

Univerzita Karlova v Praze
Matematicko-fyzikální fakulta

DIPLOMOVÁ PRÁCE



Jan Čapek

Studium deformačních procesů v hexagonálních materiálech

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí diplomové práce: RNDr. Kristián Máthis, Ph.D.

Studijní program: Fyzika

Studijní obor: fyzika kondenzovaných soustav a materiálů

Praha 2013

Největší poděkování si zaslouží vedoucí mé diplomové práce, Dr. Kristián Máthis. Nejen za vedení a konzultaci diplomové práce, ale především za celkový přístup po celou dobu mého studia na KFM. Dále bych chtěl poděkovat všem kolegům z KFM, především pak Jitce Vrátné a Petru Harcubovi za naměření map EBSD, Janě Kálalové a Martě Čepové za pomoc s přípravou vzorků pro optickou a elektronovou mikroskopii, Zuzaně Zdražilové za vyhodnocení snímků optické mikroskopie a profesoru Pavlu Lukáčovi za konzultace a podnětné postřehy.

Poděkování patří rovněž Dr. Petru Lukášovi a Dr. Přemyslu Beranovi z Ústavu jaderné fyziky AV ČR, za umožnění přístupu k měření neutronové difrakce a pomocí se zpracováním naměřených dat.

Dále bych chtěl poděkovat Carlosi Tomému a Bjørnu Clausenovi z Los Alamos National Laboratory za poskytnutí EPSC modelu.

Děkuji rovněž Grantové agentuře Univerzity Karlovy za finanční podporu v rámci projektu č. 513512.

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

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

V Praze dne

Jan Čapek

Název práce: Studium deformačních procesů v hexagonálních materiálech

Autor: Jan Čapek

Katedra / Ústav: Katedra fyziky materiálů

Vedoucí diplomové práce: Doc. RNDr. Kristian Máthis, Ph.D., Katedra fyziky materiálů

Abstrakt: Předložená práce se zabývá studiem deformačních mechanismů čistého hořčíku pomocí pokročilých *in-situ* metod v závislosti na způsobu deformace. Během deformačních zkoušek jsme zaznamenali akustickou emisi a měřili neutronovou difrakci. Struktura vzorků po deformaci byla zkoumána pomocí optické mikroskopie a EBSD. Z těchto měření jsme získali informace o nukleaci a růstu dvojčat, změně mikrostruktury a o vlivu orientace zrna na tvar a množství dvojčat. Získané hodnoty byly porovnány s Elasto-Plastickým Self-Konsistentním modelem, který umožňuje získat informace o aktivitě jednotlivých skluzových systémů. Práce je zaměřena na objasnění vlivu dvojčatění na asymetrii mezi deformací v tahu a tlaku.

Klíčová slova: hořčík, dvojčatění, akustická emise, neutronová difrakce, modelování

Title: Study of deformation processes in hexagonal materials

Author: Jan Čapek

Department: Department of Physics of Materials

Supervisor: Doc. RNDr. Kristian Máthis, Ph.D., Department of Physics of Materials

Abstract: The deformation mechanisms of commercially pure magnesium using advanced *in-situ* methods were investigated in the present work. Compression and tensile test were done at room temperature. Simultaneously, the neutron diffraction was measured and the acoustic emission was recorded. The microstructure of the deformed material was also studied by means of optical microscopy and electron back-scattered diffraction. These measurements provided information about twin nucleation and growth, microstructure changes and the influence of the orientation of grains on the number of twins and their shape. The values obtained were compared to the Elasto-Plastic Self-Consistent model, which provides information about the activity of deformation mechanisms. We focused on clarifying the influence of twinning activity on asymmetry between tensile and compression deformation.

Keywords: magnesium, twinning, acoustic emission, neutron diffraction, modeling

Obsah

Obsah

Úvod.....	1
1. Použitý materiál a jeho vlastnosti.....	2
1.1. Plastická deformace hexagonálních kovů.....	2
2.1.1. Dvojčatění.....	3
1.2. Použitý materiál.....	6
2. Cíle práce a použité metody.....	7
2.2. Cíle diplomové práce.....	7
2.3. Experimentální metody.....	7
2.3.1. Deformační zkoušky.....	7
2.3.2. Akustická emise.....	7
2.3.3. Neutronová difrakce.....	8
2.3.4. Optická mikroskopie.....	11
2.3.5. EBSD.....	12
2.4. Elasto-Plastic Self-Consistent model.....	12
3. Výsledky měření a diskuse.....	16
3.1. Čistý hořčík.....	16
3.1.1. Výchozí stav materiálu.....	16
3.1.2. Deformační zkoušky.....	17
3.1.3. Neutronová difrakce.....	19
3.1.4. EBSD.....	22
3.1.5. EPSC model.....	24
3.1.6. Diskuze výsledků.....	26
3.2. Mg-Al.....	39
3.2.1. Výchozí stav materiálu.....	39
3.2.2. Deformační zkoušky.....	40
4. Závěr.....	42
4.1. Shrnutí výsledků.....	42
4.2. Náměty pro další práci.....	43
5. Seznam použité literatury.....	44
6. Seznam tabulek.....	47
7. Seznam použitých zkratk.....	48

Úvod

V dnešní době se klade velký důraz na ekologii a snižování produkce emisí. Zejména v dopravě lze tohoto dosáhnout použitím lehčích materiálů a tím snížením celkové hmotnosti.

Hořčík je nejlehčí kov používaný ke konstrukčním účelům. Užitím hořčíkových slitin na místo obvykle používaných hliníkových slitin lze ušetřit na některých dílech až 50% hmotnosti.

Slitiny na bázi hořčíku mají vysokou specifickou pevnost (poměr pevnosti a hustoty), dobré tlumící vlastnosti, velkou tepelnou vodivost a další vlastnosti, které jsou vhodné pro použití například v automobilovém a leteckém průmyslu.

Další vlastnosti výhodné pro použití v průmyslu jsou dostupnost, energetická nenáročnost výroby a snadná recyklovatelnost. Hořčík tvoří kolem 2% zemské kůry, což ho řadí na 6. místo podle výskytu prvků. Hořčík se ze zemské kůry získává těžbou magnezitu a dolomitu. Nicméně v největším množství se získává z mořské vody, kde je jeho koncentrace 1,35 g/l[1].

Hlavní překážkou v širším používání hořčíkových slitin je omezená tažnost, špatná tvarovatelnost při běžných teplotách, slabá odolnost proti korozi a změna mechanických vlastností, například nižší pevnost, při teplotách nad 200°C[2].

Omezená tažnost hořčíku je způsobena jeho hexagonální strukturou s těsným uspořádáním. Deformační procesy hexagonálních kovů ještě nejsou zcela objasněny, proto je jím věnována velká pozornost. Jeden z důležitých parametrů ovlivňujících deformační procesy je poměr krystalografických os c/a , který je v ideálním případě roven $\sqrt{8/3}$, což hořčík velmi dobře splňuje.

Základní výzkum zaměřený na hořčík se převážně věnuje komerčně používaným slitinám, které jsou navíc dále upravovány tvářením, např. extruze, válcování, ... Výzkum, který by byl zaměřen na čistý litý hořčík bez výchozí textury, byl zatím spíše opomíjen.

Cílem této práce je prostudovat základní deformační mechanismy hořčíku a jeho slitin bez výchozí textury v závislosti na způsobu namáhání, deformační teplotě a příměsových atomech pomocí metod akustické emise (AE), neutronové difrakce (ND) a difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD).

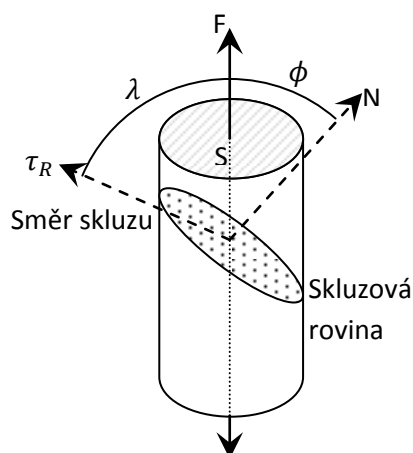
1. Použitý materiál a jeho vlastnosti

1.1. Plastická deformace hexagonálních kovů.

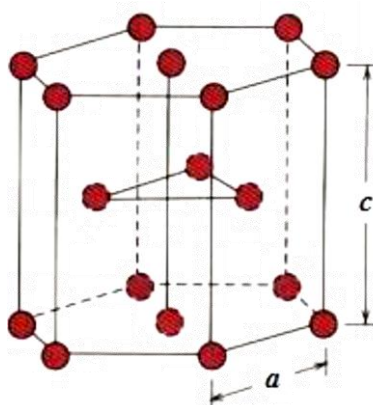
Ke skluzu dochází ve směrech a rovinách s nejhustěji obsazenými atomy a to tam, kde působí největší skluzové napětí. Aby mohlo dojít ke skluzu, musí skluzové napětí τ dosáhnout určité hodnoty. Dle Schmidova zákona

$$\tau_R = \mu\sigma = \frac{F}{S} \cos \phi \cos \lambda, \quad (1)$$

kde τ_R je kritické skluzové napětí, σ vnější napětí, ϕ úhel mezi normálou ke skluzové rovině a směrem tahu, λ úhel mezi směrem skluzu a směrem tahu, je tato hodnota nezávislá na vnějším tahovém napětí, ale závisí na orientaci skluzového systému vůči působící síle (obr. 1.1) [3].



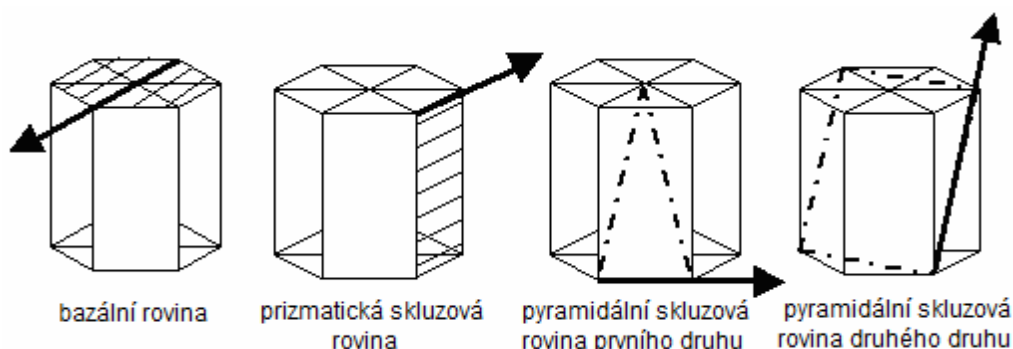
Obr. 1.1 Schéma k určení kritického skluzového napětí dle Schmidova zákona



Obr. 1.2 Hexagonální mřížka s nejtěsnějším uspořádáním

U kovů s hexagonální mřížkou (obr. 1.2) je nejhustěji obsazená rovina (0001), nazývá se bazální, a skluz probíhá ve směrech $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ [4]. Dalšími skluzovými systémy jsou prizmatické skluzové roviny $\{10\bar{1}0\}$ ve směrech $\langle 11\bar{2}0 \rangle$,

pyramidální roviny prvního druhu $\{10\bar{1}1\}$ ve směrech $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ a pyramidální roviny druhého druhu $\{11\bar{2}2\}$ ve směrech $1/3 \langle 11\bar{2}3 \rangle$ (obr. 1.3).



Obr. 1.3 Skluzové roviny hexagonálních kovů

Hexagonální mřížka nespĺňuje von Misesovo kritérium, které říká, že nutnou podmínkou pro libovolnou homogenní plastickou deformaci polykrystalu je existence 5 nezávislých skluzových systémů [5].

U hexagonální mřížky nejsnadnější skluz nastává v bazální rovině (0001), skluz může rovněž nastat v prizmatických rovinách $\{10\bar{1}0\}$ a pyramidálních rovinách $\{10\bar{1}1\}$ se třemi směry: $a_1 = \frac{1}{3}[\bar{1}\bar{1}20]$, $a_2 = \frac{1}{3}[2\bar{1}\bar{1}0]$ a $a_3 = \frac{1}{3}[\bar{1}2\bar{1}0]$. Směry a jsou kolmé na osu c . Skluz ve směru a nemůže vytvořit deformaci rovnoběžnou s osou c . Ani jedna z výše uvedených kombinací nespĺňuje von Misesovo kritérium [6].

Vhodnými skluzovými systémy jsou pyramidální roviny druhého druhu a dvojčatění. Oba tyto skluzové systémy umožňují deformaci podél osy c . Kritické skluzové napětí pro aktivaci pyramidálního systému druhého druhu $\{11\bar{2}2\} \frac{1}{3} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ je za pokojové teploty velmi vysoké a k jeho aktivaci dochází zejména při vysokých tlacích nebo teplotách[7].

Vzhledem k tomu, že kritické skluzové napětí pro aktivaci pyramidálního skluzového systému $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$ je mnohem vyšší než kritické skluzové napětí pro dvojčatění, bylo pozorováno, že do zhruba 200°C mechanismus dvojčatění převažuje nad aktivací $\langle c + a \rangle$ dislokací[8; 9].

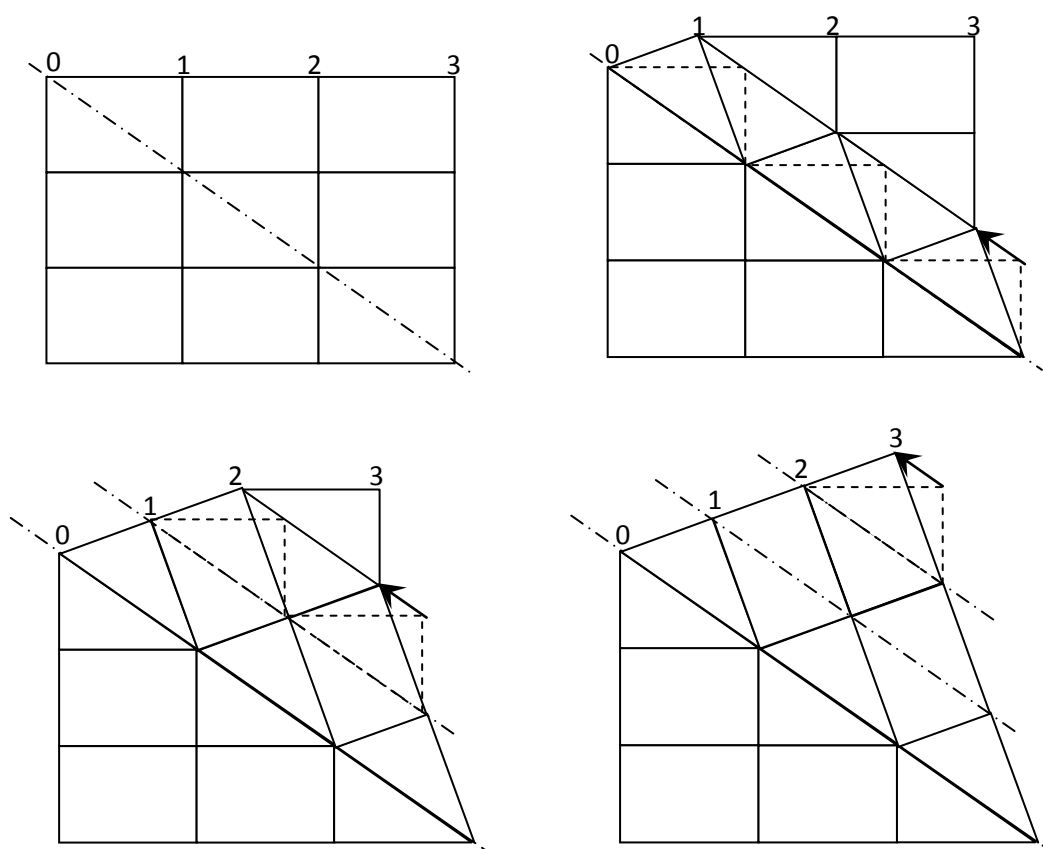
2.1.1. Dvojčatění

Další mechanismus, který může vytvořit plastickou deformaci, je *dvojčatění*. Atomy se posunují nejen o celé meziatomové vzdálenosti, ale i o jejich zlomky. Dvojčatění nastane smykem, podobně jako skluz [10]. Dvojče je ta část krystalu,

Použitý materiál a jeho vlastnosti

kteřá má vůči původnímu krystalu zrcadlovou orientaci. Rovinu, podle které jsou obě části krystalu v zrcadlové orientaci, nazýváme *rovinou dvojčatění*. Na obr. 1.4 můžeme pozorovat vývoj krystalové mřížky během dvojčatění. Nejprve dojde ke smykovému posunutí roviny 1 vůči rovině 0, která je rovinou dvojčatění. Poté dojde stejným způsobem i k posunutí roviny 2 vůči rovině 1, atd. Uskutečněná smyková deformace γ je rovna

$$\gamma = \frac{c}{\sqrt{3}a} - \frac{\sqrt{3}a}{c} \quad (2)$$



Obr. 1.4 Tvorba dvojčat skluzem rovnoběžných atomových rovin

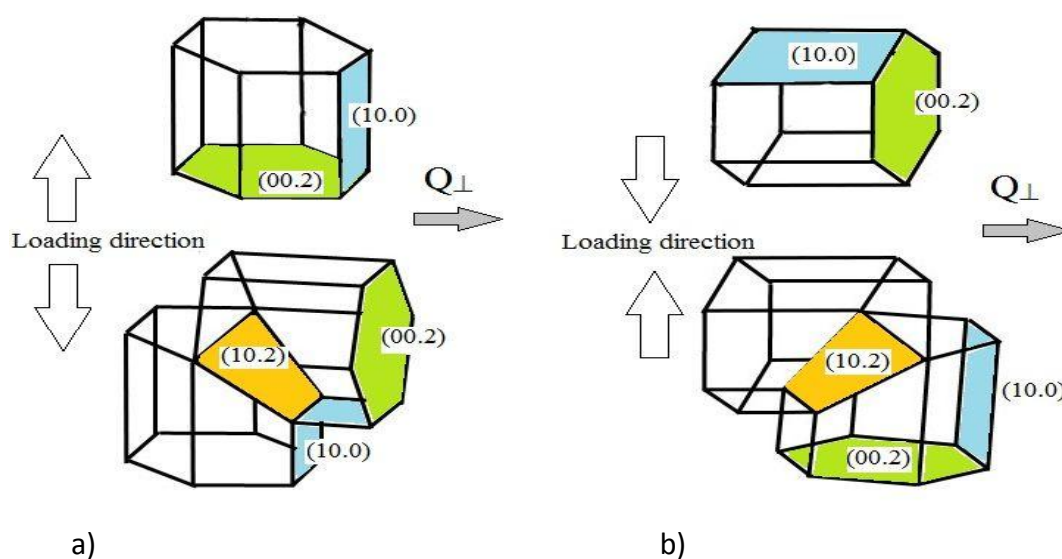
Skluz i dvojčatění jsou deformační mechanismy, které jsou uskutečňovány smykovým posunutím, na specifických krystalografických rovinách a v daných krystalografických směrech. Je však mezi nimi několik rozdílů.

- (i) Rozsah skluzového posunutí v rovině je proměnlivý, ale vždy se jedná o celočíselný násobek Burgersova vektoru. Skluz se uskutečňuje pouze na několika rovnoběžných rovinách, vzdálených od sebe relativně daleko. Zatímco u dvojčatění smykový posun není násobkem Burgersova vektoru a dochází k relativnímu smykovému posunu každé roviny.

Použitý materiál a jeho vlastnosti

- (ii) Dvojčatění je vždy směrově závislé v tom smyslu, že smyk v jednom směru není ekvivalentní smyku ve směru opačném. Například u hexagonálních kovů dochází ke smyku na rovině $(10\bar{1}2)$ ve směru $[\bar{1}011]$, ale nikoliv ve směru $[10\bar{1}\bar{1}]$. Oproti tomu skluz se uskutečňuje i ve směru přímém i opačném stejně.
- (iii) U dvojčatění dojde k náhlé rotaci krystalové mřížky, zatímco během skluzu se krystalová mříž otáčí postupně.

U hořčíkových slitin se setkáváme zejména s dvojčatovým systémem $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$. Tento systém může poskytnout prodloužení podél osy c , nikoliv však zkrácení, tudíž během namáhání přednostně dvojčatí ta zrna, jejich osa c je pod tahovým napětím, resp, kolmá na tlakové napětí. Během dvojčatění $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$ dojde k rotaci mřížky podle roviny dvojčatění $(10\bar{1}2)$. Vzájemná reorientace zrno-dvojče je $86,3^\circ$. (obr. 1.5)



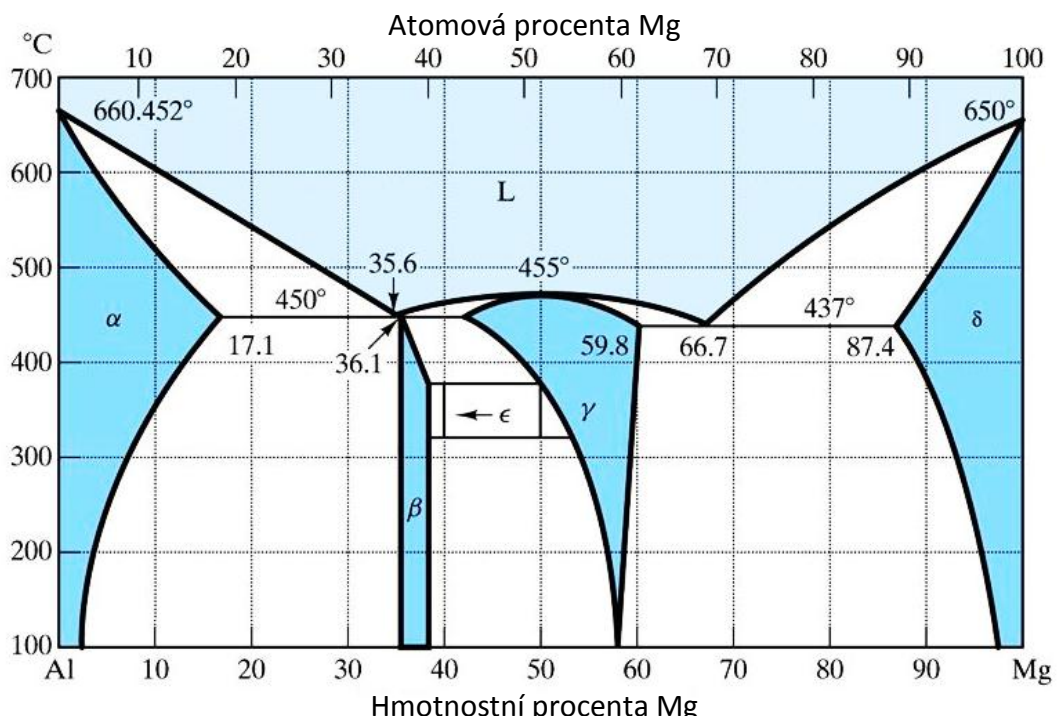
Obr. 1.5 Mechanismy dvojčatění v závislosti na směru působícího externího namáhání a) v tahu b) v tlaku

Hlavní vlivy dvojčat na plastickou deformaci jsou: (i) prodloužení podél osy c ; (ii) reorientace krystalové mřížky, které způsobuje změnu textury; (iii) změna v rozložení lokálního napětí; (iv) nové hranice pro pohyb dislokací; (v) přeměna mřížových dislokací.

1.2. Použitý materiál

V diplomové práci jsem se zaměřil na studium hořčíku s příměsí malého množství zirkonia. Zirkonium slouží ke stabilizaci hranic zrn a jeho množství ovlivňuje velikost zrn. Vybrali jsme slitinu hořčíku s jedním procentem zirkonia, který vykazoval stabilní mikrostrukturu se sousými zrny o průměrné velikosti 110 μm . Pomocí neutronové difrakce a EBSD nebyla zjištěna žádná přednostní orientace zrn.

Dále jsme prováděli deformační zkoušky na slitinách s příměsí hliníku. Byly použity slitiny se 2% a 9% Al. Při pohledu na fázový diagram systému Mg-Al je patrná poměrně nízká rozpustnost hliníku v hořčíku (Obr. 1.5). Slitina Mg9Al tedy bude dvofázová. Fáze δ je hořčík s maximálním obsahem hliníku, který je rozpustitelný v hořčíkové matici, má HCP strukturu a bude většinovou fází. Fáze γ je tvořena intermetalikem $Mg_{17}Al_{12}$.



Obr. 1.5 Fázový diagram Mg-Al

Dva typy vzorků byly použity pro deformační zkoušky. První sada měla čtvercový půdorys s tloušťkou 5mm a 15mm pro tahové, resp. tlakové zkoušky a délku 30mm. Čtvercový půdorys byl použit pro lepší uchycení senzoru AE. Druhý typ byly válcové vzorky s průměrem 8mm a délkou 18mm. Tento tvar vzorků je vhodnější pro ND.

2. Cíle práce a použité metody

2.2. Cíle diplomové práce

Hlavní cíle diplomové práce jsou:

- Pozorovat rozdíl mezi deformací v tahu a tlaku měřením akustické emise a neutronové difrakce
- Objasnit úlohu dvojčatění během deformace
- Sledovat vliv příměsi Al na vlastnosti materiálu

2.3. Experimentální metody

2.3.1. Deformační zkoušky

Na vzorcích hořčíku byly prováděny tahové a tlakové deformační zkoušky použitím aparatury INSTRON® na katedře fyziky materiálů a deformačním přístrojem vlastní konstrukce na ústavu jaderné fyziky akademie věd. Měření probíhalo při pokojové teplotě s deformační rychlostí $10^{-3}s^{-1}$ na KFM resp. $10^{-4}s^{-1}$ v Řeži.

Během deformačních zkoušek byla *in-situ* měřena akustická emise a neutronová difrakce.

2.3.2. Akustická emise

Akustická emise je fyzikální jev, při kterém dojde k uvolnění části elastické energie (např. při vzniku a šíření trhliny), jenž se hromadí během deformace v určitých místech materiálu díky vnějším a vnitřním silám[11]. Poté se šíří ve formě přechodových elastických vln na povrch materiálu, kde piezoelektrický snímač může zachytit jeho kolmou složku a transformovat na napěťový signál. Signál je následně zesílen a vyhodnocen.

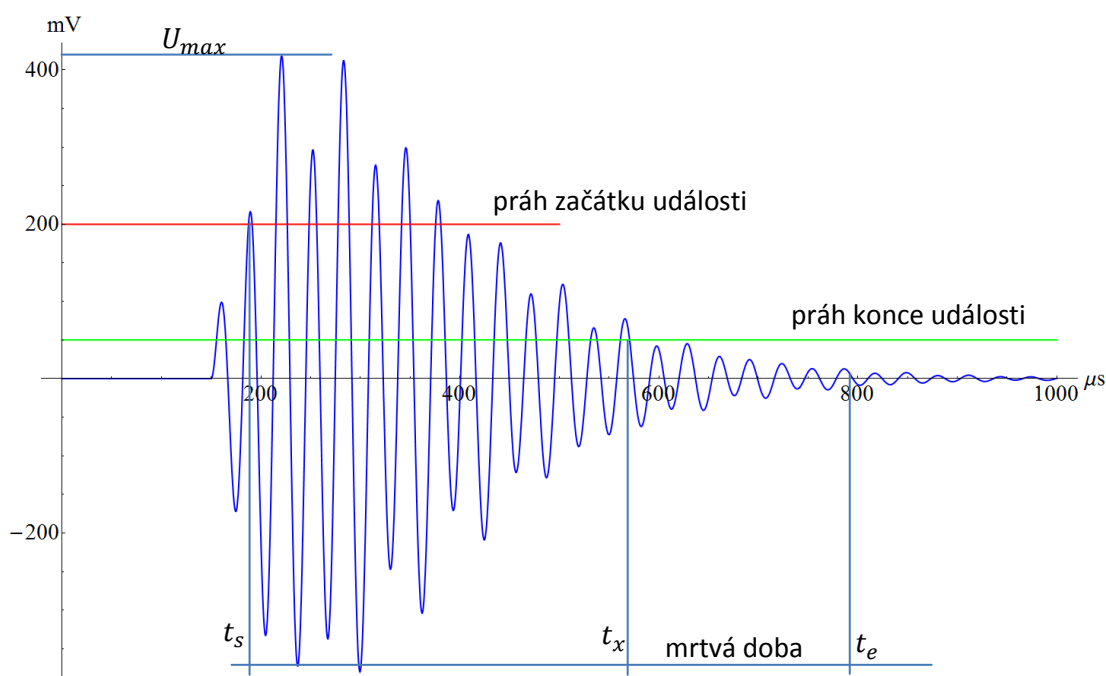
Akustická emise se využívá pro diagnostiku vzniku a vývoje poruch materiálu během mechanického, tepelného nebo korozního namáhání. Akustická emise detekuje pouze aktivní defekty materiálu. V našem případě se jedná o nukleaci dvojčat a lavinovitý pohyb dislokací[12].

Signál akustické emise je buď spojitý kdy hodnota po určitou dobu neklesne pod určitý práh, nebo diskrétní a signál má charakter časově oddělených pulsů.

Cíle práce a použité metody

Spojité signály vydávají například pohybující se dislokace, diskrétní pak vznik a šíření trhlin nebo dvojčatění.

Při detekci spojitého signálu se vyhodnocuje počet překmitů přes prahovou úroveň nastavenou na začátku měření. U diskrétního signálu se hodnotí každá emisní událost zvlášť. Základní parametry aplikace jsou čas začátku emise t_s , kdy dojde k překmitu přes danou prahovou úroveň, *mrtvá doba* a konec emise t_e . Konec je okamžik, kdy po mrtvou dobu signál nepřekročil prahovou úroveň. *Doba emisní události* je $t_e - t_s$ (Obr 2.1). Další důležité charakteristiky jsou počet překmitů přes prahovou úroveň a amplituda. Rovněž pomocí Fourierovy transformace lze určit frekvenci signálu dané události.



Obr 2.1 Schématický obrázek diskrétního signálu akustické emise

Bylo dokázáno, že signály od dvojčat a od dislokací se liší mj. frekvencí. Tato skutečnost nám umožňuje oddělit dislokační a dvojčatový signál[13].

Během měření byl používán systém PCI-2 od Physical Acoustic Corporation. Na začátku měření byla nastavena prahová úroveň 27dB, která odstínila šum. Data byla zpracována v programu Origin 8.

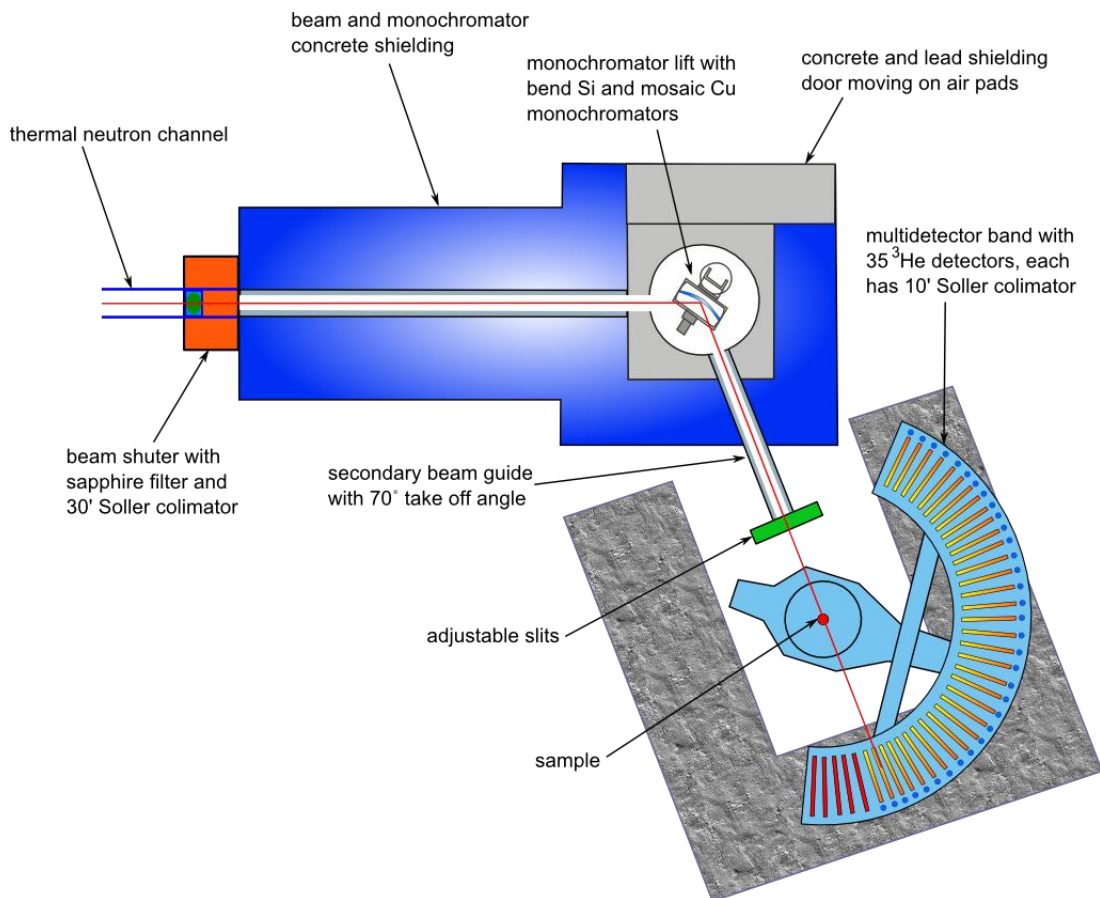
2.3.3. Neutronová difrakce

Neutronová difrakce byla měřena na Ústavu jaderné fyziky v Řeži. Zdrojem neutronů byl výzkumný reaktor LVR-15[14]. Pro měření neutronové difrakce byl

Cíle práce a použité metody

použit práškový difraktometr MEREDIT s asymetrickou geometrií s konstantním úhlem dopadu (Obr. 2.2) [15].

Monochromátor je tvořen mozaikovým monokrystalem mědi na rovině 220. Tímto získáme fokusovaný svazek neutronů o vlnové délce 1.46 Å. K detekci neutronů slouží multidetektor složený z 35 trubicových detektorů na bázi ^3He . Detektory jsou vzdáleny v intervalu $2\theta = 4^\circ$. Tělo multidetektoru se pohybuje na vzduchových polštářích. Takto lze dosáhnout kroku $2\theta = 0,02^\circ$, při měření se používá krok $0,08^\circ$. Maximální možný úhlový rozsah je od 2° do 148° .



Obr 2.2 Práškový difraktometr MEREDIT [15]

Toto uspořádání experimentu nám však neumožňuje měřit v tzv. axiálním módu, kdy je difrakční vektor rovnoběžný se směrem namáhání a pozorujeme tedy roviny, které jsou kolmé na směr namáhání, protože každý z naměřených píků by odpovídal jiné složce tenzoru deformace. Používáme tedy radiální uspořádání, při kterém je difrakční vektor kolmý na směr namáhání a pozorujeme tedy roviny rovnoběžné se směrem namáhání.

Cíle práce a použité metody

Podle korpuskulárně vlnového dualismu, lze na volné neutrony nahlížet nejen jako na částice, ale i jako na vlnění. Podle rovnic

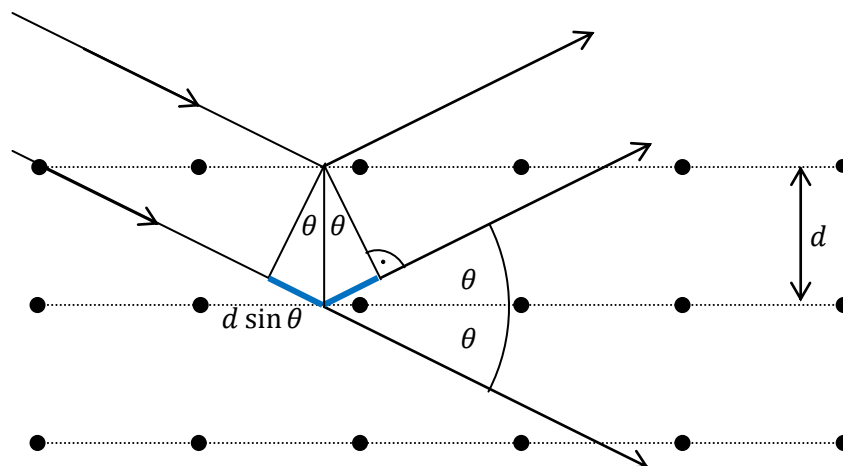
$$\lambda = \frac{h}{p} = \frac{h}{m_n v} \quad (3)$$

$$E = \frac{m_n v^2}{2} = k_b T \quad (4)$$

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2k_b m_n T}} = \frac{3,081 \text{ nm}}{\sqrt{\{T\}}}, \quad (5)$$

kde $\{T\}$ je číselná hodnota teploty v Kelvinech, lze neutronům přiřadit vlnovou délku λ . Při strukturní analýze se používají tzv. termální neutrony s teplotou $60 - 1000 \text{ K}$, jejichž vlnová délka je $1 - 4 \text{ \AA}$, což jsou vzdálenosti stejného řádu jako meziatomové vzdálenosti.

Principy neutronové difrakce jsou podobné rentgenové difrakci a mohou být interpretovány podle W.L.Bragga jako odraz vlnění na periodicky umístěných mřížových rovinách ve vzorku. Přímý a difraktovaný svazek jsou vidět na obr 2.3.



Obr. 2.3 Braggova reflexe z rovin vzdálených d

Z tohoto obrázku je patrné, že dráhový rozdíl dvou zobrazených paprsků je $2d \sin \theta$, kde 2θ je úhel mezi přímým a difraktovaným svazkem a d je mezirovinná vzdálenost. Ke konstruktivní interferenci dochází, pokud je dráhový rozdíl roven celému násobku vlnové délky. Toto je známo jako Braggův zákon:

$$n\lambda = 2d \sin \theta, \quad (6)$$

kde n je řád difrakce.

Výsledkem měření je závislost naměřené intenzity na úhlu detektoru 2θ . Výrazná maxima intenzity, tzv. píky, lze pozorovat u úhlů, které odpovídají Braggovu zákonu. Píky můžeme charakterizovat několika parametry. Pozice, šířka, integrální

Cíle práce a použité metody

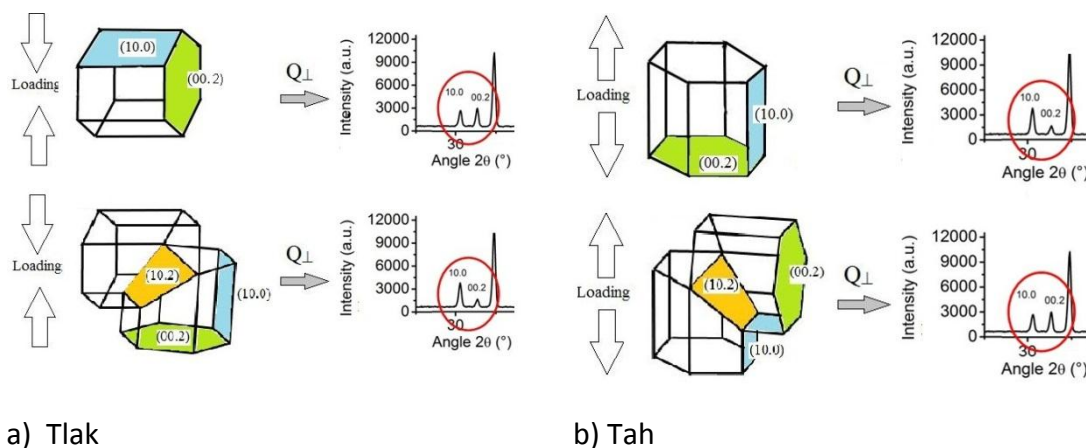
intenzita a tvar. Z naměřených dat lze získat údaje o textuře materiálu, mřížových parametrech a dislokační aktivitě.

Pozice píku je dána mezivinnou vzdáleností. Ze změny pozice píků lze určit mřížovou deformaci [16]

$$\varepsilon_{hkl} = \frac{d_{hkl} - d_{0,hkl}}{d_{0,hkl}} = -\cot \theta_{0,hkl} \Delta \theta_{hkl}, \quad (7)$$

kde d_{hkl} je naměřená a $d_{0,hkl}$ je počáteční mezivinná vzdálenost.

Dalším důležitým parametrem je změna integrální intenzity, která ukazuje na změnu textury materiálu. Vzhledem k charakteru dvojčatení, kdy dojde k reorientaci zrna o téměř 90°, můžeme pozorovat změnu intenzit sdružených rovin (0002) s (10 $\bar{1}$ 0) a (10 $\bar{1}$ 3) s (11 $\bar{2}$ 0) Obr. 2.4



Obr. 2.4 Změna integrální intenzity během dvojčatení a) v tlaku b) v tahu

Výhody neutronové difrakce oproti rentgenové difrakci jsou, i) hluboký průnik termálních neutronů do vzorku, takže získáváme informace z celého objemu; ii) intenzita rozptylu neklesá s rostoucím úhlem rozptylu; iii) umožňují rozlišit atomy s podobnou hmotností i jednotlivé izotopy; iv) mají magnetický dipólový moment a umožňují měření magnetické struktury; v) umožňují měření i lehkých prvků.

K analýze difrakčních dat byly použity programy FullProf Suite[17] a WinPlotr. Tyto programy vyhodnotí integrální intenzitu píků, polohu píků a FWHM. Data byla dále zpracována programem Origin 8. Mřížová deformace je vyhodnocena z polohy píku v základním stavu a během deformace.

2.3.4. Optická mikroskopie

Pomocí optické mikroskopie jsme pozorovali mikrostrukturu základního stavu a deformovaných vzorků. Nejprve byl ze vzorku odříznut kus, velikostí vhodný

Cíle práce a použité metody

k pozorování na optickém mikroskopu. Tento kus byl zalit pro jednodušší manipulaci.

Ze vzorku byla nejprve odstraněna povrchová vrstva a rýhy způsobené opracováním na pile. Dále byly vzorky leštěny diamantovou pastou a následně ještě chemicky roztokem OPS. Pro zvýraznění zrn pod mikroskopem byl vzorek naleptán 3% kyselinou octovou.

Obraz z mikroskopu OLYMPUS GX51 byl snímán připojenou kalibrovanou kamerou PIXELINE PL-A662. Snímky byly následně zpracovány na počítači programem LUCIA G.

2.3.5. EBSD

Mikrostruktura byla rovněž zkoumána pomocí EBSD na FEI Quanta 200 FEG řádkovacím elektronovém mikroskopu. Tato metoda využívá difrakce nepružně rozptýlených zpětně odražených elektronů. Ty vytváří na detektoru Kikuchiho linie, které software pomocí Houghovy transformace indexuje. Tímto způsobem je možno určit orientaci jednotlivých zrn.

Vyhodnocovací software je rovněž schopen z naměřených dat spočítat velikost zrna, vzájemnou orientaci jednotlivých zrn včetně úhlové distribuce, pólové obrazce, nebo například zastoupení jednotlivých fází.

Vzorky na EBSD byly nejprve zbaveny povrchové vrstvy na smirkovém papíru až do hrubosti 5 μ m. Dále byl vzorek elektrolyticky sleštěn za pokojové teploty pomocí směsi 70% methanolu, 20% glycerinu a 10% kyseliny chloristé. Čímž bylo dosaženo dostatečně hladkého povrchu pro EBSD.

2.4. Elasto-Plastic Self-Consistent model

Ve spolupráci s Bjørnem Clausenem z Los Alamos National Laboratory byly naměřené výsledky porovnány s EPSC modelem[18; 19]. EPSC model slouží k modelování deformačního chování a je navržen především pro modelování vnitřního napětí. Náš model byl speciálně upraven, aby dokázal poskytovat i informace o mechanismu dvojčatění a jeho důsledcích, především o jeho aktivaci a změně orientace v důsledku dvojčatění.

Cíle práce a použité metody

Deformační mechanismy, na kterých je model založen, jsou na úrovni jednotlivých zrn. Toto velice dobře odpovídá informacím, které obdržíme z měření neutronové difrakce.

Model používá přístup, kdy iteruje každé zrno, jako elipsoidní inkluzi v homogenní matici (HEM – homogenous equivalent medium), která má vlastnosti reprezentovány průměrnými vlastnostmi polykrystalu[20]. Není tedy zahrnuta přímo vzájemná interakce zrn, ale průměrná interakce každé orientace na zprůměrované okolí. Velkým nedostatkem tohoto modelu je, že nezahrnuje přímou interakci zrno-dvojčce. Podobné modely jsou používány především pro texturované vzorky, jelikož u nich mají všechna zrna podobnou orientaci a reprezentace pomocí průměrné orientace polykrystalu je dostatečně přesná.

Vlastnosti a makroskopická odezva HEM je počítána váhovým zprůměrováním přes všechna zrna. Reakce zrna je dána vztahem

$$\delta\sigma^g = C^g : \left(\delta\varepsilon^{g,total} - \sum_s m^{g,s} \delta\gamma^s \right) \quad (8)$$

kde $\delta\sigma^g$ je změna napětí, C^g jsou elastické konstanty vyjádřené tenzorem čtvrtého řádu, $\delta\varepsilon^{g,total}$ je celkový nárůst deformace (elastická + plastická), $m^{g,s}$ je Schmidův tensor, který ovlivňuje smykovou deformaci $\delta\gamma^s$ způsobenou skluzovým nebo dvojčatovým mechanismem s . Toto je implicitní nelineární pravidlo, podle kterého je skluzový resp. dvojčatový smyk rovněž závislý na přírůstku napětí.

Model užívá stejné podmínky pro aktivaci dvojčatění i pro skluz, konkrétně Schmidův zákon, který vyžaduje, aby spočtené smykové napětí v rovině skluzu nebo dvojčatění překročilo kritickou hodnotu t^s

$$\tau^s = m^{g,s} : \sigma^g \quad (9)$$

Získané skluzové napětí musí zůstat na kritické hodnotě v průběhu deformačních kroků, jak se materiál postupně deformačně zpevňuje.

$$\delta\tau^s = m^{g,s} : \delta\sigma^g \quad (10)$$

Pro vývoj kritického napětí τ^s během deformace je použit Voceho zákon. S celkovou nahromaděnou deformací v zrně Γ se kritická hodnota mění podle

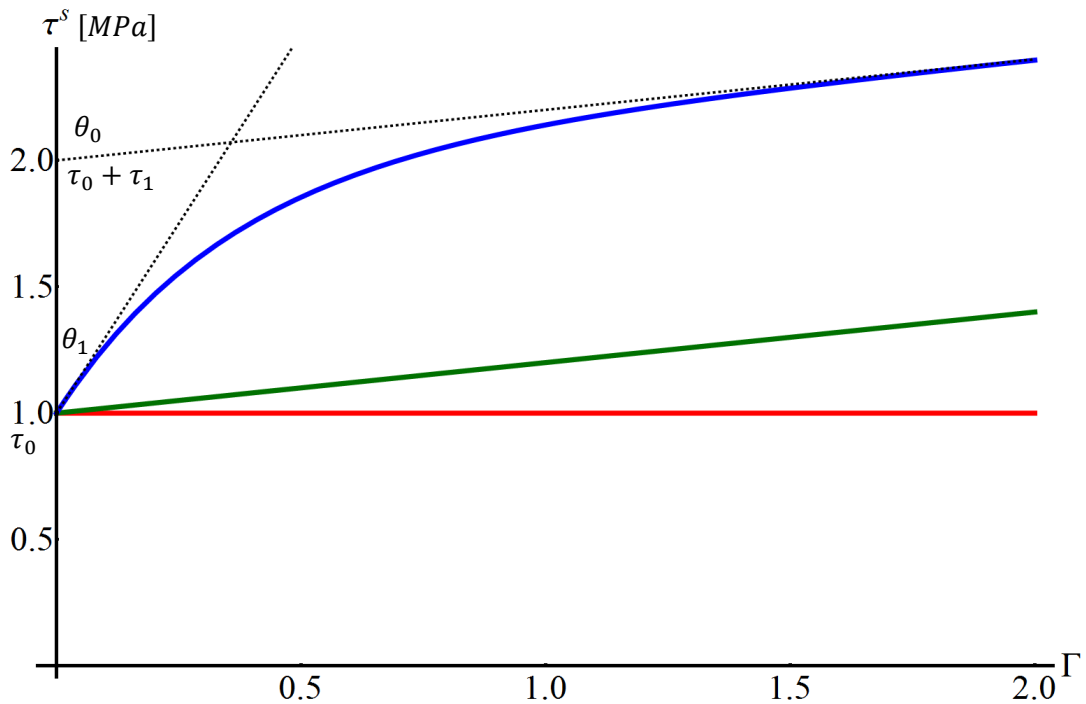
$$\tau^s = \tau_0^s + (\tau_1^s + \theta_1^s \Gamma) \left(1 + \exp\left(-\frac{\theta_0^s \Gamma}{\tau_1^s}\right) \right) \quad (11)$$

Cíle práce a použité metody

, kde $\tau_0^s, \tau_1^s, \theta_0^s$ a θ_1^s jsou Voceho parametry. Na obr. 2.5 můžeme vidět průběh τ^s v závislosti na Γ pro různé hodnoty Voceho parametrů (Tab.1).

	$\tau_0 [MPa]$	$\tau_1 [MPa]$	$\theta_0 [MPa]$	$\theta_1 [MPa]$
Červená	1	0	0	0
Zelená	1	0	0.2	0.2
Modrá	1	1	3	0.2

Tab. 1 Hodnoty Voceho parametrů na obr. 2.5



Obr. 2.5 Závislost kritického napětí na deformaci

Tyto základní zákony pro monokrystal mohou být linearizovány

$$\delta\sigma^g = L^g: \delta\varepsilon^{g,total}, \quad (12)$$

kde L^g je elasto-plastická tuhost zrn, která je funkcí elastického modulu a aktivních skluzových a dvojčatových mechanismů. Podobně pak reakce HEM je

$$\delta\bar{\sigma} = \bar{L}: \delta\bar{\varepsilon}^{total}. \quad (13)$$

Přičemž tenzory mají stejný význam, ale macron značí, že se nejedná o jednotlivá zrna, ale o HEM. Reakce každého zrna vychází z řešení rovnic napěťové rovnováhy a kompatibility pro inkluzi v HEM, jejíž základní vlastnosti jsou popsány rovnicemi (12,13). Podmínka, že zprůměrování přírůstků v jednotlivých zrnech musí být rovno makroskopickému přírůstku

$$\delta\bar{\sigma} = \langle \delta\sigma^g \rangle \text{ a } \delta\bar{\varepsilon} = \langle \delta\varepsilon^g \rangle, \quad (14)$$

Cíle práce a použité metody

vede k self-konzistentním rovnicím pro makroskopickou elasto-plastickou tuhost \bar{L} . Jakmile je tuhost \bar{L} nalezena pro daný krok, přírůstek makroskopického napětí spojený se zadaným přírůstkem deformace $\delta\bar{\epsilon}^{total}$ je spočten z rovnice (13) a nové napětí $\bar{\sigma}'$ je

$$\bar{\sigma}' = \bar{\sigma} + \delta\bar{\sigma}. \quad (15)$$

Toto byl obecný popis výpočtu křivky deformace. Dále se model zaměřuje na dvojčatění, tzn. vytvoření nového zrna, které reprezentuje dvojče, v okamžiku, kdy se aktivuje dvojčatový systém v původním zrně. Orientace těchto nových zrn se určí podle krystalografických vztahů zrna-dvojče. V jednom zrně může být více dvojčat, pro každý dvojčatový systém jedno. Růst dvojčat je rovněž umožněn změnou objemového podílu mezi zrnem a dvojčetem. Změna v objemovém podílu každého dvojčete δw^t je počítána jako

$$\delta w^t = \frac{\delta\gamma^t}{S^t}, \quad (16)$$

kde $\delta\gamma^t$ je příspěvek dvojčatového systému t k přírůstek smyku původního zrna a S^t je charakteristický dvojčatový smyk (2). Změna objemového podílu původního zrna je tedy dána součtem přes všechny dvojčatové systémy.

$$\delta w^{parent} = - \sum_t \delta w^t \quad (17)$$

To je jediná přímá interakce zrna-dvojče započítávána v modelu.

Změna objemového podílu dvojčat a nukleace nových dvojčat je započítávána na konci každého kroku, což ovšem znamená změnu makroskopického napětí i deformace z rovnic (14). Změna je sice malá (<0.5%), ale aby nedošlo ke kumulaci těchto chyb, jsou makroskopické hodnoty přepočítány.

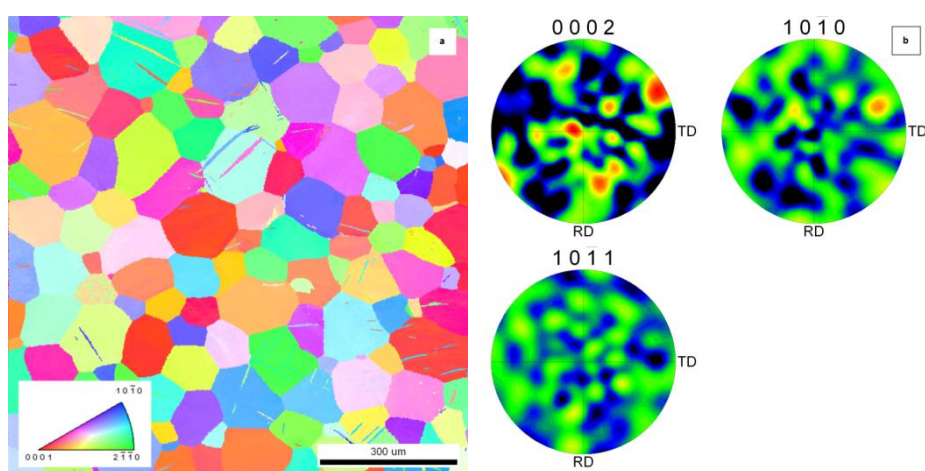
Nově vytvořeným dvojčatům je přiřazena stejná elastická deformace a napětí, jako je v původním zrně.

3. Výsledky měření a diskuse

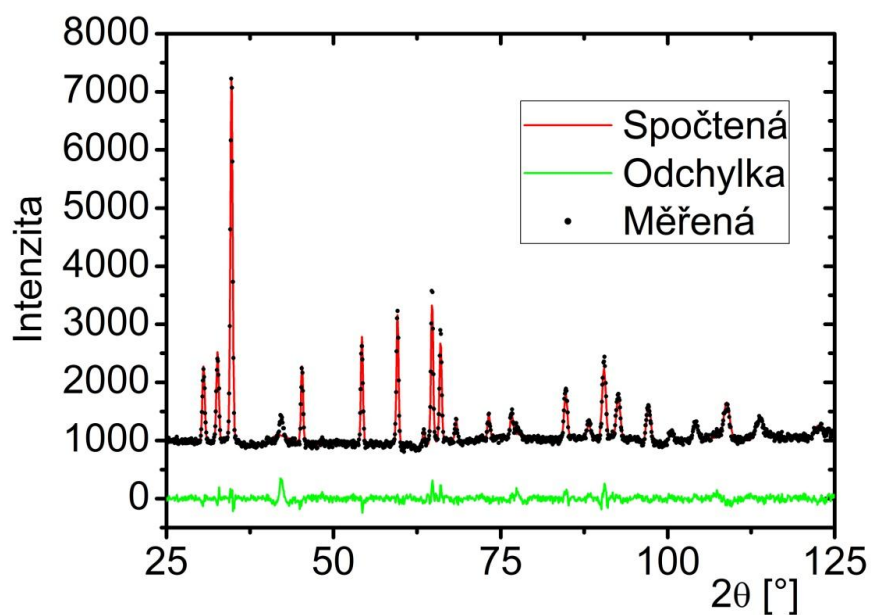
3.1. Čistý hořčík

3.1.1. Výchozí stav materiálu

Nedeformované vzorky byly upraveny pro pozorování na EBSD (obr. 3.1). Z mapy EBSD, ze spočtených pólových obrazců a z měření neutronové difrakce můžeme vidět, že vzorek má skutečně náhodnou texturu. Naměřená data z neutronové difrakce se velmi dobře shodují se spočteným profilem (obr. 3.2). Výrazná odchylka u čtyřiceti stupňů je pík železa pocházející od extenzometru.

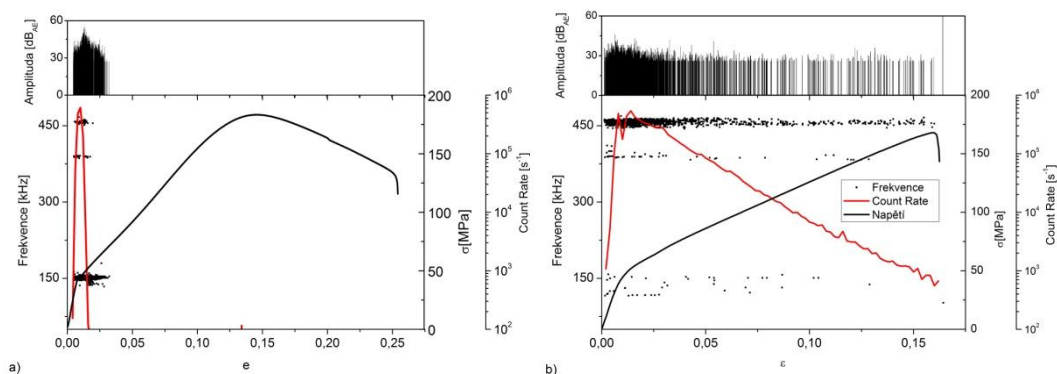


Obr. 3.1 základní stav *a)*mapa EBSD *b)*Pólové obrazce

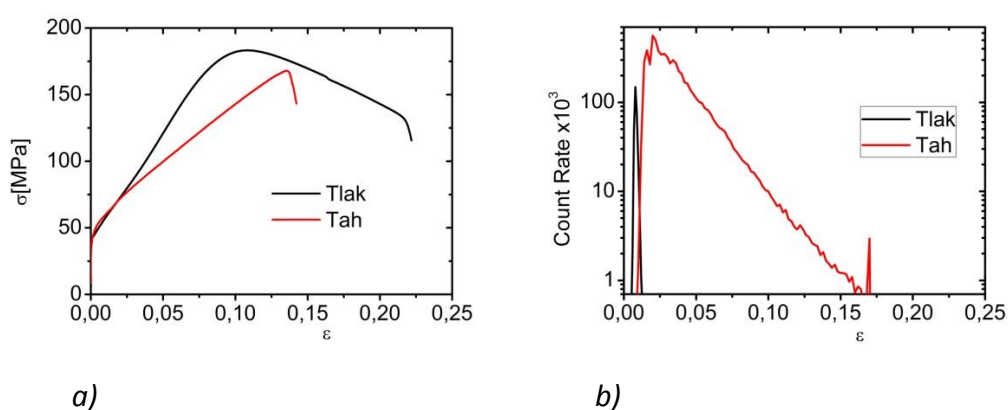


Obr. 3.2 Difrakční spektrum naměřené a spočtené

3.1.2. Deformační zkoušky



Obr. 3.3 křivka deformace a akustické emise Mg1 a) v tlaku b) v tahu



Obr. 3.4 porovnání a) deformační křivky b) akustické emise Mg1 v tahu a tlaku

Z Obr. 3.3 a 3.4 je patrná výrazná asymetrie deformace v tahu a v tlaku. V tlaku můžeme pozorovat křivku ve tvaru S, tj. při deformaci kolem 3% dochází ke zpevnění materiálu a pro deformaci je potřeba vyšší napětí. Oproti tomu křivka deformace v tahu nevykazuje žádné zpevnění materiálu. Toto chování je spojeno s mechanismy dvojčatění u hořčíku.

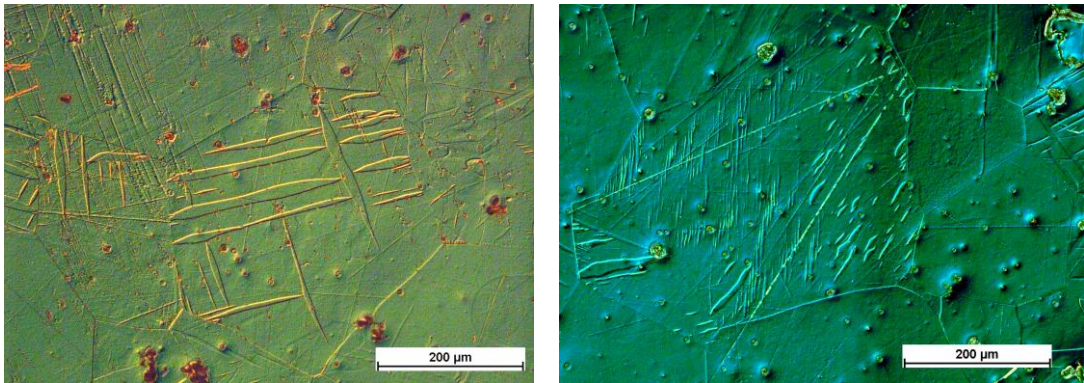
Velmi výrazný je rovněž rozdíl v záznamu akustické emise. Během deformace v tlaku signál dosáhne maxima kolem 1% deformace a poté se utlumí na nedetekovatelnou hodnotu.

Maximum je spojeno s $\{10\bar{1}2\}$ dvojčatěním a s bazálním skluzem[21]. Nová dvojčata začnou růst[22; 23]. Rychlost růstu elipsoidního dvojčete je řádu $10^{-3}ms^{-1}$ [24; 25], posuv povrchu způsobený růstem dvojčat je odhadován jako $\Delta u = 5 \cdot 10^{-22}m$, zatímco teoretické rozlišení senzorů AE je řádu $10^{-15}m$. AE je tedy citlivá pouze na vznik dvojčat, nikoliv jejich růst[26].

Výsledky měření a diskuse

Nové dvojčatové hranice jsou neproniknutelné pro bazální dislokace. Dvojčata tedy vytváří nové bariéry pro pohyb dislokací a představují tedy další zpevňující mechanismus. Rovněž se snižuje volná dráha pro dislokace v důsledku zvýšené hustoty dislokací. Protože střední volná dráha dislokací je přímo úměrná aktivitě AE, signál může klesnout pod detekovatelnou úroveň.

Během tahové zkoušky detekujeme signál AE po celou dobu deformace. Během tahových zkoušek rovněž dochází k aktivaci stejného dvojčatového systému. Vyžaduje ale vyšší napětí a je omezen růst dvojčat[27]. Proto je potřeba tvorba nových dvojčat pro pokračování plastické deformace. Mikrostruktura deformovaného vzorku (Obr 3.5) podporuje předchozí úvahu.

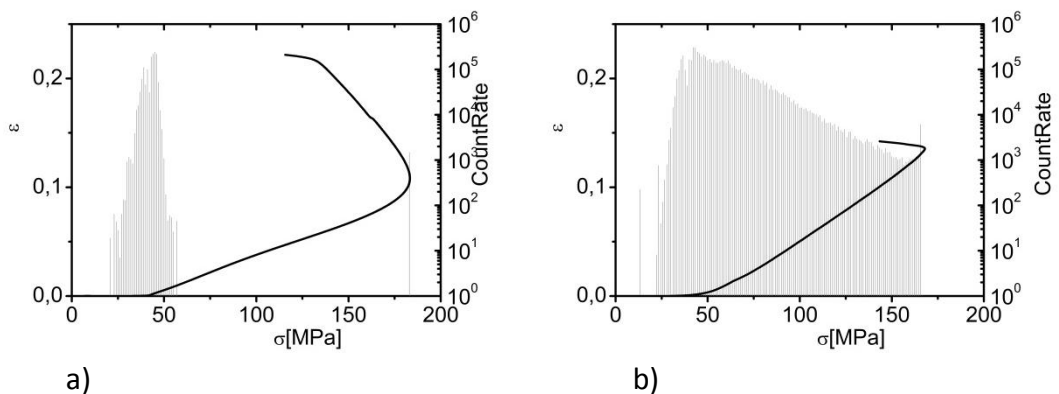


a)

b)

Obr. 3.5 Mikrostruktura Mg1 po deformaci a) v tlaku b) v tahu při pokojové teplotě

Podíváme-li se na závislost AE na napětí a do stejného grafu vykreslíme i deformační křivku (obr. 3.6), můžeme pozorovat, že k nukleaci dvojčat dochází v obou případech již před dosažením meze kluzu. Dvojčata v tomto případě způsobují mikroplasticitu, ale je potřeba aktivace dalšího skluzového systému k uskutečnění plastické deformace.



a)

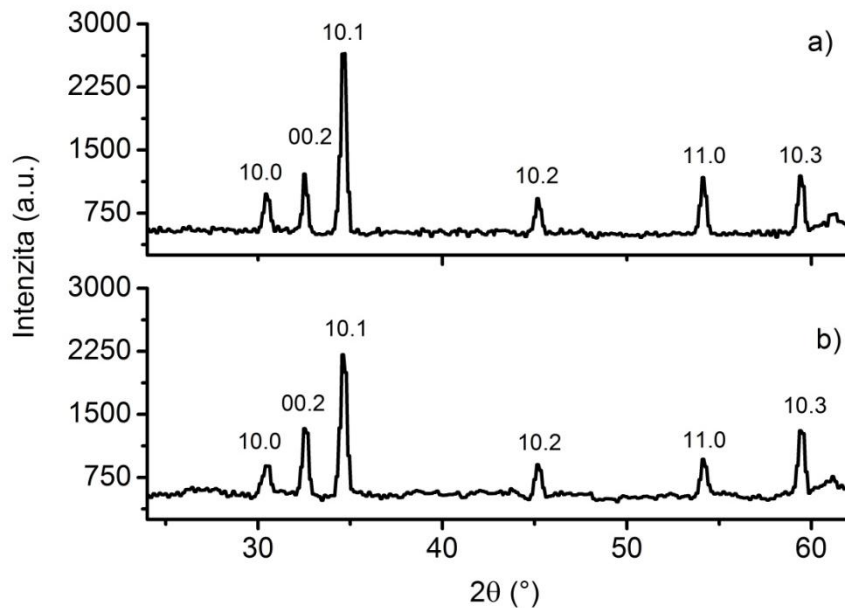
b)

Obr. 3.6 AE v závislosti na napětí a) v tlaku, b) v tahu

3.1.3. Neutronová difrakce

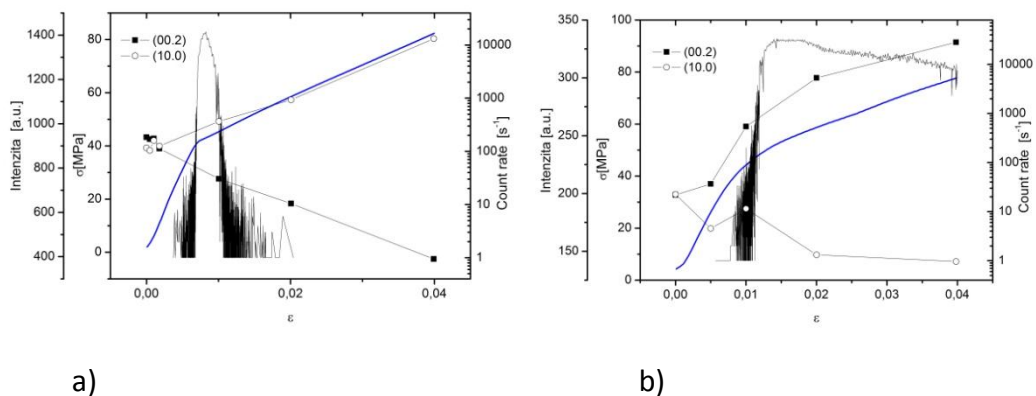
3.1.3.1. Integrální intenzita

Jak je vidět z obr. 3.7 během deformace dochází k viditelné změně intenzit píků. V tlaku klesá intenzita píků (00.2), (10.2) a (10.3), které představují zrna, která dvojčatí a naopak roste intenzita píků (10.0) a (11.0), které reprezentují dvojčata[28]. Vyhodnocením změny integrální intenzity v závislosti na deformaci získáme odhad na změnu objemového podílu dvojčat.



Obr. 3.7 Difrakční profil měřený v tlaku a) základní stav b) při 4% deformaci

Podíváme-li se na změnu integrální intenzity těchto dvojčatových píků (obr. 3.8), vidíme, že v obou případech s rostoucí deformací se objemový podíl dvojčat zvyšuje.

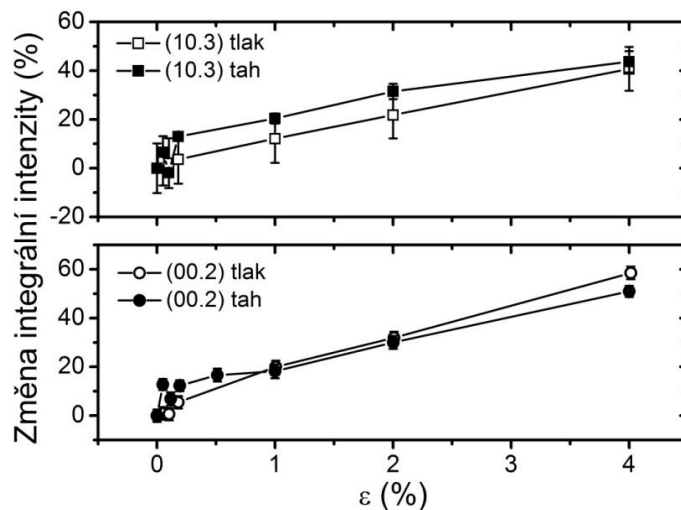


Obr. 3.8 Změna integrální intenzity v porovnání s AE a) v tlaku, b) v tahu

Výsledky měření a diskuse

Při porovnání se záznamem AE ale vidíme, že pokaždé je to důsledek rozdílného průběhu dvojčatění. V tahu detekujeme signál AE po celou dobu deformace a nárůst objemového podílu dvojčat je tedy spojen především s nukleací nových dvojčat. V tlaku můžeme pozorovat, že přestože nedetekujeme žádný signál AE a nukleace nových dvojčat je tedy zanedbatelná objemový podíl dvojčat roste. Musí tedy docházet k nárůstu velikosti jednotlivých dvojčat.

Porovnáme-li změnu relativní intenzity v tahu a v tlaku, můžeme odhadnout, zda se liší objemový podíl dvojčat v závislosti na módu namáhání. Z numerických simulací bylo odhadnuto, že podíl dvojčat značně liší (35% v tlaku, 10% v tahu)[29], zatímco při pozorování v TEM nebyly pozorovány žádné výrazné rozdíly[30]. Naše měření se přiklání spíše ke druhému závěru (obr. 3.9).



Obr. 3.9 Změna integrální intenzity

Rovněž jsme použili vyhodnocení podílu dvojčat z metalografických snímků podle standardu ASTM E562-02[31]. Vzorek jsme deformaovali do 1% deformace v tahu i tlaku a připravili z něj výbrus na optickou mikroskopii. Spojili jsme dohromady několik snímků, abychom dostali dostatečně reprezentativní obsah a spočítali jsme podíl dvojčat na celkové ploše.

$$V_C = (4,7 \pm 0,8)\%$$

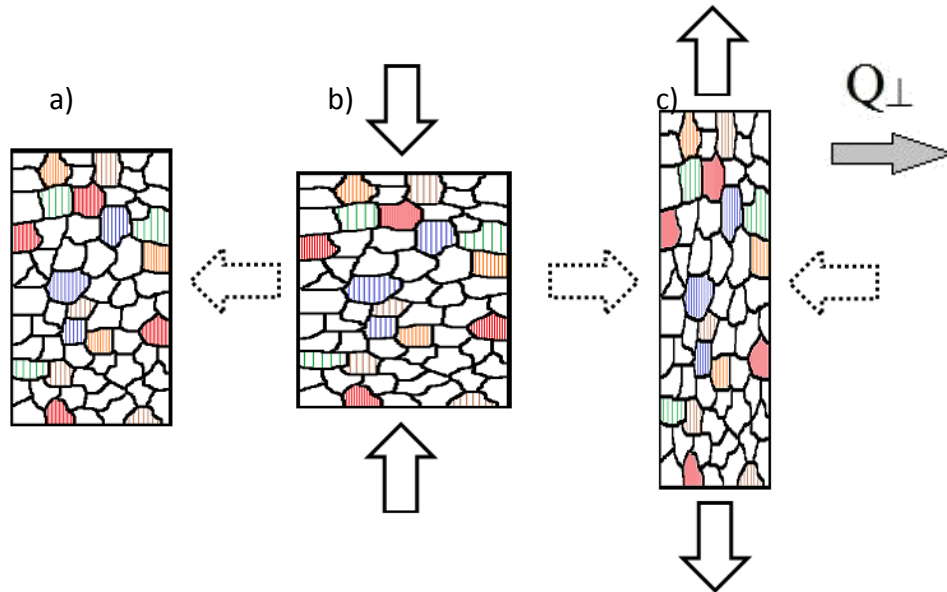
$$V_T = (3,7 \pm 1,0)\%$$

Z tohoto měření jsme tedy dostali, že v tlaku je o něco více dvojčat než v tahu, ovšem toto měření je zatíženo poměrně velkou chybou.

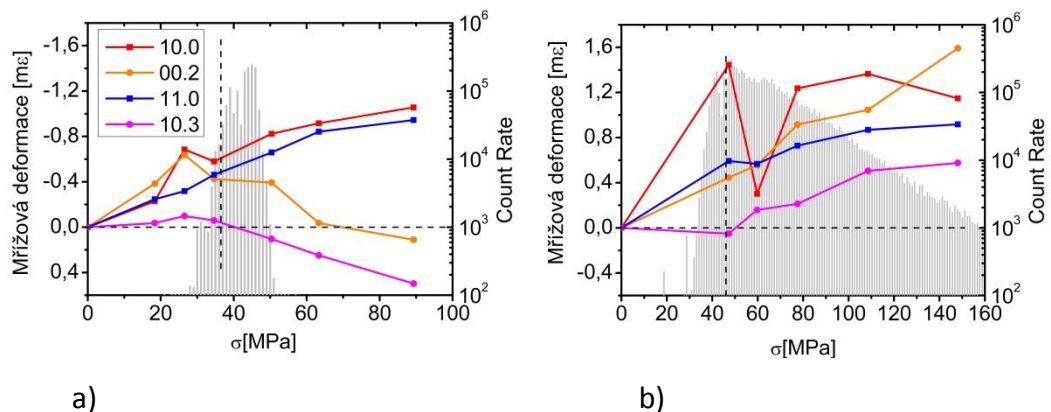
Výsledky měření a diskuse

3.1.3.2. Mřížová deformace

Ze změny polohy píků během deformace jsme vyhodnotili mřížové deformace jednotlivých rovin. Protože měříme v radiálním experimentálním uspořádání a nepozorujeme tedy roviny kolmé na směr namáhání, ale se směrem namáhání rovnoběžné. Tyto roviny jsou vystaveny opačnému namáhání, než roviny kolmé na směr namáhání (obr. 3.10). Během tlakových zkoušek tedy detekujeme tahové deformace a během tahových zkoušek tlakové deformace.



Obr. 3.10 Nákres deformace rovnoběžných rovin a) základní stav, b) tlak, c) tah s vyznačeným difrakčním vektorem Q



Obr. 3.11 Závislost mřížové deformace na makroskopickém napětí s vyznačeným počátečním stavem, AE a mezí kluzu a) v tlaku, b) v tahu

Vynesli jsme do grafu závislost mřížové deformace na makroskopickém napětí s vyznačenou mezí kluzu a záznamem AE (Obr. 3.11). Aby si v ideálním

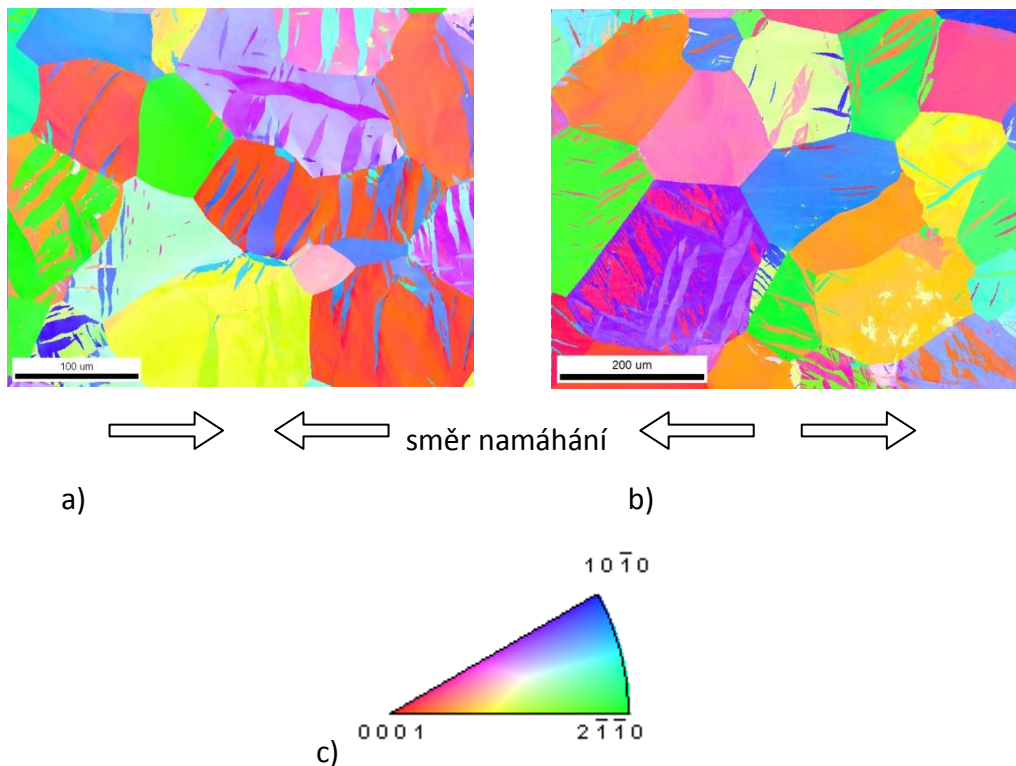
Výsledky měření a diskuse

případě tvary křivek odpovídaly, vynesli jsme mřížové deformace tahové zkoušky v opačném měřítku.

Počáteční vývoj je v obou případech shodný s očekáváním. Během tlakové zkoušky pozorujeme tahové deformace a naopak při tahové zkoušce měříme tlakové deformace mříže. Rozdíl nastává, když zaznamenáme nukleaci prvních dvojčat. Na tahové zkoušce se tato skutečnost nijak neprojeví. Naopak v tlaku pozorujeme výraznou změnu.

Na rovinách, které přísluší zrnům vhodně orientovaným pro dvojčatění, pozorujeme nejprve pokles deformace až na nulovou hodnotu a posléze i přechod k tlakové deformaci. Tyto roviny tedy i přes makroskopickou tahovou deformaci vykazují mikroskopickou tlakovou deformaci.

3.1.4. EBSD



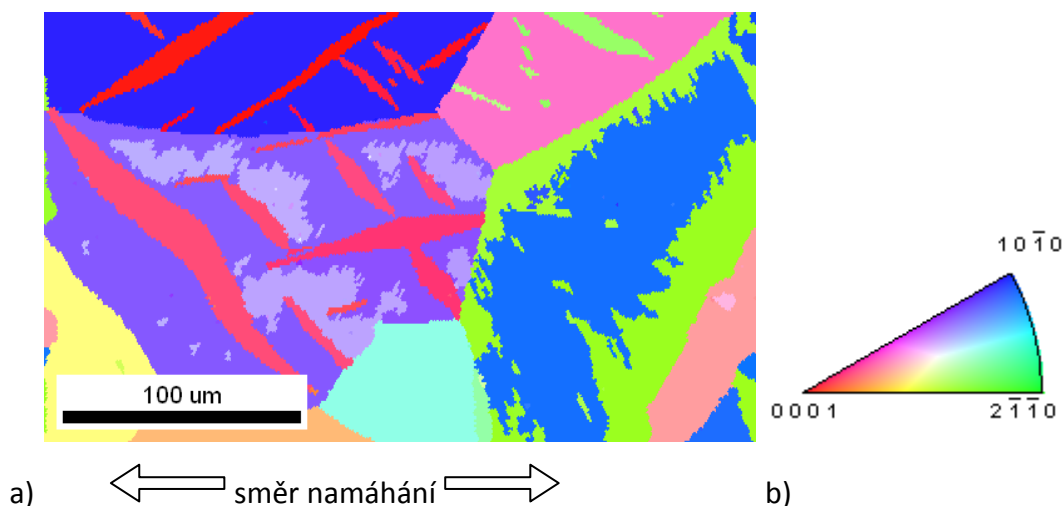
Obr. 3.12 Mapy EBSD po 1% deformace a) v tlaku, b) v tahu, c) orientační trojúhelník

Vzorky byly deformovány v tahu a tlaku do 1% a 10% deformace a poté z nich byl odříznut kus, který byl vyleštěn pro analýzu pomocí EBSD.

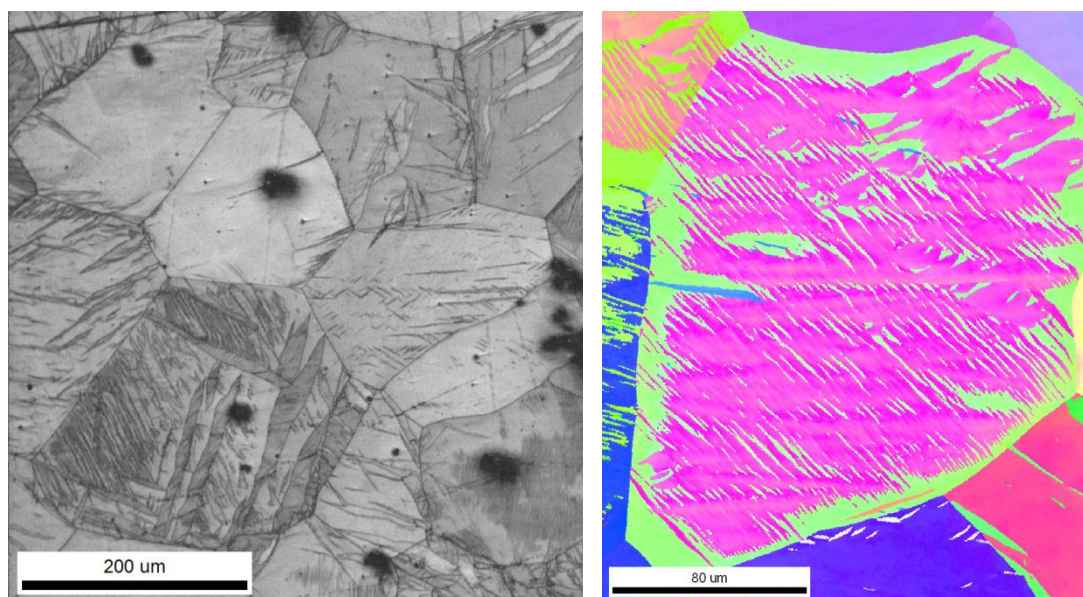
Na obr. 3.12 je vidět jasný rozdíl mezi oběma vzorky jak v tvaru dvojčat, tak v jejich orientaci. Zatímco u tlakového vzorku můžeme pozorovat velká široká

Výsledky měření a diskuse

dvojčata přes celé zrno. V tahu máme mix několika málo větších dvojčat a velikého počtu malých dvojčat. Některá dvojčata jsou tak malá a hustě umístěná, že zvolený krok měření ($1\mu\text{m}$) nebyl dostatečně malý na rozlišení jednotlivých dvojčat a na snímku se tedy jeví jako obláčky (Obr. 3.13). Podíváme-li se na záznam Image Quality (obr. 3.14 a), který je schopný velmi dobře zobrazit hranici zrna a dvojčete, nebo zvolíme-li jemnější krok (obr. 3.14 b), je vidět, že se skutečně jedná o jednotlivá dvojčata.



Obr. 3.13 a) mapa EBSD po 1% deformace v tahu, b) orientační trojúhelník



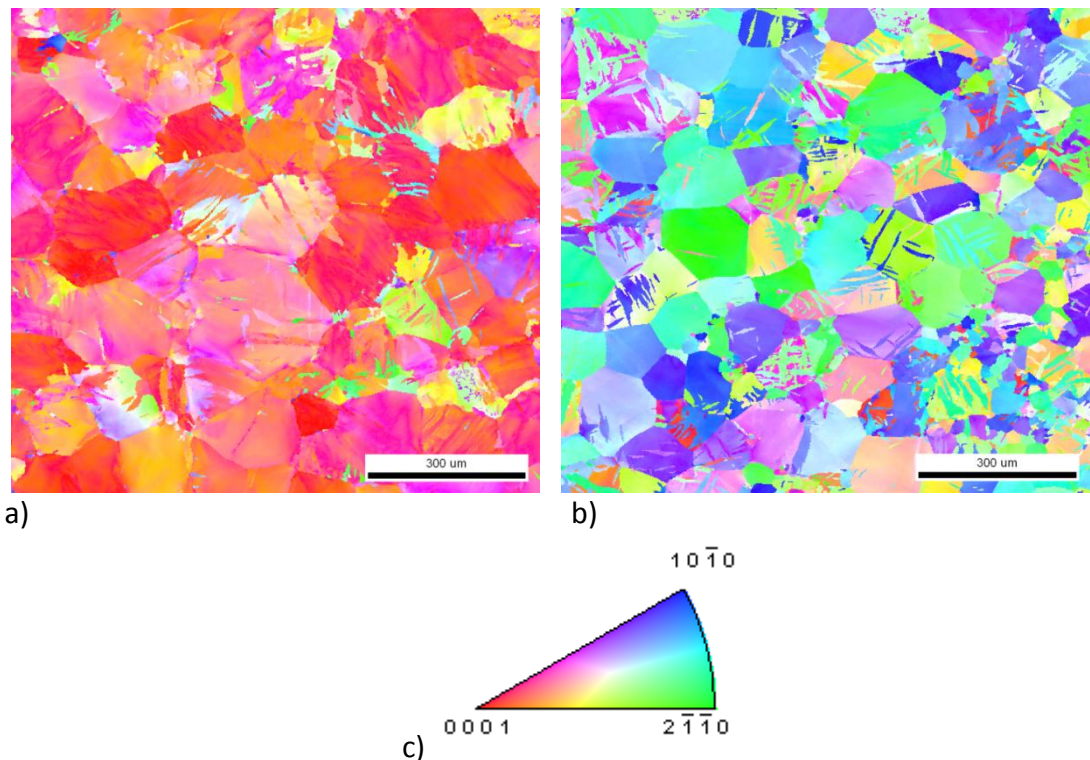
Obr. 3.14 a) mapa Image Quality, b) EBSD mapa s krokem $0.35\mu\text{m}$

Z obr. 3.13 a obr. 3.14 b) je rovněž patrné, že u některých zrn dojde ke zdvojčatění celé hranice zrna. U obr. 3.14 b) jsou roviny zobrazeny v orientaci vůči směru namáhání.

Výsledky měření a diskuse

Další rozdíl je v barvě a tedy i orientaci dvojčat. U tlakových vzorků můžeme pozorovat, že v rámci jednoho zrna se tvoří dvojčata se stejnou barvou a maximálně dvěma různými odstíny, a tedy podobnou orientací. Přičemž když mají dvojčata jiný odstín, tak jsou na sebe téměř kolmá. Dvojčata v tahu mají různé barvy i odstíny tedy i orientace i různé směry. I v tahu platí, že dvojčata s různým odstínem jsou na sebe přibližně kolmá. Navíc je možné pozorovat, že dvojčata se stejnou barvou mají podobnou velikost a tvar.

Podíváme-li se na vzorky po větší deformaci (10%), vidíme i zde výrazný rozdíl (obr.3.15) Většina zrn je zcela zdvojčatělá a je patrná silná bazální textura. Oproti tomu v tahu jsou stále patrná jednotlivá dvojčata. Rovněž tento vzorek má výraznou texturu, kdy je bazální rovina natočena kolmo ke směru namáhání.



Obr. 3.15 Mapy EBSD po 10% deformaci a) v tlaku, b) v tahu, směr namáhání je kolmý na rovinu obrázku.

3.1.5. EPSC model

Variací Voceho parametrů jsme modelovali deformační křivky, aby co nejlépe odpovídaly naměřeným výsledkům, včetně datům z neutronové difrakce. Další podmínkou bylo, aby konstanty odpovídaly známým kritickým skluzovým napětím. Tzn. nejnížší hodnotu musí mít bazální skluz, ten by pak spolu s dvojčatěním měl mít výrazně nižší hodnotu než prismatický skluz[9]. Nejvyšší

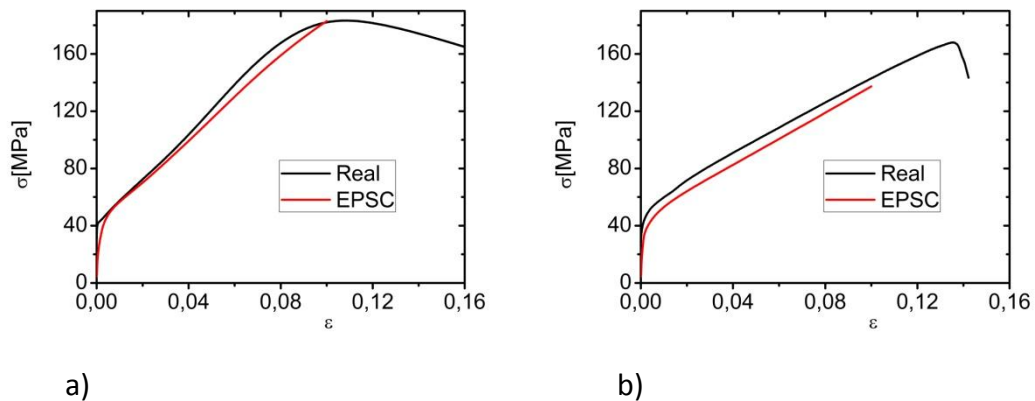
Výsledky měření a diskuse

číslenou hodnotu musí mít pyramidální skluz 2. řádu, který navíc není aktivován při deformaci v tahu. Jiné skluzové systémy, jako např. pyramidální skluz 1. řádu nebo jiné systémy dvojčatění, jsme pro zjednodušení neuvažovali.

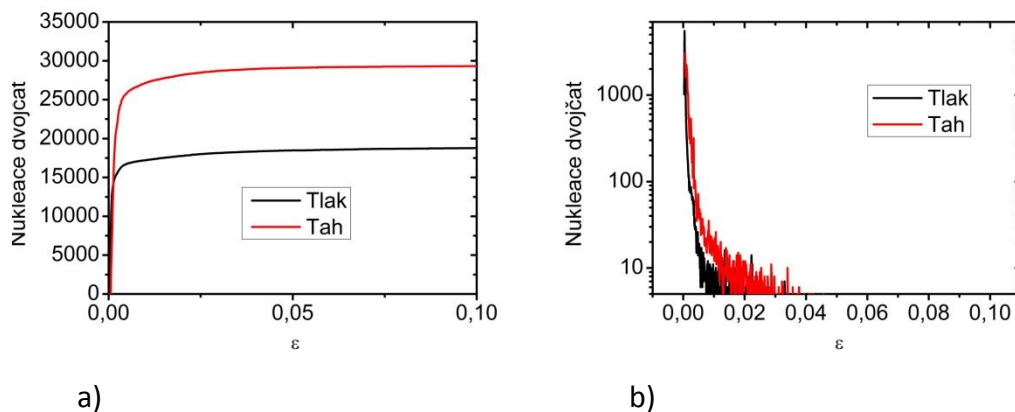
	$\tau_0 [MPa]$	$\tau_1 [MPa]$	$\theta_0 [MPa]$	$\theta_1 [MPa]$
Bazální	5	2	4000	125
Prismatický	22	10	1000	50
Pyramidální	90	40	500	0
Dvojčatění	7	0	0	0

Tab. 2 Voceho parametry použité v modelu

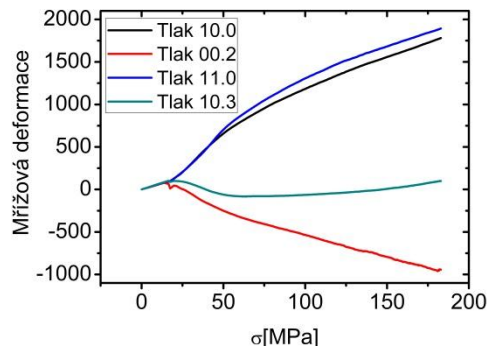
Naměřeným výsledkům nejlépe odpovídaly hodnoty v tab. 1. Porovnání deformačních křivek je na obr. 3.16. Přesným fitováním naměřených hodnot můžeme z modelu dostat informace, které nejsme schopni jinak změřit. Například aktivaci jednotlivých skluzových systémů, včetně rozdělení na aktivitu ve dvojčatech a původních zrnech nebo difrakční data z axiálních rovin.



Obr. 3.16 porovnání deformačních křivek a modelu a) v tlaku, b) v tahu



Obr. 3.17 a) počet dvojčat, b) nukleace nových dvojčat



Obr. 3.18 mřížová deformace vybraných rovin v tlaku

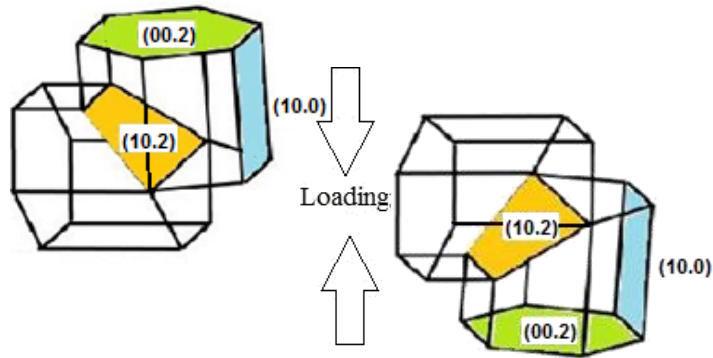
Na obrázcích 3.17 a 3.18 můžeme pozorovat, že data z modelu sedí s naměřenými hodnotami. V tahu vzniká mnohem více dvojčat a jejich nukleace je i při vyšších deformacích. Rovněž mřížová deformace na reflexích (0002) a (10.3) přechází po počátečním tahovém napětí k napětí tlakovému.

3.1.6. Diskuze výsledků

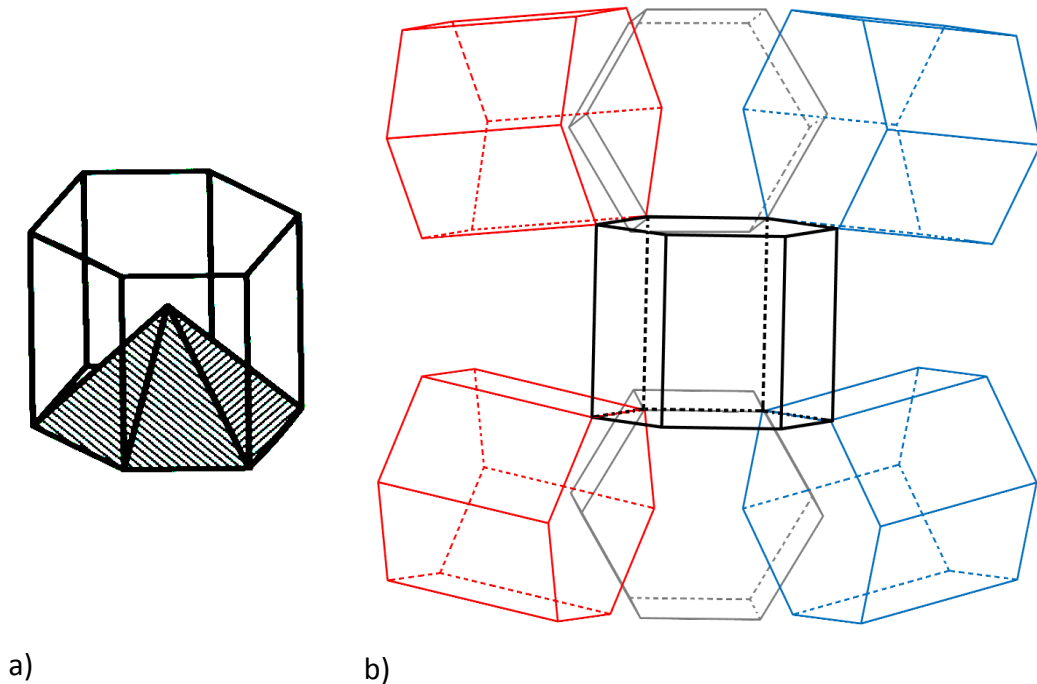
Pomocí různých metod jsme pozorovali několik výrazných rozdílů mezi deformací v tahu a tlaku. K tomu, abychom mohli naše výsledky interpretovat, musíme se nejdříve podrobněji zaměřit na to, jaká zrna jsou vhodně orientovaná pro dvojčatění v tahu a v tlaku.

Vhodně orientovaná zrna pro dvojčatění během tlakové zkoušky jsou taková zrna, jejichž osa c je kolmá na osu namáhání. Dvojče má pak osu c rovnoběžnou se směrem namáhání. Naopak zrna, jejichž osa c je rovnoběžná s osou namáhání, jsou vhodně orientovaná pro dvojčatění během tahové deformace a dvojčata mají osu c kolmou na směr namáhání. Z tohoto vyplývá, že zrn vhodně orientovaných pro dvojčatění během tlakové zkoušky je mnohem více, než v tahu.

Rovněž se podívejme, kolik různých variant dvojčat, může z jednoho zrna vzniknout (obr. 3.19, 3.20). V tlaku jsou pouze dvě výhodné varianty, které jsou ekvivalentní. Tyto dvě varianty mají vzájemnou misorientaci $7,4^\circ$. Oproti tomu v tahu je šest ekvivalentních variant. Z toho protilehlé páry dvojčat (vznačeny stejnou barvou) se liší rovněž o $7,4^\circ$ a zbylá dvojčata mají misorientaci kolem 60° .



Obr. 3.19 možné varianty dvojčat v tlaku

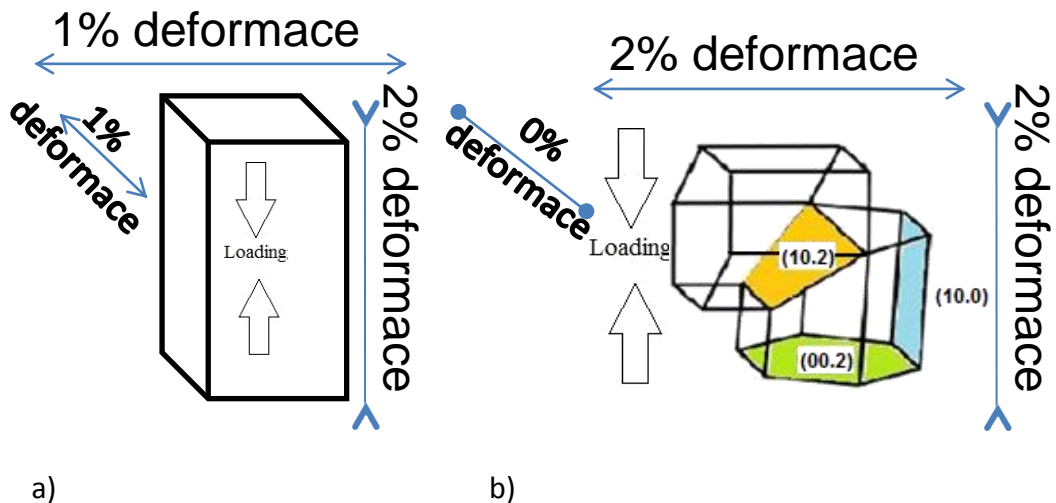


a)

b)

Obr. 3.20 a) roviny dvojčatění, b) možné varianty dvojčat v tahu

Dále se zamysleme, jak probíhá deformace vzorku a jak v jednotlivých zrnech, např. při 2% deformaci. Výchozí textura vzorku je zcela náhodná a vzorek by se tedy měl deformovat zcela symetricky (obr.3.21 a). Porovnáme-li to s deformací v jednom zrně způsobenou jen dvojčatěním (obr. 3.21 b), vidíme, že tato deformace je naprosto jiná.



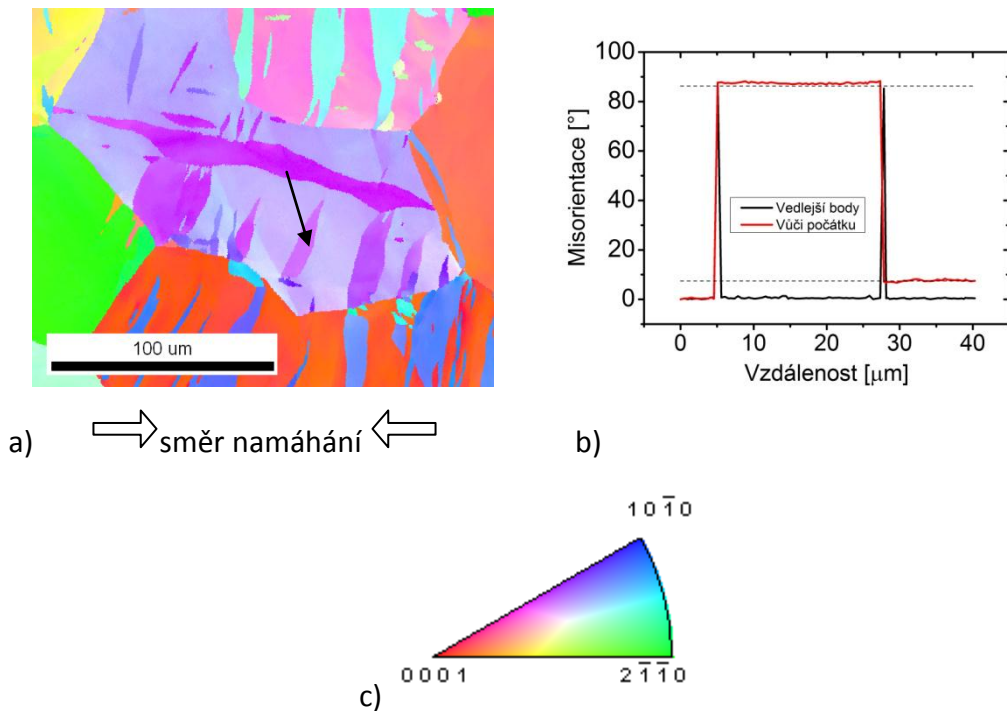
Obr. 3.21 deformace 1% v tlaku a) v celém vzorku, b) v zrně pomocí dvojčatění

Zatímco vzorek se deformuje ve všech směrech kolmých na osu namáhání stejně, zhruba polovinu deformace v axiálním směru, dvojčatění není schopno takto symetrickou deformaci dosáhnout. Dochází tedy k větší deformaci podél osy c původního zrna. Okolní zrna však větší deformaci neumožňují a zrna je tedy tlačováno podél své osy c , což přesně odpovídá měřením mikrostrukturních deformací.

U deformace v tahu je základní princip podobný. Rozdíl je však v tom, že zrna má k dispozici šest ekvivalentních orientací, do kterých může vytvořit dvojče. Deformace z takto různě orientovaných dvojčat se mohou zprůměrovat a deformace jednoho zrna tedy může být stejná, jako deformace celého vzorku. Toto není v tlaku možné, protože dvě možné orientace dvojčat vytváří velice podobnou deformaci.

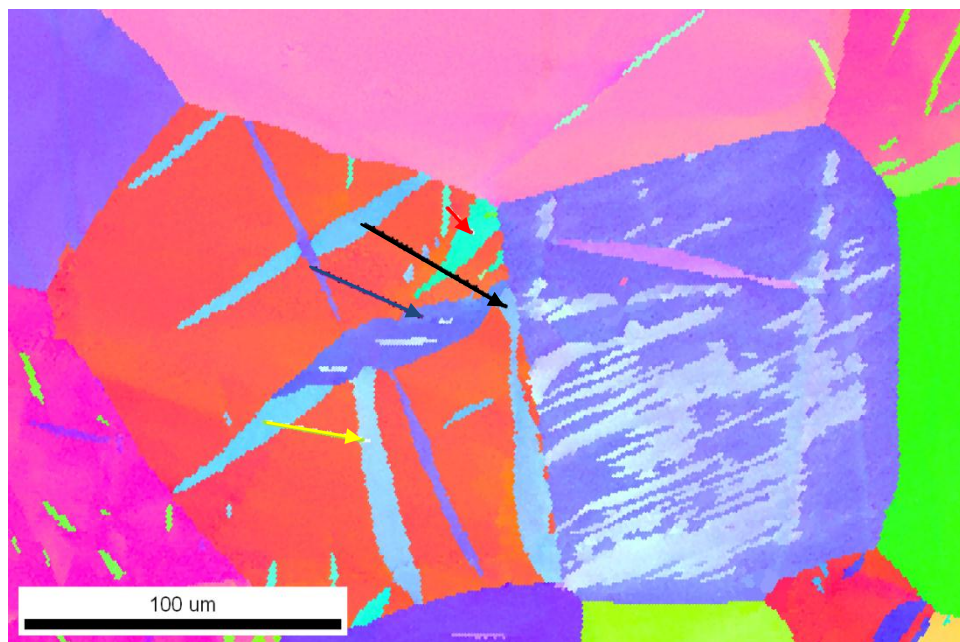
Podíváme-li se znovu na obrázky EBSD, pozorujeme přesně tento efekt. U tlakových vzorků mají dvojčata pouze dva různé odstíny (Obr. 3.22) Na obrázku jsou vyznačeny misorientace $86,3^\circ$ a $7,4^\circ$, což je vzájemná misorientace zrna dvojče a misorientace dvou dvojčat. Můžeme pozorovat, že naměřené hodnoty poměrně přesně odpovídají teoretickým hodnotám.

Výsledky měření a diskuse



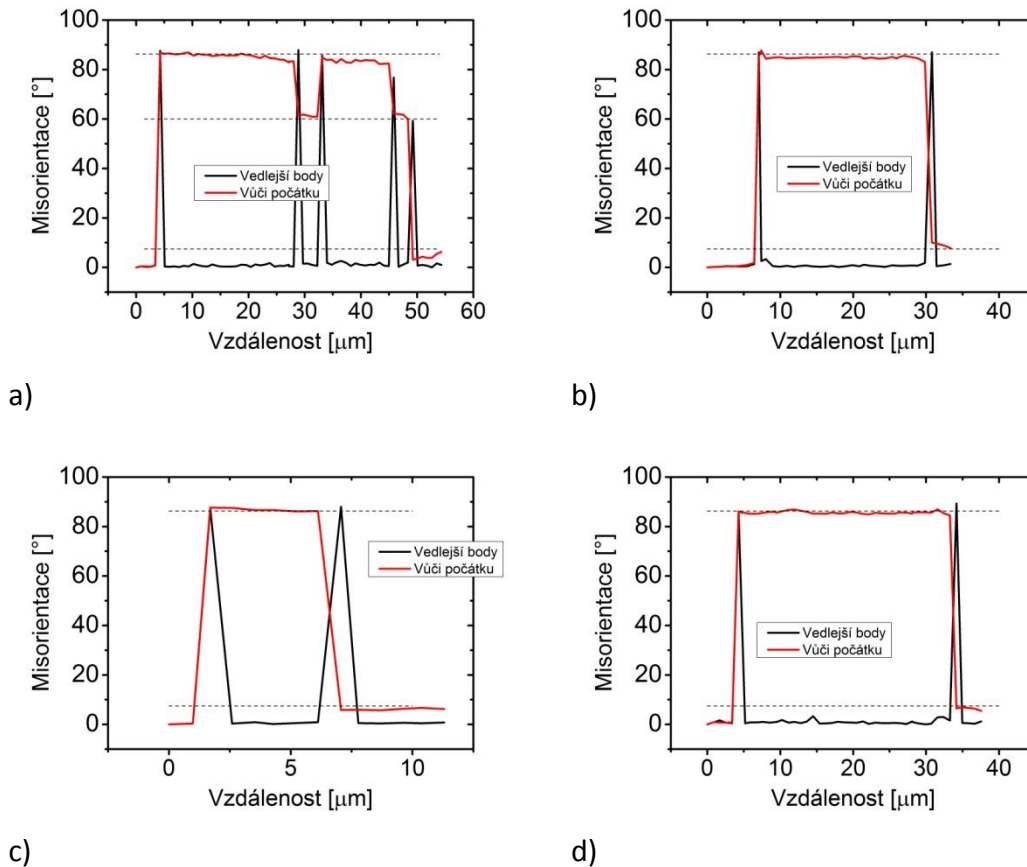
Obr. 3.22 a) EBSD po 1% deformaci tlaku b) misorientace podle vyznačené šipky
c) orientační trojúhelník

V tahu je více typů dvojčat. Vybrali jsme zrno, jehož orientace je téměř ideální pro dvojčatění během tahové deformace. Můžeme v něm pozorovat dvojčata třech různých barev (obr. 3.23). Mezi dvojčaty a zrnem jsme opět spočetli vzájemné misorientace (obr. 3.24).



Obr. 3.23 EBSD po 1% deformace v tahu s vyznačenými liniemi spočtených misorientací (obr. 3.24), jsou zobrazeny orientace rovin kolmých na směr namáhání

Výsledky měření a diskuse

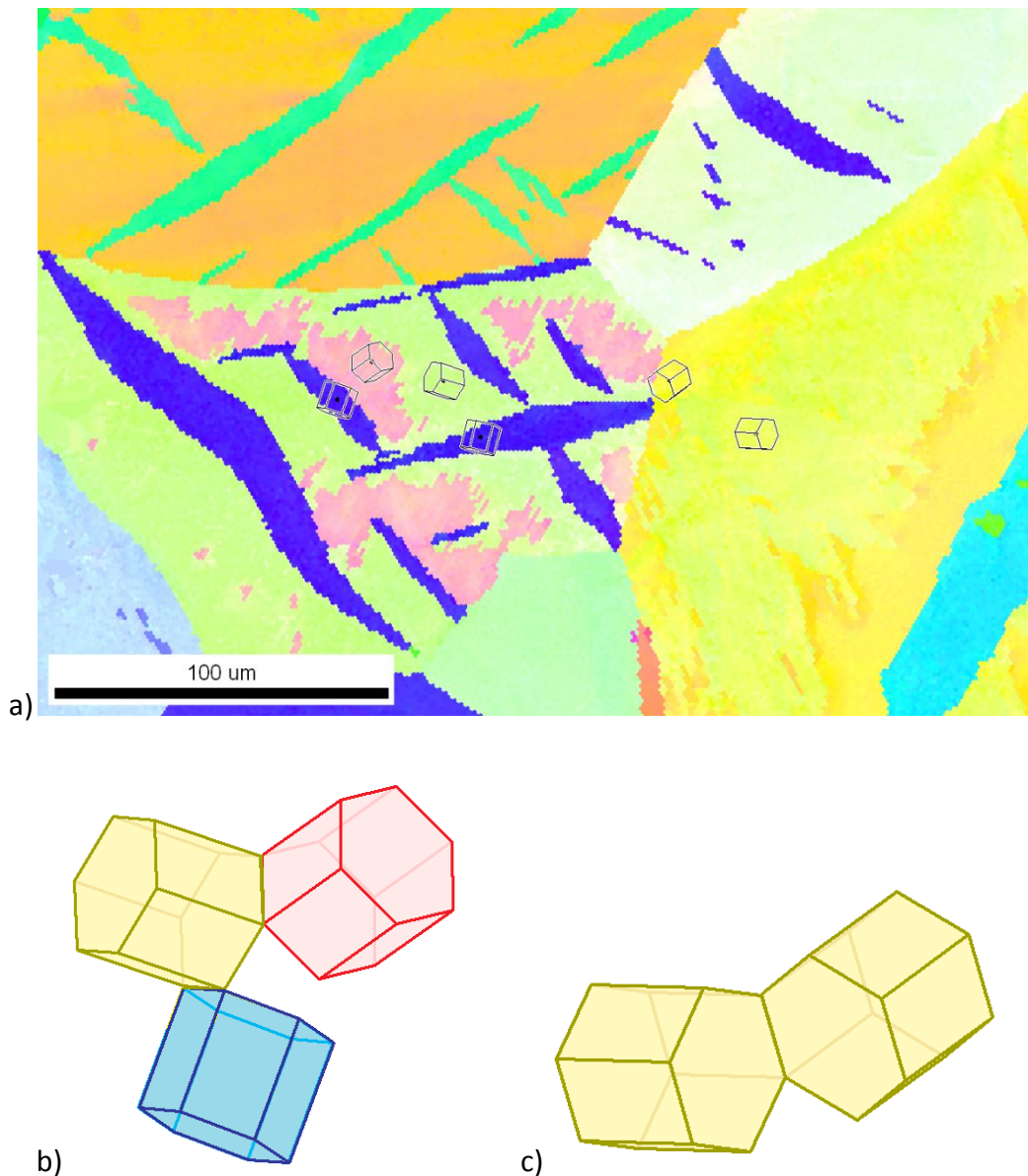


Obr. 3.24 Grafy misorientací spočtených podle linií z obr. 3.22 a) černá, b) žlutá, c) červená, d) tmavomodrá

Z grafu na obr. 3.24 a) je vidět, že světle modrá, tmavo modrá a zelená dvojčata mají vzájemnou misorientaci kolem 60° . Ze zbylých grafů lze pak vyčíst, že dvojčata, která mají stejnou barvu, ale jiný směr, mají misorientaci $7,4^\circ$. V zrně se tedy vyskytuje všech 6 možných typů dvojčat. Podobně zbarvená dvojčata mají misorientaci $7,4^\circ$, dvojčata s jinou barvou mají misorientaci 60° (obr. 3.24).

Rovněž se zde uplatňuje efekt jiného počtu vhodně orientovaných zrn. V tlaku dvojčatí především zrna, jejichž orientace je velmi blízká orientaci pro dvojčatění ideální. Oproti tomu v tahu dvojčatí i zrna, která nejsou pro dvojčatění zcela vhodně orientovaná. Toto odklonění od ideální orientace způsobuje, že šest orientací pro dvojčatění už není zcela ekvivalentních.

Na obr. 3.25 můžeme pozorovat, jaký má tato změna vliv na tvar dvojčat. Zrno je orientováno tak, že dvě orientace dvojčat mají téměř ideální orientaci, zatímco zbylé čtyři orientace jsou, co se týče orientace osy c vůči ose namáhání, velmi podobné orientaci zrna.

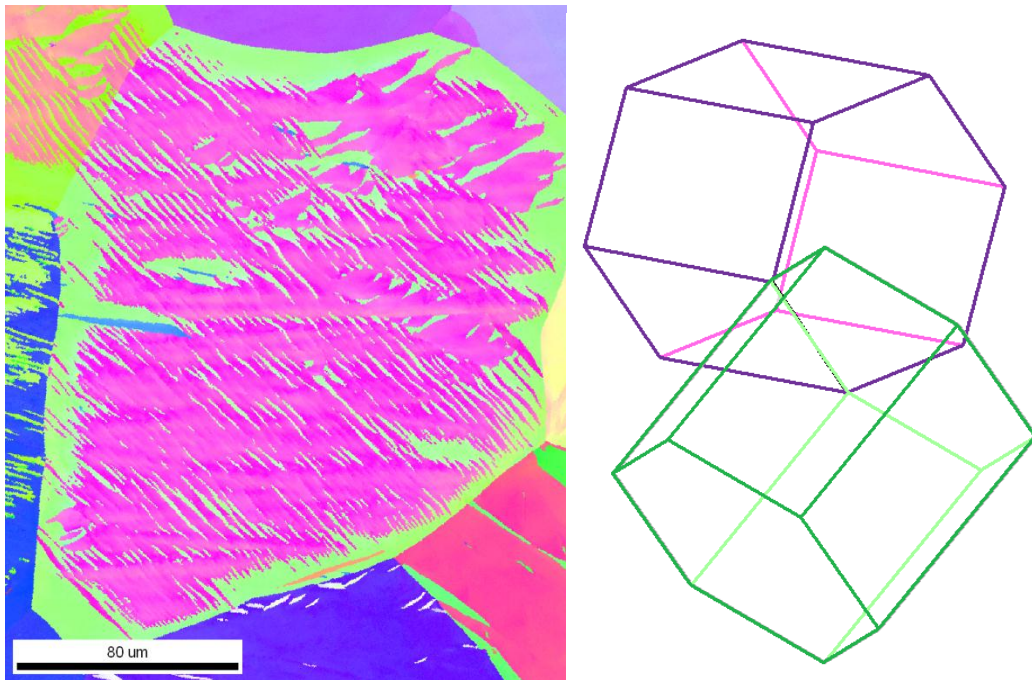


Obr. 3.25 a) EBSD po 1% deformaci v tahu s vyznačenými orientacemi b) orientace zrno – dvojčata v levém zrně, c) orientace zrno – dvojčce v pravém zrně; jsou zobrazeny orientace rovin kolmých na směr namáhání

Můžeme pozorovat, že dvojčata, která jsou orientována výhodněji vůči ose namáhání jsou velká a je jich menší počet. Vyskytují se ve dvou směrech s misorientací $7,4^\circ$. Dvojčata s méně výhodnou orientací se naopak vyskytují ve velkém počtu a jsou malá. U vedlejšího zrna můžeme pozorovat, že zrno i dvojčce mají vůči směru namáhání zcela symetrickou orientaci, takže je nelze barevně rozlišit. Rovněž lze pozorovat, že ačkoliv jsou obě zrna orientována vůči směru namáhání velmi podobně, způsob jejich deformace je velmi odlišný.

Výsledky měření a diskuse

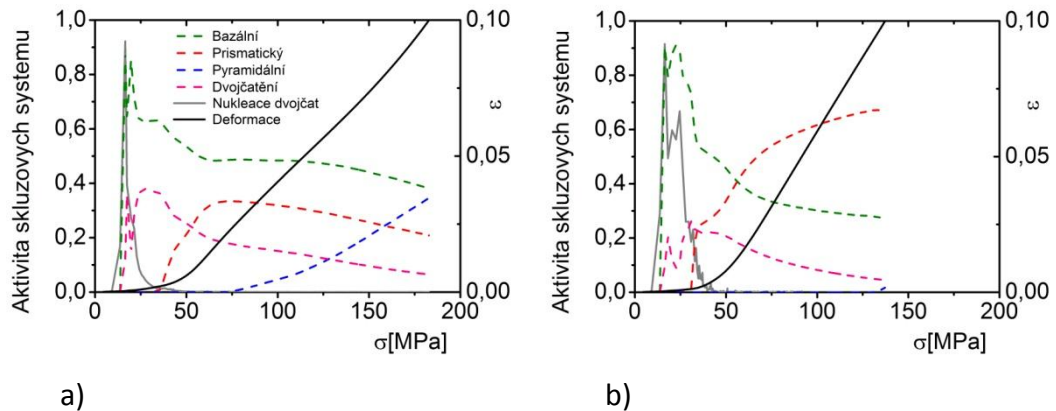
Tento efekt můžeme pozorovat i na dalších obrázcích z EBSD (obr. 3.26). I zde jsou dvojčata, jejichž orientace není příliš výhodná, malá a ve velkém počtu. Nepříliš vhodnou orientací dvojčete je zablokován jeho růst. Aby ovšem byla zachována kontinuita deformace, musí se objevit další dvojčata a pozorujeme tedy velké množství malých dvojčat. Rovněž můžeme z důvodů zachování kontinuity pozorovat zdvojitění celé hranice zrna.



Obr. 3.26 a) EBSD po 1% deformaci v tahu, b) orientace zrno-dvojče;
jsou zobrazeny orientace rovin kolmých na směr namáhání

Silná bazální textura, pozorovaná v tlaku při 10% deformaci je způsobena tím, že dvojčata, která jsou v rámci jednoho zrna shodně orientovaná, jsou svým růstem schopna přeorientovat celé zrna. Naopak v tahu je vlivem různých orientací jednotlivých dvojčat možnost přeorientovat celé zrna velice omezená, v důsledku čehož můžeme pozorovat jednotlivá dvojčata i při velkých deformacích.

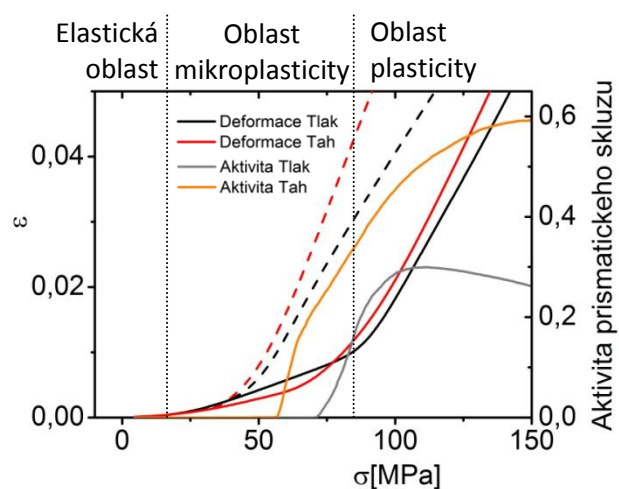
Výsledky měření a diskuse



Obr. 3.27 EPSC model s vyznačenou aktivitou skluzových systémů a nukleací dvojčat
a) v tlaku, b) v tahu

Podíváme-li se na výsledky získané pomocí EPSC modelu, získáme velice zajímavé výsledky ohledně aktivity jednotlivých skluzových systémů (obr. 3.27). Jako první se aktivuje bazální skluz spolu s dvojčatěním. Při podrobném pohledu na deformační křivku si však lze všimnout, že kromě aktivace těchto dvou deformačních procesů je plastická deformace akomodována i dalšími mechanismy.

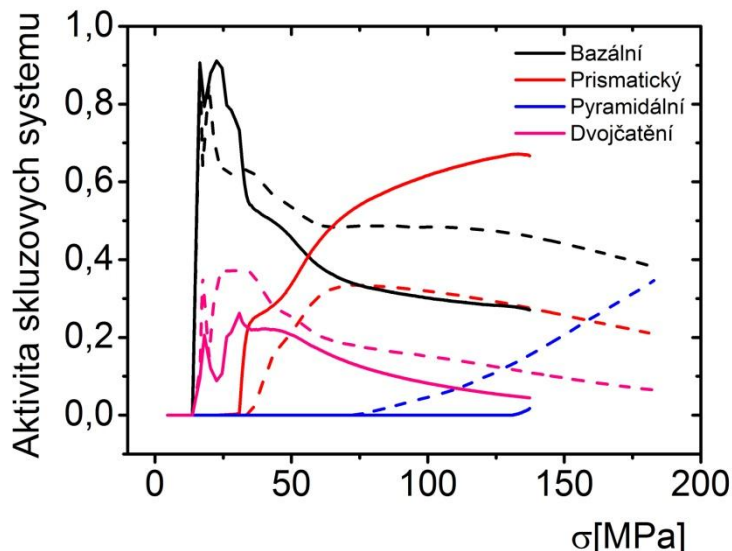
Výrazněji je tento efekt vidět, pokud v modelu pozměníme výchozí hodnotu CRSS prismatického skluzu k vyšší hodnotě (obr. 3.28). Pak je vidět, že dokud nedojde k aktivaci prismatického skluzu makroskopická plastická deformace je minimální. Můžeme si rovněž všimnout, že tento efekt je výraznější u tahové deformace, což naznačuje vyšší podíl prismatického skluzu během tahové deformace.



Obr. 3.28 Modelované deformační křivky s ideálními Voceho parametry (čárkovaně)
a se zvýšenou hodnotou CRSS pro prismatický skluz (plná čára)

Výsledky měření a diskuse

Z výsledků vyplývá, že k dvojčatění spíše než následkem externího makroskopického napětí dochází v důsledku lokální koncentrace napětí. Tudiž může nastat i před dosažením makroskopické meze kluzu. Použitou experimentální technikou (Instron 5882) je obtížné pozorovat mikroplastickou oblast. Nicméně pokročilejší technika (např. laserový extensometr) může toto tvrzení potvrdit.



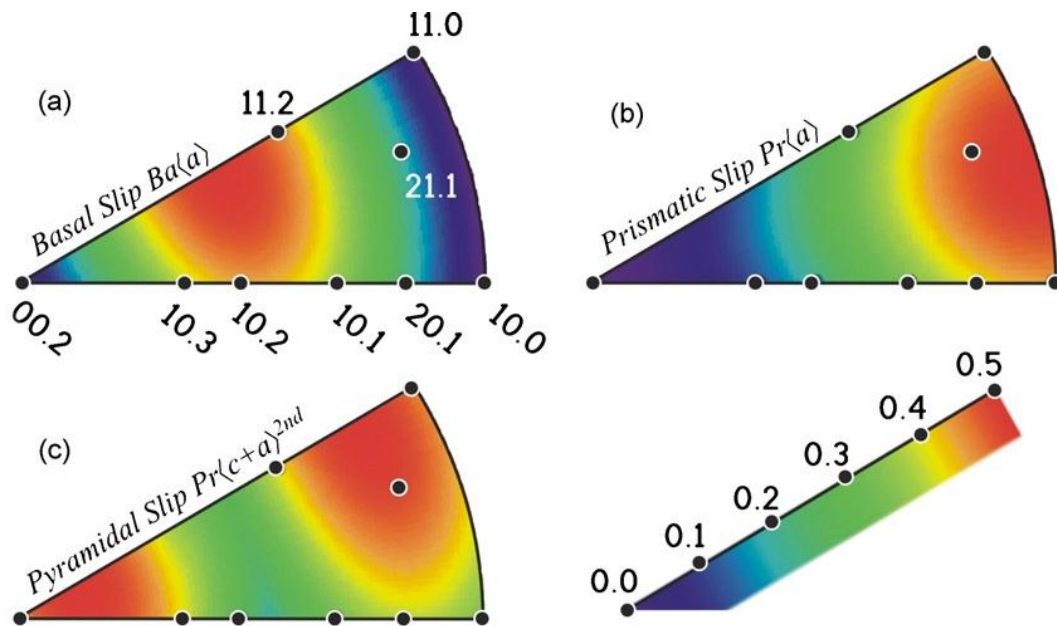
Obr. 3.29 Porovnání aktivit jednotlivých skluzových systémů v tahu (plná čára) a tlaku (přerušovaná čára)

Výrazný rozdíl je také v aktivitě jednotlivých skluzových systémů (obr. 3.29). V tahu i tlaku zpočátku dominuje bazální skluz podporovaný dvojčatěním. Můžeme pozorovat, že podíl dvojčatění na celkové deformaci je po celou dobu deformace větší v tlaku než v tahu. Při aktivaci prismatického systému dojde během tahové zkoušky k výraznému omezení podílu bazálního skluzu na úkor skluzu prismatického, který se nad 50 MPa stane hlavním aktivním skluzovým systémem. Postupně stále dochází k nárůstu aktivity prismatického skluzu na úkor skluzu bazálního a dvojčatění.

Při tlakové deformaci nedochází k tak výraznému omezení podílu bazálního skluzu na úkor prismatického. Bazální skluz má největší podíl na deformačních procesech po celou dobu deformace. Při 75 MPa se může bazální dislokace $\langle a \rangle$ interagovat s prismatickou dislokací $\langle c \rangle$ a dojde tak k aktivaci pyramidální dislokace systému $\langle c+a \rangle$ na úkor systému bazálního a prismatického. Aktivita pyramidálního systému narůstá a postupem času se stává hlavním skluzovým systémem.

Výsledky měření a diskuse

Muránský a spol. spočítali inverzní pólové obrazce Schmidova orientačního faktoru pro různé skluzové systémy (obr. 3.30)



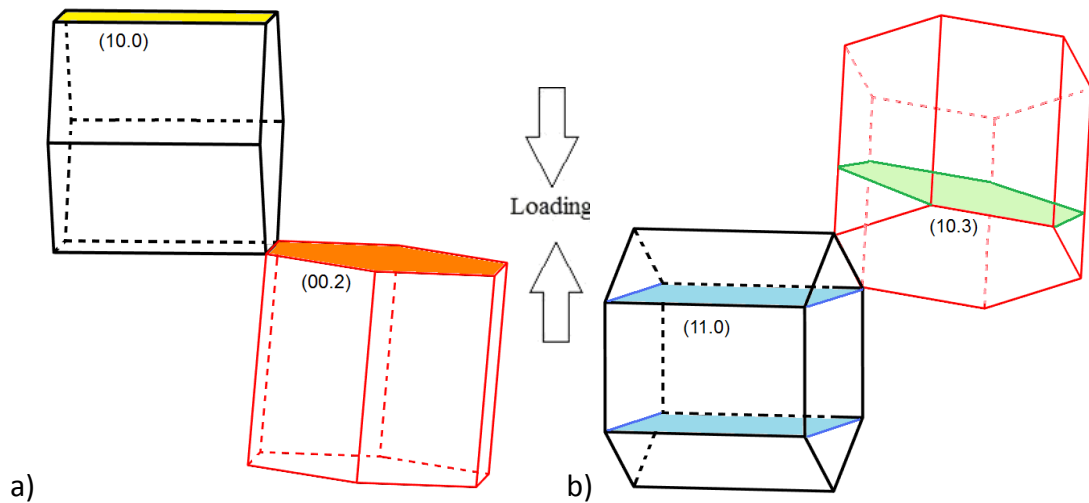
Obr. 3.30 Schmidovy faktory pro různé skluzové systémy a orientace[23]

Podíváme-li se na to, které orientace zrn jsou nejvýhodnější pro aktivaci skluzových systémů, můžeme tento rozdíl v aktivitě skluzových systémů opět vysvětlit rozdílným vývojem dvojčatění během tahové a tlakové deformace. Zrna, vhodně orientovaná pro dvojčatění během tlakového namáhání nejsou vhodně orientovaná pro bazální skluz. Daleko vhodněji jsou orientovaná pro prismatický skluz. Vzhledem k nižšímu CRSS pro dvojčatění než pro prismatický skluz, začnou zrna dvojčatit. Tím dojde k omezení volné dráhy pro šíření dislokací a při dosažení dostatečného napětí pro aktivaci skluzového napětí je prismatický skluz ve zdvojitěném zrně značně omezen. Rovněž nově vzniklá dvojčata nejsou vhodně orientována pro prismatický skluz. Proto prismatický skluz nezíská vyšší podíl na celkové deformaci.

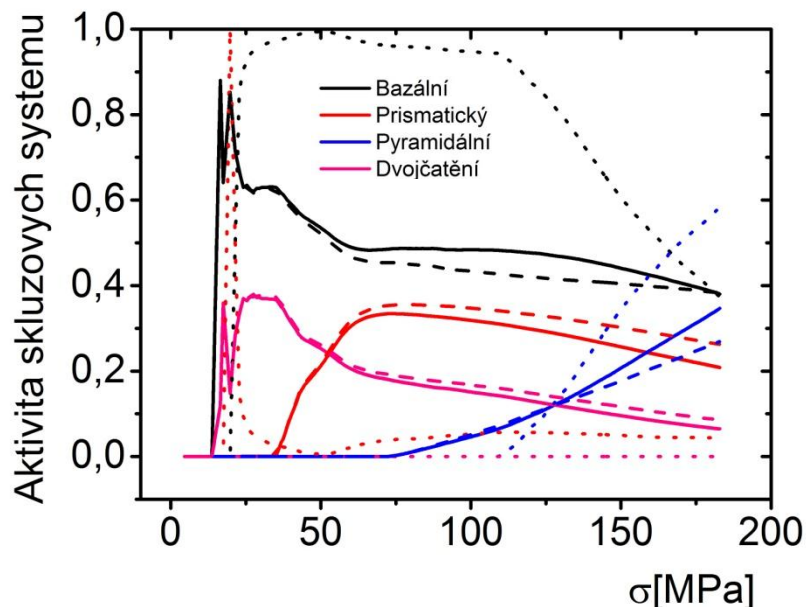
Nově vzniklá dvojčata musíme rozdělit do dvou skupin. Orientace původní zrna - dvojče (10.0)-(00.2) resp. (11.0)-(10.3) (obr. 3.31)[23; 28]. U prvně zmiňovaného není ani původní zrna ani dvojče vhodně orientováno pro bazální skluz. Naopak je vhodně orientováno pro pyramidální skluz druhého řádu. Dvojče typu (10.3) je vhodně orientováno jak pro bazální skluz, tak pro skluz pyramidální. Vzhledem k tomu, že jsme již dříve pozorovali, že dochází ke zdvojitěnému celých zrn a

Výsledky měření a diskuse

při vyšších deformacích pozorujeme silnou bazální texturu, lze tímto vysvětlit, proč si bazální skluz stále zachovává vysoký podíl na celkové deformaci a dochází k aktivaci pyramidálního skluзу.



Obr. 3.31 Dvojčatové rodiny a) (10.0)-(00.2) b) (11.0)-(10.3), černou barvou je původní zrno a červené je dvojče



Obr. 3.32 Porovnání aktivit jednotlivých skluzových systémů v zrnech (čárkovaně), dvojčatech (tečkovaně) a celkem (plná čára) během tlaku

Podíváme-li se na aktivitu skluzových systémů zvláště v zrnech a v dvojčatech, výsledky odpovídají předchozím závěrům (3.32). Neaktivnější skluzový systém v dvojčatech je bazální skluz a při vysokých tlacích můžeme pozorovat rostoucí

Výsledky měření a diskuse

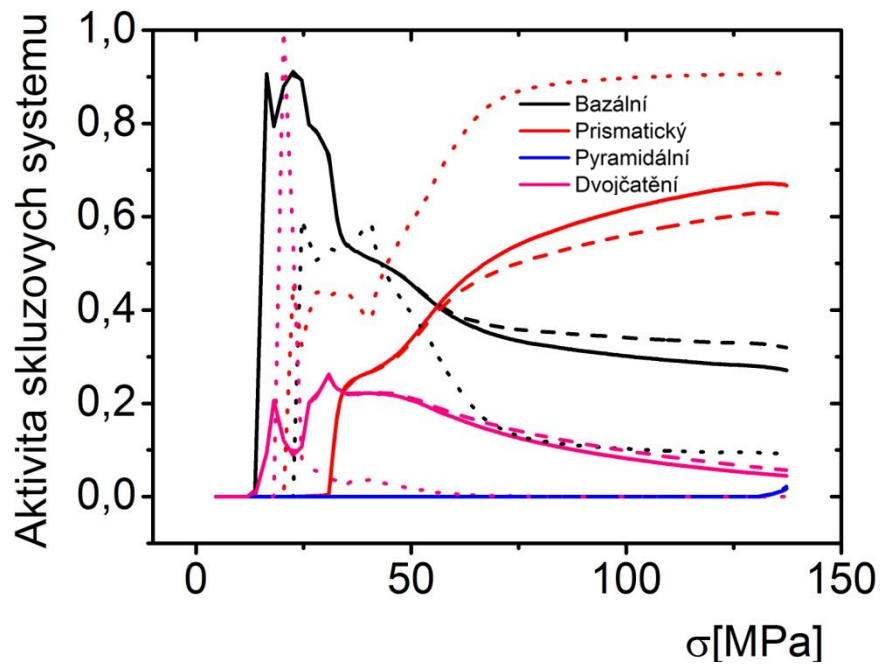
aktivitu pyramidálního skluzu. Aktivita prismatického skluzového systému je velmi nízká.

Při podrobnějším pohledu na aktivitu prismatického skluzového systému však můžeme pozorovat, že je v dvojčatech aktivní už v okamžiku, kdy se objeví první dvojčata. Ve dvojčatech tedy dochází k aktivaci tohoto skluzového systému mnohem dříve, než je tomu v zrnech. Tento jev lze vysvětlit, pokud se opět podíváme na mřížové deformace v jednotlivých zrnech a na asymetrii deformace zrno – vzorek.

Z měření nám vyšlo, že v systému zrno dvojče je poměrně velké tlakové napětí v zrně i v radiálním směru. Napětí v samotném dvojčeti získat nelze, protože se difrakční záznamy průměrují i s napětími ze stejně orientovaných zrn. Lze však předpokládat, že i ve dvojčeti je tlakové napětí v radiálním směru. Dvojče je pak vůči tomuto napětí vhodně orientováno pro prismatický skluz, kterým tam může dojít k uvolnění napětí ve dvojčeti.

Zrno je naopak vůči tomuto napětí orientováno vhodně pouze pro pyramidální skluz, který má mnohem větší CRSS a nemůže tedy k uvolnění napětí dojít. V zrně je tedy tlakové napětí rovnoběžné s osou c , což není vhodná konstalace pro dvojčatění a vznik nových dvojčat je tedy zablokován. V dvojčatech však již došlo k uvolnění napětí a růst již vytvořených dvojčat tedy blokován není.

Při tahové deformaci je tomu jinak. Dvojčatí ta zrna, která nejsou vhodně orientovaná pro prismatický skluz a většina z nich ani pro skluz bazální a naopak nově vzniklá dvojčata jsou vhodně orientovaná pro prismatický skluz. Převažují tedy zrna vhodně orientovaná pro prismatický skluz. Tím lze vysvětlit, proč se prismatický skluz stává hlavním deformačním mechanismem. Pyramidální skluzový systém naopak není aktivován, protože vhodně orientovaná zrna zdvojčatila.



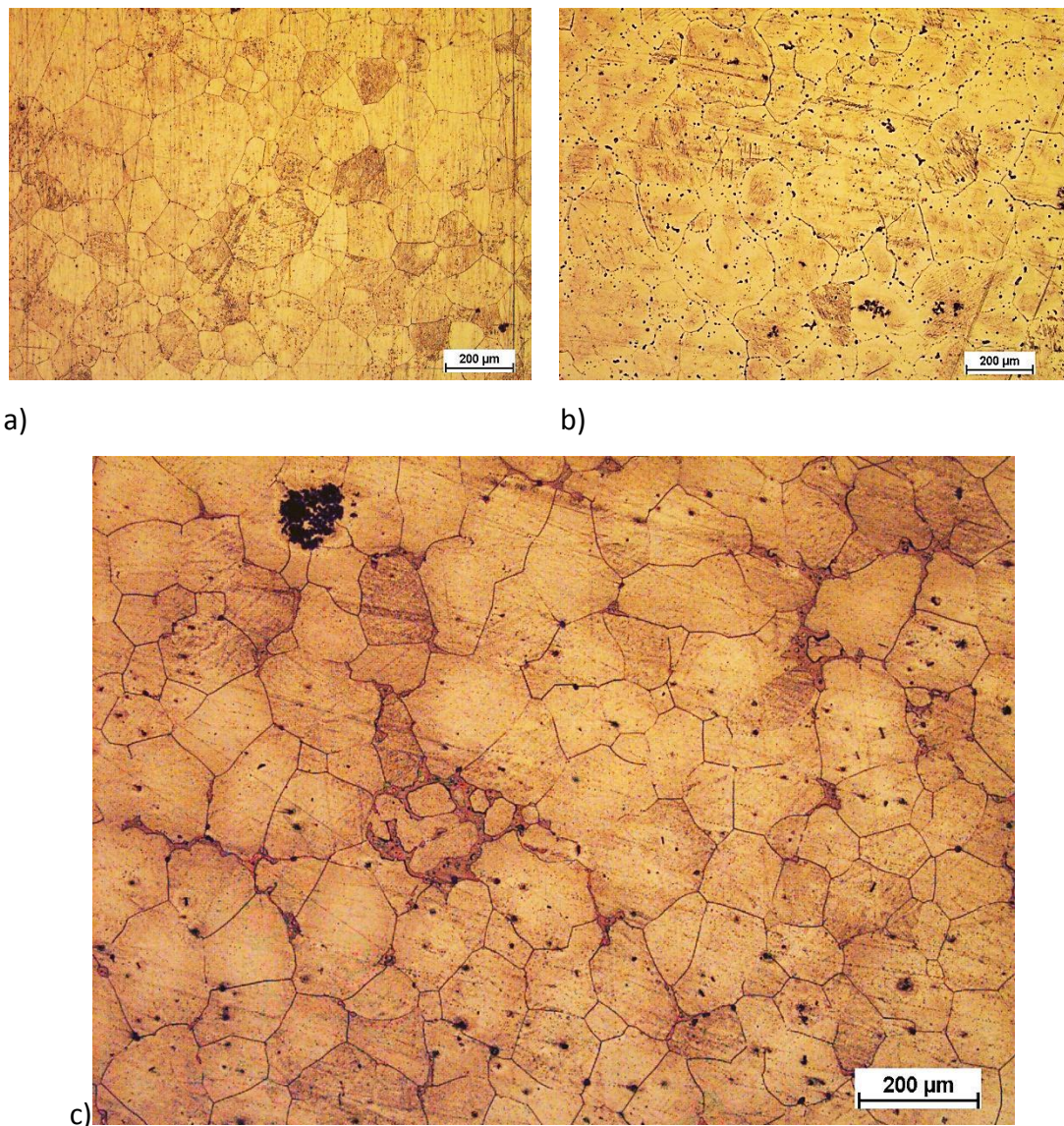
Obr. 3.33 Porovnání aktivit jednotlivých skluzových systémů v zrnech (čárkovaně), dvojčatech (tečkovaně) a celkem (plná čára) během tahu

Při prozkoumání aktivit skluzových systémů v zrnech a ve dvojčatech se nám toto tvrzení opět potvrzuje a prismatický skluz je dominantním mechanismem u dvojčat (Obr. 3.33).

3.2.Mg-Al

3.2.1. Výchozí stav materiálu

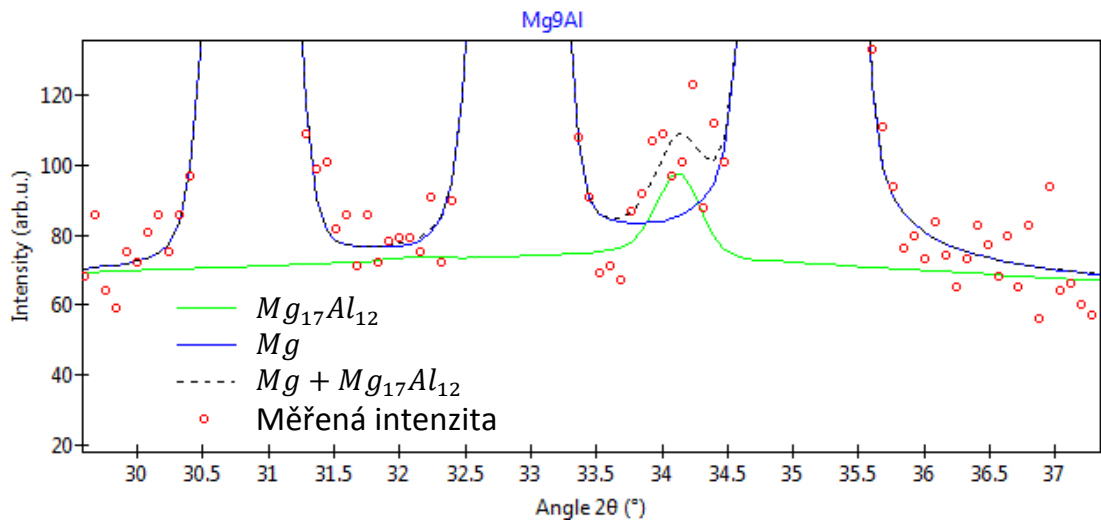
Nedeformované vzorky byly vyleštěny a naleptány pro pozorování na optickém mikroskopu (obr. 3.34). Mezi vzorky nebyl pozorován rozdíl ve velikosti zrna. U vzorku s 9 hm. % Al můžeme na hranicích některých zrn pozorovat, že intermetalická fáze je přítomna na hranici některých zrn.



Obr. 3.34 Mikrostruktura nedeformovaného materiálu a)Mg, b)Mg₂Al, c)Mg₉Al

Na vzorcích byla rovněž měřena ND, která neodhalila žádnou přednostní orientaci. U vzorku s 9 hm. % Al jsme mohli pozorovat difrakční píky od intermetalické fáze $Mg_{17}Al_{12}$. Analýzou difrakčního záznamu jsme určili objemový podíl této fáze na 1% (Obr 3.35).

Výsledky měření a diskuse



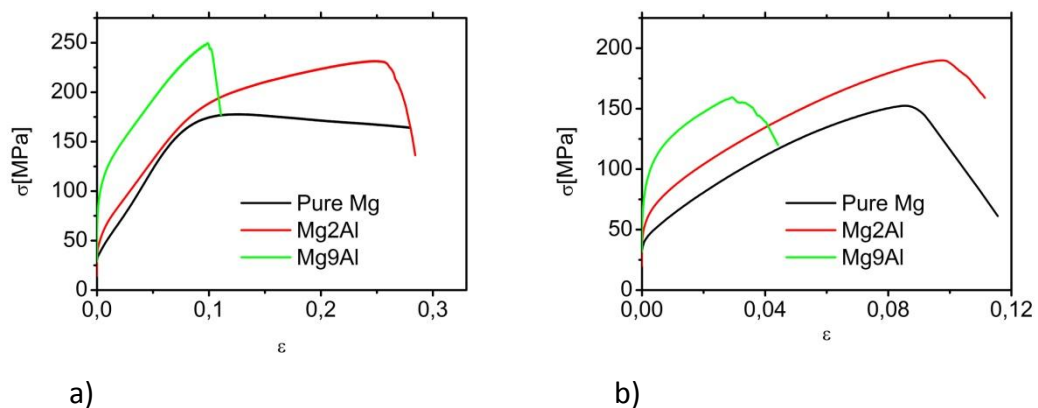
Obr. 3.35 Analýza difrakčního profilu Mg9Al

Rovněž je patrná drobná změna mřížových parametrů, viz Tab.2. Se vzrůstajícím obsahem hliníku klesají mřížové parametry. Toto je způsobeno začleňováním hliníku, který má menší atomový poloměr do krystalové mříže hořčíku. V důsledku změny mřížových parametrů roste i poměr c/a a snižuje se hodnota smykové deformace způsobená dvojčatením (tab. 2).

	a	c	c/a	smyková deformace
Mg	3,212	5,216	1,624	12,9%
Mg2Al	3,204	5,204	1,625	12,8%
Mg9Al	3,179	5,173	1,627	12,5%

Tab. 3 Vliv příměsi hliníku na mřížové parametry

3.2.2. Deformační zkoušky

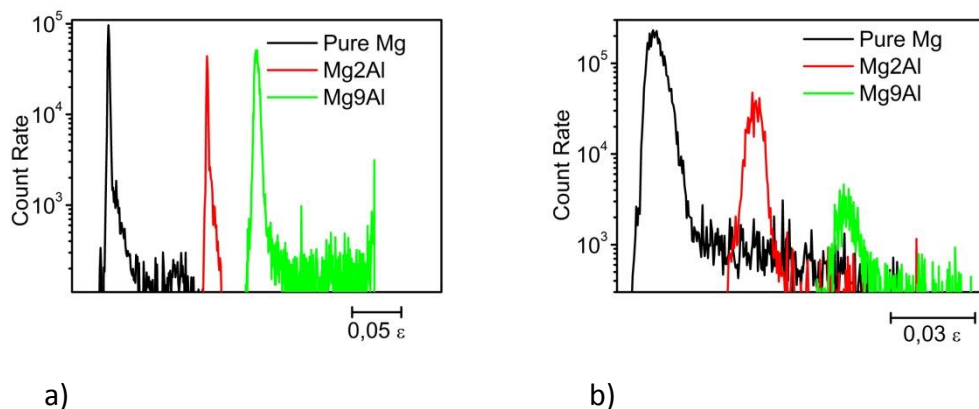


Obr. 3.36 Porovnání deformačních křivek a) v tlaku, b) v tahu

Výsledky měření a diskuse

Z deformačních křivek je poznat, že se vzrůstajícím obsahem hliníku roste i mez kluzu a rovněž maximální dosažené napětí. U vzorku s devíti procenty však dochází k výraznému omezení tažnosti. Tato skutečnost je dána přítomností intermetalické fáze na hranicích zrn. U vzorku se 2 hm. % Al jsme výraznou změnu tažnosti nepozorovali (obr. 3.36).

Můžeme však pozorovat změnu stupně deformace při dosažení maximálního napětí. Zatímco u čistého hořčíku to bylo kolem 1%, a poté docházelo k odpevnění, u Mg2Al je maximální napětí dosaženo až při lomu kolem 2,5%.



Obr. 3.37 Porovnání AE a) v tlaku, b) v tahu

Ze záznamů AE je patrné, že největší signál měříme při obou deformačních módech u čistého hořčíku (Obr. 3.37). Rozdíl nastává u vzorků s obsahem hliníku. Zatímco v tlaku nemá podíl hliníku na sílu signálu žádný vliv, při tahové zkoušce se vzrůstajícím obsahem hliníku signál klesá.

4. Závěr

4.1. Shrnutí výsledků

Hlavní výsledky práce jsou shrnuty v následujících bodech:

- Hoříčik vykazuje silnou asymetrii deformačního chování v tlaku resp. tahu
- V průběhu deformace v tlaku dochází ke zpevnění materiálu, při deformaci kolem 3% u deformace v tahu k žádnému zpevnění nedochází.
- V průběhu deformace v tlaku dochází ke vzniku dvojčat pouze na počátku deformace. Maximum dvojčatění nastává na počátku plastické deformace, poté signál rychle klesá k nule. Nová dvojčata nevznikají, pouze dochází k nárůstu stávajících dvojčat.
- V průběhu deformace v tahu dochází ke vzniku dvojčat i při vyšších deformacích.
- V tahu můžeme pozorovat velký počet malých dvojčat, oproti tomu v tlaku pozorujeme menší počet velkých dvojčat.
- Přes rozdílný vývoj dvojčat v tahu a tlaku nebyl pozorován výrazný rozdíl v objemovém podílu dvojčat.
- Rozdílný vývoj dvojčat je způsoben rozdílnými orientacemi zrn vhodně orientovaných pro tah a tlak a s tím spojenými ekvivalentními orientacemi dvojčat. V tlaku jsou vhodně orientovány pouze dva typy dvojčat, zatímco v tahu je vhodných všech šest orientací dvojčat.
- Deformace způsobená dvojčatěním v jednom zrně je v tlaku nesymetrická vůči ose namáhání, což způsobuje rozdílný vývoj mřížové deformace oproti tahu, kde lze symetrické deformace dosáhnout.
- Nižší počet zrn vhodně orientovaných pro dvojčatění během tahové zkoušky způsobuje, že dvojčatí i zrna, která nejsou vhodně orientovaná pro dvojčatění.
- Dvojčata, která mají výhodnější orientaci vůči ose namáhání, jsou v rámci jednoho zrna větší než dvojčata s méně výhodnou orientací.
- Při vyšších deformacích dojde v tlaku k přeorientování celého zrna, oproti tomu v tahu je i při vyšších deformacích jsou stále patrná jednotlivá dvojčata.
- Z modelu EPSC vyplývá, že se výrazně liší aktivita jednotlivých deformačních mechanismů v tahu a tlaku

- V tahu i tlaku nejprve dominuje bazální skluz podporovaný dvojčatěním, toto je oblast mikroplasticity.
- Při aktivaci prismatického systému dojde během tahové zkoušky k výraznému omezení podílu bazálního skluzu na úkor skluzu prismatického, u tlakové zkoušky není toto omezení příliš výrazné.
- Během tahové zkoušky nedochází a aktivitě pyramidálního skluzu, což je dáno tím, že zrna vhodně orientovaná pro pyramidální skluz zdvojičatila.
- Během tlakové zkoušky pozorujeme při vyšších tlacích výraznou aktivitu pyramidálního skluzu, což je dáno vhodnou orientací dvojčat pro pyramidální skluz.
- Ve dvojčatech dochází ke skluzu v prismatických rovinách, což uvolňuje napětí vzniklé asymetrií vůči vnější deformaci a růst dvojčat tak není omezen, oproti tomu je orientováno vůči tomuto napětí vhodně pouze pro pyramidální skluz, který má příliš vysoké kritické skluzové napětí, a napětí v zrně se tedy uvolnit nemůže
- Vzrůstající podíl hliníku v hořčikové matici zvyšuje mez kluzu i maximální dosažené napětí
- Intermetalická fáze $Mg_{17}Al_{12}$ má negativní vliv na tažnost slitiny. Výrazný rozdíl mezi tažností čistého hořčíku a slitiny bez přítomnosti intermetalické fáze pozorovány nebyly
- Největší signál AE měříme při obou deformačních módech u čistého hořčíku
- V tlaku nemá podíl hliníku na sílu signálu žádný vliv, při tahové zkoušce se vzrůstajícím obsahem hliníku signál klesá.

4.2. Náměty pro další práci

Z naměřených výsledků jsme získali několik námětů pro další práci

- Měření neutronové difrakce při deformaci za vyšších teplot
- Změřit neutronovou difrakci na vzorcích s příměsí hliníku
- Vyvinout model, který by zahrnoval interakce mezi jednotlivými zrny, nejen interakci s průměrnou orientací
- Zkoumat vývoj mikrostruktury v závislosti na stupni deformace pomocí EBSD

5. Seznam použité literatury

- [1] Wikipedia, Magnesium. In.
- [2] AVEDESIAN, M. M. AND H. BAKER *Magnesium and Magnesium Alloys (ASM Specialty Handbook)*. Edition ed.: ASM International, 1999. ISBN 0-87170-657-1.
- [3] KRATOCHVIL, P., P. LUKAC AND B. SPRUŠIL *Úvod do fyziky kovů 1*. Edition ed.: SNTL, 1984.
- [4] ROBERTS, C. S. *Magnesium and Its Alloys*. Edition ed. New York: John Wiley & Sons, Inc., 1960.
- [5] LUKÁČ, P. Hardening and softening during plastic-deformation of hexagonal metals. *Czechoslovak Journal of Physics*, 1985, 35(3), 275-285.
- [6] KNEZEVIC, M., A. LEVINSON, R. HARRIS, R. K. MISHRA, et al. Deformation twinning in AZ31: Influence on strain hardening and texture evolution. *Acta Materialia*, Nov 2010, 58(19), 6230-6242.
- [7] MÁTHIS, K., K. NYILAS, A. AXT, I. DRAGOMIR-CERNATESCU, et al. The evolution of non-basal dislocations as a function of deformation temperature in pure magnesium determined by X-ray diffraction. *Acta Materialia*, Jun 2004, 52(10), 2889-2894.
- [8] MÁTHIS, K., F. CHMELÍK, M. JANEČEK, B. HADZIMA, et al. Investigating deformation processes in AM60 magnesium alloy using the acoustic emission technique. *Acta Materialia*, Dec 2006, 54(20), 5361-5366.
- [9] CHAPUIS, A. AND J. H. DRIVER Temperature dependency of slip and twinning in plane strain compressed magnesium single crystals. *Acta Materialia*, 2011, 59, 1986-1994.
- [10] HOSFORD, W. F. *Mechanical Behavior of Materials*. Edition ed.: Cambridge University Press, 2005.
- [11] HEIPLE, C. R., S. H. CARPENTER AND M. J. CARR Acoustic emission from dislocation-motion in precipitation-strengthened alloys. *Metal Science*, 1981, 15(11-1), 587-598.

Seznam použité literatury

- [12] FRIESEL, M. AND S. H. CARPENTER Determination of the Source of Acoustic Emission Generated during the Deformation of Magnesium. *Journal of Acoustic Emission*, 1984, 6, 11-18.
- [13] LI, Y. AND M. ENOKI Twinning behavior of pure magnesium quantitatively investigated by acoustic emission. *Materials Science and Engineering: A*, 2012, 536(0), 8-13.
- [14] MIKULA, P. AND R. L. PENG Asymmetric diffraction geometry of the bent crystal monochromator – A way to improve the properties of strain diffractometers. *Applied Physics A*, 2002/12/01 2002, 74(1), s204-s206.
- [15] MEREDIT – Medium resolution neutron powder diffractometer at Nuclear Physics Institute in Řež. In.
- [16] CLAUSEN, B., T. LORENTZEN, M. A. M. BOURKE AND M. R. DAYMOND Lattice strain evolution during uniaxial tensile loading of stainless steel. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, Jan 1999, 259(1), 17-24.
- [17] RODRIGUEZ-CARVAJAL, J. Recent Advances in Magnetic-Structure Determination by Neutron Powder Diffraction. *Physica B-Condensed Matter*, Oct 1993, 192(1-2), 55-69.
- [18] TURNER, P. A. AND C. N. TOME A STUDY OF RESIDUAL-STRESSES IN ZIRCALOY-2 WITH ROD TEXTURE. *Acta Metallurgica Et Materialia*, Dec 1994, 42(12), 4143-4153.
- [19] CLAUSEN, B., C. N. TOME, D. W. BROWN AND S. R. AGNEW Reorientation and stress relaxation due to twinning: Modeling and experimental characterization for Mg. *Acta Materialia*, Jun 2008, 56(11), 2456-2468.
- [20] ESHELBY, J. D. THE DETERMINATION OF THE ELASTIC FIELD OF AN ELLIPSOIDAL INCLUSION, AND RELATED PROBLEMS. *Proceedings of the Royal Society of London Series a-Mathematical and Physical Sciences*, 1957, 241(1226), 376-396.
- [21] MÁTHIS, K., J. ČAPEK, Z. ZDRAŽILOVÁ AND Z. TROJANOVÁ Investigation of tension-compression asymmetry of magnesium by use of the acoustic emission technique. *Materials Science and Engineering A*, Jul 2011, 528(18), 5904-5907.

Seznam použité literatury

- [22] MÁTHIS, K., P. BERAN, J. ČAPEK AND P. LUKÁŠ. In-situ neutron diffraction and acoustic emission investigation of twinning activity in magnesium. In *Journal of Physics: Conference Series*. 2012, vol. 340, p. 012096.
- [23] MURANSKY, O., D. G. CARR, P. SITTNER AND E. C. OLIVER In situ neutron diffraction investigation of deformation twinning and pseudoelastic-like behaviour of extruded AZ31 magnesium alloy. *International Journal of Plasticity*, Jun 2009, 25(6), 1107-1127.
- [24] CARPENTER, S. H. AND C. M. CHEN The Acoustic Emission Generated during the Plastic Deformation of High Purity Zinc. *Journal of Acoustic Emission*, 1988, 7(4), 161-166.
- [25] PAPIROV, I. I., E. S. KARPOV, M. I. PALATNIK AND M. B. MILESHKIN Acoustic-Emission during Plastic and Superplastic Deformation of a Zn-0.4-percent Al-Alloy. *Metal Science and Heat Treatment*, 1984, 26(11-1), 887-891.
- [26] MILLER, R. K. AND E. V. K. HILL *Acoustic Emission Testing*. edited by P.O. MOORE. Edition ed. Columbus: American Society for Nondestructive Testing, 2005. ISBN 1-57117-106-1.
- [27] YOSHINAGA, H., T. OBARA AND S. MOROZUMI Twinning deformation in magnesium compressed along c-axis. *Materials Science and Engineering*, 1973, 12(5-6), 255-264.
- [28] GHARGHOURI, M. A., G. C. WEATHERLY, J. D. EMBURY AND J. ROOT Study of the mechanical properties of Mg-7.7at.% Al by in-situ neutron diffraction. *Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties*, Jul 1999, 79(7), 1671-1695.
- [29] AGNEW, S. R., M. H. YOO AND C. N. TOME Application of texture simulation to understanding mechanical behavior of Mg and solid solution alloys containing Li or Y. *Acta Materialia*, Dec 2001, 49(20), 4277-4289.
- [30] XU, S., V. Y. GERTSMAN, J. LI, J. P. THOMSON, et al. Role of mechanical twinning in tensile compressive yield asymmetry of die cast Mg alloys. *Canadian Metallurgical Quarterly*, Apr 2005, 44(2), 155-165.
- [31] INTERNATIONAL, A. ASTM E562-02 Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count. In., 2002.

6. Seznam tabulek

Tab. 1 Hodnoty Voceho parametrů na obr. 2.5; str. 14

Tab. 2 Voceho parametry použité v modelu; str. 25

Tab. 3 Vliv příměsi hliníku na mřížové parametry; str. 40

7. Seznam použitých zkratk

- AE – akustická emise
- CRSS – kritické skluzové napětí
- EBSD – difrakce zpětně odražených elektronů
- EPSC model – Elasto-plastický self-konzistentní model
- FWHM – pološířka píku
- HCP – hexagonální struktura s těsným uspořádáním
- HEM – homogenní matrice, která má zprůměrované vlastnosti monokrystalu
- KFM – katedra fyziky materiálů
- Mg2Al – slitina hořčíku s 2 hm. % hliníku
- Mg9Al – slitina hořčíku s 9 hm. % hliníku
- ND – neutronová difrakce