

Univerzita Karlova v Praze
Matematicko-fyzikální fakulta

BAKALÁRSKA PRÁCA



Peter Minárik

**Fyzikálna podstata plasticity perspektívnych zliatin pre
letecký priemysel**

Katedra fyziky materiálov

Vedúci bakalárskej práce: Dr. rer. nat. Robert Král, Dr.

Študijný program: Fyzika, obecná fyzika

2008

Týmto by som sa chcel poďakovať Dr. rer. nat. Robertovi Královi, Dr. za jeho odborné vedenie a mnohé konštruktívne pripomienky.

Takisto ďakujem pani Marte Čepovej za jej pomoc pri meraní pomocou metalografického mikroskopu a Ing. Jiřímu Maclovi za jeho pomoc pri meraní pomocou skenovacieho elektrónového mikroskopu.

Prehlasujem, že som svoju bakalársku prácu napísal samostatne, výhradne za použitia citovaných zdrojov. Súhlasím so zapožičiavaním práce.

V Prahe dňa

.....
Peter Minárik

Prehľad použitých skratiek a symbolov

DSC – (Differential Scanning Calorimetry) rozdielová skenovacia kalorimetria

HCP – (Hexagonal Closed Packed structure) hexagonálna tesne usporiadaná štruktúra

SEM – (Scanning Electron Microscope) skenovací elektrónový mikroskop

b_0 – absolútny koeficient priamky v rov.3

b_1 – lineárny koeficient priamky v rov.3

F – pôsobiaca sila v rov. 2

l_0 – pôvodná dĺžka v rov. 2

S_0 – pôvodný prierez v rov. 2

t – čas v rov. 3

v – rýchlosť posuvu zariadenia v rov. 3

ϵ_{Plast} – relatívne predĺženie plastickej deformácie v rov. 1

σ – skutočné mechanické napätie v rov. 2

Obsah

| | | |
|----------|--|----|
| | Úvod | 6 |
| 1 | Použité zliatiny | 7 |
| 1.1 | Zliatina AZ80 | 7 |
| 1.2 | Zliatina ZK60 | 7 |
| 2 | Experimentálne metódy | 8 |
| 2.1 | Metalografická mikroskopia | 8 |
| 2.2 | DSC (Differential Scanning Calorimetry) | 8 |
| 2.3 | SEM (Scanning Electron Microscope) | 8 |
| 2.4 | Ťahové deformačné skúšky | 8 |
| 2.5 | Tepelné spracovanie | 9 |
| 3 | Príprava vzoriek | 10 |
| 3.1 | Metalografická mikroskopia | 10 |
| 3.2 | Ťahové deformačné skúšky | 10 |
| 4 | Experimentálne výsledky | 11 |
| 4.1 | Počiatkový stav | 11 |
| 4.2 | Určenie novej metódy tepelného spracovania | 13 |
| 4.3 | Overenie mechanických vlastností | 16 |
| 4.4 | Štúdium lomových plôch | 18 |
| 4.5 | Určenie zloženia fáz pomocou SEM | 22 |
| 5 | Diskusia | 23 |
| 6 | Záver | 24 |
| 7 | Zoznam literatúry | 25 |

Názov práce: Fyzikálna podstata plasticity perspektívnych zliatin pre letecký priemysel

Autor: Peter Minárik

Katedra: Katedra fyziky materiálov

Vedúci bakalárskej práce: Dr. rer. nat. Robert Král, Dr.

e-mail vedúceho: rkral@met.mff.cuni.cz

Abstrakt: V predloženej práci sa zaoberáme možnosťami zefektívnenia metódy tepelného spracovania horčikových zliatin AZ80 a ZK60 určených k plastickej deformácii za zvýšenej teploty (kovaniu). Pomocou štúdia zmien v mikroštruktúre materiálu vyvodzujeme postup prípravy zliatin, ktorý ďalej testujeme pomocou ťahových deformačných skúšok. Práca je doplnená o fotografie lomových plôch vzoriek, ktoré vznikli pomocou skenovacieho elektrónového mikroskopu a metalografického mikroskopu kvôli presnejšiemu porozumeniu procesov, ktoré nastávajú pri pretrhnutí vzoriek. Pre zliatinu ZK60 boli dosiahnuté porovnateľné mechanické vlastnosti, predovšetkým plasticita, za použitia kratšieho času tepelného spracovania pri nižšej teplote. Pre zliatinu AZ80 sme neboli schopní úspešne uskutočniť deformačné testy kvôli vysokej koncentrácii kavit v materiáli, a preto odporúčame zlepšiť kvalitu materiálu pred ďalším výskumom.

Kľúčové slová: horčík, zliatina, plasticita, zrno, sekundárna fáza, štruktúra

Title: Physical fundamentals of plasticity of prospective alloys for aerospace industry

Author: Peter Minárik

Department: Department of matter physics

Supervisor: Dr. rer. nat. Robert Král, Dr.

Supervisor's e-mail: rkral@met.mff.cuni.cz

Abstract: In this work we are dealing with possibilities of advance in technology of thermal processing of magnesium alloys AZ80 and ZK60 for plastic deformation at elevated temperatures (forging). By investigation of changes in microstructure we optimize conditions of thermal processing which we then verify by tensile deformation tests. The work contains pictures of fracture areas of specimens, made by scanning electron microscope and metallographic microscope for the sake of better knowledge of processes which take place during specimen fracture. In case of alloy ZK60 we were able to reduce time and temperature of thermal processing and keep comparable mechanical properties, namely plasticity. In case of AZ80 we were not able to perform successfully tensile deformation tests due to high concentration of cavities in material and so we recommend improving quality of material before next research.

Keywords: magnesium, alloy, plasticity, grain, secondary phase, structure

Úvod

Nároky na pevný a ľahký materiál neustále rastú a to hlavne v dopravnom priemysle, kde prevádzkové náklady výrazne závisia od hmotnosti použitého materiálu. Momentálne najpoužívanejšími ľahkými materiálmi sú rôzne hliníkové zliatiny s prímiesou kremíku, mede, horčíka, zinku atď. Pri väčších nárokoch na pevnosť sa používa titán.

V poslednej dobe čoraz väčšiu atraktivitu získava horčík, pretože je to najľahší štruktúrny kov dostupný na Zemi s hustotou $1,74 \text{ kg}\cdot\text{dm}^{-3}$ (hustota hliníka je $2,7 \text{ kg}\cdot\text{dm}^{-3}$ a titánu $4,5 \text{ kg}\cdot\text{dm}^{-3}$). Výhodou horčíku je aj veľká schopnosť recyklovania použitého materiálu a relatívne nízke vstupné náklady. Ďalšou z jeho pozitív je práve vysoký pomer pevnosti ku hmotnosti, ale má aj značné nevýhody, čo sa technickej praxe týka, a to nízku hodnotu modulu pružnosti v ťahu, obmedzenú odolnosť voči tečeniu pri zvýšených teplotách, veľké zmenšenie objemu pri tuhnutí a vysokú chemickú reaktivitu [1]. Tieto negatívne vlastnosti sa dajú značne obmedziť pridaním prísad, a tým tvorbou zliatin horčíku.

Opracované horčíkové zliatiny majú porovnateľné mechanické a povrchové vlastnosti ako hliníkové zliatiny. Použitelnosť týchto zliatin je momentálne značne obmedzená kvôli nedostatku technológií na plastické spracovanie a tvarovanie. Dôvod limitovaného správania sa pri tvarovaní je hlavne kryštalová štruktúra horčíka, HCP štruktúra, s obmedzenou sklzovou schopnosťou. Preto horčík vykazuje slabý potenciál pre plastickú deformáciu pri izbovej teplote. Táto štruktúra má taktiež za následok malú húževnatosť materiálu.

Horčíkové zliatiny sú takisto vysoko citlivé na rýchlosť deformovania a niektoré zliatiny majú sklon k rastu zŕn pri homogénnych teplotných podmienkach. Ukázalo sa, že tvarovacie procesy pre horčík sú možné iba pri striktno kontrolovaných podmienkach, ako rýchlosť deformovania, teplota procesu atď. Tie sú značne rozdielne ako tie, ktoré sú používané pri hliníku.

Tieto a ďalšie otázky sa riešia v rámci projektu MagForming, ktorý prebieha v európskom meradle a mal by priniesť zvýšenie použiteľnosti horčíkových zliatin v civilnom leteckom priemysle zlepšením technológie plastického spracovania horčíkových zliatin a vývojom nástrojov a metodológie pre industriálnu výrobu. Táto práca je s problematikou projektu MagForming úzko zviazaná a jej výsledky budú priamo využité pri jeho riešení. Z tohto dôvodu sme sa v práci zamerali na zliatiny AZ80 a ZK60, ktoré boli vybrané ako perspektívny materiál v jednej z partikulárnych úloh projektu.

1 Použité zliatiny

1.1 Zliatina AZ80

Zliatiny Mg-Al-Zn sa používajú už vyše 70 rokov a stále sú vo vedúcom postavení pri výrobe odliatkov na báze Mg [2]. Pridaním Al sa zlepšuje zlievateľnosť, zvyšuje pevnosť a tvrdosť, ale znižuje sa plasticita a odolnosť voči tečeniu [3, 4]. Precipitačné vytvrdzovanie je relatívne nevýrazné. Zn taktiež zväčšuje pevnosť a tvrdosť a pri nízkom obsahu aj húževnatosť. Obmedzenosť využitia tohto materiálu pramení z výrazného poklesu mechanických vlastností pri teplotách vyšších ako 120 °C [5, 6].

AZ80 znamená, že je to zliatina horčíku, hliníku so zastúpením 8 % hmotnosti a zinku so zastúpením menej ako 1 % hmotnosti. Komerčne vyrábané zliatiny typu AZ vykazujú slabú tvarovateľnosť pri izbovej teplote, zatiaľ čo majú adekvátnu húževnatosť pri teplotách zvýšených. Pri ultrajemnozrnných zliatinách bola pozorovaná superplasticita [7-9]. Práca, ktorá by pokryla kombinujúci efekt mechanických a mikroštrukturálnych aspektov deformácie cez široký interval teplôt stále chýba. Taktiež nám chýbajú podstatné znalosti mechanických vlastností a tvarovateľnosti týchto zliatin v intervale izbových až zvýšených teplôt, ako aj ich štruktúrnej stability. Veľmi málo vieme aj o mechanizme vývoja štruktúry. V týchto zliatinách je pravdepodobnosť segregácie krehkej fázy $Mg_{12}Al_{17}$, ktorá môže narušiť pevnosť a celkové mechanické vlastnosti látky.

1.2 Zliatina ZK60

Zliatiny Mg-Zn sú vhodné na precipitačné vytvrdzovanie. Ich nevýhodou je nemožnosť zjemnenia zrna tepelným spracovaním a náchylnosť na mikropórovitosť. V praxi sa používajú zliatiny Mg-Zn s prímесou Cu alebo Zr. Prídavok Cu spôsobuje zvýšenie ťažnosti a vytvrditeľnosti. Taktiež spôsobuje zvýšenú tepelnú stabilitu zliatin. Prídavok Zr spôsobuje zvyšovanie medze klzu a medze pevnosti [10]. Zliatiny typu ZK majú dobrú odolnosť voči tečeniu. Pracovné teploty sú do 200 °C. Ďalšou vlastnosťou je superplasticita. Pri ťahovej skúške pri teplote 177 °C a pri rýchlosti deformácie 10^{-5} s^{-1} bolo dosiahnuté 220 % predĺženie vzorky [11, 12].

ZK60 znamená, že je to zliatina horčíku, zinku so zastúpením 6 % hmotnosti a zirkónu so zastúpením menej ako 1 % hmotnosti. Táto zliatina vykazuje značne zvýšenú húževnatosť a superplasticitu pri nízkych teplotách [13]. Na rozdiel od zliatin typu AZ, ktoré ukazujú vyrovnaný sekundárny poklzný mechanizmus <a> a <c+a> dislokácií, sa ukazuje že zliatiny typu ZK preferujú nebazálny <c+a> poklzný mechanizmus [14]. Na druhej strane, superplasticita pri nízkych teplotách bola poukázaná vďaka pozitívnemu efektu Zr na rast zŕn pri vysokých teplotách. Prítomnosť Zr poskytuje rozptylové jadrá fázy $ZrZn_2$, ktoré znižujú pohyblivosť hraníc zŕn a stabilizujú jemnozrnnú štruktúru [15]. Navyše má materiál rovnovážne hranice zŕn pri superplastiskej teplote na rozdiel od typických materiálov spracovaných ťažkou plastickou deformáciou [16]. Tieto mimoriadne vlastnosti zliatin typu ZK vyžadujú ďalší výskum. Lepšie porozumenie mikromechanizmom plastickej deformácie a vývojom mikroštruktúry sa môže výrazne zvýšiť možnosť uplatnenia zliatin typu jemnozrnných ZK.

2 Experimentálne metódy

2.1 Metalografická mikroskopia

Metalografická mikroskopia bola použitá k pozorovaniu vnútornej štruktúry zliatin. Pomocou kyseliny sa naleptá vyleštený povrch vzorky, kde sa vykreslí štruktúra zŕn odleptaním fáz na hraniciach. Takto pripravený povrch sa pomocou svetelného mikroskopu a CCD kamery pozoruje na počítači opatrenom programom Lucia od firmy Laboratory Imaging. Použitý metalografický mikroskop bol OLYMPUS IX70.

2.2 DSC (Differential Scanning Calorimetry)

DSC je termodynamická technika založená na meraní rozdielu teplôt medzi vzorkou a referenčným materiálom pri presne definovanom ohreve alebo chladení, ktorá umožňuje mimo iné stanoviť merné a skupenské teploty a teploty fázových prechodov. Pre meranie bol použitý prístroj NETZSCH DSC 404C. Meranie bolo uskutočnené v argónovej atmosfére s prietokom argónu 40 ml/min.

2.3 SEM (Scanning Electron Microscope)

Pomocou SEM sme skúmali povrch lomových plôch vzoriek po deformačných skúškach a zloženie fáz zastúpených v zliatinách. Pri meraní bol použitý skenovací elektrónový mikroskop JEOL JSM-50A vybavený obrazovým procesorom TS 1103 od firmy Tescan. Skúmanie povrchu bolo uskutočnené detekciou sekundárnych elektrónov, ktoré vznikli po dopade primárneho zväzku na vzorku. Pre primárny zväzok bolo použité urýchľovacie napätie 20 KV. Zloženie určitého miesta vzorky bolo určované na základe vlnovej dĺžky röntgenového žiarenia, ktoré vzniklo po dopade primárneho zväzku na dané miesto.

2.4 Ťahové deformačné skúšky

Pri ťahových deformačných skúškach skúmame mechanické vlastnosti materiálu ako pevnosť a plasticita. Deformačné skúšky vzoriek boli uskutočnené pomocou deformačného zariadenia INSTRON 5882 vybaveného pecou s tepelnou reguláciou a ovládaného počítačom s programom Instron Bluehill.

2.5 Tepelné spracovanie

Pri tepelnom spracovávaní zliatin nedochádza k fázovému prechodu, tuhnutiu alebo topeniu, náhle ako pri čistých kovoch, ale je to proces v širšom rozmedzí teplôt v závislosti na hmotnostnom podiele jednotlivých prvkov zliatiny. Táto oblasť je ohraničená čiastkovými fázovými prechodmi, kde k prechodu dochádza iba v určitých častiach materiálu. Takýmto čiastkovým prechodom sa môžu zo základnej matrice vyčleniť precipitáty, môže sa pozmeniť celá matrica, alebo môže dôjsť k homogenizácii materiálu pomocou difúzie [17].

V našom prípade bol k regulácii teploty v peci použitý regulátor EUROTHERM a k overeniu teploty merací prístroj OMEGA HH506. Oba prístroje boli vybavené termočlánkami NiCr-NiAl s presnosťou 0,1 °C. Pri tepelnom spracovaní AZ80 boli vzorky zatavené v ampule s 0,3 atm argónu, takže nemohlo dôjsť k oxidácii a tým pádom ku skresleniu výsledkov. Pri teplote do 400 °C pri ZK60 nie je potrebné argón použiť.

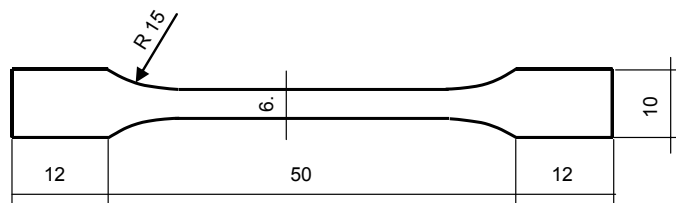
3 Príprava vzoriek

3.1 Metalografická mikroskopia

Vzorky pripravované k pozorovaniu boli odrezané pomocou píli Struers Accutom-50, kotúčom č. 357CA, a následne zaliaté do polyesterovej hmoty Serifix. Po zaschnutí, cca 40 minút, boli vzorky vybrúsené a vyleštené pomocou brúsneho stroja Struers Dap-7. Najprv boli brúsené na brúsnom kotúči č. 500 po dobu troch minút, potom na kotúči č. 800 dve minúty a následne na kotúči č. 1200 dve minúty. Ďalej boli vzorky leštené na leštiacom kotúči 3 μm po dobu troch minút a hneď nato na kotúči 1 μm štyri minúty. Pri leštení bola pridaná príslušná leštiaca pasta a roztok mydla, liehu a glycerín. Takto vyleštené vzorky boli ešte doleštené pomocou kotúča na oxidické dolešťovanie spolu s pastou Masterment cca tri minúty. Takto pripravené vzorky sa následne naleptali pomocou roztoku: 10 ml kyseliny acetónovej, 4,2 g kyseliny pikrovej, 10 ml vody a 70 ml etanolu (95%) po dobu, ktorá je uvedená pri každej fotografii.

3.2 Ťahové deformačné skúšky

Vzorky pripravené k deformačným skúškam boli mechanicky opracované do podoby schematicky znázornenej na Obrázku 1. Následne boli tepelne spracované podľa príslušného postupu.

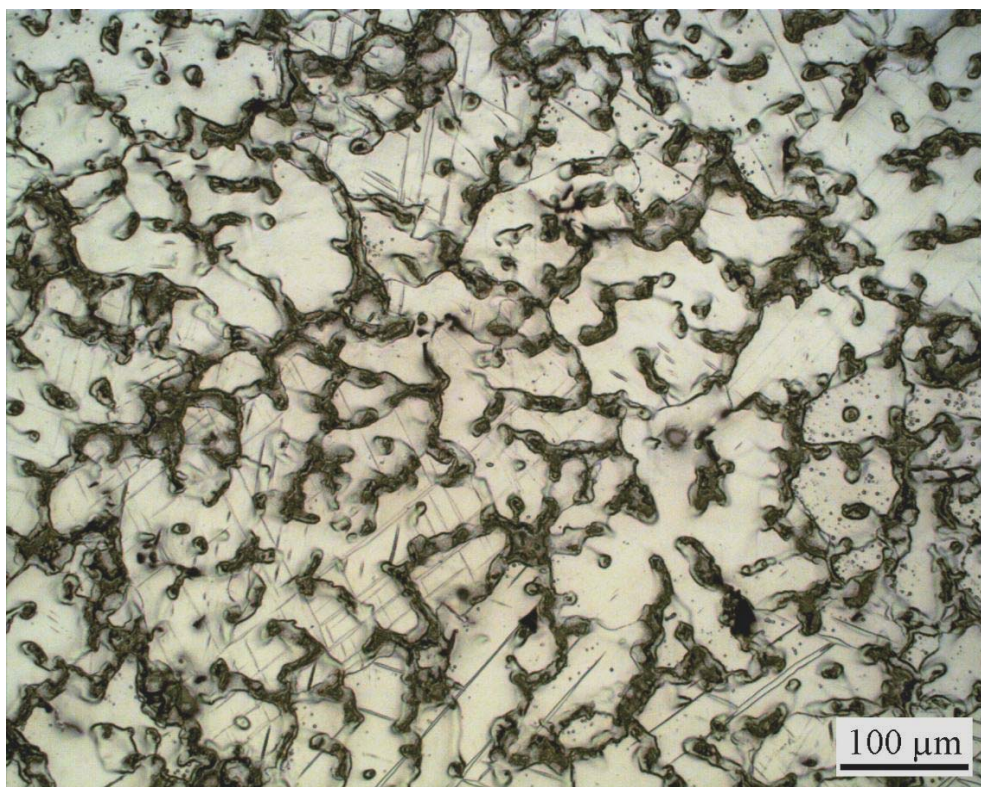


Obr. 1 – Tvar vzorky určenej k deformačným skúškam

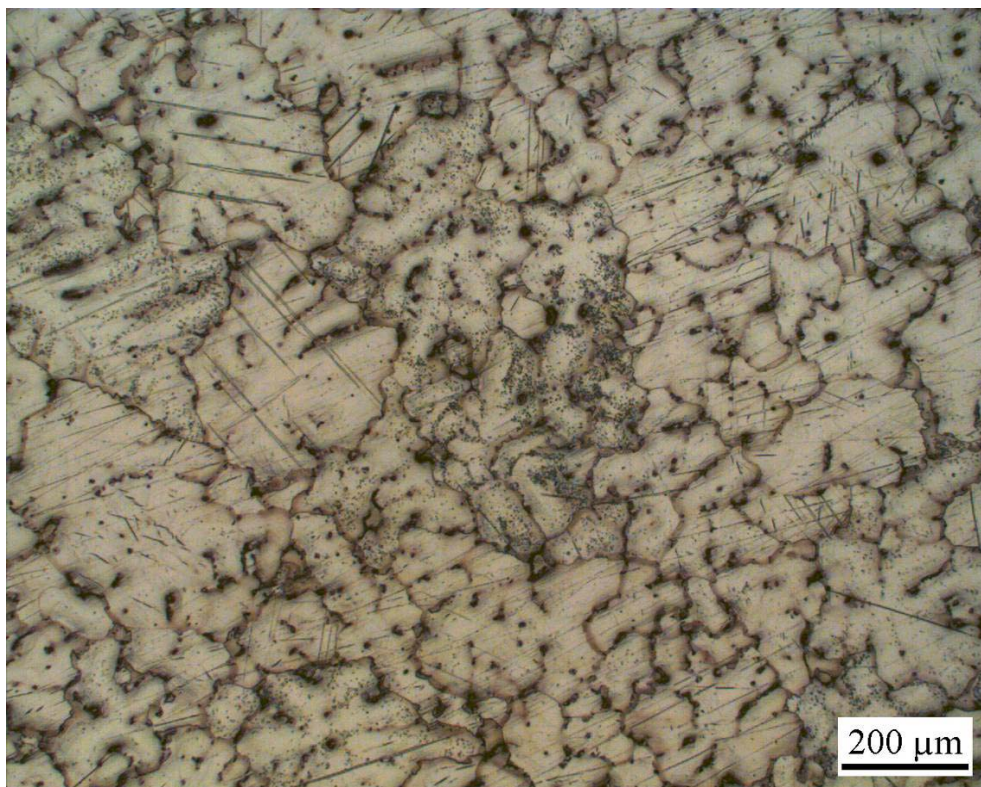
4 Experimentálne výsledky

4.1 Počiatočný stav

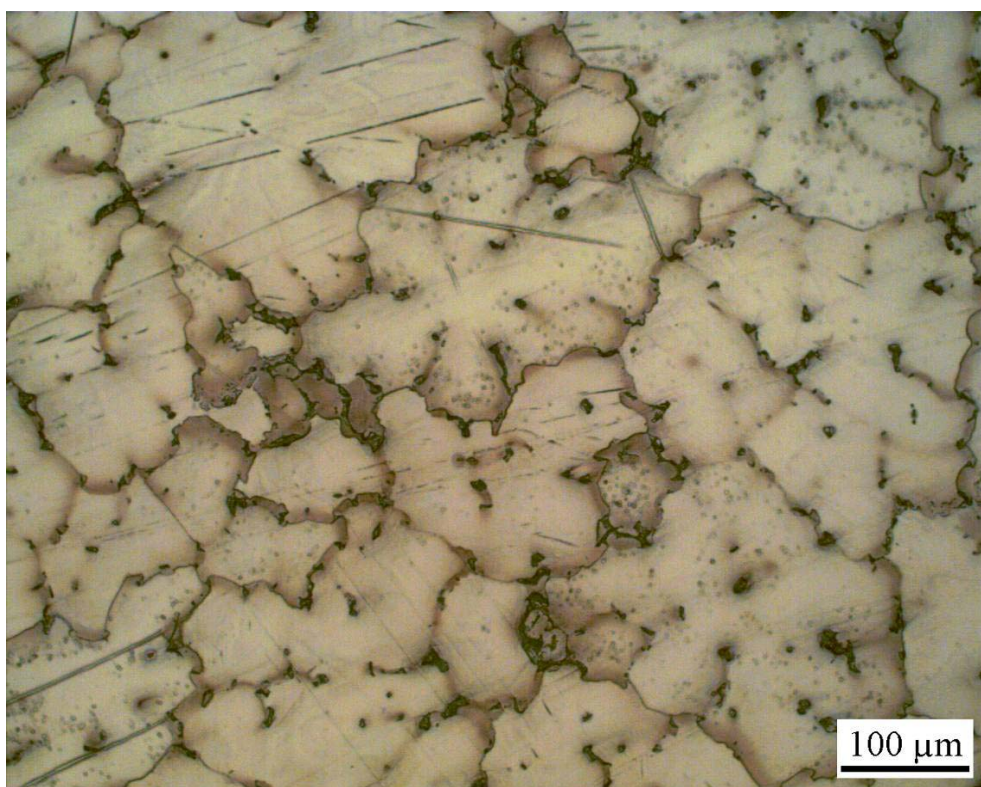
Štruktúra počiatočného stavu zliatin AZ80 a ZK60 bola určená pomocou metalografického mikroskopu. Vzorky boli pripravené podľa postupu rozoberaného v kap. 3.1. Fotografie štruktúry zliatin sú uvedené ako Obrázok 1 pre AZ80 a 2, 3 pre ZK60.



Obr. 2 – AZ80 – počiatočný stav, leptané 10 s



Obr. 3 – ZK60 – počiatočný stav, leptané 10 s

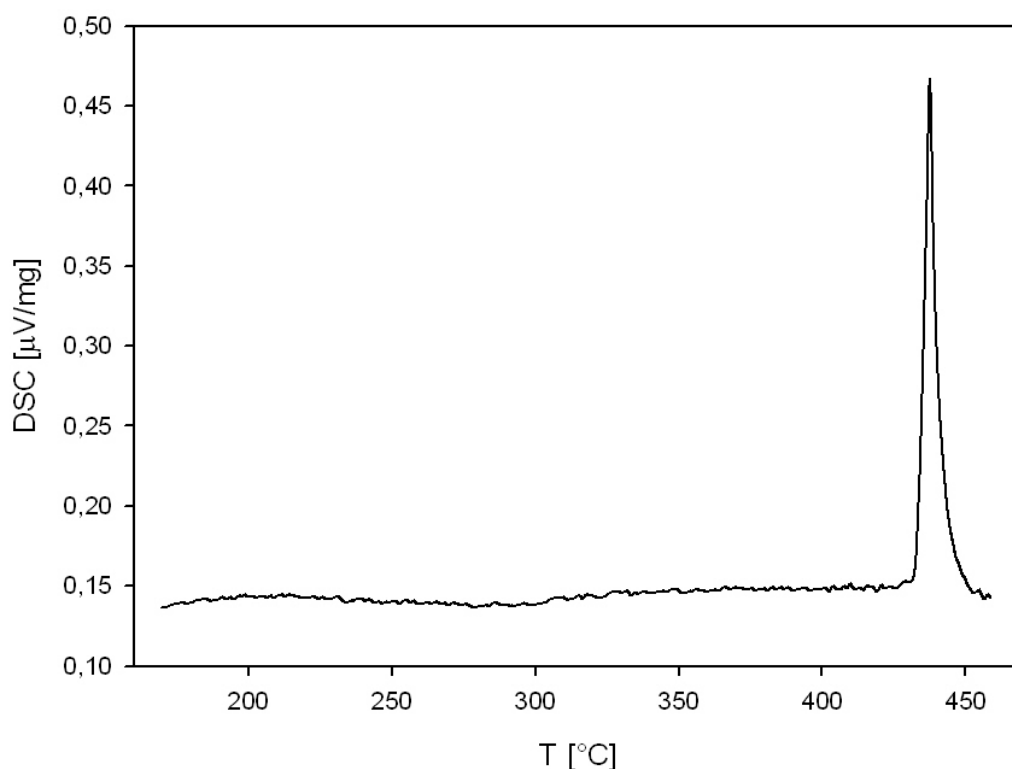


Obr. 4 – ZK60 – počiatočný stav, leptané 10 s

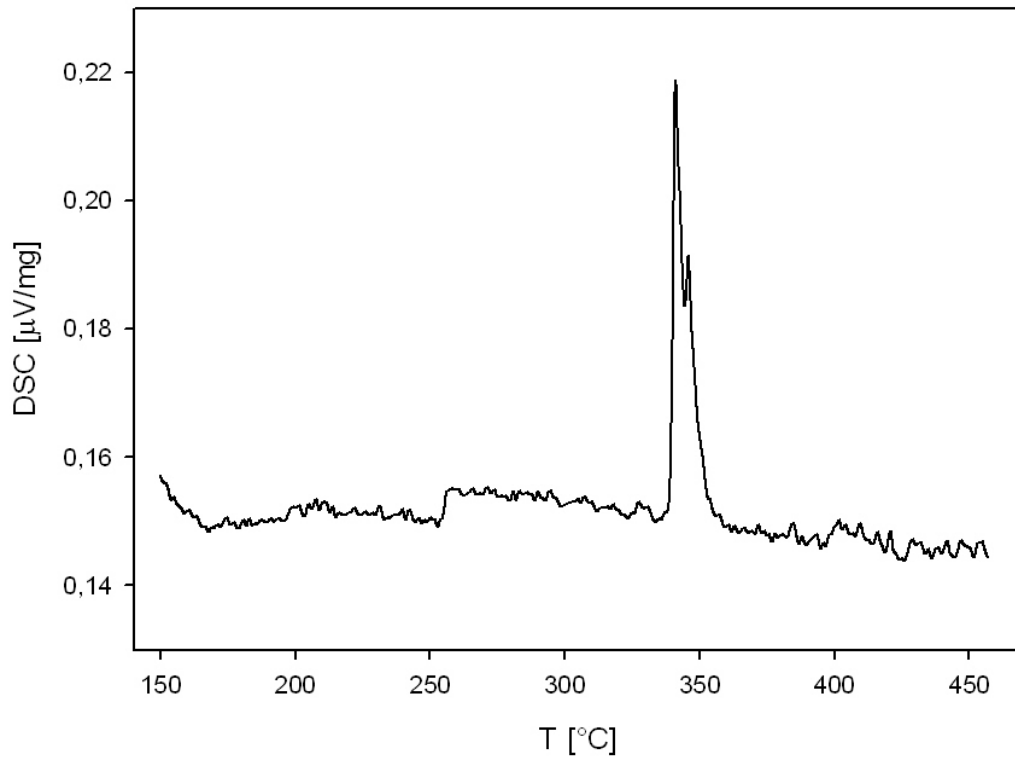
Na týchto fotografiách je zrejماً vysoká koncentrácia sekundárnych fáz, čo značne ovplyvňuje mechanické vlastnosti zliatin. Najmä pri ich prezencii na hraniciach zŕn dochádza k výraznému zníženiu tvárnosti materiálu. Našou úlohou bolo zlepšiť metódu tepelného spracovania, pomocou ktorej sa tieto fázy značne obmedzujú. Pôvodná metóda, používaná priemyslovým partnerom v projekte, zahŕňuje žihanie materiálu v priebehu šiestich hodín na teplote 340 °C a následne osem hodín na teplote 420 °C pre AZ80. Pre ZK60 to je šesť hodín na teplote 340 °C a následne desať hodín na teplote 390 °C. Tieto časy spracovania sú dosť vysoké, a preto energeticky náročné. Našou úlohou bolo nájsť teploty a časy žihania, ktoré by boli efektívnejšie z časového a energetického hľadiska.

4.2 Určenie novej metódy tepelného spracovania

Prvým krokom bolo určenie teplôt, pri ktorých budeme zliatiny ďalej tepelne spracovávať žiháním. Tieto teploty boli stanovené z výsledkov získaných pomocou DSC. Vzorky pripravené k meraniu boli odrezané pomocou píli Struers Accutom-50, kotúčom č. 357CA, a následne jemne vybrúsené pomocou brúsneho stroja Struers Dap-7. Použitá vzorka zliatiny AZ80 mala hmotnosť 18,5 mg a meranie bolo uskutočnené v rozmedzí teplôt 100-460 °C pri rýchlosti zmeny teploty 10 K/min. Výsledný graf je uvedený ako Graf 1. Pre vzorku zliatiny ZK60 boli podmienky merania rovnaké až na hmotnosť vzorky. Tá bola v tomto prípade 19,7 mg. Výsledný graf pre ZK60 je uvedený ako Graf 2.



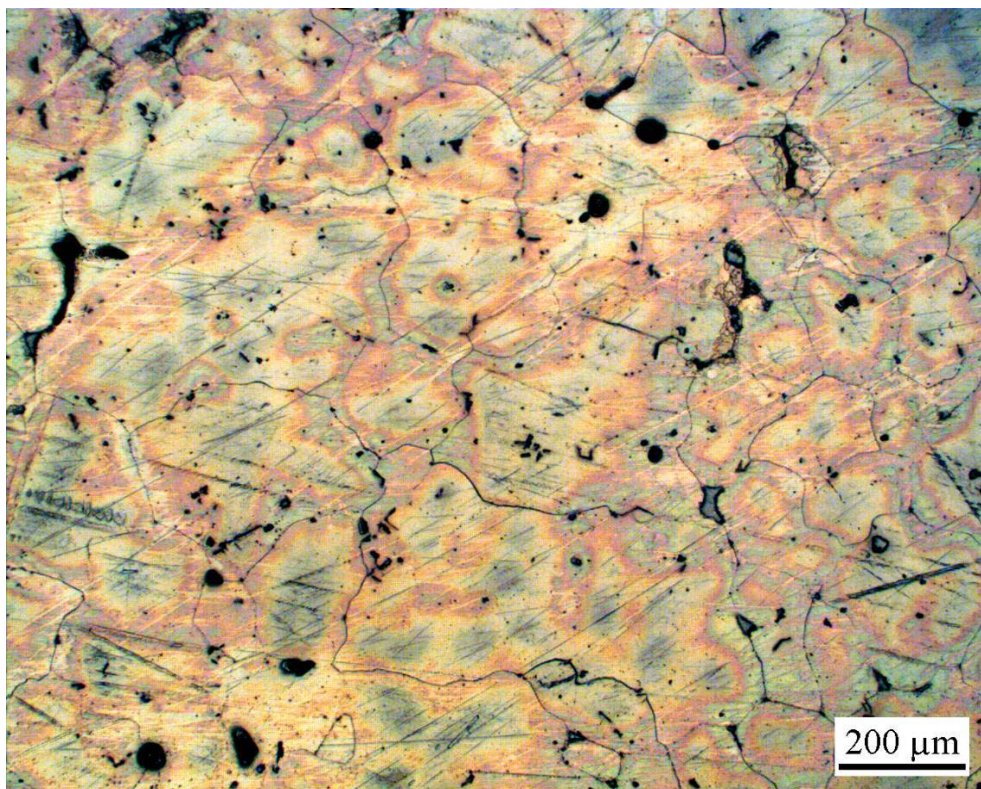
Graf 1 – AZ80 – závislosť signálu DSC na teplote



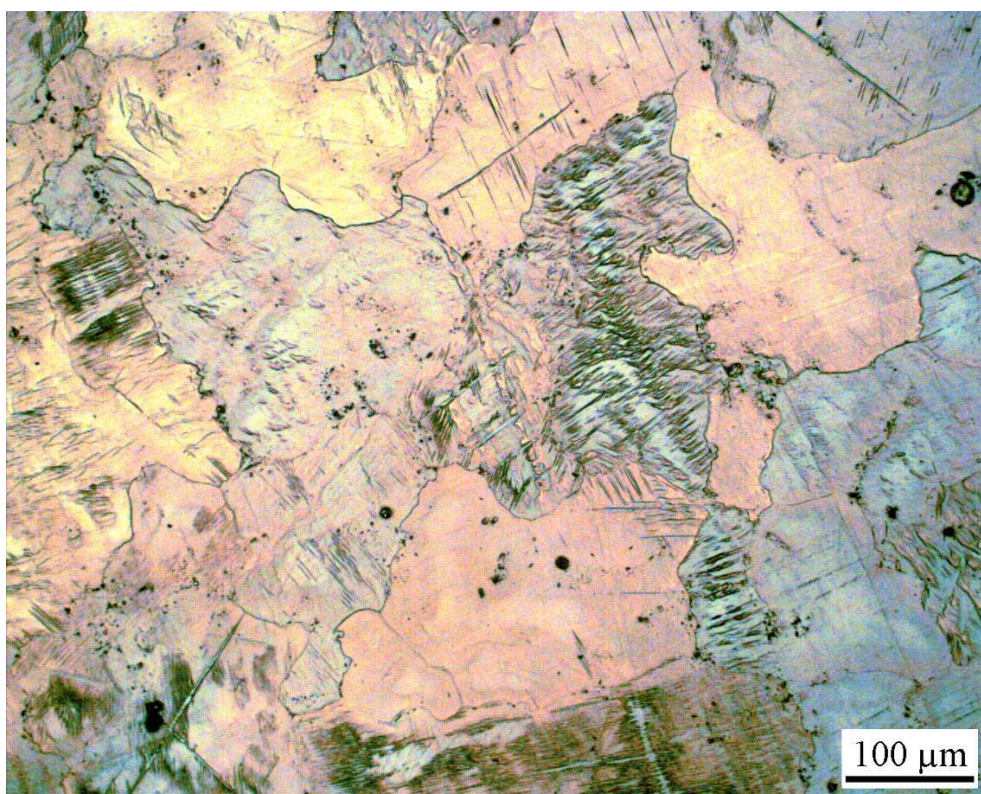
Graf 2 – ZK60 – závislosť signálu DSC na teplote

Z nameraných kriviek boli určené teploty žihania na 360 °C pre ZK60 a 450 °C pre AZ80. Pri týchto teplotách sú už sekundárne fázy rozpustené a v dôsledku difúzie sa zvyšuje homogenita materiálu. Počiatočný čas žihania bol určený na dve hodiny.

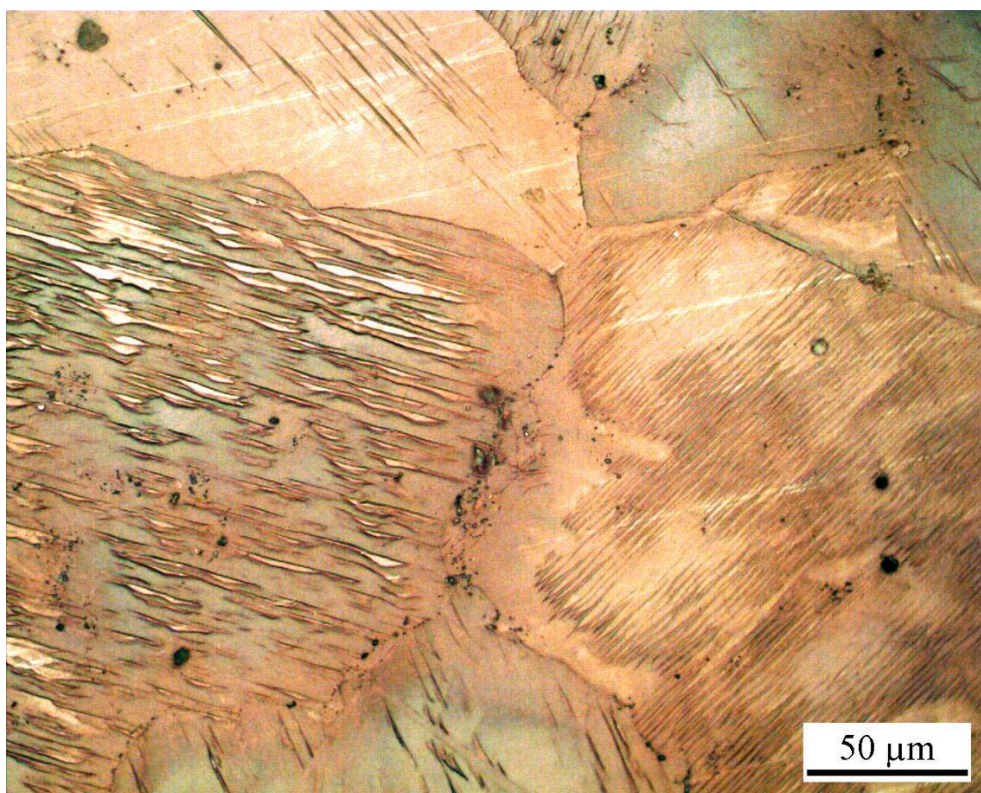
Po tepelnom spracovaní vzoriek a následnom pozorovaní povrchu pomocou metalografického mikroskopu sme dostali Obrázok 5 pre AZ80 a 6, 7 pre ZK60.



Obr. 5 – AZ80 – stav po dvoch hodinách žihania pri teplote 450 °C, leptané 20 s



Obr. 6 – ZK60 – stav po dvoch hodinách žihania pri teplote 360 °C, leptané 20 s



Obr. 7 – ZK60 – stav po dvoch hodinách žihania pri teplote 360 °C, lepané 20 s

Z pohľadu na tieto fotografie je zrejmé výrazné zlepšenie štruktúry zliatin. V zliatine ZK60 je uvedené aj 500-násobné zväčšenie hraníc zŕn (Obrázok 7), kde je vidno skoro úplné vymiznutie nežiaducich fáz.

4.3 Overenie mechanických vlastností

Ďalším krokom bolo potvrdenie predpokladu o dosiahnutí porovnateľných mechanických vlastností, ako pri použití pôvodných teplôt a časov žihania, použitím kratších časov pri nami učených teplotách. Čas tepelnej úpravy vzoriek bol určený na štyri hodiny, čo je dvojnásobok času po ktorom vznikli Obrázky 5 až 7, avšak stále výrazne menší ako pri pôvodnej metóde. Predpokladáme, že po štyroch hodinách žihania vymiznú miesta, kde by ostali nahromadené problémové fázy.

Testy mechanických vlastností boli uskutočnené na deformačnom zariadení INSTRON, kde sme merali časovú závislosť sily pôsobiacej na vzorku. Zo známej rýchlosti posuvu bolo určené predĺženie. Toto predĺženie obsahuje dve zložky: elastickú deformáciu vzorky a aparatury a plastickú deformáciu vzorky. Pri spracovaní bola elastická časť odčítaná. K tomu sme preložili časť grafu závislosti sily na predĺžení priamkou v mieste najvyššej hodnoty prvej derivácie sily podľa predĺženia. Relatívne predĺženie plastickej deformácie bolo vypočítané ako:

$$\varepsilon_{plast} = \ln \left(1 + \frac{dl_{pl}}{l_0} \right) \quad (1)$$

a skutočné napätie vo vzorke ako:

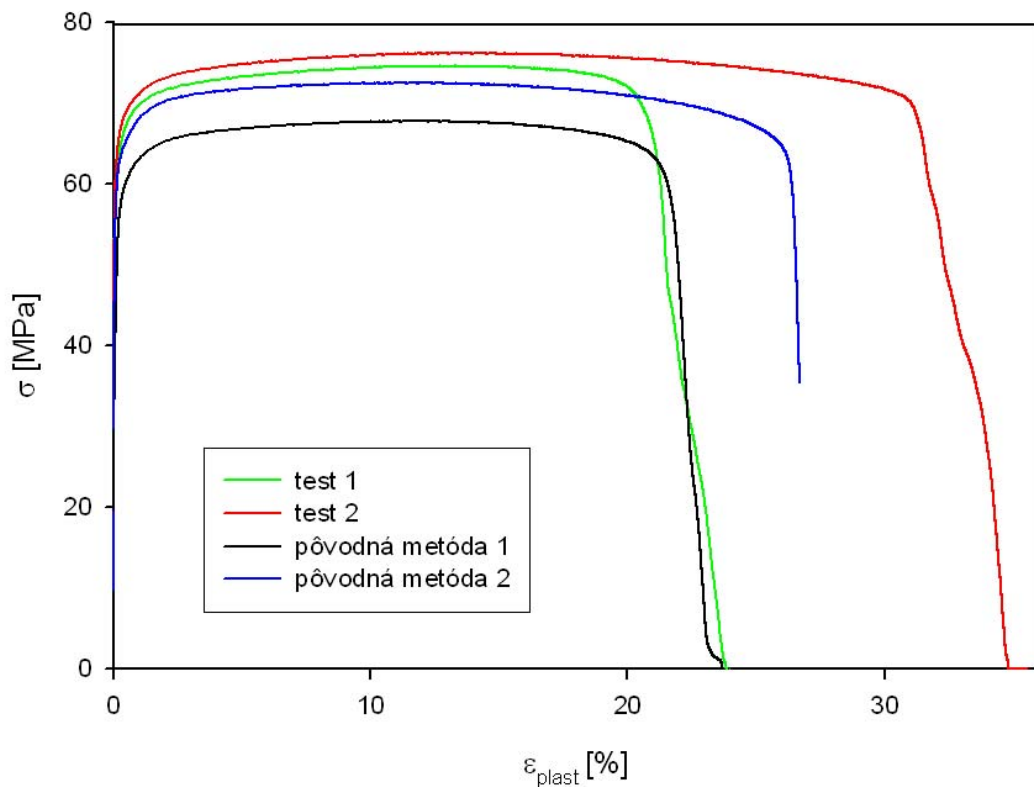
$$\sigma = \frac{F}{S_0} \ln \left(1 + \frac{dl_{pl}}{l_0} \right), \quad (2)$$

kde

$$dl_{pl} = vt - \frac{F - b_0}{b_1}. \quad (3)$$

F predstavuje pôsobiacu silu na vzorku, S_0 pôvodný prierez vzorky, l_0 pôvodnú dĺžku vzorky, v rýchlosť posuvu zariadenia, t čas a b_0 a b_1 sú koeficienty priamky ktorou sme preložili lineárnu časť grafu závislosti sily na predĺžení.

Testy prebehli pri konštantnej teplote 350 °C pre AZ80 a 300 °C pre ZK60, konštantnou rýchlosťou predlžovania 23 mm/min. Vzorky boli pripravené podľa postupu uvedeného v kap. 3.2. Pre ZK60 boli odmerané dve vzorky pripravené našim postupom a dve pôvodným. Výsledky týchto meraní sú uvedené ako Graf 3. V prípade AZ80 skončili všetky testy v dôsledku kavit, ktoré materiál obsahoval, predčasne pretrhnutím vzorky v krčku, kde boli kavity koncentrované, preto výsledné grafy nie sú uvedené.

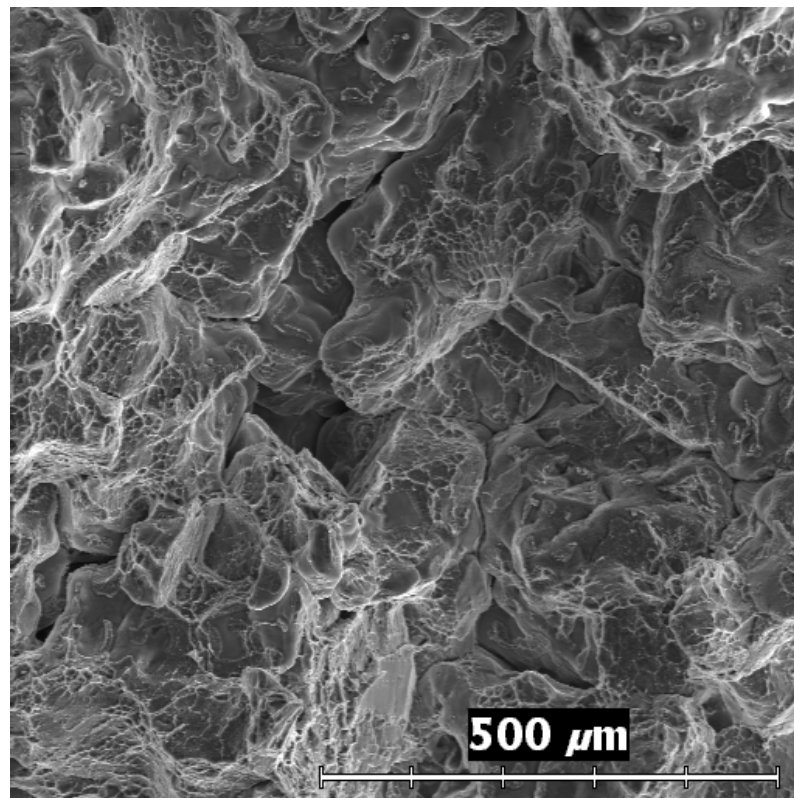


Graf 3 – ZK60 – závislosť napätia na relatívnom predĺžení

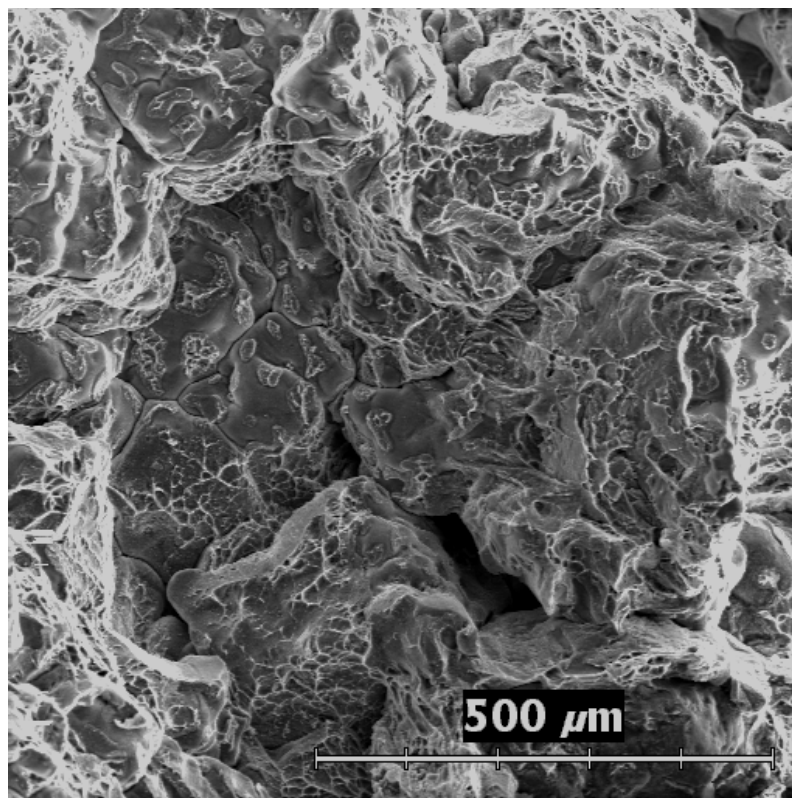
4.4 Štúdium lomových plôch

Na vzorkách pripravených a deformovaných podľa postupu rozoberaného v kap. 4.3 sme študovali lomové plochy. V prípade AZ80 lom vznikol vždy na kavitách, ktoré materiál obsahoval. Lomovú plochu sme pozorovali pod SEM, kde sme skúmali problémové miesta. Výsledné fotografie sú uvedené ako Obrázok 10 a 11.

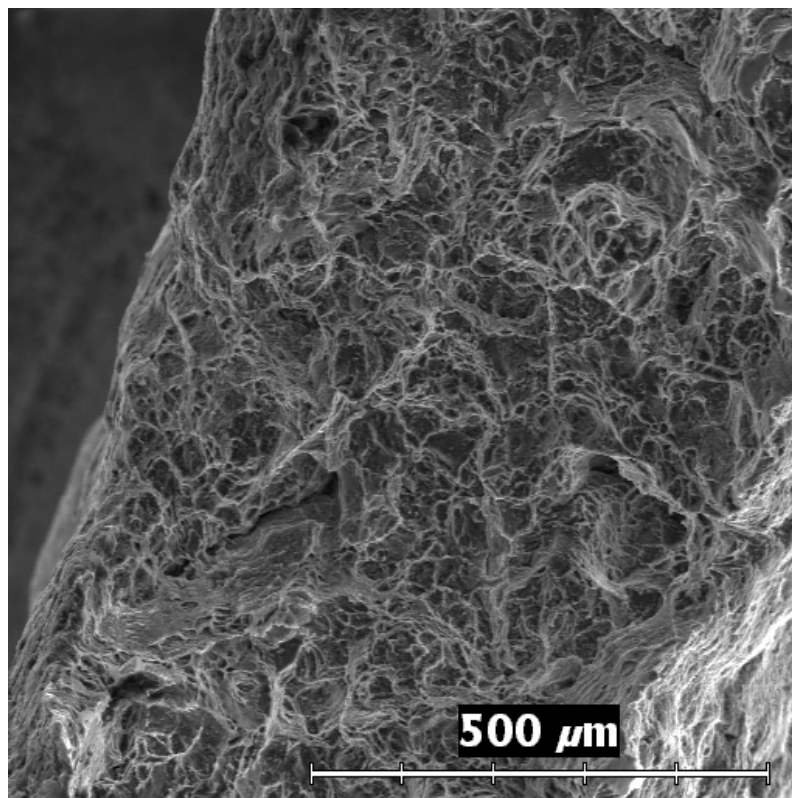
V jednej vzorke ZK60 sme pozorovali lomovú plochu najprv pomocou SEM, z čoho výsledné fotografie povrchu sú uvedené ako Obrázok 12 a 13. Následne pomocou metalografického mikroskopu sme pozorovali lomovú plochu ZK60 aj AZ80 ako prierez vzorky pozdĺž jej osi. Výsledné fotografie sú uvedené ako Obrázok 14 až 17.



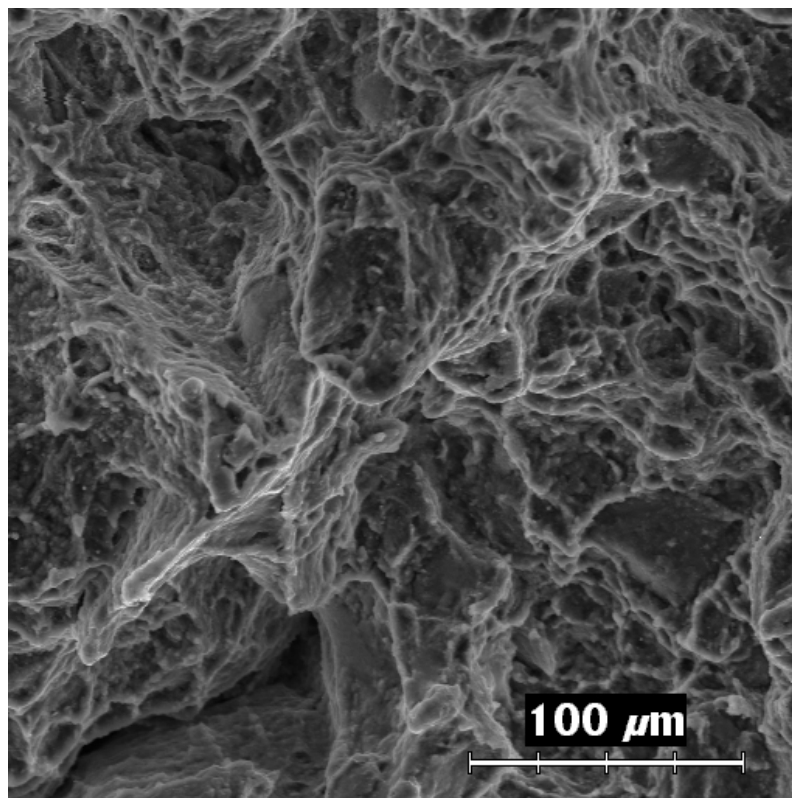
Obr. 10 – AZ80 – lomová plocha, žíhané štyri hodiny pri teplote 450 °C, deformované pri teplote 350 °C



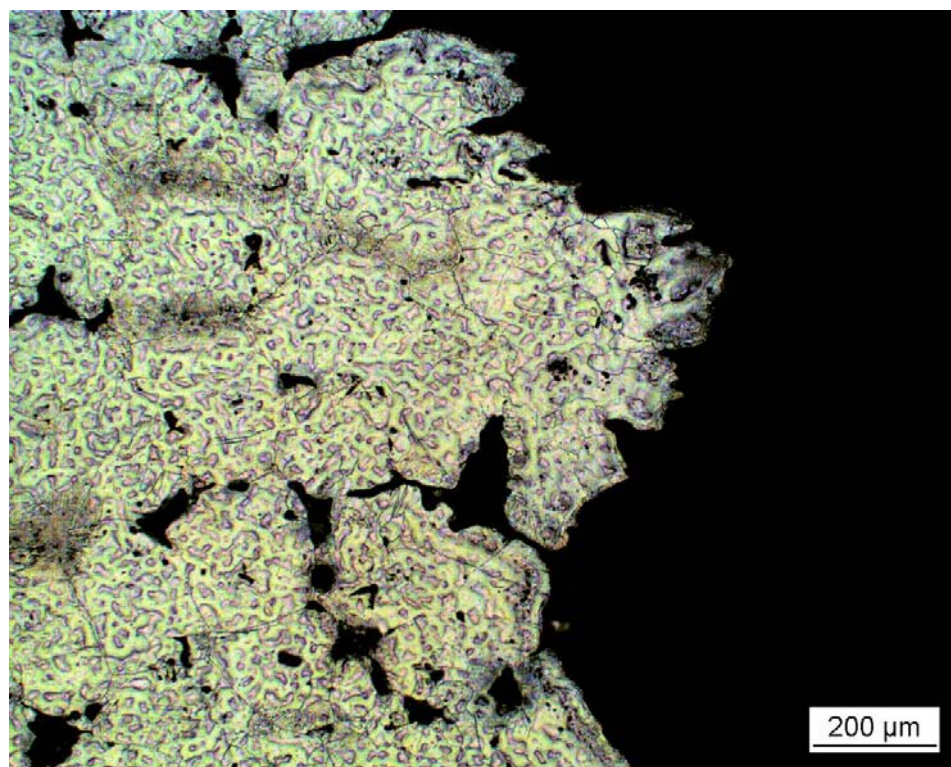
Obr. 11 – AZ80 – lomová plocha, žíhané štyri hodiny pri teplote 450 °C, deformované pri teplote 350 °C



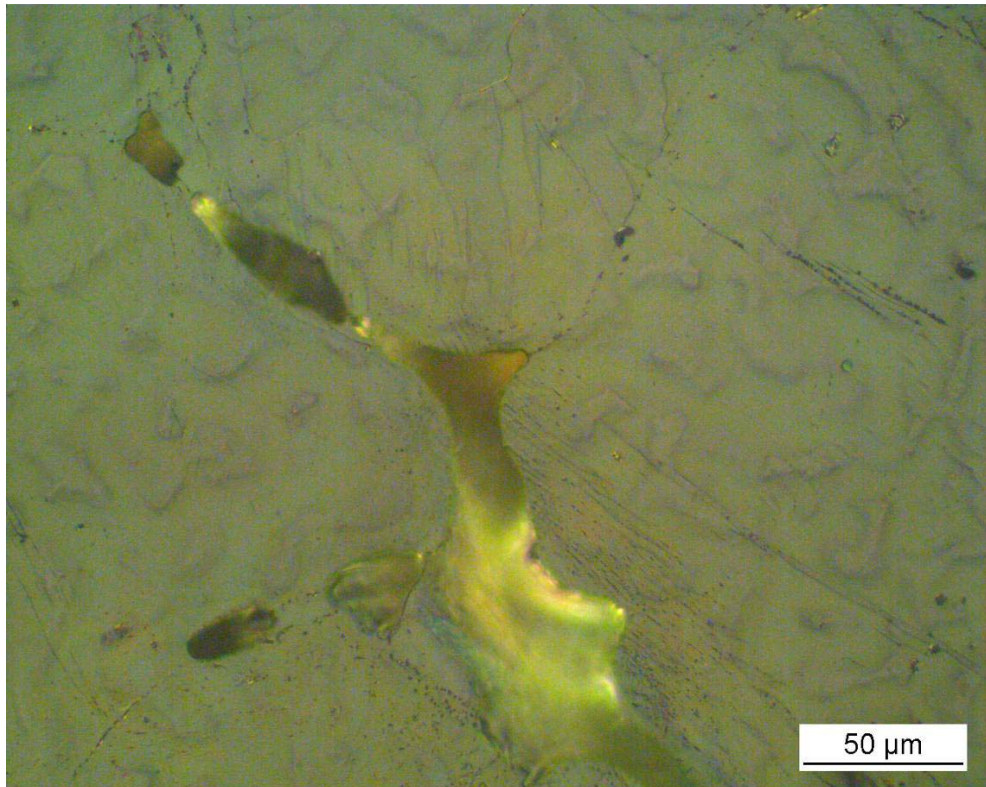
Obr. 12 – ZK60 – lomová plocha, žíhané štyri hodiny pri teplote 360 °C, deformované pri teplote 300 °C



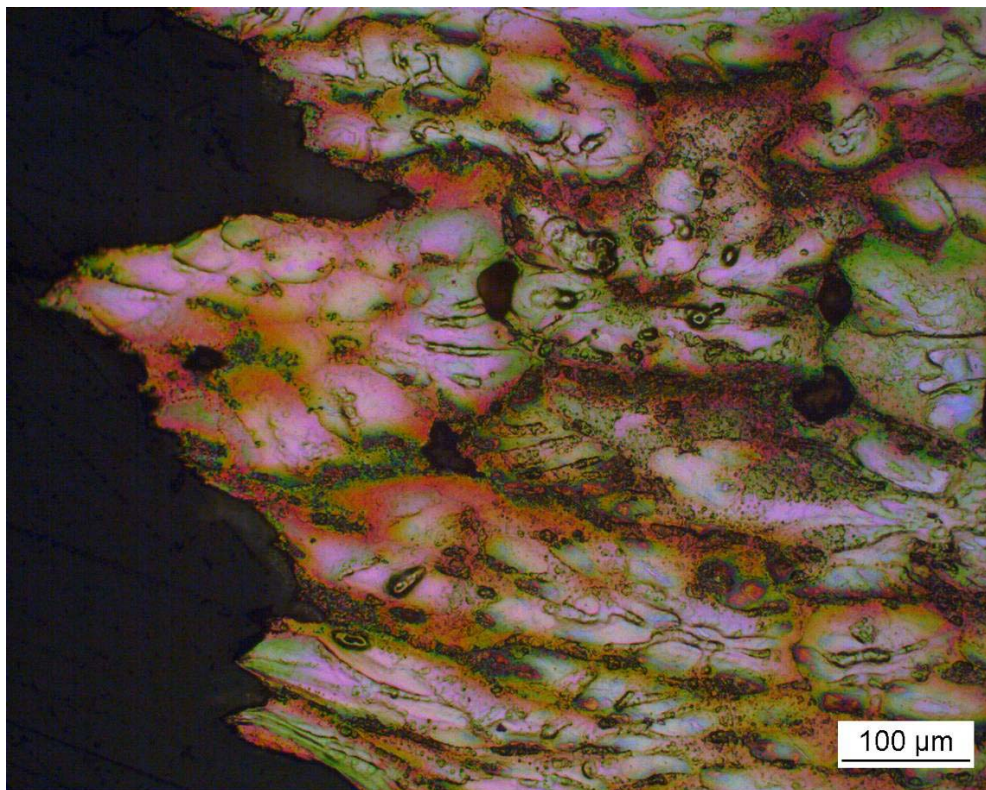
Obr. 13 – ZK60 – lomová plocha, žíhané štyri hodiny pri teplote 360 °C, deformované pri teplote 300 °C



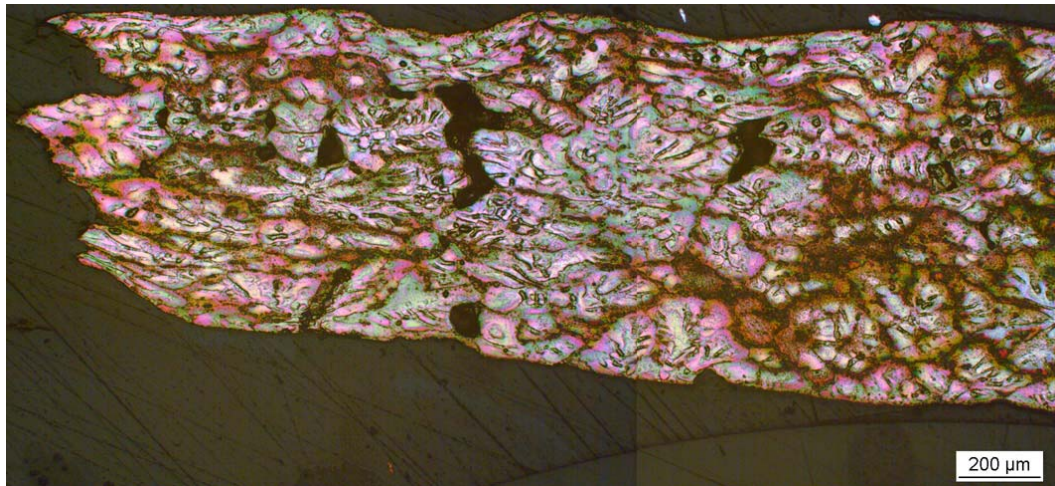
Obr. 14 – AZ80 – prierez deformovanej vzorky, žíhané štyri hodiny pri teplote 450 °C, deformované pri teplote 350 °C, leptané 20 s



Obr. 15 – AZ80 – prierez deformovanej vzorky, žíhané štyri hodiny pri teplote 450 °C, deformované pri teplote 350 °C, leptané 20 s



Obr. 16 – ZK60 – prierez deformovanej vzorky, žíhané štyri hodiny pri teplote 360 °C, deformované pri teplote 300 °C, leptané 20 s



Obr. 17 – ZK60 – prierez deformovanej vzorky, žíhané štyri hodiny pri teplote 360 °C, deformované pri teplote 300 °C, leptané 20 s

4.5 Určenie zloženia fáz pomocou SEM

V poslednom kroku sme skúmali zloženie jednotlivých fáz zastúpených v zliatinách pomocou SEM. Toto meranie prebehlo na vzorkách, ktoré boli tepelne spracované a deformované podľa postupu rozoberaného v kap. 4.3. Chceli sme overiť množstvo a typ sekundárnych fáz na hraniciach zŕn. Bolo zistené, že v rámci rozlíšenia SEM sa nelíšilo fázové zloženie hraníc a vnútra zŕn. Z toho sme usúdili, že prípadné odlišné fázy na hraniciach zŕn zastupujú len veľmi malý objem oproti množstvu fáz v zrnách.

5 Diskusia

Obe zliatiny vykazovali po žíhaní pri nami určených teplotách a nami určených časoch značné zlepšenie štruktúry, čomu odpovedajú Obrázky 5 až 7. Táto pozitívna zmena v štruktúre bol jeden zo základných predpokladov riešenia tejto problematiky.

Následne sme vykonali deformačné skúšky, ktoré mali potvrdiť účinnosť nášho postupu. Pre zliatinu AZ80 skončili všetky testy predčasne pretrhnutím vzorky v krčku, v dôsledku vysokej koncentrácie kavít. Z tohto dôvodu sme neboli schopný potvrdiť či vyvrátiť náš predpoklad o zlepšení pôvodnej metódy. Z tohto testu ale vyplýva, že materiál takejto kvality je pre ďalší výskum neprijateľný a nepoužiteľný pokiaľ sa táto závada neodstráni.

Pre zliatinu ZK60 skončili testy úspešne, pretože pri použití kratších časov a nižšej teploty sme dosiahli porovnateľné výsledky ako pri pôvodnej metóde, používanej industriálnym partnerom, čoho dôkazom je Graf 3. Z tohto môžeme vyvodit' záver, že postačujúca teplota žíhania je 360 °C. a doba štyri hodiny od okamihu kompletného prehriatia materiálu.

Po deformácii do trhu sme pozorovali lomové plochy jednej vzorky každého typu zliatiny pomocou SEM a metalografického mikroskopu. Fotografie týchto plôch sú uvedené ako Obrázok 10 až 17. Na Obrázku 10 a 11 vidno výrazne členitý reliéf lomovej plochy AZ80. Zreteľné priehlbiny sú s vysokou pravdepodobnosťou kavity zodpovedné za predčasné pretrhnutie vzoriek. Lom celkovo prechádza po hraniciach zrn, na rozdiel od ZK60, čo si môžeme všimnúť pri pohľade na Obrázok 12 a 13, kde lom prechádza cez zrná a nie po ich hraniciach.

O tom, že pri deformácii obsahovali vzorky minimum sekundárnych fáz svedčia Obrázky 14 až 17. Predpokladáme, že v prípade AZ80 je fáza na hraniciach $Al_{12}Mg_{17}$, ktorá má fázový prechod pri teplote 437 ± 2 °C a vo vnútri zrn sa nachádza malé množstvo Mg_2Zn_3 , ktorá má fázový prechod pri teplote 416 ± 2 °C [18]. Na hraniciach zrn v zliatine ZK60 sa s vysokou pravdepodobnosťou nachádza fáza Mg_7Zn_3 , ktorá má fázové prechody pri teplote 340 ± 2 °C a 342 ± 2 °C a v malom množstve $ZrZn_2$, ktorá je stabilná až do vysokých teplôt [15].

V prípade AZ80 aj napriek nebadateľnému množstvu sekundárnych fáz na hraniciach zrn (Obrázok 14) dochádza v dôsledku prítomnosti kavít k zárodkom lomu práve na nich, čo je zreteľne vidno na Obrázku 15, kde sme na zvýraznenie dier v štruktúre použili polarizované svetlo. Predpokladáme preto, že lom je v tomto prípade primárne ovplyvnený kavitami a nie sekundárnymi fázami na hraniciach. Na Obrázku 16 a 17 je vyobrazený prierez deformovanej vzorky ZK60 pozdĺž svojej osi a aj v tomto prípade si môžeme všimnúť zárodky lomu na hraniciach, avšak nakoniec dochádza k roztrhnutiu vzorky cez zrná.

Pre obe vzorky sme nakoniec overovali pomocou SEM množstvo a typ sekundárnych fáz na hraniciach zrn. V rámci rozlíšenia SEM sa však nelíšilo fázové zloženie hraníc a vnútra zrn, z čoho sme usúdili, že objem fáz na hraniciach je malý v porovnaní s objemom fáz v zrnách, čo naznačovali už predtým fotografie vyhotovené pomocou metalografického mikroskopu.

6 Záver

Na základe štúdia mikroštruktúry a stability sekundárnych fáz sa nám v prípade zliatiny ZK60 podarilo optimalizovať postup tepelného spracovania vzoriek. Pri nižšej teplote a nižšom čase žihania sme dosiahli porovnateľné hodnoty relatívneho predĺženia vzorky (plasticity). Výsledný postup zahŕňa žihanie materiálu počas štyroch hodín na teplote 360 °C.

Pre AZ80 sme k takémuto záveru nedošli, pretože aj napriek výraznému zlepšeniu štruktúry materiálu, sme neboli schopní úspešne vykonať deformačnú skúšku. Všetky pripravené vzorky sa predčasne pretrhli v krčku v dôsledku prezencie kavít. Z toho je zrejmé, že v prípade tohto materiálu je potrebné najprv zlepšiť proces prípravy zliatiny tak, aby nevznikali kavítity a iba následne uskutočniť optimalizáciu tepelného spracovania.

7 Zoznam literatúry

- [1] R.L. Edgar: Slevárenství, XLIX, 2-3, 2001, 120.
- [2] P. Lukáč et al.: Dynamic recrystallization of a Mg Alloy AZ91, In.: Proc. of the 8th conference: Contribution of metallography to solution of production problems, Mariánske Lázně, 1999.
- [3] K. Maruyama, M. Suzuki, H. Sato: Metallurg. Mater. Trans. A, Vol.33 (2002), 875.
- [4] R. Regev et al.: Mater. Sci. Eng. A302 (2001), 51.
- [5] V. Šupík: Teplotná a amplitúdová závislosť vnútorného tlmenia v kompozitnom materiáli Mg-Al₂O₃. (Doktorandská dizertačná práca), Žilina, 1998.
- [6] Z. Trojanová, M. Janeček, P. Lukáč: Stabilita struktury polykrystalické hořčikové slitiny QE22. In.: VII. Medzinárodný seminár Využitie akustických metód pri hodnotení vlastností materiálov, EDIS Žilina.
- [7] R. Boissiere, J.J. Blandin: in Magnesium 7, ed. K.U. Kainer, Wiley VCH Verlag GmbH, 2006, 393.
- [8] B. Lee, S. Shin, C. Lee: Mat. Sci. Forum 457-479 (2005), 2927.
- [9] H. Watanabe, A. Takara, H. Somekawa, T. Mukai, K. Higashi: Scripta Mater. 52 (2005), 449.
- [10] I.J. Polmear: Light alloys. Metallurgy of the light metals, Third edition, London-New York-Sydney-Auckland, 1989.
- [11] A. Bussiba et al.: Mater. Sci. Eng. A302 (2001), 56.
- [12] A. Galiev, R. Kaibyshev, G. Gottstein: Acta Mater., Vol.49 (2001), 1199.
- [13] T. Mukai, M. Yamanoi, H. Watanabe, K. Higashi: Scripta Mater. 45 (2001), 89.
- [14] S.R. Agnew, J.A. Horton, T.M. Lillo, G.M. Stoica, P.K. Liaw: Acta Mater. 53 (2005), 3135.
- [15] A.M. Galiyev, R.O. Kaibyshev, in: A.K. Ghosh, T.R. Bieler (Eds.), Proceedings of Superplasticity and Superplastic Forming, TMS, supplementary volume, 1998, 20.
- [16] H. Watanabe, T. Mukai, K. Ishikawa, K. Higashi: Scripta Mater. 46 (2002), 851.
- [17] R.E. Smallman, R.J. Bishop: Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering, Butterworth-Heinemann, Oxford 1999, 52-54.
- [18] T. Massalski: (ed.) Binary Alloys Phase Diagrams, ASM International, Materials Park, Ohio, 1992.