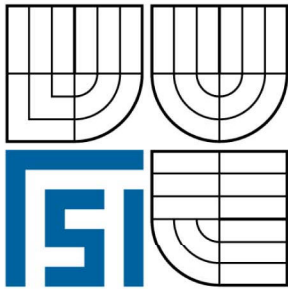


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

## STRUKTURA A VLASTNOSTI VYBRANÝCH HOŘČÍKOVÝCH SLITIN NA ODLITKY

STRUCTURE AND PROPERTIES OF SELECTED MAGNESIUM CAST ALLOYS

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

LIBOR SVOZIL

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

prof. Ing. TOMÁŠ PODRÁBSKÝ, CSc.

BRNO 2008

## ABSTRAKT

V této práci jsou porovnávány struktury a výsledné mechanické vlastnosti slitiny AZ91 odlévané metodami tlakového lití a squeeze casting. Práce obsahuje srovnání vyskytujících se fází, tvrdost těchto fází, porezitu materiálu, mechanické vlastnosti a tvrdost materiálu. Pro studium byly použity metody světelné mikroskopie, obrazová analýza, měření tvrdosti a mikrotvrdosti a analýza lomových ploch na rastrovacím elektronovém mikroskopu.

### Klíčová slova

slitina hořčíku AZ91, tlakové lití, squeeze casting, statická zkouška tahem, porezita, tvrdost, mikrotvrdost fází, lomová plocha, fraktografie,

### Abstract

Microstructure and mechanical properties of AZ91 magnesium alloy after die cast (casting under pressure) and squeeze casting were compared. The compare of incident phases, their microhardness, gas bubbles in the alloy, hardness and other mechanical properties of alloy are included in this work. For compare has been used a light microscopy, tensile test, hardness and microhardness measurements, image analysis and scanning electron microscopy.

### Key words

magnesium alloy, AZ91, die casting, casting under pressure, tensile test, gas bubble, hardness, microhardness of phases, fracture surface, fractography,

## BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

SVOZIL, L. *Struktura a vlastnosti vybraných hořčíkových slitin na odlitky*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2008. 38 s. Vedoucí bakalářské práce prof. Ing. Tomáš Podrábský, CSc.

## Prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma, “Struktura a vlastnosti vybraných hořčíkových slitin na odlitky“, vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených na seznamu, který tvoří přílohu této práce.

Podpis bakaláře

Datum: 9.6.2008

.....  
Libor Svozil

ÚMVI FSI VUT	BAKALÁŘSKÁ PRÁCE	List 4
--------------	------------------	--------

## **Poděkování**

Děkuji tímto zaměstnancům Ústavu materiálových věd a inženýrství, Fakulty strojního inženýrství, VUT v Brně za cenné připomínky a rady při vypracování této bakalářské práce.

## Obsah

<b>Obsah</b> .....	<b>5</b>
<b>Úvod</b> .....	<b>6</b>
<b>1 Literární studie</b> .....	<b>7</b>
1.1 Hořčík .....	7
1.2 Hořčíkové slitiny .....	7
1.2.1 Historie používání slitin hořčíku .....	7
1.2.2 Vliv přísadových prvků na vlastnosti hořčíkových slitin .....	8
1.2.3 Procesy výroby .....	8
1.3 Mikrostruktura hořčíkových slitin .....	9
1.3.1 Intermetalická fáze $\gamma$ .....	10
1.3.2 Formy výskytu intermetalické fáze $\gamma$ .....	11
1.4 Koroze a povrchové úpravy .....	11
1.4.1 Korozní charakteristika hořčíku .....	11
1.4.2 Korozní charakteristika slitin hořčíku .....	11
1.4.1 Protikorozní ochrana slitin hořčíku .....	12
1.5 Vliv zvýšených teplot na vlastnosti slitin Mg .....	12
1.5.1 Plastická deformace .....	12
1.5.2 Creepová odolnost .....	12
1.6 Značení Mg slitin dle ASTM a EN .....	13
1.6.1 Značení dle ASTM .....	13
1.6.2 Značení dle EN .....	14
1.7 Tepelné zpracování slitin Mg .....	14
1.7.1 Homogenizační žihání .....	14
1.7.2 Žihání na odstranění vnitřního napětí .....	15
1.7.3 Rekrystalizační žihání .....	15
1.7.4 Umělé stárnutí .....	15
<b>2 Cíl práce</b> .....	<b>16</b>
<b>3 Experimentální materiál</b> .....	<b>17</b>
3.1 Chemické složení vzorků .....	18
<b>4 Použité experimentální metody</b> .....	<b>18</b>
4.1 Statická zkouška tahem .....	18
4.2 Měření tvrdosti a mikrotvrdsti .....	19
4.3 Příprava vzorků pro obrazovou analýzu a světelnou mikroskopii .....	19
4.4 Světelná mikroskopie .....	19
4.5 Obrazová analýza .....	20
4.6 Elektronová mikroskopie .....	20
<b>5 Rozbor výsledků</b> .....	<b>21</b>
5.1 Statistická zkouška tahem .....	21
5.2 Měření tvrdosti a mikrotvrdosti .....	24
5.2.1 Mikrotvrdost fází .....	24
5.2.2 Tvrdost .....	25
5.3 Světelná mikroskopie .....	25
5.4 Obrazová analýza .....	28
5.5 Studium lomových ploch po statické zkoušce tahem .....	30
<b>6 Závěr</b> .....	<b>33</b>
<b>7 Literatura</b> .....	<b>34</b>
<b>8 Použité zkratky</b> .....	<b>36</b>

## Úvod

Hořčík svou specifickou hmotností  $1740 \text{ kg/m}^3$  dosahuje pouze 64,4 % hmotnosti hliníku. Proto součásti ze slitin hořčíku, které odpovídají nosností a tuhostí obdobné součásti ze slitin hliníku, jsou téměř o polovinu lehčí. Hořčík má navíc téměř stejnou teplotu tavení  $T_{\text{tav}} = 650^\circ \text{ C}$ , lepší obrobiteľnosť a schopnosť tlumit vibrace. Z toho důvodu nacházejí nové slitiny hořčíku uplatnění jako nejllehčí konstrukční kov v automobilovém, leteckém a železničním průmyslu. Podstatnou roli na tomto rozmachu hraje i vývoj nových a efektivnějších metod zpracování jako je metoda Squeeze casting nebo ECAP (equal channel angular pressing).

Pro porovnání: hmotnost použité slitiny hořčíku na jeden automobil se v současnosti pohybuje okolo 8 kg. Výhledově by mělo být dosaženo až 40 kg na jeden automobil. Používání hořčíkových slitin v těchto průmyslových odvětvích tak přináší vítané úspory hmotnosti a tím i snížení spotřeby pohonných hmot. Slitiny hořčíku proto přispívají ke snížení emisí jednoho z hlavních skleníkových plynů  $\text{CO}_2$ .

Otázkou k zamyšlení ovšem je, jestli snížení emisí  $\text{CO}_2$  používáním součástí ze slitin hořčíku je natolik výrazné, aby dokázalo kompenzovat nároky na životní prostředí spojené se získáváním, rafinací a zpracováním hořčíku a jeho slitin.

# 1 Literární studie

## 1.1 Hořčík

Magnesium, jehož značka je Mg byl objeven roku 1755. Leží na 12. místě periodické soustavy prvků. Patří mezi prvky II. A skupiny, tzv. kovy alkalických zemin. Hořčík má dva valenční elektrony, které se nachází v s-orbitalu. Při slučování s jinými prvky jeho atomy snadno odevzdají tyto valenční elektrony a tvoří kationty  $Mg^{2+}$ . Ve sloučeninách vystupují tyto atomy vždy s oxidačním číslem II,

např.  $MgCl_2$  - chlorid hořečnatý  
 $Mg(OH)_2$  - hydroxid hořečnatý  
 $MgF_2$  - fluorid hořečnatý  
 $MgO$  - oxid hořečnatý

Právě z důvodu, že hořčík tak lehce odevzdává dva elektrony, je velmi reaktivní. Velice rád vstupuje do reakce s kyslíkem, který je v rámci elektronegativity v opačné pozici a dva elektrony přijímá. To má za následek jeho obtížné zpracování za tepla, odlévání a vlastně žádnou korozní odolnost. V krajním případě může dojít až k samovznícení plechů a součástí tenčích než 2mm, nebo vznícení masivních součástí za teplot přesahujících  $300^{\circ}C$ .

Hořčík je rozptýlen ve velkém množství v horninách a rozpuštěn v mořské vodě. Jeho snad nejvýznamnější zásobárnou je Mrtvé moře v Izraeli s koncentrací přibližně  $36\text{ kg/m}^3$ . Z hornin používaných jako rudy se nejčastěji jedná o magnesit ( $MgCO_3$ ), méně často pak o dolomit ( $MgCO_3 \cdot CaCO_3$ ). Samozřejmě hořčík coby stopový prvek obsahují potraviny, např. olejnatá jádra, ořechy, zelenina a tvrdá voda. Je to také prvek velice důležitý pro metabolické pochody v živých organizmech.

Produkce hořčíku na celém světě činila v minulém desetiletí asi 250 tis. t za rok. Současný stav se přibližuje k 350 tis. t ročně. Z tohoto množství se asi 14 % zpracovává na komponenty ze slitin Mg a 56% se používá jako legující prvek do slitin na bázi hliníku. Zbytek světové produkce je spotřebován na jiné účely. Jako např.: dezoxidace ocelí, modifikace litin, elektrochemické aplikace, modifikátory v chemickém průmyslu, atd. Hořčík je kovový prvek, lehký a není ušlechtilý. Má šesterečnou mřížku hcp (hexagonální mřížka, dále jen hcp), to znamená, že i jeho slitiny budou nést všechny nedostatky s tímto spojené. Díky šesterečné mřížce jsou slitiny hořčíku téměř netvářitelné.

## 1.2 Hořčíkové slitiny

### 1.2.1 Historie používání slitin hořčíku

V současnosti, kdy potřeba úspory energie za současného zvýšení výkonu žene kupředu všechny nové technologie a materiály, se stále více využívá lehkých konstrukčních materiálů. Nejvyužívanější byly a jsou slitiny na bázi hliníku, ale už v období první a druhé světové války se začaly využívat slitiny na bázi hořčíku. Největší podíl na vývoji a využívání v tehdejší době měl vývoj vojenské techniky a nukleárních zařízení [1, 2]. Dnes je hořčík ve formě slitin s legujícími prvky nejlehčím průmyslově využívaným konstrukčním materiálem. Díky jeho výjimečným vlastnostem jako jsou vysoká specifická pevnost (tj. poměr mezi pevností a hmotností), schopnost tlumit vibrace a hlavně nízká hustota, je hojně využíván v automobilovém, leteckém a železničním

průmyslu [3]. Nevýhodami hořčíkových slitin je jejich špatná odolnost vůči korozi, nízký elastický modul, a omezená pevnost.

### 1.2.2 Vliv přísadových prvků na vlastnosti hořčíkových slitin

Hořčík má krystalovou mřížku hcp. Za pokojové teploty mřížka hcp umožňuje skluz pouze v bazálních rovinách a při zvýšené teplotě navíc v prizmatických a pyramidálních rovinách. Hořčík se používá ve formě slitin spolu s legujícími prvky. Nejčastěji jsou to Al, Zn, Mn, Cu, Li, Zr, Th, Ag, Si, atd. Každý z těchto legujících prvků dává slitině jiné vlastnosti.

Většina komerčních slitin je vyráběna tvářením, protlačováním a různými způsoby lití, jako např. lití do pískových forem, lití pod tlakem. Nejrozšířenější slitiny jsou na bázi Mg-Al označované AZ (s přidaným Zn), AM (s přidaným Mn), AS (s přidaným Si). Hliník a zinek tvoří substituční tuhý roztok v Mg a tím zvyšují pevnost a odolnost hořčíku vůči atmosférické korozi [5, 6, 7]. Samozřejmě mechanické vlastnosti výrazně závisí na procesu výroby a mikrostruktúře slitiny. Skupina slitin označená AZ je použitelná jen do teploty 120° C. V rozmezí teplot 120 až 130° C se mechanické vlastnosti rapidně zhoršují [5].

### 1.2.3 Procesy výroby

Jak už bylo řečeno, Mg slitiny se dají tvářet i odlévat. I přesto, že od prvního použití slitin Mg uplynulo už řadu let, určité technologie výroby se ještě stále vyvíjejí a k přivedení do dokonalosti jim ještě stále něco chybí. V postupech lití je největší překážkou homogenita a spolehlivost lití. Hořčík je v roztaveném stavu velmi tekutý, dokonce více než hliník. To je na obtíž při metodách gravitačního lití do pískových a kovových forem (die casting). Rychlost lití a chladnutí slitiny je tak vysoká, že dochází k zachycení vzduchových bublin a vzniku velkého množství ředin a staženin. Možností, jak tyto nedostatky napravit je více, a to dává vzniknout dalším technologiím zpracování. Při gravitačním lití se dá použít vakua. Tím je eliminováno velké množství ředin, ale nezabrání vzniku staženin. Další možností je metoda lití pod tlakem do kovové formy (pressure die casting), kdy je tuhnoucí tavenina ve formě pod tlakem. Už jen drobnou úpravou se lze dostat k nejmodernější technologii zpracování Mg slitin a to je squeeze casting. Jedná se vlastně o lití pod tlakem do kovové formy, kde je ale tlak na taveninu aplikován dvoufázově. První tlak je obvykle 80 MPa po dobu 15s a následuje 140 MPa po dobu 90s. Kovová forma bývá přehřátá na teplotu 200° C a tavenina je vtlačována při teplotě 700° C. Dávkovací systém přitom zůstává připevněn k formě a zajišťuje dodávání roztaveného kovu do formy. Postup technologie squeeze casting je na obr. 1. je v současnosti nejpoužívanější metodou zpracování slitin Mg [1, 2].

Výhody tlakového lití a lití metodou squeeze casting:

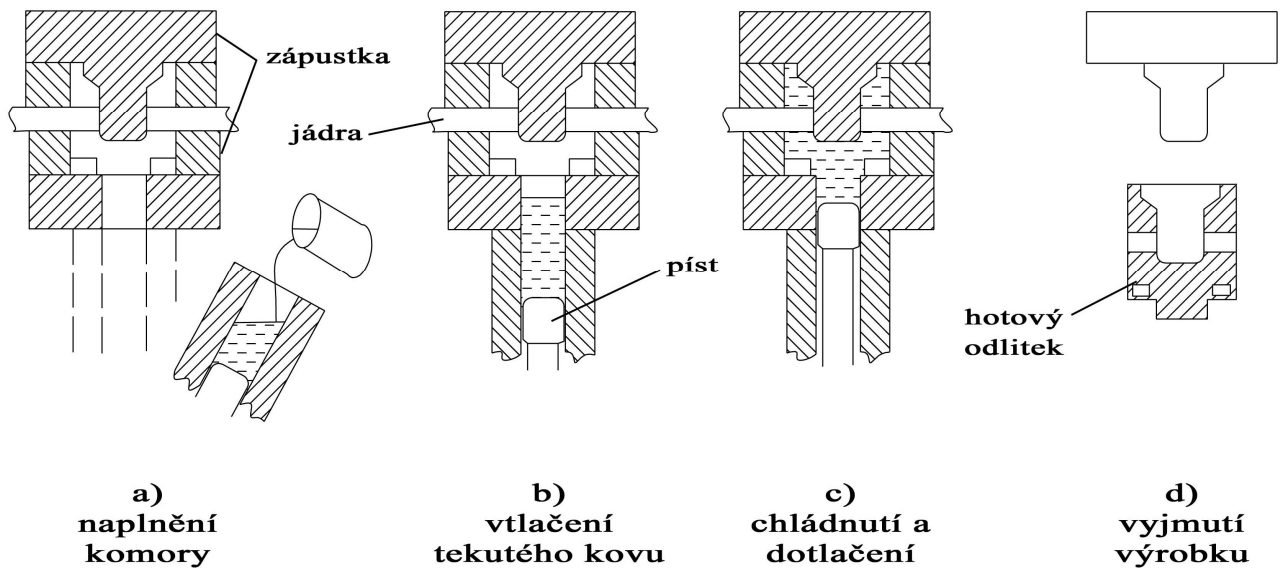
- vysoká produktivita
- výborná přesnost
- na rozdíl od pískové formy výborná kvalita povrchu
- jemná litá struktura

Nevýhody metody tlakového lití:

- zachycení plynných pórů
- rychlé ochlazování taveniny a tím vznik jemnozrnné struktury se špatnými creepovými vlastnostmi

Na druhou stranu pomalejší ochlazování dává prostor růstu zrna a vylučování precipitátů, což vede ke snížení pevnostních vlastností. Proto, tak jako u jiných materiálů, je nutné vhodně volit

technologii a její postupy pro dosažení pokud možno ideální struktury a mechanických vlastností určité součásti.

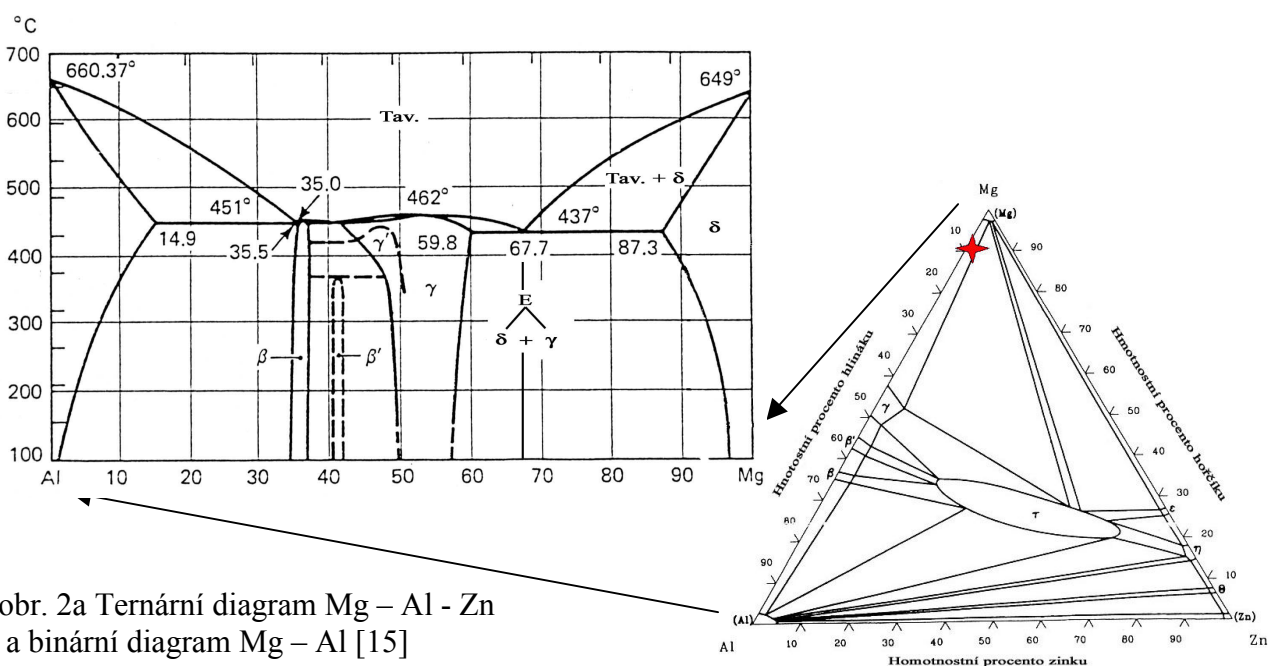


obr. 1 Princip metody squeeze casting [4]

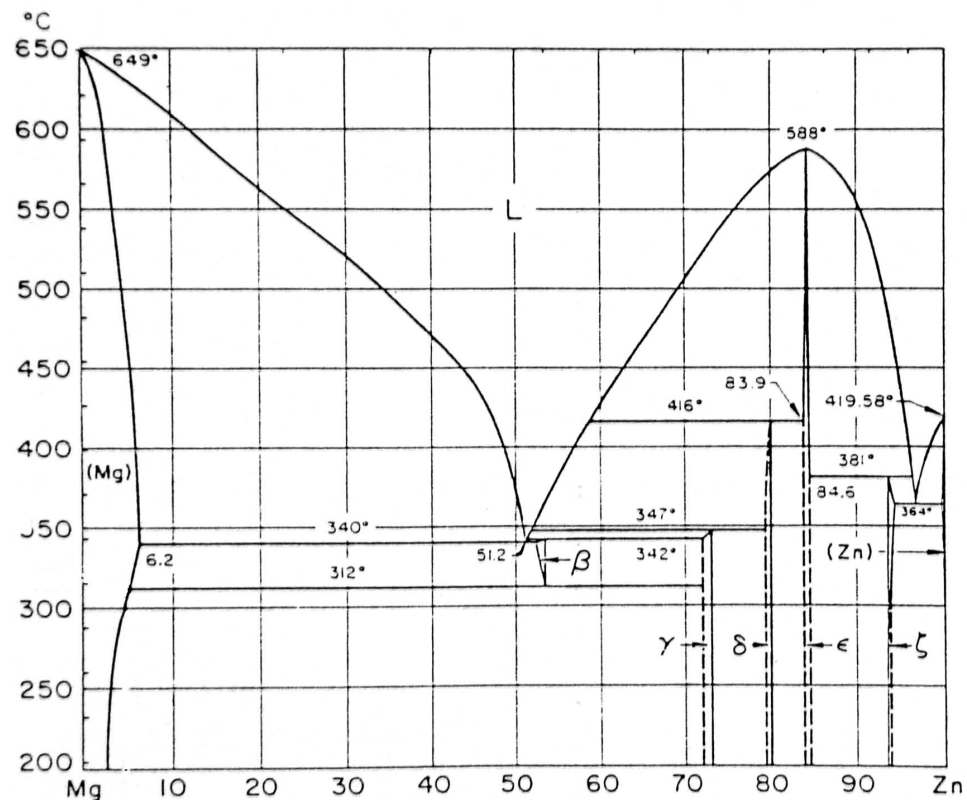
### 1.3 Mikrostruktura hořčíkových slitin

Jak už bylo řečeno, v praxi nejčastěji používané hořčíkové slitiny jsou na bázi Mg – Al s přidanými prvky. V nejjednodušším případě tedy lze vycházet z ternárního diagramu (viz obr. 2.). Většina používaných slitin se nachází v oblasti, která je na obr. 2. vyznačena červenou hvězdou. To znamená do 12 % Al a 5-6 % Zn.

Provedením řezu rovnoběžně s osou Mg – Al dostáváme binární diagram s konstantním třetím legujícím prvkem.



obr. 2a Ternární diagram Mg – Al - Zn a binární diagram Mg – Al [15]



obr. 2b Binární diagram Mg – Zn.

Jak lze vidět na obr. 2a hořčík a hliník tvoří binární diagram s částečnou oboustrannou rozpustností v tuhém stavu a změnou rozpustnosti vzrůstající s teplotou. Na pravém okraji diagramu je oblast, kde se Al plně rozpouští v Mg asi do 12,7 hm.%Al. Dále je důležitá teplota tavení čistého hořčíku 649° C (650° C zdroje se liší) a teplota eutektické přeměny na straně hořčíku asi 437° C. V binárním diagramu je též vidět velká oblast intermetalické fáze  $\gamma$ , která se nachází asi mezi (49-57) hm. % Mg (pro 20° C).

### 1.3.1 Intermetalická fáze $\gamma$

Intermetalická fáze  $\gamma$  patří do skupiny fází určených velikostním faktorem. Název intermetalická fáze je jen odvozením od skutečnosti, že se jedná o sloučeninu dvou kovů. Fáze  $\gamma$  je chemická sloučenina jejíž stechiometrický zápis je  $Mg_{17}Al_{12}$ . Jak je patrné ze zápisu skládá se z hliníku a hořčíku v pevně daném poměru 17:12. Fáze  $\gamma$  krystalizuje v kubické mřížce s parametrem  $a = 10,5438 \text{ nm}$  a úhlem  $90^\circ$ . Naproti tomu hořčík a tuhé roztoky legur v Mg mají hcp mřížku s parametry  $a = 0,3203 \text{ nm}$ ,  $c = 0,52 \text{ nm}$ . Jak je vidět parametr mřížky  $\gamma$  fáze je téměř o řád větší a samotný tvar mřížek také nesouhlasí. To je důvod, proč rozhraní fáze  $\gamma$  - tuhý roztok  $\delta$  není koherentní. Další nedostatkem  $\gamma$  fáze je její křehkost. U odlévaných slitin tyto dvě vlastnosti mohou způsobit velké problémy. Eutektikum složené z  $\gamma$  fáze + tuhý roztok  $\delta$ , se nachází v mezidendritických prostorách, a právě v něm se často šíří praskliny.

### 1.3.2 Formy výskytu intermetalické fáze $\gamma$

V technických slitinách Mg se intermetalická fáze  $\gamma$  vyskytuje ve dvou formách. Nazývají se kontinuální a diskontinuální precipitát.

Kontinuální precipitát: Název kontinuální vychází ze skutečnosti, že tento typ precipitátu vzniká během kontinuálního chlazení materiálu po odlití. Při následném ohřívání materiálu při práci součásti nebo při tepelném zpracování se velikost ani morfologie precipitátu nemění. To znamená, že i mechanické vlastnosti mat. se z tohoto důvodu nijak nezmění. Kontinuální precipitát  $Mg_{17}Al_{12}$  má charakter malých zrníček v tuhém roztoku hořčíku  $\delta$ .

Diskontinuální precipitát: Naproti tomu vznik tohoto druhu precipitátu je silně závislý na rychlosti difúze. Mechanismus vzniku diskontinuálního precipitátu je difúzní oddělování jedné složky od druhé stejně, jako je to v případě perlitu v systému Fe – C. Vzniklá struktura se skládá z lamel  $Mg_{17}Al_{12}$  a tuhého roztoku  $\delta$ . Zárodky nejčastěji vznikají na rozhraní tuhý roztok  $\delta$  – eutektikum, během chlazení materiálu po odlití. Poklesem teploty se podle II Fickova zákona snižuje i rychlost difúze a tak za pokojové teploty precipitát nenarůstá. Jakmile se teplota z jakéhokoli důvodu zvýší, urychlí se difúzní pochody a precipitát narůstá.

Protože diskontinuální precipitát má charakter tvrdých křehkých desek v poměrně měkkém tuhém roztoku, nejsou jeho mechanické vlastnosti ideální. Z toho vyplývá, že růst takové struktury v materiálu musí znatelně ovlivňovat jeho mechanické vlastnosti [16, 19].

## 1.4 Koroze a povrchové úpravy

### 1.4.1 Korozní charakteristika hořčíku

Hořčík je velmi reaktivní kov, který se vyznačuje negativním elektrochemickým potenciálem (standartní potenciál  $Mg = -1,55 \text{ V}$ ). Z tohoto důvodu je vhodnost použití Mg v korozních prostředích závislá na stálosti vrstvy, která se na povrchu reakcí vytváří a dále ho chrání před přístupem elektrolytu. Hořčík se chová rozdílně podle hodnoty pH korozního prostředí:

V alkalickém prostředí: Na rozdíl od hliníku je oxid na povrchu nestabilní a přechází na oxohydroxidy a hydroxidy. Důsledkem nízké rozpustnosti hydroxidu hořečnatého je vrstva dále stabilní a kov je pasivován.

V kyselém prostředí: V kyselém prostředí se Mg chová jinak než v alkalickém. Koroduje rovnoměrně, ale vzniklá vrstva je nestabilní a dále povrch nijak nechrání. Výsledkem takového prostředí je velmi hluboké korozní napadení vedoucí až k úplné devastaci součásti. Mezi kyselými prostředími jsou však i výjimky jako například roztok kyseliny chromové. V jejím roztoku vznikají stabilní pasivační vrstvy.

Mezi další faktory ovlivňující korozní odolnost patří obsah nečistot nebo vytvoření korozního článku s železem, niklem a mědí.

### 1.4.2 Korozní charakteristika slitin hořčíku

Koroze hořčíkových slitin v elektrolytech je obvykle rovnoměrná a korozi dochází ke zmatnění a zdrsnění povrchu. Jakékoliv mechanické porušení ochranné vrstvy, ale vede k nebezpečnému bodovému napadení nebo praskání, především nebezpečná je přítomnost chloridů. Bodové napadení (pitting) vzniká i vlivem mikroskopických nečistot katodického charakteru. Velký význam pro mechanismus, kinetiku a formy koroze hořčíkových slitin má kontakt s jinými kovy nebo slitinami (nejčastěji Fe, dále také Cu, Ni).

### 1.4.1 Protikorozi ochrana slitin hořčíku

Přirozenou protikorozi ochranou je už samotné vytváření pasivační vrstvy na povrchu slitiny. Tohoto se taky s úspěchem využívá při vytváření anodické oxidové vrstvy, anodických oxidových povlaků v kombinaci s protikoroziními nátěrovými systémy. Dále se využívá polymerních laků, inhibičních systémů, atd.

Problémem protikorozi ochrany slitin hořčíku je, že i přes čím dál větší frekvenci využívání, je stále věnována větší pozornost protikorozi ochraně slitin hliníků než slitin hořčíku. Také nové typy chemických předúprav kovů nejsou dosud pro aplikace u hořčíku a slitin hořčíku dostatečně ověřeny, a není dostatečně propracována a ověřena technologie výroby takových povlaků [11].

## 1.5 Vliv zvýšených teplot na vlastnosti slitin Mg.

### 1.5.1 Plastická deformace

Protože slitiny hořčíku zpracované některou z metod odlévání obsahují slévárenské vady, jako jsou řediny a staženy, je lepší zpracovávat slitiny Mg plastickou deformací. Ve skupině Mg slitin se vyskytují některé slitiny s vysokou schopností tváření. Tváření je fyzikálně určeno počtem funkčních skluzových systémů. Slitiny Mg mají při pokojové teplotě základní skluzové systémy  $\{0001\}$ , se směrem skluzu  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  a sekundární skluz v základní rovině  $(10\bar{1}0)$  ve směru  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Tím je limitována schopnost plastické deformace za nízkých teplot. Při zvýšení teploty nastává skluz i na jiných rovinách a směrech. V takovém případě jsou aktivovány směry  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  a  $\langle 11\bar{2}3 \rangle$  na pyramidálních rovinách  $\{10\bar{1}1\}$  a na prismatických a pyramidálních rovinách druhého druhu ve směrech  $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ . Novým trendem je vývoj slitin na bázi Mg – Si, Mg – Al – Ca – RE (kovy vzácných zemin) a Mg – Li – X, které obsahují směs fází s mřížkami bcc a hcp. Další směr vývoje s využitelným potenciálem může také být vývoj jemnozrnných materiálů [12].

### 1.5.2 Creepová odolnost

Důležitým faktorem pro zvýšení konkurenceschopnosti Mg slitin proti Al slitinám je zvýšení jejich pracovní teploty. Použitím vhodných legujících prvků se dá docílit změny mechanických vlastností, záleží ale na vhodné volbě legujícího prvku. Legující prvky by měly mít dostatečnou rozpustnost v Mg za vysokých teplot. Tato rozpustnost by se měla se snižující teplotou zmenšovat, aby bylo umožněno vyloučit precipitáty z přesyceného tuhého roztoku. Legující prvky by měly vykazovat špatnou difúzní pohyblivost v Mg tak, aby nedocházelo k přestárnutí.

Nejvyšší pracovní teplotu ze slitin Mg mají slitiny obsahující thorium (350° C). Ve srovnání k teplotě tavení se jedná o nejvyšší pracovní teplotu u Mg slitin. Nicméně thorium je radioaktivní prvek a využití slitiny s jeho příměsí je pro normální aplikace nemožné. Creepovou odolnost lze zvýšit použitím vhodné technologie, např. nahrazením lití do zápustky metodou squeeze casting. Změna technologie výroby je často levnější než legování různými prvky. Jednou z alternativ je přidání kovů vzácných zemin, nevýhodou je pak zhoršení licích schopností [8, 9, 10]. Creepové schopnosti jdou dále vylepšit legujícími prvky: Sc, Y, La, N, Tb, Er, Dy, Gd a Zr, které stabilizují velikost zrna. I přes všechnu snahu, je ale obecně bezpečná hranice pracovních teplot pro slitiny Mg 200° C [2, 8, 18].

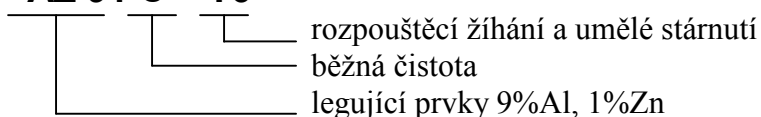
## 1.6 Značení Mg slitin dle ASTM a EN

### 1.6.1 Značení dle ASTM

ASTM nebo-li American Society for Testing and Materials je norma používaná hlavně na americkém kontinentu, ale v dnešní době globalizace se všechny normy plynule prolínají a používají souběžně. ASTM norma je mnohem více rozšířena než EN (European norm). Vyšší frekvence používání je přímým důsledkem velkého objemu Mg slitin vyráběných na americkém kontinentu, a neméně důležitý je fakt, že tato norma je svou podstatou jednodušší a přehlednější.

Př.:

**AZ 91 C – T6**



Označení legujících prvků:

A ...	Al
E ...	kovy vzácných zemin
H ...	Th
K ...	Zr
M ...	Mn
Q ...	Ag
S ...	Si
T ...	Sn
Z ...	Zn

Označení stavů a tepelného zpracování:

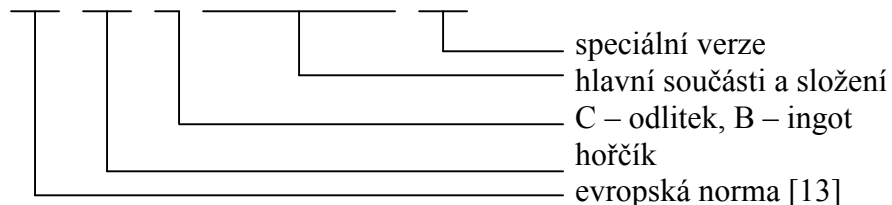
- F – podle výroby
- O – žíhaný, rekrytalizovaný (u tvářených výrobků)
- C – běžná čistota
- D – vysoká čistota, lití pod tlakem,
- E – lití do pískových forem s možností následujícího tepelného zpracování H10 a H11 – slabě deformačně zpevněný
- H23, H24 a H26 – deformačně zpevněný a částečně žíhaný
- H3 – deformačně zpevněný a stabilizačně žíhaný, [13]
- T4 – rozpouštěcí žíhání
- T5 – uměle stárnutý
- T6 – rozpouštěcí žíhání a umělé stárnutí
- T7 – rozpouštěcí žíhání a stabilizační žíhání
- T8 – rozpouštěcí žíhání - deformace za studena – umělé stárnutí

### 1.6.2 Značení dle EN

EN nebo-li European norm je soubor norem vzniklých sloučením více původně státních norem. Mezi takovéto například patřily DIN, ČSN, atd. Stejně jako u většiny ostatních materiálů bylo označení Mg slitin pro EN normu odvozeno z původně německé DIN.

Př.:

**EN M C MgAl9Zn1 (A)**



### 1.7 Tepelné zpracování slitin Mg

Tepelné zpracování se využívá ke zvýšení mechanických vlastností. Svou podstatou se tepelné zpracování slitin Mg výrazně neliší od slitin Al. Tepelné zpracování slitin Mg se nejčastěji provádí v elektrických komorových pecích, a nebo ve vakuových pecích. Na pece jsou kladeny nároky především v homogenitě rozložení teploty a stavu atmosféry. Pro zamezení oxidace se doporučuje vzdušná atmosféra s přidaným SO<sub>2</sub>, SF<sub>6</sub>, CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub> nebo Ar. Další možnosti jak zamezit oxidaci povrchu součásti při tepelném zpracování je ohřev součástí v taveninách solí, směsi dvojchromanu sodného a draselného. Dusičnany nebo kyanidy jsou zakázány z důvodu nebezpečí exploze nebo otravy [14].

#### 1.7.1 Homogenizační žihání

Slouží k odstranění nerovnoměrného rozdělení legujících prvků v objemu slitiny po krystalizaci a tím ke zlepšení pevnostních charakteristik slitiny. Hořčíková slitina AZ91 je v litém stavu poměrně křehká v důsledku značného množství intermetalické fáze  $\gamma$  a eutektika. Pro pomalou difúzi je častý ohřev na teplotu 260° C a pak velmi pozvolný dohřev na rozpouštěcí teplotu. U litých součástí je heterogenita mnohem větší než u tvářených, v takovém případě může být výdrž na teplotě 10-24 h. Díky pomalé difúzi je postačující ochlazování volně na vzduchu, maximálně v proudícím vzduchu. Takto dosažené rychlosti ochlazování úplně stačí k uchování přesyceného tuhého roztoku  $\delta$ . Po ochlazení součásti z teploty homogenizačního žihání je struktura tvořena homogením tuhým roztokem  $\delta$  a malým množstvím nerozpuštěných minoritních fází, zejména částic na bázi manganu a železa, které bývají přítomny jako příměsi. Homogenizační žihání se často používá jako předstupeň umělého stárnutí, u Mg slitin je možno využít jen homogenizačního žihání. Takto zpracovaná slitina vykazuje maximální hodnoty pevnosti Rm a nárazové práce KV [13].

### 1.7.2 Žihání na odstranění vnitřního napětí

Žihání na odstranění vnitřního napětí se používá k zlepšení rozměrové stability po tváření za studena i za tepla nebo po třískovém obrábění. Výsledkem tohoto druhu žihání je i mírné zlepšení korozní odolnosti slitiny Mg. Nejčastějším průběhem je pomalý ohřev na teplotu  $(260-330)^{\circ}\text{C}$  a následná výdrž na teplotě po dobu (1-2) h. Ochlazování se provádí volně na vzduchu. Pro případ žihání na odstranění vnitřního napětí po třískovém obrábění obvykle stačí výdrž (15-60) min na teplotě  $260^{\circ}\text{C}$  [13].

### 1.7.3 Rekrystalizační žihání

Využívá se hlavně po tváření za studena (různé druhy protlačování, válcování, ohýbání, atd.). Cílem tohoto druhu žihání je náprava tvaru zrn zdeformovaných tvářením, a tak odstranění anizotropických vlastností materiálu. Průběh žihání je následující: pomalý nebo stupňovitý ohřev (viz. Homogenizační žihání) na teploty  $(260-450)^{\circ}\text{C}$  a výdrž na teplotě po dobu 1 i více hodin. Následuje ochlazení volně na vzduchu.

Zařazení tohoto druhu tepelného zpracování po tváření za tepla je u slitin Mg je mnohem méně obvyklé jako u slitin jiných kovů. Vyplývá to z teplot tváření slitin Mg. Slitiny Mg se tváří za tepla v rozmezí  $(350-450)^{\circ}\text{C}$ . Jak je patrné jedná se o horní polovinu rozmezí teplot žihání na odstranění vnitřního napětí, to znamená, že rekrystalizace se provede z větší části dynamicky spolu s tvářením [13].

### 1.7.4 Umělé stárnutí

Další odlišností tepelného zpracování Mg slitin je možnost využít umělého stárnutí bez předchozího homogenizačního (rozpouštěcího) žihání.

- po homogenizačního (rozpouštěcího) žihání:

Oproti slitinám Al se kombinace homogenizačního (rozpouštěcího) žihání a následné umělé stárnutí využívá méně často. Četnost použití samozřejmě záleží na konkrétní slitině. Provedením tohoto tepelného zpracování se zvyšuje tvrdost HB a mez kluzu Re na úkor snížení nárazové práce KV.

- bez předchozího homogenizačního (rozpouštěcího) žihání:

Využívá se u některých slévárenských slitin Mg. Jeho důsledkem je navýšení pevnosti  $R_m$  za současného snížení vnitřního napětí, které vzniklo tuhnutím slitiny během chladnutí ve formě [13].

## 2 Cíl práce

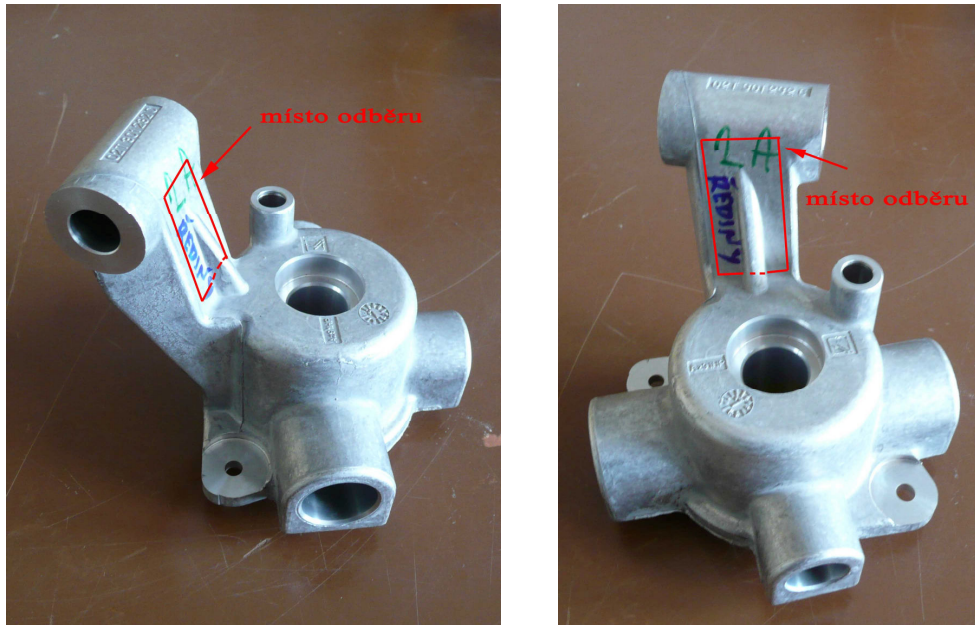
Cílem práce je studovat strukturu a mechanické vlastnosti slitiny AZ91. Porovnat strukturu a vlastnosti vzorků z reálného odlitku vyrobeného metodou tlakového lití se zkušebním odlitkem vyrobeným metodou squeeze casting.

Jednotlivé cíle práce:

- analýza chemického složení vzorků
- provedení a vyhodnocení statické zkoušky tahem
- změřit tvrdost slitiny a mikrotvrdost jednotlivých fází
- příprava vzorků pro světelnou mikroskopii a obrazovou analýzu
- pozorování pomocí světelné mikroskopie a označení vyskytujících se fází
- pomocí obrazové analýzy vyhodnotit a porovnat pórovitost vzorků
- analyzovat lomové plochy vzorků po statické zkoušce tahem

### 3 Experimentální materiál

Jako experimentální materiál byly použity reálné odlitky ze slitiny AZ91 vyrobené metodou tlakového lití, firmou Kovolit a.s. Brno-Modřice. V místě žebra odlitku bylo jediné místo, kde se daly odebrat vzorky vhodného tvaru pro tahovou zkoušku. Místo odebrání a orientace vzorku viz foto odlitku obr. 3 a,b.



obr. 3 a,b Místo odběru vzorků pro tahovou zkoušku



obr. 4 Odebrané části reálných odlitku pro tahovou zkoušku.

Pro srovnání byl dále použit vzorek vyrobený v Claustalu metodou squeeze casting.

### 3.1 Chemické složení vzorků.

Obsah legujících prvků je dán normou a vyplývá ze značení slitiny AZ91, tzn. 9% Al, 1% Zn. Ve skutečnosti slitiny nikdy neobsahují množství legur deklarované značením. Dochází k nepřesnostem při dávkování legur, propalu prvků během odlévání a v neposlední řadě slitina obsahuje v minoritních množstvích i některé doprovodné a škodlivé prvky. Chemické složení bylo měřeno na opticko emisním spektrometru s doutnavým výbojem SPECTRUMAT GDS750. Výsledky v tabulce jsou průměrem ze třech měření.

tab. 1. Chemické složení vzorků.

Chemické složení			
reálný odlitek		squeeze casting	
prvek	obsah [hm. %]	prvek	obsah [hm. %]
Al	9,10	Al	8,20
Zn	0,73	Zn	0,72
Cu	0	Cu	0
Mn	0,18	Mn	0,22
Si	0,03	Si	0
Fe	0,004	Fe	0,005
Ni	0	Ni	0
Ca	0	Ca	0
Sn	0	Sn	0
Pb	0	Pb	0
Zr	0	Zr	0
Be	0	Be	0
Mg	zbytek	Mg	zbytek

## 4 Použité experimentální metody

### 4.1 Statická zkouška tahem

Statická zkouška tahem je základní mechanickou zkouškou. Jejím principem je jednoosé zatěžování zkušební tyče o kruhovém nebo obdélníkovém průřezu. Zkouška se provádí na univerzálním zařízení, které se po drobných úpravách dá použít i a zkoušku tlakem a tří a čtyřbodovým ohybem. Zkušební zařízení se skládá z tuhého rámu, pohyblivého příčnicku se siloměrnou hlavou a upínacích čelistí. Pro měření deformace se používá kontaktní průtahoměr. V případě starších zařízení se jedná o čistě mechanické stroje. U moderních je samozřejmostí ovládání pomocí počítače.

Výstupem tahové zkoušky je závislost napětí  $\sigma$  a deformace  $\varepsilon$  vynesené do grafu. Z tahového diagramu se pomocí rozměrů vzorku vypočítají mechanické veličiny charakterizující materiál. Mezi ty patří:  $R_e$  - mez kluzu,  $R_m$  - mez pevnosti,  $A$  - tažnost,  $Z$  - zúžení,  $E$  - modul pružnosti. V této práci byl použit stroj Zwick Z020.

## 4.2 Měření tvrdosti a mikrotvrdsti

Tvrдост je definována jako odpor materiálu proti vnikání cizího tělesa do povrchu. U měření tvrdosti se tímto cizím tělesem stává indentor ve tvaru kuličky nebo jehlanu. Existuje více systémů, podle kterých se dá tvrdost měřit. Liší se od sebe tvarem indentoru, jeho materiálem, zatížením a v neposlední řadě i jinou stupnicí s jiným rozsahem.

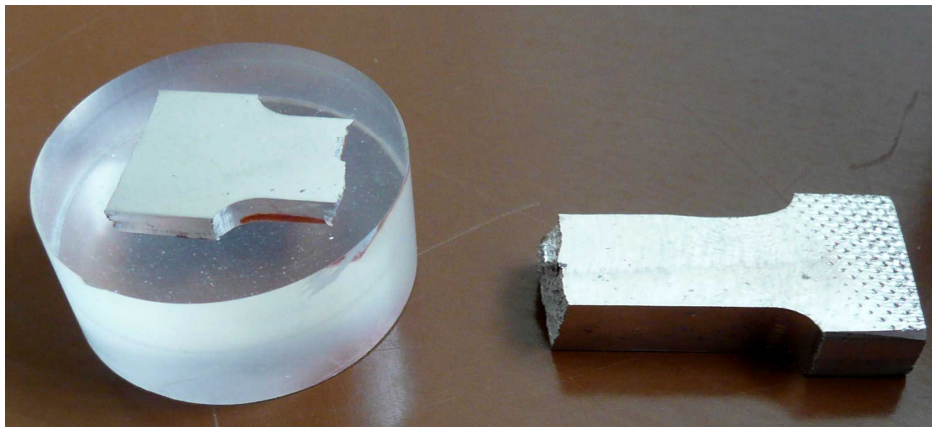
Pro měření tvrdosti měkkých materiálů, jako jsou slitiny hořčíku, je vhodné používat tvrdost dle Brinella. Indentorem bude v takovém případě ocelová kalená kulička nejčastěji o průměru 2,5 mm. Vzniklý vtisk má velkou plochu a měření je tak zatíženo menší chybou.

Pro měření mikrotvrdosti dle Vickerse se používá diamantový jehlan o vrcholovém úhlu  $136^\circ$ , nebo jehlan s rozdílnou délkou úhlopříček, pak se jedná o tvrdost dle Cnoopa. Samozřejmostí je, že zatížení pro měření mikrotvrdosti je mnohonásobně menší než pro měření tvrdosti.

V této práci byly použity přístroje Volpert-Amsler Dia Testor 2Rc a mikrotvrdoměr LECO LM247AT.

## 4.3 Příprava vzorků pro obrazovou analýzu a světelnou mikroskopii

Vzorky pro světelnou mikroskopii a obrazovou analýzu byly vybrány z hlav zkušebních těles pro tahovou zkoušku. Orientace výbrusu je patrná z obr. 5.



obr. 5 Vzorek pro světelnou mikroskopii a obrazovou analýzu.

Připravovány byly klasickými postupy přípravy vzorků z měkkých materiálů. To znamená: Zalisovány do měkké hmoty na stroji Labopres. Dále broušeny na brusných papírech zrnitosti 600, 1200, 4000 po dobu 3min pod vodou. Leštěny na kotouči DPnap od fy Sruers s pastami  $1\mu\text{m}$  a  $0,25\mu\text{m}$  po dobu 2min. Použito bylo růžové smáčedlo na olejové bázi a stroje Pedemin-2 od fy Struers. Na naleptání bylo použito leptadlo Nital.

Obrazová analýza byla provedena po leštění na diamantové pastě se zrnem  $1\mu\text{m}$ .

## 4.4 Světelní mikroskopie

Světelný mikroskop je zařízení složené ze soustav optických čoček, tak aby zvětšovalo pozorovaný povrch vzorku. Světelný mikroskop má dvě hlavní části: okuláry a objektiv. Jedná se o dvě soustavy čoček, kde každá z nich má své zvětšení. Výsledné zvětšení je jejich součinem.

Objektiv zvětšuje přímo pozorovaný povrch a okulár dále zvětšuje obraz vytvořený objektivem. Protože okuláry mají nejčastěji zvětšení 10x a objektivy 50x-1000x, rozlišení detailů je tedy dáno hlavně objektivem. Celkové užitečné zvětšení je definováno jako poměr rozlišení lidského oka  $d_l$  k rozlišení objektivu  $d_{\min}$ , kde průměrné rozlišení lidského oka je 0,3 mm. Protože  $d_l$  je konstanta a  $d_{\min}$  je přímo úměrné vlnové délce  $\lambda$  a nepřímo úměrné numerické apertuře  $A$ , lze konstatovat, že čím bude mít použité světlo menší vlnovou délku  $\lambda$ , tím se zmenší  $d_{\min}$  (za předpokladu konstantní numerické apertury  $A$ ). Pro dosažení kvalitního snímku je také podstatné mít velkou hloubku ostrosti. Hloubka ostrosti je další charakteristikou ovlivňující metalografické pozorování. Je to vzdálenost mezi mezními rovinami, ve které je pozorovaný povrch ostře viditelný. Z geometrie uspořádání vyplývá, že hloubka ostrosti  $H$  závisí na rozlišitelné vzdálenosti  $d_{\min}$  a na vstupním úhlu

$2\alpha$  použitého objektivu a je dána vztahem: 
$$H = \frac{d_{\min}}{\operatorname{tg} \alpha}.$$

## 4.5 Obrazová analýza

Obrazová analýza je proces zpracování vstupních dat ve formě obrazu do tvaru, jež je čitelný pro algoritmy programu. Výstupem obrazové analýzy mohou být kvalitativní znaky (hrubost struktury, vzdálenost os dendritů, tvar částice, atd.) a nebo kvantitativní (podíl fáze, pórovitost, plocha vměstků, atd.).

Obrazová analýza sestává z následujících kroků:

- Získání obrazu (digitální fotografie)
- Preprocessing (zmírnění šumu, úpravy obrazu, naprahování, úpravy kontrastu, vybrání oblasti měření)
- Processing (analýza, statistické zpracování dat)

Obrazová analýza je programové prostředí pracující se zdigitalizovaným obrazem a je proto vhodné zmínit se o formátech pro uložení snímku. Pro vědecké účely je dobré používat nekomprimované formáty BMP, TIFF nebo JPEG. Tyto tři jsou vhodné, protože patří mezi tzv. nepaletové typy. To znamená, že intenzitu osvětlení v bodě ukládají bez změny jako hodnotu pixelu.

Obrazová analýza v této práci byla prováděna na softwaru: Analy SIS 5.0 Olympus Soft Image Solutions GmbH

## 4.6 Elektronová mikroskopie

Elektronová mikroskopie používá pro zobrazení paprsek urychlených elektronů. Elektrony primárního svazku se emitují ze žhaveného Wolframového vlákna. Elektrony jsou ve Wehneltově válci urychleny vysokým napětím skrze soustavu elektromagnetických čoček na povrch vzorku. Elektronové mikroskopy se používají ve dvou uspořádáních, jako transmisní a rastrovací. Liší se od sebe charakterem použitého vzorku a také způsobem pozorování. U transmisního elektronového mikroskopu elektrony procházejí skrz velmi tenký vzorek a vytvářejí obraz na matnici. U rastrovacího elektronového mikroskopu je primární svazek elektronů vychylován speciální elektromagnetickou čočkou tak, aby skenoval určitou plochu vzorku. Vzorek je v tomto případě masivní, protože elektrony neprocházejí skrz, ale interagují s povrchem a podpovrchovými vrstvami. Elektrony vyražené nebo odražené ze vzorku jsou pak zachycovány různými druhy detektorů umístěných společně se vzorkem ve vakuové komoře. Obraz vzniká nepřímo pixel po

pixelu na základě aktuální polohy primárního paprsku elektronů a okamžité intenzity dopadajících elektronů na detektor.

Elektronové mikroskopy umožňují mimo pozorování povrchu a vnitřní struktury, také jiné testování vzorků. Patří mezi ně: difrakce elektronů, WDS- vlnově disperzní spektroskopie, EDS-energieově disperzní spektroskopie, spektroskopie Eugerových elektronů.

Pro účel této práce byl použit rastrovací elektronový mikroskop Philips XL 30 Series.

## 5 Rozbor výsledků

Zkoumáno bylo celkem 10 vzorků z reálných odlitků (tlakové lití), které mají být srovnány s jediným referenčním vzorkem vyrobeným metodou squeeze casting. Byl zvolen následující postup: Po provedení tahové zkoušky se vybere jeden vzorek, který vykazuje nejlepší mechanické vlastnosti a ten bude porovnáván se vzorkem vyrobeným metodou squeeze casting.

### 5.1 Statická zkouška tahem

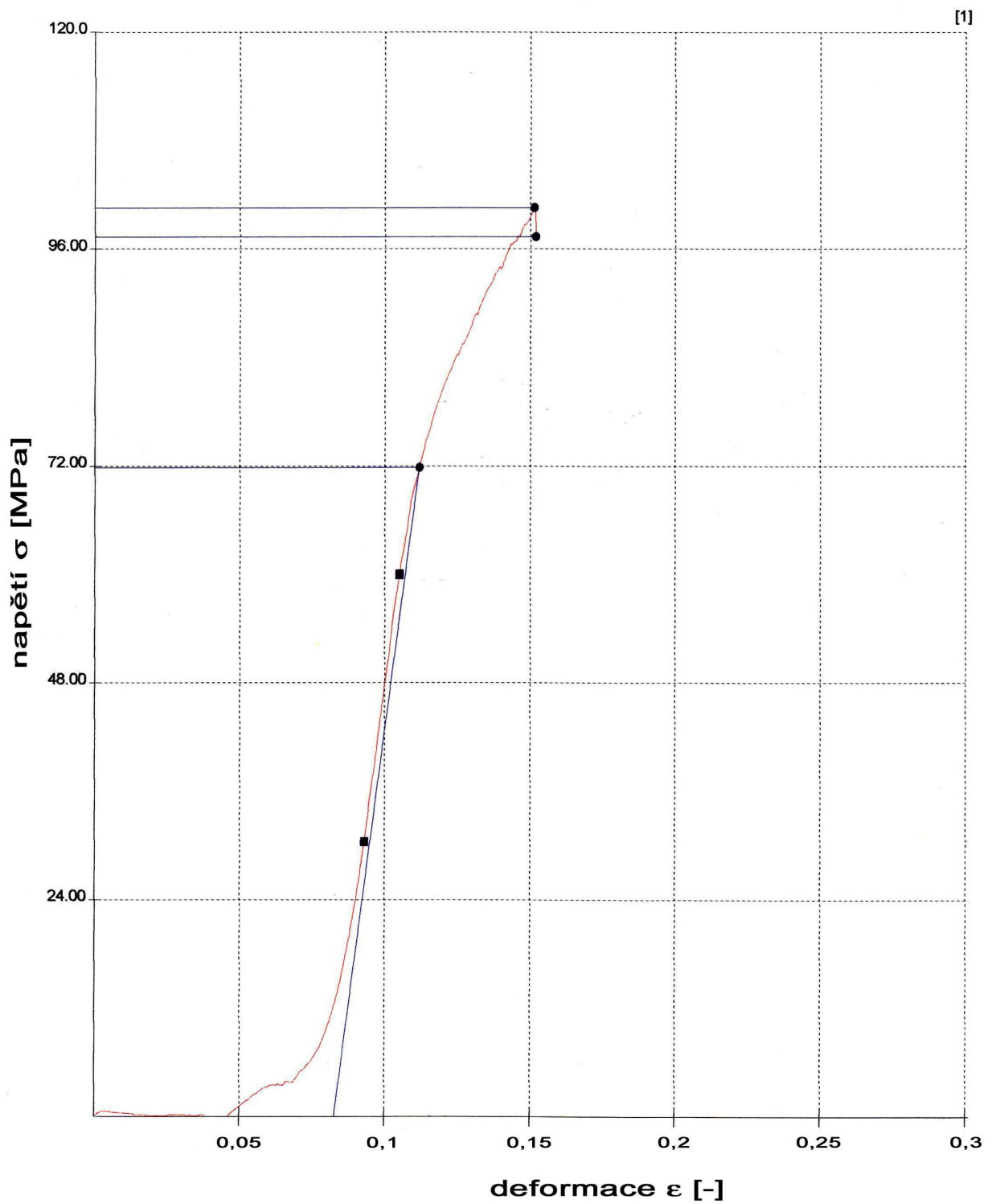
Statická zkouška tahem vzorku 73A byla prováděna na univerzálním trhacím stroji TIRA test 2300. Na tomto stroji byl problém s vyjížděním ploché zkušební tyče z čelistí, proto byly ostatní vzorky testovány na univerzálním trhacím stroji Zwick Z020, který je vybaven předepjatými čelistmi.

tab. 2 Statická zkouška tahem

	Číslo vz.	v-zkoušky	Rp 0.2	Rm	A
Nr	/	mm/min	MPa	MPa	%
1	1B	1	13	119	1,4
2	2B	1	12	137	1,4
3	3B	1	12	97	1,1
4	11A	1	14	116	1,1
5	73A	1	71	101	3,2
6	73B	1	16	138	0,5
7	111A	1	12	71	0,6
8	111B	1	12	90	1,0
9	135A	1	15	141	1,7
10	135B	1	14	75	1,9

Pozn.: Plochá zkušební tyč 6x10-20 mm

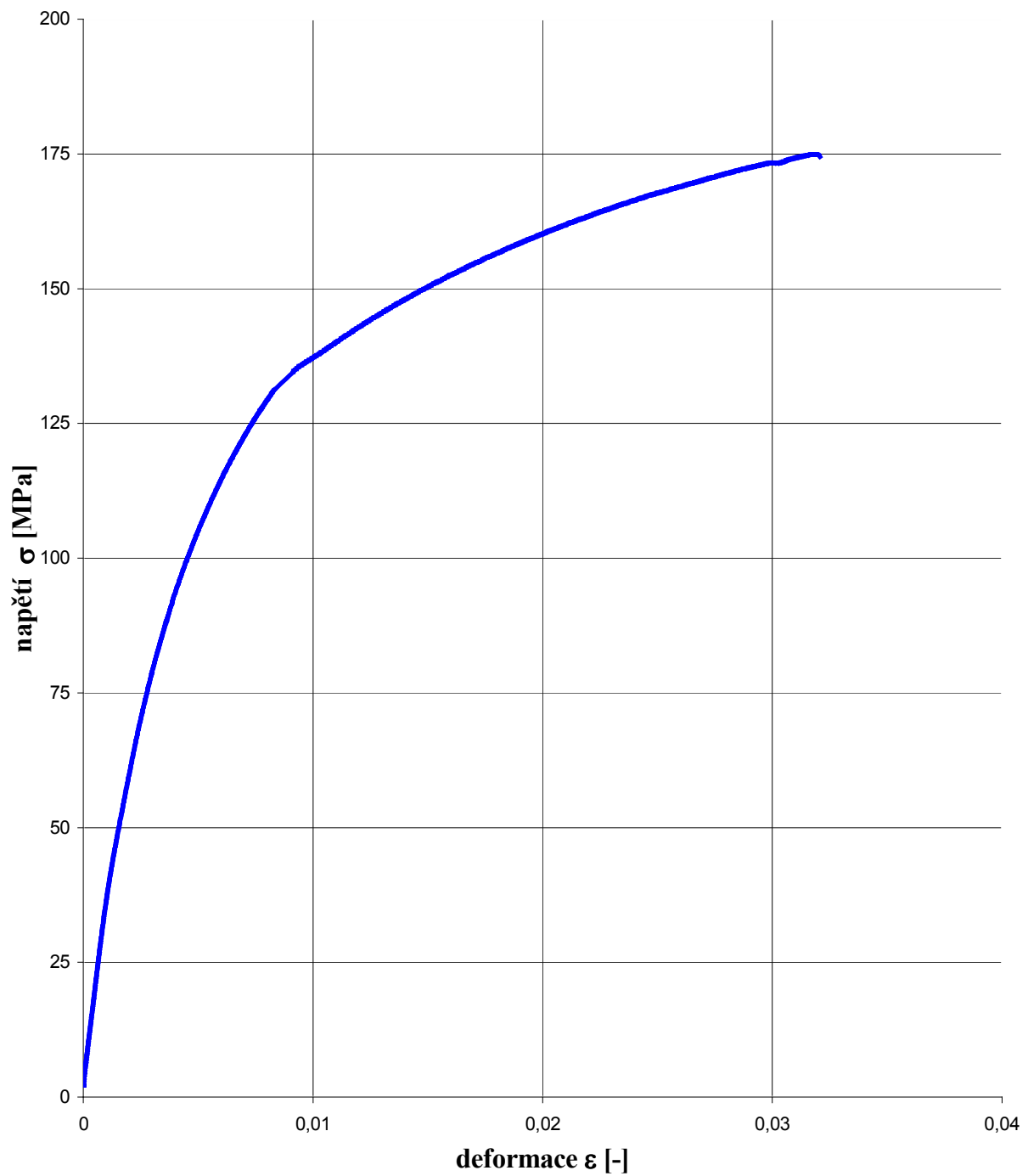
Díky použití dvou strojů je ve výsledcích určitá chyba. Nejlépe to jde vidět na rozdílech výsledků u smluvní meze kluzu Rp0,2 a meze pevnosti Rm. Ve výsledcích tažnosti A je také určitá chyba, ale tažnost se vyhodnocuje bez zdánlivého prodloužení způsobeného prokluzem čelistí. Změna stroje, tak nemá na tuto chybu takový vliv. Z tohoto důvodu se jako vzorek s nejlepšími mechanickými vlastnostmi jeví 73A.



obr. 6 Tahový diagram vzorku 73A.

tab. 3 Statická zkouška tahem AZ91 (73A)

Vzorek	Rozměr[mm]	Rm[MPa]	Rp0,2[MPa]	A[%]
AZ91(73A)	6x10-20	101	71	3,2



obr. 7 Tahový diagram AZ91 (s.c.)

tab. 4 Statická zkouška tahem AZ91 (s.c.)

Vzorek	Rozměr[mm]	Rm[MPa]	Rp0,2[MPa]	A[%]
AZ91(s.c.)	Ø6-30	175	126	2,1

Z výsledků tahových diagramů vyplývá, že lepší mechanické vlastnosti má slitina zpracovaná metodou squeeze casting. Takto zpracovaná slitina má vyšší mez kluzu  $R_{p0,2}$  a mez pevnosti  $R_m$ . U slitiny zpracované metodou tlakového lití působí póry jako koncentrátoři napětí a vystavují zbylý průřez materiálu vyšším hodnotám napětí mez pevnosti a mez kluzu jsou potom nižší. Z porovnávaných vzorků má větší tažnost vzorek zpracovaný metodou tlakového lití.

## 5.2 Měření tvrdosti a mikrotvrdosti

### 5.2.1 Mikrotvrdost fází

Měření mikrotvrdosti bylo provedeno na naleptaných vzorcích po světelné mikroskopii. Měření probíhalo na stroji LECO LM247AT, který je ovládán přes počítač a je vybaven obrazovou analýzou pro vyhodnocování plochy vtisků. Mikrotvrdost byla měřena metodou dle Vickerse v souladu s normou pro měření mikrotvrdosti. To znamená se zatížením 0,01 p po dobu 10s.

#### 73A:

	110 HV 0,01	gama částice (40,5 HRA)
	112 HV 0,01	(41 HRA)
	118 HV 0,01	(42,3 HRA)
	-----	
Ø	<b>113 HV 0,01</b>	<b>Gama částice (41,3 HRA)</b>
	93,4 HV 0,01	tuhý roztok
	88,1 HV 0,01	
	74,0 HV 0,01	
	-----	
Ø	<b>85,2 HV 0,01</b>	<b>tuhý roztok</b>

#### AZ91-F (squeeze casting):

	159 HV 0,01	gama částice (51 HRA)
	190 HV 0,01	(56 HRA)
	139 HV 0,01	(47 HRA)
	-----	
Ø	<b>163 HV 0,01</b>	<b>gama částice</b>
	118 HV 0,01	eutektikum
	136 HV 0,01	
	95,1HV 0,01	
	-----	
Ø	<b>116,4 HV 0,01</b>	<b>eutektikum</b>

	90,7 HV 0,01	tuhý roztok
	91,3 HV 0,01	
	75,2 HV 0,01	
	-----	
<b>Ø</b>	<b>85,7 HV 0,01</b>	<b>tuhý roztok</b>

Měření potvrdilo očekávanou posloupnost tvrdostí fází. Tuhý roztok je nejměkčí s tvrdostí těsně přes 85HV 0,01, naopak gama fáze je jako chemická sloučenina nejtvrďší, asi 160 HV 0,01. Eutektikum je směs gama fáze a tuhého roztoku, tomu odpovídá i jeho tvrdost, která se nachází mezi nimi. Tvrdost eutektika je asi 116 HV0,01.

U reálného odlitku bylo, díky velké pórovitosti a jemné struktuře, poměrně těžké najít dostatečně velkou částici  $\gamma$  fáze pro změření mikrotvrdosti. Tento výsledek je proto značně nepřesný a dalo by se říci, že šlo spíše o měření mikrotvrdosti eutektika.

### 5.2.2 Tvrdost

Tvrdost vzorků byla měřena na tvrdoměru Volpert-Amsler Dia Testor 2Rc. Měřena byla tvrdost dle Brinella. Použita byla ocelová kulička o  $\varnothing 2,5$  mm, zatížení 31,25 kp a doba zatěžování 10 s.

#### 73A:

	67,3 HBS
	63,7 HBS
	62,1 HBS
	-----
<b>Ø</b>	<b>64,4 HBS</b>

#### AZ91-F: (squeeze casting)

	56,1 HBS
	79,6 HBS
	62,1 HBS
	-----
<b>Ø</b>	<b>65,9 HBS</b>

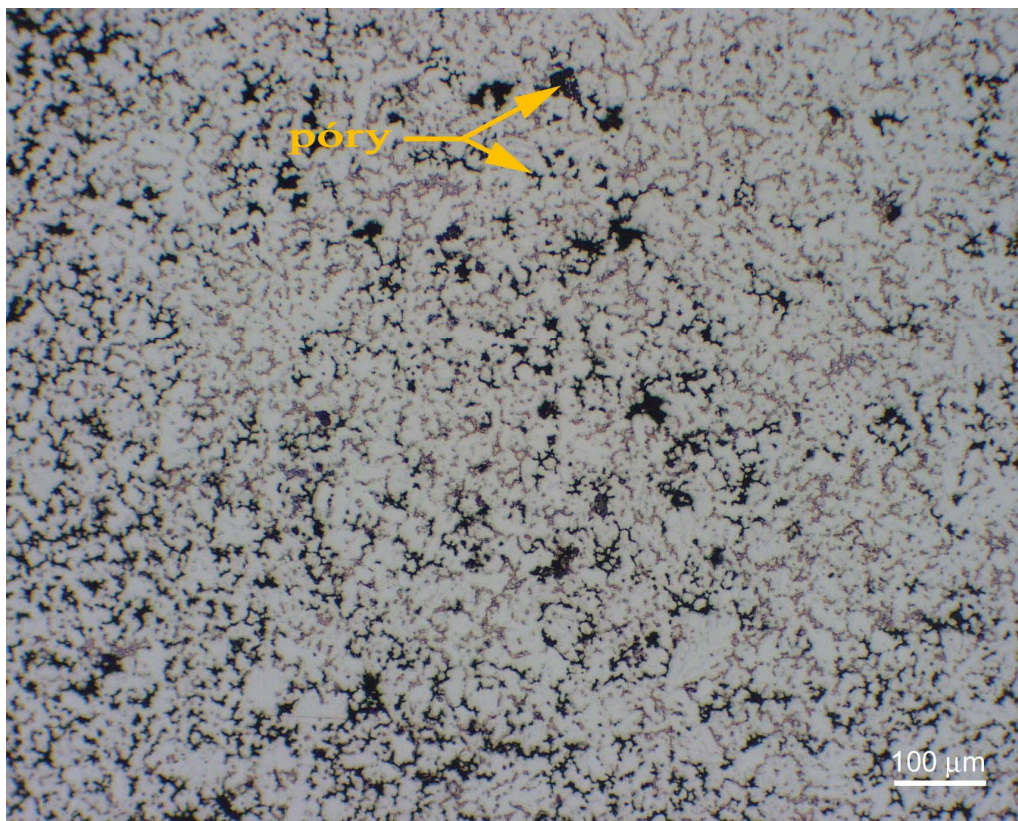
Tvrdost vzorku odlitého metodou squeeze casting je o málo větší než u technologie tlakového lití. Může to být způsobeno množstvím pórů ve vzorku z tlakového lití. Vzhledem k rozptylům při měření vzorku připraveného metodou squeeze casting se raději přikláním k možnosti lokální nehomogenity tvrdosti způsobené velkým množstvím vyloučeného diskontinuálního precipitátu.

### 5.3 Světelná mikroskopie

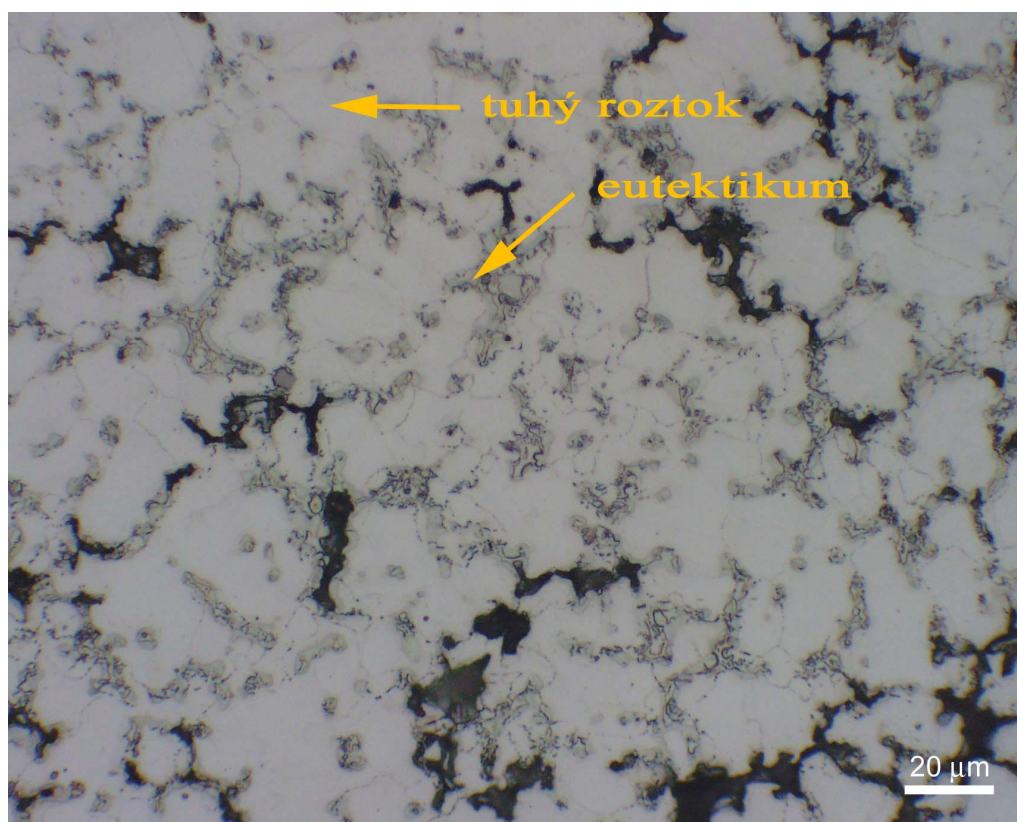
Vzorky pro světelnou mikroskopii byly připravovány standardním postupem, který byl již popsán v kapitole experimentální materiál. Pro vyvolání struktury bylo použito leptání na hranice zrn pomocí leptadla Nital.

Pozorování bylo prováděno ve světlém poli. Pozorování jinými způsoby, jako jsou např. polarizované světlo, diferenciální interferenční kontrast, aj. nepřineslo žádné jiné výsledky.

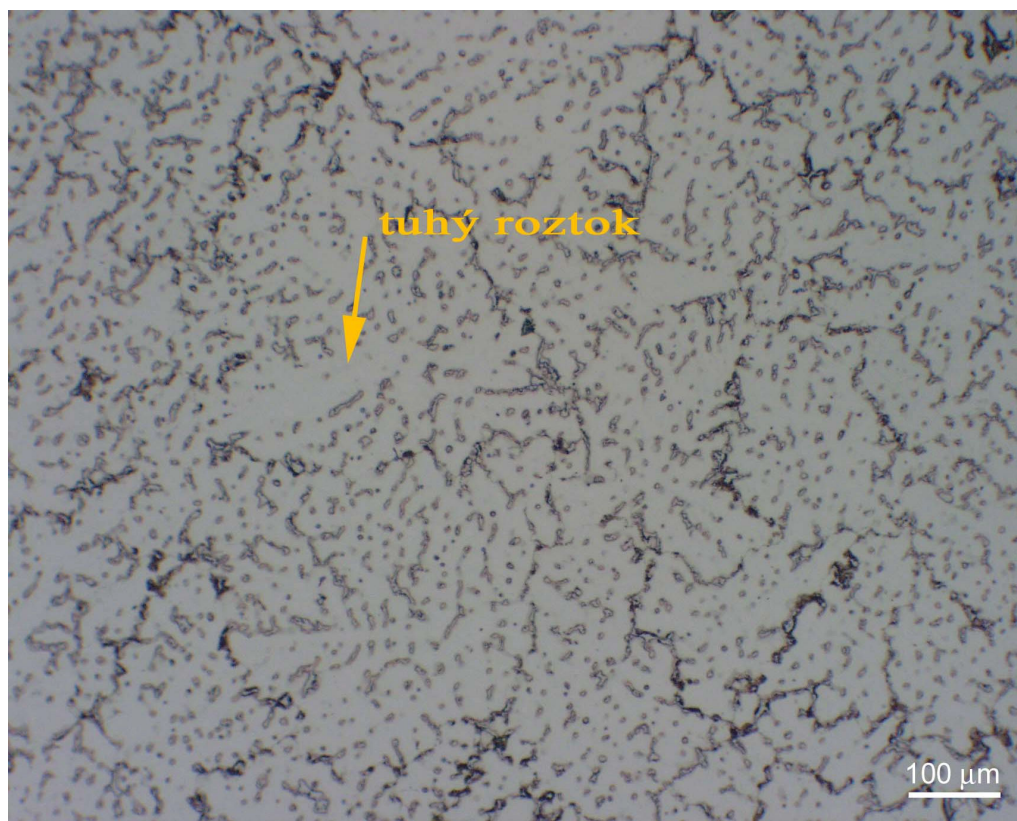
Z obrázku č.8 je patrné, že se jedná o litou strukturu s obrovským množstvím ředin, které v některých místech přecházejí až v okem viditelné díry. Dendrity nejsou dobře rozeznatelné, nebylo tak možné provést měření DAS a naopak pro velkou pórovitost bylo zařazeno měření pórovitosti (viz. další kapitola). Na snímcích jsou označeny oblasti tuhého roztoku  $\delta$ , jedná se o osy dendritů. V mezidendritických prostorách je eutektikum, které se skládá z tuhého roztoku  $\delta$  a intermetalické fáze  $\gamma$ . Při zvětšení 500x nejsou složky eutektika dobře rozeznatelné, proto byly pořízeny i fotografie ve zvětšení 1000x. Eutektikum má vyšší tvrdost než tuhý roztok, takže při přípravě vzorku vznikl na ploše reliéf, který je větší než hloubka ostrosti. Fotografie ve zvětšení 1000x, proto nešly dobře doostřit a ztratily svou vypovídací hodnotu.



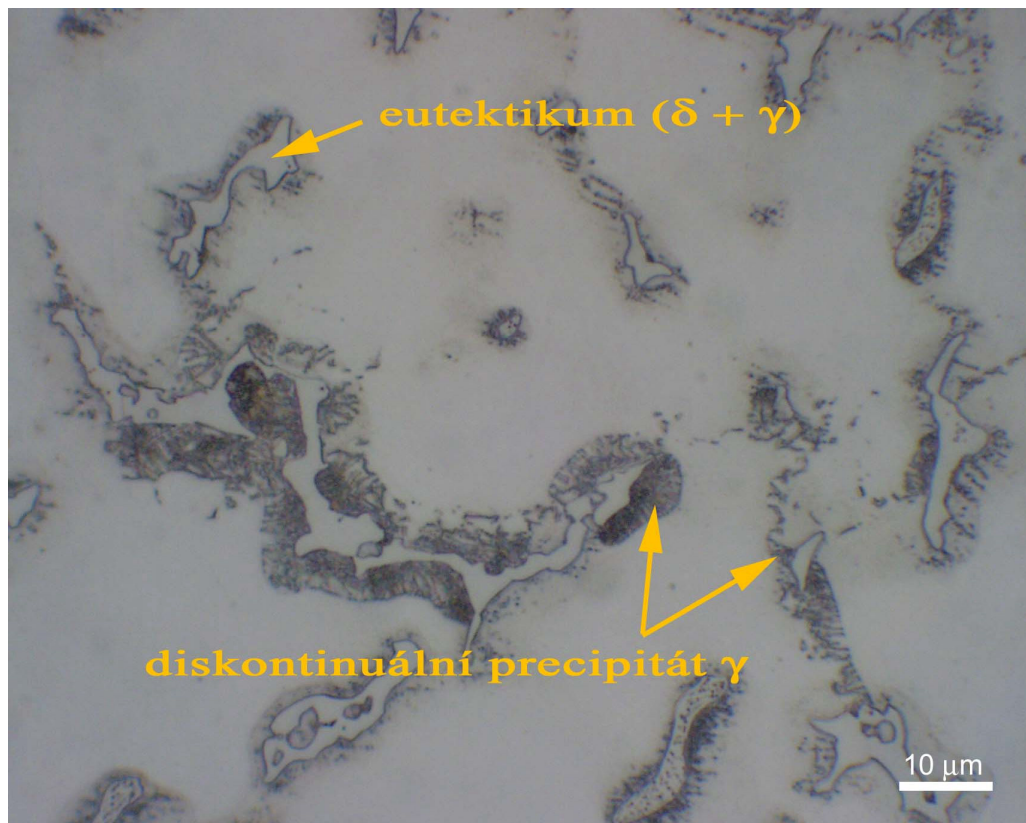
obr. 8 Struktura reálného odlitku



obr. 9 Struktura reálného odlitku



obr. 10 Struktura slitiny odlité metodou squeeze casting



obr. 11 Struktura slitiny odlité metodou squeeze casting

Na obrázku č. 10 je vzorek odlitý metodou squeeze casting. Struktura je bez pórů a na první pohled je o něco hrubší než u technologie tlakového lití. Při zvětšení 100x jsou rozeznatelné dendritické osy složené z tuhého roztoku. Na obrázku č. 11 je zvětšená oblast mezidendritických prostor s dobře rozeznatelnou fází  $\gamma$  v eutektiku. Z hranic mezi  $\gamma$  fází a tuhým roztokem  $\delta$  vyrůstá lamelární struktura diskontinuálního precipitátu  $\gamma$  fáze.

#### 5.4 Obrazová analýza

Obrazová analýza byla prováděna na stejném vzorku jako světelná mikroskopie. Pro obrazovou analýzu je nutné, aby vzorky nebyly naleptané a nasnímání fotografií proběhlo okamžitě po leštění. Jedině tak se dosáhne čistého nezoxidovaného povrchu a tím i lepšího kontrastu mezi póry a materiálem.

Aby vyhodnocení pórovitosti bylo statisticky přijatelné a v měření byly zahrnuty jak velmi velké póry tak velké množství mikropórů, bylo nafoceno pět zorných polí zvětšením 100x a tři zorná pole zvětšením 200x. Jako okrajové podmínky bylo zadáno, aby analýza zanedbávala póry menší než 5  $\mu\text{m}$ . Horní hranice nebyla omezena. Konečný výsledek je statistickým zpracováním výsledků z jednotlivých zorných polí.

tab. 5 Vyhodnocení pórovitosti vzorku 73A

název:	Diameter Max	Diameter Mean	Diameter Min	Shape Factor	Počet
jednotka:	μm	μm	μm	-	-
Σ	-	60715,13	-	1463,50	1814
výsledek:	117,43	16,76	5,04	0,40	-

Pokračování tab. 5

název:	Aspect Ratio	Elongation	Sphericity	Area	Počet
jednotka:	-	-	-	μm <sup>2</sup>	-
Σ	6291,33	7380,71	1183,70	435041,58	1814
výsledek:	1,74	2,04	0,33	120,06	-

Počet: Počet zaznamenaných pórů ve všech zorných polích.

Diameter Max: Průměr největšího zaznamenaného póru.



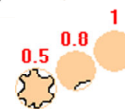
Diameter Mean: Průměrná velikost pórů.



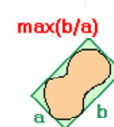
Diameter Min: Minimální průměr zaznamenaného póru.



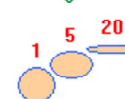
Shape Factor: Tvarový faktor zachycující kruhovitost pórů.



Aspect Ratio: Poměr maximálního a minimálního rozměru póru.



Elongation: Prodloužení pórů charakterizuje jejich roztváření.



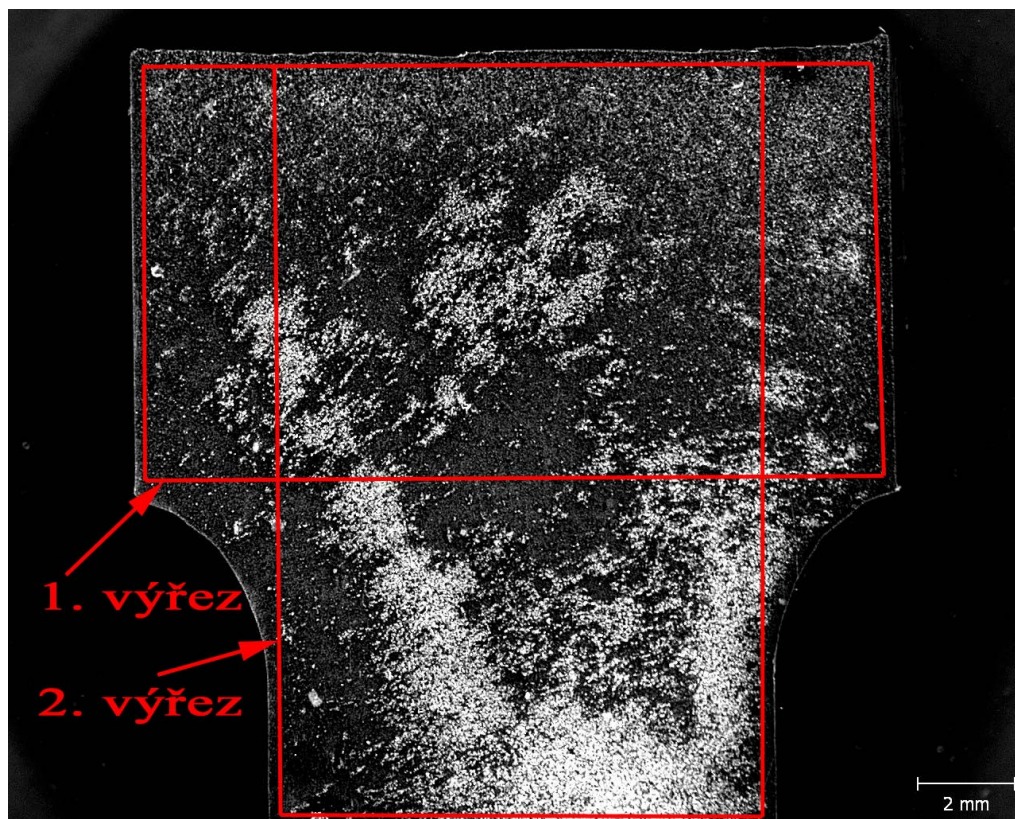
Sphericity: Je to vlastně opak prodloužení.



Area: Plocha pórů.



Pro lepší představu o množství a rozložení pórů ve vzorku byla na stereolupě pořízena makrofotografie celé plochy výbrusu. Fotografie musela být upravena a převedena do stupňů šedi a následně do binárních barev. Poté bylo použito obrazové analýzy k určení procentuální plochy zabrané póry.



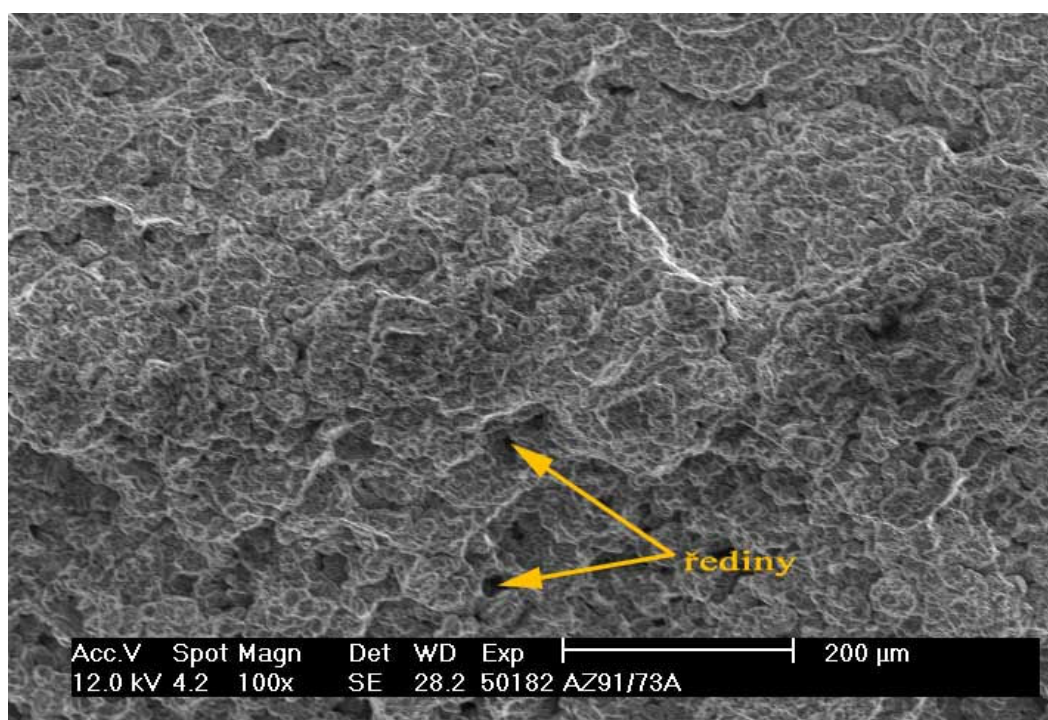
obr. 12 Makrofotografie vzorku 73A (Tlakové lití)

tab. 6 Procento plochy zabrané póry:

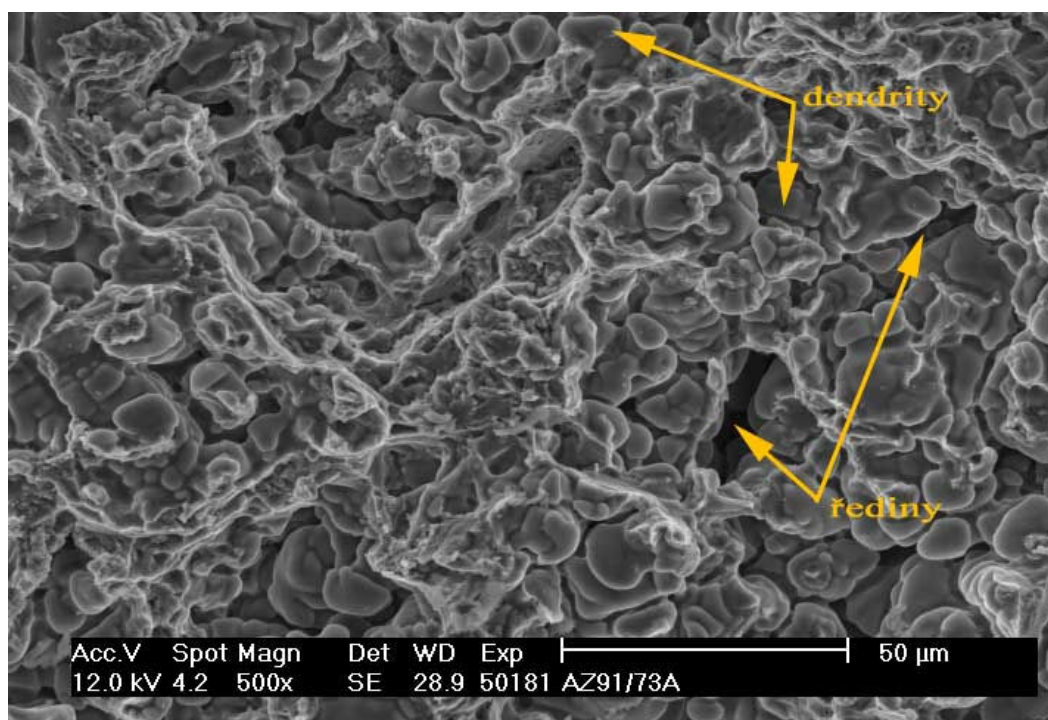
% z plochy(póry)	73A
1. výřez	18,72
2. výřez	29,29
$\Sigma$	48,01
průměr [%]	<b>24,01</b>

## 5.5 Studium lomových ploch po statické zkoušce tahem

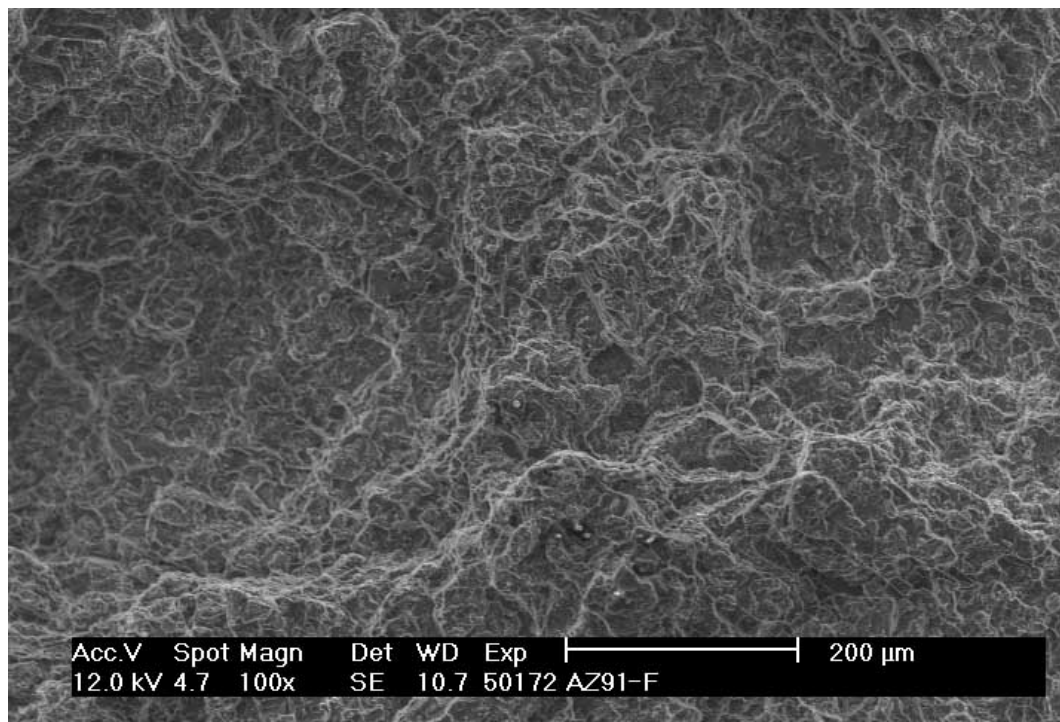
Fotografie lomových ploch vzorků byly pořizovány na rastrovacím elektronovém mikroskopu Philips XL 30 Series. Přesto, že lomové plochy nebyly čerstvé a nebyly uchovávány v exikátoru, nebylo potřeba je čistit.



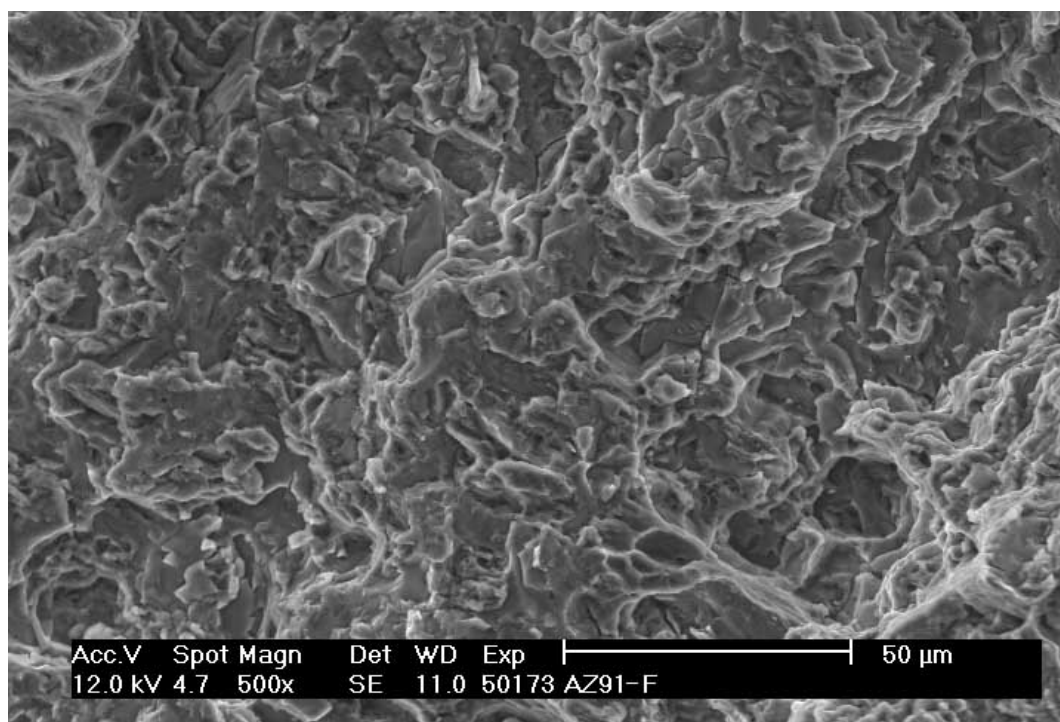
obr. 13 Lomová plocha vzorku 73A



obr. 14 Detail lomové plochy vzorku 73A



obr. 15 Lomová plocha vzorku odlitého metodou squeeze casting



obr. 16 Detail lomové plochy vzorku odlitého metodou squeeze casting

Morfologie lomových ploch obou vzorků je stejná, jediný rozdíl je ve výskytu ředin ve vzorku zpracovaného metodou tlakového lití. Mechanismus porušování je u obou vzorků transkrystalický smíšený s větším podílem štěpného lomu.

## 6 Závěr

Z měření a pozorování na slitinách AZ91 odlitých metodami squeeze casting a tlakového lití vyplývají tyto závěry:

- Analýza chemického složení potvrdila, že se jedná o slitinu AZ91. Současně bylo zjištěno malé množství příměsí, konkrétně železa a křemíku.
- Slitina AZ91 zpracovaná metodou squeeze casting má vyšší mez kluzu a mez pevnosti než tatáž slitina zpracovaná metodou tlakového lití. Velká pórovitost u metody tlakového lití ulehčuje šíření trhliny a snižuje tak pevnostní charakteristiky slitiny.
- Není téměř žádný rozdíl v průměrné tvrdosti mezi slitinou AZ91 odlitou metodou squeeze casting a metodou tlakového lití. Slévárenské vady u metody tlakového lití neovlivňují tvrdost materiálu.
- Ve slitinách zpracovaných oběma technologiemi se vyskytují stejné fáze. Jedná se o fázi  $\gamma$ , tuhý roztok  $\delta$  a eutektikum  $\delta+\gamma$ . Ve slitině zpracované metodou squeeze casting je větší množství diskontinuálního precipitátu  $\gamma$  fáze než u slitiny zpracované metodou tlakového lití. Na fotografiích, při malém rozlišení, je patrné jemnější zrno materiálu zpracovaného metodou tlakového lití.
- Při technologii tlakového lití se pórovitost pohybuje až v desítkách procent plochy výbrusu. Důvodem je vysoká rychlost plnění formy a chladnutí taveniny. Naproti tomu u metody squeeze casting nejsou póry vůbec.
- Morfologie lomových ploch obou dvou vzorků je stejná. Jediný rozdíl je množství ředin u slitiny odlité metodou tlakového lití. U druhého vzorku připraveného metodou squeeze casting nejsou ve struktuře žádné řediny a mechanismus porušování je stejný jako u metody tlakového lití transkrystalický smíšený.

## 7 Literatura

1. MORDIKE, B.L., EBERT, T. Magnesium – Properties – Application – Potention, *Materials science and engineering*, 15 April 2001, roč. 1, č. 302, s.37-45.
2. MORDIKE, B.L. *Magnesium and Magnesium alloys*, J.JILM, 2001. s. 2-13.
3. MKAI, T., YAMANOI, M., WATANABLE, H., HIGASHI, K. *Ductility enhancement in AZ31 magnesium alloys by controlling its grain structure*, Scripta Materialia, 2001 s. 89-94.
4. <http://www.lm-foundation.or.jp/english/abstract-vol37/abstract/97>
5. MICHAEL, M., AVEDESIAN, and BAKER, H. *Magnesium and Magnesium alloys*, ASM Internation, Materials park OH 44073-0002, 1999.
6. MAYER, H., RÖSCH, R., LIPOWSKY, H., ZETTL, B., PAPAKYRIACOU, M. STANZL-TSCHEGG, S.E. *Fatigue properties of high pressure die cast magnesium alloy*. Germany: Audi, Ingolstadt. 2001.
7. STOPKA, J., HADZINA, B. Vlyv tepelného cyklovania na zmenu tvrdosti horčikovej zliatiny AZ91 HP. *Materiálové inžinierstvo*, 2002, roč. 9, č. 3, s.171-175.
8. SMOLA, B., STULÍKOVÁ, I., PELCOVÁ, J., VON BUCH, F. MORDIKE, B.L. *Phase transformations due to isochronal annealing of Mg-rare earth-Sc-Mn squeeze cast alloy*. Z. Metall 5, 2003. pp. 553-558.
9. STULÍKOVÁ, I., PELCOVÁ, J., VON BUCH, F. MORDIKE, B.L. *Machanical properties and creep of Mg-rare earth-Sc-Mn squeeze cast alloy*. Mat.-wiss. u., Werkstofftech , 2003. pp.102-108.
10. STULÍKOVÁ, I., SMOLA, B., MORDIKE, B.L. *New hight temperature creep resitant Mg-Y-Nd-Sc-Mn alloy*. phys.stat.stol. (a) 190, 2002. R4-R6.
11. PODRÁBSKÝ, T. *Koroze Mg (podkladový material)*, Brno, 2007. 1s.
12. ZÚBEROVÁ, Z. *Mechanické vlastnosti hořčikové slitiny AZ31*. VUT Brno, 10/2004. 40s.
13. PTÁČEK, L. *Hořčík - několik informací* (PowerPoint podklad pro výuku) VUT Brno, 2005.
14. ROUČKA, J. *Metalurgie neželezných slitin*. Brno: CERM, 2004. 145s.
15. DRÁPAL, J., KUCHAR, L., TOMÁŠEK, K., TROJANOVÁ, Z. *Hořčík, jeho slitiny a binární systémy hořčík-příměs*. Ostrava: VŠB Ostrava, 2004. 172 s.
16. AVEDESIAN, M., BAKER, H. *ASM Speciality Handbook – Magnesium and magnesium alloys*. ASM International Ohio, USA, 1999. 314s. ISBN 0-87170-138-3.

ÚMVI FSI VUT	BAKALÁŘSKÁ PRÁCE	List 35
--------------	------------------	---------

17. BROOKS, CH.R. *Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys*. ASM Ohio, USA, 1995. 419 s.
18. *Kovové materiály*, Bratislava 2007, roč.3, č. 45, s. 115, 129, 135.
19. *Ekocentrum 2007*, Ekocentrum aplikovaného výzkumu, Brno, sborník konference, str. 9, 59, 77, 85, 87, 111.

## 8 Použité zkratky

ECAP	equal channel angular pressing, technologie tváření
CO <sub>2</sub>	oxid uhličitý
bcc	mřížka kubická prostorově středěná
hcp	hexagonátní mřížka
ASTM	American Society for Testing and Materials
EN	European Norm
KV	nárazová práce
R <sub>m</sub>	mez pevnosti
Re	mez kluzu
R <sub>p0,2</sub>	smluvní mez kluzu
HB	tvrdost dle Binella
BMP	Microsoft Windows Bitmap, formát rastrového obrazu
TIFF	Tag Image File Format, formát rastrového obrazu
JPEG	Joint Photographic Experts Group, komprimovaný formát obrazu
A	tažnost
Z	zúžení
E	modul pružnosti
WDS	vlnově disperzní spektroskopie
EDS	energieově disperzní spektroskopie
DAS	
HV	tvrdost dle Vickerse
HRA	tvrdost dle Rockwela
SO <sub>2</sub>	oxid siřičitý
SF <sub>6</sub>	fluorid sírový
N <sub>2</sub>	dusík