

Univerzita Karlova v Praze
Matematicko-fyzikální fakulta



Dizertačná práca

Mikroprocesy plastickej deformácie
a mechanizmy porušenia v polykryštalickej
horčíku a vybraných horčíkových zliatinách

Ing. Viera Gärtnerová

Školiteľ: Prof. RNDr. Zuzanka Trojanová, DrSc.

Odborová rada: F3 – Fyzika kondenzovaných látok
a materiálový výskum

Prehlasujem, že dizertačnú prácu som vypracovala samostatne a výhradne s použitím citovaných prameňov.

Súhlasím so zapožičiavaním práce.

V Prahe

Pod'akovanie

Ďakujem Prof. RNDr. Zuzanke Trojanovej, DrSc. za množstvo cenných rad a pripomienok a za vysoko profesionálne vedenie dizertačnej práce.

Ďalej ďakujem Prof. Petrovi Palčekovi, CSc. za cenné konzultácie a objasnenie nejedného problému spojeného s témou predloženej práce.

Moje poďakovanie patrí aj Ing. Márii Chalupovej a Ing. Adriánovi Námešnému za pomoc pri realizácii experimentov vrubovej húževnatosti na Žilinskej Univerzite v Žiline.

Obsah

Zoznam použitých skratiek	i
1 Úvod	1
2 Plastická deformácia kovov a kompozitov s kovovou maticou	3
2.1 Mechanizmy deformácie v hexagonálnych kovoch	3
2.1.1 Spevnenie a odpevnenie v polykryštáloch	6
2.1.2 Mikromechanizmy porušovania polykryštálov	20
2.2 Mechanizmy deformácie kompozitov s kovovou maticou	24
2.2.1 Tuhosť kompozitov	25
2.2.2 Spevňujúce mechanizmy v kompozitoch	27
2.2.3 Porušovanie kompozitov	29
3 Horčík a jeho zliatiny	31
3.1 Zliatiny Mg-Al	32
3.2 Zliatiny Mg-RE a Mg-Y	33
3.3 Využitie horčíkových zliatin	36
4 Využitie metódy hodnotenia deformačného chovania a mikroštruktúrnej charakteristiky	37
4.1 Deformačné testy	37
4.1.1 Deformácia ťahom a tlakom	37
4.1.2 Napäťové relaxácie	38
4.2 Rázové testy	41
4.3 Metalografická analýza	42
4.4 Analýza mikromechanizmov porušenia	42
5 Ciele práce	44
6 Experimentálny materiál	45
6.1 Kompozity na báze zliatiny AZ91	45
6.2 Zliatina Mg-0,7hm.%Nd	47
7 Experimentálne výsledky a diskusia	49
7.1 Kompozity na báze horčíkovej zliatiny AZ91	49
7.1.1 Základný stav mikroštruktúry kompozitu AZ91 po tepelnom spracovaní T6	49
7.1.2 Deformačné chovanie kompozitov AZ91	54
7.1.3 Hodnotenie mikromechanizmov porušovania kompozitov AZ91	60
7.2 Zliatina Mg-0,7obj.%Nd	66
7.2.1 Základný stav mikroštruktúry zliatiny Mg-0,7obj.%Nd	66
7.2.2 Deformačné chovanie zliatiny Mg-0,7obj.%Nd	67
7.2.3 Deformačné dvojčatenie	76
7.2.4 Hodnotenie mikromechanizmov deformácie a porušovania	78
8 Závery	81
Literatúra	86

Zoznam použitých skratiek

a	vektor sklzu v hcp mriežke pozdĺž osi a
A	konštanta zahrnujúca energiu vrstevnej chyby
A_v	proporčný pomer spevňujúcich vlákien
A_s	plocha prierezu vzorky
α	konštanta
α_0	konštanta
α_1	konštanta
α_d	konštanta vzájomnej interakcie dislokácií
α'	konštanta
$\Delta\alpha$	rozdiel v koeficientoch termálnej rozťažnosti matrice a vlákna
bcc	kubická priestorovo centrovaná mriežka
b	Burgersov vektor
B	geometrická konštanta
B_1	šírka distribúcie okolo teploty T_0 , kde sa vyskytuje maximum interakčnej sily medzi prímiesovými atómami a dislokáciami
β	konštanta
β_0	parameter
β_1	konštanta
c	koncentrácia prímiesí
c	vektor sklzu v hcp mriežke pozdĺž osi c
C	integračná konštanta
c/a	osový pomer v hcp mriežke
d_c	stredný priemer častíc
d_i	veľkosť zrna; c – kompozitu, a – zliatiny
d_v	stredný priemer vlákien
D	vzdialenosť dvoch častíc
D_p	koeficient difúzie prímiesového atómu
DP	diskontinuálny precipitát
δ	parameter veľkostného efektu prímiesových atómov a základnej látky

E_i	Yongov modul pružnosti v ťahu kompozitu; $i = m, f, c$ (m – matrica, f – spevňujúca fáza, c – kompozit)
E_L	pozdlžny Yongov modul pružnosti v ťahu
E_T	priečny Yongov modul pružnosti v ťahu
ε	celková skutočná deformácia
ε_c	empirická konštanta závislá na materiáli, štruktúre, teplote a rýchlosti deformácie
ε_K	kritická deformácia
ε_{pl}	skutočná plastická deformácia
ε_0	deformácia na začiatku napäťovej relaxácie
$\dot{\varepsilon}$	deformačná rýchlosť
$\dot{\varepsilon}_i$	rýchlosť plastického tečenia
$\dot{\varepsilon}_0$	predexponenciálny faktor zahrnujúci strednú dĺžku dráhy dislokácie pri jednej tepelne aktivovanej udalosti, frekvenčný faktor a geometrický faktor
$\dot{\varepsilon}_i(0)$	rýchlosť plastického tečenia na začiatku relaxácie
f_i	objemový podiel spevňujúcej fázy, $i = v, p$ (v – vlákno, p – častica)
$\phi(\varepsilon)$	funkcia závislá na ε
ϕ_0	konštanta
g	gravitačné zrýchlenie
G	modul pružnosti v šmyku
GP	Guinier-Prestonové zóny
ΔG_0	hodnota aktivačnej entalpie pre $\sigma^* = 0$
$d\gamma$	prírastok ku sklzovej deformácii
$\varphi(\varepsilon)$	funkcia závislá na deformácii ε
η	parameter modulového efektu prímiesových atómov a základnej fázy
h_0	výška počiatkovej polohy kladiva pri Charpiho teste
h_1	konečná výška kladiva po prerazení skúšobného telesa pri Charpiho teste
hcp	hexagonálna tesne usporiadaná štruktúra
k	Boltzmanova konštanta
K_1, K_2	empirické konštanty
K_L	interakčný parameter
K_y	parameter
KCU	vrubová práca
$\kappa_m, \kappa_f, \kappa_a$	mikroskopické koeficienty

l	dĺžka vzorky po deformácii
l_p	efektívny polomer atmosféry prímiesových atómov
l_0	počiatočná aktívna dĺžka vzorky pred deformáciou
L	veľkosť spevňujúcej fázy (dĺžka vlákna)
L_R	dĺžka zotavenej dislokačnej línie
\bar{L}	parameter
λ	stredná vzdialenosť medzi časticami
m	parameter rýchlostnej citlivosti
m_k	hmotnosť kladiva pri Charpiho teste
M	Taylorov faktor
n	parameter napäťovej citlivosti rýchlosti plastického tečenia
n_1, n_2	koeficienty závislé na podmienkach experimentu a mikroštruktúrnych parametroch materiálu
N	Kombinovaný modul stroja a vzorky
NR	napäťová relaxácia
ν	Poissonov koeficient
ν_0	frekvenčný faktor
P	zaťažujúca sila
PLC	Portevin-Lé Chatelierov jav
π	Ludolfovo číslo
θ	koeficient spevnenia
θ_{Kov0}	parameter
θ_{EM}	konštanta závislá na teplote
$\hat{\theta}$	koeficient spevnenia u monokryštálov
$\hat{\theta}_{OK}$	konštanta
r_0	priemer častice
R_{ms}	pevnosť v strihu
R_0	polomer dilokačného jadra
RE	kovy vzácnych zemín
ρ	hustota dislokácií
ρ_m	hustota pohyblivých dislokácií
ρ_0	počiatočná hustota dislokácií
$d\rho$	celková dislokačná hustota
$d\rho^+$	prírastok dislokácií

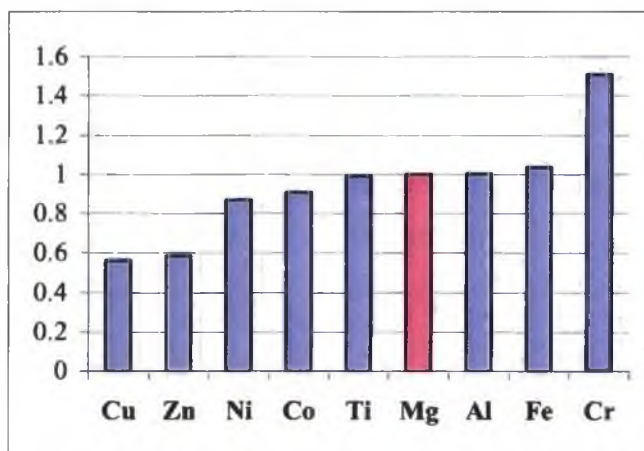
$d\bar{\rho}$	úbytok dislokácií
S	veľkosť šmyku pri deformačnom dvojčatení
dS_p	určitá plocha sklzovej roviny
σ	skutočné deformačné napätie
$\sigma(0)$	parameter
σ_c	napätie na medzi sklzu kompozitu
σ_C	empirická konštanta
σ_d	dislokačné napätie
σ_f	trecie napätie
σ_i	vnútorné napätie
σ_m	napätie na medzi sklzu matrice
σ_o	napätie na začiatku plastickej deformácie
σ_s	saturované napätie
σ_{sEM}	napätie v prípade modulovej hodnoty θ a $d\rho/d\gamma$
σ_{sK}	modelová konštanta
σ_{s0}	modelová konštanta
σ_{yield}	napätie na medzi sklzu
σ_y	aplikované napätie na medzi sklzu
σ_{y0}	parameter
$\overline{\sigma_C}$	empirická konštanta
σ_0	napätie na začiatku napäťovej relaxácie
σ_1	napätie na začiatku novej plastickej deformácie po napäťovej relaxácii
σ^*	efektívne napätie na začiatku relaxácie v čase $t=0$
$\Delta\sigma_{CTE}$	zvýšenie napätia na medzi sklzu v dôsledku rozdielneho koeficientu teplotnej rozťažnosti matrice a vlákna
$\Delta\sigma_{geo}$	zvýšenie napätia na medzi sklzu v dôsledku zvýšenej hustoty geometricky nutných dislokácií
$\Delta\sigma_{LTI}$	zvýšenie napätia na medzi sklzu v dôsledku prenosu napätí z matrice na (v)-vlákna,(p)-častice
$\Delta\sigma_{Orow}$	zvýšenie napätia na medzi sklzu v dôsledku Orowanovského mechanizmu
$\Delta\sigma_R$	pokles efektívneho napätia počas relaxačnej doby
t	relaxačná doba
t_c	priemer častice

t_w	kritická doba, počas ktorej je dislokácia zachytená na prekážke
T	absolútna teplota
T_m	Teplota tavenia
ΔT	zmena teploty
τ	sklzové napätie potrebné k prekonaniu prekážky pôsobiace v sklzovej rovine
τ_m	napätie v matrici
τ_{SK}	konštanta
ω	popisuje vplyv tepelnej aktivácie na veľkosť deformačného napätia
U_m	väzobná energia medzi prímiesovým atómom a dislokáciou
v_d	rýchlosť pohybu dislokácie
V	objem
V_f	objemový podiel spevňujúcej fázy
V_m	objemový podiel matrice

1 Úvod

V súčasnosti spoločnosť zameriava pozornosť na hľadanie nových konštrukčných materiálov, ktoré zodpovedajú zvýšeným ekologickým požiadavkám na ochranu životného prostredia a recykláciu. Horčík a jeho zliatiny sú atraktívnym materiálom v transportnom priemysle vďaka svojej nízkej hustote a výbornému pomeru modulu a pevnosti k hustote. Nízka hmotnosť súčastí z horčíkových zliatin vedie k úspore pohonných hmôt a znižovaniu množstva škodlivých emisií uvoľňujúcich sa do ovzdušia. Horčíkové zliatiny sa v čoraz väčšej miere začínajú uplatňovať aj v elektronickom priemysle a vo výrobe športových potrieb. Aplikovaný výskum im venuje pozornosť už niekoľko desaťročí. Hľadá sa cesta ako zlepšiť fyzikálne a mechanické vlastnosti tohto, pre prax veľmi zaujímavého, materiálu.

Horčíkové zliatiny sú najľahším používaným kovovým konštrukčným materiálom s pomerom pevnosti k hustote rovnakým ako má hliník a titán a len o málo nižším od železa, **obrázok 1.1**.



Obr. 1.1 Relatívne hodnoty modulu pružnosti v ťahu (E) k hustote (ρ) vzhľadom k horčíku ($Mg=1$) pre vybrané materiály.

Tvárnosť horčíka a jeho zliatin je však pri nízkych teplotách obmedzená a vďaka nízkemu bodu tavenia (650°C) sa použiteľnosť najbežnejších horčíkových zliatin rady

AZ obmedzuje iba na mierne zvýšené teploty (okolo 120°C). Nad týmito teplotami dochádza k prudkému poklesu mechanických vlastností. Jednou z výskumných priorít je hľadať spôsob ako zlepšiť mechanické vlastnosti horčíkových zliatin pri vyšších teplotách, a tým rozšíriť ich aplikovateľnosť. Ukazuje sa, že pri teplotách 200-250°C majú okrem Y a vzácnych zemín (predovšetkým Ce a Nd, ktoré sa spravidla používajú ako Mischmetal) výrazný vplyv na zlepšenie mechanických vlastností horčíkových zliatin aj Sc a Sr [King 90, Polmear 92, Buch 99, Mordike 01]. Kľúčovými vlastnosťami týchto zliatin sú vysoká špecifická pevnosť (pomer pevnosti k hustote) pri izbovej teplote aj pri teplotách zvýšených, dobrá odolnosť voči tečeniu, výborná odlievateľnosť. Avšak aj napriek tomu, že zliatiny horčíka so vzácnymi zeminami sú známe už 50 rokov, výskum vplyvu vzácnych zemín na mechanické vlastnosti horčíka nie je kompletný. Preto má dôležitý význam objasniť úlohu jednotlivých prímiesových prvkov v deformačnom procese. Jedna časť tejto práce je venovaná štúdiu deformačného chovania horčíka s prímiesou 0,7obj.%Nd pri zvýšených teplotách. Zliatinu Mg-Nd je možné považovať za modelovú zliatinu k zliatinám obsahujúcim vzácne zeminy.

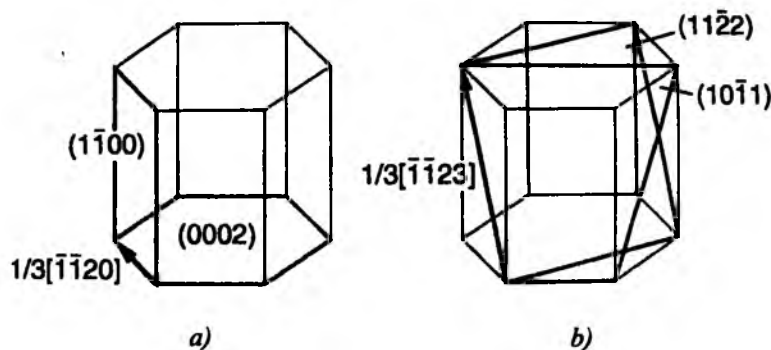
Komerčné zliatiny horčíka (Mg-Al-Zn) často vykazujú malú odolnosť voči tečeniu a oteruvzdornosť aj napriek relatívne vysokej špecifickej pevnosti. Značné zlepšenie týchto vlastností môže byť dosiahnuté spevnením horčíkovej matrice keramikou fázou (častice alebo vlákna Al_2O_3 , SiC, B_4C), čo vedie k vzniku kompozitu s kovovou maticou. Výsledné mechanické vlastnosti kompozitných materiálov sú veľmi závislé na tvare a objeme spevňujúcej fázy, homogenite jej distribúcie a chemickej väzbe medzi maticou a spevňujúcou fázou. Ich vynikajúce mechanické vlastnosti robia kompozity vhodné pre použitie v leteckom, vojenskom a automobilovom priemysle aj napriek ich relatívne vysokej výrobnéj cene. Štúdium mechanických vlastností kompozitných materiálov je dôležité nie len pre aplikáciu, ale aj pre lepšie porozumenie procesov zodpovedných za ich chovanie. Práve preto sa ďalšia časť tejto práce zameriava na štúdium deformačného chovania kompozitov s maticou na báze najpoužívanejšej horčíkovej zliatiny rady AZ.

2 Plastická deformácia kovov a kompozitov s kovovou maticou

2.1 Mechanizmy deformácie v hexagonálnych kovoch

Napriek tomu, že monokryštály kovov s hexagonálnou tesne usporiadanou štruktúrou (*hcp*) majú veľkú plasticitu, polykryštály všeobecne vykazujú nízku ťažnosť. Tento problém vyplýva z kryštálovej štruktúry: sklz pozdĺž smeru v osi *a* (tzv. *a* sklz), ktorý je základným deformačným smerom vo všetkých *hcp* kovoch, neumožňuje deformáciu v smere osi *c* (tzv. *c* sklz). Okrem *a* sklzu môžu byť počas deformácie pozorované aj deformačné dvojčatenie a sklz v iných smeroch, ktorých aktivita závisí od typu kovu a osového pomeru *c/a*. Všeobecne však u polykryštálov s *hcp* štruktúrou platí, že bazálny a prizmatický sklz neobsahujú dostatok sklzových systémov, aby spĺňovali tzv. von Misesovo kritérium. Von Misesovo kritérium hovorí, že pre ľubovoľnú zmenu tvaru telesa pri zachovaní kompatibility materiálu je nevyhnutné aktivovať minimálne 5 nezávislých sklzových systémov [Mises 28]. Práve malou aktivitou dislokácií v dôsledku vysokého sklzového napätia pri bežných teplotách sa vysvetľuje malá ťažnosť *hcp* kovov. Preto hrajú dôležitú úlohu pri plastickej deformácii týchto kovov tepelne aktivované deje a mechanické dvojčatenie. Tieto procesy sú silne ovplyvnené štruktúrnymi (veľkosť zrna, textúra,...) a kompozičnými (množstvo a druh prímiesí) parametrami [Numakura 98, Hull 99].

Hlavné sklzové systémy pozorované v horčíku sú zakreslené na obr. 2.1. Sklz v smere $\langle \bar{1} \bar{1} 20 \rangle$, tzv. *a* sklz, ktorý je najtesnejšie usporiadaným smerom v hexagonálnej mriežke s Burgersovým vektorom $b = 1/3 \langle \bar{1} \bar{1} 20 \rangle$ je v spojení s bazálnou rovinou (0001) základným sklzovým systémom v horčíku. Sklz $\langle \bar{1} \bar{1} 23 \rangle$, tzv. (*a+c*) sklz, sa v horčíku vyskytuje na pyramidálnych rovinách druhého druhu $\{11\bar{2}2\}$, a je schopný akomodovať deformáciu v smere osi *c* [Numakura 98, Hull 99, Obara 73].



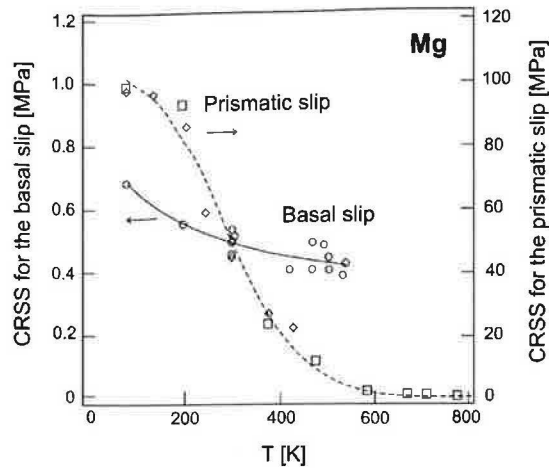
Obr. 2.1 Sklzové systémy v hcp kovoch a) a sklz, b) (a+c) sklz [Numakura 98].

Sklzové systémy vybraných hcp kovov sú zhrnuté v tab. 2.1. Horčík, zinok, kadmium a kobalt sa deformujú prednostne bazálnym sklzom, zatiaľ čo α -titan, α -zirkónium a niektoré ďalšie prvky sa deformujú prednostne prizmatickým sklzom. Preto sú hcp rozdelené do dvoch skupín podľa preferovaného sklzového systému nazvaných ako kovy s bazálnym sklzom a kovy s prizmatickým sklzom [Numakura 98]. Mechanizmus plastickej deformácie je silne závislý na pomere kryštalografických os c/a . Ak je tento pomer väčší ako ideálny ($\sqrt{8/3} = 1,633$), potom najhustejšie obsadenou atómovou rovinou je rovina bazálna a sklz nastane prednostne v tejto rovine (Zn). Väčšinou platí, že ak je osový pomer c/a menší ako ideálny, tak preferovanou sklzovou rovinou je rovina prizmatická (Ti). Aktivácia sklzových systémov je ovplyvnená aj teplotou deformácie, druhom a množstvom prímiesových atómov alebo orientáciou zrna voči ose namáhania.

Tabuľka 2.1 Osový pomer c/a a pozorované sklzové roviny [Numakura 98, Hull 99].

Kov	c/a	a sklz	(a+c) sklz	Preferovaný sklz
Mg	1,624	{0001}, {1010}, {1011}	{1122}	Bazálny
α -Ti	1,587	{1010}, {0001}, {1011}	{1011}, {1122}	Prizmatický
α -Zr	1,593	{1010}, {0001}	{1011}, {1122}	Prizmatický
Co	1,623	{0001}	{1122}, {1121}	Bazálny
Zn	1,856	{0001}, {1010}	{1122}	Bazálny
Cd	1,886	{0001}	{1122}	Bazálny

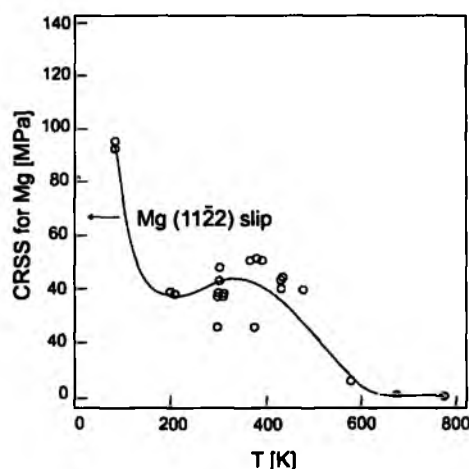
Schéma teplotnej závislosti kritického sklzového napätia (critical resolved shear stress - CRSS) a dislokácií pre bazálny a prizmatický sklz v horčíku je uvedená na obr. 2.2 [Numakura 98]. CRSS pre bazálny sklz v porovnaní so sklzom prizmatickým je veľmi nízky a s rastúcou teplotou sa príliš nemení. Pri nízkych teplotách je CRSS pre prizmatický sklz o dva rády vyšší ako CRSS pre bazálny sklz [Numakura 98].



Obr. 2.2 Kritické sklzové napätie pre bazálny a prizmatický sklz v horčiku [Numakura 98].

Vzhľadom na Peierlsovo napätie (vnútorný trecí odpor mriežky voči pohybu dislokácií) sa očakáva, že ak je osový pomer c/a väčší ako ideálny, potom sa a dislokácie pohybujú omnoho jednoduchšie v bazálnej rovine než v prizmatickej [Tyson 67, Yoo 67]. Tento predpoklad bol potvrdený aj pomocou simulácií [Bacon 81₁, Bacon 81₂] a dislokácií v hcp kryštáloch s použitím rôznych podmienok. Simulácie ukázali, že a dislokácie sa vždy nachádzajú v bazálnej rovine a pohybujú sa najľahšie práve v tejto rovine. CRSS pre bazálny sklz na monokryštáloch Mg-Cd s rôznou koncentráciou Cd bol pozorovaný aj Lukáčom [Lukáč 92]. Výsledky meraní ukázali, že s rastúcou teplotou CRSS intenzívne a monotónne klesá až do 200-240K. Pre teploty nad 240K je takmer teplotne necitlivé.

$(c+a)$ dislokácie boli v minulosti študované na monokryštáloch hexagonálnych kovov, ktoré boli vystavené zaťaženiu v smere osi c [Stohr 72]. Avšak štúdium vlastností $(c+a)$ dislokácií nie je jednoduché vzhľadom k tomu, že pri deformácii v smere osi c hrá veľmi významnú úlohu aj deformačné dvojčatenie, ktoré je konkurenčným deformačným mechanizmom pre $(c+a)$ sklz. Niektoré limitované experimentálne výsledky boli zhrnuté v práci Numakuru a kol. [Numakura 98] a sú uvedené na obr. 2.3. Kritické sklzové napätie pre $(c+a)$ sklz je omnoho vyššie ako pre a sklz v bazálnej rovine (porovnaj obr. 2.3 s obr. 2.2) a s klesajúcou teplotou prudko vzrastá.



Obr. 2.3 Kritické sklzové napätie (CRSS) pre $\{11\bar{2}2\}\{\bar{1}\bar{1}23\}$ sklz v horčíku.

Stohr a Poirier [Stohr 72] ukázali, že konfigurácia ($c+a$) dislokácií súvisiacich s $\{11\bar{2}2\}$ sklzom v deformačnej mikroštruktúre horčíka je silne závislá na teplote deformácie. Zatiaľ čo pri deformácii pod izbovou teplotou (room temperature RT) prevládajú skrútkové dislokácie, pri deformačných teplotách medzi RT a 380K ($\sim 100^\circ\text{C}$) prevládajú hranové dislokácie v smere $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ a dislokačné slučky. Pomocou elektrónovej mikroskopie ukázali, že hranové dislokácie v horčíku disociujú následovne $\frac{1}{3}\langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle \rightarrow \frac{1}{6}\langle \bar{2}023 \rangle + \frac{1}{6}\langle 0\bar{2}23 \rangle$ [Stohr 72]. Pretože táto disociácia nastáva v bazálnej rovine, dislokácie v takejto konfigurácii nemôžu kĺzať v rovine $\{11\bar{2}2\}$. Z tohto dôvodu bolo navrhnuté, že práve táto nepohyblivá dislokácia je zodpovedná za vzrast CRSS v teplotnom intervale medzi RT a 380K (obr. 2.3) [Stohr 72].

2.1.1 Spevnenie a odpevnenie v polykryštáloch

Reálna kryštalická pevná látka vždy obsahuje určité množstvo čiarových porúch nazývaných dislokácie. Plastická deformácia polykryštálov sa najčastejšie interpretuje ako vznik, pohyb a zánik dislokácií. Dislokácie pri svojom pohybe interagujú s prekážkami, ktorými sú vakancie, interstície, hranice zrn, iné dislokácie alebo častice, ktoré sa môžu vytvoriť vo viacfázových systémoch (napr. precipitáty). Interakcia sa prejaví na priebehu krivky napätie-deformácia, ktorá je výsledkom dvoch konkurujúcich si procesov a to spevňujúcich a odpevňujúcich.

Dislokačná teória bola po prvýkrát aplikovaná Taylorom v roku 1934 na vysvetlenie deformačného chovania hliníku [Taylor 34]. Aj napriek tomu nebola doteraz nájdená

obecná analytická rovnica popisujúca deformačnú krivku. Dôvodom je veľmi zložitá závislosť deformačného napätia na štruktúrnych parametroch polykryštálov, ako napríklad koncentrácia a rozdelenie prímiesových atómov, veľkosť zrna, textúra, typ štruktúry, história materiálu a ďalšie. Závislosť deformačného napätia kryštalických látok σ na štruktúrnych parametroch S , absolútnej teplote T a na deformačnej rýchlosti $\dot{\epsilon}$ sa dá obecné popísať kinetickou rovnicou

$$\sigma = \sigma(S, \dot{\epsilon}, T) \quad (2.1)$$

Zmena deformačného napätia súvisí s dislokačnou štruktúrou, ktorá sa mení počas deformácie. Časť pohybujúcich sa dislokácií sa zastaví na prekážkach nedislokačného aj dislokačného typu a vytvorí prekážku pre ďalšie dislokácie a tým prispieva k spevneniu. Na druhej strane, dislokácie môžu zaniknúť alebo sa preskupiť a tým vytvorí hranice subzrn s nižšou energiou čím prispievajú k odpevneniu. Preto je vhodné zaviesť pojem koeficientu spevnenia θ , definovaného vzťahom

$$\theta = \left(\frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon} \right)_{\dot{\epsilon}, T} \quad (2.2)$$

kde ϵ je skutočná deformácia a σ je skutočné napätie. Dislokačná štruktúra je veľmi často popísaná iba jediným štruktúrnym parametrom a to priemernou hustotou dislokácií ρ , ktorá je spojená s napätím reláciou $\sigma \propto \sqrt{\rho}$.

Teórie popisu deformačných kriviek sa dajú rozdeliť zhruba do troch skupín. Prvá skupina popisuje priamo krivku napätie-deformácia fenomenologicky. Druhú skupinu tvoria modely s jedným parametrom, ktorým je hustota dislokácií ρ . V poslednej skupine sú zaradené takzvané viacparametrové modely, ktoré okrem parametru ρ zahrnujú do výpočtu napr. hrúbku a hustotu dislokačných buniek, ktoré môžu vzniknúť počas deformácie.

2.1.1.1 Popis krivky napätie-deformácia

Analytický vzťah pre popis krivky deformácie sa dá napísať v tvare

$$\sigma = K_1 \epsilon^{n_1} \quad (2.3a)$$

$$\sigma = \overline{\sigma}_C + K_2 \epsilon_{pl}^{n_2} \quad (2.3b)$$

kde K_1 , K_2 a $\overline{\sigma}_C$ sú empirické konštanty, ε je celková deformácia a ε_{pl} je skutočná plastická deformácia. Exponenty n_1 a n_2 sú závislé na podmienkach experimentu a na mikroštruktúrnych parametroch materiálu. Bohužiaľ rovnice (2.3a) a (2.3b) popisujú len určitú časť krivky a predpokladajú monotónny rast napätia s deformáciou.

Za predpokladu, že dochádza k nasýteniu závislosti napätia s rastúcou deformáciou zaviedol Voce [Voce 55] pojem saturovaného napätia σ_s , ku ktorému sa napätie s rastúcou deformáciou asymptoticky približuje a deformačnú krivku $\sigma(\varepsilon)$ popísal vzťahom

$$\frac{\sigma_s - \sigma}{\sigma_s - \sigma_0} = \exp\left(-\frac{\varepsilon}{\varepsilon_c}\right), \quad \text{pre } \sigma \geq \frac{\sigma_s}{2} \quad (2.4)$$

kde σ_s a ε_c sú empirické konštanty, ktoré závisia na materiáli, štruktúre, teplote a rýchlosti deformácie. σ_0 je napätie na začiatku plastickej deformácie, ktoré môžeme v podstate stotožniť s napätím na medzi sklzu.

Kovács a spol. [Kovács 02] zistili, že tento model je platný iba v prípade malých deformácií ($0-0,03\varepsilon$) a pri vyššom stupni deformácie už nepopisuje krivku deformácie dostatočne, teda jedna analytická funkcia zrejme nie je schopná popísať celú závislosť $\sigma(\varepsilon)$. Preto krivku deformácie rozdelili na oblasť miernej deformácie, ktorá je vratná ($<0,08-0,1\varepsilon$) – oblasť I (kde je podľa autorov silná závislosť napätia na veľkosti zrna); a na časť kde je dosiahnutý vyšší stupeň deformácie s nevratnou závislosťou – oblasť II. Prvá oblasť vychádza z rovnice

$$\sigma = \sigma_f + \alpha_d Gb\sqrt{\rho} \quad (2.5)$$

kde σ_f je trecie napätie, b je Burgersov vektor, G je modul v šmyku a α_d je konštanta vzájomnej interakcie dislokácií. Deriváciou dostaneme koeficient spevnenia v tvare

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \frac{\alpha_d Gb}{2\sqrt{\rho}} \frac{d\rho}{d\varepsilon} = \alpha_d Gb \frac{1}{\phi(\varepsilon)} \quad (2.6)$$

kde je zavedená funkcia

$$\phi(\varepsilon) = 2\sqrt{\rho} \left/ \frac{d\rho}{d\varepsilon} \right. \quad (2.7)$$

Obecne platí, že pri nižších teplotách krivka závislosti koeficientu spevnenia na deformácii monotónne klesá. To znamená, že druhá derivácia funkcie napätí musí byť záporná

$$\frac{d^2\sigma}{d\varepsilon^2} = -\alpha_d Gb \frac{1}{\phi^2(\varepsilon)} \frac{d\phi}{d\varepsilon} < 0 \quad (2.8)$$

čo je splnené v prípade, že $\frac{d\phi}{d\varepsilon} > 0$. Najjednoduchšia funkcia, ktorá spĺňa tento predpoklad je

$$\phi = \phi_0 + \beta\varepsilon, \quad \beta > 0 \quad (2.9)$$

kde ϕ_0 a β sú konštanty. Dosadením rovnice (2.9) do rovnice (2.7) a integráciou s podmienkami $\rho = \rho_0$ a $\varepsilon=0$ dostaneme rovnicu

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma(0) + \frac{\theta_{Kov0}}{\beta_0} \ln(1 + \beta_0\varepsilon) \quad (2.10)$$

kde $\beta_0 = \beta/\phi_0$, $\theta_{Kov0} = \alpha_d Gb/\phi_0$, a $\sigma(0) = \sigma_0 + \alpha_d Gb\sqrt{\rho_0}$. Predpokladá sa, že v tejto oblasti sa hlavné dislokačné pohyby odohrávajú vo vnútri zŕn a preto je očakávaná silná závislosť parametrov θ_{Kov0} a $\sigma(0)$ na veľkosti zrna podľa Hall-Petchovho vzťahu

$$\sigma_{yield} = \sigma_{y0} + K_y d^{-1/2} \quad (2.11)$$

kde σ_{y0} a K_y sú parametre a d je veľkosť zrna.

Pre vyšší stupeň deformácie sa opäť predpokladá platnosť rovnice (2.8), ale v tvare

$$\frac{d^2\sigma}{d\varepsilon^2} = -\varphi(\varepsilon); \quad \varphi(\varepsilon) > 0 \quad (2.12)$$

kde $\varphi(\varepsilon)$ je neznáma funkcia. Postupnou integráciou a zohľadnením okrajových podmienok dostaneme vzťah $\varphi(\varepsilon) = \frac{\alpha_0}{\varepsilon}$, kde α_0 je konštanta a konečne

$$\sigma = C + \alpha_0\varepsilon(1 - \ln \varepsilon) \quad (2.13)$$

Táto rovnica platí v prípade, ak deformácia je vyššia ako $0,1\varepsilon$ a závislosť na veľkosti zrna je malá.

Samozrejme rovnice (2.10) a (2.13) musia splňovať podmienky

$$\sigma_I(\varepsilon_1) = \sigma_{II}(\varepsilon_2) \text{ a } \left(\frac{d\sigma_I}{d\varepsilon} \right)_{\varepsilon_1} = \left(\frac{d\sigma_{II}}{d\varepsilon} \right)_{\varepsilon_2} \quad (2.14)$$

kde ε_1 odpovedá deformácii v predošlom bode medzi oblasťou I a II, a σ_I a σ_{II} sú napätia podľa rovníc (2.10) a (2.13).

2.1.1.2 Dislokačné spevnenie

Kocks interpretoval deformačné chovanie materiálu v závislosti od mikroštruktúry, jeho interpretácie sú založené na jednoparametrických modeloch. Predpokladal, že počas deformácie sa mení hustota pohybujúcich sa dislokácií, ktoré sú zodpovedné za deformáciu. Celkovú dislokačnú hustotu v objeme V s pribúdajúcou deformáciou o $d\varepsilon$ vyjadril vzťahom [Kocks 76]

$$d\rho = d\rho^+ - d\rho^- \quad (2.15)$$

kde $d\rho^+$ predstavuje prírastok dislokácií a $d\rho^-$ predstavuje úbytok dislokácií, ktoré v dôsledku zotavovacích procesov, alebo preusporiadania prestanú prispievať k celkovej hustote dislokácií. Člen $d\rho^+$ prislúcha tým dislokáciám, ktoré sú po prekonaní určitej dráhy dx v sklzovej rovine nahromadené v zrne. Ďalej predpokladá, že procesy tvorby nových dislokačných prekážok sú dynamickej povahy a úzko súvisia s okamžitým stavom dislokačnej štruktúry. Dynamické procesy, ktoré sú zodpovedné za zotavenie dislokácií aj prekážok dislokačného typu, a sú zahrnuté v člene $d\rho^-$, sú spojené so sklzovým pohybom dislokácií. Anihilácia nastane, keď dislokácia prejde cez určitú plochu dS_p sklzovej roviny, v ktorej je rozmiestnené určité množstvo anihilačných centier.

Prírastok ku sklzovej deformácii je popísaný v tvare

$$d\gamma = \rho_m \cdot b \cdot dx = \frac{b \cdot dS_p}{V} \quad (2.16)$$

kde ρ_m je hustota pohybujúcich sa dislokácií, V objem. Napätie potrebné k prekonaniu prekážky sa vypočíta podľa vzťahu

$$\tau = \alpha G b \sqrt{\rho}, \quad \alpha \approx 0,5 - 1 \quad (2.17)$$

Kombináciou rovníc (2.15) a (2.17) dostaneme, že koeficient spevnenia závisí na deformačnom napätí podľa rovnice

$$\hat{\theta} = \frac{d\tau}{d\gamma} = \frac{d\tau}{d\rho} \frac{d\rho}{d\gamma} = \hat{\theta}_{0K} \left(1 - \frac{\tau}{\tau_{sK}}\right) \quad (2.18)$$

kde $\hat{\theta}_{0K} = \alpha G / 2\beta$ a $\tau_{sK} = \alpha G b / \beta L_R$; β je konštanta úmernosti, L_R je dĺžka zotavenej dislokačnej línie.

Napätie τ pôsobiace v sklzovej rovine môžeme previesť na napätie σ pôsobiace kolmo na priečny rez vzorky počas deformácie pomocou Taylorovho faktoru M

$$\theta = \hat{\theta} M^2 \omega \quad (2.19)$$

kde ω popisuje vplyv tepelnej aktivácie na veľkosť deformačného napätia.

Pre teplotnú a rýchlostnú závislosť saturovaných napätí, tj. napätí pri ktorých sú spevňujúce procesy v rovnováhe s procesmi odpevňujúcimi, podľa Kocksa platí

$$\ln \frac{\sigma_{sK}}{\sigma_{s0}} = -\frac{kT}{A} \ln \frac{\dot{\epsilon}_0}{\dot{\epsilon}} \quad (2.20)$$

kde k je Boltzmanova konštanta, A je konštanta zahrnujúca energiu vrstevnej chyby, σ_{s0} a ϵ_0 sú modelové konštanty.

Napät'ová závislosť koeficientu spevnenia a jeho pevnostná a rýchlostná závislosť je podľa Kocksa vyjadrená vzťahom

$$\theta = \theta_0 \left[1 - \frac{\sigma}{\sigma_{s0}} \left(\frac{\dot{\epsilon}_0}{\dot{\epsilon}} \right)^{\frac{kT}{A}} \right] \quad (2.21)$$

kde $\theta \leq \frac{\theta_0}{2}$.

Model Estrina a Meckinga vychádza z Kocksových [Kocks 76] interpretácií, avšak stredná voľná dráha dislokácií je v ňom považovaná za konštantnú a dosadená ako stála vzdialenosť zdrojov a anihilačných miest pre pohybujúce sa dislokácie. S týmto predpokladom dostali pre makroskopické veličiny rovnicu

$$\sigma\theta = \theta_{0EM} \left(1 - \frac{\sigma^2}{\sigma_{SEM}^2} \right) \quad (2.22)$$

kde θ_{0EM} je konštanta nezávislá na teplote, σ_{SEM} je napätie v prípade modulovej hodnoty θ a $d\rho/d\gamma$. Experimenty ukázali, že táto rovnica má obmedzenú platnosť.

Preto Malyginov model [Malygin 90] uvádza nový prístup pre popis deformácie kovových materiálov s kubickou priestorovo centrovanou mriežkou. Deformáciu rozdelil do troch oblastí, pričom predpokladal že: v oblasti I (oblasť jednoduchého sklzu) sa dislokácie pohybujú v jedinom systéme sklzových rovín; v II oblasti sa začnú uplatňovať pretínajúce sa sklzové systémy a dislokácie interagujú s dislokáciami lesa; v oblasti III nastane dynamické zotavenie, pričom pri teplotách nižších ako $0,4T_m$ (T_m teplota tavenia) je hlavným zotavovacím mechanizmom anihilácia segmentov skrútkových dislokácií s opačným znamienkom na rozširujúcich sa dislokačných slučkách priečnym sklzom. Navyac vzal do úvahy predpoklad, že pri vysokých teplotách koeficient spevnenia v tretej oblasti klesne až k nule a dostal rovnicu

$$(\sigma - \sigma_y)\theta = \frac{1}{2} M^3 (\alpha_d Gb)^2 \left[\kappa_m + \kappa_f \left(\frac{\sigma - \sigma_y}{M\alpha_d Gb} \right) - \kappa_a \left(\frac{\sigma - \sigma_y}{M\alpha_d Gb} \right)^2 \right] \quad (2.23)$$

kde $\theta = d\sigma/d\varepsilon_{pl}$ je koeficient spevnenia a σ_y je aplikované napätie na medzi sklzu a κ_m , κ_f a κ_a sú mikroskopické koeficienty. V praxi sa cez experimentálne dáta prekladá rovnica

$$\theta = \frac{A}{\sigma - \sigma_y} + B - C(\sigma - \sigma_y) \quad (2.24)$$

kde σ , σ_y , θ sú makroskopicky merateľné veličiny; A , B , C sú fitovacie parametre. Mikroskopické koeficienty κ_m , κ_f a κ_a sa dajú určiť nie len experimentálne ale aj z nafitovaných parametrov A , B a C .

Malyginov model [Malygin 90] popisuje deformačné chovanie rôznych materiálov dostatočne iba počas nízko-teplotných deformácií, avšak už pri stredne vysokých teplotách ($0,3T_m$) vykazuje odchýlky od experimentálnej krivky. Preto Lukáč a Balík [Lukáč 94] predpokladali okrem priečného sklzu aj existenciu ďalšieho zotavovacieho deja – šplhanie dislokácií. Hlavný podiel na šplhaní má lokálne napätie, ktoré sa dá stotožniť so sklzovým napätím. Pri danej deformačnej rýchlosti sa intenzita šplhania zvyšuje so zvyšujúcou teplotou. Ďalšie deformačné efekty zanedbali kvôli statickému zotaveniu vynútenému vnútornými napätiami dislokačnej siete. Oproti Malyginovmu modelu Lukáč s Balíkom odvodili závislosť dislokačného napätia σ_d na deformačnej rýchlosti. Dislokačné napätie je výsledkom interakcie medzi pohybujúcimi sa dislokáciami a dislokáciami lesa. Lukáč-Balíkov model ďalej uvažuje, že trecie napätie a napätie vznikajúce odporom hraníc zrn voči sklzu dislokácií sa v priebehu deformácie nemenia. Výsledkom je napäťová závislosť koeficientu spevnenia v nasledujúcom tvare

$$\theta = \frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \frac{A}{\sigma - \sigma_y} + B - C(\sigma - \sigma_y) - D(\sigma - \sigma_y)^3 \quad (2.25)$$

kde A , B , C , D sú fitovacie parametre s určitým fyzikálnym významom. Obecne sa dá povedať, že parameter A je prepojený s interakciou dislokácií s prekážkami nedislokačného charakteru, parameter B popisuje interakciu dislokácií s dislokáciami lesa, parameter C charakterizuje priečny sklz a parameter D šplhanie dislokácií. Parametre C a D sú závislé na teplote a na deformačnej rýchlosti. Rovnica (2.25) sa dá úspešne používať pre analýzu krivky spevnenia v širokom obore teplôt a deformačných rýchlostí.

2.1.1.3 Spevnenie prímiesovými atómami

Prítomnosť cudzích atómov v jednotlivých zrnách ovplyvňuje spevnenie zliatin. Prímiesové atómy sa môžu nachádzať v substitučných alebo intersticiálnych polohách. Pohybujúce sa dislokácie v sklzových rovinách interagujú s prímiesovými atómami a to predovšetkým v dôsledku veľkostného efektu (rozdiel atómových polomerov atómov) a modulového efektu (elastické vlastnosti atómov prímiesi a základnej látky sú odlišné) [Kratochvíl 84]. Príspevok veľkostného a modulového efektu pre deformáciu zliatin je možné popísať pomocou Labuschovho [Labusch 70] vzťahu, ktorý je v oblasti napätí plata závislý na koncentrácii prímiesí c a interakčnom parametri K_L podľa vzťahu

$$\sigma \propto K_L^{4/3} c^{2/3} \quad (2.26)$$

Pre interakčný parameter platí

$$K_L = (\eta^2 + \alpha\delta^2)^{1/2} \quad (2.27)$$

kde konštanta $\alpha = 16$ pre hranové a $\alpha = 3$ pre skrutkové dislokácie a η resp. δ sú parametre modulového resp. veľkostného efektu.

2.1.1.4 Spevnenie časticami druhej fázy

Precipitáty vznikajú pri tepelnej úprave dvoj a viac zložkového systému z presýteného tuhého roztoku v dôsledku umelého starnutia (precipitačné žihanie). Môžu však vznikáť aj pri izbovej teplote prirodzeným starnutím, avšak tento proces je zdĺhavejší. Možnosť vzniku precipitátov je viazaná podmienkou, že rozpustnosť prvku v tuhom stave musí byť menšia ako je jeho skutočný obsah. K precipitácii dochádza prevažne na miestach s vyššou energiou, ktorými môžu byť defekty typu dislokácií, hraníc zŕn, vrstevné chyby a iné [Kratochvíl 84].

Ak sa dislokácia pohybuje vplyvom pôsobiaceho napätia v jednej zo sklzových rovín matrice, môže dôjsť po určitej dobe ku kontaktu s časticou inej fázy (precipitátom) a k vzájomnej interakcii. Pohyb dislokácie počas plastickej deformácie je vo veľkej miere ovplyvnený nie len veľkosťou, vzájomnou vzdialenosťou a štruktúrou precipitátov, ale aj povahou rozhrania medzi precipitátom a matricou. V závislosti na zložení precipitátov a ich kryštalografickom vzťahu k matrici môžu nastať rôzne reakcie, ktoré môžu byť klasifikované do dvoch prípadov [Kratochvíl 84]:

1. Precipitáty sú nepreniknuteľné pohybujúcimi sa dislokáciami v matrici.

Nekoherentné precipitáty svojou kryštalovou štruktúrou nezodpovedajú kryštalovej štruktúre matrice a preto tvoria neprekonateľnú prekážku pre pohyb dislokácií. Po zachytení dislokácie na nekoherentnom precipitáte dôjde k zvýšeniu napätia nutného k plastickej deformácii. Na prekonanie tejto prekážky je potrebné napätie, pre ktoré platí Orowanov vzťah [Orowan 48]

$$\Delta\tau_{OR} = \frac{Gb}{A(D-r_0)} \ln\left(\frac{D}{R_0}\right) \quad (2.28)$$

kde D je vzdialenosť dvoch častíc a r_0 ich priemer, $A=2\pi$ resp. $2\pi(1-\nu)$ pre skrutkovú resp. hranovú dislokáciu, R_0 je polomer dislokačného jadra, ν je Poissonov koeficient.

Ešte presnejší výraz odvodil Nabarro [Nabarro 46]

$$\tau = \tau_m + \Phi \frac{Gb}{4\pi(D-2r_0)} \ln\left(\frac{D-2r_0}{2b}\right) \quad (2.29)$$

$$\Phi = \frac{1}{2} \left(1 + \frac{1}{1-\nu}\right)$$

kde τ_m je napätie v matici. Pozn. Prechod od τ k σ sa uskutočňuje pomocou Taylorovho faktoru M ($\sigma=M \cdot \tau$) [Kratochvíl 84].

2. Precipitáty sú preniknuteľné pohybujúcimi sa dislokáciami v matici.

K tomuto procesu dochádza v dôsledku rovnakej kryštalografie precipitátu a matrice s koherentným rozhraním. Pri prechode dislokácie koherentným precipitátom dochádza k zvýšeniu sklzového napätia $\Delta\tau$ v dôsledku piatich hlavných efektov [Kratochvíl 84, Smallman 64]:

- a) interakcia spôsobená rozdielom mriežkových konštánt častice a základnej mriežky,
- b) rozdielne elastické vlastnosti precipitátov a základnej matrice (modulový efekt),
- c) vplyv vzniku antifázového rozhrania,
- d) rozdiel energie vrstevnej chyby v častici a základnej mriežke matrice,
- e) zväčšenie plochy rozhrania medzi oboma fázami po prechode dislokácie [Haasen 78, Reppich 93].

2.1.1.5 Deformačné dvojčatenie

Sklz a deformačné dvojčatenie sú hlavnými deformačnými mechanizmami, ktoré umožňujú tuhému telesu meniť tvar pod vplyvom pôsobiaceho napätia. Deformačné dvojčatenie sa vyskytuje vo všetkých hexagonálnych tesne usporiadaných (*hcp*) kovoch pri vysokých rýchlostiach deformácie a nízkych teplotách, pretože pri týchto podmienkach môže napätie efektívne rásť až do hodnoty požadovanej pre tvorbu

dvojčiat. Relatívny príspevok dvojčatenia k celkovému napätiu vzrastá s klesajúcou teplotou alebo so vzrastajúcou rýchlosťou deformácie a je výrazne ovplyvnený aj kryštalografickou orientáciou jednotlivých zŕn voči smeru namáhania. Prvé dva body sú priamym výsledkom rýchlostnej a teplotnej citlivosti deformačného dvojčatenia [Mahajan 03, Ogawa 64, Meyers 01].

Dvojčatenie je dôležité hlavne v kryštáloch s nižšou symetriou akými sú práve *hcp* kovy, ktoré pri nízkych teplotách nemajú aktívnych potrebných 5 nezávislých sklzových systémov požadovaných pre splnenie von Misesovho kritéria pre celkovú deformáciu polykryštálov. V tomto prípade musí byť Taylorova hypotéza o „minimálnom úplnom šmyku“ na upresnenie aktívnych systémov vysvetľovaná vo vzťahu príspevku k celkovej deformácii od sklzu ale aj od dvojčatenia, tento popis vystihuje problém komplexnejšie [Mahajan 03]. Christian a Mahajan [Christian 95] v svojej práci uvádzajú, že dvojčatenie v *hcp* kovoch má vplyv na zvyšovanie ťažnosti viac ako na zvyšovanie krehkosti, ktorá je s ním často spojovaná. Svoje úvahy vysvetľujú tým, že tvorba dvojčiat pomáha vykompenzovať malý počet aktívnych sklzových systémov. Mechanické dvojčatenie prispieva k spevneniu materiálu, avšak efekt spevnenia nie je spôsobený napätím potrebným na vznik dvojčatenia, to by malo byť nezmenené a relatívne nízke, ale tým že prispieva k zvyšovaniu napätia potrebného na aktiváciu sklzu v zdvočatenom materiáli [Barnett 04]. Barnett zhrnul príspevok dvojčiat k spevneniu u Mg do nasledovných bodov:

- a) Dvojčatá vytvárajú bariéry pre pohyb dislokácii, a pri dostatočne veľkom objeme môžu byť prirovnané k zmenšovaniu veľkosti zrna.
- b) Dvojčatenie typu $\{10\bar{1}2\}$ obyčajne nevedie k uľahčeniu dislokačného sklzu pri deformácii.
- c) Transformácia dislokácií, ktoré prechádzajú cez čelo dvojčat'a (dvojčatovú hranicu), môže viesť k zvýšeniu koeficientu spevnenia vo vnútri dvojčat'a.

V horčíku bolo pozorované a popísané dvojčatenie na rovinách typu: $\{10\bar{1}1\}$, $\{10\bar{1}2\}$, $\{10\bar{1}3\}$, $\{30\bar{3}4\}$. Niektoré z týchto „anomálnych“ dvojčatových typov boli spoľahlivo určené, avšak o niektorých sú ešte stále pochybnosti. Najbežnejším typom dvojčatenia u *hcp* kovov je $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$. Experimenty na Mg ukázali, že dvojčatenie typu

$\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}2\rangle$ a $\{10\bar{1}3\}\langle 30\bar{3}2\rangle$ môže byť zdrojom sekundárneho dvojčatenia [Christian 95].

Dvojčatovú transformáciu si môžeme v štruktúrach s vyššou symetriou (napr. *bcc*) predstaviť ako kryštál transformovaný do dvojčaťa pomocou homogénneho šmyku, pohybom roviny atómov rovnobežnej k rovine dvojčatenia. Bolo ukázané niekoľkými autormi, že homogénny šmyk u hexagonálnych kovov nie je možný, pretože iba polovica atómov zahrnutých do procesu dvojčatenia môže byť posunutá z matrice do dvojčatovej polohy jednoduchým homogénnym šmykom. Zvyšné atómy sa musia posúvať v rôznych smeroch, avšak všetky tieto smery sú zahrnuté v rovine šmyku [Thompson 52].

U *hcp* kovov závisí veľkosť šmyku S na osovom pomere c/a a pre dvojčatenie $\{10\bar{1}2\}$ je daná vzťahom [Thompson 52, Hert 83]

$$S = \frac{1}{\sqrt{3}} \left[\left(\frac{c}{a} \right)^2 - 3 \right] \frac{a}{c} \quad (2.30)$$

Veľkosť šmyku pre horčík s osovým pomerom $c/a=1,624$ je kladná ($S=0.138$) [Christian 95]. Nevyhnutnou podmienkou pre dvojčatenie je, aby kritické šmykové napätie v rovine a smere dvojčatenia mali rovnaký smer ako šmyk dvojčaťa.

2.1.1.6 Deformačné starnutie

Obecne sú známe prípady, kedy krivka σ - ε niektorých zliatin počas deformácie začína hladko, avšak po určitom čase sa na nej začne objavovať množstvo skokov súvisiacich s náhlymi napäťovými zmenami v závislosti na deformácii. Prvé štúdium tohto javu bolo urobené Portevinom a Le Châtelierom v roku 1923, podľa ktorých bol tento jav neskôr nazvaný ako „Portevin-Le Châtelierov jav“ (skrátene *PLC*) [Cottrell 53].

Obecne bolo pozorované, že *PLC* jav sa:

- a) nevyskytuje v čistých kovocho,
- b) vyskytuje u zliatin, v ktorých sú prímesové prvky v tuhom roztoku,
- c) vyskytuje iba v určitom teplotnom a rýchlostnom rozsahu.

Existuje niekoľko modelov navrhovaných pre popis Portevin – Le Châtelierovho javu. Jeden z prvých modelov je založený na predpoklade, že skokový priebeh deformácie je výsledkom dynamickej interakcie medzi prímiesovými atómami a pohybujúcimi sa dislokáciami pri teplotách, pri ktorých sa prímiesové atómy pohybujú dostatočne rýchlo na to aby zachytili pohyblivé dislokácie [Cottrell 53, Balík 89, Mulford 79]. Tento proces je označovaný aj ako mechanizmus deformačného starnutia.

V Cottrellovej teórii dynamického starnutia pod napätím prímiesové atómy interagujú s pohyblivými dislokáciami a vytvárajú atmosféru prímiesí za predpokladu, že

$$v_d \equiv \frac{4D_p}{l_p} \quad (2.31)$$

kde v_d je rýchlosť dislokácie, D_p je koeficient difúzie prímiesového atómu, a l_p je efektívny polomer atmosféry prímiesí. Polomer $l_p = U_m b/kT$, kde U_m je väzobná energia medzi prímiesovým atómom a dislokáciou. Rýchlosť dislokácií môže byť prepísaná vo vzťahu k aplikovanej deformačnej rýchlosti ako

$$\dot{\epsilon} = \frac{4b\rho_m D_p}{l_p} \quad (2.32)$$

kde ρ_m je hustota pohyblivých dislokácií. U substitučných tuhých roztokov sa predpokladá, že D_p a ρ_m narastajú so vzrastajúcou deformáciou a umožňujú, aby boli podmienky zachytávania dislokácií na prímiesiach splnené pri kritickej deformácii ϵ_K [McCormick 73, Russell 53].

Teórie využívajúce Cottrellov model predkladajú, že atmosféra prímiesových atómov je tvorená objemovou difúziou, ktorá sa zvyšuje počas plastickej deformácie tvorbou vakancií. Tieto modely ďalej predkladajú, že koncentrácia vakancií a hustota pohyblivých dislokácií sa zvyšuje so zvyšujúcou sa deformáciou a tým prispieva k zvýšeniu hodnoty kritickej deformácie ϵ_K . Niektoré modely neuvažujú, že počas deformácie dochádza k tvorbe vakancií, ktoré by prispievali k zvýšeniu ϵ_K . Kubin a Estrin [Kubin 90] vytvorili model, ktorý vysvetľuje kritickú hodnotu ϵ_K pre vznik plastickej nestability napäťovou závislosťou hustoty pohyblivých dislokácií a dislokácií lesa. Balík a Lukáč vo svojej práci [Balík 93] ukázali, že kritická hodnota ϵ_K pre začiatok plastickej nestability je pri izbovej teplote silne závislá na deformačnej

rýchlosti a kvantitatívne sa zhoduje s hodnotami predpovedanými modelom Kubina a Estrina [Kubin 90].

Treba však poznamenať, že zatiaľ čo Cottrellov model je založený na objemovej difúzii, novšie teoretické modely a experimentálne výsledky indikujú ako zdroj *PLC* javu difúziu v oblasti dislokačných jadier a pozdĺž nich (pipe diffusion) [Mulford 79, Ling 93, Schlipf 94]. Tento proces, nazývaný tiež ako dynamické napäťové starnutie, je bežne uvažovaný ako príčina vzniku *PLC* nestability. Nestabilná *PLC* deformácia je úzko spojená s lokalizáciou napätia v oblasti čela deformačných pásov [Klose 04₁]. Zatiaľ čo práce Kubina a Estrina [Kubin 90] a ďalších priradujú *PLC* efekt výhradne dynamickému deformačnému starnutiu, Korbel a kol. [Korbel 74, Korbel 76, Korbel 81] sa pokúsili vysvetliť *PLC* jav iba nahromadením a relaxáciou napäťových koncentrácií. Model rozvinutý v práci Kloseho a kol. [Klose 04₂] je založený na úvahách, že dislokačné nakopenia (pile-ups) vytvárajú lokálnu koncentráciu napätí, ktorá je nevyhnutná na spustenie šírenia *PLC* javu. Nedávne teoretické úvahy a počítačové simulácie v práci Hähnera a kol. [Hähner 96₁, Hähner 96₂, Hähner 02] potvrdzujú myšlienku, že oba procesy, difúzny proces v blízkosti dislokačných jadier a ďalekosahová interakcia dislokácií s vnútornou koncentráciou napätí, sú nevyhnutnými podmienkami k vyvolaniu *PLC* javu. Tieto modely neuvažujú difúziu prímiesových atómov ako najdôležitejší mechanizmus *PLC* javu, ale vysvetľujú ho ako dynamiku kolektívneho rozmnožovania a pohybu dislokácií [Korbel 74, Korbel 76, Pawel 84, Cáceres 87].

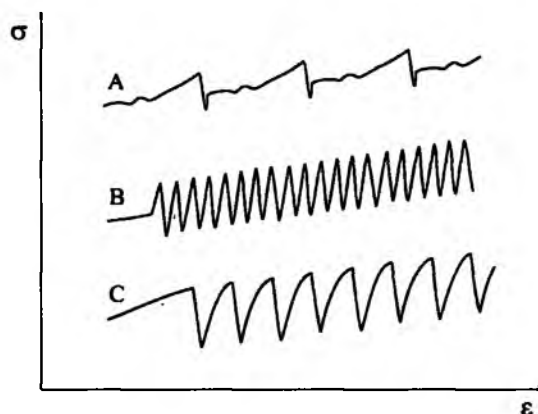
Typy PLC javu

V prípade skúšok s konštantnou deformačnou rýchlosťou môžu byť napäťové poklesy na krivke σ - ϵ rozdelené v závislosti na charaktere šírenia plastickej nestability na typy A, B a C, obr. 2.4 [Ziegenbein 00, McCormick 71, Klose 04, Louche 05].

Typ A Pomalý a spojitý vývoj deformačného pásu pozdĺž celej vzorky, pri ktorom sa vyskytuje jeden skok po jednom až dvoch percentách deformácie. Medzi jednotlivými skokmi napätie vzrastá najskôr postupne nad očakávané napätie vývoja deformačnej krivky, nasleduje rýchly rast napätia až do náhleho skoku spojeného s poklesom napätia a proces sa opakuje [Ziegenbein 00, Russell 53].

Typ B Nespojité, pravidelne skokovité šírenie deformačných pásov propagovaných pozdĺž vzorky. Typ B bol kvantitatívne popísaný Cottrellom a je spojovaný s nestabilným pohybom dislokácií za predpokladu, že rýchlosť difúzie prímiesových atómov je takmer rovnaká ako rýchlosť pohybu dislokácií [Ziegenbein 00, Russell 53].

Typ C Periodický vznik deformačných pásov pozdĺž vzorky [Ziegenbein 00].



Obr. 2.4 Typy napäťových skokov Portevin – Le Châtelierovho javu na krivke σ - ϵ .

Nepravidelnosti typu A a B sa môžu vyskytovať samostatne, ale veľmi často nastáva typ B spoločne v kombinácii s typom A a často aj v kombinácii s typom C. Zaujímavý je aj fakt, že u niektorých zliatin dochádza za vhodných podmienok k vzniku skokov typu A a B bezprostredne po prekonaní ostrej medze sklzu bez toho, aby im musela predchádzať akákoľvek plastická deformácia, označovaná ako kritická ϵ_k . Naopak u typu C bola vždy pozorovaná nenulová kritická deformácia, ktorej veľkosť je silne závislá na teplote a rýchlosti deformácie [Cieslar 94].

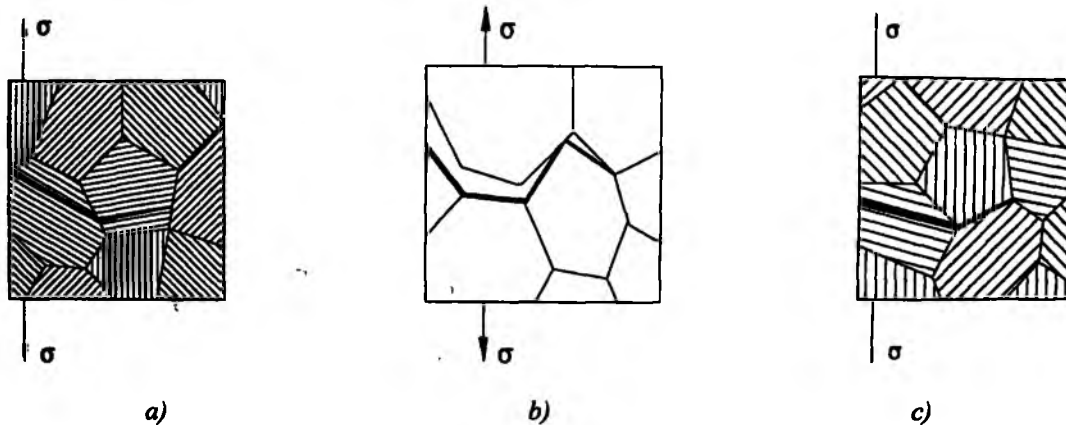
2.1.2 Mikromechanizmy porušovania polykryštálov

Zaťažovanie materiálov nad dovolené hranice spôsobuje degradáciu ich vlastností a v hraničnom prípade ich deštrukciu lomom. Vplyvom silových účinkov sa poruší súdržnosť medzičasticových väzieb pri súčasnom vzniku nových voľných povrchov. Dosiahnutie medzného stavu porušenia a porušenie materiálov závisí od intenzity hromadenia poškodenia a je funkciou typu a intenzity zaťaženia, času pôsobenia, subštruktúrneho a štruktúrneho stavu a technológie prípravy materiálov.

Základné mikromechanizmy porušovania sú charakteristické špecifickým spôsobom tvorby povrchu lomu (trhliny) a každému mechanizmu odpovedá špecifická morfológia

príslušnej časti lomovej plochy (fazety). Z toho vyplýva, že každému mechanizmu porušovania možno priradiť konkrétny typ lomovej fazety. Lomovú plochu potom tvorí súbor lomových faziet, ktoré sú medzi sebou prepojené stupňami [Palček 02].

Vo vzťahu k mikroštruktúre rozlišujeme lomy *transkryštalické*, ktoré prebiehajú cez jednotlivé zrná, lomy *interkryštalické*, ktoré prebiehajú po hraniciach zrn a lomy *zmiešané*, ktoré prebiehajú čiastočne cez zrná a čiastočne po hraniciach zrn (obr. 2.5).



Obr. 2.5 Schéma vzniku lomu a) *transkryštalického*, b) *interkryštalického*, c) *zmiešaného*.

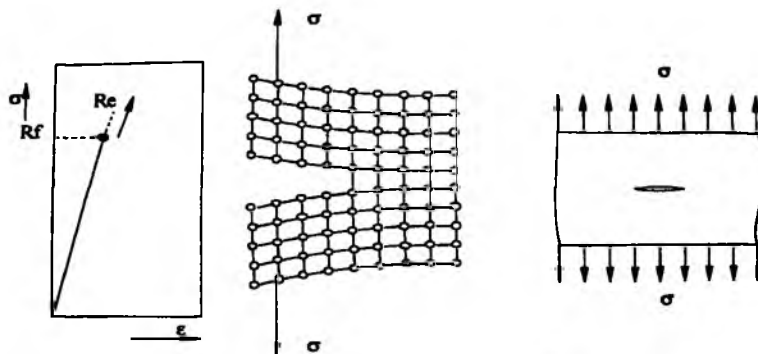
Porušenie súdržnosti medzičasticových väzieb tuhých látok je podmienené nahromadením poškodenia a vzrastom vnútornej energie (voľnej entalpie) tak, aby bola väčšia ako energia novovzniknutých povrchov. Ak budeme vychádzať zo silového porušenia medziatómových väzieb materiálu, zistíme že porušenie nastáva dvomi základnými mechanizmami: *štiepením* (odtrhnutím dvoch vrstiev materiálu) alebo *šmykom* (účinnok tangenciálnych napätí pri vzniku plastickej deformácie). Mechanizmy sa okrem rôznej podstaty líšia aj veľkosťou plastickej deformácie, ktorá ich sprevádza a veľkosťou energie, ktorá sa pri porušení spotrebuje. Každý mechanizmus porušovania vytvára špecifický charakter lomovej plochy s rozdielnou morfológiou lomových faziet. Rozoznávame tri základné mikromechanizmy porušovania so špecifickým charakterom, a to porušenie štiepením, porušenie tvárnym štiepením a tvárne porušenie. Lomovú plochu potom tvorí súbor faziet a ich charakter závisí od aktivity daného mikromechanizmu porušovania [Palček 02].

Pri šírení magistralnej trhliny cez prierez telesa sa môže mechanizmus vzniku lomu meniť. Lomová plocha potom predstavuje súbor faziet rôzneho typu porušenia. Zmena mechanizmu porušenia závisí od stavu štruktúry a subštruktúry, stavu napätosti,

okamžitej rýchlosti deformácie, veľkosti nahromadenej elastickej a plastickej deformácie a od množstva, veľkosti a rozloženia štruktúrnych porúch [Palček 02].

Porušovanie štiepením

Porušenie štiepením nastáva pri napätí blízko medze sklzu bez makroskopickej deformácie telesa (obr. 2.6) a môže dochádzať k štiepeniu *transkryštalickému* alebo *interkryštalickému*.



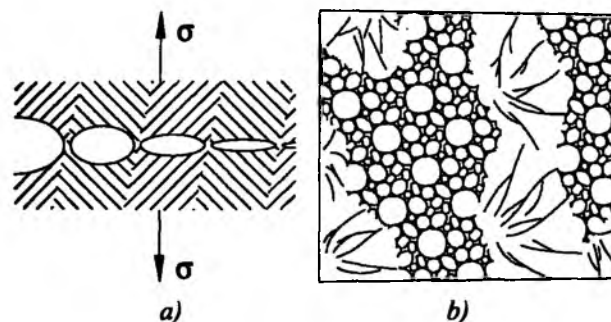
Obr. 2.6 Mechanizmus porušenia štiepením [Palček 02].

Transkryštalické štiepenie sa realizuje po kryštalografických rovinách s nízkymi Millerovými indexmi. U kovov s hexagonálnou tesne usporiadanou mriežkou pozdĺž roviny (0001). Štiepenie je málo energeticky náročný proces. Čelo trhliny môže postupovať po niekoľkých rovnobežných rovinách. Pri šírení lomu sa jednotlivé štiepne fazety spájajú prostredníctvom stupňov a na povrchu lomu vzniká *riečková morfológia*. V polykryštalických materiáloch sa na hranici zrna mení smer štiepenia v závislosti od orientácie zrn. Ak pred čelom trhliny prebieha aspoň čiastočne proces deformačného spevňovania, na lomovej ploche vznikajú *jazyčkové stupne* [Palček 02].

Interkryštalické štiepenie sa realizuje pozdĺž hraníc zrn, ktoré sú slabým miestom štruktúry v dôsledku precipitátov alebo sekundárnych fáz vylúčených na hraniciach, prípadne znížením kohézie pri vzrastajúcej teplote.

Porušovanie tvárnym štiepením

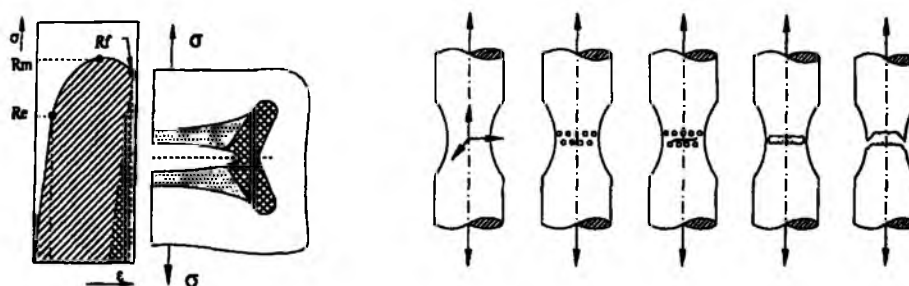
Pri tomto mechanizme sa v priebehu tvorby lomových plôch uplatňuje plastickej deformácia. Tento mechanizmus predstavuje prechod medzi štiepnym a tvárnym porušením. Jedná sa v podstate o tvárny lom so štiepnou iniciáciou (obr. 2.7) [Palček 02].



Obr. 2.7 a) Model vzniku porušenia tvárnym štiepením; b) Schéma morfológie tvárneho štiepenia [Palček 02].

Tvárne porušenie

Ak sa teleso pri namáhaní najskôr plasticky deformuje, uplatňuje sa obyčajne šmykový mechanizmus porušenia a vznikne tvárne porušenie (obr. 2.8). Pri deformácii v miestach lomového prierezu vznikajú dutiny, ktoré zväčšujú svoj priemer v smere kolmom na smer hlavného ťahového napätia. Mostíky medzi dutinami sa vyťahujú a zoslabujú. Postupné porušovanie mostíkov predstavuje šírenie trhliny až do konečného lomu. Zárodky dutín sa vytvárajú v mieste výskytu inej fázy (precipitáty, vtrúseniny, atď.), pórov, bublín a mikronecelistvostí. Počas plastickej deformácie nastáva dekohézia danej fázy od matrice. Tvárne porušenie v porovnaní so štiepením spotrebuje podstatne viac energie a lom prebieha postupne pri súčasnom vzniku makroskopickej deformácie.

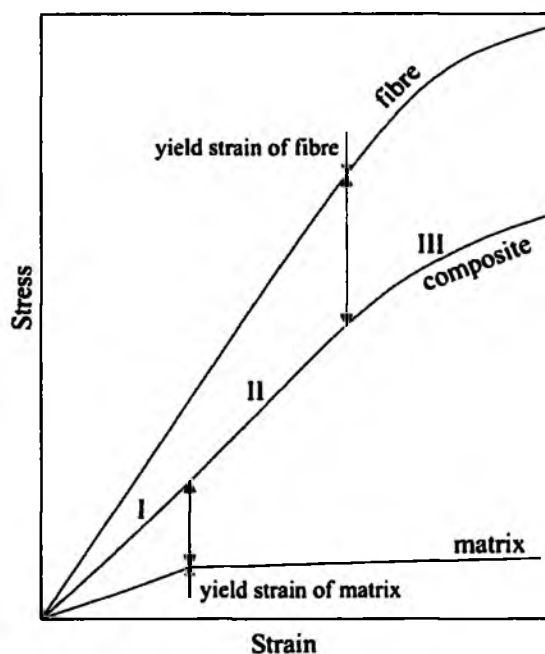


Obr. 2.8 Schéma vzniku tvárneho porušenia šmykovým mechanizmom [Palček 02].

Lomová plocha po tvárnom porušení má jamkovú morfológiu. Tvárne porušenie môže prebiehať, podobne ako štiepne porušenie, interkryštalicky alebo transkryštalicky. Interkryštalické tvárne porušenie je oproti transkryštalickému tvárnemu porušeniu energeticky menej náročné a celková plastická deformácia telesa je nízka. Tvar, veľkosť a profil jamky závisí od tvaru a distribúcie zárodok, tvaru a veľkosti zŕn, stavu štruktúry a deformačnej histórie materiálu [Palček 02].

2.2 Mechanizmy deformácie kompozitov s kovovou maticou

Deformačné chovanie kompozitov s kovovou maticou môže byť popísané krivkou závislosti napätia na deformácii ako je tomu u kovov a zliatin, pričom môžeme definovať tie isté charakteristické hodnoty: medza sklzu, maximálne napätie a napätie lomu. Krivka σ - ε pre typický kompozit s kovovou maticou a nekonečne dlhými vláknami pozostáva z troch štádií. V prvom štádiu (I) sa matica aj vlákna deformujú elasticky; v druhom štádiu (II) sa matica deformuje plasticky, zatiaľ čo vlákna pokračujú v deformácii elastickej; a v poslednom treťom štádiu (III) sa matica aj vlákna deformujú plasticky. Toto je schematicky znázornené na obr. 2.9, kde je ukázaná krivka σ - ε pre maticu aj vlákno. Prítomnosť druhého a tretieho štádia na krivke napätie-deformácia kompozitu s kovovou maticou závisí na type maticového kovu a vláknach, a taktiež aj na podmienkach okolia, pri ktorých sú mechanické testy prevádzané. Väčšina kompozitov s kovovou maticou môže byť popísaná prvým a druhým štádiom deformácie [Taya 89].



- stage I: both matrix and fibre remain elastic
- stage II: matrix deforms plastically and fiber remains elastically
- stage III: both matrix and fiber deform plastically

Obr. 2.9 Krivka závislosti napätia na deformácii typického kompozitu s kovovou maticou s tromi štádiami deformácie [Taya 89].

V prípade kompozitov s kovovou maticou spevnených krátkymi vláknami sa na krivke σ - ε nevyskytujú tri jasne odlíšené štádia deformácie ako je tomu u kompozitov

s nekonečne dlhými vláknami. U kompozitov spevnených krátkymi vláknami môžeme pozorovať dva typy kriviek:

1. krivka σ - ε má zreteľný lineárny úsek v počiatočnom štádiu a nasleduje ho parabolický priebeh.
2. krivka σ - ε má neidentifikovateľnú počiatočnú lineárnu oblasť a je parabolického tvaru v celom rozmedzí meraných hodnôt [Taya 89].

V kompozitoch s kovovou maticou sa v dôsledku prítomnosti spevňujúcej fázy vyskytujú rôzne spevňujúce mechanizmy zodpovedné za väčšiu tuhosť a pevnosť, ktoré u zliatin spravidla nenájdem. Prítomnosť spevňujúcej fázy je zodpovedná aj za mikroštruktúrne zmeny v matici, ako napr. menšia veľkosť zrna matrice kompozitu v porovnaní so zliatinou.

2.2.1 Tuhosť kompozitov

Tuhosť reprezentuje elastické konštanty kompozitu s kovovou maticou, ktoré sú často anizotropné kvôli geometrickým a materiálovým vlastnostiam spevňujúcej fázy [Taya 89]. Mechanizmus zodpovedný za zvýšenie Youngovho modulu počas deformačného štádia I (tj. elastická časť krivky σ - ε , obr. 2.9) je taký, že aplikované napätie je zdieľané maticou aj vláknom a je úmerne rozdelené vzhľadom k tuhosti jednotlivých fáz, pričom napätie v matici je prenášané na vlákna prostredníctvom rozhrania medzi maticou a vláknom. Najjednoduchší, a dostatočne presný, model na určovanie tuhosti kompozitov je pravidlo zmesí vyjadrené ako

$$E_c = V_f E_f + V_m E_m \quad (2.33)$$

Kde E_i je tuhosť (napr. Youngov modul) i -tej fázy a $i=f,m,c$ označuje vlákno, maticu a kompozit, V_f a V_m vyjadrujú objemový podiel vlákien a matrice. Predpokladá sa, že rovnica (2.33) je presná pri určovaní E_L (pozdĺžneho modulu) u kompozitov s nekonečne dlhými vláknami. Pravidlo zmesi je dostatočne presné aj pre určenie E_L u kompozitov s krátkymi vláknami usporiadanými v jednom smere, ale presnosť odvodenia E_L sa znižuje u kompozitov s neusporiadanými vláknami; a rovnako sa presnosť určenia hodnoty E_T (priečny modul) znižuje tak u kompozitov s nekonečne dlhými vláknami ako aj u kompozitov s krátkymi vláknami [Taya 89].

Pokiaľ je odhad z pravidla zmesí nepresný, čo je často prípad kompozitov s krátkymi vláknami, ktorých elastické vlastnosti nezávisia iba na V_f a E_f/E_m ako plynie z rovnice 2.33, ale tiež aj na proporčnom pomere (L/d_v) (L je dĺžka a d_v je priemer vlákna) a iných parametroch jednotlivých zložiek. V takom prípade môžu byť pre spresnenie odhadu tuhosti kompozitu použité komplikovanejšie modely. Z niektorých experimentálnych a teoretických prác vyplýva, že najlepší odhad tuhosti kompozitu E_c môže poskytnúť Eshelbyho model a Shear-lag model [Taya 89].

Okrem závislosti na V_f , E_f/E_m a L/d_v , je tuhosť kovových kompozitov silne závislá aj na vzájomnej orientácii vlákien (čo sa týka aj kompozitov s krátkymi vláknami), a mikroporuchách (dutiny, trhliny a porušenie rozhrania medzi matricou a vláknom, atd.), ktoré existujú v matrici a vláknach, rovnako ako aj na kvalite rozhrania matrica/vlákn. Táto misorientácia a mikroporuchy majú vplyv na zníženie tuhosti kompozitu [Taya 89].

Modul pružnosti v ťahu E_c kompozitných materiálov je spravidla vyšší než u nespevnenej zliatiny E_m . Na odhad E_c existujú rôzne modely, pričom moduly pružnosti matrice E_m a spevňujúcej fázy E_f sú spravidla známe. U kompozitov so spevňujúcou fázou v tvare krátkych vlákien alebo častíc sa dá pre horný odhad E_c odvodiť vzťah

$$E_c = \frac{E_m(1 + 2A_v qf)}{1 - qf} \quad (2.34)$$

$$q = \frac{E_f/E_m - 1}{E_f/E_m + 2A_v} \quad (2.35)$$

kde A_v je tvarový faktor častice, obyčajne vyjadrený ako pomer dĺžky vlákna k jeho priemeru a f je objemový podiel spevňujúcej fázy. Tento vzťah platí za predpokladu, že plastická deformácia matrice a spevňujúcej fázy sú rovnaké.

Dolný odhad je spočítaný za predpokladu, že napätie je rovnaké v oboch zložkách. Potom platí vzťah

$$E_c = \frac{E_m E_f}{f E_m + (1 + f) E_f} \quad (2.36)$$

2.2.2 Spevňujúce mechanizmy v kompozitoch

Taya a kol. [Taya 89] zhrnuli dôležité poznatky týkajúce sa mechanizmov spevnenia kovových kompozitov s krátkymi vláknami následovne:

- 1) medza sklzu a maximálne napätie sa zvyšuje so zvyšujúcim sa objemovým podielom vlákien a proporčným pomerom (L/d_v),
- 2) medza sklzu a maximálne napätie sú silne závislé na orientácii vlákien vzhľadom k smeru namáhania,
- 3) medza sklzu v tlaku je vyššia ako medza sklzu v ťahu v dôsledku zvyškových napätí v kompozite s kovovou maticou spôsobených rozdielnym koeficientom teplotnej rozťažnosti kovovej matrice a vlákien, zvyškové napätia vznikajú pravdepodobne počas výrobného procesu.

U kompozitov nie je rozhranie medzi maticou a spevňujúcou fázou koherentné, pretože sa zvyčajne líšia v mriežkových konštantách a kryštálovej štruktúre. Preto môžeme pre výpočet spevňujúcich mechanizmov u kompozitov s krátkymi vláknami použiť následovné modely [Taya 89, Mabuchi 96, Trojan 01]:

i) Orowanovský mechanizmus

Vlákná v matici sú prekážkami pre pohyb dislokácií v sklzovej rovine, pri ktorých v priebehu plastickej deformácie môžu vzniknúť zhluky Orowanových slučiek. Orowanove slučky nahromadené pri vlákne pôsobia na pohybujúcu sa dislokáciu odpudivou silou, ktorá im nedovoľuje priblížiť sa k vláknu, čím sa znižuje efektívna voľná dráha medzi vláknami. U kovových kompozitov obsahujúcich vlákna usmernené rovnobežne s osou zaťažovania môže byť zvýšenie medze sklzu v dôsledku Orowanovského mechanizmu $\Delta\sigma_{Orow}$ vyjadrené pomocou vzťahu [Mabuchi 96]

$$\Delta\sigma_{Orow} = \frac{0.81Mgb \ln(d_p/b)}{2\pi(1-\nu)^{1/2} (\lambda - d_p)} \quad (2.37)$$

kde λ je stredná vzdialenosť medzi časticami a vypočíta sa podľa vzťahu

$$\lambda = \frac{1}{2} d_p \sqrt{\frac{3\pi}{2f}} \quad (2.38)$$

d_p je stredný priemer častice.

ii) Prenos napätí z matrice na spevňujúcu fázu

Spevňujúci mechanizmus v dôsledku prenosu napätí z matrice na spevňujúcu fázu môže byť kvantitatívne odhadnutý použitím modelu „Shear lag“. Zvýšenie medze sklzu v dôsledku prenosu napätí $\Delta\sigma_{LT}$ môže byť vyjadrené rovnicou [Aikin 91]:

$$\Delta\sigma_{LTv} = \sigma_m \left(1 + \frac{(L + d_v)A_v}{4L} \right) f_v + \sigma_m (1 - f_v) \dots \text{pre krátke vlákna} \quad (2.39)$$

$$\Delta\sigma_{LTP} = \sigma_m \left(\frac{1}{2} f_p \right) + \sigma_m \dots \text{pre rovnoosé častice} \quad (2.40)$$

kde σ_m je napätie na medzi sklzu nespevnenej matrice, f_i je objemový podiel spevňujúcej fázy ($i=v,p$, v – vlákno, p – častica), L je veľkosť spevňujúcej fázy v smere namáhania, d_v je priemer vlákna, $A_v=L/d_v$ je proporčný pomer spevňujúcej fázy.

iii) Generácia dislokácií v dôsledku rozdielných koeficientov teplotnej rozťažnosti matrice a spevňujúcej fázy

Vysoká hustota dislokácií generovaných v dôsledku rozdielu medzi koeficientmi teplotnej rozťažnosti matrice a spevňujúcej fázy spôsobuje zvýšenie napätia na medzi sklzu. Za predpokladu, že dislokácie sú v matrici generované homogénne, a že všetky termálne napätia sú vyvolané generáciou dislokácií, zvýšenie medze sklzu v dôsledku rozdielného koeficientu teplotnej rozťažnosti matrice a spevňujúcej fázy $\Delta\sigma_{CTE}$ môže byť počítané následovne [Arsen 86]

$$\Delta\sigma_{CTE} = \alpha_1 M G b \left(\frac{B f \Delta T \Delta \alpha}{(1-f) b d_v} \right)^{1/2} \quad (2.41)$$

kde B je geometrická konštanta, α_1 je konštanta, ΔT je zmena teploty a $\Delta \alpha$ je rozdiel koeficientov termálnej rozťažnosti matrice a vlákna.

iv) Generácia dislokácií geometricky nutných počas deformácie

Nezlučiteľnosť matrice so spevňujúcou fázou spôsobuje počas deformácie generáciu dislokácií geometricky nutných, ktoré spôsobujú zvýšenie stupňa deformačného spevnenia kompozitu v porovnaní s matricou bez spevňujúcej fázy. Zvýšenie medze

sklzu v dôsledku zvýšenej hustoty geometricky nutných dislokácií $\Delta\sigma_{\text{geo}}$ môžeme vypočítať následovnou rovnicou [Luster 93]

$$\Delta\sigma_{\text{geo}} = \alpha_1 G b \left(\frac{f_8 \varepsilon_p}{b d_v} \right)^{1/2} \quad (2.42)$$

v) Spevnenie v dôsledku jemnozrmej štruktúry

Vplyv veľkosti zrna na medzu sklzu sa dá približne určiť použitím Hall-Petchovej rovnice v tvare

$$\Delta\sigma_{\text{GS}} = K / d^{1/2} \quad (2.43)$$

kde K je konštanta (pre Mg sa $K=0,28 \text{ MNm}^{-3/2}$) [Mabuchi 96].

2.2.3 Porušovanie kompozitov

Veľmi dôležitým prvkom ovplyvňujúcim porušovanie kompozitov je rozhranie medzi matricou a spevňujúcou fázou. Rozhranie môžeme chápať ako spojujúcu plochu medzi dvomi fázami, kde dochádza ku skokovej zmene niektorých materiálových parametrov ako je napr. elastický modul, chemický potenciál alebo koeficient teplotnej rozťažnosti. Rozdielnosť chemických potenciálov môže viesť k vzniku difúzie medzi fázami (tj. medzi matricou a spevňujúcou fázou) alebo dokonca k tvorbe chemickej zlúčeniny na rozhraní, ktorá následne ovplyvní jeho kvalitu (súdržnosť). Schopnosť kompozitov s kovovou matricou plasticky sa deformovať klesá veľmi rýchlo s rastúcim podielom spevňujúcej fázy. Porušovanie kompozitov je spravidla spojované s tvorbou dutín v okolí častíc alebo vlákien, alebo v oblastiach s veľkou hustotou spevňujúcej fázy (zhluky častíc).

Ak v priebehu deformácie dochádza k porušovaniu spevňujúcej fázy, potom platí že prednostne sa porušujú hrubšie častice a to z dvoch hlavných príčin:

1. so zväčšujúcim sa rozmerom častice dochádza k narastaniu pôsobiaceho napätia a zvyšovaniu pravdepodobnosti jej lomu v dôsledku zvyšujúcich sa sklzových aj ťahových napätí v okolí častice spôsobených prenosom napätí z matrice na spevňujúcu fázu,

2. hrubšie častice obsahujú s väčšou pravdepodobnosťou defekty, ktoré vedú k iniciácii ich porušenia.

3 Horčík a jeho zliatiny

Horčík (Mg), ktorý kryštalizuje v hexagonálnej tesne usporiadanej mriežke s parametrami $a=0,32030\text{nm}$ a $c=0,52002\text{nm}$, je najľahší používaným konštrukčným kovom s hustotou $1,738\text{g/cm}^3$ a bodom tavenia 650°C [www1, Roberts 60].

Mechanické vlastnosti nelegovaného horčíka nie sú priaznivé (tab. 3.1), preto sa na priemyslové aplikácie využívajú zliatiny horčíka s ďalšími prvkami (napr. Al, Zn, Mn, Zr, ...). Najviac oceňovanými výhodami horčíka sú dobrá dostupnosť, úplná recyklovateľnosť, nízka hustota, dobrý pomer pevnosti k hustote porovnateľný s oceľami, titanom či hliníkom a výborné zlievárenské vlastnosti umožňujúce výrobu tenkostenných odliatkov. Známe sú aj nevýhody ako napr. vysoká afinita horčíka ku kyslíku a chlóru, ktorá má za následok nízku koróznú odolnosť. Horčík a jeho zliatiny majú limitovanú schopnosť tvárnenia za studena, ktorá môže byť zlepšená použitím vhodných legujúcich prvkov (Mn, Li, Th,...) alebo zjemnením zrna pomocou intenzívnej plastickej deformácie. Nevýhodou je aj nízka rýchlosť difúzných pochodov pri tepelnom spracovaní, vyšší koeficient dĺžkovej teplotnej rozťažnosti ($\alpha \cdot 10^6 \text{K}^{-1} = 26,9$ až $28,1$ pri 20 až 200°C), nízka tvrdosť a odolnosť proti opotrebeniu, nízka pevnosť v strihu ($R_{ms} = 120$ až 150MPa) a nízka vrubová húževnatosť ($KCU_2 = 2$ až 7J.cm^{-2}) [Ustohal 01, www1, Polmear 92, Roberts 60].

Tabuľka 3.1 Typické mechanické vlastnosti nelegovaného horčíka.

	Medza sklzu v ťahu [MPa]	Medza sklzu v tlaku [MPa]	Maximálne napätie [MPa]	Predĺženie [%]
Odlievateľný Mg	21	21	90	2+6
Pretlačovaný Mg	69+105	34+55	165+205	5+8
Valcované plechy	115+140	105+115	180+220	2+10
Žihané plechy	90+105	69+83	160+195	3+15

Horčík je významný aj tým, že vytvára tuhý roztok z množstvom prvkov, vrátane kovov vzácnych zemín (RE). Rozpustnosť prvkov v tuhom stave klesá so znižujúcou sa teplotou, čo je nevyhnutnou podmienkou precipitačnej vytvrditeľnosti. Väčšina Mg

zliatin podlieha tomuto fenoménu. Avšak precipitačné vytvrdenie u horčíkových zliatin má nižší efekt ako u niektorých hliníkových zliatin [Roberts 60, Mordike 02].

Zliatiny horčíka môžu byť rozdelené do skupín založených na binárnych systémoch napríklad takto:

- 1) Mg-Al
- 2) Mg-Zn
- 3) Mg-RE a Mg-Y
- 4) Mg-Th

Prvé dve skupiny zliatin sú prednostne určené pre teploty normálne a mierne zvýšené (tj. nižšie ako 150°C). Zliatiny v tretej a štvrtej skupine sú navrhnuté pre aplikácie pri zvýšených teplotách, niektoré z nich majú vynikajúce vlastnosti aj pri normálnych teplotách avšak niesu konkurenciou pre zliatiny z prvých dvoch skupín, pretože kovy vzácnych zemín a tórium sú neporovnateľne drahšie a navyše tórium je rádioaktívne. Vzhľadom na materiál používaný na experimenty budú podrobnejšie rozobrané iba systémy prvej a tretej skupiny.

3.1 Zliatiny Mg-Al

Binárny systém Mg-Al je základom najstarších horčíkových zliatin. Najznámejšou a najpoužívanejšou horčíkovou zlatinou na odliatky je AZ91 (Mg-9hm.%Al-0,7hm.%Zn-0,13 hm.%Mn). Ďalšími komerčne dostupnými zlatinami systému Mg-Al na odliatky sú napr. AZ81 (Mg-7,6hm.%Al-0,7hm.%Zn-0,13 hm.%Mn), AZ63 (Mg-6hm.%Al-3hm.%Zn-0,15 hm.%Mn) [Polmear 94, Ustohal 01, ASM 99]. Prítomnosť Al zlepšuje odliavateľnosť horčíkových zliatin, avšak jeho príspevok k precipitačnej vytvrditeľnosti je relatívne nízky. Prítomnosť Zn zlepšuje schopnosť precipitačného vytvrdzovania Mg-Al zliatin, avšak neprispieva k zjemneniu zrna a zvyšuje náklonnosť k tvorbe mikropórov [Polmear 92]. Nevýhodou väčšiny komerčne dostupných Mg-Al zliatin obohatených zinkom je nízka korózna odolnosť. Al ani Zn nezabraňujú vzniku nehomogénnej mikroštruktúry po odlievaní (vznik veľkých zŕn, liacej textúry a nerovnomerná distribúcia zŕn s rôznou veľkosťou), ktorá má za následok zlé mechanické vlastnosti. Korózna odolnosť je nepriaznivo ovplyvnená prítomnosťou

katódických nečistôt ako sú napr. Fe, Ni, Cu. Účinok týchto nečistôt možno redukovať pridaním mangánu, ktorý vytvára relatívne neškodné intermetalické zlúčeniny. Výrazne zlepšenie koróznej odolnosti sa dosahuje aj odlievaním tzv. vysoko čistých (HP – high purity) zliatin, u ktorých je obsah nežiadúcich prímiesí max. 0,004%Fe, 0,001%Ni a 0,015%Cu a prídavok Mn je min. 0,17% [Polmear 92, Polmear 94, Roberts 60].

Pre aplikácie, kde je potrebná väčšia ťažnosť a lomová húževnatosť boli vyvinuté zliatiny Mg-Al s prímiesou mangánu so zníženým obsahom hliníka ako napr. AM60 (Mg-6hm.%Al-0,13hm.%Mn), AM50 (Mg-5hm.%Al-0,27hm.%Mn) a AM20 (Mg-2hm.%Al-0,5hm.%Mn). Mangán potlačuje výskyt $Mg_{17}Al_{12}$ fázy v okolí hraníc zŕn, má antikorózne účinky a priaznivo vplýva na zlepšenie ťažnosti.

Medza sklzu a medza pevnosti zliatin typu AZ a AM prudko klesá pri teplotách nad 120-130°C [Polmear 94]. Komerčné požiadavky, predovšetkým dobrý pomer pevnosti pri zvýšených teplotách k cene, viedli k vývoju nových zliatin založených na binárnom systéme Mg-Al. Prídanie Ca do zliatiny zlepšuje odolnosť voči tečeniu, ale spôsobuje náchylnosť k praskaniu za tepla [Polmear 94]. Odolnosť voči tečeniu sa zvyšuje aj znížením obsahu Al a pridaním Si. Toto má vplyv na zníženie obsahu fázy $Mg_{17}Al_{12}$ a, pri odlievaní do formy kedy dochádza k pomerne rýchlemu ochladzovaniu, k tvorbe jemných a relatívne tvrdých častíc zlúčeniny Mg_2Si . Príkladom týchto zliatin sú AS41 (Mg-4,5hm.%Al-1,4hm.%Si-0,3hm.%Mn) a AS21 (Mg-2,2hm.%Al-1,2hm.%Si-0,3hm.%Mn), ktoré majú lepšiu odolnosť proti tečeniu ako AZ91 pri teplotách >130°C. Zníženie obsahu Al v zliatine AS21 zlepšuje odolnosť voči tečeniu oproti AS41, avšak zhoršuje odlievateľnosť [Polmear 94].

3.2 Zliatiny Mg-RE a Mg-Y

Súčasný výskum sa sústreďuje na vývoj zliatin, ktoré by odolávali vyšším napätiam pri teplotách až do 250- 300°C. Všetky vzácne zeminy majú obmedzenú rozpustnosť v Mg, čím spĺňajú jednu z podmienok vytvrditeľnosti starnutím a majú relatívne dobrú odlievateľnosť [Mordike 02].

Vzácne zeminy (RE) sa vyskytujú prirodzene ako mix prvkov v monazite alebo bastnasite zemskej kôry [Ferro 98]. Tieto minerály obsahujú vzácne zeminy približne v takomto zložení: 50%Ce, 30%La, 15%Nd a 5%Pr a nazývajú sa Mischmetal (MM). Niekedy je mix vzácnych zemín tvorený predovšetkým neodýmom a praseodýmom

(napr. 80%Nd a 20%Pr), táto zmes sa označuje ako didymium (Di alebo Dm) [Mordike 02]. Vlastnosti RE môžu byť rozdelené do dvoch skupín: skupina takzvaných „ľahkých“ (La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu) a „ťažkých“ (Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu) vzácnych zemín. Tieto dve skupiny sa odlišujú v počte valenčných elektrónov a majú rôznu zlievateľnosť s horčíkom [Ferro 98, Mordike 02].

Rozpustnosť v tuhom stave prvkov so skupiny ľahkých RE v horčíku je značne nižšia ako rozpustnosť v tuhom stave prvkov skupiny ťažkých RE. Pri rozpade presýteného tuhého roztoku Mg s prvkami skupiny ľahkých RE nebola pozorovaná inkubačná doba prechodu medzi semikoherentnými a nekoherentnými Guinier-Prestonovými zónami (GP). Prvky skupiny ľahkých RE majú vplyv na rýchle vytvrdenie tuhého roztoku, zatiaľ čo prvky skupiny ťažkých RE sú vhodnejšie pre zliatiny vytvrditeľné starnutím. Použitie RE umožňuje vytvrdzovanie v tuhom roztoku aj precipitačné vytvrdzovanie. Intermetalické fázy vykazujú nízku difúzivitu a dobrú koherenciu s maticou a vytvárajú teplotne stabilné precipitáty, ktoré zabezpečujú pevnosť pri vyšších teplotách a odolnosť voči tečeniu [Mordike 02, Ferro 98].

Zvýšenie schopnosti precipitačného vytvrdenia zliatin na báze Mg-RE pri zvýšených teplotách sa všeobecne dosahuje pridaním väčšieho množstva RE, čím sa dosiahne prekročenie medze maximálnej rozpustnosti RE v Mg. Zvýšený obsah prímеси RE spôsobuje pri umelom starnutí hojnú precipitáciu intermetalických fáz prednostne na hraniciach zŕn. Precipitáty veľmi efektívne zabraňujú migrácii hraníc zŕn, ktorá je pri zvýšených teplotách bežná u čistého Mg a zliatin Mg-Al [Roberts 60].

Tabuľka 3.2 Precipitačný proces systému Mg-Nd.

Zliatina	Precipitačný proces				
Mg-RE (Nd)	Presýtený tuhý roztok	GP zóna koherentný precipitát (Mg-Nd) doštičky $\parallel \{10\bar{1}0\}_{Mg}$	β'' Mg_3Nd_7 hcp DO ₁₉ supermriežka doštičky $(0001)_{\beta''} \parallel (0001)_{Mg}$ $\{10\bar{1}0\}_{\beta''} \parallel \{10\bar{1}0\}_{Mg}$	β' Semikoherentný precipitát Mg_3Nd fcc doštičky $a=0,736nm$ $(001)_{\beta'} \parallel (0001)_{Mg}$ $(\bar{1}1\bar{1})_{\beta'} \parallel [\bar{2}110]_{Mg}$	β Nekoherentný precipitát $Mg_{12}Nd$ bct $a=1,03nm$ $c=0,593$

Precipitačné procesy v systémoch Mg-RE sú obyčajne zložité (tab. 3.2) a spoločným rysom väčšiny z nich je, že v určitom štádiu precipitácie dochádza k tvorbe precipitátu s hexagonálnou usporiadanou štruktúrou DO₁₉, ktorá je koherentná s mriežkou horčíka.

Precipitáty sa tvoria vo forme doštičiek alebo diskov paralelných k smerom $\langle 0001 \rangle_{Mg}$, ktoré ležia pozdĺž rovín $\{10\bar{1}0\}_{Mg}$ a $\{11\bar{2}0\}_{Mg}$ [Polmear 92, Mordike 02].

RE v horčikových zliatinách prispievajú tiež k zjemneniu zrna a zlepšujú pevnosť, ťažnosť, húževnatosť, zvárateľnosť, obrobitelnosť a koróznou odolnosť [Ferro 98, Mordike 02, Roberts 60].

Prítomnosť striebra v Mg-RE zliatinách zlepšuje pevnosť pri izbových teplotách. Najpoužívanejšou zliatinou je QE22 (Mg-2.5hm.%Ag-2hm.%RE(Nd)-0.7hm.%Zr), ktorá má vysokú pevnosť a medzu sklzu v ťahu s výbornými vlastnosťami pri teplotách do 200°C. Zliatina QE22 sa dobre odlieva, má dobrú zrnčitosť, ale vyžaduje úpravu rozpúšťacím žíhaním a umelým starnutím pre dosiahnutie lepších mechanických vlastností [Polmear 92, Ferro 98].

Na zjemnenie zrna sa do zliatin Mg-RE pridáva Zr. Tieto zliatiny majú vynikajúcu odolnosť voči tečeniu a rovnako aj výborné vlastnosti v ťahu pri teplotách 150-260°C [Roberts 60, Ferro 98]. Príkladom je EK30 (Mg-3hm.%RE -0.7hm.%Zr), EK41 (Mg-4hm.%RE -1hm.%Zr), ktorých koróznou odolnosť je vyššia ako koróznou odolnosť zliatin Mg-Al [Roberts 60].

Pridaním Zn dosiahneme ďalšie zvýšenie pevnosti zliatin Mg-RE. Príkladom je zliatina ZE33 (Mg-2,5hm.%Zn-3hm.%RE-0.6hm.%Zr), ktorá má dobrú pevnostnú stabilitu pri teplotách až do 250°C ale horšiu odlievateľnosť zložitejších tvarov. Najpoužívanejšou zliatinou so zinkom je ZE41 (Mg-4,2hm.%Zn-1,3hm.%Ce-0.6hm.%Zr), ktorá má vyššiu medzu sklzu (vďaka vyššiemu obsahu Zn) a horšiu odlievateľnosť v porovnaní so ZE33. Ďalšie zvýšenie pevnosti môže byť dosiahnuté zvýšením obsahu Zn, avšak vyšší obsah Zn spôsobuje krehkosť a znižuje rozpúšťaciu teplotu [Polmear 92, Roberts 60, Ferro 98].

Zliatiny typu Mg-Y majú vysokú pevnosť a medzu sklzu v ťahu pri zvýšených teplotách a dobrú odolnosť proti tečeniu pri teplotách až do 300°C. Koróznou odolnosť tepelne spracovaných Mg-Y zliatin je vyššia ako u iných horčikových zliatin a porovnateľná s hliníkovými zliatinami na odliatky. Čisté Y je drahé a ťažko zlievateľné s Mg, preto sa používa lacnejší mix ťažkých vzácnych zemín, v ktorom sa spravidla Y nachádza. Prvou komerčne dostupnou zliatinou bola WE54 (Mg-5.25hm.%Y-3,5hm.%RE(1,5-

2hm.%Nd)-0.45hm.%Zr), ktorá pri vysokých teplotách nestráca svoje vlastnosti; alternatívnou zliatinou je WE43 (Mg-4hm.%Y-2,25hm.%Nd-1hm.%RE_{ťažké}-0.4hm.%Zr), ktorá má porovnateľné vlastnosti ako WE54 aj napriek nižšiemu obsahu Y a RE [Polmear 92, Ferro 98]. Zliatiny WE54 a WE43 sa dobre odlievajú, majú dobrú znáčovosť, ale vyžadujú úpravu rozpúšťacím žíhaním a umelým starnutím pre dosiahnutie lepších mechanických vlastností [Polmear 92, Ferro 98].

3.3 Využitie horčíkových zliatin

Zliatiny horčíka sa uplatňujú prevažne v leteckom priemysle a v raketovej technike (napr. páky a pedály riadenia, bubny podvozkových kolies, armatúry olejových a palivových sústav, skrine prístrojov, rámy sedadiel, menšie výstupy a rozpery, skrine kompresorov leteckých turbínových motorov). Zo zliatin horčíka sa odlievajú súčasti nielen s veľmi malou hrúbkou stien, ale aj mimoriadne tvarovo zložité súčiastky. Použitie zliatin horčíka je veľmi významné aj v ďalších odvetviach. Typickým príkladom je automobilový priemysel - náhrada súčiastok tradične vyrábaných z oceli alebo hliníkových zliatin súčiastkami zo zliatin horčíka vedie ku zníženiu celkovej hmotnosti vozidla a tým aj k zníženiu spotreby pohonných hmôt a škodlivých emisií (príkladom sú prístrojové dosky, kryty ventilov a hláv valcov, skrine spojok a prevodoviek, brzdové a spojkové pedály, disky kolies, rámy sedadiel). Ďalej môžeme horčíkové zliatiny nájsť v mobilnej elektronike (notebooky, telefóny, fotoaparáty, MP3 prehrávače), športových potrebách (rámy koliesok u kolieskových korčúl, rámy okuliarov, bicyklov), či v úžitkových predmetoch [Friedrich 06, Ustohal 01].

Zliatiny horčíka sa používajú, vďaka svojmu vysokému elektródovému potenciálu, aj ako ochranné anódy ušľachtilých konštrukčných kovov proti korózii (napr. ochrana veľkých oceľových konštrukcií, potrubí, skladovacích nádrží). Pri zapojení v uzatvorenom elektrickom okruhu pôsobí horčík ako anóda, ktorá sa rozpadá rýchlejšie ako ušľachtilý kov, ktorý pôsobí ako katóda. Horčík je atraktívny aj v oblasti výroby suchých batérií vďaka svojej nízkej hmotnosti a aktívnemu anódovému potenciálu [Roberts 60].

4 Využitie metódy hodnotenia deformačného chovania a mikroštruktúrnej charakteristiky

Počas experimentálneho spracovania boli na hodnotenie deformačného chovania skúmaného materiálu využité mechanické deformačné skúšky ťahom a tlakom s konštantnou rýchlosťou stroja a dynamické skúšky rázom v ohybe. Východiskový stav mikroštruktúry materiálu, rovnako ako aj stav po deformácii, bol vyhodnocovaný pomocou svetelnej mikroskopie a rastrovacej elektrónovej mikroskopie. Popis jednotlivých metód je rozobraný v nasledovných kapitolách.

4.1 Deformačné testy

Na deformáciu v ťahu bola použitá aparátúra Instron 1195, na deformáciu v tlaku aparátúra Instron 1186, obe s digitálnym zberom dát pomocou počítača a špeciálne vyvinutého software. Rovnaké experimentálne zariadenie bolo využité aj na deformácie pomocou napäťových relaxácií.

4.1.1 Deformácia ťahom a tlakom

Pri jednoosej deformačnej skúške ťahom alebo tlakom sa priečnik deformačného stroja pohybuje konštantnou, vopred zvolenou rýchlosťou. Počas deformácie dochádza k snímaniu údajov zaťažujúcej sily v závislosti na čase. So získaných údajov sa po ukončení experimentu vynesie závislosť napätia na deformácii (σ - ϵ). Ďalej sa vyhodnocujú deformačné charakteristiky (medza sklzu, maximálne napätie, deformácia do lomu). Pri spracovaní dát je možné použiť metódu výpočtu závislosti zmluvného napätia s na zmluvnej deformácii e alebo závislosti skutočného napätia σ na skutočnej deformácii ϵ .

V tejto práci je pre výpočet kriviek napätia v ťahu aj v tlaku použitá metóda výpočtu závislosti skutočného napätia σ na skutočnej deformácii ϵ .

$$\sigma = \frac{P}{A_s} \quad (4.1)$$

$$\varepsilon = \int_{l_0}^l \frac{dl}{l} = \ln \frac{l}{l_0} \quad (4.2)$$

kde P je zaťažujúca sila, A_s je prierez vzorky, l_0 je počiatočná aktívna dĺžka vzorky, l je dĺžka vzorky po deformácii [Kuhn 00].

Deformačné skúšky prebiehali pri rôznych teplotách od RT do 300°C s krokom 50°C. Deformácie pri vyšších teplotách prebiehali v regulovateľnej odporovej peci, do ktorej bola u experimentov prebiehajúcich pri teplotách 250°C a vyšších privádzaná ochranná argónová atmosféra. Deformačné skúšky v ťahu boli prerušené lomom vzorky pri všetkých deformačných teplotách. U tlakových skúšok boli deformácie prerušené lomom vzorky pri teplotách do 150°C. Skúšky nad teplotou 150°C boli prerušené pri deformácii ~ 0.3 pretože nad touto hodnotou ε sa nepredpokladá jednoosá deformácia.

4.1.2 Napätové relaxácie

Metóda napätových relaxácií (NR) je jednou z deformačných metód, ktorá umožňuje štúdium tepelne aktivovaných procesov. Z kriviek relaxácie sa dajú priamo určiť parametre ako napr. parameter napätovej citlivosti, termická a atermická zložka deformačného napätia a aktivačný objem.

Princíp napätových relaxácií spočíva v tom, že vzorka je deformovaná do určitej hodnoty napätia σ_0 , ktorému odpovedá deformácia ε_0 , deformácia sa zastaví (bez odťazenia vzorky) a zaznamenáva sa pokles napätia s časom $\sigma(t)$. Tento postup sa opakuje v intervale medzi medzou sklzu a medzou pevnosti skúmaného materiálu.

Napätové relaxácie sú často analyzované za predpokladu, že rýchlosť plastického tečenia pri napätovej relaxácii je priamo úmerná rýchlosti s akou napätie pri relaxácii ubúda [Trojan 02, Dotsen 79]

$$\dot{\varepsilon} = -\frac{\dot{\sigma}}{N} \quad (4.3)$$

kde N je kombinovaný modul stroja a vzorky. Všetky teoretické popisy napäťových relaxácií vychádzajú z tejto obcej diferencálnej rovnice za predpokladu určitej napäťovej závislosti rýchlosti plastického tečenia $\dot{\epsilon}_t$. Z Orowanovej rovnice plynie

$$\dot{\epsilon}_t = (1/M)\rho_m bv \quad (4.4)$$

kde M je Taylorov faktor, ρ_m je hustota pohyblivých dislokácií a v ich stredná rýchlosť. Môžeme vidieť, že napäťová závislosť $\dot{\epsilon}_t$ je daná napäťovou závislosťou ρ a v . Pre napäťové relaxácie sa často používa predpoklad, že hustota pohyblivých dislokácií je počas relaxácie konštantná. Ak predpokladáme, že k pohybu dislokácií dochádza pomocou tepelných fluktuácií, potom pre rýchlosť plastického tečenia platí [Trojan 02, Dotsen 79]

$$\dot{\epsilon}_t = \dot{\epsilon}_0 \exp\left[-\frac{\Delta G(\sigma^*)}{kT}\right] \quad (4.5)$$

kde $\dot{\epsilon}_0$ je predexponenciálny faktor zahrnujúci strednú dĺžku, ktorú dislokácia prejde pri jednej tepelne aktivovanej udalosti, frekvenčný faktor a geometrický faktor; k je Boltzmanova konštanta; T je teplota a $\Delta G(\sigma^*)$ je zmena Gibbsovej voľnej entalpie závisiacej na efektívnom napätí σ^* [Trojan 02, Dotsen 79]

$$\sigma^* = \sigma - \sigma_i \quad (4.6)$$

kde σ_i je vnútorné napätie. Ak pre napäťovú závislosť voľnej entalpie použijeme jednoduchý vzťah

$$\Delta G(\sigma^*) = \Delta G_0 - V\sigma^* \quad (4.7)$$

kde V je aktivačný objem, potom z kombinácie rovníc (4.3), (4.5) a (4.7) dostaneme [Trojan 02, Dotsen 79, Hamer 92]

$$-\dot{\sigma} = M\dot{\epsilon}_0 \exp\left[-\frac{\Delta G_0 - V\sigma^*}{kT}\right] \quad (4.8)$$

Zlogaritmovaním tejto rovnice dostaneme

$$\ln(-\dot{\sigma}) = \ln(M\dot{\epsilon}_0) - \frac{\Delta G_0}{kT} + \frac{V\sigma^*}{kT} \quad (4.9)$$

Integrácia vzťahu (4.8) vedie k známej Felthamovej rovnici

$$\Delta\sigma(t) = \sigma_0 - \sigma(t) = \alpha \ln(\beta t + 1) \quad (4.10)$$

kde σ_0 je štartovacie napätie napäťovej relaxácie v čase $t=0$, [Trojan 02, Dotsen 79, Hamer 92]

$$\alpha = kT/V \quad (4.11)$$

a

$$\beta = \frac{M\dot{\epsilon}_0 V}{kT} \exp\left[-\frac{\Delta G_0 - V\sigma^*(0)}{kT}\right] = \frac{M\dot{\epsilon}_t(0)}{\alpha} \quad (4.12)$$

kde $\dot{\epsilon}_t(0)$ je rýchlosť plastického tečenia na začiatku relaxácie. Ak budú splnené dva zjednodušujúce predpoklady, za ktorých sa obvykle napäťové relaxácie študujú, t.j. hustota pohyblivých dislokácií sa nemení a vnútorne napätie zostáva konštantné (inými slovami, počas relaxácie nedochádza k spevneniu alebo odpevneniu), ďalšia deformácia nadväzujúca na napäťovú relaxáciu by mala začínať pri rovnakom napätí, pri ktorom začala predchádzajúca relaxácia [Trojan 02].

Tepelne aktivované procesy môžu byť charakterizované parametrom napäťovej citlivosti rýchlosti plastického tečenia n , ktoré súvisí s aktivačným objemom jednoduchým vzťahom [Trojan 02]

$$n = \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sigma^*} \right)_T \quad (4.13)$$

$$nkT = V\sigma^* \quad (4.14)$$

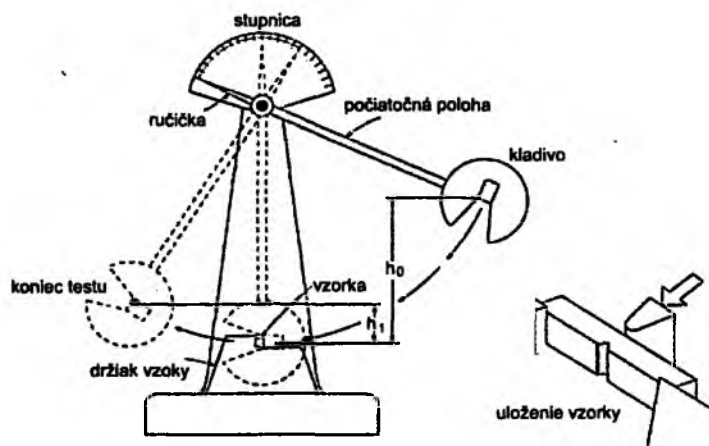
Metóda napäťových relaxácií bola použitá na štúdium mikroprocesov plastickej deformácie pri rôznych deformačných rýchlostiach a teplotách u horčíkovej zliatiny Mg-0,7obj.%Nd.

4.2 Rázové testy

Rázové skúšky ohybom boli prevedené Charpyho kladivom (obr. 4.1) v súlade s normou STN EN 10 045-1. Princíp spočíva v prerazení skúšobného telesa s vrubom, ktoré je umiestnené na dvoch podperách skúšobného stroja, jediným úderom kladiva s energiou 25 J (vrub je umiestnený na odvrátenej strane úderu). Údaj o vykonanej práci je odčítaný zo stupnice skúšobného stroja a platí pre ňu nasledovný vzťah

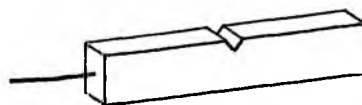
$$E = m_k \cdot g \cdot (h_0 - h_1) \quad (4.15)$$

kde m_k je hmotnosť kladiva, g je gravitačné zrýchlenie, h_0 je výška počiatočnej polohy kladiva a h_1 je konečná výška polohy kladiva po prerazení skúšobného telesa.



Obr. 4.1 Skúšobné zariadenie na rázové skúšky ohybom - Charpyho kladivo a umiestnenie vzorky.

Skúšky rázom v ohybe boli vykonávané pri teplotách RT, 100°C, 200°C a 300°C. Ohrev skúšobných telies na jednotlivé teploty bol uskutočnený v elektrickej komorovej peci. Pre meranie teploty bol používaný Cu-Ko termočlánok umiestnený na jednej strane skúšobného telesa. Umiestnenie termočlánku pre meranie aktuálnej teploty je na obr. 4.2. Termoelektrické napätie ohriateho skúšobného telesa zaznamenával digitálny multimeter Agilent 34401A v mV. Presná hodnota elektrického napätia, pri ktorej skúška rázom v ohybe prebiehala, bola odčítavaná z digitálneho multimetra a výsledná hodnota teploty určená z kalibračnej krivky termočlánku.



Obr. 4.2 Umiestnenie termočlánku v skúšobnej vzorke.

4.3 Metalografická analýza

Na skúmaných materiáloch bola prevedená metalografická analýza s použitím svetelného mikroskopu OLYMPUS IX70 (pozorovania v svetlom poli) a NEOPHOT 21 (pozorovania v polarizovanom svetle). Metalografická analýza poskytuje dôležité informácie o množstve, veľkosti a spôsobe rozloženia základných štruktúrnych zložiek, veľkosti zrna, pórovitosti materiálu atď. Priprava a odber vzoriek sa riadi účelom pozorovania pričom nesmie dôjsť k zmene štruktúry vplyvom deformácie alebo ohrevu.

Vzorky na pozorovanie pomocou svetelného mikroskopu boli pripravené mechanickým brúsením na rotujúcich brúsnych papieroch so zrnitosťou 600, 1200 a 2400 za mokra; nasledovalo leštenie na rotujúcich textilných kotúčoch napustených diamantovými suspenziami s veľkosťou 3 μm a 1 μm pri pomalých otáčkach s malou prítlačnou silou. Kotúč bol počas leštenia máčaný roztokom etylalkoholu a glycerínu v pomere (8:2). Na zviditeľnenie mikroštruktúry bolo použité leptadlo Glycol (72 ml etylalkohol, 24 ml H_2O , 1 ml HNO_3) s dobou pôsobenia od 20s do 75s; alebo 1% Nital (1ml HNO_3 , 100 ml etanol) s dobou pôsobenia +/-30s. Druh leptadla bol vyberaný v závislosti od leptaného materiálu a potreby zviditeľniť jednotlivé mikroštruktúrne zložky, prípadne bola použitá ich kombinácia.

Vyhodnocovanie mikroštruktúry po hlbokom leptaní (kap. 7.1.1) bolo vykonané na riadkovacom elektrónovom mikroskope Tesla BS 343. Pred hlbokým leptaním boli vzorky pripravené klasickým postupom metalografickej prípravy – brúsením a leštením.

Hlboké leptanie sa uskutočnilo elektrolyticky pomocou prístroja Polectrol. Leptadlo bolo pripravené z roztoku 360 ml kyseliny fosforečnej (H_3PO_4) a 640 ml etylalkoholu. Vzorka bola leptaná pri plošnej hustote prúdu $i = 0,05 \text{ mA} \cdot \text{cm}^{-2}$ a napätí $U = 0,7 \text{ V}$.

4.4 Analýza mikromechanizmov porušenia

Mikrofraktografické vyhodnocovanie mikromechanizmov porušovania skúmaných materiálov bolo realizované za pomoci riadkovaceho elektrónového mikroskopu (REM) Tesla BS 343. Pre mikrofraktografické hodnotenie sa používajú časti lomov skúmaného materiálu buď tesne po deformačnej skúške alebo po dôkladnom očistení povrchu od prachových častíc, rozpúšťadiel, mastnôt, vlhkosti a korózných splodín. Nečistoty zhoršujú kvalitu vákua mikroskopu prípadne majú nízku elektrickú vodivosť a pri

interakcii nečistôt s elektrónovým lúčom dochádza k ich elektrickému nabíjaniu a tým k zhoršovaniu kvality obrazu.

REM je jednou z metód skúmania štruktúry materiálu, u ktorej dochádza k postupnému vytváraniu obrazu (bod po bode) prostredníctvom ostro fokusovaného zväzku elektrónov dopadajúceho na povrch sledovanej vzorky. V mieste dopadu dochádza k interakcii elektrónov so vzorkou a emisii množstva signálov využívaných na vytvorenie obrazu. Pri pozorovaní lomových plôch sa využívajú sekundárne emitované elektróny, ktoré vytvárajú obraz charakterizujúci predovšetkým topografiu povrchu vzorky pri vysokej rozlišovacej schopnosti.

5 Ciele práce

Predkladaná práca má nasledovné ciele:

- 1) Zhrnúť a kriticky zhodnotiť výsledky získané pri štúdiu zliatiny Mg-0,7hm.%Nd, a kompozitov na báze horčíkovej zliatiny AZ91 s pridaním: a) 20obj.% krátkych saffilových vlákien, b) 5obj.% krátkych saffilových vlákien a 15obj.%SiC častíc, c) 3hm.%Si a 10obj.% SiC častíc.
- 2) Skúmať deformačné charakteristiky a fyzikálne procesy prebiehajúce pri plastickej deformácii jednoosým ťahom a tlakom, a po rázových skúškach ohybom.
- 3) Študovať mikromechanizmy porušovania jednotlivých materiálov pomocou riadkovej elektrónovej mikroskopie.
- 4) Analyzovať mikroštruktúru svetelnou mikroskopiou.
- 5) Nájsť spojitosti medzi charakteristikami plastickej deformácie a mikroštruktúrou študovaných materiálov.

6 Experimentálny materiál

Nasledujúca kapitola obsahuje popis experimentálneho materiálu skúmaného v predkladanej práci, spôsob prípravy materiálu, použité tepelné spracovanie, stručnú mikroštruktúrnú charakteristiku, spôsob výroby vzoriek pre jednotlivé experimenty a ich tvar a rozmery.

6.1 Kompozity na báze zliatiny AZ91

Kompozity na báze zliatiny AZ91 boli pripravované infiltráciou taveniny o teplote okolo 690°C do predhriatej predformy (cca 600°C) obsahujúcej rovnomerne rozmiestnenú spevňujúcu fázu (Saffilové vlákna (δ -Al₂O₃), SiC častice alebo ich kombináciu). Saffilové vlákna boli náhodne orientované v rovnobežných rovinách. Stredný priemer vlákien po odlievaní bol 3-5μm a dĺžka ~80μm. Stredná veľkosť SiC častíc v kompozitoch bola 10-20μm u kompozitu AZ91 Hybrid a 20-30μm u kompozitu AZ91 SiC častice.

V liatom stave sa u zliatin Mg-Al tvorí v okolí hraníc zŕn γ -fáza Mg₁₇Al₁₂, ktorá najčastejšie vzniká pri pomalom ochladzovaní po liati do pieskových alebo trvalých foriem. Táto fáza sa rozpúšťa pri žihaní na ~430°C, s následným zakalením a umelým starnutím môžeme očakávať precipitačné vytvrdenie [Polmear 92]. Pri rozpade presýteného tuhého roztoku dochádza priamo k vzniku rozptýlených hrubých stabilných γ precipitátov bez predchádzajúceho vytvrdenia Guinier-Prestonovými zónami alebo prechodovým precipitátom. Navyac môže γ -fáza vytvárať diskontinuálny precipitát, ktorý vytvára hrubé bunky rozptýlené od hraníc zŕn. Schopnosť precipitačného vytvrdzovania týchto zliatin je však malá [Polmear 92].

Mikroštruktúra zliatiny AZ91, ktorá predstavuje maticu skúmaných kompozitov, je tvorená polyedrickými zrnami tuhého roztoku Al v Mg (δ -fáza), fázou Mg₁₇Al₁₂ (γ -

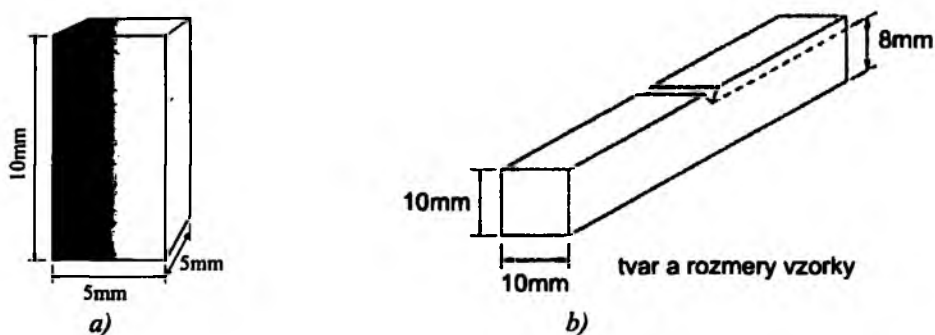
fáza) a lamelárnym diskontinuálnym precipitátom ($\gamma+\delta$). V mikroštruktúre kompozitov s matricou AZ91 sú vidieť jednotlivé zložky spevňujúcej fázy v závislosti od pozorovaného kompozitu a to: Saffilové vlákna ($\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$), SiC častice alebo ich kombinácia. Jednotlivé kompozity boli pre jednoduchosť pomenované ako Saffil, SiC častice a Hybrid. Nominálne chemické zloženie zliatiny AZ91 je uvedené v tab. 6.1. Objemový podiel spevňujúcich fáz v jednotlivých kompozitoch je nasledovný: Saffil – 20obj.% Saffilových vlákien; Hybrid – 5obj.% Saffilových vlákien a 15obj.% SiC častic; SiC častice – 10obj.% SiC častic.

Tabuľka 6.1 Nominálne chemické zloženie zliatiny AZ91.

Prvok	Al	Zn	Mn	Co	Ni	Mg
hmot.%	8,5-9,5	0,45-0,9	0,17-0,4	max 0,025	max 0,001	zvyšok

V prípade kompozitu s SiC časticami je matrica zliatiny AZ91 obohatená 3hm.% Si, ktorý v matrici vytvára fázu Mg_2Si . Podrobnejší rozbor mikroštruktúry bude diskutovaný v kap. 7.1.1.

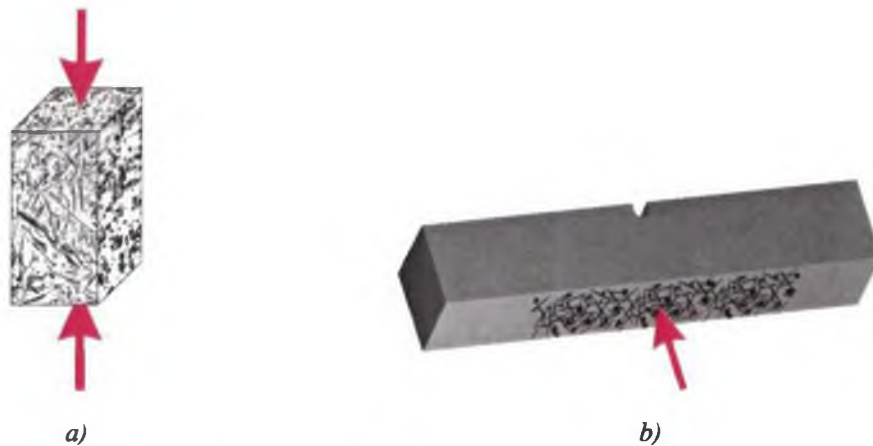
Z jednotlivých kompozitných materiálov boli vyrobené experimentálne vzorky pre tlakové deformačné skúšky s rozmermi $5 \times 5 \times 10 \text{mm}^3$ (obr. 6.1a) a vzorky pre rázové skúšky ohybom s rozmermi $10 \times 10 \times 55 \text{mm}^3$ (obr. 6.1b) s U-vrubom o hĺbke 2mm.



Obr. 6.1 Tvar a rozmery vzorky pre a) deformačné tlakové skúšky ($5 \times 5 \times 10 \text{mm}^3$), b) rázové skúšky ohybom ($10 \times 10 \times 55 \text{mm}^3$) s U-vrubom.

Vzorky boli pripravované rezaním pomocou vodného lúča a následným brúsením tak, aby rovnobežné roviny vlákien boli orientované v smere pôsobiaceho napätia pri deformácii tlakom a kolmo na pôsobiaci náraz pri rázových skúškach. Detail rozmiestnenia vlákien vo vzorkách je uvedený na obr. 6.2. Vrub a otvor na umiestnenie termočlánku na rázových vzorkách boli vyrobené pomocou elektroiskrového obrábania. Vzorky boli pred skúškami podrobené tepelnému spracovaniu T6 v ochrannnej argónovej

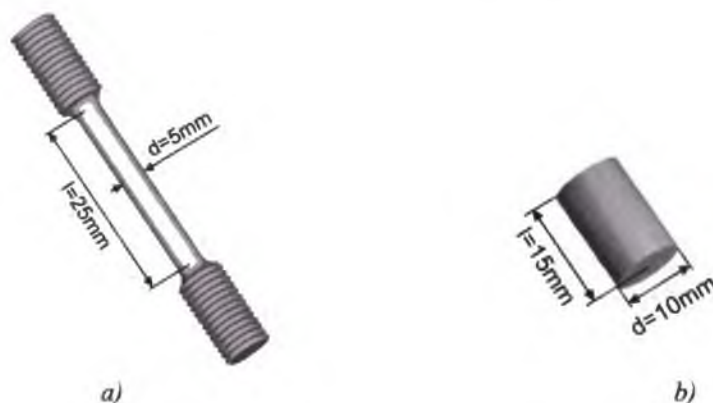
atmosfére (homogenizačné žižhanie 18h na teplote 413°C a precipitačné žižhanie 8h na teplote 168°C) [ASM 99].



Obr. 6.2 Schéma rozloženia Saffilových vlákien vo vzorkách a ich orientácia vzhľadom k pôsobiacemu namáhaniu - a) pre tlakové skúšky, b) pre rázové skúšky ohybom.

6.2 Zliatina Mg-0,7hm.%Nd

Zliatina Mg-Nd sa používa ako pred-zliatina pri výrobe zliatin so vzácnymi zeminami ako napr. QE22, WE54 a iných. V tejto práci bola použitá experimentálna zliatina horčička s 0,7hm.% neodymu, pripravovaná liatím do formy. Odliaty ingot bol podrobený tepelnému spracovaniu označovanému T6 v ochrannej argónovej atmosfére (rozpušťačie žižhanie 5h na teplote 525°C s následným chladením do vody; umelé starnutie 8h na teplote 204°C) [ASM 99]. Z tepelne spracovaného materiálu boli klasickými metódami (rezanie, sústruženie, brúsenie) vyrobené vzorky pre ťahové aj tlakové skúšky. Tvar vzoriek a ich rozmery sú uvedené na **obr. 6.3**. Paralelné plochy vzoriek pre tlakové skúšky boli vyrobené s vysokou presnosťou, aby bola splnená podmienka jednoosového namáhania pri deformačnej skúške.



Obr. 6.3 Tvar a rozmery experimentálnych vzoriek so zliatiny Mg-0,7hm.%Nd: a) pre ťahové skúšky, b) pre tlakové skúšky.

Mikroštruktúra zliatiny Mg-0,7obj.%Nd bola tvorená veľkými polyedrickými zrnami tuhého roztoku Nd v Mg s jemnými precipitátmi vylúčenými prevažne na hraniciach zrn.

7 Experimentálne výsledky a diskusia

7.1 Kompozity na báze horčíkovej zliatiny AZ91

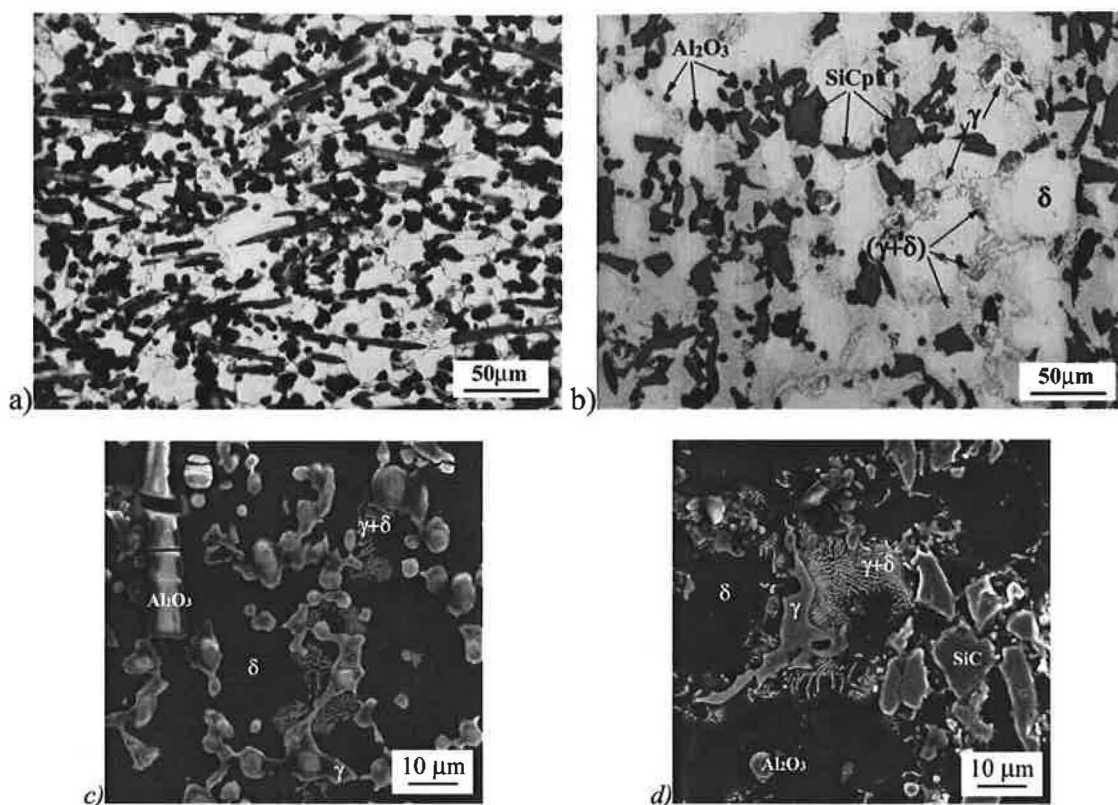
Na vzorkách z kompozitov AZ91 – Saffil, Hybrid a SiC častice boli vykonané: a) tlakové skúšky na deformačnej aparatúre Instron 1186 s konštantnou rýchlosťou stroja pri teplotách od RT (izbová teplota $\sim 23^{\circ}\text{C}$) do 300°C s krokom 50°C a počiatočnou deformačnou rýchlosťou $8,3 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$; b) rázové skúšky ohybom na Charpyho kladive pri teplotách od RT do 300°C s krokom 100°C a energiou kladiva 25J. Výsledky deformačných skúšok sú prezentované vo forme deformačných kriviek skutočného napätia na skutočnej deformácii (σ - ϵ), pričom medza sklzu bola stanovená ako 0,2% deformácie. Výsledkom rázových skúšok ohybom sú závislosti vrubovej práce KCU na teplote a fraktografické hodnotenie mikromechanizmov porušovania jednotlivých mikroštruktúrnych zložiek.

Mikroštruktúra východzieho stavu materiálu po tepelnom spracovaní T6 a charakterizácia jednotlivých fáz obsiahnutých v kompozite bola podrobne vyhodnotená pred deformačnými experimentmi pomocou svetelnej a elektrónovej riadkovej mikroskopie (REM).

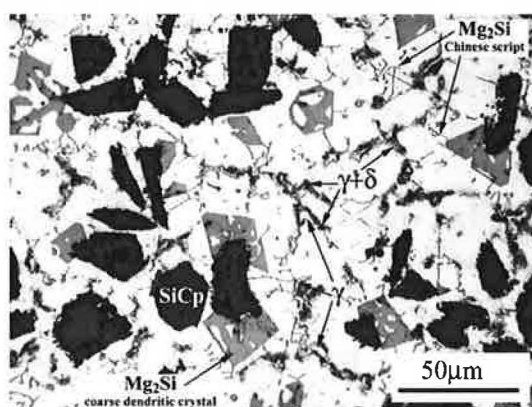
7.1.1 Základný stav mikroštruktúry kompozitu AZ91 po tepelnom spracovaní T6

Mikroštruktúra horčíkovej zliatiny AZ91 pozostáva z polyedrických zŕn δ -fázy (tuhý roztok Al v Mg), γ -fázy (intermetalická fáza $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$) a diskontinuálneho precipitátu tvoreného lamelami ($\gamma+\delta$)-fázy. Mikroštruktúra a morfológia diskontinuálneho precipitátu korešponduje s pozorovaniami Crawleyho a Millikena [Craw 74] precipitačnej morfológie zliatiny AZ91 po starnutí. γ -fáza je vylúčená na hraniciach zŕn, u kompozitných materiálov dochádza k jej vylučovaniu aj v okolí spevňujúcej fázy.

K vylučovaniu diskontinuálneho precipitátu dochádza na hraniciach zŕn, v okolí γ -fázy ale aj v okolí spevňujúcej fázy kompozitov. Na **obr. 7.1** sú detaily mikroštruktúry skúmaných kompozitov AZ91 – Saffil a Hybrid, ktoré obsahujú planárne náhodne orientované saffilové vlákna a v prípade Hybridu aj náhodne rozmiestnené SiC častice.



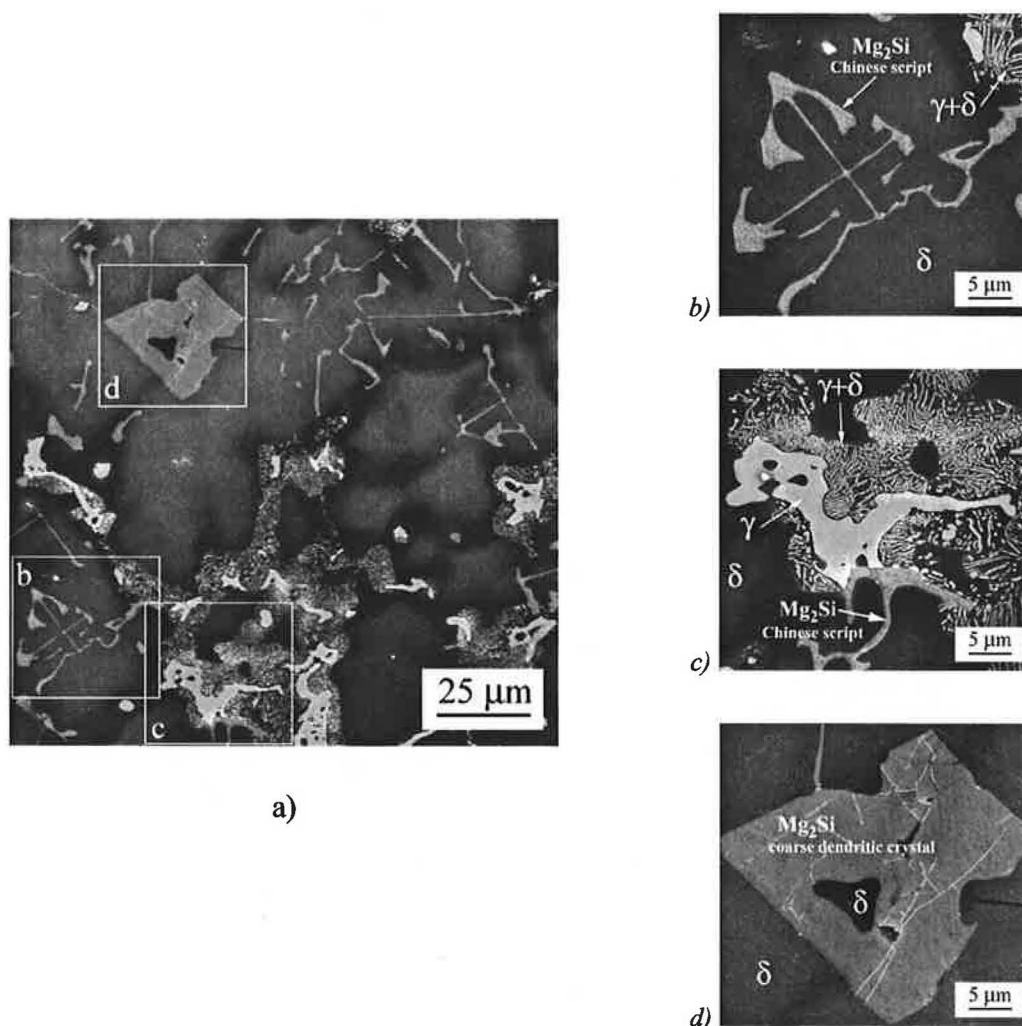
Obr. 7.1 Mikroštruktúra základného stavu experimentálneho materiálu po tepelnom spracovaní T6 (svetelná mikroskopia) – a) kompozit AZ91 Saffil, b) kompozit AZ91 Hybrid. Detail mikroštruktúry z a), b) s popisom jednotlivých štruktúrnych zložiek v kompozitoch AZ91 (REM) – c) Saffil, d) Hybrid.



Obr. 7.2 Mikroštruktúra základného stavu kompozitu AZ91 SiC častice po tepelnom spracovaní T6 (svetelná mikroskopia).

Mikroštruktúra kompozitu AZ91 s 3obj.%Si a SiC časticami po tepelnom spracovaní T6 je uvedená na **obr. 7.2**. Po pridaní kremíka do taveniny sa v matrici tvorí fáza Mg_2Si .

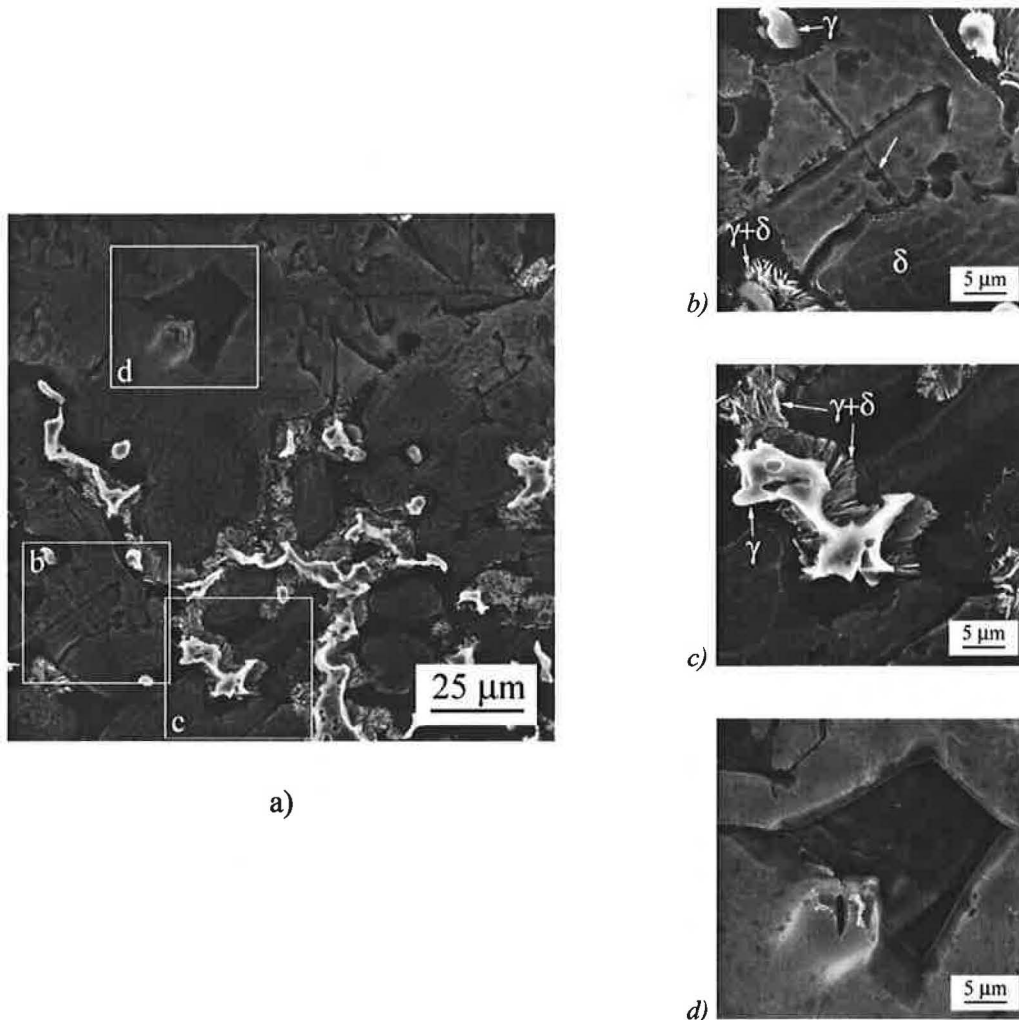
Prítomnosť fázy Mg_2Si neovplyvňuje vylučovanie a rozloženie jednotlivých fáz v mikroštruktúre základnej zliatiny AZ91, ako je dokumentované na **obr. 7.3**. Jiang a kol. [Jiang 05] pozorovali, že pridaním Si do matrice AZ91 vznikajú primárne dendrity Mg_2Si fázy (**obr. 7.3d**) a tenké eutektické častice Mg_2Si nazývané Čínske písmo (**obr. 7.3b**). Fáza Mg_2Si sa vyskytuje obyčajne vo vnútri zŕn δ -fázy, v dendritoch Mg_2Si sa často vyskytujú ostrovčeky zachytenej δ -fázy (**obr. 7.2, 7.3d**).



Obr. 7.3 Details mikroštruktúry kompozitu AZ91 SiC častice (leptané Glycolom): a) celkový pohľad, b) detail Čínskeho písma, c) detail γ -fázy a diskontinuálneho precipitátu ($\gamma+\delta$), d) detail primárneho dendritu Mg_2Si so zachytenou δ -fázou vo vnútri dendritu. (REM)

Pre podrobnejšiu analýzu mikroštruktúry a odhalenie trojrozmerného tvaru Mg_2Si fázy bola vzorka z **obr. 7.3** podrobená hlbokému leptaniu (podmienky leptania sú uvedené v **kap. 4.3**). Na **obr. 7.4** sú vyobrazené rovnaké miesta ako na **obr. 7.3** po hlbokom leptaní. Môžeme vidieť, že fáza Mg_2Si sa odleptávala omnoho rýchlejšie ako zvyšok mikroštruktúry (**obr. 7.4b,d**), najodolnejšia bola γ -fáza a lamely diskontinuálneho

precipitátu tvorené γ -fázou (obr. 7.4a,c). Dendrity Mg_2Si fázy sa odleptávali veľmi nehomogénne vďaka δ -fáze zachytenej vo vnútri dendritov (obr. 7.5b).

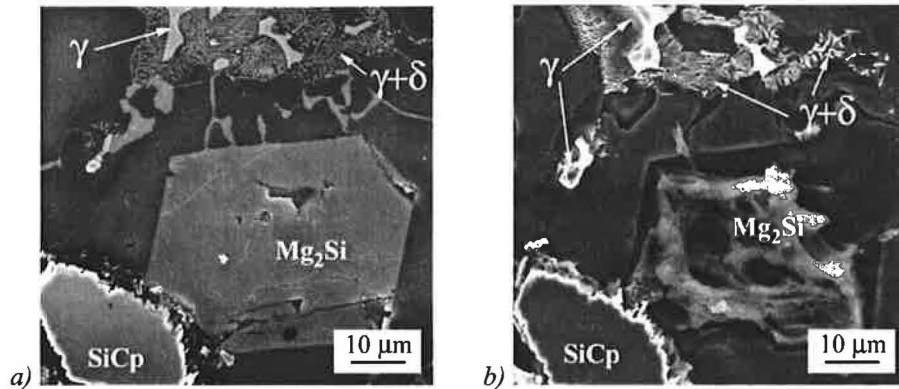


Obr. 7.4 Mikroštruktúra vzorky kompozitu AZ91 s SiC časticami z obr. 7.3 po hlbokom leptaní (REM).

Z obr. 7.2 a obr. 7.5 je zrejmé, že rozhranie medzi SiC časticami a matricou je dekorované. Canda [Canda 04] v svojej práci upozornil, že ako výsledok chemickej reakcie sa môže na rozhraní medzi matricou a SiC časticami vytvárať čierne sfarbené Al_4C_3 . Karbidy môžu vznikáť počas infiltrácie taveniny medzi spevňujúcu fázu. V súlade s ďalšími autormi [Liu 04, Lee 98], je reakcia medzi Al a SiC časticami bežným javom vyskytujúcim sa pri výrobe kompozitov s hliníkovou matricou spevnených SiC časticami. Reakcia prebieha nasledovne [Liu 04]:

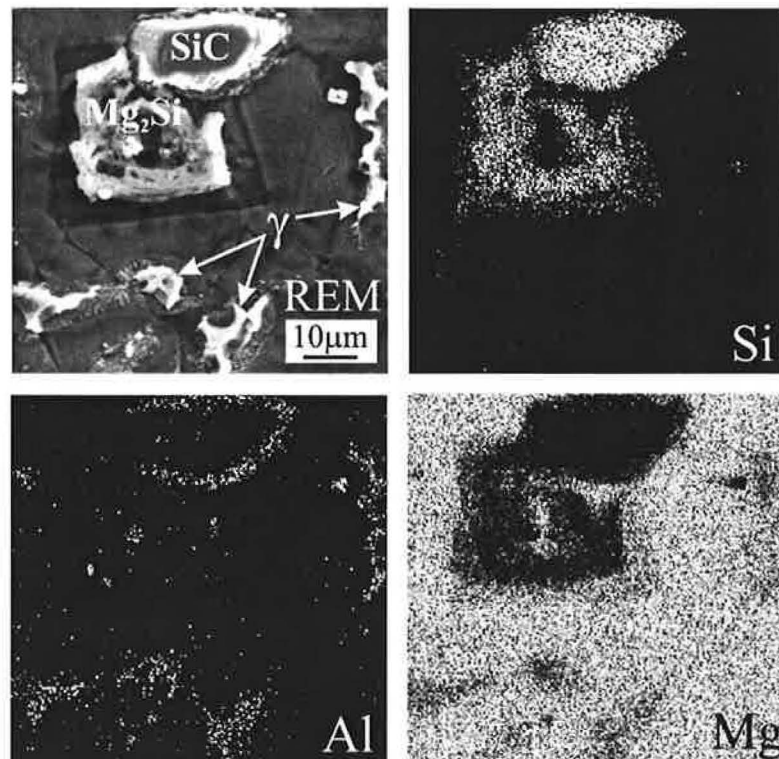


Táto reakcia je však závislá od spôsobu prípravy materiálu a jednotlivých parametroch výroby, špeciálne však na teplote pri odlievaní a chemickom zložení matrice aj spevňujúcej fázy [Liu 04].



Obr. 7.5 REM okolia SiC častice zobrazuje zúbkované rozhranie medzi časticou a matricou a nehomogénne odleptaný dendrit Mg_2Si fázy po hlbokom leptaní – a) leptané Glycolom, b) hlboké leptanie.

Na analýzu rozhrania medzi matricou a SiC časticami bola použitá chemická prvková analýza pomocou REM-EDXA (energy dispersive X-ray analysis). Mapovanie chemického zloženia ukázalo, že v okolí SiC častíc je zvýšená koncentrácia hliníkových atómov (**obr. 7.6**), čo nasvedčuje možnú prítomnosť Al_4C_3 karbidov.

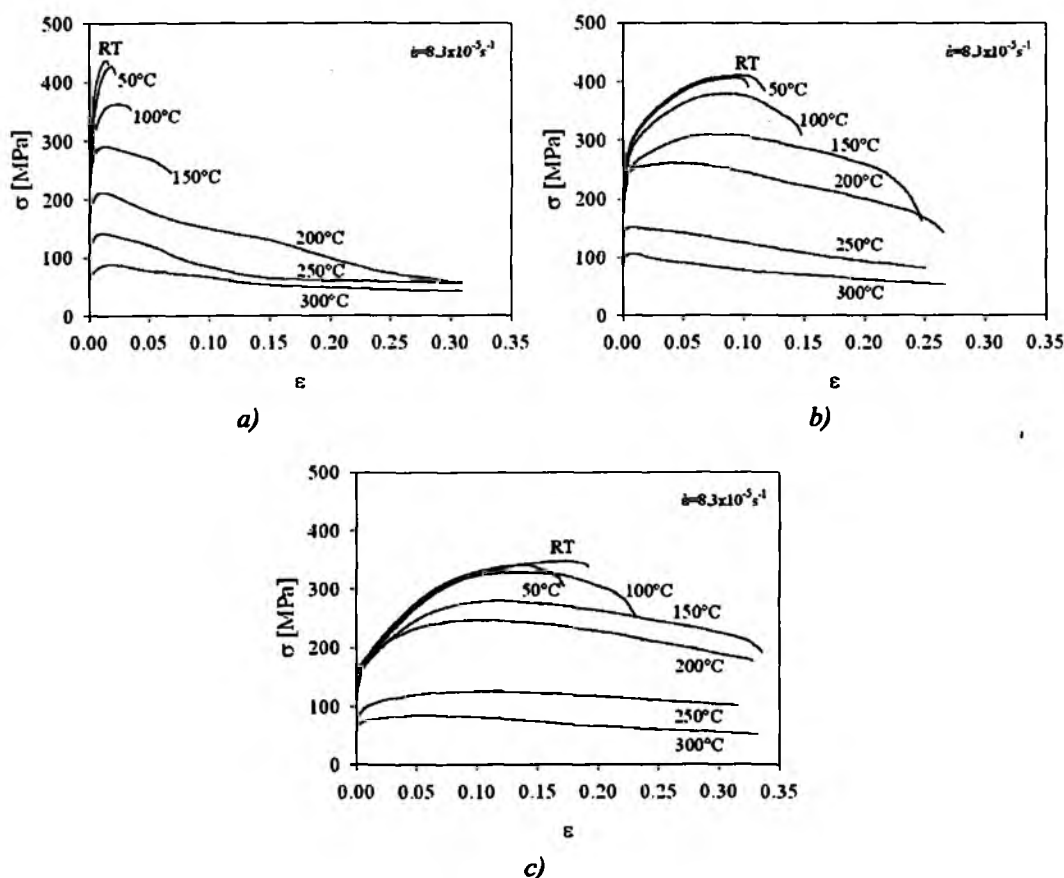


Obr. 7.6 Chemická prvková analýza REM-EDXA v okolí SiC častice a Mg_2Si dendritu ukazuje zvýšenú koncentráciu hliníkových atómov v okolí SiC častice.

Mikrosonda nebola dostatočne citlivá na to, aby odhalila prítomnosť uhlíku. Prebytok Si vyplývajúci z reakcie v rovnici (7.1) po vytvorení Al_4C_3 karbidov môže prispievať k vzniku Mg_2Si fázy. Pri chemickej prvkovej analýze nebola pozorovaná segregácia Zn atómov v matrici.

7.1.2 Deformačné chovanie kompozitov AZ91

Na obrázku 7.7 sú znázornené krivky skutočných napätí na skutočnej deformácii (σ - ϵ) kompozitov AZ91 v teplotnom rozsahu RT-300°C a počiatočnou rýchlosťou deformácie $8,3 \cdot 10^{-5} s^{-1}$.



Obr. 7.7 Krivky skutočných napätí na skutočnej deformácii (σ - ϵ) pri teplotách od RT do 300°C pre kompozity AZ91 a) Saffil, b) Hybrid, c) SiC častice.

Pri teplotách do 100°C dochádza k deformačnému spevneniu, ktoré nie je len dôsledkom spevňujúcej fázy ale aj dôsledkom nedostatku aktívnych sklzových systémov v *hcp* štruktúre horčíkových zliatin. Nebazálne sklzové mechanizmy sa zapájajú až pri vyšších teplotách; priečny sklz *a* dislokácií na prizmatických rovinách alebo pyramidálnych rovinách prvého druhu [Couret 85] a sklz *c+a* dislokácií na pyramidálnych rovinách

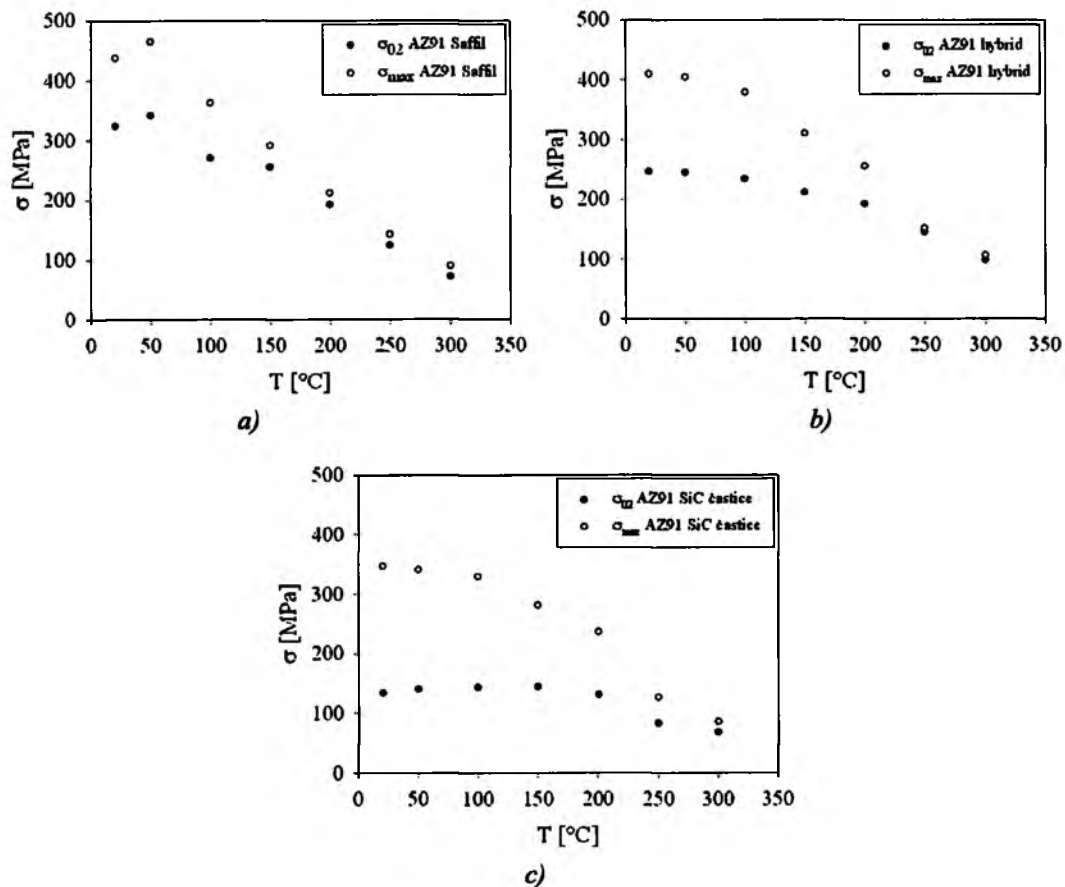
druhého druhu [Obara 73, Agnew 00] sú deje tepelne aktivované. S rastúcou teplotou rastie deformácia do lomu, ktorá je najväčšia u kompozitu AZ91 SiC častice, obr. 7.7.

Porovnaním kriviek σ - ε pre kompozity (obr. 7.7) a zliatiny AZ91 študovanej Drozdom [Drozd 00] je zrejmé, že prítomnosť keramickej fázy v kompozitoch vedie k ich krehkosti. U kompozitu AZ91 Saffil dochádza pri deformácii pri teplotách RT a 50°C k prudkému nárastu napätí a náhlemu lomu vzorky (obr. 7.7a). So znižujúcim sa objemom Saffilových vlákien nie je nárast napätí taký prudký ako u kompozitu Saffil (obr. 7.7b,c). Pri teplotách okolo 150°C po dosiahnutí maximálneho napätia začínajú odpevňujúce procesy prevažovať nad procesmi spevňujúcimi. Jedným z odpevňujúcich mechanizmov môže byť relaxácia napätí spôsobená šplhaním a následnou anihiláciou dislokácií, ktoré sú nahromadené na vláknach a ďalších prekážkach [Gartner 02].

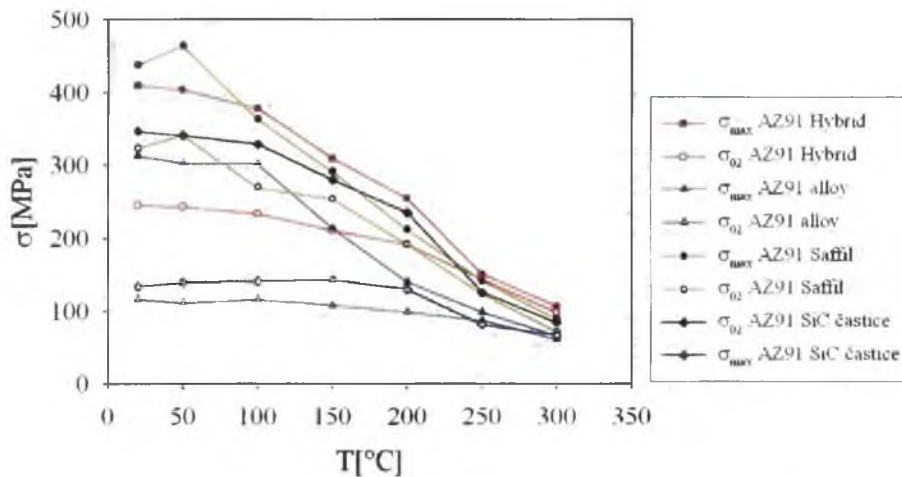
Plochý (stacionárny) charakter deformačných kriviek nad teplotou 200°C u všetkých troch kompozitov naznačuje rovnováhu medzi spevňujúcimi a odpevňujúcimi procesmi prebiehajúcimi pri deformácii. Zaujímavé je poznamenať, že prechod k plochému priebehu kriviek pri a nad ~200°C u kompozitu AZ91 SiC častice je v zhode s prechodom fázy Mg₂Si do plasticity, ako bolo pozorované Takeuchim a kol. [Takeuchi 96]. U Saffilového kompozitu sa priebeh krivky pri teplote 200°C (obr. 7.7a) líši od ostatných kriviek svojim vlnitým charakterom, z čoho by bolo možné uvažovať o dynamickej rekryštalizácii (dynamic recrystallization DRX) počas deformácie. DRX je odpevňujúci proces [McQueen 04], ktorý bol pozorovaný na Mg zliatinách mnohými autormi [Drozd 00, Trojan 00, Lukáč 99, Lukáč 00, Myshlyaev 02, Mwembela 97]. Drozd [Drozd 00] pozoroval dynamickú rekryštalizáciu na zliatine AZ91 a pravdepodobne aj u kompozitu s horčíkovou maticou AZ91 spevnenou krátkymi saffilovými vláknami.

U všetkých troch kompozitov dochádza nad teplotou 50°C k znižovaniu maximálnych napätí (σ_{max}) a napätí na medzi sklzu (σ_{02}), ako je vidieť na obr. 7.8. Rozloženie roviny vlákien má výrazný vplyv na pevnostné charakteristiky kompozitov. Študovaný Saffilový kompozit má vlákna náhodne rozložené v rovinách rovnobežných so smerom pôsobiaceho napätia a pre zjednodušenie ďalšej diskusie si ho označíme ako kompozit AZ91 Saffil //. Drozd [Drozd 00] v svojej práci študoval kompozit AZ91 Saffil s rovinami vlákien orientovanými kolmo na smer pôsobiaceho napätia, ktorý si pre zjednodušenie označíme ako kompozit AZ91 Saffil ⊥. U kompozitu AZ91 Saffil ⊥ je

pri RT hodnota σ_{max} nižšia o 32MPa a σ_{02} nižšia o 56MPa oproti kompozitu AZ91 Saffil // študovanému v tejto práci. Lokálne maximum v teplotnej závislosti charakteristických napätí (obr. 7.8a) pri teplote 50°C kompozitu Saffil // je v zhode s meraniami uvedenými v práci Drozda [Drozd 00] pre kompozit AZ91 Saffil \perp . Takéto lokálne maximum bolo pozorované aj na iných Mg zliatinách [Trojan S, Trojan 05, Trojan 01₁, Drozd 03] a veľmi pravdepodobne môže byť prejavom dynamického deformačného starnutia, kedy pohyblivé prímesové atómy interagujú s dislokáciami [Trojan 01₁].



Obr. 7.8 Závislosť maximálnych napätí (σ_{max}) a napätí na medzi sklzu (σ_{02}) na teplote pre kompozit AZ91 a) Saffil, b) Hybrid, c) SiC častice.



Obr. 7.9 Porovnanie charakteristických napätí všetkých skúmaných kompozitov AZ91 (Saffil, Hybrid, SiC častice) [táto práca] s nespevnenou zliatinou AZ91 [Drozd 00].

Porovnaním kompozitov s nespevnenou zliatinou AZ91 [Drozd 00] (**obr. 7.9**) je vplyv spevňujúcej fázy u kompozitov na spevnenie materiálu zaujímavý najmä pri izbovej teplote a teplotách do 100°C. Z porovnania charakteristických napätí Saffilového kompozitu s kompozitmi obsahujúcimi SiC častice (Hybrid, SiC častice) je evidentné, že príspevok SiC častíc k spevneniu je výrazne nižší ako príspevok Saffilových vlákien. Možnou príčinou je kvalita rozhrania medzi maticou a spevňujúcou fázou a z toho plynúca nižšia efektívnosť prenosu napätí z matrice na spevňujúcu fázu. Svetelnou a riadkovacou elektrónovou mikroskopiou (**kap. 7.1.1**) bolo ukázané, že u kompozitu AZ91 SiC častice je rozhranie matrica/častica dekorované množstvom karbidov, ktoré zhoršujú jeho kvalitu. Navyše je homogenita distribúcie častíc v matrici nižšia ako vlákien. Častice sa často nachádzajú v zhlukoch, zatiaľ čo vlákna sú rozložené rovnomernejšie.

Spevňujúce mechanizmy

Pre pochopenie spevnenia u kompozitov sme sa zamerali na štúdium procesov, ktoré v nich môžu prebiehať a dokážu vysvetliť ich vyššiu pevnosť oproti zliatine. V literatúre bolo na vysvetlenie spevnenia v kompozitoch odvodených niekoľko teoretických modelov (**kap. 2.2.2**). **Tabuľka 7.1** uvádza prehľad modelov použitých na výpočet jednotlivých príspevkov.

Modely aj experimentálne chovanie kompozitov ukazujú, že spevnenie závisí na geometrických parametroch spevňujúcej fázy (jej veľkosť a tvar, objemový podiel, vzdialenosť medzi časticami), na fyzikálnych parametroch matrice a spevňujúcej fázy

(koeficient teplotnej rozťažnosti, kvalite rozhrania matrica/spevňujúca fáza) a na mechanických vlastnostiach jednotlivých zložiek.

Tabuľka 7.1 Prehľad modelov použitých na výpočet jednotlivých príspevkov k spevneniu u kompozitov.

Mechanizmus	
Prenos napätí z matrice na spevňujúcu fázu [Aikin 91]	$\Delta\sigma_{LTv} = \sigma_m \left(1 + \frac{(L+d_v)A_v}{4L} \right) f_v + \sigma_m (1-f_v)$ $\Delta\sigma_{LTp} = \sigma_m \left(\frac{1}{2} f_p \right) + \sigma_m$
Dislokácie vznikajúce v dôsledku rozdielnej teplotnej rozťažnosti matrice a spevňujúcej fázy [Arsen 86]	$\rho_T = \frac{Bf\Delta T \Delta\alpha}{(1-f)bd_v}$
Geometricky nutné dislokácie [Ashby 70]	$\rho_G = \frac{f8\varepsilon_p}{bd_v}$
Zvýšená hustota dislokácií v dôsledku rozdielnej teplotnej rozťažnosti a vzniku geometricky nutných dislokácií	$\Delta\sigma_D = \alpha_1 M G b (\rho_T + \rho_G)^{1/2}$
Orowanové napätie [Lilholt 91]	$\Delta\sigma_{Orow} = \frac{Gb}{\lambda} + \frac{5}{2\pi} G f \varepsilon_p$
Rozdielna veľkosť zrna zliatiny a kompozitu	$\Delta\sigma_{GS} = K_y (d_c^{1/2} - d_a^{1/2})$
Priemerné zvyškové napätia v matrici [Delan 00]	$\langle \sigma_m \rangle_{max} = \frac{2}{3} \sigma_m \ln \left(\frac{1}{f} \right) \frac{f}{1-f}$

Jednotlivé príspevky k spevneniu u kompozitov AZ91 Saffil a Hybrid sú zhrnuté v tab. 7.2 spolu s použitými konštantami. Za hodnotu medze sklzu zliatiny bola dosadená hodnota $\sigma_m=116\text{MPa}$ prebraná z práce [Drozd 00]. Priemerná dĺžka vlákien po odlievaní bola $L=80\mu\text{m}$ a stredný priemer vlákien $d_v=4\mu\text{m}$. Priemerná veľkosť SiC častíc bola $d_p=15\mu\text{m}$.

Tabuľka 7.2 Vypočítané hodnoty jednotlivých príspevkov k spevneniu na medzi sklzu u kompozitov AZ91 Saffil s rovinou vlákien orientovanou v smere osi namáhania a Hybrid. Hodnota σ_{total} je sumou príspevkov vypočítaných podľa tab. 7.1.

	AZ91 Saffil //	AZ91 Hybrid	Poznámka
$\Delta\sigma_{LT}$ [MPa]	189	143	$\sigma_m = \sigma_{02} = 116\text{MPa}$ [Drozd 00] $L=80\mu\text{m}$; $d_v=4\mu\text{m}$;
$\Delta\sigma_D$ [MPa]	49	32	AZ91 Saffil: $f_v=20\%$; AZ91 Hybrid: $f_v=5\%$; $f_p=15\%$;
$\Delta\sigma_{Orow}$ [MPa]	6	6	$\alpha_1 = 0,35$; $M = 6$ (pre Mg); $G = 17\text{GPa}$;
$\Delta\sigma_{GS}$ [MPa]	48	30	$B=10$ (pre vlákna); $B=12$ (pre častice);
$\langle \sigma_m \rangle_{max}$ [MPa]	31	31	$\Delta T=400\text{K}$; $\Delta\alpha=20 \times 10^{-6}\text{K}^{-1}$; $\varepsilon_p=0,002$; $d_p=15\mu\text{m}$; $b=3.21 \times 10^{-10}\text{m}$; $\lambda=10\mu\text{m}$;
σ_{total} [MPa]	323	242	$K_y = 0.28\text{MNm}^{-3/2}$ (pre Mg) AZ91 Saffil: $d_c \sim 20\mu\text{m}$;
$\sigma_{02experimental}$ [MPa]	324	246	AZ91 Hybrid: $d_c \sim 40\mu\text{m}$; AZ91 Zliatina: $d_c \sim 400\mu\text{m}$

Z tabuľky 7.2 je zrejmá zhoda medzi experimentálne zistenou hodnotou medze sklzu pre kompozity $\sigma_{02experimental}$ a vypočítanou hodnotou σ_{total} . Čiastočné nahradenie vlákien Al_2O_3 časticami SiC vedie nie len k poklesu experimentálne pozorovanej medze sklzu kompozitu AZ91 Hybrid, ale aj príspevkov k spevneniu, ktoré počítajú s geometrickými parametrami spevňujúcej fázy ($\Delta\sigma_{LT}$ a $\Delta\sigma_D$) a s veľkosťou zrna matrice ($\Delta\sigma_{GS}$).

U oboch kompozitov je hlavným príspevkom k spevneniu *prenos napätí z matrice na spevňujúcu fázu* $\Delta\sigma_{LT}$ počítaný pomocou modelu Shear-lag. Shear-lag model predpokladá, že prenos nastáva medzi spevňujúcou fázou a maticou prostredníctvom šmykových napätí na rozhraní [Aikin 91, Trojan 01]. Vzťah pre $\Delta\sigma_{LT}$ je odvodený za predpokladu, že sú všetky vlákna v kompozite orientované rovnobežne s osou namáhania. V študovaných materiáloch sú však do smeru namáhania orientované iba roviny vlákien s ich štatisticky náhodným usporiadaním. Preto bola pri výpočte $\Delta\sigma_{LT}$ uvažovaná iba zložka napätia daná strednou hodnotou smerových kosínov.

Ďalším dôležitým príspevkom k spevneniu je zvýšenú hustotu dislokácií v dôsledku rozdielnych koeficientov teplotnej rozťažnosti matrice a spevňujúcej fázy a v dôsledku nekompatibility rozhrania medzi maticou a spevňujúcou fázou $\Delta\sigma_D$, (tab. 7.2). Tepelná rozťažnosť keramickej fázy je menšia ako rozťažnosť horčíkovej matrice. V tab. 7.3 sú uvedené koeficienty teplotnej rozťažnosti pre jednotlivé mikroštruktúrne zložky, z ktorých je vypočítaný koeficient $\Delta\alpha$ uvedený v tabuľke 7.2.

Tabuľka 7.3 Hodnoty koeficientov teplotnej rozťažnosti pre jednotlivé mikroštruktúrne zložky.

Zložka	$C [K^{-1}]$
Mg	$2,61 \times 10^{-5}$ [Mabuchi 96]
$\alpha-Al_2O_3$ (Saffil)	6×10^{-6} [Clyne 93]
$\alpha-SiC$	$6,6 \times 10^{-6}$ [Rudaj 04]
Mg_2Si	$7,5 \times 10^{-6}$ [Mabuchi 96]

Počas chladenia kompozitu s kovovou maticou, z vyššej teploty na izbovú teplotu, dochádza k vzniku napätových polí na rozhraní matrice/spevňujúca fáza v dôsledku rozdielnej teplotnej rozťažnosti. Tieto termálne pnútia môžu byť vyššie ako napätie na medzi sklzu matrice a ak sú dostatočne veľké, môžu sa na rozhraní generovať nové dislokácie [Trojan 06].

V dôsledku nekompatibility rozhrania matrice/vlákno sa na rozhraní generujú tzv. *geometricky nutné dislokácie*, ktoré sú potrebné pre kompatibilnú deformáciu rôznych fáz kompozitu obklopených svojim okolím [Trojan 01, Kouzeli 02]. V prípade

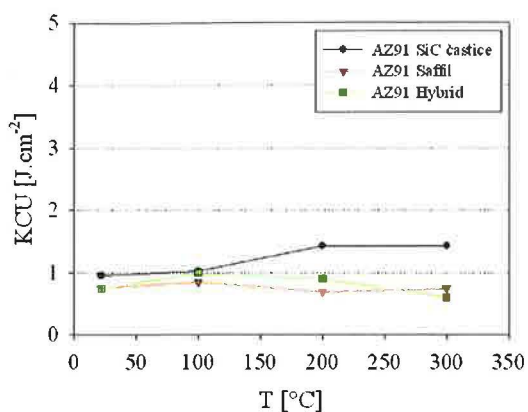
kovových kompozitov vedie nekompatibilná deformácia medzi plasticity sa deformujúcou maticou a v podstate tuhou spevňujúcou fázou k tvorbe silných napäťových gradientov v matici [Kouzeli 02]. Preto by mala jemnejšia mikroštruktúra (menšie stredné voľné vzdialenosti medzi časticami) viesť k vyšším napäťovým gradientom v matici, ktoré by mohli mať za následok zvýšenú hustotu geometricky nutných dislokácií a tým aj zvýšenie charakteristických napätí kompozitu [Kouzeli 02]. Kouzeli a Mortensen [Kouzeli 02] vo svojej práci vysvetľujú na základe teórie geometricky nutných dislokácií aj spevnenie Al kompozitu obsahujúceho Al_2O_3 alebo B_4C častice. Ukázali, že charakteristické napätia a hustota geometricky nutných dislokácií v matici narastajú so znižujúcou sa voľnou vzdialenosťou medzi časticami.

Zaujímavým príspevkom k spevneniu oboch kompozitov je $\Delta\sigma_{GS}$, ktorý uvažuje rozdielnu veľkosť zrna zliatiny a kompozitu. Mabuchi a Higashi [Mabuchi 96] vo svojej práci uvádzajú, že pre zliatinu a jej kompozit so saffilovými vláknami je zrno v kompozite približne dvakrát menšie ako v zliatine pripravenej rovnakou technológiou. Toto tvrdenie môže byť podporené porovnaním veľkosti zrna kompozitov skúmaných v tejto práci s veľkosťou zrna zliatiny skúmanej Drozdom [Drozd 00], pričom rozdiel je aj v príprave zliatiny a kompozitu. Zatiaľ čo kompozit bol pripravovaný tlakovým liatím, zliatina bola pripravovaná klasickým odlievaním do formy. Rozdiel vo veľkosti zrna je až stovky mikrometrov. Odhadovaná veľkosť zrna zliatiny je $d_a \sim 400\mu m$, zatiaľ čo matica kompozitu AZ91 Saffil má veľkosť zrna $d_c \sim 20\mu m$ a AZ91 Hybrid $d_c \sim 40\mu m$. Príspevok Orowanových napätí $\Delta\sigma_{Orow}$ je zanedbateľný. Trojanová a kol. [Trojan 04₁] diskutovali rôzne spevňujúce mechanizmy v horčikových zliatinách spevnených krátkymi saffilovými vláknami. Ako najvýznamnejší príspevok k spevneniu určili prenos napätí z matrice na vlákno a vplyv zvýšenej hustoty dislokácií zapríčinených vnútornými termálnymi napätiami. Uvádzajú, že ďalšie mechanizmy neovplyvňujú deformačné napätia výrazne [Trojan 04₁].

7.1.3 Hodnotenie mikromechanizmov porušovania kompozitov AZ91

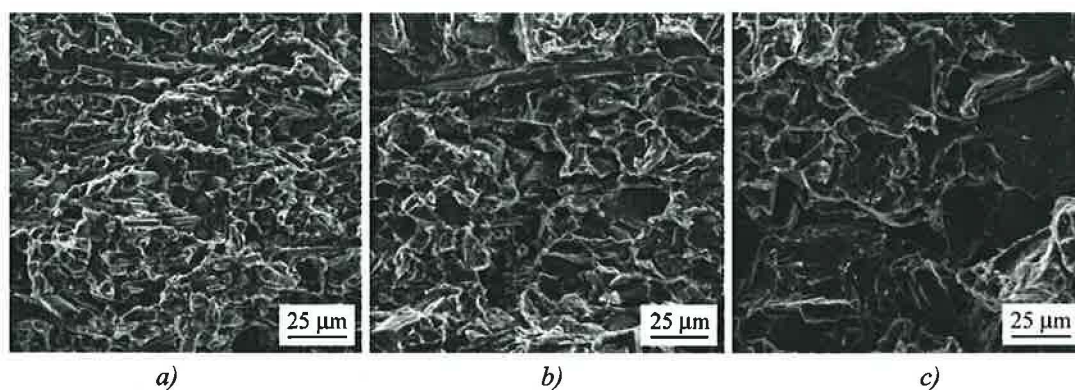
Hodnoty vrubovej práce (KCU) v závislosti na teplote sú vynesené na obrázku 7.10. Namerané KCU u všetkých troch kompozitov (Saffil, Hybrid, SiC častice) sa pohybovali okolo hodnoty $1 J.cm^{-2}$ čo naznačuje, že sú veľmi krehké dokonca aj pri

zvýšených teplotách. Spevňujúca fáza výrazne zvyšuje tuhosť a pevnosť kompozitov, ale na druhej strane drasticky zhoršuje húževnatosť.



Obr. 7.10 Závislosť vrubovej práce KCU na teplote.

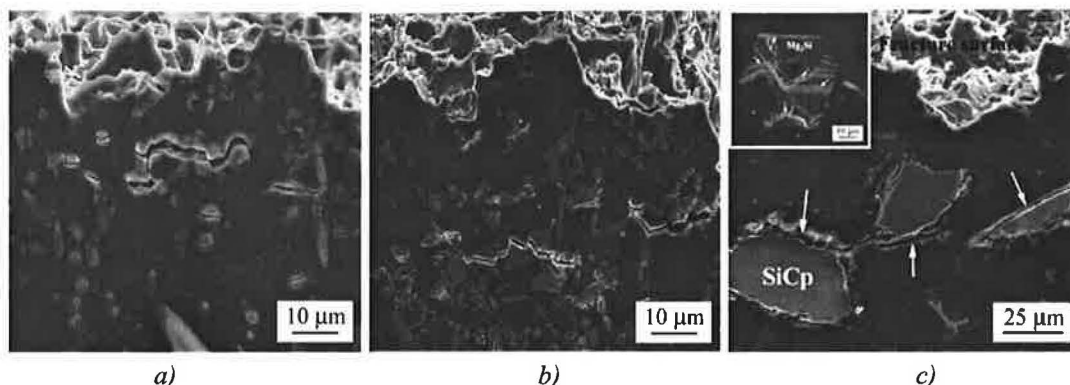
Pozorovania mikromechanizmov porušovania boli koncentrované na časti lomových plôch v blízkosti vrubu, kde sa predpokladá najvýraznejšia plastická deformácia v dôsledku ťahových napätí generovaných počas rázového testu.



Obr. 7.11 Lomové plochy kompozitov AZ91 po rázovej skúške pri izbovej teplote (RT) a) Saffil, b) Hybrid, c) SiC častice. REM.

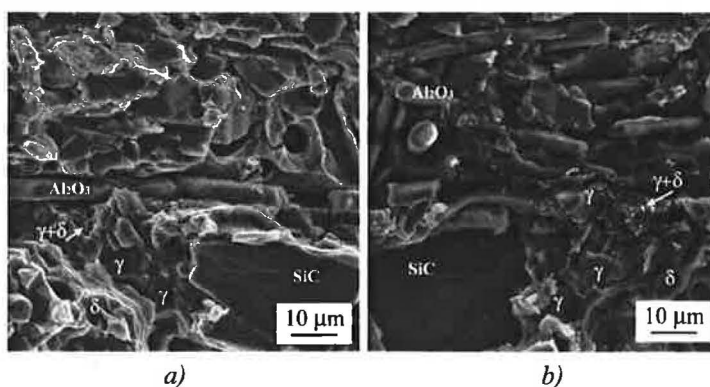
Charakter lomových plôch a poškodenie jednotlivých fáz bol takmer rovnaký u všetkých troch kompozitov v celom teplotnom rozsahu (RT-300°C), obr. 7.11, čo zodpovedá aj hodnotám nameranej vrubovej práce. Lom sa šíril prevažne po časticiach a gama fáze v blízkosti častíc, čo je jasne vidieť z profilov lomov jednotlivých kompozitov zdokumentovaných na obr. 7.12, u kompozitu SiC dochádzalo navyše k vzniku početných trhlín v Mg₂Si fáze (detail obr. 7.12c). Sekundárne trhliny (obr. 7.12a,b,c) a početné trhliny v Mg₂Si fáze môžu byť dôsledkom plastickej deformácie v matrici a/alebo vysokej rýchlosti šírenia marginálnej trhliny a súčasného vzniku

viacosovej deformácie [prof. Palček, súkromná diskusia]. Sekundárne trhliny boli pozorované v celom meranom teplotnom rozsahu.



obr. 7.12 Profily lomov kompozitov AZ91, rázová skúška pri RT a) Saffil, b) Hybrid, c) SiC častice (vložený obrázok ukazuje detail Mg_2Si fázy s početnými trhlinami). REM.

Pre identifikáciu jednotlivých fáz na lomových plochách bola naleptaná jedna z protiľahlých plôch kompozitu AZ91 Hybrid. Na **obr. 7.13** sú zobrazené protiľahlé strany lomových plôch vzorky po rázovej skúške pri $100^{\circ}C$. Jasne sa dajú rozlíšiť jednotlivé zložky skúmaného materiálu: spevňujúca fáza (Saffilové vlákna a SiC častice), δ -fáza, γ -fáza a lamelárny DP ($\gamma+\delta$) obklopujúci γ -fázu a Saffilové vlákno.

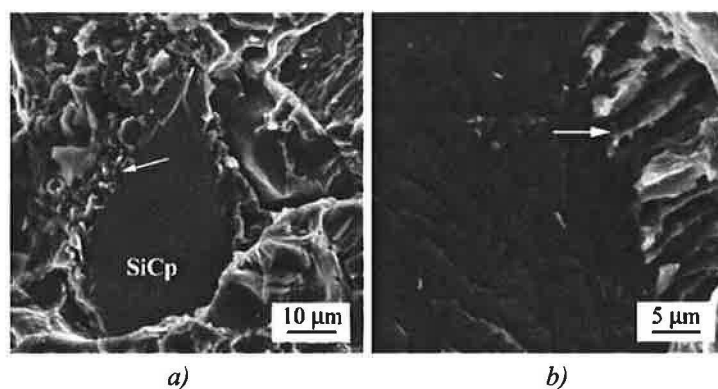


Obr. 7.13 REM naleptaných protiľahlých lomových plôch kompozitu AZ91 Hybrid porušeného pri $100^{\circ}C$, s popisom jednotlivých mikroštruktúrnych fáz; a) nenaleptaná lomová plocha, b) naleptaná lomová plocha.

Celkový charakter porušovania u všetkých troch skúmaných kompozitov bol zmiešaný, matrica sa porušovala tvárne a spevňujúca fáza štiepne, v celom študovanom teplotnom intervale.

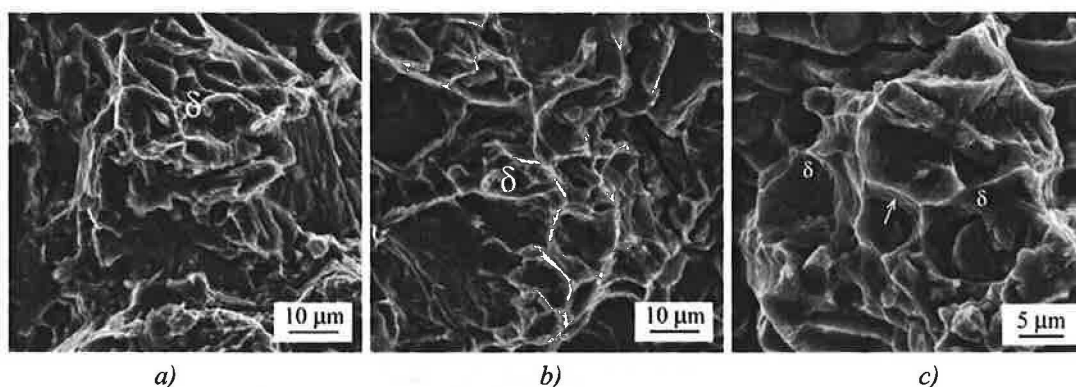
Spevňujúca fáza tvorí prekážku pre vývoj plastickej deformácie, čo spôsobuje vznik jamkovej morfológie aj pri izbovej teplote. Spevňujúca fáza (vlákna aj častice) pôsobí ako zárodok pre tvorbu jamiek a je iniciátorom vzniku trhlín, porušovala sa štiepením (**obr. 7.14a**) a delamináciou (**obr. 7.14b**) v celom teplotnom rozsahu. Avšak pri nižších

teplotách prevládalo štiepenie a pri vyšších teplotách delaminácia. U kompozitu s SiC časticami boli na lomovej ploche po delaminácii SiC častice pozorované jemné zúbky (obr. 7.14) ako dôsledok prítomnosti chemickej zlúčeniny na rozhraní medzi časticou a matricou pozorovanej už pri mikroštruktúrnej a chemickej analýze.



Obr. 7.14 REM kompozitu AZ91 SiC častice, porušenie spevňujúcej fázy a) štiepenie SiC častice pri 300°C s jemnými zúbkami na rozhraní, b) zúbky na lomovej ploche po delaminácii SiC častice pri RT. (viď. šípky)

Delta fáza sa porušovala transkryštalickým tvárnym mechanizmom, u všetkých troch študovaných kompozitov, a so zvyšujúcou teplotou dochádzalo k zvyšovaniu jej plasticity, obr. 7.15a,b.

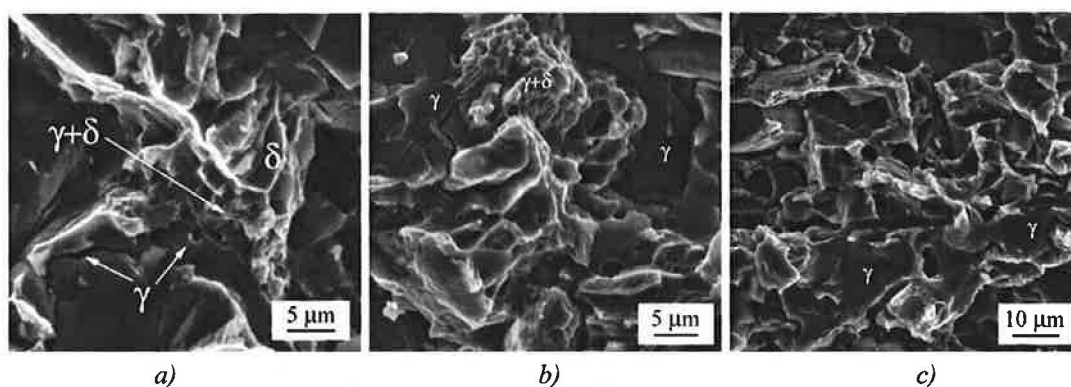


Obr. 7.15 Porovnanie plasticity δ -fázy kompozitu AZ91 SiC častice pri RT (a) a 300°C (b); c) transkryštalické tvárne porušenie δ -fázy s jamkovou morfológiou, plasticky pretvorené steny jamiok so sklzovými pásmi označenými šípkou; kompozit AZ91 Saffil porušený pri 300°C.

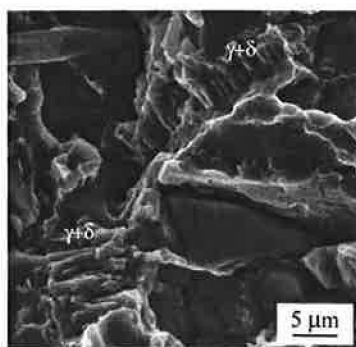
V závislosti od orientácie spevňujúcej fázy mala charakter jamkovej morfológie alebo vznikali plasticky pretvorené hrebene. Jamková morfológia vzniká na lomovej ploche v dôsledku sklzu prebiehajúceho počas plastickej deformácie [Palček 03]. Jamky mali pri nízkych teplotách plytký tvar, ktorý je ovplyvnený obmedzeným počtom aktívnych sklzových systémov [Palček 03]. Pri teplote 200°C a nad touto teplotou boli na stenách δ -fázy pozorované sklzové pásy (obr. 7.15c) u kompozitov AZ91 Saffil a Hybrid.

U kompozitu SiC častice neboli sklzové pásy pozorované. Vznik sklzových pásov je v zhode s predpokladom, že pri zvýšených teplotách dochádza pri plastickej deformácii k aktivácii sklzu nebazálnych dislokácií [Obara 73, Stohr 72].

Gama fáza sa porušovala transkryštalickým štiepením v rozmedzí teplôt RT až 300°C u všetkých troch pozorovaných kompozitov. V celom rozsahu teplôt boli na γ -fáze pozorované jemné sekundárne trhliny, **obr. 7.16a,b**. Sekundárne trhliny sú dôsledkom viacosovej plastickej deformácie v matici [Gartner 05]. U Hybridného kompozitu sa navyše pri teplote 200°C a nad touto teplotou začína zapájať nový mechanizmus porušovania γ -fázy – súčasne s transkryštalickým štiepením dochádza aj k oddeľovaniu γ -fázy na rozhraní s maticou alebo diskontinuálnym precipitátom a bol označený ako interkryštalické štiepne porušenie (**obrázok 7.16c**).



Obr. 7.16 Transkryštalické štiepne porušenie γ -fázy s jemnými sekundárnymi trhlinami a transkryštalické tvárne porušenie diskontinuálneho precipitátu ($\gamma+\delta$) s jemnou jamkovou morfológiou a) pri teplote 100°C (AZ91 SiC častice), b) pri teplote 200°C (AZ91 Hybrid); c) interkryštalické štiepne porušenie γ -fázy pri teplote 300°C (AZ91 Hybrid). REM

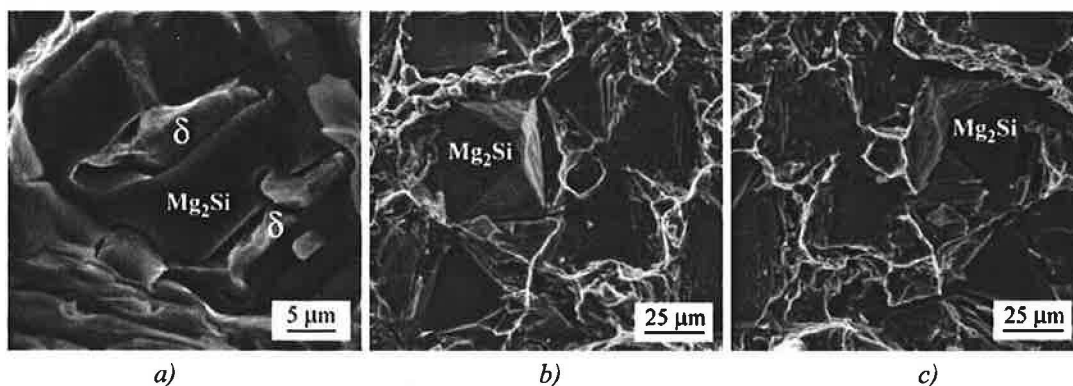


Obr. 7.17 Transkryštalické tvárne porušenie diskontinuálneho precipitátu so zliabkovou morfológiou, kompozit AZ91 Hybrid porušený pri izbovej teplote. (REM)

Na **obrázku 7.16a,b** je ukázaný aj *diskontinuálny precipitát* ($\gamma+\delta$), ktorý sa v celom teplotnom intervale porušoval transkryštalicky tvárne s jemnou jamkovou morfológiou u všetkých troch kompozitov. So zvyšujúcou sa teplotou sa charakter porušovania

diskontinuálneho precipitátu (DP) nemeňil. Na niektorých miestach bola pozorovaná aj žliabková morfológia (obr. 7.17), ktorá je dôsledkom delaminácie DP po lamelách. Delaminácia je závislá na orientácii DP k ose namáhania [Palček 03].

Fáza Mg_2Si sa vyskytovala iba v kompozite AZ91 SiC častice a porušovala sa transkryštalickým štiepnym mechanizmom so štiepnou fazetou alebo akoby v tvare pyramíd, obr. 7.18. Mechanizmus porušovania sa so zvyšujúcou teplotou nemeňil. Predpokladá sa, že rozhranie medzi matricou a Mg_2Si fázou je nekoherentné v dôsledku rozdielnych mriežkových konštánt [Mabuchi 96]. Avšak aj napriek tomuto faktu je väzba medzi matricou a Mg_2Si fázou silná ako je dokumentované na obrázku 7.18b,c, kde sú vyobrazené protiľahlé strany lomových plôch jednej vzorky. Zdá sa, že rozvoj trhliny vo vnútri Mg_2Si dendritu je jednoduchší ako rozvoj po rozhraní matrica/ Mg_2Si fáza. Na obr. 7.18c je vidieť zvyšok Mg_2Si fázy po lome. Súdržnosť matrice a Mg_2Si fázy je zreteľná aj na obr. 7.12c, kde je vidieť trhlinu v tesnej blízkosti rozhrania. Na obr. 7.18a si môžeme všimnúť transkryštalické tvárne porušenie δ -fázy zachytenej v dendrite Mg_2Si fázy, čo súhlasí s pozorovaniami pomocou svetelného mikroskopu v kap.7.1.1 (obr. 7.3d).



Obr. 7.18 REM detaily lomových plôch kompozitu AZ91 SiC častice: a) transkryštalická štiepna fazeta dendritu Mg_2Si s tvárnym porušením zachytenej δ -fázy (lom pri 300°C); protiľahlé strany lomových plôch pri 200°C s akoby pyramídálnym tvarom dendritu Mg_2Si (b) a zvyškom po Mg_2Si dendrite na protiľahlej strane (c).

Pozorované mikromechanizmy porušovania sú v zhode s pozorovaniami Palčeka a Chalupovej [Palček 03], ktorí skúmali lomové mechanizmy nespvnenej zliatiny AZ91 pomocou rázových testov. U kompozitov však zmena plasticity matrice so zvyšujúcou sa teplotou nie je až taká výrazná ako u nespvnenej zliatiny. V porovnaní s prácou [Palček 03] však nebol na lomových plochách kompozitov pozorovaný tzv. drevitý lom, ktorý je dôsledkom sklzu na bazálnych rovinách. Tento prejav porušovania

mohol byť potlačený prítomnosťou väčšieho množstva krehkých fáz (okrem γ -fázy sú to aj spevňujúce fázy) a taktiež orientáciou jednotlivých zŕn k pôsobiacemu zaťaženiu.

Podobne Lü a kol. [Lü 00], ktorí skúmali lomové chovanie zliatiny AZ91 v ťahu a rázovými testmi pozorovali, že fáza $Mg_{17}Al_{12}$ (γ -fáza) je u nespevnenej zliatiny iniciátorom vzniku trhlín. V prípade kompozitov majú na vznik trhlín väčší vplyv krehké spevňujúce fázy a u kompozitu SiC častice aj fáza Mg_2Si . Vznik sekundárnych trhlín bol však pozorovaný aj u γ -fázy.

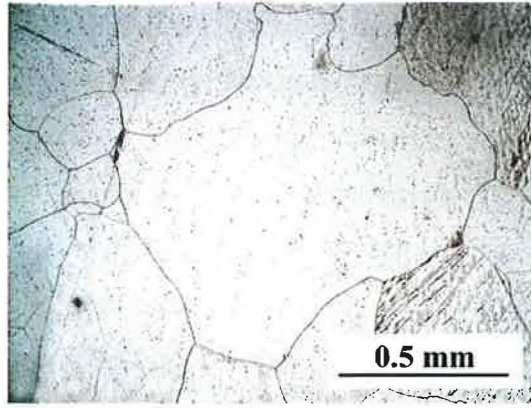
7.2 Zliatina Mg-0,7obj.%Nd

Vzorky zo zliatiny Mg-0,7obj.%Nd boli deformované na deformačnej aparatúre INSTRON (typové číslo 1195 pre ťahové skúšky a 1186 pre tlakové skúšky) s konštantnou rýchlosťou stroja v ťahu pri teplotách RT, 100, 200 a 300°C a v tlaku pri teplotách RT, 50, 100, 150, 200, 250 a 300°C. Počiatočná deformačná rýchlosť pri deformácii bola v ťahu $3,3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a v tlaku $2,2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Rýchlostné závislosti pri teplotách 250°C a 300°C boli prevedené v rýchlostnom rozsahu od $5,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ do $1,1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Relaxačné experimenty v tlaku prebiehali pri teplotách 16, 23, 50, 100, 150 a 200°C s počiatočnou deformačnou rýchlosťou $2,2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a relaxačnou dobou 300s.

Výsledky deformačných skúšok sú prezentované vo forme deformačných kriviek skutočného napätia na skutočnej deformácii (σ - ϵ). Po deformačných skúškach v ťahu bolo v závislosti na teplote prevedené fraktografické hodnotenie mikromechanizmov porušovania. Metalografické hodnotenie mikroštruktúry bolo vykonané pred aj po deformácii.

7.2.1 Základný stav mikroštruktúry zliatiny Mg-0,7obj.%Nd

Mikroštruktúra zliatiny Mg-0,7obj.%Nd po tepelnom spracovaní T6 je tvorená rôzne veľkými polyedrickými zrnami hexagonálneho tesne usporiadaného tuhého roztoku neodýmu v horčíku (δ -fáza) s jemnými časticami nepravidelne rozloženými v zrnách a po hraniciach zŕn. Veľkosť zrna sa pohybuje v rozmedzí 0,5-3mm (obr. 7.19) [Gartner 04, Trojan 04]. Rozpustnosť Nd v Mg je malá. Park a Wyman [Park 57] určili maximum rozpustnosti 0,1at.% pri eutektickej teplote. Podľa Vostrého a kol. [Vostrý 94] je precipitačný proces prebiehajúci v zliatine Mg-Nd nasledovný: tuhý roztok \rightarrow GP zóny \rightarrow β'' Mg_3Nd cph fáza \rightarrow β' Mg_3Nd (fcc) \rightarrow β $Mg_{12}Nd$ fáza.

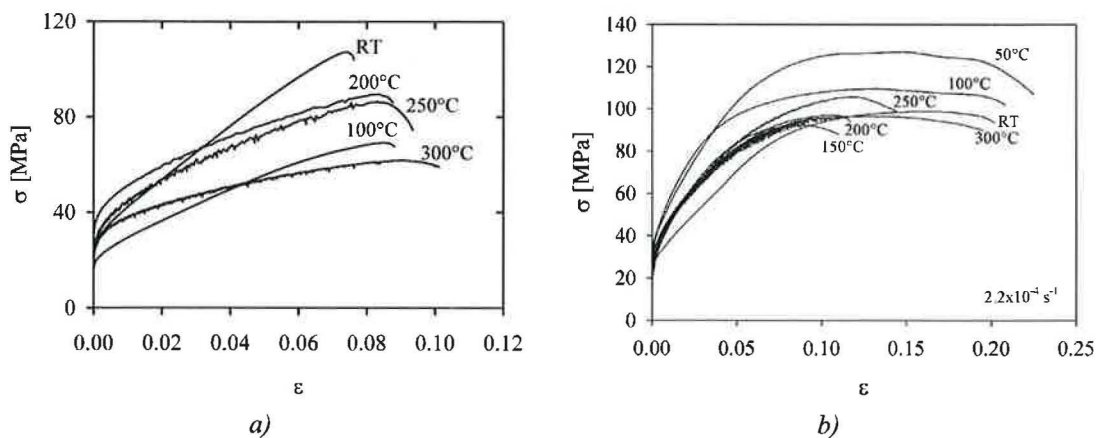


Obr. 7.19 Mikroštruktúra zliatiny Mg-0,7obj.%Nd po tepelnom spracovaní T6.

Pridanie Nd do Mg môže spôsobiť nárast tvrdosti i pevnosti, a tieto hodnoty môžu byť po primeranom tepelnom spracovaní ešte zvýšené [Wilson 03]. Nárast tvrdosti bol zaznamenaný Pikeom a kol. [Pike 73] v dôsledku tvorby GP zón doskovitého tvaru a precipitátov na prizmatických rovinách horčikovej matrice. Zatiaľ čo štruktúra doskových precipitátov (označovaných ako β'') je bežne určená ako DO_{19} supermriežka, rovina habitu precipitátov je obyčajne určená ako rovnobežná s rovinou $\{11\bar{2}0\}_{\delta}$ alebo $\{10\bar{1}0\}_{\delta}$ matrice. GP zóny boli určené ako poškodené DO_{19} štruktúry formujúce sa na $\{10\bar{1}0\}_{\delta}$ rovinách matrice [Wilson 03, Pike 73].

7.2.2 Deformačné chovanie zliatiny Mg-0,7obj.%Nd

Závislosti skutočných napätí na skutočnej deformácii získaných pri ťahových [Gartner 04] a tlakových experimentoch v teplotnom intervale od 23°C do 300°C sú zobrazené na obr. 7.20a,b.



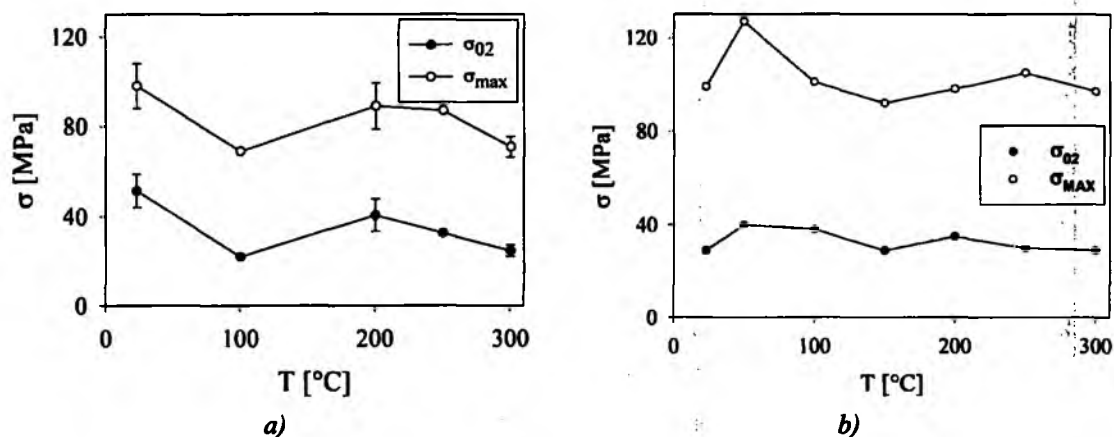
Obr. 7.20 Krivky závislosti skutočných napätí na skutočnej deformácii (σ - ϵ) v teplotnom intervale od RT do 300°C: a) deformácia ťahom s počiatočnou rýchlosťou stroja $3,3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$; b) deformácia tlakom s počiatočnou rýchlosťou stroja $2,2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Z obrázku je zrejmé, že ani pri teplote $\sim 0,5T_m$ (T_m teplota tavenia horčíka) nedochádza u študovaného materiálu k výraznému poklesu spevnenia a dokonca ani k výraznej zmene deformácie do lomu. Pri zvýšených teplotách sa očakáva aktivácia nebazálnych sklzových systémov. Aktivácia pyramidálneho systému je silne závislá na teplote. Kritické sklzové napätie (CRSS) pre pyramidálny sklz je pri RT o niekoľko rádov vyšší než pre bazálny sklz, ako bolo zhrnuté Numakurom a kol. [Numakura 98] (pozri kap. 2.1) a ukázané aj Máthisom [Máthis 03]. Hodnota CRSS pre pyramidálny sklz klesá s rastúcou teplotou a okolo 200°C už bude aktivácia pyramidálneho systému energeticky výhodnejšia ako kritická hodnota napätia potrebného pre vznik dvojčiat. Tomuto procesu sa obvykle prisudzuje aj vyššia ťažnosť horčíkových zliatin nad teplotou 200°C. Aktivita nebazálnych sklzových systémov bola pozorovaná aj na lomových plochách po deformácii v ťahu, ako bude ukázané v kap.7.2.4. Je však prekvapujúce, že deformačné spevnenie pri vyšších teplotách je porovnateľné s deformačným spevnením pri nižších teplotách. Napriek očakávanej aktivite nebazálneho sklzu pri vyšších teplotách, ktorý môže vzájomne s priečnym sklzom a šplhaním dislokácii spôsobovať odpevnenie, je odolnosť študovaného materiálu voči zotavovaniu evidentná. Tento predpoklad je dobre dokumentovaný aj na obr. 7.21, kde sú vynesené hodnoty σ_{max} a σ_{02} v závislosti na teplote T pre oba deformačné módy (ťah, tlak). Z obrázku 7.21b je vidieť, že priebeh teplotnej závislosti nie je monotónny. Nemonotónny priebeh je pravdepodobne dôsledkom existencie pohyblivých prímsových atómov v materiáli. Hong [Hong 89, Hong 85] poukazuje na to, že zvýšené napätie v dôsledku interakcie medzi dislokáciami a pohyblivými prímsovými atómami je závislé na type prímsových atómov a existuje iba v určitom teplotnom a rýchlostnom intervale. Toto trecie napätie superponované v teplotnej závislosti napätia na medzi sklzu má za následok lokálne maximum [Trojan 05₁]. Hong v svojich prácach [Hong 89, Hong 85] diskutuje, že trecie napätie σ_f môže byť popísané nasledovnou rovnicou:

$$\sigma_f = \alpha_1 G b \delta c \exp\left(-\frac{(T - T_0)^2}{B_1}\right) \quad (7.2)$$

kde α_1 je konštanta, δ je parameter veľkostného efektu, c je koncentrácia prímiesí, B_1 je šírka distribúcie okolo teploty T_0 , kde sa vyskytuje maximum interakčnej sily medzi prímsovými atómami a dislokáciami.

Lokálne maximum v teplotnej závislosti ukázané na obr. 7.21b bolo pozorované aj na horčíkových zliatinách AZ91 [Corby 04] a ZE41 [Trojan 05₁].

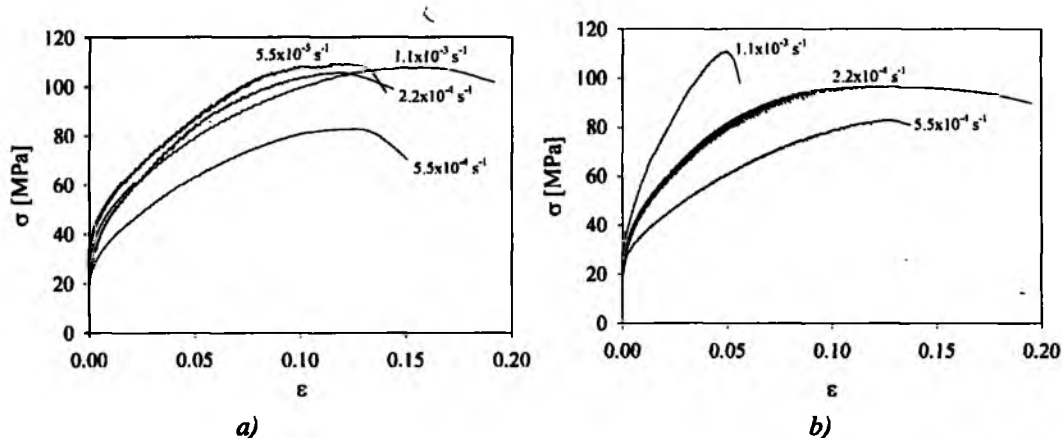


Obr. 7.21 Závislosť maximálneho napätia (σ_{max}) a napätia na medzi sklzu (σ_{02}) na teplote; zliatina Mg-0,7obj.%Nd; a) deformácia ťahom, b) deformácia tlakom.

Takmer konštantný priebeh oboch charakteristických napätí v teplotnom intervale medzi 200°C – 300°C v ťahu aj tlaku je dôsledkom dynamického deformačného starnutia. Dynamické deformačné starnutie sa prejavilo nespojitou plastickej deformácie na krivkách σ - ϵ pri teplotách 200, 250 a 300°C v ťahu s počiatočnou deformačnou rýchlosťou $3,3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a v tlaku s počiatočnou deformačnou rýchlosťou $2,2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Nespojitosť plastickej deformácie je prejavom plastickej nestability označovanej ako Portevin-Lê Chatelierov jav (PLC), ktorá je podrobnejšie diskutovaná v kap. 7.2.2.1 a kap. 7.2.2.2. Vo všeobecnosti môže byť príčinou nespojitosti deformačnej krivky σ - ϵ okrem PLC javu aj tvorba deformačných dvojčiat. Takýto priebeh krivky σ - ϵ spojený s deformačnými dvojčatami by vyplýval z prudkej zmeny orientácie kryštálovej mriežky počas plastickej deformácie [Christian 95].

7.2.2.1 Portevin-Lê Chatelierov jav

Na preverenie rýchlostnej citlivosti študovaného materiálu boli vykonané deformačné testy v tlaku pri teplote 250°C a 300°C s rôznymi počiatočnými rýchlosťami deformácie v rozsahu od $5,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ do $1,1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, výsledné krivky sú na obr. 7.22.

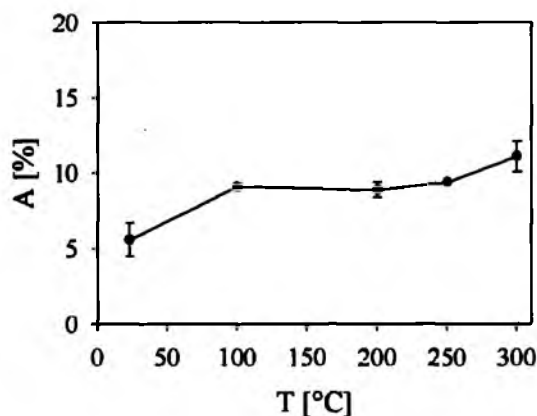


Obr. 7.22 Krivky skutočných σ - ϵ pre rôzne deformačné rýchlosti, zliatina Mg-0,7obj.%Nd, deformácia tlakom pri teplote a) 250°C, b) 300°C.

Pre potvrdenie PLC javu je dôležité zobrať do úvahy hodnotu parametru rýchlostnej citlivosti m

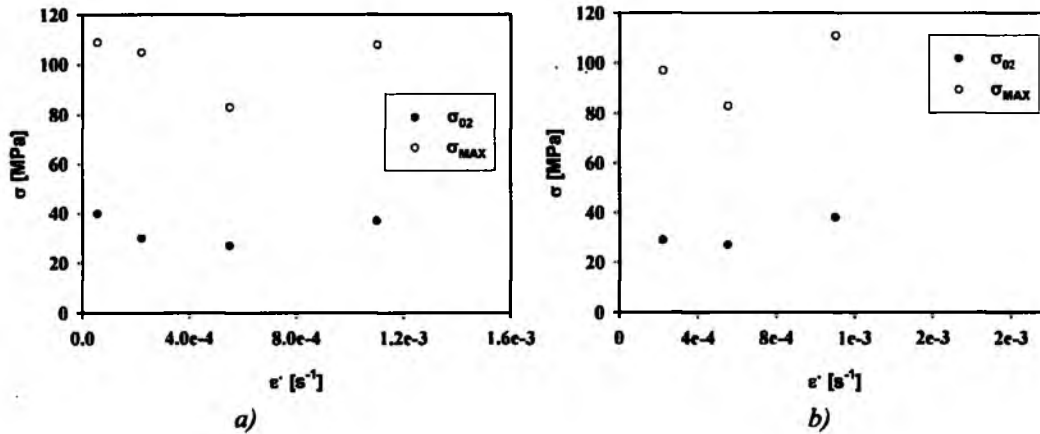
$$m = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \approx \frac{\Delta \ln \sigma}{\Delta \ln \dot{\epsilon}} \quad (7.3)$$

Negatívne m je spojované s nestabilitami plastickej deformácie, ako PLC jav [Kubin 85]. Taktiež bolo potvrdené, že parameter m vzrastá s rastúcou ťažnosťou materiálu, preto by mala negatívna hodnota parametru m naznačovať jej potlačovanie. Obvykle sa pri deformácii so zvyšujúcou teplotou pozoruje zvyšovanie ťažnosti materiálu. Avšak zo závislosti ťažnosti na teplote vynesenej pre ťahové skúšky (obr. 7.23) si môžeme všimnúť, že v intervale zvýšených teplôt (100-250°C) je ťažnosť zliatiny Mg-0,7obj.%Nd viac-menej nemenná.



Obr. 7.23 Teplotná závislosť ťažnosti; zliatina Mg-0,7obj.%Nd – deformácia ťahom.

Závislosť σ_{max} a σ_{02} pri rôznych počiatkových rýchlostiach $\dot{\epsilon}$ pre obe teploty je vynesená na obrázku 7.24. Negatívna rýchlostná citlivosť týchto závislostí potvrdzuje prítomnosť PLC javu.

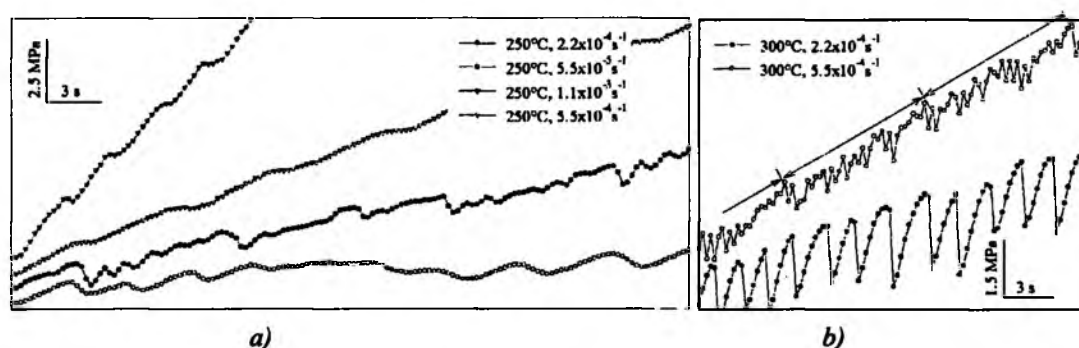


Obr. 7.24 Rýchlostná závislosť maximálneho napätia a napätia na medzi sklzu pre zliatinu Mg-0,7obj.%Nd, deformácia tlakom pre rôzne $\dot{\epsilon}$ pri teplote a) 250°C, b) 300°C.

So zvyšujúcou sa rýchlosťou deformácie sa mení tvar a znižuje intenzita a výška napätých skokov v závislosti na deformácii pre obe študované teploty, detail napätých skokov je na obr. 7.25. Nespojitosť prebieha takmer vo všetkých prípadoch až do hodnoty maximálneho napätia. Počiatok PLC javu sa vyskytuje na krivkách σ - ϵ pri teplote 250°C a deformačnej rýchlosti $5.5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ a teplote 300°C a deformačnej rýchlosti $2.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ešte pred dosiahnutím zmluvnej medze sklzu a pred dosiahnutím σ_{max} PLC jav zaniká. Zvyšovanie deformačnej rýchlosti na $1.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (u 250°C aj u 300°C) posúva počiatok prejavu PLC javu k hodnote σ_{02} a prebieha až do hodnoty σ_{max} . Nespojitosť na deformačných krivkách σ - ϵ veľmi rýchlo vymizne po dosiahnutí deformačnej rýchlosti 10^{-3} s^{-1} . Tvar napätých skokov je veľmi citlivý na deformačnú rýchlosť, avšak pri zvolených rýchlostiach je periodicita napätých skokov zrejmalá, čo opäť indikuje prítomnosť PLC javu.

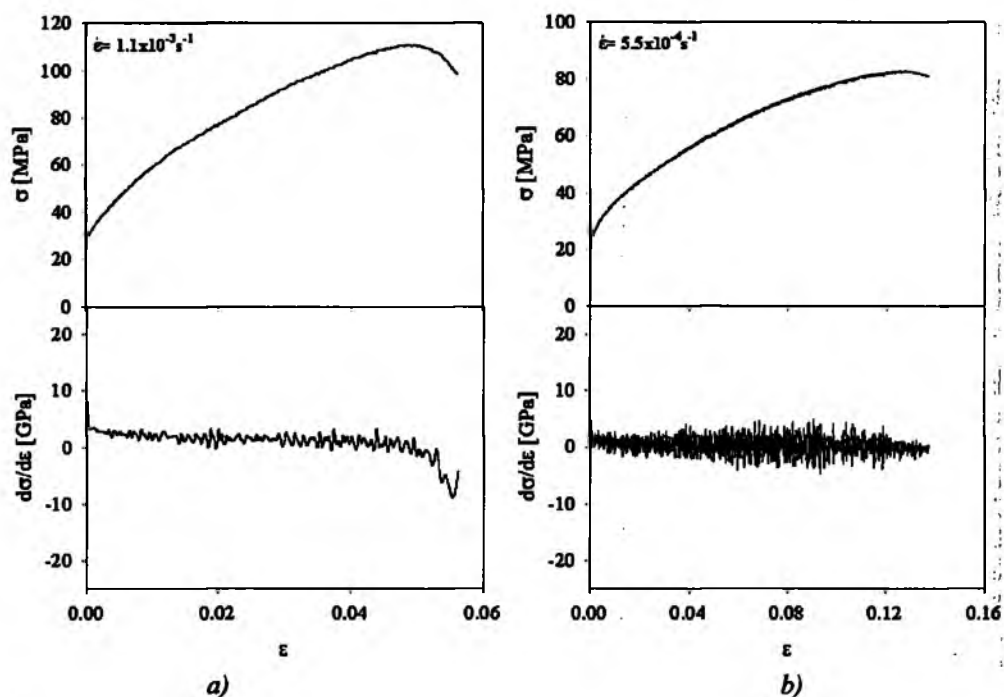
Z detailov napätých skokov v závislosti na deformácii (obr. 7.25) môžeme vidieť, že charakter napätých skokov je vo všetkých prípadoch odlišný. V kap.2.1.1.6 boli rozobrané možné typy napätých poklesov a klasifikované ako A, B a C. Určiť typ napätých skokov prebiehajúcich počas deformácie nie je jednoduché. Dalo by sa uvažovať o výskyte všetkých troch typov A, B a C, prípadne o kombinácii jednotlivých typov. Pri teplote 250°C a deformačných rýchlostiach $5,5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$; $5,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ a $1,1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ môžeme uvažovať na typ A, zatiaľ čo pri deformačnej rýchlosti $2,2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (250°C)

a $5,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (300°C) sa *PLC* javí ako kombinácia typov A a B. Typ A sa obvykle objavuje v nízko-teplotných oblastiach a pri malých deformáciách. Typ B sa začína obvykle prejavovať medzi jednotlivými skokmi typu A pri trochu vyšších teplotách alebo s narastajúcou deformáciou, až nakoniec nie je možné odlíšiť skoky typu B od skokov typu A. Prejav B skokov sa spája s veľmi rýchlou plastickou deformáciou sústredenou v úzkom páse vzorky. Výskyt typu B súčasne s typom A je veľmi častým javom [Cieslar 94]. V prípade napäťových skokov prebiehajúcich pri teplote 300°C a deformačnej rýchlosti $2,2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ by sa dalo uvažovať o type C, pri ktorom dochádza k náhodnému vzniku *PLC* pásov pozdĺž vzorky a vzniku periodických skokov. Tento typ sa pozoruje vo vysoko-teplotnej oblasti a vymizne až po prebehnutí relatívne veľkej plastickej deformácie [Cieslar 94].



Obr. 7.25 Detail Portevin-Lé Chatelierovho javu pre rôzne rýchlosti pri a) 250°C , b) 300°C – deformácia tlakom.

Zo závislosti $d\sigma/d\varepsilon$ na deformácii vynesných na obrázku 7.26 je vidieť, že *PLC* jav je veľmi citlivý na zmenu deformačnej rýchlosti (výrazný rozdiel v priebehu *PLC* javu s malou zmenou rýchlosti). Pre obe uvedené rýchlosti dochádza k prejavu deformačnej nestability prakticky v celom rozsahu plastickej deformácie, avšak pri malej deformačnej rýchlosti $5,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ je intenzita *PLC* javu výrazne vyššia ako pri deformačnej rýchlosti $1,1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.



Obr. 7.26 Závislosti $d\sigma/d\varepsilon$ na deformácii ε (dole) vypočítané pre deformačné krivky v tlaku (hore) pri teplote 300°C a deformačnej rýchlosti a) $1,1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$; b) $5,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Podľa Cottrellovho [Cottrell 53] modelu je PLC jav tepelne aktivovaný dej spojený s interakciou prímiesových atómov s dislokáciami. V materiáli opakovane dochádza k vzrastu a poklesu napätí. Tieto vzrasty a poklesy napätí sa vysvetľujú tým, že dochádza k zakotveniu dislokácií v atmosfére prímiesových atómov – vzrast napätia, a k ich následnému uvoľneniu z atmosféry – pokles napätia. Opakovaním tohto deja vznikajú na krivke σ - ε napäťové skoky. Jedná sa teda o opakované kolektívne odtrhnutie a zachytávanie dislokácií na prímiesových atómoch. Tento proces je však uskutočniteľný iba vtedy, ak je rýchlosť difúzie prímiesových atómov približne rovnaká ako rýchlosť pohybujúcich sa dislokácií [Cottrell 53]. Koncentrácia prímiesových atómov obvykle vzrastá v okolí jadier pohyblivých dislokácií a vykazuje opakovaný prechod medzi stavom obohateným a saturovaným, čo korešponduje pomalému a rýchlemu deformačnému režimu [Gartner 04]. Mikroskopické módy PLC javu boli rozobrané v mnohých prácach [Hähner 96₁, Kubin 90, Balík 89, Balík 01, Caceres 87, Korbel 92]. PLC jav vyžaduje určitú kritickú hustotu dislokácií a kritickú dobu t_w počas ktorej je dislokácia zachytená na prekážke. Ako bolo odvodené Kubinom a Estrinom [Kubin 90], doba t_w zotrvania dislokácie zachytenej na prekážke sa dá ako funkcia deformačnej rýchlosti očakávať vo forme $\dot{\varepsilon} \propto 1/t$. To je tiež dôvodom toho, prečo sa PLC jav vyskytuje pri určitých kritických napätiach a v relatívne úzkom rýchlostnom intervale, obr. 7.22a,b.

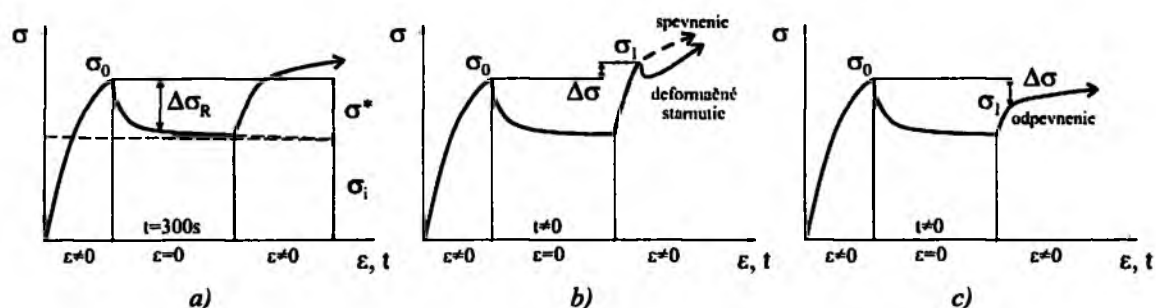
7.2.2.2 Napätové relaxácie

Relaxačné testy boli prevedené za účelom preukázať deformačné starnutie v zliatine Mg-0,7obj.%Nd. Princíp metódy napätových relaxácií (NR) bol popísaný v kap. 4.1.2. Relaxačné testy v tlaku s počiatočnou deformačnou rýchlosťou $2,2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ a relaxačnou dobou 300s prebiehali pri teplotách 16, 23, 50, 100, 150 a 200°C . Na obr. 7.27 je uvedená schéma relaxačnej krivky a popis jednotlivých parametrov. Ak sú vnútorné napätia σ_i a hustota pohyblivých dislokácií ρ_m konštantné, potom deformačný proces po NR pokračuje pri rovnakom napätí σ_1 aké bolo na začiatku σ_0 napätivej relaxácie (obr. 7.27a). Postrelaxačný efekt sa po NR môže prejaviť dvomi spôsobmi a to ako:

a) napätie po relaxácii (σ_1) vyššie ako napätie na začiatku relaxácie (σ_0) (obr. 7.27b):

1. spevnenie
2. dynamické napätové starnutie s prejavom ostrej medze sklzu na relaxačnej krivke;

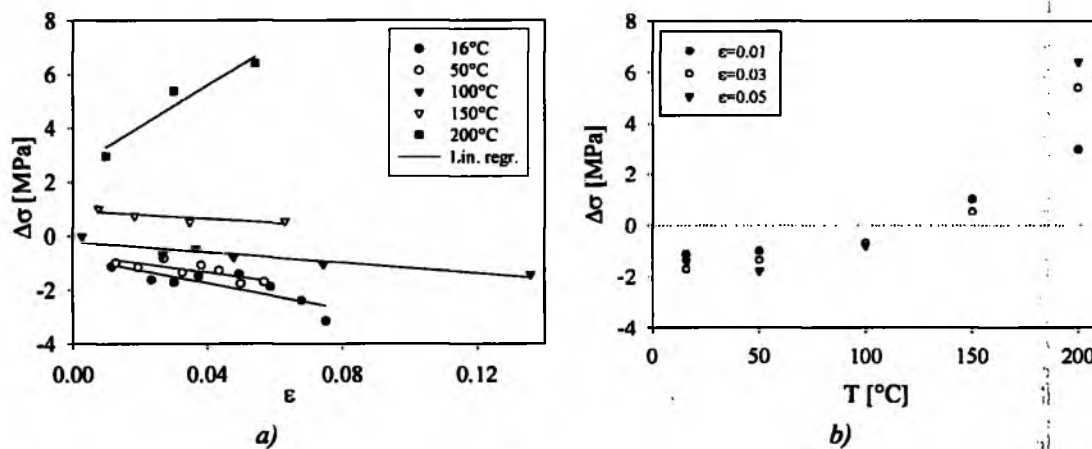
b) napätie po relaxácii (σ_1) nižšie ako napätie na začiatku relaxácie (σ_0) – odpevnenie (obr. 7.27c).



Obr. 7.27 Schéma relaxačnej krivky a popis relaxačných parametrov; σ^* - efektívne napätie, σ_i - vnútorné napätie, $\Delta\sigma_R$ - pokles efektívneho napätia počas relaxačnej doby, t - relaxačná doba, σ_0 - napätie na začiatku relaxácie, σ_1 - napätie na začiatku novej plastickej deformácie, $\Delta\sigma = \sigma_1 - \sigma_0$; a) priebeh relaxačnej krivky za predpokladu, že σ_i a ρ_m sú konštantné, b) prejav spevnenia počas relaxácie (kladné $\Delta\sigma$) alebo deformačného starnutia po napätivej relaxácii (kladné $\Delta\sigma$ s ostrou medzou sklzu), c) prejav odpevnenia/zotavenia (záporné $\Delta\sigma$) po NR.

Proces zotavenia je spojovaný s preusporiadaním alebo zánikom dislokácií, zatiaľ čo deformačné starnutie dáva informáciu o vzájomnej interakcii dislokácií a ostrá medza sklzu hovorí o zachytávaní dislokácií prímiesovými atómami. Hodnoty $\Delta\sigma = \sigma_1 - \sigma_0$ v závislosti na deformácii pre relaxačné teploty 16, 50, 100, 150, 200°C sú vynesené na obr. 7.28. Body sú preložené priamkou (lineárnou regresiou), ktorá slúži ako vodítko

pre oči . V intervale teplôt od 16 do 100°C sú hodnoty $\Delta\sigma$ záporné, čo indikuje že pri relaxácii prevažujú odpevňujúce procesy. Hodnota $\Delta\sigma$ by mala klesať so vzrastajúcou teplotou, pretože v dôsledku zotavovania by malo dochádzať k znižovaniu hustoty dislokácií zodpovedných za spevnenie. Avšak obr. 7.28 ukazuje, že so vzrastajúcou teplotou dochádza k zvyšovaniu hodnoty $\Delta\sigma$. Pri teplotách 150 a 200°C bola na relaxačných krivkách pozorovaná ostrá medza sklzu (obr. 7.27b), ktorej intenzita vzrastá so vzrastajúcou teplotou a naznačuje prítomnosť deformačného starnutia. Tento prejav je ďalším dôkazom interakcie prímiesových atómov Nd s dislokáciami a podporuje aj možný výskyt PLC javu. Poznamenajme, že nespojitá deformácia bola pozorovaná dokonca aj v oblastiach medzi jednotlivými relaxáciami na krivke σ - ϵ pri teplote 200°C, pričom najvýznamnejší prejav bol zaznamenaný v oblasti za medzou sklzu pred prvou relaxáciou.



Obr. 7.28 Postrelaxačný efekt na zliatine Mg-0,7obj.%Nd deformovanej v tlaku metódou napäťových relaxácií s počiatočnou rýchlosťou $2,2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$; a) závislosť $\Delta\sigma$ na deformácii v teplotnom intervale 16-200°, b) závislosť $\Delta\sigma$ na teplote pre rôzne deformácie.

Existujú rôzne matematické modely pre popis postrelaxačného efektu $\Delta\sigma$. Napríklad Dlouhý a kol. [Dlouhý 84] ukázali, že napäťový postrelaxačný efekt $\Delta\sigma$ (zvýšenie alebo zníženie napätia po relaxácii) môže byť obecné popísaný komplexnou rovnicou

$$\Delta\sigma(t) = \alpha' \ln \left[1 + \beta_1 \int_0^t \rho_m(t') \exp\left(\frac{\sigma_i(0) - \sigma_i(t')}{\alpha'}\right) dt' \right] \quad (7.4)$$

$$\text{kde } \alpha' = \frac{kT}{V}, \quad \beta_1 = \frac{VNb\bar{L}}{kT} v_0 \exp\left(-\frac{\Delta G_0 - \sigma^*(0)V}{kT}\right),$$

ν_0 je frekvenčný faktor, ΔG_0 je hodnota aktivačnej entalpie pre $\sigma^*=0$, \bar{L} je parameter, σ^* je efektívne napätie na začiatku relaxácie v čase $t=0$.

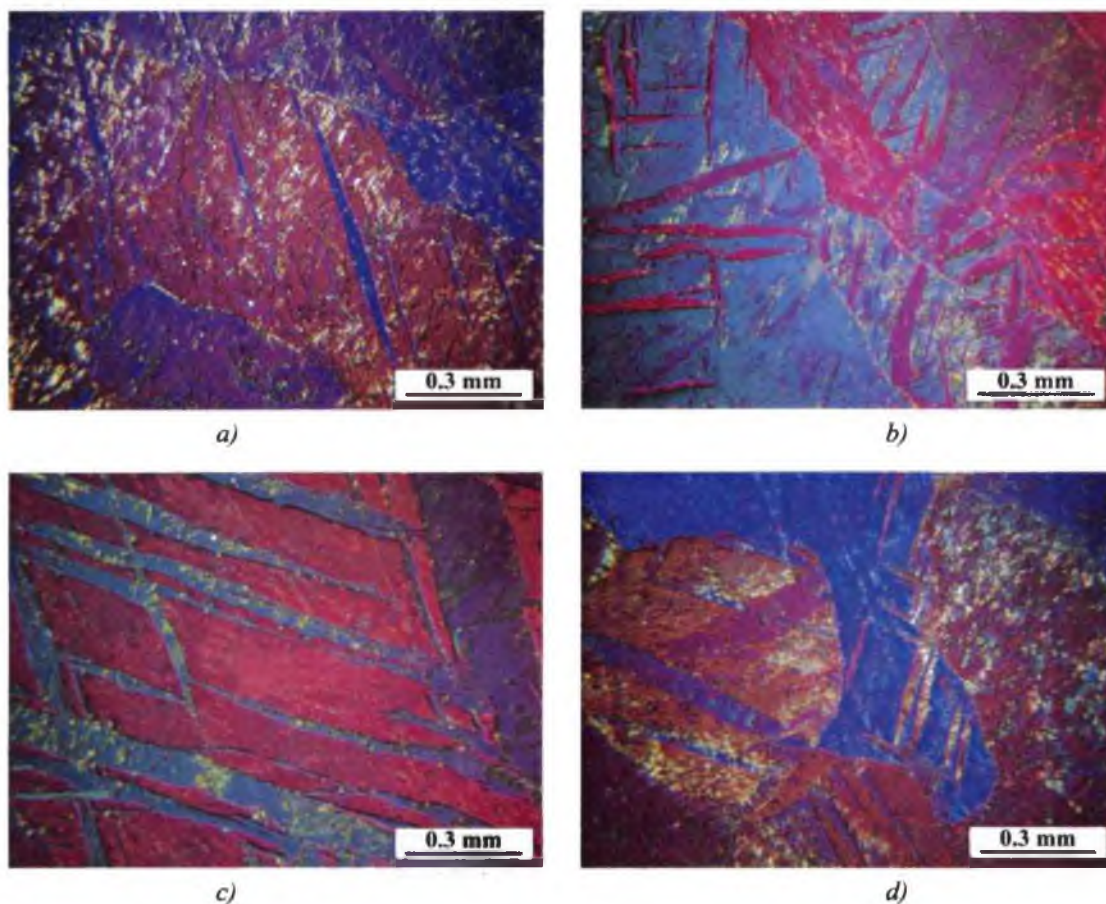
Rovnica je jednoducho riešiteľná za niektorých zjednodušujúcich podmienok, napr. ak predpokladáme hustotu pohyblivých dislokácií ρ_m a hodnotou vnútorného napätia σ_i v priebehu napäťovej relaxácie za konštantnú. Obecné riešenie rovnice (7.4) vyžaduje znalosť vzťahu medzi ρ_m a σ_i , pretože príspevky jednotlivých procesov obsiahnutých v integráli na pravej strane rovnice nemôžeme od seba oddeliť. Nájdenie korelácie medzi σ_i a ρ_m je však experimentálne veľmi obtiažne.

Vzrast napätia po NR (obr. 7.27b), ktorý je závislý na deformácii a teplote, nastáva v dôsledku zachytávania dislokácií prímesovými atómami a je potrebný na odtrhnutie dislokácií od atmosféry prímesových atómov pri novej deformácii. Výrazný nárast $\Delta\sigma$, ktorý je prejavom deformačného starnutia, bol pozorovaný po relaxáciách pri teplote 200°C (obr. 7.28a,b). V prípade NR pri teplote 150°C je hodnota $\Delta\sigma$ kladná rovnako ako pri teplote 200°C, avšak dochádza k jej miernemu poklesu so zvyšujúcou sa deformáciou.

7.2.3 Deformačné dvojčatenie

Typickou črtou deformačnej mikroštruktúry po ťahových skúškach je veľké množstvo deformačných dvojčiat v celom študovanom teplotnom rozsahu. Na obrázku 7.29a-d je ukázaná charakteristická mikroštruktúra zliatiny Mg-0,7obj.%Nd po deformácii pri izbovej teplote, 100, 200 a 300°C s množstvom deformačných dvojčiat. Dvojčatá sú významným deformačným mechanizmom, hrajú podstatnú úlohu počas plastickej deformácie všetkých *hcp* kovov a boli pozorované mnohými autormi [Barnett 04₁, Reed 57, Nave 04, Mahajan 03, Christian 95, Myshlyaev 02, Máthis 04, Yoo 91, Máthis 01, Gartner 04, Kaibyshev 92, Clark 68]. Deformačné dvojčatá majú malú schopnosť pojať plastickej deformáciu, avšak môžu preorientovať mriežku do priaznivejšej kryštalografickej orientácie pre sklz dislokácií a tým uľahčiť deformáciu, ako bolo pozorované aj Zhangom a kol. [Zhang 00]. Bazálny sklz vo vnútri dvojčiat už po malej plastickej deformácii bol pozorovaný aj Gärtnerovou a kol. u binárnej zliatiny MgAl [Gartner S]. Na druhej strane deformačné dvojčatá môžu slúžiť aj ako prekážka pre pohyb dislokácií a tým prispievať k spevneniu počas plastickej deformácie [Serra 95].

Najčastejšie pozorovanou rovinou dvojčatenia u horčíka a jeho zliatin je rovina $(10\bar{1}2)$, ďalšími pozorovanými rovinami dvojčatenia sú $(10\bar{1}1)$ a $(10\bar{1}3)$, ktoré potrebujú vyššiu koncentráciu napätí ako rovina $(10\bar{1}2)$ [Christian 95].



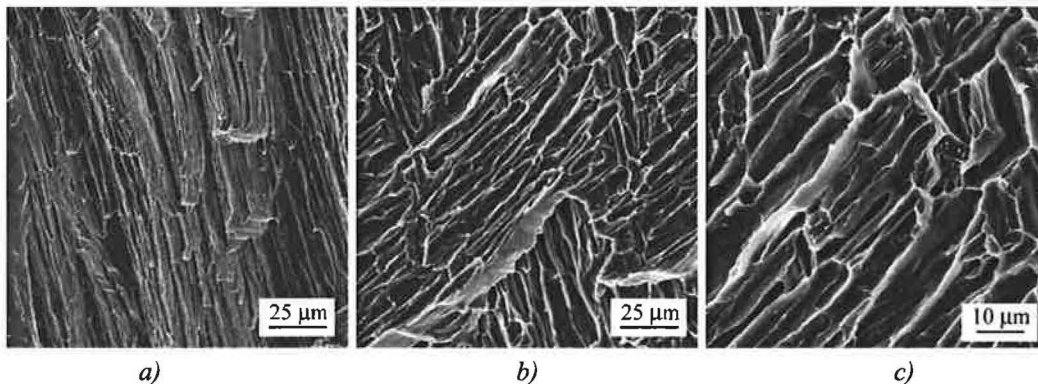
Obr. 7.29 Mikroštruktúra zliatiny Mg-0,7obj.%Nd po deformácii v ťahu pri: a) izbovej teplote; b) 100°C; c) 200°C; d) 300°C. Svetelná mikroskopia s použitím polarizovaného svetla.

Na **obr. 7.29** Môžeme vidieť, že niektoré dvojčatá sú vzájomne orientované pod uhlom odlišným od 120°C v rámci jedného zrna, čo môže naznačovať aktiváciu rôznych dvojčatových systémov. Počas deformácie dochádzalo k vzájomnému pretínaniu dvojčiat najmä pri vyšších teplotách a pri teplotách 200°C a 300°C bolo pozorované aj sekundárne dvojčatenie (**obr. 7.29c,d**). Sekundárne dvojčatenie je tvorba nových (sekundárnych) dvojčiat v primárnom dvojčati. Sekundárne dvojčatá môžu vznikáť v odlišnom systéme ako primárne dvojčata. Barnett a kol. [Barnett 04₁] pozorovali vznik sekundárnych dvojčiat typu $\{10\bar{1}2\}$ v primárnych dvojčatách typu $\{10\bar{1}1\}$ na horčíkovej zliatine MgCe po valcovaní za studena. Yoo a Lee v svojej práci [Yoo 91] ukazujú, že systém dvojčatenia u hexagonálnych kovov je závislý na osovom pomere c/a , pričom preferované dvojčatové systémy u jednotlivých materiálov môžu byť

odlišné v závislosti od deformačného módu (ťah, tlak). Reed-Hill [Reed 64] ukázal, že pretínanie dvojčiat má okrem šmyku spojeného s dvojčatením obyčajne za následok deformáciu sklzom. Z tohto dôvodu podľa Cahn [Cahn 73] nie je splnená podmienka spojitosti dvojčatového šmyku pri pretínaní dvojčiat a prienik jedného dvojčat'a do druhého spôsobuje sekundárne dvojčatenie [Yoo 91]. Yoo a kol. [Yoo 91] diskutujú, že u *hcp* materiálov vykazujúcich sekundárne dvojčatenie môže vzájomné pretínanie dvojčiat zabezpečiť' oceniteľné množstvo plastickej deformácie; a naopak u *hcp* materiálov nevykazujúcich sekundárne dvojčatenie môže vzájomný prienik dvojčiat spôsobovať lokálne napätia, ktoré môžu viesť k nukleácii trhliny. Študovaná Mg zliatina patrí medzi materiály, ktoré vykazujú sekundárne dvojčatenie, avšak potenciálne zlepšenie ťažnosti vplyvom sekundárneho dvojčatenia môže byť potlačené výskytom *PLC* javu.

7.2.4 Hodnotenie mikromechanizmov deformácie a porušovania

Z makroskopického hľadiska je štruktúra zliatiny Mg-0,7obj.%Nd tvorená pomerne veľkými zrnami. Po ťahovej skúške pri izbovej teplote v závislosti od orientácie zŕn môžeme na lomovej ploche pozorovať morfológiu jamkovú, žliabkovú, prípadne morfológiu pripomínajúcu drevitý lom, **obr. 7.30**.



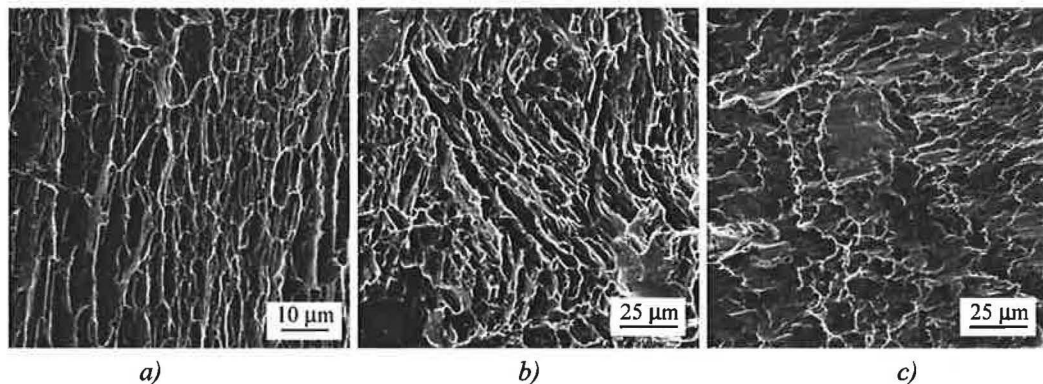
Obr. 7.30 Lomová plocha zliatiny Mg-0,7obj.%Nd po ťahovej skúške pri izbovej teplote: a) drevitý lom, b) žliabková morfológia, c) inklúzie na dne jamky. (REM)

Tvorba stupňov a faziet na lomovej ploche je zdokumentovaná na **obr. 7.30a**. Pri realizácii plastickej deformácie sa pravdepodobne uplatňoval aj mechanizmus dvojčatenia, ktorý bol potvrdený pozorovaniami mikroštruktúry po deformácii pomocou svetelného mikroskopu. **Obrázok 7.30b** ukazuje časť lomovej plochy, kde je vidieť tvárne porušenie pripomínajúce žliabkovú morfológiu. Tvorba žliabkov súvisí pravdepodobne s porušovaním v bazálnych rovinách a nie pretiahnutím jamiek. Fáza δ

sa v závislosti od orientácie zrna porušovala aj charakteristickým transkryštalickým tvárnym porušením s jamkovou morfológiou. Plytký tvar jamiek pri nízkych teplotách je dôsledkom obmedzeného počtu sklzových systémov. Na lomovej ploche sa lokálne vyskytovali inklúzie a precipitáty, ktoré boli ukotvené na dne jamiek alebo žliabkov (obr. 7.30c).

Pri teplote 100°C sa uplatňovali rovnaké mechanizmy porušovania ako pri teplote izbovej, vplyvom zvýšenej teploty boli jamky a žliabky hlbšie a hustejšie (obr. 7.31a). Deformácia pri teplote 200°C potlačuje transkryštalické tvárne porušovanie so žliabkovou morfológiou a uplatňuje sa viac transkryštalické tvárne porušovanie s jamkovou morfológiou (obr. 7.31b). Bol pozorovaný aj mechanizmus intekryštalického štiepneho porušenia v oblastiach, kde rovina maximálneho šmykového napätia bola rovnobežná s hranicou zrna.

Porušovanie pri teplote 300°C (obr. 7.31c) bolo sprevádzané vyššou plastickou deformáciou, pričom fáza δ sa porušovala výhradne transkryštalickým tvárnym porušením s jamkovou morfológiou. Tvar jamky bol ovplyvnený nielen plastickou deformáciou ale aj aktivovaním nových sklzových systémov. V dôsledku väčšieho počtu sklzových systémov vznikali nerovnoosé jamky s lokálne vyťahnutými okrajmi.



Obr. 7.31 Lomová plocha zliatiny Mg-0,7obj.%Nd po deformácii v ťahu pri teplote a) 100°C, b) 200°C, c) 300°C. (REM)

Pri deformácii zliatin horčíka sa uplatňujú sklzové systémy, ktoré majú vplyv na výslednú morfológiu porušovania. Pre nízke teploty je to hlavne systém bazálnych rovín a smerov $(0001)\langle 11\bar{2}0 \rangle$. Pri vyšších teplotách sa predpokladá aktivácia prizmatických $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ a pyramidálnych $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ a $\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}3 \rangle$ [Obara 73, Stohr 72]

sklzových systémov. Okrem toho charakter lomu ovplyvňuje aj deformácia dvojčatením.

8 Závěry

V práci boli skúmané mikromechanizmy plastickej deformácie zliatiny Mg-0,7obj.%Nd a kompozitov na báze horčíkovej zliatiny AZ91 vystuženej a) 20obj.% krátkych saffilových vlákien, tj. AZ91 Saffil; b) 5obj.% krátkych saffilových vlákien a 15obj.%SiC častíc, tj. AZ91 Hybrid; c) 3hm.%Si a 10obj.% SiC častíc, tj. AZ91 SiC častice. Mikroprocesy plastickej deformácie boli skúmané v intervale teplôt RT-300°C. Mechanické vlastnosti boli študované rázovými skúškami ohybom a jednoosým ťahom a tlakom pri konštantnej rýchlosti deformácie. Výsledná mikroštruktúra a lomové plochy boli pozorované prostredníctvom svetelnej mikroskopie a elektrónovej riadkovej mikroskopie.

Kompozity na báze zliatiny AZ91

Štúdium deformačného chovania a analýza možných spevňujúcich mechanizmov horčíkových kompozitov AZ91 Saffil a Hybrid, a AZ91 SiC častice s obohatenou matricou o 3obj.%Si môžeme zhrnúť nasledovne:

U všetkých troch kompozitov dochádza na začiatku plastickej deformácie k výraznému spevneniu, v porovnaní s nespevnou matricou, najmä pri izbovej teplote. Najvyššie spevnenie bolo pozorované u kompozitu s krátkymi saffilovými vláknami a najnižšie u kompozitu s SiC časticami. Pri zvýšených teplotách ($T > 150^{\circ}\text{C}$) dochádza k výraznému poklesu oboch charakteristických napätí pravdepodobne v dôsledku zotavovacích procesov. U kompozitu Saffil bola pri teplote 200°C pozorovaná dynamická rekryštalizácia. Z možných študovaných príspevkov k spevneniu vplyvom spevňujúcej fázy sa javí ako najvýznamnejší príspevok prenos napätí z matrice na vlákna u kompozitov AZ91Saffil a Hybrid. Ako nezanedbateľný príspevok prichádza do úvahy aj vznik dislokácií v dôsledku rozdielnej teplotnej rozťažnosti matrice a spevňujúcej

fázy, zvýšená hustota dislokácií v dôsledku nekompatibility rozhrania matrica/spevňujúca fáza a menšie zrno kompozitu v porovnaní s nespevnenou zliatinou.

Štúdium mikroštruktúry a chemická analýza základného stavu prispeli k presnej identifikácii jednotlivých štruktúrnych fáz zliatiny AZ91 a odhalili prítomnosť nežiadúcich karbidov na rozhraní medzi matricou a SiC časticou u kompozitu AZ91 SiC častice. Prítomnosť karbidov zhoršuje kvalitu rozhrania a tým napomáha k porušovaniu tohto kompozitu prednostne na rozhraní matrica/častica. Fázy zliatiny AZ91 sú tuhý roztok Al v Mg (δ -fáza), intermetalická zlúčenina $Mg_{17}Al_{12}$ (γ -fáza), lamelárny diskontinuálny precipitát ($\gamma+\delta$); prídavok Si do zliatiny AZ91 vedie k vzniku fázy Mg_2Si v dvoch formách – primárne dendrity a častice čínskeho písma.

Analýza mikromechanizmov porušovania po rázových skúškach potvrdila zvyšovanie plastickej deformácie so zvyšujúcou sa teplotou v základnej δ -fáze zliatiny AZ91, ako bolo pozorované aj z deformačného chovania všetkých troch študovaných kompozitov. Lom sa u všetkých kompozitov v celom teplotnom intervale šírila prevažne po časticiach a γ -fáze, a u kompozitu SiC častice to bola aj fáza Mg_2Si . Spevňujúca fáza sa porušovala štiepením a delamináciou, pričom so zvyšujúcou teplotou sa podiel štiepenia znižoval a zvyšoval sa podiel delaminácie. Mechanizmus porušovania δ -fázy bol transkryštalický tvárny s jamkovou morfológiou, steny jamiek sa so zvyšujúcou teplotou viac plasticky vyťahovali a pri teplote 200°C a nad ňou boli na stenách kompozitov Saffil a Hybrid pozorované sklzové pásy. Fáza γ sa porušovala transkryštalickým štiepnym mechanizmom s jemnými sekundárnymi trhlinami pri teplotách RT až 300°C, u kompozitu Hybrid dochádzalo pri teplote 200°C a nad touto teplotou aj k interkryštalickému štiepeniu. Diskontinuálny precipitát $\gamma+\delta$ sa porušoval transkryštalickým tvárnym mechanizmom s jemnou jamkovou morfológiou v celom teplotnom intervale u všetkých troch sledovaných kompozitov. U kompozitu AZ91 SiC častice dochádzalo k prednostnému porušovaniu na rozhraní matrica/SiC častica v dôsledku prítomnosti karbidov na rozhraní medzi matricou a SiC časticami. Na druhej strane rozhranie matrica/ Mg_2Si fáza vykazovalo silnú väzbu. Fáza Mg_2Si sa porušovala transkryštalickým štiepením a dochádzalo k vzniku početných trhlín v dendritoch tejto fázy.

Zliatina Mg-0,7obj.%Nd

Analýza deformačných kriviek (v ťahu aj tlaku) ukázala, že v teplotnom intervale 200°C-300°C dochádza u zliatiny Mg-0,7obj.%Nd k nespojitej plastickej deformácii. Podrobná analýza potvrdila, že príčinou napäťových skokov na krivke σ - ϵ je PLC jav. Bola zistená záporná rýchlostná citlivosť zliatiny pri teplotách 250 a 300°C, ktorá vypovedá o prítomnosti plastickej nestability akou je PLC jav a prítomnosť postrelaxačnej ostrej medze sklzu pri teplotách 150 a 200°C, ktorá je tiež prejavom dynamického deformačného starnutia. Pravdepodobným mechanizmom prebiehajúcim počas deformačného starnutia je interakcia dislokácii s prímiesovými atómami. Študovaná zliatina vykazovala veľmi malú ťažnosť aj pri zvýšených teplotách.

Svetelná mikroskopia ukázala, že bežným deformačným módom v študovanom teplotnom intervale bolo mechanické dvojčatenie. Pri teplote 200°C a 300°C bolo pozorované aj sekundárne dvojčatenie.

Štúdium lomových plôch po deformácii v ťahu ukázalo transkryštalické tvárne porušenie so žliabkovou resp. jamkovou morfológiou pri všetkých pozorovaných teplotách, pričom so zvyšujúcou sa teplotou dochádzalo k zvyšovaniu podielu plastickej deformácie na lomovej ploche a k aktivácii nebazálnych sklzových systémov.

Ďalší rozvoj oboru

Experimentálne výsledky tejto práce a poznatky získané ich rozborom rozširujú znalosti týkajúce sa mechanických vlastností horčíkovej zliatiny Mg-0,7obj.%Nd a kompozitov na báze horčíkovej zliatiny AZ91 – Saffil, Hybrid a SiC častice. Komplexné štúdium jednotlivých materiálov ukázalo, že určovanie mikromechanizmov plastickej deformácie rôznymi technikami utvára ucelený obraz o študovanom materiáli. Porozumenie mechanizmom plastickej deformácie týchto materiálov je dôležité, či už z hľadiska základného výskumu alebo z hľadiska predpovedania ich vlastností dôležitých pre priemyslovú aplikáciu.

Predložená práca si nerobí nárok na to, že spracováva danú tému vyčerpávajúcim spôsobom. Zostávajú tu ešte nedoriešené otázky, pre ktoré by bolo zmysluplné pokračovať ďalej. Predmetom ďalšieho štúdia zostáva:

- Analýza mechanického dvojčatenia pomocou transmisnej elektrónovej mikroskopie (TEM) - určenie operujúcich dvojčatových systémov a systémov sekundárneho dvojčatenia.
- Doloženie dôkazu predpokladaných mikromechanizmov PLC javu napríklad pomocou in-situ TEM pozorovania pri zvýšených teplotách.
- Skúmať vplyv tepelného spracovania na prejav dynamického starnutia.
- Študovať vplyv spevnenia kompozitov v závislosti na zmene objemového podielu spevňujúcej fázy.
- Využitie poznatkov tejto práce v technickej praxi.

Literatúra

- [Agnew 00] S.R. Agnew, J.A. Horton, M.H. Yoo, *Metall Mater Trans A* 33 (2000), p.851-856.
- [Aikin 91] R.M. Aikin Jr., L. Christodoulou, *Scripta Metall. Mater.* 25 (1991), p. 9-14.
- [Arsen 86] R.J. Arsenault, N. Shi, *Mater. Sci. Eng.* 81 (1986), p. 175-187.
- [ASM 99] *Magnesium and Magnesium Alloys. ASM Specialty Handbook*, Edited by M.M. Avedesian and H. Baker, 1999, ISBN 0-87170-657-1.
- [Ashby 70] M.F. Ashby, *Phil. Mag.* 21 (1970), p. 399-424.
- [Bacon 81₁] D.J. Bacon, J.W. Martin, *Phil. Mag. A* 43 (1981), p. 883-900.
- [Bacon 81₂] D.J. Bacon, J.W. Martin, *Phil. Mag. A* 43 (1981), p. 901-909.
- [Balík 89] J. Balík, P. Lukáč, *Czech. J. Physic.* B39 (1989), p. 447.
- [Balík 93] J. Balík, P. Lukáč, *Acta Metall. Mater.* 41 (1993), p. 1447-1454.
- [Balík 01] J. Balík, *Mat. Sci. Eng. A* 316 (2001), p. 102-108.
- [Barnett 04] M.R. Barnett, Z. Keshavarz, A.G. Beer, D. Atwell, *Acta Mater.* 52 (2004), p. 5093-5103.
- [Barnett 04₁] M.R. Barnett, M.D. Nave, C.J. Bettles, *Mat. Sci. Eng. A* 386 (2004), p. 205-211.
- [Buch 99] F. von Buch, J. Lietzau, B.L. Mordike, A. Pisch, R. Schmid-Fetzer, *Mat. Sci. Eng. A* 263 (1999), p. 1-7.
- [Cáceres 87] .H. Cáceres, A.H. Rodriguez, *Acta Metall.* 35 (1987), p. 2851.
- [Cahn 73] R.W. Cahn, *Acta Metall.* 1 (1973), p. 49-70.
- [Canda 04] S. Canda, *Materials Letters* 58 (2004), p. 3601-3605.
- [Cieslar 94] M. Cieslar, *Difúzí podmíněné jevy v plasticky deformovaných kovech*, (Kandidační disertační práce) MFF UK Praha, 1994.
- [Clark 68] J.B. Clark, *Acta Metall.* 16 (1968), p. 141-152.

- [Clyne 93] T. Clyne, P.J. Whithers, *An Introduction to Metal Matrix Composites*. Cambridge Press, Cambridge, 1993, p. 94.
- [Corby 04] C. Corby, C. Cáceres, P. Lukáč, *Mat. Sci. Eng. A* 387 (2004), p. 22.
- [Cottrell 53] A.H. Cottrell, *Phil. Mag.* 44 (1953), p. 829.
- [Couret 85] A. Couret, D Caillard, *Acta Metall.* 33 (1985), p. 1447-1454.
- [Craw 74] A.F. Crawley, K.S. Milliken, *Acta Metall.* 22 (1974), p. 557-562.
- [Delan 00] F. Delannay, In: *Comprehensive Composite Materials*, ed. T.B. Clyne, Vol. 3, Elsevier, Amsterdam, 2000.
- [Dlouhý 84] A. Dlouhý, P. Lukáč, Z. Trojanová, *Kovové Mater.* 26 (1984), p. 688.
- [Dotsen 79] V.I. Dotsenko, *Phys. Stat. Sol. (b)* 93 (1979), p. 11-43.
- [Drozd 00] Z. Drozd, *Mechanické vlastnosti perspektivních materiálů (Disertační práce)*, MFF UK Praha, 2000.
- [Drozd 03] Z. Drozd, Z. Trojanová, V. Gärtnerová, *Magnesium Alloys and Their Applications*, ed. by K.U. Kainer DGM, Willey 2003, p. 122.
- [Ferro 98] R. Ferro, A. Saccone, A. Delfino, *Metallurgical Science and Technology* 16 (1998), p. 25-45.
- [Friedrich 06] *Magnesium Technology*, ed. by H.E Friedrich and B.L Mordike, Springer, 2006, ISBN: 3-540-20599-3
- [Gartner 02] V. Gärtnerová, Z. Trojanová, *Materialové Inžinierstvo IX*, 3/2002, (2002), ISSN 1335-0803, p. 155-160.
- [Gartner 04] V. Gärtnerová, Z. Trojanová, A. Jäger, P. Palček, *J Alloys Comp.* 378 (2004), p. 180-183.
- [Gartner 05] V. Gärtnerová, M. Chalupová, A. Jager, Z. Trojanová, *Mat. Sci. Forum* 482 (2005), p. 375-378.
- [Gartner S] V. Gärtnerová, A. Singh, A. Jäger, T. Mukai, Submitted to *Scripta Materialia*.
- [Hamer 92] M. Hamerský, Z. Trojanová, P. Lukáč, *Acta Techn. ČSAV* 37 (1992), p. 263-292.
- [Haasen 78] P. Haasen, *Physical Metalurgy*. Cambridge 1978, p. 338.
- [Hähner 96₁] P. Hähner, *Mater. Sci. Eng. A* 207 (1996), p. 208-215.
- [Hähner 96₂] P. Hähner, *Mater. Sci. Eng. A* 207 (1996), p. 216-223.
- [Hähner 02] P. Hähner, A. Ziegenbein, E. Rizzi, H. Neuhäuser, *Phys. Rev. B* 65 (2002), p. 134109.

- [Hert 83] R.W. Hertzberg: Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials. 2nd ed., John Wiley & Sons, 1983, ISBN 0-471-08609-6.
- [Hong 85] S.I. Hong, Mat. Sci. Eng. 76 (1985), p.77.
- [Hong 89] S.I. Hong, Mat. Sci. Eng. A 110 (1989), p. 125.
- [Hull 99] D. Hull, D.J. Bacon: Introduction to dislocations. 3rd ed., Butterworth-Heinemann, ISBN 0 7506 2361 8, 1999.
- [Christian 95] J.W. Christian, S. Mahajan, Progress in Materials Science 39 (1995), p. 1-157.
- [Jiang 05] Q.C. Jiang, H.Y. Wang, Y. Wang, B.X. Ma, J.G. Wang, Mat. Sci. Eng. A 392 (2005), p. 130–135.
- [Kaibyshev 92] R.O. Kaibyshev, O.S. Sitdikov, The Physics of Metals and Metallography 73 (1992), p. 635-642.
- [King 90] J.F. King: Advanced Materials Technology International (1990), p. 12.
- [Klose 04] F.B. Klose, F. Hagemann, P. Hähner, H. Neuhäuser, Mat. Sci. Eng. A 387–389 (2004), p. 93–97.
- [Klose 04₁] F.B. Klose, A. Ziegenbein, F. Hagemann, H. Neuhäuser, P. Hähner, M. Abbadi, A. Zeghloul, Mat. Sci. Eng. A 369 (2004), p. 76–81.
- [Klose 04₂] F.B. Klose, J. Weidenmüller, A. Ziegenbein, P. Hähner, H. Neuhäuser, Phil. Mag. A 84 (2004), p. 467-480.
- [Kocks 76] U.F. Kocks, J. Eng. Mater. Tech. 98 (1976), p.76.
- [Korbel 74] A. Korbel, Scripta Metall. 8 (1974), p. 609–612.
- [Korbel 76] A. Korbel, J. Zasadzinski, Z. Sieklucka, Acta Metall. 24 (1976), p. 919–923.
- [Korbel 81] A. Korbel, H. Dybiec, Acta Metall. 29 (1981), p. 89–93.
- [Korbel 92] A. Korbel, J. Mech. Behav. Mat. 4 (1992), p. 61.
- [Kouzeli 02] M. Kouzeli, A. Mortensen, Acta Mater. 50 (2002), p. 39-51.
- [Kovacs 02] I. Kovács, N.Q. Chinh, E. Kovács-Csetényi, Phys. Stat. Sol. (a) 194 (2002), p. 3-18.
- [Kratochvíl 84] P. Kratochvíl, P. Lukáč, B. Sprušil: Úvod do fyziky kovů I, SNTL Praha, 1984.
- [Kubin 85] L.P. Kubin, Y. Estrin, Acta Mater. 33 (1985), p. 397.
- [Kubin 90] L.P. Kubin, Y. Estrin: Acta Metall. 38 (1990), p. 697.

- [Kuhn 00] H. Kuhn, D. Medlin: *Mechanical Testing and Evaluation*, ASM Handbook, vol. 8, 2000, ISBN 0-87170-389-0, p.596-611.
- [Labusch 70] R. Labusch, *Phys. Stat. Sol.* 41 (1970), p. 659.
- [Lee 98] J.C. Lee, J.Y. Byun, S.B. Park, H.I. Lee, *Acta Mater.* 46 (1998), p. 1771-1780.
- [Lilholt 91] H. Lilholt, *Mat. Sci. Eng. A* 135 (1991), p. 161-171.
- [Ling 93] C.P. Ling, P.G. McCormick, *Acta Metall. Mater.* 41 (1993), p. 3127–3131.
- [Liu 04] Y. Liu, X. Liu, B. Xiufang, *Materials Letters* 58 (2004), p. 1282–1287.
- [Louche 05] H. Louche, P. Vacher, R. Arrieux, *Mat. Sci. Eng. A* 404 (2005), p. 188–196.
- [Lukáč 92] P. Lukáč, *Phys. Stat. Sol. (a)* 131 (1992), p. 377-390.
- [Lukáč 94] P. Lukáč, J. Balík, *Key Eng. Mater.* 97-98 (1994), p. 307.
- [Lukáč 99] P. Lukáč, Z. Trojanová, Z. Drozd, M. Janeček, In: *Přínos metalografie pro řešení výrobních problémů*, Mariánské Lázně, červen 1999, p. 13-18.
- [Lukáč 00] P. Lukáč, Z. Trojanová, Z. Drozd: *Key Eng. Mater.* 188 (2000), p. 121
- [Luster 93] J.W. Luster, M. Thumann, R. Baumann, *Mat. Sci. Technology* 9 (1993), p. 853.
- [Lü 00] Y.Z. Lü, Q.D. Wang, W.J. Ding, X.Q. Zeng, Y.P. Zhu, *Materials Letters* 44 (2000), p. 265-268.
- [Mabuchi 96] M. Mabuchi and K. Higashi: *Acta Mater.* 44 (1996), p. 4611-4618.
- [Mahajan 03] S. Mahajan: *Deformation Twinning*. In: K. H. Jürgen Buschow, Robert W. Cahn, Merton C. Flemings, Bernard Ilshner (print), Edward J. Kramer, Subhash Mahajan, and Patrick Vessiere (updates), Editor(s)-in-Chief, *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, Elsevier Science Lt, Oxford, 2003, Pages 1-14, 008043126; (<http://www.sciencedirect.com/science/article/B7575-49GV481-WK/2/ce65b82337963fdb4151b003d10ffca3>).
- [Malygin 90] G.A. Malygin, *Phys. Stat. Sol. (a)* 119 (1990), p. 423.

- [Mathis 01] K. Máthis, Z. Trojanová, P. Lukáč, J. Lendvai: Proc. of EUROMAT 2001, Rimini 2001, CD ROM ISBN 88 85298 39 7, Associazione Italiana di Metallurgia 2001.
- [Máthis 03] K. Máthis, Studium procesů plastické deformace hořčkových slitin, (Disertační práce) MFF UK Praha, 2003.
- [Mathis 04] K. Mathis, F. Chmelík, Z. Trojanová, P. Lukáč, J. Lendvai, Mat. Sci. Eng. A 387–389 (2004), p. 331–335.
- [McCormick 71] P.G. McCormick: Acta Metall. 19 (1971), p. 463–471.
- [McCormick 73] P.G. McCormick, Acta Metall. 21 (1973), p. 873.
- [McQueen 04] H.J. McQueen, Mat. Sci. Eng. A 387–389 (2004), p. 203–208.
- [Meyers 01] M.A. Meyers, O. Vöhringer, V. A. Lubarda, Acta Mater. 49 (2001), p. 4025–4039.
- [Mises 28] R. von Mises: Z. Ang. Math. Mech. 8 (1928), p. 161.
- [Mordike 01] B.L. Mordike, T. Ebert, Mat. Sci. Eng. A 302 (2001), p. 37–45.
- [Mordike 02] B.L. Mordike, Mat. Sci. Eng. A 324 (2002), p. 103–112.
- [Mulford 79] R.A. Mulford, U.F. Kocks, Acta Metall. 27 (1979), p. 1125–1134.
- [Myshlyayev 02] M.M. Myshlyayev, H.J. McQueen, A. Mwembela, E. Konopleva, Mat. Sci. Eng. A 337 (2002), p. 121–/133.
- [Mwembela 97] A. Mwembela, E.B. Konopleva, H.J. McQueen, Scripta Materialia 37 (1997), p. 1789–1795.
- [Nabarro 46] F.R.N. Nabarro, Proc. Phys. Soc. 58 (1946), p. 669.
- [Nave 04] M.D. Nave, M.R. Barnett, Scripta Materialia 51 (2004), p. 881–885.
- [Numakura 98] H. Numakura, M. Koiwa, Metallurgical Science and Technology 16 (1998), p. 4–19.
- [Obara 73] T. Obara, H. Yoshinga, S. Morozum, Acta Metall. 21 (1973), p. 845–853.
- [Ogawa 64] K. Ogawa, R. Maddin, Acta Metal. 12 (1964), p. 713–1203.
- [Orowan 48] E. Orowan, In: Symposium on Internal Stresses in Metals and Alloys. Inst. Of Metals, London, 1948, p. 451.
- [Palček 02] P. Palček, M. Chalupová, Materiálové inžinierstvo, roč. 9, č. 3 (2002), p. 57–66.

- [Palček 03] P. Palček, M. Chalupová, In.: Proceedings of the Conference FRACTOGRAPHY 2003, Eds.: Ľ. Parlák, Stará Lesná, November 2003, IMR SAS Košice, Slovak Republic.
- [Park 57] J.J.Park, L.L. Wyman, WACD Tech. Rep. 33 (1957), p. 57-504.
- [Pawel 84] A. Pawelek, A. Korbel, Phil. Mag. B 61 (1984), K27
- [Pike 73] T.J. Pike, B. Noble, J. Less-Common Metals 30 (1973), p. 63.
- [Polmear 92] I.J. Polmear, In: Magnesium Alloys and Their Applications. ed. by B.L. Mordike, F. Hehmann, DGM Informationsgesellschaft, Oberursel, 1992, p. 201.
- [Polmear 94] I.J. Polmear, Mat. Sci. Technology 10 (1994), p. 1-16.
- [Reed 57] R.E. Reed-Hill, W.D. Robertson, Acta Metall. 5 (1957), p. 717-737.
- [Reed 64] R.E.Reed-Hill, Trans. TMS-AIME 230 (1964), p. 809-813.
- [Reppich 93] B. Reppich, In: Material Science and Technology. Ed. by R.W. Cahn, P. Halasen, E.J. Kamer, Vol. 6, ed. By H. Mughrabi, 1993, p. 311.
- [Roberts 60] C.S. Roberts, Magnesium and Its Alloys. John Wiley & Sons, New York, 1960.
- [Rudaj 04] A. Rudajevová, V. Gärtnerová, A. Jäger, P. Lukáč, Kovove Mater. 42 (2004), p. 185-192.
- [Russell 53] B. Russell, Phil. Mag. 8 (1953), p. 615.
- [Serra 95] A.Serra, D.J. Bacon, Acta Metall. Mater. 43 (1995), p. 4465.
- [Schlipf 94] J. Schlipf, Scripta Metall. Mater. 31 (1994), p. 909-914.
- [Smallman 64] R.E. Smallman: Moderní nauka o kovech. preklad: P. Kratochíl, P. Lukáč, R. Řeřicha, B. Sprušil, K. Toman, SNTL Praha, 1964.
- [Stohr 72] J.F. Stohr, J.P. Poirier, Phil. Mag. 25 (1972), p. 1313-1329.
- [Tábor 82] L. Tábořský, P. Šebo: Konštrukčné materiály spevnené vláknami. I. vydanie, Alfa – vydavateľstvo Bratislava, 1982.
- [Takeuchi 96] S. Takeuchi, T. Hashimoto, K. Suzuki, Intermetallics 4 (1996), p. S147-S150.
- [Taylor 34] G. Taylor, Proc. Roy. Soc. A 145 (1934), p. 362.
- [Taya 89] M. Taya, R.J. Arsenault: Metal Matrix Composite. Pergamon Press. ISBN 0-08-036983-9.
- [Thompson 52] N. Thompson, D.J. Millard, Phil. Mag. 43 (1952), p. 422 – 440.

- [Trojan 00] Z. Trojanová, Z. Drozd, M. Janeček, P. Lukáč, In: Proc. of EUROMAT 2000, Tours, Eds. D. Miannay, P. Costa, D. Francouis, A. Pineau, Elsevier 2000, p. 1291.
- [Trojan 01] Z. Trojanová, S. Kúdela, P. Lukáč, Z. Drozd, K. Máthis, V. Kolenčíak, A. Schweighofer, *Kovové Mater.* 39 (2001), p. 1-10.
- [Trojan 01₁] Z. Trojanová, P. Lukáč, P. Gabor, Z. Drozd, K. Mathis, *Kovové Mater.* 39 (2001), p. 368-378.
- [Trojan 02] Z. Trojanová, Z. Száraz, P. Lukáč, *Materiálové inžinierstvo*, roč. 9, č. 3 (2002), p. 85-90.
- [Trojan 04] Z. Trojanová, V. Gärtnerová, O. Padalka, *Kovove Mater.* 42 (2004), p. 206 – 213.
- [Trojan 04₁] Z. Trojanová, V. Gärtnerová, P. Lukáč, Z. Drozd, *J. Alloys Comp.* 378 (2004), pp. 19-26.
- [Trojan 05] Z. Trojanová, Z. Szárasz, *Mater. Sci. Forum* 482 (2005), p. 363-366.
- [Trojan 05₁] Z. Trojanová, P. Lukáč, K.U. Kainer, V. Gärtnerová, *Advanced Eng. Mater.* 7 (2005), p. 1027-1032.
- [Trojan 06] Z. Trojanová, Z. Drozd, S. Kúdela, Z. Szárasz, P. Lukáč, *Composites Science and Technology* (2006), In press
- [Trojan S] Z. Trojanová, Z. Száraz, V. Gärtnerová, Submitted to *Key Eng. Mater.*
- [Tyson 67] W. Tyson, *Acta Metall.* 15 (1967), p. 574-577.
- [Ustohal 01] V. Ustohal, L. Ptáček, *Slevárenství* 2-3 (2001), p.103.
- [Voce 55] E. Voce, *J. Inst. Metals* 74 (1955), p. 537.
- [Vostrý 94] P. Vostrý, I. Stulíková, B. Smola, J. Kiehn, W. Riehemann, B.L. Mordike, *Key Engn. Mater.* 29 (1994), 97-98.
- [Wilson 03] R. Wilson, C.J. Bettles, B.C. Muddle, J.F. Nie, *Mater. Sci. Forum* 419-422 (2003), p. 267.
- [www1] <http://www.magnesium-elektron.com/about-magnesium.asp?ID=1>
- [Yoo 67] M.H. Yoo, C.T. Wei, *J. Appl. Phys.* 38 (1967), p. 4317-4322.
- [Yoo 91] M.H. Yoo, J.K. Lee, *Phil. Mag. A* 63 (1991), p. 987-1000.
- [Ziegenbein 00] A. Ziegenbein, P. Hähner, H. Neuhäuser, *Comput. Mater. Sci.* 19 (2000), p. 27–34.
- [Zhang 00] P. Zhang, B. Watzinger, P.Q. Kong, W. Blum, *Key Eng. Mater.* 171-174 (2000), p. 609.