



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

MECHANICKO-STRUKTURNÍ CHARAKTERISTIKY SLITINY HOŘČÍKU AZ31 S ROZDÍLNÝM OBSAHEM VÁPŇÍKU.

DETERMINATION OF MECHANICAL PROPERTIES AND STRUCTURAL EVALUATION OF THE
ALLOY
AZ31 WITH DIFFERENT CONTENT OF CALCIUM

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

MIROSLAVA HORYNOVÁ

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

prof. Ing. TOMÁŠ PODRÁBSKÝ, CSc.

BRNO 2009

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství

Akademický rok: 2008/2009

ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

student(ka): Miroslava Horynová

který/která studuje v **bakalářském studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911R011)**

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

Mechanicko-strukturní charakteristiky slitiny hořčíku AZ31 s rozdílným obsahem vápníku.

v anglickém jazyce:

Determination of Mechanical Properties and Structural Evaluation of the Alloy AZ31 with Different Content of Calcium

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Stanovení mechanických vlastností a hodnocení struktury slitiny AZ31 s rozdílným obsahem vápníku vyrobené metodou squeeze casting.

Cíle bakalářské práce:

- 1) Kvantifikovat morfologii vyskytujících se strukturních fází uvedených slitin.
- 2) Stanovit mechanické vlastnosti.
- 3) Určit vliv různého obsahu vápníku na mechanické vlastnosti uvedených slitin.

Seznam odborné literatury:

- [1] DRÁPAL, J., KUCHAR, L., TOMÁŠEK, K., TROJANOVÁ, Z. : Hořčík, jeho slitiny a binární systémy hořčík-příměs. Ostrava: VŠB Ostrava, 2004. 172 s.
- [2] ROUČKA, J.: Metalurgie neželezných slitin. Akademické nakladatelství CERM, s.r.o. Brno, 2004.
- [3] PTÁČEK, L a kol.: Náuka o materiálu II., Akademické nakladatelství CERM, Brno, 1999.
- [4] AVEDESIAN, M.M., BAKER, H.: ASM Specialty Handbook Magnesium and Magnesium Alloys, ASM International Ohio, USA 1999.
- [5] BROOKS, CH.R.: Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys. ASM Ohio, USA, 1995. 419 s.

Vedoucí bakalářské práce: prof. Ing. Tomáš Podrábský, CSc.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2008/2009.

V Brně, dne 14.11.2008

L.S.

prof. RNDr. Jaroslav Cihlář, CSc.
Ředitel ústavu

doc. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc.
Děkan fakulty

Abstrakt

V této bakalářské práci jsou porovnávány mechanické vlastnosti hořčíkové slitiny AZ31 s rozdílným obsahem vápníku. Jednotlivé vzorky jsou bez Ca, s 0,5hm%, 1hm% a 2hm% Ca. Práce obsahuje údaje o chemickém složení jednotlivých vzorků, fotografie jejich mikrostruktury, výsledky tahových zkoušek a měření tvrdosti. Slitiny s obsahem 1hm% a 2hm% Ca byly tepelně zpracovány pro porovnání se vzorky ve výchozím stavu.

Klíčová slova

hořčíková slitina AZ31, vápník, mechanické vlastnosti, korozní chování, tepelné zpracování

Abstract

Mechanical properties of magnesium alloy AZ31 with different content of calcium were compared in this bachelor thesis. Specimens contain 0,5 wt%, 1 wt%, 2 wt% Ca and one of them was free of calcium. Specimens with 1 wt% and 2 wt% of calcium were heat treated to match them up with as fabricated alloy. The thesis presents information about chemical composition and results of tensile and hardness tests. Microstructures of alloys recorded on the light microscopy pictures are included as well.

Key words

magnesium alloy AZ31, calcium, mechanical properties, corrosion behavior, heat treatment

Bibliografická citace

HORYNOVÁ, M. *Mechanicko-strukturní charakteristiky slitiny hořčíku AZ31 s rozdílným obsahem vápníku..* Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2009. 44 s. Vedoucí bakalářské práce prof. Ing. Tomáš Podrábský, CSc.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma “Mechanicko-strukturní charakteristiky slitiny hořčíku AZ31 s rozdílným obsahem vápníku” vypracovala samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který tvoří přílohu této práce.

Podpis bakaláře

Datum: 24.5.2009

.....
Miroslava Horynová

Poděkování

Chtěla bych tímto poděkovat zaměstnancům Ústavu materiálových věd a inženýrství, Fakulty strojního inženýrství, VUT v Brně za rady a připomínky, které mi pomohly při vypracování této práce.

Obsah

Úvod.....	2
1. Literární studie.....	3
1.1. Hořík.....	3
1.2. Výroba hoříku.....	3
1.3. Hoříkové slitiny	4
1.3.1. Přísadové prvky a jejich vliv na vlastnosti hoříkových slitin	4
1.4. Značení hoříkových slitin podle ASTM	6
1.5. Značení hoříkových slitin podle EN.....	7
1.6. Hoříkové slitiny na odlitky	7
1.7. Hoříkové slitiny ke tváření	8
1.8. Slitina AZ31	9
1.9. Technologie výroby hoříkových slitin.....	12
1.9.1. Gravitační lití do pískových forem.....	12
1.9.2. Tlakové lití	12
1.9.3. Squeeze casting	13
1.10. Korozní chování hoříku a jeho slitin	14
1.11. Tepelné zpracování hoříkových slitin.....	15
1.11.1. Rozpouštěcí žhání	15
1.11.2. Rekrytalizační žhání	15
1.11.3. Žhání k odstranění vnitřního napětí	16
1.11.4. Vytvrzování.....	16
2. Cíle práce.....	18
3. Experimentální materiál	19
4. Použité experimentální metody	19
5. Výsledky experimentu.....	21
5.1. Metalografická analýza	21
5.2. Statická zkouška tahem	33
5.3. Měření tvrdosti	37
6. Rozbor a diskuze výsledků.....	38
7. Závěr.....	41
8. Literatura	42
9. Použité zkratky	44

Úvod

Snížení hmotnosti a rozměrů při zachování dostatečných hodnot mechanických vlastností je jedním z požadavků na dnes vyráběné součásti. Používání slitin lehkých neželezných kovů, jako jsou slitiny hliníku a hořčíku, tyto požadavky splňuje a přispívá ke snižování zátěže životního prostředí i díky možnosti recyklace těchto materiálů.

O vývoj hořčíkových slitin se postaral automobilový a letecký průmysl. Poprvé byly hořčíkové slitiny použity na skříň pro klikovou hřídel a skříň převodovky v automobilu Volkswagen Brouk. Hmotnost těchto odlitků byla 17 kg a oproti odlitkům z litiny tak bylo ušetřeno 50 kg z celkové hmotnosti automobilu. Společnost Volkswagen představila automobil ve 30. letech minulého století a od té doby vyrobila přes 20 milionů kusů, což představuje spotřebu více než 400 000 tun hořčíkových slitin [1, 2]. V dnešní době se už ale z hořčíkových slitin nevyrábí jen součásti pro automobilový a letecký průmysl, ale i pouzdra mobilních telefonů, fotoaparátů, těla počítačů, šicí stroje a sportovní náčiní.

Velkým problémem hořčíkových slitin je jejich špatná korozní odolnost, na kterou má vliv mimo jiné i chemické složení slitiny. Vápník v hořčíkových slitinách od určitého obsahu korozní odolnost zhoršuje [1]. Otázkou je, jaký má vliv na mechanické vlastnosti a je-li případný nárůst jejich hodnot dostatečný, aby vyvážil zhoršenou korozní odolnost. V této práci proto bude posuzován vliv obsahu vápníku na změnu mechanických vlastností hořčíkové slitiny AZ31.

1. Literární studie

1.1. Hořčík

Hořčík je neželezný, nepolymorfní kov krystalizující v hexagonální mřížce s mřížkovými parametry $a = 0,32092 \text{ nm}$, $c = 0,52105 \text{ nm}$ a osovým poměrem $c/a = 1,623$, který se blíží ideálnímu poměru pro nejtěsnější uspořádání (1,633). V důsledku nedostatku skluzových systémů je špatně tvařitelný za studena, kdy se skluz realizuje pouze v bazálních rovinách. Od teploty 225 °C probíhá skluz i v pyramidálních rovinách $\{1011\}$ [1, 3].

V periodické tabulce se nachází v druhém sloupci, má tedy dva valenční elektrony, které při slučování snadno odevzdává. Je velice reaktivní a to hlavně s kyslíkem, který je elektronegativní a dva elektrony snadno přijímá. Má tedy špatnou korozní odolnost, obtížně se odlévá a zpracovává za vysokých teplot [3].

Hořčík se také vyznačuje nízkou rychlostí difuzních pochodů. To se projeví při tepelném zpracování Mg slitin, které potřebují delší prodlevy na teplotách, než například slitiny hliníku [4].

Jako nejlehčí konstrukční kov s hustotou 1738 kg/m^3 , umožňuje snížit hmotnost vyráběných součástí. Velké využití má hlavně v automobilovém a leteckém průmyslu ve formě slitin. Využívá se také jako redukční činidlo při výrobě titanu, jako modifikátor LKG a legující prvek železa a neželezných kovů [1, 3, 4].

1.2. Výroba hořčíku

Světové oceány tvořené z 0,13% hořčíkem představují jeho nevyčerpatelný zdroj. Technologie výroby hořčíku jsou ovšem náročné a drahé a to se ve výsledku projeví na ceně hořčíkových slitin a možnostech jejich využití [1, 3].

Dvě hlavní technologie výroby hořčíku jsou tavná elektrolýza MgCl_2 v prostředí roztaveného chloridového elektrolytu a termická redukce MgO vhodným redukčním činidlem [3].

Při procesu tavné elektrolýzy se připraví chlorid hořečnatý úplnou dehydratací roztoku MgCl_2 nebo konverzí roztoku MgCl_2 na MgO a plynnou chlorací na bezvodý roztok MgCl_2 . Následně se provede elektrolýza, jejímiž produkty jsou hořčík a plynný chlor, který se znovu používá při přípravě MgCl_2 ve formě HCl nebo Cl_2 . Takto získaný hořčík má čistotu 99,4 až 99,6 % Mg. MgCl_2 se získává z magnezitu, solanky nebo mořské vody, která odpovídá 80% produkce [1,3].

Technologicky jednodušším postupem je termická redukce oxidu hořečnatého. Při karbotermické redukci se jako redukční činidlo používá uhlík, při karbidotermické karbidy hliníku a vápníku. Metalotermická redukce využívá jako činidla kovy (Si, Al, Cu) a jejich slitiny. Nejdražší surovinou vsázky je redukovalo, jehož účinnost a cena určuje efektivnost výroby. V dnešní době se proto průmyslově využívá pouze silikotermická redukce pomocí ferosilicia. Vstupní surovinou je pálený dolomit $\text{CaO} \cdot \text{MgO}$ nebo pálený magnezit obohacený vápnem na poměr $\text{CaO} \cdot \text{MgO}$ jako u dolomitu. Proces se uskutečňuje ve vakuu nebo inertoní atmosféře, aby páry hořčíku nereagovaly s kyslíkem. Získaný hořčík má čistotu maximálně 99,8 % [3].

Následuje proces rafinace, při kterém se odstraní kovové (Fe, Si, Ca a těžké neželezné kovy) i nekovové nečistoty přidáním roztavených chloridů. Ty pokrývají povrch nečistot a díky vyšší hustotě se usazují u dna jako kal. Snižuje se také obsah vodíku na hodnoty 1 až 7 ml/100g Mg probubláváním Cl, N, Ar nebo He taveninou. Při odlévání se musí udržovat laminární proudění a ustálený tok kovu, používá se ochranná atmosféra He, Ar nebo směs hexafluoridu síry, oxidu uhličitého a vzduchu. Výsledný hořík má po odlití čistotu 99,90 až 99,95 % [3].

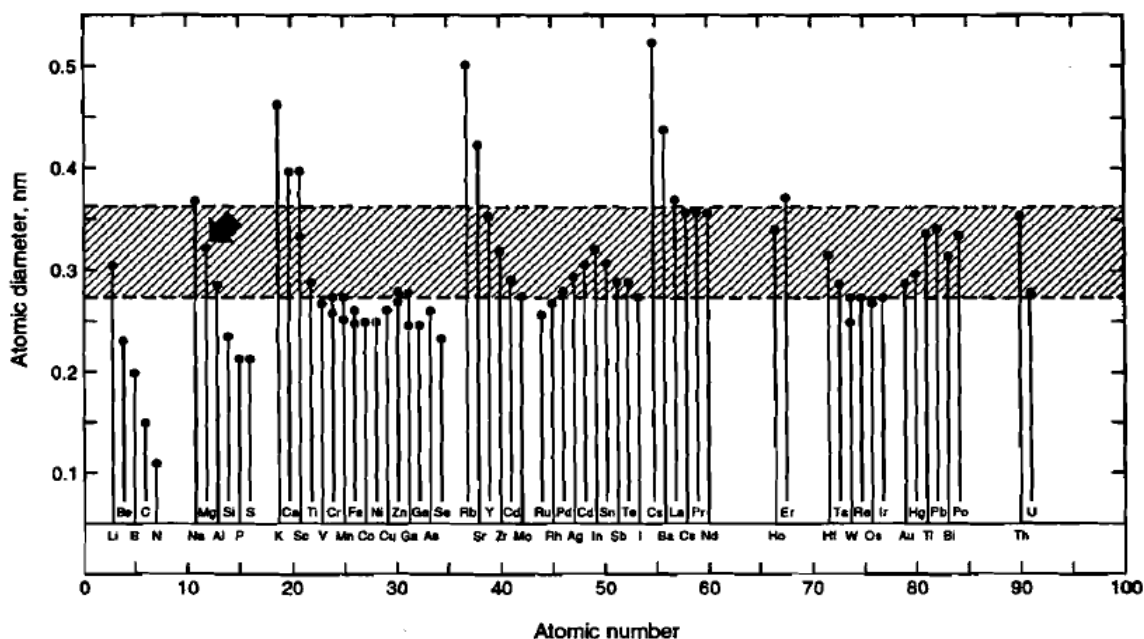
1.3. Hoříkové slitiny

Hoříkové slitiny rozdělujeme na slitiny ke tváření a na odlitky, které díky malé tažnosti Mg převažují. Hlavní předností Mg slitin je jejich nízká měrná hmotnost, dobrá měrná pevnost, schopnost tlumení vibrací, dobré slévárenské vlastnosti a velmi dobrá obrobiteľnosť. Dále je důležitá i možnost recyklace. Nevýhodou jsou pak špatná tvařitelnost za studena, vysoká reaktivita slitin a jejich špatná korozní odolnost [3, 4].

Tyto slitiny najdou své využití v automobilovém průmyslu a celkově v dopravě, kde se při snížení hmotnosti snižuje i spotřeba pohonných hmot. Snížením hmotnosti se zmenšuje i setrvačná síla působící na součásti pracující při vysokých otáčkách [3].

1.3.1. Přísadové prvky a jejich vliv na vlastnosti hoříkových slitin

Přidáním dalších prvků zlepšujeme mechanické vlastnosti při zachování předností hoříku. Ne všechny prvky jsou ale vhodné a při jejich volbě se řídíme určitými pravidly. Hlavními vlastnostmi, které ovlivňují fyzikální metalurgii slitin, jsou druh krystalové mřížky a atomový poloměr. Vzájemná rozpustnost prvků je určena velikostním faktorem. Rozdíl ve velikosti atomu základního kovu a přísady by neměl být větší než 15 %. Na obrázku č. 1 jsou v odpovídajícím rozmezí ukázány prvky, které tuto podmínku splňují. Rozhodující jsou také elektrochemické vlastnosti, které by měly být podle Hume-Rotheryho faktorů co nejpodobnější. Velký rozdíl valence mezi přísadovým prvkem a hoříkem, který je silně elektropozitivní, vede ke vzniku vysoce stabilních sloučenin. Příkladem jsou Si a Sn [2, 5].



Obrázek 1 Vhodnost legujících prvků hoříkové slitiny podle velikostního faktoru [1]

Nejčastěji používaným přísadovým prvkem je **hliník** (3 až 9 hm%). Jeho maximální rozpustnost v hořčíku je 12,7 hm% při eutektické teplotě 437 °C. Slitiny s více než 6 hm% Al se mohou tepelně zpracovávat. Při ochlazování precipituje z tuhého roztoku intermetalická fáze $Mg_{17}Al_{12}$, dochází k poklesu tvárnosti a zhoršení creepové odolnosti. Se zvyšujícím se obsahem Al se zvětšuje i interval tuhnutí a náchylnost k výskytu mikrostaženin a ředin při gravitačním lití. [2, 3].

Beryllium ve velmi malém množství (do 0,001 hm%) snižuje pravděpodobnost oxidace během tavení, odlévání a svařování. Může ale způsobit zhrubnutí zrna při odlévání do pískových forem [1].

Cín v malém množství spolu s hliníkem snižuje tvorbu trhlin při tváření za tepla [1].

Křemík zlepšuje zabíhavost Mg slitin, ale zhoršuje korozní odolnost, je-li ve slitině přítomen s železem [1].

Lithium má dobrou rozpustnost v Mg (max. 17%) a jeho přidáním můžeme ještě více snížit hustotu a tedy i hmotnost hořčíkových slitin. Nad 10,4 hm% Li vzniká β -fáze s BCC mřížkou, která umožňuje lepší tváření slitin. Přidáním lithia se snižuje pevnost a zvyšuje plasticita. Mg-Li slitiny jsou vhodné k vytvrzování. Proces stárnutí začíná už při překročení teploty 60 °C [1, 6].

Mangan zvyšuje korozní odolnost v prostředí slané vody u slitin Mg-Al a Mg-Al-Zn vyvázáním Fe a těžkých kovů na relativně neškodné sloučeniny, z nichž některé jsou odstraněny při procesu tavení. Dále také zjemňuje zrna a zlepšuje svařitelnost. Množství přidaného Mn je omezeno jeho malou rozpustností v hořčíku [1, 3].

Měď zvyšuje pevnost za vysokých teplot, ale při překročení 0,05hm% snižuje korozní odolnost [1].

Nikl a železo už při malém množství silně zhoršují korozní odolnost. Nejlepší korozní odolnosti je dosaženo, nepřesáhne-li obsah každého z těchto prvků 0,005 % [1].

Stříbro zlepšuje mechanické vlastnosti u vystárnutých slitin a mechanické vlastnosti za zvýšených teplot u slitin s thoriem [1, 3].

Thorium zlepšuje creepovou odolnost při teplotách až do 370 °C a svařitelnost u slitin se zinkem. Slitiny s thoriem se přestávají používat kvůli radioaktivnosti thoria [1, 3].

Vápník přidaný v malém množství bezprostředně před odlitím brání oxidaci při odlévání a následném tepelném zpracování. Dále zlepšuje válcovatelnost plechů, ale při překročení 0,3 hm% zhoršuje svařitelnost. Využívá se také pro zlepšení creepové odolnosti, kdy je málo teplotně stabilní fáze $Mg_{17}Al_{12}$ nahrazena fází Al_2Ca [1- 3].

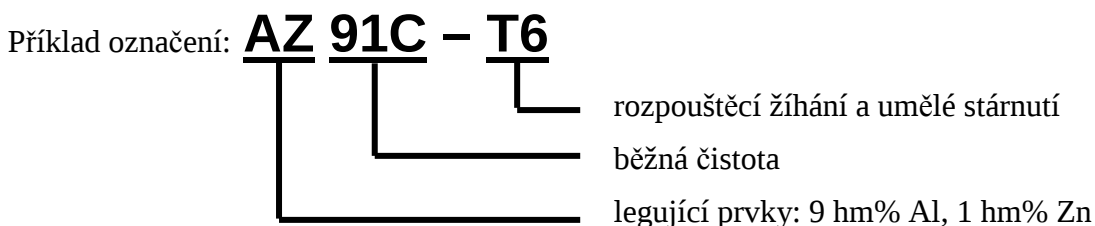
Zinek je po hliníku nejčastěji používaným prvkem v Mg slitinách. Zvyšuje pevnost a pomáhá předcházet korozi způsobené přítomností Fe a Ni. Více než 1 hm% Zn ve slitinách se 7 až 10 hm% Al podporuje vznik vlastní vnitřní napjatosti vlivem změny teploty. V kombinaci se Zr, Th nebo prvky vzácných zemin vznikají vytvrditelné slitiny s dobrou pevností [1]. Ve slitině AZ91 zinek způsobuje vznik mikropórů [3].

Zirkonium rozpuštěné v tuhém roztoku zjemňuje zrna ve slitinách se Zn, Th a prvky vzácných zemin. Není vhodné ve slitinách s Al a Mn, se kterými tvoří stabilní sloučeniny [1].

Pro slitiny používané při teplotách nad 200 °C se pro zlepšení vlastností za zvýšených teplot a zvýšení creepové odolnosti používají jako legury prvky vzácných zemin - Ce, Nd, Pr, Y a dále také Ag a Zr. Navíc zlepšují svařitelnost a díky zkrácené době tuhnutí omezují porezitu. Tyto slitiny jsou drahé a mají špatné slévárenské vlastnosti [1, 2].

1.4. Značení hořčíkových slitin podle ASTM

ASTM- American Society for Testing and Materials používá pro značení hořčíkových slitin systém kombinující číslice a písmena, který se skládá ze tří částí. Označení hlavních legujících prvků, jejich obsah zaokrouhlená na celá hmotnostní procenta a písmeno, které určuje rozdíl mezi slitinami se stejným obsahem majoritních legur. Pro slitiny ve vývoji se zde uvádí písmeno X. Za pomlčkou je pak uveden stav materiálu, případně druh tepelného zpracování [1].



Označení legujících prvků

A	hliník	M	mangan
C	měď	Q	stříbro
E	PVZ	S	křemík
H	thorium	W	yttrium
K	zirkonium	Z	zinek
L	lithium		

Označení stavu materiálu a tepelného zpracování

F	bez TZ
O	rekrytalizační žíhání (pouze pro výkovky)
H	deformační zpevnění
T	jiný způsob TZ
W	rozpouštěcí žíhání

Pro deformační zpevnění dále používáme rozšířené označení s přidanými číslicemi.

H1	pouze deformační zpevnění
H2	deformační zpevnění a částečné žíhání
H3	deformační zpevnění a stabilizace

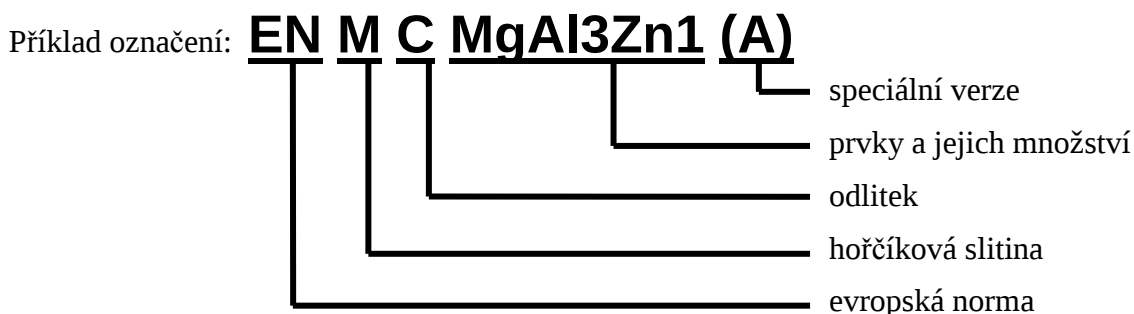
Stejně tak používáme i přesnější určení pro písmeno T.

T1	ochlazení a přirozené vystárnutí
T2	žíhání (jen pro odlitky)
T3	rozpouštěcí žíhání a deformační zpevnění
T4	rozpouštěcí žíhání a přirozené vystárnutí
T5	umělé vystárnutí
T6	rozpouštěcí žíhání a umělé vystárnutí

T7	rozpouštěcí žíhání a stabilizace
T8	rozpouštěcí žíhání, deformace za studena a umělé vystárnutí
T9	rozpouštěcí žíhání, umělé vystárnutí a deformace za studena
T10	ochlazení, umělé vystárnutí a deformace za studena

1.5. Značení hořčíkových slitin podle EN

Označení hořčíkových slitin podle Evropských norem je odvozeno z německých norem DIN. Písmeno M označuje hořčíkové slitiny, další písmeno je označení, jedná-li se o ingot nebo odlitek. Písmenem B označujeme ingoty, písmenem C odlitky. Následují značky majoritních prvků a jejich obsah ve slitině, případně označení speciální verze slitiny (A).



1.6. Hořčíkové slitiny na odlitky

Mechanické vlastnosti Mg slitin na odlitky jsou horší než u slitin tvářených, lze je ale zlepšit zjemněním zrna. Dle druhu slitin je možné přidat vhodné očkovoadlo, přehřát taveninu před odlitím, nebo přidat zirkonium. Problémem u slitin na odlitky je velká reaktivnost taveniny a tedy nutnost udržovat stále taveninu v ochranné atmosféře a to i při tuhnutí odlitku ve formě. Reaktivnost může být snížena přidáním Be, které má však za následek zhrubnutí zrna a musíme tedy ještě zjemnit zrno přidáním Zr [7].

Mg-Al-Zn Nejpoužívanější Mg-slitiny na odlitky používané pod názvem elektron. Obsahují do 12% Al, 3% Zn a až 0,5 % Mn pro zlepšení korozní odolnosti a jsou použitelné do 150 °C. Používají se i slitiny s 2 až 6% Al s Ni, které mají $R_m = 140$ až 200 MPa a dále se ještě vytvrzují [7].

Mg-Al-PVZ Slitiny s dobrými vlastnostmi za zvýšených teplot. Fáze $Mg_{17}Al_{12}$ je nahrazena intermetalikem Al-PVZ. Slitiny jsou vhodné pouze pro tlakové lití, při pomalém tuhnutí se tvoří hrubé částice Al_2PVZ . Slitiny obsahují také zirkonium pro zjemnění zrna a zlepšení korozní odolnosti. Maximální napětí roste s obsahem Al a PVZ, R_e závisí na obsahu PVZ [3, 7].

Mg-Al-Si Slitiny s vysokou teplotou tání a dvěma typy intermetalik $Mg_{17}Al_{12}$ a Mg_2Si fázi s vysokou teplotní stabilitou, které jsou schopny zachycovat dislokace a blokovat hranice zrn a tím i zvyšovat creepovou odolnost. Při pomalém chlazení má Mg_2Si morfologii čínskému písma a materiál má malou tažnost. Při tlakovém lití je zpevňující fáze jemně rozdělená a materiál má dobrou tepelnou odolnost a lomovou houževnatost [3].

Mg-Al-Ca Levnější alternativa Mg-slitin s PVZ pro aplikace za vyšších teplot. Precipitační proces závisí na poměru Ca/Al. Od cca 0,8 jsou přítomny částice Mg_2Ca , Al_2Ca , které zvyšují tvrdost. Při poměru menším než 0,8 jsou přítomny pouze Al_2Ca . Částice precipitují na hranicích zrn a jejich hustota roste s rostoucí koncentrací příměsí a poměrem Ca/Al [3].

Mg-Y-KVZ Creepu odolné slitiny neobsahující hliník. Zjemnění zrna tedy můžeme provést přidáním Zr. Slitiny jsou precipitačně vytvrditelné, využívají se v leteckém průmyslu [3].

Mg-Zn-KVZ Slitiny se střední pevností a velmi dobrou tažností. Příměs Zr zjemňuje zrna a tím zvyšuje pevnost bez výrazného poklesu tažnosti. Používají se v automobilovém průmyslu [3].

Mg-Zn-Cu Slitiny s dobrými vlastnostmi za vysokých teplot a dobrou tažností. Přídavek Mn zabraňuje přestárnutí a zvyšuje napětí na mezi kluzu [3].

1.7. Hořčíkové slitiny ke tváření

Všechny tyto slitiny kromě Mg-Li krystalizují v hexagonální soustavě a jsou tvářeny při teplotách 300 až 400 °C. Oproti litým Mg slitinám mají jemnější zrna, homogennější strukturu a tedy i mechanické vlastnosti.

Mg-Mn Nízké hodnoty mechanických vlastností u těchto slitin lze zvýšit tvářením za studena nebo precipitačním vytvrzováním. Slitina má ze všech Mg slitin nejlepší korozní odolnost, pevnost se pohybuje v rozmezí 230 až 245 MPa, tažnost je 7 až 17% [6].

Mg-Zn-Zr Zinek (4,8 až 6,2 %) zpevňuje tuhý roztok, zirkonium (0,6 až 0,9 %) zjemňuje zrna. Pevnost po tváření a tepelném zpracování se pohybuje v rozmezí 305 až 345 MPa, tažnost je mezi 11 až 16%. Používají se v leteckém průmyslu [6, 7].

Mg-Th Obsahují 2,5 až 4% Th a 0,4 až 1% Zr. Tyto slitiny se přednostně používají za zvýšených teplot okolo 205 až 315 °C. Mají velmi dobrou svařitelnost, používají se v letecké technice a kosmonautice [6].

Mg-Li Slitiny s velmi nízkou měrnou hmotností. Mají dvojnásobnou tuhost oproti ostatním Mg slitinám a asi pětikrát větší tuhost než Al slitiny. Mohou být vícekomponentní (další legury jsou Al, Zn, Si) nebo binární. Ty jsou tvořeny fází α (do 5,7 hm% Li) s HCP mřížkou, fází β (nad 10,4 hm% Li) s BCC mřížkou a směsí $\alpha+\beta$ (5,7 až 10,4 hm% Li). S přibývajícím Li se snižuje pevnost. Slitiny mají špatnou creepovou odolnost, vyznačují se nestabilitou mechanických vlastností za pokojových teplot a navíc jsou dost reaktivní. Jsou poměrně drahé a využívají se ve vojenském letectví a kosmonautice [3, 6].

Mg-Al-Zn Obsahují 3 až 9 hm % Al a do 1,5 hm% Zn. S vyšším obsahem Zn stoupá hustota slitiny a náchylnost k růstu zrna. Mají dobré pevnostní vlastnosti za zvýšených teplot a dobrou tvařitelnost za studena. Se zvyšujícím se obsahem přísad se zhoršuje jejich tvařitelnost za studena a korozní odolnost, horní hranice použitelnosti je 200 °C. Používají se pro výrobu tvarově složitých výkovků a vylisků, precipitačně se vytvrzují. Pevnost slitin je podle tepelného zpracování a množství přísadových prvků 240 až 350 MPa, tažnost se pohybuje kolem 6% [6, 7].

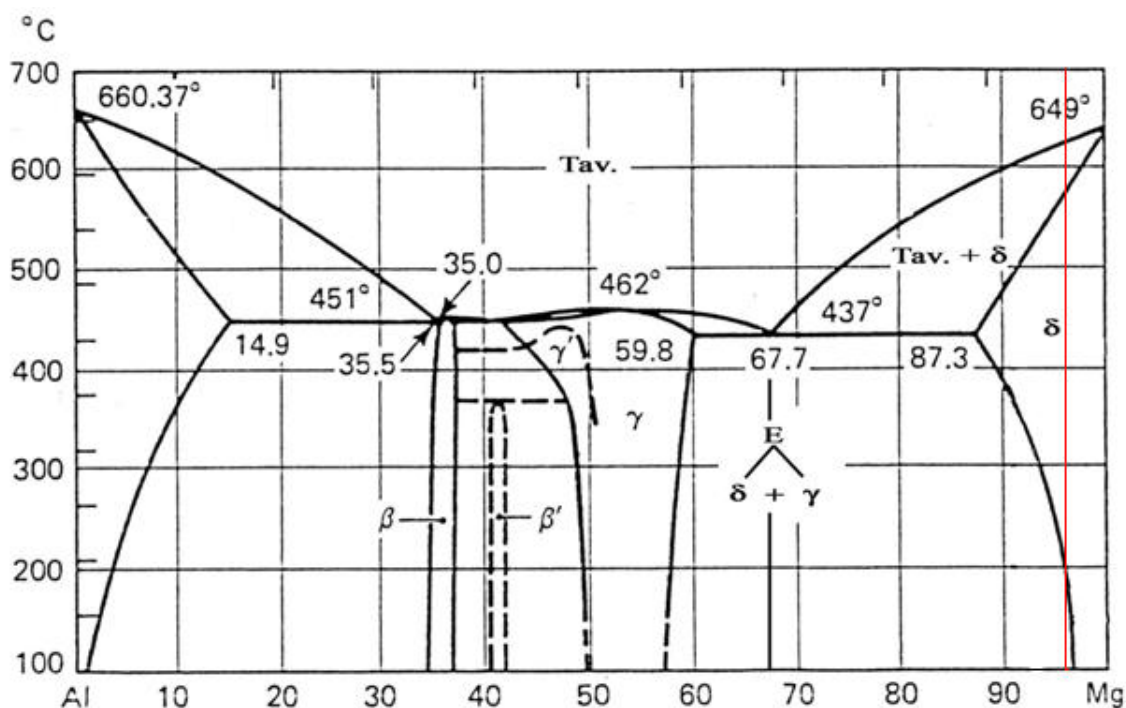
1.8. Slitina AZ31

Jedná se o experimentální materiál použitý v této práci. Tato slitina má dobré plastické vlastnosti, dobrou třískovou obrobiteľnosť a je vhodná ke svařování. Není vytvrditelná a ve vlhkém prostředí a prostředí obsahujícím sůl je náchylná ke korozi (obr. 11). Používá se pro tvářené součásti bez tepelného zpracování, případně po T4. Výrobky z této slitiny jsou určeny pro nízká zatížení a teploty [8, 9].

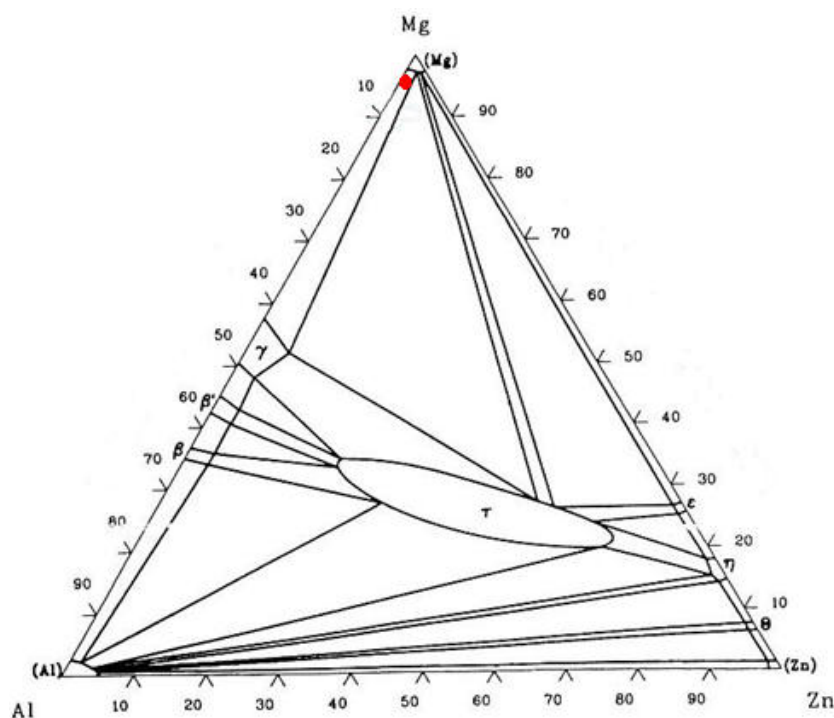
V tabulce č. 1 je uvedeno chemické složení slitin AZ31 dle ASTM. V binárním diagramu Al-Mg (obr. 2) a ternárním diagramu Mg-Al-Zn (obr. 3) je slitina AZ31 vyznačena červenou barvou. Na obrázku č. 4 je v ternárním diagramu Mg-Al-Ca červenou barvou vyznačena oblast zkoumaných slitin.

Tab. 1 Chemické složení slitiny AZ31 dle ASTM [1]

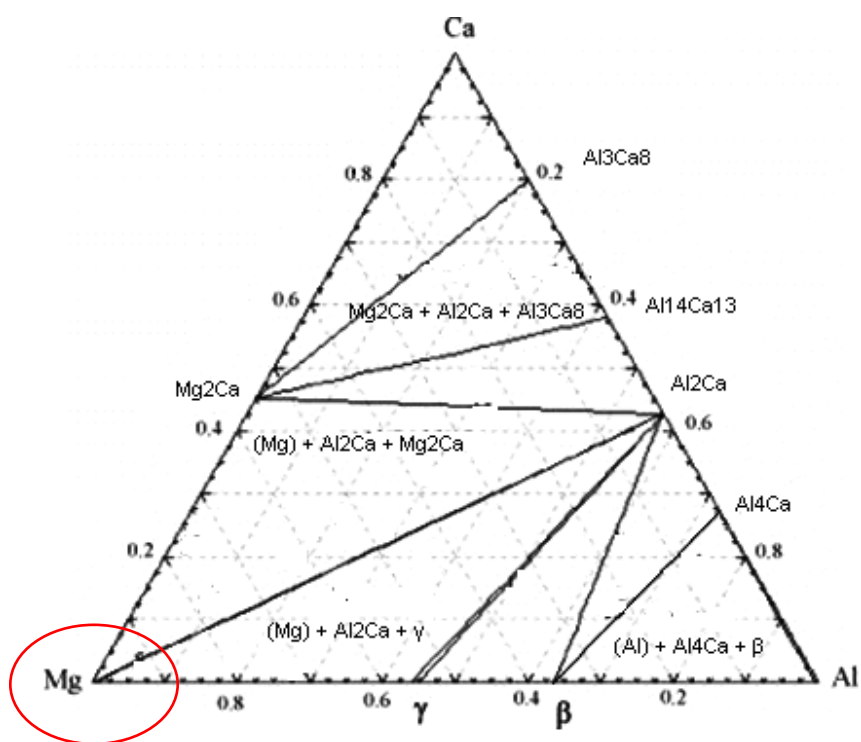
prvek [hm%] /slitina	Al	Mn	Zn	Cu	Si	Ni	Fe	ostatní prvky
AZ31B	2,5 - 3,5	0,2 - 1	0,6 - 1,4	max 0,1	max 0,1	max 0,005	max 0,005	max 0,3
AZ31C	2,4 - 3,6	0,15 - 1	0,5 - 1,5	max 0,1	max 0,1	max 0,03	-	max 0,3



Obrázek 2 Binární diagram Al-Mg [1]



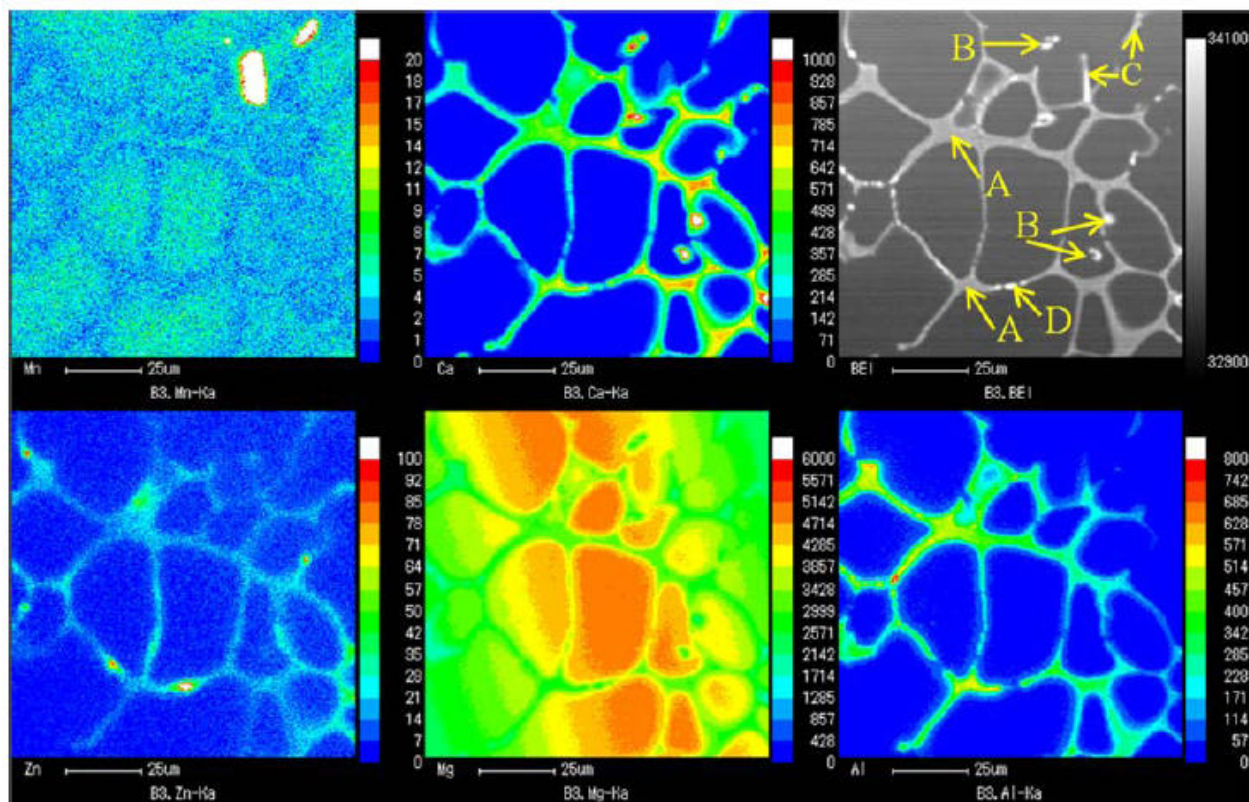
Obrázek 3 Ternární diagram Mg – Al – Zn [10]



Obrázek 4 Ternární diagram Mg – Al – Ca [11]

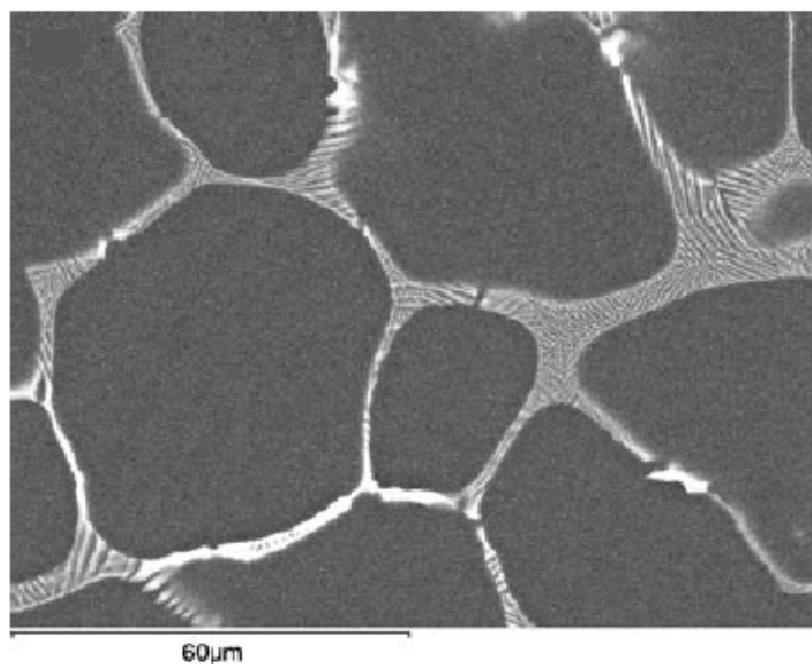
V experimentální části práce [12] byla popsána struktura slitiny AZ31. Slitina se skládá z tuhého roztoku (Mg) a dalších fází: $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$, $\text{Mg}_{21}(\text{Al}, \text{Zn})_{17}$ a Al_4Mn nebo Al_8Mn . U slitiny s vápníkem se navíc vyskytují fáze Al_2Ca , Mg_2Ca , $(\text{Al}, \text{Mg})_2\text{Ca}$, nebo směs těchto fází, které mají podobnou krystalovou strukturu. S rostoucím obsahem vápníku dochází k výraznému poklesu množství intermetalické fáze $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$. Na obrázku č. 5 jsou záznamy elektronově rentgenové mikroanalýzy (EPMA) slitiny AZ31 s 1 hm% Ca. Na obrázku

v pravém horním rohu jsou pak označeny jednotlivé fáze. A: $(\text{Al}, \text{Mg})_2\text{Ca}$ B: Mg_2Ca C: Al_4Mn nebo Al_8Mn D: $\text{Mg}_{21}(\text{Al}, \text{Zn})_{17}$.



Obrázek 5 Záznamy z EPMA analýzy slitiny AZ31 s 1 hm% Ca [12]

Na obrázku č. 6 je struktura slitiny AZ31 s 1 hm% Ca. Po hranicích je viditelná lamelární struktura $(\text{Al}, \text{Mg})_2\text{Ca}$ a tuhého roztoku, na kterou navazuje fáze $\text{Mg}_{21}(\text{Al}, \text{Zn})_{17}$ [12].



Obrázek 6 Struktura slitiny AZ31 s 1 hm% Ca, SEM [12]

1.9. Technologie výroby hořčíkových slitin

1.9.1. Gravitační lití do pískových forem

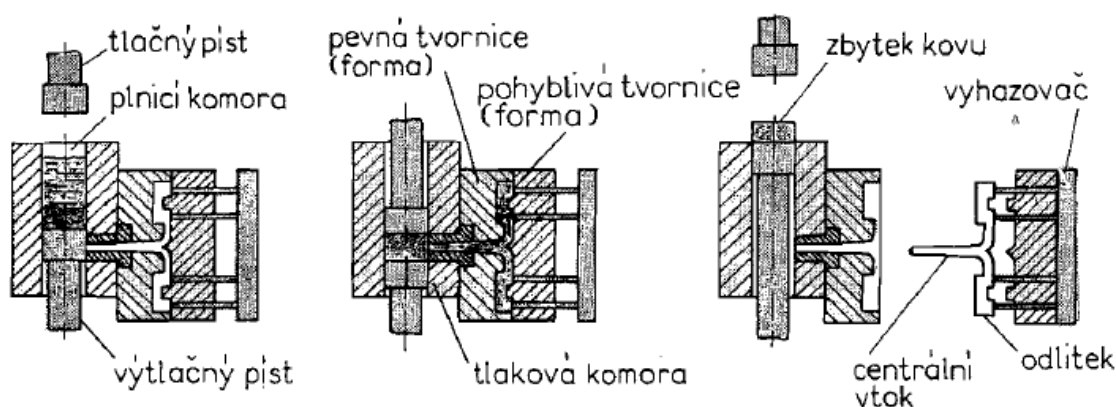
Tato metoda se používá na kusovou a malosériovou výrobu speciálních odlitků. Kov musí být celou dobu chráněn proti kontaktu s atmosférou, při lití se proud kovu zaprašuje práškovou sírou. Síru přidáváme i do formovacích směsí, aby se zamezilo hoření kovu ve formě. Problémem je velká rychlost lití a tuhnutí, kvůli které vzniká velké množství ředin a staženin. Odléváním ve vakuu se dá částečně zamezit vzniku ředin [2, 10].

1.9.2. Tlakové lití

Je to produktivní technologie pro výrobu přesných odlitků s jemnozrnnou strukturou a velmi kvalitním povrchem. Při odlévání touto technologií se roztavená slitina vstříkují do kovové formy pod vysokým tlakem a následně tuhne za působení tlaku. Odlitky, co se týče vnitřní homogenity, nebývají příliš kvalitní. Při rozstříknutí kovu ve formě dochází k jeho oxidaci a reakci s mazadly. Důsledkem je vznik velkého množství vměstků [2, 9].

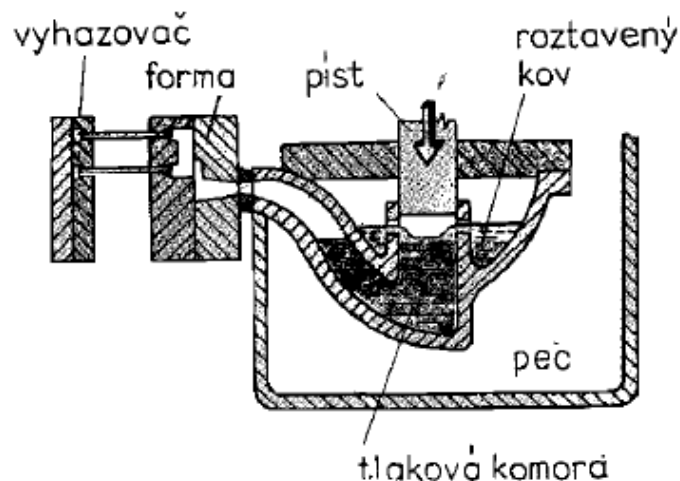
Optimálního způsobu plnění se dá dosáhnout správnou konstrukcí formy, vtokové soustavy a vhodným režimem plnění. Malým průřezem otvoru na přechodu vtoková soustava-odlitek dosáhneme lepšího vyplnění dutiny formy a navíc se tím usnadní oddělení odlitku od vtokové soustavy. Se zmenšujícím se otvorem se ale zvyšuje rychlost proudění taveniny. To má za následek vznik vírů, ztížený odvod plynu, jeho uzavírání v tavenině a následně pórovitost odlitku. Proto je nutné najít odpovídající kompromis. V případě většího průřezu se dá nedostatečná rychlost zvýšit nastavením vyššího tlaku [2, 9].

Podle konstrukce se stroje dělí na dva typy, se studenou a s teplou komorou. Stroje se studenou komorou (obr. 7) mají tavící pec postavenou mimo stroj. Roztavený kov se dopravuje do plnicí komory ručně nebo automaticky před každým odlitím [13].



Obrázek 7 Tlakové lití na stroji se studenou komorou [13]

Stroje s teplou komorou (obr. 8) mají tlakovou komoru umístěnou pod hladinou kovu v udržovací peci. Kov se nemusí do tlakové komory přelévát a nedochází tak k jeho oxidaci, teplotní ztráty jsou minimální [2].



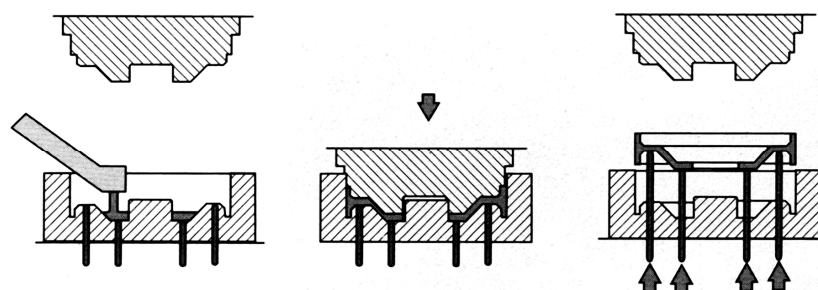
Obrázek 8 Lící stroj s teplou tlakovou komorou [13]

1.9.3. Squeeze casting

Progresivní metoda odlévání do kovových forem, která kombinuje pomalé lití a tuhnutí pod vysokým tlakem. Pórovitost odlitků je mnohem menší než při tlakovém lití, díky pomalejšímu plnění a působení tlaku po celou dobu jejich tuhnutí. Vysoký tlak dále zamezuje vzniku mezery mezi odlitkem a formou a tím zvyšuje intenzitu přestupu tepla. Velká rychlost tuhnutí má pak za následek jemnozrnnou strukturu a zmenšení velikosti intermetalických fází [2, 14].

Odlitky vyrobené metodou squeeze casting mají lepší mechanické vlastnosti, homogennější strukturu a větší přesnost. Proces je vhodný i pro výrobu vláknových nebo zrnitých kompozitů. Nevýhodou jsou vysoké náklady spojené s pořízením a provozem speciálních strojů [2].

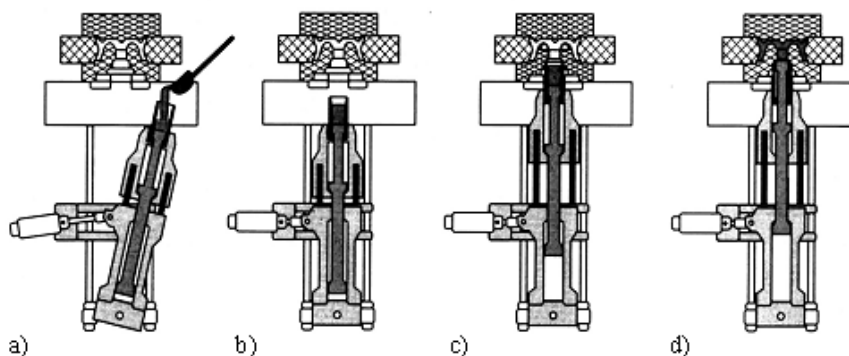
Squeeze casting můžeme provádět metodou přímou, nebo nepřímou. Při přímé metodě (obr. 9) se přesně odměřená dávka slitiny volně nalije do spodní části formy a uzavře horní částí. Tlak prostřednictvím horní části formy působí po celou dobu tuhnutí. Po ztuhnutí se odlitek vytlačí z formy pomocí vyhazovačů. Formy pro přímou metodu nejsou výrobně tak náročné, jako pro metodu nepřímou, ale množství taveniny pro každý odlitek musí být přesně odměřené [2, 14].



Obrázek 9 Squeeze casting přímou metodou [2]

U nepřímé metody (obr. 10) se tavenina nalévá do výklopné dávkovací komory (a), která je umístěna pod samotnou formou. Po naplnění se válec s dávkovací komorou vrátí do pracovní polohy (b) a spojí s formou (c). Slitina je přes zářezy vytlačována do formy

malou rychlostí (d), nedochází k turbulentnímu proudění, vzniku vírů a oxidaci. Tlak (ve dvou stupních) pak působí na odlitek po celou dobu tuhnutí. Nevýhodou této metody je odpad v podobě nálitku [2, 14].

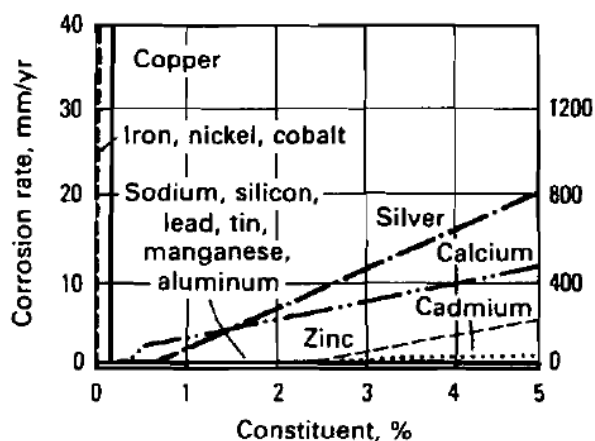


Obrázek 10 Squeeze casting přímou metodou [2]

1.10. Korozní chování hořčíku a jeho slitin

Čistý hořčík se při styku s atmosférou pokrývá oxidem hořečnatým, který se ve vlhkém prostředí mění na hydroxid hořečnatý. Stabilita této vrstvy je závislá na pH okolního prostředí. Při hodnotách pH v rozmezí 8,5 až 11,5 vzniká vrstva hydroxidů, která má více či méně ochranný charakter. Jsou-li hodnoty pH vyšší než 11,5, dochází k pasivaci povrchu a jeho ochraně stabilní vrstvou hydroxidů [1].

Z metalurgického hlediska je korozní chování hořčíku závislé na chemickém složení a mikrostruktuře dané slitiny. Vliv prvků na korozní rychlost binárních slitin Mg v prostředí slané vody je ukázán na obrázku č. 11. V důsledku zvýšeného obsahu nečistot v podobě těžkých kovů jako jsou železo, nikl nebo měď, dochází důlkové korozi [1].



Obrázek 11 Vliv prvků na korozní rychlost binárních slitin hořčíku v prostředí slané vody [1]

Koroze hořčíkových slitin v elektrolytech se projevuje zdrsňením povrchu a je obvykle rovnoměrná. Mechanismus a forma koroze jsou také ovlivněny tím, je-li slitina v kontaktu s jiným kovem nebo slitinou [1].

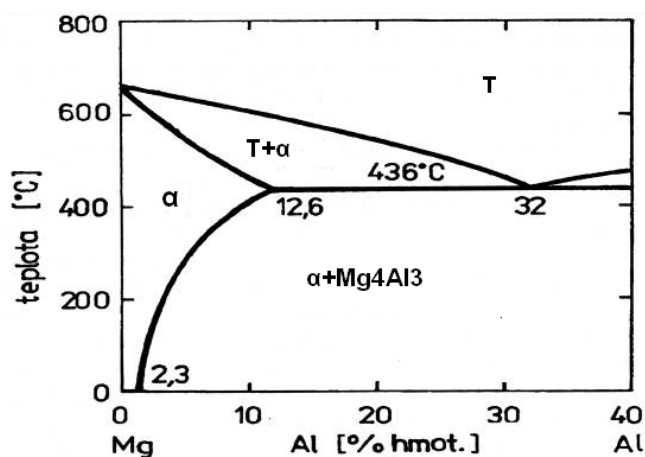
1.11. Tepelné zpracování hořčíkových slitin

Při tepelném zpracování hořčíkových slitin jsou v důsledku pomalejšího průběhu difuzních pochodů nutné menší rychlosti při ohřevu a delší prodlevy. Ty jsou dále závislé na složení slitiny a tloušťce stěny zpracovávané součásti. Rychlosti ochlazování naopak mohou být menší. Po rozpouštěcím žíhání stačí k dosažení přesyceného roztoku ochlazení na vzduchu. Technologický postup tepelného zpracování volíme podle druhu, složení a požadovaných výsledných vlastností slitiny. Způsoby tepelného zpracování hořčíkových slitin jsou dále popsány [4, 15].

Při tepelném zpracování hořčíkových slitin se používají pece s nuceným oběhem atmosféry a automatickou regulací teploty s přesností $\pm 5^\circ$. Většinou jsou to elektrické komorové pece, v některých případech pak i pece vakuové. Jako pecní atmosféra se doporučuje směs vzduchu s 0,7 až 1 hm % oxidu siřičitého. Ohřev můžeme provádět také v taveninách solí. Dusičnany a kyanidy jsou nevhodné kvůli nebezpečí exploze, požáru a otravy [4].

1.11.1. Rozpouštěcí žíhání

Slouží k odstranění nerovnoměrného rozdělení přísadových prvků ve slitině po krystalizaci a tím ke zlepšení pevnosti a tvárnosti odlitků. Ve slitině MgAl18Zn1 v litém stavu je vyloučené velké množství eutektických částic Mg_4Al_3 po hranicích zrn tuhého roztoku α , díky čemuž je slitina křehká (obr. 12). Provedeme rozpouštěcí žíhání při teplotě 410 až 420 °C po dobu 8 až 16 hodin. Výsledná struktura je tvořena tuhým roztokem α a malým množstvím nerozpuštěných minoritních fází. Mez pevnosti vzroste ze 170 MPa na 260 MPa a tažnost se zvýší ze 3 na 8 % [4].



Obrázek 12 Část rovnovážného diagramu Mg-Al [4]

1.11.2. Rekrytalizační žíhání

Hořčíkové slitiny se tváří převážně za tepla a rekrytalizační žíhání proto není tak časté. Používáme ho jako mezioperaci při tváření Mg-slitin za studena. Teploty se pohybují v rozmezí 250 až 350 °C. Při vyšších teplotách by mohlo dojít k zhrubnutí zrna a zhoršení mechanických vlastností [4].

1.11.3. Žíhání k odstranění vnitřního napětí

Používáme po operacích, při kterých vznikne v materiálu vnitřní napětí. U odlitků je to následkem nerovnoměrného ochlazování a ztíženého smršťování po odlití. Výsledkem je zlepšení rozměrové stálosti a korozní odolnosti (Mg-Al slitiny po svařování). Žíhací teploty se pohybují v rozmezí 260 až 330 °C podle druhu slitiny, výdrž na teplotě bývá 1 až 2 hodiny [4, 15].

U tvářených slitin se tato operace zařazuje po tváření za studena i za tepla, po svařování a třískovém obrábění. Žíhací teplota se pohybuje kolem 260°C, u některých slitin může dosahovat až 400°C. Výdrž na teplotě bývá kratší, od 15 do 60 minut [15].

1.11.4. Vytvrzování

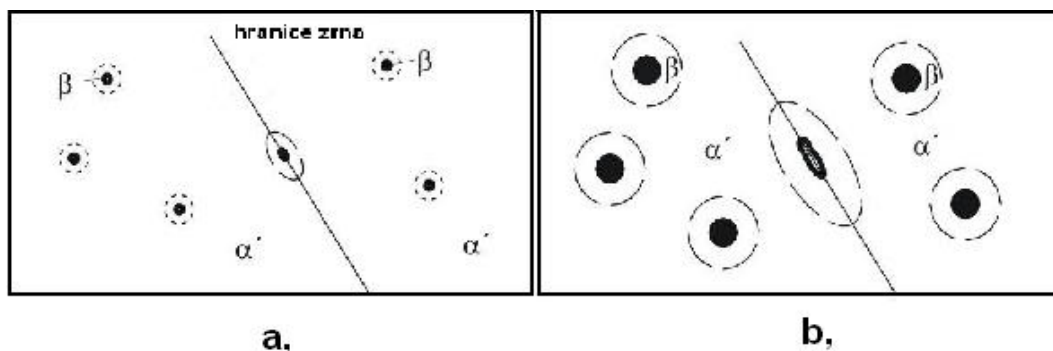
Vytvrzování se skládá z rozpouštěcího ohřevu, ochlazení a následného stárnutí. Stárnutí hořčíkových slitin je možné pouze umělé. Rozpouštěcí ohřev se provádí při teplotách nad křivkou změny rozpustnosti a dochází při něm k rozpuštění intermetalických fází obsahujících vytvrzující přísadové prvky. Čím více se blíží množství přísady k hranici maximální rozpustnosti, tím vyšší teploty pro rozpouštěcí ohřev volíme. U slitin Mg-Al-Zn se kvůli velké heterogenitě provádí stupňovitý ohřev. Nejprve na teplotu přibližně 260°C a pak volný ohřev na teplotu rozpouštěcího žíhání, která se pohybuje mezi 380 až 415 °C. Při překročení optimální teploty může dojít k natavení slitiny na hranicích zrn a hrubnutí zrna. Nejsou-li teploty dostatečně vysoké, není rozpuštění vytvrzujících prvků dokonalé. Stejně tak doba rozpouštěcího žíhání musí být dostatečně dlouhá, aby došlo k jejich dokonalému rozpuštění. Pohybuje se mezi 10 až 24 hodinami pro slitiny na odlitky a 2 až 4 hodiny pro slitiny tvářené [2, 4, 15].

Při následném ochlazení nesmí dojít k vyloučení intermetalické fáze přísadového prvku z přesyceného roztoku α . U Mg-slitin je možné toto ochlazení provádět volně na vzduchu nebo ve vřelé vodě. Ve stavu po rozpouštěcím žíhání mají slitiny největší houževnatost. Přesycený tuhý roztok většiny slitin bývá poměrně stabilní, proto se můžou slitiny ponechat bez následného umělého stárnutí. V tomto stavu mají slitiny největší houževnatost. Pokud se umělé stárnutí provádí, používají se teploty 200 až 230 °C po dobu 5 až 24 hodin [4, 15].

Precipitace

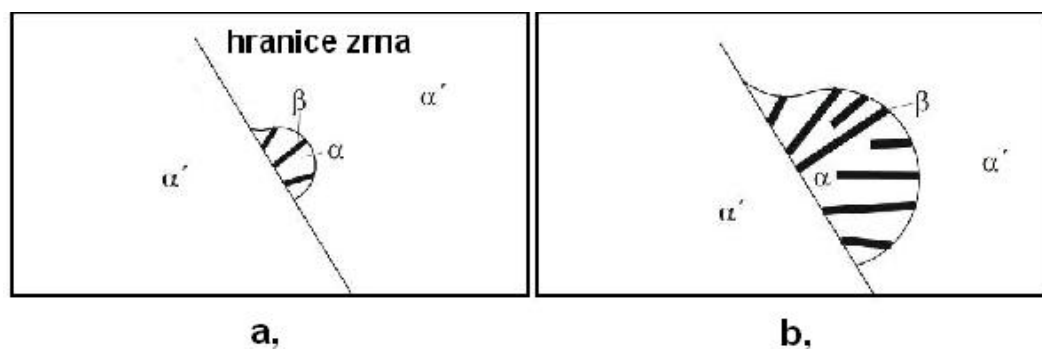
Příčinou rozpadu přesyceného tuhého roztoku a precipitace je změna rozpustnosti prvků v tuhém roztoku. Může se tak dít za pokojové teploty (přirozené stárnutí) nebo za zvýšených teplot (umělé stárnutí). Podle mechanismu se precipitace dělí na kontinuální a diskontinuální. Diskontinuální precipitace je méně obvyklý způsob rozpadu přesyceného tuhého roztoku než precipitace kontinuální [9, 16].

V případě kontinuální precipitace (obr. 13) probíhá přeměna v celém objemu slitiny najednou a může mít i rozdílnou rychlost. Ke vzniku a růstu částic dochází, když všechen přísadový prvek nepřejde z matrice do precipitátů. Koncentrační změny v matici jsou pak kontinuální [16].



Obrázek 13 Kontinuální precipitace v počátečním (a) a pozdějším stádiu (b) [16]

Po diskontinuální precipitaci (obr. 14) je objem slitiny rozdělený na oblasti, které transformovaly na rovnovážné fáze $\alpha + \beta$ a oblasti, kde zůstává α' (tuhý roztok α přesycený přísadovým prvkem B). Na fázovém rozhraní pak dochází k diskontinuální změně koncentrace. Krystaly fáze α mají jiný tvar a prostorovou orientaci, než krystaly původní fáze α' . K diskontinuální precipitaci dochází v silně přesycených tuhých roztocích s nízkou energií fázových rozhraní. Nukleace precipitující fáze je pak obtížná, ale její růst je ulehčen krátkými difuzními dráhami a urychlenou difuzí podél hranic zrn [16].



Obrázek 14 Diskontinuální precipitace v počátečním (a) a pozdějším stádiu (b) [16]

2. Cíle práce

Na základě poznatků z literární studie bude proveden experiment na slitině AZ31 vyrobené metodou squeeze casting s odstupňovaným obsahem vápníku. AZ31 s 0 hm% Ca, 0,5hm% Ca, 1hm% Ca a 2hm% Ca v litém stavu a AZ31 s 1hm% Ca a 2hm% Ca po tepelném zpracování. Experiment se skládá ze dvou částí.

1. Studium vyskytujících se strukturních fází uvedené slitiny.

- analýza chemického složení
- příprava vzorků pro světelnou mikroskopii
- hodnocení mikrostruktury pomocí světelné a elektronové mikroskopie
- stanovení chemického složení vyskytujících se fází pomocí mikroanalyzátoru EDAX

2. Určení vlivu různého obsahu vápníku na mechanické vlastnosti uvedené slitiny.

- provedení a vyhodnocení statické zkoušky tahem
- změření tvrdosti slitiny a mikrotvrdosti tuhého roztoku

3. Experimentální materiál

Jako experimentální materiál byla použita hořčíková slitina AZ31. Jednotlivé tavby byly bez vápníku nebo s obsahem vápníku 0,5 hm%, 1 hm% a 2 hm%. Materiál byl odlit v ZFW gGmbH v Clausthalu metodou squeeze casting pod tlakem 80/140 MPa (vzorky bez Ca) a 50/150 MPa (vzorky s Ca).

Tabulka 2 Chemické složení jednotlivých slitin

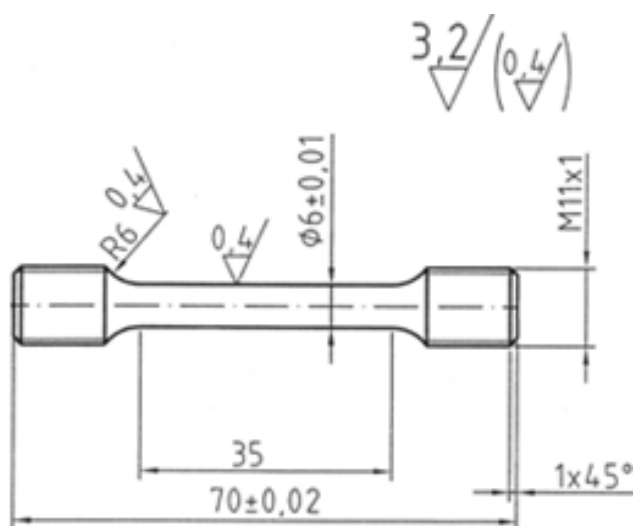
prvek[hm%]/slitina	Al	Ca	Zn	Mn
AZ31 + 0 hm% Ca	2,99	0,01	1,08	cca 0,32
AZ31 + 0,5 hm% Ca	2,51	0,14	0,94	cca 0,45
AZ31 + 1 hm% Ca	2,75	0,71	1,05	cca 0,42
AZ31 + 2 hm% Ca	2,41	1,22	0,91	cca 0,40

4. Použité experimentální metody

Statická zkouška tahem

Jedná se o jednu z nejdůležitějších mechanických zkoušek. Principem je jednoosé zatěžování zkušební tyče kruhového nebo obdélníkového průřezu, s cílem stanovit tahový diagram, závislost napětí-deformace. Z něj se pak určí základní mechanické charakteristiky (R_e , R_m , Z , A), případně další napěťové a deformační charakteristiky. Zkušební stroje mohou být jednoúčelové, nebo univerzální, na kterých se dají provádět i zkoušky na ohyb a tlak. Některé stroje umožňují provádět zkoušky při zvýšených nebo snížených teplotách.

Tahové zkoušky pro tuto práci byly provedeny na přístroji TIRA test 2300. Zkouška byla provedena na válcových zkušebních tyčích se závitovými hlavami (obr. 15) dle normy ČSN EN 10 002-1.



Obrázek 15 Náčrtek zkušební tyče pro statickou zkoušku tahem

Měření tvrdosti

Princip vnikacích zkoušek měření tvrdosti je vtlačení indentoru do materiálu a hodnocení výsledného vtisku. Podle měřicí metody hodnotíme u vtisku průměr, hloubku nebo velikost úhlopříček.

Pro hodnocení tvrdosti slitiny AZ31 v této práci byla použita metoda podle Brinella dle normy ČSN EN ISO 6506-1 na přístroji LECO HBE300. Jako indentor byla použita kulička z tvrdokovu o průměru 2,5 mm, zátěžná síla $F = 62,5 \text{ N}$, doba zatížení 10 s. Vtisky byly vyhodnoceny pomocí stereomikroskopu SZ61-TR a programu firmy OLYMPUS QuickPHOTO INDUSTRIAL 2.3. Dále byla měřena mikrotvrdost tuhého roztoku metodou dle Vickerse podle normy dle normy ČSN EN ISO 6507 na mikrotvrdoměru LECO LM 247AT s pomocí automatického softwaru na vyhodnocování vtisků AMH 2000. Použité zatížení 0,01 N, doba zatížení 10 s. Měření bylo provedeno na naleptaných výbrusech pro světelnou mikroskopii.

Tepelné zpracování

Slitiny s obsahem 1hm% a 2hm% Ca byly tepelně zpracovány. Na vzorcích s 1 hm% Ca bylo provedeno rozpouštěcí žíhání při teplotě 450°C po dobu 24 hodin s následným ochlazením do vody, vzorky se 2hm% Ca byly podrobeny rozpouštěcímu žíhání po dobu 24 při teplotě 400°C, ochlazeny do vody.

Chemická analýza

Základem metod atomové absorpční spektrometrie je proces absorpce specifického fotonu. Přejed elektronů mezi jednotlivými energetickými hladinami je spojen s příjmem nebo vyzářením energie dle vztahu $\Delta E = h \cdot \nu$, kde h je Planckova konstanta ($6,625 \cdot 10^{-34}$) a ν kmitočet vyzářeného nebo absorbovaného fotonu. U kovů a polokovů může k přechodu elektronu z nižší na vyšší energetickou hladinu dojít díky absorpci odpovídajícího fotonu. Toho může být dosaženo například termickým buzením, kdy je potřebná energie předána kolizí s jinými částicemi například v plameni.

Analýza chemického složení byla provedena na atomovém absorpčním spektrometru Thermo Corp Solar M6.

Metalografická analýza

Vzorky pro světelnou mikroskopii byly připraveny standardním postupem a dále pak broušeny na bruskách PEDEMIN na brusných papírech o zrnitosti 400, 1200 a 4000 po dobu 3min a chlazeny vodou. Leštění se provádělo diamantovými pastami 3 μm po dobu 5 min a 1 μm po dobu 1 min. Vzorky byly naleptány směsí kyseliny pikrové (5 ml kyseliny octové, 6 g kyseliny pikrové, 10 ml vody a 100 ml ethanolu).

Mikrostruktura byla hodnocena na světelném mikroskopu Olympus GX71 vybaveném kamerou Olympus DP11 při zvětšení 100x a 500x. Podrobnější hodnocení a chemická mikroanalýza jednotlivých fází byly provedeny na rastrovacím elektronovém mikroskopu PHILIPS XL30 s pomocí mikroanalýzátoru EDAX.

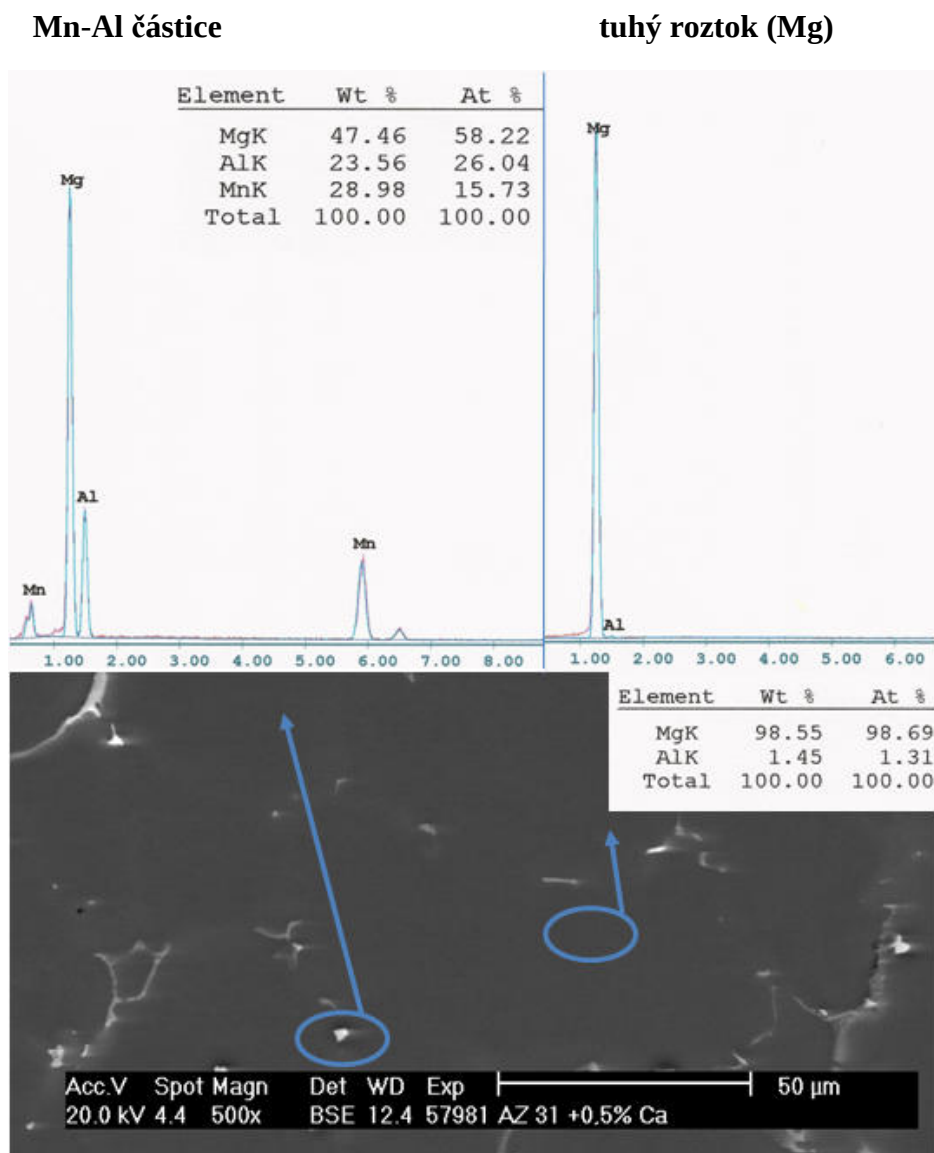
5. Výsledky experimentu

5.1. Metalografická analýza

Vzorky pro metalografickou analýzu byly připraveny postupem popsaným v metodice, na vyvolání struktury bylo použito leptání směsí kyseliny pikrové. Pro každou slitinu byly pořízeny snímky na světelném a rastrovacím elektronovém mikroskopu. Dále byla provedena chemická mikroanalýza fázová pomocí mikroanalyzátoru EDAX na rastrovacím elektronovém mikroskopu.

Na základě výsledků mikroanalýzy chemického složení a výpočtů (viz příklad výpočtu) byly stanoveny vyskytující se fáze. U částic s velikostí pod mezí rozlišitelnosti byla analýza použita pouze ke kvalitativnímu hodnocení a kvantitativní hodnocení bylo provedeno na základě poznatků z literatury.

Příklad výpočtu:



Obrázek 16 Výsledek fázové analýzy slitiny AZ31 s 0,5 hm% Ca

V analýze Mn-Al částice je započítán i Mg a část Al z tuhého roztoku (obr. 16)

- Chemické složení tuhého roztoku: 98,69 % Mg a 1,31 % Al.
- Poměr Mg/Al v tuhém roztoku: $98,69/1,31 = 75,33$
- Al v tuhém roztoku z analýzy Mn-Al částice
 $58,2/x = 75,33 \rightarrow x = 58,2/75,33 = 0,77 \%$ Al z celkového obsahu je v tuhém roztoku
- Al v částici: $26,04 - 0,77 = 25,27 \%$
- Poměr Al/Mn v částici: $25,27/15,73 = 1,61$

Tabulka 3 Částice podle literatury [12]

částice	poměr Al/Mn
Al ₄ Mn	4
Al ₁₁ Mn ₄	2,75
Al ₈ Mn ₅	1,6
AlMn	1

→ Byla analyzována částice Al₈Mn₅

- Rozlišovací schopnost [μm]

$$\Delta\rho = 0,02 \cdot \frac{Z+8}{Z^2} \cdot V_A \cdot U^{3/2} \cdot \left(1 + \frac{1}{\sin\varphi}\right) \quad [17]$$

- Z atomové číslo
V_A atomární objem [cm³/mol]
U urychlovací napětí [kV]
φ výstupní úhel mikroanalyzátoru

- průměrné atomové číslo

$$\begin{aligned} \bar{Z} &= \sum \text{wt } \%_i \cdot Z_i = \text{wt } \%_{\text{Mg}} \cdot Z_{\text{Mg}} + \text{wt } \%_{\text{Al}} \cdot Z_{\text{Al}} + \text{wt } \%_{\text{Mn}} \cdot Z_{\text{Mn}} \\ &= 0,4746 \cdot 12 + 0,2356 \cdot 13 + 0,2898 \cdot 25 = 16,003 \end{aligned}$$

- atomární objem = relativní atomová hmotnost [mol/g] / hustota [g/cm³]

$$V_A = A_r / \rho$$

$$\text{hořčík } V_A = 24,31/1,740 = 13,97 \text{ cm}^3/\text{mol}$$

$$\text{hliník } V_A = 26,98/2,7 = 9,99 \text{ cm}^3/\text{mol}$$

$$\text{mangan } V_A = 54,94/7,43 = 7,39 \text{ cm}^3/\text{mol}$$

$$\bar{V}_A = \sum \%_i \cdot V_{Ai} = 13,97 \cdot 0,5822 + 9,99 \cdot 0,2604 + 7,39 \cdot 0,1574 = 11,89 \text{ cm}^3/\text{mol}$$

- urychlovací napětí U = 20 kV
- výstupní úhel φ = 38,3°

$$\Delta\rho = 0,02 \cdot \frac{16,003 + 8}{16,003^2} \cdot 11,89 \cdot 20^{3/2} \cdot \left(1 + \frac{1}{\sin 38,3}\right) = 5,18 \mu\text{m}$$

- velikost částice

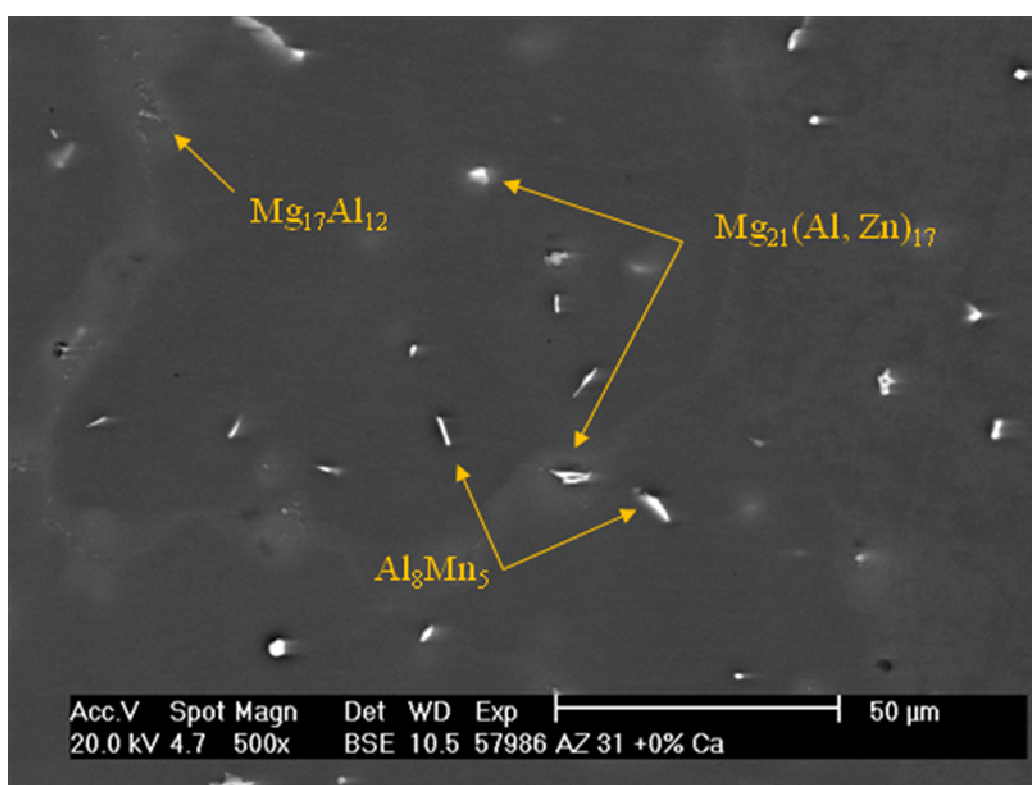
$$x = 5/45 \cdot 50 = 5,55 \mu\text{m} \rightarrow \text{velikost částice je nad mezí rozlišitelnosti}$$

Tabulka 4 Chemické složení tuhého roztoku

slitina/ prvek [hm%]	AZ31 bez Ca	AZ31 s 0,5hm% Ca	AZ31 s 1hm% Ca	AZ31 s 1hm% Ca TZ	AZ31 se 2hm% Ca	AZ31 se 2hm% Ca TZ
Mg	97,19	98,69	98,56	97,05	98,82	97,57
Al	2,81	1,31	1,44	2,39 + 0,55%Zn	1,07	1,51 + 0,92%Ca

U slitiny AZ31 bez vápníku bylo díky malému obsahu příměsových prvků a špatné reaktivnosti s leptadlem obtížné pozorovat strukturu na fotografiích ze světelného mikroskopu.

Na přiložené fotografii z elektronového mikroskopu (obr. 17) jsou už hranice zrn lépe viditelné díky vyloučenému intermediální fázi $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$. Dále se ve slitině vyskytují částice fáze zinkem $\text{Mg}_{21}(\text{Al}, \text{Zn})_{17}$ [12] a částice Al_8Mn_5 , které se vyskytují po hranicích i uvnitř zrn.

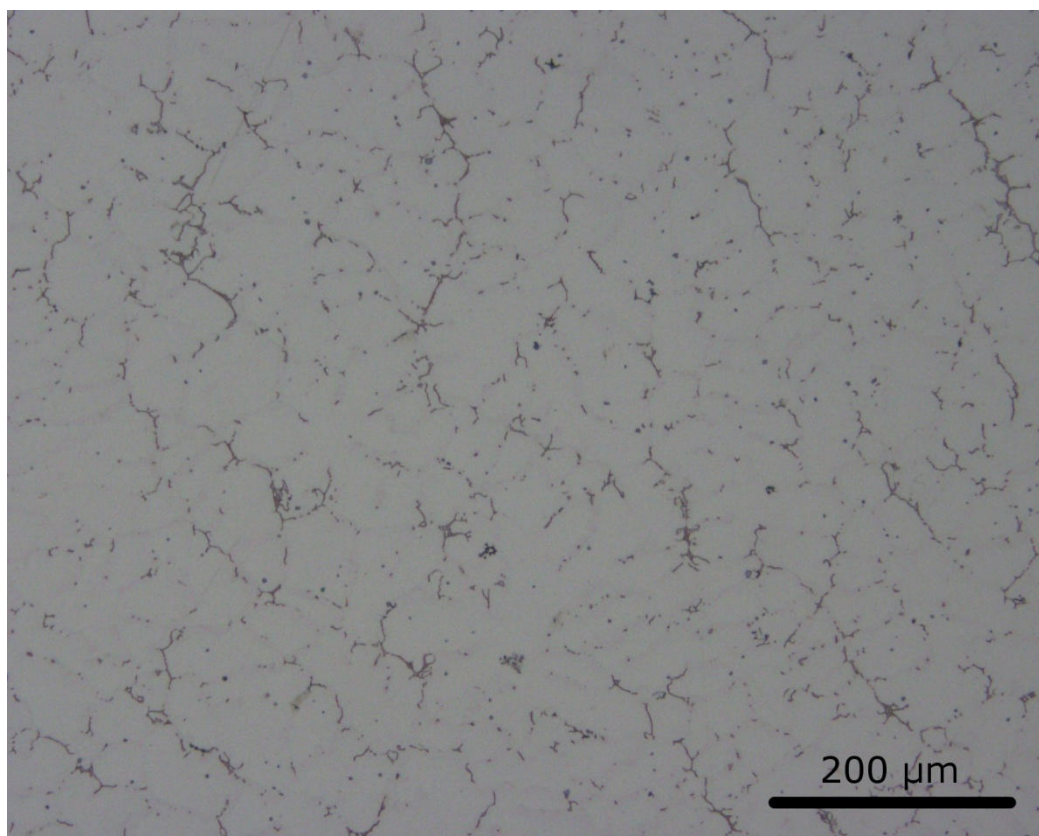


Obrázek 17 Struktura slitiny AZ31 bez vápníku, REM

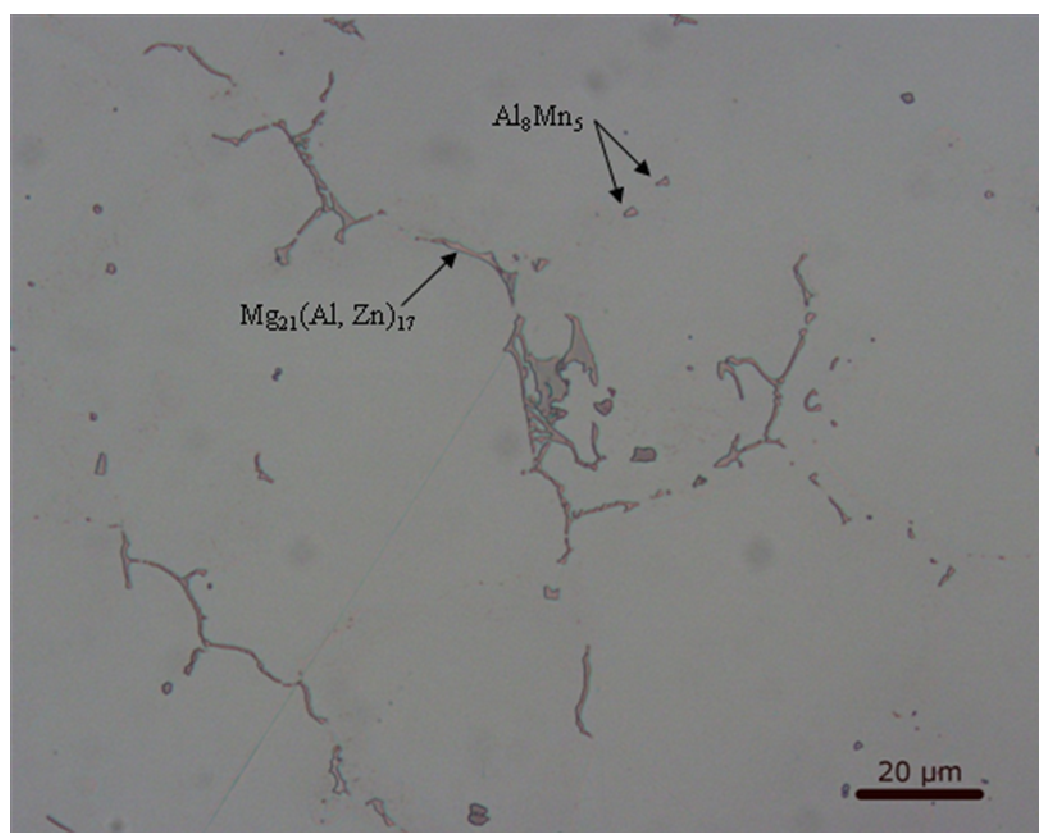
U slitiny AZ31 s 0,5hm% Ca (obr. 18) můžeme pozorovat směs fází $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ a $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$, vyloučenou po hranicích zrn. Při větším zvětšení (obr. 19) jsou viditelné i částice Al_8Mn_5 a fáze $\text{Mg}_{21}(\text{Al}, \text{Zn})_{17}$ [12], navazující na směs fází vyloučenou po hranicích.

Na obrázku č. 21 z rastrovacího elektronového mikroskopu můžeme detailněji pozorovat fázi se zinkem. Fáze se ve větší množství vyskytuje po hranicích zrn, kde navazuje na směs fází $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ a $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$, nebo v malém množství tuto směs kopíruje.

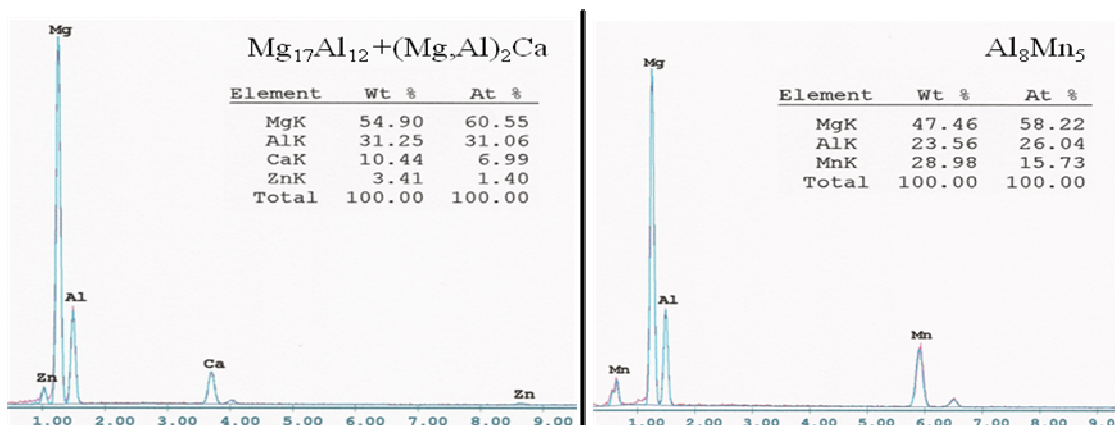
Oproti slitině AZ31 bez vápníku je v této slitině menší obsah hliníku v tuhém roztoku (tab. 4). Vápník se nevyskytuje v tuhém roztoku, je vyloučen pouze po hranicích zrn. Fáze se zinkem a směs fází vyloučená po hranicích na sebe navazují, v analýze (obr. 20) se proto vyskytlo malé množství Zn.



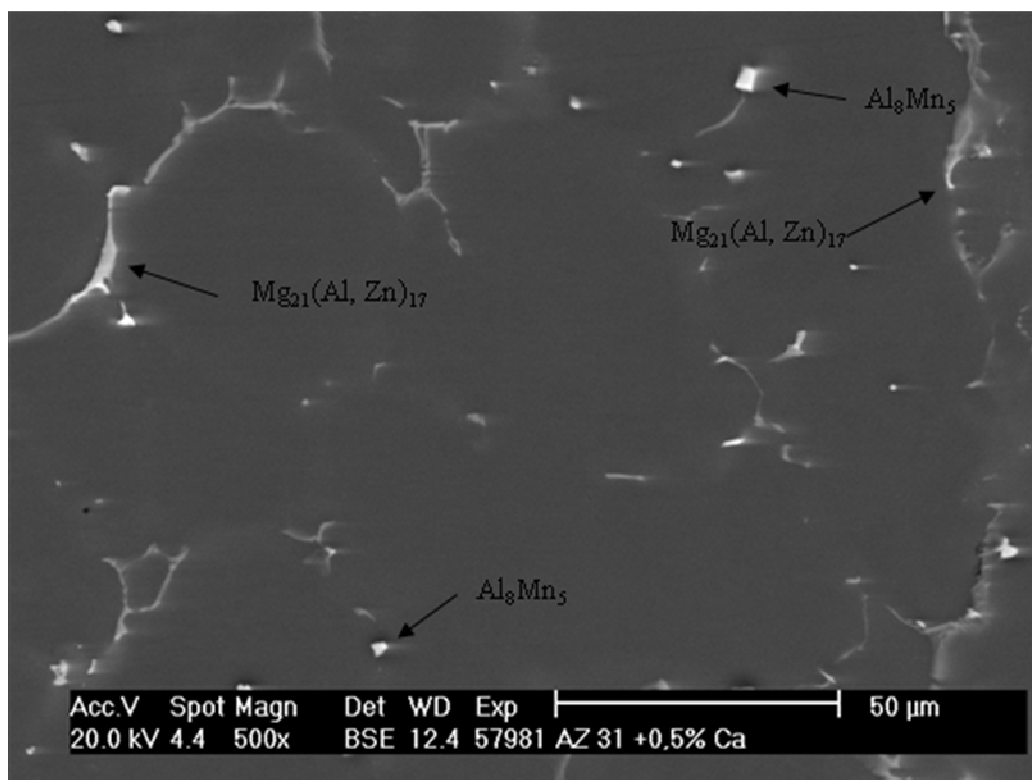
Obrázek 18 Struktura slitiny AZ31 s 0,5hm% vápníku, SM 100x



Obrázek 19 Struktura slitiny AZ31 s 0,5hm% vápníku, SM 500x



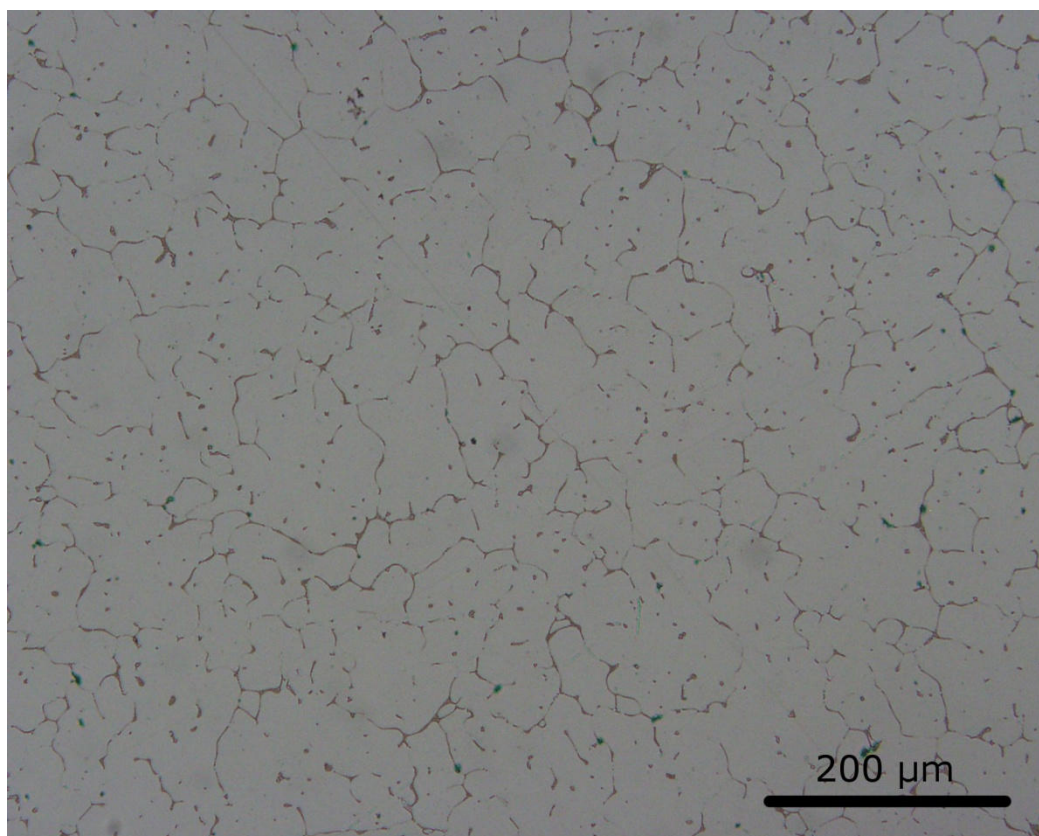
Obrázek 20 Příklad výsledků mikroanalýzy chemického složení AZ31 s 0,5hm% Ca pomocí EDAX



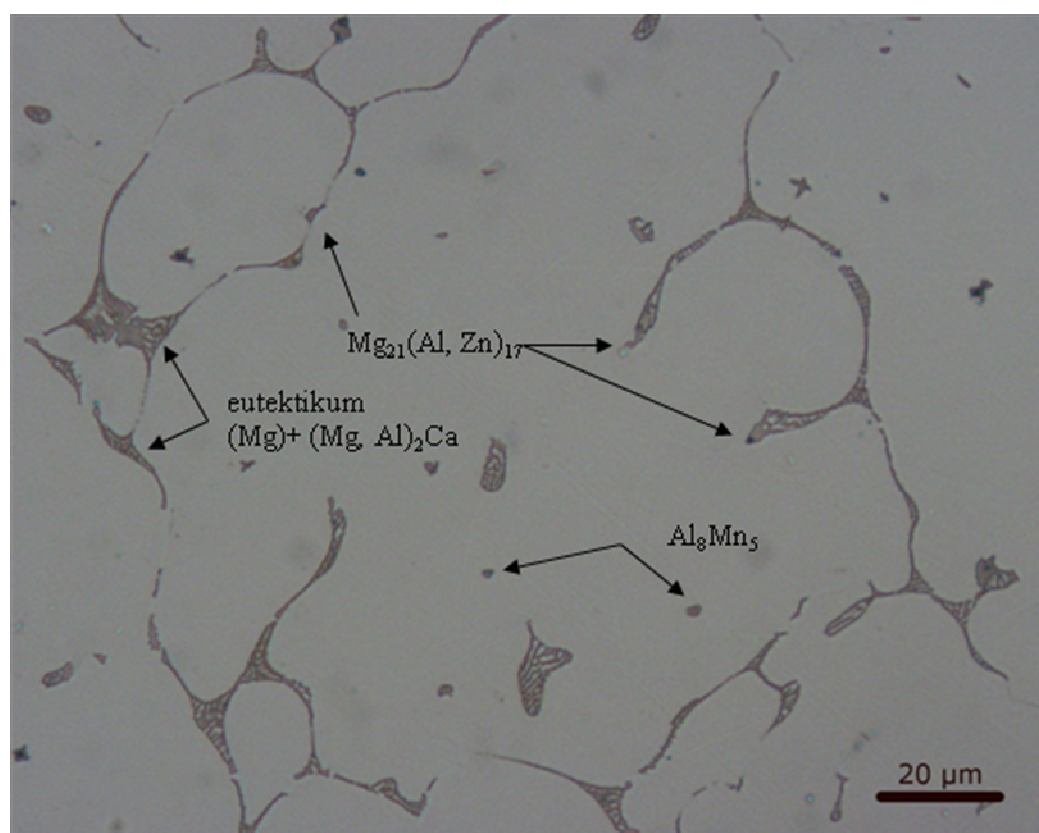
Obrázek 21 Struktura slitiny AZ31 s 0,5hm% Ca, REM

Slitina AZ31 s 1hm% Ca (obr. 22) má po hranicích zrn vyloučené eutektikum, směs fáze (Mg, Al)₂Ca a tuhého roztoku (obr. 23) a navíc se po hranicích zrn nachází fáze Mg₁₇Al₁₂, která je od eutektika špatně odlišitelná. Se zvyšujícím se obsahem vápníku je intermediální fáze Mg₁₇Al₁₂ postupně nahrazována fází (Mg, Al)₂Ca [12].

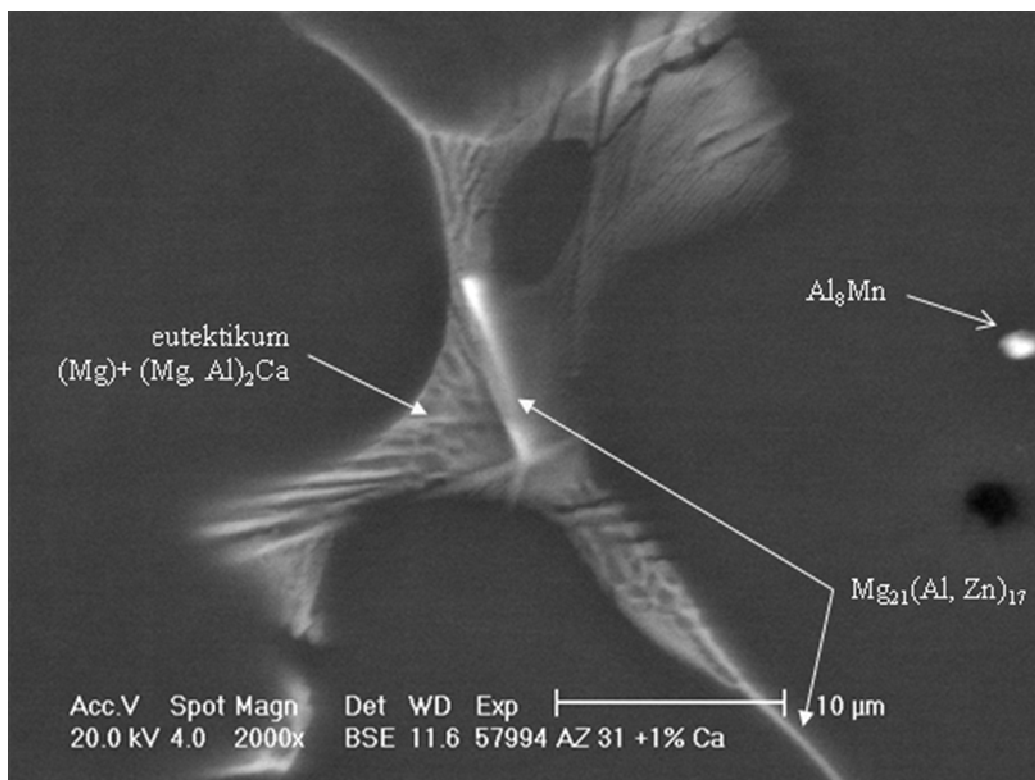
Na obrázku č. 24 můžeme pozorovat lamelární strukturu eutektika. Ve slitině se dále nachází částice Al₈Mn₅ a fáze se zinkem Mg₂₁(Al, Zn)₁₇ [12], která plynule navazuje na eutektikum. Tuhý roztok má obdobné složení, jako u slitiny s 0,5hm% Ca (tab. 4). Vápník se nevyskytuje v tuhém roztoku, je vyloučen pouze po hranicích zrn.



Obrázek 22 Struktura slitiny AZ31 s 1hm% Ca, SM 100x



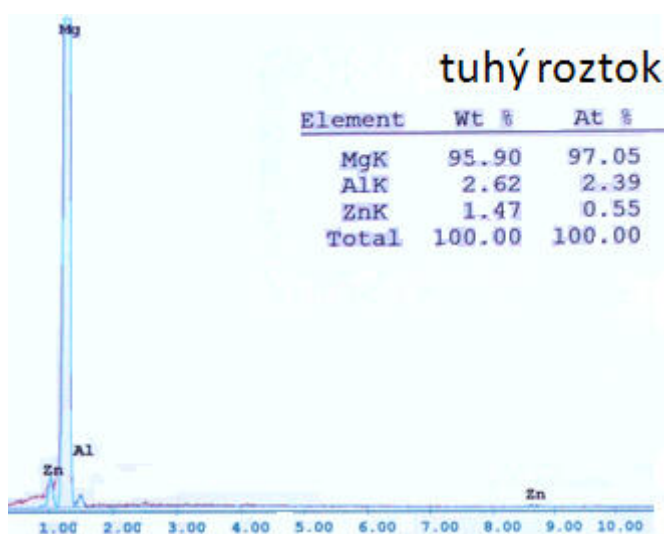
Obrázek 23 Struktura slitiny AZ31 s 1hm% Ca



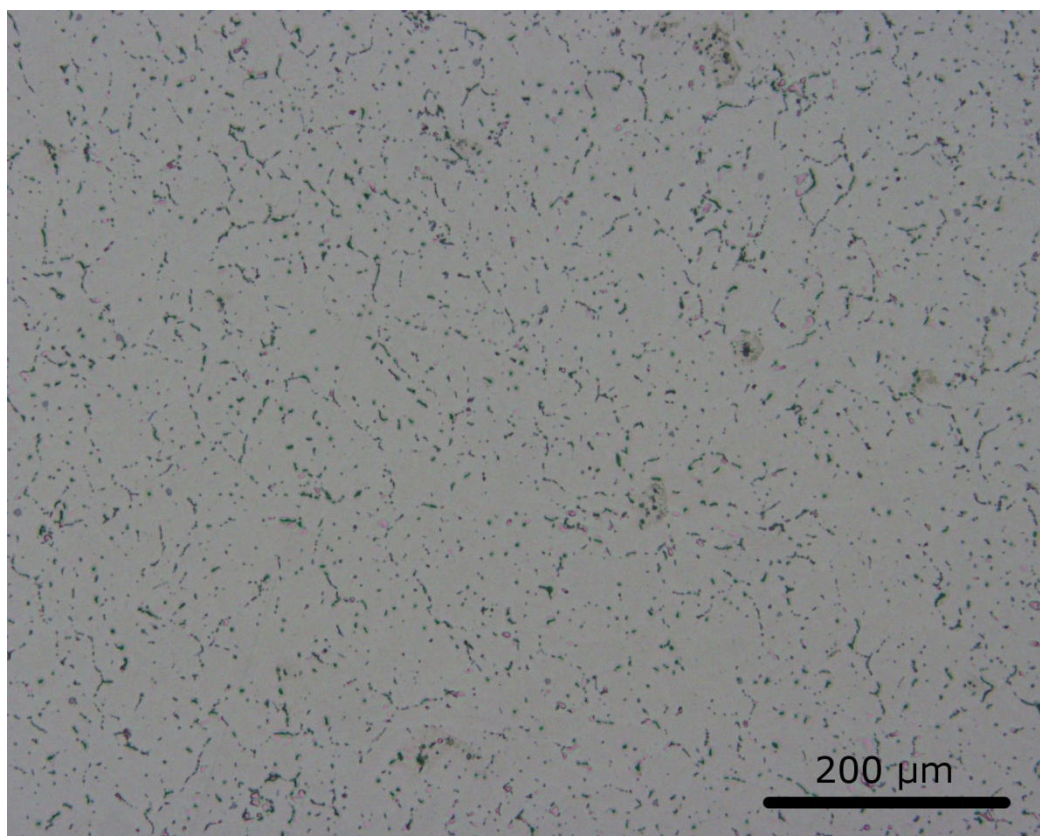
Obrázek 24 Struktura slitiny AZ31 s 1hm% Ca, REM

Slitina AZ31 s 1hm% Ca byla podrobena rozpouštěcímu žíhání při 450 °C, ochlazena do vody (obr. 26). V důsledku tepelného zpracování došlo k rozpuštění intermediální fáze $Mg_{17}Al_{12}$ a fáze se zinkem vyloučených po hranicích zrn, které se kompletně rozpouští při teplotě 177 °C. V tuhém roztoku se tak nachází zinek a větší množství hliníku než u ostatních slitin (tab. 4, obr 25).

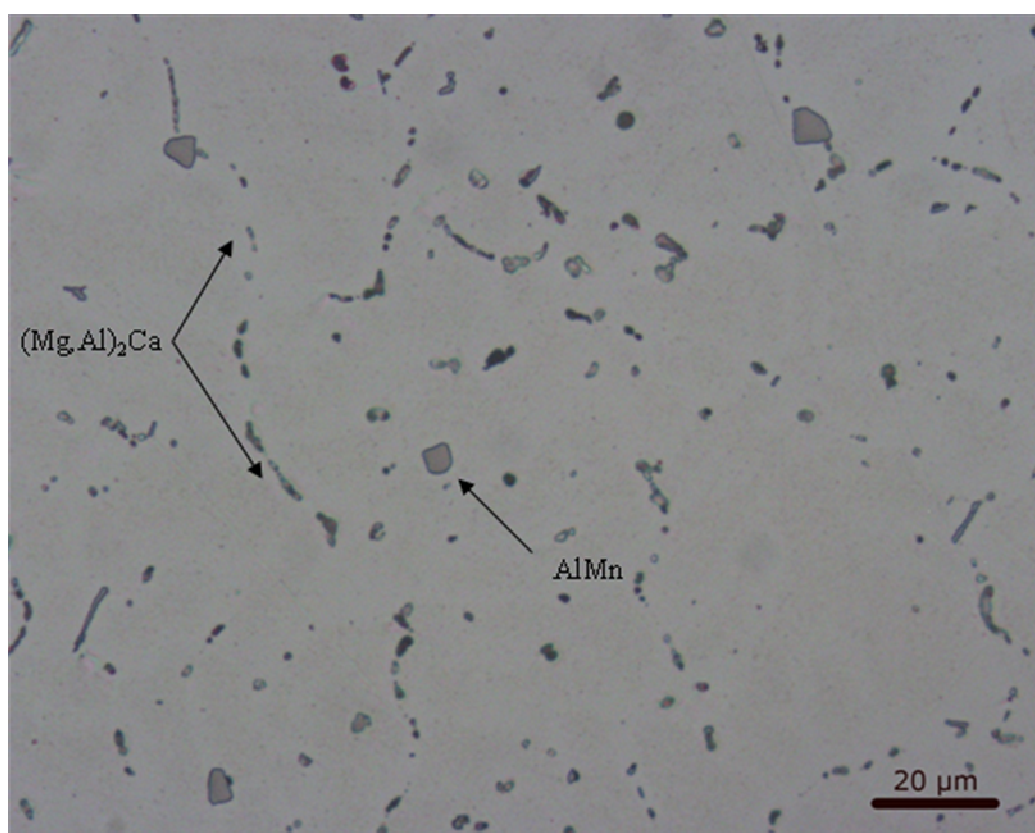
Ve slitině zůstaly nerozpuštěné částice AlMn a vysokoteplotně stabilní fáze $(Mg, Al)_2Ca$ (obr. 27). Na fotografii č. 28 z rastrovacího elektronového mikroskopu můžeme pozorovat díry v matici po vydrobených částicích.



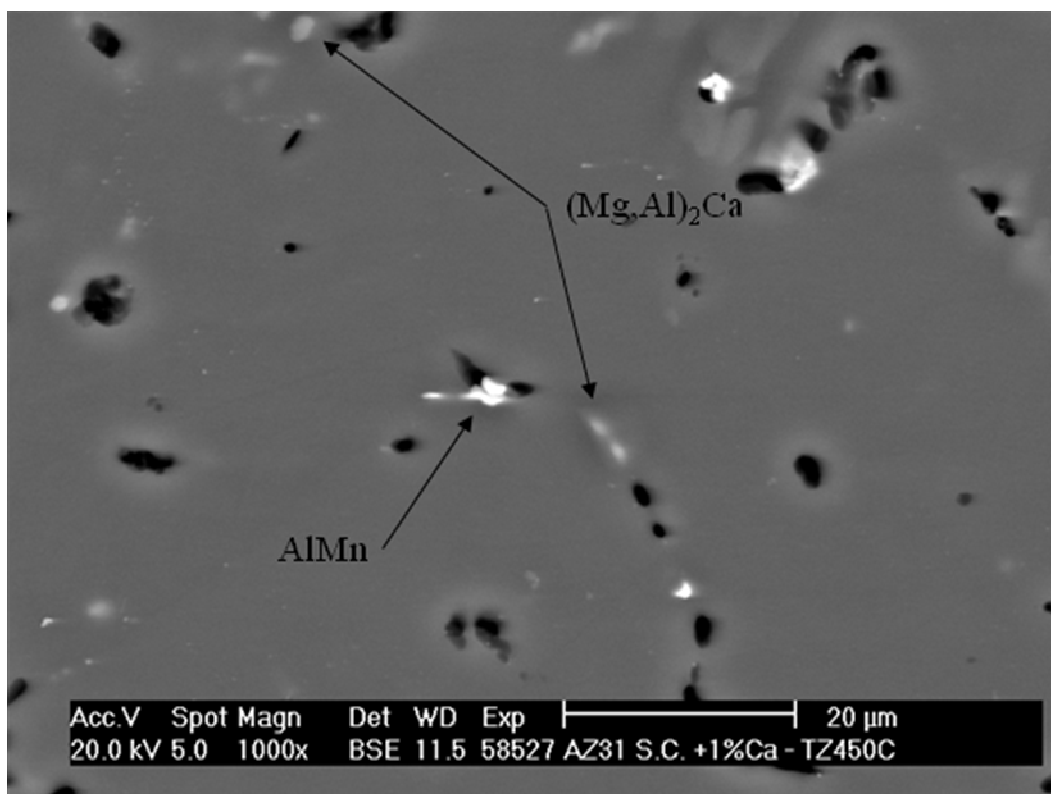
Obrázek 25 Výsledek mikroanalýzy chemického složení tuhého roztoku slitiny AZ31 s 1hm% Ca po TZ



Obrázek 26 Struktura slitiny AZ31 s 1hm% Ca po TZ, SM 100x



Obrázek 27 Struktura slitiny AZ31 s 1hm% Ca po TZ, SM 500x

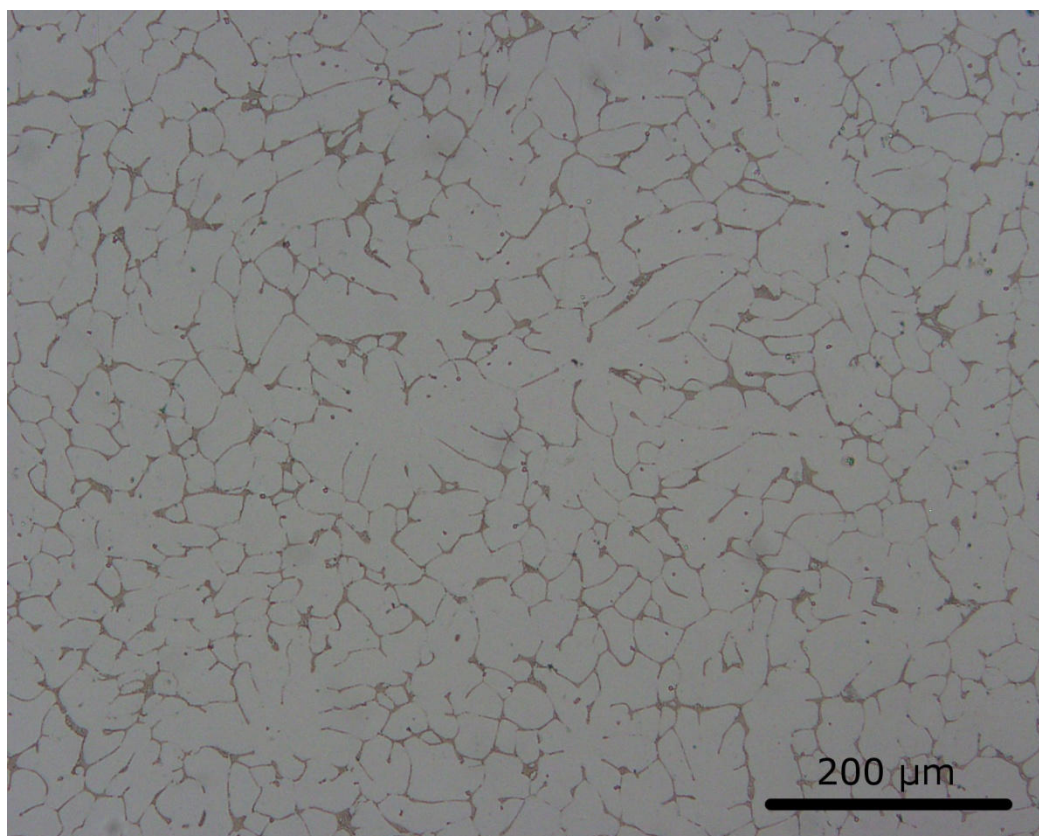


Obrázek 28 Struktura slitiny AZ31 s 1hm% Ca po TZ, REM

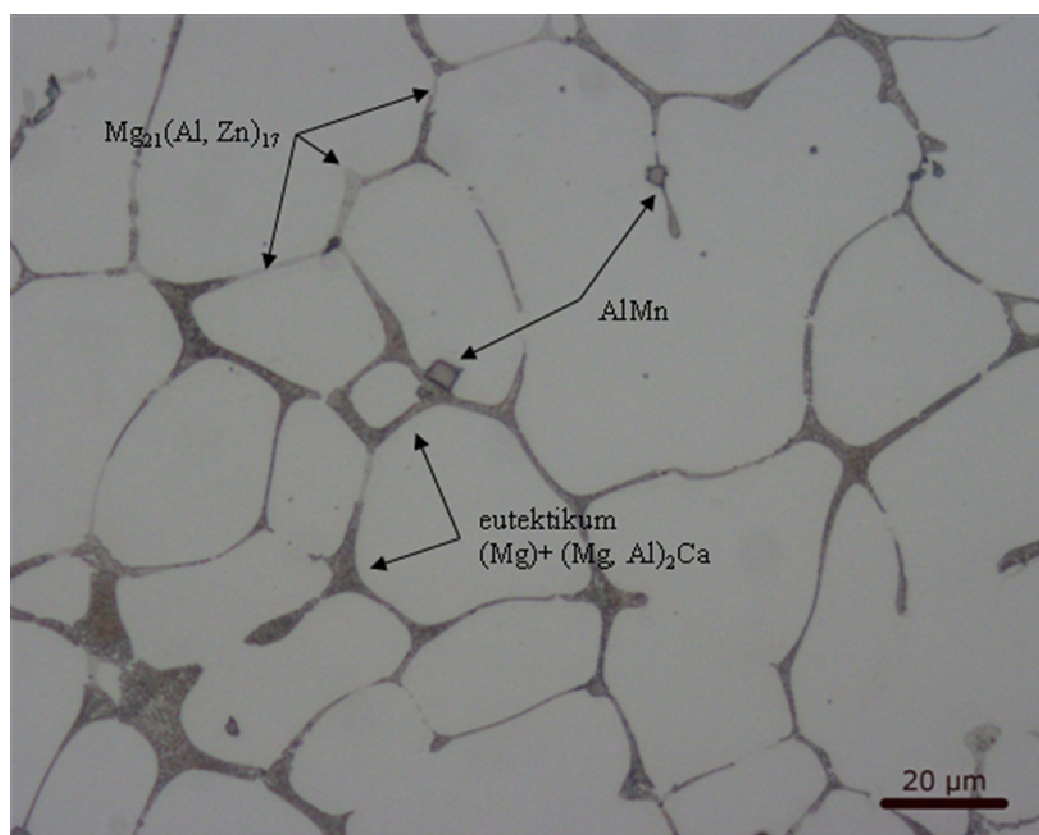
U slitiny AZ31 s 2hm% Ca je fáze $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$ vyloučená po hranicích zrn ve směsi s tuhým roztokem jako lamelární eutektikum, které je díky většímu množství vápníku ve slitině souvislé (obr. 29).

Díky vyššímu obsahu vápníku se ve slitině nachází už jen malé množství intermediální fáze $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$, která je těžko rozeznatelná od eutektika. Na eutektikum plynule navazuje fáze se zinkem $\text{Mg}_{21}(\text{Al}, \text{Zn})_{17}$ [12], podél které jsou jasně viditelné mikropóry (obr. 31). Ty vznikají ve slitinách typu AZ v důsledku přítomnosti zinku [3]. Na obrázku č. 30 můžeme pozorovat částice AlMn , které jsou větší než částice na bázi Al-Mn u ostatních slitin bez tepelného zpracování.

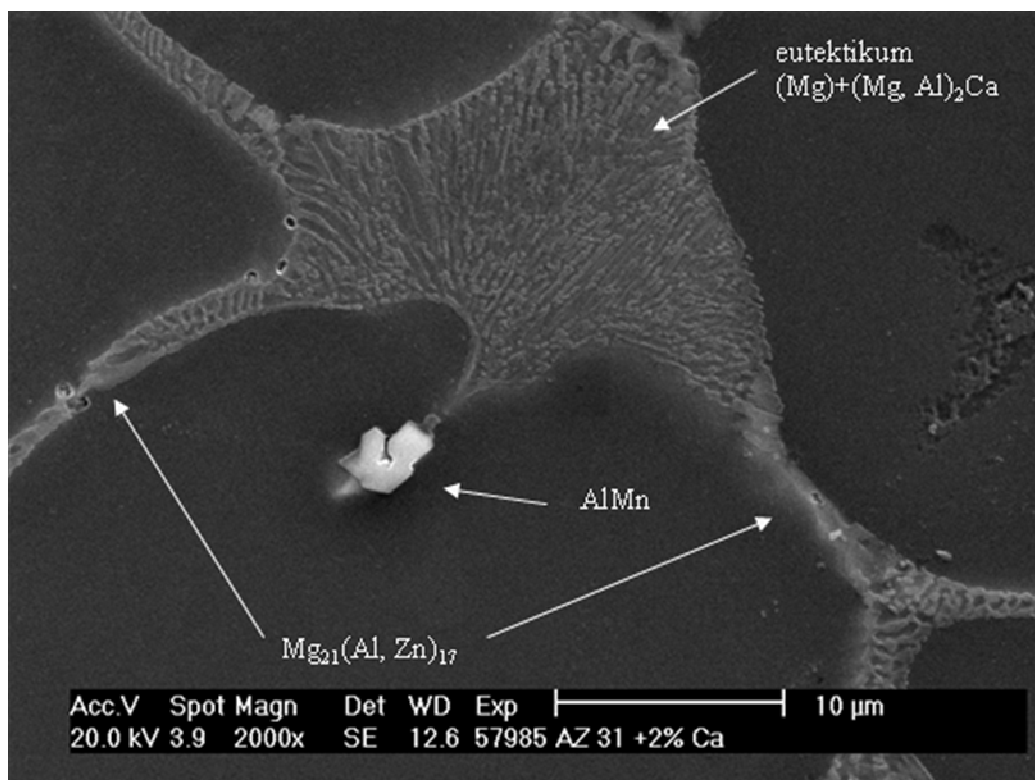
Chemické složení tuhého roztoku (tab. 4) odpovídá složení u slitin s nižším obsahem vápníku. Vápník se nevyskytuje v tuhém roztoku, je vyloučen pouze po hranicích zrn.



Obrázek 29 Struktura slitiny AZ31 se 2hm% Ca, SM 100x



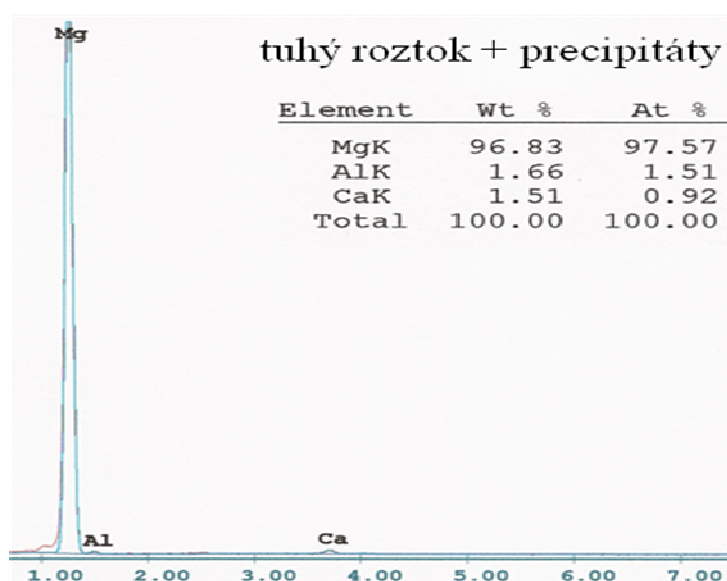
Obrázek 30 Struktura slitiny AZ31 se 2hm% Ca, SM 500x



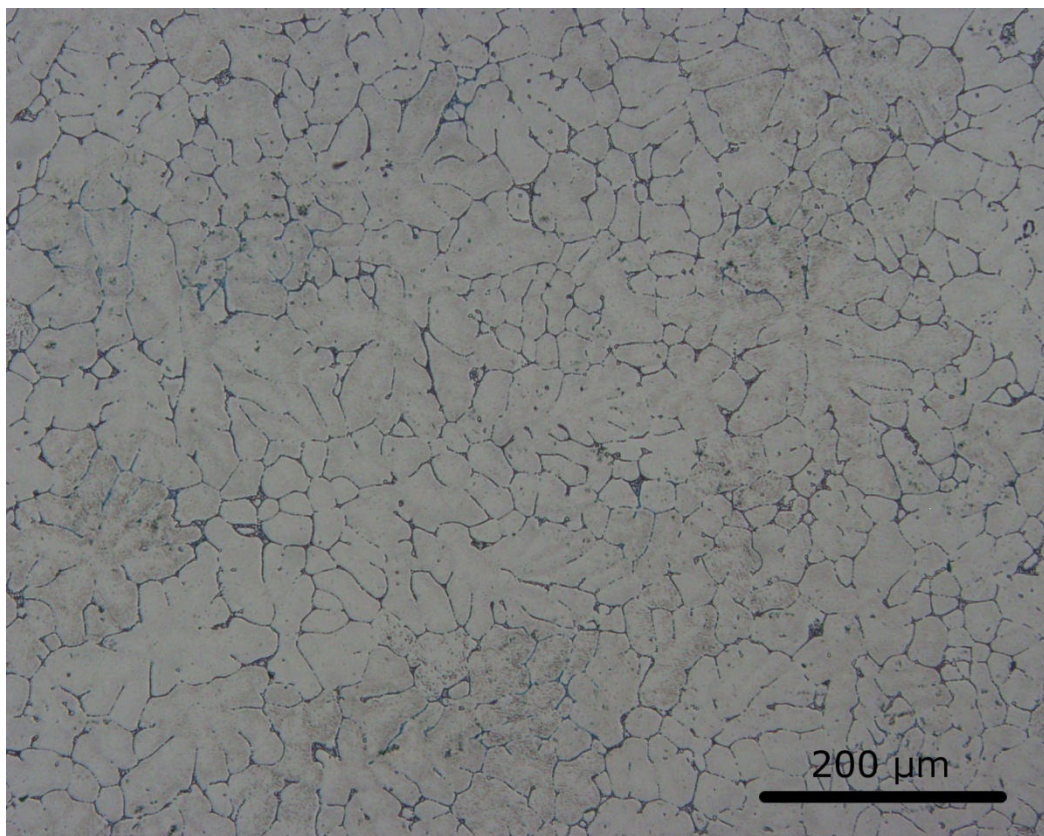
Obrázek 31 Struktura slitiny AZ31 se 2hm% Ca, REM

U slitiny AZ31 se 2hm% Ca, která byla tepelně zpracována (400°C po dobu 24 hodin, ochlazení do vody), došlo k rozpuštění fází po hranicích zrn, kromě vysokoteplotně stabilní fáze $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$, která se úplně rozpouští až při 550°C [12] (obr. 33). S ohledem na přítomnost precipitátů obsahujících vápník (obr. 32), však muselo dojít aspoň k částečnému rozpuštění této fáze.

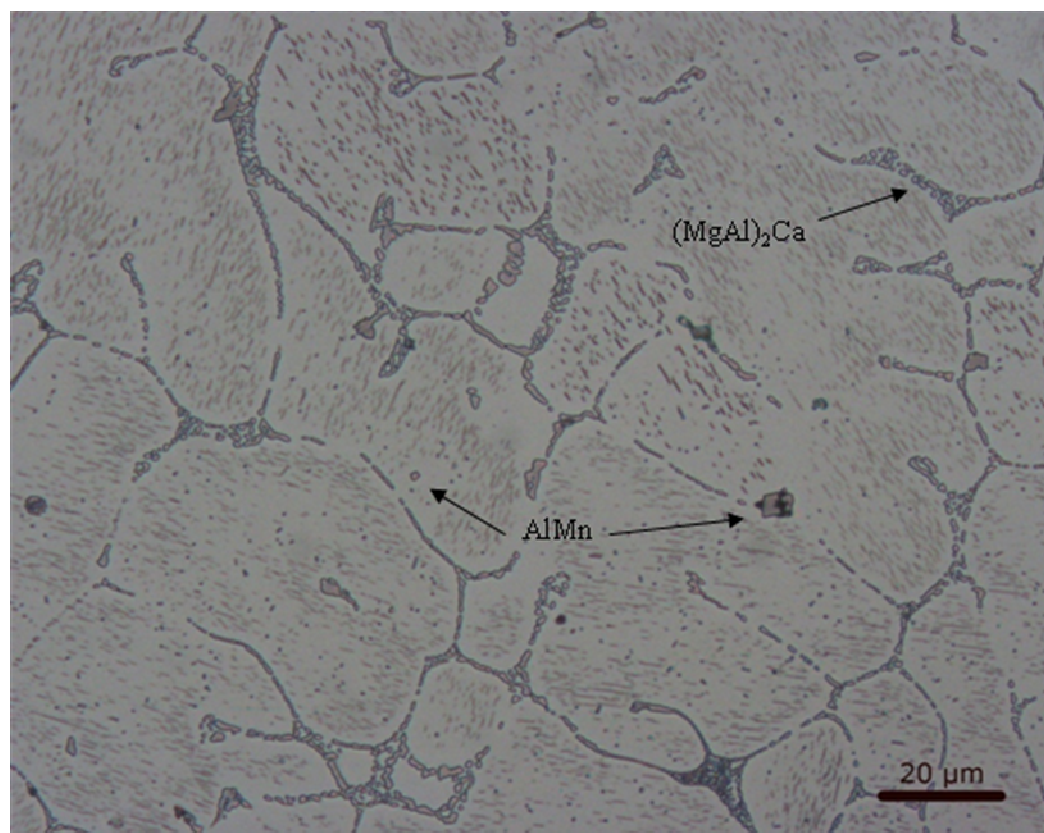
K precipitaci došlo v důsledku krátké prodlevy na vzduchu před ochlazením do vody. V tuhém roztoku vyprecipitovaly částice s vápníkem a podél fáze $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$ je vyloučené malé množství fáze se zinkem (obr. 35). Ve slitině se nachází i částice AlMn (obr. 34).



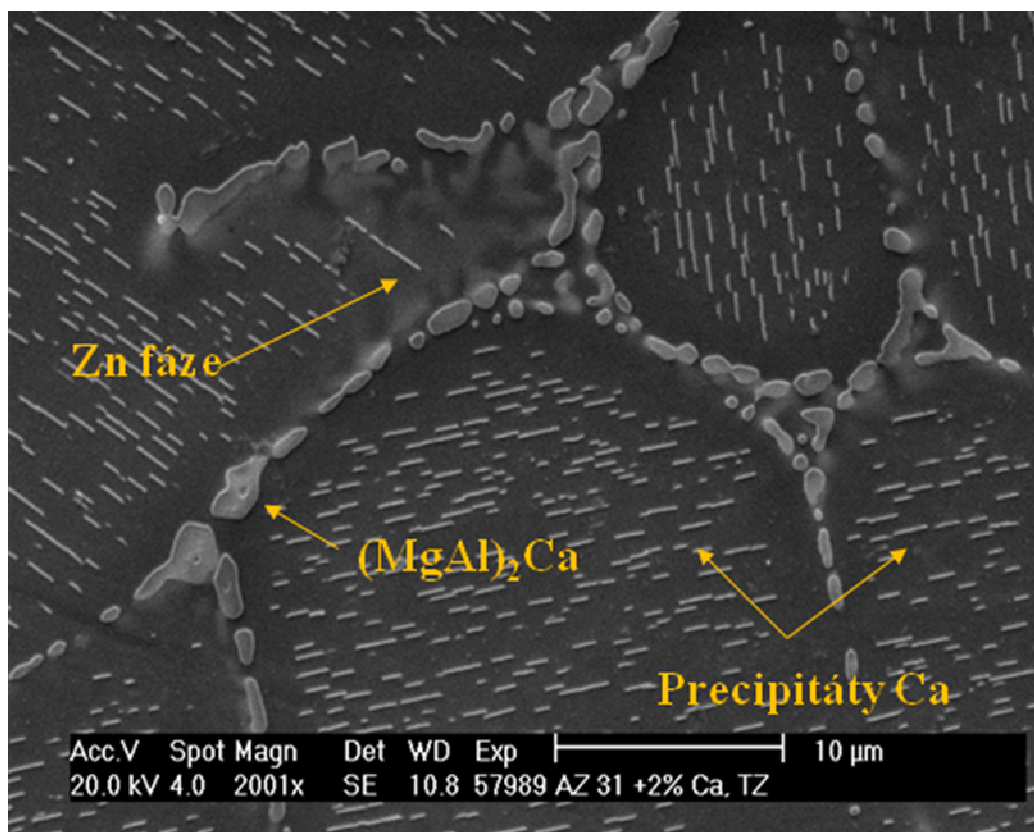
Obrázek 32 Výsledek mikroanalýzy chemického složení tuhého roztoku slitiny AZ31 s 1hm% Ca po TZ



Obrázek 33 Struktura slitiny AZ31 se 2hm% Ca po TZ, SM 100x



Obrázek 34 Struktura slitiny AZ31 se 2hm% Ca po TZ, SM 500x



Obrázek 35 Struktura slitiny AZ31 se 2hm% Ca po TZ, REM

5.2. Statická zkouška tahem

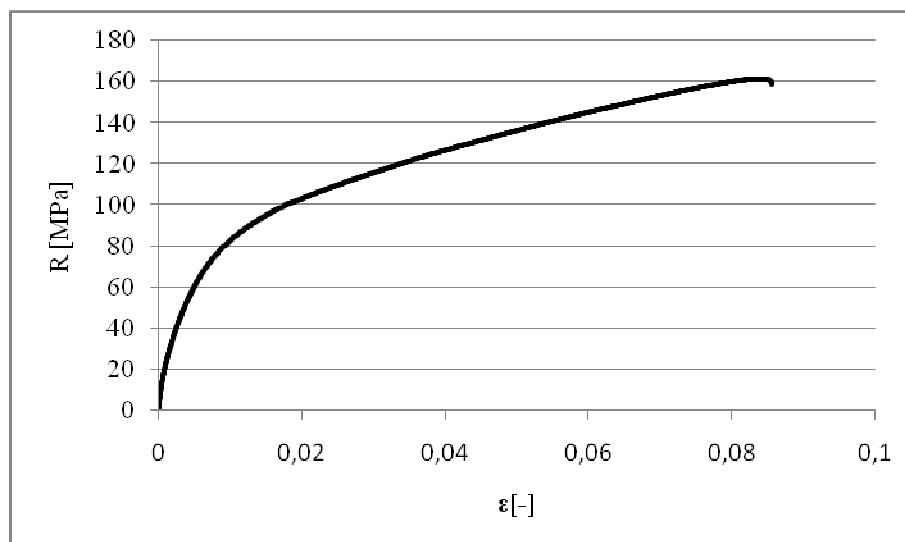
Tahové zkoušky byly provedeny na trhačím stroji TIRA test 2300. Zkouška byla provedena na dvou až čtyřech zkušebních vzorcích, u slitiny s 1hm% a 2hm% Ca byly tyče pro porovnání se základní stavem tepelně zpracovány.

Na třech vzorcích ze slitiny AZ31 bez vápníku byla provedena tahová zkouška. Naměřené hodnoty (tab. 5) byly získány při běžné laboratorní atmosféře a rychlosti příčnicku 1,4 mm/min. Smluvní diagram vzorku 2 je přiložen na obrázku č. 36.

Tabulka 5 Výsledky statické zkoušky tahem pro AZ31 bez Ca

	Fb [N]	E [GPa]	Rp0.2[MPa]	Fmax[N]	Rm[MPa]	Z[%]	A[%]
AZ31-1	5125	38,68	62	5278	188	9,5	10,2
AZ31-2	4476	36,02	67	4539	161	9,1	7,3
AZ31-3	4739	40,2	63	4863	173	8,5	8,8

ø	4779,9	38,3	64,2	4893,22	174	9	8,8
s	326,29	1,22	2,56	370,11	13,44	0,49	1,42
v	217,5	0,81	1,71	246,74	8,96	0,33	0,95



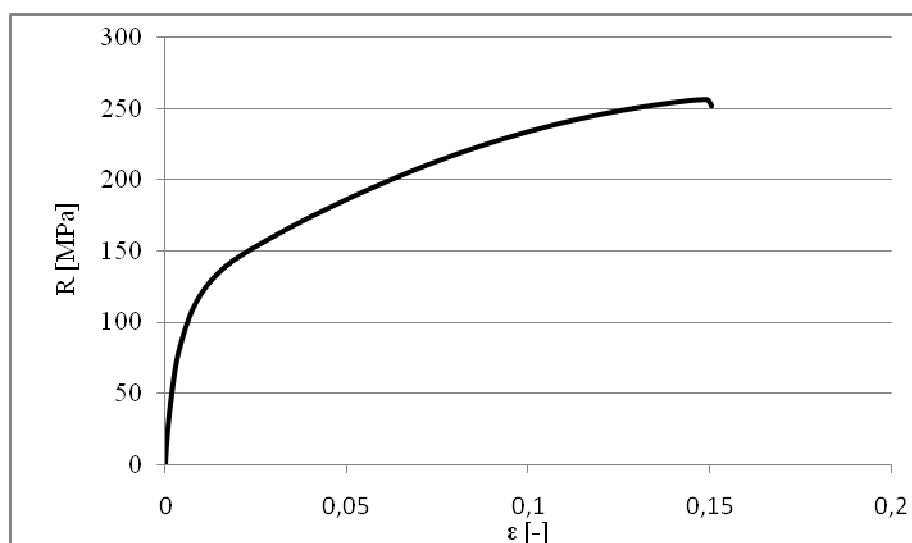
Obrázek 36 Smluvní diagram vzorku č. 2 slitiny AZ31 bez Ca

Pro slitinu AZ31 s 0,5hm% Ca byla provedena zkouška na čtyřech vzorcích v běžné laboratorní atmosféře při posuvu příčnicku 1,6 mm/min. Výsledky jsou uvedeny v tabulce č. 6, na obr. 37 je smluvní diagram pro vzorek č. 4.

Tabulka 6 Výsledky statické zkoušky tahem pro AZ31 s 0,5 % Ca

	Fb [N]	E [GPa]	Rp0.2[MPa]	Fmax[N]	Rm[MPa]	Z[%]	A[%]
AZ31+0,5hm% Ca-2	5109	38,6	73	5125	182	7,2	9,9
AZ31+0,5hm% Ca-3	5399	36,2	75	5509	196	9,5	10,4
AZ31+0,5hm% Ca-4	5540	38,4	74	5644	201	13,0	12,5
AZ31+0,5hm% Ca-5	5427	32,12	74	5472	195	9,1	9,6

σ	5368,71	36,33	74,16	5437,8	193,46	9,69	10,62
s	183,5	1,5	0,81	221,07	8,16	2,39	1,29
v	122,3	1	0,54	147,38	5,44	1,59	0,86



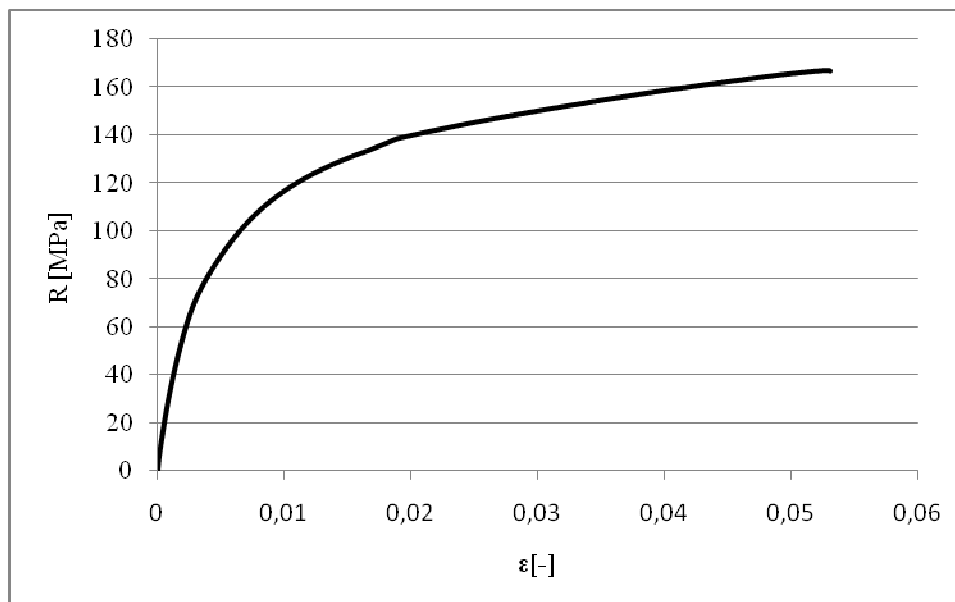
Obrázek 37 Smluvní diagram vzorku č. 4 slitiny AZ31 s 0,5hm% Ca

V tabulce č. 7 jsou uvedeny výsledky tahové zkoušky provedené na slitině AZ31 s 1hm% Ca. Zkouška byla provedena na třech vzorcích, proběhla v běžné laboratorní atmosféře při posuvu příčnicku 1,4 mm/min. Na obrázku č. 38 je smluvní diagram vzorku č. 3.

Tabulka 7 Výsledky statické zkoušky tahem pro AZ31 s 1hm% Ca

	Fb [N]	E [GPa]	Rp0.2[MPa]	Fmax[N]	Rm[MPa]	Z[%]	A[%]
AZ31+1 hm% Ca-1	4479	40,0	85	4489	160	3,3	3,3
AZ31+1 hm% Ca-2	4903	44,1	83	4908	175	4,7	5,3
AZ31+1 hm% Ca-3	4679	40,04	88	4687	167	4,3	4,7

Ø	4687	41,38	85	4695	168	4,1	4,4
s	122,5	1,36	1,5	121	4,4	0,42	11,68
v	81,7	0,91	1	80,7	2,9	0,28	7,78

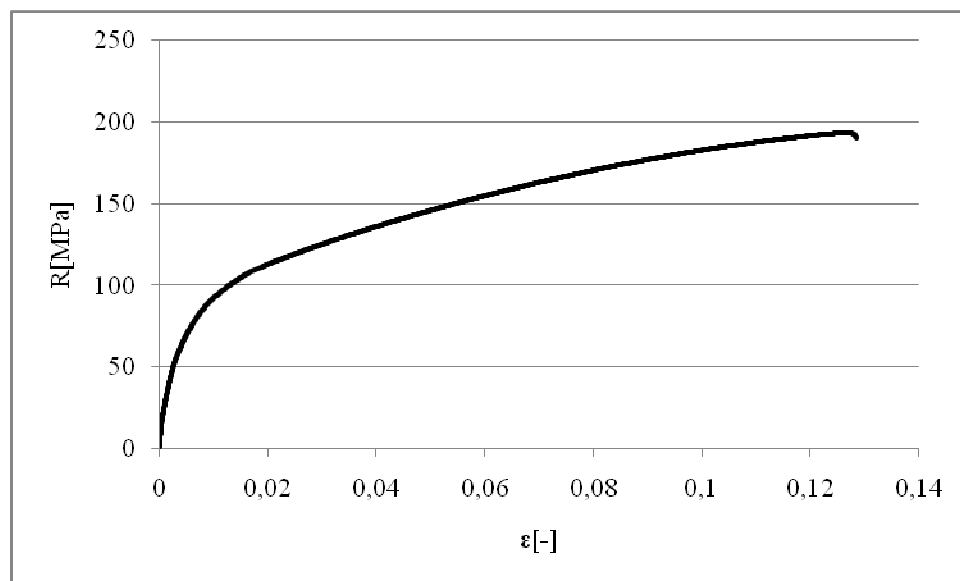


Obrázek 38 Smluvní diagram vzorku č. 3 slitiny AZ31 s 1hm% Ca

Vzorky ze slitiny AZ31 s 1hm% Ca byly tepelně zpracovány (450 °C po dobu 24 hodin, ochlazení do vody). U dvou zkušebních tyčí byla zaznamenána vada, byly proto vyřazeny z dalšího zpracovávání výsledků. V tabulce č. 8 jsou uvedeny výsledky tahové zkoušky provedené při běžné laboratorní atmosféře při posuvu příčnicku 1,4 mm/min. Smluvní diagram vzorku č. 3 je na obrázku č. 39.

Tabulka 8 Výsledky statické zkoušky tahem pro AZ31 s 1hm% Ca po TZ

	Fb [N]	E [GPa]	Rp0.2[MPa]	Fmax[N]	Rm[MPa]	Z[%]	A[%]
AZ31+1 hm% Ca TZ-3	5345	43,63	71	5440	191	8,5	9,9



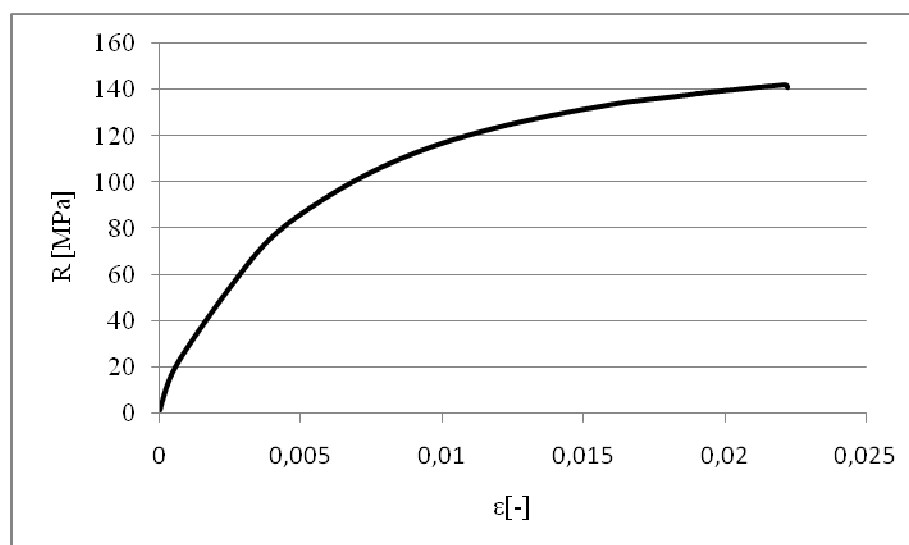
Obrázek 39 Smluvní diagram vzorku č. 3 slitiny AZ31 s 1hm% Ca po TZ

Výsledky tahové zkoušky slitiny AZ31 se 2hm% Ca jsou obsaženy v tabulce č. 9. Zkouška byla provedena v běžené laboratorní atmosféře při posuvu příčnicku 2 mm/min. Smluvní diagram vzorku č. 1 je na obrázku č. 40.

Tabulka 9 Výsledky statické zkoušky tahem pro AZ31 s 2% Ca

	Fb [N]	E [GPa]	Rp0.2[MPa]	Fmax[N]	Rm[MPa]	Z[%]	A[%]
AZ31+2 hm% Ca-1	4288	23,86	92	4322	142	2,6	1,6
AZ31+2 hm% Ca-2	4590	31,63	85	4703	157	4,2	3,0
AZ31+2 hm% Ca-3	4389	18,75	100	4399	144	1,6	1,7

Ø	4422,21	24,75	92,4	4474,6	147,8	2,8	2,1
s	153,89	6,48	7,71	201,44	7,87	1,3	0,82
v	102,59	4,32	5,14	134,29	5,25	0,86	0,55



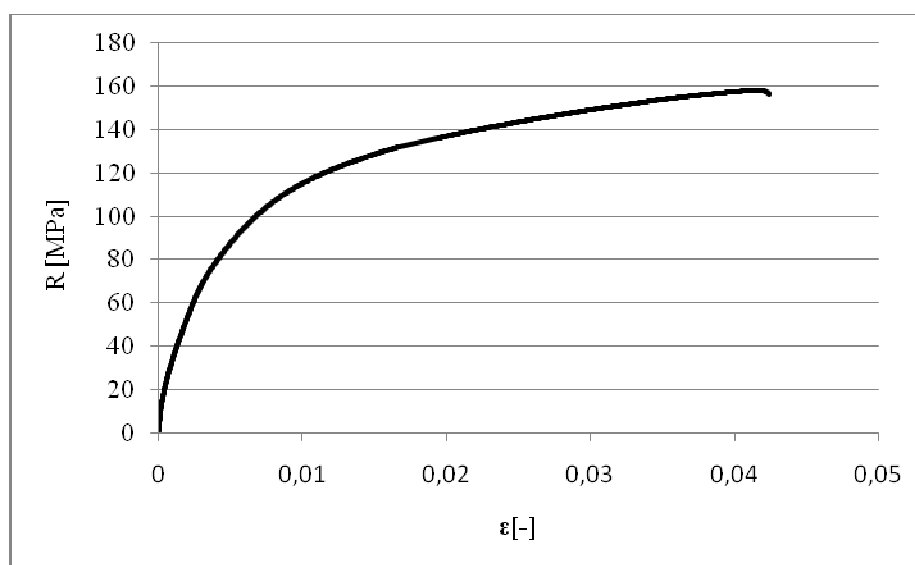
Obrázek 40 Smluvní diagram vzorku č. 1 slitiny AZ31 se 2hm% Ca

Slitina AZ31 se 2hm% Ca byla tepelně zpracována. Po rozpouštěcím žhání po dobu 24 hodin při teplotě 400°C následovalo ochlazení do vody. Byly vyhodnoceny dva vzorky (tab.10), na obrázku č. 41 je smluvní diagram vzorku č. 1.

Tabulka 10 Výsledky statické zkoušky tahem pro AZ31 se 2hm%Ca T4

	Fb [N]	E [GPa]	Rp0.2[Mpa]	Fmax[N]	Rm[Mpa]	Z[%]	A[%]
AZ31+2 hm% Ca T4-1	4393	29,55	86	4444	158	3,3	3,7
AZ31+2 hm% Ca T4-2	4421	29,01	84	4486	160	3,3	3,9

ø	4407,4	29,28	84,7	4465,1	159,3	3,33	3,8
s	19,73	0,39	1,58	29,82	1,44	0	0,19
v	13,15	0,26	1,05	19,88	0,96	0	0,13



Obrázek 41 Smluvní diagram vzorku č.1 slitiny AZ31 se 2hm% Ca po TZ

5.3. Měření tvrdosti

Na metalografických výbrusech jednotlivých slitin bylo provedeno měření tvrdosti podle Brinella (tab 11). Vyhodnocení bylo provedeno na stereomikroskopu Olympus SZ61-TR pomocí softwaru QuickPHOTO INDUSTRIAL 2.3.

Tabulka 11 Výsledky měření tvrdosti dle Brinella

tavba	AZ31 bez Ca	AZ31 s 0,5hm%Ca	AZ31 s 1hm%Ca	AZ31 s 1hm%Ca TZ	AZ31 se 2hm%Ca	AZ31 se 2hm%Ca TZ
1.měření	50	53	57	49	66	62
2.měření	50	54	55	47	62	60
3.měření	52	57	56	50	66	59

HBW 2,5/62,5	50,7	54,7	56	48,7	64,7	60,3
s	0,67	1,2	0,58	1,13	1,33	0,88
v	0,45	0,8	0,39	0,75	0,89	0,59

Dále byla na vzorcích změřena mikrotvrdost tuhého roztoku metodou dle Vickerse (tab. 12). U tepelně zpracovaného vzorku slitiny AZ31 se 2hm% Ca je měření nepřesné, protože nebyl měřen pouze tuhý roztok, ale i drobné precipitáty.

Tabulka 12 Výsledky měření mikrotvrdosti tuhého roztoku dle Vickerse

	AZ31 bez Ca	AZ31 s 0,5hm%Ca	AZ31 s 1hm%Ca	AZ31 s 1hm%Ca TZ	AZ31 se 2hm%Ca	AZ31 se 2hm%Ca TZ
1.měření	61,6	66,9	62,5	70,7	71	66,6
2.měření	58,8	68,6	71,5	68,5	72,2	70
3.měření	68,9	65,9	62,2	70,7	67,5	72,1

HV 0,01	63,1	67,1	65,4	69,9	70,2	69,6
s	3,01	0,79	3,05	0,73	1,41	1,6
v	2,01	0,53	2,03	0,49	0,94	1,07

6. Rozbor a diskuze výsledků

V této práci byly hodnoceny mechanické vlastnosti hořčíkové slitiny AZ31 s odstupňovaným obsahem vápníku. Vzorky s 1hm% a 2hm% Ca byly tepelně zpracovány pro srovnání výsledků se vzorky v litém stavu.

Z výsledků analýzy chemického složení byly zjištěny odchylky od předpokládaných hodnot. U odlitků s vápníkem došlo k jeho výraznému propalu. Obsahy ostatních prvků se shodují s ASTM normou pro slitinu AZ31.

Tepelně zpracované vzorky byly podrobeny rozpouštěcímu žíhání a ochlazeny do vody. Podle literatury [15] je pro dosažení přesyceného tuhého roztoku u hořčíkových slitin po rozpouštěcím žíhání dostačující ochlazování na vzduchu. V tomto bodě se výsledky experimentu neshodují s literaturou. U tepelně zpracovaného vzorku se 2hm% Ca byla před ochlazením do vody krátká prodleva na vzduchu a došlo k vyloučení jemných precipitátů.

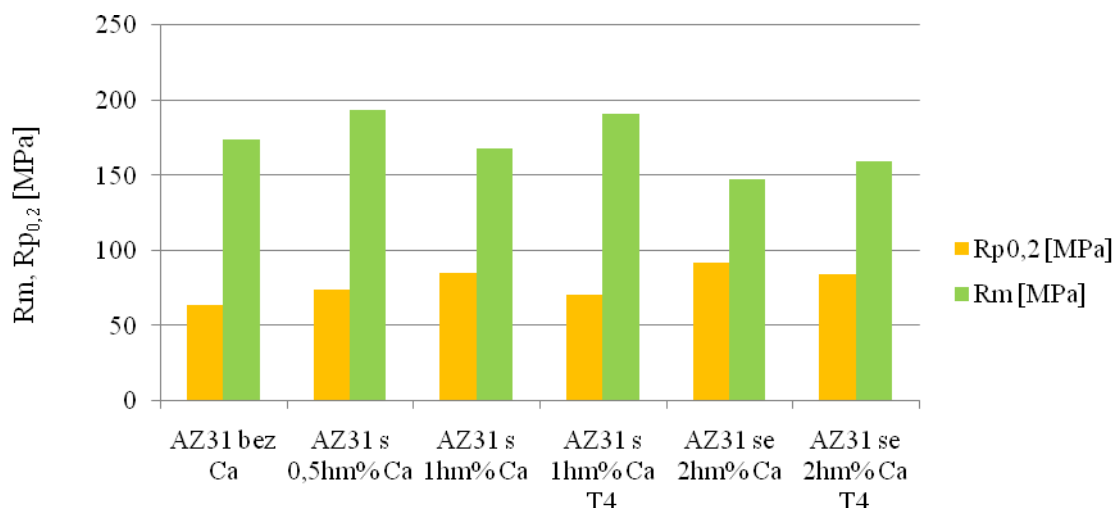
Tabulka 13 Souhrn výsledků provedených tahových zkoušek

	Rp0,2 [MPa]	Rm [MPa]	Z [%]	A [%]	E [GPa]
AZ31 bez Ca	64,2	174	9	8,8	38,3
AZ31 s 0,5hm% Ca	74,16	193,46	9,69	10,62	36,33
AZ31 s 1hm% Ca	85	168	4,1	4,4	41,38
AZ31 s 1hm% Ca TZ	71	191	8,5	9,9	43,63
AZ31 se 2hm% Ca	92,4	147,8	2,8	2,1	24,75
AZ31 se 2hm% Ca TZ	84,7	159,3	3,33	3,8	29,28

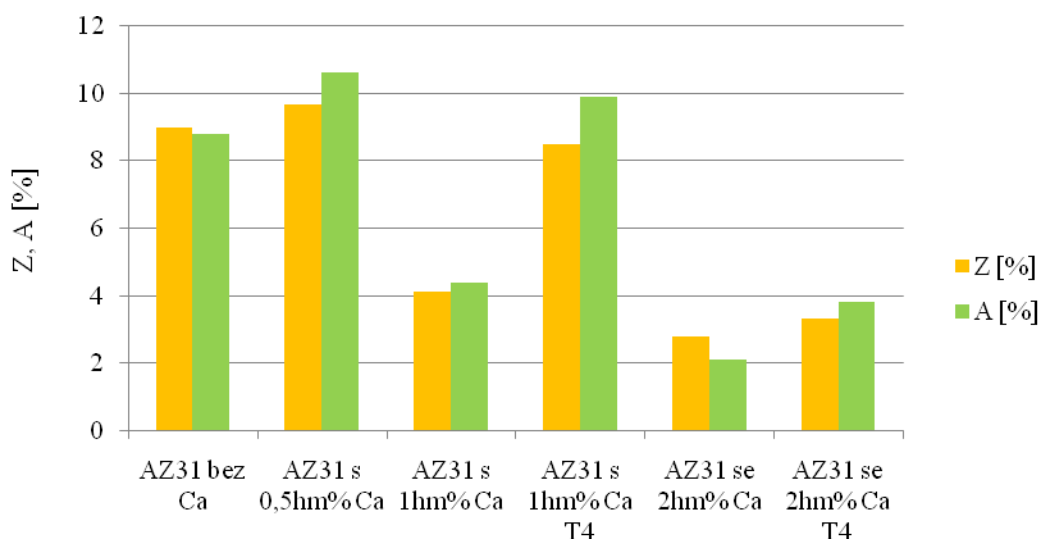
Z grafu na obrázku č. 39 je zřejmé, že s rostoucím obsahem vápníku dochází u slitin bez tepelného zpracování k nárůstu smluvní meze kluzu. Obdobných výsledků bylo dosaženo při experimentu publikovaném v článku [12].

Přidáním 0,5hm% Ca dojde u slitiny AZ31 k nárůstu pevnosti oproti slitině bez vápníku (obr. 42). Ve struktuře se nachází intermediální fáze $Mg_{17}Al_{12}$ a fáze $(Mg, Al)_2Ca$. Se zvyšujícím se obsahem vápníku dochází k poklesu hodnot meze pevnosti a nárůstu meze kluzu v důsledku postupného nahrazování fáze $Mg_{17}Al_{12}$ fází $(Mg, Al)_2Ca$.

Zvyšující se množství fáze $(\text{Mg, Al})_2\text{Ca}$ výrazně ovlivňuje také deformační charakteristiky (obr. 43). U slitiny s 1hm% Ca můžeme ve struktuře pozorovat síťoví tvořené převážně touto fází, u slitiny se 2hm% Ca je už síťoví souvislé, což se projeví dalším poklesem hodnot deformačních charakteristik. Tepelným zpracováním slitiny s 1hm% Ca došlo k rozrušení síťoví a výraznému zlepšení plasticity. U slitiny se 2hm% Ca po tepelném zpracování je síťoví ještě poměrně souvislé a dojde tak jen k mírnému nárůstu tažnosti a kontrakce. V literatuře [18] je tento jev spojen se snadným oddělováním síťoví od měkké hořčíkové matrice v průběhu deformace.



Obrázek 42 Porovnání napět'ových charakteristik jednotlivých vzorků



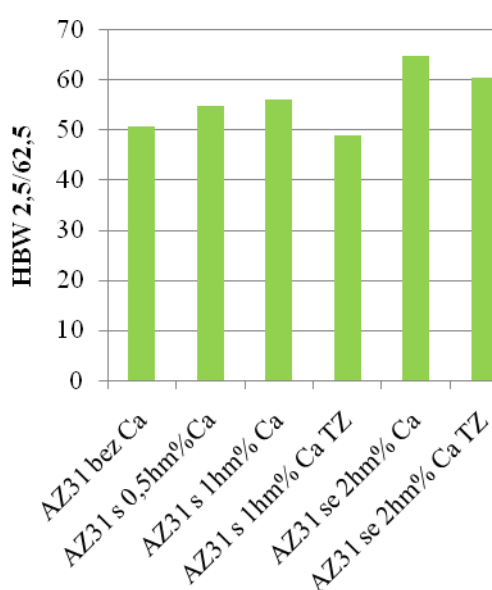
Obrázek 43 Porovnání deformačních charakteristik jednotlivých vzorků

S rostoucím obsahem vápníku se zvyšuje i množství fází vyloučených po hranicích zrn a v důsledku toho roste tvrdost slitiny. (obr. 44). U tepelně zpracovaných vzorků se projevil pokles tvrdosti v důsledku rozpuštění fází do tuhého roztoku (vzorek s 1hm% Ca) a vzniku jemných precipitátů (vzorek se 2hm% Ca).

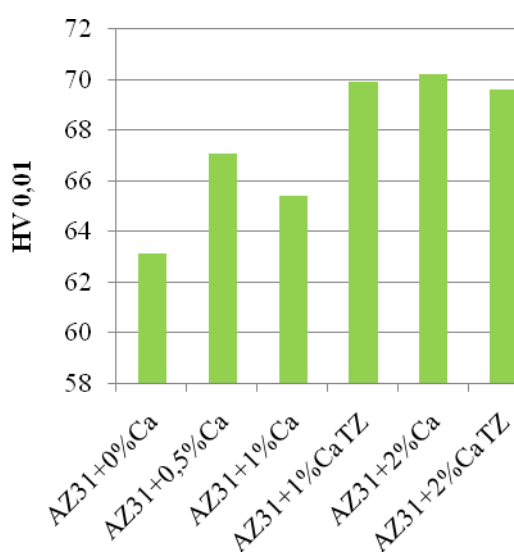
Mikrotvrdost tuhého roztoku je závislá na jeho chemickém složení (tab. 14). Slitina AZ31 se 2hm% Ca má nejnižší obsah hliníku v tuhém roztoku a největší tvrdost. U všech slitin bez tepelného zpracování pak se zvyšujícím se obsahem hliníku v tuhém roztoku tvrdost klesá (obr. 45).

U slitiny AZ31 s 1hm% Ca po tepelném zpracování je velké množství hliníku v tuhém roztoku vyváženo přítomností zinku. Mikrotvrdost tuhého roztoku je tak ve výsledku vyšší než u slitiny s 1hm% bez tepelného zpracování, která má mnohem nižší obsah hliníku v tuhém roztoku.

V tepelně zpracované slitině AZ31 se 2hm% Ca došlo k precipitaci v důsledku prodlevy na vzduchu před ochlazením do vody. Výsledek měření je proto ovlivněn přítomností drobných precipitátů v tuhém roztoku.



Obrázek 44 Porovnání tvrdosti



Obrázek 45 Porovnání mikrotvrdosti tuhého roztoku

Tabulka 14 Obsah hliníku, vápníku a zinku v tuhém roztoku

slitina/ prvek [hm%]	AZ31 bez Ca	AZ31 s 0,5hm% Ca	AZ31 s 1hm% Ca	AZ31 s 1hm% Ca TZ	AZ31 se 2hm% Ca	AZ31 se 2hm% Ca TZ
Al	2,81	1,31	1,44	2,39 + 0,55%Zn	1,07	1,51 + (0,92%Ca)

7. Závěr

Cílem předložené bakalářské práce bylo zhodnocení vlivu rozdílného obsahu vápníku na mechanické vlastnosti hořčíkové slitiny AZ31 vyrobené metodou squeeze casting. Pro porovnání výsledků u slitiny v litém stavu, byly vzorky s 1hm% a 2hm% Ca tepelně zpracovány. Na základě získaných výsledků je možné konstatovat tyto závěry:

- Analýza chemického složení prokázala odchylky od předpokládaného chemického složení, konkrétně nižší obsah Ca u všech slitin s vápníkem.
- K dosažení přesyceného tuhého roztoku po rozpouštěcím žíhání je nutné okamžité ochlazení do vody.
- Mikrostruktura slitiny AZ31 je tvořena tuhým roztokem (Mg), intermediální fází $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$, fází $\text{Mg}_{21}(\text{Al}, \text{Zn})_{17}$ a částicemi na bázi Al-Mn. Přidání vápníku má za následek vznik fáze (Mg, Al)₂Ca. S přibývajícím obsahem vápníku ve slitině se výrazně zvyšuje obsah fáze (Mg, Al)₂Ca na úkor fáze $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$.
- Se zvyšujícím se obsahem vápníku dochází k poklesu meze pevnosti a nárůstu meze kluzu v důsledku postupného nahrazování fáze $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ fází (Mg, Al)₂Ca. Nejlepší mechanické vlastnosti byly zjištěny u slitiny s 0,5hm% Ca.
- Rostoucí obsah vápníku ve slitině negativně ovlivňuje plasticitu. Zvyšující se množství fáze (Mg, Al)₂Ca tvoří s tuhým roztokem síťoví po hranicích zrn, které se při deformaci snadno odděluje od měkké matrice. Plastické vlastnosti můžeme zlepšit tepelným zpracováním, při kterém dojde k rozpouštění fází vyloučených ve formě síťoví po hranicích zrn.
- Tvrdost slitiny narůstá se zvyšujícím s množstvím vápníku ve slitině. Vyšší obsah vápníku způsobuje vznik výraznějšího síťoví po hranicích zrn a v důsledku toho i vyšší tvrdost.
- Mikrotvrdost tuhého roztoku je závislá na jeho chemickém složení. Hliník v tuhém roztoku mikrotvrdost snižuje, zinek zvyšuje.
- Zinek, který je vyloučen ve fázi po hranicích eutektika, má za následek vznik mikropórů.

8. Literatura

- [1] AVEDESIAN, M., BAKER, H. ASM Speciality Handbook – *Magnesium and magnesium alloys*. Ohio, USA: ASM International, 1999. 314s. ISBN 0-87170-657-1.
- [2] ROUČKA, J. *Metalurgie neželezných slitin*. Brno: CERM, 2004. 148s. ISBN 80-214-2790-6.
- [3] DRÁPAL, J., KUCHAR, L., TOMAŠEK, K., TROJANOVA, Z. *Hořčík, jeho slitiny a binární systémy hořčík-příměs*. Ostrava: VŠB Ostrava, 2004. 172 s. ISBN 80-248-0579-0.
- [4] PTÁČEK, L. a kol. *Nauka o materiálu II*, Brno: CERM, 2002. 392s. ISBN 80-7204-248-3.
- [5] PTÁČEK, L. a kol. *Nauka o materiálu I*, Brno: CERM, 2003. 505s. ISBN 80-7204-283-1.
- [6] JÍLEK, L., GREGER, M., KARAS V., VLČEK, M., SNÁŠEL, V. Tváření hořčíkových slitin. *Kovárenství* [online]. 2008, č. 31[cit. 2009-21-02], s. 20-23. Dostupný z WWW: www.skcr.org/cz/download/Kovarenstvi31A.pdf
- [7] SKOČOVSKÝ, P., PALČEK, P., KONEČNÁ, R., VÁRKOLY, L. *Konstruktivní materiály*. Žilina: EDIS ŽU Žilina, 2000. 268s. ISBN 80-7100-608-4
- [8] PALEČEK, P., CHALUPOVÁ, M., LUKÁČ, P., TROJANOVÁ, Z. Vplyv teploty na lomové charakteristiky vybraných hořčíkových zliatin. *Materials Engineering*. 2005, roč. 12, č. 3, s. 117-122. ISSN 1335-0803.
- [9] PRŠKOVÁ, V. *Ultravysokocyklová únava hořčíkových slitin*. Žilina: Žilinská univerzita v Žilině, Strojnická fakulta, 2008. 82 s. Vedoucí dizertační práce Prof. Ing. Otakar Bokůvka, PhD.
- [10] SVOZIL, L. *Struktura a vlastnosti vybraných hořčíkových slitin na odlitky*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2008. 38 s. Vedoucí bakalářské práce prof. Ing. Tomáš Podrabský, CSc.
- [11] ALJARRAH, M., MEDRAJ, M., WANG, X., ESSADIQI, E., MUNTASAR, A., DÉNÈS, G. Experimental investigation of the Mg—Al—Ca system. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2007, č. 1-2 [cit. 2009-16-5], s. 131-141. Dostupný z WWW: www.sciencedirect.com/science?_ob=MIimg&_imagekey=B6TWY-4KPP46X-2-R&_cdi=5575&_user=640830&_orig=search&_coverDate=06%2F14%.pdf

- [12] PARK, J. P., KIM, M. G., YOON, U. S., KIM, W. J. . Microstructures and mechanical properties of Mg–Al–Zn–Ca alloys fabricated by high frequency electromagnetic casting method. *Journal of Material Science* [online]. 2008, č. 1 [cit. 2009-16-5], s. 47-54. Dostupný z WWW: www.springerlink.com/content/x242g1lg86421100/
- [13] HLUCHÝ, M. a kol. *Strojírenská technologie 2*, Praha: SNTL, 1979. 408s. 04-221-79
- [14] KAINER, K. *Magnesium-Alloys and Technology*, Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2003. 285s. ISBN 9783527305704
- [15] PÍŠEK, F., JENÍČEK, L., RYŠ, P. *Nauka o materiálu: Nauka o kovech III-neželezné kovy*, Praha: ACADEMIA, 1973. 582s. 21-111-73
- [16] PLUHAŘ, J., PUŠKÁŘ, A., KOUTSKÝ, J., MACEK, K., BENEŠ, V. *Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu*, Praha: SNTL, 1987. 418s.
- [17] STRÁNSKÝ, K., LEVÍČEK, P. *Metalurgické vady ocelových odlitků*, Praha: SNTL, 1984. 269 s.
- [18] ALTMAN, DRITS, TIMONOVA, CHUHROV, *Magnesium alloys I: metal science of magnesium and its alloys*, Moskva, 1978. 101 s.

9. Použité zkratky

%	atomová procenta
hm%	hmotnostní procenta
LKG	litina s kuličkovým grafitem
MgCl ₂	chlorid hořečnatý
MgO	oxid hořečnatý
HCl	kyselina chlorovodíková
Cl ₂	chlór
CaO	oxid vápenatý
BCC	mřížka kubická prostorově středěná
HCP	hexagonální mřížka těsně uspořádaná
R _m	mez pevnosti [MPa]
R _{p0,2}	smluvní mez kluzu [MPa]
A	tažnost [%]
Z	kontrakce [%]
E	modul pružnosti v tahu [GPa]
HBW	tvrdost podle Brinella
HV	tvrdost podle Vickerse
PVZ	prvky vzácných zemin
KVZ	kovy vzácných zemin
pH	stupeň kyselosti
s	výběrová směrodatná odchylka výsledku
v	pravděpodobná chyba výsledku