

Univerzita Karlova v Praze

Matematicko-fyzikální fakulta

# BAKALÁŘSKA PRÁCE



Németh Gergely

## **Studium mechanických a tepelných vlastností kompozitů zpevněné nanočásticemi**

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: RNDr. Kristián Máthis Ph.D.

Studijní program: Fyzika

Studijní obor: Obecná fyzika

Praha 2012

## **Poděkování :**

Chtěl bych poděkovat všem svým kolegům a studentům, kteří se podíleli na vzniku této bakalářské práce. V první řadě moje velké poděkování patří vedoucímu práce RNDr. Kristiánovi Máthisovi, Ph.D. za vzorné vedení, stálou vstřícnost a poradu.

Za cenné rady a konzultace děkuji paní Prof. Zuzance Trojanové, DrSc. Také bych chtěl poděkovat Bc. Janovi Čapkovi za pomoc při měření.

V neposlední řadě paní Martě Čepové a Ing. Janě Kálalové dlužím poděkování za láskavou pomoc při metalografických pozorováních.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval(a) 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 ..... dne.....

podpis

Název práce: Studium mechanických a tepelných vlastností kompozitů zpevněné nanočásticemi

Autor: Gergely Németh

Katedra: Katedra fyziky materiálů

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

Abstrakt: Předložená práce studuje mechanických vlastností kompozitu na bázi hořčíkové slitiny AZ31 zpevněné nanočásticemi SiC vyrobené metodou kontinuálního lití. Rozebere výsledky deformačních zkoušek v tahu a tlaku. Deformace v tahu byla provedena při pokojové teplotě, deformace v tlaku při teplotách od 20°C do 300°C. Přitom zkoumá závislost deformaci vůči ose namáhání ve dvou orientacích vzorku. Deformační rychlost byla konstantní,  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Dále analyzuje výsledky akustické emise měřené během deformačních zkouškách. Zabývá se objasněním mechanismům působících při plastické deformaci materiálu hlavně z hlediska mechanického dvojčatění. Zároveň porovná mechanické vlastnosti slitiny a kompozitu, sleduje závislost deformačního chování na teplotě diskutuje mikrostrukturu základního stavu a deformovaného stavu vzorků.

Klíčová slova: hořčíková slitina, kompozitní materiál, dvojčatění, akustická emise, kovy s hexagonální strukturou.

Title: Study of mechanical and thermal properties of composites reinforced by nanoparticles

Author: Gergely Németh

Department: Department of Physics of Materials

Supervisor: RNDr. Kristián Máthis, Ph.D.

Abstract: In the present work the deformation behavior of magnesium-based alloy AZ31 reinforced by SiC nanoparticles which was produced by horizontal continual casting is studied. Tension tests in the room temperature, compression tests in the temperature range of 20°C-300°C have been preformed. Samples was with two different orientation. Deformation strain rate was  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Simultaneously, the acoustic emission is recorded and studied. The mechanisms of plastic deformation of material are discussed mainly in term of mechanical twinning. Dependence of deformation behavior in compression on temperature is analyzed. The microstructure of original and deformed material is also studied.

Keywords: magnesium alloys, composit material, mechanical twinning, metals with hexagonal structures.

# Obsah

<b>1. Předmluva</b>	<b>1</b>
<b>2. Teoretická část</b>	<b>3</b>
2.1. <i>Deformace hexagonálních kovů</i>	3
2.2. <i>Kompozity</i>	5
2.3. <i>Použitý material</i>	6
2.4. <i>Experimentální metody</i>	7
2.4.1. <i>Deformace</i>	7
2.4.2. <i>Měření akustické emise</i>	8
2.4.3. <i>Metalografie</i>	10
2.4.4. <i>Rastrovací elektronová mikroskopie</i>	10
<b>3. Výsledky měření a diskuze</b>	<b>11</b>
3.1. <i>Výchozí stav material</i>	11
3.2. <i>Deformační zkoušky</i>	11
3.2.1. <i>Deformační zkoušky při pokojové teplotě</i>	12
3.2.2. <i>Deformační zkoušky při vyšších teplotách</i>	23
<b>4. Závěr</b>	<b>25</b>
<b>5. Literatura</b>	<b>27</b>

# 1-Předmluva

Současná celosvětová ekologická a ekonomická situace vyžaduje výrazné snížení spotřeby energie ve všech odvětví průmyslu.

Jedním z největších spotřebitelů energie a rovněž největším producentem škodlivých emisí jsou dopravní prostředky. Proto v automobilovém a leteckém průmyslu jsou kladeny velké nároky na úspornější technologie. U dopravních prostředků můžeme dosáhnout nižší spotřebu zvyšováním výkonu, které lze provést např. snížením hmotnosti vozidla. Například již desetiprocentní snížení hmotnosti vozidla vede k pětiprocentní úspoře paliva [1]. Z toho pramení požadavek lehčí konstrukce vozů a tím pádem na lehčí materiály. Samozřejmě nové materiály by měly vykazovat porovnatelné, ne-li lepší mechanické vlastnosti, než původní.

Jedním z kandidátů splňující tyto požadavky jsou hořčíkové slitiny. Jejich výhodou je menší hustota v porovnání s ocelí nebo se slitinami hliníku a prakticky neomezená dostupnost. Hořčík lze získat z mořské vody, 1 m<sup>3</sup> mořské vody obsahuje až 1,35 kg hořčíku [1]. Hořčíkové slitiny jsou snadně recyklovatelné a v porovnání s polymerickými materiály mají větší odolnost vůči stárnutí, lepší tepelnou a elektrickou vodivost. Historie jeho užití sahá do meziválečné doby, kdy výrobce automobilů Volkswagen použil slitinu AS21 (nominální složení Mg + 2 hm.%Al + 1 hm.5 Si) pro výrobu podvozku svého legendárního „Brouka“. Se zvyšujícím se výkonem motorů vzduchové chlazení již nebylo dostačující a objevily se motory chlazené vodou. Bohužel kvůli nízké odolnosti tehdejších hořčíkových slitin vůči korozi nebylo možné je dále v konstrukcích užívat a éra hořčíkových slitin přechodně skončila. Výmluvná je statistika: zatímco v roce 1944 byla roční spotřeba 228 000 tun, v poválečné éře došlo k prudkému poklesu až 10 000 tun ročně [2]. V 90. letech, objevením nových technologických postupů nastala renesance v užití hořčíkových slitin. Zavedením vysokotlakového lití se zvýšila jejich využitelnost, jelikož tímto postupem již bylo možné vyrobit díly požadovaného tvaru bez nutnosti dalšího obrábění.

Samozřejmě nebyla odstraněna všechna omezení související s hořčíkovými slitinami, jaká jsou jejich vysoká chemická reaktivita, degradace mechanických vlastností nad 200 °C, ořezuvzdornost nebo nízká odolnost vůči creepu. Zejména

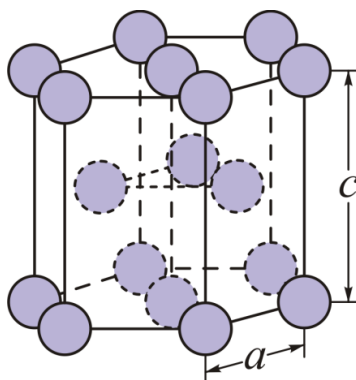
creepuvzdornost a odolnost vůči opotřebení lze ale výrazně vylepšit vytvořením kompozitního materiálu na bázi hořčíku, tj. přidáním vhodné zpevňující fáze do matrice z hořčíkové slitiny. Tato práce je zaměřena na studium deformačního chování hořčíkové slitiny a kompozitu AZ31.

## 2-Teoretická část

### 2.1-Deformace kovů s hexagonální krystalickou strukturou

Komplexní studium procesů plastické deformace hořčkových slitin a kompozitů obnáší rovněž prozkoumání mikrostruktury materiálu. V úvodu této kapitoly bych rád popsal některé charakteristiky krystalové struktury hexagonálních kovů a některé zákonitosti jejich plastické deformace. Hořčík má hexagonální krystalovou strukturu s těsným uspořádáním (obr. 2.1.1). To má velký vliv na mechanické vlastnosti a kvůli tomu průběh deformace je jiná než u kovech s kubickou krystalovou strukturou.

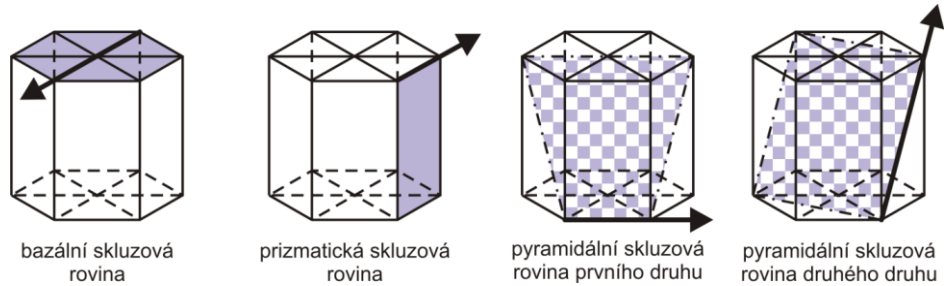
Hexagonální mřížku charakterizujeme s dvěma hodnotami, pomocí tzv. krystalografických os  $a$  a  $c$ .  $a$  značí vzdálenost jednotlivých atomů v bazální rovině,  $c$  značí vzdálenost dvou bazálních rovin. Ideální hodnota poměru  $c/a$  při plastické deformaci je  $\sqrt{8/3}$ .



Obr.2.1.1-Hexagonální krystalová struktura s těsným uspořádáním

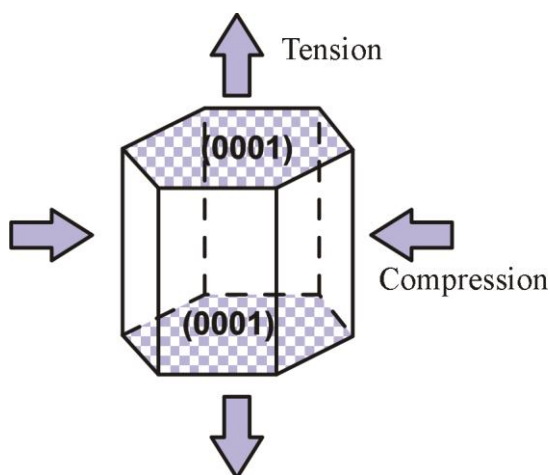
Dle Von Misesovy podmínky [3], pro plastická deformace vyžaduje aktivitu pěti nezávislých skluzových systémů. Hořčík tuto podmínku nesplňuje. V hořčíku, kde poměr  $c/a$  se blíží k ideální hodnotě  $\sqrt{8/3}$  největší atomová hustota je v bazální rovině (0001), kde dochází nejnárodněji ke skluzu ve směru  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Dalšími skluzovými systémy jsou prizmatická rovina  $\{10\bar{1}0\}$  se skluzem ve směru  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ , pyramidální rovina prvního druhu  $\{10\bar{1}0\}$ , skluz ve směru  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Bohužel ani současná aktivace více uvedených systémů nesplňuje von Misesovu podmínku. Řešením je aktivace pyramidální rovina druhého druhu  $\{11\bar{2}2\}$ , kde skluz ve směru  $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3 \rangle$ . Na obr.2.1.2 můžeme vidět jednotlivé skluzové roviny. Bohužel kritické

skluzové napětí tohoto systému je při pokojové teplotě výrazně vyšší, než bazálního systému, proto k jeho aktivaci zpravidla dochází buď za vyšších teplot nebo při velkých koncentracích napětí na hranicích zrn. Na obr.2.1.2 vidíme jednotlivé skluzové roviny.

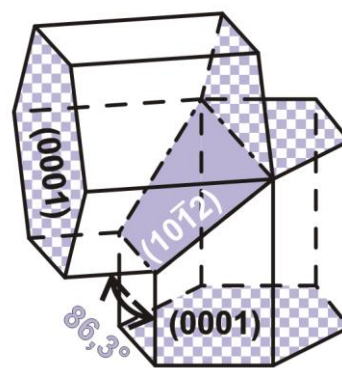


Obr.2.1.2- Skluzové roviny pro hexagonální krystalovou strukturu s těsným uspořádáním

Proto lze pozorovat v hexagonálních materiálech, zejména v těch s poměrem  $c/a \leq \sqrt{8/3}$  tzv. deformační dvojčatění, které vzniká překlopením části krystalové mřížky do zrcadlově symetrické orientace podél určité roviny. V hořčíkových slitinách nečastěji vzniká dvojče typu  $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$  který svírá úhel s výchozí mřížkou  $86,3^\circ$  (obr.2.1.3b). Předpokladem vzniku dvojčete typu  $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$  při deformaci v tlaku je ten, že směr namáhání musí být rovnoběžný s orientací bazálních rovin. Během tahové zkoušky ta zrna vykazují deformační dvojčatění výše uvedeého typu, jejichž bazální roviny jsou kolmé na směr namáhání. Proto vývoj deformačního dvojčatění v tahu resp. tlaku je značně asymetrický [4]. Na obr.2.1.3a vidíme vhodný směr namáhání pro vznik dvojčat.



Obr.2.1.3a-Směry namáhání pro vznik dvojče



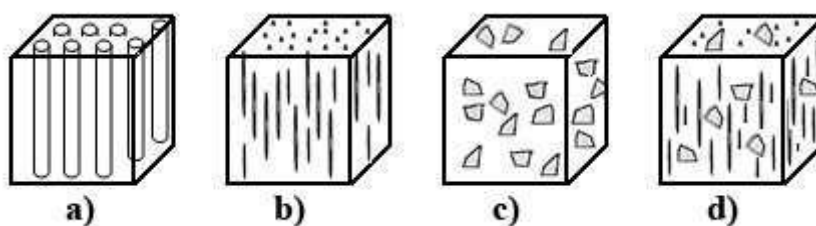
Obr.2.1.3b-Vzniklá dvojče



## 2.2-Kompozity

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. Jednotlivé složky kompozitů lze rozdělit na zpevňující fázi a matici. Spojitá složka se nazývá matrice, nespojitá složka tvoří zpevňující fázi (výztuž). Konkrétní úlohy jednotlivých složek závisí na konkrétním typu kompozitu, například zda se jedná o kompozit typu kov – keramika, keramika – keramika, kov – uhlíkové vlákno atd.

Zpevňující fáze lze rozdělit dle jejich geometrie do čtyř hlavních skupin [1]: dlouhá vlákna (poměr délka/průměr  $L/D > 100$ ) (obr.2.2.1a), krátká vlákna  $L/D < 100$  (obr.2.2.1b), částice (obr.2.2.1c) nebo hybridy (obr.2.2.1d), které tvoří kombinace krátkých vláken a částic.



Obr. 2.2.1-Čtyři druhy zpevňující fáze: a-vlákna b-krátké vlákna c-částice d-hybridy

Kompozitní materiály s kovovou maticí, s kterými se v této práci zabýváme, umožňují kombinaci několika fyzikálních vlastností v jednom materiálu, jako například vysokou pevnost při nízké hustotě, zlepšené vysokoteplotní mechanické vlastnosti za tepla nebo dobrou tepelnou a elektrickou vodivost.

Na druhé straně tvárnost kompozitů je výrazně snížena a jsou zpravidla vyráběny pomocí technologicky i finančně náročnými metodami, což brání jejich většímu rozšíření.

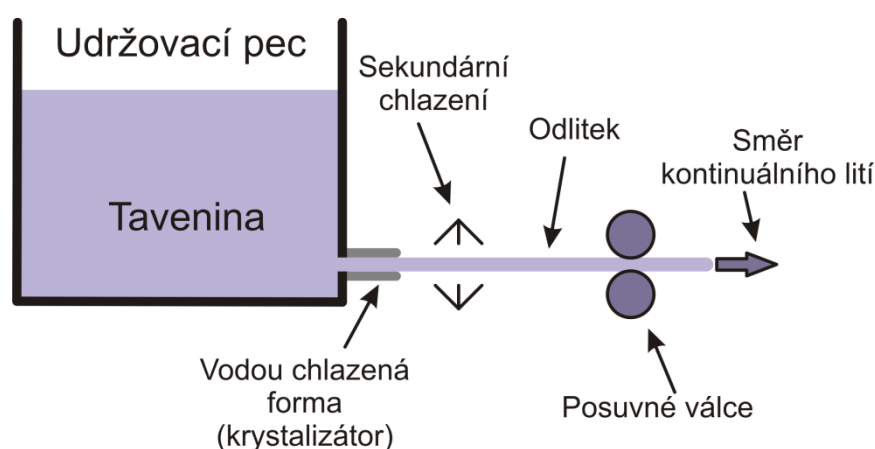
Tato práce se zaměřuje na studium kompozitů na bázi hořčíku. Jak bylo uvedeno v úvodu, hořčíkové slitiny patří mezi nejlépejší z konstrukčních materiálů a proto mají velký potenciál pro použití v mnoha aplikacích. Nicméně některé jejich mechanické vlastnosti, jako nízká pevnost, nebo snížená creepuvzdornost představují značné

aplikační omezení. Vhodnou volbou zpevňující fáze lze ale tyto hodnoty výrazně vylepšit, dokonce vlastnosti materiálu lze teoreticky „ušít na míru“ dané aplikace.

## **2.3-Použitý materiál**

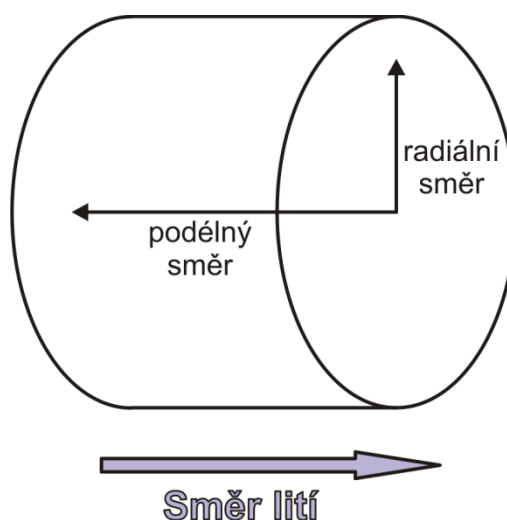
Předmětem předložené bakalářské práce je studium kompozitu na bázi hořčíkové slitiny AZ31 (hlavními příměsovými prvky jsou: Al – 3 hm.% a Zn – 1 hm.%) zpevněné nanočásticemi SiC. Z důvodu zjištění vlivu řevňující fáze na deformační chování jsme zkoumali rovněž výchozí slitinu AZ31.

Během přípravy kompozitu byl využit následující technologický postup [5]: prášky slitiny AZ31 a SiC byly mlety 12 hodin v planetárním kulovém mlýnu PM 400 v inertní atmosféře, což vedlo k rozptýlení asi 15 obj.% SiC ve slitině. Z takto připraveného prášku a rovněž z prášku „čisté“ slitiny pak byla vyrobena tavenina. Z taveniny byl připraven materiál pomocí metody horizontálního kontinuálního lití. Při použití metody horizontálního kontinuálního lití se tavenina z tavicí pece přelije do udržovací pece, odkud je vypouštěna do krystalizátoru, kde dochází k prvnímu chlazení vodou. Pro co nejhomogennější materiál je nutné, aby tavenina ztuhla co nejrychleji. Během kontinuálního lití dochází v krystalizátoru k tuhnutí z vnějšku, pro urychlení následují druhotná chladicí zařízení, kde dojde také ke ztuhnutí středu (viz obrázek 1.4). Rychlost posuvných válců je pak řízena tak, aby byla hladina taveniny v krystalizátoru stále stejná a neměnily se podmínky pro lití. Metoda je schematicky je znázorněna na obr.2.3.1.



Obr. 2.3.1-Schema metody horizontálního kontinuálního lití

Vzorky pro deformační zkoušky byly vyříznuté ve dvou orientacích, radiálně R a longitudinálně (podélně) L, vzhledem k směru lití (obr. 2.3.2).



Obr. 2.3.2-Směr lití a orientace vyříznutí vzorky pro deformační zkoušky

## **2.4-Experimentální metody**

### **2.4.1-Defomace**

Deformační zkoušky byly provedeny v tahu a v tlaku s konstantní rychlostí příčnicku  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  pomocí přístroje Instron 5882. Vzorky ve tvaru hranolu měly aktivní délku 30 mm a plochu průřezu  $15 \times 15 \text{ mm}^2$  v tlaku a  $5 \times 5 \text{ mm}^2$  v tahu. Vysokoteplotní měření probíhaly jenom v tlaku v teplotním oboru  $21 - 300 \text{ }^\circ\text{C}$ . Přístroj byl propojen počítačem, který zaznamenával čas měření  $t$ , změnu délku vzorky  $\Delta l$ , sílu  $F$ , kterou byl vzorek namáhán. Skutečné napětí a skutečná deformace byly vypočítány ze vztahů (1) resp. (2):

$$\sigma = \frac{F}{S_0} (1 \pm \varepsilon_0) \quad (1)$$

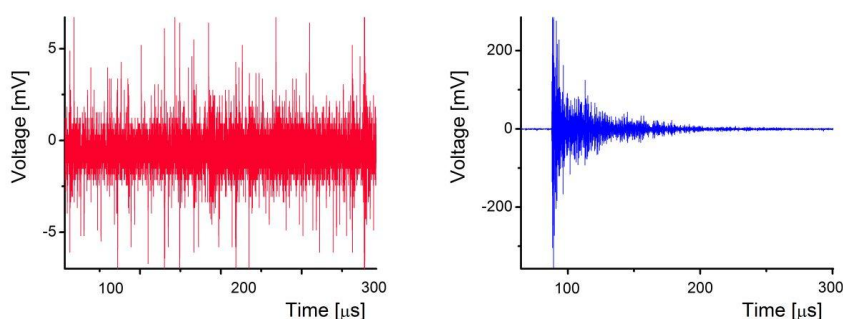
$$\varepsilon = \ln(1 + \varepsilon_0) \quad (2)$$

kde znaménko je určen směrem namáhání (+ – tah, - – tlak),  $S_0$  – je počáteční průřez a  $\varepsilon_0$  je relativní prodloužení, určené ze vztahu  $\varepsilon_0 = \frac{\Delta l}{l_0}$ , kde  $l_0$  je počáteční délka vzorku.

Naměřené hodnoty jsem zpracoval pomocí programu Origin Pro 8.1.

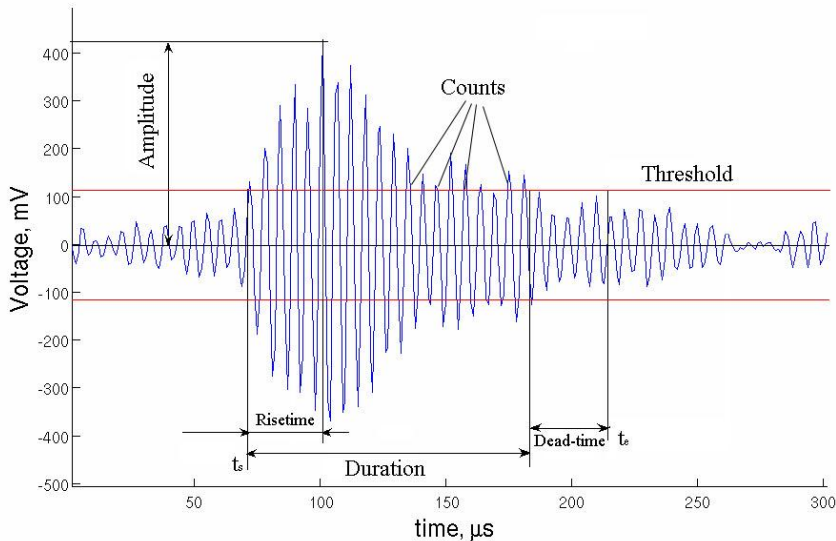
### 2.4.2-Měření akustické emise

V důsledku vnějšího a vnitřního napětí, přítomného během deformace ve vzorku se hromadí elastická energie. Tato energie se může uvolnit během lokální, dynamické a ireverzibilní změny mikrostruktury vzorku a šířit se dál jako přechodová elastická vlna na povrch materiálu. Tento jev nazýváme akustickou emisí (AE). Metoda měření AE je založena na detekci posuvu povrchu piezokrystalckými snímači, který působí kolmá složka vlny. Podle charakteru signálu rozlišujeme spojitou a nespojitou emisi (Obr. 2.4.2.1). Spojitá emise je posloupností vln s malou amplitudou, kdy signál po delší dobu neklesá pod nastavenou prahovou hodnotu. Nespojitý signál má charakter jednotlivých, časově výrazně oddělených vlnových balíků.



*Obr. 2.4.2.1 – Schéma (a) spojitého a (b) nespojitého signálu AE*

Záznam AE se řídí pomocí nastavitelných parametrů prahové úrovně a mrtvé doby. Měření se spustí, překročí-li signál prahovou úroveň a končí, nenstane-li překmit přes prahovou úroveň během mrtvé doby. V případě spojitého signálu se většinou sleduje jeho střední kvadratická hodnota (RMS). Nejdůležitější parametry, které lze získat analýzou nespojitého signálu, jsou zobrazeny na Obr. 2.4.2.2.



Obr. 2.4.2.2 – Charakteristické parametry nespojitého signálu AE

Je zaznamenána maximální amplituda signálu, doba nutná k dosažení této hodnoty (tzv. risetime), délka trvání signálu nebo počet překmitů přes prahovou úroveň. Vyhodnocuje se dále časová četnost emisních překmitů (anglicky Count rate – tento výraz budeme dále používat), která vyjadřuje počet emisních překmitů za jednotku času.

Zdroje AE emise v kovových materiálech lze rozdělit na mikro- a makroskopické. K mikroskopickým zdrojům patří například fázové přeměny v materiálu nebo interakce mezi matricí a zpevňující fází. Makroskopické zdroje zahrnují třeba růst plastické zóny nebo trhlin, dále dekohezi a lom strukturních složek materiálu.

V hexagonálních materiálech nejvýznamnějšími zdroji AE jsou nukleace dvojčat a kolektivní pohyb dislokací [6].

Z tohto výčtu je zřejmé, že metoda AE je vhodná pro studium deformačních vlastností kompozitů na bázi hořčíku.

V našem experimentu jsme používali měřicí systém PCI-2 od Physical Acoustic Corporation a piezoelektrický snímač typu HIGHTEMP od stejného výrobce pro vysokoteplotní měření a MICRO 2006 s průměrem 3,4 mm od firmy ZD RPETY-DAKEL pro měření při pokojové teplotě. Pro zesílení detekovaného signálu byl použit předzesilovač o hodnotě 40 dB. Prahová úroveň pro detekci signálu byla 30 dB.

### **2.4.3-Metalografie**

Vzorky pro optickou metalografii byly mechanicky leštěny pomocí přístroje Struers, potom pro zvýraznění struktury byly leptány. Pozorování proběhlo světelným mikroskopem OLYMPUS GX51. Pro chemické leptání bylo použité univerzální leptadlo z 10 ml kyseliny octové, 4.2 g kyseliny pikrové, 10 ml vody a 70 ml etanolu.

### **2.4.4-Rastrovací elektronová mikroskopie**

Princip rastrovací elektronové mikroskopie (REM) je založen na interakci elektronového, tzv. primárního svazku se zkoumaným materiálem. Primární elektronový svazek při interakci s materiálem budí sekundární emise, charakteristické pro daný materiál. Výhodou REM v porovnání se světelným mikroskopem je elká hloubka ostroiti při vysokém zvětšení a vysoká rozlišovací schopnost. Současné zařízení dosahují rozlišení v jednotkách nanometrů.

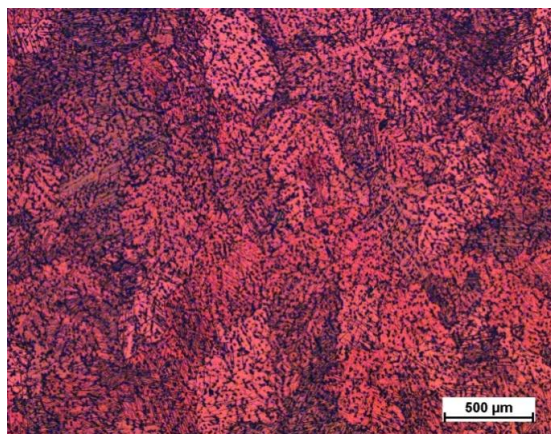
V našich experimentech, které probíhaly na mikroskopu Tescan Vega na Žilinské Univerzitě, jsme využili dva produkty interakce svazek – vzorek. Pro vytvoření obrazu jsme využili emisi sekundárních elektronů, excitované primárním svazkem ve vnějších slupkách. V důsledku jejich nízké energie v řádu několika desítek eV charakterizují jenom povrchovou vrstvu o tloušťce do 10 nm. Jsou velice citlivé na nerovnosti povrchu, pomocí nich je možné vytvořit topografický kontrast.

Pro lokální chemickou analýzu jsme využili charakteristické rentgenové záření, vzniklé po ionizaci atomů vzorku dopadajícím svazkem elektronů. Tříděním fotonů charakteristického rentgenového záření na základě energie (nebo vlnové délky) je možné určit druh atomů v ozářeném objemu. Porovnáním intenzit patřící k jednotlivým energiím je možné provádět relativní kvantitativní analýzu. Mikroskop Tescan Vega byl vybaven energiově disperzivním spektrometrem typu Bruker AXS.

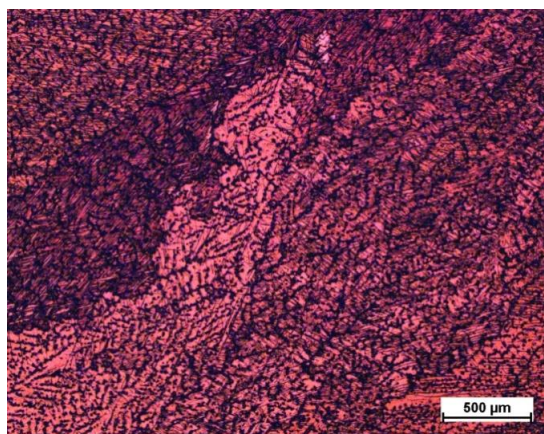
## 3-Výsledky měření a diskuze

### 3.1-Výchozí stav materiálu

V prvním kroku jsme porovnali mikrostrukturu litého a kompozitního materiálu. Na obr. 3.1.1, kde je znázorněn litý stav, je patrné, že v longitudinálním směru se vytvořila protáhla zrna. Lineární průsečikovou metodou jsme zjistili, že průměrná velikost zrna je 450  $\mu\text{m}$ . Lze rovněž pozorovat dvojčata, která vznikla během lití.



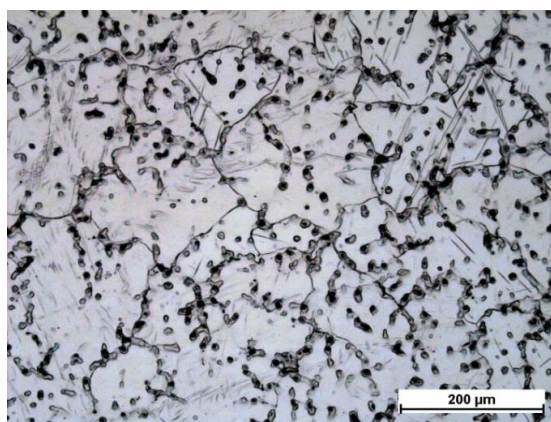
*Obr.3.1.1a-Průřez výchozího stavu slitiny hořčíka AZ31 v radiálním směru*



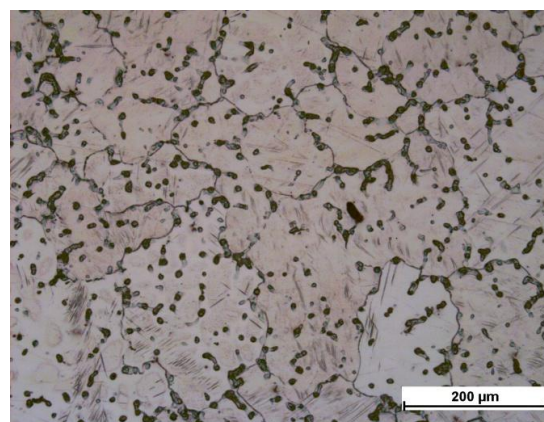
*Obr.3.1.1b- Průřez výchozího stavu slitiny hořčíka AZ31 v radiálním směru*

Snímky jsou publikovány laskavým svolením Z. Zdražilové

Mikrostruktura kompozitu AZ31 + SiC je zobrazena na snímcích 3.1.2 a,b. Je patrné, že zrna jsou rovnoosá. Průměrná velikost zrna poklesla na 200  $\mu\text{m}$ . Na snímcích lze pozorovat „černé tečky“, jejichž složení z optické mikroskopie určit nelze.

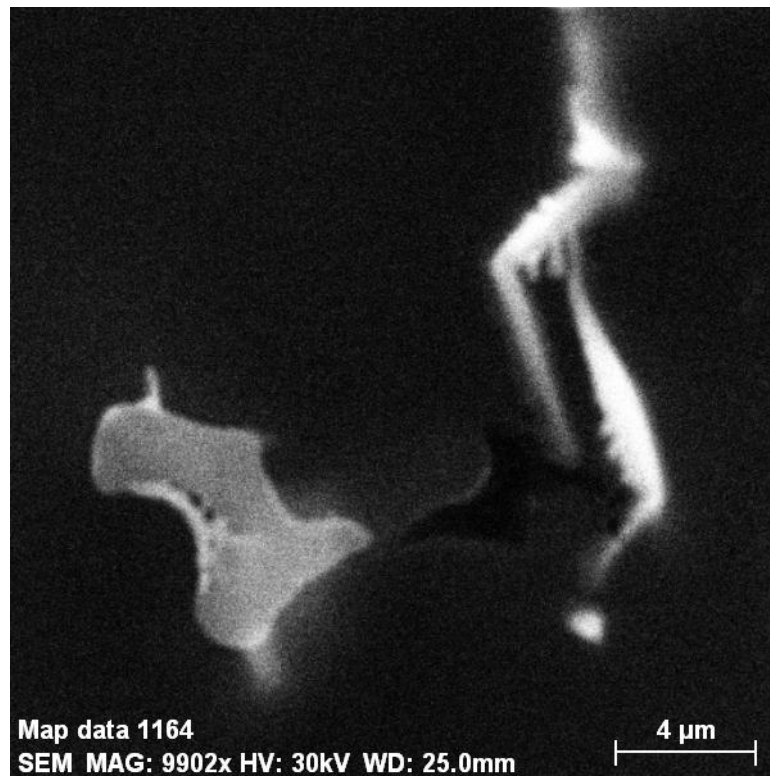


*Obr.3.1.2a-Průřez v radiálním směru výchozího stavu kompozitu*

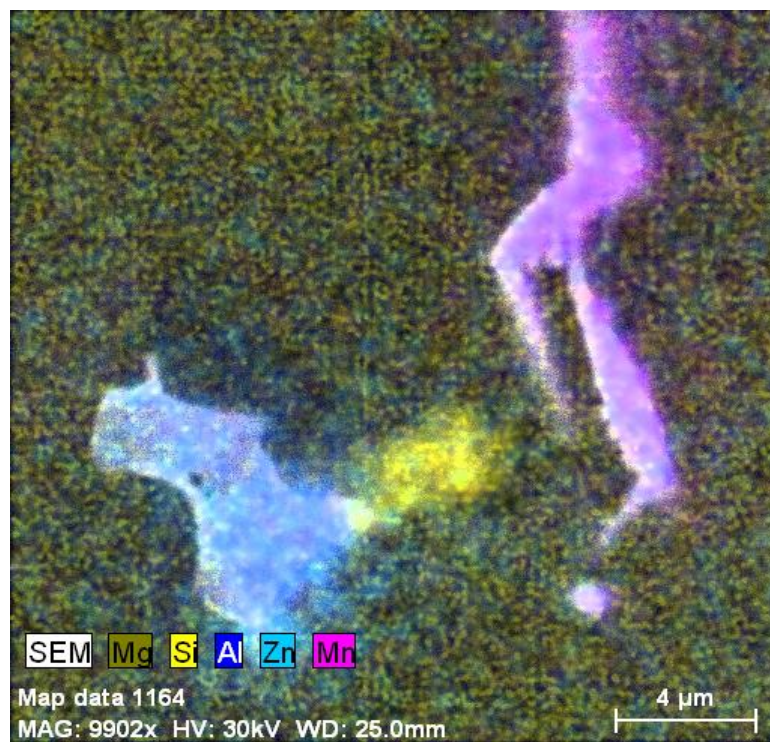


*Obr.3.1.2b- Průřez v longitudinálním směru výchozího stavu kompozitu*

Proto vzorky jsme prozkoumaly v rastrovacím elektronovém mikroskopu. Jak je patrné z obrázku 3.1.3a-b, jedná se o sloučeninu AlMn, a z intenzity difrakčních piků usuzujeme (Obr. 3.1.3 c), že se jedná o  $\text{Al}_8\text{Mn}_5$ .

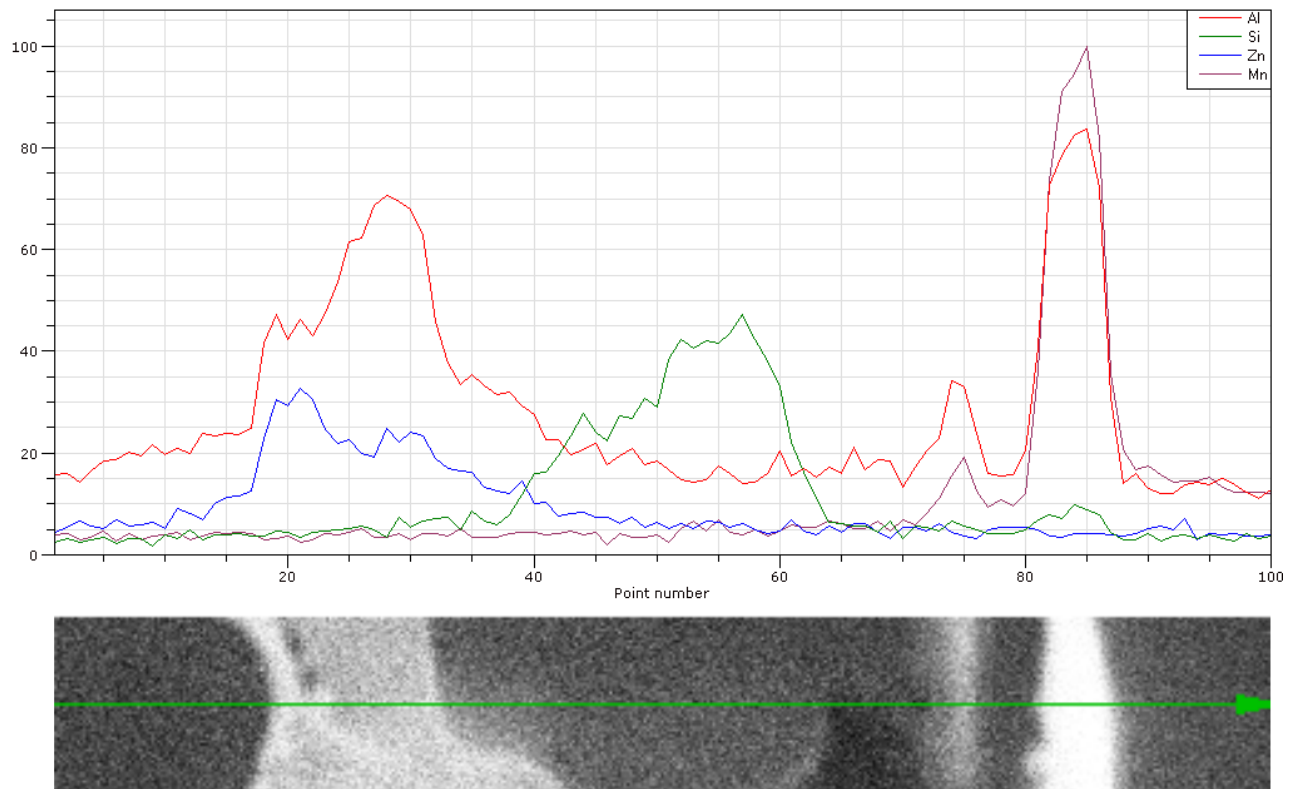


Obr.3.1.3a-Snímek částice  $\text{Al}_8\text{Mn}_5$  z rastrovacího elektronového mikroskopu



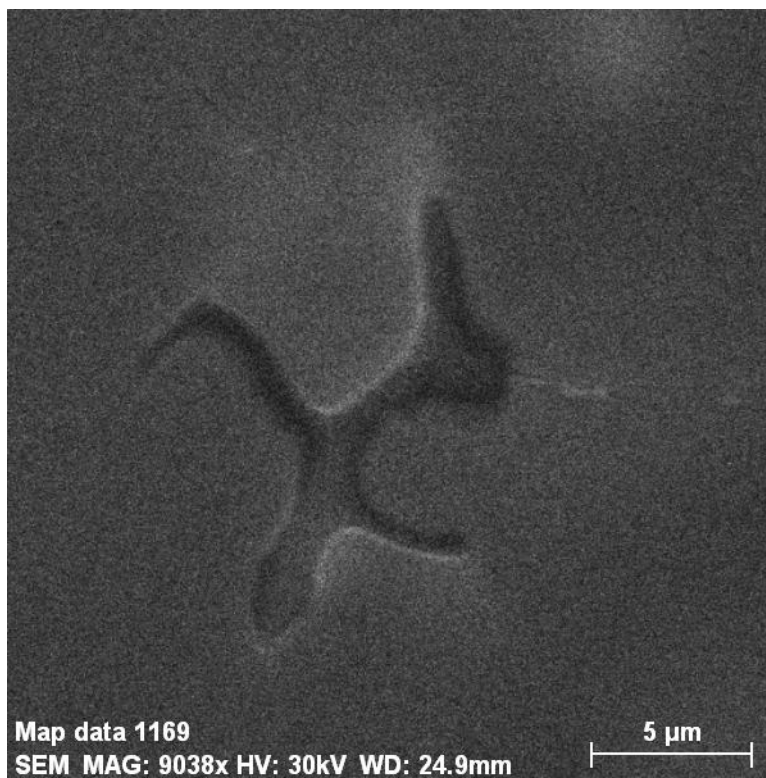
Obr.3.1.3b-Mapa složení vzorku. Jednotlivé barvy odpovídají prvkům indikovaným v levém dolní rohu



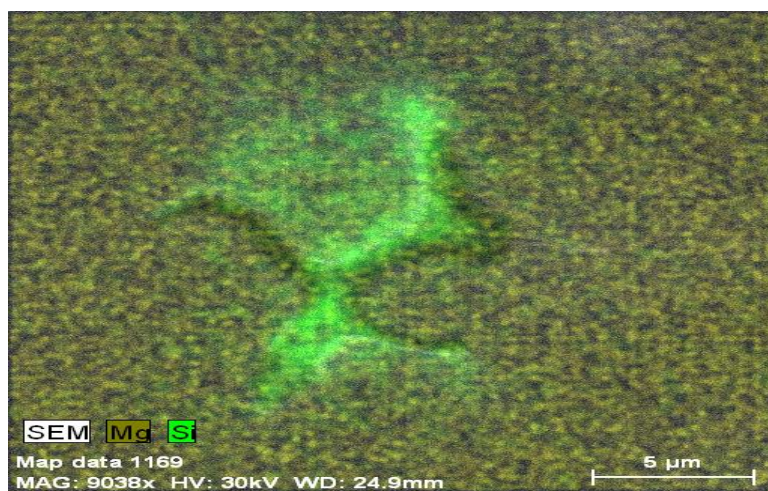


*Obr.3.1.5-Lineární difrakční rozbor materiálu*

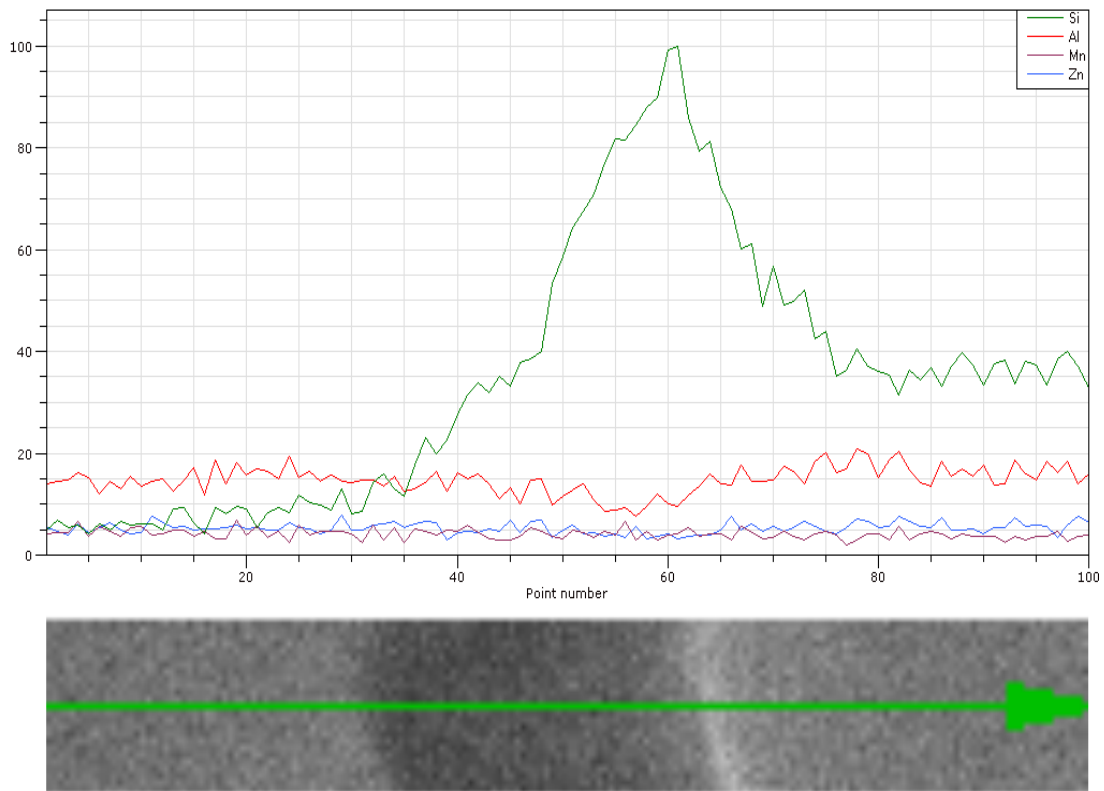
Nabídla se otázka, že v jaké formě se zachovaly částice SiC. Po podrobném zkoumání povrchu s REM jsme dospěli k názoru, že částice se pravděpodobně rozpustily v matrici již během přípravy materiálu. Nicméně svou funkci, jako heterogenní zárodek pro nukleaci zrn splnily, jelikož výsledná mikrostruktura kompozitu vykazuje dvakrát menší hodnotu velikosti zrna, než litý stav. Přesto jsme našli několik útvarů, v kterých lze pozorovat stopy po křemíku. Na obr. 3.1.4 a je snímek prohloubenina, jehož analýza ukázala, že obsahuje křemík. Zřejmě se jedná o stopu po nerozpuštěné částici SiC, která vypadla během přípravy materiálu na REM.



*Obr.3.1.4a-Snímek částice obsahující Si z rastrovacího elektronového mikroskopu*



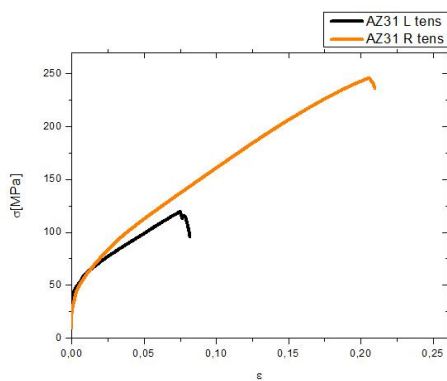
*Obr.3.1.4b-Mapa složení vzorku. Jednotlivé barvy odpovídají prvkům indikovaným v levém dolní rohu.*



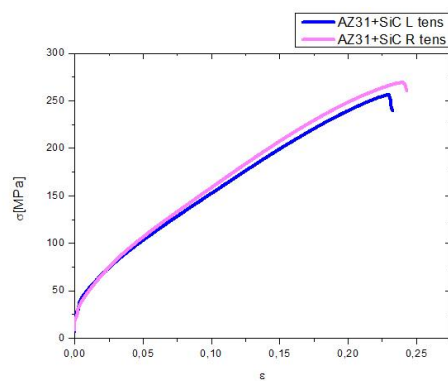
Obr.3.1.5-Lineární difrakční rozbor materiálu

## 3.2-Defomační zkoušky

### 3.2.1-Defomační zkoušky při pokojové teplotě



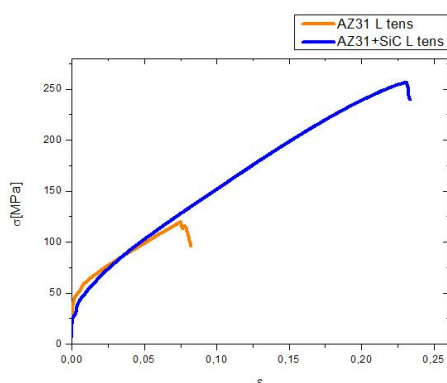
Obr. 3.2.1.1a-Porovnání tahových křivek litého stavu a kompozitu, longitudinální orientace



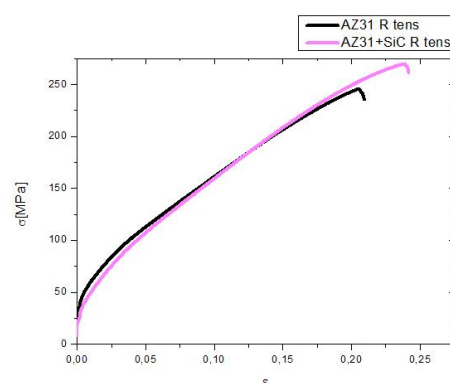
Obr. 3.2.1.1b- Porovnání tahových křivek litého stavu a kompozitu, radiální orientace

Na obr. 3.2.1.1a a 3.2.1.1b, kde jsou znázorněny průběhy tahových zkoušek za pokojové teploty v tahu, je jasně vidět výraznou závislost tažnosti na orientaci v litém stavu. V litém stavu v longitudinální orientaci vzorku dochází k brzkému lomu při asi 8% plastické deformace. V pozadí je zřejmě výchozí textura litého stavu, kde, jak

ukázala Z. Zdražilová ve své diplomové práci [hivatkozas], v longitudinálním směru vzorek je orientován na bazální skluz. Z toho vyplývá, že v případě tahové zkoušky je jenom málo zrn vhodně orientovaných na dvojčatění (tj. taková zrna, jejichž krystalografická osa  $c$  je paralelní s osou namáhání). Dále, pokojová teplota není dostačující pro nebazální skluz. Proto mechanismy plastické deformace se brzy vyčerpají, a dochází k lomu. U kompozitu rozdíl mezi vzorky s různou orientací je méně výrazný. V tomto případě hraje roli menší velikost zrna, která zaručuje více zrn schopných dvojčatění, dále zřejmě výchozí textura je jiná. Bohužel texturní měření AZ31 + SiC zatím nemáme k dispozici.

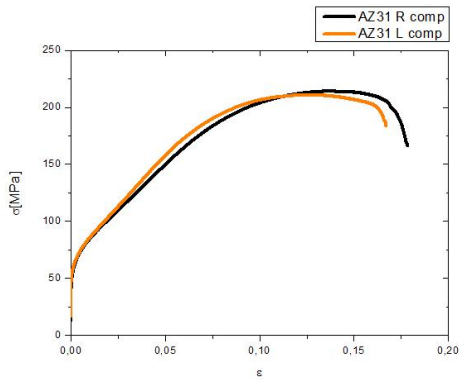


*Obr. 3.2.1.2a- Porovnání tahových křivek litého stavu a kompozitu, longitudinální orientace*

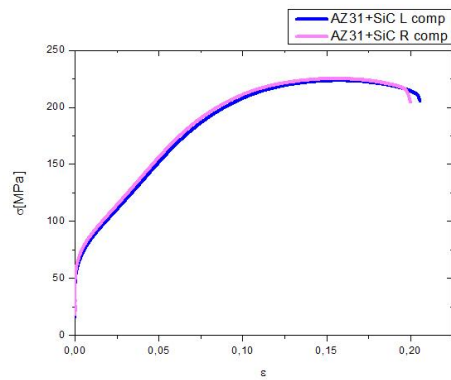


*Obr. 3.2.1.2b- Porovnání tahových křivek litého stavu a kompozitu, radiální orientace*

Je jasně vidět z obrázků 3.2.1.2a a 3.2.1.2b, kde jsme porovnávali tahové křivky litého stavu a kompozitu, že pro obě orientace je zřetelný zdárný účinek přidání zpevňující fázi SiC na mechanické vlastnosti. Lze pozorovat mírný nárůst tažnosti a maximálního napětí. Ke zvýšení maximálního napětí přispívá menší velikost zrna tudíž střední volná dráha dislokací v kompozitu je menší, dochází k nakupení dislokací na hranicích zrn a tím pádem dochází ke většímu zpevnění. Dále, nárůst tažnosti můžeme přičíst k většímu počtu zrn vhodně orientovaných pro dvojčatění v kompozitu.

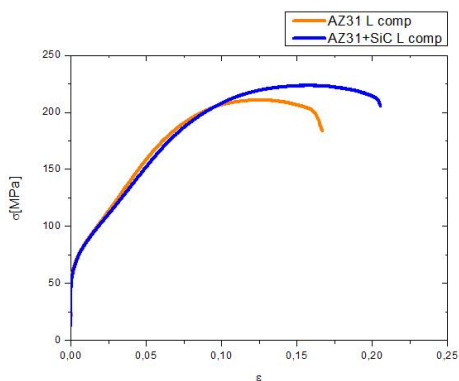


Obr. 3.2.1.3a- Porovnání tlakových a tlakových křivek litého stavu, longitudinální a radiální orientace

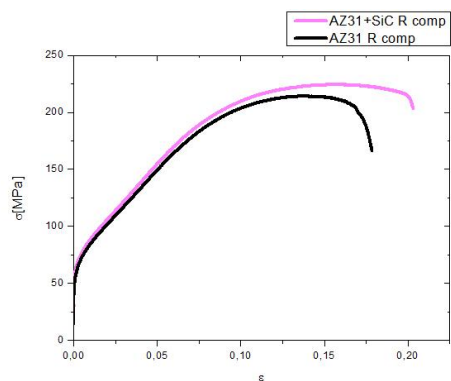


Obr. 3.2.1.3b- Porovnání tlakových křivek litého stavu a kompozitu, longitudinální a radiální orientace

Jak vidíme na obr. 3.2.1.3a a 3.2.1.3b orientace téměř žádný vliv nemá na mechanické vlastnosti v tlakovém namáhání. V litém stavu longitudinální vzorek je vhodně orientován pro dvojčatění. V radiálním vzorku je více zrn na daný objem, proto je větší pravděpodobnost vhodné orientace pro dvojčatění.

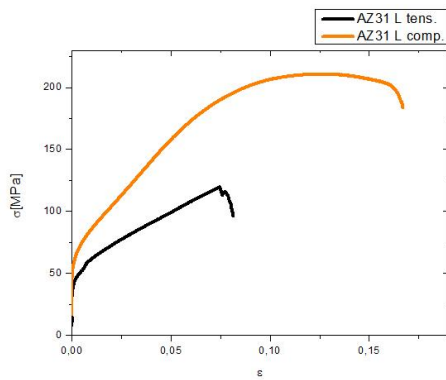


Obr. 3.2.1.4a- Porovnání tlakových křivek litého stavu a kompozitu, longitudinální orientace

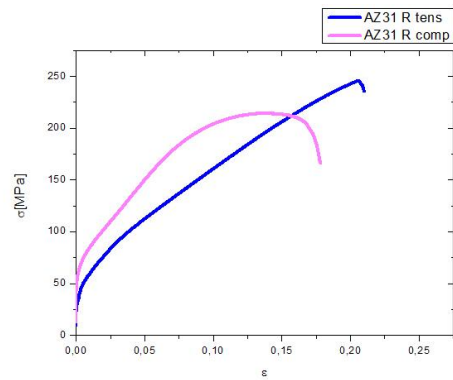


Obr. 3.2.1.4b- Porovnání tlakových křivek litého stavu a kompozitu, radiální orientace

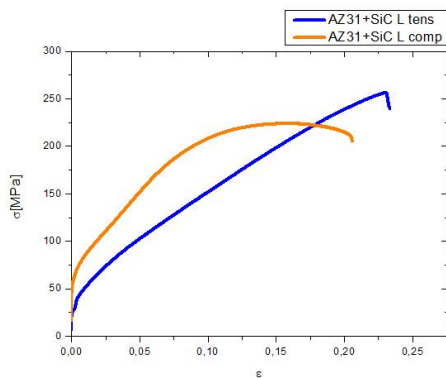
I v případě tlakového namáhání lze pozorovat navýšení max. napětí a tažnosti, z důvodů, které jsem uvedl pro tahové vzorky.



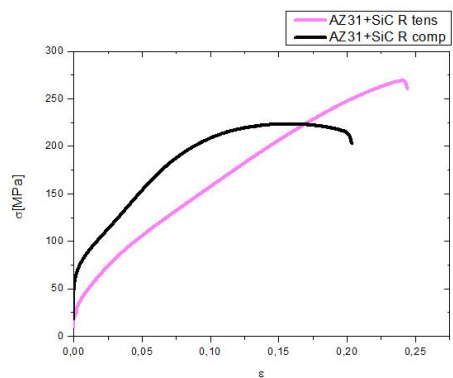
*Obr. 3.2.1.5a-Porovnání tahových a tlakových křivek litého stavu , longitudinální orientace*



*Obr. 3.2.1.5b- Porovnání tahových a tlakových křivek litého stavu, radiální orientace*



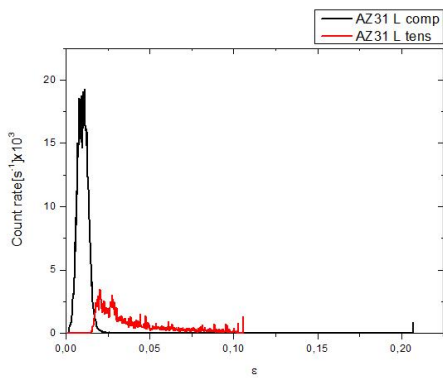
*Obr. 3.2.1.6a-Porovnání tahových a tlakových křivek kompozitu , longitudinální orientace*



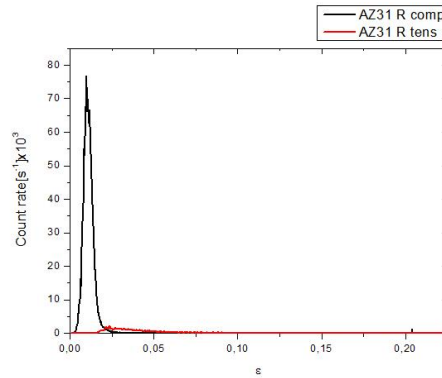
*Obr. 3.2.1.6b- Porovnání tahových a tlakových křivek kompozitu, radiální orientace*

Na obrázcích 3.2.1.5-3.2.1.6 je patrné, že křivky mají jiný průběh. V tahu pozorujeme výraznější zpevnění, a vzorek se zpevňuje po celou dobu deformace. V tlaku koeficient zpevnění se mění s deformací.

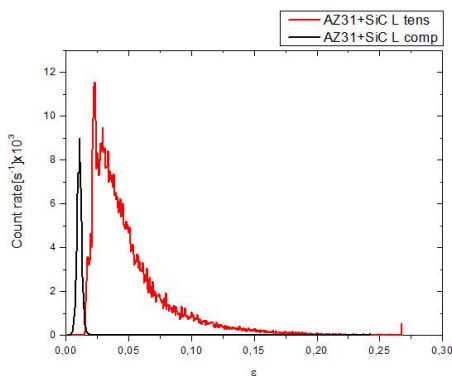
Důvodem je odlišný vývoj dvojčatění během tlakové respektive tahové zkoušky. Jak ukazují snímky



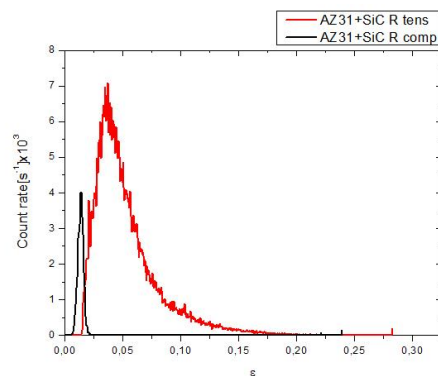
Obr. 3.2.1.7a-Porovnání Count rate při tahových a tlakových deformaci litého stavu, longitudinální orientace



Obr. 3.2.1.7b-Porovnání Count rate při tahových a tlakových deformaci litého stavu, radiální orientace

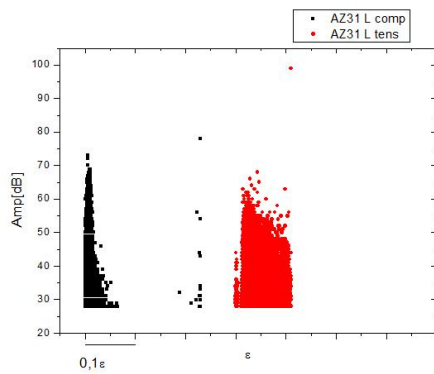


Obr. 3.2.1.8a-Porovnání Count rate při tahových a tlakových deformaci kompozitu, longitudinální orientace

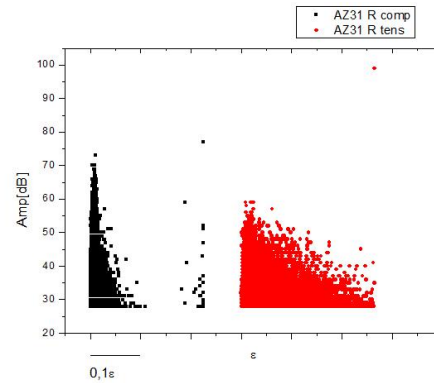


Obr. 3.2.1.8b-Porovnání Count rate při tahových a tlakových deformaci kompozitu, radiální orientace

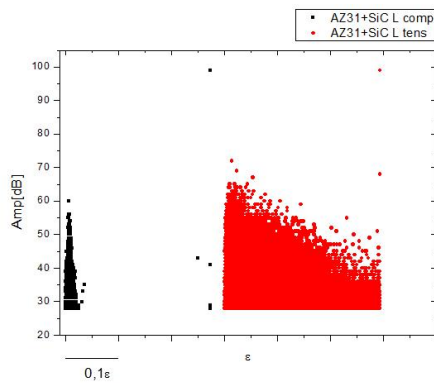
na obr. 3.2.1.7 a 3.2.1.8 během tlakové zkoušky pozorujeme maximum AE u 1,1% deformace pak dochází k prudkému poklesu. Na druhé straně diskrétní signály lze pozorovat po celou dobu tahových zkoušek.. Jak bylo ukázáno v práci Máthise a spol. [7], důvodem tohoto asymetrického chování je odlišný vývoj dvojčat typu  $\{10\bar{1}2\}$  v tahu, resp. tlaku. Zatímco v tlaku vznikají velká dvojčata, která rychle rostou, v tahu vzniká hojný počet malých dvojčat, jejichž růst je omezený. Jelikož AE emise je citlivá jenom na nukleaci dvojčat, nikoliv na jejich růst, signál AE během tlakových zkoušek nad určitou deformací poklesne pod detekovatelnou úroveň. Odhad na velikost dvojčat lze provést ze závislosti amplitudy na orientaci vzorku vzhledem k ose namáhání.



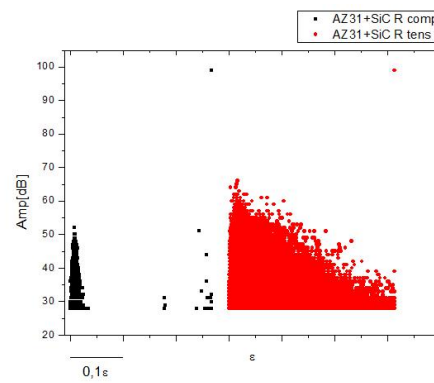
*Obr. 3.2.1.9a-Porovnání velikosti amplitud při tahových a tlakových deformaci litého stavu, longitudinální orientace*



*Obr. 3.2.1.9b-Porovnání velikosti amplitud při tahových a tlakových deformaci litého stavu, radiální orientace*



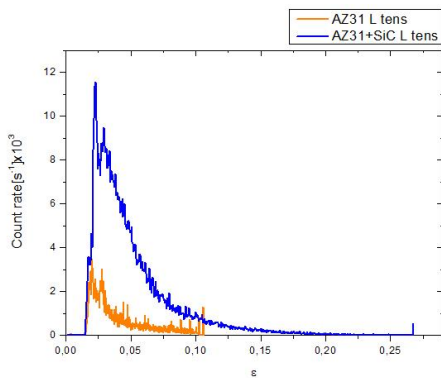
*Obr. 3.2.1.10a-Porovnání velikosti amplitud při tahových a tlakových deformaci kompozitu, longitudinální orientace*



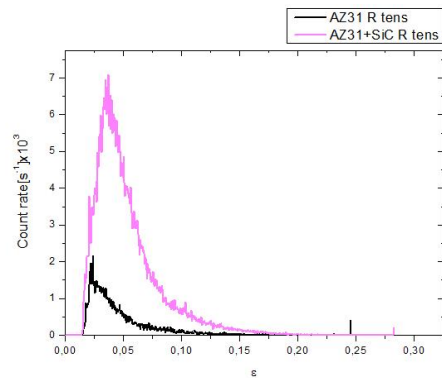
*Obr. 3.2.1.10b-Porovnání velikosti amplitud při tahových a tlakových deformaci kompozitu, radiální orientace*

Z obrázků 3.2.1.9a a 3.2.1.9b je patrné, že pro litý vzorek signál AE má větší amplitudu pro tlakový vzorek, což je v souladu s výsledky Máthise a spol. [7], kteří pozorovali podobnou závislost. Pro kompozitní materiál tento závěr neplatí, amplituda AE nezávisí na směru namáhání. Vysvětlení tohoto chování bude vyžadovat další studium.

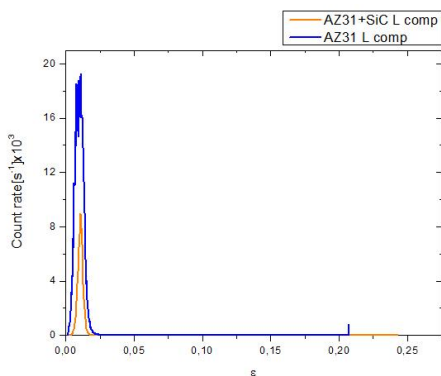




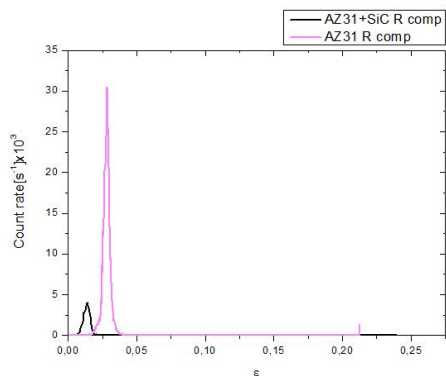
*Obr. 3.2.1.11a-Porovnání Count rate při tahových deformaci litého stavu a kompozitu, longitudinální orientace*



*Obr. 3.2.1.11b-Porovnání Count rate při tahových deformaci litého stavu a kompozitu, radiální orientace*



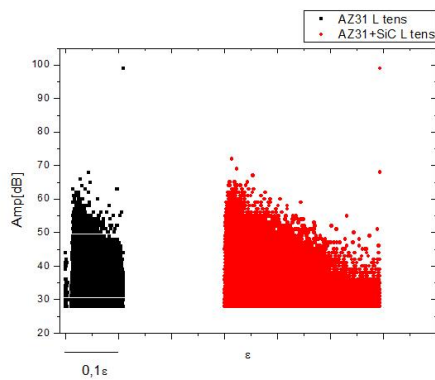
*Obr. 3.2.1.12a-Porovnání Count rate při tlakových deformaci litého stavu a kompozitu, longitudinální orientace*



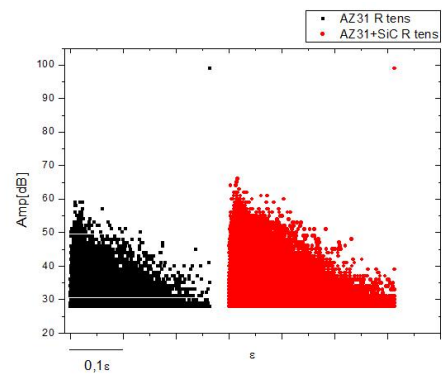
*Obr. 3.2.1.12b-Porovnání Count rate při tlakových deformaci litého stavu a kompozitu, radiální orientace*

Podíváme-li se na závislost Count Rate na složení vzorku (obr. 3.2.1.11-3.2.1.12), vidíme, že jeho hodnota je větší pro kompozity v tahu a menší v tlaku než u slitiny AZ31 bez nanočástic SiC.

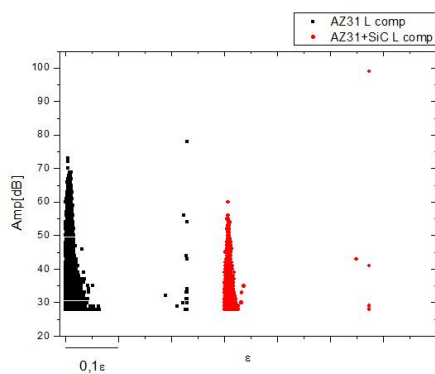
Nicméně závislost amplitudy na složení ukazuje (obr. 3.2.1.13-3.2.1.14),



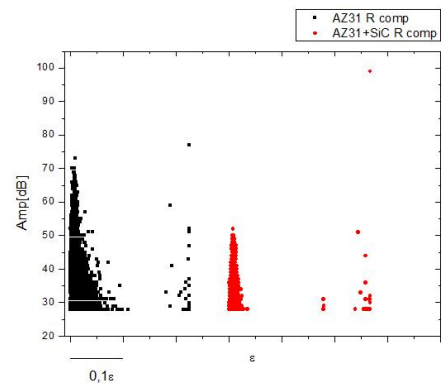
*Obr. 3.2.1.13a-Porovnání velikosti amplitud při tahových deformaci litého stavu a kompozitu, longitudinální orientace*



*Obr. 3.2.1.13b-Porovnání velikosti amplitud při tahových deformaci litého stavu a kompozitu, radiální orientace*



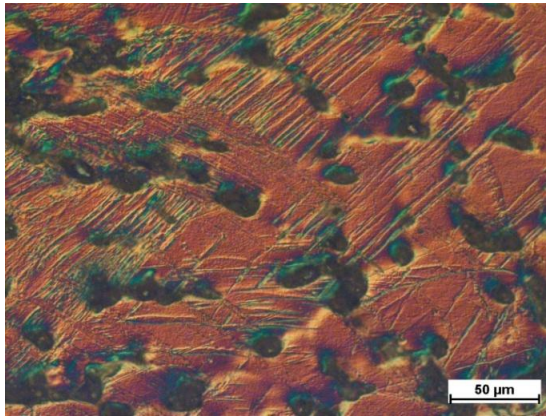
*Obr. 3.2.1.14a-Porovnání velikosti amplitud při tlakových deformaci litého stavu a kompozitu, longitudinální orientace*



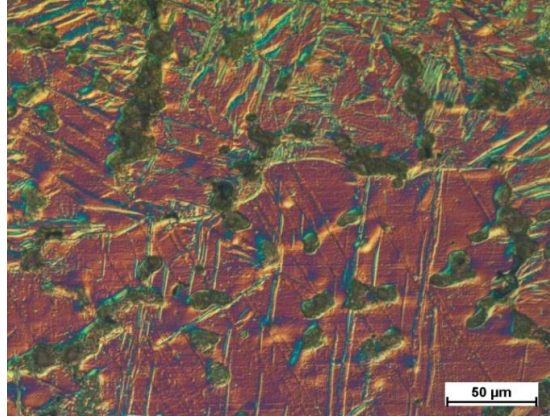
*Obr. 3.2.1.14b-Porovnání velikosti amplitud při tlakových deformaci litého stavu a kompozitu, radiální orientace*

že dvojčata vzniklé v litém stavu během tlakové deformace jsou větší. Tento výsledek je v souladu s pozorováním Beyerlein a spol. [8], kteří dospěli ke stejnému závěru na základě analýzy EBSD map hořčíkové slitiny deformovaného v tlaku.

V tahu se tento jev nepozoruje, vzniklá rozdělení amplitudy signálu AE je pro obě složení podobné. Metalografické snímky dokládají tento výsledek, jelikož tahové vzorky vykazují malá dvojčata. Obrázky 3.2.1.15a a 3.2.1.15b ukazují mikrostrukturu kompozitu po deformaci. V případě tahových vzorků lze pozorovat menší, různě orientovaná dvojčata, v tlaku dvojčata se zřejmě rozšířila do celého objemu zrna.

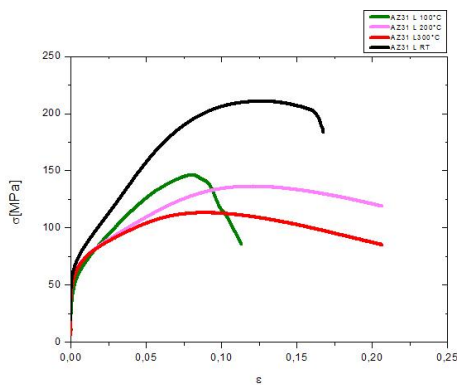


Obr. 3.2.1.15a-defomace kompozitu v tahu  
-200x zvětšení

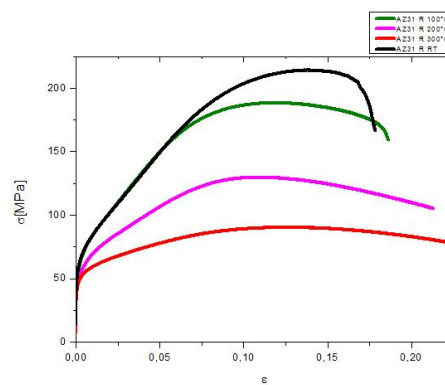


Obr. 3.2.1.15b-defomace kompozitu v tahu  
-200x zvětšení

### 3.2.2-Deformační zkoušky při vyšších teplotách



Obr. 3.2.2.1a-Porovnání tlakových  
křivek litého stavu při vyšších  
teplotách, longitudinální  
orientace

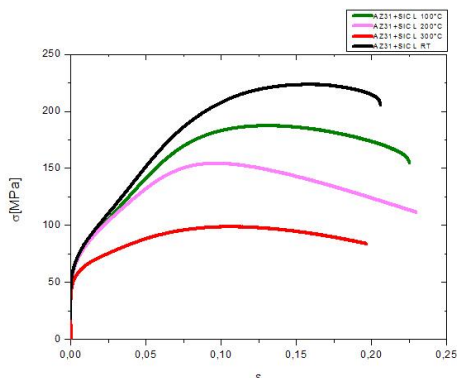


Obr. 3.2.2.1b-Porovnání tlakových  
křivek litého stavu při vyšších  
teplotách, radiální orientace

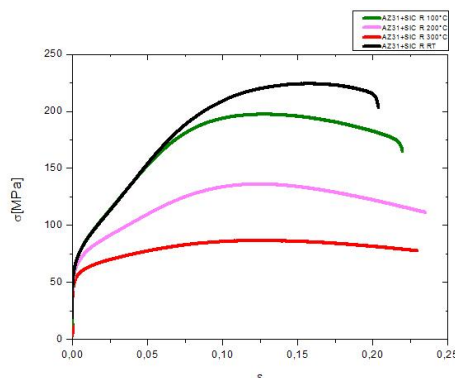
Na obrázcích 3.2.2.1a a 3.2.2.1b, je zobrazena teplotní závislost tlakových křivek litého stavu. Je patrné, že pevnost materiálu klesá s narůstající teplotou, zároveň zvyšuje se tažnost materiálu.

Snížení maximálního napětí lze vysvětlit s tím, že rostoucí teplotou jsou dochází tepelně aktivovaným dějům. Jak bylo ukázáno v práci Lukáče a spol. [9], mezi nejvýznamnější patří příčný skluz dislokací. Tímto mechanismem dislokace se mohou dostat do paralelní roviny, kde může dojít k jejich anihilaci a následně k odpevnění. Předpokládá se, že příčného skluzu se zúčastní zejména  $c+a$  dislokace, jejichž aktivace bude usnadněna vyšší teplotou. Průběh deformačních křivek kompozitu (Obr. 3.2.1.2) je stejný, jako pro litý stav.

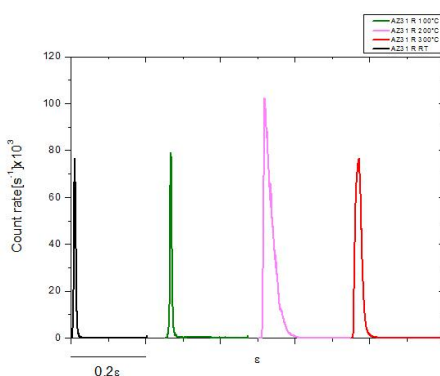
Na snímku 3.2.2.3 zobrazen příklad teplotního vývoj Count rate pro kompozit. Výsledky jsou v souladu s pozorováním Máthise a spol. [7], tj. hodnota překmitů roste s rostoucí teplotou až do 200 °C, pak nastává pokles. Maximum při 200 °C je vysvětleno společným působením dvojčatění nebazálního skluzu při této teplotě.



*Obr. 3.2.2.2a-Porovnání tlakových křivek kompozitu při vyšších teplotách, longitudinální orientace*

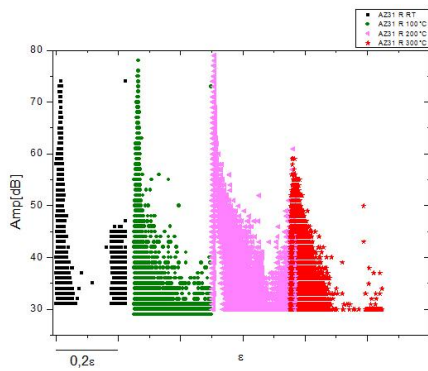


*Obr. 3.2.2.2b-Porovnání tlakových křivek kompozitu při vyšších teplotách, radiální orientace*

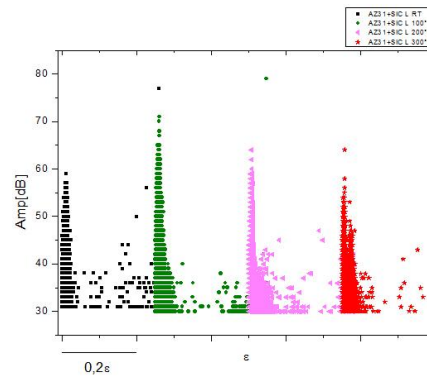


*Obr. 3.2.2.3a-Porovnání Count rate při tlakových deformaci kompozitu při vyšších teplotách, longitudinální*

Zajímavou teplotní závislost vykazuje amplituda signálu AE (Obr. 3.2.2.4). Podobně jako count rate (počet překmitů) do 200 °C roste s rostoucí teplotou. Je to experimentální důkaz toho, že kritické skluzové napětí potřebné pro dvojčatění klesá s teplotou, tudíž snáz se tvoří dvojčata větších rozměrů.



Obr. 3.2.2.4a-Porovnání velikost amplitud při tlakových deformaci litého stavu při vyšších teplotách, radiální orientace



Obr. 3.2.2.4b-Porovnání velikost amplitud při tlakových deformaci kompozitu při vyšších teplotách, longitudinální orientace

## 4-Závěr

V následujících bodech jsou shrnuté výsledky, které jsem získal během vypracování této bakalářské práce

### Výchozí stav materiálu:

- Zrna v slitině jsou prodloužená ve směru lití.
- Zrna v kompozitu vykazují equiaxiální charakter.
- Aplikací příměsí SiC se snížila velikost zrn z původních 450  $\mu\text{m}$  na 200  $\mu\text{m}$ .

### Deformace při pokojové teplotě:

- U slitiny a u kompozitu maximální napětí a maximální prodloužení v tahu závisí na orientaci vzorků. Vzorky s radiální orientací vykazují větší prodloužení a maximální napětí než vzorky s longitudinální orientací.
- Přidáním zpevňující fáze SiC nanočástic výrazně naroste maximální napětí a prodloužení v tahu.
- U slitiny a u kompozitu maximální napětí a maximální prodloužení v tlaku nezávisí na orientaci vzorku.
- Přidáním zpevňující fáze mírně roste maximální napětí a prodloužení v tahu pro obě orientace vzorků.
- Měření akustické emise odhalila závislost vývoje dvojčatění na směru namáhání. V tlaku se tvoří velká dvojčata, která rychle rostou. V tahu vznikají malá dvojčata, a dvojčatění lze pozorovat po celou dobu deformace.

### **Deformace při vyšších teplotách:**

- Rostoucí teplotou klesá maximální napětí a roste prodloužení u každé orientace a složení materiálů
- Velikost amplitudy a count rate akustické emise během měření roste do 200°C, což je experimentálním důkazem nepřímé úměrnosti mezi teplotou a kritickým napětí potřebné pro dvojčatění.

### **Náměty pro další práci:**

Z naměřených výsledků jsme získali několik námětů pro další práci:

- Změřit deformaci materiálů v tahu při vyšších teplotách
- Zkoumat texturu materiálů pomocí difrakčních metod
- Vysvětlit jaký vliv má na velikost amplitudy AE signálu přítomnost nanočástic SiC.

## 4-Literatura

- [1] Farkas, G.: Bakalářská práce: *Studium mechanických vlastností kompozitů na bázi hořčíkových slitin*, MFF UK, 2011.
- [2] Mordike, B.L.; Elbert, T.: *Magnesium Properties-applications-potential; Materials Science and Engineering*, A302, 2001, 37-45.
- [3] Mises, R.: *Mechanics of the ductile form changes of crystals*. *Z. Angew. Math. Mech.*, 8, 1928: s. 161–185.
- [4] Zdražilová, Z.: *Diplomová práce: Studium anizotropie tvorby mechanických dvojčat v hořčíkové slitině AZ31*, MFF UK, 2011.
- [5] Vidrich, G.: *Disertační práce: Grain refinement and dispersion-strengthening with finest ceramic particles*. Clausthal, 2008.
- [6] Friesel, M.; Carpenter, S.H.: *Determination of the Source of Acoustic Emission Generated during the Deformation of Magnesium*. *Journal of Acoustic Emission*. 1984, č. 6, s. 11-18.
- [7] Máthis, K.; Čapek, J.; Zdražilová, Z.; a kol.: *Investigation of tension–compression asymmetry of magnesium by use of the acoustic emission technique; Mater. Sci. Eng. A*, 528, 2011: s. 5904–5907.
- [8] I.J. Beyerlein, et al.: *Statistical analyses of deformation twinning in magnesium; Philosophical Magazine*, 90 (2010), 4073-4074.
- [9] Lukac P.; Mathis K.: *Application of a model for the work hardening behaviour to an AM20 alloy; KOVOVE MATERIALY-METALLIC MATERIALS*, č. 40, 2002, 281-289