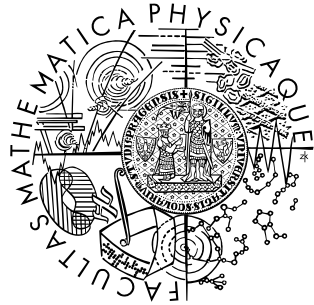


Univerzita Karlova v Praze
Matematicko-fyzikální fakulta

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE



Michaela Poková

Vliv dispersoidů na rekrytalizaci hliníkových slitin.

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: Doc. RNDr. Miroslav Cieslar, CSc.

Studijní program: Fyzika, Obecná fyzika

2008

Ráda bych poděkovala vedoucímu práce Doc. RNDr. Miroslavu Cieslarovi, CSc. za pomoc při měření a zpracování výsledků a za rady a připomínky při psaní této práce. Dále VÚK Panenské Břežany s.r.o., kde proběhlo měření světelné mikroskopie, včetně přípravy vzorků, a Evě Hrončkové za zalití a vyleštění vzorků. V neposlední řadě také Martě Čepové za pomoc při měření mikrotvrdosti.

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

V Praze dne 28. května 2008

Michaela Poková

Obsah

1. ÚVOD	4
1.1. Deformace kovů.....	4
1.2. Poruchy krystalové mříže	4
1.3. Žhání deformovaného kovu	5
1.4. Vliv příměsí	6
1.5. Hliník	6
1.6. Elektrická rezistivita	6
2. METODY MĚŘENÍ A VYHODNOCOVÁNÍ VÝSLEDKŮ MĚŘENÍ.....	8
2.1. Rezistometrie	8
2.2. Transmisní elektronová mikroskopie.....	8
2.3. Světelná mikroskopie.....	8
2.4. Mikrotvrdomost	9
3. VÝSLEDKY MĚŘENÍ A JEJICH DISKUSE.....	10
3.1. Popis vzorků.....	10
3.2. Rezistometrie	10
3.3. Mikrotvrdomost	13
3.4. Světelná mikroskopie.....	14
3.5. Transmisní elektronová mikroskopie.....	25
3.6. Diskuse výsledků	34
4. ZÁVĚR	37
LITERATURA.....	38

Název práce: Vliv dispersoidů na rekrytalizaci hliníkových slitin.
Autor: Michaela Poková
Katedra (ústav): Katedra fyziky materiálů
Vedoucí bakalářské práce: Doc. RNDr. Miroslav Cieslar, CSc.
e-mail vedoucího: cieslar@met.mff.cuni.cz

Abstrakt: Tato práce se zabývá vlivem dispersoidů na zotavovací a rekrytalizační procesy ve dvou hliníkových slitinách EN AW-3003 na bázi Al-Fe-Mn-Si lišících se obsahem příměsových prvků. Před finálním válcováním byly vzorky podrobeny odlišnému termomechanickému zpracování, které vedlo k tvorbě rozdílné výchozí struktury. Vliv tohoto zpracování pak byl studován pomocí elektrické rezistometrie, světelné a elektronové mikroskopie. Průběh odpevňovacích procesů byl monitorován pomocí měření mikrotvrdosti.

Klíčová slova: Hliníkové slitiny, rekrytalizace, elektrická rezistivita, TEM, Al-Fe-Mn-Si.

Title: The influence of dispersoids on recrystallization of aluminium alloys.
Author: Michaela Poková
Department: Department of Physics of Materials
Supervisor: Doc. RNDr. Miroslav Cieslar, CSc.
Supervisor's e-mail address: cieslar@met.mff.cuni.cz

Abstract: In this work, the influence of dispersoids on recovery and recrystallization processes in two EN AW-3003 aluminium alloys based on Al-Fe-Mn-Si with varying composition of alloying elements is studied. The specimens were first thermomechanically pretreated in different ways before the final rolling. These pretreatments created various initial microstructures. The role of the initial microstructure was studied by means of electrical resistivity, light microscopy and electron microscopy. Evolution of softening processes was monitored by hardness measurements.

Keywords: Aluminium alloys, recrystallization, electrical resistivity, TEM, Al-Fe-Mn-Si.

1 Úvod

1.1 Deformace kovů

Deformace tělesa nastává v důsledku působení vnějších sil. Z makroskopického hlediska dochází při deformaci ke změně tvaru, z mikroskopického jde o dynamický proces, při kterém se mění mikrostruktura, a tím i některé vlastnosti materiálu. Průběh deformace je ovlivněn jak působícími vnějšími silami, tak změnou koncentrace a uspořádání mřížových poruch. Mezi nejdůležitější poruchy krystalové mříže patří bodové poruchy, dislokace, částice jiných fází a hranice zrn.

Při působení vnějších sil na kovové materiály dochází hlavně k plastické deformaci, kdy těleso zůstává ve změněném stavu, i když už nepůsobí vnější síly.

Kovové materiály jsou obvykle polykrystalické látky. Základním mechanismem plastické deformace polykrystalů je skluz, který je realizován vznikem a pohybem dislokací. Plastická deformace je spojena s výrazným zpevněním materiálu, protože vlivem příměsových atomů, částic druhé fáze nebo překážek vytvořených při deformaci (např. dislokační spleti) je znesnadněn pohyb dislokací [1]. Vliv na chování materiálu při plastické deformaci mají tedy, kromě vnějších podmínek, i vnitřní vlastnosti materiálu. Ty jsou dány jeho mikrostrukturou, která je charakterizována typem krystalové mříže, obsahem příměsových prvků rozpuštěných v matici, množstvím a velikostí částic jiných fází (odlišných od matrice), druhem a čistotou materiálu, velikostí zrna a typem a množstvím poruch krystalové mřížky.

1.2 Poruchy krystalové mříže

Poruchy krystalové mříže se dělí na bodové, čarové, plošné a objemové podle toho, v kolika dimenzích přesahují svým rozměrem rozměr mřížkové konstanty.

V nedeformovaném kovu se bodové poruchy vyskytují v rovnovážné nebo vyšší koncentraci. Při plastické deformaci se pak vždy jejich koncentrace zvyšuje nad rovnovážnou.

Dislokace, které patří mezi čarové poruchy, jsou poruchy vždy nerovnovážné. Při deformaci dochází ke zvýšení jejich koncentrace z hodnoty 10^{10} m^{-2} , typické pro dobře vyžehnaný kov, až na hodnotu 10^{17} m^{-2} pro velmi deformovaný kov [1]. Nově vznikající dislokace nezůstávají v mřížce kovu izolované, ale tvoří složitou dislokační substrukturu, jejíž charakter závisí na velikosti deformace a na typu materiálu.

Při velkých deformacích se značná část zrn natáčí a protahuje do směru deformace, čímž vzniká struktura s přednostním uspořádáním ve směru tváření.

Při deformaci kovů se část vynaložené deformační práce uloží v kovu jako jeho vnitřní energie. Ta se pak zpětně uvolňuje při žhánání a je hnací silou jednotlivých tepelně aktivovaných procesů. Hlavní podíl na velikosti uložené energie mají dislokace vznikající při deformaci.

1.3 Žihání deformovaného kovu

Deformovaný materiál je díky mřížkovým poruchám v termodynamicky nestabilním stavu, takže při zvýšení teploty v něm budou probíhat děje, které směřují zpět k rovnovážnému stavu. Aby k těmto procesům došlo, je potřeba materiálu dodat určitou aktivační energii. Žiháním lze odstranit většinu mřížkových poruch a tím navrátit materiál ke stavu blízkému stavu před deformací. Děje probíhající za zvýšených teplot se nazývají odpeňovací, jako protiklad zpevnění, ke kterému dochází při deformaci za studena (při teplotách dostatečně nižších než teplota tání). Tyto děje můžeme rozdělit do tří skupin: Zotavení bodových poruch, zotavení dislokační substruktury a primární rekrystalizace.

Zotavení bodových poruch probíhá tepelně aktivovanou migrací poruch k norům (dislokace, hranice zrn nebo povrch vzorku) nebo vzájemnou anihilací. Nedochozí při něm k výrazným změnám mechanických vlastností a struktury, ale může docházet ke změnám v substruktuře vznikem nebo zdokonalením subzrn.

Zotavení dislokační substruktury je spojeno se snížením hustoty dislokací a změnou jejich uspořádání, v důsledku čehož obvykle dochází ke změnám mechanických vlastností, např. odpevnění. Probíhá při teplotách vyšších než teplota nutná pro zotavení bodových poruch, ale nižších než teplota rekrystalizace. Proces, při němž dochází k tvorbě subhranic z původních buněčných stěn migrací dislokací při zotavení, se nazývá polygonizací.

Primární rekrystalizace bývá definována jako nahrazení deformovaných zrn souborem nových nedeformovaných zrn [2]. Její hnací silou je uložená deformační energie. Při rekrystalizaci se zásadně mění struktura materiálu a dochází při ní k významným změnám mechanických vlastností a termodynamických charakteristik. Může být brzděna např. zakřivením hranice, částicemi druhé fáze nebo atomy rozpuštěných příměsí.

Rekrystalizace probíhá ve dvou fázích: *nukleace* a *růst zrn*. Při nukleaci vznikají nové zárodky v tvářené matici, které se vyznačují nízkou hustotou dislokací a jsou od okolí odděleny vysokoúhlovou hranicí. Přednostní vytváření zárodků probíhá tam, kde byl deformací vytvořen velký gradient vnitřního pnutí (např. hranice zrn) [2]. Tvorba nových zárodků nastává po ukončení polygonizace a probíhá především dvěma mechanismy: 1) *Růstem subzrn migrací subhranic*, kde pohybující se rozhraní pohlcuje dislokace zbylé v matici po deformaci a vzniká tak relativně neporušená mřížka, 2) *koalescencí subzrn*, kdy dochází k seskupování subzrn s blízkou orientací a jejich postupnému spojování do jednoho zrna [1].

Růst nových zrn je realizován pohybem vysokoúhlových hranic zárodků ve směru rostoucí hustoty dislokací. Na rychlost migrace mají vliv podmínky, za kterých k ní dochází, např. teplota, čistota materiálu a koncentrace vakancí. Po alespoň částečné rekrystalizaci dochází k hrubnutí zrn, kdy se zmenšuje plocha jejich hranic a tím i uložená volná energie. Růst zrna může být normální, kdy vznikají rovnoosá zrna stejné velikosti, nebo anomální, kdy rostou některá zrna na úkor ostatních a vzniká nehomogenní struktura [2].

1.4 Vliv příměsí

Jsou-li v matici kovu přítomny příměsí, mění se mechanické vlastnosti materiálu při deformaci a procesy při termomechanickém zpracování jsou rozmanitější. Pro popis účinků jednotlivých příměsí na probíhající procesy je důležitá znalost jejich typu, koncentrace a také konfigurace v materiálu.

Atomy příměsí v tuhém roztoku se mohou odlišovat od atomů matrice velikostí, elektrochemickými a elastickými vlastnostmi, a tím porušovat symetrii krystalové mřížky. S rostoucí koncentrací příměsí roste kritické skluzové napětí [1].

Příměsí při vysokoteplotním žíhání interagují s pohybujícími se dislokacemi a způsobují tak zpomalení probíhajících procesů. Průběh výše zmiňovaných dějů závisí na poměru koncentrace příměsí a hustoty dislokací. Přítomnost cizích atomů v krystalické mřížce výrazně ovlivňuje průběh rekrystalizace. Interakce napěťových polí příměsí s poruchami mřížky brzdí odpeňování materiálu, čímž se zhoršují i podmínky pro vznik rekrystalizačních zárodků a je snížena pohyblivost hranic zrn. U hliníku, který je předmětem zkoumání v této práci, má přítomnost nečistot větší vliv na růst zárodků než na nukleaci [3]. Největší vliv na rekrystalizaci mají prvky, jejichž atomový poloměr se nejvíce liší od atomového poloměru základního kovu.

1.5 Hliník

Hliník má kubickou plošně centrovanou mřížku s mřížkovým parametrem o velikosti $4,0496 \cdot 10^{-10}$ m při 25 °C. Stablní je od 4 K do teploty tání 933,5 K (660,3 °C).

Příměs manganu v základní matici hliníku způsobuje výrazné zvýšení rezistivity, zvyšuje pevnost a teplotu rekrystalizace, zpomaluje zotavení a působí proti růstu zrn. Mangan má v hliníku při nízkých teplotách relativně nízkou rozpustnost [4], a proto vytváří spolu s dalšími příměsemi částice komplexních fází.

Přítomnost železa ve slitinách hliníku s křemíkem způsobuje vytváření hrubých fází obsahujících železo, které snižují tvárnost materiálu [4].

1.6 Elektrická rezistivita

Rezistivita ρ je makroskopická fyzikální veličina často užívaná ke studiu mikrofyzikálních dějů. Je mírou porušení krystalové mřížky a přítomností poruch se zvyšuje. Elektrická rezistometrie je založena na měření změn rezistivity $\Delta\rho$.

Pro vzorek je přímo měřitelný jeho odpor R , který lze z experimentu získat podílem přímo měřitelných veličin: elektrického napětí U a elektrického proudu I . Elektrický odpor a rezistivita jsou spolu svázány vztahem přes tvarový faktor f

$$R = f \cdot \rho . \quad (1)$$

Podle Matthiessenova pravidla [5] můžeme rezistivitu kovu $\rho(T)$ s malým množstvím příměsí vyjádřit vztahem:

$$\rho(T) = \rho_m(T) + \rho_p . \quad (2)$$

Teplotně závislý člen $\rho_m(T)$ vzniká v důsledku rozptylu vodivostních elektronů na fononech a mezi sebou navzájem a ρ_p se nazývá zbytková rezistivita, která závisí jen na množství a konfiguraci poruch mřížky. Lze ji v prvním přiblížení vyjádřit jako sumu rezistivit ρ_k příslušejících jednotlivým poruchám:

$$\rho_p = \sum_k \rho_k . \quad (3)$$

Je-li c_k koncentrace poruchy typu k malá, lze rezistivitu napsat jako

$$\rho_k = \beta_k c_k , \quad (4)$$

kde konstanta úměrnosti β_k je nezávislá na teplotě i koncentraci.

Experimenty však ukazují, že předpoklady podmiňující platnost Matthiessenova pravidla lze jen obtížně splnit, a proto jsou pozorovány odchylky od tohoto pravidla. Koeficienty β_k jsou pak závislé na teplotě měření, koncentraci poruch a jejich uspořádání [6]. Tyto odchylky jsou vysvětlovány fázovými přechody a změnami mikrostruktury. Fázový přechod se na křivce derivace $-\frac{1}{\rho_0} \frac{d\rho}{dT}$ (žihací spektrum)

projevuje jako lokální extrém. Při žihání dochází obvykle nejdříve k shlukování příměsových atomů, které může vést k nárůstu rezistivity. Poté obvykle následuje precipitace a hrubnutí částic druhé fáze, které jsou doprovázené výrazným poklesem odporu. Posléze může nastat opětovný rozpad částic, který vede ke zvýšení odporu. Známe-li relativní změnu odporu, můžeme pomocí vzorce (1) vyjádřit relativní změnu rezistivity

$$\frac{\Delta R(T)}{R_0} = \frac{R(T) - R_0}{R_0} = \frac{\rho(T) - \rho_0}{\rho_0} = \frac{\Delta \rho(T)}{\rho_0} , \quad (5)$$

kde R_0 a ρ_0 jsou hodnoty před začátkem žihání. Známe-li ρ_0 , můžeme vypočítat změnu rezistivity $\Delta \rho$ a z ní změnu koncentrace příměsí Δc_k , známe-li koeficienty β_k . Ze vzorce (4) plyne:

$$\Delta \rho = \sum_k \beta_k \Delta c_k . \quad (6)$$

2 Metody měření a vyhodnocování výsledků měření

2.1 Rezistometrie

Pro rezistometrická měření byly ze vzorků vyříznuty proužky rozměru přibližně $10 \times 1 \text{ cm}^2$, proudové a napěťové kontakty byly realizovány nastřížením konců vzorku. Vzorky byly žihány s krokem $20 \text{ }^\circ\text{C} / 20 \text{ min}$ od pokojové teploty až do $620 \text{ }^\circ\text{C}$. Do $240 \text{ }^\circ\text{C}$ žihání probíhalo v lázni silikonového oleje, od $260 \text{ }^\circ\text{C}$ pak ve vzduchové peci vyplněné ochrannou argonovou atmosférou.

Po každém žihacím kroku byly vzorky zakaleny do studené vody a byl změřen jejich odpor v kapalném dusíku.

Měření odporu čtyřbodovou metodou s komutováním proudu bylo realizováno na aparatuře osazené přístroji firmy Keithley, přičemž napětí na vzorku bylo měřeno nanovoltmetrem Keithley 2182 s rozlišením 1 nV . Nastavená hodnota proudu během měření byla $I = (500 \pm 5) \text{ mA}$.

Byly vypočítány normované hodnoty relativní změny rezistivity podle vztahu (5)

(Obr. 1) a spočtena záporně vzatá derivace $-\frac{1}{\rho_0} \frac{d\rho}{dT}$ (Obr. 2). Po vyhodnocení poloh

lokálních extrémů v Obr. 2 byly vybrány teploty žihání pro následné experimenty.

Bylo provedeno nové žihání vzorků stejnou rychlostí, ve vybraných teplotách byly odříznuty kousky pro pozorování mikrostruktury a měření mikrotvrdosti.

2.2 Transmisní elektronová mikroskopie

Pro pozorování v elektronovém mikroskopu byly vzorky ztenčeny na metalografické brusce na tloušťku $0,15 \text{ mm}$ pomocí brusných papírů. Poté z nich byly vyraženy terčíky o průměru 3 mm , které byly dále elektrochemicky slešťeny na přístroji Tenupol II při teplotě $-15 \text{ }^\circ\text{C}$ v elektrolytu $33 \text{ } \%$ HNO_3 v methanolu.

Takto připravené vzorky byly upevněny v držáku a pozorovány v transmisním elektronovém mikroskopu JEOL JEM 2000FX při napětí 200 kV .

2.3 Světelná mikroskopie

Vzorky velikosti zhruba $1 \times 1 \text{ cm}^2$ byly upevněny ve speciálním držáku a zality hmotou Durofix od firmy Struers a VariKleer firmy Buehler. Pak byly broušeny na brusných papírech s různou velikostí zrn abraziva (v tomto případě částice SiC) oplachovaných vodou. Dalším krokem bylo leštění na diamantových emulzích s velikostí částic od 9 do $1 \text{ } \mu\text{m}$ a finální leštění bylo provedeno na emulzi SiO_2 s velikostí částic $0,05 \text{ } \mu\text{m}$. Pozorování probíhalo na mikroskopu Epiphot 200 firmy Nikon, obraz byl zpracován programem Lucia G od firmy LIM.

Pro pozorování částic primárních fází a precipitátů v bílém světle byly vzorky leptány vodným roztokem $0,5 \%$ kyseliny fluorovodíkové. Zrna byla zviditelněna elektrolytickou oxidací při napětí $20\text{-}30 \text{ V}$ v roztoku Barker (400 ml vody a 12 ml 35% HBO_4) a pozorována v polarizovaném světle.

2.4 Mikrotvrđost

Měření mikrotvrđosti probíhalo na stejných vzorcích, které byly použity pro světelnou mikroskopii a před měřením byly znovu vyleštěny.

Data byla získána pomocí mikrotvrđoměru LECO-M-400-A při zatížení $F=100\text{ g}$ v součinnosti s programem Lucia Hardness od firmy LIM. Pro měření byla zvolena metoda podle Vickerse spočívající ve vytvoření vpichů do vzorku diamantovým hrotem ve tvaru pravidelného čtyřbokého jehlanu a změření jejich diagonálních rozměrů d . Mikrotvrđost je pak dána empirickým vztahem $HV = 0,189 \cdot \frac{F}{d^2}$.

Na každém vzorku bylo provedeno minimálně 5 měření a byla vypočítána průměrná hodnota i směrodatná odchylka.

3 Výsledky měření a jejich diskuse

3.1 Popis vzorků

Zkoumané vzorky jsou ze dvou slitin EN AW-3003 s mírně modifikovaným složením. Bylo žháno a pak analyzováno celkem 6 různých vzorků, označených S04, Z04, S40, Z40, S60 a Z60. Vzorky S a Z se navzájem liší složením, které je uvedeno v Tab. 1, jež udává obsah manganu, křemíku a železa.

Oba materiály byly vyrobeny technologií plynulého lití, kdy byla tavenina odlitá mezi dvěma chlazenými válci na 8,5 mm tlustý pás.

Dvojčíslí v označení vzorku pak udává způsob předchozího tepelněmechanického zpracování. Vzorky 04 byly po odlití rovnou válcované za studena na tloušťku 0,4 mm. Vzorky 40 byly nejprve vyválcovány na tloušťku 5,4 mm, vyžháno 18 hodin při teplotě 450 °C, poté zase zchlazeny na pokojovou teplotu a za studena vyválcovány na tloušťku 0,4 mm. Vzorky 60 byly vyválcovány na tloušťku 5,4 mm, vyžháno 18 hodin při teplotě 610 °C, poté zase zchlazeny a vyválcovány na tloušťku 0,4 mm.

	Mn	Si	Fe
S	0,90	0,50	0,53
Z	0,86	0,10	0,61

Tab. 1: Obsah hlavních příměsí ve slitinách S a Z v hmotnostních procentech (wt.%)

3.2 Rezistometrie

Grafy relativních změn rezistivity $\frac{\rho(T_A) - \rho_0}{\rho_0}$ v závislosti na teplotě žhání T_A jsou

znázorněny na Obr. 1 a 3, záporně vzatá derivace rezistivity $-\frac{1}{\rho_0} \frac{d\rho}{dT_A}$ (žhací spektrum rezistivity) pak na Obr. 2 a 4.

Do teploty 260 °C se rezistivita různých vzorků vzájemně liší pouze velikostí poklesu, kvalitativně je však vývoj u všech vzorků stejný. U vzorků S04 a Z04 nastává od 260 °C význačný pokles rezistivity, který končí na teplotě 400 °C pro Z04 a na 440 °C u S04. Při vyšších teplotách rezistivita mírně vzrůstá. U ostatních vzorků rezistivita klesne jen mírně a to mezi teplotami 260 °C a 340 °C. U vzorků S40 a Z40 nastává výrazný nárůst rezistivity od teploty 440 °C, u S60 a Z60 je tento vzrůst menší a začíná až od teploty 560 °C.

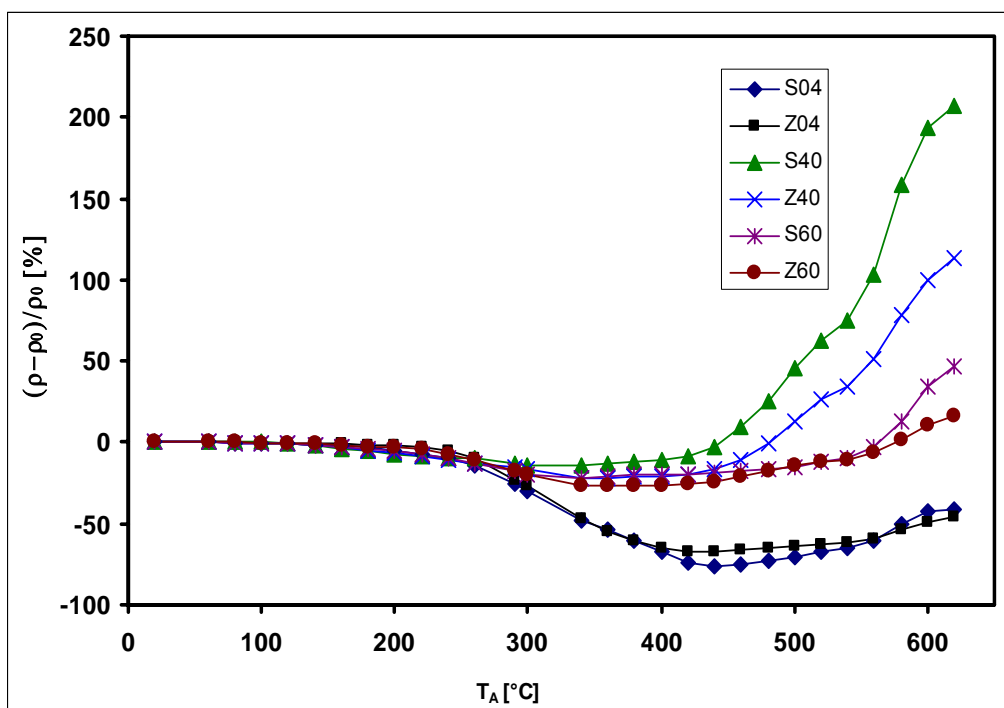
Oblasti s výrazným poklesem rezistivity se na Obr. 2 projeví jako lokální maxima, tzv. žhací stádia. Oblasti, kde rezistivita rostla, jsou v grafu znázorněny lokálními minimy.

Na derivované křivce jsou znatelné nejvýraznější změny u vzorku S40. Všechny křivky mají globální maximum kolem teploty 300 °C, vzorek S04 má ještě jedno maximum při 400 °C. Malé lokální minimum derivace mají všechny křivky okolo teploty 500 °C, pouze Z60 u 470 °C. Všechny zkoumané slitiny mají lokální

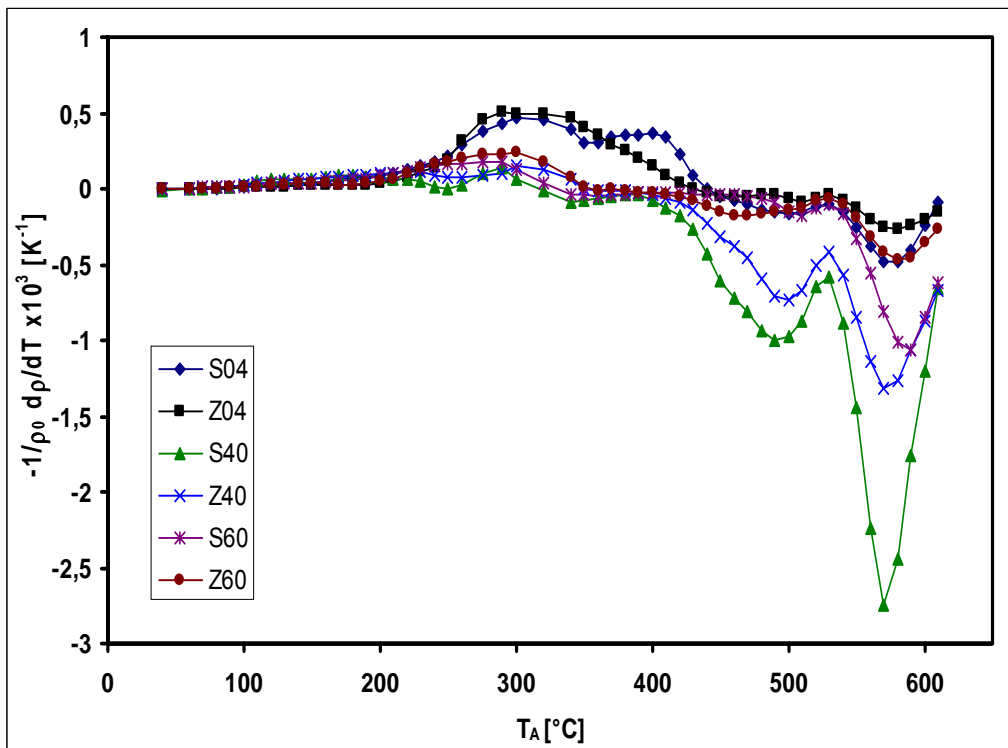
maximum v 530 °C, globální minimum pak nastává v okolí teploty 570 °C, pouze u S60 až při 590 °C.

Na detailech (Obr. 2 a 4) do teploty 300 °C lze rozlišit podrobněji stádia vývoje rezistivity při nižších teplotách. Na Obr. 4 u vzorku S04 křivka pouze plynule roste, u Z04 nastává prudký růst až od teploty 200 °C. S40 má lokální maximum při teplotě 180 °C, další pak při 290 °C, lokální minimum se nachází v 250 °C. Z40 má maximum pro teplotu 230 °C, minimum také při 250 °C a dále opět roste. Vzorky S60 a Z60 mají nevýrazné maximum okolo teploty 140 °C, S60 má hlavní maximum při teplotě 290 °C, u Z60 je při teplotě 180 °C pozorováno lokální minimum, a od této teploty křivka prudce stoupá.

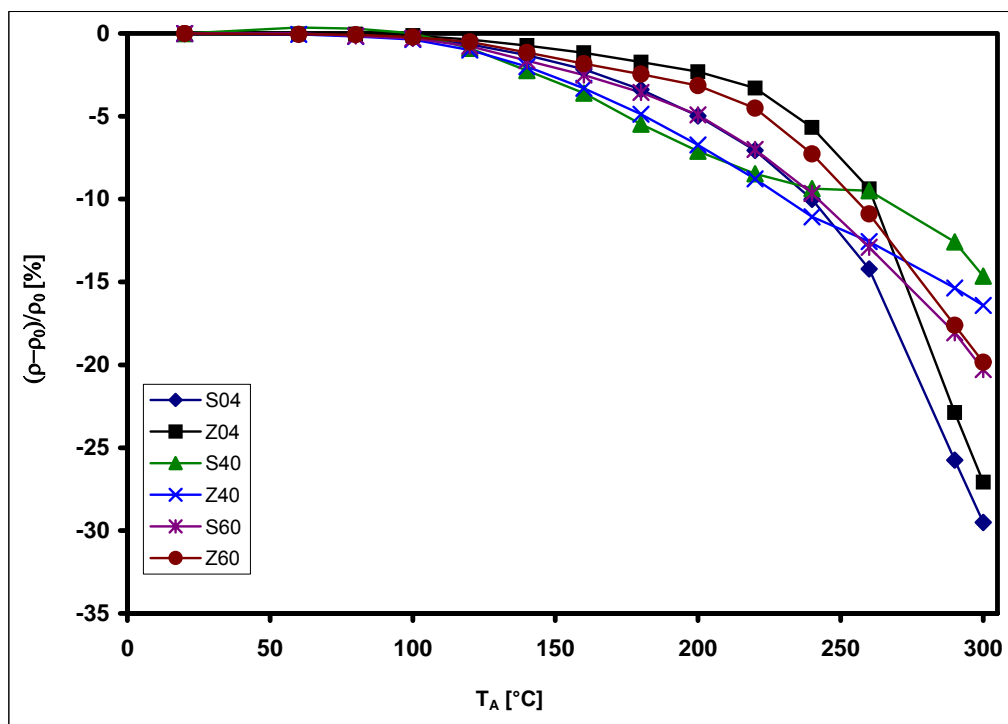
Na základě hodnot v grafu na Obr. 2 byly vybrány teploty pokojová (výchozí stav), 200 °C, 340 °C, 440 °C, 540 °C a 620 °C (koncový stav) pro pozorování v elektronovém mikroskopu. Při pozorování ve světelném mikroskopu byly vynechány vzorky žíhané do teploty 200 °C a pro zobrazení zrn byla navíc přidána teplota 300 °C. Měření mikrotvrdomosti bylo provedeno, kromě vzorků žíhaných do již zmíněných teplot, i pro teploty 100 °C, 140 °C, 240 °C a 500 °C.



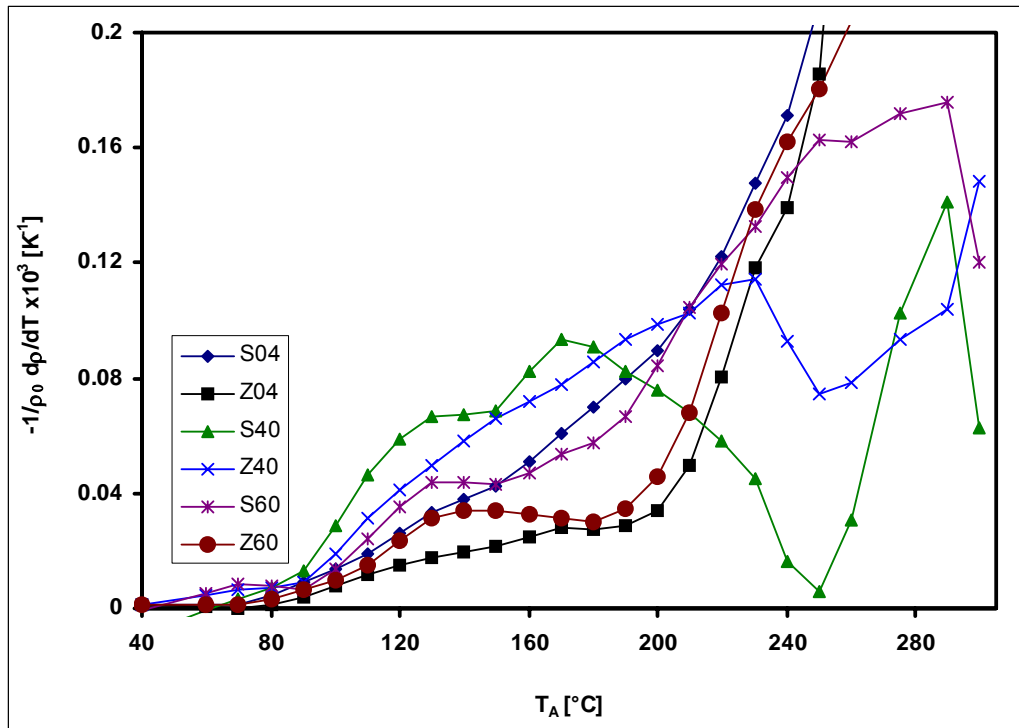
Obr. 1: Relativní změna rezistivity během žíhání vzorků



Obr. 2: Žihací spektrum rezistivity zkoumaných vzorků



Obr. 3: Relativní změna rezistivity při žihání vzorků, detailní zobrazení do teploty 300 °C



Obr. 4: Žihací spektrum rezistivity zkoumaných vzorků, detailní zobrazení do teploty 300 °C

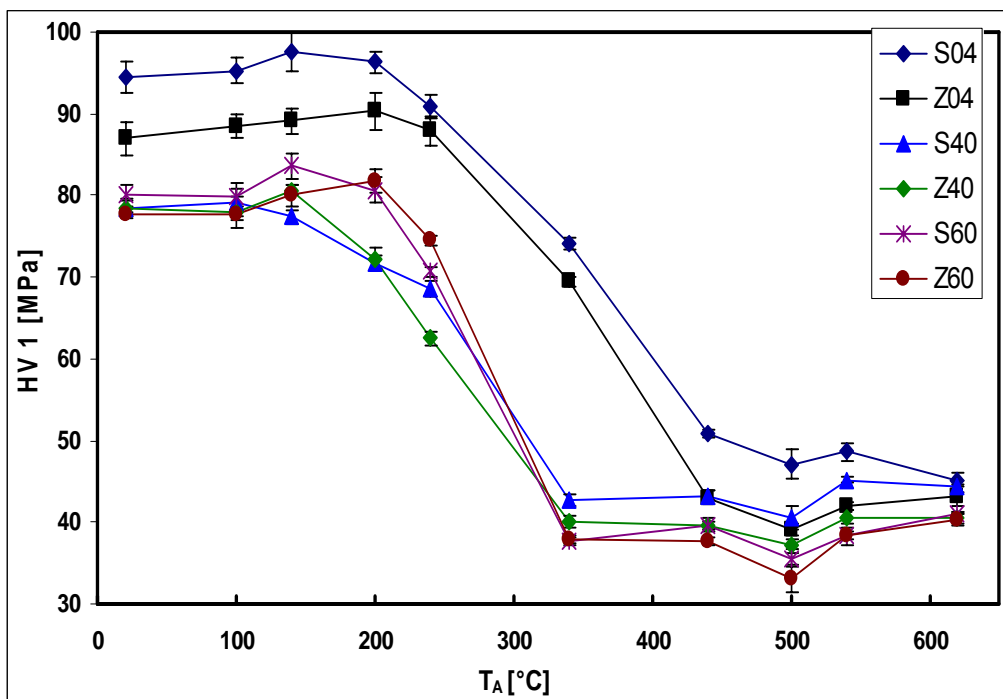
3.3 Mikrotvrdoost

Na Obr. 5 je zachycen vývoj mikrotvrdoosti zkoumaných slitin.

Vzorky pro měření mikrotvrdoosti byly žihány ve stejném režimu jako vzorky pro měření rezistivity.

V počátečním stádiu žihání se mikrotvrdoost výrazně nemění, u většiny vzorků mírně narůstá. U vzorků S04 a Z04 začíná výrazný pokles mikrotvrdoosti od teploty 200 °C, končí u 440 °C. U S40 a Z40 začíná pokles u 140 °C a končí u 340 °C, a pro S60 a Z60 nastává pokles mezi teplotami 200 °C a 340 °C. Mezi teplotami 440 °C a 500 °C pozorujeme u všech vzorků mírný pokles mikrotvrdoosti, která pak během žihání na 540 °C opět vzroste.

Největší mikrotvrdoost mají vzorky S04 a Z04, které nebyly během předcházejícího tepelně-mechanického zpracování žihány. Ostatní, při předcházejícím zpracování žihané, vzorky mají mikrotvrdoost přibližně stejnou, i vývoj jejich mikrotvrdoosti je obdobný. Po vyžihání během měření mají vzorky mikrotvrdoost srovnatelnou, největší je stále u S04 a Z04.



Obr. 5: Vývoj mikrotvrdości studovaných materiálů při izochronním žihání

3.4 Světelná mikroskopie

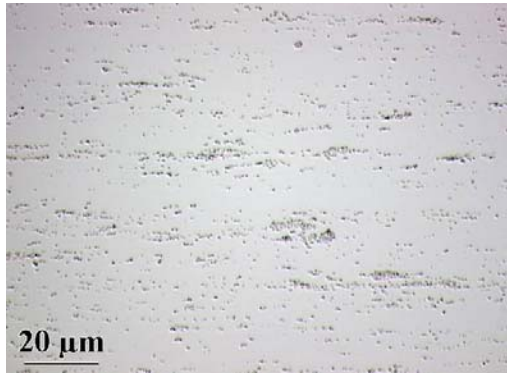
Výchozí stav vzorků

Na Obr. 6 jsou snímky ze světelné mikroskopie zobrazující rozdělení částic výchozích stavů zkoumaných vzorků.

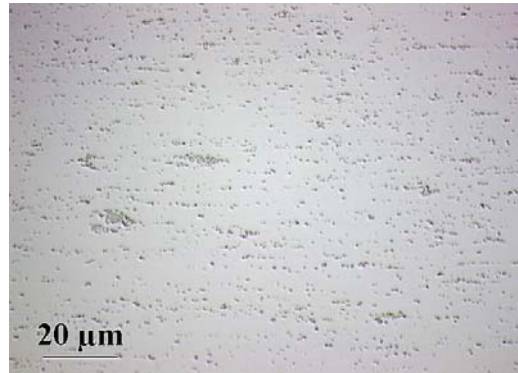
U vzorků S04 (Obr. 6a)) a Z04 (Obr. 6b)), a částečně u S40, jsou patrné eutektické kolonie primárních částic, které vznikly během odlévání a tuhnutí z taveniny. U povrchu těchto vzorků jsou částice rozloženy rovnoměrněji. Pro S40 je tato skutečnost demonstrována na Obr. 6c). U ostatních vzorků jsou částice primárních fází rozmístěny více homogenně. U S04, Z04 a S40 jsou částice velmi drobné; u Z40 jsou některé částice protažené ve směru válcování (Obr. 6d)). Největší částice lze pozorovat u vzorku Z60 (Obr. 6f)), nepatrně menší jsou u S60 (Obr. 6e)). Nejvíce částic se vyskytuje u vzorků S40 a Z40.

Největší množství precipitátů je též u vzorků S40 a Z40, v menší míře se objevují i u S60.

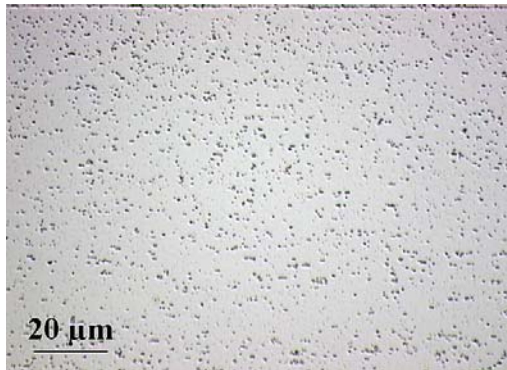
Obr. 7 zachycuje počáteční stav deformační substruktury zkoumaných materiálů. Všechny vzorky mají tvářenou strukturu, nejsou patrná žádná rekrytalizovaná zrna.



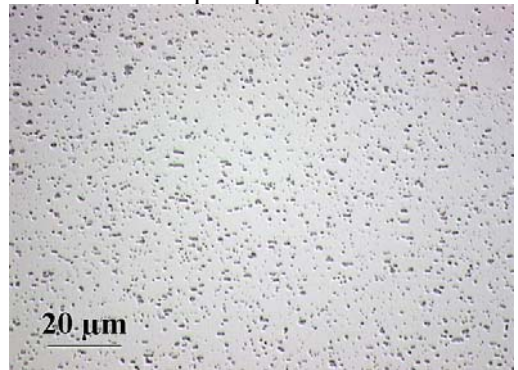
a) S04, eutektické kolonie uvnitř vzorku



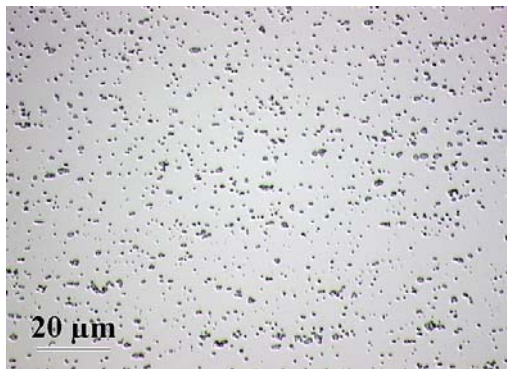
b) Z04, eutektické kolonie uvnitř vzorku, malé množství precipitátů



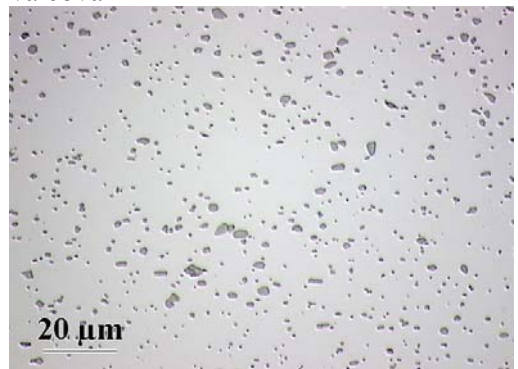
c) S40, okraj vzorku, rovnoměrné rozložení částic a precipitátů



d) Z40, rovnoměrné rozložení částic a precipitátů, částice protažené ve směru válcování

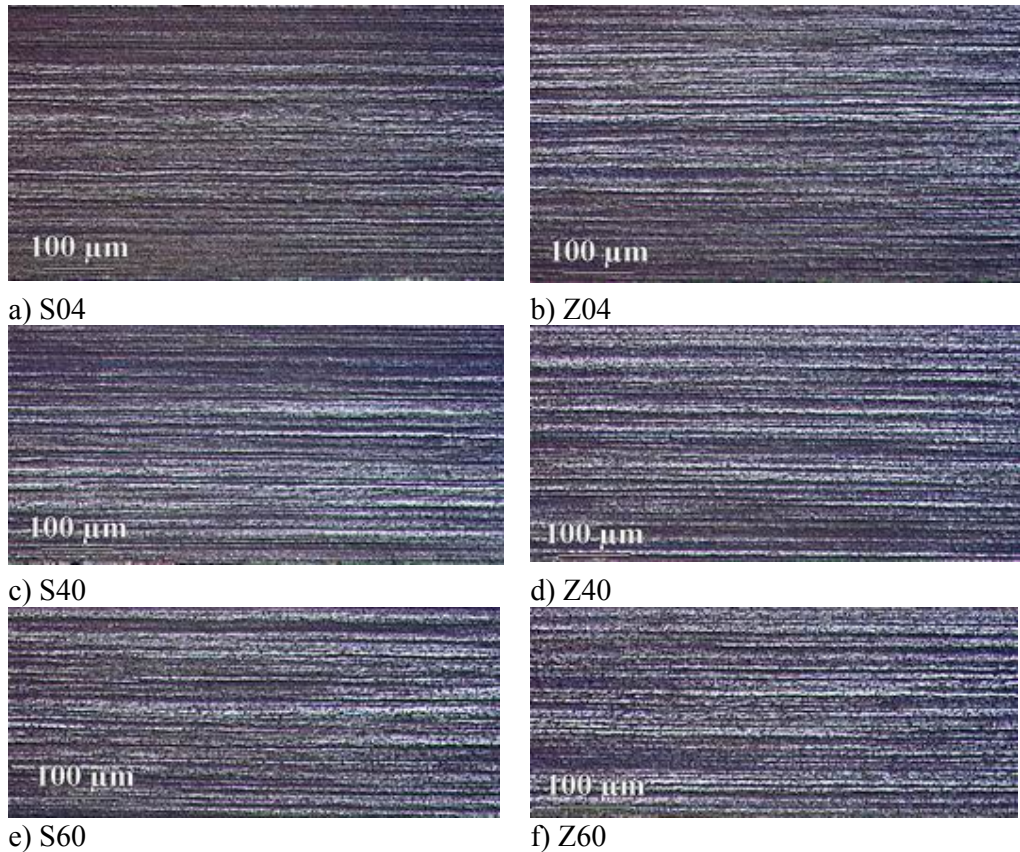


e) S60, hrubé částice, malé množství precipitátů



f) Z60, hrubé částice, vzorek bez precipitátů

Obr. 6: Výchozí stavy vzorků, rozdělení částic

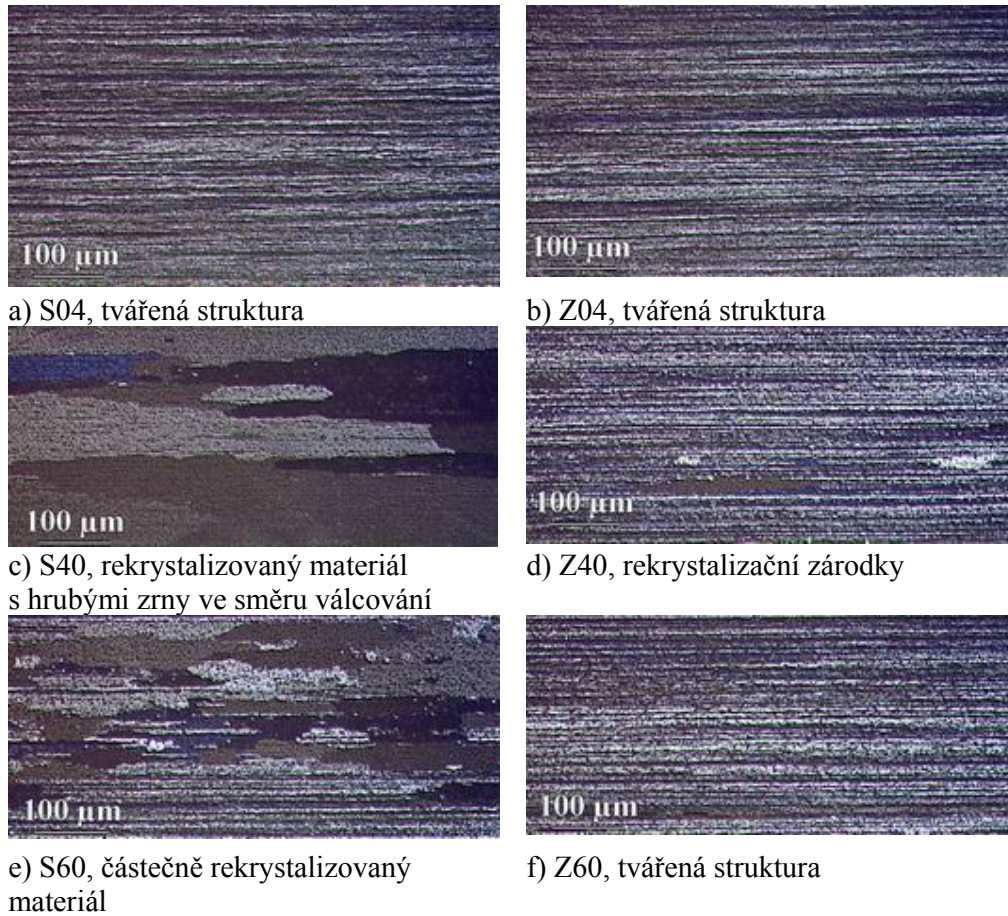


Obr. 7: Výchozí stavy vzorků, deformační struktura, u všech vzorků tvářená

Vzorky vyžíhané na teplotu 300 °C

Při vyžíhání na teplotu 300 °C nebyly neočekávány žádné výrazné změny ve fázovém složení, proto je na Obr. 8 zachycen pouze vývoj zrn a deformační substruktury.

Vzorky S04, Z04 a Z60 zůstávají stále tvářené (Obr. 8a), b), f)). U Z40 lze pozorovat první rekrystalizační zárodky (Obr. 8d)). Vzorek S60 je rekrystalizovaný pouze z části, začínají se tvořit zrna přednostně uvnitř materiálu (Obr. 8e)). Vzorek S40 je již plně rekrystalizovaný, vytvořila se hrubá zrna protažená ve směru válcování. Jejich šířka se pohybuje okolo 100 μm a délka je řádově 1 mm (Obr. 8c)).



Obr. 8: Vzorky vyžíhané na 300 °C, deformační struktura a zrna

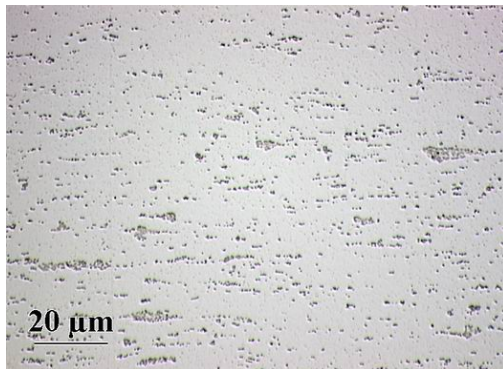
Vzorky vyžíhané na teplotu 340 °C

Vývoj fázového složení vzorků po vyžíhání na 340 °C je zachycen na Obr. 9. U vzorků S04, Z04 a S40 jsou stále patrné eutektické kolonie (u S40 byly eutektické kolonie transformované již při zpracování, které předcházelo žíhání použitému v tomto experimentu). U S40 nedošlo k žádné výrazné změně ve složení oproti výchozímu stavu. U Z04 přibýlo mnoho nových částic a precipitátů (Obr. 9b)). Ve vzorcích S60 a Z60 též nebyly pozorovány změny ve fázovém složení. Největší částice jsou stále u S60 a Z60.

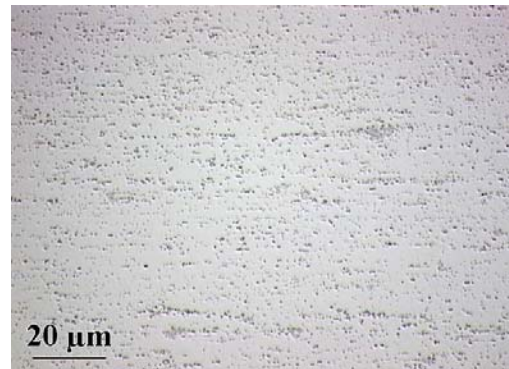
U S04 se začínají objevovat drobné precipitáty (Obr. 9a)), Z04 jich obsahuje velké množství. Vzorky S40 a Z40 (Obr. 9c) a 9d)) stále obsahují velké množství precipitátů, u vzorku S60 (Obr. 9e)) se jich vyskytuje minimum, u Z60 žádné (Obr. 9f)).

Jak je patrné z Obr. 10, který zobrazuje vývoj struktury a zrn vzorků po vyžíhání na 340 °C, vzorky S04 a Z04 mají stále deformovanou strukturu (Obr. 10a, b)). U S40 nedošlo ke změnám, stále jsou patrná hrubá zrna ve směru válcování (Obr. 10c)). U vzorku S60 byla dokončena rekrystalizace, zrna jsou menší než u S40, s průměrnou tloušťkou 20 μm a délkou 200 μm, výrazně protažená ve směru válcování (Obr. 10e)). Rekrystalizace též proběhla u vzorků Z40 a Z60. Vzorek Z60 má zrna přibližně stejné velikosti jako S60 (Obr. 10f)), u Z40 jsou patrná velká zrna

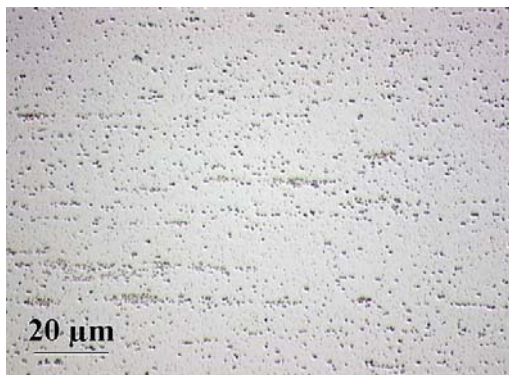
šířky 100 μm , střední zrna o velikosti 50 μm x 20 μm , ale také mnoho malých oválných zrn rozměrů řádově jednotek mikrometrů (Obr. 10d)).



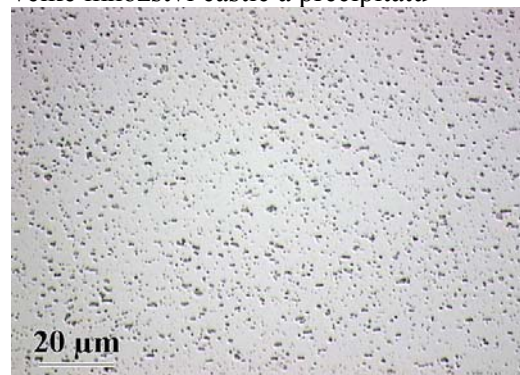
a) S04, eutektické kolonie uvnitř vzorku



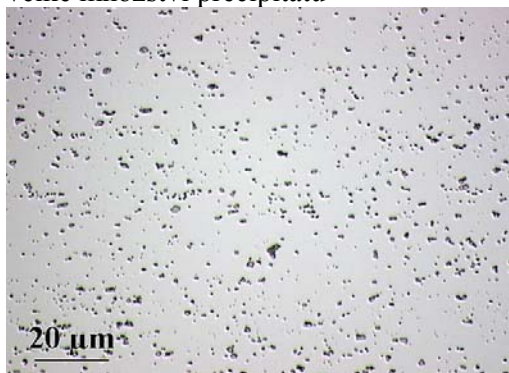
b) Z04, eutektické kolonie uvnitř vzorku, velké množství částic a precipitátů



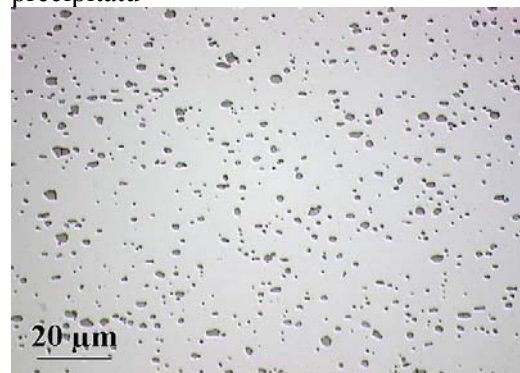
c) S40, eutektické kolonie uvnitř vzorku, velké množství precipitátů



d) Z40, hrubé částice, velké množství precipitátů



e) S60, hrubé částice, malé množství precipitátů

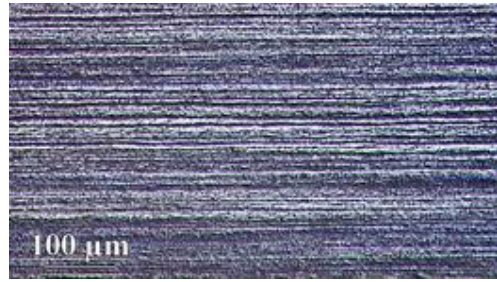


f) Z60, hrubé částice, materiál bez precipitátů

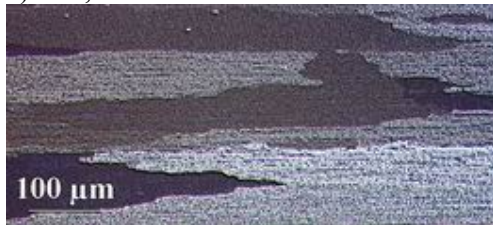
Obr. 9: Vzorky vyžíhané na 340 °C, rozdělení částic



a) S04, tvářená struktura



b) Z04, tvářená struktura



c) S40, rekrystalizovaný materiál s hrubými zrna ve směru válcování



d) Z40, rekrystalizovaný materiál s různou velikostí zrn



e) S60, rekrystalizovaný materiál s malými zrna



f) Z60, rekrystalizovaný materiál s malými zrna

Obr. 10: Vzorky vyžíhané na 340 °C, deformační struktura a zrna

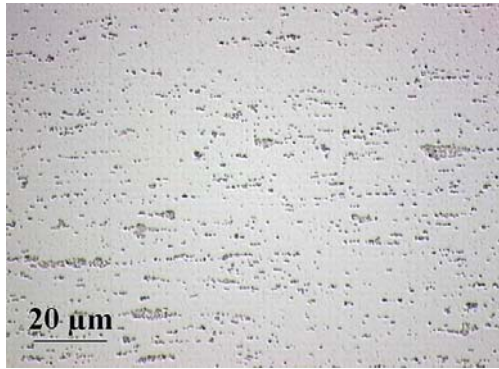
Vzorky vyžíhané na teplotu 440 °C

Stav vzorků po vyžíhání na 440 °C ukazují Obr. 11 a 12.

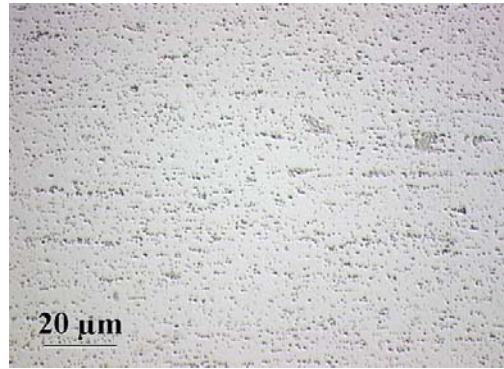
U vzorků S04 (Obr. 11a)) se stále vyskytují eutektické kolonie a nově se objevilo velké množství precipitátů. U vzorků Z04, S40, S60 a Z60 nedošlo k změnám oproti předchozímu stavu (Obr. 11b), c), e) a f)). U Z40 došlo k mírnému zhrubnutí částic (Obr. 11d)). Nejvíce částic i precipitátů se nachází u vzorku Z04 (Obr. 11b)).

Jak ukazuje Obr. 12, všechny materiály jsou již plně rekrystalizované.

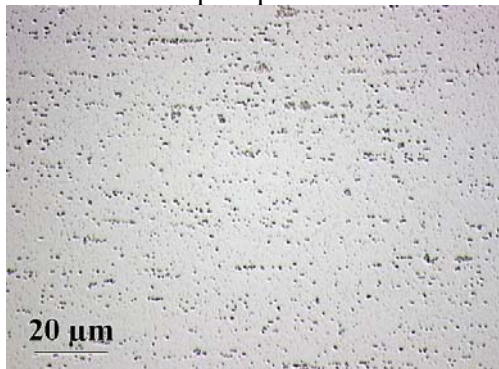
U vzorků S04 a Z04 se vytvořila dlouhá hrubá zrna protažená ve směru válcování o velikosti 50 μm na šířku a až 1mm na délku (Obr. 12a), b)). Mimo dlouhých zrn jsou patrná i středně velká zrna a u Z04 místy i kulovitá zrna velikosti řádově 1 μm. U vzorku Z40 těchto drobných zrn ubylo (Obr. 12d)). U S60 a Z60 došlo k částečnému zhrubnutí zrn (Obr. 12e), f)). Struktura S40 se již výrazně nezměnila oproti stavu po vyžíhání na 340 °C (Obr. 12c)).



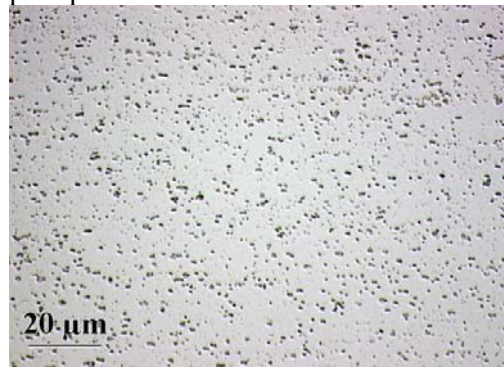
a) S04, eutektické kolonie uvnitř vzorku, velké množství precipitátů



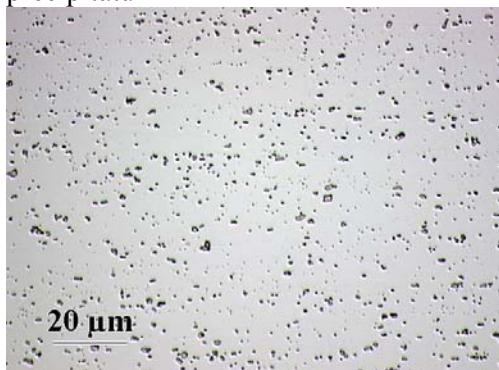
b) Z04, velké množství částic a precipitátů



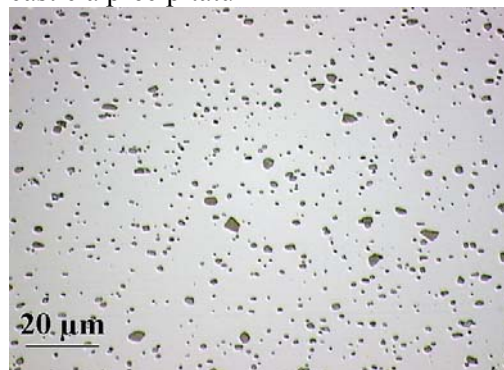
c) S40, velké množství částic a precipitátů



d) Z40, hrubé částice, velké množství částic a precipitátů

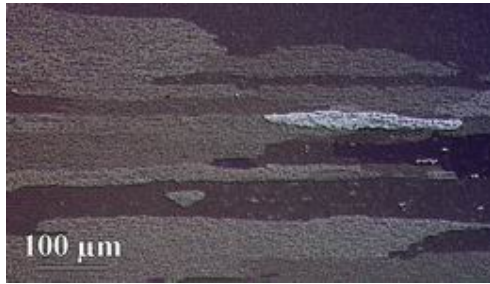


e) S60 hrubé částice, malé množství precipitátů

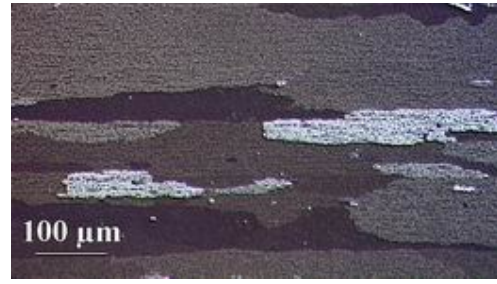


f) Z60, hrubé částice, materiál bez precipitátů

Obr. 11: Vzorky vyžihané na 440 °C, rozdělení částic



a) S04, rekrystalizovaný materiál s hrubými zrny ve směru válcování



b) Z04, rekrystalizovaný materiál s hrubými zrny ve směru válcování



c) S40, rekrystalizovaný materiál s hrubými zrny ve směru válcování



d) Z40, rekrystalizovaný materiál se středně velkými zrny



e) S60, rekrystalizovaný materiál s malými zrny



f) Z60, rekrystalizovaný materiál s malými zrny

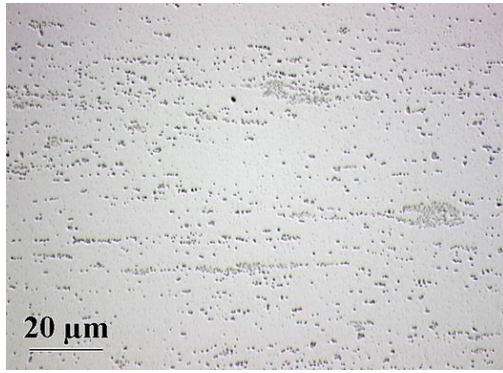
Obr. 12: Vzorky vyžíhané na 440 °C, deformační struktura a zrna

Vzorky vyžíhané na teplotu 540 °C

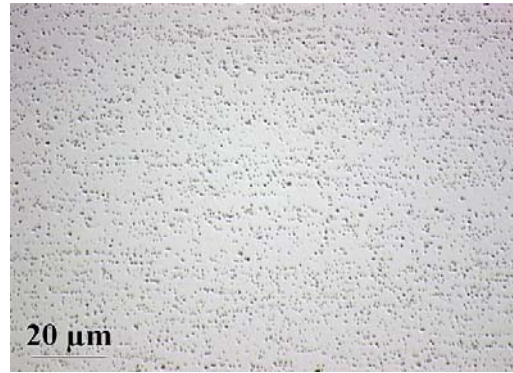
Mikrostruktura a zrna vzorků vyžíhaných na teplotu 540 °C jsou zobrazeny na Obr. 13 a 14.

Na vzorcích S04, S40, Z40 a S60 (Obr. 13a, c, d, e)) nebyly pozorovány žádné výrazné změny. U Z04 již vymizely eutektické kolonie (Obr. 13b)). U Z60 došlo k dalšímu zvětšení částic (Obr. 13f)). Precipitáty o velké hustotě jsou stále pozorovány ve vzorcích S04, Z04, S40 a Z40. Ve vzorcích S jsou obecně drobnější než ve vzorcích Z. V S60 je jejich množství výrazně nižší, v Z60 se nacházejí pouze výjimečně.

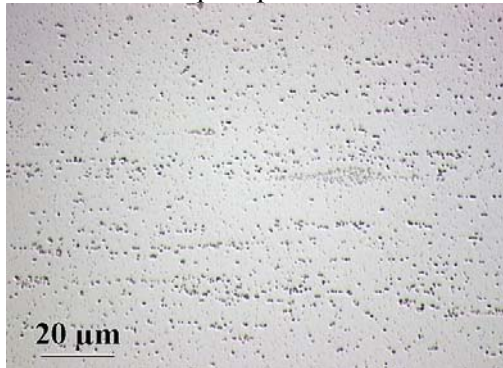
Co se týče struktury, u většiny vzorků nedošlo ke změnám ve velikosti a tvaru zrn. U Z04 a Z40 již nejsou patrná nejmenší zrna. U vzorků S04, Z04 a S40 převládají hrubá zrna protažená ve směru válcování (Obr. 14a, b, c)), vzorky Z40, S60 a Z60 mají zrna drobnější, též protažená ve směru válcování (Obr. 14d, e, f)).



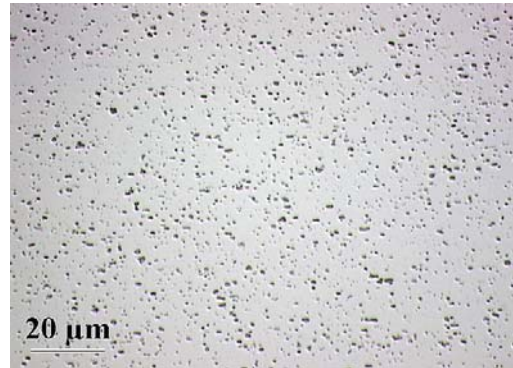
a) S04, eutektické kolonie uvnitř vzorku, velké množství precipitátů



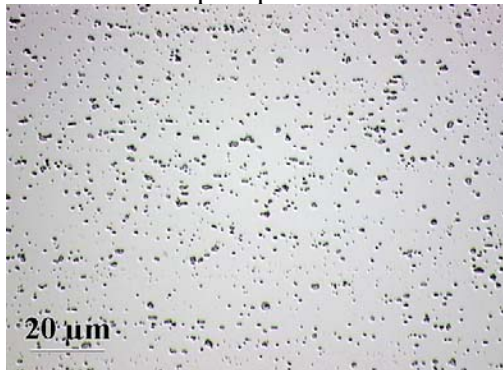
b) Z04, velké množství částic a precipitátů



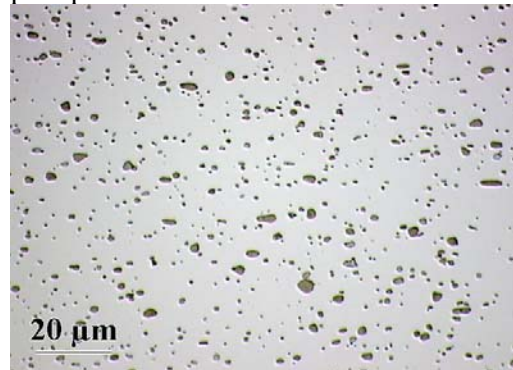
b) S40, eutektické kolonie uvnitř vzorku, velké množství precipitátů



d) Z40, velké množství hrubých částic a precipitátů

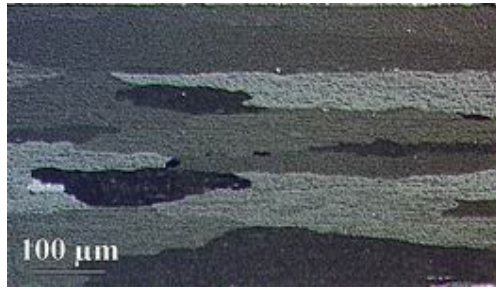


e) S60, hrubé částice, malé množství precipitátů

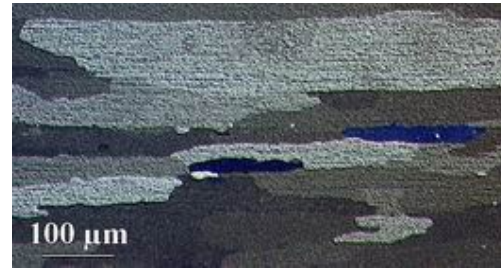


f) Z60, hrubé částice, malé množství precipitátů

Obr. 13: Vzorky vyžíhané na 540 °C, rozdělení částic



a) S04, rekrystalizovaný materiál s hrubými zrny ve směru válcování



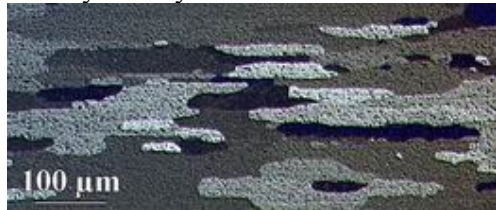
b) Z04, rekrystalizovaný materiál s hrubými zrny ve směru válcování



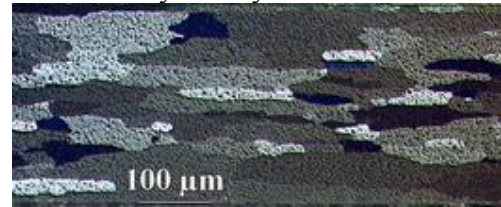
c) S40, rekrystalizovaný materiál s hrubými zrny ve směru válcování



d) Z40, rekrystalizovaný materiál se středně velkými zrny



e) S60, rekrystalizovaný materiál s malými zrny



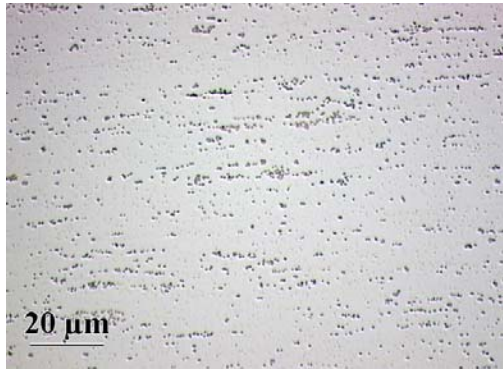
f) Z60, rekrystalizovaný materiál s malými zrny

Obr. 14: Vzorky vyžíhané na 540 °C, deformační struktura a zrna

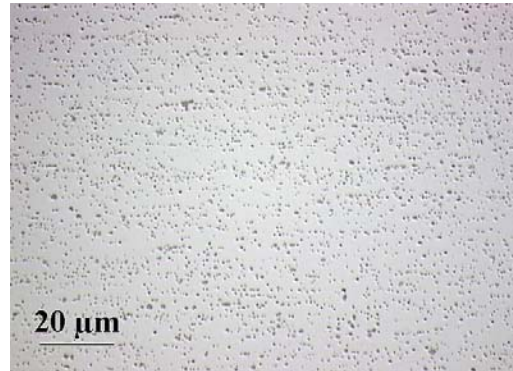
Koncový stav - vzorky vyžíhané na teplotu 620 °C

Po finálním vyžíhání na 620 °C můžeme na Obr. 15 vidět u některých vzorků rozdílné rozdělení částic oproti výchozímu stavu.

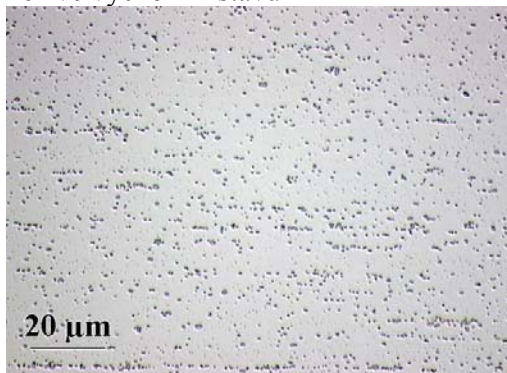
U vzorku S04 je stále patrné uspořádání částic do útvarů kopírujících směr válcování (Obr. 15a)). Na rozdíl od výchozího stavu se během žíhání vytvořilo velké množství precipitátů, částice jsou v koncovém stavu větší než ve výchozím. Vzorek Z04 (Obr. 15b)) obsahuje více částic než S04, jež přibýly během žíhání. Také zde se vytvořilo mnoho precipitátů. Oproti výchozímu stavu částice již nejsou uspořádány do směru válcování ale jsou rozloženy homogenně v celém objemu vzorku. Jejich velikost se v průběhu žíhání nezměnila. U vzorku S40 nejsou patrné velké rozdíly mezi počátečním a koncovým stavem, částice jsou pouze homogenněji rozdělené v objemu, ovšem směr válcování je v jejich uspořádání stále patrný (Obr. 15c)). U vzorku Z40 ubylo oproti stavu 540 °C precipitátů, je jich dokonce méně než ve výchozím stavu (Obr. 15d)). Velikostí se od počátečního stavu neliší. Vzorek S60 se od výchozího stavu příliš neliší, došlo pouze k malému nárůstu částic (Obr. 15e)). V průběhu žíhání se ve vzorku objevilo malé množství precipitátů, ale před konečnou teplotou žíhání se jejich počet opět snížil. Vzorek Z60 má největší částice ze všech zkoumaných vzorků. Během žíhání se neobjevily téměř žádné precipitáty (Obr. 15f)). Jeho výchozí stav se od koncového výrazně neliší.



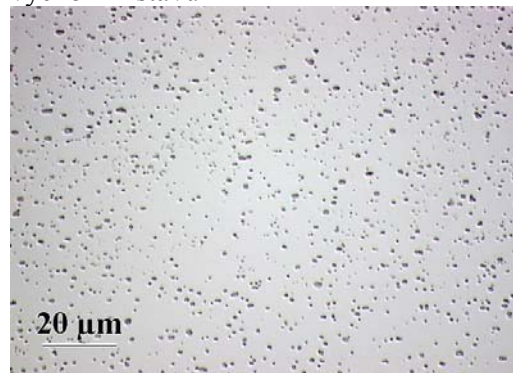
a) S04, eutektické kolonie uvnitř vzorku, velké množství precipitátů, částice větší než ve výchozím stavu



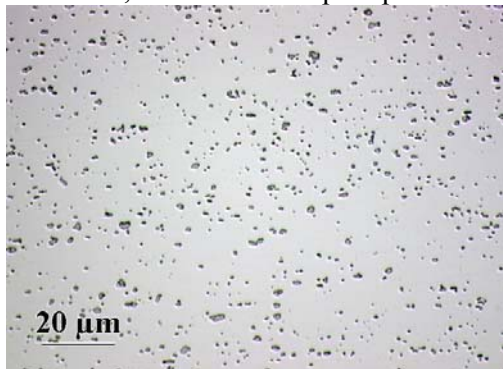
b) Z04, velké množství částic a precipitátů, které se nevyskytovali ve výchozím stavu



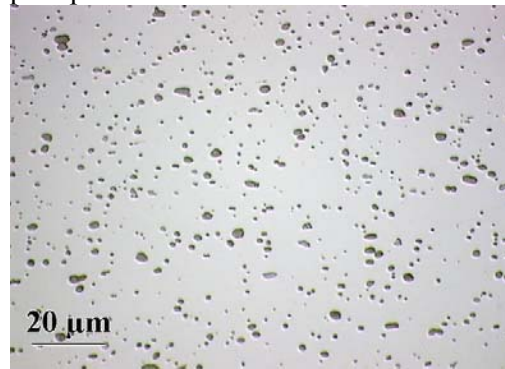
c) S40, částice uspořádané ve směru válcování, malé množství precipitátů



d) Z40, hrubé částice, malé množství precipitátů



e) S60 hrubé částice, téměř bez precipitátů

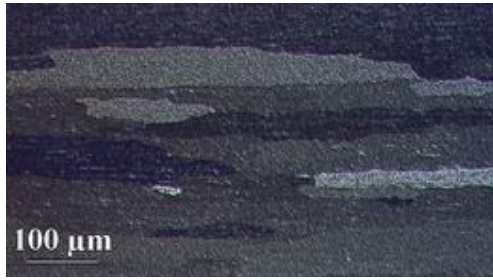


f) Z60, hrubé částice, materiál bez precipitátů

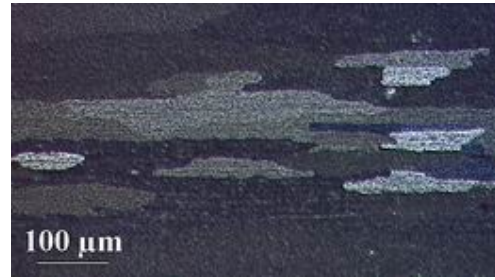
Obr. 15: Koncový stav vzorků, rozdělení částic

Obr. 16 zobrazuje konečný tvar zrn po vyžhání na teplotu 620 °C.

U vzorků S04, Z04 a S40 jsou patrná hrubá zrna protažená ve směru válcování, velikosti přibližně 500 μm na délku a 50 μm na šířku (Obr. 16a), b), c)). Vzorky S60 a Z60 mají zrna drobnější, též protažená ve směru válcování, rozměrů kolem 100 μm na délku a 20 μm na šířku (Obr. 16e), f)). Vzorek Z40 má zrna nejvíce široká v porovnání s jejich délkou, jejich rozměry jsou asi 200 μm na 50 μm (Obr. 16d)). Nejhrubší zrna má materiál S40, nejjemnější Z60.



a) S04, rekrystalizovaný materiál s hrubými zrný ve směru válcování



b) Z04, rekrystalizovaný materiál s hrubými zrný ve směru válcování



c) S40, rekrystalizovaný materiál s hrubými zrný ve směru válcování



d) Z40, rekrystalizovaný materiál se středně velkými zrný



e) S60, rekrystalizovaný materiál s malými zrný



f) Z60, rekrystalizovaný materiál s malými zrný

Obr. 16: Koncový stav vzorků, tvar zrn

3.5 Transmisní elektronová mikroskopie

Výchozí stav vzorků

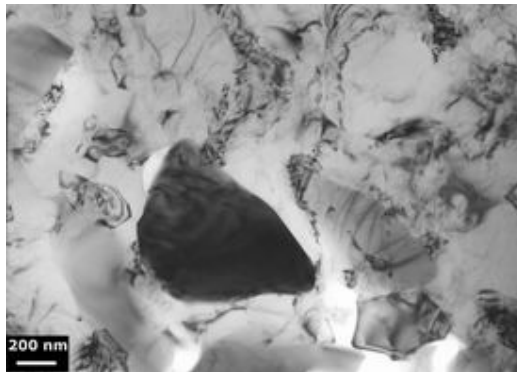
Ve výchozím stavu jsou materiály silně tvářené s velkou hustotou dislokací, které se v materiálu vytvořily především během finálního válcování.

U vzorku S04 je patrné nehomogenní rozložení hustoty dislokací. Dislokace jsou uspořádány do buněčných struktur, s velikosti buněk okolo 300 nm. Hustota dislokací je výrazně nižší v buňkách než na jejich hranicích. Vzorek obsahuje hrubé částice primárních fází o velikosti přibližně 400 nm (Obr. 17a)). Ve vzorku se nevyskytují precipitáty. Vzorek Z04 se od S04 výrazně neliší, jeho matrice též obsahuje hrubé částice primárních fází a velkou hustotu dislokací (Obr. 17b)), struktura je silně tvářená.

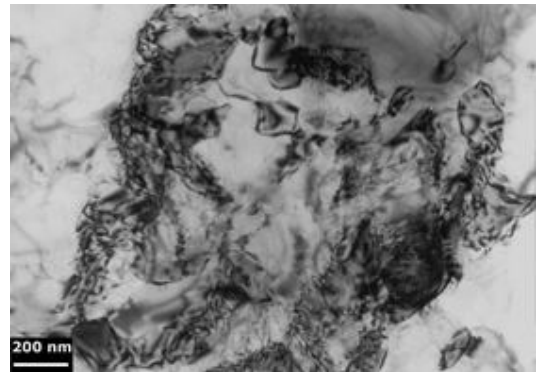
U vzorku S40 je patrné dynamické zotavení struktury (Obr. 17c)), hustota dislokací je nízká uvnitř buněk. Ve vzorku lze spatřit náznaky tvorby prvních subhranic. Na hranicích subzrn se vyskytují precipitáty jiných fází o velikosti řádově 100 nm (Obr. 17d)). Vzorek Z40 prokazuje výrazné dynamické zotavení s dobře vyvinutými subzrný (Obr. 17e)). Matrice obsahuje hrubé částice primárních fází.

Vzorek S60 je částečně dynamicky zotavený, ale zotavení není tak výrazné jako u vzorku S40, na Obr. 17g) jsou patrné shluky dislokací. U Z60 se vyskytuje větší hustota dislokací, struktura je méně zotavená než u vzorku Z40 (Obr. 17h)). Subhranice ještě nejsou dobře definované. Vzorek obsahuje velké osamocené částice primárních fází a nevyskytují se v něm precipitáty dalších fází.

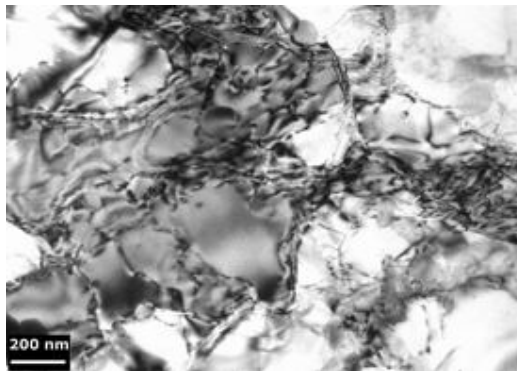
Dle Veselého [7] mají částice primárních fází ve vzorku S kubickou strukturu $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Mn},\text{Fe})_3\text{Si}_2$, zatímco ve vzorcích Z převládá fáze $\alpha\text{-Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ s hexagonální strukturou.



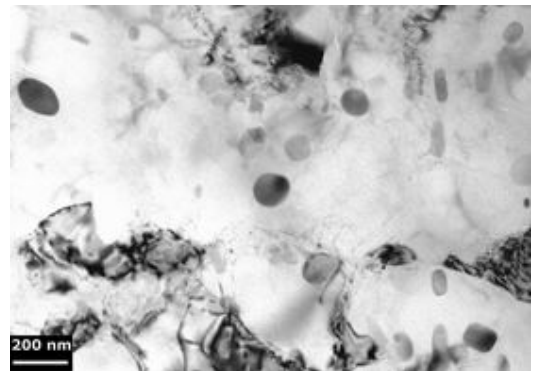
a) S04, hrubá částice primární fáze



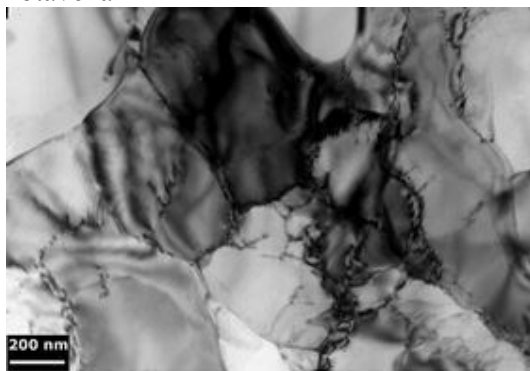
b) Z04, deformační substruktura, velká hustota dislokací



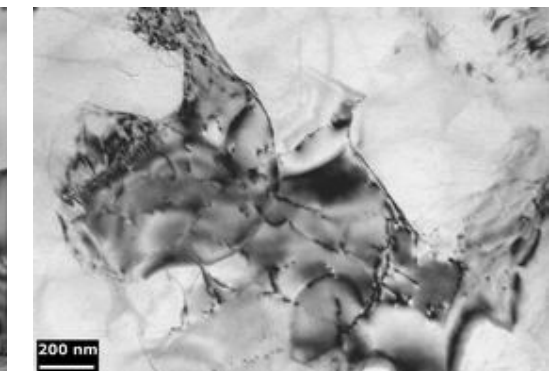
c) S40, deformační substruktura, částečně zotavená



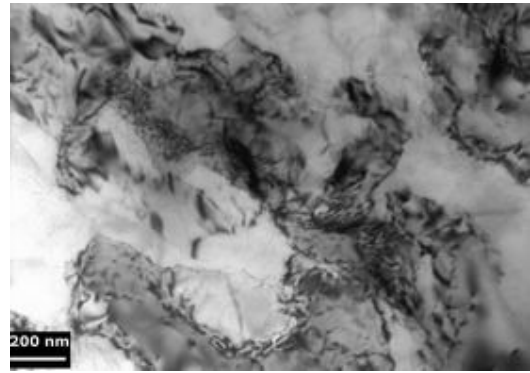
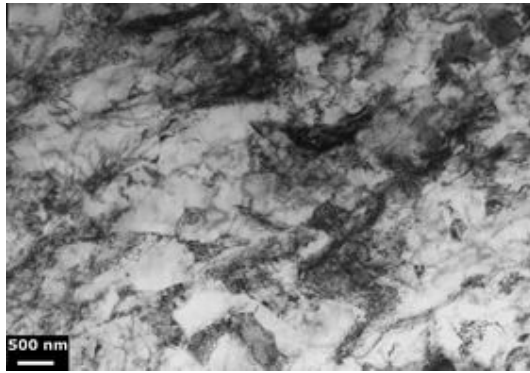
d) S40, hranice subzrn s precipitáty



e) Z40, dynamicky zotavená substruktura se subzrny



f) S60, částečné dynamické zotavení



g) S60, deformační substruktura, shluky dislokací

h) Z60, deformační substruktura, dislokace

Obr. 17: Výchozí stav vzorků pozorovaný v TEM

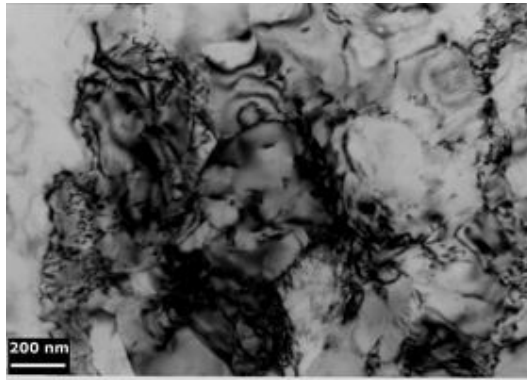
Vzorky vyžíhané na teplotu 200 °C

Po vyžíhání na 200 °C došlo k částečnému zotavení dislokační struktury u většiny vzorků.

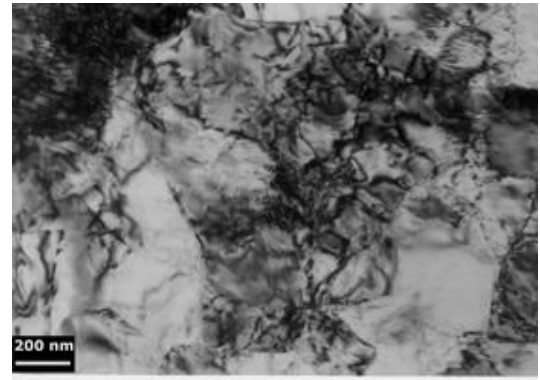
U vzorku S04 jsou již lépe definované buňky (Obr. 18a)), stále se zde ale nachází vysoká hustota dislokací. Ve vzorku jsou patrné pouze částice primárních fází podélného tvaru, precipitáty nikoli. U Z04 došlo k částečnému zotavení dislokační struktury, dislokace se tu stále nacházejí, ale jejich hustota je relativně nižší než v S04 (Obr. 18b)).

Struktura vzorku S40 se výrazněji nezměnila od počátečního stavu, struktura je silně zotavená s dobře definovanými subharnicemi (Obr. 18c)). Kromě primárních fází jsou zde patrné i precipitáty. Vzorek Z40 je již zotavený (Obr. 18e)), začínají se objevovat náznaky první rekrystalizace u částic primárních fází (Obr. 18d)).

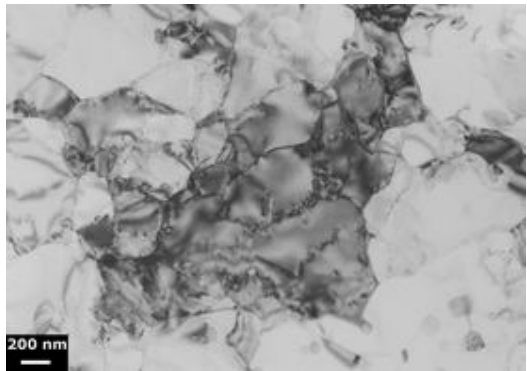
Vzorek S60 je také zotavený a má zaostřené buněčné stěny, které se začínají přetvářet na subharnice (Obr. 18f)). Nachází se v něm malé množství částic primárních částic. U Z60 je patrné výrazné zotavení substruktury, nachází se v něm velké částice a je bez precipitátů (Obr. 18g)).



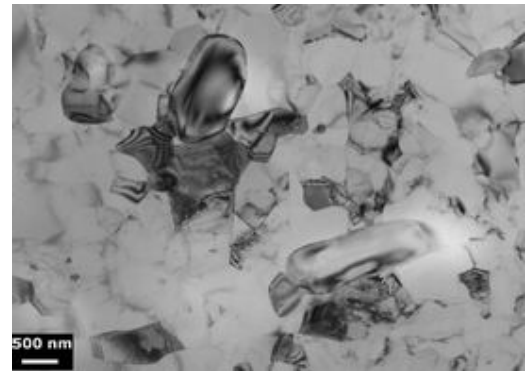
a) S04, deformační substruktura s buňkami



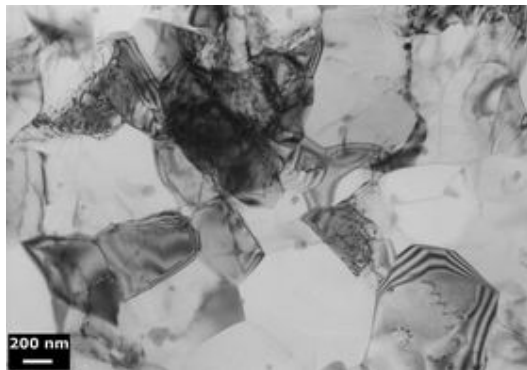
b) Z04, částečně zotavená struktura s dislokacemi



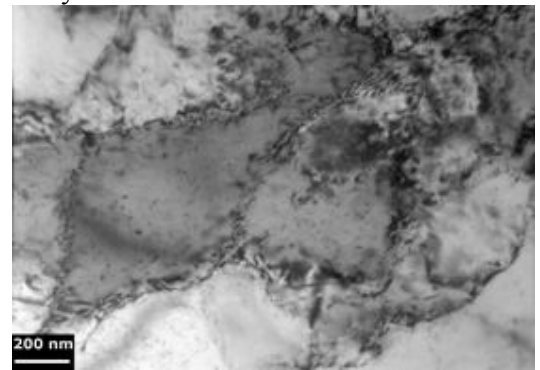
c) S40, zotavená struktura



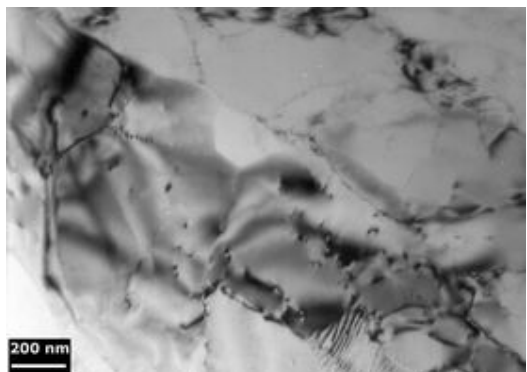
d) Z40, primární fáze, náznaky první rekrytalizace



e) Z40, zotavená struktura



f) S60, zotavená struktura se zaostřenými buněčnými stěnami



g) Z60, zotavená struktura

Obr. 18: Vzorky vyžíhané na teplotu 200 °C

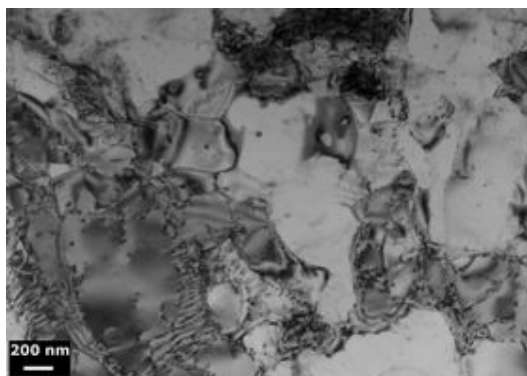
Vzorky vyžíhané na teplotu 340 °C

Po vyžíhání na teplotu 340 °C dochází ve vzorku S04 ke snižování hustoty dislokací. Buněčné stěny se zaostřují a transformují se na subhranice (Obr. 19a)). Precipitáty, jejichž velikost se pohybuje mezi 10 a 50 nm, jsou nehomogenně rozloženy a jejich hustota výrazně narůstá (Obr. 19b)). V okolí primárních fází se často vytváří bezprecipitační zóny (PFZ). Vývoj vzorku Z04 je obdobný S04, došlo k výraznému snížení dislokační hustoty (Obr. 19c)) a objevují se precipitáty nových fází velikosti 10 až 50 nm (Obr. 19d)).

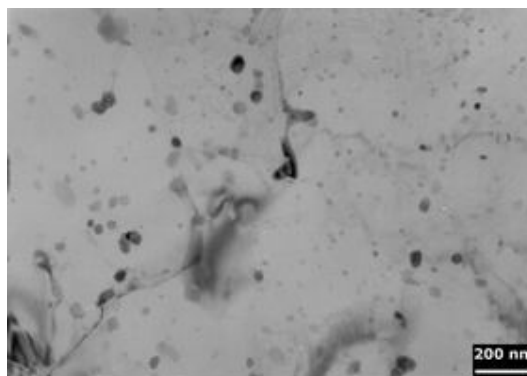
Vzorek S40 je již rekrystalizovaný (Obr. 19f)), roste počet precipitátů i jejich velikost. Precipitáty se nachází i v okolí částic primárních fází (Obr. 19e)). Ve vzorku Z40 se nachází méně precipitátů než v S40 (Obr. 19h)). Vzorek je již plně rekrystalizovaný a lokálně obsahuje velký počet hrubých částic primárních fází (Obr. 19g)).

Vzorek S60 je plně rekrystalizovaný a obsahuje méně precipitátů a hrubších částic než S40 (Obr. 19i)), je v něm také málo částic primárních fází. Některé z nich se nachází ve shlucích doprovázených PFZ. Precipitáty mají velikost mezi 150 a 350 nm. Z60 je také rekrystalizovaný (Obr. 19j)) a objevilo se v něm jen malé množství precipitátů.

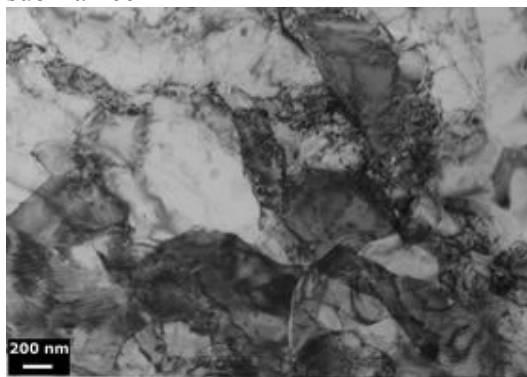
Ve vzorku Z došlo s největší pravděpodobností k transformaci hexagonální fáze na kubickou $\alpha\text{-Al}_{15}(\text{Mn,Fe})_3\text{Si}_2$, u nově vytvořených precipitátů se jedná ve většině případů o orthorombickou fázi $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$ [7].



a) S04, buněčné stěny transformující se na subhranice



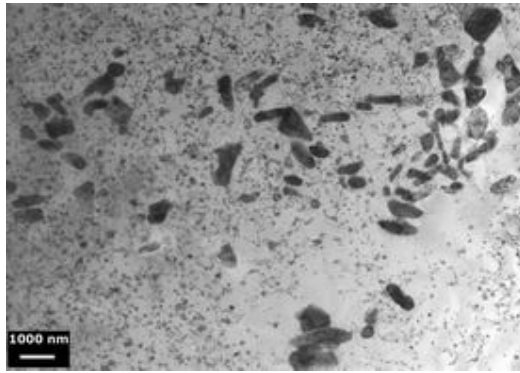
b) S04, precipitáty nových fází



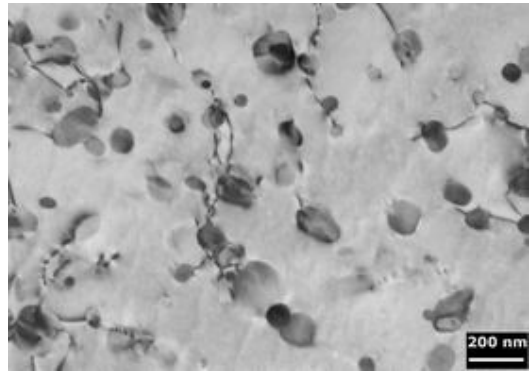
c) Z04, deformační substruktura



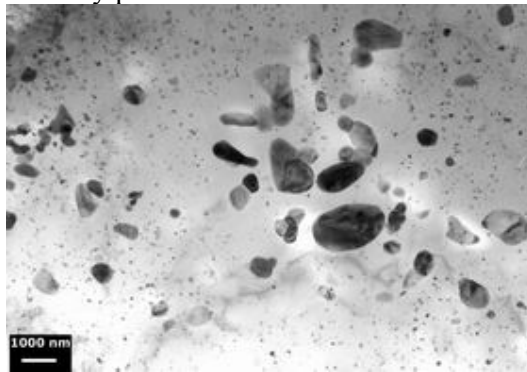
d) Z04, precipitáty



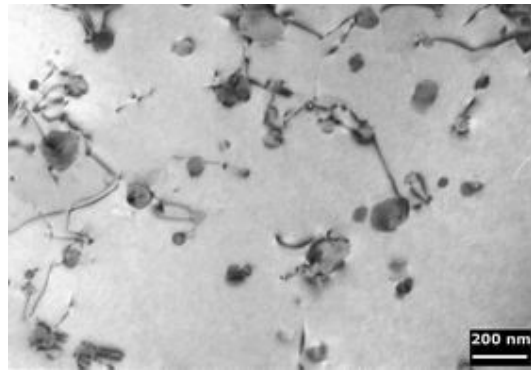
e) S40, velká koncentrace precipitátů a shluky primárních fází



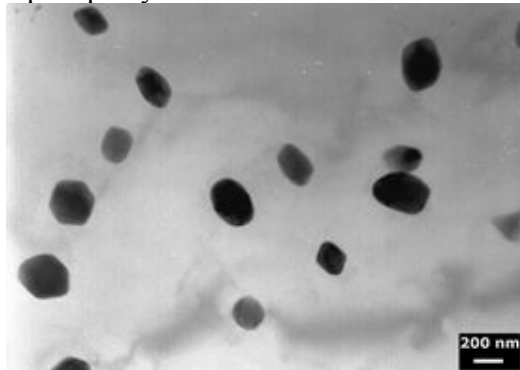
f) S40, precipitáty, rekrystalizovaný materiál



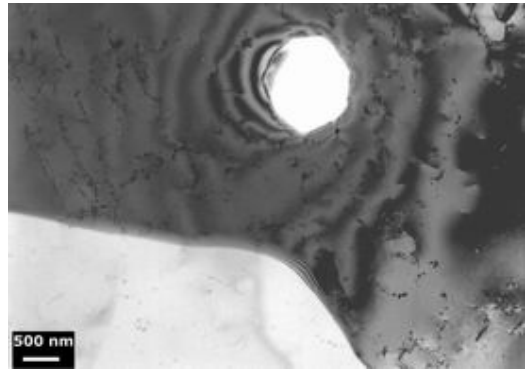
g) Z40, hrubé částice primární fáze a precipitáty



h) Z40, precipitáty, rekrystalizovaný materiál



i) S60, precipitáty, rekrystalizovaný materiál



j) Z60, hranice zrn a částice primární fáze, rekrystalizovaný materiál

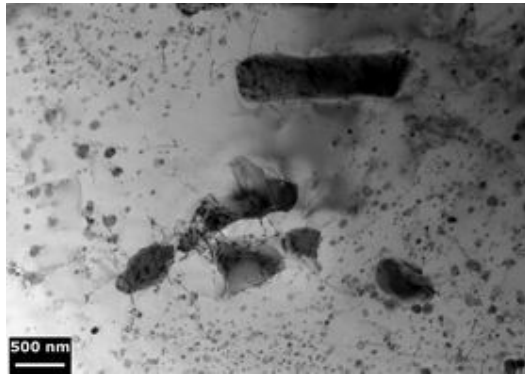
Obr. 19: Vzorky vyžíhané na teplotu 340 °C

Vzorky vyžíhané na teplotu 440 °C

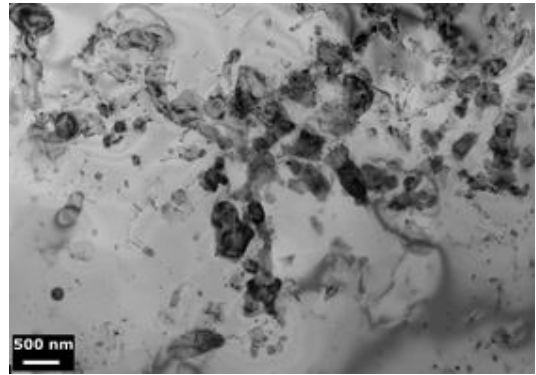
Vzorek S04 je po vyžíhání na 440 °C již rekrystalizovaný, jedná se o hrubozrnný materiál. Nachází se v něm velké množství drobných precipitátů, v blízkosti primárních fází lze spatřit PFZ (Obr. 20a)). Velikost precipitátů se pohybuje mezi 20 a 100 nm, převládá 50 nm. Vzorek Z04 je také rekrystalizovaný, částice i precipitáty jsou v něm rozděleny méně homogenně než v S04 (Obr. 20b)). Precipitáty mají velikost mezi 20 až 150 nm.

Vzorek S40 obsahuje velké množství precipitátů, v blízkosti primárních fází jsou PFZ (Obr. 20c)). U vzorku Z40 se nachází méně precipitátů než u S40. Hranice zrn jsou zde brzděny hrubými částicemi (Obr. 20d)).

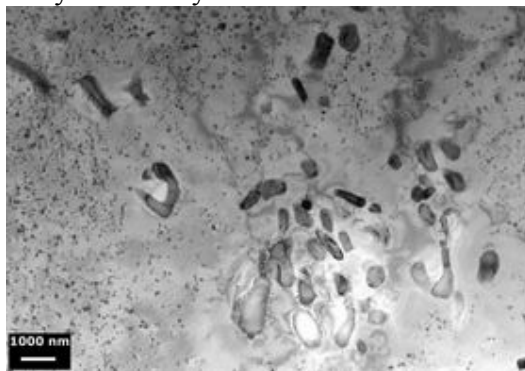
Ve vzorku S60 je jen malé množství částic primárních fází, většina z nich se nachází ve shlucích doprovázených PFZ (Obr. 20e)). Precipitáty jsou velikosti 150 až 250 nm. Ve vzorku Z60 se precipitáty nacházejí pouze výjimečně (Obr. 20f)).



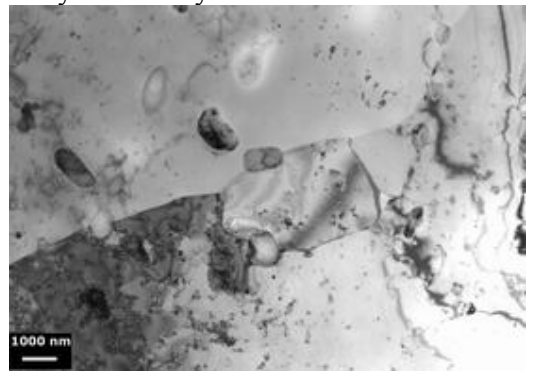
a) S04, primární fáze, PFZ, rekrystalizovaný materiál



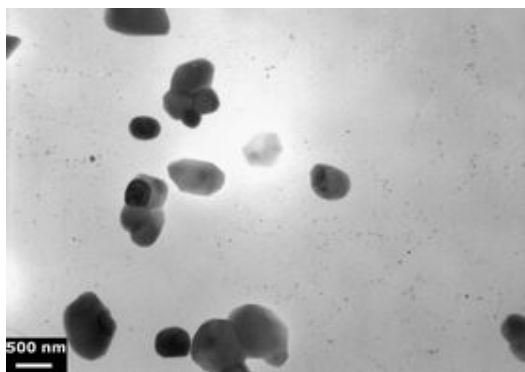
b) Z04, shluk primárních fází, rekrystalizovaný materiál



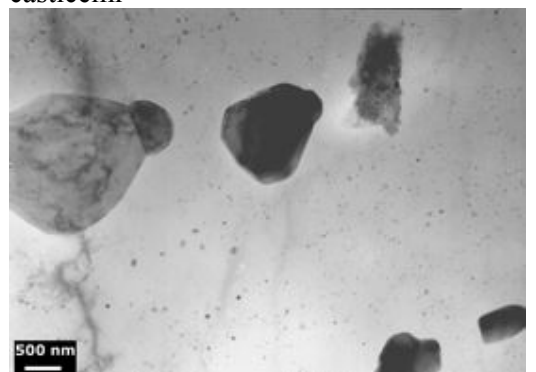
c) S40, primární fáze a PFZ



d) Z40, hranice zrn brzděné hrubými částicemi



e) S60, shluk primárních fází



f) Z60, primární fáze a precipitáty

Obr. 20: Vzorky vyžihané na teplotu 440 °C

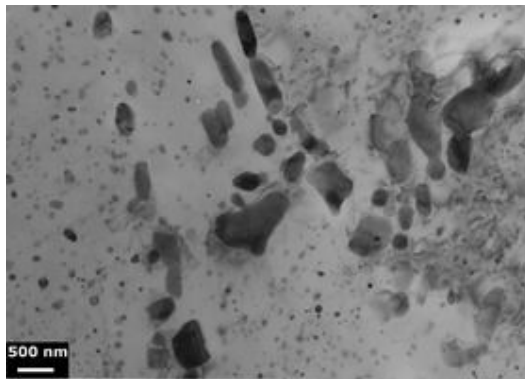
Vzorky vyžíhané na teplotu 540 °C

Po vyžíhání na 540 °C se struktura vzorků výrazně nezměnila.

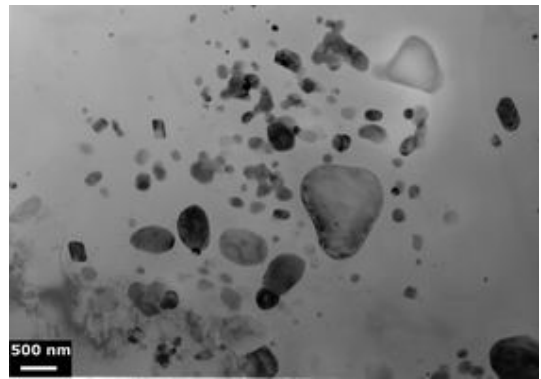
Velikost precipitátů u vzorku S04 je 50 až 200 nm, u Z04 50 až 150 nm. Ve vzorku Z04 je celkově precipitátů méně než v S04 (Obr. 21a, b)).

Ve vzorku S40 se nachází shluky primárních částic protáhlého charakteru (Obr. 21c)). Velikost precipitátů je mezi 70 a 150 nm. Vzorek Z40 (Obr. 21d)) obsahuje menší množství precipitátů (70 – 120 nm) a má menší zrna než S40.

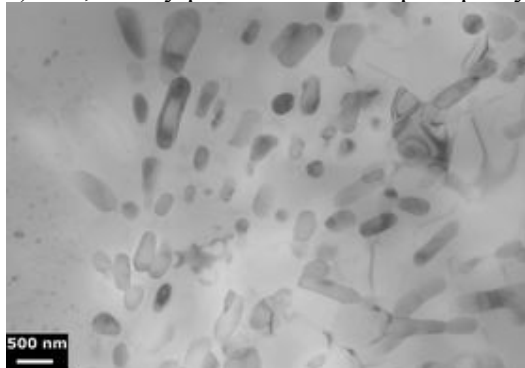
Ve vzorku S60 se lokálně vyskytují primární částice, precipitáty (200 – 400 nm) jsou nehomogenně rozděleny (Obr. 21e)). V Z60 nejsou žádné precipitáty a nachází se zde pouze malé množství primárních fází (Obr. 21f)).



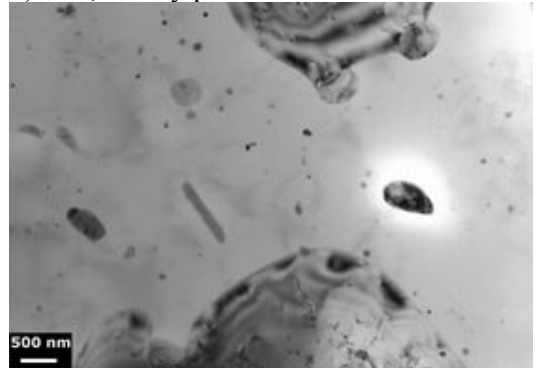
a) S04, shluky primárních fází a precipitáty



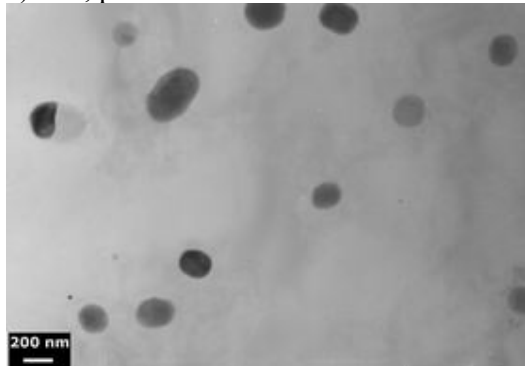
b) Z04, shluky primárních fází



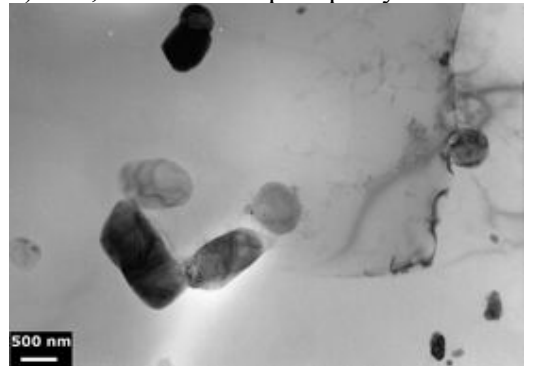
c) S40, primární fáze



d) Z40, hranice zrn a precipitáty



e) S60, precipitáty



f) Z60, primární fáze

Obr. 21: Vzorky vyžíhané na teplotu 540 °C

Koncový stav - vzorky vyžíhané na teplotu 620 °C

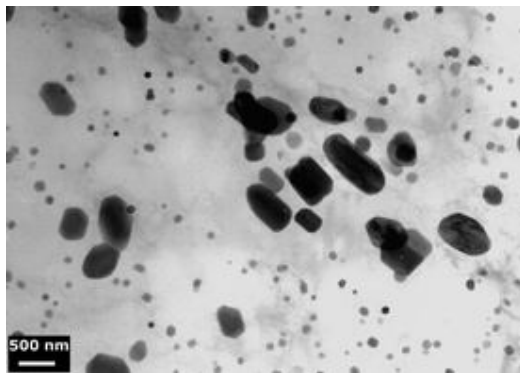
Po vyžíhání na koncovou teplotu 620 °C jsou již všechny vzorky zotavené a rekrystalizované.

Ve vzorku S04 jsou stále patrné eutektické kolonie (Obr. 22a)), které vznikly už při lití vzorku. Okolo shluků částic primárních fází se nachází PFZ. Částice, které měly původně tvar protáhlý ve směru válcování, jsou nyní symetrické. Precipitáty se nachází pouze na některých místech vzorku, velikost mají 50 až 150 nm (Obr. 22b)). V Z04 jsou primární částice ve shlucích, které kopírují původní hranice a subhranice (Obr. 22c)). Jsou buď kulatého nebo oválného tvaru (Obr. 22d)).

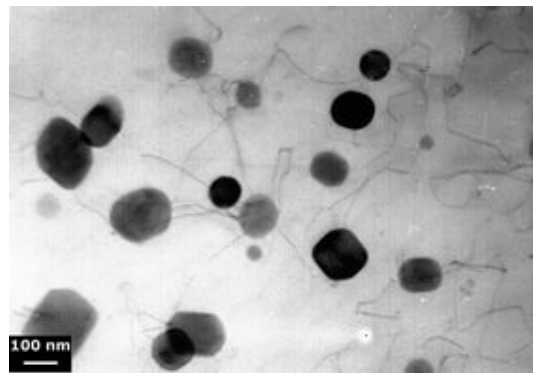
U vzorku S40 se nachází velké množství precipitátů (Obr. 22e)). U Z40 jsou hranice zrn brzděny hrubými částicemi (Obr. 22f)).

Ve vzorku S60 (Obr. 22g)) se lokálně vyskytují primární částice, na kterých jsou často zachyceny migrující hranice, s nehomogenně rozdělenými precipitáty (200-350 nm). V Z60 nejsou žádné precipitáty a nachází se zde pouze malé množství primárních fází (Obr. 22h)).

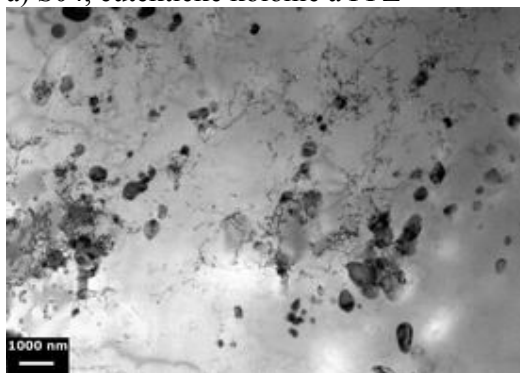
Dle [7] má většina částic a precipitátů ve vzorcích Z orthorombickou strukturu $Al_6(Mn,Fe)$ nebo kubickou strukturu $\alpha-Al_{15}(Mn,Fe)_3Si_2$, u vzorků S to je především kubická struktura $\alpha-Al_{15}(Mn,Fe)_3Si_2$.



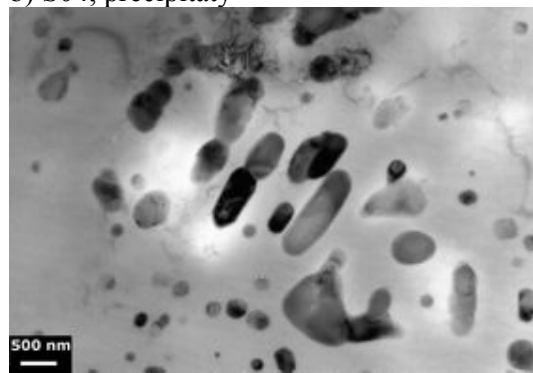
a) S04, eutektické kolonie a PFZ



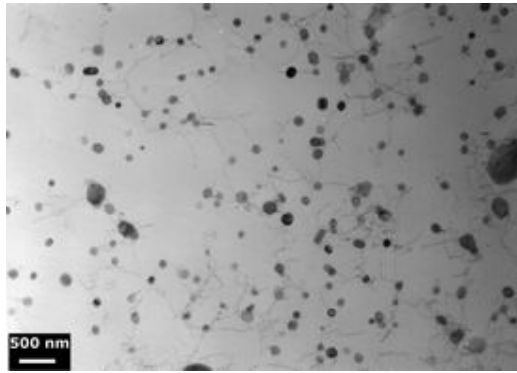
b) S04, precipitáty



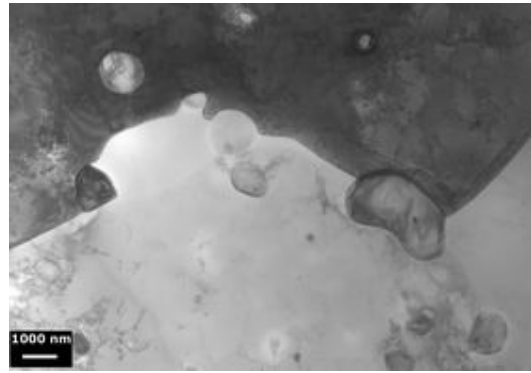
c) Z04, přehled struktury



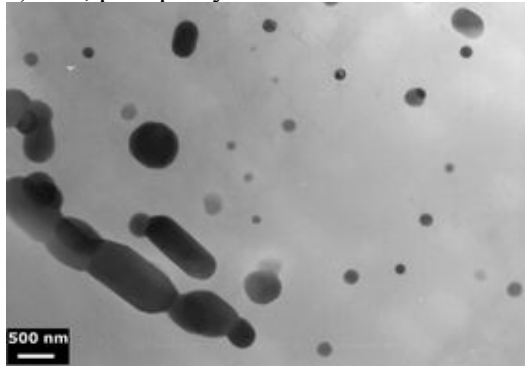
d) Z04, primární fáze



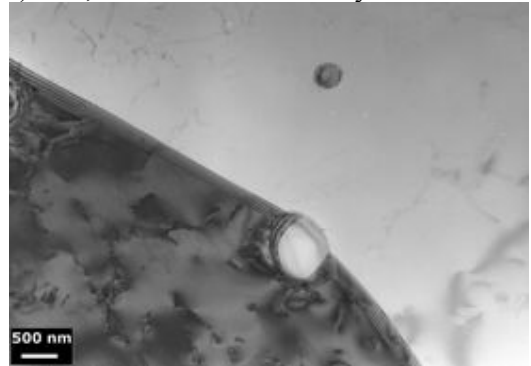
e) S40, precipitáty



f) Z40, hranice brzděné hrubými částicemi



g) S60, primární fáze a precipitáty
Obr. 22: Koncový stav vzorků



h) Z60, hranice zrn

3.6 Diskuse výsledků

Ve výchozím stavu jsou všechny vzorky silně tvářené s velkou hustotou dislokací, které se v materiálu vytvořily během válcování. Ve vzorcích S40 a Z40 se nachází mírně zvýšené množství precipitátů, protože byly během předcházející přípravy žháný při teplotě, kdy dochází k výrazné precipitaci.

Během žhání na 200 °C nedochází k výraznějším změnám odporu ani mikrotvrdosti. Na Obr. 4 žhacího spektra rezistivity v detailu do 300 °C jsou však pozorovatelné první fázové změny. Rezistivita vzorků klesá a dochází k vyčištění matrice. Použitím vzorce (6) a s uvážením příspěvků křemíku ($2,94 \cdot 10^{-8} \Omega\text{m/wt.}\%$), manganu ($1,02 \cdot 10^{-8} \Omega\text{m/wt.}\%$) [4] a dislokací ($3,70 \cdot 10^{-25} \Omega\text{m}^3$) [6] ke změně rezistivity můžeme spočítat, o kolik by se musela snížit koncentrace křemíku nebo manganu nebo hustota dislokací, pokud by byl pokles rezistivity způsoben pouze tímto jevem. Vliv ostatních poruch mřížky lze zanedbat. Vakance by se při této teplotě ve vzorku již neměly vyskytovat [2], hranic zrn je ve vzorcích málo a nemění se. Subhranice zatím nejsou ve vzorcích vytvořeny. Hodnota ρ_0 je odhadnuta jako součet rezistivity čistého hliníku a příspěvků k rezistivitě od jednotlivých poruch. Pro slitinu S je $\rho_0 = 2,20 \cdot 10^{-8} \Omega\text{m}$ a pro Z $\rho_0 = 1,83 \cdot 10^{-8} \Omega\text{m}$. Tab. 2 pak udává, o kolik by se musela snížit koncentrace Δc jednotlivých poruch mřížky do 200 °C.

	S04	Z04	S40	Z40	S60	Z60
Δc_{Si} [wt.%]	0,107	0,041	0,153	0,121	0,105	0,056
Δc_{Mn} [wt.%]	0,037	0,014	0,053	0,042	0,037	0,020
$\Delta c_{disl} \cdot 10^{15}$ [m/m ³]	2,957	1,137	4,221	3,326	2,908	1,552

Tab. 2: Změna koncentrace Δc poruch mřížky při žhání do 200 °C

Jak je patrné z Tab. 2, pokud by změna rezistivity byla způsobena pouze přerozdělením dislokací, musel by být vývoj struktury vzorku doprovázen výrazným poklesem hustoty dislokací, řádově 10¹⁵ m/m³. Ve výchozích stavech jsou ale hodnoty hustoty dislokací menší, řádově 10¹³ m/m³. Pokles rezistivity proběhl s největší pravděpodobností v důsledku přerozdělení křemíkových atomů, které mají při dané teplotě již značnou pohyblivost. Buď se shlukují nebo obohacují částice primárních fází [8] a přispívají tak k částečnému vyčištění matrice. Vliv přerozdělování atomů manganu je nepravděpodobný, neboť při takto nízkých teplotách je jeho difuzní rychlost zanedbatelně malá [4].

Mírný vzrůst mikrotvrlosti do teploty žhání 200 °C u vzorků S04, Z04, S60 a Z60 nasvědčuje tomu, že v matrici může docházet ke shlukování atomů. Snížení hustoty dislokací by vedlo ke snížení mikrotvrlosti, přerozdělení dislokací tedy není dominantním procesem odpovědným za změny rezistivity v tomto teplotním intervalu.

Mezi teplotami 200 °C a 340 °C dochází v materiálech k výraznějším změnám. Jak ukazuje transmisní elektronová mikroskopie, jsou tyto změny spojeny s precipitací nových fází na hranicích zrn a pak i v celém objemu vzorku.

Nejvýraznější jsou tyto změny u vzorků S04 a Z04. U vzorku S04, který obsahuje více křemíku, je průběh dvoufázový. S největší pravděpodobností do teploty 350 °C převládá tvorba částic na hranicích zrn a subzrn, mezi teplotami 350 °C a 450 °C se již tvoří uvnitř celého objemu vzorků.

Globální maxima v žhacím spektru rezistivity odpovídají teplotě, při níž začaly jednotlivé vzorky rekrystalizovat. Vzorky S04 a Z04 mají široké maximum mezi teplotami 300 a 340 °C, rekrystalizují při teplotě žhání vyšší než 340 °C. Vzorek S40 má maximum žhacího spektra pod teplotou 300 °C, při níž je již plně rekrystalizovaný. Z40 má maximum v 300 °C, kdy se začínají objevovat první rekrystalizační zárodky. Vzorek S60 je z části rekrystalizovaný po vyžhání na 300 °C, maximum se nachází kolem teploty 290 °C. Z60 rekrystalizoval mezi teplotami 300 °C a 340 °C, maximum má v 300 °C. Rekrystalizace proběhla dříve u vzorků S, které obsahují větší množství křemíku.

Finální nárůst rezistivity pozorovaný u všech materiálů je způsoben jak hrubnutím primárních fází, tak i hrubnutím nově vzniklých precipitátů a jejich rozpouštěním. Změny jsou nejvýraznější opět u vzorků S04 a Z04, protože fáze, které se v nich vytvořily při nízkých teplotách, mají nejmenší rozměr a proto k jejich rozpouštění dochází snáze.

Křivka mikrotvrlosti dosahuje u vzorků S40, Z40, S60 a Z60 minima při teplotě 340 °C, kdy jsou tyto materiály již plně rekrystalizované, zatímco u S04 a Z04, které rekrystalizují později, až při 440 °C. S největší pravděpodobností je to způsobeno tím, že značná část příměsí u vzorků 40 a 60 je již ve výchozím stavu vyloučena v hrubých částicích. Mříž tak ztrácí schopnost klást odpor pohybu dislokací a méně tím brání rekrystalizaci.

Lokální koncový nárůst mikrotvrdosti po vyžhání při teplotě 500 °C lze vysvětlit obohacováním matrice příměsovými atomy, které se tam dostanou z rozpuštěných precipitátů, případně z částečně rozpuštěných částic primárních fází. Větší mikrotvrdost mají vzorky S04, Z04 a S40, i přes to, že jejich zrna jsou hrubší.

Jak je patrné z pozorování ve světelném mikroskopu a z vývoje mikrotvrdosti, za hlavní změny v mikrotvrdosti zodpovídá odstranění deformační substrukтуры, tedy rekrystalizace a hrubnutí zrn, nikoli změny ve fázovém složení. Nicméně tyto změny deformační strukтуры jsou podmíněny právě přerozdělováním příměsí v materiálu.

Pohybem příměsí se ochudí hliníková matrice a je umožněna migrace hranic a subhranic a tím i rekrystalizace, která vede k odpevnění materiálu.

4 Závěr

V této práci byl studován vývoj mikrostruktury dvou hliníkových slitin při žíhání do 620 °C, přičemž byl zkoumán vliv výchozí mikrostruktury vytvořené termomechanickým zpracováním na odpeňovací procesy v jednotlivých vzorcích.

K nejvýznamnějším změnám rezistivity spojených s ochuzením matrice o příměsové atomy jejich migrací dochází v teplotním intervalu 200-400 °C. Nastává též výrazná precipitace na hranicích zrn a subzrn a uvnitř celé matrice.

Změny ve fázovém složení a ochuzování matrice o příměsové atomy vedou k usnadnění pohybu dislokací, subhranic a hranic a v konečném důsledku k rekrytalizaci. Odstranění deformační substruktury a rekrytalizace pak mají za následek výrazný pokles mikrotvrlosti všech studovaných materiálů. Při vyšších žíhacích teplotách dochází k dalšímu hrubnutí vytvořených částic ale také k jejich intenzivnímu rozpouštění, které vede u některých vzorků k mírnému zpevnění a nárůstu mikrotvrlosti.

Literatura

- [1] J. Uhlíř, *Zotavovací procesy v disperzně a precipitačně zpevněných hliníkových slitinách* (diplomová práce) MFF UK, Praha, 2002
- [2] M. Cieslar, *Zotavovací spektrum slitiny Al-Cu* (diplomová práce) MFF UK, Praha, 1988
- [3] C. Messenger, O. Dimitrov, *Comptes Rendus Acad. Sci.* 251, 1960
- [4] J. Hatch, *Aluminum, properties and physical metallurgy*, ASM, Metal Park, Ohio, 1984
- [5] Ch. Kittel, *Úvod do fyziky pevných látek*, Academia, Praha, 1985
- [6] V. Hašlar, *Vliv podmínek deformace na produkci a zotavování mřížkových poruch v kovech deformovaných za studena* (písemný referát ke kandidátské zkoušce) MFF UK, Praha, 1983
- [7] J. Veselý, *Mikrostrukturní změny v tenkých kovových fóliích* (bakalářská práce) MFF UK, 2006
- [8] M. Cieslar a kol., *Effect of composition and work hardening on solid solution decomposition in twin-roll cast Al-Mn sheets*, *Kovové Mater.* 45 2007 91-98