



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ

FACULTY OF CHEMISTRY

ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

PROCESY PŘÍPRAVY A CHARAKTERIZACE OBJEMOVÉHO
MATERIÁLU Z PRÁŠKŮ Mg A Zn

PREPARATION PROCESSES AND CHARACTERIZATION OF BULK MATERIAL FROM Mg
AND Zn POWDERS

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Michaela Krystýnová

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Pavel Doležal, Ph.D.

BRNO 2016



Vysoké učení technické v Brně
Fakulta chemická
Purkyňova 464/118, 61200 Brno

Zadání diplomové práce

Číslo diplomové práce:	FCH-DIP0923/2015	Akademický rok: 2015/2016
Ústav:	Ústav chemie materiálů	
Student(ka):	Bc. Michaela Krystýnová	
Studijní program:	Chemie, technologie a vlastnosti materiálů (N2820)	
Studijní obor:	Chemie, technologie a vlastnosti materiálů (2808T016)	
Vedoucí práce	Ing. Pavel Doležal, Ph.D.	
Konzultanti:	Ing. Matěj Březina	

Název diplomové práce:

Procesy přípravy a charakterizace objemového materiálu z prášků Mg a Zn

Zadání diplomové práce:

Diplomová práce je zaměřena na procesy přípravy objemového materiálu slinováním při lisování za tepla z práškové směsi Mg a Zn a jeho následnou charakterizaci. Cílem diplomové práce je návrh a komplexní zhodnocení technologie přípravy objemového materiálu a vlivu složení práškové směsi na výslednou porozitu, strukturu a fyzikálně mechanické vlastnosti binárních materiálů.

Termín odevzdání diplomové práce: 6.5.2016

Diplomová práce se odevzdává v děkanem stanoveném počtu exemplářů na sekretariát ústavu a v elektronické formě vedoucímu diplomové práce. Toto zadání je přílohou diplomové práce.

Bc. Michaela Krystýnová
Student(ka)

Ing. Pavel Doležal, Ph.D.
Vedoucí práce

prof. RNDr. Josef Jančář, CSc.
Ředitel ústavu

V Brně, dne 31.1.2016

prof. Ing. Martin Weiter, Ph.D.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

Tématem diplomové práce je proces přípravy objemového materiálu Mg-Zn slinováním při lisování za tepla z práškových směsí. Objemové materiály byly hodnoceny z hlediska struktury, porozity a fyzikálně mechanických charakteristik. Výsledky těchto hodnocení a jejich interpretace vzhledem k přípravě materiálu byly použity pro zpětnou vazbu při následné optimalizaci jednotlivých parametrů procesu přípravy objemového materiálu. Řešení je zaměřeno na studium a řízení procesů při přípravě objemového materiálu a popis těchto dějů z fyzikálně-chemického hlediska s ohledem na tvorbu struktury a výsledné vlastnosti.

ABSTRACT

Topic of the diploma thesis is Mg-Zn bulk material preparation process by powder mixtures sintering at hot pressing. Structure, porosity and physically-mechanical properties of prepared bulk materials was evaluated. Obtained results and their interpretation were served as feedback for following optimization of individual processing parameters of bulk materials preparation. Thesis solving focuses on study and control of processes during bulk material preparation and description of the processes from physically-chemical point of view of the structure creation and final material properties.

KLÍČOVÁ SLOVA

Hořčík, zinek, prášková metalurgie, lisování za tepla, mechanické charakteristiky

KEYWORDS

Magnesium, zinc, powder metalurgy, hot pressing, mechanical properties

KRYSTÝNOVÁ, M. *Procesy přípravy a charakterizace objemového materiálu z prášků Mg a Zn*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2016. 88 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Pavel Doležal, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracovala samostatně, a že všechny použité literární zdroje jsem citovala správně a úplně. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty chemické VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FCH VUT.

.....
podpis studenta

Poděkování:

Ráda bych tímto poděkovala všem, kteří mi pomohli vypracovat tuto práci, zejména Ing. Pavlovi Doležalovi, Ph.D. za jeho odborné vedení, vřelý přístup, trpělivost, cenné rady a připomínky, dále Ing. Matějovi Březinovi za čas věnovaný při konzultacích, Bc. Veronice Ruttkayové za podporu během vypracovávání experimentu a také pracovníkům fakulty strojní, VUT v Brně, jmenovitě Ing. Josefovi Zapletalovi, Ph.D, Ing. Tomášovi Maradovi, Ph.D a Ing. Pavle Roupcové, Ph.D. V neposlední řadě bych chtěla poděkovat rodině za podporu při studiu.

Tato práce byla podpořena projektem r.č. LO1211, Centrum materiálového výzkumu na FCH VUT v Brně - udržitelnost a rozvoj (Národního programu udržitelnosti I, Ministerstvo školství, mládeže a tělovýchovy).

OBSAH:

1	ÚVOD.....	6
2	CÍL PRÁCE.....	7
3	LITERÁRNÍ PŘEHLED PROBLEMATIKY	8
3.1	PRÁŠKOVÉ MATERIÁLY	8
3.1.1	Metody výroby práškového hořčíku a zinku.....	8
3.1.2	Charakterizace práškových materiálů	11
3.2	MATERIÁLY NA BÁZI HOŘČÍKU A ZINKU	14
3.2.1	Základní vlastnosti hořčíku	14
3.2.2	Základní vlastnosti zinku	15
3.2.3	Systém hořčík – zinek	16
3.3	TECHNOLOGIE ZPRACOVÁNÍ PRÁŠKOVÝCH MATERIÁLŮ	19
3.3.1	Míchání práškových směsí	19
3.3.2	Mechanické legování.....	19
3.3.3	Lisování za studena	22
3.3.4	Izostatické lisování.....	25
3.3.5	Lisování za tepla.....	25
3.3.6	Extruze	28
4	EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST.....	33
4.1	METODIKA A EXPERIMENTÁLNÍ ZAŘÍZENÍ	33
4.2	ZÁKLADNÍ MATERIÁL	34
4.2.1	Charakterizace experimentálního materiálu Mg	34
4.2.2	Charakterizace experimentálního materiálu Zn	34
4.3	PŘÍPRAVA EXPERIMENTÁLNÍHO MATERIÁLU Z ČISTÉHO MG.....	36
4.4	STRUKTURA A VLASTNOSTI EXPERIMENTÁLNÍHO MATERIÁLU Z ČISTÉHO MG	36
4.5	PŘÍPRAVA EXPERIMENTÁLNÍHO MATERIÁLU Z ČISTÉHO ZN.....	41
4.6	STRUKTURA A VLASTNOSTI EXPERIMENTÁLNÍHO MATERIÁLU Z ČISTÉHO ZN	41
4.7	PŘÍPRAVA EXPERIMENTÁLNÍCH JEDNOVRSTEVNÝCH MATERIÁLŮ.....	46
4.8	STRUKTURA A VLASTNOSTI EXPERIMENTÁLNÍ JEDNOVRSTEVNÉHO MATERIÁLU	46
4.9	PŘÍPRAVA EXPERIMENTÁLNÍCH VÍCEVRSTVÝCH MATERIÁLŮ	53
4.10	STRUKTURA A VLASTNOSTI EXPERIMENTÁLNÍCH VÍCEVRSTVÝCH MATERIÁLŮ.....	53
4.11	PŘÍPRAVA EXPERIMENTÁLNÍCH MATERIÁLŮ Z PRÁŠKOVÝCH SMĚSÍ	58
4.12	STRUKTURA A VLASTNOSTI EXPERIMENTÁLNÍCH MATERIÁLŮ Z PRÁŠKOVÝCH SMĚSÍ..	58
5	DISKUZE VÝSLEDKŮ	64
6	ZÁVĚRY.....	68
7	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	70
8	SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ	75
9	SEZNAM PŘÍLOH	76

1 ÚVOD

Hořčík patří k nelehčím kovům, přičemž jeho měrná pevnost je srovnatelná s hliníkem a některými oceli, a je tedy vhodný pro lehké konstrukce v průmyslu. Využívá se v automobilovém i leteckém průmyslu, v elektrotechnice nebo pro sportovní vybavení. Nicméně skutečná pevnost hořčíku je nízká, taktéž i jeho odolnost vůči korozi, čímž je jeho aplikovatelnost značně omezena. Prášková metalurgie umožňuje připravit takové materiály, jejichž pevnost je výrazně vyšší, a které běžnými metodami vyrobit nelze [1].

V práškové metalurgii dochází ke zhutnění kovových prášků do požadovaných, často složitých tvarů, které jsou slinovány za vzniku kompaktního materiálu. S využitím této technologie lze dosáhnout nejen lepších vlastností, ale také produkovat velké množství výrobků s konečnými rozměry bez nutnosti dalších úprav, čímž se výrazně snižuje jeho cena. Díky tomu může prášková metalurgie konkurovat v současnosti využívaným technologiím jako je obrábění, lití nebo kování [2, 3].

Kovy jako zátěžové tělní implantáty se vyznačují vhodnějšími vlastnostmi než keramika nebo polymery díky kombinaci vysoké mechanické pevnosti a lomové houževnatosti. V dnešní době patří mezi v medicíně využívané kovové materiály korozivzdorná ocel, titan a slitiny na bázi kobaltu a chromu. Nevýhodou těchto materiálů je možnost uvolnění toxických kovových iontů vlivem koroze a opotřebení, což může vést ke vzniku zánětu [4–8]. Odlišnost stávajících kovových implantátů od tkáně kosti může být navíc příčinou osteopenie, což má za následek inhibici růstu nové kostní tkáně a její remodelaci vedoucí k snížení stability implantátu [9]. Vzhledem k vlastnostem těchto implantátů je jejich funkce v organismu většinou pouze dočasná a musí být odstraněny druhým chirurgickým zákrokem [10].

Díky nízké hmotnosti, přirozenému výskytu v těle, podobným mechanickým vlastnostem jako kost a schopností degradaci díky korozi v elektrolytickém prostředí těla jsou materiály na bázi hořčíku potenciálními kandidáty na biokompatibilní, osteokonduktivní, degradabilní tělní implantáty [11]. Hustota hořčíku je pouhých $1,74 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, je tedy $1,6\times$ lehčí než hliník a až $4,5\times$ lehčí než ocel. Lomová houževnatost hořčíku je větší než u keramických materiálů jako je například syntetický hydroxyapatit, zatímco elastický modul a pevnost v tlaku se blíží hodnotám kostní tkáně [13–16].

Hořčík je navíc pro lidské tělo přirozený. Je nezbytnou součástí metabolismu a přirozeně se vyskytuje v kostní tkáni. Je to čtvrtý nejčastější kation v lidském těle. Tělo dospělého 70kg muže obsahuje přibližně 1 mol Mg, přičemž téměř polovina tohoto množství je zastoupena právě v kostech [17–22].

2 CÍL PRÁCE

Diplomová práce je zaměřena na procesy přípravy objemového materiálu slinováním při lisování za tepla z práškové směsi Mg a Zn a jeho následnou charakterizaci. Cílem diplomové práce je návrh a komplexní zhodnocení technologie přípravy objemového materiálu a vlivu složení práškové směsi na výslednou pórozitu, strukturu a fyzikálně mechanické vlastnosti binárních materiálů.

Konkrétní cíle jsou zaměřeny optimalizaci přípravy jednofázových objemových materiálů z práškového Mg a Zn a přípravy práškových směsí z prášků Mg a Zn. metodou lisování za tepla. Dalším dílčím cílem je charakterizace připravených materiálů a hodnocení na základě mikrostruktury, pórozity a mechanických vlastností. Cílem práce je také hodnocení a interpretace výsledků pro stanovení optimálních parametrů procesu přípravy jednotlivých objemových materiálů.

3 LITERÁRNÍ PŘEHLED PROBLEMATIKY

3.1 Práškové materiály

3.1.1 Metody výroby práškového hořčíku a zinku

Pro výrobu práškových kovů se využívá množství technik, příkladem můžou být například redukce z oxidů, elektrolytická depozice, mletí a rozmělnování či atomizace. Volba vhodné techniky závisí na připravovaném kovu, požadované čistotě a vlastnostech ať už mechanických nebo fyzikálních a také na ceně [23]. Práškový hořčík a zinek se nejčastěji vyrábí drcením, mletím a atomizací.

Drcení a mletí

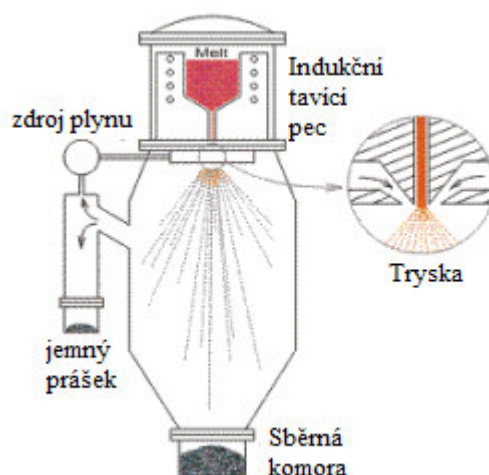
Nejčastěji k rozmělnování slouží kulové mlýny. Dochází zde ke tření mezi mlecími tělesy a náplní, což zapříčiňuje štěpení náplně na jemnější částice. Alternativou k těmto mlýnům jsou vibrační mlýny a atritory, jejich rozměry jsou ovšem v porovnání s kulovými mlýny mnohem menší. Rozmělnování lze připravit velmi jemné prášky s velikostí částic pod 10 μm . Takto připravované prášky je před samotným zpracováním potřeba žíhat, aby se odstranilo vnitřní pnutí v částicích. Žíhání probíhá v redukční atmosféře, tím dojde také k odstranění vrstvy oxidů na povrchu částic [23, 24].

Atomizace

Největší množství produkovaných práškových kovů je připraveno právě atomizací. Principem je rozbíjení proudu roztaveného kovu na malé kapičky vodou nebo plynem či pomocí odstředivé síly. Kromě chemické reaktivity, díky které je v závislosti na reaktivitě příslušného kovu zapotřebí volit vhodnou atmosféru, je celý proces nezávislý na fyzikálních a mechanických vlastnostech jako je tomu v případě zpracovávání pevného materiálu. Výhodou je jednoduchost celého procesu, kdy se konečný produkt vyrábí přímo z roztaveného kovu nebo slitiny. Atomizaci lze rozdělit do tří kategorií: atomizace s využitím plynu, vody a odstředivé síly [2, 23].

Při atomizaci plynem mají získané částice pravidelnější tvar a lepší čistotu než s využitím vody. Využívá se zde argon či dusík, díky tomu je zabráněno tvorbě nežádoucí oxidické vrstvy. Díky využití vakua při většině procesů se rovněž zabraňuje interakci částic kovu s okolní atmosférou. Nevýhodou jsou zhoršené podmínky pro chlazení. Protože zde není voda, která má funkci chladicího média, musí být nádrž dostatečně velká, aby nedocházelo k ulpívání kapek kovu na stěnách. Velikost částic je úměrná čtverci rychlosti proudu plynu, proto se pro výrobu jemných prášků využívají rychlosti větší než 100 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ [2, 23]. Schéma plynového atomizéru je znázorněn na obrázku 3.1.

Atomizaci plynem lze využít také k přípravě práškových slitin hořčíku. V roce 2011 využil Hong Jun Chae a kol. této metody pro přípravu $\text{Mg-Zn}_{4,3}\text{Y}_{0,7}$ (at. %). Slitina byla roztavena při teplotě 750 °C, tedy vysoko nad teplotou tání, aby se zvýšila její tekutost. Byla využita hubice z nitridu boru s průměrem 5 mm a argonová plynová tryska s tlakem 5 MPa. Tímto postupem byly připraveny částice o velikosti 10-250 μm [1].



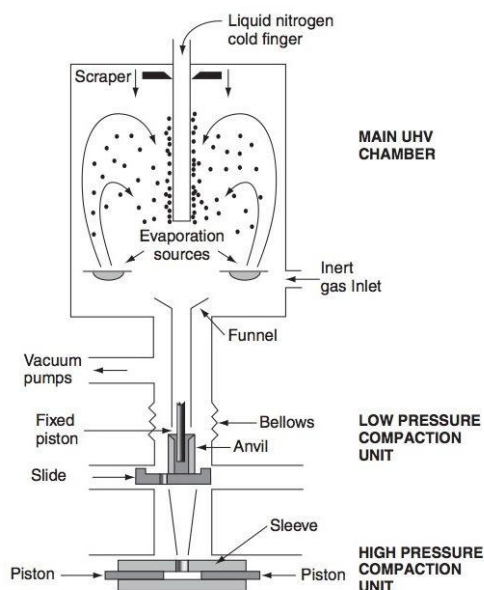
Obr. 3.1 Schéma vertikálního plynového atomizéru [25].

Hlavní nevýhodou atomizace plynem nebo vodou je potřeba využití žáruvzdorných trubic, přes které proudí tavenina kovu. Z těchto se mohou uvolňovat částice, které se usazují ve formě vměstků a způsobují snížení odolnosti vůči únavovému namáhání. V případě atomizace plynem je další nevýhodou možnost zabudování atomů argonu do kapek kovu, které mohou zvyšovat pórozitu částic a snižovat tak mechanické vlastnosti [23].

Tyto nevýhody jsou kompenzovány při využití odstředivých sil k rozptýlení taveniny kovu. V této technice se využívá tyč vhodného složení, která rotuje rychlostí 10 000 až 20 000 otáček za minutu, přičemž konec této tyče je taven plazmovým výbojem mezi tyčí a wolframovou elektrodou. Roztavený materiál je odstředivou silou unášen do prostoru nádrže, kde se za letu ochlazuje. Takto připravené práškové částice jsou hladké, sférické a jejich střední průměr se pohybuje kolem 200 μm a jejich velikost je v rozmezí 50–400 μm [2].

Kondenzační metoda s využitím inertního plynu

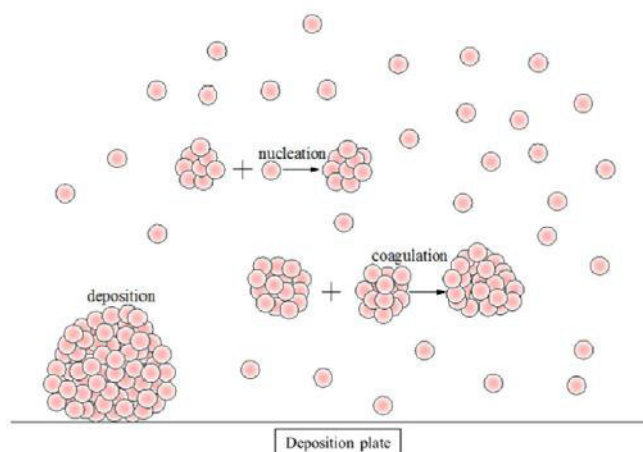
Výhodou oproti mechanickým metodám přípravy práškových materiálů je příprava velmi čistých ultrajemných prášků s úzkou distribucí velikostí částic a krátký výrobní cyklus. Principem je tvorba částic prášku prostřednictvím odpařování kovového zdroje a jeho následná kondenzace v komoře, která byla evakuována a poté naplněna inertním plynem o nízkém tlaku. Touto metodou je možné připravit velké množství kovových prášků včetně hořčíku a zinku, také oxidy, nitridy, karbidy a jiné [26–28]. Schéma této metody je uvedeno na obr. 3.2.



Obr. 3.2 Schéma reakční komory [29]

Liquid nitrogen cold finger – kolektor chlazený kapalným dusíkem, scraper – škrabka, evaporation sources – zdroje vypařování, funnel – nálevka, vacuum pumps – vývěvy, low pressure compaction unit – nízkotlaká zhutňovací jednotka, fixed piston – fixní píst, bellows – měchy, anvil – kovádkina, slide – posuvný kryt, high pressure compaction unit – vysokotlaká zhutňovací jednotka, sleeve – objímka, piston – píst.

Hoříčkový ingot o vysoké čistotě je vložen do kelímku a umístěn do zařízení, které je následně evakuováno. Poté se hoříčkový ingot zahřeje na teplotu tání. Odpařené atomy se srážejí s atomy inertního plynu, ztrácejí svou kinetickou energii a kondenzují ve formě malých částic, které koagulují do větších celků. Vlivem rozdílu teplot ohřátého inertního plynu a sběrného zařízení ochlazovaného kapalným dusíkem dochází ke konvekci a jemné částice prášku jsou unášeny na kolektor (obr. 3.3). Deponované částice jsou následně mechanicky seškrabovány a následně mohou být rovnou zhutňovány [26–28].



Obr. 3.3 Nukleace, koagulace a depozice evaporovaných částic na kolektoru [26]

3.1.2 Charakterizace práškových materiálů

Aby procesy zpracovávání práškových materiálů a jejich kontrola proběhly správně, je zapotřebí materiál kompletně charakterizovat. Důležitými vlastnostmi materiálu jsou tvar a velikost částic, mikrostruktura a specifický povrch. Tyto vlastnosti určují objemové vlastnosti prášků jako je zdánlivá hustota, sypkost a chemická stabilita. Chemické chování částic a kromě povahy distribuce velikosti částic také jejich struktura je ovlivněna metodou přípravy práškových materiálů. Tyto vlastnosti následně ovlivňují průběh zhutňování a slinování a tedy i složení, strukturu a vlastnosti slinovaného materiálu [2, 30].

Chemické složení a struktura

Důležitým parametrem je chemické složení a čistota prášku. Nečistoty v práškových kovech mohou mít významný vliv na zpracování a výsledné vlastnosti materiálu, proto je nezbytné znát přesné chemické složení a formu v jaké se daný prvek v materiálu vyskytuje, tedy zda ve formě sloučeniny, jako elementární prvek nebo ve formě tuhého roztoku. To, jak nečistoty ovlivňují pevnost částic a reaktivitu během slinování, závisí na jejich aktuální formě [2, 30].

Během zhutňování a slinování se může uskutečnit řada chemických reakcí mezi kovovým práškem a okolní atmosférou. Také během skladování prášky ochotně absorbují plyny z okolní atmosféry, což může vést ke tvorbě oxidů na povrchu. Ty mohou významně zasahovat do procesu zhutňování a slinování a velmi často také zůstávají ve struktuře materiálu. Při slinování mohou způsobovat deformace a někdy dokonce praskání materiálů. Množství absorbovaných plynů se zvyšuje se snižující se velikostí částic a zvyšující se chemickou aktivitou povrchu [2, 30]. [2]

Běžným parametrem pro určení stupně znečištění kyslíkem je vodíková ztráta. Tento parametr určuje míru znečištění kyslíkem u kovů, jejichž oxidy jsou jednoduše redukovatelné vodíkem. Mezi tyto kovy patří například železo, nikl, měď, wolfram a molybden, na druhou stranu stabilní oxidy hliníku nebo chromu touto metodou redukovat nelze. Detaily metod jak stanovit tento parametr popisují normy Federace průmyslu kovových prášků (MPIF, Metal Powder Industries Federation) a Americké asociace pro testování a materiály (ASTM, American Society for Testing and Materials) Jeho nevýhodou je, že ne vždy dojde k redukci veškerých přítomných oxidů. Přesto je žíhání v redukční atmosféře efektivním způsobem, jak snížit obsah kyslíku. Obvyklé teploty žíhání se pohybují v rozmezí 800 – 1000 °C [2, 30].

Kromě nečistot má velký vliv na následné zpracování také velikost kovových zrn. Žádoucí je jemná zrnitost, která zlepšuje mechanické vlastnosti. Velikost zrn souvisí s velikostí jednotlivých částic, protože při rychlém chlazení, které se při výrobě práškových kovů využívá, dochází nejen ke tvorbě částic menších velikostí, ale také jemnozrnější struktury [2].

Velikost a tvar částic

Tvar částic je charakterizován poměrem objemu vůči jejich povrchu. Příklady nejobvyklejších tvarů jsou uvedeny v tab. 3.1 spolu s výrobní metodou produkující

příslušný tvar. Práškové částice ačkoli připravované stejnou metodou za stejných podmínek nikdy nemají stejnou velikost a je třeba počítat s jistou distribucí. Velikost částic tedy nemá jednu přesnou hodnotu, ale pro každou částici, vyjma částice sférické, existuje několik hodnot, které závisí na metodě, kterou byly stanoveny [2]. Částice prášku navíc často aglomerují a rozlišení přesných rozměrů částic je tak ztíženo [31].

Tab. 3.1: Přehled tvarů částic kovových prášků, metoda přípravy a jejich nákres [2]

Popis tvaru	Metoda přípravy	Nákres tvaru
Jednodimenzionální jehlicovitý	Chemický rozklad	
Nepravidelný tyčinkovitý	Chemický rozklad	
	Mechanické rozmělnění	
Dvojdimenzionální dendritický	Elektrolytický	
Vločkovitý	Mechanické rozmělnění	
Třidimenzionální sférický	Atomizace karbonylu (Fe) precipitací z roztoku	
Kulový	Atomizace chemickým rozkladem	
Nepravidelný	Atomizace chemickým rozkladem	
Porézní	Redukce oxidů	
Hranatý	Mechanická dezintegrace karbonylu (Ni)	

Existuje celá řada metod k určení velikosti částic, mezi vhodné techniky pro charakterizaci velikostí a tvarů částic je například rastrovací elektronová mikroskopie pro relativně hrubé částice a transmisní elektronová mikroskopie pro charakterizaci jemných prášků [31]. Nejběžnější metody jsou uvedeny v tab. 3.2 včetně limitů jejich aplikovatelnosti.

Tab. 3.2: Nejběžnější metody určování velikostí částic [2].

Kategorie	Metoda	Přibližné použitelné rozmezí velikostí [μm]
Prosévání	Prosévání s využitím mechanického nebo ultrazvukem indukovaného míchání	44–800
Mikroskopie	Mikrosíta	5–50
	Viditelné světlo	0,2–100
	Elektronová mikroskopie	0,001–5
Sedimentace	Gravitační	1–250
	Odstředivá	0,05–60
Turbidimetrie	Turbidimetrie (měření útlumu intenzity světla)	0,05–500
Plavení	Plavení	5–50
Elektrolytický odpor	Coulterovo počítadlo	0,5–800
Permeabilita	Fisherův sub-sievesizer	0,2–50
Měrný povrch	Adsorpce z plynné fáze	0,01–20
	Adsorpce z kapalné fáze	0,01–50

Stlačitelnost prášku

Stlačitelnost je míra do jaké lze ztuhnout práškový materiál aplikací vnějšího tlaku. Tento parametr má zásadní vliv na dosažitelnou hustotu a velikost tlaku potřebnou k jejímu dosažení [2]. Užitečnou veličinou pro výpočty doprovázející konsolidaci prášků je stupeň ztuhnutí D_0 . Je definován jako poměr zdánlivé hustoty ρ_a a hustoty zcela zpevněného kovu ρ_s [23]:

$$D_0 = \frac{\rho_a}{\rho_s} \cdot 100 \quad [\%] \quad (3.1)$$

Zdánlivou hustotu lze ve vztahu nahradit hustotou práškového materiálu po setřepání tzv. tap density ρ_t . Nicméně využití vibrací během komprese prášku je mechanicky obtížné a proto se využívá hustota zdánlivá [23].

Stlačitelnost prášku je ovlivněna několika faktory. Během lisování prášek podléhá deformaci, která je úměrná pevnosti materiálu. Materiály s vysokou pevností jsou hůře deformovatelné a jejich stlačitelnost je menší. Vliv má také tvar částic, vnitřní porositá nebo distribuce jejich velikostí. Stlačitelnost také obecně roste s rostoucí zdánlivou hustotou [2, 23].

3.2 Materiály na bázi hořčíku a zinku

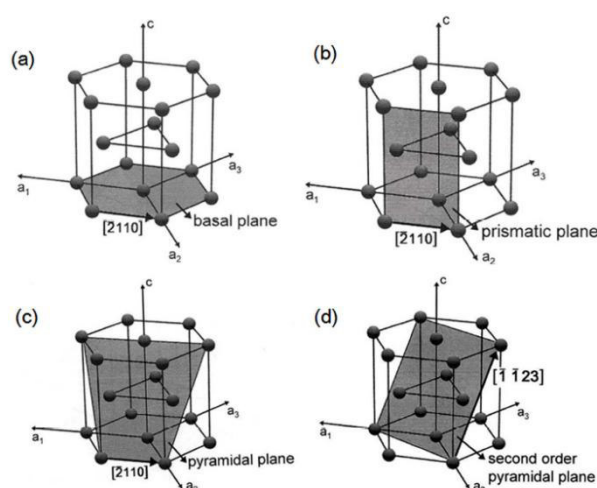
3.2.1 Základní vlastnosti hořčíku

Struktura hořčíku je hexagonální (HCP) s mřížkovými konstantami $a = 0,32092$ nm a $c = 0,52105$ nm, osový poměr c/a je 1,623 a je tedy velmi blízko ideálnímu osovému poměru pro nejtěsnější uspořádání 1,633 [32].

Při pokojové teplotě má FCC struktura 12 skluzových systémů, přičemž 5 z nich je nezávislých, zatímco HCP struktura má pouze 3 skluzové systémy, z nichž jsou nezávislé 2. Tento rozdíl vysvětluje, proč je za pokojové teploty jednodušší deformace Al než Mg. Možné skluzové systémy Mg jsou uvedeny v Tab. 3.3. Při vyšších teplotách dochází k aktivaci kluzu v pyramidálních rovinách druhého druhu $\{11\bar{2}2\}$ a takzvanými $(c+a)$ dislokacemi typu $\langle 11\bar{2}3 \rangle$. Při lomu dochází za pokojové teploty ke spojování trhlin v zrnech a mírně se na šíření trhliny podílí také interkrystalický lom. Při teplotách vyšších lze pozorovat tvorbu kavit a trhlin na hranici zrn [32]. Tabelované hodnoty hmotnostních a tepelných vlastností hořčíku jsou uvedeny v tab. 3.5.

Tab. 3.3 Možné skluzové systémy Mg [33]

Burgersův vektor	Skluzové roviny	Směr skluzu	Počet skluzových systémů	
			Celkem	Nezávislých
$\langle a \rangle$	Bazální (0001)	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3	2
$\langle a \rangle$	Prizmatické $\{10\bar{1}0\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3	2
$\langle c \rangle$	Prizmatické $\{10\bar{1}0\}$	$\langle 0001 \rangle$	3	2
$\langle c \rangle$	Prizmatické $\{11\bar{2}0\}$	$\langle 0001 \rangle$	3	2
$\langle a \rangle$	Pyramidální $\{10\bar{1}1\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	6	4
$\langle c + a \rangle$	Pyramidální $\{11\bar{2}2\}$	$\langle 11\bar{2}3 \rangle$	6	5



Obr. 3.4 Skluzové systémy Mg: (a) bazální skluz, (b) prizmatický skluz, (c) pyramidální skluz prvního druhu $\langle a \rangle$, (d) pyramidální skluz druhého druhu $\langle c + a \rangle$ [33]

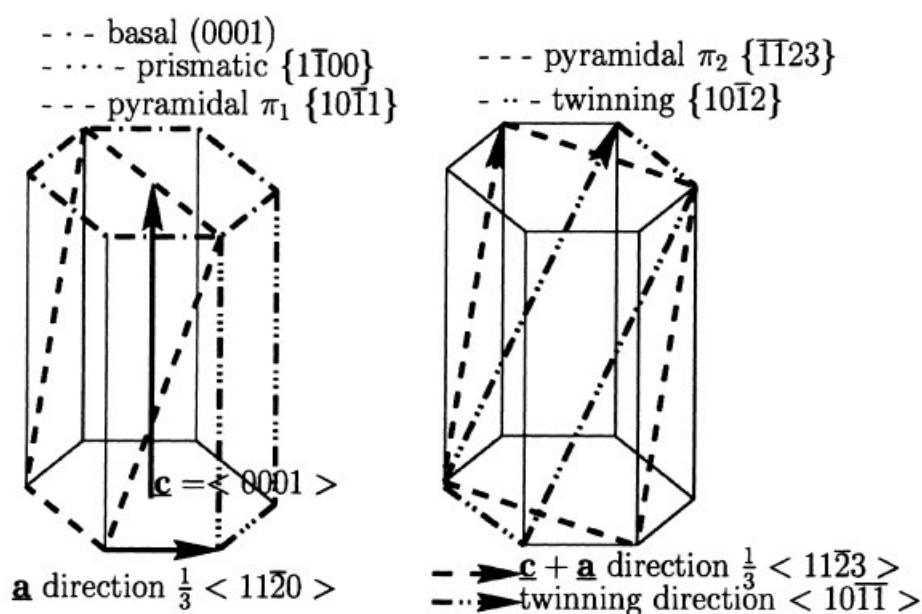
Tažnost hořčíku je v porovnání s ostatními kovy nižší, nicméně se zvyšující se teplotou roste. Modul pružnosti v tahu je při teplotě 20 °C 40 GPa (hodnota pro hořčík s čistotou 99,98 %). Mez kluzu v tahu se v závislosti na zpracování pohybuje v rozmezí 69 až 105 MPa, v tlaku od 34 do 55 MPa a mez pevnosti od 165 do 205 MPa [32].

3.2.2 Základní vlastnosti zinku

Zinek má hexagonální strukturu s osovým poměrem c/a 1,856 tedy značně odlišný od teoretické hodnoty nejtěsnějšího uspořádání. Při pokojové teplotě dochází ke skluzu podél bazální roviny, pravděpodobný je však také skluz podél pyramidální roviny druhého řádu [34]. Aby však došlo k nebazálnímu skluzu, krystal musí být namáhán kolmo nebo paralelně vůči bazální rovině [35]. Za laboratorní teploty může docházet také k dvojčatění podél pyramidální roviny, při dvojčatění se jejich bazální rovina tvoří pod úhlem 94° k původní rovině a dochází k snížení tloušťky o 6,75 % (měreno kolmo na původní bazální rovinu). Jakmile se objeví dvojčatění k dalším skluzům dochází snadněji [35]. Při vyšší teplotě ($> 0,65 T_m$) se aktivují nebazální skluzové systémy a zlepšuje se zpracovatelnost Zn [34]. Možné skluzové systémy Zn jsou uvedeny v tab. 3.4.

Tab. 3.4 Možné skluzové systémy Zn [35]

Burgersův vektor	Skluzové roviny	Směr skluzu	Počet systémů
$\langle a \rangle$	Bazální (0001)	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3
$\langle a \rangle$	Prizmatické $\{1\bar{1}00\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	3
$\langle c + a \rangle$	Pyramidální $\{11\bar{2}2\}$	$\langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$	6
	Dvojčatění $\{10\bar{1}2\}$	$\langle 10\bar{1}\bar{1} \rangle$	6



Obr. 3.5 Možné skluzové systémy Zn [35]

Basal – bazální, prismatic – prizmatické, pyramidal – pyramidální, direction – směr, twinning – dvojčatění.

Pevnost v tahu litého zinku je 28 MPa, válcováním lze dosáhnout pevnosti 126 až 246 MPa, modul pružnosti je 70 GPa. Tabulkové hodnoty hmotnostních a tepelných vlastností zinku jsou uvedeny v tab. 3.5 [35].

Tab. 3.5 Hmotnostní a tepelné vlastnosti hořčíku a zinku [32, 35]

Vlastnost	Hořčík	Zinek
Hustota při pokojové teplotě [$\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$]	1,738	7,133
Změna objemu při tuhnutí [%]	4,2	4,48
Změna objemu při chladnutí na 0 °C [%]	5	7,28
Teplota tání [°C]	650	419,5
Koeficient teplotní roztažnosti [K^{-1}]	$26,1\cdot 10^{-6}$	$0,9\cdot 10^{-6}$

3.2.3 Systém hořčík – zinek

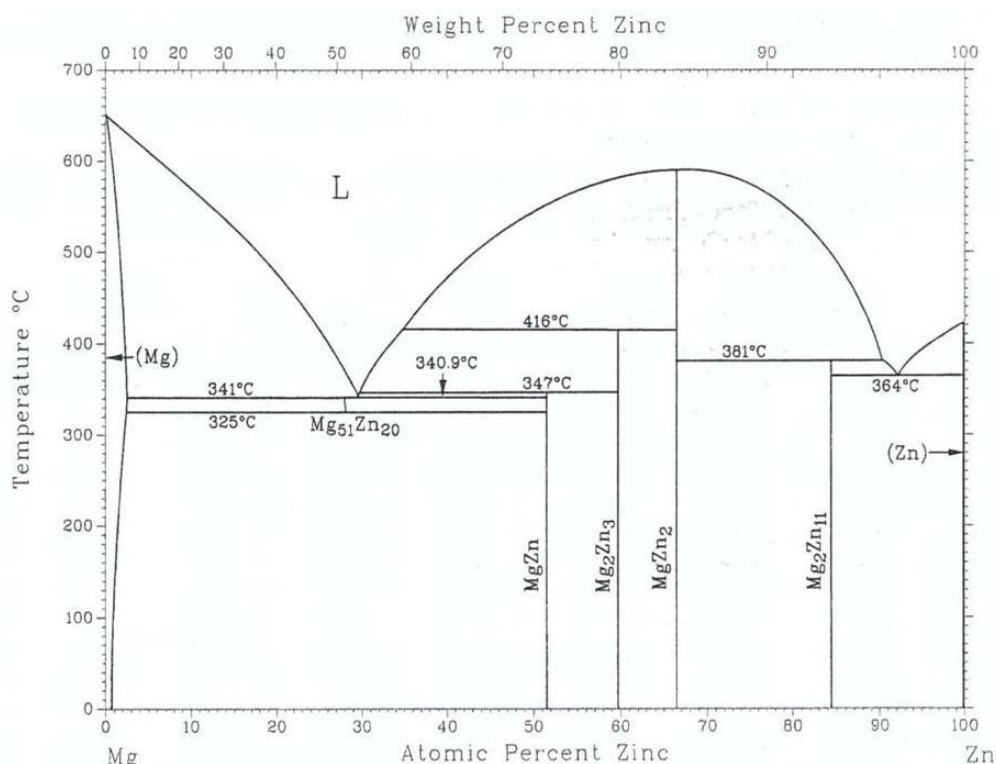
Zinek je jedním z nejčastěji používaných prvků při výrobě hořčíkových slitin. Je považován za nejdůležitější legující prvek hned po Al V kombinaci s hliníkem zlepšuje mechanické vlastnosti při laboratorní teplotě. Nicméně z hlediska zlepšení slévatelnosti a zpevnění je stejně účinný jako Al. Zinek také snižuje korozivní efekt železa a niklu, které se mohou v hořčíkových slitinách objevit. Nicméně při obsahu větším než 1 hm. % zvyšuje křehkost za vyšších teplot. Maximální rozpustnost při 25 °C Zn v Mg je 1,6 hm. % (asi 0,6 at. %). Největší rozpustnost Zn v Mg je při eutektické hodnotě, kdy dosahuje 6,2 hm. % (2,5 at. %) [32–34, 38]. Vzhledem k HCP struktuře Mg s poměrem c/a 1,623 je difuze legujících prvků ovlivněna orientací Mg krystalu. V případě Zn je při teplotě 280 °C difuzní koeficient Zn podél bazální roviny $1,23\times$ větší než v normálovém směru vůči bazální rovině, s rostoucí teplotou však tento rozdíl klesá a při teplotě 330 °C je difuze podél bazální roviny $1,17\times$ rychlejší. V systému Mg-Zn může docházet také ke vzniku Kirkendallova jevu, ke kterému obvykle dochází, pokud je difuzní koeficient příliš rozdílný [39, 40].

Fázový diagram Mg-Zn

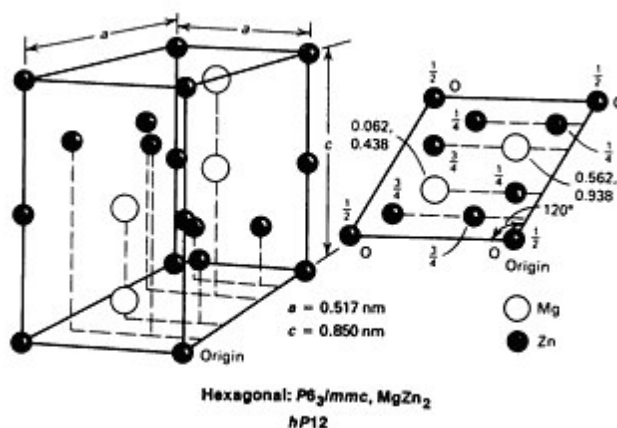
Fázový diagram Mg-Zn byl sestaven na základě termodynamického modelování. Vyskytuje se zde 5 intermetalických fází (obr. 3.6). Mg v Zn netvoří tuhý roztok, vyskytuje se zde však tuhý roztok Zn v Mg. Většina intermetalických fází je tvořena směrem k Mg, protože difuze Zn do Mg je rychlejší než difuze Mg do Zn. Vzhledem k nižší teplotě tání Zn, je pro difuzi Zn zapotřebí menší aktivační energie. Navíc velikost Zn atomu je v porovnání s atomem Mg menší [39].

Při teplotě 381 °C dochází k peritektické přeměně a vzniku $\text{Mg}_2\text{Zn}_{11}$. Tato sloučenina se vyznačuje primitivní kubickou strukturou. V některých eutektických slitinách je vznik $\text{Mg}_2\text{Zn}_{11}$ potlačen a při tuhnutí dochází ke vzniku metastabilní eutektické struktury tvořené MgZn_2 a Zn [32][41]. Elementární buňka MgZn_2 se skládá ze 4 molekul MgZn_2 , má primitivní hexagonální krystalickou mřížku (Obr. 3.7). Pyknometricky byla stanovena také hustota této sloučeniny, měřením byly zjištěny dvě hodnoty $6,164$ a $5,155 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ [32][43]. MgZn_2 se řadí mezi tzv. Lavesovy fáze. Jedná se o intermetalické fáze s obecným vzorcem AB_2 . Obvykle mají kubickou nebo hexagonální strukturu a vznikají, pokud se poměr poloměrů atomů složek pohybuje v rozmezí $1,09 - 1,34$. Jejich

přítomnost v materiálu obvykle způsobuje zhoršení mechanických vlastností, protože se jedná o křehkou sloučeninu [44].



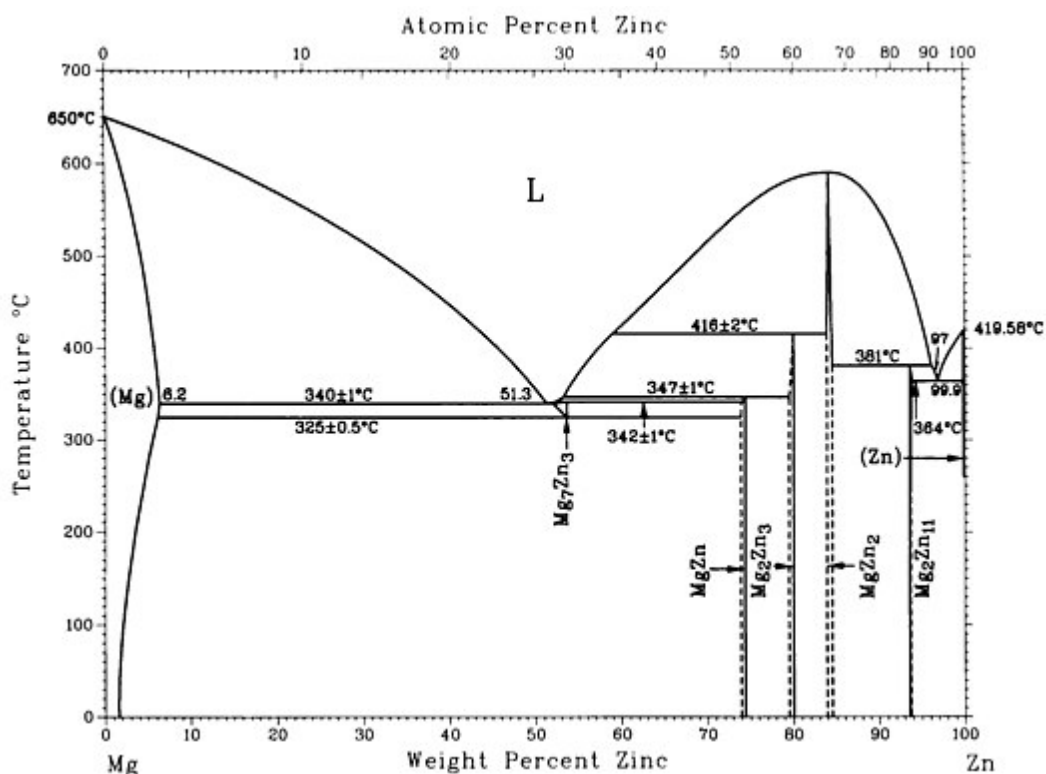
Obr. 3.6 Fázový diagram hořčík – zinek [32]



Obr. 3.7 Model hexagonální krystalické mřížky $hP12$ $MgZn_2$ [41]

Přesná stechiometrie Mg_2Zn_3 je nejasná, krystalickou mřížku má monoklinickou bazálně centrovanou (částice jsou umístěny ve středech horní a dolní stěny). Stejně tomu je i u stechiometrie $MgZn$, protože se jedná o sloučeninu přesycenou Zn, také její krystalická mřížka je stále neznámá [32, 38].

Sloučenina $Mg_{51}Zn_{20}$ byla nejprve identifikována jako Mg_7Zn_3 a eutektikum bylo nalevo od Mg_7Zn_3 tedy na straně blíže k Mg (obr. 3.8). Podle experimentálních dat je ovšem pravděpodobnější sloučenina $Mg_{51}Zn_{20}$ a eutektikum ležící napravo od ní (obr. 3.6) [32]. Jednotlivé fáze, jejich složení a krystalická mřížka jsou shrnuty v tab. 3.6.



Obr. 3.8 Fázový diagram hořčík – zinek [42]

Tab. 3.6 Krystalografická data jednotlivých fází binárního diagramu Mg-Zn (hP – primitivní hexagonální, oI – orthorombická prostorově centrovaná, mC – monoklinická bazálně centrovaná, cP – primitivní kubická krystalická mřížka) [41]

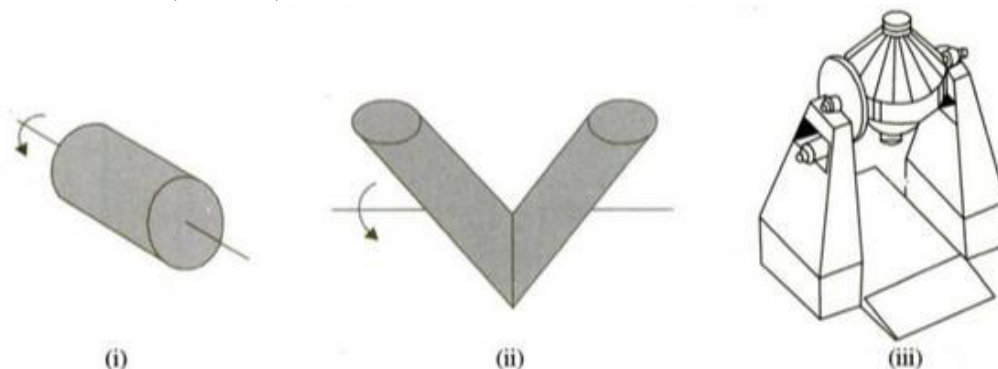
Fáze	Množství Zn [hm. %]	Pearsonův symbol
(Mg)	0–6,2	<i>hP</i> 2
Mg ₇ Zn ₃	53,6	<i>oI</i> 142
MgZn	74,0	...
Mg ₂ Zn ₃	80,1	<i>mC</i> 110
MgZn ₂	84–84,6	<i>hP</i> 12
Mg ₂ Zn ₁₁	93,7	<i>cP</i> 39
(Zn)	99,9–100	<i>hP</i> 2

V binárním systému Mg-Zn se objevuje množství metastabilních fází. V přesyceném (Mg) tuhém roztoku byly během stárnutí při 70 °C objeveny Guinier-Prestonovy zóny. Kalením Mg tuhého roztoku bylo dosaženo vzniku precipitátů MgZn s hladkým přechodem mřížek. Tato fáze byla označena jako MgZn' a vysrážela se ve formě dlouhých tenkých tyčinek orientovaných kolmo k bazální rovině hořčíkové matrice. Z Mg-Zn slitin byly vytvořeny také kovová skla při obsahu Zn v rozmezí 25 – 35 at. %, která jsou však stabilní pouze při teplotě 10 °C [32].

3.3 Technologie zpracování práškových materiálů

3.3.1 Míchání práškových směsí

Jedná se o nejjednodušší operaci pro homogenizaci práškové směsi. Efektivita celého procesu závisí na řadě faktorů, jako jsou například typ, objem, vnitřní povrch nebo geometrie mixéru, objemový podíl a charakter prášků nebo doba míchání a teplota během procesu, případně zda je použito nějaké plynné nebo kapalné médium. Nejběžnějšími typy mixérů využívaných k homogenizaci prášků jsou válcová míchačka, dvojitý kužel mixér a V-mixér (obr. 3.9) [2, 30].



Obr. 3.9(i) válcová míchačka, (ii) V-mixér, (iii) dvojitý kužel mixér [30]

Největší efektivita se dosahuje při 50–60% zaplnění objemu mixéru a optimální doba procesu se pohybuje v rozmezí 5 – 30 minut, přesné hodnoty lze však získat pouze experimentálně, protože jsou závislé nejen na typu mixéru, ale také na samotné práškové směsi. Nicméně při překročení optimálního času často dochází ke zpětné koagulaci prášků [2, 30].

3.3.2 Mechanické legování

Jedná se o techniku, při níž se všechny probíhající děje uskutečňují v pevné fázi. Výsledkem jsou práškové materiály s kontrolovanou mikrostrukturou, která vzniká vlivem plastické deformace, opakovaným štěpením a svařováním částic prášku ve vysoce energetickém, obvykle kulovém, mlýně [43, 46]. S využitím této techniky jsou minimalizovány defekty, které obvykle vznikají při lití, jako jsou například inkluze. Nicméně podmínky procesu a míra zhutnění materiálu během mechanického legování výrazně ovlivňuje vlastnosti vzniklé slitiny včetně hustoty a tvrdosti, proto je zapotřebí nejprve provést detailní výzkum [43].

Výhodou této metody je možnost připravit také fáze, které by byly jinak za daných podmínek nestabilní, například přesycené tuhé roztoky, metastabilní krystalické a kvazikrystalické fáze, nanostruktury a amorfní slitiny. Tyto nestabilní struktury lze následně využít jako prekurzory pro přípravu materiálů s požadovaným chemickým složením. Mikrostrukturou takto připravených prekurzorů lze dále upravovat následným tepelným zpracováním [31][31].

Mechanickému legování obvykle předchází míchání práškových směsí. Po důkladné homogenizaci je prášková směs spolu s mlecím médiem (obvykle ocelové koule)

přesunuta do mlýna. Následně je směs mleta do té doby než dojde k dosažení ustáleného stavu, kdy všechny mají částice stejné složení, jako byl poměr prvků ve výchozí práškové směsi. Takto připravený prášek je následně zhutněn a tepelně upraven tak, aby bylo dosaženo požadované mikrostruktury a vlastností [31].

Parametry, které ovlivňují výsledek mechanické legování, jsou typ použitého mlýnu, mlecí nádoba, typ, velikost a distribuce velikostí použitého mlecího média, rychlost a doba mletí, hmotnostní poměr mezi práškem a mlecími tělesy, míra naplnění mlecí nádoby, atmosféra, volba technologického činidla a teplota mletí, přičemž jednotlivé parametry spolu často souvisí [31].

Vliv rychlosti mletí

S rostoucí rychlostí rotace mlýnu se zvyšuje také energie vložená do mleté práškové směsi. Nicméně maximální rychlost mletí je omezena typem mlecího zařízení, například u běžných mlýnů dochází po překročení kritické rychlosti k fixaci mlecích těles ke stěně mlecí nádoby vlivem odstředivé síly a ty tak neplní svoji funkci. Ideální rychlost je tedy těsně pod kritickou rychlostí, kdy mlecí tělesa padají s maximální výšky a dopadají na práškovou směs s největší energií. Další nevýhodou příliš vysoké rychlosti rotace je nadměrný vývin tepla, který může způsobit urychlení transformačního procesu a dekompozici přesyceného tuhého roztoku či jiných metastabilních fází, které během procesu vznikly [31].

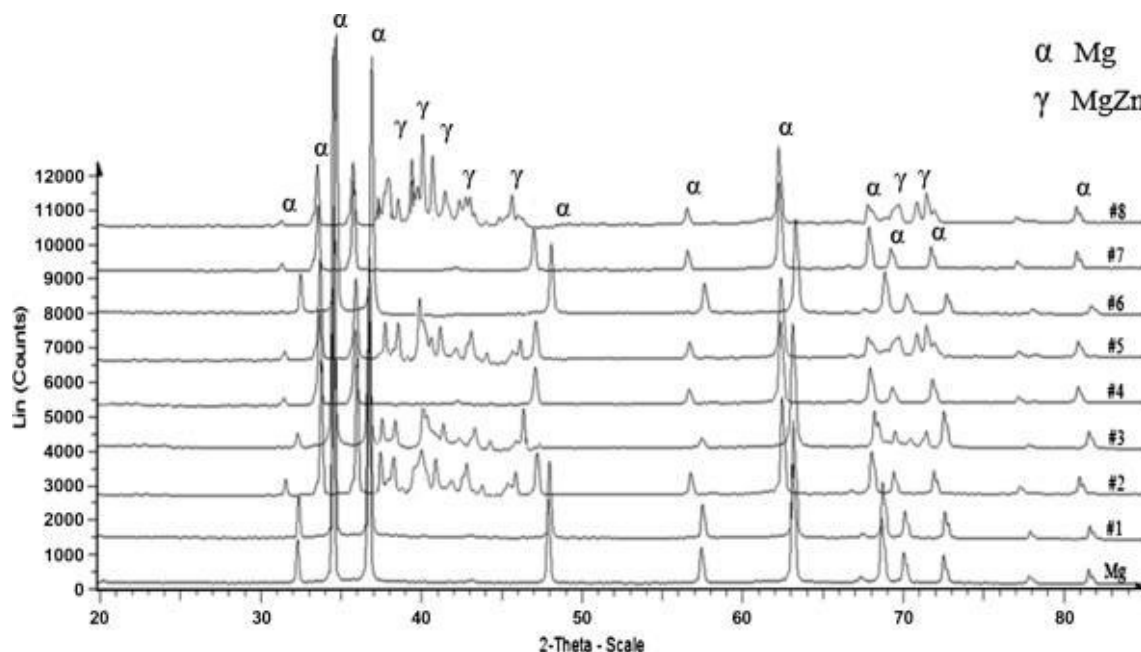
Vliv doby mletí

Doba mletí je nejdůležitějším parametrem, obvykle je volena tak, aby bylo dosaženo ustáleného stavu. Nicméně tento parametr je úzce spojen s typem mlecího zařízení, hmotnostním poměrem mezi práškem a mlecími tělesy, intenzitou a teplotou mletí [31]. Nicméně s dobou mletí se zvyšuje také stupeň kontaminace směsi a možnost vzniku nežádoucích fází [43]. Vývin tepla je hlavní nevýhodou této metody a má za následek omezení aplikovatelnosti na výbušné materiály jako je Mg [47].

Emee Marina Salleh a kol. se ve své práci zabývali vlivem parametrů mechanického legování na vlastnosti Mg-Zn slitin. Směs Mg a Zn prášků byla mleta ve vysokoenergetickém planetárním mlýnu za laboratorní teploty. Průměrné velikosti Mg a Zn prášků byly 227,41 μm a 121,65 μm . Ke mletí byly použity nerezové koule o průměru 20 mm a byly přidány 3 % n-heptanu jako prevence svařování za studena. Sledované parametry byla doba mletí, rychlost otáčení, poměr prášku a mlecích těles a obsah Zn. Doba mletí byla 2 a 10 hodin, použitá rychlost byla 100 a 300 ot/min, hmotnostní poměr prášku a mlecích těles byl 5 a 15 a obsah Zn ve směsi byl 3 a 10 hm. %. Směs byla lisována za studena tlakem 400 MPa po dobu 2 min za vzniku tabletek o průměru 10 mm, které byly následně slinovány při teplotě 350 °C v Ar atmosféře [46].

Z analýzy rentgenovou difrakcí (obr. 3.10) bylo zjištěno, že v případě vzorků s 3 hm. % Zn došlo k rozpuštění Zn v Mg a vzniku α -Mg tuhého roztoku. V případě vzorků s 10 hm. % Zn došlo kromě α -Mg tuhého roztoku také ke vzniku sekundární fáze MgZn, protože maximální rozpustnost Zn v Mg při teplotě 340 °C je 6,2 hm. %. Během tvorby α -Mg tuhého roztoku dochází k zabudovávání menších atomů Zn (134 pm) do matrice

tvořené většími atomy Mg (160 pm). Nahrazování atomů Mg atomy Zn vede ke zmenšení Mg mřížky což se projevuje zvýšením intenzity píků na levé straně difraktogramu, to je umocněno také zmenšením velikosti krystalitů a akumulace vnitřního pnutí během mechanického legování (obr. 3.11), zvýšením počtu nárazů za jednotku času lze tedy docílit jemnozrnější struktury [46].



Obr. 3.10 XRD spektrum čistého Mg a Mg-Zn slitin [46]

Run	Milling time (h)	Percentage of Zn (wt%)	Internal strain (%)
1	2	3	0.03
3	2	10	0.21
5	2	10	0.13
7	2	3	0.06
2	10	10	0.15
4	10	3	0.17
6	10	3	0.07
8	10	10	0.09

Obr. 3.11 Vnitřní pnutí Mg-Zn slitin s rozdílnými dobami mletí a obsahem Zn [46]

Run – postup, milling time – doba mletí, percentage of Zn – procenta Zn, internal strain – vnitřní pnutí.

Z výsledků také vyplývá, že se zvyšující se dobou mletí se snižuje velikost krystalitů, navíc jak se do prášků dostává více energie, jednotlivé krystality začínají být omezovány těmi okolními a vytváří se napětí ve slitině. Pokračující deformace má za následek akumulaci vnitřních defektů, která vede ke zvýšení tvrdosti a nepatrnému snížení hustoty. Přídavek Zn do čistého Mg má za následek zvýšení tvrdosti z 27 HV až na 94 HV [46]. Zlepšení tvrdosti také nepřímo pozitivně ovlivňuje ostatní mechanické vlastnosti jako je elastický modul, pevnost v tlaku, odolnost proti opotřebení a proti únavě [48].

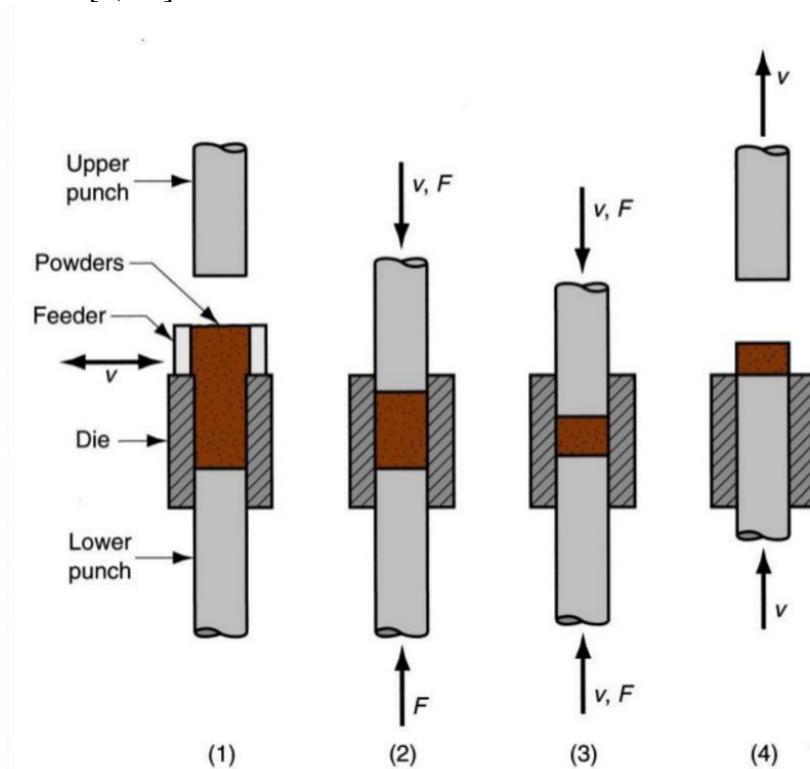
3.3.3 Lisování za studena

Zhutněním prášku lze získat konečný požadovaný tvar výrobku, nicméně lze také vyrobit pouze předlisovaný produkt, který se následně slinuje. V tomto případě je zapotřebí počítat s objemovými změnami, které slinování doprovází. Při zhutňování dochází ke změně typu a snižování porozity a zvýšení pevnosti na dostatečnou úroveň pro následnou manipulaci [2].

Lisování za studena je široce používanou a dnes již běžnou technikou. Využívá se zde lisovnice se dvěma písty, mezi které je dávkován prášek a které jsou následně proti sobě stlačovány lisem. Touto technikou lze dosáhnout až 90% hustoty kompaktního materiálu [2].

Při lisování prášků dochází ke tření mezi práškem a stěnou lisovnice a třením mezi jednotlivými částicemi prášku, čímž je bráněno přenosu tlaku. Aby bylo dosaženo uniformního slisování je zapotřebí vybrat vhodnou techniku, typ nástrojů a případně lubrikant pro daný materiál [2, 30].

Lisovnice se skládá z horního a dolního pístu a formy. Obvykle jsou vyrobeny z oceli nebo slinutého karbidu. Lisovací techniky se rozdělují podle pohybu jednotlivých částí lisovnice. Při lisování ve formě s fixními rozměry rozlišujeme jednostranné a oboustranné lisování. Při jednostranném lisování se pohybuje pouze horní píst, zatímco dolní píst je i s formou zafixovaný. Vlivem tření mezi práškem a formou dochází k nejednotnému rozložení tlaku a výlisek má nahoře vyšší hustotu než dole. Při oboustranném lisování se simultánně pohybují oba písty, zatímco forma je stacionární. Výsledkem je výlisek, který má vyšší hustotu na okrajích a uprostřed může vznikat slabší „neutrální zóna“ [2, 30].



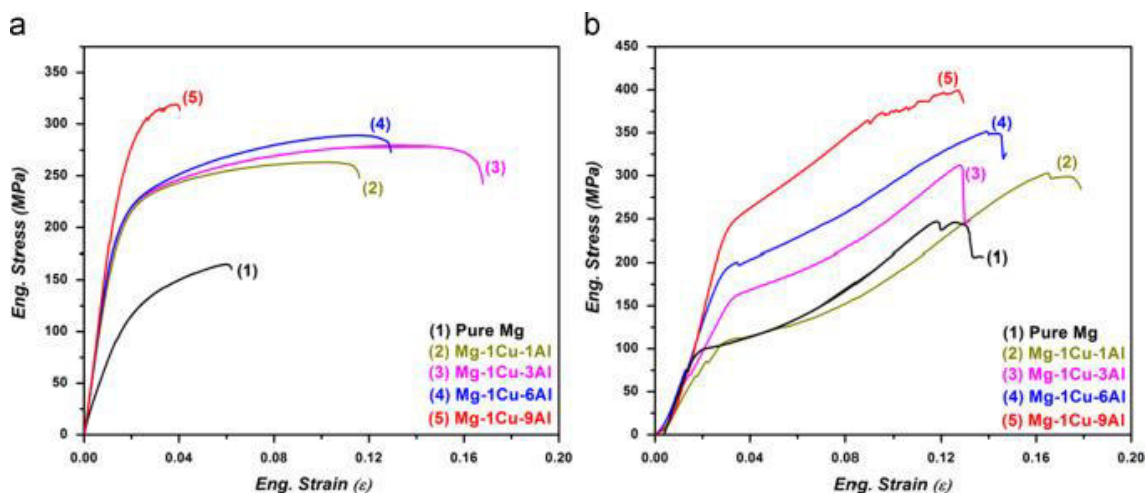
Obr. 3.12 Schéma lisovacího procesu, 1) plnění lisovnice, 2) lisování, 3) odejmutí horního pístu, 4) vyjmutí výlisku [2]

Upper punch – horní píst, Lower punch – dolní píst, powder – prášek, die – lisovnice, feeder - dávkovač

Lisovací proces lze rozdělit do čtyř kroků. Nejprve se lisovnice naplní adekvátním množstvím prášku, následuje samotné lisování, poté odejmutí horního pístu a následně vyjmutí výlisku. Při vylisovávání horního pístu může docházet k praskání výlisku, protože dojde k porušení rovnováhy sil v lisovnici [2].

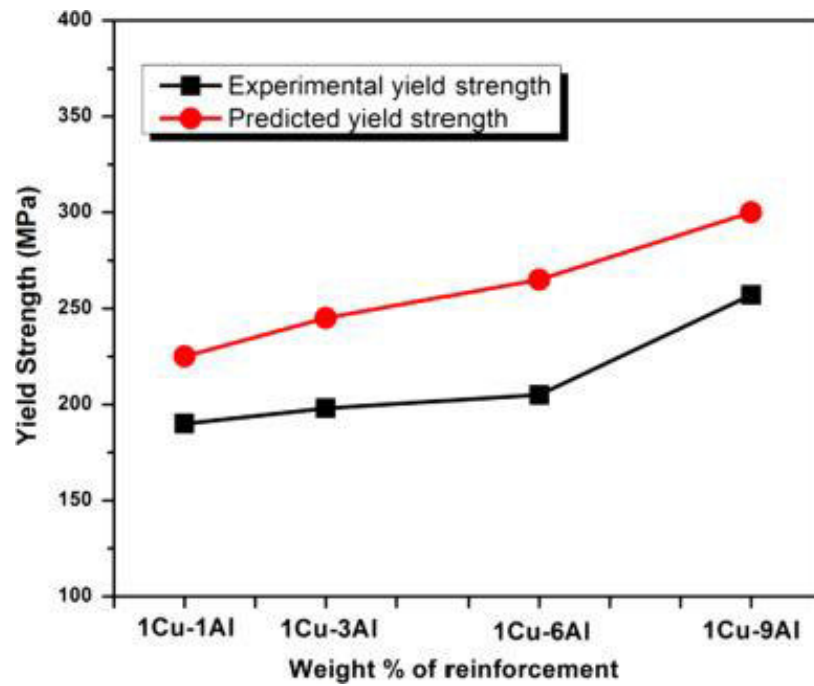
Klasické lisování za studena se často využívá pro přípravu předlisků, které jsou následně tepelně zpracovávány. V roce 2015 se Muhammad Rashad a kol. zabývali vlivem přídatku 1 hm. % Cu a x hm. % Al ($x = 1, 3, 6$ a 9 hm. %) na mechanické vlastnosti čistého Mg. Nejprve byla připravena suspenze Mg v etanolu do níž byla za neustálého míchání po kapkách přidávána suspenze Al a Cu částic v etanolu. Suspenze byla následně míchána za použití mechanické míchačky s rychlostí otáčení 2000 ot/min po dobu 1 hod. Následně byla směs zfiltrována a ve vakuu vysušena při teplotě 80 °C. Takto připravený prášek byl následně lisován při tlaku 600 MPa do kompaktních válečků o rozměrech 40 mm na výšku a 80 mm v průměru. Následně byly válečky vloženy do pece, kde byly v Ar atmosféře po dobu 3 hod. slinovány při teplotě 630 °C. Aby se snížila pórozita, byly válečky zasypány uhlíkovým práškem a následně zahřívány při teplotě 350 °C po dobu 90 min. Takto upravené vzorky byly poté za tepla extrudovány rychlostí 1 m/min s vytlačovacím poměrem 5:1. Průměr extrudovaných tyčí byl 16 mm [49].

Ze studia mikrostruktury bylo zjištěno rovnoměrné rozložení Cu-Al částic v Mg matici. Pomocí rentgenové difrakce byly identifikovány vzniklé intermetalické fáze jako Mg_2Cu a $Mg_{17}Al_{12}$. Dále byl zkoumán vliv přítomnosti intermetalických fází na mechanické vlastnosti. Bylo zkoumáno tahové a tlakové chování (Obr. 3.14, Obr. 3.16) a fraktografie lomových ploch (Obr. 3.15). Z provedených zkoušek bylo zjištěno, že přidavek Cu-Al částic zlepšuje mez pevnosti v tahu i tlaku, nicméně se zhoršuje tažnost materiálu. To bylo doprovázeno přechodem z kvazištěpného lomu na křehký lom vlivem přítomnosti fáze $Mg_{17}Al_{12}$. Zlepšení pevnosti slitin lze přičítat přítomnosti tvrdých intermetalických fází, na které je přenášeno napětí a tím brání prasknutí [49].

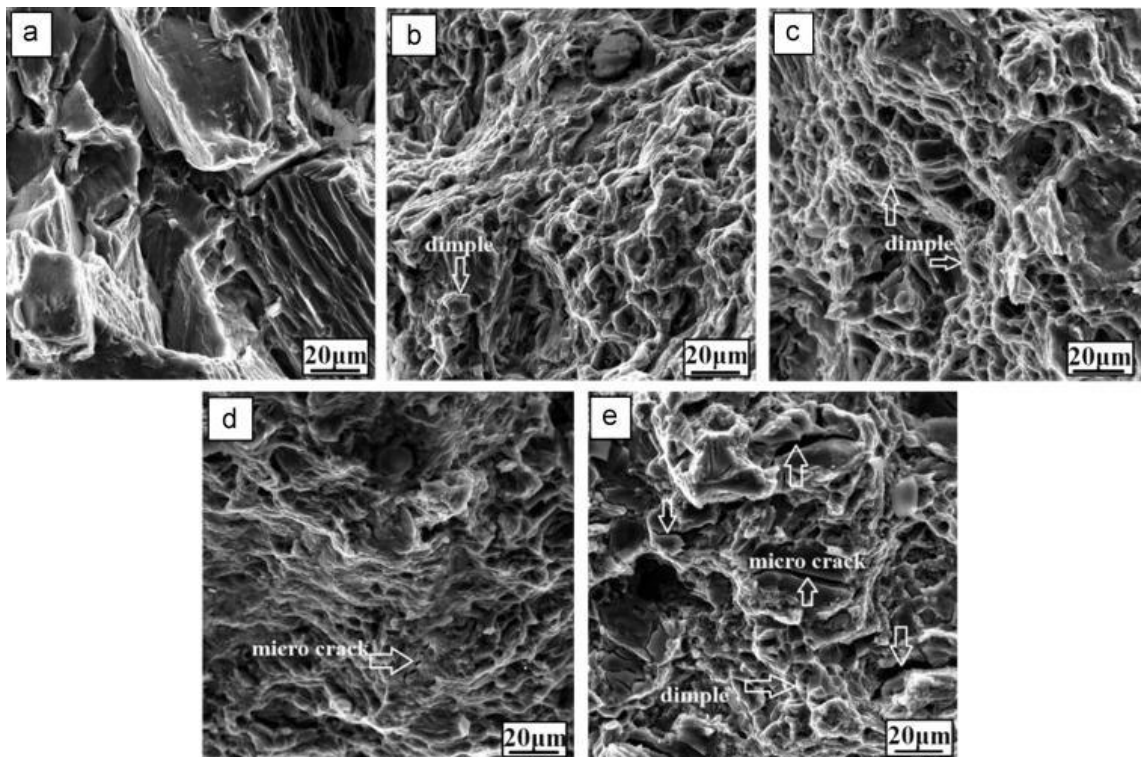


Obr. 3.13 Tahové (a) a tlakové (b) chování čistého Mg a slitiny Mg-1Cu-xAl ($x = 1, 3, 6$ a 9 hm. %) [49]

Eng. stress – smluvní napětí, eng. strain – smluvní deformace.



Obr. 3.14 Experimentální a předpokládaný modul pružnosti slitin [49]
YieldStrength – modul pružnosti, weight % of reinforcement – hmotnostní procento výztuže.



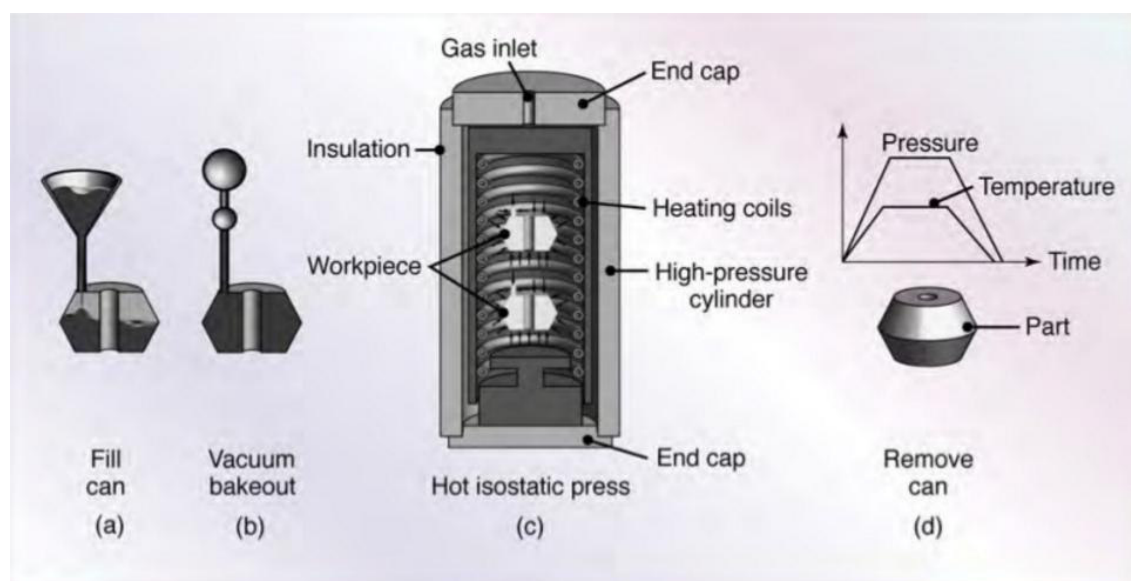
Obr. 3.15 Snímky lomů vzniklých tahovým namáháním a) čistý Mg, b) Mg-1Cu-1Al, c) Mg-1Cu-3Al, d) Mg-1Cu-6Al a e) Mg-1Cu-9Al [49]

3.3.4 Izostatické lisování

Při izostatickém lisování se využívá flexibilní formy, která se naplní práškem a poté je izostaticky lisována s využitím vody nebo oleje. Při této technice se obvykle využívá tlaky menší než 350 MPa, nicméně bylo dosaženo tlaků až do 1400 MPa. Výhodou této metody je možnost dosáhnout uniformní a poměrně vysoké hustoty, až o 5–15 % vyšší než u běžného lisování při stejném tlaku. Mimo jiné je redukováno také vnitřní napětí, lze dosáhnout vysokých pevností a dobrých zpracovatelských vlastností a není zapotřebí využívat lubrikanty. Na druhou stranu při izostatickém lisování je obtížnější dodržet přesné rozměry, povrch není tak hladký, celý proces je časově náročnější a flexibilní formy mají kratší dobu životnosti [2].

3.3.5 Lisování za tepla

Výhodou této metody je možnost využití tradičních lisovacích zařízení, přičemž výsledný výrobek má vysokou jakost povrchu a dobrou rozměrovou přesnost, je tak možné připravit specifický výrobek v relativně krátkém čase [50]. Tuto metodu lze využít pro celou řadu materiálů, využívá se však zejména pro materiály, které lze za běžných podmínek obtížně slinovat. Tato technika kombinuje lisování a slinování prášku, čímž nabízí řadu výhod oproti běžnému lisování a je možné dosáhnout téměř teoretické hustoty [2, 29]. Při využití izostatického lisování lze dosáhnout vysokých hustot a zároveň jemné mikrostruktury [2]. Na obr. 3.16 je znázorněno obecné schéma lisování za tepla.



Obr. 3.16 Schematická ilustrace lisování za tepla, a) plnění nádoby, b) vakuové čištění za tepla, c) izostatické lisování za tepla, d) odstranění nádoby [3]

Gas inlet – přívod plynu, end cap – koncový uzávěr, insulation – izolace, heating coils – topné spirály, workpiece – lisovaný výrobek, high-pressure cylinder – vysokotlaký válec, pressure – tlak, temperature – teplota, time – čas, part – díl

Předpokládá se, že ke zhutňování prášku dochází v důsledku plastického zpevňování kovových částic. Přestože bylo dokázáno, že fenomenologický přístup založený na

experimentálních datech vykazuje velkou efektivitu, vzhledem k náročnosti těchto experimentů se v praxi téměř nevyužívá. Proces lisování za tepla lze rozdělit do tří kroků. Celý proces začíná při pokojové teplotě, která je lineárně zvyšována a současně je aplikován tlak pohybem pístů. Na konci tohoto kroku hustota dosahuje 50–70 % hustoty kompletně zhutněného materiálu. Ve druhém kroku je již teplota konstantní, zatímco tlak se neustále zvyšuje. V posledním kroku je za neustálého působení tlaku teplota lineárně snižována. Na konci tohoto kroku je dosaženo hustoty dosahující 90–100 % hustoty kompletně zhutněného materiálu [50].

Nelineární chování práškových kovů v různých stavech namáhání v příslušném rozsahu teplot je popisováno konstitutivními modely. Mechanické chování prášků zahrnuje několik mikromechanických procesů. V oblasti nízkých tlaků částice začnou klouzat a dochází k jejich přeuspořádání, v další etapě začne docházet k elastické a plastické deformaci na kontaktních plochách. Nakonec, v oblasti velmi vysokých tlaků, se v důsledku mechanického zpevnění materiálu rychle zvětšuje průtokový odpor. Konstitutivní model tedy musí zahrnovat celou řadu rozdílných procesů [50].

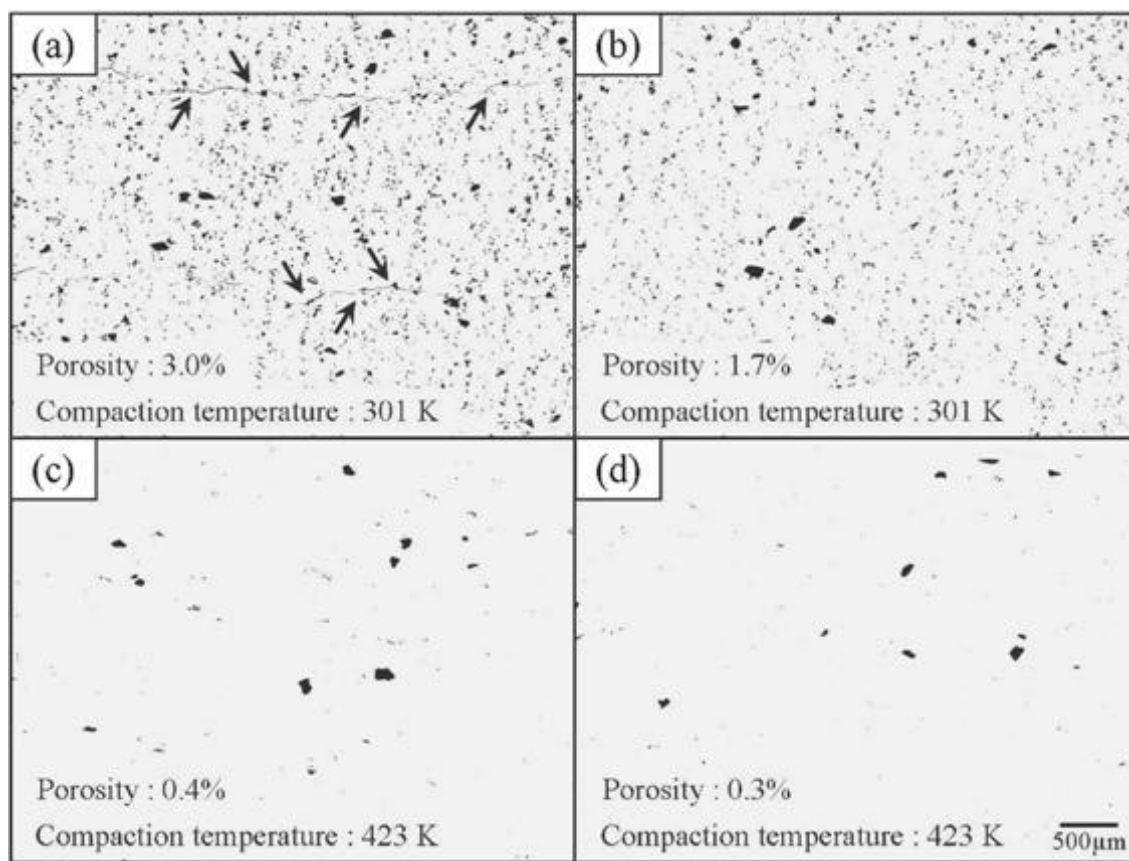
Pro dosažení nejlepších výsledků je možné materiál nejprve předlisovat, aby došlo k uzavření pórozity a tím se zajistilo působení tlaku na vnější obálce vzorku. Předlisování se provádí za co nejmenší teploty, aby se omezil růst zrna [51]. Protože s růstem velikosti zrn se zvyšuje počet defektů ve struktuře a klesá pevnost v lomu [52]. Díky tomu, že odolnost vůči plastické deformaci částic kovů se při zvyšující teplotě rapidně zmenšuje, je možné využít mnohem menších tlaků. Další výhodou je snížení vlivu vlastností práškového materiálu, jako je jeho tvar, velikost a distribuce velikostí, které při lisování za studena a slinování významně ovlivňují výsledné vlastnosti [2].

V roce 2013 využili Y. F. Zhao a kol. lisování za tepla pro přípravu Mg-Zn-Ca slitiny s pevností v ohybu dosahující hodnoty až 857 MPa a meze kluzu 696 MPa. Z taveniny o složení 73 at. % Mg, 22 at. % Zn a 5 at. % Ca byl plynovou atomizací připraven částečně amorfní prášek s částicemi o velikosti pohybující se v rozmezí 45–75 μm . Takto připravený prášek byl za tepla lisován tlakem 800 MPa při teplotě 280, 311 a 342 °C po dobu 20 min za vzniku válcových vzorků průměru a výšce 10 mm [53].

Taku Iwaoka a Nitsuru Nakamura se zabývali vlivem teploty při lisování za tepla na vlastnosti a slinovatelnost práškové směsi Mg a Al. Pro experiment byl využit Mg prášek o čistotě 99,8 % a velikosti částic menší než 100 μm a Al prášek o čistotě 99,7 % a velikosti částic menší než 100 μm . Do Mg prášku bylo přidáno 12 hm. % Al prášku a směs míchána po dobu 10 min. Prášky byly dávkovány do formy s vnitřním průměrem 10 mm a bylo přidáno grafitové zhutňovací mazadlo. Bylo využito jednoosé obousměrné lisování tlakem 489 MPa při teplotě v rozmezí od 28 do 150 °C. Takto připravené tablety byly následně slinovány při teplotě 400 až 460 °C po dobu 1 hod v Ar atmosféře. Pro porovnání byl připraven také vzorek z čistého Mg prášku a vzorky lisované za studena [54].

Nejprve byla porovnávána porozita vzorků připravených lisováním za tepla a lisováním za studena pomocí světelné mikroskopie. Z výsledků vyplývá, že póry jsou v obou případech rozmístěny pravidelně a při lisování při teplotě 150 °C se porozita výrazně snižuje, přítomnost Al navíc díky lepší tvářitelnosti snižuje porozitu (obr. 3.17).

Na povrchu částic se při vyšší teplotě objevuje plastická deformace vlivem aktivace skluzu v pyramidálních rovinách druhého druhu [54].



Obr. 3.17 Distribuce pórů v podélném řezu výlisku (a) a (c) odpovídá čistému Mg a (b) a (d) směsi s Al [54]

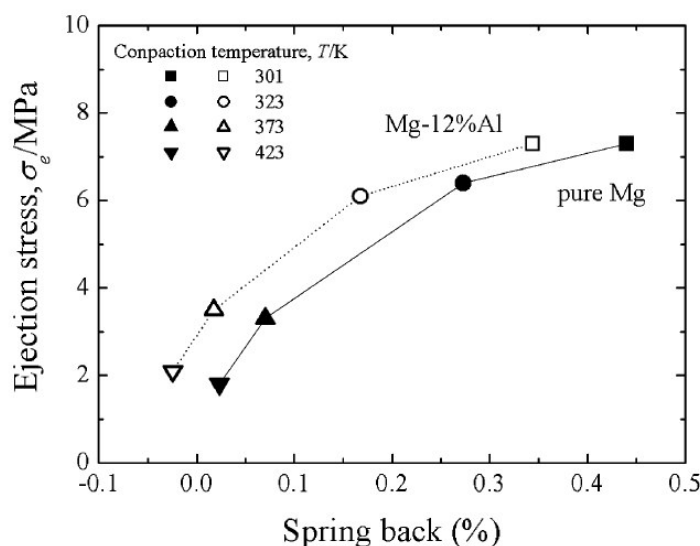
Porosity – pórozita, compaction temperature – teplota lisování.

Dále byl studován vztah mezi vylisovávacím napětím a vratnou deformací (spring-back). Vylisovávací síla byla vypočítána z podílu maximálního zatížení a boční plochy výlisku. Smrštění vztaženo k formě a definováno jako:

$$\text{Spring-back } (\%) = \frac{d - D}{D} \times 100 \quad (3.2)$$

kde d je průměr výlisku a D je vnitřní průměr formy. Ze získaných hodnot byla vynesena závislost vylisovávacího napětí na smrštění (obr. 3.18). Z výsledků vyplývá, že přidavek Al snižuje smrštění, nicméně průběh obou závislostí je stejný. Lisování za tepla navíc vede ke snížení expanze výlisků v radiálním směru. Také třecí síla mezi stěnou formy a vzorkem se díky nižší pružnosti snižuje, v důsledku toho je vylisovávací napětí malé a stlačitelnost a zhutnitelnost práškové směsi se zlepšuje [54].

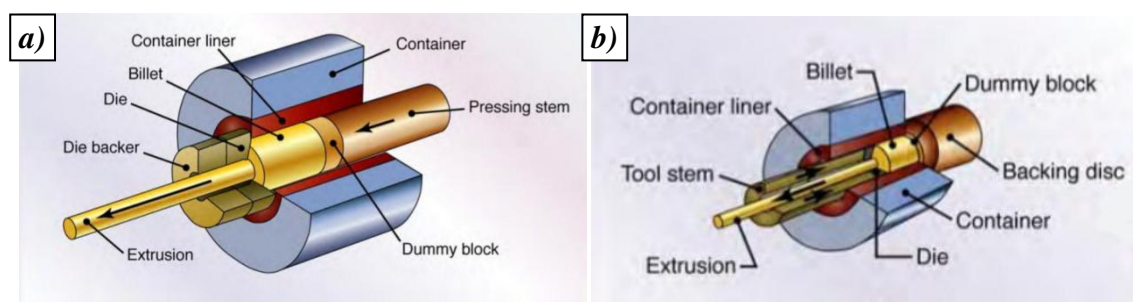
U vzorků připravených z práškové směsi Mg a Al došlo při slinování k tvorbě Mg-Al eutektika. U vzorků připravených lisování za tepla došlo k úplnému slinutí částic na rozdíl od vzorků lisovaných za studena, kde v některých místech ke slinutí částic nedošlo. Vlivem vytvoření kompaktní struktury byla pevnost v tlaku vzorků připravených za tepla o 20 až 30 MPa vyšší než u vzorků lisovaných za studena [54].



Obr. 3.18 Vztah mezi vylišovací napětím (ejection stress) a spring-back vzorků lisovaných při 489 MPa [54]

3.3.6 Extruze

Jedná se o metodu, při které se připravená kalota většinou kulového průřezu za vysokého tlaku protlačuje otvorem průtlačnice požadovaného tvaru. Extruzi lze rozdělit na dva druhy, přímou a nepřímou. Při přímé extruzi tlačí průtlačník kalotu nepohyblivým kontejnerem přes průtlačnici s otvorem požadovaného tvaru, mezi kalotou a kontejnerem dochází k relativnímu pohybu. Při nepřímé extruzi je průtlačnice umístěna před průtlačníkem a tlačena proti kalotě dopředným pohybem kontejneru, kalota se tedy vzhledem ke kontejneru nepohybuje (obr. 3.19) [55].



Obr. 3.19 Schematické znázornění extruze a) přímá, b) nepřímá [56]

Extrusion – protlaček, diebacker – chránič průtlačnice, die – průtlačnice, billet – kalota, container liner – vložka kontejneru, container – kontejner, pressing stem – průtlačník, tool stem – dutý průtlačník, backing disc – podpůrný disk

Při extruzi práškových kovů dochází k individuální plastické deformaci jednotlivých částic. Oxidové a jiné filmy na povrchu částic se poruší a dochází k reakci mezi kovovými povrchy. Prášek je během extruze zhutňován a nově vzniklé povrchy jsou spojovány tlakovým a frikčním svařováním. Extruzí vzniká kompletně zhutněný materiál bez pórů [55].

Práškové materiály se zpracovávají několika způsoby, mezi které patří např. třepání sypkého prášku do vertikálního, vyhřívaného kontejneru s následnou přímou extruzí. Při využití tohoto postupu je zapotřebí delšího kontejneru, protože volně nasypaný prášek má malou objemovou hustotu, která dosahuje maximálně 50 % teoretické hustoty. Před samotnou extruzí je prášek navíc mírně zhutněn [55].

Další možným postupem je příprava předlisků pomocí izostatického lisování za studena. Obvykle se používají lisovací tlaky v rozmezí 200 až 500 MPa. Lisováním se získají předlisky manipulační pevnosti, jejichž hustota se pohybuje od 70 do 85 % hustoty teoretické. Pokud manipulační pevnost předlisků není dostatečná, můžou být před samotnou extruzí slinovány. Tepelná vodivost předlisků je obvykle poměrně malá a může tak docházet k lokálnímu tavení a případně i praskání, proto se využívá pomalého zahřívání v peci. Při extruzi předlisků se často používá disk ze stejného materiálu, jako je prášek, který se umístí před předlisek. Tím se zabrání trhání materiálu na povrchu při nedostatečném počátečním tlaku. Aby byl zajištěn jednotný tok materiálu, využívá se při této metodě spíše extruze nepřímá [55].

Velmi často se využívá také zapouzdření kovového prášku do kovové trubky. Tento je následně evakuován a zapečetěn, čím se zabrání přístupu vzduchu a tedy oxidaci a také kontaktu s lubrikanty využívanými při extruzi. Výhodou této metody je nejen ochrana materiálu před kontaminací jinými látkami, ale také se tak zabrání rozpadání předlisků, zlepši se tření a tok skrze průtlačnici. Nevýhodou této metody je, že materiál kovového rukávu zůstává na povrchu extrudovaného produktu a obvykle se velmi obtížně odstraňuje obráběním nebo mořením [55].

Během extruze se v kalotě vyvíjí tlakové napětí, díky kterému může docházet k velkým deformacím, aniž by nastalo praskání. Poměr mezi plochou průřezu kaloty a plochou vytlačené části se nazývá vytlačovací poměr. Obvykle nabývá hodnot od 10 do 100, v případě mosazného drátu může poměr dosáhnout až hodnoty 1000. Nicméně aby bylo dosaženo takové deformace, musí být aplikován tlak až 1000 MPa, proto extruze obvykle probíhá za vysokých teplot. V případě extruze práškových materiálů musí být vytlačovací poměr alespoň 20, aby došlo ke vzniku pevných vazeb mezi částicemi prášku. Extruzí lze získat pevnější vazby než v případě slinování, hustota extrudovaného materiálu však nedosahuje hustoty odlitků [55].

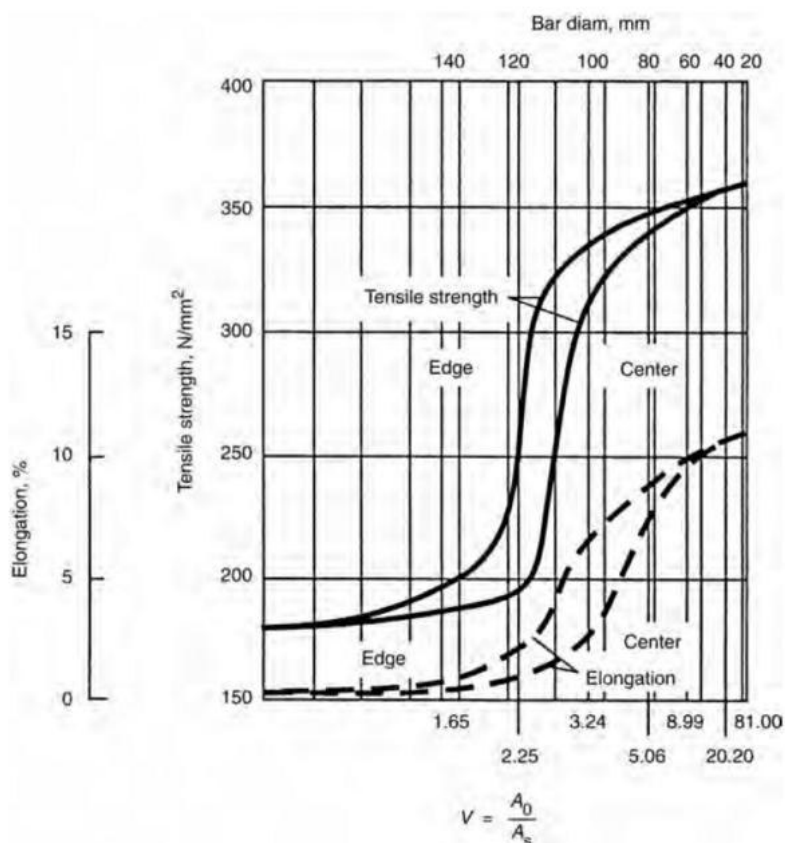
Za normální teploty je jediná povolená skluzová rovina Mg ta bazální. Při zvýšení teploty nad 200 °C probíhá deformace i podél ostatních skluzových rovin a také vznik deformačních dvojčat, díky tomu je hořčík za tepla dobře zpracovatelný. Hořčíkové slitiny mají úzký teplotní rozsah mezi křehkým lomem a plastickou deformací (obr. 3.20). Při teplotě 208 °C dochází pod úhlem 45° k praskání vlivem smykového napětí. Proto je vhodnější zpracovatelská teplota nad 220 °C, kdy dochází k výraznému zlepšení deformačních vlastností ve slitině. Se zlepšením plastické zpracovatelnosti je spojen vznik dvojčat [55].



Obr. 3.20 Deformační chování hořčikové slitiny MgAl6Zn při tlakové zkoušce v rozsahu teplot od 200 do 220 °C [55]

Hořčikové slitiny se díky nízkému modulu pružnosti (45-47 GPa) při namáhání v tlaku chovají velmi elasticky, proto jsou velmi náchylné ke kroucení. Tento problém však lze eliminovat vhodným legováním. Přídavkem Zn do 3 hm. % se zvyšuje pevnost v lomu a únavová pevnost materiálu. Nicméně při obsahu Zn nad 3 hm. % se výrazně snižuje délkové prodloužení při přetržení. Díky přítomnosti Zn lze Mg precipitačně vytvrzovat a jejich pevnost v lomu se zvyšuje o 30 až 40 % [55]. Jako precipitačně zpevněné se Mg-Zn slitiny řadí mezi středně pevné, korozně odolné materiály s dobrou plasticitou [57]. Nicméně široký teplotní interval krystalizace vede ke špatným odlévacím vlastnostem a obtížnému zjemňování struktury [58].

Během extruze je hrubá struktura odlitku transformována na jemnozrnnou a mechanické vlastnosti se výrazně zlepšují a to v závislosti na vytlačovacím poměru (obr. 3.21). Vytlačovací poměr by neměl být menší než 7. Jemnozrnnou strukturu s dobrými mechanickými vlastnostmi lze dosáhnout při vytlačovacím poměru 25. Nejčastěji využívanou metodou vytlačování hořčikových slitin je přímá extruze [55].

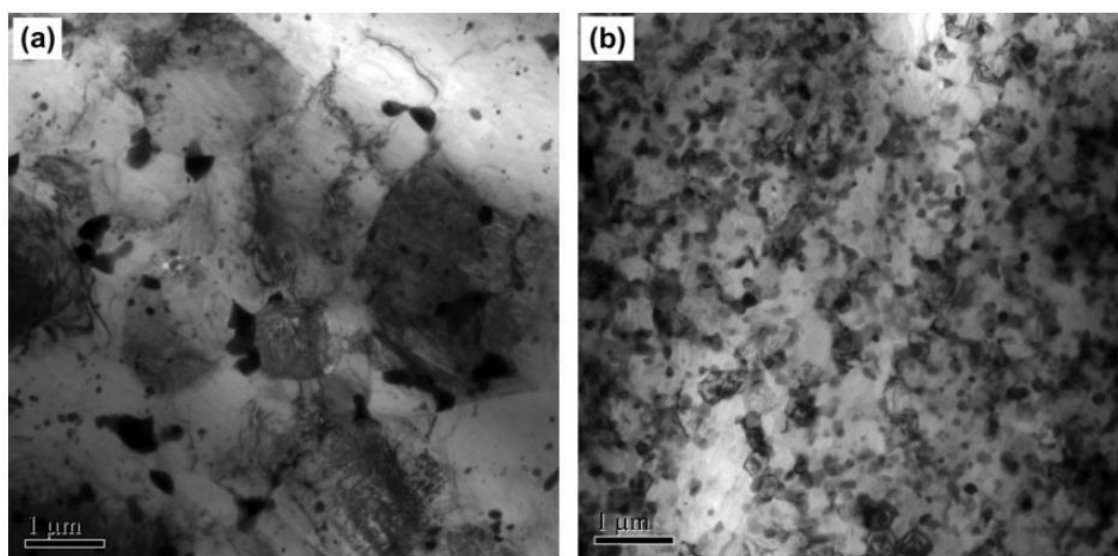


Obr. 3.21 Pevnost v tahu (R_m) a prodloužení při přetržení (A) jako funkce vytlačovacího poměru. Pro experiment byly zvoleny kruhové tyče o průměru 175 mm a kontejner měl průměr 180 mm [55]

Elongation – protažení, tensile strength – tahové napětí, edge – okraj, center – střed

Tao Zhou a kol. se ve své práci zabývali studiem mechanických vlastností práškových slitin Mg-6Zn a Mg-6Zn-5Ca (hm. %) zpracovaných lisováním za horka a následnou extruzí. Tyto slitiny byly připraveny z prášků Mg, Zn a Ca o čistotě 99,9 %, které byly roztaveny v Ar atmosféře a následně rozprášeny na částice o velikosti přibližně 120 μm . Poté byl prášek lisován při teplotě 300 $^{\circ}\text{C}$ v Ar atmosféře a poté extrudován s vytlačovacím poměrem 39:1 při teplotě 330 $^{\circ}\text{C}$ v případě Mg-6Zn slitiny a při 380 $^{\circ}\text{C}$ v případě Mg-6Zn-5Ca slitiny. Mikrostruktura připravených vzorků byla charakterizována pomocí rentgenové difrakce (XRD) a transmisní elektronové mikroskopie (TEM). Dále byla stanovena pevnost v tlaku v závislosti na teplotě až do teploty 200 $^{\circ}\text{C}$ [58].

XRD analýza ukázala, že v případě Mg-6Zn došlo k vytvoření α -Mg tuhého roztoku a menšího množství $\text{Mg}_{51}\text{Zn}_{20}$ a Mg_2Zn_3 . V případě slitiny Mg-6Zn-5Ca došlo k vytvoření CaMg_6Zn_3 , Mg_2Ca a MgZn_2 , přičemž množství $\text{Mg}_{51}\text{Zn}_{20}$ a Mg_2Zn_3 se zmenšilo. Na Obr. 3.22 lze pozorovat, že v případě slitiny Mg-6Zn se velikost zrn pohybuje v rozmezí 1 až 2 μm a na hranicích i uvnitř zrn je velké množství precipitátů. Uvnitř zrn jsou precipitáty téměř sférické a jejich velikost se pohybuje v rozmezí 20 až 200 nm. Nicméně na hranicích zrn jsou precipitáty tvarově rozdílné a jejich velikost se pohybuje mezi 370 až 600 nm. V případě slitiny Mg-6Zn-5Ca je struktura podstatně jemnozrnnější, velikost zrn se pohybuje v rozmezí 0,5 až 1 μm a množství dobře dispergovaných částic je podstatně větší, zejména na hranicích zrn [58].



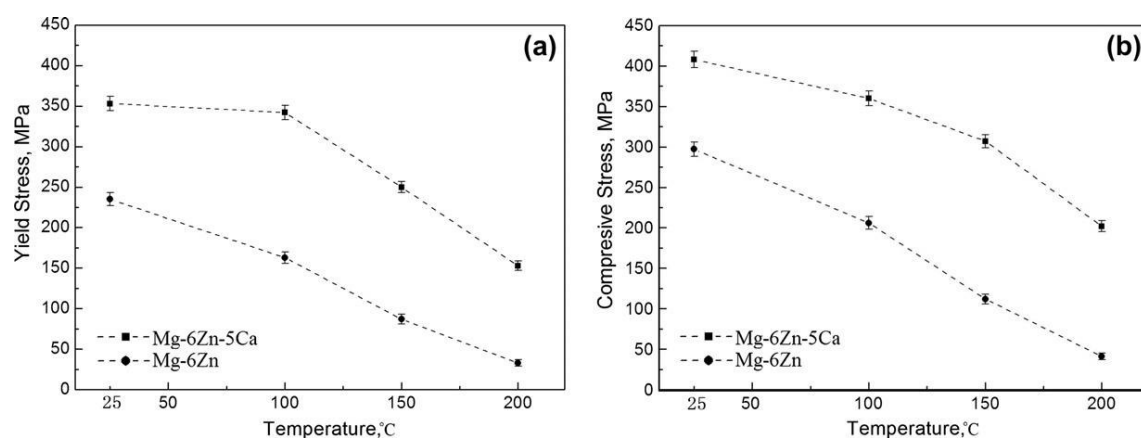
Obr. 3.22 TEM, a) Mg-6Zn, b) Mg-6Zn-5Ca [58]

Z mechanických zkoušek vyplývá, že při pokojové teplotě mez kluzu a pevnost v tlaku Mg-6Zn 236 MPa a 297 MPa, s přidavkem 5 % Ca vzrostla mez kluzu na 353 MPa a pevnost v tlaku na 408 MPa (Obr. 3.23). Vliv velikosti zrn lze posoudit využitím Hall-Petchova vztahu, který má tvar:

$$\sigma = \sigma_0 + k d^{-1/2} \quad (3.3)$$

kde σ je mez kluzu, σ_0 je je napětí potřebné pro překonání Peierls-Nabarrova třecího napětí mřížky, odporu rozpuštěných cizích atomů, odporu precipitátů přítomných

v matici a defektů mřížky, k je konstanta, která je měřítkem stříhového napětí potřebného pro uvolnění nahromaděných dislokací a d je rozměr zrna [58, 59]. Pro Mg se hodnota k pohybuje v rozmezí od 200-300 MPa· $\mu\text{m}^{1/2}$, což je 4× více než u Al, proto u Mg slitin s HCP strukturou může její zjemnění značně zvýšit pevnost při pokojové teplotě. Navíc precipitáty uvnitř zrn brání pohybu dislokací a přispívají ke zpevnění struktury. Zjemnění struktury přidáním 5 % Ca tedy výrazně zlepšilo mechanické vlastnosti materiálu. S rostoucí teplotou se pevnost obou slitin začala zhoršovat, nicméně pevnost slitiny Mg-6Zn-5Ca při teplotě 200 °C stále dosahovala vysoké hodnoty 202 MPa [58].



Obr. 3.23 Mechanické vlastnosti Mg-Zn-Ca slitin v závislosti na rostoucí teplotě a) mez kluzu, b) pevnost při namáhání v tlaku [58]

Pro přípravu jemnozrnných materiálu se využívají techniky jako je například metoda bez kontrakčního protlačování (ECAP), torze za vysokého tlaku (HPT) nebo kumulativní válcování (ARB). Nevýhodou těchto metod je problémové využití v průmyslu, protože se nejedná primárně o kontinuální metody a jejich uvedení do kontinuálního provozu je obtížné [60]. Proto je jednodušší variantou využití dvoustupňové metody, kde se nejprve syntetizuje jemnozrnný prášek a následně je konsolidován [61].

4 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

4.1 Metodika a experimentální zařízení

Pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu ZEISS EVO LS 10 (SEM) byla provedena chemická analýza práškového Mg a Zn metodou energiově disperzní analýzy (EDS) a kontrola velikosti částic.

Dělení experimentálního materiálu bylo prováděno na univerzálním rozbrušovacím přístroji Secotom 50. Vzorky byly zality do epoxidové pryskyřice, vybroušeny a vyleštěny na automatické brusce Tegramin-25. Pro broušení byl využit SiC brusný papír o zrnitosti 320, kompozitní brusné kotouče o zrnitosti 600 a 1200 a kompozitní kotouč pro jemné broušení s velikostí zrna 9 μm . K leštění byla využita 3 μm , 1 μm a 0,25 μm diamantová pasta. Během přípravy metalografických vzorků byl jako smáčedlo a také pro oplach vzorku použit iso-propanol, protože kvůli vysoké reaktivitě hořčíku dochází při kontaktu s vodou nebo etanolem k oxidaci. Metalografické hodnocení mikrostruktury bylo provedeno na světelném mikroskopu Zeiss Axio Observer Z1M při zvětšení objektivu 25 $\times$ až 500 $\times$ a na SEM při zvětšení 500 $\times$ až 5000 $\times$. Vzhledem k tomu, že pórozita ani vzhled částic prášku se v celém průřezu vzorku nelišili, byly pořízeny pouze snímky středů vzorků. K chemické analýze dvousložkových materiálů byl využit SEM ve spojení s EDS.

Mikrotvrdość dle Vickerse byla měřena na přístroji LM 248at společnosti LECO při zatížení 25 g dle normy ČSN EN ISO 6507-1 [62]. Měření bylo vyhodnoceno pomocí programu AMH43-Series od firmy LECO.

Pro 3-bodový ohyb byl připraven vzorek ze středové oblasti, který byl vybroušen do tvaru kvádrů o rozměrech 4 $\times$ 4 $\times$ 18 mm. Zkouška byla provedena na univerzálním trhačím stroji Zwick Z020 dle normy ČSN EN 7438 [63]. Vzdálenost podpěr byla 16 mm, jejich poloměr a poloměr trnu byl 2,5 mm. Na lomových plochách bylo pomocí elektronové mikroskopie provedeno faktografické hodnocení. Dokumentace byla prováděna ve shodné orientaci se směrem šíření lomu.

Pórozita byla vyhodnocena vztažením objemové hustoty vzorku k teoretické hustotě materiálu.

Standardní strukturní a fázová analýza byla provedena pomocí rentgenové práškové difrakce na přístroji SmartLab od firmy Rigaku s Bragg-Brentanovým uspořádáním na odraz s geometrií θ/θ . Bylo použito rentgenky s charakteristickým $\text{CuK}_{\alpha 1,2}$ zářením s β -filtrem v primárním svazku a lineárně pozičně citlivým detektorem D-Tex. Pro fokusaci rentgenového svazku byly použity Sollerovy clony (5°), maska (10 mm), divergenční clona (2/3°) a rozptylové clony (11 a 12 mm).

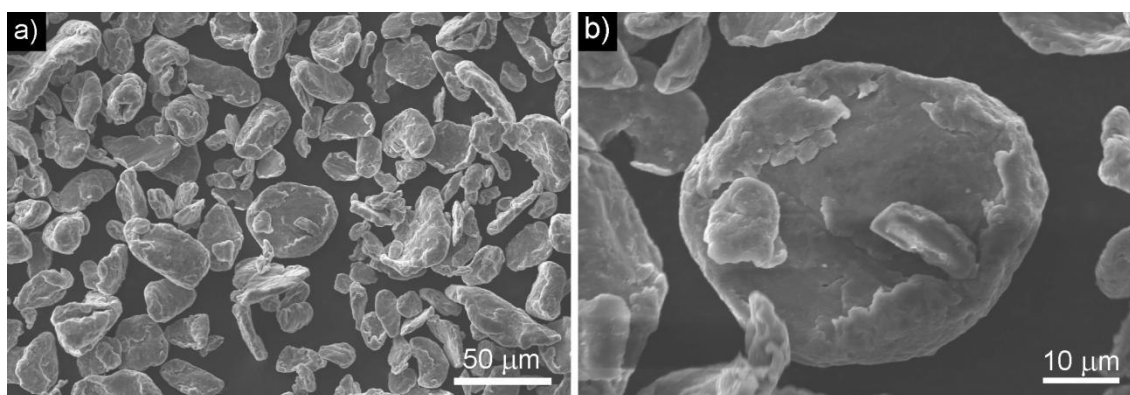
Prášková difrakce byla měřena v rozsahu úhlů 25–120° s velikostí kroku 0,02° a rychlostí 0,1° za sekundu. Se změnou úhlu dochází k difrakci materiálu na krystalografických difrakčních rovinách, které se projevují nárůstem intenzity záření dopadajícího na detektor. Z celého rozsahu úhlů je získán difraktogram, udávající obraz struktury materiálu. K vyhodnocení experimentu (kvalitativní fázové analýzy) byl použit program HighScore Plus od firmy PANAnalytical a databáze JCPDS PDF-4 od firmy NIST.

4.2 Základní materiál

Pro experiment byl použit hořčík a zinek ve formě kovových prášků. Prášky byly dodány společností Goodfellow Cambridge Limited s garantovanou čistotou 99,8 %. Velikost částic hořčíkového prášku byla dodavatelem garantována do maximální velikosti 50 μm a deklarovaná střední velikost částic Zn byla 7,5 μm . Hustota zinku dle bezpečnostního listu byla 7,14 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$, hustota hořčíku 1,738 $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$.

4.2.1 Charakterizace experimentálního materiálu Mg

Hodnocením základního materiálu bylo zjištěno, že největší částice Mg dosahují velikosti max. do 40 μm (Obr. 4.1). Tvar částic byl z části kulový a z části byl prášek tvořen nepravidelnými tyčinkovitými částicemi. Chemické složení prášku je uvedeno v Tab. 4.1. EDS analýza ukázala, že prášek obsahuje přibližně 6 hm. % O.



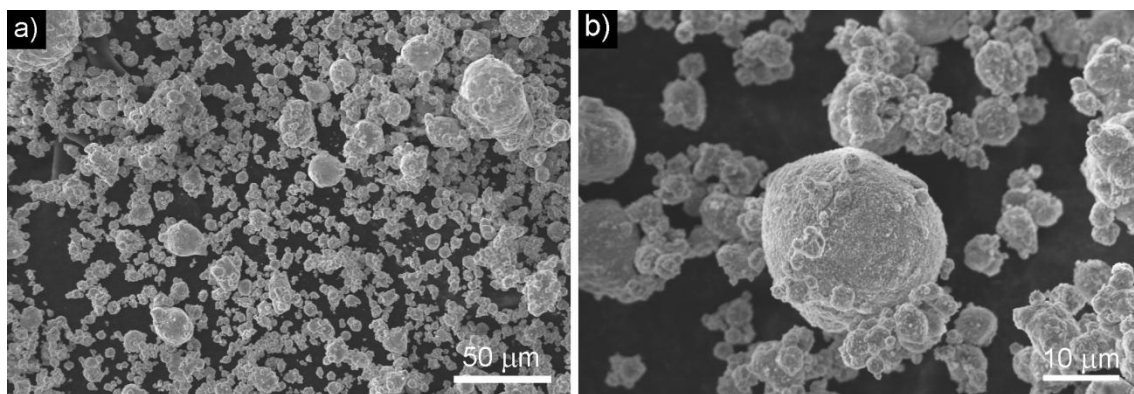
Obr. 4.1 Částice Mg prášku, SEM (a), detail částice (b)

Tab. 4.1 Chemické složení Mg prášku získané metodou EDS

Prvek	Mg	O
hm %	94 $\pm$ 2	6 $\pm$ 2
at %	91 $\pm$ 3	9 $\pm$ 3

4.2.2 Charakterizace experimentálního materiálu Zn

Pomocí SEM bylo zjištěno, že největší částice Zn dosahují velikosti až 40 μm zatímco nejmenší dosahovaly velikosti kolem 1 μm , částice tedy vykazují značnou polydisperzitu. Částice Zn jsou sférické a vykazují vysokou afinitu k sobě navzájem, menší částice se připojují k větším a vytváří větší shluky (Obr. 4.2). Chemické složení prášku je uvedeno v Tab. 4.2. Z chemické analýzy vyplývá, že prášek obsahuje kolem 8 hm. % O.



Obr. 4.2 Částice Zn prášku, SEM (a), detail částice (b)

Tab. 4.2 Chemické složení Zn prášku získané metodou EDS

Prvek	Zn	O
hm %	91,8±0,5	8,2±0,5
at %	73±1	27±1

4.3 Příprava experimentálního materiálu z čistého Mg

Veškerá manipulace s práškovým Mg byla prováděna v inertní dusíkové atmosféře rukavicového boxu. Přehled připravených vzorků a lisovací podmínky jsou uvedeny v tab. 4.3.

Tab. 4.3 Podmínky lisování experimentálního materiálu z čistého Mg

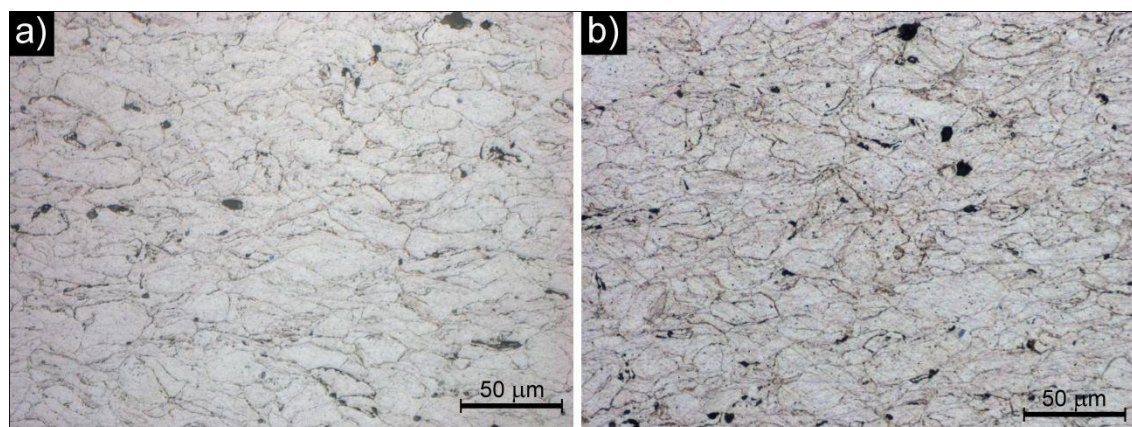
Teplota lisování [°C]	300	400
Lisovací tlak [MPa]		
100	✓	✓
200	✓	✓
300	✓	✓
400	✓	✓
500	✓	✓

Prášky byly oboustranně lisovány v duté válcové ocelové lisovnici s vnitřním průměrem 20 mm. Povrch lisovnice i pístů byl nauhličen, aby bylo zabráněno přilnutí základního materiálu na povrch lisovacího přípravku. Lisování za tepla probíhalo v peci přímo na univerzálním trhačím stroji Zwick Z250 Allround-Line po dobu 1 hodiny. Připravené vzorky byly ve formě válcových tablet o průměru 20 mm a výšce cca 5 mm.

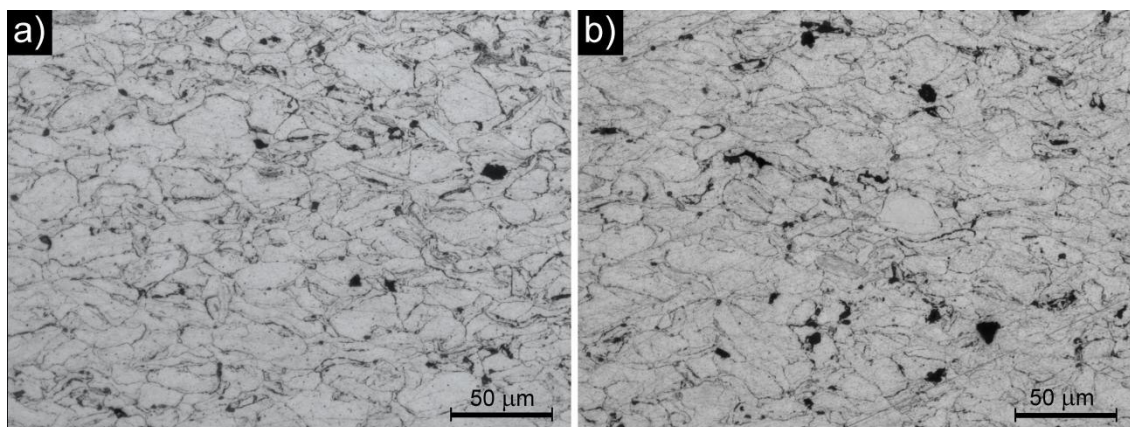
4.4 Struktura a vlastnosti experimentálního materiálu z čistého Mg

Metalografické hodnocení a pórozita

Dokumentace z metalografického hodnocení experimentálního materiálu připraveného z čistého Mg při teplotě lisování 300°C a 400°C a tlacích 100 až 500 MPa je uvedena v příloze 1 na obr. P1.1 až P10. Ze srovnání mikrostruktury vzorků lisovaných při teplotě 300 °C a 400°C a tlacích 100 a 500 MPa (obr. 4.3, obr. 4.4) nejsou patrné rozdíly ve struktuře vzorků a částice Mg vykazují prakticky stejnou plastickou deformaci.



Obr. 4.3 Mikrostruktura Mg lisovaného při teplotě 300 °C tlakem 100 MPa (a) a 500 MPa (b)



Obr. 4.4 Mikrostruktura Mg lisovaného při teplotě 400 °C tlakem 100 MPa (a) a 500 MPa (b)

Z rozměrů a hmotnosti jednotlivých vzorků byla získána objemová hustota a porovnáním s hustotou teoretickou byla následně vypočítána pórozita. V tab. 4.4 jsou uvedeny stanovené hodnoty. Nejvyšší pórozita byla vypočítána u vzorku lisovaného při teplotě 300 °C tlakem 100 MPa, při dalším zvyšování tlaku a teploty hodnota pórozity klesla pod mez stanovitelnosti, tj. nižší než 0,5 %.

Tab. 4.4 Hodnoty pórozity vzorků z čistého Mg

Lisovací teplota [°C]	300	400
Lisovací tlak [MPa]	Pórozita [%]	Pórozita [%]
100	1,5	<0,5
200	<0,5	<0,5
300	<0,5	<0,5
400	<0,5	<0,5
500	<0,5	<0,5

Mechanická charakterizace

Výsledky měření mikrotvrdosti experimentálního materiálu z čistého Mg jsou uvedeny v tab. 4.5. Z výsledků vyplývá, že při teplotě lisování 300 °C i 400 °C se hodnoty tvrdosti postupně zvyšují až do lisovacího tlaku 300 MPa. Dalším zvýšením lisovacího tlaku nedochází k nárůstu hodnot mikrotvrdosti.

Tab. 4.5 Průměrné hodnoty mikrotvrdosti HV 0,025 vzorků Mg

Teplota lisování [°C]	Lisovací tlak [MPa]				
	100	200	300	400	500
300	54,2±0,6	63±1	67±1	67±1	67±1
400	58±1	63±1	68±1	68,6±0,9	68±1

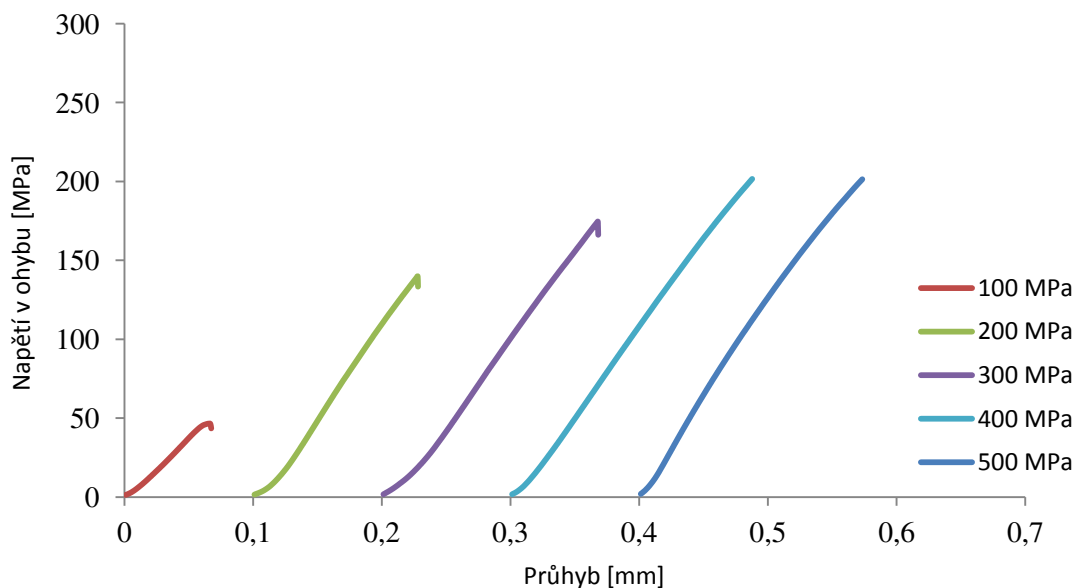
Na obr. 4.6 a 4.7 jsou zobrazeny průběhy ohybových křivek jednotlivých experimentálních materiálů ze zkoušky 3-bodovým ohybem. Na získaných závislostech napětí na průhybu je patrný lineární průběh napětí v ohybu. Hodnoty meze pevnosti a maximální hodnoty průhybu vzorku při namáhání v ohybu jsou uvedeny v tab. 4.6.

Při teplotě lisování 300 °C i 400 °C je patrný nárůst pevnosti v ohybu se zvyšujícím se lisovacím tlakem. K největšímu nárůstu hodnot pevnosti došlo při zvýšení lisovacího

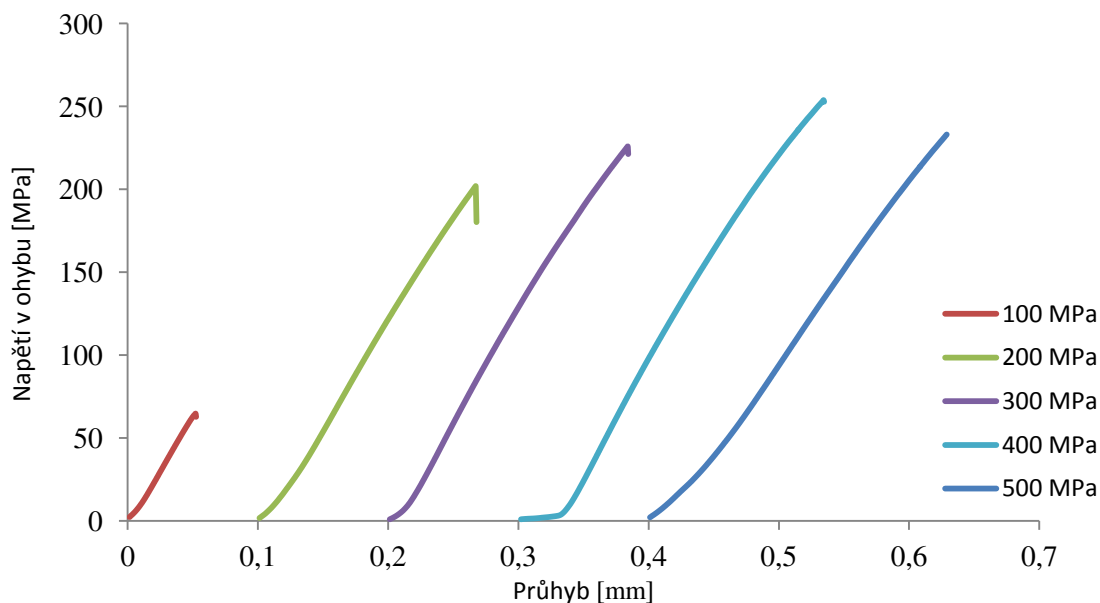
tlaku ze 100 MPa na 200 MPa, maximální hodnoty bylo dosaženo při lisovacím tlaku 400 MPa. U vzorku lisovaného při teplotě 300 °C se dalším zvýšením lisovacího tlaku hodnota pevnosti nemění. Při teplotě lisování 400 °C a tlaku 500 MPa byly stanoveny nižší hodnoty pevnosti v ohybu, než při lisovacím tlaku 400 MPa.

Tab. 4.6 Výsledky 3-bodového ohybu experimentálního materiálu na bázi čistého Mg

Lisovací teplota [°C]	300		400	
Lisovací tlak [MPa]	y [mm]	R_{m0} [MPa]	y [mm]	R_{m0} [MPa]
100	0,07	47	0,05	65
200	0,13	140	0,17	202
300	0,17	175	0,18	226
400	0,19	202	0,23	254
500	0,17	201	0,23	233



Obr. 4.5 Ohybová křivka vzorků Mg lisovaných při teplotě 300 °C tlaky 100 až 500 MPa



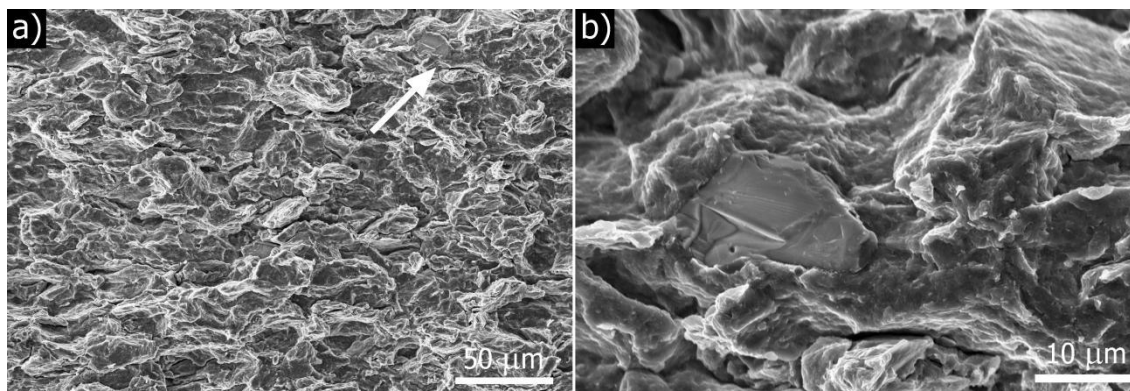
Obr. 4.6 Ohybová křivka vzorků Mg lisovaných při teplotě 400 °C tlaky 100 až 500 MPa

Fraktografické hodnocení

Pro posouzení charakteru lomové plochy při zkoušce 3-bodovým ohybem bylo následně, pro jednotlivé podmínky lisování experimentálních materiálů, provedeno fraktografické hodnocení.

Teplota lisování 300 °C

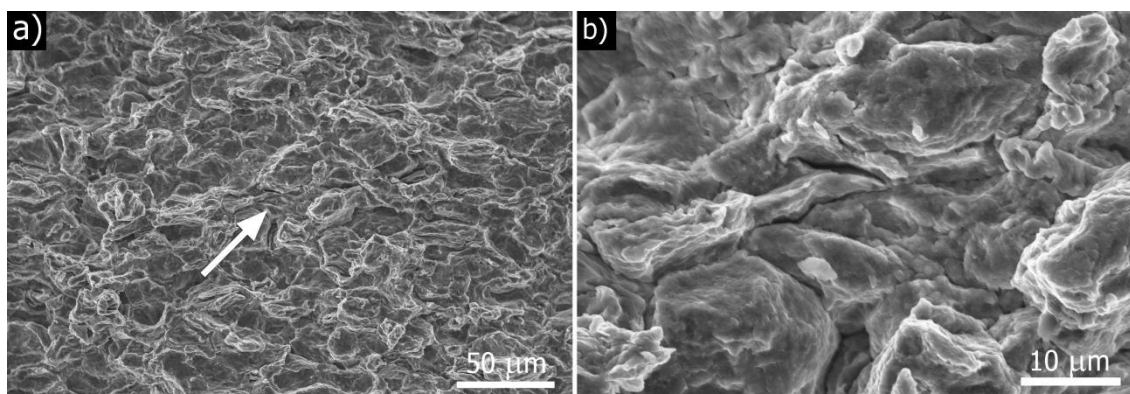
Na obr. 4.7 je dokumentována lomová plocha vzorku lisovaného při teplotě 300 °C a tlaku 500 MPa. Na snímku lze pozorovat plastickou deformaci částic Mg. Lomová plocha vykazuje převážně interkrystalický charakter porušení a zcela ojediněle lze pozorovat transkrystalicky štěpné porušení některých částic Mg (obr. 4.7b).



Obr. 4.7 Vzhled lomové plochy materiálu vzorku Mg lisovaného při teplotě 300 °C a tlaku 500 MPa, SEM, SE (a), detail (b)

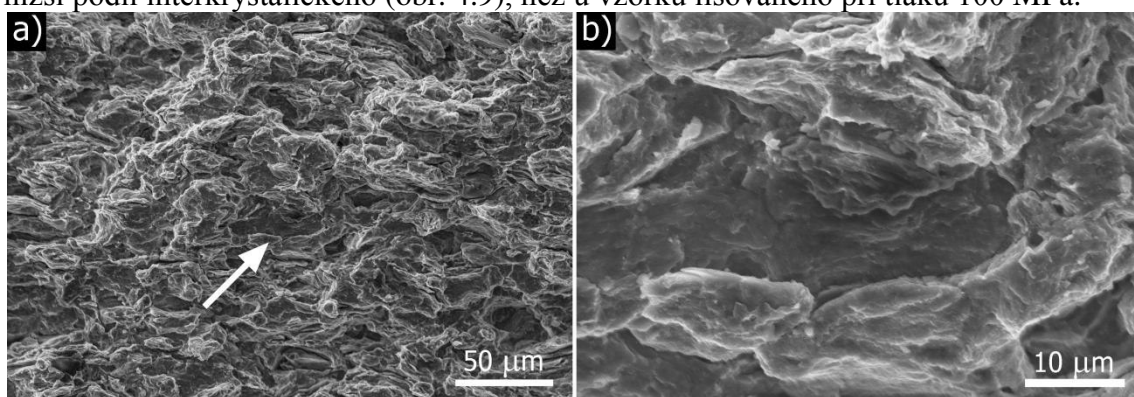
Teplota lisování 400 °C

Na obr. 4.8 lze pozorovat lomovou plochu vzorku lisovaného při teplotě 400 °C tlakem 100 MPa. Z charakteru lomové plochy je patrné, že při zkoušce ohybem dochází opět převážně k interkrystalickému porušení experimentálního materiálu (obr. 4.8b). Ojediněle byl na lomové ploše pozorován transkrystalicky štěpné porušení některých částic Mg.



Obr. 4.8 Vzhled lomové plochy materiálu vzorku Mg lisovaného při teplotě 400 °C a tlaku 100 MPa, SEM, SE (a), detail (b)

Při fraktografickém hodnocení vzorku lisovaného při teplotě 400 °C a tlaku 500 MPa byl ve smíšeném charakteru porušení pozorován vyšší podíl transkrystalického lomu a nižší podíl interkrystalického (obr. 4.9), než u vzorku lisovaného při tlaku 100 MPa.



Obr. 4.9 Vzhled lomové plochy materiálu vzorku Mg lisovaného při teplotě 400 °C a tlaku 500 MPa, SEM, SE (a), detail (b)

4.5 Příprava experimentálního materiálu z čistého Zn

Stejně jako v případě Mg, probíhala veškerá manipulace s práškovým Zn v inertní dusíkové atmosféře rukavicového boxu. Přehled připravených vzorků a lisovací podmínky jsou uvedeny v tab. 4.7.

Tab. 4.7 Podmínky lisování experimentálního materiálu z čistého Zn

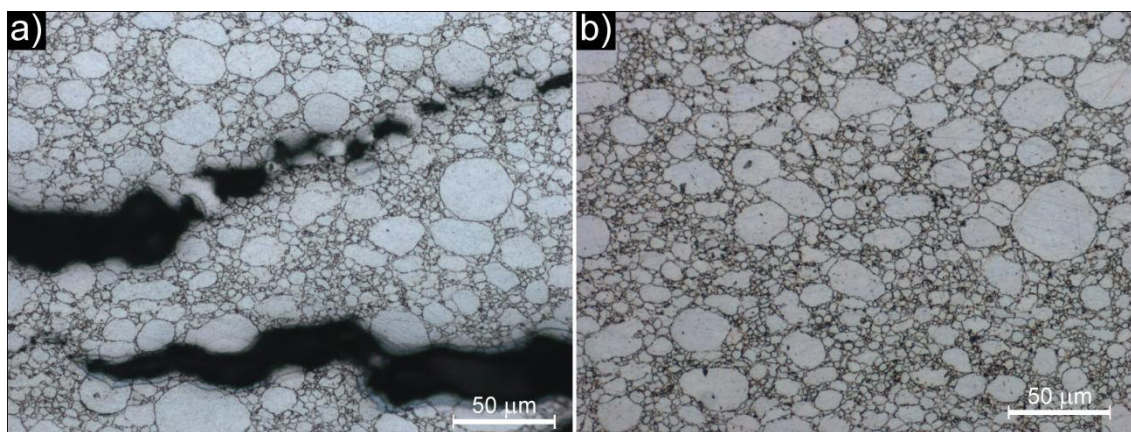
Teplota lisování [°C]	300	400
Lisovací tlak [MPa]		
100		✓
200		✓
300		✓
400	✓	✓
500	✓	✓

4.6 Struktura a vlastnosti experimentálního materiálu z čistého Zn

Metalografické hodnocení a pórozita

Teplota lisování 300 °C

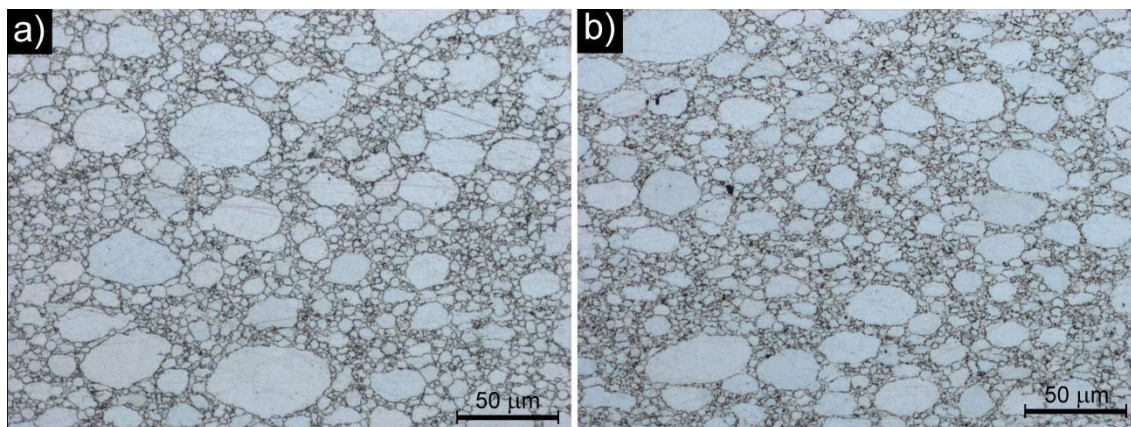
Mikrostruktura vzorků připravených při teplotě 300 °C tlakem 400 a 500 MPa je dokumentována na obr. 4.10. U vzorku lisovaného tlakem 400 MPa byly identifikovány trhliny, které vznikaly ve střední části vzorku a šířily se podél hranic zrn (obr. 4.10a). Při zvýšení tlaku lisování na 500 MPa nebyly trhliny ve vzorku pozorovány a u částic Zn nedošlo k plastické deformaci (obr. 4.10b). Kompletní dokumentace mikrostruktur je uvedena v příloze 2 na obr. P2.1 a P2.2.



Obr. 4.10 Mikrostruktura vzorku Zn lisovaného při 300 °C tlakem 400 MPa (a) a 500 MPa (b)

Teplota lisování 400 °C

Na obr. 4.11 lze pozorovat porovnání struktur při lisovacích tlacích 100 a 500 MPa. Ze snímků je patrné, že zvýšením teploty lisování na 400 °C již dochází k plastické deformaci větších částic, která se s rostoucím tlakem zvětšuje. Mikrostruktura všech vzorků lisovaných při teplotě 400°C je dokumentována v příloze 2 na obr. P2.3–P2.7.



Obr. 4.11 Mikrostruktura vzorku Zn lisovaného při 400 °C tlakem 100 MPa (a) a 500 MPa (b)

Vypočítané hodnoty pórozity při lisovací teplotě 300 a 400°C jsou souhrnně uvedeny v tab. 4.8. Z výsledků je patrné, že s rostoucím tlakem pórozita vzorků klesá. Nejvyšší hodnoty pórozity mají vzorky připravené při 300 °C. U vzorků lisovaných při teplotě 400 °C se hodnota porózy, vlivem rostoucího lisovacího tlaku ze 100 až na 500 MPa, snižuje z hodnoty cca 4 % pod stanovitelnou hodnotu, tj. méně než 0,5 % u vzorku lisovaného tlakem 400 a 500 MPa.

Z výsledků dále vyplývá, že použitím nejnižšího lisovacího tlaku při teplotě lisování 400°C je hodnota porózy nižší, než při aplikaci nejvyššího lisovacího tlaku při teplotě 300°C.

Tab. 4.8 Hodnoty pórozity vzorků z čistého Zn

Teplota lisování [°C]	300	400
Lisovací tlak [MPa]	Pórozita [%]	Pórozita [%]
100	—	3,9
200	—	3,1
300	—	2,7
400	5,7	<0,5
500	5,4	<0,5

Mechanické charakteristiky

V tabulce 4.9 jsou uvedeny souhrnné výsledky měření mikrotvrlosti pro lisovací teplotu 300 a 400°C. Naměřené hodnoty mikrotvrlosti se, vyjma vzorku lisovaného při teplotě 400 °C tlakem 200 MPa, pohybují kolem hodnoty 50 HV 0,025 a to až do tlaku 400 MPa, při použití lisovacího tlaku 500MPa byly hodnoty mikrotvrlosti nižší pro obě lisovací teploty.

Tab. 4.9 Průměrné hodnoty mikrotvrdosti HV 0,025 jednotlivých vzorků Zn

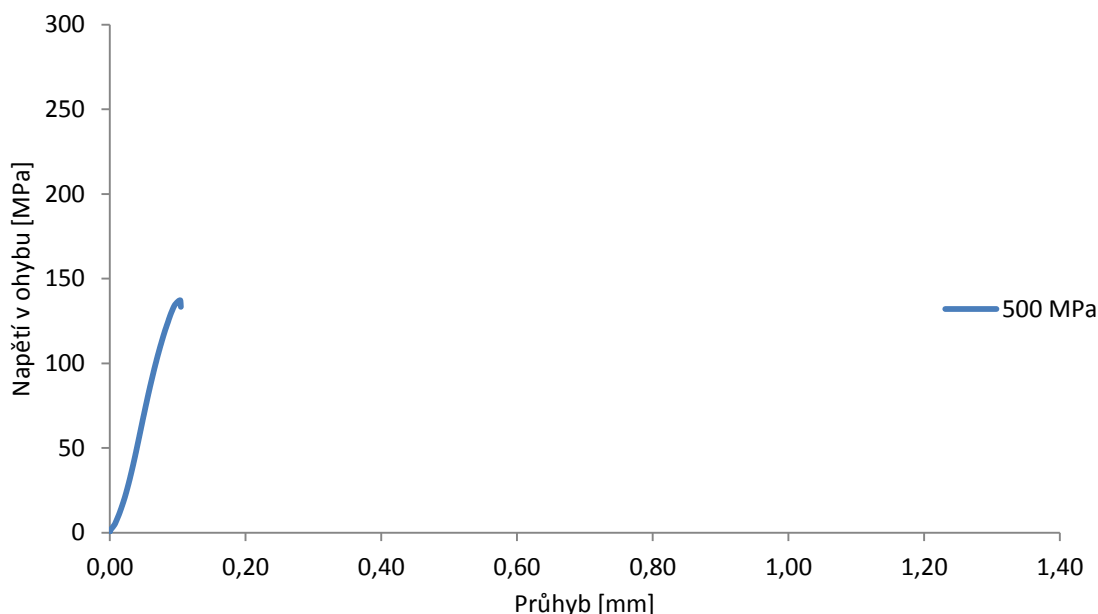
Teplota lisování [°C]	Lisovací tlak [MPa]				
	100	200	300	400	500
300	–	–	–	53±2	45,7±0,8
400	51±1	45,3±0,9	50±2	52±2	45,0±0,7

Průběh ohybové křivky ze zkoušky 3-bodovým ohybem vzorku lisovaného při teplotě lisování 300°C a tlaku 500 MPa je dokumentován na obr. 4.12. Na obr. 4.13 jsou zobrazeny průběhy ohybových křivek pro vzorky lisované při teplotě 400 °C. Průběh ohybové křivky vzorku lisovaného při teplotě 300°C a tlaku 500 MPa a vzorku lisovaného při teplotě 400°C a tlaku 100 MPa je lineární. Při lisování vzorků při teplotě 400°C a vyšším tlaku než 100 MPa se průběh křivky odklání od lineárního průběhu a dochází ke zvýšení naměřené hodnoty průhybu vzorku.

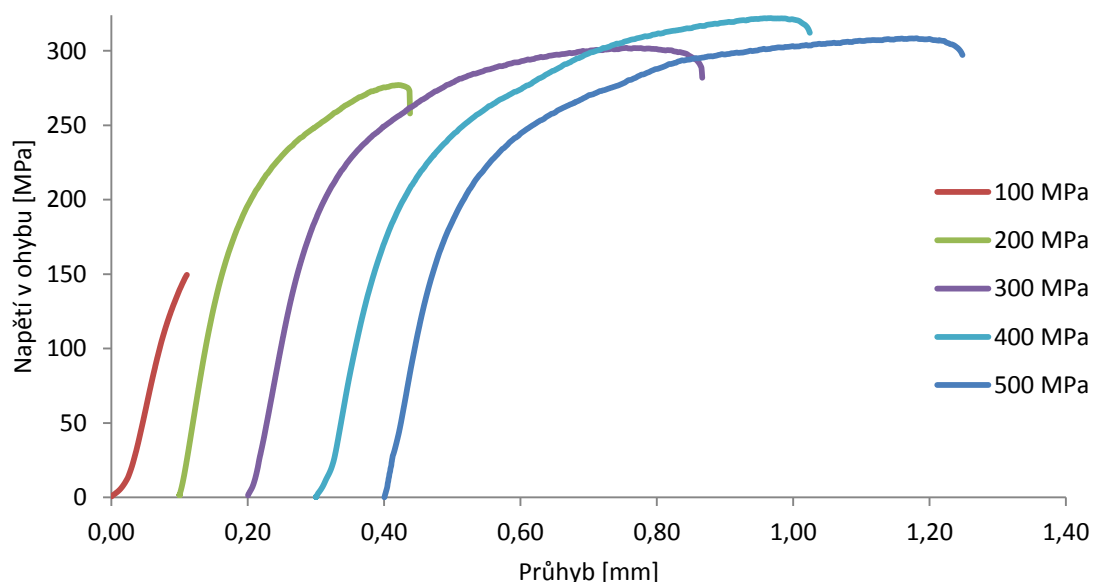
Hodnoty meze pevnosti a maximální hodnoty průhybu vzorků při namáhání v ohybu jsou uvedeny v tab. 4.10. Z výsledků vyplývá, že u vzorků připravených při teplotě 400 °C je jasně patrný stoupající trend meze pevnosti v ohybu s rostoucím tlakem do hodnoty 400MPa, kdy byly dosaženy nejvyšší hodnoty meze pevnosti a dalším zvýšením lisovacího tlaku se hodnota pevnost v ohybu nezvýšila, ale byla naměřena nejvyšší hodnota průhybu. U vzorku lisovaného při teplotě 300 °C a tlakem 500 MPa byla mez pevnosti nižší, než v případě vzorku lisovaného při teplotě 400 °C tlakem pouze 100 MPa.

Tab. 4.10 Výsledky ohybové zkoušky experimentálního materiálu na bázi Zn

Teplota lisování [°C]	300		400	
	Lisovací tlak [MPa]	y [mm]	y [mm]	R _{m0} [MPa]
	100	–	0,11	150
	200	–	0,32	277
	300	–	0,56	302
	400	–	0,67	322
	500	0,10	0,92	308



Obr. 4.12 Ohybová křivka vzorku Zn lisovaného při teplotě 300 °C tlakem 500 MPa

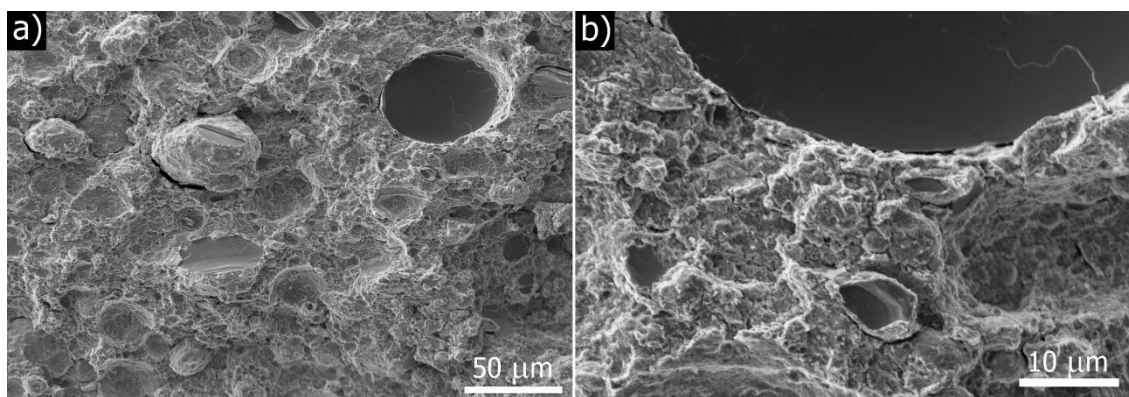


Obr. 4.13 Ohybová křivka vzorků Zn lisovaných při teplotě 400 °C tlakem 100 až 500 MPa

Fraktografické hodnocení

Teplota lisování 300 °C

Na obr. 4.14 je dokumentována lomová plocha vzorku lisovaného při teplotě 300 °C a tlaku 500 MPa. Ze struktury je patrné, že charakter lomu je převážně interkrystalický s ojedinělým výskytem transkrystalicky štěpného porušení některých částic Zn, přičemž tento charakter byl pozorován nezávisle na distribuci velikosti částic. Na lomové ploše nebyla pozorována plastická deformace částic Zn.

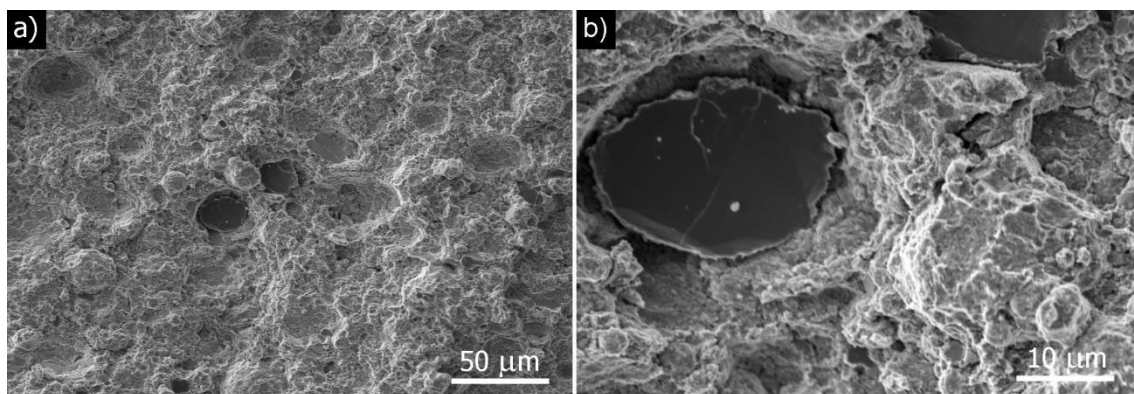


Obr. 4.14 Vzhled lomové plochy materiálu vzorku Zn lisovaného při teplotě 300 °C a tlaku 500 MPa, SEM, SE (a), detail (b)

Teplota lisování 400 °C

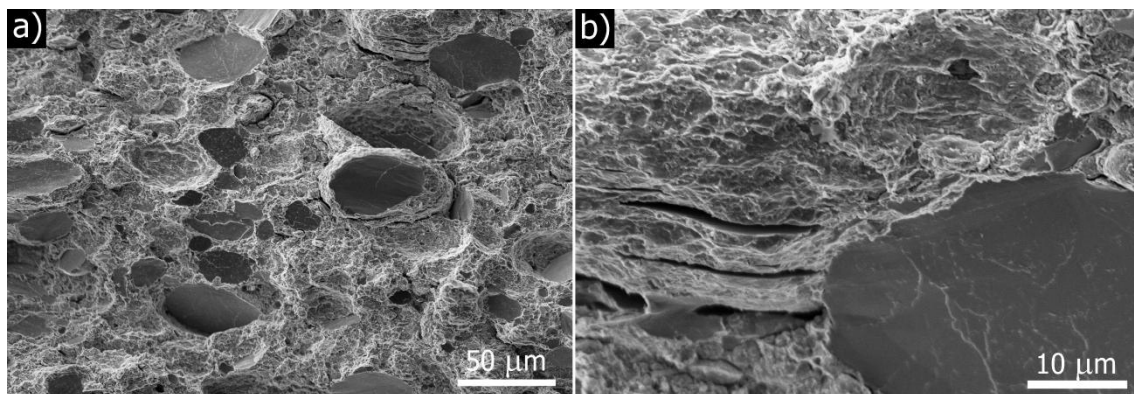
Na obr. 4. 15 lze pozorovat lomovou plochu vzorku lisovaného při teplotě 400 °C tlakem 100 MPa. V převážné části lomové plochy došlo ke smíšenému lomu. K transkrystalicky štěpnému lomu dochází opět u částic bez ohledu na jejich velikost. U větších částic lze pozorovat plastickou deformaci částic, která byla dokumentována při metalografickém hodnocení. V oblasti lomové plochy, kde působila tlaková složka napětí

při ohybové zkoušce, byl při faktografickém hodnocení pozorován tvárný charakter porušení vzorku.



Obr. 4.15 Vzhled lomové plochy materiálu vzorku Zn lisovaného při teplotě 400 °C a tlaku 100 MPa, SEM, SE (a), detail (b)

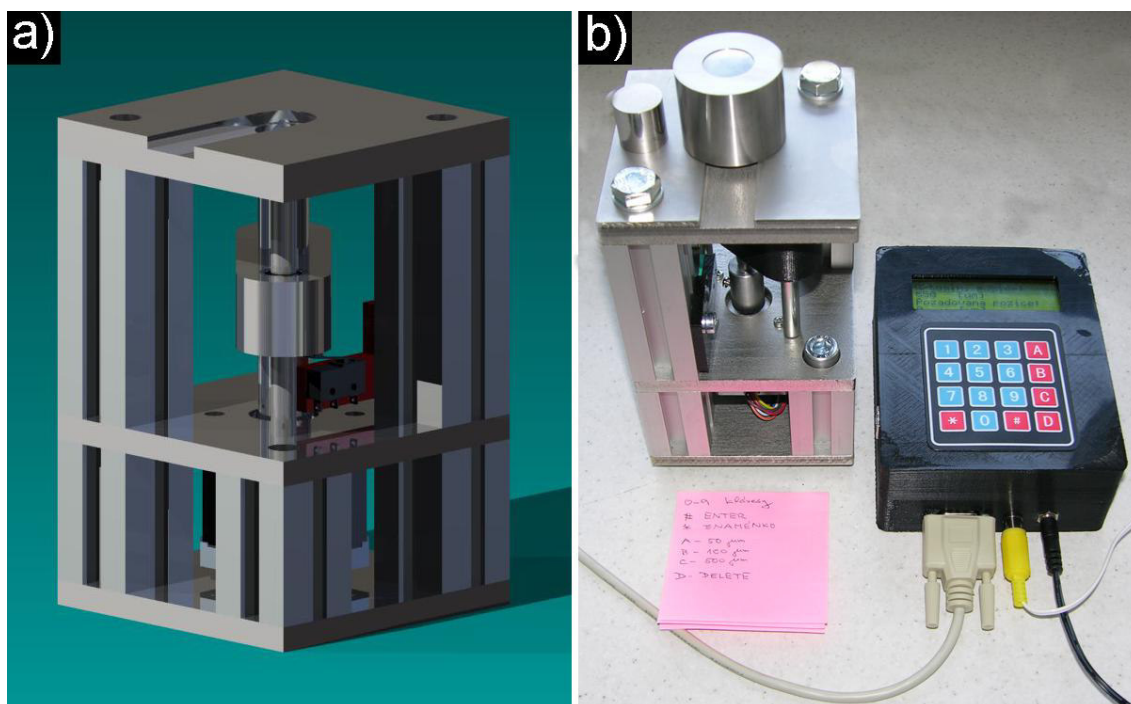
Na obr. 4.16 je dokumentována lomová plocha vzorku lisovaného při teplotě 400 °C a tlaku 500 MPa. Stejně jako u vzorku lisovaného při teplotě 400 °C tlakem 100 MPa, byl na lomové ploše pozorován tvárný lom v oblasti, kde působila tlaková složka napětí při ohybové zkoušce. Lomová plocha je tvořena smíšeným lomem s vyšším podílem transkrystalického porušení částic Zn, než v případě vzorku lisovaného tlakem pouze 100 MPa. Na lomové ploše lze dále pozorovat větší plastickou deformaci částic Zn.



Obr. 4.16 Vzhled lomové plochy materiálu vzorku Zn lisovaného při teplotě 400 °C a tlaku 500 MPa, SEM, SE (a), detail (b)

4.7 Příprava experimentálních jednovrstevných materiálů

Vrstevnaté materiály byly připravovány pomocí speciálního zařízení s posuvným trnem, který umožňuje dávkování jednotlivých vrstev s přesností na jednotky mikrometru. Schéma a foto tohoto zařízení je na Obr. 4.17.



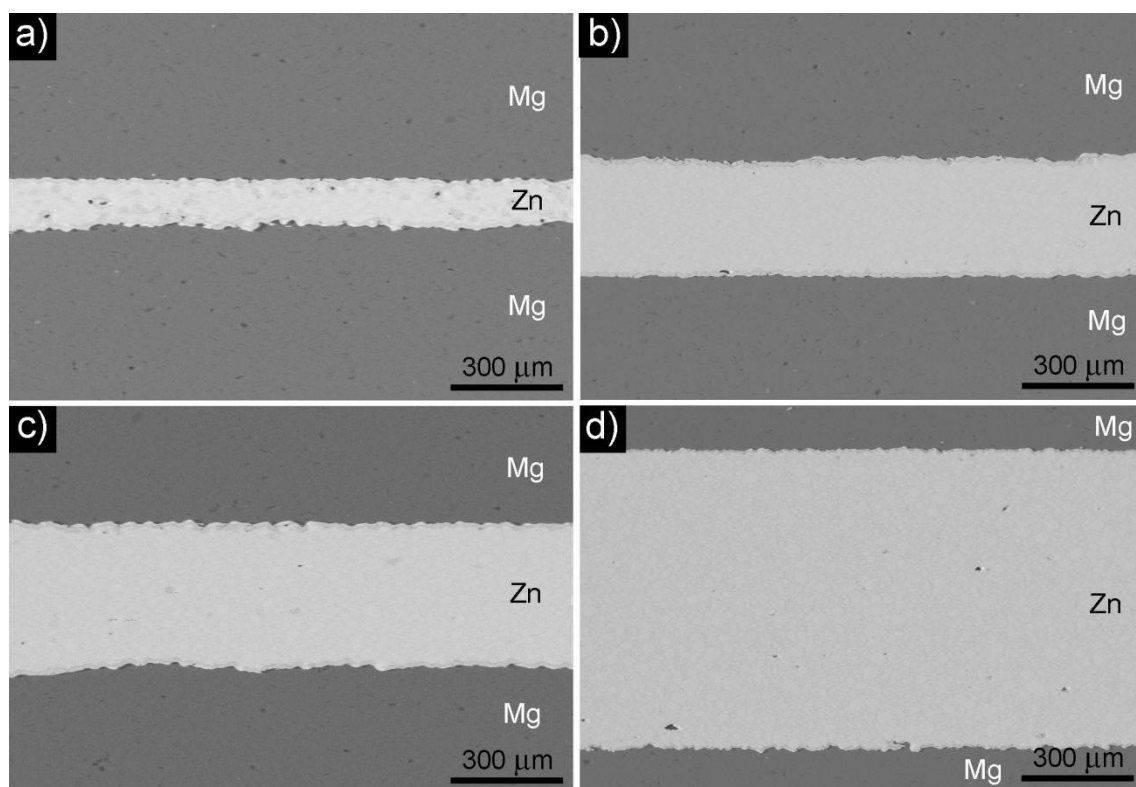
Obr. 4.17 Schéma plnicího zařízení pro přípravu vrstevnatých práškových materiálů (a), foto (b)

V plnicím zařízení umístěném v rukavicovém boxu pod inertní atmosférou byly připraveny 4 vzorky z Mg prášku s jedinou vrstvou Zn s násypnou tloušťkou 0,25 mm, 0,5 mm, 1 mm a 2 mm. Jednotlivě naplněné lisovnice byly umístěny do teplotní komory univerzálního trhačího stroje a lisovány vždy tlakem 500 MPa při teplotě 300 °C po dobu 1 hod.

4.8 Struktura a vlastnosti experimentální jednovrstevného materiálu

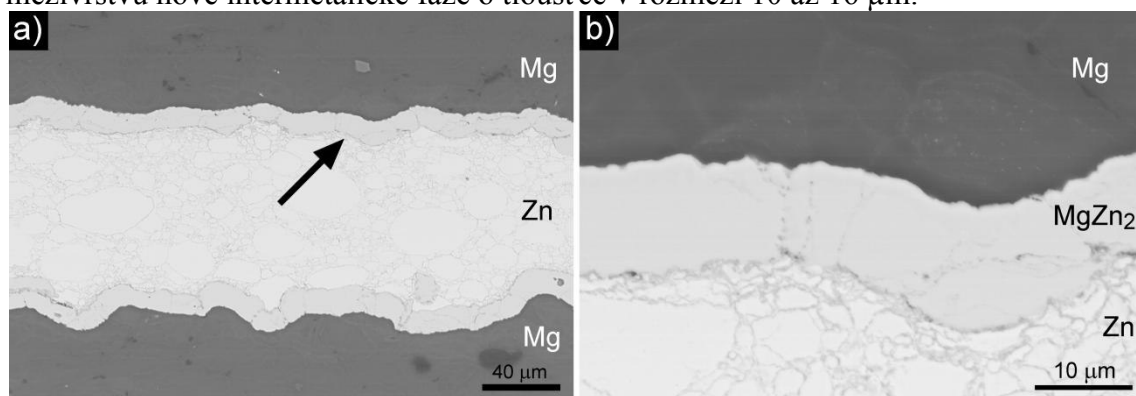
Metalografické hodnocení

Z makrostruktury nalisovaných materiálů s jednou vrstvou Zn, s původní násypnou tloušťkou vrstvy 0,25 mm, 0,5 mm, 1 mm a 2 mm je patrné, že vrstva Zn prášku je u všech vzorků rovnoměrná s konstantní tloušťkou (obr. 4.18). V případě vzorku s násypnou tloušťkou vrstvy Zn 0,25 mm klesla tloušťka po lisování na cca 0,15 mm, u vzorku s 0,5 mm Zn na cca 0,3 mm, u vzorku s 1 mm Zn na cca 0,49 a u vzorku s násypnou tloušťkou 2 mm Zn na cca 1 mm.

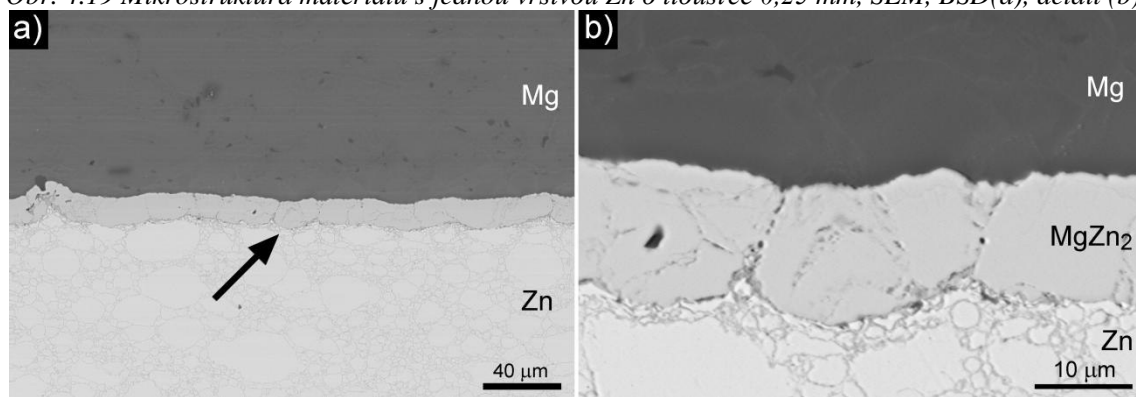


Obr. 4.18 Makrostruktura jednovrstevných materiálů, SEM, BSD, násypná tloušťka vrstvy 0,25 mm (a), 0,5 mm (b), 1 mm (c) a 2 mm (d)

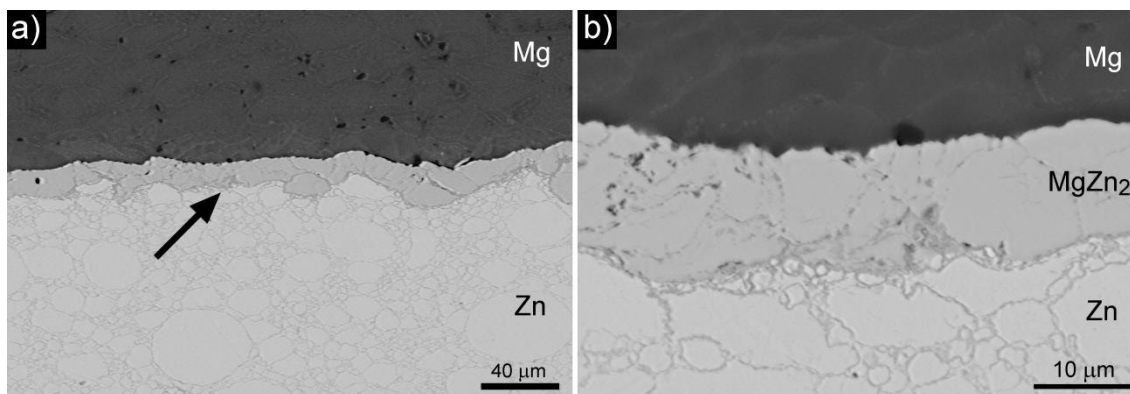
Výsledky studia mikrostruktury pomocí SEM jsou na obr. 4.19 až 4.22. Snímky dokumentované pomocí světelného mikroskopu jsou uvedeny v příloze 3 na obr. P3.1 až P3.6. V mikrostruktuře všech vzorků lze, na rozhraní vrstvy Mg a Zn, pozorovat mezivrstvu nové intermetalické fáze o tloušťce v rozmezí 10 až 16 μm.



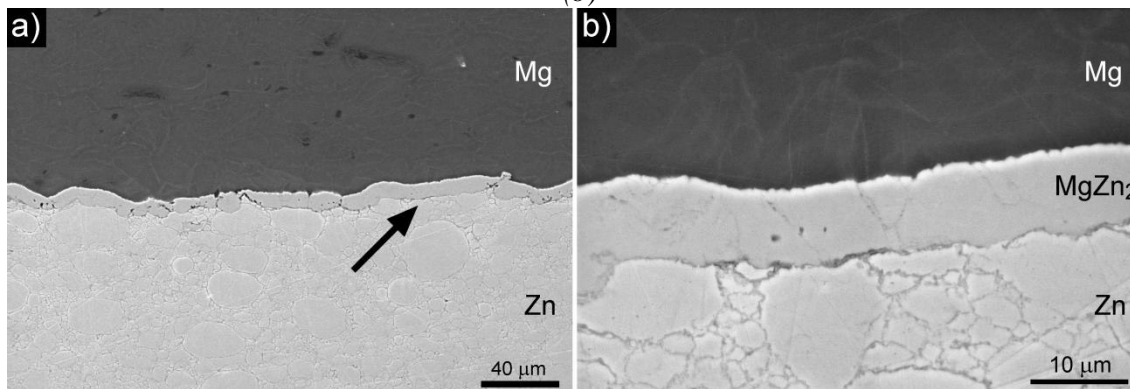
Obr. 4.19 Mikrostruktura materiálu s jednou vrstvou Zn o tloušťce 0,25 mm, SEM, BSD (a), detail (b)



Obr. 4.20 Mikrostruktura materiálu s jednou vrstvou Zn o tloušťce 0,5 mm, SEM, BSD (a), detail (b)



Obr. 4.21 Mikrostruktura materiálu s jednou vrstvou Zn o tloušťce 1 mm, SEM, BSD (a), detail (b)



Obr. 4.22 Mikrostruktura materiálu s jednou vrstvou Zn o tloušťce 2 mm, SEM, BSD (a), detail (b)

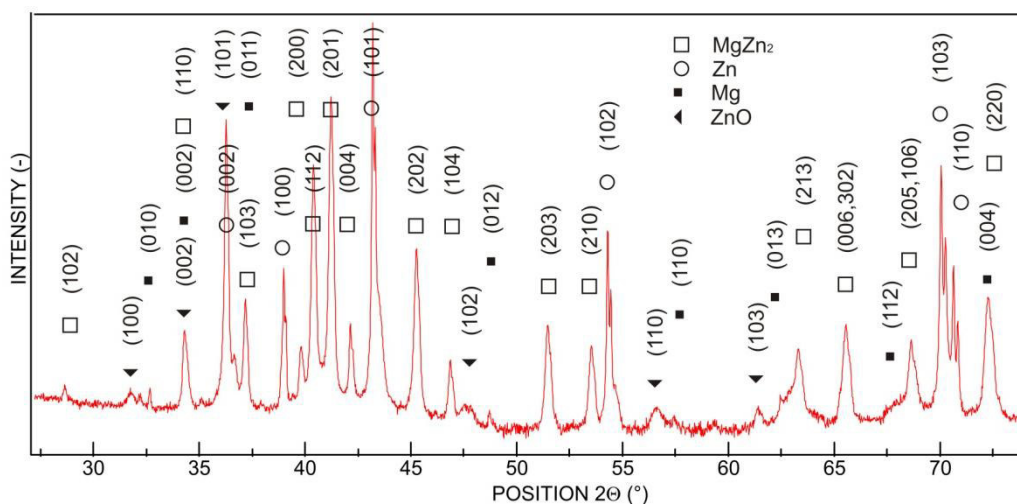
Analýza chemického složení

U připravených jednovrstvých materiálů byla provedena bodová analýza chemického složení vzniklé mezifáze pomocí EDS. Výsledky této analýzy jsou uvedeny v tab. 4.11. Z výsledků EDS analýzy vyplývá, že vzniklá fáze obsahuje cca 19 hm. % Mg. V porovnání s fázovým diagramem Mg-Zn (obr. 3.6) lze předpokládat výskyt fáze MgZn_3 nebo MgZn_2 , u které je pravděpodobnější vznik vzhledem k vyšší stabilitě v binárním systému Mg-Zn.

Tab. 4.11 Výsledky bodové analýzy vzniklé mezifáze metodou EDS

Násypná tloušťka Zn vrstvy [mm]	Mg [hm. %]	Mg [at. %]	Zn [hm. %]	Zn (at. %)
0,25	19,1±0,1	38,8±0,2	80,9±0,1	61,2±0,2
0,5	18,2±0,1	37,5±0,2	81,8±0,1	62,5±0,2
1	19±1	39±2	81±1	62±2
2	19,5±0,2	39,5±0,3	80,5±0,2	60,5±0,3

Přítomnost fáze MgZn_2 ve vzorku byla následně potvrzena metodou XRD. Podle vyhodnoceného RTG spektra se v materiálu dále vyskytuje Mg, Zn a dále malé množství ZnO. Analyzovaný obsah zinku při RTG analýze je ovlivněn jeho přítomností pod analyzovanou vrstvou intermetalické fáze, protože hloubka analytické oblasti daného vzorku je přibližně 35 až 55 µm.



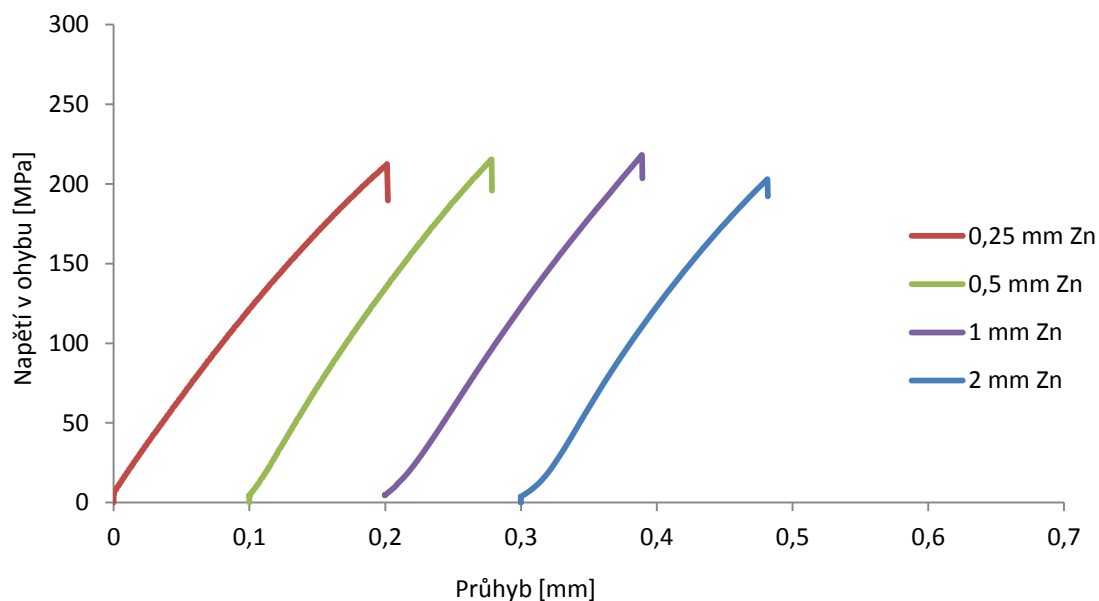
Obr. 4.23 RTG spektrum lomové plochy experimentálního materiálu na rozhraní Mg a fáze $MgZn_2$

Mechanické charakteristiky

Průběhy ohybových křivek ze zkoušky 3-bodovým ohybem jednovrstevných materiálů jsou dokumentovány na obr. 4.24. Na obrázku lze pozorovat, že závislosti napětí v ohybu na průhybu mají u všech vzorků prakticky stejný lineární průběh. Hodnoty meze pevnosti a maximálního průhybu jsou uvedeny v tab. 4.12. Z výsledků je patrné, že tloušťka v rozmezí 0,15 až 1 mm Zn vrstvy nemá na chování materiálu při namáhání v ohybu žádný vliv, a průběh i mez pevnosti se významně neliší.

Tab. 4.12 Výsledky 3-bodového ohybu experimentálního materiálu s jednou vrstvou Zn

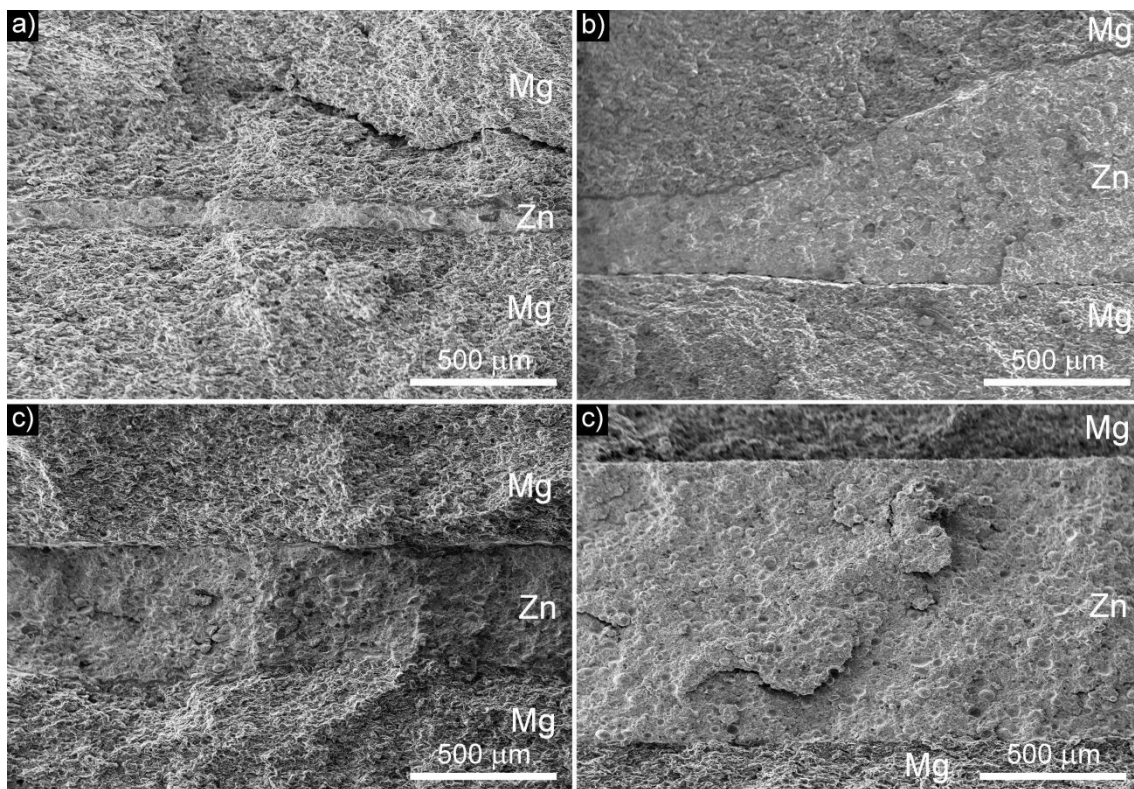
Vzorek	y [mm]	R_{m0} [MPa]
0,25 mm Zn	0,20	212
0,5 mm Zn	0,18	215
1 mm Zn	0,19	218
2 mm Zn	0,18	203



Obr. 4.24 Ohybová křivka jednovrstevných materiálů

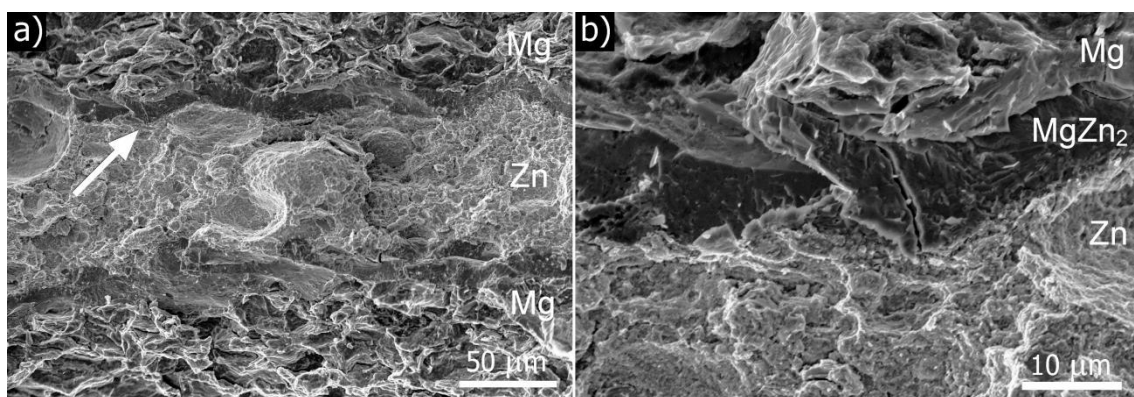
Fraktografické hodnocení

Na obr. 4.23 je dokumentován celkový vzhled lomových ploch jednovrstevných materiálů. Na snímcích je patrná rovnoměrná tloušťka Zn vrstvy, kromě vzorku s násypnou tloušťkou 0,5 mm, u kterého došlo k porušení zkušebního tělesa v oblasti lokální nerovnoměrnosti. Na lomové ploše lze pozorovat šíření lomu přes jednotlivé vrstvy Mg, Zn a na jejich rozhraní.

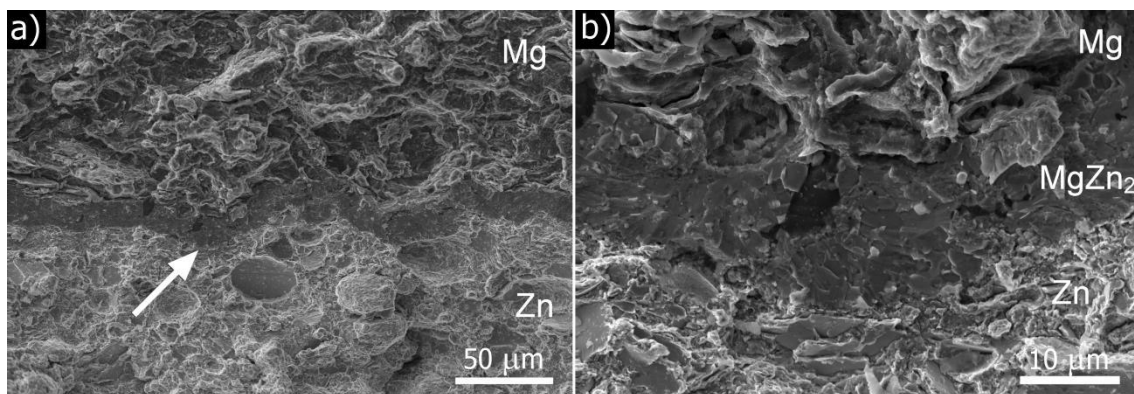


Obr. 4.25 Celkový pohled na lomovou plochu jednovrstevných materiálů, SEM, SE, násypná tloušťka vrstvy 0,25 mm (a), 0,5 mm (b), 1 mm (c) a 2 mm (d)

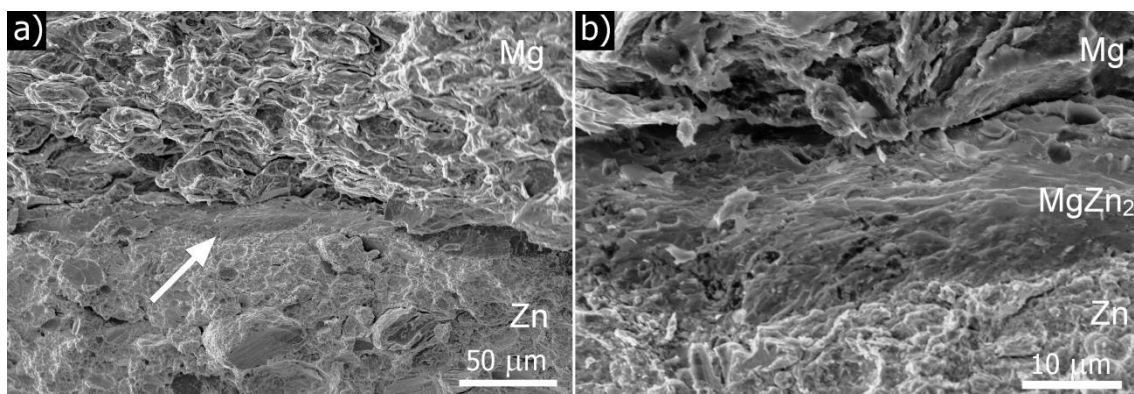
Na snímcích z fraktografického hodnocení (obr. 4.26 až 4.29) lze pozorovat lomové plochy jednotlivých vzorků na rozhraní fází Mg a Zn. Charakter lomu vrstev Mg je stejný jako v případě experimentálního materiálu z čistého Mg lisovaného za stejných podmínek. Charakter lomu je převážně interkrystalický, k transkrystalickému štěpení částic Mg dochází ojediněle. Částice Mg jsou plasticky deformované. Lomová plocha vrstvy Zn je rovněž totožná s lomem experimentálního materiálu z čistého Zn lisovaného za stejných podmínek. Objevuje se zde interkrystalický lom a ojediněle také transkrystalický. Lom mezivrstvy MgZn_2 má transkrystalický štěpný charakter a lze zde také pozorovat trhliny kolmo na lomovou plochu.



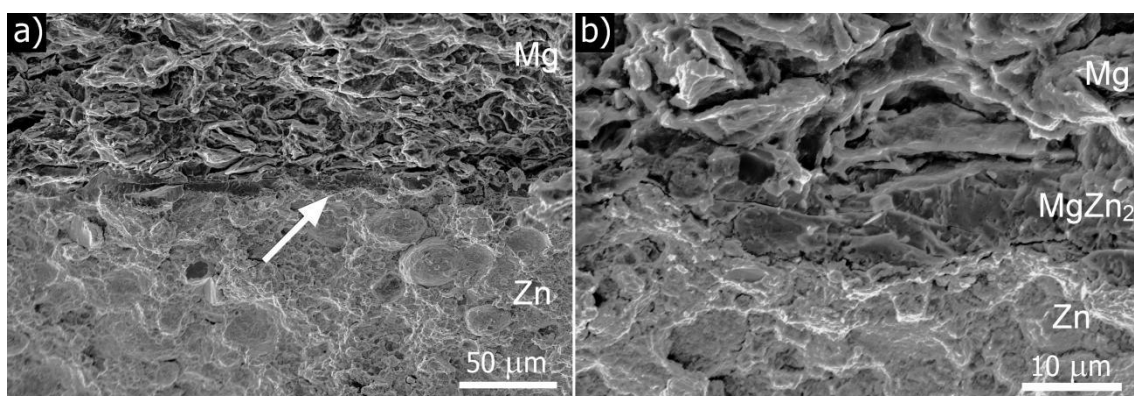
Obr. 4.26 Vzhled lomové plochy materiálu s vrstvou Zn o tloušťce 0,25 mm, SEM, SE (a), detail (b)



Obr. 4.27 Vzhled lomové plochy materiálu s vrstvou Zn o tloušťce 0,5 mm, SEM, SE (a), detail(b)



Obr. 4.28 Vzhled lomové plochy materiálu s vrstvou Zn o tloušťce 1 mm, SEM, SE (a), detail (b)



Obr. 4.29 Vzhled lomové plochy materiálu s vrstvou Zn o tloušťce 2 mm, SEM, SE (a), detail (b)

4.9 Příprava experimentálních vícevrstevných materiálů

Vícevrstevné materiály Mg-Zn lišící množstvím jednotlivých vrstev a násypnými tloušťkami Mg. byly připraveny lisovány stejným postupem jako jednovrstevné materiály, tzn. při teplotě 300 °C lisovacím tlakem 500 MPa. Násypné tloušťky jednotlivých vrstev pro konkrétní vzorky vícevrstevných materiálů jsou uvedeny tab. 4.13. Okrajové vrstvy byly vždy tvořeny Mg o tloušťce 2 mm, protože Zn vykazoval větší adhezi k povrchu lisovnice. Navíc tak byla vytvořena rezerva materiálu při broušení vzorků na třibodový ohyb.

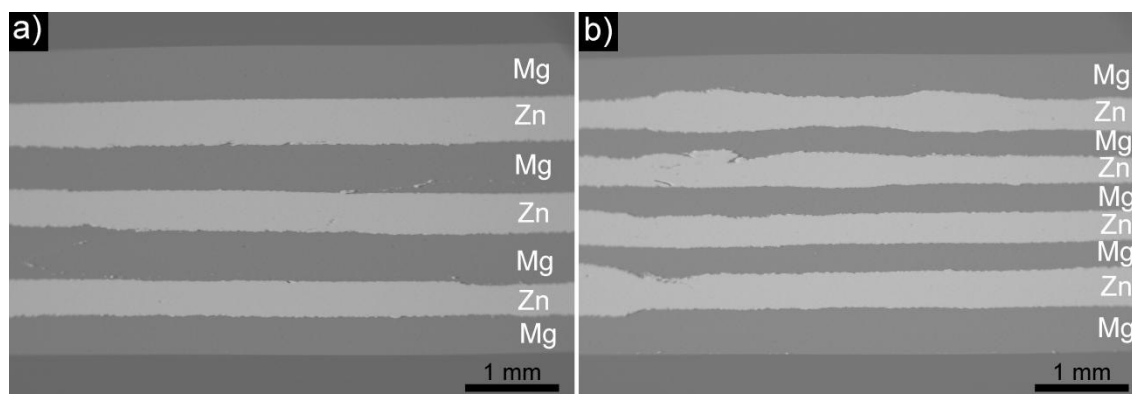
Tab. 4.13 Násypné tloušťky a složení jednotlivých vrstev připravených vzorků

Vrstva	Prvek	2mm vrstva Mg	1mm vrstva Mg
		Tloušťka [mm]	
1.	Mg	2	2
2.	Zn	1	1
3.	Mg	2	1
4.	Zn	1	1
5.	Mg	2	1
6.	Zn	1	1
7.	Mg	2	1
8.	Zn		1
9.	Mg		2

4.10 Struktura a vlastnosti experimentálních vícevrstevných materiálu

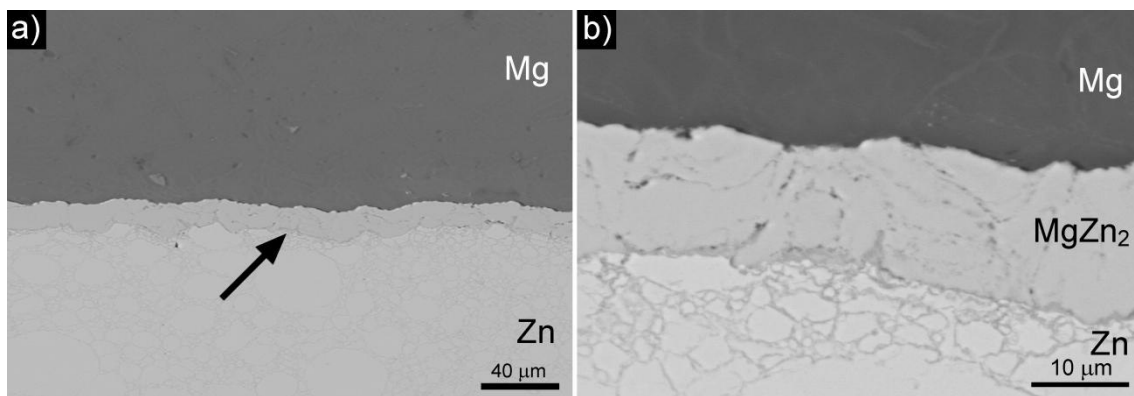
Metalografické hodnocení

Celkový vzhled struktury vrstvených materiálů je uveden na obr. 4.30. Na obrázku lze pozorovat, že jednotlivé vrstvy Mg a Zn po lisování jsou rovnoměrné s přibližně konstantní tloušťkou vrstvy v celém průřezu vzorků.

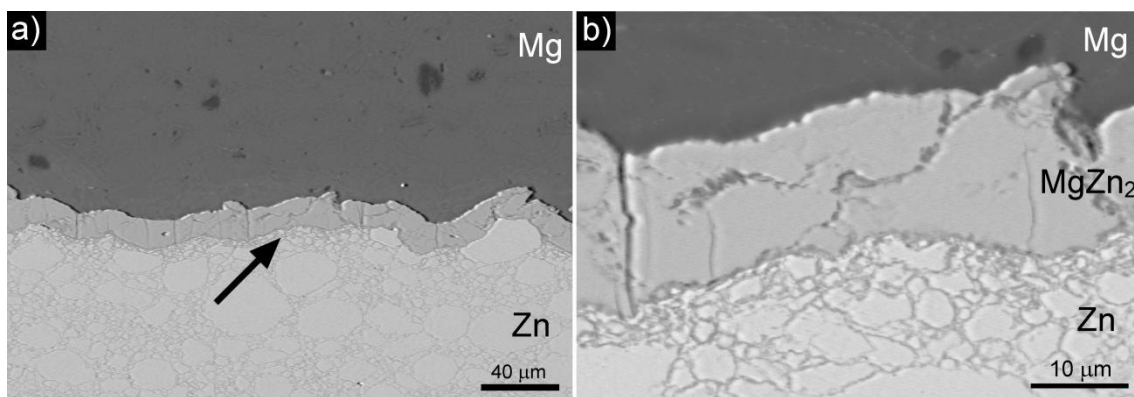


Obr. 4.30 Makrostruktura vícevrstevných materiálů, SEM, BSD, vzorek 2 mm Mg (a), vzorek 1 mm Mg (b)

Snímky metalografických výbrusů jsou uvedeny na obr. 4.31 a 4.32. Stejně jako u jednovrstevných materiálů je na snímcích patrný vznik intermetalické fáze na rozhraní Mg a Zn o tloušťce pohybující se v rozmezí 10–16 μm , jako v případě jednovrstevnatých materiálů.



Obr. 4.31 Mikrostruktura vícevrstvého materiálu s tloušťkou Mg vrstvy 2 mm, SEM, SE (a), detail (b)



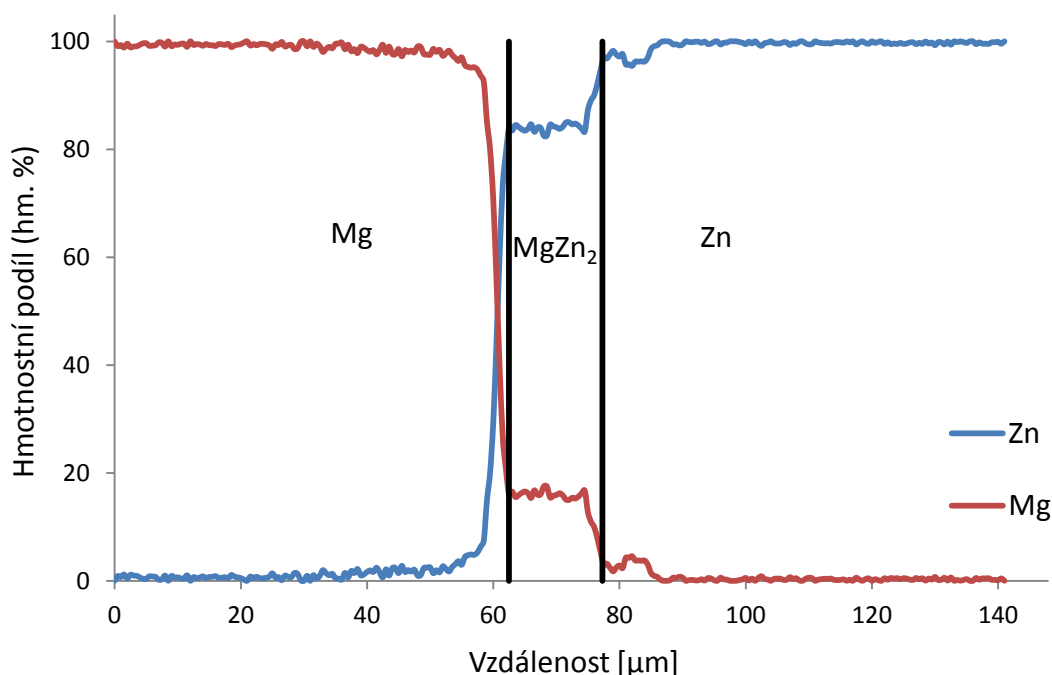
Obr. 4.32 Mikrostruktura vícevrstvého materiálu s tloušťkou Mg vrstvy 1 mm, SEM, SE (a), detail (b)

Analýza chemického složení

U připravených vícevrstevných materiálů byla opět provedena bodová analýza chemického složení metodou EDS, jejíž výsledky jsou uvedeny v tab. 4.14 Tab. 4.11. Dále byla u obou vzorků provedena liniová analýza chemického složení metodou EDS v oblasti fázového rozhraní Mg a Zn. Analýza byla provedena na vzorku s 2mm násypnou tloušťkou Mg. Závislosti obsahu Mg a Zn na vzdálenosti od fázového rozhraní je zobrazena na obr. 4.33. Z grafické závislosti obsahu Mg a Zn na vzdálenosti od fázového rozhraní jsou patrné rozdílné průběhy koncentrací Mg a Zn na rozhraní s intermetalickou fází MgZn_2 .

Tab. 4.14 Výsledky bodové analýzy metodou EDS vícevrstevných materiálů

Vzorek	Mg (hm. %)	Mg (at. %)	Zn (hm. %)	Zn (at. %)
2 mm Mg	18,5±0,5	37,9±0,8	81,5±0,5	62,1±0,8
1 mm Mg	18,6±0,6	38±1	81,4±0,6	62,0±1



Obr. 4.33 Liniová analýza fázových rozhraní u vzorku s 2mm vrstvami Mg, EDS

Mechanické charakteristiky

Naměřené hodnoty mikrotvrdosti jednotlivých vrstev jsou uvedeny v tab. 4.15. Z výsledků je patrné, že mikrotvrdost jednotlivých vrstev Mg a Zn je u obou vzorků přibližně stejná jako u čistých materiálů (viz tab. 4.5 a 4.9). Výrazně vyšší hodnoty mikrotvrdosti byly naměřeny u intermetalické fáze MgZn_2 .

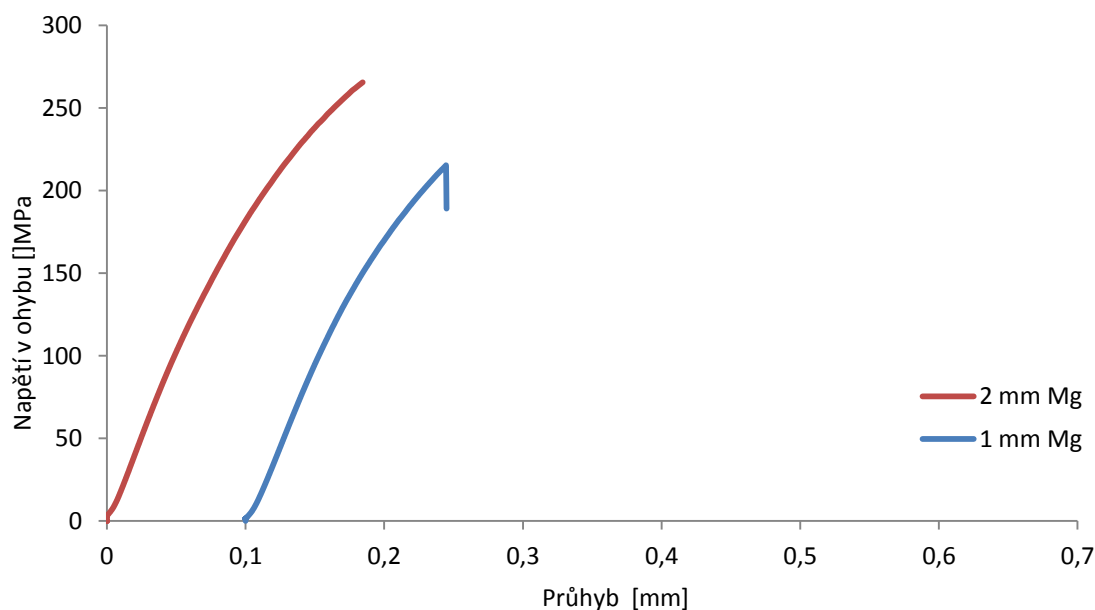
Průběh ohybových křivek ze zkoušky 3-bodovým ohybem byl vyneseno do grafu závislosti napětí na průhybu vzorku (obr. 4.34). Na grafu lze pozorovat, že závislost napětí na průhybu obou vzorků má stejný průběh. Hodnoty meze pevnosti a maximálního průhybu při namáhání v ohybu jsou uvedeny v tab. 16. Mez pevnosti vzorku s vrstvami Mg o násypné tloušťce 2 mm je o více než 20 % vyšší.

Tab. 4.15 Naměřené hodnoty mikrotvrdosti HV 0,025 vrstevnatých materiálů

Vrstva	2 mm Mg	1 mm Mg
Mg	58±1	59,3±0,8
Zn	47±1	49,5±0,8
MgZn_2	323±12	320±13

Tab. 4.16 Výsledky ohybové zkoušky vrstevnatých materiálů

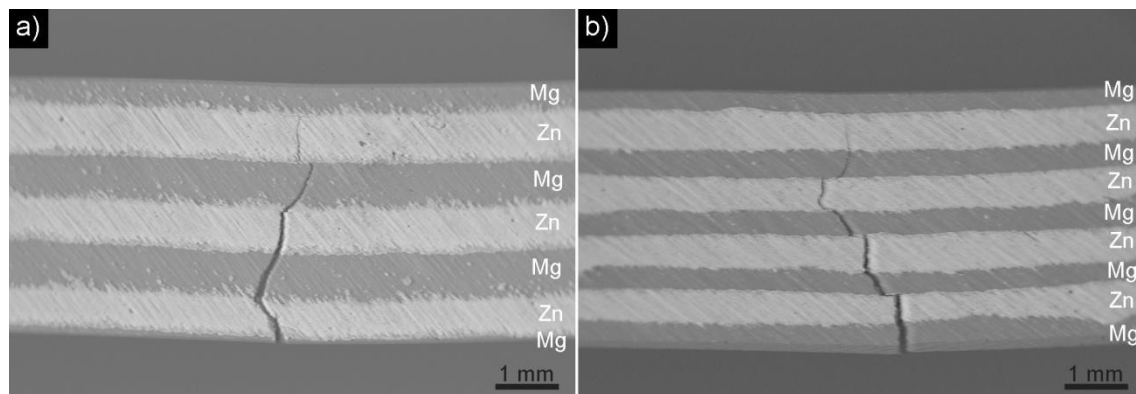
	2 mm Mg		1 mm Mg	
	y [mm]	R_{m0} [MPa]	y [mm]	R_{m0} [MPa]
500 MPa, 300 °C	0,18	266	0,14	215



Obr. 4.34 Ohybová křivka vícevrstevných materiálů

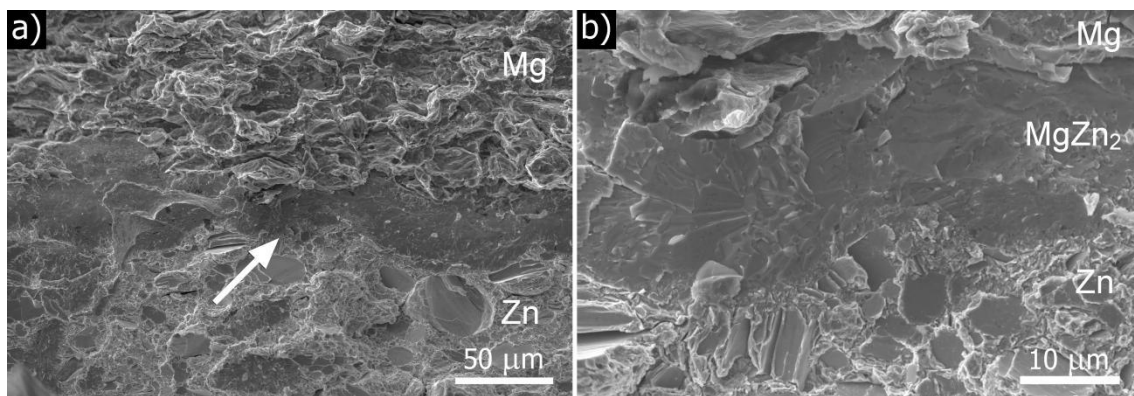
Fraktografické hodnocení

Charakter lomu při ohybu vícevrstevných materiálů je podobný, jako byl pozorován v případě jednovrstevnatých vzorků. Z makrostruktury je patrný výrazný rozdíl v průběhu šíření přes jednotlivé vrstvy a jejich rozhraní (obr. 4.35).

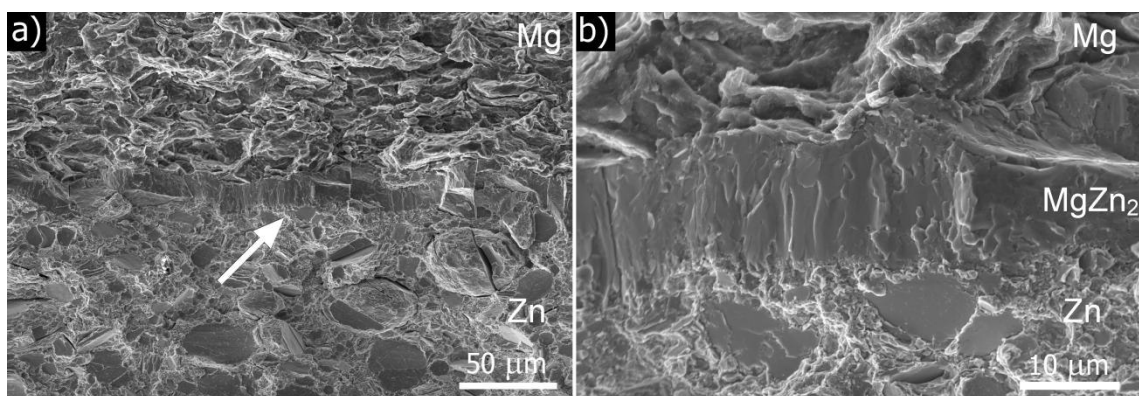


Obr. 4.35 Průběh šíření trhlin u vícevrstevných materiálů, SEM, BSD, vzorek 2 mm Mg (a), vzorek 1 mm Mg (b)

Na obr. 4.36 a 4.37 lze pozorovat snímky charakter lomové plochy jednotlivých vzorků. Charakter lomu obou vzorků je stejný jako v případě jednovrstevných materiálů. Lomová plocha vrstev Mg i Zn má převážně interkrystalický charakter a ojediněle se vyskytuje transkrystalické štěpení částic Mg i Zn. Plastická deformace částic Mg je v porovnání s částicemi Zn výrazně větší. Lom mezivrstvy MgZn_2 má transkrystalický štěpný charakter, lze zde také pozorovat trhliny kolmo na lomovou plochu



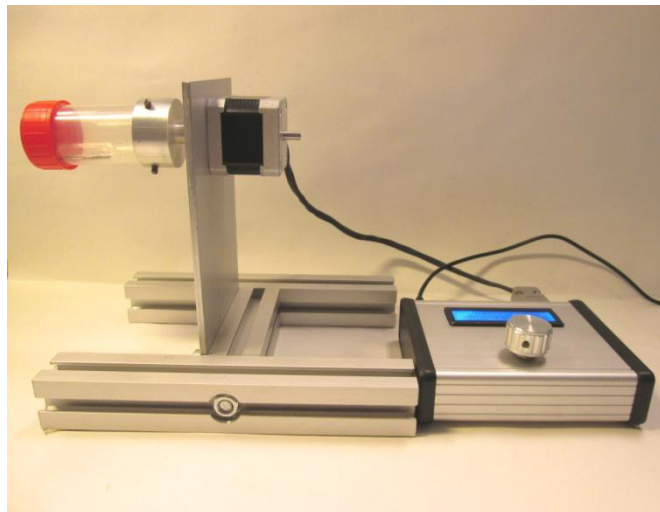
Obr. 4.36 Vzhled lomové plochy vícevrstvého materiálu s tloušťkou Mg vrstvy 2 mm, SEM, SE (a), detail (b)



Obr. 4.37 Vzhled lomové plochy vícevrstvého materiálu s tloušťkou Mg vrstvy 1 mm, SEM, SE (a), detail (b)

4.11 Příprava experimentálních materiálů z práškových směsí

Materiály z práškové směsi byly připravovány pomocí míchacího zařízení speciálně navržené pro tento experiment s možností regulace rychlosti a směru otáčení a nastavení doby míchání (obr. 4.38).



Obr. 4.38 Foto míchacího zařízení

Byly připraveny vzorky na bázi Mg s 10 hm. % Zn, při lisovacím tlaku 500 MPa a teplotách 300 a 400 °C. Míchání probíhalo ve čtyřech krocích, ve kterých byl do míchané směsi postupně přidáván Zn prášek. Nejprve byla v inertní atmosféře rukavicového boxu míchací nádoba naplněna Mg práškem, do kterého byla přidána $\frac{1}{4}$ Zn prášku. Směs byla míchána po dobu 15 min, rychlostí 100 ot/min. Stejným způsobem byl postupně přidán zbývající Zn prášek a v jednotlivých krocích se měnil směr otáčení. Po celou dobu míchání směsi byla v nádobě udržována inertní atmosféra.

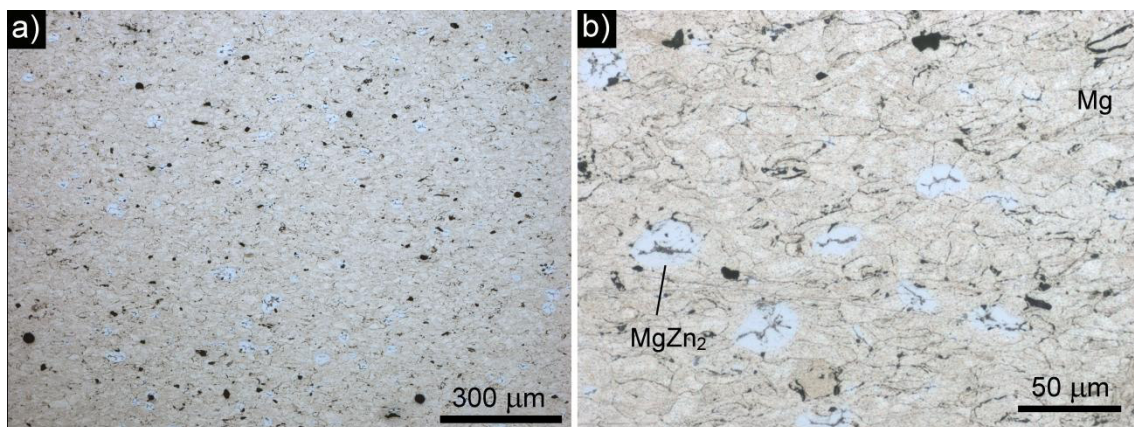
Připravené směsi byly naváženy do lisovnice a poté umístěny do teplotní komory univerzálního trhačského stroje a lisovány tlakem 500 MPa při požadované teplotě po dobu 1 hod.

4.12 Struktura a vlastnosti experimentálních materiálů z práškových směsí

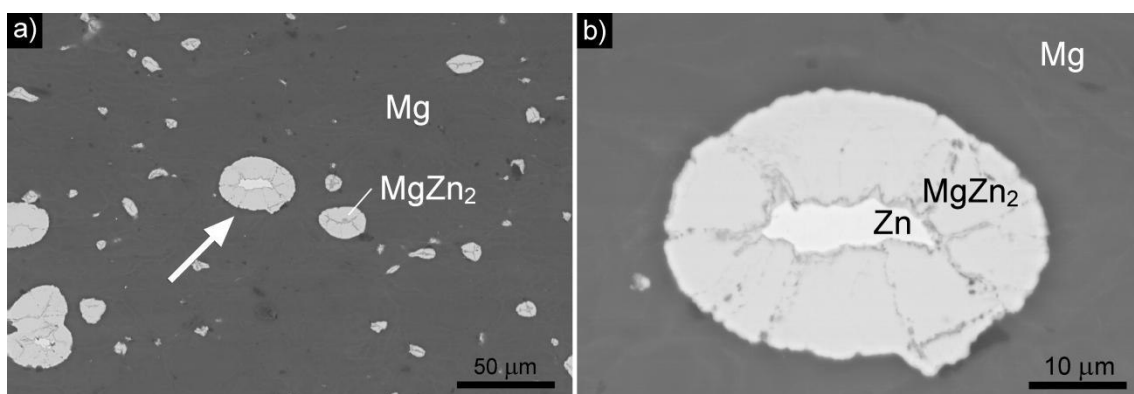
Metalografické hodnocení a chemická analýza

Teplota lisování 300 °C

Ze studia mikrostruktury je patrné, že za daných podmínek přípravy práškové směsi došlo k homogennímu rozložení Zn v částicích Mg (obr. 4.39). Při teplotě 300 °C došlo ke vzniku intermetalické fáze v oblastech, kde byly původní částice Zn. U větších Zn částic nedošlo k úplné transformaci a intermetalická fáze vytvořila pouze obálku kolem Zn částice (obr. 4.40).



Obr. 4.39 Mikrostruktura materiálu z práškové směsi lisovaného při teplotě 300 °C (a), detail (b)



Obr. 4.40 Mikrostruktura materiálu z práškové směsi lisovaného při teplotě 300 °C, SEM, BSD (a), detail (b)

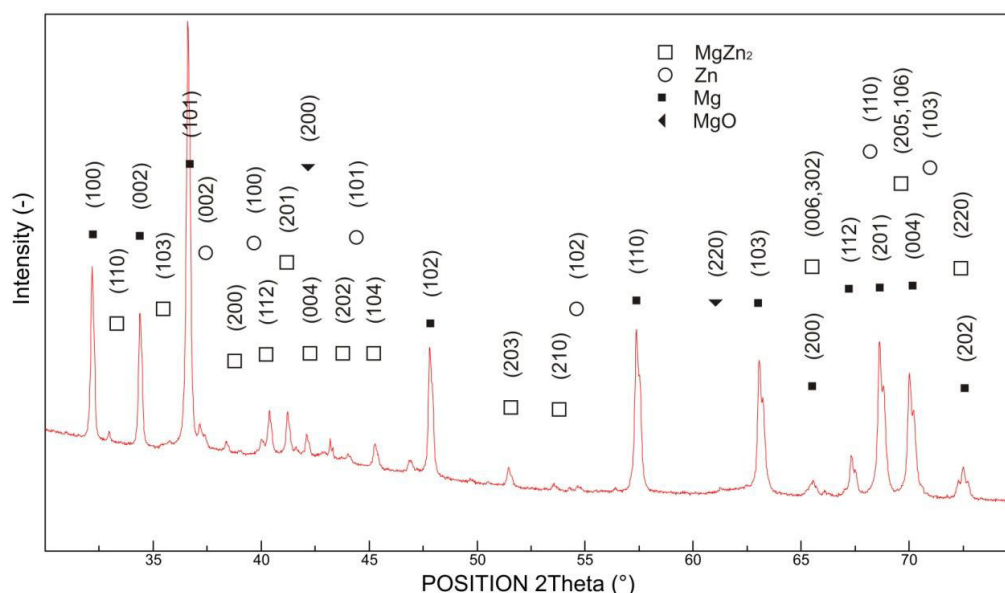
Chemické složení vzorku připraveného z práškové směsi bylo analyzováno metodou EDS. Získané hodnoty složení jsou uvedeny v tab. 4.17. Z výsledků vyplývá, že matrice je tvořena Mg s cca 3 hm. % Zn. Ve větších částicích Zn, kde nedošlo k transformaci v celém objemu na intermetalickou fázi $MgZn_2$ obsahují částice Zn cca 3 hm. % Mg.

Tab. 4.17 Výsledky bodové analýzy metodou EDS vícevrstevných materiálů

Částice	Vrstva	Mg (hm. %)	Mg (at. %)	Zn (hm. %)	Zn (at. %)
1	Mg	96,8±0,7	98,8±0,3	3,2±0,7	1,2±0,3
	$MgZn_2$	20,0±0,3	40,2±0,5	80,0±0,3	59,8±0,5
	Zn	2,7±0,1	7,1±0,3	97,3±0,1	93,0±0,3
2	$MgZn_2$	21±2	42±3	79±2	58±3

1 – částice se středem tvořeným Zn, 2 – částice tvořená pouze $MgZn_2$

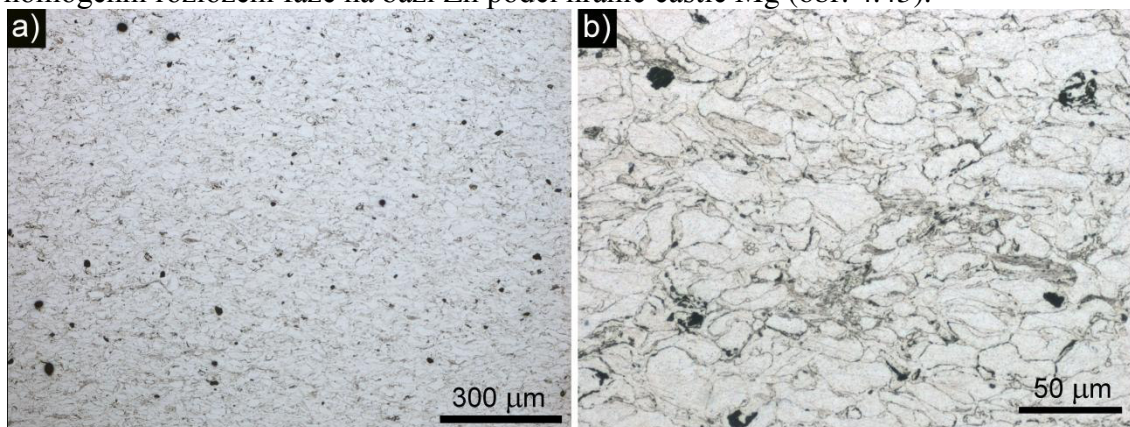
Chemické složení materiálu z práškové směsi lisovaného při teplotě 300 °C bylo ověřeno metodou XRD. Přítomnost fáze $MgZn_2$ byla potvrzena na RTG spektru, zobrazeného na obr. 4.41. Dle výsledků analýzy se v materiálu dále vyskytuje Mg a malé množství Zn a MgO .



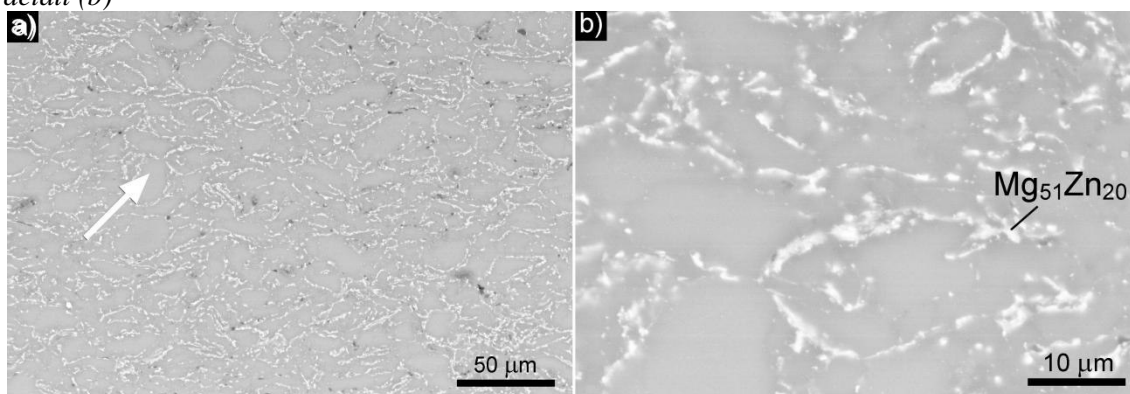
Obr. 4.41 RTG spektrum práškové směsi lisované při teplotě 300 °C

Teplota lisování 400 °C

U vzorku připraveného lisováním při teplotě 400 °C došlo k úplnému rozpuštění částic Zn v Mg a při pozorování mikrostruktury světelným mikroskopem nebyly částice Zn ve struktuře patrné (obr. 4.42). Na snímku pořízeném pomocí SEM lze pozorovat homogenní rozložení fáze na bázi Zn podél hranic částic Mg (obr. 4.43).



Obr. 4.42 Mikrostruktura materiálu z práškové směsi připravené při teplotě lisování 400 °C (a), detail (b)

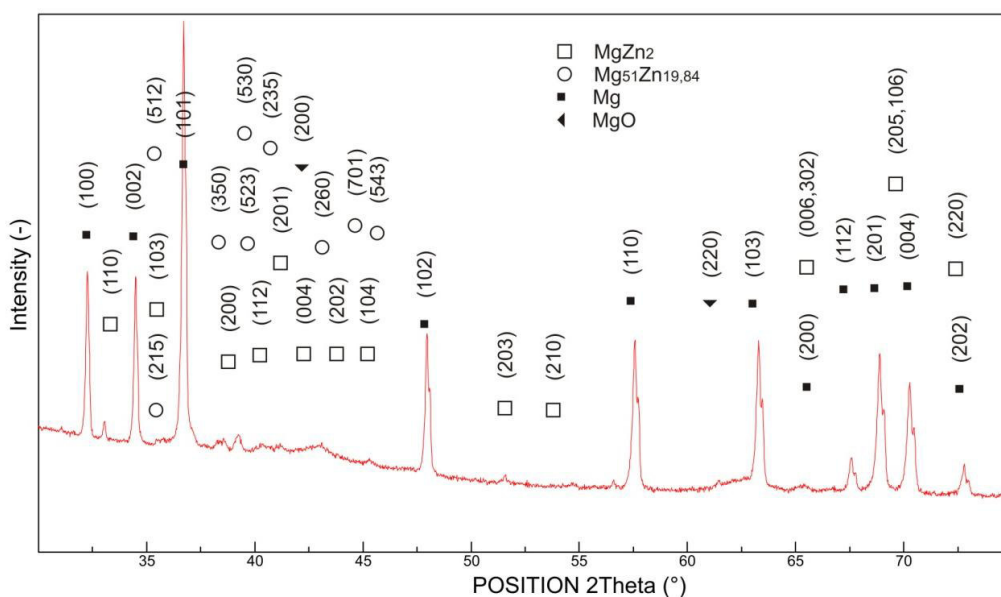


Obr. 4.43 Mikrostruktura materiálu z práškové směsi připravené při teplotě 400 °C, SEM, BSD (a), detail (b)

Chemické složení fáze vzniklé na hranicích částic Mg bylo stanoveno pomocí prvkové analýzy metodou EDS. Výsledky analýzy jsou uvedeny v tab. 4.18. Z naměřených hodnot vyplývá, že fáze vyloučená na hranicích částic Mg obsahuje cca 17 hm. % Zn, tato hodnota je výrazně ovlivněna analýzou malého objemu fáze a výsledek je zkreslen analýzou okolní matrice tvořené Mg částicemi. Metodou EDS tedy nelze fázi přesně identifikovat. Z výsledků RTG analýzy bylo zjištěno, že se jedná o fázi $Mg_{51}Zn_{19,84}$. Vyhodnocením spekter bylo zjištěno, že vzorek obsahuje Mg, MgO a velmi malé množství $MgZn_2$.

Tab. 4.18 Výsledky bodové analýzy metodou EDS vícevrstevných materiálů

	Mg (hm. %)	Mg (at. %)	Zn (hm. %)	Zn (at. %)
Mg	92,1±0,4	96,9±0,2	7,9±0,4	3,1±0,2
Hranice zrn	83,1±0,2	93,0±0,1	16,9±0,2	7,0±,1



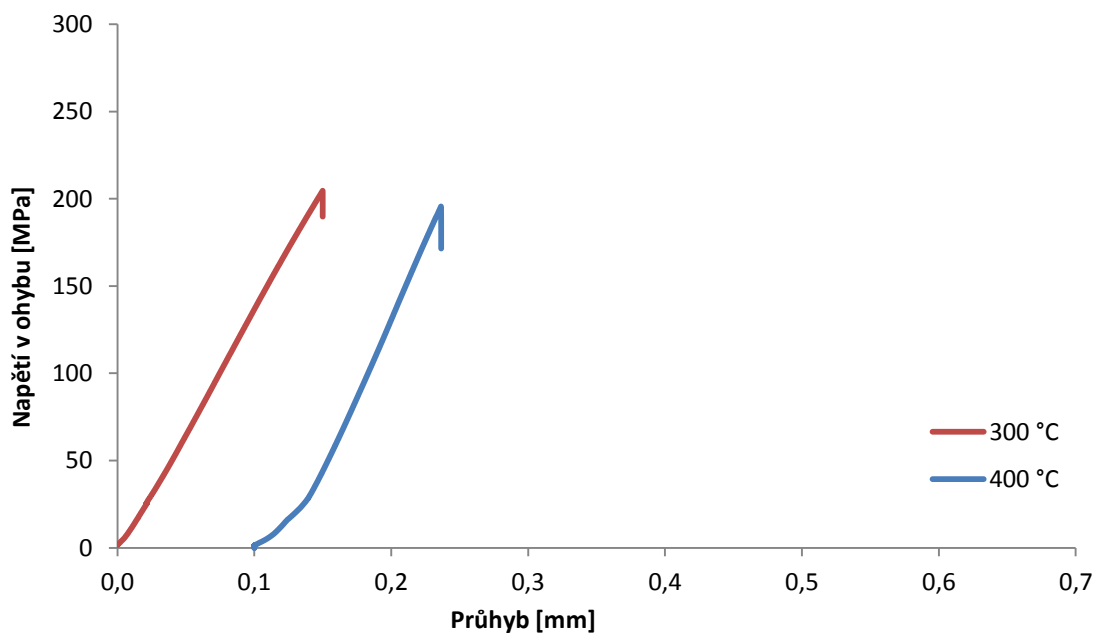
Obr. 4.44 RTG spektrum práškové směsi lisované při teplotě 400 °C

Mechanické charakteristiky

V tab. 4.19 jsou uvedeny hodnoty mikrotvrdomosti dle Vickerse při zatížení 25 g, meze pevnosti a maximálního průhybu vzorku při namáhání v ohybu. U obou vzorků došlo ke zvýšení tvrdosti na hodnotu cca 90 HV 0,025. Na obr. 4.45 je znázorněn průběh ohybových křivek ze zkoušky 3-bodovým ohybem. Charakter průběhu je u obou směsí lineární. Hodnoty meze pevnosti a maximálního průhybu se výrazně neliší. U obou vzorků je mez pevnosti v ohybu cca 200 MPa a maximální průhyb cca 0,15 mm.

Tab. 4.19 Hodnoty mikrotvrdomosti HV 0,025 a výsledky 3-bodového ohybu

Teplota lisování	HV 0,025	y [mm]	R_{m0} [MPa]
300 °C	94±2	0,15	205
400 °C	87±3	0,14	196

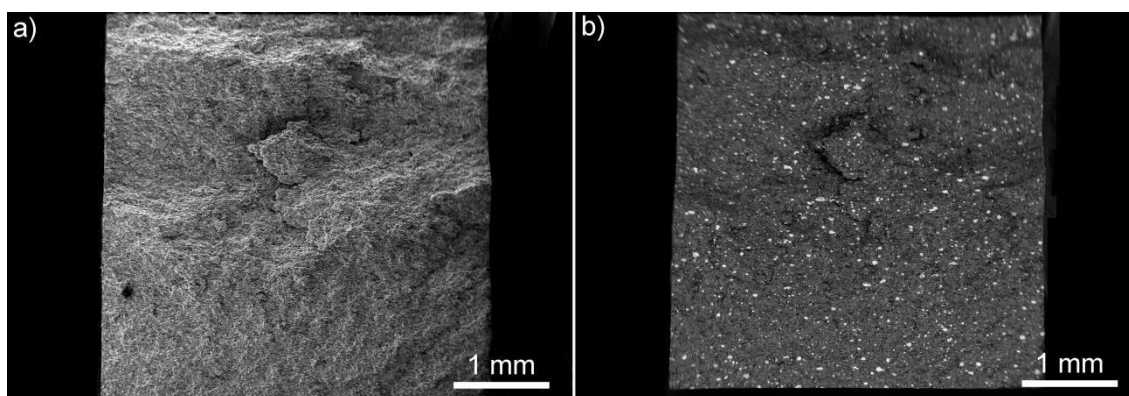


Obr. 4.45 Ohybová křivka směsi lisovaných tlakem 500 MPa při teplotě 300 °C a 400 °C

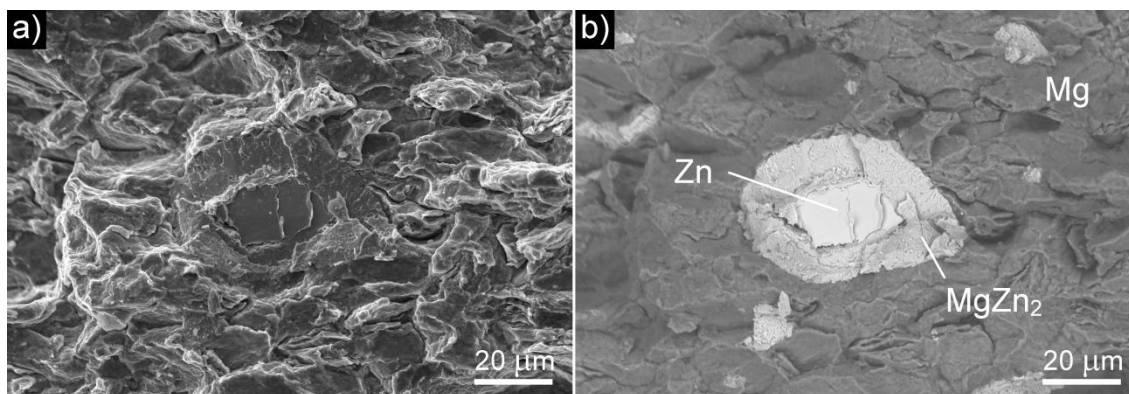
Fraktografické hodnocení

Teplota lisování 300 °C

Na celkovém vzhledu lomové plochy vzorku připraveného z práškové směsi lisované při teplotě 300 °C a tlaku 500 MPa lze pozorovat celkový charakter lomu a homogenní rozložení částic intermetalické fáze MgZn_2 (obr. 4.46). Lom matrice na bázi Mg má stejný charakter jako vzorky z čistého Mg lisované za stejných podmínek, tzn. lomová plocha vykazuje převážně interkrystalický charakter porušení s ojedinělým výskytem transkrystalického štěpení částic Mg. Částice intermetalické fáze MgZn_2 a částice Zn s obálkou tvořenou MgZn_2 se porušují transkrystalickým štěpným lomem. Dochází také k interkrystalickému lomu na rozhraní MgZn_2 a Zn. Na rozhraní fáze MgZn_2 a částic Mg nebyla pozorována přítomnost prasklin.



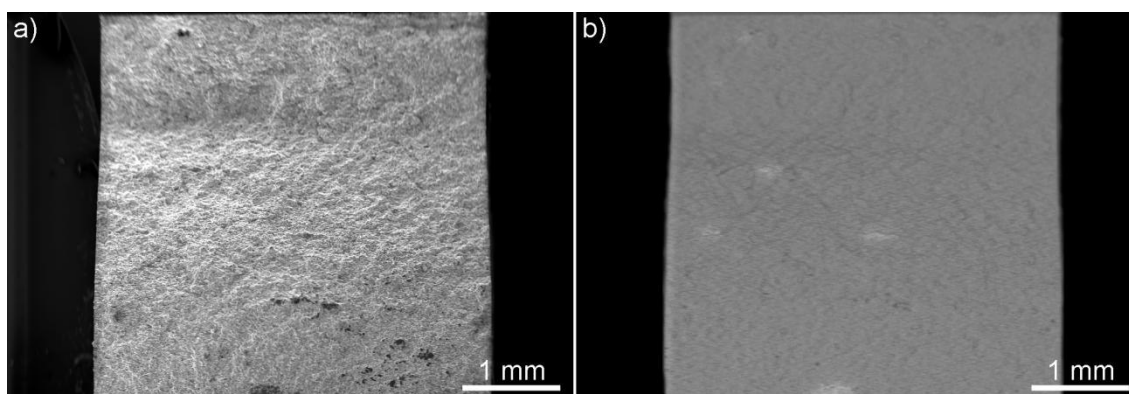
Obr. 4.46 Celkový pohled na lomovou plochu materiálu z práškové směsi lisované při teplotě 300 °C, SEM, SE (a), BSD (b)



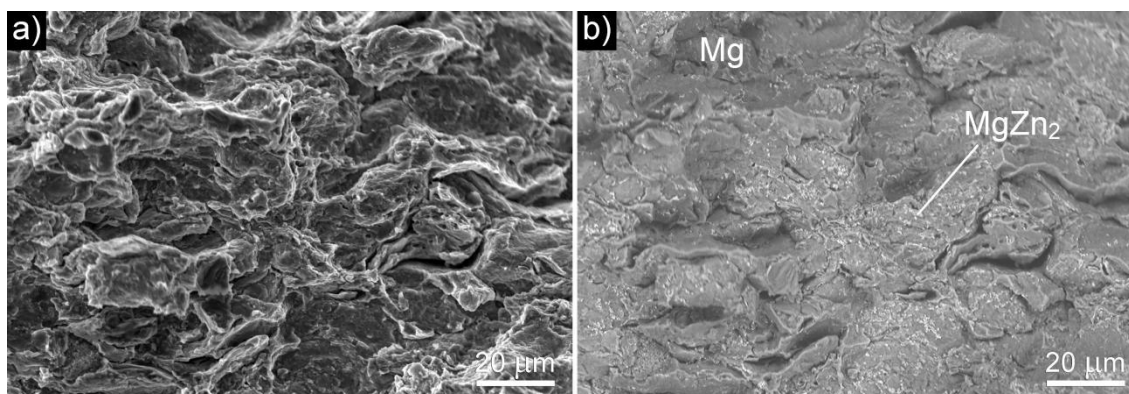
Obr. 4.47 Vzhled lomové plochy materiálu z práškové směsi lisovaný při teplotě 300 °C, SEM, SE (a), BSD (b)

Teplota lisování 400 °C

Celá lomová plocha vzorku připraveného z práškové směsi lisované při teplotě 400 °C a tlaku 500 MPa je dokumentovaná na obr. 4.48, při zobrazení pomocí BSD je patrné rovnoměrné vyloučení fáze $Mg_{51}Zn_{20}$ na hranicích původních částic Mg v celém průřezu vzorku. Lomová plocha je převážně tvořena interkrystalickým lomem, který probíhá podél vyloučené fáze na hranicích částic Mg (obr. 4.49)



Obr. 4.48 Celkový pohled na lomovou plochu materiálu z práškové směsi lisované při teplotě 400 °C, SEM, SE (a), BSD (b)



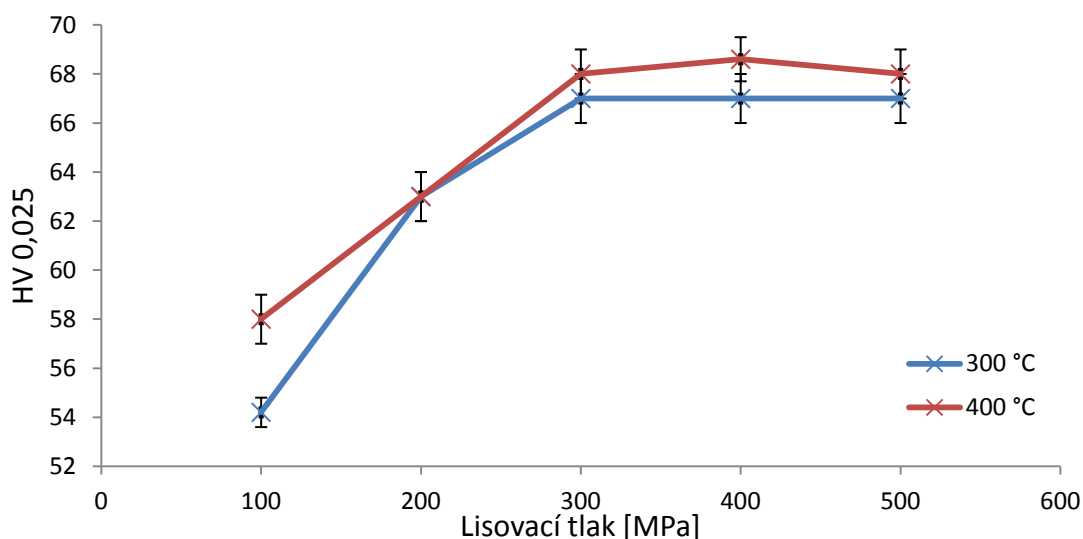
Obr. 4.49 Vzhled lomové plochy materiálu z práškové směsi lisované při teplotě 400 °C, SEM, SE (a), BSD (b)

5 DISKUZE VÝSLEDKŮ

Experimentální materiál z čistého Mg

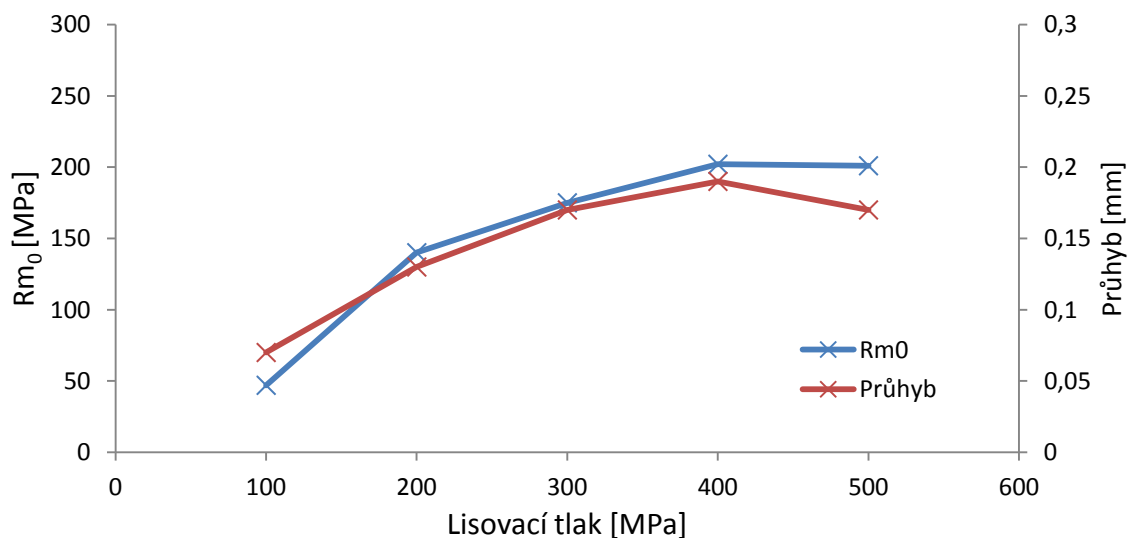
Lisování čistého Mg probíhalo při teplotě 300 a 400 °C lisovacími tlaky 100 až 500 MPa. Při lisování Mg došlo již při teplotě 300 °C a tlaku 100 MPa k výrazné deformaci částic a při zvyšování tlaku až na hodnotu tlaku 500 MPa nebyla ve struktuře vzorků patrná další výraznější změna.

Na obr. 5.1 jsou porovnány závislosti mikrotvrdomosti experimentálního materiálu z čistého Mg na lisovacím tlaku vzorků lisovaných při 300 °C a 400 °C. Lze pozorovat, že mikrotvrdomost je závislá na lisovacím tlaku až do hodnoty 300 MPa, kdy je dosaženo maximální tvrdosti materiálu. Vliv lisovací teploty, při které lisování probíhá, na výslednou mikrotvrdomost nebyl prokázán.



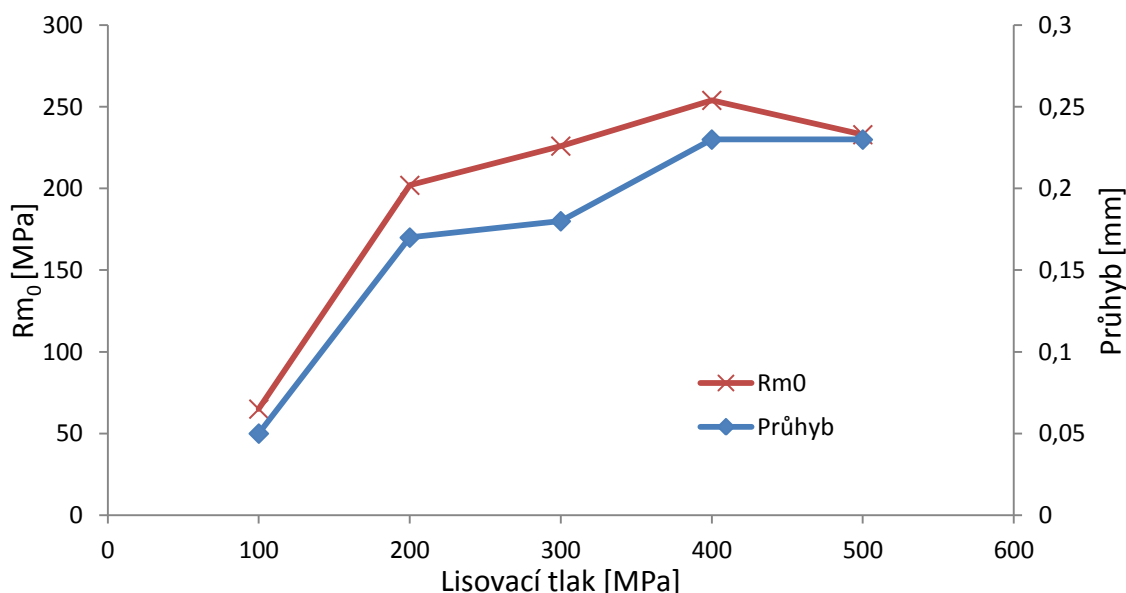
Obr. 5.1 Porovnání mikrotvrdomosti vzorků lisovaných při teplotě 300 a 400 °C

Na obr. 5.2 je porovnávána závislost meze pevnosti v ohybu s maximálním průhybem vzorků lisovaných při teplotě 300 °C a tlakem 100 až 500 MPa. Ze závislosti je patrné že s rostoucím lisovacím tlakem se zvyšuje mez pevnosti i maximální průhyb vzorku až do lisovacího tlaku 400 MPa. Dalším zvýšením lisovacího tlaku na 500 MPa se již hodnota meze pevnosti v ohybu nemění, zatímco hodnoty průhybu se snižují.



Obr. 5.2 Porovnání meze pevnosti v ohybu s maximálním průhybem, teplota lisování 300 °C

Na obr. 5.3 je porovnávána mez pevnosti v ohybu s maximálním průhybem vzorků lisovaných při teplotě 400 °C a tlakem 100 až 500 MPa. Stejně jako v případě vzorků lisovaných při teplotě 300 °C se hodnota meze pevnosti v ohybu a maximálního průhybu s rostoucím lisovacím tlakem zvyšuje až do maximální hodnoty při lisovacím tlaku 400 MPa. Při maximální hodnotě lisovacího tlaku, tj. 500 MPa, se mez pevnosti snižuje, zatímco maximální průhyb vzorku zůstává konstantní.



Z faktografického hodnocení lomových ploch po 3-bodovém ohybu je patrné, že zvýšením lisovacího tlaku dochází k větší plastické deformaci částic prášku a jeho zpevnění. To se projevuje také zvýšením podílu transkrystalického lomu. Při zvýšení teploty z 300 na 400 °C dochází u částic k výraznějšímu difuznímu spojení, snížení pórovitosti a tím zvýšení hodnot pevnosti v ohybu.

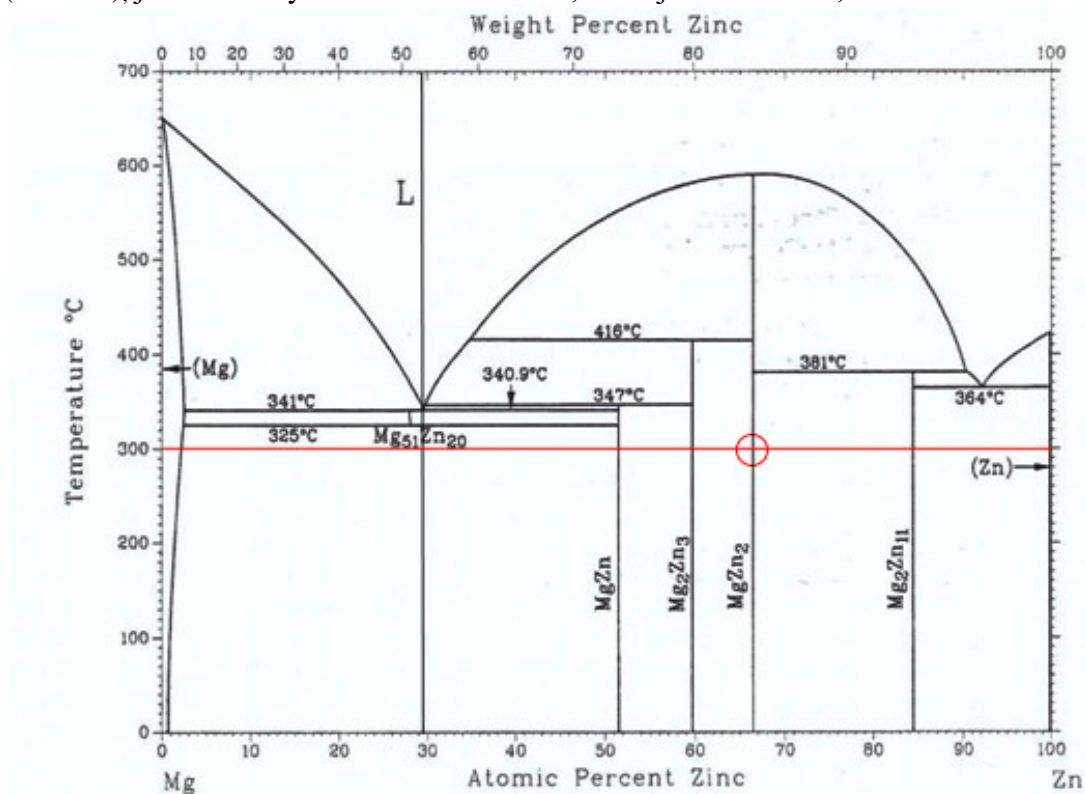
Experimentální materiál z čistého Zn

Plastická deformace částic Zn prášku při lisování za tepla je relativně nízká. Jako možný důvod se nabízí velká polydisperita Zn prášku, tvar částic a relativně malá velikost, protože malé sférické částice se obecně deformují hůře. Vzhledem k velké distribuci velikostí částic Zn lze předpokládat, že různě velké částice Zn při aplikaci tlaku dokonale vyplní prostor, čímž bylo dosaženo nízké hodnoty výsledné pórozity. Z výsledků dále vyplývá, že pórozita vzorků Zn je při stejných podmínkách lisování větší, než je tomu v případě Mg. To je způsobeno nižší plastickou deformací Zn prášku.

Z výsledků fraktografie vyplývá, že v případě Zn lisovaného při teplotě 300 °C a 500 MPa a vzorku lisovaného při teplotě 400 °C a tlaku 100 MPa nedošlo k plastické deformaci částic Zn a dostatečnému slinutí větších zrn, a proto dochází převážně k interkrystalickému lomu. Zvýšením lisovacího tlaku při teplotě 400 °C dochází k částečné plastické deformaci částic Zn, snížení pórozity a tím v důsledku zvýšení meze pevnosti v ohybu.

Experimentální vrstevnaté materiály

Ze studia mikrostruktury jednovrstevných materiálů je patrné, že po lisování se v případě vzorků s násypnou tloušťkou Zn 0,25 a 0,5 mm tato zmenšila přibližně o 40 %. V případě vzorků s násypnou tloušťkou Zn 1 a 2 mm asi o 50 %. Z metalografického hodnocení struktury je dále patrné, že na rozhraní Mg a Zn dochází ke vzniku nové fáze o tloušťce v rozmezí 10-20 μm a tvrdosti cca 320 HV 0,025. Z chemické analýzy složení metodou EDS a RTG analýzy bylo zjištěno, že se jedná o intermetalickou fázi MgZn_2 (obr. 5.3), jedná se tedy o tzv. Lavesovu fázi, která je velmi tvrdá, ale křehká.



Obr. 5.3 Diagram Mg-Zn s vyznačenou teplotou 300 °C a fází MgZn_2

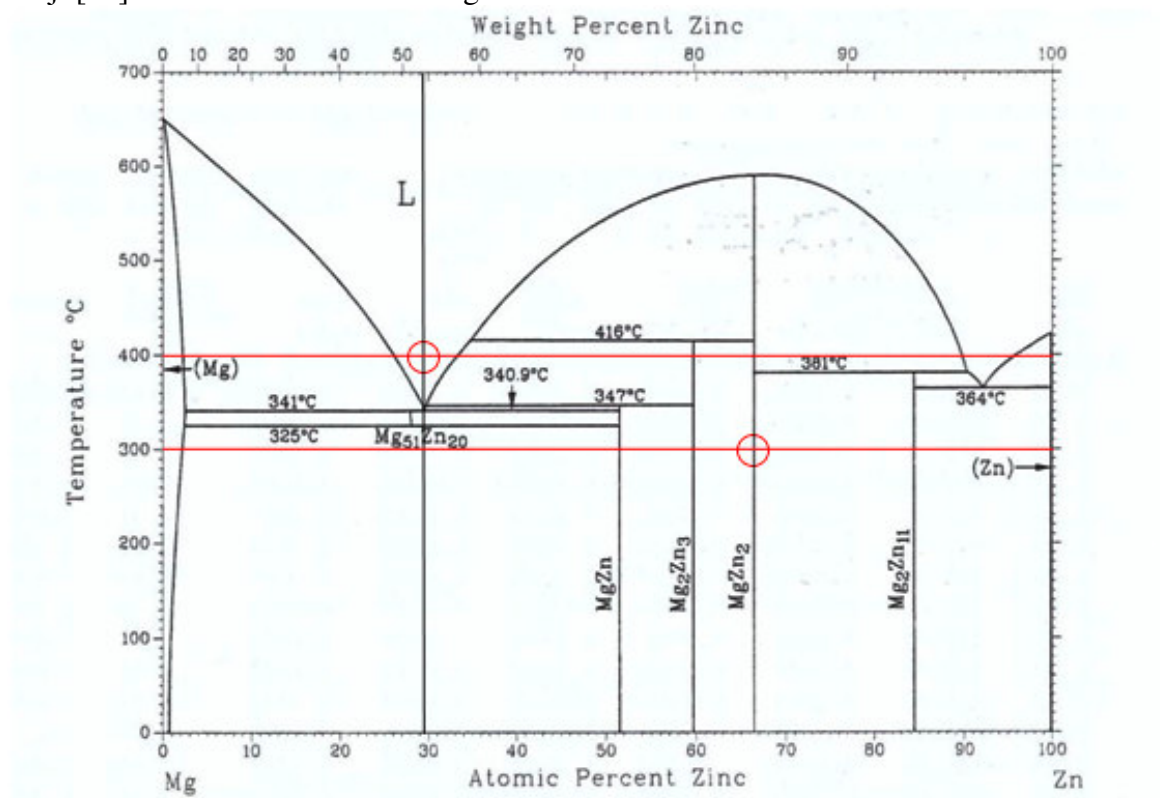
Vzhledem k hodnotám meze pevnosti čistého Mg lisovaného při teplotě 300 °C tlakem 500 MPa došlo u jednovrstevných materiálů ke zvýšení meze pevnosti o 10 až 20 MPa. Důvodem zvýšení pevnosti je pravděpodobně přítomnost vrstvy Zn, který má v porovnání s Mg připraveným za stejných lisovacích podmínek výrazně vyšší pevnost v ohybu. Z výsledků 3-bodového ohybu připravených jednovrstevných materiálů vyplývá, že tloušťka vrstvy Zn nemá na výslednou mez pevnosti vliv. Lze předpokládat, že vyloučení křehké Lavesovy fáze na fázovém rozhraní Mg-Zn negativně ovlivňuje vlastnosti vícevrstevných materiálů. Negativní vliv přítomnosti MgZn_2 byl prokázán u těchto vícevrstevných materiálů. U vzorku s 2mm vrstvami Mg, který má celkem tři vrstvy Zn a tedy šest fázových rozhraní byla mez pevnosti v ohybu o téměř 20 % vyšší než v případě vzorku s 1mm vrstvami Mg, který měl vrstev čtyři vrstvy Zn a tedy osm fázových rozhraní, kde vzniká fáze MgZn_2 .

Experimentální materiály z práškových směsí

Práškové směsi byly připravovány při teplotě 300 a 400 °C lisovacím tlakem 500 MPa. Stejně jako u vrstevnatých materiálů lisovaných při teplotě 300 °C a tlaku

500 MPa došlo také v případě práškové směsi lisované při teplotě 300 °C ke vzniku Lavesovy fáze v oblastech výskytu původních částic Zn. V závislosti na velikosti Zn částic došlo k vytvoření buď čistě MgZn_2 nebo vrstvy MgZn_2 , která obklopovala částici Zn. Také v tomto případě byla tloušťka vrstvy MgZn_2 v rozmezí od 10 do 20 μm .

Při teplotě 400 °C vlivem difuze došlo k vytvoření kapalně eutektického složení a po ochlazení došlo k vyloučení fáze $\text{Mg}_{51}\text{Zn}_{20}$ (viz. obr. 5.4). V souladu s literárními údaji [39] dochází k difuzi Zn do Mg.



Obr. 5.4 Diagram Mg-Zn s vyznačenými oblastmi vzniku fází při teplotě lisování 300 a 400 °C

V případě práškových směsí došlo k výraznému zvýšení tvrdosti u obou vzorků. V případě vzorku lisovaného při teplotě 300 °C se zvýšila tvrdost v porovnání s čistým Mg o 27 HV 0,025 a v případě směsi lisované při teplotě 400 °C o 20 HV 0,025. To je patrně způsobeno vznikem tuhého roztoku Zn v Mg.

Z výsledků 3-bodového ohybu vyplývá, že ve srovnání s čistým Mg lisovaným za stejných podmínek nedošlo k výrazné změně hodnot pevnosti v ohybu. Částice MgZn_2 tedy u vzorku připraveného při teplotě lisování 300 °C nemají z hlediska mechanických charakteristik žádný pozitivní vliv. U vzorku lisovaného při teplotě 400 °C zřejmě fáze $\text{Mg}_{51}\text{Zn}_{20}$, vyloučená na hranici částic Mg, usnadňuje interkrystalický lom, čemuž by také odpovídaly výsledky fraktografie.

6 ZÁVĚRY

Experimentální materiál z čistého Mg

- Při lisování práškového Mg dochází k zhutnění struktury již při lisovacím tlaku 200 MPa a dalším zvyšováním tlaku ani teploty se již výrazně nezvyšuje. Minimální porozity je dosaženo již při lisovacím tlaku 200 MPa a teplotě 300 °C a tato hodnota je menší než 0,5 %.
- Mikrotvrдость Mg se zvyšuje s rostoucí hodnotou lisovacího tlaku, teplota lisování nemá na tuto hodnotu vliv. Maximální hodnota mikrotvrđosti cca 68 HV 0,025 byla dosažena při teplotě 400 °C a tlaku 500 MPa. Pevnost v ohybu se zvyšuje s lisovacím tlakem a teplotou lisování. Největší hodnoty meze pevnosti v ohybu 254 MPa a průhybu vzorku 0,23 mm bylo dosaženo při teplotě 400 °C a tlaku 400 MPa. S rostoucím lisovacím tlakem a teplotou se zvyšuje podíl transkrystalického lomu, deformace zrn a míra slinutí částic.

Experimentální materiál z čistého Zn

- Při teplotě lisování 300 °C a tlaku 400 MPa dochází ve struktuře ke vzniku trhlin. U vzorku lisovaného tlakem 500 MPa se již defekty ve struktuře neobjevují. Při teplotě lisování 400 °C dochází ke zhutnění struktury bez defektů a slinování menších částic. Se zvyšujícím se tlakem dochází k mírné deformaci větších částic Zn a snižování porozity až pod hodnotu 0,5 %.
- Největší hodnota mikrotvrđosti cca 53 HV 0,025 byla naměřena u vzorku lisovaného při teplotě 300 °C a tlaku 400 MPa. Se zvyšujícím se lisovacím tlakem roste mez pevnosti v ohybu a maximální průhyb vzorků. Největší hodnoty meze pevnosti v ohybu cca 320 MPa byly stanoveny u vzorku lisovaného při teplotě 400 °C tlakem 400 MPa. U vzorků lisovaných při teplotě 400 °C při lisovacím tlaku vyšším než 100 MPa k tvárnému lomu v části deformované v tlaku, což se projevuje také na průběhu ohybové křivky. S rostoucím lisovacím tlakem se zvyšuje podíl transkrystalického lomu, snižuje se pórozita a zvětšuje deformace částic. Celková plastická deformace částic Zn je výrazně nižší než u částic Mg lisovaného za stejných podmínek.

Experimentální vrstevné materiály Mg-Zn

- Mikrostruktura Zn a Mg u vrstevných kompozitů odpovídá mikrostruktuře čistých materiálů. Na fázovém rozhraní dochází ke vzniku intermetalické fáze $MgZn_2$ o tloušťce v rozmezí od 10 do 20 μm .
- Mikrotvrđost vzniklé intermetalické vrstvy se pohybuje kolem 320 HV 0,025. Největší hodnoty meze pevnosti v ohybu 218 MPa bylo u jednovrstevných materiálů dosaženo u vzorku s tloušťkou Zn vrstva 1 mm. Hodnoty meze pevnosti byly u ostatních jednovrstevných materiálů velmi podobné a tloušťka Zn vrstvy tedy nemá na pevnost vliv. U vícevrstevných materiálů bylo dosaženo nejvyšší hodnoty meze pevnosti 266 MPa u vzorku s 2mm vrstvami Mg. Lomová plocha vrstevnatých materiálů byla podobná jako u čistých kovů lisovaných za stejných podmínek, fáze $MgZn_2$ se láme štěpným transkrystalickým lomem.

Experimentální materiály z práškových směsí

- Rozložení Zn v práškových směsích bylo v obou případech homogenní. U práškové směsi lisované při teplotě 300 °C došlo ke vzniku Lavesovy fáze MgZn_2 fáze v oblastech výskytu původních částic Zn, v případě větších částic Zn došlo k vytvoření obálky MgZn_2 na fázovém rozhraní Zn a Mg. Mikrotvrдость připraveného materiálu byla cca 94 HV 0,025, mez pevnosti v ohybu dosáhla hodnoty 205 MPa a průhyb byl 0,15 mm. Lomová plocha je tvořena částečně interkrystalickým a částečně transkrystalickým lomem některých částic Mg a fáze MgZn_2 i částice Zn se lámou transkrystalickým štěpným lomem.
- U vzorku lisovaného při 400 °C byl průběh vzniku mikrostruktury naprosto odlišný, došlo ke vzniku kapalné fáze a následné difuzi prvků na rozhraní pevné a kapalné fáze. Při chlazení vzorku došlo k vyloučení intermetalické fáze $\text{Mg}_{51}\text{Zn}_{20}$ z kapalné fáze eutektického složení na hranicích částic Mg. Hodnota mikrotvrlosti připraveného materiálu byla cca 87 HV 0,025, meze pevnosti v ohybu 196 MPa a průhyb byl 0,14 mm. Lomová plocha vzorku lisovaného při teplotě 400 °C je tvořena zejména interkrystalickým štěpným podél fáze $\text{Mg}_{51}\text{Zn}_{20}$ vyloučené na hranicích částic Mg.

7 SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] CHAE, Hong Jun, Young Do KIM a Taek-Soo KIM. *Microstructure and mechanical properties of rapidly solidified Mg alloy powders compacted by magnetic pulsed compaction (MPC) method*. Journal of Alloys and Compounds [online]. 2011, **509**, S250-S253 [cit. 2016-02-03]. DOI: 10.1016/j.jallcom.2011.01.163. ISSN 09258388.
- [2] UPADHYAYA, G. *Powder metallurgy technology*. Cambridge: Cambridge International Science Publishing, 2002, 160 p.
- [3] KALPAKJIAN, Serope. *Manufacturing engineering and technology*. 5th ed. Upper Saddle River, NJ: Pearson/Prentice Hall, c2006. ISBN 0131489658.
- [4] PULEO, David A.; HUH, Winston W. Acute toxicity of metal ions in cultures of osteogenic cells derived from bone marrow stromal cells. *Journal of Applied Biomaterials*, 1995, 6.2: 109-116.
- [5] JACOBS, Joshua J.; GILBERT, Jeremy L.; URBAN, Robert M. Current Concepts Review-Corrosion of Metal Orthopaedic Implants. *The Journal of Bone & Joint Surgery*, 1998, 80.2: 268-82.
- [6] LHOTKA, Christian, et al. Four-year study of cobalt and chromium blood levels in patients managed with two different metal-on-metal total hip replacements. *Journal of Orthopaedic Research*, 2003, 21.2: 189-195.
- [7] JACOBS, Joshua J., et al. Metal Release in Patients Who Have Had a Primary Total Hip Arthroplasty. A Prospective, Controlled, Longitudinal Study*. *The Journal of Bone & Joint Surgery*, 1998, 80.10: 1447-58.
- [8] JACOBS, Joshua J., et al. Metal degradation products: a cause for concern in metal-metal bearings?. *Clinical orthopaedics and related research*, 2003, 417: 139-147.
- [9] NAGELS, Jochem; STOKDIJK, Mariëlle; ROZING, Piet M. Stress shielding and bone resorption in shoulder arthroplasty. *Journal of Shoulder and Elbow Surgery*, 2003, 12.1: 35-39.
- [10] PARK, Joon B.; KIM, Young Kon. *Metallic biomaterials*. Balance, 1995.
- [11] STAIGER, Mark P., Alexis M. PIETAK, Jerawala HUADMAI a George DIAS. Magnesium and its alloys as orthopedic biomaterials: A review. *Biomaterials* [online]. 2006, 27(9): 1728-1734 [cit. 2015-08-13]. DOI: 10.1016/j.biomaterials.2005.10.003.
- [12] MÜLLER, P. *Biodegradabilní kostní implantáty na bázi železa*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2014. 86 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Marie Sedlářiková, CSc..
- [13] DE GARMO, Ernest P.; BLACK, J. Temple; KOHSER, Ronald A. *DeGarmo's materials and processes in manufacturing*. John Wiley & Sons, 2011.
- [14] GIBSON, Lorna J.; ASHBY, Michael F. *Cellular solids: structure and properties*. Cambridge university press, 1997.
- [15] CHOI, Je-Won, et al. Reinforcement of hydroxyapatite bioceramic by addition of Ni₃Al and Al₂O₃. *Journal of the American Ceramic Society*, 1998, 81.7: 1743-1748.

- [16] THAMARAISELVI, T.; RAJESWARI, S. Biological evaluation of bioceramic materials – a review. *Carbon*, 2004, 24.31: 172.
- [17] LEWIS III, J. L. Water, electrolyte, mineral, and acid-base metabolism. *The Merck manual of diagnosis and therapy*. Whitehouse Station, NJ: Merck Research Laboratories, 1999, 120-64.
- [18] SARIS, Nils-Erik L., et al. Magnesium: an update on physiological, clinical and analytical aspects. *Clinica chimica acta*, 2000, 294.1: 1-26.
- [19] OKUMA, Toshitada. Magnesium and bone strength. *Nutrition* [online]. 2001, **17**(7-8): 679-680 [cit. 2015-08-13]. DOI: 10.1016/s0899-9007(01)00551-2.
- [20] VORMANN, Jürgen. Magnesium: nutrition and metabolism. *Molecular aspects of medicine*, 2003, 24.1: 27-37.
- [21] WOLF, Federica I.; CITTADINI, Achille. Chemistry and biochemistry of magnesium. *Molecular aspects of medicine*, 2003, 24.1: 3-9.
- [22] HARTWIG, Andrea. Role of magnesium in genomic stability. *Mutation Research/Fundamental and Molecular Mechanisms of Mutagenesis*, 2001, 475.1: 113-121.
- [23] BEDDOES, Jonathan a M BIBBY. *Principles of metal manufacturing processes*. London: Arnold, 1999, ix, 336 p. ISBN 0340731621.
- [24] HLUCHÝ, Miroslav, Rudolf PAŇÁK a Jan KOLOUCH. *Strojírenská technologie 2*. 1. vyd., dot. Praha: Scientia, 1999, 316 s. ISBN 80-7183-117-4..
- [25] GERMAN, Randall M. *Powder metallurgy science*. 2nd ed. Princeton, N.J.: Metal Powder Industries Federation, c1994, 472 p. ISBN 1878954423.
- [26] WEN, Yu a Dehong XIA. Influence of thermal process on particle size distribution of ultrafine magnesium powder prepared by inert gas condensation method. *Powder Technology* [online]. 2015, 286, 16-21 [cit. 2016-03-04]. DOI: 10.1016/j.powtec.2015.08.001. ISSN 00325910.
- [27] KIT: *Karlsruhe Institute of Technology* [online]. Germany: Karlsruhe Institute of Technology, 2015 [cit. 2016-03-04]. Dostupné z: <http://www.kit.edu>
- [28] XIA, Dehong, Yu WEN, Ling REN a Xiao HU. Mechanisms of thermal process of zinc ultrafine powder preparation by inert gas condensation. *Powder Technology* [online]. 2014, 257, 175-180 [cit. 2016-03-04]. DOI: 10.1016/j.powtec.2014.02.060. ISSN 00325910.
- [29] PAMU, Sri Harsha. Inert Gas Condensation Method. In: *.SH* [online]. USA [cit. 2016-03-04].
- [30] P. C. ANGELO, P. C.R. *Powder metallurgy: science, technology and applications*. 2. print. New Delhi: Prentice-Hall of India, 2008. ISBN 9788120332812.
- [31] SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science* [online]. 2001, **46**(1-2), 1-184 [cit. 2016-03-15]. DOI: 10.1016/S0079-6425(99)00010-9. ISSN 00796425.

- [32] DRÁPALA, Jaromír. *Hořčík, jeho slitiny a binární systémy hořčík - příměs: Magnesium, its alloys and Mg - admixture binary systems*. 1. vyd. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2004. ISBN 80-248-0579-0.
- [33] LI, Xiaohui. *Enhancend Ductility of Mg Alloys Containing Rare Earth Elements*. Německo, 2013. Dizertační práce. RWTH Aachen University.
- [34] PRASAD, Y a S SASIDHARA. *Hot working guide: a compendium of processing maps*. Materials Park, OH: ASM International, c1997. ISBN 0871705982.
- [35] PARISOT, R., S. FOREST, A.-F. GOURGUES, A. PINEAU a D. MAREUSE. Modeling the mechanical behavior of a multicrystalline zinc coating on a hot-dip galvanized steel sheet. *Computational Materials Science*[online]. 2000, **19**(1-4), 189-204 [cit. 2016-04-18]. DOI: 10.1016/S0927-0256(00)00155-5. ISSN 09270256.
- [36] PORTER, Frank. *Zinc handbook: properties, processing, and use in design*. New York: M. Dekker, c1991. Mechanical engineering (Marcel Dekker, Inc.), 73. ISBN 0824783409.
- [37] AVEDESIAN, M a Hugh BAKER. *Magnesium and magnesium alloys*. Materials Park, OH: ASM International, 1999. ISBN 0871706571.
- [38] ZHANG, Shaoxiang, Xiaonong ZHANG, Changli ZHAO, et al. Research on an Mg–Zn alloy as a degradable biomaterial. *Acta Biomaterialia*[online]. 2010, **6**(2), 626-640 [cit. 2016-02-18]. DOI: 10.1016/j.actbio.2009.06.028. ISSN 17427061.
- [39] DAS, Sazol K., Young-Min KIM, Tae Kwon HA a In-Ho JUNG. Investigation of anisotropic diffusion behavior of Zn in hcp Mg and interdiffusion coefficients of intermediate phases in the Mg–Zn system. *Calphad* [online]. 2013, 42, 51-58 [cit. 2016-05-02]. DOI: 10.1016/j.calphad.2013.07.002. ISSN 03645916.
- [40] COMBRONDE, J. a G. BREBEC. Anisotropie d'autodiffusion du magnesium. *Acta Metallurgica* [online]. 1971, 19(12), 1393-1399 [cit. 2016-05-02]. DOI: 10.1016/0001-6160(71)90077-0. ISSN 00016160.
- [41] BRUBAKER, Carl O. a Zi-Kui LIU. A computational thermodynamic model of the Ca–Mg–Zn system. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2004, 370(1-2), 114-122 [cit. 2016-05-02]. DOI: 10.1016/j.jallcom.2003.08.097. ISSN 09258388.
- [42] *ASM handbook*. 10th editon. Materials Park, Ohio: ASM International, 2015, vol. 3. ISBN 161503827223.
- [43] FRIAUF, James B. *The crystal structure of MgZn₂*. California Institute of Technology, 1926. Dostupné také z: <http://resolver.caltech.edu/CaltechETD:etd-11112004-102634>. Dizertační práce.
- [44] *Encyklopedie CoJeCo* [online]. Brno: Optimus, 2006 [cit. 2016-02-17]. Dostupné z: <http://www.cojeco.cz>
- [45] (SAM)FROES, F.H., C. SURYANARAYANA, K. RUSSELL a C.-G. LI. Synthesis of intermetallics by mechanical alloying. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 1995, **192-193**, 612-623 [cit. 2016-03-16]. DOI: 10.1016/0921-5093(94)03285-8. ISSN 09215093.
- [46] SALLEH, Emee Marina, Hussain ZUHAILAWATI, Sivakumar RAMAKRISHNAN a Mohamed Abdel-Hady GEPREEL. *A statistical prediction of density and hardness*

- of biodegradable mechanically alloyed Mg–Zn alloy using fractional factorial design. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2015, 644, 476-484 [cit. 2016-02-24]. DOI: 10.1016/j.jallcom.2015.04.090. ISSN 09258388.
- [47] AZIMI, Amin, Ali SHOKUHFAR a Ashkan ZOLRIASATEIN. Nanostructured Al–Zn–Mg–Cu–Zr alloy prepared by mechanical alloying followed by hot pressing. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2014, **595**, 124-130 [cit. 2016-03-16]. DOI: 10.1016/j.msea.2013.11.094. ISSN 09215093.
- [48] NAG, S, R BANERJEE a H FRASER. A novel combinatorial approach for understanding microstructural evolution and its relationship to mechanical properties in metallic biomaterials☆. *Acta Biomaterialia* [online]. 2007, **3**(3), 369-376 [cit. 2016-03-16]. DOI: 10.1016/j.actbio.2006.08.005. ISSN 17427061. Dostupné z: <http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1742706106001085>
- [49] RASHAD, Muhammad, Fusheng PAN a Muhammad ASIF. Room temperature mechanical properties of Mg–Cu–Al alloys synthesized using powder metallurgy method. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2015, **644**, 129-136 [cit. 2016-03-16]. DOI: 10.1016/j.msea.2015.07.061. ISSN 09215093.
- [50] KHOEI, A. R., Z. MOLAEINIA a Sh. KESHAVARZ. Modeling of hot isostatic pressing of metal powder with temperature–dependent cap plasticity model. *International Journal of Material Forming* [online]. 2013, **6**(3), 363-376 [cit. 2016-03-14]. DOI: 10.1007/s12289-012-1091-x. ISSN 1960-6206.
- [51] DESCAMPS, Michel, Laurent BOILET, Gérard MOREAU, Arnaud TRICOTEAUX, Jianxi LU, Anne LERICHE, Véronique LARDOT a Francis CAMBIER. Processing and properties of biphasic calcium phosphates bioceramics obtained by pressureless sintering and hot isostatic pressing. *Journal of the European Ceramic Society* [online]. 2013, **33**(7), 1263-1270 [cit. 2016-02-29]. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2012.12.020. ISSN 09552219.
- [52] HALL, Bradley Devin. Powder Processing, Powder Characterization, and Mechanical Properties of LAST (lead-antimony-silver-tellurium) and LASTT (lead-antimony-silver-tellurium-tin) Thermoelectric Materials. USA, 2008. Diplomová práce. Michigan State University.
- [53] ZHAO, Y.F., J.J. SI, J.G. SONG a X.D. HUI. High strength Mg–Zn–Ca alloys prepared by atomization and hot pressing process. *Materials Letters* [online]. 2014, **118**, 55-58 [cit. 2016-03-10]. DOI: 10.1016/j.matlet.2013.12.053. ISSN 0167577x.
- [54] IWAOKA, Taku a Mitsuru NAKAMURA. Effect of Compaction Temperature on Sinterability of Magnesium and Aluminum Powder Mixtures by Warm Compaction Method. *MATERIALS TRANSACTIONS* [online]. 2011, **52**(5), 943-947 [cit. 2016-03-22]. DOI: 10.2320/matertrans.L-MZ201129. ISSN 1347-5320.
- [55] BAUSER, M, G SAUER a Klaus SIEGERT. *Extrusion*. 2nd ed. Materials Park, OH: ASM International, c2006. ISBN 9780871708373.
- [56] KALPAKJIAN, Serope. *Manufacturing engineering and technology*. 6th ed. New York: Prentice Hall, c2010. ISBN 0136081681.

- [57] NIE, Jian-Feng. Precipitation and Hardening in Magnesium Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A* [online]. 2012, **43**(11), 3891-3939 [cit. 2016-03-23]. DOI: 10.1007/s11661-012-1217-2. ISSN 1073-5623.
- [58] ZHOU, Tao, Mingbo YANG, Zhiming ZHOU, Jianjun HU a Zhenhua CHEN. Microstructure and mechanical properties of rapidly solidified/powder metallurgy Mg-6Zn and Mg-6Zn-5Ca at room and elevated temperatures. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2013, **560**, 161-166 [cit. 2016-03-23]. DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.01.066. ISSN 09258388.
- [59] ZRNÍK, Jozef. *Evropská strategie výrobních procesů*. Vyd. 1. Ostrava: Repronis, 2007. ISBN 978-80-7329-153-2.
- [60] YU, Hui, Sung Hyuk PARK a Bong Sun YOU. Development of extraordinary high-strength Mg-8Al-0.5Zn alloy via a low temperature and slow speed extrusion. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2014, **610**, 445-449 [cit. 2016-04-07]. DOI: 10.1016/j.msea.2014.05.058. ISSN 09215093.
- [61] FENG, Jie, Hongfei SUN, Xuewen LI, Jing ZHANG, Wa FANG a Wenbin FANG. Microstructures and mechanical properties of the ultrafine-grained Mg-3Al-Zn alloys fabricated by powder metallurgy. *Advanced Powder Technology* [online]. 2016, **27**(2), 550-556 [cit. 2016-04-07]. DOI: 10.1016/j.appt.2016.02.008. ISSN 09218831.
- [62] *Zkouška tvrdosti podle Vickerse - ČSN EN ISO 6507-1*. Nahrazení předchozích norem. Praha: Český normalizační institut, 2006.
- [63] *Kovové materiály - Zkouška ohybem - ČSN EN ISO 7438* Nahrazení předchozích norem. Praha: Český normalizační institut, 2005.

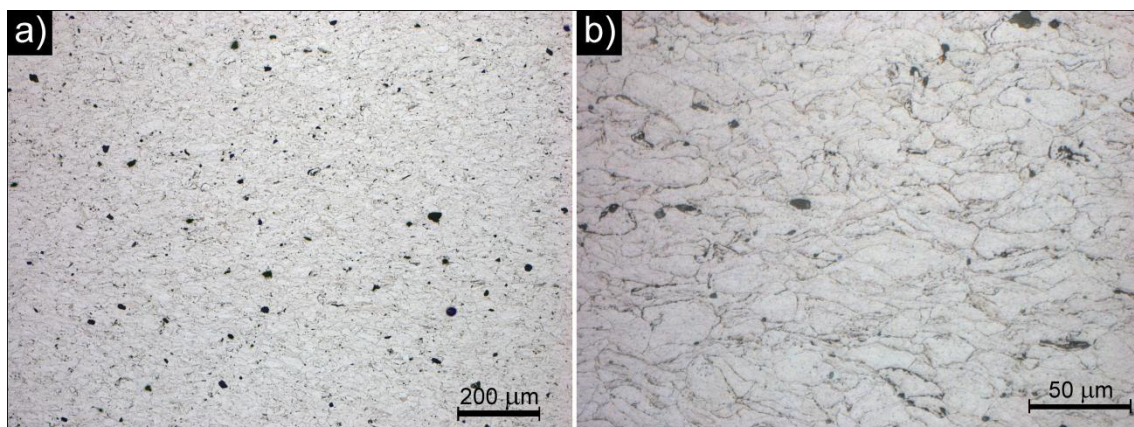
8 SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

UHV	ultra high vakuum
MPIF	Metal Powder Industries Federation
ASTM	American Society for Testing and Materials
D_0	stupeň zhutnění
ρ_a	zdánlivá hustota [$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$]
ρ_s	hustota zcela zpevněného kovu [$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$]
ρ_t	hustota materiálu po setřepání [$\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$]
HCP	hexagonal close packing
FCC	face centered cubic
SEM	skenovací elektronový mikroskop
EDS	energieově disperzní analýza
SE	sekundární elektrony
BSD	zpětně odražené elektrony
Rm_0	mez pevnosti v ohybu [MPa]
y	průhyb vzorku [mm]
d	průměr výlisku [mm]
D	vnitřní průměr formy [mm]
XRD	rentgenová prášková difrakce
TEM	transmisní elektronová mikroskopie

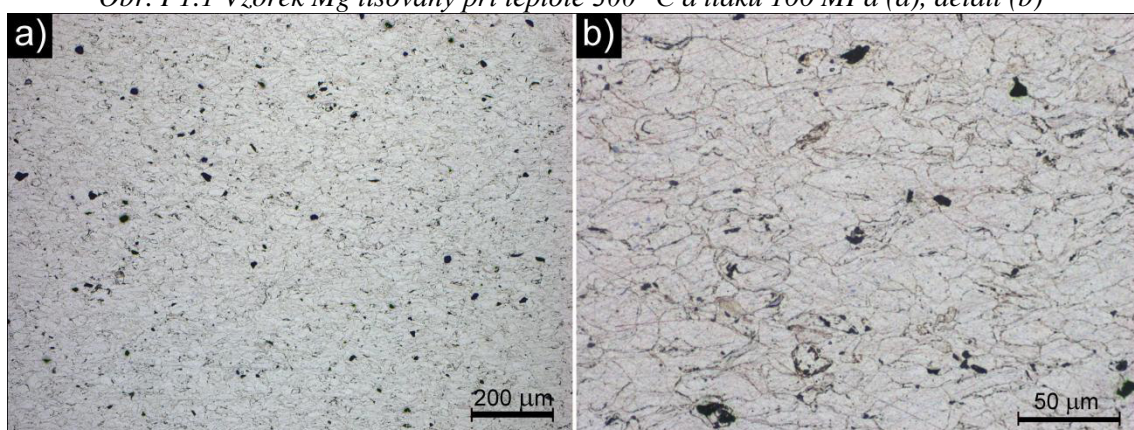
9 SEZNAM PŘÍLOH

Příloha 1	Mikrostruktura experimentálního materiálu na bázi Mg	1
Příloha 2	Mikrostruktura experimentálního materiálu na bázi Mg	6
Příloha 3	Mikrostruktura vrstevných experimentálních materiálu	10

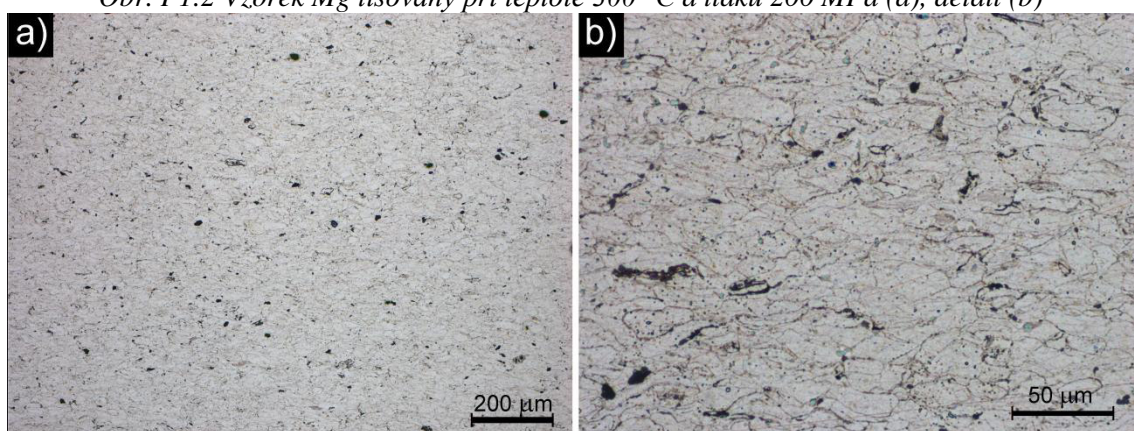
Příloha 1
Mikrostruktura experimentálního materiálu na bázi Mg



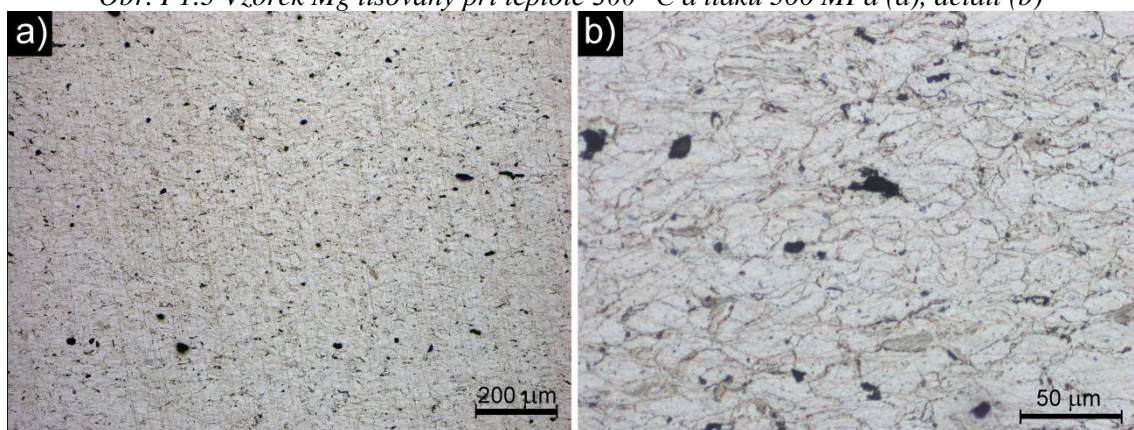
Obr. P1.1 Vzorek Mg lisovaný při teplotě 300 °C a tlaku 100 MPa (a), detail (b)



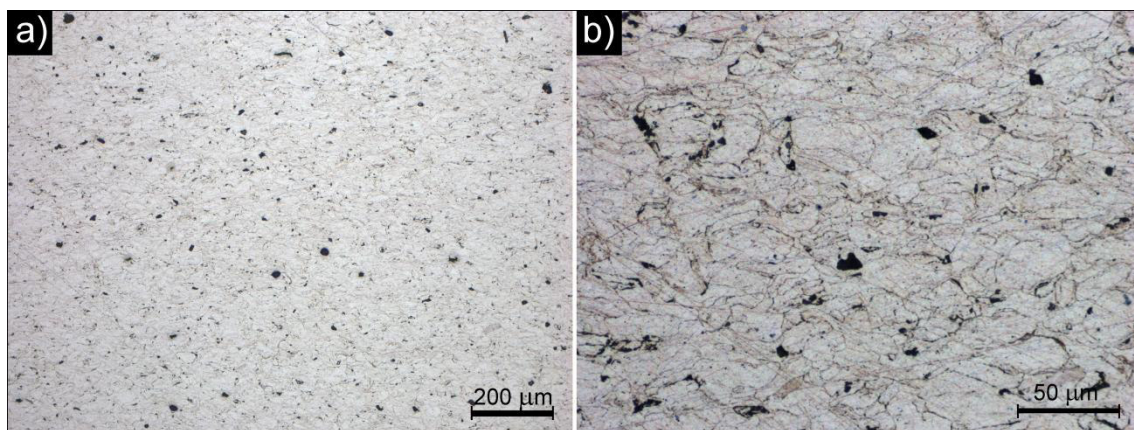
Obr. P1.2 Vzorek Mg lisovaný při teplotě 300 °C a tlaku 200 MPa (a), detail (b)



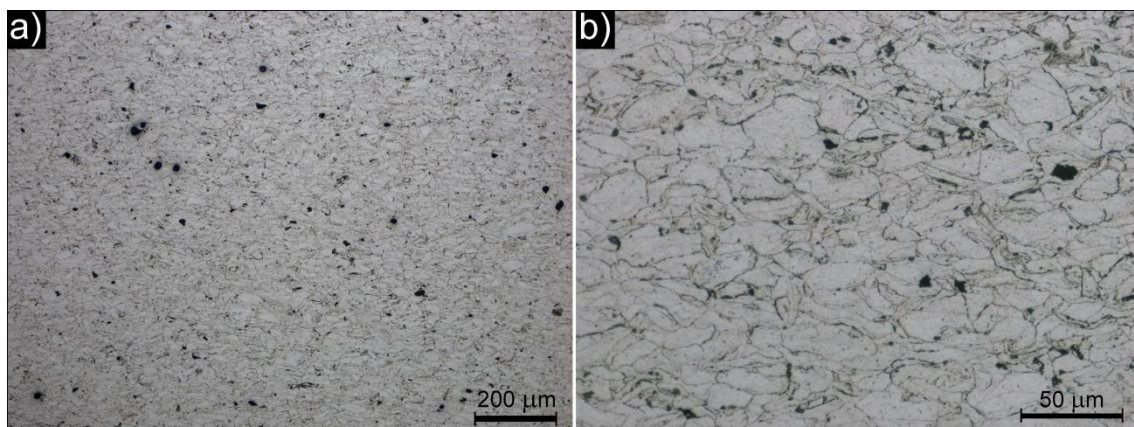
Obr. P1.3 Vzorek Mg lisovaný při teplotě 300 °C a tlaku 300 MPa (a), detail (b)



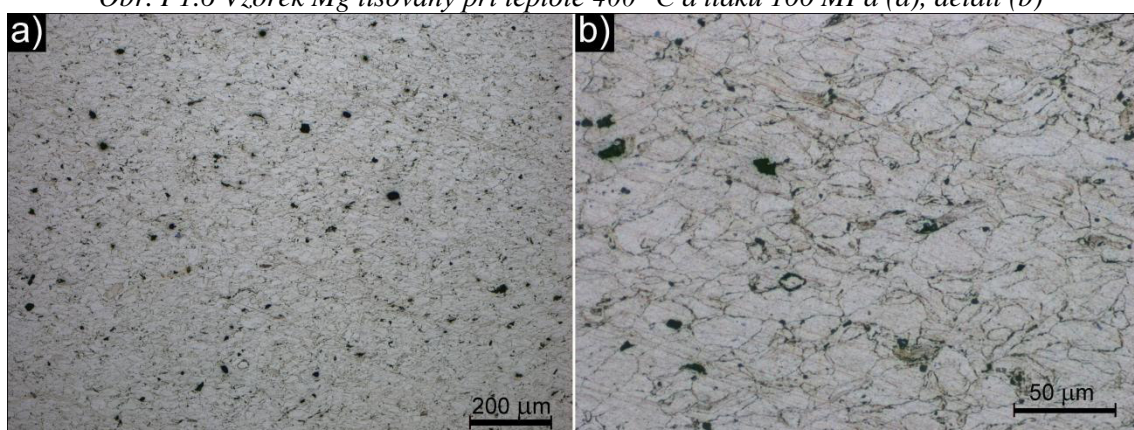
Obr. P1.4 Vzorek Mg lisovaný při teplotě 300 °C a tlaku 400 MPa (a), detail (b)



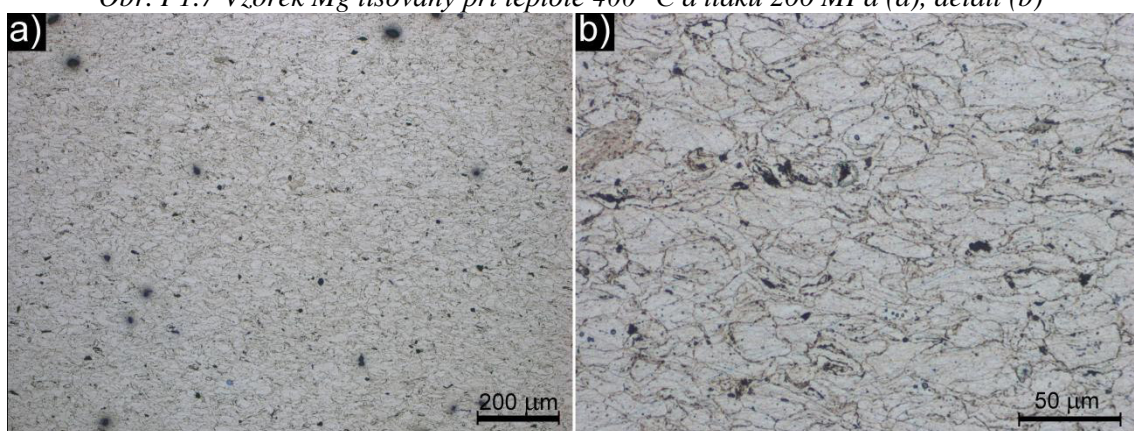
Obr. P1.5 Vzorek Mg lisovaný při teplotě a tlaku 500 MPa 300 °C (a), detail (b)



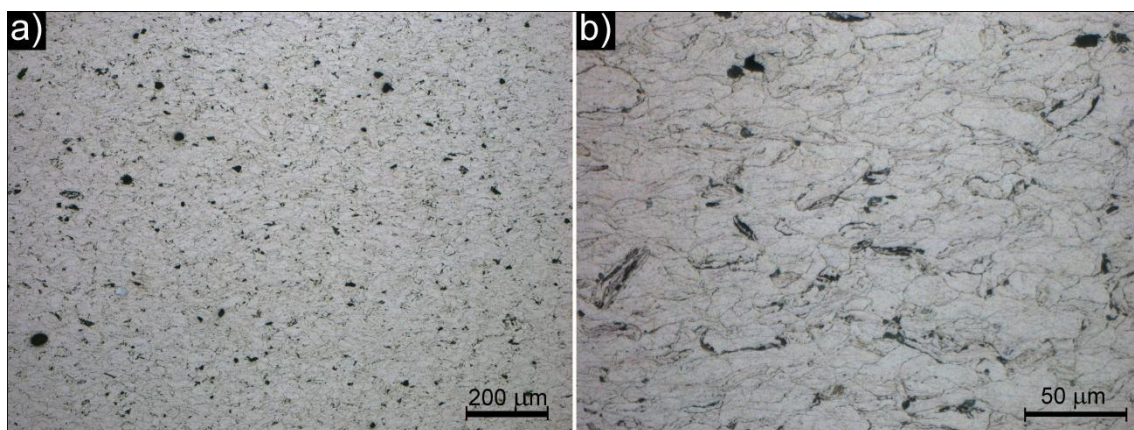
Obr. P1.6 Vzorek Mg lisovaný při teplotě 400 °C a tlaku 100 MPa (a), detail (b)



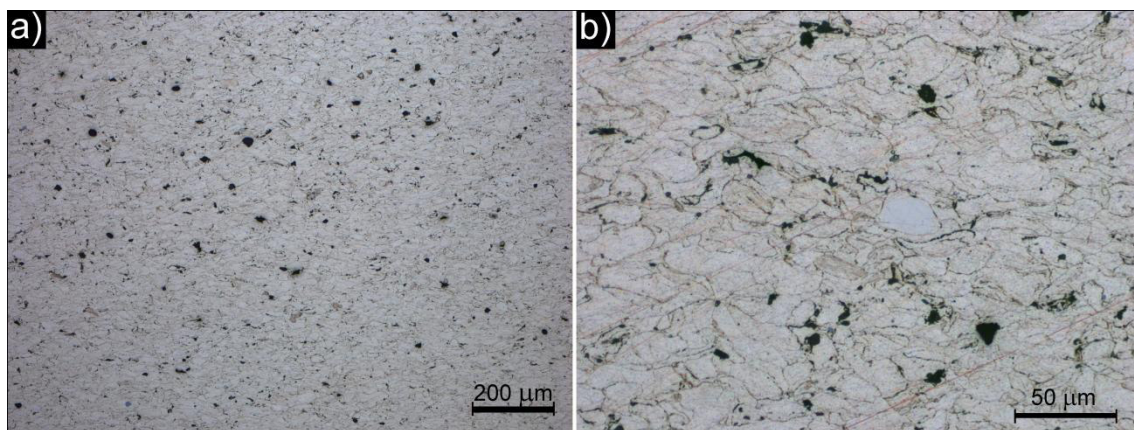
Obr. P1.7 Vzorek Mg lisovaný při teplotě 400 °C a tlaku 200 MPa (a), detail (b)



Obr. P1.8 Vzorek Mg lisovaný při teplotě 400 °C a tlaku 300 MPa (a), detail (b)

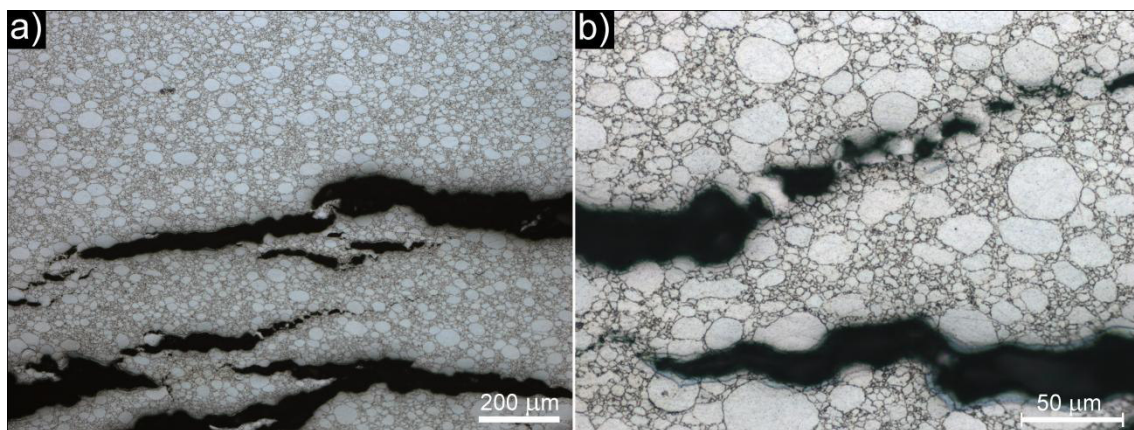


Obr. P1.9 Vzorek Mg lisovaný při teplotě 400 °C a tlaku 400 MPa (a), detail (b)

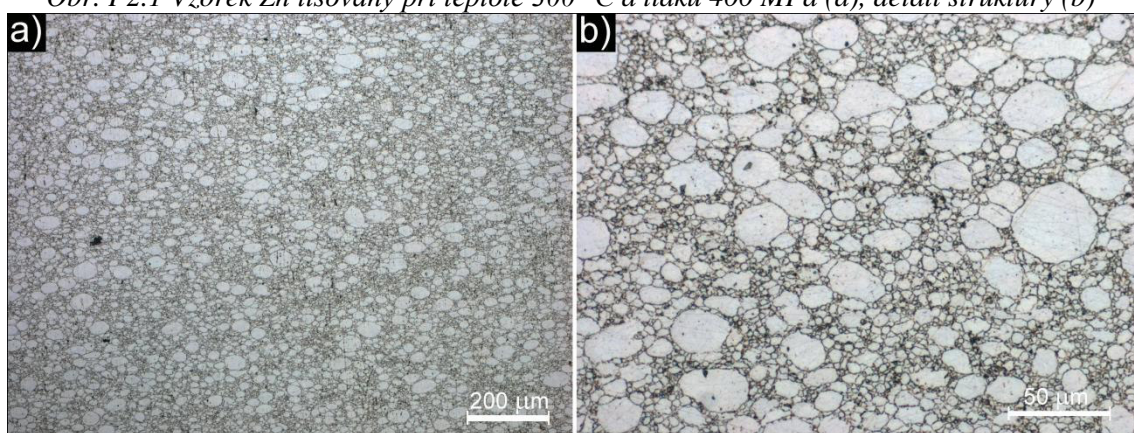


Obr. P1.10 Vzorek Mg lisovaný při teplotě 400 °C a tlaku 500 MPa (a), detail (b)

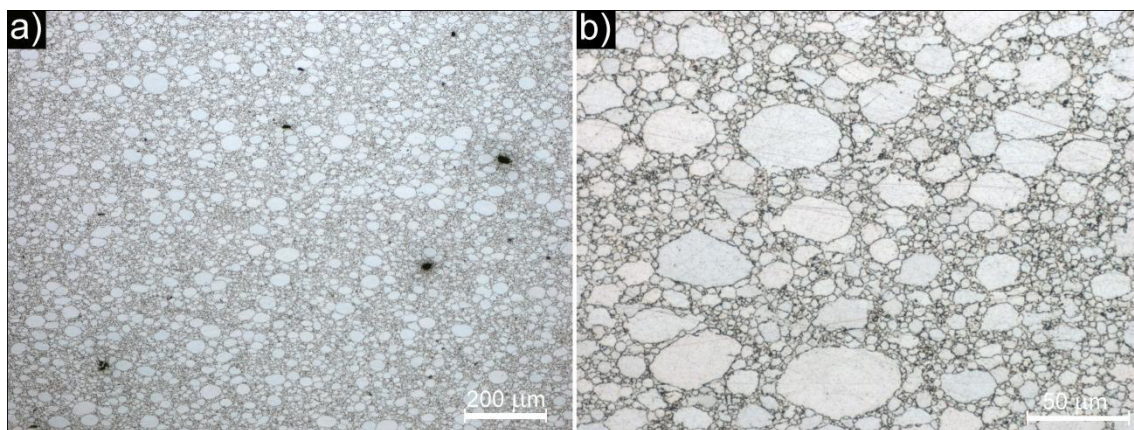
Příloha 2
Mikrostruktura experimentálního materiálu na bázi Zn



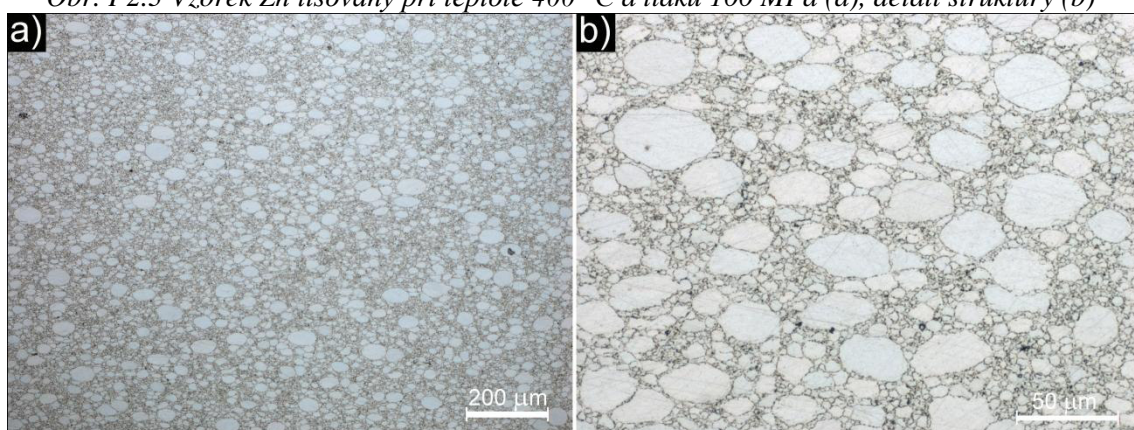
Obr. P2.1 Vzorek Zn lisovaný při teplotě 300 °C a tlaku 400 MPa (a), detail struktury (b)



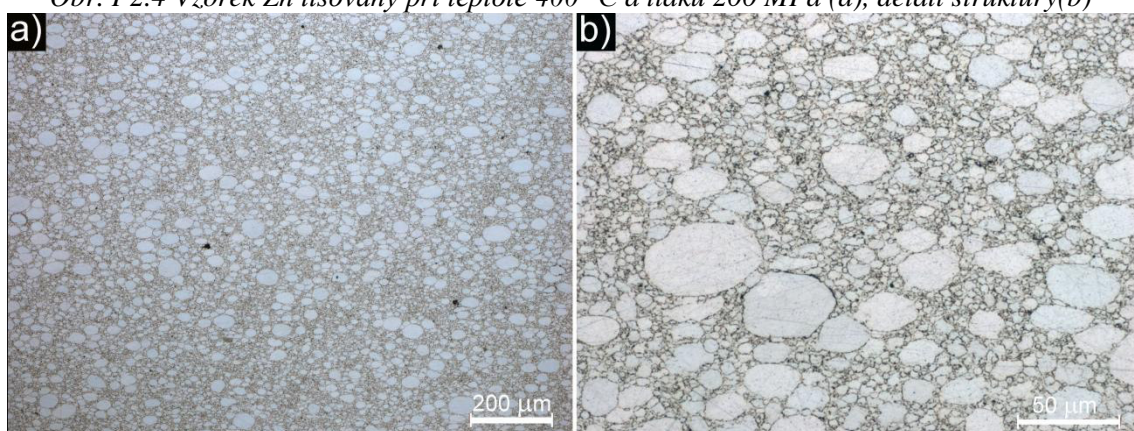
Obr. P2.2 Vzorek Zn lisovaný při teplotě 300 °C a tlaku 500 MPa (a), detail struktury (b)



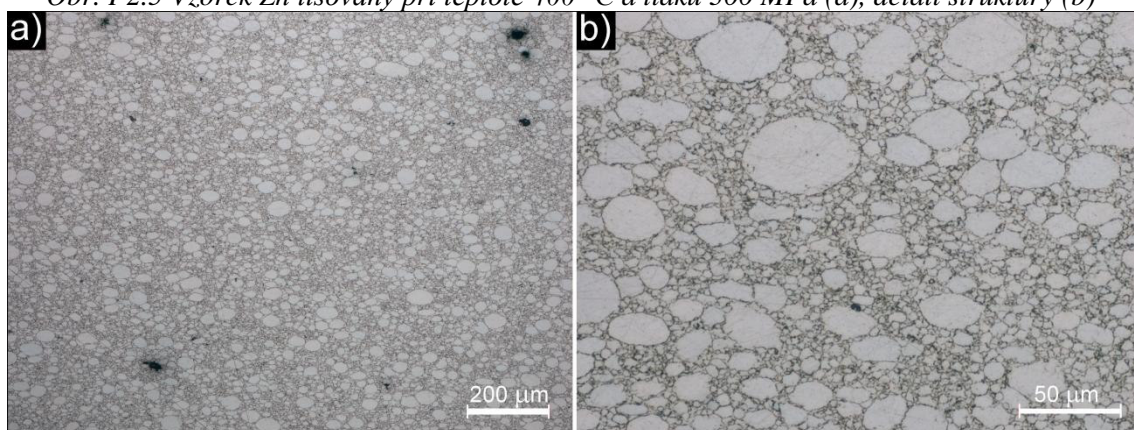
Obr. P2.3 Vzorek Zn lisovaný při teplotě 400 °C a tlaku 100 MPa (a), detail struktury (b)



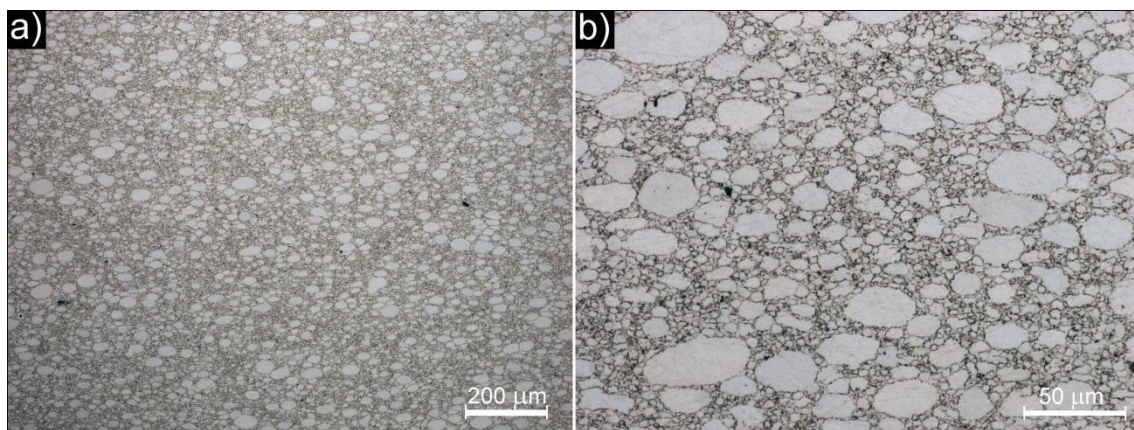
Obr. P2.4 Vzorek Zn lisovaný při teplotě 400 °C a tlaku 200 MPa (a), detail struktury(b)



Obr. P2.5 Vzorek Zn lisovaný při teplotě 400 °C a tlaku 300 MPa (a), detail struktury (b)

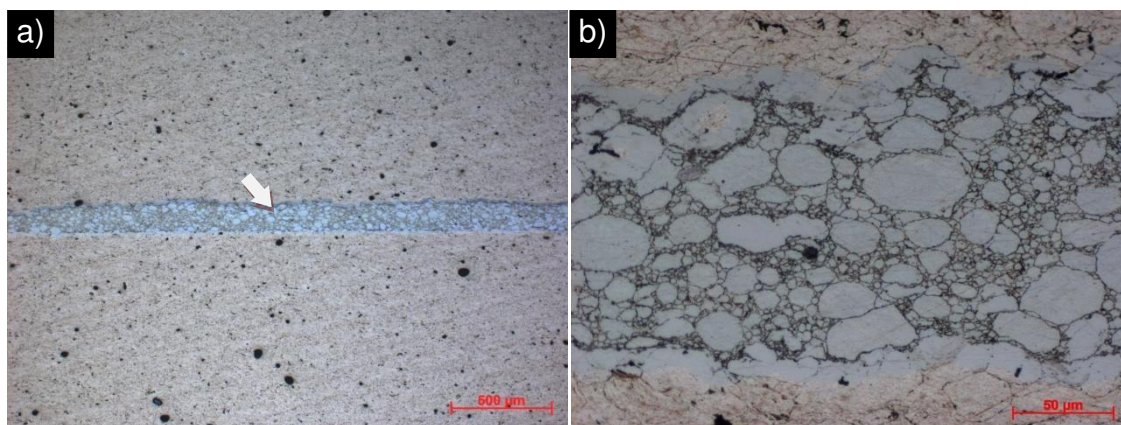


Obr. P 2.6 Vzorek Zn lisovaný při teplotě 400 °C a tlaku 400 MPa (a), detail struktury (b)

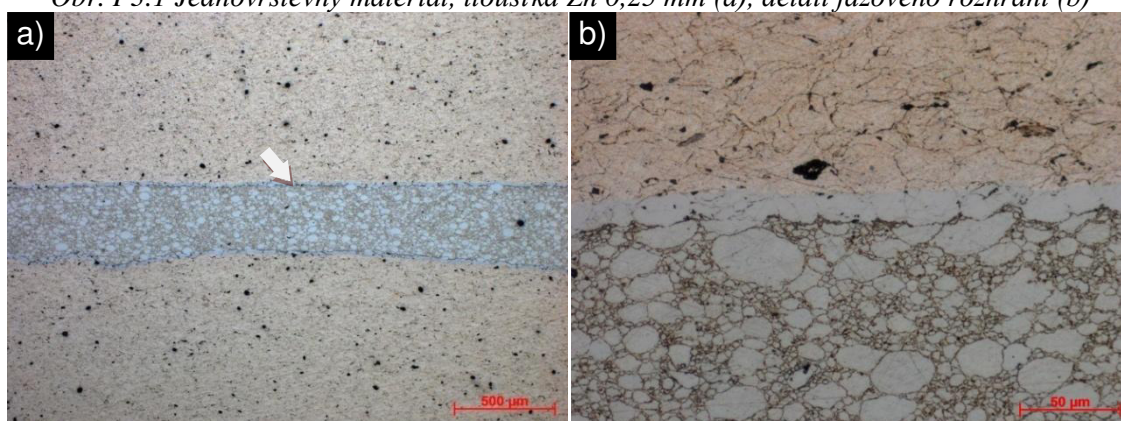


Obr. P 2.7 Vzorek Zn lisovaný při teplotě 400 °C a tlaku 500 MPa (a), detail struktury (b)

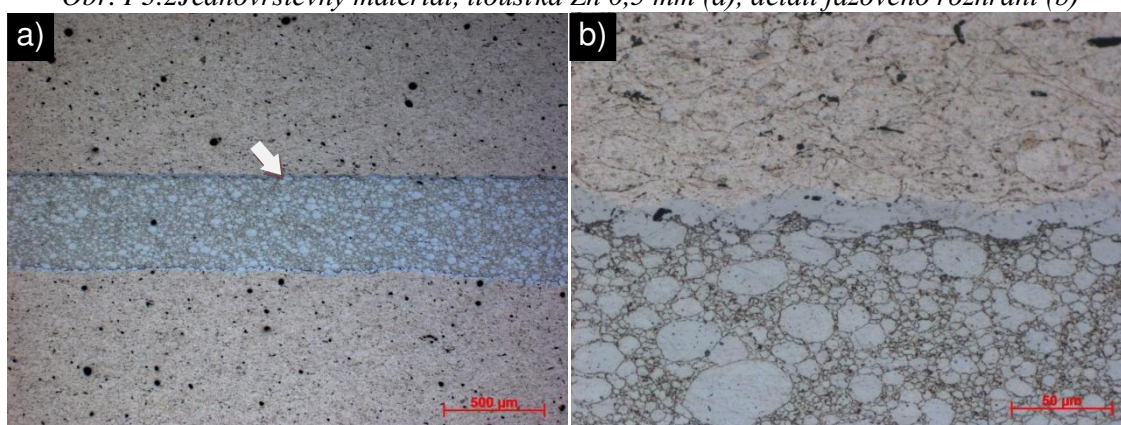
Příloha 3
Mikrostruktura vrstvených experimentálních materiálů



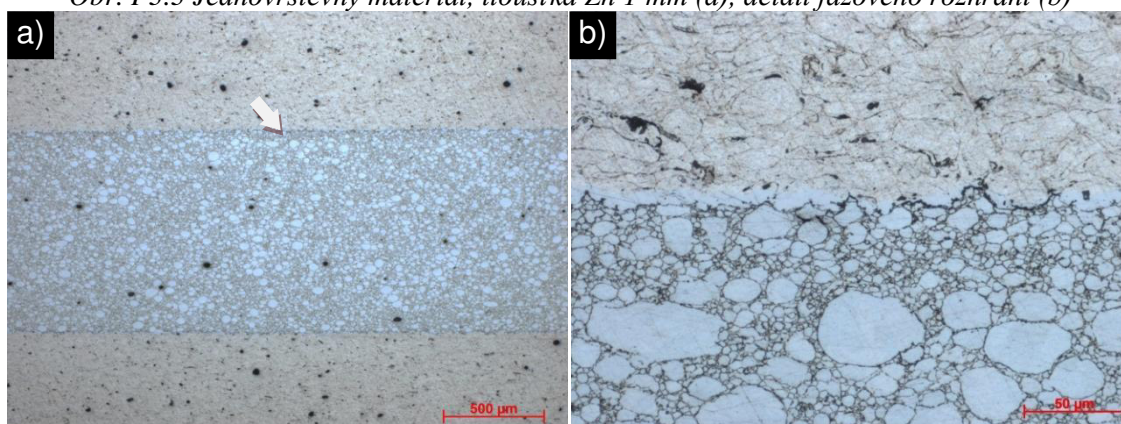
Obr. P3.1 Jednovrstevný materiál, tloušťka Zn 0,25 mm (a), detail fázového rozhraní (b)



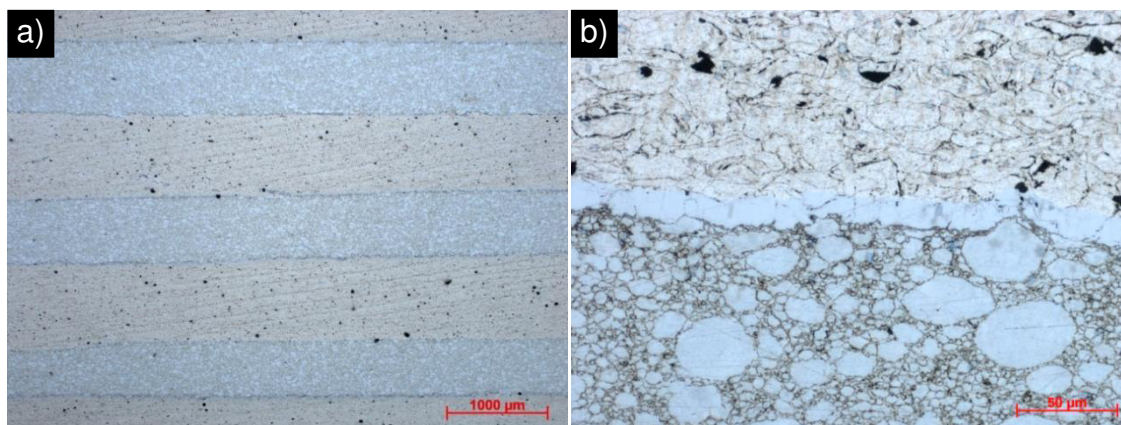
Obr. P3.2 Jednovrstevný materiál, tloušťka Zn 0,5 mm (a), detail fázového rozhraní (b)



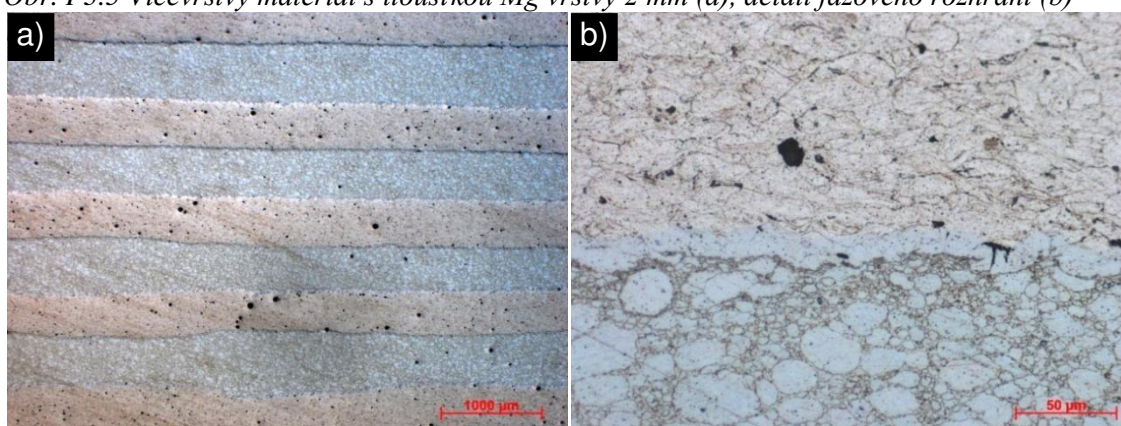
Obr. P3.3 Jednovrstevný materiál, tloušťka Zn 1 mm (a), detail fázového rozhraní (b)



Obr. P3.4 Jednovrstevný materiál, tloušťka Zn 2 mm (a), detail fázového rozhraní (b)



Obr. P3.5 Vícevrstvý materiál s tloušťkou Mg vrstvy 2 mm (a), detail fázového rozhraní (b)



Obr. P3.6 Vícevrstvý materiál s tloušťkou Mg vrstvy 1 mm (a), detail fázového rozhraní(b)