

Univerzita Karlova v Praze
Matematicko – fyzikální fakulta

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE



Zuzana Kvíčalová

**Mechanické vlastnosti a vývoj mikrostruktury jemnozrnných
polykrystalů vybraných hořčíkových slitin**

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: Doc. RNDr. Miloš Janeček, CSc.
Studijní obor: Fyzika, obecná fyzika
2008

Ráda bych poděkovala vedoucímu této práce doc. Miloši Janečkovi, který mé práci věnoval mnoho času a pozornosti. Mé díky patří také všem, kteří mi poskytli cenné informace, bez nichž by tato práce nemohla vzniknout.

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

V Praze dne 29.5.2008

Zuzana Kvíčalová

Název práce: *Mechanické vlastnosti a vývoj mikrostruktury jemnozrnných polykrystalů vybraných hořčíkových slitin*

Autor: *Zuzana Kvičalová*

Katedra (ústav): *Katedra fyziky materiálů, Matematicko-fyzikální fakulta Univerzity Karlovy*

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

e-mail vedoucího: *Milos.Janecek@mff.cuni.cz*

Abstrakt: *V práci byly studovány vzorky slitiny AZ31 připravené metodou ECAP pomocí optické a transmisní elektronové mikroskopie, akustické emise a tahovými zkouškami. Protlačováním materiálu formou ECAP dochází ke zjemnění mikrostruktury, zpevnění materiálu a zlepšení jeho mechanických vlastností. Nejlepší vlastnosti vykazoval vzorek po 4 průchodech ECAP, který dosahoval nejvyšších hodnot mikrotvrdomosti i charakteristických napětí a jeho zrna byla nejjemnější. Při dalším protlačováním vzorku ECAP formou dochází k rekrytalizaci a degradaci vlastností materiálu.*

Klíčová slova: *jemnozrnná struktura, mikrotvrdomost, charakteristická napětí*

Title: *Mechanical properties and the microstructure development of fine-grained polycrystals of selected Mg alloys*

Author: *Zuzana Kvičalová*

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

Supervisor: *Doc. RNDr. Miloš Janeček, CSc.*

Supervisor's email address: *Milos.Janecek@mff.cuni.cz*

Abstract: *Severe plastically deformed Mg alloy AZ31 prepared by equal channel angular pressing was studied by means of optical and transmission electron microscopy, acoustic emission and tensile tests. ECAP pressing resulted in significant refining of the microstructure, strengthening and improvement of mechanical properties of the material. The best properties were observed in the sample after 4 passes through ECAP, which exhibited the highest values of microhardness and characteristic stresses, and the finest grains. Further pressing of the sample caused the recrystallisation and worsening of the properties of the material.*

Key words: *finegrain structure, microhardness, characteristic stresses*

OBSAH

1. ÚVOD	5
1.1 Metoda dosahování jemného zrna equal channel angular processing	7
2. STUDOVANÝ MATERIÁL A JEHO PŘÍPRAVA	9
2.1 Studovaný materiál	9
2.2 Příprava materiálu	9
3. POUŽITÉ EXPERIMENTÁLNÍ METODY	11
3.1 Optická mikroskopie	11
3.2 Transmisní elektronová mikroskopie	11
3.2.1 Mechanické ztenčování vzorku	11
3.2.2 Iontové slešťování	12
3.3 Měření mikrotvrlosti	13
3.4 Tahové zkoušky	14
3.5 Akustická emise	15
4. VÝSLEDKY MĚŘENÍ A DISKUZE	17
4.1 Optická mikroskopie	17
4.2 Transmisní elektronová mikroskopie	20
4.3 Měření mikrotvrlosti	24
4.4 Tahové zkoušky	25
4.5 Akustická emise	27
5. ZÁVĚR	30
6. NAVAZUJÍCÍ EXPERIMENTY	31
7. LITERATURA	32

1. ÚVOD

V posledním desetiletí došlo k výraznému nárůstu využití hořčikových slitin. Do značné míry to způsobily snižující se zásoby přírodních zdrojů a stále rostoucí nároky na ochranu životního prostředí, které přiměly výrobce dopravních prostředků více dbát na jejich spotřebu. Výborné fyzikální vlastnosti, především mechanické, kombinované s nízkou hmotností neunikly pozornosti konstruktérů ani v minulosti. Poprvé byla hořčiková slitina (AS21) použita roku 1936 při konstrukci automobilu Volkswagen Beetle. Většímu rozšíření využití materiálů bránila před druhou světovou válkou neefektivnost výroby; používala se metoda ingotového a pískového lití. Počátkem 50. let bylo objeveno tlakové lití a nastal výrazný rozvoj v aplikaci hořčikových slitin. Koncem 70. a začátkem 80. let se začala vyrábět auta s předním, vodou chlazeným motorem. Tato konstrukce kladla vyšší nároky na tepelné vlastnosti a odolnost vůči korozi, což vedlo ke snížení produkce. Teprve v 90. letech došlo k významnému rozvoji používání hořčikových slitin. V současnosti jsou jejich největším producentem Spojené státy [1].

Hořčík je v současnosti nejlehčí materiál používaný pro konstrukční účely. Nejvýhodnější vlastností hořčíku a slitin na bázi hořčíku je vynikající poměr pevnosti a hustoty. Až 60% spotřeby paliva určuje hmotnost vozidla, proto je výhodné používat tyto slitiny jako součásti bloků motorů nebo převodových skříní, kde dochází ve srovnání se slitinami na bázi hliníku k úspoře hmotnosti 15-30%. Mezi další výhody hořčikových slitin patří snadná recyklovatelnost. Hořčík se získává z mořské vody. Z 1 m³ dostaneme až 1,3 kg hořčíku, přičemž se spotřebuje 63 MWh energie. Při recyklování hořčíku se spotřebuje pouze 5% nákladů na jeho výrobu.

Existují samozřejmě i problémy s využitím hořčikových slitin. Mezi hlavní patří špatná zpracovatelnost a tvárnost, související s hexagonální strukturou hořčíku. Nejvýznamnější roli při plastické deformaci hořčíku za nízkých teplot hraje bazální skluz. V hořčíku se vyskytují pouze tři ekvivalentní bazální skluzové systémy, zatímco plastická deformace v polykrystalech vyžaduje přítomnost alespoň pěti nezávislých skluzových systémů [2]. V průběhu deformace se proto aktivují sekundární (prismatické, pyramidální) skluzové systémy, případně může skluz proběhnout dvojčatěním. Aktivace dvojčatění závisí na orientaci zrn, způsobu zatěžování (tah/tlak) a poměru c/a (1,624 pro hořčík). Poměr c/a lze ovlivnit složením slitiny. Mnoho parametrů, jako distribuce orientací zrn, velikost zrn, či chemické složení, pak může ovlivnit mechanické vlastnosti hořčikových slitin. Při vyšších teplotách (>150°C) dochází rovněž ke zhoršování mechanických vlastností [3].

Další oblastí využití hořčíkových slitin je například elektronický průmysl, kde se používají k výrobě lehkých částí notebooků nebo spotřební elektroniky. Tyto slitiny jsou také atraktivní pro budoucí použití ve vodíkové ekonomii, neboť hořčík je jediný kov, který je schopen vratně uchovat velký objem vodíku ve formě kovových hydridů.

Slitiny řady AZ31

Komerčně vyráběné slitiny AZ vykazují špatnou tvárnost při pokojové teplotě, ale dostatečnou tažnost při vyšších teplotách. U slitin AZ31 a AZ61 byla zjištěna zvýšená tvárnost při teplotách mezi 150°C a 300°C [4], u jemnozrnných materiálů byla dokonce pozorována superplasticita [5]. Studie, která by dokázala pokrýt kombinovaný vliv mechanických i mikrostrukturálních aspektů deformace při různě vysokých teplotách, nicméně stále chybí. Navíc stále chybí některé poznatky o mechanických vlastnostech a tvárnosti slitin za pokojové teploty i teplot vyšších, stejně jako znalost jejich strukturní stability. Velmi málo je též známo o mechanismech vývoje struktury v těchto slitinách.

Slitina AZ31 se zdá být nejlepším kandidátem pro experimentální výzkum, neboť poskytuje nejvíce možností pro průmyslové využití mezi těmito slitinami [6]. Zjemňování zrn této slitiny je navíc náročné vzhledem ke známému faktu, že pro dané podmínky zpracování klesá velikost zrna s rostoucím podílem hliníku. Důsledkem toho vyžaduje zjemňování zrn slitiny AZ31 jemnější optimalizaci podmínek zpracování ve srovnání s ostatními slitinami řady AZ obsahujícími vyšší podíl hliníku (AZ61, AZ80, AZ91 a další) [1].

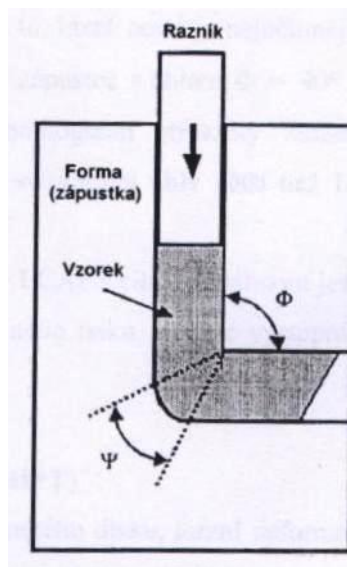
1.1 Metoda dosahování jemného zrna equal channel angular pressing

Metoda equal channel angular pressing (ECAP) slouží k získávání jemnozrnné struktury materiálu. Při protlačování metodou ECAP se používá forma, ve které je vyříznut kanál skládající se ze dvou částí o stejném průřezu, které svírají ostrý úhel, obvykle 90°. Touto formou je protlačován vzorek, na který při průchodu zalomením kanálu působí vysoké smykové napětí a ve vzorku tak dochází ke smykové deformaci.

Stejný průřez obou částí kanálu umožňuje opakované protlačování vzorku a tím i dosažení značné deformace ve vzorku. Ekvivalentní deformace ε dosažená během jednoho průchodu vzorku formou závisí na úhlu Φ mezi dvěma částmi kanálu a úhlu ψ , který určuje vnější oblouk mezi oběma kanály (viz obr. 1) a lze ji vyjádřit vztahem

$$\varepsilon = \frac{N}{\sqrt{3}} \left\{ 2 \cot g \left[\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right] + \operatorname{cosec} \left[\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right] \right\}, \quad (1)$$

kde N je počet průchodů vzorku formou.



Obr. 1 – Schéma formy na protlačování metodou ECAP

Otáčením vzorku kolem jeho podélné osy mezi jednotlivými průchody je možné aktivovat různé skluzové systémy. To vede ke čtyřem základním způsobům protlačování (cestám): pokud mezi průchody vzorkem neotáčíme, jedná se o cestu A, otáčíme-li vzorkem mezi průchody vždy o 90° ve stejném směru, jde o cestu B_C, otáčíme-li vzorkem o 90° střídavě po směru a proti směru hodinových ručiček, mluvíme o cestě B_A a při cestě C otáčíme vzorkem vždy o 180°.

V nedávné době se objevilo mnoho modifikací metody ECAP s cílem dosáhnout ještě účinnějšího zjemnění zrn. Významná je především metoda využívající zpětného tlaku, při

které působíme ve výstupním kanálu proti vzorku protitlakem [3,7]. Další významnou metodou je EX-ECAP. V tomto případě se jedná o dvojstupňovou metodu, při které je vzorek nejprve extrudován (kvádr vzorku se protlačí kanálem o daleko menším průřezu) a poté zpracován metodou ECAP [8].

2. STUDOVANÝ MATERIÁL A JEHO PŘÍPRAVA

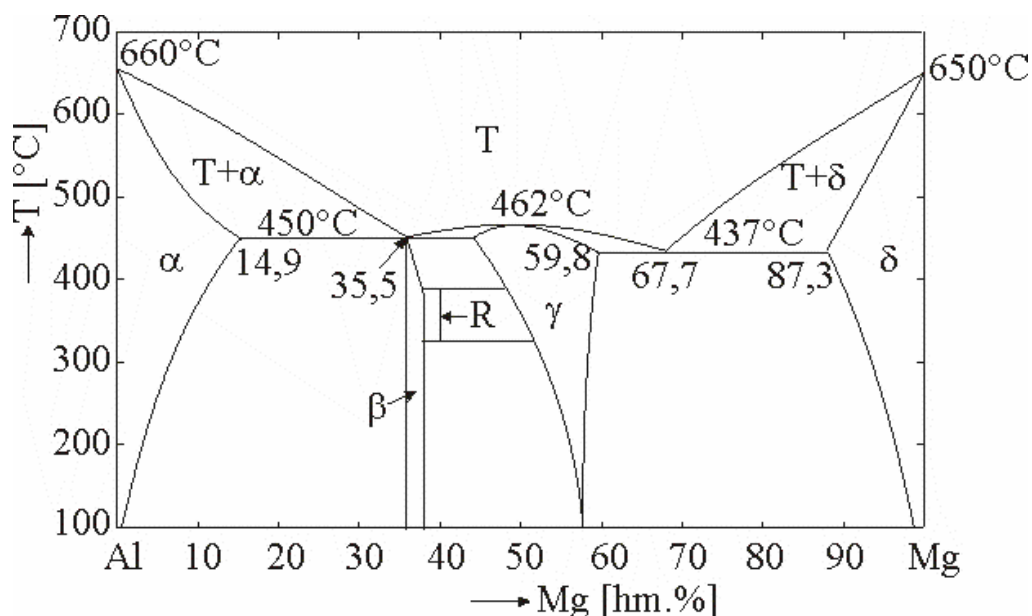
2.1 Studovaný materiál

V této práci byla studována slitina AZ31, což je komerční slitina hořčíku s příměsí hliníku, zinku a manganu. Zastoupení prvků ve slitině ukazují tabulka 1 [9].

prvek	Al	Zn	Mn
váh. %	3	0,8	0,2

Tabulka 1 – Složení AZ 31

Na obrázku 2 je znázorněn binární fázový diagram systému Al-Mg. Pro naše účely je podstatná část fázového diagramu odpovídající vysokým koncentracím hořčíku. Oblast δ je oblast substitučního tuhého roztoku hliníku v hořčíku, γ označuje rovnovážný precipitát $Mg_{17}Al_{12}$ s kubickou strukturou [10].

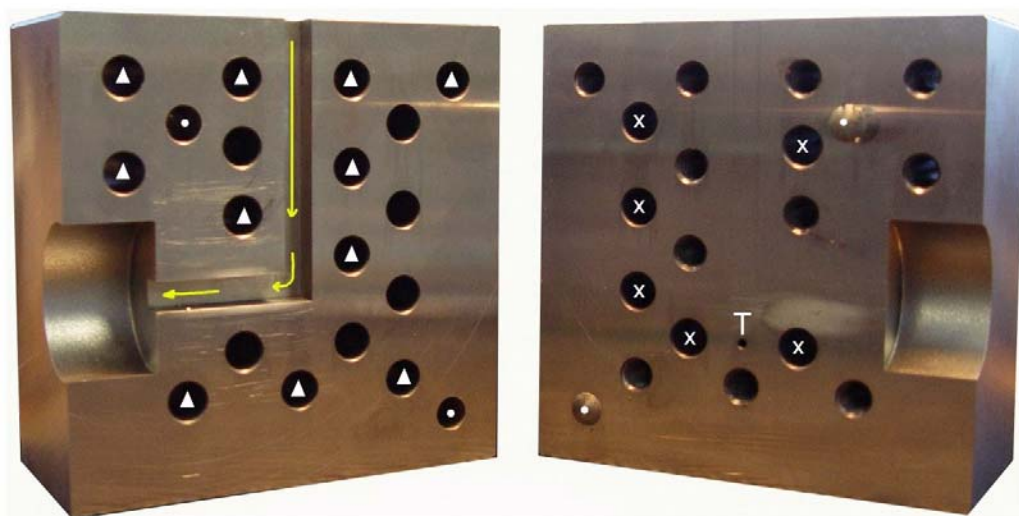


Obr. 2 – Fázový diagram systému Al-Mg

2.2 Příprava materiálu

Studované vzorky slitiny AZ 31 byly připraveny různým počtem průchodů (N) formou ECAP (N = 1, 2, 4, 8) cestou B_C. Protlačování probíhalo rychlostí 5 mm/min. při teplotě T = 250° pro 1. - 4. průchod a T = 220° pro 5. - 8. průchod vzorku formou. Před vlastním protlačením byl vzorek homogenizačně žhán 18 hodin za teploty 413° C, tzv. žhání T4. Během žhání dochází k rozpouštění rovnovážných precipitátů fáze $Mg_{17}Al_{12}$, jejichž přítomnost významně znesnadňuje proces protlačování [11]. Protlačování se uskutečnilo na Technické univerzitě Clausthal v Německu.

Na obr. 3 je znázorněn snímek protlačovací formy, která byla použita na přípravu vzorků.



Obr. 3 – Protlačovací forma pro ECAP. Symbol **x** označuje místa pro topná tělesa, symbol **●** označuje místa sloužící ke správnému sestavení formy, symbol **▲** značí místa pro šrouby pro spojení obou částí formy a **T** označuje polohu termočládku.

3. POUŽITÉ EXPERIMENTÁLNÍ METODY

3.1 Optická mikroskopie

Nařezané vzorky byly fixovány serifixem a tužidlem v poměru 50:1 do tvaru vhodného pro leštění. Dále byly mechanicky broušeny brusnými papíry hrubosti 800, 1200 a 2400 a leštěny 3 μm a 1 μm diamantovou pastou. Pro zviditelnění hranic zrn byly vzorky leptány asi 1 minutu kyselinou pikrovou. Obrázky byly pořízeny pomocí mikroskopu Olympus IX70 s kamerou PixeLINK.

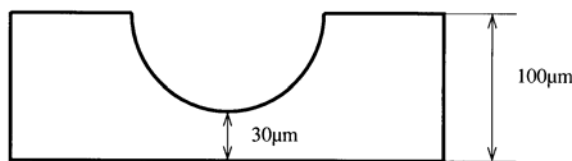
Pro vyhodnocení velikosti zrn se použila průsečiková metoda, při které program vykreslí přes snímek mikrostruktury řadu vodorovných linií. Velikost zrna stanovíme určením počtu průsečíků hranice zrn s těmito liniemi.

3.2 Transmisní elektronová mikroskopie (TEM)

Vzorky pro TEM musí být velmi tenké (oblast prosvětlitelná pro elektrony činí přibližně 100 - 200 nm v závislosti na urychlovacím napětí), aby intenzita svazku elektronů prošlých vzorkem byla dostatečná pro pořízení snímků. Všechny metody přípravy tenkých vzorků probíhají ve dvou krocích: mechanické ztenčování a závěrečné dolešťování, při kterém dojde ve vzorku k vytvoření otvoru, kolem kterého potom provádíme pozorování v TEM. Výběr metody závěrečného doleštění závisí na fyzikálních a chemických vlastnostech materiálu (zejména zda lze vzorek elektrolyticky leštit bez leptání povrchu).

3.2.1 Mechanické ztenčování vzorku

Na diamantové pile byly nejprve uříznuty plátky tloušťky přibližně 1 mm. Plátky byly mechanicky zbrušovány na konečnou tloušťku asi 100 μm . Diamantovou trubičkou byly z plátků vyříznuty terčíky o průměru 3 mm. Pomocí přístroje dimpler grinder fy Gatan byly z jedné strany terčíku vybroušeny důlky tak, aby konečná tloušťka terčíku v nejužším místě byla asi 30 μm (viz. obr. 4).

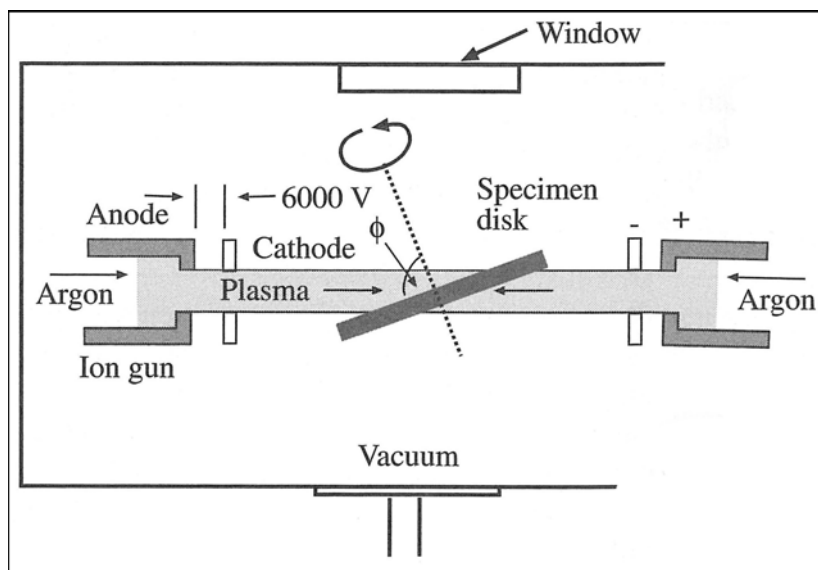


Obr. 4 – Terčík upravený pro iontové slešťování

3.2.2 Iontové slešťování

Iontovým slešťováním připravujeme tenké folie z materiálů, které nelze elektrolyticky leštit. Při této metodě dochází k bombardování tenkého vzorku energetickými ionty nebo neutrálními atomy. Parametry, které je třeba během slešťování volit, jsou napětí, teplota vzorku, typ iontů (Ar, He) a úhel dopadu iontů na vzorek. Kromě energie a úhlu dopadu iontů, rychlosti otáčení vzorku a jeho teploty je většina parametrů obvykle dána experimentálním zařízením. Obvykle se používá napětí 4 - 6 kV. Iontový svazek vždy alespoň do určité míry pronikne do vzorku a dochází k radiačnímu poškození materiálu, což ovlivňuje pozorovanou mikrostrukturu. Hloubka průniku iontů se minimalizuje naklopením dopadajícího iontového paprsku vůči povrchu vzorku. Počáteční fáze slešťování obvykle probíhá při úhlech 5 - 10° a se snižující se tloušťkou zmenšujeme úhel pod 5°. Prakticky pro všechny materiály se doporučuje během slešťování vzorek chladit. V opačném případě hrozí zahřátí vzorku na teplotu až 200°C.

Schema aparatury pro iontové slešťování je znázorněno na obr. 5. Základem aparatury jsou dvě iontové trysky, které jsou umístěny na opačných stranách vzorku. Argonový plyn vycházející z trysek v evakuované komoře vytvoří úzký svazek, který je urychlen v potenciálovém poli a nasměrován na rotující vzorek. Během bombardování může být vzorek chlazen na teplotu kapalného dusíku.



Obr. 5 – Schematický diagram zařízení na iontové slešťování [12]

Iontové slešťování je nejuniverzálnější ztenčovací proces; používá se pro keramiku, vícefázové materiály, slitiny i další typy vzorků. Na tomto principu pracují zařízení Precision Ion-Milling System (PIMS) a Precision Ion-Polishing System (PIPS). Výhodou PIPS jsou výkonná iontová děla a malý úhel dopadu (4°), což vede k minimálnímu radiačnímu poškození povrchu a zahřívání. Malý úhel dopadu odstraňuje problémy s nerovností povrchu, zatímco výkonná děla zajišťují dostatečnou rychlost ztenčování.

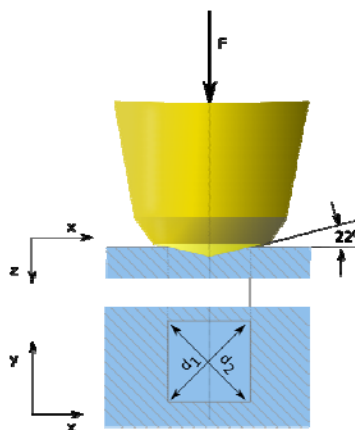
V našem případě byl použit iontový slešťovač PIPS firmy Gatan. Podmínky slešťování byly následující: urychlovací napětí $U = 4 \text{ kV}$, úhel dopadu $\alpha = 5^\circ$, v konečné fázi před proděravěním $\alpha = 2^\circ$, pokojová teplota. Slešťování trvalo asi 10 - 15 hodin. Po vytvoření otvoru byl vzorek dolešťován po dobu 15 - 20 min. při úhlu 2° a napětí 2 kV.

Vlastní pozorování mikrostruktury probíhalo na transmisním elektronovém mikroskopu Jeol 2000FX při urychlovacím napětí 200 kV.

3.3 Měření mikrotvrdomosti

Měření probíhalo na vzorcích s vyleštěným povrchem připravených pro optickou mikroskopii pomocí mikroskopu Olympus a programu Lucia Hardness. Program využívá Vickersův test mikrotvrdomosti.

Vickersův test mikrotvrdomosti používá jako indentor diamant ve tvaru pyramidy se čtvercovou základnou, úhlem 136° mezi protilehlými povrchy a 22° mezi povrchem indentoru a povrchem vzorku (viz obr. 6). Jednotkou mikrotvrdomosti je Vickersovo pyramidové číslo HV.



Obr. 6 – Schematické znázornění měření mikrotvrdomosti

Indentor je do povrchu vzorku vtlačován různou silou. Vickersovo pyramidové číslo (HV) je pak určeno poměrem F/A , kde F je tlaková síla působící na indentor a A je plocha výsledného vtisku. Plochu A lze stanovit ze vztahu

$$A = \frac{d^2}{2 \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}, \quad (2)$$

který lze aproximovat výrazem

$$A \approx \frac{d^2}{1.854}, \quad (3)$$

kde d je průměrná délka diagonály otisku.

Viskersovu mikrotvrdot HV určíme ze vztahu

$$H_V = \frac{F}{A} \approx \frac{1.854F}{d^2}. \quad (4)$$

Příslušné jednotky HV jsou kgf/mm^2 . Pro převod HV na MPa se výsledný údaj vynásobí převodním faktorem 9.807.

3.4 Tahové zkoušky

Z deformovaných vzorků po ECAPu byl nejprve vyfrézován tvar deformačního vzorku a poté nařezány tenké plíšky tloušťky 1 mm pro tahové zkoušky. Tahové zkoušky se uskutečnily za pokojové teploty na deformačním stroji Instron 8850.

Během zkoušky byla pomocí počítače odečítána působící síla F a relativní prodloužení e definované vztahem

$$e = \frac{l - l_0}{l_0} \quad (5)$$

kde l_0 je počáteční délka vzorku a l je okamžitá délka vzorku. Okamžitou délku vzorku stanovíme ze známé rychlosti přičníku v a doby měření t_i ,

$$l(t_i) = v t_i. \quad (6)$$

Průběh plastické deformace se zobrazuje jako závislost skutečného napětí σ definovaného vztahem

$$\sigma = \frac{F}{S_0}(1 + e), \quad (7)$$

kde S_0 je počáteční průřez vzorku, na skutečné deformaci (skutečném relativním prodloužení) ε daného vztahem

$$\varepsilon = \int_{l_0}^l \frac{dl}{l}, \quad (8)$$

který jde převést na tvar [13]

$$\varepsilon = \ln(1 + e). \quad (9)$$

Na tzv. deformačních křivkách σ - ε se určují dvě charakteristická napětí – mez kluzu $\sigma_{0,2}$ odpovídající napětí, při kterém je dosaženo plastické deformace 0,2%, a mez pevnosti σ_{\max} určená ze vztahu

$$\sigma_{\max} = \frac{F_{\max}}{S_0}. \quad (10)$$

3.5 Akustická emise

Akustická emise (AE) je definována jako elastické vlnění, vznikající náhlým uvolněním energie v důsledku lokálních dynamických změn ve struktuře materiálu. Všeobecně pojem AE označuje fyzikální jev, při kterém se pozorují akustické signály způsobené dynamickými procesy (jako například plastická deformace), stejně jako diagnostickou metodu založenou na tomto jevu.

V reálném materiálu, vyznačujícím se poruchami, dochází při mnohých fyzikálních jevech k hromadění energie. Při dostatečné stimulaci se část této energie uvolní ve formě elastických vln, které se šíří materiálem. Složku vlnění kolmou k povrchu lze měřit snímačem AE.

Mechanické vlnění, šířící se materiálem, lze rozdělit na příčné a podélné. Příčné vlnění je pomalejší a částice materiálu kmitají příčně ke směru šíření vlnění. Šíření příčného vlnění je podmíněno přítomností tangenciálních napětí a je proto omezeno na pevné látky. Ta ale nejsou v kapalinách a plynech trvale udržitelná a dochází proto k útlumu vlnění. Podélné vlnění je rychlejší a částice kmitají podélně se směrem šíření vlnění. Podélné vlnění je podmíněné přítomností normálových napětí a proto se může šířit všemi typy prostředí.

Podle charakteru elastického vlnění rozlišujeme dva druhy AE, spojitou a nespojitou. Pokud vzniká elastická vlna z velkého počtu zdrojů, ale má nízkou energii, a amplituda AE neklesá pod určitou prahovou úroveň, mluvíme o spojitě emisi. U signálů charakteru časově oddělených pulzů s velkou energií mluvíme o nespojitě emisi.

Zdroje spojitě AE v kovech souvisí s mikromechanismy působícími při plastické deformaci. Nejvýznamnější roli hrají dislokace, které svými napěťovými poli dokáží

generovat AE. Dalším zdrojem spojitě AE mohou být procesy, při nichž se uvolňuje vnitřní napětí v materiálu, jako například při rekrystalizaci.

Nespojitě AE vzniká jako důsledek nestabilního charakteru plastické deformace nebo v důsledku degradačních procesů v materiálu. Nejvýznamnějšími zdroji nespojitě AE je šíření trhlin, lom a případně korozní jevy. Nestabilní charakter plastické deformace vyskytující se v některých materiálech je způsobený deformací dvojčatěním nebo náhlým pohybem velkého množství dislokací. Všechny tyto procesy mají lavinovitý charakter a jsou spojené s náhlým uvolňováním elastické energie, jejíž hodnota může být až o 10-14 řádů vyšší než u spojitě AE.

Velkou výhodou AE je možnost tzv. měření *in – situ* , při kterém jsou naměřené hodnoty zpracovávány a vyhodnocovány v reálném čase. Mezi nevýhody AE patří nízká energie mnohých akustických pulzů, v důsledku čehož pulzy zanikají v pozadí detektoru.

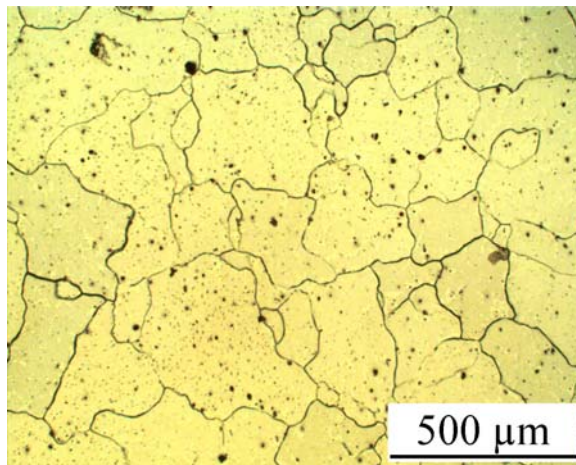
AE má spojitý nebo nespojitý charakter a zaznamenaný signál může být tedy buď spojitý nebo impulzní. Při spojitě AE se nejčastěji používá detekce amplitudy signálu na dvou prahových úrovních měřeného elektrického napětí z důvodu rozlišení nízko- a vysokofrekvenčních zdrojů AE. Výsledkem jsou parametry N_C , počet emisních překmitů za daný časový úsek, a N_C' , časová četnost emisních překmitů.

Při nespojitě AE se vyhodnocuje charakter jednotlivých emisních událostí nebo jejich celkový počet. I v tomto případě se používá dvojpřahová detekce elektrického napětí, avšak jejich hodnoty se mohou lišit od hodnot pro spojitou AE. Nastavení prahových úrovní závisí na povaze zkoumaného materiálu.

4. VÝSLEDKY MĚŘENÍ

4.1 Optická mikroskopie

Mikrostruktura vzorku slitiny AZ 31 v odlitém stavu je tvořena polyedrickými zrny přesyceného tuhého roztoku hliníku, zinku a ostatních příměsových prvků hořčíku. Na metalografickém výbrusu (obr. 7) je možno pozorovat další, blíže neanalyzované fáze, respektive dutiny, které vznikly při lití, respektive při ochlazování z teploty lití. Průměrná velikost zrna zjištěná průsečikovou metodou v tomto vzorku činí 129 μm .



Obr. 7 - Mikrostruktura stavu slitiny AZ31 as cast

Změny v mikrostruktuře po prvním průchodu vzorku ECAP kanálem jsou dokumentované na obrázku 9a a 9b. V průběhu intenzivní deformace došlo k výraznému zjemnění zrna přesyceného tuhého roztoku, avšak v mikrostruktuře zůstala zachována i hrubá zrna. Na obr. 9a lze pozorovat protažení zrn v mikrostruktuře ve směru protlačování ECAP kanálem. Průměrná velikost jemných zrn je 11 μm a hrubých zrn 84 μm .

Po druhém průchodu vzorku ECAP kanálem došlo k dalšímu zjemnění zrna v oblastech s jemnější mikrostrukturou v příčném (obr. 9c) i podélném (obr. 9d) směru. Porovnáním mikrostruktur získaných z čelních stran vzorků po 1. a 2. protlačení (obr. 9b resp. 9d) lze konstatovat, že po druhém průchodu se snížil počet hrubých zrn. Průměrná velikost zrna v jemných oblastech je 5,6 μm .

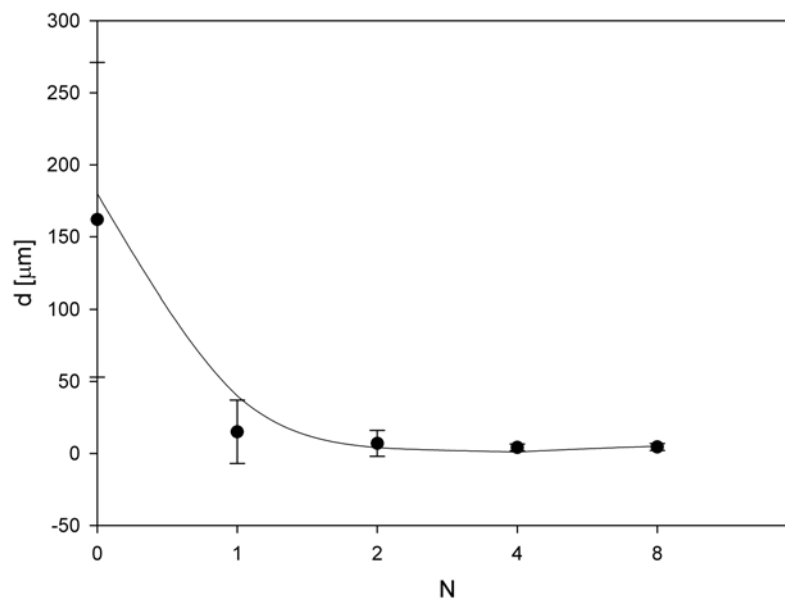
Po 4. průchodu vzorku kanálem ECAP je hořčíková slitina tvořena jemnými polyedrickými zrny, bez výskytu hrubých zrn (obr. 9e a 9f). Mikrostruktura je rovnoměrná a průměrná velikost zrna je 4,2 μm .

Ve vzorku po 8 průchodech ECAP kanálem zůstává mikrostruktura homogenní (obr. 9g a 9h). Ve srovnání se vzorkem po 4 průchodech však došlo k mírnému zhrubnutí zrn. Průměrná velikost zrna v tomto vzorku činí 4,5 μm .

Na obr. 8 je znázorněna závislost průměrné velikosti zrna na počtu průchodů formou ECAP. V tabulce 2 jsou pro přehled shrnuty výsledky měření velikosti zrna v jednotlivých vzorcích.

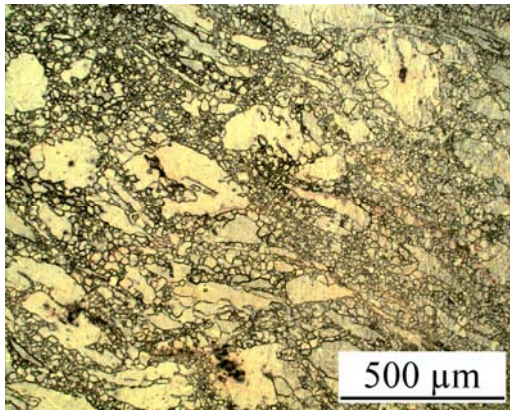
N	as cast	0	1	2	4	8
d [μm]	129	162	11 a 84	5,6	4,2	4,5
chyba [μm]	83	109	6 a 32	6,9	2,4	2,4

Tab. 2 – Velikost zrna v závislosti na počtu průchodů

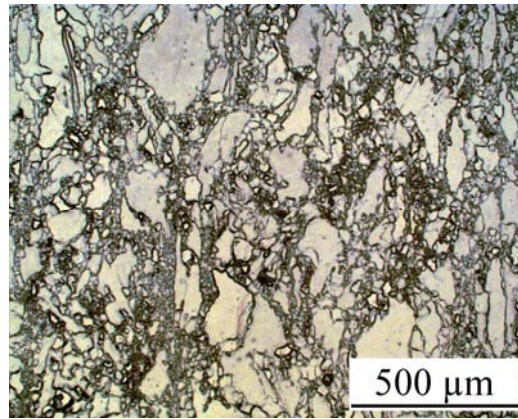


Obr. 8 – Závislost velikosti zrna na počtu průchodů

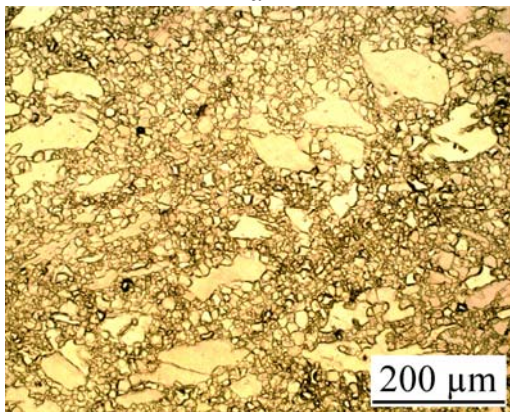
Z obrázku 8 je jasně patrný výrazný pokles průměrné velikosti zrna po 1. průchodu. Během dalších průchodů se již velikost zrna mění velmi málo a jak již bylo uvedeno mezi 4. – 8. průchodem dochází dokonce k mírnému zhrubnutí zrna.



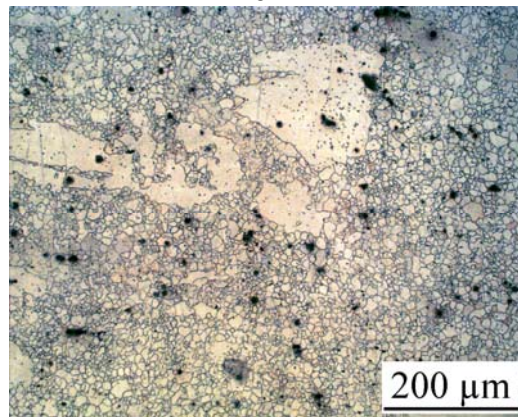
a – 1P



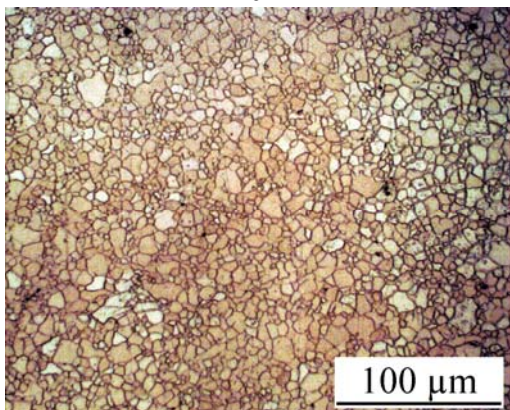
b – 1P



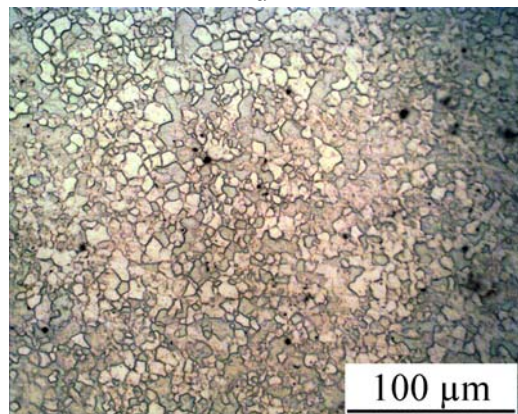
c – 2P



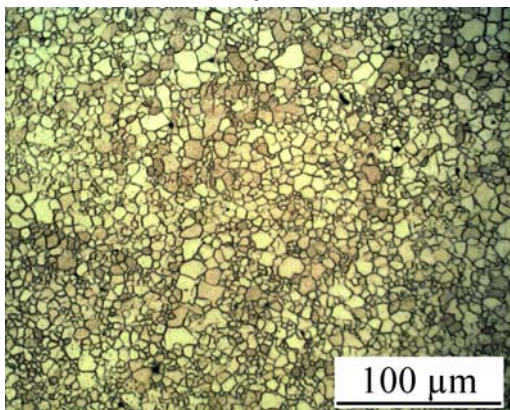
d – 2P



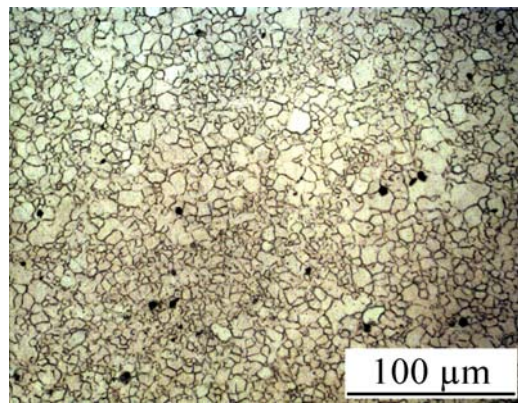
e – 4P



f – 4P



g – 8P

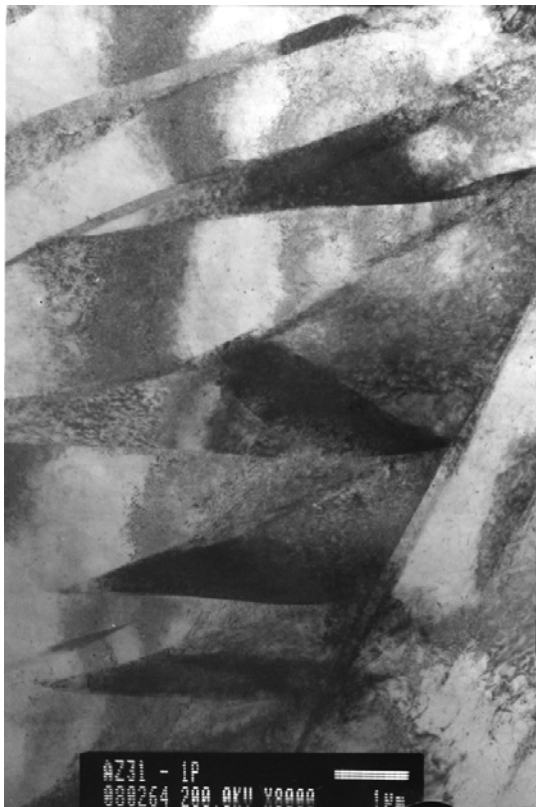


h – 8P

Obr. 9 - Vývoj mikrostruktury po různém počtu průchodů formou ECAP (levý sloupec: příčný směr – X, pravý sloupec: podélný směr Y)

4.2 TEM

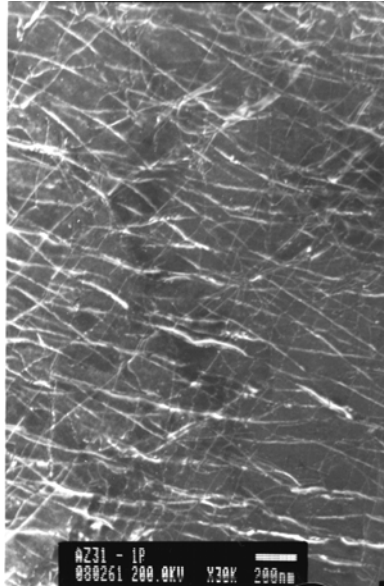
Mikrostrukturu slitiny AZ31 po 1 průchodu formou ECAP lze charakterizovat jako typickou tvářenou strukturu s vysokým počtem dislokací. Ve struktuře převládají velká zrna velikosti až 100 μm . V zrnech leží řada paralelních dvojčat, ve kterých je obsaženo mnoho dislokací. V některých zrnech pozorujeme vícenásobné dvojčatění. V tomto případě v zrnech existuje několik systémů vzájemně se protínajících dvojčat ležících v různých krystalografických rovinách. Charakteristické snímky dokumentující intenzivní dvojčatění ve vzorku po 1 průchodu jsou znázorněny na obr. 10 a 11. Ojedinelé se ve vzorku vyskytují menší zrna s velikostí přibližně 10 μm . Detail homogenního rozložení dislokací v takovém zrně pořízený metodou slabého svazku je uveden na obr. 12.



Obr. 10 – 1P



Obr. 11 – 1P

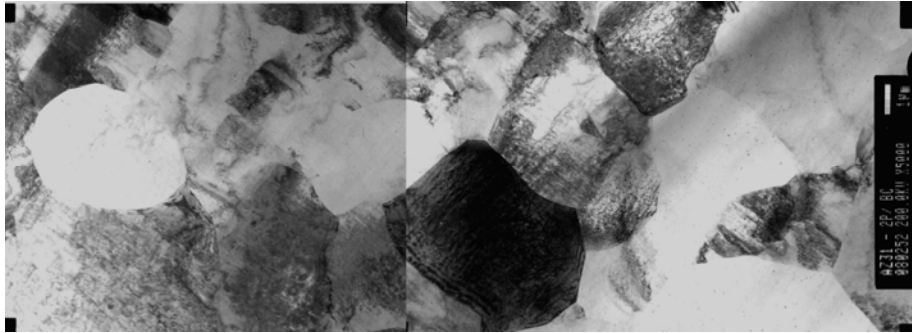


Obr. 12 – 1P, detail slabý svazek
 $g = (1 -1 0 -1)$
 $B = [0 1 1 1]$

Ve vzorku po dvou průchodech zůstává mikrostruktura nehomogenní a nerovnovážná. Na obr. 13 vidíme pozůstatky hrubých zrn s mnoha paralelními dvojčaty a vysokou hustotou dislokací. Během druhého průchodu se v mnoha místech objemu vzorku (přibližně v 60% prosvětelné plochy) vytvořila nová zrna o průměrné velikosti 2-10 μm , která mají charakter typický pro nerovnovážný stav. Hranice zrn mají neostrý difúzní kontrast a vyskytuje se v nich velké množství dislokací. Vysokou hustotu dislokací pozorujeme rovněž uvnitř zrn. Pomocí elektronové difrakce zjišťujeme převážně malouhlový charakter hranic zrn. Popsané skutečnosti dokumentuje snímek na obr. 14.

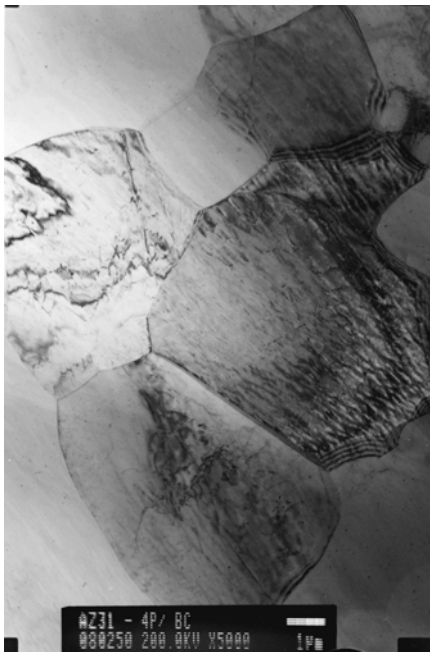


Obr. 13 – 2P

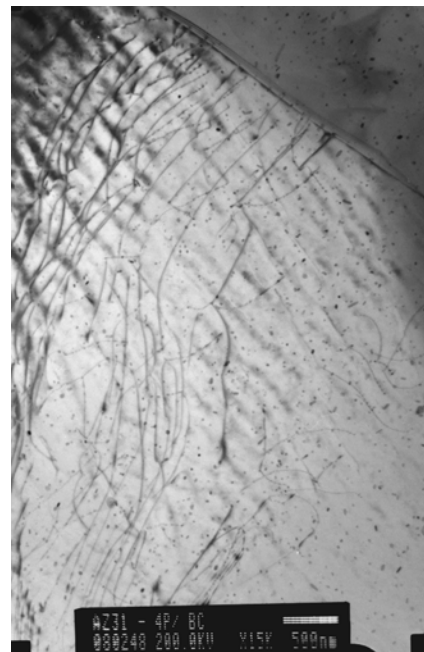


Obr. 14 – 2P

Během dalšího protlačování (3.- 4. průchod) došlo k významnému zhomogenizování struktury. Obr. 15 představuje typickou strukturu vzorku po 4 průchodech formou ECAP. Tvoří ji téměř rovnoosá zrna o průměrné velikosti asi 5 μm . Ve srovnání se vzorkem po 2 průchodech vidíme na tomto snímku zrna v téměř rovnovážném stavu s ostrými, přímými hranicemi, které mají charakteristický kontrast tloušťkových proužků. V zrnech pozorujeme mnohem méně dislokací. Převážná většina hranic zrn má již vysokoúhlový charakter. Na obr. 16 je příklad zrna s nízkou hustotou dislokací. Kromě dislokací vidíme v zrně velké množství drobných precipitátů (velikosti asi 10 nm), které představují kotvící body pro dislokace a blokují jejich volný pohyb. Jedná se pravděpodobně o rovnovážné fáze $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ nebo Mg_2Zn_3 , které lze v tomto materiálu očekávat [9]. Na rozdíl od předcházejících stavů nebyla v tomto vzorku nalezena žádná dvojčata.

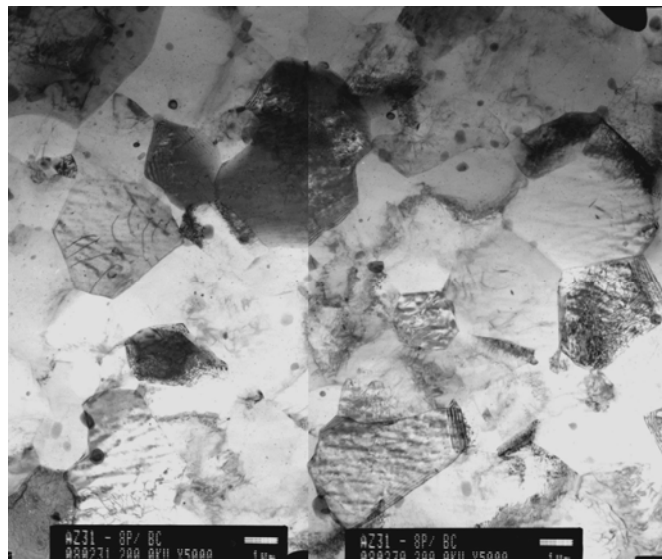


Obr. 15 – 4P

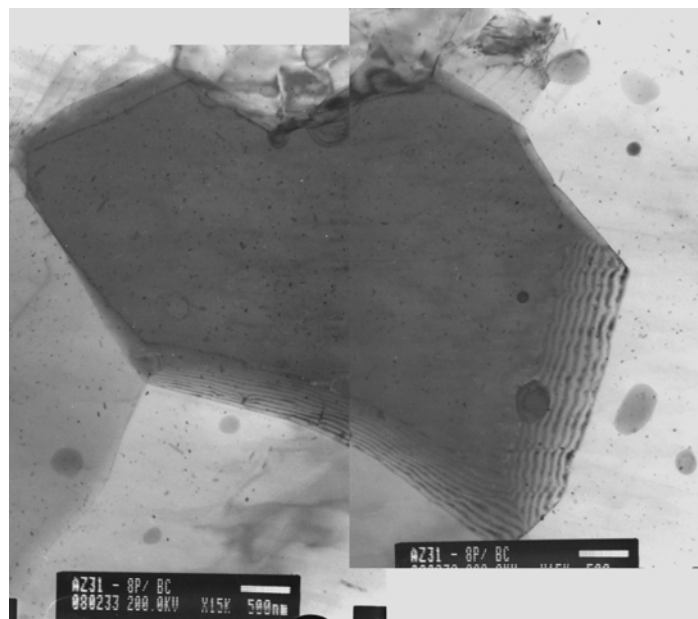


Obr. 16 – 4P

Ve vzorku po 8 průchodech pozorujeme velmi podobnou strukturu jako ve vzorku po 4 průchodech. Tvoří ji opět rovnoosá rovnovážná zrna s průměrnou velikostí asi 5 μm – viz obr. 17. Kromě toho ve vzorku nacházíme zhrublá zrna velikosti až 10 μm . Tato zrna neobsahují téměř žádné dislokace a jejich rovnovážný charakter jednoznačně potvrzuje skutečnost, že v průběhu protlačování došlo mezi 4. až 8. průchodem v materiálu k sekundární rekrystalizaci, během níž došlo ke zhrubnutí zrna a snížení hustoty dislokací. Typický příklad rekrystalizovaného zrna je znázorněn na obr. 18. Na tomto obrázku vidíme rovněž hrubé precipitáty primární fáze $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$, které leží uvnitř zrna i na jeho hranici. Navíc jsou na snímku vidět drobné precipitáty podobně jako ve vzorku po 4 průchodech.



Obr. 17 – 8P



Obr. 18 – 8P, rekrystalizované zrno

Z výsledků pozorování pomocí TEM lze formulovat kvalitativní model vývoje mikrostruktury ve slitině AZ31 během protlačování formou ECAP za vysoké teploty. Výchozí hrubozrnná struktura vznikající gravitačním litím se v počátečních stádiích rozpadá dvojčatěním, které dominuje ve vzorku po 1 průchodu ECAP. V dalších stádiích protlačování dochází k postupné tvorbě jemnozrnné struktury, která je nejprve nerovnovážná. Teprve po 4 průchodech vzniká v materiálu homogenní struktura tvořená drobnými rovnovážnými zrny velikosti asi 5 μm vzájemně oddělenými převážně vysokoúhlovými hranicemi zrn. ECAPováním se dosáhlo přibližně 50-ti násobného zjemnění mikrostruktury. Další protlačování již není z hlediska zjemnění mikrostruktury efektivní, neboť dochází k sekundární rekrystalizaci, během níž zároveň výrazně klesá hustota dislokací.

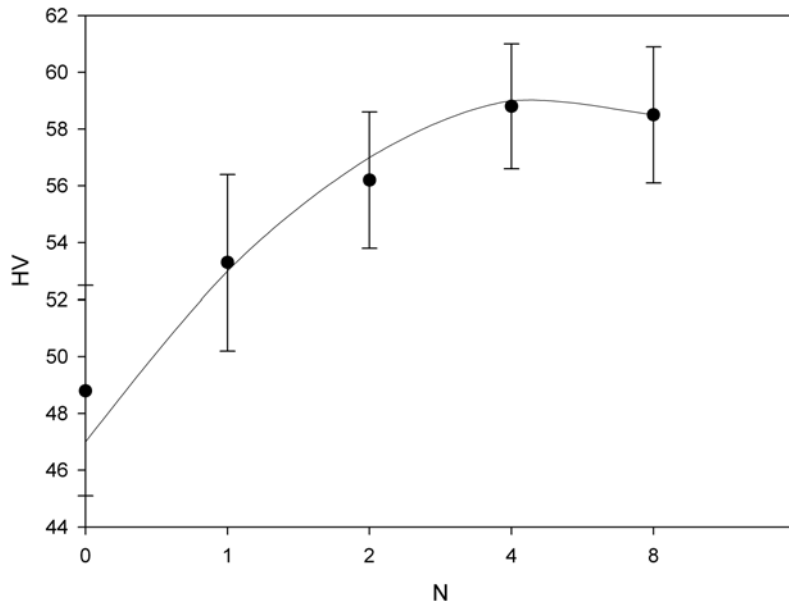
4.3 Měření mikrotvrdomosti

Výsledky měření mikrotvrdomosti v jednotlivých vzorcích jsou přehledně uvedeny v tabulce 3 a znázorněny na obr. 19.

Z obr. 19 a tabulky 3 je vidět, že mikrotvrdomost roste nemonotónně s rostoucím počtem průchodů. Na počátku hodnota HV postupně roste a nabývá maxima ve vzorku po 4 průchodech. S následným protlačováním již dochází k postupnému poklesu mikrotvrdomosti. Porovnáním závislosti velikosti zrna a mikrotvrdomosti na počtu průchodů (obr. 9 a 19) lze konstatovat, že hodnota HV dobře koreluje s velikostí zrna v tom smyslu, že s klesající velikostí d dochází k vzrůstu HV (0 - 4P) a naopak s rostoucím d mikrotvrdomost vzorku klesá (4-8P).

	as cast	0P	1P	2P	4P	8P
X	52,3	47,4	52,1	54,7	59,6	57,9
Y	50,6	50,2	54,1	56,8	57,9	59,0
Z	50,6	48,8	53,6	57,2		
průměr	51,2	48,8	53,3	56,2	58,8	58,5
chyba	3,5	3,7	3,1	2,4	2,2	2,4

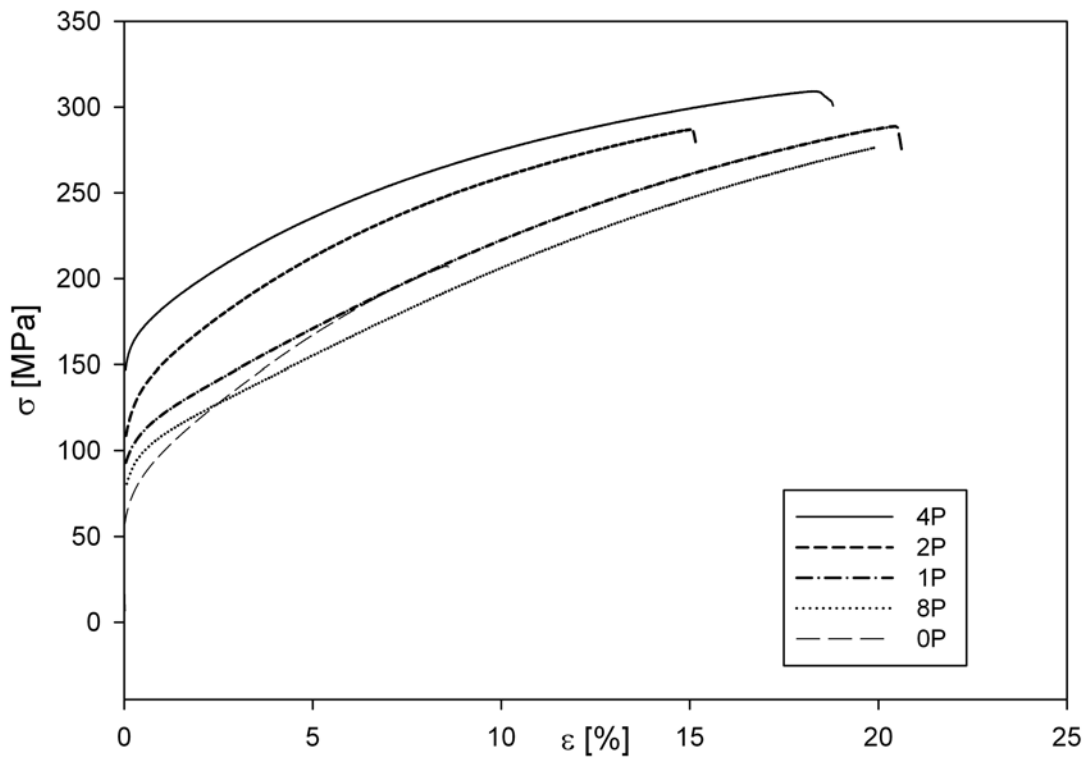
Tab. 3 – Závislost mikrotvrdomosti v jednotlivých částech vzorku na počtu průchodů (X – čelní strana, Y – vrchní strana, Z – boční strana)



Obr. 19 – Závislost mikrotvrdosti na počtu průchodů

4.4 Tahové zkoušky

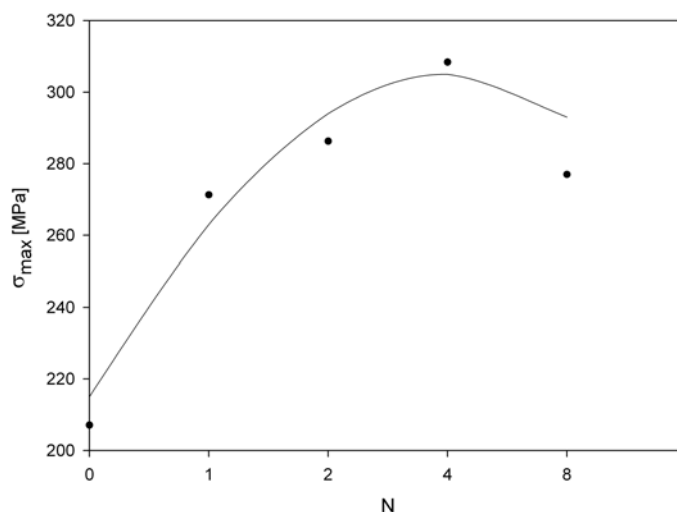
Na obr. 20 jsou znázorněny křivky skutečné napětí – skutečná deformace pro slitinu AZ31 pro různý počet průchodů.



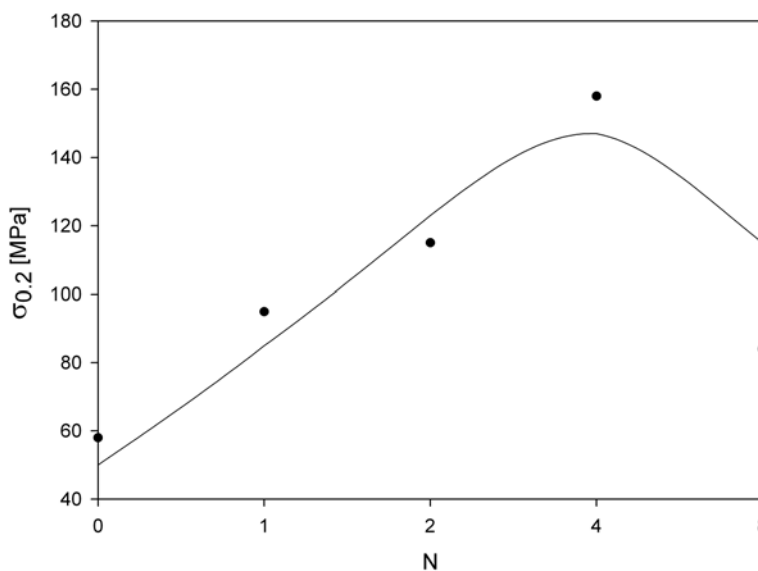
Obr. 20 – Křivky skutečné napětí - skutečná deformace pro slitinu AZ31

Všechny křivky mají typický parabolický průběh. Tento průběh s postupným růstem koeficientu zpevňování je charakteristický pro polykrystalické materiály. Tažnost dosahuje u všech vzorků téměř 20% a nezávisí příliš na počtu průchodů.

Charakteristická napětí σ_{\max} a $\sigma_{0.2}$ zjištěná z deformačních křivek jsou znázorněna na obr. 21 a 22.



Obr. 21 – Charakteristické napětí σ_{\max} pro slitinu AZ31



Obr. 22 – Charakteristické napětí $\sigma_{0.2}$ pro slitinu AZ31

Z obr. 21 a 22 je patrné, že charakteristická napětí (napětí na mezi skluzu $\sigma_{0.2}$ i maximální napětí σ_{\max}) rostou pro 0 až 4 průchody vzorku formou ECAP. Nejnižších deformačních napětí přitom dosahují vzorky ve výchozím stavu 0P ($\sigma_{\max} = 207$ MPa, $\sigma_{0.2} = 58$ MPa) a

nejvyšších vzorky po 4 průchodech ($\sigma_{\max} = 308$ MPa, $\sigma_{0.2} = 158$ MPa), přičemž nejvyšší nárůst zaznamenáváme již po prvním průchodu vzorku formou ECAP, kdy maximální napětí vzrostlo téměř dvakrát.

Pro 8 průchodů vzorku formou ECAP deformační napětí opět klesá, hodnoty $\sigma_{0.2}$ i σ_{\max} jsou srovnatelné s hodnotami vzorku po 1 průchodu. Deformační napětí závisí především na velikosti zrna a hustotě dislokací. Srovnáním s výsledky optické mikroskopie je patrné, že pokles deformačního napětí u vzorku po 8 průchodech oproti vzorku po 4 průchodech je daleko výraznější než nárůst velikosti zrna. Z toho lze usuzovat, že mezi 4. – 8. průchodem došlo k výraznému poklesu hustoty dislokací.

Tabulka 4 shrnuje naměřené hodnoty deformačního napětí pro vzorky po jednotlivých počtech průchodů formou ECAP.

počet průchodů	$\sigma_{0.2}$ [MPa]	σ_{\max} [MPa]
0	58	207
1	95	271
2	115	286
4	158	308
8	84	277

Tab. 4 – Mez kluzu $\sigma_{0.2}$ a mez pevnosti σ_{\max} pro AZ 31

4.5 Akustická emise

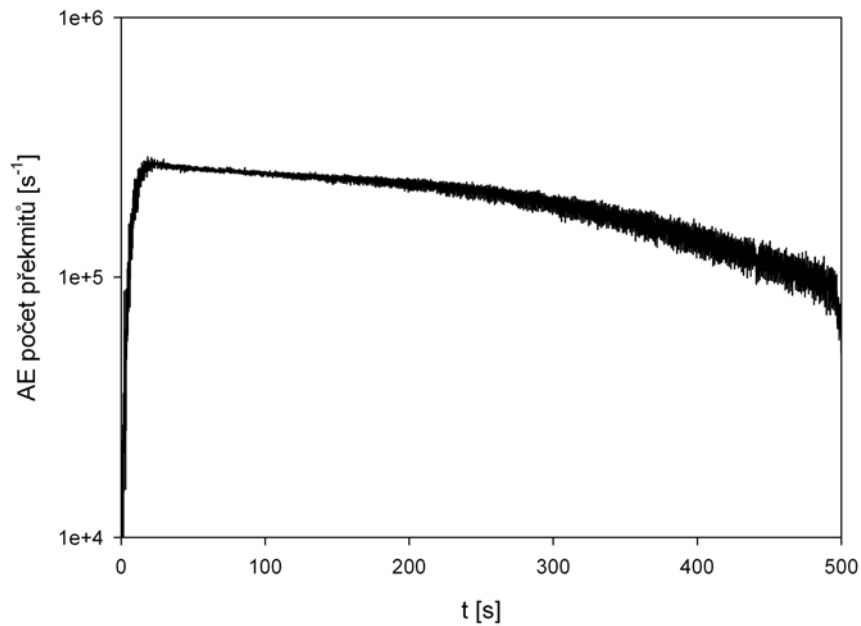
K měření AE bylo použito počítačem řízené zařízení DAKEL-XEDO-3 od firmy ZD RPETY – DAKEL Rpety. Ke snímání AE se použil piezoelektrický snímač MST8S. AE se monitorovala na jedné prahové úrovni nastavené na hodnotu $N_{C1} = 730$ mV. Minimální doba trvání jedné emise, kterou bylo možno zaznamenat, je dána mrtvou dobou a představovala hodnotu 1000 μ s. K záznamu AE byl použit software Daemon od firmy ZD RPETY – DAKEL Rpety.

Detekce signálů akustické emise (AE) se uskutečnila na jedné prahové úrovni N_{C1} . AE je způsobována kolektivním pohybem dislokací v materiálu při jeho deformaci. Typický průběh závislosti časové četnosti emisních překmitů na čase při deformaci v tahu je možné sledovat na obr. 23. Jednotlivé křivky AE se vyznačují charakteristickým maximem, které souvisí s makroskopickou mezí kluzu a za nímž dochází k poklesu aktivity AE.

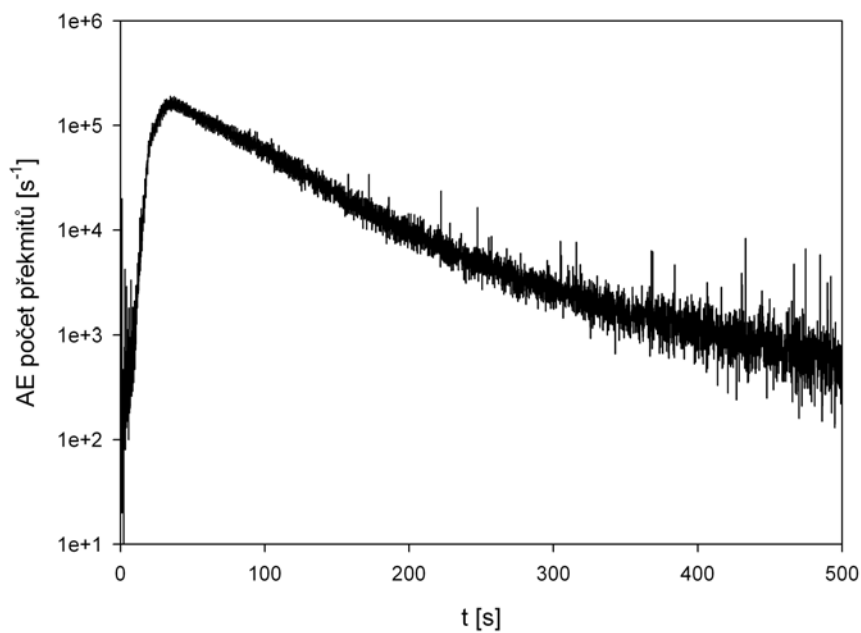
Charakteristické maximum počtu emisních překmitů na mezi kluzu je způsobené masivní multiplikací dislokací, které jsou výborným zdrojem AE. Zvyšování hustoty dislokací s

narůstající plastickou deformací způsobuje snižování volné dráhy pro pohyb dalších dislokací, což způsobuje snížení intenzity AE za mezí kluzu.

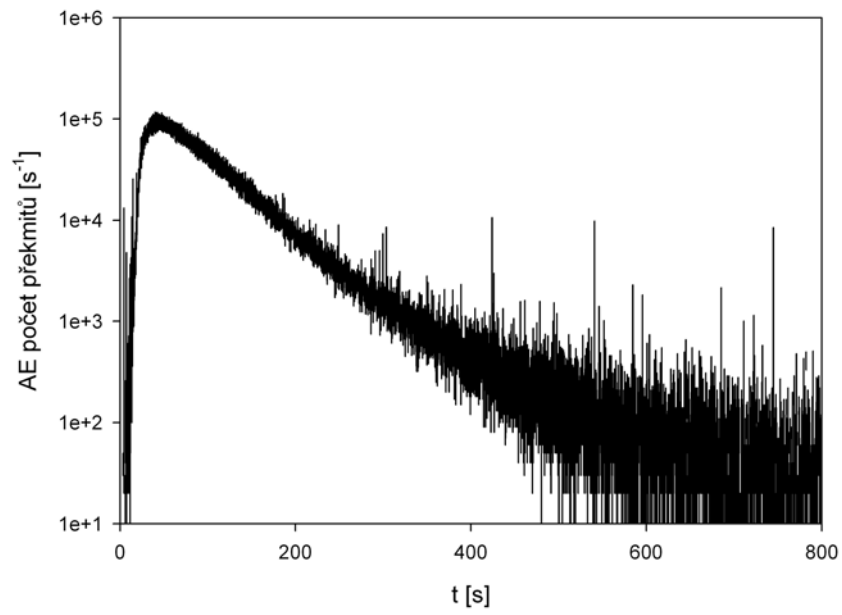
Nejvyšší aktivita AE je ve výchozím stavu materiálu a klesá s rostoucím počtem průchodů vzorku přes ECAP. Souvisí to opět s velikostí zrna, kde se s klesajícím rozměrem zrna snižuje volná dráha pro pohyb dislokací, snižuje se jejich pohyblivost a tedy i intenzita AE. Měření AE koreluje s měřeními mechanických vlastností.



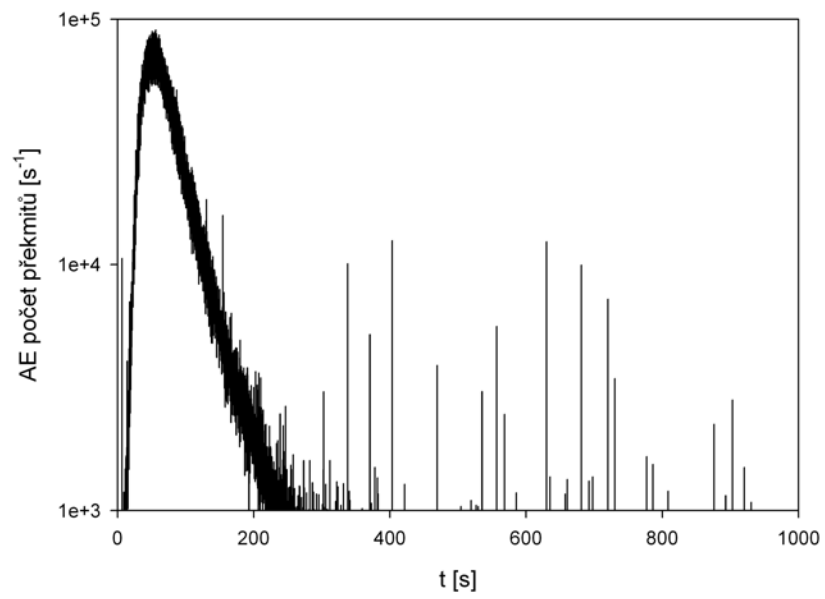
a – 0P



b – 2P



c – 4P



d – 8P

Obr. 23 – Akustická emise vzorku AZ31 pro různé počty průchodů vzorku formou ECAP

5. ZÁVĚR

V práci byla zkoumána komerční slitina AZ31 metodami světelné a transmisní elektronové mikroskopie a vliv intenzivní plastické deformace dosažené metodou ECAP na mechanické vlastnosti a vývoj mikrostruktury.

Výsledky optické mikroskopie ukazují zjemňování mikrostruktury materiálu s počtem průchodů vzorku formou ECAP. K nejvýraznějšímu poklesu velikosti zrna dochází při prvním průchodu vzorku formou ECAP, kdy se velikost většiny zrn snížila z původních 162 μm na 84 μm (ve struktuře vznikají i menší zrna o průměrné velikosti 11 μm). S rostoucím počtem průchodů velikost zrna postupně klesá a dosahuje minima po 4 průchodech (4,2 μm). V tomto stavu došlo k asi 40-ti násobnému zjemnění struktury. Ve vzorku po 8 průchodech jsme pozorovali vzrůst velikosti zrna.

Měření mikrotvrdomosti potvrzuje výsledky optické mikroskopie. Po homogenizačním žíhání vzorku mikrotvrdomost klesla, což odpovídá vzrůstu zrn. Následně mikrotvrdomost roste s rostoucím počtem průchodů vzorku formou ECAP a nabývá nejvyšší hodnoty u vzorku po 4 průchodech formou ECAP (58,8 MPa). Ve vzorku po 8 průchodech došlo k poklesu mikrotvrdomosti, což je způsobeno růstem zrn a snížením hustoty dislokací.

Tahové zkoušky ukazují zpevnování materiálu při průchodech 0 až 4 a výrazné odpevnování u vzorku po 8 průchodech formou ECAP. Hodnoty charakteristických deformačních napětí byly nejvyšší u vzorku po 4 průchodech, $\sigma_{\text{max}} = 308 \text{ MPa}$ a $\sigma_{0,2} = 158 \text{ MPa}$, a nejnižší ve výchozím stavu (vzorku po žíhání T4), $\sigma_{\text{max}} = 158 \text{ MPa}$, $\sigma_{0,2} = 58 \text{ MPa}$.

Intenzita AE je nejvyšší v hrubozrnném materiálu a postupně klesá s klesající velikostí zrna, což dobře koreluje se střední volnou dráhou dislokací a potvrzuje výsledky mechanických zkoušek.

Z uvedených měření plyne, že metoda ECAP vede ke zjemnění zrna, což se nejvýrazněji projevuje po 1 průchodu vzorku formou ECAP. Současně se zjemněním zrna dochází ke zpevnování materiálu a růstu mikrotvrdomosti materiálu. 8 průchody vzorku ECAP formou se však již nezlepšují vlastnosti materiálu, naopak dochází vlivem dlouhodobého působení teploty v průběhu protlačování k sekundární rekrystalizaci, tedy růstu zrn a snížení hustoty dislokací. To je doprovázeno poklesem mikrotvrdomosti a zhoršením mechanických vlastností materiálu.

6. NAVAZUJÍCÍ EXPERIMENTY

V návaznosti na experimenty, které jsem prováděla na slitině AZ31 připravené metodou ECAP v rámci této práce, bych se chtěla v budoucnosti zaměřit na některou z následujících oblastí:

- studium mechanických vlastností této slitiny za vyšších teplot s cílem pochopit mikroskopické mechanismy, které probíhají během plastické deformace ultrajemnozrného materiálu v širokém oboru teplot od pokojové teploty do 300°C (dvojčatění, nebazální skluz, atd.),
- sledování vývoje mikrostruktury v materiálu po ECAP i po plastické deformaci dalšími metodami, zejména metodou EBSD, metodou rentgenové difrakční analýzy a metodou pozitronové anihilační spektrometrie (vývoj dislokační substruktury, textury, charakteru hranic zrn – misorientace, přítomnost speciálních hranic, atd.)
- charakteristika rozdílů mikrostruktury slitiny AZ31 připravené metodou ECAP a EX-ECAP, případně její ovlivnění následným termomechanickým zpracováním, např. kruhovým kovááním či válcováním za tepla, metodami optické, řádkovací a transmisní elektronové mikroskopie
- charakteristika korozních vlastností slitiny AZ31 po ECAP a srovnání s chováním tohoto materiálu v litém nebo extrudovaném stavu.

7. LITERATURA

- [1] I. Polmear: *Light Alloys. From traditional alloys to nanocrystals*, Butterworth – Heineman, 2006.
- [2] R. von Mises: *Z. Angew. Math. Mech.* 8 (1928), 161.
- [3] R. Z. Valiev, T. G. Langdon: *Prog. Mat. Sci.* 51 (2006), 881.
- [4] J. Kaneko, M. Sugamata, M. Numa, Y. Nishikawa, H. Takada: *J. Jap. Inst. Metals* **64** (2000), 141.
- [5] Y. Chino, H. Iwasaki: *Jour. Mat. Res* 19 (2004), 1714.
- [6] R. Boissiere, J.J. Blandin: in *Magnesium 7*, ed. K.U. Kainer, Wiley VCH Verlag GmbH, 2006, 393.
- [7] F. H. Dalla Torre, A. Gazder, E. V. Pereloma, C. H. J. Davies: *J Mater Sci* (2007) 42, 1622.
- [8] K. Matsubara, Y. Mitahara, Z. Horita, T. G. Langdon: *Acta Mater* 51m (2003), 3073.
- [9] K.U. Kainer, B.L. Mordike: *Magnesium Alloys and Their Applications*, Wiley VCH, 1999.
- [10] T.B. Massalski: *Binary Alloy Phase Diagrams*, ASm Int., 1990.
- [11] S. R. Agnew: *Magnesium Technology 2002*. Ed.: H. I. Kaplan, Columbus, Ohio, The Minerals, Metals & Materials Soc. TMS 2002, 169.
- [12] Williams and Carter: *Transmission Electron Microscopy*, Plenum Press, NY and London, 1996
- [13] G.E. Dieter: *Mechanical Metallurgy*, Mc. Graw Hill, 1986.