



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

VLIV HOMOGENIZACE NA MECHANICKÉ VLASTNOSTI HOŘČÍKOVÉ SLITINY AZ91

INFLUENCE OF HOMOGENIZING ON MECHANICAL PROPERTIES OF AZ91 ALLOY

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

ANDREA PROVAZNÍKOVÁ

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

DOC. ING. STANISLAV VĚCHET, CSC.

BRNO 2008

ABSTRAKT

Tato bakalářská práce obsahuje fotografie i grafické znázornění vlivu tepelného zpracování na strukturu a mechanické vlastnosti hořčíkové slitiny AZ91. Na snímcích ze světelné mikroskopie jsou zaznamenány struktury slitiny, byly provedeny tahové zkoušky k určení pevnostních a plastických charakteristik materiálu, měření tvrdosti a mikrotvrdosti, a také fraktografické pozorování lomových ploch na rastrovacím mikroskopu.

Klíčová slova

Hořčíková slitina AZ91, homogenizační (rozpuštěcí) žíhání, vytvrzování, squeeze casting, zkouška tahem, tvrdost, mikrotvrdost, fraktografie.

ABSTRACT

This bachelor thesis includes photos and graphic representations of the influence of heat treatment on the mechanical properties of magnesium alloy AZ91. The structures of the alloy are recorded on the light microscopy pictures as well as photographs taken using a scanning microscope of fracture areas in the material. Results of a Tensile Test determining the strength and plastic properties and measuring of hardness and microhardness of the material are also included.

Key words

Magnesium alloy AZ91, solution annealing, hardening, squeeze casting, tensile test, hardness, micro-hardness, fractographology.

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

PROVAZNÍKOVÁ, Andrea. *Vliv homogenizace na mechanické vlastnosti hořčíkové slitiny AZ91: Bakalářská práce*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2008. 57 s., příloh. Vedoucí bakalářské práce Doc. Ing. Stanislav Věchet, CSc..

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma *Vliv homogenizace na mechanické vlastnosti hořčíkové slitiny AZ91* vypracoval(a) samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených na seznamu, který tvoří přílohu této práce.

23. 5. 2003

Podpis bakaláře

.....

Andrea Provazníková

PODĚKOVÁNÍ

Děkuji tímto doc. Ing. Stanislavu Věchetovi, CSc. za cenné připomínky a rady při vypracování bakalářské práce.

OBSAH

ABSTRAKT	4
PROHLÁŠENÍ	5
PODĚKOVÁNÍ	6
OBSAH	7
ÚVOD	8
1 HOŘČÍKOVÉ SLITINY	9
1.1 Hořčík.....	9
1.2 Výroba hořčíku.....	10
1.3 Vlastnosti hořčíkových slitin.....	11
1.4 Označování hořčíkových slitin.....	13
1.5 Výrobky z hořčíkových slitin.....	14
2 TECHNOLOGIE ZPRACOVÁNÍ HOŘČÍKOVÝCH SLITIN	15
2.1 Technologie zpracování hořčíkových slitin tvářením.....	15
2.2 Technologie zpracování hořčíkových slitin odléváním.....	16
2.3 Tavení slitiny hořčíku.....	20
3 TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ	21
3.1 Žhání.....	21
3.2 Kalení.....	22
3.3 Popouštění.....	23
3.4 Zušlechťování.....	23
3.5 Tepelné zpracování hořčíkových slitin.....	23
4 CÍL PRÁCE	26
5 EXPERIMENTÁLNÍ METODIKA	27
5.1 Experimentální materiál.....	27
5.2 Tepelné zpracování slitiny AZ91.....	28
5.3 Základní mechanické charakteristiky.....	29
5.4 Příprava vzorků.....	30
5.5 Měření tvrdosti.....	30
5.6 Fraktografie.....	31
6 ROZBOR A DISKUSE VÝSLEDKŮ	32
6.1 Vliv tepelného zpracování.....	32
6.2 Zkouška tahem.....	32
6.3 Měření tvrdosti.....	35
6.4 Měření mikrotvrdosti.....	35
6.5 Lomové plochy.....	36
ZÁVĚR	37
SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ	38
SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ	39
SEZNAM PŘÍLOH	40

ÚVOD

Jedním z nejdůležitějších požadavků současných trendů ve strojírenství je snižování zátěže životního prostředí. Toho lze dosáhnout mimo jiné úsporou paliva při snižování hmotnosti dopravních prostředků a tomu odpovídající úsporou energie. Znamená to zvýšit podíl lehkých konstrukčních materiálů ve stavbě automobilů a letadel, mezi které patří slitiny lehkých kovů, kompozity, technické plasty apod..

Hořčíkové slitiny nabízejí vysoký potenciál při redukci hmotnosti v dopravních systémech, kde výrazně přispívají k redukci škodlivých emisí a v dalších aplikacích. Kromě toho využitím nových technologií výroby umožňují redukovat výrobní náklady, například ve srovnání se slitinami hliníku. Vedle nízké hustoty hořčíkových slitin je výhodná jejich výborná obrobitelnost, schopnost zlepšit kvalitu povrchu dalším zpracováním, relativně nízká cena a dobrá dostupnost. Nicméně, stále zůstává několik problémů, které je nutné vyřešit. Jedním z nich může být jejich nízká odolnost vůči korozi vedoucí ke snižování jejich únavové životnosti, zhoršená svařitelnost, špatná odolnost vůči creepu za zvýšených teplot, vysoká reaktivita (ekologická náročnost zpracování), či nízké hodnoty lomové houževnatosti. Zhruba jedna pětina celkové produkce hořčíku je využívána na výrobu hořčíkových slitin používaných pro konstrukční a elektrochemické aplikace.

Dle statistiky IMA (International Magnesium Association) bylo v roce 2002 vyrobeno celkem 365 tisíc tun primárního Mg, z toho pro legování Al slitin bylo spotřebováno 145,6 tisíce tun (40 %), pro odlitky vyrobené tlakovým lítím 127,8 tisíce tun (35 %), zatímco pro tvářené produkty bylo spotřebováno pouze 9 tisíc tun (2,5 %) [1]. Těžišťe využívání hořčíku je tedy především v oblasti legování a v přípravě slitin Mg metodami tlakového lití, případně i metodu gravitačního lití. V současnosti jsou studovány další typy hořčíkových slitin, např. slitiny Mg s přísadou Li, Zr, kovů vzácných zemin a další.

Slévárenské metody umožňují výrobu složitých součástí, a to jak v hromadné, tak i v malosériové výrobě. Jejich nevýhodou, ve srovnání s metodami tváření, je zbytková pórovitost odlitků a nižší mechanické vlastnosti, zejména tažnost a pevnost. V případě požadavku vyšších mechanických vlastností je vhodné přejít na tvářené výrobky.

Tématem této bakalářské práce je posouzení vlivu tepelného zpracování, především homogenizačního žhání a vytvrzování, jakož i druhu výroby na mechanické vlastnosti hořčíkové slitiny AZ91.

1 HOŘČÍKOVÉ SLITINY

1.1 Hořčík

Chemická značka: ${}_{12}\text{Mg}$ (zkratka z latinského magnesium)

Výskyt: v zemské kůře 2 % Mg, v mořské vodě 0,14 %.

Krystalová mřížka: hexagonální, parametry $a = 0,32092 \text{ nm}$, $c = 0,52105 \text{ nm}$,
osový poměr $c/a = 1,623$, což je velice blízko ideálnímu osovému poměru
pro nejtěsnější uspořádání 1,633.

Atomová hmotnost: $M = 24,32 \text{ g/mol}$.

Měrná hmotnost: při $20 \text{ }^\circ\text{C}$ - $\rho = 1,74 \text{ g/cm}^3$ (nejlehčí známý konstrukční materiál),
při $650 \text{ }^\circ\text{C}$ - $\rho = 1,57 \text{ g/cm}^3$.

Teplota tání: 650°C .

Teplota varu: 1107°C [2].

Hořčík je kovem IIa skupiny periodické soustavy prvků. Je to lehký, středně tvrdý stříbrolesklý kov, druhý nejlehčí z kovů alkalických zemin. Jeho nízká hustota je dána malou atomovou hmotností s velkým atomovým poloměrem 1,5982 [2]. Mechanické vlastnosti čistého kovu jsou velmi špatné, zlepšení lze však dosáhnout legováním s jinými kovy.

Čistý hořčík je málo pevný a málo tvárný (malá tvárnost je způsobena krystalickou stavbou). Mezi mechanickými vlastnostmi hořčíku ve stavu litém a tvářeném je podstatný rozdíl.

K nepříznivým vlastnostem patří i malá nárazová práce. Jedná se o chemicky velmi málo odolný kov, proto také špatně odolává korozi. Nepříznivou vlastností hořčíku je jeho snadná zápalnost na vzduchu, zvláště, je-li ve tvaru třísek, pilin a prášku. Dosáhne-li obsah prachu ve vzduchu kritické koncentrace, může dojít k explozi.

Čistý hořčík se jako konstrukční materiál uplatňuje jen málo. Důvodem toho jsou v první řadě jeho nízké mechanické hodnoty a jeho malá odolnost proti korozi. Převážná část hořčíku se spotřebuje na výrobu hořčíkových slitin a jako přísada k různým slitinám. Hořčík je však také důležitým redukčním činidlem při výrobě titanu a u celé řady kovů a slitin je dezoxidační přísadou [3].

Tab. 1.1 Mechanické vlastnosti hořčíku [2]

Materiál	Mez kluzu v tahu [MPa]	Maximální napětí [MPa]	Prodloužení [%]	Tvrdost	
				HRC	HB
Odlévaný Mg	21	90	2 - 6	16	30
Protlačovaný Mg	69 - 105	165 - 205	5 - 8	26	35
Válcované plechy	115 - 140	180 - 220	2 - 10	48 - 54	45 - 47
Žíhané plechy	90 - 105	160 - 195	3 - 15	37 - 39	40 - 41
Slitina AZ91	160	250	7	70	-
Slitina AZ91(PM)	270	330	4,0	-	-

1.2 Výroba hořčíku

1.2.1 Suroviny pro výrobu hořčíku

Hořčík není kovem vzácným, je hojně obsažen v zemské kůře, dalším zdrojem hořčíku jsou oceány i suchozemská slaná jezera, jako je Mrtvé moře na hranici mezi Izraelem a Jordánskem, nebo velké solné jezero v Utahu v USA. Zásoby hořčíku jsou považovány za nevyčerpatelné. Pro výrobu hořčíku se používají suroviny oxidické a chloridové.

- Magnezit – MgCO_3 , obsahuje 47,8 % MgO , resp. 28,8 % Mg
- Dolomit – $\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgCO}_3$, obsahuje 21,8 % MgO , resp. 13,2 % Mg
- Serpentin – $3\text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ hydrosilikát hořečnatý obsahuje 26,3 % Mg
- Karnalit – $\text{KCl} \cdot \text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ obsahuje 8,8 % Mg
- Bischofit – $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, hexahydrát chloridu hořečnatého
- Mořská voda – přírodní jezera a solanky [2]

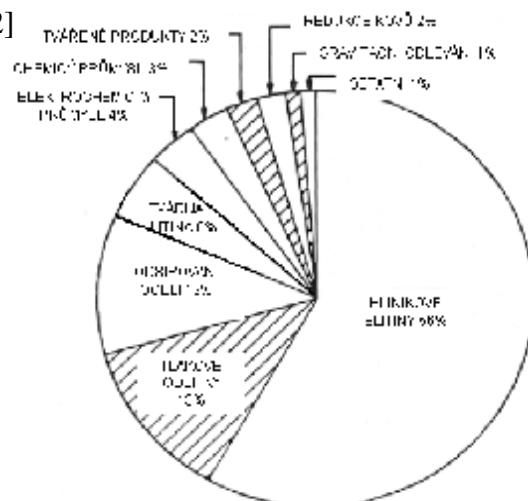
1.2.2 Postupy výroby

Technologie výroby hořčíku jsou odvozené od fyzikálně-chemických vlastností oxidu hořečnatého a chloridu hořečnatého, což jsou dvě nejvíce zastoupené sloučeniny v hořčíkových surovinách. Podle jejich vlastností se technologie hořčíku dělí do dvou základních skupin:

- Tavná **elektrolýza MgCl_2** v prostředí roztaveného elektrolytu: procesy tavné elektrolýzy jsou vždy založené na přípravě MgCl_2 , jeho totální dehydrataci, přípravě chloridového roztaveného elektrolytu a vlastní tavní elektrolýzy. Mimo kovového roztaveného Mg je produktem plynný chlor [2].
- Termická **redukce MgO** vhodným redukovadlem je možná prostřednictvím kovových a nekovových redukovačů při vysokých teplotách. Od poloviny 20. století se průmyslově realizuje termická redukce výhradně pomocí ferosilicia (FeSi75) při teplotě 1150–1200 °C ve vakuu (v šachtové odporové peci), páry Mg kondenzují do dutého bloku o hmotnosti 1,8–2 t.
$$2\text{MgO} + 2\text{CaO} + 2\text{Si(Fe)} = 2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 + 2\text{Mg} + 2(\text{Fe})$$
 [2].

Hořčík zaznamenává ze všech neželezných kovů největší expanzi výroby. Je to způsobeno novými aplikacemi zejména v oblasti progresivních hořčíkových slitin pro automobilový průmysl, ale také i v oblasti legování hliníkových slitin hořčíkem a využití hořčíku jako reaktivní látky při odsíření surového železa.

Využití hořčíku [2]



Obr. 1.1 Využití hořčíku

1.3 Vlastnosti hořčíkových slitin

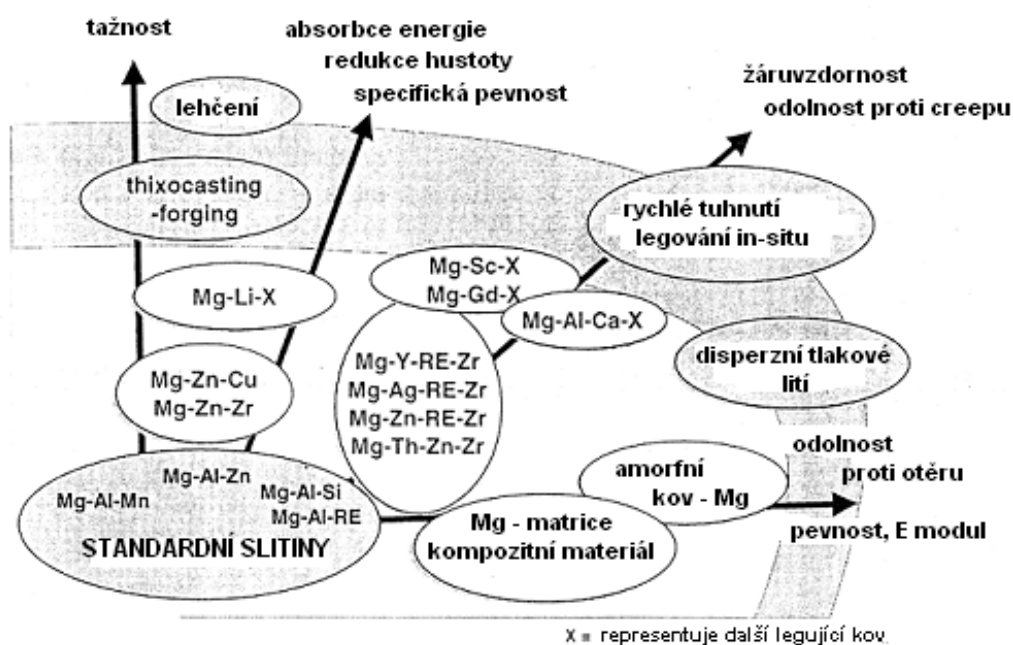
Použitelnost čistého hořčíku z hlediska technologických aplikací je velmi omezená. Vhodným legováním hořčíku však získáme důležité konstrukční materiály. Legující přísady výrazně zvyšují pevnost, houževnatost, tvárnost a slévatelnost hořčíku. Jejich vysoká elektrická a tepelná vodivost je dobře využitelná v mnoha inženýrských aplikacích [1,2]. Podobně jako hořčík mají i jeho slitiny velmi nízkou hustotu (kolem $1,8 \text{ kg}\cdot\text{dm}^{-3}$) a díky tomu je řadíme mezi lehké slitiny stejně jako např. slitiny hliníku. Výhodný je poměr mezi pevností a hustotou, který je velmi nízký (nižší než u slitin hliníku a oceli) [1]. Slitiny hořčíku mají vysokou tlumící schopnost, což je jejich předností. Rovněž mechanické vlastnosti moderních slitin hořčíku při snížených i zvýšených teplotách jsou velmi dobré a předčí za stejných podmínek vlastnosti některých obvykle užívaných slitin hliníku.

Naopak nevýhodami omezujícími použitelnost těchto slitin, je jejich nízká mez kluzu, omezená pevnost, creepová odolnost při zvýšených teplotách a vysoká chemická reaktivita. Hořčík a jeho slitiny mají relativně nízkou odolnost vůči korozi, což může nepříznivě ovlivnit únavovou životnost i v slabě korozních prostředích [2].

Slitiny hořčíku vychází z binárních soustav: Mg-Al, Mg-Zn, Mg-Y, Mg-Li.

Základem slitin hořčíku jsou binární slitiny rozšířené o další legury, za účelem zlepšení technologických vlastností, mechanických vlastností nebo zvýšení odolnosti vůči korozi. Takové základní systémy jsou Mg-Al, Mg-Zn a Mg-Mn, popř. Mg-Li. Další doplňkové kovy jsou Th, Zr, Si, Ag, Ti a kovy vzácných zemin (La, Ce, Nb, Pr, Sc, Gd, Y).

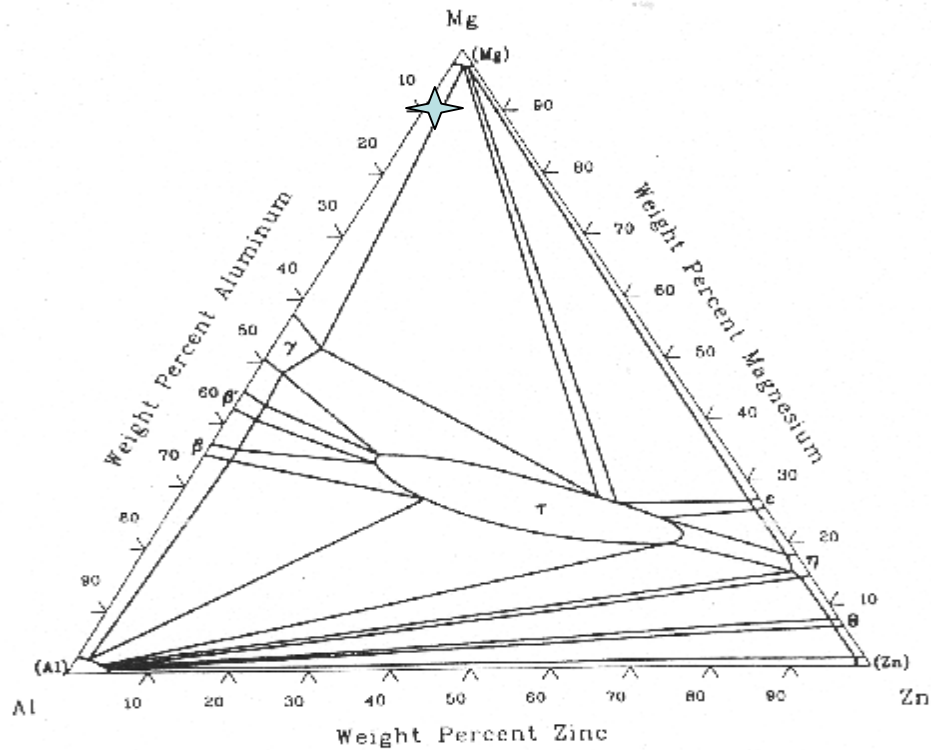
Tendence ve vývoji a zlepšování vlastností hořčíkových slitin [2].



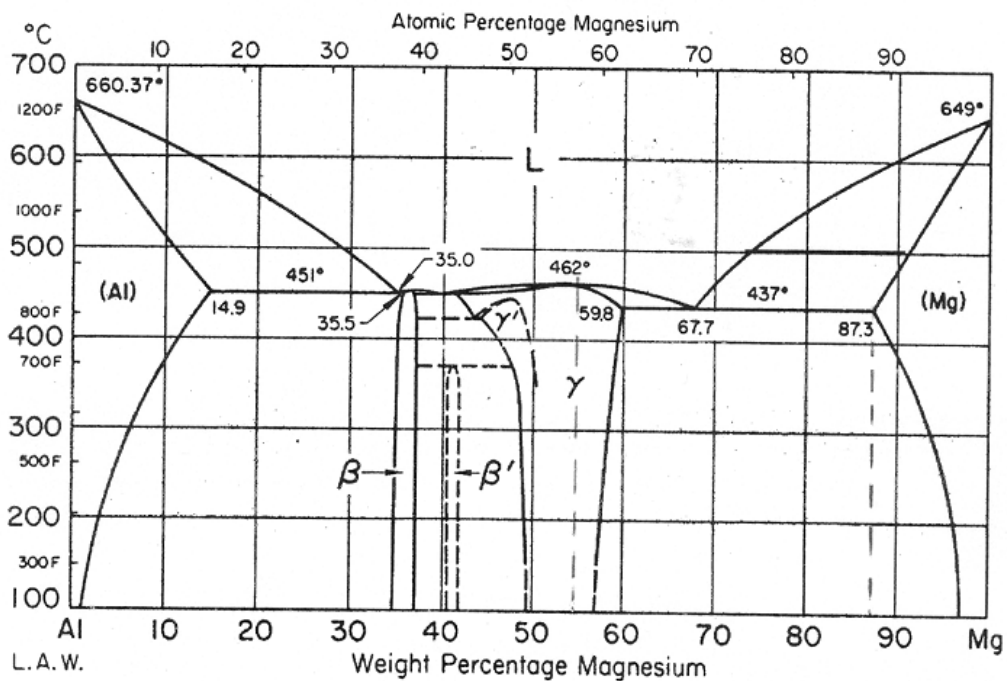
Obr. 1.2 Tendence ve vývoji hořčíkových slitin

Slitiny Mg-Al-Zn

Rozpustnost hliníku v hořčíku je při eutektické teplotě 11,5 % a klesá postupně až na cca 1 % při pokojové teplotě. Eutektická reakce probíhá při 437 °C a tvoří se směs α fáze (substituční tuhý roztok Al v Mg) a β fáze ($Mg_{17}Al_{12}$). Zn ve slitině AZ91 zlepšuje pevnost, ale na druhé straně zvyšuje tendenci k tvorbě mikropórů. Odolnost proti korozi je uspokojující [2].



Obr. 1.3 Ternární diagram Mg – Al - Zn [2]



Obr. 1.4 binární diagram Mg – Al [2]

Slitiny Mg-Al-RE

Tyto slitiny byly vyvinuty jako creepu odolné materiály. Mají dobré creepové vlastnosti, protože u nich byla potlačena tvorba fáze δ - $Mg_{17}Al_{12}$, kterou nahrazuje intermetalikum Al-RE (RE – vzácné zeminy např. Nd, Y, Th).

Slitiny Mg-Al, obsahující vzácné zeminy jsou vhodné pouze pro tlakové lití, protože při nízkých rychlostech tuhnutí se tvoří hrubé částice Al_2RE [2].

Slitiny Mg-Al-Si

V případě tlakového lití je zpevňující fáze Mg_2Si jemně rozdělena a spolu s dodrou teplotní rezistenci má i uspokojivou hodnotu lomové houževnatosti. Standardní slitiny AS21 a AS41 jsou použitelné do teplot 130 – 150°C. Slévatelnost AS41 je poměrně dobrá, zatímco slévatelnost AS21 je problematická [2].

Slitiny Mg-Al-Ca

Byly vyvinuty jako levnější alternativa za slitiny se vzácnými zeminami pro aplikace při vyšších teplotách. Jsou-li slitiny Mg-Al legovány vápníkem, precipitační proces závisí na poměru Ca\Al. Při poměru 0,8 nalézáme částice Mg_2Ca resp. Al_2Ca . Obojí precipitáty vedou k zvýšení tvrdosti.

Slitiny Mg-Al-Sr

Jsou v hořčkových slitinách novinkou. Sr by mělo zlepšit creepové vlastnosti slitin Mg-Al.

Slitiny Mg – Li

Jedná se o nejlépe známé slitiny. Dalšími legujícími prvky jsou Al, Zn nebo Si. Nejsou zatím příliš komerčně využívány. Jejich atraktivnost je v tom, když srovnáme specifickou pevnost nejen s hliníkovými, ale také ostatními hořčkovými slitinami. Vztaheno ke stejné hmotnosti, mají pak dvojnásobnou tuhost než ostatní komerční hořčkové slitiny a asi pětikrát větší než hliníkové slitiny. Jsou však poměrně drahé a zatím byly využívány jen v kosmickém průmyslu a ve vojenském letectví [2].

Slitiny Mg – Sc

Jsou odolné proti creepu až do teplot 300 °C (Sc má teplotu tavení 1541 °C). Legování dalšími prvky jako je Y, Nd, La, Ce dává možnost dalšího zlepšení vlastností [2].

1.4 Označování hořčkových slitin

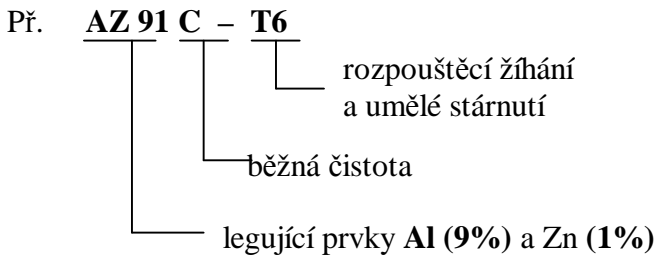
Složení slitin se udává podle způsobu názvu hlavních prvků používaných pro hořčkové slitiny. Jsou to především Al, Mn, Zn.

PÍSMENO	LEGUJÍCÍ PRVEK	TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ
A	hliník (Al)	F – přírodní stav
C	měď (Cu)	O – žíhaný, rekrystalizovaný
E	kovy vzácných zemin (RE)	(u tvářených výrobků)
H	thorium (Th)	C – běžná čistota
K	zirkonium (Zr)	D – vysoká čistota, lití pod tlakem
L	lithium (Li)	E – lití do pískových forem s možností
M	mangan (Mn)	následného tepelného zpracování
Q	stříbro (Ag)	H3 – deformačně zpevněný a stabilizačně
S	křemík (Si)	žíhaný

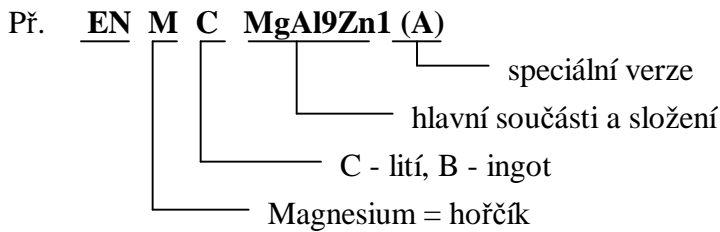
W	yttrium (Y)
Z	zinek (Zn)
X	vápník (Ca)
J	stroncium (Sr)

- H10,11 – slabě deformačně zpevněný
- H23, 24, 26 – deformačně zpevněný a částečně žíhaný
- T4 – rozpouštěcí žíhání (homogenizační)
- T5 – uměle stárnutý
- T6 – rozpouštěcí žíhání a umělé stárnutí
- T7 – rozpouštěcí žíhání a stabilizační žíhání
- T8 – rozpouštěcí žíhání - deformace za studena - umělé stárnutí

Označování Mg slitin dle ASTM



Označování Mg slitin dle EN



1.6 Výrobky z hořčíkových slitin

Současný technologický rozvoj si žádá hledání nových konstrukčních řešení, která by zahrnovala zlepšení účinnosti a kvality daných produktů. Z těchto důvodů se konstruktéři snaží o dosažení co nejmenších rozměrů a hmotnosti, za současného zvýšení spolehlivosti a rozměrové stability při určitých provozních podmínkách. V posledních desetiletích lze sledovat nárůst poptávky po produktech vyráběných z neželezných slitin kam patří také hořčíkové slitiny. Hořčíkové slitiny jsou v současné době předmětem výzkumu na mnoha univerzitách u nás i v zahraničí, jakožto i ve velkých společnostech strojího, chemického, elektronického a textilního průmyslu, zvláště pak v průmyslu automobilovém, leteckém a dokonce nukleárním.

Narůstající podíl lehkých strukturálních materiálů ve stavbě letadel a automobilů má příznivý vliv na snižování zátěže životního prostředí [10].

Obr. 1.5 Příklady výrobků z hořčíkových slitin [10]



výfukové potrubí



disky kol



mobilní telefony



pouzdra fotoaparátů

2 TECHNOLOGIE ZPRACOVÁNÍ HOŘČÍKOVÝCH SLITIN

2.1 Technologie zpracování hořčíkových slitin tvářením

Příčiny, které omezují využívání metod tváření pro zpracování hořčíkových slitin, lze hledat ve vlastnostech materiálu a s tím související ekonomice výroby. Hořčík krystalizuje v šesterečné soustavě s těsně uspořádanou mřížkou, která se vyznačuje malým počtem skluzových rovin. Z tohoto důvodu se u Mg slitin projevuje špatná tvařitelnost za studena a nízká schopnost absorbovat rázovou deformaci. Tvařitelnost se též zhoršuje s rostoucím podílem legujících prvků.

Existují 4 základní druhy tvářených polotovarů z Mg slitin: plechy (tloušťka 1 až 4 mm), desky (20 až 100 mm, používají se i k výrobě přesných součástí obráběním), protlačovaných výrobků (profily) a kované bloky. Při výběru vhodných metod tváření Mg slitin musíme hledat vhodnou kombinaci struktury, rozmezí tvářecích teplot a převažující stav s tlakovou napjatostí [5].

2.1.1 Válcování

Válcování se obvykle provádí za tepla, vstupním polotovarem je ingot ve tvaru desky, získaný zpětným protlačováním.

2.1.2 Protlačování

Protlačování je jednou z nejuniverzálnějších metod pro zpracování všech druhů materiálů, neboť umožňuje vyvození všestranné tlakové napjatosti a lze je realizovat ve velkém rozmezí teplot. Protlačováním se vyrábějí jak polotovary, určené pro další zpracování, tak hotové výrobky, jakými jsou např. tenkostěnné profily. Při výrobě dutých profilů z neželezných materiálů je ve srovnání s ocelovými profily možné dosáhnout stejné tuhosti v ohybu při značně redukované hmotnosti (při využití hořčíkových slitin lze navíc dosáhnout až 15% úspory hmotnosti oproti hliníkovým slitinám). Výkonnost jednotlivých metod protlačování je dána volbou procesních parametrů (teploty, rychlosti protlačování), případně zavedením speciálních postupů, jako je hydrostatické protlačování. Tato technologie umožňuje podstatné zvýšení produktivity a tím snížení ceny protlačovaných výrobků [5].

2.1.3 Kování

Kovatelnost Mg slitin je ovlivněna jejich fyzikálními vlastnostmi (tepelná vodivost, citlivost na deformační rychlost, homogenní jemnozrná struktura). Pro většinu slitin je nutné dodržet úzké rozmezí kovacích teplot a relativně vysokou teplotu předehřevu zápustek (260 až 345 °C). Obvykle nelze kovat na více operací a prodlužovat tím dobu kování, neboť setrvání na vyšší teplotě způsobuje rychlý pokles pevnosti Mg slitin. Z těchto důvodů hrozí nebezpečí zhrubnutí zrna, a proto je nutné realizovat co největší deformaci v jedné operaci. Pro kování se používají především metody přesného či izotermického kování (malý rozdíl mezi teplotou kovaného materiálu a teplotou zápustky). Využívají se hlavně v leteckém a automobilovém průmyslu [5].

2.1.4 Hluboké tažení

Vzhledem k špatné tvařitelnosti hořčíkových slitin je možné při tváření za studena dosáhnout pouze mělkých tvarů. Proto jsou rozvíjeny různé varianty tváření za tepla, např. izotermické tváření. Základním problémem při tváření za tepla je ohřev materiálu a udržení vhodného rozmezí tvářecích teplot po celou dobu tváření. Dalším úskalím může být vlastní konstrukce tvářecího nástroje a dodržení technologických podmínek tažení (mazání, rychlost tažníku, tažná vůle atd.). Rozhodujícím faktorem tvařitelnosti je teplota tváření [5].

2.1.5 Speciální technologie

V případě plošného, ale i objemového tváření je v literatuře zmiňována možnost superplastického tváření. Materiál v tomto stavu vykazuje vysokou tažnost (až 100 %), nezbytným předpokladem je dostatečně jemnozrnná struktura (pod 10 μm), velmi pomalá rychlost tváření a úzké rozmezí tvářecích teplot [5].

- Hydrostatické protlačování – přímý kontakt průtlačníku s materiálem je nahrazen působením vysokotlakého média na volný povrch tvářené součástky.
- Tixokování – tváření v "kašovitém" (semi-solid) stavu. Podstatou je tváření polotovaru, který po ohřevu na tvářecí teplotu je částečně v kapalném a částečně v tuhém skupenství.
- Tažení plechů

Pro většinu popsaných technologií je nezastupitelná role simulačního softwaru, jak při návrhu nástrojů, tak při samotném průběhu simulace tváření [5].

2.2 Technologie zpracování hořčíkových slitin odléváním

2.2.1 Odlévání do netrvalých forem

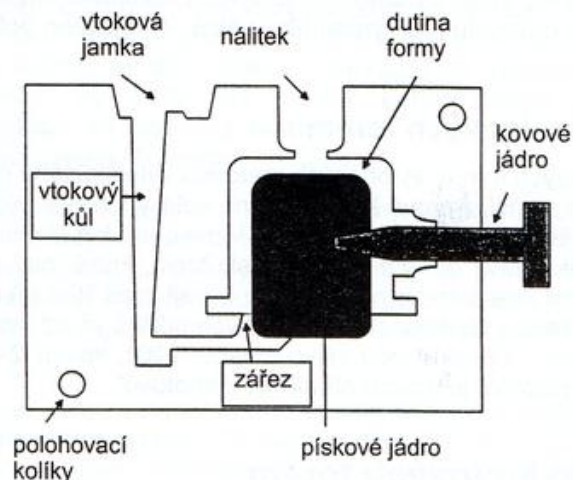
- Lití do pískových forem – flexibilní metoda vhodná pro jednoduché odlitky všech hmotnostních kategorií, a to především v kusové výrobě.
- V-proces – metoda vhodná pro tvarově složité odlitky s vnitřními dutinami (automobilový průmysl).
- Lití do skořepinových forem – vyrobených metodou vytavitelného modelu – technologie vhodná pro menší tvarově komplikované odlitky.

Při odlévání do pískových forem je po celou dobu nutno dbát na ochranu kovu před atmosférou. Při lití se musí proud kovu zaprašovat práškovou sírou. Síra se rovněž přidává do formovacích směsí, aby se zamezilo hoření kovu ve formě. Problémem gravitačního lití je špatná schopnost dosazování kovu při tuhnutí, způsobená širokým intervalem tuhnutí a malým dosazovacím tlakem [3].

2.2.2 Odlévání do kovových forem

Ekonomická efektivita výroby odlitků do trvalých kovových forem je díky vysokým nákladům na zhotovení forem výrazně podmíněna vysokou sériovostí výroby.

- Gravitační lití do kovových forem
Formy pro gravitační lití bývají nejčastěji vyrobeny z litiny s lupínkovým nebo kuličkovým grafitem. Jádra mohou být kovová nebo písková, podle toho jakou dutinu je nutné vytvořit. Tloušťka odlitků by měla být větší jak 4-5 mm a jejich hmotnost se pohybuje od několika gramů až po 20-30 kg.



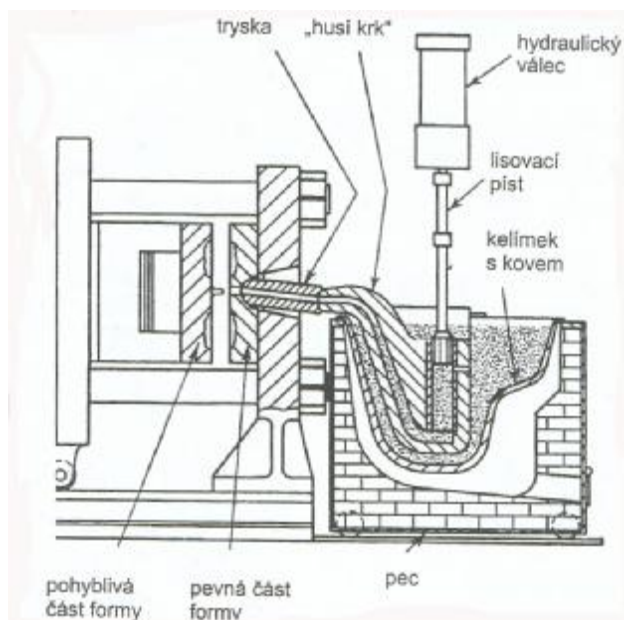
Obr.2.1 Kovová forma s jádrem [3]

- Tlakové lití

Tlakové lití patří k nejvíce využívaným metodám výroby odlitků z neželezných kovů. Princip spočívá ve vstřikování roztavené slitiny do dutiny roztavené formy pod vysokým tlakem až 250MPa. Díky tomu lze vyrábět i tvarově náročné odlitky s tloušťkou stěn kolem 1-2 mm. Produktem tlakového lití jsou odlitky o vysoké přesnosti, což je příčinou složité konstrukce forem. Vzhledem k vysokým nákladům na výrobu, je nutné zajistit vysokou životnost forem. Maximální velikost odlitků, které se na konkrétním stroji dají vyrobit, je limitována maximální hmotností kovu a uzavírací silou stroje[3].

Existují dva základní typy konstrukcí tlakového stroje – se studenou komorou,
– s teplou komorou.

Stroje s teplou lící komorou mají plnicí komoru umístěnou pod hladinou kovu v udržovací peci. Jejich výhodou je, že kov se z udržovací do plnicí komory nepřelévá a tak nedochází k jeho oxidaci [3].

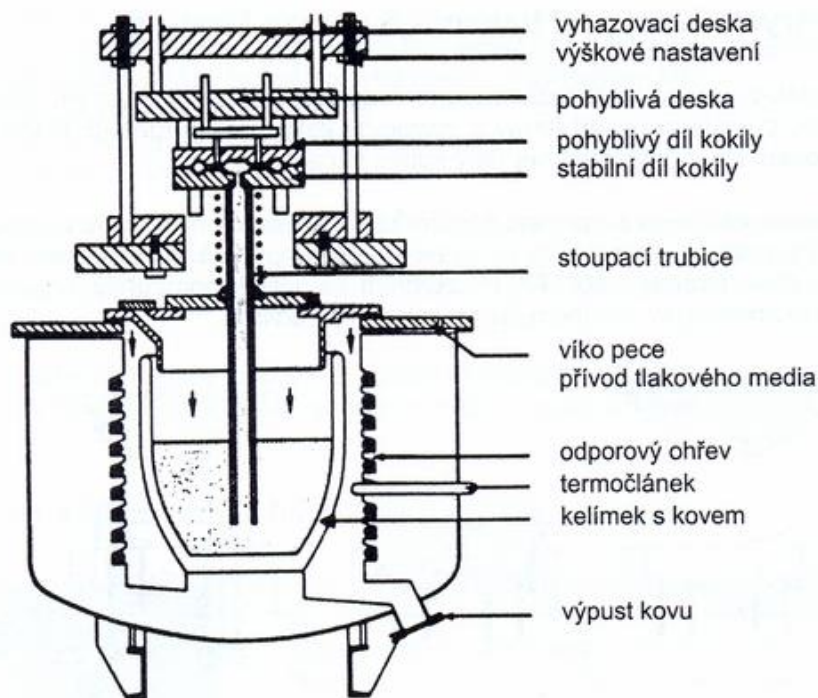


Obr. 2.2 Tlakový stroj s teplou komorou [3]

- Nízkotlaké lití

Velkou výhodou nízkotlakého lití je mimořádně vysoké využití tekutého kovu, které dosahuje až 90 %. Také kvalita takto vyráběných odlitků je velmi vysoká, především díky minimu vměstků a plynových dutin.

Princip nízkotlakého lití spočívá ve zvýšení tlaku nad hladinou kovu, čímž je kov vytlačován z kelímku vzhůru do formy. Díky tomu, že ústí stoupací trubice je ponořeno pod vrstvou oxidů a nečistot na hladině, vstupuje do formy čistý kov bez vměstků [3].

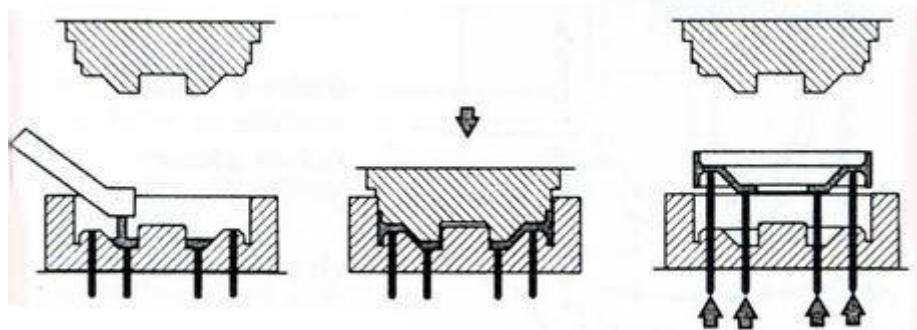


Obr. 2.3 Schéma stroje pro nízkotlaké lití [3]

- Lití s krystalizací pod tlakem – Squeeze Casting

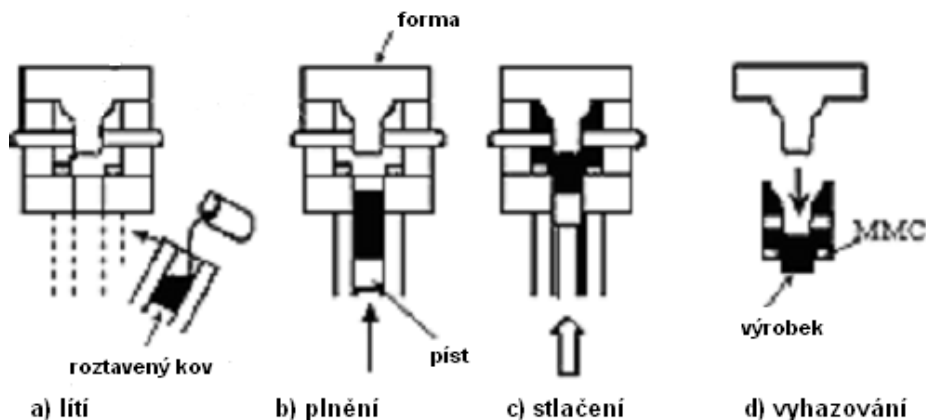
Tato progresivní metoda lití do kovových forem v sobě kombinuje výhody pomalého plnění formy a vysokého tlaku během tuhnutí.

U přímého squeeze castingu se přesně odměřená dávka kovu nalije do spodní části kovové formy a kov se uzavře a tlačí horní částí formy (razníkem). Tlak působí po celou dobu tuhnutí. Tato metoda je vhodná pro výrobu relativně masivních odlitků [3].



Obr. 2.4 Výrobní postup při přímém squeeze castingu

U nepřímého squeeze castingu se kov dávkuje do komory lisu pod vlastní kovovou formou. Výklopný válec s komorou se poté vrátí do pracovní polohy a kov se malou rychlostí vytlačuje do formy. Rychlost proudění kovů je řádově 0,5 m/s, kov proto proudí laminárně a nedochází k jeho víření a oxidaci. Lisovací tlak působí během celé doby tuhnutí [3].



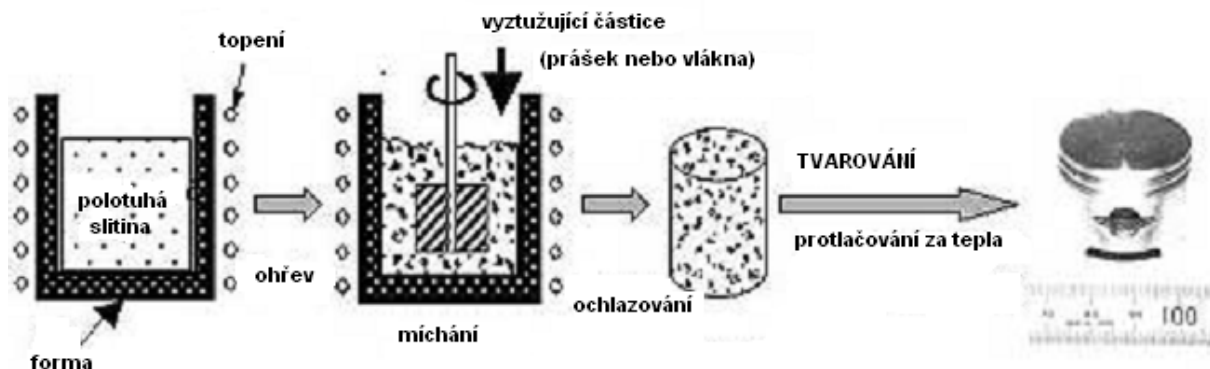
Obr. 2.5 Schéma nepřímého squeeze castingu [4]

Pokud pomineme investiční a provozní náročnost této metody, získáme litím s krystalizací pod tlakem řadu výhod. Jedná se především o výrazné zvýšení intenzity přestupu tepla z kovu do formy, což zaručuje intenzivní ochlazování po celou dobu tuhnutí. Vysoká rychlost tuhnutí vede ke vzniku jemnozrnné struktury a zmenšuje se i velikost intermetalických fází. Odlitky neobsahují plynové bubliny, zamezuje se vzniku mikrostaženin a celkově se zvyšuje přesnost odlitků [3].

- Compo casting

Díky snaze vylepšit některé vlastnosti hořčíkových slitin, je možné během licího procesu přidat do slitiny keramické částice, či vyztužující vlákna.

Během procesu zvaného „Compo casting“ dojde nejprve k natažení slitiny do polotuhého stavu. V dalším kroku jsou do roztavené slitiny přidány a vmíchány vyztužující částice. Kompozitní ingot je získán po zakalení ve vodě a je dále zpracováván. Tato metoda je výhodná především díky nízkému nebezpečí vzplanutí a oxidaci slitiny [4].

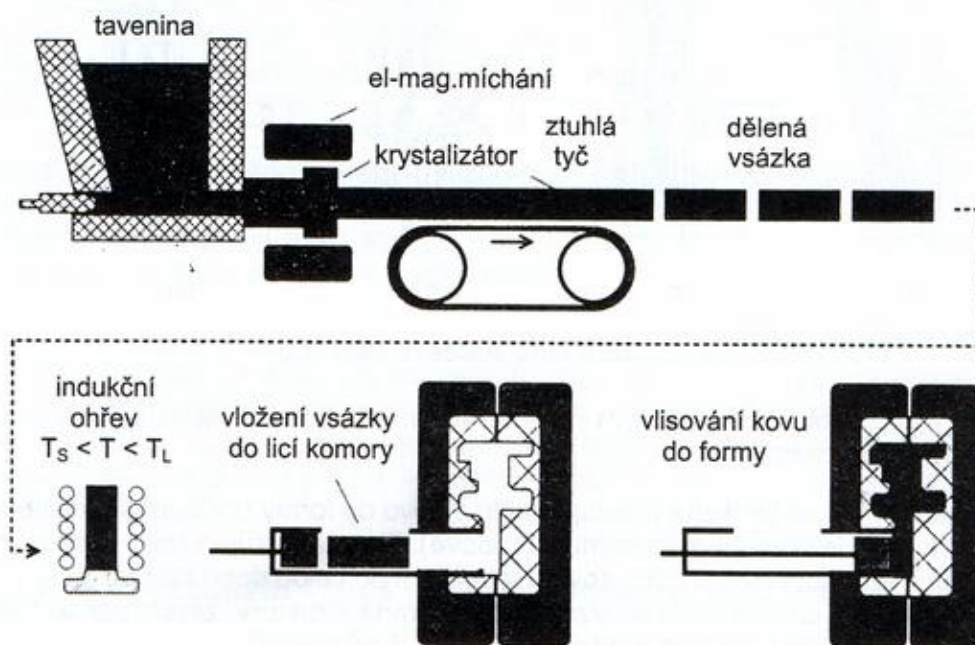


Obr. 2.6 Compo-casting [4]

- Lisování v polotuhém stavu – Thioxcasting

Thioxtropie = schopnost některých polotuhých kovových tavenin chovat se v nezátíženém stavu jako vysoce viskózní těleso. Za působení stříhových sil se však viskozita o několik řádů snižuje, takže slitina má dobrou tekutost.

Princípem metody thioxcasting je zhotovení výchozích těles vsázky, hmotností odpovídajících konečnému výrobku, ohřev každého takového tělesa do teplotní oblasti mezi solidem a likvidem, následné vložení do lisovací komory tlakového stroje a vtláčení materiálu do dutiny kovové formy.



Obr. 2.7 Výrobní postup při metodě thioxcasting

Výhodou této metody je minimální stahování kovu a velmi malý výskyt mikrostaženin, nízký obsah plynů, jemná stejnoměrná struktura a velmi dobré mechanické vlastnosti [3].

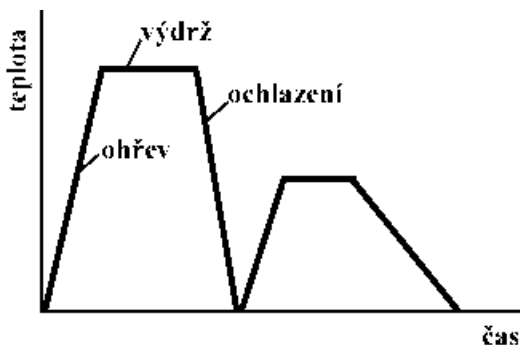
2.3 Tavení slitin hořčíku

Vsázkové suroviny pro tavení slitin hořčíku jsou do sléváren dodávány v podobě housek, s požadovaným chemickým složením. Složení se ve slévárnách běžně neupravuje.

Hlavním problémem tavení a manipulace s tekutým kovem je mimořádně velká afinita hořčíku ke kyslíku. Této vlastnosti je přizpůsobena konstrukce pecí, vedení tavicího procesu a transport taveniny do forem. Tavení probíhá pod vrstvou ochranné strusky nebo v inertní atmosféře. Při dopravě kovu je nutno zabránit kontaktu se vzduchem a zejména s jakoukoliv formou vlhkosti. Důsledkem oxidace je vznik oxidických vměstků, které mají hustotu téměř shodnou s hustotou kovu, proto z taveniny nevyplouvají. Vlhkost se při styku s tekutým kovem rozkládá a hrozí znečištěním taveniny vměstký, případně exploze [3].

3 TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ

Tepelné zpracování je pochod, při kterém je součástka podrobena jednomu nebo několika tepelným cyklům, aby se při daném složení materiálu dosáhlo požadované struktury, a tím i vlastností. Každý cyklus tepelného zpracování se skládá z ohřevu, výdrže na teplotě a ochlazení a znázorňuje se graficky v souřadnicích $x = \text{čas } t$, $y = \text{teplota } T$ (obr. 2.1) [8].



Obr. 3.1 Obecný cyklus tepelného zpracování [8]

K požadované změně struktury dochází u některých druhů tepelného zpracování při výdrži na teplotě, u jiných v průběhu ochlazování. Rychlost ochlazování z teploty výdrže je významným faktorem ovlivňujícím výsledné vlastnosti zpracovávaného materiálu. Rychlé ochlazení je používáno u tvorby přesyceného tuhého roztoku a u kalení, pomalé ochlazování je základním rysem žíhání.

Tepelně aktivované procesy, používané pro dosažení změn užitných vlastností kovových i nekovových materiálů lze podle charakteru probíhajících přeměn a stávajícího názvosloví rozdělit do následujících skupin:

3.1 Žíhání

Jako takové označujeme pochody probíhající vesměs pomalu, v dlouhých časových úsecích. Struktura materiálu se po ukončeném pochodu blíží rovnovážnému stavu, takže je možno ji určit z rovnovážného diagramu. Podle změn probíhajících v materiálu je dále rozdělujeme na *žíhání bez překrytalizace* a *žíhání s překrytalizací*.

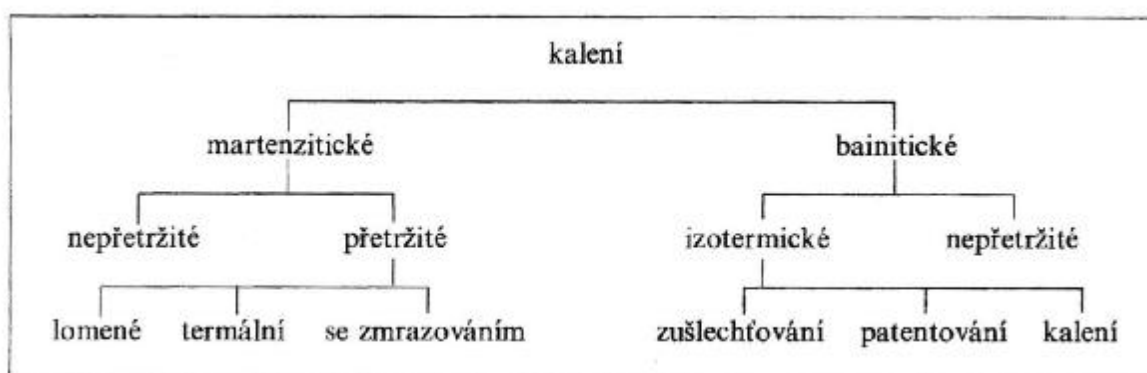
3.1.1 Žíhání bez překrytalizace

- Žíhání na měkko (600-750°C) - snížení tvrdosti a zejména zlepšení obrobiteľnosti.
- Žíhání ke snížení pnutí (500-650°C) - odstranění vnitřních pnutí, která vznikla ve výrobcích při jejich předcházejícím zpracování jako důsledek místního ohřevu (svařování), tváření za studena, rozsáhlého třískového opracování nebo nerovnoměrného ochlazování výrobků složitých tvarů a větších royměrů.
- Rekrystalizační žíhání (550-800°C) - odstranění deformačního zpevnění způsobeného předcházejícím tvářením za studena

3.1.2 Žihání s překrystalizací

- Rozpouštěcí žihání - vytvoření homogenní struktury s velkou tvárností, houževnatostí a odolností proti korozi, díky rozpuštění minoritních fází (karbidy, nitridy) v tuhém roztoku.
- Normalizační žihání - zjemnění austenitického zrna a zrovnoměnění sekundární struktury, především u výkovků, odlitků a svařovaných součástí, kde je třeba zjemnit hrubou strukturu
- Izotermické žihání - zlepšení obrobiteľnosti i jakosti obráběného povrchu za současného možného zkrácení doby tepelného zpracování.
- Homogenizační žihání (homogenizace) - zmenšení chemické heterogenity, která vzniká při tuhnutí odlitků a ingotů zejména v důsledku dendritické segregace. K vyrovnání chemického složení jsou potřeba difuzní pochody a ty probíhají tím lépe, čím vyšší je teplota.

3.2 Kalení



Obr. 3.2 [8]

3.2.1 Kalení martenzitické

Při tomto způsobu kalení ochlazujeme dílce tak rychle, aby ochlazovací křivky jeho povrchu i středu minuly křivky počátku difuzního rozpadu austenitu.

- Nepřetržité kalení - provozně nejjednodušší způsob kalení, v materiálu však vznikají největší deformace a pnutí.
- Přetržité kalení - při něm se dílce ochlazují tak rychle, aby ochlazovací křivka povrchu i středu minula křivky diagramu anizotermického rozpadu austenitu (tzv. ARA diagramu). Potom se ochlazování zpomalí.
 - *lomené kalení* - dílec je nejprve ochlazován nadkritickou rychlostí, až ochlazovací křivka mine křivky ARA diagramu, potom se rychlost ochlazování zpomalí, teplota však stále plynule klesá.
 - *termální kalení* - dílec se ochlazuje nadkritickou rychlostí v lázni, jejíž teplota leží těsně nad M_s . Výdrž na M_s slouží k vyrovnání teploty v celém objemu materiálu a ke snížení pnutí. Po vyrovnání teploty pokračuje ochlazování tak, aby ochlazovací křivka prošla čarou M_s .
 - *kalení se zmrazováním* - zmrazování je další ochlazování oceli pod teplotu M_f , obvykle na teplotu -60 až -70°C . Používá se u dílců pracujících za nízkých teplot, při kterých by k transformaci zbytkového austenitu na martenzit mohlo dojít samovolně a u všech materiálů, které mají zvýšené požadavky na rozměrovou stálost (např. měřidla, valivá ložiska apod.) [8].

3.2.2 Kalení bainitické

Při bainitickém kalení transformuje austenit na bainit buď v průběhu plynulého ochlazování, tj. při poklesu teploty, nebo izotermicky, tj. při konstantní teplotě.

- a) Nepřetržité bainitické kalení – je méně časté. Po ochlazení vznikne směs bainitu a martenzitu, která musí být popuštěna, aby byl odstraněn martenzit.
- b) Přetržité bainitické kalení (izotermické) – probíhá izotermická transformace na bainit. Po skončení překrystalizace je ve struktuře bainit a menší množství zbytkového austenitu. Dílce se nepopouštějí, protože popuštěný bainit má horší vlastnosti než nepopuštěný. Izotermické kalení je někdy výhodnější než zušlechtnění (tj. kalení a následné popuštění) [8].

3.2.3 Kalení povrchové

Jedná se o zvláštní technologický postup martenzitického kalení. Zakalí se při něm pouze povrch součásti, zatímco její střed si zachová původní strukturu. Vysoká tvrdost povrchu při velké houževnatosti jádra s menší tvrdostí je požadována u součástí, které mají mít vysokou odolnost proti opotřebení, zvýšenou odolnost vůči dynamickému namáhání a zvýšenou mez únavy. Povrchové kalení sestává z rychlého ohřevu povrchové vstvy součásti na kalicí teplotu a z následného rychlého ochlazení, při kterém se v povrchové vrstvě přemění austenit na martenzit [8].

3.3 Popouštění

Popouštění je ohřev zakalených ocelí s martenzitickou strukturou pod teplotu A_1 . Podle výšky teploty rozlišujeme popouštění při nízkých a vysokých teplotách. Popouštění při nízkých teplotách (do 350°C) snižuje pnutí po kalení, zmenšuje podíl zbytkového austenitu, zvyšuje houževnatost materiálu a jeho rozměrovou stálost. Popouštění při vysokých teplotách se u nelegovaných a nízkolegovaných ocelí provádí při teplotách nad 450°C , obvykle i nad 550°C , kdy již probíhá transformace martenzitu na sorbit [8].

3.4 Zušlechťování

Je to kombinované tepelné zpracování, které se skládá z martenzitického kalení a popouštění při vysokých teplotách. Zušlechťování se používá pouze u ocelí, kterým je zaručeno chemické složení. Hlavní výhodou zušlechťovaných ocelí proti normalizovaným je v tom, že sorbitická struktura zušlechťované oceli zaručuje při stejné pevnosti vyšší mez kluzu a houževnatost.

3.5 Tepelné zpracování hořčíkových slitin

Hořčíkové slitiny jsou obvykle tepelně zpracovávány kvůli zlepšení mechanických vlastností nebo jako prostředek úpravy pro specifické výrobní operace. Výběr druhu tepelného zpracování závisí na stavu (lité nebo tvářené) a složení dané slitiny a také na následných provozních podmínkách výrobku.

Vybrané tepelné zpracování zlepšuje mez pevnosti a vede k maximální houževnatosti a odolnosti proti nárazu. Následné precipitační vytvrzování je příčinou maximální tvrdosti a meze kluzu, ale také vede ke snížení houževnatosti. Umělé vytvrzování bez předchozího rozpouštěcího žíhání u odlitků napomáhá odstraňování vnitřního pnutí, které také navyšuje tahové vlastnosti. Žíhání tvářených výrobků značně snižuje tahové vlastnosti a zvyšuje tvárnost, čímž usnadňuje některé výrobní postupy. Pro specifické slitiny byly vyvinuty modifikace těchto základních tepelných zpracování, aby bylo možno dosáhnout nejžádanějších kombinací vlastností.

Značení tepelného zpracování pro hořčíkové slitiny je podobné jako u hliníkových slitin viz Značení hořčíkových slitin. U většiny tvářených slitin dosáhneme nejlepších mechanických vlastností tvářením za studena, tyto slitiny jsou zpravidla používány buď v tepelně nezpracovaném stavu nebo po umělém stárnutí T5. Příležitostně však může mechanické vlastnosti zlepšit i rozpouštěcí žíhání nebo kombinace rozpouštěcího žíhání s tvářením za studena.

3.5.1 Druhy tepelného zpracování hořčíkových slitin

- Žíhání

Tvářené slitiny s různým stupněm zpevnění mohou být žíhány na teploty 290 – 455 °C po dobu jedné i více hodin v závislosti na druhu slitiny. Cílem tohoto zpracování je odstranění vnitřního pnutí. Avšak vzhledem k tomu, že většina hořčíkových slitin je tvářená v rozmezí teplot 350-450 °C, není toto tepelné zpracování tak obvyklé jako u slitin jiných kovů [9].

- Žíhání na odstranění vnitřního pnutí tvářených slitin

Žíhání na odstranění vnitřního pnutí se používá k odstranění nebo zmírnění zbytkových pnutí indukovaných ve tvářených hořčíkových výrobcích po tvářením za studena i za tepla, obrábění, lisování, tažení a svařování.

Při svařování tvrdých válcovaných plechů by měly být použity nižší žíhací teploty a delší doba chladnutí, aby nedocházelo k jejich zkroucení, např. 150 °C po dobu 60 minut [9].

- Žíhání na odstranění vnitřního pnutí odlévaných slitin

Přesné obrábění odlitků k jejich rozměrovým limitům, nutnost vyhnout se deformačnímu stárnutí a zkroucení, a prevence korozního praskání ve svařovaných hořčíko-hliníkových odlévaných slitinách způsobuje to, že z odlévaných komponent je nutné důkladně odstranit vnitřní pnutí. Ačkoli hořčíkové odlitky nejsou zpravidla náchylné ke vzniku vlastních pnutí, nízký modul pružnosti hořčíkových slitin umožňuje, že poměrně nízký tlak může způsobit patrnou plasticko-elastickou deformaci.

Vlastní pnutí mohou vznikat smršťováním v důsledku omezení tvarem formy v průběhu tuhnutí, nestejným chladnutím po tepelném zpracování nebo po kalení. Strojní operace mohou mít také za následek vznik pnutí a vyžadovat tak neprodlené žíhání na odstranění vnitřního pnutí před finálním opracováním [9].

- Rozpouštěcí žíhání a stárnutí

Při rozpouštěcím žíhání hořčíko-hliníko-zinkových slitin by součásti měli být vkládány do pece při teplotách kolem 260 °C a poté je teplota pozvolna zvyšována na odpovídající teplotu rozpouštěcího žíhání, tak aby se zabránilo natavení eutektických komponent, které by mohly vést ke vzniku pórů. Doba takového ohřevu závisí na velikosti a složení dané vsázky, ale běžně se pohybuje kolem dvou hodin.

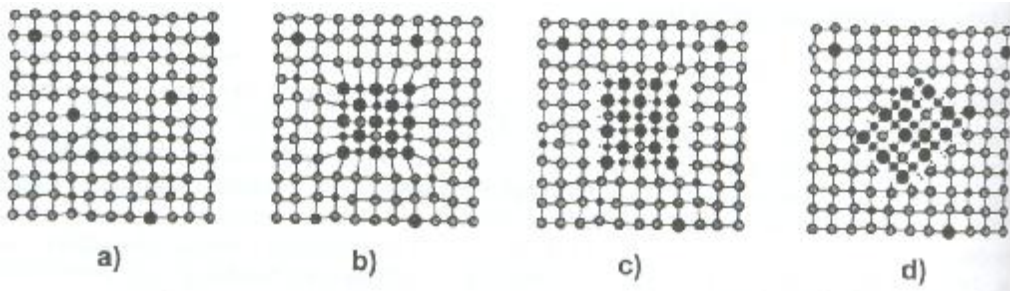
Během stárnutí jsou součásti hořčíkových slitin vloženy do pece při určité teplotě, ohřívány po daný časový úsek a poté ochlazovány na klidném vzduchu [9].

- Precipitační vytvrzování

Precipitačním žíháním rozumíme proces, při kterém dochází k postupnému rozpadu tuhého roztoku. Při stárnutí dochází k difuzi přísadového prvku do mikroskopických oblastí bohatších na tento prvek a v nich k nukleaci nové fáze. Růstem těchto zárodků vznikají koherentní precipitáty, které se označují jako Guiner-Prestonovy zóny. Koherentnost znamená, že tyto

oblasti jsou součástí krystalické mřížky tuhého roztoku, jehož mřížku poněkud deformují a vyvolávají v ní vnitřní pnutí, která jsou příčinou zvýšení pevnosti a tvrdosti slitiny [9].

V dalším průběhu se koherence postupně ztrácí. Slitiny obvykle po vytvrzení obsahují koherentně až semikoherentně vyloučenou vytvrzující fázi. Podle pohyblivosti atomů vytvrzujícího prvku může k precipitačnímu vytvrzování docházet již za normální teploty nebo za teplot zvýšených [3].



Obr. 3.3 Vyloučení precipitační fáze

Vyloučení precipitační fáze:

- | | |
|-----------------------------------|----------------------------|
| a) tuhý roztok | b) koherentní precipitát |
| c) částečně koherentní precipitát | d) nekoherentní precipitát |

3.5.2 Ochranná atmosféra

Ačkoli nejlepší zpracování hořčíkových slitin by bylo na vzduchu, pro rozpoštěcí žíhání jsou téměř výhradně používány ochranné atmosféry. Dle normy pro tepelné zpracování hořčíkových odlitků vyžaduje ochranou atmosféru při rozpouštěcím žíhání nad 400°C. Ochranná atmosféra slouží ke dvěma účelům:

1. Chrání povrch odlitku před oxidací,
2. při překročení správné teploty v peci zamezuje aktivnímu hoření. Běžně používané plyny jsou oxid siřičitý a oxid uhličitý [3].

4 CÍL PRÁCE

Cílem této bakalářské práce je zhodnotit vliv tepelného zpracování, konkrétně homogenizačního žíhání na strukturu a statické mechanické vlastnosti hořčíkové slitiny AZ91.

Úkoly bakalářské práce:

- Vyrobit zkušební vzorky a provést zadané tepelné zpracování.
- Provést statickou zkoušku v tahu a vyhodnotit základní pevnostní a plastické charakteristiky zkoušeného materiálu.
- Připravit metalografické vzorky a provést pozorování struktury pomocí světelné mikroskopie.
- Provést měření tvrdosti a mikrotvrdosti jednotlivých vzorků.
- Pomocí rastrového mikroskopu pozorovat lomové plochy po zkoušce tahem.

5 EXPERIMENTÁLNÍ METODIKA

5.1 Experimentální materiál

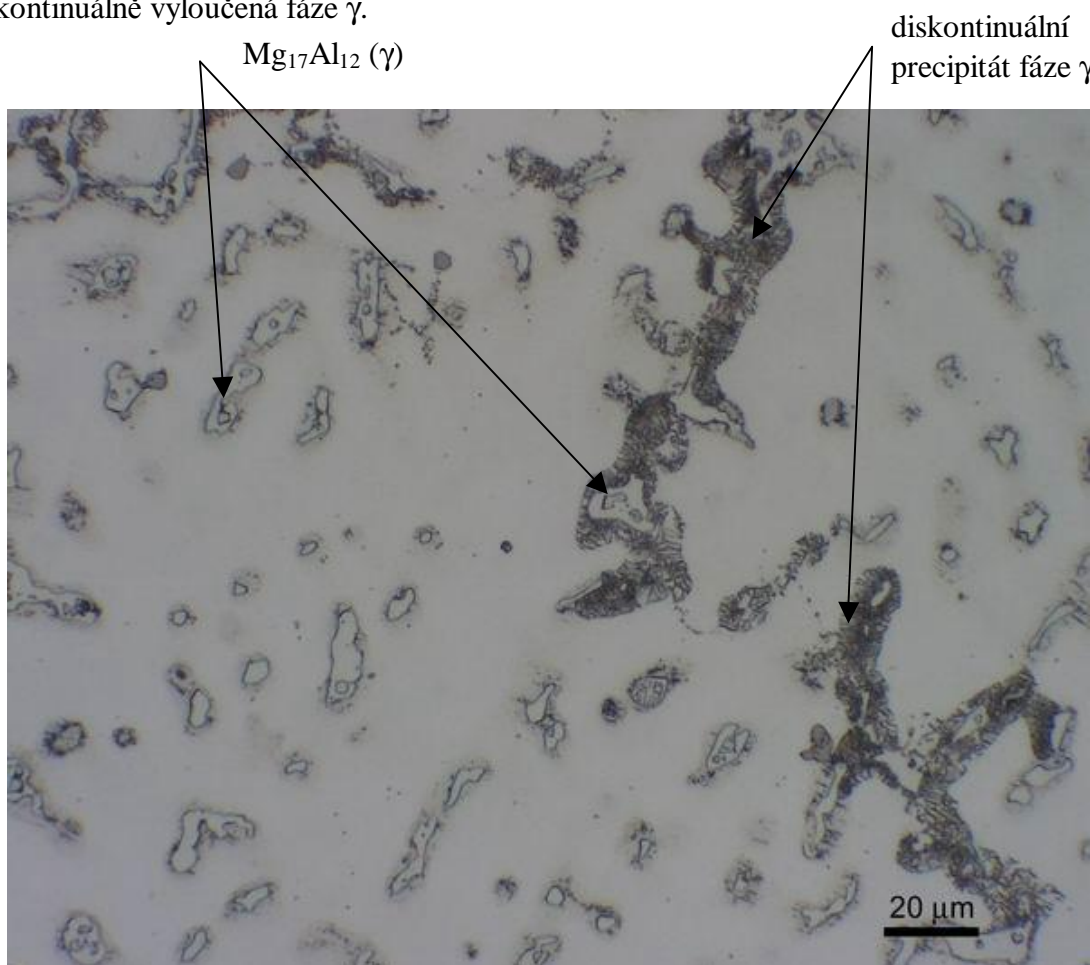
K provedení experimentů týkajících se této bakalářské práce jsem měla k dispozici slitinu AZ 91 vyrobenou metodou squeeze casting, která byla dále tepelně zpracovávána homogenizačním žháním a vytvrzováním.

Chemické složení materiálu bylo zjištěno opticko emisním spektrometrem s doutnavým výbojem SPECTRUMAT GDS750 a uvedené výsledky viz. tab.2 jsou průměrné hodnoty ze tří různých měření.

Tab. 5.1 Chemické složení AZ91-kostka-squeeze casting

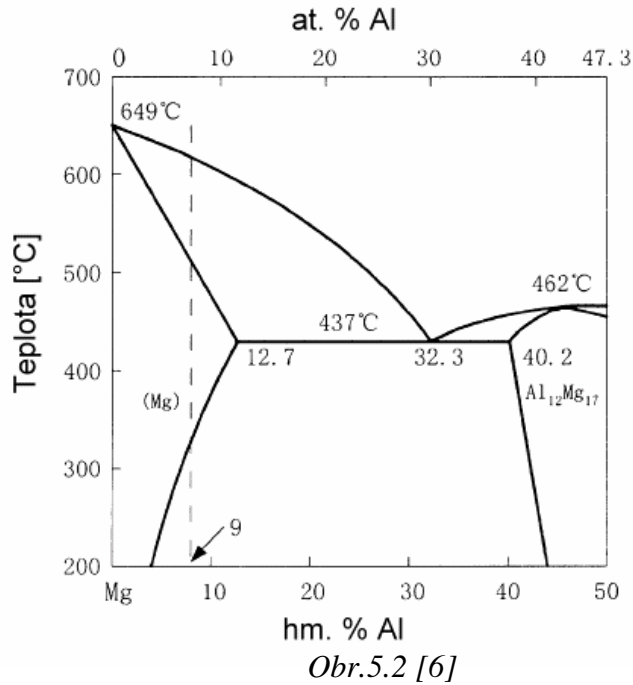
Prvek	Al [%]	Zn [%]	Cu [%]	Mn [%]	Si [%]	Fe [%]	Ni [%]	Mg [%]
hm. %	8,2	0,72	0,00	0,22	0,00	0,005	0,00	≈ 90,8

Mikrostruktura byla pozorována optickým světelným mikroskopem PMG 30. V tuhém roztoku se nachází intermetalická sloučenina $Mg_{17}Al_{12}$, která vznikla během eutektické reakce, a diskontinuálně vyloučená fáze γ .



Obr. 5.1 Mikrostruktura slitiny AZ91 po squeeze castingu (zv. 500x)

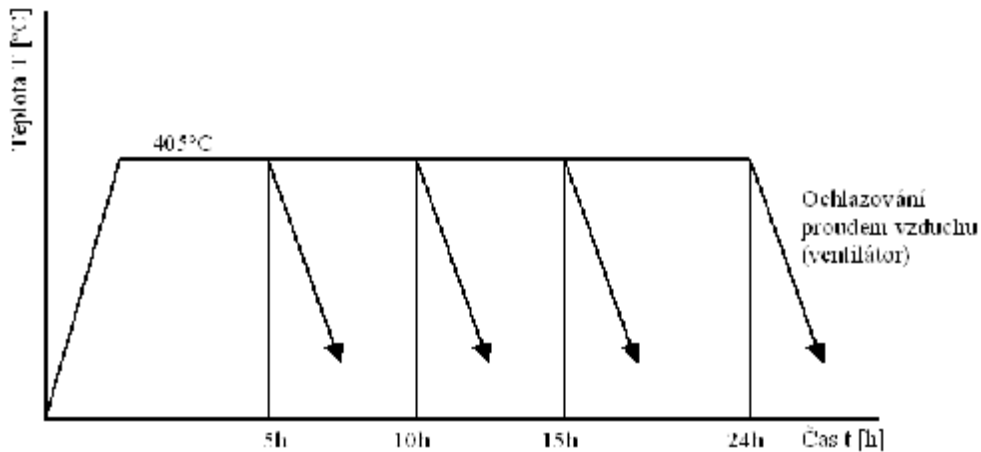
Fázové složení slitiny AZ 91[10]



- tuhý roztok Al v Mg
- intermediární fáze $Mg_{17}Al_{12}$
 - > kontinuální
 - > diskontinuální
- ostatní fáze:
 - > $Mg_{32}(Al, Zn)_{49}$
 - > $MgZn_2$
 - > Mg_2Si
 - > atd.

5.2 Tepelné zpracování slitiny AZ 91

Materiál byl podroben homogenizačnímu žhání při teplotě 405 °C po dobu 5, 10, 15 a 24 hodin a ochlazován proudem vzduchu.



Obr. 5.3

Vliv homogenizace na mikrostrukturu materiálu je zaznamenán na fotografiích ze světelného mikroskopu viz. příloha 1, obrázky 5.4 – 5.11.

Pro porovnání vlivu různých druhů tepelného zpracování bylo na slitinu vyrobenou metodou odlévání do kovové formy s dotlačením (squeeze castingu) aplikováno rozpouštěcí (homogenizační) žíhání T4 a rozpouštěcí žíhání společně s umělým stárnutím T6. Jejich vliv na mikrostrukturu slitiny je zřejmý z fotografií ze světelného mikroskopu viz. příloha 2, obrázky 5.12 – 5.15.

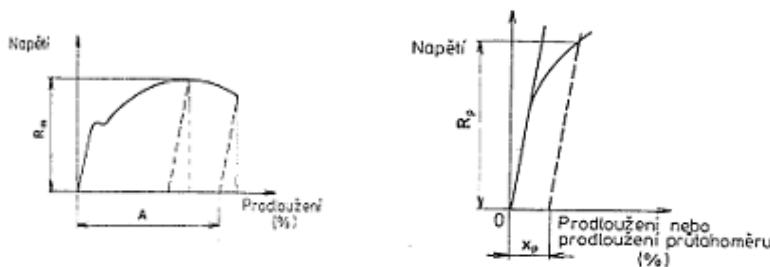


Obr. 5.13

5.3 Základní mechanické charakteristiky

Podstata zkoušky tahem spočívá v deformaci zkušební vzorku tahovým zatížením obvykle do přetržení. Během zkoušky je zaznamenávána závislost zatížení [N] na prodloužení [mm] nebo závislost napětí [MPa] na prodloužení [%]. Díky této závislosti získáme základní mechanické charakteristiky materiálu:

- Pevnost v tahu R_m [MPa] - napětí odpovídající největšímu zatížení F_m .
- Výrazná mez kluzu - jestliže materiál vykazuje kluzový jev, pak je to okamžik vzniku plastické deformace bez přírůstku zatížení. Rozlišuje se horní R_{eH} a dolní R_{eL} mez kluzu.
- Smluvní mez kluzu R_p [MPa] - napětí, při kterém plastická deformace dosáhne předepsané hodnoty počáteční měřené délky průtahoměru.



Obr. 5.14 Výrazná mez kluzu R_e a smluvní mez kluzu R_p

- Tažnost A [%] - trvalé prodloužení měřené délky po přetržení.
- Kontrakce Z [%] - největší změna příčného průřezu po přetržení zkušební vzorku.

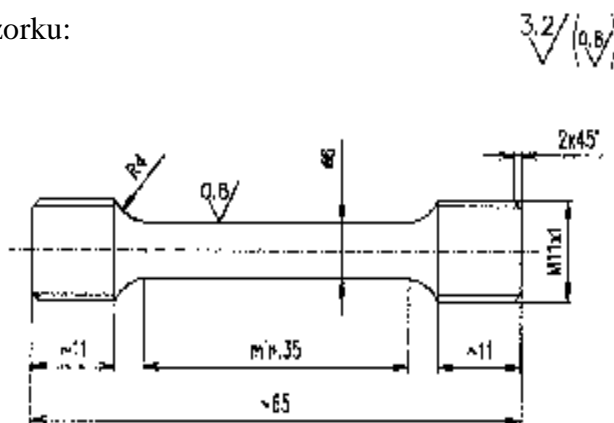
Tahová zkouška byla provedena na Universálním trhačím stroji TIRA TEST 2003, přičemž deformace byla snímána pomocí snímače deformací MF Mini MFA 2. Rychlost pohybu příčnicku byla 2 mm/min. Zkoušky probíhaly v běžné laboratorní atmosféře, za normální vlhkosti a při pokojové teplotě.

Zkušební vzorky byly zhotovené z kostky o rozměrech 100x100x57 mm, vyrobené metodou squeeze casting. Teplota odlévaného kovu byla 800 °C a byla použita ochranná atmosféra Ar + 1 % SF₆ [9].

Rozměry zkušebních vzorku:

$D_0 = 6 \text{ mm}$,

$L_0 = 30 \text{ mm}$.



Obr. 5.15 Zkušební vzorek pro zkoušku tahem

Pro porovnání vlivu homogenizace byla tahová zkouška prováděna i na vzorcích odlévaných do pískové formy z ČKD Hradec Králové. U této slitiny byla homogenizace provedena při 375 °C/ 3 hod. a 415 °C/18 hod [12].

5.4 Příprava vzorků

Vzorky byly zalisovány za tepla. Vzorek se umístil do teplotní komůrky lisu, přidala se pryskyřice DENTAKRYL ve formě sypkého prášku a vzorek byl zpracováván za zvýšené teploty (180°C) a pod vysokým tlakem (20kN). Doba přípravy byla 10 min.

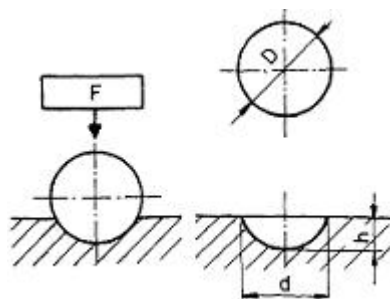
Broušení vzorků bylo provedeno na bruskách PEDEMIN v metalografické laboratoři za použití brusných papírů zrnitosti 600, 1200 a 4000 po dobu 3 minut. Dále byly vzorky leštěny 3µm brusnou pastou – 5 min, 1µm a ¼ µm brusnou pastou – 3 min. Vzorky byly naleptány NITHALEM (2% kyselina dusičná).

5.5 Měření tvrdosti

5.5.1 Měření tvrdosti dle Brinella

Podstata zkoušky tvrdosti dle Brinella spočívá ve vtlakování vnikacího tělesa ve tvaru kuličky do povrchu zkoušeného vzorku a změření průměru vtisku, který zůstane na povrchu po odlehčení zkušebního zatížení. Tvrdost má povahu napětí a určuje se jako poměr zkušebního zatížení a povrchu vtisku.

K určení tvrdosti je nutné změřit dva kolmé průměry vtisku, z nichž se vypočítá aritmetický průměr. Dle průměru použité kuličky, velikosti zkušebního zatížení a změřeného vtisku se z tabulek odečte hodnota tvrdosti – HBS pro ocelovou kuličku, HBW pro kuličku z tvrdokovu.



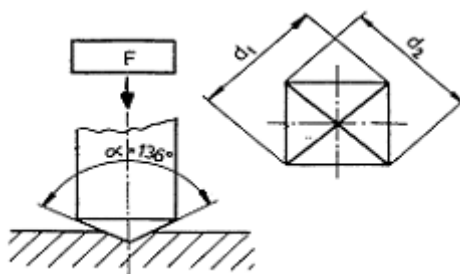
Obr. 5.16 Podstata zkoušky tvrdosti dle Brinella

Tvrlost dle Brinella byla měřena na tvrdoměru Wolpert – Amsler při zatížení 30,21kp, po dobu 10 s s ocelovou kuličkou o průměru 2,5 mm.

5.5.2 Měření mikrotvrlosti – tvrdost dle Vickerse

Měření se provádí na menším objemu materiálu a tím je umožněno měření tvrdosti jednotlivých fází a tenkých vrstev. Naměřené hodnoty vykazují velký rozptyl a není možné je porovnávat s měřením makrotvrlosti, přestože princip, vnikací tělísko i postup měření jsou shodné.

Principem této metody je vtlačování pravidelného čtyřbokého jehlanu s vrcholovým úhlem 136° do povrchu vzorku. Měříme úhlopříčky vtisku, který vznikne vlivem zkušebního zatížení působícího na zkoušený materiál po stanovenou dobu a z tabulek následně odečteme hodnotu tvrdosti.



Obr. 5.16 Podstata zkoušky tvrdosti dle Vickerse

Mikrotvrlost byla měřena na mikrotvrdoměru Vickers-Knoop. Hodnoty mikrotvrlosti tuhého roztoku a jednotlivých fází byly měřeny při zatížení 0,01 kp po dobu 10 s.

5.6 Fraktografie

Hlavním cílem fraktografie je určit příčiny porušení materiálu studiem lomových ploch. Každá lomová plocha se vyznačuje charakteristickými znaky, díky kterým je možné identifikovat způsob porušení daného materiálu. Pro dosažení většího rozlišení byly lomové plochy pozorovány na elektronovém rastrovacím mikroskopu REM PHILIPS XL 30. Fotografie lomových ploch jsou uvedené v příloze 4.

6. ROZBOR A DISKUSE VÝSLEDKŮ

6.1 Vliv tepelného zpracování

Jak je zřejmé z fotografií ze světelného mikroskopu viz. příloha 2 homogenizační neboli rozpouštěcí žhání způsobuje hrubnutí zrna a také rozpouštění tvrdé, křehké intermetalické fáze $Mg_{17}Al_{12}$. Fáze $Mg_{17}Al_{12}$ přešla do formy kontinuálního precipitátu

Na mikrostrukturu slitiny AZ91, která byla normalizačně žhána a vytvrzována lze pozorovat nesouvislé hranice zrn způsobené malým množstvím diskontinuálního precipitátu, který se vytvořil i přes rychlé ochlazení z žhací teploty. Tmavé oblasti jsou pravděpodobně částice Mn nebo Mg_2Si , které se nerozpustily [9].

6.2 Zkouška tahem

Tab. 6.1 Srovnání mechanických charakteristik obou studovaných způsobů výroby odlitků

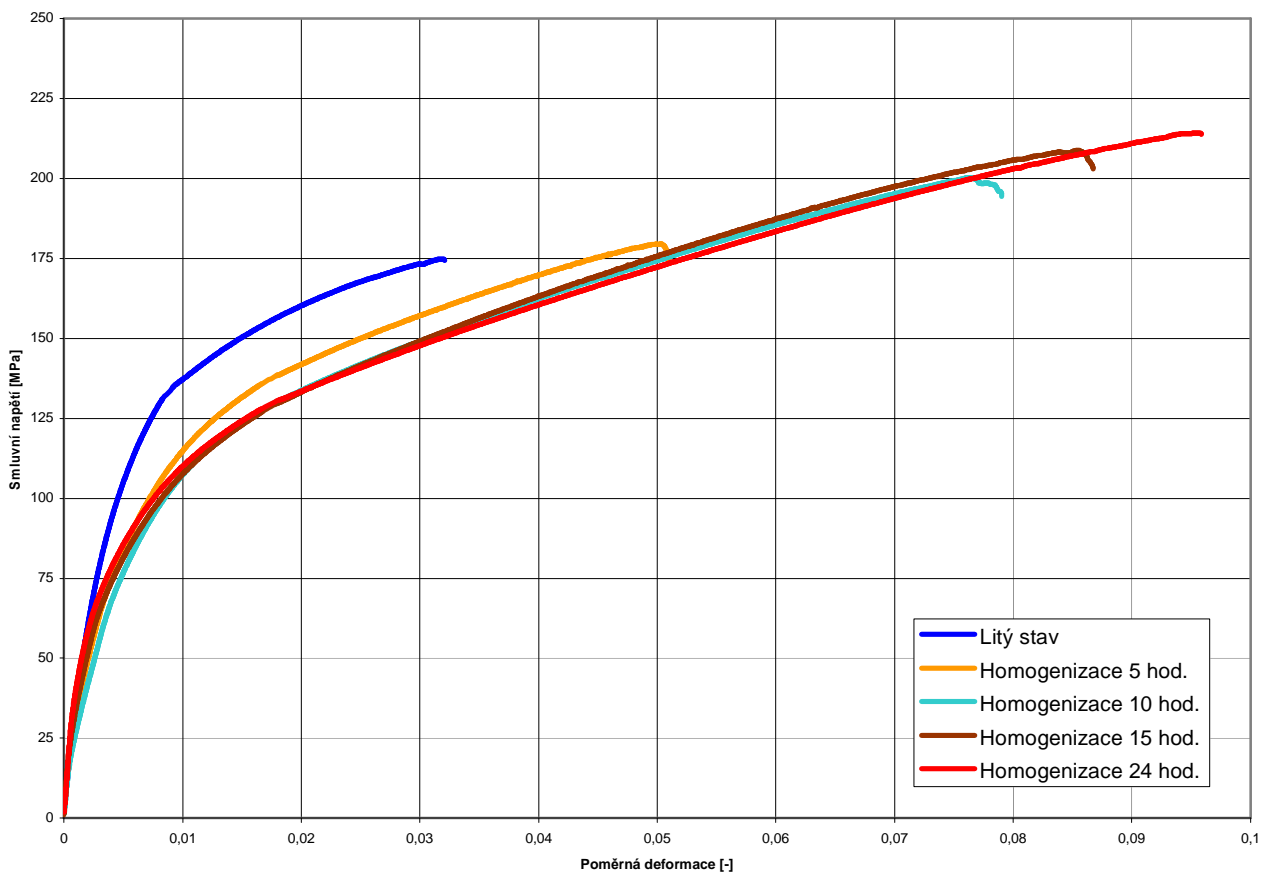
Stav		$R_{p0,2}$	R_m	A	Z
		[MPa]	[MPa]	[%]	[%]
H.K.-L.S.	Litý stav	96	145	1,5	1,6
H.K.-Homogen.	Homogenizace	113	234	5,6	5,6
S.C.-L.S.	Litý stav	105	175	1,9	2,7
S.C.-Homogen.	Homogenizace	76	214	8,3	10,2

Grafické porovnání základních mechanických vlastností studovaných materiálů je uvedeno v příloze 3, graf 6.1 – 6.6. Po provedení tepelného zpracování došlo v obou případech k velkému nárůstu meze pevnosti R_m i plastických charakteristik. Homogenizací bylo v případě slitiny odlévané do pískové formy dosaženo zhruba stejně dobrých výsledků jako u slitiny lité metodou squeeze casting.

Vliv doby homogenizace na mechanické vlastnosti slitiny AZ 91 – squeeze casting

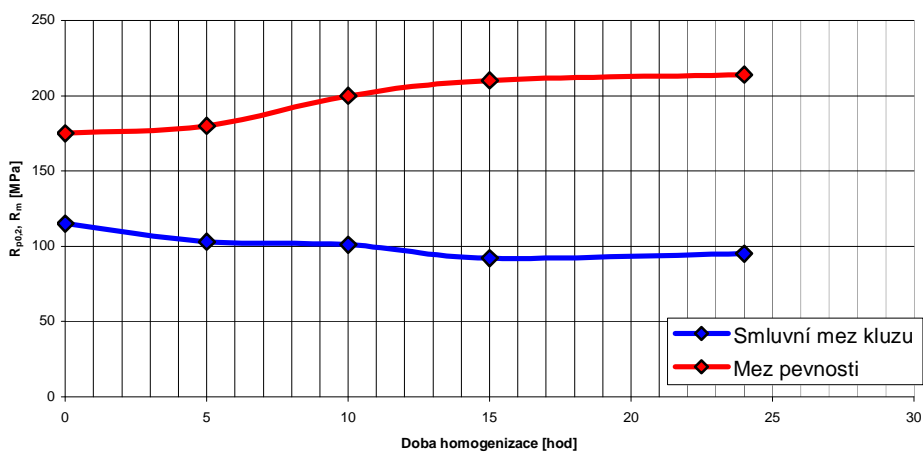
Tab. 6.2 Vliv doby homogenizace na mechanické vlastnosti

doba homogenizace	$R_{p0,2}$	R_m	A	Z
hod	MPa	MPa	%	%
0	115	175	1,9	2,7
5	103	180	4,4	5,6
10	101	200	5,9	8,8
15	92	210	7,2	9,4
24	95	214	8,3	10,2



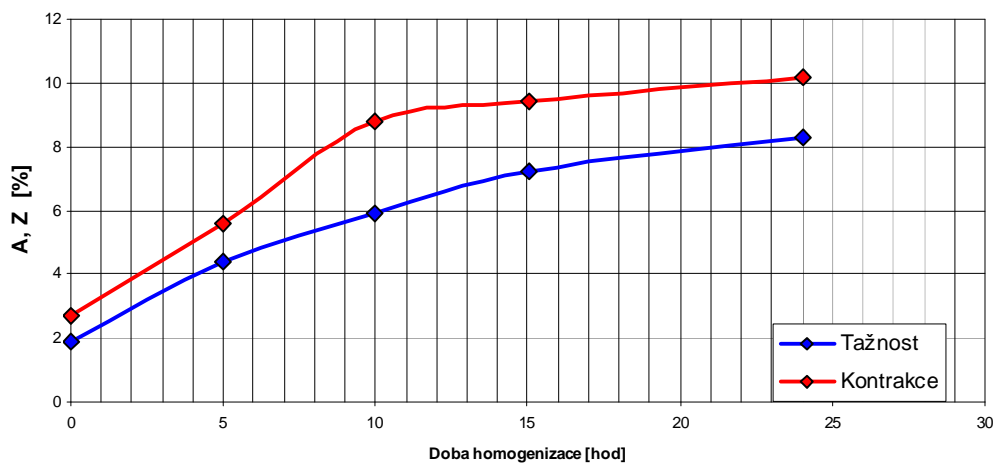
Graf 6.6 Vliv doby homogenizace na mechanické vlastnosti AZ 91

Vliv doby homogenizace na pevnostní vlastnosti AZ91 S.C.



Graf 6.7

Vliv doby homogenizace na plastické vlastnosti AZ91 S.C.



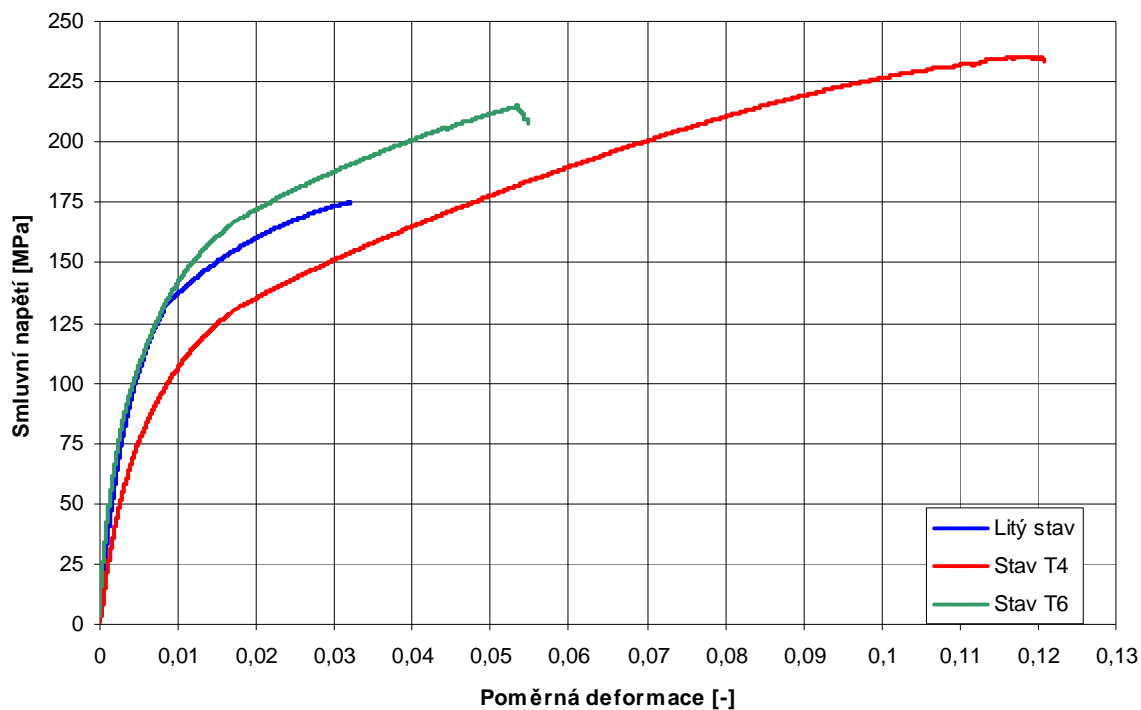
Graf 6.8

Jak je patrné z grafického znázornění tahových zkoušek vliv homogenizace na mechanické vlastnosti slitiny AZ91 je veliký. S rostoucí dobou homogenizace dochází ke zlepšování jak pevnostních, tak i plastických vlastností.

Vliv rozpouštěcího žhání T4 a vytvrzování T6 na mechanické vlastnosti slitiny AZ 91

Tab. 6.3 Vliv T4 a T6 na mechanické vlastnosti

Výsledky tah AZ 91 S.C., T4, T6, 6x30 mm				
stav	$R_{p0,2}$	R_m	A	Z
	MPa	MPa	%	%
T4	96,12	235,24	9,1	10,38
T6	117,23	215,34	5,43	6,88



Graf 6.8

U slitiny, která byla podrobena homogenizačnímu žhání a umělému stárnutí nedošlo k tak významnému nárůstu pevnostních a plastických vlastností jako tomu bylo u slitiny, která byla pouze homogenizačně žhána.

6.3 Měření tvrdosti

Tab. 6.4 Vliv doby homogenizace na tvrdost slitiny A91

stav	litý stav S.C.			Homogenizace 5h			Homogenizace 10h			Homogenizace 15h			Homogenizace 24h		
HBS	62,1	60,5	59,0	73	65,5	56,1	53,4	62,1	54,7	56,1	63,8	60,5	54,7	53,4	50,9
	60,5			64,9			56,7			60,1			53,0		

Homogenizační žhání způsobuje rozpouštění tvrdé, křehké fáze $Al_{12}Mg_{17}$, což vede k poklesu tvrdosti.

Tab. 6.5 Vliv druhu tepelného zpracování na tvrdost slitiny AZ91

stav	litý stav S.C.			T4			T6		
HBS	56,1	79,6	62,1	57,5	56,1	54,7	54,6	63,8	60,5
	65,9			56,1			59,6		

Rozdíl mezi samotným rozpouštěcím žháním a žháním v kombinaci s umělým stárnutím je z hlediska měření tvrdosti nepatrný. U vzorků, které byly podrobeny vytvrzování, nedošlo k tak velkému poklesu tvrdosti.

6.4 Měření mikrotvrdosti

Tab. 6.6 Mikrotvrdost

T6			
tuhý roztok	84,2 HV0,01	83,8 HV0,01	96,7 HV0,01
	88,2		
γ částice	108 HV0,01	115 HV0,01	115 HV0,01
	112,7		
T4			
tuhý roztok	82 HV0,01	86,7 HV0,01	90,7 HV0,01
	86,5		
Squeeze casting			
tuhý roztok	90,7 HV0,01	91,3 HV0,01	75,2 HV0,01
	85,7		
γ částice	159 HV0,01	190 HV0,01	139 HV0,01
	162,7		
eutektikum	118 HV0,01	136 HV0,01	95,1 HV0,01
	116,4		

Největší mikrotvrdosti dosahuje dle očekávání tvrdá γ fáze. O něco nižší mikrotvrdost byla naměřena u eutektika tvořeného směsí tuhé fáze a fáze γ . Nejnižších hodnot mikrotvrdosti dosahuje tuhý roztok. Změřit mikrotvrdost všech tří fází se podařilo pouze u slitiny vyrobené metodou squeeze casting. U vzorků po tepelném zpracování byly γ částice příliš malé.

6.5 Lomové plochy

Na fotografiích z rastrovacího mikroskopu jsme pozorovali lomové plochy hořčíkové slitiny AZ91 v litém stavu (squeeze casting), slitinu po homogenizaci T4 a slitinu po vytvrzování T6.

U slitiny v litém stavu mohl k porušení přispět vliv eutektika vyloučeného na hranicích zrn a také zde můžeme pozorovat sekundární trhlinky viz. obr. 1.11, způsobující křehkost materiálu.

Lomová plocha slitiny po homogenizaci je bez ředin a staženin a jsou na ní patrná velká zrna. K porušení došlo pravděpodobně interkrystalickým tvárným lomem způsobeným vměstky na bázi manganu, které jsou vyloučeny na hranicích zrn.

U vzorku podrobeného homogenizačnímu žíhání společně s umělým stárnutím je na lomové ploše patrné zhrublé zrno. Povrch je bez ředin a staženin stejně jako tomu bylo u homogenizované hořčíkové slitiny.

ZÁVĚR

Cílem této bakalářské práce bylo zhodnotit vliv tepelného zpracování, konkrétně homogenizačního žíhání, na strukturu a statické mechanické vlastnosti hořčíkové slitiny AZ91. Z dosažených experimentálních výsledků vyplynuly tyto závěry:

- 1) Původní struktura hořčíkové slitiny AZ91 byla tvořena tuhým roztokem, diskontinuálně vyloučenou fází γ ($\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$) a eutektikem. Homogenizační žíhání mělo za následek hrubnutí zrna a rozpouštění křehké intermetalické fáze $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$, která přešla do formy kontinuálního precipitátu.
- 2) Homogenizační žíhání slitiny AZ91 odlévané do pískové formy i vyrobené metodou squeeze casting prokázalo v obou případech výrazné zlepšení pevnostních i plastických charakteristik.
- 3) Při zvyšování doby homogenizace dochází k postupnému zvyšování meze pevnosti R_m i k nárůstu tažnosti a kontrakce. Rozpouštění tvrdé fáze $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ zároveň způsobuje pokles tvrdosti. Jak vyplývá z provedených měření, optimální doba homogenizace je v rozmezí 15 – 20 hodin.
- 4) Umělé stárnutí – vytvrzování T6, mělo za následek zlepšení mechanických vlastností. V porovnání s vlivem samotné homogenizace T4 však nárůst pevnostních i plastických charakteristik nebyl tak markantní. Současně nedošlo k výraznému poklesu tvrdosti.

SEZNAM POUŽITÝCH ZDROJŮ

1. International Magnesium Association (IMA) Report. 2008. Dostupné z WWW: <<http://www.intlmag.org/files/yend2002.pdf>>.
2. PTÁČEK, L. *Hořčík - několik informací*, Výroba hořčíku [PowerPoint - podklad pro výuku]. VUT Brno, 2005.
3. ROUČKA, J. *Metalurgie neželezných slitin*. Brno: ANC Brno. 2004
4. ZÚBEROVÁ, Z. *Mechanické vlastnosti hořčíkové slitiny AZ31* [Disertační práce]. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojího inženýrství, 2004. 38 s.
5. ČERMÁK, J. Technologie zpracování hořčíkových slitin tvářením. In *Výzkum zpracování perspektivních materiálů pro strojírenský průmysl*, VZ 6840770007. Praha: ČVUT Praha.
6. SASAKI, G. *Material Mechanical Properties and Microstructure of Magnesium Alloy Matrix Composites Fabricated by Casting Process*. Department of Mechanical System Engineering. Hiroshima University.
7. PLUHAŘ, J. aj. *Nauka o materiálech*. Praha: SNTL/ALFA, 1989. 227s.
8. MOLLIKOVÁ, E. *Tepelné zpracování: Nauka o materiálu – distanční výuka* [online]. Dostupné z WWW: <<http://ime.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/nomd/Index.html>>.
9. BROOKS, Ch. *Heat treatment, structure and properties of nonferrous alloys*. Ohio: American Society for metals, 1982. ISBN 0-87170-138-3. 420s.
10. ZAPLETAL, J. *Slitina AZ91*. Shrnutí vlastností a poznatků pro přednášku Ekocentra aplikovaného výzkumu neželezných kovů. VUT Brno. 2007.
11. ČÍŽEK, L., HANUS, A., SOZAŇSKA, M., TAŇSKI, T., PAWLICA, L. *Strukturální charakteristiky hořčíkových slitin s příměsí hliníku, hořčíku a zirkonia*. Acta Metallurgica Slovaca. 2007. 531 – 538 s.
12. ZAPLETAL, J., VĚCHET, S., *Mechanické vlastnosti slitiny AZ91 Squeeze casting*. Ekocentrum aplikovaného výzkumu neželezných kovů. 2007.
13. MURPHY, A.J. Non-Ferrous foundry metallurgy. In *The science of melting and casting non-ferrous metals and alloys*. London: Pergamon Press LTD. 1954. 423-444.
14. PTÁČKOVÁ, M., KLAKURKOVÁ, L., JUŘIČKA, I. *Vliv technologie výroby odlitku ze slitiny AZ91 na jeho kvalitu a strukturu*, In Sborník XXII Mezinárodní Symposium Metody hodnocení struktury a vlastnosti materiálů. Svatka. 2007.
15. ČÍŽEK, L., aj. Study of selected properties of magnesium alloy AZ 91 after heat treatment and forming. *Journal of Materials Processing Technology*, 2004. Elsevier B.V. 466-471s.
16. ZHAO, O., GENG, H., WANG, Q., Effect of melting technique on the microstructure and mechanical properties of AZ91 commercial magnesium alloys. *Materials Science and Engineering*, 2006. Elsevier B.V. 320-323s.
17. DRÁPALA, J., KUCHAR, L., TOMÁŠEK, K., TROJANOVÁ, Z. *Hořčík, jeho slitiny a binární systémy hořčík – příměs*. 1. vyd. Ostrava: Ediční středisko VŠB – TU Ostrava. 2004. 172s.
18. PTÁČEK, L. aj. *Nauka o materiálu I*, Brno: CERM. 2003. ISBN 80-7204-283-1.
19. PTÁČEK, L. aj. *Nauka o materiálu II*, Brno: CERM. 2002. ISBN 80-7204-248-3.
20. RYŠ, P. *Nauka o materiálu*. Brno: Vojenská akademie Antonína Zápotockého v Brně. 1965.

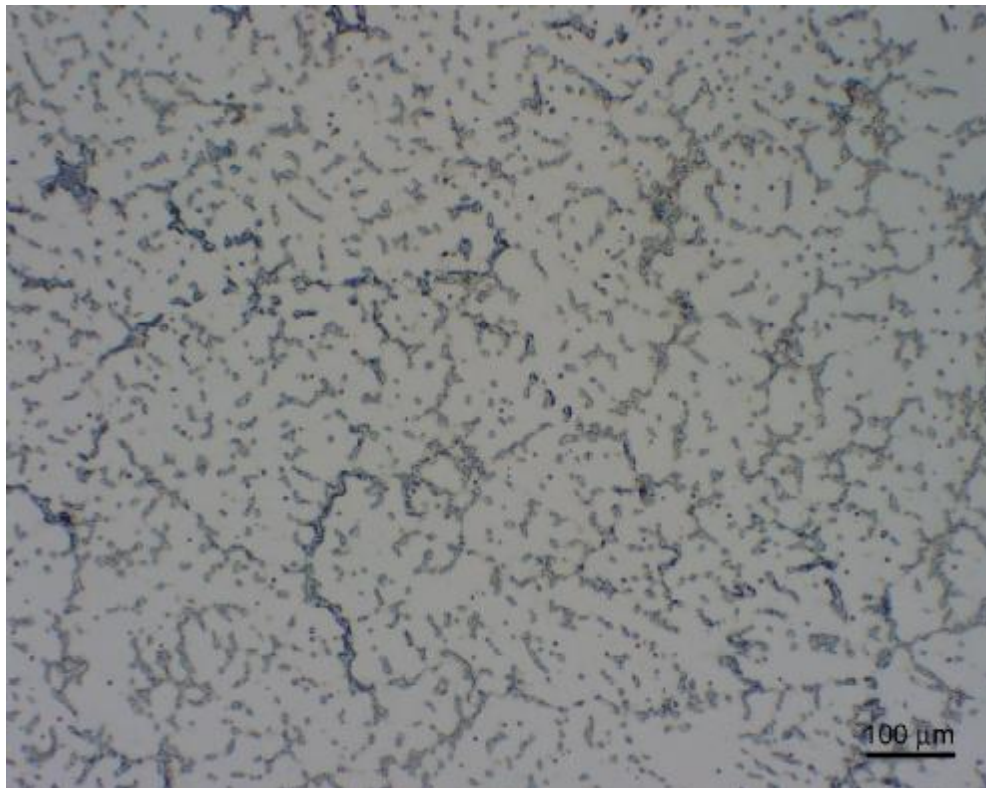
SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

Zkratka/Symbol	Jednotka	Popis
AZ 91		Hořčíková slitina s obsahem 9 % Al a 1 % Zn
HRC		Tvrдость dle Rockwella
HB		Tvrдость dle Brinella
HV		Tvrдость dle Vickerse
R _m	[MPa]	Mez pevnosti
F _m	[N]	Maximální zatížení
R _{eH}	[MPa]	Horní mez kluzu
R _{eL}	[MPa]	Dolní mez kluzu
R _p	[MPa]	Smluvní mez kluzu
A	[%]	Tažnost
Z	[%]	Kontrakce
D ₀	[mm]	Průměr vzorku před zkouškou
L ₀	[mm]	Měřená délka vzorku před zkouškou
H.K.		Hradec Králové
L.S.		Litý stav
S.C.		Squeeze casting
T4		Rozpouštěcí žhání (homogenizační)
T6		Rozpouštěcí žhání a umělé stárnutí

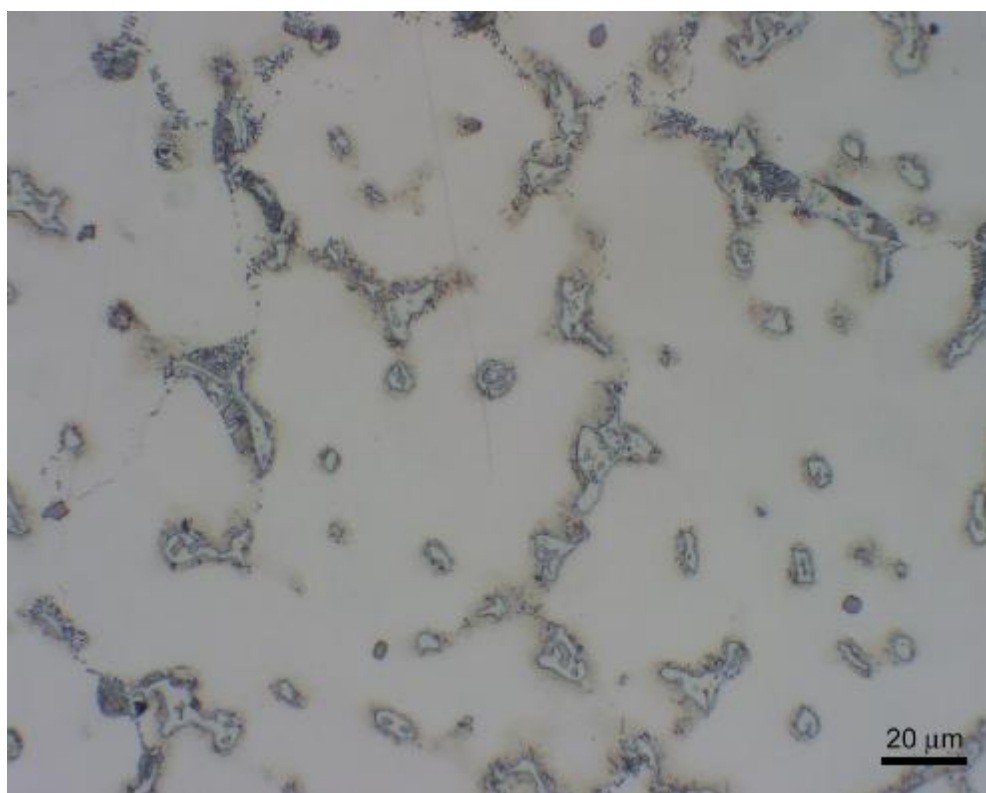
SEZNAM PŘÍLOH

- | | |
|-----------|--|
| Příloha 1 | Fotografie struktur ze světelného mikroskopu – vliv doby homogenizace. |
| Příloha 2 | Fotografie struktur ze světelného mikroskopu – vliv druhu tepelného zpracování. |
| Příloha 3 | Grafické porovnání základních mechanických charakteristik slitiny AZ91 odlévané do pískové formy a slitiny vyrobené metodou squeeze casting. |
| Příloha 4 | Fotografie lomových ploch z rastrovacího mikroskopu. |

Příloha 1

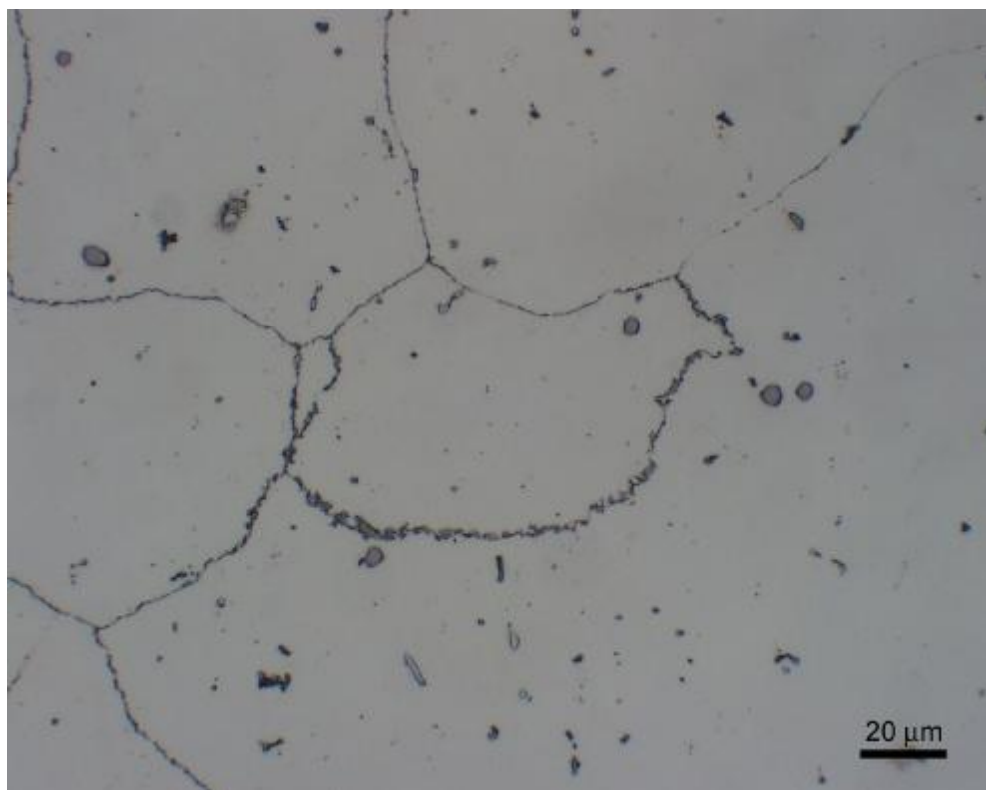


Obr. 5.4 litý stav (squeeze casting), (zv. 100x)

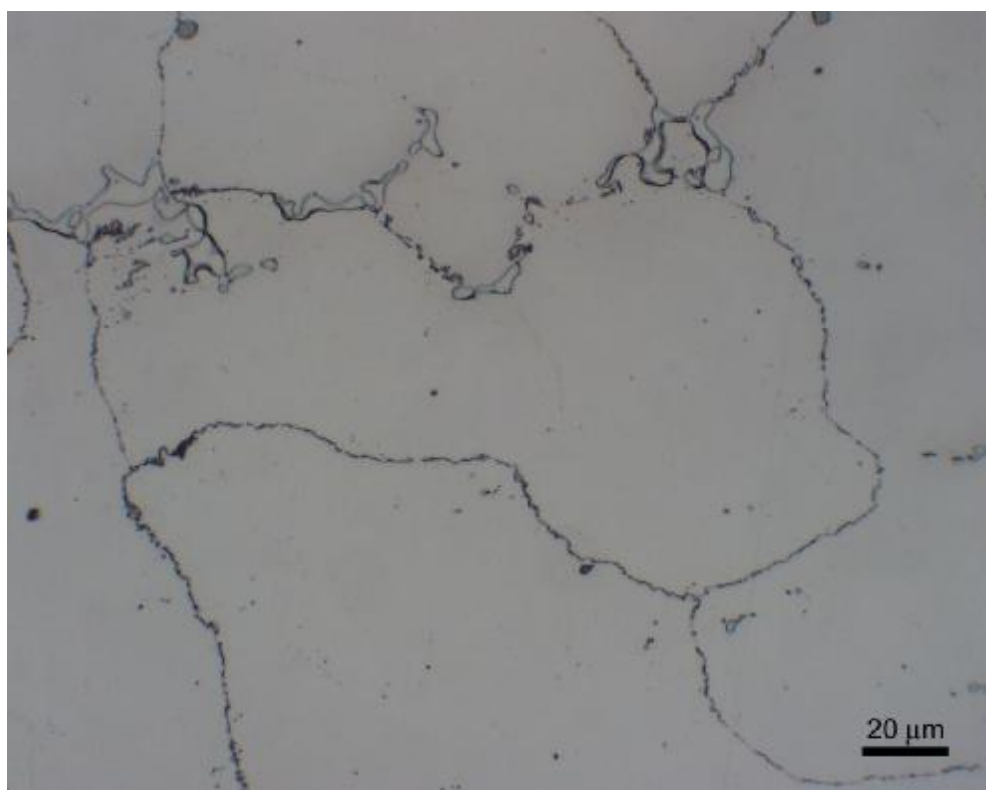


Obr. 5.5 litý stav (squeeze casting), (zv. 500x)

Příloha 1

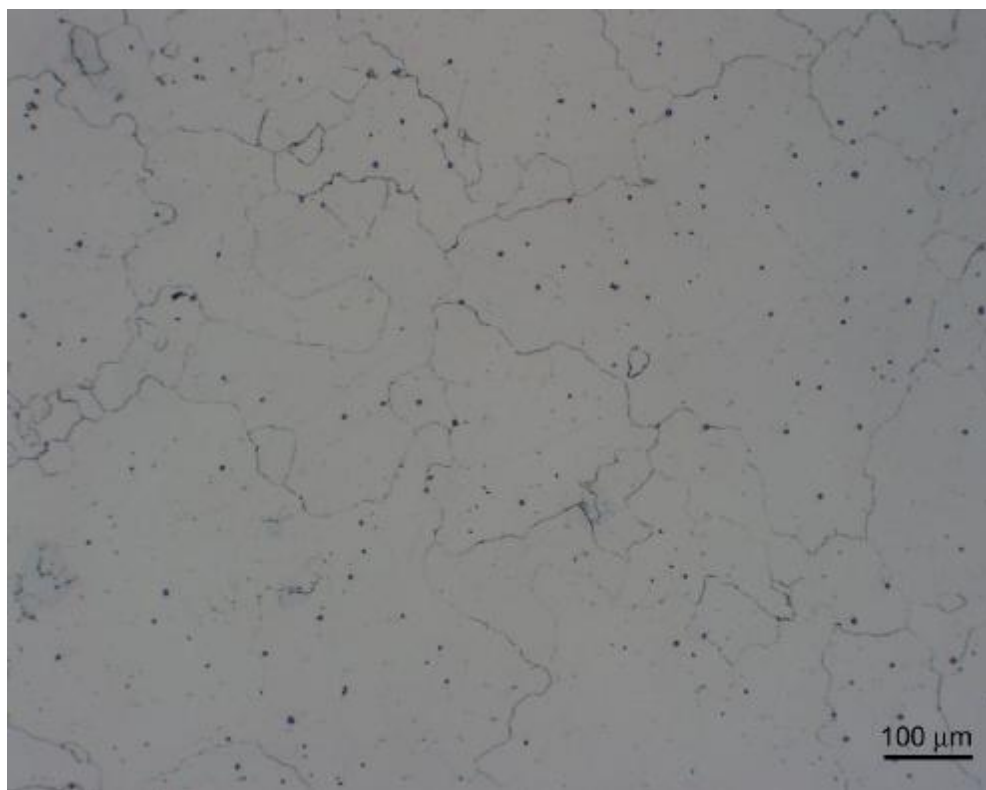


Obr. 5.6 Homogenizace 5h (zv. 500x)

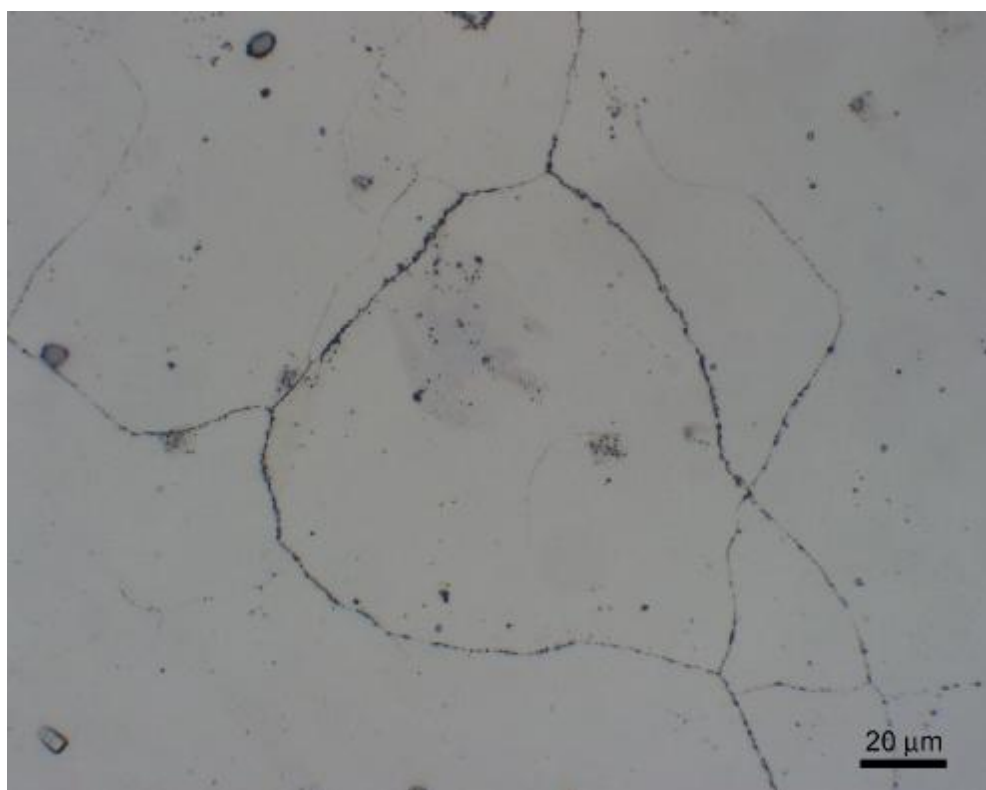


Obr. 5.7 Homogenizace 10h (zv. 500x)

Příloha 1

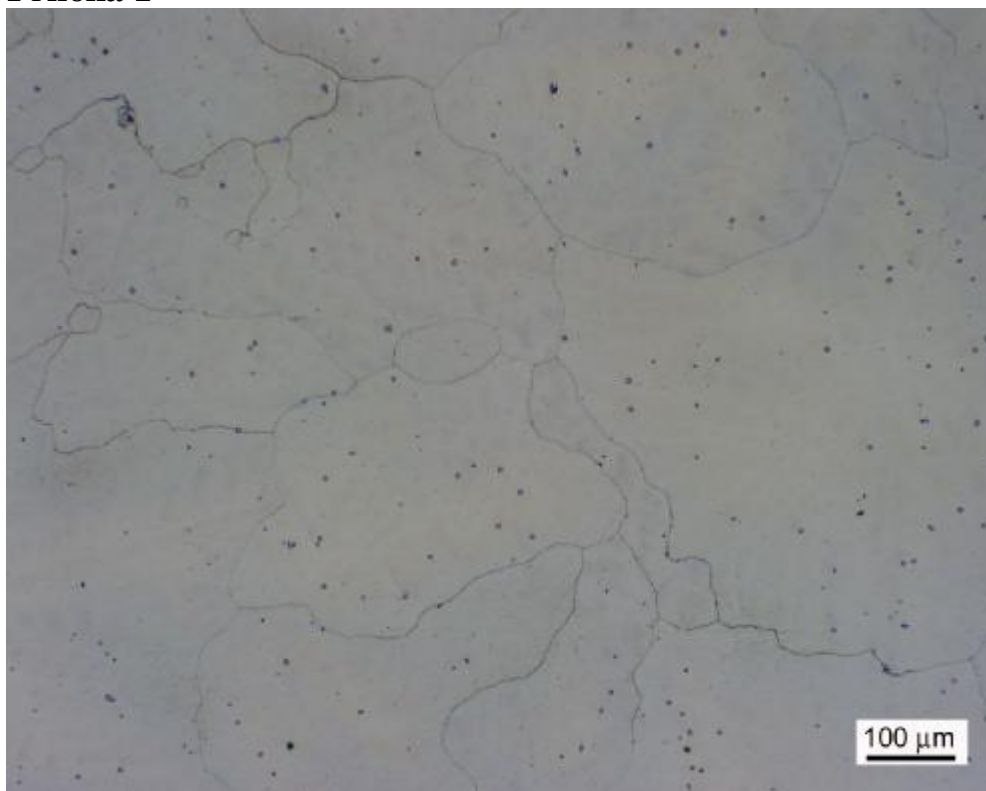


Obr. 5.8 Homogenizace 15h (zv. 100x)



Obr. 5.9 Homogenizace 15h (zv. 500x)

Příloha 1

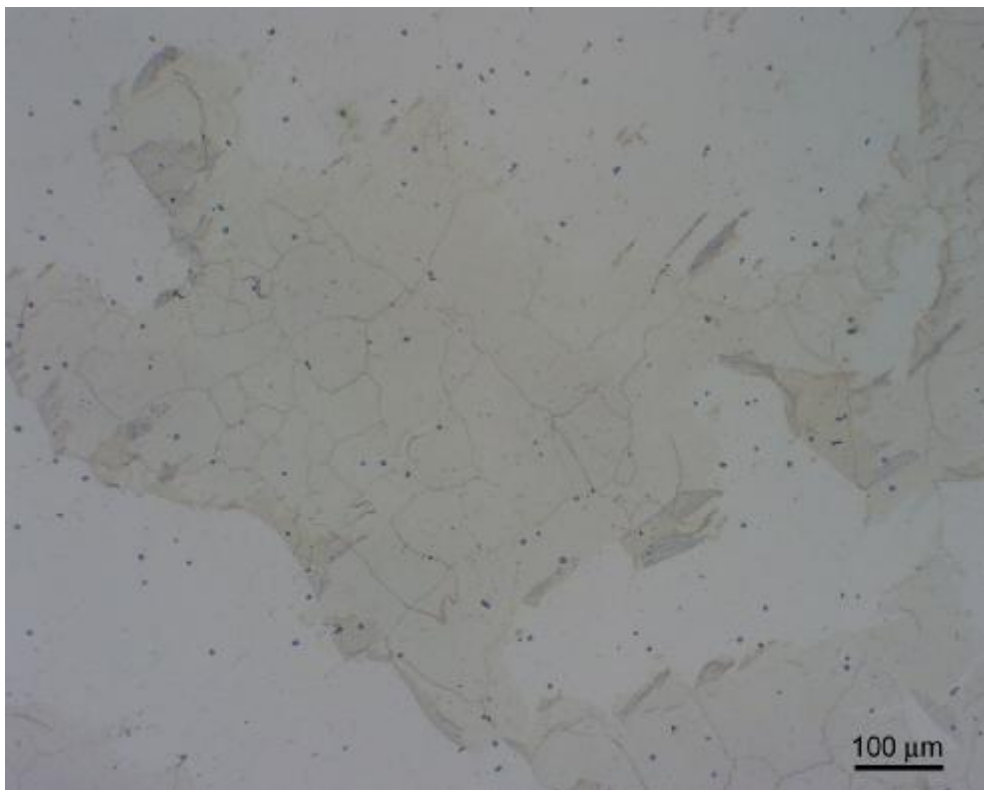


Obr. 5.10 Homogenizace 24h (zv. 100x)

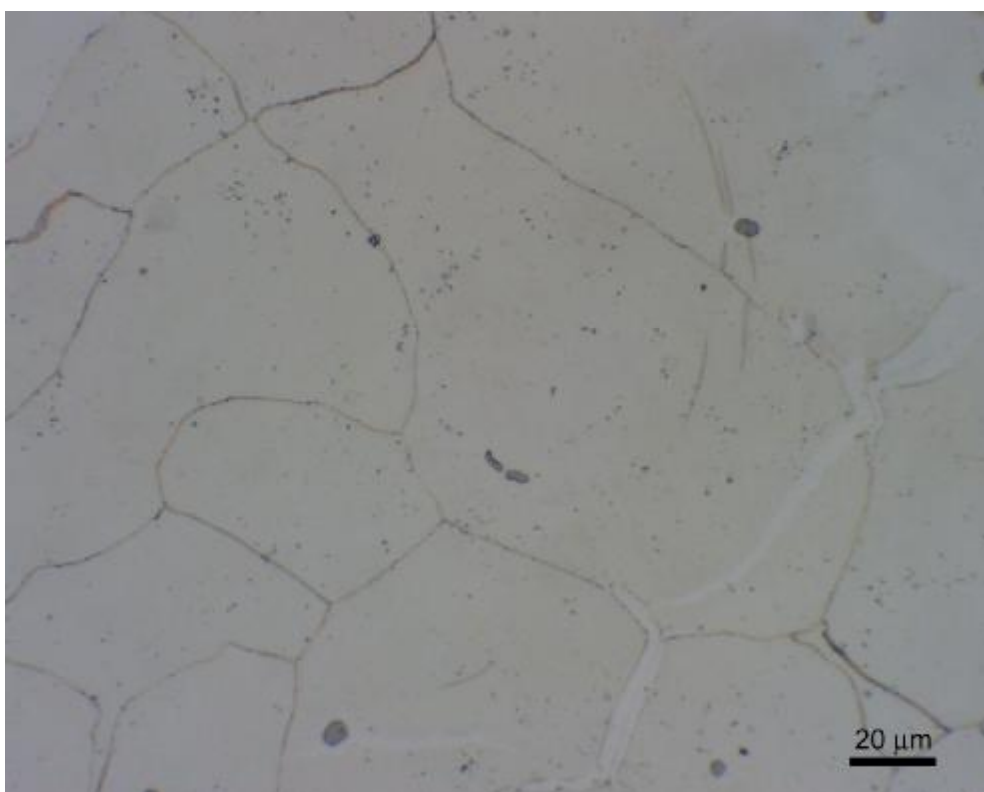


Obr. 5.11 Homogenizace 24h (zv. 500x)

Příloha 2

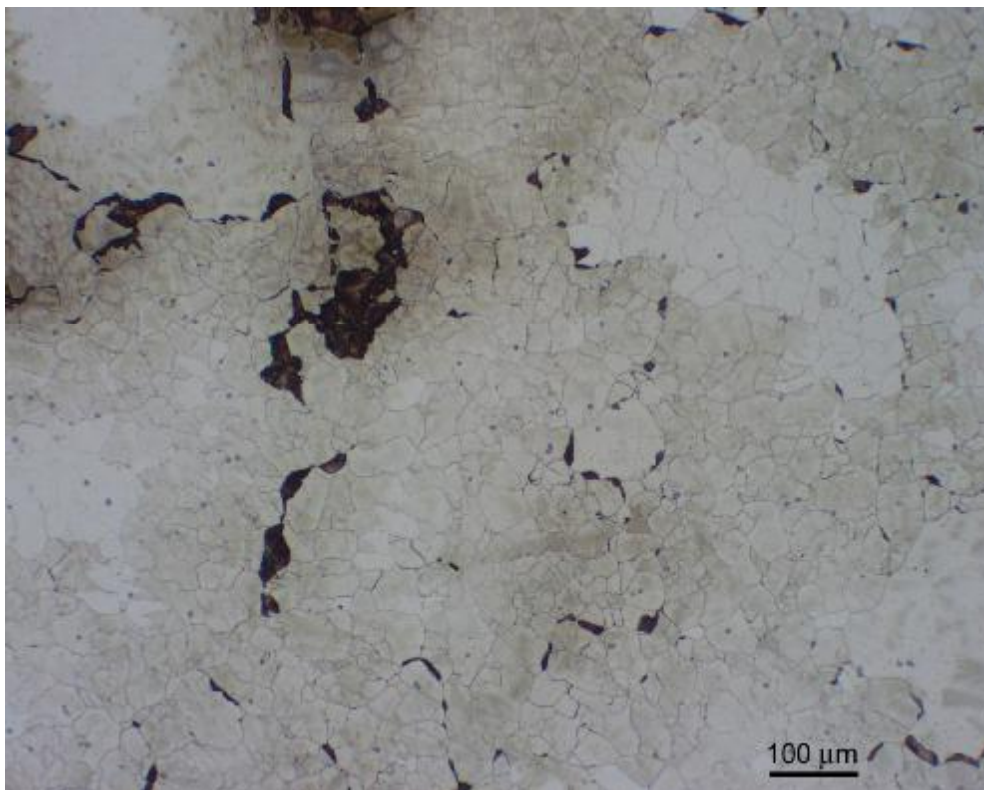


Obr. 5.12 T4 – homogenizace (rozpouštěcí žihání), (zv. 100x)

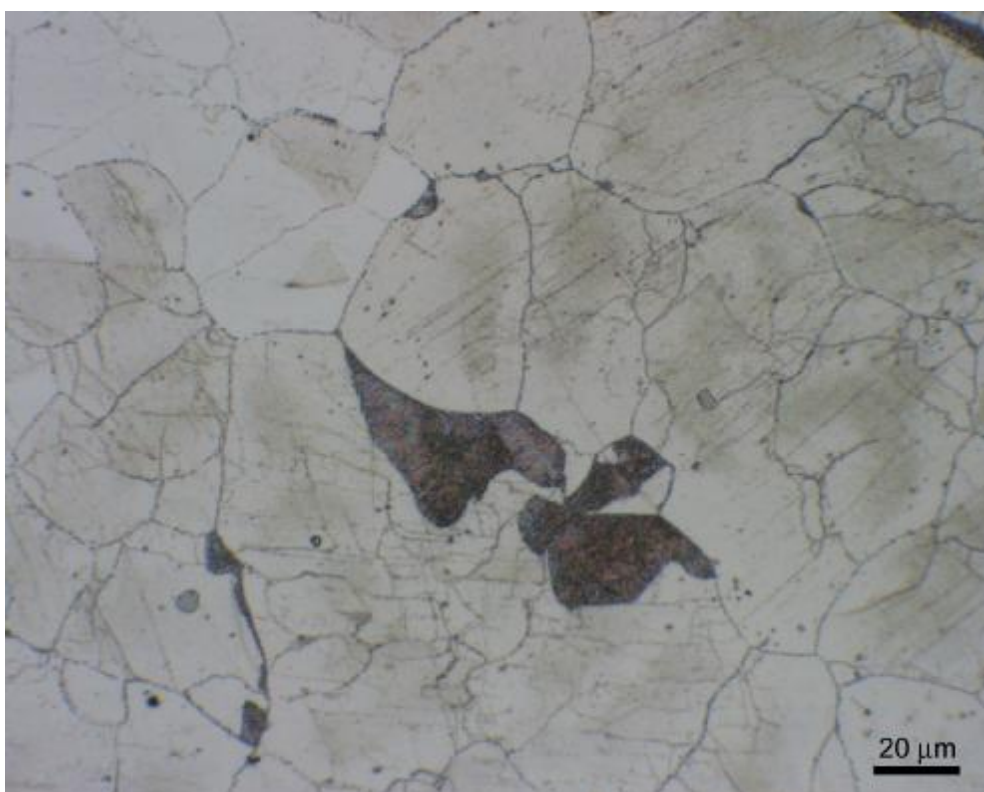


Obr. 5.13 T4 – homogenizace (rozpouštěcí žihání), (zv. 500x)

Příloha 2

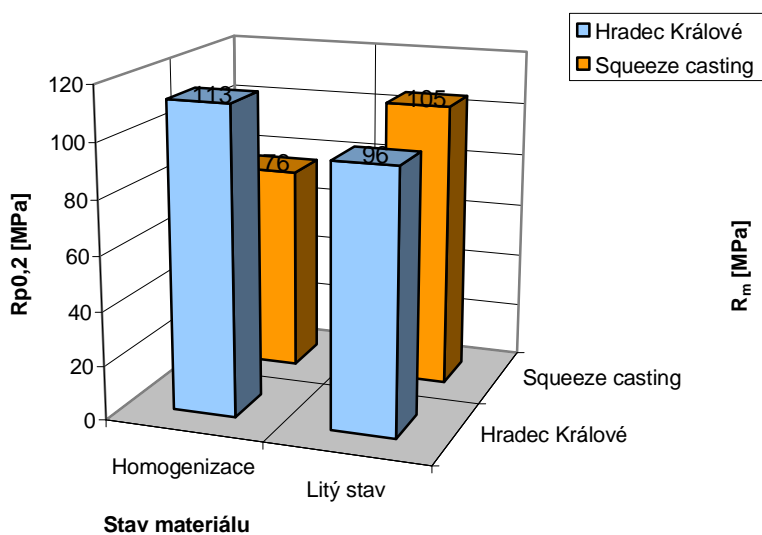


Obr. 5.14 T6 – rozpouštěcí žíhání a umělé stárnutí – vytvrzování (zv. 100x)

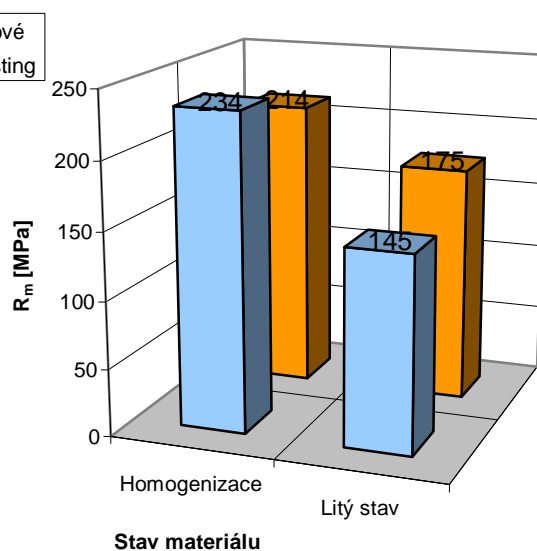


Obr. 5.15 T6 – rozpouštěcí žíhání a umělé stárnutí – vytvrzování(zv. 500x)

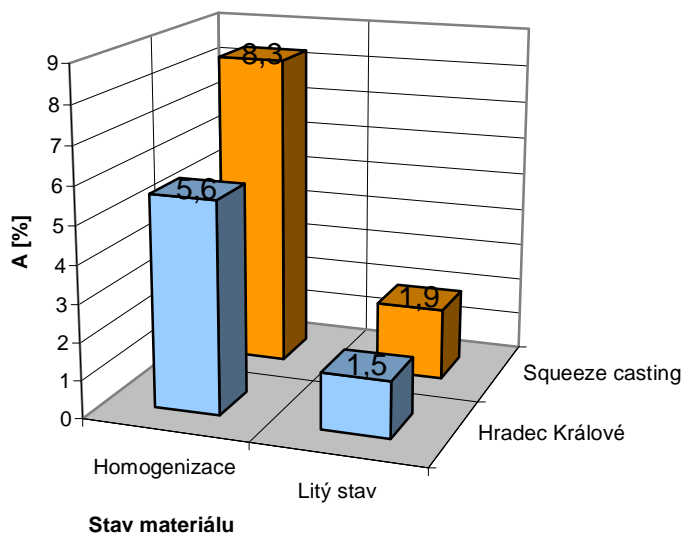
Příloha 3



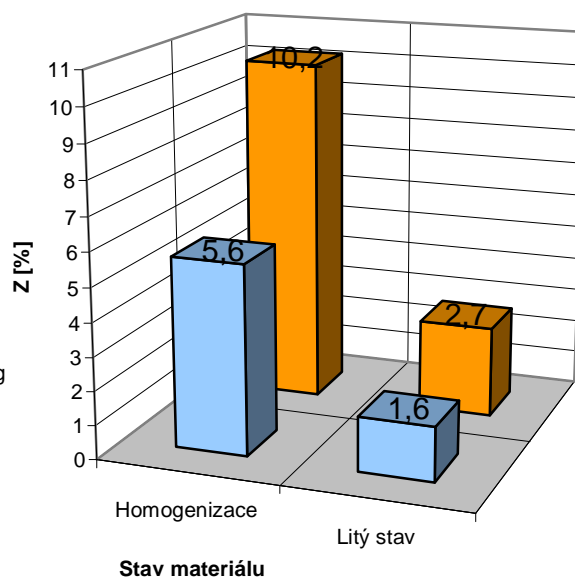
Graf 6.3 Porovnání smluvních mezí kluzu $R_{p0,2}$



Graf 6.4 Porovnání mezí pevnosti R_m



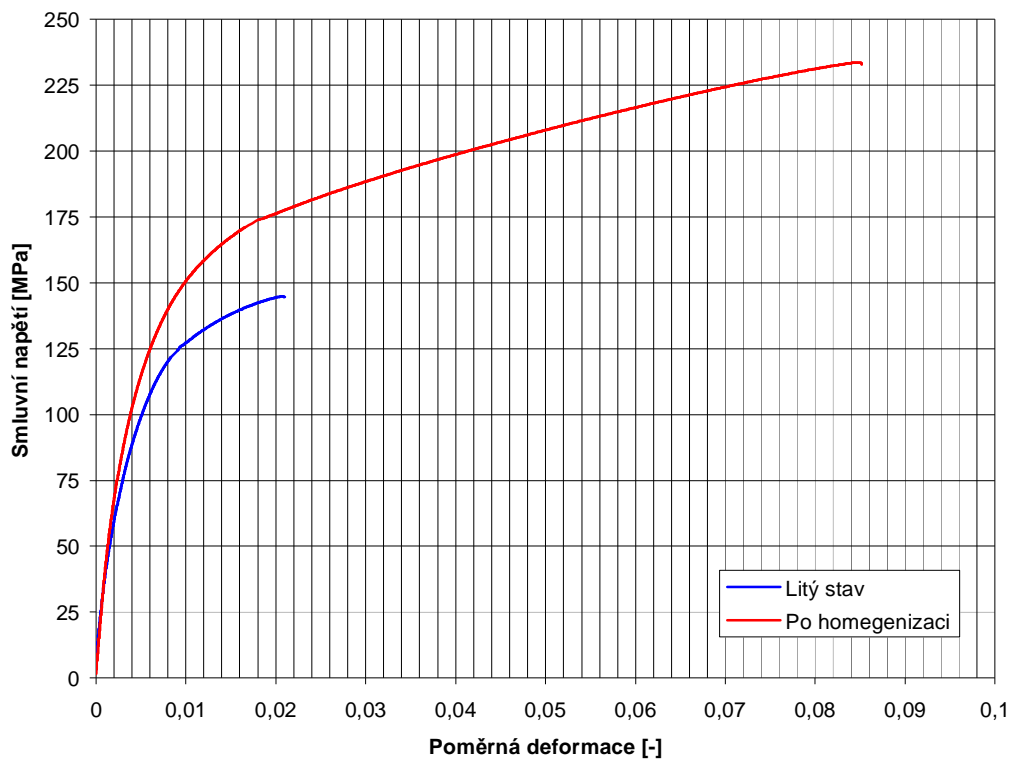
Graf 6.5 Porovnání poměrné tažnosti A



Graf 6.6 Porovnání kontrakce Z

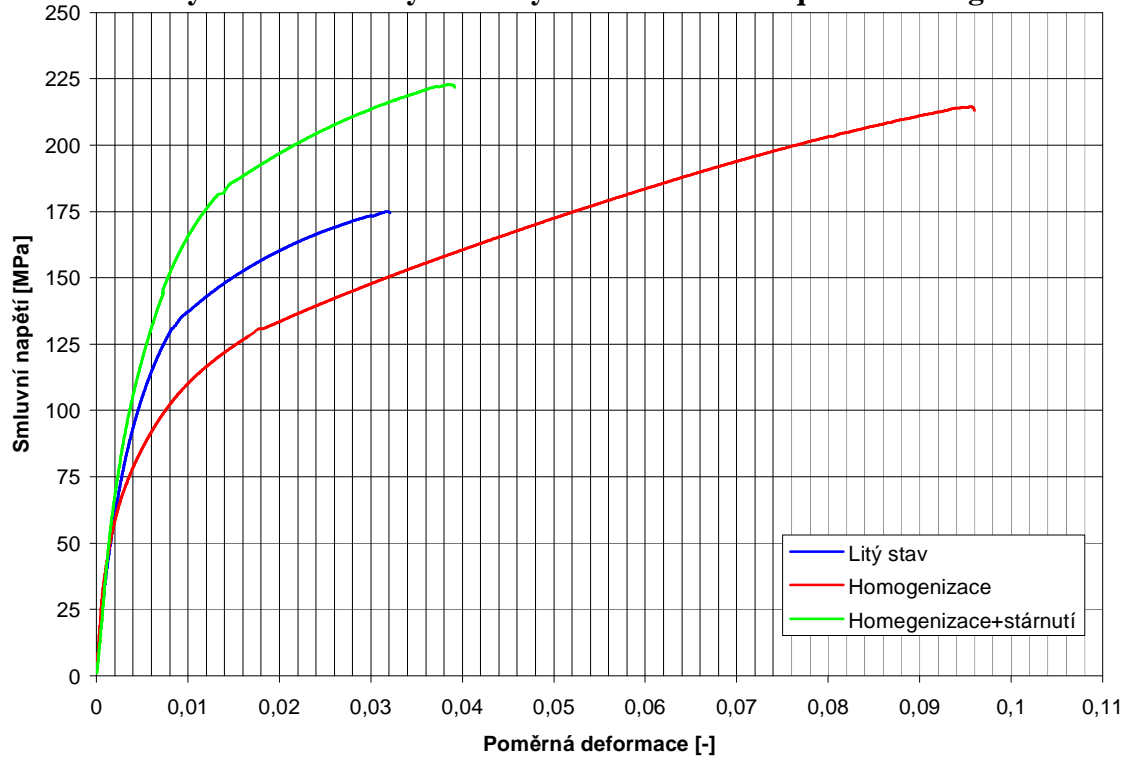
Příloha 3

Srovnání tahových křivek slitiny AZ91 odlévané do pískové formy



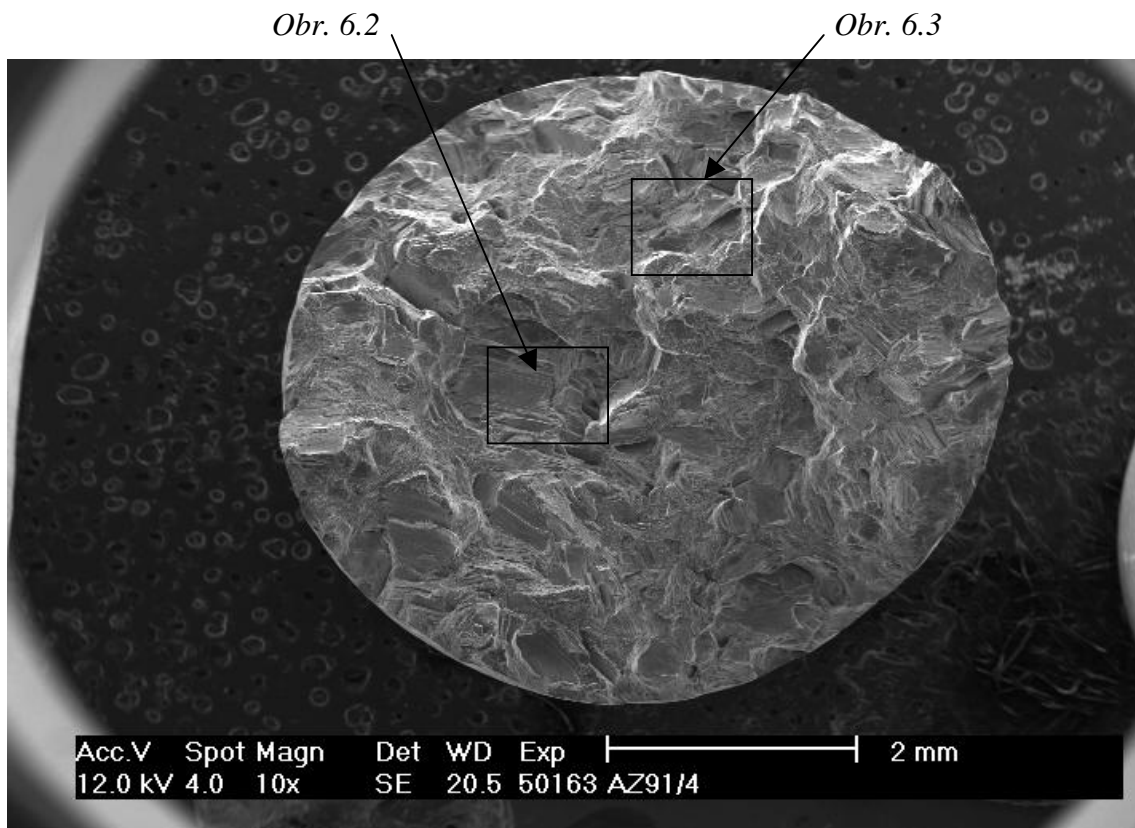
Graf 6.1 Zkouška tahem slitina AZ91 (litá do pískové formy H.K.)

Srovnání tahových křivek slitiny AZ91 vyrobené metodou squeeze casting

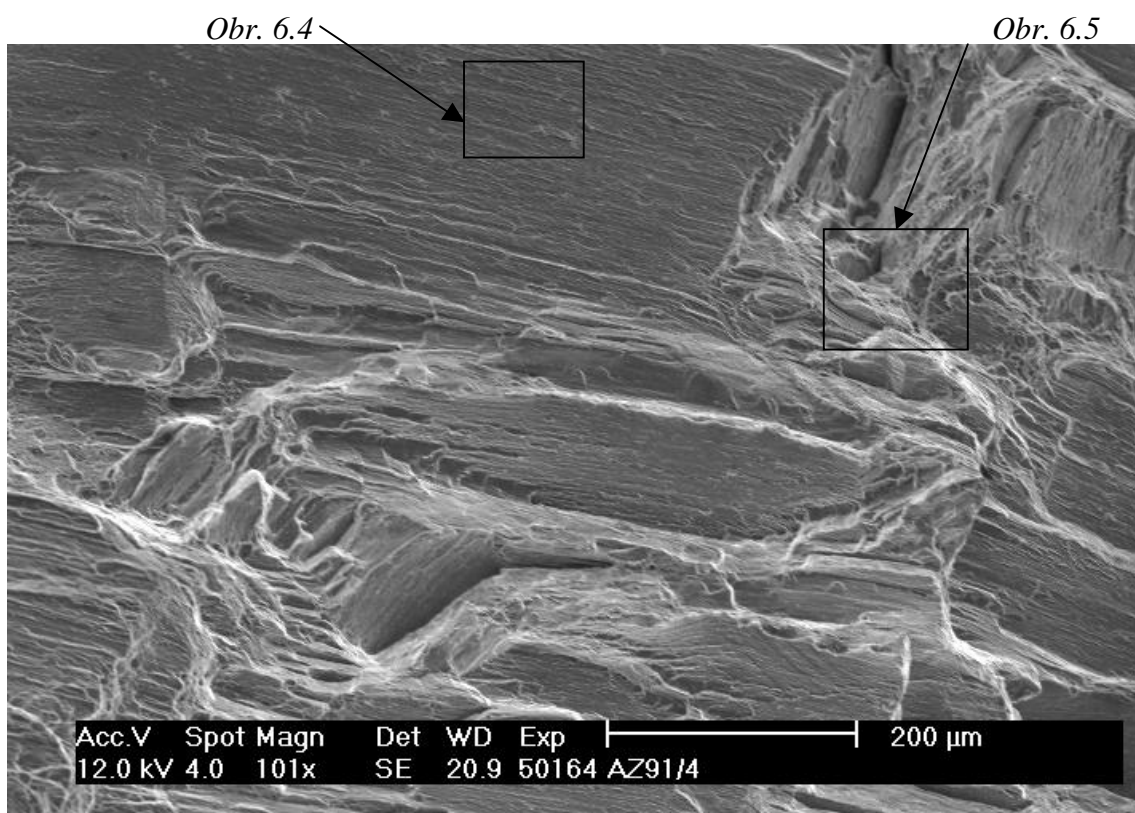


Graf 6.2 Zkouška tahem slitina AZ91 (squeeze casting)

Příloha 4 – AZ 91 T4

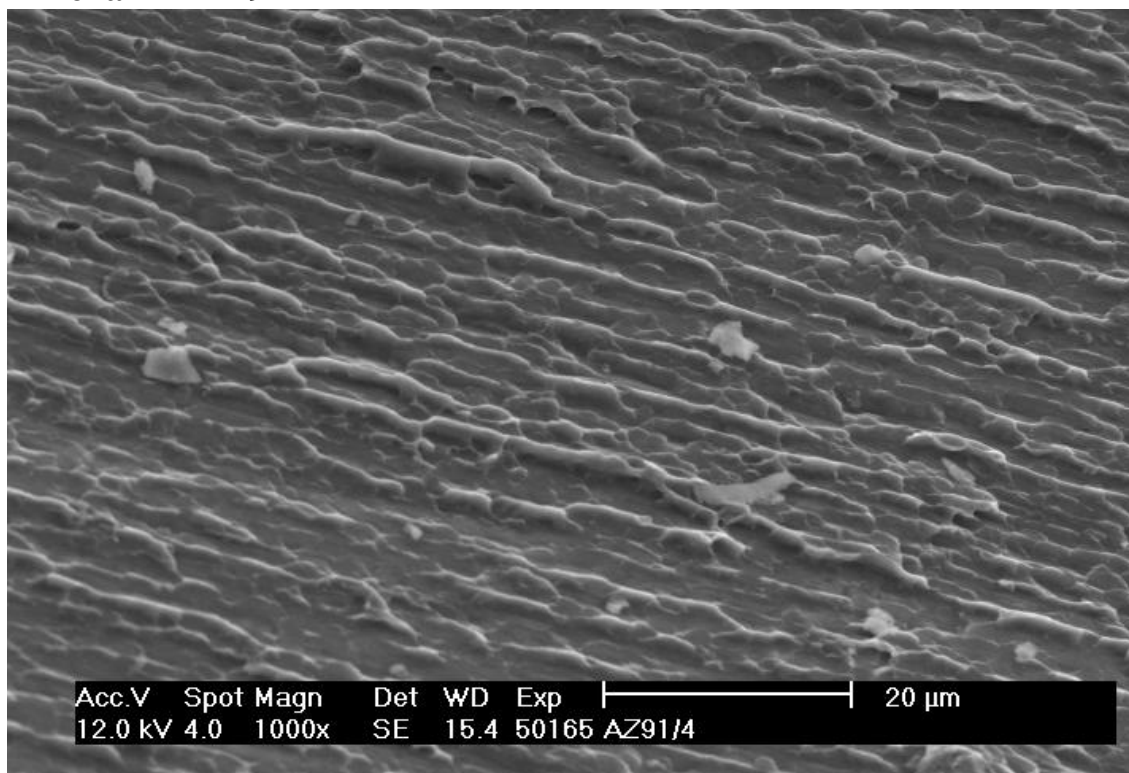


Obr. 6.1

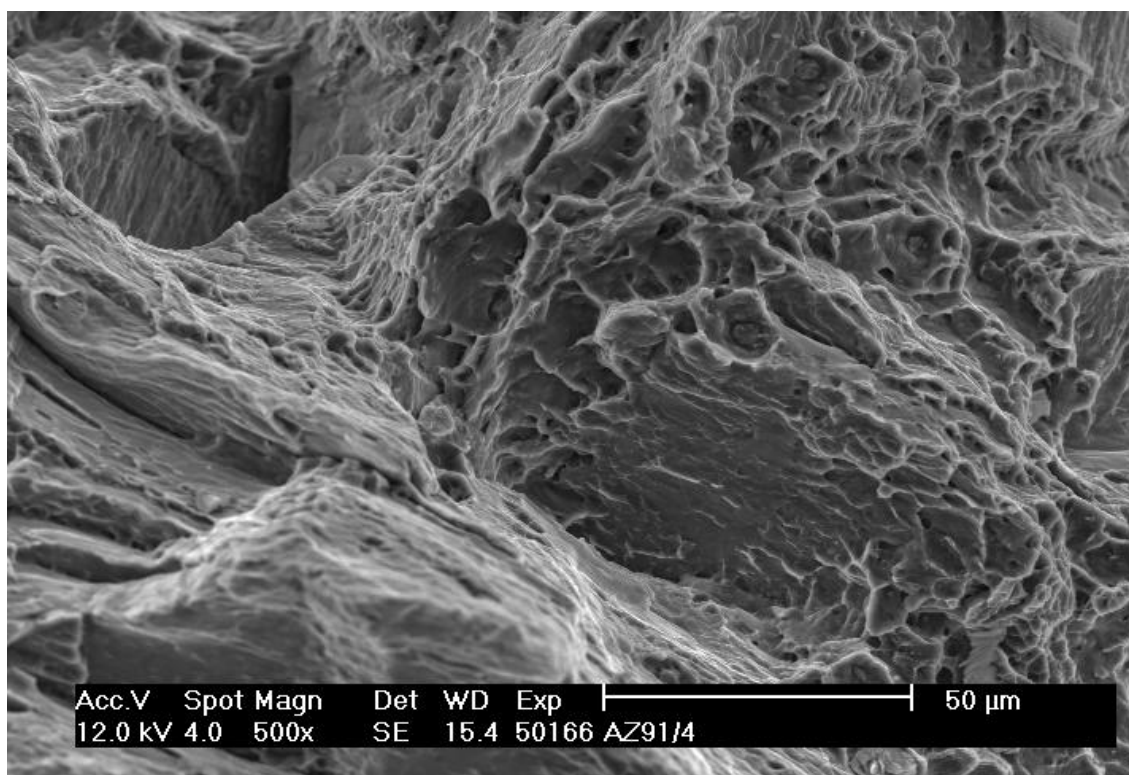


Obr. 6.2

Příloha 4 – AZ 91 T4

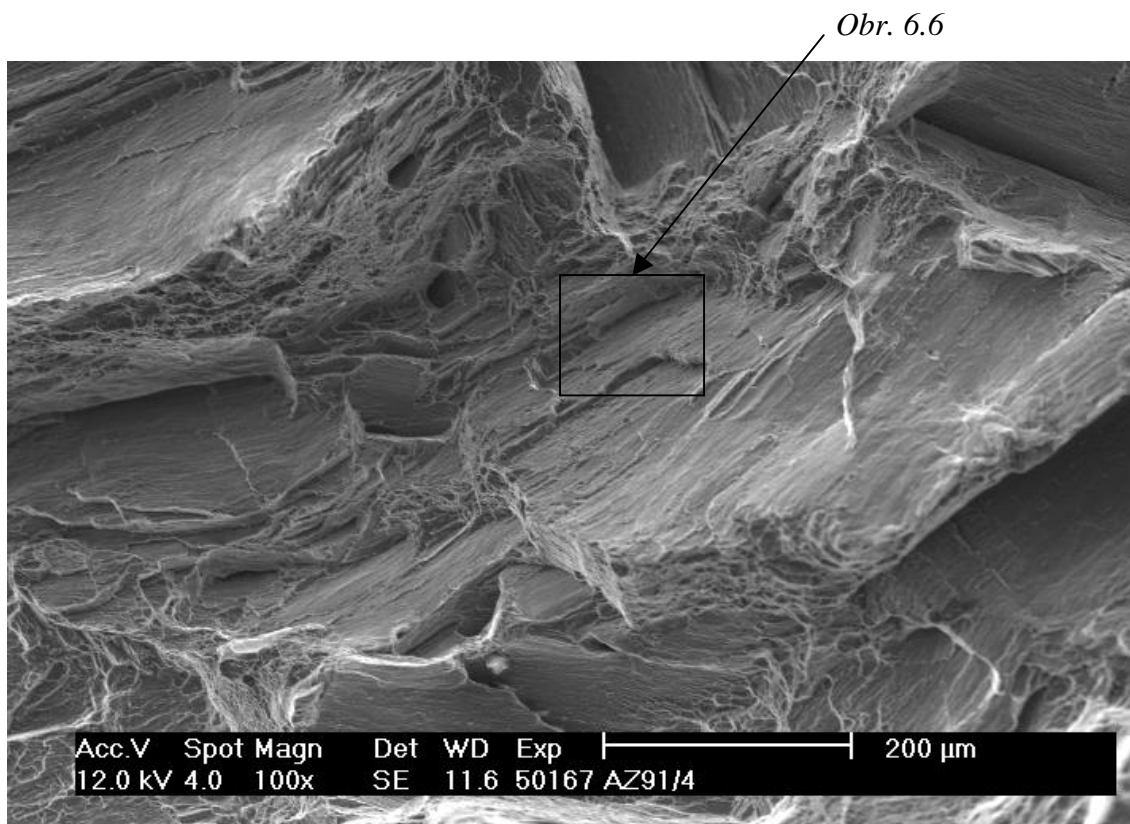


Obr. 6.4

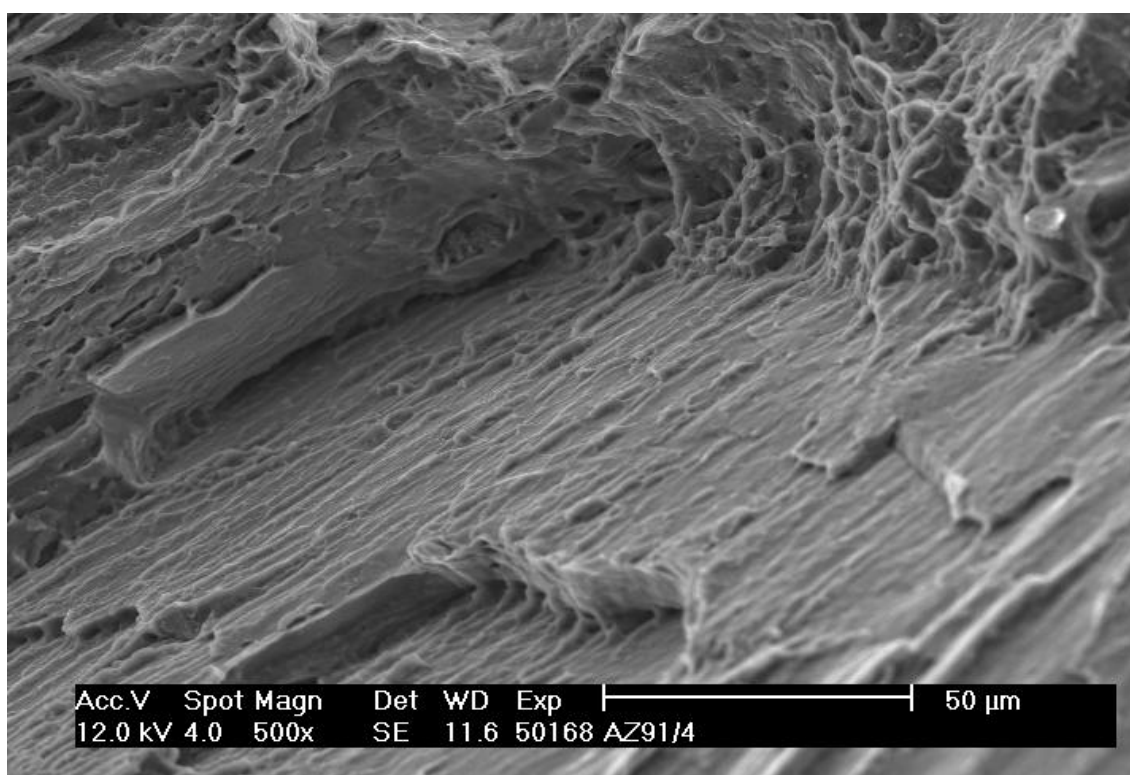


Obr. 6.5

Příloha 4 – AZ 91 T4

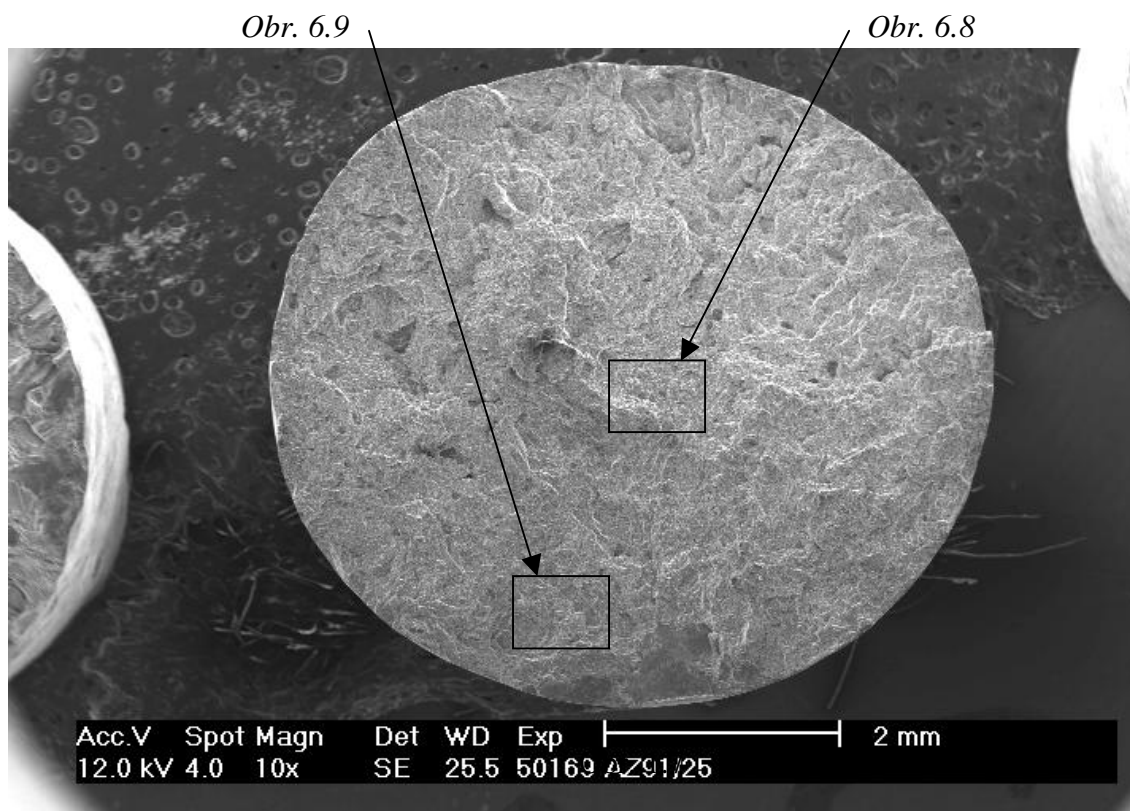


Obr. 6.3



Obr. 6.6

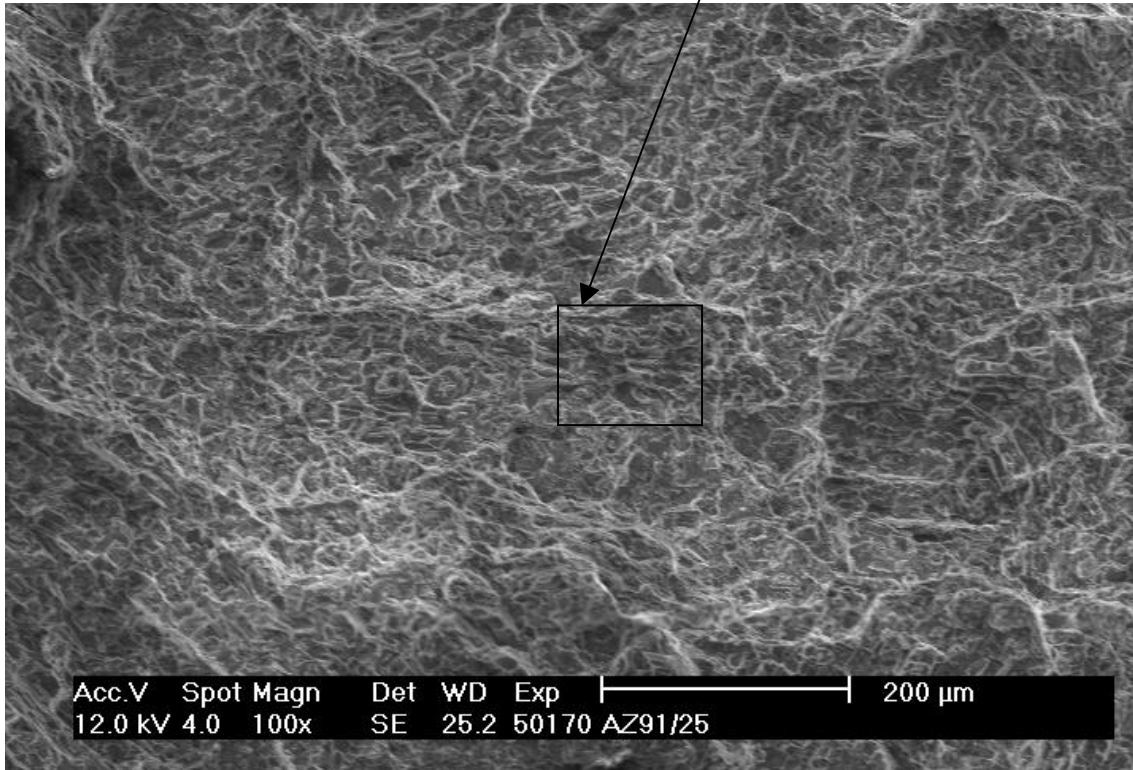
Příloha 4 – AZ 91 squeeze casting



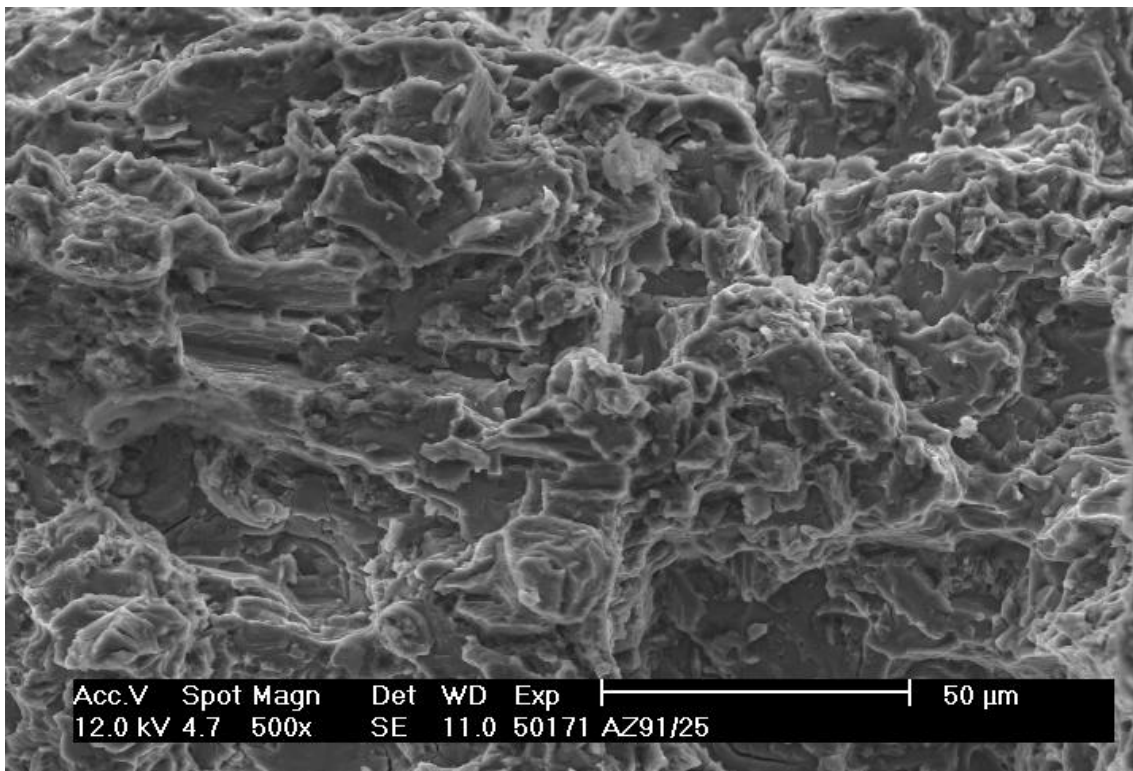
Obr. 6.7

Příloha 4 – AZ 91 squeeze casting

Obr.6.10



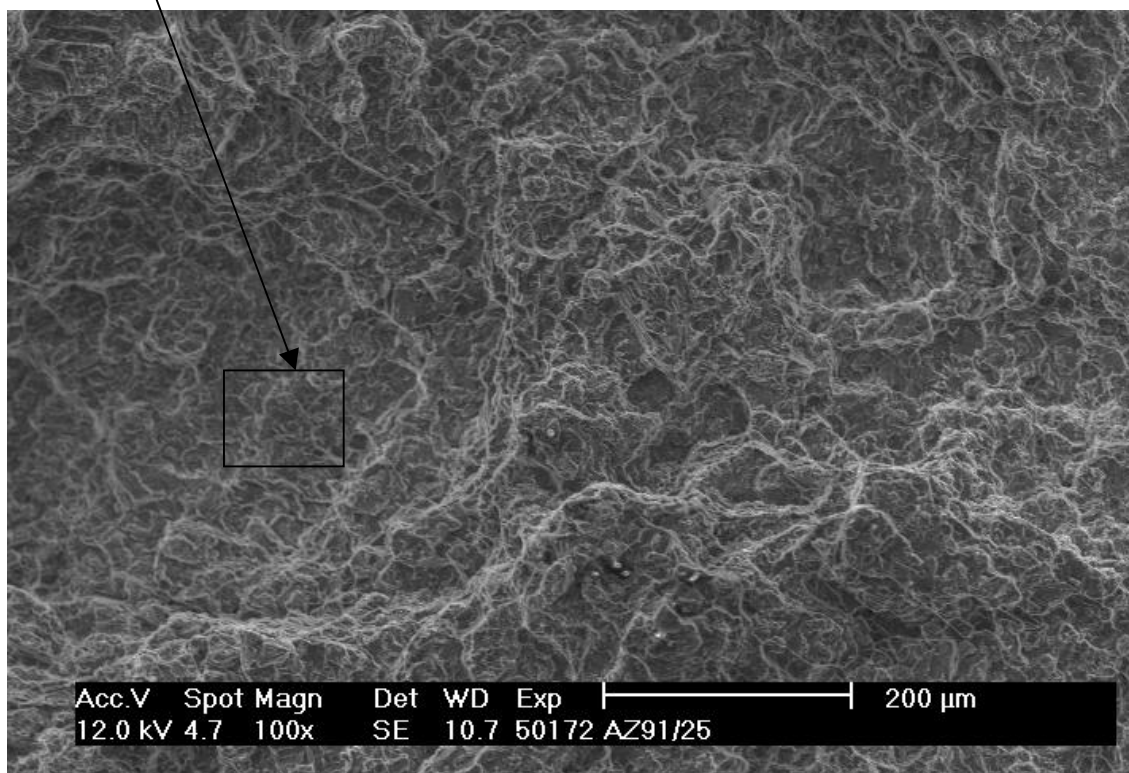
Obr. 6.8



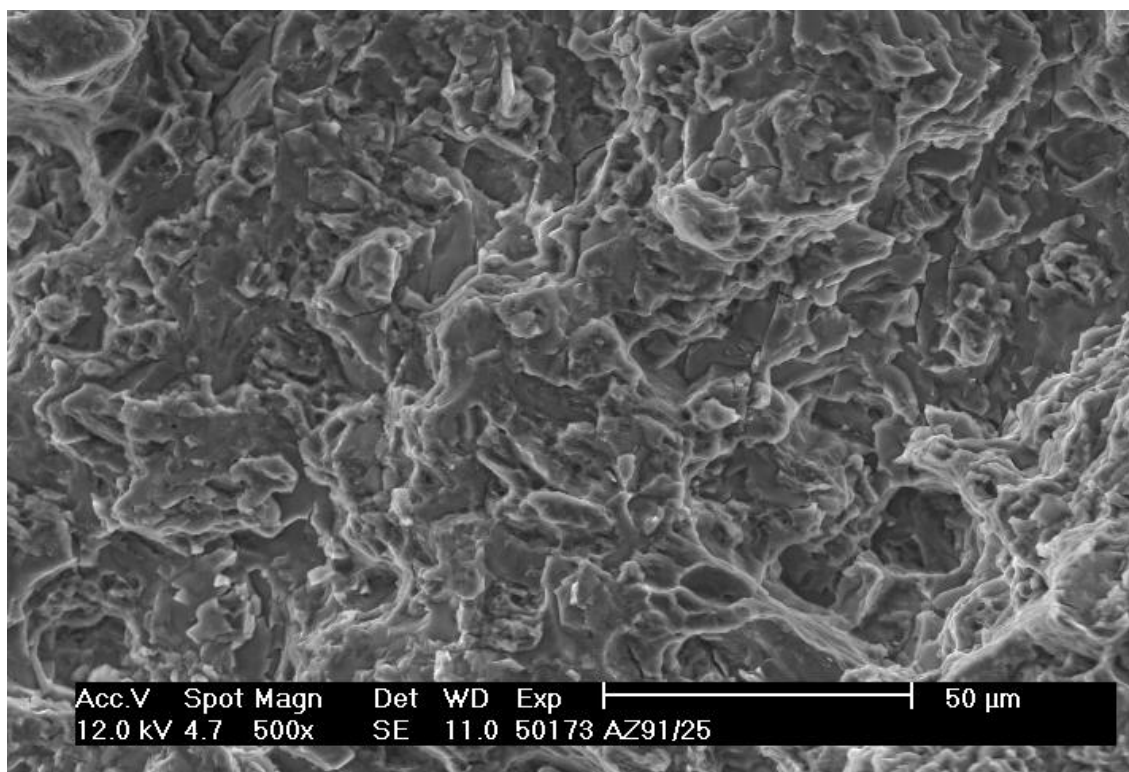
Obr. 6.10

Příloha 4 – AZ 91 squeeze casting

Obr. 6.11

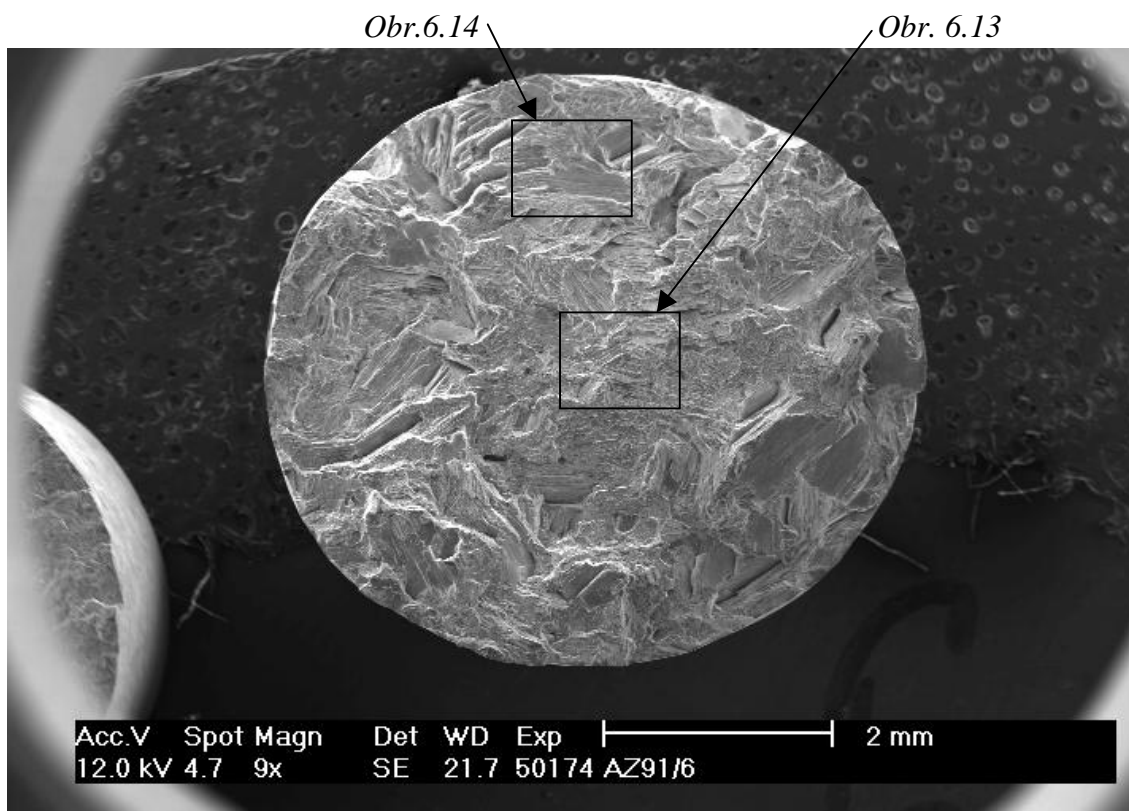


Obr. 6.9



Obr.6.11

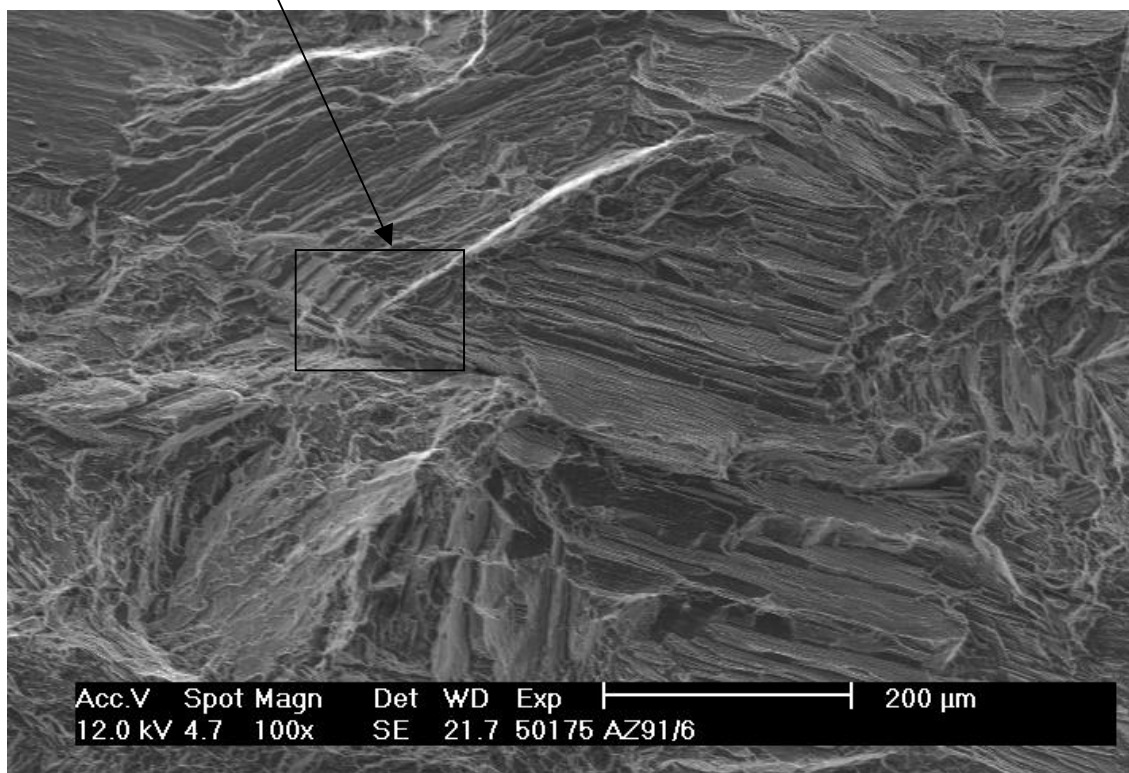
Příloha 4 – AZ 91 T6



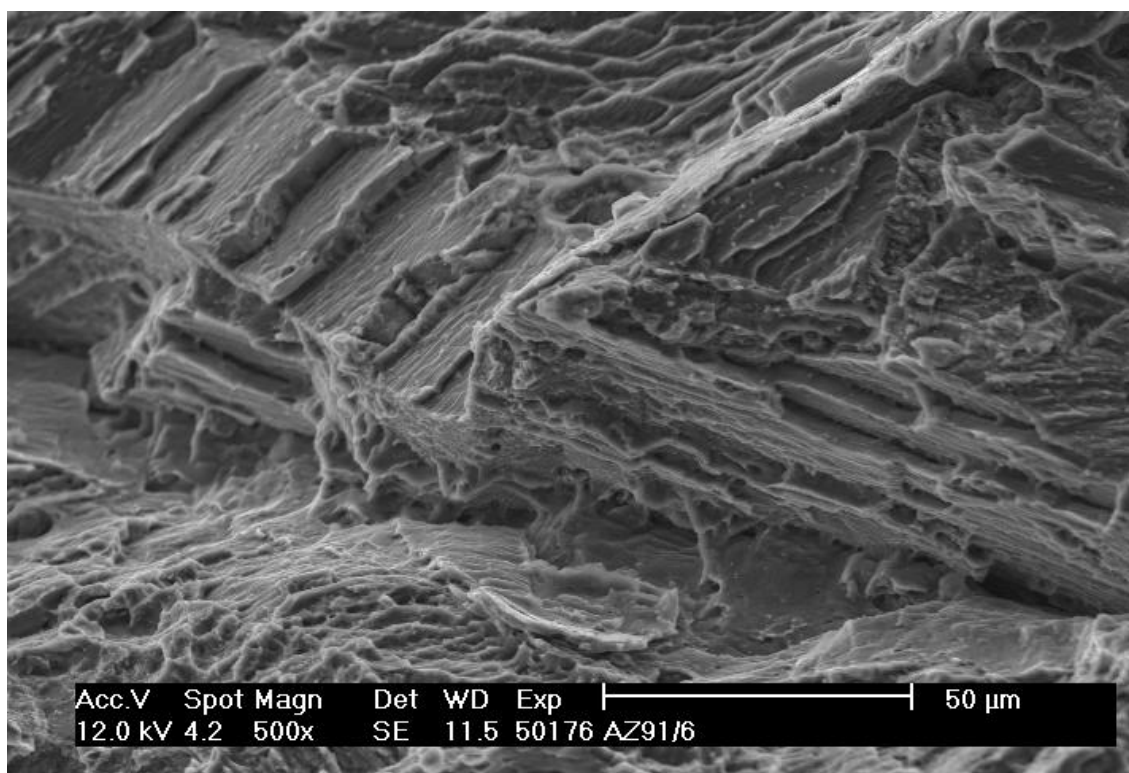
Obr. 6.12

Příloha 4 – AZ 91 T6

Obr. 6.15



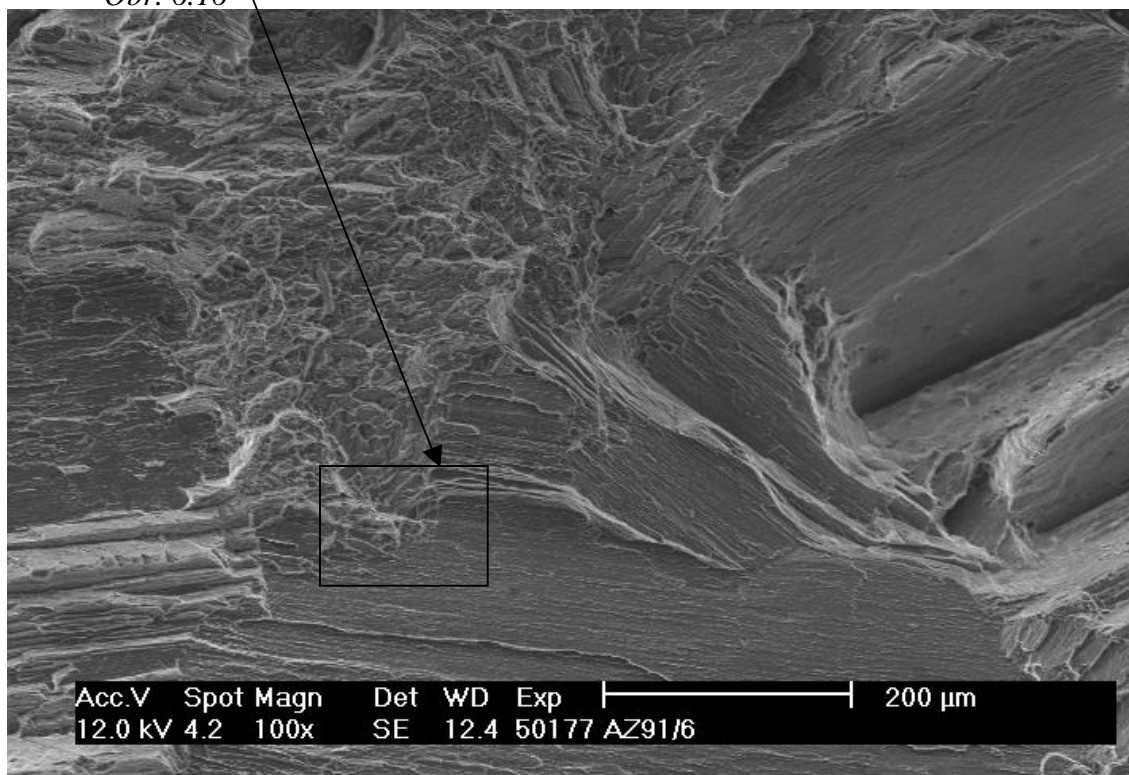
Obr. 6.13



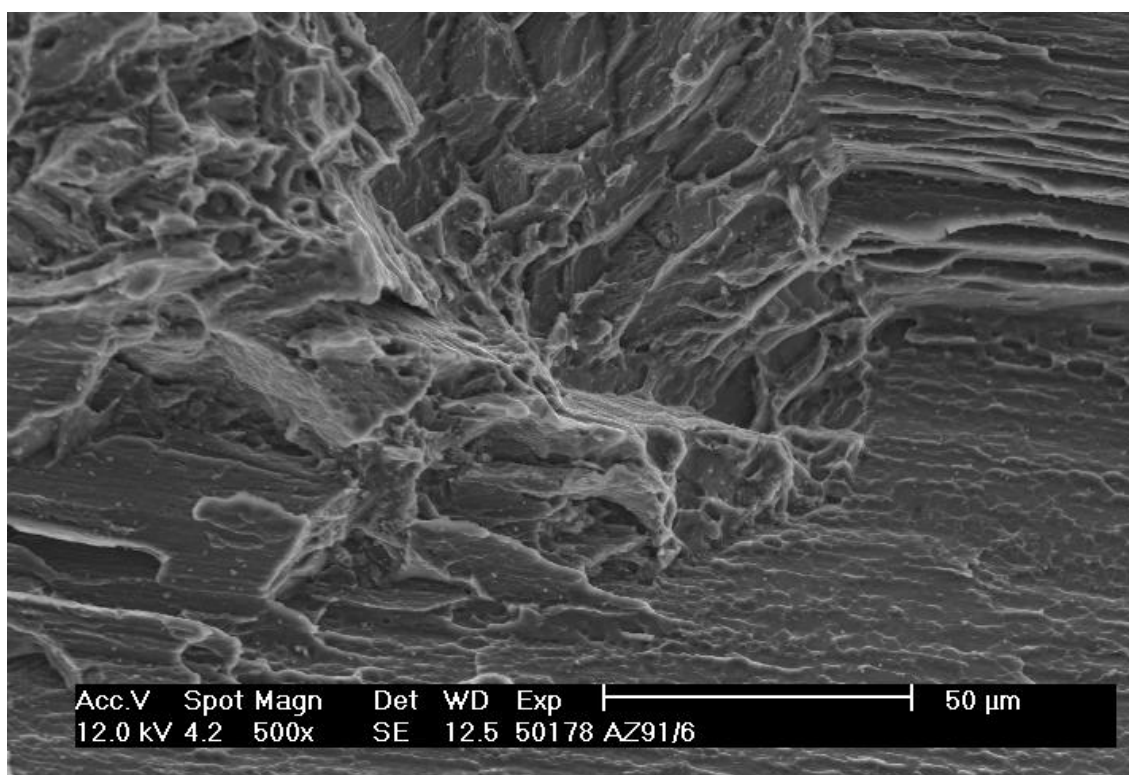
Obr. 6.15

Příloha 4 – AZ 91 T6

Obr. 6.16



Obr. 6.14



Obr. 6.16