

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

MIKROSTRUKTURNÍ STABILITA Mg-SLITIN PŘIPRAVENÝCH INTENZIVNÍ PLASTICKOU DEFORMACÍ

MICROSTRUCTURAL STABILITY OF Mg-ALLOYS PREPARED BY SEVERAL PLASTIC
DEFORMATION

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

JAKUB PIŇOS

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

doc. Ing. LIBOR PANTĚLEJEV, Ph.D.

BRNO 2011

ABSTRAKT

Metody SPD umožňují získávat ultra-jemnozrnnou strukturu (UFG) ve větších objemech materiálu a tím zlepšovat jeho mechanické vlastnosti. Mikrostruktura získaná těmito metodami je však teplotně nestabilní a tak je užití UFG materiálů za zvýšených teplot omezené. Teplotní expozicí dochází k hrubnutí zrna materiálu a tím zhoršování mechanických vlastností. Práce je zaměřena na teplotní stabilitu Mg-slitin skupiny AZ.

ABSTRACT

SPD methods allow to obtain ultra-fine-grained structure (UFG) in larger volumes of material and thereby improve its mechanical properties. The microstructure obtained by these methods is thermally unstable, so use of UFG materials at elevated temperatures is limited. Heat exposure leads to grain coarsening and the deterioration of mechanical properties. This work is focused on the thermal stability of Mg-alloys of AZ group.

KLÍČOVÁ SLOVA

ultrajemnozrné materiály, intenzivní plastická deformace, ECAP, Mg slitiny, teplotní stabilita

KEYWORDS

ultra fine grained materials, several plastic deformation, ECAP, Mg alloys, thermal stability

Bibliografická citace

PIŇOS, J. *Mikrostrukturní stabilita Mg-slitin připravených intenzivní plastickou deformací*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011. 40 s. Vedoucí bakalářské práce: doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.

Čestné prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na zadané téma vypracoval samostatně s použitím literatury uvedené v seznamu v kapitole 8.

V Brně dne 27. 5. 2011

Jakub Piňos

Poděkování

Děkuji mému vedoucímu práce doc. Ing. Liboru Pantělejevovi, Ph.D., za vstřícnost a rady při zpracovávání bakalářské práce.

Obsah

1.	Úvod	12
2.	Hořčík a jeho slitiny	14
2.1.	Slitiny typu AZ	15
3.	Ultrajemnozrnné materiály	17
4.	Metody přípravy ultrajemnozrnných materiálů (SPD)	18
5.	ECAP (úhlové bezkontrakční protlačování)	20
5.1.	Způsoby průchodů při ECAP	20
5.2.	Vliv tvaru kanálu při procesu ECAP	22
5.3.	Vliv teploty při procesu ECAP	22
5.4.	Vliv rychlosti deformace	23
5.5.	Vliv zpracování metodou ECAP na mechanické vlastnosti	23
5.6.	Vliv metody ECAP na mikrostrukturu vzorků	25
5.7.	Vliv chemického složení Mg slitin skupiny AZ na zjemnění zrna při procesu ECAP	27
5.8.	Vliv teploty při procesu ECAP na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti	27
6.	Chování Mg slitin typu AZ zpracovaných procesem ECAP následně podrobených zvýšeným teplotám	33
6.1.	Vliv zvýšené teploty na mikrostrukturu po procesu ECAP	33
6.2.	Mechanické charakteristiky slitin typu AZ za zvýšených teplot	36
6.3.	Vliv rychlosti zatěžování na mechanické charakteristiky Mg slitin typu AZ při zvýšených teplotách	44
7.	Závěr	45
8.	Seznam použité literatury	46
9.	Seznam použitých zkratk a symbolů	48

1. Úvod

Při konstrukci dopravních prostředků je snahou konstruktérů snižovat náklady na jejich provoz. Jednou z možností snížení provozních nákladů je snížení hmotnosti dopravního prostředku, při zachování jeho dopravní kapacity. Snížení hmotnosti se dosahuje volbou vhodnějšího konstrukčního řešení, nebo použitím lehkých konstrukčních materiálů. Jedná se například o hliník a jeho slitiny, kompozitní materiály a hořčíkové slitiny. Hliníkové slitiny jsou již dlouhou dobu využívány v leteckém průmyslu ke snížení hmotnosti letounu. Hořčíkové slitiny díky své nižší měrné hmotnosti mohou nahrazovat nejen ocelové díly, ale i díly hliníkové [1]. Při každé takové náhradě je však nutné dbát na dostatečnou pevnost. Hořčíkové slitiny se také využívají v automobilovém průmyslu. Vzhledem k jejich ceně však především v kategorii dražších vozidel. Zejména se jedná o lité díly motoru (blok motoru) a litá kola. Čistý hořčík je však jako konstrukční materiál pro svou nízkou pevnost nevhodný. Volbou vhodných přísadových prvků však lze jeho vlastnosti vhodně upravovat. Podle skupiny přísadových prvků vznikají slitiny s velmi nízkou měrnou hmotností, slitiny odolné vůči zvýšeným teplotám, s vynikající svařitelností a podobně. Jednou z nejrozšířenějších slitin jsou slitiny hořčíku s hliníkem, zinkem a manganem, označované jako slitiny skupiny AZ [2].

V současné době se snažíme dosahovat vhodných vlastností konstrukce nejen vhodnou volbou materiálu ale i různými druhy zpracování stejného materiálu. Vhodná volba zpracování přináší zlepšení mechanických vlastností (pevnost, mez kluzu, tažnost). Zlepšováním mechanických vlastností dochází k další úspoře hmotnosti i prostředků, neboť můžeme využít menšího množství materiálu při zachování dostatečné pevnosti.

Jednou skupinou moderních metod zpracování materiálu jsou metody, které vedou k získání ultrajemnozrné struktury (UFG – ultra-fine grained). Velmi výrazným zjemněním zrna dochází k zlepšení pevnostních vlastností, jak popisuje Hall-Petchův vztah. Materiál je zpevněn přítomností většího počtu hranic zrn, které představují překážky pro pohyb dislokací [3] [4].

$$\sigma_y \approx \sigma_0 + k_y / \sqrt{d} \quad (1)$$

K získávání ultrajemnozrné, či nano struktury materiálu se používají různé metody. Rozdělují se na tzv. metody „zezdola-nahoru“ a „shora-dolů“. Principem metod „zezdola-nahoru“ je spojování jednotlivých atomů či nanočástic látky do výsledného celku. Jedná se například o mletí a následné zhutňování prášku. Nevýhodou těchto metod je pórovitost výsledného materiálu a možnost vnesení nečistot do struktury. Metody „shora-dolů“ pracují s masivními polotovary a umožňují v nich vytvářet jemnozrnou strukturu.

Pro praktické využití jsou vhodnější metody intenzivní plastické deformace (SPD – severe plastic deformation). Deformace vnesená do materiálu při SPD přesahuje často 500 %. Takto vysokých přetvoření materiálu není možné dosahovat běžnými metodami tváření. Proto je nutné použít speciální metody a nástroje. Při metodách SPD dochází k výraznému zjemnění zrna. Podle požadovaných tvarů výsledného výrobku (polotovaru) se používají různé metody. Většina metod zachovává při zpracování materiálu nezměněný průřez vzorku. Opakováním procesu dosahujeme vyššího stupně deformace a tím i většího zjemnění zrna. Pro tváření materiálů s vyšší pevností je často nutná zvýšená teplota, která však ovlivňuje výslednou mikrostrukturu. Metodami SPD je možno získat materiály se střední velikostí zrna menší než 1 μm . Takto získané materiály vykazují v závislosti na složení slitiny a míře zjemnění zrna zvýšené hodnoty mechanických charakteristik. Většinou dochází k nárůstu tažnosti, v oblasti pevnostních charakteristik jsou výsledky silně závislé na podmínkách při procesu. Struktura získaná těmito metodami je však teplotně i mechanicky nestabilní.

Nestabilita těchto struktur ovlivňuje vlastnosti materiálu za zvýšených teplot. Jedná se zejména o hrubnutí zrna vlivem teplotní expozice a snižování pevnostních charakteristik. Proto je nutné znát vlastnosti materiálu za zvýšené teploty, zejména jeho pevnostní charakteristiky jako je mez kluzu a pevnost v tahu. Ze znalosti těchto vlastností je pak možno vycházet při návrhu konstrukce pro konkrétní aplikaci.

2. Hořčík a jeho slitiny

Hořčík je středně tvrdý, tažný kov, vede hůře elektrický proud a teplo. Díky vysoké tažnosti lze válcovat na plechy a táhnout dráty. S hustotou $1738 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ je nejlehčím konstrukčním materiálem. Není reaktivní jako ostatní prvky skupiny alkalických zemin, nejsou nutná speciální opatření při skladování. Hořčík a jeho slitiny mají dobrou slévatelnost, většina slitin však má nízkou korozní odolnost. Slitiny jsou označovány písmeny podle použitých přísadových prvků a čísly podle jejich obsahu v %. Upřesněním mohou být další písmena, např. AZ91 A, B, ...E (udávající další informace o zpracování, například tepelné zpracování – T, atd.) Nejpoužívanějšími přísadovými prvky jsou: hliník, mangan, a zinek [2].

Nejvýznamnějšími skupinami slitin podle přísadových prvků jsou:

- Slitiny Mg–Al–Zn (AZ XX)

Obsah hliníku se pohybuje od 3 do 9 %, zinku do 1,5 %. Vysoký obsah zinku je nevýhodný, protože tím narůstá hustota slitiny a další nevýhodou je náchylnost k růstu zrna.

- Slitiny Mg–Mn (M X)

Mangan příznivě působí na zjemnění zrna, snižuje nepříznivé působení železa na korozní odolnost a zlepšuje svařitelnost. Mechanické vlastnosti těchto slitin jsou ve srovnání s ostatními slitinami velmi nízké, lze je částečně zvýšit tvářením za studena, příp. precipitačním vytvrzováním.

- Slitiny Mg–Zn–Zr (ZK XX)

Zinek se zirkoniem (Zn = 4,8 až 6,2 %; Zr = 0,6 až 0,9 %) výrazně zvyšují mechanické vlastnosti. Zinek zpevňuje tuhý roztok a zirkonium zjemňuje zrno slitiny.

- Slitiny Mg–Th (H X)

Dominantními přísadovými prvky jsou thorium a zirkonium (Th = 2,5 až 4,0 %; Zr = 0,4 až 1,0 %). Slitiny jsou odolné proti křehkému porušení a přednostně se používají pro aplikace za zvýšených teplot. Lze je používat pro teploty kolem 205 °C až 315 °C. Slitiny se vyznačují velmi dobrou svařitelností používají se nejčastěji v letecké technice a kosmonautice.

- Slitiny Mg–Li (L X)

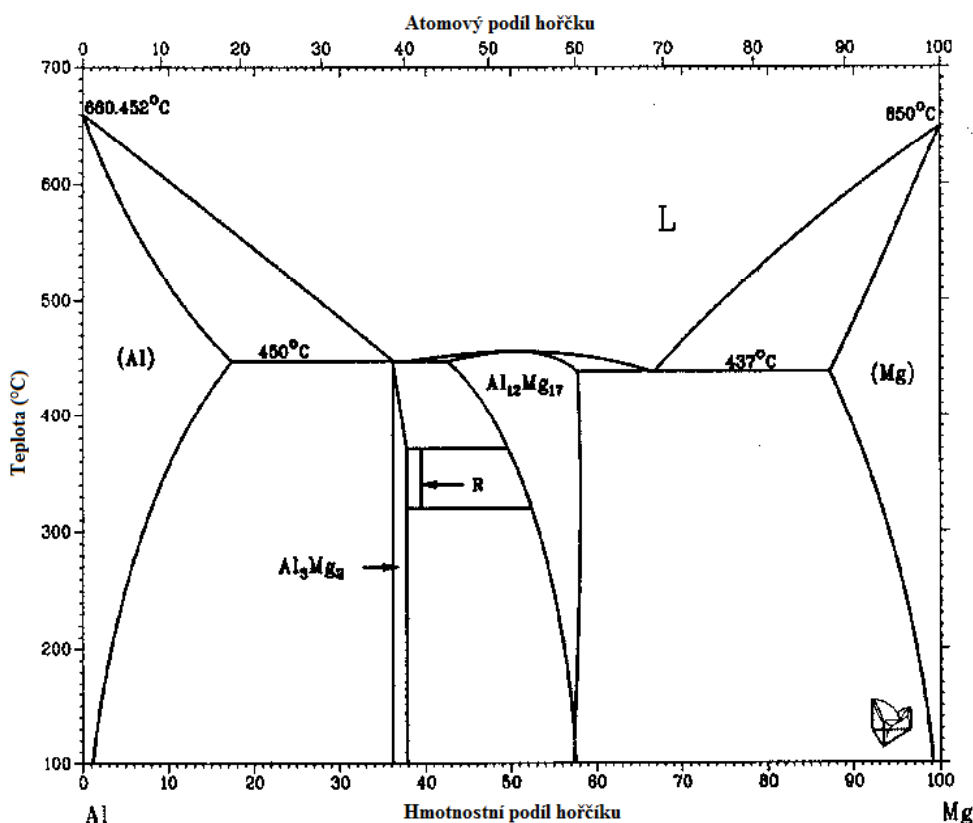
Slitiny hořčíku a lithia dosahují velmi nízkých měrných hmotností $1350 \text{ až } 1500 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ [3].

2.1. Slitiny typu AZ

Rozdíly v obsazích hliníku mají významný vliv na mikrostrukturu slitin. Jak ukazuje rovnovážný diagram soustavy Mg–Al (obr. 1), maximální rozpustnost hliníku v hořčíku je při eutektické teplotě (437 °C) 11,5 % a klesá postupně až na cca 1 % při pokojové teplotě. Eutektická reakce probíhá při 437 °C a tvoří se směs " δ " fáze (substituční tuhý roztok Al v Mg) a " γ " fáze ($\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$). Chemické složení slitin skupiny AZ je v tab. 1.

Tab. 1 Obsah přísadových prvků v Mg slitinách typu AZ [5]

Slitina	Obsah v %							
	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Fe	Ni	ostatní
AZ31	2,50-3,50	0,70-1,30	0,2-1,0	$\leq 0,100$	$\leq 0,05$	$\leq 0,005$	$\leq 0,005$	$\leq 0,3$
AZ61	5,8-7,2	0,4-1,5	0,15-0,5	$\leq 0,15$	$\leq 0,05$	$\leq 0,005$	$\leq 0,005$	$\leq 0,3$
AZ91	8,2	0,72	0,22	0	-	0,005	-	-

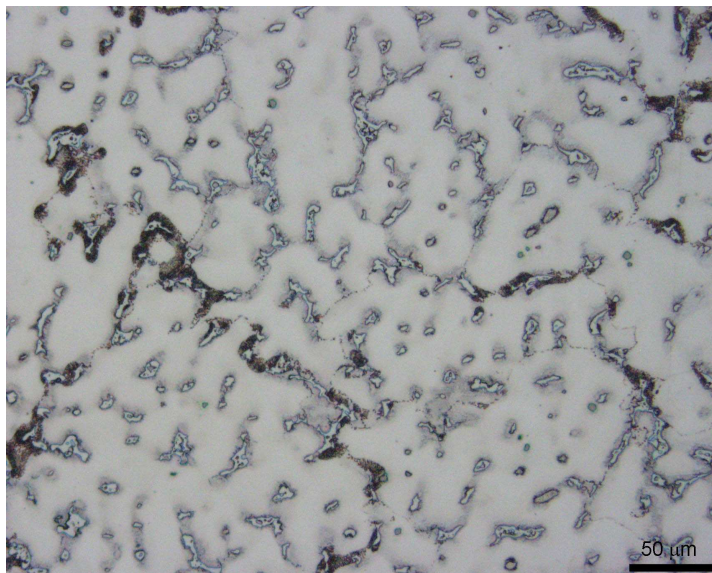


Obr. 1 Rovnovážný diagram soustavy Mg-Al [6]

Nejpoužívanější slitinou typu AZ je slitina AZ91, ve Velké Británii značená jako BS 2970 MAG7 a ASTM AZ91 B v USA.

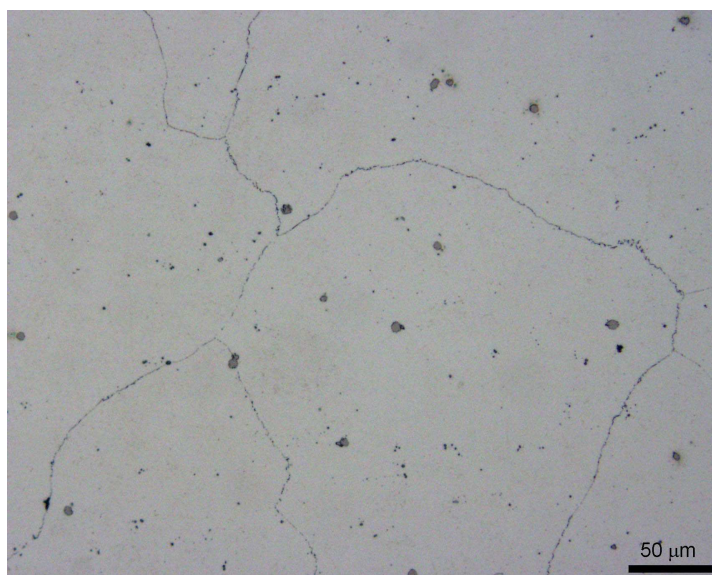
Mechanické vlastnosti materiálů jsou silně závislé na jejich mikrostruktuře, která je ovlivňována chemickým složením a zpracováním. Významnými jsou zejména velikost zrna,

morfologie zrna, morfologie a tvrdost precipitátů. Struktura slitin typu AZ je tvořena tuhým roztokem δ (Al v Mg), intermediální fází γ ($Mg_{17}Al_{12}$), eutektikem $\gamma + \delta$ a částicemi na bázi AlMn. Na obr. 2 je zobrazena struktura slitiny AZ91 v litém stavu. Fáze $Mg_{17}Al_{12}$ rozložená v okolí hranic zrn tuhého roztoku (Mg) je značně tvrdá a křehká. Přítomnost tvrdých fází na hranicích zrn snižuje pevnostní charakteristiky i tažnost. S klesajícím obsahem hliníku klesá podíl eutektika a precipitátu $Mg_{17}Al_{12}$ ve struktuře. Snižování obsahu tvrdých fází při nižším obsahu hliníku vede ke zvýšení lomové houževnatosti a zvýšení tažnosti. Nižší obsah hliníku však způsobuje nižší odolnost vůči zvýšené teplotě [5].



Obr. 2 Mikrostruktura slitiny AZ91 v litém stavu [5]

Pro zlepšení mechanických vlastností se odlité kusy homogenizačně žíhají při teplotách 380 – 420 °C. Doba žíhání je 15 – 30 h. Cílem je odstranit segregační heterogenitu přísadových prvků. Při homogenizačním žíhání se vyloučené fáze na hranicích zrn rozpustí v základní matici (obr. 3) a chemické složení slitiny je rovnoměrnější. Tím se zlepší tvařitelnost a zvýší úroveň mechanických vlastností [5].

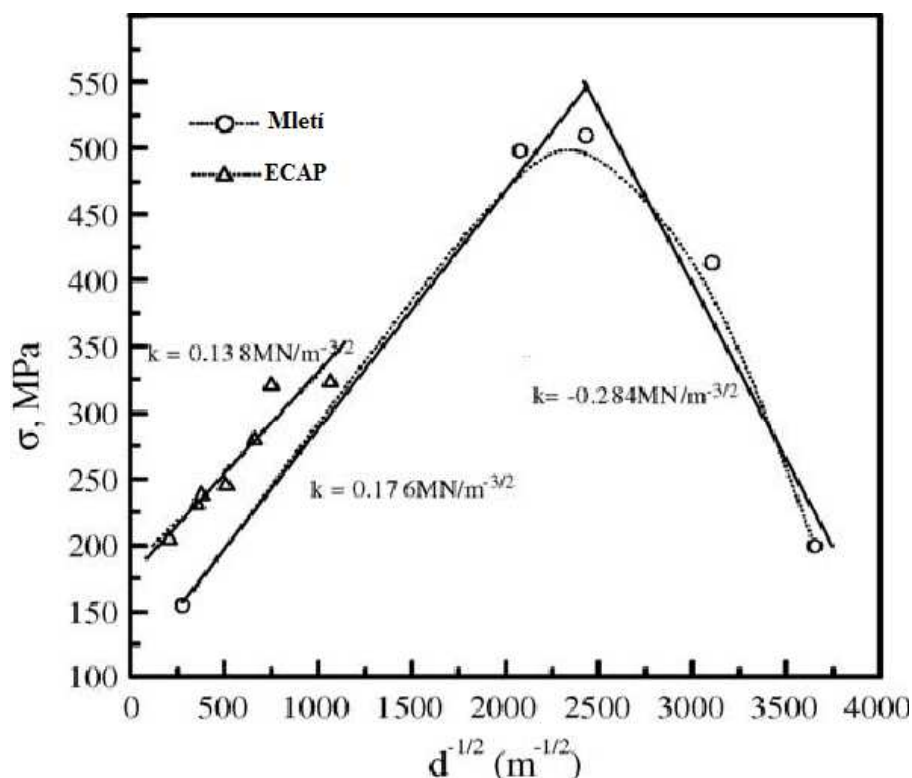


Obr. 3 Mikrostruktura AZ91 po homogenizačním žíhání [5]

3. Ultrajemnozrnné materiály

Kromě chemického složení, které ovlivňuje například obsah tvrdé a křehké fáze $Mg_{17}Al_{12}$ závisí mechanické vlastnosti slitin i na dalších parametrech, zejména na velikosti zrna. Kontrolou podmínek při zpracování je možno dosahovat struktur s vlastnostmi dle požadavků. Jednou z důležitých vlastností, které se snažíme ovlivňovat je velikost zrna. Zmenšováním velikosti zrna roste množství hranic zrna v materiálu. Tyto hranice jsou překážkami pro pohyb dislokací a zpevňují tak materiál. Zároveň však může docházet i k nárůstu tažnosti. Materiál s jemnějším zrnem pak podle Hall-Petchova vztahu (1) vykazuje vyšší mez kluzu.

Hall-Petchův vztah však platí pouze do kritické velikosti zrna. Je-li velikost zrna materiálu nižší než tato kritická hodnota, dochází naopak k snižování meze kluzu. Tento jev souvisí se změnou hlavního mechanismu deformace z pohybu dislokací na pokluzu po hranicích zrn. Bylo zjištěno, že Hall-Petchův vztah (1) platí pro různé materiály přibližně do velikosti zrna 20 – 30 nm, a pak se pevnost přestane zvyšovat nebo i klesá [7].



Obr. 4 Grafické znázornění platnosti Hall-Petchova vztahu pro vzorky ze slitiny AZ31 a Mg5 %Al [7]

Na obr. 4 je zobrazena závislost meze kluzu na velikosti zrna pro slitinu AZ31. Kritická velikost zrna pro slitinu AZ31 je 160 – 180 nm. Oblast, kde střední velikost zrna je menší než kritická se nazývá oblastí platnosti inverzního Hall-Petchova vztahu (2). Jev byl pozorován v řadě materiálů a předpokládá se závislost ve tvaru [7]:

$$\sigma_y \approx -k \cdot 1/\sqrt{d} \quad (2)$$

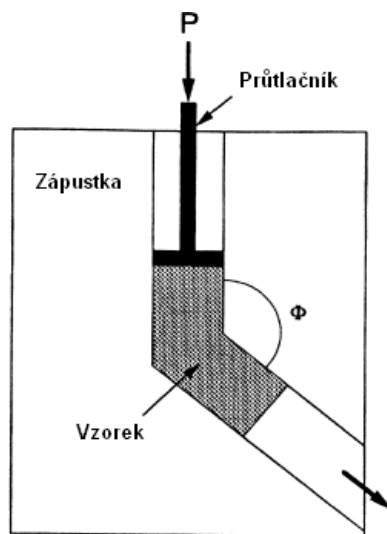
4. Metody přípravy ultrajemnozrnných materiálů (SPD)

Jak bylo popsáno v předcházející kapitole, mechanické vlastnosti jsou silně závislé na velikosti zrna materiálu. Slitiny skupiny AZ v litém stavu mají velikost zrna řádově 100 – 500 μm . Tvářený materiál má velikost zrna 15 – 50 μm a rovnoměrněji rozptýlené precipitáty. Jemnější zrna a rozptýlení precipitátů zvyšuje mez kluzu i pevnost v tahu. Metody SPD umožňují přípravu ultrajemnozrnných materiálů s velikostí zrna menší než 1 μm s velmi jemnými rozptýlenými precipitáty. Tím umožňují další zvýšení pevnosti materiálu. Materiál je tak možno použít v náročnějších aplikacích. Principem metod SPD je vnášení velmi velké deformace do materiálu. Jedná se o deformace v rozmezí 100–1000 %. Materiál je při metodách SPD namáhán na smyk, působením tohoto namáhání dochází ke vzniku nových jemnějších zrn.

Pro získávání ultrajemnozrnné struktury materiálu se používají nejčastěji tyto metody:

- ECAP - Equal Channel Angular Pressing (úhlové bezkontrakční protlačování)

Někdy označovaná také ECAE (Equal Channel Angular Extrusion) je schematicky zobrazena na obr. 5. Umožňuje získat jemnozrnnou strukturu ve větším objemu materiálu. Při zpracování se nemění příčný průřez vzorku. Získané materiály jsou využívány zejména v automobilovém, leteckém a kosmickém průmyslu. Materiál upravený procesem ECAP je vhodný k superplastickému tváření [8].



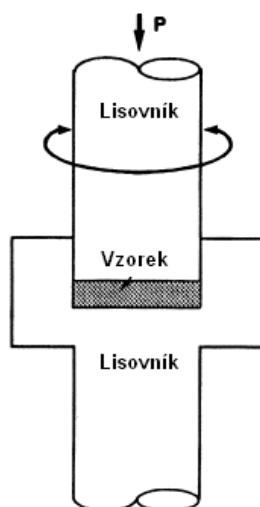
Obr. 5 Schematické zobrazení metody ECAP [9]

Protože metoda ECAP přináší požadované výsledky, jsou na jejím základě vyvíjeny metody umožňující produkci materiálu v kontinuálním režimu a tím vysokou produktivitu výroby. Jedná se o metody CONFORM a DCAP – viz dále.

- HPT – High Pressure Torsion (kombinace krutového namáhání spojeného s namáháním vysokým tlakem)

Vzorek mající tvar malého disku je vložen mezi dva lisovníky s cylindrickým vybráním, výška vybrání je o něco větší než výška vzorku (obr. 6). Otáčením horního lisovníku se prostřednictvím tření přenáší na tvářený vzorek moment potřebný pro deformaci. Především dochází v tvářeném vzorku k šíření tlaku a zároveň během konečného zkroucení vzorku k rozpěchování materiálu. Během procesu pěchování se mění podmínky tření v materiálu. Aby byl tento efekt udržen na co nejnížší úrovni, jsou zredukovány třecí plochy mezi oběma

lisovníky vybroušením kuželových ploch. Při experimentech bylo metodou HPT dosaženo deformace větší než 1000 % na rozdílných kovových materiálech [8].



Obr. 6 Schematické zobrazení metody HPT [9]

- CCDC – Cyclic Channel Die Compression (cyklické pěchování v kanále)

Válcový vzorek je pěchován v kanále s kruhovým průřezem. Po spěchování je otočen o 90° a znovu pěchován. Dochází k aktivaci vysokého počtu skluzových rovin a tím i dosažení vysokého stupně deformace se současným vysokým zjemněním zrna tvářeného materiálu [8].

- CEC – Cyclic Extrusion Compression (cyklické protlačování spojené s pěchováním)

Princip této metody spočívá v tom, že materiál v první fázi je protlačován a v konečné fázi stlačován. Tím si vzorek ponechává jako u všech ostatních postupů svůj původní tvar [8].

- ARB – Accumulative Roll Bonding (kumulativní spojování válcováním)

Plech se rozřízne na dvě stejně velké části, jedna strana se pečlivě očistí, položí se přes sebe a potom se opět převálcuje na původní šířku [8].

- CGP – Constrained Groove Pressing (lisování do drážek)

Rovný polotovár se lisuje do tvarované formy, v dalším kroku je vyrovnán. Cyklus lze opakovat pro dosažení vyšší vnesené deformace, výsledný tvar polotovaru je shodný s původním tvarem [8].

- CONFORM – Continuous Extrusion Forming (kontinuální vytlačování otvorem)

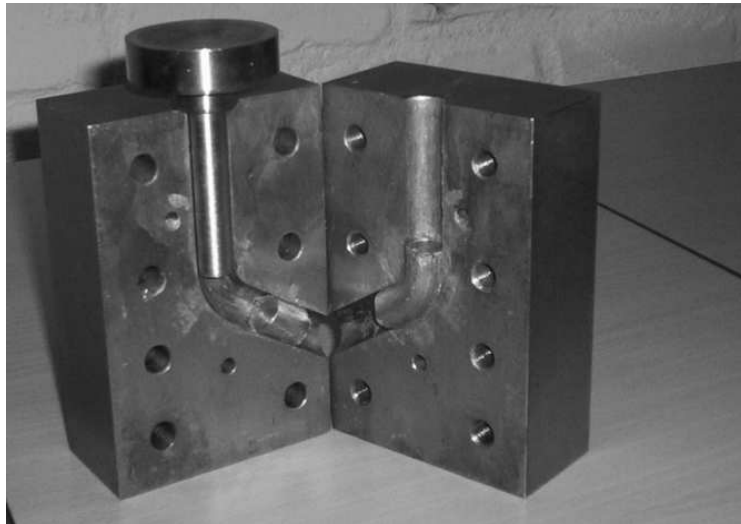
Postup lze zjednodušeně popsat jako plynulý ECAP proces, přičemž síla potřebná pro „protlačování“ nemusí být vynaložena prostřednictvím lisovníku jako u ECAP, nýbrž prostřednictvím podávacího válce [8].

- DCAP – Dissimilar Channel Angular Pressing (kombinované válcování spojené s protlačováním kanály odlišných průřezů)

Metoda se pokouší odstranit nevýhodu metody ECAP, kterou je malá produktivita a nemožnost použití pro dlouhé a tenké polotovary. Umožňuje výrobu dlouhých a úzkých pásů v nepřetržitém režimu a tím i vysokou produktivitu výroby [8].

5. ECAP (úhlové bezkontrakční protlačování)

Vysokého přetvoření materiálu se u této metody dosahuje při průchodu tvarovaným kanálem (obr. 7). Úhel mezi na sebe navazujícími částmi kanálů se pohybuje mezi $90^\circ - 135^\circ$ (Obr. 10), materiál je při přechodu z jedné části kanálu do druhé namáhán na smyk. Deformace vnášená do zpracovávaného materiálu při jednom průchodu ECAP komorou je závislá na velikosti úhlu mezi kanály a na zaoblení přechodu mezi kanály. Opakovanými průchody je možné dosáhnout vyššího stupně deformace. Vzorek může být mezi průchody pootáčen, dochází tak k aktivaci rozdílných smykových systémů [8].



Obr. 7 Zápustka pro metodu ECAP [10]

5.1. Způsoby průchodů při ECAP

Podle způsobů otáčení polotovaru mezi jednotlivými protlačeními rozeznáváme čtyři základní průchody ECAP komorou. Tyto způsoby jsou popsány jako průchod typu A, typu B_A, typu B_C a typu C (obr. 8):

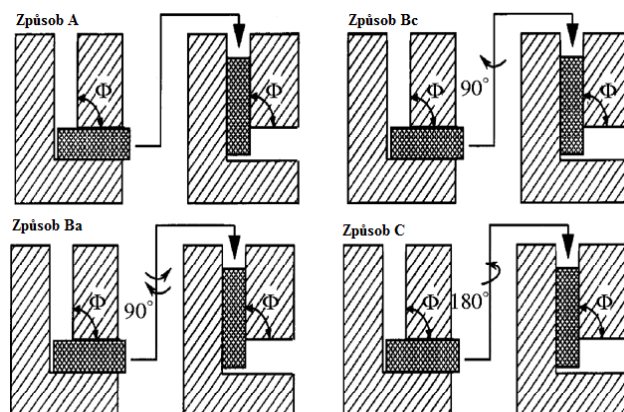
A – vzorek protlačován bez následného otočení mezi jednotlivým průchody

B – vzorek otočen o 90° mezi každým protlačáním,

B_A – mění se smysl otáčení mezi jednotlivými průchody

B_C – otáčení se stejném směru mezi jednotlivými průchody

C - vzorek otočen o 180° ve stejném směru mezi jednotlivými průchody .



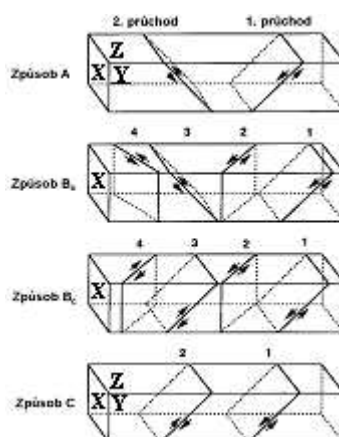
Obr. 8 Druhy průchodů při procesu ECAP [8]

Výsledkem je odlišná poloha smykových rovin při různých průchodech (obr. 9):

A – vyskytují se dvě smykové roviny, které mezi sebou svírají úhel 90°

B_A a B_C – vyskytují se čtyři odlišné roviny svírající úhel 120°

C – vyskytuje se opakovaný smyk ve stejných rovinách



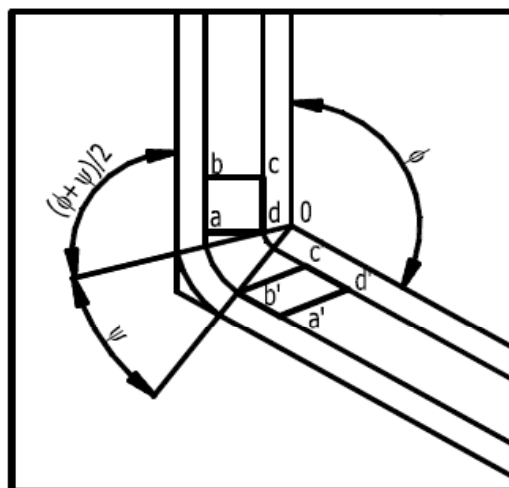
Obr. 9 Poloha smykových rovin při různých druzích průchodů ECAP [11]

Dále se liší vnesená deformace v jednotlivých osách podle typu průchodu, poloha rovin je označena na obr. 9:

- A – vyšší úroveň deformace ve směrech os X, Y
– minimální deformace ve směru osy Z
- B_A – vyšší úroveň deformace ve všech rovinách
- B_C – vzorek získává původní podobu při každém 4 protlačení
– vyšší úroveň deformace ve všech rovinách
- C – vzorek získává původní podobu při každém 2 protlačení
– minimální deformace v ose Z [8]

5.2. Vliv tvaru kanálu při procesu ECAP

Na změnu struktury materiálu má vliv mimo způsobu průchodu kanálem i celková vnesená deformace, která je závislá na tvaru kanálu a počtu průchodů. Na obr. 10 je schematicky zobrazena ECAP komora s vyznačením úhlu mezi kanály Φ a úhlu zaoblení Ψ . Změna těchto úhlů je možná pouze výrobou nové protlačovací komory. Počet průchodů N lze naopak snadno měnit a dosahovat tak rozdílných vnesených deformací a tím odlišných výsledných mikrostruktur.



Obr. 10 Geometrické parametry kanálů ECAP komory [8]

Celkovou vnesenou deformaci je možno stanovit dle následujícího vztahu[11]:

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cotg \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Phi \operatorname{cosec} \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (3)$$

kde: N – počet průchodů

Φ – úhel mezi kanály

Ψ – úhel zaoblení přechodu mezi kanály

Zmenšováním úhlu Φ je možno dosáhnout vyšších deformací při jednom průchodu, použití kanálu s malým úhlem Φ je však obtížné. Také zmenšování úhlu Ψ má za následek zvyšování vnesené deformace při jednom průchodu. Stejně deformace lze také dosáhnout opakovanými průchody nástrojem s vyšším úhlem mezi kanály. Například jeden průchod kanálem s úhlem $\Phi = 90^\circ$ odpovídá vnesené deformací dvěma průchodům kanálem s úhlem 135° . Z pozorování mikrostruktury však vyplývá, že pro účinnost metody je důležité zachovat úhel blízký 90° . Ačkoliv je celková vnesená deformace při více průchodech nástrojem s vyšším úhlem stejná, vlastnosti jsou rozdílné. Problémy spojené s protlačováním materiálů s vyšší pevností tak nemohou být řešeny mnohonásobným průchodem komorou s velkým úhlem Φ mezi kanály [8].

5.3. Vliv teploty při procesu ECAP

Protlačení materiálu ECAP komorou je poměrně obtížné, proto je pro protlačení materiálů s vyšší pevností často nutno použít ohřev, kterým snížíme mez kluzu materiálu. Klesá tak síla nutná k protlačení, díky tomu je možno použít méně výkonný lis. Při zvyšování

teploty procesu však dochází k hrubnutí zrna, dochází také ke vzniku struktury s menšími úhly mezi sousedními hranicemi zrn. Zvyšování teploty při zpracování tak sice umožňuje protlačení materiálů s vyšší pevností i na méně výkonných strojích, je však nutno brát ohled na změny v mikrostruktuře [8]. Vliv teploty při procesu ECAP na strukturu slitin skupiny AZ bude podrobněji popsán v kapitole 5.8.

5.4. Vliv rychlosti deformace

Parametrem, který je závislý na použitém strojním zařízení je rychlost protlačování. Vliv změny protlačovací rychlosti na mikrostrukturu není příliš výrazný. Dosažené výsledky vykazují relativně malý vliv protlačovací rychlosti v rozsahu od 10^{-3} do 10 mm.s^{-1} . Je však možno konstatovat, že nižší protlačovací rychlost vede k rovnoměrnější mikrostruktuře [8].

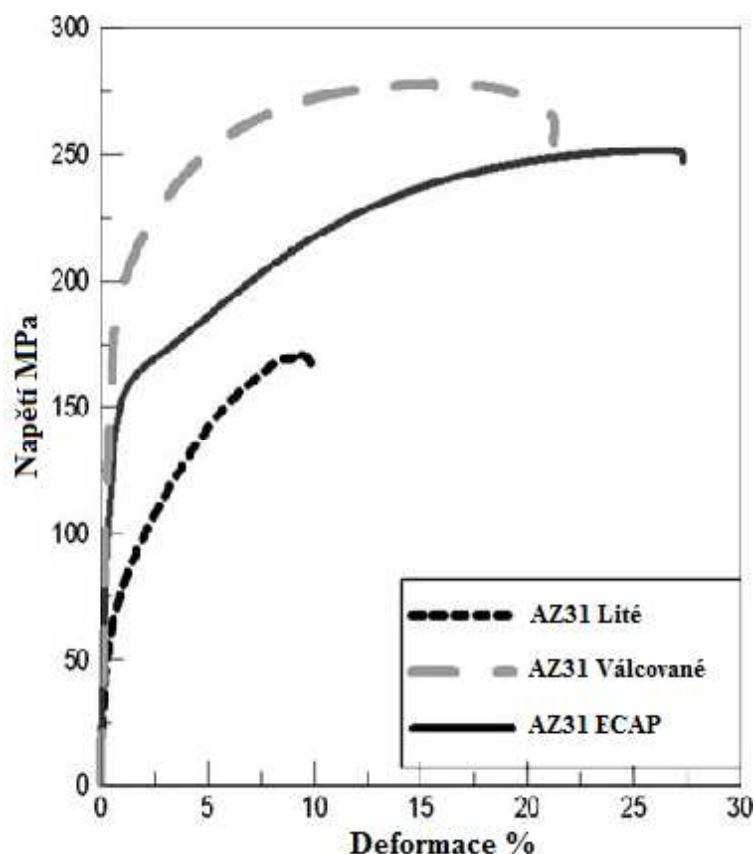
5.5. Vliv zpracování metodou ECAP na mechanické vlastnosti

Jak bylo uvedeno v předcházejících kapitolách, zpracování procesem ECAP vede ke zjemnění zrna. Tímto zjemněním dochází ke zvýšení počtu hranic mezi zrny, které zpevňují materiál. Zpevnění je způsobeno omezením pohybu dislokací hranicemi zrn.

Srovnání výsledků tahových zkoušek slitiny AZ31 pro různé stavy zpracování ukazuje obr. 11. Vzorky byly připraveny tlakovým litím, válcováním a metodou ECAP. U materiálu zpracovaného procesem ECAP byly provedeny 4 průchody za teploty 200°C způsobem B_c . Vzorek připravený tlakovým litím měl velikost zrna $450 \mu\text{m}$. Válcovaný vzorek měl nehomogenní strukturu s velikostmi zrn $3\text{--}20 \mu\text{m}$. U vzorku podrobeného procesu ECAP bylo dosaženo jemnozrnné struktury s velikostí zrna $2 \mu\text{m}$. Při tahové zkoušce vykazoval vzorek připravený tlakovým litím nejnižší mez kluzu, pevnost i tažnost. Vzorek vyrobený válcováním měl nejvyšší mez kluzu i pevnost, tažnost vzrostla na dvojnásobek v porovnání s litým vzorkem. Vzorek podrobený procesu ECAP vykazoval nižší mez kluzu i pevnost, než vzorek válcovaný, měl však nejvyšší tažnost [12]. Mechanické charakteristiky zjištěné ze zkoušky tahem (obr. 11) jsou uvedeny v tab. 2.

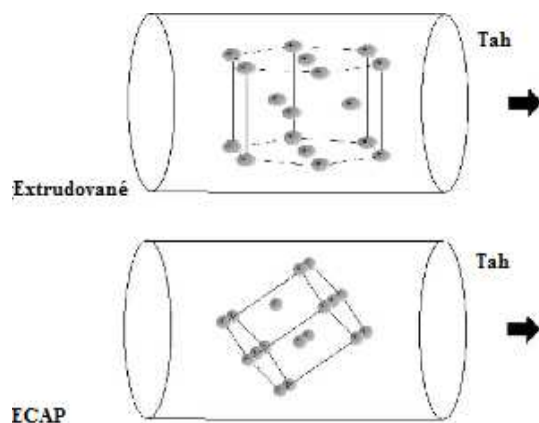
Tab. 2 Mechanické vlastnosti slitiny AZ31 po různých druzích zpracování [12]

Slitina AZ31	Mez kluzu (MPa)	Pevnost (MPa)	Tažnost (%)
Litý stav	50	170	10
Válcované	175	277	21
ECAP	115	251	27



Obr. 11 Tahové křivky slitiny AZ31 po různém zpracování [12]

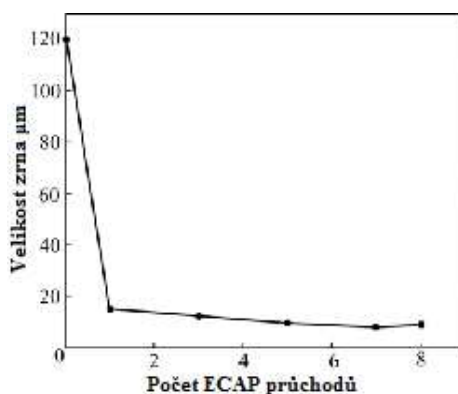
Přestože zrno materiálu po procesu ECAP procesu mělo nejmenší velikost, pevnostní charakteristiky vzorku nebyly nejvyšší. Tento výsledek je způsoben rozdílnou převažující orientací mřížky po různých způsobech zpracování. Při průchodu materiálu nástrojem ECAP dochází ke změně převažující orientace krystalické mřížky. Změněná převažující orientace mřížky způsobuje příznivější natočení skluzových systémů vzhledem k směru namáhání (obr. 12). Vznikem těchto přednostních orientací (natočení) krystalické mřížky dochází ke snižování pevnostních charakteristik a zvyšování tažnosti, přestože podle Hall-Petchova vztahu (1) by mělo dojít k nárůstu pevnostních charakteristik. Výsledné vlastnosti tedy závisí nejen na míře zjemnění zrna, ale také na detailech hranic zrn a „ostroti“ textury, tj. zda efekt zpevnění hranicemi zrna převáží snížení pevnosti vlivem přednostní orientace [13].



Obr. 12 Převažující natočení krystalové mřížky kovu [13]

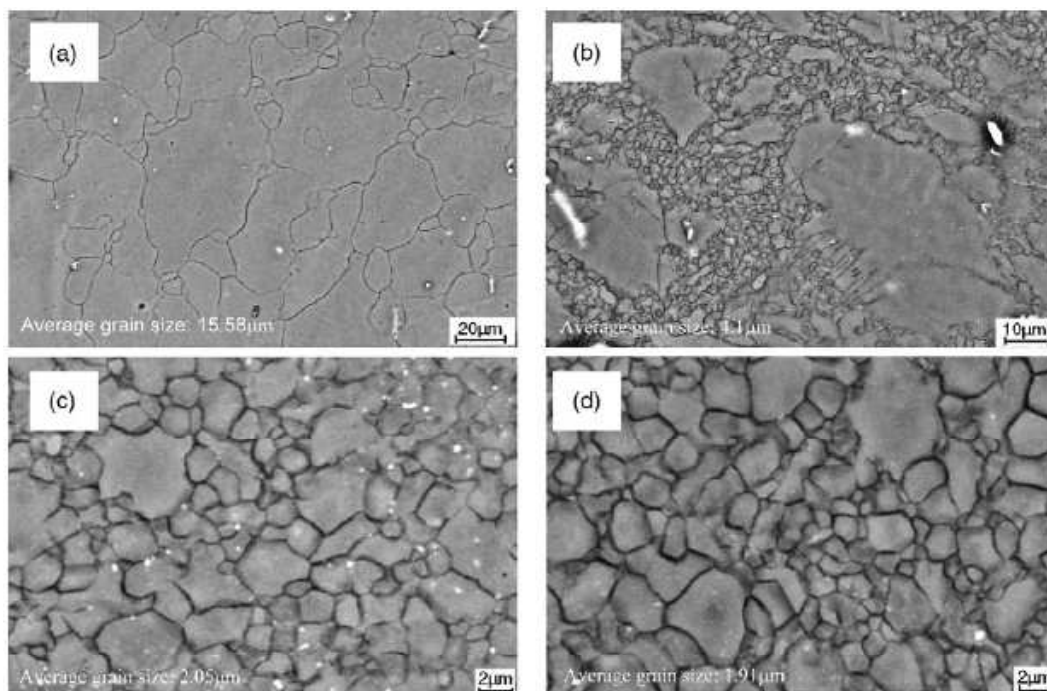
5.6. Vliv metody ECAP na mikrostrukturu vzorků

Chování materiálu při tahové zkoušce popsané v kapitole 5.5 je závislé na mikrostruktuře vzorku. U procesu ECAP je jedním z parametrů ovlivňujících výsledné vlastnosti celková vnesená deformace. Jak ukazuje rovnice (3), je možné celkovou vnesenou deformaci ovlivňovat počtem průchodů což je nejsnáze měnitelný parametr celého ECAP procesu. Z obr. 13 je patrné, že při prvním průchodu kanálem dochází k výraznému zjemnění zrna. Dalším opakováním průchodů se zrno dále zjemňuje, intenzita zjemnění však není tak velká jako po prvním průchodu [14].



Obr. 13 Závislost velikosti zrna na počtu průchodů ECAP pro slitinu AZ31 [14]

Výsledné vlastnosti materiálu jsou ovlivněny také homogenitou materiálu jak ve smyslu vnesené deformace, tak i mikrostruktury. Jedná se například o přítomnost tvrdých fází na hranicích zrn, které snižují mechanické vlastnosti. Homogenní struktura dané velikosti zrna bude mít jiné vlastnosti než silně nehomogenní struktura se stejnou průměrnou velikostí zrna. Z tohoto důvodu je nutno znát detaily mikrostruktury i rozložení jednotlivých velikostí zrn.



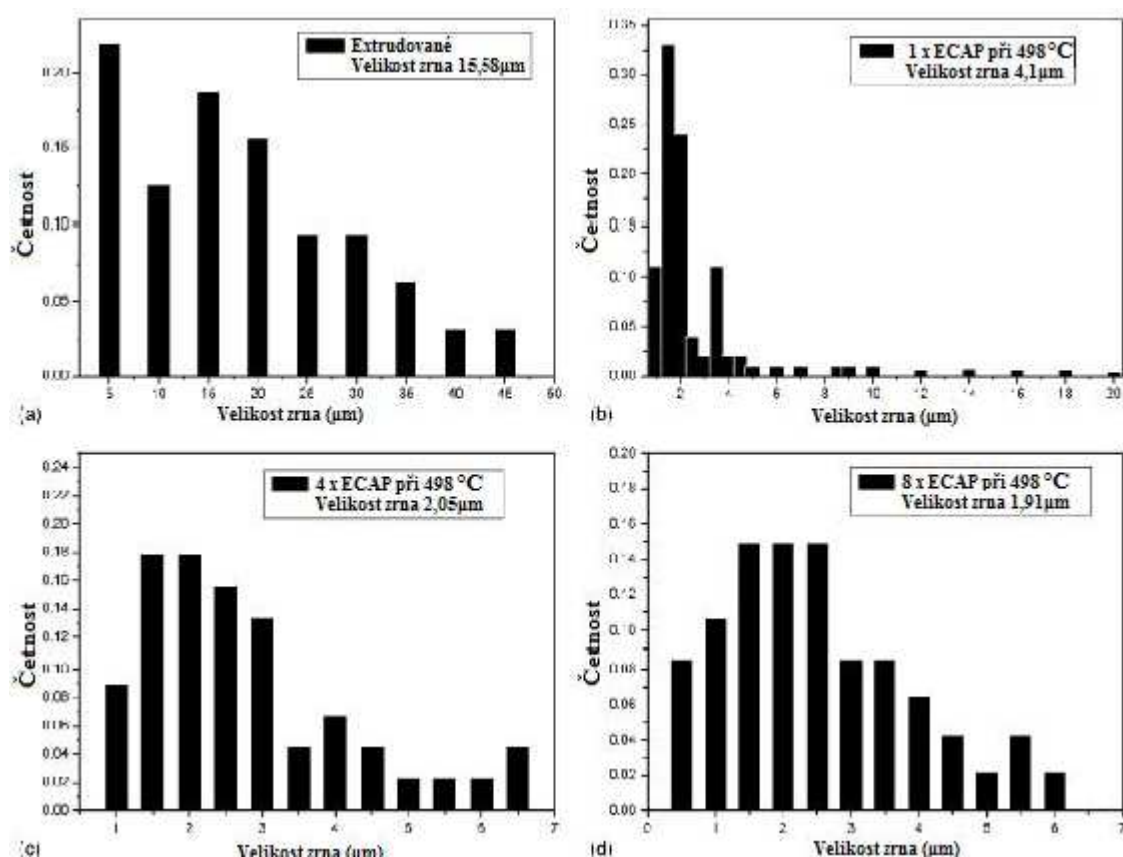
Obr. 14 Mikrostruktura materiálu pro různém počty průchodů ECAP a) Původní materiál b) 1 průchod ECAP c) 4 průchody ECAP d) 8 průchodů ECAP [15]

Příkladem může být rozdílnost mikrostruktur materiálu po jednom, čtyřech a osmi průchodech ECAP (obr. 14). Polotovár pro proces ECAP byl vyroben ze slitiny AZ31 ECAP procesem, kdy průměrná velikost zrna byla 15,6 μm , mikrostruktura je zobrazena na obr. 14a. Na obr. 15a je možno pozorovat podíl jednotlivých velikostí zrn ve struktuře ve stavu uvedeném na obr. 14a.

Po jednom průchodu ECAP za teploty 225 $^{\circ}\text{C}$ došlo k výraznému zjemnění zrna. Materiál však obsahuje také hrubá zrna (obr. 14b). V grafu na obr. 15b získaném analýzou obr. 14b je patrné, že došlo ke vzniku velkého množství velmi jemných zrn velikosti menší než 2 μm . Materiál však obsahuje též hrubá zrna velikosti větší než 10 μm . Také je možno pozorovat bimodálnost mikrostruktury. Průměrná velikost zrna je pak 4,1 μm .

Po dalších třech průchodech došlo ke vzniku homogennější struktury (obr. 14c). Zmenšuje se rozdíl ve velikostech zrn. V grafu na obr. 15c, který odpovídá struktuře na obr. 14c, je možno pozorovat, že materiál neobsahuje zrna větší než 7 μm . Průměrná velikost zrna je 2,05 μm .

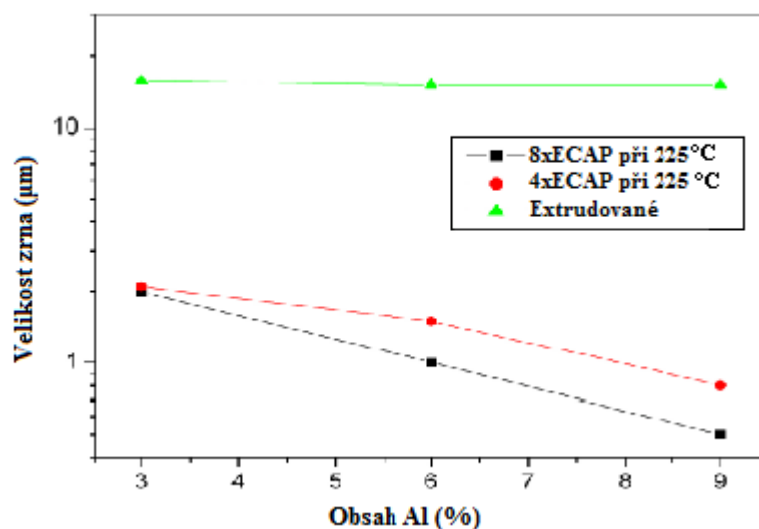
Další čtyři průchody již nevedly ke zjemnění zrna (obr. 14d). Graf rozložení velikosti zrn na obr. 15d, odpovídající struktuře na obr. 14d, ukazuje pokračování pomalé homogenizace rozložení velikosti zrn [15].



Obr. 15 Rozložení velikosti zrn v materiálu po různém počtu průchodů ECAP a) Původní materiál b) 1 průchod ECAP c) 4 průchody ECAP d) 8 průchodů ECAP [15]

5.7. Vliv chemického složení Mg slitin skupiny AZ na zjemnění zrna při procesu ECAP

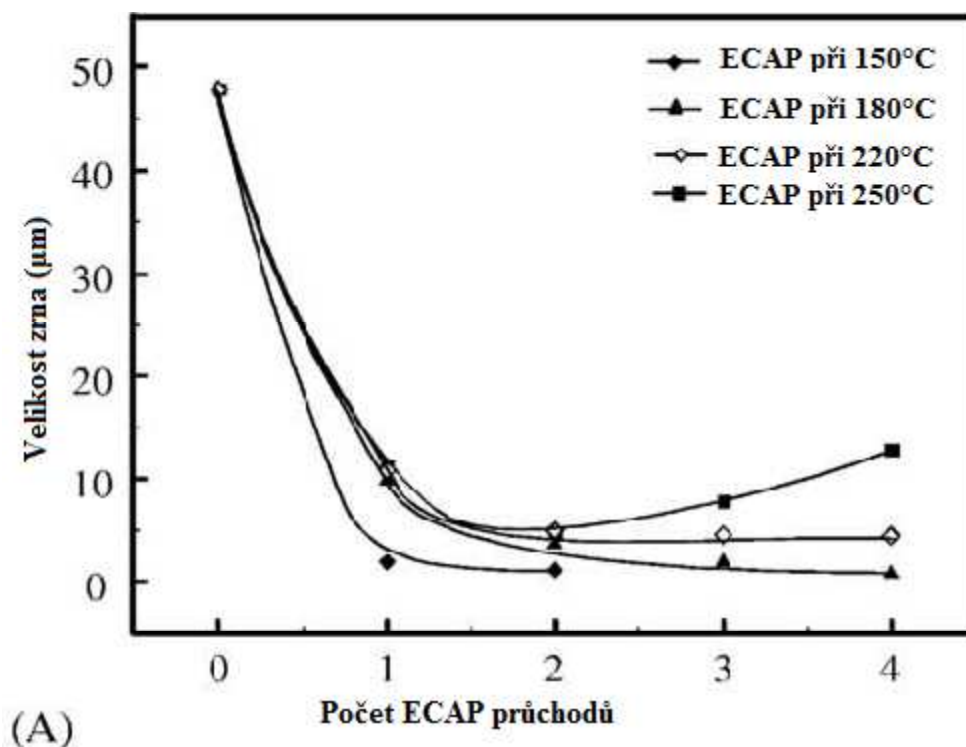
Chemické složení zpracovávané Mg slitiny ovlivňuje výslednou mikrostrukturu i mechanické vlastnosti materiálu zpracovávaného ECAP procesem. Obsah přísadových prvků ve struktuře silně ovlivňuje možnosti zjemnění zrna při průchodech ECAP komorou. V grafu na obr. 16 je patrný vliv obsahu hliníku na zjemnění zrna při procesu ECAP. Pro srovnání je uveden také vliv obsahu hliníku na velikost zrna při procesu extrudování. Ze srovnání jednotlivých procesů je patrné, že při běžném extrudování změna obsahu hliníku velikost zrna neovlivňuje. U materiálu podrobeného čtyřem průchodům ECAP komorou však dochází se zvyšujícím se obsahem hliníku k zjemňování zrna. Po osmi průchodech ECAP nedošlo u materiálu s obsahem hliníku 3 % k výraznějšímu zjemnění zrna ve srovnání se stejným materiálem podrobeným čtyřem průchodům. Z tohoto chování je možné usuzovat, že provádění více než 4 průchodů ECAP je u AZ31 neefektivní, dochází pouze k mírné homogenizaci struktury jak ukazuje obr. 15 v kapitole 5.6. U materiálů s vyšším obsahem hliníku zjemňování pokračuje. Větší zjemnění zrna je způsobeno větším množstvím fáze $Al_{17}Mg_{12}$ [16].



Obr. 16 Vliv obsahu hliníku v Mg slitinách typu AZ na velikost zrna po ECAP [16]

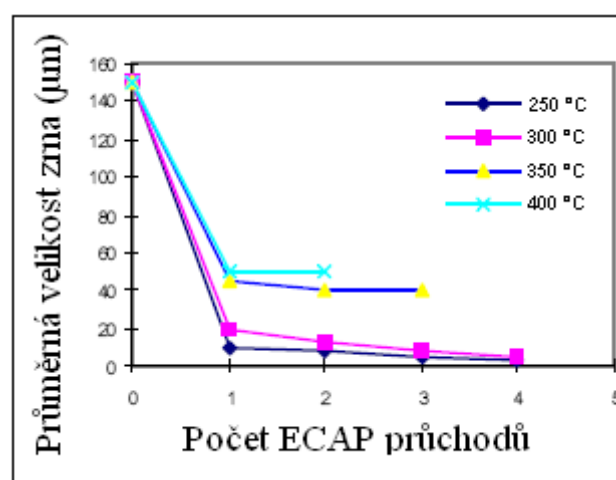
5.8. Vliv teploty při procesu ECAP na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti

V úvodu kapitoly věnující se metodě ECAP byl stručně naznačen vliv teploty při procesu na mikrostrukturu materiálů skupiny AZ. Zvyšování teploty při procesu ECAP vede u slitin skupiny AZ k méně intenzivnímu zjemnění zrna ve srovnání se vzorky deformovanými za nižších teplot. Nižší úroveň zjemnění zrna materiálu vede k nižším pevnostním charakteristikám. Volbou vhodné teploty při procesu ECAP je možné kontrolovat velikost zrna a tím i mechanické vlastnosti materiálu.



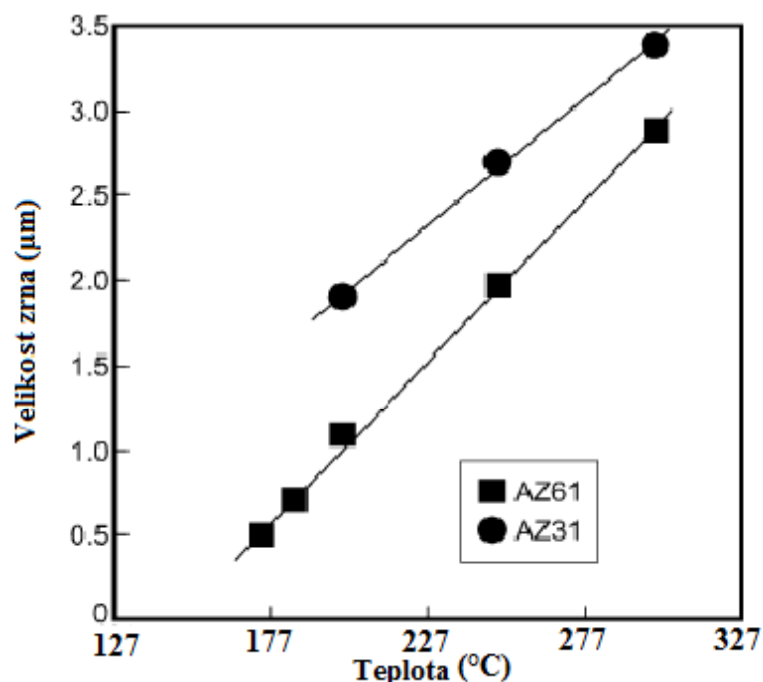
Obr. 17 Vliv teploty při procesu ECAP a počtu průchodů na velikost zrna slitiny AZ31 [7]

Průběh zjemňování zrna při procesu ECAP v závislosti na teplotě a počtu průchodů je ukázán na obr. 17. Vstupní materiál měl velikost zrna 48 μm , byl připraven tvářením a poté vyžhán. Bylo zjištěno, že při všech vyšetřovaných teplotách dochází při prvním průchodu k výraznému zjemnění zrna ve srovnání s původním stavem. Největší zjemnění bylo dosaženo při teplotě 150 $^{\circ}\text{C}$. Při dalším průchodu došlo u všech vzorků k dalšímu zjemnění zrna, které však již nebylo tak výrazné. Při druhém průchodu nástrojem došlo u vzorku deformovaného za teploty 150 $^{\circ}\text{C}$ k rozpraskání a nebyl dále zpracováván. Při dalších průchodech se chování vzorků liší podle teploty zpracování. Zrno vzorku deformovaného při teplotě 180 $^{\circ}\text{C}$ se stále zjemňuje. Velikost zrna materiálu zpracovávaného při teplotě 220 $^{\circ}\text{C}$ se téměř nemění. U materiálu deformovaného při teplotě 250 $^{\circ}\text{C}$ dochází při dalších průchodech k hrubnutí zrna [7].



Obr. 18 Vliv teploty při procesu ECAP a počtu průchodů na velikost zrna [17]

Chování slitiny AZ31 při průchodech za teploty nad 250 °C ukazuje obr. 18. Výchozí materiál byl získán extrudováním litého materiálu při teplotě 380 °C. Struktura byla nehomogenní, s průměrnou velikostí zrna 150 µm. Při prvním průchodu ECAP komorou došlo u všech vzorků k výraznému zjemnění zrna. Zrno vzorků deformovaných při teplotách 350 °C a 400 °C bylo zjemněno na velikost přibližně 50 µm. Zrno vzorku zpracovaného při 300 °C bylo zjemněno na velikost cca 20 µm. Nejjemnějšího zrna bylo dosaženo u materiálu, který byl zpracován ECAP procesem při 250 °C. Dalším průchodem nedošlo u materiálu zpracovávaného při teplotě 400 °C ke změně velikosti zrna. Při druhém průchodu za teploty 350 °C zjemňování zrna pokračovalo, třetím průchodem se již zrno nezjemnilo. Zrno materiálů zpracovávaných při 250 °C a 300 °C pokračovalo ve zjemňování při druhém i třetím průchodu, při čtvrtém průchodu byla velikost zrna materiálu zpracovávaného při těchto rozdílných teplotách 250 °C a 300 °C téměř shodná [17].



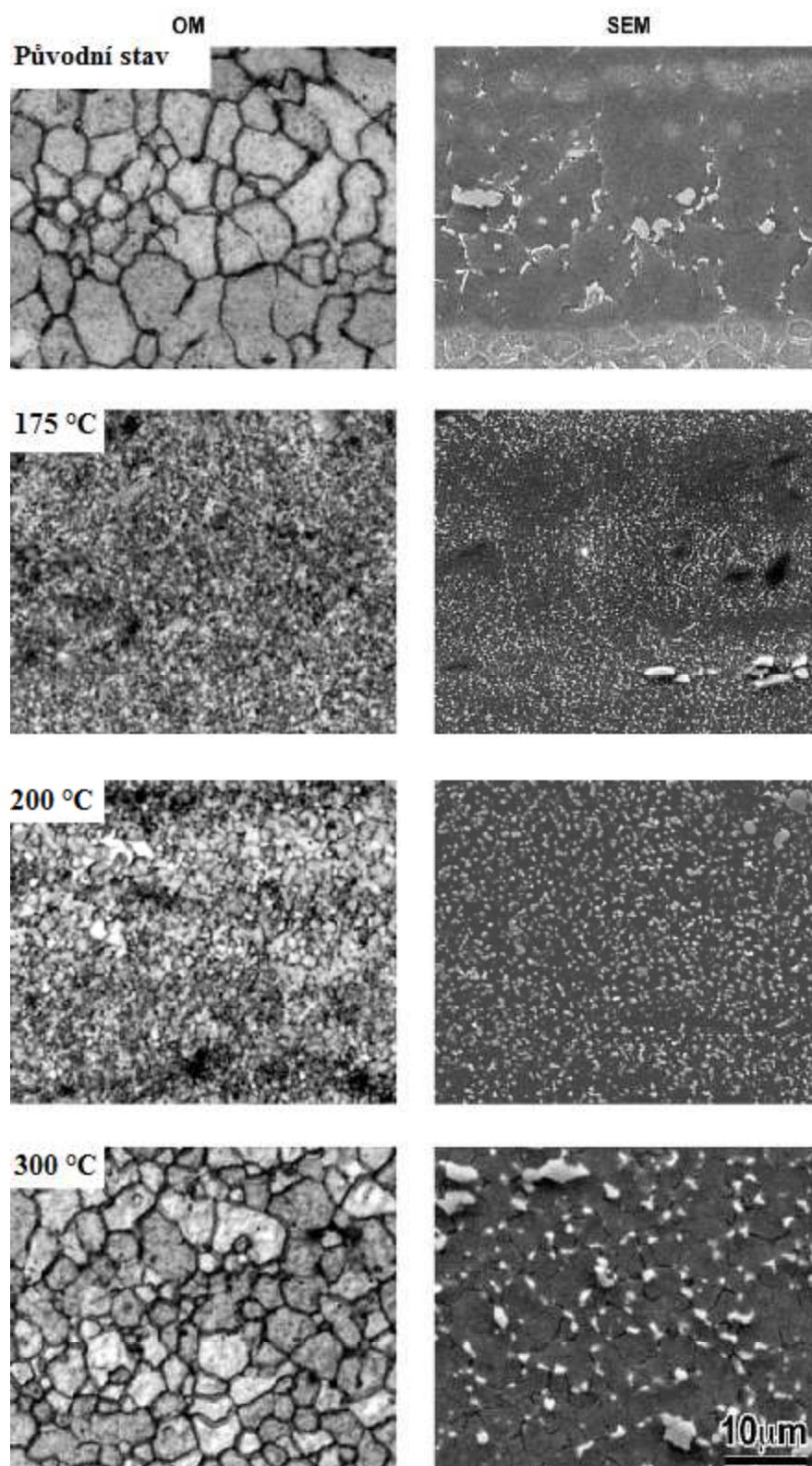
Obr. 19 Závislost velikosti zrna na teplotě při procesu ECAP pro AZ31 a AZ61 [18]

Zjemnění zrna je závislé na teplotě při procesu, ale také na obsahu přísadových prvků, jak bylo uvedeno v kapitole 5.4. Vyšší obsahy hliníku umožňují větší zjemnění zrna. Tento efekt je možno pozorovat také na obr. 19, kde je navíc zobrazen vliv teploty na zjemnění zrna. Vzorky zhotovené z materiálů AZ31 a AZ61 byly podrobeny 4 průchodům ECAP komorou způsobem B_c. V grafu je patrné, že s rostoucí teplotou při průchodech ECAP roste velikost zrna. Dále je viditelná podobnost chování slitiny AZ31 a AZ61. U slitiny AZ61 je však zjemnění zrna výraznější. Mikrostruktury vzorků ze slitiny AZ61 deformovaných za různých teplot jsou zobrazeny na obr. 20. Na obr. 21 jsou zobrazeny tahové diagramy těchto vzorků. Snímky v levém sloupci obr. 20 byly získány na světelném mikroskopu. Snímky v pravém sloupci obr. 20 byly pořízeny na rastrovacím elektronovém mikroskopu (SEM).

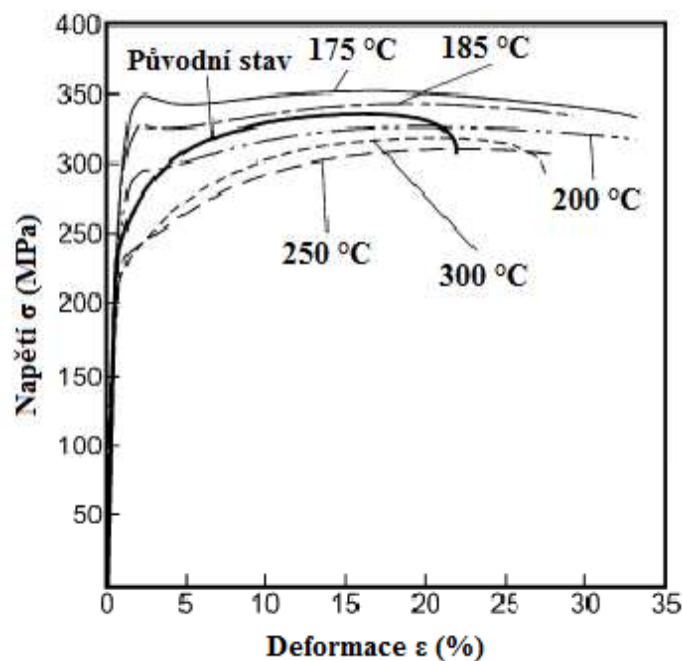
U vzorku deformovaného při teplotě 175 °C byly získány jemnozrnná struktura s velikostí zrna 0,5 µm. Na snímku z rastrového elektronového mikroskopu je možno pozorovat disperzi jemných částic fáze Al₁₇Mg₁₂. Velikost těchto částic je 50–100 nm.

Na obr. 21 je možné pozorovat, že vzorek zpracovaný při 175 °C dosahoval vyšší meze kluzu i meze pevnosti než původní materiál. Vzorek deformovaný při teplotě 185 °C též

vykazuje vyšší mez kluzu i mez pevnosti než původní materiál. Procesem ECAP při teplotě 200 °C byla vytvořena jemnozrnná mikrostruktura s velikostí zrna 1 μm. Rozptýlené částice fáze $\text{Al}_{17}\text{Mg}_{12}$ mají velikost přibližně 100–150 nm. Při tahové zkoušce tento vzorek vykazuje vyšší mez kluzu, ale nižší mez pevnosti ve srovnání s původním stavem. Mikrostruktura materiálu deformovaného při teplotě 300 °C je tvořena zrny průměrné velikosti 3 μm. Fáze $\text{Al}_{17}\text{Mg}_{12}$ je méně rozptýlená, jednotlivé částice se spojují do větších částí. Při tahové zkoušce vykazuje vzorek nižší mez kluzu i mez pevnosti ve srovnání s původním stavem. Tažnost všech zpracovávaných vzorků byla vyšší než u materiálu ve výchozím stavu [18].



Obr. 20 Mikrostruktury materiálu AZ61 po čtyřech průchodech způsobem B_C za různých teplot [18]



Obr. 21 Tahové diagramy vzorků z AZ61 upravených procesem ECAP při různých teplotách [18]

Z výše uvedených výsledků vyplývá, že zvyšováním teploty při procesu ECAP dochází k menšímu zjemnění zrna. Z pohledu dosažení nejmenší možné velikosti zrna a tím i nejlepších pevnostních charakteristik je vhodné použití nízkých teplot při protlačování. Použití vyšších teplot však snižuje sílu nutnou k protlačení vzorku kanálem a tím dovoluje využití hydraulických lisů s nižší maximální silou. Dále zvýšená teplota zvyšuje plasticitu vzorku a tím brání jeho porušení, které se může vyskytnout při průchodech za nízké teploty. Z těchto důvodů se ohřev používá, přestože zjemnění zrna není tak intenzivní.

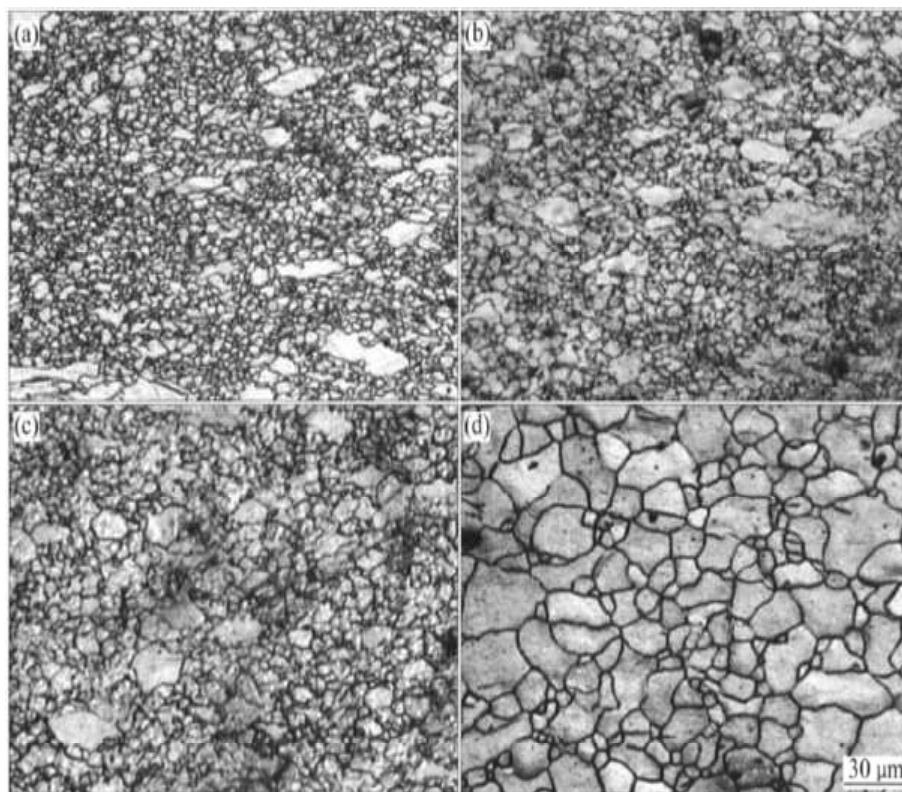
Je-li cílem procesu dosáhnout velkého zjemnění zrna materiálu a homogenní struktury je vhodné provádět proces ECAP při teplotách do 200 °C. Jsou tak dosaženy i vysoké pevnostní vlastnosti [18] Při vyšších teplotách může docházet při opakování průchodů k hrubnutí zrna, které způsobuje snížení úrovně mechanických vlastností [17].

6. Chování Mg slitin typu AZ zpracovaných procesem ECAP následně podrobených zvýšeným teplotám

Při provozu mnoha zařízení dochází ke zvýšení teploty a součásti jsou pak namáhány za jiných podmínek než při pokojové teplotě. Pro správné použití materiálu je tak nutné znát jeho chování za těchto podmínek. Jedná se zejména o změny mikrostruktury při zvýšené teplotě, které způsobují změny mechanických vlastností. A změny v chování materiálu při zatěžování za zvýšených teplot.

6.1. Vliv zvýšené teploty na mikrostrukturu po procesu ECAP

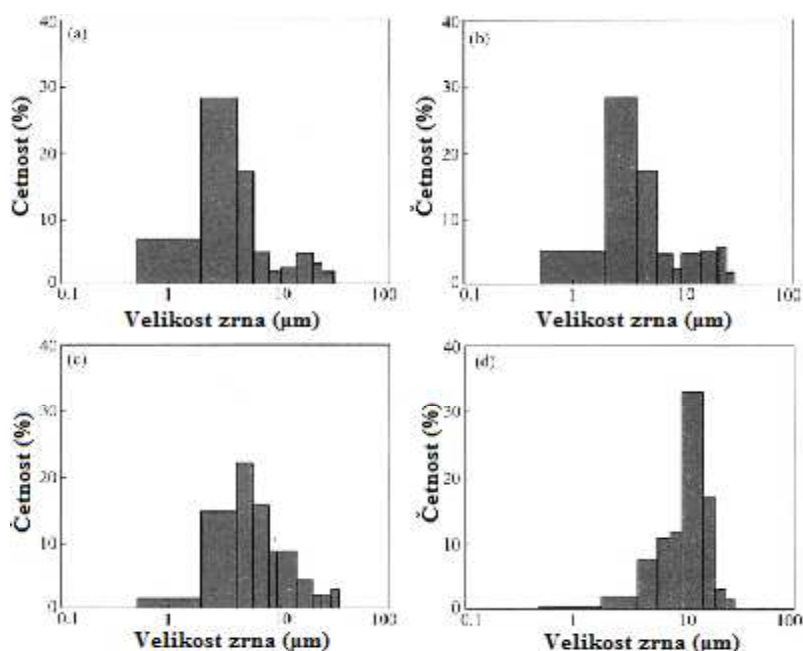
Ultrajemnozrná struktura získaná procesem ECAP je nestabilní a reaguje na zvýšené teploty. Jedná se zejména o růst zrna v závislosti na žíhací teplotě. Jak bylo uvedeno dříve, mechanické vlastnosti materiálu jsou velikostí zrna silně ovlivňovány. Zhrubnutí zrna teplotní expozicí způsobuje pokles mechanických vlastností a tím snižuje použitelnost materiálu pro řadu aplikací.



Obr. 22 Mikrostruktura materiálu AZ31 po žíhání za různých teplot a) stav po deformaci b) stav po žíhání při 200 °C c) stav po žíhání při 220 °C d) stav po žíhání při 300 °C [19]

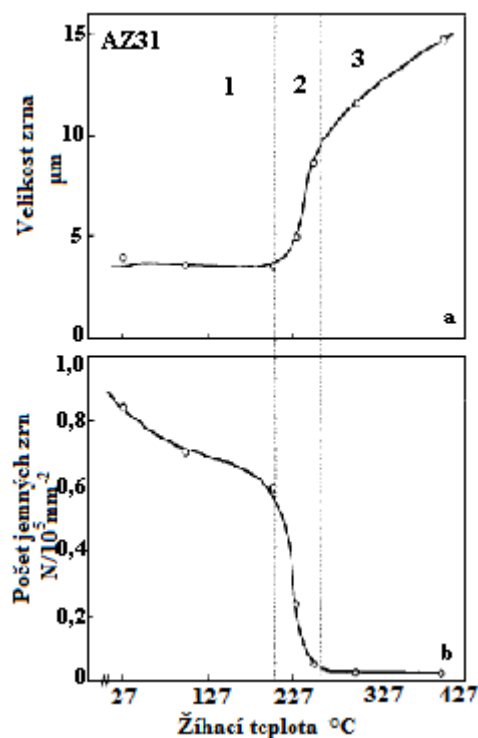
Na obr. 22 je uvedena mikrostruktura vzorku ze slitiny AZ31. Ve vzorcích pro zkoumání vlivu žíhání na mikrostrukturu byla získána jemnozrná struktura pomocí tlakové deformace při teplotě 300 °C, kdy rychlost deformace byla $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Vnesená deformace měla velikost $\varepsilon = 1,2$. Mikrostruktura materiálu ve výchozím stavu je uvedena na obr. 22a, je tvořena velkým množstvím jemných zrn, která obklopují hrubá zrna (bimodální struktura). Žíháním za teploty 200 °C dochází pouze k mírným změnám ve velikosti zrna. Zrno pomalu hrubne, původní velká zrna jsou stále dobře rozlišitelná (obr. 22b). Při zvýšení žíhací teploty

na 220 °C (obr. 22c) pokračuje hrubnutí zrna, rozlišit původní hrubá zrna je již obtížnější. Žihání při teplotě 300 °C vede k plně rekrystalizované struktuře (obr. 22d) [19].



Obr. 23 Podíl zrn různé velikosti v mikrostruktuře AZ31 po žihání za různých teplot a) stav po deformaci b) stav po žihání při 100 °C c) stav po žihání při 200 °C d) stav po žihání při 300 °C [19]

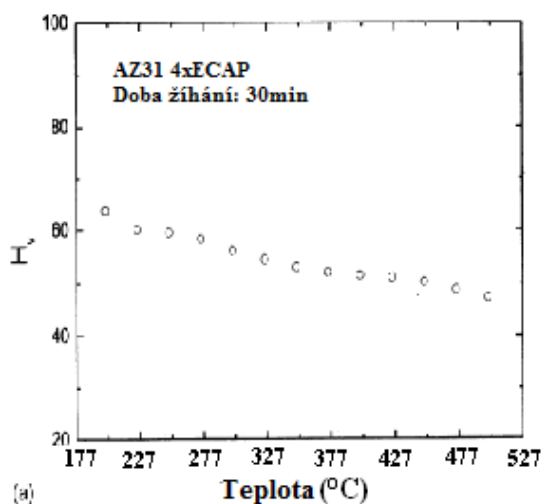
V grafech na obr. 23 je možné lépe pozorovat probíhající změny mikrostruktury a snáze hodnotit změny v materiálu v závislosti na teplotě. Po žihání za teploty 100 °C je struktura materiálu téměř shodná se stavem po deformaci – obr. 23b. Za teploty 200 °C dochází k výraznému poklesu četnosti jemných zrn, při tom se zvětšuje oblast hrubých zrn obr. 23c. Při teplotě 300 °C již rozdělení četností tříd zrn odpovídá normálnímu rozdělení obr. 23d [19].



Obr. 24 Vlastnosti mikrostruktury AZ31 v závislosti na teplotě a) průměrná velikost zrna b) podíl jemných zrn ve struktuře [19]

Závislost velikosti zrna na žíhací teplotě ukazuje graf na obr. 24a, graf na obr. 24b ukazuje podíl jemných zrn v mikrostruktuře v závislosti na žíhací teplotě. Žíhání bylo provedeno po dobu 1000 s při teplotách mezi 25 $^{\circ}\text{C}$ a 425 $^{\circ}\text{C}$.

Datové body v diagramech odpovídají (pro dané teploty) mikrostrukturám uvedeným na obr. 23. V grafu je možno rozlišit 3 oblasti. Do teploty 200 $^{\circ}\text{C}$ (ozn. 1) téměř nedochází ke změnám hodnoty střední velikosti zrna, klesá však podíl jemných zrn ve struktuře. Mezi teplotami 200 $^{\circ}\text{C}$ a 250 $^{\circ}\text{C}$ (ozn. 2), dochází k výraznému zhrubnutí zrna, přičemž dochází k značnému snížení podílu jemných zrn. Při žíhacích teplotách vyšších než 250 $^{\circ}\text{C}$ dochází k dalšímu růstu zrna, přičemž množství jemných zrn je nejmenší ve srovnání s ostatními sledovanými teplotami [19].



Obr. 25 Tvrdost materiálu v závislosti na žíhací teplotě [20]

S hrubnutím zrna při žíhání dochází také k poklesu tvrdosti materiálu. Průběh tohoto poklesu v závislosti na žíhací teplotě je zobrazen na obr. 25. Vzorek byl zpracován čtyřmi průchody ECAP způsobem B_c. Následně bylo provedeno žíhání po dobu 30 minut při daných teplotách. Tvrdost materiálu klesá s rostoucí teplotou rovnoměrně z 65 HV po žíhání při 200 °C na 47 HV u vzorku žíhaného při 500 °C [20].

6.2. Mechanické charakteristiky slitin typu AZ za zvýšených teplot

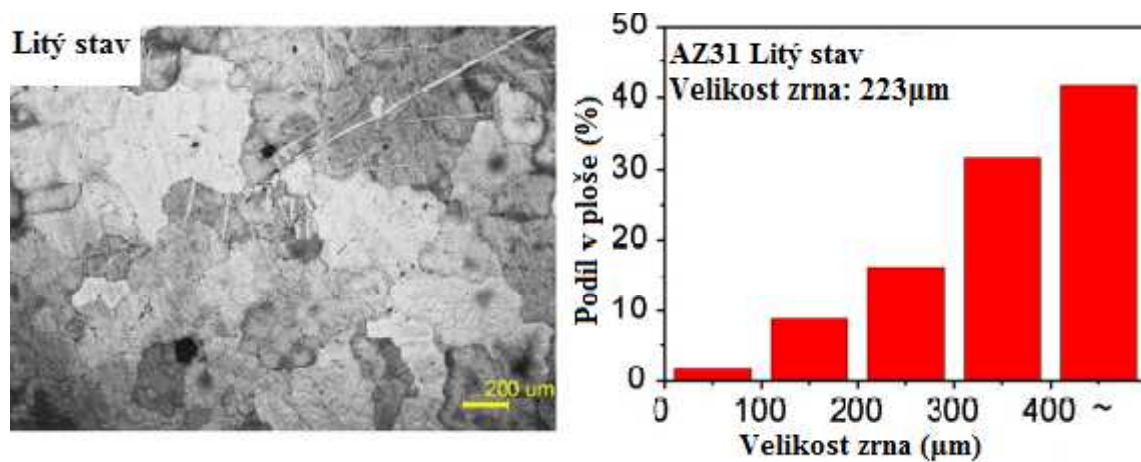
Jednou ze zkoušek, která nám umožňuje zkoumat chování materiálu za zvýšených teplot je tahová zkouška za zvýšené teploty. U většiny materiálů dochází při ohřevu nejdříve k mírnému zvýšení pevnostních charakteristik. Po překročení určité teploty však dochází k poklesu pevnosti. Pokles pevnostních charakteristik při zvýšených teplotách je limitujícím faktorem daného materiálu. Díky mikrostrukturní nestabilitě materiálů připravených metodami SPD je tento pokles výraznější než u materiálu s konvenční velikostí zrna.

Pro zjištění vlivu teploty na vlastnosti materiálu AZ31 zpracovaného procesem ECAP byly provedeny tahové zkoušky při různých teplotách v rozmezí 200 – 350 °C. Vzorky byly vyrobeny ze slitiny AZ31 a podrobeny procesu ECAP za různých podmínek pro získání rozdílných mikrostruktur (tab 3.). Rychlost zatěžování byla zvolena 0,01 s⁻¹ [21].

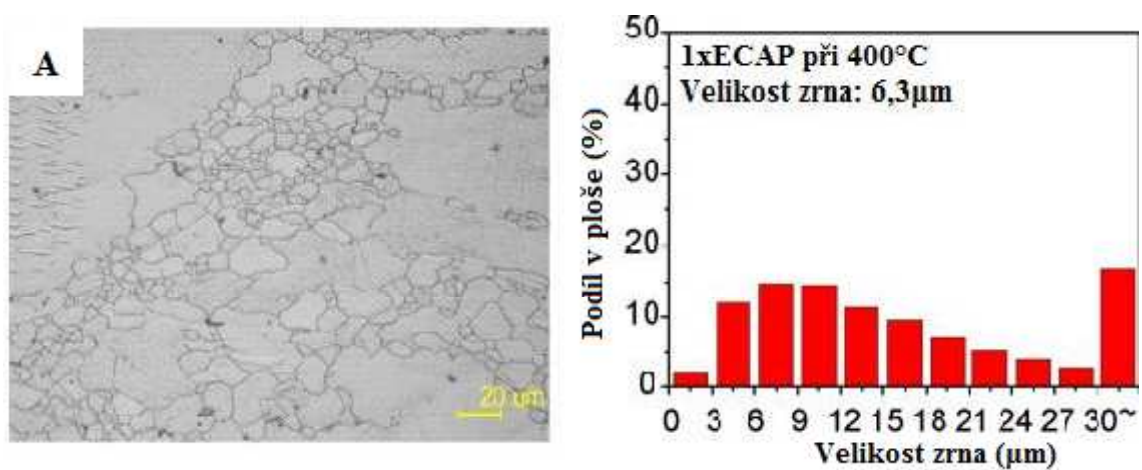
Mikrostruktury vzorků jsou zobrazeny na obr. 26 – 33). Zároveň je v popisku obrázku uvedeno zpracování, kterým byla daná struktura dosažena. Značení velkými písmeny odpovídá značení v grafech tahových zkoušek na obr. 34 – 37. U vzorku v litém stavu nebyla tahová zkouška prováděna.

Tab. 3 Značení způsobu přípravy vzorků pro tahovou zkoušku za zvýšené teploty

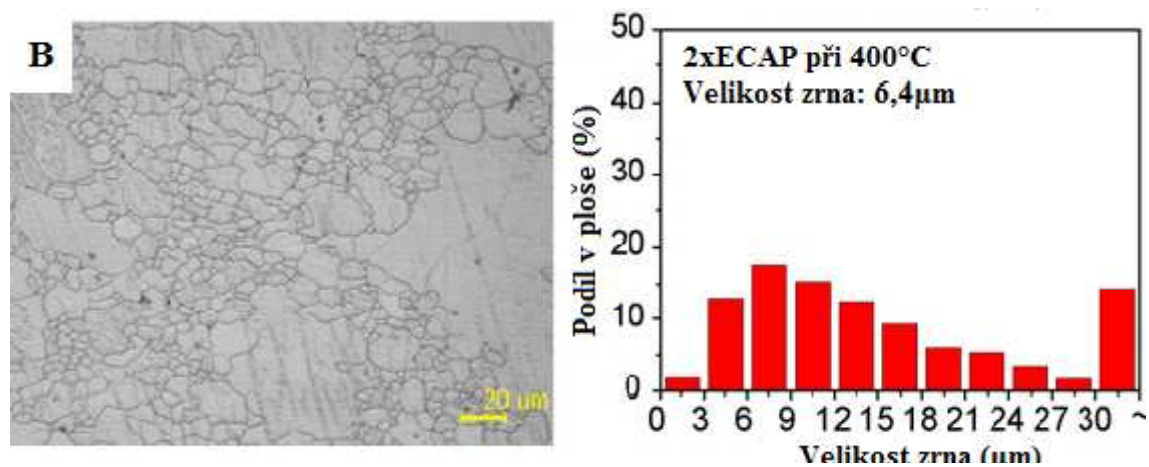
Vzorek	Počet průchodů při ECAP	Teplota při ECAP (°C)	Průměrná velikost zrna (μm)	Struktura na obr.
Litý stav	–	–	223	26
A	1	400	6,3	27
B	2	400	6,4	28
C	3	400	5,8	29
D	4	400	5,8	30
E	5	300	3,8	31
F	6	300	3,8	32
G	5	250	3,0	33



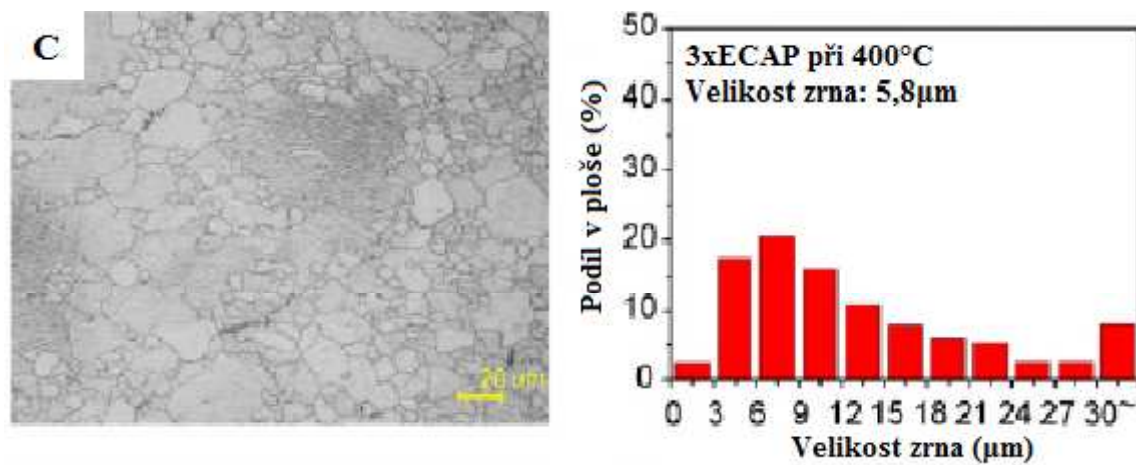
Obr. 26 Mikrostruktura slitiny AZ31 – litý stav [21]



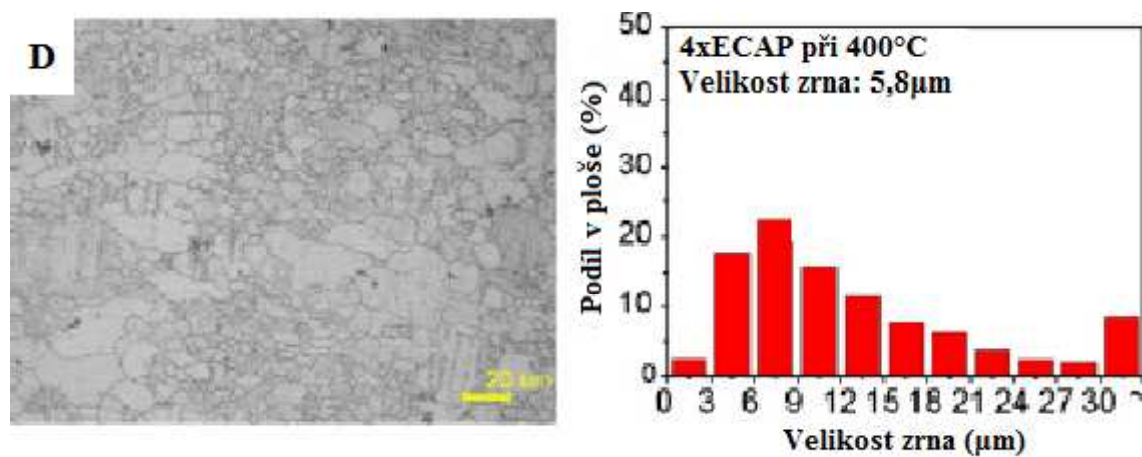
Obr. 27 Mikrostruktura slitiny AZ31 – 1 průchod při 400 °C [21]



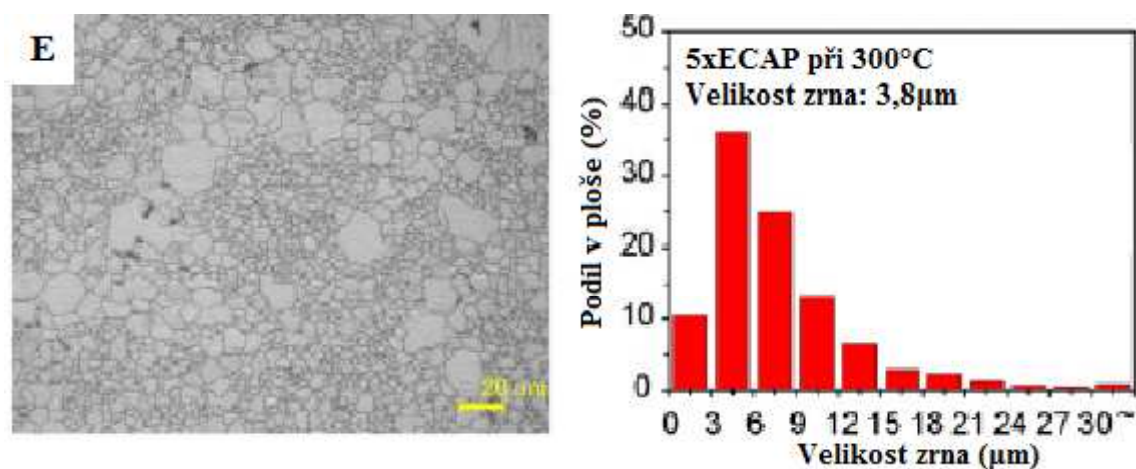
Obr. 28 Mikrostruktura slitiny AZ31 – 2 průchody při 400 °C [21]



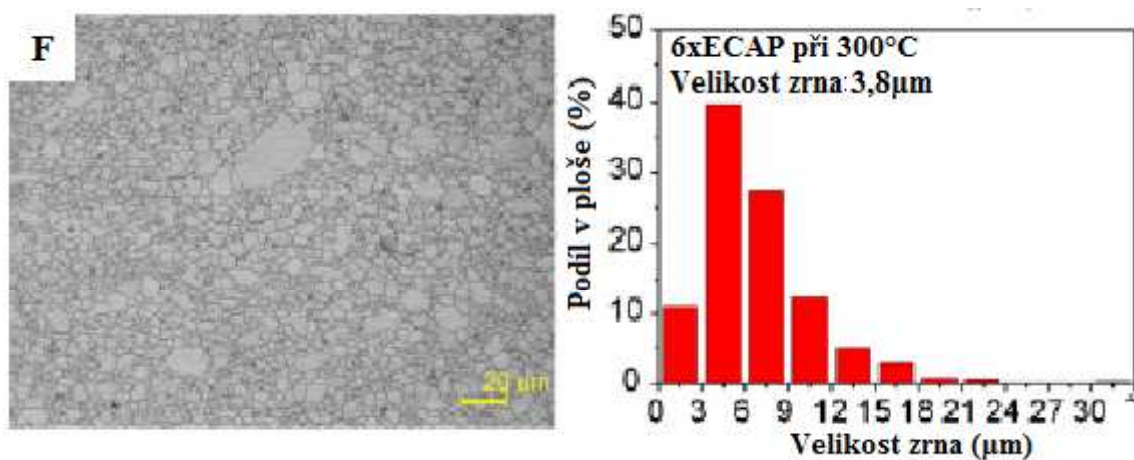
Obr. 29 Mikrostruktura slitiny AZ31 – 3 průchody při 400 °C [21]



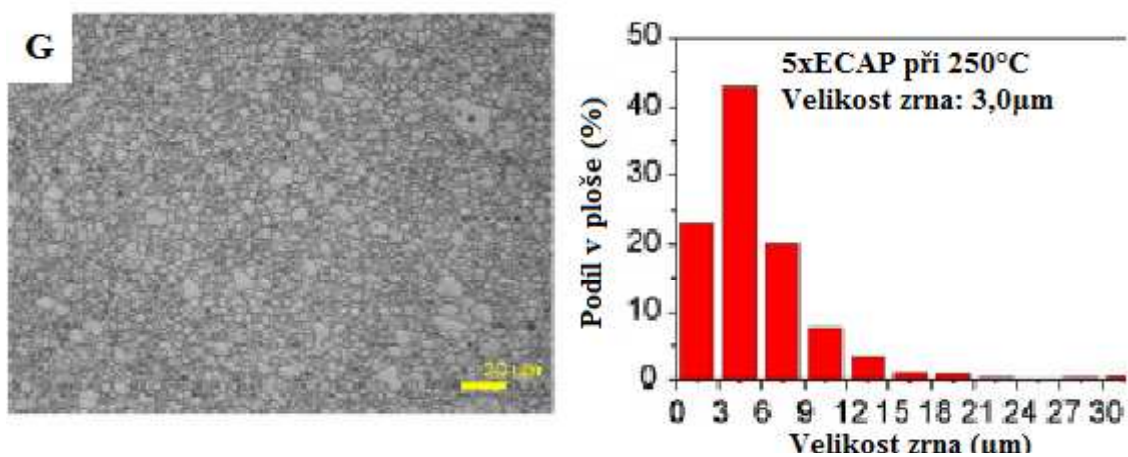
Obr. 30 Mikrostruktura slitiny AZ31 – 4 průchody při 400 °C [21]



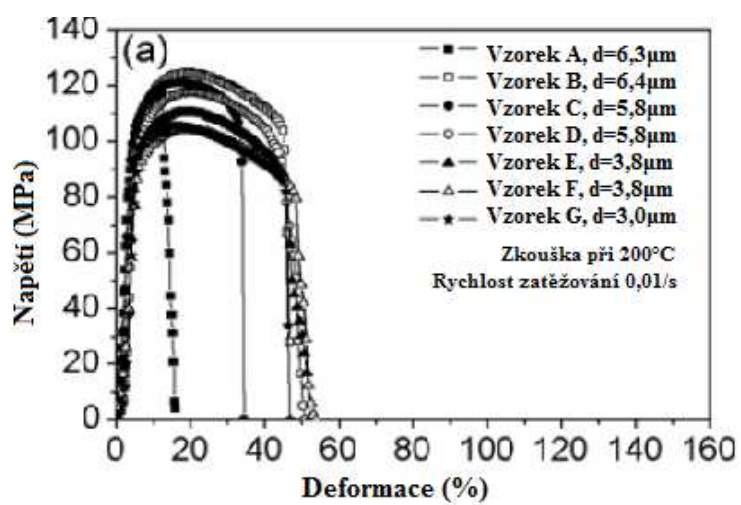
Obr. 31 Mikrostruktura slitiny AZ31 – 5 průchodů při 300 °C [21]



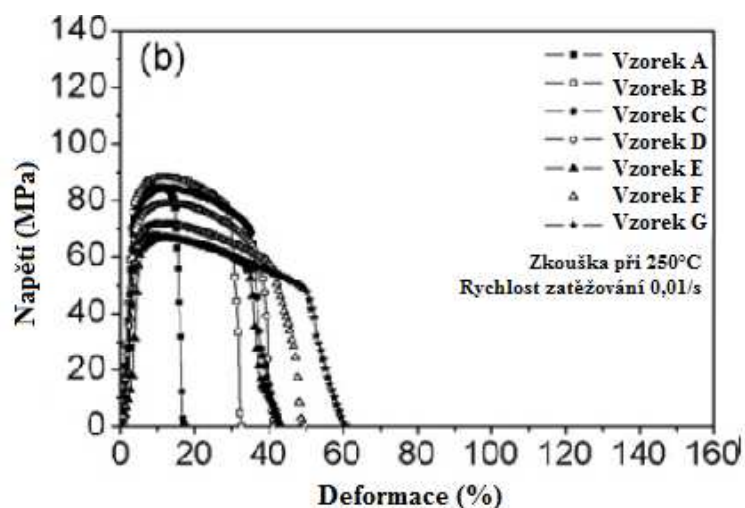
Obr. 32 Mikrostruktura slitiny AZ31 – 6 průchodů při 300 °C [21]



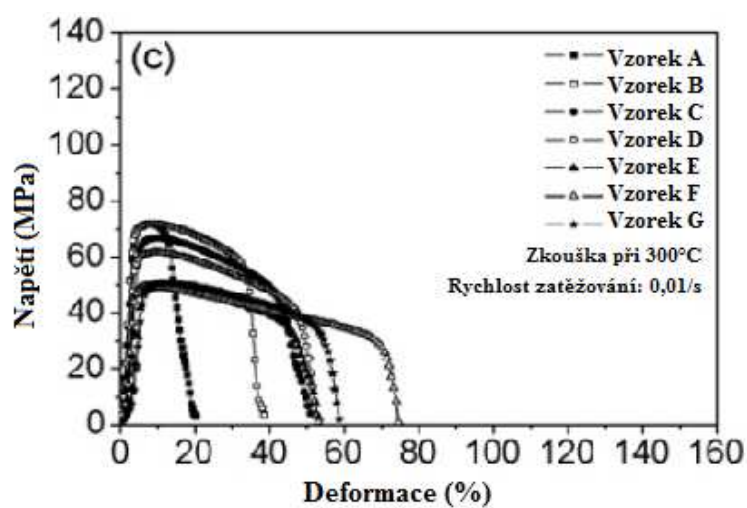
Obr. 33 Mikrostruktura slitiny AZ31 – 5 průchodů při 250 °C [21]



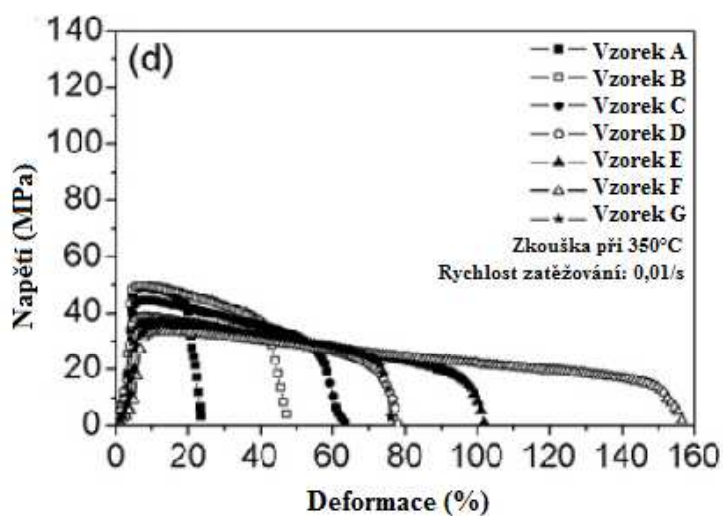
Obr. 34 Tahové diagramy při teplotě 200 °C [21]



Obr. 35 Tahové diagramy při teplotě 250 °C [21]



Obr. 36 Tahové diagramy při teplotě 300 °C [21]



Obr. 37 Tahové diagramy při teplotě 350 °C [21]

Z experimentů vyplývá, že při teplotě 200 °C (obr. 26) není velký rozdíl v průběhu tahových zkoušek. Pevnost se pohybuje od 105 MPa do 125 MPa. Celková deformace se s výjimkou vzorků A a C pohybuje okolo 50 %. Vzorek A dosahuje celkové deformace 15 %, vzorek C 35%.

Zvýšením teploty při tahové zkoušce na 250 °C (obr. 27) klesá mez kluzu i pevnost v tahu. Pevnost dosahuje hodnot mezi 65 MPa a 90 MPa. Zvyšují se rozdíly v celkové deformaci. Nejnížší hodnoty celkové deformace dosahuje vzorek A 17 %. Nejvyšší hodnoty 60 % dosahuje vzorek G.

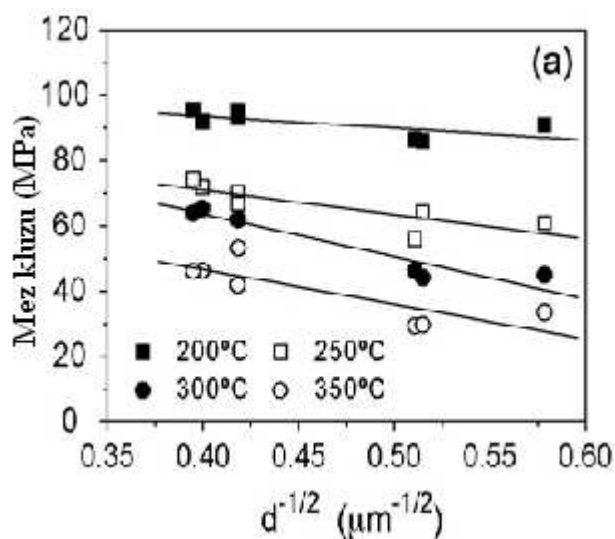
Ohřevem vzorku na 300 °C (obr. 28) dále klesá mez kluzu i mez pevnosti. Pevnost se pohybuje od 50 MPa do 90 MPa. Nejvyšších hodnot dosahují vzorky A a B, nejnižšího hodnot vzorky F, G. Dále roste celková deformace a zvětšují se rozdíly v hodnotách celkové deformace. Většina vzorků vykazuje celkovou deformaci okolo 55 %, výjimkou jsou vzorky A – 20 % a B – 38 %. Vyšší celkové deformace dosahuje vzorek F–75 %.

Zkouška za teploty 350 °C (obr. 29) ukazuje další pokles meze kluzu i meze pevnosti. Pevnost dosahuje hodnot od 35 MPa do 50 MPa. Nejvyšší meze kluzu i pevnosti dosahují vzorky A a B, nejnižší vzorek F. Zvyšuje se rozdíl v celkové deformaci vzorků. Nejnižší hodnoty celkové deformace 23 % dosahuje vzorek A, nejvyšší hodnoty vzorek F – 155 % [21]

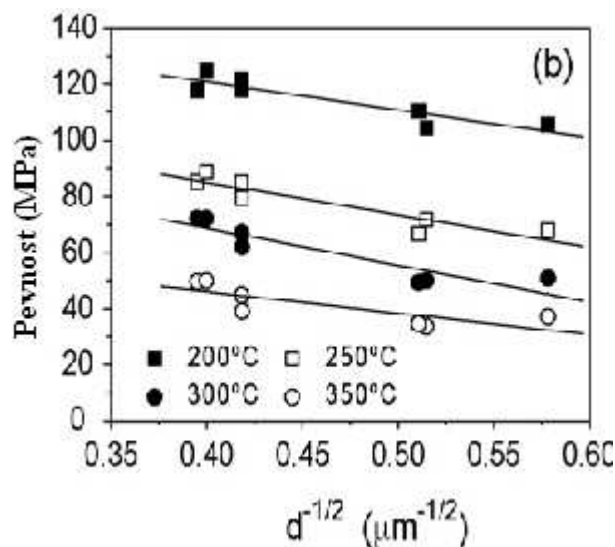
Z analýzy dat je zřejmé, že vzorky s hrubším zrnem dosahují při zvýšených teplotách nejvyšší meze kluzu i meze pevnosti (vzorky A,B), naopak mají nejnižší celkovou deformaci. Se zvyšováním teploty při zkoušce z 200 °C na 350 °C se celková deformace vzorků s hrubší strukturou mění pouze mírně, například u vzorku A o 8 %.

Naopak vzorky s nejmenší velikostí zrna (E, F, G) vykazují při tahové zkoušce za zvýšené teploty nejnižší pevnostní charakteristiky z testované skupiny. Vykazují však vysokou celkovou deformaci, při 200 °C okolo 50 %. Se zvyšováním teploty celková deformace dále výrazně roste. Nejvýraznější je nárůst u vzorků E, F při teplotě zkoušky 350 °C.

Dále bylo zjištěno, že při zvyšování teploty zkoušky nad 200 °C klesá u všech vzorků mez kluzu (obr. 38) i pevnost (obr. 39). Vzorky s jemnější strukturou vykazují nižší pevnostní vlastnosti než vzorky s hrubší strukturou.



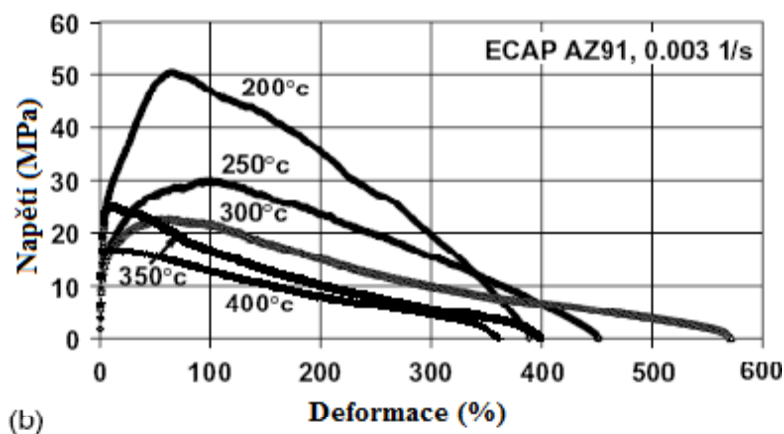
Obr. 38 Závislost meze kluzu slitiny AZ31 na velikosti zrna [21]



Obr. 39 Závislost pevnosti slitiny AZ31 na velikosti zrna [21]

Z průběhu tahových diagramů (obr. 34 – 37) i při porovnání grafů na obr. 38 a obr. 39 je zřejmé, že se zvyšující se teplotou dochází ke snižování rozdílu mezi hodnotami meze kluzu a pevnosti v tahu vyšetřovaného materiálu.

Chování různých slitin skupiny AZ se při namáhání za zvýšené teploty liší z důvodu různého chemického složení a velikosti zrna. Jak ukazuje tahová zkouška materiálu AZ91 (obr. 40) po šesti průchodech ECAP komorou (výsledná velikost zrna 0,8 μm). Materiál vykazuje pro všechny teploty zkoušky nízkou hodnotu pevnosti v tahu, přičemž v intervalu teplot 200 °C až 300 °C dochází k nárůstu celkové deformace (při teplotě 300 °C až na 580 %). Při dalším zvyšování teploty celková deformace klesá [22]

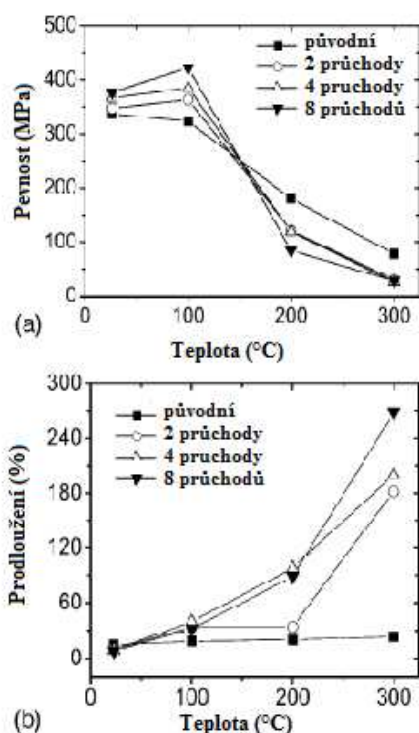


Obr. 40 Tahové zkoušky slitiny AZ91 po ECAP při zvýšené teplotě [21]

Při zkouškách provedených při teplotách nad 200 °C jsou již pevnostní charakteristiky materiálů skupiny AZ zpracovaných procesem ECAP nízké. Jejich extrémní plasticita je zajímavá pro tváření. Je-li cílem použít materiál jako konstrukční, je nutné se pohybovat v oblasti nižších teplot.

Vlastnosti slitiny AZ91 teplot do 200 °C ukazuje obr. 41. Vzorky byly žíhány po dobu 18 h při teplotě 413 °C a následně podrobeny různému počtu ECAP průchodů při teplotě 270 °C. Tahové zkoušky při zvýšené teplotě (20 – 300 °C) byly provedeny při rychlosti zatěžování $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. U všech vzorků upravených procesem ECAP dochází při teplotě 100 °C k mírnému nárůstu pevnosti, u vzorku v původním stavu dochází k mírnému poklesu. Vzorky zpracované ECAP vykazují mezi teplotami 100 °C a 200 °C prudký pokles pevnosti. Pokles pevnosti je výraznější u vzorků podrobených více průchodům. Pevnost materiálu v původním stavu také klesá, ne však tak prudce jako u vzorků po ECAP. Při teplotách 200 °C a 300 °C je pevnost vzorku po ECAP nižší než u materiálu v původním stavu (obr. 41a) [23].

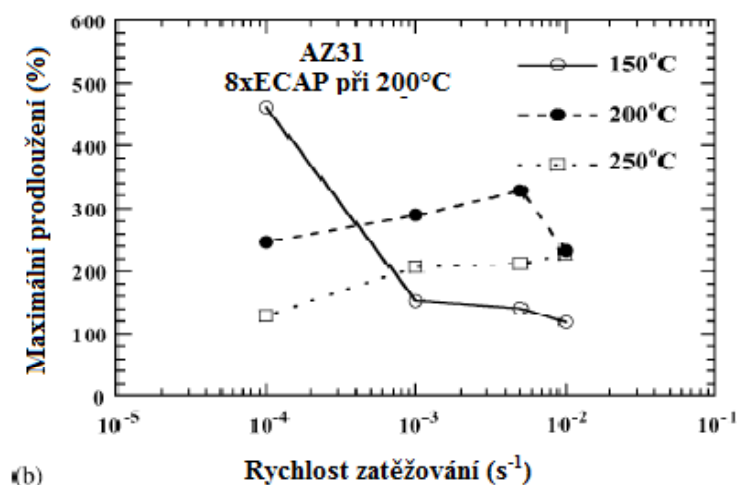
Celková deformace materiálu naopak se zvyšováním teploty roste, jak ukazuje obr. 41b. Při pokojové teplotě jsou rozdíly v celkové deformaci vzorků minimální. Celková deformace materiálu v původním stavu roste se zvyšováním teploty pozvolna. Ohřevem na teplotu 100 °C dochází k mírnému zvýšení celkové deformace u všech vzorků zpracovaných ECAP. Za teploty 200 °C vykazuje vzorek neupravený a podrobený dvěma průchody celkovou deformaci okolo 30 %, vzorky zpracované čtyřmi a osmi průchody vykazují při stejné teplotě celkovou deformaci přibližně 90 %. Při teplotě 300 °C dochází u všech vzorků podrobených procesu ECAP k výraznému zvýšení celkové deformace. Celková deformace vzorků podrobených procesu ECAP výrazně přesahuje 100 % [23].



Obr. 41 Mechanické charakteristiky slitiny AZ91 v závislosti na teplotě a) pevnost materiálu b) maximální prodloužení [23]

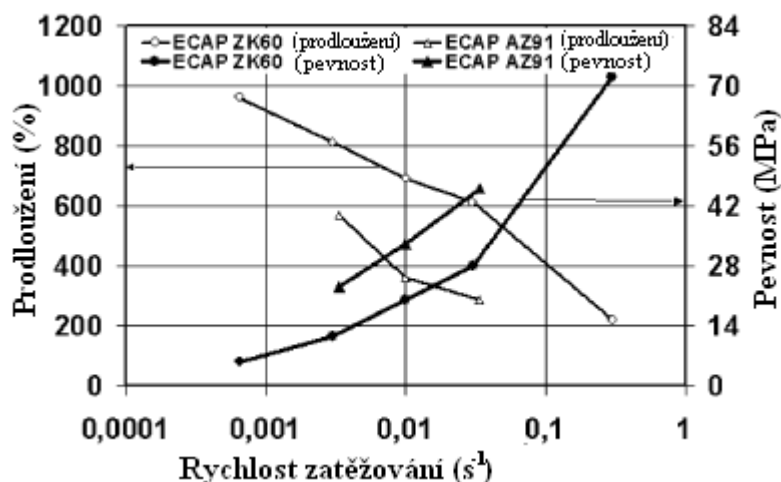
6.3. Vliv rychlosti zatěžování na mechanické charakteristiky Mg slitin typu AZ při zvýšených teplotách

Naměřené hodnoty jsou také silně závislé na rychlosti zatěžování při tahové zkoušce, jak ukazuje obr. 42. Vzorky použité pro zkoušky ze slitiny AZ31 byly upraveny 8 průchody ECAP. Velikost zrna byla $0,7\ \mu\text{m}$. Při všech měřených podmínkách přesahuje maximální prodloužení 100 %. Při teplotě $250\ ^\circ\text{C}$ klesá maximální prodloužení s klesáním rychlosti zatěžování. Při teplotě $200\ ^\circ\text{C}$ dochází k nárůstu maximálního prodloužení mezi rychlostmi $0,01\ \text{s}^{-1}$ a $0,005\ \text{s}^{-1}$. Při dalším snižování rychlosti zatěžování maximální prodloužení klesá. Při teplotě $150\ ^\circ\text{C}$ dochází k pomalému nárůstu maximálního prodloužení mezi rychlostmi $0,01\ \text{s}^{-1}$ a $0,001\ \text{s}^{-1}$. Při rychlosti $0,0001\ \text{s}^{-1}$ narůstá maximální prodloužení až na 500 % [13]



Obr. 42 Závislost maximálního prodloužení na rychlosti zatěžování pro různé teploty [13]

Reakci slitiny AZ91 na různé zatěžovací rychlosti ukazuje obr. 43. Vzorky pro zkoušky byly zpracovány šesti průchody ECAP způsobem B_c. Tahová zkouška byla provedena při teplotě $300\ ^\circ\text{C}$. Se snižováním rychlosti zatěžování dochází k poklesu pevnosti materiálu. Zároveň dochází k nárůstu maximálního prodloužení. V grafu je též zobrazena zkouška slitiny ZK60, tato slitina dosahuje nižší pevnosti a vyšších prodloužení. Změny jejího chování s rychlostí zatěžování odpovídají chování slitiny AZ91 [22]



Obr. 43– Závislost pevnosti a maximálního prodloužení AZ91 a ZK60 na rychlosti zatěžování [22]

7. Závěr

Hořčíkové slitiny připravené metodami intenzivní plastické deformace jsou teplotně nestabilní.

Je-li materiál namáhán za zvýšené teploty zachovává si svoji pevnost do teplot 100 až 150 °C. Při ohřevu na teploty přesahující 175 °C dochází k hrubnutí zrna a tím ke zhoršení mechanických vlastností. Při vyšších teplotách než 200 °C pevnostní charakteristiky prudce klesají pod hodnoty jichž dosahuje materiál materiálu po SPD procesu. Pokles pevnostních charakteristik je výraznější u materiálů s jemnější strukturou, která byla získána vyšším počtem průchodů ECAP komorou.

Za vyšších teplot však slitiny skupiny AZ připravené metodami SPD vykazují vysokou tažnost. Tažnost narůstá s poklesem velikosti zrna materiálu. Při vhodné teplotě a rychlosti zatěžování je dosahováno poměrného prodloužení cca 600 %.

8. Seznam použité literatury

- [1] GREGER, M., et al. Využití výkovků z hořčíkových slitin v automobilovém průmyslu. In *METAL 2008, Hradec nad Moravicí, 13. – 15. 5. 2008* [online]. 2008 [citováno dne 30.3.2011], Dostupné z: <www.nanocon.cz/data/metal2008/sbornik/Lists/Papers/151.pdf>
- [2] MICHNA, Š. *Výroba hořčíku* [online]. 2008, Poslední revize 2. 6. 2008 [citováno dne 30. 3. 2011]. Dostupné z: <http://www.stefanmichna.com/download/technicke-materialy_II/vyroba_horciku.pdf>
- [3] PETCH, N. J. J Iron Steel Inst 1953, 174: 25, Uvedeno v: VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Principles of Equal-channel Angular Pressing as Processing Tool for Grain Refinement. *Progress in Materials Science*, 2006, vol. 51, no. 7, s. 881-981.
- [4] HALL, E.O. Proc Roy Soc B 1951, 64: 747. Uvedeno v: VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Principles of Equal-channel Angular Pressing as Processing Tool for Grain Refinement. *Progress in Materials Science*, 2006, vol. 51, no. 7, s. 881-981.
- [5] DOLEŽAL, P.; POSPÍŠILOVÁ, S.; PAVLÍKOVÁ, P. *Příprava a hodnocení materiálografických vzorků* [online]. 2011, Poslední revize 16. 3. 2011 [citováno dne 30. 3. 2011]. Dostupné z: <<http://ime.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/PHMV/index.html>>
- [6] MASSALSKI, T. B. *Binary alloys phase diagrams*. American Society for Metals, Metals Park Ohio 44073, 1986, vol. 1, s. 187
- [7] SU, C. W.; CHUA, B. W.; LU, L.; LAI, M. O. Properties of severe plastically deformed Mg alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2005, Volume 402, s. 163-169
- [8] RUSZ, S. *Moderní metody ve tváření sýlaby* [online]. 2009, Poslední revize 9. 7. 2009 [citováno dne 30. 3. 2011], Dostupné z: <http://www.345.vsb.cz/KE%20vyuka/Rusz/Moderni_metody_ve_tvareni_sylaby.pdf>
- [9] VALIEV, R. Z.; ISLAMGALIEV, R. K.; ALEXANDROV I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Materials Science*, 2000, Vol. 45, s. 103-189
- [10] SANUSI, K. O.; OLIVER, G. J. Effects of grain size on mechanical properties of nanostructured copper alloy by severe plastic deformation (SPD) process. *Journal of Engineering, Design and Technology*, 2009, Vol. 7 Iss: 3, s.335 – 341
- [11] FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Review Processing of metals by equal-channel angular pressing. *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE*, 2001, Vol. 36, s.2835 – 2843
- [12] ZUBEROVA, Z., et al. Fatigue and Tensile Behavior of Cast, Hot-Rolled, and Severely Plastically Deformed AZ31 Magnesium Alloy. *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS*, 2007, VOLUME 38A, s. 1934-1940
- [13] LIN, H. K.; HUANGA, J. C.; LANGDON, T. G. Relationship between texture and low temperature superplasticity in an extruded AZ31 Mg alloy processed by ECAP. *Materials Science and Engineering*, 2005, Vol.A 402, s. 250–257

- [14] FENG, X.; AI, T. Microstructure evolution and mechanical behavior of AZ31 Mg alloy processed by equal-channel angular pressing. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 2009, Vol.19, s. 293-298
- [15] JIN, L., et al. Microstructure evolution of AZ31 Mg alloy during equal channel angular extrusion. *Materials Science and Engineering*, 2006, Vol. A 423, s. 247–252
- [16] JIN, L.; LIN, D.; ZENG, X. Effect of Second-phase Particles on Grain Refinement of Mg-Al-Zn Alloy During ECAE. *Materials Science Forum*, 2007, Vols. 546-549, s. 315-318
- [17] ZHANG, Y. S.; ZENG, Z. P.; LIU, X. F.; JIN, Q. L. Microstructure evolution and Mechanical properties of Mg Alloy AZ31D Processed by Equal Channel Angular Extrusion. *Materials Science Forum*, 2007, Vols. 551-552, s. 651-656
- [18] YOSHIDA, Y.; ARAI, K.; ITOH, S.; KAMADO, S.; KOJIMA, Y. Realization of high strength and high ductility for AZ61magnesium alloy by severe warm working. *Science and Technology of Advanced Materials*, 2005, Vol.6, s.185–194
- [19] YANG, X.; MIURA, H.; SAKAI, T. Recrystallization behaviour of fine-grained magnesium alloy after hot deformation. *Trans. Nonferrous Met. SOC. China*, 2007, Vol.17,s. 1139-1 142
- [20] KIM, H. K.; KIM, W. J. Microstructural instability and strength of an AZ31 Mg alloy after severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering*, 2004, Vol.A 385, s. 300–308
- [21] KANG, S. H.; LEE, Y. S.; LEE, J. H. Effect of grain refinement of magnesium alloy AZ31 by severe plastic deformation on material characteristics. *Journal of materials processing technology*, 2008, Vol.201, s. 436–440
- [22] CHUVIL'DEEV, V. N., et al. Low-temperature superplasticity and internal friction in microcrystalline Mg alloys processed by ECAP. *Scripta Materialia*, 2004, Vol. 50, s.861–865
- [23] MÁTHIS, K.; GUBICZA, J.; NAM, N. H. Microstructure and mechanical behavior of AZ91 Mg alloy processed by equal channel angular pressing. *Journal of Alloys and Compounds*, 2005, Vol.394, s. 194–199

9. Seznam použitých zkratek a symbolů

d	-průměrná velikost zrna
k	-výpočtová konstanta
k_y	-konstanta, jejím měřítkem je hodnota smykového napětí potřebného pro uvolnění nahromaděných dislokací
N	- počet průchodů při procesu ECAP
ε	-deformace
ε_N	-deformace vnesená při procesu ECAP
δ	-tuhý roztok Al v Mg
γ	-intermediální fáze $Mg_{17}Al_{12}$
Φ	- úhel mezi částmi kanálu v komoře ECAP
Ψ	- úhel zaoblení přechodu mezi kanály
σ	-napětí (MPa)
σ_0	-napětí potřebné pro překonání Peierls-Nabarrova třecího napětí, odporu rozpuštěných cizích atomů, odporu precipitátů z tuhého roztoku a defektu mřížky
σ_y	- mez kluzu