



**MATEMATICKO-FYZIKÁLNÍ
FAKULTA**
Univerzita Karlova

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Pavol Šimko

Studium vývoje dislokační struktury v pokročilých hořčíkových slitinách

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: doc. RNDr. Kristián Máthis, Ph.D.,
DrSc.

Studijní program: Fyzika

Studijní obor: Obecná fyzika

Praha 2020

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval(a) samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů, literatury a dalších odborných zdrojů. Tato práce nebyla využita k získání jiného nebo stejného titulu.

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

V dne

Podpis autora

Týmto by som veľmi rád chcel poďakovať všetkým ľuďom, ktorý prispeli ku vzniku tejto práce. Najväčšia vďaka patrí môjmu vedúcemu doc. RNDr. Kristiánovi Máthisovi, Ph.D., DrSc. za trpezlivé vedenie a pomoc pri tvorbe tejto práce. Taktiež by som chcel poďakovať RNDr. Gergelyovi Farkasovi, Ph.D. za pomoc pri analýze difrakčných profilov. A RNDr. Klaudii Horváth za pomoc a cenné rady v oblasti skenovacej elektrónovej mikroskopie.

Veľmi rád a v neposlednom rade by som chcel poďakovať svojej rodine a Veronike, za vytrvalú podporu a neustávajúce pozitívne myslenie.

Název práce: Studium vývoje dislokační struktury v pokročilých hořčíkových slitinách

Autor: Pavol Šimko

Katedra: Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: doc. RNDr. Kristián Máthis, Ph.D., DrSc., Katedra fyziky materiálů

Abstrakt: Predkladaná práca sa zaoberá vývojom dislokačných štruktúr v horčíkových zliatinách obsahujúcich fázy usporiadané na dlhé vzdialenosti, takzvané LPSO fázy. Vzorky boli študované pomocou optickej svetelnej mikroskopie v stave pred deformáciou. Počas deformácie boli študované pomocou neutrónovej difrakcie. Získané difrakčné profily boli dvoch typov, axiálne a radiálne difrakčné profily (vytvorené rovinami orientovanými v smere a kolmo na smer deformácie). Profily boli vyhodnotené pomocou metódy CMWP (Convolutional Multiple Whole Profile method) a pomocou programu Hexburger. Práca je zameraná na úlohu LPSO fáze pri vývoji dislokačnej hustoty a populácie dislokácií v sklzových systémoch v závislosti na zložení zliatín a na objemovom zlomku LPSO fáze.

Klíčová slova: hořčíková slitina, difrakce, profilová analýza

Title: Investigation of dislocation structure evolution in advanced magnesium alloys

Author: Pavol Šimko

Department: Department of Physics of Materials

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

Abstract: This thesis deals with evolution of dislocation structures in magnesium alloys containing long-period stacking ordered phase (LPSO). Before deformation the samples were studied by optical light microscopy, in the process of deformation by neutron diffraction. Obtained diffraction profiles were of two types, axial and radial diffraction profiles (created by planes oriented in the direction of deformation and orthogonally to the direction of deformation). Profiles were evaluated by Convolutional Multiple Whole Profile method and by Hexburger program. This work is focused on the role of LPSO phase in the evolution of dislocation density and population of dislocations in slip systems depending on the composition of alloys and on the volume fraction of LPSO phase.

Keywords: magnesium alloy, diffraction, line profile analysis

Obsah

Úvod	3
1 Použitý materiál a jeho vlastnosti	5
1.1 Poruchy kryštálovej mriežky	5
1.1.1 Dislokácie	5
1.1.2 Hustota dislokácií	5
1.2 Deformačné vlastnosti hexagonálnych kovov	6
1.3 LPSO fázy (fázy usporiadané na dlhé vzdialenosti)	9
1.3.1 Štruktúra a chemické zloženie	9
1.3.2 Mechanické vlastnosti a mechanizmy deformácie	12
1.4 Použitý materiál	15
2 Ciele práce a použité experimentálne metódy	17
2.1 Ciele bakalárskej práce	17
2.2 Experimentálne metódy	17
2.2.1 Neutrónová difrakcia	17
2.2.2 CMWP metóda	20
2.2.3 Program Hexburger	22
2.2.4 Optická mikroskopia	24
2.2.5 Skenovacia elektrónová mikroskopia	25
3 Výsledky merania	27
3.1 Počiatočná štruktúra	27
3.1.1 Svetelná optická mikroskopia	27
3.1.2 Skenovacia elektrónová mikroskopia	28
3.1.3 Orientácia atómových rovín	29
3.2 Hustota dislokácií a aktivita sklzových systémov	30
3.2.1 Vzorky WZ42	31
3.2.2 Vzorky WZ72	34
3.2.3 Vzorky WZ104	36
4 Diskusia	40
4.1 Dvojčatenie	40
4.2 Porovnanie hustôt dislokácií	41
4.3 Porovnanie deformačných kriviek	44
4.4 Porovnanie aktivít sklzových systémov	45
4.4.1 Porovnanie pomerov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií	46
4.4.2 Porovnanie pomerov $BE / (PrE + PyE)$ dislokácií	48
Záver	51
I Zhrnutie výsledkov	51
II Perspektívy	53
Zoznam použitej literatúry	54

Zoznam obrázkov	57
Zoznam tabuliek	60
Zoznam použitých symbolov a skratiek	61
A Tabuľkové prílohy	63
A.1 Vstupné parametre CMWP softwaru	63
B Obrázkové prílohy	64
B.1 Difrakčný záznam Mg	64
B.2 Polárne grafy skúmaných vzoriek	65

Úvod

Vzhľadom na dnešný celosvetovo prevládajúci trend znižovania spotreby energií, je čím ďalej tým väčšia snaha vytvárať energeticky úspornejšie technológie.

Práve preto je snaha o používanie materiálov, ktoré majú nízku hustotu. Avšak, taktiež chceme, aby mali vhodné mechanické parametre, prípadne mali dostatočnú životnosť a aby ich bolo možné jednoducho a nenákladne vyrábať, poprípade recyklovať.

Tieto požiadavky sa vo veľkej miere objavujú napríklad v oblasti výroby dopravných prostriedkov, kde je neustávajúca snaha o používanie konštrukčných prvkov, ktoré zabezpečia čo najmenšiu spotrebu paliva. A to, či už z dôvodov ekologických, alebo z hroziaceho vyčerpania zásob ropy.

Jedným z materiálov, ktorý celkom dobre spĺňa požadované vlastnosti je horčík. Horčík patrí medzi materiály s najnižšou hustotou a vysokou špecifickou pevnosťou (pomerom medze pevnosti a hustoty). Ďalšou výhodou tohto materiálu je, že je možné ho jednoducho získavať z morskej vody, v ktorej sa nachádza v pomerne veľkých koncentráciách. Taktiež nie je náročné ho opakovane recyklovať. [1]

Všetky spomenuté vlastnosti predurčujú tento materiál na použitie v automobilovom a leteckom priemysle. Ďalšou výhodou tohto materiálu je jeho biokompatibilita. Vďaka nej je veľký záujem o jeho využitie v medicíne, napríklad ako materiál na posilnenie a stabilizovanie kostí. Avšak, jeho hlavnou a nespornou výhodou v medicínskych aplikáciách je, že sa po čase sám odbúra z organizmu.

Avšak horčík a jeho zliatiny majú aj niekoľko negatívnych vlastností, ktoré boli dlho prekážkou k jeho širšiemu uplatneniu. Hlavným nedostatkom tohto materiálu je jeho nízka ťažnosť a tvarovateľnosť pri pokojovej teplote. Tento jav je spôsobený tým, že horčík kryštalizuje v hexagonálnej sústave a za pokojovej teploty nespĺňa von Misesovo kritérium na päť neekvivalentných sklzových systémov. To vyžaduje, aby bol spracovávaný pri vyšších teplotách. [2]

Inými problémami sú napríklad malá odolnosť voči korózii a strata mechanických vlastností pri vyšších teplotách.

Tieto problémy predstavujú nezanedbateľné prekážky pri uplatnení horčíkových zliatin v praxi. Avšak v posledných rokoch sa objavili horčíkové zliatiny, ktoré niekoľko z týchto problémov výrazne potlačujú, alebo dokonca úplne odstraňujú. Tieto zliatiny obsahujú v horčíkovej $\alpha - Mg$ matici niekoľko atómových percent Zn a vzácnych zemín (RE - rare earths).

Bolo zistené, že napríklad zliatina $Mg_{97}Zn_1RE_2$ (at.%), ktorá bola po odliatí spracovaná procesom extrúzie vykazuje pevnosť väčšiu ako 350 MPa. Táto pevnosť môže byť dokonca maximalizovaná až do 600 MPa. A to v prípade, že je na zliatinu aplikovaný proces nerovnovážneho prudkého tuhnutia. Týmto procesom vieme dosiahnuť špecifickú pevnosť väčšiu ako 300 MPa $g\ cm^{-3}$. To je dokonca viac ako hodnota špecifickej pevnosti hliníkových zliatin, alebo niektorých zliatin titánu. [3]

Taktiež máme pri tomto type zliatin výrazne zlepšenú ťažnosť. Napríklad pri spomínanej zliatine $Mg_{97}Zn_1RE_2$ (at.%) vieme dosiahnuť ťažnosť v rozmedzí od 5 % až do 16 %. [4]

Predpokladá sa, že hlavným dôvodom prečo dané zliatiny vykazujú výrazne

vyššiu pevnosť a ťažnosť je výskyt fáz usporiadaných na dlhé vzdialenosti, ktoré sa označujú ako LPSO fázy (long period stacking ordered phases). Zvýšená pevnosť spôsobená LPSO fázou je podobná efektu, ktorý pozorujeme v kompozitných materiáloch obsahujúcich krátke vlákna. Dôvodom je, že ako aj tieto vlákna, tak aj LPSO fáza prevezme pri deformácii časť napätia z horčíkovej matrice. [5]

V posledných rokoch bol, vzhľadom na tieto excelentné mechanické vlastnosti, prejavovaný veľký záujem o výskum horčíkových zliatin obsahujúcich spomínané LPSO fázy, ako aj o výskum LPSO fáz samotných. Výskumu boli taktiež podrobené mechanizmy zodpovedné za deformáciu týchto materiálov. Avšak spomenuté mechanizmy deformácie ešte stále nie sú plne objasnené a je potrebný ich ďalší výskum.

Cieľom tejto práce je zistiť vývoj dislokačnej hustoty a populácie dislokácií v jednotlivých sklzových systémoch pomocou analýzy profilov difrakčných maxím (získaných pomocou neutrónovej difrakcie) v závislosti na zložení zliatin a objemovom podiele LPSO fáze.

1. Použitý materiál a jeho vlastnosti

1.1 Poruchy kryštálovej mriežky

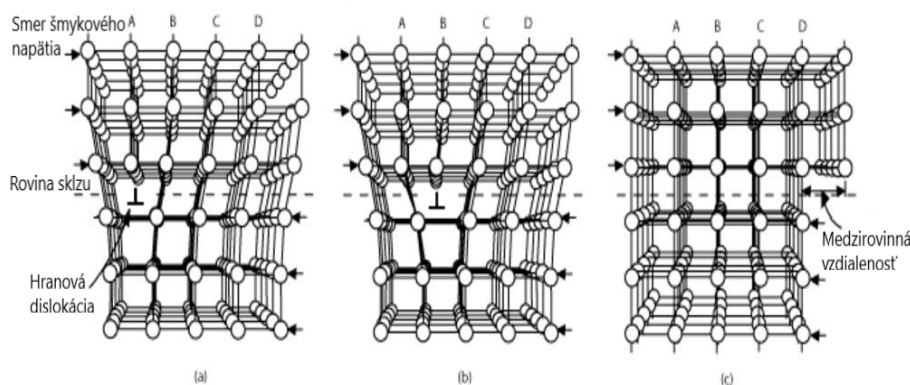
V tejto časti spomenieme niektoré základné pojmy z teórie dislokácií, s ktorými budeme pracovať a používať ich v nasledujúcich častiach.

1.1.1 Dislokácie

V kontexte deformácií sú veľmi dôležitým pojmom dislokácie, respektíve čiarové poruchy. Vďaka dislokáciám môžeme vysvetliť mechanizmus sklzu, ako šírenie dislokácií v kryštálovej mriežke.

Poznáme dva základné typy dislokácií, ktoré označujeme ako hranové dislokácie a skrútkové dislokácie. Existujú ešte zmiešané dislokácie, avšak tento typ dislokácií je len zložením predchádzajúcich dvoch typov. [6]

Hranovú dislokáciu si môžeme predstaviť, ako polrovinu vloženú do ideálneho kryštálu. Vďaka nej dochádza k lokálnej deformácii kryštálu v jej okolí. Pohybom dislokácie môže dôjsť, v prípade posunu až na povrch kryštálu, k spomínanej deformácii sklzom. Znázornenie hranovej dislokácie a jej pohyb je zobrazené na obrázku (1.1). [6]

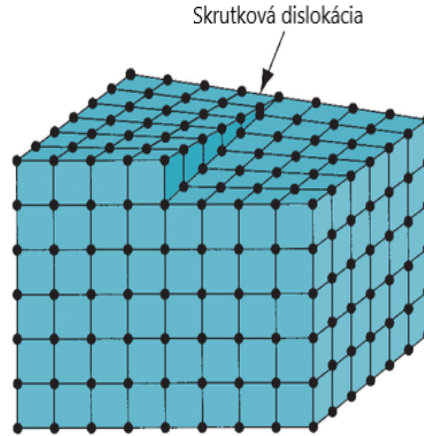


Obr. 1.1: Hranová dislokácia a jej pohyb [7]

Skrútkovú dislokáciu si môžeme predstaviť tak, že kryštál čiastočne narežeme a vzájomne posunieme tieto dve časti v rovine rezu. Tento typ dislokácie je znázornený na obrázku (1.2).

1.1.2 Hustota dislokácií

Štandardná štruktúra reálneho kryštálu obsahuje veľké množstvo dislokácií. Aby sme mohli kvantitatívne charakterizovať ich počet zavádzame takzvanú hustotu dislokácií ρ_D . Táto veličina udáva dĺžku dislokačných čiar na jednotku ob-



Obr. 1.2: Skrutková dislokácia [8]

jemu. Z toho dôvodu ju môžeme definovať vzťahom

$$\rho_D = \frac{\sum l}{V}, \quad (1.1)$$

kde $\sum l$ je celková dĺžka dislokačných čiar v materiály o objeme V . [9]

Alternatívnou definíciou ide hustotu dislokácií zaviesť ako počet priesečníkov dislokačných čiar s povrchom mriežky na jednotkovú plochu. [6]

V prípade najkvalitnejších kryštálov kremíka a germánia sa hustota dislokácií pohybuje v okolí hodnoty 100 cm^{-2} . Pokiaľ sa pozrieme na silne deformované kryštály kovov, tak v nich nadobúda hustota dislokácií hodnoty 10^{11} cm^{-2} až 10^{12} cm^{-2} . [6]

Veľkosť hustoty dislokácií môže výrazne ovplyvniť fyzikálne vlastnosti daného kryštálu. Napríklad pri vyšších hodnotách bude dochádzať k spevneniu materiálu v dôsledku toho, že dislokácie si budú navzájom zabraňovať vo svojom pohybe.

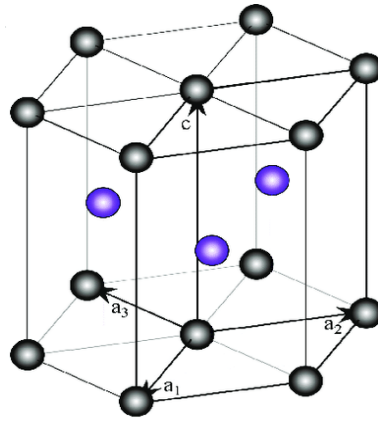
1.2 Deformačné vlastnosti hexagonálnych kovov

Ako už bolo spomenuté v úvode tejto práce, kryštálová mriežka horčíka je hexagonálneho typu. Tento typ je charakterizovaný dvoma mriežkovými parametrami, ktoré označujeme ako a a c a nazývame ich kryštalografickými osami. Ich hodnoty odpovedajú dvom najmenším vzdialenostiam susedných atómov v elementárnej bunke tejto sústavy.

Hexagonálna sústava, spolu s kubickou sústavou, odpovedajú v ideálnom prípade najtesnejšiemu usporiadaniu atómov. Tomuto usporiadaniu zodpovedá špecifický pomer kryštalografických osí $c/a = \sqrt{8/3}$.

V prípade horčíka je hodnota spomínaného pomeru veľmi blízka ideálnej hodnote najtesnejšieho usporiadania, čo je dôvodom jeho špecifických deformačných vlastností. Konkrétne to má za následok aj jeho horšiu ťažnosť a tvarovateľnosť. Vzhľadom k tomu, že hexagonálna mriežka nemá plnú symetriu ako má kubická mriežka môžeme v prípade horčíka pozorovať anizotropné chovanie pri deformácií pozdĺž rôznych kryštalografických osí.

Z dôvodu, že k deformácii najľahšie dochádza v rovinách a v smeroch, kde je najväčšia hustota atómov, tak budeme v prípade horčíka pozorovať najväčšiu ak-

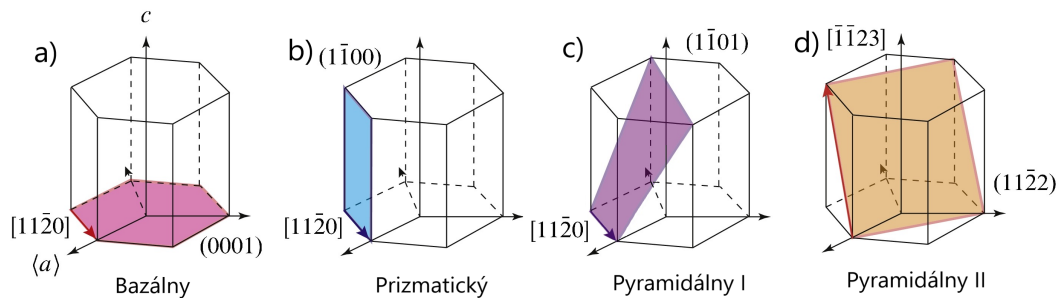


Obr. 1.3: Hexagonálna štruktúra horčíka [10]

tiváciu bazálneho sklzového systému. Ten v notácii pomocou Millerových indexov označujeme ako $(0001)\langle 11\bar{2}0 \rangle$. [6]

Lenže, práve vďaka tomu, že hodnota pomeru c/a nie je úplne ideálna, môže pri pokojovej teplote ešte dochádzať ku sklzu v prizmatickom sklzovom systéme a v pyramidálnom sklzovom systéme prvého druhu. Tieto systémy sú pomocou Millerových indexov označené ako $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ pre prizmatický sklzový systém a $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ pre pyramidálny sklzový systém prvého druhu. [2]

Prvá časť týchto označení odpovedá rovine, respektíve sústave kryštalograficky ekvivalentných rovín, v ktorých dochádza ku sklzu. Druhá časť označená lomenými zátvorkami odpovedá kryštalograficky ekvivalentným smerom, v ktorých sa môže sklz realizovať. Všetky spomenuté sklzové systémy sú zobrazené na obrázku (1.4) v častiach a) až c).



Obr. 1.4: Sklzné systémy horčíka [11]

Ako je vidieť aj z obrázku (1.4) a aj z notácie sklzových systémov, všetky vyššie spomenuté systémy môžu zabezpečiť len deformáciu v bazálnej rovine a nemôžu poskytnúť deformáciu v smere kryštalografickej osi $\langle c \rangle$. Zároveň, sme už predtým spomenuli, že v prípade horčíka nie je splnené von Misesovo kritérium, ktoré pre homogénnu plastickú deformáciu vyžaduje päť nezávislých sklzových systémov. Lebo pokiaľ ešte zahrnieme deformáciu pozdĺž skrutkovej osi máme len štyri kryštalograficky neekvivalentné sklzové systémy. [2]

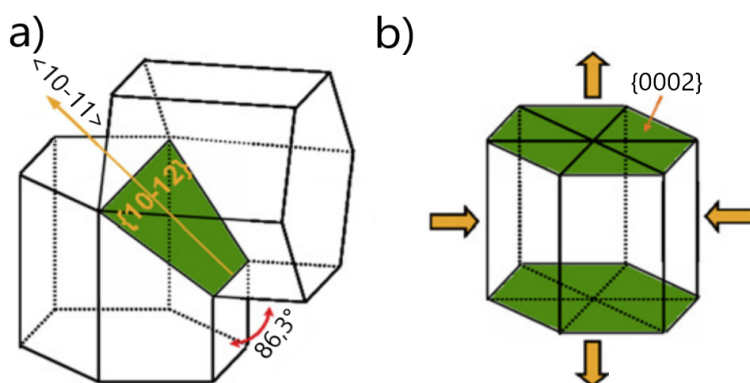
Možnosťou, ako tento problém vyriešiť, je aktivácia pyramidálneho sklzového systému druhého druhu. Vďaka nemu by nastala deformácia pozdĺž smeru $\langle c+a \rangle$, ktorá sa realizuje v rovine $\{11\bar{2}2\}$ a v smere $(1/3)\langle 11\bar{2}3 \rangle$. Lenže k aktivácii tohto systému dochádza až pri vyšších teplotách a to až nad 200°C . Respektíve, v

prípade vysokých koncentrácií dislokácií, vplyvom prebiehajúcej deformácie pomocou iných sklzových systémov. [1]

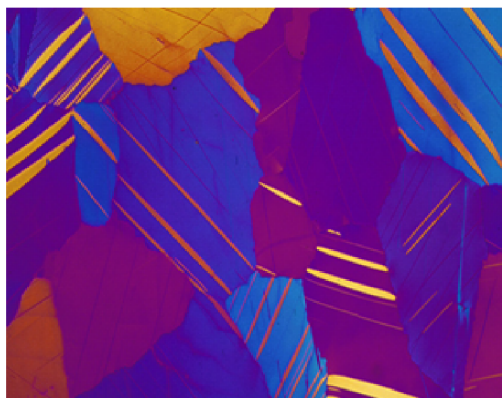
Z toho dôvodu je zvyčajne deformácia v smere osi $\langle c \rangle$ sprostredkovaná mechanizmom ťahového dvojčatenia. Spomínané dvojčatenie v systéme $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$ je v horčíkových zliatinách najvýznamnejším dvojčatovým systémom. Odpovedá preklopeniu kryštálovej mriežky pozdĺž roviny $(10\bar{1}2)$ o $86,3^\circ$ a šíri sa v smere $\langle 10\bar{1}1 \rangle$. Vďaka tomuto preklopeniu dôjde k predĺženiu kryštálu v smere kryštalografickej osi $\langle c \rangle$. Zároveň sú v otočenej časti kryštálu bazálne roviny orientované oveľa vhodnejšie na preferovaný bazálny sklz. [12]

Ako ukazuje obrázok (1.6), dvojčatenie sa v mikroštruktúre vzoriek prejavuje charakteristickým šošovicovým tvarom. Mechanizmus dvojčatenia má v horčíkových zliatinách nízke kritické sklzové napätie $\sigma_{CRSS} \approx 10$ MPa, kvôli čomu je pri ich deformáciách prednostne aktivovaný. [12]

Ťahové dvojčatenie je zobrazené na obrázku (1.5). V časti a) vidíme zdvojitý kryštál spolu s vykreslenou rovinou dvojčatenia $\{10\bar{1}2\}$ a s vyznačeným smerom dvojčatenia $\langle 10\bar{1}1 \rangle$. Časť b) znázorňuje pôvodný kryštál s vyznačenou bazálnou rovinou. Šípky označujú, aký smer deformácie je potrebný na kryštál aplikovať, aby došlo k dvojčateniu. Tento mechanizmus je výrazne smerový, pretože k nemu bude dochádzať len v prípade, že kryštál deformujeme buď tlakom kolmo na osu $\langle c \rangle$, alebo ho budeme deformovať ťahom v smere osi $\langle c \rangle$.



Obr. 1.5: Ťahové dvojčatenie [13]



Obr. 1.6: Mikroštruktúra ťahových dvojčiat [12]

Všetky vyššie popísané mechanizmy tvoria základné deformačné módy hor-

číkových zliatin. Na deformáciu majú vplyv aj hranice zrn, prípadne aj hranice dvojčiat, pokiaľ deformujeme polykryštalický materiál. Tie môžu spôsobovať brzdenie dislokácií a tak zabraňovať deformácii, čiže spôsobovať lokálne spevnenie materiálu.

V prípade horčíkových zliatin, ktoré obsahujú LPSO fázy dochádza v týchto zliatinách ešte k deformáciám samotných fáz. A to najčastejšie pomocou deformačného mechanizmu nazývaného kinking, kedy v podstate dôjde k zlomeniu daných štruktúr usporiadaných na dlhé vzdialenosti. Týmto procesom deformácie sa budeme podrobnejšie zaoberať v nasledujúcej kapitole.

1.3 LPSO fázy (fázy usporiadané na dlhé vzdialenosti)

1.3.1 Štruktúra a chemické zloženie

Ako už bolo spomenuté vyššie, horčíkové zliatiny s prímesovými prvkami Zn a RE majú excelentné mechanické vlastnosti. Dôvodom týchto výborných mechanických vlastností sú takzvané LPSO fázy.

LPSO fázy si môžeme predstaviť tak, že do ideálnej hexagonálnej štruktúry pridáme periodicky usporiadané fcc (face centered cubic, respektíve kubické steno-centrované) vrstvy obohatené o Zn a RE atómy.

Zatiaľ boli zistené štyri typy štruktúr usporiadaných na dlhé vzdialenosti, ktoré v Ramsdellovej notácii označujeme ako $10H$, $18R$, $14H$ a $24R$. Číslo v danej notácii hovorí o tom, koľko atómov je prítomných v elementárnej bunke kryštalografickej štruktúry. Označenie H a R hovorí, či je štruktúra tvorená hexagonálnou alebo romboedrálnou Bravaisovou mriežkou. [14]

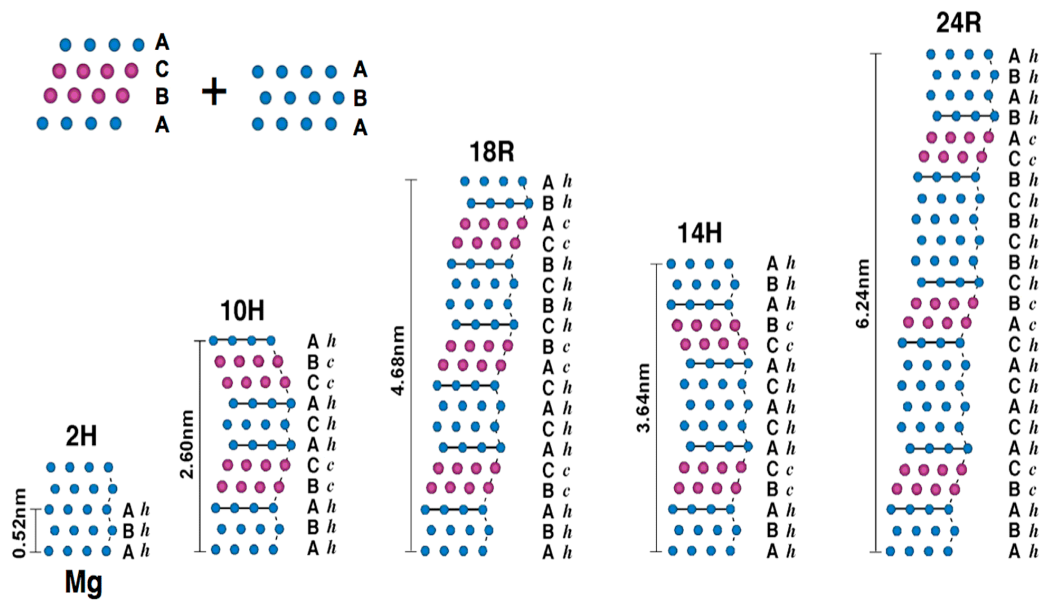
Jednotlivé vyššie spomínané štruktúry sú uvedené na obrázku (1.7). Notácia h a c označuje, či daná vrstva prislúcha hexagonálnemu alebo kubickému usporiadaniu rovín. Napríklad, štyri vrstvy typu h , c , c a h (usporiadané v tomto poradí) budeme označovať ako $hcch$ vrstvy.

Obrázok (1.7) nezobrazuje chemické usporiadanie prítomných fáz, ale len pozíciu jednotlivých hexagonálnych vrstiev. Lenže okrem modulácie usporiadania fáz do vrstiev je v týchto fázach prítomná aj modulácia chemického zloženia. Platí, že výskyt Zn a RE atómov je viazaný k fcc vrstvám a vo vzdialenosti dvoch a viacerých vrstiev nebol výskyt prímesových atómov pozorovaný. [4]

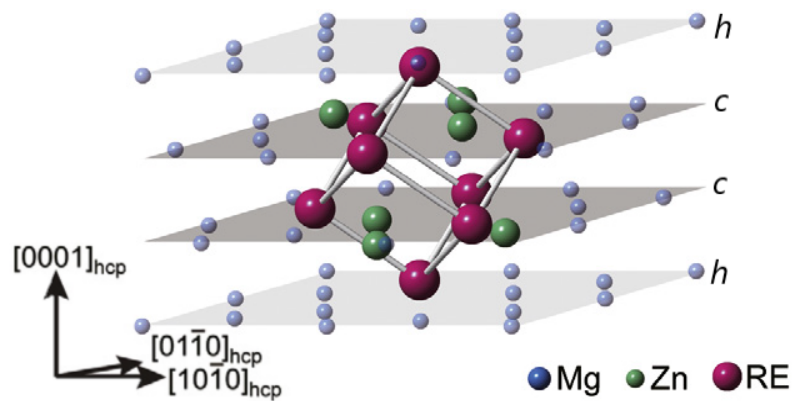
Keď sa pozrieme na usporiadanie prímesových atómov v atómových rovinách, tak zistíme, že toto usporiadanie súvisí s konkrétnym chemickým zložením. Dôvodom je, že aj zliatiny s veľmi malým podielom Zn a RE môžu obsahovať LPSO štruktúry. V prípade takýchto veľmi zriedených koncentrácií prímesových atómov nepozorujeme ideálne LPSO fázy, ale na niektorých z ich atómových pozícií (a to, ako aj v prípade Zn atómov, tak aj v prípade RE atómov) dôjde k substitúciám týchto prímiesí atómami horčíka. Spomínaná substitúcia sa uskutočňuje tak, aby bol výsledný podiel prímiesí (v at. %) približne rovný jednej. [3]

Avšak, ak budeme uvažovať ideálnu LPSO štruktúru, v ktorej nedošlo k substitúciám prímesových atómov atómami horčíka, tak lokálne usporiadanie Zn a RE atómov je typu $L1_2$. Táto štruktúra je vyobrazená na obrázku (1.8). [15]

Ako môžeme vidieť z obrázku (1.8), prímesové atómy sú usporiadané v klas-



Obr. 1.7: Štruktúry LPSO fáz typu 10H, 18R, 14H a 24R [14]

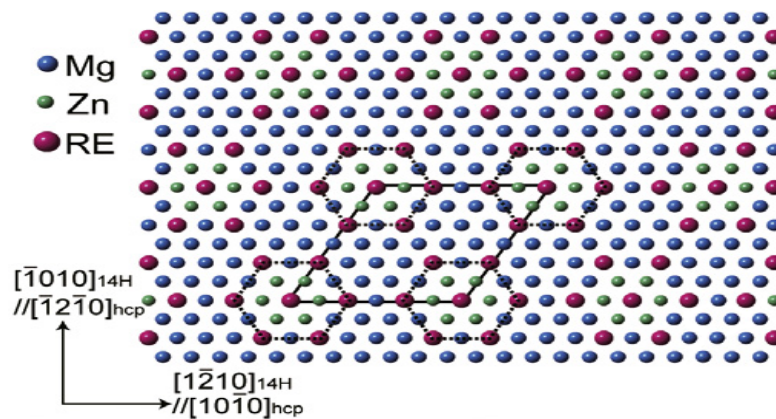


Obr. 1.8: L_{12} štruktúra klastra Zn_6RE_8 [3]

troch so stechiometrickým zložením Zn_6RE_8 . RE atómy sú prítomné aj v najbližších hexagonálne usporiadaných vrstvách, kde je na každý cluster prítomný jeden RE atóm, v každej zo susediacich vrstiev.

Koncentrácia prímiesí zároveň ovplyvňuje aj usporiadanie klastrov v $hcch$ vrstvách. Ukazuje sa, že toto usporiadanie je v prípade nízkych koncentrácií prímiesových atómov len krátkodosahové. Lenže, v prípade ideálnej LPSO štruktúry, kde je podiel prímiesových atómov maximálny, sú klastre usporiadané tak, že tvoria super-mriežkové $6 * (10\bar{1}0)_{hcp}$ usporiadanie. Tento typ usporiadania by sme pri ideálnej koncentrácií prímiesí pozorovali v prípade všetkých spomínaných LPSO fáz. Na obrázku (1.9) je toto usporiadanie zobrazené pre štruktúru 14H, pričom tento obrázok je znázorňuje projekciu štyroch vrstiev typu $hcch$ obohatených o Zn a RE atómy do roviny $[0001]$. [3]

Vzhľadom na to, že pre jednotlivé štruktúry je zloženie $hcch$ vrstiev nemenné, môžeme odhadnúť ideálne chemické zloženie LPSO fáz typu 18R a 14H. Chemické zloženie fázy typu 18H je v atómových percentách $Mg_{80,6}Zn_{8,3}RE_{11,1}$. Pomocou stechiometrických koeficientov je toto zloženie vyjadrené v tvare $Mg_{29}Zn_3RE_4$.



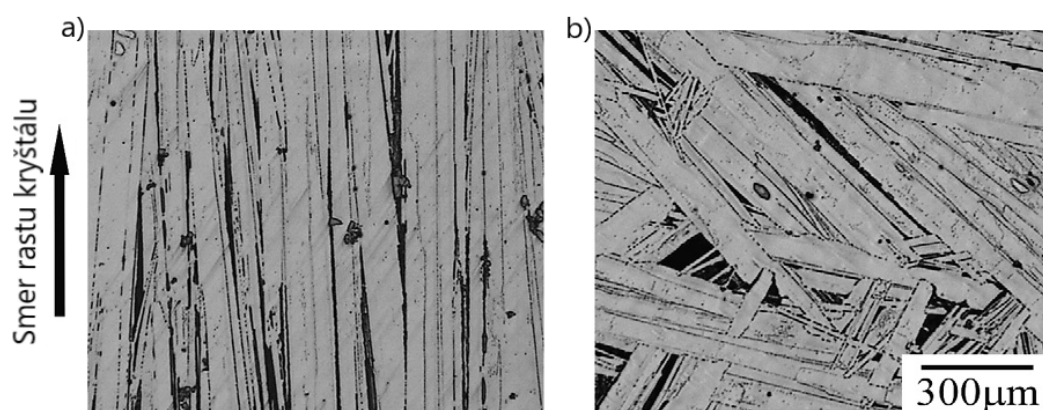
Obr. 1.9: Projekcia *hcch* vrstiev usporiadania *14H* do roviny $[0001]$ [3]

Štruktúra *14H* má v atómových percentách zloženie $Mg_{83,3}Zn_{7,2}RE_{9,5}$. Pomocou stechiometrických koeficientov ho môžeme vyjadriť v tvare $Mg_{35}Zn_3RE_4$. [3]

Taktiež je ešte dôležité spomenúť priestorové grupy a kryštalografické parametre aspoň niektorých zmienených typov LPSO fáz. Priestorová grupa fázy *18R*, ktorá sa zatiaľ vyskytuje najčastejšie, je typu $C2/m$. Jej mriežkové parametre majú hodnoty $a = 1,11$ nm, $b = 1,93$ nm, $c = 1,60$ nm a $\beta = 76,6^\circ$. Prípustnou a častejšou voľbou pre priestorovú grupu tejto fázy je grupa $P3_212$ s mriežkovými parametrami $a = 1,11$ nm a $c = 4,69$ nm. [3]

Priestorová grupa fázy *14H*, ktorú môžeme získať žíhaním štruktúry *18R* po dobu niekoľkých hodín je grupa typu $P6_3/mcm$. Mriežkové parametre tejto fázy sú $a = 1,11$ nm a $c = 3,65$ nm. [3]

Pri vytvorení zliatin procesom smerového tuhnutia sa LPSO fázy prejavujú v horčíkovej matici ako lamelové útvary, ktoré dosahujú hrúbku okolo $100\ \mu\text{m}$ a dĺžku dokonca až niekoľko milimetrov. Tieto fázy rastú v smere tuhnutia vzorky, ale boli náhodne natočené v rovine kolmej k osi rastu vzorky, ako je zobrazené na obrázku (1.10). [16]



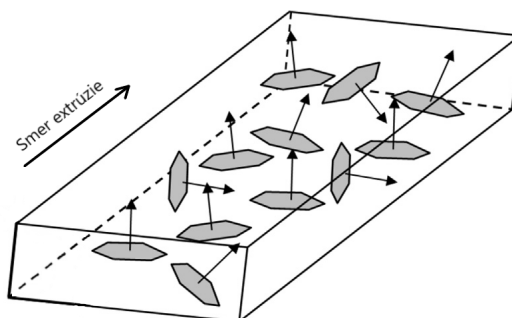
Obr. 1.10: LPSO štruktúra získaná smerovým tuhnutím [16]

Ľavá časť obrázku (1.10) označená symbolom *a*) znázorňuje kryštalovú štruktúru pozdĺž smeru rastu kryštálu. Pravá časť označená ako *b*) znázorňuje túto štruktúru v rovine kolmej na smer rastu.

Ak následne na odliate ingoty aplikujeme proces extrúzie, dosiahneme zjemne-

nie prvotnej štruktúry. Toto zjemnenie pozorujeme ako aj v prípade zrn horčíkovej matrice, tak aj v prípade samotnej LPSO fázy. V závislosti od extrúzneho pomeru môžeme dosiahnuť zjemnenie štruktúry LPSO fáz na $25\ \mu\text{m}$ do hrúbky a na $200\ \mu\text{m}$ až $300\ \mu\text{m}$ do dĺžky. [17]

Proces extrúzie je zároveň dôvodom vytvorenia prednostného usporiadania bazálnych rovín v extrudovanej vzorke. Bazálne roviny budú usporiadané v smere extrúzie, pričom veľká časť normálových vektorov k bazálnym rovinám bude preferenčne orientovaná jedným smerom. Preferenčná orientácia bazálnych rovín je znázornená na obrázku (1.11). [17]



Obr. 1.11: Usporiadanie bazálnych rovín v $Mg - Zn - RE$ zliatine po extrúzii [17]

1.3.2 Mechanické vlastnosti a mechanizmy deformácie

Aplikáciou deformačných testov na LPSO fázy zistíme, že extrudovaný materiál dosahuje oveľa lepšie výsledky v mechanických vlastnostiach ako vzorky získané smerovým tuhnutím. A to, ako aj v prípade pevnosti, tak aj v prípade ťažnosti.

Pôvod týchto vlastností je v spomínanom zjemnení štruktúry extrudovaného materiálu, v reorientácii bazálnych rovín a v zvýšení dislokačnej hustoty v LPSO fázach a horčíkovej matrici. V tomto prípade jemné dynamicky rekryštalizované $\alpha - Mg$ zrná spolu s pôvodnými hrubými horčíkovými zrnami zaručujú lepšiu ťažnosť. LPSO fáza zabezpečuje zvýšenú pevnosť zliatiny. Vďaka zvýšeniu hustoty dislokácií dôjde k obmedzeniu ich pohybu. Teda dôjde napríklad k obmedzeniu ich prípadných anihilácií, čo má za následok zvýšenú pevnosť materiálu. [18]

Podobne, ako v prípade smerovo solidifikovaných, tak aj v prípade extrudovaných vzoriek pozorujeme anizotropiu ich mechanických vlastností. Pri deformácii extrudovaných vzoriek kompresiou kolmo na lamelovitú štruktúru LPSO fáz, zaznamenávame oveľa horšie mechanické vlastnosti, ako pri ich deformácii v smere usporiadania bazálnych rovín. [5]

Anizotropia deformácie LPSO fáz je spôsobená tým, že pri kompresii kolmo na ich lamelovitú štruktúru (respektíve kolmo na smer rastu týchto štruktúr) prebieha deformácia primárne pomocou bazálneho sklzu. Pričom toto prebieha aj v pôvodnej horčíkovej matrici. Bazálny sklz pomocou $\langle a \rangle$ dislokácií, nevyžaduje na svoju aktiváciu vysokú hodnotu aplikovaného napätia. Jeho priebeh je umožnený vďaka usporiadaniu bazálnych rovín v extrudovanej vzorke, zobrazených na obrázku (1.11). Tento schematický náčrt ukazuje, že niektoré roviny sú

svojím natočením rovnomerne rozdistribuované okolo smeru extrúzie a nie sú navzájom plne rovnobežné. Takže niektoré bazálne roviny sú vhodne natočené na to, aby hodnota Schmidovho faktoru vyjadreného rovnicou (??), bola nenulová a pri aplikácii dostatočne vysokej hodnoty vonkajšieho napätia mohol spomínaný sklz prebiehať. [17]

Ďalším mechanizmom, prispievajúcim k deformáciám extrudovaných vzoriek bazálnym sklzom je dvojčatenie. Tento mechanizmus reorientuje časť kryštálovej mriežky takým spôsobom, že nová reorientovaná časť má oveľa vhodnejšie natočenie na priebeh deformácie pomocou bazálneho sklzu. Ale, je potrebné dodať, že prítomnosť kubicky usporiadaných vrstiev v LPSO fázach uplatnenie dvojčatenia výrazne obmedzuje. Spomínané kubické vrstvy pozorovateľne spomaľujú rast dvojčiat do dĺžky a taktiež spomaľujú alebo aj úplne zastavujú ich rast do šírky. A to vďaka tomu, že pri ich šírení predstavujú prekážku, ktorú musia pri reorientovaní mriežky prekonať. Ďalším dôvodom je, že LPSO štruktúra má tendenciu prevziať na seba pomerne veľkú časť napätia aplikovaného na kryštálovú mriežku a teda odstrániť alebo zamedziť vzniku oblastí s lokálne vysokým napätím. Práve tieto oblasti sú zodpovedné za generáciu a šírenie dvojčiat. [17] [4]

V prípade kompresie extrudovaných vzoriek rovnobežne s bazálnymi rovinami pozorujeme výrazne vyššiu pevnosť deformovaného materiálu, ako keď deformáciu uskutočňujeme kolmo na smer usporiadania bazálnych rovín. Príčinou je, že LPSO fázy preberú na seba veľkú časť aplikovaného napätia a tak odľahčia pôvodnú horčíkovú maticu. Tento proces odľahčenia zatažovanej matrice je podobný procesu prebiehajúcejmu v kompozitných zliatinách s pridanými krátkymi vláknami. Zmiený fakt ale sám o sebe vyššiu pevnosť nezapríčiňuje, len hovorí o tom, ktorá deformovaná komponenta preberá vyššiu časť aplikovaného napätia. [5]

Podstata vyššej pevnosti je v preferenčnej orientácii bazálnych rovín LPSO fázy. Táto orientácia je zodpovedná za to, že smer aplikovaného napätia je rovnobežný s orientáciou bazálnych rovín (respektíve kolmý k normálovému vektoru týchto rovín). Kvôli tomu je Schmidov faktor nulový a bazálny sklz nie je možný. Zároveň, deformácia dvojčatením, ktorá by reorientovala mriežku a umožnila deformáciu bazálnym sklzom je znova výrazne obmedzená kvôli prítomným fcc štruktúram. [4]

Z týchto dôvodov je nutná deformácia pomocou nejakého nového mechanizmu, zodpovedného za plastickú deformáciu LPSO fázy. Tento mechanizmus sa nazýva ohyb, ktorý budeme označovať anglickým termínom kink.

Existuje viacero teórií popisujúcich vytvorenie kinku. Posledná teória, ktorá bola potvrdená aj simuláciami molekulárnej dynamiky, hovorí, že: [4] [19]

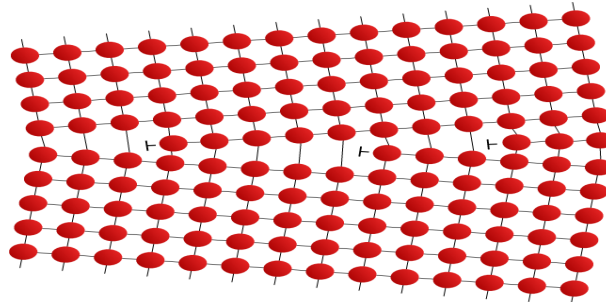
- Aplikáciou dostatočne vysokého vonkajšieho napätia dôjde v LPSO štruktúre k aktivácii prizmatických $\langle a \rangle$ dislokácií so skrútovej zložkou.
- Prizmatické $\langle a \rangle$ dislokácie budú pri svojom pohybe periodicky zastavované na kubicky usporiadaných vrstvách. Z toho dôvodu bude veľké množstvo týchto dislokácií vďaka prítomnej skrútovej zložke prechádzať na bazálnu rovinu. Tým vytvoria veľké množstvo bazálnych $\langle a \rangle$ dislokácií.
- Ďalším mechanizmom, generujúcim bazálne $\langle a \rangle$ dislokácie, je pohyb $\langle c + a \rangle$ dislokácií kryštálovou mriežkou. Pyramidálne $\langle c + a \rangle$ dislokácie vzniknú pohybom prizmatických $\langle a \rangle$ dislokácií, ktoré svojím pohybom vytvárajú chyby

v kryštálovej mriežke. Tieto chyby umožňujúci vznik $\langle c+a \rangle$ dislokáciám, ktoré počas prechodu mriežkou generujú nové bazálne hranové $\langle a \rangle$ dislokácie.

- Vyššie spomenuté mechanizmy, spolu s migráciou novovytvorených bazálnych $\langle a \rangle$ dislokácií zapríčinia formáciu hranice kinku. Táto hranica sa skladá z veľkého množstva bazálnych hranových $\langle a \rangle$ dislokácií.

Pri malej hodnote uhla rotácie kryštálovej mriežky θ na hranici kinku (menšej ako 10°) je táto hranica považovaná za takzvanú malouhlovú hranicu. [15]

Malouhlovú hranicu si môžeme predstaviť, ako veľký počet po sebe nasledujúcich hranových dislokácií. Ich vzdialenosť je približne daná vzťahom $D = |\mathbf{b}|/\theta$, kde $|\mathbf{b}|$ je veľkosť Burgersovho vektoru (reprezentuje mieru deformácie spôsobenej dislokáciou) hranových dislokácií. Jej schematické znázornenie je uvedené na obrázku (1.12). [9] [6]



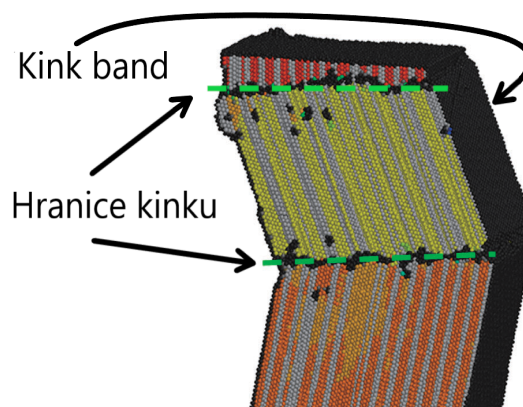
Obr. 1.12: Malouhlová hranica zrn [20]

- Vytvorením a následným spojením hraníc kinku vznikne pás kinku, ktorý budeme označovať anglickým termínom kink band. Kink band sa vyznačuje tým, že medzi hranicami kinku nie je žiaden vzťah v zmysle uhla reorientácie mriežky. Ako bolo spomenuté vyššie, proces tvorby kink bandu sprevádza formovanie veľkého množstva hranových dislokácií. Tieto dislokácie sú veľmi husto koncentrované na hraniciach kinku. Obrázok (1.13) zobrazuje kink band získaný pomocou molekulárnych dynamických simulácií.
- Ak uhol reorientácie mriežky dosiahne hodnotu vyššiu ako 20° , tak sa z kink bandu stane zdroj dislokácií a dôjde k tvorbe veľkého množstva bazálnych $\langle a \rangle$ dislokácií. Tie následne ešte zväčšia uhol reorientácie mriežky. [15]

Hranice kinku, ktoré boli vytvorené v LPSO štruktúre pri kompresii nie sú nutne trvalým poškodením kryštálovej štruktúry vzorky. V prípade malouhlových kinkov dôjde pri aplikácii ťahového napätia na vzorku k anihilácii týchto hraníc a kryštálová mriežka sa lokálne vráti do pôvodnej štruktúry. [19]

Ak ale aplikujeme ťahové napätie na vysokoúhlovú hranicu (niektoré uhly reorientácie mriežky môžu dosahovať dokonca aj 90°), tak k vráteniu mriežky do pôvodného stavu nedôjde. Pravdepodobnejším efektom bude vytváranie mikrotrhlín v štruktúre vzorky. [19]

Okrem vyššie spomínanej asymetrie vlastností LPSO štruktúr a ich zliatin pri aplikácii napätia rovnobežne s normálovým vektorom bazálnych rovín, respektíve



Obr. 1.13: Kink band získaný molekulárnymi dynamickými simuláciami [19]

pri aplikácií napätia kolmo na tento vektor, pozorujeme asymetriu vlastností aj pri deformácií kompresiou a ťahom. Pri deformácií ťahom pozorujeme menšiu ťažnosť LPSO fáz (zliatiny prasknú tesne po začiatku plastickej deformácie). [17]

1.4 Použitý materiál

Vzorky, z ktorých boli získané analyzované difrakčné profily boli zliatiny horčíka, zinku a yttria. Odliate boli v inštitúte KITECH (Korea Institute of Industrial Technology) v Kórei s prídavkom 0,5 wt.% oxidu vápenatého CaO .

Ich označenie a chemické zloženie je uvedené v tabuľke (1.1). Prvý stĺpec tabuľky udáva označenie vzoriek podľa normy ASTM B275. W označuje yttrium, Z označuje zinok. Čísla pri týchto písmenách sú zaokrúhlené hodnoty hmotnostných percent daných atómov.

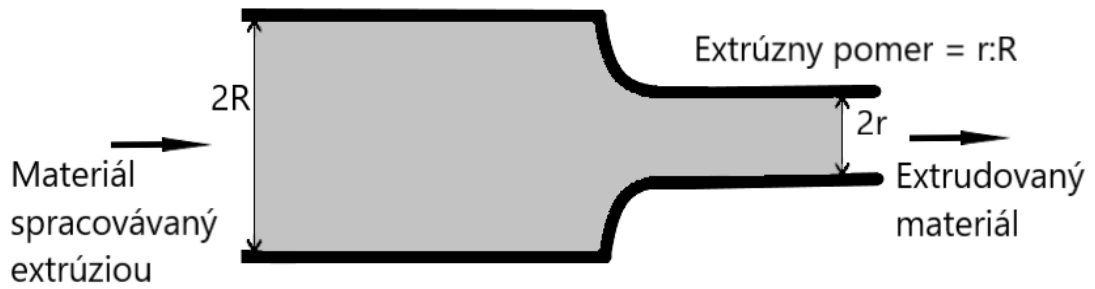
Označenie $_R\dots$ hovorí o tom, v akom pomere bola na vzorkách vykonávaná extrúzia za tepla. Napríklad, $_R4$ označuje extrúzný pomer 1 : 4. Hodnoty týchto pomerov sú taktiež uvedené v poslednom stĺpci tabuľky (1.1).

Tabuľka 1.1: Chemické zloženie použitých vzoriek

Vzorka	Chemické zloženie [wt.%]	Chem. zlož. [at.%]	Extrúzia []
$WZ42_R4$	94,9 Mg + 3,5 Y + 1,6 Zn	$Mg_{98,5}Y_{1,0}Zn_{0,5}$	1 : 4
$WZ42_R10$	94,9 Mg + 3,5 Y + 1,6 Zn	$Mg_{98,5}Y_{1,0}Zn_{0,5}$	1 : 10
$WZ72_R4$	90,6 Mg + 6,9 Y + 2,5 Zn	$Mg_{97,0}Y_{2,0}Zn_{1,0}$	1 : 4
$WZ72_R10$	90,6 Mg + 6,9 Y + 2,5 Zn	$Mg_{97,0}Y_{2,0}Zn_{1,0}$	1 : 10
$WZ72_R18$	90,6 Mg + 6,9 Y + 2,5 Zn	$Mg_{97,0}Y_{2,0}Zn_{1,0}$	1 : 18
$WZ104_R4$	86,3 Mg + 10,0 Y + 3,7 Zn	$Mg_{95,5}Y_{3,0}Zn_{1,5}$	1 : 4
$WZ104_R10$	86,3 Mg + 10,0 Y + 3,7 Zn	$Mg_{95,5}Y_{3,0}Zn_{1,5}$	1 : 10
$WZ104_R18$	86,3 Mg + 10,0 Y + 3,7 Zn	$Mg_{95,5}Y_{3,0}Zn_{1,5}$	1 : 18

Spracovanie extrúziou bolo vykonané až na odliatych ingotoch v inštitúte CENIM (Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas) v Madride. Extrúzia prebiehala pri teplote 350° s rýchlosťou $0,5 \text{ mm s}^{-1}$.

Schematicky znázornenú ju môžeme vidieť na obrázku (1.14).



Obr. 1.14: Schéma spracovania materiálu pomocou extrúzie

Z obrázku vidíme, že počas extrudovania materiálu odliate ingoty pretlačáme cez guľový profil o polomere R , pričom v istom mieste tohto profilu sa začne jeho polomer zužovať na hodnotu r . Hodnota veličiny $r : R$ potom udáva pomer extrúzie, ktorou bola vzorka spracovaná.

Vzorky, ktoré boli spracované s extrúznymi pomermi $1 : 4$ a $1 : 18$, mali rozmery $L \cdot d_{R4} = (15,0 \text{ mm}) \times (20,0 \text{ mm})$ a $L \cdot d_{R18} = (15,0 \text{ mm}) \times (10,4 \text{ mm})$. Tieto vzorky boli použité na testy v tlakovej deformácii. Prvý rozmer L označuje dĺžku vzorky, druhý rozmer d označuje jej priemer. Vzorky s extrúznym pomerom $1 : 10$, použité na cyklické testy (ťahovú časť týchto testov v nižšie uvedených výsledkoch neuvádzame), mali rozmery $L \cdot d_{R10} = (24,0 \text{ mm}) \times (9,0 \text{ mm})$.

Rýchlosť relatívnej deformácie vzoriek, počas vykonaných deformačných testov, ϵ/t bola vo veľkosti $\epsilon/t = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Deformácia prebiehala pri izbovej teplote.

2. Ciele práce a použité experimentálne metódy

2.1 Ciele bakalárskej práce

Hlavnými cieľmi tejto bakalárskej práce je:

- Študovať východziu mikroštruktúru vzoriek pomocou optickej svetelnej mikroskopie.
- Analyzovať difrakčné profily získané počas deformácie Mg-LPSO zliatin.
- Zistiť vývoj dislokačnej hustoty a populácie dislokácií v sklzových systémoch.
- Objasniť závislosť dislokačnej hustoty a populácie dislokácií na podiely LPSO fáze.

2.2 Experimentálne metódy

2.2.1 Neutrónová difrakcia

Princíp neutrónovej difrakcie, tak ako aj difrakcie röntgenového žiarenia alebo difrakcie elektrónov je založený na Braggovej rovnici. Môžeme ju zapísať v tvare

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta_{hkl}, \quad (2.1)$$

kde d_{hkl} je vzdialenosť rovín pre konkrétnu reflexiu hkl , θ_{hkl} je uhol, pod ktorým dopadá difraktované žiarenie na tieto roviny a λ je vlnová dĺžka neutrónov.

Avšak, z reaktora vylietavajú neutróny širokého spektra energií a teda aj vlnových dĺžok. Tie sú určené De Broglieho vzťahom $p = h/\lambda$, kde h je Planckova konštanta a p je hybnosť. To znamená, že materiál ožarujeme polychromatickým žiarením a na to, aby sme mohli určiť medzirovinné vzdialenosti d_{hkl} potrebujeme použiť TOF (time-of-flight) metódu neutrónovej difrakcie.

Táto metóda je založená na tom, že detektor meria čas t , za aký neutróny doletia do detektora po prechode dráhou dĺžky L , to prevedie rovnicu (2.1) na tvar

$$\frac{th}{m_n L} = 2d_{hkl} \sin \theta_{hkl}, \quad (2.2)$$

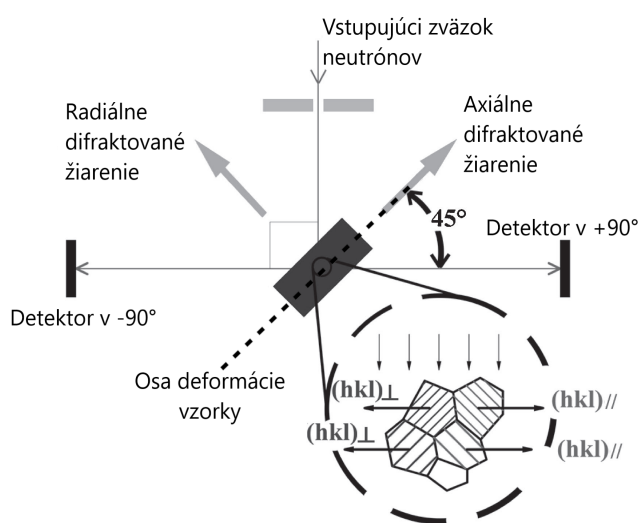
kde m_n je hmotnosť neutrónov.

Vo všeobecnosti platí, že difrakcia akéhokoľvek žiarenia na materiály je Fourierovou transformáciou kryštalickej štruktúry tohto materiálu. Výslednú Fourierovu transformáciu pozorujeme ako difrakčný obrazec.

Výhoda neutrónového žiarenia oproti iným používaným typom je v tom, že pri práci s týmto žiarením sú skúmané objemy pomerne veľké. Ich veľkosti sa rádovo pohybujú okolo 1 cm^3 . To je výrazne väčší ožarovaný objem, ako by sme dosiahli napríklad pri ožarovaní vzorky elektrónmi. [9]

Ďalšou výhodou je to, že štruktúrne faktory jednotlivých prvkov (miera toho, ako veľmi budú prvky interagovať s neutrónovým žiarením) nezávisia lineárne na počte elektrónov, respektíve nukleónov týchto prvkov. Práve naopak, aj medzi susednými prvkami sa môžu štruktúrne faktory výrazne líšiť. To nám aj pre susediace prvky, s veľkým protónovým číslom poskytuje veľmi dobrý kontrast difrakčného obrazca. [21]

Difrakčné profily boli namerané v Oak Ridge National Laboratory (USA) in-situ metódou. To znamená, že meranie bolo vykonávané počas deformácie vzoriek. Osa deformácie vzorky bola umiestnená v horizontálnej rovine. Uhol medzi osou deformácie a vstupujúcim neutrónovým lúčom bol 45° . Detektory difraktovaného neutrónového žiarenia boli umiestnené v polohách -90° a 90° voči vstupujúcemu neutrónovému lúču. Schematické znázornenie geometrie meracej aparatúry a umiestnenie vzorky je zobrazené na obrázku (2.1).



Obr. 2.1: Geometria meracej aparatúry [22]

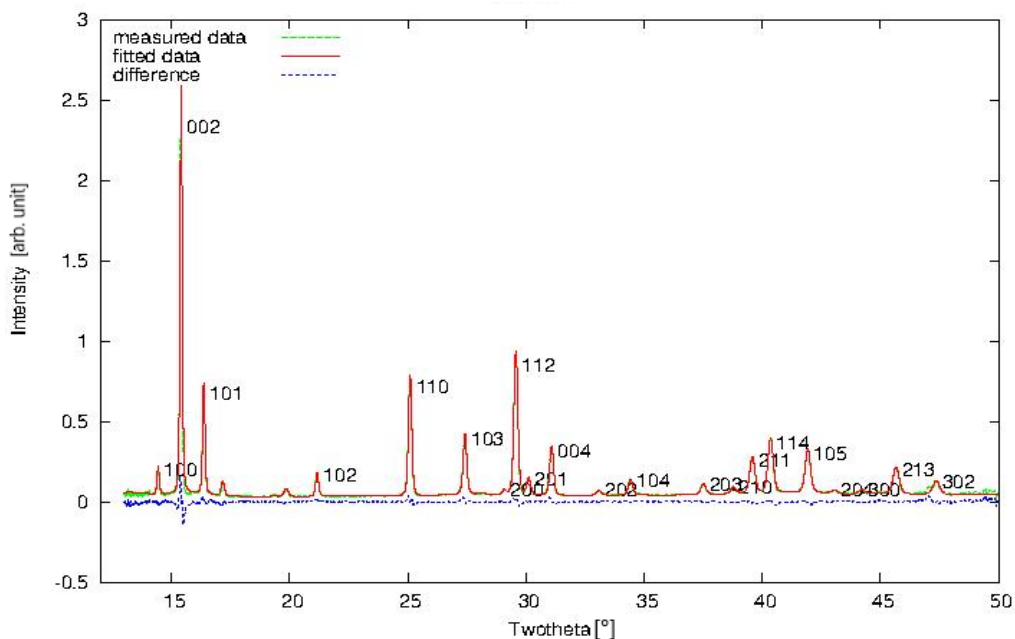
Na obrázku (2.1) je zároveň znázornený aj význam umiestnenia dvoch detektorov v $\pm 90^\circ$ voči vstupujúcemu neutrónovému lúču. Detektor, ktorý je umiestnený v polohe 90° deteguje žiarenie, ktoré je difraktované z rovín orientovaných kolmo na osu deformácie. Na druhú stranu detektor, ktorý je umiestnený pod uhlom -90° deteguje žiarenie, ktoré je difraktované z rovín orientovaných rovnobežne s osou deformácie vzorky.

Obrázok (2.2) znázorňuje štandardný difraktogram získaný neutrónovou difrakciou. Difraktogram bol nameraný na detektore detegujúcom radiálnu zložku difraktovaného žiarenia.

Obrázok (2.2) bol získaný pomocou programu CMWP, ktorému sa budeme venovať v nasledujúcej kapitole. Taktiež si môžeme všimnúť, že difrakčné píky získané z neutrónovej difrakcie majú priradené hodnoty prislúchajúcich Millerových indexov a zároveň sú tieto dáta preložené fitom. S fitovaním dát a ich indexovaním sa tak isto budeme zaoberať až v nasledujúcej kapitole.

Difraktogram (2.2) bol získaný z difrakcie na vzorke *WZ42_R4*. V tomto bode merania bol na ňu aplikovaný tlak 253,34 MPa. Veličina 2θ reprezentuje uhol odklonu difraktovaného neutrónového zväzku od pôvodného smeru.

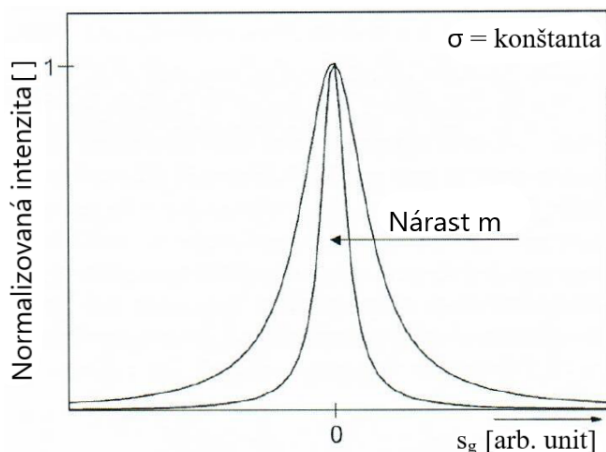
To, aký má difrakčný pík tvar a kde sa v difrakčnom obrazci nachádza vý-



Obr. 2.2: Štandardný difraktogram radiálnej zložky difraktovaných neutrónov

razne závisí na tom, aká veľká je deformácia daného materiálu. Je kvôli tomu, že pri deformácii sa mení hodnota medziatómových vzdialeností. Difrakčný obrazec taktiež závisí aj na strednej hodnote rozdelenia veľkostí difraktujúcich zŕn polykryštálu. Prípadne aj na smerodajnej kvadratickej odchýlke tohto rozdelenia. A dokonca aj na tom ako sú usporiadané hranové dislokácie v difraktujúcej vzorke.

Obrázok (2.3) zobrazuje spomínanú závislosť tvaru píku na tom, aká je stredná hodnota rozdelenia veľkostí difraktujúcich zŕn polykryštálu. Môžeme si všimnúť, že so zvyšujúcou sa strednou veľkosťou zrna dochádza k zužovaniu píku pri zachovaní intenzity difrakčnej línie.



Obr. 2.3: Závislosť tvaru píku na strednej hodnote veľkostného rozdelenia [23]

Na vodorovnej osi vykresľujeme závislosť píku na hodnote difrakčného vektora s_g , ktorý je definovaný vzťahom

$$s_g = \frac{2(\sin \theta - \sin \theta_B)}{\lambda}, \quad (2.3)$$

kde λ odpovedá veľkosti vlnovej dĺžky neutrónového žiarenia, θ_B odpovedá hodnote uhlu pre Braggovu reflexiu hkl a θ je uhol, pod ktorým meriame intenzitu difraktovaného žiarenia. [23]

Pokiaľ by sme vykreslili závislosť tvaru píku na smerodajnej kvadratickej odchýlke, tak by sme videli podobnú charakteristiku. Ale so znižujúcou sa hodnotou kvadratickej odchýlky by sme pozorovali, že pík má menšie konce a jeho intenzita klesá prudšie.

V prípade deformácie kryštálu by sme mimo zmeny tvaru píku pozorovali aj zmenu intenzít difraktovaného žiarenia difrakčných línií a ich posuvy z pôvodnej hodnoty uhla 2θ .

2.2.2 CMWP metóda

CMWP (Convolutional Multiple Whole Profile) metóda je založená na tom, že fitujeme celý difrakčný záznam. Fitovanie je uskutočnené pomocou súčtu funkcie reprezentujúcej pozadie merania a pomocou teoretických difrakčných profilov. Výslednú intenzitu I_{fit} môžeme vyjadriť pomocou vzťahu

$$I_{fit}(2\theta) = BG(2\theta) + \sum_{hkl} I_{hkl}^{max} I_{hkl}(2\theta - 2\theta_{hkl}^B), \quad (2.4)$$

kde 2θ je uhol odklonu difraktovaného neutrónového lúča od pôvodného smeru a funkcia $BG(2\theta)$ reprezentuje pozadie difrakčného profilu. I_{hkl}^{max} je maximálna intenzita difraktovaná rovinami hkl a θ_{hkl}^B je difrakčný uhol Braggovej reflexie na týchto rovinách. [23]

Veľičina I_{hkl} vyjadruje relatívnu intenzitu, respektíve profil difraktovanej intenzity, pre reflexiu na rovinách hkl . Jej hodnotu získame ako konvolúciu profilu intenzity vytvoreného meracou aparátúrou I_{hkl}^I , veľkosťou kryštalitov I_{hkl}^S a rozložením intenzity spôsobenej dislokáciami I_{hkl}^D a planárnymi chybami I_{hkl}^F . Výsledný vzťah pre I_{hkl} je

$$I_{hkl} = I_{hkl}^I * I_{hkl}^S * I_{hkl}^D * I_{\{hkl\}}^F. \quad (2.5)$$

V prípade profilu intenzity spôsobeného planárnymi chybami uvažujeme profil zložený z váženého priemeru profilov odpovedajúcich rovinám, ktoré sú kryštalograficky ekvivalentné rovinám hkl . [23]

Funkciu pozadia $BG(2\theta)$ graficky určíme v programe CMWP a to pomocou kubických splineov, preložených cez difrakčný obrazec.

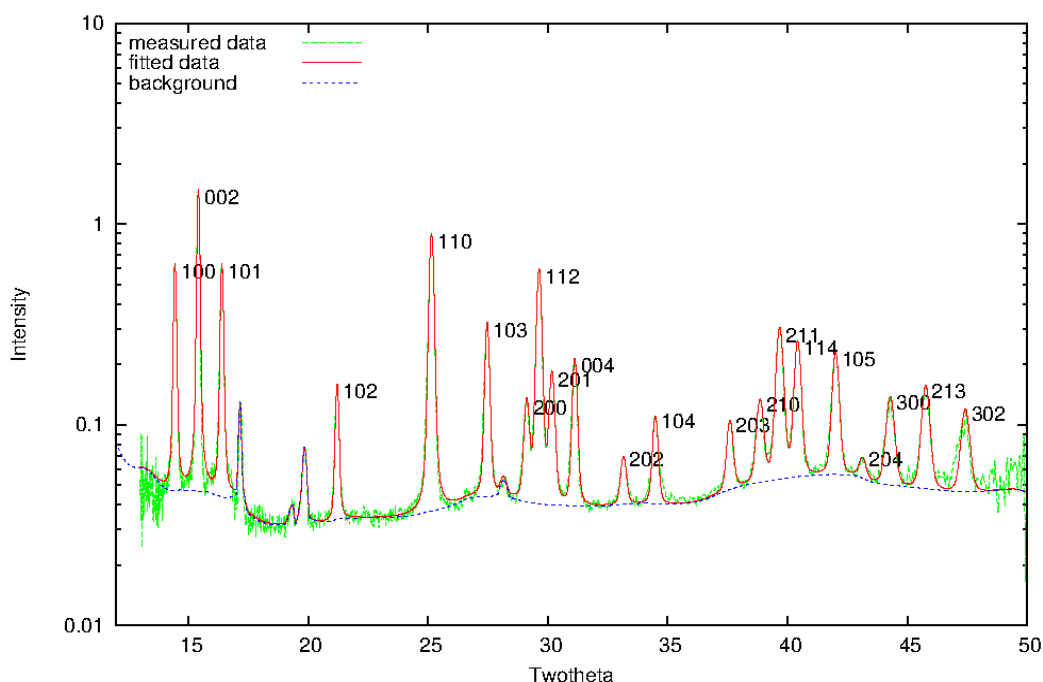
Aby sme mohli vypočítať profily pochádzajúce od veľkostného rozdelenia kryštalitov I_{hkl}^S a profily I_{hkl}^D a I_{hkl}^F , pochádzajúce od dislokácií a planárnych chýb, predpokladáme, že rozdelenie veľkostí kryštalitov je lognormálne. Taktiež predpokladáme, že kryštality majú buď sférický tvar (kubická štruktúra), alebo elipsoidálny tvar (ortorombická, respektíve hexagonálna štruktúra). Anizotropia deformácie je zahrnutá do výpočtu pomocou dislokačných kontrastných faktorov. [23]

Ako bolo spomenuté, pred spustením fitu musíme určiť pozadie nameraného difraktogramu. Určenie pozadia pomocou kubických splineov sa robí čisto manuálne v grafickom prostredí. V tomto prostredí máme zobrazený difrakčný záznam a krivku pozadia, ktorú môžeme ľubovoľne upravovať.

Následne priradíme nameraným difrakčným maximám ich prislúchajúce hodnoty Millerových indexov. Tieto hodnoty sme určovali pomocou difrakčného záznamu pre čistý horčík. Spomínaný difrakčný záznam je uvedený v prílohe (B.1).

Ako bolo spomenuté v kapitole (1.3), štruktúra LPSO fáz je romboedrická. Kvôli tomu nie je možné túto fázu kvantitatívne v CMWP programe spracovávať. Je to z dôvodu, že CMWP algoritmus je prispôbený len na kubickú, hexagonálnu a ortorombickú štruktúru. Preto sme difrakčné línie, prislúchajúce LPSO fázam neindexovali, ale zahrnuli sme ich do pozadia difraktogramu. Taktiež treba dodať, že pre fitovanie LPSO píkov sme nemali ani dostatočne dobrú štatistiku. Dôvodom je, že veľa z nich má v nameranom difraktograme malú intenzitu voči pozadiu, aby dané výsledky boli štatisticky relevantné. [24]

Na obrázku (2.4) je uvedený pôvodný tvar difraktogramu, získaný pomocou CMWP softwaru. V ňom je už určené pozadie a k difrakčným líniám sú priradené hodnoty Millerových indexov. Pozadie je zakreslené pomocou modrej prerušovanej čiary a indexy sa nachádzajú pri prislúchajúcich píkoch.



Obr. 2.4: Priradenie pozadia a indexov k difrakčnému záznamu

Následne je potrebné špecifikovať pomerne veľké množstvo počiatkových parametrov. V tabuľke (2.1) sú uvedené fyzikálne parametre, ktorých hodnoty sme museli do programu zadať pred začiatkom fitovania. V tejto tabuľke je taktiež uvedený aj význam jednotlivých parametrov, respektíve prislúchajúce veličiny, aké pomocou nich vieme vypočítať.

Počiatkové hodnoty týchto parametrov neuvádzame. Je to z dôvodu, že síce sa hodnoty spomínaných parametrov pohybovali väčšinou v konkrétnych intervaloch, avšak toto pozorovanie nie je platné pre všetky difrakčné dáta. Teda aj keby boli pri daných parametroch uvedené počiatkové hodnoty, tak by tieto čísla nemali relevantný význam a boli by čisto orientačné.

Parametre uvedené v tabuľke (2.1) sú vynásobené škálovacou hodnotou, ktorá im priraduje odpovedajúcu váhu zohľadňovanú pri fitovaní. Teda platí, že napríklad parameter $a1$ môžeme vyjadriť pomocou vzťahu $a1 = init_a1 \cdot scale_a$.

Hodnoty škálovacích faktorov spolu so zvyšnými vstupnými parametrami sú uvedené v prílohe (A.1). Tieto zvyšné fyzikálne parametre sú konštanty, ktoré sa

počas fitovania nemenili.

Nefyzikálne parametre, ako napríklad maximálny počet iterácií alebo minimálnu prípustnú hodnotu zmeny váženej sumy štvorcov rezíduí (WSSR) neuvádzame.

Tabuľka 2.1: Fitované parametre a ich fyzikálny význam

Fitovaný parameter	Fyzikálna veličina	Význam
$a1$	$q1$ []	Parameter zastúpenia sklz. sys.
$a2$	$q2$ []	Parameter zastúpenia sklz. sys.
b	$m = e^b$ [m]	Veľkosť kryštalitov
c	$\sigma = \frac{c}{\sqrt{2}}$ [m]	Stredná kvadratická odchýlka m
d	$\rho = \frac{2}{\pi(bd)^2}$ [m ⁻²]	Hustota dislokácií
e	$R_e = \frac{\exp^{3/4}}{2e}$ [m]	Medzný polomer dislokácií

Ako je uvedené v tabuľke (2.1), z nameraného difrakčného záznamu vieme s využitím programu CMWP získať parametre $q1$ a $q2$. Tie neskôr spracujeme pomocou programu Hexburger, ktorému sa budeme venovať v nasledujúcej kapitole. Z týchto parametrov vieme zistiť, aké je zastúpenie sklzových systémov prislúchajúcich dislokáciám $\langle a \rangle$, $\langle c \rangle$ a $\langle c + a \rangle$.

Ďalej vieme zistiť, aká je stredná hodnota veľkosti kryštalitov m a taktiež vieme určiť, aká je stredná kvadratická odchýlka σ od tejto hodnoty.

Podstatnou fyzikálnou veličinou, ktorú vieme pomocou tohto programu extrahovať je hustota dislokácií ρ .

Zároveň ešte vieme zistiť, aká je hodnota takzvaného efektívneho vonkajšieho medzného polomeru dislokácií R_e . Táto veličina vyjadruje, do akej vzdialenosti od dislokácie je pôsobenie jej napätového poľa relevantné. Predpokladá sa, že vo vzdialenosti väčšej ako R_e sa môže pôsobenie jej napätového poľa zanedbať.

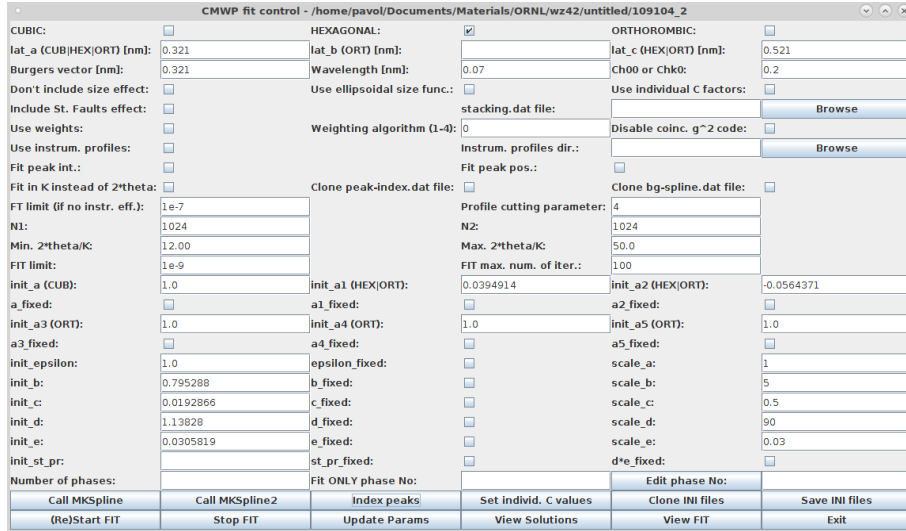
Ku spomínaným veličinám vie CMWP metóda určiť aj presnosť, s akou boli tieto parametre vypočítané.

CMWP metóda využíva Marquardtov-Levenbergov nelineárny algoritmus. Fitovaním sa snažíme minimalizovať váženú sumu štvorcov rezíduí (WSSR). V prípade, že procedúra fitovania skonverguje k výsledku (pod konvergenciou rozumieme, že nedôjde k prekročeniu stanoveného limitu na počet iterácií a fitovanie bude ukončené v dôsledku toho, že zmeny WSSR pri jednotlivých iteráciách budú menšie ako stanovený limit), je vhodné tento výsledok overiť. To jest, je vhodné pozmeniť vstupné parametre a znova spustiť iteráciu. Tento postup je vhodný preto, lebo pri fitovaní hľadáme minimum v n-dimenzionálnom priestore. Teda nie je vylúčené, že nami nájdené riešenie je len lokálnym minimom problému a nie jeho hľadaným globálnym minimom. [23]

Na obrázku (B.1) je uvedená ukážka prostredia CMWP softwaru. Prostredie, v ktorom sa určuje pozadie difraktogramu a prostredie, kde sa indexujú difrakčné línie je v samostatných kartách programu.

2.2.3 Program Hexburger

Použitím CMWP metódy sme získali hodnotu hustoty dislokácií ρ . Lenže, ešte stále nevieme, aké je zastúpenie jednotlivých skupín dislokácií $\langle a \rangle$, $\langle c \rangle$ a $\langle c + a \rangle$



Ob. 2.5: Prostredie CMWP softwaru

v procese deformácie.

Podiely zastúpenia jednotlivých skupín môžeme získať využitím programu Hexburger. V tejto kapitole uvedieme princíp, na ktorom je jeho fungovanie založené.

Fourierovou transformáciou rozloženia intenzít Braggových reflexií dostaneme, že hodnota transformácie závisí na veľkosti kryštalitov vo vzorke a na deformácií spôsobenej dislokáciami. [25]

Pokiaľ predpokladáme, že populácia dislokácií v jednotlivých sklzových systémoch je náhodná, respektíve pokiaľ predpokladáme, že máme polykryštalický materiál, v ktorom sa nevyskytuje žiadna preferenčná orientácia zrn, tak môžeme strednú hodnotu štvorca deformácie $\langle \epsilon_{g,L}^2 \rangle$ vyjadriť pomocou vzťahu

$$\langle \epsilon_{g,L}^2 \rangle \approx \frac{\langle b^2 C \rangle \rho}{4\pi} \ln \frac{R_e}{L}, \quad (2.6)$$

kde g označuje absolútnu hodnotu difrakčného vektora. L je Fourierova dĺžka, ktorú definujeme pomocou vzťahu $L = n\lambda(\sin \theta_2 - \sin \theta_1)/2$, $n \in \mathbb{N}_0$. λ je vlnová dĺžka použitého žiarenia a $\theta_2 - \theta_1$ je uhlový rozsah nameraného difrakčného profilu. [25][1]

Člen $\langle b^2 C \rangle$ môžeme vyjadriť pomocou vzťahu

$$\langle b^2 C \rangle = \sum_{i=1}^N f_i \bar{C}^{(i)} b_i^2, \quad (2.7)$$

kde $\bar{C}^{(i)}$ je priemerný kontrastný faktor dislokácií odpovedajúci i -tému sklzovému podsystemu. f_i odpovedá percentuálnemu zastúpeniu, s akým podsystem prispieva k rozšíreniu konkrétnej reflexie difrakčného profilu. Veličina b_i označuje veľkosť Burgersovho vektora pre dislokácie prislúchajúce i -tému sklzovému podsystemu. [1]

Sumácia sa prevádza cez všetky podsystemy, ktoré môžu byť pri deformácií konkrétneho typu mriežky aktivované. V prípade hexagonálnej mriežky ide o 11 sklzových podsystemov. [26]

Strednú hodnotu dislokačného kontrastného faktoru reflexie hkl , v prípade hexagonálnej mriežky, môžeme vyjadriť ako

$$\bar{C}_{hkl} = \bar{C}_{hk0}(1 + q_1x + q_2x^2). \quad (2.8)$$

Veličina x je v tvare $x = (2/3)(l/ga)^2$, kde a je mriežkový parameter hexagonálnej mriežky. Parametre q_1 , q_2 a \bar{C}_{hk0} sú pre veľké množstvo materiálov tabelované. [2]

Ako bolo uvedené vyššie, tak s využitím CMWP metódy vieme taktiež získať aj experimentálne hodnoty parametrov q_1^m a q_2^m . Položení teoretickej hodnoty $\langle b^2 C_{hkl} \rangle$ do rovnosti s experimentálnou hodnotou $b_m^2 C_{hkl}^m$ a s využitím rovníc (2.7) a (2.8) dostaneme porovnaním členov pri koeficientoch rovnakého rádu nasledujúce rovnice pre faktory q_1^m a q_2^m .

$$q_1^m = \frac{\sum_{i=1}^{11} f_i \bar{C}_{hk0,i} b_i^2 q_{1,i}}{\sum_{i=1}^{11} f_i \bar{C}_{hk0,i} b_i^2} \quad (2.9)$$

$$q_2^m = \frac{\sum_{i=1}^{11} f_i \bar{C}_{hk0,i} b_i^2 q_{2,i}}{\sum_{i=1}^{11} f_i \bar{C}_{hk0,i} b_i^2} \quad (2.10)$$

$$\sum_{i=1}^{11} f_i = 1 \quad (2.11)$$

Poslednú rovnicu dostávame vďaka tomu, že celkové percentuálne zastúpenie jednotlivých sklzových podsystémov musí byť v súčte 100 %. A zároveň musia byť hodnoty f_i nezáporné. [2]

Z týchto rovníc vyplýva, že je potrebné položiť dodatočné podmienky na hodnoty f_i . A to z dôvodu, že máme až jedenásť neznámych koeficientov f_i a len tri rovnice. Týmto obmedzením je predpoklad, že v prípade všetkých skupín dislokácií ($\langle a \rangle$, $\langle c \rangle$ a $\langle c + a \rangle$) platí, že nenulové koeficienty zastúpenia jednotlivých podsystémov, pre konkrétnu skupinu sú rovnaké. Aplikovaním tohto predpokladu dostaneme len tri neznáme koeficienty $f_{\langle a \rangle}$, $f_{\langle b \rangle}$ a $f_{\langle c+a \rangle}$. [1]

Na určenie výsledných percentuálnych podielov využijeme vyššie spomínaný program Hexburger. Ten kombinatoricky volí, ktoré sklzové podsystémy sa budú zúčastňovať deformácie a pre každú kombináciu vypočíta prislúchajúce hodnoty podielov $f_{\langle a \rangle}$, $f_{\langle b \rangle}$ a $f_{\langle c+a \rangle}$ (celkový počet kombinácií je 1395). Ak sú tieto hodnoty nezáporné, tak ich zahrnie do výsledného riešenia. Po vyhodnotení všetkých kombinácií, získané podiely spriemeruje. Tým dostávame požadovaný výsledok relatívneho zastúpenia sklzových systémov $\langle a \rangle$, $\langle c \rangle$ a $\langle c + a \rangle$ dislokácií. [5]

Správnosť získaného výsledku závisí na tom, ako korektné sú hodnoty vstupných parametrov q_1^m a q_2^m . Ako bolo spomenuté v predchádzajúcej kapitole, tieto hodnoty dostávame fitovaním difrakčného obrazca. Teda kvalita získaného výsledku v konečnom dôsledku závisí od toho, ako kvalitný difrakčný záznam máme k dispozícii a aký presný je fit tohto záznamu.

2.2.4 Optická mikroskopia

Pred začatím deformácie a meraním difrakčných profilov sme vzorky spomínané v kapitole (1.4) pozorovali pomocou optického svetelného mikroskopu. Toto

pozorovanie sme uskutočnili kvôli tomu, aby sme určili počiatočnú štruktúru vzoriek. Vďaka nej budeme môcť vyvodiť vzťahy medzi pozorovanou štruktúrou a dátami získanými z difrakčných experimentov.

Vzorky boli narezané v zariadení Accutom-50 od firmy Struers®, pričom smer rezu bol rovnobežný so smerom extrúzie. Následne boli zaliate do hmoty Claro Cit. Po jej vytuhnutí, kedy už bolo možné so vzorkami znova manipulovať, boli brúsené za mokra na prístroji TegraPol-15 od firmy Struers®. Na brúsenie boli použité brúsne SiC papiere firmy Struers®, ktorých hrúbka zrna sa pohybovala v rozmedzí od $P800$ do $P4000$. Na ich vyleštenie sme následne použili diamantovú pastu so zrnami o veľkosti $3\ \mu\text{m}$ a po nej sme vzorky doleštili pomocou OP-S prípravku na podložke Opchem.

Vyleštené povrchy sme na zvýraznenie pozorovanej štruktúry ešte naleptali leptadlom, ktoré sa skladalo z 150 ml čistého etanolu, 40 ml destilovanej vody, 3 až 4 gramov kyseliny pikrovej a z 5,5 ml čistej kyseliny octovej. Dĺžka leptania bola v intervale od 7 do 14 sekúnd.

Pozorovanie mikroštruktúr daných vzoriek sme uskutočnili na optickom svetelnom mikroskope OLYMPUS GX51, spojenom s kamerou PIXELINE®, ktorá bola spojená s počítačom. Na získanie výsledných obrázkov sme použili program Nis – Elements AR®.

2.2.5 Skenovacia elektrónová mikroskopia

Štruktúru horčíkovej matrice a LPSO fázy sme taktiež študovali pomocou skenovacej elektrónovej mikroskopie, konkrétne pomocou EBSD difrakcie (Electron Back Scattered Diffraction). EBSD metóda je vhodná na zobrazenie kryštalografických orientácií jednotlivých zŕn, distribúcie ich veľkostí a tvarov, prípadne na zistenie textúry pozorovanej vzorky.

Princíp tejto metódy spočíva v rozptyle elektrónového lúča na veľkom množstve atómových rovín difraktujúcej štruktúry a v následnom vytvorení Kikuchiho obrazcov. Platí, že každý obrazec prislúcha ku špecifickej kryštalografickej orientácii difraktujúcich rovín. Z toho dôvodu, vieme na základe Kikuchiho línií priradiť k jednotlivým zŕnám prislúchajúce Millerove indexy a vďaka tomu aj farbu zŕn v OIM obrazcoch (Orientation Image Map), zobrazujúcich povrch vzorky pomocou EBSD difrakcie.

Pri pozorovaní vzoriek sme použili skenovací elektrónový mikroskop FEI Quanta™ FX200. Tento mikroskop je vybavený FEG elektrónovým delom (Field Emission Gun), EDAX EDX detektorom (Energy Dispersive X-ray) a EDAX EBSD detektorom.

Vzorky boli vyrezané zo stredu extrúdovaných tyčí prístrojom Accutom-50 od firmy Struers®. Na ich vybrúsenie sme použili leštičku TegraPol-15 od firmy Struers® s brúsnymi papiermi o hrúbke od $P1200$ do $P4000$. Následne boli tieto vzorky doleštené pomocou diamantovej pasty s časticami o veľkosti $3\ \mu\text{m}$, $1\ \mu\text{m}$ a $0,25\ \mu\text{m}$.

Aby sme mohli na vzorkách merať OIM obrazce, potrebujeme vysokú kvalitu povrchu vzoriek. Z toho dôvodu boli dané vzorky leštené pomocou argónových iónov s využitím Leica EM RES102 systému. V skenovacom mikroskope sme ich pred začiatkom pozorovania otočili o 70° , voči horizontálnej orientácii, smerom k EBSD kamere. Tým sme dosiahli zvýšenie kontrastu v získanom elektrónovom

difrakčnom obrazi.

Mapovanie pomocou EBSD metódy bolo vykonávané s krokom $0,4\ \mu\text{m}$ v pracovnej vzdialenosti 13 mm, pri urýchľovacom napätí 15 kV. Na vyhodnotenie získaných dát sme použili program TSL-OIM Analysis 7.0.

3. Výsledky merania

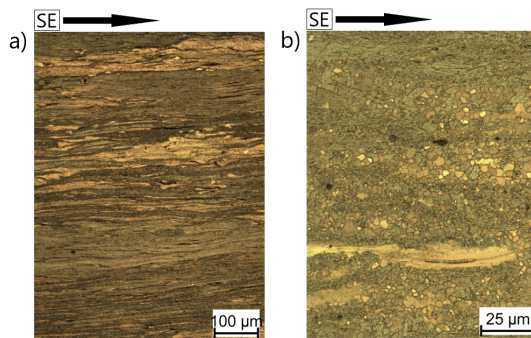
3.1 Počiatočná štruktúra

3.1.1 Svetelná optická mikroskopia

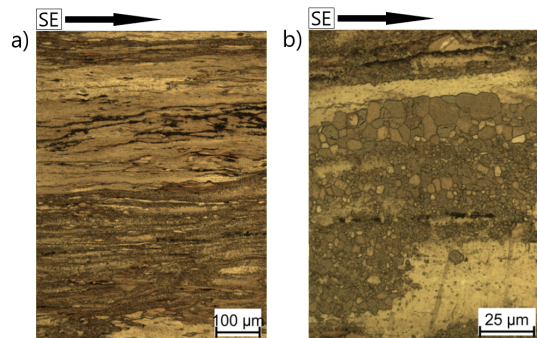
Na obrázkoch (3.1) a (3.2) je zobrazený povrch zliatin s chemickým zložením WZ42 a extrúznymi pomermi 1 : 4 a 1 : 10.

Lavá časť, označená ako a), zobrazuje štruktúru vzorky s mierkou o veľkosti 100 μm . Druhá časť, označená ako b), zobrazuje vzorky pri mierke 25 μm .

Povrchy sú orientované tak, aby bol smer extrúzie (SE) rovnobežný s horizontálnou rovinou fotiek.

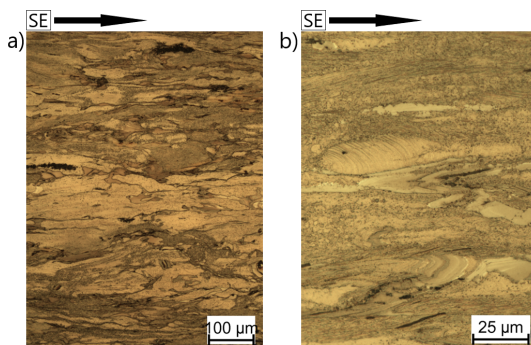


Obr. 3.1: Štruktúra WZ42_R4

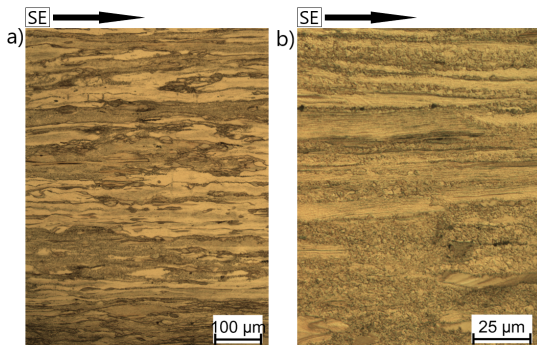


Obr. 3.2: Štruktúra WZ42_R10

Obrázky (3.3), (3.4) a (3.5) zobrazujú štruktúru zliatin typu WZ72, ktorých extrúzne pomery mali hodnoty 1 : 4, 1 : 10 a 1 : 18.



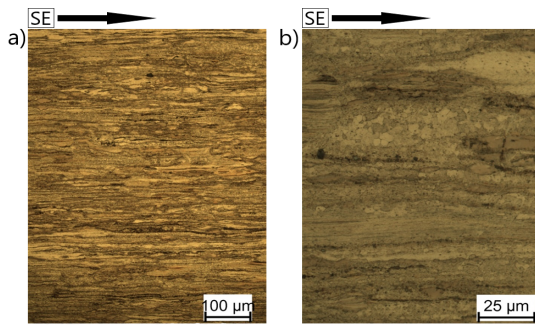
Obr. 3.3: Štruktúra WZ72_R4



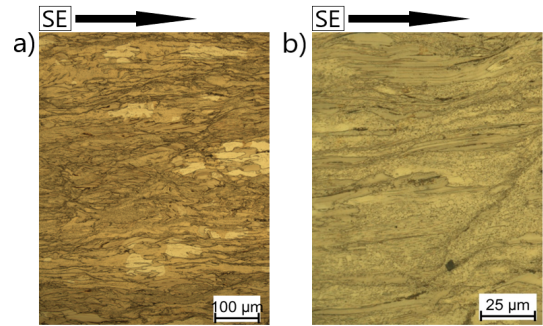
Obr. 3.4: Štruktúra WZ72_R10

Povrchy uvedené na obrázkoch (3.6), (3.7) a (3.8) zobrazujú zliatiny WZ104 s extrúznymi pomermi 1 : 4, 1 : 10 a 1 : 18.

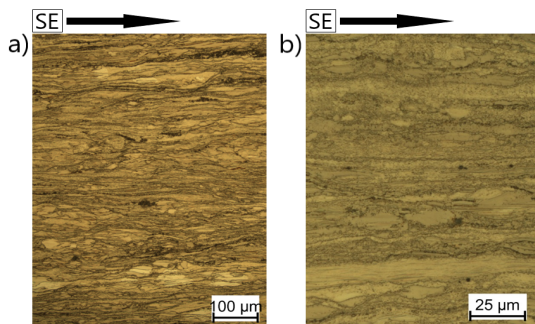
Faktorom, ktorý ovplyvňuje počiatočnú štruktúru vzoriek je hodnota ich extrúzneho pomeru. Vidíme, že LPSO fázy, spracované pri vyššom extrúznom pomere majú pretiahnutejšiu štruktúru, pričom dlhšia časť týchto fáz je rovnobežná so smerom extrúzie. Toto pozorovanie sa zhoduje s informáciami uvedenými v kapitole (1.3.1).



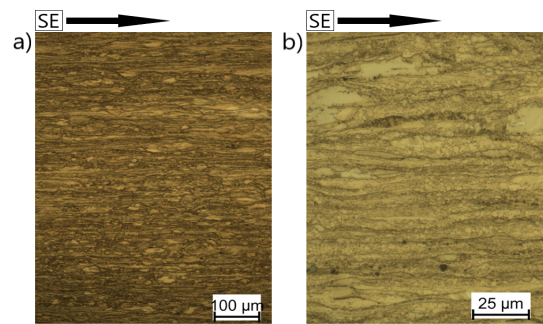
Obr. 3.5: Štruktúra *WZ72_R18*



Obr. 3.6: Štruktúra *WZ104_RA*



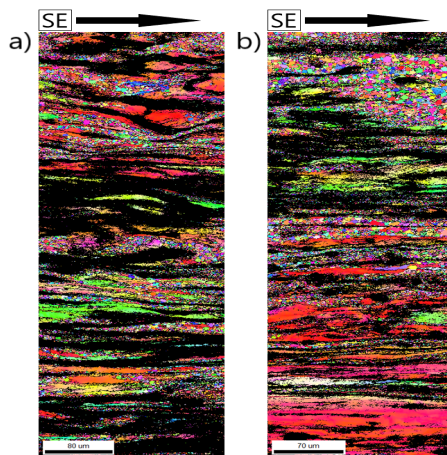
Obr. 3.7: Štruktúra *WZ104_R10*



Obr. 3.8: Štruktúra *WZ104_R18*

3.1.2 Skenovacia elektrónová mikroskopia

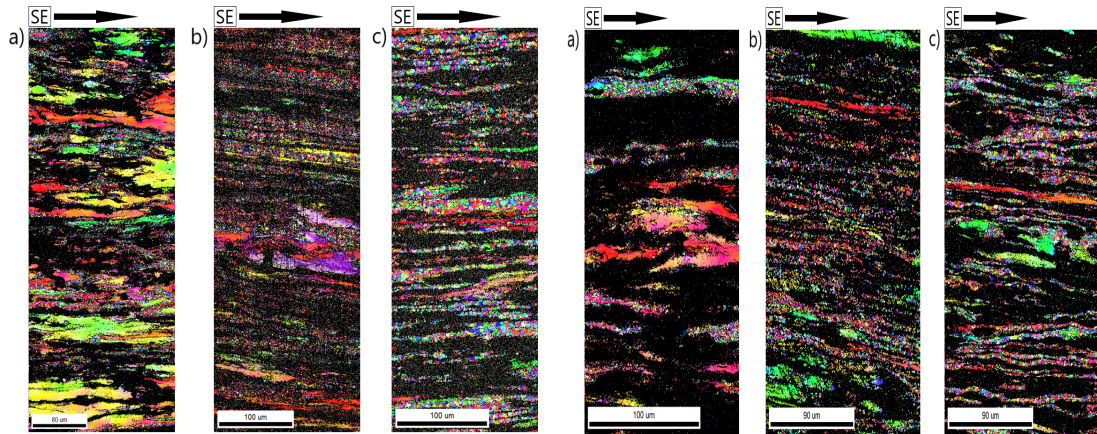
Povrch vzoriek môžeme taktiež zobraziť pomocou skenovacej elektrónovej mikroskopie (SEM), ako je uvedené na obrázkoch (3.9), (3.10) a (3.11). Tieto povrchy sú zobrazené v EBSD móde (Electron Back Scattered Diffraction).



Obr. 3.9: EBSD štruktúra vzoriek: a) *WZ42_R4*, b) *WZ42_R10*

Farebné oblasti reprezentujú pôvodnú horčíkovú maticu. Rôzne farby týchto oblastí označujú rôzne orientácie kryštálových mriežok horčíkových zrn. Časti, znázornené čiernou farbou označujú LPSO fázy.

LPSO fázy označujeme čiernou farbou kvôli tomu, že počas vyhodnocovania orientácie zrn ich nebolo možné naindexovať. Dôvodom je, že spätne odrazené elektróny, používané v EBSD metóde, podávajú informáciu o objeme väčšom ako



Obr. 3.10: EBSD štruktúra vzoriek:

a) *WZ72_R4*, b) *WZ72_R10*,
c) *WZ72_R18*

Obr. 3.11: EBSD štruktúra vzoriek:

a) *WZ104_R4*, b) *WZ104_R10*,
c) *WZ104_R18*

je objem LPSO fázy v danom mieste vzorky (z dôvodu hĺbky, do ktorej sú elektróny schopné prejsť a kvôli lamelovitej štruktúre LPSO fáze). Kvôli tomu sa do Kikuchiho máp premietnu obrazce pochádzajúce z LPSO fáze a aj z horčíkovej matrice. Takéto prekrývajúce sa obrazce nie je možné použitým programom naindexovať.

Na fotkách (3.9), (3.10) a (3.11) a na fotkách z optického mikroskopu vidíme, že horčíková matrica pozostáva zo zŕn, ktoré boli dynamicky rekryštalizované. A zároveň aj z nerekrystalizovaných zŕn, ktoré sú predĺžené v smere extrúzie, čo môžeme vidieť napríklad na spodných častiach obrázkov (3.9-b) a (3.10-a). Táto štruktúra pozostávajúca z dvoch typov zŕn je nazývaná bimodálnou štruktúrou a je spôsobená extrúznym spracovaním daných vzoriek.

Ako ukazujú fotky zobrazujúce OIM obrazce (Orientation image map), rekryštalizované zrná majú náhodnú distribúciu, v ktorej nepozorujeme výraznejšie preferenčné usporiadanie.

Na druhej strane si môžeme všimnúť, že nerekrystalizované zrná majú výraznú textúru, pričom ich bazálne roviny sú orientované paralelne so smerom extrúzie. Práve tieto zrná prispievajú v najväčšej miere k výraznej $\{10\bar{1}0\}$ vláknovej štruktúre, ktorú je vidieť v grafoch uvedených v nasledujúcej podkapitole.

V prípade fotiek zo SEM mikroskopie môžeme vidieť, že so zvyšujúcim sa podielom prímiesových atómov pozorujeme nárast podielu LPSO štruktúr. Tento nárast je korelovaný so znižovaním podielu nerekrystalizovaných horčíkových zŕn a taktiež aj podielu zŕn, ktoré boli dynamicky rekryštalizované. Zároveň, so zvyšujúcim sa extrúznym pomerom môžeme na obrázkoch (3.9), (3.10) a (3.11) vidieť zjemňovanie štruktúry LPSO fáz.

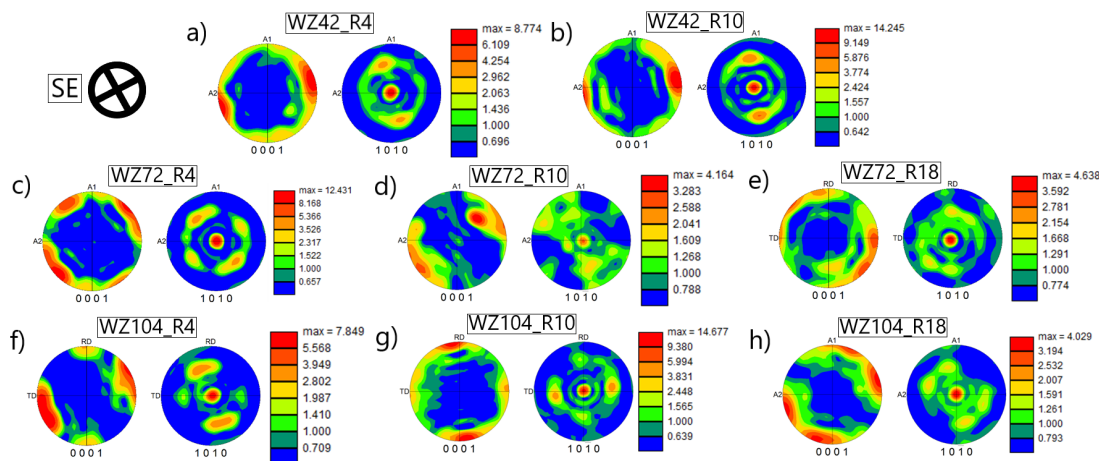
Spolu so zjemňovaním štruktúry LPSO fáz sa zjemňuje aj štruktúra horčíkovej matrice. Tento proces je veľmi dobre vidieť obrázkoch (3.10) a (3.11).

3.1.3 Orientácia atómových rovín

To, či v skúmaných vzorkách existuje nejaké preferenčné usporiadanie atómových rovín vieme určiť s využitím takzvaných polárnych grafov. Tie pre konkrétne atómové roviny zobrazujú veľkosť ich usporiadania v jednotlivých smeroch. Tieto

veľkosti sú vyjadrené v násobkoch náhodného usporiadania rovín.

Na obrázku (3.12) sú zobrazené polárne grafy prislúchajúce jednotlivým vzorkám. Platí, že smer extrúzie (SE) je kolmý na rovinu týchto grafov. Detailnejší obrázok je uvedený v prílohe (B.2).



Obr. 3.12: Polárne grafy vzoriek: a) WZ42_R4, b) WZ42_R10, c) WZ72_R4, d) WZ72_R10, e) WZ72_R18, f) WZ104_R4, g) WZ104_R10, h) WZ104_R18

Pri pohľade na grafy zobrazujúce atómové roviny $\{0001\}$ vidíme, že tieto roviny sú výrazne preferenčne usporiadané. A to tak, že ich normálový vektor je kolmý na smer extrúzie daných vzoriek. V prípade rotácie normálového vektora okolo osi extrúzie už nepozorujeme až tak výrazné usporiadanie atómových rovín. Pričom platí, že smer maximálneho usporiadania už závisí od konkrétnej vzorky. Avšak, vidíme, že maximum tohto usporiadania je vždy o 90° pootočené voči maximálnej distribúcií v polárnom grafe zobrazujúcom roviny $\{10\bar{1}0\}$.

Grafy zobrazujúce roviny $\{10\bar{1}0\}$ ukazujú, že ich normálový vektor je rovnobežný so smerom extrúzie. Z týchto grafov je vidieť, že študované vzorky vykazujú výraznú $\{10\bar{1}0\}$ vláknovú štruktúru, s bazálnymi rovinami paralelne orientovanými so smerom extrúzie.

Smerovosť preferenčnej orientácie je výrazne nad úroveň náhodného usporiadania. V niektorých vzorkách sú atómové roviny preferenčne orientované štrnásťkrát viac ako keby boli usporiadané náhodne (polárne grafy b) a g)).

Tieto výsledky korešpondujú s informáciami uvedenými v kapitole (1.3.1), konkrétne s obrázkom (1.11). A zároveň odpovedajú takzvanej prizmatickej vláknovej textúre (prizmatické roviny sú orientované kolmo na smer extrúzie a bazálne roviny sú náhodne orientované paralelne k tomuto smeru). Táto textúra sa vytvorila vďaka extrúznemu procesu, aplikovanému na dané vzorky.

3.2 Hustota dislokácií a aktivita sklzových systémov

Údaje o hustote dislokácií a aktivite sklzových systémov sme získali s využitím CMWP softwaru a pomocou programu Hexburger (popísaných v kapitolách

(2.2.2) a (2.2.3)). V týchto programoch sme vyhodnocovali dáta získané pomocou neutrónovej difrakcie opísanej v kapitole (2.2.1).

V podkapitolách (3.2.1), (3.2.2) a (3.2.3) uvádzame grafy hustôt dislokácií spolu s deformačnými krivkami jednotlivých vzoriek a pomermi aktivít sklzových systémov. Všetky nižšie uvedené dáta boli získané počas tlakovej deformácie vzoriek.

Treba pripomenúť, že všetky nižšie uvedené dáta odpovedajú horčíkovej $\alpha - Mg$ matici. Ako bolo spomenuté v kapitole (2.2.2), na vyhodnotenie dislokačnej hustoty a aktivít sklzových systémov v LPSO fázach sme nemali dostatočne dobrú štatistiku (čo odpovedá nízkej intenzite píkov LPSO fáze).

V prípade dislokácií typu $\langle a \rangle$ sme vykreslovali podiel aktivity bazálnych dislokácií voči súčtu aktivít prizmatických a pyramidálnych dislokácií. Bazálne dislokácie označujeme ako BE (Basal edge dislocations). Prizmatické dislokácie majú označenie PrE (Prismatic edge dislocations) a pyramidálne dislokácie prvého druhu sme označili ako PyE (Pyramidal edge dislocations).

Hodnoty aktivít prizmatických a pyramidálnych dislokácií uvádzame v súčte kvôli tomu, že rozdiel medzi ich priemernými dislokačnými kontrastnými faktormi je veľmi malý. Z toho dôvodu sú ich aktivity zatažené veľkou chybou (pokiaľ ich rozlišujeme). Na druhej strane rozdiel kontrastných faktorov prizmatických a bazálnych dislokácií, respektíve pyramidálnych a bazálnych dislokácií je oveľa výraznejší a preto môžeme navzájom porovnávať aktivity BE a $PrE + PyE$ dislokácií.

Počas merania difraktogramov sme museli pozastaviť deformáciu vzorky, aby sme získali dostatočne kvalitný difrakčný obrazec. Kvôli tomu došlo k napätovej relaxácii.

Je nutné poznamenať, že výsledky uvedené v podkapitolách (3.2.1), (3.2.2) a (3.2.3) boli vypočítané z dát zaznamenaných radiálnym detektorom. Dôvodom je, že hodnoty z radiálneho detektoru lepšie odpovedajú matematickému modelu CMWP metódy. A to preto, že sú v ňom spriemerované dáta, ako aj z deformovaných, tak aj z nedeformovaných zrn. Ďalej sa do radiálneho smeru menej premietne vplyv vyššie spomenutej napätovej relaxácie.

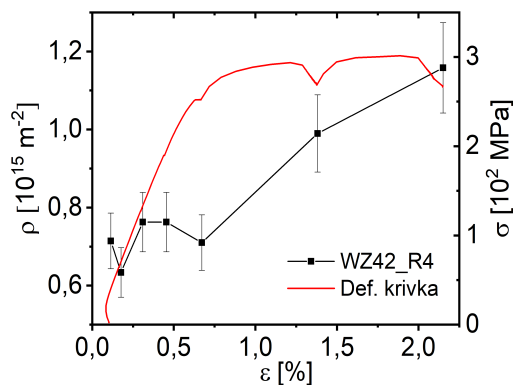
Pre každý dátový bod platí, že jeho chyba merania je vo veľkosti 10 %. Veľkosť tejto chyby bola odhadnutá na základe presnosti merania difrakčných obrazcov a na základe metód použitých na vyhodnotenie spomínaných difraktogramov a aktivít sklzových systémov.

Počas vyhodnovenia niektorých meraní sme zaznamenali, že ich fit bol veľmi nestabilný a zvyčajne nekonvergoval, alebo bolo získané riešenie nefyzikálne. Ak sme získali fyzikálne možné riešenie, tak bolo často nestabilné a pri malej zmene parametrov prestalo konvergovať. Zároveň, niektoré z týchto dát boli výrazne odlišné oproti dátam v ich okolí (aj keď k tomu nebol žiaden fyzikálny dôvod). Takéto dáta považujeme za chybné a v nasledujúcich grafoch ich neuvádzame.

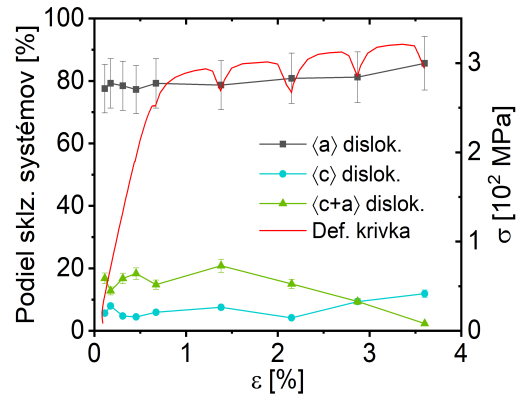
3.2.1 Vzorky WZ42

WZ42 s extrúznym pomerom 1:4

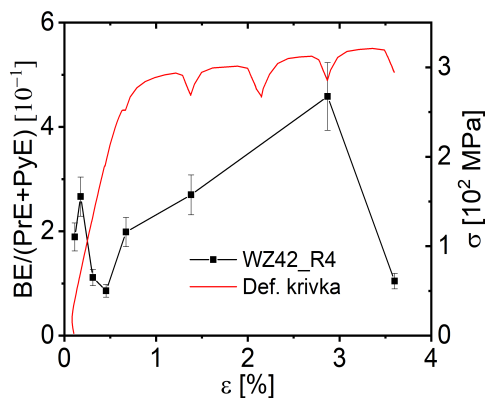
Grafy (3.13) až (3.16) zobrazujú vývin hustoty dislokácií, aktivít sklzových systémov a vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií a $BE / (PrE + PyE)$ dislokácií v prípade vzorky $WZ42_R4$.



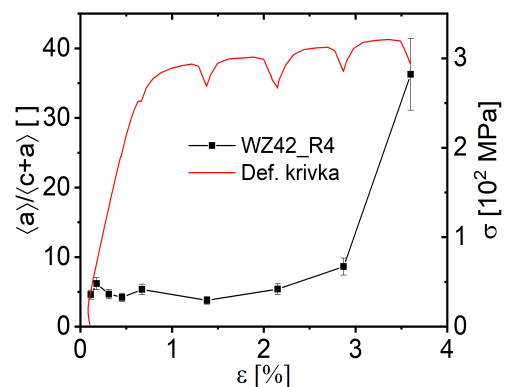
Obr. 3.13: Vývin hustoty dislokácií vo vzorke WZ42_R4



Obr. 3.14: Aktivita sklzových systémov vzorky WZ42_R4



Obr. 3.15: Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky WZ42_R4



Obr. 3.16: Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky WZ42_R4

Graf (3.13) zobrazujúci vývin hustoty dislokácií ukazuje, že v elastickej oblasti deformácie môžeme hustotu dislokácií, v rámci chyby merania, považovať za konštantnú.

Ďalšia časť tohto grafu zobrazuje, že so začiatkom plastickej deformácie dochádza k prudkému nárastu dislokačnej hustoty. Tento nárast je spôsobený tým, že so zvyšujúcim sa napätím, aplikovaným na kryštálovú mriežku, dochádza k rýchlejšej multiplikácii dislokácií a tým, k prudšiemu nárastu pozorovanej hustoty.

Z grafu (3.14) vidíme, že podiel $\langle a \rangle$ dislokácií sa počas deformácie prakticky nemení a v rámci chyby merania ostáva rovnaký.

Ako je uvedené v grafe (3.16), na začiatku plastickej deformácie (do hodnoty $\epsilon = 2,15\%$) dosahuje podiel $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií malých hodnôt, ktoré sa pohybujú okolo $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle = 5$. Avšak, v oblasti vyšších hodnôt relatívnej deformácie pozorujeme prudký nárast tohto pomeru.

Spomínaný vývoj $\langle c + a \rangle$ dislokácií môžeme pozorovať aj v grafe (3.14). Podiel $\langle c + a \rangle$ dislokácií sa na začiatku plastickej deformácie zvýšil zo svojej pôvodnej hodnoty približne o 6%. V ďalšom priebehu plastickej deformácie klesol z maximálnych 20,8% skoro na nulovú hodnotu.

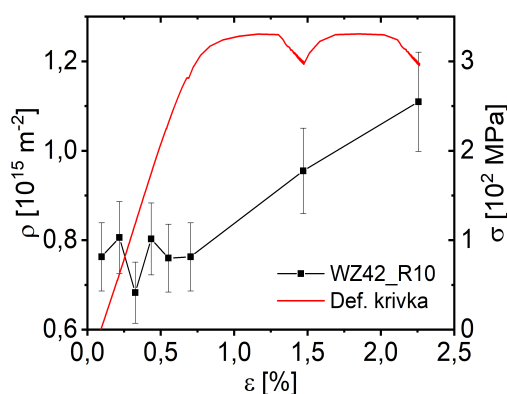
Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií, zobrazený v grafe (3.15) ukazuje, že ako aj v oblasti elastickej, tak aj v oblasti celej plastickej deformácie je najaktívnejší súčet prizmatických a pyramídálnych dislokácií. Na začiatku plastickej deformácie pozorujeme pokles tohto podielu, ktorý je spôsobený tým, že na vytvorenie makroskopického sklzu je nutná aktivácia prizmatických dislokácií. Avšak, aktivácia bazálnych dislokácií nebola kvôli textúre vzorky v tejto fáze deformácie možná.

Následný nárast podielu $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií je zapríčinený dvojčatením. To spôsobilo reorientáciu kryštálovej mriežky v nerekrystalizovaných horčíkových zrnách. V týchto zrnách (ako sme spomínali v kapitole (3.1.2)) sú bazálne roviny orientované rovnobežne so smerom extrúzie a teda aj s aplikovaným tlakovým napätím. Z toho dôvodu je po reorientácii mriežky o $86,3^\circ$ (kvôli aktivácii ťahového dvojčatenia spomenutého v kapitole (1.2)) následne umožnená deformácia pomocou bazálneho sklzového systému.

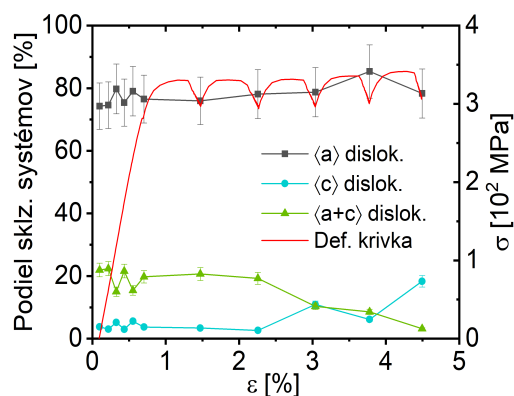
Usudzujeme, že vzhľadom na koreláciu poklesu pomeru $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií s nárastom podielu $\langle a \rangle / \langle c+a \rangle$ dislokácií (na konci plastickej deformácie) je tento pokles spôsobený intenzívnym dvojčatením. Tak ako aj v prípade $\langle c+a \rangle$ dislokácií, dvojčatenie čiastočne znížilo potrebu akomodácie deformácie pomocou bazálnych dislokácií.

WZ42 s extrúznym pomerom 1:10

V grafoch (3.17) až (3.20) je vykreslený vývoj hustoty dislokácií, aktivita sklzových systémov, vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií a vývoj pomeru $\langle a \rangle / \langle c+a \rangle$ dislokácií pre vzorku s chemickým zložením WZ42 a extrúznym pomerom 1 : 10.



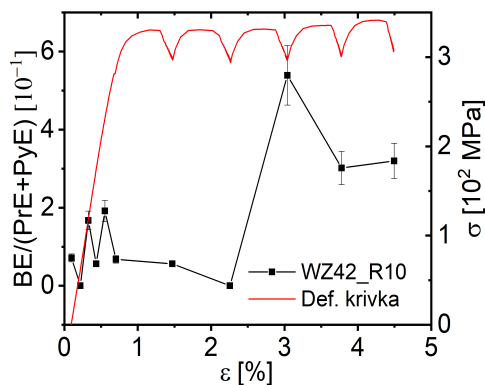
Obr. 3.17: Vývin hustoty dislokácií vo vzorke WZ42_R10



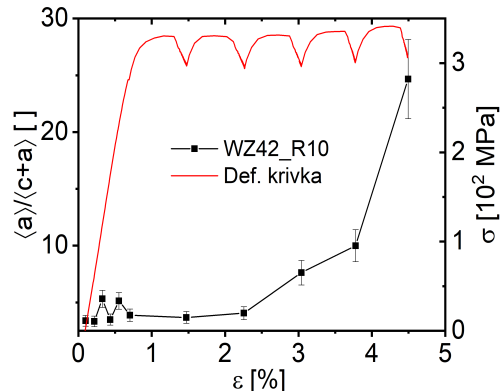
Obr. 3.18: Aktivita sklzových systémov vzorky WZ42_R10

Z grafov (3.13) a (3.17) vidíme, že vývoj hustoty dislokácií je v prípade vzorky WZ42_R10, analogický vývoju hustoty dislokácií vo vzorke WZ42_R4.

Rovnako ako v prípade dislokačnej hustoty, tak aj v prípade celkového vývoja pomerov $\langle a \rangle / \langle c+a \rangle$ dislokácií a $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií je ich správanie analogické s vývojom pozorovaným vo vzorke WZ42_R4. Kvôli tomu predpokladáme, že deformácia tejto vzorky prebiehala pomocou rovnakého mechanizmu, ako v prípade vzorky WZ42_R4.



Obr. 3.19: Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky $WZ42_R10$



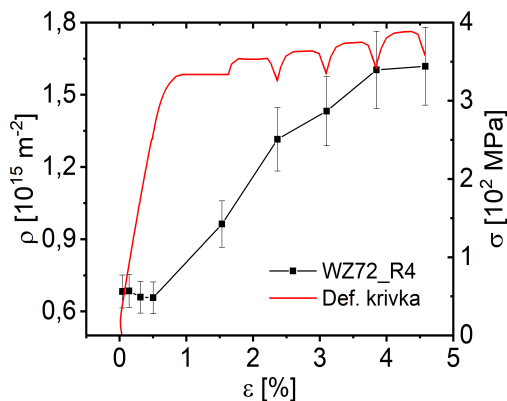
Obr. 3.20: Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky $WZ42_R10$

Dôvod nízkych hodnôt pomeru $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií na začiatku deformácie (respektíve vysokej aktivity prizmatických dislokácií, voči bazálnym dislokáciám) je rovnaký ako v prípade vzorky $WZ42_R4$. Teda orientácia osi deformácie kolmo na normálový vektor kryštalografických rovín $\{0001\}$, v dôsledku textúry deformovaných vzoriek.

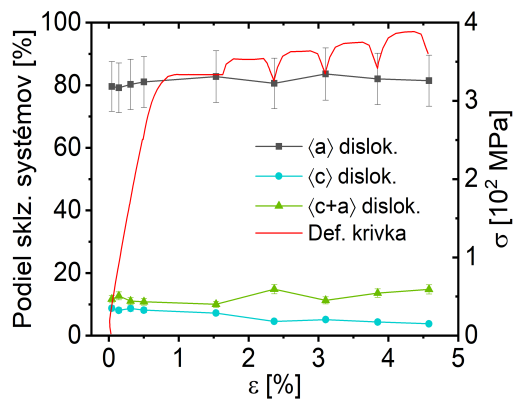
Nárast pomeru $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií prebieha na základe rovnakého mechanizmu, ako uvádzame v diskusii, v kontexte vzorky $WZ42_R4$.

3.2.2 Vzorky WZ72

Grafy (3.21) až (3.32) zobrazujú vývoj dislokačnej hustoty, aktivity sklzových systémov a vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ a $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií pre vzorky $WZ72$ s extrúznymi pomermi 1 : 4, 1 : 10 a 1 : 18.



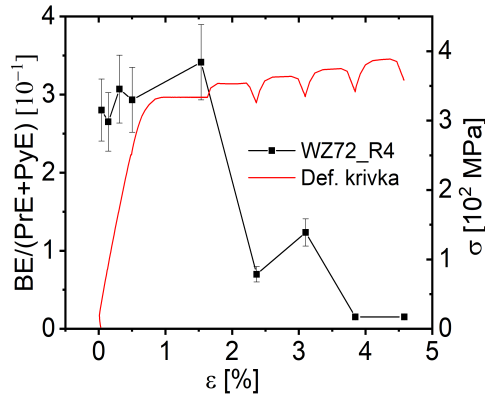
Obr. 3.21: Vývin hustoty dislokácií vo vzorke $WZ72_R4$



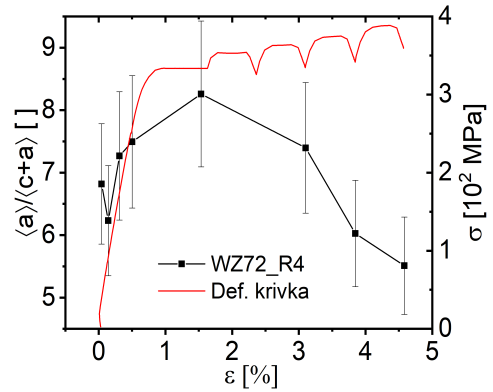
Obr. 3.22: Aktivita sklzových systémov vzorky $WZ72_R4$

Hustota dislokácií

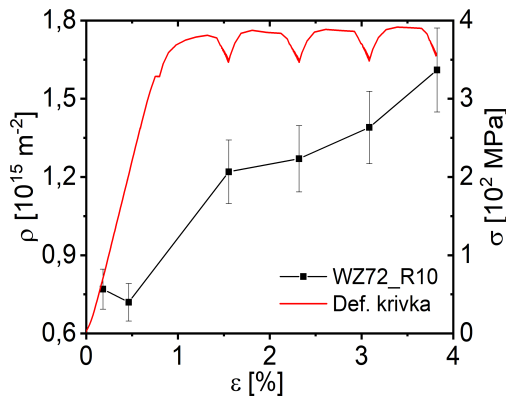
Grafy (3.21), (3.25) a (3.29) ukazujú, že vývoj dislokačnej hustoty je kvalitatívne rovnaký a riadi sa rovnakým deformačným mechanizmom ako v prípade



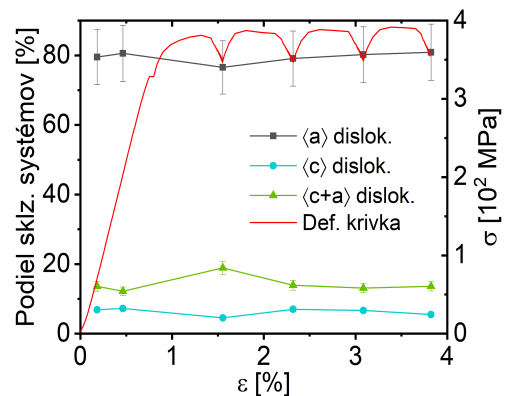
Obr. 3.23: Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky $WZ72_R4$



Obr. 3.24: Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky $WZ72_R4$



Obr. 3.25: Vývin hustoty dislokácií vo vzorke $WZ72_R10$



Obr. 3.26: Aktivita sklzových systémov vzorky $WZ72_R10$

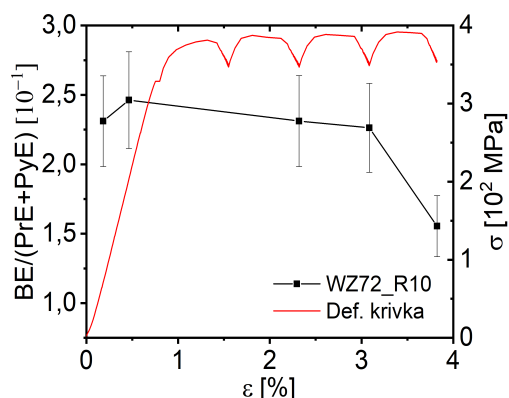
vzoriek s chemickým zložením $WZ42$, uvedených v kapitole (3.2.1).

Aktivita sklzových systémov

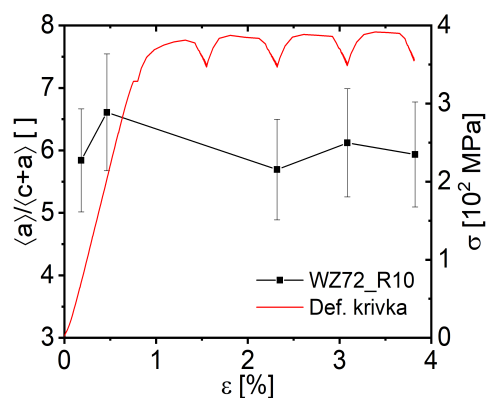
Tak ako v kapitole (3.2.1), tak aj v prípade vzoriek so zložením $WZ72$ je aktivita $\langle a \rangle$ dislokácií v priebehu deformácie, v rámci chyby merania, rovnaká a výraznejšie sa nemení.

V grafoch (3.24), (3.28) a (3.32) pozorujeme, že pri elastickej deformácii je pomer $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ v rámci chyby merania konštantný. Na začiatku plastickej deformácie dochádza k nárastu hodnôt tohto pomeru. Následne v pokročilej časti plastickej deformácie dochádza k jeho postupnému poklesu. Pričom, tento pokles je korelovaný s poklesom pomeru $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií (teda so zvýšením aktivity prizmatických dislokácií voči bazálnym dislokáciám).

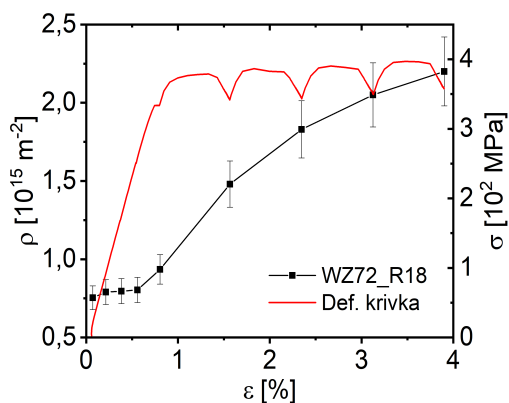
Podiely $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií sme vykreslili v grafoch (3.23), (3.27) a (3.31). Ukazuje sa, že smerom ku koncu deformácie dochádza k prudkému nárastu aktivity $PrE + PyE$ dislokácií voči aktivite bazálnych dislokácií. Tento efekt je spôsobený tým, že na makroskopický sklz a teda na plastickej deformácii je nutná aktivácia prizmatických dislokácií. Zároveň, v dôsledku zvýšeného podielu LPSO



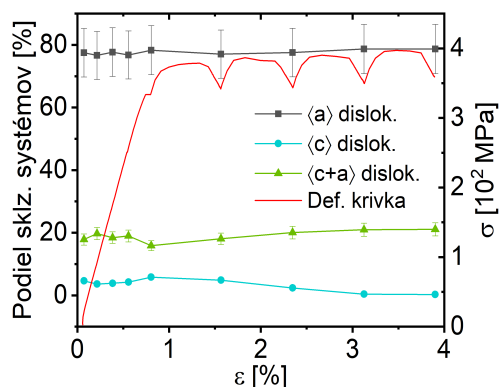
Obr. 3.27: Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky WZ72_R10



Obr. 3.28: Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky WZ72_R10



Obr. 3.29: Vývin hustoty dislokácií vo vzorke WZ72_R18



Obr. 3.30: Aktivita sklzových systémov vzorky WZ72_R18

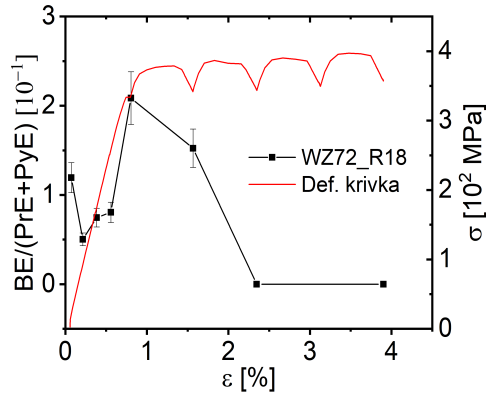
fáze je deformácia pomocou dvojčatenia obmedzená. Tento mechanizmus by reorientoval kryštálovú mriežku nerekrystalizovaných zŕn (ktorých bazálne roviny sú rovnobežné so smerom extrúzie) a umožnil by deformáciu pomocou bazálnych dislokácií. Z toho dôvodu pozorujeme, že sa hodnota pomeru $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií postupne znižuje s progresom tlakovej deformácie.

3.2.3 Vzorky WZ104

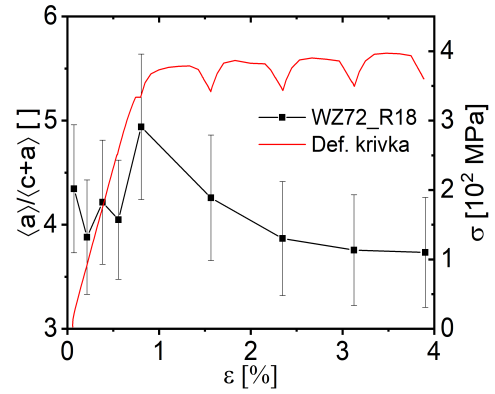
V grafoch (3.33) až (3.44) je zobrazený vývoj hustoty dislokácií, aktivít sklzových systémov a vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií pre vzorky typu WZ104.

Hustota dislokácií

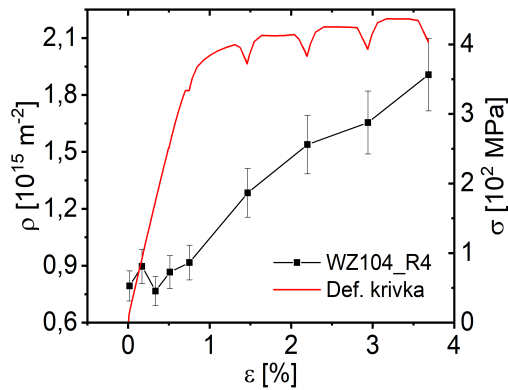
Grafy uvedené na obrázkoch (3.33), (3.37) a (3.41) ukazujú, že vývoj hustôt dislokácií je v prípade vzoriek typu WZ104 kvalitatívne rovnaký, ako pre vzorky WZ72. Z toho dôvodu predpokladáme, že sa priebeh deformácie riadi rovnakými deformačnými mechanizmami, ako v prípade vzoriek typu WZ72 uvedenými v kapitole (3.2.2).



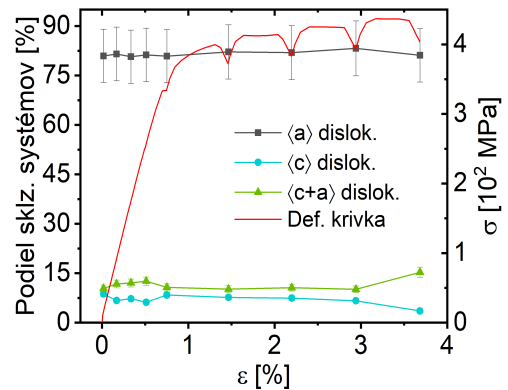
Obr. 3.31: Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky WZ72_R18



Obr. 3.32: Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky WZ72_R18



Obr. 3.33: Vývin hustoty dislokácií vo vzorke WZ104_R4



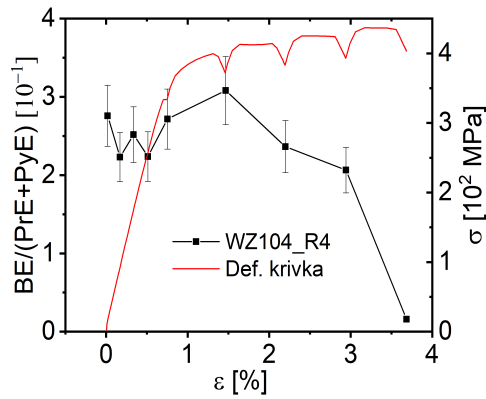
Obr. 3.34: Aktivita sklzových systémov vzorky WZ104_R4

Aktivita sklzových systémov

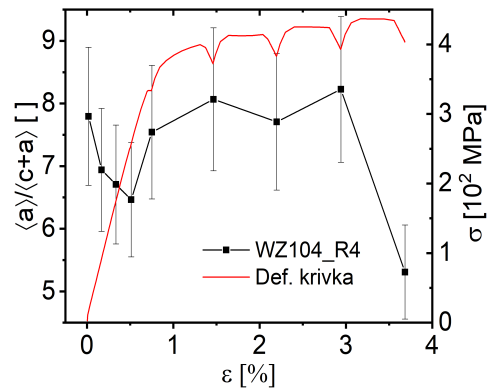
Tak, ako aj v kapitolách (3.2.1) a (3.2.2), aj v prípade vzoriek typu WZ104 pozorujeme, že podiel $\langle a \rangle$ dislokácií (uvedený v grafoch (3.34), (3.38) a (3.42)) je v priebehu deformácie, v rámci chyby merania, konštantný.

Vidíme, že grafy (3.36), (3.40) a (3.44) zobrazujú kvalitatívne rovnaký vývoj pomeru $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií, ako sme diskutovali v kapitole (3.2.2). To je, jeho nárast v počiatočnej fáze plastickej deformácie a následný pokles s jej ďalším priebehom.

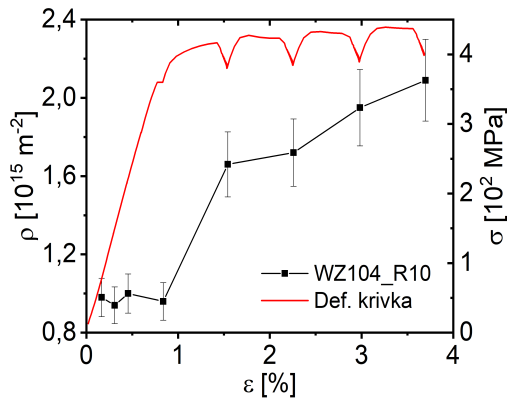
V grafoch (3.35), (3.39) a (3.43) zobrazujúcich vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií vidíme, že v oblasti pokročilej plastickej deformácie znova dochádza k jeho poklesu z dôvodu zvýšenia aktivity $PrE + PyE$ dislokácií voči bazálnemu sklzovému systému. Zároveň znova pozorujeme koreláciu vývoja tohto podielu s vývojom podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií.



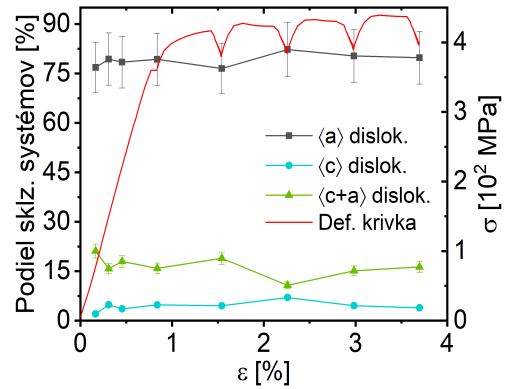
Obr. 3.35: Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky $WZ104_R4$



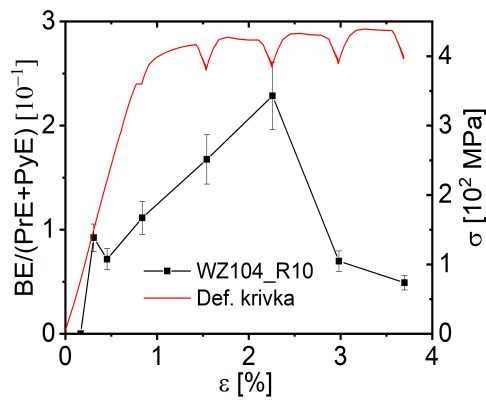
Obr. 3.36: Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky $WZ104_R4$



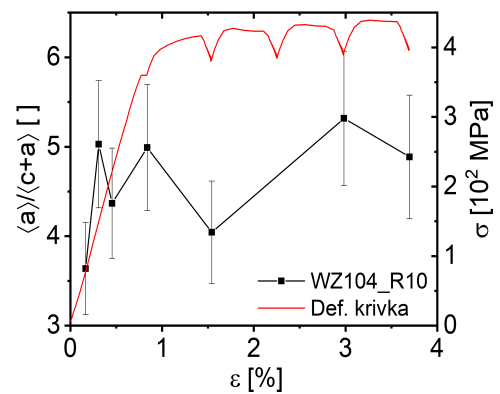
Obr. 3.37: Vývin hustoty dislokácií vo vzorke $WZ104_R10$



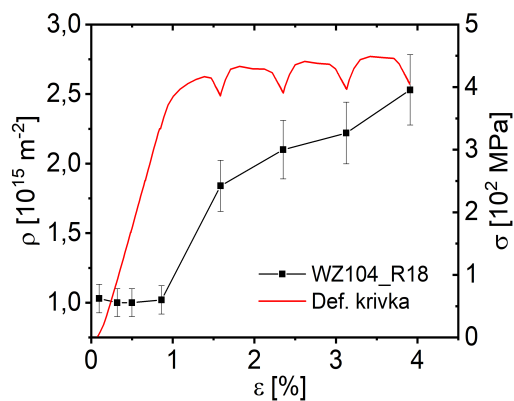
Obr. 3.38: Aktivita sklzových systémov vzorky $WZ104_R10$



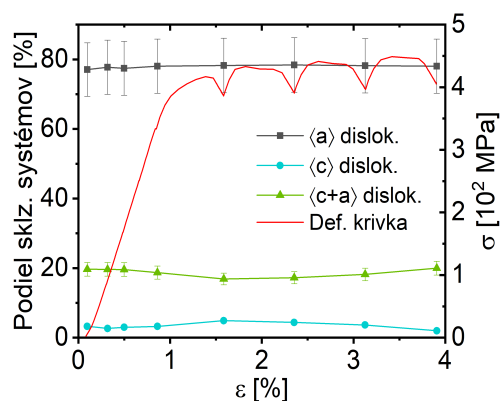
Obr. 3.39: Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky $WZ104_R10$



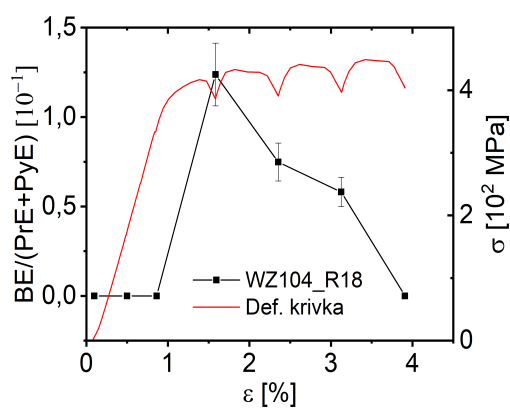
Obr. 3.40: Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky $WZ104_R10$



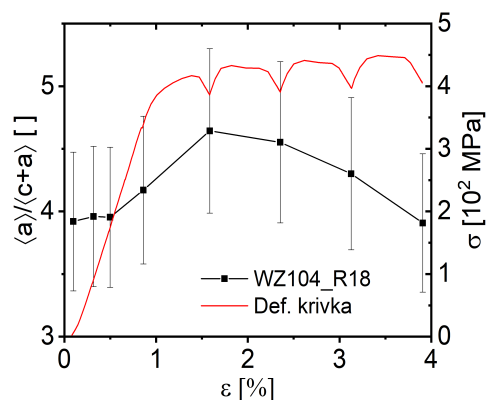
Obr. 3.41: Vývin hustoty dislokácií vo vzorke WZ104_R18



Obr. 3.42: Aktivita sklzových systémov vzorky WZ104_R18



Obr. 3.43: Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky WZ104_R18



Obr. 3.44: Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky WZ104_R18

4. Diskusia

4.1 Dvojčatenie

Zliatiny s vyšším podielom LPSO fáz majú lepšie mechanické vlastnosti, vďaka tomu, že LPSO fáza je schopná prevziať väčšiu časť aplikovaného napätia. Tým dôjde k odľahčeniu horčíkovej matrice.

Zároveň, vyšší podiel LPSO fáz inhibuje deformáciu pomocou dvojčatenia. Dôvodom je, že LPSO fázy pôsobia ako prekážky, pre šírenie dvojčiat a ich narastajúci podiel znižuje počet nerekrystalizovaných zŕn (ako sme spomínali v kapitole (3.1.2)), v ktorých by sa dvojčatá mohli generovať. Z toho dôvodu je nutná akomodácia deformácie pomocou aktivácie $\langle c + a \rangle$ dislokácií. To má za následok zníženie pomeru $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií v grafoch (3.24), (3.28) a (3.32), v pokročilej fáze plastickej deformácie.

Avšak, v prípade vzoriek typu *WZ42* je dvojčatenie možné vďaka nízkemu podielu LPSO fáz. Ako sme spomínali vyššie, nízky podiel LPSO fáz umožňuje výskyt nerekrystalizovaných zŕn. Tie majú dostatočne veľký objem na aktiváciu dvojčatenia, kvôli čomu nie je nutnosť akomodácie deformácie pomocou $\langle c + a \rangle$ dislokácií. Tento efekt je dôvodom vývoja podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií (v pokročilej časti plastickej deformácie), uvedeného v grafe (3.16).

Takže, rozdielny podiel LPSO fáz vo vzorkách a s tým spojený mechanizmus dvojčatenia sú dôvodom rozdielných vlastností vzoriek typu *WZ42* oproti vzorkám *WZ72* a *WZ104*.

Zmeny intenzít difrakčných maxím

Tvrdenie, že rozdielne vlastnosti vzoriek typu *WZ42* oproti vzorkám *WZ72* a *WZ104* sú spôsobené dvojčatením je podporené aj zmenou intenzít difrakčných maxím. Dôvodom je, že dvojčatenie (vzhľadom k veľmi striktné danej zmene orientácie) spôsobuje výraznú zmenu textúry a teda aj zmenu intenzít difrakčných maxím.

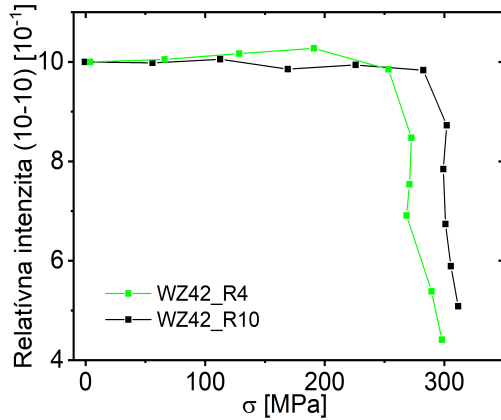
Najväčší vplyv na zmenu intenzít difrakčných maxím má dvojčatenie v prípade maxima $(10\bar{1}0)$ (vzhľadom na naše experimentálne usporiadanie).

Roviny $(10\bar{1}0)$, na začiatku merania, difraktujú neutrónové lúče do axiálneho detektoru. Avšak, s narastajúcim podielom zdvojčatených zŕn (teda so zvyšujúcim sa napätím) intenzita tohto difrakčného maxima klesá. Dôvodom je, že menej rovín typu $(10\bar{1}0)$ bude spĺňať Braggovu difrakčnú podmienku v axiálnom smere.

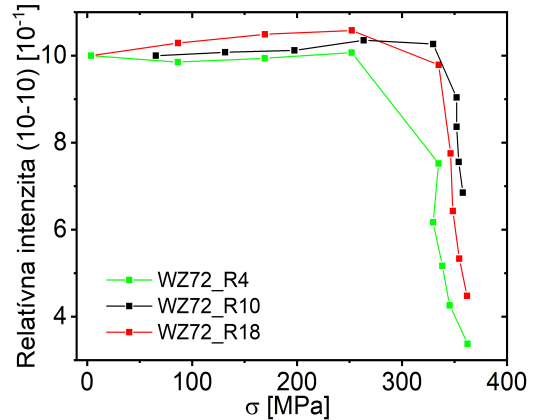
Takže, na základe zmien difrakčného maxima $(10\bar{1}0)$ môžeme odhadnúť mieru dvojčatenia typu $(10\bar{1}0)$. Zmeny difrakčných maxím typu $(10\bar{1}0)$, zaznamenaných axiálnym detektorom, sú uvedené v grafoch (4.1) až (4.6). Pričom, zobrazujeme v nich závislosť od extrúzného pomeru a od chemického zloženia.

Z grafov (4.1), (4.2) a (4.3) je zrejmé, že najviac dvojčatili zliatiny s extrúznym pomerom 1 : 4. Pričom, zliatiny s extrúznymi pomermi 1 : 10 a 1 : 18 sa mierou dvojčatenia veľmi nelíšia. Treba poznamenať, že v prípade zliatiny *WZ72_R10* bolo meranie ukončené pri menšej hodnote deformácie.

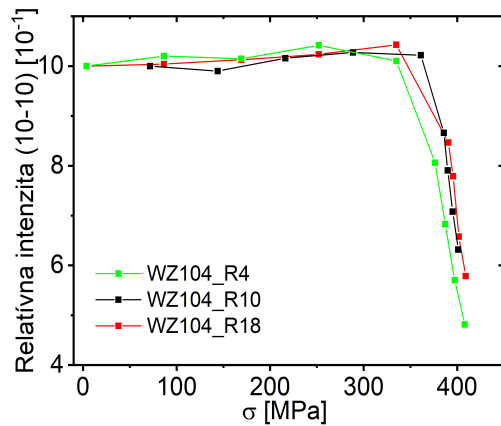
Závislosť dvojčatenia na chemickom zložení sme zobrazili v grafoch (4.4), (4.5) a (4.6). V tomto prípade môžeme vidieť, že sa najmenej dvojčatí zliatina *WZ104*,



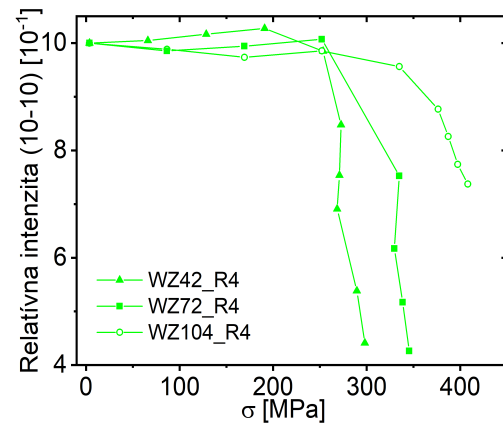
Obr. 4.1: Vývoj intenzít difrakčného maxima $(10\bar{1}0)$ vzoriek *WZ42* - axiálny smer



Obr. 4.2: Vývoj intenzít difrakčného maxima $(10\bar{1}0)$ vzoriek *WZ72* - axiálny smer



Obr. 4.3: Vývoj intenzít difrakčného maxima $(10\bar{1}0)$ vzoriek *WZ104* - axiálny smer



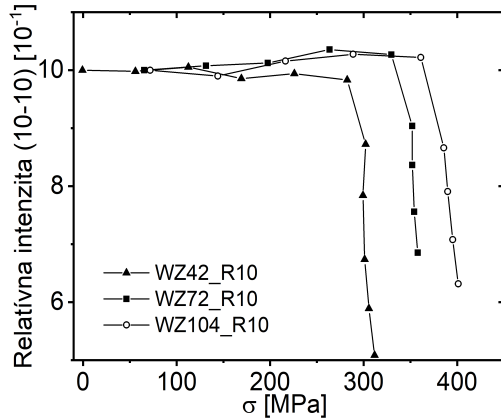
Obr. 4.4: Vývoj intenzít difrakčného maxima $(10\bar{1}0)$ extrúzného pomeru 1 : 4 - axiálny smer

teda zliatina s najvyšším obsahom LSPO fáze. Následne sa miera dvojčatenia zvyšuje s klesajúcim podielom tejto fáze, teda najviac dvojčatí zliatina typu *WZ42*.

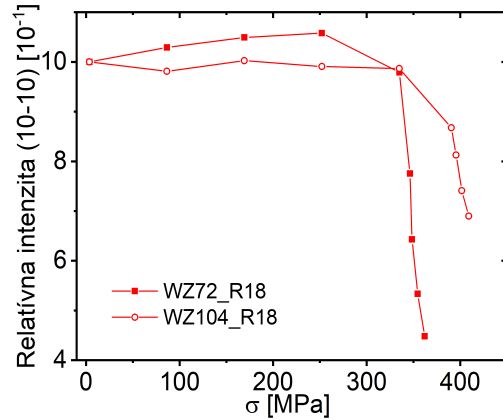
Dôvodom tohto vývoja sú veľké vnútorné napätia a jemnejšia mikroštruktúra zliatin (ako sme uviedli v kapitole (3.1.2)), ktoré zamedzujú aktivácii dvojčatenia. Kvôli nižšej aktivite dvojčatenia sa v týchto zliatinách očakáva väčšia pravdepodobnosť aktivácie dislokácií typu $\langle c + a \rangle$, čo budeme vidieť aj v kapitole (4.4.1).

4.2 Porovnanie hustôt dislokácií

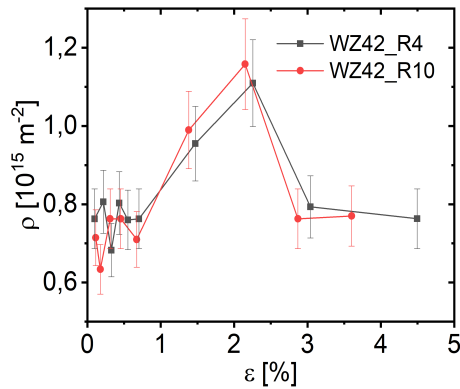
Ako je zobrazené v grafoch (4.7) až (4.12) vývoj dislokačnej hustoty závisí od chemického zloženia deformovaných vzoriek a od extrúzného pomeru, ktorým boli spracované.



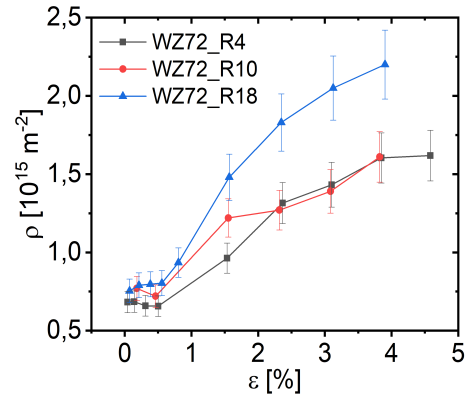
Obr. 4.5: Vývoj intenzít difrakčného maxima (10 $\bar{1}0$) extrúzného pomeru 1 : 10 - axiálny smer



Obr. 4.6: Vývoj intenzít difrakčného maxima (10 $\bar{1}0$) extrúzného pomeru 1 : 18 - axiálny smer



Obr. 4.7: Vývoj dislokačných hustôt vzoriek WZ42



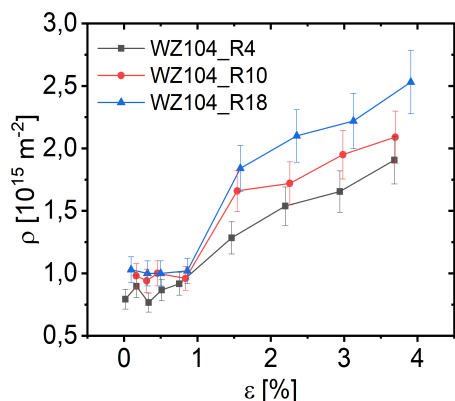
Obr. 4.8: Vývoj dislokačných hustôt vzoriek WZ72

Vzorky s rovnakým chemickým zložením

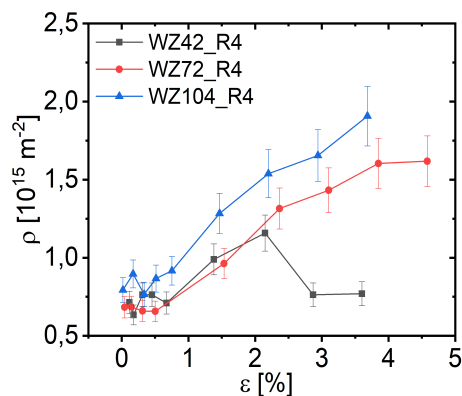
Grafy (4.8) a (4.9) zobrazujúce vývoj dislokačnej hustoty vzoriek WZ72 a WZ104 s rôznymi extrúznymi pomermi, ukazujú, že s vyššou hodnotou extrúzného pomeru dochádza k nárastu dislokačnej hustoty. Avšak, v oblasti elastickej deformácie a v prípade počiatočných hodnôt sa zmeny hustoty dislokácií, pre konkrétne chemické zloženie, pohybujú v rámci chyby merania.

Ako je vidieť v grafe (4.8), tento vývoj sa v prípade vzoriek WZ72_R4 a WZ72_R10 neuplatňuje počas celej deformácie, ale v oblasti relatívnej deformácie menšej ako $\epsilon = 2,3\%$ hustoty dislokácií splývajú.

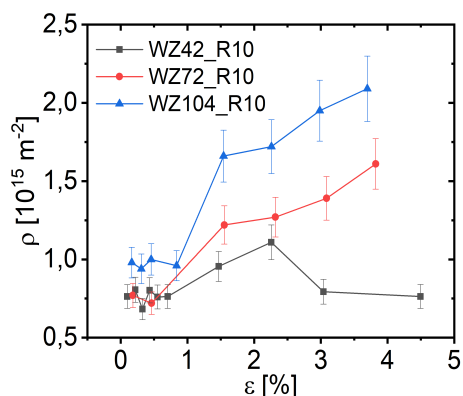
V prípade vzoriek WZ42_R4 a WZ42_R10 pozorujeme rovnaký vývoj ako pre vzorky WZ72_R4 a WZ72_R10. Graf (4.7) ukazuje, že hustoty dislokácií týchto vzoriek sú počas deformácie, v rámci chyby merania, identické. Príčinou spomínaného správania je nižší podiel LPSO fáz, oproti vzorkám s väčším množstvom prímiesových atómov. Tieto fázy sa správajú voči dislokáciám ako bariéry, ktoré spôsobujú spevňovanie materiálu a tým prispievajú ku generácii väčšieho množstva dislokácií a vyššej dislokačnej hustoty.



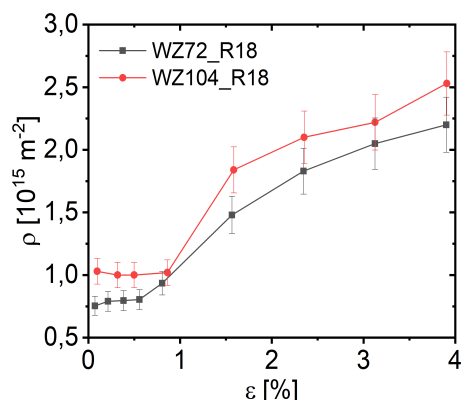
Obr. 4.9: Vývoj dislokačných hustôt vzoriek WZ104



Obr. 4.10: Vývoj dislokačných hustôt extrúzneho pomeru 1 : 4



Obr. 4.11: Vývoj dislokačných hustôt extrúzneho pomeru 1 : 10



Obr. 4.12: Vývoj dislokačných hustôt extrúzneho pomeru 1 : 18

Tento efekt sa pre vzorky typu WZ72 začína prejavovať až pri extrúznom pomere s hodnotou 1 : 18. Pri nižšom pomere nemáme dostatočne silnú textúru, aby sa mohol plne prejavíť.

Vzorky s rovnakými extrúznymi pomermi

Podobnú závislosť pozorujeme aj pri porovnaní vzoriek s extrúznymi pomermi 1 : 4, 1 : 10 a 1 : 18, ktoré sú zobrazené v grafoch (4.10), (4.11) a (4.12).

Vzorky s väčším množstvom prímiesových atómov vykazujú v priebehu celej deformácie vyššie hodnoty hustoty dislokácií. Avšak v prípade počiatkových hodnôt sú tieto rozdiely nevýrazné a často sú menšie ako chyby merania daných dátových bodov.

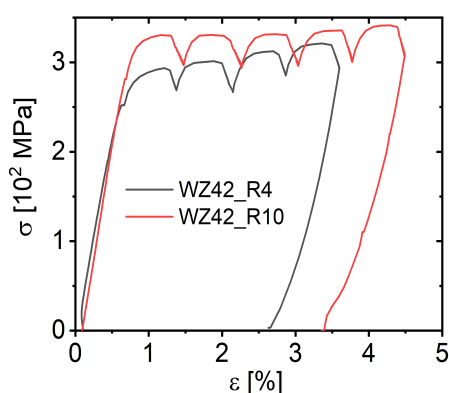
Celkové porovnanie vzoriek

Grafy (4.7) až (4.12) ukazujú, že v súlade s vyššie uvedenými závermi mala vzorka WZ104_R18 najvyššiu nameranú dislokačnú hustotu. Druhá najvyššia koncentrácia je pozorovaná v prípade vzorky WZ72_R18.

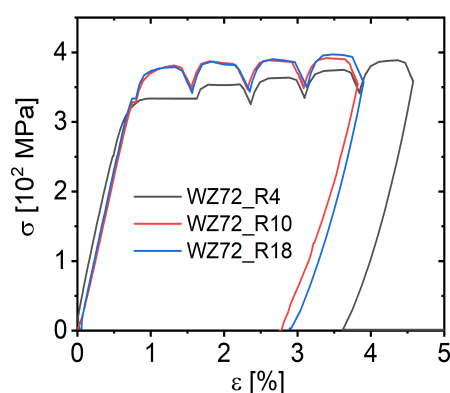
Vidíme, že pri vyššom obsahu LPSO fáze je hlavným faktorom udávajúcim veľkosť hustoty dislokácií hodnota extrúzneho pomeru. Avšak, pozorujeme, že znižovanie obsahu LPSO fáze spôsobuje zmenšovanie jej vplyvu. V prípade vzoriek *WZ42*, *WZ72_R4* a *WZ72_R10* (s nižším obsahom LPSO fáze) nie je hlavným vplyvom extrúzny pomer, ale závislosť od ich chemického zloženia.

4.3 Porovnanie deformačných kriviek

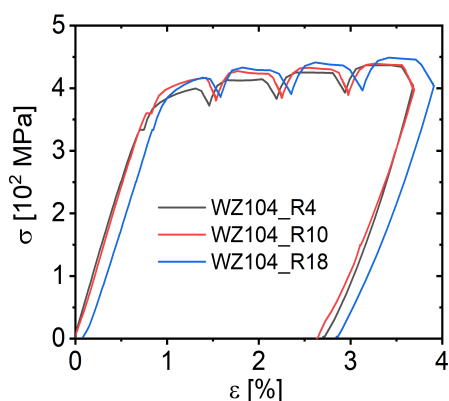
Grafy (4.13) až (4.18) zobrazujú vývoj deformačných kriviek vzoriek typu *WZ42*, *WZ72* a *WZ104*. Je v nich zobrazená závislosť týchto kriviek od chemického zloženia vzoriek a od extrúzneho pomeru, ktorým boli dané vzorky spracované.



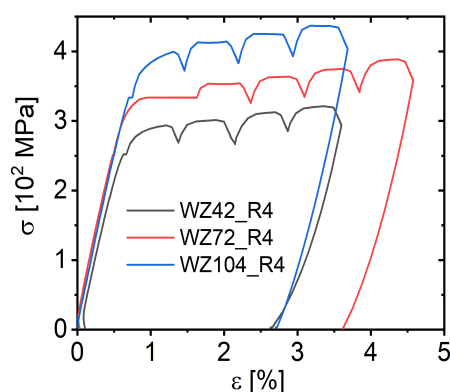
Obr. 4.13: Vývoj deformačných kriviek vzoriek *WZ42*



Obr. 4.14: Vývoj deformačných kriviek vzoriek *WZ72*



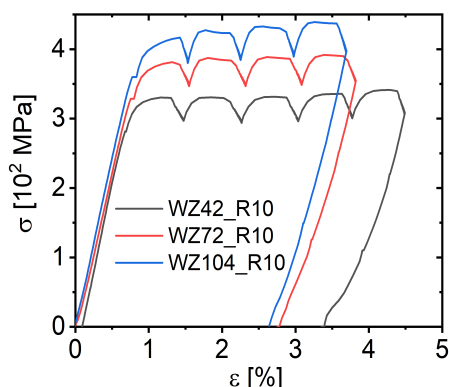
Obr. 4.15: Vývoj deformačných kriviek vzoriek *WZ104*



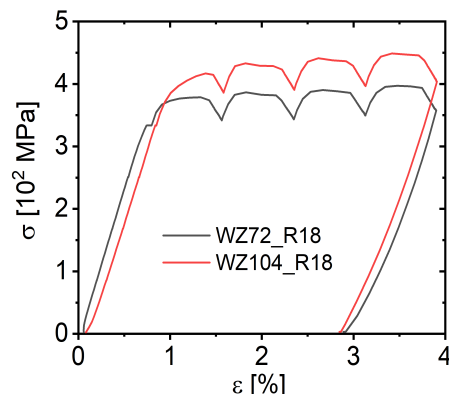
Obr. 4.16: Vývoj deformačných kriviek extrúzneho pomeru 1 : 4

Vzorky s rovnakým chemickým zložením

Grafy (4.13), (4.14) a (4.15) zobrazujú vývoj deformačných kriviek v prípade vzoriek s rovnakým chemickým zložením. Z týchto grafov vidíme, že s narasta-



Obr. 4.17: Vývoj deformačných kriviek extrúzného pomeru 1 : 10



Obr. 4.18: Vývoj deformačných kriviek extrúzného pomeru 1 : 18

júcim extrúznym pomerom majú dané vzorky lepšie mechanické vlastnosti. Napríklad, prechod z elastickej oblasti do oblasti plastickej deformácie sa uskutoční pri vyšších hodnotách aplikovaného napätia. Tento efekt môžeme veľmi dobre vidieť v grafe (4.13), kde začiatok plastickej deformácie nastáva v prípade vzorky $WZ42_R4$ pri napätí vo veľkosti $\sigma_{WZ42_R4} \approx 280$ MPa. Avšak, v prípade vzorky $WZ42_R10$ je tento prechod až pre $\sigma_{WZ42_R10} \approx 320$ MPa.

Na druhej strane, je nutné poznamenať, že s narastajúcim podielom LPSO fáze sa tento vplyv znižuje. Tento jav je vidieť pri vzorkách typu $WZ72$ a $WZ104$. Vzorky typu $WZ72$ vykazujú lepšie mechanické vlastnosti pokiaľ porovnávame vzorky $WZ72_R10$ a $WZ72_R18$ so vzorkou $WZ72_R4$. Avšak, v prípade vzoriek $WZ72_R10$ a $WZ72_R18$ v podstate nevidíme žiadnu zmenu mechanických vlastností s vyššou hodnotou extrúzného pomeru.

V prípade vzoriek typu $WZ104$ je zlepšenie mechanických vlastností so zmenou extrúzného pomeru ešte menej výrazné, pričom ho môžeme považovať za zanedbateľné.

Vzorky s rovnakými extrúznymi pomermi

Grafy (4.16), (4.17) a (4.18) porovnávajú vývoj deformačných kriviek pri rovnakom extrúznom pomere, ale s rôznym chemickým zložením. Z týchto grafov vidíme, že s narastajúcim objemom LPSO fáze (pri rovnakom pomere extrúzie) dochádza k výraznému zlepšeniu mechanických vlastností daných vzoriek. Zároveň je vplyv rôzneho chemického zloženia od aplikovaného extrúzného pomeru nezávislý.

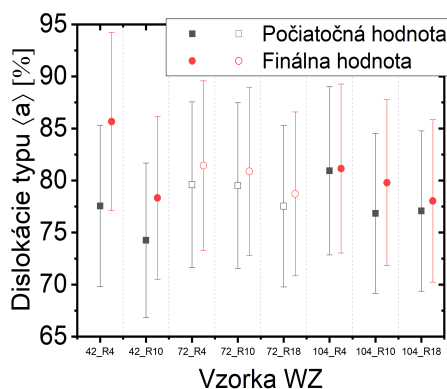
Na základe týchto výsledkov usudzujeme, že mechanické vlastnosti deformovaných vzoriek závisia primárne od chemického zloženia. A závislosť od extrúzného pomeru sa výraznejšie prejavuje len pri menšom objemovom podiele LPSO fáze. So zvyšovaním tohto podielu sa daná závislosť stráca.

4.4 Porovnanie aktivít sklzových systémov

Táto podkapitola porovnáva pomery aktivít sklzových systémov zabezpečujúcich deformáciu študovaných vzoriek. V prvej časti porovnávame pomery $\langle a \rangle / \langle c \rangle$

a) dislokácií a to v prípade rôznych chemických zložení a rovnakých extrúzných pomerov, alebo pre rôzne extrúzne pomery a rovnaké chemické zloženia. V druhej časti porovnávame pomery $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií (pri rovnakých podmienkach ako v prípade pomerov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií).

V grafe (4.19) ešte uvádzame počiatkové a finálne hodnoty aktivít $\langle a \rangle$ dislokácií. Vývoj absolútnych hodnôt aktivít týchto dislokácií sme nezobrazovali, lebo sme v ňom nepozorovali žiadnu koreláciu s aplikovaným extrúznym pomerom alebo s prislúchajúcim chemickým zložením.



Obr. 4.19: Počiatočné a finálne hodnoty aktivít $\langle a \rangle$ dislokácií

Graf (4.19) ukazuje, že zmeny aktivít $\langle a \rangle$ dislokácií sa pohybujú len v rámci chyby merania. Z toho dôvodu, závislosti ich hodnoty na chemickom zložení, alebo na extrúznom pomere neprikladáme veľkú váhu.

Napriek tomu, môžeme v tomto grafe pozorovať zmeny ich aktivity, v závislosti od extrúzneho pomeru (pre konkrétne chemické zloženie). S väčšou hodnotou tohto pomeru sa ich aktivita znižuje. Tento efekt je spôsobený preferenčnou orientáciou bazálnych rovín a počiatkovou textúrou daných vzoriek (uvedenou v kapitole (3.1.2)), ktorá je zapríčinená extrúziou. Zároveň, nami zvolená orientácia osi deformácie výrazne znižuje aktivitu $\langle a \rangle$ dislokácií, kvôli nulovej hodnote Schmidovho faktoru.

4.4.1 Porovnanie pomerov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií

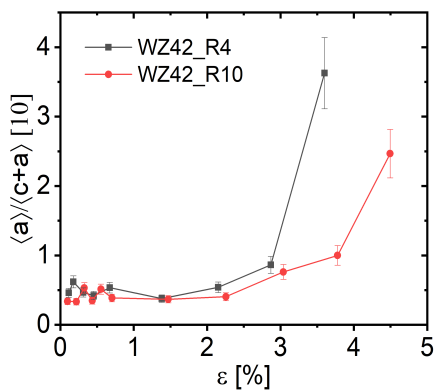
Grafy (4.20) až (4.25) porovnávajú vývoj pomerov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií, pre rôzne chemické zloženia a extrúzne pomery študovaných vzoriek.

Vzorky s rovnakým chemickým zložením

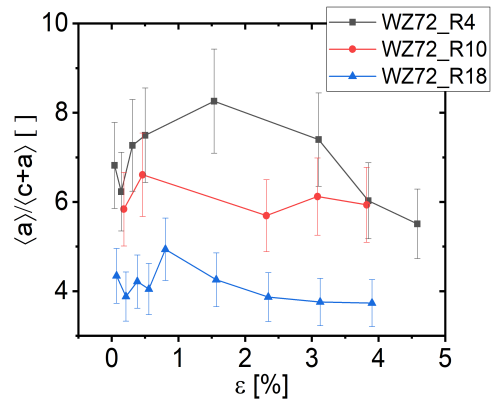
Grafy (4.20), (4.21) a (4.22) zobrazujú vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií s rovnakým chemickým zložením, ale s rôznymi hodnotami extrúzneho pomeru.

Pre každú zo vzoriek platí, že s rastúcou hodnotou extrúzneho pomeru sa hodnota podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií, ktorú daná vzorka dosahuje počas deformácie znižuje.

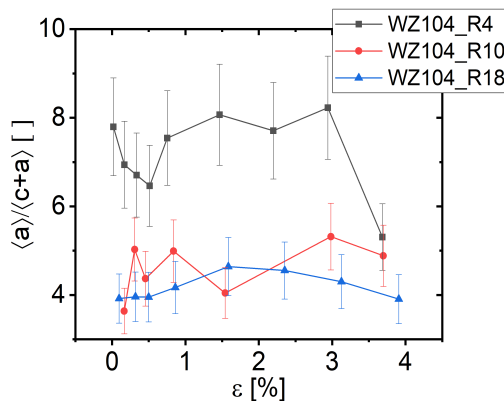
Takže s rastúcou hodnotou extrúzneho pomeru dochádza k nárastu aktivity $\langle c + a \rangle$ dislokácií voči aktivite $\langle a \rangle$ dislokácií.



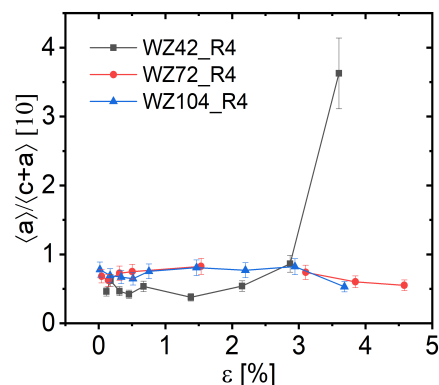
Obr. 4.20: Vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzoriek WZ42



Obr. 4.21: Vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzoriek WZ72



Obr. 4.22: Vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzoriek WZ104



Obr. 4.23: Vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií extrúzného pomeru 1 : 4

Dôvodom nárastu aktivity $\langle c+a \rangle$ dislokácií so zvýšením extrúzného pomeru je menší počet nerekrystalizovaných horčíkových zŕn, v ktorých by mohlo prebiehať dvojčatenie. Z toho dôvodu dochádza k akomodácii deformácie generáciou $\langle c+a \rangle$ dislokácií.

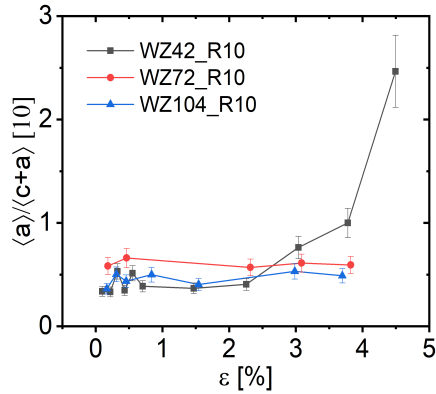
Z grafov (4.20), (4.21) a (4.22) je zrejmé, že kvalitatívny vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c+a \rangle$ dislokácií nie je závislý od extrúzného pomeru, ale od podielu LPSO fáz. Kvôli tomu usudzujeme, že mechanizmy deformácie primárne závisia na chemickom zložení a ich kvalitatívna závislosť na extrúznom pomere je druhoradá.

Vzorky s rovnakými extrúznymi pomermi

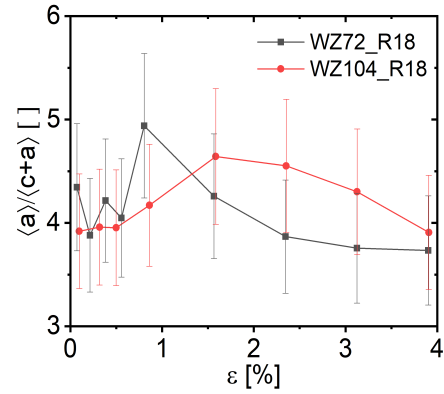
Grafy (4.23), (4.24) a (4.25) zobrazujú vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c+a \rangle$ dislokácií s rovnakými hodnotami extrúzných pomerov a s rôznym chemickým zložením.

Pokiaľ neberieme do úvahy koncové body deformácie vzoriek WZ42 (kde sa začal výrazne prejavovať efekt dvojčatenia), tak zmena chemického zloženia nemá na veľkosť pomeru $\langle a \rangle / \langle c+a \rangle$ dislokácií žiaden jasne preukázateľný vplyv.

Pri vzorkách spracovaných extrúznym pomerom 1 : 18 vidíme, že zmeny pomeru $\langle a \rangle / \langle c+a \rangle$ dislokácií sú len v rámci chyby merania. V prípade vzoriek s



Obr. 4.24: Vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií extrúzného pomeru 1 : 10

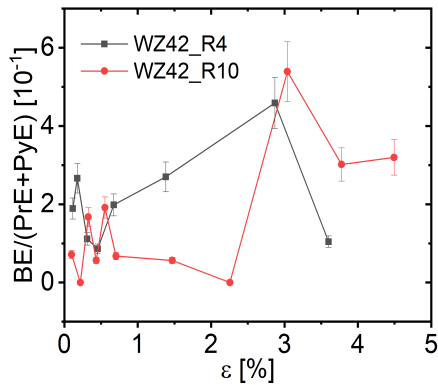


Obr. 4.25: Vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií extrúzného pomeru 1 : 18

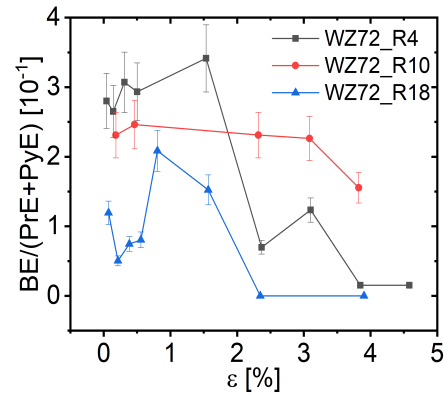
extrúznym pomerom 1 : 4, by sa mohlo zdať, že s narastajúcim podielom LPSO fáz sa hodnota pomeru $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ zvyšuje. Avšak, toto tvrdenie nepodporuje fakt, že vzorky *WZ72_R4* a *WZ104_R4* majú vývoj pomeru $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ počas celej deformácie prakticky identický. A v prípade vzoriek s extrúznym pomerom 1 : 10 vidíme, že toto tvrdenie vôbec neplatí.

4.4.2 Porovnanie pomerov $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií

Grafy (4.26) až (4.31) porovnávajú vývoj pomerov $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií, pre rôzne extrúzne pomery a chemické zloženie študovaných vzoriek.



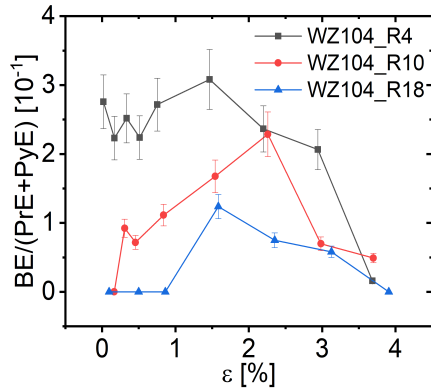
Obr. 4.26: Vývoj podielov $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií vzoriek *WZ42*



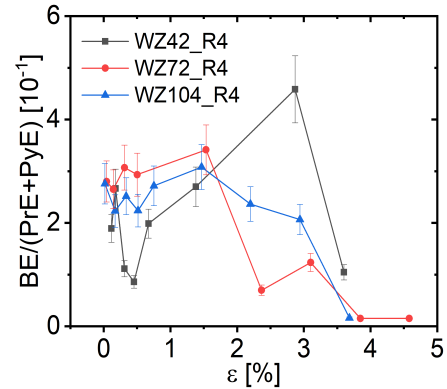
Obr. 4.27: Vývoj podielov $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií vzoriek *WZ72*

Vzorky s rovnakým chemickým zložením

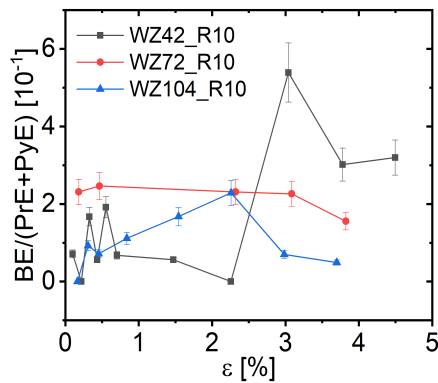
Grafy (4.26), (4.27) a (4.28) zobrazujú vývoj podielov $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií v prípade vzoriek s rovnakým chemickým zložením a rôznymi extrúznymi pomermi.



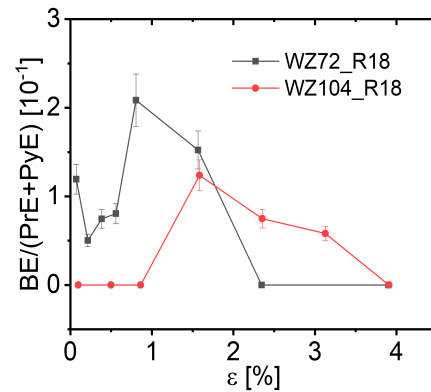
Obr. 4.28: Vývoj podielov $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií vzoriek WZ104



Obr. 4.29: Vývoj podielov $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií extrúzneho pomeru 1 : 4



Obr. 4.30: Vývoj podielov $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií extrúzneho pomeru 1 : 10



Obr. 4.31: Vývoj podielov $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií extrúzneho pomeru 1 : 18

V počiatočnej fáze deformácie je pomer $BE/(PrE+PyE)$ dislokácií najvyšší v prípade extrúzneho pomeru 1 : 4. Potom nasledujú vzorky s extrúznym pomerom 1 : 10. A najnižšie hodnoty podielu $BE/(PrE+PyE)$ dislokácií majú na začiatku deformácie vzorky, ktoré boli pripravené s pomerom extrúzie 1 : 18.

Avšak, v pokročilej časti plastickej deformácie dochádza k zmene tejto závislosti. Najnižšiu hodnotu podielu $BE/(PrE + PyE)$ majú stále vzorky s pomerom extrúzie 1 : 18. Ale najvyššiu hodnotu dosahuje pomer 1 : 10 a to z dôvodu, že v priebehu deformácie dochádza k výraznému poklesu podielu $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií v prípade pomeru extrúzie 1 : 4.

Ako sme uviedli v kapitole (4.1), dvojčatenie v najväčšej miere prebieha vo vzorkách s extrúznym pomerom 1 : 4 (pri porovnávaní rôznych extrúzných pomerov). Z toho dôvodu nie je v oblasti pokročilej plastickej deformácie nutnosť akomodácie deformácie pomocou bazálnych dislokácií (ktoré sú pre danú textúru ťažšie aktivovateľné). Avšak na to, aby došlo k makroskopickému sklzu je nutná aktivácia prizmatických dislokácií. Takže, kvôli tomu bude v prípade týchto vzoriek dochádzať k výraznejšiemu poklesu podielu $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií.

Vzorky s rovnakými extrúznymi pomermi

Grafy (4.29), (4.30) a (4.31) zobrazujú vývoj podielov $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií v prípade vzoriek s rovnakými pomermi extrúzie a s rôznym chemickým zložením.

Ako v kapitole (4.4.1) v časti „Vzorky s rovnakými extrúznymi pomermi“, ani v prípade podielov $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií sme nepozorovali žiadnu preukázateľnú závislosť vývoja podielov $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií od ich chemického zloženia.

Jediná závislosť, ktorú si môžeme všimnúť je na začiatku deformácie. V tejto časti vidíme, že najnižšie hodnoty pomeru $BE/(PrE + PyE)$ mali vzorky s chemickým zložením *WZ42*. Potom nasledovali vzorky s chemickým zložením *WZ104*. A najvyššie hodnoty tohto podielu mali vzorky typu *WZ72*.

Avšak, v oblasti pokročilej plastickej deformácie, začínajúcej približne pre $\epsilon \approx 2\%$ sa táto závislosť menila a pre jednotlivé extrúzne pomery nebola konzistentná.

Záver

V predloženej bakalárskej práci sme skúmali horčíkové zliatiny s chemickým zložením *WZ42*, *WZ72* a *WZ104*. Tieto zliatiny boli spracované extrúziou s pomermi 1 : 4, 1 : 10 a 1 : 18. Následne boli podrobené tlakovým skúškam, so súčasným meraním neutrónových difrakčných obrazcov. Difrakčné obrazce sme vyhodnotili pomocou CMWP softwaru a programu Hexburger. Pomocou nich sme získali vývoj dislokačnej hustoty a aktivít sklzových systémov horčíkovej $\alpha - Mg$ matrice. Mikroštruktúru materiálu sme študovali pomocou optickej svetelnej mikroskopie a pomocou skenovacej elektrónovej mikroskopie.

I Zhrnutie výsledkov

Počiatočná štruktúra materiálu

- Vo vzorkách pozorujeme takzvanú bimodálnu štruktúru. Horčíková matrica pozostáva z dynamicky rekryštalizovaných zŕn a z nerekrystalizovaných zŕn. Nerekrystalizované zrná sú predĺžené v smere extrúzie a vykazujú výraznú textúru s bazálnymi rovinami rovnobežnými so smerom extrúzie.
- So zvyšujúcim sa podielom prímiesových atómov pozorujeme nárast podielu LPSO štruktúr. Nárast podielu LPSO fáz koreluje so znižovaním množstva nerekrystalizovaných a dynamicky rekryštalizovaných horčíkových zŕn.
- V študovaných vzorkách pozorujeme prizmatickú vláknovú textúru. Teda textúru s výraznou $\{10\bar{1}0\}$ vláknovou štruktúrou, ktorej prizmatické roviny sú orientované kolmo na smer extrúzie. Bazálne roviny sú orientované paralelne k tomuto smeru.

Vývoj hustoty dislokácií

- V elastickej oblasti prebiehali zmeny hustoty dislokácií v rámci chyby merania. So začiatkom plastickej deformácie dochádza k prudkému nárastu dislokačnej hustoty.
- Pri vysokom podiele LPSO fáze je hlavným faktorom, udávajúcim veľkosť hustoty dislokácií, hodnota extrúzneho pomeru. Vyššia hodnota extrúzneho pomeru zvyšuje veľkosť dislokačnej hustoty.

Znižovanie obsahu LPSO fáze spôsobuje znižovanie tohto vplyvu. V prípade vzoriek *WZ42*, *WZ72_R4* a *WZ72_R10* (s nižším obsahom LPSO fáze) nie je hlavným vplyvom extrúzny pomer, ale závislosť od ich chemického zloženia.

- Vzorky s väčším množstvom prímiesových atómov vykazujú v priebehu celej deformácie vyššie hodnoty dislokačnej hustoty.

Mechanické vlastnosti

- S narastajúcim objemom LPSO fáze a s narastajúcou hodnotou extrúzneho pomeru dochádza k výraznému zlepšeniu mechanických vlastností študovaných vzoriek. Tieto vlastnosti závisia primárne na chemickom zložení a až druhotne na extrúznom pomere.

Závislosť od extrúzneho pomeru sa prejavuje pri menšom objemovom podiele LPSO fáze. So zvyšovaním tohto podielu sa jeho vplyv znižuje. Ako v prípade vzoriek typu *WZ104*, kde je zlepšenie mechanických vlastností so zmenou extrúzneho pomeru zanedbateľné.

Dvojčatenie

- K najvýznamnejšiemu dvojčateniu dochádzalo v prípade zliatin s extrúznym pomerom 1 : 4. Zliatiny s extrúznymi pomermi 1 : 10 a 1 : 18 sa mierou dvojčatenia výraznejšie nelíšia. V najmenej miere dvojčatí zliatina *WZ104*, čiže zliatina s najvyšším obsahom LPSO fáze.
- Miera dvojčatenia sa v študovaných vzorkách zvyšuje s klesajúcim podielom LPSO fáze. Teda najviac dvojčatí zliatina s chemickým zložením *WZ42*.

Vývoj aktivít sklzových systémov

- Podiel $\langle a \rangle$ dislokácií zostáva počas deformácie (v rámci chyby merania) rovnaký.
- Vzorky s chemickým zložením *WZ42* vykazujú v pokročilej časti plastickej deformácie nízku aktivitu $\langle c + a \rangle$ dislokácií. Z dôvodu možnosti akomodácie deformácie pomocou dvojčatenia.
- V prípade vzoriek *WZ72* a *WZ104* dochádza k inhibovaniu mechanizmu dvojčatenia a tým k zvýšeniu aktivity $\langle c + a \rangle$ dislokácií.
- Vyššia hodnota extrúzneho pomeru znižuje veľkosť podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$. Teda zvyšuje aktivitu $\langle c + a \rangle$ dislokácií voči aktivite $\langle a \rangle$ dislokácií. Vplyv chemického zloženia na veľkosť pomeru $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií nebol preukázateľný.
- Kvalitatívny vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií závisí len od chemického zloženia. Takže, deformačné mechanizmy primárne závisia na objemovom podiele LPSO fáz a ich závislosť na extrúznom pomere je druhoradá.
- V pokročilej časti plastickej deformácie pozorujeme koreláciu vývoja podielu $BE / (PrE + PyE)$ s podielom $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$.
- V počiatkovej fáze deformácie sa s narastajúcou hodnotou extrúzneho pomeru hodnota podielu $BE / (PrE + PyE)$ znižuje. Avšak, v pokročilej časti plastickej deformácie dochádza k zmene tejto závislosti a k výraznému poklesu podielu $BE / (PrE + PyE)$ pre extrúzny pomer 1 : 4.

II Perspektívy

Namerané výsledky nám dali niekoľko námetov pre ďalšiu prácu.

- Dôkladnejšie preveriť závislosť podielu $BE/(PrE + PyE)$ dislokácií od podielu LPSO fáz.
- Preštudovať vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií v závislosti od chemického zloženia zliatiny.
- Detailnejšie preskúmať vplyv dvojčatenia pomocou metódy akustickej emisie.
- Vytvoriť a otestovať teoretický model vlastností a mechanizmov deformácie daných zliatin, v závislosti na nasimulovanom extrúznom pomere a chemickom zložení.

Zoznam použitej literatúry

- [1] K. Máthis, K. Nyilas, A. Axt, I. Dragomir-Cernatescu, T. Ungár, and P. Lukáč. The evolution of non-basal dislocations as a function of deformation temperature in pure magnesium determined by X-ray diffraction. *Acta Materialia*, 52(10):2889–2894, 2004.
- [2] K. Máthis, G. Csiszár, J. Čapek, J. Gubicza, B. Clausen, P. Lukáš, A. Vinogradov, and S. R. Agnew. Effect of the loading mode on the evolution of the deformation mechanisms in randomly textured magnesium polycrystals - Comparison of experimental and modeling results. *International Journal of Plasticity*, 72:127–150, 2015.
- [3] D. Egusa and E. Abe. The structure of long period stacking/order Mg-Zn-RE phases with extended non-stoichiometry ranges. *Acta Materialia*, 60(1):166–178, 2012.
- [4] R. Matsumoto, M. Uranagase, and N. Miyazaki. Molecular dynamics analyses of deformation behavior of long-period-stacking-ordered structures. *Materials Transactions*, 54(5):686–692, 2013.
- [5] M. El-Tahawy, K. Máthis, G. Garcés, T. Matsumoto, M. Yamasaki, Y. Kawamura, and J. Gubicza. Type and density of dislocations in a plastically deformed long-period stacking ordered magnesium alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 771:629–635, 2019.
- [6] Ch. Kittel. *Úvod do fyziky pevných látok*. 1. vydanie. Academia, Praha, 1985.
- [7] Linear Defects - Dislocations. https://www.nde-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/Materials/Structure/linear_defects.htm. 6. 4. 2020.
- [8] Razin Sazzad Molla. A study on Manufacturing of Deformed Bar (G 60-400W) at Elite Iron and Steel Industries. 05 2018.
- [9] V. Valvoda, M. Polcárová, and P. Lukáč. *Základy strukturní analýzy*. 1. vydanie. Karolinium, Praha, 1992.
- [10] Verena Portz. *Investigation of ternary nitride semiconductor alloys by scanning tunneling microscopy*. 05 2017.
- [11] D. Sun, M. Ponga, K. Bhattacharya, and M. Ortiz. Proliferation of twinning in hexagonal close-packed metals: Application to magnesium. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 112:368 – 384, 2018.
- [12] K. Máthis. DrSc. Thesis. *STU Bratislava*, 2017.
- [13] L. Wu, A. Jain, D. W. Brown, G. M. Stoica, S. R. Agnew, B. Clausen, D. E. Fielden, and P. K. Liaw. Twinning-detwinning behavior during the strain-controlled low-cycle fatigue testing of a wrought magnesium alloy, ZK60A. *Acta Materialia*, 56(4):688–695, 2008.

- [14] E. Abe, A. Ono, T. Itoi, M. Yamasaki, and Y. Kawamura. Polytypes of long-period stacking structures synchronized with chemical order in a dilute Mg-Zn-Y alloy. *Philosophical Magazine Letters*, 91(10):690–696, 2011.
- [15] T. Matsumoto, M. Yamasaki, K. Hagihara, and Y. Kawamura. Configuration of dislocations in low-angle kink boundaries formed in a single crystalline long-period stacking ordered Mg-Zn-Y alloy. *Acta Materialia*, 151:112–124, 2018.
- [16] K. Hagihara, N. Yokotani, and Y. Umakoshi. Plastic deformation behavior of Mg₁₂YZn with 18R long-period stacking ordered structure. *Intermetallics*, 18(2):267–276, 2010.
- [17] G. Garces, M. A. Muñoz-Morris, D. G. Morris, J. A. Jimenez, P. Perez, and P. Adeva. The role of extrusion texture on strength and its anisotropy in a Mg-base alloy composed of the Long-Period-Structural-Order phase. *Intermetallics*, 55:167–176, 2014.
- [18] D. Drozdenko, M. Yamasaki, K. Máthis, P. Dobroň, P. Lukáč, N. Kizu, S. . Inoue, and Y. Kawamura. Optimization of mechanical properties of dilute Mg-Zn-Y alloys prepared by rapid solidification. *Materials and Design*, 181, 2019.
- [19] R. Matsumoto and M. Uranagase. Deformation analysis of the long-period stacking-ordered phase by using molecular dynamics simulations: Kink deformation under compression and kink boundary migration under tensile strain. *Materials Transactions*, 56(7):957–962, 2015.
- [20] Crystallographic defects. <https://www.tec-science.com/material-science/structure-of-metals/crystallographic-defects/>. 6. 4. 2020.
- [21] S. Daniš. *Atomová fyzika a elektronová struktura látek*. 1. vydanie. MatfyzP-ress, Praha, 2019.
- [22] W. Gong, K. Aizawa, S. Harjo, J. Abe, T. Iwahashi, and T. Kamiyama. Neutron diffraction on LPSO structure in Mg-Zn-Y alloys. *Materials Transactions*, 54(6):974–976, 2013.
- [23] J. Gubicza. *X-ray line profile analysis in Materials Science*. First Edition. IGI-Global, 2014.
- [24] K. Máthis, G. Farkas, G. Garcés, and J. Gubicza. Evolution of dislocation density during compression of a Mg-Zn-Y alloy with long period stacking ordered structure. *Materials Letters*, 190:86–89, 2017.
- [25] A. Borbély, J. Dragomir-Cernatescu, G. Ribárik, and T. Ungár. Computer program ANIZC for the calculation of diffraction contrast factors of dislocations in elastically anisotropic cubic, hexagonal and trigonal crystals. *Journal of Applied Crystallography*, 36(1):160–162, 2003.

- [26] R. Kužel, Jnr and P. Klimanek. X-ray diffraction line broadening due to dislocations in non-cubic crystalline materials. III. Experimental results for plastically deformed zirconium. *Journal of Applied Crystallography*, 22(4):299–307, Aug 1989.
- [27] Magnesium. *Natl. Bur. Stand. (U. S.)*, 1984. Monogr. 25, 21, 82.

Zoznam obrázkov

1.1	Hranová dislokácia a jej pohyb [7]	5
1.2	Skrutková dislokácia [8]	6
1.3	Hexagonálna štruktúra horčíka [10]	7
1.4	Sklzové systémy horčíka [11]	7
1.5	Ťahové dvojčatenie [13]	8
1.6	Mikroštruktúra ťahových dvojčiat [12]	8
1.7	Štruktúry LPSO fáz typu $10H$, $18R$, $14H$ a $24R$ [14]	10
1.8	$L1_2$ štruktúra klastra Zn_6RE_8 [3]	10
1.9	Projekcia $hcch$ vrstiev usporiadania $14H$ do roviny $[0001]$ [3]	11
1.10	LPSO štruktúra získaná smerovým tuhnutím [16]	11
1.11	Usporiadanie bazálnych rovín v $Mg-Zn-RE$ zliatine po extrúzii [17]	12
1.12	Malouhlová hranica zŕn [20]	14
1.13	Kink band získaný molekulárnymi dynamickými simuláciami [19]	15
1.14	Schéma spracovania materiálu pomocou extrúzie	16
2.1	Geometria meracej aparatúry [22]	18
2.2	Štandardný difraktogram radiálnej zložky difraktovaných neutrónov	19
2.3	Závislosť tvaru píku na strednej hodnote veľkostného rozdelenia [23]	19
2.4	Priradenie pozadia a indexov k difrakčnému záznamu	21
2.5	Prostredie CMWP softwaru	23
3.1	Štruktúra $WZ42_R4$	27
3.2	Štruktúra $WZ42_R10$	27
3.3	Štruktúra $WZ72_R4$	27
3.4	Štruktúra $WZ72_R10$	27
3.5	Štruktúra $WZ72_R18$	28
3.6	Štruktúra $WZ104_R4$	28
3.7	Štruktúra $WZ104_R10$	28
3.8	Štruktúra $WZ104_R18$	28
3.9	EBSD štruktúra vzoriek: a) $WZ42_R4$, b) $WZ42_R10$	28
3.10	EBSD štruktúra vzoriek: a) $WZ72_R4$, b) $WZ72_R10$, c) $WZ72_R18$	29
3.11	EBSD štruktúra vzoriek: a) $WZ104_R4$, b) $WZ104_R10$, c) $WZ104_R18$	29
3.12	Polárne grafy vzoriek: a) $WZ42_R4$, b) $WZ42_R10$, c) $WZ72_R4$, d) $WZ72_R10$, e) $WZ72_R18$, f) $WZ104_R4$, g) $WZ104_R10$, h) $WZ104_R18$	30
3.13	Vývin hustoty dislokácií vo vzorke $WZ42_R4$	32
3.14	Aktivita sklzových systémov vzorky $WZ42_R4$	32
3.15	Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky $WZ42_R4$	32
3.16	Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky $WZ42_R4$	32
3.17	Vývin hustoty dislokácií vo vzorke $WZ42_R10$	33

3.18	Aktivita sklzových systémov vzorky $WZ42_R10$	33
3.19	Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky $WZ42_R10$	34
3.20	Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky $WZ42_R10$	34
3.21	Vývin hustoty dislokácií vo vzorke $WZ72_R4$	34
3.22	Aktivita sklzových systémov vzorky $WZ72_R4$	34
3.23	Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky $WZ72_R4$	35
3.24	Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky $WZ72_R4$	35
3.25	Vývin hustoty dislokácií vo vzorke $WZ72_R10$	35
3.26	Aktivita sklzových systémov vzorky $WZ72_R10$	35
3.27	Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky $WZ72_R10$	36
3.28	Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky $WZ72_R10$	36
3.29	Vývin hustoty dislokácií vo vzorke $WZ72_R18$	36
3.30	Aktivita sklzových systémov vzorky $WZ72_R18$	36
3.31	Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky $WZ72_R18$	37
3.32	Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky $WZ72_R18$	37
3.33	Vývin hustoty dislokácií vo vzorke $WZ104_R4$	37
3.34	Aktivita sklzových systémov vzorky $WZ104_R4$	37
3.35	Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky $WZ104_R4$	38
3.36	Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky $WZ104_R4$	38
3.37	Vývin hustoty dislokácií vo vzorke $WZ104_R10$	38
3.38	Aktivita sklzových systémov vzorky $WZ104_R10$	38
3.39	Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky $WZ104_R10$	38
3.40	Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky $WZ104_R10$	38
3.41	Vývin hustoty dislokácií vo vzorke $WZ104_R18$	39
3.42	Aktivita sklzových systémov vzorky $WZ104_R18$	39
3.43	Vývoj podielu $BE/(PrE + PyE)$ vzorky $WZ104_R18$	39
3.44	Vývoj podielu $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzorky $WZ104_R18$	39
4.1	Vývoj intenzít difrakčného maxima $(10\bar{1}0)$ vzoriek $WZ42$ - axiálny smer	41
4.2	Vývoj intenzít difrakčného maxima $(10\bar{1}0)$ vzoriek $WZ72$ - axiálny smer	41
4.3	Vývoj intenzít difrakčného maxima $(10\bar{1}0)$ vzoriek $WZ104$ - axiálny smer	41
4.4	Vývoj intenzít difrakčného maxima $(10\bar{1}0)$ extrúzneho pomeru 1 : 4 - axiálny smer	41
4.5	Vývoj intenzít difrakčného maxima $(10\bar{1}0)$ extrúzneho pomeru 1 : 10 - axiálny smer	42
4.6	Vývoj intenzít difrakčného maxima $(10\bar{1}0)$ extrúzneho pomeru 1 : 18 - axiálny smer	42
4.7	Vývoj dislokačných hustôt vzoriek $WZ42$	42
4.8	Vývoj dislokačných hustôt vzoriek $WZ72$	42
4.9	Vývoj dislokačných hustôt vzoriek $WZ104$	43
4.10	Vývoj dislokačných hustôt extrúzneho pomeru 1 : 4	43
4.11	Vývoj dislokačných hustôt extrúzneho pomeru 1 : 10	43
4.12	Vývoj dislokačných hustôt extrúzneho pomeru 1 : 18	43
4.13	Vývoj deformačných kriviek vzoriek $WZ42$	44
4.14	Vývoj deformačných kriviek vzoriek $WZ72$	44

4.15	Vývoj deformačných kriviek vzoriek <i>WZ104</i>	44
4.16	Vývoj deformačných kriviek extrúzneho pomeru 1 : 4	44
4.17	Vývoj deformačných kriviek extrúzneho pomeru 1 : 10	45
4.18	Vývoj deformačných kriviek extrúzneho pomeru 1 : 18	45
4.19	Počiatkové a finálne hodnoty aktivít $\langle a \rangle$ dislokácií	46
4.20	Vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzoriek <i>WZ42</i>	47
4.21	Vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzoriek <i>WZ72</i>	47
4.22	Vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií vzoriek <i>WZ104</i>	47
4.23	Vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií extrúzneho pomeru 1 : 4	47
4.24	Vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií extrúzneho pomeru 1 : 10	48
4.25	Vývoj podielov $\langle a \rangle / \langle c + a \rangle$ dislokácií extrúzneho pomeru 1 : 18	48
4.26	Vývoj podielov $BE / (PrE + PyE)$ dislokácií vzoriek <i>WZ42</i>	48
4.27	Vývoj podielov $BE / (PrE + PyE)$ dislokácií vzoriek <i>WZ72</i>	48
4.28	Vývoj podielov $BE / (PrE + PyE)$ dislokácií vzoriek <i>WZ104</i>	49
4.29	Vývoj podielov $BE / (PrE + PyE)$ dislokácií extrúzneho pomeru 1 : 4	49
4.30	Vývoj podielov $BE / (PrE + PyE)$ dislokácií extrúzneho pomeru 1 : 10	49
4.31	Vývoj podielov $BE / (PrE + PyE)$ dislokácií extrúzneho pomeru 1 : 18	49
B.1	Difrakčný záznam Mg [27]	64
B.2	Polárne grafy vzoriek: a) <i>WZ42_R4</i> , b) <i>WZ42_R10</i> , c) <i>WZ72_R4</i> , d) <i>WZ72_R10</i> , e) <i>WZ72_R18</i> , f) <i>WZ104_R4</i> , g) <i>WZ104_R10</i> , h) <i>WZ104_R18</i>	65

Zoznam tabuliek

1.1	Chemické zloženie použitých vzoriek	15
2.1	Fitované parametre a ich fyzikálny význam	22
A.1	Vstupné parametre CMWP softwaru	63

Zoznam použitých symbolov a skratiek

$\alpha - Mg$	Hexagonálna najtesnejšie usporiadaná horčíková fáza
Zn	Zinok
RE	Vzácne zeminy
at.%	Atómové percentá
LPSO fázy	Fázy usporiadané na dlhé vzdialenosti
ρ	Hustota dislokácií
Σl	Dĺžka dislokačných čiar
V	Objem materiálu
m	Schmidov faktor
τ	Šmykové napätie
σ	Napätie aplikované na vzorku; stredná kvadratická odchýlka veľkosti kryštálov
ϕ	Uhol medzi normálou ku sklzovej rovine a vektorom aplikovaného vonkajšieho napätia
λ	Uhol sklzu; vlnová dĺžka neutrónov
\vec{s}	Vektor smeru sklzu
a, b, c	Mriežkové parametre
$\langle a \rangle$ dislokácie	Dislokácie s Burgersovým vektorom v smere kryštalografickej osi $\langle a \rangle$
$\langle c \rangle$ dislokácie	Dislokácie s Burgersovým vektorom v smere kryštalografickej osi $\langle c \rangle$
$\langle c + a \rangle$ dislok.	Dislokácie s Burgersovým vektorom v smere kryštalografickej osi $\langle c + a \rangle$
hcp	Hexagonálne najtesnejšie usporiadanie
fcc	Kubicky stenovo centrované usporiadanie
$hcch$ vrsvy	Vrstvy typu hexagonálna, kubická, kubická a hexagonálna
D	Vzdialenosť hranových dislokácií v maloúhlovej hranici
$ \mathbf{b} $	Veľkosť Burgersovho vektoru
θ	Uhol rotácie kryštálovej mriežky na hranici kinku
θ_{hkl}	Uhol dopadu difraktovaného žiarenia
2θ	Uhol odklonu difraktovaného neutrónového zväzku
wt.%	Hmotnostné percentá

L	Dĺžka vzorky; Veľkosť dráhy neutrónov; Fourierova dĺžka
d	Priemer vzorky
d_{hkl}	Vzdialenosť kryštálografických rovín s indexami hkl
ϵ/t	Rýchlosť relatívnej deformácie
h	Planckova konštanta
p	Hybnosť neutrónov
<i>TOF</i> metóda	Time of flight metóda neutrónovej difrakcie
m_n	Hmotnosť neutrónov
t	Čas doletu neutrónov do detektora
<i>CMWP</i>	Convolutional Multiple Whole Profile
s_g, g	Veľkosť difrakčného vektoru
$BG(2\theta)$	Pozadie difrakčného profilu
I_{hkl}	Profil difraktovanej intenzity rovinami hkl
<i>WSSR</i>	Vážená suma štvorcov rezíduí
$q1, q2$	Parametre <i>CMWP</i> softwaru
m	Stredná hodnota veľkosti kryštálov
R_e	Efektívny vonkajší medzný polomer dislokácií
$\langle \epsilon_{g,L}^2 \rangle$	Stredná hodnota štvorca deformácie
$\theta_2 - \theta_1$	Uhlový rozsah difrakčného profilu
$\bar{C}^{(i)}$	Priemerný kontrastný faktor i -tého sklzového podsystemu
f_i	Percentuálne zastúpenie i -tého sklzového podsystemu
<i>OIM</i>	Orientation Image Map
<i>EBSD</i>	Electron Back Scattered Diffraction
<i>FEI</i>	Field Emission Gun
<i>EDX</i>	Energy Dispersive X-ray
<i>SEM</i>	Skenovacia elektrónová mikroskopia
<i>SE</i>	Smer extrúzie
<i>BE</i>	Bazálne hranové dislokácie
<i>PrE</i>	Prizmatické hranové dislokácie
<i>PyE</i>	Pyramidálne hranové dislokácie
ϵ	Relatívna deformácia
<i>CRSS</i>	Critical resolved shear stress

A. Tabuľkové prílohy

A.1 Vstupné parametre CMWP softwaru

Tabuľka A.1: Vstupné parametre CMWP softwaru

Vstupné parametre	Hodnota	Fyzikálny význam
<i>lat_a</i> [nm]	0,321	Mriežkový parameter hcp mriežky
<i>lat_c</i> [nm]	0,521	Mriežkový parameter hcp mriežky
<i>Burgers vector</i> [nm]	0,321	Burgersov vektor dislokácií
<i>Ch00 or Chk0</i> []	0,2	Kontrastný faktor dislokácií
<i>Wavelength</i> [nm]	0,07	Stredná vlnová dĺžka použitého žiarenia
<i>Min.2 * theta/K</i> [°]	12,00	Minimum rozsahu difrakčného obrazca
<i>Max.2 * theta/K</i> [°]	50,00	Maximum rozsahu difrakčného obrazca
<i>init_epsilon</i>	1,0	Excentricita kryštalitov
<i>scale_a</i>	1	Parameter škálujúci <i>init_a1</i> a <i>init_a2</i>
<i>scale_b</i>	5	Parameter škálujúci <i>init_b</i>
<i>scale_c</i>	0,5	Parameter škálujúci <i>init_c</i>
<i>scale_d</i>	90	Parameter škálujúci <i>init_d</i>
<i>scale_e</i>	0,03	Parameter škálujúci <i>init_d</i>

B. Obrázkové prílohy

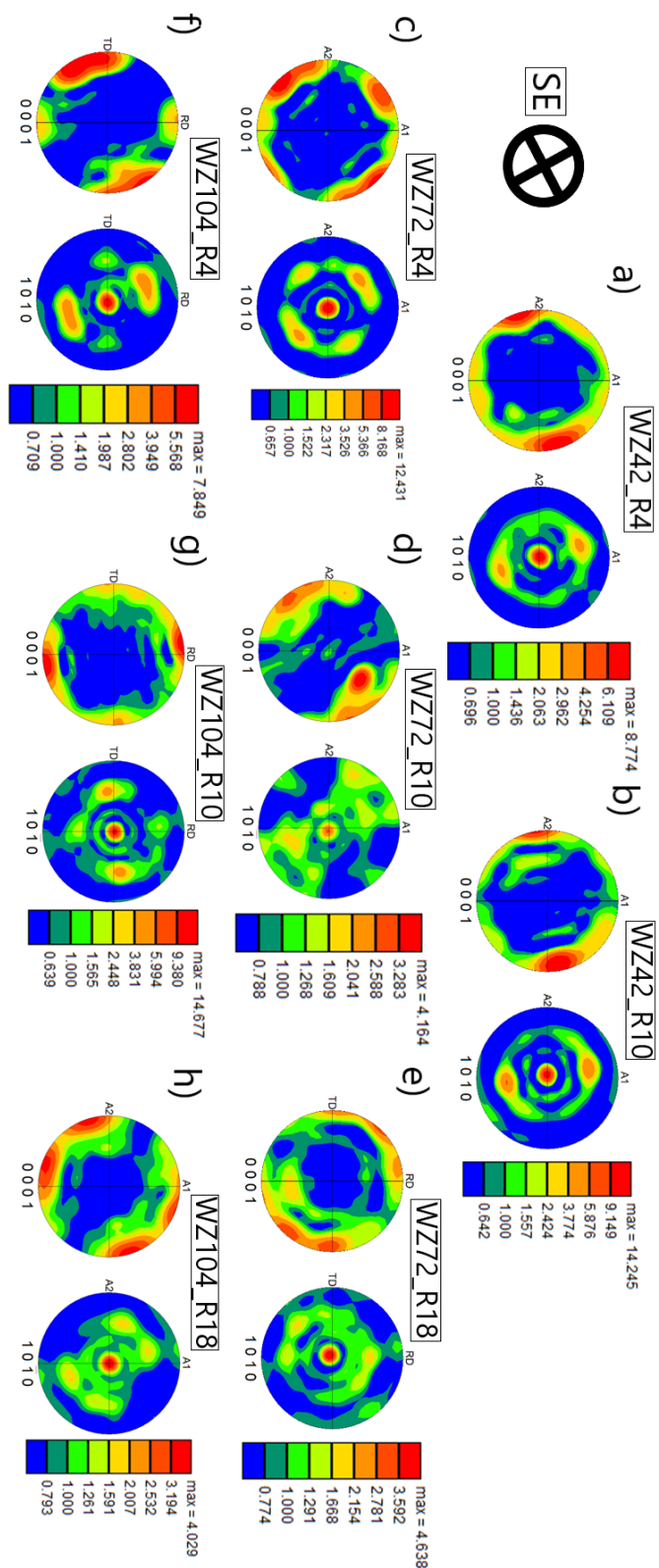
B.1 Difrakčný záznam Mg

35-0821		Wavelength= 1.54056				*
Mg	2θ	Int	h	k	l	
Magnesium	32.193*	25	1	0	0	
	34.398*	36	0	0	2	
	36.619*	100	1	0	1	
	47.828*	15	1	0	2	
	57.374*	12	1	1	0	
Rad.: CuK α 1 λ : 1.5405 Filter: Graph Mono. d-sp: Diffractometer	63.056*	16	1	0	3	
Cut off: 17.7 Int.: Diffract. I/ICor.:	67.312*	2	2	0	0	
Ref: Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, 21, 82 (1984)	68.631*	13	1	1	2	
	69.996*	8	2	0	1	
	72.493*	2	0	0	4	
	77.821*	2	2	0	2	
Sys.: Hexagonal S.G.: P6 ₃ /mmc (194)	81.526*	2	1	0	4	
a: 3.20936(11) b: c: 5.2112(3) A: C: 1.6238	90.413*	3	2	0	3	
α : β : γ : Z: 2 mp:	94.312*	1	2	1	0	
Ref: Ibid.	96.817*	4	2	1	1	
	99.184*	3	1	1	4	
	104.232	2	1	0	5	
	104.497	2	2	1	2	
Dx: 1.736 Dm: SS/FOM: F ₂₇ =76(.0123, 29)	108.263	<1	2	0	4	
	112.473	1	3	0	0	
Color: Dark gray	117.959	2	2	1	3	
Peak height intensity. The temperature of data collection was approximately 25.0 C. The sample was obtained from Fisher Scientific Company, Fair Lawn, NJ, USA. It contained a small amount of Mg (OH) ₂ . CAS #: 7439-95-4. $\sigma(1_{obs}) = \pm 1$. Mg type. Tungsten used as an internal stand. PSC: hP2. To replace 4-770. Mwt: 24.31. Volume[CD]: 46.48.	123.881	1	3	0	2	
	134.979	<1	2	0	5	
	136.639	<1	1	0	6	
	140.731	<1	2	1	4	
	140.882	<1	3	0	3	
	147.515	<1	2	2	0	

©1996 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.

Obr. B.1: Difrakčný záznam Mg [27]

B.2 Polárne grafy skúmaných vzoriek



Obr. B.2: Polárne grafy vzoriek: a) WZ42_R4, b) WZ42_R10, c) WZ72_R4, d) WZ72_R10, e) WZ72_R18, f) WZ104_R4, g) WZ104_R10, h) WZ104_R18