

Univerzita Karlova v Praze  
Matematicko-fyzikální fakulta

# BAKALÁŘSKÁ PRÁCE



Gergely Farkas

## **Studium mechanických vlastností kompozitů na bázi hořčíkových slitin**

Katedra fyziky materiálů

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

Studijní program: Fyzika

Studijní obor: Obecná fyzika

Praha 2011

Na tomto mieste by som sa chcel poďakovať za pomoc všetkým, ktorí mi pomáhali pri vypracovaní bakalárskej práce. V prvom rade moje poďakovanie patrí vedúcemu práce RNDr. Kristiánovi Máthisovi, Ph.D. za vzorné vedenie a podporu. Poďakovanie patrí ešte pani Marte Čepovej, za čas, ktorú pri mojej práci venovala. Tiež by som sa chcel poďakovať za užitočné rady Prof. RNDr. Zuzanke Trojanovej DrSc. a za pomoc pri meraní doc. RNDr. Zdenkovi Drozdovi Ph.D.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou 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 26.4.2011

Gergely Farkas

---

Názov práce: Studium mechanických vlastností kompozitů na bázi hořčkových slitin.

Autor: Gergely Farkas

Katedra: Katedra fyziky materiálů

Vedúci bakalárskej práce: RNDr. Kristian Máthis, Ph.D., Katedra fyziky materiálů

Abstrakt: Predložená práca sa zaoberá pozorovaním mechanických vlastností zliatiny AJ51 a kompozitu na báze tejto zliatiny v závislosti na teplote deformácie. Deformácia v tlaku je uskutočnená v teplotnom intervale od 20°C do 300°C. Mikroštruktúra deformovaných vzoriek je potom vyšetrená pomocou svetelnej optickej mikroskopie. Práca je zameraná na objasnenie mikromechanizmov pôsobiacich priebehom plastickej deformácie kompozitu. Ďalej je venovaná pozornosť porovnaniu mechanických vlastností zliatiny matrice a kompozitu.

Kľúčové slová: horčíková zliatina, kompozitný materiál, deformácia v tlaku, napät'ová relaxácia

Title: Study of mechanical properties of magnesium-based composites

Author: Gergely Farkas

Department: Department of Physics of Materials

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

Abstract: In the present work, the mechanical properties of AJ51 magnesium alloy and composite is studied. Compression tests in the temperature range of 20°C-300°C have been performed. The microstructure of the specimen was studied by means of light optical microscopy. The work is focused on the elucidation of the micromechanisms acting during plastic deformation of the composite specimens. Further a comparison between the mechanical properties of alloy and the composite is presented.

Keywords: magnesium alloy, composite, compression test, stress relaxation

---

---

# Obsah

<b>1. Úvod.....</b>	<b>1</b>
<b>2. Teoretická časť .....</b>	<b>2</b>
2.1. Plastická deformácia v hexagonálnych kovoch .....	2
2.2. Kompozity na báze horčíkových zliatin.....	5
<b>3. Ciele bakalárskej práce .....</b>	<b>8</b>
<b>4. Experimentálne metódy .....</b>	<b>9</b>
4.1. Deformačná skúška .....	9
4.2. Optická mikroskopia .....	10
4.3. Napät'ová relaxácia .....	11
<b>5. Výsledky merania a diskusia.....</b>	<b>12</b>
5.1. Východiskový stav materiálu.....	12
5.2. Deformácia materiálu.....	13
5.3. Meranie napät'ovo relaxačnou metódou.....	16
<b>6. Záver.....</b>	<b>23</b>
6.1. Zhrnutie výsledkov .....	23
6.2. Námety pre ďalšiu prácu .....	24
<b>7. Literatúra .....</b>	<b>25</b>

---

---

# 1. Úvod

Vďaka rozvoju priemyslu kvalita prístrojov a zariadení sa stále zvyšuje. S týmto vývojom sa zvyšujú aj požiadavky na mechanické vlastnosti materiálov.

V určitých odvetviach priemyslu je cieľom nahradiť konvenčné materiály s ťažkými materiálmi bez strát kvality mechanických vlastností. Takéto odvetvia sú napríklad letecký a automobilový priemysel, kde sa snažia znižovať spotrebu palív a emisie, na ktoré má veľký vplyv hmotnosť vozidla (Pri znížení hmotnosti vozidla o 10%, sa zníži spotreba paliva približne o 5%). Je potrebné vyvinúť ťažké komponenty s vysokou pevnosťou a zvýšenou odolnosťou voči creepu. Týmto požiadavkám najviac vyhovujú kompozity s kovovou maticou.

Horčík je najľahší z konštrukčných kovov, má omnoho menšiu hustotu ako oceľ alebo hliník. Prvej významnej aplikácie sa dočkal v roku 1936 Volkswagen pri výrobe modelu Chrobák. Koncom 70. a začiatkom 80. rokov s rozšírením vodou chladených motorov použitie horčíkových zliatin sa významne redukovalo v dôsledku ich malej odolnosti voči korózii. V 90. rokoch sa znova začali objavovať a aplikovať rôzne druhy horčíkových zliatin, kvôli prísny limitám emisií a spotrebe paliva. V súčasnej dobe sú horčíkové zliatiny v Európe najviac využívané v automobilovom priemysle (napr. Volkswagen a Audi). Jeho zliatiny majú veľkú špecifickú pevnosť a tuhosť. Ďalšie výhody sú, že je dobre zlievateľný, dá sa získať z morskej vody (z 1 m<sup>3</sup> vody dostaneme až 1,3 kg horčíku) a je dobre recyklovateľný. Porovnaním s polymerickými materiálmi má lepšie mechanické vlastnosti, väčšiu odolnosť voči starnutiu, lepšiu elektrickú a tepelnú vodivosť. Nevýhody horčíkových zliatin sú malá poddajnosť, relatívne veľká chemická reaktivita a pri vyšších teplotách znížená pevnosť a slabá odolnosť voči creepu.

Časť týchto nevýhod sa dá odstrániť používaným kompozitných materiálov. Kompozity sa skladajú najmenej z dvoch materiálov chemicky a fyzicky odlišnými vlastnosťami. Kompozity môžeme rozdeliť na dve hlavné komponenty. Prvá je matrica (v našom prípade kovová matrica) a druhá je spevňujúca fáza, napríklad keramické vlákna alebo častice. U kompozitoch s kovovou maticou sa často používajú zliatiny ťažkých kovov, ako horčíková zliatina. Na základe spevňujúcej fázy rozdelíme kompozity do troch skupín: časticovo spevnené, spevnené s krátkymi vláknami alebo kontinuálnymi vláknami.

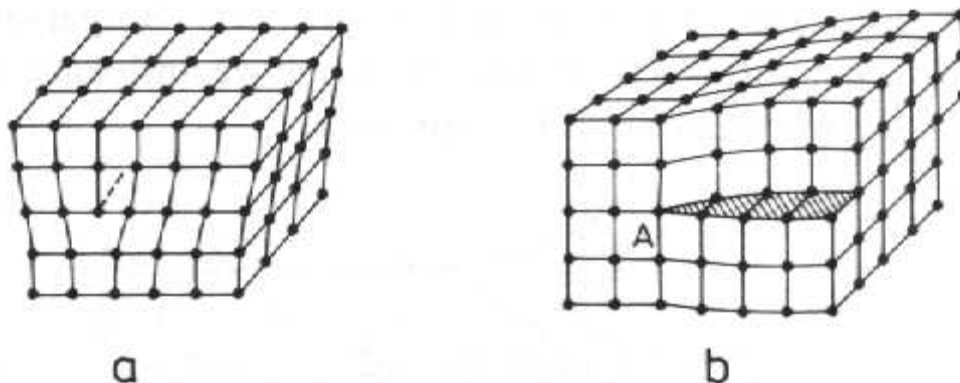
---

## 2. Teoretická časť

### 2.1 Plastická deformácia v hexagonálnych kovoch

Horčík má hexagonálnu kryštalovú štruktúru, ktorú silne ovplyvňuje jeho mechanické vlastnosti. V takýchto materiáloch prebieha deformácia odlišným spôsobom ako v materiáloch s priestorovou alebo plošne centrovanou kryštalovou štruktúrou. Aby sme mohli opísať mikroskopické zmeny v hexagonálnych kryštáloch, najprv sa musíme zaoberať s najdôležitejšími kryštalovými poruchami.

Z hľadiska deformácie má najväčší význam dislokácia, ktoré patrí medzi čiarové poruchy. V závislosti na tom, v ktorom smere pôsobí smykové napätie, môžu vzniknúť dve typy dislokácie: hranová (viz obr. 2.1a) a skrutková (viz obr. 2.1b). Vznik hranovej dislokácie si môžeme predstaviť tak, že kryštál bol rozrezaný pozdĺž osi zhora dolu a do vzniknutého rezu bola vložená polorovina. Podobná situácia nastáva, keď odstránime jednu atómovú polorovinu z kryštálu. Okraj vlozenej poloroviny nazývame dislokačnou hranou.

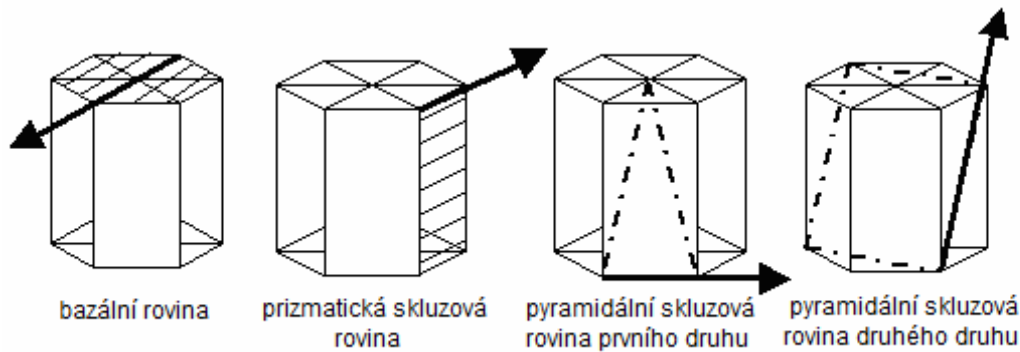


Obrázok 2.1 – a) Hranová dislokácia; b) Skrutková dislokácia

Skrutková dislokácia je znázornená na obrázku 2.1b. Jej vznik si môžeme predstaviť tak, že sme kryštál narezali pozdĺž jednej atómovej roviny a hornú časť sme posunuli rovnobežne s dislokačnou čiarou.

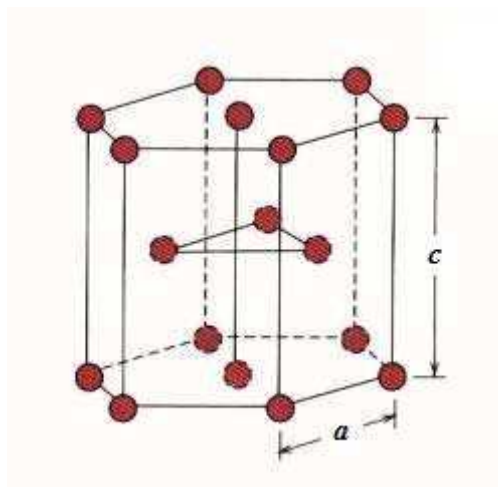
V priebehu plastickej deformácie, dochádza k vzniku a anihilácii dislokácií. Vplyvom pôsobiaceho napätia dislokácie sa môžu pohybovať.

V hexagonálnych materiáloch rozlišujeme tri hlavné sklzové systémy, ktoré sú uvedené na obr. č. 2.2. Najhustejšia obsadená je rovina bazálna (0001) so sklzovými smermi  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Ďalšia je rovina prizmatická  $\{10\bar{1}0\}$  (sklz v smeroch  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ) a pyramidálna prvého druhu  $\{10\bar{1}1\}$  (sklz v smeroch  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ) a druhého druhu  $\{11\bar{2}2\}$  (sklz v smeroch  $\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3 \rangle$ ) [1].



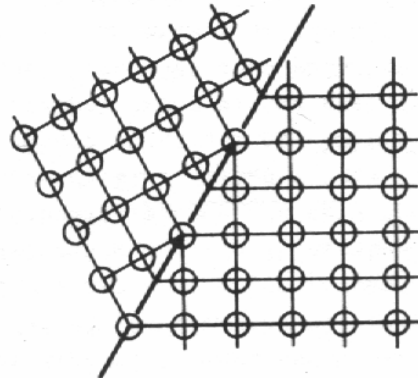
Obr. 2.2– Základné sklzové roviny v hexagonálnych kovoch

Mikroskopické mechanizmy prebiehajúce v kovoch s hexagonálnou štruktúrou silne závisia na pomere kryštalických os  $c$  a  $a$ . Jednotlivé osi sú znázornené na obr. č. 2.3. Ideálny pomer  $c/a$ , tj. v najtesnejšom usporiadaní, je  $\sqrt{8/3}$ . Ak je tento pomer väčší ako ideálny, sklz primárne prebieha v bazálnej rovine v smeroch  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . V prípade horčičku, kde tento pomer je blízko k ideálnemu, za určitých podmienok okrem bazálnej roviny aj prizmatické, aj pyramidálne môžu byť aktívne. Vplyv na ich aktivitu môže mať napríklad teplota, deformácie, alebo zloženie materiálu.



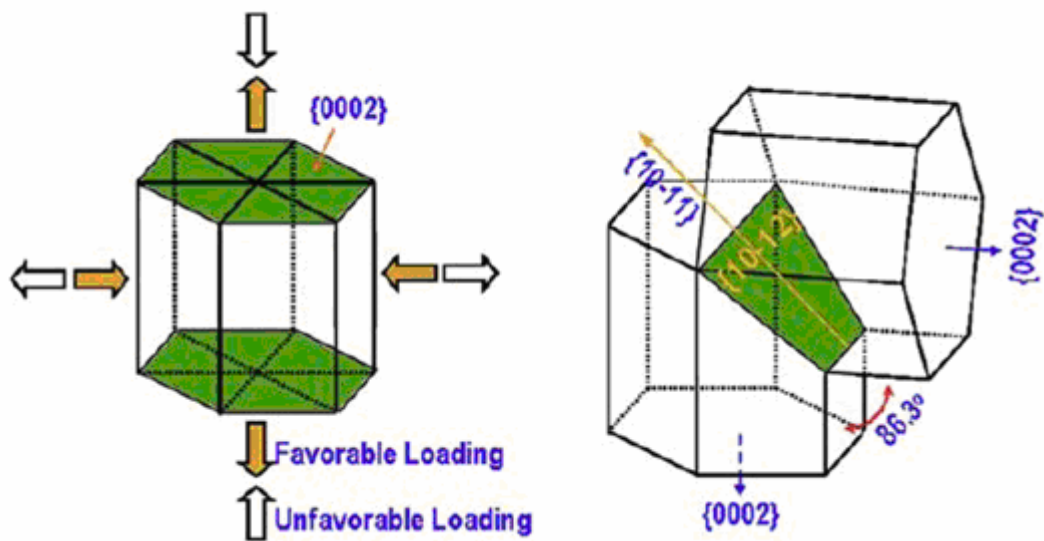
Obr. 2.3 – Hexagonálna mriežka

Ďalší dôležitý mechanizmus v priebehu plastickej deformácie horčkových zliatin je vznik deformačného dvojčatenia. Priebehom deformácie vzniká rovina, podľa ktorej sú obidve časti kryštálu v zrkadlovej orientácii. Porucha vzniká na celej tejto rovine, ako je zobrazené na obrázku č. 2.4, nazývame ju rovinou dvojčatenia.



Obr. 2.4 – Dvojčatová hranica

Hlavným dvojčatovým systémom v horčkových zliatinách je systém  $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$  (obr. 2.6).



Obr. 2.6 – deformačné dvojčatenie



---

## 2.2 Kompozity na báze horčíkových zliatin

Obecne kompozitové materiály sú zložené z dvoch alebo viac individuálnych zložiek. Aby sme mohli materiál menovať kompozitom, zložky tvoriaceho materiálu musia mať výrazne odlišné fyzikálne a chemické vlastnosti a medzi nimi musia byť zreteľné hranice. Kompozity sú umelé materiály a ich jednotlivé fyzikálne vlastnosti sa výrazne závisia na pomere a štruktúre zložiek.

Jednotlivé fázy tvoriace kompozit rozdelíme na spevňujúce fázy (výstuž) a na maticu. Matrica je spojitá, ktorá tvorí najväčšiu časť objemu celého materiálu. Úlohou matrice je spojovať dohromady výstuž a zaistiť jeho správne rozmiestenie v materiáli, aby boli zachované požadované vlastnosti materiálu. Okrem toho matrica prenesie zaťaženie na spevnenú fázu a chráni ju od mechanického a chemického poškodenia. Aby dvojfázová štruktúra bola najlepšia, väzba medzi maticou a spevňujúcou fázou musí byť dostatočne silná, inak prenos zaťaženia, ktorý dôjde z matice na spevňujúcu fázu cez rozhranie, nebude efektívny. Hranice medzi fázami blokuje aj pohyb dislokácie a na prekonaní týchto prekážok musíme zvýšiť napätie. Tento faktor hrá rolu aj v tom, že spevňujúca fáza zvyšuje sklzové napätie.

Kompozitové materiály s kovovou maticou vďaka ich dobrým vlastnostiam stali sa populárnym v priemysle. U kompozitoch umožňujeme dosiahnuť vhodné kombinácie vlastností v jednom materiáli. Ich vhodné vlastnosti môžu byť nasledujúce [2]:

- zvýšená tuhosť a pevnosť
- zlepšené vlastnosti pri vyšších teplotách
- odolnosť proti creepu
- zlepšené materiálové tlmenie
- zvýšená oteruvzdornosť
- znížená teplotná rozťažnosť

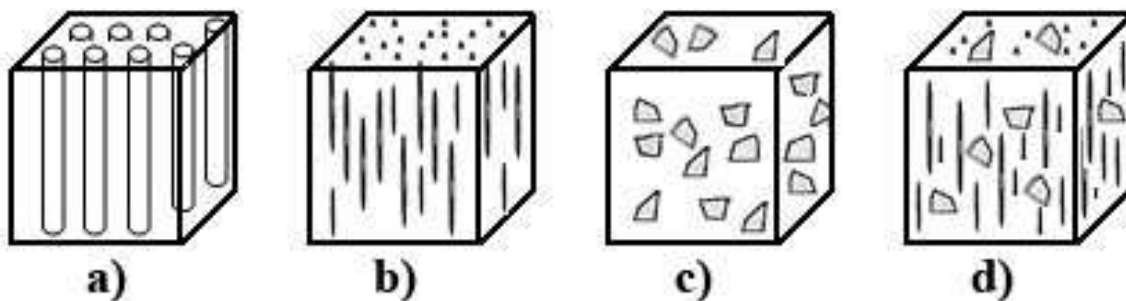
V mnohých prípadoch maticu tvoria horčíkové zliatiny. Dôvodom toho je ich vysoká špecifická pevnosť (pomer pevnosti k hustote). Existuje rada aplikácií, kde tieto vlastnosti sa dajú dobre využívať. Použitie horčíkových zliatin má aj niekoľko nevýhod, ako napríklad nízky modul pružnosti, slabá odolnosť voči creepu, nedostatočná pevnosť a oteruvzdornosť. V horčíkových kompozitoch spevňovaných s vláknami alebo s časticami

---

tieto nevýhody sú čiastočne alebo celkom odstránené. Ďalej tieto kompozity majú dobrú elektrickú a tepelnú vodivosť.

Matrice z horčíkových zliatin sú spevnené hlavne keramickými časticami alebo keramickými vláknami, ako napríklad  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiC}$ . Vlastnosti kompozitov závisia na geometrickom usporiadaní, na objemovom pomere a na tvare spevňujúcich častíc. Možné druhy spevňujúcej fázy rozdeľujeme do štyroch skupín (obr. 2.7) :

1. dlhé vlákna
2. krátke vlákna
3. častice
4. hybridy



Obr. 2.7– Schematické znázornenie štyri typy výstuže a) dlhé (kontinuálne) vlákna b) krátke vlákna c) častice d) hybrid.

Spevnenie s vláknami rozdeľujeme do dvoch skupín. Hranice medzi nimi je daný pomerom dĺžky ( $L$ ) a priemerom vlákien ( $d$ ). V spevnenej fáze, kde pomer  $L/d < 100$  zaradíme do krátkovláknovej skupiny a s pomerom  $L/d > 100$  do dlhovláknovej skupiny. Dlhé vlákna ešte rozdeľujeme aj podľa geometrického usporiadania, jednotlivé vlákna sa nazývajú monofily a vlákna ktoré sú vo tvare niti sa nazývajú multifily. Vlákna musia byť vyrobené z materiálu s veľkou tuhosťou a pevnosťou. Inými slovami sa jedná o také materiály, v ktorom medzi atómy pôsobí kovalentná väzba. Takéto vlastnosti majú napr. zlúčeniny  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{SiC}$  a  $\text{Si}_3\text{N}_4$  reprezentujúce technické keramiky. Keramiky obecné sú veľmi krehké, ale túto nevýhodu kompenzuje ich zabudovanie do horčíkovej matrice. Vo tvaru tenkých vlákien keramiky majú ešte väčšiu pevnosť a tuhosť ako všeobecne, lebo ich výroba v takom tvare je dokonalejšia a obsah nečistôt a štruktúrnych porúch je menšia.

Na výrobu kompozitov existujú dve základné metódy [3]:

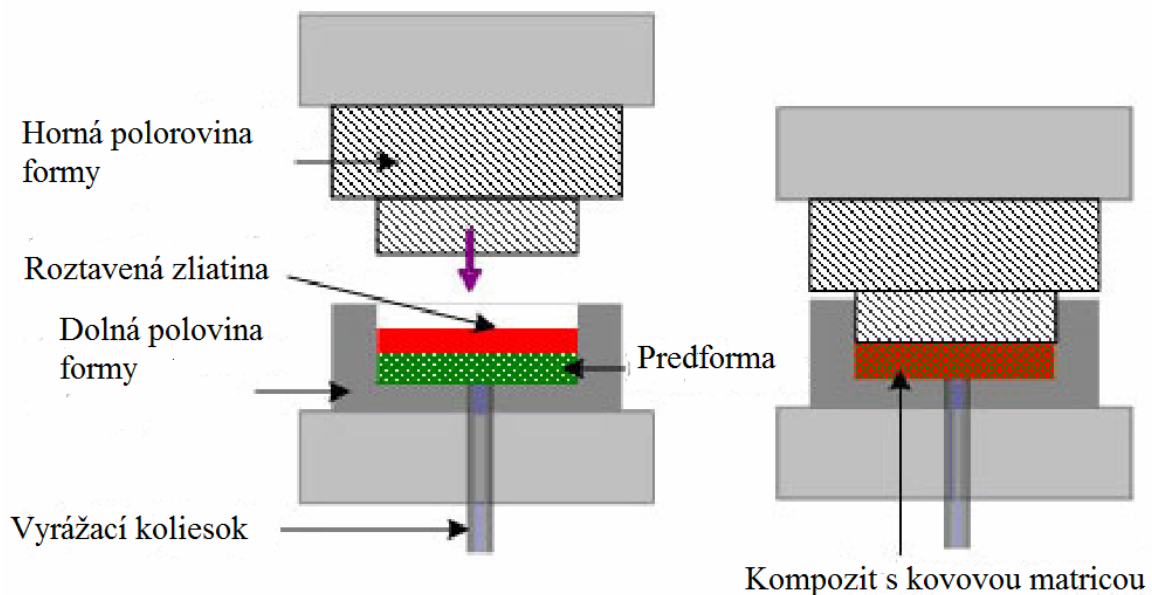
1. výroba v tekutej fáze

## 2. prášková metalurgia

Výroba v tekutej fáze je lacnejšia a výhodnejšia metóda ako prášková metalurgia. Materiál matrice je roztavená a do nej je pridaná spevňujúca fáza. Na spôsob pridania spevňujúcej fázy existujú rôzne metódy:

1. Premiešanie – častice sú priamo pridané do tavenín a vmiešaním taveniny častice rovnomerne rozpúšťajú.
2. Tlakové liatie – Najčastejšie používaná metóda pre výrobu kompozitov s kovovou matricou spevňujúcimi krátkymi vláknami. Vlákna sú rozptýlené ultrazvukom vo vode a s organickým spojivom sú spolu lepené. S tým spôsobom vznikne predforma s náhodne rozdelenými vláknami s objemovým pomerom 15-20 %. Prehriata predforma je vložená do lisu, do ktorej nalievame taveninu a potom infiltrujeme to pod aplikovaným tlakom do prehriatej formy. Nakoniec po infiltrácii stuhne maticová fáza a dostaneme požadovaný kompozit s jemnou mikroštruktúrou. Proces je znázornený na obr. 2.8.

### Priame tlakové liatie



Obr. 2.8 – Priame tlakové liatie

- 
3. Infiltrácia pod tlakom plynu – Podobná metóda ako prechádzajúca, tavenina zase je nalievaná do predformy, ale tlak je aplikovaný pomocou plynu na povrchu taveniny.
  4. Thixomolding – Zliatina je striekaná do predformy v polotekutom stave pod vysokým tlakom.

### 3. Ciele bakalárskej práce

Hlavné ciele bakalárskej práce boli nasledujúce:

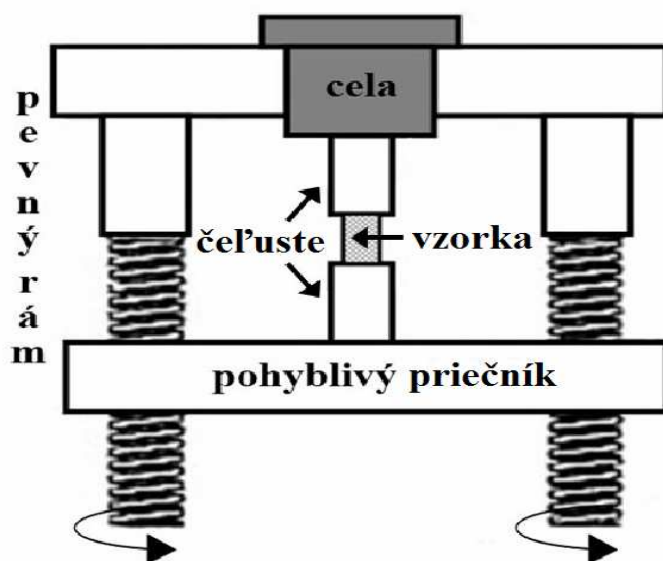
1. Preskúmať deformačné chovanie horčíkového zliatiny AJ51 a kompozitu na báze tejto zliatiny v teplotnom intervale 20-300°C.
2. Študovať mikroštruktúru deformovaných a nedeformovaných vzoriek pomocou svetelného optického mikroskopu.
3. Skúmať spevňujúce mechanizmy a napät'ové rozloženie pomoci napät'ovej relaxácie.
4. Objasniť mikroskopické mechanizmy vo vzorkách priebehom plastickej deformácie.
5. Porovnať mechanické vlastnosti matrice a kompozitu

---

## 4. Experimentálne metódy

### 4.1 Deformačná skúška

Na vzorkách boli urobené deformačné skúšky v tlaku na aparátúre INSTRON 1186. Schéma prístroje je znázornená na obrázku 4.1.1. Vzorky boli valcového tvaru dĺžkou 12 mm a priemerom 6 mm. Deformácie prebiehali v teplotnom intervale 20-300°C vo vysokoteplotnej peci. Pec držala teplotu s presnosťou  $\pm 1$  °C. Pri vyšších teplotách po vkladaní vzorky do aparátúry najprv som čakal približne 10 minút, aby sa teplota ustálila. Merania prebiehali pri konštantnej rýchlosti priečniku 0,5 mm/min, čo odpovedá deformačnej rýchlosti  $7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ . Frekvencia zaznamenanie dát v počítači bola 4 Hz.



Obr. 4.1.1 – Schéma INSTRONU 1186 používaný na tlak

V praxi používané prístroje nám udávajú závislosť *zmluvného napätia* ( $\sigma_s$ ) na *pomernom predĺžení* ( $\varepsilon_0$ ), ktoré sú definované nasledovne:

$$\sigma_s = \frac{F}{S_0} \quad (1)$$

$$\varepsilon_0 = \frac{l - l_0}{l_0} \quad (2)$$

---

Kde  $S_0$  je počiatkový prierez,  $F$  je pôsobiaca sila na vzorku,  $l_0$  je počiatková dĺžka vzorky a  $l$  je okamžitá dĺžka vzorky v priebehu deformácie. Ak predpokladáme, že objem vzorky je pri deformácií konštantný, tak sa obdobne musí zmeniť prierez vzorky. Preto v praxi používajú skutočné napätie ( $\sigma$ ) a skutočné predĺženie ( $\varepsilon$ ), v ktorých je táto zmena už započítaná.

$$\sigma = \frac{F}{S_0}(1 - \varepsilon_0) \quad (3)$$

$$\varepsilon = \ln \frac{l}{l_0} \quad (4)$$

Ďalšia dôležitá hodnota je  $\sigma_{0,2}$ , skutočné napätie pri hodnote  $\varepsilon = 0,2\%$ . Túto hodnotu relatívneho predĺženia stanovili, ako začiatok plastickej deformácie a nazývame medzou sklzu. Ďalej nás zaujíma medza pevnosti  $\sigma_{\max}$  a maximálne predĺženie  $\varepsilon_{\max}$ .

## 4.2 Optická mikroskopia

Pozorovanie mikroštruktúry prebiehalo v prípade zlomených deformovaných vzoriek na lomovej ploche, v ostatných prípadoch vzorky boli rozrezané s aparátúrou Accutum-50 pozdĺž hlavnej osi a kolmo na tento smer. Vzorky boli zaliate do Polyfastu® s prístrojom Citopress-1. Vzorky boli vybrúsené s papiermi rôznej hrubosti, potom vyleštené s diamantovou pastou o hrubosti 3, 2 až 1  $\mu\text{m}$ . Vyleštené povrchy boli naleptané 15 až 30 sekúnd s dvoma druhmi leptadiel. Prvé leptadlo tvoril 3% roztok kyseliny octovej vo vode, s ktorým som leptal zliatinu. Druhé leptadlo sa skladá z 20 ml kyseliny octovej, z 1 ml  $\text{HNO}_3$ , z 20 ml vody a z 60 ml etylenglykolu.

Používal som mikroskop OLYMPUS GX51, ktorý bol spojený s kamerou PIXELINE a napojený na počítač. V niektorých prípadoch som používal polarizované svetlo, aby kontúry medzi hranicami boli jasnejšie viditeľné. V programe NIS-ELEMENTS s lineárnou priesečníkovou metódou som zistil priemernú veľkosť zrna  $d$ .

---

## 4.3 Napät'ová relaxácia

Napät'ová relaxácia je taká napät'ová skúška, kde sledujeme priebeh napätie vzorky pri konštantnom relatívnom predĺžení. Skúšky som spravil na INSTRONU 1186, kde v oblasti plastickej deformácie som opakovane zastavil priečnik na 300 sekúnd až do tej doby, keď vzorka sa buď zlomila alebo sa dostala do oblasti, kde už napätie klesalo s rastúcim relatívnym predĺžením. Takto získané deformačné krivky som spracoval v programe ORIGIN 8 a vystrihnuté relaxačné krivky som nafitoval vhodnou funkciou v programe TableCurve.

Pôsobiacie napätie ( $\sigma$ ) môžeme rozdeliť na dve časti.

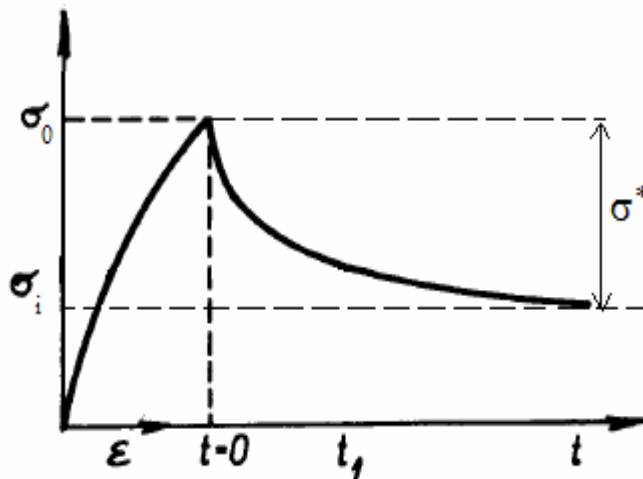
$$\sigma = \sigma_i + \sigma^* \quad (5)$$

Kde  $\sigma_i$  je tzv. vnútorné napätie, Vnútorné napätie závisí na hustote dislokácií ( $\rho_i$ ) [8]:

$$\sigma_i = \alpha G b \rho_i^{1/2} \quad (6)$$

kde  $G$  je modul pružnosti a  $\alpha$  je Burgersov vektor dislokácie.

Efektívne napätie  $\sigma^*$  spôsobuje pohyb dislokácie priebehom ich termicky aktivovaného pohybu. Na obrázku 4.3.1 sú zakreslené vyššie uvedené parametre. V čase  $t=0$  pohyb priečniku je zastavený. Vrchol krivky  $\sigma_0$  značí aplikované napätie. Napätie sa začne s časom klesať až do blízkosti vnútorného napätia, kde pokles sa výrazne zmenší.



Obr. 4.3.1 – krivka relaxačného napätia

---

## 5. Výsledky merania a diskusia

### 5.1. Východiskový stav materiálu

Deformačné skúšky som spravil na kompozite AJ51, ktorého maticu tvorí horčíková zliatina o nominálnom zložení:

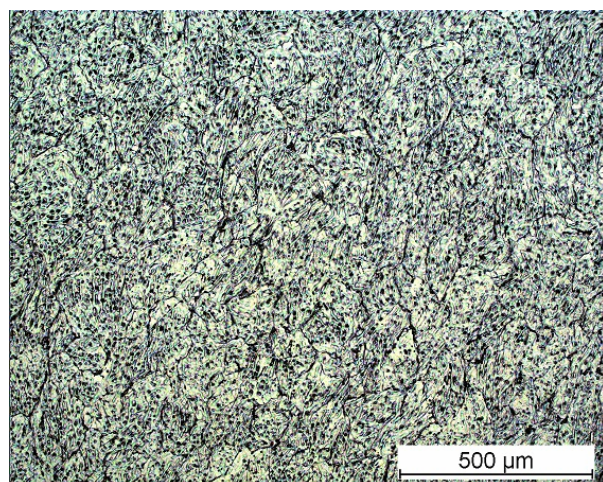
Prvok	Mg	Al	Sr
Obsah [hm.%]	94,4	5	0,6

Tab č. 5.1 – nominálne zloženie horčíkovej zliatiny AJ51

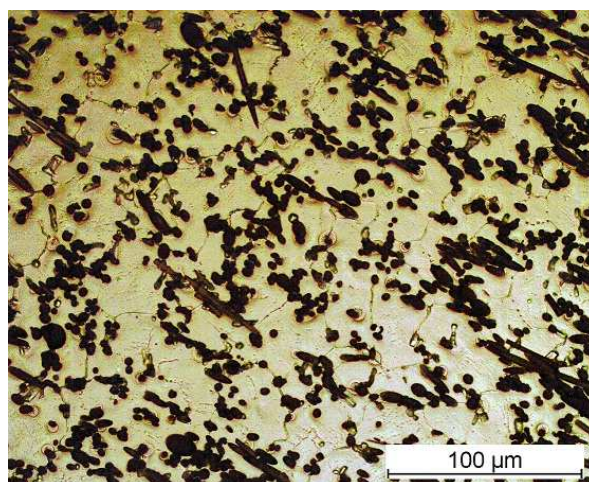
Spevňujúcu fázu tvorili tzv. Saffilové® vlákna (ihlové kryštály  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) s priemernou dĺžkou  $87 \mu\text{m}$  a priemerom  $3 \mu\text{m}$ . Valcové vzorky o dĺžke  $12 \text{ mm}$  a priemere  $6 \text{ mm}$  boli pripravené z odliatku tak, že vlákna boli orientované pozdĺžne.

S optickým mikroskopom bol pozorovaný počiatkový stav matrice a kompozitu. Priesečnickovou metódou som nameril priemernú veľkosť zrn ( $d$ ) v oboch prípadoch. V matici priemer zrna bol  $d_m = (110 \pm 30) \mu\text{m}$  a v kompozite  $d_k = (44 \pm 13) \mu\text{m}$ .

a)



b)



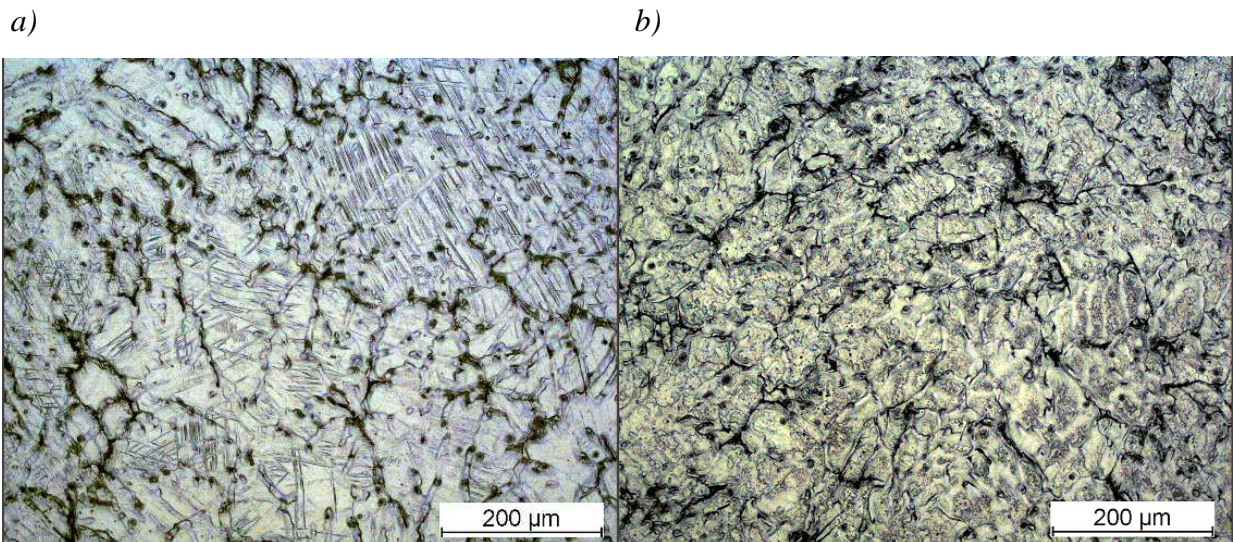
Obr. 5.1.1 – Východiskové stavy a) horčíkovej matrice a b) kompozitu



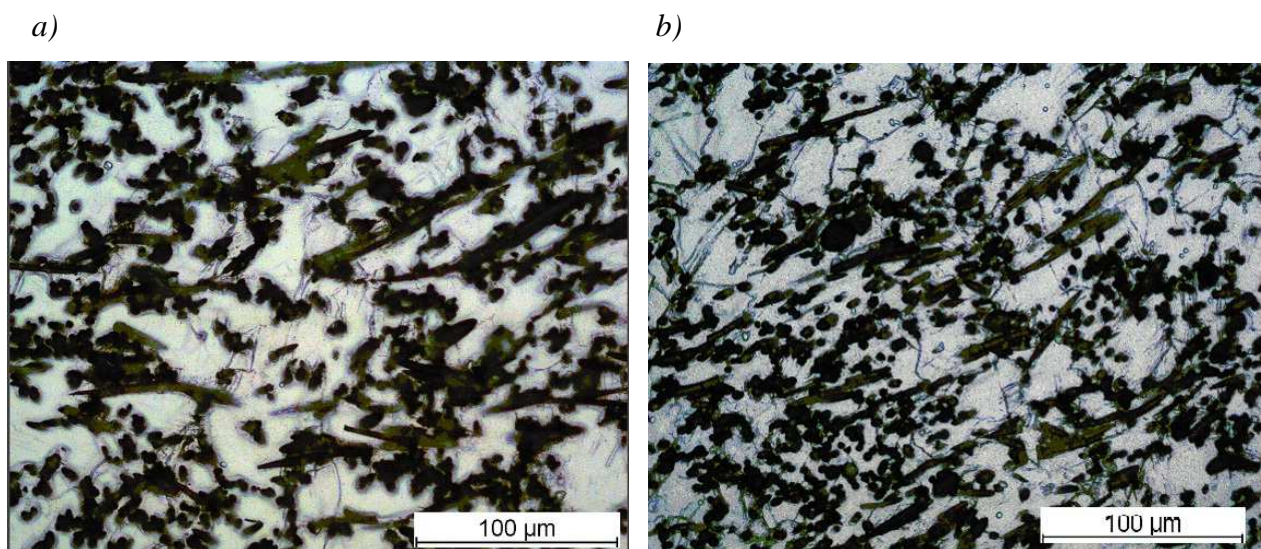
---

## 5.2. Deformácia materiálu

Na matrici a na kompozite boli urobené deformačné skúšky. Vzorok som deformoval paralelne s dominantnou orientáciou vlákien. S metalografickým mikroskopom som pozoroval zmeny na mikroštruktúre látky.



Obr. 5.2.1 – Mikroštruktúra matrice po deformácií a) pri izbovej teplote b) pri teplote 200°C

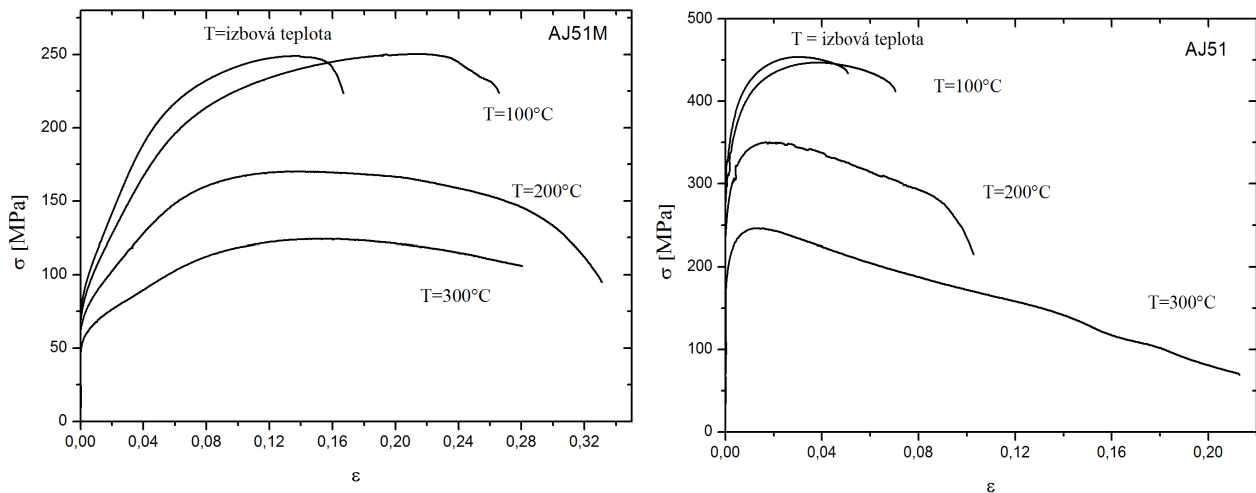


Obr. 5.2.2 – Mikroštruktúra kompozitu po deformácii a) pri izbovej teplote b) pri teplote 200 °C

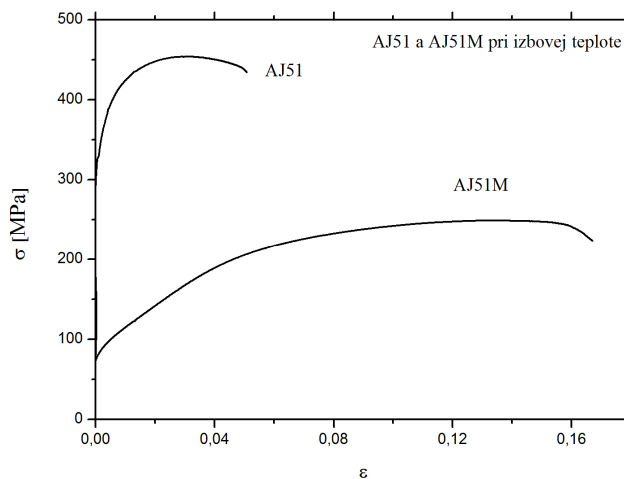
Príprava vzoriek na metalografické pozorovanie je popísané v kapitole 4.2. Na každej vzorke boli nafotené fotky v rôznych priblíženiach. Na fotke 5.2.2 čierne objekty boli identifikované ako spevňujúca fáza. Vidíme, že nie všetky vlákna boli rovnako orientované. Dôvodom tejto skutočnosti je spôsob prípravy materiálu. Vplyvom tlakového liatia niektoré vlákna sa vychýlia zo smeru, v ktorom boli usporiadané v predforme.

S porovnaním mikroštruktúrou matrice a kompozitu na obrázkoch 5.2.3-4 je pozorovateľné, že pokiaľ počas deformácie zliatiny vznikli dvojčatá vo veľkom množstve, v kompozite tento deformačný mechanizmus bol výrazne potlačený, zrejme vplyvom redukovanej veľkosti zrna v kompozite.

Deformačné krivky sú uvedené na nasledujúcich grafoch na ktorých sú znázornené skutočné napätia na závislosti skutočného predĺženia.



Obr. 5.2.3-4 – Deformačné skúšky a) matrice b) kompozitu pri rôznych teplotách.



Obr. 5.2.5 – Porovnanie deformačných kriviek matrice a kompozitu AJ51 pri izbovej teplote.

Vidíme, že pri oboch vzorkách deformačné napätie klesá s rastúcou teplotou. Najmenší rozdiel bol medzi izbovou teplotou a pri 100 °C, pri teplote 100 °C napätie rástlo pomalšie, ale na konci dosiahlo rovnakú maximálnu hodnotu, dokonca v prípade matrice to aj

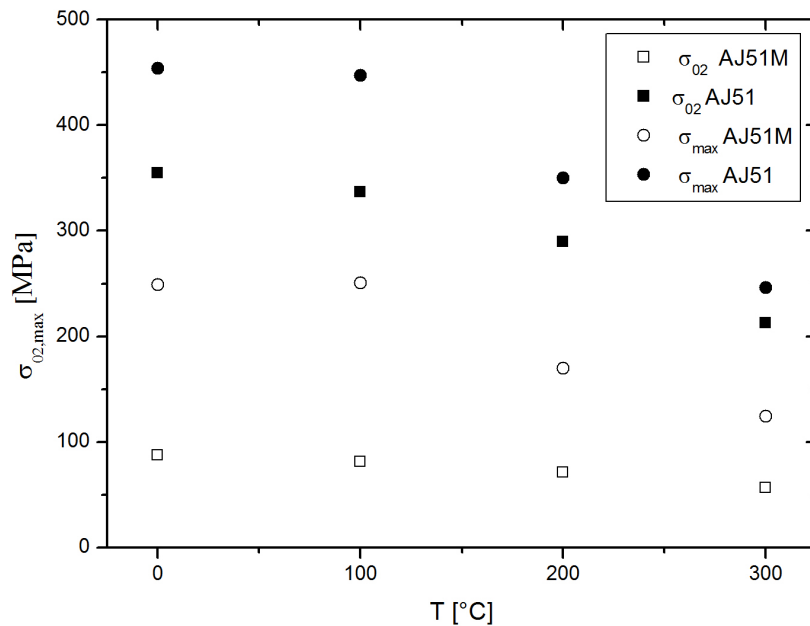
prekročilo. Pri vyšších teplotách degradácia mechanických vlastností je výraznejšia. Môže to byť spôsobené tým, že od teploty 200 °C nastane aktivácia aj nezáálnych sklzových systémov. [5] Stojí za povšimnutie, že v prípade kompozitu pri vyšších teplotách odpevnenie sa uskutoční už pri veľmi malých deformáciách zrejme v dôsledku vyššieho vnútorného napätia.

Porovnal som deformačné krivky pri izbovej teplote (Obr. 5.2.3). Je očividné, že ťažnosť kompozitu je výrazne menšia. Na druhej strane medza sklzu a pevnosti vykazujú omnoho vyššie hodnoty. Pokiaľ v prípade kompozitov sme pozorovali krehký lom, u zliatiny tento mechanizmus sme nezistili.

Charakteristické hodnoty deformačných kriviek (medzu sklzu a pevnosti) som zobrazil na Obr. 5.2.6 a číselné hodnoty sú v tabuľke 5.2.1. Spevnenie je výraznejšie pre kompozit, čo vyplýva z väčšieho rozdielu medze pevnosti a sklzu. Z obr. 5.2.4 je jasne viditeľný, že kompozit má skoro dvakrát väčšiu medzu pevnosti ako matrica. Najpodstatnejší rozdiel medzi dvoma materiálmi je v hodnote medze sklzu: pridanie spevňujúcej fázy do matrice výrazne zvýšilo túto hodnotu. Spevnenie v kompozitoch závisí na geometrických parametroch spevňujúcej fázy ako rozmer a tvar vlákien a ich objemový podiel. Významnú úlohu hrajú aj fyzikálne vlastnosti, ako koeficient objemovej rozťažnosti, mikroštruktúra a mechanické vlastnosti všetkých komponentov.

T [°C]	AJ51M matrica		AJ51 kompozit	
	$\sigma_{02}$	$\sigma_{max}$	$\sigma_{02}$	$\sigma_{max}$
RT	87.4	248.9	354.4	453.8
100	81.0	250.3	336.9	447.0
200	71.2	170.0	289.7	350.2
300	56.5	124.4	212.5	246.1

Tab. 5.2.1 – sklzové napätie a maximálne napätie v závislosti na teplote

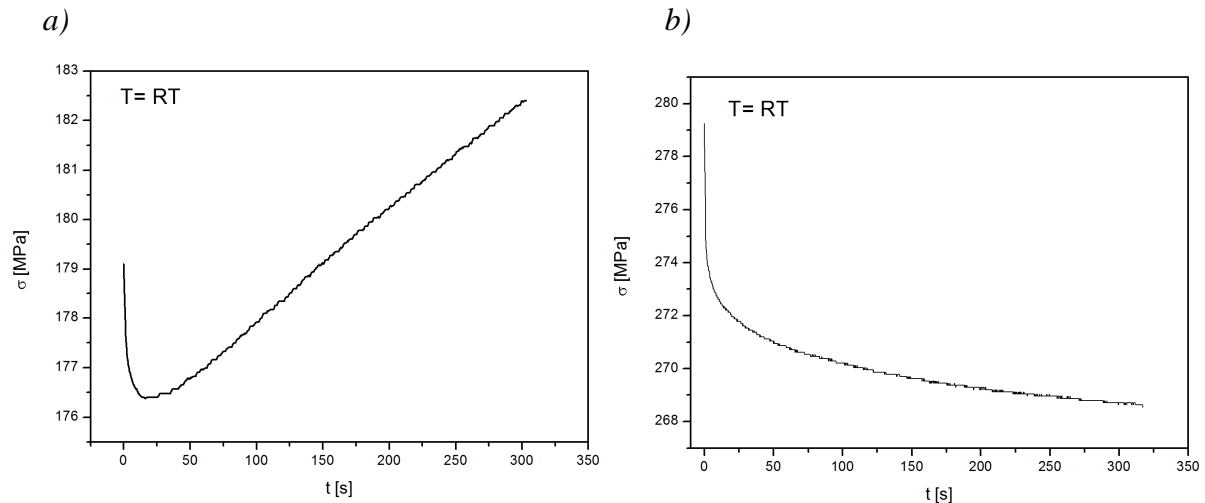


Obr. 5.2.6 – sklzové napätie a maximálne napätie závislosti na teplote u matici (AJ51M) a u kompozitu (AJ51)

### 5.3. Meranie napät'ovo relaxačnou metódou

Aby sme lepšie pochopili procesy, ktoré nastanú priebehom plastickej deformácie, je užitočné použiť metódu napät'ovej relaxácie. Postup metódy je popísaný v 4. kapitole. Rovnako ako u deformačných skúškach aj tu som spravil meranie na matici a na kompozite pri teplotách 20°C, 100 °C, 200 °C a 300 °C.

Napät'ovo relaxačné krivky kompozitu pri izbovej teplote sa s uvedenými metódami sa nedajú vyhodnotiť. Vzorka pri plastickej deformácii sa chovala inak, ako sme to očakávali. Objavuje sa takzvaný efekt deformačného starnutia, kde krivka po dosiahnutí kritického napätia, čo je minimálne napätie, sa začne rásť s časom. Aby som objasnil príčinu tohto chovania, nameral som napät'ové relaxácie na tepelne spracovanej vzorke. Rozdiel medzi relaxačnými krivkami v oboch prípadoch sú vykreslené na grafoch 5.3.1-2. Na tepelne spracovanej vzorke efekt deformačného starnutia som už neobjavil.



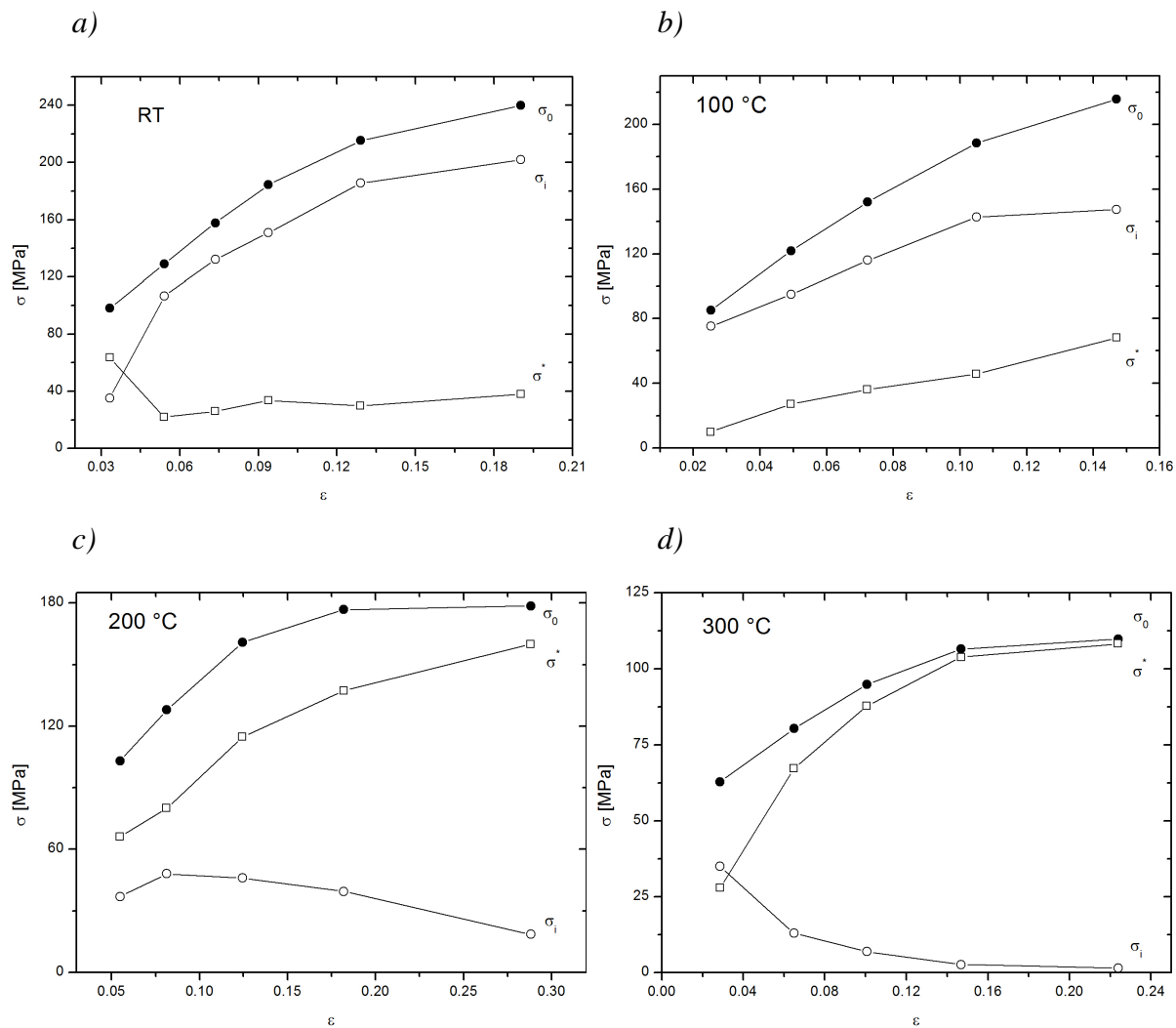
Obr. 5.3.1-2 – Napät'ová relaxácia na kompozite AJ51 a) pred tepelným spracovaním b) po tepelnom spracovaní.

V prvom kroku som určil komponenty aplikovaného napätia: vnútorné napätie ( $\sigma_i$ ) a efektívne napätie ( $\sigma^*$ ). Používal som Liovu metódu [6], kde relaxačnú krivku som preložil funkciou:

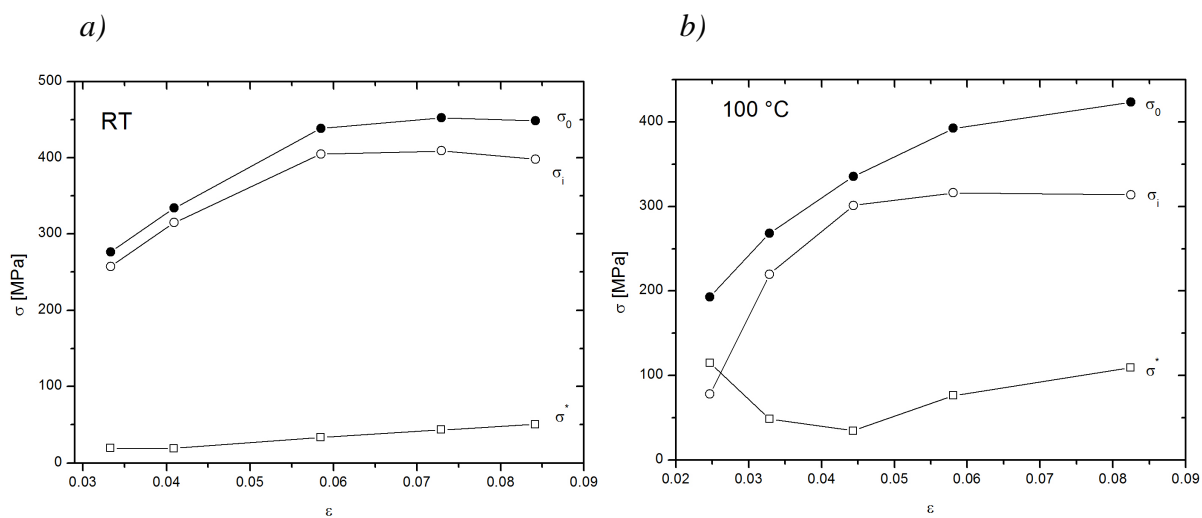
$$\sigma - \sigma_i = [a(m-1)]^{\frac{1}{1-m}} (t-t_0)^{\frac{1}{1-m}} \quad (7)$$

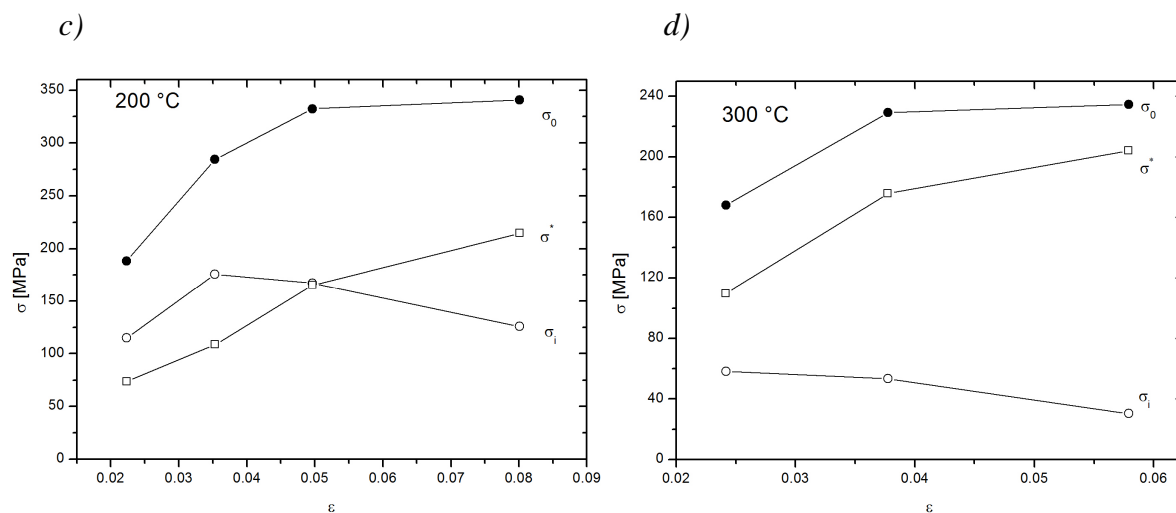
kde  $a$ ,  $t_0$ ,  $m$  a  $\sigma_i$  sú fitovacie parametre. Efektívne napätie potom som dostal jednoducho z rovnice  $\sigma^* = \sigma - \sigma_i$ , kde  $\sigma$  je napätie na začiatku napät'ovej relaxácie.

V nasledujúcich obrázkoch (Obr. 5.3.3 až 5.3.9), kde sú vykreslené skutočné napätie v závislosti na skutočnom predĺžení, sa dá pozorovať vývoj komponentov aplikovaného napätia s rastúcou teplotou. Vnútorné napätie pri izbovej teplote tvorí podstatnú časť aplikovaného napätia. Vnútorné napätie závisí na hustote dislokácií ako  $\sigma_i \propto \rho^{\frac{1}{2}}$ . S rastúcou teplotou táto veličina klesá a to poukazuje na pokles hustoty dislokácií. V tej časti krivky, kde vnútorné napätie je približne konštantné, alebo pomaly klesá, zrejme nastane rovnováha medzi vznikom a anihiláciou dislokácií.



Obr. 5.3.3-6 –Komponenty aplikovaného napätia v závislosti na skutočnom predĺžení v matrici AJ51 pri teplote a) RT b) 100 °C c) 200 °C d) 300 °C





Obr. 5.3.7-9 –Komponenty aplikovaného napätia v závislosti na skutočnom predĺžení u kompozitu AJ51 pri teplote a) RT b) 100 °C c) 200 °C d) 300 °C

V ďalšom kroku som z relaxačných kriviek vypočítal aktivačný objem ( $V$ ) v závislosti skutočného predĺženia ( $\epsilon$ ). Aktivačný objem je definovaný ako  $V = bdL_c$ , kde  $b$  je Burgersov vektor,  $d$  je dĺžka prekážky a  $L_c$  je dĺžka dislokačného segmentu okolo prekážky. Takže aktivačný objem predstavuje hodnotu, ktorú dislokačné línie musia prekonať aby sa mohli pohybovať ďalej. Relaxačné krivky som nafitoval Felthamovou rovnicou [7]:

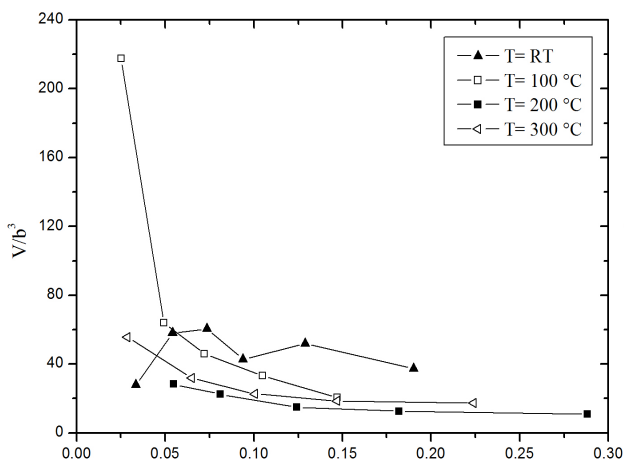
$$\Delta\sigma(t) = \sigma(0) - \sigma(t) = \alpha \ln(\beta t + 1) \quad (8)$$

kde  $\sigma(0) = \sigma_0$  napätie na začiatku napät'ovej relaxácie v čase  $t=0$  s a  $\alpha$  a  $\beta$  sú fitované parametre. Na  $\alpha$  platí vzťah:

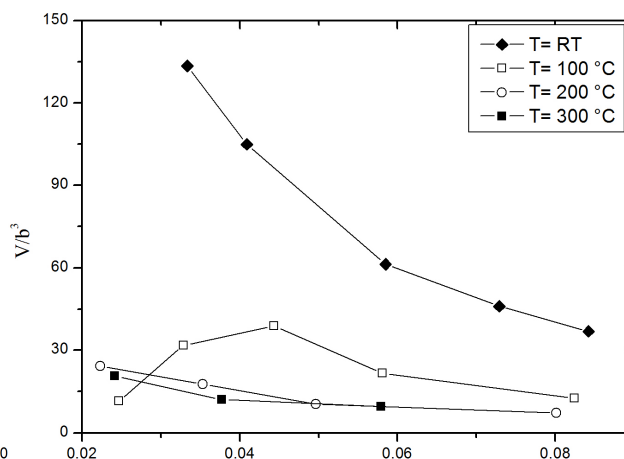
$$\alpha = \frac{kT}{V} \quad (9)$$

kde  $k$  je Boltzmannova konštanta a  $T$  je teplota zadaný v Kelvinoch.

Výsledky sú znázornené na obrázkoch 5.3.3-9. Hodnota aktivačného objemu  $V$  je delené s treťou mocninou Burgersovho vektoru  $b^3$ . Jeho veľkosť:  $b^3 = 3.2768 \cdot 10^{-29} \text{ m}^3$ .



Obr. 5.3.10 – Aktivačný objem v matici AJ51 na závislosti skutočného predĺženia

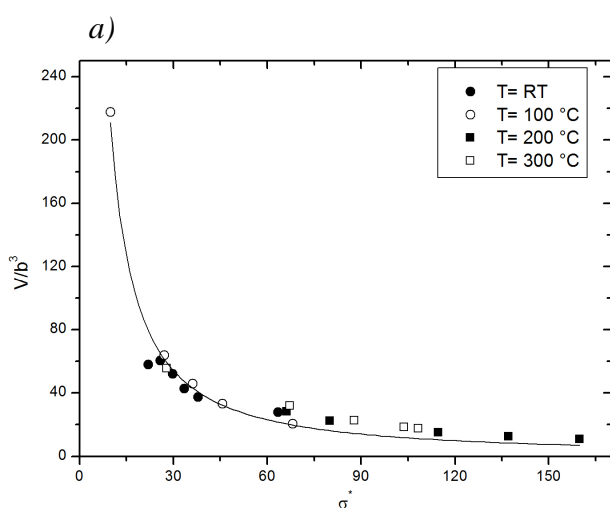


Obr. 5.3.11 – Aktivačný objem v kompozitu AJ51 na závislosti skutočného predĺženia

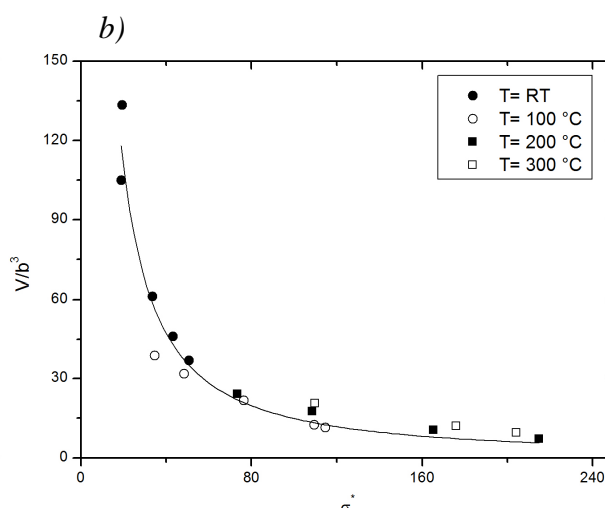
Aktivačný objem na závislosti efektívneho napätia nám dal zaujímavé výsledky. Keď vynesieme všetky hodnoty do jedného obrázku, zistíme, že ležia na jednej krivke. Na popis tejto krivky Kocks et al. navrhoval nasledujúcu rovnicu [8]:

$$V = \frac{\Delta G_0 p q}{\sigma_0^*} \left[ 1 - \left( \frac{\sigma^*}{\sigma_0^*} \right)^p \right]^{q-1} \left( \frac{\sigma^*}{\sigma_0^*} \right)^{p-1} \quad (10)$$

Kde  $\Delta G_0$  je Gibbsov potenciál,  $\sigma_0^*$  je efektívne napätie pri teplote 0 K a parametre  $p$  a  $q$  popisujú tvar prekážky. Pomocou tohto vzťahu by sa dala zistiť aktivačná energia, ale bohužiaľ máme málo experimentálnych bodov na jej presné určenie.



Obr. 5.3.12-13 – Aktivačný objem v závislosti od efektívneho napätia a) pri matici b) pri kompozitu





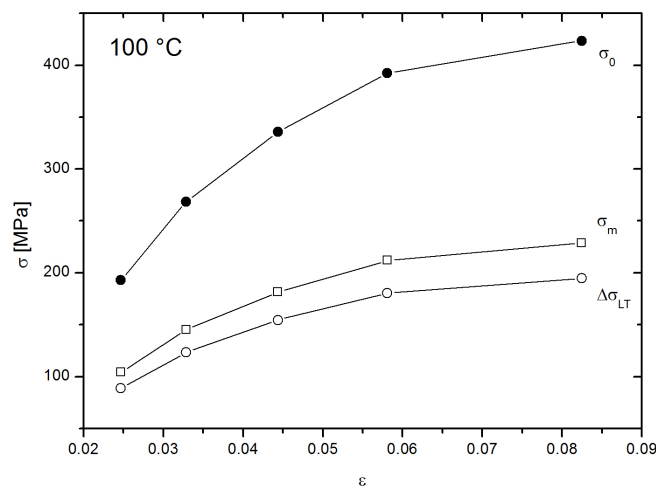
V kompozite vnútorné napätie má zložku ( $\sigma_{LT}$ ), ktorá popisuje napätie potrebné na deformáciu kompozitu v dôsledku prenesenie zaťažovania z matrice na kompozit a zložku, ktorá je potrebná na vznik a pohyb dislokácií  $\sigma_i^D$ . Napätie  $\sigma_{LT}$  sa dá vyjadriť vzťahom [9]:

$$\sigma_{LT} = \sigma_m \left[ 1 + \frac{(L + d_t)A}{4L} \right] f + \sigma_m (1 - f) \quad (11)$$

kde  $\sigma_m$  je sklzové napätie matrice,  $f$  je objemový pomer vlákna v kompozite,  $L$  je dĺžka vlákna v smere aplikovaného napätia,  $d_t$  je priemer vlákna a  $A$  je pomer strán ( $L/d_t$ ). Z deformačného napätia môžeme získať aj konkrétnu hodnotu napätia preneseného na spevňujúcu fázu ( $\Delta\sigma_{LT}$ ):

$$\Delta\sigma_{LT} = 0,6(\sigma_{LT} - \sigma_m) \quad (12)$$

kde rozdiel dvoch napätí je vynásobený faktorom 0,6 z geometrických dôvodov. Súčet napätia na vláknach a napätie matici nám dáva aplikované napätie. Veľkosť týchto zložiek je vykreslené na obrázku 5.3.14, kde môžeme pozorovať, že hodnoty  $\sigma_m$  a  $\Delta\sigma_{LT}$  sú približne rovnaké a ich pomer sa s teplotou sa výrazne nezmení.



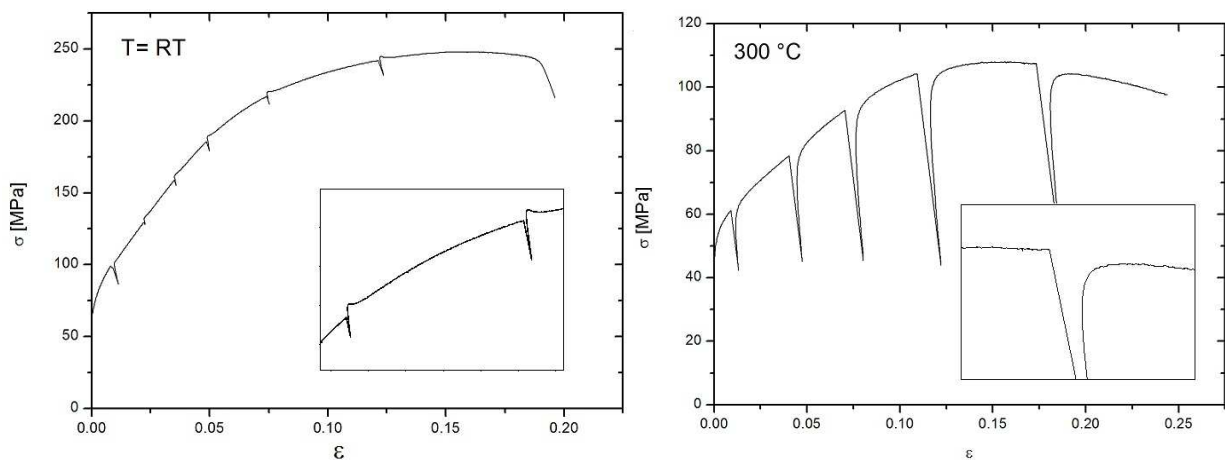
Obr. 5.3.14 – Rozklad aplikovaného napätia na fázach

V kompozitách existujú aj ďalšie spevňujúce mechanizmy. Najdôležitejšie mechanizmy som uviedol v tabuľke 5.3.2 [10]:

Mechanismus	Rovnica	
Termické dislokácie	$\rho_T = \frac{Bf\Delta\alpha\Delta T}{b(1-f)} \frac{1}{t_m}$	$B=10$ pre vlákna a $B=12$ pre častice $\Delta\alpha\Delta T$ – termické napätie

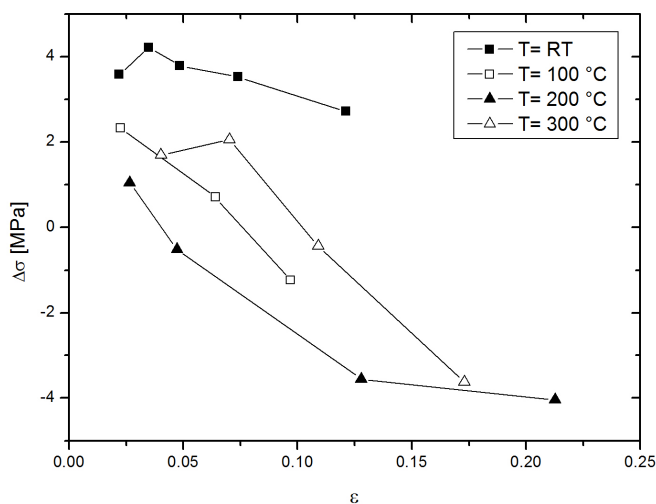
Geometricky potrebné dislokácie	$\rho_G = \frac{f8\varepsilon_p}{bt_m}$	$\varepsilon_p$ – plastické napätie
Rozšírená dislokačná hustota	$\Delta\sigma_D = \alpha_1\psi Gb(\rho_T + \rho_G)^{1/2}$	$\alpha_1$ – konštanta $\psi$ – Taylorov faktor $G$ – je modul pružnosti
Orowanovo spevnenie	$\Delta\sigma_{OR} = \frac{Gb}{\Lambda} + \frac{5}{2\pi} Gf\varepsilon_p$	$\Lambda$ – vzdialenosť medzi vláknami
Jemnosť veľkosti zŕn	$\Delta\sigma_{GS} = K_y(d_2^{-1/2} - d_1^{-1/2})$	$K_y$ – konštanta $d_1, d_2$ – veľkosť zŕna
Priemerné zbytkové napätie v matici	$\langle\sigma_m\rangle_{\max} = \frac{2}{3}\sigma_y \ln\left(\frac{1}{f}\right) \frac{f}{1-f}$	$\sigma_y$ – sklzové napätie v matici

Po vystrihnutí relaxačných kriviek v niekoľkých prípadoch na deformačnej krivke som objavil post-relaxačné efekty. Po napät'ovej relaxácii vzorka pre pokračovanie deformácie potrebuje väčšie napätie, než aké sme dosiahli pred relaxáciou. Tento efekt môžeme vysvetliť procesom starnutia, to znamená, že priebehom relaxácie prímesové atómy sa difundujú k dislokáciám a tak zablokujú ich pohyb. Preto dislokácie potrebujú väčšie napätie na prekonanie týchto prekážok. Na obrázku 5.3.15 a) je jasne viditeľný post-relaxačný efekt.



Obr. 5.3.15 – Post relaxačný efekt na matici deformovanej a) pri izbovej teplote b) pri teplote 300 °C už sa tento efekt neobjavil.

Pri vyšších teplotách sa prejavuje aj opačný efekt, kde po napät'ovej relaxácii na začiatku deformácie sa nevrátilo napätie do pôvodného stavu, ale začal sa deformovať pri nižšom napätí. V každom prípade som určil, kde bol možný rozdiel medzi napätím pred relaxáciou a po maximálnou hodnotou po relaxácii. Výsledky sú vykreslené na obrázku 5.3.16. Z výsledkov vidíme, že post-relaxačný efekt silne závisí od stupne deformácie a teploty.



Obr. 5.3.16 – napätový rozdiel v závislosti skutočného napätia

## 6. Záver

### 6.1. Zhrnutie výsledkov

Hlavné výsledky sú uvedené v nasledujúcich bodoch:

- V kompozite pri izbovej teplote sa pozoroval efekt deformačného starnutia
- Mikroštruktúralne pozorovanie odhalilo, že na rozdiel od zliatiny, v kompozite vznik deformačných dvojčiat je výrazne obmedzená .
- Bola zistená, že spevňujúca fáza zvýšila hodnotu medze sklzu približne štyrikrát a medzu pevnosti zhruba dvakrát.
- S vyhodnotením napätovo relaxačných kriviek s Liovou metódou bola pozorovaná, že pri nízkych teplotách podstatnú časť aplikovaného napätia tvorí vnútorné napätie. Jeho hodnota s rastúcou teplotou klesá a hlavnú rolu prevezme efektívne napätie.
- Bola zistená, že v prípade zliatiny závislosť aktivačného objemu na efektívnom napätí sa dá popísať tzv. Kocksovou funkciou.
- V kompozite bolo určené, akú časť záťaže nesie spevňujúca fáza.
- V kompozite bol pozorovaný post-relaxačný efekt.

---

## 6.2. Námety pre ďalšiu prácu

Experimentálne výsledky ponúkajú ďalšie otázky na ktorých by bolo dobré nájsť odpoveď. Námety pre ďalšiu prácu sú nasledovné:

- Skúmať podrobne efekt deformačného starnutia v kompozite a objasniť príčiny jeho vzniku.
- Pomocou metódy akustickej emisie pozorovať deformačne mechanizmy v reálnom čase.
- Objasniť, že akú úlohu hrajú ďalšie spevňujúce mechanizmy v materiáli.

---

## 7. Literatúra

- [1] K. Máthis: *Disertační práce: Studium procesů plastické deformace horčíkových slitin, MFF UK, 2003*
- [2] Z. Száraz: *Disertační práce: Studium mechanických a fyzikálních vlastností kompozitů na bázi perspektivních hořčíkových slitin; MFF UK 2009.*
- [3] Z. Trojanová, V. Gärtnerová, A. Jäger, A. Námešný, M. Chalupová, P. Palček, P. Lukáč: *Mechanical and fracture properties of an AZ91 Magnesium alloy reinforced by Si and SiC particles; Composites Science and Technology 69, 2009, 2256-2264.*
- [4] Z. Trojanová, P. Lukáč: *Deformation mechanisms operating during plastic flow of an AZ63 magnesium alloy studied by the stress relaxation technique; Communications, 2010, 5-11.*
- [5] S.R. Agnew, C.N. Tomé, D.W. Brown, T.M. Holden, S.C. Vogel: *Study of slip mechanisms in a magnesium alloy by neutron diffraction and modeling; Scripta Mater., 48, 2003, 1003.*
- [6] Li, J. C. M.: *Dislocation dynamics in deformation and recovery; Canad. J. Appl. Phys. 45, 1967, 493-509.*
- [7] Feltham, P.: *Stress Relaxation in Magnesium at Low Temperatures; Phys. Stat. Sol 3, 1943, 11.*
- [8] Kocks, U. F., Argon, A. S., Alby, M. F.: *Thermodynamics and kinematics of slip; Progr. Mater. Sci. 19, 1975, 1.*
- [9] Aikin, Jr., R. M.-Christodoulou, L.: *The role of equiaxed particles on the yield stress; of composites Scripta Metall. Mater., 25, 1991, 9.*
- [10] Z. Trojanová, P. Lukáč, Z. Száraz : *Strengthening and recovery in AX41 magnesium alloy reinforced with short Saffil fibres; Kovove Mater. 45, 2007, 287.*