

Univerzita Karlova v Praze  
Matematicko-fyzikální fakulta

# DIPLOMOVÁ PRÁCE



Gergely Farkas

## **Studium deformačních procesů perspektivních kompozitů na bázi hořčíku**

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí diplomové práce: RNDr. Kristián Máthis Ph.D.

Studijní program: Fyzika

Studijní obor: Fyzika kondenzovaných soustav a materiálů

Praha 2013

Na tomto mieste by som chcel poďakovať za pomoc všetkým, ktorí mi pomáhali pri vypracovaní diplomovej práce. V prvom rade moje poďakovanie patrí vedúcemu práce RNDr. Kristiánovi Máthisovi, Ph.D. za vzorné vedenie a podporu.

Pod'akovanie patrí ďalej Ing. Janovi Pilchovi, Ph.D. a RNDr. Miroslavovi Vránovi, CSc. za ich čas, ktorý mne venovali a Marte Čepovej za jej ochotu a pomoc pri príprave vzoriek na metalografiu.

Tiež by som sa chcel poďakovať za užitočné rady Prof. RNDr. Zuzanke Trojanovej DrSc. , RNDr. Petrovi Lukášovi CSc., za pomoc pri meraní doc. RNDr. Zdenkovi Drozdovi Ph.D a za zoznámenie s programom FullProf Ing. Přemyslovi Beranovi Ph.D.

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

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

V ..... dne.....

podpis

Název práce: Studium deformačních procesů perspektivních kompozitů na bázi  
hořčíku

Autor: Gergely Farkas

Katedra: Katedra fyziky materiálů

Vedoucí diplomové práce: RNDr. Kristián Máthis Ph.D., Katedra fyziky materiálů

Abstrakt: Cílem práce je vysvětlit deformační mechanismy probíhající v kompozitech na bázi hořčíku a vliv morfologie zpevňující fáze na mechanické vlastnosti. Mikrostruktura byla studována optickým a elektronovým mikroskopem (SEM). Deformace v tlaku byla provedena v teplotním intervalu od 20°C do 300°C. Během tlakové deformace vzorku při pokojové teplotě byla rovněž sledována akustická emise s ohledem na objasnění mikromechanismů probíhajících při deformaci kompozitu. Zbytkové napětí v matici bylo určeno metodou neutronové difrakce.

Klíčová slova: Kompozit na bázi hořčíku, akustická emise, neutronová difrakce, napěťová relaxace, tlaková deformace.

Title: Study of deformation processes of perspective magnesium-based composites

Author: Gergely Farkas

Department: Department of Physics of Materials

Supervisor: RNDr. Kristián Máthis Ph.D., Department of Physics of Materials

Abstract: The goal of the present work is investigation of deformation mechanisms in magnesium-based metal matrix composites and examination of the influence of morphology of strengthening phase on the mechanical properties. The microstructure of the specimen was studied by means of light optical and electron microscopy (SEM). Compression tests in the temperature range of 20°C-300°C were performed. Acoustic emission measurements were performed during compression test at room temperature, whose help us elucidate the ongoing micromechanisms during the straining. Furthermore residual stress in the magnesium matrix at different strain levels was measured by neutron diffraction.

Keywords: magnesium composite, acoustic emission, neutron diffraction, stress relaxation, compression test

Názov práce: Štúdium deformačných procesov perspektívnych kompozitov na báze horčíku

Autor: Gergely Farkas

Katedra: Katedra fyziky materiálov

Vedúci diplomovej práce: RNDr. Kristián Máthis Ph.D., Katedra fyziky materiálov

Abstrakt: Cieľom práce je vysvetliť deformačné mechanizmy prebiehajúce v kompozitoch na báze horčíku a vplyv morfológie spevňujúcej fázy na mechanické vlastnosti. Mikroštruktúra bola skúmaná optickým a elektrónovým mikroskopom (SEM). Deformácia v tlaku bola uskutočnená v teplotnom intervale od 20°C do 300°C. Počas tlakovej deformácie na izbovej teplote bola sledovaná akustická emisia v vzorku kvôli objasneniu mikromechanizmov pôsobiacich priebehom deformácie kompozitu. Metódou neutrónovej difrakcie bola určená zostatkové napätie v matici.

Kľúčová slová: horčíkový kompozit, akustická emisia, neutrónová difrakcia, napät'ová relaxácia, tlaková deformácia

# Obsah

<b>Úvod</b>	<b>1</b>
<b>1. Teoretická časť</b>	<b>3</b>
1.1. Plastická deformácia v hexagonálnych kovoch	3
1.2. Kompozity na báze horčíkových zliatín	7
1.2.1. Základné poznatky o MMC	7
1.2.2. MMC s vláknovou výstužou	10
1.2.3. Spevňujúce mechanizmy v kompozitoch	12
<b>2. Experimentálne metódy</b>	<b>17</b>
2.1. Deformačná skúška	17
2.2. Optická a riadkovací elektrónová mikroskópia (SEM)	18
2.3. Napät'ová relaxácia	19
2.4. Akustická emisia	20
2.5. Neutrónová difrakcia	22
<b>3. Ciele diplomovej práce</b>	<b>27</b>
<b>4. Výsledky merania a diskusia</b>	<b>28</b>
4.1. Východiskový stav materiálu	28
4.2. Deformácia materiálu	29
4.3. Akustická emisia v priebehu deformácie	32
4.4. Meranie napät'ovo relaxačnou metódou	39
4.5. Určenie zostatkového napätie s neutrónovou difrakciou	47
<b>5. Záver</b>	<b>57</b>
<b>6. Literatúra</b>	<b>59</b>

# Úvod

Tradičnou požiadavkou priemyslu je odľahčenie konštrukcii. Tuto požiadavku je možné dosiahnuť využitím vysokopevnostných konštrukčných materiálov, ktoré sú však veľmi často špatne obrobiteľné či tvarovateľné. Kvôli tomu je kľúčová vec skúmať plastické vlastnosti materiálov a zistiť vzťahy medzi jednotlivými vnútornými parametrami. Iba tieto poznatky môžu viesť k výrobe konkurencie schopných produktov.

V určitých odvetviach priemyslu je cieľom nahradiť konvenčné materiály s ľahkými materiálmi bez strát kvality mechanických vlastností. Takéto odvetvia sú napríklad letecký a automobilový priemysel, kde sa snažia znižovať spotrebu palív a emisie, na ktoré má veľký vplyv hmotnosť vozidla (Pri znížení hmotnosti vozidla o 10%, sa zníži spotreba paliva približne o 5%). Veľmi výhodný je používať tieto materiály pri výrobe motorových blokov a prevodových skriniek, lebo aj v porovnaní s relatívne ľahkým hliníkom ušetríme 15-30% hmotnosti. Je potrebné vyvinúť ľahké komponenty s vysokou pevnosťou a zvýšenou odolnosťou voči creepu. Týmto požiadavkám najviac vyhovujú kompozity s kovovou maticou (MMC – metal matrix composite).

Horčík je najľahší z konštrukčných kovov, má omnoho menšiu hustotu ako oceľ alebo hliník. Prvej významnej aplikácie sa dočkal v roku 1936 pri výrobe modelu Volkswagen Chrobák. Koncom 70. a začiatkom 80. rokov s rozšírením vodou chladených motorov použitie horčíkových zliatin sa významne redukovalo v dôsledku ich malej odolnosti voči korózii. V 90. rokoch sa znova začali objavovať a aplikovať rôzne druhy horčíkových zliatin, kvôli prísny limitám výfukových emisií. V súčasnej dobe sú horčíkové zliatiny v Európe najviac využívané v automobilovom priemysle (napr. Volkswagen a Audi). Jeho zliatiny majú veľkú špecifickú pevnosť a tuhosť. Ďalšie výhody sú, že je dobre zlievateľný, dá sa získať z morskej vody (z 1 m<sup>3</sup> vody dostaneme až 1,3 kg horčíku) a je dobre recyklovateľný. Pre recykláciu stačí len 5% z výrobnéj energie. Porovnaním s polymerickými materiálmi má lepšie mechanické vlastnosti, väčšiu odolnosť voči starnutiu, lepšiu elektrickú a tepelnú vodivosť. Nevýhody horčíkových zliatin sú

malá poddajnosť, relatívne veľká chemická reaktivita a pri vyšších teplotách znížená pevnosť a slabá odolnosť voči creepu.

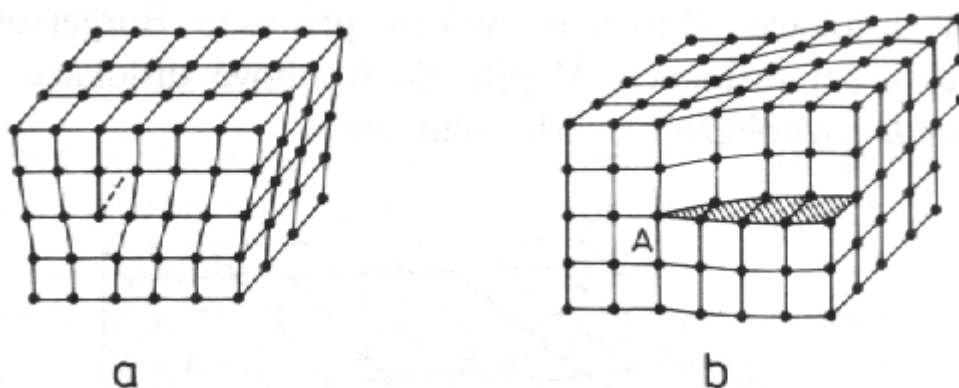
Časť týchto nevýhod sa dá odstrániť použitím kompozitných materiálov. Kompozity sa skladajú najmenej z dvoch materiálov s chemicky a fyzicky odlišnými vlastnosťami. Kompozity môžeme rozdeliť na dve hlavné komponenty. Prvá je matrica (v našom prípade kovová matrica) a druhá je spevňujúca fáza, napríklad keramické vlákna alebo častice. U kompozitoch s kovovou matricou sa často používajú zliatiny ľahkých kovov, ako horčíková zliatina. Na základe spevňujúcej fázy rozdeľujeme kompozity do troch skupín: časticovo spevnené, spevnené s krátkymi vláknami alebo kontinuálnymi vláknami.

# 1. Teoretická časť

## 1.1. Plastická deformácia v hexagonálnych kovoch

Horčík má hexagonálnu kryštalovú štruktúru, ktorá silne ovplyvňuje jeho mechanické vlastnosti. V takýchto materiáloch prebieha deformácia odlišným spôsobom ako v materiáloch s priestorovou alebo plošne centrovanou kryštalovou štruktúrou. Aby sme mohli opísať mikroskopické zmeny v hexagonálnych kryštáloch, najprv sa musíme zaoberať s najdôležitejšími kryštalovými poruchami.

Z hľadiska deformácie má najväčší význam dislokácia, ktoré patrí medzi čiarové poruchy. Existuje dve základné typy dislokácie: hranová (viz obr. 1.1.1a) a skrútková (viz obr. 1.1.1b). Vznik hranovej dislokácie si môžeme predstaviť tak, že kryštál bol rozrezaný pozdĺž osi z hora dolu a do vzniknutého rezu bola vložená polorovina. Podobná situácia nastáva, keď odstránime jednu atómovú polorovinu z kryštálu. Okraj vlozenej poloroviny nazývame dislokačnou hranou.



Obrázok 1.1.1. – a) Hranová dislokácia; b) Skrútková dislokácia [1]

Skrútková dislokácia je znázornená na obrázku 1.1b. Jej vznik si môžeme predstaviť tak, že sme kryštál narezali pozdĺž jednej atómovej roviny a hornú časť sme posunuli rovnobežne s dislokačnou čiarou.

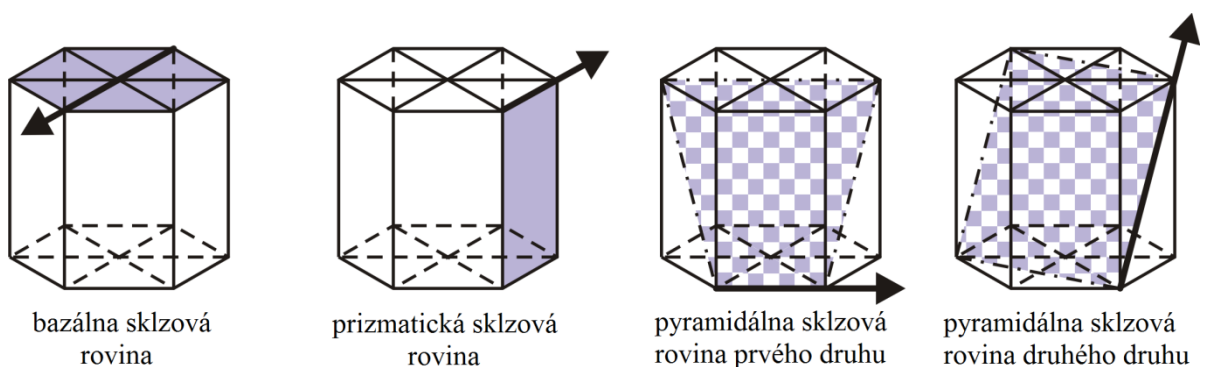
Hlavný rozdiel medzi hranovou a skrútkovou dislokáciou je spojený s Burgersovým vektorom. Ak Burgersov vektor je kolmý na dislokačnú čiaru, tak



hovoríme o hranovej dislokácii, ak Burgersov vektor je rovnobežný s dislokačnou čiarou, tak hovoríme o skrutkovej dislokácii. Pohyb hranovej dislokácie je obmedzená na jednu rovinu, ktorá obsahuje tak Burgersov vektor, ako i čiaru dislokácie. Do inej sklzovej roviny môže prejsť priečnym sklzom alebo šplhaním, pričom posledne menovaný mechanizmus je nekonzervatívny a vyžaduje difúziu atómov mriežky. Skrutková dislokácia je valcovo symetrická, preto jej pohyb nie je obmedzená na jednu rovinu.

V priebehu plastickej deformácie, dochádza k vzniku a anihilácii dislokácií. Vplyvom pôsobiaceho napätia dislokácie sa môžu pohybovať, čo je vlastne najcharakteristickejší deformačný mechanizmus v kovochoch.

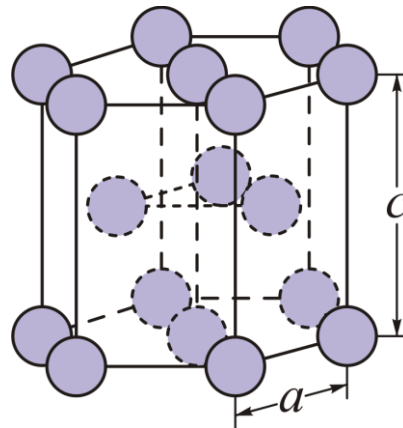
V hexagonálnych materiáloch rozlišujeme tri hlavné sklzové systémy, ktoré sú uvedené na obr. č. 1.1.3. Najhustejšia obsadená je rovina bazálna (0001) so sklzovými smermi  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Ďalšia je rovina prizmatická  $\{10\bar{1}0\}$  (sklz v smeroch  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ) a pyramidálna prvého  $\{10\bar{1}1\}$  (sklz v smeroch  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ) a druhého druhu  $\{11\bar{2}2\}$  (sklz v smeroch  $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3 \rangle$ ) [2].



Obr. 1.1.3.– Základné sklzové roviny v hexagonálnych kovochoch [3]

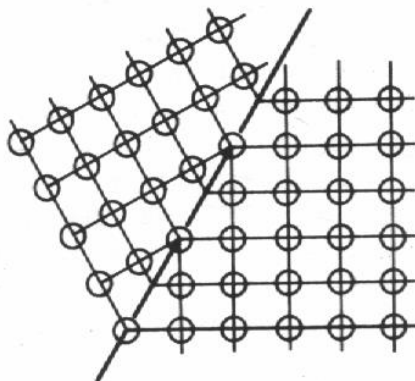
Mikroskopické mechanizmy prebiehajúce v kovochoch s hexagonálnou štruktúrou silne závisia na pomere kryštalickej osi  $c$  a  $a$ . Jednotlivé osi sú znázornené na obr. č. 2.1.4. Ideálny pomer  $c/a$ , tj. v najtesnejšom usporiadaní, je  $\sqrt{8/3}$ . Ak je tento pomer väčší ako ideálny, sklz primárne prebieha v bazálnej rovine v smeroch  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . V prípade horčíku, kde tento pomer je blízko k ideálnemu, za určitých podmienok okrem bazálnej aj prizmatické, či pyramidálne roviny môžu byť

aktívne. Vplyv na ich aktivitu môže mať napríklad teplota deformácie, alebo zloženie materiálu.



Obr. 1.1.4. – Hexagonálna mriežka [3]

Podľa Von Misesova pravidla [4] aby sa polykryštál mohol deformovať plasticky bez vzniku trhlín, je potrebné aspoň päť nezávislých sklzových systémov. V horčikových zliatinách dominantným mechanizmom je bazálny sklz, ktorý ale nespĺňa Von Misesovu podmienku [5] a aktivácia prizmatických a pyramídálnych systémov je ťažké kvôli ich vysokému kritickému sklzovému napätiu. Preto sa v priebehu plastickej deformácie vyskytuje iný dôležitý mechanizmus, deformačné dvojčatenie. Priebehom deformácie vzniká rovina, podľa ktorej sú obidve časti kryštálu v zrkadlovej orientácii. Túto rovinu (obrázok č. 1.1.5) nazývame rovinou dvojčatenia.



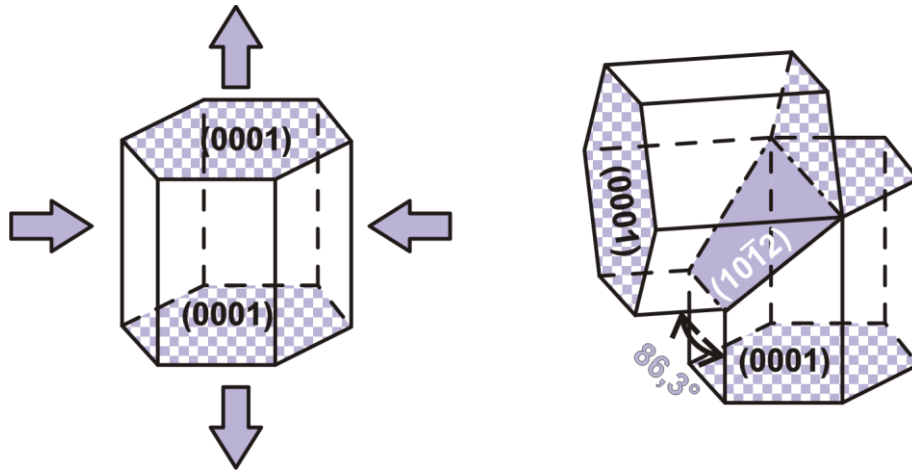
Obr. 1.1.5 – Dvojčatová hranica [1]

Okrem deformačného dvojčatenia, ktoré

- vznikne pri homogénnom smyku pôvodnej mriežky a objavuje sa počas plastickej deformácie pri kovochoch s nízkou symetriou elementárnej mriežky.

Existujú aj ďalšie druhy, ktoré sú

- Žihacie dvojčatá – vytvoria počas rekryštalizácie vzorky alebo pri tuhnutí z dôvodu minimalizácie energie rozhraní
- Transformačné dvojčatenie – môžeme pozorovať napríklad pri martenzitickej transformácii



Obr. 1.1.6. –deformačné dvojčatenie [3]

## 1.2. Kompozity na báze horčikových zliatin

### 1.2.1. Základné poznatky o MMC

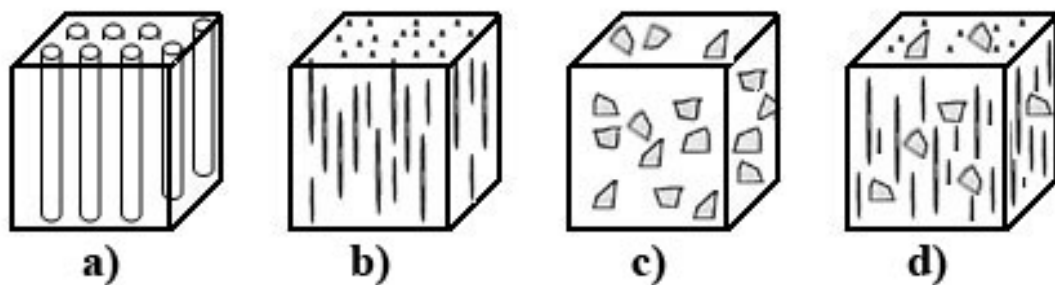
Obecne kompozitové materiály sú zložené z dvoch alebo viac individuálnych zložiek. Aby sme mohli materiál nazvať kompozitom, jednotlivé zložky materiálu musia mať výrazne odlišné fyzikálne a chemické vlastnosti a medzi nimi musia byť zreteľné hranice. Kovové kompozity sú umelo vytvorené materiály [6] a ich fyzikálne vlastnosti sa výrazne závisia na pomere a štruktúre zložiek.

Jednotlivé fázy tvoriace kompozit rozdeľujeme na spevňujúcu fázu (výstuž) a na maticu. Matrica je spojitá, ktorá tvorí najväčšiu časť objemu celého materiálu. Úlohou matrice je spojovať dohromady výstuž a zaistiť jeho správne rozmiestenie v materiáli, aby boli zachované požadované vlastnosti materiálu. Okrem toho matrica prenesie zaťaženie na spevňujúcu fázu a chráni ju od mechanického a chemického poškodenia. V prípade s nami skúmaných kompozitov s kovovou maticou, väzba medzi maticou a spevňujúcou fázou musí byť dostatočne

silná, inak prenos zaťaženia, ktorému dôjde z matrice na spevňujúcu fázu cez rozhranie, nebude efektívny. Hranica medzi fázami blokuje aj pohyb dislokácií a na prekonanie týchto prekážok musíme zvýšiť napätie. Tento faktor hrá rolu aj v tom, že spevňujúca fáza zvyšuje sklzové napätie.

Vlastnosti kompozitov závisia na geometrickom usporiadaní, na objemovom pomere a na tvare spevňujúcich častíc. Možné druhy spevňujúcej fázy rozdeľujeme do štyroch skupín (obr. 1.2.1.) :

1. dlhé vlákna
2. krátke vlákna
3. častice
4. hibridy



Obr. 1.2.1.– Schematické znázornenie štyri typy výstuže a) dlhé (kontinuálne) vlákna b) krátke vlákna c) častice d) hybrid. [7]

Spevnenie s vláknami rozdeľujeme do dvoch skupín. Jednotlivé skupiny sú určené pomerom dĺžky ( $L$ ) k priemeru vlákien ( $d$ ). Keď pomer  $L/d < 100$  hovoríme o krátkovláknovej skupine a s pomerom (aspect ratio)  $L/d > 100$  o skupine dlhovláknovej. Dlhé vlákna rozdeľujeme ďalej aj podľa geometrického usporiadania, jednotlivé vlákna sa nazývajú monofily a vlákna ktoré sú vo tvare niti sa nazývajú multifily. Vlákna určené pre používanie v MMC musia byť vyrobené z materiálu s veľkou pevnosťou. Inými slovami sa jedná o také materiály, v ktorom medzi atómami pôsobí kovalentná väzba. Takéto vlastnosti majú napr. zlúčeniny  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $SiC$  a  $Si_3N_4$  reprezentujúce technické keramiky. Keramiky obecné sú veľmi krehké, ale túto nevýhodu kompenzuje ich zabudovanie do kovovej matrice. Požadované vlastnosti vlákien sa dá vylepšiť znížením ich priemeru, v dôsledku čoho poklesne obsah nečistôt a štruktúrnych porúch.

Kompozity s kovovou maticou umožňujú dosiahnuť v jednom materiáli vhodné kombinácie vlastností ako napríklad [7]:

- zvýšená tuhosť a pevnosť
- zlepšené mechanické vlastnosti pri vyšších teplotách
- odolnosť proti creepu
- zlepšené materiálové tlmenie
- zvýšená oteruvzdornosť
- znížená teplotná rozťažnosť

V tejto práci sa zaoberáme s kompozitami, kde maticu tvoria horčíkové zliatiny. Dôvodom je ich vysoká špecifická pevnosť (pomer pevnosti k hustote). Existuje rada aplikácií, kde tieto vlastnosti sa dajú dobre využívať. Použitie horčíkových zliatin má aj niekoľko nevýhod, ako napríklad nízky modul pružnosti, slabá odolnosť voči creepu, nedostatočná pevnosť a oteruvzdornosť. V horčíkových kompozitoch spevňovaných s vláknami alebo s časticami tieto nevýhody sú čiastočne alebo celkom odstránené. Matrice z horčíkových zliatin sú spevnené hlavne keramickými časticami alebo keramickými vláknami, ako napríklad  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiC}$ .

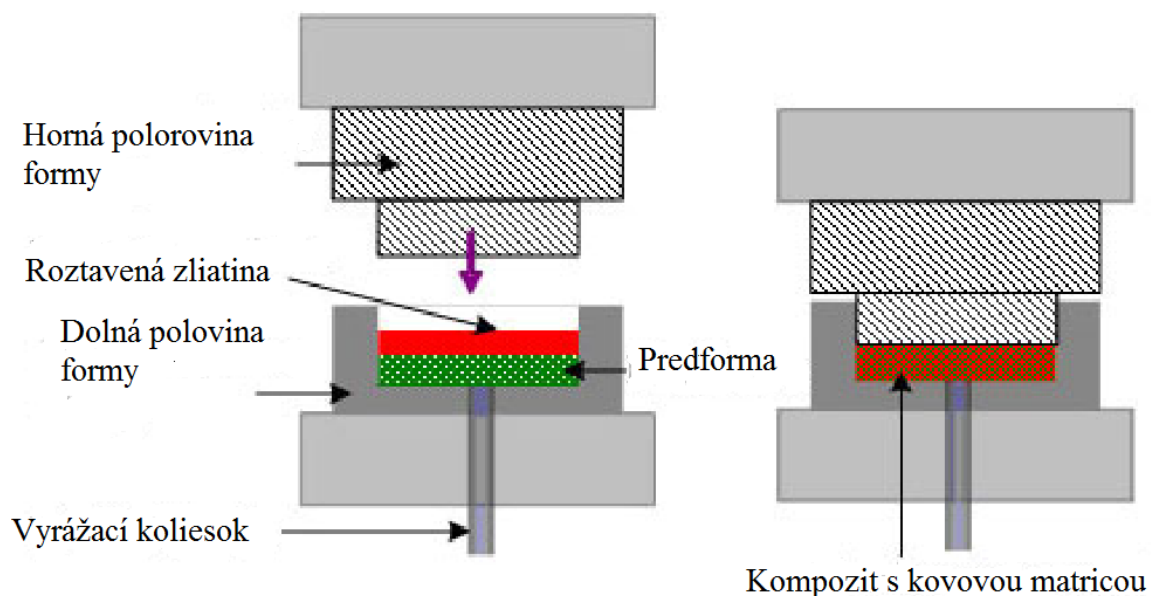
Na výrobu kompozitov existujú dve základné metódy [8]:

1. výroba z tekutej fázy
2. prášková metalurgia

Výroba z tekutej fázy je lacnejšia a rýchlejšia metóda ako prášková metalurgia, výhodnejšie ju používať pri výrobe veľkoobjemových materiálov. Oproti tomu u práškovej metalurgie je ľahšie dosiahnuť homogénne rozloženie spevňujúcich častíc a je redukovaná aj chemická reakcia na fázovom rozhraní. V prípade výroby z tekutej fázy materiál matrice je roztavená a do nej je pridaná spevňujúca fáza. Na spôsob prídania spevňujúcej fázy existujú rôzne metódy:

1. Premiešanie (Melt stirring) – častice sú priamo pridané do tavenín a vmiešaním taveniny častice sa rovnomerne rozpúšťajú.

## Priame tlakové liatie



Obr. 1.2.2. – Priame tlakové liatie [7]

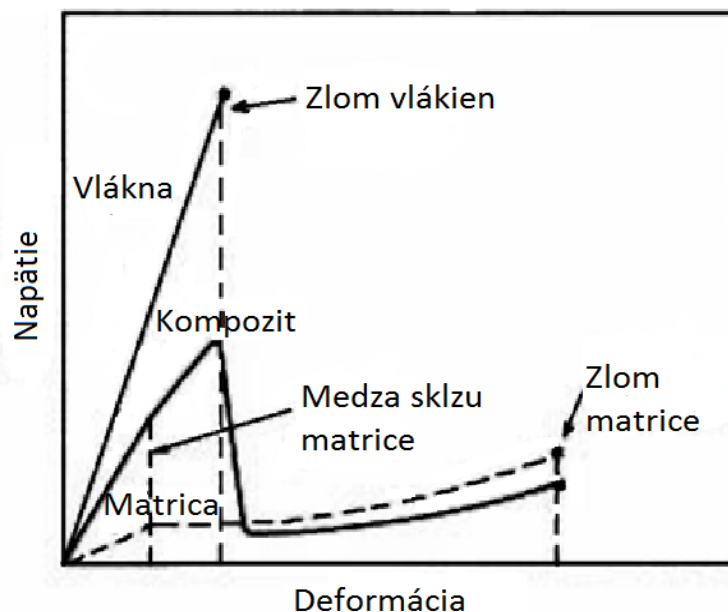
2. Tlakové liatie (Squeeze casting) – Najčastejšie používaná metóda pre výrobu kompozitov s kovovou maticou spevňujúcimi krátkymi vláknami. Vlákna sú rozptýlené ultrazvukom vo vode a s organickým spojivom sú spolu zlepené. Takto vznikne predforma s náhodne rozdelenými vláknami s objemovým pomerom 15-20 %. Predhriata predforma je vložená do lisu, do ktorého sa nalieva tavenina, ktorá sa infiltruje do predhriatej formy v dôsledku aplikovaného tlaku. Nakoniec po infiltrácii stuhne maticová fáza a dostaneme požadovaný kompozit s jemnou mikroštruktúrou. Proces je znázornený na obr. 1.2.2.
3. Infiltrácia tlakom plynu – Podobná metóda ako prechádzajúca, tavenina je zase nalievaná do predformy, ale tlak je aplikovaný pomocou plynu na povrchu taveniny.
4. Thixomolding – Zliatina je striekaná do predformy v polotekutom stave pod vysokým tlakom.
2. Prášková metalurgia – Obidve zložky kompozitu sú spojené v pevnej fáze. Prášky zliatiny a častice spevňujúcej fázy sú premiešané kompaktné pod vysokým tlakom za tepla. Prášky sa najčastejšie vyrábajú nástrekom, keď sa roztavený kov pomocou interného plynu sa rozprašuje do nádoby. Výhodou

práškovvej metalurgie je, že pri nízkej teplote spracovania nedochádza k reakcii medzi matricou a spevňujúcou fázou a umožňuje vytvoriť kompozit s veľkým objemovým podielom spevňujúcej fázy.

### 1.2.2. MMCs s vláknovou výstužou

V tomto odseku rozoberieme mechanické vlastnosti kompozitov spevnenými dlhými vláknami, ktoré majú rovnobežnú orientáciu na os namáhania. Kvôli jednoduchosti v nasledujúcom modelovom prípade predpokladáme, že aplikované vonkajšie napätie je rovnobežná s kontinuálnymi vláknami a ďalej, že medzi matricou a spevňujúcou fázou je dokonalá väzba. V takom prípade deformačná krivka bude mať podobný priebeh ako je znázornená na obrázku č. 1.2.3 [9].

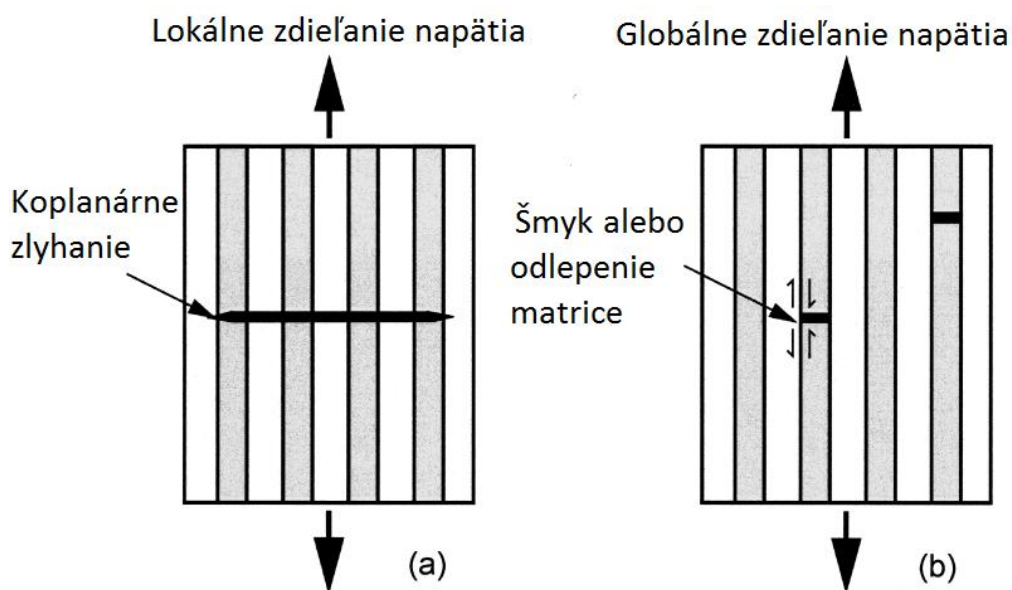
Elastická časť deformačnej krivky končí po dosiahnutí napätia potrebného k plastickej deformácii matrice. Ďalší rast deformačného napätia trvá až do bodu, kde sa vlákna, ktoré akomodujú pôsobiace napätie, sa zlomia. Potom dochádza k výraznému poklesu napätia, ale plastická deformácia matrice pokračuje ďalej, až do jej lomu. Je dôležitý si uvedomiť, že tento model platí pre kontinuálne vlákna.



Obr. č. 1.2.3 – Deformačný diagram kompozitu s kontinuálnymi vláknami [9]

V prípade mechanických vlastností podstatnú rolu hrá rozhranie vlákno-matricová. Obrázok č. 1.2.4 [10] schematicky znázorňuje vznik trhliny v prípade pevnej väzby v rozhraní (a) slabé väzby v rozhraní (b). Keď vlákno sa zlomí v kompozite so slabým rozhraním, tak matrica sa postupne oddelí od vlákna a vzniklá trhlina sa vybočí z pôvodného smeru a šíri sa pozdĺž vlákna. Mechanická energia je absorbovaná nahore uvedenými lokálnymi mechanizmami, ktoré navyše rovnomerne rozdelia medzi okolné vlákna lokálne napätie, ktoré vzniklo v dôsledku zlomu určitého vlákna. Keď väzba rozhrania je silná, tak k oddeleniu vlákna od matrice nedôjde a napätie nebude homogénne rozložené. Vzniknutá trhlina sa ďalej šíri v matrici v pôvodnom smere a zlom samostatného vlákna vyvolá zlom susedných vlákien. Príliš slabé rozhranie má tú nevýhodu, že prenos napätia na vlákna, ktorý je dôležitým spevňujúcim mechanizmom, je neefektívny.

Počas výroby kompozitu pri vyšších teplotách na rozhraní medzi kvapalnou matricou a spevňujúcou fázou sa môže objaviť difúzia alebo chemická reakcia kvôli gradientu chemického potenciálu. Z chemickej reakcie komponentov môžu vzniknúť fázy, ktoré sú všeobecne tuhé, ale veľmi krehké. Hrúbka vrstvy na rozhraní môže silne ovplyvniť mechanické vlastnosti materiálu. Môže síce posilniť rozhranie komponentov, ale keď je príliš široká, tak k zlomu vlákien dôjde ľahšie, čo má nepriaznivý vplyv na mechanické vlastnosti. Preto z dôvodu potlačenia silnej chemickej interakcie komponentov, vlákna sa natierajú s ochrannou vrstvou.



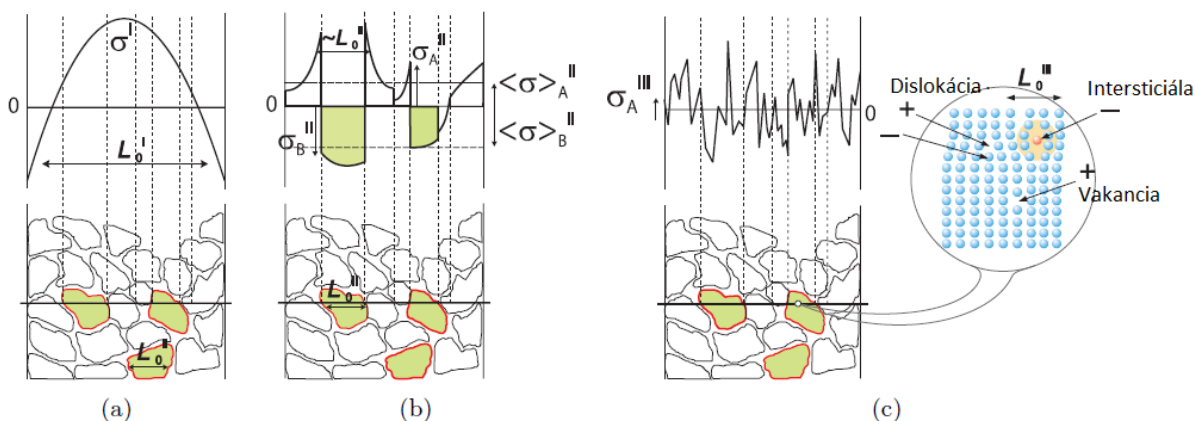
Obr. č. 1.2.4. – Schéma vzniku trhlín v prípade a) relatívne silného vlákno-matricového rozhrania b) relatívne slabého vlákno-matricového rozhrania [10]



### 1.2.3. Spevňujúce mechanizmy v kompozitoch

Skôr, než rozoberieme jednotlivé spevňujúce mechanizmy, povedzme všeobecne pár slov o vnútorných napätiach. Všeobecne vnútorné napätie rozdeľujeme do troch skupín podľa veľkosti rozsahu v materiáli [11].

- Typ I – Jeho dosah je zrovnateľný s veľkosťou vzorky (typicky jednotky mm až cm), to znamená, že ho môžeme nazvať makroskopickým napätím. Vzniká napríklad v dôsledku plastickej deformácie, zvarovania, alebo zakalenia.
- Typ II – je mikroskopické napätie, jeho dosah je porovnateľný s veľkosťami zŕn, hodnota a smer napätia sa môže zmeniť od zŕnu k zŕnu. Rôzne orientované zrná, alebo zrná z inej fázy môžu reagovať na pôsobiacu deformáciu rozdielne, čo je dôvodom vzniku mikroskopického napätia. V našom prípade napätie prenesené z matrice na vlákna a termické napätie tiež patria do tejto kategórie.



Obrázok č. 1.3.1 – Kategórie vnútorného napätia a) Typ I b) Typ II c) Typ III [25]

- Typ III – má najmenší rozsah, pôsobí zhruba vo vzdialenosti niekoľko atómových priemerov. Dôvodom vzniku sú bodové a lineárne poruchy mriežky, ako vakancia, intersticiálne a substitučné atómy a dislokácie. Orowanovo napätie, alebo napätia vznikajúce v dôsledku zvýšenej dislokačnej hustoty a geometricky nutných dislokácií takisto patria do tejto skupiny.

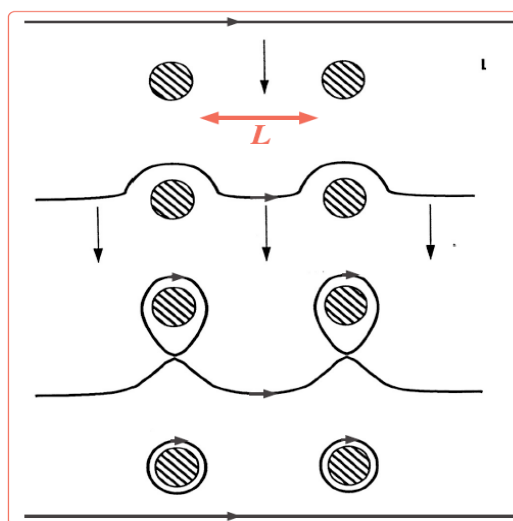
V kompozitoch, kvôli veľmi odlišným mechanickým a termickým vlastnostiam fáz, uložené napätie II a III typu obvykle je väčšie ako u zliatinách. Všetky spevňujúce efekty, ktoré sú prítomné v materiáli sú nejakým spôsobom spojené so zvýšením vnútorného napätia. Rozoberme jednotlivé spevňujúce mechanizmy podrobnejšie:

### 1. Orowanovo napätie

Orowanov model popisuje interakciu medzi nekoherentnými prekážkami (nekoherentné precipitáty, vlákna) a jednotlivými dislokáciami. Dislokácie v dôsledku nekoherentného rozhrania medzi maticou a spevňujúcou fázou obchádzajú vlákna tzv. Orowanovým mechanizmom (Obrázok č. 1.3.2). Okolo vlákien vznikajú dislokačné slučky, ktoré vytvoria okolo vlákna vlastné napätové pole, ktoré predstavuje prekážku pre dislokácie. S týmto mechanizmom vytvorené príspevkové napätové pole sa volá Orowanovo napätie a v prvom priblížení matematicky môžeme popísať nasledovne [13]:

$$\Delta\sigma_{OR} = \frac{Gb}{\Lambda} + \frac{5}{2\pi} Gf\varepsilon_p, \quad (1.2.1)$$

kde  $\Lambda$  je priemerná vzdialenosť medzi vláknami,  $f$  je objemový pomer vlákna,  $G$  je šmykový modul a  $\varepsilon_p$  je plastická deformácia. Tento mechanizmus v prípade kompozitov s krátkymi vláknami väčšinou má menší význam, lebo veľkosť vlákna a priemerná vzdialenosť medzi nimi voči štruktúrnej vzdialenosti v matici je príliš veľká (niekoľko  $\mu\text{m}$ ). Orowanovo napätie dáva príspevok k celkovému napätiu ( $\Delta\sigma_{OR}$ ) rádovo jednotiek MPa. [14]



Obrázok č. 1.3.2 – Orowanov mechanizmus [12]

## 2. Prenos napätia z matrice na vlákna

Najjednoduchší model, ktorý popisuje prenos napätia z matrice na vlákna, je takzvaný “shear lag“ model. Predpokladá sa, že prenos napätia z matrice na vlákna dôjde na hranici dvoch komponentov len pomocou šmykového napätia. Podľa modifikovaného “shear lag“ modelu, ktorý započíta aj prenos napätia od konca vlákna s ťahovým (tlakovým) napätím, na napätie kompozitu ( $\sigma_{LT}$ ) platí vzťah [15]:

$$\sigma_{LT} = \sigma_m \left[ 1 + \frac{(l+t)A}{4l} \right] f + \sigma_m (1-f) \quad (1.2.2)$$

kde  $\sigma_m$  je napätie nespevnenej matrice,  $l$  je dĺžka vlákna vo smeru aplikovaného napätia,  $t$  je veľkosť vlákna v kolmom smere na aplikované napätie,  $f$  je objemový pomer medzi spevňujúcou fázou a kompozitom a  $A$  je  $l/t$  pomer. Poznamenajme si, že tento modifikovaný model môže byť použitý aj v prípade, keď spevňujúcu fázu tvoria častice alebo krátke vlákna.

## 3. Termické napätie

Rozdiel tepelnej rozťažnosti medzi spevňujúcou fázou a matricou môže vyvolávať vnútorné napätie kedykoľvek, keď sa zmení teplota vzorky. Keď kompozit ochladíme z vysokej teploty (napríklad v priebehu výroby), tak na rozhraní vlákno-matrica môžu vzniknúť termické napätie. Koeficient tepelnej rozťažnosti kovovej matrice je väčšia, ako tento parameter keramických vláken, preto pri ochladení, matrica pôsobí tlakovým napätím na vlákna. Termické napätie na hranici vlákno-matrica môžeme vyjadriť s rovnicou [16]:

$$\sigma_{TS} = \frac{E_f E_m}{(E_f f + E_m (1-f))} f \Delta \alpha \Delta T, \quad (1.2.3)$$

kde  $E_f$  a  $E_m$  je Youngov modul vlákna respektíve matrice,  $\Delta \alpha$  je rozdiel medzi koeficientami tepelnej rozťažnosti a  $\Delta T$  je rozdiel teploty pri ktorej deformujeme a teploty pri ktorej materiál bol vyrobený. Priamo na rozhraní toto napätie je veľké, môže prekročiť aj sklzové napätie matrice, ale s rastúcou vzdialenosťou od rozhraní výrazne klesá. Priemernú hodnotu zostatkového napätia v matrici potom môžeme dosiahnuť stresovaním lokálnych napätí v reprezentovanom objemu. Maximálna hodnota, čo môže dosiahnuť priemerné zostatkové napätie je daná vzťahom [17]:

$$\langle \sigma_m \rangle_{\max} = \frac{2}{3} \sigma_y \ln \left( \frac{1}{f} \right) \frac{f}{1-f}, \quad (1.2.4)$$

kde  $\sigma_y$  je sklzové napätie matrice.

#### 4. Nárast napätia v dôsledku zvýšenej dislokačnej hustoty

Termické napätie v prípade prekročenia hodnoty sklzového napätia matrice môže zvýšiť hustotu dislokácie na rozhraní vlákno-matrica. Tento efekt zaraďujeme medzi nepriame spevňujúce mechanizmy. Arsenault a Shi vypracovali model kde zmena hustoty dislokácie je určená v tvare [18]:

$$\Delta \rho_G = \frac{Bf\Delta\alpha\Delta T}{b(1-f)} \frac{1}{d}, \quad (1.2.5)$$

kde  $B$  je geometrická konštanta,  $b$  je Burgersov vektor nových dislokácií a  $d$  je najmenšia veľkosť vlákna. Takto vzniknuté nové dislokácie zvyšujú pevnosť a ich príspevok sa dá popísať Orowanovým vzťahom:

$$\Delta \sigma_{CTE} = A_1 M G b (\Delta \rho_G)^{1/2} \quad (1.2.6)$$

Kde  $A_1$  je konštanta, a  $M$  je Taylorov faktor.

#### 5. Nárast napätia v dôsledku geometricky nutných dislokácií

Matrica a spevňujúca fáza majú väčšinou odlišnú atómovú štruktúru a kvôli tejto nekompatibilite v priebehu deformácie na rozhraní vlákno-matrica musia vzniknúť ďalšie dislokácie, aby nedochádzalo k predčasnemu porušeniu materiálu. Zvýšenie pevnosti materiálu takýmto spôsobom vyjadríme nasledovne [19]:

$$\Delta \sigma_{GEO} = A_1 M G b \left( \frac{f 8 \varepsilon_p}{b t} \right)^{1/2} \quad (1.2.7)$$

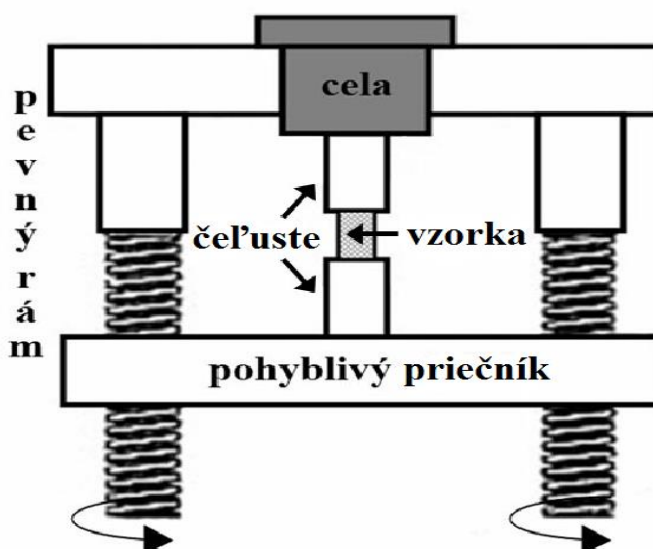
kde  $\varepsilon_p$  značí plastickú deformáciu.

K zvýšeniu medze sklzu môže dôjsť aj kvôli zmene veľkosti zrn v kompozitu. Spevňujúce častice, alebo vlákna zabraňujú nárastu zrn v priebehu výroby materiálu, alebo počas žihania. Rast deformačného napätia sa dá popísať potom vzťahom Halla a Petcha [19]:  $\sigma \sim d^{-1/2}$ , kde  $d$  je priemerná hodnota veľkosti zrna.

## 2. Experimentálne metódy

### 2.1. Deformačná skúška

Na vzorkách boli urobené deformačné skúšky v tlaku na aparátúre INSTRON 1186. Schéma prístroje je znázornená na obrázku 2.1.1. Vzorky boli valcového tvaru s dĺžkou 12 mm a priemerom 6 mm. Deformácie prebiehali v teplotnom intervale 20-300°C vo vysokoteplotnej peci. Dosiadnutá presnosť teploty v peci bola  $\pm 1$  °C. Pri vyšších teplotách boli mechanické skúšky zahájené po vkladaní vzorky do aparátúry približne po 10 minútach, aby sa teplota ustálila. Merania prebiehali pri konštantnej rýchlosti priečniku 0,5 mm/min, čo odpovedá deformačnej rýchlosti  $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Frekvencia zaznamenanie dát v počítači bola 4 Hz.



Obr. 2.1.1 – Schéma INSTRONU 1186 používaný na tlak [7]

V praxi používané prístroje nám udávajú závislosť *zmluvného napätia* ( $\sigma_s$ ) na *pomernom predĺžení* ( $\varepsilon_0$ ), ktoré sú definované nasledovne:

$$\sigma_s = \frac{F}{S_0} , \quad (2.1.1)$$

$$\varepsilon_0 = \frac{l-l_0}{l_0} , \quad (2.1.2)$$

kde  $S_0$  je počiatočný prierez,  $F$  je pôsobiaca sila na vzorku,  $l_0$  je počiatočná dĺžka vzorky a  $l$  je okamžitá dĺžka vzorky v priebehu deformácie. Ak predpokladáme, že

objem vzorky je pri deformácií konštantný, tak sa obdobne musí zmeniť prierez vzorky. Preto v praxi používajú skutočné napätie ( $\sigma$ ) a skutočné predĺženie ( $\varepsilon$ ), v ktorých je táto zmena už započítaná.

$$\sigma = \frac{F}{S_0}(1 - \varepsilon_0) \quad (2.1.3)$$

$$\varepsilon = \ln \frac{l}{l_0} \quad (2.1.4)$$

Ďalšia dôležitá hodnota je  $\sigma_{0.2}$ , skutočné napätie pri hodnote  $\varepsilon = 0,2\%$ . Túto hodnotu relatívneho predĺženia stanovili, ako začiatok plastickej deformácie a nazývame medzou sklzu. Ďalej nás zaujíma medza pevnosti  $\sigma_{\max}$  a maximálne predĺženie  $\varepsilon_{\max}$ .

## 2.2. Optická a riadkovací elektrónová mikroskopia (SEM)

Pozorovanie mikroštruktúry prebiehalo v prípade zlomených deformovaných vzoriek na lomovej ploche, v ostatných prípadoch vzorky boli rozrezané s aparátúrou Accutom-50 pozdĺž hlavnej osi a kolmo na tento smer. Vzorky boli zaliate do Polyfastu® s prístrojom Citopress-1. Vzorky boli vybrúsené s papiermi rôznej hrubosti, potom vyleštené s diamantovou pastou o hrubosti 3, 2 až 1  $\mu\text{m}$ . Vyleštené povrchy boli naleptané 15 až 30 sekúnd s dvoma druhmi leptadiel. Prvé leptadlo tvoril 3% roztok kyseliny octovej vo vode, s ktorým som leptal zliatinu. Druhé leptadlo sa skladá z 20 ml kyseliny octovej, z 1 ml  $\text{HNO}_3$ , z 20 ml vody a z 60 ml etylenglykolu.

Používali sme mikroskop OLYMPUS GX51, ktorý bol spojený s kamerou PIXELINE a napojený na počítač. V niektorých prípadoch bolo používané polarizované svetlo, aby kontúry medzi hranicami boli jasnejšie viditeľné. V programe NIS-ELEMENTS s lineárnou priesečníkovou metódou sme zistili priemernú veľkosť zrna  $d$ .

Povrchy rozrezaných vzoriek boli pozorované aj riadkovacím elektrónovým mikroskopom. Hlavná výhoda tejto metódy je veľká hĺbka ostrosti pri vysokom

zvážení a vysoká rozlišovacia schopnosť. Zväčšenie môže dosahovať aj 200 000x, je to zhruba 1000x väčšie ako v prípade optického mikroskopu.

Primárny elektrónový zväzok bol urýchlený pod urýchľovacím napätím 20 kV. S interakciou hmoty vzorky primárne elektróny vybudia sekundárnu emisiu, charakteristickú pre daný materiál. Sekundárne elektróny z dôvodu nízkej energie (do 50 eV) emitujú len z povrchovej vrstvy materiálu s hrúbkou do 50 nm a sú veľmi citlivé na nerovnosti povrchu materiál, čím vzniká topografický kontrast.

### 2.3. Napät'ová relaxácia

Napät'ová relaxácia je schopnosť materiálu pozvoľne uvoľňovať (znižovať) napätie pri konštantnej deformácii. Prakticky sa to zavedie tak, že po určitej stupni deformácie priečnik deformačného prístroja sa zastaví a sledujeme priebeh napätie na vzorke. Skúšky sme spravili na zariadení INSTRON 1186, kde v oblasti plastickej deformácie sme opakovane zastavili priečnik na 300 sekúnd. Takto získané deformačné krivky som spracoval v programe ORIGIN 8 a vystrihnuté relaxačné krivky som nařitoval vhodnou funkciou (viď rovnicu 4.4.1-2) v programe TableCurve.

Pôsobiacie napätie ( $\sigma$ ) môžeme rozdeliť na dve časti [20].

$$\sigma = \sigma_i + \sigma^* \quad (2.3.1)$$

Kde  $\sigma_i$  je tzv. vnútorné napätie, a  $\sigma^*$  je efektívne napätie. Vnútorné napätie je atermálny komponent celkového napätia a závisí na hustote dislokácií ( $\rho_t$ ) [8]:

$$\sigma_i = \alpha G b \rho_t^{1/2} \quad (2.3.2)$$

kde  $G$  je modul pružnosti,  $\alpha$  je konštanta opisujúci interakciu medzi dislokáciami a  $b$  je Burgersov vektor dislokácie. Vyššie uvedený rozdiel napätia platí v tom prípade, keď predpokladáme, že počas relaxácie hustota dislokácie sa nezmení.

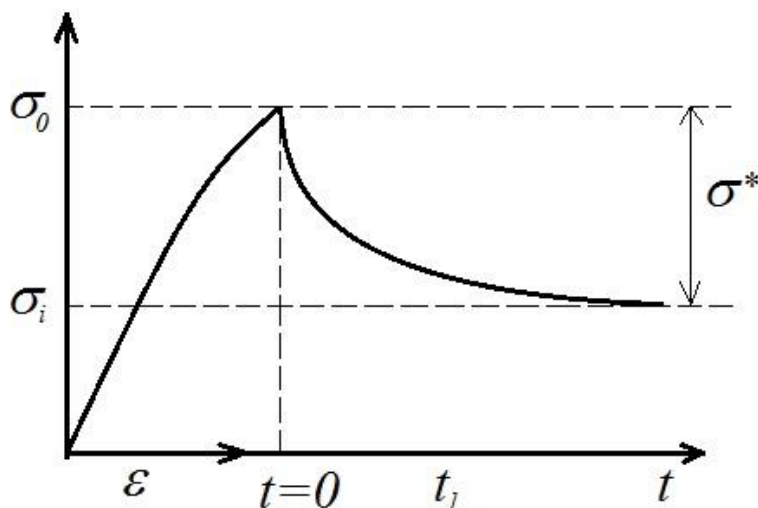
Hlavným zdrojom efektívneho napätia  $\sigma^*$  je termicky aktivovaný pohyb dislokácií. Keď sa pohybuje dislokácia v dôsledku pôsobenia napätia  $\sigma$  tak vnútorné napätie musí pôsobiť proti napät'ovému poli ďalekého dosahu a efektívne napätie pôsobí proti lokálnym prekážkam. Na obrázku 2.3.1 sú zakreslené vyššie uvedené parametre. V čase  $t=0$  pohyb priečniku je zastavený. Vrchol krivky  $\sigma_0$  značí

aplikované napätie. Narastajúcim sa časom napätie klesá a po určitej dobe dochádza k jeho ustáleniu. Rozdiel medzi aplikovaným napätím a ustálenou hodnotou napätia v dobrom priblížení môžeme považovať za efektívne napätie.

Ďalšia výhoda napätovo relaxačnej skúšky je, že môžeme dostať informáciu o takzvanom aktivačnom objemu  $V$ . Termodinamicky ho všeobecne definujeme ako deriváciu Gibbsovej voľnej entalpie podľa efektívneho napätia [1].

$$V = - \left( \frac{d\Delta G}{d\sigma^*} \right)_T \quad (2.3.3)$$

Aktivačný objem je geometricky definovaný ako  $V = bdL_c$ , kde  $b$  je Burgersov vektor,  $d$  je dĺžka prekážky a  $L_c$  je dĺžka dislokačného segmentu okolo prekážky. Takže aktivačný objem predstavuje hodnotu, ktorú dislokačné línie musia prekonať aby sa mohli pohybovať ďalej.



Obr. 2.3.1 – charakteristická krivka relaxačného napätia

## 2.4. Akustická emisia

Akustickú emisiu (AE) definujeme ako elastické vlnenie, ktoré vzniká náhlym uvoľnením energie v dôsledku lokálnej dynamickej zmeny v štruktúre materiálov, spôsobené vonkajšími alebo vnútornými silami [21]. Je to pasívna metóda, neovplyvňuje meranú vzorku a monitoruje jej celý objem. V prípade mechanicky namáhaných materiálov uložená deformačná energia sa môže uvoľniť



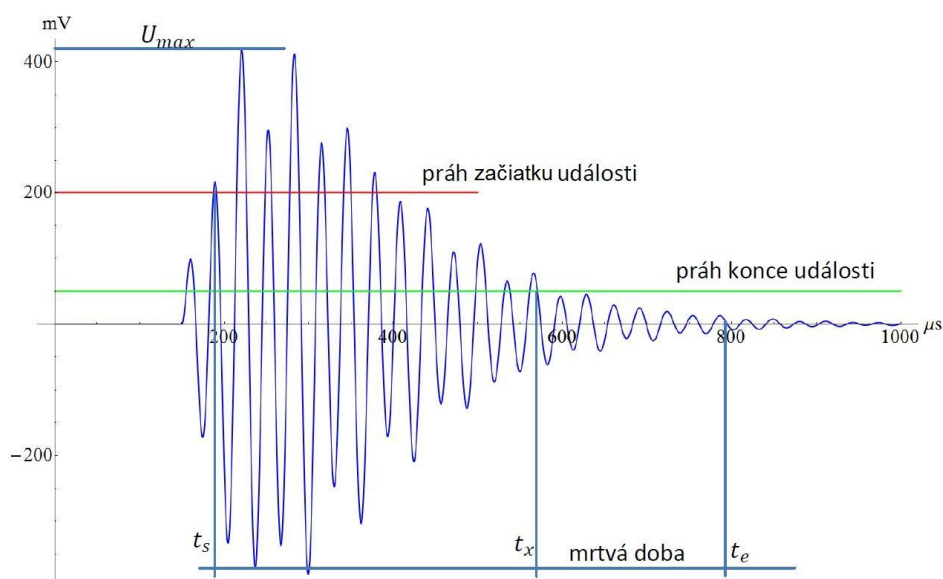
prostredníctvom vzniku, anihilácie alebo sklze dislokácie, šírením trhlín alebo nukleáciou dvojčiat. Uvoľnená energia sa potom šíri ďalej vo forme pozdĺžnych a priečnych vĺn, ktoré rozvlnia povrch vzorky. Toto vlnenie potom sme schopní detekovať pomocou snímača.

Rozlišujeme dva základné typy signálu AE:

Spojité emisie – amplitúda signálu po dlhšiu dobu neklesá pod prahovú úroveň. Dôvodom vzniku spojitého signálu sú mikromechanizmy s nízkou energiou produkované súčasne z veľkého počtu zdrojov. Takéto mikromechanizmy sú väčšinou vznik, anihilácia alebo pohyb dislokácií.

Nespojitá emisie – signály sú časovo oddelené, vznik elastických vĺn má lavínový charakter a uvoľnená energia môže byť aj o 14 rádov väčšia ako u spojitých emisií [22]. Zdrojom nespojitej AE sú napríklad procesy vzniku a šírenia trhlín a dvojčiat, korózia a lom štruktúrnych zložiek materiálu.

Vyhodnotenie týchto typov signálu je rozdielny. V oboch prípadoch sa musí nastaviť prahová úroveň, ktorá slúži k eliminácii šumu a definovania začiatku záznamu (meranie začína, keď signál prekročí prahovú úroveň) a mŕtva doba  $T_d$ , pomocou ktorej sa záznam ukončí (koniec merania v okamžiku kedy sa už aspoň po dobu  $T_d$  neobjavil prekmit nad prahovou úrovňou). Niektoré zariadenia umožňujú voľbu rozdielnej hodnoty prahovej úrovne na začiatku resp. na konci emisnej udalosti (viď obr. 2.4.1). V prípade spojitých AE väčšinou vyhodnocujeme strednú kvadratickú úroveň signálu (*RMS*). Pri nespojitej emisii každú udalosť vyhodnotíme zvlášť. Dôležitý parameter je dĺžka udalosti, ktorá je daná ako  $t_s - t_e$ , kde  $t_s$  je začiatok udalosti a  $t_e$  je koniec udalosti. Ďalší dôležitý parameter je maximálna amplitúda v dobe trvania udalosti ( $U_{max}$ ) a čas (*risetime*), za ktorý bolo maximum dosiahnuté. Zaznamenáme ďalej aj počty prekmítov cez prahovú úroveň za dobu udalosti AE (*Count*), alebo počet prekmítov za určitý časový interval, ktorý kvôli plynulosti textu budeme nazývať anglickým názvom *Count rate*.



Obr. 2.4.1. – Schematická emisná udalosť

Akustickú vlnu detekujeme piezokryštalickým senzorom, ktorý ju premení na elektrický signál. Tento signál je po zosilnení privedený do meracieho prístroja, kde sa ďalej spracováva. Používaná aparátúra PCI-2 od Physical Acoustic Corporation okrem záznamu signálov a ich vyhodnotení v reálnom čase, umožňuje aj určenie frekvenčnej charakteristiky signálov pomocou rýchlej Fourierovej transformácie.

V našom prípade prahová úroveň bola nastavená na 26 dB, vzorkovacia frekvencia bola (10 MHz) a používali sme pásmový predzosilňovač s nastavenou hodnotou zosilnenia 40 dB.

## 2.5. Neutrónová difrakcia

Neutrón je základná subatomická častica s podobnou hmotnosťou ako protón. Nenosi náboj a má vlastný magnetický moment. Neutróny používané na materiálový výskum vznikajú počas štiepenia jadra v jadrových reaktoroch, alebo trieštivou jadernou reakciou protónov a jadra ťažkých atómov v spalačných zdrojoch umiestených u výkonných urýchľovačoch

### 2.5.1. Výhody neutrónovej difrakcie

Neutrónová difrakčná metóda sa často využíva pri štúdiu mikroskopického a makroskopického napätia v pevných látkach s kryštalografickou štruktúrou. Je to jedinečná metóda, ktorá nám dáva možnosť získať informáciu o distribúcie napätí vnútri pevnej látky. Hlavné výhody tejto metódy sú nasledujúce [23]:

- penetračná hĺbka neutrónov v prípade väčšiny kovov je niekoľko centimetrov,
- jedná sa o nedeštruktívnu metódu, termálne neutróny majú príliš nízku energiu (cca 20 meV) na to, aby mohli poškodiť výraznejšie atómovú štruktúru materiálu. Tento fakt umožňuje monitorovanie zmeny vnútorného napätia počas mechanického namáhania.
- Metóda má výborné priestorové rozlíšenie, preto je vhodné na zistenie gradientov napätí v strojárskych komponentoch,
- metóda je vhodná na štúdium makroskopického napätia (Typ I), priemerného napätia v rôznych fázach (Typ II) a na skúmanie napätia vo vnútri zrn (Typ III).

V porovnaní so žiarením RTG neutróny prenikajú obvykle do kondenzovaných materiálov o dva-tri rády hlbšie, čo je v inžinierskych aplikáciách veľká výhoda.

Neutrónovú difrakciu v materiálovom výskume používajú aj na určenie kryštalografickej štruktúry materiálov, najmä v prípade určovanie magnetických štruktúr (neutrón je nositeľom magnetického momentu). Ďalej je často používaná v takých prípadoch, keď je materiál zložený z atómov s podobnými atómovými číslami, alebo keď chceme zistiť, v akom pomere sú prítomné jednotlivé izotopy atómov. V týchto prípadoch sú RTG difrakčné metódy neužitočné, lebo atómový rozptylový faktor, čo je vlastne Fourierova transformácia elektrónovej hustoty v jednom atóme, závisí lineárne na atómovom čísle, a tak susedné atómy v periodickej tabuľke difraktujú RTG vlny v takmer podobnom pomere. Oproti tomu neutróny difraktujú na atómových jadrách a neutrónový difrakčný účinný prierez - plocha, ktorú ukazuje atóm dopadajúcemu neutrónu - je odlišný pre atómy s podobným atómovým číslom a je odlišný aj pre jednotlivé izotopy. Z rovnakého dôvodu je neutrónová difrakcia často používaná aj pre štúdium štruktúr obsahujúce ľahké prvky (polyméry, biologické vzorky, atd.), pretože ľahké prvky majú

neutrónový difrakčný účinný prierez po zrovnateľný s ťažšími prvky a sú preto vo štruktúre dobre zistiteľné.

## 2.5.2. Princíp meranie mriežkovej deformácie difrakčnou metódou

Neutróny podobne ako RTG fotóny sa rozptyľujú buď elasticky alebo neelasticky. Podľa vlnového korpuskulárneho dualizmu častica sa môže správať ako vlna, takže každému neutrónu môžeme priradiť vlnovú dĺžku a vlnový vektor. Elasticky rozptýlené neutróny nemenia vlnovú dĺžku, ich celková energia sa zachováva. V prípade, keď sa elasticky rozptýlené neutróny rozptyľujú koherentne, iným slovom interferujú, hovoríme o difrakcii. Neelasticky nekoherentne rozptýlené neutróny zvyšujú len úroveň pozadí [24]. Koherentný neelastický rozptyl tiež môže byť užitočný, používa sa pri štúdiu dynamiky mriežke, napr. mriežkových vibračných vln (fonónov) a spinových vln (magnonov).

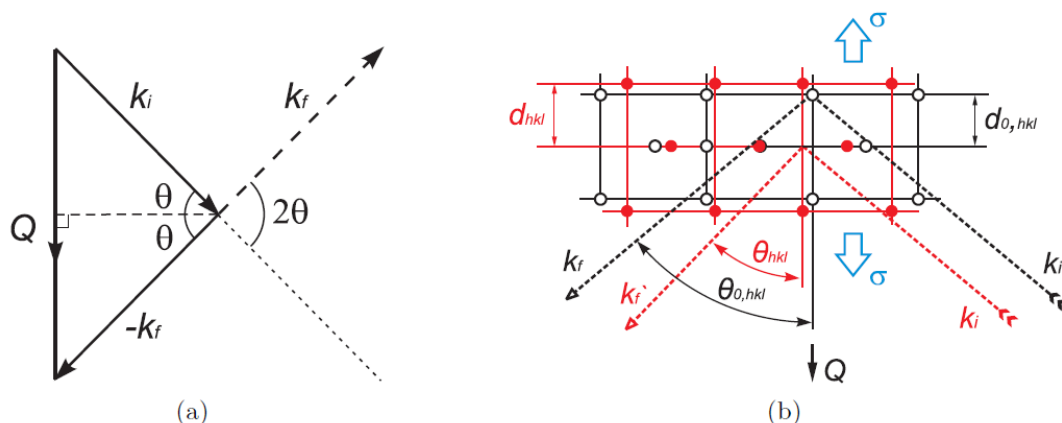
Koherentne elasticky rozptýlené neutróny difraktujú na rôznych atómových rovinách podľa Braggovej rovnice [25]

$$2d_{hkl} \sin \theta_{hkl} = \lambda, \quad (2.5.1)$$

kde  $d$  je medzirovinná vzdialenosť  $h, k, l$  sú Millerove indexy,  $\theta$  je uhol medzi dopadajúcim zväzkom a atómovou rovinou  $(h, k, l)$  a  $\lambda$  je de Broglieho vlnová dĺžka dopadajúceho neutrónu. Keď vlnová dĺžka je konštantná pre každý dopadajúci neutrón, tak podľa pozície difrakčných vrcholov sa dajú určiť medzirovinné vzdialenosti (Obrázok č.2.5.1b). Mriežková deformácia, tzn. zmena  $d_{hkl}$ , v difraktograme sa objavuje posunutím difrakčného maxima, alebo všeobecnejšie povedané, sklonom Debye-Schorerovej kružnice. Zmena dopadajúceho ( $k_i$ ) a odrazeného vlnového vektoru ( $k_f$ ) nám dá difrakčný vektor  $Q$  a pri elastickom rozptyle je jeho veľkosť konštantná.

$$|Q| = |k_i - k_f| = 4\pi \sin \theta / \lambda. \quad (2.5.2)$$

Smer difrakčného vektoru je kolmý na rovinu odrazu, z čoho vyplýva, že je paralelný s určenou deformáciou  $\varepsilon_{hkl}$ .



Obrázok č. 2.5.1 [26] - a) Vektorová reprezentácia dopadajúceho a odrázaného neutrónu b) Sklon difrakčného uhlu v dôsledku napätia pôsobiaceho na mriežku

Diferencovaním rovnice (2.5.1) dostávame súvislosť medzi relatívnou deformáciou medzirovinnej vzdialenosti a posunom difrakčného maxima:

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{(d_{hkl} - d_{hkl}^0)}{d_{hkl}^0} = \frac{\Delta d_{hkl}}{d_{hkl}^0} = -\cot(\theta_{0,hkl}) \Delta \theta_{hkl}, \quad (2.5.3)$$

kde  $d_{hkl}^0$  odpovedá nedeformovanému stavu, teda keď na mriežku pôsobí nulové napätie. Určenie presnej hodnoty  $d_{hkl}^0$  je principiálne problematické, lebo ideálny, takzvaný beznapät'ový stav v študovanom materiáli je náročné nastoliť. Keď materiál nie je v jemnom práškovom stave, vždy v ňom bude prítomné zbytkové napätie.

Najlepšiu presnosť a citlivosť merania by sme mohli dosiahnuť pri detekovaní späťne odrazených neutrónov, keď sa  $2\theta$  blíži k  $180^\circ$ . Realizácia experimentu za takýchto podmienok ale neumožňuje mapovanie vnútorných napätí vo vnútri materiálu, pohodlnejšie je zvoliť difrakčné usporiadanie  $2\theta \approx 90^\circ$ , v tomto prípade aj ožiarený objem, z ktorého difraktujú neutróny (gauge volume) má kubický tvar [27].

## 2.5.2. Určenie napätia z mriežkovej deformácie

Lineárny vzťah medzi tenzorom napätia ( $\sigma_{ij}$ ) a tenzorom elastickej deformácie ( $\varepsilon_{kl}$ ) je možné napísať pomocou elastických koeficientov  $C_{ijkl}$ :

$$\sigma_{ij} = \sum_{kl} C_{ijkl} \varepsilon_{kl}, \quad (2.5.4)$$

kde  $\sigma_{ij}$  a  $\varepsilon_{kl}$  má 9 komponentov, z ktorých je 6 nezávislých a  $C_{ijkl}$  má 81 komponentov, z ktorých 36 môže byť nezávislých kvôli symetrii deformácie v ťahu a tlaku. Nezávislé zložky tenzoru  $C_{ijkl}$  sa silne redukovujú, keď berieme materiál ako izotropné kontinuum [28-29]. Zostanú len dve nezávislé zložky, Youngov modul ( $E$ ) a Poissonovo číslo ( $\nu$ ). V tomto prípade závislosť medzi napätím a deformáciou môžeme vyjadriť obecným Hookovým zákonom:

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1+\nu} \left[ \varepsilon_{ij} + \frac{\nu}{(1-2\nu)} (\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33}) \right], \quad (2.5.5)$$

kde  $i,j=1,2,3$  značia indexy komponentov v hlavných smeroch [28-29].

Spôsobujúce napätie a elastická deformácia je iná pre rôzne formy rovín (skupina symetricky ekvivalentných rovín)  $\{hkl\}$ , lebo všeobecne tenzor elastickej deformácie v prípade monokryštálu nie je izotropný. Preto aj každá osnova rovín má charakteristický, takzvaný difrakčný Youngov modul ( $E_{hkl}$ ) a difrakčné Poissonovo číslo ( $\nu_{hkl}$ ). Keď chceme získať komponentu makroskopického napätia ( $\sigma_{ij}^I$ ) z mriežkovej deformácie ( $\varepsilon_{ij}^{hkl}$ ) nameranej na určitej  $hkl$  reflexii, tak je potrebné modifikovať všeobecný Hookov zákon nasledovne:

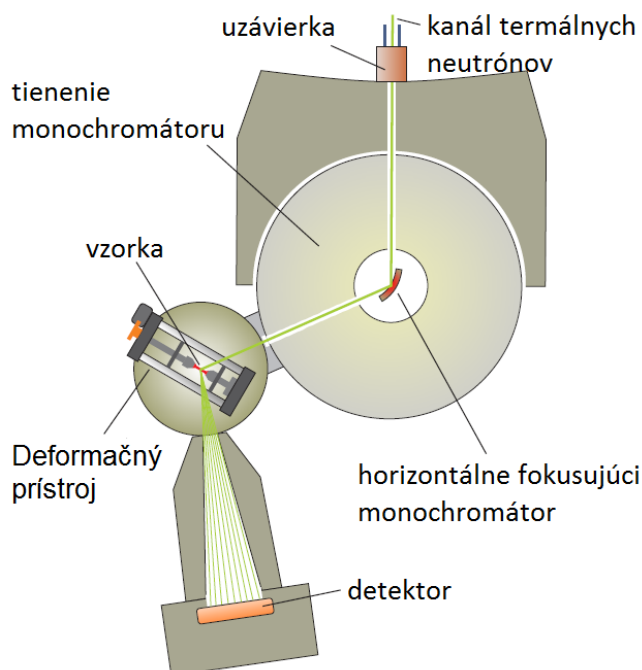
$$\sigma_{ij}^I = \frac{E_{hkl}}{1+\nu_{hkl}} \left[ \varepsilon_{ij}^{hkl} + \frac{\nu_{hkl}}{(1-2\nu_{hkl})} (\varepsilon_{11}^{hkl} + \varepsilon_{22}^{hkl} + \varepsilon_{33}^{hkl}) \right] \quad (2.5.6)$$

Difrakčné konštanty  $E_{hkl}$  a  $\nu_{hkl}$  sa dajú určiť buď experimentálne, *in-situ* meraním počas deformácie vzorky v elastickej oblasti, alebo je možné ich vypočítať pomocou rôznych modelov ako napríklad Voigtov, Reussov alebo Krönerov model [30-31].

## 2.5.2. Experimentálne vybavenie

Neutrónové difrakčné experimenty boli uskutočnené vo výskumnom centre v Ústave jadernej fyziky AV ČR v Řeži na výskumnom reaktore LVR-15. V reaktore neutróny sú spomalené vodou, tak aby najväčší tok bol dosiahnutý v obore termálnych neutrónov. Reaktor má 9 horizontálnych kanálov, na naše meranie bol používaný kanál HK9. Na tento kanál je nainštalovaný difraktometer TKS-400, ktorý je dvojsový difraktometer s vysokým rozlíšením a je optimalizovaný pre štúdium vnútorných napätí v polykryštalických materiáloch. Schéma difraktometru je znázornená na obrázku č. 2.5.2 [26]. Z Pre účely nášho experimentu deformačný

prístroj, dočasne vymenený za  $x,y,z$  goniometer, aby nastavenie vzorky bolo pohodlnejšie.



Obrazok č. 2.5.2 – Difraktometer TKS-400 s vysokým rozlíšením v ÚJF v Řeži [26]

Biely neutrónový zväzok vychádzajúci z reaktoru je monochromatizovaný s kremíkovým monokryštálom. Monochromatický zväzok difraktoval na rovine  $(220)_{\text{Si}}$  a mal vlnovú dĺžku  $\lambda = 2,3 \text{ \AA}$ . Na dosiahnutie optimálneho rozlíšenia ( $\Delta d_{\text{hkl}}/d_{\text{hkl}} \sim 2 \times 10^{-3}$ ) monochromátor bol horizontálne zakrivený. Neutrónový tok dopadajúci na vzorku bol približne  $\sim 10^5 \text{ n cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ . Detektor sa môže pohybovať v uhlovom rozpätí  $20^\circ$ - $90^\circ$ .

### **3. Ciele diplomovej práce**

Hlavné ciele diplomovej práce boli nasledujúce:

1. Preskúmať deformačné chovanie horčíkovej zliatiny AJ51 a kompozitu na báze tejto zliatiny v teplotnom intervale 20 - 300°C.
2. Študovať mikroštruktúru deformovaných a nedeformovaných vzoriek pomocou optického a elektrónového mikroskopu.
3. Skúmať spevňujúce mechanizmy a napäťové rozloženie pomoci napäťovej relaxácie a in-situ meraním akustickej emisie.
4. Objasniť mikroskopické mechanizmy pôsobiace vo vzorkách behom plastickej deformácie.
5. Porovnať mechanické vlastnosti matrice a kompozitu
6. Určiť zostatkové napätie v matici používaním neutrónovej difrakcie



## 4. Výsledky merania a diskusia

### 4.1. Východiskový stav materiálu

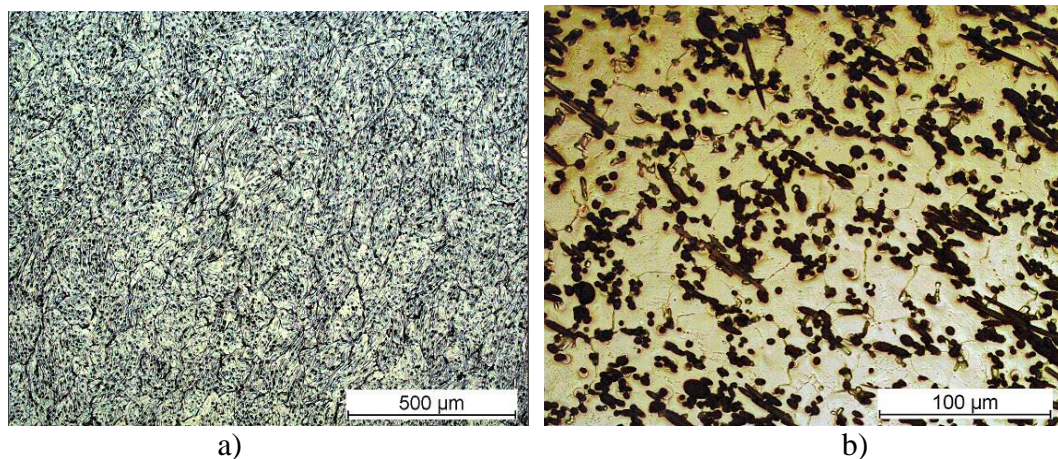
Študovaným materiálom bol kompozit AJ51, ktorého maticu tvorí horčíková zliatina o nominálnom zložení:

Prvok	Mg	Al	Sr
Obsah [hm.%]	94,4	5	0,6

Tab. č. 5.1 – nominálne zloženie horčíkovej zliatiny AJ51

Spevňujúcu fázu tvorili tzv. Saffilové<sup>®</sup> vlákna (ihlové kryštály  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) s priemernou dĺžkou 87  $\mu\text{m}$  a priemerom 3  $\mu\text{m}$ . Objemový zlomok spevňujúcej fáze vo vzorkách bol  $(17,9 \pm 0,3) \%$ . Valcové vzorky o dĺžke 12 mm a priemere 6 mm boli pripravené z odliatku metódou tlakového liatia. Vlákna boli usporiadané v dobrom priblížení paralelné s rotačnou osou valcových vzoriek.

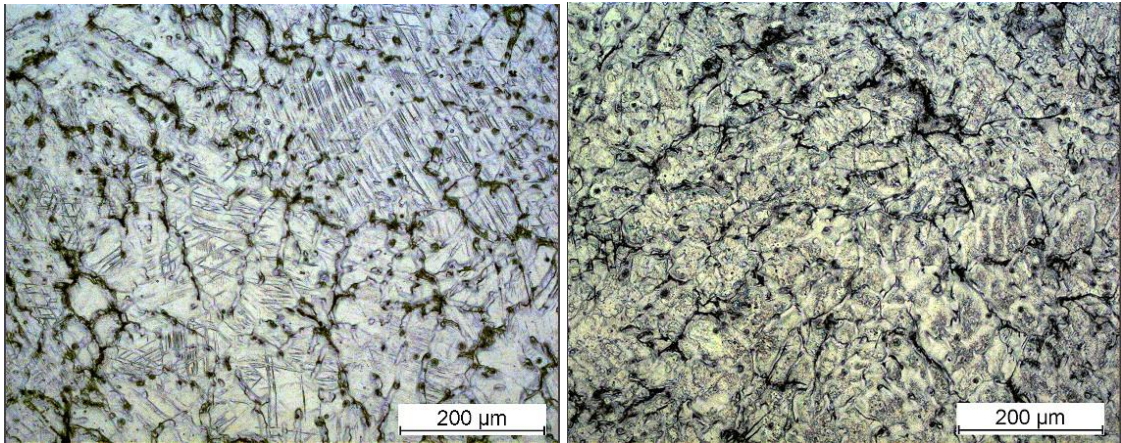
S optickým mikroskopom bol pozorovaný východiskový stav matrice a kompozitu. Priesečníkovou metódou bol nameraný priemerný veľkosť zrn ( $d$ ) v oboch prípadoch. V matrici priemer zrna bol  $d_m = (110 \pm 30) \mu\text{m}$  a v kompozite  $d_k = (44 \pm 13) \mu\text{m}$ . Ako na obrázku č.5.1.1a vidíme horčíková zliatina vykazovala dendritickú štruktúru, ktorý spôsobuje, že hranice zrn sú ťažko viditeľné. Na obrázku tmavšie body boli identifikované ako precipitácie  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ . Na obrázku 5.1.1b vidíme kompozit, kde vlákna sú orientované kolmo k povrchu vzorku a sú zhruba rovnomerne rozložené.



Obr. č. 5.1.1 – Východiskové stavy a) horčíkovej matrice a b) kompozitu

## 4.2. Deformácia materiálu

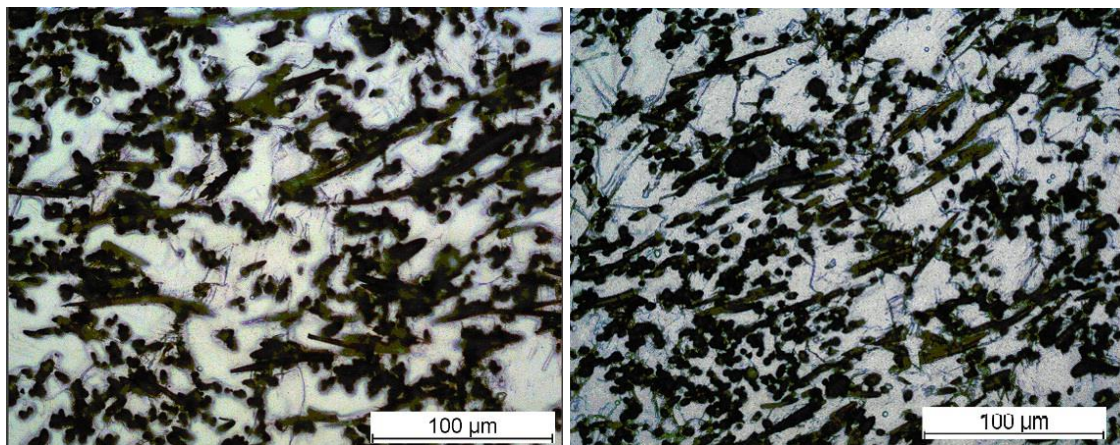
Deformačné skúšky boli urobené v tlaku v teplotnom obore 20°- 300°C. Aplikovaná sila spôsobila na vzorku paralelne s dominantnou orientáciou vlákien. Metalografické pozorovanie odhalilo zmeny mikroštruktúry.



a)

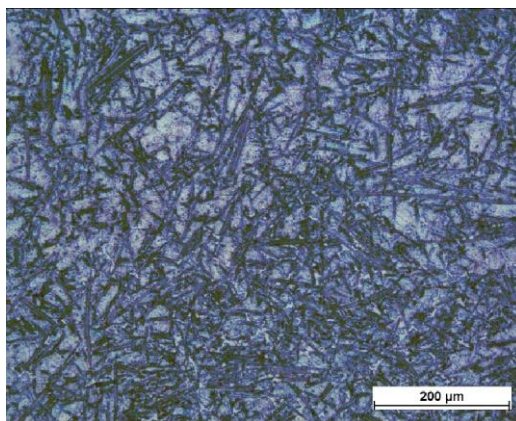
b)

*Obr. 5.2.1 – Mikroštruktúra matrice po deformácii a) pri izbovej teplote b) pri teplote 200°C*



a)

b)



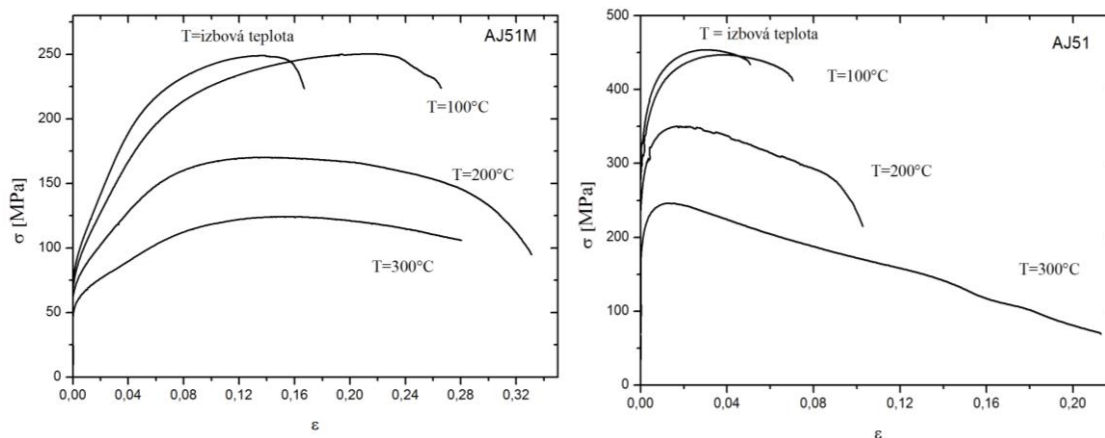
c)

Obr. 5.2.2 – Mikroštruktúra kompozitu po deformácii a) pri izbovej teplote- priečny rez b) pri teplote 200 °C- priečny rez c) pri izbovej teplote- pozdĺžny rez

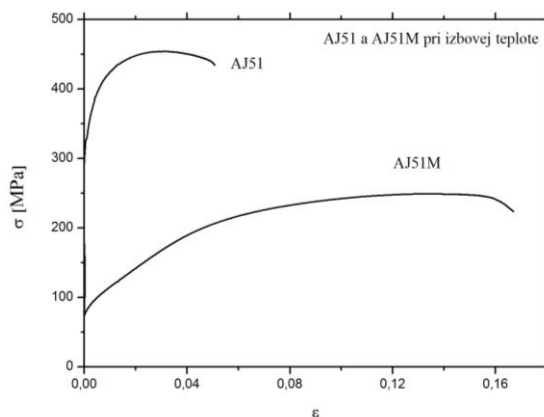
Vidíme, že nie všetky vlákna boli rovnako orientované (Obr. 5.2.2). Dôvodom tejto skutočnosti je spôsob prípravy materiálu. Vplyvom tlakového liatia niektoré vlákna sa vychýlia zo smeru, v ktorom boli usporiadané v predforme.

Keď porovnáme mikroštruktúru matrice a kompozitu na obrázkoch 5.2.1-2, kde vidíme lomovú plochu jednotlivých vzoriek. Je zreteľné, že pokiaľ počas deformácie zliatiny vznikli dvojčatá vo veľkom množstve, v kompozite tento deformačný mechanizmus bol výrazne potlačený, zrejme vplyvom redukovanej veľkosti zrna v kompozite.

Deformačné krivky sú uvedené na nasledujúcich grafoch na ktorých sú znázornené skutočné napätia v závislosti na skutočnom predĺžení.



Obr. 5.2.3-4 – Deformačné skúšky a) matrice b) kompozitu pri rôznych teplotách.



Obr. 5.2.5 – Porovnanie deformačných kriviek matrice a kompozitu AJ51 pri izbovej teplote.

Vidíme, že pri oboch vzorkách deformačné napätie klesá s rastúcou teplotou. Najmenší rozdiel bol medzi izbovou teplotou a pri 100 °C, pri teplote 100 °C napätie rástlo pomalšie, ale na konci dosiahlo rovnakú maximálnu hodnotu, dokonca v prípade matrice  $\sigma_{\max}$  bol vyšší. Pri vyšších teplotách je degradácia mechanických vlastností výrazná. Dôvodom je zrejme aktivácia aj nebazálnych sklzových systémov [32] od teplôt 200 °C a vyššie. Po aktivácii nebazálnych rovín pohyb dislokácií je voľnejšia a tak pravdepodobnosť anihilácie opačne orientovaných dislokácií sa zvýši. S klesajúcim počtom dislokácií klesá vnútorné napätie, čo vedie k tomu že deformácia sa môže uskutočniť pod nižším napätím. Stojí za povšimnutie, že v prípade kompozitu pri vyšších teplotách odpevnenie sa uskutoční už pri veľmi malých deformáciách zrejme v dôsledku vyššieho vnútorného napätia.

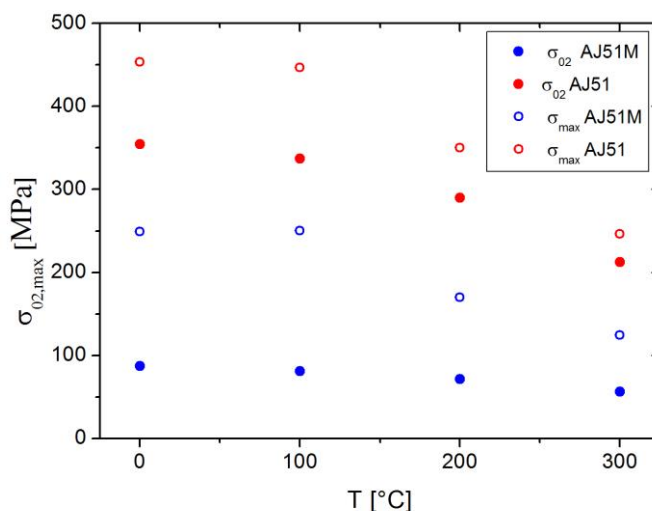
Porovnal som deformačné krivky pri izbovej teplote (Obr. 5.2.5). Je očividné, že ťažnosť kompozitu je výrazne menšia. Na druhej strane medza sklzu a pevnosti vykazujú omnoho vyššie hodnoty.

Charakteristické hodnoty deformačných kriviek (medze sklzu a pevnosti) som zobrazil na Obr. 5.2.6 a číselné hodnoty sú v tabuľke 5.2.1. Spevnenie je výraznejšie pre kompozit, čo vyplýva z väčšieho rozdielu medze pevnosti a sklzu. Z obr. 5.2.4 je jasne viditeľný, že kompozit má skoro dvakrát väčšiu medzu pevnosti ako matrica. Najpodstatnejší rozdiel medzi dvoma materiálmi je v hodnote medze sklzu: prídanie spevňujúcej fázy do matrice výrazne zvýšilo túto hodnotu. Spevnenie v kompozitoch závisí na geometrických parametroch spevňujúcej fázy ako rozmer a

tvár vlákien a ich objemový podiel. Významnú úlohu hrajú aj fyzikálne vlastnosti, ako koeficient objemovej rozťažnosti, mikroštruktúra a mechanické vlastnosti všetkých komponentov.

T [°C]	AJ51M matrica		AJ51 kompozit	
	$\sigma_{02}$	$\sigma_{max}$	$\sigma_{02}$	$\sigma_{max}$
RT	87.4	248.9	354.4	453.8
100	81.0	250.3	336.9	447.0
200	71.2	170.0	289.7	350.2
300	56.5	124.4	212.5	246.1

Tab. 5.2.1 – sklzové napätie a maximálne napätie v závislosti na teplote



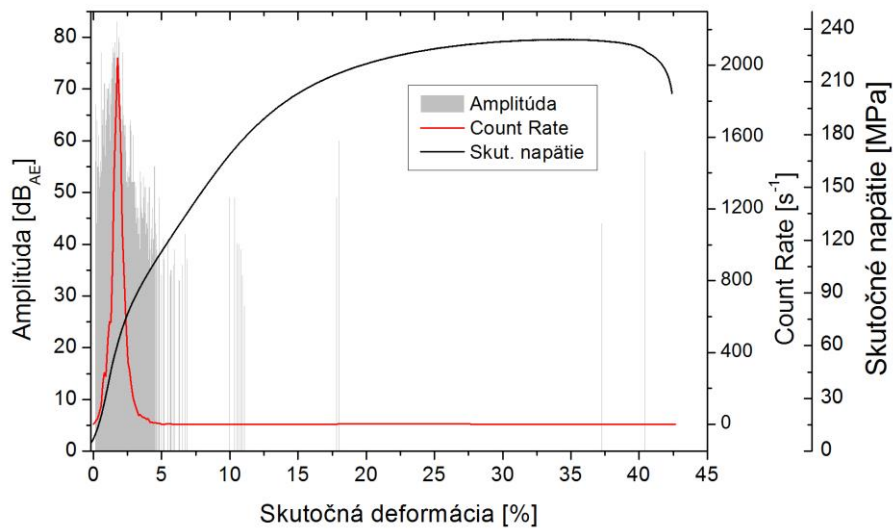
Obr. 5.2.6 – sklzové napätie a maximálne napätie závislosti na teplote u matici (AJ51M) a u kompozitu (AJ51)

### 4.3. Akustická emisia v priebehu deformácie

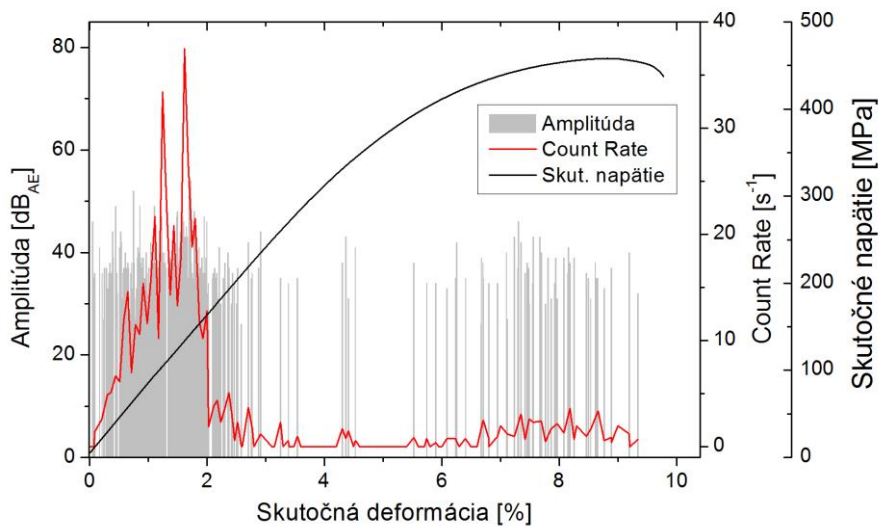
Akustická emisia horčíkovej zliatiny a kompozitu bola sledovaná počas plastickej deformácie na izbovej teplote. Vzorky boli deformované v tlaku s dvoma rôznymi rýchlosťami,  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  a  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

Počítač, ktorý bol spojený s akusticko emisnou aparátúrou pre meranie akustickej emisie, v reálnom čase analyzoval dáta, určil parametre jednotlivých AE

signálov a uložil ich. Tie predpracované údaje sme potom analyzovali v programe Origin 8. Výsledky sú uvedené na obrázkoch 5.3.1 a 5.3.2. Na prvý pohľad vidíme jeden hlavný rozdiel medzi akustickou odozvou zliatiny a kompozitu. V prípade zliatiny môžeme pozorovať jedno výrazné maximum na deformačnej závislosti count rate, v prípade kompozitu maxima sú dve: jeden v počiatočnej fáze deformácie, druhá na konci pred lomom. AE signály v prvom vrchole u oboch materiáloch zrejme pochádzajú od nukleácie dvojčiat  $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$  a kolektívny pohyb dislokácií.



a)



b)

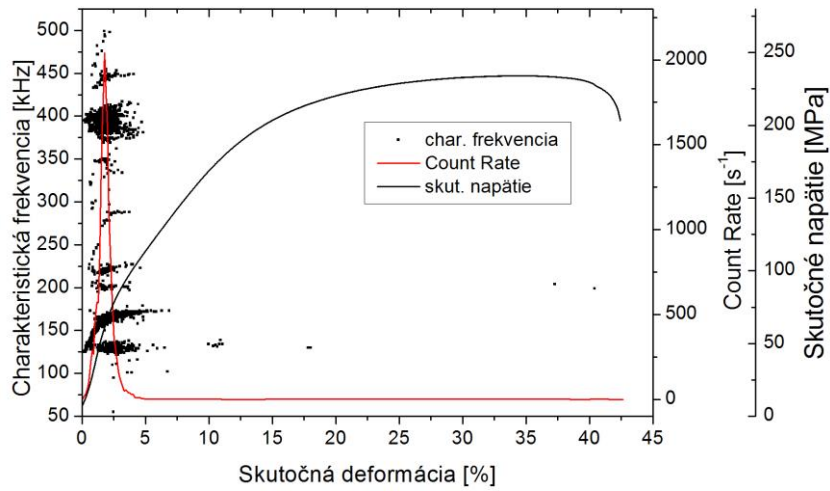
*Obr. 5.3.1 – Count rate v priebehu deformácie s deformačnou rýchlosťou  $10^{-4}$  a amplitúdou každého signálu a) pre zliatiny AJ51 b) pre kompozit AJ51*

Ako vidíme v obidvoch prípadoch po dosiahnutí prvého vrcholu dochádza k výraznému poklesu parametrov signálu AE. Vysvetlenie tejto skutočnosti môžeme sformulovať nasledovne: bolo ukázané, [35] že po dosiahnutí určitej hodnoty deformácie, nukleácia dvojčiat sa výrazne zredukuje a plastická deformácia sa realizuje rýchlym rastom dvojčiat. Tento deformačný mechanizmus oproti v porovnaní s nukleáciou má zanedbateľnú akustickú odozvu. Stredná rýchlosť rastu dvojčiat je v radu  $10^{-3} \text{ ms}^{-1}$  [33-34], dôsledkom čoho uvoľnená energia je malá na to, aby vytvoril detekovateľný AE signál. Druhým dôvodom poklesu signálu je zvýšený počet prekážok pre pohyb dislokácií. Hranice nových dvojčiat sú nepreniknuteľné pre bazálne dislokácie [35]. Dochádza k redukcii ich strednej voľnej dráhy. Vzhľadom k tomu, že tento parameter je priamo úmerný veľkosti uvoľnenej energie, parametri signálov AE poklesnú.

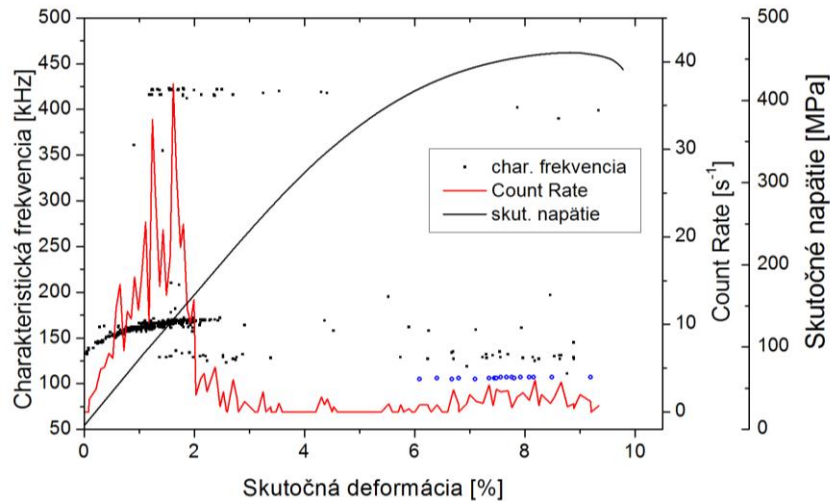
Ďalší zaujímavý jav, ktorý objavuje na obrázku 5.3.2. je rôzna veľkosť amplitúd AE signálov u zliatiny a kompozitu. Amplitúda je vyššia pre nevystuženú zliatinu. Tento skutočnosť sa tiež dá vysvetliť s hustotou prekážok a rôznou strednou voľnou dráhou. Ďalej v matici kompozitu zrná majú trikrát menší priemer ako v zliatine a ich hranice takisto tvoria neprekonateľnú prekážku pre dislokácie [36-37]. Čo sa týka AE signálov od dvojčiat, ich amplitúdy tiež závisia na veľkosti zrn, ako vidíme aj na obrázku 5.2.1a) väčšinou nukleujúce dvojčatá majú dĺžku porovnateľnú s priemermi zrn, lebo hranice zrn zablokuje ich rast.

Charakteristická frekvencia AE signálov bola určená pomocou Rýchlej Fourierovej transformácie (FFT). Výsledky sú uvedené na obrázkoch č. 5.3.2-5.3.3. Môžeme pozorovať dve význačné frekvenčné intervaly, od 130 do 180 kHz a od 370 do 450 kHz, Li a Enoki [38] predpokladali, že signály s vyššou frekvenciou pochádzajú od nukleácie dvojčiat a signály s nižšou frekvenciou od kolektívnych dislokačných pohybov. Nukleácia dvojčiat prebieha s rýchlosťou, ktorá môže dosiahnuť transverzálnu rýchlosť zvuku v danom materiálu [39]. Oproti tomu rýchlosť sklzu dislokácií je približne 30-40% transverzálnej rýchlosti zvuku [40]. Takže signály s dlhšou dobou nábehu a nižšou frekvenciou

odpovedajú dislokačnému sklzu a signály s kratšou dobou nábehu a vyššou frekvenciou odpovedajú nukleácii dvojčiat.



a)



b)

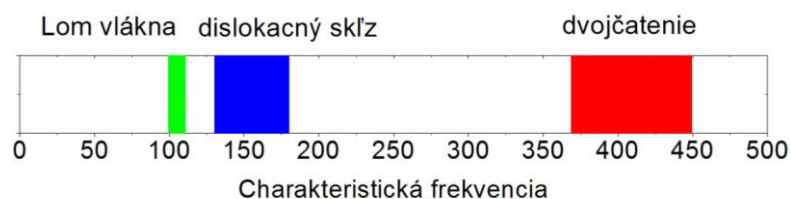
Obr. 5.3.2 – Závislosť skutočné napätie na skutočnej deformácie s charakteristickými frekvenciami AE signálov pri deformačnej rýchlosti  $10^{-4} s^{-1}$  pre a) zliatinu b) kompozit

Ak sa pozrieme na obrázky č. 5.3.2a) a b), vidíme, že v prípade kompozitu dvojčatový deformačný mechanizmus je výrazne potlačený. V súlade s mikroskopickým pozorovaním (Obr. 5.2.1-2) to môžeme hlavne vysvetliť tým, že v dôsledku prítomnosti spevňujúcej fáze počas výroby vznikli v kompozitu menšie zrná a ako vieme mechanizmus dvojčatenia je citlivý na parametre veľkosti zrna [36-



37]. Ďalším faktorom môže byť vyššie vnútorné napätie v matrici, ktoré bude študované v nasledujúcich podkapitolách.

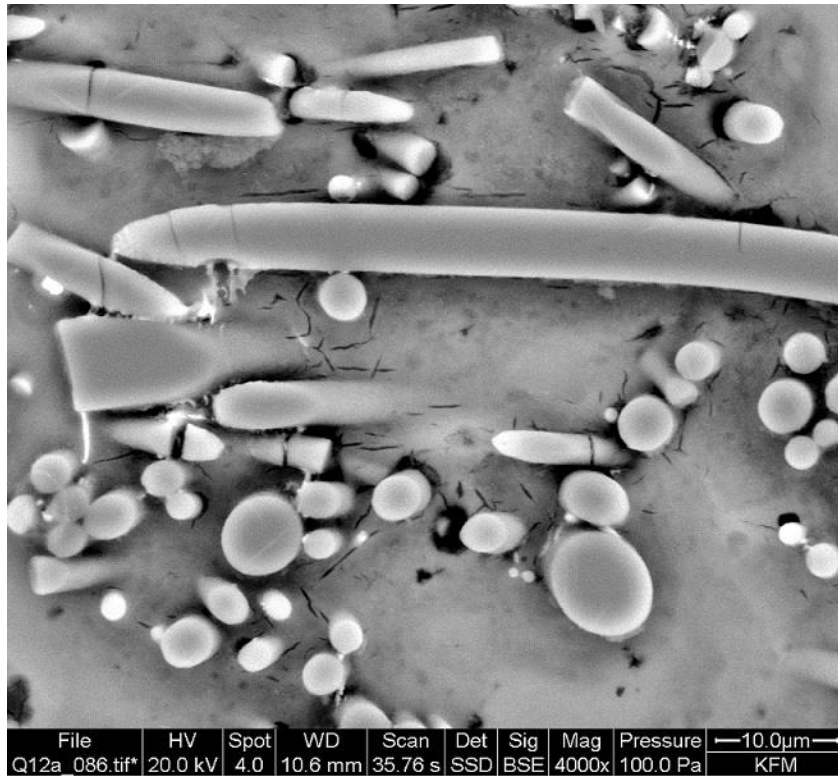
Všimneme si, že na obrázku č. 5.3.2b v oblasti plastickej deformácie sa kompozitu, sa objavujú signály v novom relatívne úzkom frekvenčnom intervale 100 a 110 kHz. Tieto signály AE signály podľa môžeme prisúdiť lomu vlákien [41-42]. Zhruba nad 6% skutočnej deformácie vlákna už nie sú schopné akomodovať a začnú sa lomiť.



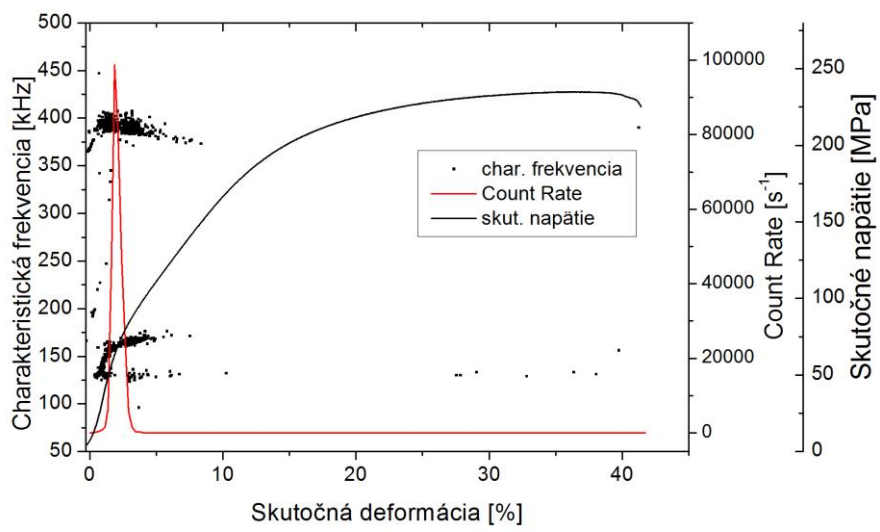
Obr. 5.3.3 – Charakteristické frekvencie AE pre rôzne deformačné mechanizmy

Zistené charakteristické frekvencie AE signálov lomu vlákna, dislokačného sklzu a dvojčatenia sú graficky znázornené na obrázku č. 5.3.3.

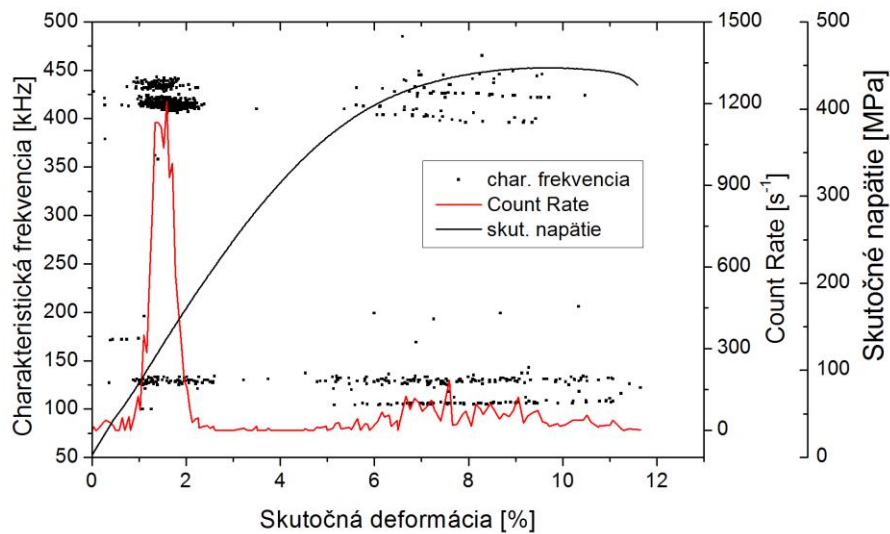
Lomová plocha kompozitu bol preskúmaný mikroskopom. Elektróny boli urýchľované pod napätím 20 kV. Podarilo sa nájsť rozlomené vlákna resp. trhliny na vláknach, ktoré sú zodpovedné za nízko-frekvenčné akustické signály (obrázok č. 5.3.4).



Obr. 5.3.4 –Lomová plocha



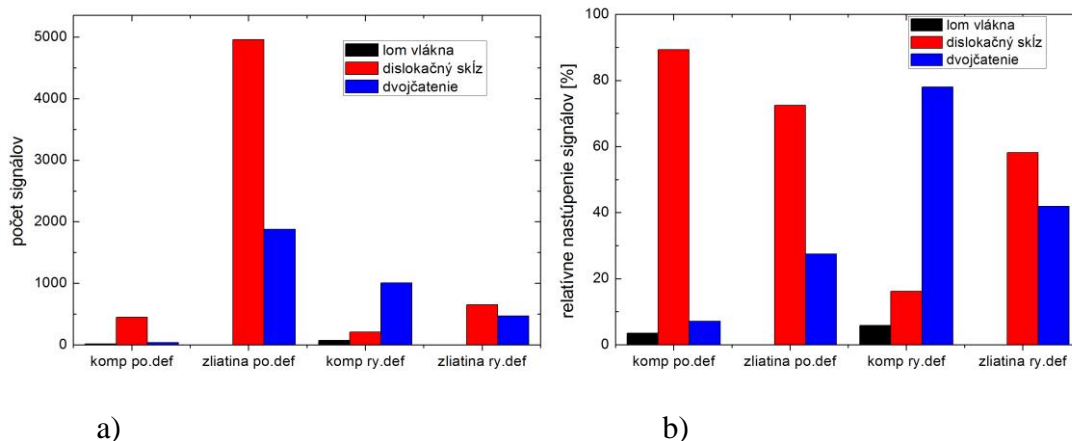
a)



b)

Obr. 5.3.5 – Skutočné napätie v závislosti skutočnej deformácie s charakteristickými frekvenciami AE signálov pri deformačnej rýchlosti  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  pre a) zliatinu b) kompozite

Akusticko emisnú odozvu sme merali aj pri deformačnej rýchlosti  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Výsledky sú znázornené na obrázku č. 5.3.5a a b. Vývoj count rate na deformácii je približne rovnaký ako pri nižšej deformačnej rýchlosti, ale zastúpenie charakteristických frekvenciách je výrazne odlišné. Ak sa pozrieme na obrázok č. 5.3.5b a porovnáme s obrázkom č. 5.3.2b, tak je zrejmé, že v tomto prípade podstatnú rolu hrá mechanizmus dvojčatenia, ktorý pri nižšej deformačnej rýchlosti bolo potlačené. Aktivita dvojčatenia sa zvýšila aj u zliatine, ako je to zrejmé na histogramoch (obr. 5.3.6a , b). Aj u zliatiny aj u kompozitu rýchlejšie deformované vzorky vykazujú výraznejšiu AE (obrázok č. 5.3.6a). Z relatívneho zastúpenia charakteristických frekvencií (obrázok č. 5.3.6b), vyplýva, že mechanizmus nukleácie dvojčiat je citlivý na rýchlosť deformácie čo je v súlade s výsledkami rôznych autorov [43-44].



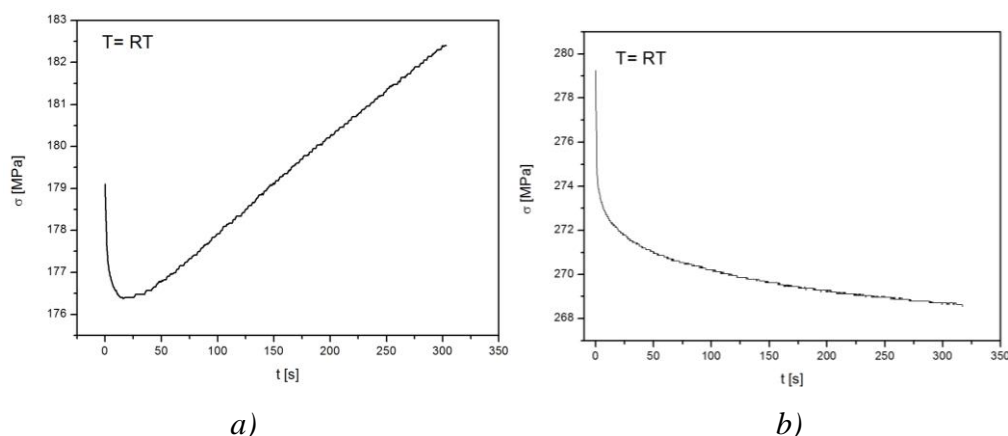
Obr. 5.3.6 – a) celkový počet AE signálov počas celej deformácie vo význačných frekvenčných intervaloch b) relatívne nastúpenie AE signálov v jednotlivých vzorkách počas celej deformácie vo význačných frekvenčných intervaloch

#### 4.4. Meranie napätovo relaxačnou metódou a určenie dominantných spevňujúcich mechanizmov

Aby sme lepšie pochopili procesy, ktoré nastanú priebehom plastickej deformácie, je užitočné použiť metódu napätovej relaxácie. Postup metódy je popísaný v 4. kapitole. Rovnako ako u deformačných skúškach aj tu sme spravili meranie na matici a na kompozite pri teplotách 20°C, 100 °C, 200 °C a 300 °C.

Napätovo relaxačné krivky kompozitu pri izbovej teplote sa chovali inak, ako sme to očakávali (Obr. 4.4.1). Krivka po dosiahnutí minimálneho napätia, začne rásť s časom. Na tepelne spracovanej vzorke sa efekt deformačného starnutia už neobjavil (Obr. 4.4.2), čo naznačuje, že v prvom prípade sa jednalo o jav deformačného starnutia. Musíme zdôrazňovať, že tento efekt je veľmi zvláštny, na ktoré neexistuje poriadne vysvetlenie. Rastúce napätie vo vzorku znamená aj to, že vzorka sa predlžuje. Jedna z možností ako vysvetliť tento efekt je pomocou dislokačného mechanizmu. Na to aby vzorka sa predlžovala, dislokácie sa musia pohybovať v opačnom smere ako pôsobiace makroskopické napätie. To nám ukazuje na existenciu takého lokálneho napätia, ktoré má opačné znamienko ako aplikované napätie. Ako Chawla ukázal [10] výrazné lokálne napätie môže vzniknúť na vlákno-matricovej rozhraní, najmä okolo koncov vlákna. Výsledky poukazujú na

to, že vplyv rozhrania je dostatočne veľký, aby hýbal s dislokáciami v protismere aplikovaného napätia.



Obr. 4.4.1-2 – Napät'ová relaxácia na kompozite AJ51 a) pred tepelným spracovaním b) po tepelnom spracovaní.

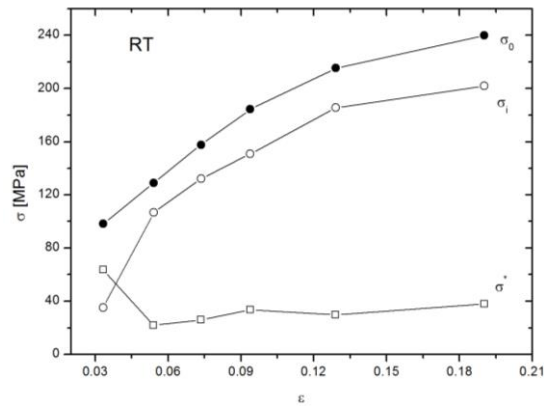
Vyhodnotenie výsledkov sme urobili nasledovne:

V prvom kroku sme určili jednotlivé komponenty aplikovaného napätia: vnútorné napätie ( $\sigma_i$ ) a efektívne napätie ( $\sigma^*$ ). Používal som Liovu metódu [45], kde relaxačná krivka bola preložená funkciou:

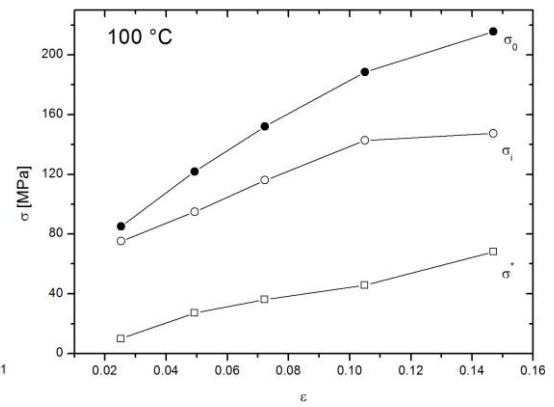
$$\sigma - \sigma_i = [a(m-1)]^{\frac{1}{1-m}} (t - t_0)^{\frac{1}{1-m}} \quad (4.4.1)$$

kde  $a$ ,  $t_0$ ,  $m$  a  $\sigma_i$  sú fitovacie parametre. Efektívne napätie dostaneme jednoducho z rovnice  $\sigma^* = \sigma - \sigma_i$ , kde  $\sigma$  je napätie na začiatku napät'ovej relaxácie.

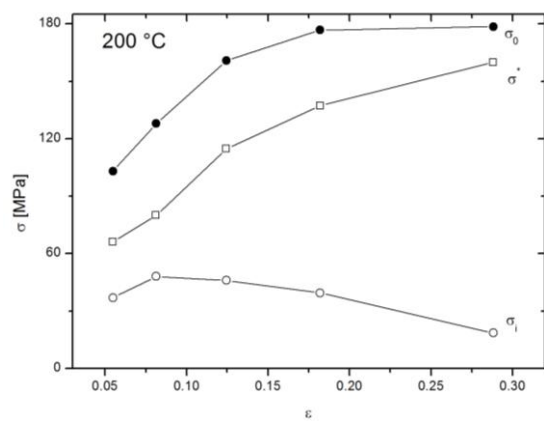
V nasledujúcich obrázkoch (Obr. 4.4.3 až 4.4.9), sú znázornené skutočné napätie v závislosti na skutočnom predĺžení, sa dá pozorovať vývoj jednotlivých komponentov aplikovaného napätia s rastúcou teplotou. Vnútorné napätie pri izbovej teplote tvorí podstatnú časť aplikovaného napätia. Vzhľadom k tomu, že vnútorné napätie závisí na hustote dislokácií ako  $\sigma_i \propto \rho^{\frac{1}{2}}$  a s rastúcou teplotou táto veličina klesá môžeme predpokladať, že dochádza k poklesu hustoty dislokácií. V tej časti krivky, kde vnútorné napätie je približne konštantné, alebo pomaly klesá, zrejme nastane rovnováha medzi vznikom a anihiláciou dislokácií.



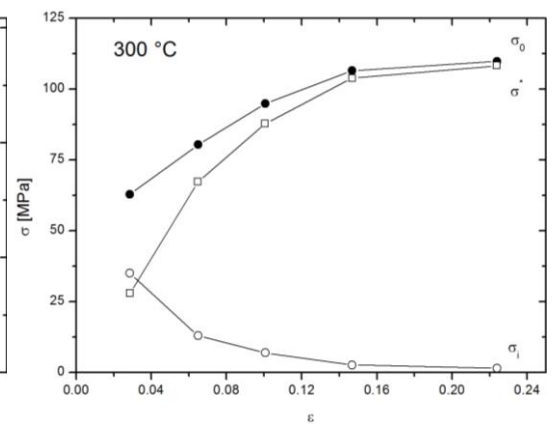
a)



b)

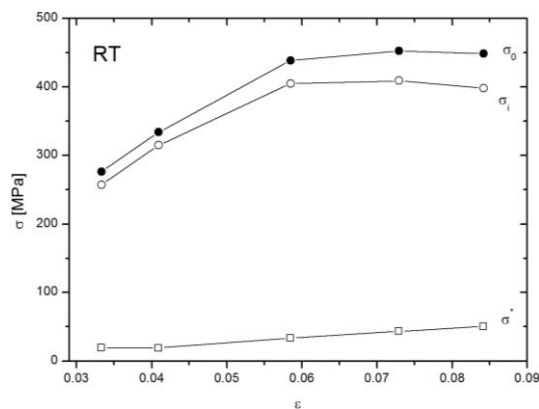


c)

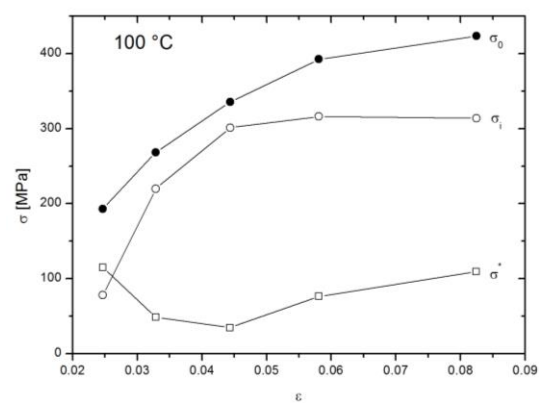


d)

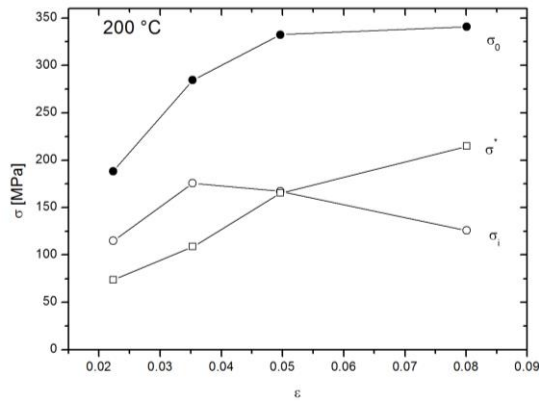
Obr. 4.4.3-6 –Komponenty aplikovaného napätia v závislosti na skutočnom predĺžení v matrici AJ51 pri teplote a) RT b) 100 °C c) 200 °C d) 300 °C



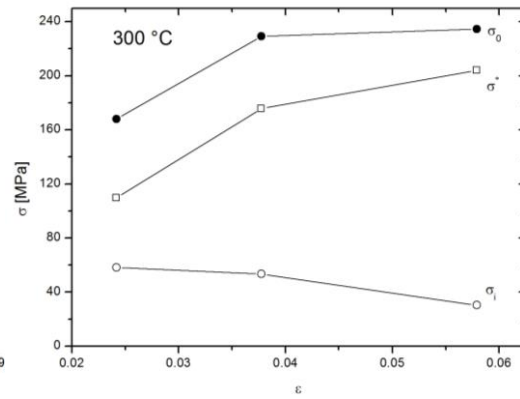
a)



b)



c)



d)

Obr. 4.4.7-9 –Komponenty aplikovaného napätia v závislosti na skutočnom predĺžení u kompozitu AJ51 pri teplote a) RT b) 100 °C c) 200 °C d) 300 °C

V ďalšom kroku sme z relaxačných kriviek vypočítali aktivačný objem ( $V$ ) v závislosti na skutočnom predĺžení ( $\epsilon$ ). Aktivačný objem predstavuje hodnotu, ktorú dislokačné línie musia prekonať aby sa mohli pohybovať ďalej. Relaxačné krivky sme nafitovali Felthamovou rovnicou [46]:

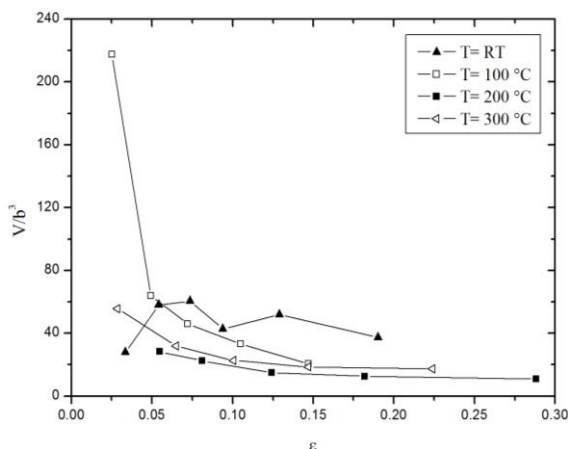
$$\Delta\sigma(t) = \sigma(0) - \sigma(t) = \alpha \ln(\beta t + 1) \quad (4.4.2)$$

kde  $\sigma(0) = \sigma_0$  napätie na začiatku napät'ovej relaxácie a  $\alpha$  a  $\beta$  sú fitované parametre.  $\alpha$  môžeme vyjadriť vzťahom:

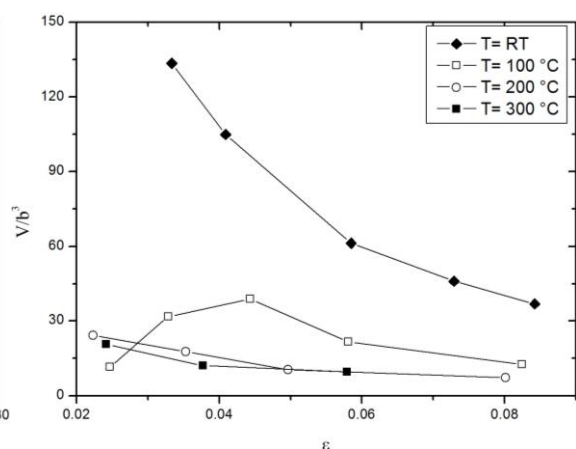
$$\alpha = \frac{kT}{V} \quad (4.4.3)$$

kde  $k$  je Boltzmannova konštanta a  $T$  je teplota zadaný v Kelvinoch.

Výsledky sú znázornené na obrázkoch 4.4.10-11. Hodnota aktivačného objemu  $V$  je delené s treťou mocninou Burgersovho vektora  $b^3$ . ( $b^3 = 3.2768 \cdot 10^{-29} \text{ m}^3$ ).



Obr. 4.4.10 – Aktivačný objem v matici AJ51 na závislosti skutočného predĺżenia



Obr.4.4.11–Aktivačný objem v kompozitu AJ51 na závislosti skutočného predĺżenia

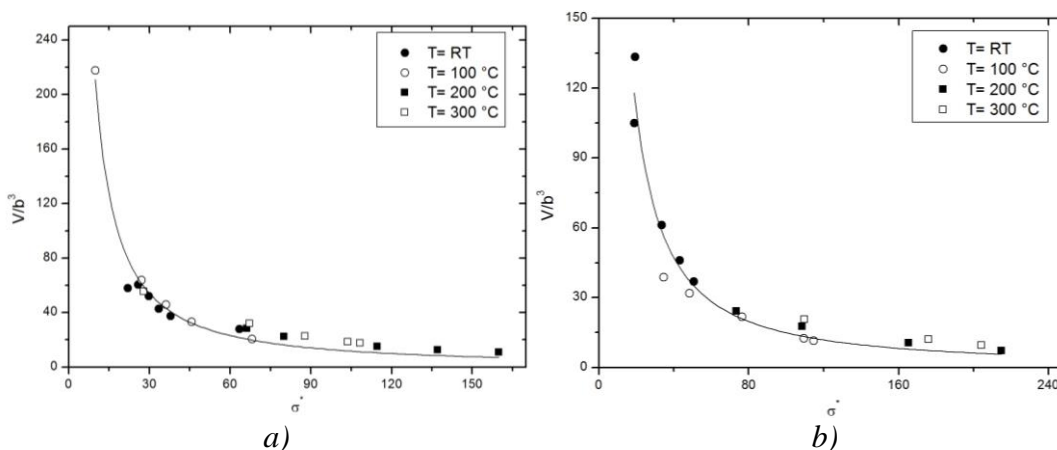
Aktivačný objem v závislosti na efektívnom napätí nám dal zaujímavé výsledky. Keď vynesieme všetky hodnoty do jedného obrázku, zistíme, že ležia na jednej krivke. Kocks et al. navrhoval vzťah medzi aktivačnou energiou a efektívnym napätím [47]:

$$\Delta G = \Delta G_0 \left[ 1 - \left( \frac{\sigma^*}{\sigma_0} \right)^p \right]^q, \quad (4.4.4)$$

kde  $\Delta G_0$  je Gibbsov potenciál,  $\sigma_0^*$  je efektívne napätie pri teplote 0 K a parametre  $p$  a  $q$  popisujú tvar prekážky. Keď tento vzťah dosadíme do rovnice definujúcu aktivačný objem (2.3.3), dostaneme vzťah, ktorý sa môžeme teoreticky popísať experimentálne dáta.

$$V = \frac{\Delta G_0 p q}{\sigma_0^*} \left[ 1 - \left( \frac{\sigma^*}{\sigma_0} \right)^p \right]^{q-1} \left( \frac{\sigma^*}{\sigma_0} \right)^{p-1} \quad (4.4.5)$$

Pomocou tohto vzťahu by sa dala zistiť aktivačná energia, ale bohužiaľ máme málo experimentálnych bodov na jej presné určenie.

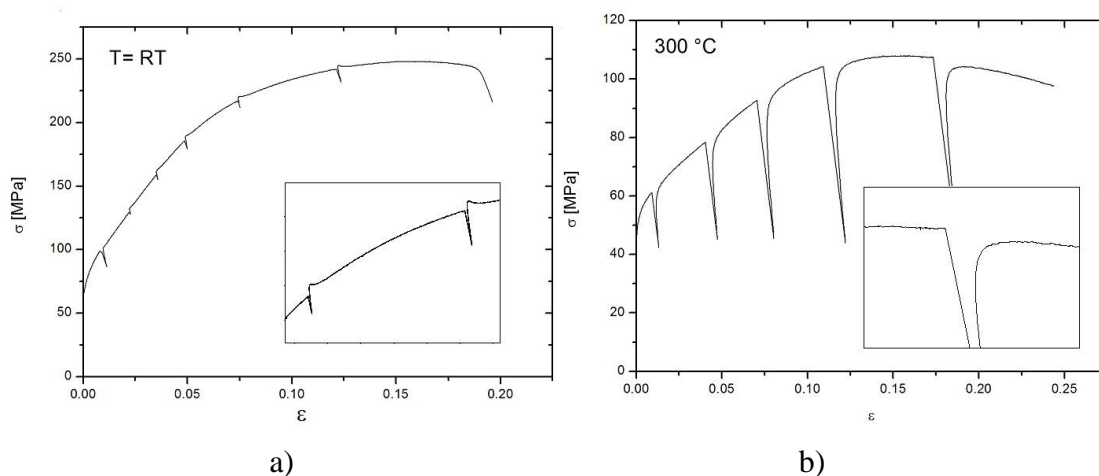


Obr. 4.4.12-13 – Aktivačný objem v závislosti na efektívnom napätí a) pre maticu b) pre kompozit

Keď porovnáme obrázky 4.4.12-13 môžeme zistiť, že každý bod leží na jednej krivke, z čoho vyplýva, že termicky aktivované procesy pre zliatinu a kompozit sú rovnaké.

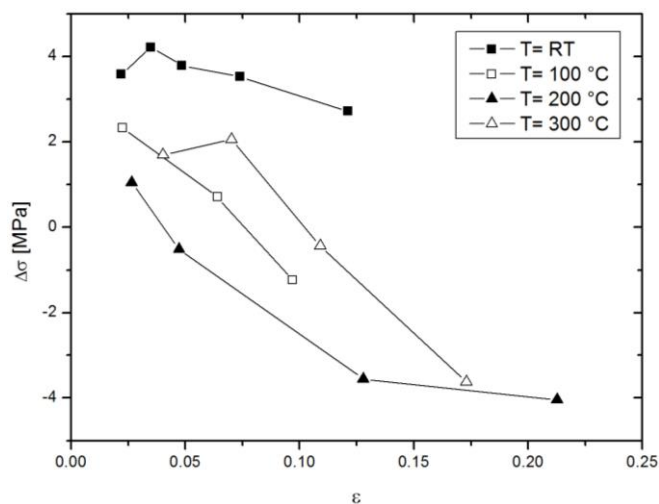


Po vystrihnutí relaxačných kriviek v niekoľkých prípadoch na deformačnej krivke som objavil post-relaxačné efekty. Po napät'ovej relaxácii vzorka pre pokračovanie deformácie potrebuje väčšie napätie, než aké sme dosiahli pred relaxáciou. Tento efekt môžeme vysvetliť procesom starnutia, to znamená, že priebehom relaxácie prímesové atómy sa difundujú k dislokáciám a tak zablokujú ich pohyb. Preto dislokácie potrebujú väčšie napätie na prekonanie týchto prekážok. Tento jav, (tzn. pokles  $\Delta\sigma$  s def.), je dôsledkom toho, že pokiaľ hustota dislokácií rastie deformáciou, koncentrácia prímesových atómov zostáva konštantný. Na obrázku 4.4.14 a) je jasne pozorovaný post-relaxačný efekt.



Obr. 4.4.14 – Post relaxačný efekt v prípade matricovej zliatiny deformovaný a) pri izbovej teplote b) pri teplote 300 °C

Pri vyšších teplotách sa prejavuje aj opačný efekt, kde po napät'ovej relaxácii na začiatku deformácie sa nevrátilo napätie do pôvodného stavu, ale začal sa deformovať pri nižšom napätí. V každom prípade som určil, kde bol možný rozdiel medzi napätím pred relaxáciou a po maximálnou hodnotou po relaxácii. Výsledky sú znázornené na obrázku 4.4.15. Z výsledkov vidíme, že post-relaxačný efekt silne závisí od stupne deformácie a teploty.



Obr. 4.4.15 – napätový rozdiel v závislosti skutočného napätia

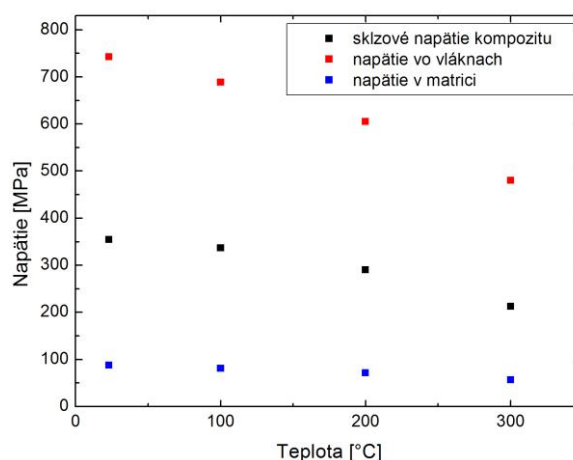
V kompozite vnútorné napätie má zložku ( $\sigma_{LT}$ ), ktorá popisuje napätie potrebné na deformáciu kompozitu v dôsledku prenesenie zaťažovania z matrice na kompozit a zložku, ktorá je potrebná na vznik a pohyb dislokácií  $\sigma_i^D$ . Napätie  $\sigma_{LT}$  sa dá vyjadriť s rovnicou (1.2.2). Tento modelový prípad platí vtedy, keď zanedbáme všetky ďalšie spevňujúce mechanizmy v kompozitu.

Z deformačného napätia kompozitu môžeme získať aj konkrétnu hodnotu napätia preneseného na spevňujúcu fázu ( $\Delta\sigma_{LT}$ ):

$$\Delta\sigma_{LT} = \frac{(\sigma_{LT} - \sigma_m)}{f} + \sigma_m. \quad (4.4.5)$$

Rovnica vyplýva z Voigtovho modelu [23]. Súčet napätia na vláknach a napätie matrice násobený vhodným objemovým podielom nám dáva aplikované napätie. V našom prípade ako hodnotu aplikovaného napätia sme brali celkové sklzové napätie kompozitu, lebo pre vyššie hodnoty Voigtov model už neplatí. Sklzné napätie v matrici sme stotožnili so sklzovým napätím zliatiny. Veľkosť jednotlivých zložiek (tzn. sklzové napätie kompozitu, napätie vo vláknach, napätie v matrici) sú vykreslené na obrázku 4.4.16, kde môžeme pozorovať, že napätia na vláknach vykazuje väčšie hodnoty ako v matrici. Musíme poznamenať, že uvedené hodnoty platia len v prípade, keď berieme do úvahy výhradne prenos napätia na vlákna a ďalšie spevňujúce mechanizmy zanedbáme. Na určenie skutočného napätia v matrici musíme sčítať príspevky všetkých spevňujúcich mechanizmov, ktoré pôsobia v matrici. Ďalej všetky príspevky jednotlivých spevňujúcich mechanizmov je treba

vynásobiť objemovým podielom danej fáze, tzn. v prípade vlákna násobíme  $f$ , v prípade matrice  $(1-f)$ , kde  $f$  je objemový podiel vlákien.



Obr. 4.4.16 – Napätie na jednotlivých zložkách kompozitu pri hodnote makroskopického sklзовého napätia

Spevňujúce mechanizmy v kompozitách, ktoré už boli podrobne rozpísané v teoretickej časti sú zhrnuté v nasledujúcej tabuľke 4.4.1 [20]:

Mechanismus	Rovnica	
Prenos napätia z matrice na vlákna	$\sigma_{LT} = \sigma_m \left[ 1 + \frac{(l+t)A}{4l} \right] f + \sigma_m (1-f)$	$l$ – dĺžka vlákna, $t$ – priemer vlákna $A=l/t$ , $f$ – objemový podiel vlákien, $\sigma_m$ – napätie v matrici
Termické dislokácie	$\rho_T = \frac{Bf\Delta\alpha\Delta T}{b(1-f)t_m} \frac{1}{t_m}$	$B=10$ pre vlákna a $B=12$ pre častice $\Delta\alpha\Delta T$ – termické napätie
Geometricky potrebné dislokácie	$\rho_G = \frac{f\delta\varepsilon_p}{bt_m}$	$\varepsilon_p$ – plastické napätie
Zvýšená dislokačná hustota	$\Delta\sigma_D = \alpha_1\psi Gb(\rho_T + \rho_G)^{1/2}$	$\alpha_1$ – konštanta $\psi$ – Taylorov faktor $G$ – je modul pružnosti
Orowanovo spevnenie	$\Delta\sigma_{OR} = \frac{Gb}{\Lambda} + \frac{5}{2\pi} Gf\varepsilon_p$	$\Lambda$ – vzdialenosť medzi vláknami
Jemnosť veľkosti zŕn	$\Delta\sigma_{GS} = K_y (d_2^{-1/2} - d_1^{-1/2})$	$K_y$ – konštanta $d_1, d_2$ – veľkosť zŕn
Priemerné zostatkové napätie v matrici	$\langle \sigma_m \rangle_{\max} = \frac{2}{3} \sigma_y \ln \left( \frac{1}{f} \right) \frac{f}{1-f}$	$\sigma_y$ – sklзовé napätie v matrici

Tab. 4.4.1. – Najdôležitejšie spevňujúce mechanizmy v kompozitách

Využitím experimentálne určeného sklzového napätia zliatiny AJ51 sme vypočítali príspevky jednotlivých spevňujúcich mechanizmov k celkovému spevneniu kompozitu. V tabuľke 4.4.2, boli používané konštanty z prác [7,20] ktoré popisovali kompozity s podobným zložením. Z tabuľky 4.4.3 je zreteľné, že dominantnú časť spevnenia tvorí prenos napätia z matrice na vlákna. Na základe práce Lilholta [48] vhodným sčítaním sklzového napätia zliatiny a jednotlivých zmienených napäťových komponentov dostaneme odhad na sklzové napätia kompozitu. Získaná hodnota je menšia ako experimentálna hodnota. Jeden dôvod je, že sme počítali napätie na vláknach z modelového vzťahu, ktorý neberie do úvahy ďalšie možné spevňujúce mechanizmy. Vzhľadom k tomu, že použité modely obsahujú aj určité zjednodušenia, pozorovaný 12% rozdiel je akceptovateľný.

$\alpha(\text{AJ51})$ [K <sup>-1</sup> ]	$\alpha(\text{Saffil})$ [K <sup>-1</sup> ]	G [GPa]	Taylorov faktor $\psi$	Ky (hcp) [MPam <sup>-3/2</sup> ]	$\alpha_1$
26x10 <sup>-6</sup>	6x10 <sup>-6</sup>	17	6	0,28	0,35

Tab. 4.4.2. –Používané konštanty

$\sigma_{02}$ alloy [MPa]	$f_x \Delta\sigma_{LT}$ [MPa]	$\Delta\rho_T$ [m <sup>-2</sup> ]	$\Delta\rho_G$ [m <sup>-2</sup> ]	$\Delta\sigma_D$ [MPa]	$\Delta\sigma_{OR}$ [MPa]	$\Delta\sigma_{GS}$ [MPa]	$\langle\sigma_m\rangle_{\max}$ [MPa]	$\sigma_{\text{tot}}$ [MPa]	$\sigma_{\text{exp}}$ [MPa]
88	148	2,7 x10 <sup>13</sup>	3,1 x10 <sup>12</sup>	63	2	16	22	308	354

Tab. 4.4.3. –Príspevky spevňujúcich mechanizmov k sklzovému napätiu kompozitu

## 4.5. Určenie zostatkového napätia s neutrónovou difrakciou

Neutrónovú difrakciu sme používali na skúmanie vývoja zostatkového napätia v horčíkovom kompozitu AJ51 v závislosti na plastickej deformácii. Meranie boli uskutočnené na difraktometre TKS-400 v Ústave jadernej fyziky v Reži. Schéma difraktometru už bol zmienený v predchádzajúcej kapitole (obrázok č. 2.5.2). Používané vzorky mali rovnaký tvar a veľkosť ako vzorky používané v predchádzajúcich meraniach.

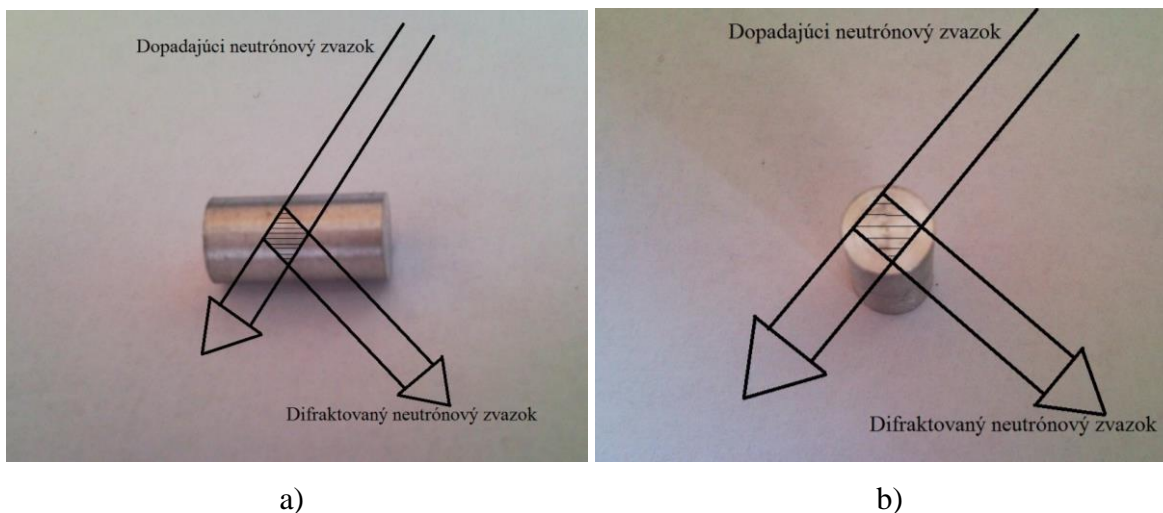
Pred meraním bolo nutné optimálne zakalibrovať aparátúru. Používaný dvojdimenzionálny pozične citlivý detektor má priestorové rozlíšenie 2 mm, ale zároveň má tú nevýhodu, že dokáže detekovať difraktované neutróny len v malom uhlovom rozsahu ( $\Delta 2\theta \approx 9^\circ$ ). To znamená, že súčasne sme schopný merať maximálne len dva difrakčná maxima. Preto musíme znať, alebo experimentálne namerať difrakčné spektrum horčíku a podľa toho vybrať najviac vyhovujúce maxima. Ako sme už uviedli, najlepšie by bolo zvoliť maximum blízko k hodnote  $2\theta=180^\circ$ , lebo pri vypočítaní mriežkovej deformácie dostaneme najmenšiu chybu. (Vid' rovnici 2.5.3). Stojí za povšimnutie, že rovnicu 2.5.3 používame aj pri výpočtu absolútnej chyby deformácie ( $\delta\varepsilon_{hkl}$ ):

$$\delta\varepsilon_{hkl} = \frac{(\delta d_{hkl} + \delta d_{hkl}^0)}{d_{hkl}^0} \approx -\cot(\theta_{0,hkl}) (\delta\theta_{0,hkl} + \delta\theta_{hkl}), \quad (4.5.1)$$

kde  $\delta\theta_{0,hkl}$  a  $\delta\theta_{hkl}$  značí absolútnu chybu pozície difrakčného maxima  $hkl$  na uhlovej škále v takzvanej beznapät'ovej vzorke respektíve vo vzorke so zostatkovým napätím.

V našom prípade pri voľbe správneho maxima, dôležitú rolu hrala aj jeho intenzita, lebo kvôli relatívne malých štrbínam pozorované intenzity boli relatívne malé. Hlavnou požiadavkou pri meraní vnútorného napätia je aby takzvaný „gauge volume“, merný objem z ktorého detekujeme difraktované neutróny, bol vo vnútri vzorky. Správnou voľbou tohto objemu môžeme zamedziť tomu, aby povrchové efekty skresľovali výsledky merania. Týmto požiadavkám v prípade horčíku vyhovuje najviac maximum difraktované od osnovy rovín  $\{10.1\}$ , ktoré sa vyskytuje pri uhlu  $\theta_{101} = 58,2^\circ$ .

Mriežková deformácia bola nameraná vo dvoch navzájom kolmých smeroch. Pri axiálnom smere valcová vzorka ležala vodorovne tak, aby difrakčný vektor a súčasne komponenta mriežkovej deformácie boli rovnobežné s hlavnou osou valca a so Safilovými vláknami. Pri radiálnom smere vzorka stála kolmo na rovinu dopadu a študovaná komponenta mriežkovej deformácie bola tiež radiálna. Experimentálne usporiadanie je znázornené na obrázkoch č. 4.5.1a a b.



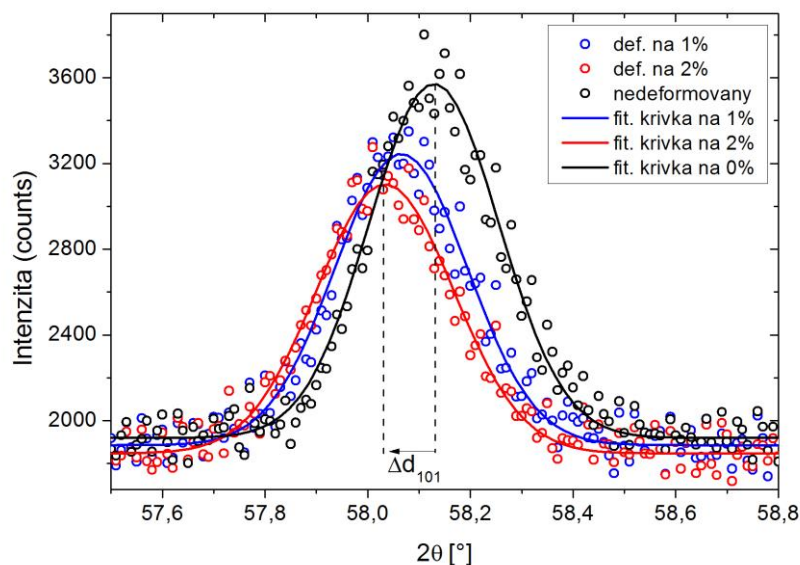
Obr. 4.5.1 – Geometrie merania v a) axiálnom b) radiálnom smere

Ďalšou úlohou bola optimalizácia monochromátoru podľa troch nezávislých parametrov. Dve z toho sú otáčanie monochromátoru podľa vodorovnej a zvislej osy, ktorými sa dá dosiahnuť maximálny neutrónový tok dopadajúci na vzorku. Tretí parameter je zakrivenie monochromátoru, ktoré okrem toku neutrónov má veľký vplyv aj na inštrumentálne rozlíšenie. Na každý difrakčný uhol  $2\theta$  optimálne inštrumentálne rozlíšenie je potrebné nastaviť zvlášť. Síce zaisťuje teoretický vzťah medzi zakrivením monochromátoru a inštrumentálnym rozlíšením ale pre istotu sme tento vzťah overili aj experimentálne.

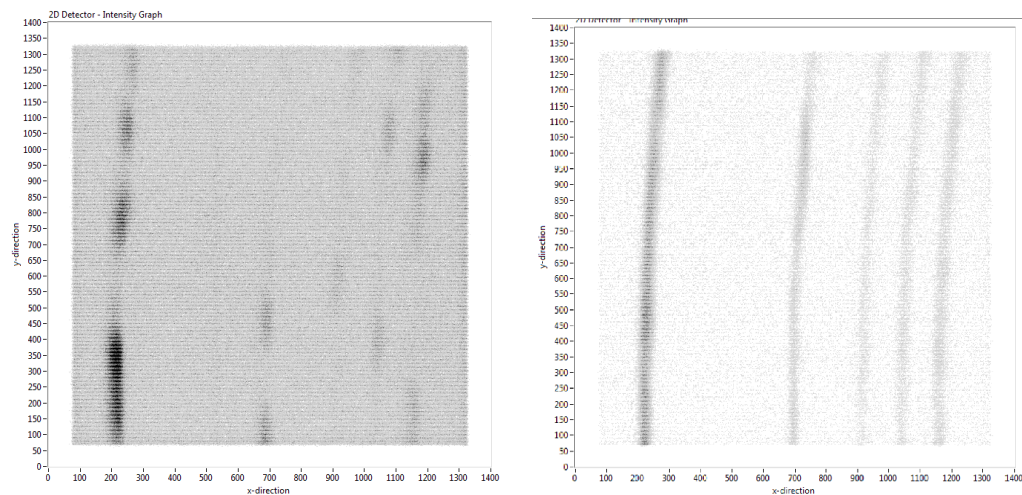
Po tomto kroku nasleduje kalibračné meranie v celom možnom uhlovom rozsahu na práškovej vzorke. V dostatočne jemnom prášku môžeme predpokladať, že častice neobsahujú zostatkové napätie a tak polohy difrakčných maxím nie sú ovplyvnené zostatkovým napätím.. Bol zvolený  $\text{SiO}_2$  prášok, ktorý bol nameraný vanádovom kontejneru. Vanád je najužitočnejší materiál pre tieto účely, lebo tento materiál pŕyli neutróny len nekoherentne (koherentný účinný prierez vanádia je prakticky zanedbateľný), prispieva len k žiareniu pozadia. Na získanú difrakčnú krivku potom nafitujeme teoretickú krivku pomocou programu Fullprof a presne určíme požadované kalibračné parametre, ako napríklad vlnová dĺžka neutrónov, difrakčný uhol odpovedajúci strede detektoru, presnú vzdialenosť medzi detektorom a vzorkou, výšku detektoru voči štrbine a veľkosť jedného pixelu detektoru v jednotkách difrakčného uhlu.

Pre stanovenie odpovedajúceho merného objemu (gauge volume) pre axiálne a radiálne usporiadanie bol použitý kadmiový plech s obdĺžnikovou a štvorcovou štrbinou  $3 \times 7$  mm, respektíve  $3 \times 3$  mm. Štvorcová štrbina, ktorá tieni difraktované neutróny, bola umiestnená čo najbližšie k vzorke, z dôvodu presnejšieho definovania „gauge volume“. V prípade obdĺžnikovej štrbiny, ktorá tienila dopadajúci zväzok to nebolo nutné, lebo neutrónovou kamerou sme mohli presne nastaviť pozíciu dopadajúceho zväzku do stredu vzorky.

Finálne inštrumentálne rozlíšenie u difrakčného maxima 10.1 dosiahlo relatívne dobrú hodnotu  $\Delta d/d \approx 2,9 \times 10^{-3}$ . Aby sme dostali dostatočne dobrú štatistiku meraných profilov, každé meranie prebiehalo 12 hodín. Profily niekoľko kriviek sú znázornené na obrázku č. 4.5.2. Tieto krivky boli namerané v axiálnom smere, rovnobežne so smerom deformácie. Je očividný posun difrakčného maxima 10.1 smerom k menším uhlom.



Obr. 4.5.2 – Profil difrakčného vrcholu a jeho fitovaná krivka pri rôznych stupnoch deformácie.



Obr. 4.5.3 – 2D Difrakčný záznam a) nepohybujúcej vzorky b) rotujúcej vzorky

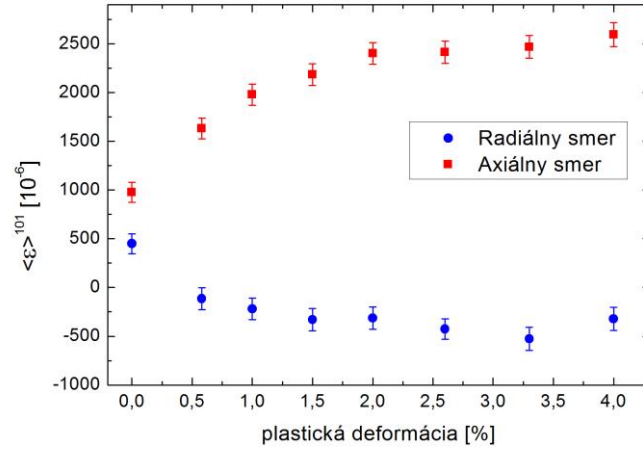
Prvé výsledky ukazovali, že vzorky vykazujú miernu textúru (Obr. 4.5.3), preto bolo potrebné nainštalovať motor, ktorý točil vzorkou počas merania. Získané difrakčné krivky boli v dobrom priblížení symetrické, preto sme používali symetrickú funkciu na fitovanie, bola zvolená Gaussova funkcia.

$$F(x) = A e^{-\frac{(\theta - \theta_0)^2}{2u_x^2}} + B, \quad (4.5.1)$$

kde  $\theta_0$  značí polohu vrcholu,  $A$  je amplitúda,  $2\sqrt{2\ln 2}u_x$  je pološírka vrcholu (FWHM) a  $B$  je úroveň pozadia. Chyba pozície maxima potom je chyba fitovaného parametru  $\theta_0$ . Gaussova funkcia tým lepšie sedí na experimentálne dáta čím je vnútorné napätie III typu vo vzorke menší. U zvýšenej dislokačnej hustote začne pribrať Lorenziánovský (alebo Cauchy) tvar. Na experimentálne dáta bývajú často aplikované aj Voigtovu alebo „Pearson Type VII“ funkcie, ktoré sú fakticky kombináciou predošlých dvoch funkcií [49]. Napätie III typu má vplyv aj na asymetrii vrcholu, ale v našom prípade v rámci chyby na každú krivku je vyhovujúce používať Gaussovú funkciu. Asymetrii stačí vziať do úvahy iba v profilovej analýze.

Mriežková deformácia od reflexie osnovy rovín  $\{10.1\}$  bola vypočítaná pomocou rovnice 2.5.3.  $\theta_0$  bola nameraná na nedeformovanej zliatine AJ51. Určiť polohu  $\theta_0$  samozrejme je vždy náročné, lebo ťažko dosiahneme stav bez zostatkového napätia, preto polohu vrcholu sme namerali aj v axiálnom aj v radiálnom smere a podľa týchto dvoch hodnôt sme určili  $\theta_0$ . Výsledky nameranej mriežkovej deformácie sú uvedené na obrázku č. 4.5.4.





Obr. 4.5.4 – Mriežková deformácia v matici kompozitu AJ51 vypočítaná podľa reflexie 10.1 v závislosti na plastickej deformácie

Z nameranej mriežkovej deformácie  $\varepsilon^{101}$  môžeme dostať makroskopické zostatkové napätie v hlavných smeroch podľa obecného Hookova zákona (rovnica 2.5.5). Axiálny smer zvolíme totožný so smerom z, a smery x a y v našom prípade sú ekvivalentné s radiálnym smerom. Samozrejme v jednotlivých zrnách mriežkové deformácie  $\varepsilon_{xx}^{101}$  a  $\varepsilon_{yy}^{101}$  sú rôzne, ale kvôli tomu, že neutróny difraktovali na viacerých rôzne orientovaných zrnách, dostali sme vystredovanú hodnotu a preto z makroskopického hľadiska materiál má planárne izotropné elastické vlastnosti v rovine 10.1.

Odhad absolútnej chyby dostaneme diferencovaním rovnice 2.5.6 ( $f_H$ ) podľa každého komponentu deformácie  $\varepsilon$ :

$$\Delta\sigma_{ii}^2 = \sum_{j=1}^3 \left( \frac{\partial f_H}{\partial \varepsilon_{jj}^{hkl}} \right)^2 (\Delta\varepsilon_{jj}^{hkl})^2 \quad (4.5.2)$$

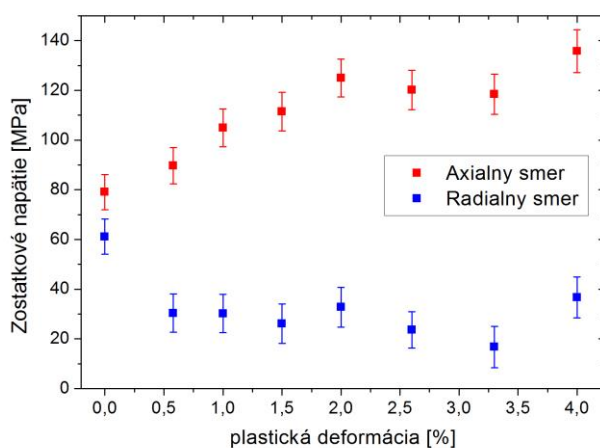
Táto formula je doporučená európskou normou a používa sa bez ohľadu na konkrétny charakter štatistických rozdelení jednotlivých veličín [50]. Rozpísaná formula na štatistickú chybu vyzerá nasledovne:

$$\Delta\sigma_{zz} = \frac{E_{hkl}}{1+\nu_{hkl}} \sqrt{\left(1 + \frac{\nu_{hkl}}{1-2\nu_{hkl}}\right)^2 \Delta\varepsilon_{zz}^2 + \left(\frac{\nu_{hkl}}{1-2\nu_{hkl}}\right)^2 \Delta\varepsilon_{xx}^2 + \left(\frac{\nu_{hkl}}{1-2\nu_{hkl}}\right)^2 \Delta\varepsilon_{yy}^2} \quad (4.5.3)$$

Chyby ďalších komponentov ( $\Delta\sigma_{yy}, \Delta\sigma_{zz}$ ) dostaneme permutáciou indexov xx, yy a zz. Kvôli planárnej izotropii aj teraz platí, že  $\sigma_{xx} = \sigma_{yy}$  a  $\Delta\sigma_{xx} = \Delta\sigma_{yy}$ .

Používané difrakčné elastické konštanty boli vypočítané s programom IsoDEC, ktorý používa skoro rovnaký prístup ako je to uvedené v Kroenerovom modeli [51]. Program na základe elastických koeficientov a kryštalografických dát určí hodnoty zmienovaných konštant. Boli používané parametre, daný na čistý horčík, ktoré sú známe, lebo legujúce prvky v našom prípade v takých malých percentách nemajú veľký vplyv na elastické vlastnosti materiálu.

Výsledky makroskopického zostatkového napätia v závislosti na plastickej deformácii sú znázornené na obrázku č. 4.5.5. Ako vidíme aj v nedeformovanom stavu je prítomné relatívne veľké ťahové zostatkové napätie aj v axiálnom aj v radiálnom smere. Príčinou toho môže byť termické napätie, zmienené v teoretickej časti. Spevňujúca fáza a matrica majú odlišné koeficienty tepelnej rozťažnosti. Počas výroby pri ochladení materiálu matrica sa snaží zmrštiť, ale spevňujúca fáza, ktorá má menší tepelnú rozťažnosť bráni ho v tom a tak pôsobí na nej ťahovou silou.



*Obr. 4.5.5 – Zostatkové napätie v kompozitu AJ51 pri rôznych stupňoch plastickej deformácie*

Nezabudnime ani na to, že termické napätie sa výrazne líši v rôznych miestach v matrici závislosti od vzdialenosti rozhraní vlákna-matrice, takže stanovené výsledky sú priestorovo vystredované hodnoty v celej matrici vo vnútri vzorku. Teoreticky termické napätie klesá kvadraticky s rastúcou vzdialenosťou od rozhraní [11].

Keď predpokladáme, že objem ďalších fáz ako napríklad precipitáty  $Mg_{17}Al_{12}$  v kompozitu je zanedbateľne malý a nemá vplyv na zostatkové napätie, tak teoreticky je možné stanoviť napätie v spevňujúcej fáze. Keď súčet vonkajších

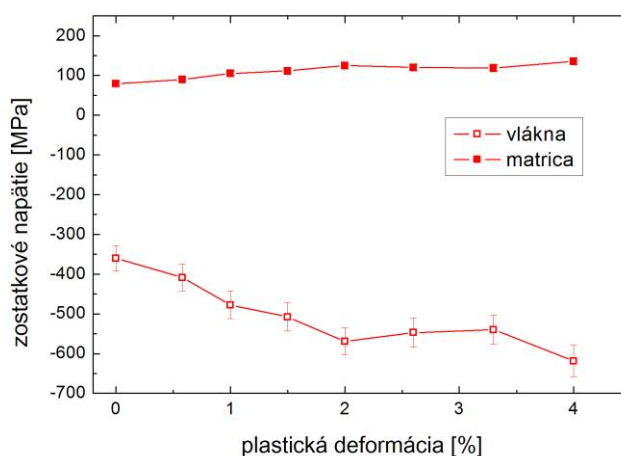
pôsobiacich síl na materiálu je nulová, tak platí rovnica, ktorá je odvodená zo zákona zachovaní síl:

$$\int_A \sigma_{ij} dV = 0, \quad (4.5.4)$$

Priestorová stredná hodnota vnútorného napätia spočítaná podľa celého objemu vzorky ( $A$ ) má dať nulovú hodnotu. Iným slovom je to podmienka rovnováhy z čoho ľahko odvodíme nasledujúci vzťah

$$(1-f)\langle\sigma\rangle_{zz}^m + f\langle\sigma\rangle_{zz}^s = 0, \quad (4.5.5)$$

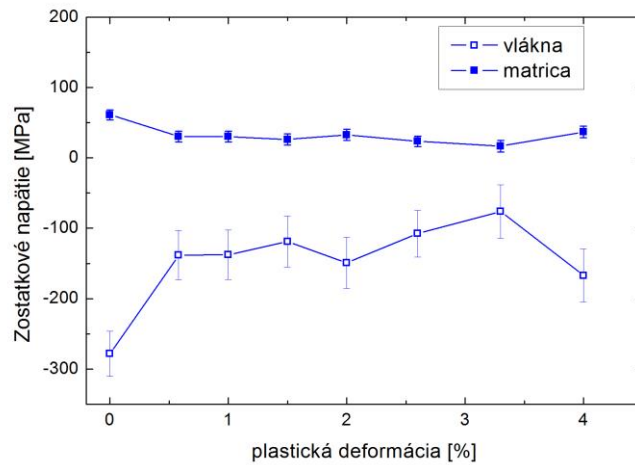
kde  $f$  je objemový zlomok spevňujúcej fáze, ktorá má približne hodnotu 0,18,  $\langle\sigma\rangle_{zz}^m$  je nameraná stredná hodnota zostatkového napätia v matrici a  $\langle\sigma\rangle_{zz}^s$  je stredná hodnota napätia v spevňujúcej fáze. Takto získané výsledky vidíme na obrázku č. 4.5.6.



Obr. 4.5.6 – Zostatkové napätie v jednotlivých fázach v axiálnom smere

Spôsobujúce sily sú v rovnováhe aj v radiálnom smere, takže môžeme používať rovnicu 4.5.5 aj na radiálnu zložku napätia. Ako vidíme zostatkové napätie po tlakovej deformácii rastie v rovnobežnom smere so spôsobujúcim namáhaním a v kolmom smere klesá, ale v matrici stále zostane ťahové zostatkové napätie. Získané výsledky sú zaujímavé, ukazujú na to, že akým spôsobom spevňujú vlákna horčíkovú zliatinu. V tlakovom namáhaní vnútorné sily najprv musia prekonať vplyv vlákien na matricu, tzn. ťahové termálne napätie. To spôsobuje len mikroplasticitu - ako sme videli u akustickej emisie - a na deformačnej krivke sa neobjavuje. Až potom sa začne matrica deformovať plasticke na makroskopickej úrovni. Veľkosť

zostatkového napätia v axiálnom smere na vlákna je prekvapivo veľká v porovnaní s tým, že medza pevnosti Saffilových vlákien je zhruba 1-1,2 GPa [52].

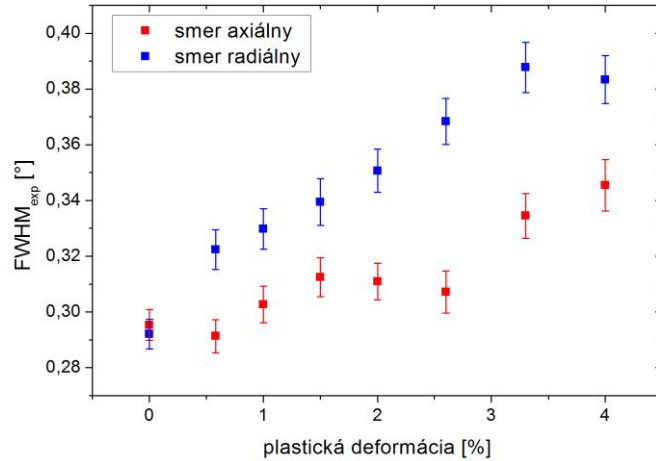


Obr. 4.5.7. – Zostatkové napätie v jednotlivých fázach v radiálnom smere

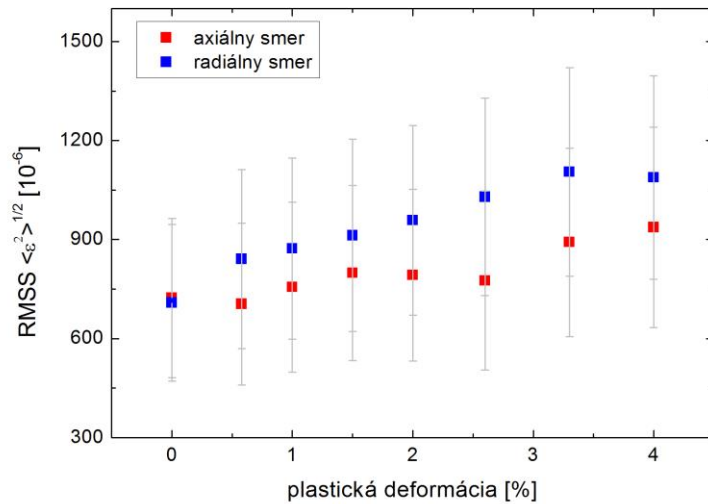
Analyzovaním šírky difrakčného profilu v polovičnej maxime (pološírka alebo FWHM) môžeme dostať informáciu o strednej kvadratickej hodnote mriežkovej deformácie (RMSS- root mean square strain)  $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ . Táto hodnota závisí i na II typu i na III typu vnútorného napätia, vlastne súvisí s nehomogenitou elastickej deformácie v mikroskopickej a nanoskopickej úrovni. Hodnota RMSS je bežne používaná ako miera mikronapätia. Pološírky našich profilov na  $2\theta$  škále sú uvedené na obrázku č. 5.5.8. Pre prepočítanie pološíriek na strednú kvadratickú odchýlku mriežkovej deformácie ( $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ ) môžeme používať nasledujúci vzťah [53-54] :

$$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2} = \frac{\cot \theta}{4\sqrt{-2\ln 1/2}} \sqrt{FWHM_{\text{exp}}^2 - FWHM_{\text{inst}}^2}, \quad (4.5.6)$$

kde  $FWHM_{\text{exp}}$  je pološírka Gaussovského profilu nafitovaného na experimentálne získaný difrakčný profil,  $FWHM_{\text{inst}}$  je inštrumentálne rozlíšenie, ktoré sme namerali na  $\text{SiO}_2$  práškovej vzorke. Celý odmocninový výraz je reálna pološírka vhodnej reflexie, ktoré dostaneme dekonvolučnou metódou.



Obr. 4.5.8. –Pološírka difrakčného profilu 10.1 pri rôznych hodnotách deformácie



Obr. 4.5.9. –Stredná kvadratická hodnota mriežkovej deformácie v závislosti na plastickej deformácie

Rozšírenie difrakčných vrcholov v zliatinách v prípade, keď vzorka nie je pod namáhaním sa obvykle vysvetľuje vnútornými napätiami III typu. Dominantný príspevkom v tomto prípade je rastúca dislokačná hustota, preto základné teoretické modely od Williamsona a Smallmana [55] uvažujú práve tento mechanizmus. U kompozitoch AJ51 ako sme videli na obrázkoch 4.5.6-7. ani v uvoľnenom stave vzorku nemôžeme zanedbať medzizrnové napätie (napätie II typu), ktoré vznikne kvôli vplyvu spevňujúcej fáze, ďalej napätie vzniknuté okolo mikrotrhlín, ktorých ako vidno na obrázku č. 4.3.4 vzniká veľký počet v priebehu plastickej deformácie. Môžeme konštatovať, že za rozšírenie difrakčných vrcholov v kompozitoch so spevňujúcimi vláknami je zodpovedné viac rôznych mechanizmov a preto správna analýza dát je náročná.

## 5. Záver

Táto diplomová práca je venovaná k štúdiu deformačných procesov v horčíkovom kompozite AJ51, vystuženými s keramickými vláknami Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a zaoberá sa fundamentálnymi problémami deformácie kompozitových materiálov na báze horčíku. Boli prevedené deformačné skúšky na kompozitu AJ51 a na jeho matricovej zliatiny v teplotnom intervale 20-300 °C. Priebehom deformácie bol skúmaný a pozorovaný vývoj napäťovej relaxácie pre oba typy materiálov. Mikroštruktúra bola pozorovaná pomocou optickej a riadkovej elektrónovej mikroskopie v nedeformovaných a deformovaných vzorkách. Pri izbovej teplote meraním sme sledovali in-situ akustickú odozvu vzoriek počas deformácie s rôznymi rýchlosťami. Dôležitú časť práci tvorili neutrónovo difrakčné experimenty, ktorých cieľom bolo skúmanie vnútorného napätia v matrici a v spevňujúcej fáze a sledovať vývoj napätia v závislosti na stupni plastickej deformácie.

Zistené poznatky z jednotlivých meraní sú zhrnuté v nasledujúcich bodoch:

- V kompozite pri izbovej teplote sa pozoroval efekt deformačného starnutia
- Akusticko emisné a mikroštruktúralne pozorovanie odhalilo, že na rozdiel od zliatiny, v kompozite vznik deformačných dvojčiat pri rýchlosti  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  je obmedzená .
- Bola zistená, že spevňujúca fáza zvýšila hodnotu medze sklzu približne štyrikrát a medzu pevnosti zhruba dvakrát.
- S vyhodnotením napäťovo relaxačných kriviek s Liovou metódou bola zistená, že pri nízkych teplotách podstatnú časť aplikovaného napätia tvorí vnútorné napätie. Jeho hodnota s rastúcou teplotou klesá a hlavnú rolu prevezme efektívne napätie.
- Fitovaním Felthamovej rovnice na relaxačne krivky sme určili aktivačný objem a zistili sme, že aj u zliatiny aj u kompozitu prebiehajú rovnaké termálne aktivované procesy
- V kompozite bolo určené, akú časť záťaže nesie spevňujúca fáza a príspevky ďalšie spevňujúcich mechanizmov.

- Prvý maximum na krivke početnosti prekmitov (count rate) pri akustickej emisii je spôsobený dvoma mechanizmami: nukleáciou dvojčiat  $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$  a dislokačným sklzom. Následný pokles parametrov AE signálu je dôsledkom rastu dvojčiat a zvýšeného počtu dislokačných prekážok.
- Spektrum charakteristických frekvencií AE obsahuje tri vyznačené intervaly, signály v každom intervale prichádzajú z rôzneho deformačného mechanizmu: dislokačný sklz (~150 kHz) dvojčatenie (~400 kHz) a lom vlákien (~100 kHz).
- Výsledky neutrónovej difrakcie experimentálne overili prítomnosť ťahového termického napätia v matici.
- Namerané vysoké ťahové napätie v matici a akustická odozva v elastickej časti deformácie ukazujú na to, že matrica deformuje lokálne na mikroskopickej úrovni v elastickej oblasti.
- Napätie medzi fázami v závislosti na stupni plastickej deformácie sa zvýši v axiálnom smere a klesá v radiálnom smere.
- Relatívne veľkej strednej kvadratickej hodnote mriežkovej deformácie vyplýva, že zostatkové napätie sa rozdelí v matici veľmi nehomogénne.

## 6. Literatúra

- [1] P. Kratochvíl, P. Lukáč, B. Sprušil: *Úvod do fyziky kovu I*, SNTL, Praha 1984
- [2] K. Máthis: *Disertační práce: Studium procesů plastické deformace hořčkových slitin*, MFF UK, 2003
- [3] Z. Zdražilová: *Diplomová práce: Studium anizotropie tvorby mechanických dvojčat v hořčkové slitině AZ31*, MFF UK 2011
- [4] Mises, R.: *Mechanics of the ductile form changes of crystals*. *Z. Angew. Math. Mech.*, 8, 1928: s. 161–185.
- [5] Lukáč, P.: *Hardening and softening during plastic-deformation of hexagonal metals*. *Czech. J. Phys.*, 35, 1985: s. 275–285.
- [6] Krishan K. Chawla: *Composite Materials*, Springer-Verlag, Germany 1987
- [7] Z. Száraz: *Disertační práce: Studium mechanických a fyzikálních vlastností kompozitů na bázi perspektivních hořčkových slitin*; MFF UK 2009.
- [8] Z. Trojanová, V. Gärtnerová, A. Jäger, A. Námešný, M. Chalupová, P. Palček, P. Lukáč: *Mechanical and fracture properties of an AZ91 Magnesium alloy reinforced by Si and SiC particles*; *Composites Science and Technology* 69, 2009, 2256-2264.
- [9] Ashby, M. F., Jones, D. R. H., *Engineering Materials 2: An Introduction to Microstructure, Processing and Design*, Pergamon Press, Oxford, (1986).
- [10] Krishan K. Chawla: *Metal Matrix Composites*, Springer Science, USA 2006
- [11] Hutchings, M. T. and Krawitz, A. D. (1992). *Measurement of Residual and Applied Stress Using Neutron Diffraction*. Kluwer Academic Publishers, The Netherlands.
- [12] N. Hansen, *Acta Metallurgica*, Vol. 18, (1970), p137
- [13] Lilholt, H., *Mater. Sci. Eng.*, A135 (1991), p. 161.
- [14] K. Mathis: *Doctoral thesis: Deformációs mechanizmusok magnézium alapú könnyűfém ötvözetekben*, ELTE Budapest 2004
- [15] Aikin, R. M., Jr., Christodoulou, L., *Scripta Metall. Mater.*, 25 (1991), p. 9.
- [16] Clyne, T., Whithers, P. J., *Introduction to Metal Matrix Composites*, Cambridge, Cambridge Press, (1993).



- [17] F. Delannay: *Thermal stresses and thermal expansion in MMCs*. In: Clyne TW, editor. *Comprehensive composite materials*, Vol. 3. Amsterdam, Elsevier (2000) 341.
- [18] Arsenault, J. R., Shi, N., *Mater. Sci. Eng.*, A81 (1986), p. 151.
- [19] Luster, J. W., Thumann, M., Baumann, R., *Mater. Sci. Technol.*, 9 (1993), p. 853.
- [20] Z. Trojanová, P. Lukáč and Z. Száraz: *Strengthening and recovery in AX41 magnesium alloy reinforced with short Saffil fibres*, *Kovove Mater.* 45, 2007 283-291
- [21] *Examination of Materials and Products by Acoustic Emission Method*, Terminology, Cs. Regulation, (1988) (in Czech).
- [22] Stephens, R. W. B., Pollock, A. A., *J. Acoust. Emission*, 50 (1971), pp. 904.
- [23] O. Muránský: *Doctoral thesis: In situ neutron diffraction studies of deformation and transformation processes in modern types of steels*, MFF UK, Praha 2006
- [24] Egami, T. and Billinge, S. (2003). *Underneath the Bragg Peaks Vol.7*. Elsevier, UK.
- [25] Kittel, C. (1971). *Introduction to Solid State Physics*, 4ed. John Wiley & Sons, USA
- [26] V. Davidov: *Doctoral thesis: In Situ Neutron Diffraction Analysis of Internal Stresses and Microstructure in Single and Two Phase Metals and Alloys*, ČVUT, Praha 2010
- [27] Hauk, V.: *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*. Elsevier Science B.V., The Netherlands., 1997
- [28] M.E. Tuttle: *Review of the concepts of stress, strain, and Hooke's Law*, Dept. *Mechanical Engineering*, University of Washington, Seattle.
- [29] Lecture 7 – Elasticity, Kittel Chapter 3.
- [30] R.W. Herzberg: *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*, Wiley, New York, 1976.
- [31] G. Simmons and H. Wnag: *Single crystal elastic constants and calculated aggregate properties*, a Handbook, M.I.T. Press, Boston, 1971.
- [32] S.R. Agnew, C.N. Tomé, D.W. Brown, T.M. Holden, S.C. Vogel: *Study of slip mechanisms in a magnesium alloy by neutron diffraction and modeling*; *Scripta Mater.*, 48, 2003, 1003.

- [33] P. Dobroň, F. Chmelík, S.B. Yi, K. Parfenenko, D. Letzig, J. Bohlen, *Scripta Mater*, 65 (2011) 424-427.
- [34] H. Lilholt, *Mat Sci Eng a-Struct*, 135 (1991) 161-171.
- [35] K. Máthis, J. Čapek, Z. Zdražilová, Z. Trojanová, *Mat Sci Eng a-Struct*, 528 (2011) 5904-5907.
- [36] K. Máthis, P. Beran, J. Čapek, P. Lukáš, *Journal of Physics: Conference Series*, 340 (2012) Art. No.: 012096.
- [37] O. Muránský, D.G. Carr, P. Šittner, E.C. Oliver, *Int. J. Plast.*, 25 (2009) 1107-1127.
- [38] S.H. Carpenter, C.M. Chen, *Journal of Acoustic Emission*, 7 (1988) 161-166.
- [39] P. Gumbsch, H.J. Gao, *Science* 283 (1999) 965.
- [40] J. Friedel: *Dislocation*, Pergamon press, New York, 1964, pp. 55-96.
- [41] Z. Trojanová, Z. Száraz, F. Chmelík, P. Lukáč: *Mat Sci Eng a-Struct*, 528 (2011) 2479-2483.
- [42] F.J. Guild, D. Walton, R.D. Adams, D. Short: *Composites*, July (1970) 173-179.
- [43] Y.B. Chun, C.H.J. Davies: Twinning-induced negative strain rate sensitivity in wrought Mg alloy AZ31, *Mat Sci Eng A*, 528 (2011), p.5713-5722
- [44] M. Knezevic, A. Levinson, R. Harris, R.K. Mishra, R.D. Doherty, S.R. Kalidindi: *Deformation twinning in AZ31: Influence on strain hardening and texture evolution*, *Acta Materialia* 58 (19), (2010) , pp. 6230-6242
- [45] Li, J. C. M.: *Dislocation dynamics in deformation and recovery; Canad. J. Appl. Phys.* 45, 1967, 493-509.
- [46] Feltham, P.: *Stress Relaxation in Magnesium at Low Temperatures*; *Phys. Stat. Sol* 3, 1943, 11.
- [47] Kocks, U. F., Argon, A. S., Alby, M. F.: *Thermodynamics and kinematics of slip*; *Progr. Mater. Sci.* 19, 1975, 1.
- [48] H. Lilholt, *Mat Sci Eng a-Struct*, 135 (1991) 161-171.
- [49] Hutchings, M. T., Withers, P. J., Holden, T. M., and Lorentzen, T. (2005). *Introduction to the Characterization of Residual Stress by Neutron Diffraction*. Taylor & Francis, Boca Raton.
- [50] J. English: *Úvod do praktické fyziky I*, matfyzpress, Praha 2006
- [51] R.F.S. Hearmon: *The Elastic Constants of Anisotropic Materials II*, *Advan. Phys.* 5, 323-382, 1956

- [52] A.R.Bunsell, M.-H. Berger: *Fine diameter ceramic fibres*, Journal of the European Ceramic Society 20 (2000) 2249-2260
- [53] P.Lukáš, S. Harjo, K. Macek, M. Ono, Y. Tomota, P. Strunz, J. Zrník, M. Vrána: *Microstrain characterizatin of metals using high-resolution neutron diffraction*, Materials Structure, vol. 4, no.3, (1997).
- [54] Th. H. De Keijser, J.I. Langford, E.J. Mittemeijer, A.B. P. Vogels: *Use of the Voigt Function in a single-line method for the analysis of X-ray diffraction line broadening*, J. Appl. Cryst. (1982), (15), pp. 308-314
- [55] G.K. Williamson, R.E. Smallman, *Phil. Mag.*, 1955, 1, pp.34.