

UNIVERZITA KARLOVA V PRAZE

Matematicko-fyzikální fakulta



**Studium mechanických a fyzikálních vlastností  
kompozitů na bázi perspektivních hořčíkových  
slitin**

Doktorská disertační práce

Autor:

Mgr. ZOLTÁN SZÁRAZ


Školitel:

Prof. RNDr. ZUZANKA TROJANOVÁ, DrSc.

Praha 2009

Prohlašuji, že tuto práci jsem napsal samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů. Souhlasím se zapůjčováním práce.

V Praze dne 9. dubna 2009

  
Zoltán Száraz

## Poděkování

Rád bych poděkoval Prof. RNDr. Zuzance Trojanové, DrSc., za vedení mé disertační práce a za cenných rad a připomínek.

Za konzultace děkuji Prof. RNDr. Pavlu Lukáčovi, DrSc. a Doc. RNDr. Františku Chmelíkovi, CSc. Můj dík patří také paní Martě Čepové, a Ing. Jiřímu Maclovi za technickou pomoc.

Chtěl bych poděkovat rovněž své manželce, rodičům a kamarádům kteří mne po celou dobu studií podporovali.

# Obsah

<b>1 Úvod</b>	1
<b>2 Kompozity na bázi hořčíkových slitin</b>	3
2.1 Kompozity s kovovou maticí	3
2.2 Zpevňující fáze	5
2.3 Výroba kompozitů	9
2.4 Slitiny hořčíku	11
2.4.1. Slitiny Mg-Al-Si	12
2.4.2. Slitiny Mg-Al-Ca	13
2.4.3. Slitiny Mg-Li	13
2.4.4. Slitiny s ytriem	15
2.5 Recyklace hořčíkových slitin a kompozitů	15
<b>3 Deformace hořčíkových kompozitů</b>	17
3.1 Zpevnění kompozitů	17
3.2 Dvojčatění v Mg	24
3.3 Akustická emise během deformace hexagonálních kovů	27
3.3.1. Akustická emise a její základní parametry	27
3.3.2. Vliv parametrů pokusu a materiálu na akustickou emisi	30
3.4 Superplasticita	32
3.4.1. Experimentální poznatky	32
3.4.2. Mechanizmy superplastické deformace	35
<b>4 Cíl práce</b>	43
<b>5 Experimentální metody a studované materiály</b>	44
5.1 Experimentální metody	44
5.1.1. Studium struktury	44
5.1.2. Rastrovací elektronová mikroskopie (REM)	44



5.1.3. Transmisní elektronová mikroskopie (TEM)	46
5.1.4. Deformační zkoušky	47
5.1.5. Měření akustické emise	49
5.1.6. Rentgenová difrakce	50
5.2 Studované materiály	51
5.2.1. Vlákenné kompozity	53
5.2.2. Částicové kompozity	59
5.2.3. Hybrid	62
<b>6 Výsledky měření a jejich diskuse</b>	<b>64</b>
6.1 Deformační vlastnosti studovaných kompozitů	64
6.1.1. AS21/Saff	64
6.1.2. AS21 hybrid	67
6.1.3. AX41/Saff	72
6.1.4. AX61/Saff	73
6.1.5. Mg8Li/SiC	75
6.1.6. WE54/SiC	77
6.2 Transmisní elektronová mikroskopie	80
6.3 Zpevňující mechanismy v studovaných kompozitech	100
6.4 Akustická emise	103
6.5 Zvýšená plasticita kompozitů	113
6.5.1. Zvýšená plasticita kompozitu Mg8Li/SiC	113
6.5.2. Zvýšená plasticita kompozitu WE54/SiC	121
<b>7 Závěr</b>	<b>136</b>
<b>Literatura</b>	<b>141</b>

# Kapitola 1

## Úvod

Neustále rostoucí požadavky na mechanické vlastnosti materiálů spolu se snahou zachovat přirozené zdroje vyžadují vyvinutí nových materiálů. Cílem je nahradit konvenční materiály novými, lehkými materiály bez ztráty technického potenciálu. Není překvapující, že kvůli zvyšujícím se požadavkům na snížení emise CO<sub>2</sub>, úspora hmotnosti automobilů se stala motivací pro mnoho výzkumných programů. Je potřeba vyvinout lehké komponenty s vysokou pevností, zvýšenou odolností proti creepu s regulovatelným koeficientem tepelné roztažnosti. Kompozity s kovovou maticí (MMCs – Metal Matrix Composites), splňující tyto požadavky, získaly v posledních letech celosvětovou pozornost v důsledku možnosti jejich použití v konstrukčních aplikacích místo monolitických slitin.

U těchto MMCs se jako matrice používají slitiny lehkých kovů. Jednou z možností je použití hořčíkových slitin. Hořčík je nejlehčí z konstrukčních kovů a jeho slitiny mají vysokou specifickou pevnost a měrnou tuhost. Některé z nich mají i velké vnitřní tlumení. Další výhodou je, že Mg se dá získat z mořské vody a hořčíkové slitiny jsou dobře recyklovatelné.

Zpevněním matrice se zvyšuje tuhost a pevnost materiálu. Dalšími výhodami hořčíkových kompozitů je zlepšená odolnost proti creepu, vyšší otěruvzdornost, vyšší vnitřní tlumení, a snížená teplotní roztažnost. Přidání zpevňující fáze do matrice má také i své nevýhody. Kompozity vykazují menší tažnost ve srovnání s nezpevněnou slitinou a výroba materiálu je komplikovanější. To zatím brání rozsáhlejšímu použití kompozitních materiálů.

Mechanické vlastnosti a zpevnění kompozitů s kovovou maticí jsou intenzivně zkoumány. Navzdory značnému úsilí vědců v posledních letech, neexistuje všeobecně

uznávaný model pro zpevnění MMCs. Jejich vlastnosti jsou ovlivněny různými mechanizmy a faktory, a jsou určeny součinným působením těchto mechanismů.

Předkládaná práce se zabývá zkoumáním mechanických a fyzikálních vlastností kompozitů, nalezením korelace mezi jejich mechanickými vlastnostmi a mikrostrukturou.

## Kapitola 2

### Kompozity na bázi hořčíkových slitin

#### 2.1. Kompozity s kovovou maticí

Kompozity jsou materiály složené ze dvou nebo více individuálních složek, které se výrazně liší fyzikálními a chemickými vlastnostmi. Materiál je vytvořen uměle, přičemž složky mají jisté rozhraní, které je navzájem odděluje. Spojením těchto složek vznikne nový materiál s unikátními vlastnostmi, které nemohou být dosaženy kteroukoli složkou samostatně, ani prostou sumací. Výsledné vlastnosti kompozitů jsou určeny poměrem a rozložením tvořících složek, charakterem a vazbou mezi nimi a individuálními vlastnostmi jednotlivých složek.

Aby materiál byl kompozitem, jak bylo uvedeno výše, je třeba, aby složky tvořící kompozitní materiál měly výrazně odlišné fyzikálně-mechanické vlastnosti od složeného materiálu a aby mezi nimi byly zřetelné hranice. Mezi kompozity se nepočítají kovy s legujícími a znečišťujícími prvky a kovy precipitačně/disperzně zpevněné. Ve slitinách kovů mají jednotlivé složky podobné fyzikálně-mechanické vlastnosti, nemají obvykle vláknový charakter a množství legujících prvků a precipitátů je vůči základní složce zanedbatelně malé. Modul pružnosti ( $E$ ) je málo citlivý k množství přítomných precipitátů a proto kovovou slitinu běžně nepovažujeme za kompozit. V případě precipitačního/disperzního zpevnění nekoherentní částice tvoří překážky pro pohyb dislokací. Pohybující se dislokace jsou zachyceny i hranicemi mezi rozdílnými fázemi. Aby plastická deformace mohla pokračovat musí se zvýšit napětí. U kompozitního materiálu se využije jednak vysoký modul pružnosti a dále fakt, že zpevňující fáze dokáže nést zatížení.

U technicky důležitých kompozitů lze jednotlivé fáze tvořící kompozit rozdělit na zpevňující fázi a matrici. Spojitá složka se nazývá matrice, nespojitá složka tvoří zpevňující fázi (výztuž). Úlohou matrice v kompozitním profilu je jednak spojovat výztuž dohromady, dále zajistit správné rozmístění výztuže v příčném řezu tak, aby byly zajištěny dobré mechanické vlastnosti. Matrice také přenáší zatížení na zpevňující fázi a chrání ji před mechanickým a chemickým poškozením, zabraňuje šíření trhlin při případném porušení. Zpevňující fáze zvyšuje deformační napětí kompozitu. Část působícího napětí je přenášena z matrice na zpevňující fázi pomocí rozhraní mezi dvěma fázemi. Předpokladem je dostatečně silná vazba mezi matricí a výztuží. Při slabé vazbě není přenos napětí na výztuž efektivní.

Kompozitní materiály s kovovou matricí jsou v posledních letech středem zájmu, umožňují dosáhnout vhodné kombinaci vlastností v jednom materiálu: vysokou pevnost a tuhost při nízké hustotě, vysokou tepelnou a elektrickou vodivost, zvýšenou otěruvzdornost a odolnost proti creepu, dobré mechanické vlastnosti za zvýšených teplot [1]. Upřednostňování kompozitních materiálů lze vysvětlit novými a stále se rozšiřujícími poznatky o mechanických vlastnostech kompozitů, jejich odolnosti a životnosti. Na druhé straně tažnost kompozitů je významně snížena v porovnání s nezpevněnou slitinou a kompozity jsou zpravidla vyráběny pomocí komplikovanějších a dražších metod.

Hořčík, nejlehčí z konstrukčních kovů, a slitiny hořčíku mají velký potenciál pro použití v mnoha aplikacích. Mají vysokou specifickou pevnost (poměr pevnosti k hustotě) a měrnou tuhost. Nicméně možnost aplikací hořčíku a jeho slitin zůstávají limitovány kvůli nedostatečné pevnosti, nízkému modulu pružnosti a dosti slabé odolnosti proti creepu a otěruvzdornosti. Mechanické vlastnosti se zhoršují s rostoucí teplotou. Prudký pokles napětí na mezi kluzu a meze pevnosti v tahu byl pozorován při teplotách vyšších než asi 100-150 °C, podle složení slitiny [2, 3]. Tyto nedostatky mohou být částečně nebo úplně překonány zpevněním matrice keramickými či grafitovými částicemi nebo vlákny. Zpevněním hořčíkových slitin keramickou výztuží se zvyšuje jejich mez kluzu a pevnost, modul pružnosti a snižuje se koeficient tepelné roztažnosti.

MMCs založené na bázi hořčíkových slitin nabízejí vysokou pevnost v tahu, nízkou hustotu (zpravidla nepřevyšující  $2000 \text{ kg/m}^3$ ), možnost tváření za tepla, zvýšenou odolnost proti creepu, vyšší Youngův modul nebo otěruvzdornost než nezpevněná slitina [4 - 6]. Mají nízkou hustotu, dobrou elektrickou i tepelnou vodivost. Jejich předností jsou také větší odolnost proti opotřebení a velká schopnost tlumit vibrace, což může být užitečné v řadě aplikací. Další výhodou těchto materiálů je, že mohou být zpracovávány konvenčními metalurgickými postupy jako je válcování, kování, protlačování a opracování standardními nástroji. Nevýhodou je případná chemická reakce hořčíku se zpevňující fází.

Základním odvětvím využívajícím kompozitní materiály je kosmický průmysl. Pro své specifické vlastnosti se však kompozity s kovovou maticí brzy rozšířily i do automobilového a leteckého průmyslu a do sektoru výroby energie.

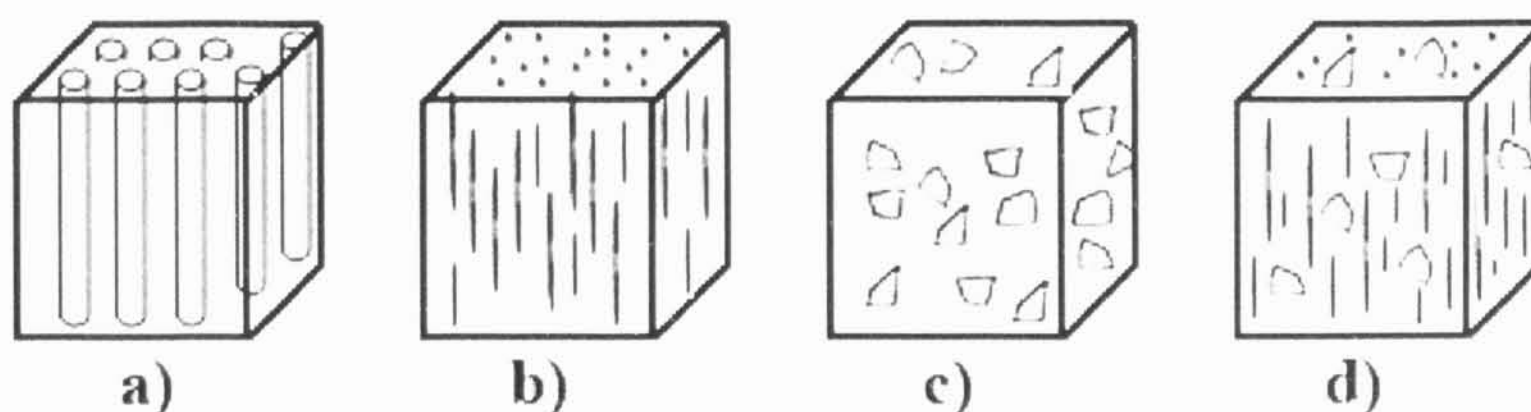
## 2.2. Zpevňující fáze

Pro hořčík a hořčíkové slitiny, stejně jako i pro jiné MMCs, se používají hlavně keramická vlákna (obvykle vyráběna z oxidu hliníku, karbidu křemíku nebo z uhlíku) nebo keramické částice (většinou SiC) jako výztuž, jejichž modul pružnosti je vyšší než modul matrice. Vlastnosti kompozitů jsou obecně závislé na druhu zpevňující fáze, na jejich geometrii a objemovém podílu. Proto vlastnosti MMC mohou být přizpůsobeny konkrétnímu použití. Možné druhy zpevňující fáze v hořčíku jsou :

- dlouhá vlákna,
- krátká vlákna,
- whiskery,
- částice,
- hybridy.

Tyto různé třídy výztuže jsou schematicky zobrazeny na Obr. 2.1.





**Obr. 2.1:** Schematické zobrazení čtyř typů výztuže a) dlouhá vlákna, b) krátká vlákna/ whiskery, c) částice, d) hybrid.

### Vlákna

Od materiálů pro výrobu vláken požadujeme vysoký modul pružnosti a pevnost, tj. kovalentní vazbu. Tyto požadavky splňují C, B a Si, ze sloučenin například  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{SiC}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , které jsou hlavními reprezentanty technických keramik. Tyto materiály jsou v objemové formě velice křehké, avšak ukázalo se, že ve formě tenkých vláken jsou podstatně pevnější a tužší. Je to dáno tím, že se speciální výrobní technologií snižuje na minimum obsah nečistot a strukturních poruch a to tím více, čím je průměr vlákna menší.

Podle délky vláken lze kompozity rozdělit do dvou skupin. Materiály vyztužené krátkými vlákny tzv. krátkovláknové (poměr délka/průměr  $L/D < 100$ ) a materiály vyztužené dlouhými vlákny tzv. dlouhovláknové ( $L/D > 100$  tj. vlákna s délkou srovnatelnou s rozměry celého vzorku). V případě dlouhých vláken se výztuž nazývá spojitou, v případě krátkých vláken, whiskerů nebo částic nespojitou. Dlouhá vlákna dále dělíme na monofily (jednotlivá vlákna), která mají průměr v intervalu 100-150  $\mu\text{m}$ , a multifily s průměrem 6-20  $\mu\text{m}$ , která obsahují 500 až 400 000 vláken ve tvaru nitě.

První kompozity byly připravovány s dlouhými vlákny orientovanými do jednoho směru. Tyto materiály se vyznačují vysokou pevností, jsou-li zatěžovány ve směru vláken. Principem vlastního vláknového vyztužení je skutečnost, že vyztužující vlákna, mající o jeden až dva řády vyšší pevnost a tuhost ve srovnání s pojivem (kovovou

matricí), při vnějším namáhání se deformují méně než kov. Dochází tak ke vzniku smykových napětí na rozhraní vlákno/matrice, která v případě adheze mezi oběma komponentami umožňují přenos napětí z nepevné matrice na vlákna. Vlákna jsou schopna nést veškerá napětí působící na kompozitní materiál, takže deformovatelná matrice je prakticky bez napětí.

Tyto kompozity však mají silně anizotropní fyzikálně-mechanické vlastnosti. Velká anizotropie a degradace vlastností těchto materiálů, při které se vlákna vytahují z matrice, vedla k použití výztuže ve tvaru krátkých vláken nebo whiskerů z pevných materiálů. Tyto materiály mají velmi dobrou pevnost, vyšší hodnoty modulu pružnosti a jsou odolné proti otěru. Použitím krátkých vláken je zpevňující efekt snížený ve srovnání s dlouhými vlákny, avšak materiálové vlastnosti jsou více izotropní a produkce kompozitu je levnější.

**Tab. 2.1:** *Vlastnosti vláken podle [7].*

Materiál		Hustota (kg/m <sup>3</sup> )	Pevnost R <sub>m</sub> (MPa)	E modul (GPa)	Průměr (μm)	Délka (μm)
Keramická vlákna	Saffil: 96% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 4% SiO <sub>2</sub>	3300	2000	300	3	85
	Altex: 85% γ-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 15% SiO <sub>2</sub>	3300	1800	210	10	1 <sup>*)</sup>
	Nextel 610: 99% α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3960	2900	373	10-12	1 <sup>*)</sup>
Whisker	SiCw	3200	1000-5000	400-500	0.5-1.7	10
Vlákno SiC	Nicalon NL-200	2550	3000	220	14	1 <sup>*)</sup>
Uhlíková vlákna	Sigrafil C T-50	1800	4000	240	7	1 <sup>*)</sup>
	P-55	2000	1900	380	10	1 <sup>*)</sup>
	P-75	2000	1900	520	10	1 <sup>*)</sup>
	P-100	2130	2100	760	10	1 <sup>*)</sup>

<sup>\*)</sup> dlouhá vlákna, délka vláken je přizpůsobitelná velikosti vzorku



Pro krátkovláknové kompozity musíme brát v úvahu uspořádání a orientaci vláken (nebo roviny vláken). MMCs zpevněné krátkými vlákny nebo whiskery mají statistické (náhodné) nebo planárně-náhodné rozložení vláken. U planárně-náhodně uspořádaných vláken jsou mechanické vlastnosti kompozitu izotropní jen v rovině vláken, ve směru kolmém jsou anizotropní.

Pro výrobu MMCs se často používají vlákna z uhlíku, z oxidu hliníku, z karbidu křemíku, která mají velkou pevnost a tuhost spojenou s malou hustotou a odolností vůči korozi. Některé vlastnosti běžných vláken v hořčíku jsou uvedeny v Tab. 2.1.

### **Whiskery**

Whiskery jsou monokrystaly ve tvaru vláken s poměrem délky k průměru kolem 10 nebo víc, zatímco průměr je v rozsahu 1 μm nebo menší. Nejpoužívanější jsou SiC whiskery kvůli své vynikající smáčitelnosti.

### **Částice**

Poměrně drahá výroba keramických vláken a kompozitů s nimi zpevněných vedla k experimentům s kompozity zpevněnými levnějšími částicemi. Jako výztuž jsou používány částice oxidů, boridů, karbidů nebo nitridů. V Tab. 2.2 jsou uvedeny vlastnosti běžně užívaných částic. Nejčastěji se používají částice SiC. Částice jsou klasifikovány na základě tvaru, velikosti a rozdělení podle velikosti. Kompozity zpevněné částicemi ukazují izotropní chování v důsledku homogenní rozložení částic.

### **Hybridy**

Hybridy jsou kompozity obsahující zpevňující fáze z různých materiálů. Ukázalo se, že v mnohých případech vlastnosti kompozitů s rovnoosými částicemi zaostávaly za vlastnostmi dosahovanými u kompozitů s krátkými vlákny, a proto se začaly zkoumat hybridní kompozity, kde jsou kombinovány částice s vlákny. V poslední době v kompozitech jsou vlákna  $Al_2O_3$  z části nahrazena částicemi karbidu křemíku (SiC).

**Tab. 2.2:** *Mechanické a fyzikální vlastnosti částicových materiálů [7].*

Materiál	Krystalová struktura	Hustota (kg/m <sup>3</sup> )	Koef. teplotní roztažnosti (10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> )	E modul (GPa)	
Oxidy	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	hexagonální	3990	8.30	410
Boridy	TiB <sub>2</sub>	hexagonální	4500	7.40	370
	ZrB <sub>2</sub>	hexagonální	6100	6.80	350
Karbidy	B <sub>4</sub> C	romboidní	2520	6.00	450
	SiC	hexagonální	3210	5.00	480
	TiC	kubická	4920	7.40	320
	ZrC	kubická	6600	6.70	390
Nitridy	BN	hexagonální	2250	3.80	90
	AlN	hexagonální	3250	6.00	350
	TiN	kubická	5400	9.40	260
	ZrN	kubická	7300	6.50	neznámý

### 2.3. Výroba kompozitů

Pro výrobu kompozitů existují dva základní typy metod:

- výroba v tekuté fázi (melting, ingot metallurgy) – materiál matrice je roztaven,
- prášková metalurgie – obě složky kompozitu jsou spojeny v pevné fázi.

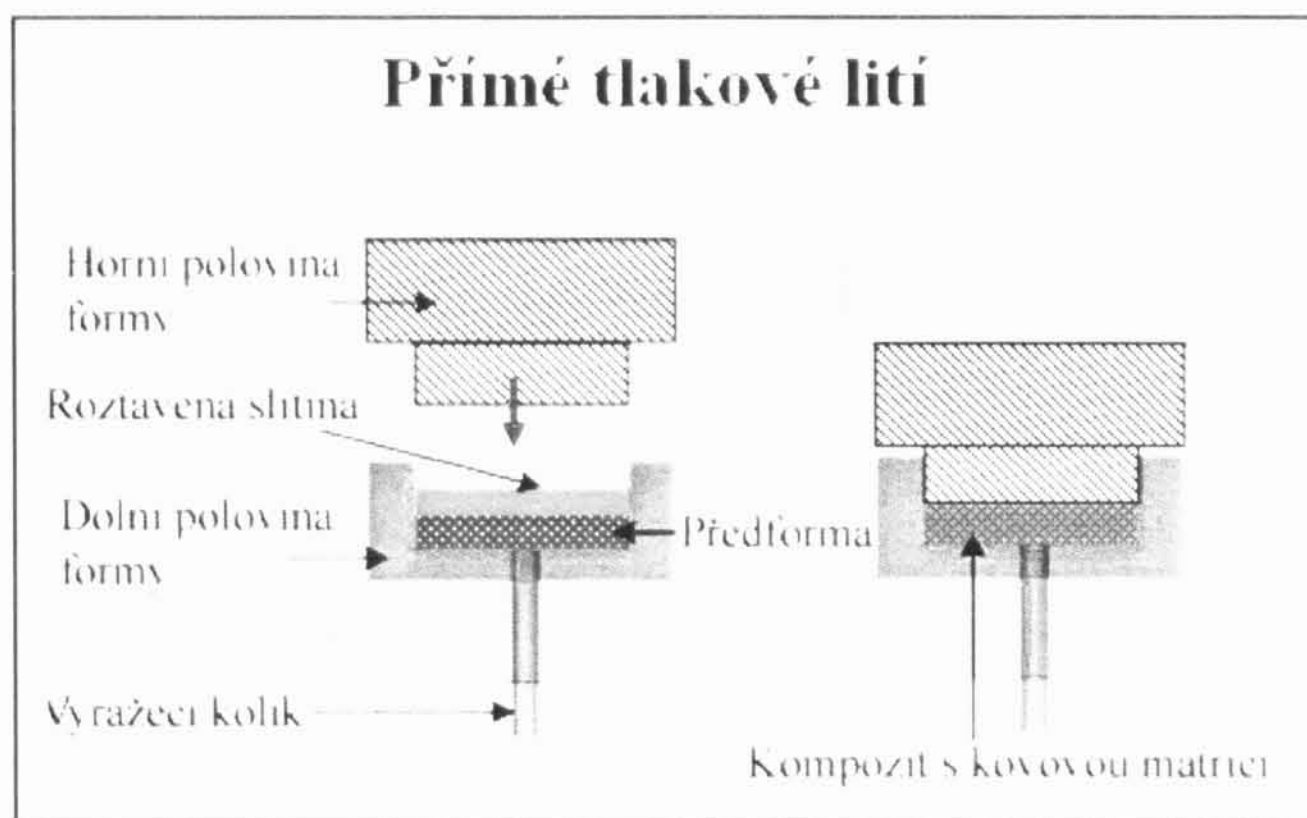
#### Výroba v tekuté fázi

Výroba v tekuté fázi je v současnosti široce užívaná pro výrobu Mg-MMCs. Je výhodnější a levnější pro průmysl ve srovnání s metodami práškové metalurgie. Materiál matrice je roztaven, do ní je přidána různými metodami zpevňující fáze. Nejpoužívanější postupy pro přidání jednotlivých složek jsou:

- *Promíchání (Melt stirring)*. Částice zpevňující fáze jsou přímo přidány a vmíchány do taveniny z lehké slitiny.
- *Tlakové lití (Squeeze casting)*. Je nejvíce používanou metodou pro výrobu MMCs zpevněných s krátkými vlákny. Vlákna jsou rozptylována ultrazvukem

ve vodě. Vlákna po sedimentaci na dně nádoby se přidáním organického pojidla slepí. Výsledkem procesu je předforma s planárně náhodným rozdělením vláken, s objemovým podílem 15-20 %. Předforma se předeheje a vloží do lisu. Po pomalém naplnění lisu taveninou následuje infiltrace pod aplikovaným tlakem do předehřáté formy. Po infiltraci MMC ztuhne pod tlakem, což vede k jemné mikrostruktuře prakticky s nulovou porozitou a bez zbytků plynů. Při přímém tlakovém lití je tlak aplikován na roztavenou slitinu (Obr. 2.2). S použitím tlakového lití lze vyrábět i částečně zpevněné komponenty.

- *Infiltrace pod tlakem plynu (Gas pressure infiltration)*. Podobně jako u tlakového lití je použita předforma, která je vložena do taveniny pak je aplikován tlak na povrch taveniny pomocí plynu.
- *Thixomolding*. Slitina je vstříknutá v polotekutém stavu do formy pod vysokým tlakem.



**Obr. 2.2:** Přímé tlakové lití.

### Prášková metalurgie (Powder metallurgy)

Prášky slitiny jsou promíchány s částicemi nebo krátkými vlákny zpevňující fáze a kompaktovány za tepla. Hořčíkové prášky jsou obvykle připravovány s rozprašováním taveniny pomocí inertního plynu.

Pro výrobu hořčíkových kompozitů, zpevněných částicemi, byl zaveden dvoustupňový proces, pomocí něhož je prášek slitiny promíchán s keramickými částicemi a následně mlet v kulovém mlýně. Mletí slouží k mechanickému spojování keramických částic s kovovým práškem a tím ke zvyšování homogenity. Finální zhutňování je prováděno protlačováním. Během protlačování, poskytujícím velké rychlosti deformace a veliké smykové napětí, dochází k oddělení oxidové vrstvy od částic, kterou vytváří hodně reaktivní hořčík na povrchu zpevňujících částic a která je efektivní překážkou difúze, čímž zamezí sintrování (sintering).

Výhodou práškově metalurgické výrobě MMCs kromě sintrování v tekuté fázi je nízká teplota zpracování, při které nedochází k reakci mezi matricí a zpevňující fází. Umožňuje také velký objemový podíl zpevňující fáze, až do 50 %. Použití vláknité výztuže je limitováno, protože při protlačování dochází k fragmentaci a přeuspořádání vláken.

## 2.4. Slitiny hořčíku

Od objevení hořčíkových slitin byla veliká snaha vylepšit vlastnosti čistého hořčíku různými legujícími prvky. Byly vyvinuty různé slitiny pro zlepšení pevnosti a jiných mechanických vlastností při zachování malé hustoty. Legující prvek vybíráme podle toho, které vlastnosti chceme zlepšit: pevnost, modul pružnosti, odolnost proti korozi, slévatelnost, odolnost proti creepu. Avšak zlepšení jedné vlastnosti může vést ke zhoršení jiné vlastnosti. Když chceme zachovat nízkou hustotu, pak je počet legujících prvků velmi omezen.

Hlavními mechanismy pro zlepšování mechanických vlastností jsou zpevnění tuhého roztoku a precipitační zpevnění.

Obecně přijatý postup při vyvíjení nových slitin je vybrat prvky, které tvoří substituční tuhý roztok. Zvýšení pevnosti v důsledku příměsového zpevnění je určeno rozdílem atomových poloměrů hořčíku a příslušných legujících prvků. Modul pružnosti kromě výztuže v kompozitech mohou zvýšit jenom rozpuštěné legující prvky, přičemž tažnost se zlepší nebo zůstává zachována.

Rozpustnost legujících prvků klesá zpravidla s klesající teplotou. Překročí – li koncentrace legujícího prvku mez rozpustnosti, v přesycené matrici nastane precipitace,



tj. tvorba nové fáze s odlišnou strukturou a fyzikálními vlastnostmi. Nesplnění Hume-Rotheryho pravidel vede obvykle ke vzniku intermetalické fáze, a v tom případě je slitina málo tvárná. Efektivita precipitačního zpevnění závisí hlavně na snížené rozpustnosti při nižších teplotách, na obsahu hořčíku v intermetalické fázi a na stabilitě precipitátů při pracovní teplotě. Jestliže systém obsahuje intermetalické fáze, zpravidla se nedá použít pro tváření, ale pouze jako litá slitina. Teplotní zpracování může zvýšit pevnost těchto materiálů díky stárnutí, v důsledku čehož se zlepší také odolnost proti creepu.

Jedním z nejčastěji používaných prvků je zinek zpravidla společně s Al. Pro velkou specifickou pevnost za pokojových teplot byly vyvinuty systémy Mg – Al, Mg – (Al) – Zn. Velkou tažnost mají slitiny na bázi Mg – Si, Mg – Al – Ca. Výhodou slitin na bázi Mg – RE (RE je zpravidla směs vzácných zemin s převahou jednoho prvku např. Ce), Mg – Sc je zvýšená creepová odolnost a dobré vlastnosti i při vyšších teplotách. Slitiny Mg – Li jsou nejlehčí známé slitiny, s hustotou 1330 až 1350 kg/m<sup>3</sup>. Standardní slitiny jsou málo stabilní při zvýšených teplotách a proto nevhodné pro aplikace za zvýšených teplot.

#### 2.4.1. Slitiny Mg – Al – Si

Slitinové systémy AS byly zkoumány v 40. letech minulého století a poprvé průmyslově použity koncernem Volkswagen.

Legování poměrně levným křemíkem vede k tvorbě částic Mg<sub>2</sub>Si, s kubickou plošně centrovanou strukturou. Nově vzniklá fáze má vysoký bod tání, malou hustotu, velký modul pružnosti a malý koeficient tepelné roztažnosti a je velice efektivní zpevňující fází, která je schopná zachycovat dislokace a blokovat hranice zrn a tím zvyšovat odolnost proti creepu.

Komerční slitiny AS21 (2 hm. % Al, 1 hm. % Si) a AS41 (4 hm. % Al, 1 hm. % Si) obsahující křemík se používají pro lité výrobky. Tyto slitiny obsahují i hliník a mangan a ve skutečnosti můžeme je považovat za kvaternární systém. Vykazují výborné mechanické vlastnosti do teplot 130 – 150 °C.

Aplikace AS slitin je omezená několika nevýhodami. Fáze Mg<sub>2</sub>Si má sklon v případě pomalého chlazení k tvorbě hrubých částic ve tvaru čínského písma, což vede

ke zhoršování mechanických vlastností při pokojové teplotě, především ke klesání tažnosti. S rostoucím obsahem Si se zvyšuje teplota tání a tím se zhoršuje slévatelnost. Odolnost proti korozi a slévatelnost slitiny AS21 je malá kvůli nízkému obsahu Al. Nedostatky AS sérií mohou být odstraněny přidáním malého množství příměsí jako RE, Ca, Sr, P, Sb [8, 9].

Typická oblast aplikací je v automobilovém průmyslu, kde se používá na výrobu různých součástí od přístrojové desky až po kostru sedadel.

#### 2.4.2. Slitiny Mg – Al – Ca

Mechanické vlastnosti dobře slévatelných Mg-Al slitin lze zlepšit přidáním dalšího legujícího prvku. Slitiny Mg – Al – Ca (slitiny řady AX) byly vyvinuty jako levnější alternativa za slitiny se vzácnými zeminami pro aplikace při vyšších teplotách a jsou velice důležité pro další rozvoj. Jsou-li binární slitiny Mg – Al legovány vápníkem, precipitační proces závisí na poměru Ca/Al v hm. %. Když je tento poměr větší než ~ 0,8 nalézáme dva typy precipitátů,  $Mg_2Ca$ , resp.  $Al_2Ca$ . Zpevnění AX slitin souvisí s tvorbou těchto částic, které přispívají k zvýšení tvrdosti a napětí na mezi kluzu [10]. Je-li poměr menší, nalézáme pouze částice  $Al_2Ca$ . Oba typy precipitátů byly nalezeny v okolí hranic zrn a jejich hustota roste s rostoucí koncentrací příměsí a rostoucím poměrem Ca/Al [11].

Gjestland a kol. [12] ukázali, že odolnost slitiny AX proti creepu při 150 °C je srovnatelná se slitinou AE42, přičemž má lepší odolnost proti korozi.

#### 2.4.3. Slitiny Mg – Li

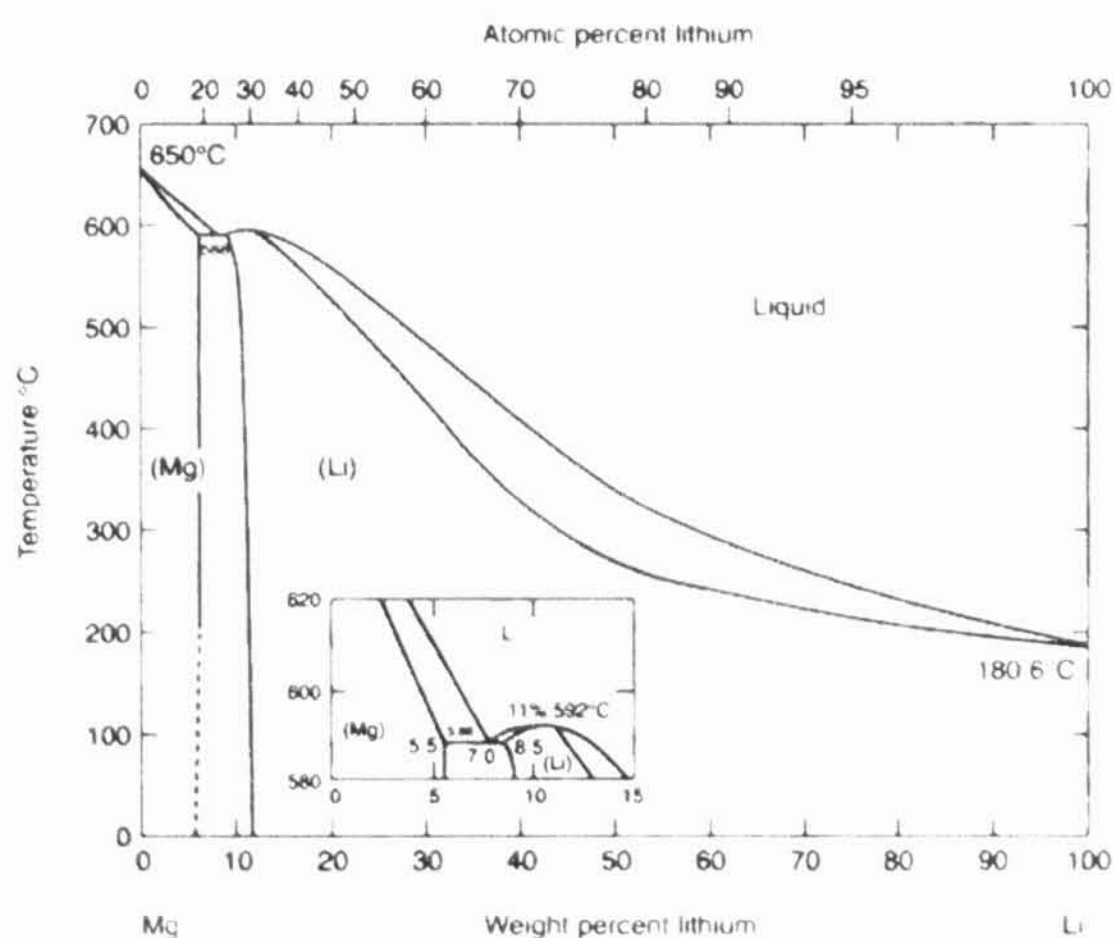
Slitiny hořčíku s lithiem jsou nejlehčí kovové strukturní materiály. Legování lithiem s extrémně nízkou hustotou ( $580 \text{ kg/m}^3$ ) sníží hustotu slitiny a zvyšuje tažnost pomocí aktivace dalších skluzových systémů [13]. Hustota slitin Mg – Li klesá s rostoucím obsahem Li z  $1800 \text{ kg/m}^3$  až na  $1330 \text{ kg/m}^3$ , přičemž pokles elastického modulu je jen malý z 45 na 42 GPa [14]. Fázový diagram (Obr. 2.3) ukazuje, že rozpustnost Li v hexagonální (hcp)  $\alpha$  – fázi hořčíku je relativně velká 5.5 hm. % (17 at. %) [15]. Slitiny s obsahem Li vyšším než 11 hm. % krystalizují v kubické prostorově centrované (bcc)  $\beta$  – fázi. Mechanické vlastnosti hcp  $\alpha$  – fáze jsou lepší ve srovnání s kubickou  $\beta$  –

fázi, na druhé straně fáze  $\beta$  má vyšší tažnost. Nevýhodami Mg – Li slitin s bcc strukturou jsou vysoká chemická aktivita a slabá odolnost proti korozi.

Podle fázového diagramu slitina s obsahem Li mezi 5.5 a 11 hm. % je tvořena směsí fází hexagonální  $\alpha$  a kubické prostorově centrované  $\beta$ . Zvyšování obsahu Li vede k poklesu deformačního napětí, ale tažnost slitiny se zvýší. Kompromisem by mohla být slitina s 8 hm. % Li (směsí fází  $\alpha$  a  $\beta$ ), která vykazuje obě, zlepšené mechanické vlastnosti a dobrou odolnost proti korozi.

Atraktivnost Mg – Li slitin je zřejmá, jestliže srovnáme specifickou pevnost nejen s hliníkovými slitinami, ale také s ostatními hořčíkovými slitinami. Mají dvojnásobnou specifickou tuhost než ostatní komerční hořčíkové slitiny a asi pětkrát větší než hliníkové slitiny. Superplasticita byla zjištěna u slitiny Mg – 8Li která je také předmětem komerčního zájmu.

Nevýhoda slitin Mg – Li spočívá v jejich poměrně malé pevnosti při teplotách nad 100 °C a velké chemické aktivitě slitin. Mohou být zpevněny přidáním třetího prvku pro vytvoření ternární Mg – Li – X (obvykle X=Al, Zn, Si) slitiny. Zpevnění slitiny keramickými vlákny nebo částicemi je další možnost pro zvýšení pevnosti a zabránění degradaci mechanických vlastností Mg – Li slitin [16].



Obr. 2.3: Fázový diagram Mg – Li. Převzato z [15].

#### 2.4.4. Slitiny s ytriem

Slitiny na bázi Mg – Y – Nd patří mezi nejúspěšnější slitiny hořčíku kombinující vysokou pevnost a odolnost proti creepu při zvýšených teplotách. Vykazují vysokou specifickou pevnost, odolnost proti creepu, dobrou slévatelnost a korozní vlastnosti až do 250 °C. Byly vyvinuty komerční slitiny WE43 (4 hm. % Y, 3.3 hm. % RE, 0.5 hm. % Zr) a WE54 (5.25 hm. % Y, 3.5 hm. % RE, 0.5 hm. % Zr), kde RE je směs vzácných zemin, převážně Nd. Tyto slitiny neobsahují Al, a proto je možné zjemnit zrno přidáním Zr.

Slitiny Mg – Y – Nd jsou precipitačně vytvrditelné. Precipitace z tuhého roztoku probíhá podle posloupnosti  $\beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta$ .

Fáze  $\beta''$  je metastabilní, koherentní s maticí a má hexagonální strukturu. Složení těchto částic je pravděpodobně  $Mg_3(Y_{0.85}Nd_{0.15})$  jak udává [17]. Podle [17 - 19] při nízkých teplotách (150-200 °C) fáze  $\beta''$  se tvoří v počátečním stádiu precipitace ve tvaru destiček. Přechodná fáze  $\beta'$ , která se tvoří při stárnutí od 200 do 250 °C, je také metastabilní s ortorombickou strukturou. Podle [17] složení fáze  $\beta'$  je  $Mg_{12}NdY$ . Posloupnost precipitačních procesů skončí s rovnovážnou fází  $\beta$ ,  $Mg_{14}Nd_2Y$ , s kubickou plošně centrovanou strukturou, která se objevuje po stárnutí při teplotě 250 °C a vyšších za dostatečně dlouhou dobu. Vynikající vlastnosti slitin WE54 a WE43 při pokojové teplotě se připisují existenci precipitátů  $\beta'$  a  $\beta$  a mají tradičně uplatnění v leteckém průmyslu.

### 2.5. Recyklace hořčíkových slitin a kompozitů

Hořčík a hořčíkové slitiny použité jako strukturní materiál jsou využitelné pro recyklaci. Hlavním motivem recyklace hořčíku je úspora energie. Namísto energie 35 kWh/kg (minimum) pro primární výrobu je potřeba jen 3 kWh/kg nebo méně pro přetavování odpadového kovu. Aktuálně se používají dva základní druhy recyklačních procesů:

- postupy založené na použití struskotvorných přísad na ochranu taveniny a rafinace (flux-based refining),
- postupy používající ochranný plyn ( $SO_2/SF_6$ ) na ochranu taveniny.



Metody na bázi struskotvorných přísad jsou široce užívané a pravděpodobně stále nejdůležitější.

Recyklace je další oblastí zkoumání hořčíkových kompozitů. Naneštěstí velká reaktivita hořčíku a výztuže omezuje recyklovatelnost kompozitů na bázi hořčíkových slitin. Když je potřeba materiál přetavit dochází k poškození zpevňující fáze. Přetavený materiál je možné použít znovu pro slévání nebo tlakové lití, avšak vlastnosti nového materiálu nebudou dosahovat vlastnosti originálního kompozitu. Další možností recyklace je použití jenom slitiny tvořící matrici kompozitu. Výztuž je pak zpracována jako odpad, a odstraněna z procesu. Po rafinaci je možné použít taveninu na výrobu slitiny.

## Kapitola 3

### Deformace hořčíkových kompozitů

#### 3.1. Zpevnění kompozitů

Mechanické vlastnosti kompozitních materiálů jsou ovlivněny vlastnostmi jednotlivých složek tvořících kompozit, vlastnostmi matrice a zpevňující fáze. Vlastnosti kompozitů jsou obecně závislé na geometrii, objemovém podílu a rozdělení zpevňující fáze. Do popisu geometrie výztuže je potřeba zahrnout tvar (částice, whiskery, krátká, dlouhá vlákna), velikost (u vláken je důležitý i tzv. tvarový faktor, poměr mezi průměrem a délkou vlákna) a orientace. Výsledné vlastnosti nejsou dány jenom součtem vlastností matrice a výztuže, ale rovněž jejich interakcemi. Tvar a objemový podíl částic ovlivňuje velikost rozhraní, který je rozhodujícím faktorem při určení vzájemného působení mezi výztuží a matricí. Slabá vazba mezi matricí a zpevňující fází obecně zhoršuje vlastnosti kompozitů. Dalším faktorem, který ovlivňuje vlastnosti kompozitů, je způsob jejich výroby (prášková metalurgie, squeeze casting, atd.).

Kompozitní materiály vykazují anizotropii elastických a plastických vlastností. Plastická deformace kompozitu začíná v matrici. Zpevňující fáze se vyznačuje vysokou mezí pružnosti a pevnosti a poměrně malou tažností. Zatímco zpevňující fáze zůstává zpravidla při mechanickém namáhání kompozitu jen elasticky deformována, plastická deformace se odehrává převážně v matrici. Velikost a prostorové rozložení částic ovlivňují lokalizaci deformace v průběhu zatěžování. Tažnost kompozitů klesá rychle s rostoucím podílem zpevňující fáze a je vždy nižší než tažnost nezpevněné slitiny [20]. Mez kluzu a pevnost kompozitního materiálu je vyšší než u nezpevněné slitiny. Pevnost kompozitů ovlivňují výše vyjmenované faktory. Aby bylo možné vysvětlit

experimentálně zjištěné vyšší hodnoty je nutné detailní pochopení mechanismů deformace, zpevnění a odpevnění, interakce mezi maticí a zpevňující fází.

Pro popis deformačního chování kompozitů byly vyvinuty teoretické modely. Existují různé přístupy k modelování [21]:

1. Makromechanické modely. Tyto modely používají k popisu deformace mechaniku kontinua. Používají se v případě kolektivního pohybu velkého počtu dislokací. Kontinuální přístup není vždy vhodný, protože je zanedbáván vliv zpevňující fáze na mikromechanické procesy deformace.
2. Mikrostrukturní modely. Jsou založeny na popisu vývoje dislokační struktury během deformace, tj. vzniku, pohybu a interakci dislokací. Mikrostrukturní modely se dělí do dvou skupin:
  - analyzující změny lokální mikrostruktury matrice,
  - analyzující interakce mezi pohybujícími se dislokacemi a částicemi zpevňující fáze.

Do první skupiny patří modely popisující zpevnění v důsledku zvýšení koncentrace dislokací relaxačními mechanismy, do druhé skupiny patří modely popisující vznik dislokačních nakupení u částic a jejich vliv na pohyb dislokací.

3. Matematické modely. Používá se metoda konečných prvků a řešení se hledá numericky.
4. Hybridní modely.

Každý z těchto modelů má své výhody a nevýhody. Ani jeden z modelů nezahrnuje všechny deformační mechanismy, zabývají se pouze některými mechanismy zpevnění a vliv ostatních jevů je zanedbáván. Je velice obtížné navrhnout teoretický model zahrnující všechny deformační mechanismy, které ve větší nebo menší míře určují vlastnosti daného kompozitu. Není jednoduché experimentálně potvrdit jednotlivé teorie. Důvodem je, že vzorek nesplňuje idealizující předpoklady, a interpretace výsledků může být obtížná, nejednoznačná. V jednotlivých případech můžeme určit, které mechanismy mají rozhodující vliv na deformační chování.

První modely popisovaly deformační chování materiálů zpevněných dlouhými vlákny [22, 23]. Představou bylo, že dochází k přenosu napětí z matrice na zpevňující

vlákna. Tyto modely nejsou vhodné pro popis kompozitu zpevněného krátkými vlákny, neboť přenos zatížení prostřednictvím tahových napětí na koncích vláken je zanedbáván. To v případě krátkých vláken není oprávněný předpoklad.

Napětí, potřebné při určité stupni deformace k její pokračování, je ovlivněno různými procesy a je superpozicí několika složek:

1. Přenos napětí na vlákna.
2. Orowanovo napětí, které je nutné k překonání nedeformovatelných částic.
3. Vznik dislokací během ochlazování kompozitů v důsledku velkého rozdílu koeficientů tepelné roztažnosti matrice a zpevňující fáze.
4. Zvýšená hustota dislokací, která je výsledkem rozdílných elasticko – plastických a tepelných vlastností matrice a výztuže.
5. Zbytková tepelná pnutí v matrici, která jsou důsledkem tepelných rozdílností matrice a výztuže.
6. Zpevnění hranicemi zrn. Velikost zrn matrice kompozitů je zpravidla menší než u nezpevněných slitin.

### **Přenos napětí na vlákna**

K vysvětlení zpevňujícího efektu dlouhých vláken rozložených homogenně a orientovaných do daného směru byl navržen Coxem [22] model zpoždění skluzu (shear lag model). Předpokládá se, že když nenastává skluz na rozhraní, pak podél vlákna dochází k přenosu napětí z matrice na vlákno pomocí smykových napětí na rozhraní mezi matricí a zpevňující fází. Přítomností vláken jsou přerozdělena napětí a deformace v kompozitu. Pevnější výztuž nese větší část napětí, zatímco měkká matrice má tendenci nést větší část deformace. Tato teorie dává odhady pro tahové napětí vlákna ve směru jeho osy a pro smykové napětí na rozhraní matrice/vlákno při jednoosém namáhání ve směru osy vláken. Tato napětí závisí na deformaci, elastických konstantách materiálu matrice a vláken, na jejich geometrii a objemovém podílu. Model je založený na zjednodušujícím předpokladu homogenní deformace matrice a proto dává velmi zjednodušené výrazy pro tuhost a příspěvek napětí. Kromě přenosu zatížení na koncích vláken model nebere v úvahu příspěvky efektů spojených

s nehomogenním chováním matrice, mající za následek zvýšenou hustotu dislokací a zbytková teplotní pnutí.

Model byl rozvinut různými autory [24, 25]. Modifikované modely pro kompozity zpevněné krátkými vlákny a částicemi berou v úvahu přenos zatížení na koncích částic. Předpovídají, že mez kluzu kompozitu je úměrná objemovému podílu a tvarovému faktoru zpevňujících částic, nezávisí však na velikosti částic. Příspěvek k napětí na mezi kluzu  $\Delta\sigma_{LT}$ , pocházející od tohoto přenosu, jsou-li všechna vlákna orientovaná do směru působícího napětí je dán jako:

$$\Delta\sigma_{LT} = \sigma_s \left( \frac{(L+t)A}{4L} \right) f, \quad (3.1)$$

kde  $\sigma_s$  je napětí na mezi kluzu v matrici,  $L$  je délka vláken ve směru působícího napětí,  $t$  je rozměr vláken v kolmém směru,  $A=L/t$  je tvarový faktor a  $f$  je objemový podíl vláken.

### Vliv zvýšené hustoty dislokací

V kompozitech s kovovou matricí byla pozorovaná větší hustota dislokací ve srovnání s nezpevněným materiálem [26]. Koeficient teplotní roztažnosti matrice je zpravidla větší než koeficient teplotní roztažnosti keramické zpevňující fáze. Když je kompozit ochlazován z nějaké vyšší teploty na pokojovou teplotu vznikají v blízkosti rozhraní tepelná pnutí v důsledku rozdílné roztažnosti. Pokud tepelná pnutí v matrici překročí napětí na mezi kluzu, na rozhraní matrice/zpevňující fáze jsou akomodována vznikem nových dislokací. Proto při ochlazování kompozitu se zvyšuje hustota dislokací v matrici. Nové dislokace se vytvoří během přípravy kompozitu. Přírůstek hustoty dislokací  $\Delta\rho$  v blízkosti zpevňující fáze byl počítán autory práce [27]:

$$\Delta\rho_T = \frac{Bf\Delta\alpha\Delta T}{b(1-f)t'}, \quad (3.2)$$

kde  $B$  je geometrická konstanta závislá na tvaru částic,  $b$  je velikost Burgersova vektoru nových dislokací,  $t'$  je minimální rozměr vláken či částic zpevňující fáze,  $\Delta\alpha$  je



absolutní hodnota rozdílu koeficientu teplotní roztažnosti matrice a zpevňující fáze a  $\Delta T$  je rozdíl teplot.

Kompozitní materiály jsou plasticky nehomogenní. Zpevňující fáze se deformuje plasticky jen velmi málo. K zachování kompatibility, tj. aby nevznikly nespojitosti a nenastal přenos hmoty difúzí, je potřebná generace geometricky nutných dislokací během deformačního procesu [28]. Hustota geometricky nutných dislokací je dána vztahem:

$$\Delta\rho_G = \frac{f8\varepsilon_p}{bt'} , \quad (3.3)$$

kde  $\varepsilon_p$  je plastická deformace. Vliv geometricky nutných dislokací roste s rostoucí deformací.

Výsledkem vzniku a hromadění dislokací u částic je zvýšení deformačního zpevnění. Zvýšení napětí v důsledku přítomnosti dislokací v matrici podle Taylorova vztahu je dán jako [29]:

$$\Delta\sigma_D = \alpha_l \Psi Gb(\Delta\rho_T + \Delta\rho_G)^{1/2} , \quad (3.4)$$

kde  $\alpha_l$  je konstanta a  $G$  je modul ve smyku pro matrici a  $\Psi$  je Taylorův faktor.

V průběhu deformace se hromadí i statisticky nutné dislokace. Tyto dislokace jsou zodpovědné za zpevnění čistých kovů. Jejich hustota roste v důsledku náhodných interakcí mezi samotnými dislokacemi.

### Orowanovo napětí

Napětí na mezi kluzu je charakterizováno stavem, kdy plastická deformace matrice je již rozvinuta. Vlákná v matrici jsou překážkami pro pohyb dislokací ve skluzové rovině. Musí se zvýšit napětí, aby plastická deformace mohla pokračovat. Proto napětí potřebné pro pohyb dislokací v kompozitech je vyšší, než v nezpevněné matrici. Pro pohyb dislokací můžeme předpokládat podobný mechanismus jako v případě zpevnění nekoherentními částicemi. Při Orowanově procesu se pohybující dislokace prohýbají mezi nekoherentními částicemi a při dostatečném napětí je překonávají tak, že kolem

nich zanechávají Orowanovy smyčky. V případě vláken se dislokace a dislokační smyčky protahují mezi volnými konci vláken. Během plastické deformace vzniknou nakupení Orowanových smyček a dislokací u nedeformovaných vláken. Proto kromě vláken, pohybující se dislokace musí překonat i napěťová pole těchto nakupení. Jejich působením se sníží střední volná dráha pohybujících se dislokací. Pak je  $\Lambda$  funkcí nerelaxované plastické deformace  $\varepsilon_p$  a pro zvýšení napětí na mezi kluzu  $\Delta\sigma_{OR}$ , způsobené tímto mechanismem, lze v první aproximaci psát jako [30]:

$$\Delta\sigma_{OR} = \frac{Gb}{\Lambda} + \frac{5}{2\pi} Gf\varepsilon_p, \quad (3.5)$$

kde  $\Lambda$  je vzdálenost mezi vlákny. První člen zahrnuje rozměrovou závislost zpevňujícího efektu prostřednictvím vzdálenosti mezi vlákny. Model nebere v úvahu interakce mezi dislokacemi, pohybujícími se v sousedních skluzových rovinách.

Orowanova složka zpevnění se začne více uplatňovat při vysokých teplotách, protože je nezávislá na teplotě [20]. Tak lze dosáhnout zvýšením objemového podílu výztuže vyšší pevnost za vysokých teplot, čímž se však sníží tažnost materiálu.

### Menší zrno materiálu

Experimenty ukazují, že deformační napětí závisí na velikosti zrna, při daném stupni deformace. Hranice zrn hrají důležitou roli při zpevnění polykrystalů. Plastická deformace materiálu nastane šířením plastické deformace od zrna k zrně. Hranice zrn představují překážky pro pohyb dislokací. Když deformace probíhá konstantní rychlostí a velikost zrn se během deformace nemění, pak je vliv hranic zrn na zpevnění konstantní. Čím je průměrná velikost zrna menší, tím větší napětí se pozoruje. Závislost je dána Hallovým-Petchovým vztahem [31]. Kompozity zpravidla mají menší zrno než materiál bez zpevňující fáze [32]. Příspěvek zjemněním zrna k napětí na mezi kluzu v kompozitu je možné vyjádřit pomocí vztahu:

$$\Delta\sigma_{GS} = K_y (d_2^{-1/2} - d_1^{-1/2}), \quad (3.6)$$

kde  $K_v$  je konstanta, a  $d_1$  a  $d_2$  jsou průměrné velikosti zrna nezpevněné slitiny a kompozitu.

### Průměrné zbytkové napětí v matrici

Vnitřní termická napětí mohou být tak vysoká, že dosáhnou za vyšších teplot hodnoty napětí na mezi kluzu a kompozit se plasticky deformuje jen cyklováním teploty. Tepelná napětí přímo na rozhraní matrice/vlákno počítána v jednoduché aproximaci [33] jsou:

$$\sigma_{TS} = \frac{E_f E_m}{(E_f f + E_m (1 - f))} f \Delta \alpha \Delta T, \quad (3.7)$$

kde  $E_f$  a  $E_m$  jsou Youngovy moduly vláken a matrice. V určité vzdálenosti  $r$  od vlákna působí již napětí menší, protože jejich velikost klesá s  $1/r^3$ . Termická pnutí vzniklá za vyšších teplot mohou být částečně akomodována vznikem nových dislokací. Tepelná napětí vznikají již v procesu výroby, kdy jsou obě složky materiálu spojeny zpravidla za vysoké teploty, a poté je kompozit ochlazen na pokojovou teplotu. Zbytková napětí existují i za pokojové teploty a relaxují jen velmi pomalu [32]. Tato reziduální napětí mohou snižovat, resp. zvyšovat napětí potřebné pro deformaci kompozitu. Průměrnou hodnotu zbytkového napětí v matrici je možné odhadnout středováním lokálních napětí odhadnutých v reprezentativním objemovém elementu. Průměrná zbytkové napětí v matrici mohou dosáhnout maximální hodnoty [34]:

$$\langle \sigma_m \rangle_{\max} = \frac{2}{3} \sigma_y \ln \left( \frac{1}{f} \right) \frac{f}{1-f}. \quad (3.8)$$

### Sčítání jednotlivých příspěvků

Otázkou je sčítání jednotlivých příspěvků ke zpevnění. Bylo navrženo několik způsobů. Obecně přijatý je způsob navržený Lilholtem [35], který sčítá jednotlivé příspěvky podle dosahu a velikosti zpevňujícího efektu.

Byly provedeny počítačové simulace na statistické prozkoumání jednotlivých příspěvků. Ukázalo se, že příspěvky napětí působících rovnoměrně v celé matrici by



měly být sčítány lineárně, zatímco součet příspěvků napětí působících lokálně, tedy v určitých místech matrice, je lépe vyjádřit jako odmocninu ze součtu jejich čtverců [4].

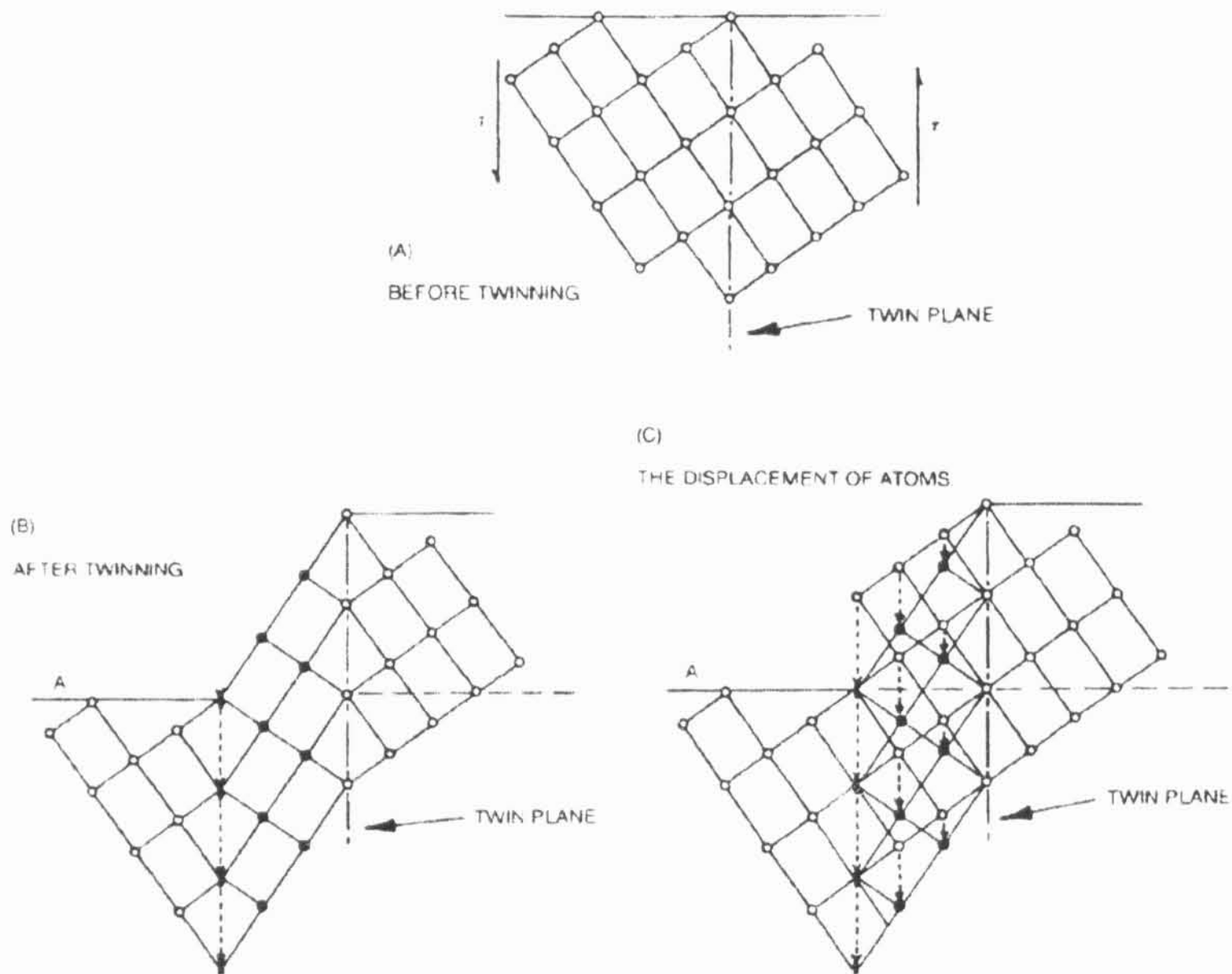
### 3.2. Dvojčatění v Mg

Skluz a mechanické dvojčatění jsou dva základní mechanismy plastické deformace v kovových materiálech. Dvojčatění je obzvláště důležité v materiálech s nižší krystalovou symetrií, např. v hexagonálních kovech, kde není k dispozici pět nezávislých skluzových systémů požadovaných ke splnění kritéria pro kompatibilitu plastické deformace (von Misesovo kritérium [36]). Klasická definice dvojčatění požaduje, aby dvojčatová mříž a původní mříž byly spojeny zrcadlením podél jisté krystalografické roviny nebo otočením o  $180^\circ$  podle jisté krystalografické osy [37]. Dvojčata mohou vznikat během krystalizace z tekuté nebo plynné fáze, nebo při rekrystalizaci pevné látky. Dalším typem dvojčatění je „transformační dvojčatění“, které můžeme pozorovat při martenzitické transformaci. K mechanickému dvojčatění, kterým se budeme dále zabývat, dochází při namáhání původní mřížky smykem.

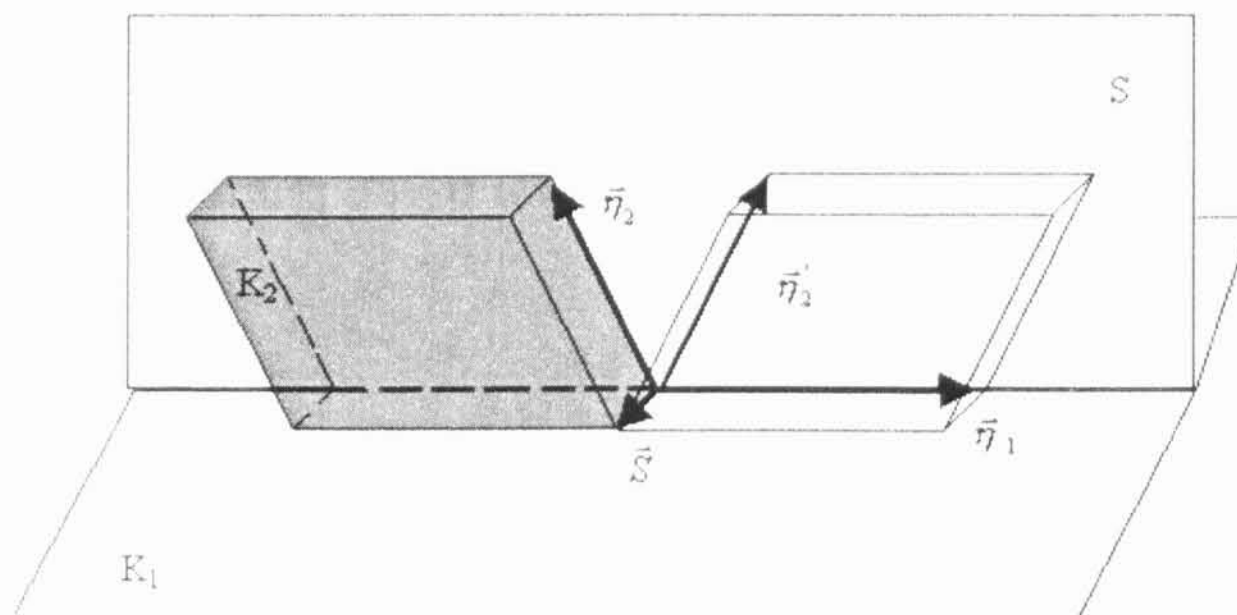
Na Obr. 3.1 je vidět klasickou reprezentaci dvojčatění v kubické mřížce [38]. Na Obr. 3.1a je zobrazen řez trojrozměrné mřížky. Rovina dvojčatění je kolmá na zobrazenou rovinu. Když v krystalu způsobí smykové napětí, dochází k dvojčatění (Obr. 3.1b). Oblast vpravo od roviny dvojčatění je nedeformována. Nalevo jsou atomové roviny posunuty smykem tak, aby vytvořily zrcadlovou orientaci podle roviny dvojčatění. Dochází k posunu mnoha atomových rovin, a to tak, že atomy v jednotlivých rovinách se přemístí o stejnou vzdálenost, která je úměrná vzdálenosti dané roviny od roviny dvojčatění (Obr. 3.1c).

Krystalografické prvky dvojčatění jsou uvedeny na Obr. 3.2. Invariantní rovinou vůči smyku je  $K_1$ , ve které leží i směr smyku  $\vec{\eta}_1$ . Druhou nezkreslenou rovinou je  $K_2$  (konjugovaná rovina). Rovina obsahující  $\vec{\eta}_1$  a normálu rovin  $K_1$  a  $K_2$  je rovinou smyku, je označena písmenem  $S$ . Průsečnice rovin  $K_2$  a  $\vec{S}$  je konjugovaný směr smyku  $\vec{\eta}_2$ . Z původní cely, definované vektory  $\vec{\eta}_1$ ,  $\vec{\eta}_2$  a  $\vec{S}$ , dostaneme homogenním smykem dvojčatovou celu definovanou vektory  $\vec{\eta}_1$ ,  $\vec{\eta}_2$  a  $\vec{S}$ . Jednotlivé módy dvojčatění jsou dané pomocí  $K_1$ ,  $\vec{\eta}_1$  a  $g$  nebo  $K_2$ ,  $\vec{\eta}_2$  a  $g$ . Dvojčatový smyk  $g$  je v hexagonální mřížce

dán poměrem krystalografických os  $\gamma = c/a$ . Velikost smyku je rozhodující pro deformaci, která může být dosažena samotným dvojčatěním [39]. Krystalografické prvky pro hexagonální strukturu jsou uvedeny v Tab. 3.1.



Obr. 3.1: Schéma dvojčatění v kubické mřížce [45].

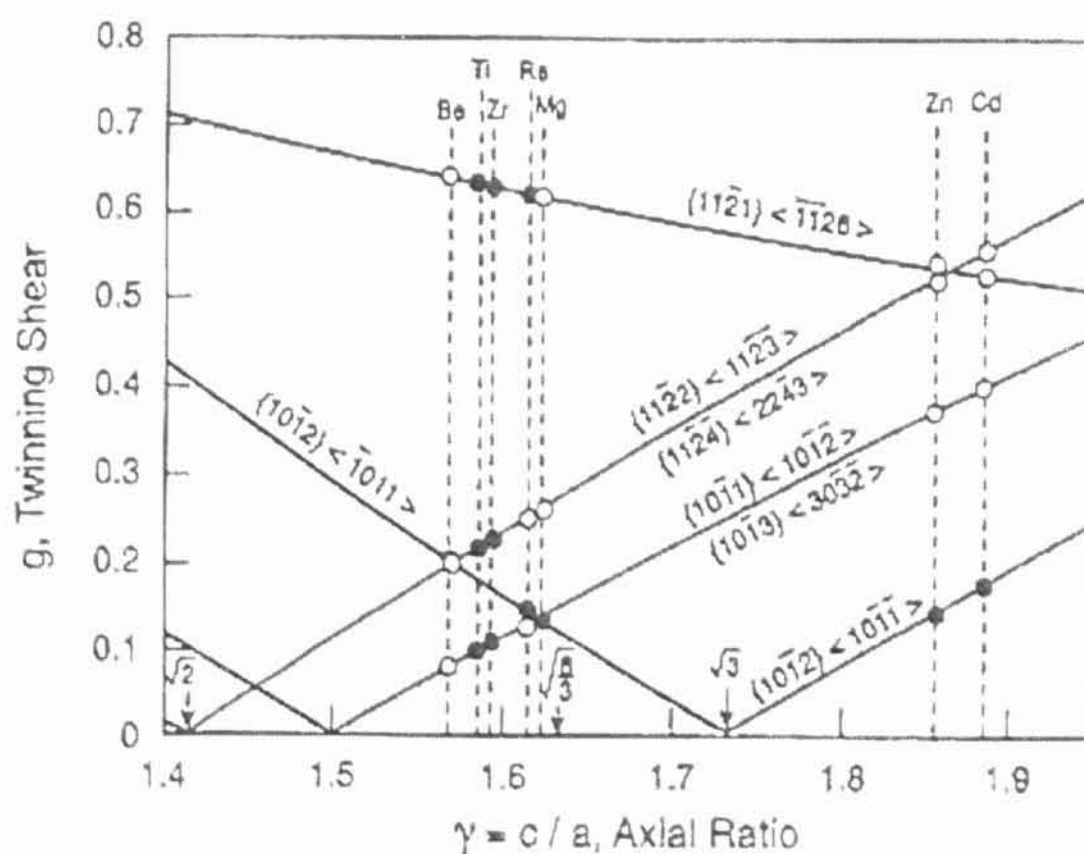


Obr. 3.2: Krystalografické prvky dvojčatění.

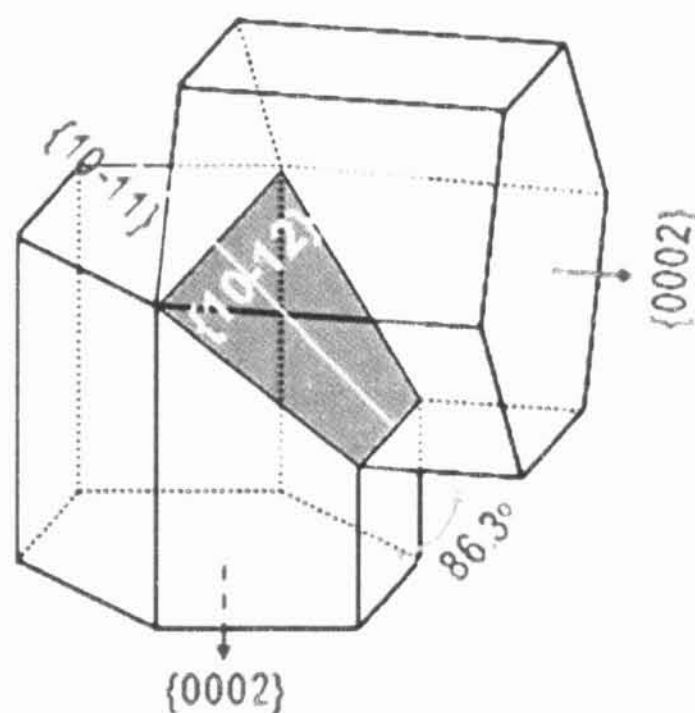
**Tab. 3.1:** Krystalografické prvky pro hexagonální strukturu,  $\gamma = c/a$ .

$K_1$	$K_2$	$\bar{\eta}_1$	$\bar{\eta}_2$	$\bar{S}$	$G$
$\{10\bar{1}2\}$	$\{10\bar{1}2\}$	$\pm\langle 10\bar{1}\bar{1}\rangle$	$\pm\langle 10\bar{1}1\rangle$	$\pm 1/3\langle 1\bar{2}10\rangle$	$\frac{\gamma^2 - 3}{\gamma\sqrt{3}}$
$\{10\bar{1}1\}$	$\{10\bar{1}3\}$	$\langle 10\bar{1}2\rangle$	$\langle 30\bar{3}2\rangle$	$1/3\langle 1\bar{2}10\rangle$	$\frac{4\gamma^2 - 9}{4\gamma\sqrt{3}}$
$\{11\bar{2}2\}$	$\{11\bar{2}4\}$	$1/3\langle 11\bar{2}\bar{3}\rangle$	$1/3\langle 22\bar{4}3\rangle$	$\langle 1\bar{1}00\rangle$	$\frac{2(\gamma^2 - 2)}{3\gamma}$
$\{11\bar{2}1\}$	(0002)	$1/3\langle \bar{1}\bar{1}26\rangle$	$1/3\langle 11\bar{2}0\rangle$	$\langle \bar{1}100\rangle$	$\frac{1}{\gamma}$

Dvojčatový smyk v závislosti na poměru  $c/a$  pro šest možných módů je zobrazen na Obr. 3.3. V případě kladné směrnice závislosti nastane zkrácení ve směru osy  $c$ , přičemž záporná směrnice způsobuje prodloužení ve směru osy  $c$ . Např. pro všechny hodnoty  $\gamma$  v zkoumaném intervalu  $1.5 < \gamma < 1.9$  jsou dvojčata typu  $\{10\bar{1}1\}$  a  $\{11\bar{2}2\}$  tzv. kompresní dvojčata zatímco dvojčata typu  $\{1121\}$  jsou tahová dvojčata. Protože směrnice smyku pro dvojčata  $\{10\bar{1}2\}$  změní znaménko při  $\gamma = \sqrt{3}$  v případě Zn a Cd budou dvojčata  $\{10\bar{1}2\}$  kompresní a pro Mg a Be budou tahová dvojčata.

**Obr. 3.3:** Dvojčatový smyk v závislosti na  $c/a$  pro 7 kovů, plné kroužky znamenají, že daný mód dvojčatění je aktivní [39].

V Mg a hořčíkových slitinách je hlavním dvojčatovým systémem  $\{10\bar{1}2\} \langle 1010 \rangle$ . Tato tahová dvojčata způsobují přeorientování původní mřížky o  $86.3^\circ$  (Obr. 3.4), tím nevhodně orientovaná bazální rovina se může dostat do příznivé polohy pro skluz [39, 40]. Proto plastická deformace může začínat i v zrnech, která mají nevhodnou orientaci z hlediska deformace, tj. když směr osy  $c$  je paralelní se směrem tahu. Dvojčatění bylo pozorováno také v módech  $\{10\bar{1}1\}$ ,  $\{1013\}$ ,  $\{11\bar{2}2\}$  a  $\{1124\}$  [41].



**Obr. 3.4:** Schéma dvojčatového módu  $\{10\bar{1}2\} \langle 1010 \rangle$  [42].

### 3.3. Akustická emise během deformace hexagonálních kovů

#### 3.3.1. Akustická emise a její základní parametry

Akustická emise (AE) je nedestruktivní pasivní experimentální metodou, tj. neovlivňuje měřený objekt a podává integrální informace o momentálním dynamickém stavu materiálu. AE doprovází dynamické procesy v materiálu a projevuje se jako postupné elastické vlnění, které může být detekováno snímači AE. Zdrojem AE jsou náhlá uvolnění akumulované elastické energie v materiálu.

Pomocí sledování AE je možné identifikovat a charakterizovat mikrostrukturní změny související s plastickou deformací a/nebo strukturním poškozením, které se vyskytují v materiálech na bázi Mg a vztahovat je k parametrům testování.

Podle charakteru signálu rozlišujeme spojitou a nespojitou emisi (Obr. 3.5). Spojitá emise je posloupností vln s malou amplitudou. Signál po delší dobu neklesá pod nastavenou prahovou hodnotu. Není možné určit přesně začátek a konec emisních událostí. Nespojitý signál má charakter jednotlivých, časově výrazně oddělených pulsů.

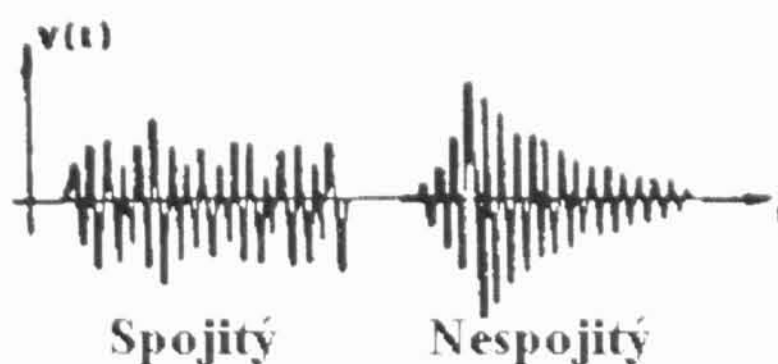
Zdroje AE můžeme rozdělit podle více aspektů. Pro zkoumání vlastností materiálů je důležité hledisko, jaké mechanismy vyvolávají AE. Z tohoto hlediska zdroje AE mohou být mikroskopické a makroskopické. K mikroskopickým zdrojům patří:

- vznik a pohyb dislokací,
- fázové přeměny v materiálu,
- interakce mezi maticí a zpevňující fází,
- pohyb hranice zrn,
- vznik mikrokrytalických mikrotrhlin.

Makroskopické zdroje zahrnují:

- růst plastické zóny,
- růst trhliny,
- svírání a rozevírání stěn trhliny,
- dekoheze a lom strukturních složek materiálu,
- koroze.

Signály pocházející od mikroskopických zdrojů mají spojitý charakter. Zdrojem časově oddělených pulsů jsou zdroje makroskopické. Náhlý, kolektivní pohyb dislokací a dvojčatění jsou všeobecně uznanými zdroji nespojitě AE ve většině kovů a slitin.



Obr. 3.5: Signály AE.



Obr. 3.6: Parametry signálu AE.

Pro popis měření AE se používají základní pojmy a parametry signálu. Ireverzibilní, diskretní změna v materiálu generující AE se nazývá emisní událost. Emisním zdrojem je lokální proces, který emisní události produkuje. Elektrický signál na výstupu snímače se nazývá emisní signál. Emisní překmit je část signálu která překročí nastavenou prahovou úroveň.

Pro charakteristiku signálu AE se nejčastěji používají následující parametry:

- parametry četnosti AE:
  - **četnost emisních událostí**  $\dot{N}_{CI}$  (**Event rate**) – počet emisních událostí za jednotkový časový interval,
  - **četnost emisních překmitů**  $\dot{N}_{CI}$  (**Count rate**) – počet emisních překmitů za jednotkový časový interval,
- kumulativní parametry:
  - **počet emisních událostí** – celkový počet emisních událostí za daný časový interval,
  - **počet emisních překmitů** – celkový počet emisních překmitů za daný časový interval.



### 3.3.2. Vliv parametrů pokusu a materiálu na akustickou emisi

#### Rychlost deformace

Když se deformační mechanismy nemění se změnou rychlosti deformace, pak změna rychlosti má vliv jen na  $\dot{N}_E$ . Četnost emisních událostí by měla být úměrná deformační rychlosti ( $\dot{N}_E \sim \dot{\epsilon}$ ), jak bylo experimentálně pozorováno [43, 44].

U mnoha materiálů mění se rychlost deformace změnou poměru dislokačního skluzu a dvojčatění. Zvyšující se deformační rychlost zpravidla zvyšuje intenzitu dvojčatění a při vysokých deformačních rychlostech může nastat dvojčatění i v materiálech, ve kterých při běžných rychlostech k němu nedochází. Zvyšující se deformační rychlost zvyšuje i aktivitu AE, avšak v případě dvojčatění nelze popsat vliv rychlosti vztahem  $\dot{N}_E \sim \dot{\epsilon}$  [45]. Nelze přesně určit AE odpovídající dvojčatění, protože dvojčatění je vždy doprovázeno skluzem.

#### Krystalová struktura

Krystalová struktura zkoumaného materiálu silně ovlivňuje intenzitu AE. Akustická emise v kubických plošně centrovaných kovech je charakterizována ostrým maximem v blízkosti meze kluzu. V mnoha materiálech je závislost  $\dot{N}_{E1}$  na deformaci hladká křivka, emise má spojitý charakter. Maximum je obvykle doprovázeno prudkým poklesem signálu s rostoucí deformací a vymizením signálu při vyšších deformacích. Takový průběh je typický např. pro hliník a hliníkové slitiny [46] a je způsoben kolektivním pohybem dislokací na začátku plastické deformace. Následné zpevnění je důvodem poklesu intenzity AE.

Materiály s kubickou prostorově centrovanou strukturou jsou charakterizovány podobným průběhem AE, maximum v okolí meze kluzu je doprovázeno poklesem signálu, malá emise je pozorována při vyšších deformacích. Amplitudy maxima signálu AE pro plošně centrované a prostorově centrované materiály jsou v podstatě stejné [47].

Akustická emise v hexagonálních materiálech je intenzivnější ve srovnání s materiály kubickými. Amplitudy maxima jsou také větší. Při deformaci hexagonálních materiálů dochází k dvojčatění, které je silným zdrojem AE. Krystalová struktura ovlivňuje pravděpodobnost dvojčatění. V materiálech s nižší symetrií je větší

pravděpodobnost dvojčatění, protože je menší počet nezávislých skluzových systémů a často napětí potřebné k vytvoření dvojčat je menší, než napětí pro skluz v jednotlivých skluzových rovinách.

### **Velikost zrna**

Aktivita AE klesá se zmenšující velikostí zrna. Nejvyšší aktivitu vykazují monokrystaly. Je to spojené se zkracováním volné dráhy pro pohyb dislokací a se snižující se aktivitou dvojčatění se zmenšující velikostí zrna. Změnou velikosti zrna může nastat i změna deformačních mechanismů. Papirova a kol. [48] pozorovali vymizení akustické emise během superplastické deformace slitiny Zn-0.4 hm. % Al, kde hlavním deformačním mechanismem byl pokluz po hranicích zrn.

Podle Fomenka a kol. [49] napětí potřebné ke vzniku dvojčat se snižuje s rostoucí velikostí zrna. Bylo ukázáno při deformaci polykrystalického zinku (Zn podobně jako Mg má hexagonální strukturu), že aktivita AE je výrazně větší ve vzorcích s větším zrnem [50, 51]. Podobný trend pozorovali Bohlen a kol. u hořčíkových slitin série AZ [52].

### **Zpevňující fáze**

Inkluze a částice zpevňující fáze jsou uznávanými zdroji AE během plastické deformace [53]. Při určitých podmínkách je lámání zpevňujících částic jediným významným zdrojem AE.

Elastické a plastické vlastnosti zpevňujících částic jsou zpravidla odlišné od vlastností matrice. Během plastické deformace vznikají napěťové koncentrace v blízkosti částic zpevňující fáze. Na rozhraní matrice/zpevňující fáze mohou vznikat napěťová pnutí i v důsledku rozdílných tepelných vlastností jak bylo popsáno v kapitole 3.1. Když napěťová pole při deformaci nebo teplotním cyklování dosáhnou určité hodnoty, dojde k prasknutí částic a/nebo oddělování částic od matrice. Oba procesy jsou považovány za silné zdroje AE [45]. Porušování částic produkuje nespojitou AE.



### 3.4. Superplasticita

#### 3.4.1. Experimentální poznatky

Když polykrystalický kovový materiál je zatěžován v tahu pod vlivem jednoosého napětí dochází k lomu po několika málo procentech poměrného prodloužení, obvykle 5 - 50 % , v závislosti na podmínkách deformace.

Superplasticita je schopnost polykrystalického materiálu vykazovat velkou tažnost v tahu, minimálně 200 - 300 %, za působení nízkého napětí. Superplastické chování je silně ovlivněno mikrostrukturou materiálu, především velikostí zrna a stabilitou velikosti zrn během deformace. Dalšími důležitými parametry jsou teplota a rychlost deformace. Pro dosažení strukturní superplasticity je obvykle potřebné aby byly splněny následující podmínky [54]:

- Rovnoosá, jemná zrna, zpravidla velikost zrn  $d < 10\mu\text{m}$ . Současně se vyžaduje stabilita velikosti zrna během deformace a velký podíl vysokoúhlových hranic.
- Teplota deformace  $T \geq 0.4 T_m$ , kde  $T_m$  je teplota tání.
- Vhodně zvolená deformační rychlost  $\dot{\epsilon}$ , obvykle z intervalu  $10^{-5}$  až  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ .

Deformační křivky, typické pro superplastickou deformaci, mají stacionární charakter. Deformační napětí s rostoucí deformací na začátku roste a pak deformace pokračuje při přibližně konstantním napětí.

Vysoká rychlostní citlivost deformačního napětí je jedna z hlavních charakteristik strukturní superplasticity. Experimenty ukázaly, že mezi napětím a deformační rychlostí je sigmoidální závislost, která je znázorněna na Obr. 3.7. Vzhledem ke stacionárnímu charakteru deformačních křivek je možné závislost stacionárního napětí na deformační rychlosti při konstantní teplotě vyjádřit vztahem:

$$\sigma = K_f \dot{\epsilon}^m, \quad (3.9)$$

kde  $K_f$  je konstanta pro daný materiál, závislá především na deformační teplotě.

Deformační napětí jsou na teplotě silně závislá, klesají s rostoucí teplotou deformace [55]. Teplotní závislost stacionárního napětí při konstantní deformační rychlosti lze vyjádřit vztahem (v analogii se stacionárním creepem):

$$\sigma = K_2 \exp(Q_\varepsilon / RT), \quad (3.10)$$

kde  $K_2$  je konstanta závislá na typu materiálu a experimentálních podmínkách, především na deformační rychlosti.  $R$  je plynová konstanta a  $Q_\varepsilon$  má význam aktivační energie při konstantní deformační rychlosti.

Pro rychlost ustáleného creepu platí:

$$\dot{\varepsilon} = K_3 \exp(-Q_\sigma / RT), \quad (3.11)$$

kde  $K_3$  je empirická konstanta a  $Q_\sigma$  je aktivační energie creepu. Souvislost mezi oběma hodnotami aktivační energie je dána vztahem [56]

$$Q_\varepsilon = mQ_\sigma. \quad (3.12)$$

Exponent  $m$  v rovnicích (3.9) a (3.12) je tzv. parametr rychlostní citlivosti napětí a je definován vztahem [57]:

$$m = \left( \frac{\partial \log \sigma}{\partial \log \dot{\varepsilon}} \right)_{T,d}, \quad (3.13)$$

který je obecně závislý na teplotě deformace, velikosti zrna a může záviset i na stupni deformace.

Parametr  $m$  lze získat různými experimentálními metodami [54 - 57]. Hodnoty parametru  $m$  lze určit měřením změn deformačního napětí v důsledku změny deformační rychlosti v průběhu tahové deformace jednoho vzorku. Je to tzv. metoda náhlých změn deformační rychlosti, nejvíc používaná v komunitě zabývající se superplasticitou. Tato metoda je podrobně popsána v kapitole 5.

Na obrázku 3.7b je znázorněna schematicky závislost  $m$  na deformační rychlosti. Závislost se dělí na 3 různé oblasti. Hodnoty parametru  $m$  jsou vysoké při středních rychlostech deformace (oblast II), avšak plynule klesají k mnohem nižším hodnotám při vyšších a nižších rychlostech deformace (oblast I a III). Bylo ukázáno, že přes některé anomálie a rozptyl, existuje dobrá korelace mezi parametrem  $m$  a tažností; tažnosti dosažené v tahu rostou s rostoucí hodnotou parametru  $m$  [58, 59]. Přesné hodnoty maximálního prodloužení a deformační rychlosti, při které je dosažena maximální tažnost, závisí na daném materiálu a jeho mikrostruktuře. Závislost tažnosti na deformační rychlosti má podobný průběh jako závislost pro parametr  $m$ . Velké tažnosti jsou dosaženy v oblasti II. Obvykle se za charakteristiku superplastického chování považuje hodnota parametru  $m \geq 0.3$ . Parametr  $m$  charakterizuje homogenitu deformace materiálu. Čím je vyšší hodnota  $m$ , tím se snižuje tendence k lokálnímu zaškrcení, což vede k zvýšení tažnosti. Přestože tažnost má obvykle podobný průběh jako parametr  $m$ , největší tažnost nemusí být dosažena při stejných podmínkách, při kterých byla získána maximální hodnota  $m$ . Tažnost může být ovlivněna různými procesy, probíhajícími během superplastické deformace, např. tvorbou a růstem dutin. Při výrazné kavitaci nastává lom v důsledku jejich propojení.

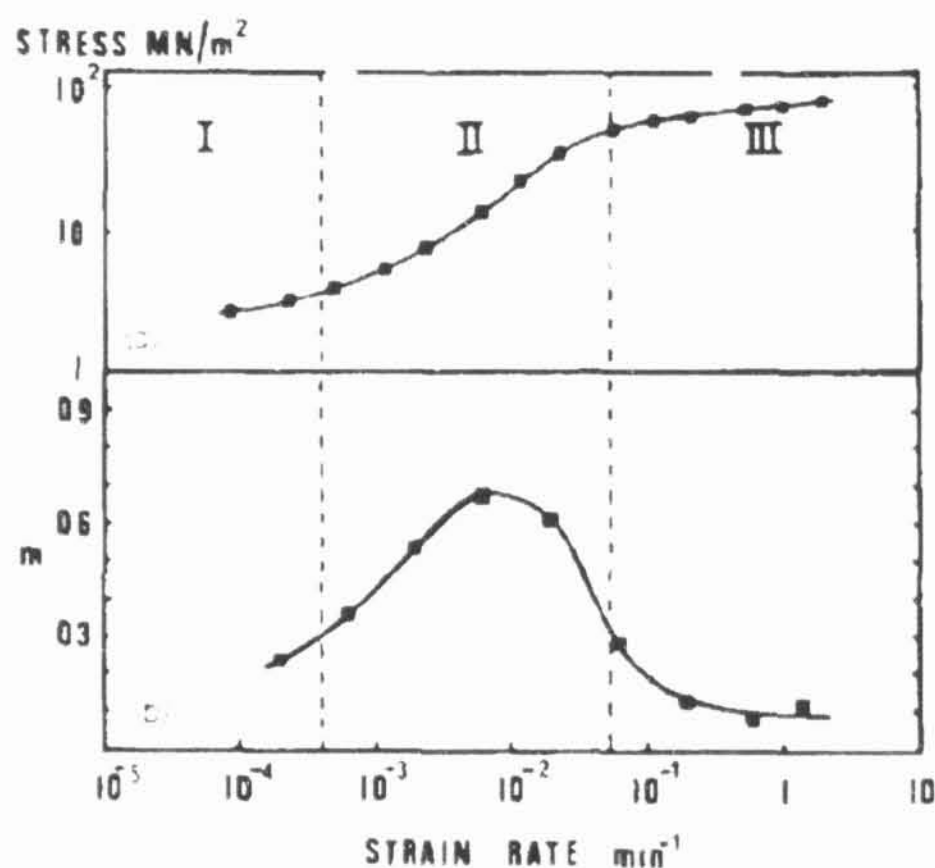
Teplota výrazně ovlivňuje hodnotu parametru  $m$ . Zvýšením teploty se zvyšuje tažnost a hodnota parametru  $m$  a snižuje se deformační napětí. S rostoucí teplotou se posouvá křivka závislosti parametru  $m$  nejen směrem k vyšším hodnotám  $m$  ale i směrem k vyšším hodnotám deformačních rychlostí. Proto optimální podmínky pro superplastickou deformaci nastanou při vyšších rychlostech.

Při dané deformační rychlosti může při dosažení určité teploty nastat ztráta superplastických vlastností, což pravděpodobně je následkem růstu zrna během deformace materiálu. Při vysokých teplotách mají totiž hranice zrn obvykle vysokou mobilitu a dochází k růstu zrn. Stabilita jemnozrné struktury je klíčová pro superplastické chování materiálu.

Deformační napětí je také závislé na velikosti zrna  $d$ . Na rozdíl od konvenčních slitin (s velikostí zrna větší než 20  $\mu\text{m}$ ), u kterých deformační napětí je úměrné  $d^{-1/2}$ , v případě superplastických materiálů deformační napětí s rostoucí velikostí zrna roste. Závislost je možné popsat s rovnicí [60]:

$$\sigma = K_4 d^{mp}, \quad (3.14)$$

kde  $K_4$  je konstanta pro daný materiál,  $p$  je empirická konstanta.



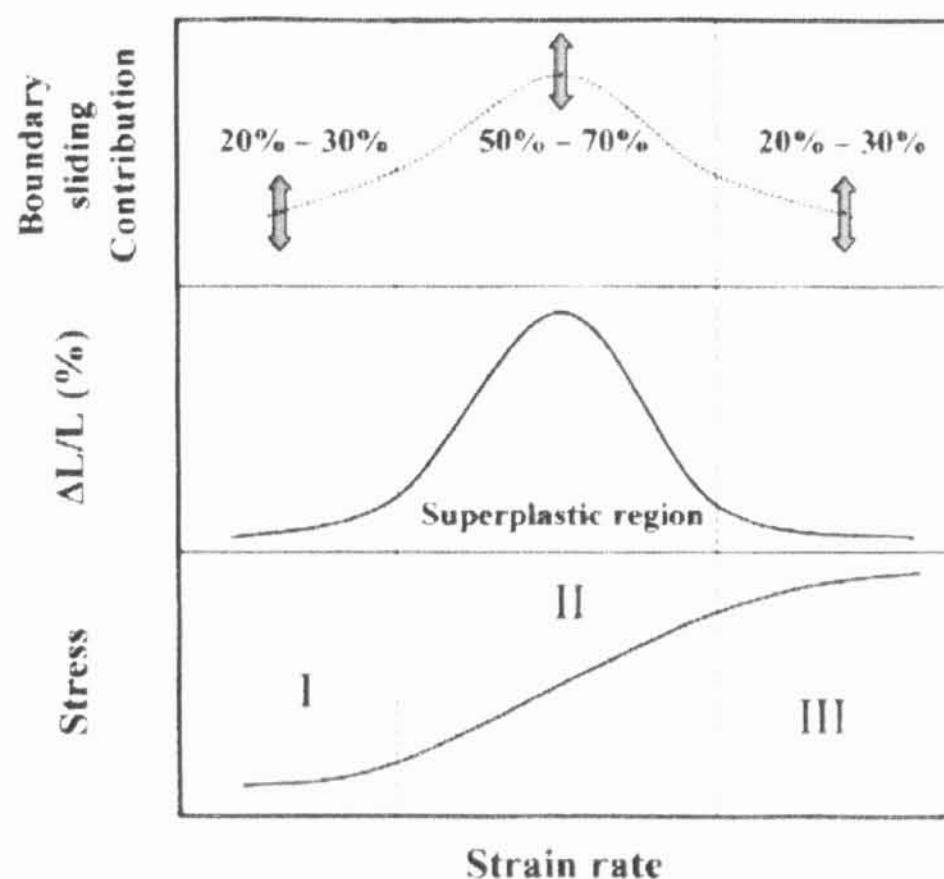
**Obr. 3.7:** Schematická závislost a) deformačního napětí, b) parametru rychlostní citlivosti na rychlosti deformace [55].

### 3.4.2. Mechanizmy superplastické deformace

Charakteristickým rysem superplastické deformace je pokluz po hranicích zrn, kdy dochází k vzájemnému posunutí jednotlivých zrn podél společných hranic. Zrna zůstávají rovnoosá do vysokých stupňů deformace, a dochází k jejich vzájemnému natočení [61]. Pokluz je závislý na typu hranic.

V oblasti II se dochází k největším prodloužením. Bylo zjištěno, že příspěvek pokluzu po hranicích zrn k celkové deformaci je velmi vysoký, kolem 50 – 70 %, v oblasti II, avšak klesá v oblastech I a III jak je ukázáno schematicky na Obr. 3.8 [62 – 65].

Rozsáhlé experimentální pozorování a zkoumání vedla k závěru, že pokluz po hranicích zrn je hlavním rysem deformačního procesu kontrolující superplastickou deformaci v oblasti II.



**Obr. 3.8:** Schematické závislosti deformačního napětí, tažnosti a příspěvku pokluzu po hranicích zrn k celkovému prodloužení na rychlosti deformace. Převzato z [65].

Značná pozornost byla věnována tvorbě realistického modelu pro superplastické chování v oblasti II. V současnosti se na popis superplastické deformace používají hlavně modely založené na pokluzu po hranicích zrn. Tyto modely se především liší v popisu akomodačních mechanismů. Pro dosažení velkých tažností je potřebné, aby byla zachována kompatibilita zrn, proto pokluz po hranicích zrn musí být doprovázen akomodačním procesem. Akomodačním procesem může být migrace hranic zrn, rekystalizace, difúzní proces, nebo skluzový pohyb dislokací.

Řada modelů za hlavní akomodační mechanismus považuje dislokační skluz, např. Ball a Hutchinson [66], Mukherjee [67] a Langdon [68]. Ashby a Verrall [69] považují za hlavní akomodační mechanismus difúzní proces. Novější modely často uvažují jako akomodační mechanismus kombinaci několika různých procesů. Ani jeden z modelů není schopen objasnit všechna experimentální fakta. Superplasticita není způsobena jedním mechanismem; během deformace probíhá několik různých procesů, jak vyplývá z experimentů: pokluz po hranicích zrn, pohyb dislokací uvnitř zrn, difúzní procesy. To, jaké procesy a v jaké míře se uplatňují, závisí na materiálu, na jeho mikrostruktuře a na podmínkách deformace.



Teoretické modely nejsou schopny předpovědět kvantitativně rychlost deformace, pozorované v jemnozrnných superplastických materiálech. Není jednoznačné, který mechanismus určuje rychlost superplastické deformace. Navíc ani jeden z modelů není schopný předpovědět pomocí jednoho vztahu správnou závislost deformační rychlosti na napětí, teplotě a velikosti zrna.

Jako výsledek mnoha studií je závěr, že superplasticita jemnozrnných materiálů je proces kontrolovaný difúzí. Vzhledem ke stacionárnímu charakteru deformačních křivek při superplastické deformaci, řada autorů (např. Sherby a Wadsworth [70], Mohamed a kol. [71], Langdon [60]) používá k vysvětlení experimentálních výsledků rovnice pro rychlost ustáleného creepu [72]:

$$\dot{\varepsilon} = A \frac{Gb}{kT} \left( \frac{b}{d} \right)^p \left( \frac{\sigma}{G} \right)^n D, \quad (3.15)$$

kde  $\dot{\varepsilon}$  je stacionární deformační rychlost,  $D = D_0 \exp(-Q/RT)$  je difúzní koeficient, přičemž  $D_0$  je frekvenční faktor,  $k$  je Boltzmannova konstanta,  $Q$  je aktivační energie difúzního procesu,  $G$  je modul pružnosti ve smyku,  $b$  je velikost Burgersova vektoru,  $p$  je empirická konstanta, exponent  $n = 1/m$ ,  $A$  je další empirická konstanta. Ostatní veličiny mají dříve uvedený význam. V případě, že rychlost creepu je určena difúzí po hranicích zrn,  $Q$  je rovno aktivační energii difúze po hranicích zrn.  $Q$  je rovno aktivační energii samodifúze, když je rychlost deformace podmíněna difúzí mřížkou. Pro vybraný materiál a dané deformační podmínky (napětí, teplota) jsou rozhodujícími parametry  $p$ ,  $n$  a  $Q$ .

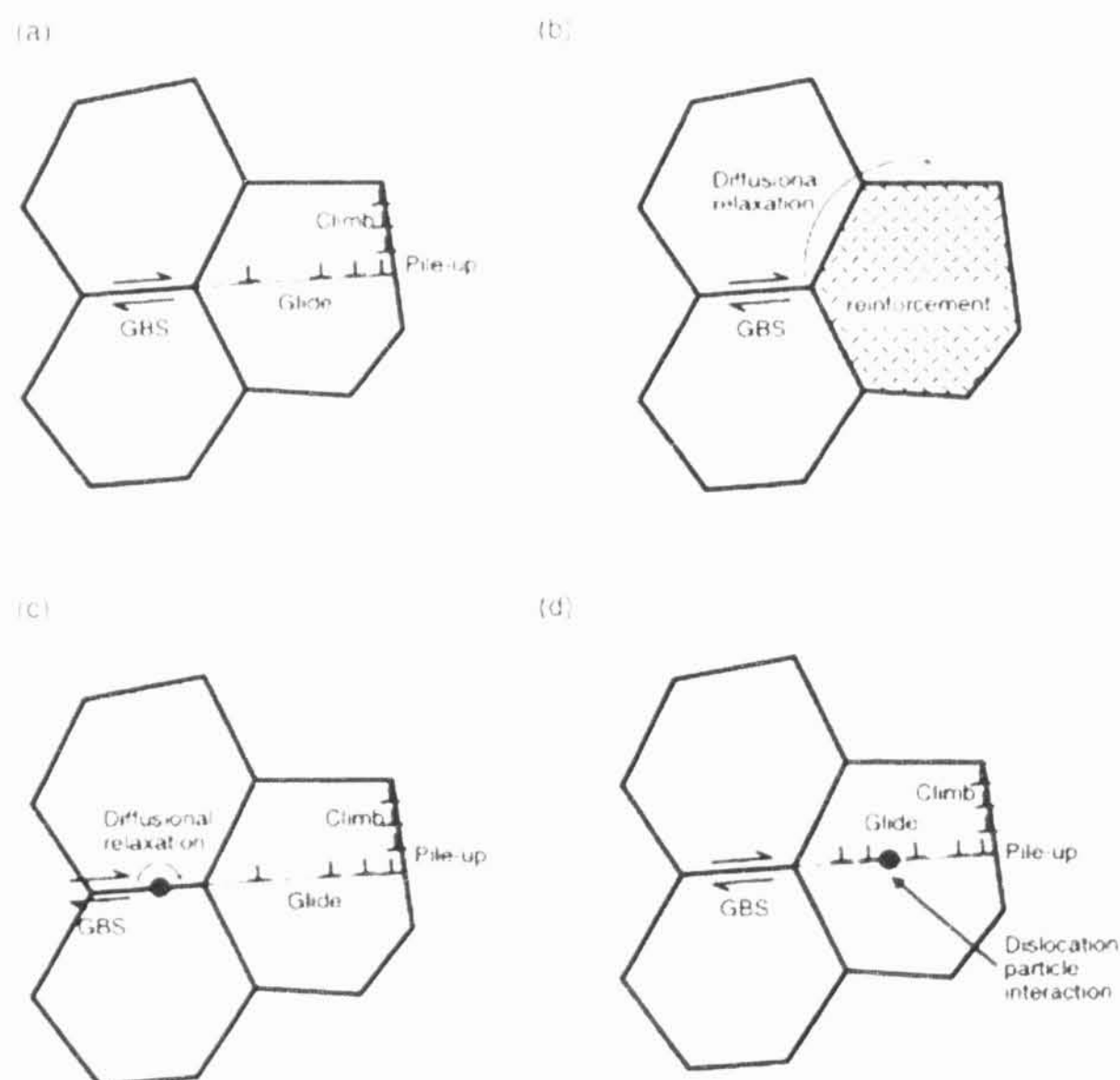
Nízké hodnoty parametru  $m$  v oblasti malých deformačních rychlostí jsou obvykle pozorovány u práškově metalurgicky připravených hořčíkových slitin a hořčíkových kompozitů [73 - 76]. Tyto hodnoty pravděpodobně souvisejí s existencí tzv. prahového napětí [77]. Konstitutivní rovnice pro superplastickou deformaci, která bere v úvahu prahové napětí  $\sigma_0$ , může být popsána jako [78]:

$$\dot{\varepsilon} = A \frac{Gb}{kT} \left( \frac{b}{d} \right)^p \left( \frac{\sigma - \sigma_0}{G} \right)^n D. \quad (3.16)$$

Řada kompozitů vykazuje superplastické vlastnosti, některé z nich i vysokorychlostní superplasticitu [79 - 82]. V případě vysokorychlostní superplasticity jsou velké tažnosti dosaženy při deformačních rychlostech v intervalu  $10^{-2} - 10^2 \text{ s}^{-1}$  [83]. Zkoumání superplasticity v kompozitech a slitinách vyrobených PM se většinou soustředilo na kompozity s hliníkovou maticí. V případě hořčíkových kompozitů byly nejvíc studovány kompozity na bázi slitiny ZK60 (6 hm. % Zn, 0.5 hm. % Zr, zbytek Mg). Doposud bylo navrženo několik deformačních mechanismů pro vysvětlení superplastického chování kompozitů. Vliv zpevňující fáze na superplastické chování není zcela pochopen. Mishra a spol. [79] předpokládali, že vysokorychlostní superplasticita, často pozorovaná u kompozitů s kovovou maticí, je spojena s difúzí podél rozhraní mezi maticí a výztuží. Li a Langdon [84] vyšetřovali jakou roli hraje přenos napětí při superplastické deformaci kompozitů. Předpokládali, že přenos napětí představuje další závislost na teplotě a zahrnuli jej do konstituční rovnice. Analyzovali experimentální data pro dva kompozity na bázi hliníkové slitiny a dva na bázi hořčíkové slitiny. Usoudili, že mechanismus deformace v kompozitech je podobný konvenční superplasticitě. Zjištěné hodnoty skutečné aktivační energie byly blízké aktivační energii pro difúzi po hranicích zrn. Podle Kaibysheva a Kazyhanova [85] je superplastická deformace řízena šplháním dislokací přes částice. Naměřili aktivační energii blízkou k hodnotě aktivační energie pro samodifúzi. Všechny modely předpokládaly, že hlavním deformačním mechanismem je pokluz po hranicích zrn. Porovnáním s různými teoretickými modely je zřejmé, že superplastické chování kompozitů se liší od konvenční superplasticity.

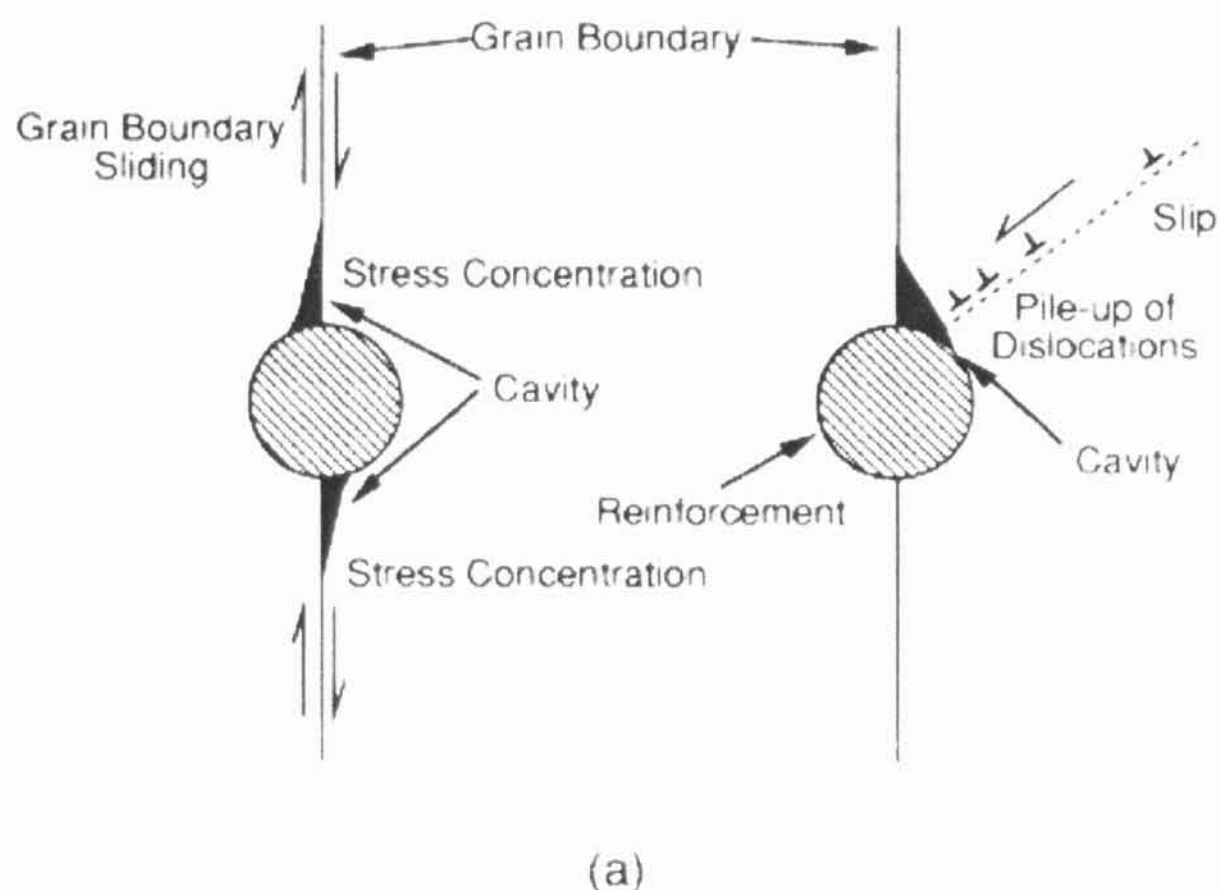
Současný výzkum ukázal, že v práškově metalurgicky připravených slitinách a kompozitech je dominantním mechanismem při superplastické deformaci pokluz po hranicích zrn akomodovaný dislokačním skluzem. Obr. 3.9a ukazuje schematický model superplastické deformace v jednofázovém materiálu. Pokluz po hranicích zrn je akomodován dislokačním skluzem v blokujícím zrně. Napětíové koncentrace, způsobené pokluzem po hranicích v trojném bodu hranic zrn, jsou relaxovány vznikem a skluzem dislokací v blokujícím zrně. V kompozitech mohou částice zpevňující fáze ovlivňovat superplastickou deformaci několika způsoby. V přítomnosti druhé fáze je velikost zrna menší a mikrostruktura zůstává stabilní do vyšších teplot ve srovnání s nezpevněnou slitinou.

Částice na hranicích zrn, tzv. intergranulární částice, jsou překážkami pro pokluz po hranicích zrn a mohou být příčinou existence prahového napětí pro pokluz po hranicích zrn a/nebo mohou měnit kinetiku difúze po hranicích zrn nebo dislokačního pohybu (ovlivňovat akomodační procesy). V typických hořčíkových kompozitech je velikost zpevňujících částic (jako např. SiC) v intervalu 1-10  $\mu\text{m}$ , a často je porovnatelná s velikostí zrna. Pro teoretické úvahy můžeme předpokládat, že velikost zrna se rovná velikosti částic. Plastická deformace zpevňující částice je nemožná při teplotách charakteristických pro superplastické chování hořčíkových slitin a kompozitů. Je zřejmé, že pokluz nemůže být akomodován v částici dislokačním skluzem. Akomodace může probíhat jenom difúzí po rozhraní (Obr. 3.9b).



**Obr. 3.9:** Schema superplastických deformačních modelů v a) jednofázovém materiálu, b) kompozitu, c) materiálu obsahující malé částice na hranicích zrn, d) materiálu obsahující malé částice uvnitř zrna [89].

Je známo, že rozhraní mezi zpevňujícími částicemi a matricí je výhodné místo pro nukleaci dutin. Pokud lokální koncentrace napětí, vzniklá pokluzem po hranicích zrn nebo pomocí nakupením dislokací při částicích, v kompozitech nejsou dostatečně akomodována difúzí, způsobují tvorbu dutin na rozhraní mezi částic a matricí (Obr. 3.10) [86].



**Obr. 3.10:** Schéma vzniku dutin v důsledku napěťových koncentrací na rozhraní

Ukazuje se, že především při vysokých deformačních rychlostech je akomodace pokluzu po hranicích zrn pomocí difúzního procesu obtížná, včetně pohybu dislokací kontrolovaného difúzí [87]. Mabuchi a Higashi [86] uvažovali o kritické deformační rychlosti, pro kterou je potřeba speciální akomodační mechanismus, jako je např. tekutá fáze v případě hliníkových kompozitů. Raj a Ashby [88] vytvořili model pokluzu po hranicích zrn akomodovaný difúzí. Předpokládali, že velikost pokluzu je příliš velká, aby mohla být akomodována elasticky, a proto je akomodována pomocí difúze. Odvodili vztah pro lokální smykové napětí, způsobené skluzem v okolí zpevňující částice. Lokální tahové napětí, způsobené skluzem je dáno vztahem [86]:

$$\sigma_{ls} = \frac{0.92kTd_p dV_f \dot{\epsilon}}{\Omega D_L \left(1 + 5 \frac{\delta D_{GB}}{d_p D_L}\right)}, \quad (3.17)$$

kde  $d_p$  je průměr zpevňujících částic,  $V_f$  je jejich objemový podíl,  $\Omega$  je objem atomů. Podle rovnice lokální napěťové koncentrace způsobené skluzem na rozhraní, rostou s rostoucí velikostí zpevňujících částic a deformační rychlostí.

Watanabe a kol. [89] odvodili vztah pro kritickou deformační rychlost  $\dot{\epsilon}_{cl}$  pro speciální mechanismus, podporující akomodaci v případě intergranulárních částic v práškově metalurgicky vyrobených kompozitech:

$$\dot{\epsilon}_{cl} = 6.6 \times 10^{-7} \left(\frac{Gb}{kT}\right) \left(\frac{1}{b^4}\right) \left\{ \frac{\Omega(D_L + 5\delta D_{GB}/d_p)}{d_p} \right\}^2 \left(\frac{1}{V_f}\right)^2 \frac{1}{D_{eff}}, \quad (3.18)$$

Je-li rychlost deformace  $\dot{\epsilon} < \dot{\epsilon}_{cl}$ , nevzniknou napěťové koncentrace kolem částic zpevňující fáze a deformační mechanismy superplastické deformace jsou stejné jako v případě nezpevněné slitiny. Naproti tomu, když  $\dot{\epsilon} \geq \dot{\epsilon}_{cl}$ , napěťové koncentrace nejsou dostatečně relaxovány konvenčními akomodačními procesy a tvoří se dutiny v blízkosti částic. Aby byla dosažena velká superplastická prodloužení, je potřebný dodatečný mechanismus podporující akomodace, jako je například tekutá fáze v rozhraní [86]. U řady hliníkových kompozitů byla pozorovaná vysokorychlostní superplasticita a ukázalo se, že je dobrá shoda mezi optimální teplotou pro maximální prodloužení a parciální teplotou tání. Bylo zjištěno, že při superplastické deformaci hraje důležitou roli malé množství tekuté fáze, tvořící se na rozhraní, která podporuje akomodaci napěťových koncentrací. Když je překročena rychlost  $\dot{\epsilon}_{cl}$ , v pevné fáze se tvoří další dutiny na rozhraní a proto velká prodloužení nejsou dosažena. Veličiny v rovnici (3.18) mají obvyklý význam,  $D_{eff}$  je efektivní koeficient difúze, který pro hořčíkové slitiny je dán vztahem [90]:

$$D_{eff} = D_L + 1.7 \times 10^{-2} \frac{\pi \delta D_{GB}}{d}. \quad (3.19)$$



Kritická deformační rychlost,  $\dot{\epsilon}_{cl}$ , silně závisí na velikosti zpevňujících částic, roste s rostoucí teplotou a klesající velikostí částic. Při daném konstantním objemovém podílu částic (a matrice s konstantní velikostí zrna) můžeme omezit kavitaci, způsobenou napěťovými koncentracemi, použitím menších zpevňujících částic.

Mabuchi a Higashi [91] studovali účinek zpevňujících částic na hranicích zrn v kompozitech na bázi hliníku. Odvodili kritickou deformační rychlost pro mechanismus podporující akomodace na základě předpokladu, že napěťové koncentrace při částicích ležících na hranicích zrn jsou relaxovány pomocí difúze. Jejich odhady byly v souladu s experimenty.

Matrice kompozitů může obsahovat jemné částice druhé fáze, rozložené na hranicích zrn a uvnitř zrn (Obr. 3.4c-d). Jemné částice v hranicích zrn mají podobný vliv, jako výše popsané částice zpevňující fáze, rozdílem je velikost částic. Je-li velikost částic menší než kritický rozměr (kde probíhá difúzní relaxace), částice neovlivňují charakter pokluzu po hranicích zrn.

Jemné částice rozložené v zrnech, tzv. intragranulární částice, tvoří překážky pro pohyb dislokací. Proto intragranulární částice ovlivňují akomodační proces probíhající dislokačním skluzem. Watanabe a kol. [89] odvodili vztah pro kritickou rychlost pro relaxace při existenci intragranulárních částic:

$$\dot{\epsilon}_{c2} = 9.24 \left( \frac{\Omega}{kT} \right) \left( \frac{b}{d} \right) \left( \frac{1}{d_p^2} \right) D_l \frac{GG^*(1-2\nu^*)}{\{G^*(1+\nu^*) + 2G(1-2\nu^*)\}}, \quad (3.20)$$

kde  $G^*$  je modul pružnosti ve smyku a  $\nu$  je Poissonova konstanta zpevňujících částic. Když platí, že  $\dot{\epsilon} \leq \dot{\epsilon}_{c2}$  intragranulární částice jsou v plně relaxovaném stavu a neovlivňují akomodační proces.

Z předchozí úvahy je zřejmé, že velikost a objemový podíl zpevňujících částic hraje důležitou roli v uplatnění superplastických mechanismů a chování superplastických kompozitů.

## Kapitola 4

### Cíl práce

Fyzikální a mechanické vlastnosti hořčíkových kompozitů jsou určeny jak individuálními vlastnostmi matrice a zpevňující fáze, tak poměrem a rozložením jednotlivých složek, a vazbou mezi nimi. Proto byly zkoumány kompozity na bázi několika hořčíkových slitin zpevněné různými typy částic.

Cílem předložené práce bylo:

- ◆ Prozkoumat chování kompozitů na bázi perspektivních hořčíkových slitin během plastické deformace, při různých deformačních teplotách a rychlostech.
- ◆ Určit mechanismy, které podstatně ovlivňují deformační chování kompozitů.
- ◆ Zkoumat mikrostrukturu deformovaných a nedeformovaných kompozitů a nalézt souvislost mezi mikrostrukturou a mechanickými vlastnostmi.
- ◆ Ověřit možnost použití akustické emise při studiu fyzikálních procesů, probíhajících při plastické deformaci vybraných kompozitů.
- ◆ Zkoumat možnosti superplastického chování vybraných kompozitů a nalézt optimální podmínky deformace pro zvýšení tažnosti těchto kompozitů.

## **Kapitola 5**

### **Experimentální metody a studované materiály**

#### **5.1. Experimentální metody**

##### **5.1.1. Studium struktury**

Struktura použitých vzorků byla studována pomocí optické metalografie, rastrovací a transmisní elektronové mikroskopie (REM, TEM).

Vzorky pro optickou metalografii byly mechanicky leštěny pomocí přístroje Struers, potom pro zvýraznění struktury byly leptány. Pozorování proběhlo světelným mikroskopem OLYMPUS IX70. Pro chemické leptání bylo použité univerzální leptadlo skládající se z 5 ml kyseliny octové, 6 g kyseliny pikrové, 10 ml vody a 100 ml etanolu. Hranice zrn byly zviditelněné použitím roztoku o složení 10 ml kyseliny octové, 4.2 g kyseliny pikrové, 10 ml vody a 70 ml etanolu.

##### **5.1.2. Rastrovací elektronová mikroskopie (REM)**

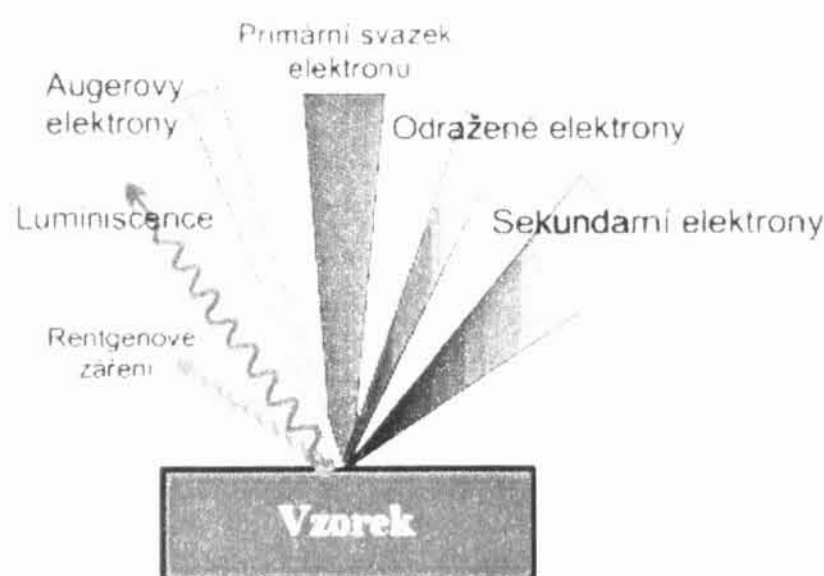
Oproti světelnému mikroskopu je předností rastrovacího elektronového mikroskopu velká hloubka ostrosti při vysokém zvětšení a vysoká rozlišovací schopnost. Maximální zvětšení světelného mikroskopu je 2000x, a hloubka ostrosti jednotky  $\mu\text{m}$ , zatímco zvětšení REM může dosahovat 200 000x a hloubka ostrosti až 3 - 4 mm.

Primární elektronový svazek při interakci s hmotou vzorku budí sekundární emise, charakteristické pro daný materiál (Obr. 5.1).

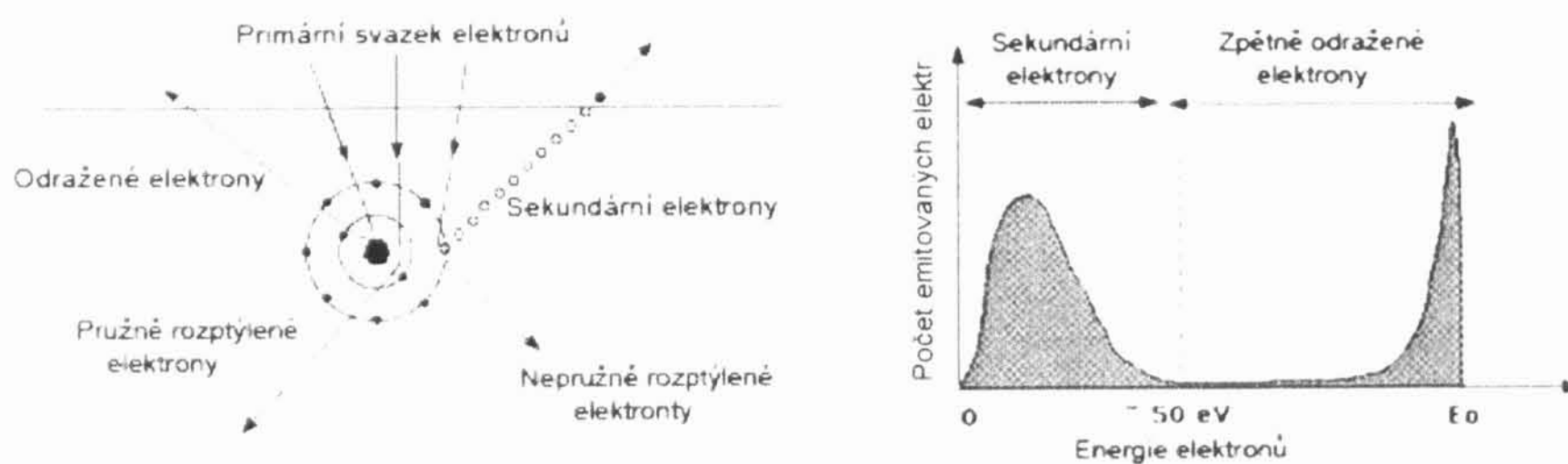
Pro vytvoření obrazu se nejčastěji využívá emise sekundárních elektronů (SE), excitované primárním svazkem ve vnějších slupkách (Obr. 5.2a). Sekundární elektrony v důsledku nízké energie (do 50 eV) jsou emitovány jenom z povrchové vrstvy

o tloušťce do 50 nm. Jsou velice citlivé na nerovnosti povrchu, pomocí nich je možné vytvořit topografický kontrast.

Zpětně odražené elektrony jsou elektrony vystupující z povrchu vzorku s energií větší než 50 eV (Obr. 5.2b). Elektrony primárního svazku jsou elasticky rozptýleny v Coulombovském poli atomů. Signál odražených elektronů závisí na průměrném atomovém čísle  $Z$ . Pro větší  $Z$  je intenzivnější, plochy s větším průměrným atomovým číslem se jeví světlejší - vznikne materiálový kontrast. Je možné použít k „mapování“ prvků ve spojení s elektronovou mikroanalýzou.



**Obr. 5.1:** Interakce primárního elektronového svazku se vzorkem.



a)

b)

**Obr. 5.2:** a) princip emise a b) energie sekundárních a odražených elektronů.

Charakteristické rentgenové (rtg) záření, vzniklé po ionizaci atomů vzorku dopadajícím svazkem elektronů, umožní lokální chemickou analýzu. Tříděním fotonů charakteristického rtg záření na základě energie (nebo vlnové délky) je možné určit druh atomů v ozářeném objemu. Porovnáním intenzit patřících k jednotlivým energiím je možné provádět relativní kvantitativní analýzu.

### 5.1.3. Transmisní elektronová mikroskopie (TEM)

Pozorování TEM bylo uskutečněno v elektronovém mikroskopu PHILIPS CM200 a JEOL FX 2200, při urychlovacím napětí 200 kV. Odpovídající vlnová délka elektronů byla  $\lambda = 0.0025$  nm. Oba mikroskopy byly vybaveny goniometrem a analyzátozem EDS (Energy Dispersive Spectrometer).

Při přípravě tenkých folií pro TEM byly na řezačce s diamantovým kotoučem odříznuty plátky tloušťky 0.5 mm kolmo na osu vzorku. Odříznuté plátky byly nejprve zbrušeny mechanicky z obou stran na metalografickém papíru 3M na tloušťku  $\sim 50 - 70$   $\mu\text{m}$ . Pak byly leštěné diamantovou pastou s velikostí částic 3  $\mu\text{m}$ . Z takto ztenčených plátek byly vyříznuté terčíky o průměru 3 mm. V terčících byl vytvořen kruhový důlek s kotoučovou bruskou GATAN 656 Dimple grinder. Tato mechanická zahlubovací technika vytvoří 5-10  $\mu\text{m}$  tenkou oblast ve střede terčíku s minimálním mechanickým poškozením, přičemž okraj kolem tenké oblasti nechává relativně silný. Následným ztenčením pomocí iontového svazku lze rychle vytvořit velké prosvětlitelné oblasti.

Složky kompozitního materiálu mají rozdílné fyzikální a chemické vlastnosti. Zpevňující fáze je tužší a pevnější než matrice. Proto při mechanickém a elektrolytickém ztenčení se přednostně odstraňuje matrice. K leštění vzorků je vhodná metoda iontového leštění (ion beam milling). Byly použité dva přístroje

Folie ze vzorků WE54/SiC byly ztenčeny s přístrojem Precision Ion Polishing System (PIPS) - Model 691 od firmy Gatan. Iontové leštění terčíků bylo provedeno se dvěma miniaturními iontovými děly. Energie svazku iontů Ar byla 4.5 keV. Úhel mezi svazkem a povrchem terčíku na začátku byl  $8^\circ$ , pak postupně byl snížen na konečné  $4^\circ$ , při kterém byl rotující terčík bombardován do proděravění. Zvolením malého úhlu mezi svazkem a povrchem je možné snížit vytvoření nerovnosti na povrchu a radiační poškození. Otáčení vzorku taky snižuje mikroskopické hrubnutí povrchu. Radiační



poškození se projevuje vytvářením amorfni vrstvy na povrchu, vznikem bodových poruch ve folii a hrubnutím povrchu na atomární hladině. Tloušťka radiačně poškozené vrstvy závisí na energii bombardujících iontů a na úhlu dopadajícího svazku vzhledem k povrchu vzorku [92]. Zmenšením úhlu dopadu a energie dopadajícího svazku lze zmenšit destruktivní účinek.

Folie z ostatních materiálů byly leštěny přístrojem Ion Milling System V3 od firmy Technoorg Linda. Rozprašování proběhlo svazkem s energií 6 keV, pod malým úhlem ( $\leq 5^\circ$ ). Proud ve svazku byl nastaven na 3  $\mu\text{A}$ . Terčíky byly bombardovány z obou stran až do okamžiku, když se vytvořila díra.

Hotové folie byly uloženy ve vakuu, kvůli zabránění rychlé oxidaci. Výhodou iontově leštěných vzorků je, že oxidovou vrstvu z povrchu folie je možné odstranit krátkým zopakovaním iontového leštění před pozorováním.

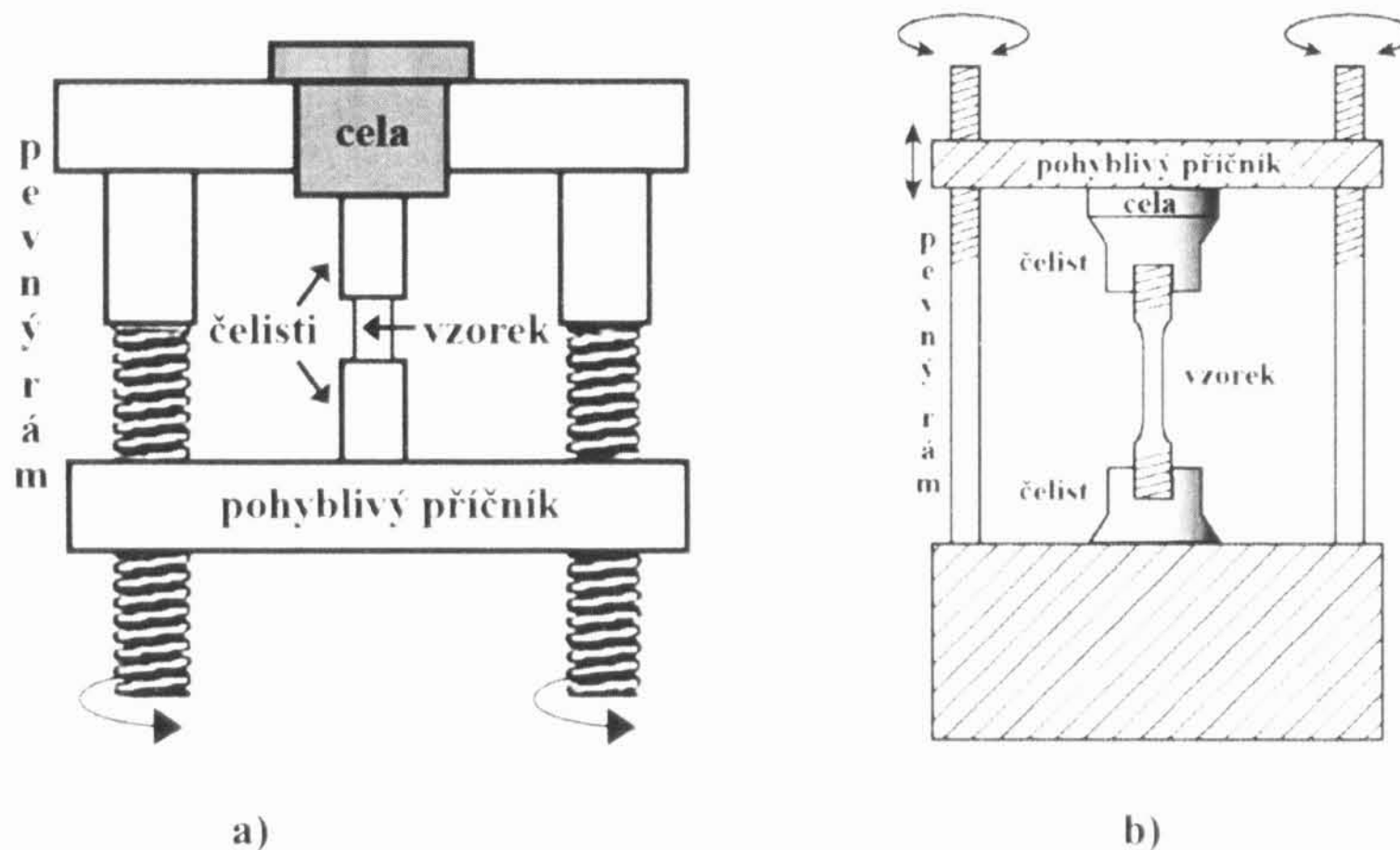
#### 5.1.4. Deformační zkoušky

Deformační experimenty s konstantní rychlostí deformačního stroje byly realizovány v tahu a tlaku. Vzorky byly deformovány jednoosým napětím v teplotním intervalu od pokojové teploty (RT) do 300 °C. Byly naměřeny hladké křivky napětí – deformace a křivky se změnami deformační rychlosti. V tahu bylo možné provést i zkoušky s konstantní skutečnou rychlostí deformace ( $\dot{\epsilon} = konst.$ ).

Tlakové zkoušky byly provedeny s pomocí deformační aparatury INSTRON 1186, v odporové peci. Schéma přístroje je znázorněno na Obr. 5.3. Teplota v peci byla udržována pomocí regulátoru s přesností  $\pm 1$  °C. Při deformačních teplotách vyšších než 150 °C byla použita dynamická ochranná atmosféra argonu. Čas, potřebný k dosažení a stabilizaci požadované teploty byl 15 až 30 minut podle zvolené teploty. Sběr dat proběhl pomocí osobního počítače IBM PC586 s GIPB sběrnici, které zaznamenávaly působící sílu v závislosti na čase. Frekvence snímání byla zpravidla 10 Hz.

Tahové zkoušky byly prováděny v aparatuře INSTRON 5582 (Obr. 5.3). Při teplotách vyšších než pokojová teplota byla použita firemní pec, pracující s přesností  $\pm 2$  °C. Teplota byla v obou případech měřená ve středu vzorku termočlánkem chromel-alumel. Požadovaná teplota po vložení vzorku do pece byla dosažena po 20-ti minutách.

Data byla detekována firemním registračním systémem Blue Hill. Maximální frekvenci sběr dat bylo 166 Hz. Uloženy byly závislosti síly na čase a prodloužení.



**Obr. 5.3:** Schéma deformačního přístroje použitý na a) tlak, b) tah.

Ze zaznamenaného průběhu deformační zkoušky, závislost působící síly na čase, byly vyhodnoceny skutečné napětí  $\sigma$  a skutečná plastická deformace  $\varepsilon$ :

$$\sigma = \frac{F}{S_0} \left( 1 + \frac{l - l_0}{l_0} \right), \quad (3.21)$$

$$\varepsilon = \ln \left( 1 + \frac{l_{pl} - l_0}{l_0} \right), \quad (3.22)$$

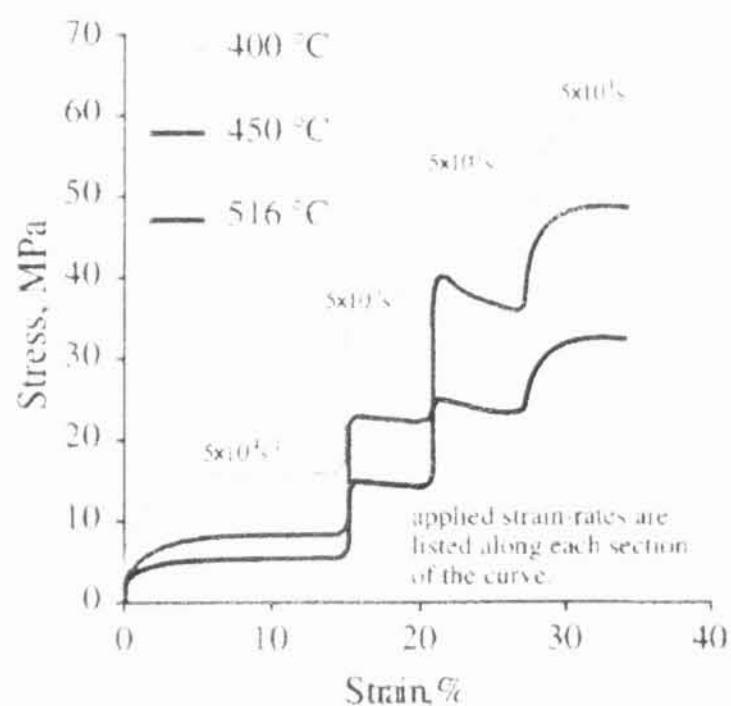
kde  $S_0$  a  $l_0$  jsou počáteční průřez a délka vzorku,  $F$  je aplikovaná síla,  $l_{pl}$  je délka vzorku po zvolené deformaci a odečtení elastického příspěvku k deformaci. Při výpočtu jsme vycházeli z předpokladu, že deformace jednoosým namáháním je homogenní.

Hodnoty napětí  $\sigma_{0,2}$ , napětí na mezi kluzu, byly určeny ze závislosti  $\sigma - \varepsilon$  pro  $\varepsilon = 0.002$ . Maximální napětí  $\sigma_{max}$  bylo určeno ze vztahu:

$$\sigma_{\max} = \frac{F_{\max}}{S_0} \left( 1 + \frac{l - l_0}{l_0} \right), \quad (3.23)$$

kde  $F_{\max}$  je maximální deformační síla. Napětí  $\sigma_{0.2}$  a  $\sigma_{\max}$  jsou důležitými charakteristikami křivky  $\sigma(\varepsilon)$ .

Zkouška rychlostní citlivosti je typicky provedena v experimentu s jednoosým tahem s nízkou deformační rychlostí, než je dosažen ustálený stav a následnou náhlou změnou deformační rychlosti vzroste napětí na novou úroveň. Materiál je dál deformován s novou deformační rychlostí do dosažení nového stacionárního stavu, pak je proces zopakován (Obr. 5.4). Z poměru naměřeného přírůstku napětí a přírůstku deformační rychlosti je možné vypočítat parametr rychlostní citlivosti  $m$ .



**Obr. 5.4:** Zkouška rychlostní citlivosti. Převzato z [57].

### 5.1.5. Měření akustické emise

Pro měření akustické emise byl použit systém Dakel od firmy DAKEL ZD RPETY, který se skládá z měřicí jednotky XEDO-3 a ovládacího programu DAEMON. Analogový signál ze snímače AE je kmitočtově upraven filtrem typu dolní propust a amplitudově zesílen zesilovačem s programově nastavitelným zesílením. Poté je přiveden na vstup 10-ti bitového A/D převodníku. Digitalizovaný signál je zpracován

v programovatelném hradlovém poli, kde je testováno překročení prahových úrovní, detekování emisní události atd. Výstupní signál A/D převodníku je zároveň přiveden na DMA vstup signálového procesoru, kde je vzorkován frekvencí 1, 2, 4 nebo 8 MHz. (Měření parametrů AE není na vzorkování závislé.)

Miniaturní piezoelektrický snímač MST8S (průměr 3 mm, plochá odezva v frekvenčním rozsahu od 100 do 600 kHz, citlivost 55 dB vztažená na 1 V<sub>ef</sub>) byl připevněn na povrch vzorku pomocí svorky. Kontaktní silikonový tuk byl použit pro zlepšení akustického spoje. Zesílení předzesilovače bylo 26 dB, celkové zesílení bylo nastaveno na 90 dB. AE signál byl vzorkován frekvencí 4 MHz, celkový rozsah A/D převodníku byl ±2415 mV.

Pro detekci a vyhodnocování AE signálu (amplitudová diskriminace) byly použity dvě prahové úrovně. Vyhodnocováním dostaneme počet emisních překmitů za jednotkový časový interval  $\dot{N}_{c1}$  a  $\dot{N}_{c2}$  přes nižší a vyšší úroveň a počet událostí. Prahové úrovně pro četnost emisních překmitů  $\dot{N}_{c1}$  a  $\dot{N}_{c2}$  byly nastaveny na hodnoty 730 mV a 1450 mV. Práh začátku událostí byl nastaven na hodnotu 1450 mV a práh konce události na hodnotu 965 mV. Mrtvá doba byla 1000  $\mu$ s.

### 5.1.6. Rentgenová difrakce

Fázové složení některých materiálů byla určena kvalitativní fázovou analýzou pomocí rentgenové difrakce. Byl použitý práškový difraktometr Philips X'pert s Cu anodou.

Mikrostruktura kompozitu WE54/SiC byla prozkoumaná rtg profilovou analýzou difrakčních čar (line profile analysis). Profily difrakčních maxim byly naměřeny na průřezu vzorků pomocí dvoukrystalového rotačního difraktometru s vysokým rozlišením (Nonius, FR 591), použitím záření Cu K <sub>$\alpha$ 1</sub>. Naměřené profily byly vyhodnoceny metodou CMWP (Convolutional Multiple Whole Profile fitting). Procedura fitování je podrobně popsána v [93], [94]. V metodě Fourierovy koeficienty experimentálního profilu jsou fitovány teoretickými funkcemi, které jsou vypočteny podle modelu mikrostruktury. S touto metodou lze získat plochou váženou průměrnou velikost zrn ( $\langle x \rangle_{\text{area}}$ ), hustotu dislokací ( $\rho$ ) a další parametry, z kterých lze určit typ dislokací.

## 5.2. Studované materiály

V této práci byly studovány kompozity na bázi hořčíkových slitin AS21, AX41, AX61, Mg8Li a WE54. Chemické složení slitin je uvedeno v Tab. 5.1. Byly použity dva druhy výztuže: krátká Saffilová vlákna a částice SiC. Slitiny AS21, AX41, a AX61 byly zpevněny krátkými vlákny, slitiny Mg8Li a WE54 byly zpevněny částicemi. Druh a objemový podíl zpevňující fáze v jednotlivých kompozitech jsou uvedeny v Tab. 5.2. Byl zkoumán i hybridní materiál AS21 hybrid, zpevněný Saffilovými vlákny spolu s částicemi SiC. Kompozity byly připraveny na partnerských pracovištích v Německu.

**Tab. 5.1:** Chemické složení slitin použité jako matrice studovaných kompozitů v hm. %.

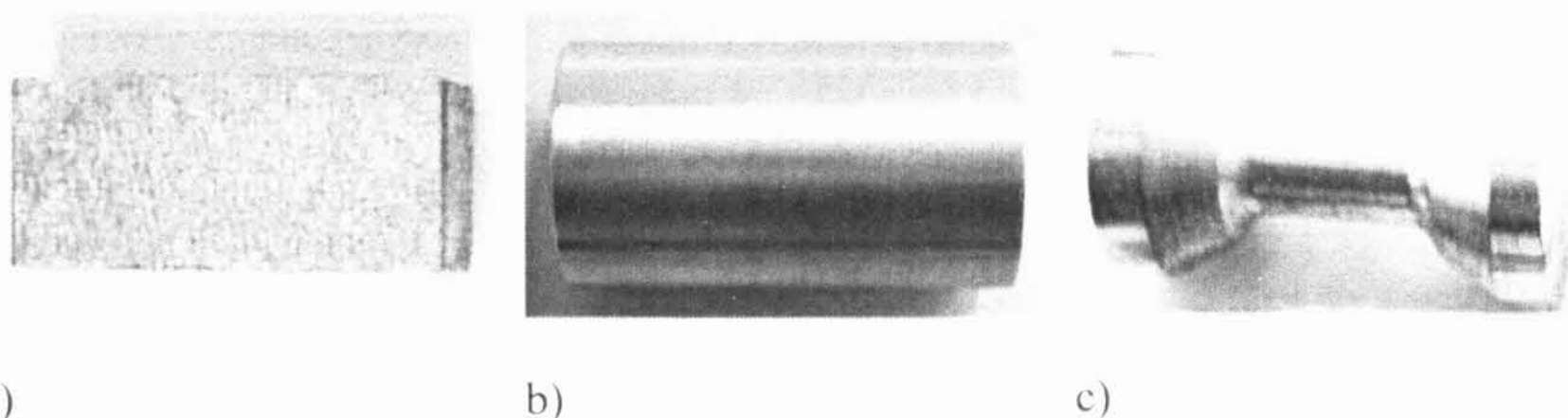
Slitina	Al	Mn	Ca	Si	Li	Y	RE	Zr	Mg
AS21	2.2	0.1	–	1	–	–	–	–	zb.
AX41	4.0	–	1.0	–	–	–	–	–	zb.
AX61	6.0	–	1.0	–	–	–	–	–	zb.
Mg8Li	–	–	–	–	8.0	–	–	–	zb.
WE54	–	–	–	–	–	5.25	3.5	0.5	zb.

**Tab. 5.2:** Značení zkoumaných kompozitů a objemový podíl výztuže.

Slitina	Obsah výztuže v obj. %		Značení
	Saffil	SiC	
AS21	30	–	AS21/Saff
AS21	5	15	AS21 hybrid
AX41	13	–	AX41/Saff
AX61	26	–	AX61/Saff
Mg8Li	–	7	Mg8Li/ SiC
WE54	–	13	WE54/ SiC

Vzorky pro tlakové zkoušky měly tvar hranolu nebo válcový tvar (Obr. 5.5a – b). Rozměry vzorků pro jednotlivé kompozitní materiály jsou uvedeny v Tab. 5.3.





**Obr. 5.5:** Tvar vzorků pro mechanické zkoušky: a) a b) pro tlak; c) pro tah.

V tahu byly zkoumány deformační vlastnosti kompozitů Mg8Li/SiC a WE54/SiC. Pro tahové zkoušky byly vyrobeny vzorky ve tvaru válce s rozšířenými konci o rozměrech aktivní části  $6 \times 10 \text{ mm}^2$  (Obr. 5.5c). Konce vzorků byly uzpůsobeny pro uchycení do deformačního stroje. V obou případech byly vzorky vyrobeny tak, aby osa namáhající síly byla rovnoběžná s osou protlačování.

**Tab. 5.3:** Rozměry vzorků pro tlakové zkoušky.

Kompozit	Rozměr vzorků pro tlakové zkoušky		
	a (mm)	b (mm)	l (mm)
AS21/Saff	5	5	10
AS21 hybrid	5	5	10
AX41/Saff	6	6	14
AX61/Saff	6	6	14
Mg8Li/SiC	6	-	10
WE54/SiC	8	-	12

Mikrostruktura nedeformovaných kompozitů byla pozorována pomocí světelné mikroskopie a řádkovací elektronové mikroskopie. Byla určena velikost a rozložení vláken a částic SiC a velikost zrn v matrici. Zviditelnění zrn bylo obtížné. Tvrdost jednotlivých složek se značně liší. Proto při leštění a leptání se rychleji odstraňuje materiál matrice. Vlákna a částice SiC zůstávají na povrchu vzorku, a ve světelném

mikroskopu nelze obraz zaostřit. Velikost zrn studovaných kompozitů je uvedena v Tab. 5.4. Složení a identifikace jednotlivých fází bylo určeno elektronovou mikroanalýzou.

**Tab. 5.4:** Velikost zrn v jednotlivých materiálech.

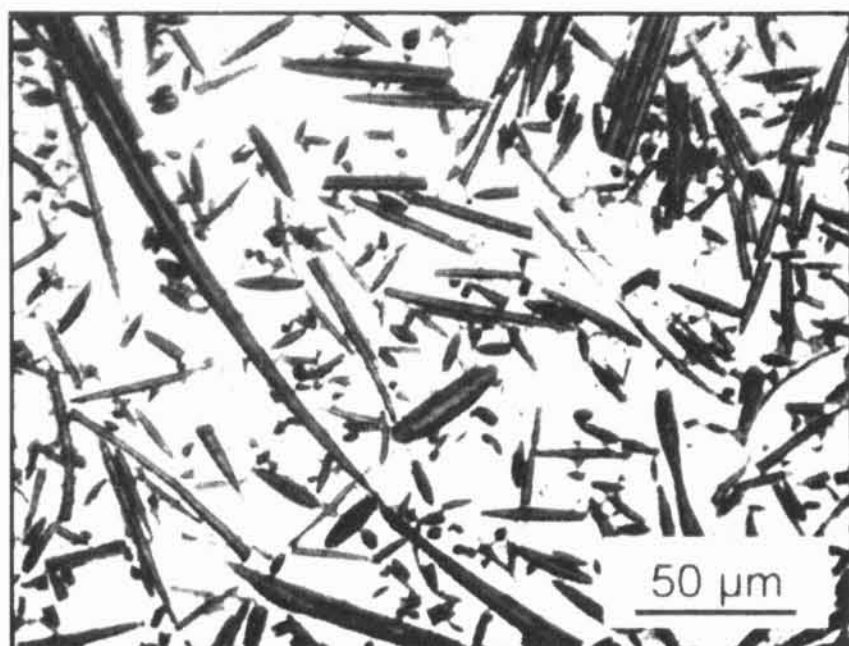
Kompozit	d ( $\mu\text{m}$ )
AS21/Saff	~15
AS21 hybrid	~18
AX41/Saff	~25
AX61/Saff	~12
Mg8Li/ SiC	~5 $\pm$ 2
WE54/ SiC	~3-5

### 5.2.1. Vláknité kompozity

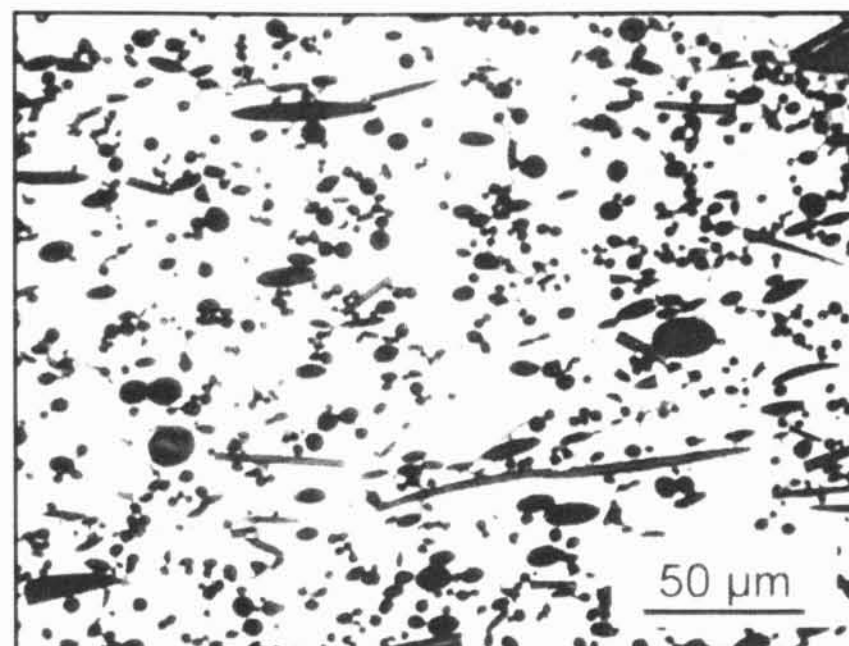
Kompozity zpevněné Saffilovými vlákny byly připraveny metodou tlakového lití (squeeze casting). Komerčně dostupná vlákna s názvem Saffil měla složení 97%  $\delta$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  a 3%  $\text{SiO}_2$ . Vlákna byla uspořádaná planárně náhodně. Vzorky pro deformační zkoušky byly vyřezané z odlitku se dvěma přednostními orientacemi roviny vláken. Jednak s rovinou vláken kolmou k ose vzorku (typ  $\perp$ ) a s rovinou vláken rovnoběžnou s osou vzorku (typ  $\parallel$ ). Orientace roviny vláken v jednotlivých vzorků byla zkontrolována pomocí světelné mikroskopie.

Mikrostruktura vláknitých kompozitů je znázorněna na Obr. 5.6a-f. Snímky ukazují průřezy vzorku kolmé k ose namáhání. Střední průměr vláken byl 3-5  $\mu\text{m}$  a délka přibližně 80-100  $\mu\text{m}$ . Planárně náhodné uspořádání vláken je dobře viditelné.

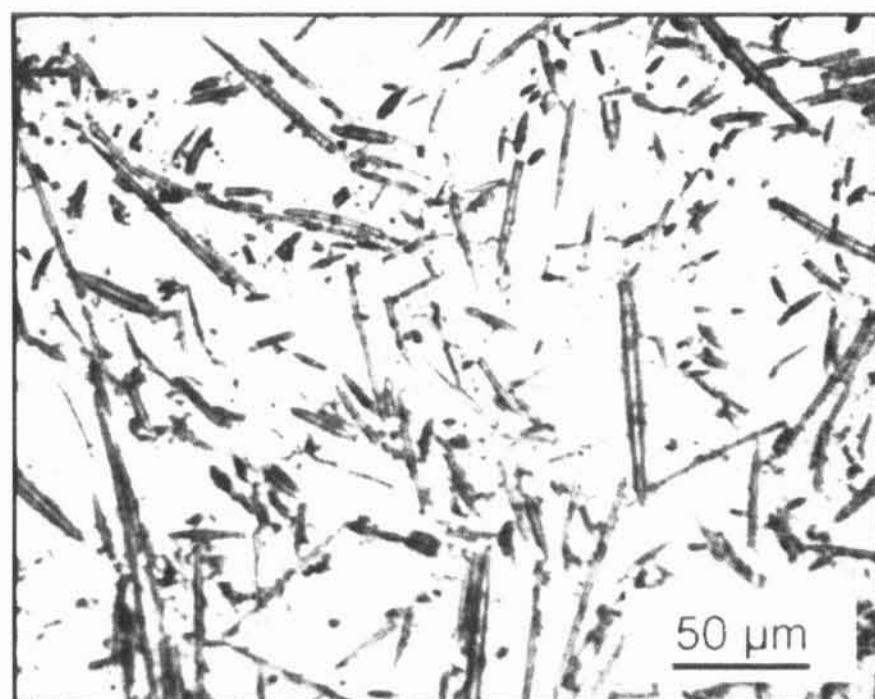
Mikrostrukturu vzorků AS21/Saff je vidět na Obr. 5.6a a 5.6b. Obr. 5.6a zobrazuje příčný řez vzorků typu  $\perp$  a Obr. 5.6b příčný řez vzorků typu  $\parallel$ . Rozdíl mezi dvěma typy je jednoznačný. Když jsou roviny vláken orientované kolmo k ose namáhání, jsou viditelná celá vlákna s planárně náhodným rozdělením, když jsou orientované paralelně, jsou vidět tmavé elipsoidy, průřezy vláken rovinou.



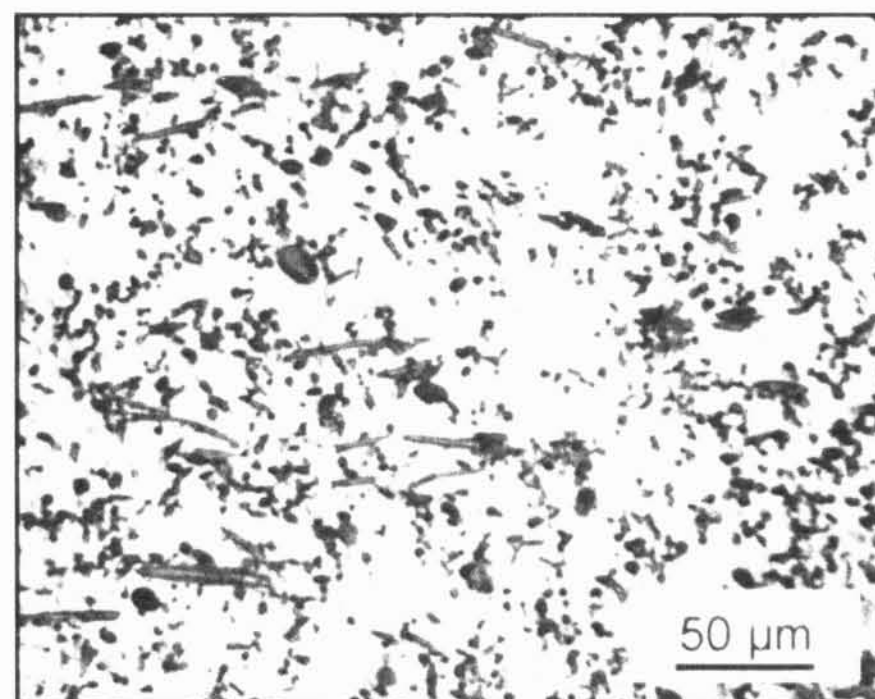
a) AS21/Saff, typ  $\perp$



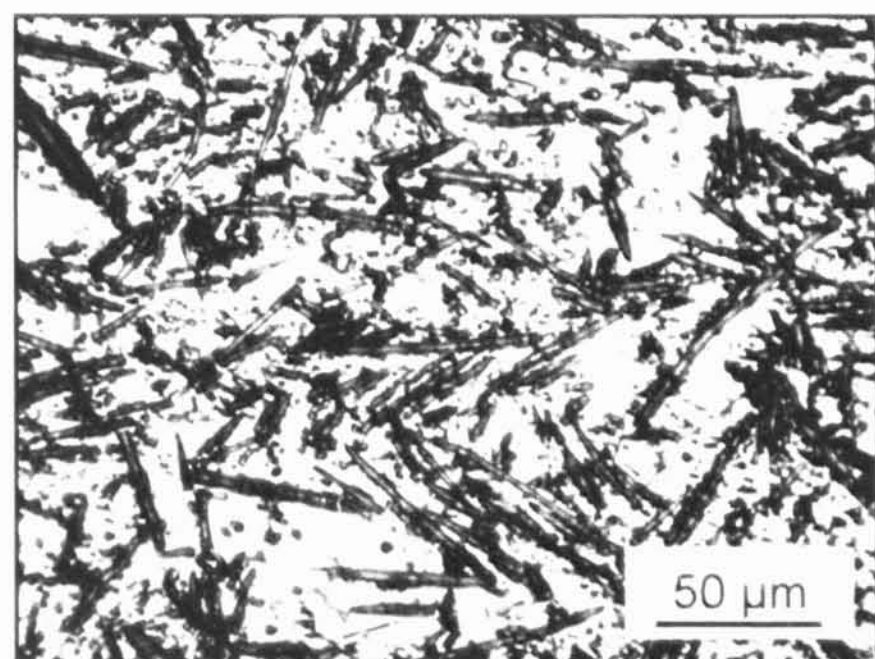
b) AS21/Saff, typ  $\parallel$



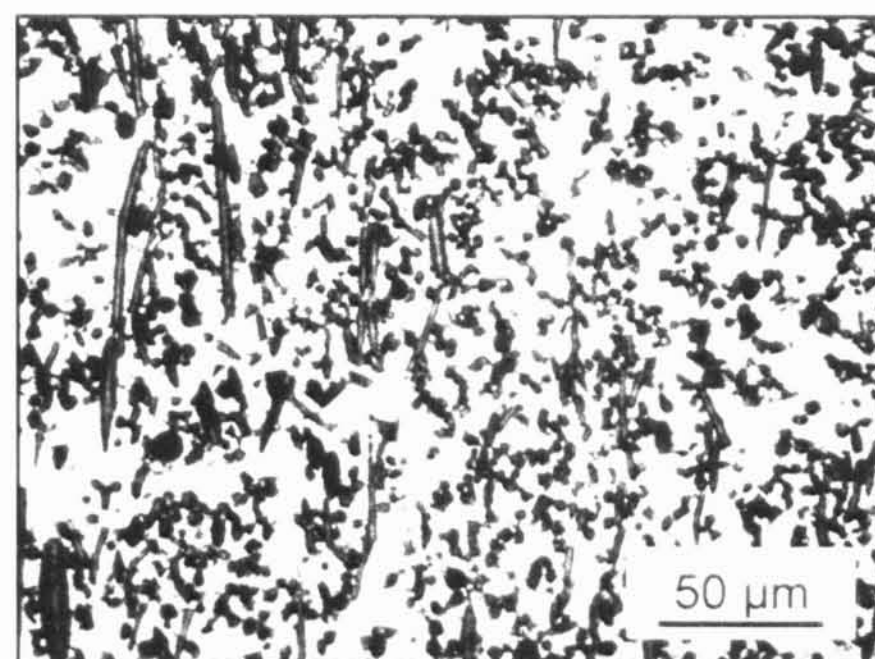
c) AX41/Saff, typ  $\perp$



d) AX41/Saff, typ  $\parallel$



e) AX61/Saff, typ  $\perp$

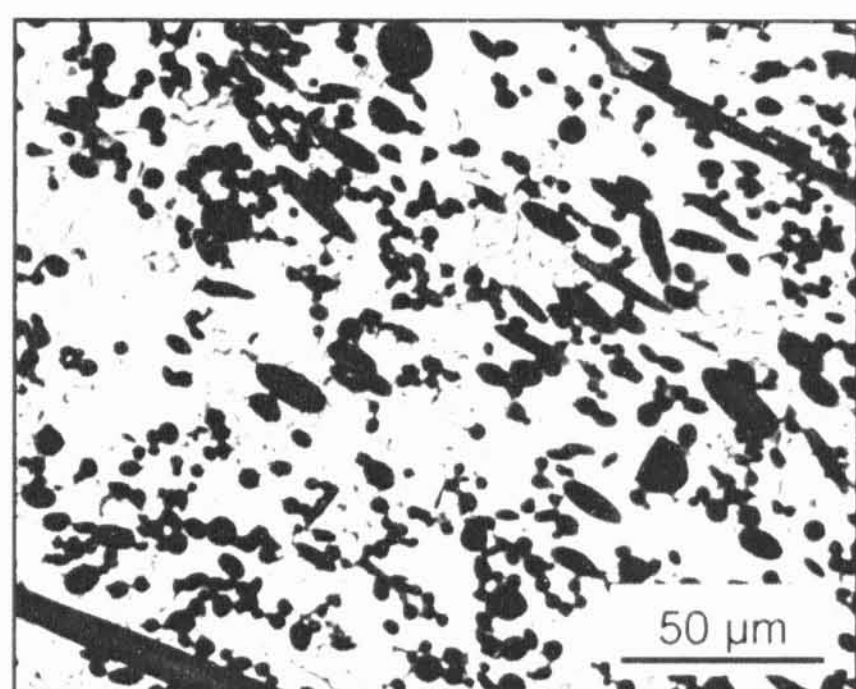


f) AX61/Saff, typ  $\parallel$

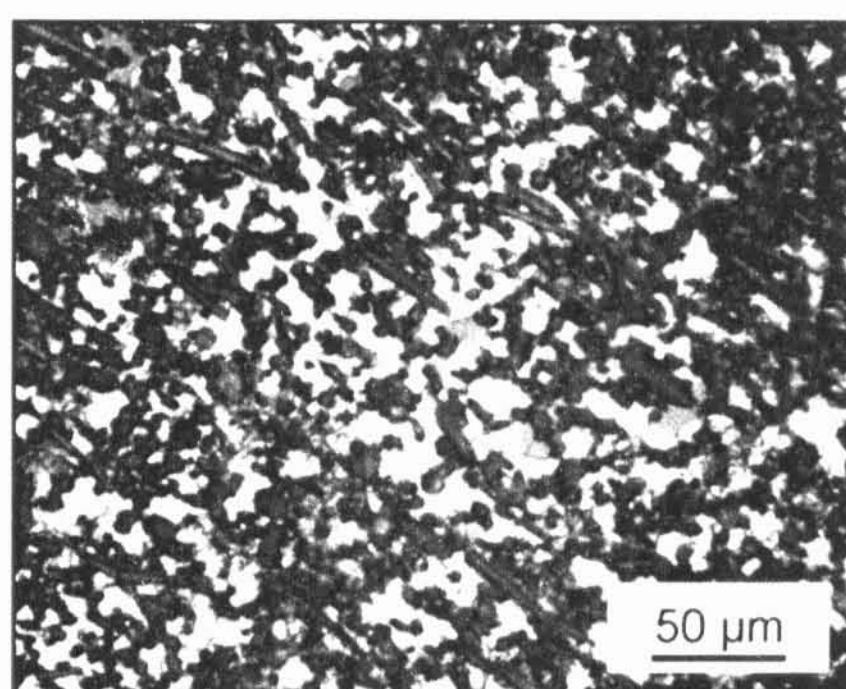
**Obr. 5.6:** Rozložení vláken v nedeformovaných vláknových kompozitech. Příčné řezy.



V matrici kompozitu byly pozorovány dva typy intermetalické fáze  $Mg_2Si$ : hrubé částice ve tvaru čínského písma a modré hranaté částice (Obr. 5.7). Tvorba částic s morfologií ve tvaru čínského písma vede ke zhoršování mechanických vlastností při pokojové teplotě, především k poklesu tažnosti. Na povrchu některých vzorků byly pozorovatelné oblasti bez výztuže, kde předforma vláken byla prasklá. Charakteristickým rysem pro tyto oblasti byla značná hustota velkých precipitátů ve tvaru čínského písma (Obr. 5.8a). V matrici odlitých vzorků byla viditelná dvojčata, která se vytvořila během přípravy materiálu (Obr. 5.8b)

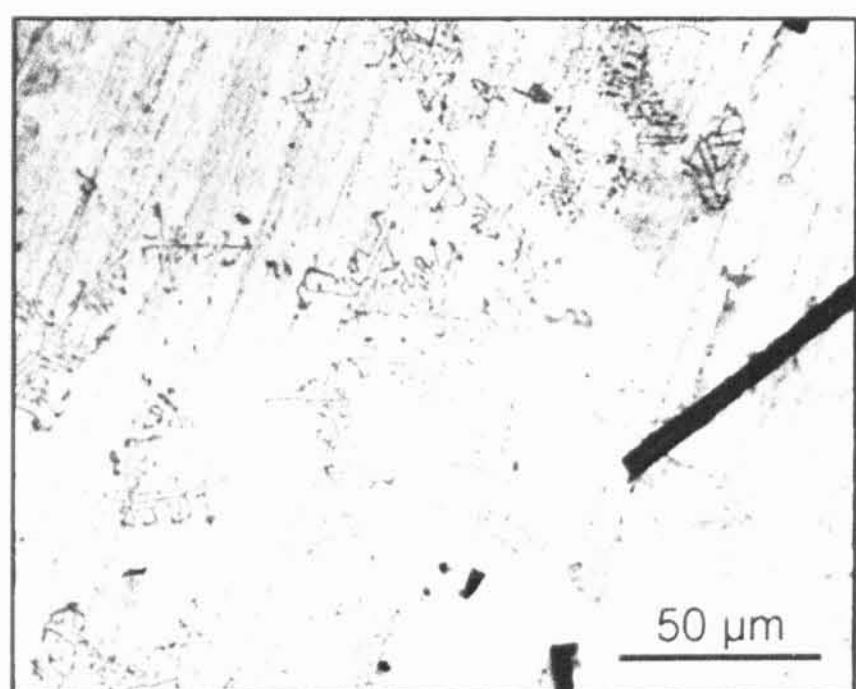
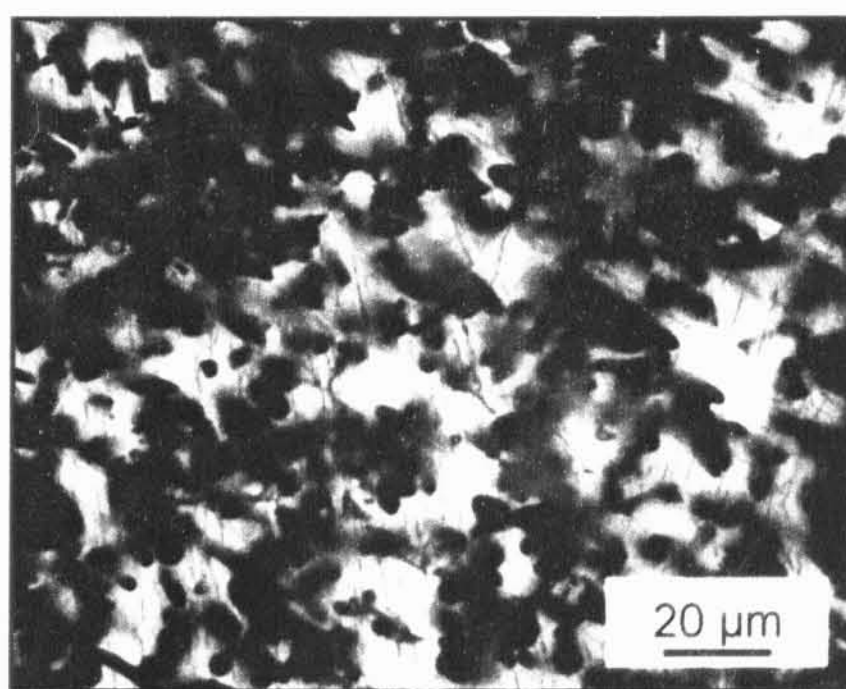


a)



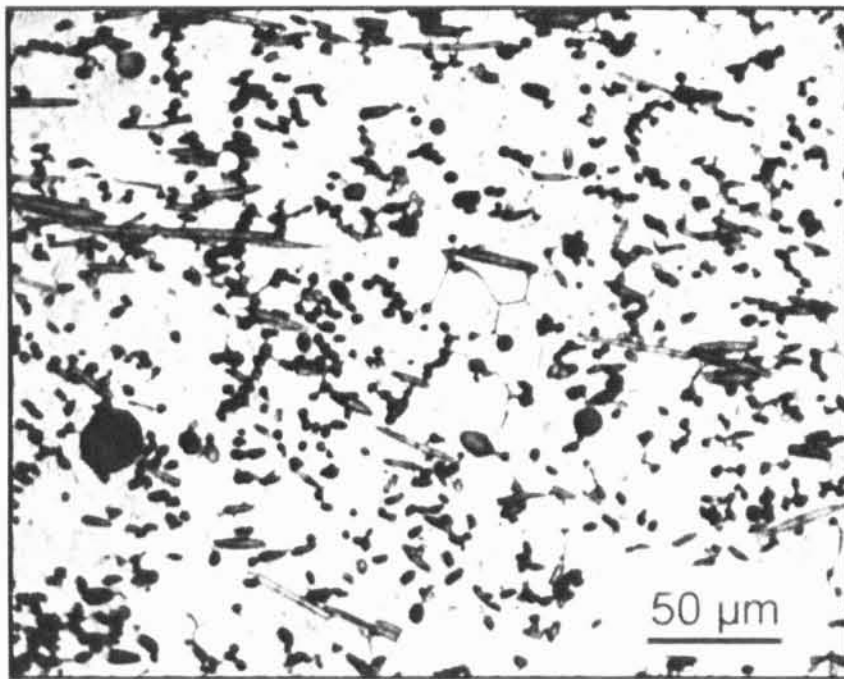
b)

**Obr. 5.7:** Kompozit AS21/Saff, typ  $\perp$ , podélný řez – V matrici je viditelná fáze  $Mg_2Si$  ve tvaru a) čínského písma, b) modrých hranatých částic.

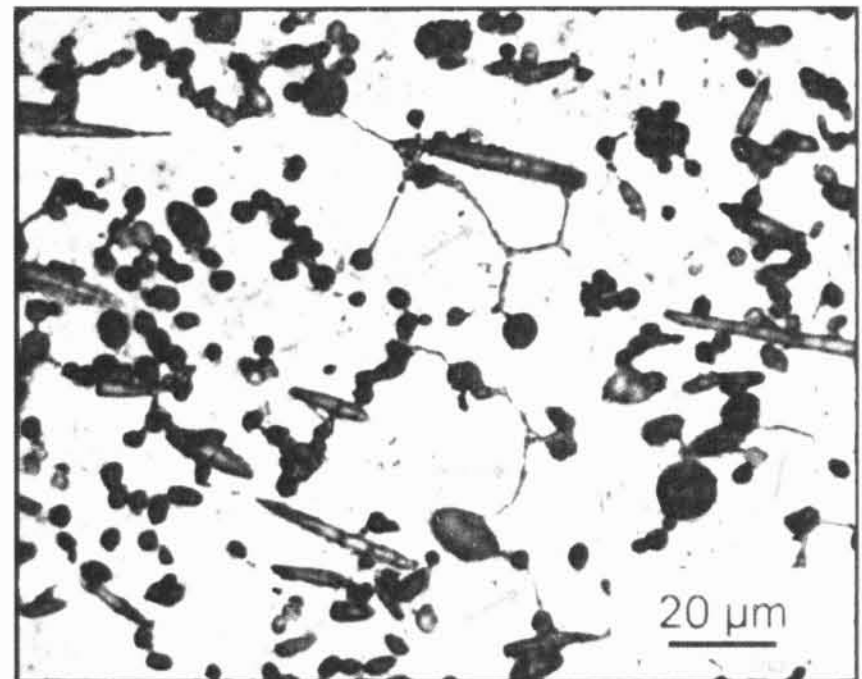
a) AS21/Saff, typ  $\parallel$ , podélný řezb) AS21/Saff, typ  $\perp$ , podélný řez

**Obr. 5.8:** Kompozit AS21/Saff – a) částice  $Mg_2Si$  ve tvaru čínského písma, b) dvojčata v matrici.

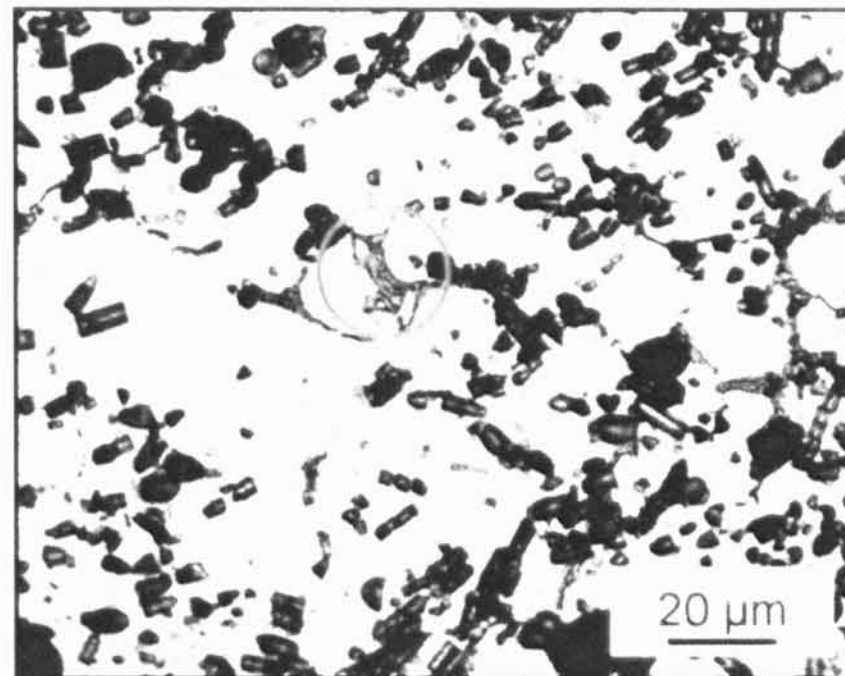
Matrice kompozitu AX41/Saff obsahovala zrna tuhého roztoku  $\alpha$ -Mg. V zrnech a na hranicích zrn byly nalezeny dva typy eutektické fáze (Obr. 5.9). Protáhlá fáze se vyskytovala hlavně na hranicích zrn a v blízkosti vláken. Částice fáze s lamelární strukturou byly rozdělené nerovnoměrně v matrici. Pro analýzu a rozložení jednotlivých fází byla provedena zmapování prvků pomocí EDS v REM. Na Obr. 5.10a je vidět rozložení popsaných fází, na Obr. 5.10b-f jsou mapy rozložení prvků Mg, Al a Ca.



a)



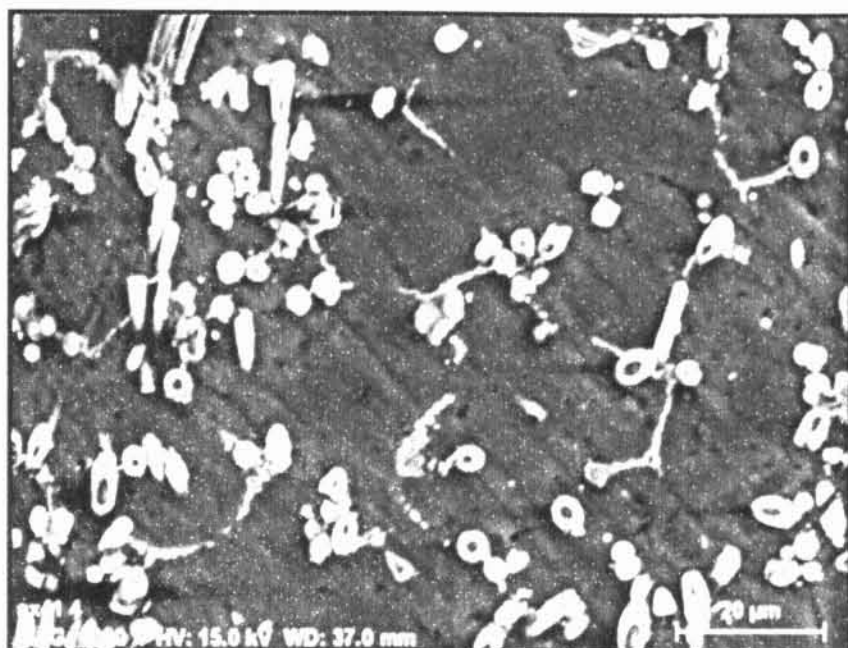
b)



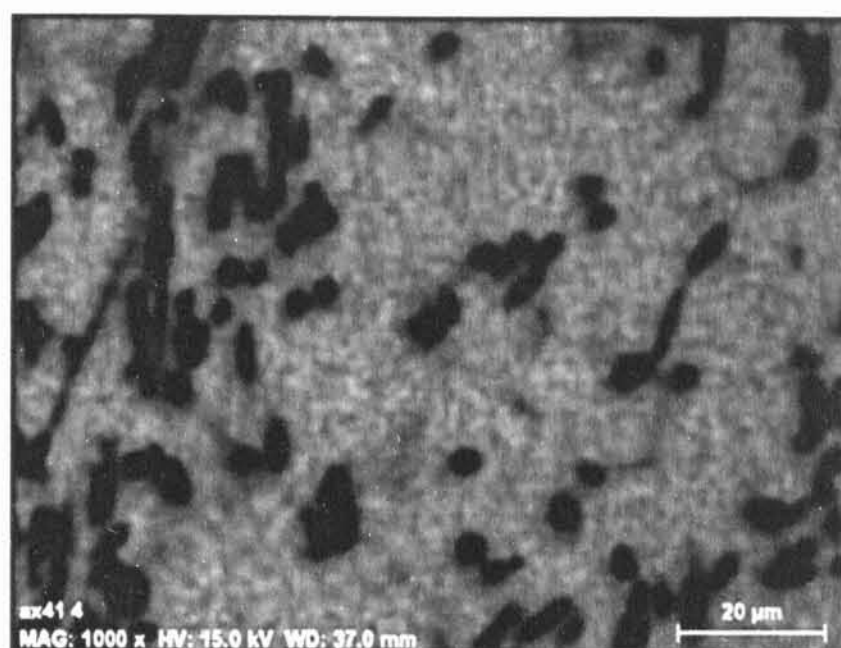
c)

**Obr. 5.9:** Mikrostruktura nedeformovaného kompozitu AX41/Saff – a) přehledový snímek, b) protáhlá fáze  $(\text{Mg, Al})_2\text{Ca}$  rozložená na hranicích zrn a v blízkosti vláken, označená šipkami, c) viditelná fáze  $\text{Mg}_2\text{Ca}$ , označená kroužkem.

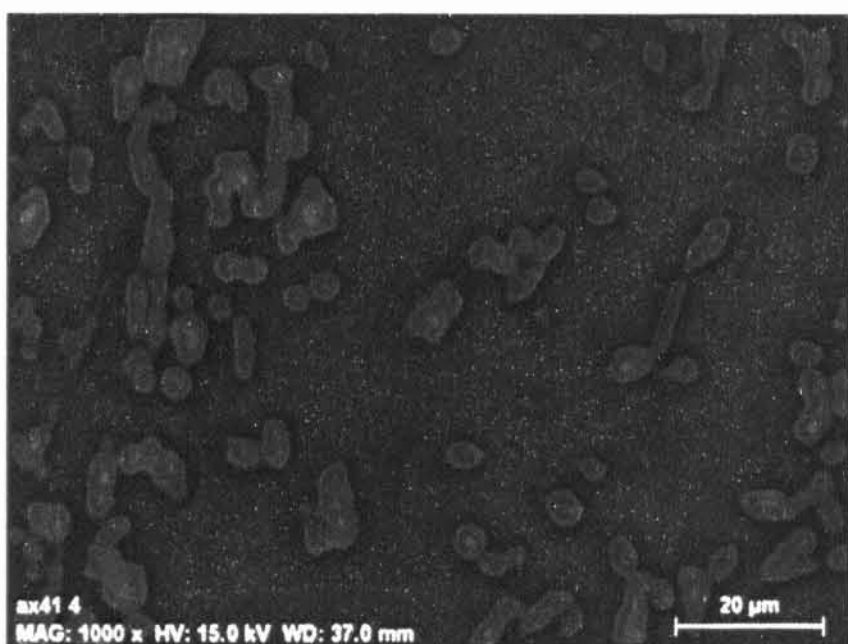




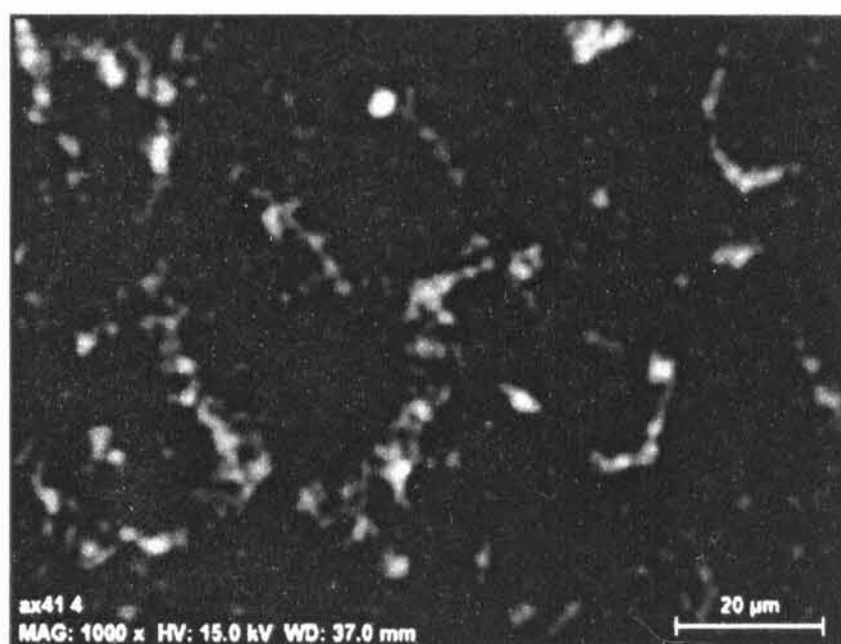
a) AX41/Saff



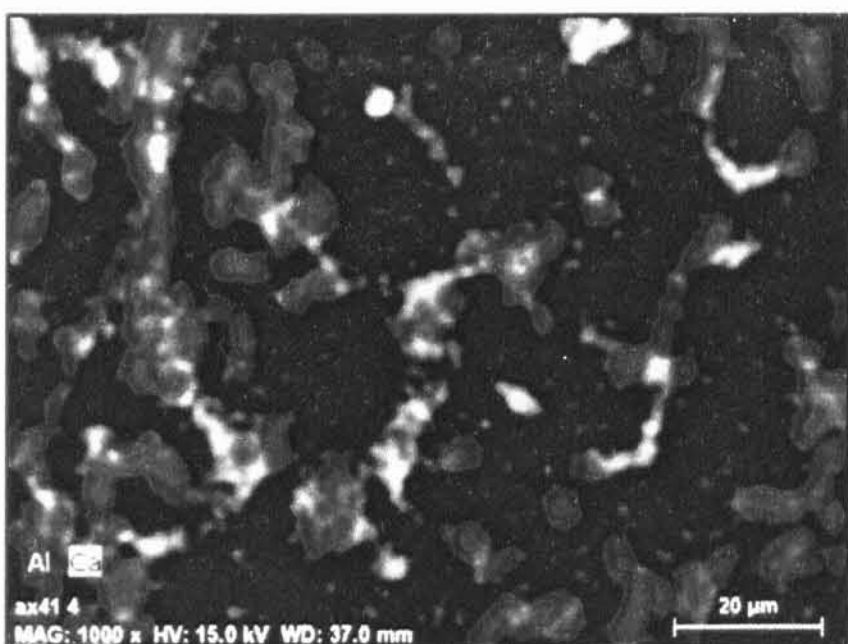
b) Mg



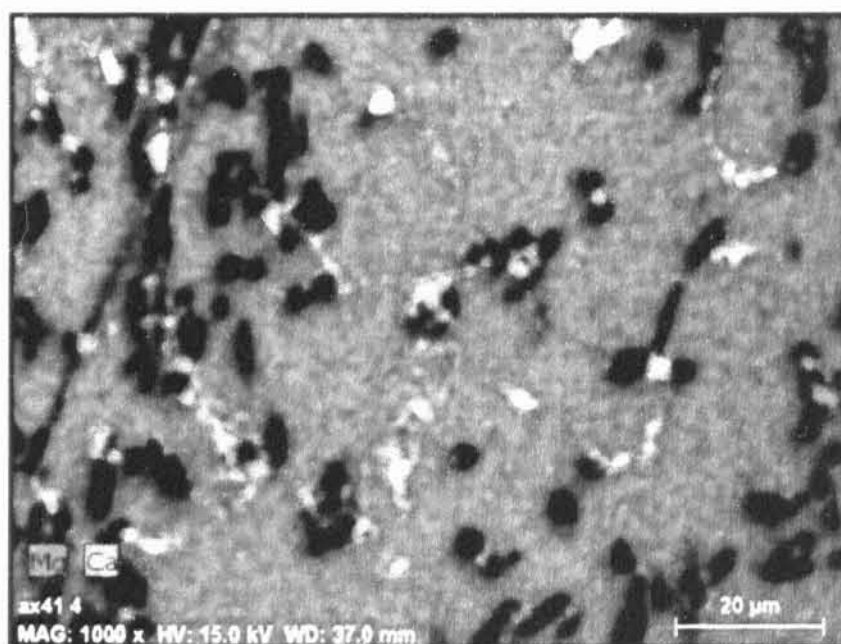
c) Al



d) Ca



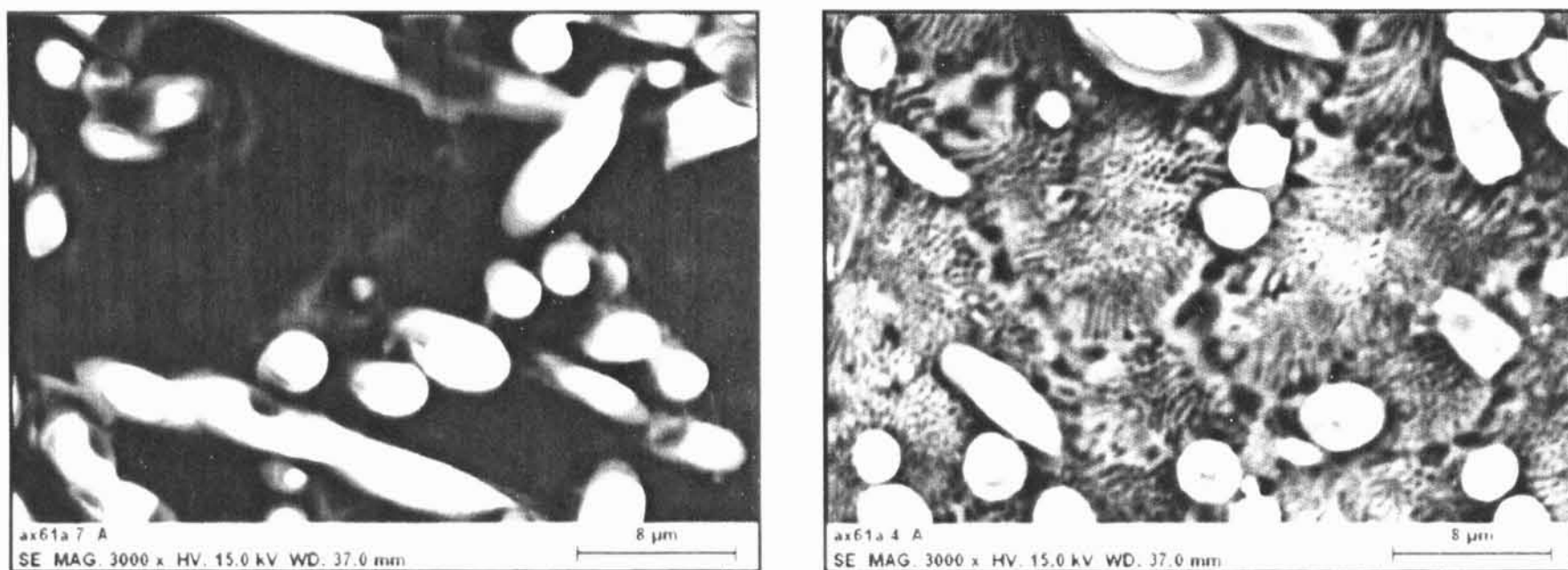
e) Al+Ca



f) Mg+Ca

**Obr. 5.10:** Zmapování prvků v kompozitu AX41/Saff: a) obraz SE; c)-f) rozložení prvků Mg, Al, Ca, Al+Ca, Mg+Ca. (REM)

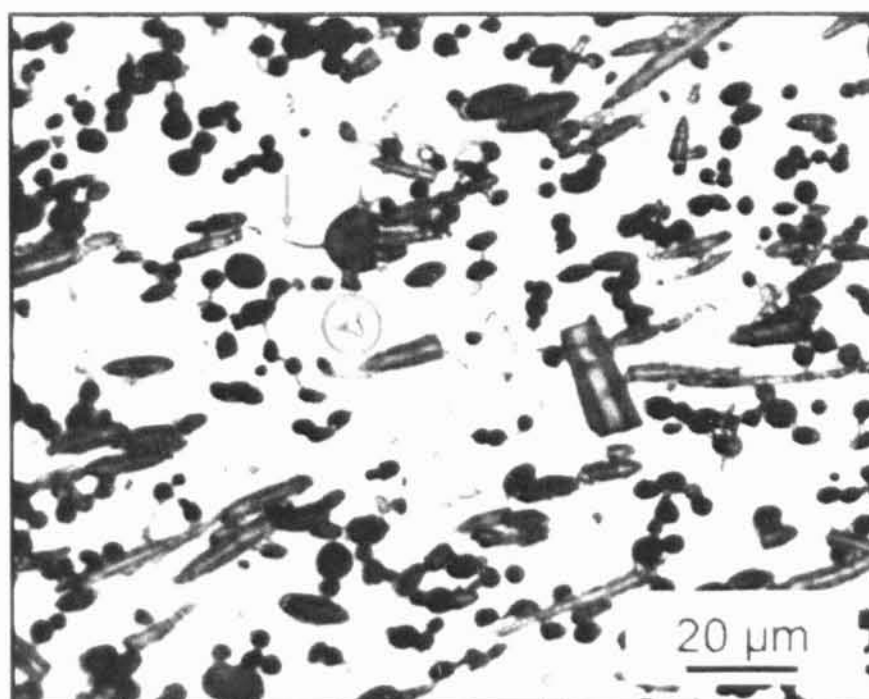
Prvky Mg, Al a Ca byly nalezeny v eutektické fázi mající protáhlý tvar. Pravděpodobně je to intermetalická fáze  $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$  pozorována v Mg – Al – Ca slitinách v pracích [95 - 97]. Intermetalická fáze  $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$  se během tepelného zpracování může rozpadnout. Vzniklé částice  $\text{Al}_2\text{Ca}$  mají velmi podobnou strukturu, pomocí rtg analýzy je nelze rozlišit od částic  $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$ . Autoři pozorovali kromě intermetalika  $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$  také hexagonální fázi  $\text{Mg}_2\text{Ca}$  v těchto materiálech. Ze snímků 5.10 je vidět, že objevená fáze s lamelovou strukturou obsahuje Mg a Ca, a pravděpodobně je totožná s eutektickou fází  $\text{Mg}_2\text{Ca}$ .



a)

b)

**Obr. 5.11:** Mikrostruktura nedeformovaného kompozitu AX61/Saff – a) matrice kompozitu, b) oblast mající lamelární strukturu. (REM)



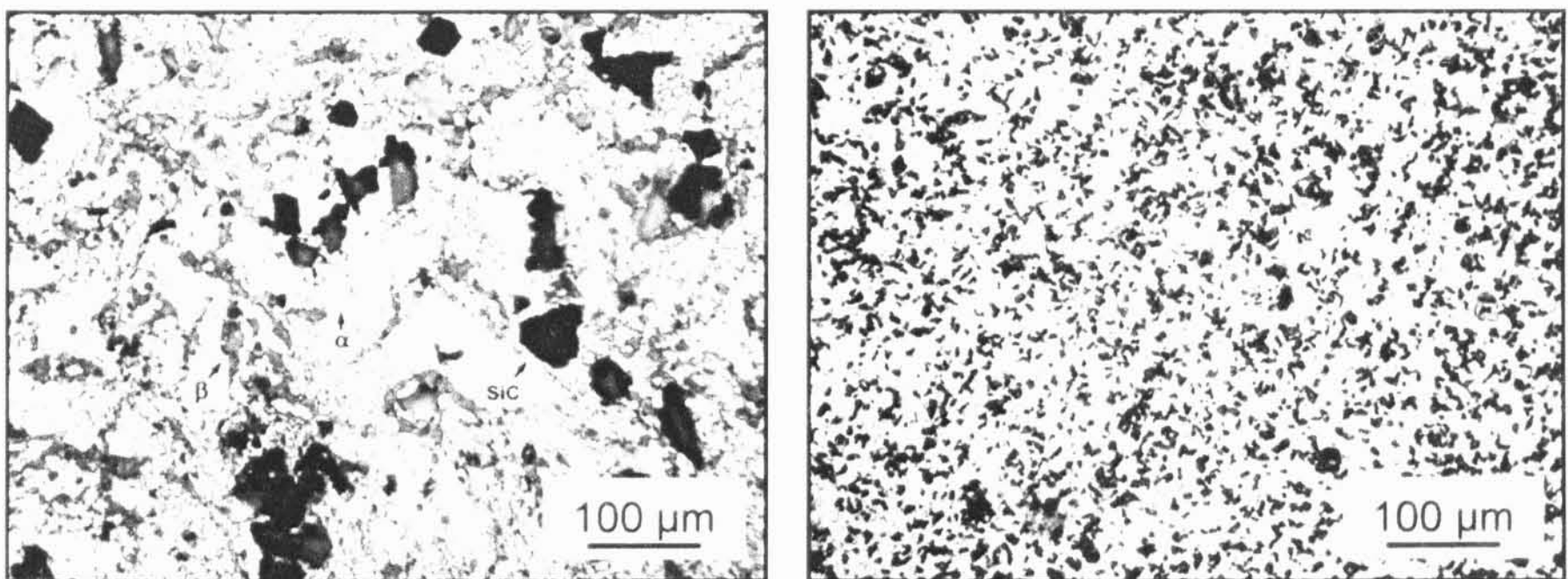
**Obr. 5.12:** Mikrostruktura nedeformovaného kompozitu AX61/Saff – byly pozorovány částice  $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$  ve dvou typických tvarech, označené šipkou a kroužkem na obrázku.

V matrici kompozitu AX61/Saff se vytvořily větší oblasti s lamelovou strukturou (Obr. 5.11). Byly nalezeny i částice  $(\text{Mg, Al})_2\text{Ca}$  ve dvou typických tvarech (Obr. 5.12).

### 5.2.2. Částicové kompozity

Kompozity zpevněné s částicemi SiC byly připraveny metodou práškové metalurgie. Prášek matrice byl nejprve smíchán s částicemi SiC pak mlet v kulovém mlýně. Směs byla kompakována v hořčíkových kontejnerech a protlačována při teplotě  $400\text{ }^\circ\text{C}$  použitím 400 t vodorovného protlačovacího lisu. Částice SiC byly víceméně rovnoosé s ostrými hranami. Vzorky byly vyrobeny tak, aby osa namáhající síly byla rovnoběžná s osou protlačování.

Mikrostruktura částicových kompozitů ve směru kolmém ke směru protlačování je znázorněna na Obr. 5.13. Střední průměr částic SiC byl  $9\text{ }\mu\text{m}$ . Jejich rozdělení v matrici nebylo rovnoměrné, v mnoha případech se částice sdružovaly do malých klastrů. Důsledkem práškově metalurgické přípravy částicových kompozitů je i menší zrna matrice.



a) Mg8Li/SiC

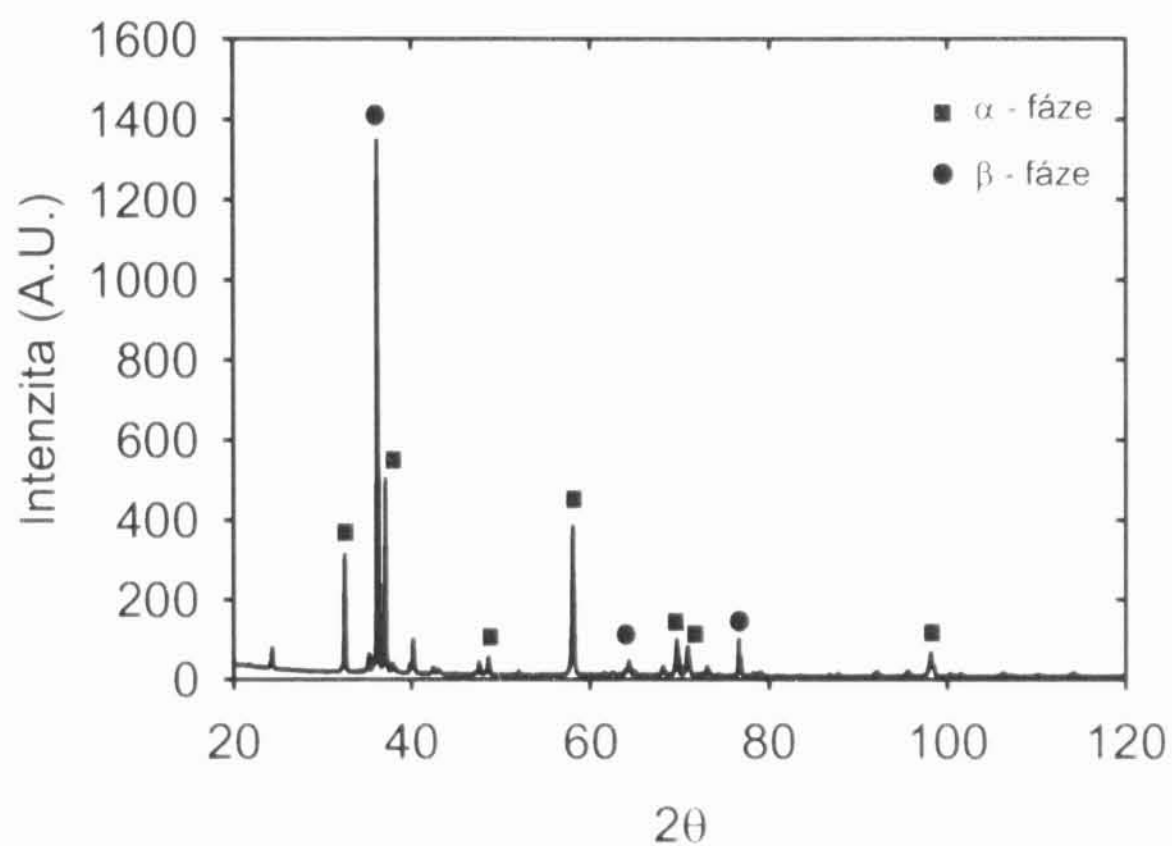
b) WE54/SiC

**Obr. 5.13:** Mikrostruktura nedeformovaných částicových kompozitů – a) v matrici kompozitu Mg8Li/SiC je viditelná světlejší  $\alpha$  – fáze a tmavší  $\beta$  – fáze, b) kompozit WE54/SiC, příčný řez.



Matrice kompozitu Mg8Li/SiC je dvoufázová. Na metalografickém snímku Obr. 5.13.a je viditelná světlejší  $\alpha$  – fáze a tmavší  $\beta$  – fáze. Rentgenová fázová analýza potvrdila přítomnost obou fází v kompozitu (Obr 5.14). Poměr fází  $\alpha$  :  $\beta$  byl určen 55:45. Jako velikost zrn byla brána průměrná velikost jednotlivých fází.

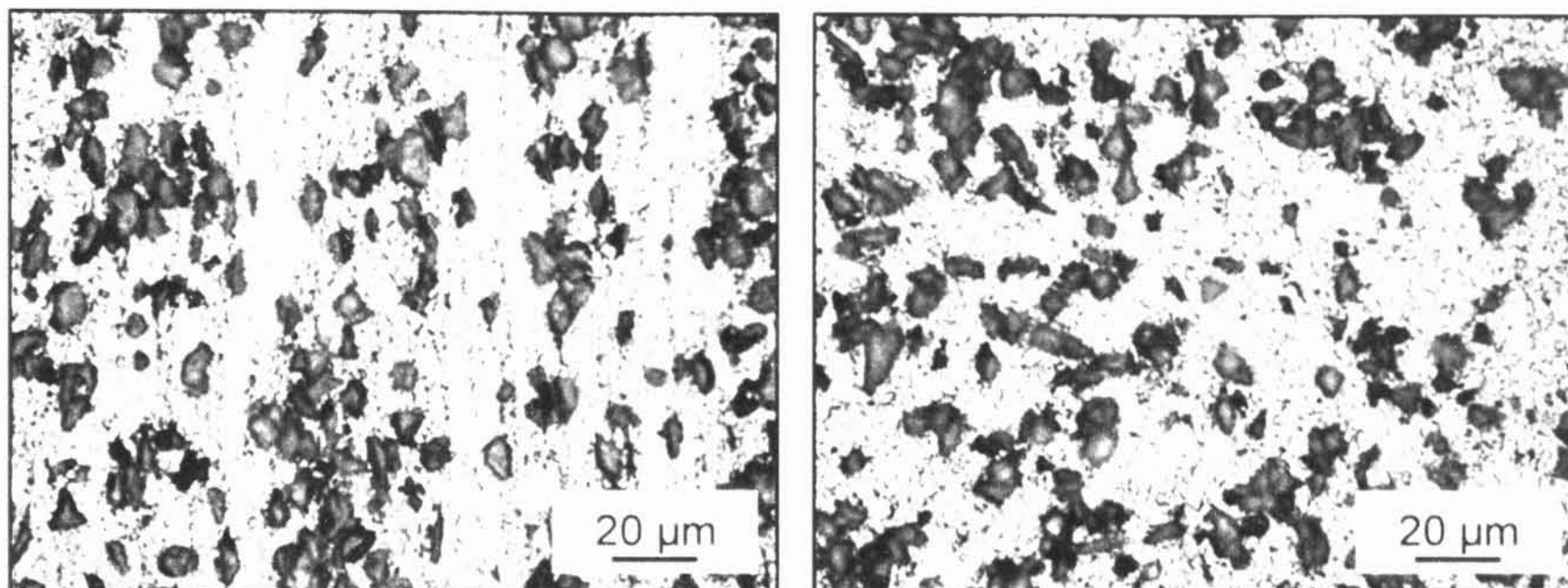
Kompozit  
WE54/SiC měl  
velmi malá  
rovnoosá zrna  
velikosti přibližně  
~3-5  $\mu\text{m}$ . Obr.  
5.15a dokumentuje  
mikrostrukturu ve  
směru protlačování  
a obrázek 5.15b  
ve směru kolmém  
k ose protlačování.  
Jsou zviditelněné



**Obr. 5.14:** Fázová analýza kompozitu Mg8Li/SiC.

hranice zrn. Ve směru válcování zrna nejsou protažena. Nebyl pozorován růst zrna během deformace při vyšších teplotách (do 450 °C).

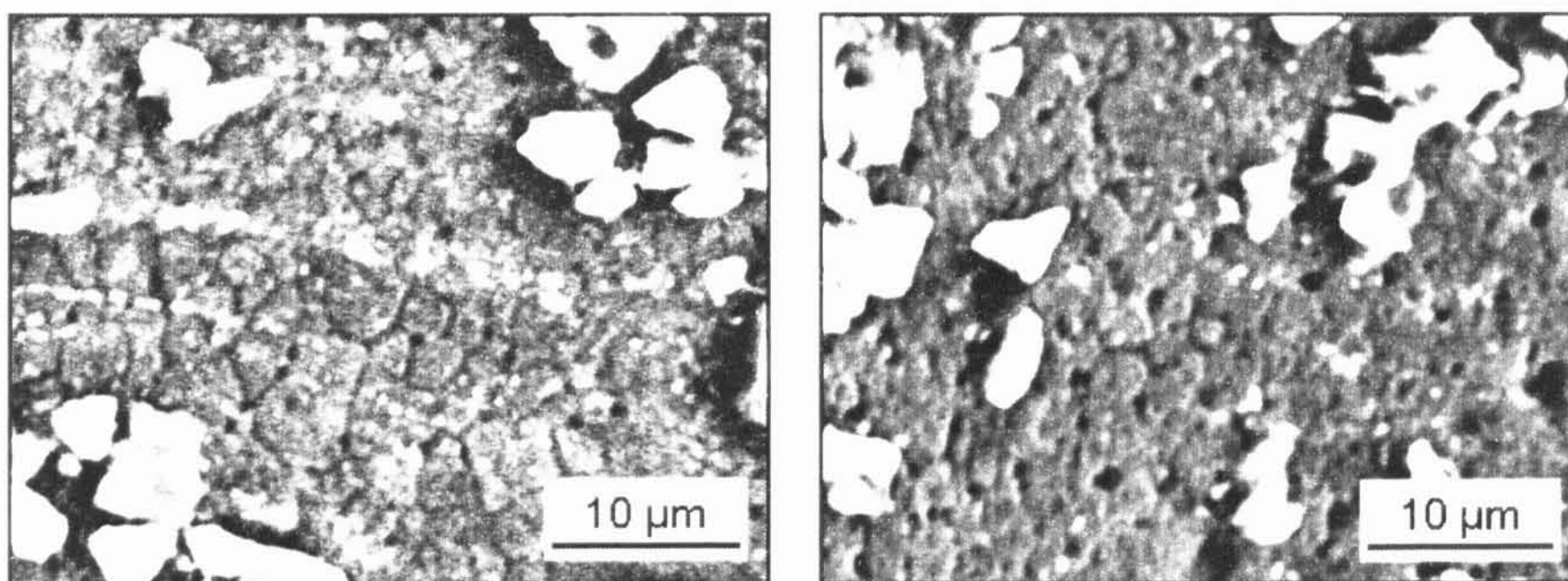
Informace získané z optických snímků potvrzují obrázky získané řádkovacím elektronovým mikroskopem. Na Obr. 5.16a a 5.16b je vidět podrobněji strukturu nedeformovaného vzorku ve směru protlačování a ve směru kolmém. Keramické částice kromě sdružování do klastrů se uspořádaly do pásů paralelních s osou válcování (Obr. 5.17).



a)

b)

**Obr. 5.15:** Mikrostruktura kompozitu WE54/SiC a) ve směru protlačování, b) v průřezu vzorku. Částic SiC nejsou rozloženy homogenně v matrici, v mnoha případech se sdružují do klastrů. Zrna nejsou protažena ve směru válcování.

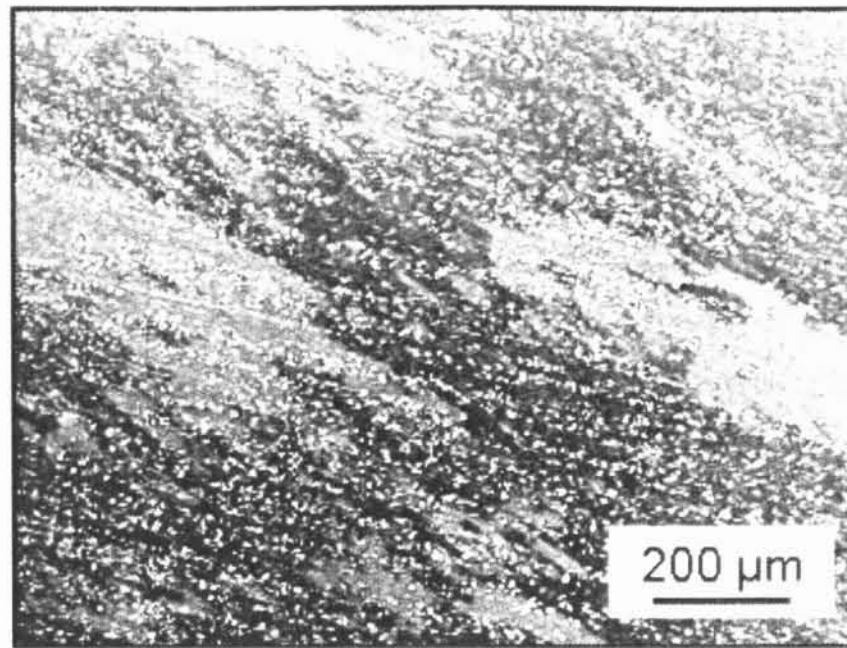


a)

b)

**Obr. 5.16:** Mikrostruktura kompozitu WE54/SiC a) ve směru protlačování, b) ve směru kolmém na protlačování. Jsou viditelná malá rovnoosá zrna velikosti přibližně  $\sim 3-5 \mu\text{m}$ . (REM)

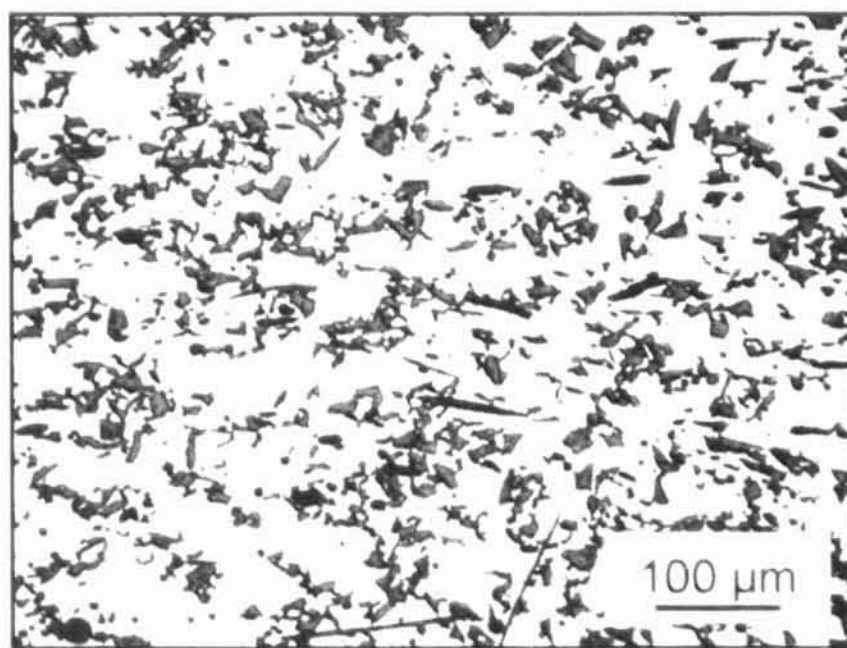




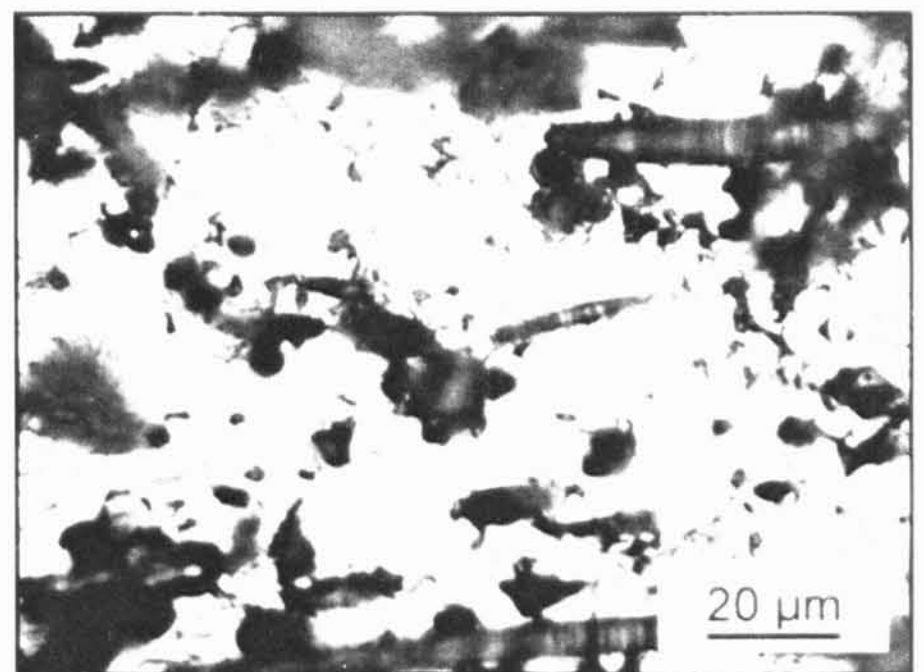
**Obr. 5.17:** Kompozit WE54/SiC – pásy částic SiC. (REM)

### 5.2.3. Hybrid

Při výrobě AS21 hybrid byly rovnoosé částice SiC s průměrnou velikostí 10  $\mu\text{m}$  přítomny v předformě spolu se Saffilovými vlákny. Jejich rozdělení ve slitině by mělo být náhodné, nicméně metalografické snímky ukázaly, že částice se sdružovaly do klastrů (Obr. 5.18a). Podobně jako u krátkovláknových kompozitů byly vyřezány vzorky se dvěma přednostními orientacemi roviny vláken.

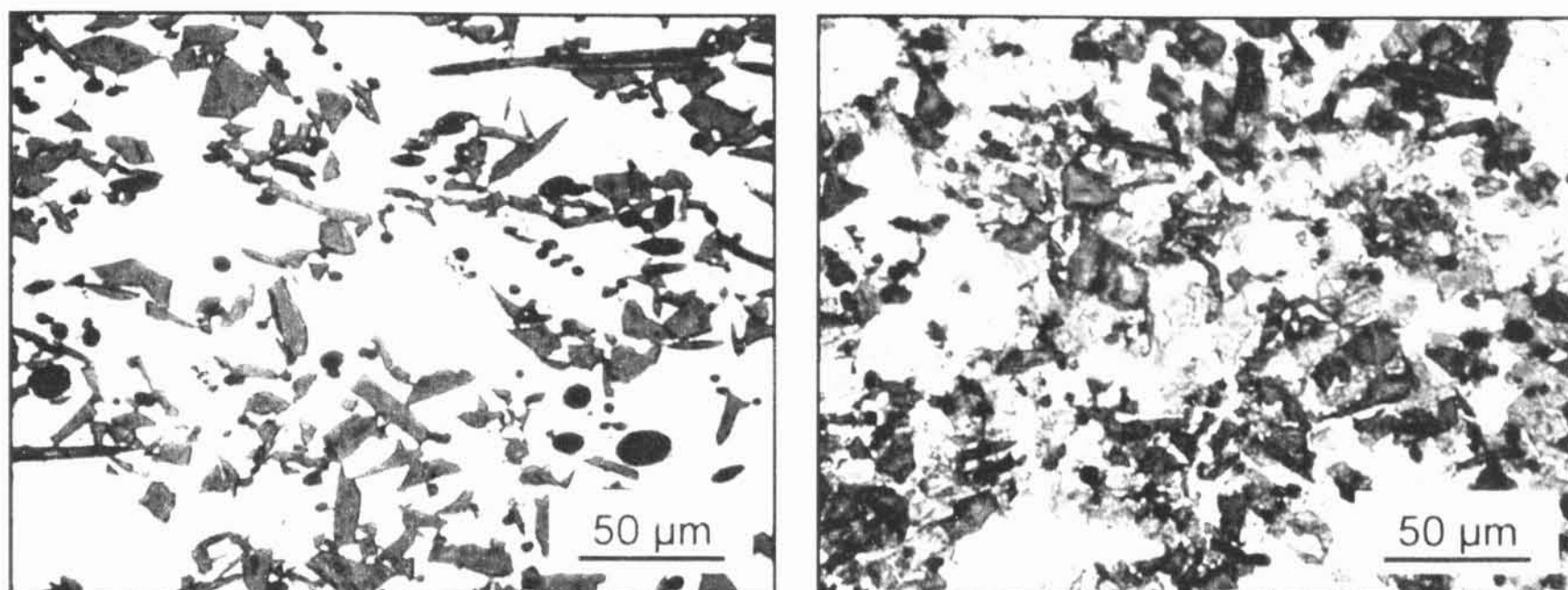


a)



b)

**Obr. 5.18:** Mikrostruktura nedeformovaného hybridu, typ || - a) rozložení zpevňující fáze, b) dvojčata v matrici.



a) AS21 hybrid, typ ||

b) AS21 hybrid, typ ||

**Obr. 5.19:** Mikrostruktura nedeformovaného hybridu. V matici je viditelná fáze  $Mg_2Si$  ve tvaru a) čínského písma, b) modrých hranatých částic.

Podobně jako u materiálu AS21/Saff i v matici materiálu AS21 hybrid byly pozorovány precipitáty  $Mg_2Si$  ve tvaru čínského písma a hranatých částic (Obr. 5.19). Dalším charakteristickým rysem nedeformovaných vzorků byl výskyt dvojčat (Obr. 5.18b). K tvorbě dvojčat v matici, podobně jako u kompozitního materiálu, došlo už při výrobě materiálu.

## Kapitola 6

### Výsledky měření a jejich diskuse

#### 6.1. Deformační vlastnosti studovaných kompozitů

V této kapitole jsou uvedeny výsledky deformačních zkoušek. Vzorky jednotlivých materiálů byly deformovány v tlaku. Deformační vlastnosti kompozitu WE54/SiC byly zkoumány i v tahu. Pro každý materiál jsou uvedené podmínky deformace. Ze závislosti skutečného napětí na skutečné deformaci byla vyhodnocována charakteristická napětí.

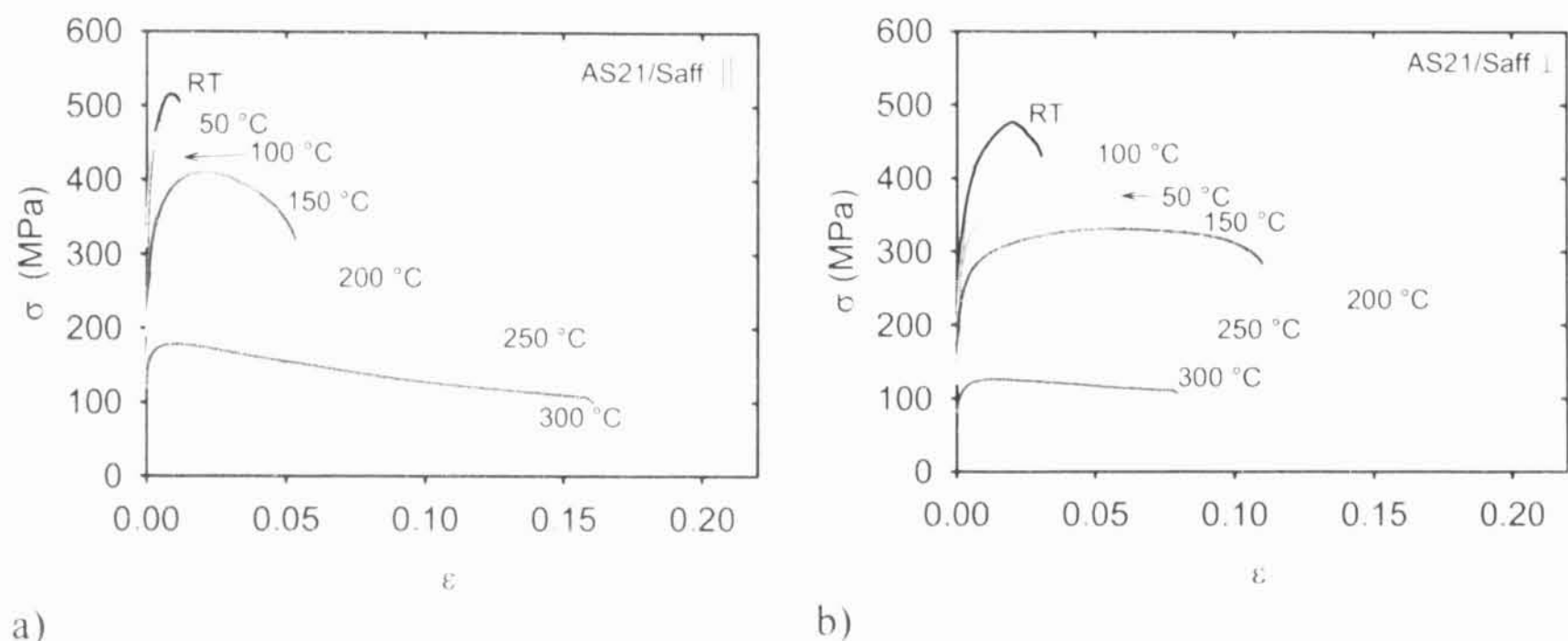
##### 6.1.1. AS21/Saff

Vzorky kompozitů AS21/Saff a AS21 hybrid byly deformovány tlakem s konstantní rychlostí deformačního stroje. Počáteční rychlost deformace byla zvolena  $1.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , čemuž odpovídá při dané geometrii vzorků posuv příčnicku 0.1 mm/min.

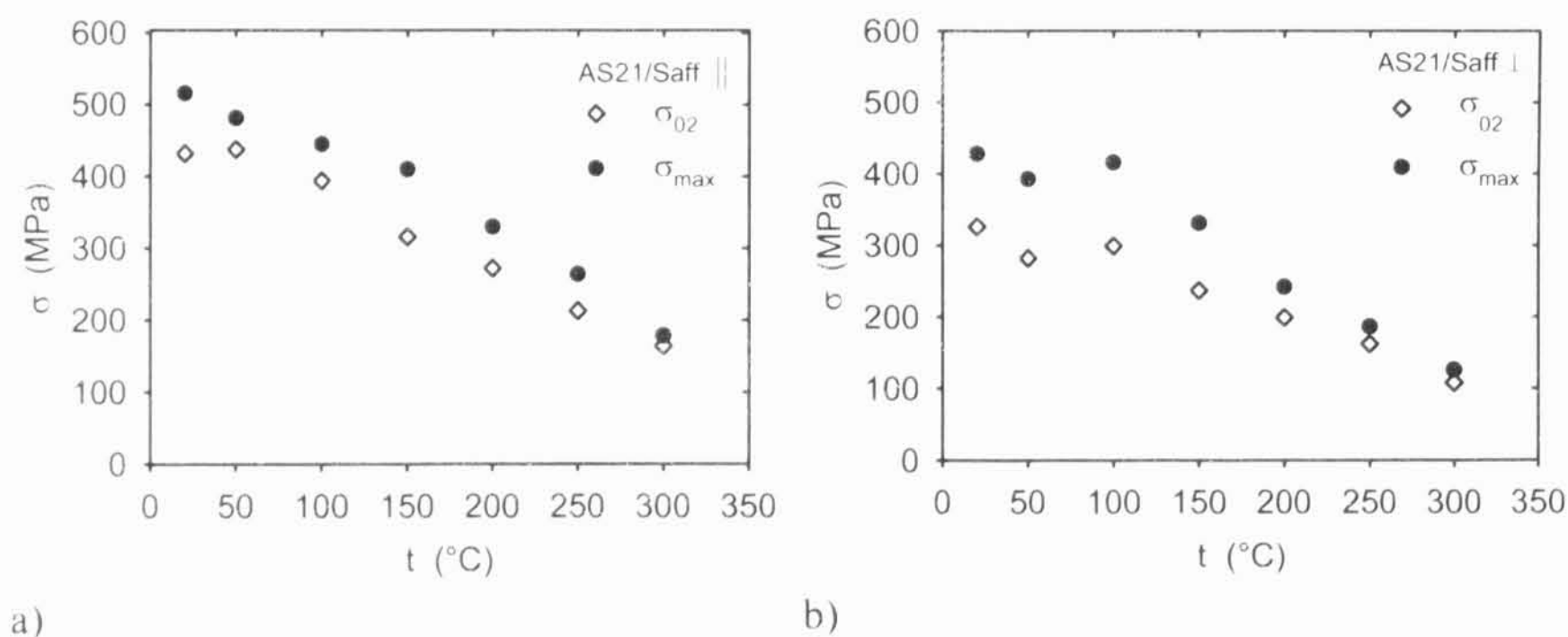
Závislosti skutečného napětí na skutečné deformaci při různých teplotách pro AS21/Saff typ  $\parallel$  a typ  $\perp$  jsou uvedeny na Obr. 6.1. Vzorky při nižších teplotách byly deformovány až do lomu, při vyšších teplotách (nad 200 °C) byla deformace přerušena při určitém stupni deformace.

Je zřejmé, že deformační napětí pro oba typy vzorků klesají s rostoucí teplotou. Výjimkou je teplota 100 °C u typu  $\perp$ , kde jsou dosahována vyšší napětí než při předcházející teplotě 50 °C. K značnému deformačnímu zpevnění docházelo při teplotách do 150 °C. Při teplotách vyšších než 150 °C napětí dosahují své maximální hodnoty na začátku deformace a dále klesají, nebo se ustálí. Tento charakter křivek naznačuje že dochází k odpevnění uplatněním zotavovacích procesů během plastické deformace. U typu  $\perp$  jsou maximální hodnoty napětí dosaženy při vyšších stupních deformace. Při deformačních teplotách nižších než 250 °C, je u kompozitů s kolmou

orientaci vláken pozorována větší relativní deformace do lomu než u kompozitů s paralelní orientací roviny vláken.



**Obr. 6.1:** Křivky skutečné napětí – skutečná deformace pro AS21/Saff získané pro různé teploty a) typ ||, b) typ ⊥.



**Obr. 6.2:** Teplotní závislost charakteristických napětí pro AS21/Saff a) typ ||, b) typ ⊥.

Z křivek uvedených na obrázků 6.1 byly vyhodnoceny napětí na mezi kluzu  $\sigma_{02}$  a maximální napětí  $\sigma_{max}$ . Charakteristická napětí jsou uvedena pro obě orientace vláken na Obr. 6.2 v závislosti na teplotě.

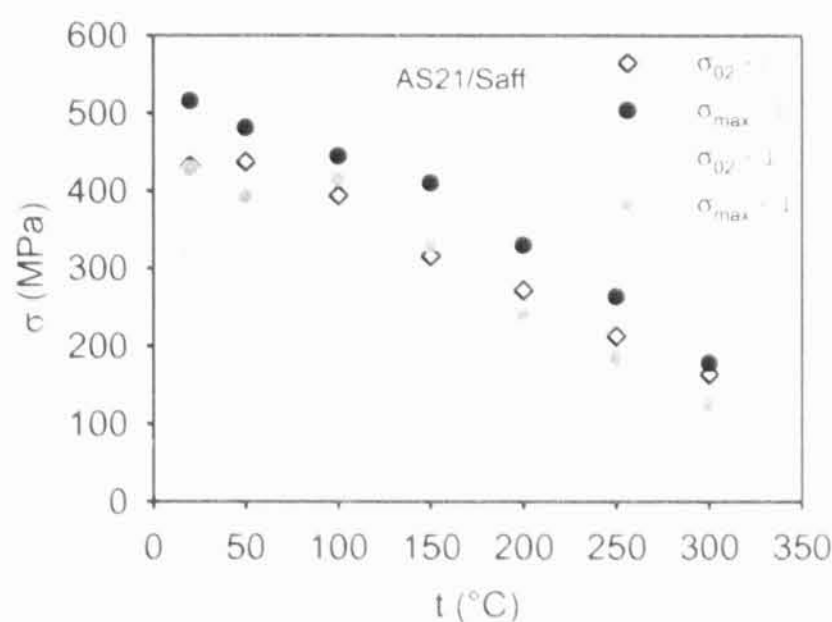
Pro kompozit typu || všechna charakteristická napětí klesají s rostoucí teplotou deformace s výjimkou pro napětí na mezi kluzu u teploty 50 °C. Podobné lokální maximum v teplotní závislosti napětí na mezi kluzu bylo pozorováno u jiných

hořčíkových slitin (AZ91, LA45) [98, 99]. Toto lokální maximum naznačuje přítomnost dynamického deformačního stárnutí.

Pro kompozit typu  $\perp$  napětí na mezi kluzu a maximální napětí s rostoucí teplotou klesají od 100 °C, a klesá i rozdíl mezi nimi. Na rozdíl od typu  $\parallel$  při 50 °C nabývají lokální minimum obě charakteristická napětí. Zopakované deformační zkoušky potvrdily, že hodnoty charakteristických napětí u 50 °C jsou nižší, než jaké bychom očekávali. Pokles napětí při vyšších teplotách ukazuje na uplatnění tepelně aktivovaných dějů při plastické deformaci.

Teplotní závislosti charakteristických napětí  $\sigma_{02}$  a  $\sigma_{max}$  pro obě orientace  $\parallel$  a  $\perp$  jsou uvedené na Obr. 6.3. Vliv orientace roviny vláken na deformační napětí je jednoznačný. Napětí  $\sigma_{02}$  a  $\sigma_{max}$  jsou větší pro kompozit typu  $\parallel$  než pro kompozit typu  $\perp$  v celém teplotním intervalu. Při paralelní orientaci rovin vláken s osou namáhání je rozměr vláken ve směru působícího napětí větší než při orientaci kolmém. Proto je přenos napětí z matrice na vlákna efektivnější a jsou dosaženy větší deformační napětí.

Přenos napětí z matrice na vlákna je rovněž ovlivněn kvalitou vazby mezi nimi. S rostoucí teplotou tato vazba pravděpodobně slábne. Důsledkem je méně efektivní přenos napětí na zpevňující fáze a menší zpevňující efekt. Proto se snižuje rozdíl mezi charakteristickým napětím pro orientace  $\parallel$  a  $\perp$ .



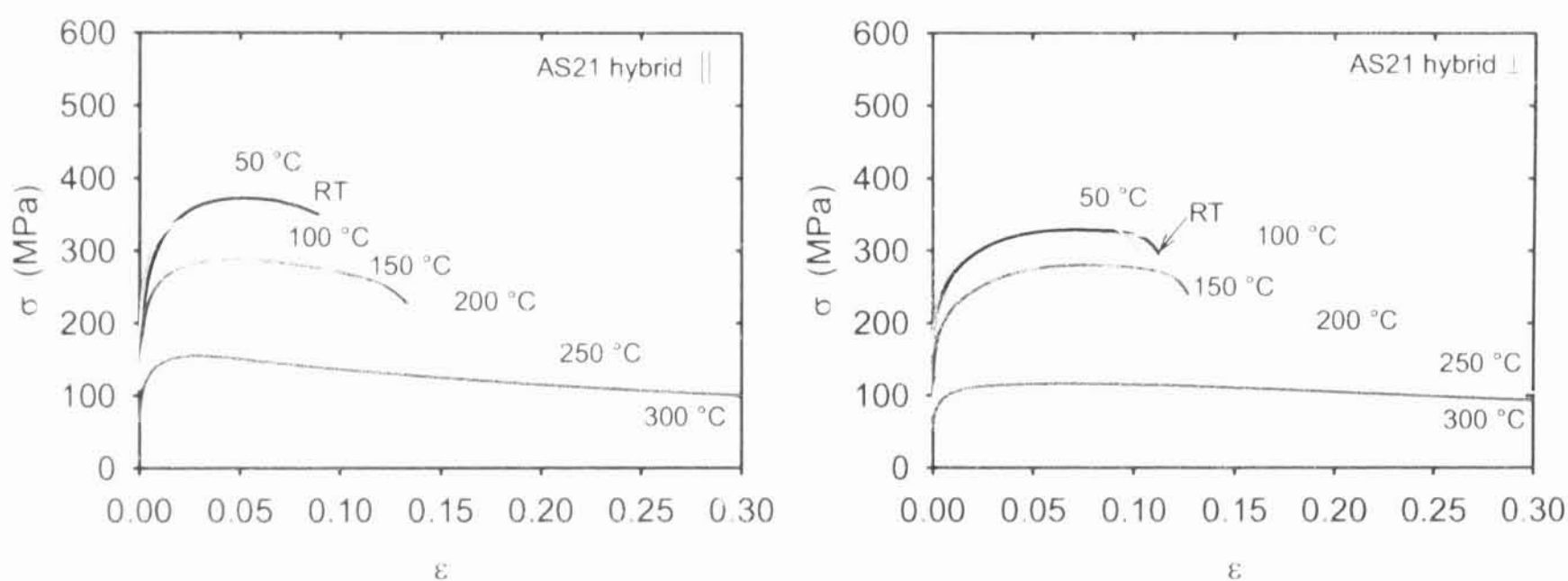
**Obr. 6.3:** Porovnání charakteristických napětí pro oba typy kompozitu AS21/Saff.



### 6.1.2. AS21 hybrid

Vzorky materiálu AS21 hybrid byly podrobeny stejným deformačním zkouškám jako vzorky kompozitu AS21/Saff. Křivky deformace jsou uvedeny na Obr. 6.4 pro typ  $\parallel$  a typ  $\perp$ . Pro teploty nad 200 °C byla zastavena deformace přibližně u 30 % kvůli zachování podmínky jednoosého namáhání.

Podobně jako u kompozitních vzorků, deformační napětí klesají s rostoucí teplotou. Výjimkou je opět teplota 50 °C u obou typů hybridu. Při teplotách vyšších než 150 °C dochází k odpevnění. U hybridu typu  $\perp$  při 300 °C křivka napětí – deformace po dosažení maxima vykazuje konstantní charakter. Tažnost vzorků typu  $\perp$  byla větší než tažnost vzorků s paralelní orientací vláken pro teploty 250 °C a nižší.



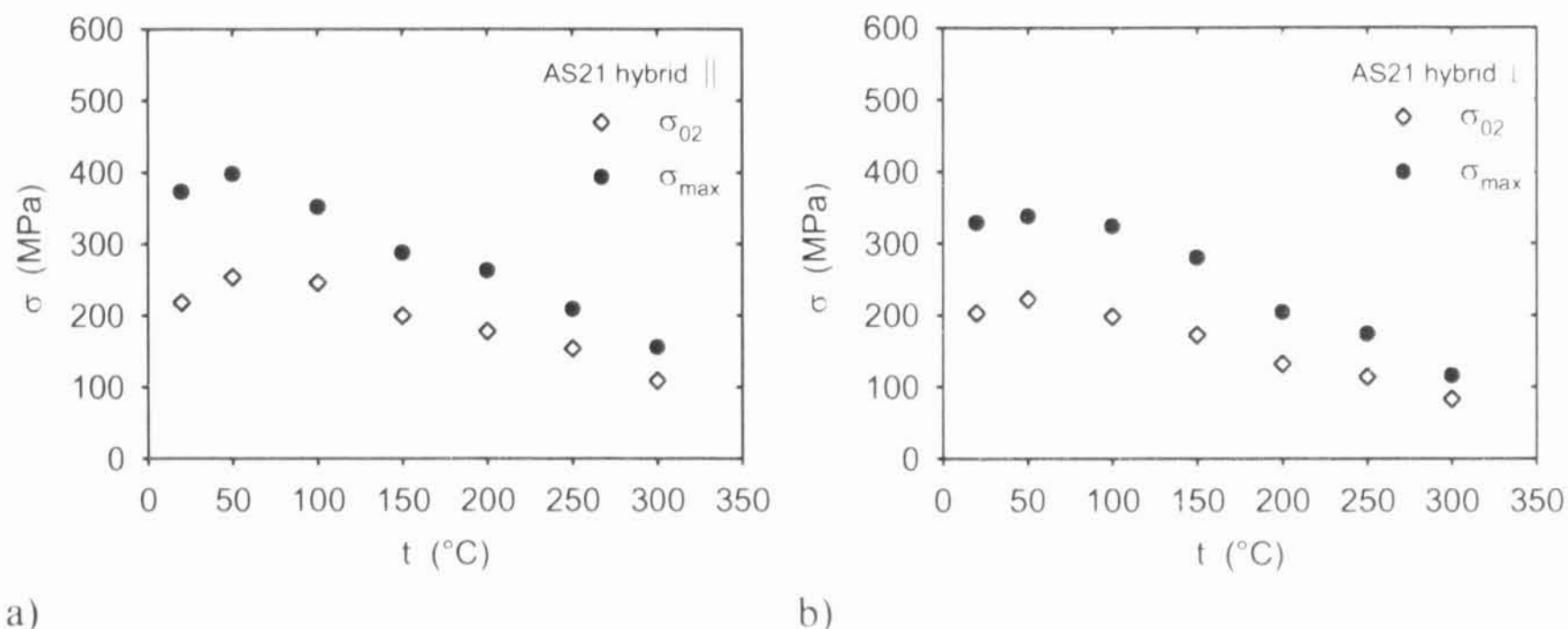
a)

b)

**Obr. 6.4:** Křivky skutečné napětí – skutečná deformace pro AS21 hybrid získané pro různé teploty a) typ  $\parallel$ , b) typ  $\perp$ .

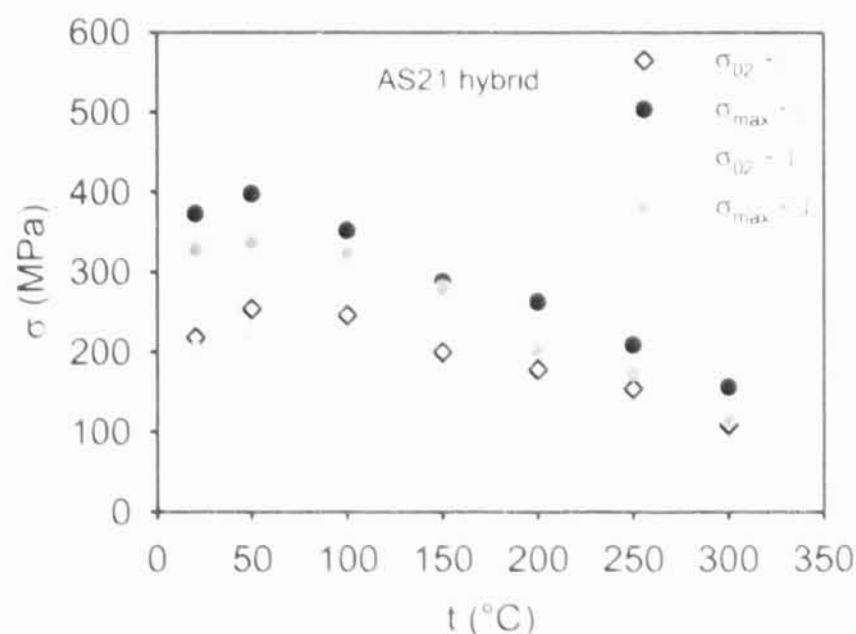
Charakteristická napětí v závislosti na teplotě jsou zobrazena na Obr. 6.5. Všechna charakteristická napětí pro oba typy hybridního materiálu klesají s rostoucí teplotou, s výjimkou lokálního maxima při teplotě 50 °C. Lokálního maxima nabývá při této teplotě jak napětí na mezi kluzu tak i maximální napětí. Podobný průběh teplotní závislosti charakteristických napětí byl pozorován rovněž u nezpevněné slitiny AS21 [100]. Relativní deformace do lomu při této teplotě je nižší než relativní deformace

do lomu při pokojové teplotě. S rostoucí deformační teplotou klesá i rozdíl mezi napětím na mezi kluzu a maximálním napětím.



**Obr. 6.5:** Teplotní závislost charakteristických napětí pro AS21 hybrid a) typ  $\parallel$ , b) typ  $\perp$ .

Napětí  $\sigma_{02}$  a  $\sigma_{max}$  jsou větší pro hybrid s rovinami zpevňujících fází orientovanými paralelně k ose namáhání než pro hybrid s kolmou orientací roviny vláken v celém teplotním intervalu (Obr. 6.6). Vliv orientace na zpevnění však není tak výrazný, jako u kompozitů AS21/Saff. U hybridních kompozitů část vláken byla nahrazena rovnoosými částicemi SiC, pro které orientace rovin není významná.



**Obr. 6.6:** Porovnání charakteristických napětí pro oba typy kompozitu AS21 hybrid

**Tab. 6.1:** Napětí na mezi kluzu  $\sigma_{02}$  v MPa v závislosti na teplotě pro materiály AS21/Saff a AS21 hybrid.

$\sigma_{02}$ (MPa)	AS21/Saff		AS21 hybrid	
	typ	typ $\perp$	Typ	typ $\perp$
20	432	326	218	203
50	437	282	254	222
100	394	299	246	198
150	316	237	200	172
200	272	199	178	132
250	213	162	154	114
300	164	108	109	83

**Tab. 6.2:** Maximální napětí  $\sigma_{max}$  v MPa v závislosti na teplotě pro materiály AS21/Saff a AS21 hybrid.

$\sigma_{max}$ (MPa)	AS21/Saff		AS21 hybrid	
	typ	typ $\perp$	typ	typ $\perp$
20	516	428	373	329
50	481	393	398	338
100	445	416	352	324
150	410	331	288	280
200	330	242	263	204
250	264	187	209	174
300	179	126	156	116

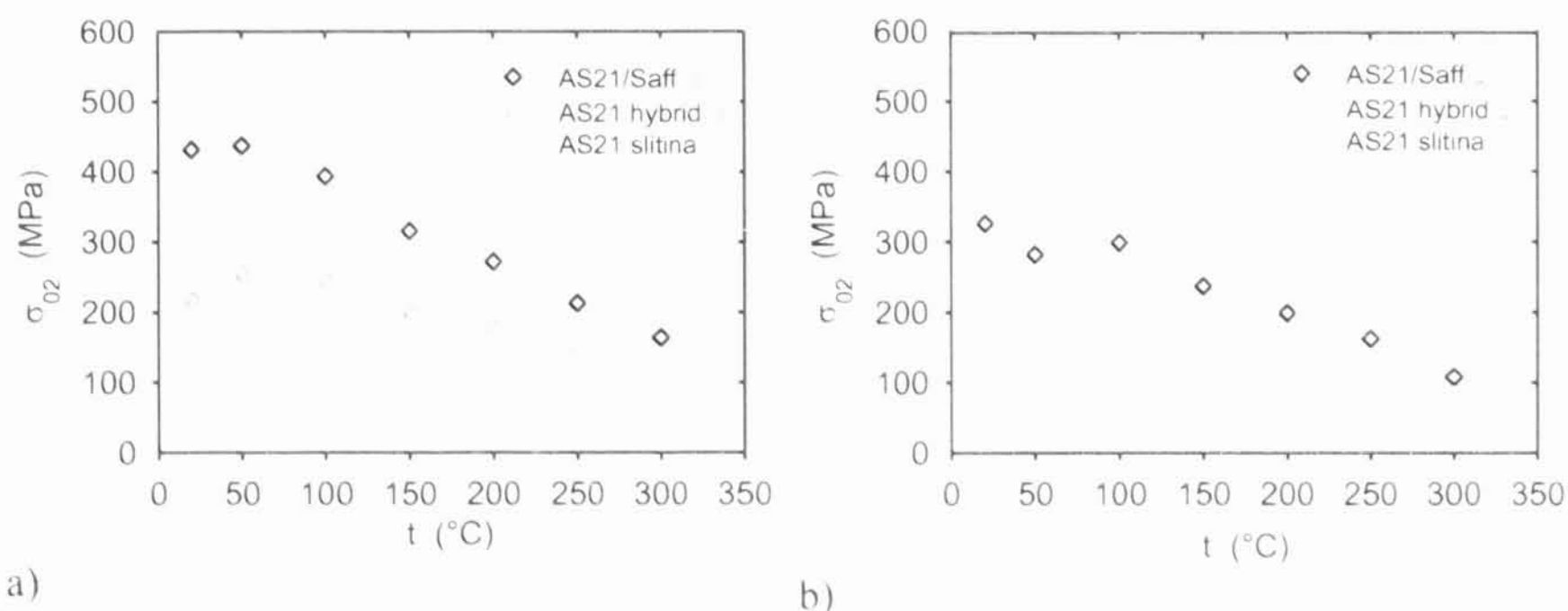
Charakteristická napětí pro materiály AS21/Saff a AS21 hybrid jsou uvedeny v Tabulce 6.1 a 6.2.

Pevnostní charakteristiky materiálů AS21/Saff a AS21 hybrid jsme porovnali s charakteristikami nezpevněné slitiny AS21 (Obr. 6.7 – 8). Pro porovnání byly použity experimentální hodnoty uvedené v práci [100], ve které byla zkoumána slitina AS21 se stejným složením a vyrobená stejnou metodou jako námi studované kompozity.

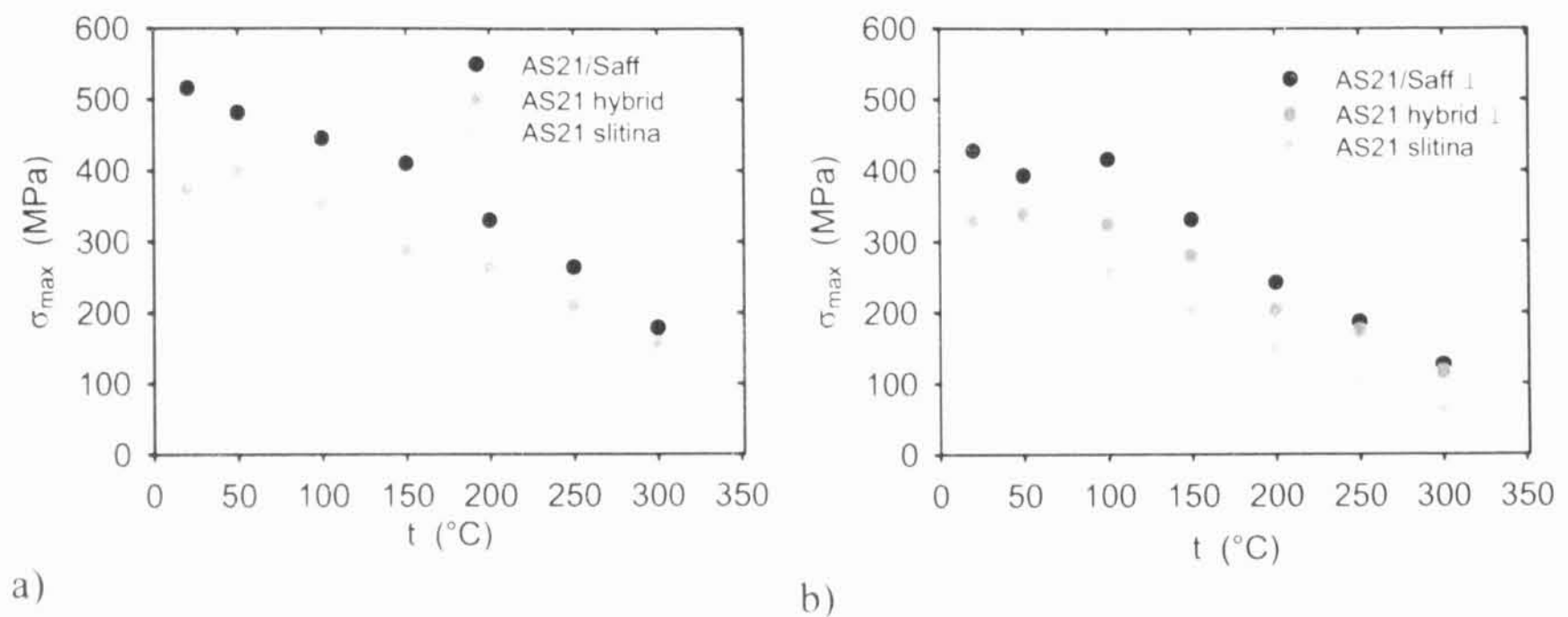
Z obrázků je patrné, že charakteristické napětí pro všechny typy zpevněných materiálů jsou vyšší, než pro slitinu nezpevněnou. Nejvyšší pevnost má kompozitní materiál s rovinami vláken paralelními s osou namáhání. Zpevňující účinek vláken klesá se zvyšující teplotou.

Když porovnáme materiál hybridní s kompozitem zpevněným vlákny vidíme, že napětí získaná pro kompozit s vlákny jsou větší než pro hybrid. Rozdíly příslušných napětí  $\sigma_{02}$  materiálu AS21/Saff a AS21 hybrid pro obě orientace  $\perp$  a  $\parallel$  klesají s rostoucí teplotou, avšak i při vyšších teplotách zůstává značný rozdíl mezi hybridem a kompozitem typu  $\parallel$ . Tento pokles je pozorovatelný i pro napětí  $\sigma_{max}$ .

Rozdíl mezi materiály AS21/Saff a AS21 hybrid je v objemovém podílu a tvaru výztuže a ve velikosti zrna. Objemový podíl, tvar zpevňujících částic a jejich orientace vůči působícímu napětí ovlivňují přenos napětí z matrice na zpevňující fáze. Velikost zrna ovlivní napětí v matrici. Podle vztahu (3.6) je napětí nepřímo úměrné druhé odmocnině velikosti zrna. Rozdílnosti zmíněných parametrů způsobuje rozdílné deformační napětí v materiálech AS21/Saff a AS21 hybrid. Příspěvky jednotlivých zpevňujících mechanismů ke skluzovému napětí při pokojové teplotě pro AS21/Saff typ  $\parallel$  jsou vypočteny v kapitole 6.3.



**Obr. 6.7:** Porovnání napětí  $\sigma_{02}$  pro AS21/Saff, AS21 hybrid a nezpevněnou slitinu AS21.



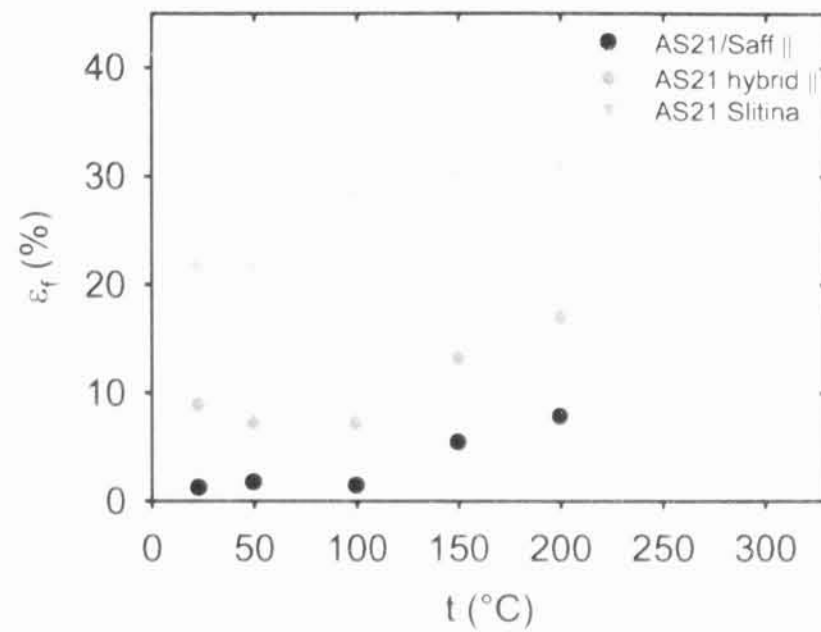
**Obr. 6.8:** Porovnání napětí  $\sigma_{max}$  pro AS21/Saff, AS21 hybrid a nezpevněnou slitinu AS21.

Přidáním zpevňující fáze klesá relativní deformace do lomu (Obr. 6.9-10). Relativní deformace do lomu klesá rychle s rostoucím podílem zpevňující fáze. Dále je ovlivněna kvalitou rozhraní mezi matricí a výztuží, tvarem a rozložením částic. Vyšší relativní deformace do lomu (nebo tažnost) při určitém podílu výztuže je možné dosáhnout [20]:

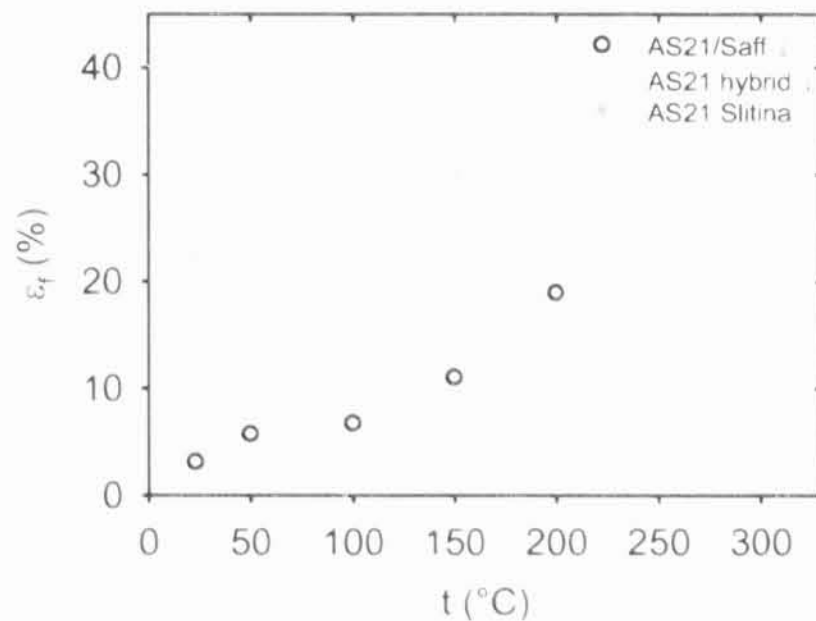
- rovnoměrným prostorovým rozložením částic,
- použitím jemných částic ( $< 10 \mu\text{m}$ ),
- dosažením vysoké kvality rozhraní mezi zpevňující fáze a matricí,
- kontrolou tvaru částic,
- použitím matrice s dobrou tvárností.

V případě zpevňujících částic s velkým tvarovým faktorem orientace částic vzhledem k působícímu napětí výrazně ovlivňuje relativní deformace do lomu kompozitu. Při větším přenosu napětí na částice se zvyšuje pravděpodobnost porušení částice, a také pravděpodobnost vzniku dutin na rozhraní.





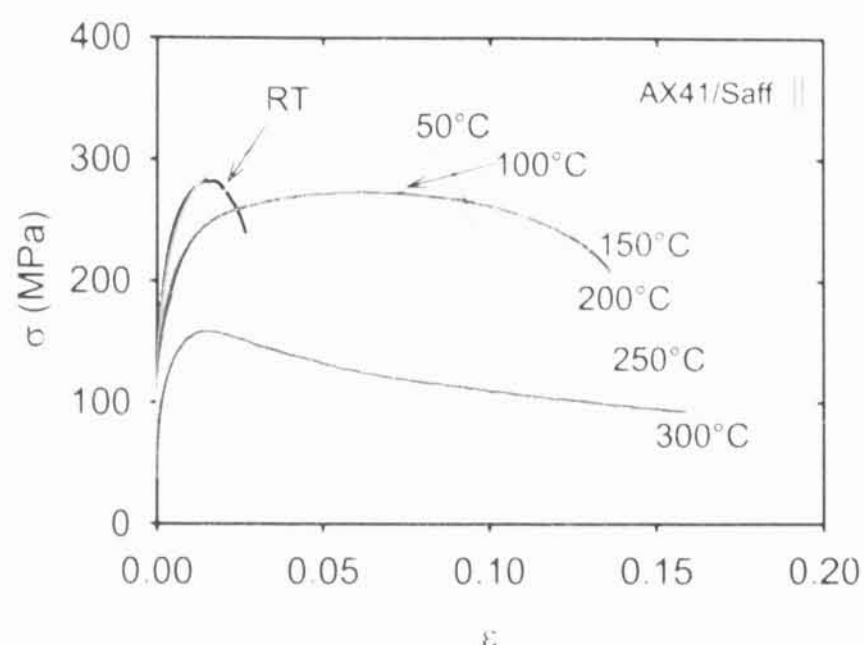
**Obr. 6.9:** Teplotní závislost relativní deformace do lomu pro AS21/Saff, AS21 hybrid a nezpevněnou slitinu AS21.



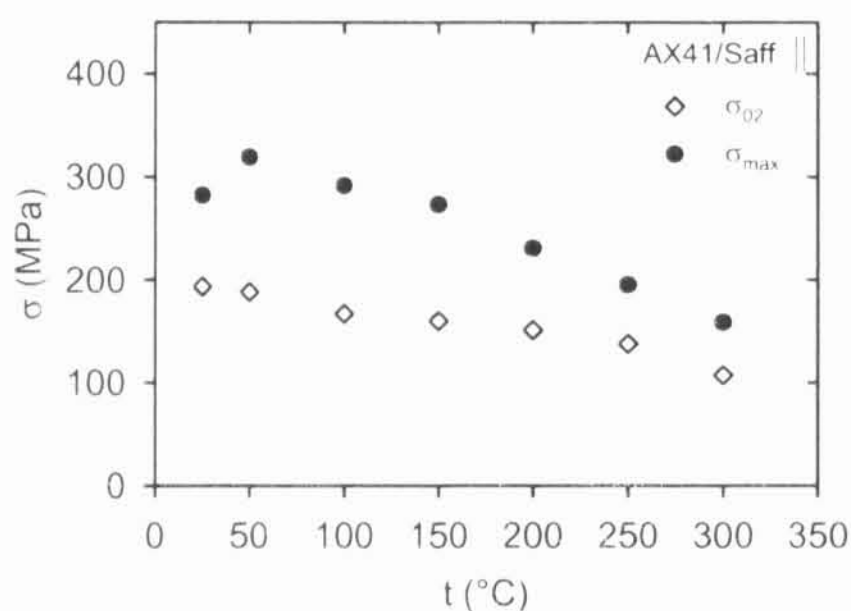
**Obr. 6.10:** Teplotní závislost relativní deformace do lomu pro AS21/Saff, AS21 hybrid a nezpevněnou slitinu AS21.

### 6.1.3. AX41/Saff

Deformační křivky získané při různých teplotách pro kompozit AX41/Saff typ || jsou uvedeny na Obr. 6.11. Počáteční rychlost deformace byla zvolena  $8.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ . Deformační napětí klesají s rostoucí teplotou. Výjimkou je teplota  $50 \text{ }^\circ\text{C}$ , podobně jako u materiálu AS21 hybrid. Nad  $150 \text{ }^\circ\text{C}$  dochází k odpevnění. Vzorky byly deformované do lomu.



**Obr. 6.11:** Křivky skutečné napětí – skutečná deformace pro kompozit AX41 typ ||.



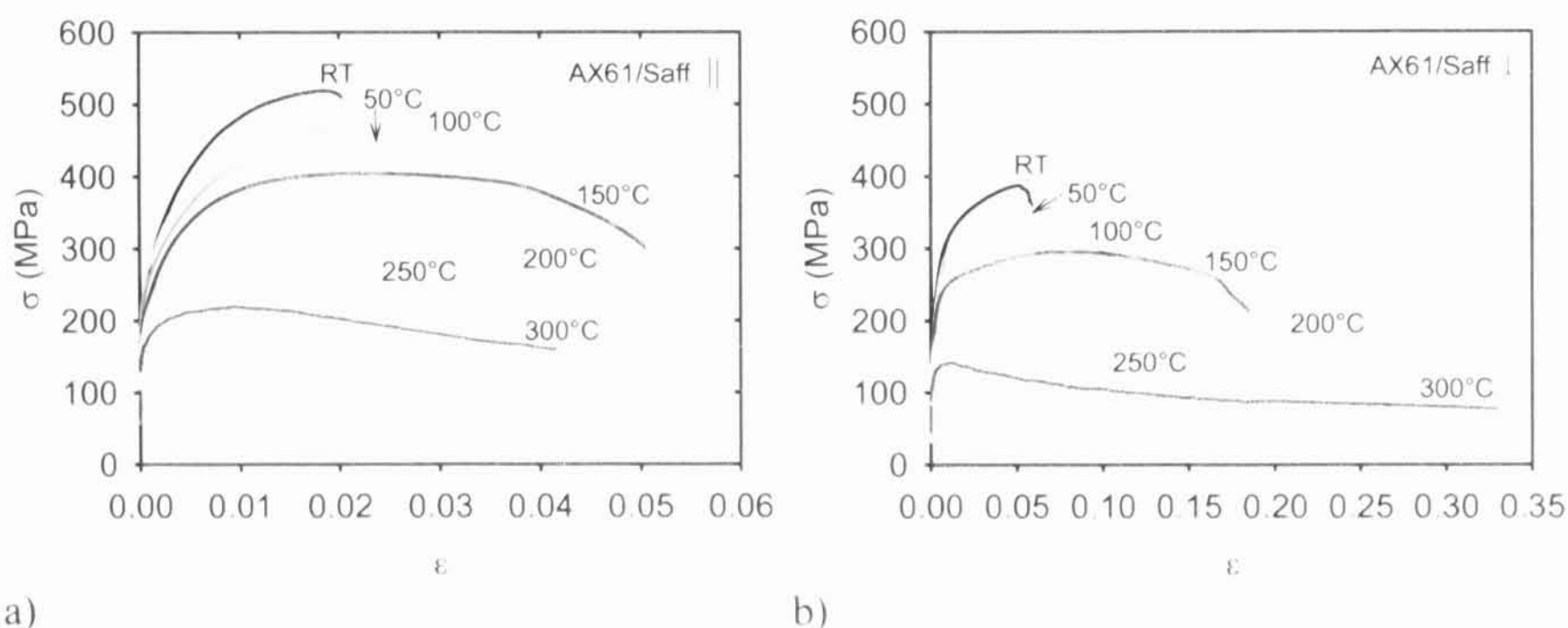
**Obr. 6.12:** Teplotní závislost charakteristických napětí pro AX41/Saff typ ||.

Teplotní závislosti napětí  $\sigma_{02}$  a  $\sigma_{max}$  jsou zobrazeny na Obr. 6.12. Napětí  $\sigma_{02}$  klesá pomalu do 200 °C. Maximální napětí má lokální maximum při 50 °C, pak klesá s rostoucí teplotou. Rozdíly mezi napětím na mezi kluzu a maximálním napětím naznačují, že dochází k značnému zpevnění pro teploty 200 °C a nižší.

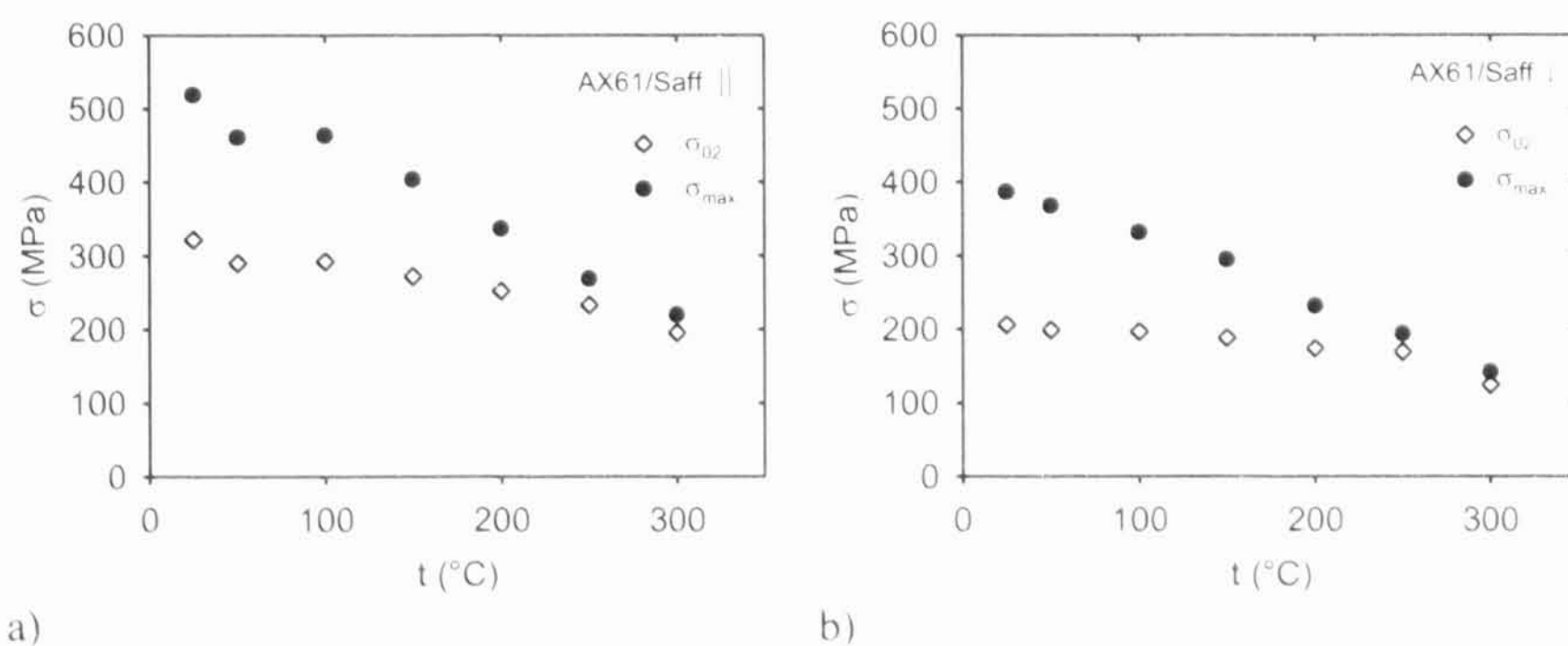
#### 6.1.4. AX61/Saff

Křivky skutečné napětí – skutečná deformace získané v teplotním intervalu od 23 °C do 300 °C při počáteční rychlosti deformace  $2.4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  pro kompozit AX61/Saff typ || a typ  $\perp$  jsou uvedeny na Obr. 6.13. Vzorky byly deformované do lomu. Napětí potřebné k deformaci pro oba typy klesají s rostoucí teplotou. Výjimkou je teplota 50 °C

u typu  $\parallel$ , kde se pozoruje lokální minimum. Značné deformační zpevnění bylo pozorováno při teplotách do 200 °C. Při teplotách vyšších než 200 °C napětí dosahují své maximální hodnoty na začátku deformace a dále klesají. U typu  $\perp$  je pozorována větší tažnost než při paralelní orientace roviny vláken, podobně jako kompozitu AS21/Saff.



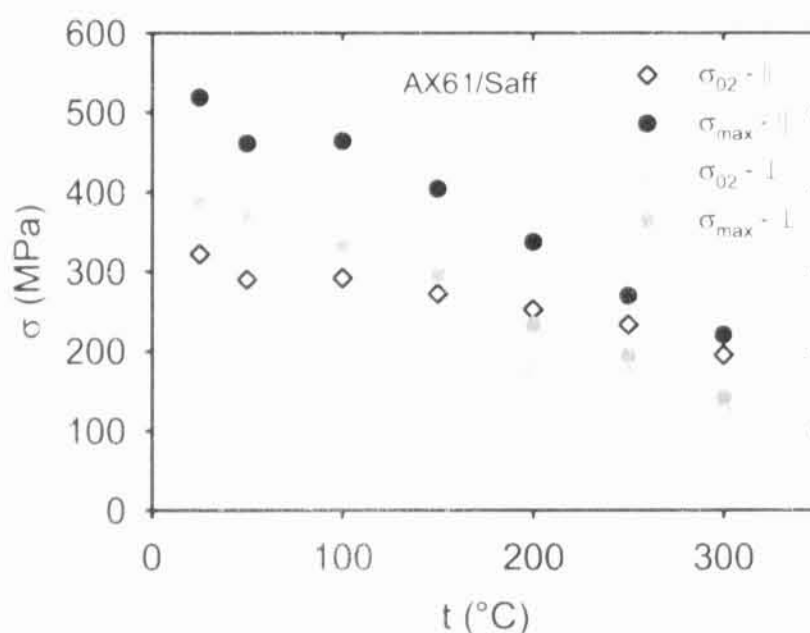
**Obr. 6.13:** Křivky skutečné napětí - skutečná deformace pro AX61/Saff získané pro různé teploty a) typ  $\parallel$ , b) typ  $\perp$ .



**Obr. 6.14:** Teplotní závislost charakteristických napětí pro AX61/Saff a) typ  $\parallel$ , b) typ  $\perp$ .

Teplotní závislost charakteristických napětí je zobrazena na Obr 6.14. Napětí  $\sigma_{02}$  pro oba typy klesá pomalu s rostoucí teplotou do 250 °C. Napětí  $\sigma_{max}$  klesá rychleji v celém teplotním intervalu. Rozdíl mezi napětím na mezi kluzu a maximálním napětím klesá rapidně s rostoucí teplotou pro oba typy materiálu. V teplotní závislosti charakteristických napětí u materiálu typu  $\parallel$  je lokální minimum při 50 °C.

Rozdíly mezi dvěma orientacemi  $\perp$  a  $\parallel$ , v napětí  $\sigma_{02}$  a  $\sigma_{max}$  jsou uvedeny na Obr. 6.15. Charakteristická napětí jsou větší pro kompozit s rovinami vláken orientovanými paralelně s osou namáhání ve srovnání s napětími získanými pro kompozit s kolmou orientací roviny vláken v celém teplotním intervalu. Rozdíly mezi příslušnými napětími mírně klesají s rostoucí teplotou, ale i při vyšších teplotách jsou značné. Zpevňující účinek vláken je dominantní i při vyšších teplotách. Vazba mezi matricí a zpevňující fází zůstává silná i při zvýšených teplotách.



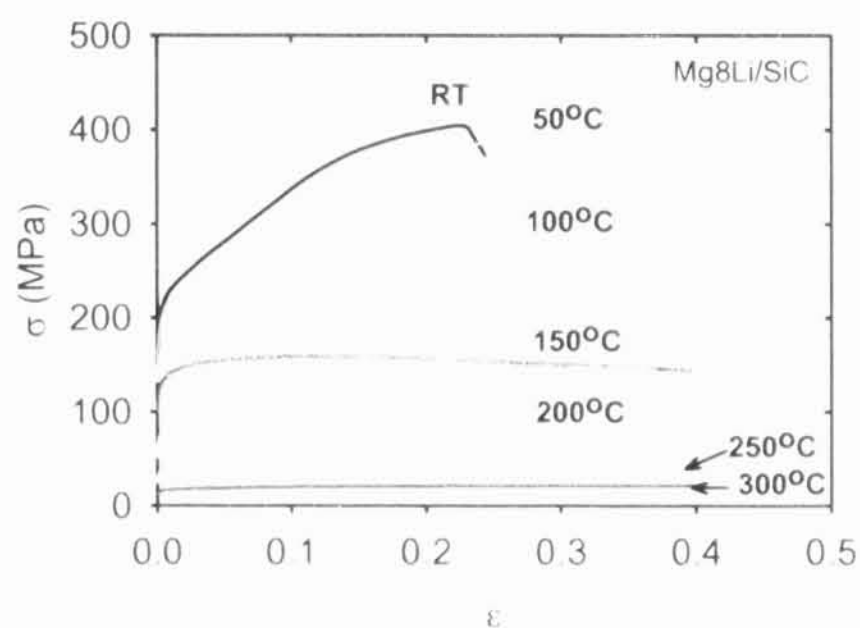
**Obr. 6.15:** Porovnání charakteristických napětí pro oba typy kompozitu AX61/Saff.

### 6.1.5. Mg8Li/SiC

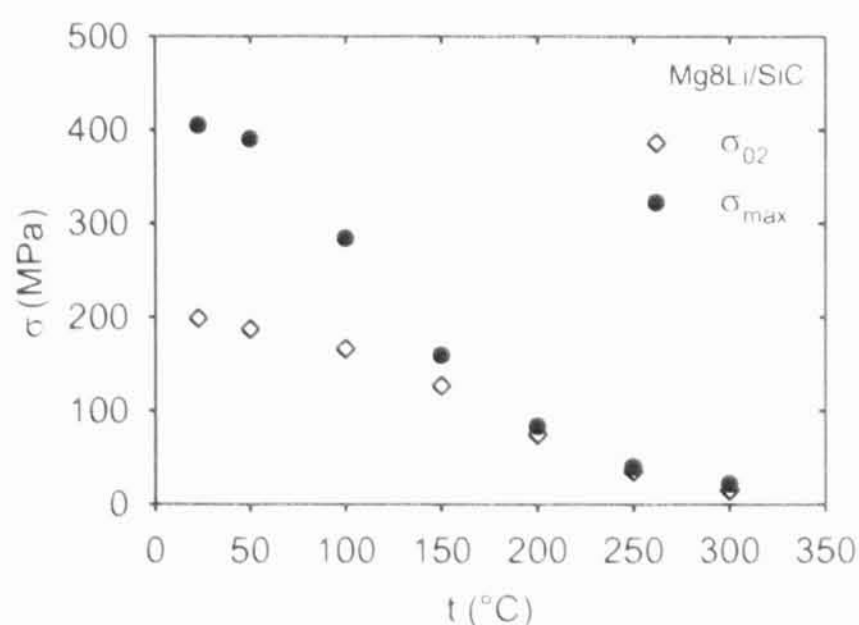
Křivky skutečné napětí – skutečná deformace při počáteční rychlosti deformace  $1.9 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  a při různých teplotách pro kompozit Mg8Li/SiC jsou zobrazeny na Obr. 6.16. Vzorky při pokojové teplotě a 50 °C byly deformovány do lomu, při vyšších teplotách deformace byla přerušena přibližně při skutečné deformaci 0.4.

Teplota značně ovlivňuje tvar deformačních křivek. Je zřejmé, že deformační napětí klesají s rostoucí teplotou. K značnému zpevnění docházelo při deformaci u teplot do 100 °C, při vyšších teplotách docházelo k odpevnění.

Charakteristická napětí klesají s rostoucí teplotou (Obr. 6.17). Je patrný výrazný vliv teploty na zpevnění. Rozdíl mezi napětím na mezi kluzu a maximálním napětím při pokojové teplotě je zhruba 206 MPa a klesá rapidně s rostoucí teplotou. Z plochého charakteru deformačních křivek vyplývá, že při vyšších teplotách je jejich rozdíl zanedbatelný.



**Obr. 6.16:** Křivky skutečné napětí - skutečná deformace pro kompozit Mg8Li/SiC, získané v tlaku pro různé teploty.



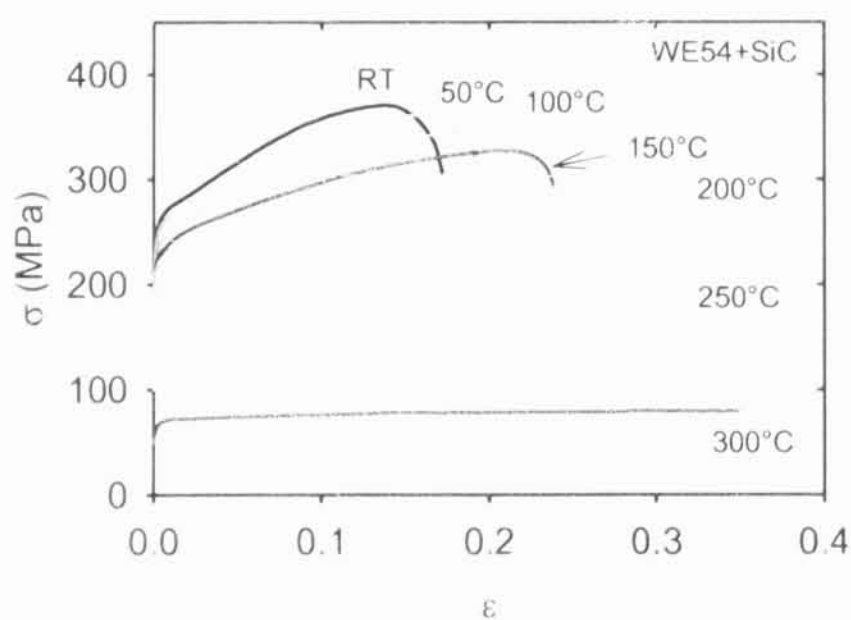
**Obr. 6.17:** Teplotní závislost charakteristických napětí pro kompozit Mg8Li/SiC.



### 6.1.6. WE54/SiC

Závislost skutečného napětí na skutečné deformaci pro kompozit WE54/SiC deformovaný v tlaku v teplotním intervalu od 23 °C do 300 °C je uvedena na Obr. 6.18. Počáteční rychlost deformace byla zvolena  $2.8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , čemuž při dané geometrii vzorků odpovídá posuv příčnicku 0.2 mm/min. Vzorky při nižších teplotách byly deformovány až do lomu, při vyšších teplotách (nad 200 °C) byla deformace přerušena při určitém stupni deformace.

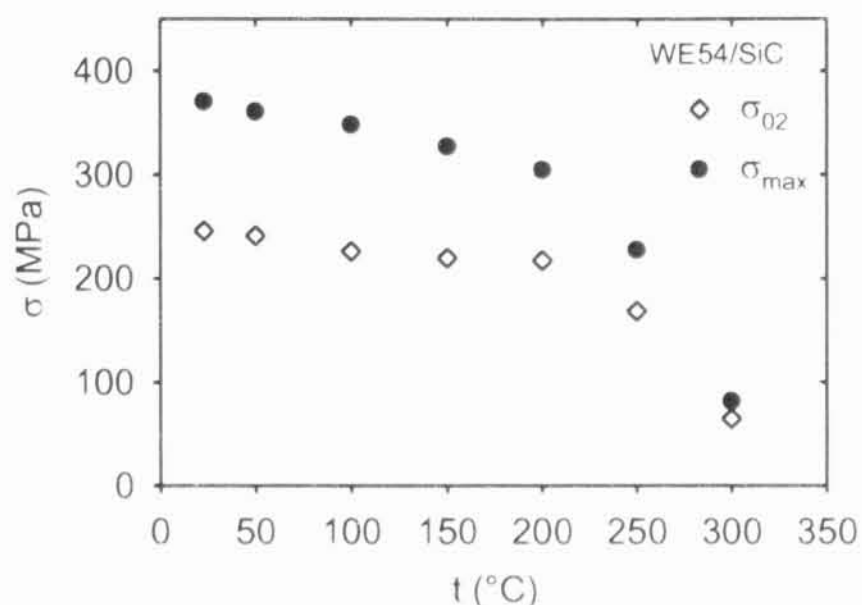
Z Obr. 6.18 je vidět, že deformační napětí klesají s rostoucí teplotou. Výrazné deformační zpevnění bylo pozorováno při teplotách do 200 °C. Ke zpevnění docházelo po celou dobu deformace. Po dosažení maximálního napětí došlo k porušení materiálu a lomu vzorků. Deformační křivky při vyšších teplotách mají plochý charakter. Tento charakter křivek naznačuje že dochází k uplatnění zotavovacích procesů během plastické deformace. Tažnost kompozitu roste s rostoucí teplotou. Výjimkou je teplota 150 °C, kde je dosažená tažnost nižší než při teplotě 100 °C.



**Obr. 6.18:** Křivky napětí - deformace pro kompozit WE54/SiC, získané v tlaku pro různé teploty.

Teplotní závislost charakteristických napětí pro kompozit WE54/SiC je znázorněná na Obr. 6.19. Napětí na mezi kluzu klesá s rostoucí teplotou velmi pomalu do 200 °C, přičemž pokles maximálního napětí je výraznější. Při teplotách vyšších než 200 °C obě napětí značně klesají. Pokles napětí s deformační teplotou ukazuje na uplatnění tepelně

aktivovaných dějů při plastické deformaci. S rostoucí deformační teplotou klesá i rozdíl mezi napětím na mezi kluzu a maximálním napětím. Můžeme usuzovat, že teplotní stabilita kompozitu je velice dobrá až do 200 °C.

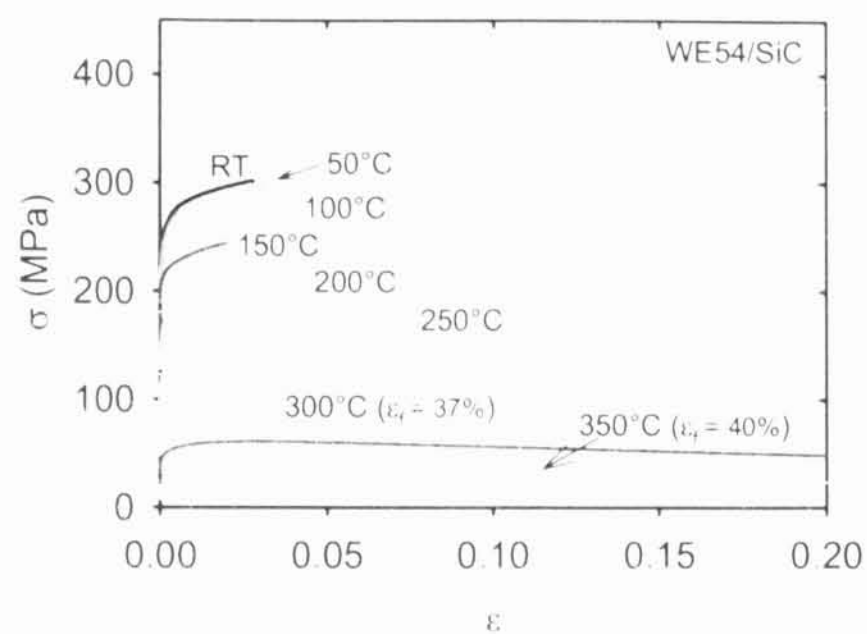


**Obr. 6.19:** Teplotní závislost charakteristických napětí pro kompozit WE54/SiC deformovaný v tlaku.

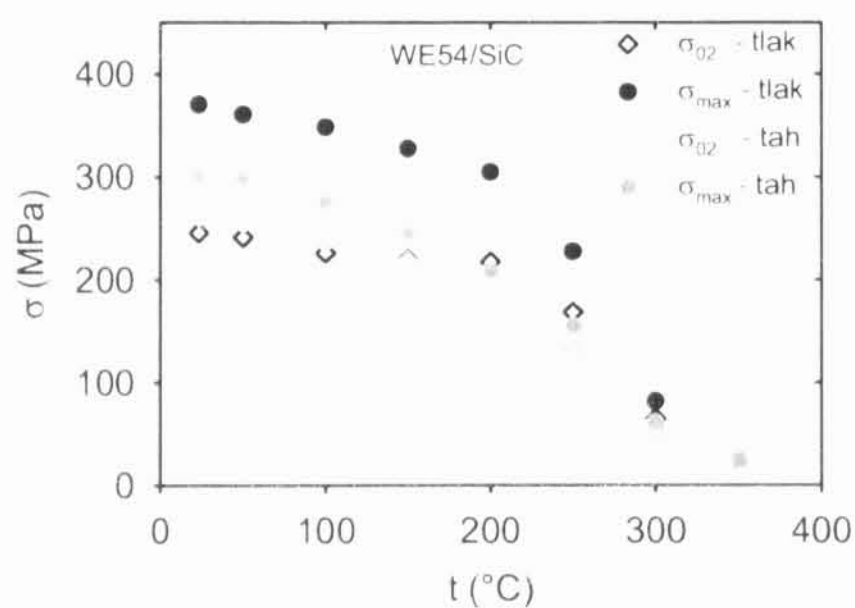
Vzorky v tahu byly deformovány stejnou počáteční rychlostí  $2.8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  v teplotním intervalu od 23 do 350 °C. Křivky skutečného napětí v závislosti na skutečné deformaci jsou uvedeny na Obr. 6.20. Při teplotách vyšších než 200 °C napětí dosahují své maximální hodnoty na začátku deformace a dále klesají, nebo se ustálí na stacionární hodnotě. Podobně jako v tlaku tažnost je nižší při 150 °C než při teplotě 100 °C.

Charakteristická napětí s rostoucí teplotou klesají. Napětí na mezi kluzu dosažené v tahu jsou stejné než napětí na mezi kluzu v tlaku, kým maximální napětí jsou značně nižší (Obr. 6.21).

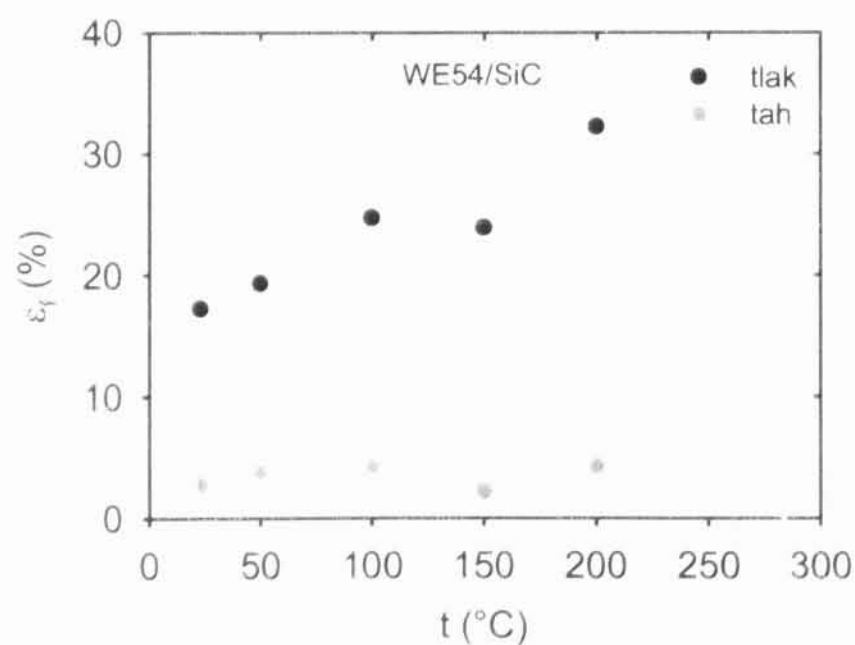
Dosažené relativní deformace do lomu v tlaku jsou značně vyšší než v tahu v celém teplotním intervalu (Obr. 6.22). Obě závislosti vykazují lokální minimum při 150 °C.



**Obr. 6.20:** Křivky napětí – deformace pro kompozit WE54/SiC, získané v tahu pro různé teploty.



**Obr. 6.21:** Teplotní závislost charakteristických napětí pro kompozit WE54/SiC deformovaný v tlaku a tahu.



**Obr. 6.22:** Teplotní závislost relativní deformace do lomu pro WE54/SiC získané v tlaku a tahu.

## 6.2. Transmisní elektronová mikroskopie

Mikrostruktura nedeformovaných a deformovaných vzorků byla studována pomocí transmisní elektronové mikroskopie a elektronové mikroanalýzy EDS. Pozorováním byly získány informace o dislokační struktuře, o dvojčatění, o precipitátech a dalších defektech a vlastnostech mikrostruktury.

Mikrostruktura kompozitu AS21/Saff v odlitém stavu byla charakterizována výskytem dvojčat a relativně vysokou hustotou dislokací. Na Obr. 6.23 jsou zachyceny řady dislokací poblíž vlákna. Dislokace jsou uspořádány ve skluzové rovině, jsou stejného typu a jejich Burgersovy vektory jsou stejně orientované. Detail vybrané oblasti ve světlém a tmavém poli je vidět na Obr. 6.24a a 6.24b. Na Obr. 6.25a jsou zobrazeny dislokace v blízkosti dvojčete. Stejně místo v matici je vidět i na Obr. 6.25b ve slabém svazku, kde dislokace dávají silný kontrast.

K určení Burgersova vektoru dislokací byly pořízeny snímky z vybraného místa při několika různých reflexních podmínkách (reflexních vektorech  $\vec{g}$ ), ve dvousvazkové aproximaci. Pak jsme použili kritérium neviditelnosti,  $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$  (dislokace není vidět nebo dává pouze slabý kontrast), pro kterou leží Burgersův vektor  $\vec{b}$  v rovině s normálou  $\vec{g}$ . Najdeme-li dva takové reflexní vektory, je Burgersův vektor rovnoběžný s průsečnicí příslušných reflexních rovin [101]. Byly identifikovány dislokace typu  $1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ , takzvané <a> dislokace.

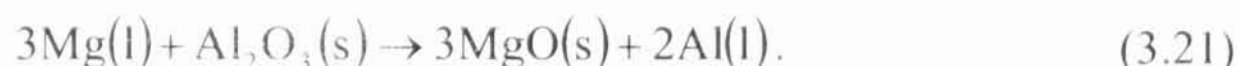
Matici v okolí dvojčete a vnitřní substrukturu dvojčete z Obr. 6.25 ukazuje Obr. 6.26. Mezi hranicemi dvojčete byly nalezeny dislokace ležící v skluzové rovině, dislokace tvořící spleti a také částice sekundární fáze. Na Obr. 6.27 je dvojče v blízkosti Saffilového vlákna. Vedle vlákna je vidět i částice  $Mg_2Si$ . Většina z pozorovaných dvojčat byla typu  $\{10\bar{1}2\}$ .

Příčinou vyšší hustoty dislokací v matici nedeformovaného kompozitu je velký rozdíl v koeficientu teplotní roztažnosti (CTE) matrice a zpevňující fáze. CTE Mg je téměř 4-krát větší než CTE zpevňující fáze. Když je kompozit vystaven teplotním změnám, vytvoří se vnitřní pnutí v blízkosti rozhraní v důsledku rozdílu v CTE. Relaxace teplotních napětí může probíhat difúzí nebo mohou být částečně

akomodována tvorbou nových dislokací, překročí-li termická napětí hodnotu napětí na mezi kluzu v matrici. Nové dislokace vznikají na rozhraní matrice/zpevňující fáze a šíří se izotropně do matrice. Podle modelové představy Tayi a Moriho [102], vznik dislokací v důsledku rozdílu v tepelných vlastnostech matrice a zpevňující fáze může způsobit zvýšenou hustotu dislokací v celé matrici v kompozitech zpevněných krátkými vlákny. Nové dislokace vznikají při výrobním procesu, když je materiál ochlazován na pokojovou teplotu. Podobně, při relaxaci tepelných napětí plasticou deformací, vznikají i dvojčata.

Mechanické vlastnosti kompozitů na bázi hořčíku jsou určeny nejen vlastnostmi matrice a zpevňující fáze, ale také jejich interakcemi. Rozhraní matrice/vlákno hraje důležitou roli, když je přes rozhraní přenášeno napětí, nebo když je kompozit tepelně namáhán [103].

V námi studovaných kompozitech byla použita Saffilová vlákna a částice SiC jako zpevňující fáze. Saffilová vlákna mají polykrystalickou strukturu (velikostí krystalitů ~ 50 nm), které kromě  $\delta$  -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  obsahují malé množství (3 - 4 hm. %)  $\text{SiO}_2$  pro stabilizaci metastabilní fáze  $\delta$  a zabránění zhrubnutí zrna [104]. Fáze  $\delta$  -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  je superstrukturou tří tetragonálně deformovaných spinelů [105]. Během infiltrace kapalné slitiny hořčíku do předformy, obsahující anorganické pojivo (3 - 4 hm %  $\text{SiO}_2$ ) a Saffilová vlákna probíhá chemická reakce mezi Mg a  $\text{Al}_2\text{O}_3$  podle rovnice [106]:



Hořčík difunduje do objemu vláken, kde vytvoří disperzní částice, jednoduchého oxidu MgO. V pracích [107 - 109] bylo zjištěno, že dvojmocné ionty  $\text{Mg}^{2+}$  nevstupují do mřížky spinelu  $\delta$  -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , ale zůstávají ve formě samostatné fáze MgO a mají tendenci hromadit se na hranicích krystalitů  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Tvorba oblastí obohacených MgO uvnitř vláken způsobuje jejich křehnutí.

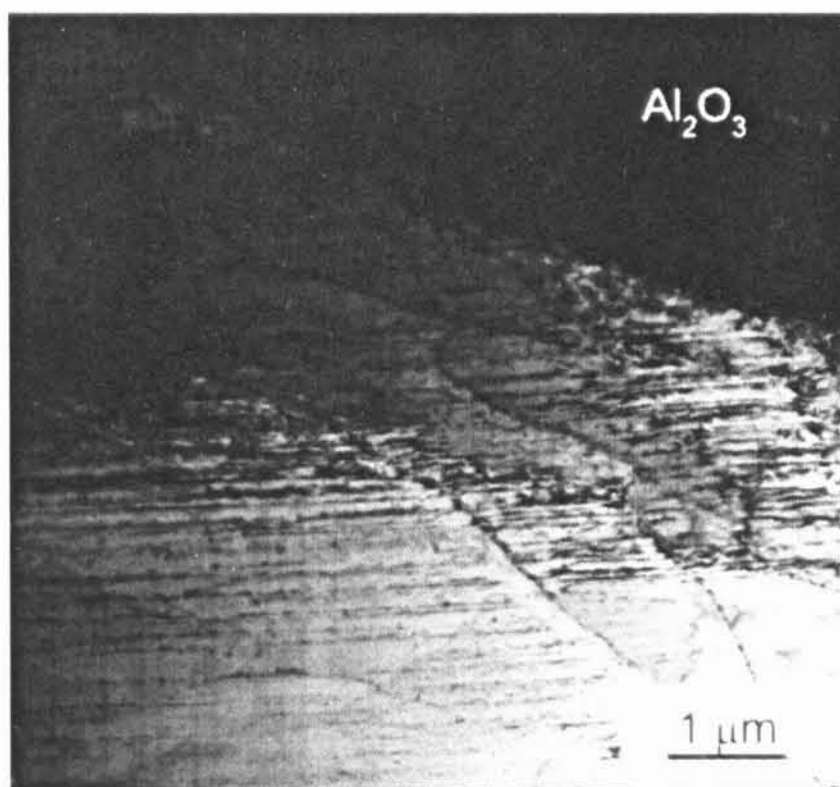
Vlákna v matrici kompozitu AS21/Saff jsou zobrazena na Obr. 6.28. V blízkosti rozhraní matrice/vlákno byla pozorována výrazná reakční zóna (Obr. 6.29). Pronikání hořčíku do vlákna a jeho chemická reakce s  $\text{Al}_2\text{O}_3$  změnilo mikrostrukturu okraje vlákna (Obr. 6.29b). Uprostřed vlákna je struktura homogenní a jemnozrnná. Okraj vlákna obsahuje hrubší částice velikosti 50-100 nm. Analýza EDS potvrdila přítomnost Mg



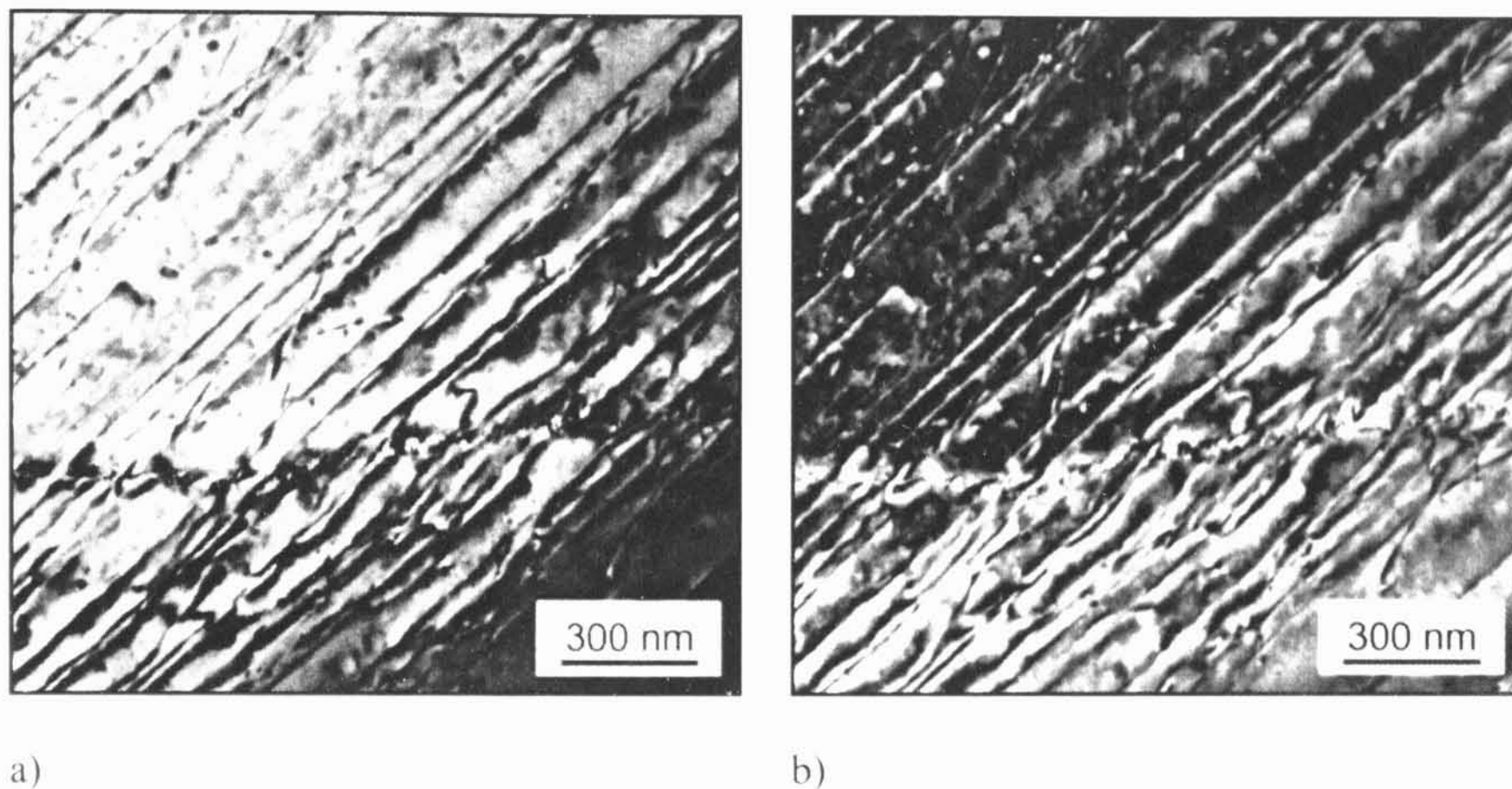
v okraji vlákna (Obr. 6.30a). Částice jsou viditelné i v blízkosti povrchu vlákna. Tyto jemné částice, vznikající v rozhraní vlákno/matrice, jsou oxidy MgO, analýza EDS ukázala existenci Mg a O v částicích (Obr. 6.30b).

Pozorování TEM ukázalo, že v rozhraní mezi matricí AS21 a vlákna je přechodová oxidická vrstva, složená z oxidů MgO a  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , a vlákno v objemu zůstává mikrostrukturně a chemicky převážně  $\delta - \text{Al}_2\text{O}_3$ . Šířka přechodové zóny je ~200 nm. Podobnou reakční zónu pozorovali Rehman a kol. v hořčíkových kompozitech zpevněných Saffilovými vlákny [110].

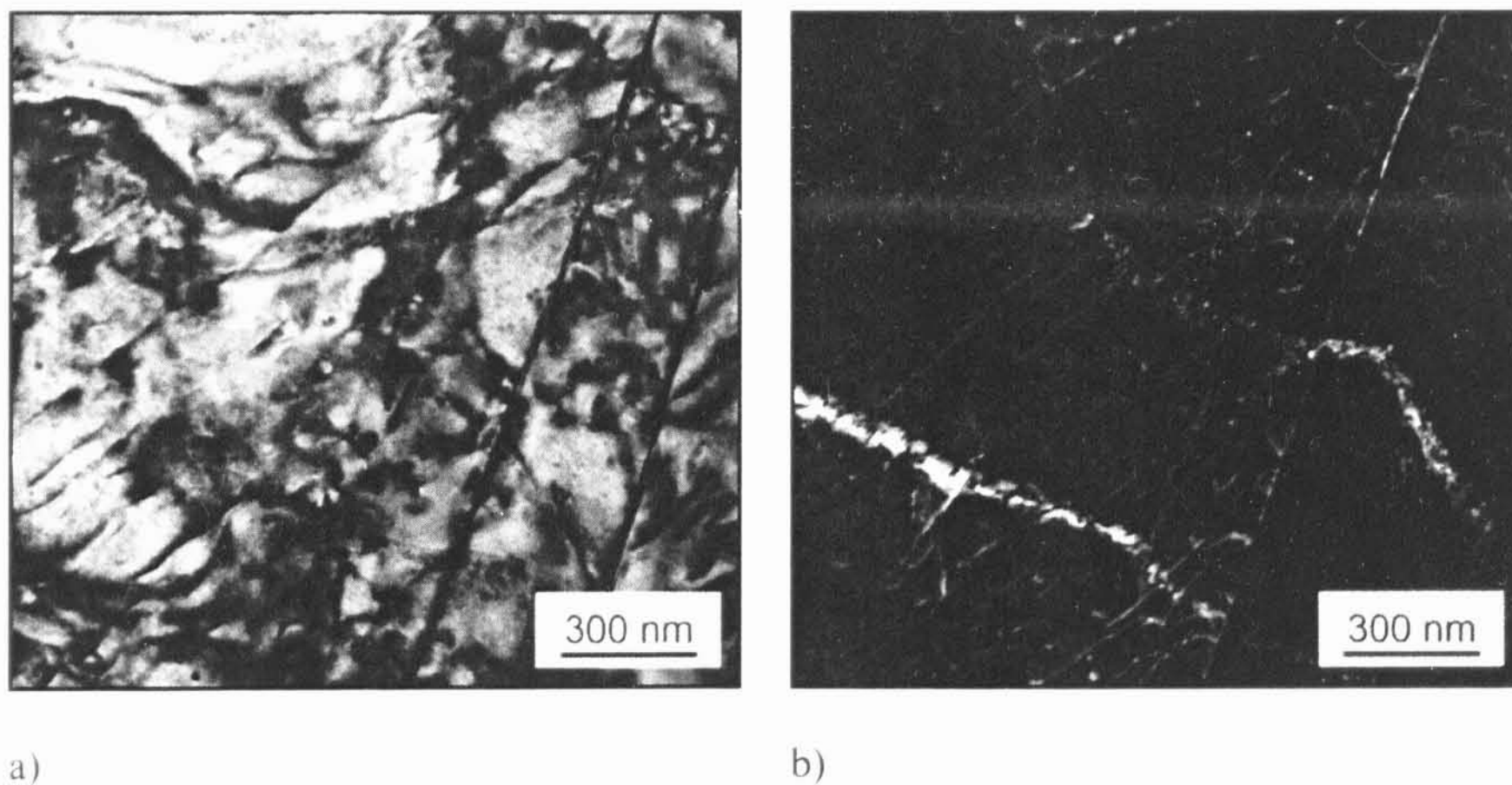
V matrici kompozitu AS21/Saff byly pozorovány malé částice velikosti cca 20-50 nm (Obr. 6.31a a 6.31b). Pomocí analýzy EDS (Obr. 6.32) a fázového diagramu Mg – Al – Mn [111] jsme identifikovali tyto částice jako precipitáty Mn. Vzorek byl vložen do titanového držáku, proto se objevil i titan mezi detekovanými prvky.



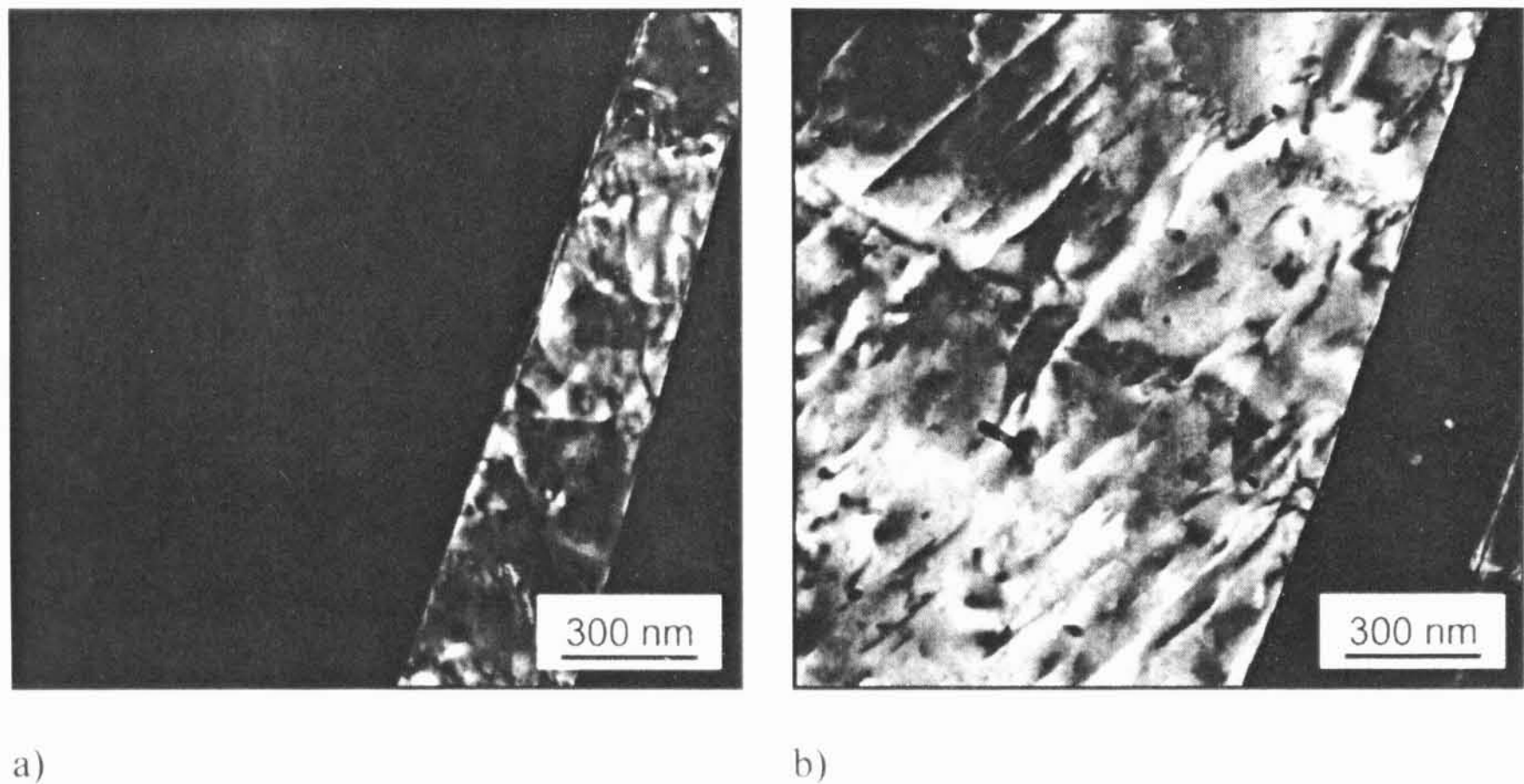
**Obr. 6.23:** *Nedeformovaný kompozit AS21/Saff – dislokace poblíž Saffilového vlákna. Vlákno je v pravém horním rohu obrázku označen jako  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .*



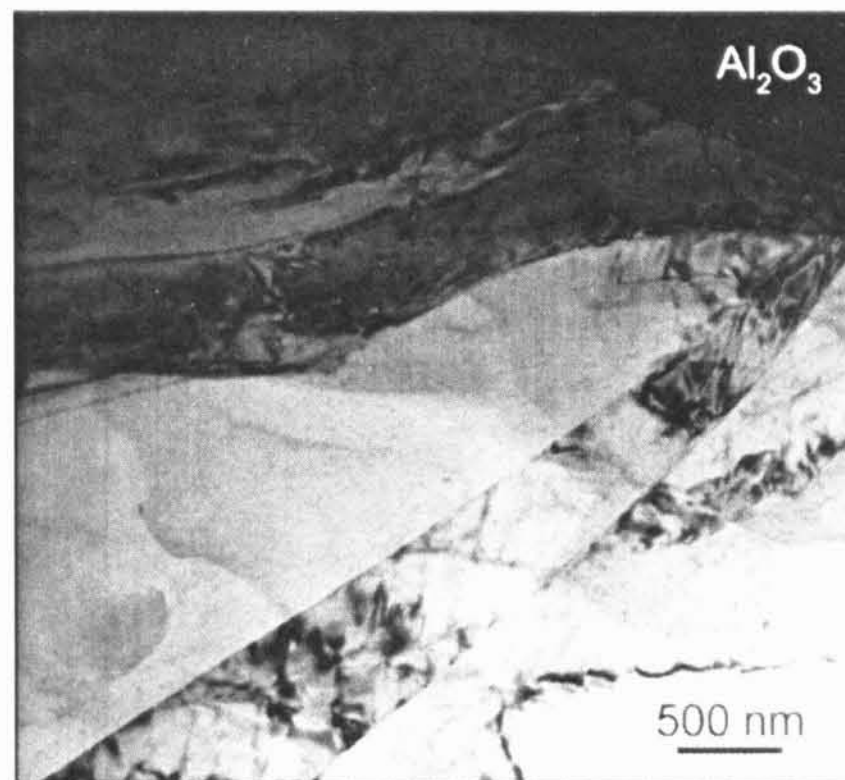
**Obr. 6.24:** *Nedeformovaný kompozit AS21/Saff - detail z Obr. 6.23 a) obraz ve světlém poli,  $g = (10\bar{1}1)$ , b) obraz v tmavém poli,  $g = (\bar{1}011)$ .*



**Obr. 6.25:** *Nedeformovaný kompozit AS21/Saff - dislokace v blízkosti dvojčete a) obraz ve světlém poli,  $g = (10\bar{1}0)$ , b) obraz v slabém svazku,  $g = (2020)$ .*

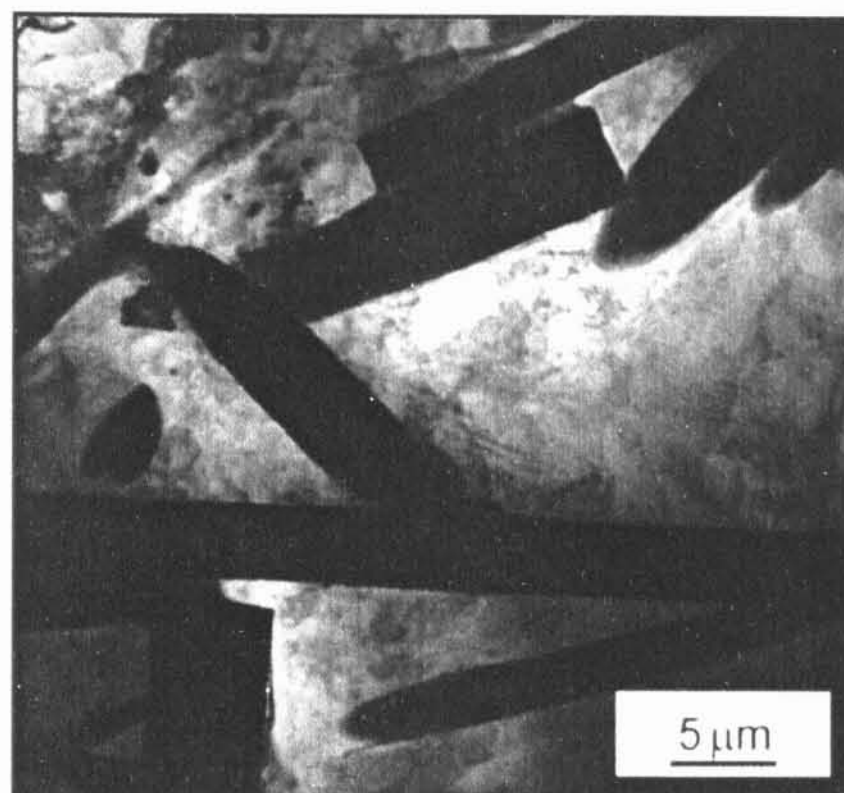


**Obr. 6.26:** Nedeformovaný kompozit AS21/Saff - detail dvojčete z Obr. 6.25 a) obraz v tmavém poli, ukazující strukturu mezi dvojčatovými hranicemi b) obraz v tmavém poli,  $\bar{g} = (1010)$ .

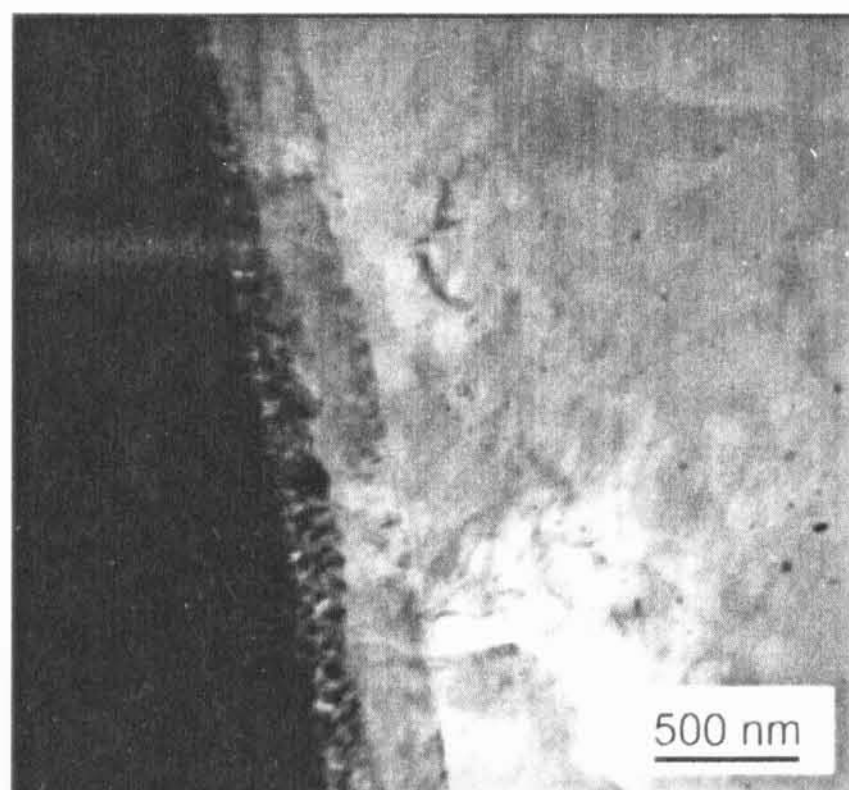


**Obr. 6.27:** Nedeformovaný kompozit AS21/Saff - dvojče a částice  $\text{Mg}_2\text{Si}$  poblíž Saffilového vlákna. Vlákno je v pravém horním rohu obrázku označeno jako  $\text{Al}_2\text{O}_3$

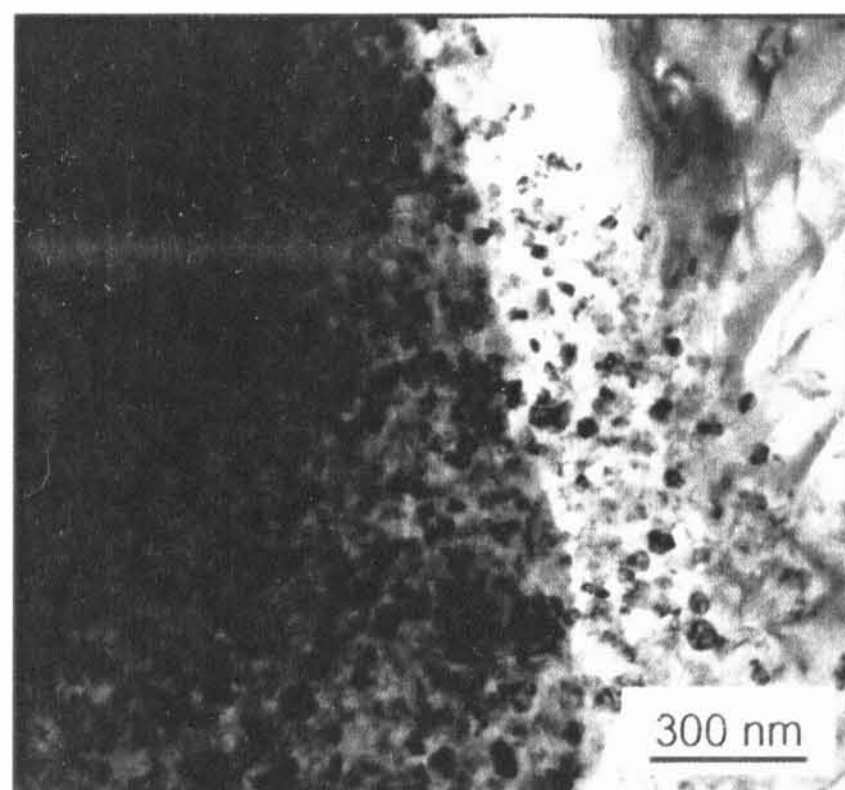




**Obr. 6.28:** *Nedeformovaný kompozit AS21/Saff – Saffilová vlákna v matrici.*

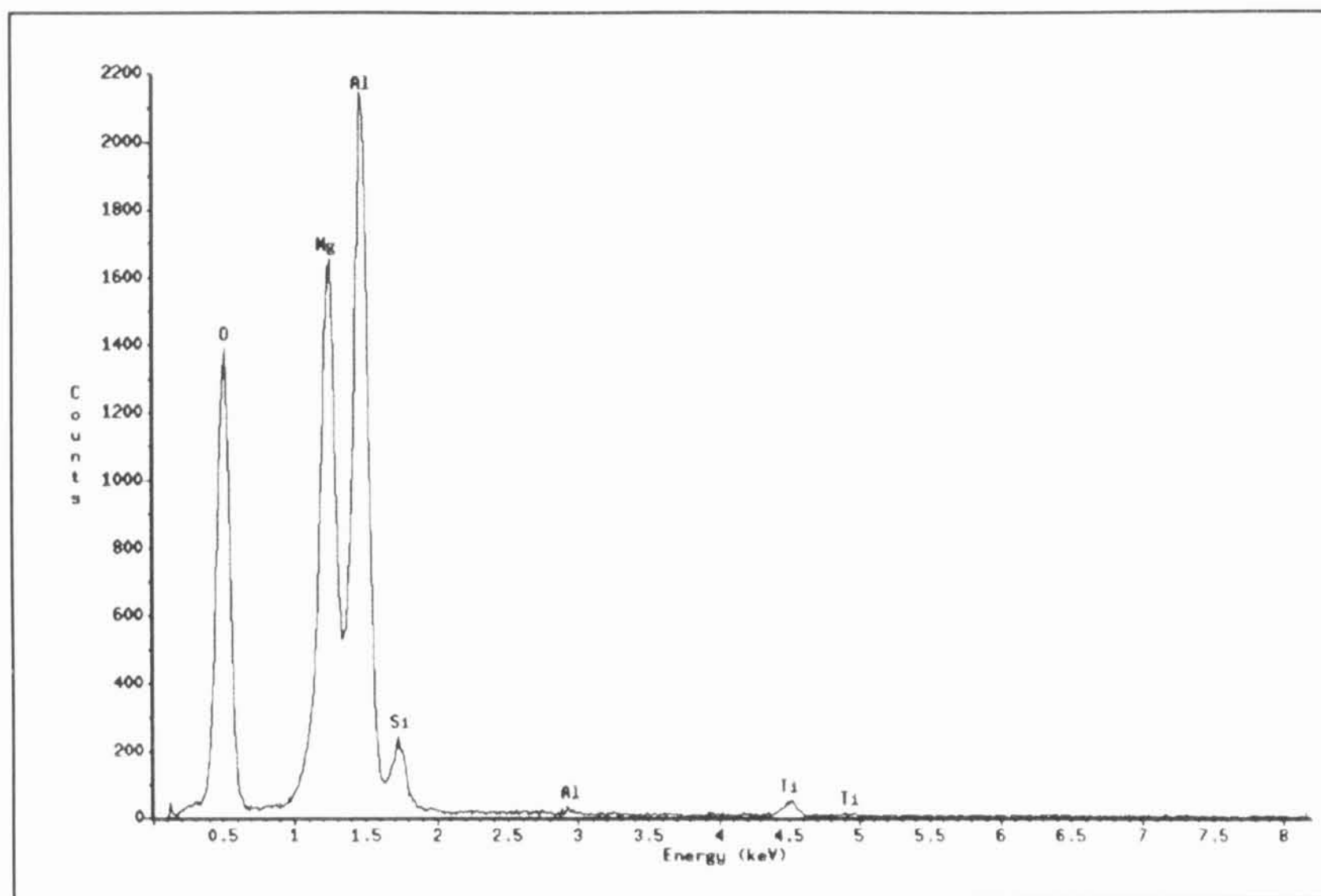


a)

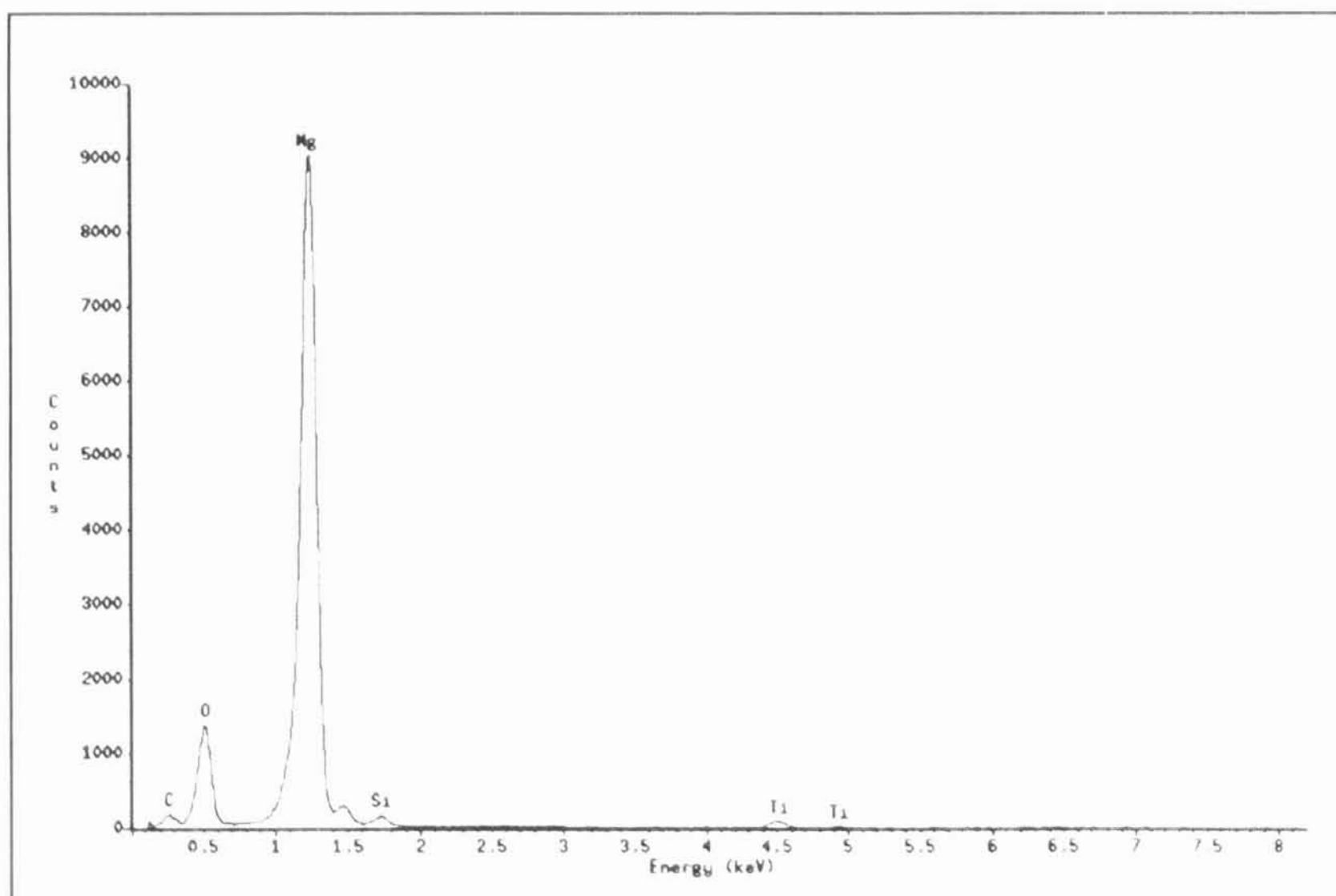


b)

**Obr. 6.29:** *Nedeformovaný kompozit AS21/Saff - Reakční zóna na rozhraní vlákno-matrice.*



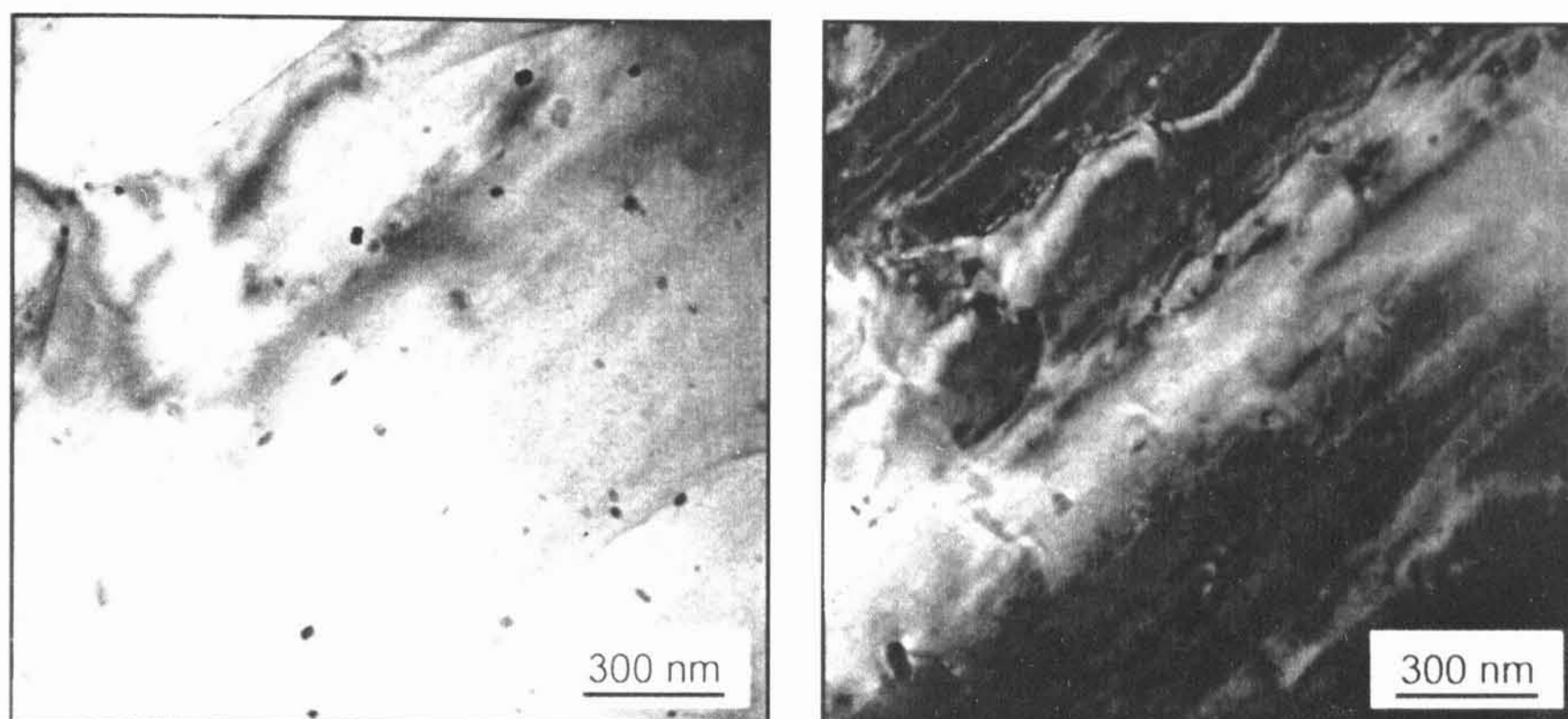
a)



b)

Obr. 6.30: Zastoupení prvků a) uvnitř vlákna, b) v rozhraní vlákno-matrice.

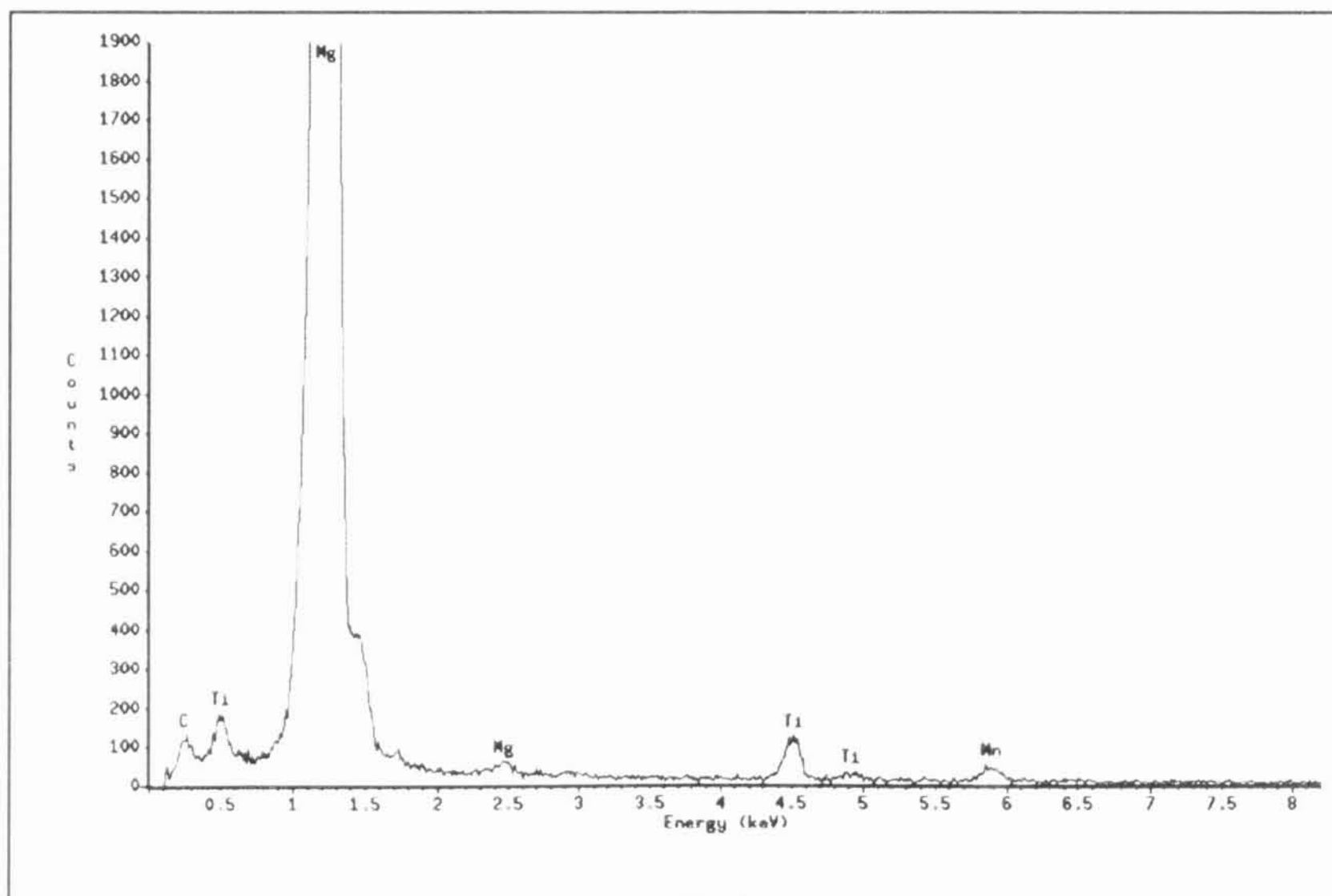




a)

b)

**Obr. 6.31:** Nedeformovaný kompozit AS21/Saff -precipitáty manganu rozložené v matici a) obraz ve světlém poli,  $g = (21\bar{3}2)$ , b) obraz v tmavém poli,  $g = (\bar{2}132)$ .

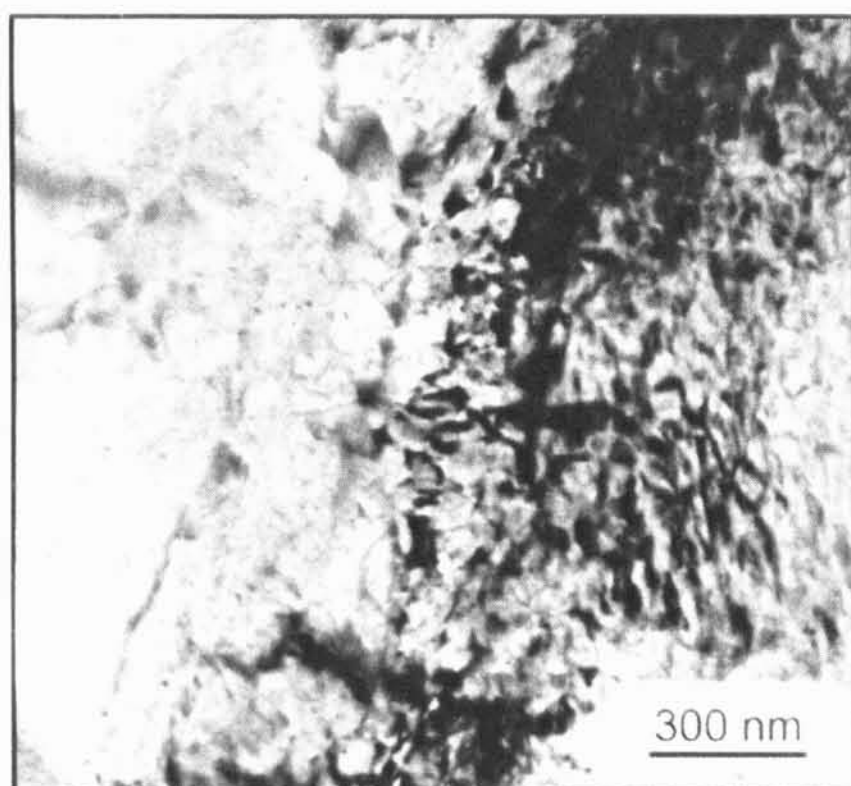


**Obr. 6.32:** EDS analýza malých částic viditelná na Obr. 6.31.

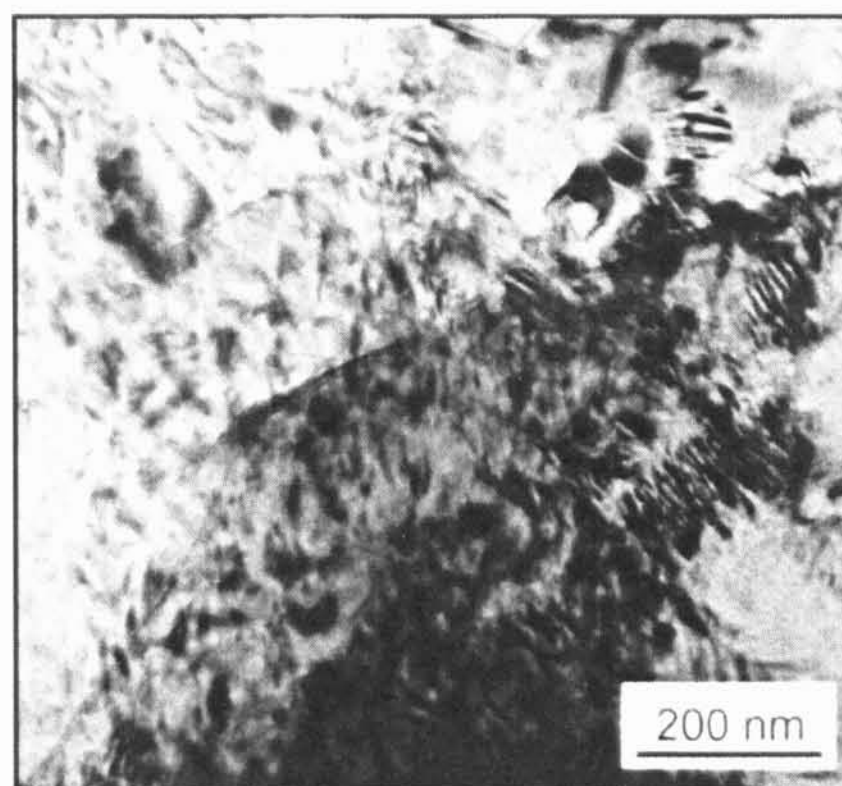
Pro mikrostrukturu kompozitu AS21 hybrid deformovaného při 50 °C bylo charakteristické dvojčatění, velká hustota dislokací a tvoření dislokačních nakupení.

Dislokační struktura v deformovaném materiálu je na snímku 6.33. Nepřekonatelné překážky, jako hranice zrn, intermetalická fáze  $Mg_2Si$  a částice zpevňující fáze jsou schopny zachycovat pohybující se dislokace. Dislokace se u těchto překážek hromadí a vytvářejí se dislokační nakupení (pile-ups). Takové nakupení je vidět na obrázcích 6.34a-d. Obr. 6.34a dokumentuje dislokační strukturu v blízkosti vlákna. Jsou vidět dislokační nakupení a dislokační spleť. Kolem vlákna se vytvořila reakční zóna. Vybraná dislokační nakupení byla zobrazena v světlém a tmavém poli. Pořízené snímky jsou na Obr. 6.34b-c. Struktura nakupených dislokací je dobře vidět na Obr. 6.34d.

Při nízkých teplotách, v oblasti zpevnění, je dvojčatění důležitým mechanismem deformace. V deformovaném materiálu bylo pozorované dvojčatění v rovinách  $\{10\bar{1}2\}$  (Obr. 6.35-36). Dvojčatění v rovinách  $\{10\bar{1}2\}$  v nezpevněné slitině AS21 bylo pozorováno po deformaci při teplotě 180 °C [112].

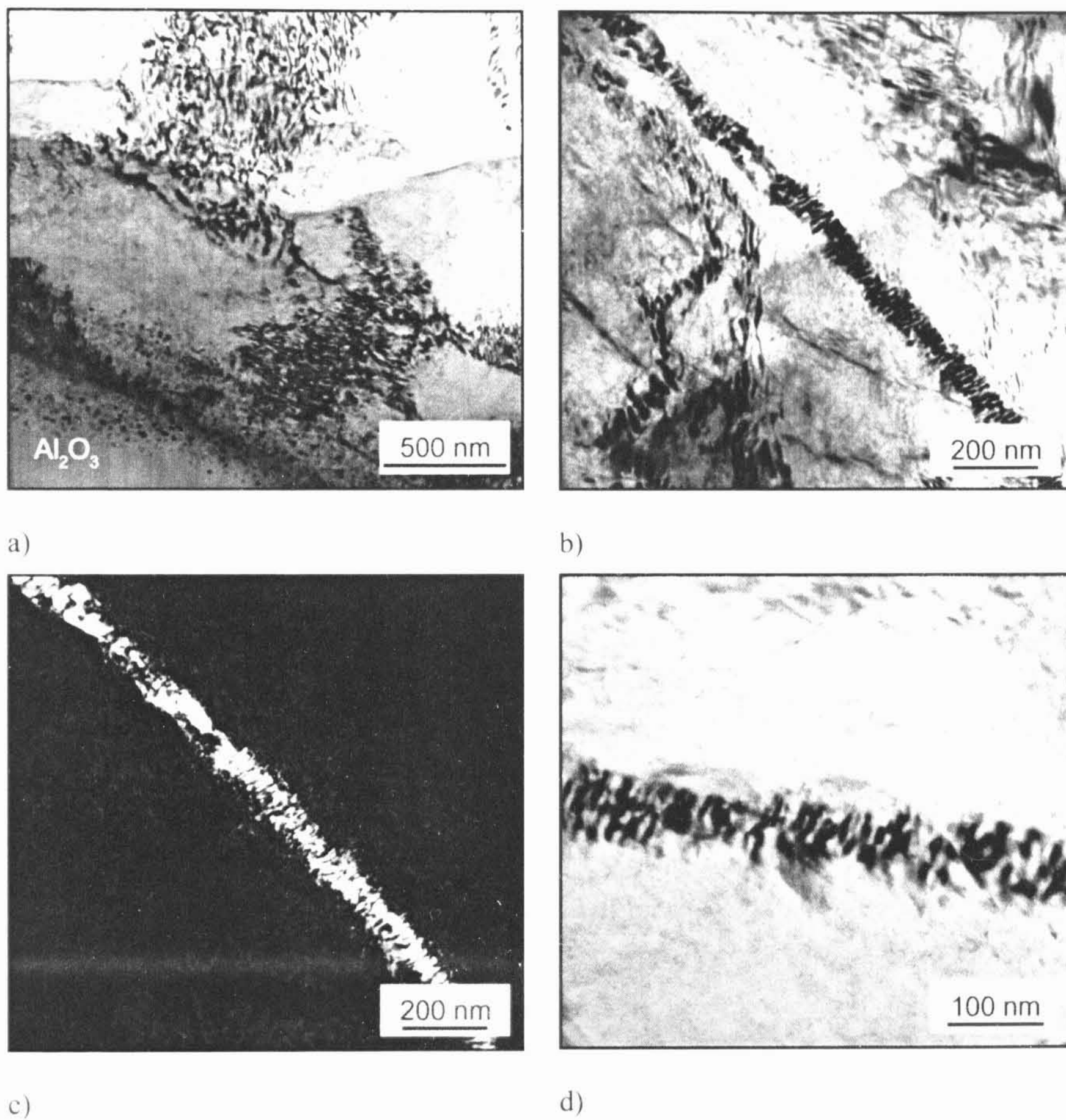


a)

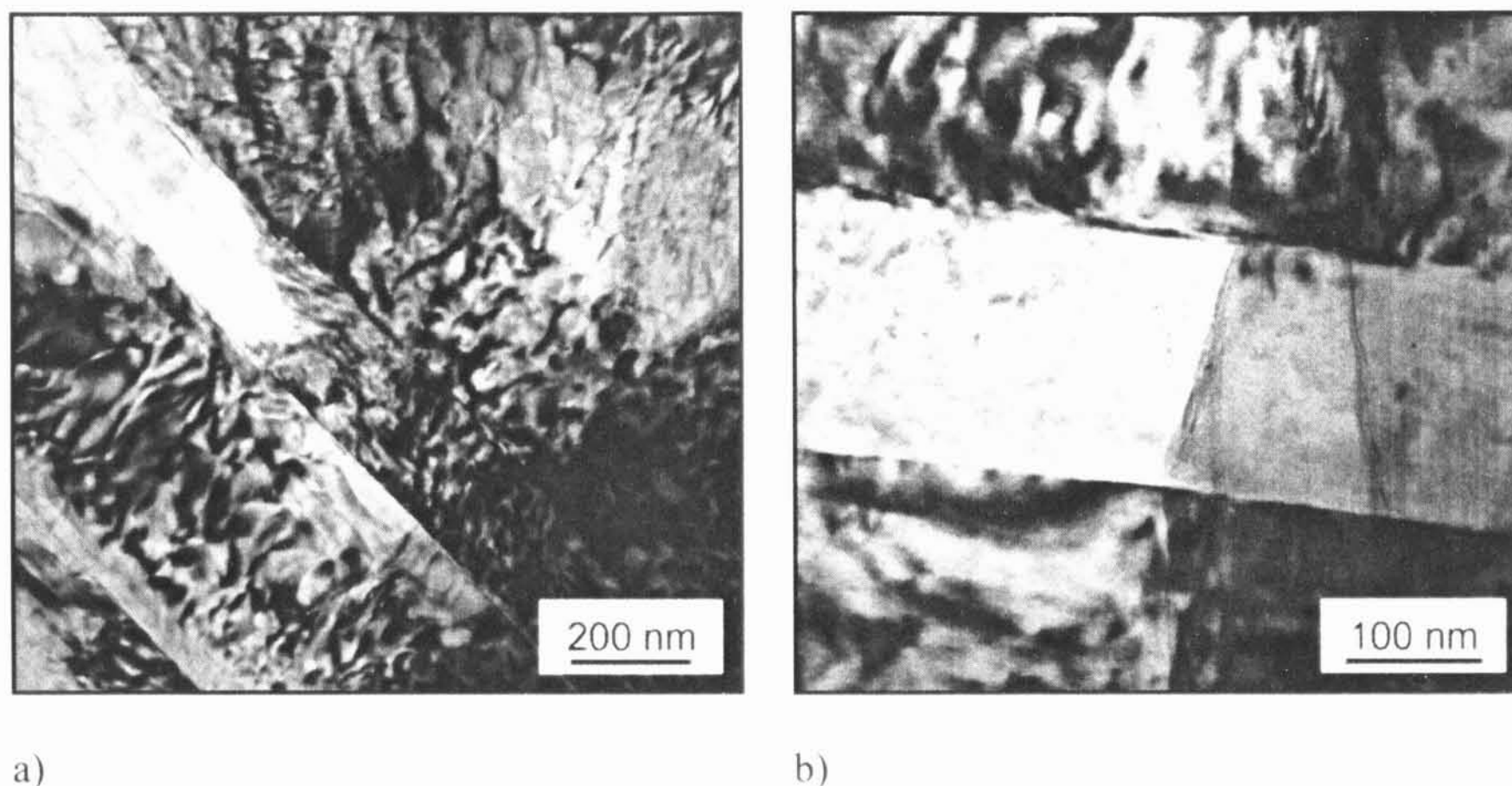


b)

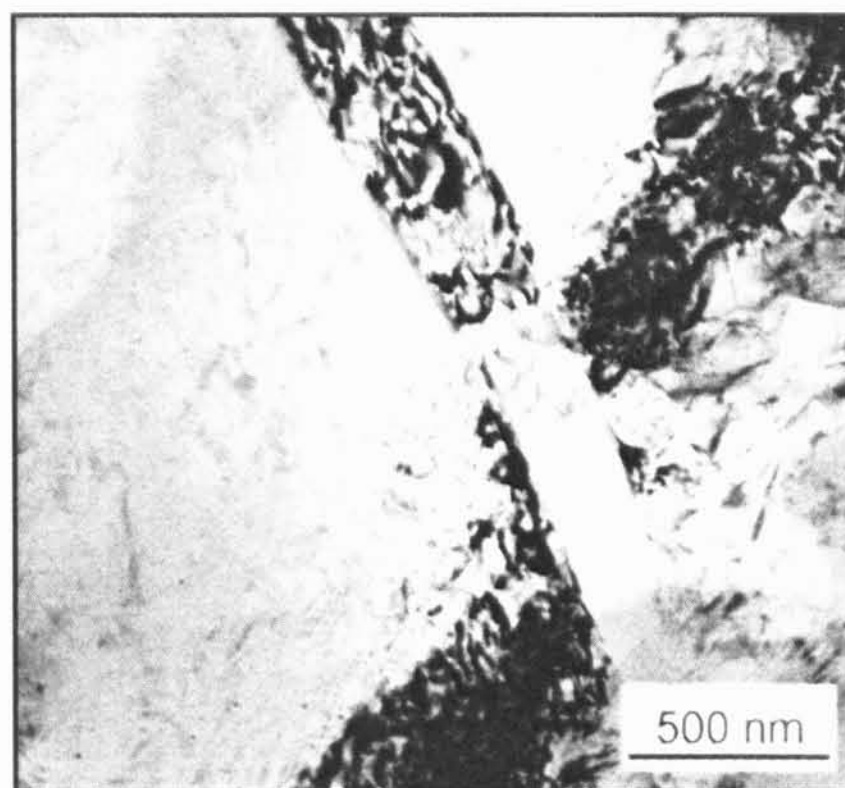
**Obr. 6.33:** Deformovaný hybrid – dislokační struktura



**Obr. 6.34:** Deformovaný hybrid – dislokační struktura kolem vlákna označeno  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na snímku a). Obrázek a), b) a d) ve světlém poli, obrázek c) v tmavém poli. Na snímcích c) a d) je zobrazená struktura dislokačního nakupení, dobře viditelná na snímku b).



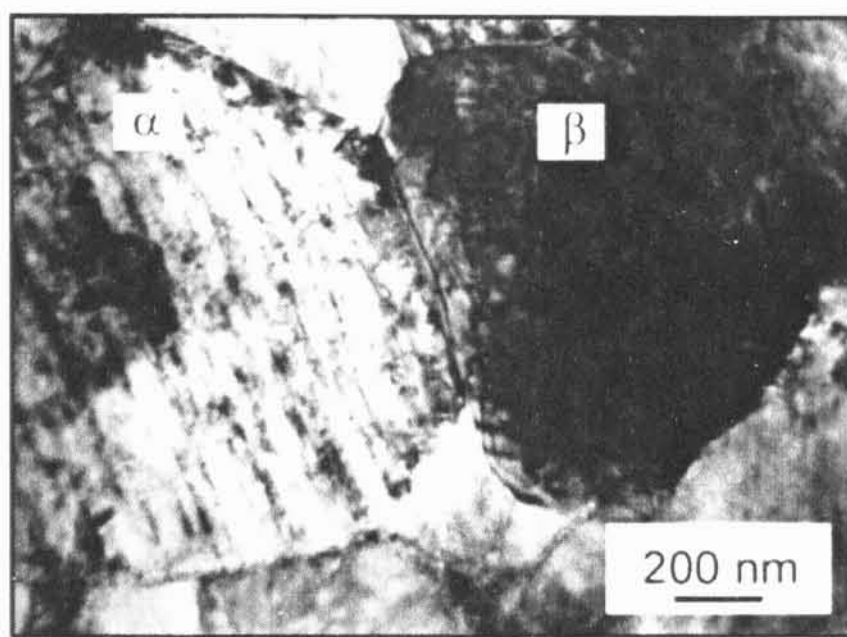
**Obr. 6.35:** *Deformovaný hybrid – a) dvojče dekorované dislokačními seskupeními, b) detailní pohled na dvojče a okolí.*



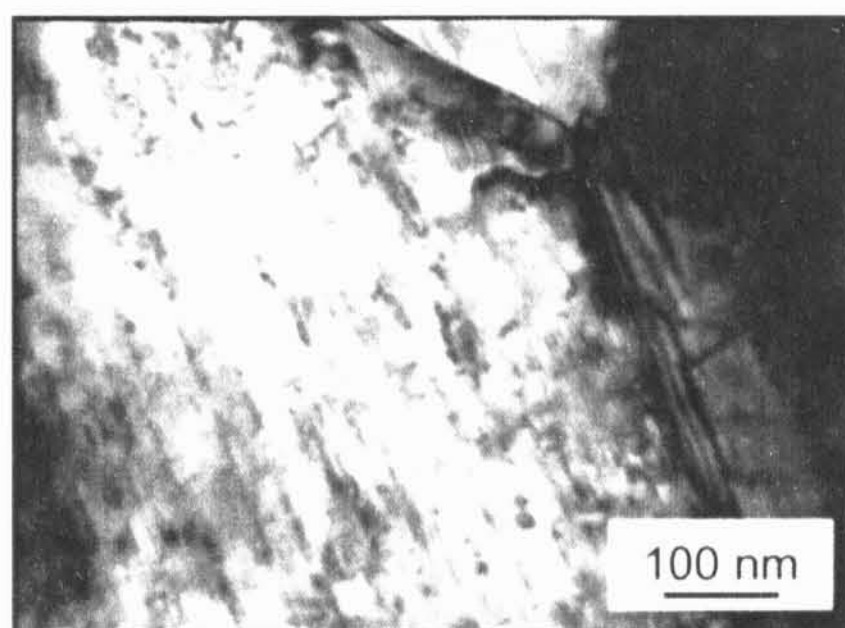
**Obr. 6.36:** *Deformovaný hybrid – dvojče v matici hybridu. Kolem něj jsou dislokační spleť a nakupení.*



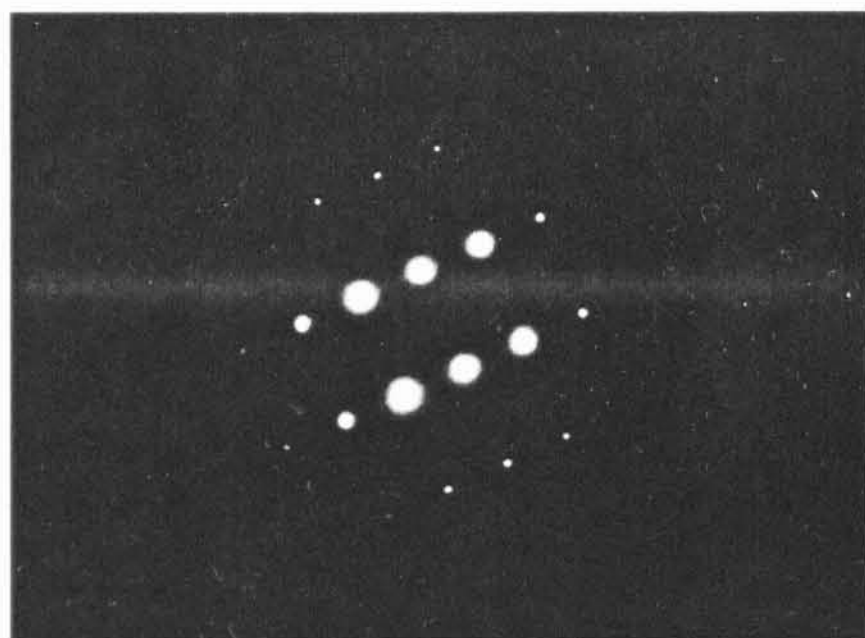
Snímky dokumentující mikrostrukturu nedeformovaného kompozitu Mg8Li/SiC jsou na Obr. 6.37-40. Obr. 6.37 ukazuje strukturu zrn v matrici. Zrno označené jako  $\alpha$  je hexagonální tuhý roztok Li v hořčíku a zrno označené  $\beta$  je roztok s vyšším obsahem Li, mající strukturu kubickou plošně centrovanou. Na Obr. 6.37b-c je zachycena elektronová difrakce ze zrn  $\alpha$  a  $\beta$  z obrázku 6.37a. Podrobnější pohled na hranice mezi jednotlivými fázemi poskytuje obrázek 6.37b.



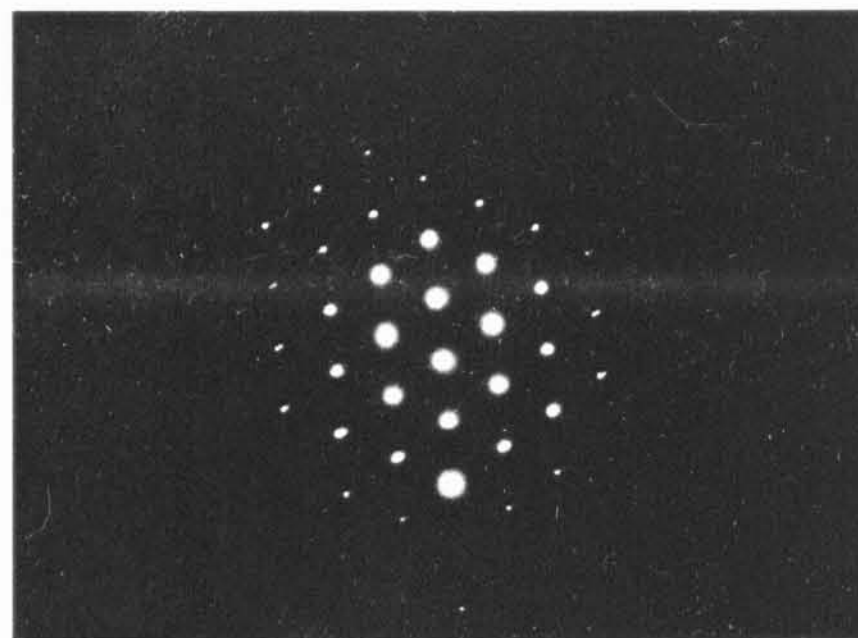
a)



b)



c)



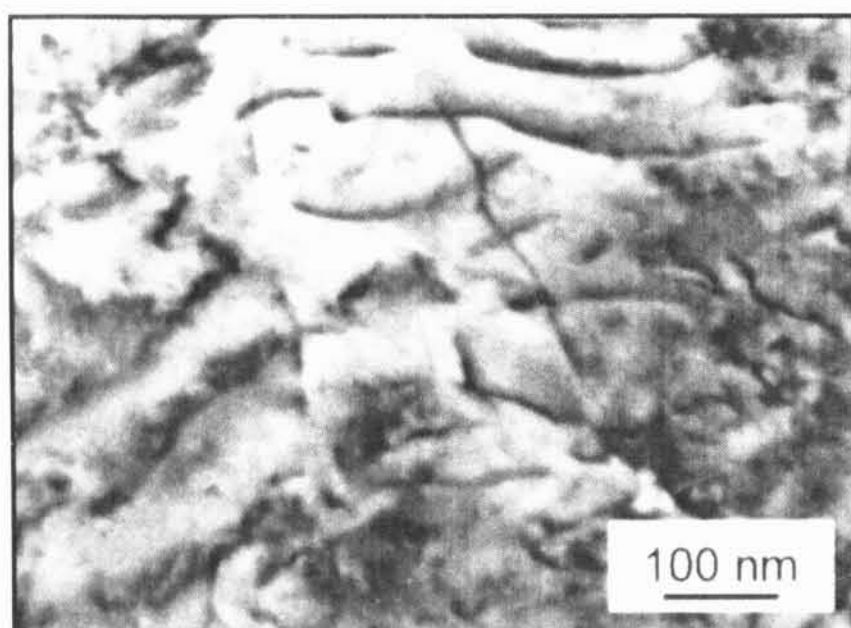
d)

**Obr. 6.37:** Nedeformovaný kompozit Mg8Li/SiC – zrna v matrici fáze  $\alpha$  a  $\beta$  označená na snímku a), příslušné obrazy elektronové difrakce jsou na snímcích c) a d). Snímek b) zachycuje detail hranic tří dotýkajících se zrn.

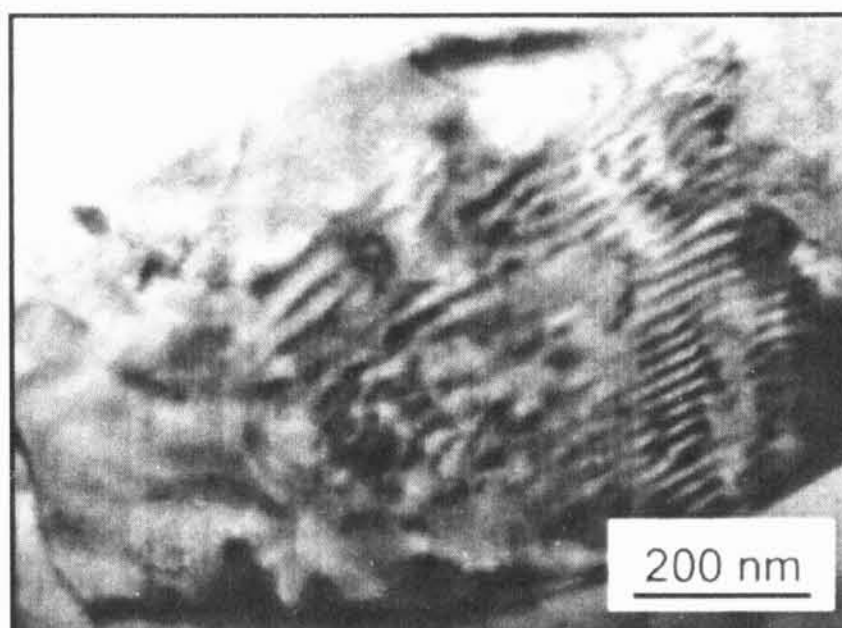
Vysoká hustota dislokací byla charakteristická i pro nedeformovaný materiál (Obr. 6.38-39). Dislokační strukturu v zrnech fáze  $\alpha$  dokumentuje snímek 6.38a a b.



V některých zrnech se tvořila dislokační nakupení. V zrnech fáze  $\beta$  se tvořily dislokační sítě a dislokační spleť (Obr. 6.39). Na snímcích pořízených pomocí světelné mikroskopie bylo vidět, že velikost zrn jednotlivých fází se liší. Zrna fáze  $\alpha$  byla menší,  $\alpha$  – zrno velikosti  $\sim 1 \mu\text{m}$  ukazuje snímek na Obr. 6.40.

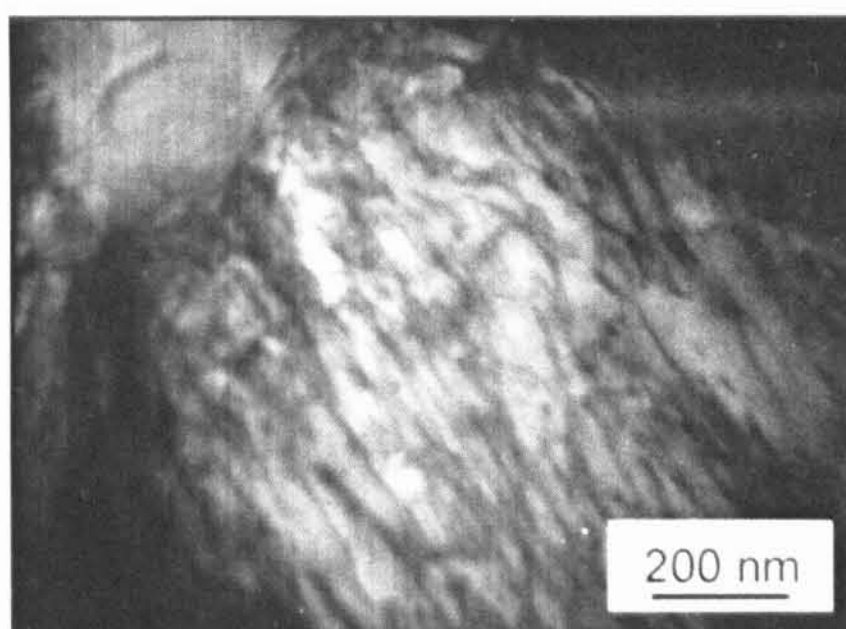


a)

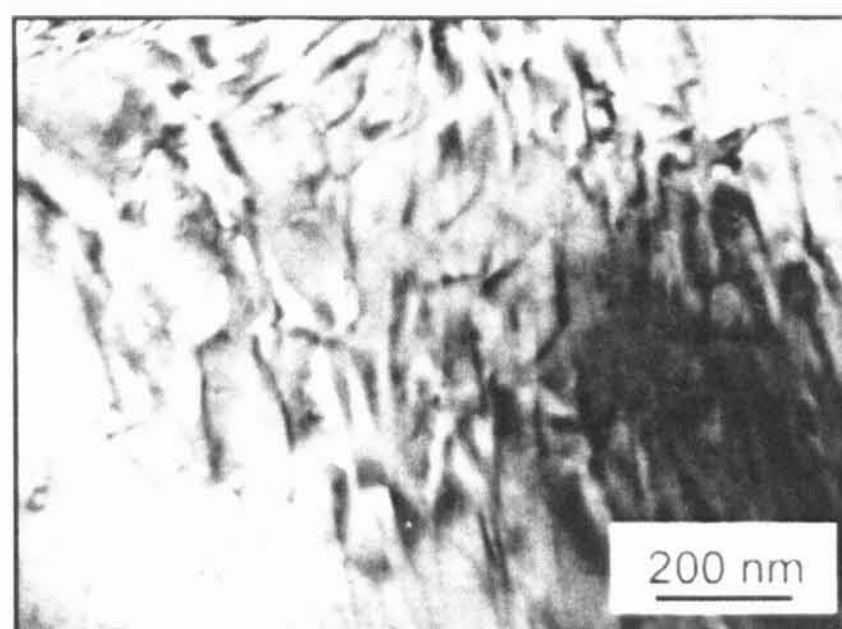


b)

**Obr. 6.38:** *Nedeformovaný kompozit Mg<sub>8</sub>Li/SiC – dislokační struktura v zrnech  $\alpha$ - fáze.*

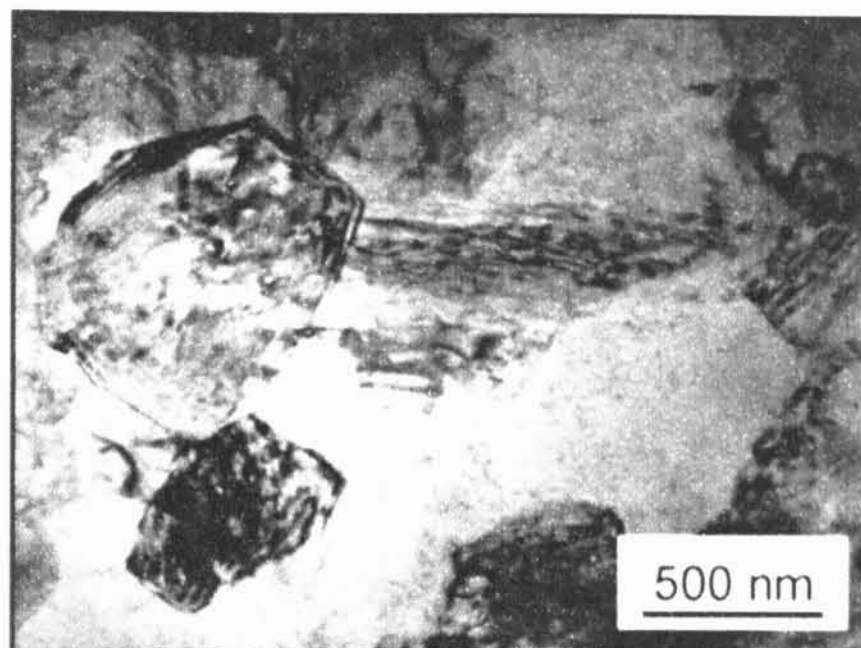


a)



b)

**Obr. 6.39:** *Nedeformovaný kompozit Mg<sub>8</sub>Li/SiC – dislokace v  $\beta$ - fázi s vyšším obsahem Li.*



**Obr. 6.40:** *Nedeformovaný kompozit Mg<sub>8</sub>Li/SiC –  $\alpha$  - zrna v matrici velikosti  $\sim 1 \mu\text{m}$ .*

Mikrostruktura kompozitu WE54/SiC po extruzi je znázorněna na Obr. 6.41 – 6.42. Snímek 6.41a zachycuje malá rovnoosá zrna v matrici velikosti  $\sim 2\text{-}3 \mu\text{m}$ . Pozorování ukázalo, že i nedeformovaný materiál obsahoval dislokace v matrici s velkou hustotou, podobně jako kompozit Mg<sub>8</sub>Li/SiC. Jak bylo popsáno výše, dislokace mohou vznikat relaxací tepelných pnutí, při chladnutí materiálu během výrobního procesu. Odhad na hustoty nově vzniklých dislokací dává vztah (3.2) uvedený v kapitole 3.1. Hustota naměřená v nedeformovaných vzorcích pomocí rtg profilové analýzy však byla o řád vyšší, než hodnota vypočtena podle vztahu (3.2). Kompozitní materiály vyrobené práškovou metalurgií (Mg<sub>8</sub>Li/SiC a WE54/SiC) byly v posledním kroku výrobního procesu extrudovány. Protlačováním se materiál v značné míře deformuje, a během deformace v něm vznikají dislokace. Tento proces z hlediska generace dislokací je výraznější než relaxace tepelných pnutí, proto byla pozorována větší dislokační hustota ve srovnání s kompozity, připravenými metodou tlakového lití.

Podrobnější pohled na strukturu v místě zachyceném na Obr. 6.41a poskytuje snímek 6.41b. Na snímku jsou zrna s velkou hustotou dislokací a s dislokačními sítěmi. Hranice zrn jsou dobře viditelné. Dalším charakteristickým rysem je přítomnost dvojčat. Dvojčata uvnitř zrna jsou paralelní a poměrně úzká. Občas jsou prodloužena přes hranici zrna a způsobují prohnutí hranice. Dislokační spleti jsou viditelné v levém rohu obrázku (značeno písmenem D). Zrna v blízkosti částice SiC jsou zobrazena

na Obr. 6.42a. Částice, označená SiC, je v levém horním rohu. Pozorování TEM odhalila přítomnost částic ve tvaru malých kvádrů v matici kompozitu. Částice jsou rozloženy v zrnech, občas se vyskytují i po hranicích zrn (Obr. 6.42b).

Další snímky byly pořízeny po deformaci materiálu při teplotách 50 °C, 150 °C a 300 °C (Obr. 6.43 – 6.47). Zvýšená hustota dislokací byla nalezena ve všech deformovaných materiálech.

Na Obr. 6.43a jsou částice SiC v kompozitu deformovaném při 50 °C. Hranice zrn, nekoherentní precipitáty a částice zpevňující fáze jsou nepřekonatelné překážky, jsou schopné zachycovat dislokace. Dislokace se hromadí u těchto překážek a vytvářejí se dislokační nakupení. Takové nakupení je vidět na obrázcích 6.43b-c.

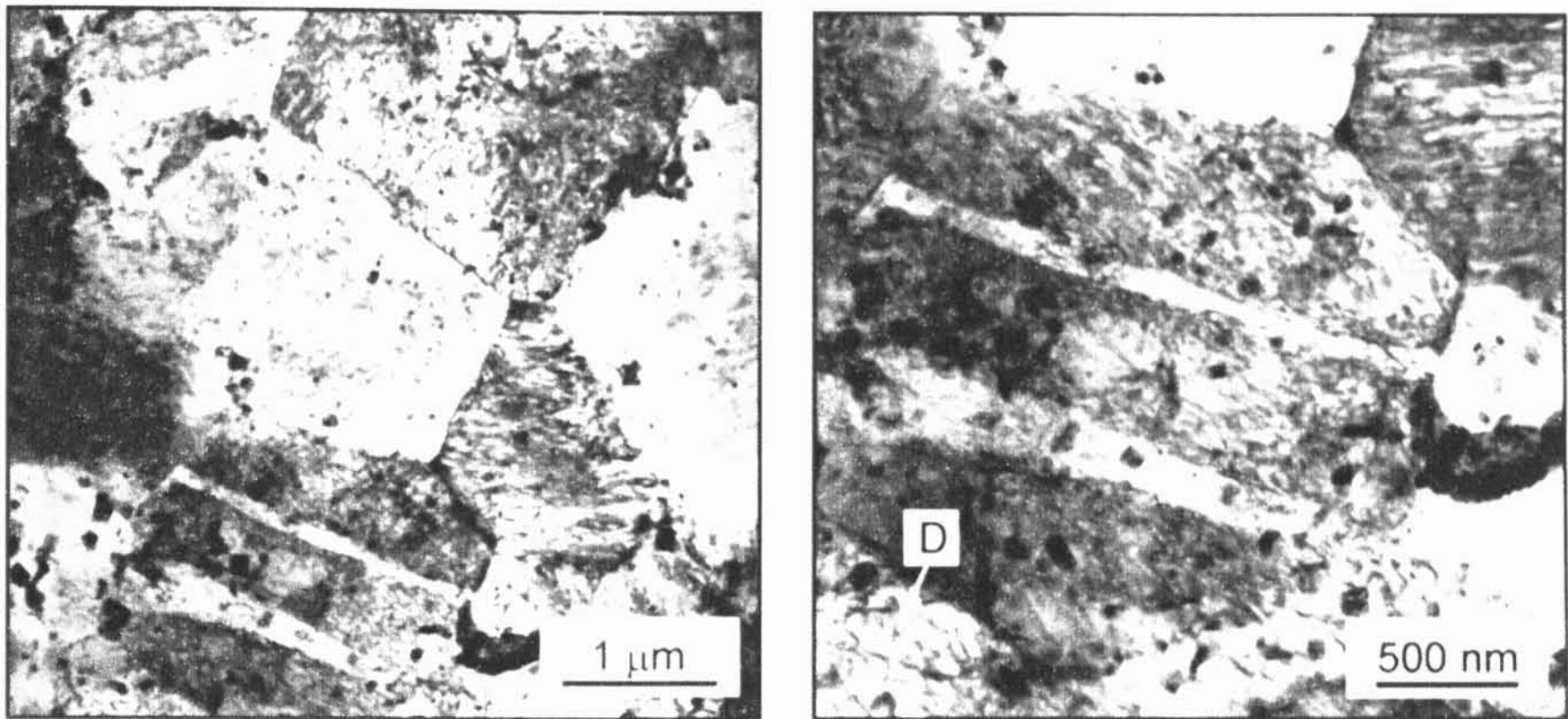
Snímek 6.44a ukazuje dislokační strukturu vzorku po deformaci při 150 °C. Malý počet dvojčat byl nalezen i v deformovaném kompozitu (Obr. 6.44b-c). Předpokládáme, že dvojčata, nalezená v deformovaném materiálu, se vytvořila během výroby materiálu.

Snímky 6.45 ukazují dislokace v matici kompozitu WE54/SiC po deformaci při 300 °C. Na Obr. 6.45b je zachyceno subzrno. Na obrázku 6.46a je vidět zrno v blízkosti částice SiC, Obr. 6.46b byl pořízen při větším zvětšení. V zrně jsou dobře viditelné dislokace a částice ve tvaru kvádrů. Částice jsou rozděleny v celém objemu zrna, vyskytují se také na hranici zrn. Některé dislokace jsou zachyceny částicemi.

Značné množství malých kvádrovitých částic o velikosti 40 – 200 nm rozložených v matici, bylo pozorováno v deformovaném i nedeformovaném kompozitu WE54/SiC. Sanchez a ost. [113] pozorovali podobné částice ve slitině WE54 a WE43. Nie a ost. [114] studovali precipitační procesy ve slitině WE54. Pozorovali částice metastabilní fáze  $\beta'$  s centrovanou ortorombickou strukturou. Precipitáty měly kvádrovitý nebo kulový tvar. Identifikovali je jako  $Mg_{12}NdY$ .

Na Obr. 6.47 jsou ukázány částice v nedeformovaném kompozitu WE54/SiC. Částice označená písmenem „c“ byla analyzovaná pomocí EDS. Byly v ní detekovány prvky Mg, Y a Nd (Obr. 6.47c). Na Obr. 6.47b je příslušný mikrodifrakční obrazec. Částice jsme identifikovali jako precipitáty fáze  $\beta'$ .

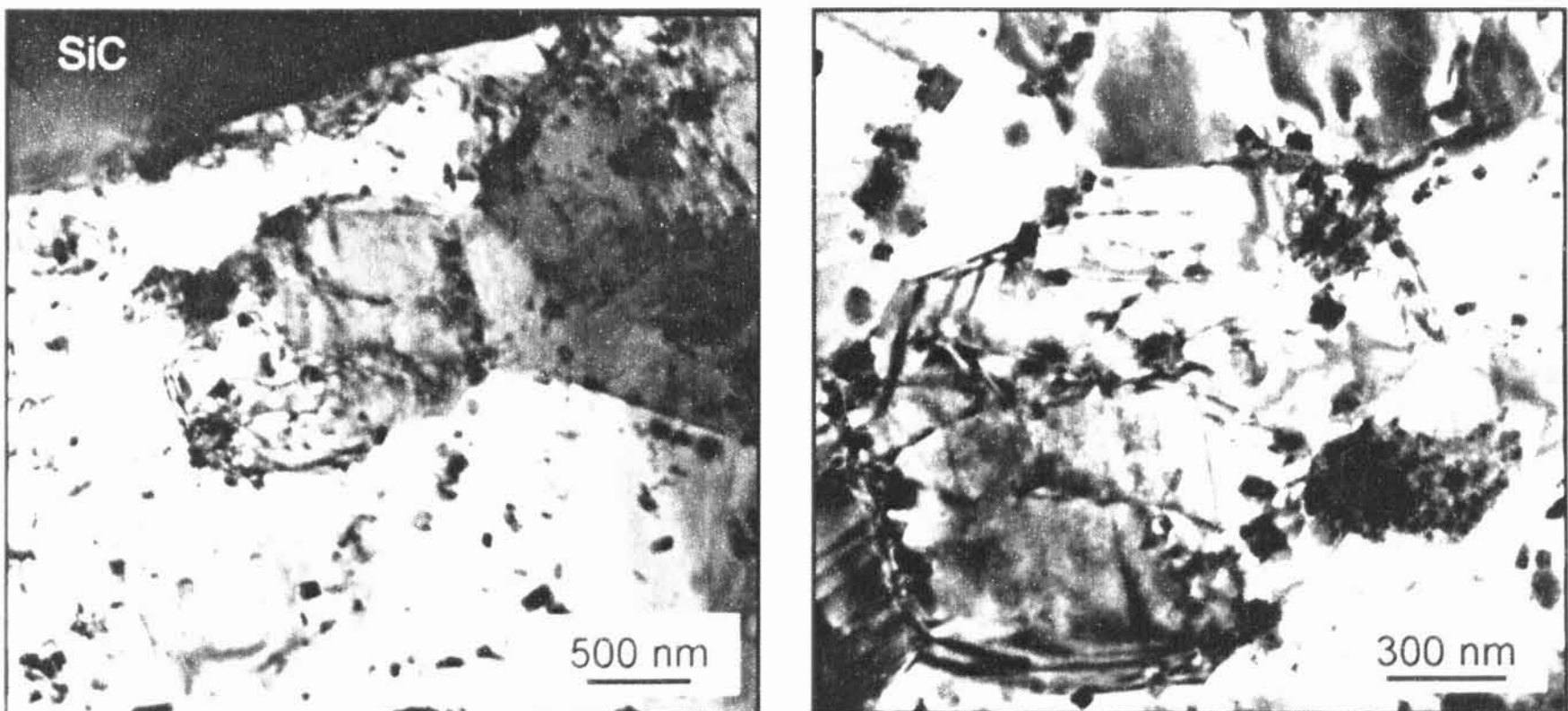




a)

b)

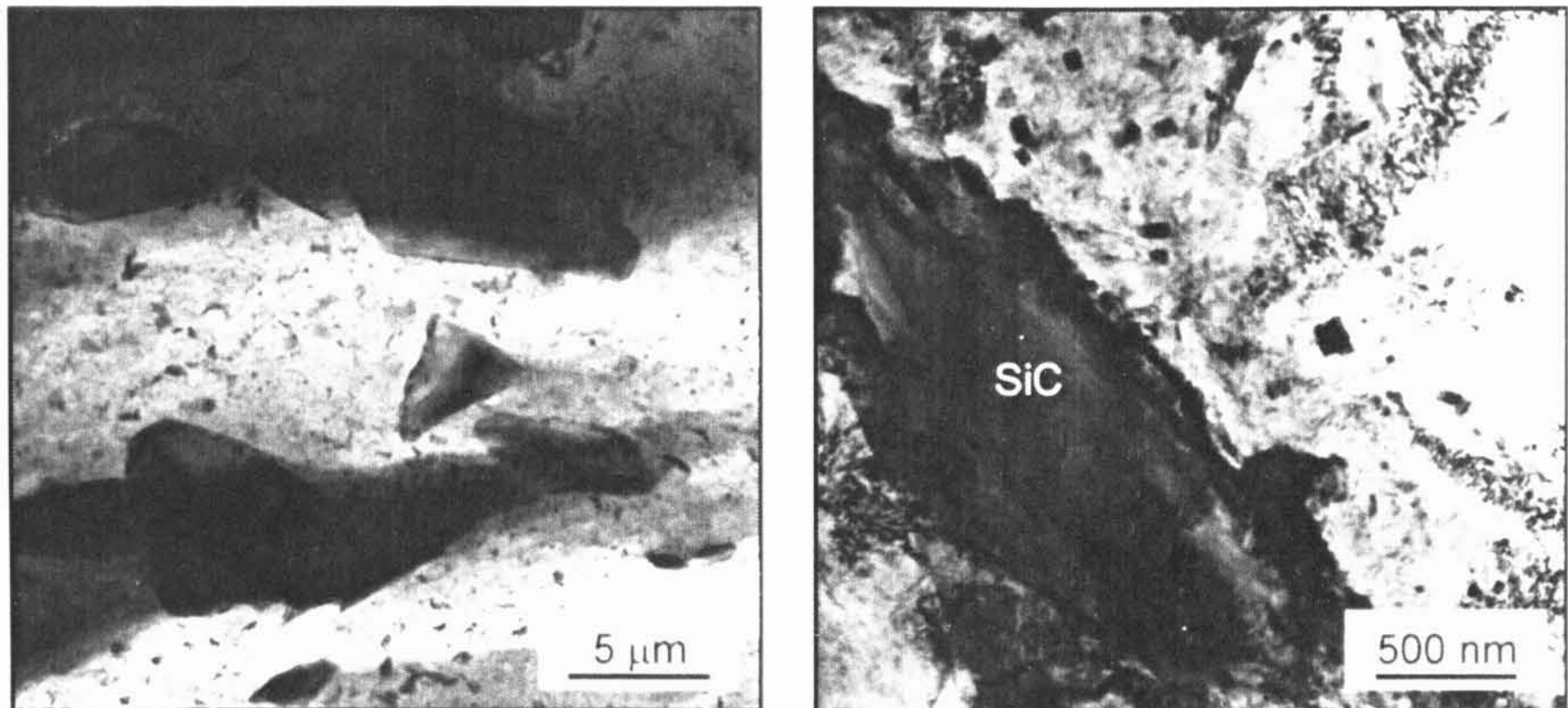
**Obr. 6.41:** Nedeformovaný kompozit WE54/SiC – a) rovnoosá zrna v matrici velikosti kolem 3-4  $\mu\text{m}$  obsahující malé kvádrové částice. Je pozorovatelná velká hustota dislokací. Snímek b) ukazuje dislokace a dvojčata v zrně viditelném na snímku a).



a)

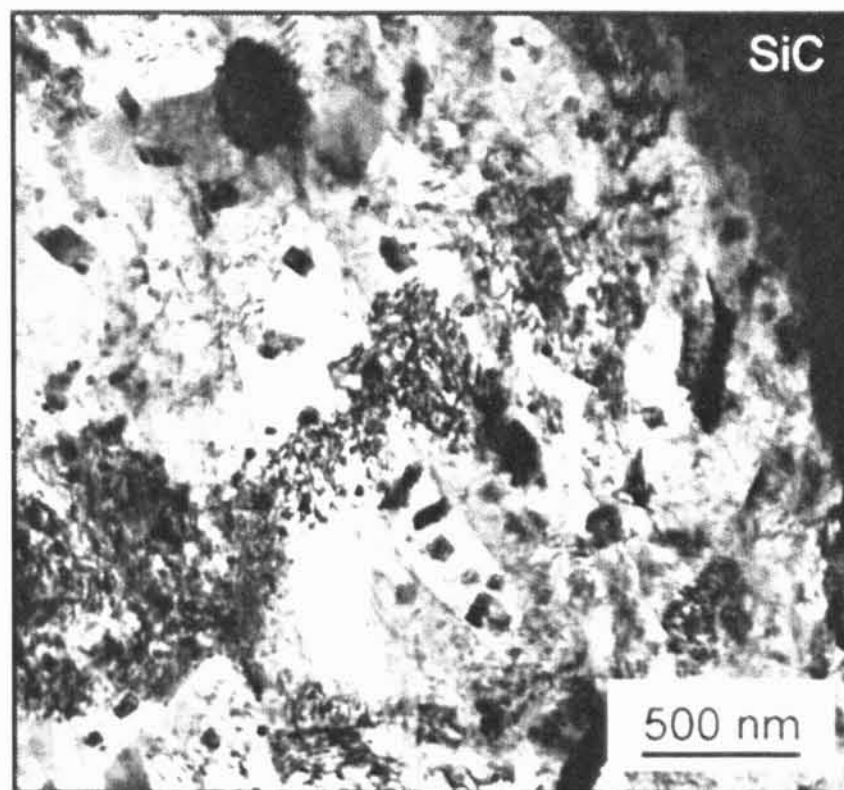
b)

**Obr. 6.42:** Nedeformovaný kompozit WE54/SiC – a) zrna v blízkosti částice SiC, b) zrno obsahující dislokace a malé částice. Částice se vyskytují i v hranici zrna.



a)

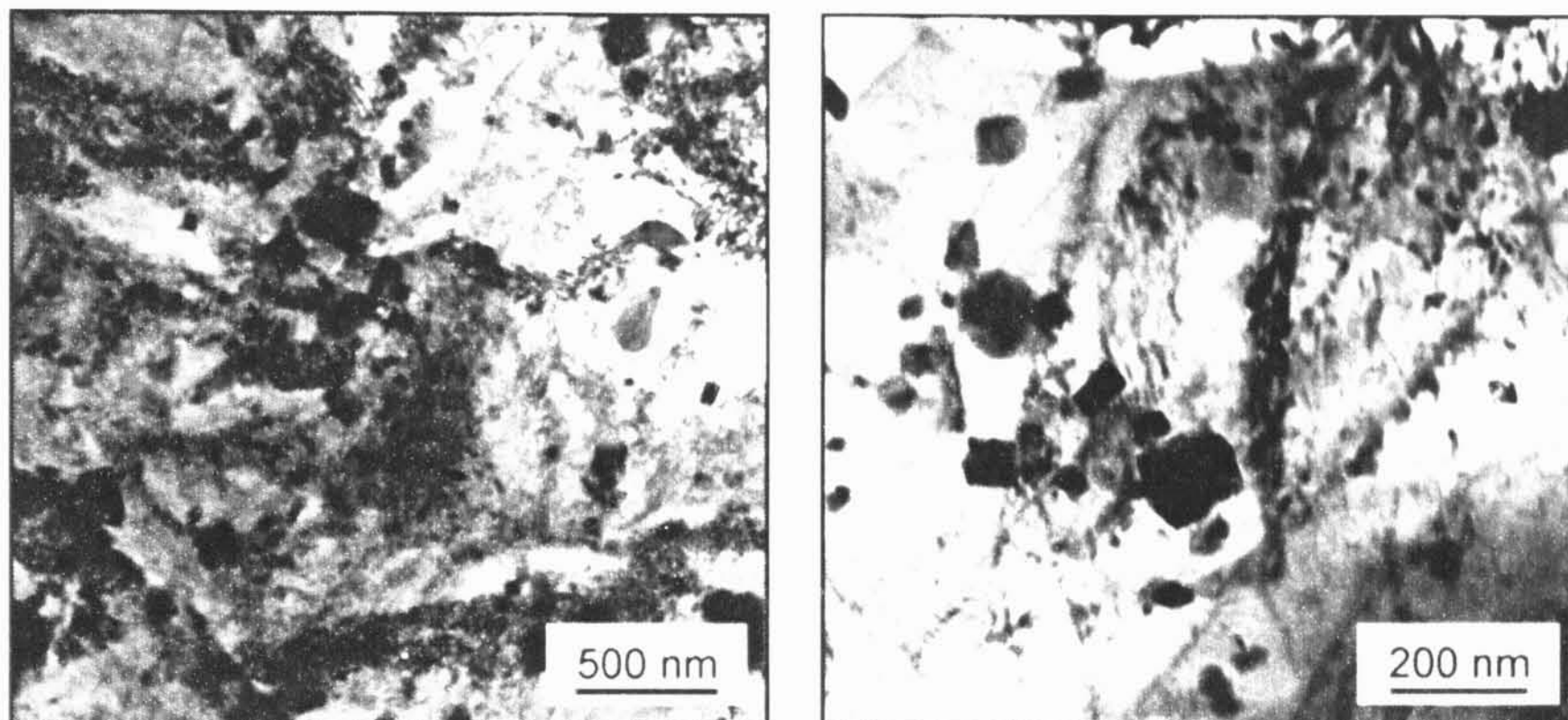
b)



c)

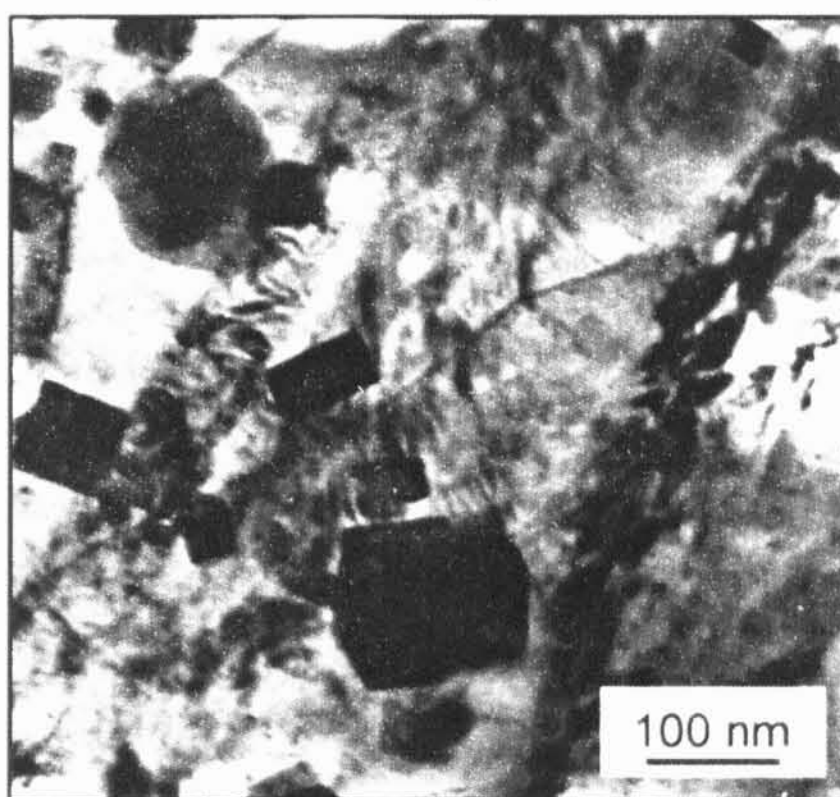
**Obr. 6.43:** Kompozit WE54/SiC deformovaný při 50 °C – a) částice SiC v matrici a b), c) dislokační struktura, která se vytvořila během deformace kolem částic. Jsou pozorovatelná dislokační nakupení a dislokační spleť.





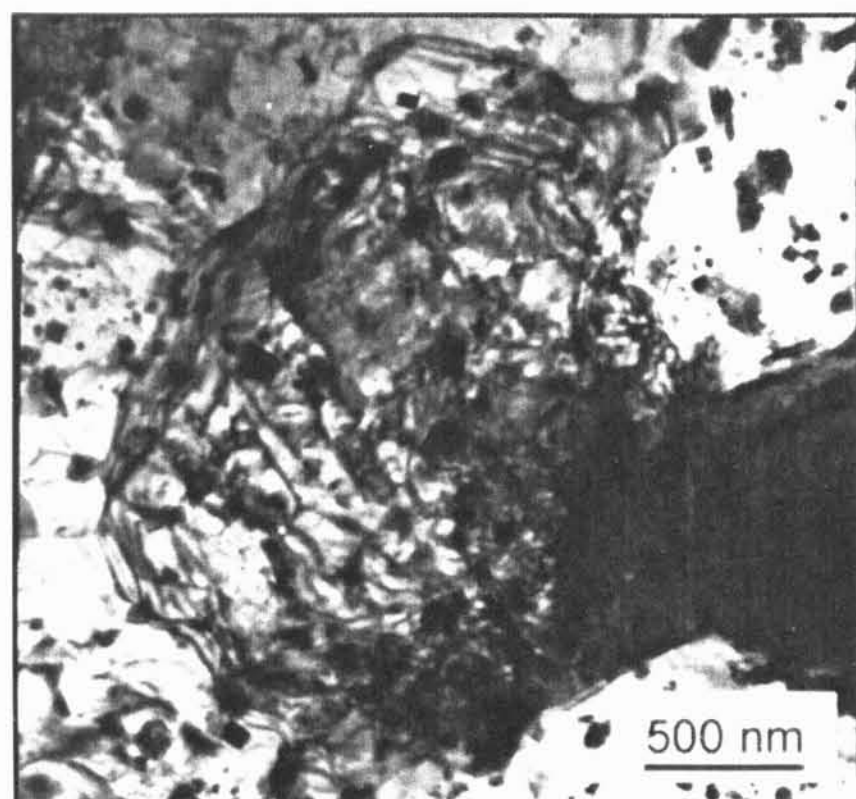
a)

b)

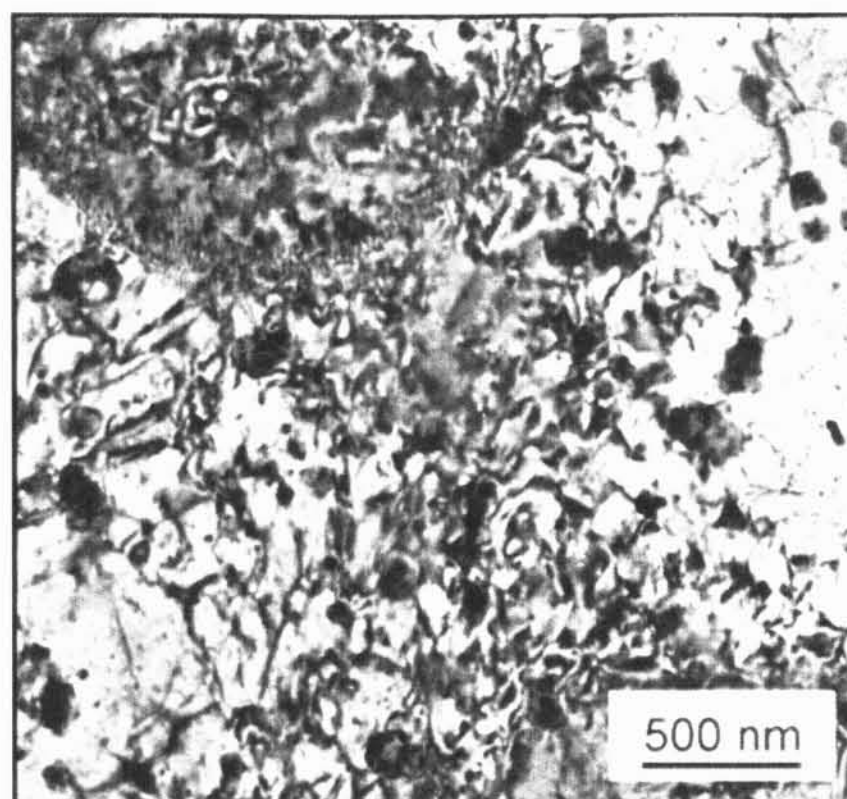


c)

**Obr. 6.44:** Kompozit WE54/SiC deformovaný při 150 °C – dislokační struktura. Snímek b) a c) dokumentuje úzké paralelní dvojče a malé částice velikosti 40 - 100 nm.

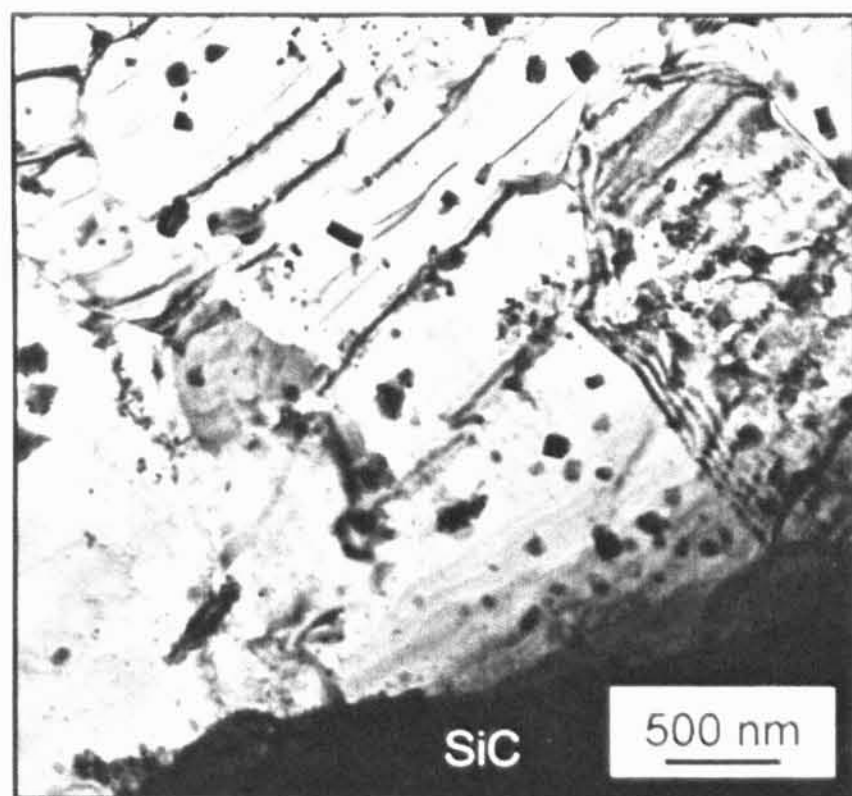


a)

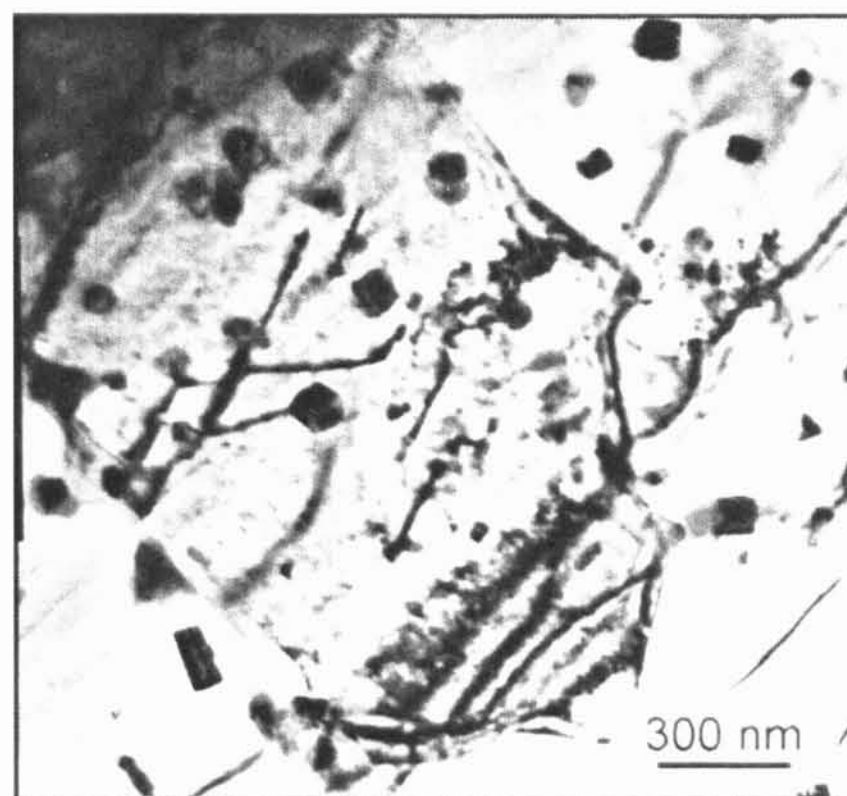


b)

**Obr. 6.45:** Kompozit WE54/SiC deformovaný při 300 °C – dislokační struktura. Na snímku b) je pozorovatelné subzrno v matrici.

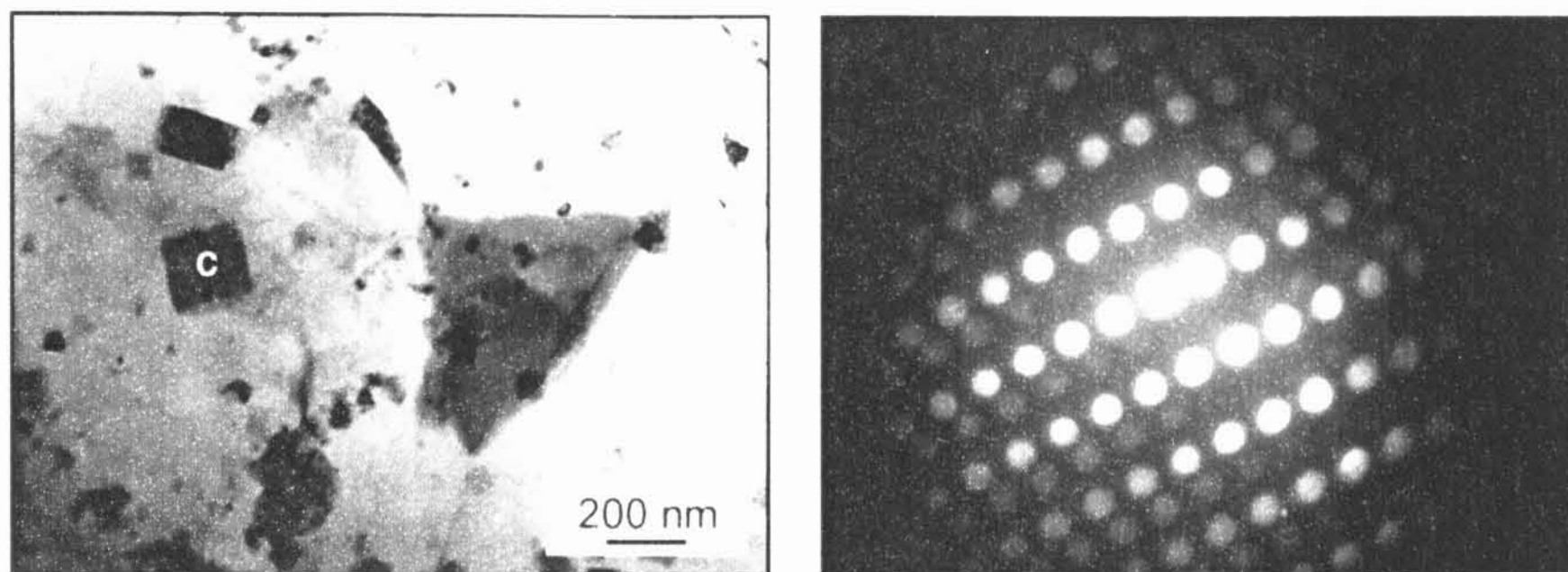


a)



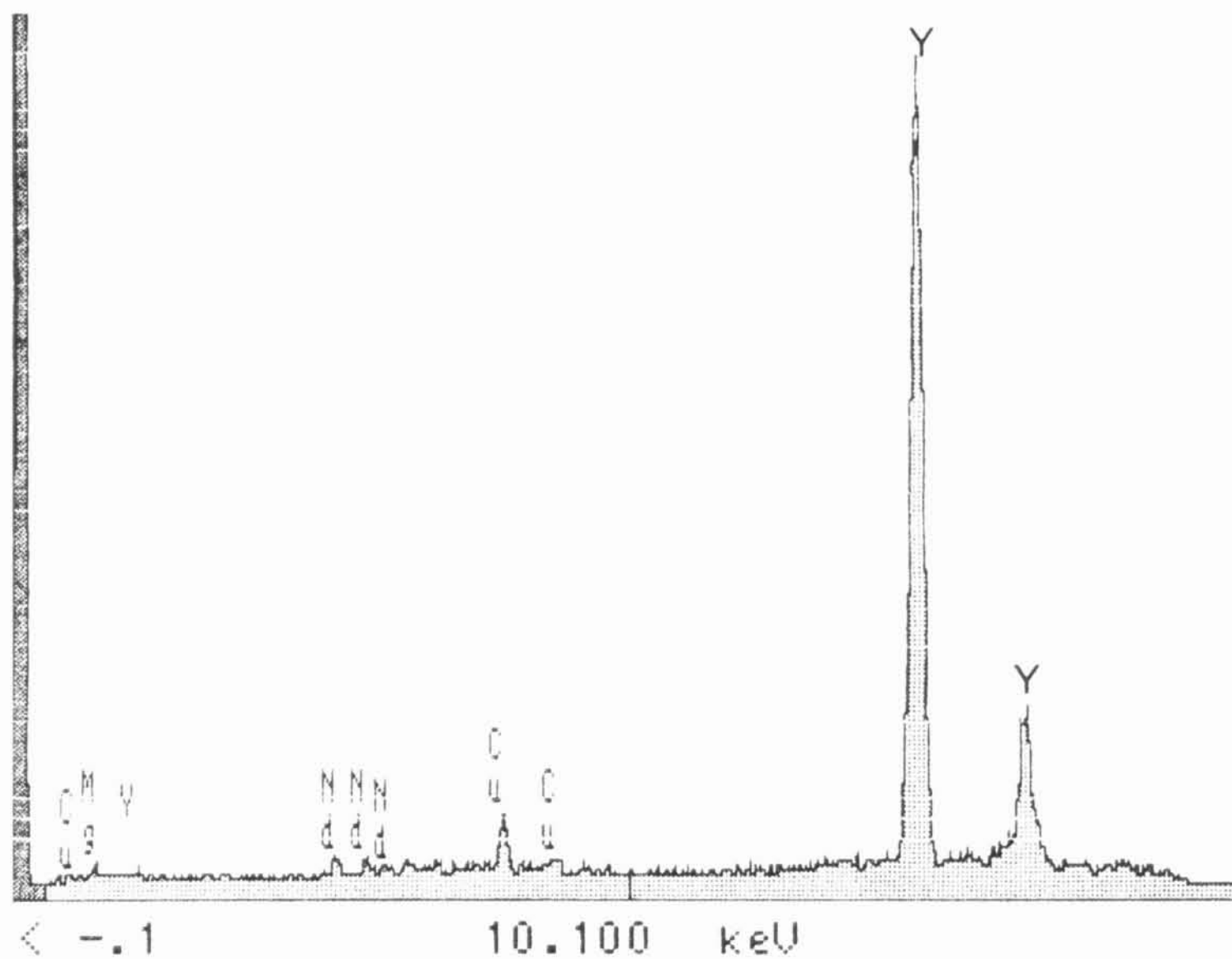
b)

**Obr. 6.46:** Kompozit WE54/SiC deformovaný při 300 °C – a) zrno při částici SiC. Snímek b) ukazuje detail zrna, obsahující dislokace.



a)

b)



c)

**Obr. 6.47:** Nedeformovaný kompozit WE54/SiC – a) kvádrovité částice v matrici, b) mikrodifrakce z částice značen c, c) analýza EDS dokumentující složení částice.

### 6.3. Zpevnující mechanismy v studovaných kompozitech

V kapitole 3.1 byly popsány možné zpevnující mechanismy v kompozitech s kovovou maticí. Napětí, která je třeba překonat při určitém stupni plastické deformace je ovlivněno různými procesy a je superpozicí jejich příspěvků ke zpevnění. Zpevnující mechanismy a vztahy, podle kterých je možné odhadnout velikost jednotlivých příspěvků jsou shrnuty v Tab. 6.3. Pro kompozity AS21/Saff typ  $\parallel$ , AX41/Saff typ  $\parallel$ , AX61/Saff typ  $\parallel$ , Mg8Li/SiC a WE54/SiC byly vypočteny jednotlivé příspěvky ke zpevnění. Výpočty byly prováděny pro pokojovou teplotu a pro deformaci  $\varepsilon_p = 0.002$ . Tím dostaneme přírůstek napětí na mezi kluzu,  $\sigma_{02}$ , v důsledku přítomnosti zpevnující fáze. Výsledky jsou shrnuty v Tab. 6.4. Použité konstanty jsou uvedeny v Tab. 6.5.

**Tab. 6.3:** Nejdůležitější zpevnující mechanismy v kompozitech.

Mechanismus		
Přenos napětí	$\Delta\sigma_{II} = \sigma_y \left( \frac{(L+t)A}{4L} \right) f$	$L, t$ - rozměry zpev. fáze $A = (L/t)$ $f$ - objemový podíl zpev. fáze $\sigma_y$ - napětí v matici
Termální dislokace	$\rho_T = \frac{Bt \Delta\alpha\Delta T}{b(1-f)} \frac{1}{t}$	$b$ - Burgersův vektor $B$ - konstanta $\Delta\alpha\Delta T$ - termální pnutí $t$ - nejmenší rozměr zpev. fáze
Geometricky nutné dislokace	$\rho_G = \frac{f \varepsilon_p}{bt}$	$\varepsilon_p$ - plastická deformace
Zvýšená hustota dislokací	$\Delta\sigma_D = \alpha_1 \psi Gb (\rho_T + \rho_G)^{1/2}$	$\alpha_1$ - konstanta $\psi$ - Taylorův faktor $G$ - modul ve smyku
Orowanovo zpevnění	$\Delta\sigma_{OR} = \left( \frac{Gb}{A} + \frac{5}{2\pi} Gf\varepsilon_p \right)$	$\lambda$ - vzdálenost mezi vlákny/částice
Zjemnění zrna	$\Delta\sigma_{GS} = K_y \left( d_2^{-1/2} - d_1^{-1/2} \right)$	$K_y$ - konstanta $d_1, d_2$ - velikost zrna
Průměrné zbytkové napětí v matici	$\langle \sigma_m \rangle_{\max} = \frac{2}{3} \sigma_y \ln \left( \frac{1}{f} \right) \frac{f}{1-f}$	



**Tab. 6.4:** Příspěvek zpevňujících mechanismů, uvedený v Tab. 6.3, k napětí na mezi kluzu pro vybrané kompozity.

	AS21/Saff	AX41/Saff	AX61/Saff	Mg8Li/SiC	WE54/SiC
$\sigma_{02}$ slit. (MPa)	112	68	84	85	140
$\Delta\sigma_{LT}$ (MPa)	136	36	89	3	11
$\Delta\sigma_D$ (MPa)	84	51	79	17	28
$\Delta\sigma_{GS}$ (MPa)	12	15	23	101	52
$\Delta\sigma_{OR}$ (MPa)	8	2	7	0	4
$\sigma_{m \max}$ (MPa)	39	14	27	13	28
$\sigma_{total}$ (MPa)	391	186	309	219	263

**Tab. 6.5:** Konstanty použité pro výpočet příspěvků ke zpevnění uvedené v Tab. 6.4.

$\alpha$ (AS21)	$\alpha$ (AX41)	$\alpha$ (AX61)	$\alpha$ (Mg8Li)	$\alpha$ (WE54)	$\alpha$ (SiC)	$\alpha$ (Saffil)
[K <sup>-1</sup> ]	[K <sup>-1</sup> ]	[K <sup>-1</sup> ]	[K <sup>-1</sup> ]	[K <sup>-1</sup> ]	[K <sup>-1</sup> ]	[K <sup>-1</sup> ]
$26 \times 10^{-6}$	$25 \times 10^{-6}$	$25 \times 10^{-6}$	$30 \times 10^{-6}$	$26 \times 10^{-6}$	$6.6 \times 10^{-6}$	$6 \times 10^{-6}$
[115]	[116]	[117]	[118]	[119]	[120]	[120]

B(SiC)	B(Saff)	b	$\alpha_1$	Taylorův faktor $\psi$	G	$K_y$ (hcp)	$K_y$ (bcc)
		(m)			[GPa]	[MPam <sup>-3/2</sup> ]	[MPam <sup>-3/2</sup> ]
12	10	$3.2 \times 10^{-10}$	0.35	6	17	0.28	0.2
			[121]	[122]		[123]	[124]



Přírůstek napětí jsme vypočítali jako lineární kombinaci jednotlivých mechanismů. Výsledné napětí je odhadem napětí na mezi kluzu v kompozitu při pokojové teplotě. Nelze určit přesnou velikost uvedených příspěvků. Důvodem je, že vzorek nesplňuje idealizující předpoklady modelů, podle kterých jsou vypočteny (např. vazba mezi maticí a zpevňující fází není dokonalá). Navíc každý z modelů se zabývá pouze některými mechanismy zpevnění a vliv ostatních zanedbává. V jednotlivých případech však můžeme určit, které mechanismy mají rozhodující vliv na deformační chování materiálu.

Další otázkou je, jak sčítat individuální příspěvky napětí ke zpevnění. Podle Lilhota [35] příspěvky napětí, které působí rovnoměrně v celé matici, by měly být sčítána lineárně. Kombinaci příspěvků napětí, které působí nerovnoměrně v matici je vhodnější vyjádřit jako odmocninu ze součtu jejich čtverců [4].

U kompozitů zpevněných Saffilovými vlákny, přírůstek  $\Delta\sigma_{1T}$ , daný přenosem napětí na vlákna, přispívá významnou měrou ke zpevnění. V případě částicových kompozitů je tento mechanismus zanedbatelný. Přenos na rovnoosé částice je neefektivní, navíc objemový podíl částic je malý (7 obj. % v případě Mg8Li a 13 obj. % v případě WE54/SiC).

Dalším mechanismem, který výrazně ovlivňuje zpevnění ve vláknových kompozitech, je vznik dislokací způsobený rozdílem tepelných vlastností matrice a zpevňující fáze a nekompatibilitou mezi nimi. Hustota nově vzniklých dislokací je řádu  $10^{13} \text{ m}^{-2}$ . Pro částicové kompozity je tato hodnota o řád nižší ( $\sim 10^{12} \text{ m}^{-2}$ ) a ani tento mechanismus pravděpodobně nepřispívá významně k jejich zpevnění. Naopak, nejdůležitějším příspěvkem je přírůstek způsobený menším zrnem matrice. Jemnozrná struktura je důsledkem práškově metalurgickém přípravy. V matici vláknových kompozitů se vytvoří menší zrnno v důsledku heterogenní nukleace na rozhraní matrice/vlákno. Zrnno v kompozitu je přibližně dvakrát menší, než ve slitině připravené stejnou technologií. Pro zpevnění vláknových kompozitů tento přírůstek nehraje významnou roli.

Určení Orowanova napětí není jednoduché. Je obtížné určit vzdálenost mezi vlákny/částicemi ve skluzové rovině. Navíc dislokace se budou prohýbat a pohybovat v místech, kde je větší vzdálenost mezi částicemi zpevňující fáze. Příspěvek napětí  $\Delta\sigma_{OR}$  podle Tabulky 6.4 činí jednotky MPa ve všech studovaných kompozitech a

ke zpevnění tento mechanismus nepřispívá výrazně.

Tepelná pnutí vzniklá v rozhraní po překročení meze kluzu v matrici jsou částečně akomodována mikroplastickou deformací, vznikem nových dislokací. Reziduální pnutí však existují i při pokojové teplotě a relaxují velmi pomalu. Při výpočtu napětí potřebných k deformaci je nutné započítat i tato zbytková napětí. Při pokojové teplotě mají tahový charakter a v tlakovém experimentu zvyšují napětí potřebná k plastické deformaci. Maximální hodnoty reziduálních pnutí v matrici zprůměrované přes objem jsou uvedeny v Tab. 6.4 pro jednotlivé kompozity.

#### 6.4. Akustická emise

Deformační vlastnosti vybraných kompozitů byly studovány při pokojové teplotě pomocí měření akustické emise. AE je vynikající metodou pro in-situ pozorování mechanismů plastické deformace a strukturního poškození během tahové nebo tlakové zkoušky. Kompozitní vzorky byly deformovány v tlaku s konstantní rychlostí příčnicku. Pro detekci signálu AE byly použity dvě prahové úrovně pro rozlišení signálů s vysokou a nízkou amplitudou. Na nižší prahové úrovni byly detekovány signály s amplitudou vyšší než 730 mV (četnost emisních překmitů  $\dot{N}_{c1}$ ), na vyšší prahové úrovni, 1750 mV, byly detekovány signály pouze ze silných zdrojů, např. dvojčatění, lámání vláken ( $\dot{N}_{c2}$ ).

Typický průběh deformačních křivek (smluvní napětí v závislosti na čase) a četnosti emisních překmitů jsou znázorněny na Obr. 6.48-6.49 pro vláknité kompozity AX41/Saff a AX61/Saff. Byly deformovány vzorky s dvojí orientací vláken, typ  $\parallel$  a typ  $\perp$ . Deformace a AE závisí na typu matrice, objemovém podílu a orientaci zpevňující fáze. Rozdíl mezi dvěma matricemi je v koncentraci hliníku. Kompozit AX41/Saff obsahoval 13 obj. % Saffilu, zatím co AX61/Saff obsahoval 26 obj. % vláken.

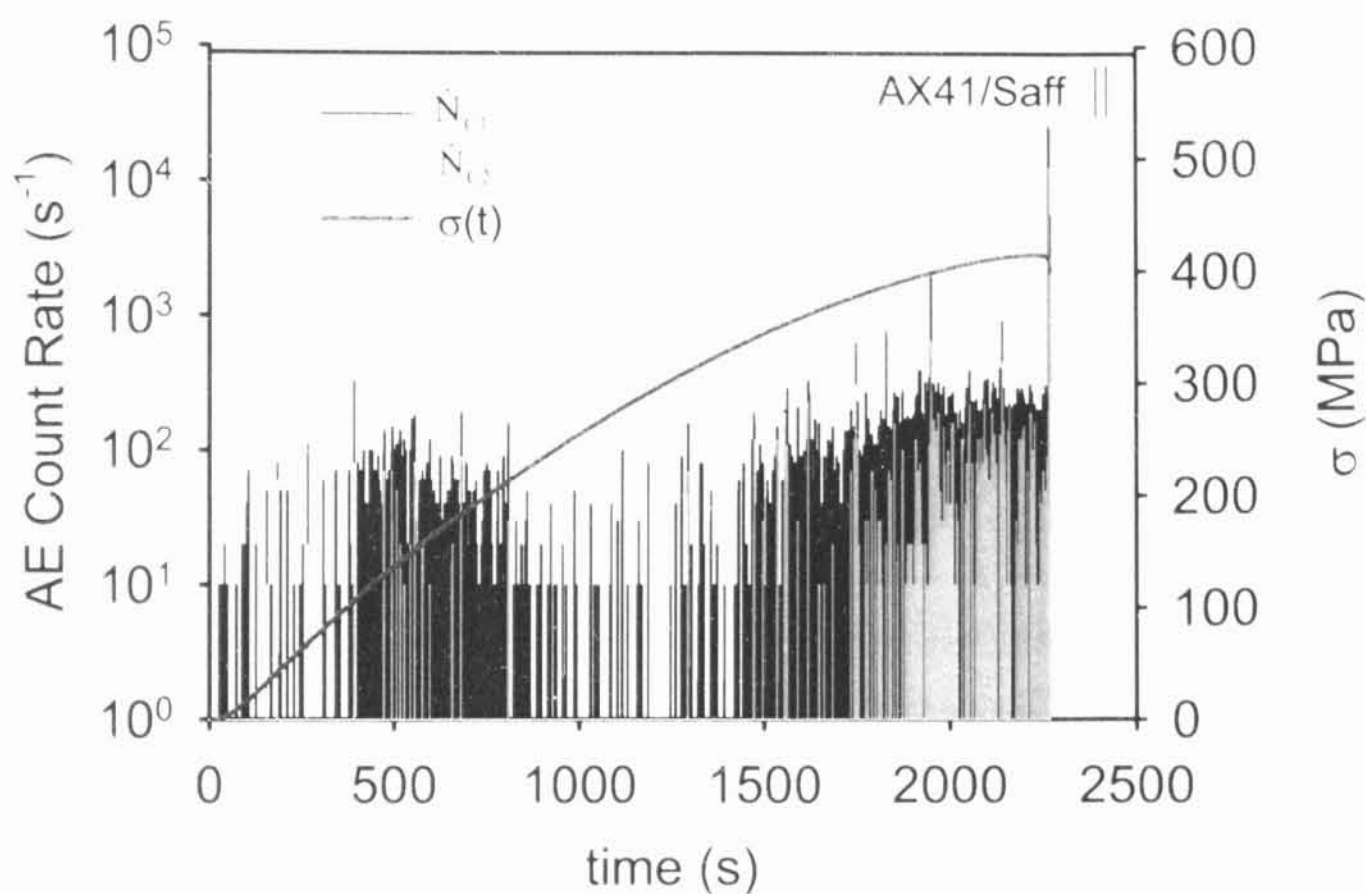
Křivka na Obr. 6.49a zobrazující průběh signálu AE během deformace kompozitu AX61/Saff typ  $\parallel$  má několik charakteristických bodů. Na začátku deformace se objevují dvě maxima četnosti emisních překmitů. Druhé maximum souvisí s mezí kluzu, po které dochází k poklesu signálu. Tato maxima jsou lépe viditelná na Obr. 6.50, kde je zobrazen začátek signálu v lineárním měřítku. Výskyt maxim

pravděpodobně souvisí s masivním dvojčatěním. Máthis a kol. [125] pozorovali podobný charakter signálu AE při deformaci lité slitiny AM60 (5.8 hm. % Al, 0.3 hm. % Mn a zbytek Mg). První maximum vysvětlovali tvorbou dvojčat  $\{10\bar{1}2\}$   $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  v počátečním stádiu deformace v zrnech, která nejsou vhodně orientována pro skluz. Tato dvojčata způsobují změnu orientace původní mřížky o  $86.3^\circ$ , tím může dojít k usnadnění bazálního skluzu a dochází k částečnému poklesu intenzity AE (skluzové dislokace generují AE menší aktivitou než dvojčatění). Po vyčerpání tohoto mechanismu vznikají nová dvojčata, s jiným směrem dvojčatění. Aktivace jiných dvojčatových systémů, hlavně  $\{10\bar{1}1\}$ , vede k růstu a vzniku 2. maxima akustického signálu společně se skluzem dislokací jak pozoroval Dobroň u slitin série AZ [126].

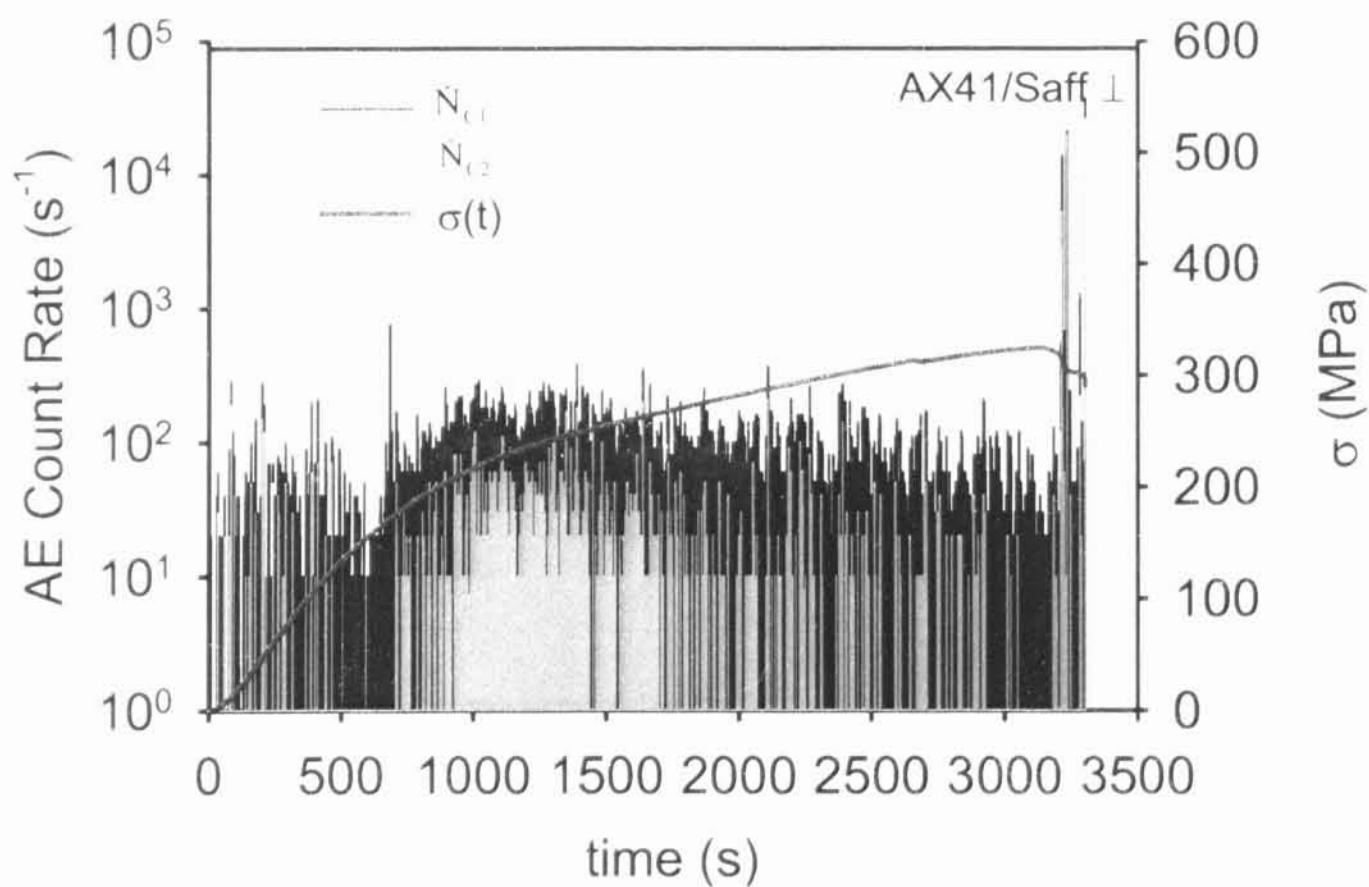
Klimanek a Pöttsch [127] zjistili, že při deformaci čistého hořčíku v tlaku hraje mechanické dvojčatění důležitou roli v počátečním stádiu deformace. Pomocí difrakce odražených elektronů naměřili maximum při  $86.3^\circ$  v distribuci disorientace zrn na začátku deformace a další maximum při  $30^\circ$  při deformaci 0.1. První maximum je spojeno s tvorbou primárních dvojčat  $\{10\bar{1}2\}$   $10\bar{1}0$ , druhý vrchol přiřadili k sekundárnímu dvojčatění v systému  $\{10\bar{1}1\}$   $\langle 10\bar{1}2 \rangle$ .

Na Obr. 6.51 je zobrazena struktura vzorku po deformaci. V matici kompozitu jsou viditelná dvojčata. K dvojčatění docházelo v zrnech nepříznivě orientovaných pro skluz.

Rapidní pokles četnosti emisních překmitů po dosažení meze kluzu souvisí s dvojčatěním. Dvojčata tvoří překážky pro pohyb dislokací. Snižuje se volná dráha pro pohyb dislokací, což vede k poklesu intenzity signálu. Pokles intenzity signálu je v souladu s deformační křivkou, která vykazuje zpevnění. Z poklesu  $\dot{N}_{c_2}$  téměř na nulu lze soudit, že podíl dvojčatění na deformaci se zmenšuje. Signál dvojčatění je nespojitý, proto křivka četnosti emisních překmitů není hladká. Porušení vláken a oddělování vláken od matrice vede k opětovnému zvýšení signálu na vyšší prahové úrovni. Zvyšující se deformační napětí zvyšuje i napětí ve vláknech v důsledku přenosu napětí z matrice, což vede ke zvýšení pravděpodobnosti jejich porušení. Vlákna porušená během deformace byla pozorována na povrchu vzorku (Obr. 6.52). Signál pocházející od porušování vláken a dekoheze vláken od matrice je také nespojitý.



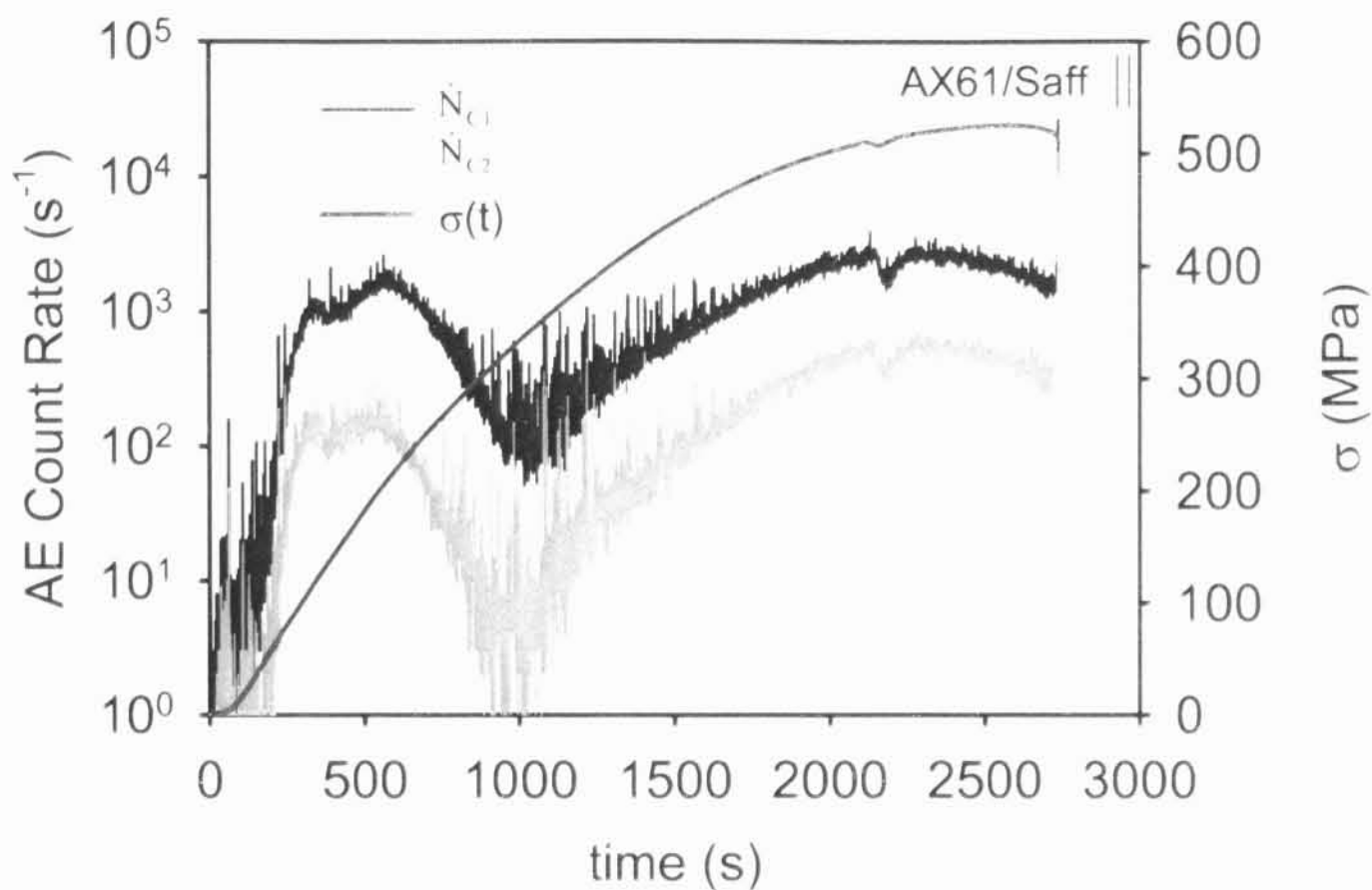
a)



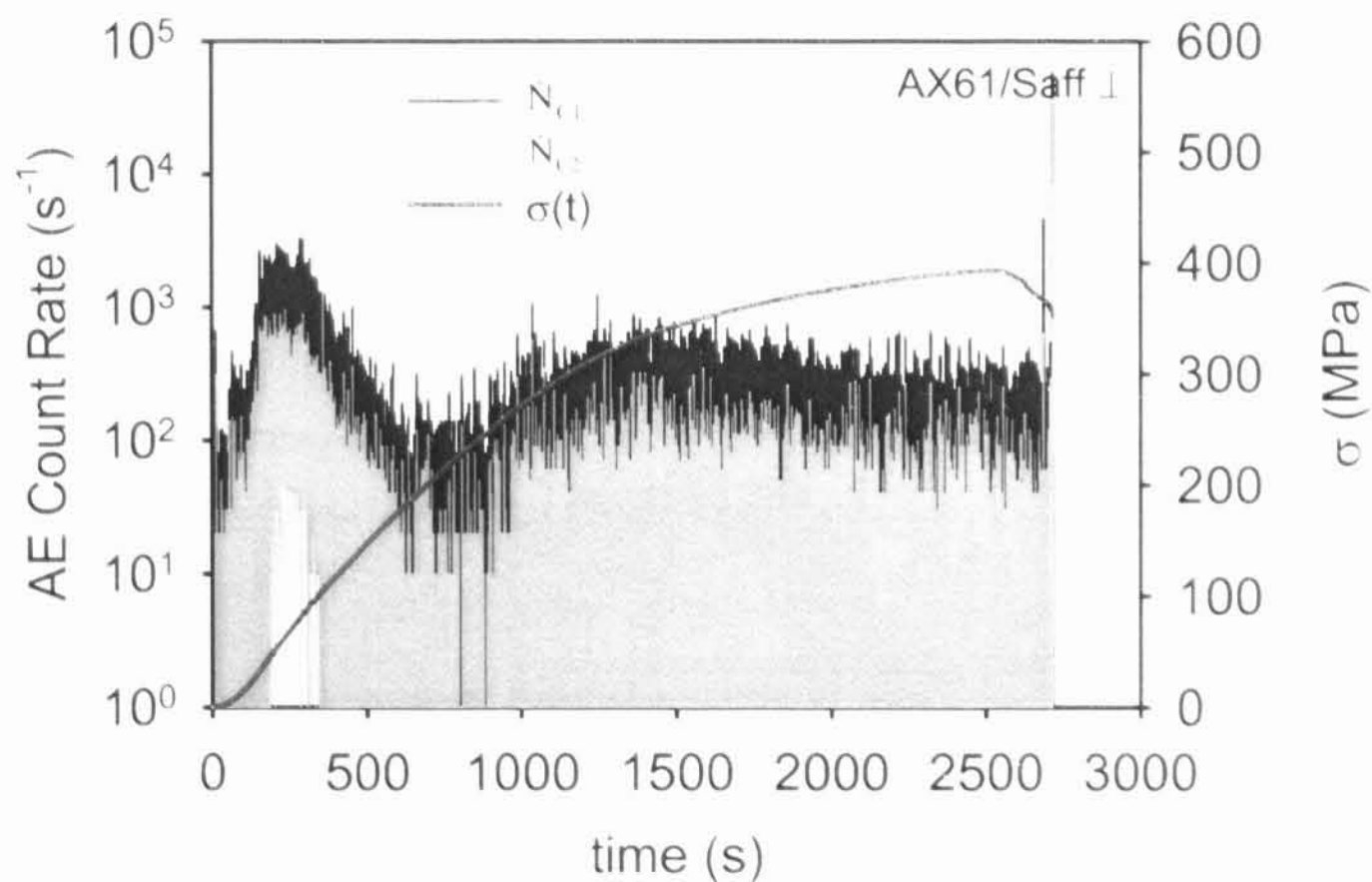
b)

**Obr. 6.48:** Deformační křivky a četnosti emisních překmitů v závislosti na čase pro kompozit AX41/Saff a) typ ||, b) typ  $\perp$ , získané při pokojové teplotě,  $\dot{\epsilon} = 2.5 \times 10^{-5} s^{-1}$ .





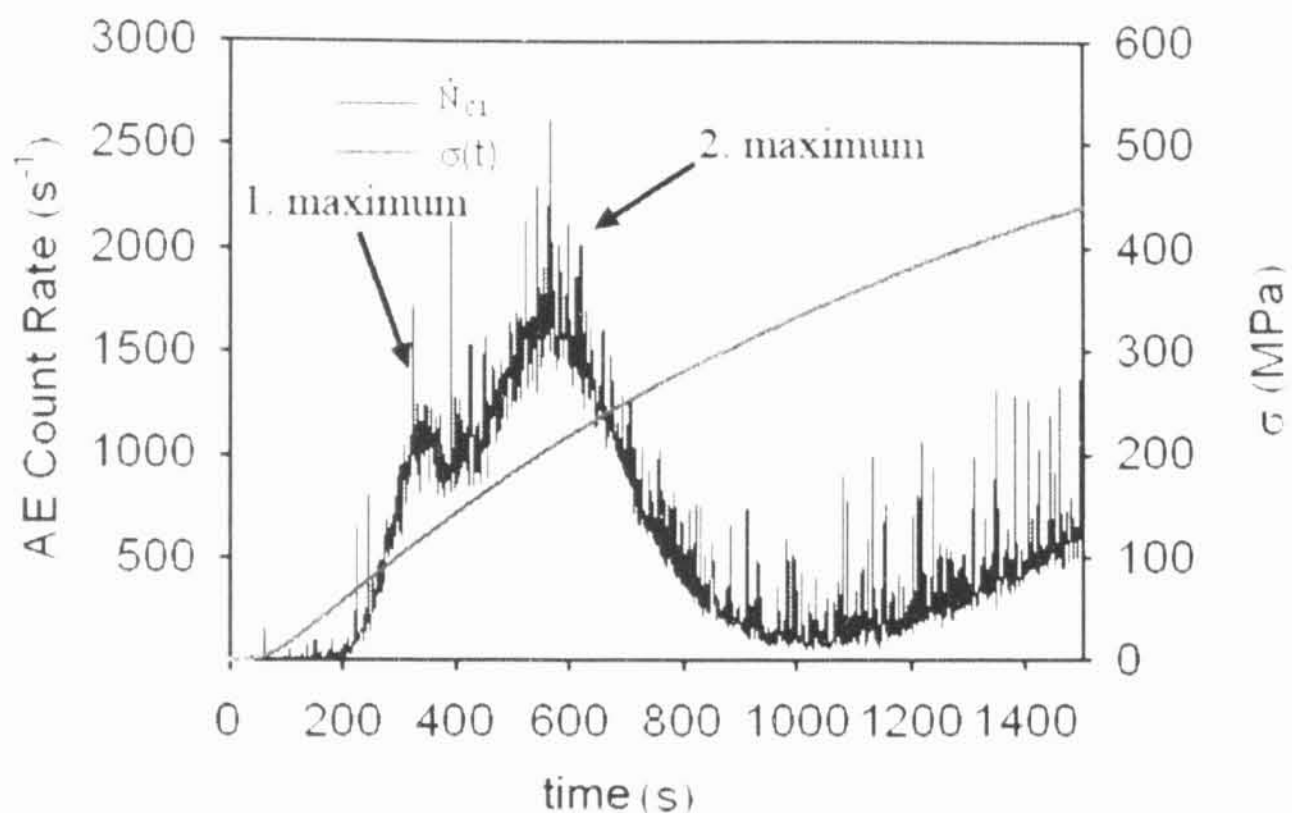
a)



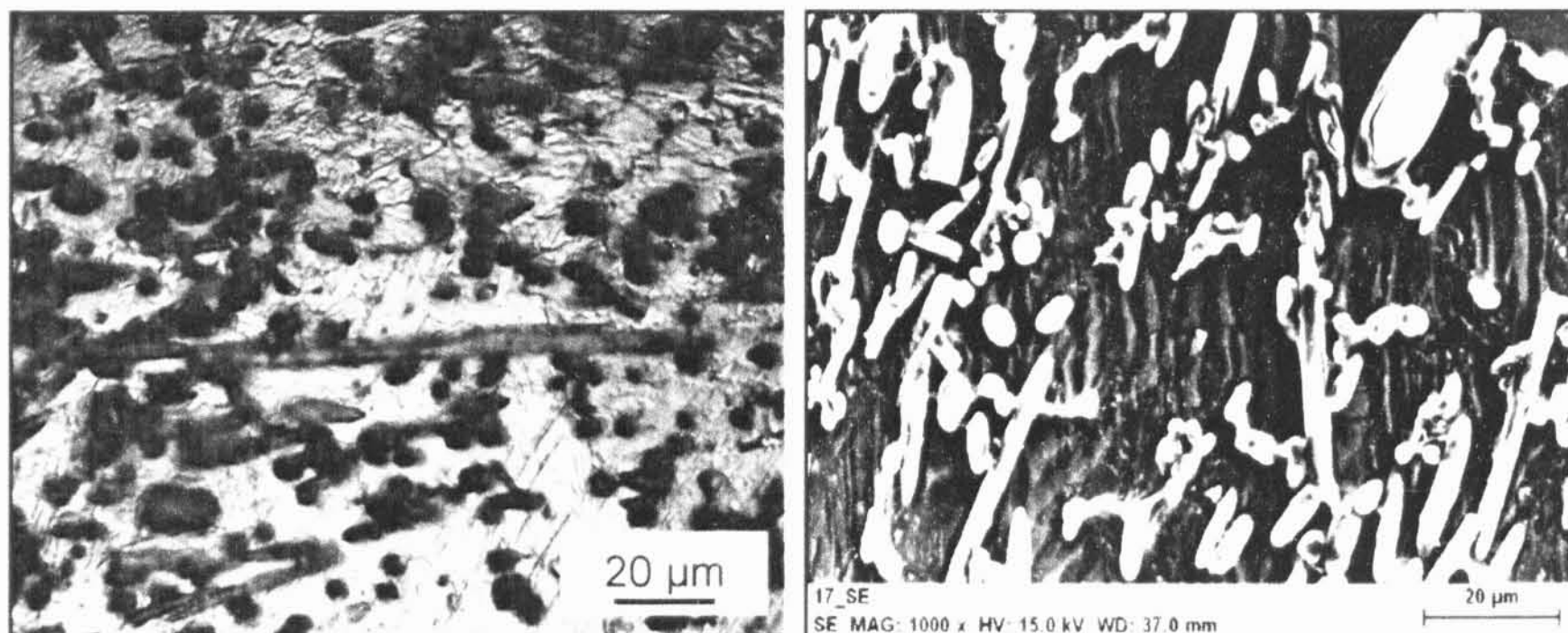
b)

**Obr. 6.49:** Deformační křivky a četnosti emisních překmitů v závislosti na čase pro kompozit AX41/Saff a) typ  $\parallel$ , b) typ  $\perp$ , získané při pokojové teplotě,  $\dot{\epsilon} = 2.4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .





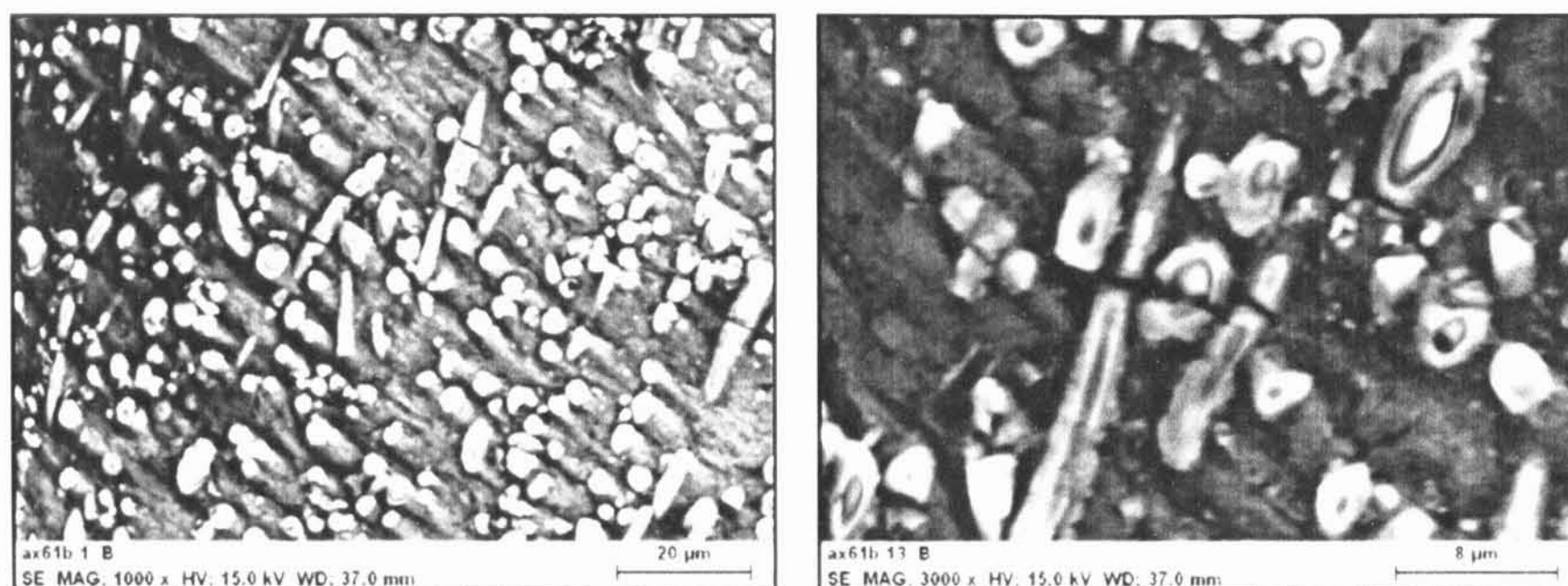
**Obr. 6.50:** Detail křivek z Obr. 6.49a, ukazující dvě maxima četnosti emisních překmitů pro kompozit AX61/Saff typ II.



a)

b)

**Obr. 6.51:** Mikrostruktura kompozitu AX61/Saff po deformaci při pokojové teplotě a rychlosti  $\dot{\epsilon} = 2.4 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  – a) světelná mikroskopie, b) REM. V matrici jsou viditelná dvojčata.



a)

b)

**Obr. 6.52:** Porušená vlákna na povrchu vzorku AX61/Saff po deformaci do lomu. (REM)

Průběh četností emisních překmitů pro AX61/Saff typ  $\perp$  má podobný charakter jako výše popsaný signál pro vzorky typu  $\parallel$  (Obr. 6.49b). Na začátku deformace byla naměřena dvě maxima, avšak maxima jsou užší a na časové ose jsou situována blíže k nule. Rozdíly mezi dvěma typy jsou způsobeny orientací roviny vláken. Při kolmé orientaci vláken na směr komprese je přenos napětí neefektivní, délka vláken ve směru namáhání je malá ( $r/l \sim 0.04$ ). Napětí v matrici se liší jen málo od deformačního napětí. U materiálu s paralelní orientací vláken je skluz zpožděn přenosem napětí na vlákna. Napětí v matrici roste pomaleji, než u typu  $\perp$ . Proto jsou maxima širší a posunutá na časové ose. Větší signál u větších deformací je možné připsat také přenosu napětí, tj. většímu namáhání vláken.

Typický průběh deformačních křivek a četností emisních překmitů pro kompozity AX41/Saff typ  $\parallel$  a typ  $\perp$  jsou znázorněny na Obr. 6.48. Průběhy signálů AE jsou podobné signálům naměřeným pro AX61/Saff, avšak jsou podstatně nižší. Nižší hodnoty výšky maxim na začátku deformace naznačují menší aktivitu dvojčatění. Pravděpodobně zvyšující se koncentrace hliníku zvyšuje podíl dvojčatění na celkové deformaci. Je to v souladu s pozorováním Máthise a kol. [128], kteří zjistili, že zvyšující se koncentrací Al u slitin série AM se také zvyšuje počet dvojčat. Legování hořčíku

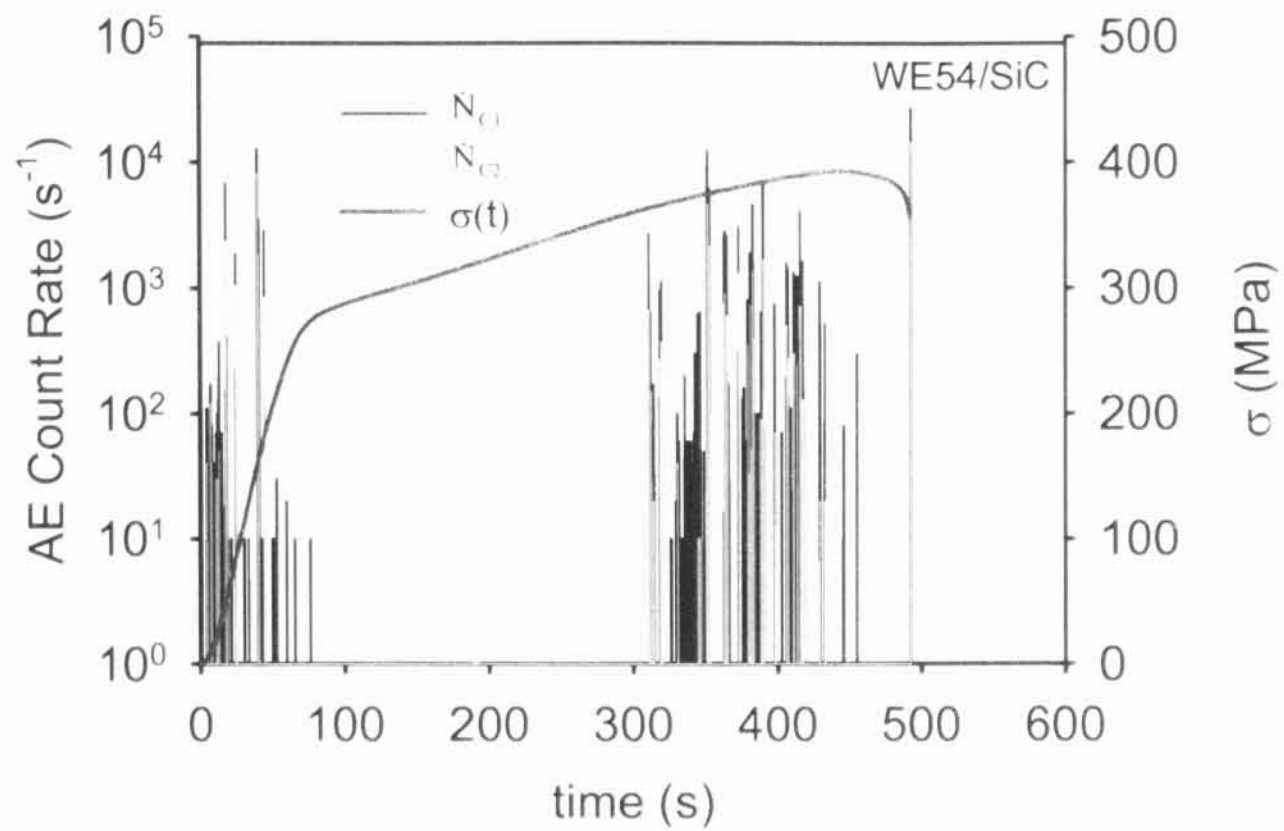
hliníkem vede k poklesu energie vrstevné chyby. Slitiny s menší energií vrstevné chyby dvojčatí s větší pravděpodobností [129, 130].

V kompozitu AX41/Saff je objemový podíl vláken menší ve srovnání s kompozitem AX61/Saff (13 obj.% místo 26 obj. %). Proto také signál pocházející od porušování vláken bude mít podstatně nižší intenzitu, než u vzorků AX61/Saff. Navíc bylo pozorováno, že k částečnému porušování vláken došlo také během výrobního procesu.

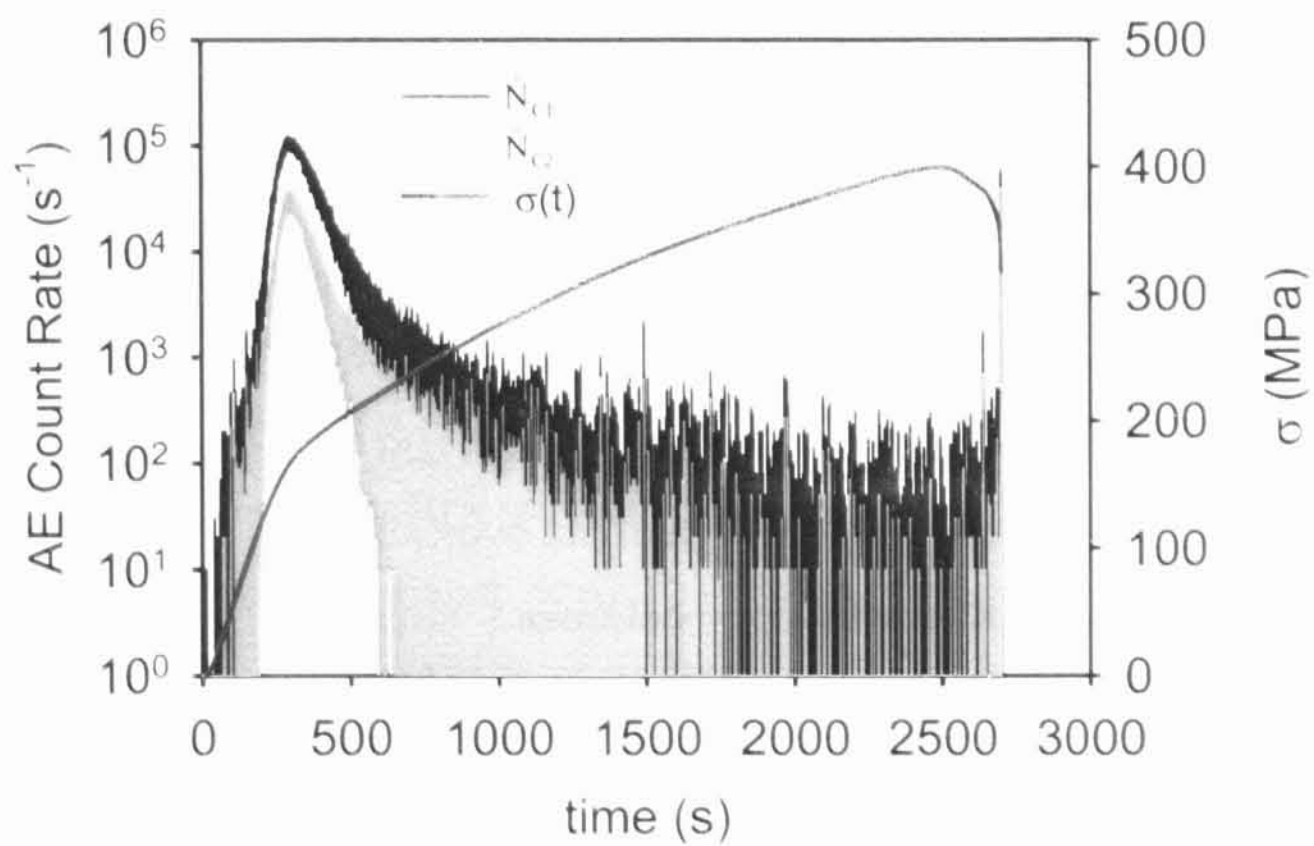
Signál AE pro kompozit WE54/SiC má úplně jiný charakter než jsme pozorovali u vláknitých kompozitů (Obr. 6.53a). Nebyl naměřen výrazný signál ani na začátku deformace. AE naměřená na začátku deformace souvisí s mezí kluzu. Po začátku plastické deformace dochází ke zpevnění a úplnému vymizení signálu AE. Emisní aktivita se obnoví po dosažení určitého napětí a má nespojitý charakter.

Kompozit WE54/SiC byl vyroben práškovou metalurgií. Výsledkem této metody je velice kompaktní materiál s malým zrnem ( $\sim 3 \mu\text{m}$ ). Metalografické snímky a pozorování TEM ukázaly, že kompozit neobsahoval póry, a vazba mezi částicemi SiC a matricí byla dokonalá. Nebyly nalezeny defekty v blízkosti částic SiC a nedošlo k chemické reakci mezi částicemi a matricí na rozhraní částice/matrice. Zrna matrice byla rovnoosá a nebyly velké rozdíly mezi velikostmi jednotlivých zrn. Velikost zrn má vliv na aktivitu AE. Při snižující se velikosti zrna dochází ke snižování aktivity AE. Důvodem je zvyšující se hustota dislokací a snižování volné dráhy pro pohyb dislokací. Se zmenšující se velikostí zrna klesá i aktivita dvojčatění.

Byla naměřena AE rovněž při deformaci slitiny WE54 při pokojové teplotě (Obr. 6.53b). Slitina, vyrobená volným litím, měla stejné složení jako matrice kompozitu WE54/SiC. Průměrná velikost zrn byla  $\sim 48 \mu\text{m}$  (Obr. 6.54), v odlitém materiálu byla pozorována dvojčata. Deformační křivka a četnosti emisních překmitů jsou uvedeny na obr. 6.53b. Byl naměřen výrazný signál, který má jiný charakter než signál naměřený pro kompozit. Charakteristické maximum počtu překmitů je způsobeno masivním dvojčatěním. Světelná mikroskopie v deformovaném vzorku odhalila velký počet dvojčat (Obr. 6.54b). Dvojčatění nastalo pouze v zrnech, která neměla příznivou orientaci pro skluz.



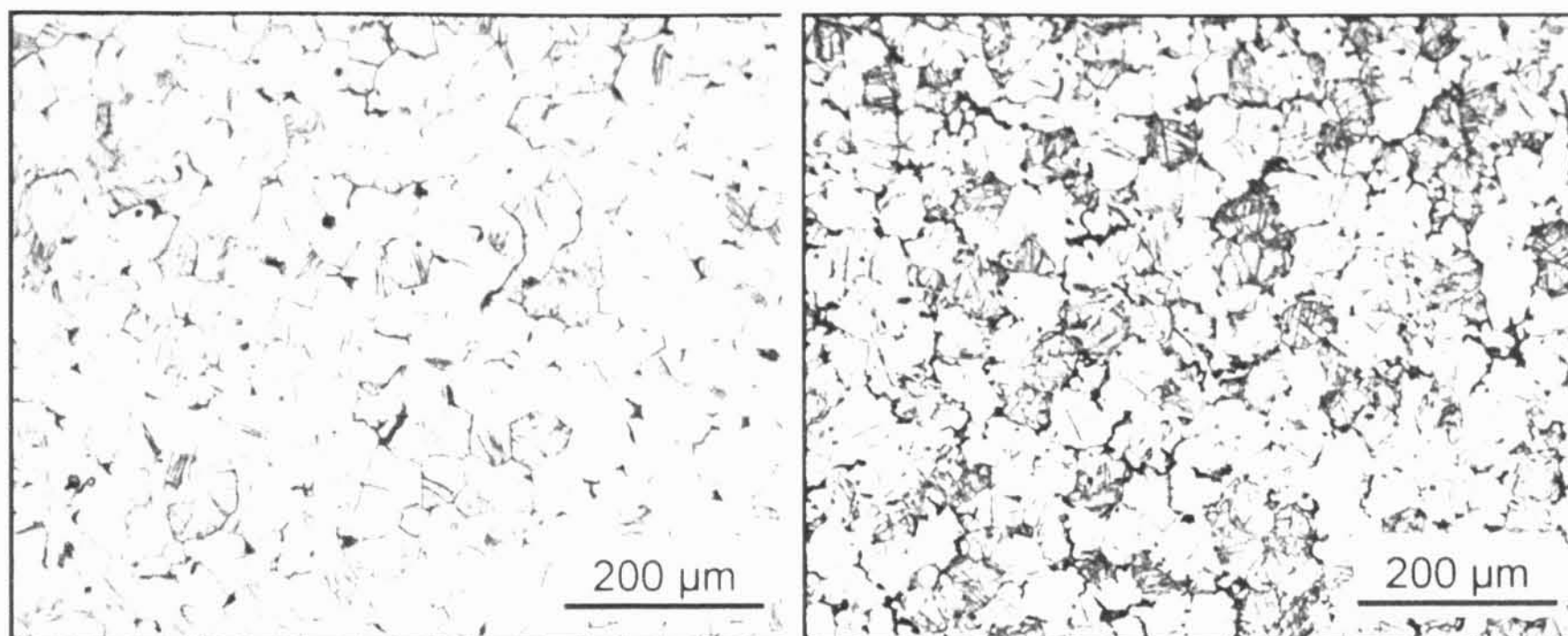
a)



b)

**Obr. 6.53:** Deformační křivka a četnost emisních překmitů v závislosti na čase pro a) kompozit WE54/SiC ( $\dot{\epsilon} = 2.8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ), b) slitinu WE54 ( $\dot{\epsilon} = 1.1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ).

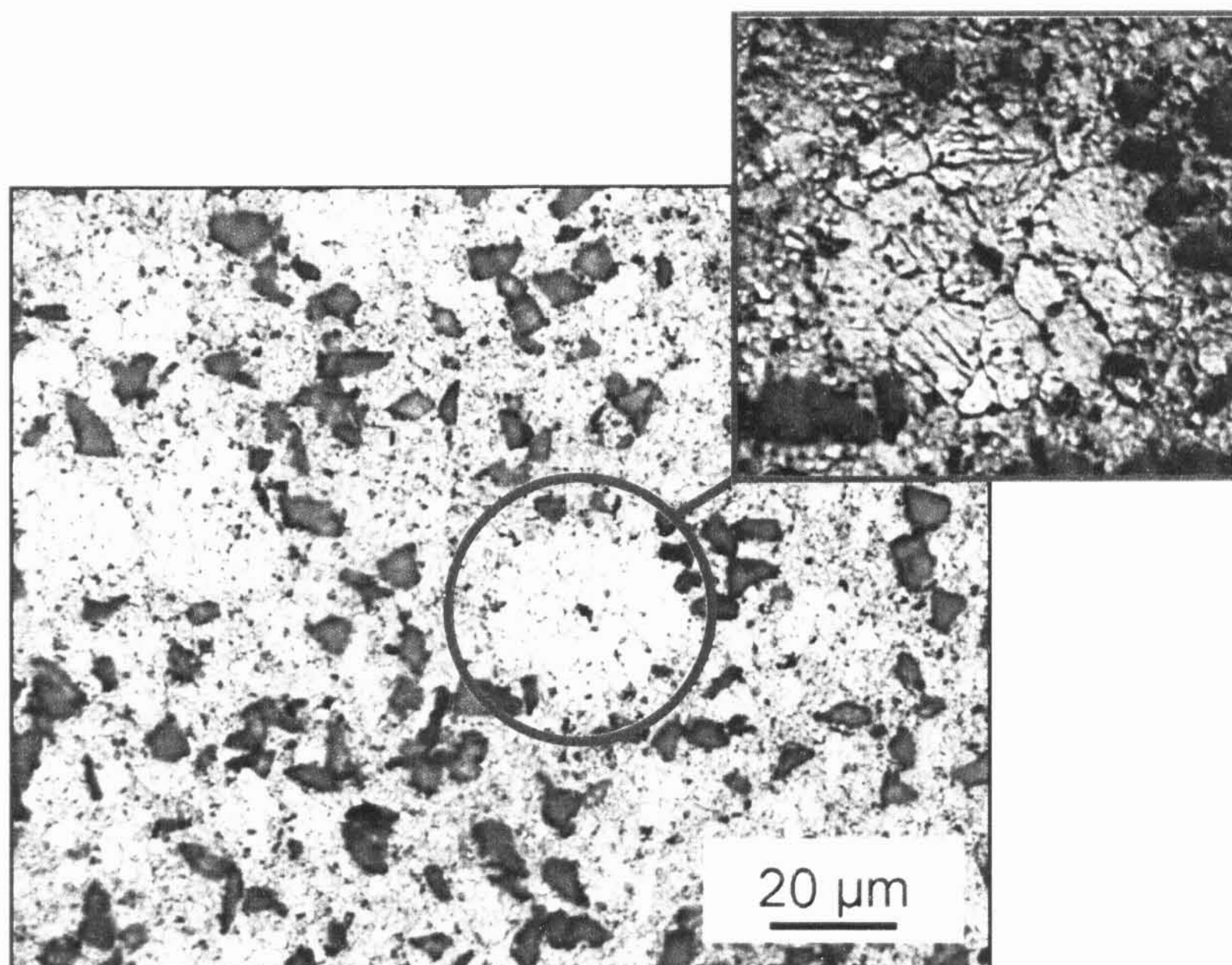




a)

b)

**Obr. 6.54:** Mikrostruktura slitiny WE54 a) v nedeformovaném stavu, b) po deformaci při pokojové teplotě. Během deformace nastalo výrazné dvojčatění v zrnech s nepříznivou orientací pro slkuz.

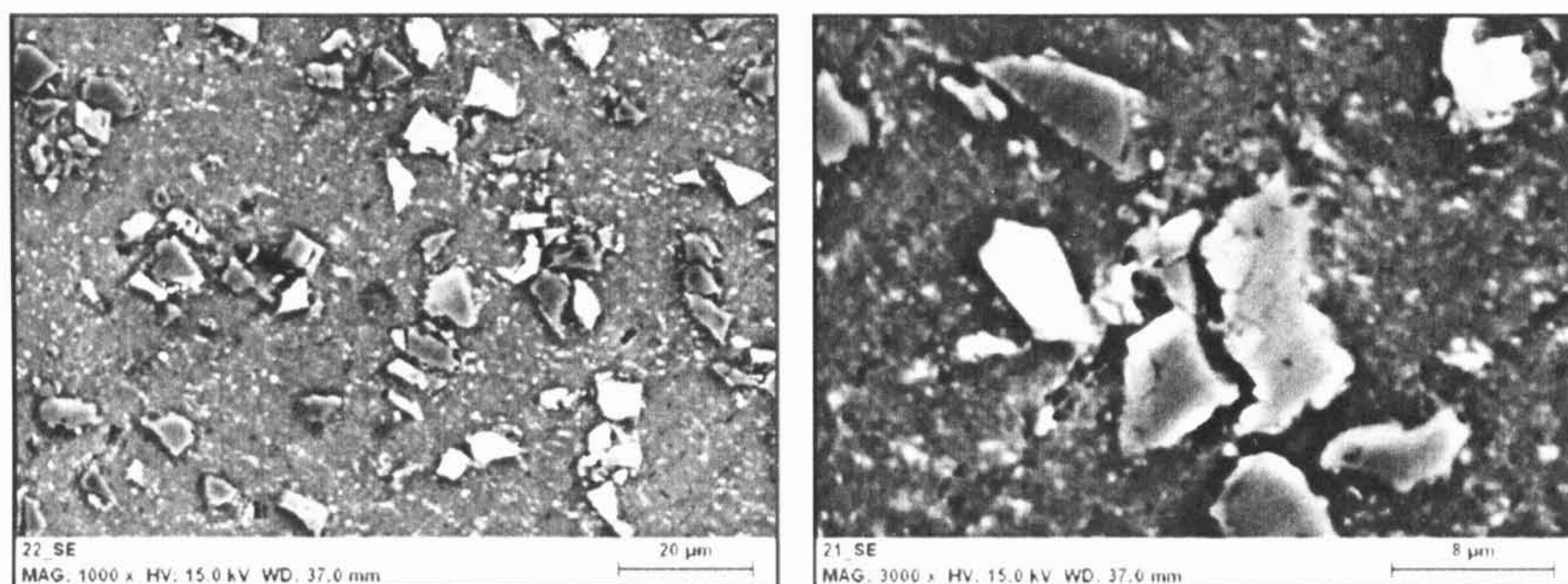


**Obr. 6.55:** Dvojčata v matrici deformovaného kompozitu WE54/SiC.



Nespojitý signál naměřený na začátku deformace kompozitu WE54/SiC může být spojen s náhodným dvojčatěním. Po deformaci jsme pozorovali pouze malý počet dvojčat, která se vyskytovala v zrnech s větším rozměrem (Obr. 6.55). K masivnímu dvojčatění nedošlo, což potvrdila i analýza pomocí TEM.

V matrici WE54/SiC jsou rozloženy malé částice druhé fáze. Tyto částice tvoří překážky pro pohyb dislokací. Snižují volnou dráhu pro pohyb dislokací. Vedle malé velikosti zrna jsou dalším limitujícím faktorem pro vznik AE.



a)

b)

**Obr. 6.56:** Mikrostruktura deformovaného vzorku kompozitu WE54/SiC – během deformace došlo k porušení částic a jejich dekohezi od matrice. (REM)

Signál detekovaný od časového okamžiku ~310 s je nespojitý, zdrojem nejsou dislokační mechanismy, ani dvojčatění. Během plastické deformace dochází ke koncentraci napětí v blízkosti částic SiC. Když tato napětí dosáhnou kritické hodnoty, dojde k porušení částice a/nebo šíření trhliny podél rozhraní mezi částicí a matricí (dekoheze). Oba procesy jsou pokládány za silné zdroje AE [53]. Na vyleštěném povrchu vzorku, deformovaného do lomu, byly pozorovány prasklé částice SiC a také trhliny kolem částic (Obr. 6.56). Výše popsané mechanismy, porušování částic a oddělování částic od matrice, jsou pravděpodobně zdrojem detekovaného signálu. Mummery a kol. [131] studovali kompozity na bázi hliníkových slitin zpevněných částicemi SiC. Aby mohli studovat vliv velikosti a objemového podílu částic na AE a na zpevnění, použili částice velikosti 3, 10 a 30 µm s objemovým podílem 5, 10 a 20 %.

Během plastické deformace detekovali pomocí AE dva mechanismy: lom částic a dekoheze částice-matrice. Zjistili, že aktivita AE roste s rostoucí velikostí částic a jejich objemovým podílem. Na základě výsledků předpokládali, že lokalizace deformace v matici a následný lom vzorku nastane, když počet porušených částic dosáhne určité kritické hodnoty.

## 6.5. Zvýšená plasticita kompozitů

Kompozity jsou zpravidla méně superplastické ve srovnání s nezpevněnou slitinou. Například u intenzivně studovaných kompozitů na bázi hořčíkové slitiny ZK60 (6 hm. % Zn, 0.5 hm. % Zr, zbytek Mg) byly dosažené tažnosti kolem 200 - 300 %, zatímco nezpevněná slitina vykazovala tažnosti 500 - 1000 % [74, 132 - 134]. Kompozity byly zpevněny částicemi SiC a připraveny metodou práškové metalurgie. V článku [74] jsou uvedeny dosažené maximální tažnosti pro kompozity na bázi různých hořčíkových slitin (např. AZ31, AZ91, AM20, Mg - 5Zn). Tažnosti jsou v intervalu 100 - 450 %.

Relativně malé prodloužení v kompozitech v porovnání se slitinami je spojeno především se zvýšenou kavitační schopností [135]. Nadměrná tvorba a propojení dutin může vést k předčasnému lomu. U kompozitů s kovovou maticí se dutiny přednostně tvoří a rostou na rozhraní matrice/výztuž v důsledku koncentrace napětí vzniklých na rozhraní.

Protože v případě námi studovaných kompozitů Mg8Li/SiC a WE54/SiC vyrobených práškovou metalurgií byl splněný předpoklad jemnozrné struktury, rozhodli jsme se zkoumat možnost superplastického tváření těchto kompozitů.

### 6.5.1. Zvýšená plasticita kompozitu Mg8Li/SiC

Jak je vidět na Obr. 6.16 teplota výrazně ovlivňuje tvar deformačních křivek kompozitu Mg8Li/SiC získaných v tlaku. Nad 100 °C s rostoucí teplotou deformační napětí prudce klesají. Rychle klesá i rozdíl mezi napětím  $\sigma_{02}$  a  $\sigma_{max}$ , a to z hodnoty 206 MPa získané při pokojové teploty na jednotky MPa. Hodnoty napětí  $\sigma_{02}$  a  $\sigma_{max}$  jsou uvedeny v Tab. 6.6. Vzhledem k stacionárnímu charakteru deformačních křivek

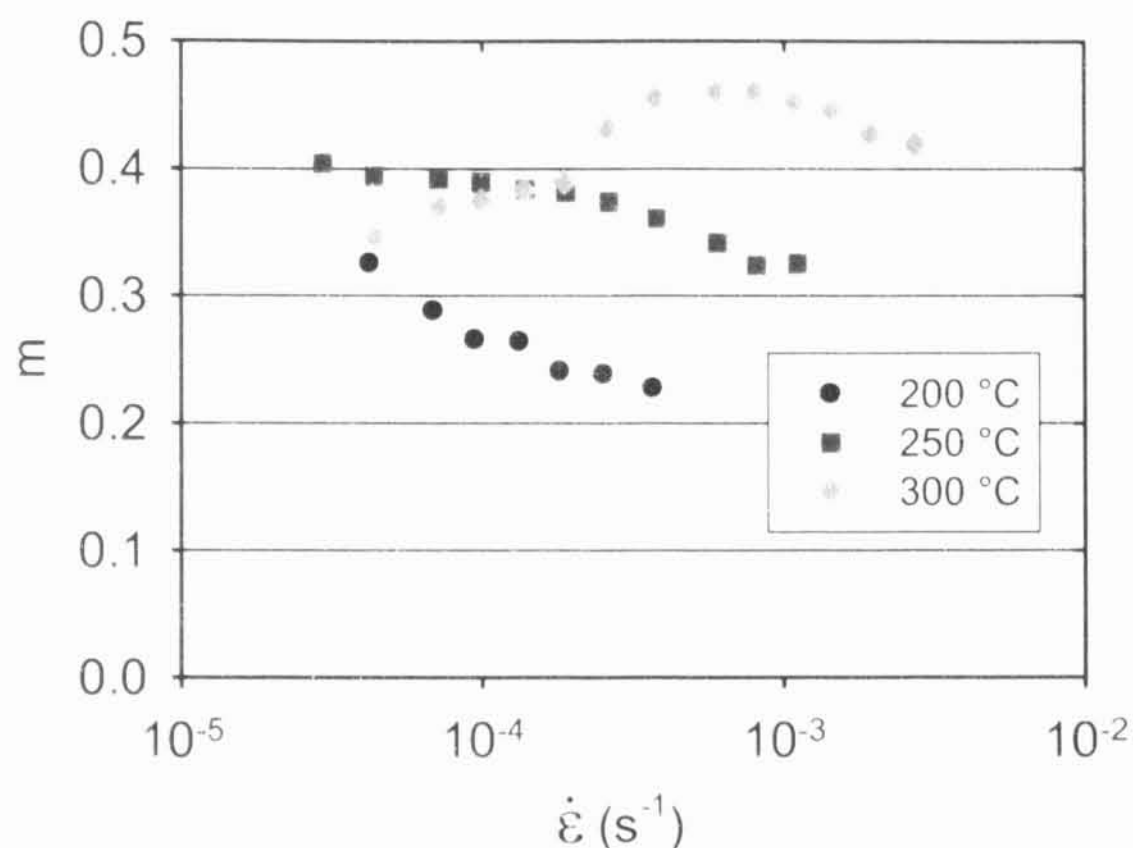
při vyšších teplotách a nízké hodnotě napětí na mezi kluzu (desítky MPa) lze předpokládat, že se při deformaci uplatňují odlišné deformační mechanismy než při teplotách pod 200 - 250 °C. Materiál má jemnozrnnou mikrostrukturu, proto jsme předpokládali, že v kompozitu může probíhat pokluz po hranicích zrn a materiál může vykazovat superplastické chování při vyšších teplot.

**Tab. 6.6:** Charakteristické napětí v závislosti na teplotě pro kompozit Mg8Li/SiC deformovaný v tlaku.

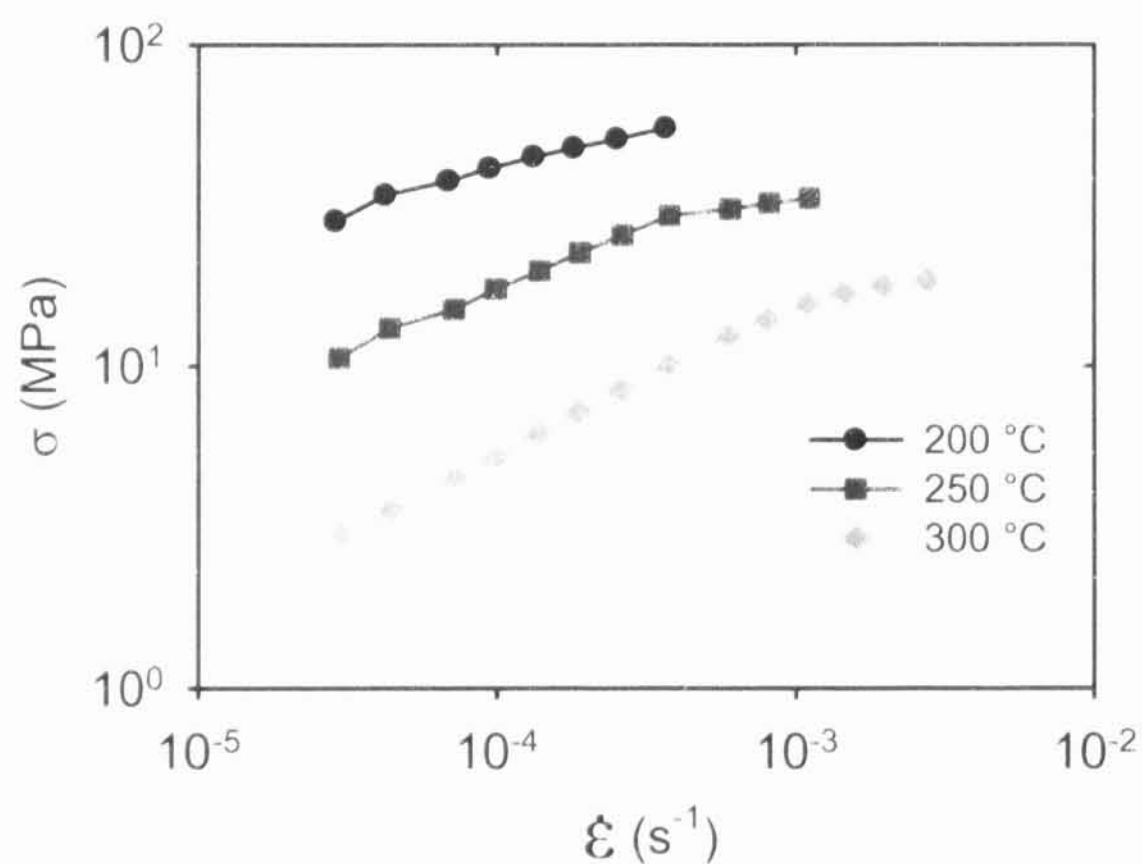
T (°C)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	$\sigma_{\max}$ (MPa)
23	198	405
50	187	390
100	165	284
150	126	159
200	74	83
250	35	40
300	14	22

Zkoušky rychlostní citlivosti byly provedeny při teplotách 200, 250 a 300 °C. Teploty byly zvoleny podle výše uvedených zjištění a podle literatury. V literatuře je několik článků demonstrujících výskyt superplasticity u dvoufázové slitiny Mg-Li a ukázalo se, že vysoké hodnoty tažnosti byly dosaženy při teplotách z intervalu od ~130 do ~350 °C [136 - 139].

Na Obr. 6.57 jsou uvedeny hodnoty parametru rychlostní citlivosti  $m$  určené ze změn deformačních rychlostí v závislosti na teplotě pro vzorky kompozitu Mg8Li/SiC deformované v tahu. Je vidět celkový posun křivek k vyšším hodnotám parametru  $m$  s rostoucí teplotou deformace. Závislost se posouvá k vyšším rychlostem. Při 200 °C dosahuje  $m$  maxima při deformační rychlosti přibližně  $4 \times 10^5 \text{ s}^{-1}$ , zatímco při 300 °C je maximum v blízkosti hodnoty  $6 \times 10^4 \text{ s}^{-1}$ , což je rychlost o řád vyšší. Při 300 °C se maximální hodnota parametru  $m = 0.46$  přibližuje k hodnotě 0.5 často považované za ideální podmínku pro superplastickou deformaci. Při teplotě 200 °C dosahuje maximum parametru  $m$  hodnoty 0.3, vymežující počátek superplastické oblasti a při vyšších teplotách nabývá hodnoty větší než 0.3 v celém zkoumaném intervalu rychlostí.



Obr. 6.57: Rychlostní závislost parametru  $m$  při různých teplot pro  $Mg_8Li/SiC$ .



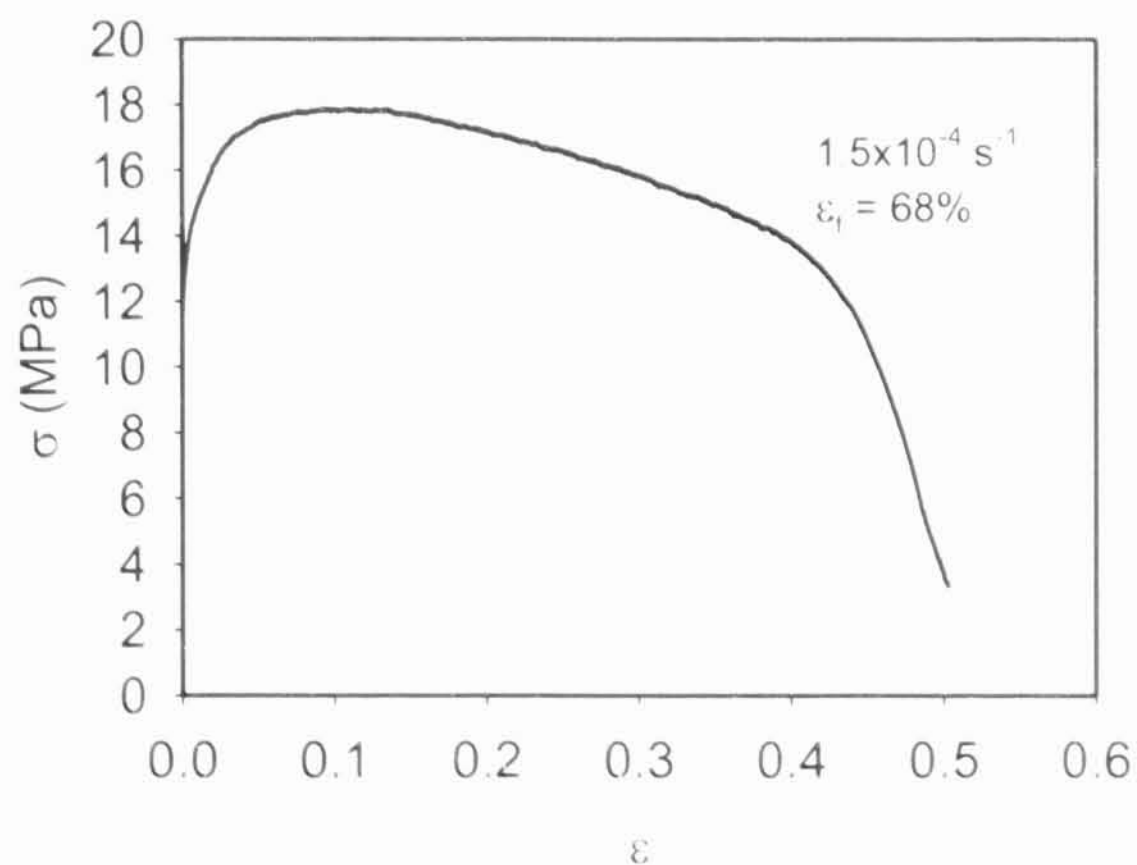
Obr. 6.58: Závislost napětí  $\sigma$  na  $\dot{\epsilon}$  pro deformační teploty 200 – 300 °C pro  $Mg_8Li/SiC$ .

Na Obr. 6.58 jsou uvedeny závislosti  $\log \sigma$  na  $\log \dot{\epsilon}$  získané pomocí zkoušky rychlostní citlivosti. Deformační napětí klesají s rostoucí teplotou. Závislost se podařilo naměřit jenom v oblasti II, hodnota parametru  $m$  v celé oblasti deformačních rychlostí

byla větší než 0.3, proto jsme nedostali úplný sigmoidální tvar. Průběhy křivek však má podobný charakter v oblasti II jako je schematicky znázorněno na Obr. 3.7.

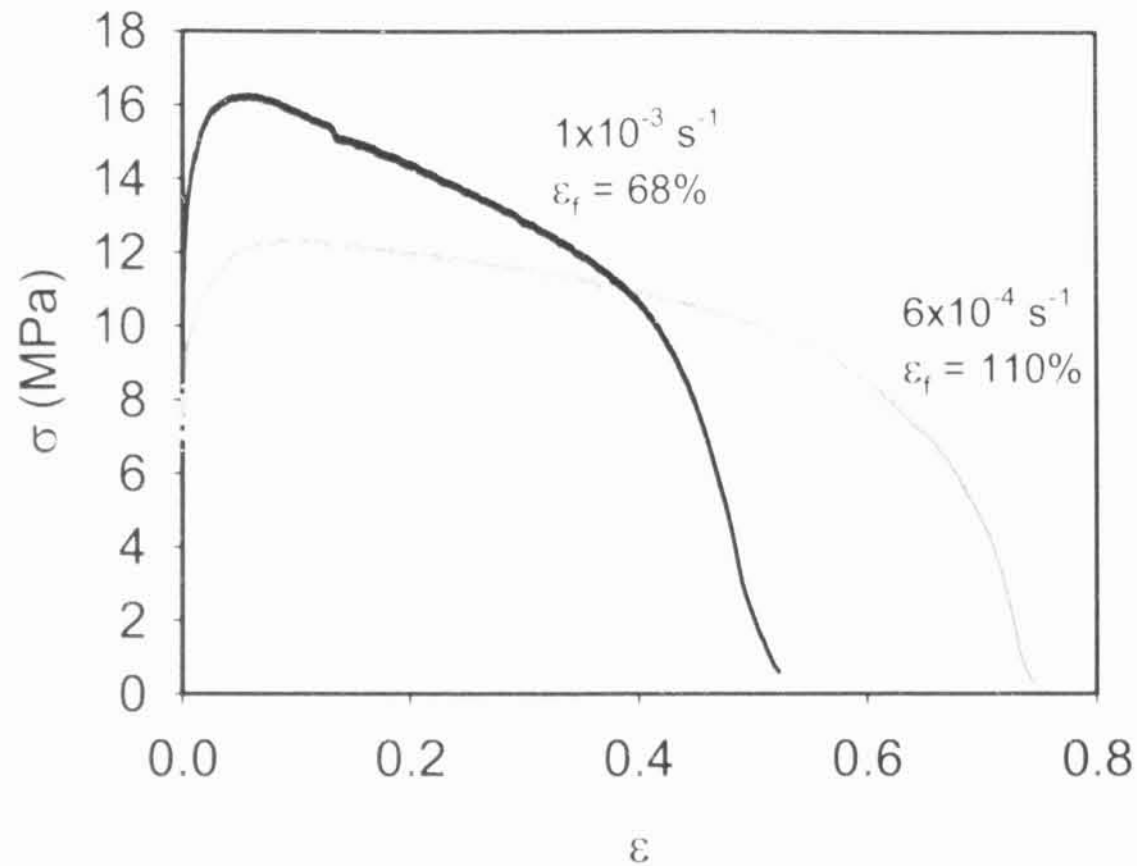
Jak bylo uvedeno, kvůli malému počtu vzorků nebylo možné zkoumat teplotní závislost tažnosti při dané deformační rychlosti, ani rychlostní závislost při určité deformační teplotě. Proto jsme nejprve provedli deformace při optimálních podmínkách pro superplastické chování, tj. s konstantní deformační rychlostí, odpovídající maximální hodnotě parametru  $m$  při dané teplotě. Deformační křivky, skutečné napětí v závislosti na skutečné deformaci, jsou uvedeny na Obr. 6.59 pro teplotu 250 °C a na Obr. 6.60 pro teplotu 300 °C. V grafech jsou uvedeny teploty deformace, deformační rychlosti a dosažené tažnosti v %.

Na Obr. 6.61 jsou uvedeny dosažené tažnosti v závislosti na teplotě. Prázdné kroužky reprezentují výsledky získané při zkouškách rychlostní citlivosti, plné symboly odpovídají výsledkům získaným při tahových zkouškách s konstantní deformační rychlostí. Navzdory vysokým hodnotám  $m$ , nebyly tažnosti u zkoušek rychlostní citlivosti vysoké. Při podmínkách odpovídajících maximálním hodnotám parametru  $m = 0.46$  byla naměřená tažnost 110 %, což svědčí o zvýšené plasticitě, avšak tato hodnota zůstává pod spodní mezí charakteristické pro superplastické chování.

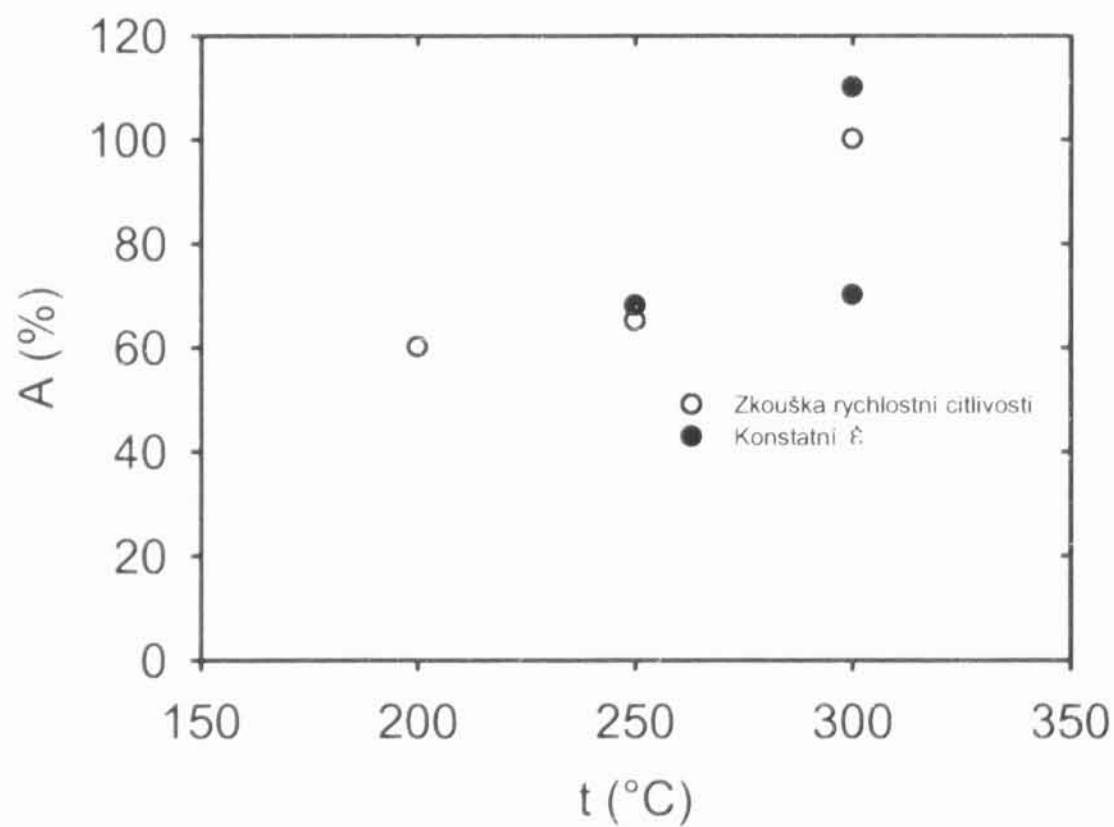


**Obr. 6.59:** Křivka napětí – deformace získaná při teplotě 250 °C pro Mg<sub>8</sub>Li/SiC





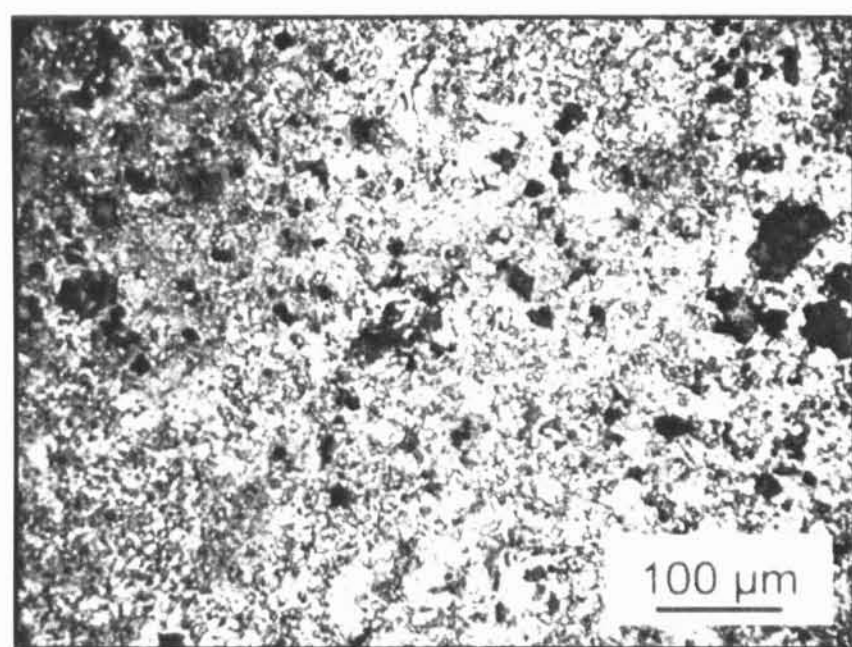
**Obr. 6.60:** Křivky napětí – deformace při teplotě 300 °C pro Mg8Li/SiC.



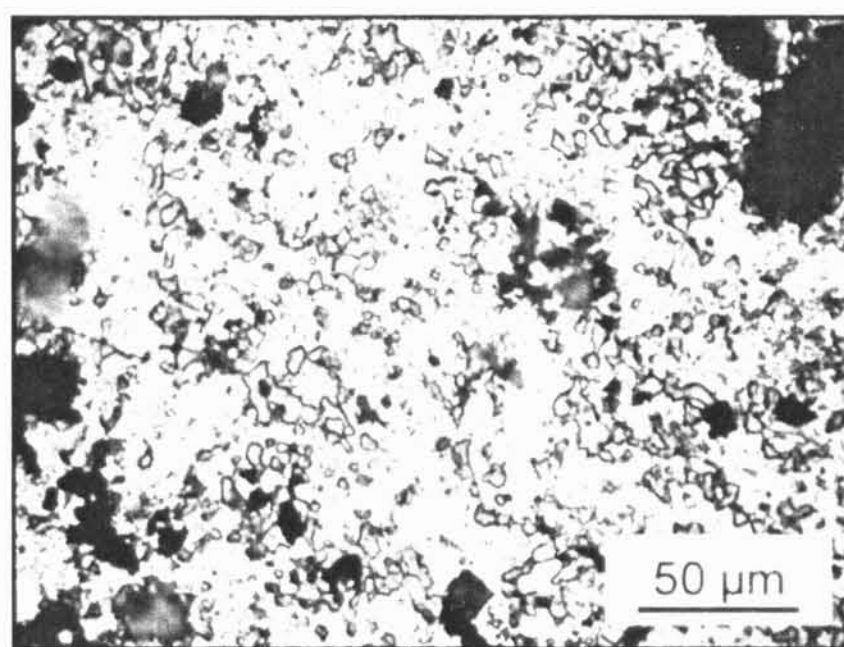
**Obr. 6.61:** Dosažené tažnosti v závislosti na teplotě.

V literatuře je mnoho článků uvádějících superplastické tažnosti naměřené na extrudované slitině Mg8Li. Furui a kol. [139] naměřili tažnost ~630 % na extrudované slitině s velikostí zrna 3-5  $\mu\text{m}$  při počáteční rychlosti deformace  $1.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Hodnota parametru  $m$  byla blízko hodnotě 0.5. Fujitani a kol. [140] pomocí termomechanického

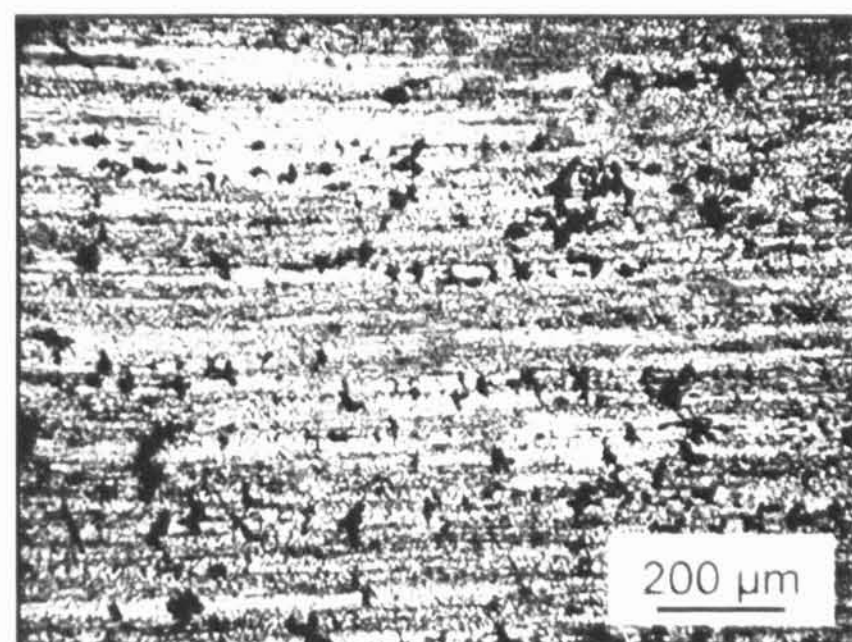
zpracování snížili velikost zrna odlévané slitiny Mg8Li na  $\sim 8 \mu\text{m}$  a naměřili maximální prodloužení 639 % při teplotě  $300 \text{ }^\circ\text{C}$  a deformační rychlosti  $1.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Kawasaki a kol. [141] uvádějí maximální tažnosti  $\sim 290 \%$  na lité slitině Mg – 9.5 hm. % Li – 1.0 hm. % Zn, která měla lamelární strukturu s rozměry  $\sim 90$  a  $\sim 8 \mu\text{m}$  při  $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  a  $t = 250 \text{ }^\circ\text{C}$ . Tyto tažnosti však byly naměřeny na slitinách. Námi zkoumané kompozitní vzorky obsahovaly 7obj. % částic SiC. Zatím nebyly publikovány žádné výsledky na slitině Mg8Li, zpevněné částicemi, týkající se deformačního chování v tahu při vyšších teplotách.



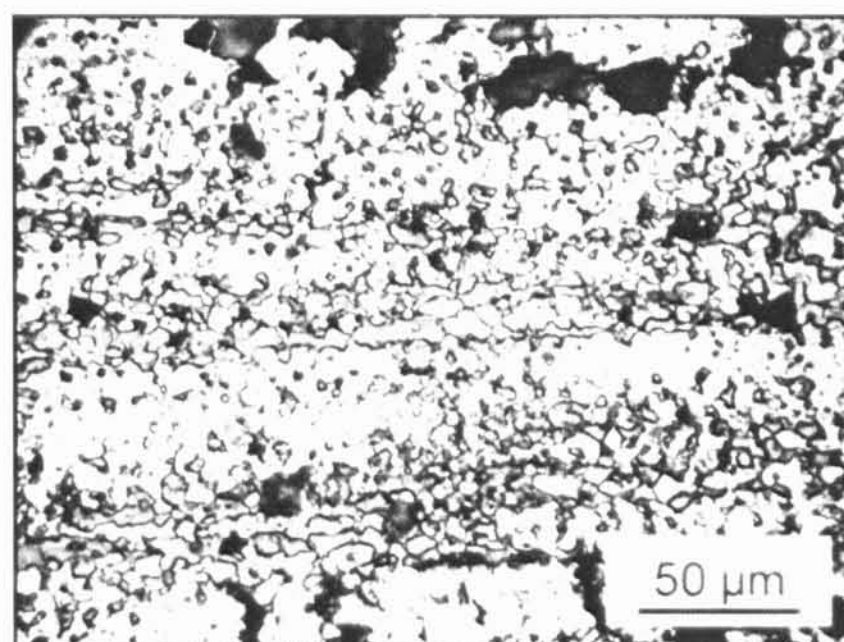
a)



b)



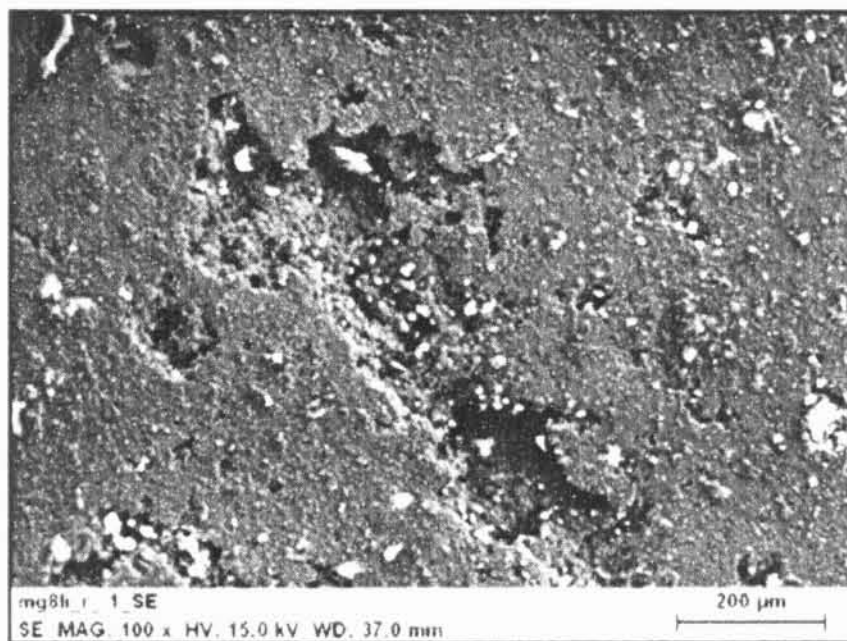
c)



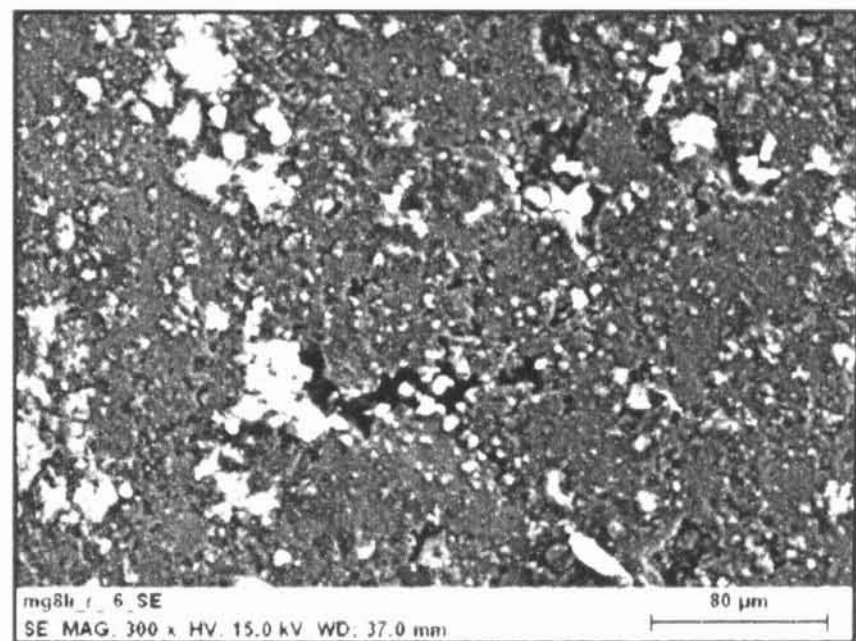
d)

**Obr. 6.62:** Mikrostruktura kompozitu Mg8Li/SiC po deformaci při teplotě  $300 \text{ }^\circ\text{C}$  a rychlosti  $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , a)-b) příčný řez, c)-d) podélný řez. Dutiny se tvořily převážně v blízkosti částic SiC. Ve směru namáhání se zrna fáze  $\beta$  uspořádali do pásů rovnoběžné se směrem namáhání.

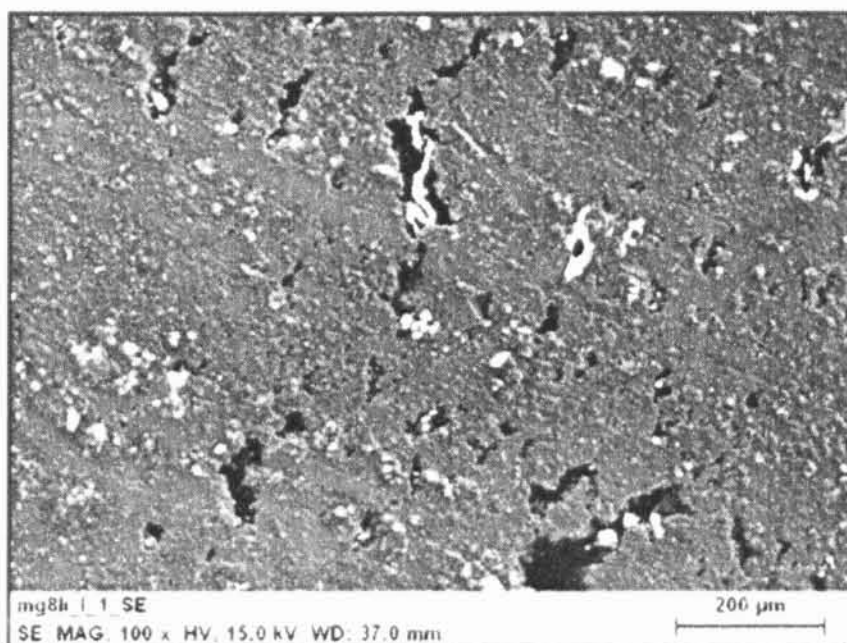
Obr. 6.62 a 6.63 ukazují mikrostrukturu vzorku s nejvyšší tažností deformovaného do lomu. Snímky 6.62a a b dokumentují strukturu ve směru kolmém na směr působícího napětí, snímky c-d ve směru zatěžování. Z obrázků je patrné, že během deformace vzniklo velké množství dutin, které se tvořily převážně v blízkosti částic SiC. Dutiny jsou vzájemně propojeny nejen ve směru zatěžování, ale jejich velký počet má protáhlý tvar ve směru kolmém. Na podélném řezu jsou viditelné pásy, tvořené zrny fáze  $\beta$ . Tyto pásy jsou rovnoběžné se směrem namáhání, a u porušené části vzorku jsou vidět i pouhým okem.



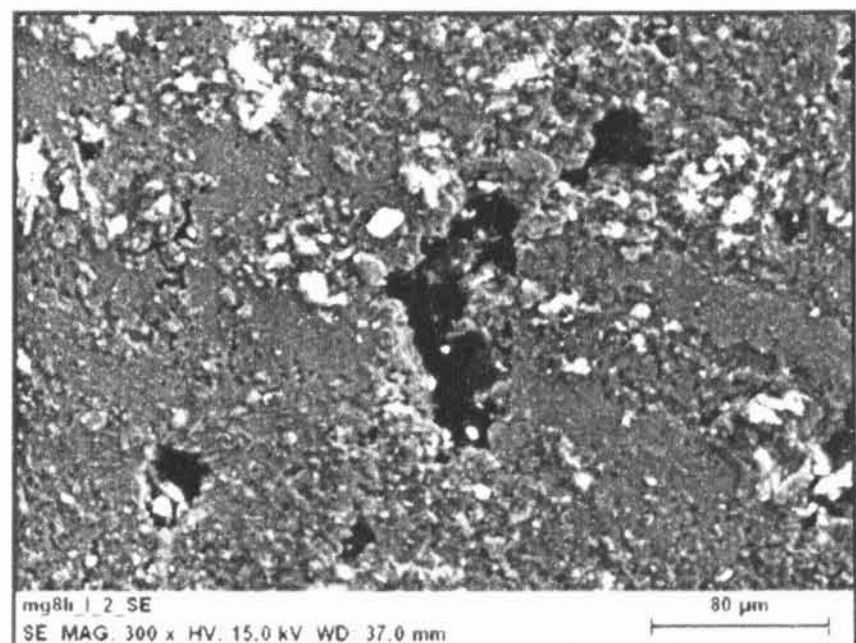
a)



b)



c)



d)

**Obr. 6.63:** Morfologie a rozložení dutin v kompozitu Mg8Li/SiC po deformaci do lomu při teplotě 300 °C a rychlosti  $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , a)-b) příčný řez, c)-d) podélný řez. (REM)



Tvar a rozložení dutin ve stejném vzorku byl zmapován pomocí REM. Obr. 6.63a-b ukazují spojené dutiny v průřezu vzorku blízko lomu. Vzniklé dutiny mají velikost až několik set mikrometrů. Snímky ukazující mikrostrukturu ve směru tahu rovněž potvrzují, že předčasný lom vzorku nastal kvůli růstu a propojení dutin.

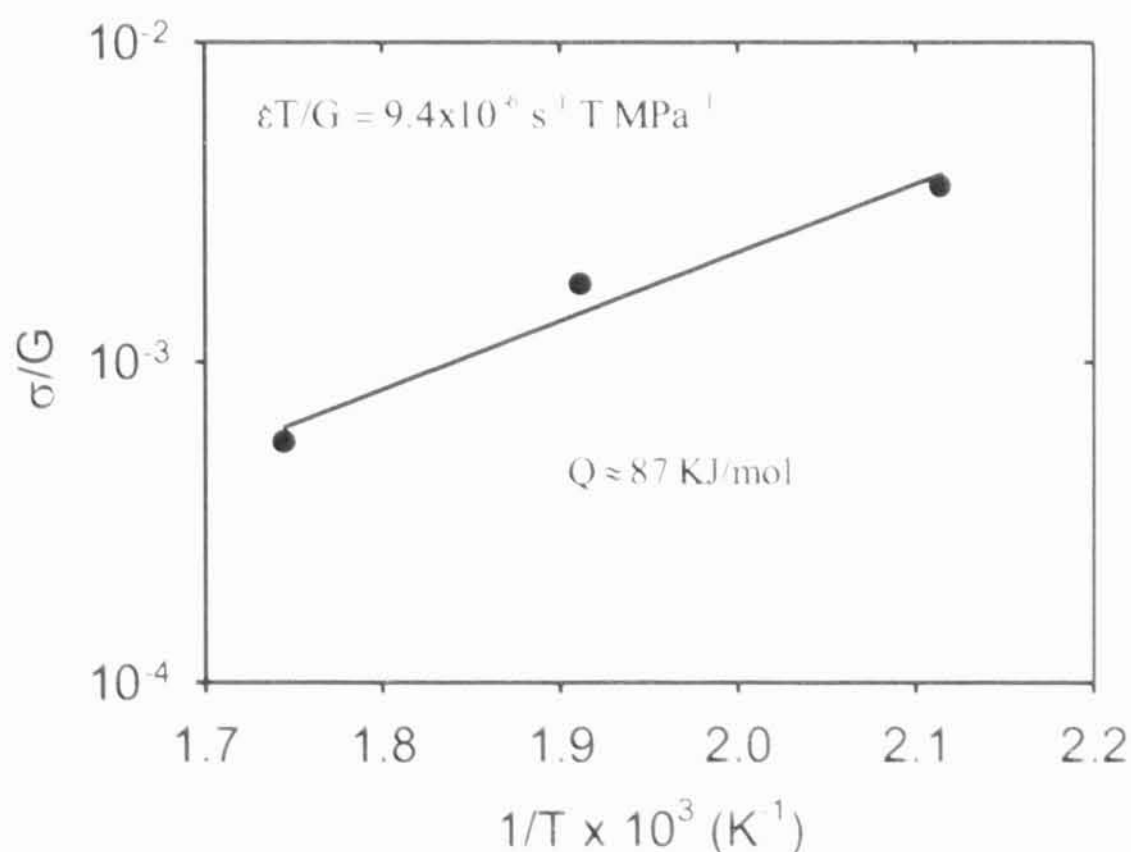
Aktivační energii difúzního procesu je možné určit z rovnice (3.15), vynesním naměřených hodnot normalizovaného napětí,  $\sigma/G$ , při konstantní  $\dot{\epsilon}T/G$  vůči převrácené hodnotě termodynamické teploty,  $1/T$ . Aktivační energie je pak určena jako:

$$Q = \frac{1}{m} R \frac{\Delta(\ln \sigma / G)}{\Delta(1/T)} \quad (3.22)$$

Modul pružnosti ve smyku je dán vztahem [142]

$$G(\text{MPa}) = 1.66 \times 10^4 \left[ 1 - 0.49 \left( \frac{T - 300}{924} \right) \right] \quad (3.23)$$

Závislost pro  $\dot{\epsilon}T/G = 9.4 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1} \text{ T MPa}^{-1}$  je uvedena na Obr. 6.64. Hodnoty deformačního napětí byly určeny z grafu uvedeného na Obr. 6.58.



**Obr. 6.64:** Graf normalizovaného napětí  $\sigma/G$  vůči  $1/T$ .

S použitím naměřených hodnot  $m$  je hodnota aktivační energie, typická pro superplastickou oblast,  $Q \approx 87$  kJ/mol. Naměřená hodnota aktivační energie je blízko k aktivační energii difúze po hranicích zrn v čistém hořčíku  $\sim 92$  kJ/mol [142].

Naměřená vysoká hodnota parametru  $m \sim 0.5$  a aktivační energie naznačují, že dominantním deformačním procesem by mohl být pokluz po hranicích zrn, akomodovaný skluzem a kontrolovaný difúzí po hranicích zrn [62, 143, 144]. Tažnost materiálu je limitována významnou kavitací. Největší dosažená tažnost byla 110 % při 300 °C a deformační rychlosti  $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ .

### 6.5.2. Zvýšená plasticita kompozitu WE54/SiC

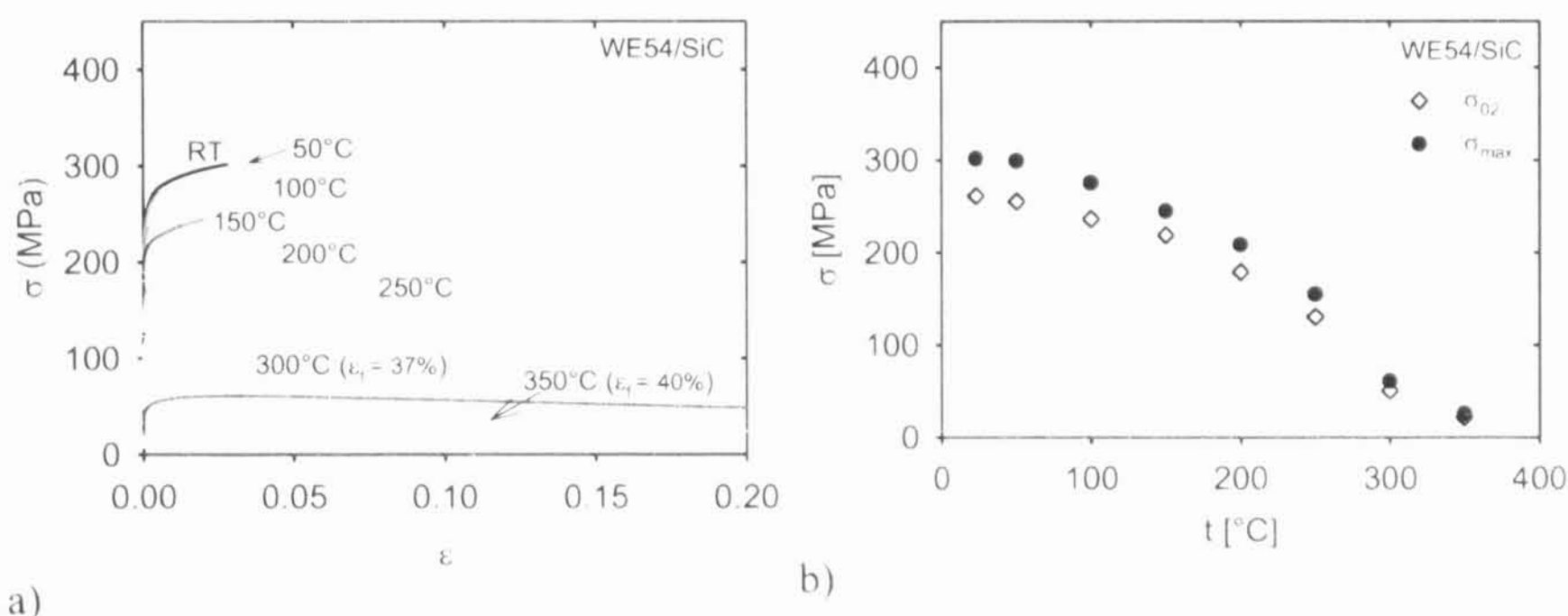
Kompozit WE54/SiC byl vyroben metodou práškové metalurgie, podobně jako Mg8Li/SiC. Důsledkem je malé zrno matrice. Průměrná velikost zrn byla 3-5  $\mu\text{m}$  a zrna byla rovnoosá. Vzorky kompozitu byly prozkoumány v tlaku i v tahu. Teplotní závislost deformačních křivek byla uvedena v kapitole 6.1.6 na Obr. 6.18 a 6.20. V obou případech byl pozorován výrazný pokles deformačního napětí při zvýšení teploty z 250 °C na 300 °C. Nad teplotou 250 °C rychle klesají charakteristická napětí a deformační křivky mají plochý charakter. Plochý charakter křivek dobře demonstruje i malý rozdíl mezi napětím  $\sigma_{0.2}$  a  $\sigma_{max}$ . Pro názornost jsou znovu uvedeny deformační křivky a charakteristická napětí získaná v tahu na Obr. 6.65. V Tab. 6.7 jsou uvedeny charakteristická napětí v závislosti na teplotě. Rozdíl mezi hodnotami charakteristickými napětími při 350 °C jsou jednotky MPa.

Byla prozkoumaná rychlostní citlivost napětí v tahu při různých teplotách, avšak zkoušky rychlostní citlivosti byly provedeny při vyšších teplotách než u kompozitu Mg8Li/SiC. Závislosti parametru  $m$  na deformační rychlosti pro teploty 350, 420 a 450 °C jsou vyneseny na Obr. 6.66. S rostoucí teplotou se závislost posouvá k vyšším rychlostem. Maximální hodnoty parametru  $m$  však rostou velmi mírně, zůstávají kolem 0.3. Při 350 °C dosahuje  $m$  maximální hodnotu 0.27, při 450 °C je maximální hodnota 0.30. Je však třeba upřesnit, že při 350 °C je hodnota 0.27 maximální hodnota závislosti  $m$  na deformační rychlosti, zatím co při 450 °C je hodnota 0.3 maximem závislosti v měřeném intervalu rychlostí (při 450 °C pravděpodobně dosahuje parametr  $m$



maximální hodnoty při rychlosti vyšší než je  $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , což je největší rychlost deformace použitá pro zkoumání rychlostní citlivosti). Můžeme však předpokládat, že poslední bod naměřené závislosti je blízko k maximu, a hodnota parametru  $m$  v tomto bodě se liší jen málo od maximálně dosažitelné hodnoty při dané teplotě.

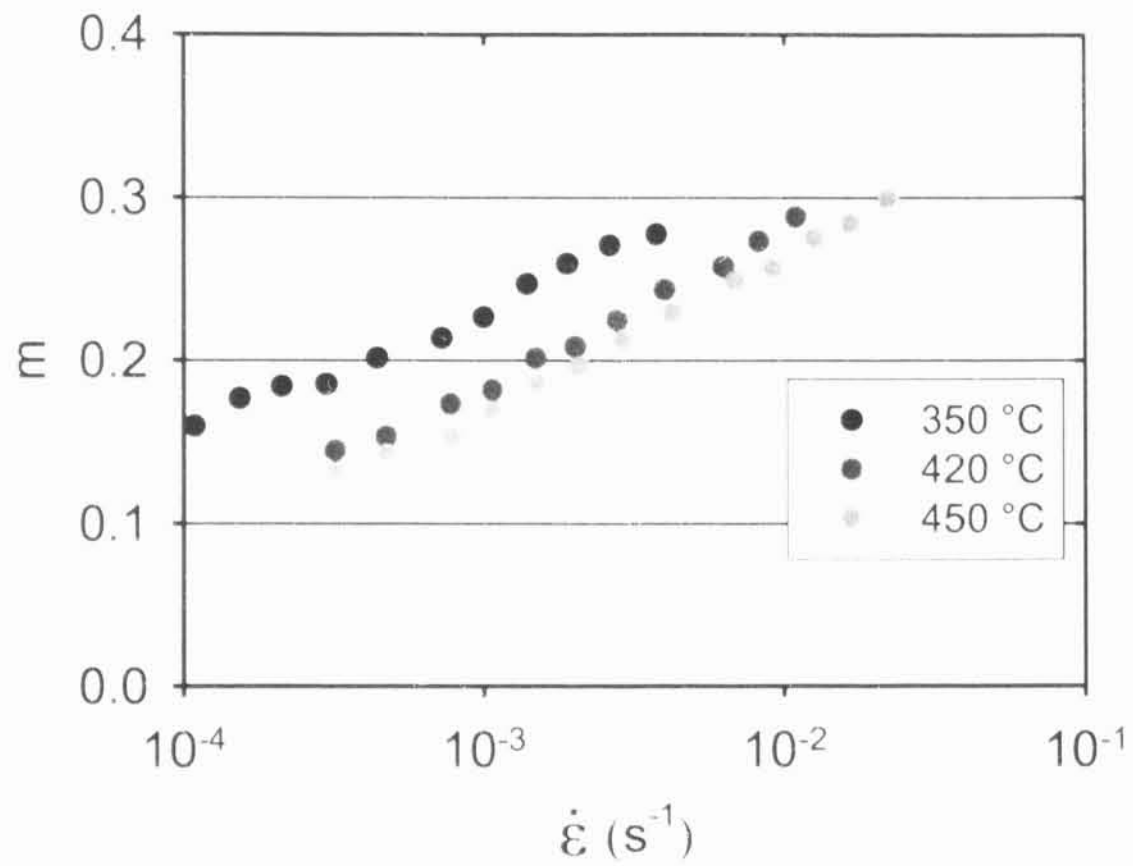
Pro znázornění efektu rychlosti deformace na deformačním chování materiálu jsou na Obr. 6.67 zobrazena deformační napětí v závislosti na deformační rychlosti. Napětí s rostoucí teplotou klesají, avšak křivky nelze porovnat s křivkou očekávanou pro materiál vykazující superplastické vlastnosti, protože data byla získaná jenom pro oblast I, a parametr  $m$  dosahuje maximální hodnoty těsně kolem 0.3, což je hraniční pro vymezení superplastické oblasti.



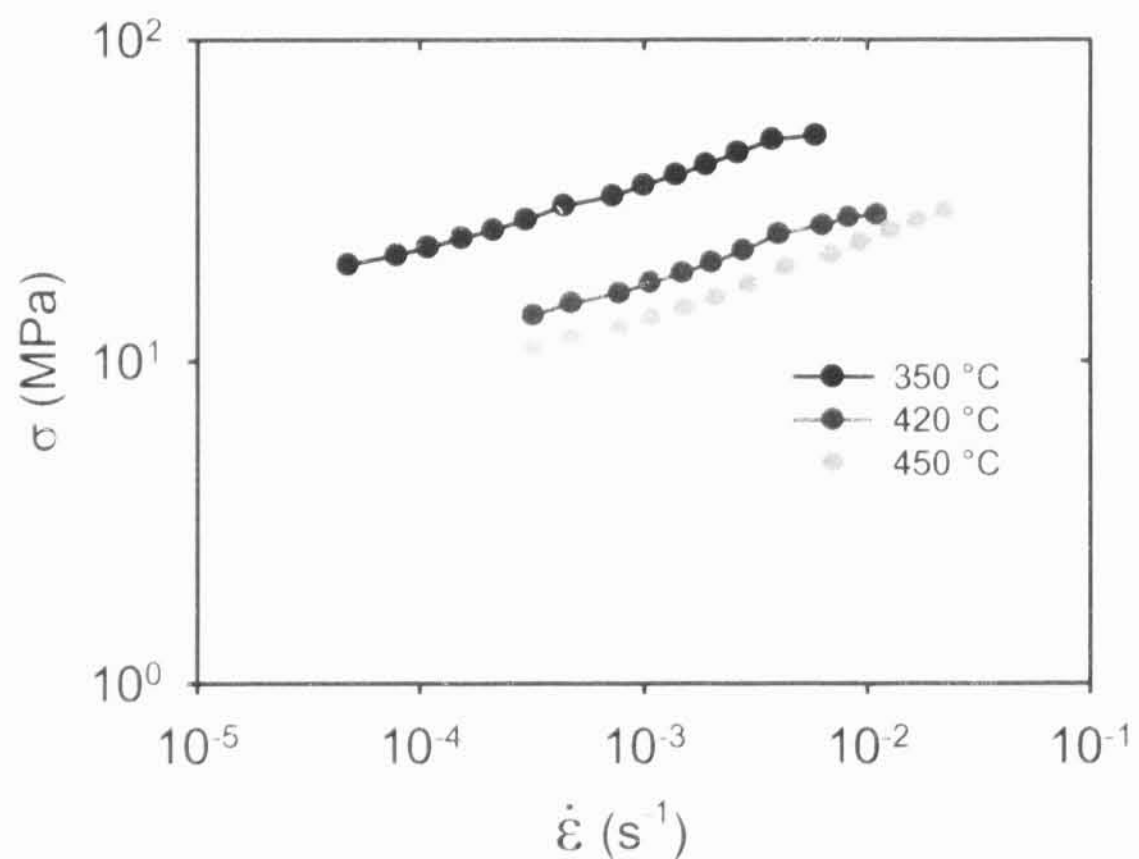
**Obr. 6.65:** Teplotní závislost a) křivek napětí – deformace, b) charakteristických napětí pro kompozit WE54/SiC deformovaný v tahu s počáteční rychlostí  $2.8 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ .

**Tab. 6.7:** Charakteristická napětí v závislosti na teplotě pro kompozit WE54/SiC deformovaný v tahu.

T (°C)	$\sigma_{02}$ (MPa)	$\sigma_{max}$ (MPa)
23	261	302
50	255	299
100	236	275
150	219	245
200	178	209
250	130	155
300	50	61
350	21	25



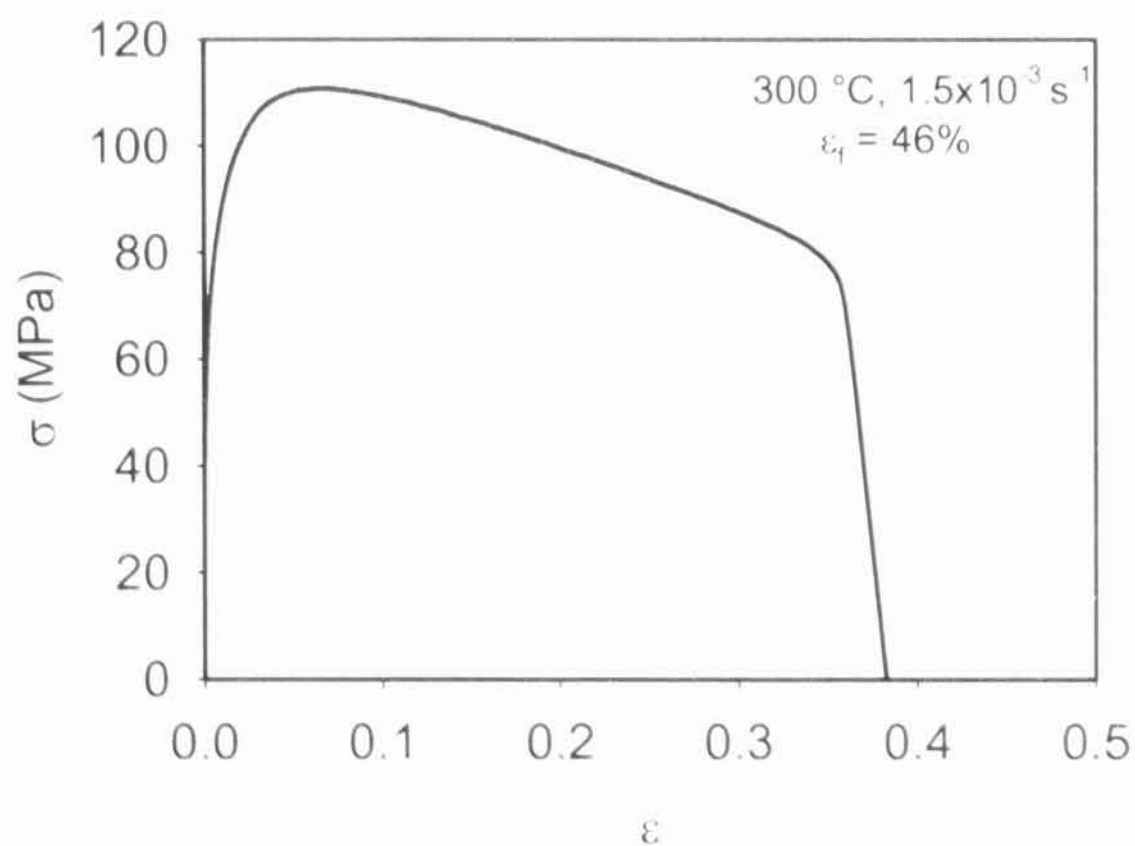
**Obr. 6.66:** Závislost parametru  $m$  na deformační rychlosti při různých teplotách pro kompozit WE54/SiC.



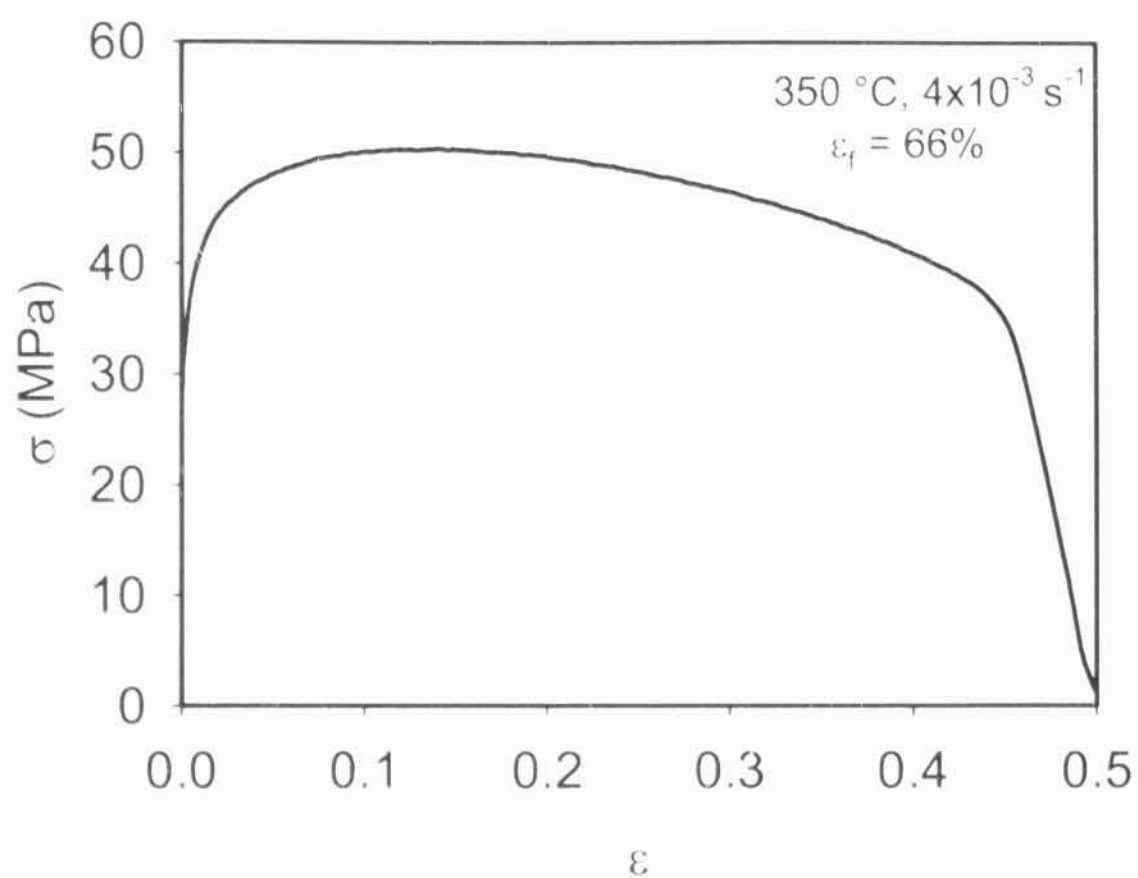
**Obr. 6.67:** Závislost  $\log \sigma$  na  $\log \dot{\epsilon}$  pro různé deformační teploty pro kompozit WE54/SiC.

Podle dosažených hodnot parametru  $m$  jsme neočekávali superplastické chování kompozitu, vysoké tažnosti přesahující 200-300 %, ale předpokládali jsme zvýšenou plasticitu. Tahové zkoušky s konstantní deformační rychlostí byly provedeny při optimálních podmínkách pro zvýšenou plasticitu určených z grafu 6.66. Naměřené závislosti skutečné napětí - skutečná deformace jsou uvedeny na Obr. 6.68-71. V grafech jsou uvedeny teplota, rychlost deformace a dosažená tažnost v %.

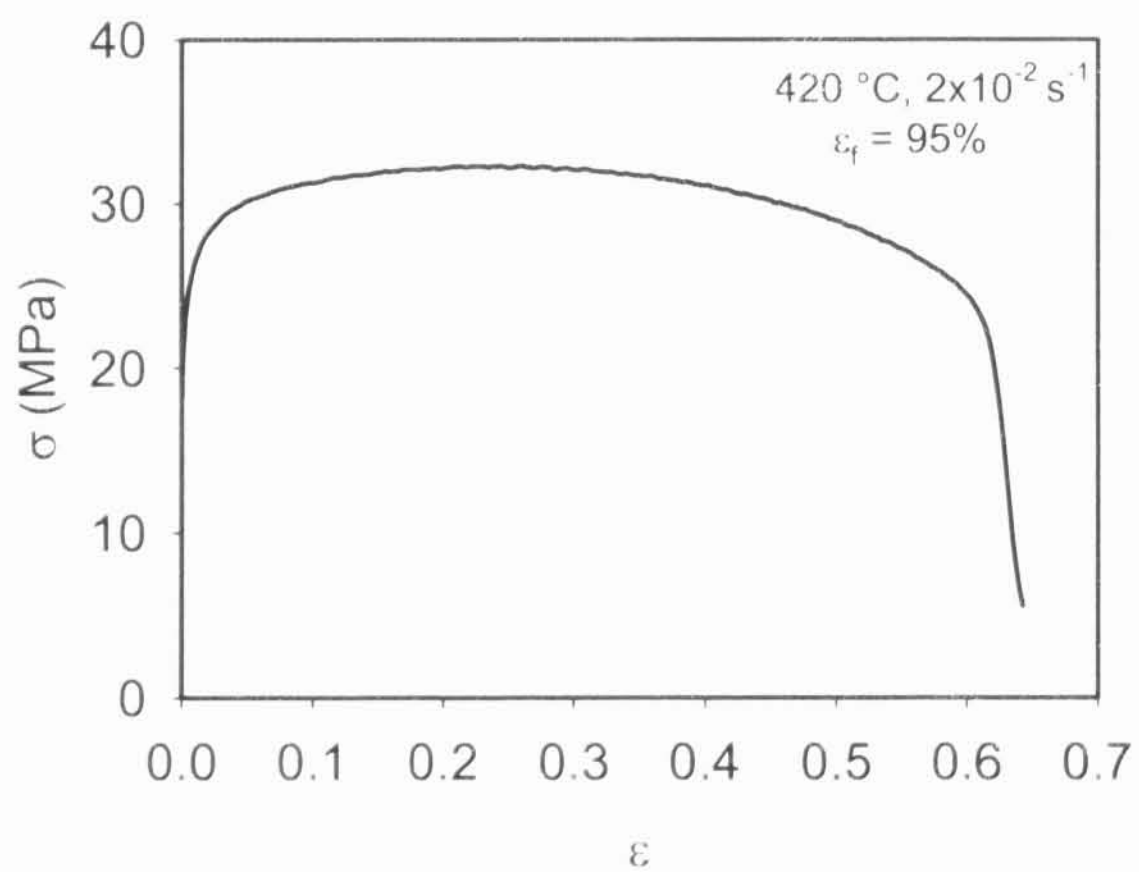
Tahové zkoušky byly provedeny při různých teplotách a různých deformačních rychlostech. Naměřené křivky a dosažené tažnosti můžeme porovnat s výsledkem tahových zkoušek uvedených na Obr. 6.65 pro teploty 300 °C a 350 °C (deformační rychlost byla  $2.8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , dosažené tažnosti 50 % a 46 %).



**Obr. 6.68:** Křivka napětí - deformace při teplotě 300 °C pro WE54/SiC.

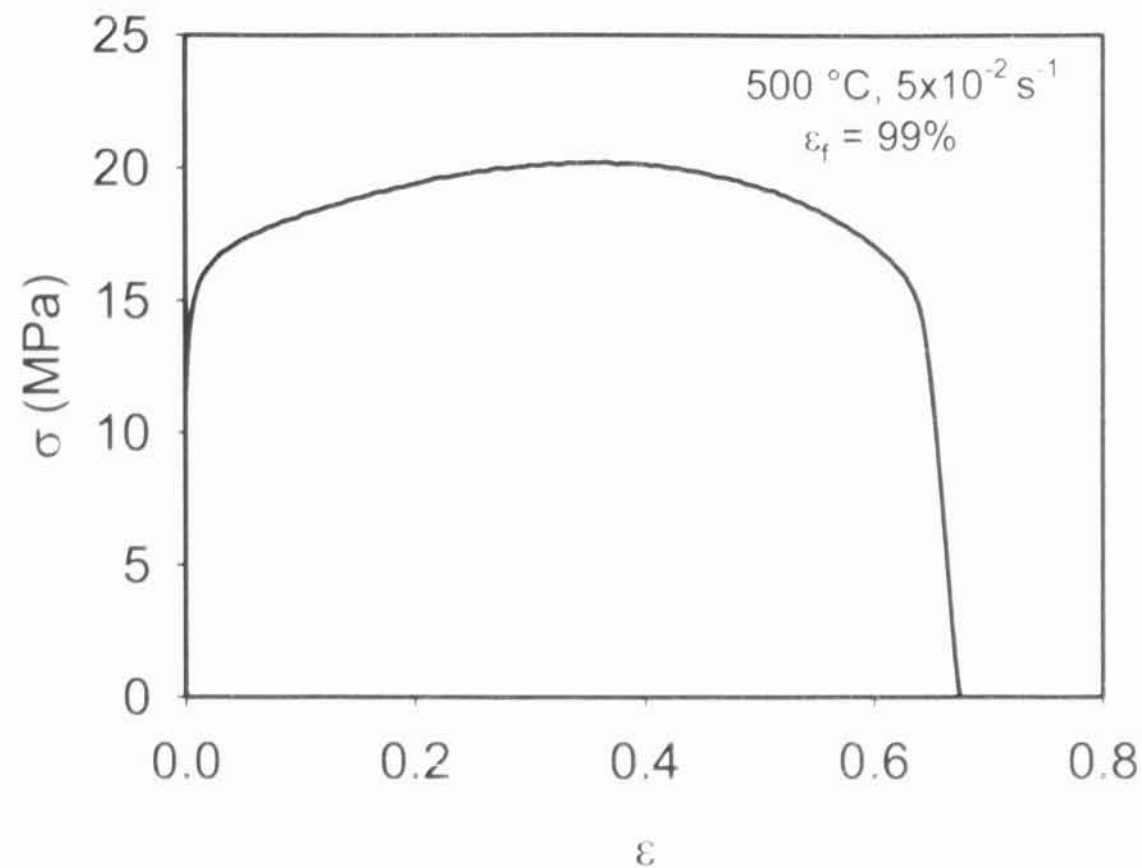


**Obr. 6.69:** Křivka napětí – deformace získaná při teplotě  $350\text{ }^\circ\text{C}$  pro WE54/SiC.



**Obr. 6.70:** Křivka napětí – deformace při teplotě  $420\text{ }^\circ\text{C}$  pro WE54/SiC.





**Obr. 6.71:** Závislost deformačního napětí na deformaci při teplotě 500 °C pro WE54/SiC

Při 300 °C byla tažnost dosažená při optimální deformační rychlosti stejná, jako při rychlosti  $2.8 \times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ , avšak byla dosažena při desetkrát vyšší deformační rychlosti. Při 350 °C zvýšením deformační rychlosti na  $4 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$  se zvýšila tažnost z 46 % na 66 %. Při teplotě 420 °C byla dosažena tažnost 95% při deformační rychlosti o řád vyšší, než při 350 °C. Zvýšením teploty na 500 °C tažnost vzrostla jen nepatrně, na 99 %, byla však dosažena při deformační rychlosti  $0.5 \times 10^{-1}\text{ s}^{-1}$ .

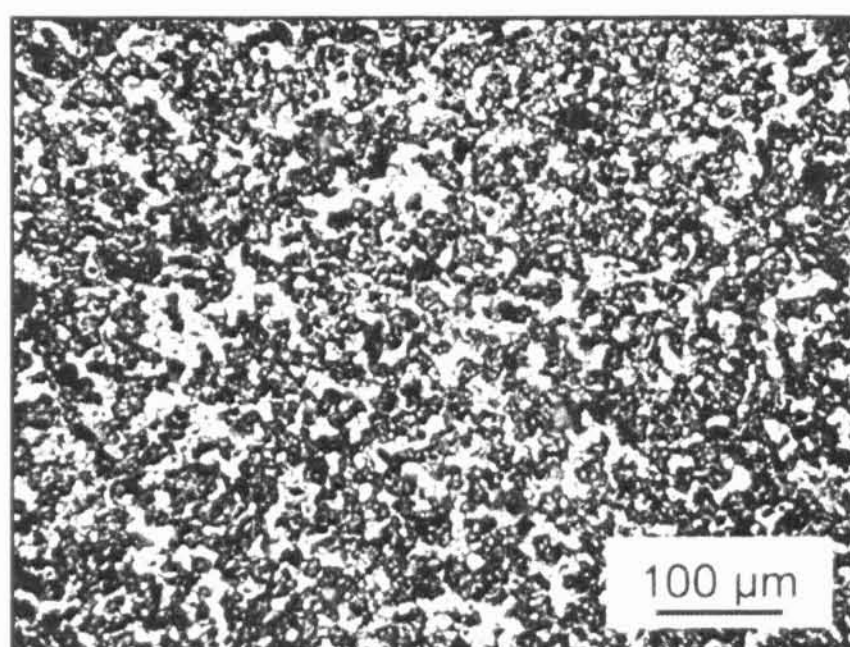
Při teplotách 350 °C a 420 °C napětí po dosažení maximální hodnoty na začátku deformace zůstává přibližně konstantní a po dosažení určité deformace mírně klesá. Deformační křivka získaná při 500 °C má odlišný charakter. Napětí roste s rostoucí deformací až do skutečné deformace 0.35. Je pozorováno mírné deformační zpevnění. Pozorovaný růst napětí může indikovat růst zrn během deformace.

V literatuře je málo informací o superplastickém chování slitiny WE54 [145, 146]. Liu a kol. [146] zkoumali slitinu WE54 se 0.45 hm.% Zn. Na extrudované slitině s velikostí zrna 26  $\mu\text{m}$  naměřili maximální tažnost 290 % při teplotě 450 °C a deformační rychlosti  $1 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ . Veliké prodloužení připsali dynamické rekrytalizaci doprovázené pokluzem po hranicích zrn. U slitiny extrudované a následně ECAPované

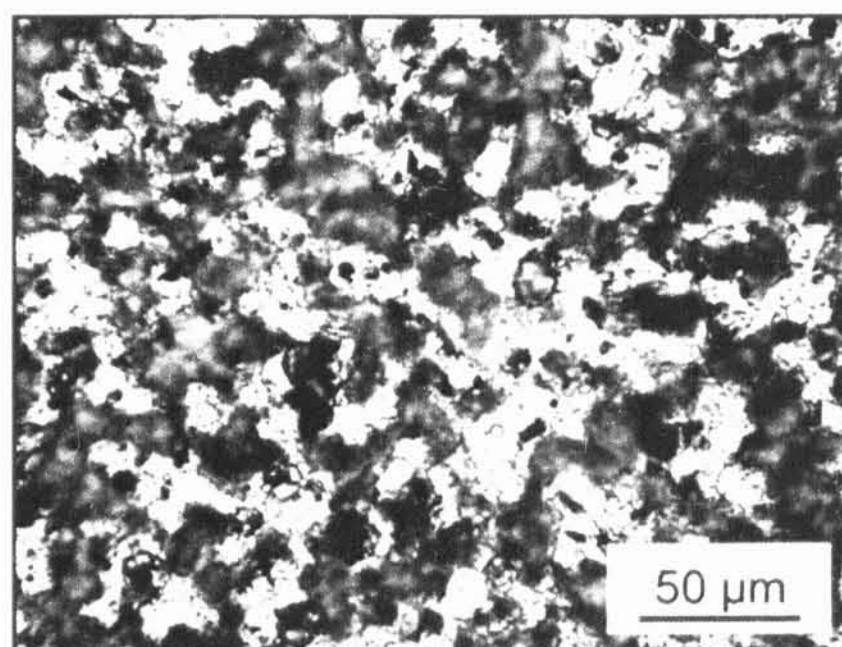
byly ideální podmínky pro superplasticitu  $t = 400\text{ °C}$  a  $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Dosažená tažnost byla 600%. Počáteční velikost zrna byla  $4.4\ \mu\text{m}$ . Garcés a kol. [145] zkoumali mechanické vlastnosti práškově metalurgicky připravené slitiny WE54 v teplotním intervalu  $300\text{-}400\text{ °C}$ . Velikost zrna byla kolem  $1\ \mu\text{m}$ . Nejvyšší tažnost  $\sim 450\%$  byla dosažena při teplotě  $400\text{ °C}$  a rychlosti  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$ . Podle znalosti autora o superplasticitě kompozitu na bázi slitiny WE54 dosud nejsou v literatuře žádné informace.

Metalografické zkoušky byly provedeny na leštěných a následně leptaných podélných a příčných řezech kompozitních vzorků WE54/SiC deformovaných do lomu při teplotách  $420\text{ °C}$  a  $500\text{ °C}$ . Pozorování odhalilo značný výskyt dutin. Dutiny byly pozorovány na rozhraní matrice/zpevňující fáze, stejně jako u ostatních kompozitů.

Pomocí světelné mikroskopie byla zkoumána mikrostruktura vzorku deformovaného při  $420\text{ °C}$  (Obr. 6.72-73). Výrazný růst zrna nebyl pozorován. Některá zrna byla protažená ve směru namáhání. Směr působícího napětí je značen šipkou na Obr. 6.73. Částice SiC jsou rozloženy v přibližně paralelních pásech. Byla pozorována i významná kavitace. Kavity se tvořily převážně v blízkosti částic SiC.

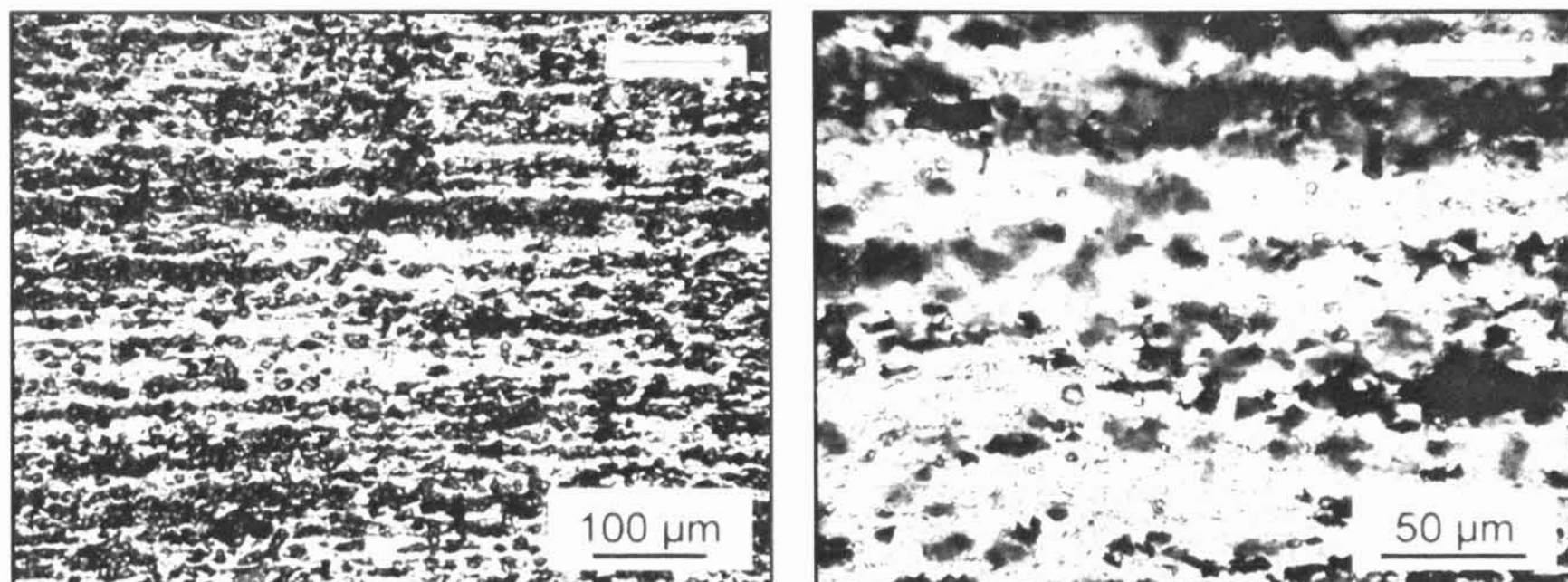


a)



b)

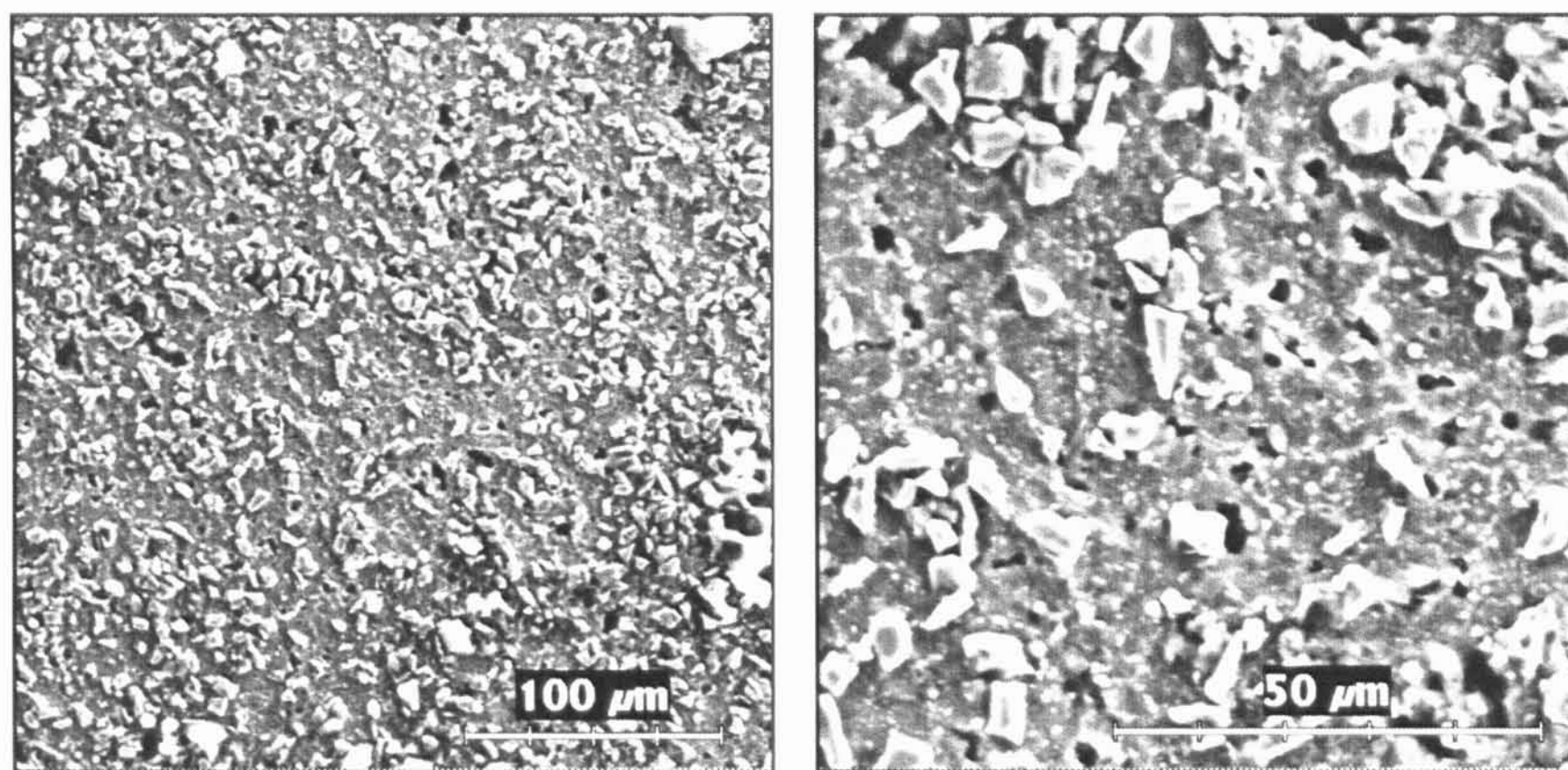
**Obr. 6.72:** Mikrostruktura kompozitu WE54/SiC po deformaci při teplotě  $420\text{ °C}$ , příčný řez. Během deformace docházelo k tvorbě dutin.



a)

b)

**Obr. 6.73:** Mikrostruktura kompozitu WE54/SiC po deformaci při teplotě 420 °C, podélný řez. Směr působícího napětí je značen šipkou v pravém horním rohu obrázků. Částice SiC jsou rozloženy v paralelních pásech.

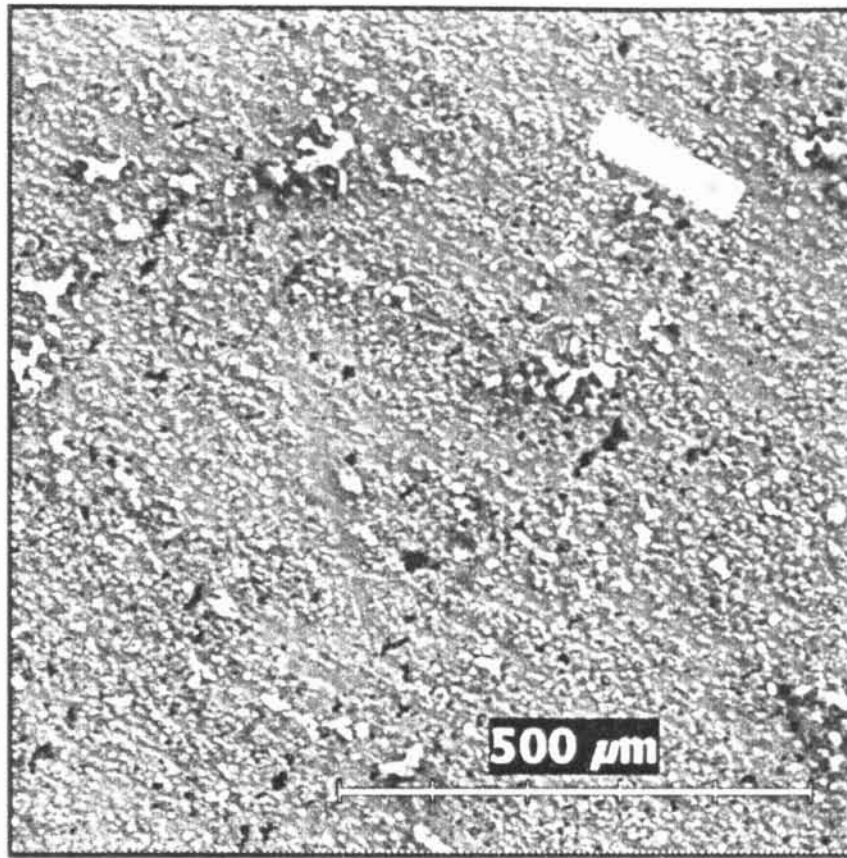


a)

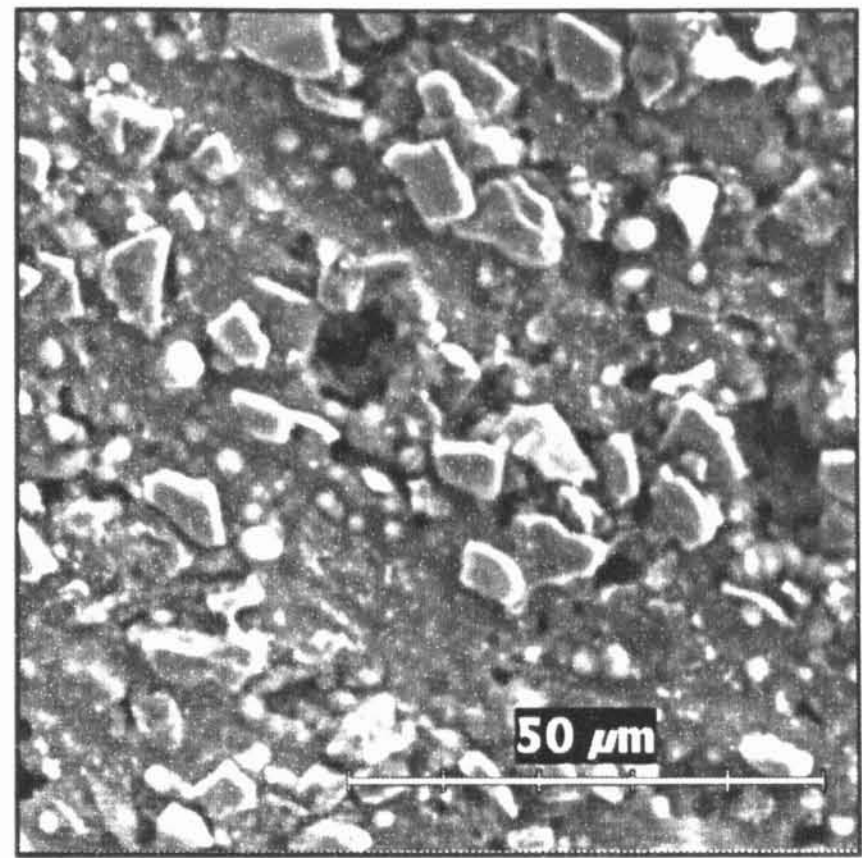
b)

**Obr. 6.74:** Mikrostruktura kompozitu WE54/SiC po deformaci při teplotě 500 °C, příčný řez. Na detailnějším snímku b) jsou viditelná zrna v matrici. Dutiny se tvořily v blízkosti částic SiC, v blízkosti částic druhé fáze a také ve styčných bodech tří zrn. (REM)

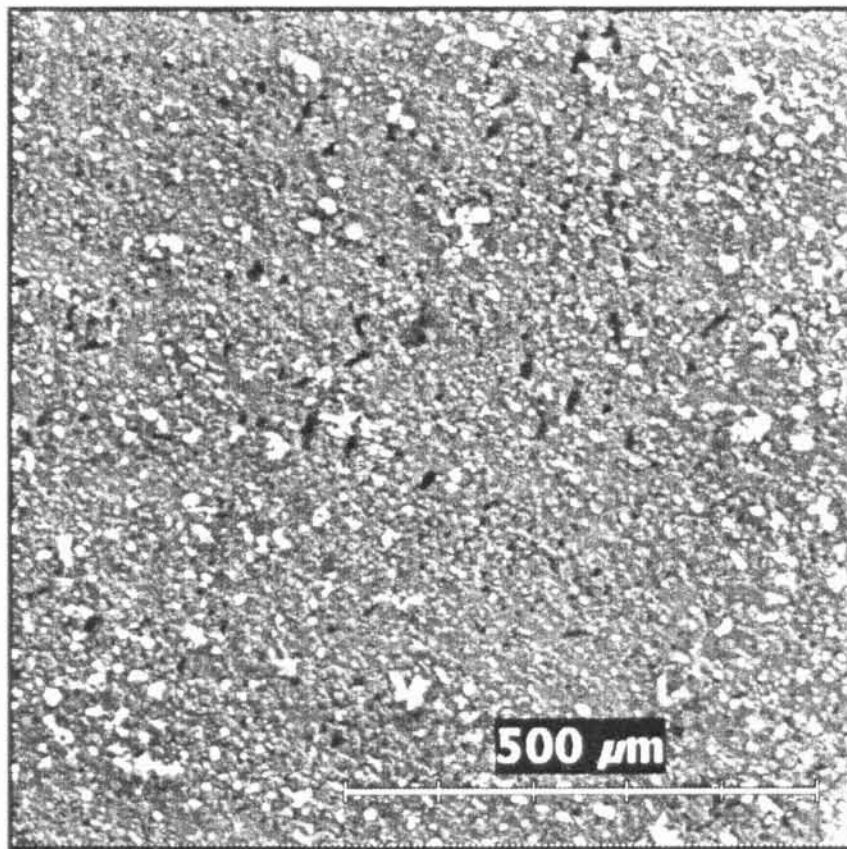




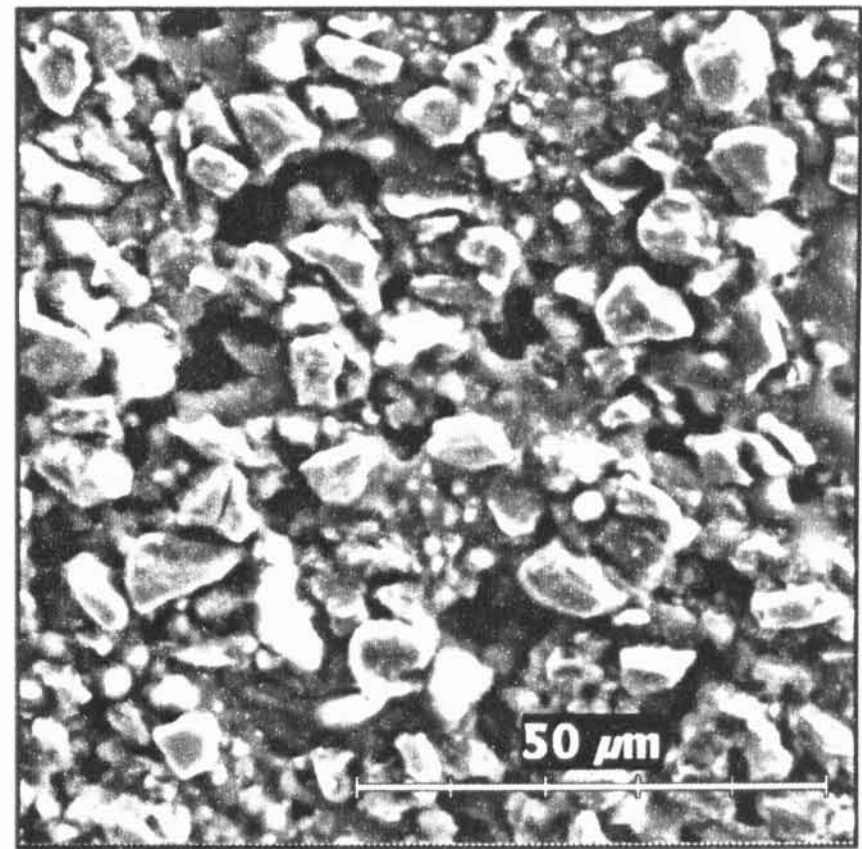
a)



b)



c)



d)

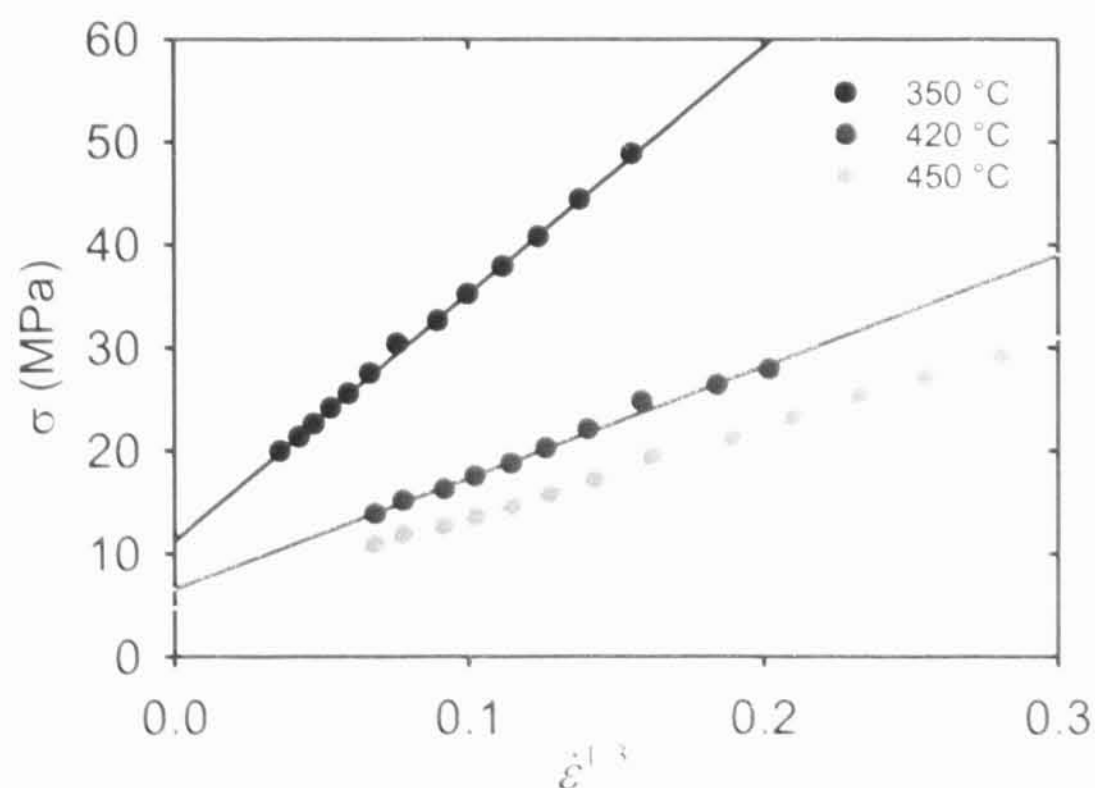
**Obr. 6.75:** Kompozit WE54/SiC deformovaný při 500 °C, podélný řez – a) a b) oblast vzdálená od lomu, c)-d) oblast v blízkosti lomu. Hustota kavit je výrazně větší v oblasti při lomu. Kavity se propojovaly a rostly i kolmo na směr zatěžování. Směr deformace je značen šípkou na snímku a). (REM)

Morfologie a rozložení dutin ve vzorku deformovaném při 500 °C byly pozorovány řádkovacím elektronovým mikroskopem (Obr. 6.74-75). Na Obr. 6.74 je zobrazen příčný řez vzorku blízko lomu. Dutiny se tvořily přednostně v blízkosti částic SiC, na rozhraní mezi matricí a částicemi. Dutiny se občas tvoří i v blízkosti částic druhé fáze a také ve styčných bodech tří zrn. Na detailnějším snímku jsou viditelná zrna

(Obr. 6.74b). Výrazný růst zrn nebyl pozorován ani při teplotě 500 °C. Částice SiC a jemné částice druhé fáze jsou schopny stabilizovat mikrostrukturu a zabránit růstu zrn při vysokých teplot.

Mikrostruktura ve směru zatěžování je zdokumentovaná na Obr. 6.75. Směr deformace je značen šipkou na prvním snímku. Částice SiC jsou uspořádány v pásech které jsou paralelní se směrem deformace (směr deformace je totožný se směrem extruze). Snímky a) a b) dokumentují oblast vzdálenou od lomu, snímky c) a d) byly pořízeny v blízkosti lomu. Hustota dutin je výrazně větší v oblasti při lomu. Spojením dutin vznikly velké prodloužené dutiny, které jsou vidět na obrázcích 6.75a-d. Bylo pozorováno příčné propojení dutin, propojovaly se a rostly i kolmo na směr zatěžování.

Při nízkých deformačních rychlostech je hodnota parametru  $m$  nízká (kolem 0.1), což bylo pozorováno u kompozitů na bázi hořčkových slitin. Podle takového charakteru závislosti  $m$  na  $\dot{\epsilon}$  je možné popsat superplastické chování kompozitu pomocí vztahu (3.16). Prahové napětí  $\sigma_0$  bylo určeno pomocí grafu závislosti deformačního napětí  $\sigma$  vůči  $\dot{\epsilon}^{1/n}$  [77]. Při všech deformačních teplotách má parametr rychlostní citlivosti maximum kolem hodnoty 0.3. Proto pro  $n = 1/m$  byla zvolena hodnota 3, která dává dobrý lineární fit při všech teplotách (Obr. 6.76). Hodnoty prahového napětí byly odhadnuty lineární extrapolací do nulové deformační rychlosti. Určené hodnoty jsou uvedeny v Tab. 6.8.



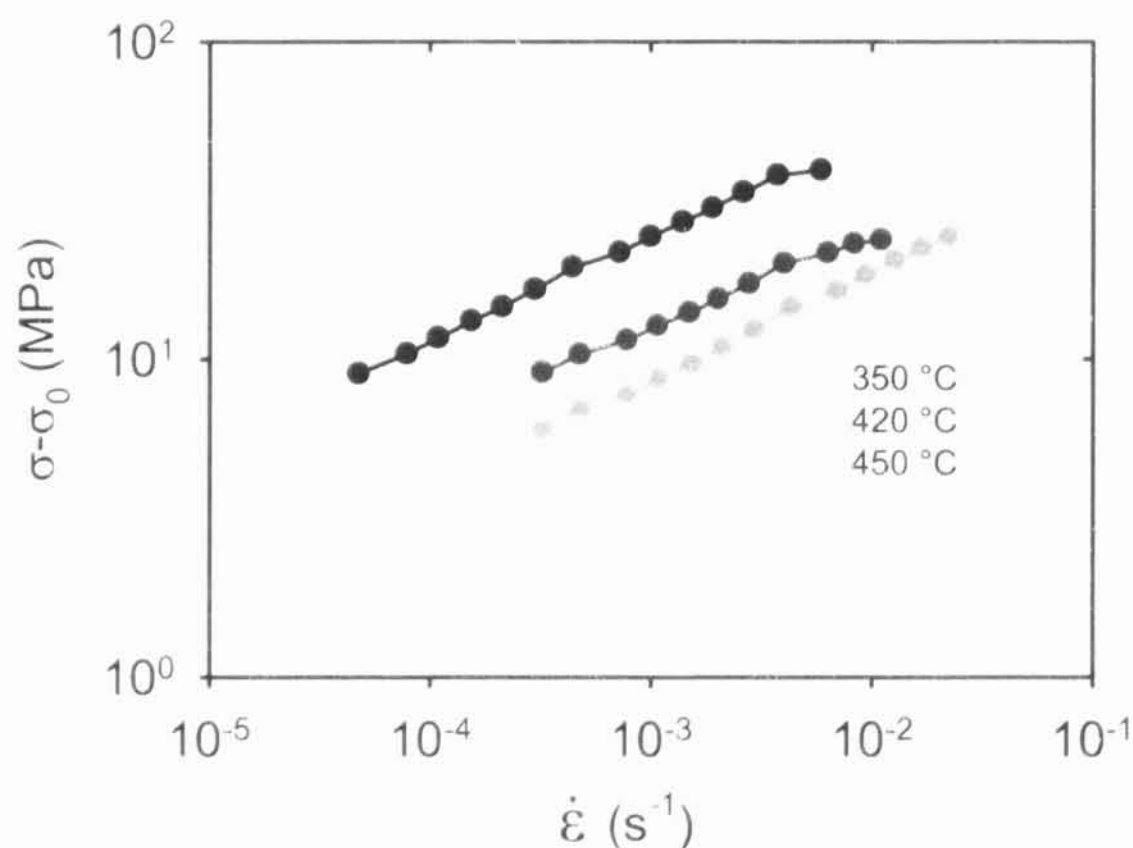
**Obr. 6.76:** Závislost deformačního napětí na  $\dot{\epsilon}^{1/3}$  pro různé teploty.



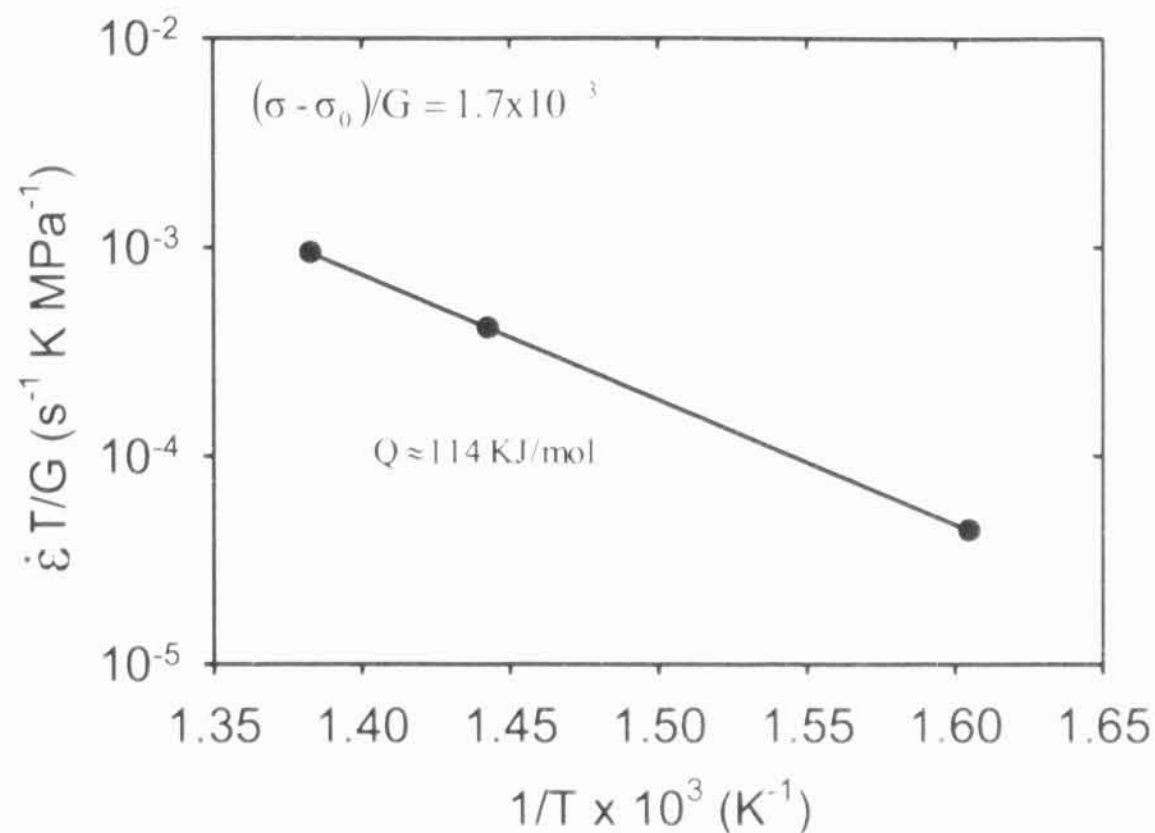
**Tab. 6.8:** Hodnoty prahového napětí získané z grafu 6.76 v závislosti na teplotě pro WE54/SiC.

T (°C)	$\sigma_0$ (MPa)
350	11.2
420	6.6
450	4.7

V grafu na Obr. 6.77 je zobrazen rozdíl napětí  $\sigma - \sigma_0$  vůči rychlosti deformace  $\dot{\epsilon}$ . Pro určení aktivační energie difúzního procesu byly vyneseny do grafu naměřené hodnoty  $\dot{\epsilon}T/G$  vůči převrácené hodnotě termodynamické teploty, při konstantním normalizovaném napětí,  $\sigma - \sigma_0/G = 1.7 \times 10^{-3}$  (Obr. 6.78). Pro aktivační energii vychází  $Q \approx 114$  kJ/mol. Naměřená hodnota aktivační energie je mezi hodnotami aktivační energie difúze po hranicích zrn  $\sim 92$  kJ/mol a aktivační energie mřížkové difúze  $\sim 135$  kJ/mol naměřené v čistém hořčíku [142]. Musíme poznamenat, že rovnice (3.16) nebere v úvahu zpevňující efekt částic, např. velikost, tvar, objemový podíl a rozložení částic, vazbu mezi maticí a zpevňující fází. Pro upřesnění hodnoty aktivační energie by bylo nutné podrobnější zkoumání a analýza získaných dat [84, 147, 148].



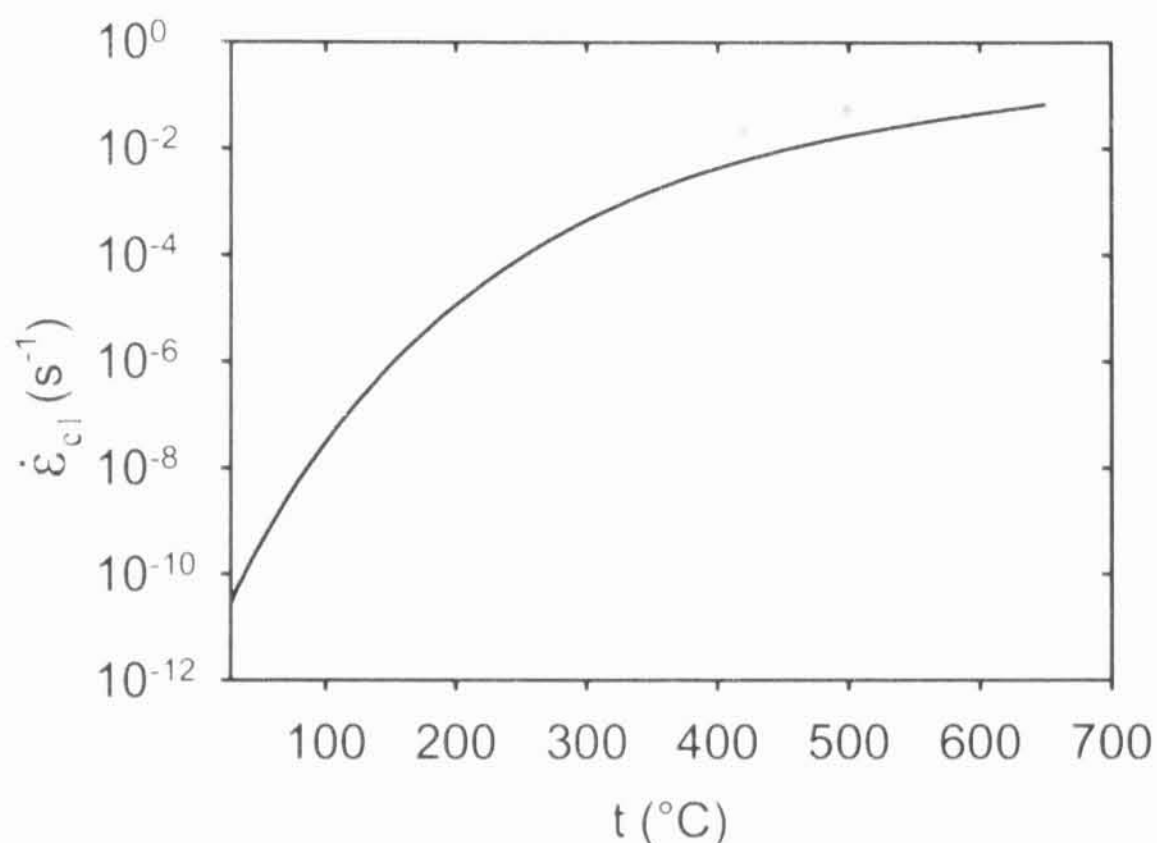
**Obr. 6.77:** Závislost  $\sigma - \sigma_0$  na  $\dot{\epsilon}$  pro deformační teploty 350-450 °C pro kompozit WE54/SiC.



**Obr. 6.78:** Změna hodnoty  $\dot{\epsilon}T/G$  v závislosti na  $1/T$ .

Byla naměřená relativně vysoká hodnota parametru rychlostní citlivosti  $m = 0.31$ . Pokluz po hranicích zrn je pravděpodobně dominantním mechanismem deformace a je akomodován difúzním procesem. Kvůli intenzivní kavitaci však nebylo dosaženo superplastické tažnosti, tj. tažnosti vyšší než 200 - 300 %. Jak ukázaly metalografické snímky, růst a koalescence dutin vzniklých především na rozhraní matrice/zpevňující fáze, vedl k předčasnému lomu. Předpokládáme, že kavity se tvořily na rozhraní v důsledku napět'ových koncentrací. Podle Mabuchiho a Higashiho [86] lokální napět'ové koncentrace způsobené skluzem na rozhraní rostou s rostoucí velikostí zpevňujících částic a deformační rychlostí. Za účelem zkoumání vlivu částic SiC na deformaci kompozitu WE54/SiC ( $d = 5 \mu\text{m}$ ,  $d_p = 10 \mu\text{m}$ , a  $V_f = 0.13$ ) jsme odhadli kritickou rychlost  $\dot{\epsilon}_c$  podle rovnice (3.18). Závislost kritické rychlosti na teplotě je uvedena na Obr. 6.79. V oblasti rychlostí nižší než  $\dot{\epsilon}_c$  jsou napět'ové koncentrace plně akomodovány difúzí, naproti tomu při vyšších rychlostech vzniklé napět'ové koncentrace vedou ke vzniku velkého množství dutin. Deformační rychlosti použité při 420 °C a 500 °C ( $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  a  $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) jsou vyznačeny červenými body na Obr. 6.79. Obě rychlosti jsou větší než odhadnutá kritická rychlost. To potvrzuje náš předpoklad,

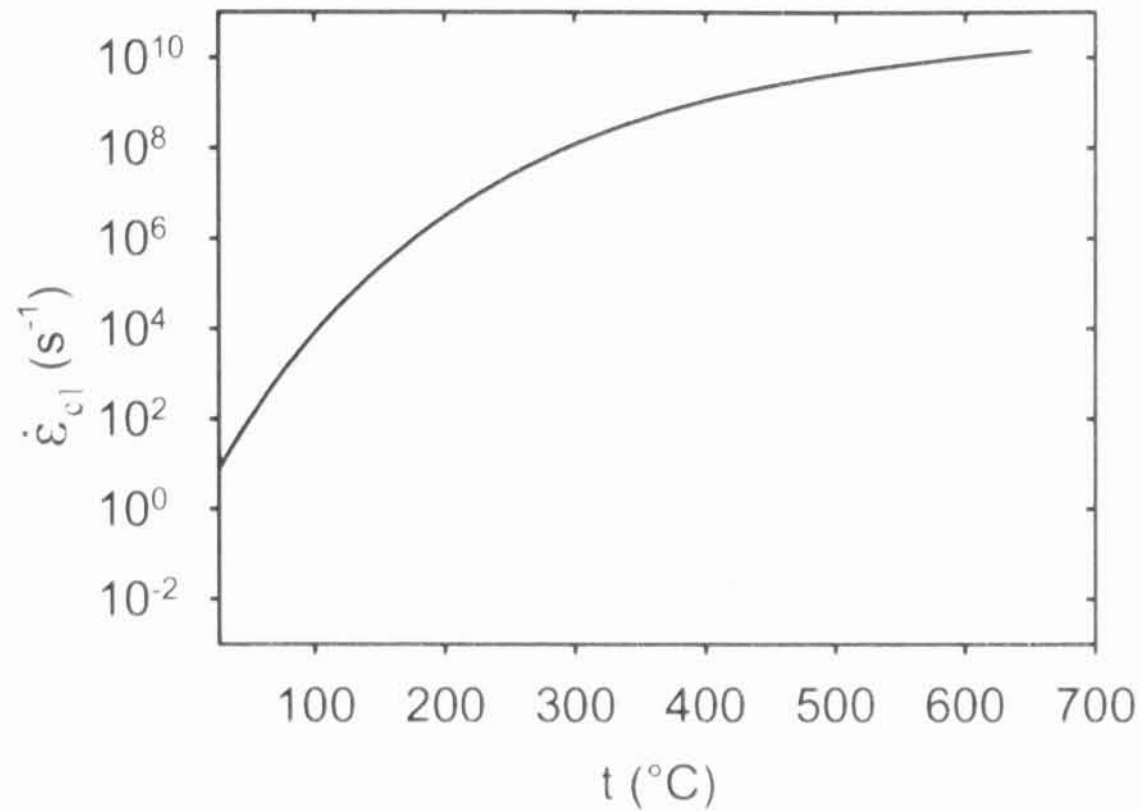
že dutiny se vytvořily v důsledku napětových koncentrací vzniklých na rozhraní matrice/částice během deformace.



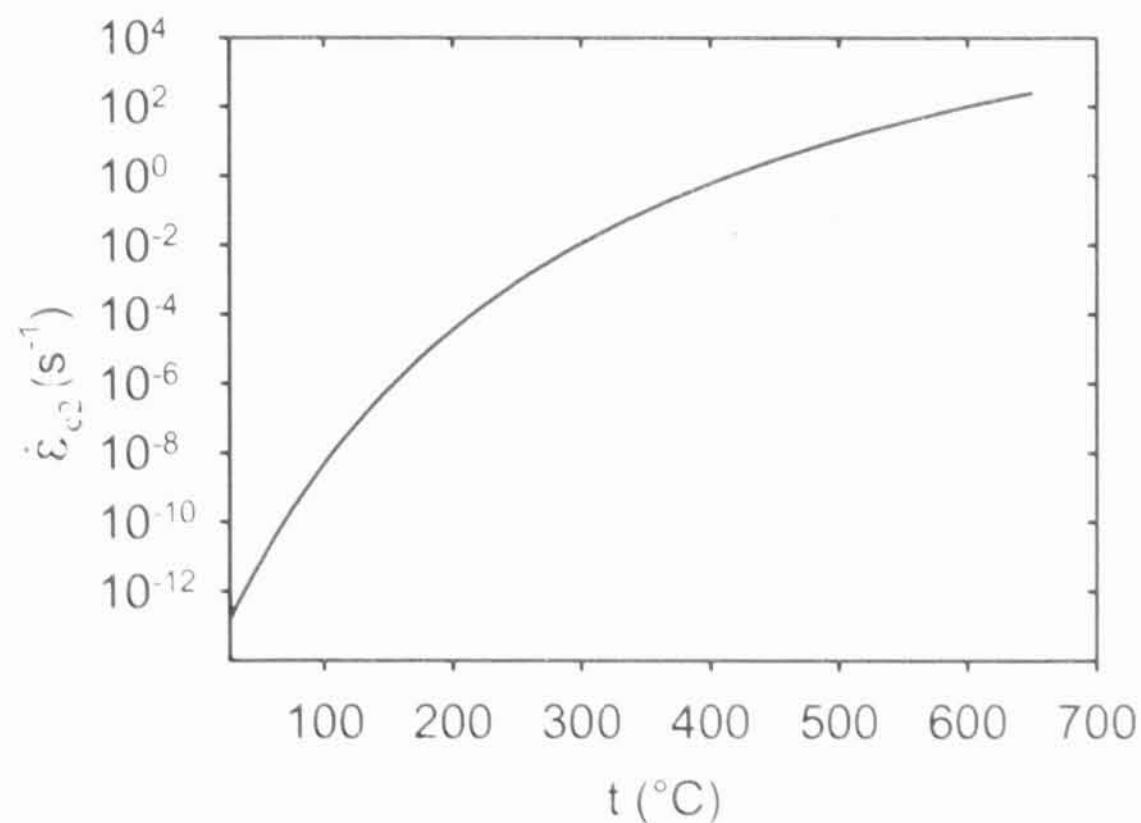
**Obr. 6.79:** Závislost kritické rychlosti  $\dot{\epsilon}_{c1}$  pro relaxaci napětí, vzniklých v blízkosti částic SiC na teplotě v kompozitu WE54/SiC. Rychlosti  $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  a  $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  použité při experimentech jsou označeny červenými body.

Bylo zjištěno, že částice druhé fáze, které byly rozloženy v zrnech matrice, nemají vliv na akomodační procesy. Na Obr. 6.80 je závislost kritické rychlosti  $\dot{\epsilon}_{c1}$  na teplotě. Kritická rychlost byla určena ze vztahu (3.18) za předpokladu, že všechny částice jsou rozloženy na hranicích zrn. Tím dostaneme nejnižší odhad pro kritickou rychlost, která ve skutečnosti bude vyšší, protože většina částic druhé fáze je situována uvnitř zrn. Pro odhad jsme použili hodnoty parametrů  $d_p = 0.025 \text{ } \mu\text{m}$ ,  $V_f = 0.04$ . Údaje jsou z článku Száraz a kol. [119], kde byl určen objemový podíl, průměrná velikost částic druhé fáze a další jejich charakteristiky v identickém materiálu WE54/SiC. Vypočtené kritické rychlosti jsou o několik řádů vyšší než použité deformační rychlosti. S porovnáním použitých deformačních rychlostí s kritickou rychlostí  $\dot{\epsilon}_{c2}$  z rovnice (3.20) pro částice uvnitř zrn také dostaneme, že částice jsou v plně relaxovaném stavu (Obr. 6.81). (Modul pružnosti ve smyku  $G^*$  pro částice sekundární fáze neznáme, proto jsme při výpočtu

rychlosti  $\dot{\epsilon}_{c2}$  použili hodnoty  $G$  dané pro Mg. Protože platí  $G^* > G$ , pro  $\dot{\epsilon}_{c2}$  dostaneme nižší hodnoty než bychom dostali použitím skutečné hodnoty  $G^*$ .)



**Obr. 6.80:** Závislost kritické rychlosti  $\dot{\epsilon}_{c1}$  pro relaxaci napětí, vzniklých v blízkosti částic druhé fáze na teplotě v kompozitu WE54/SiC. Rychlosti  $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  a  $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  použité při experimentech jsou označeny červenými body.



**Obr. 6.81:** Závislost kritické rychlosti  $\dot{\epsilon}_{c2}$  pro relaxaci napětí, vzniklých v blízkosti částic druhé fáze rozložených v objemu zrn na teplotě v kompozitu WE54/SiC. Rychlosti  $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  a  $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  použité při experimentech jsou označeny červenými body.



Zvolením optimálních podmínek deformace (teplota a deformační rychlost) se podařilo zvýšit tažnost kompozitu až na 100 %. Tyto tažnosti byly dosaženy při vysokých deformačních rychlostech,  $2-5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , které jsou z intervalu rychlostí  $10^{-2} - 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  pro komerční tváření za tepla. Limitujícím faktorem pro dosažení velkých tažností byla výrazná kavitace.

## Kapitola 7

### Závěr

#### 7.1. Výsledky a přínos práce

V práci byly prozkoumány deformační charakteristiky a mikrostruktura kompozitů na bázi hořčíkových slitin AS21, AX41, AX61, Mg8Li a WE54. Jako zpevňující fáze byly použity krátká Saffilová vlákna a částice SiC. Tlakové zkoušky byly provedeny v teplotním intervalu od pokojové teploty do 300 °C. Vzorky Mg8Li/SiC a WE54/SiC byly zkoumány i v tahu. Mikrostruktura nedeformovaných a deformovaných vzorků byla prozkoumána pomocí světelné metalografie, rastrovací elektronové mikroskopie a transmisní elektronové mikroskopie. Byly odhadnuty velikosti jednotlivých příspěvků k napětí na mezi kluzu při pokojové teplotě a zjištěny hlavní zpevňující mechanismy u jednotlivých kompozitů.

Deformační napětí a charakteristická napětí kompozitů jsou vyšší ve srovnání s nezpevněnou slitinou, klesají však rychle s rostoucí teplotou. Byla zjištěna anizotropie mechanických vlastností vzhledem k orientaci roviny zpevňujících vláken. Tato anizotropie klesá s rostoucí teplotou.

Tažnost kompozitů a relativní deformace do lomu vzorků deformované v tlaku přidáním zpevňující fáze klesá. Je ovlivněná objemovým podílem zpevňující fáze, orientací vláken a teplotou. Klesá rychle s rostoucím podílem zpevňující fáze. Při orientaci rovin vláken ve směru zatěžování byla pozorována nižší relativní deformace do lomu. Její hodnota roste s rostoucí teplotou. Další faktory, které ovlivňují relativní deformace do lomu je mikrostruktura a pevnost matrice.

Charakteristickým rysem pro všechny kompozity je vysoká hustota dislokací již v nedeformovaném stavu. Zvýšená hustota dislokací v matrici nedeformovaných

materiálů byla prokázána pomocí TEM a rtg analýzy. Nové dislokace vznikají při výrobním procesu. Příčinou vyšší hustoty dislokací v matici nedeformovaného kompozitu je velký rozdíl v CTE matrice a Saffilových vláken. Při ochlazování se vytvoří vnitřní pnutí v blízkosti vláken v důsledku rozdílu v CTE, která relaxují vznikem dislokací. U kompozitů zpevněných částicemi SiC vznikne velká hustota dislokací během extruze.

Hlavním zpevňujícím mechanismem u kompozitů zpevněných Saffilovými vlákny v paralelní orientaci je pravděpodobně přenos napětí z matrice na vlákna. Efekt zvýšené hustoty dislokací je také významným příspěvkem ke zpevnění těchto kompozitů. V případě částicových kompozitů je nejdůležitějším příspěvkem ke zpevnění Hallovo – Petchovo zpevnění, tedy zpevnění způsobené malým zrnem v matici. Jemnozrná struktura je důsledkem přípravy materiálu metodou práškové metalurgie. Napětí na mezi kluzu roste se zmenšující velikostí zrna. Způsob přípravy ovlivňuje mikrostrukturu materiálu a tím i jeho deformační vlastnosti.

Příspěvek Orowanova mechanismu překonávání překážek ke zpevnění je u kompozitních materiálů velmi malý vzhledem k velkému rozměru částic a velké vzdálenosti mezi vlákny/částicemi ve skluzové rovině.

Reziduální pnutí při pokojové teplotě mají tahový charakter a v tlakovém experimentu zvyšují napětí potřebná k plastické deformaci. Příspěvek ostatních mechanismů není již tak významný.

Pevnost kompozitů ovlivňuje objemový podíl zpevňující fáze, tvar a orientace částic či vláken této fáze. Velikost a prostorové rozložení částic ovlivňují lokalizaci deformace v průběhu zatěžování. Nejvyšší pevnost byla dosažena u kompozitu AS21/Saff typ II.

Mikrostruktura a mechanické vlastnosti kompozitů jsou ovlivněny povahou rozhraní mezi maticí a zpevňující fáze. Za zvýšených teplot dochází k uvolnění vazby mezi maticí a vlákny. Tím se snižuje přenos napětí a může dojít i k vytahování vláken z matrice. V kompozitu AS21/Saff byla pozorovaná reakční zóna na rozhraní vlákno/matrice, která obsahovala drobné částice MgO.

Práce se dále zabývala možností použití akustické emise pro studování fyzikálních procesů probíhajících při plastické deformaci kompozitů AX41/Saff, AX61/Saff a WE54/SiC při pokojové teplotě. Vzorky byly deformované v tlaku.

Křivka četnosti emisních překmitů, v případě vzorků AX41/Saff a AX61/Saff, vykazuje na začátku deformace dvě maxima. Výskyt maxim pravděpodobně souvisí s masivním dvojčatěním: první maximum je spojeno s tvorbou dvojčat  $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$  v počátečním stádiu deformace v zrnech, která nejsou vhodně orientována pro skluz; druhé maximum je způsobeno sekundárním dvojčatěním v okolí meze kluzu, tj. aktivací jiných dvojčatových systémů s jiným směrem dvojčatění, hlavně  $\{10\bar{1}1\} \langle 10\bar{1}2 \rangle$ . Výskyt velkého počtu dvojčat v matici deformovaných vzorků byl pozorován pomocí optické metalografie a REM. S rostoucí koncentrací Al průběhy signálů AE zůstávají podobné, avšak intenzita signálu značně roste. Vyšší hodnoty výšky maxim na začátku deformace naznačují větší aktivitu dvojčatění. Zvyšující se koncentrace hliníku pravděpodobně zvyšuje podíl dvojčatění na celkové deformaci. Byl pozorován i vliv orientace vláken na AE. Při paralelní orientaci vláken jsou maxima širší a posunutá na časové ose, skluz je zpožděn přenosem napětí na vlákna.

Byl detekován nespojitý signál pocházející od lámání vláken a oddělování vláken od matrice, který byl superponovaný na křivku četnosti emisních překmitů.

Větší intenzitu signálu u větších deformací je možné připsat také přenosu napětí z matrice na vlákna, tj. většímu namáhání vláken. Se zvyšující se deformací přispívá ke zvýšení intenzity signálu velkou měrou i porušení vláken. Vlákna rozlomená během deformace byla pozorována na povrchu vzorků.

Naměřený signál AE pro kompozit WE54/SiC měl jiný charakter než jsme pozorovali u vláknitých kompozitů. Nespojitý signál naměřený na začátku deformace kompozitu WE54/SiC může být spojen s náhodným dvojčatěním. Zdrojem nespojitého signálu detekovaného při vyšších deformacích je porušování částic a oddělování částic od matrice. Na vyleštěném povrchu vzorku, deformovaného do lomu, byly pozorovány prasklé částice SiC a také trhliny kolem částic.

Bylo zjištěno, že velikost zrn má vliv na aktivitu AE a na deformační mechanismy. Při snižující se velikosti zrna docházelo ke snižování aktivity AE a klesla i aktivita dvojčatění.

V poslední části práce byly zkoumány možnosti superplastického tváření kompozitů Mg8Li/SiC a WE54/SiC. Nalezením optimálních podmínek deformace (teplota a



deformační rychlost) se podařilo zvýšit tažnost obou kompozitů. Limitujícím faktorem pro dosažení velkých tažností byla výrazná kavitace.

U kompozitu Mg8Li byla největší dosažená tažnost 110% při 300 °C a deformační rychlosti  $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Dominantním deformačním mechanismem je pravděpodobně pokluz po hranicích zrn, akomodovaný skluzem a kontrolovaný difúzí po hranicích zrn. Naměřená hodnota aktivační energie byla  $Q \approx 87 \text{ kJ/mol}$ , což je blízko k hodnotě aktivační energie difúze po hranicích zrn v čistém hořčíku ( $\sim 92 \text{ kJ/mol}$ ).

V případě WE54/SiC se podařilo zvýšit tažnost na 100%. Tyto tažnosti byly dosaženy při vysokých deformačních rychlostech  $2-5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ . Předpokládáme, že kavity se tvořily na rozhraní v důsledku napět'ových koncentrací. Použitím menších částic by bylo pravděpodobně možné zvýšit tažnost.

## 7.2. Možnosti dalšího výzkumu

Zkoumaná tematika je velice široká, v předložené práci nebyly vyřešeny všechny problémy. Pro další výzkum zůstávají následující otázky:

- 1.) Důležitým faktorem, ovlivňujícím vlastnosti kompozitů, je kvalita rozhraní matrice/zpevňující fáze. Dislokace, které jsou blokovány v blízkosti rozhraní, mohou být pravděpodobně rozhraním i absorbovány. Snadnost absorpce dislokace rozhraním je závislá na teplotě a může být realizována jenom za pomoci difúze. Smykové napětí vnesené do rozhraní dislokacemi může relaxovat skluzem v rozhraní. Přenos napětí na zpevňující fáze je realizován také prostřednictvím rozhraní. Tato vazba však se zvyšující teplotou degraduje. V případě slabé vazby se dissipuje velký díl mechanické energie právě v rozhraní. Studium kvality vazby při pokojové teplotě, a změny vazby s teplotou je důležité k lepšímu pochopení procesů určující vlastnosti kompozitů.
- 2.) Deformační křivky, získané při vyšších teplotách, kde maximální napětí bylo dosaženo už při nízkých deformacích a docházelo následnému poklesu napětí, ukazují, že během deformace probíhají zotavovací procesy. Při zkoumání

deformačních vlastností kompozitu AS21/Saff jsme zjistili, že hlavním zotavovacím procesem je pravděpodobně příčný skluz šroubových segmentů dislokací v prizmatických nebo pyramidálních rovinách s následnou anihilací dislokací. V okolí vláken může dojít ke šplhání dislokací a jejich následné anihilaci. Šplhání hranových segmentů je podpořeno lokální koncentrací napětí, vzniklých na čele nakupených dislokací, a difúzí v rozhraní. Existence dislokačních nakupení byla prokázána pomocí TEM. Považuji za účelné se tomuto problému dále věnovat.

- 3.) Při měření AE jsme se nezabývali podrobněji signálem, generovaným při porušování zpevnující fáze. Nebyla provedena separace signálů pocházejících od lámání vláken/částic a oddělování vláken/částic od matrice. Pro klasifikaci mechanismů porušení by bylo potřebné provést podrobnější analýzu signálu AE. Je také nutné navrhnout metodu na rozlišení signálů pocházejících od různých zdrojů a ověřit na modelových vzorcích.
- 4.) Při výrobě kompozitů práškovou metalurgií je ve finálním kroku výrobní metody materiál protlačován. Protlačované materiály vykazují silnou texturu. Textura byla naměřená ve vzorcích WE54/SiC pomocí rtg metody. Zjistili jsme, že po extruzi byly bazální roviny orientovány paralelně s osou protlačování, která v našem případě byla totožná s osou vzorků. Bylo by užitečné prozkoumat vliv této silné anizotropie na deformační vlastnosti kompozitu.

## Literatura

- [1] WEINERT, K., LANGE, M., SCHOER, M., *Machining of light-metal matrix composites*. In: *Magnesium Alloys and Their Applications*. K.U. Kainer, (Ed.), Wiley-VCH, Weinheim (2000) 412.
- [2] LUO, A., PEKGULERYUZ, M.O., *J. Mater. Sci.* 29 (1994) 5259.
- [3] POLMEAR, I.J., *Mater. Sci. Technol.* 10 (1994) 1.
- [4] CLYNE, T.W., WITHERS, P.J., *An Introduction to Metal Matrix Composites*, Cambridge Univ. Press, Cambridge (1993).
- [5] TROJANOVÁ, Z., DROZD, Z., LUKÁČ, P., KÚDELA, S., *Mater. Sci. Forum* 419-422 (2003) 817.
- [6] KIEHN, J., KAINER, K.U., VOSTRÝ, P., STULÍKOVÁ, I., *Phys. Stat. Sol. A* 161 (1997) 85.
- [7] CHAWLA, K.K., *Composite Materials: Science & Engineering*. Second edition, Springer, New York, 1998.
- [8] LIU, Z.L., DING, W.J., YUAN, G.Y., *Mater. Mech. Eng.* 25 (2001) 1.
- [9] KIM, J.J., KIM, D.H., SHIN, K.S., KIM, N.J., *Scripta Mater.* 41 (1999) 333.
- [10] PEKGULERYUZ, M., *Magnesium Alloys and Their Applications*. Kainer, K. U., (Ed.), DGM, Wiley-VCH, Weinheim (2003) 65.
- [11] NINOMIYA, R., OJIRO, T., KUBOTA, K., *Acta Metall. Mater.* 43 (1995) 669.
- [12] GJESTLAND, H., NUSSBAUM, G., REGAZZONI, G., *Mater. Sci. Eng. A* 134 (1991) 1197.
- [13] BACH, F.W., SCHARPER, M., JASCHIK, C., *Mater. Sci. Forum* 419-422 (2003) 1037.
- [14] ADVESIAN, M.M., BAKER, H., (Eds.), *ASM Handbook, Magnesium and Magnesium Alloys*. ASM International, Materials Park, OH (1999) 19.
- [15] MASSALSKI, T.B., (Ed.), *Binary Alloy Phase Diagrams*. ASM International, Metals Park, OH (1986) 1487.
- [16] KÚDELA, S., *Int. J. Mater. Prod. Technol.* 18 (2003) 91.

- [17] LORIMER, G., AZARI-KHOSROSHAKI, R., AHMED, M., In: *Proceedings of the International Conference on Solid–Solid Phase Transformations*. The Japan Institute of Metals (1999) 185.
- [18] HISA, M., BARRY, J.C., DUNLOP, G.L., In: *Proceedings of the Third International Magnesium Conference*. Ed. Lorimer, G., The Institute of Materials, London (1997) 369.
- [19] ANTION, C., DONNADIEU, P., PERRARD, F., DESCHAMPS, A., TASSIN, C., PISCH, A., *Acta Mater.* 51 (2003) 5335.
- [20] LLOYD, D.J., *Int. Mat. Rev.* 39 (1994) 1.
- [21] SLÁMOVÁ, M., *Studium deformace a porušování kovových kompozitů zpevněných částicemi*. (disertační práce) MFF UK Praha (1996).
- [22] COX, H.L., *Br. J. Appl. Phys.* 3 (1952) 73.
- [23] KELLY, A., *Proc. R. Soc. A* 282 (1964) 63.
- [24] CLYNE, T.W., *Mater. Sci. Eng. A* 122 (1989) 183.
- [25] TAYA, M., ARSENAULT, R.J., *Scripta Metall.* 21 (1987) 349.
- [26] ARSENAULT, R.J., FISHER, R., *Scripta Metall.* 17 (1983) 67.
- [27] ARSENAULT, R.J., Shi, N., *Mater. Sci. Eng.* 81 (1986) 175.
- [28] ASHBY, M.F., *Acta Metall. Mater.* 41 (1993) 1313.
- [29] LUSTER, J.W., THUMANN, M., BAUMANN, R., *Mater. Sci. Technol.* 9 (1993) 853.
- [30] LILHOLT, H., *Mater. Sci. Eng. A* 135 (1991) 161.
- [31] HALL, E.O., *Proc. R. Soc. B* 64 (1951) 474.
- [32] MILLER, W.S., HUMPHREYS, F.J., *Scripta Metall. Mater.* 25 (1991) 33.
- [33] CARREÑO-MORELLI, E., URRETA, S.E., SCHALLER, R., *Acta Mater.* 48 (2000) 4725.
- [34] DELANNAY, F., *Thermal stresses and thermal expansion in MMCs*. In: Clyne TW, (Ed.), *Comprehensive composite materials*, Vol. 3. Amsterdam, Elsevier (2000) 341.
- [35] LILHOLT, N., In: *Deformation of Multi-Phase and Particle Containing Materials*. SORENSON, J. B., HANSEN, N., HORSEWELL, A., LEFFERS, T., LILHOLT, H., (Eds.), Risø Nat. Lab., Roskilde (1983) 381.
- [36] VON MISES, R., *Z. Agew. Math. Mech.* 8 (1928) 161.

- [37] CHRISTIAN, J.W., MAHAJAN, S., *Prog. Mater. Sci.* 39 (1995) 1.
- [38] DIETER, G.E., *Mechanical Metallurgy*. Second Edition, McGraw-Hill, New York (1976) 135.
- [39] YOO, M.H., *Metall. Trans.* 12A (1981) 409.
- [40] ROBERTS, C.S., *Magnesium and its alloys*. John Wiley & Sons, Inc., New York (1960).
- [41] REH, B., HÖTZSCH, G., *Phys. Stat. Sol. A* 8 (1971) 423.
- [42] WU, L., JAIN, A., BROWN, D.W., STOICA, G.M., AGNEW, S.R., CLAUSEN, B., FIELDEN, D.E., LIAW, P.K., *Acta Mater.* 56 (2008) 688.
- [43] HEIPLE, C.R., ADAMS, R.O., *Proceedings of the Third Acoustic Emission Symposium*, Japan Industrial Planning Association, Tokyo, Japan (1976) 342.
- [44] FISHER, R.M., LALLY, J.S., *Can. J. Phys.* 45 (1967) 1147.
- [45] HEIPLE, C.R., CARPENTER, S.H., *J. Acoust. Emission* 6 (1987) 215.
- [46] IMAEDA, H., KUSANAGI, H., KIMURA, H., NAKASA, H., In: *Proceedings of the Third Acoustic Emission Symposium*. Japan Industrial Planning Association, Tokyo, Japan (1976) 492.
- [47] HEIPLE, C.R., CARPENTER, S.H., *J. Acoust. Emission* 6 (1987) 177.
- [48] PAPIROV, I.I., KARPOV, E.S., PALATNIK, M.I., MILESHKIN, M.B., *Soviet Physics Doklady* 26 (1981) 99.
- [49] FOMENKO, L.S., LUBENETS, S.V., NIKIFORENKO, V.N., *Fiz. Met.* 43 (1977) 845.
- [50] KURIBAYASHI, K., In: *Proc. of the Fourth Int. Acoustic Emission Symposium*, International Technical Exchange Centre, Tokyo (1978) 2.
- [51] CHMELÍK, F., TROJANOVÁ, Z., LUKÁČ, P., PŘEVOROVSKÝ, Z., *Acta Technica CSAV* 39 (1994) 711.
- [52] BOHLEN, J., CHMELÍK, F., DOBRŇ, P., LETZIG, D., LUKÁČ, P., KAINER, K.U., *J. Alloys Compd.* 378 (2004) 214.
- [53] ONO, K., In: *Proceedings of the Second Acoustic Emission Symposium*. Jpn. Ind. Planning Assoc., Tokyo (1974) 1.
- [54] LUKÁČ, P., *Pokroky matematiky, fyziky a astronomie* 36 (1991) 91.
- [55] EDINGTON, J.W., MELTON, K.N., CUTLER, C.P., *Progr. Mater. Sci.* 21 (1976) 61.



- [56] PADMANABHAN, K.A., DAVIES, G.J., *Superplasticity*. Springer-Verlag, Berlin (1980).
- [57] BOOESHAGHI, F., GARMESTANI, H., *Scripta Mater.* 40 (1999) 509.
- [58] WOODFORD, D.A., *Trans. Am. Soc. Metals* 62 (1969) 291.
- [59] LANGDON, T.G., *Scripta Metall.* 11 (1977) 997.
- [60] LANGDON, T.G., *J. Amer. Ceram. Soc.* 51 (1972) 630.
- [61] MUKHERJEE, A.K. *Ann. Rev. Mater. Sci.* 9 (1979) 191.
- [62] SHERBY O.D., WADSWORTH, J., *Prog. Mater. Sci.* 33 (1989) 169.
- [63] VASTAVA, R.B., LANGDON, T.G., *Acta Metall.* 27 (1979) 75.
- [64] LIN, Z.R., CHOKSHI, A.H., LANGDON, T.G., *J. Mater. Sci.* 23 (1988) 2712.
- [65] MOHAMED, F.A., *Metall. Mater. Trans.* 33A (2002) 261.
- [66] BALL, A., HUTCHISON, M.M., *Met. Sci. J.* 3 (1969) 1.
- [67] MUKHERJEE, A.K., *Mater. Sci. Eng.* 8 (1971) 83.
- [68] LANGDON, T.G., *Phil. Mag.* 22 (1970) 689.
- [69] ASHBY, M.F., VERRALL, R.A., *Acta Metall.* 21 (1973) 149.
- [70] SHERBY, O.D., WADSWORTH, J., *Mater. Sci. Techn.* 1 (1985) 925.
- [71] MOHAMED, F.A., SHEI, S.A., LANGDON, T.G., *Acta Metall.* 23 (1975) 1443.
- [72] BIRD, J.E., MUKHERJEE, A.K., DORN, J.E., In: *Quantitative Relation Between Properties and Microstructure*. BRANDON, D.G., ROSEN, A., (Eds.), Israel University Press, Jerusalem (1969) 255.
- [73] MABUCHI, M., ASAHINA, T., IWASAKI, H., HIGASHI, K., *Mater. Sci. Technol.* 13 (1997) 825.
- [74] WATANABE, H., MUKAI, T., NIEH, T.G., HIGASHI, K., *Scripta Mater.* 42 (2000) 249.
- [75] WATANABE, H., MUKAI, T., MABUCHI, M., HIGASHI, K., *Acta Mater.* 49 (2001) 2027.
- [76] HIGASHI, K., MABUCHI, M., LANGDON, T.G., *ISIJ Int.* 36 (1996) 1423.
- [77] MOHAMED, F.A., *J. Mater. Sci.* 18 (1983) 582.
- [78] MISHRA, R.S., BIELER, T.R., MUKHERJEE, A.K., *Acta Metall. Mater.* 43 (1995) 877.
- [79] MISHRA, R.S., BIELER, T.R., MUKHERJEE, A.K., *Acta Mater.* 45 (1997) 561.
- [80] MABUCHI, M., HIGASHI, K. *Phil. Mag. A* 74 (1996) 887.

- [81] KIM, J.S., KANEKO, J., SUGAMATA, M. *J. Jpn. Inst. Metals.* 56 (1992) 819.
- [82] NIEH, T.G., SCHWARTZ, A.J., WADSWORTH, J., *Mater. Sci. Eng. A.* A208 (1996) 30.
- [83] MABUCHI, M., HIGASHI, K., In: *Key Engng Mater., Vols 104-107*, NEWAZ, G.M., NEBER-AESCHBACHER, H., WÖHLBIER, F.H., (Eds.), Trans Tech Publications, Zürich, Switzerland (1995) 225.
- [84] LI, Y., LANGDON, T.G., *Acta Mater.* 46 (1998) 3937.
- [85] KAIBYSHEV, R., KAZYHANOV, V., In: *Supplemental Volume to Superplasticity and Superplastic Forming*. GHOSH, A. K. AND BIELER., T. R., (Eds.), The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale (1998) 30.
- [86] MABUCHI, M., HIGASHI, K., *Acta Mater.* 47 (1999) 1915.
- [87] HIGASHI, K., NIEH, T.G., WADSWORTH, J., *Acta Metall. Mater.* 43 (1995) 3275.
- [88] RAJ, R., ASHBY, M.F., *Metall. Trans.* 2 (1971) 1113.
- [89] WATANABE, H., MUKAI, T., MABUCHI, M., HIGASHI, K., *Acta Mater.* 49 (2001) 2027.
- [90] WATANABE, H., MUKAI, T., KOHZU, M., TANABE, S., HIGASHI, K., *Acta Mater.* 47 (1999) 3753.
- [91] MABUCHI, M., HIGASHI, K., *Mater. Trans. JIM* 40 (1999) 787.
- [92] BARNA, Á., PÉCZ, B., MENYHÁRD, M., *Ultramicroscopy* 70 (1998) 161.
- [93] UNGÁR, T., GUBICZA, J., RIBÁRIK, G., BORBÉLY, A., *J. Appl. Crystallogr.* 34 (2001) 298.
- [94] RIBÁRIK, G., UNGÁR, T., GUBICZA, J., *J. Appl. Crystallogr.* 34 (2001) 669.
- [95] SUZUKI, A., SADDOCK, N.D., JONES, J.W., POLLOCK, T.M., *Met. Mater. Trans.* 37A (2006) 975.
- [96] CAO, G., KOU, S., *Met. Mater. Trans.* 37A (2006) 3647.
- [97] SUZUKI, A., SADDOCK, N.D., JONES, J.W., POLLOCK, T.M., *Acta Mater.* 53 (2006) 2823.
- [98] TROJANOVÁ, Z., LUKÁČ, P., GÁBOR, P., DROZD., Z., MÁTHIS, K., *Kovove Mater.* 39 (2001) 368.
- [99] DROZD, Z., TROJANOVÁ, Z., GÄRTNEROVÁ, V., In: *Magnesium Alloys and Their Applications*. K.U. Kainer, (Ed.), DGM, Willey (2003) 122.

- [100] MÁTHIS, K., *Studium Procesů Zpevnění a Odpevnění ve Slitinách Hořčíku*. (Diplomová Práce) MFF UK Praha (2000).
- [101] LUKÁČ, P. a kol., *Praktikum fyziky kovů*, (skripta) UK Praha (1982).
- [102] TAYA, M., MORI, T., *Acta Metall.* 25 (1987) 155.
- [103] RUDAJEVOVÁ, A., LUKÁČ, P., *Acta Univ. Carol. Math. Phys.* 41 (2000) 3.
- [104] CAPPLEMAN, G.R., WATTS, J.F., CLYNE, T.W., *J. Mater. Sci.* 20 (1985) 2159.
- [105] LIPPENS, B.C., de BOER, J.H., *Acta Crystallogr.* 17 (1964) 1312.
- [106] TURKDOGAN, E.T., *Physics and Chemistry of High Temperature Technology*, Academic Press, London (1980).
- [107] KÚDELA, S., GERGELY, V., SMRČOK, L., OSWALD, S., BAUNACK, S., WETZIG, K., *J. Mater. Sci.* 31 (1996) 1595.
- [108] KÚDELA, S., GERGELY, V., BAUNACK, S., JOHN, A., OSWALD, S., WETZIG, K., *J. Mater. Sci.* 32 (1997) 2155.
- [109] KÚDELA, S., OSWALD, S., KÚDELA Jr., S., WETZIG, K., *J. Alloys Compd.* 378 (2004) 127.
- [110] REHMAN, F.U., FOX, S., FLOWER, H.M., WEST, D.R.F., *J. Mater. Sci.* 29 (1994) 1636.
- [111] WEST, D.R.F., SAUNDERS, N., *Ternary phase diagrams in Materials Science*, Maney Publisher, New York (2002).
- [112] CABIBBO, M., EVANGELISTA, E., SPIGARELLI, S., *Metall. Sci. Technol.* 22 (2004) 9.
- [113] SANCHEZ, C., NUSSBAUM, G., AZAVANT, P., OCTOR, H., *Mater. Sci. Eng. A* 221 (1996) 48.
- [114] NIE, J.F., XIAO, X.L., LUO, C.P., In: *Magnesium Alloys and Their Applications* K.U. Kainer (Ed.), DGM, Willey-VCH, Frankfurt (2000) 318.
- [115] TROJANOVÁ, Z., SZÁRAZ, Z., LÁBÁR, J., LUKÁČ, P., *J. Mater. Proc. Tech.* 162–163 (2005) 131.
- [116] TROJANOVÁ, Z., LUKÁČ, P., SZÁRAZ, Z., *Kovove Mater.* 45 (2007) 283
- [117] DROZD, Z. a kol., nepublikované výsledky.
- [118] RUDAJEVOVÁ, A., KÚDELA, S., STANĚK, M., LUKÁČ, P., *Mater. Sci Technol.* 19 (2003) 1097.

- [119]SZÁRAZ, Z., TROJANOVÁ, Z., CABIBBO, M., EVANGELISTA, E., *Mater. Sci. Eng. A* 462 (2007) 225.
- [120]Lide, D.R., (Ed.), *Handbook of Chemistry and Physics*. CRC Press, Boca Raton, 1992-1993.
- [121]LAVRENTEV, F.F., POKHIL, Y.A., ZOLUTKHINA, I.N., *Mater. Sci. Eng.* 32 (1978) 113.
- [122]ARMSTRONG, R.W., *Acta Metall.* 16 (1968) 347.
- [123]MABUCHI, M., HIGASHI, K., *Acta Mater.* 44 (1996) 4611.
- [124]PARAMESWARAN V. R, WEERTMAN J., In: *Defects interaction in solids*. VASU, K.I., RAMAN, K.S., SASTRY, D.H., PRASAD YVRK, (Eds.), Ind. Inst. of Metallurgy, Bangalore (1972) 242.
- [125]MÁTHIS, K., CHMELÍK, F., JANEČEK, M., HADZIMA, B., TROJANOVÁ, Z., LUKÁČ, P., *Acta Mater.* 54 (2006) 5361.
- [126]DOBROŇ, P., *Štúdium Mechanických a Fyzikálnych Vlastností Nových, Konštrukčných Materiálov na Báze Horčíka Metódou Akustickej Emisie*. (Dizertační Práce) MFF UK Praha (2007).
- [127]KLIMANEK, P., PÖTZSCH, A., *Mater. Sci. Eng. A* 324 (2002) 145.
- [128]MÁTHIS, K., CHMELÍK, F., TROJANOVÁ, Z., LUKÁČ, P., LENDVAI, J., *Mater. Sci. Eng. A* 387–389 (2004) 331.
- [129]CAHN, R.W., HAASEN, P., *Physical Metallurgy*. North-Holland, Amsterdam, (1996).
- [130]LUBENETS, S.V., STARTSEV, V.I., FOMENKO, L., *Phys. Stat. Sol. A* 92 (1985) 11.
- [131]MUMMERY, P.M., DERBY, B., SCRUBY, C.B., *Acta Metall. Mater.* 41 (1993) 1431.
- [132]WATANABE, H., MUKAI, T., HIGASHI, K., *Metall. Mater. Trans.* 32A (2001) 923.
- [133]NIEH, T.G., WADSWORTH, J., *Scripta Metall. Mater.* 32 (1995) 1133.
- [134]FENG, Y., ZHOU, X., MIN, Z., KUN, W., *Scripta Mater.* 53 (2005) 361.
- [135]HIGASHI, K., NIEH, T.G., WADSWORTH, J., *Mater. Sci. Eng. A* 188 (1994) 167.
- [136]HIGASHI, K., WOLFENSTINE, *J. Mater. Lett.* 10 (1991) 329.

- [137]FUJITANI, W., FURUSHIRO, N., HORI, S., KUMEYAMA, K., *J. Jpn. Inst. Light Metals* 42 (1992) 125.
- [138]FURUI, M., XU, C., AIDA, T., INOUE, M., ANADA, H., LANGDON, T.G., *Mater. Sci. Eng. A* 410-411 (2005) 439.
- [139]FURUI, M., KITAMURA, H., ANADA, H., LANGDON, T.G., *Acta Mater.* 55 (2007) 1083.
- [140]FUJITANI, W., FURUSHIRO, N., HORI, S., KUMEYAMA, K., *J. Jpn. Inst. Light Metals* 42 (1992) 125.
- [141]KAWASAKI, M., KUBOTA, K., HIGASHI, K., LANGDON, T.G., *Mater. Sci. Eng. A* 429 (2006), 334.
- [142]FROST, H.J., ASHBY, M. F., *Deformation-mechanism Maps*. Pergamon Press, Oxford, UK (1982), 44.
- [143]WATANABE, H., MUKAI, T., HIGASHI, K., *Mater. Trans.* 45 (2004) 2497.
- [144]LANGDON, T.G. *Acta Metall. Mater.* 42 (1994) 2437.
- [145]GARCÉS, G., MAESO, M., PÉREZ, P., ADEVA, P., *Mater. Sci. Eng. A* 462 (2007) 127.
- [146]LIU, X., CHEN, R., HAN, E., *Mater. Sci. Eng. A* 497 (2008) 326.
- [147]DRAGONE, T.L., NIX, W.D., *Acta Metall. Mater.* 38 (1990)1941.
- [148]BAO, G., HUTCHINSON, J.W., MCMEEKING, R.M., *Acta Metall. Mater.* 39 (1991) 1871.