747.
- [7] N.J. Petch: *J. Iron Steel Inst.* 174 (1953), 25.
- [8] V. M. Segal: *Mater. Sci. Eng. A*197 (1995), 157.
- [9] N.A Smirnova, V.I. Levit, V.I. Pilyugin, R.I. Kuznetsov, L.S. Davydova, V.A. Sazanova: *Fiz. Met. Metalloved.* 61 (1986), 1170.
- [10] K. Kondoh, T. Aizawa: *Mater. Trans.* 44 (2003), 1276.
- [11] R.Z. Valiev: *Mater. Sci Forum* 243-245 (1997), 207.
- [12] C.C. Koch, Y.S. Cho: *Nanostr. Mater.* 1 (1992), 207.
- [13] E. Rauschnabel, V. Schmidt: *Jour. Mat. Proc. Tech.* 35 (1992), 371.
- [14] R. Li, Z. Nie, T. Zuo : *Mat. Sci. Eng. A* 464 (2007), 28-37.
- [15] M.R. Barnett, Z. Keshavarz, A.G. Beer, D. Atwell: *Acta Mater.* 52 (2004), 5093.
- [16] T. Murai, S. I. Matsuoka, S. Myiamoto, Y. Oki: *J. Mat. Proc. Tech.* 141 (2003), 207.
- [17] J. Bohlen, S. Yi, J. Swiostek : *Scripta Mat.* 53 (2005), 259.
- [18] M. B. Bever, D. L. Holt, A. L. Titchener: *The Stored Energy of Cold Work*, Pergamon Press, Oxford, 1973.
- [19] V. Sedláček a kol.: *Zotavení a rekrytalizace*, Academia, Praha, 1985.
- [20] I. Polmear: *Light Alloys. From Traditional Alloys to nanocrystals*, Butterworth–Heinemann, 2006.

- [21] [http://en.wikipedia.org/wiki/Vickers\\_Hardness](http://en.wikipedia.org/wiki/Vickers_Hardness)
- [22] F. J. Humphreys, M. Hutherly: Recrystallization and Related Annaeling Phenomena, Pergamon Press, 2004.
- [23] D. Caillard, J. L. Martin: Thermally Activated Mechanism in Crystal Plasticity, Pergamon Press, 2003.
- [24] A. Matthiessen, C. Vogt: Ann. Phys. Lpzg. 122 (1864), 19.
- [25] J.W. Christian: Theory of Transformation in Metals and Alloys, Pergamon Press, Oxford, 1975
- [26] K.U. Kainer, B.L. Mordike: Magnesium Alloys and Their Applications, Wiley VCH, 1999.

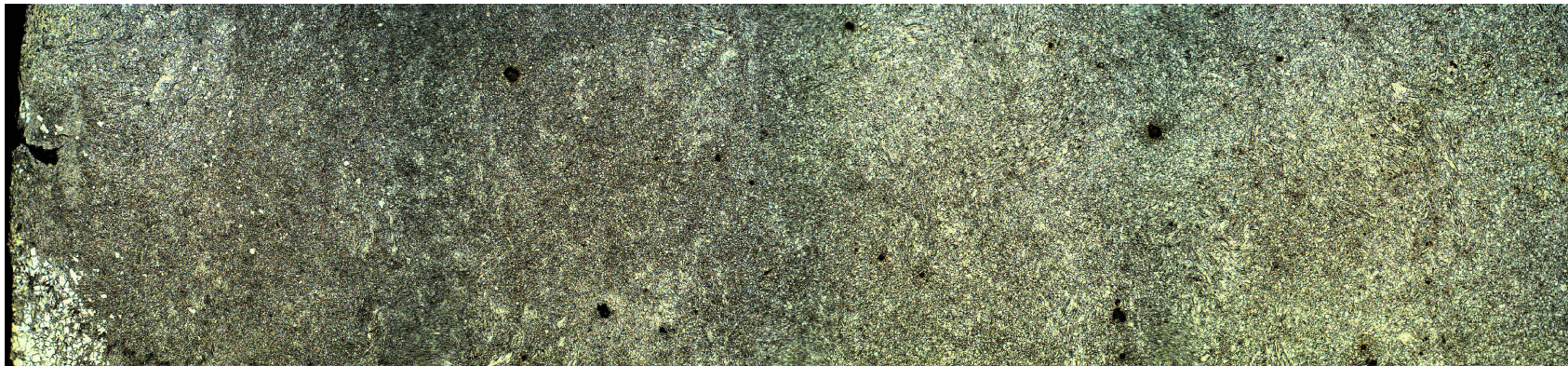
# Příloha



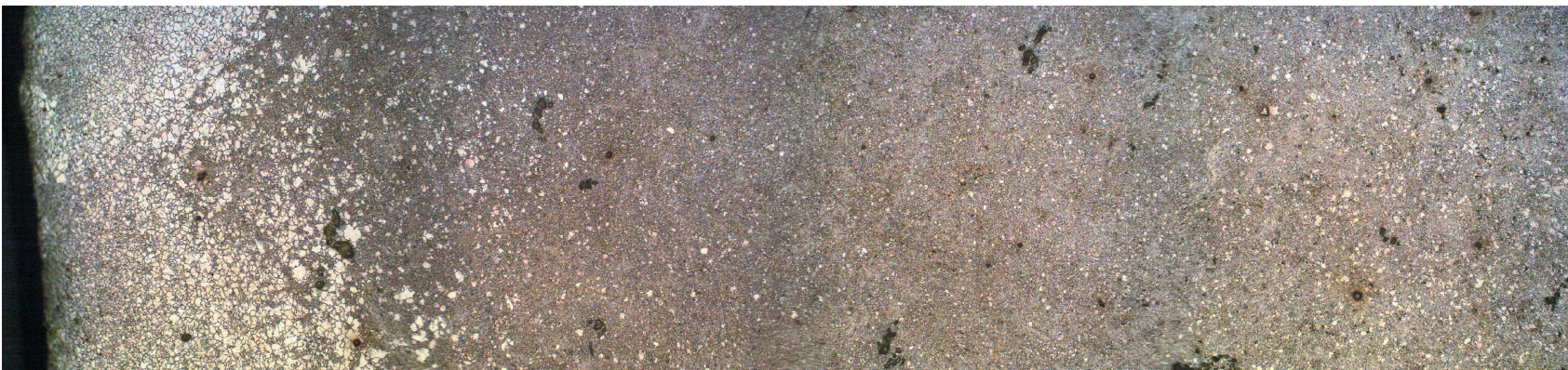
# Výchozí stav



EX



SW1

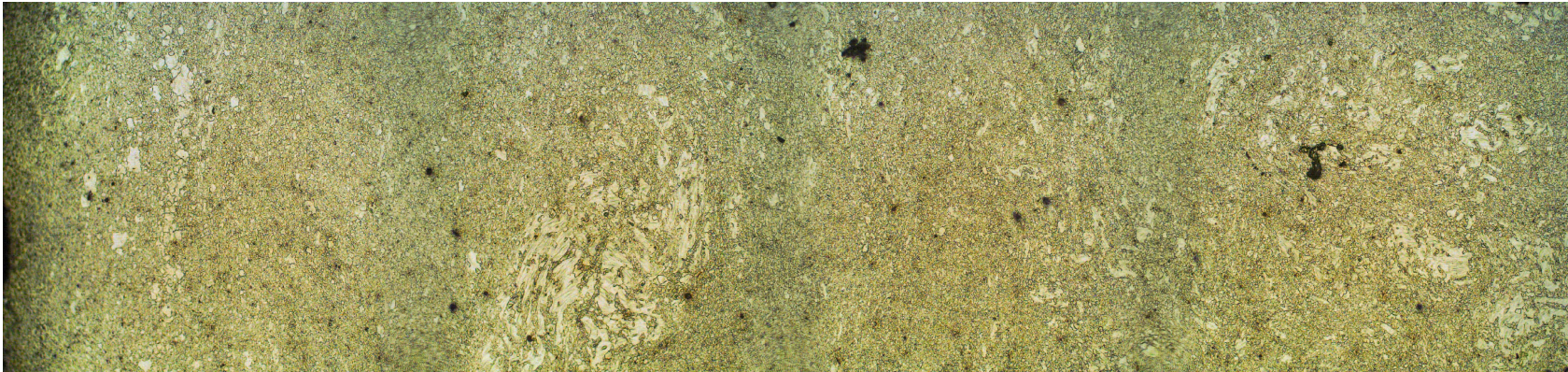


SW2

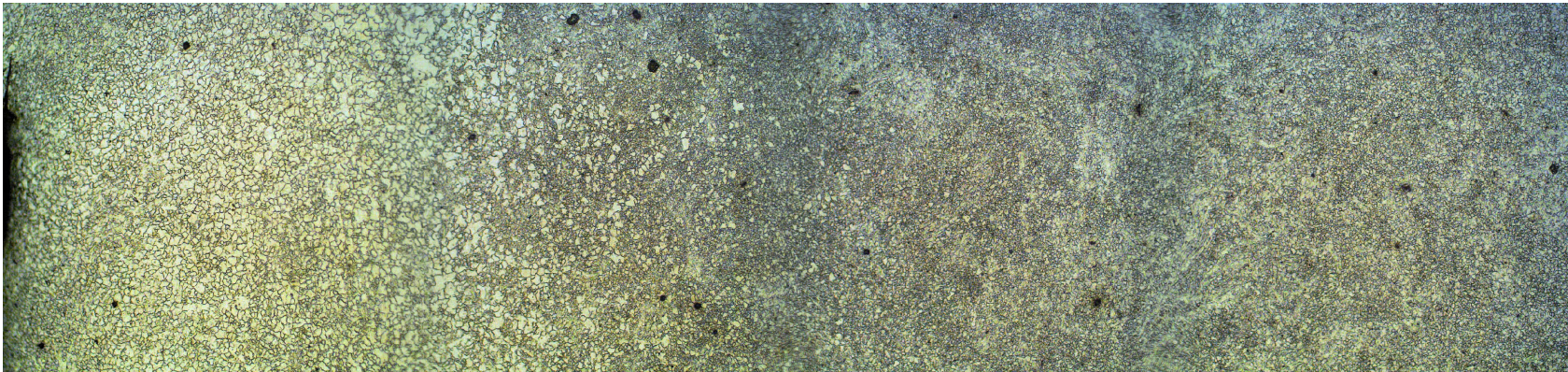
500  $\mu$ m



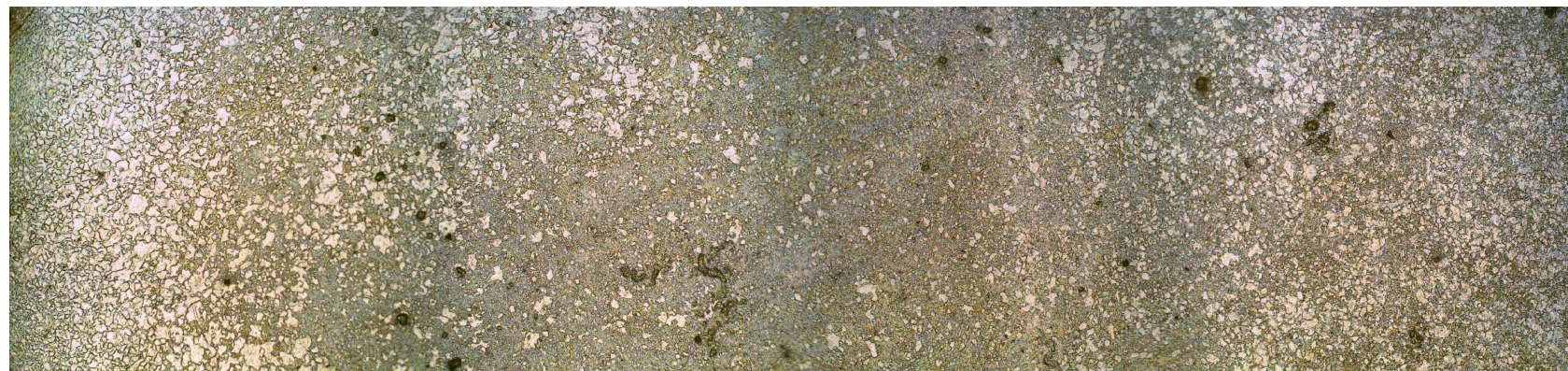
## Izochronní žihání 300°C



EX



SW1

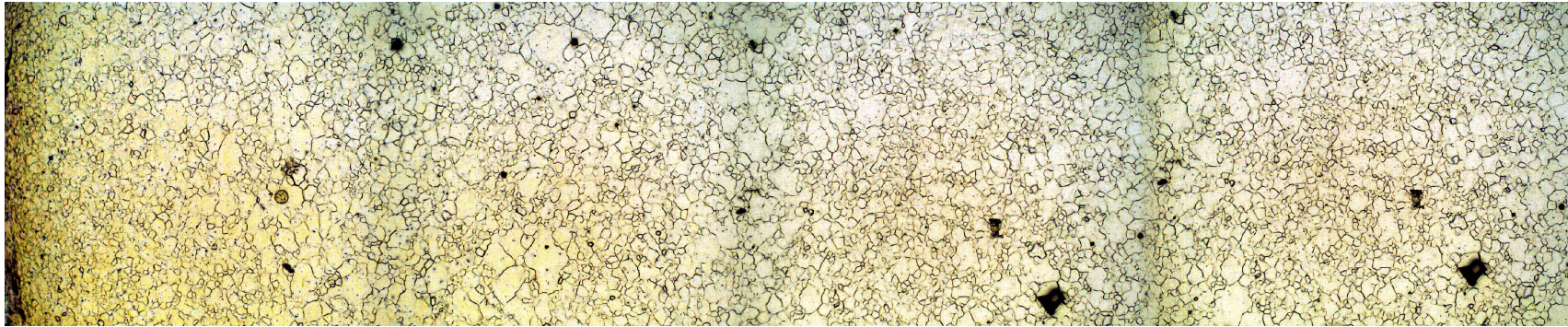


SW2

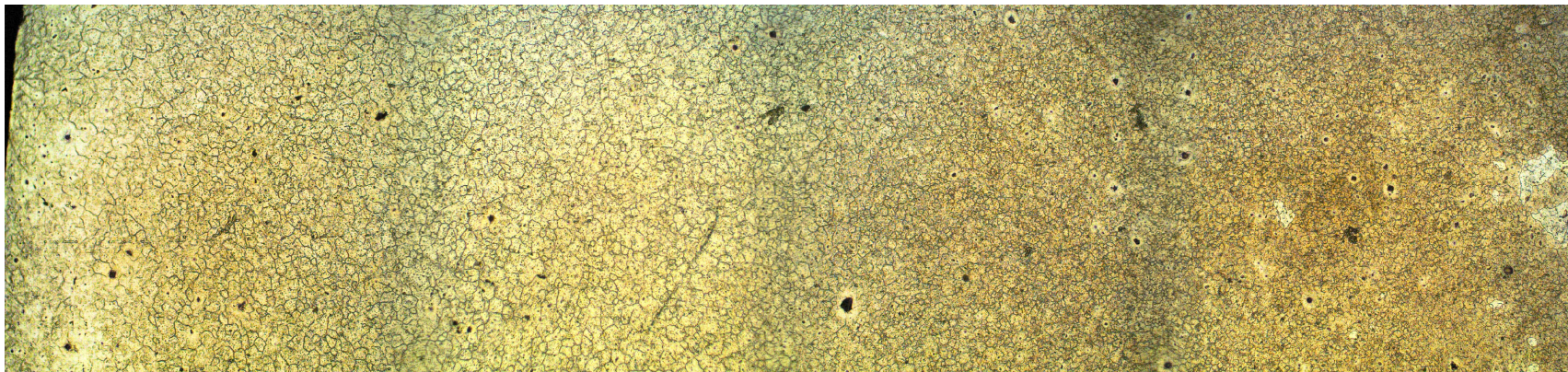
500  $\mu\text{m}$



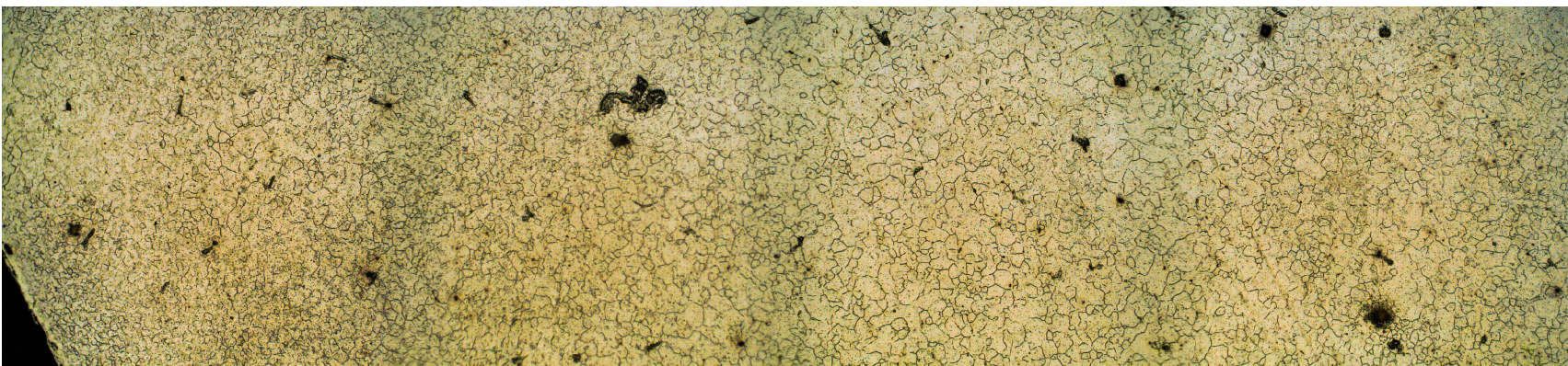
# Izochronní žíhání 450°C



EX



SW1



SW2

500  $\mu$ m