



**MATEMATICKO-FYZIKÁLNÍ
FAKULTA**
Univerzita Karlova

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Andrea Szabóová

**Studium dynamiky deformačních procesů ve slitinách
Mg-RE pomocí *in-situ* experimentálních metod**

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí diplomové práce: prof. RNDr. Kristián Mathis, DrSc.

Studijní program: Fyzika

Studijní obor: Fyzika kondenzovaných soustav a materiálů

Praha 2021

Na tomto mieste by som chcela poďakovať každému za pomoc a podporu pri vypracovaní tejto diplomovej práce. V prvom rade by som chcela poďakovať vedúcemu práce Prof. Kristiánovi Máthisovi za vzorné vedenie práce, jeho venovaný čas a trpezlivosť. Ďalej by som chcela poďakovať konzultantke práce, Dr. Dárie Drozdenko za jej cenné rady a nápady, a nekonečný čas, ktorý mi venovala pri písaní, a za pomoc s nameraním *in-situ* EBSD skúšok. Som veľmi vďačná doc. Patrikovi Dorboňovi za jeho pomoc, a cenné rady pri vypracovaní tejto práce. Moje poďakovanie patrí aj Dr. Michalovi Knapkovi za pomoc pri meraní s vysokorýchlostnou kamerou. Ďalej som veľmi vďačná Dr. Gergelyovi Némethovi za pomoc s vyhodnotením dát pomocou analýzy sklzových pásov. Moje poďakovanie patrí aj Ing. Jane Kálalovej a Marte Čepovej za ich pomoc a ochotu s prípravou vzoriek a pri metalografických pozorovaniach.

Som nekonečne vďačná priateľovi Dr. Gergelyovi Farkasovi za jeho vytrvalý pomoc s programovaním, a za jeho duševnú podporu za celý čas pri písaní tejto práce. V poslednom rade by som chcela poďakovať mojej rodine a priateľom za ich neustálu podporu a povzbudzovanie.

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

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

V Praze dne 22.7.2021

podpis

Název práce: Studium dynamiky deformačních procesů ve slitinách Mg-RE pomocí *in-situ* experimentálních metod

Autor: Andrea Szabóová

Katedra / Ústav: Katedra fyziky materiálů

Vedoucí diplomové práce: prof. RNDr. Kristián Mathis, DrSc.

Abstrakt: Předložená práce se zabývá studiem dynamiky deformačních procesů binárních slitin Mg-Gd pomocí *in-situ* experimentálních metod v závislosti na koncentraci Gd. Zkoumané lité slitiny jsou charakterizované náhodnou texturou. Tlakové zkoušky byly provedené se souběžným záznamem akustické emise, ze kterého byla následně pomocí pokročilé analýzy určena časová závislost dominantních deformačních mechanismů. Měření vysokorychlostní kamerou umožnila studium dynamiky dvojčatění, včetně vyhodnocení rychlosti propagace dvojčat v závislosti na koncentraci Gd. Deformační zkoušky byly opakovány v komoře řádkovacího elektronového mikroskopu (*in-situ* SEM) za současného pozorování mikrostruktury pomocí sekundárních elektronů a zpětně odrážených elektronů (EBSD) v jednotlivých stádiích deformace. Cílem těchto měření bylo identifikovat aktivní skluzové systémy a určit vývoj podílu dvojčat v průběhu deformace.

Klíčová slova: hořčíková slitina, deformační zkoušky, akustická emise, vysokorychlostní kamera, elektronová mikroskopie, dvojčatění

Title: Investigation of the dynamics of the deformation processes in Mg-RE alloys using *in-situ* experimental methods

Author: Andrea Szabóová

Department: Department of Physics of Materials

Supervisor: prof. RNDr. Kristián Mathis, DrSc.

Abstract: In this present work, the dynamics of deformation mechanisms activated in binary magnesium-gadolinium alloys with respect to amount of Gd were investigated with *in-situ* experimental methods. Cast alloys are characterized by random texture. Compression test were done at room temperature with simultaneous record of acoustic emission response. The acoustic emission signal was subsequently analysed using advanced clustering method providing information about the dominant deformation mechanisms. High speed camera was used to study the dynamics of twinning, including estimation of the velocity of twin propagation with respect to Gd concentration. The deformation tests were repeated in a chamber of scanning electron microscope (*in-situ* SEM) with concurrent following the microstructure development using secondary electrons and electron back-scattered diffraction (EBSD) in different stages of the deformation. Main goal of this measurements was to identify active slip systems and the progress of twin volume fraction during deformation.

Keywords: magnesium alloy, deformation tests, acoustic emission, high-speed camera, electron microscopy, twinning

Názov práce: Štúdium dynamiky deformačných procesov v zliatinách Mg-RE pomocou *in-situ* experimentálnych metód

Autor: Andrea Szabóová

Katedra / Ústav: Katedra fyziky materiálov

Vedúci diplomovej práce: prof. RNDr. Kristián Mathis, DrSc.

Abstrakt: Predložená práca sa zaoberá štúdiom dynamiky deformačných procesov binárnych Mg-Gd zliatin pomocou *in-situ* experimentálnych metód v závislosti na koncentrácii Gd. Skúmané liate zliatiny majú náhodnú textúru. Tlakové skúšky boli prevedené so súbežným záznamom akustickej emisie, z ktorého bola následne pomocou pokročilej analýzy určená časová závislosť dominantných deformačných mechanizmov. Merania vysokorýchlostnou kamerou umožnili štúdium dynamiky dvojčatenia, vrátane vyhodnotenia rýchlosti propagácie dvojčiat v závislosti na koncentrácii Gd. Deformačné skúšky boli taktiež opakované v komore riadkovacieho elektrónového mikroskopu (*in-situ* SEM) za súčasného pozorovania mikroštruktúry pomocou sekundárnych elektrónov a spätne odrazených elektrónov (EBSD) v jednotlivých štádiách deformácie. Cieľom týchto meraní bolo identifikovať aktívne sklzové systémy a stanoviť vývoj podielu dvojčiat v priebehu deformácie.

Kľúčové slová: horčíková zliatina, deformačné skúšky, akustická emisia, vysokorýchlostná kamera, elektrónová mikroskopia, dvojčatenie

Obsah

Úvod	1
1. Teoretická časť	2
1.1. Plastická deformácia hexagonálnych kovov	2
1.2. <i>In-situ</i> experimentálne metódy	7
1.2.1. Akustická emisia	8
1.3. Legovanie so vzácnymi zeminami (Mg-RE)	12
2. Ciele práce	14
3. Experimentálne metódy	15
3.1. Deformačné skúšky	15
3.2. Akustická emisia	15
3.3. Vysokorýchlostná kamera	15
3.4. Riadkovacia elektrónová mikroskopia (SEM)	16
3.4.1. Difrakcia spätne odrazených elektrónov (EBSD)	17
3.4.2. Analýza sklzových pásov (slip trace analysis)	19
4. Výsledky merania pomocou <i>in-situ</i> metód a ich diskusia	22
4.1. Charakterizácia východiskového stavu materiálu	22
4.2. Akustická emisia v priebehu tlakových deformačných skúšok	24
4.3. Meranie rýchlosti propagácie dvojčiat pomocou vysokorýchlostnej kamery	31
4.4. Vývoj mikrostruktúry počas deformačných skúšok v komore SEM (<i>in-situ</i> SEM)	34
4.4.1. Zmena dvojčatového objemu	34
4.4.2. Analýza aktívnych sklzových systémov	40
5. Záver	45
5.1. Zhrnutie výsledkov	45
5.2. Námety pre ďalší výskum	47
Zoznam použitej literatúry	48
Zoznam tabuliek	52
Zoznam použitých skratiek	53

Úvod

Vývoj vedy a techniky 20. storočia viedol k značnej zmene priemyslu, ako je mechanizácia a automatizácia priemyslu. Tým bolo umožnené účinnejšie spracovanie a obrábanie aj takých materiálov, ktoré do tej doby kvôli technologickým problémom nešlo používať. Súčasne vzniklo vedecké odvetvie na posúdenie kvality týchto materiálov a ich ďalší vývoj s cieľom vylepšenia ich fyzikálnych a mechanických vlastností.

Na ochranu životného prostredia sa kladú v súčasnosti vysoké nároky. Jedna z najväčších ekologických problémov je znečistenie ovzdušia, ktoré úzko súvisí s emisiou a spotrebou dopravných prostriedkov. Preto v automobilovom a leteckom priemysle vznikla urgentná požiadavka na výrobu nových, ľahších konštrukčných materiálov, ktoré majú dlhšiu životnosť a súčasne vykazujú výhodné fyzikálne a mechanické vlastnosti.

Zliatiny na báze horčíku patria medzi najľahšie konštrukčné materiály, ktoré majú atraktívne parametre, ako vysoká špecifická pevnosť (pomer pevnosti voči hustote), dobré tlmiace vlastnosti, zlievateľnosť a recyklovateľnosť [1]. Ich hustota je význačne menšia než ostatných konštrukčných kovov používaných v priemysle, ako je napr. oceľ a zliatiny hliníku. Ďalšími výhodami pre použitie týchto zliatin v priemysle je dostupnosť a energetická nenáročnosť výroby. V najväčšom množstve sa získava z morskej vody, odkiaľ sa z 1 m³ vody dá dostať až 1,4 kg horčíku [2].

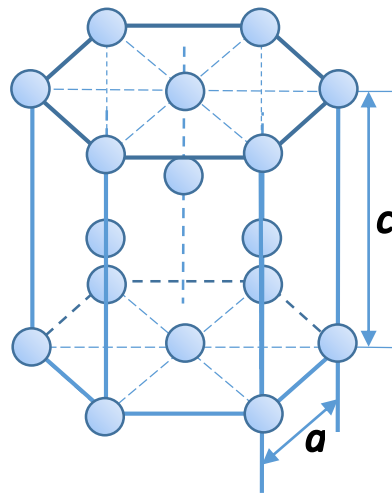
Na druhej strane, slabá odolnosť voči korózii, zlá tvarovateľnosť pri bežných teplotách, degradácia mechanických vlastností pri vyšších teplotách sú hlavnými limitujúcimi faktormi týchto zliatin a predstavujú prekážku ich širšiemu použitiu v priemysle. Čistý horčík má veľmi nízku medzu sklzu a je nevhodný pre strojárenské aplikácie. Jeho mechanické vlastnosti sa výrazne dajú zlepšiť legovaním so vzácnymi zeminami. Pozoruje sa zlepšenie hodnôt pevnosti, tvarovateľnosti pri teplotách deformácie pod 200°C, odolnosť voči creepu, zníženie rozdielu hodnôt medze klzu pri ťahovej resp. tlakovej deformácii [3]–[5].

Cieľom tejto práce je nájsť závislosť medzi obsahom gadolína (Gd) a dynamikou prebiehajúcich deformačných mechanizmov Mg-Gd binárnych zliatin pomocou pokročilých *in-situ* metód. K výskumu boli využité nedeštruktívne *in-situ* metódy: meranie akustickej emisie a difrakcia spätne odrazených elektrónov – elektron backscatter diffraction (EBSD). Dynamika dvojčatenia bola študovaná vysokorýchlostnou kamerou.

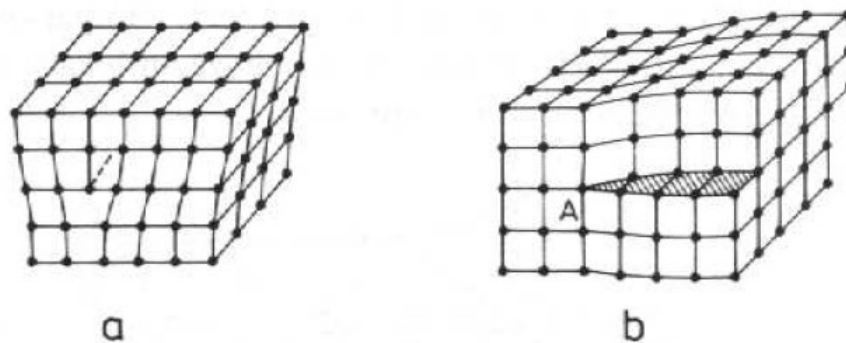
1. Teoretická časť

1.1. Plastická deformácia hexagonálnych kovov

Plastická deformácia je ireverzibilná zmena tvaru materiálu pôsobením vonkajších síl. Priebeh plastickej deformácie horčkových zliatin, ktoré patria medzi kovy s hexagonálnou tesne usporiadanou (angl. HCP – hexagonal close packed) kryštalografickou mriežkou (Obr.1.1.1.), je v mnoho aspektoch iný, než u kovov s kubickou plošne- alebo priestorovo centrovanou mriežkou. Aby sme lepšie rozumeli čo sa deje na mikroskopickú úroveň počas deformácie v kryštalických materiáloch, musíme si objasniť chovanie porúch kryštálovej mriežky, lebo tie majú najväčší vplyv na makroskopické mechanické vlastnosti. Najdôležitejšiu rolu z hľadiska deformácie hrajú čiarové poruchy, tzv. *dislokácie*. Môžeme rozlíšiť dva základné typy dislokácie, ktoré sú nasledujúce: hranová (Obr.1.1.2.a) a skrutková dislokácia (Obr.1.1.2.b) [6].



Obrázok 1.1.1. Hexagonálna mriežka



Obrázok. 1.1.2.a) hranová dislokácia; b) skrutková dislokácia [6]

Hranovú dislokáciu si môžeme predstaviť tak, že vložíme jednu polorovinu atómov navyše do pravidelnej kryštálovej mriežky. Okraj tejto vlozenej poloroviny sa nazýva *dislokačná hrana*. Vznik skrutkovej dislokácie si predstavíme tak, že kryštál narežeme pozdĺž atómovej roviny a jednu časť posunieme rovnobežne s dislokačnou hranou. Počas plastickej deformácie môže dochádzať k pohybu, vzniku a anihilácii dislokácií.

Plastická deformácia polykryštalických materiálov v porovnaní s monokryštálmi je značne ovplyvnená s prítomnosťou hraníc zŕn – hranice tvoria prekážky pre pohyb dislokácií – a s orientáciou jednotlivých zŕn. Pod vonkajším napätím už prítomné dislokácie a dislokácie generované Frankovým-Readovým zdrojom pohybujú cez kryštálovú mriežku (zrno) dovtedy nenarazia na hranicu zrna. Veľký nesúlad medzi hranicami zŕn vytvorí odpudivé napätové pole, aby sa zabránilo kontinuálnemu dislokačnému pohybu. Dochádza k nahromadeniu dislokácií, pretože zhluk dislokácií sa nedokáže prejsť cez hranicu. Odpudivé sily pôsobia ako hnacia sila pre zníženie energetickej bariéry pre difúziu cez hranicu, čo umožňuje ďalšiu deformáciu v materiálu. Zníženie veľkosti zrna znižuje množstvo hromadenia na hranici, čím sa zvyšuje množstvo aplikovaného napätia potrebné pre pohyb dislokácií cez hranicu zŕn. Čím vyšší je aplikované napätie potrebné k pohybu dislokácií, tým vyšší je medza sklzu. Teda platí inverzný vzťah medzi veľkosti zrna a medzou sklzu, daná Hall-Petchovou rovnicou [7], [8]:

$$\sigma_{02} = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}}, \quad (1.1)$$

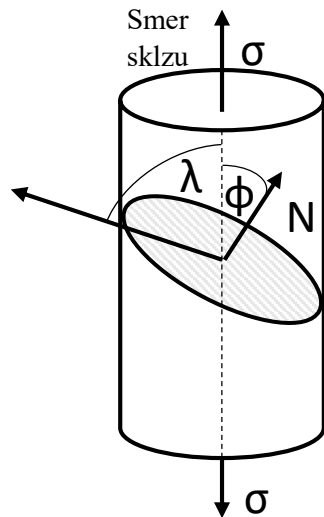
kde σ_0 je materiálna konštanta pre počiatkové napätie pre dislokačný pohyb, a k je koeficient zosilnenia a d je priemerná priemer zŕn.

Deformácia v polykryštáloch začína v najvýhodnejšie orientovaných zrnách pre sklz s ohľadom na aplikované napätie.

Aktivácia jednotlivých sklzových systémov silne závisí na vzájomnej orientácii smeru namáhania, smeru sklzu a sklzovej roviny, a na hodnote kritického sklzového napätia (angl. CRSS – critical resolved shear stress) τ_{CRSS} . K sklzu dochádza najľahšie v rovinách a smeroch ktoré sú najhustejšie obsadené atómami, a tam, kde pôsobí najvyššie sklzové napätie (angl. RSS – resolved shear stress). Hodnotu sklzového napätia τ_{RSS} môžeme vyjadriť pomocou aplikovaného napätia σ_{app} a Schmidova faktora m nasledujúcim spôsobom:

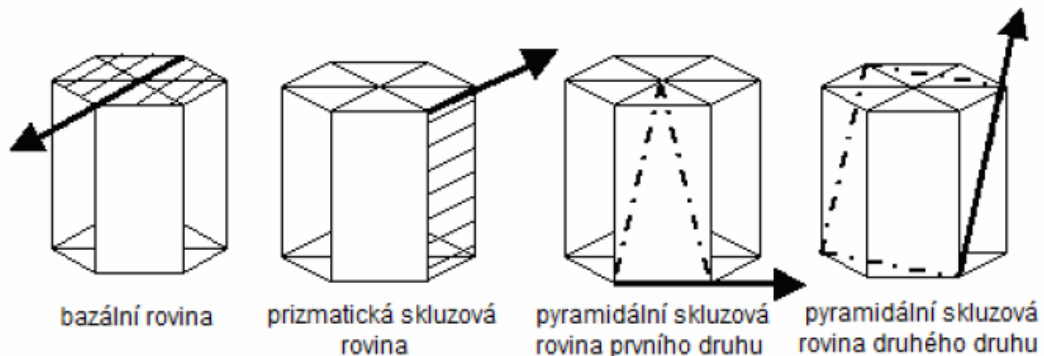
$$\tau_{RSS} = \sigma_{app} m = \sigma_{app} \cos \phi \cos \lambda, \quad (1.2)$$

kde σ_{app} je aplikované napätie, ϕ je uhol medzi normálou sklzovej roviny a smerom namáhania, λ je uhol medzi smerom sklzu a smerom namáhania. Pri dosiahnutí kritickej hodnoty sklzového napätia (CRSS) v danom zrne dôjde k sklzu. Keď tento efekt prerastie do globálnych rozmerov, začne plastická deformácia [6].



Obrázok 1.1.3. Schéma k určaniu kritickeho sklzoveho napätia podľa Schmidova zákona

U hexagonálnych kovov môžeme rozlíšiť tri hlavné sklzové systémy, ktoré sú nasledujúce: bazálny, prizmatický, a pyramidálny (prvého a druhého druhu).



Obrázok 1.1.4. Sklzové systémy hexagonálnych kovov [9]

Aktivácia mechanizmov plastickej deformácie významne závisí na pomere kryštalografických ôs c/a . V prípade horčíkových zliatin tento pomer je veľmi blízko k ideálnej hodnote, ktorá je $\sqrt{8/3}$ - v tomto prípade vyplnia atómy priestor najtesnejšie. Keď tento pomer má väčšiu hodnotu ako je ideálna (napr. Zn, Cd), tak najhustejšie je obsadená bazálna rovina (0001). Kvôli tomu dochádza najľahšie k sklzu v bazálnych rovinách. V opačnom prípade, keď tento pomer je menší než ideálny (napr. Ti), tak primárne dôjde k aktivácii prizmatických a pyramidálnych sklzových systémov.

V horčíku pomer kryštalografických ôs je veľmi blízko k ideálnej hodnote a práve preto, za určitých podmienok môžu byť aktivované aj prizmatické a pyramidálne sklzové roviny. Aktivácia týchto rovín silne závisí na teplote deformácie a chemickom zložení materiálu.

Podľa von Misesova [10] pravidla v polykryštalických materiáloch je potrebné aspoň päť nezávislých sklzových systémov pre homogénnu plastickú deformáciu. Ako to v ďalšom odseku uvidíme, tento kritérium hexagonálna mriežka za normálnych podmienok nespĺňa.

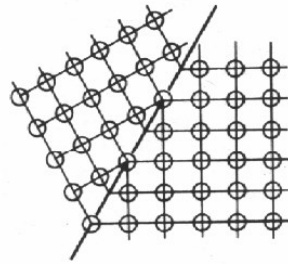
Dominantným deformačným mechanizmom pri teplotách pod 200°C je bazálny sklz dislokácií $(0001)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ale tieto zaisťujú iba dva nezávislé sklzové systémy. Tieto sklzové systémy navyše zaisťujú sklz len v smere a , pričom akomodácia deformácie v smere c nie je zaistená. Preto je nutná aktivácia buď pyramidálneho sklzového systému druhého druhu $\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}3 \rangle$ alebo musí dôjsť deformačnému dvojčateniu [11]. Sklz v smere $\langle c + a \rangle$ pyramidálnych rovín druhého druhu už splňuje von Misesovu podmienku o piatich nezávislých sklzových systémoch, ale jeho aktivácia pri izbovej teplote je málo pravdepodobná v dôsledku jeho vysokého CRSS. Preto až do 200°C dvojčatenie typu $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$ bude dominantným mechanizmom plastickej deformácie vedľa bazálneho sklzu.

Tabuľka 1.1. Základné sklzové systémy v horčíku

Rovina	Smer	Značenie	Počet nezávislých sklzových systémov
Basálna	$\langle a \rangle$	$\{0002\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$	2
Prizmatická	$\langle a \rangle$	$\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$	2
Pyramidálna 1. druhu	$\langle a \rangle$	$\{1\bar{1}01\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$	4
Pyramidálna 2. druhu	$\langle a + c \rangle$	$\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}3 \rangle$	5

V priebehu dvojčatenia atómy sa posunujú nielen o celočíselné násobky medziatómových vzdialeností ale aj o ich zlomky. Priebehom dvojčatenia vznikne

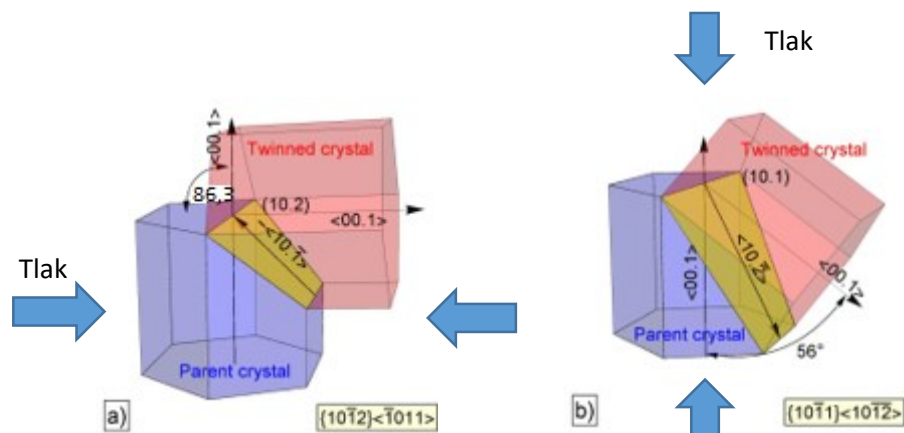
v kryštálu rovina, podľa ktorej sú obidve časti kryštálu v zrkadlovej orientácii. Táto rovina sa nazýva rovinou dvojčatenia (Obr.1.1.5.).



Obrázok 1.1.5. Hranica dvojčatenia [6]

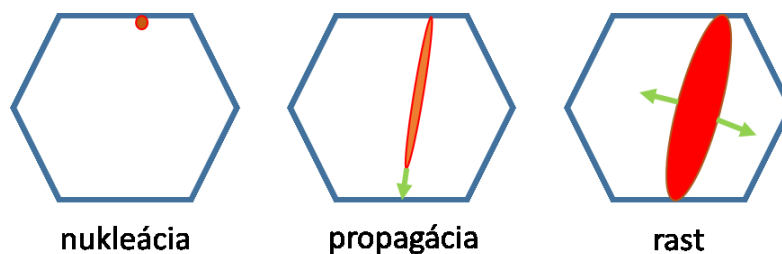
U horčíkových zliatin primárnym dvojčatovým systémom je $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$, ktorý tvoria tzv. ťahové dvojčatá – dôjde k predĺženiu kryštalografickej osi c , Obr.1.1.6.a. Dvojčatenie tohoto typu v tlaku prebieha predovšetkým v zrnách, ktoré sú orientované svojou kryštalografickou osou c kolmo na smer namáhania. Zároveň v ťahu ideálnu orientáciu predstavuje zrno s paralelnou orientáciou svojej osi c so smerom namáhania. Práve tento fakt vede k rozdielnemu deformačnému chovaniu v ťahu resp. v tlaku [12]. Počas dvojčatenia typu $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ dôjde k rotácii mriežky podľa roviny dvojčatenia $(10\bar{1}2)$ a pôvodná a zdvojitá časť mriežky zvierajú uhol $86,3^\circ$.

Ďalšími dôležitými dvojčatovými systémami sú $\{10\bar{1}1\}\langle 10\bar{1}2\rangle$ tzv. tlakové dvojčatá (dôjde ku skracovaniu pozdĺž osi c). Pri tomto type dvojčatenia dôjde k rotácii mriežky podľa roviny dvojčatenia $(10\bar{1}1)$, pričom pôvodná a zdvojitá časť mriežky zvierajú uhol 56° .



Obrázok 1.1.6. Dvojčatové systémy a) ťahové, b) tlakové dvojčata [13]

Mechanizmus dvojčatenia môžeme rozdeliť na 3 fáze: nukleácia, propagácia, a rast dvojče (Obr. 1.1.7.). Chemické zloženie zliatin majú značný vplyv na tento mechanizmus. Nukleácia, propagácia a rast dvojčiat sú výrazne ovplyvnené v dôsledku interakcie prímiesových atómov resp. precipitátov s dvojčatovými hranicami.



Obrázok 1.1.7. Jednotlivé kroky dvojčatenia

1.2. *In-situ* experimentálne metódy

Kombinácia deformačných testov s *in-situ* metódami a modelovaním bola úspešne používaná pre skúmanie aktivít rôznych deformačných mechanizmov Mg zliatin [14]–[16]. Wang a kol. [15] skúmali deformačné chovanie liatych Mg-Gd zliatin počas ťahových skúšok pomocou *in-situ* riadkovej elektrónovej mikroskopie (SEM) pri rôznych teplotách deformácie. Identifikovali sa aktívne sklzové systémy s použitím tzv. *analýzy sklzových pásov* (angl. slip trace analysis) na základe EBSD metódy. Výsledky ukázali, že hlavným deformačným mechanizmom je bazálny sklz dislokácií.

Ďalšími metódami pre meranie aktivít rôznych deformačných mechanizmov slúžia nasledujúce metódy: transmisná elektrónová mikroskopia (TEM), analýza vývoja textúry počas deformácie, skúmanie priebehu kriviek napätie a deformácie, výpočtová simulácia a modelovanie – CPFE (angl. crystal plasticity finite element) model, EPSC (angl. elastoplastic self-consistent) model. Z vyššie uvedených metód poskytne jedine TEM priamu informáciu o dislokačných systémoch. Táto metóda má svoje prirodzené limity, ktoré môžu ovplyvniť analýzu, vrátane obťažnosti skúmania väčších objemov a pravdepodobnosti odstránenia dislokácií pri príprave vzoriek. U ostatných postupov musia byť dáta následne spracované a vyhodnotené tak, aby sme dostali kvalitatívnu informáciu o relatívnych aktivitách jednotlivých mechanizmov.

Ďalšia nepriama metóda, ktorá slúži pre skúmanie dislokačnej štruktúry materiálu pomocou hustoty dislokácií z dát röntgenovej (rtg) difrakcie bola vyvinutá Ungárom a kol. [17], [18]. Máthis a kol. [19] úspešne používali túto metódu, aby objasnili teplotnú závislosť aktivácie $\langle c + a \rangle$ dislokácií.

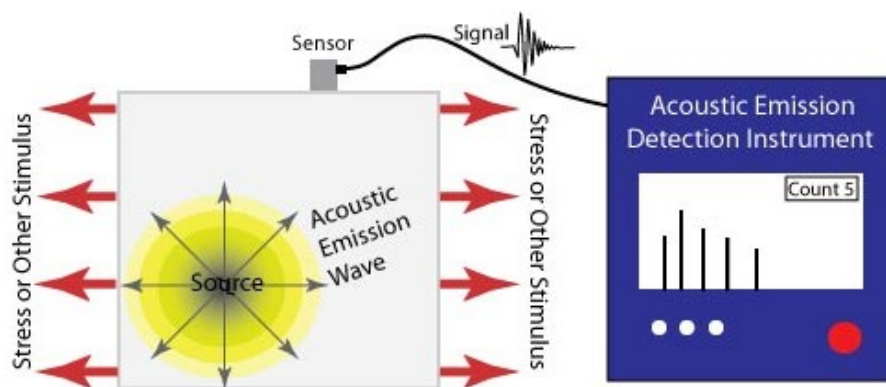
V poslednej dobe Vinogradov a kol. [20] úspešne skúmali nukleáciu a propagáciu dvojčiat pomocou metódy akustickej emisie (AE) a zobrazením s vysokorýchlostnou kamerou. Ukázali koreláciu medzi amplitúdou AE a dĺžkou vzniknutého dvojčaťa. S AE nie je možné detegovať priečny rast dvojčiat v dôsledku jeho pomalého pohybu.

Kombinácia metód AE a neutrónovej difrakcie boli úspešne používané pre skúmanie dvojčatenia v celom objeme vzorky [21], [22]. Pokiaľ AE je citlivá na nukleáciu dvojčiat, difrakčné metódy poskytujú informáciu o celkovom dvojčatovom objeme. Preto kombinácia týchto metód poskytne komplementárne informácie pre popis aktivity dvojčatenia v deformovaných materiáloch.

V tejto práci sú určené aktívne sklzové systémy z dát *in-situ* SEM meraní pomocou metódy analýzy sklzových pásov (*slip trace analysis*). Táto metóda je založená na analýze snímok sekundárnych elektrónov (SE) a známej orientácii kryštalografickej mriežky z EBSD máp (podrobne v kapitole 3.4.1) a poskytne priamy a široký štatistický dôkaz o aktivite deformačných mechanizmov. Experimentálny postup je podrobnejšie vysvetlený v kap. 3.4.2.

1.2.1. Akustická emisia

Akustická emisia je nedeštruktívna metóda, ktorou môžeme študovať deformačné procesy v reálnom čase [23], [24]. Pri AE dôjde k uvoľneniu časti elastickej energie a táto energia sa šíri ako prechodová elastická vlna k povrchu materiálu, kde môžeme zaznamenávať jej kolmú zložku pomocou piezoelektrického snímača. Ďalej táto zložka je transformovaná na napäťový signál, ktorý je potom zosilnený a vyhodnotený. Citlivosť AE môžeme charakterizovať pomocou posunutia povrchu materiálu, pričom najnižšia hodnota $\Delta u \sim 10^{-14} \text{ m}$ [25].



Obrázok 1.2.1. Schéma AE prístroja [26]

Najvýznamnejším zdrojom AE v horčkových zliatinách je kolektívny pohyb dislokácií a dvojčatenie, preto tato metóda je výborným zdrojom informácií o dynamike plastickej deformácie [25].

Priebeh záznamu AE značne závisí od zdroja emisie. Rozlišujeme dva základné typy signálov AE: spojitý alebo diskretný.

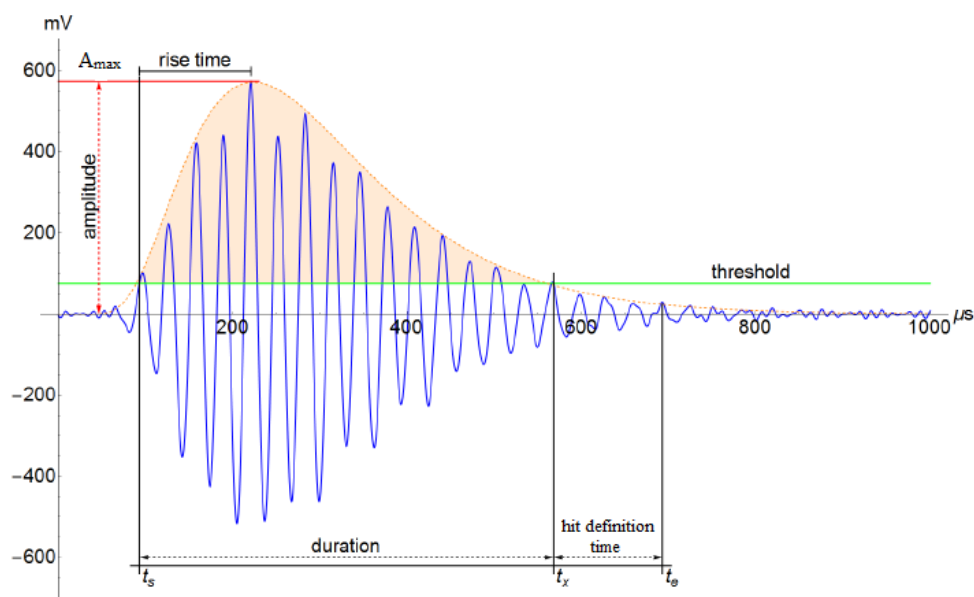
V prípade keď amplitúda elastických vln po určitej dlhšej dobe neklesne pod určitú prahovú úroveň tak hovoríme o spojitom signále AE. Tento typ signálu sa zaznamenáva napríklad pri pohybe dislokácií. Šum pozadia má tiež charakter spojitého signálu.

Diskretný (nespojité) signál má charakter časovo oddelených pulzov. Energia diskretného signálu je radovo 10-15 väčšia než v prípade spojitého signálu [27]. Tento typ signálu je pozorovaný pri vzniku a šírení trhlín a dvojčiat.

Odozva AE počas mechanického namáhania v horčkových zliatinách obvykle pozostáva z kombinácií týchto dvoch typov signálu.

Záznam AE môžeme vyhodnocovať dvojakým spôsobom. V prípade klasického prístupu pred začiatkom merania sa nastaví prahová úroveň, tzv. mŕtva doba (*HDT – Hit definition time*) a tzv. *Hit lockout time (HLT)*, pomocou ktorých sa záznam rozdelí na jednotlivé udalosti AE. Záznam jednej udalosti AE začne keď signál AE prekmitne cez prahovú úroveň a je ukončený, pokiaľ za mŕtvu dobu nedôjde k ďalšiemu prekmitu. Po ukončení udalosti AE – po HDT - za časový interval HLT sa signál neparametrizuje, aby sa odfiltrovali reflexie. Parametre takto určenej udalosti AE sú nasledujúce:

- *Amplitúda* signálu (A_{max}) – maximálne dosiahnuté el. napätie za AE udalosť
- *Risetime* – doba uplynutá od začiatku udalosti do dosiahnutia maximálnej amplitúdy
- *Doba trvania udalosti (duration)* – časový interval medzi prvým a posledným prekmitom cez prahovú úroveň
- *Energia* - plocha pod obalovou krivkou udalosti
- *Counts* – počet prekmitov cez prahovú úroveň počas AE udalosti
- *Count rate* - počet prekmitov za jednotku času



Obrázok 1.2.2. Schematický obrázok diskretného AE signálu [28]

Vyhodnotenie s použitím prahovej úrovne a mŕtvej doby sa nazýva tzv. hit-based analýza. Nevýhody tohto spôsobu sú:

- Neexistuje priamy vzťah medzi zdrojom a parametrami AE
- Výsledky závisia na prednastavených hodnotách parametrov

Druhý spôsob vyhodnotenia je, keď sa zaznamenáva signál AE v surovom stave bez nastavenia prahovej úrovne a mŕtvej doby.

V prípade horčikových zliatin, kde v dôsledku veľkého počtu aktívnych zdrojov AE signál je prakticky neustále nad prahovou úrovňou, vyššie uvedený postup parametrizácie AE pomocou prahovej úrovne zlyháva. Preto sa zaznamenáva signál AE v surovom stave, bez nastavenia prahovej úrovne a mŕtvej doby. Hlavnou nevýhodou tohto postupu je, že počas testu vzniká veľké množstvo dát, a preto sú náročné hardvérové požiadavky na spracovanie. Taký typ záznamu sa dá vyhodnotiť pomocou tzv. adaptívnej k -means analýzy (angl. adaptive k -means analysis – ASK) vypracovaný Pomponim a Vinogradovom [29], ktorá ponúka kvantitatívnu charakterizáciu signálu.

V ASK sa kontinuálny záznam AE najprv rozdelí na menšie úseky zadaním analytických okien (šírka je obvyčajne medzi 1 až 4 ms). Pre každé jedno okno sa vypočíta tzv. funkcia spektrálnej hustoty $G(\omega)$ (angl. power spectral density – PSD, Obr. 1.2.3.) pomocou diskretnéj Fourierovej transformácie [30].

$$G(\omega) = \sum_{t=t_0}^{t_1} f_t e^{-2\pi i t \omega}, \quad (1.3)$$

kde t_0 a t_1 sú začiatok a koniec jednotlivých okien, ω je frekvencia, ktorá je v intervale od 0 do $f/2$, kde f je vzorkovacia frekvencia.

Kvôli náhodnému charakteru AE je možné pozorovať značný rozptyl v tvaroch PSD. Preto určenie dominantného zdroja AE v analytickom okne prebieha na štatistickej úrovni. Štatistická metóda, ktorá zoskupuje podobné, a separuje rozdielne objekty na základe určitých vlastností sa nazýva zhľukovanie (angl. cluster resp. clustering).

Hlavná výhoda ASK spočíva v tom, že nie je potrebné definovať počet očakávaných zhľukov, teda nie je potreba vopred odhadnúť počet aktívnych deformačných mechanizmov.

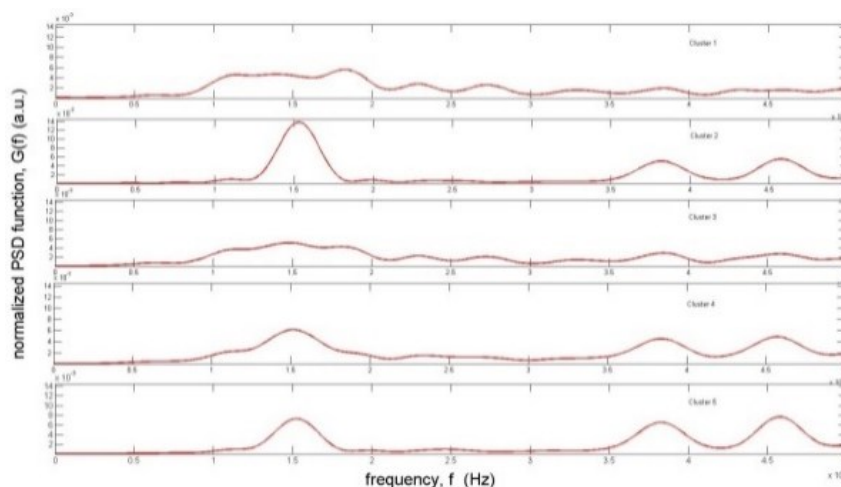
Z dôvodu prirodzeného vytvorenia prvého zhľuku sa záznam AE začne ešte pred samotným deformačným testom, tzn. prvý zhľuk je tvorený šumovým pozadím. Pri deformácii materiálu je každá nasledujúca realizácia AE v jednotlivých oknách je buď zaradená do jedného z už existujúcich zhľukov, alebo sa stáva jadrom nového zhľuku. Tento proces prebieha na základe charakteristických hodnôt, ktoré sú vypočítané z PSD funkcie (amplitúda, priemerná a medián frekvencia, energia, štatistické rozdelenie spektra).

Nasleduje pridelenie zhľukov k jednotlivým AE zdrojom. Vzhľadom k tomu, že tvar signálu (tzn. i PSD funkcie) značne závisí na vonkajších podmienkach (tvar vzorky, vlastnosti senzoru, materiál, atď.), neexistuje všeobecné pravidlo pre tento účel. Sleduje sa predovšetkým vývoj počtu elementov v zhľuku, ktorý charakterizuje dynamiku celého procesu. Na základe fyzikálnych parametrov signálov v danom zhľuku (energia, frekvencia, amplitúda) a časového vývoja počtu elementov môžeme priradiť dominantný zdroj AE k danému zhľuku [21].

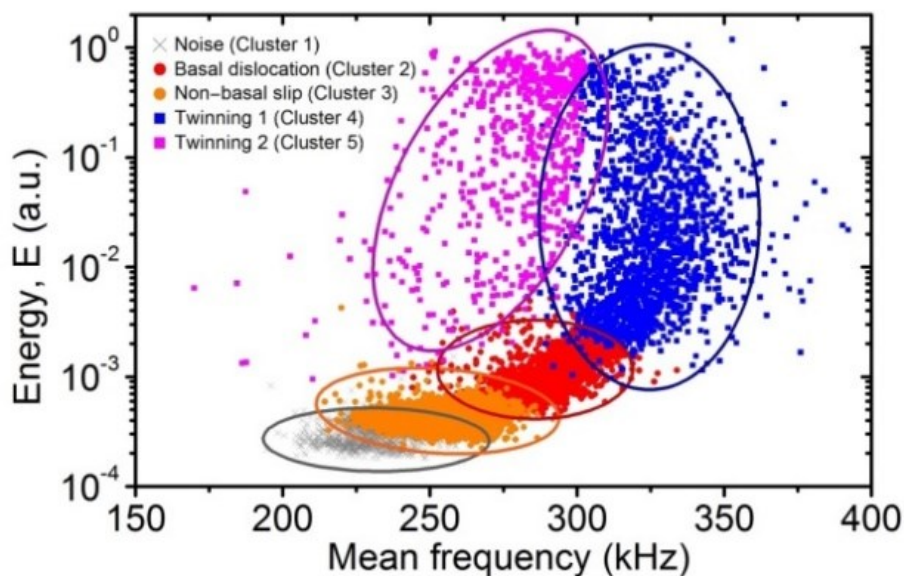
Ako sa to vyššie uvádza, zdrojom prvého zhľuku je šum pozadia. Tento klaster má veľmi nízku energiu v širokom frekvenčnom obore. Je známe, že AE signál od sklzu dislokácií má nižšiu energiu než dvojčatenie [31], [32]. Kvôli tomu, klaster s PSD majúci vysoké energie v užšom frekvenčnom intervale bude spojený s dvojčatením. Je dôležité zdôrazniť, že výsledky ASK analýzy musia byť overené aj iným experimentálnymi metódami, aby sme zaručili správnu interpretáciu. Ďalšou dôležitou vlastnosťou ASK metódy je, že určuje síce dominantný mechanizmus AE v danom okne, ale nevylučuje súčasnú aktivitu ďalších mechanizmov.

Na *Obr. 1.2.4.* je príklad zhľukovania, kde je znázornená energia a stredná frekvencia na jednotlivých osách. Farby reprezentujú jednotlivé zhľuky a elipsy úrovne

konfidencie 95%. Niektoré zhluky sa prekrývajú v dôsledku dvojdimenzionálnej projekcie 7-dimenzionálneho priestoru.



Obrázok 1.2.3. Tvary PSD funkcií pre jednotlivé klastre [21]



Obrázok 1.2.4. Distribúcia AE zhlukov v závislosti na energii a strednej frekvencii [21]

1.3. Legovanie so vzácnymi zeminami (Mg-RE)

Čistý horčík má veľmi nízku medzu sklzu, čo neumožňuje jeho použitie pre širšie inžinierske aplikácie. Pridanie vzácnych zemín k čistému horčíku môže výrazne ovplyvniť mechanické vlastnosti materiálu.

Najvýraznejšími mechanizmami pri zlepšení mechanických vlastností horčíkových zliatin sú prímesové a precipitačné spevnenie.

V tuhých roztokoch sa nemení kryštálová štruktúra základného kovu. Podľa rozmerov legovacích prvkov v porovnaní s relatívnym rozmerom atómov matrice, môžeme rozlíšiť substitučné a intersticiálne tuhé roztoky. V prípade, keď rozpustné atómy sú dosť malé, aby zmestili do intersticiálnych polôh matrice, hovoríme o intersticiálnom tuhom roztoku. Najbežnejšie intersticiálne prvky sú elementy s menším atómovým číslom, ako H, C, O alebo N. Na druhej strane, keď legovacie prvky sú dostatočne veľké na to aby nahradili atómy matrice, hovoríme o substitučnom tuhom roztoku. Prítomnosť cudzích atómov v kryštálovej štruktúre vedie k distorzii materskej mriežky a s tým zvyšuje lokálne napätie v materiálu. Tento vytvorené napätové pole interaguje s napätovým polom dislokácií. Rozpustené atómy sa môžu zakotviť na dislokačných čiarach alebo na dvojčatových hraniciach tým sa znižuje pohyblivosť dislokácií. Obmedzenie pohybu dislokácií sa zvyšuje pevnosť materiálu.

Vzácne zeminý majú obmedzenú rozpustnosť v horčíku, kvôli tomu spĺňajú jednu z podmienok vytvrditeľnosti precipitačným starnutím. Prítomnosť sekundárnych fáz, ktoré vznikajú počas odlievaní, môžu takisto obmedziť dislokačný sklz a rast dvojčiat [33].

RE prvky majú výraznejší vplyv na spevnení materiálov ako bežne používané Al alebo Zn. Dôvodom je, že RE atómy ovplyvňujú nie len Mg-RE väzby ale aj väzby Mg-Mg [34]. Pridanie RE prvkov zlepšuje mechanických vlastností aj pri vyšších teplotách. Periodická segregácia atómov Gd a Zn na koherentných hraniciach dvojčiat bola pozorovaná po statickom žíhaní 200 °C deformovaných vzoriek Mg-Gd-Zn [35], [36]. Tato usporiadaná segregácia pôsobí tzv. kotviaci (pinning) efekt pre dvojčatové hranice, čo vedie k neobvyklej situácii, keď po žíhaní dochádza k spevneniu zliatin.

Pozoruje sa predovšetkým zlepšenie hodnôt pevnosti, tvarovateľnosti pri teplotách deformácie pod 200 °C, odolnosti voči korózii a zníženie asymetrie hodnôt medze sklzu pri ťahovej resp. tlakovej deformácii [37]. Legovanie so vzácnymi zeminami môže zoslabiť textúru po mechanickom spracovaní: zníži sa predovšetkým intenzita najsilnejších difrakčných maxím [37], [38].

Nevýhodou týchto zliatin je vysoká cena vzácných zemín v porovnaní s komerčne používaných Al a Zn.

2. Ciele práce

Hlavné ciele diplomovej práce sú:

- Preskúmať chovanie binárnych Mg-Gd zliatin počas tlakových skúšok pri izbovej teplote
- Študovať priebeh akustickej emisie počas deformácie
- Štúdium vplyvu obsahu Gd na dynamiku prebiehajúcich deformačných mechanizmov
- Objasniť dynamiku dvojčatenia v závislosti na koncentrácii Gd

3. Experimentálne metódy

3.1. Deformačné skúšky

Deformačné skúšky v tlaku boli urobené s použitím zariadenia INSTRON® 5882 a menšieho deformačného stolku MTI SEMtester 1000. Deformačný stolík MTI bol prepojený s optickým mikroskopom a vysokorýchlostnou kamerou PHOTRON FastCam SA-Z 2100K pri skúmaní rýchlosti propagácie dvojčiat. Taktiež MTI SEMtester 1000 bol používaný pri vykonaní deformačných skúšok v komore skenovacieho elektrónového mikroskopu *Zeiss Auriga Compact (in-situ SEM)*. Meranie prebiehalo pri izbovej teplote pri konštantnej deformačnej rýchlosti 10^{-3} s^{-1} . Vzorky mali tvar kvádra o veľkosti $6 \times 6 \times 10 \text{ mm}^3$.

Závislosť skutočného napätia σ na skutočnej deformácii ε a závislosť sily na čase boli spracované v programe Origin®. Bolo určené aj skutočné napätie pri 0,2 % plastickej deformácie, tzv. parameter σ_{02} – napätie na medzi sklzu. Okrem toho bolo ešte vyhodnotené maximálne skutočné napätie σ_{max} a ťažnosť ε_{max} .

3.2. Akustická emisia

Počas deformačných skúšok akustická emisia bola monitorovaná s počítačom riadeným PCI-2 prístrojom od PAC (Physical Acoustic Corporation). PICO 30S piezoelektrický prevodník s priemerom 3 mm vyrobené od PAC pracujúci vo frekvenčnom obore od 50 do 650 kHz bol namontovaný na vzorku so silikónovou masťou a kolíkom. Z dôvodu zosilnenia signálu zo senzora AE bol použitý predzosilňovač PAC typu 2/4/6 nastavený na hodnotu 40 dB. Systém PCI-2 umožňuje súbežné meranie parametrizácie s prahovou úrovňou a kontinuálny záznam. Prahová úroveň bola nastavená na 24 dB a vzorkovacia frekvencia záznamu bola nastavená na 2 MHz.

3.3. Vysokorýchlostná kamera

Rýchlosť propagácie dvojčiat bola skúmaná s vysokorýchlostnou kamerou PHOTRON FastCam SA-Z 2100K, ktorá je schopná zaznamenať až 2,1 miliónov obrázkov za sekundu (hodnota ISO je 50 000, elektronická závierka 159 ns, a interna RAM pamäť 128 GB). Kamera bola prepojená s optickým mikroskopom OLYMPUS GX51.

Pri našich meraniach sme pracovali s 700 000 obrázkov za sekundu (angl. frames per second - fps). Celková dĺžka záznamu je obmedzená s internou RAM

pamäťou na asi 10 sekúnd. V našom prípade pre štúdium dynamiky dvojčiat zápis sa spustil po viditeľnej zmene mikroštruktúry (vznik dvojčiat), ktorú sme odhalili zo súbežného pozorovania štruktúry pomocou optického mikroskopu. Kamera bola nastavená tak, aby pri spustení záznamu sa uložil aj 3 sekundový záznam pred štartom, ktorý sa nachádzal vo vyrovnávacej pamäti.

3.4. Riadkovacia elektrónová mikroskopia (SEM)

Mikroštruktúra zliatin v základom stave bola skúmaná pomocou riadkovacieho elektrónového mikroskopu SEM *Quanta FEI 200 FEG* a sledovanie zmeny mikroštruktúry počas deformačnej skúšky (*in-situ* SEM) boli uskutočnené za využitia SEM *Ziess Auriga Compact*. V oboch prípadoch zdrojom elektrónov je FEG (field emission gun), s urýchľovacím napätím od 500V do 30kV. Obidva mikroskopy sú vybavené s viacerými detektormi, ktoré umožňujú detailnú analýzu mikroštruktúry, napr. chemické zloženie, kryštalografické parametre mriežky, orientácia zŕn.

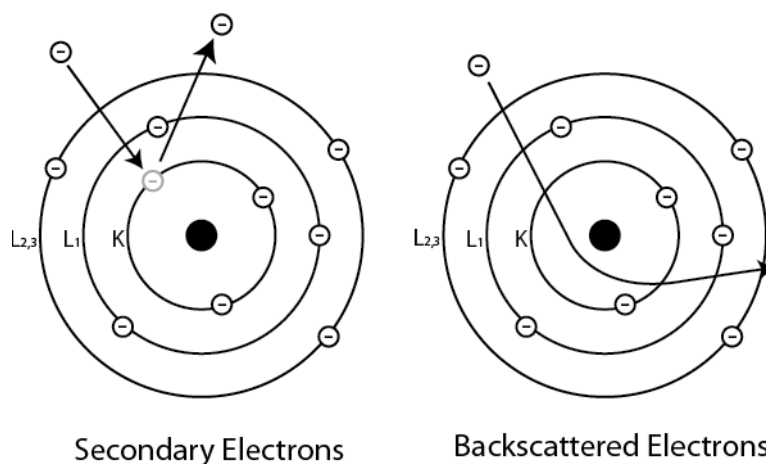
Pri interakcii primárneho elektrónového zväzku s atómami vzorky sa generujú predovšetkým sekundárne elektróny, späťne odrazené elektróny, brzdné a charakteristické rtg žiarenie [39].

- *Sekundárne elektróny - SE* vznikajú neelastickým rozptylom elektrónov. Uvoľňujú sa pri ionizácii atómov vo vzorku vplyvom dopadajúcich elektrónov. Energie sekundárnych elektrónov je ~ 50 eV. Sú emitované zo vzorky z hĺbky ~ 5–50 nm.
- *Späťne odrazené elektróny (angl. back-scattered electrons – BSE)* vychádzajú z hlbšej časti (až ~ μm), ich kinetická energia môže dosahovať aj hodnoty urýchľovacieho napätia. Tieto elektróny menia trajektóriu vo vzorku vplyvom interakcie s atómovými jadrami. Počet späťne rozptýlených elektrónov závisí na atómovom čísle prvkov vzorky.
- *Brzdné a charakteristické rtg žiarenie* – vychádzajú z ešte hlbšej časti vzorky. Charakteristické spektrálne čiary vznikajú rekombináciou elektrónových obalov atómov po interakcii s elektrónovým lúčom. Pomocou ich môžeme identifikovať jednotlivé prvky, ktoré sú prítomné v materiálu.

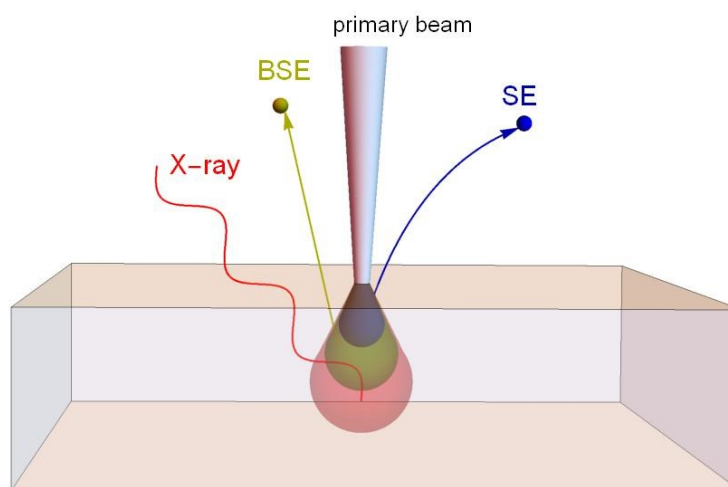
Sekundárne a späťne odrazené elektróny sa používajú na zobrazenie povrchu vzorky. Obrázky sekundárnych elektrónov sa používajú na zobrazenie topografie

povrchu. Keď povrch vzorku je naklonený voči primárneho elektrónového zväzku emisia SE je intenzívnejšia.

Intenzita BSE je citlivá na atómovom čísle prvku vo vzorku, preto sa javia oblasti s ťažšími prvkami svetlejšie na BSE obrázkoch.



Obrázok 3.4.1. Vznik SE a BSE elektrónov [40]

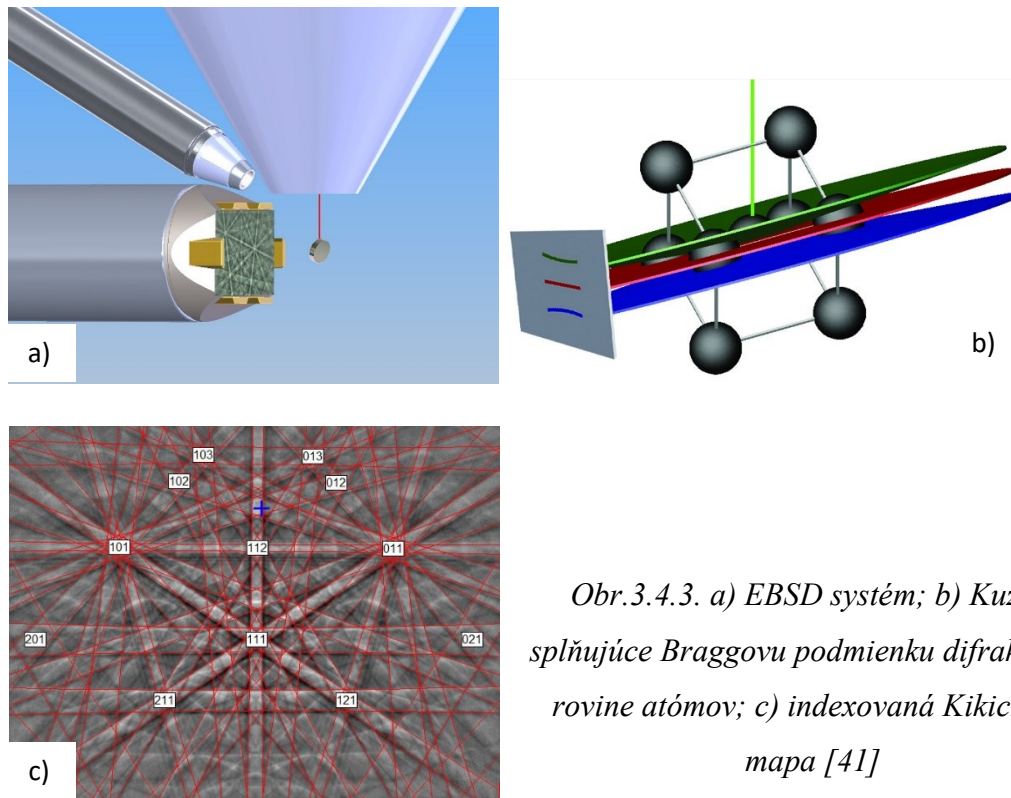


Obrázok 3.4.2. Interakcia primárneho elektrónového zväzku generuje rôzne formy emisie [13]

3.4.1. Difrakcia späťne odrazených elektrónov (EBSD)

Metóda EBSD umožňuje určiť orientáciu jednotlivých zŕn. Pre meranie EBSD vzorka musí byť namontovaná na držiak, ktorý je naklonený o 70°. Urýchľované elektróny zo zdroja (z FEG) interagujú s materiálom a nepružne rozptýlené späťne odrazené elektróny, ktoré spĺňajú Braggovu podmienku difrakcie pre jednotlivé

kryštalografické roviny (*Obr.3.4.3.b*), vytvárajú kužele a následne mapu Kikuchiho línií na detektore. Tak pre každý bod skenu sa vytvorí mapa Kikuchiho línií a ku každej konfigurácii línií (mape) patrí špecifická kryštalografická orientácia. Millerove indexy sú určené pomocou Houghovej transformácie.



Obr.3.4.3. a) EBSD systém; b) Kužele splňujúce Braggovu podmienku difrakcie na rovine atómov; c) indexovaná Kikuchiho mapa [41]

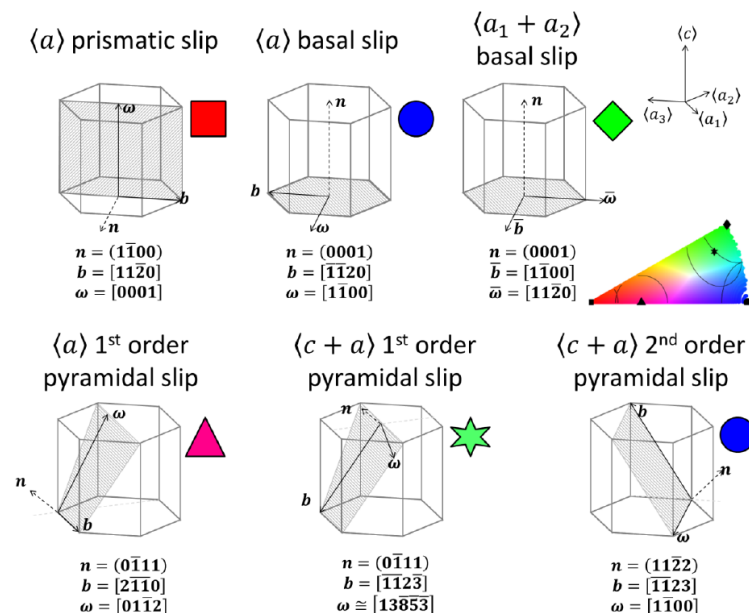
Výsledky boli vyhodnotené pomocou programu TSL-OIM Analysis 8.0, ktorý je z nameraných dát schopný určiť napr. veľkosť zŕn, vzájomnú orientáciu jednotlivých zŕn a dvojčiat, hodnoty Schmidova faktora pre jednotlivé zrna, texturné pólové obrázky, atď.

Vzorky pre EBSD boli najprv vybrúsené na SiC papieroch (do hrúbosti 4000), potom vyleštené diamantovými pastami s veľkosťou častíc až do 0,25 μm . Pre deformačné skúšky s použitím vysokorýchlostnej kamery na určenie rýchlosti propagácie dvojčiat už vyleštené vzorky boli elektrolyticky leštené pomocou prístroje Struers s elektrolytom AC-2 pri $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$, 18V, 60s. Následne boli ešte leptané s 10% HNO_3 za 10s aby boli viditeľné hranice zŕn. Pre deformačné skúšky v SEM po leštení s diamantovými pastami nasledovalo iónové leštenie s argónovými iónmi po dobu 25 minút v prístroji Leica EM RES102, aby sme dosiahli dostatočne kvalitný povrch materiálu pre zaistenie difrakcie pre úspešné EBSD mapovanie. Pre skenovanie bolo použité urýchľovacie napätie 10-15 kV a pracovná vzdialenosť 10-18 mm.

3.4.2. Analýza sklzových pásov (slip trace analysis)

In-situ deformačné skúšky boli vykonané v tlaku pomocou deformačného stolíku MTI SEMtester 1000 v SEM Zeiss Auriga Compact. EBSD mapy a SE obrázky boli urobené pred testom a pri určitých hodnotách napätia na vybranom mieste každej vzorky.

Pomocou programu OIM môžeme vykresliť tzv. GROD (angl. Grain Reference Orientation Deviation) mapy, na základe ktorých môžeme usúdiť aký typ sklzu prebiehal v danom zrne. Metóda je založená na určení osi rotácie kryštalografickej mriežky, ku ktorej dochádza v dôsledku dislokačného sklzu. Vo farebnom trojuholníku na Obr. 3.4.4. sú označené rotačné osi, ktoré zodpovedajú hlavným sklzovým systémom v horčíkových zliatinách. Pri sklze je rotačná os kolmá jednak na normálu sklzovej roviny ako aj na smer sklzu aktívnej dislokácie. Tak napr. rotačná os $[0001]$ odpovedá $\langle a \rangle$ prizmatickému sklzu a je označený červenou farbou. $[1\bar{1}00]$ osa odpovedá bazálnemu $\langle a \rangle$ sklzu, ktorý je označený modrou farbou. $[11\bar{2}0]$ rotačná osa (zelená farba) sa zhoduje so špeciálnym prípadom viacnásobného sklzu, kde dva susedné bazálne $\langle a \rangle$ sklzové systémy sú aktivované v podobnom pomere v tej istej oblasti. Preto pre GROD mapy farebné škálovanie indikuje os rotácie kryštalografickej mriežky a následne dominantný sklzový systém, ktorý rotácie spôsobí.



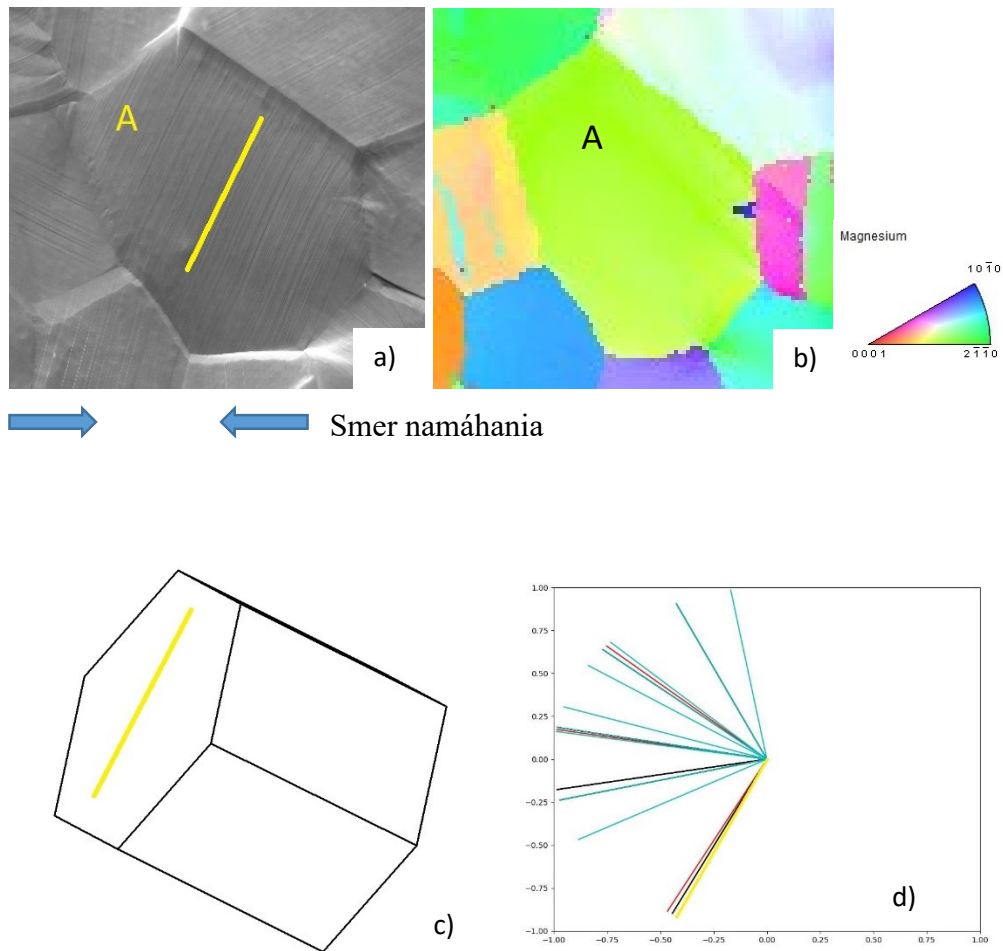
Obrázok 3.4.4. Sklzové systémy v Mg; b je smer sklzu, n je normála k rovine sklzu, ω je rotačná os, kolmý na normálu sklzovej roviny a na smer sklzu [42]

Analýza sklzových pásov slúži pre identifikáciu aktívnych sklzových systémov s využitím známej kryštalografickej orientácie zŕn z EBSD máp a SE obrázkov, ktoré boli získané počas *in-situ* SEM deformácie. Sklzné pásy sú definované ako rovné čiary, ktoré sú priesečníkom aktívnej sklzovej roviny s povrchom vzorky [14].

Pre analýzu boli braté do úvahy nasledujúce tri sklzné systémy:

- a) $\{0001\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$; bazálny $\langle a \rangle$
- b) $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$; prismatický $\langle a \rangle$
- c) $\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}3 \rangle$; pyramidálny 2. druhu $\langle c + a \rangle$

Obr. 3.4.5. ukazuje príklad ako sa s použitím metódy slip trace analýzy identifikuje aktívny deformačný mechanizmus [15]. V SE obrázkoch (*Obr.3.4.5.a*) je možné pozorovať sklzné pásy v jednotlivých zrnách. Údaje o orientácii zŕn (Eulerove uhly) boli získané z EBSD máp (*Obr.3.4.5.b*), schéma všetkých možných sklzových pásov, ktoré sa môžu na povrchu objaviť je vidieť na *Obr. 3.4.1.d* a vypočíta sa podľa kódu v Matlabe™ zadávaním Eulerových uhlov. Na základe toho, ktorý z vykreslených pásov je v najlepšej zhode s tým, ktorý vidíme na SE obrázku môžeme rozhodnúť o tom, ktorý zo sklzových systémov bol aktívny. V prípade, že nie je možné rozhodnúť, ktorý systém je najlepším kandidátom, tak sa vyberie ten, ktorému patrí najväčší Schmidov faktor



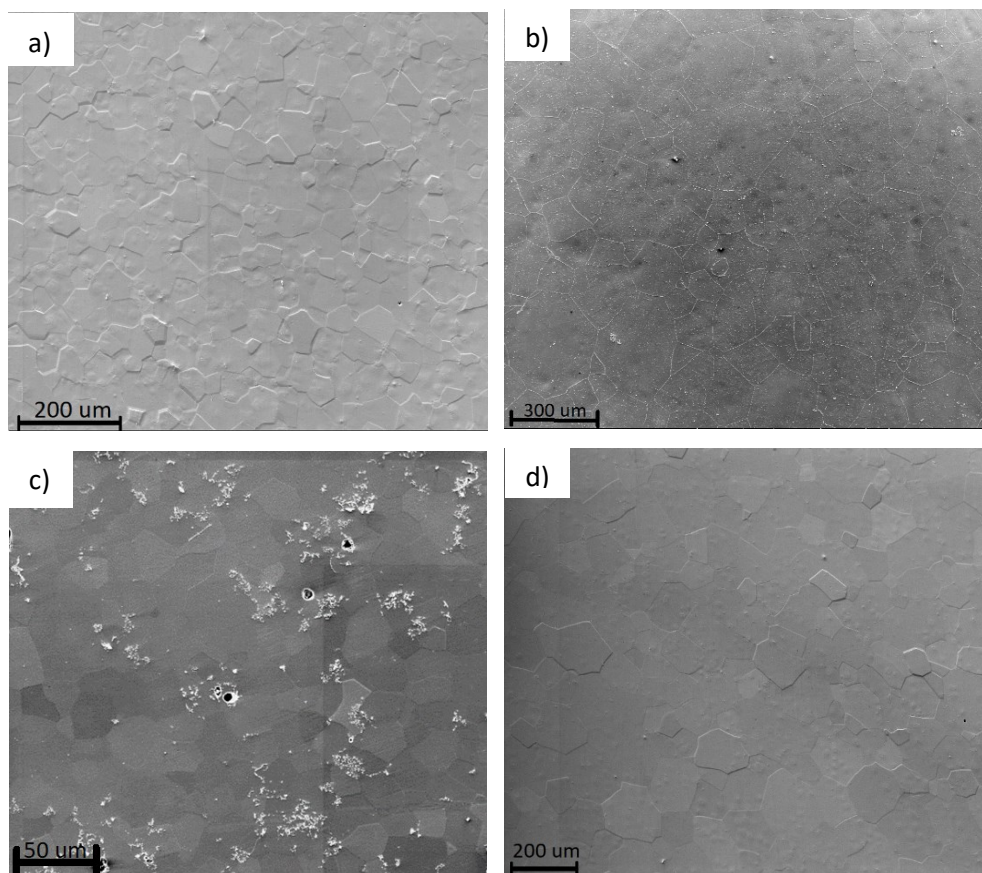
Obrázok 3.4.5. Ukážka metódy analýzy sklzových pásov: a) obrázok sekundárnych elektrónov – žltá čiara značí sklzový pás v zrne A; b) príslušná mapa EBSD; c) elementárna mriežka hcp Mg pre zrno A; d) Znáznornenie pozície všetkých sklzových pásov, ktoré pre danú orientáciu zrna A môžu existovať (bazálny sklzový systém – žltá farba, prizmatický sklzový systém – červená farba, ostatné farby označujú pyramídálne sklzové systémy)

4. Výsledky merania pomocou *in-situ* metód a ich diskusia

4.1. Charakterizácia východiskového stavu materiálu

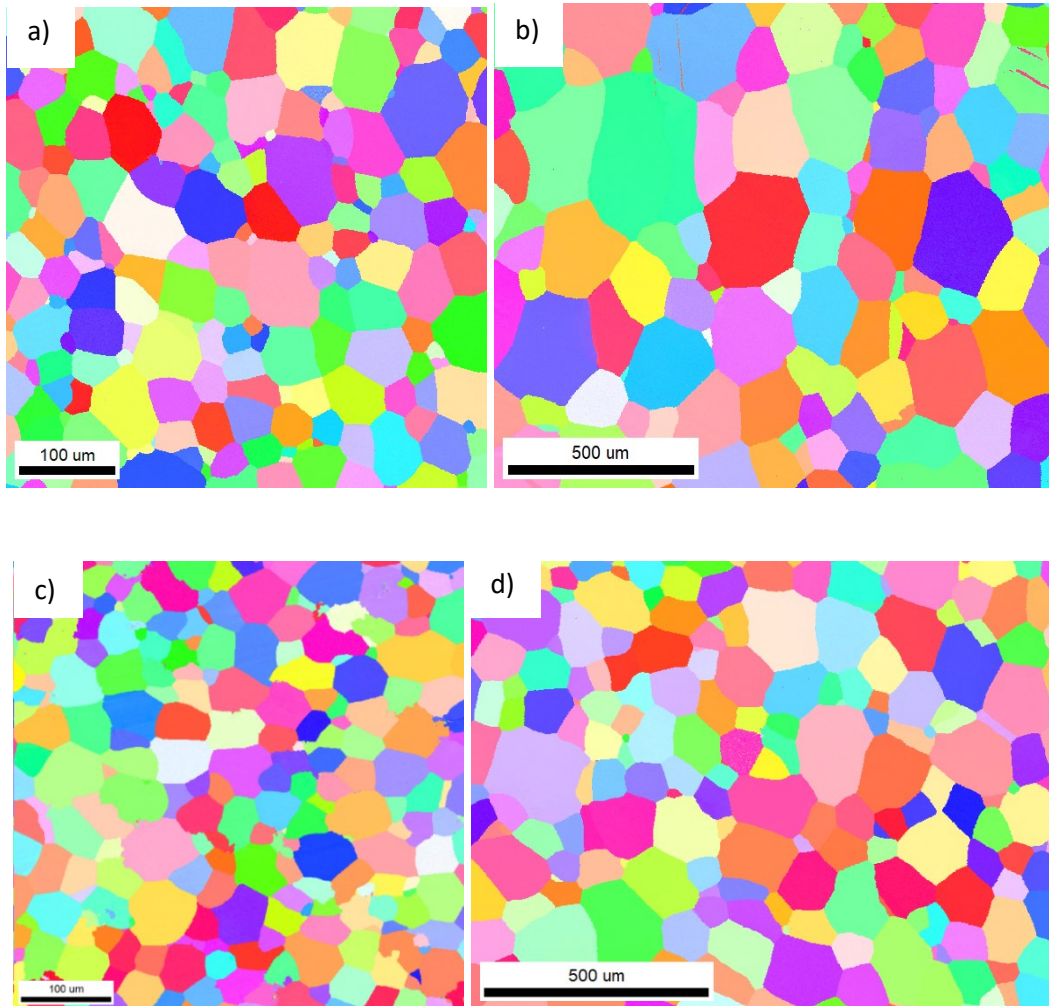
V práci sme skúmali deformačné mechanizmy liatych horčíkových zliatin obsahujúcich 0,4 hm.%, 1,5hm.% Gd (ďalej označené ako Mg04Gd, Mg15Gd). Z oboch prípadov sme mali vzorky s dvoma rôznymi priemernými veľkosťami zrn.

Mikroštruktúra východiskového stavu vzoriek bola pozorovaná pomocou SEM (*Obr. 4.1.1.*). Na týchto obrázkoch môžeme vidieť, že mikroštruktúra vzoriek je homogénna. Na *Obr. 4.1.1.c* je možné pozorovať aj nečistoty a kavity, ktoré sú rovnomerne rozložené v materiáli. Tieto nečistoty s najväčšou pravdepodobnosťou sa dostali do taveniny z odlievacej formy počas odlievania. Priemerná veľkosť zrn pre zliatinu Mg04Gd je: $(48 \pm 5) \mu\text{m}$ (*Obr. 4.1.1.a*) a $(188 \pm 20) \mu\text{m}$ (*Obr. 4.1.1.b*), pre zliatinu Mg15Gd: $(35 \pm 5) \mu\text{m}$ (*Obr. 4.1.1.c*) a $(120 \pm 15) \mu\text{m}$ (*Obr. 4.1.1.d*).

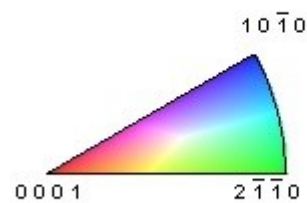


Obrázok 4.1.1. Východiskové stavy a) Mg04Gd – $48 \mu\text{m}$, b) Mg04Gd – $188 \mu\text{m}$, c) Mg15Gd – $35 \mu\text{m}$, d) Mg15Gd – $120 \mu\text{m}$

Z orientačných máp (EBSD) (Obr. 4.1.2.) a z textúrnych pólových obrázkov (Obr. 4.1.3.) môžeme vidieť že mikroštruktúra vzoriek je homogénna a textúra je náhodná, tzn., neexistuje žiadna preferenčná orientácia zŕn. Na Obr. 4.1.2.b je možné pozorovať v niektorých zrnách aj tenké dvojčatá, ktoré vznikli pravdepodobne počas prípravy vzorky.

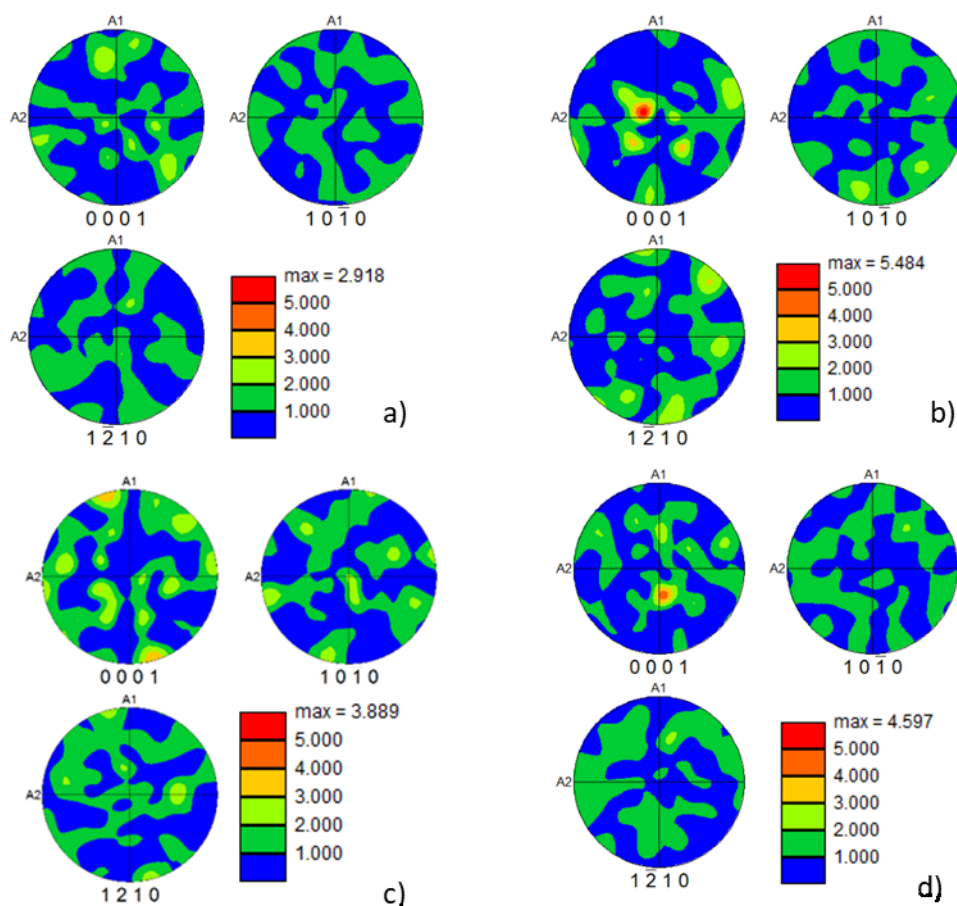


Magnesium



Obrázok 4.1.2. Orientačné mapy (EBSD) východiskového stavu:

a) Mg04Gd – 48 μm, b) Mg04Gd – 188 μm, c) Mg15Gd – 35 μm, d) Mg15Gd – 120 μm

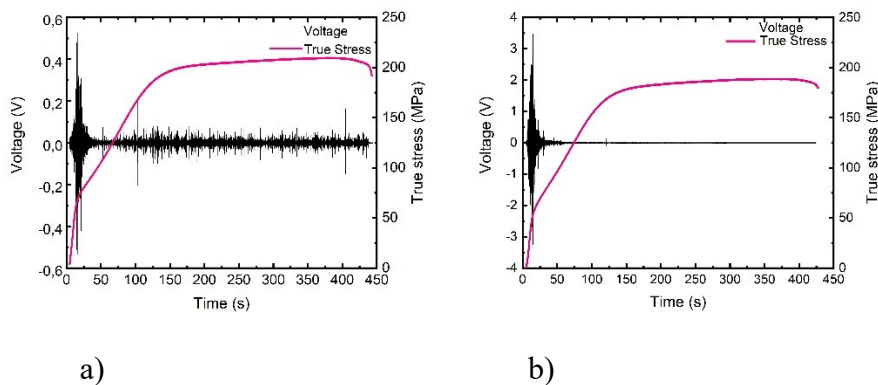


Obrázok 4.1.3. Textúrne pólové obrázky (vypočítane z EBSD) východiskového stavu:
a) Mg04Gd – 48 μm , b) Mg04Gd – 188 μm , c) Mg15Gd – 35 μm , d) Mg15Gd – 120 μm

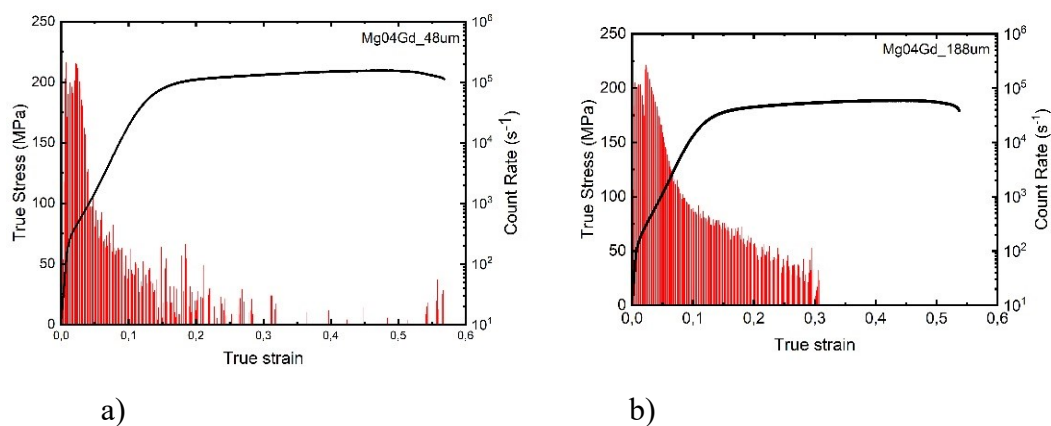
4.2. Akustická emisia v priebehu tlakových deformačných skúšok

Na Obr.4.2.1 - Obr.4.2.4. môžeme vidieť deformačné krivky zliatin Mg04Gd a Mg15Gd (vykazujúce rozdielne priemerné veľkosti zŕn) s odozvou AE. Môžeme pozorovať pre obe zliatiny, že s rastúcou veľkosťou zŕn klesá napätie na medzi sklzu, čo je v zhode s vzťahom Hall-Petcha. Hodnoty maximálneho napätia σ_{max} a napätia pri medzi sklzu sú znázornené v Tabuľke 4.1. Ďalej môžeme pozorovať, že s rastúcou veľkosťou zŕn poklesne aj maximálne dosiahnuté napätie σ_{max} . Na zázname AE sú vidieť zreteľne maxima aktivity AE v blízkom okolí medze sklzu. Toto maximum je v literatúre prisúdené súčasnej nukleácii dvojčiat a intenzívnej aktivite dislokačného sklzu. Pokles AE nad medzou sklzu má dva hlavné dôvody. Jednak s rastúcou deformáciou rastie aj dislokačná hustota a zároveň klesá stredná voľná dráha dislokácií, ktorá je priamo úmerná intenzite signálu AE [43]. Ďalej, ako už bolo uvedené už v kapitole 1.2.1, AE deteguje len nukleáciu a propagáciu dvojčiat [20]. Ich

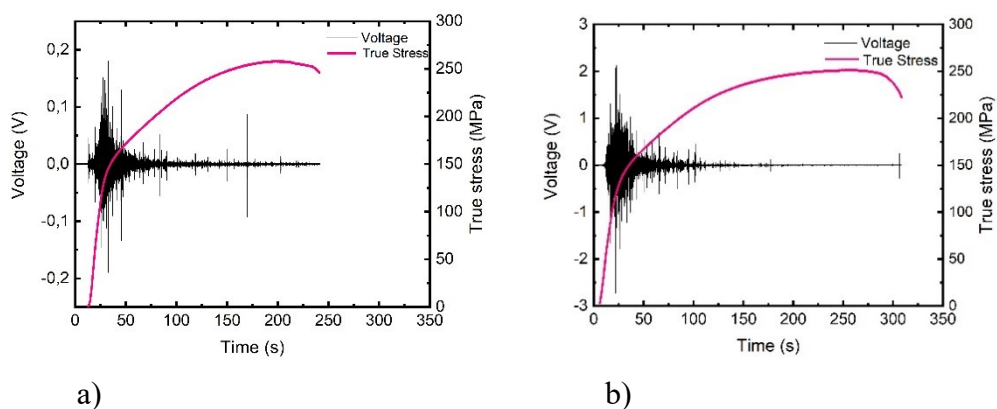
laterálne rozšírenie je pomalší proces, ktorý nemôžeme zaznamenávať pomocou AE [20]. V neskorších štádiách tvárnenia, deformácia sa akomoduje predovšetkým rozšírením dvojčiat, preto signál AE klesá.



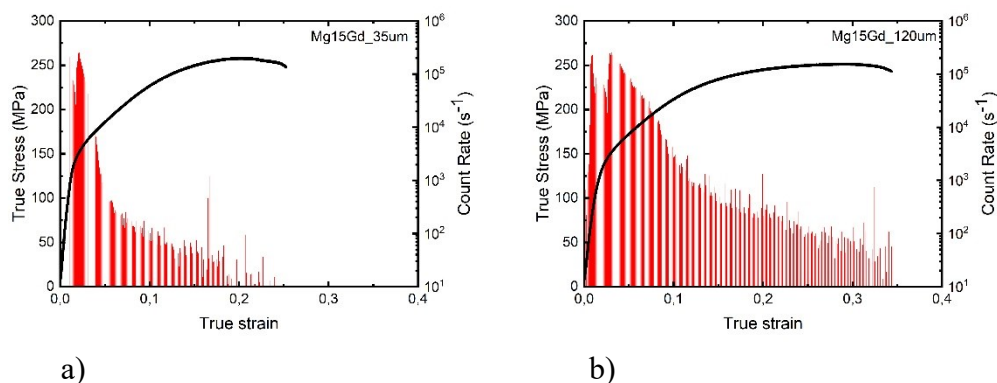
Obrázok 4.2.1. Deformačná krivka a príslušná odozva AE pre zliatinu Mg04Gd s veľkosťou zrna: a) 48 μm , b) 188 μm



Obrázok 4.2.2. Deformačná krivka a príslušná odozva AE pre zliatinu Mg04Gd s veľkosťou zrna: a) 48 μm , b) 188 μm



Obrázok 4.2.3. Deformačná krivka a príslušná odozva AE pre zliatinu Mg15Gd s veľkosťou zrna a) 35 μm , b) 120 μm



Obrázok 4.2.4. Deformačná krivka a príslušná odozva AE pre zliatinu Mg15Gd s veľkosťou zrna: a) 35 μm , b) 120 μm

Tabuľka 4.1. Sklzové napätia σ_{02} a maximálne napätia σ_{max} pre jednotlivé zliatiny

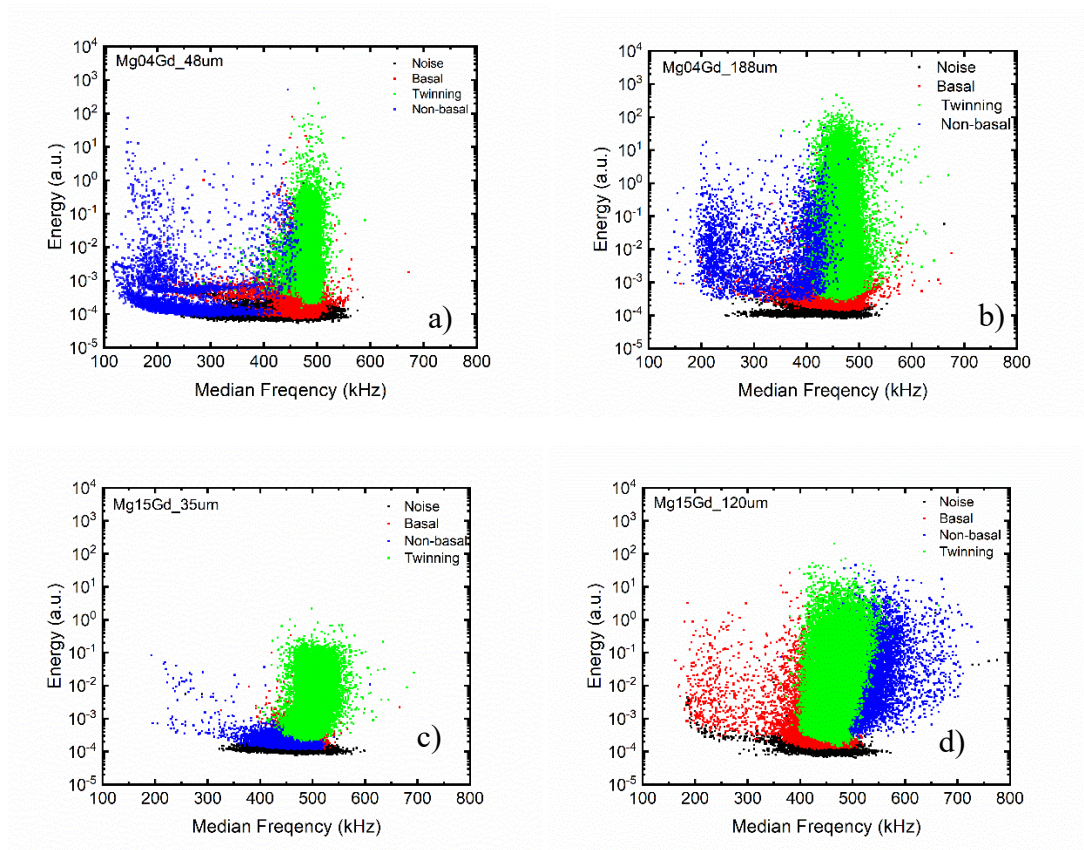
	Mg04Gd		Mg15Gd	
	48 μm	188 μm	35 μm	120 μm
σ_{02} (MPa)	67	55	123	104
σ_{max} (MPa)	209	189	257	251

Keď sa porovnáme vzorky s menšími a väčšími priemernými veľkosťami zrn, môžeme vidieť, že s rastúcou koncentráciou Gd rastie sklzové napätie ako aj hodnoty maximálneho dosiahnutého napätia, na druhej strane sa znižuje húževnatosť materiálu.

Na Obr. 4.2.1. a 4.2.3. môžeme pozorovať deformačné krivky a surový signál AE v závislosti na čase zliatiny Mg04Gd a Mg15Gd s rôznymi veľkosťami zrn. Môžeme vidieť na medzi sklzu výrazné maximum, ktorého hodnota klesá so znižujúcou sa priemernou veľkosťou zrna. Energia AE, ktorá sa uvoľní počas nukleácie dvojčiat je úmerná veľkosti vzniknutého dvojčatia [28], a väčšia priemerná veľkosť zrn umožňuje vznik väčších (dlhších) dvojčiat.

Detailnejšou analýzou signálu AE môžeme odhadnúť časový vývoj deformačných mechanizmov. Pomocou ASK analýzy sme rozdelili AE signál do 4 zhlukov: šum pozadia, bazálny sklz dislokácií, nebazálny sklz dislokácií a dvojčatenie.

Na Obr. 4.2.5. je vidieť ako vyzerajú energie jednotlivých zhlukov v závislosti na mediáne frekvencie. Do jednotlivých zhlukov boli zoradené realizácie AE v jednotlivých analytických oknách podľa charakteristických fyzikálnych a štatistických parametrov ako to bolo popísané v kapitole 1.2.1.

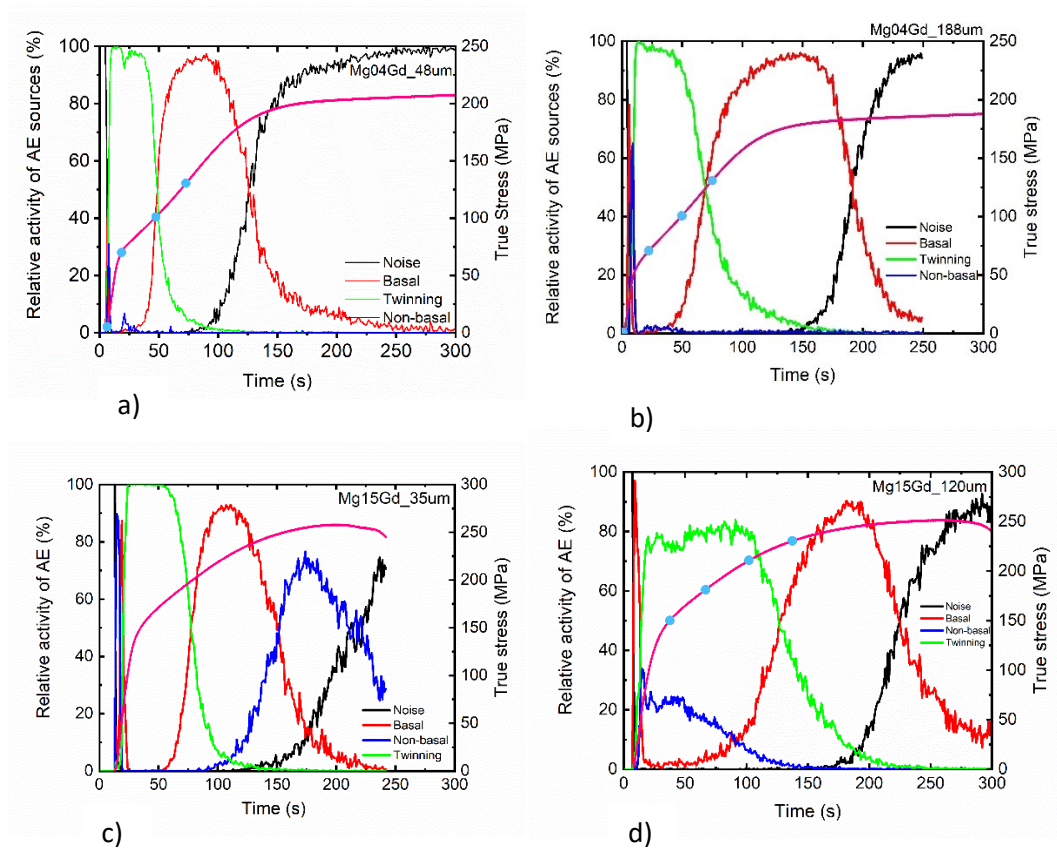


Obrázok 4.2.5. Distribúcia AE klastrov v závislosti na energii a strednej frekvencii
 a) Mg04Gd – 48 μ m, b) Mg04Gd - 188 μ m, c) Mg15Gd - 35 μ m, d) Mg15Gd - 120 μ m

V ďalšom kroku je treba priradiť fyzikálny význam jednotlivým zhlukom. K tomu sa využíva nie len závislosť energie na frekvencii (Obr. 4.2.5.), ale aj časová závislosť relatívnej aktivity AE zdrojov v jednotlivých zhlukoch (Obr. 4.2.6).

Identifikácia čierneho zhluku je najjednoduchšia:

- Objaví sa ešte pred začiatkom deformácie, a preto pochádza jednoznačne od šumu.
- Tento klaster má najnižšiu energiu, a má široké frekvenčné spektrum (Obr.4.2.5.), čo je typické pre šumové pozadie.
- Je to jediný aktívny zhluk pred spustením deformácie. Počas testu, keď sa objavia aj ostatné zhluky, tak jeho aktivita poklesne na nulu, pretože signál AE od tohto zhluku nie je dominantný voči ostatným. Ďalej, keď aktivita ostatných klastrov poklesne, tento zhluk sa stáva dominantným a jeho aktivita začne stúpať.



Obrázok 4.2.6. Časová závislosť relatívnych aktivít AE zdrojov a deformačná krivka:
a) Mg04Gd – 48 μ m, b) Mg04Gd - 188 μ m, c) Mg15Gd - 35 μ m, d) Mg15Gd - 120 μ m

Červené a modré zhluky:

- Sú prítomné v širokom frekvenčnom obore, majú nízke až stredné energie, čo naznačuje dislokačný pôvod AE. Signály s vysokými energiami pochádzajú s najväčšou pravdepodobnosťou od lavínovitého pohybu veľkého počtu dislokácií na začiatku namáhania. So zvyšujúcim sa deformačným napätím rastie aj hustota dislokácií, naopak klesá ich stredná voľná dráha, a preto signál AE sa posunie k vyšším frekvenciám a menším energiám [44].
- Červený zhluk môžeme spojiť s bazálnym sklzom. Na začiatku namáhania pri nízkych aplikovaných napätiach je dominantným zdrojom AE, ako to môžeme vidieť na Obr.4.2.6. To je charakteristické pre bazálny $\langle a \rangle$ sklz, ktorý má najmenšie CRSS. Ďalej, po vyčerpaní možnosti akomodovať deformáciu dvojčatením sa aktivizujú hlavne bazálne sklzové systémy. Kvôli tomu, že pri dvojčatení sa mriežka natočí do správneho smeru tak, aby už zdvojitelá časť zrna mohla

ďalej plasticky deformovať primárne bazálnym sklzom. Zmenu v aktivite deformačných mechanizmov môžeme pozorovať pre všetky vzorky (Obr.4.2.6.), kde po vyčerpaní dvojčatenia, sa stáva dominantným mechanizmom bazálny sklz.

- Modrý zhluk súvisí s nebazálnym sklzom. V prípade zliatin Mg04Gd (Obr. 4.2.6.a-b) môžeme vidieť, že sklz v nebazálnych rovinách sa aktivuje ešte pred medzou sklzu, a následne už nepozorujeme výraznú aktivitu týchto rovín. Aktivitu na začiatku namáhania môžeme vysvetliť s náhodnou textúrou. Niektoré zrná môžu byť nevhodne orientované pre bazálny sklz a na dvojčatenie, a tým pádom sa môžu aktivovať nebazálne sklzové systémy (predovšetkým prizmatický $\langle a \rangle$ -sklz a pyramidálny $\langle c+a \rangle$ -sklz), aj keď CRSS pre ich aktiváciu je väčší. V prípade zliatin Mg15Gd (Obr. 4.2.6 c-d) môžeme pozorovať podobný jav na začiatku deformácie ako pri Mg04Gd. Vedľa bazálneho sklzu sa aktivujú aj nebazálne sklzové systémy. V prípade s menším priemernou veľkosťou zrn môžeme vidieť, že po vyčerpaní možnosti akomodovať deformáciu dvojčatením a bazálnym sklzom sa aktivujú nebazálne sklzové systémy, ktoré pôsobia sekundárne spevnenie. Pre vzorky s väčším priemernou veľkosťou zrn môžeme vidieť, že nebazálny sklz je aktívnym mechanizmom nie len na začiatku deformácie. Vzhľadom na to, že zliatina má náhodnú textúru, môžu byť niektoré zrna nevhodne orientované pre bazálny sklz a dvojčatenie, i napriek tomu, že tieto deformačné mechanizmy majú najmenšie CRSS. Pre akomodáciu deformácie sa preto musia aktivovať nebazálne sklzové systémy. Porovnaním zliatin Mg04Gd a Mg15Gd, s väčšou priemernou veľkosťou zrn (Obr.4.2.6.b)d), môžeme vidieť, že medza sklzu je väčšia v prípade Mg15Gd. To môžeme vysvetliť jednak s tým, že Mg15Gd má menšie zrná, a taktiež väčšiu koncentráciu rozpustených Gd atómov, ktoré môžu brániť sklzu dislokácií a objemovému rastu dvojčiat. Ďalej môžeme k tomu pridať aj to, že kvôli náhodnej textúre môžu niektoré zrná akomodovať deformáciu s aktiváciou nebazálnych sklzových systémov, ktoré majú ale vyššie CRSS, a k plastickej deformácii je potrebné väčšie vonkajšie napätie. Ďalej po vyčerpaní deformácie pomocou bazálnych sklzových

systemov pri tejto vzorku nedôjde k výraznej aktivácii nebazálnych rovín (ale ich aktivitu vylúčiť nemôžeme, pretože s ASK pozorujeme len dominantné zdroje AE). V ďalšom úseku deformácie sa stáva šumové pozadie dominantným zdrojom AE.

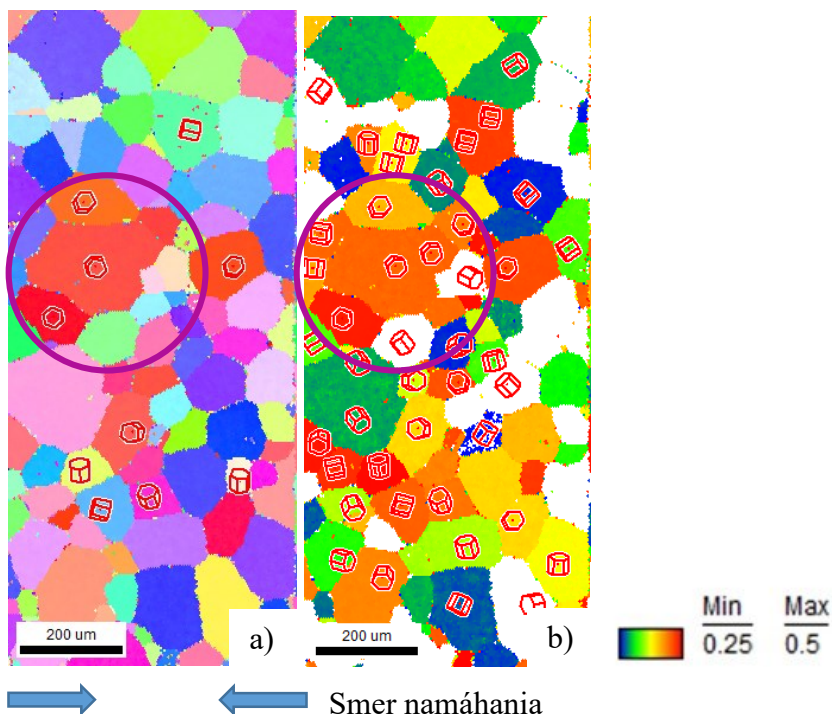
Zelený klaster:

- Signál AE pochádza od udalostí s vysokými energiami z užšieho frekvenčného oboru. Zelený klaster je dominantným zdrojom AE pri mierne vyšších napätiach deformácie. Toto chovanie je charakteristické pre nukleáciu ťahových dvojčiat, ktoré majú vyššiu energetickú odozvu [31] a CRSS pre ich aktiváciu je o niečo väčší ako v prípade bazálneho sklzu.
- Signál od dvojčatenia má rýchlo rastúci charakter od začiatku deformácie, čo je v dobrom súlade s nízkym kritickým sklzovým napätím dvojčatenia (< 10 MPa – [44]). Najviac dominantným je pri makroskopickej medzi sklzu, kedy dôjde k nukleácii väčšieho množstva dvojčiat. V prípade zliatiny Mg15Gd s väčšou priemernou veľkosťou zrn môžeme pozorovať, že dvojčatenie je najvýraznejším zdrojom AE v priebehu veľkej časti deformácie na rozdiel od zliatin Mg04Gd. To môže byť spôsobené tým, že v zliatine Mg15Gd sú rozpustený Gd atómy, ktoré bránia objemovému rastu dvojčiat, a preto je potrebná nukleácia ďalších dvojčiat k udržaniu plastickej deformácie. Podľa výsledkov preto predpokladáme, že pri *in-situ* SEM skúškach budeme môcť pozorovať vznik nových dvojčiat so zvyšujúcim sa vonkajším napätím. V prípade zliatin Mg04Gd predpokladáme vznik dvojčiat v okolí medze sklzu a s narastajúcou deformáciou očakávame ich objemový rast (čo nie je možné detegovať pomocou AE)
- Po inflexnom bode na deformačnej krivke už nie je dvojčatenie dominantným zdrojom AE, čo znamená, že po vyrovnaní spevňovacích a odpevňovacích dejov už nedôjde k výraznej nukleácii dvojčiat.

4.3. Meranie rýchlosti propagácie dvojčiat pomocou vysokorýchlostnej kamery

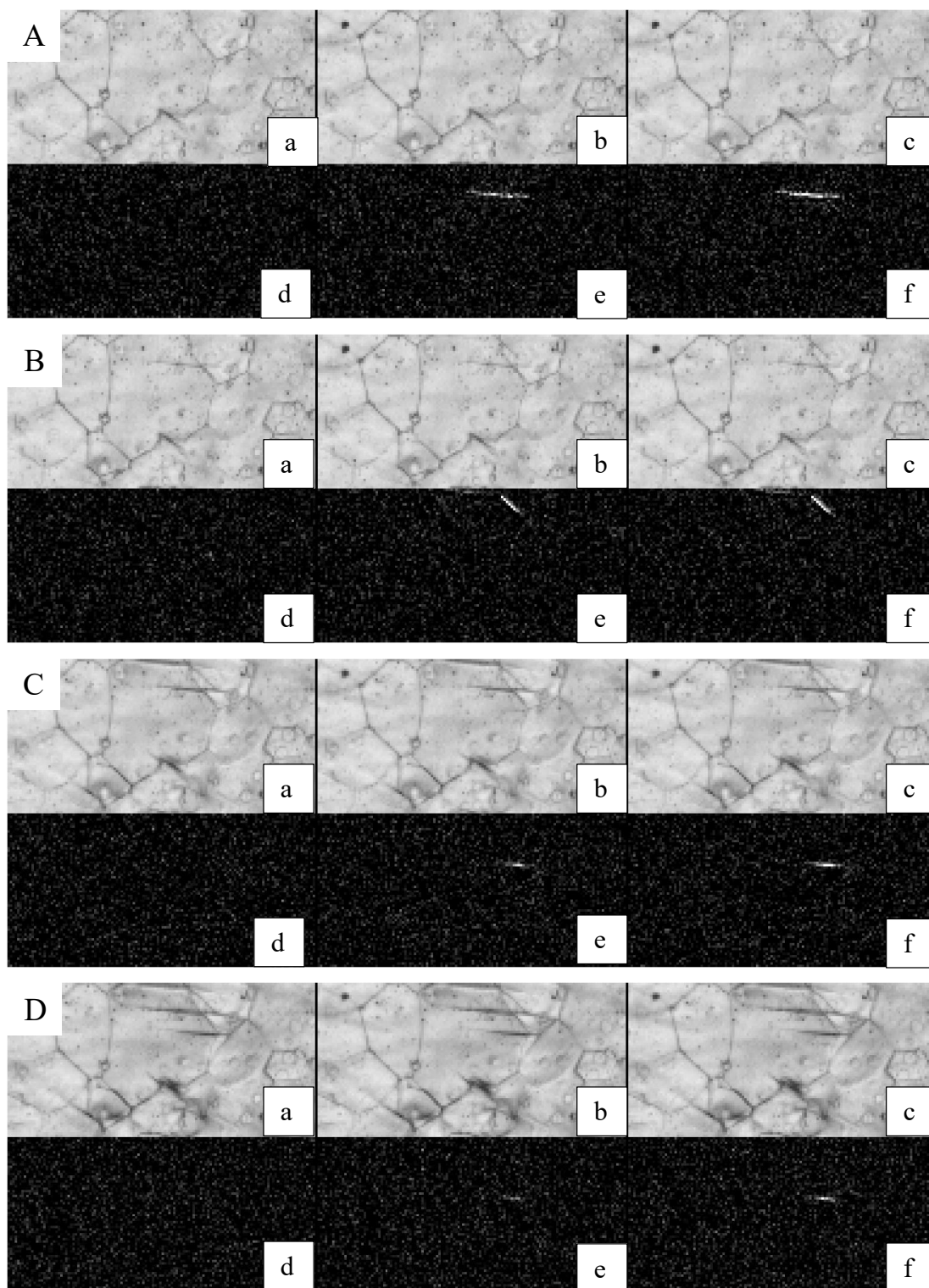
Pre meranie rýchlosti propagácie dvojčiat boli skúmane zliatiny s väčšími priemernými veľkosťami zŕn (Mg04Gd - 188 μ m, a Mg15Gd – 120 μ m), aby sme mali možnosť zaznamenávať rast dvojčiat cez viacero záberov. Pred meraním boli získané orientačné mapy (EBSD) pripravených vzoriek, aby sme mohli odhadnúť, ktoré zrná budú s najväčšou pravdepodobnosťou dvojčatiť s ohľadom na ich orientáciu a smer namáhania. Tento odhad bol nutný z dôvodu obmedzeného zorného poľa mikroskopu pri zväčšení 50x a rozlíšenia vysokorýchlostnej kamery (128 x 64 pixelov pri rýchlosti záznamu 700 tis. snímok za sekundu), čo umožňuje pozorovanie iba niekoľko málo zŕn.

Ďalej v programe OIM boli vykreslené mapy s vypočítanými Schmidovými faktormi pre dvojčatenie, a navyše boli zakreslené aj základné hexagonálne mriežky, aby sme mali vizuálnu predstavu o orientácii zŕn, čo následne umožnilo výber najvhodnejšieho miesta pre pozorovanie. Podľa takejto analýzy sme sa rozhodli, ktorá časť vzorky bude skúmaná vysokorýchlostnou kamerou. Na *Obr. 4.3.1.* môžeme vidieť ukážku orientačných máp a máp s vypočítanými Schmidovými faktormi. V tomto prípade sme sa rozhodli pozorovať zakrúžkovanú oblasť na *Obr. 4.3.1.*, kde je najvyšší počet priaznivo orientovaných zŕn k vzniku dvojčiat.



Obrázok 4.3.1. Ukážka výberu miesta pozorovania pre meranie rýchlosti propagácie dvojčiat: a) Orientačná mapa a odpovedajúca b) mapa s vypočítanými Schmidovými faktormi – pre zliatinu Mg15Gd - 120 μ m

Na vybranej oblasti vzorky sme počas deformácie zaznamenávali 4 dvojčatá (A, B, C, D), vid' Obr. 4.3.2.



Obrázok 4.3.2. Snímky s použitím vysokorychlostnej kamery pre zliatinu Mg15Gd – 120 μm : a) snímka tesne pred vznikom dvojčata b) prvá snímka so vzniknutým dvojčatom, c) o 1 snímku neskôr d)e)f) odčítané rozdiely snímok

Na Obr. 4.3.2. sú znázornené po sebe idúce snímky zakrúžkovanej oblasti z Obr.4.3.1.. Rýchlosť zaznamenávania bolo 700 000 snímok za sekundu, takže doba uplynulá medzi jednotlivými snímkami je 1,43 μ s. Kvôli tomu, že snímky nemajú dobré rozlíšenie, dĺžka jednotlivých dvojčiat bola určovaná tak, že snímka tesne pred vznikom dvojčat'a bola odčítaná z nasledujúcich obrázkov. Takto sme dostali čierne-biele obrázky, z ktorých je jednoduchšie odčítať dĺžku nukleovaného dvojčat'a (počet pixelov) za daný časový interval. Takto vzniknuté dvojča bolo fitované modifikovanou dvojdimenzionálnou Gauss-funkciou, z čoho bola určená jeho dĺžka. Pri premene pixelov na mikrometre sme používali kalibráciu, kde oblasť snímku 128x64 pixelov, odpovedá v skutočnosti oblasti (600x300) μ m².

V Tabuľke 4.2. sú znázornené dĺžky dvojčiat A, B, C, D, a ich vypočítané rýchlosti propagácie.

Tabuľka 4.2: Dĺžky dvojčiat l a vypočítané rýchlosti propagácie dvojčiat vrátane chýb

	l (μ m)	Δl (μ m)	v (ms^{-1})	Δv (ms^{-1})
A	104,6	29,1	73,2	20,3
B	44,4	12,1	31,1	8,5
C	51,1	16,4	35,7	11,5
D	42,3	17,0	29,6	11,9

V prípade dvojčat'a C je možné pozorovať nárast dvojčat'a, ale kvôli horšiemu rozlíšeniu snímky je tento nárast v rámci chyby odčítania dĺžky dvojčat'a. Z nameraných hodnôt bola získaná minimálna rýchlosť propagácie: $v_p = (42,4 \pm 13,1) ms^{-1}$.

Pri ďalších meraniach sme postupovali podobne ako je to uvedené vyššie. Vo väčšine prípadoch sa pozoroval vznik dvojčat'a v priebehu jednej snímky. Preto vypočítané hodnoty udávajú skôr spodný limit rýchlosti rastu.

V prípade zliatiny Mg04Gd sa nám z desiatich vzoriek podarilo zaznamenať vznik dvojčiat v dvoch prípadoch. Deformácia jedného zrna, alebo nami vytypovaných zrn veľmi silne závisí od okolitých zrn. Čiže odhadnúť miesto na vzorke, kde dôjde k dvojčateniu je veľmi ťažké. Každé zaznamenané dvojča vzniklo a narástlo cez celé zrno v priebehu jednej snímky. Z nameraných hodnôt bola pre zliatinu Mg04Gd stanovená propagačná rýchlosť: $v_{Mg04Gd} = (78,6 \pm 22,2) ms^{-1}$.

Ďalej sme predpokladali, že s väčšou pravdepodobnosťou sa podarí zaznamenať vznik a rast dvojčat'a pre zliatinu Mg15Gd kvôli väčšiemu množstvu rozpustených Gd atómov. Z 15 pripravených vzoriek sa podarilo zaznamenať vznik

dvojčatá v ôsmich prípadoch. Z dôvodu náročnosti experimentov (veľká chyba merania) je v niektorých prípadoch obtiažne rozlíšiť či dochádza len k propagácii dvojčiat, alebo i k ich súbežnému rastu. Ďalej predpokladáme, že vyššia koncentrácia atómov Gd spôsobila to, že dvojčatá nerástli cez celý priemer zrna (môžeme vidieť aj na *Obr. 4.3.2*, ale sa zastavili v zrne zrejme kvôli nejakej poruche kryštálovej mriežky. Pre zliatinu Mg15Gd bola určená propagačná rýchlosť: $v_{Mg15Gd} = (54,4 \pm 18,7) \text{ ms}^{-1}$.

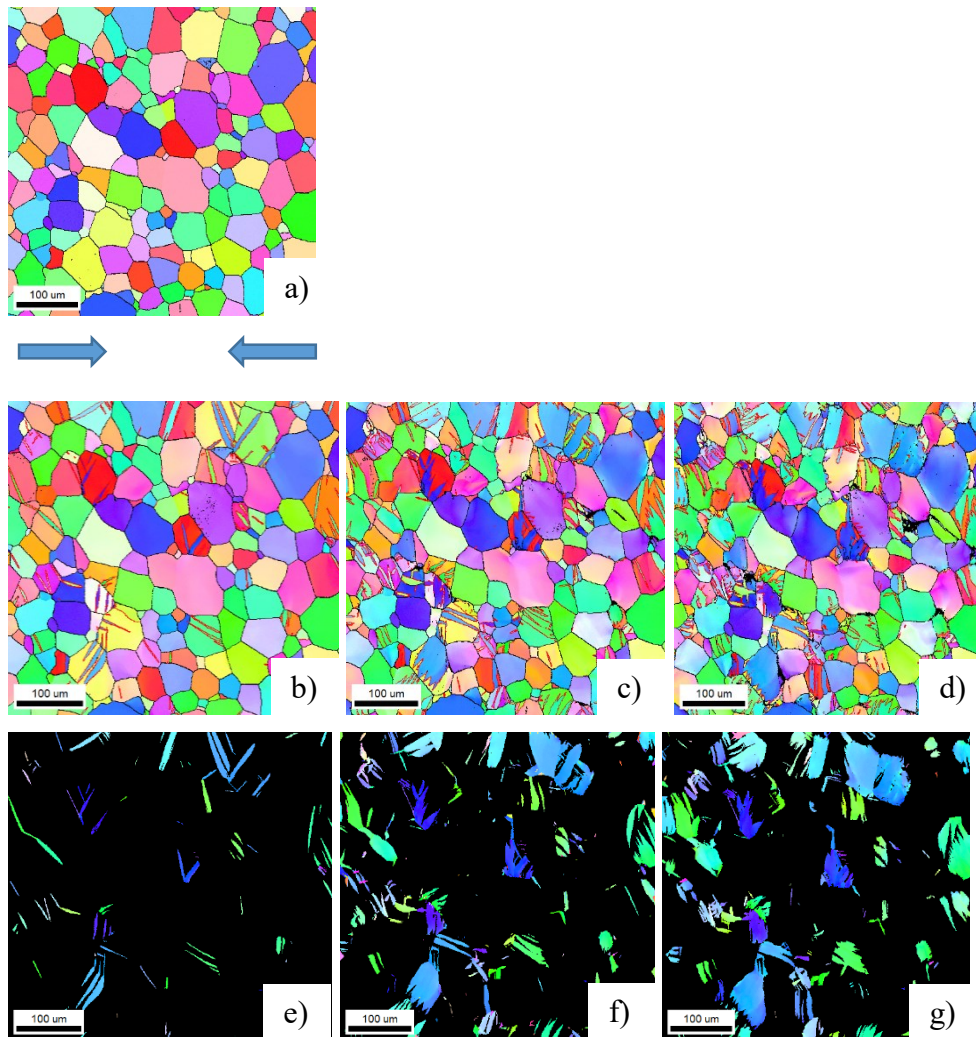
Napriek značnej chybe v určení rýchlosti propagácie, naše výsledky indikujú, že koncentrácia prímiesových atómov ovplyvňuje propagáciu dvojčiat, nakoľko pri vyššej koncentrácii Gd sme namerali menšie hodnoty rýchlosti v . Namerané hodnoty rýchlosti propagácie dvojčiat rádovo odpovedajú hodnotám nameraných skupinou A. Vinogradova [20] na čistom horčíku. Kannan a kol. [45] namerali síce rýchlosti dosahujúce až 1 km/s, ale v ich prípade sa jednalo o balistické testy (rýchlosť deformácie 1 km/s) na monokryštáloch Mg.

4.4. Vývoj mikrostruktúry počas deformačných skúšok v komore SEM (*in-situ* SEM)

Deformačné skúšky boli prevedené v komore SEM *Zeiss Auriga Compact*. Zliatiny Mg04Gd (s priemernou veľkosťou zŕn 48 μm a 188 μm) a Mg15Gd (120 μm) boli vybrané pre skúmanie zmien mikrostruktúry počas tlakových deformačných skúšok. Vzorky boli deformované do vopred určených hodnôt napätia, s ohľadom na priebeh deformačnej krivky a odpovedajúcich zmien v odozve AE z predchádzajúcich meraní.

4.4.1. Zmena dvojčatového objemu

Zliatina Mg04Gd s priemernou veľkosťou zŕn 48 μm bola deformovaná v tlaku postupne do napätia 70 MPa, 100 MPa a 130 MPa, kde test bol zastavený pre skenovanie orientačných máp a SE obrázkov. Orientačné mapy východiskového stavu a v jednotlivých štádiách deformácie, smer namáhania a mapy s vykreslenými dvojčatami sú znázornené na *Obr. 4.4.1.a-g*. Do orientačných máp boli zakreslené vysokouhlové hranice ($>15^\circ$) čiernou, a ťahové dvojčatá typu $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ červenou farbou.



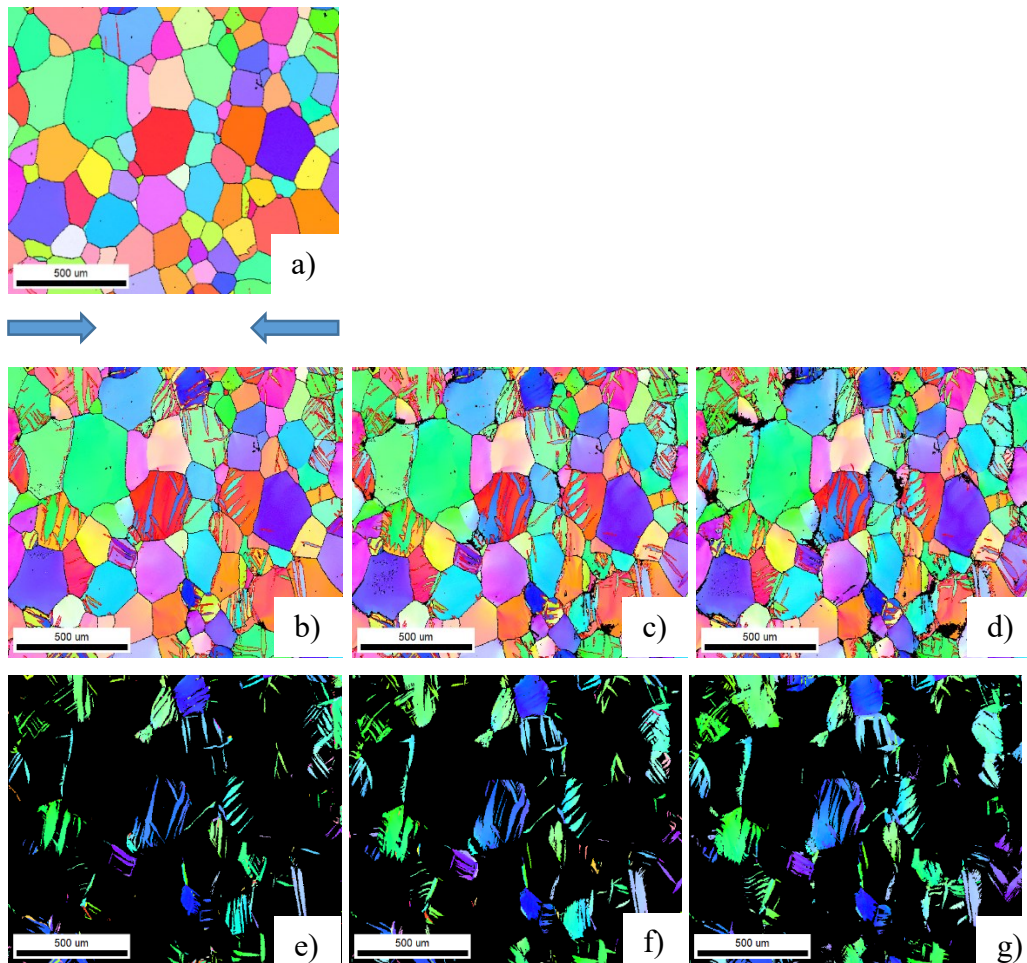
Obrázok 4.4.1. Orientačné mapy zliatiny Mg04Gd – 48 μm v a) základom stave, a po tlakovej deformácii: b),e) 70 MPa, c)f) 100 MPa, d)g) 130 MPa; e-g) dvojčatá vykreslené v jednotlivých štádiách deformácie

Na Obr.4.4.1.e môžeme vidieť, že už pri zaťažení do 70MPa je veľké množstvo nukleovaných dvojčiat. Počet dvojčiat v ďalších krokoch sa navýši len o pár, pre deformácie je charakteristické nárast už prítomných dvojčiat. Ako to môžeme vidieť na Obr. 4.2.6.a) 70 MPa je napätie hneď nad medzou sklzu. V okolo medze sklzu je charakteristické nukleácia nových dvojčiat. Podiel dvojčiat v tomto stave podľa orientačnej mapy je 3,9%. Ďalej na Obr. 4.4.1.f pri zaťažení do 100 MPa môžeme pozorovať značný laterálny nárast týchto dvojčiat, ktoré už boli prítomné aj pri zaťažení do 70 MPa, a vznik niekoľko nových dvojčiat. Podiel dvojčiat v tomto bodu deformácie je 15,7%. V poslednom kroku na Obr. 4.4.1.g pri zaťažení do 130 MPa môžeme vidieť už viac celkovo dvojčateľých zŕn, a výrazný objemový rast do 21,2%.

V každom štádiu deformácie vzniknuté dvojčatá boli typické pre tlakové namáhanie horčíku: vznikli len ťahové dvojčatá typu $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$.

Zliatina Mg04Gd s priemernou veľkosťou zŕn 188 μm bola deformovaná v tlaku postupne do napätia 70 MPa, 100 MPa a 130 MPa, kde test bol zastavený pre skenovanie orientačných máp a SE obrázkov rovnakým spôsobom ako pri predchádzajúcej vzorku.

Na *Obr. 4.4.2.e* môžeme vidieť, že už pri zaťažení do 70 MPa, skoro v každom zrne sa nukleovali dvojčatá. Táto zliatina má rovnaké zloženie ako predchádzajúca, ale má oveľa väčšiu priemernú veľkosť zŕn, čo je možné vysvetliť Hallovým-Patchovým vzťahom. Hodnota 70 MPa pre túto zliatinu odpovedá 2% skutočnej deformácii. V prípade zliatiny s menším zrnom (Mg04Gd – 48 μm) predstavuje napätie 70 MPa skutočnú deformáciu 1,3%. Preto je pochopiteľné, že na *Obr. 4.4.2.e* vidíme jednak aj počtovo, ako aj laterálne rozsiahlejšie dvojčatá, ako pri zliatine s menšími zrnami. V tomto bode deformácie je objemový podiel dvojčiat 11,5%. V ďalšom kroku pri zaťažení do 100 MPa môžeme vidieť len niekoľko málo nových dvojčiat, ale najvýraznejším javom je objemový rast dvojčiat. Môžeme pozorovať už aj niekoľko plne zdvojčateľých zŕn. Objemový podiel dvojčiat je 16,5%. V poslednom bode merania pri zaťažení do 130 MPa na *Obr. 4.4.2.g*, môžeme pozorovať hlavne laterálny rast dvojčiat. Podiel dvojčiat v tomto štádiu deformácie je 21,6%. V každom štádiu deformácie vznikli len ťahové dvojčatá typu $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$.



Obrázok 4.4.2. Orientačné mapy zliatiny Mg04Gd – 188 μm v a) základom stave, a po tlakovej deformácii: b),e) 70 MPa, c)f) 100 MPa, d)g) 130 MPa; e)-g) dvojčiatá vykreslené v jednotlivých štádiách deformácie

Zliatina Mg15Gd s priemernou veľkosťou zŕn 120 μm bola deformovaná v tlaku postupne do napätia 150 MPa, 180 MPa, 210 MPa a 240 MPa, kde test bol zastavený pre skenovanie orientačných máp a SE obrázkov.

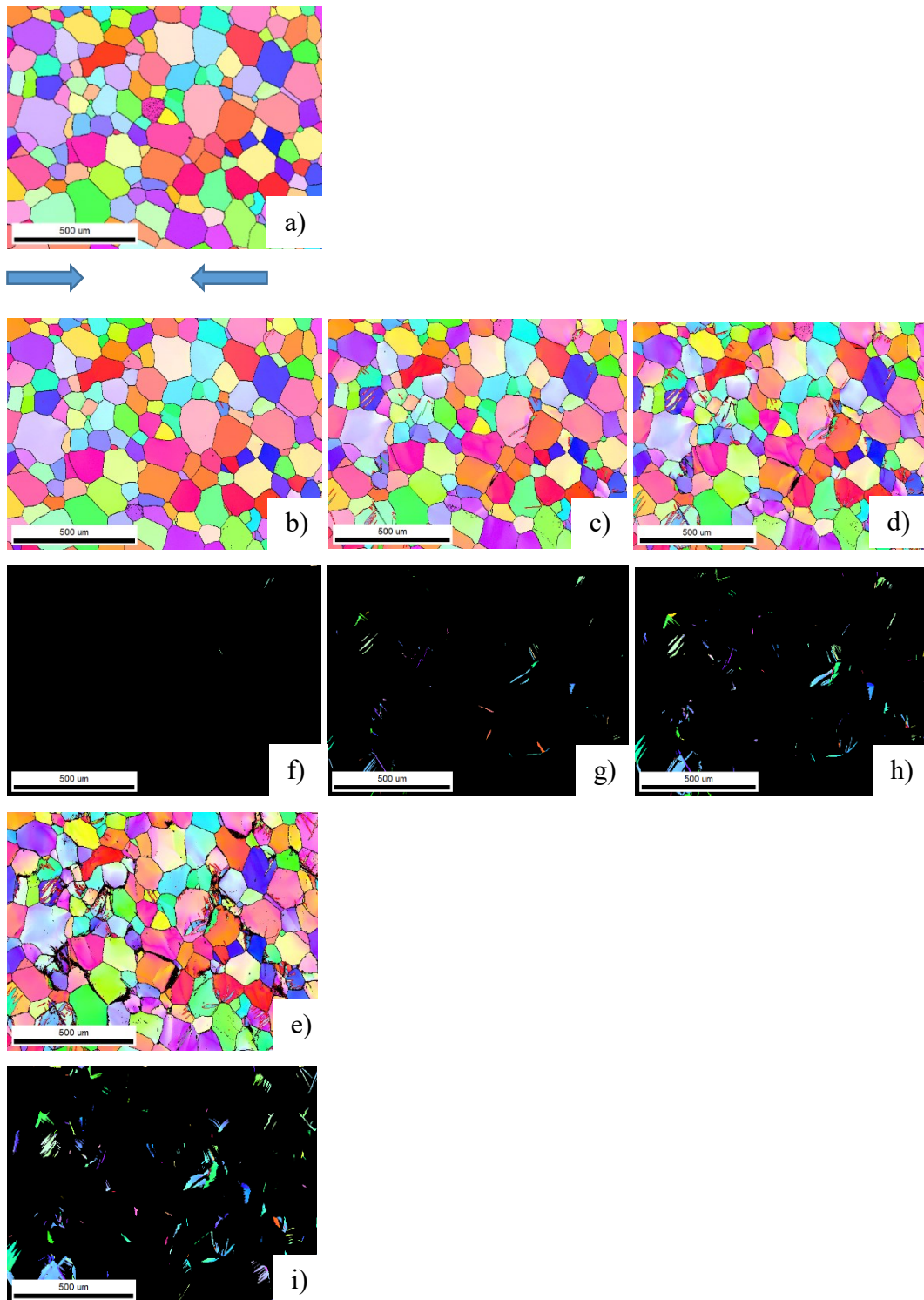
Na *Obr. 4.4.3.f* môžeme vidieť vznik len veľmi málo tenkých dvojčiat pri zaťažení do 150 MPa. Táto hodnota napätia odpovedá hodnote skutočnej deformácie 3%. V prípade tejto zliatiny nie je charakteristický vznik viacerých dvojčiat okolo medze sklzu, ako sme to mohli pozorovať u predchádzajúcich zliatin. Z ASK analýzy môžeme vidieť okrem dvojčatenia i výraznú aktivitu nebazálnych sklzových systémov až do hodnoty napätia 150 MPa. Kvôli tomu pozorujeme tak malé množstvo dvojčiat pri zaťažení do 150 MPa. Objemový podiel dvojčiat je 0,13%.

Ďalej na *Obr. 4.4.3.c* môžeme vidieť EBSD mapu pri zaťažení do 180 MPa (6% skutočnej deformácie). Na *Obr. 4.4.3.g* vidíme vykreslené dvojčiatá k príslušnému

stavu. Môžeme pozorovať vznik nových tenkých dvojčiat. Na *Obr. 4.4.3.c* sú zvýraznené vysokouhlové hranice zrn čiernou, hranice ťahových dvojčiat typu $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ červenou, a $\{11\bar{2}1\}\frac{1}{3}\langle \bar{1}\bar{1}26\rangle$ zelenou farbou. Po prvej pri tejto hodnote napätia môžeme pozorovať ťahové dvojčatá typu a $\{11\bar{2}1\}\frac{1}{3}\langle \bar{1}\bar{1}26\rangle$. To môže byť sprostredkovaná s väčšou koncentráciou rozpustených Gd atómov. K akomodácii plastickej deformácie bolo potrebné aktivovať aj iný typ dvojčatenia. Objemový podiel dvojčiat pri zaťažení do 180 MPa je 1%, z toho len menej než 0,1% bolo typu $\{11\bar{2}1\}\frac{1}{3}\langle \bar{1}\bar{1}26\rangle$.

Mikroštruktúra v ďalšom kroku namáhania pri zaťažení do 210 MPa (10% skutočného napätia) je znázornená na *Obr. 4.4.3.d*. Môžeme pozorovať laterálny nárast dvojčiat a vznik niekoľko nových tenkých dvojčiat. Pri zaťažení do 210 MPa je objemový podiel dvojčiat 2,8%, z toho je 2,7% ťahového typu $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ a 0,1% je typu $\{11\bar{2}1\}\frac{1}{3}\langle \bar{1}\bar{1}26\rangle$.

V poslednom kroku deformácie pri zaťažení do 240 MPa (17% skutočného napätia) na *Obr. 4.4.3.e* môžeme vidieť hlavne laterálny nárast dvojčiat a vznik niekoľko nových, tenkých dvojčiat. Objemový nárast je charakteristický pre dvojčatá typu $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$, keď pre dvojčatá druhého typu sa nepozoruje výrazný objemový rast. Pri tejto zliatine ani u takých vysokých hodnotách skutočného napätia nemôžeme pozorovať veľké množstvo celkovo dvojčateľých zrn, pravdepodobne kvôli väčšej koncentrácii rozpustených Gd atómov, ktoré môžu brániť objemovému rastu. Pri zaťažení do 240 MPa je objemový podiel dvojčiat 5,2%, z toho je 5,1% ťahového typu $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ a 0,1% je typu $\{11\bar{2}1\}\frac{1}{3}\langle \bar{1}\bar{1}26\rangle$.



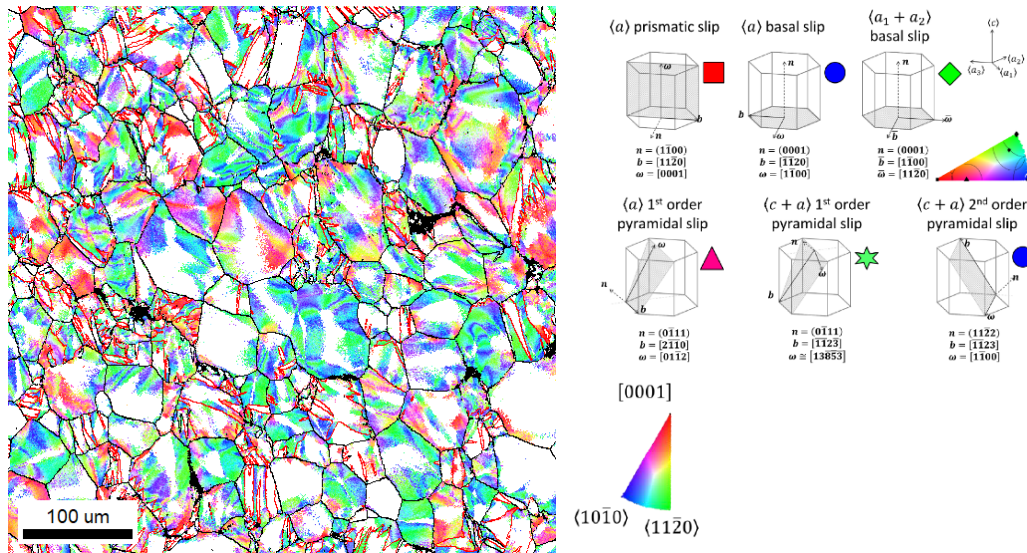
Obrázok 4.4.3. Orientačné mapy zliatiny Mg15Gd – 120 μm v a) základom stave, a po tlakovej deformácii: b),f) 150 MPa, c)g) 180 MPa, d)h) 210 MPa, e)i) 240MPa; f-i) dvojčatá vykreslené v jednotlivých štádiách deformácie

4.4.2. Analýza aktívnych sklzových systémov

Na vzorkách v jednotlivých krokoch deformácie boli spravené okrem orientačných máp aj SE obrázky s rôznymi zväčšeniami. Kombináciou GROD máp a SE obrázkov spárovaných so zakreslenými sklzovými pásmi (z analýzy sklzových pásov) sme schopní vyhodnotiť, ktoré sklzové systémy boli aktívne počas deformácie. Ďalej tieto výsledky môžeme porovnať aj s výsledkami z ASK analýzy.

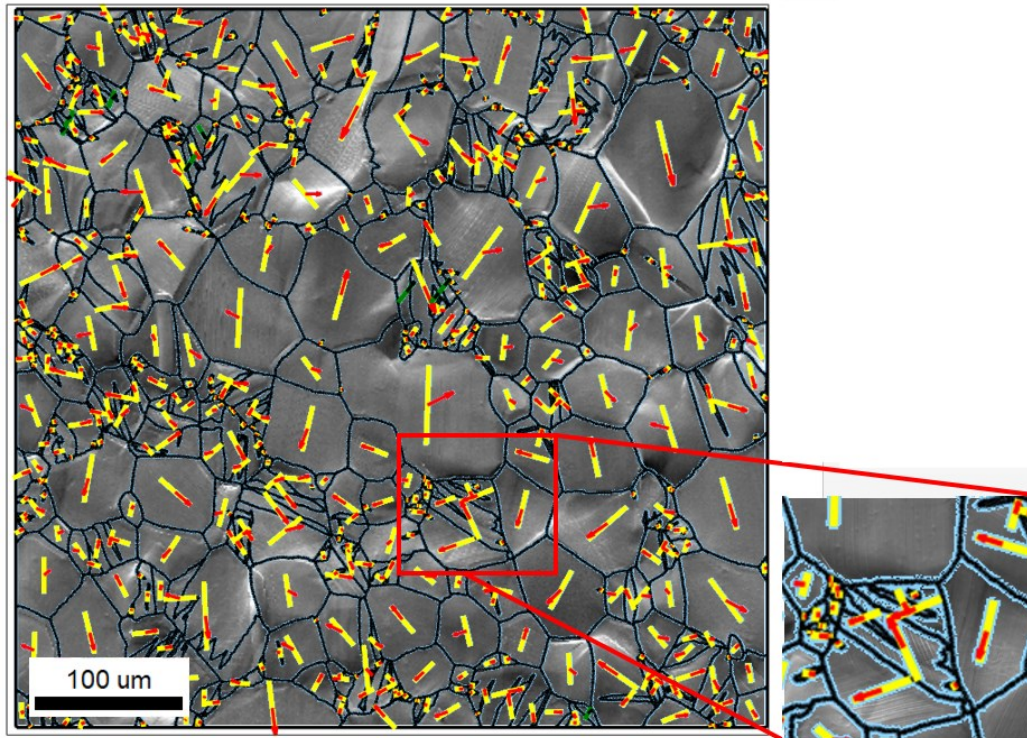
Znázornené GROD mapy a SE obrázky boli spravené pre najviac deformovaný stav: pri zaťažení do poslednej nameranej hodnoty napätia.

Biele oblasti na *Obr. 4.4.4.* sú oblasti, kde uhly misorientácie sú menej ako 2° , pretože majú vysokú neistotu v meraní misorientačných uhlov.



Obrázok 4.4.4. Mapa rotačných osí (GROD – Grain Reference Orientation Deviation) v referenčnom systéme kryštála so zakreslenými hranicami zŕn a dvojčiat.

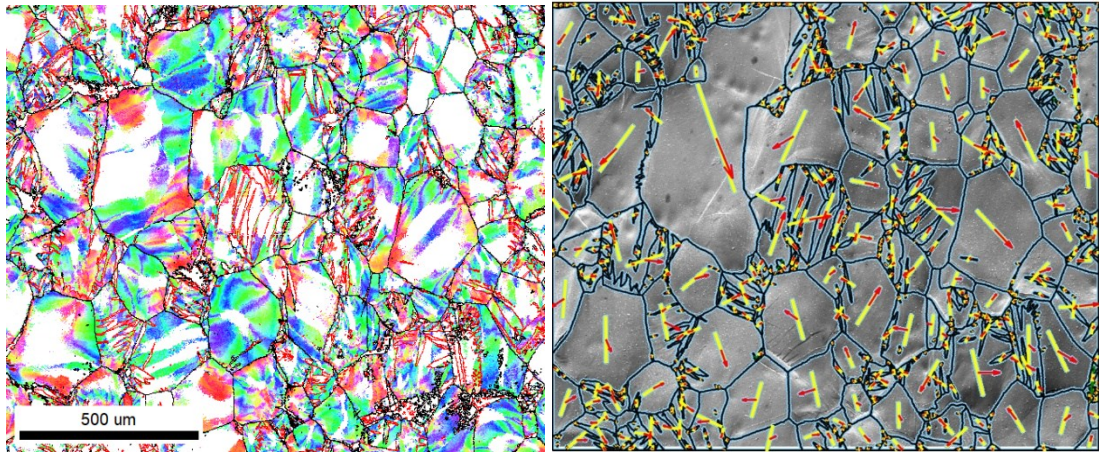
Vektory misorientačných osí rotácie sú zakreslené v hexagonálnej symetrii s farebným kódom inverzného pólového obrazca (IPF), ukazujúce rotačné osi ako smery v základnej HCP mriežke.



Obrázok 4.4.5. SE obrázok so zakreslenými hranicami zŕn a dvojčiat, a vypočítané najpravdepodobnejší sklzový pás (bazálny sklz – žltá, prizmatický sklz – zelená farba) pre zliatinu Mg04Gd – 48 μm

Na Obr. 4.4.5. môžeme vidieť, že okrem dvojčatenia je bazálny sklz dominantným deformačným mechanizmom. Identifikované bazálne sklzové pásy sú

a) žlté žltou farbou a smer ich sklzu je $\langle c+a \rangle$. Tieto pásy sa veľmi dobre zhodujú s pásmi z SE obrázku. Ďalej môžeme vidieť, že tieto sklzové pásy sú prítomné aj vo dvojčatách. Uhol, ktorý zvierajú sklzové pásy v zrne a v dvojčati je 86° , je to práve uhol, ktorý je medzi zdvojčateľou a pôvodnou časťou mriežky v prípade ťahového typu dvojčat'a $\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}\bar{2}\}$. Podľa Obr. 3.4.4. z kapitoly 3.4.2. je možné pomocou jednotlivých farieb na mapách GROD vyvodit', ktoré sklzové systémy boli aktívne v daných zrnách. Modré a zelené farby naznačujú bazálny sklz (alebo na $\langle c+a \rangle$ pyramidálnych rovin ale k ich aktivácii sú potrebné vyššie hodnoty CRSS). Červená farba a odtiene fialovej farby odpovedajú prizmatickému a pyramidálnemu (prvého druhu) sklzu. V niektorých zrnách sú oblasti, ktoré odkazujú na aktivitu týchto nebazálnych systémov. Napriek tomu, že na obrázku zo sekundárnych elektrónov (Obr.4.4.5.) nepozorujeme sklzové pásy týchto systémov, ale ich aktivitu nemôžeme vylúčiť. Sklz bazálnych rovin má lavínovitý charakter a sklzové pásy sa jednoduchšie objavia na povrchu vzorky.

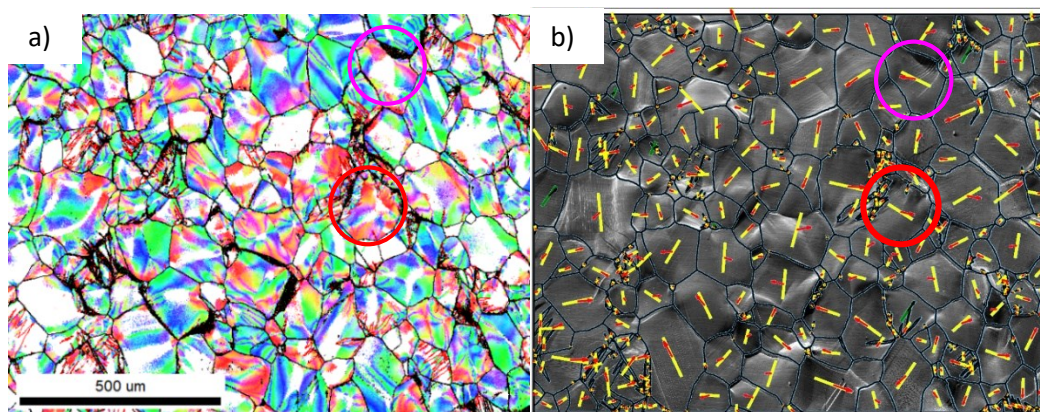


Obrázok 4.4.6. a) GROD mapa b) SE obrázok a zakreslené sklzové pásy (bazálny sklz – žltá farba) zliatina Mg04Gd – 188 μm

V prípade vzorky Mg04Gd – 188 μm na Obr. 4.4.6.b bola najnáročnejšia identifikácia sklzových pásov, pretože vo viacerých zrnách sme nemohli pozorovať žiadne stopy od sklzu dislokácií. V zrnách, ktoré vykazovali sklzové pásy bazálnych rovín, boli dosť jemné a homogénne rozložené.

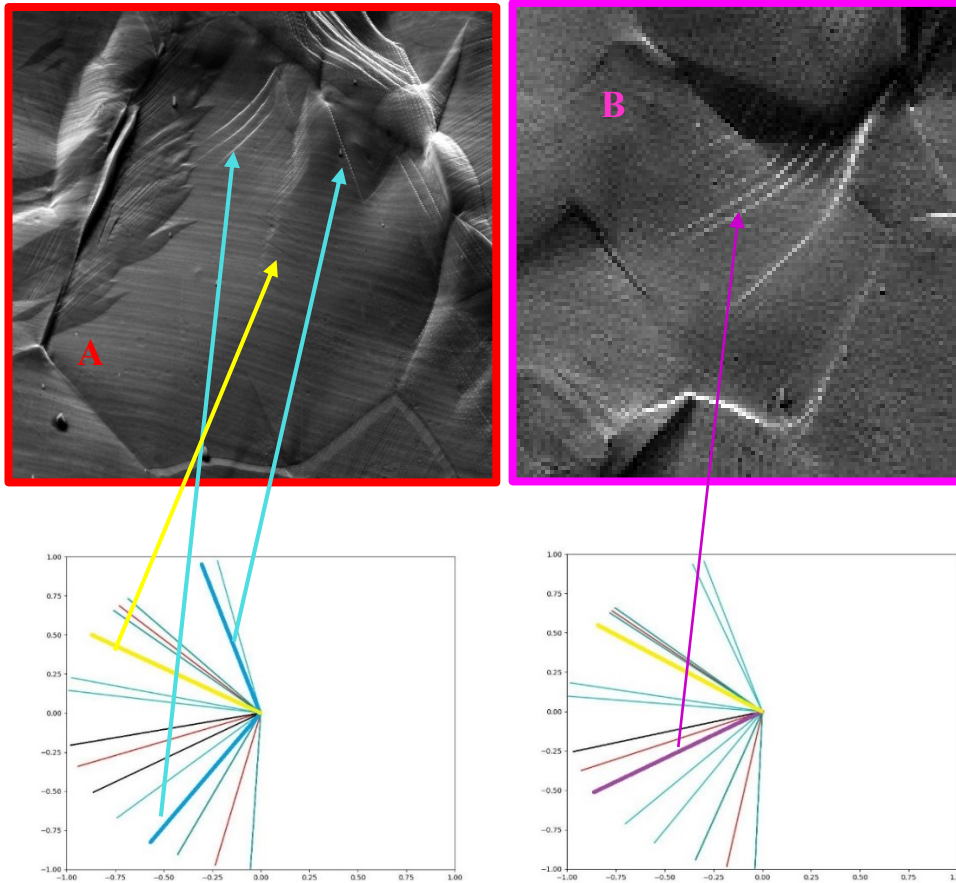
Na GROD mape (Obr. 4.4.6.a) môžeme vidieť pár miest (červenej a fialovej farby), ktoré naznačujú na nebazálny pôvod sklzu, ale sklzové pásy v týchto prípadoch nemôžeme pozorovať.

Dosiahnuté výsledky analýzy sklzových pasov sú v dobrej zhode s výsledkami z ASK analýzy (Obr. 4.2.6.b). Okrem dvojčatenia je bazálny sklz dominantným deformačným mechanizmom. Je potrebné zdôrazniť, že ASK analýza ukazuje len dominantné deformačné mechanizmy z celého objemu vzoriek, pričom analýza sklzových pásov poskytuje informácie z povrchu vzoriek. Z tohto dôvodu nemôžeme vylúčiť aktivitu nebazálnych sklzových systémov ani podľa výsledkov z ASK analýzy ani podľa analýzy sklzových pásov (Obr. 4.4.6.b).

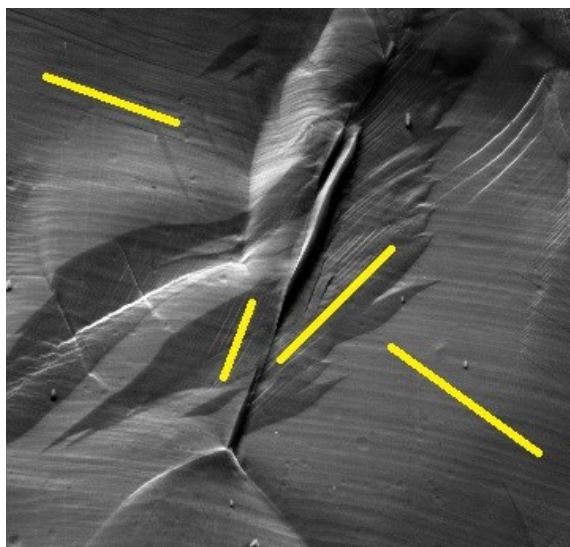


Obrázok 4.4.7. a) GROD mapa, b) SE obrázok so zakreslenými sklzovými pásmi (bazálny sklz – žltá, prizmatický sklz – zelená farba) pre zliatinu Mg15Gd – 120 μm

Na Obr. 4.4.7.b sú bazálne sklzové pásy zakreslené žltou a prizmatické pásy zelenou farbou. Vo väčšine zŕn aj v tomto prípade platí, že najpravdepodobnejší sklz je bazálny, a vykreslené sklzové pásy sa zhodujú s pásmi z SE obrázku. GROD mapa (Obr. 4.4.7.a) ukazuje viac oblastí zŕn, kde sa materiál mohol deformovať pomocou nebazálneho sklzu (oblasti s červenou a fialovou farbou a ich odtieňmi). Keď porovnáme tieto oblasti s SE snímkami (Obr. 4.4.7.b), tak skutočne pozorujeme niekoľko sklzových pásov, ktoré neodpovedajú bazálneho sklzu (napr. zakrúžkované oblasti na Obr. 4.4.7.b). To je spôsobené tým, že v jednotlivých zrnách môže lokálne pôsobiť oveľa väčší napätie od okolitých zŕn ako je aplikované, a nebazálne sklzové systémy (ktoré potrebujú k aktivácii vyššie CRSS) sa jednoduchšie aktivujú. Vyššiu aktivitu nebazálnych rovín pre túto zliatinu môžeme vidieť aj na grafe z ASK (Obr.4.2.6.d). Aby sme zistili aktívne sklzové systémy v týchto zrnách, pre obe zrna sme vykreslili všetky možné sklzové systémy, ktoré sa môžu vyskytovať v podobe pásov na povrchu zrna. V zrne **A** môžeme pozorovať sklzové pásy od viacerých sklzových systémov. Porovnaním možných pásov s viditeľnými sklzovými pásmi, bolo zistené, že okrem bazálneho sklzu dochádza aj k pyramidálnemu $\langle c+a \rangle$ sklzu. Takisto i v prípade zrna **B** bola zistená aktivita pyramidálneho sklzového systému.



Obrázok 4.4.8. Zväčšené oblasti vzorky Mg15Gd – 120 μm , zrno A a B, kde sa pozorujú sklzové pásy aj od nebazálnych sklzových systémov, a znázornenie pozície všetkých sklzových pásov, ktoré v danom zrne môžu existovať (žltá – bazálny sklzový systém, červená –prizmatický sklzový systém, ostatné farby označujú sklzové pásy pyramidálnych sklzových systémov)



Obrázok 4.4.9. Sklzové pásy bazálnych rovín v pôvodnej časti zrna a v dvojčati

5. Záver

5.1. Zhrnutie výsledkov

V tejto diplomovej práci boli skúmané horčíkové zliatiny s dvoma rôznymi koncentraciami gadolína pomocou *in-situ* experimentálnych metód. Mikroštruktúra nedeformovaných a deformovaných vzoriek bola pozorovaná pomocou SEM. Deformačné skúšky boli prevedené pri izbovej teplote so súbežným záznamom akustickej emisie (AE). Záznam AE bol vyhodnotený pomocou zhlukovej ASK analýzy, z čoho boli určené dominantné deformačné mechanizmy v jednotlivých štádiách deformácie. Pomocou meraní vysokorýchlostnou kamerou bola určená dolná medza rýchlosti propagácie dvojčiat pre obe zliatiny. Ďalej boli prevedené deformačné skúšky v komore SEM za súčasného pozorovania mikroštruktúry, pričom boli určené aktívne sklzové systémy a vývoj dvojčatového objemu v priebehu deformácie. Aktivita sklzových systémov bola vyhodnotená na základe analýzy orientačných máp a sklzových pásov, pozorovaných na SE obrázkoch.

Hlavné výsledky práce sú zhrnuté v nasledujúcich bodoch:

1. Makroskopické deformačné chovanie zliatin počas tlakových skúšok

- S rastúcou koncentraciou Gd rastie sklzové napätie ako aj hodnoty maximálneho dosiahnutého napätia. Na druhu stranu toto vedie k zníženiu ťažnosti materiálu.
- Pre obe zliatiny klesá napätie na medzi sklzu ako aj maximálne dosiahnuté napätie so zväčšujúcou sa priemernou veľkosťou zrn.

2. Dynamika aktívnych deformačných mechanizmov

- V blízkom okolí medze sklzu pozorujeme maximum aktivity AE pochádzajúce od nukleácie dvojčiat a od intenzívneho dislokačného sklzu.
- Výsledky z ASK analýzy ukazujú, že pokiaľ dominantným mechanizmom deformácie na medzi sklzu je dvojčatnie, tak v ďalšom štádiu deformácie sa realizuje predovšetkým bazálny sklz.
- Výraznejšia nukleácia dvojčiat je pozorovaná v zliatine Mg15Gd. Zvýšená aktivita tohto mechanizmu je daná vyššou koncentraciou prímеси Gd, ktorá zabraňuje laterálnemu rastu dvojčiat, a preto je nutná nukleácia ďalších dvojčiat k plastickej deformácii.
- V zliatine Mg15Gd bola pozorovaná, okrem dvojčatenia a bazálneho sklzu, výrazná aktivita nebazálneho sklzu.

- Výsledky analýzy sklzových pásov podporujú poznatky z ASK analýzy. V prípade zliatin Mg04Gd sa v prevažnej väčšine pozorujú sklzové pásy od bazálneho sklzového systému. V zliatine Mg15Gd – 120 μm, je v niekoľkých zrnách pozorovať aj sklzové pásy od nebazálnych sklzových systémov, hlavne od pyramidálneho.
- Vývoj podielu dvojčatového objemu z *in-situ* SEM deformácie je tiež v dobrej zhode s ASK analýzou. V prípade zliatiny Mg04Gd sa pozoruje v okolí medze sklzu vznik veľkého množstva ťahových dvojčiat typu $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$. So zvyšujúcim sa stupňom deformácie je pozorovaný výrazný laterálny rast dvojčiat a vznik niekoľko málo ďalších dvojčiat.
- V zliatine Mg15Gd – 120 μm sa pozoruje v okolí medze sklzu vznik dvojčiat v objemom nižšom než 1%. To je v súlade s výsledkami z ASK analýzy, kde sa okrem dvojčatenia pozoruje výrazná aktivita nebazálnych sklzových systémov. So zvyšujúcim sa stupňom deformácie pozorujeme vznik nových dvojčiat a ich laterálny rast. V tejto zliatine vznikajú okrem najčastejšieho typu ťahových dvojčiat $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1\rangle$ aj ďalšie typy $\{11\bar{2}1\}\frac{1}{3}\langle \bar{1}\bar{1}26\rangle$.
- Pomocou merania s vysokorýchlostnou kamerou boli určené spodné limity rýchlosti propagácie dvojčiat pre obe zliatiny. Napriek značnej chybe v určení rýchlosti, naše výsledky indikujú, že koncentrácia prímесových atómov ovplyvňuje propagáciu dvojčiat, nakoľko pri vyššej koncentrácii Gd boli namerané nižšie hodnoty rýchlosti propagácie.

5.2. Námety pre ďalší výskum

Z nameraných výsledkov sme získali niekoľko námetov pre ďalší výskum:

- Realizovať deformačné skúšky aj pri vyšších teplotách so súbežným záznamom AE
- Skúmať zmeny rýchlosti propagácie dvojčiat pre zliatiny s rôznymi koncentraciami Gd a s ohľadom na parametre deformačného testu
- Preskúmať zmeny mikroštruktúry a mechanických vlastností žíhaných vzoriek pri rôznych teplotách
- Preskúmať nehomogénne makroskopické deformačné pole pomocou metódy DIC (angl. – digital image correlation)
- Stanoviť vplyv precipitátov a prímiesových atómov na rozloženie deformačného poľa v okolí dvojčiat pomocou vysokorozlišovacej difrakcie spätne odrazených elektrónov (high resolution EBSD)

Zoznam použitej literatúry

- [1] M. M. Avedesian. H. Baker : *Magnesium and Magnesium Alloys (ASM Specialty Handbook)*, ASM International. New York, 1999.
- [2] http://kdf.mff.cuni.cz/~koudelkova/U3V/Drozd_horcik.pdf, (26.5.2021)
- [3] S. M. He, X. Q. Zeng, L. M. Peng, X. Gao, J. F. Nie, W. J. Ding: Microstructure and strengthening mechanism of high strength Mg–10Gd–2Y–0.5Zr alloy, *J. Alloys Compd.*, vol. 427, no. 1, pp. 316–323, 2007.
- [4] S. M. Zhu, M. A. Gibson, M. A. Easton, and J. F. Nie: The relationship between microstructure and creep resistance in die-cast magnesium-rare earth alloys, *Scr. Mater.*, vol. 63, no. 7, pp. 698–703, 2010.
- [5] H. Wang, Q. D. Wang, C. J. Boehlert, D. D. Yin, and J. Yuan: Tensile and compressive creep behavior of extruded Mg–10Gd–3Y–0.5Zr (wt.%) alloy, *Mater. Charact.*, vol. 99, pp. 25–37, 2015.
- [6] P. Kratochvíl, P. Lukáč, B. Sprušil: *Úvod do fyziky kovů I*. Praha, 1984.
- [7] E. O. Hall: The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results, *Proceedings of the Physical Society. Section B* 64, pp. 747–753, 1951.
- [8] N. J. Petch: The cleavage strength of polycrystals', *J Iron Steel Inst*, no. 174, pp. 25–28, 1953.
- [9] J. Čapek: Studium deformačních procesů v hexagonálních materiálech, Diplomová práce, MFF UK, Praha, 2013.
- [10] R. Mises: Mechanics of ductile form changes of crystals. *Z. Angew. Math. Mech.*, 8', pp. 161–185, 1928.
- [11] P. Lukáč: Hardening and softening during plastic deformation of hexagonal metals, *Czechoslov. J. Phys.*, vol. 35, no. 3, pp. 275–285, 1985.
- [12] M. H. Yoo: Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals, *Metall. Trans. A*, vol. 12, no. 3, pp. 409–418, 1981.
- [13] G. Farkas: Investigation of residual stresses and deformation mechanisms of magnesium-based composites by means of neutron diffraction and acoustic emission methods, Doctoral thesis, MFF UK, Praha, 2017.
- [14] C. M. Cepeda-Jimenez, J. M. Molina-Aldareguia, and M. T. Perez-Prado: EBSD-Assisted Slip Trace Analysis During In Situ SEM Mechanical Testing: Application to Unravel Grain Size Effects on Plasticity of Pure Mg Polycrystals, *Jom*, vol. 68, no. 1, pp. 116–126, 2016.

- [15] H. Wang, C. J. Boehlert, Q. Wang, D. Yin, and W. Ding: Analysis of Slip Activity and Deformation Modes in Tension and Tension-Creep Tests of Cast Mg-10Gd-3Y-0.5Zr (Wt Pct) at Elevated Temperatures Using In Situ SEM Experiments', *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 47, no. 5, Art. no. 5, 2016.
- [16] S. R. Agnew, C. N. Tome, D. W. Brown, T. M. Holden, and S. C. Vogel: Study of slip mechanisms in a magnesium alloy by neutron diffraction and modeling, *Scr. Mater.*, vol. 48, no. 8, pp. 1003–1008, 2003.
- [17] T. Ungar and A. Borbely: The effect of dislocation contrast on x-ray line broadening: A new approach to line profile analysis', *Appl. Phys. Lett.*, vol. 69, no. 21, pp. 3173–3175, 1996.
- [18] T. Ungar, J. Gubicza, G. Ribarik, and A. Borbely: Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis: principles and practical application to cubic and hexagonal crystals, *J. Appl. Crystallogr.*, vol. 34, pp. 298–310, 2001.
- [19] K. Mathis, K. Nyilas, A. Axt, I. Dragomir-Cernatescu, T. Ungar, and P. Lukac: The evolution of non-basal dislocations as a function of deformation temperature in pure magnesium determined by X-ray diffraction, *Acta Mater.*, vol. 52, no. 10, pp. 2889–2894, 2004.
- [20] A. Vinogradov, E. Vasilev, M. Seleznev, K. Mathis, D. Orlov, and D. Merson: On the limits of acoustic emission detectability for twinning, *Mater. Lett.*, vol. 183, pp. 417–419, 2016.
- [21] K. Máthis, G. Csiszár, J. Čapek, J. Gubicza, B. Clausen, P. Lukáš, A. Vinogradov, 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, *Int. J. Plast.*, vol. 72, pp. 127–150, 2015.
- [22] K. Mathis, J. Capek, B. Clausen, T. Krajnak, and D. Nagarajan: Investigation of the dependence of deformation mechanisms on solute content in polycrystalline Mg-Al magnesium alloys by neutron diffraction and acoustic emission, *J. Alloys Compd.*, vol. 642, pp. 185–191, 2015.
- [23] K. Mathis, J. Čapek, Z. Zdražilová, and Z. Trojanova: Investigation of tension–compression asymmetry of magnesium by use of the acoustic emission technique, *Mater. Sci. Eng. -Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process. - MATER SCI ENG - STRUCT MATER*, vol. 528, pp. 5904–5907, 2011.

- [24] P. Dobron, F. Chmelik, J. Bohlen, K. Hantzsche, D. Letzig, and K. U. Kainer: Acoustic emission study of the mechanical anisotropy of the extruded AZ31 alloy, *Int. J. Mater. Res.*, vol. 100, no. 6, pp. 888–891, 2009.
- [25] C. R. Heiple and S. H. Carpenter: Acoustic emission produced by deformation of metals and alloys - A review, *J. Acoust. Emiss.*, vol. 6, pp. 177–204, 1987.
- [26] <https://www.nde-ed.org/NDETechniques/AcousticEmission/index.xhtml>
(25.5.2021)
- [27] R. Stephens and A. Pollock: Waveforms and Frequency Spectra of Acoustic Emissions', *J. Acoust. Soc. Am.*, vol. 50, no. 3, pp. 904, 1971.
- [28] J. Capek, A. Szaboova, and K. Mathis: *Mechanical Properties of Mg-Re Alloys Studied by Acoustic Emission*, pp. 1740–1745, 2018.
- [29] E. Pomponi, A. Vinogradov: A real-time approach to acoustic emission clustering, *Mech. Syst. Signal Process.*, vol. 40, no. 2, pp. 791–804, 2013
- [30] P. Welch: Use of Fast Fourier Transform for Estimation of Power Spectra - a Method Based on Time Averaging Over Short Modified Periodograms, *Ieee Trans. Audio Electroacoustics*, vol. AU15, no. 2, pp. 70-73, 1967.
- [31] C. R. Heiple and S. H. Carpenter: Acoustic emission produced by deformation of metals and alloys. II', *J. Acoust. Emiss.*, vol. 6, pp. 215–237, 1987.
- [32] D. Drozdenko, J. Bohlen, F. Chmelik, P. Lukac, and P. Dobron: Acoustic emission study on the activity of slip and twin mechanisms during compression testing of magnesium single crystals, *Mater. Sci. Eng. -Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, vol. 650, pp. 20–27, 2016.
- [33] M. R. Barnett, H. Wang, and T. Guo: An Orowan precipitate strengthening equation for mechanical twinning in Mg, *Int. J. Plast.*, vol. 112, pp. 108–122, 2019.
- [34] G. Lei, Z. Jian, S. ZhiMei, C. RongShi, H. EnHou: Electronic origin of the anomalous solid solution hardening of Y and Gd in Mg: A first-principles study, *Chin. Sci. Bull.*, vol. 56, no. 10, pp. 1038–1042, 2011.
- [35] J. F. Nie, Y. M. Zhu, J. Z. Liu, and X. Y. Fang: Periodic Segregation of Solute Atoms in Fully Coherent Twin Boundaries', *Science*, vol. 340, no. 6135, pp. 957–960, 2013.
- [36] Y. M. Zhu, M. Z. Bian, and J. F. Nie: Tilt boundaries and associated solute segregation in a Mg–Gd alloy, *Acta Mater.*, vol. 127, pp. 505–518, 2017.

- [37] S. You, Y. Huang, K. U. Kainer, and N. Hort: Recent research and developments on wrought magnesium alloys, *J. Magnes. Alloys*, vol. 5, no. 3, pp. 239–253, 2017.
- [38] N. Stanford and M. R. Barnett: The origin of “rare earth” texture development in extruded Mg-based alloys and its effect on tensile ductility, *Mater. Sci. Eng. - Struct. Mater. Prop. Microstruct. Process.*, vol. 496, no. 1–2, pp. 399–408, 2008.
- [39] S. Daniš: *Atomová fyzika a elektronová struktura látek*. Praha: matfyzpress, 2019.
- [40] <https://sites.ualberta.ca/~ccwj/teaching/microscopy/> (15.7.2021)
- [41] <http://www.ebsd.com/ebsd-explained/principle-components-of-an-ebsd-system> (26.5.2021)
- [42] V. Tong, E. Wielewski, and T. B. Britton: Characterisation of slip and twinning in high rate deformed zirconium with electron backscatter diffraction, *Materials Science*, 2018.
- [43] K. Máthis, F. Chmelík: *Exploring Plastic Deformation of Metallic Materials by the Acoustic Emission Technique*, IntechOpen, 2012.
- [44] A. Chapuis and J. H. Driver: Temperature dependency of slip and twinning in plane strain compressed magnesium single crystals, *Acta Mater.*, vol. 59, no. 5, pp. 1986–1994, 2011.
- [45] V. Kannan, K. Hazeli, and K. T. Ramesh, ‘The mechanics of dynamic twinning in single crystal magnesium’, *J. Mech. Phys. Solids*, vol. 120, pp. 154–178, 2018.

Zoznam tabuliek

Tabuľka 1.1. Základné sklzové systémy v horčíku

Tabuľka 4.1. Sklzové napätia σ_{02} a maximálne napätia σ_{\max} pre jednotlivé zliatiny

Tabuľka 4.2: Dĺžky dvojčiat l a vypočítané rýchlosti propagácie dvojčiat vrátane chýb

Zoznam použitých skratiek

AE – akustická emisia

ASK - adaptive *k*-means analysis

BSE – spätne odrazený elektrón

CPFE - crystal plasticity finite element

CRSS – kritické sklzové napätie

DIC – digital image correlation

EBSA – difrakcia spätne odrazených elektrónov

EPSC model – Elasto-plastický self-konzistentný model

Gd – gadolínium

GROD - Grain Reference Orientation Deviation

HCP – hexagonálna štruktúra s tesným usporiadaním

Mg04Gd – zliatina horčíku s 0,4 hm.% gadolína

Mg15Gd – zliatina horčíku s 1,5 hm.% gadolína

RSS – sklzové napätie

Rtg difrakcia – röntgenová difrakcia

SE – sekundárny elektrón

SEM – riadkovacia elektrónová mikroskopia

TEM - transmisná elektrónová mikroskopia