



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA CHEMICKÁ

FACULTY OF CHEMISTRY

ÚSTAV CHEMIE MATERIÁLŮ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE

PŘÍPRAVA OBJEMOVÝCH MATERIÁLŮ NA BÁZI MG-TI METODAMI PRÁŠKOVÉ METALURGIE

PREPARATION OF MG-TI BASED BULK MATERIALS VIA POWDER METALLURGY

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Martin Žilinský

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Matěj Březina, Ph.D.

BRNO 2020

Zadání diplomové práce

Číslo práce: FCH-DIP1518/2019 Akademický rok: 2019/20
Ústav: Ústav chemie materiálů
Student: **Bc. Martin Žilinský**
Studijní program: Chemie, technologie a vlastnosti materiálů
Studijní obor: Chemie, technologie a vlastnosti materiálů
Vedoucí práce: **Ing. Matěj Březina, Ph.D.**

Název diplomové práce:

Příprava objemových materiálů na bázi Mg–Ti metodami práškové metalurgie

Zadání diplomové práce:

Cílem práce je příprava a strukturně–mechanický popis objemových materiálů na bázi hořčíku. Dílčím cílem bude rešerše současné problematiky binárních systémů na bázi Mg–Ti. Hlavním cílem je pak příprava a charakterizace materiálů na bázi Mg–Ti.

Termín odevzdání diplomové práce: 29.5.2020:

Diplomová práce se odevzdává v děkanem stanoveném počtu exemplářů na sekretariát ústavu. Toto zadání je součástí diplomové práce.

Bc. Martin Žilinský
student(ka)

Ing. Matěj Březina, Ph.D.
vedoucí práce

doc. Ing. František Šoukal, Ph.D.
vedoucí ústavu

V Brně dne 31.1.2020

prof. Ing. Martin Weiter, Ph.D.
děkan

Abstrakt

Cílem této práce je příprava a charakterizace materiálů na bázi Mg–Ti. V teoretické části je pojednáno o vlastnostech výchozích materiálů a je zdůvodněno proč je z nich obtížné vyrobit slitinu. Dále je popsána prášková metalurgie a její aplikovatelnost systém Mg–Ti. Další část teoretické části je zaměřena na částicové kompozity. V rešerši současného výzkumu problematiky systému Mg–Ti jsou zmíněny další možné postupy přípravy tuhého roztoku těchto kovů.

V experimentální části této práce byla popsána příprava objemového materiálu z výchozích práškových materiálů. Vzorky byly připraveny pomocí konvenčních metod práškové metalurgie a také pomocí metody slinování jiskrovým výbojem. Následně byly tyto materiály charakterizovány. Byla pozorována mikrostruktura. Pomocí rentgenové difrakční analýzy byl stanoven obsah fází. Pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu s využitím energiově disperzní analýzy a analýzou pomocí rentgenová fluorescence byl stanoven obsah prvků. Dále byla měřena tvrdost a provedena ohybová zkouška s následným fraktografickým vyhodnocením. Byl nalezen výrazný rozdíl mezi přípravou objemových materiálů pomocí konvenčních metod práškové metalurgie a přípravou pomocí metody slinování jiskrovým výbojem.

Abstract

The aim of this thesis is preparation and characterization of bulk Mg–Ti based materials. In the first theoretical part properties of base materials and the complexity of preparation alloy from these metals is discussed. Second part is focused on powder metallurgy and its applicability on Mg–Ti system. In another part particle composites are described. In chapter current research another possible methods of alloy preparation from magnesium and titanium are mentioned.

The experimental part of this thesis was the preparation of bulk Mg–Ti materials from metal powders. For sample preparation conventional methods of powder metallurgy and spark plasma sintering was employed. Furthermore a characterisation of these materials was done. Microstructure was observed. Present phases were found using X-ray diffraction analysis. Amounts of these phases were determined using a scanning electron microscope with energy–dispersive spectrometry and using X-ray fluorescence. Furthermore hardness was measured and bending test with evaluation was done. Significant difference in results of sample preparation using conventional methods of powder metallurgy and spark plasma sintering was observed.

Klíčová slova

Objemový Mg–Ti materiál, prášková metalurgie, konvenční metody přípravy, slinování jiskrovým výbojem

Key words

Bulk Mg–Ti material, powder metallurgy, conventional methods, spark plasma sintering

ŽILINSKÝ, Martin. *Příprava objemových materiálů na bázi Mg-Ti metodami práškové metalurgie*. Brno, 2020. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/123849>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, Ústav chemie materiálů. Vedoucí práce Matěj Březina.

Prohlášení

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

podpis

Poděkování

Tímto bych rád poděkoval vedoucímu mé diplomové práce Ing. Matěji Březinovi Ph.D. za odborné rady, úsilí a čas který mi věnoval při tvorbě této práce.

Úvod	8
1 Teoretická část	9
1.1 Hořčík	9
1.1.1 Produkce hořčíku	9
1.1.2 Slitiny hořčíku.....	10
1.2 Titan	11
1.2.1 Produkce titanu	11
1.2.2 Slitiny titanu.....	12
1.3 Systém Mg–Ti.....	12
1.3.1 Fázový diagram systému Mg–Ti	13
1.4 Prášková metalurgie.....	14
1.4.1 Výroba práškových materiálů	14
1.4.1.1 Drcení a mletí	14
1.4.1.2 Atomizace plynem	15
1.4.2 Charakterizace práškových materiálů	16
1.4.2.1 Velikost částic.....	17
1.4.2.2 Tvar částic.....	17
1.4.2.3 Distribuce částic	17
1.4.3 Formování práškových materiálů	18
1.4.4 Slinování	19
1.4.4.1 Průběh slinování	19
1.4.4.2 Slinování jiskrovým výbojem.....	20
1.5 Částicové kompozity.....	22
1.5.1 Kompozity s kovovou maticí.....	22
1.5.1.1 Modul pružnosti.....	23
1.5.1.2 Rozhraní v MMC.....	23
1.5.1.3 Prostorové uspořádání částic v MMC	24
1.5.2 MMC s hořčíkovou maticí.....	24
1.5.2.1 Vlastnosti Mg–MMC.....	25
1.5.2.2 Výztuž pro Mg–MMC	26
1.6 Současný výzkum	26
2 Cíle práce	29

3	Experimentální část	30
3.1	Použité materiály	30
3.1.1	Hořčíkový prášek	30
3.1.2	Titanový prášek.....	31
3.2	Postup přípravy vzorků	32
3.2.1	Příprava směsí.....	33
3.2.2	Lisování za studena.....	33
3.2.3	Slinování	33
3.2.4	Tepelné zpracování	33
3.2.5	SPS.....	33
3.3	Postup úpravy vzorků pro dané metody charakterizace	33
3.3.1	Příprava metalografického výbrusu	34
3.3.2	Měření tvrdosti dle Vickerse.....	34
3.3.3	Stanovení prvkového složení	34
3.3.4	Ohybová zkouška.....	34
4	Výsledky a diskuze	35
4.1	Mikrostruktura	35
4.1.1	Série připravené konvenčními metodami PM	35
4.1.2	Série připravené pomocí metody SPS	37
4.1.3	Porovnání metod přípravy	39
4.2	Stanovení obsahu fází	39
4.2.1	Série připravené konvenčními metodami PM	39
4.2.2	Série připravené pomocí metody SPS	41
4.2.3	Porovnání metod přípravy	42
4.3	Stanovení obsahu prvků.....	42
4.3.1	Série připravené konvenčními metodami PM	43
4.3.2	Série připravené pomocí metody SPS	44
4.3.3	Porovnání metod přípravy	46
4.4	Měření tvrdosti.....	47
4.4.1	Série připravené konvenčními metodami PM	47
4.4.2	Série připravené pomocí metody SPS	48
4.4.3	Porovnání metod přípravy	49
4.5	Ohybová zkouška.....	49

4.5.1	Série připravené konvenčními metodami PM	49
4.5.1.1	Fraktografické hodnocení	50
4.5.2	Série připravené pomocí metody SPS	53
4.5.2.1	Fraktografické hodnocení	54
4.5.3	Porovnání metod přípravy	56
5	Závěr	57
	Použitá literatura	58
	Seznam použitých zkratk	62
	Přílohy	63

ÚVOD

Použití lehkých konstrukčních materiálů je v dnešní době žádoucí. Snižování hmotnosti komponentů je zajímavé pro letecký a automobilový průmysl, díky kterým v posledním století vzrostl zájem o tyto materiály. Pro tyto účely jsou často použity kovy jako hliník, hořčík a titan [1, 2].

Použití například hořčíkových slitin je atraktivní díky jejich velmi nízké hustotě. Tyto slitiny jsou také relativně levné a dají se snadno odlévat, obrábět a svařovat. Jejich nevýhodou je ale malá korozní odolnost. Použití titanu a jeho slitin je zajímavé hlavně kvůli jeho vysoké pevnosti, nízké hustotě a dobré korozní odolnosti. Nevýhodou těchto slitin je jejich vysoká cena. Spojením těchto kovů, a tedy vytvoření systému Mg–Ti, který by kombinoval jejich vlastnosti je z pohledu aplikovatelnosti takového materiálu zajímavé. Díky malé vzájemné rozpustnosti a velmi rozdílným teplotám tání těchto kovů, není vytvoření tohoto systému jednoduché [3, 4, 5, 6, 7, 8].

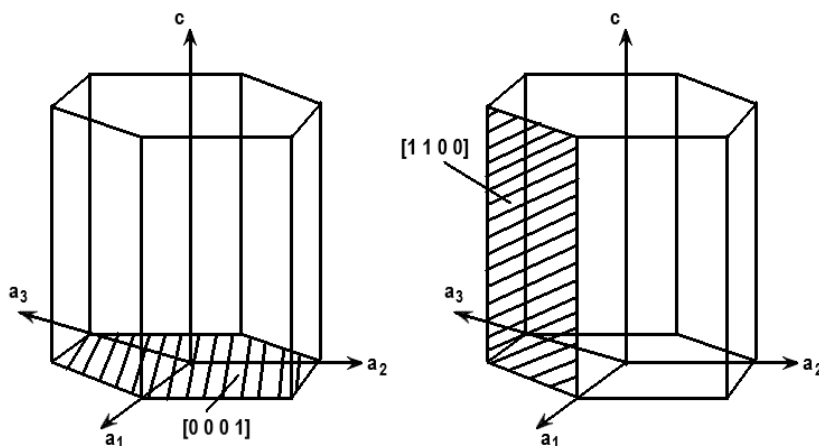
Pomocí práškové metalurgie, je možno vyrobit kompaktní kovové materiály z jejich prášků. Tato technika využívá slinování výchozích prášků, díky čemuž není k vytvoření kompaktního celku nutno, dosáhnout teplot tání jednotlivých složek. Tato technika je aplikovatelná i na systémy, které konvenčními způsoby, jako odlévání, nelze vytvořit, a je tedy aplikovatelná i na systém Mg–Ti [9, 10].

1 TEORETICKÁ ČÁST

Pojem „lehké kovy“ je připisován hlavně hliníku a hořčíku, protože jsou často použity ke snížení hmotnosti komponentů. Do této kategorie patří také titan. Hustota těchto materiálů se pohybuje od $1,7 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ pro hořčík, po $4,5 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ pro titan, přičemž hustota běžně používaných konstrukčních ocelí se pohybuje okolo je $7,9 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Další lehké kovy jako lithium nebo sodík se pro konstrukční účely nepoužívají, kvůli vysoké reaktivitě [1, 11].

1.1 Hořčík

Hořčík je reaktivní kov druhé skupiny třetí periody periodické soustavy chemických prvků. Atomový poloměr hořčíku je $0,320 \text{ nm}$. Jeho krystalová struktura je nejtěsnější hexagonální uspořádání (HCP). Obrázek 1 zobrazuje tuto strukturu s vyznačenými bazálními rovinami, kde při namáhání za pokojové teploty nejčastěji dochází ke skluzu. Poměr c/a je pro hořčík $1,623$, což je blízko ideálnímu poměru c/a , který je $1,633$. Díky tomu lze hořčík považovat za ideálně těsně uspořádaný. Dále má nejnížší hustotu ze všech konstrukčně používaných kovů, a to $1,738 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ při $20 \text{ }^\circ\text{C}$ a jeho teplota tání je $650 \text{ }^\circ\text{C}$ [3, 4, 6, 12].



Obrázek 1 Struktura nejtěsnějšího hexagonálního uspořádání hořčíku, s vyznačenými bazálními rovinami [47]

1.1.1 Produkce hořčíku

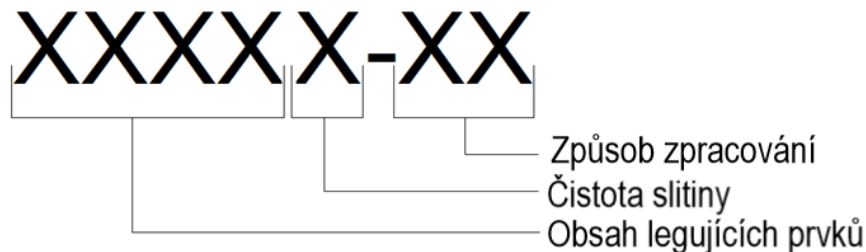
Kovový hořčík jako první izoloval Antoan-Alexander Bussy, který sloučil chlorid hořečnatý (MgCl_2) a kovový sodík. Dnes je kovový hořčík nejčastěji vyráběn elektrolytickou extrakcí zmíněného MgCl_2 , nebo termickým procesem, což je přímá tepelná redukce kalcinovaného dolomitu ($\text{CaCO}_3 \cdot \text{MgO}$) [1, 13].

1.1.2 Slitiny hořčíku

Čistý hořčík není použitelný pro konstrukční aplikace. Proto jsou jeho vlastnosti upravovány legováním, tedy vytvářením hořčíkových slitin. Ty vznikají nejčastěji společným roztavením hořčíku, legujících prvků a jejich následným zatuhnutím. K tomuto účelu se nejčastěji používají prvky jako hliník, zinek, zirkon, mangan vápník a lithium, přičemž nejvýznamnější je ternární systém Mg–Al–Zn. Obsah hliníku se v těchto systémech pohybuje v rozmezí 2–9 hm. % a obsah zinku v rozmezí 0,5–3 hm. %. Legovací prvky zlepšují mechanické vlastnosti slitiny, jako například pevnost a tažnost. Legováním hořčíku pomocí hliníku je dosaženo vyšší pevnosti, vyšší korozní odolnosti a lepších odlévacích vlastností. Použitím zinku jsou upraveny jen korozní vlastnosti [1, 3, 4, 6, 14].

I přesto, že slitiny hořčíku mají průměrné hodnoty pevnosti v tahu a modulu pružnosti, poskytují vysokou specifickou pevnost, což je poměr pevnosti v tahu k hustotě. Také mají vysoký specifický modul, což je poměr modulu pružnosti k hustotě. Tyto dva aspekty jsou srovnatelné s ostatními konstrukčními materiály. Jednou z největších nevýhod použití hořčíkových slitin je jejich špatná korozní odolnost. Dále tyto slitiny podléhají deformačnímu zpevnění a vyskytuje se u nich dvojčatění. Díky této skutečnosti jsou hořčíkové slitiny dobré při pohlcování nárazů [4, 12, 15].

Nejrozšířenější metodou pro výrobu hořčíkových slitin je odlévání a tváření, konkrétně válcování, vytlačování a kování. Běžně používané slitiny hořčíku jsou například AZ61 a AZ91. Tento zápis vyjadřuje chemické složení slitiny pomocí symbolů legujících prvků a také jejich procentuální zastoupení. Blíže je tento způsob značení zobrazen na Obrázek 2 [3, 4, 6, 14].



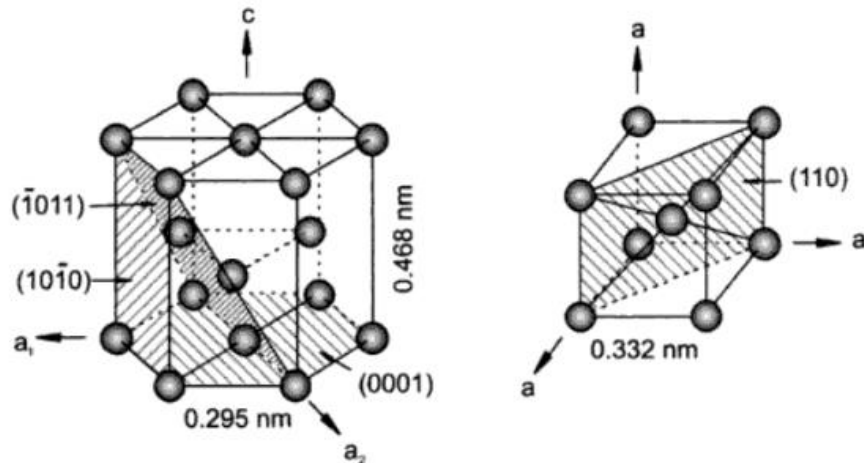
Obrázek 2 Značení hořčíkových slitin

Například slitina AZ61A tedy obsahuje 6 hm. % hliníku a 1 hm. % zinku. Písmeno A na konci tohoto zápisu označuje čistotu slitiny, která se pohybuje v rozmezí A–E, kde A značí nejvyšší čistotu slitiny.

1.2 Titan

Titan je přechodný kov s nekompletní elektronovou strukturou ($3d^2 4s^2$), čtvrté skupiny čtvrté periody periodické soustavy chemických prvků. Je klasifikován jako lehký kov, přičemž má zhruba o polovinu nižší hustotu než konstrukčně používané oceli. Má vysokou pevnost v tahu a vysokou specifickou pevnost. V porovnání s ostatními lehkými kovy má také dobrou únavovou pevnost. Teplota tání titanu je $1668\text{ }^\circ\text{C}$, a jeho hustota je $4,5\text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Vysoká reaktivita titanu s kyslíkem způsobuje vznik vrstvy oxidu na jeho povrchu. Tato vrstva je zodpovědná za velmi dobrou odolnost vůči korozi, jak ve vodném, tak v kyselém prostředí [1, 4, 7].

Titan se vyskytuje ve dvou alotropických modifikacích. Za pokojové teploty se vyskytuje v modifikaci α , která má strukturu nejtěsnějšího hexagonálního uspořádání (HCP). Nad teplotou $882\text{ }^\circ\text{C}$ se vyskytuje v modifikaci β , která má strukturu kubickou středově centrovanou (BCC). Obrázek 3 zobrazuje strukturu titanu v obou modifikacích. Při namáhání modifikace α -Ti se vyskytuje dvojčatění, a to hlavně v rovinách $[1\ 0\ 1\ 2]$, $[1\ 1\ 2\ 1]$ a $[1\ 1\ 2\ 2]$ [7, 16].



Obrázek 3 Krystalová struktura titanu (a) HCP, (b) BCC [13]

1.2.1 Produkce titanu

Kovový titan byl poprvé připraven v roce 1925, disociací iodidu titaničitého (TiI_4) na wolframovém vlákne. Dnes je kovový titan nejčastěji vyráběn obloukovým tavením titanové houby, což je porézní materiál, který se vyrábí tzv. Kroll procesem. Vzniklý materiál je následně přečištěn vakuovým obloukovým přetavováním (VAR). Vysoká cena titanu pramení hlavně z jeho vysoké reaktivity s kyslíkem. Výroba jak titanové houby, tak samotného titanu, vyžaduje buď inertní atmosféru nebo vakuum [1, 7].

1.2.2 Slitiny titanu

Asi 95 % vyrobeného titanu je použito k výrobě slitin. Hlavní výhodou těchto slitin je kombinace nízké hustoty, vysoké pevnosti a dobré korozní odolnosti. Titan má mnoho vlastností, které ho odlišují od ostatních lehkých kovů. Je schopný tvořit intersticiální tuhé roztoky s prvky jako uhlík, dusík a kyslík, anebo substituční tuhé roztoky s atomy, které mají menší atomový poloměr, přičemž faktor velikosti je $\pm 20\%$. Takovým prvkem je například hliník, který je pro slitiny titanu nejvýznamnějším legovacím prvkem [1, 4, 16].

Dále je schopný tvořit pevné roztoky s prvky, které mají počet valenčních elektronů menší než 4. Takové prvky stabilizují fázi α , a jsou to například hliník, kyslík, dusík a uhlík. Pokud tvoří pevný roztok s prvky, které mají počet valenčních elektronů větší než 4, stabilizují β fázi, jsou to například vanad, železo, mangan nebo chrom. Kombinací legujících prvků lze vyrobit slitiny s různým obsahem fází. Tyto slitiny se poté klasifikují podle toho, která fáze má dominantní obsazení. Jsou to tedy α , „pseudo“ α , α - β , „pseudo“ β , a β slitiny [1, 4, 16].

Největší nevýhodou těchto slitin je vysoká cena, způsobená vysokou teplotou tání titanu, což vyžaduje velké množství energie pro jejich výrobu. Navíc je nákladné také následné obrábění těchto slitin [4].

Nejrozšířenější slitinou titanu je Ti-6Al-4V, a TIMTETAL 110, což je soustava Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0,1Si. Titanové slitiny jsou nejčastěji používány v leteckém průmyslu, ale také v lodním průmyslu, farmacii, anebo jiných odvětvích, kde se využije jeho biokompatibilita, například při výrobě protéz [1, 4, 16].

1.3 Systém Mg-Ti

Výroba jakéhokoliv systému Mg-Ti je velmi obtížná hlavně kvůli podstatně nižší teplotě tání hořčíku oproti teplotě tání titanu. Tento fakt prakticky znemožňuje užití klasických technik pro výrobu slitin. Podle Hume-Rotherových kritérií (1), by tyto kovy spolu měly být schopny vytvořit tuhý roztok [15].

$$\frac{r_{Ti} - r_{Mg}}{r_{Mg}} \cdot 100 = \frac{160 - 147}{160} \cdot 100 = 8,125\% \quad (1)$$

Splňují tedy podmínku velikosti, mají stejnou krystalovou strukturu a nemají příliš rozdílnou elektronegativitu. Titan má však čtyři valenční elektrony a hořčík pouze dva, což zabraňuje vzniku velkého množství tuhého roztoku. Tabulka 1 zobrazuje zmíněné parametry pro lepší porovnání [15].

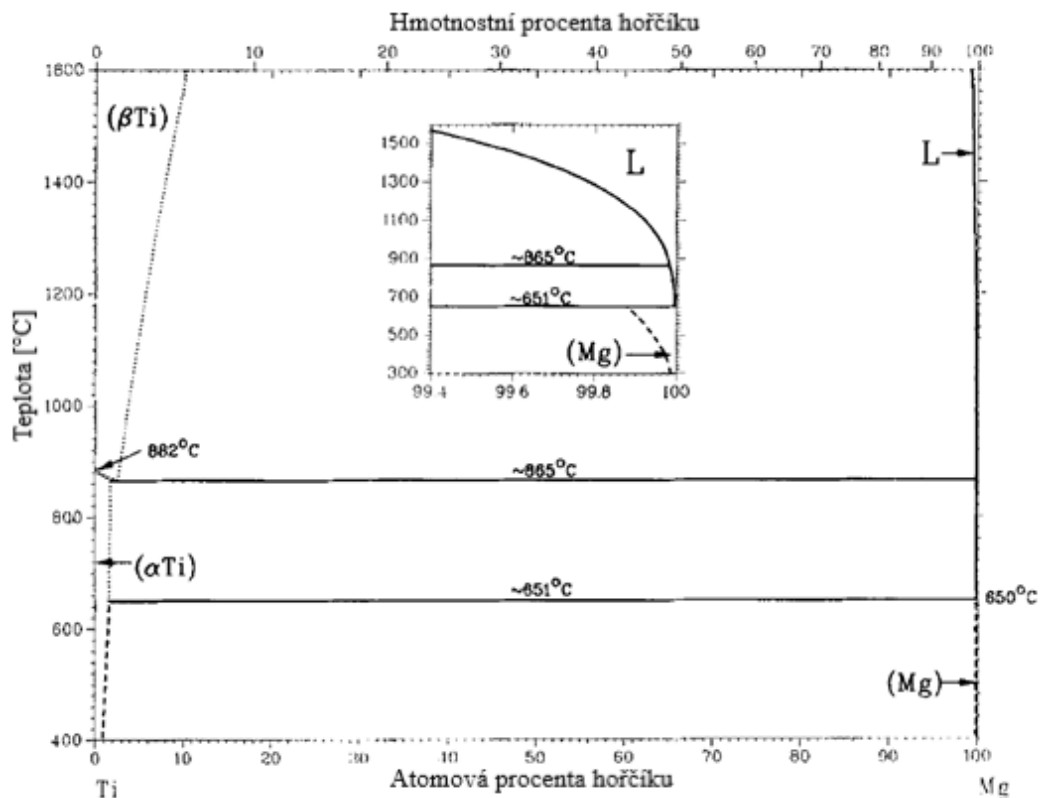
Tabulka 1 Různé parametry titanu a hořčíku [15]

Vlastnost	Titan	Hořčík
Teplota tání	1941 K	923 K
Atomový poloměr	147 pm	160 pm
Krystalová struktura	(α) HCP	HCP
Elektronegativita	1,54	1,31
Počet valenčních elektronů	4	2

1.3.1 Fázový diagram systému Mg–Ti

Fázové diagramy reprezentují struktury, které jsou v systému přítomny při různém obsahu prvků a různých teplotách. Jsou užitečné k interpretování mikrostruktur a plánování tepelného zpracování. Nejsou schopny poskytnout informace o přítomnosti fází, které se mohou vyskytnout při průběhu procesu za nerovnovážných podmínek. Obrázek 4 zachycuje fázový diagram binárního systému Mg–Ti [3, 17].

Binární systém Mg–Ti má velmi malou vzájemnou rozpustnost a nevyskytují se v něm žádné intermetalické sloučeniny. To znamená, že za pokojové teploty jsou v rovnováze fáze Mg a tuhý roztok. Na rozpustnost těchto kovů se v experimentální části své práce zaměřil Murray [5]. Vynesl tento diagram z termodynamických výpočtů Gibbsovi energie a stanovil, že pouze na hořčík bohatá část je vynesena věrohodně [5].



Obrázek 4 Fázový diagram binárního systému Mg–Ti [5]

Jedná se o peritektický systém. Na teplotě 882,5 °C podléhá titan alotropické modifikace z fáze α -Ti na fázi β -Ti, která je stabilní až do své teploty tání. Přičemž α -Ti má strukturu HCP a β -Ti má strukturu BCC. Na teplotě tání hořčíku dochází k peritektické přeměně, kterou zobrazuje rovnice (2), kde fáze Mg je částečně legována titanem. Rozpustnost titanu v hořčíku stanovil Polmear [1], a to na 0,1 %. Rozpustnost hořčíku v titanu byla stanovena Murrayem [5], a to na 2,9 % při teplotě 882 °C, v α i β fázi titanu [1, 5].



1.4 Prášková metalurgie

Jedná se o techniku výroby kovových materiálů z jejich prášků, a následné zpracování do výsledného tvaru, bez nutnosti roztavení jednotlivých složek. Nejběžněji používanou metodou práškové metalurgie (PM) je metoda stlačení práškového materiálu za pokojové teploty a jeho následné slinutí. Tato metoda je ekonomiky nejvýhodnější. Při výrobě komponentů za použití této metody dochází nejprve ke smísení použitých práškových materiálů v definovaném poměru pro dosažení žádoucího složení slitiny [1, 9, 10].

PM je použitelná pro výrobu komponentů ze všech běžně užívaných kovových materiálů. Jedná se o konkurenční proces ke klasickým metodám výroby kovových materiálů a komponentů z nich, jako odlévání, válcování a obrábění. Užitím PM často není nutné takové komponenty dále opracovávat. V důsledku je tedy uspořen materiál i energie. V současné době se pomocí PM vyrábí také široké spektrum materiálů, které vykazují konkrétní vlastnosti jako například magnetismus. Takové materiály jsou často na bázi oxidů železa, což jsou například ferity, dále pak slinutý korund a některé polovodiče [9, 10].

Dále je PM aplikovatelná na systémy, které je buď obtížné vyrobit klasickými metodami nebo je není možné vyrobit vůbec. Takové materiály se často vyznačují kombinací původních či úplně novými vlastnostmi. PM je tedy aplikovatelná pro systémy s velmi rozdílnou teplotou tání, či omezenou nebo velmi malou rozpustností [9].

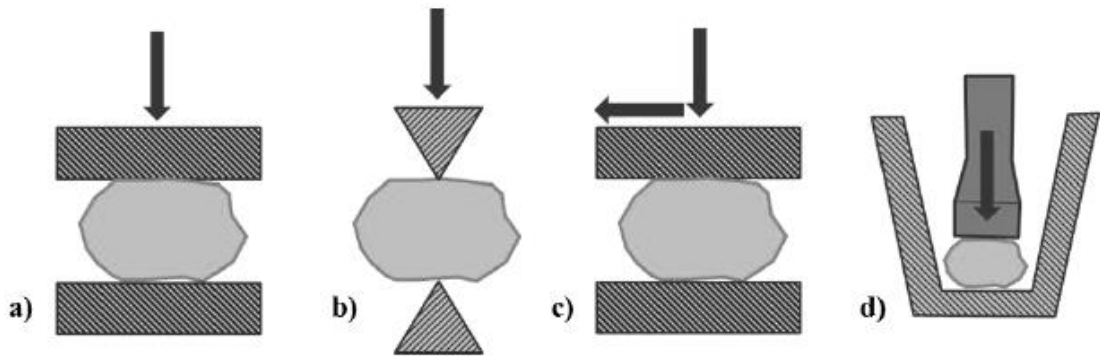
Tato technika je omezena několika faktory jako například tvarem komponentu, protože jeho tvar je daný lisovací formou. Také je omezena velikostí komponentu, která je dána lisovací silou zařízení. Dále ji omezuje hustota slinutých komponentů. Dosažení stejné hustoty, v porovnání materiálu vyrobeného klasickými metodami, je velmi obtížné [9, 10].

1.4.1 Výroba práškových materiálů

Pro vznik prášku je nutno dodat danému materiálu energii potřebnou na vznik nových povrchů. Způsob výroby takových prášků velmi ovlivňuje jeho výsledné fyzikální i technologické vlastnosti. Většinu materiálu lze upravit do práškové formy, nicméně volba takové techniky je závislá na vlastnostech výchozího materiálu. [9, 18].

1.4.1.1 Drcení a mletí

Tento proces se také nazývá mechanické rozměňování. Dochází při něm k přenosu mechanické energie pohybu na rozměňovaný materiál. V důsledku působení této energie dojde na jednotlivých krystalech ke koncentraci napětí, což následně vede k jeho porušení. Proces je tedy založen na lomovém mechanismu nukleace a následného šíření trhlin. Poté, co nastane lom, dochází v jeho důsledku ke vzniku nových povrchů. Možné způsoby namáhání při rozměňování materiálu těmito metodami zobrazuje Obrázek 5 [9].

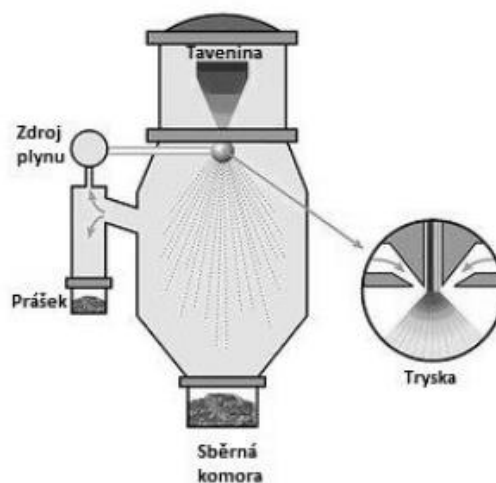


Obrázek 5 Způsoby namáhání při rozměňování materiálu a) tlak, b) stříh, c) otěr a d) náraz [9]

Drcení je proces rozměňování materiálu na velikost částic větší než 1,25 mm. K tomuto účelu se nejčastěji používají čelistové drtiče, kde dochází k rozměňování materiálu tlakem (a), nebo kladivové drtiče, kde dochází k rozměňování materiálu nárazem (d). Tento proces obvykle představuje první stupeň rozměňování. Takto rozmělněný materiál pokračuje do procesu mletí, což je proces rozměňování materiálu pod velikost částic 1,25 mm. Nejčastěji se k tomu používá kulových mlýnů. Tyto mlýny jsou schopny pracovat jak za sucha, tak za mokra, tzn. s použitím vhodné povrchově aktivní látky, která usnadňuje mletí. V takovém zařízení dochází k rozměňování nárazy mlecích těles na mletý materiál (d). Mlecí tělesa jsou nejčastěji vyrobena z korozi-vzdorné oceli a mají kulovitý tvar. [9, 18].

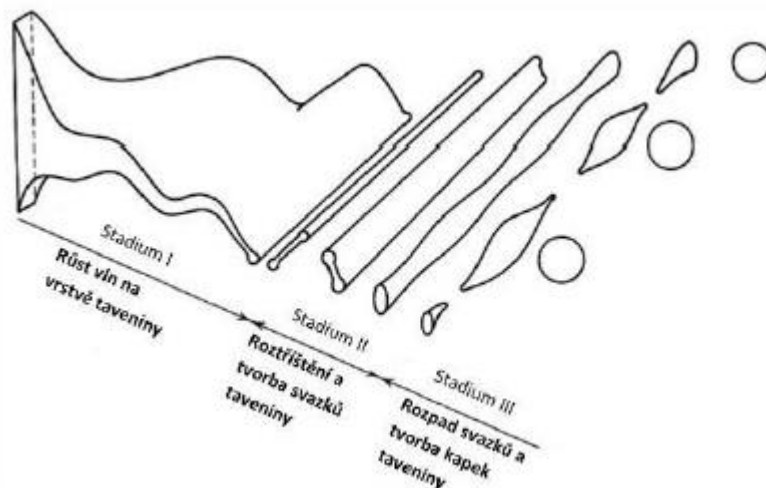
1.4.1.2 Atomizace plynem

Podstatou této techniky je dezintegrace proudu taveniny kovu pomocí vhodného plynu, který je do taveniny vháněn pod tlakem. K takovému účelu je nejčastěji používán dusík, argon nebo helium. Obrázek 6 zobrazuje uspořádání takového zařízení. Vlastnosti prášku jsou ovlivněny parametry jako typ slitiny a její teplota tání, viskozita a rychlost dávkování. Dále se na výsledných vlastnostech prášku podílí obsah zbytkové atmosféry, tlak plynu, jeho teplota a rychlost. Největší výhodou této techniky je homogenita vyrobených prášků a to, že částice mají kulový tvar. Metoda je často použita k výrobě niklových superslitin a dalších vysoce legovaných slitin [9, 19].



Obrázek 6 Schéma uspořádání zařízení pro atomizace plynem [9]

Dombrowski a Johns [20] navrhli mechanismus průběhu tvorby kapky v procesu atomizace plynem. Obrázek 7 zachycuje schéma procesu. V prvním stádiu dochází ke vzniku sinusoidních vln taveniny, které následně zvyšují svou amplitudu. Ve druhém stádiu dochází k roztržení těchto vln a následuje tvorba svazků taveniny. V posledním, třetím stádiu, se tyto svazky rozpadají za vzniku kapek kulovitého tvaru [9, 20].



Obrázek 7 Průběh vzniku kapek kovu v procesu atomizace plynem [9, 20]

Střední velikost částic, získaná tímto procesem, se pohybuje mezi 20–300 μm a nejčastěji mají kulovitý tvar, popřípadě se k němu výrazně blíží. Mohou však vznikat i nepravidelné tvary částic, a to v případě, že probíhá reakce mezi plynem a taveninou. V takovém případě vzniká vrstva oxidu na povrchu částic, jako například při atomizaci hliníku vzduchem [9].

1.4.2 Charakterizace práškových materiálů

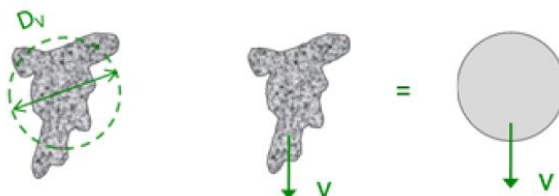
K pochopení základních pochodů v PM je důležité studium vlastností práškových materiálů. Průběh jednotlivých procesů v PM, tedy přeměny prášku na kompaktní materiál, závisí na mnoha proměnných. Čím lépe budou pochopeny vlastnosti prášku tím snadněji se z něj vyrobí komponent s konkrétními vlastnostmi. Základní znalosti o těchto prášcích jsou velikost, tvar a rozdělení částic. Tyto parametry záleží na způsobu výroby a jejich případné úpravě. Významnou roli hrají také vlastnosti jako chemické složení, mikrostruktura, hustota a tvrdost. Tabulka 2 zobrazuje výčet důležitých vlastností a vlastností důležitých pro zpracování [9].

Tabulka 2 Základní a technologické vlastnosti prášků [9]

Základní vlastnosti částic	Technologické vlastnosti částic
Velikost	Sypná hmotnost
Tvar	Lisovatelnost
Distribuce	Tekutost
Mikrostruktura	Sypný objem
Tvrdost	Slinovatelnost
Porozita	Hmotnost po setřesení

1.4.2.1 Velikost částic

Jedná se o poměrně složité stanovitelnou veličinu, protože částice práškového materiálu často nemají kulovitý tvar. Z tohoto důvodu je obvykle nutno využít zjednodušeného předpokladu tvaru částic. Proto při analýze velikosti částic různými metodami není dosaženo stejné hodnoty. Stanovená velikost částic závisí na metodě, kterou je měřena, a na tvaru částic. Pro kulovité částice je nutno znát pouze jejich průměr. Ostatní tvary se vyjadřují ekvivalentním průměrem, což je průměr koule, která má s částicí stejný objem. Tuto skutečnost zobrazuje Obrázek 8, kde D_v je průměr ekvivalentní koule. Prášky použité pro PM se pohybují v rozmezí velikostí od 50 do 0,02 μm [9].



Obrázek 8 Ekvivalentní průměr koule částice nekulovitého tvaru D_v [9]

1.4.2.2 Tvar částic

Tvar částic se odvíjí od způsobu výroby. Dalším parametrem, kterým se mohou částice lišit, je kvalita povrchu. Například částice vyrobené granulací, atomizací v plynu nebo kondenzací, mají hladký povrch a kulovitý tvar. Oproti tomu částice vyrobené jinými technikami například mletím, mohou mít značně členitý povrch a nepravidelný tvar [9].

1.4.2.3 Distribuce částic

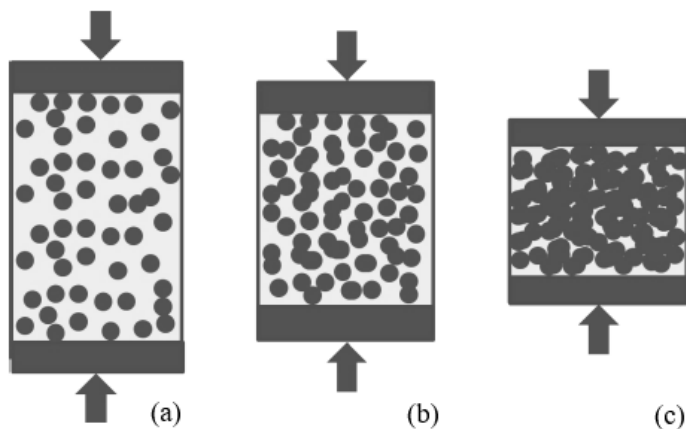
Práškové materiály mají vždy různou velikost částic. Podle rozdílu ve velikostech částic se dělí do několika tříd. Tuto charakteristiku lze vynést jako distribuční funkci, která pak udává množství částic o určité velikosti. Podle stupně dispezity lze různými metodami stanovit distribuci velikosti částic. Takovou metodou je například síťová analýza, která se využívá pro velikost částic větší než 50 μm . Pro menší částice se využívá mikroskopické měření, sedimentace nebo třídění vzduchem. Znalost distribuce částic a její následné rozdělení má v PM značný význam. Smícháním hrubší a jemnější frakce prášku, lze dosáhnout vyššího stupně vyplnění lisovací formy a následně vytvoření materiálu s vyšší hustotou [9, 18].

1.4.3 Formování práškových materiálů

Sypáním práškového materiálu do formy, se částice uspořádávají působením gravitačních sil. V takovém případě, může docházet ke tvorbě mostů a dutin, které jsou odstranitelné vibrací formy. Použitím licích (mokrých) technik, lze dosáhnout vyššího stupně uspořádání, nicméně je nutno tyto prášky před dalším zpracováním vysušit. Pokud je na formu aplikován tlak, dochází ke zhutnění práškového materiálu. Rozdělení tlaku však není ve výlisku homogenní, což je způsobeno třením mezi stěnami formy a částicemi a také částicemi samotnými [9, 10].

Obrázek 9 zachycuje procesy probíhající v průběhu lisování práškového materiálu, kde (a) značí proces při kterém dochází k uspořádání částic. V procesu (b), se zvyšuje plocha kontaktu mezi částicemi, jako důsledek jejich plastické deformace a dochází také k vyrovnání povrchu částic. Při procesu (c) dochází k dalšímu zvýšení kontaktu částic, což způsobuje lepší adhezi [9].

Zhutněním práškového materiálu potřebným tlakem jsou vyrobeny výlisky, které mají dostatečnou soudržnost k manipulaci s nimi. Po zhutnění pokračují v procesu PM k dalšímu kroku, což je slinování [9].



Obrázek 9 Procesy, probíhající v průběhu lisování práškového materiálu (a) uspořádání částic, (b) zvýšení plochy kontaktu, (c) zhutnění [9]

Ke zhutnění práškového materiálu se v PM nejčastěji používá tlakové formování. Nejjednodušší technikou je lisování v lisovnicích. Lisy použité pro tuto techniku jsou mechanické či hydraulické. Dále se také používá lisování za tepla, což je technika, při které dochází k lisování prášku za současného zahřívání. V tomto případě současně probíhají procesy lisování i slinování. Další používanou metodou je izostatické lisování. Při této metodě je práškový materiál uzavřen v pouzdře. Na toto pouzdro působí tlak pomocí plynného nebo kapalného média. Hlavní výhodou této techniky je výrazné snížení tření mezi práškem a stěnami pouzdra. Tato technika se provádí buď za studena, pak izostatické lisování za studena (CIP), anebo za zvýšené teploty, pak izostatické lisování za tepla (HIP) [1, 9, 10].

1.4.4 Slinování

Slinování nebo také spékání je proces, při kterém je disperzní práškový systém převeden na kompaktní těleso, bez nutnosti dosažení teploty tání jednotlivých složek. Slinování často výrazně zvyšuje pevnost materiálu a snižuje jeho pórovitost. U jednosložkových systémů dosahují teploty slinování až 75 % teploty tání materiálu. U vícesložkových systémů dosahují teploty slinování často výše, než je teplota tání jedné ze složek systému. Slinování může být, v závislosti na materiálu a vlastnostech, kterých má být dosaženo, jedno či vícestupňové [9, 10, 21].

Pro slinování neexistuje ucelená teorie, která by do detailu vystihla probíhající procesy. Pomocí fenomenologické teorie je možné popsat některé ze základních vlastností, které se v průběhu slinování mění [9].

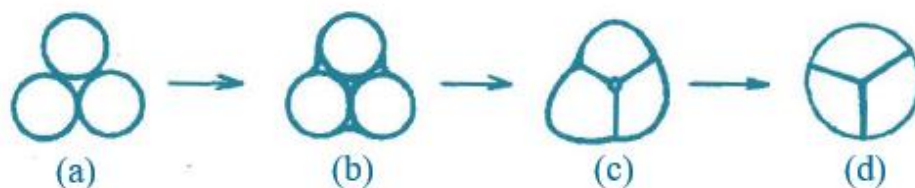
Jednou ze základních vlastností je objemové smrštění, které zobrazuje rovnice (3).

$$\frac{\Delta V}{V_0} = f(t, T, p, \mu, y_x) \quad (3)$$

Kde, V_0 je objem na počátku slinování, t je čas, T je teplota, p je tlak, μ je chemický potenciál a y_x je povrchové napětí [9].

1.4.4.1 Průběh slinování

Slinování má čtyři stádia, která zobrazuje Obrázek 10. Nejprve dochází k tvorbě krčků (a) tedy k vytvoření styčných ploch. Toto stádium popisuje několik modelů, jako Frenkelův model, difuzní modely a model založený na vypařování a kondenzaci. Frenkelův model předpokládá, že povrchové síly se vyrovnají viskózním tokem slinovaného materiálu a povrch částice se tedy zmenší o vrchlík. Tento model nevystihuje průběh slinování krystalických látek. Difuzní modely považují za hnací sílu procesu rozdíl křivosti povrchů slinovaných částic. Koncentrace vakancí je na vydutém povrchu menší než na vypuklém. Dochází tak k putování vakancí a růstu styčných ploch částic [9, 21, 22].



Obrázek 10 Stádia slinování (a) tvorba krčků, (b) uzavírání pórů, (c) zmenšování pórů a (d) redukce styčných ploch jednotlivých zrn [9, 21]

Model založený na vypařování a kondenzaci, předpokládá, že hnací silou je rozdíl rovnovážných tlaků páry látky nad vypuklým a vydutým povrchem kulové částice (4) [9, 21].

$$\Delta P = \Delta p_2 - \Delta p_1 \quad (4)$$

Kde Δp_2 je tlak nad vypuklým povrchem a Δp_1 je tlak nad vydutým povrchem.

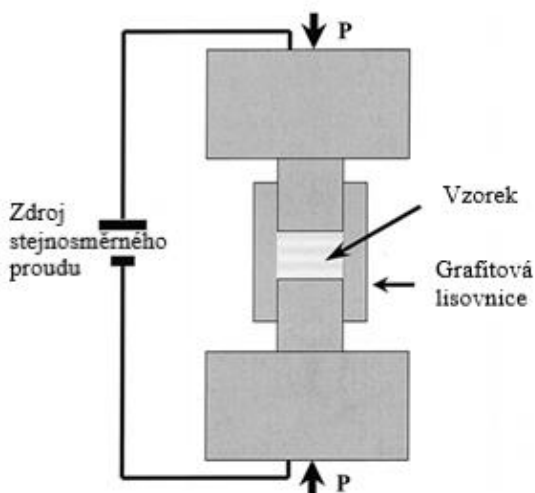
Dalším stádiem je uzavírání pórů (b), (c). V tomto stádiu ztrácejí jednotlivé částice svoji identitu a následně dochází k uzavírání pórů a vzniku mikrostruktury. Byly navrženy dva mechanismy, a to zmenšování pórů viskózním tokem a intergranulární difuzí. Model intergranulární difuze lépe vysvětluje experimentálně stanovený fakt, že uzavřené póry, které leží na hranicích zrn, mizí rychleji než póry uvnitř částic. Vakance na hranicích zrn mají tedy vyšší pohyblivost [9, 21, 22].

V posledním stádiu (d) dochází v systému ke zvyšování hustoty a růstu zrn. Po vymizení pórů z mikrostruktury vznikne, z náhodně orientovaných částic, polykrystalický kompaktní celek. Pokud by slinování probíhalo za ideálních podmínek ideálně dlouho, tento polykrystalický materiál by se přeměnil na monokrystal a mezifázová energie by vymizela. V polydisperzním systému tedy rostou veliká zrna na úkor malých [9, 21].

1.4.4.2 Slinování jiskrovým výbojem

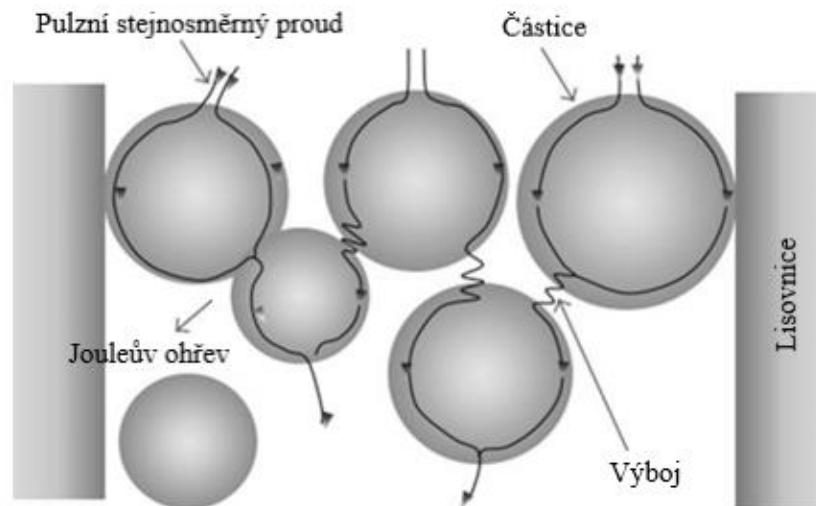
Slinování jiskrovým výbojem (SPS – spark plasma sintering) je metoda založená na vybití pulzního stejnosměrného proudu do práškového materiálu, za současného působení tlaku. Při tomto procesu dochází k velmi rychlému zhutnění, tedy vytvoření kompaktního celku z práškového materiálu. Pomocí této metody je často dosaženo stejné hustoty jako u klasických metod výroby kovových materiálů [23, 24].

Zařízení pro SPS má podobné uspořádání jako lisování v lisovnicích. Skládá se z několika částí, a to hlavně zdroje pulzního stejnosměrného proudu, lisovací komory, vakuového a lisovacího systému. Uspořádání takového zařízení zobrazuje Obrázek 11. Obecně má metoda SPS čtyři kroky. V prvním dochází k odstranění plynů z komory a vytvoření vakua. V dalším je na práškový materiál aplikován tlak a následně je zapnut zdroj stejnosměrného proudu. V posledním kroku dochází k chlazení vytvořeného materiálu [23, 24, 25].



Obrázek 11 Schématická znázornění uspořádání zařízení pro SPS metodu [26]

Mechanismus průběhu slinování metodou SPS není zcela objasněn. Dle teorie způsobuje pulzní stejnosměrný proud v práškovém materiálu generaci jiskrového výboje. Dále způsobuje odporový ohřev a vznik elektrické pole, které podporuje difuzi a pohyb hmoty. Tento mechanismus zobrazuje Obrázek 12. Při průchodu pulzního stejnosměrného proudu práškovým materiálem, tedy v prostoru mezi částicemi, na okamžik dojde ke generaci jiskrového plasmu. Díky tomu se teplota v blízkosti částic na okamžik výrazně zvýší, což poskytuje optimální podmínky pro difuzi a dojde tedy k odpaření, roztavení a slinutí materiálu [23, 24, 25].



Obrázek 12 Mechanismus slinování metodou SPS [24]

Teploty slinovaného materiálu u této techniky mohou dosahovat až 2000 °C, nicméně se často pohybují níže než u klasických slinovacích metod. Rychlost ohřevu může dosahovat až 1000 °C·min⁻¹, z čehož plyne další výhoda SPS, tedy rychlost průběhu. Při použití této metody zabere výroba kompaktního celku několik minut, oproti použití klasických metod, kdy by tento proces trval několik hodin. Další výhodou je, že metoda SPS kombinuje formování a slinování materiálu v jednom kroku. Unikátní na metodě SPS je také to, že materiál je zahříván odporově (Jouleův ohřev), v důsledku průchodu proudu práškovým materiálem. Teplo tedy vzniká uvnitř tohoto prášku oproti konvenčním metodám slinování, které vyžadují externí zdroj tepla. [23, 24, 25].

1.5 Částicové kompozity

Kompozity se skládají ze dvou či více fází, které mají odlišné vlastnosti a dosahují spolu synergického efektu, což znamená, že výsledný materiál dosahuje lepších vlastností než jeho složky samotné. Kompozity mají dvě hlavní části, matici a výztuž. Matrice je spojitá fáze, která udává tvar komponentu, přenáší napětí do výztuže a je hlavním nositelem vlastností materiálu. Výztuž je do matrice přidávána za účelem zlepšení vlastností jako pevnost, tvrdost, odolnost vůči otěru nebo modul pružnosti [3, 27, 28].

Částicové kompozity mají dva principy vyztužení. Prvním je náhrada objemu matrice s nízkým modulem výztuží s vysokým modulem pružnosti. Míra, o kterou se tento modul zvýší, je dána tvarem a velikostí částic. U neizometrických (nekulových) částic k principu náhrady objemu přispívá i princip přenosu napětí do výztuže. Modul pružnosti u takových kompozitů roste s obsahem výztuže rychleji [27].

Existují modely sloužící k odhadu výsledných vlastností kompozitu. Jedním z nich je model Halpin–Tsai (5), který bere v úvahu i závislost modulu pružnosti na tvaru a orientaci částic [27].

$$\frac{M_c}{M_m} = \frac{1 + \zeta \eta V_f}{1 - \eta V_f} \quad (5)$$

Kde ζ představuje faktor související s tvarem a uspořádáním částic, M_c je modul pružnosti kompozitu, M_m je modul pružnosti matrice, V_f je objemový zlomek výztuže a faktor η je definován podle rovnice (6) [27].

$$\eta = \left(\frac{M_f}{M_m} - 1 \right) \times \left(\frac{M_f}{M_m} + \zeta \right)^{-1} \quad (6)$$

Kde M_f je modul pružnosti výztuže.

1.5.1 Kompozity s kovovou maticí

Kompozity s kovovou maticí (MMC – metal matrix composites) se skládají ze dvou fází, matrice a výztuž. Předpokladem k vytvoření MMC je chemická afinita těchto fází. Tato afinita vede k formaci rozhraní, přes které se přenáší zatížení a napětí z matrice do výztuže, z čehož plyne, že rozhraní hraje důležitou roli pro mechanické vlastnosti výsledného materiálu. Tato definice zanedbává systémy, obsahující eutektikum nebo ty, u kterých při tuhnutí dochází k precipitaci intermetalické fáze. Je tedy aplikovatelná na systém Mg–Ti [1, 3, 28, 29].

Na výsledné mechanické vlastnosti kompozitu, krom geometrie, tvaru a objemového zlomku výztuže, hrají roli také vlastnosti rozhraní, vlastnosti matrice a složení matrice. Jako výztuž pro částicové kompozity s kovovou hořčíkovou maticí se nejčastěji používají karbidy nebo oxidy, jako například karbid křemíku (SiC) a oxid hlinitý (Al_2O_3) [1, 3, 28, 29].

Cílem rozvoje MMC je dosažení optimálních mechanických a fyzických vlastností, mezi které, stejně jako u hořčíkových slitin, patří například zvýšení pevnosti, odolnosti vůči creepu za zvýšených teplot, Youngův modul pružnosti a otěruvzdornost. Dalším cílem rozvoje MMC je tedy vytvoření nového materiálu, který by nahradil hliníkové slitiny v aplikacích jako automobilový průmysl nebo letectví [3, 28, 30].

MMC lze vyrábět odléváním, tedy roztavením matrice, smícháním s výztuží a následným řízeným ochlazením. Nejčastěji jsou ale vyráběny procesem PM, tedy mísením kovového prášku matrice s výztuží, a následným zpevněním buď vysokým tlakem, teplotou nebo jejich kombinací. Při použití částicové výztuže je důležité zvolit přiměřenou distribuci částic jak matrice tak výztuže. V jiném případě může docházet k aglomeraci částic výztuže na hranicích zrn, což způsobuje následné selhání materiálu v jeho aplikaci. Pro kompozity s kontinuální výztuží jsou tyto způsoby přípravy nevyhovující [3, 29].

1.5.1.1 Modul pružnosti

Je popsán teorií pružnosti neboli Hookeovým zákonem (7) a (8), který vysvětluje elastické chování látek v pevné fázi. Deformační chování kovů závisí na aplikovaném napětí. Pokud je aplikované napětí nízké, kov se chová elasticky, což znamená, že závislost deformace na napětí má lineární charakter. V tomto případě kov mění své rozměry v závislosti na napětí, nicméně po jeho uvolnění dojde k navrácení do původního stavu. Vztah mezi napětím a deformací je zjišťován experimentálně, pomocí tahové či ohybové zkoušky. Výsledkem těchto zkoušek je tahová či ohybová křivka z jejíž lineární části je vyhodnocen modul pružnosti [3, 31].

$$\sigma = C \cdot \varepsilon \quad (7)$$

$$\varepsilon = S \cdot \sigma \quad (8)$$

Kde σ je napětí a ε je deformace, C je konstanta elastických konstant a S je konstanta poddajnosti [3].

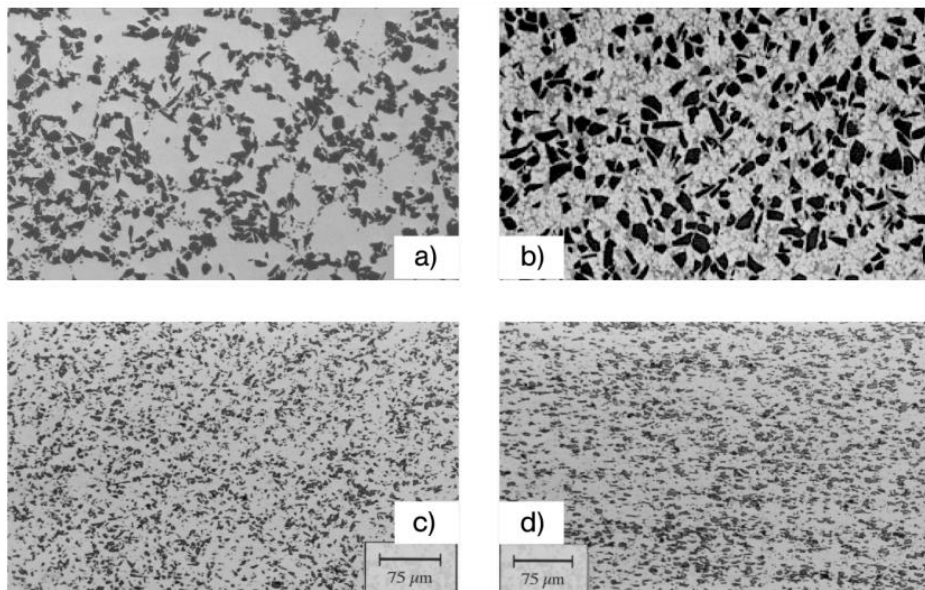
1.5.1.2 Rozhraní v MMC

Oblast, ve které je výztuž v blízkém kontaktu s matricí se nazývá rozhraní. Pro integritu MMC je nezbytné, aby na rozhraní docházelo k interakci výztuže s matricí. Tato interakce při zatížení přenáší působící síly z matrice do výztuže. Mezi tekutou a pevnou fází existují dva hlavní typy těchto interakcí: fyzikální a chemické. Fyzikální interakce určuje smáčivost, která musí být pro vznik adheze dostačující. Chemická interakce poskytuje pevnost této interakce [3, 29, 32].

Vliv adheze mezi matricí a plnivem, významně ovlivňuje výsledné vlastnosti kompozitu. Čím je adheze nižší, tím nižších hodnot dosahují vlastnosti jako například modul pružnosti. Z principu náhrady objemu vyplývá, že pokud je adheze nízká a výztuž se tak nepodílí na přenosu napětí, dochází s rostoucím obsahem výztuže k úbytku matrice a daný materiál v důsledku vydrží menší zatížení. V takovém případě lze výztuž považovat za defekty [3, 27, 29].

1.5.1.3 Prostorové uspořádání částic v MMC

Distribuce částic výztuže v matrici je ovlivněna způsobem výroby. V ideálním případě by tato distribuce byla stejnorodá, a vlastnosti materiálu by tak byly homogenní. Mikrostrukturu kompozitu po odlévání zobrazuje Obrázek 13 (a). Je z něj patrné, že v některých oblastech došlo k segregaci matrice a výztuže. Obrázek 13 (b) zobrazuje mikrostrukturu kompozitu po lití pod tlakem. I v tomto případě je segregace matrice a výztuže patrná. Na (c) je zobrazena mikrostrukturu kompozitu po extruzi práškového materiálu. Je z něj patrné, že distribuce částic je stejnorodější. Nejhomogennější distribuce částic byla dosažena pomocí PM, což zobrazuje (d) [29, 33].



Obrázek 13 Mikrostruktura částicových kompozitů vyrobených různými technikami (a) odlévání, (b) lití pod tlakem, (c) extruze, (d) prášková metalurgie [29]

1.5.2 MMC s hořčikovou matricí

Mechanické vlastnosti kompozitů s hořčikovou matricí (Mg–MMC) mají široké rozmezí a dají se tedy přizpůsobit konkrétní aplikaci. Výsledné vlastnosti záleží na tvaru komponentu, objemovém zlomku a tvaru částic výztuže. Slučováním hořčikových slitin s částicovou výztuží je dosaženo vyššího Youngova modulu pružnosti, meze kluzu, meze pevnosti a také odolnosti vůči creepu. Tento jev se vysvětluje třemi mechanismy [3, 29, 33].

- Orowanův mechanismus vzájemné závislosti mezi malými tvrdými částicemi a pohybu dislokací
- Zpevnění zjemněním nebo stabilizací zrn
- Zpevnění matrice v důsledku rozdílných vlastností v tahu nebo koeficientu tepelné roztažnosti matrice a výztuže

Krom zlepšení mechanických vlastností se ukázalo, že tyto materiály mají další výhody. Například při porovnání se slitinami hliníku, které jsou používány jako matrice, se při využití hořčikových slitin spotřebuje méně energie na tavení a odlévání. Hořčikové matrice mají také, na rozdíl od hliníkových, výhodu v lepší smáčivosti vláken a částic výztuže [1, 3, 32, 34].

Vysoká reaktivita hořčíku způsobuje formování vrstvy oxidu hořečnatého (MgO) na povrchu částic, která následně působí jako difuzní bariéra a zamezuje tak slinování. Z tohoto důvodu je pro výrobu Mg–MMC, pomocí práškové metalurgie nutno použít takovou techniku, která se vyznačuje vysokým smykovým namáháním, které tuto bariéru poruší, nebo zamezit vzniku této bariéry. Z toho důvodu se používá izostatické lisování za studena (CIP) nebo izostatické lisování za horka (HIP). Pouhé lisování následované slinováním není vhodné pro produkci Mg–MMC [3].

Mg–MMC mají veliký potenciál pro aplikace, kde je žádoucí vysoká odolnost vůči opotřebení a zachování vlastností za vysokých teplot. Například v automobilovém průmyslu by mohly sloužit jako součásti motoru nebo hnací hřídele. V takových aplikacích mohou Mg–MMC nahradit hliníkové slitiny i kompozity s hliníkovou maticí. V porovnání s nimi mají nepatrně horší mechanické vlastnosti, ale jejich výroba vyžaduje podstatně méně energie [3, 29].

1.5.2.1 Vlastnosti Mg–MMC

Jednou z vlastností, která má být využitím Mg–MMC zlepšena, oproti hořčíkovým slitinám, je stálost za vysokých teplot. Z tohoto důvodu, je jako matrice často použita slitina s dobrou odolností vůči creepu za vysokých teplot. Tabulka 3 ukazuje některé vlastnosti kompozitů s hořčíkovou maticí a porovnává je s vlastnostmi samotné matrice. Pro porovnání také zachycuje vlastnosti titanu, který je jako výztuž použit v experimentální části této práce [3, 35].

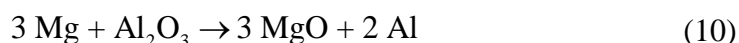
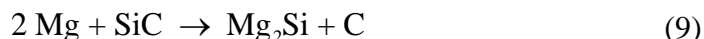
Tabulka 3 Modul pružnosti matrice, výztuže a Mg–MMC s rostoucím obsahem částicové výztuže [3, 33, 36, 37, 38]

Materiál	Modul pružnosti [GPa]
AZ61A	45
AZ61A + 15 % B ₄ C	61
AZ61A + 20 % B ₄ C	64
AZ61A + 25 % B ₄ C	78
Mg	45
Mg + 15 % SiC (1 μm)	62
Mg + 17 % SiC (3 μm)	68
Mg + 18 % SiC (4 μm)	69
Mg + 20 % SiC (3 μm)	72
Ti	145

Z čehož vyplývá, že částicové výztuže v hořčíkových maticích způsobují, s rostoucím obsahem výztuže, nárůst modulu pružnosti. Titan má vyšší modul pružnosti než hořčík a jeho slitiny. Z tohoto pohledu je tedy vhodný jako výztuž pro Mg–MMC [3, 33].

1.5.2.2 Výztuž pro Mg–MMC

Výztuže používané v částicových Mg–MMC jsou nejčastěji keramického původu, jako například oxidy (Al_2O_3), karbidy (SiC) a nitridy (BN). Tyto výztuže jsou klasifikovány podle jejich geometrie a velikosti částic. Při navrhování MMC je potřeba brát v úvahu možné reakce mezi maticí a výztuží. Tavenina hořčíku obecně reaguje s většinou dalších materiálů. Tato vysoká reaktivita hořčíku limituje počet možných materiálů výztuže, které jsou vhodné pro výrobu Mg–MMC. U běžně používaných výztuží dochází často k reakcím s maticí, které vedou ke vzniku stabilního rozhraní. Příklady těchto reakcí zobrazují rovnice (9) a (10) [3, 29, 33, 35].



Tyto reakce jsou exotermické a mohou probíhat jak v tavenině, tak v pevné fázi za zvýšené teploty. Při výrobě Mg–MMC je tedy nutno dbát na probíhající reakce a pokud jsou nežádoucí, zkrátit dobu po kterou mohou probíhat [3].

Pevnost vyrobených Mg–MMC ovlivňuje několik faktorů. Prvním je množství reakčních produktů, vzniklých na rozhraní mezi maticí a výztuží. Dalším faktorem je složení výztuže, ze které mohou precipitovat křehké intermetalické fáze. V takovém případě se dá předpokládat, že při zatížení komponentu dojde k jeho porušení mnohem dříve, než při použití čisté matrice [3, 35].

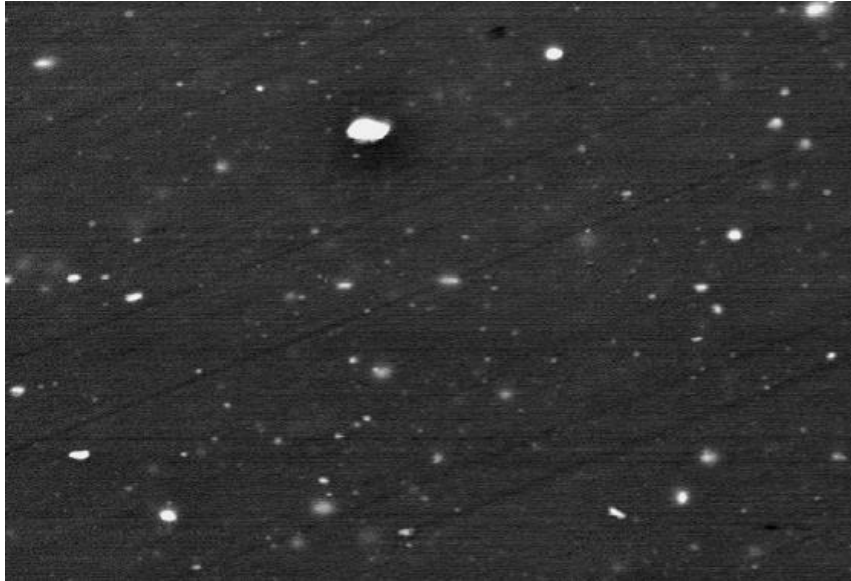
1.6 Současný výzkum

Suryanarayana a Froes [15] ve své práci z roku 1990 tvrdí, že roste poptávka po lehkých konstrukčních materiálech pro letecký průmysl. V současné době tvrdí Hirsch a Al–Samman [11], že tento trend pokračuje, a že použití takových materiálů je nezbytné.

Dále se [15] zabývali nanokrystalickými Mg–Ti slitinami. Uvádí, že dřívější pokusy o výrobu těchto slitin pomocí odlévání nebo extruze nebyly úspěšné. Pomocí práškové metalurgie se podařilo připravit metastabilní tuhý roztok, který obsahoval až 3 % hořčíku rozpuštěného v titanu. Z tohoto tuhého roztoku precipitovaly nano krystality, které byly podrobeny analýze. Krystality měly FCC strukturu s parametrem $a = 0,426 \text{ nm}$, která vznikla deformací HCP struktury.

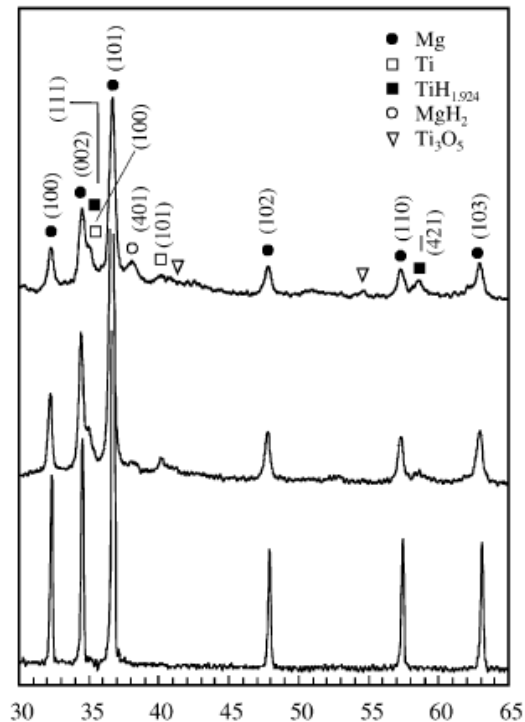
Lialng a Schulz [39] se ve své práci zabývali mechanickou syntézou Mg–Ti slitin. Také zmínili, že hořčíkové slitiny jsou použitelné pro netradičních aplikace jako skladování vodíku. K experimentu byl použit hořčíkový a titanový prášek, ze kterých byla pomocí kulového mlýnu, syntetizována slitina. Obrázek 14 zachycuje hořčíkovou matici po mletí 31 h mletí s titanovými částicemi. Tyto částice byly vhněteny do struktury hořčíku, a tedy z velké části rozpuštěny v tuhém roztoku.

Tento tuhý roztok byl za pokojové teploty stálý. Až na teplotě 300 °C se jednotlivé složky začaly separovat [39].



Obrázek 14 Částice titanu rozpuštěné v hořčíkové matici po 31 h mletí [39]

Lu, Lai a Froyen [40] studovali Mg–MMC s různými objemovými zlomky titanu. Tyto kompozity se podařilo připravit s homogenním uspořádáním částic titanu v hořčíku pomocí mechanické syntézy. Bylo zjištěno, že tyto materiály, připravené po 20 h mletí kovových prášků, vykazují vyšší pevnost v tahu a tažnost. Obrázek 15 zobrazuje XRD analýzu daného materiálu. Z této analýzy je patrné, že po 40 h mletí nebyl titan zcela rozpuštěn v hořčíku.



Obrázek 15 XRD analýza systému Mg–10 % Ti pro různé doby mletí [40]

Práce Maweja, Phasha a Berga [41] byla zaměřena na mikrostrukturu a krystalovou strukturu ekvimolární slitiny Mg–Ti, která byla připravena mechanickou syntézou. Následně byla provedena EDX analýza, která odhalila, že výsledná slitina měla poměr Ti:Mg, 56:44. Pomocí technik XRD a TEM byl detekován metastabilní tuhý roztok s krystalovou mřížkou FCC a BCC. Některá zrna vykazovala dvojčatění.

Práce Motevalliho [42] pojednává o ternárním systému Mg–Ti–Al a studuje tedy mikrostrukturu a mechanické vlastnosti. Autor v ní tvrdí, že bylo dosaženo uspokojivé adheze všech složek a dále bylo zjištěno, že tento materiál podléhá deformačnímu zpevnění, což snižuje jeho tažnost po deformaci.

Sinha, Reddy a Gupta [43] se zabývali studiem Mg–SiC a Mg–SiC–Ti kompozitů. Jako výchozí materiály použili hořčikový, SiC a titanový prášek. Kompozity byly podrobeny scratch testu a byla stanovena jejich tvrdost. Bylo zjištěno, že se zvyšujícím se obsahem výztuže docházelo ke zvýšení tvrdosti. U kompozitů s titanovou výztuží byl tento trend strmější. Tabulka 4 zobrazuje naměřené hodnoty.

Tabulka 4 Naměřené hodnoty pro systém Mg–SiC a Mg–SiC–Ti s různými obsahy výztuže [43]

Materiál	Tvrdost [MPa]
Mg	721 ± 25
Mg–4,8SiC	868 ± 38
Mg–10,2SiC	932 ± 47
Mg–15,4SiC	973 ± 32
Mg–5,02SiC–2,7Ti	847 ± 18
Mg–9,92SiC–2,7Ti	951 ± 68
Mg–14,93SiC–2,7Ti	969 ± 44

Song a Haddad [44] se ve své práci zabývali tenkou vrstvou Mg–Ti připravenou naprašováním. Tvrdí, že takto připravené tenké vrstvy mají dobrou odolnost vůči korozi. Pomocí XRD analýzy bylo zjištěno, že v tenké vrstvě dochází k formaci tuhého roztoku Mg–Ti s krystalovou strukturou HCP a mřížkovými parametry $a = b = 0,295 \text{ nm}$ a $c = 0,469 \text{ nm}$. Dále se podařilo připravit tuhé roztoky Mg–Ti s různou stechiometrií jako $\text{Mg}_{0,73}\text{–Ti}_{0,27}$, $\text{Mg}_{0,5}\text{–Ti}_{0,5}$ a $\text{Mg}_{0,22}\text{–Ti}_{0,78}$.

Pokud je na komponent aplikováno mechanické zatížení, hrají vlastnosti jako Youngův modul pružnosti, otěruvzdornost a odolnosti vůči creepu důležitou roli. MMC s hořčikovou maticí by ale mohly být použity i z jiných důvodů než kvůli jejich mechanickým vlastnostem. Aplikovatelnost těchto MMC do odvětví jako elektrotechnika musí být dále blíže prozkoumána [3].

V automobilovém průmyslu je v současné době zvýšený zájem o používání lehkých slitin. Použití takových slitin snižuje hmotnost automobilu, což snižuje náklady na jeho pohon. U hořčikových slitin je tento zájem podpořen také snadnou odlévatelností a dobrou recyklovatelností. Nicméně jsou tyto slitiny limitovány malou odolností vůči creepu za zvýšených teplot. Nově vyvinuté slitiny, vyrobené tradičním způsobem, stále nedosahují potřebných vlastností. Proto se očekává, že kompozity s hořčikovou maticí budou mít veliký potenciál pro nahrazení hliníkových slitin v tomto průmyslu [3, 45].

2 CÍLE PRÁCE

Cílem práce je příprava a strukturně–mechanický popis objemových materiálů na bázi hořčíku. Dílčím cílem bude rešerše současné problematiky binárních systémů na bázi Mg–Ti. Hlavním cílem je pak příprava a charakterizace materiálů na bázi Mg–Ti. Nejprve budou různými metodami připraveny materiály s různými obsahy titanové výztuže pro následnou charakterizaci. Tato charakterizace bude spočívat v:

- Pozorování mikrostruktury
- Stanovení obsahu fází
- Stanovení obsahu prvků
- Měření tvrdosti
- Ohybové zkoušky

3 EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1 Použité materiály

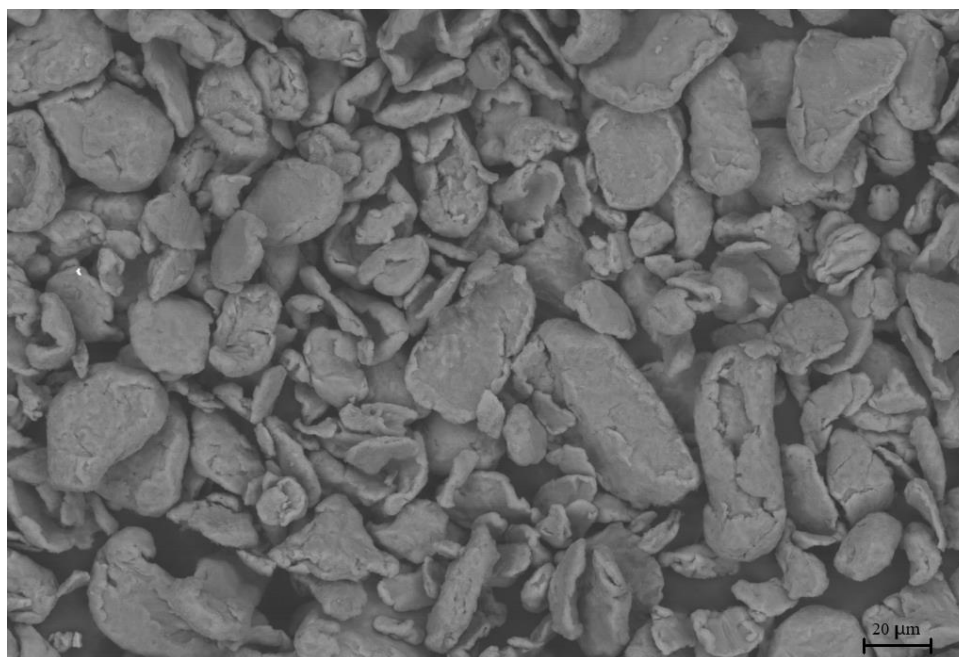
V této části kapitoly jsou uvedeny chemikálie, které byly použity pro experiment a zobrazuje je Tabulka 5. Dále byly použity práškové materiály, které jsou podrobně popsány níže.

Tabulka 5 Použité chemikálie

Název chemikálie	Výrobce
Isopropanol 99,9 %	NANOBALA s.r.o. Lipník nad Bečvou, CZ
Destilovaná voda	FCH VUT v Brně
Aka Resin slow	Struers Roztoky u Prahy, CZ
Aka Fix slow	Struers Roztoky u Prahy, CZ
Dusík	Linde Gas a.s. Praha, CZ

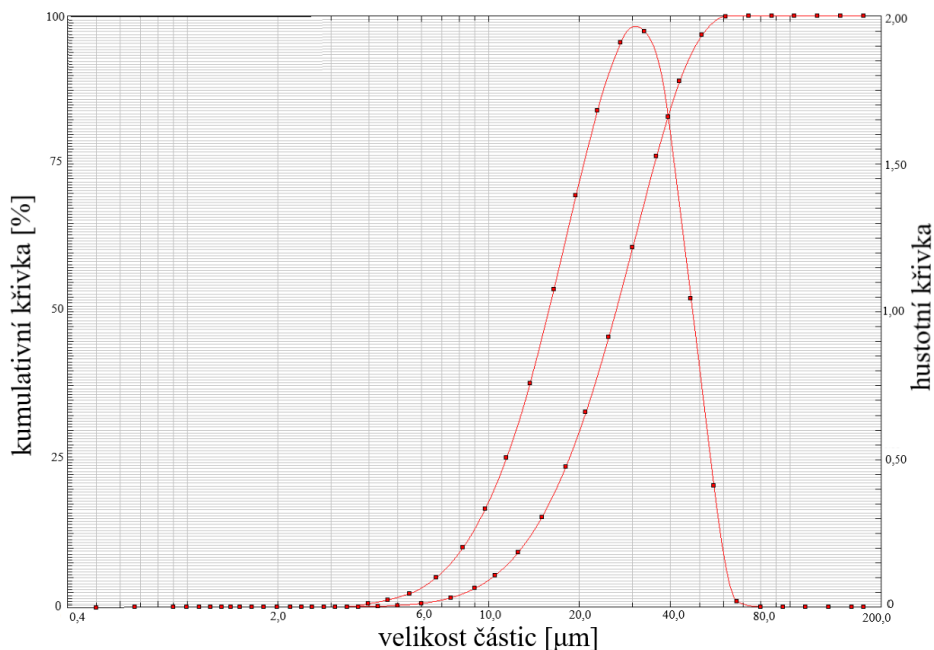
3.1.1 Hořčíkový prášek

Strukturu hořčíkového prášku, použitého pro přípravu vzorků, zobrazuje Obrázek 16. Ze značné nepravidelnosti tvarů jednotlivých částic tohoto prášku je patrné, že byl připraven mletím [18]. Výrobce Goodfellow Cambridge s.r.o. uvádí že jeho čistota byla 99,5 % [46].



Obrázek 16 Struktura hořčíkového prášku, původní zvětšení 1000×

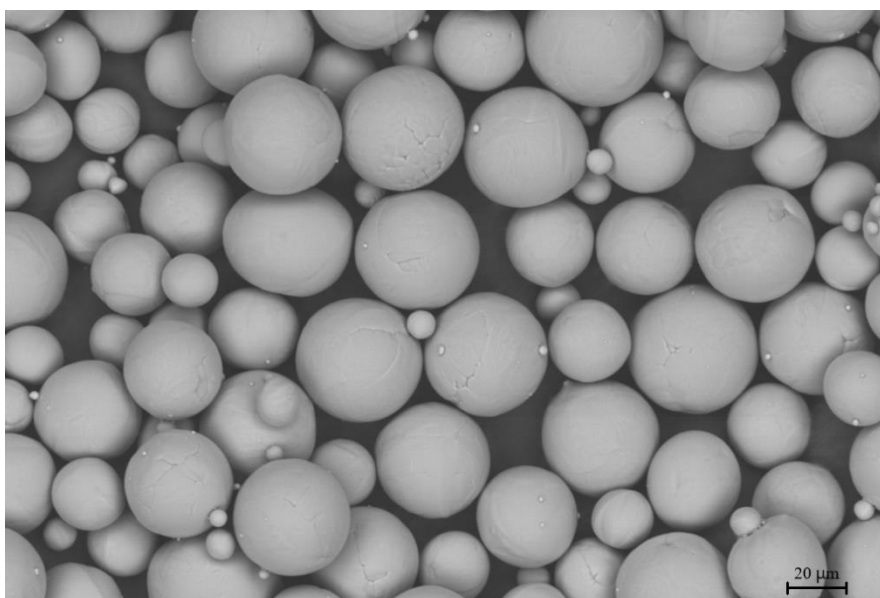
Dále byl tento práškový materiál charakterizován pomocí analyzátoru velikosti částic HELOS, a byla stanovena distribuce částic, což zobrazuje Obrázek 17. Vyplývá z ní, že nejvyšší četnosti měly částice o velikosti 32,86 μm přičemž střední hodnota velikosti částic byla 26,44 μm . Tato distribuce obsahuje částice s velikostí od 6 μm po 60 μm , což je podle [9] vhodné pro dosažení vyšších hustot výsledného materiálu.



Obrázek 17 Distribuční křivka hořčikového prášku

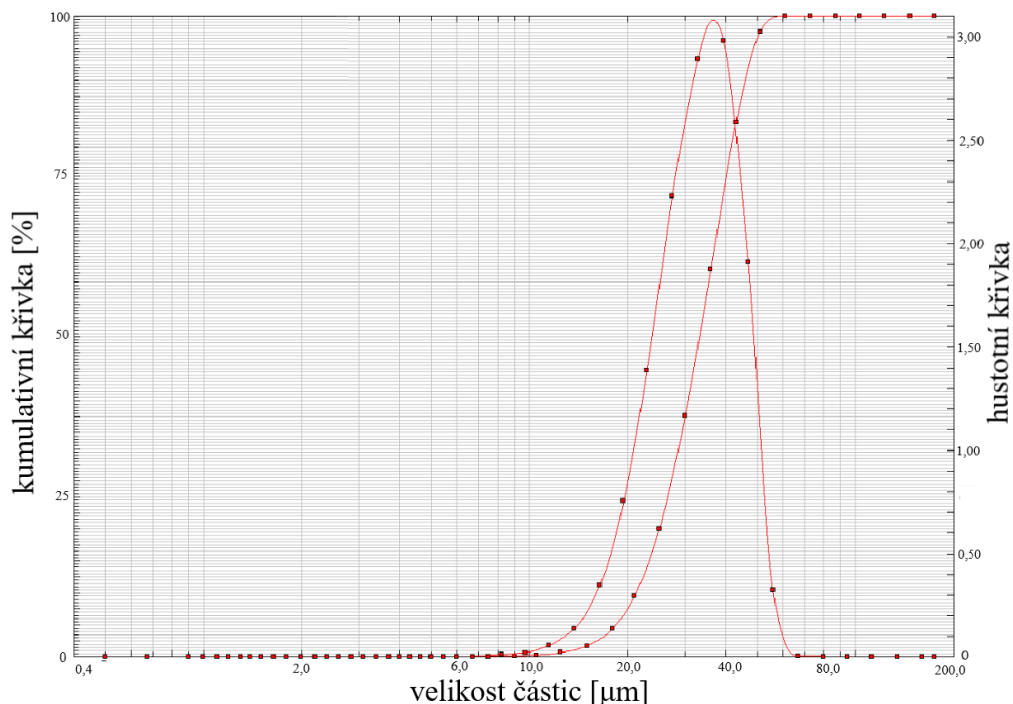
3.1.2 Titanový prášek

Strukturu titanového prášku použitého pro přípravu vzorků zobrazuje Obrázek 18. Ze značné pravidelnosti a kulovitého tvaru jednotlivých částic tohoto prášku je patrné, že byl připraven atomizací v plynu [9]. Výrobce Goodfellow Cambridge s.r.o. uvádí že jeho čistota byla 99,8 % [47].



Obrázek 18 Struktura titanového prášku, původní zvětšení 1000 \times

Také tento práškový materiál byl charakterizován pomocí analyzátoru velikosti částic HELOS, a byla stanovena distribuce částic, což zobrazuje Obrázek 19. Vyplývá z ní, že nejvyšší četnosti měly částice o velikosti 39,34 μm přičemž střední hodnota velikosti částic byla 33,27 μm . Tato distribuce nemá široké rozpětí částic a pík je tedy ostrý.



Obrázek 19 Distribuční křivka titanového prášku

3.2 Postup přípravy vzorků

Z práškových materiálů bylo připraveno celkem 18 směsí po šesti sériích. Každá série se skládala ze třech různých obsahů titanu v hořčíkové matici a každá série byla určena pro různou techniku přípravy, jak zobrazuje Tabulka 6. S výchozími práškovými materiály bylo manipulováno v rukavicovém boxu nebo v ochranné dusíkové atmosféře, a to až po jejich následnou úpravu pro dané zkoušky. Stejná opatření byla použita pro z nich vyrobené vzorky. Opatření bylo zavedeno k zamezení možné oxidace hořčíkového prášku na vzduchu [3].

Tabulka 6 Obsahy titanu v hořčíkové matici pro různé techniky přípravy

Technika	Obsah Ti [hm. %]		
Lisování za studena	5	10	15
Lisování za studena a slinutí	5	10	15
Lisování za studena, slinutí a tepelné zpracování	5	10	15
SPS	5	10	15
SPS a slinutí	5	10	15
SPS, slinutí a tepelné zpracování	5	10	15

3.2.1 Příprava směsí

Hmotnosti jednotlivých prášků byly pro dané směsi naváženy s přesností na dvě desetinná místa. Tyto směsi byly po navážení následně 15 min míchány po směru hodinových ručiček a 15 min proti směru, rychlostí $100 \text{ ot} \cdot \text{min}^{-1}$. Tímto procesem bylo zajištěno homogenní rozložení jednotlivých prášků ve směsi.

3.2.2 Lisování za studena

Dané množství směsi pro přípravu vzorků bylo naváženo a umístěno do lisovnic, které byly následně zapečetěny pomocí tavné pistole. Takto připravené směsi byly lisovány za studena pomocí univerzálního testovacího zařízení Instron 598, s 30 kN hlavou. Lisování probíhalo pod tlakem 400 MPa, který byl aplikován po dobu 30 s.

3.2.3 Slinování

Vylisované vzorky určené pro slinování byly zataveny do skleněné ampule s vakuem. Toto opatření bylo použito k zamezení průběhu reakcí slinovaného materiálu se vzduchem v průběhu procesu [3, 16]. Slinování probíhalo v muflové laboratorní peci LAC LM07 při teplotě $400 \text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 10 h. Takto připravené vzorky byly vyjmuty ze skleněné ampule a následně dále upraveny.

3.2.4 Tepelné zpracování

Série vzorků určená pro tepelné zpracování byla, stále ve skleněných ampulích s vakuem, ochlazena na vzduchu. Po vychladnutí byly vzorky opět umístěny do laboratorní pece. Tepelné zpracování probíhalo při teplotě $220 \text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 5 h. Před úpravou pro dané metody charakterizace byly vzorky vyjmuty ze skleněné ampule.

3.2.5 SPS

Směsi určené pro přípravu metodou SPS byly naváženy a homogenizovány stejným způsobem. Poté byly v ochranné atmosféře dusíku zaslány do Ústavu kovových materiálů a korozního inženýrství VŠCHT v Praze, kde byly z jednotlivých směsí pomocí slinovacího zařízení SPS připraveny vzorky. Po jejich převzetí byly dané série podrobeny stejné tepelnému zpracování, pro přehlednost tedy slinování a tepelné zpracování, což bylo analogické předchozímu postupu.

3.3 Postup úpravy vzorků pro dané metody charakterizace

Z každého vzorku byly připraveny dva trámečky o šířce a výšce 4 mm pro ohybovou zkoušku a dva vrchlíky. Tyto vrchlíky byly použity pro přípravu metalografických tablet. Vzorky byly děleny pomocí metalografické pily Secotom-50, a to bez použití chladicí kapaliny, aby nedocházelo k nežádoucí korozi vzorků [3]. Kvůli absenci chladicí kapaliny, byly vzorky děleny při 3200 rpm s rychlostí posunu řezného kotouče $0,05 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, aby bylo minimalizováno tepelné zatížení vzorku.

3.3.1 Příprava metalografického výbrusu

Druhý vrchlík byl použit pro přípravu metalografické tablety, byl tedy zalit do pomalu tuhnoucí epoxidové pryskyřice Aka fix. Po vytvrnutí pryskyřice byly metalografické tablety postupně broušeny na automatické brusce Tegamin–25 s použitím brusných papírů se zrnitostí 320, 1200 a 4000. Následně byly tyto tablety vyleštěny s použitím leštících papírů no. 3 μm , 1 μm a 1/4 μm , s použitím příslušné diamantové pasty MD–Paste od společnosti Struers. Mezi každým krokem byly vzorky omyty isopropanolem a vysušeny v proudu horkého vzduchu. U takto připravených výbrusů byla pozorována mikrostruktura pomocí invertovaného světelného mikroskopu Zeiss Axio Observer.

3.3.2 Měření tvrdosti dle Vickerse

Dále byla u těchto metalografických tablet měřena tvrdost, pomocí tvrdoměru LECO AMH55. Tvrdost byla měřena metodou dle Vickerse, která je založena na vtlačení diamantového tetragonální pyramidy do vzorku. Toto měření pobíhalo při zatížení 1000 g po dobu 10 s.

3.3.3 Stanovení prvkového složení

Dále byla na metalografických tabletách provedena EDS analýza pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu Evo LS–10 od společnosti Zeiss, s EDS detektorem Oxford Instruments Xmax 80 mm^2 . Chyba měření pomocí EDS analýzy je 0,5 hm. %. Prvkové složení bylo měřeno za následujících podmínek:

- Urychlovací napětí – 15 kV
- Pracovní vzdálenost – 12 mm
- Death time – 50 %
- Proud svazku – 800 pA
- Počet countů – 700 000

3.3.4 Ohybová zkouška

Trámečky připravené ze vzorků byly broušeny pomocí metalografické pily Secotom–50 za použití abrazivního diamantového kotouče. Tímto postupem byla zajištěna vzájemná kolmost všech stran trámečku. Následně byly tyto vzorky ručně broušeny s přesností na setiny milimetru. U takto připravených vzorků byla na Ústavu fyziky materiálů Akademie věd České republiky provedena ohybová zkouška s tříbodovým uspořádáním dle normy ASTM D790 – 17.

4 VÝSLEDKY A DISKUZE

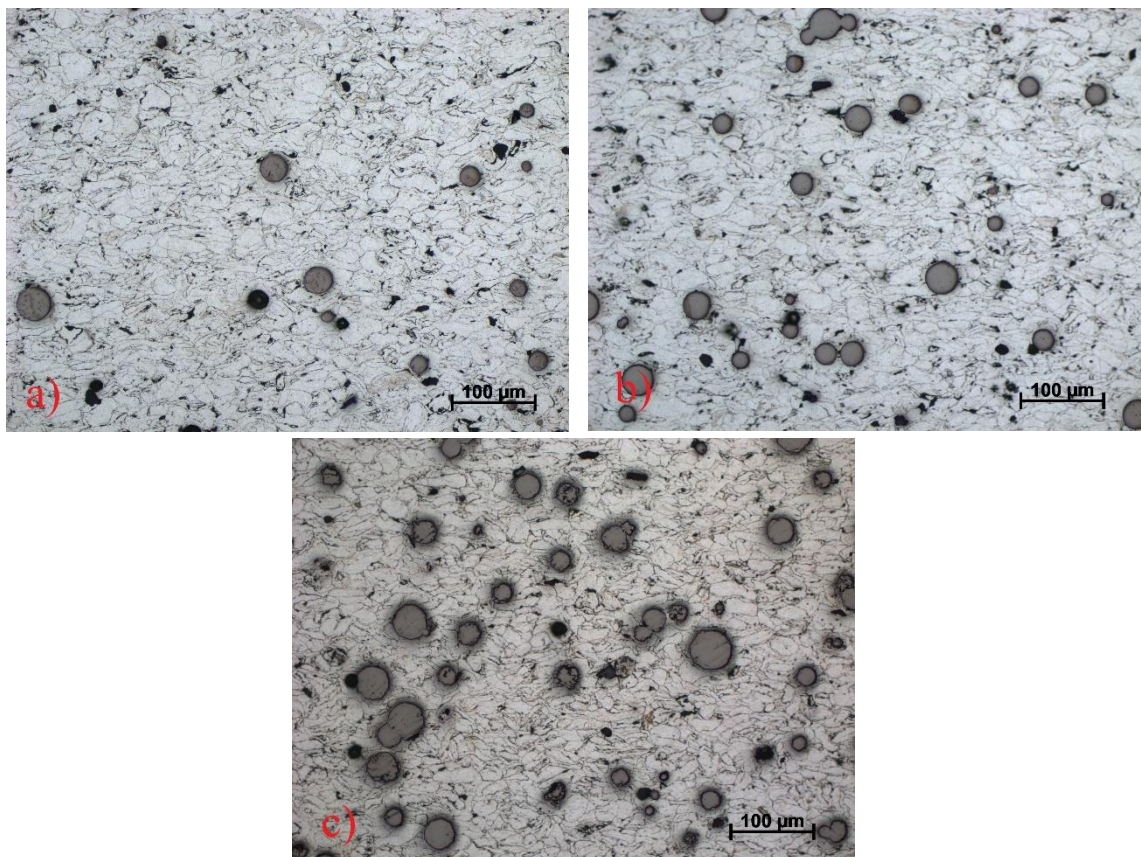
V této kapitole jsou rozebrány výsledky měření, které jsou rozděleny podle metod přípravy do dvou částí. Jsou to tedy série připravené konvenčními metodami PM a série připravené pomocí metody SPS. Na konci každé podkapitoly jsou naměřená data z těchto metod přípravy porovnána mezi sebou.

4.1 Mikrostruktura

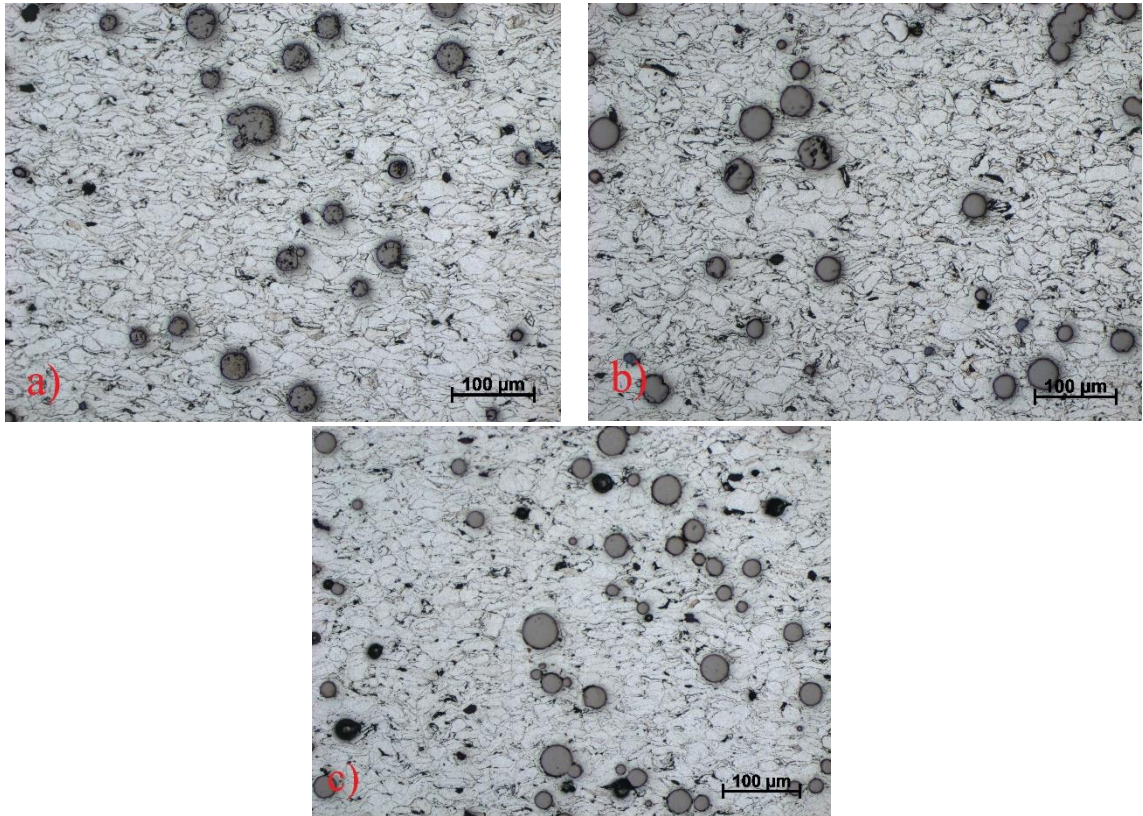
Nejprve byla pomocí světelného mikroskopu pozorována mikrostruktura připravených materiálů.

4.1.1 Série připravené konvenčními metodami PM

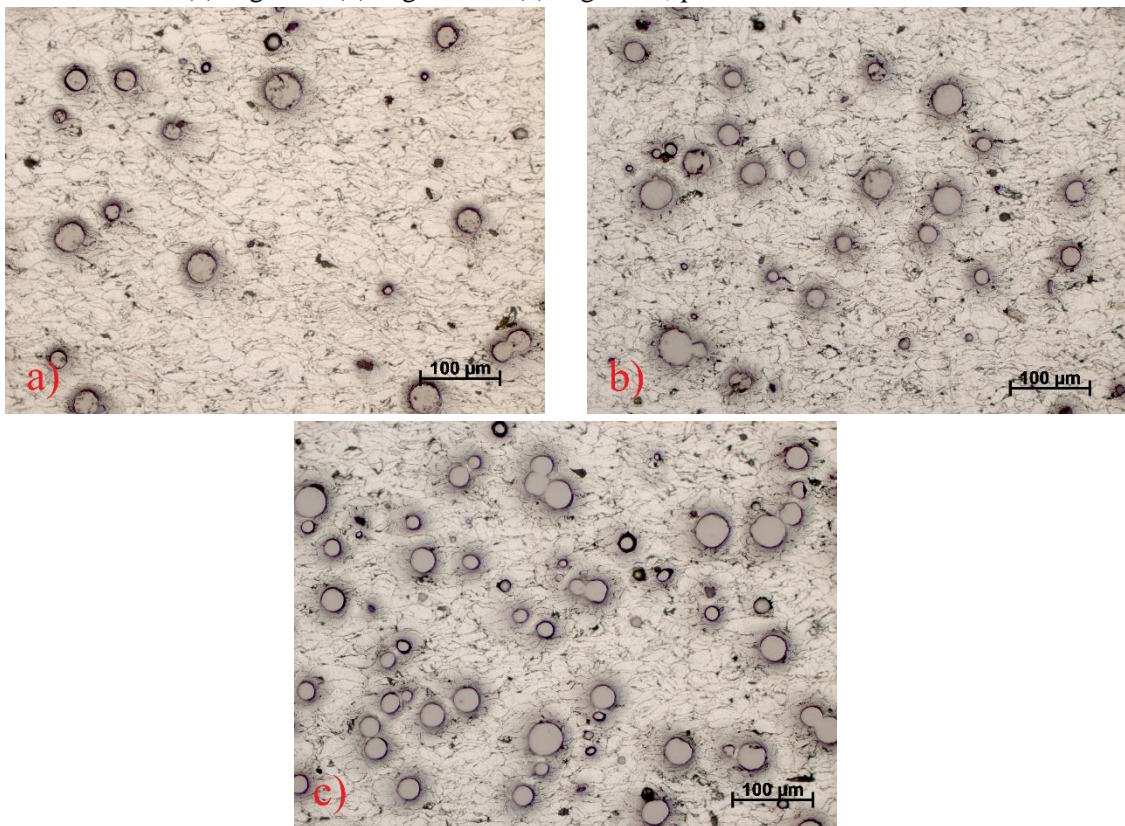
Obrázek 20, Obrázek 21 a Obrázek 22 zobrazují mikrostruktury materiálů připravených konvenčními metodami PM. Tyto snímky byly pořízeny při zvětšení 200×. Je z nich patrné, že v mikrostruktuře těchto materiálů se nejčastěji vyskytují dvě fáze, ze kterých je nejvíce zastoupená hořčíková matrice. Dále je patrná titanová výztuž, jejíž výskyt je s rostoucím obsahem titanu v matrici častější. Pozorované materiály měly homogenní rozdělení titanu v hořčíkové matrici a nebylo pozorováno žádné shlukování či rozdělování titanu. Rozdělení titanové výztuže v hořčíkové matrici je tedy náhodné.



Obrázek 20 Mikrostruktura vzorků připravených metodou lisování za studena (a) Mg–5Ti, (b) Mg–10Ti a (c) Mg–15Ti, původní zvětšení 200×



Obrázek 21 Mikrostruktura vzorků připravených metodou lisování za studena a slinutí (a) Mg-5Ti, (b) Mg-10Ti a (c) Mg-15Ti, původní zvětšení 200×

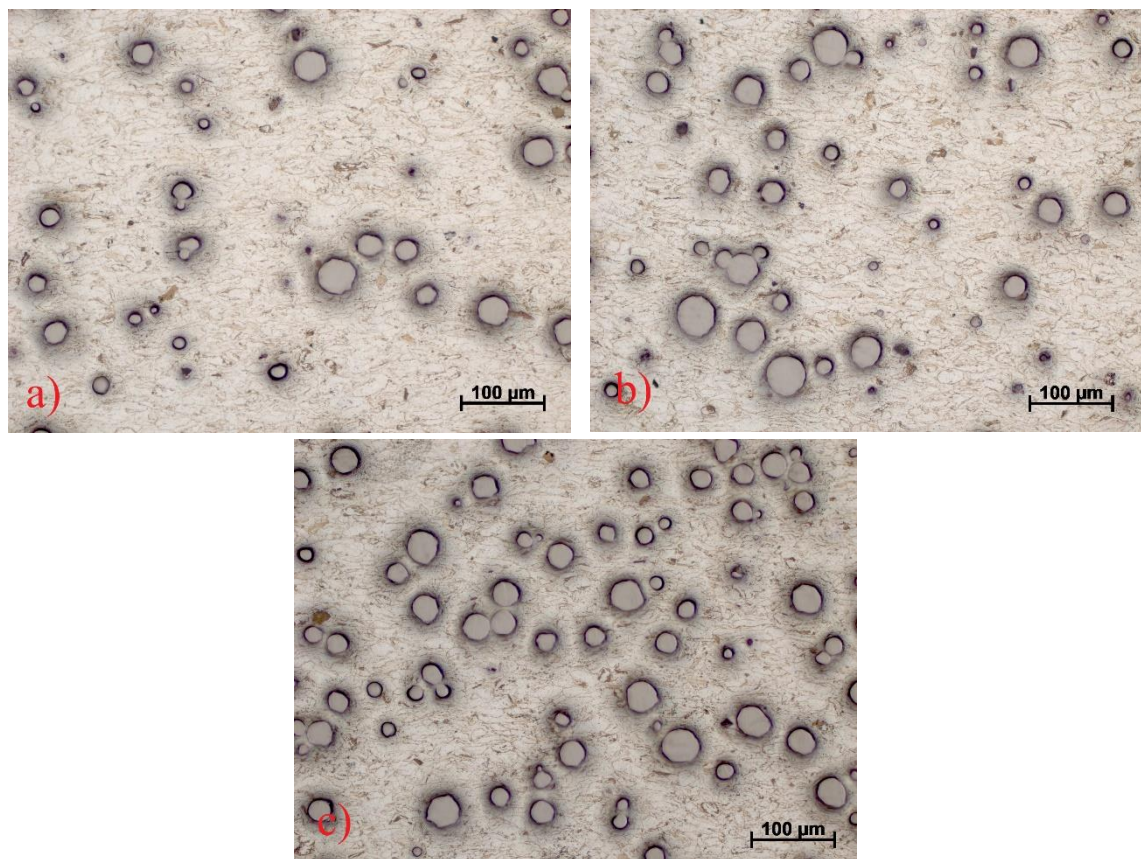


Obrázek 22 Mikrostruktura vzorků připravených metodou lisování za studena, slinutí a tepelné zpracování (a) Mg-5Ti, (b) Mg-10Ti a (c) Mg-15Ti, původní zvětšení 200×

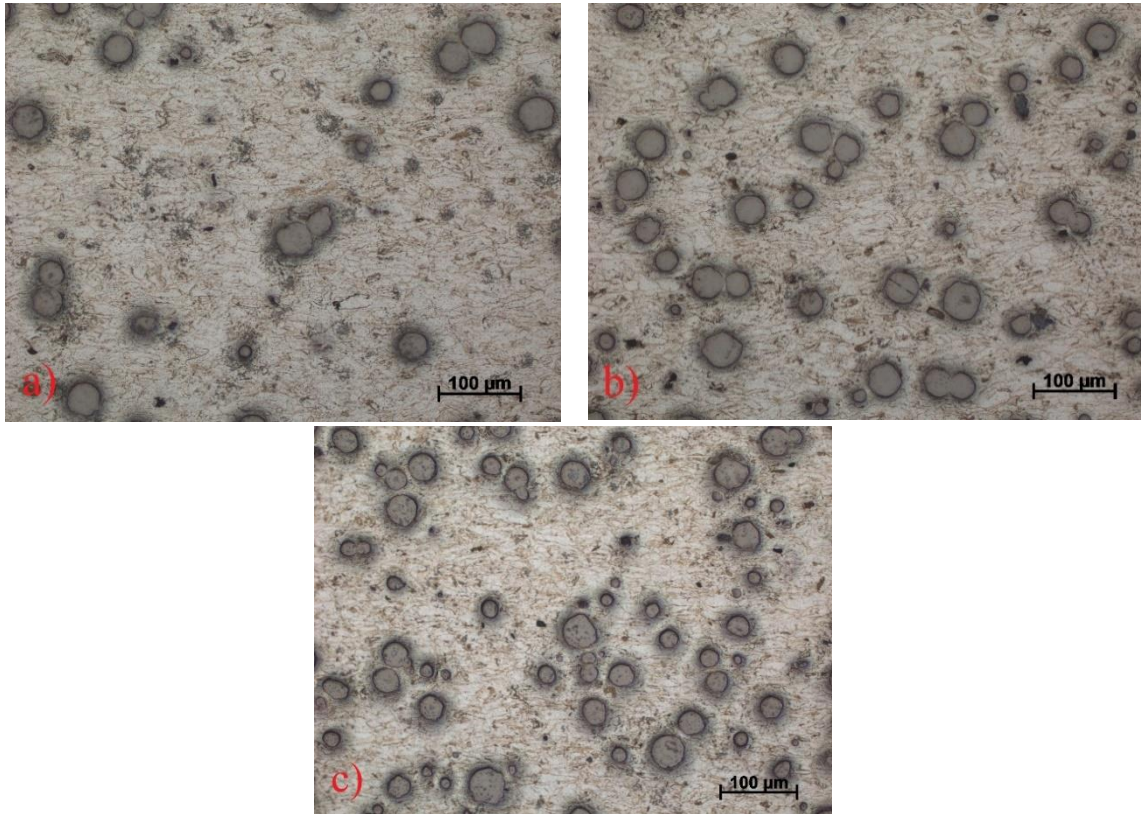
U některých vzorků, nejčastěji u vzorků připravených lisováním, které zobrazuje Obrázek 20, docházelo k vypadávání částic titanu z matrice. Po tepelných úpravách se tento jev vyskytoval méně, jak zobrazují Obrázek 21 a Obrázek 22, nicméně nedošlo k jeho eliminaci. Tento jev je způsoben broušením. Pokud je původně kulatá částice broušena až z ní zůstane jen vrchlík, který má malou plochu kontaktu s matricí, může dojít odtrhnutí částice z matrice brusným papírem. Vzorky připravené metodou lisování, slinutí a tepelné zpracování, které zobrazuje Obrázek 22, měly členitý reliéf. Tento jev je způsoben tím, že hořčíková matrice je snadněji broušena než titanová výztuž.

4.1.2 Série připravené pomocí metody SPS

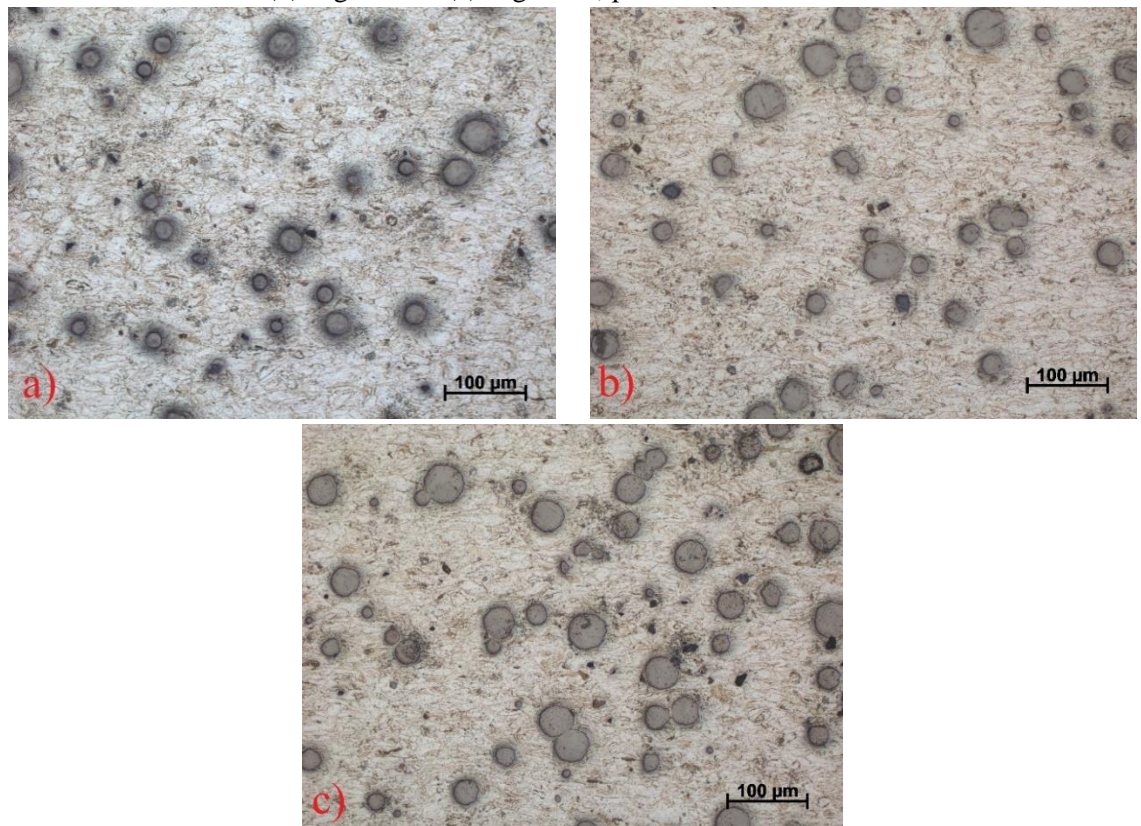
Obrázek 23, Obrázek 24 a Obrázek 25 zobrazují mikrostruktury materiálů připravených metodami SPS. Tyto snímky byly pořízeny při zvětšení 200×. Je z nich patrné, že v mikrostruktuře těchto materiálů se nejčastěji vyskytují dvě fáze, tedy hořčíková matrice a titanová výztuž, která se opět vyskytovala s rostoucím obsahem titanu v matici častěji. U těchto metod přípravy nedocházelo k vypadávání částic titanu v matrice. Opět bylo pozorováno náhodné rozdělení titanové výztuže v hořčíkové matici.



Obrázek 23 Mikrostruktura vzorků připravených metodou SPS (a) Mg–5Ti, (b) Mg–10Ti a (c) Mg–15Ti, původní zvětšení 200×



Obrázek 24 Mikrostruktura vzorků připravených metodou SPS a slinutí (a) Mg-5Ti, (b) Mg-10Ti a (c) Mg-15Ti, původní zvětšení 200×



Obrázek 25 Mikrostruktura vzorků připravených metodou SPS, slinutí a tepelné zpracování (a) Mg-5Ti, (b) Mg-10Ti a (c) Mg-15Ti, původní zvětšení 200×

4.1.3 Porovnání metod přípravy

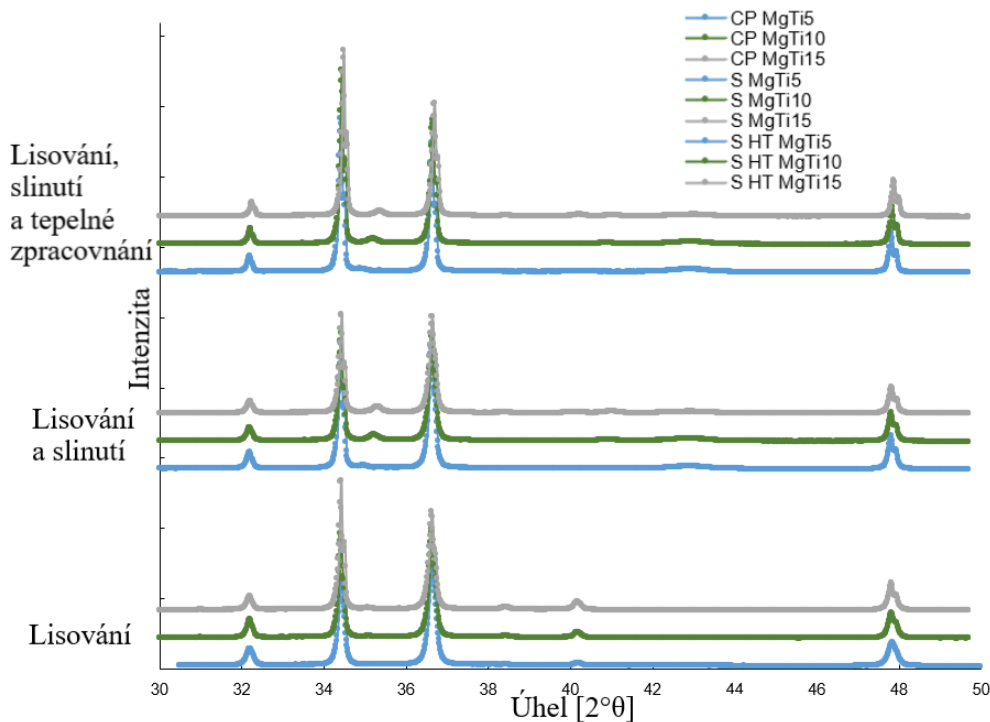
Při porovnání mikrostruktur materiálů po přípravě konvenčními metodami PM, Obrázek 20 až 22, a metodami SPS, Obrázek 23 až 25, byla u vzorků připravených metodou SPS pozorována jemnější zrna, což značí lepší mechanické vlastnosti. Také byl u těchto vzorků pozorován menší výskyt defektů. Dále byla pozorována mírná změna tvaru titanových částic. Tyto částice ztrácely svůj kulovitý tvar. U neizometrických částic se v částicových kompozitech k modelu vyztužení náhradou objemu přidává i model přenosu napětí, což zlepšuje mechanické vlastnosti materiálu [22, 27]. U vzorků připravených metodami SPS také nebylo pozorováno vypadávání částic titanu po přípravě metalografického výbrusu. U všech vzorků bylo pozorováno náhodné rozdělení částic titanu v hořčikové matici.

4.2 Stanovení obsahu fází

Kvůli upřednostňované orientaci krystalové mřížky v zrnech materiálu, není stanovení množství fází pomocí rentgenové difrakční analýzy přesné. Tato technika byla použita pouze ke stanovení vyskytujících se fází.

4.2.1 Série připravené konvenčními metodami PM

Obrázek 26 zobrazuje difraktogramy vzorků připravených konvenčními metodami, kde vzorky se stejným obsahem titanu jsou zobrazeny stejnou barvou. Při úhlu $2\theta \approx 32^\circ$, $2\theta \approx 34^\circ$, $2\theta \approx 37^\circ$ a $2\theta \approx 48^\circ$ lze pozorovat difrakci Mg s hexagonální strukturou. Při úhlu $2\theta \approx 35^\circ$ a $2\theta \approx 41^\circ$ lze pozorovat difrakci TiN s kubickou strukturou. Je patrné, že s větším naváženým obsahem Ti má tento pík větší intenzitu.



Obrázek 26 Difraktogramy vzorků připravených konvenčními metodami

Fáze vyskytující se ve vzorcích připravených konvenčními metodami PM zobrazuje Tabulka 7. Vyplývá z ní, že při použití techniky lisování dojde vlivem kyslíku obsaženého ve vzduchu k oxidaci hořčíku na oxid hořečnatý a hydroxid hořečnatý. U ostatních metod přípravy došlo k výskytu pouze oxidu hořečnatého, což je zdůvodněno reakcí dle rovnice (11), která probíhá v rozmezí teplot od 350 do 480 °C [48].



K této oxidaci došlo buď v průběhu úpravy vzorků pro metody charakterizace, anebo k ní došlo ve výchozím práškovém materiálu před převzetím od výrobce. Dále nebyl u konvenčních metod přípravy pozorován vznik tuhého roztoku, což může mít vliv na mechanické vlastnosti.

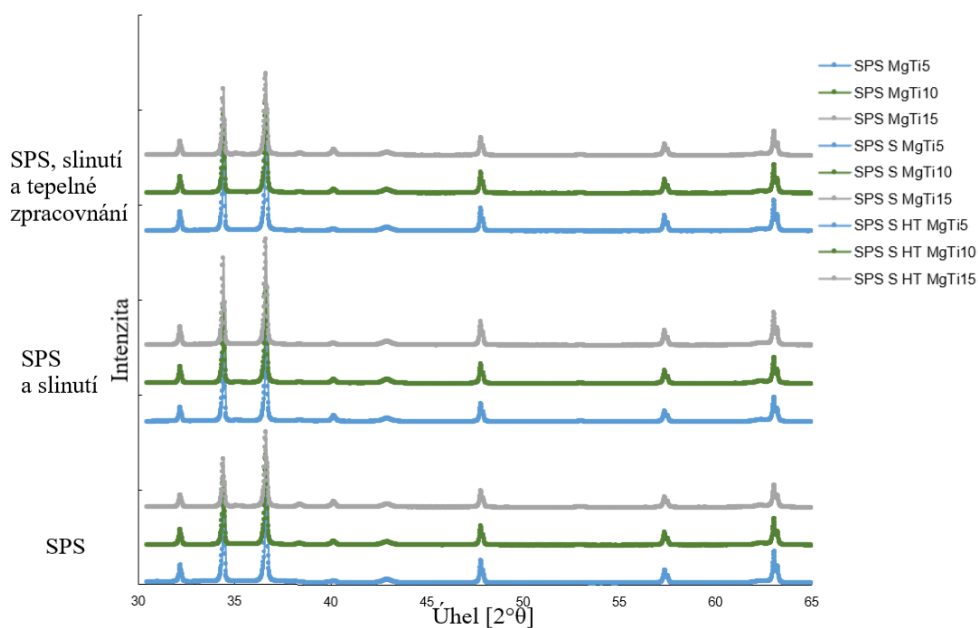
Po slinutí docházelo ve zkoumaných materiálech ke vzniku nitridu titanu, tato reakce je za zvýšené teploty pro titan v dusíkové atmosféře běžná [49]. Tento jev je způsoben přítomností plynného dusíku v pórech materiálu i přes snížený tlak v ampuli. Až při obsahu navážením obsahu titanu 15 % zůstala část titanové výztuže v hořčíkové matici nezreagovaná. Tento trend zůstal zachovaný i po tepelném zpracování. Vznik tuhého roztoku nebyl pozorován.

Tabulka 7 Fáze vyskytující se ve vzorcích po různých metodách přípravy

Metoda	Navážený obsah Ti [hm. %]		
	5	10	15
	Stanovené fáze		
Lisování za studena	Mg	Mg	Mg
	Ti	Ti	Ti
	Mg(OH) ₂	Mg(OH) ₂	Mg(OH) ₂
	MgO	MgO	MgO
Lisování za studena a slinutí	Mg	Mg	Mg
	MgO	MgO	MgO
	TiN	TiN	TiN
			Ti
Lisování za studena, slinutí a tepelné zpracování	Mg	Mg	Mg
	MgO	MgO	MgO
	TiN	TiN	TiN
			Ti

4.2.2 Série připravené pomocí metody SPS

Obrázek 27 zobrazuje difraktogramy vzorků připravených pomocí metod SPS, kde vzorky se stejným obsahem titanu jsou zobrazeny stejnou barvou. Při úhlu $2\theta \approx 32^\circ$, $2\theta \approx 34^\circ$, $2\theta \approx 37^\circ$, $2\theta \approx 48^\circ$, $2\theta \approx 58^\circ$ a $2\theta \approx 63^\circ$ lze pozorovat difrakci Mg s hexagonální strukturou. Při úhlu $2\theta \approx 41^\circ$ lze pozorovat difrakci Ti s hexagonální strukturou. Je patrné, že s větším naváženým obsahem Ti má tento pík větší intenzitu. Při úhlu $2\theta \approx 43^\circ$ lze pozorovat difrakci MgO s kubickou strukturou.



Obrázek 27 Difraktogramy vzorků připravených pomocí metod SPS

Fáze vyskytující se ve vzorcích připravených metodami SPS zobrazuje Tabulka 8. Vyplývá z ní, že při použití těchto metod, docházelo k částečné oxidaci hořčikové matrice na oxid hořečnatý. K oxidaci došlo ze stejných důvodů jako u příprav vzorků konvenčními metodami, anebo k ní došlo při převozu výchozích směsí a vzorků. Výskyt jiných sloučenin, či tuhého roztoku nebyl pozorován.

Tabulka 8 Fáze vyskytující se ve vzorcích po různých metodách přípravy

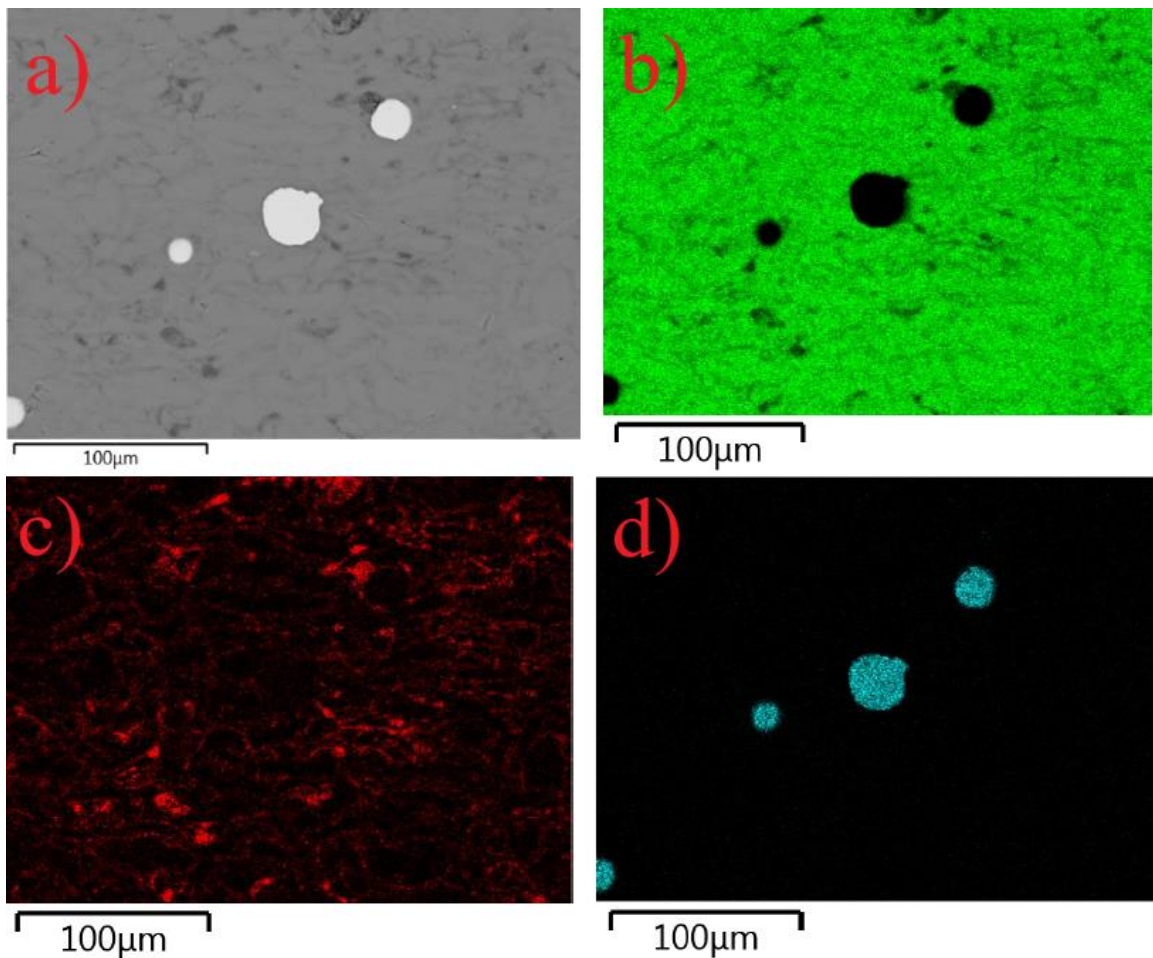
Metoda	Navážený obsah Ti [hm. %]		
	5	10	15
SPS	Mg	Mg	Mg
	MgO	MgO	MgO
	Ti	Ti	Ti
SPS a slinutí	Mg	Mg	Mg
	MgO	MgO	MgO
	Ti	Ti	Ti
SPS, slinutí a tepelné zpracování	Mg	Mg	Mg
	MgO	MgO	MgO
	Ti	Ti	Ti

4.2.3 Porovnání metod přípravy

Při porovnání fází vyskytujících se v materiálech po přípravě konvenčními metodami PM a metodami SPS bylo pozorováno, že u metod konvenčních docházelo v průběhu procesu ke vzniku sloučenin jako TiN, a dalším reakcím jako rozklad hydroxidu hořečnatého. U metod připravených metodami SPS nebyly podobné jevy pozorovány. U žádné z použitých metod nebyl pozorován vznik tuhého roztoku.

4.3 Stanovení obsahu prvků

Pomocí SEM s využitím EDS analýzy, byl stanoven obsah titanu v hořčíkové matici pro jednotlivé metody přípravy. Také byl pro každý vzorek zhotoven prvkový mapping. Příklad takového mappingu pro vzorek připravený lisováním za studena s naváženým obsahem titanu 5 % zobrazuje Obrázek 28. Ostatní prvkové mappingy jsou uvedeny v příloze, jako Obrázek 40 až Obrázek 56.



Obrázek 28 Prvkový mapping vzorku připraveného lisováním za studena s naváženým obsahem Ti 5 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti

4.3.1 Série připravené konvenčními metodami PM

Ze získaných dat, které zobrazuje Tabulka 9, vyplývá, že množství titanu neodpovídá navážené hodnotě, a to ve všech vzorcích. Tento fakt je nejspíše způsoben nedostatkem EDS analýzy, která má u částicových materiálů větší odchylku [10]. Tato měření probíhala při zvětšení 1000×. Při tomto zvětšení mohlo v konkrétním místě měření dojít k náhodnému shluku nebo rozdělení částic titanu, a tím tedy došlo ke značnému ovlivnění přesnosti měření. U vzorků, které mají nižší obsah titanu než navážený, mohlo také docházet k ulpívání titanu na stěnách vialky, v důsledku statických sil mezi titanem a jejími stěnami. Dané směsi byly tedy připraveny s odchylkou ± 3 hm. % titanu v hořčkové matici od naváženého obsahu titanu.

Tabulka 9 Navážené a stanovené množství titanu ve vzorcích

Metoda	Navážený obsah Ti [hm. %]		
	5	10	15
	Stanovený obsah Ti [hm. %]		
Lisování	2,47	6,87	9,15
Lisování a slinutí	4,70	12,44	15,61
Lisování, slinutí a tepelné zpracování	5,77	10,48	18,01

Dále byl stanoven obsah prvků ve vzorcích. Ze získaných dat vyplývá, že i přes zavedená opatření pro zamezení oxidace vzorků, došlo k jejímu výskytu. Tabulka 10 zobrazuje množství kyslíku v jednotlivých vzorcích, který se vyskytoval hlavně v oxidu hořečnatém a u vzorků připravených metodou lisování také v hydroxidu hořečnatém.

Tabulka 10 Naměřené množství prvků ve vzorcích

Metoda	Navážený obsah Ti [hm. %]	O [hm. %]	Mg [hm. %]	Ti [hm. %]
Lisování	5	5,46	92,07	2,47
	10	5,40	87,73	6,87
	15	5,92	84,94	9,15
Lisování a slinutí	5	6,08	89,22	4,70
	10	6,93	80,63	12,44
	15	7,48	76,91	15,61
Lisování, slinutí a tepelné zpracování	5	6,58	87,65	5,77
	10	7,80	81,72	10,48
	15	7,47	74,53	18,01

Pro přesnější stanovení obsahu prvků byla u série lisování, slinutí a tepelné zpracování využita XRF analýza. Tato analýza využívá většího objemu měřeného vzorku a je tak méně zatížena odchylkou způsobenou náhodnými shluky či rozdělením částic titanové výztuže v hořčikové matrici. Tabulka 11 zobrazuje naměřené hodnoty. Vyplývá z ní, že s vyšším obsahem titanu docházelo k větší odchylce od naváženého množství titanu. U vzorku, který má navážené množství Ti 5 % je tato odchylka 0,37 % a u vzorku, který má navážené množství Ti 15 % je tato odchylka 3,45 %.

Tabulka 11 Naměřené množství Mg a Ti pomocí XRF analýzy

Navážený obsah Ti [hm. %]	Mg [hm. %]	Ti [hm. %]
5	94,98	4,63
10	91,72	8,14
15	88,33	11,55

4.3.2 Série připravené pomocí metody SPS

Ze získaných dat, které zobrazuje Tabulka 12, vyplývá že množství titanu neodpovídá navážené hodnotě ve všech vzorcích. Tento fakt je způsoben stejnými důvody jako u přípravy vzorků konvenčními metodami. Dané směsi byly tedy připraveny s odchylkou ± 3 hm. % titanu v hořčikové matrici od naváženého obsahu titanu.

Tabulka 12 Navážené a stanovené množství titanu ve vzorcích

Metoda	Navážený obsah Ti [hm. %]		
	5	10	15
	Stanovený obsah Ti [hm. %]		
SPS	8,15	9,98	14,35
SPS a slinutí	4,85	9,43	11,80
SPS, slinutí a tepelné zpracování	4,87	12,33	16,14

Dále byl stanoven obsah prvků ve vzorcích. Ze získaných dat vyplývá, že i přes zavedená opatření pro zamezení oxidace vzorků, došlo i zde k jejímu výskytu. Tabulka 13 zobrazuje množství kyslíku v jednotlivých vzorcích, který se vyskytoval pouze v oxidu hořečnatém.

Tabulka 13 Naměřené množství prvků ve vzorcích

Metoda	Navážený obsah Ti [hm. %]	O [hm. %]	Mg [hm. %]	Ti [hm. %]
SPS	5	4,55	87,30	8,15
	10	4,50	85,52	9,98
	15	4,67	80,98	14,35
SPS a slinutí	5	4,53	90,62	4,85
	10	4,94	85,63	9,43
	15	4,55	83,65	11,80
SPS, slinutí a tepelné zpracování	5	4,75	90,38	4,87
	10	4,93	82,74	12,33
	15	4,58	79,27	16,14

Pro přesnější stanovení obsahu prvků byla u série SPS, slinutí a tepelné zpracování využita XRF analýza. Tabulka 14 zobrazuje naměřené hodnoty. Vyplývá z ní, že s vyšším obsahem titanu opět docházelo k větší odchylce od naváženého množství titanu. U vzorku, který má navážené množství Ti 5 % je tato odchylka 0,59 % a u vzorku, který má navážené množství Ti 15 % je tato odchylka 2,84 %.

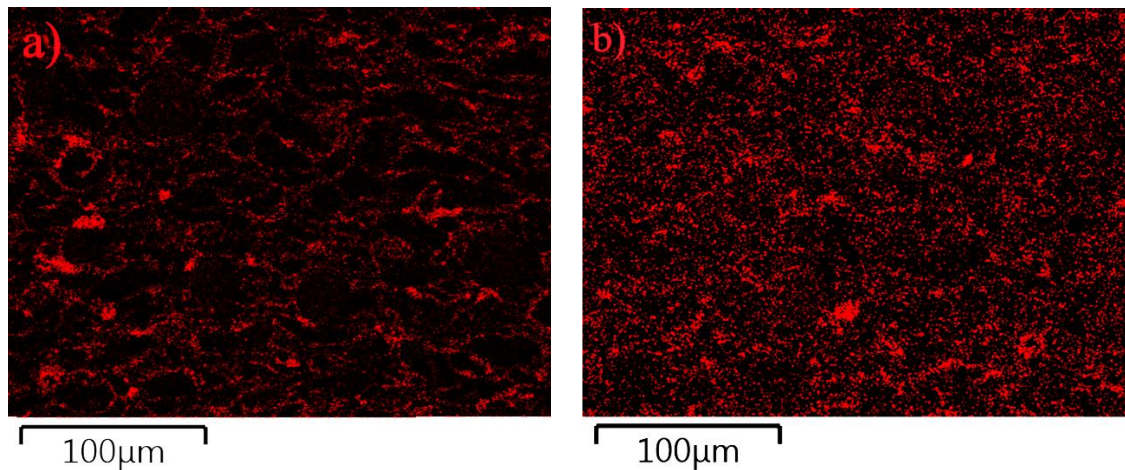
Tabulka 14 Naměřené množství Mg a Ti pomocí XRF analýzy

Navážený obsah Ti [hm. %]	Mg [hm. %]	Ti [hm. %]
5	95,32	4,41
10	91,56	8,27
15	87,63	12,16

4.3.3 Porovnání metod přípravy

Při porovnání obsahu prvků v materiálech po přípravě konvenčními metodami PM a metodami SPS bylo pozorováno, že ve vzorcích připravených pomocí metod SPS bylo obsaženo průměrně o 1,9 % méně kyslíku. Při přípravě vzorků pomocí metod SPS tedy dochází k oxidaci v menším rozsahu, což může značit lepší mechanické vlastnosti. U žádné z použitých metod nebyl pozorován vznik tuhého roztoku.

Obrázek 29 porovnává rozdělení kyslíku ve vzorcích. Je z něj patrné že u vzorků připravených pomocí metod SPS (b) je kyslík v materiálu rovnoměrněji rozdělený, oproti vzorkům připravených pomocí konvenčních metod přípravy (a). Tento jev je způsoben tím, že při použití metody SPS dochází k narušení vrstvy oxidu.



Obrázek 29 Prvkový mapping pro kyslík vzorku (a) Mg–Ti 5 připraveného pomocí konvenčních metod PM a (b) Mg–Ti 5 připraveného pomocí metod SPS

Metodou EDS nebyl v žádném ze vzorků pozorován výskyt TiN, oproti XRD analýze, kde k výskytu TiN docházelo při použití konvenčních metod přípravy. Tento jev vysvětluje skutečnost, že u EDS analýzy se píky přechodu z hladiny K pro titan a dusík překrývají, a nedají se tak od sebe odlišit.

4.4 Měření tvrdosti

Tvrdot byla měřena metodou dle Vickerse, při zatížení 1000 g po dobu 10 s. Všechny naměřené hodnoty byly vyhodnoceny pomocí Dean–Dixonova testu s využitím hladiny významovosti $\alpha = 0,05$.

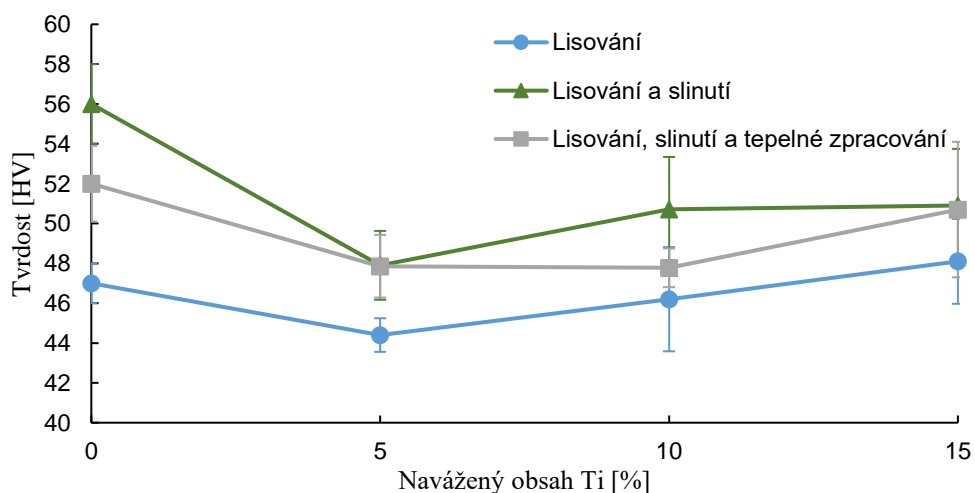
4.4.1 Série připravené konvenčními metodami PM

Z výsledků měření tvrdosti vzorků připravených konvenčními metodami vyplývá, že nejvyšší tvrdosti bylo dosaženo při přípravě vzorku lisováním a slinutím, a to $50,9 \pm 2,8$ HV1. Nejnižší tvrdosti bylo dosaženo při přípravě vzorku pouze lisováním, a to $44,4 \pm 0,8$ HV1. Tyto hodnoty jsou ve všech případech nižší než hodnoty tvrdosti čistého hořčíku. Výsledné hodnoty zobrazuje Tabulka 15.

Tabulka 15 Výsledné hodnoty tvrdostí pro konvenční metody přípravy

Metoda přípravy	Navážený obsah Ti [%]			
	0	5	10	15
Lisování	$47,0 \pm 1,0$	$44,4 \pm 0,8$	$46,2 \pm 2,6$	$48,1 \pm 2,1$
Lisování a slinutí	$56,0 \pm 2,0$	$47,9 \pm 1,7$	$50,7 \pm 2,6$	$50,9 \pm 2,8$
Lisování, slinutí a tepelné zpracování	$52,0 \pm 1,9$	$49,0 \pm 2,7$	$47,7 \pm 1,0$	$50,7 \pm 3,4$

Z průměrných hodnot tvrdostí byla vynesena závislost tvrdosti připraveného materiálu na obsahu titanu v hořčíkové matici, jak zobrazuje Obrázek 30. Z této závislosti, a z hodnot které uvádí Tabulka 15, je patrné, že s rostoucím obsahem titanu v hořčíkové matici docházelo k nárůstu tvrdosti. Vzorky bez obsahu titanu dosahovaly vyšších tvrdostí, což poukazuje na fakt, že v žádném ze vzorků nedošlo ke vzniku tuhého roztoku, který by se choval jako mezivrstva a zvyšoval tak adhezi matrici a výztuže. Titanová výztuž tedy u konvenčních metod přípravy přispívá pouze modelem náhrady objemu [27, 29]. Dále je z této závislosti patrné, že proces slinování zvyšuje tvrdost tohoto materiálu.



Obrázek 30 Závislost tvrdosti na obsahu Ti pro konvenční metody přípravy

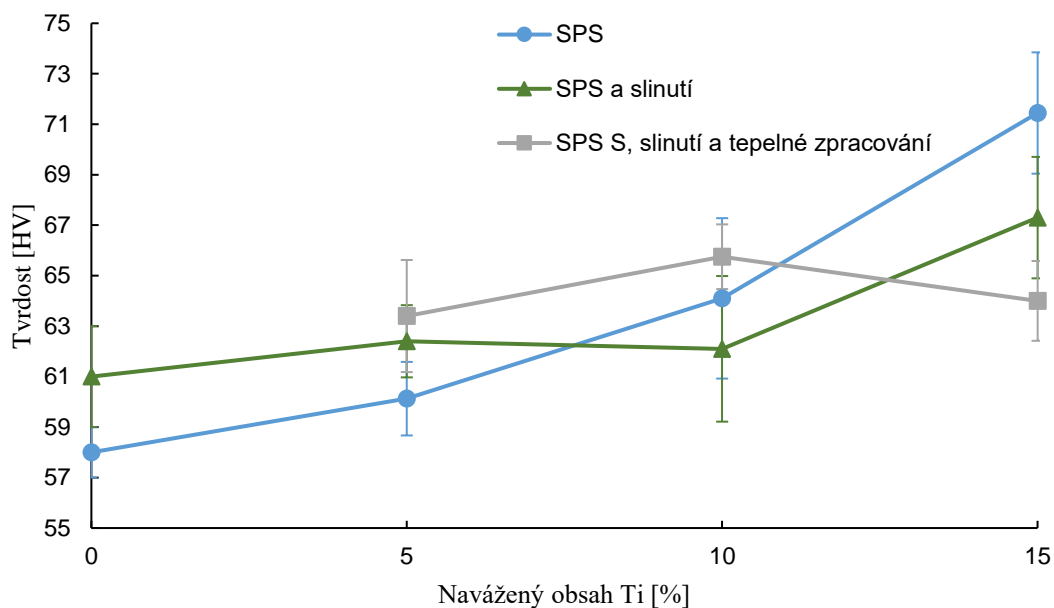
4.4.2 Série připravené pomocí metody SPS

Z výsledků měření tvrdosti připravených vzorků vyplývá, že nejvyšší tvrdosti bylo dosaženo při přípravě vzorku metodou SPS, a to $71,4 \pm 2,4$ HV 1. Výsledné hodnoty zobrazuje Tabulka 16.

Tabulka 16 Výsledné hodnoty tvrdostí pro přípravou metodou SPS

Metoda přípravy	Navážený obsah Ti [%]			
	0	5	10	15
	Tvrdost [HV]			
SPS	$58,0 \pm 1,0$	$60,1 \pm 1,5$	$64,1 \pm 3,2$	$71,4 \pm 2,4$
SPS a slinutí	$61,0 \pm 2,0$	$62,4 \pm 1,4$	$62,1 \pm 2,9$	$67,3 \pm 2,4$
SPS, slinutí a tepelné zpracování	x	$63,4 \pm 2,2$	$65,8 \pm 1,3$	$64,0 \pm 1,6$

Z průměrných hodnot tvrdostí byla vynesena závislost tvrdosti připraveného materiálu na obsahu titanu v hořčikové matici, jak zobrazuje Obrázek 31. Z této závislosti, a z hodnot které uvádí Tabulka 16, je patrné, že s rostoucím obsahem titanu v hořčikové matici docházelo k nárůstu tvrdosti. Výjimku z tohoto trendu představuje vzorek po a tepelném zpracování, kde došlo k poklesu tvrdosti.



Obrázek 31 Závislost tvrdosti na obsahu Ti pro přípravu metodu SPS

4.4.3 Porovnání metod přípravy

Při porovnání tvrdostí materiálů po přípravě konvenčními metodami PM a metodami SPS bylo pozorováno, že vzorky připravené pomocí metod SPS dosahují vyšších hodnot tvrdosti. Vzorek dosahující nejvyšších tvrdostí připravený konvenčními metodami měl o 9,2 HV nižší tvrdost než vzorek dosahující nejnižších tvrdostí připravený pomocí metod SPS.

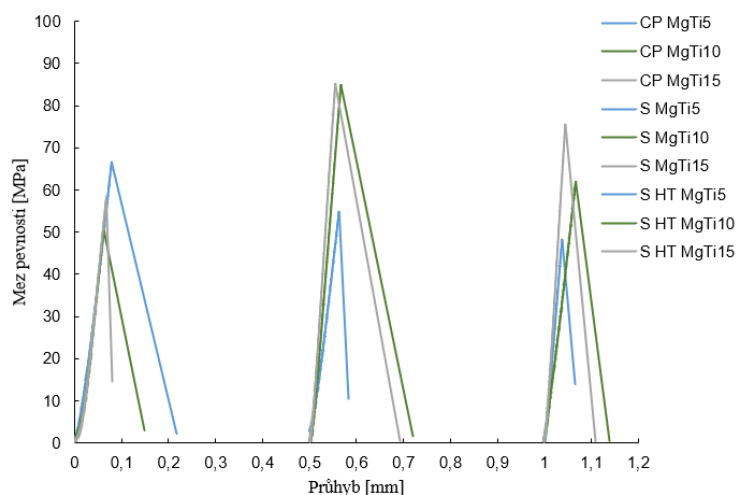
U vzorků připravených metodou SPS docházelo se zvyšujícím se obsahem titanu k nárůstu tvrdosti, oproti vzorkům připravených konvenčními metodami, kde po přidání titanu do hořčkové matrice došlo nejprve ke snížení tvrdosti. Tento jev poukazuje na to, že při použití metod SPS může docházet ke vzniku velmi malého množství tuhého roztoku, který se chová jako mezivrstva a zvyšuje tak tvrdost materiálu. Množství tuhého roztoku je pod limity detekce EDS i XRD analýzy, které neprokázaly jeho přítomnost. Nebo může tato mezivrstva vznikat v důsledku deformačního zpevnění [12], které vzniká při stlačení materiálu během jeho výroby. Pokles tvrdosti tedy může značit rozpad tuhého roztoku, anebo relaxaci deformačního zpevnění a zhrubnutím zrna hořčkové matrice. V obou případech tedy dochází ke snížení velikosti mezivrstvy mezi maticí a výztuží.

4.5 Ohybová zkouška

Pro ohybovou zkoušku byl pro každou metodu přípravy použit pouze jeden ze vzorků. Vzorky byly také broušeny ručně a jejich strany na sebe nebyly dokonale kolmé. Měření tak bylo zatíženo velikou odchylkou.

4.5.1 Série připravené konvenčními metodami PM

U sérií připravených konvenčními metodami byla provedena ohybová zkouška. Záznam ohybových křivek zobrazuje Obrázek 32, kde vzorky se stejným obsahem titanu jsou zobrazeny stejnou barvou. Je z nich patrné, že série po slinutí dosahovaly nejvyšších mezí pevnosti.



Obrázek 32 Záznam ohybových křivek pro konvenční metody přípravy

Hodnoty mezí pevnosti pro jednotlivé metody přípravy uvádí Tabulka 17. Tyto hodnoty jsou zatíženy příliš velikou odchylkou pro objektivní zhodnocení přítomných trendů. Ruční příprava trámečků pro ohybovou zkoušku je tedy nevyhovující, protože nezaručuje kolmost všech stran vzorku, což následně zkresluje naměřené hodnoty. Pro konkrétní zhodnocení mezí pevnosti je nutno provést více zkoušek a upravit metodu přípravy vzorků.

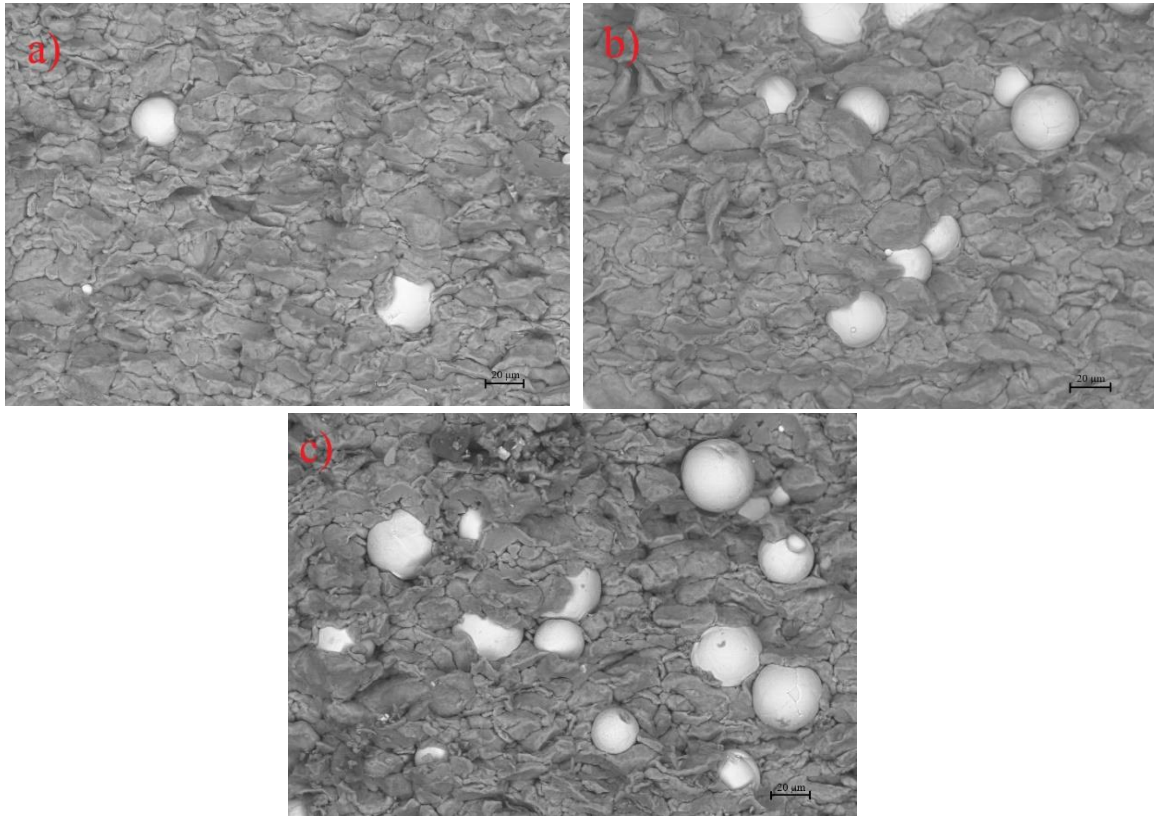
Tabulka 17 Naměřené hodnoty mezí pevnosti pro vzorky připravené konvenčními metodami přípravy

Metoda	Navážený obsah Ti [%]			
	0	5	10	15
	Mez pevnosti [MPa]			
Lisování	47,00	66,53	50,54	58,27
Lisování a slinutí	61,26	54,80	84,80	85,17
Lisování, slinutí a tepelné zpracování	56,27	48,22	62,04	75,49

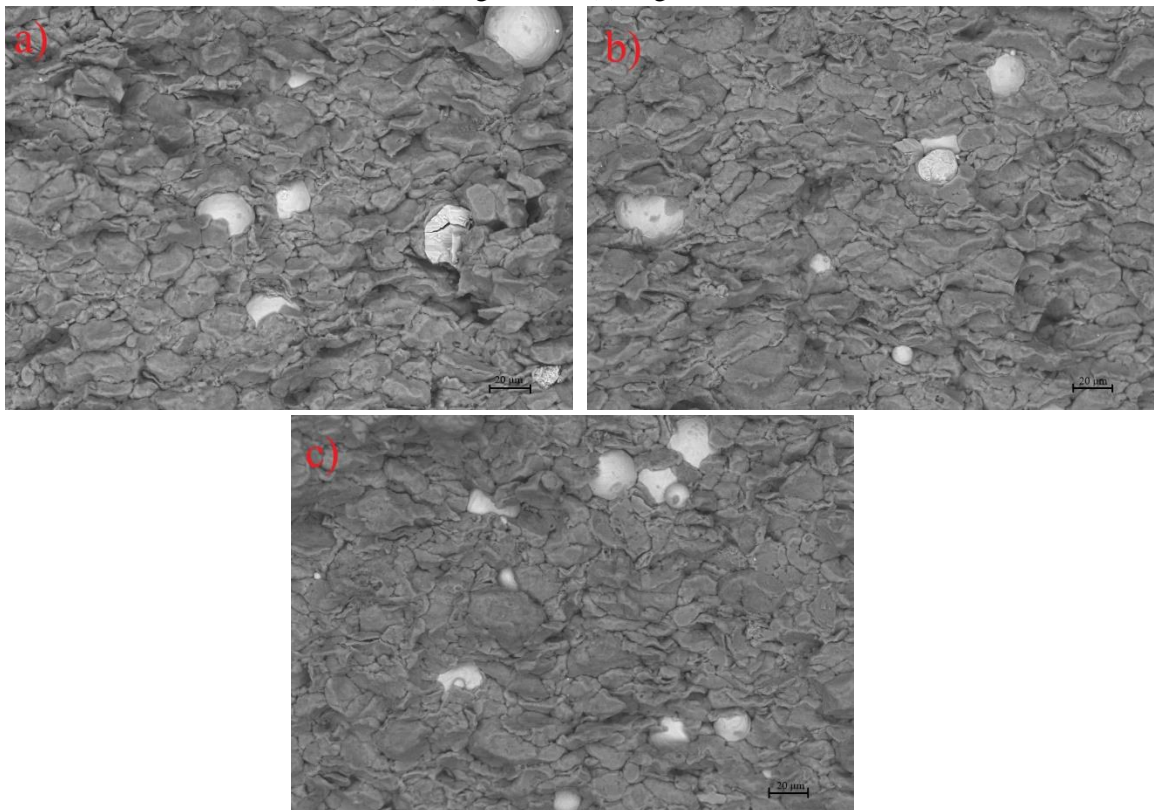
4.5.1.1 Fraktografické hodnocení

Obrázek 33 zachycuje lomovou plochu vzorků připravených metodou lisování za studena. Je z něj patrné že u této série došlo při ohybové zkoušce ke štěpnému transkrystalickému lomu, což vysvětluje skutečnost, že u této metody přípravy nedochází k difuznímu spojení matrice s výztuží. Částice matrice a výztuže jsou do sebe pouze mechanicky zaklesnuty.

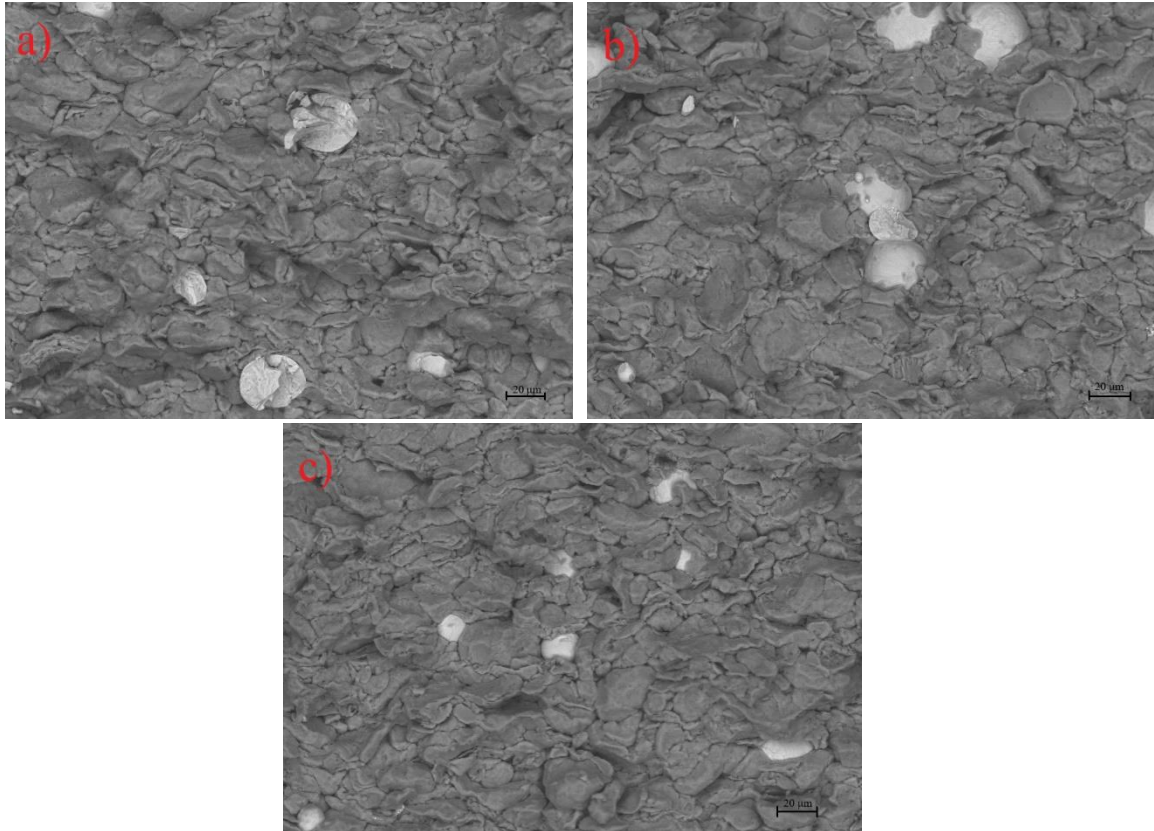
Obrázek 34 (a), (b) Obrázek 35 (a), (b) zachycují lomové plochy vzorků připravených metodami s tepelnou úpravou. Je z nich patrné, že u těchto sérií došlo ke štěpnému interkrystalickému lomu, protože lomová plocha prochází i částicemi titanu. Tyto částice jsou tedy s matricí difuzně spojeny. Vzorky připravené těmito metodami tak mají vyšší soudržnost než vzorky připravené lisováním.



Obrázek 33 Lomová plocha vzorků připravených metodou lisování za studena (a) Mg–5Ti, (b) Mg–10Ti a (c) Mg–15Ti



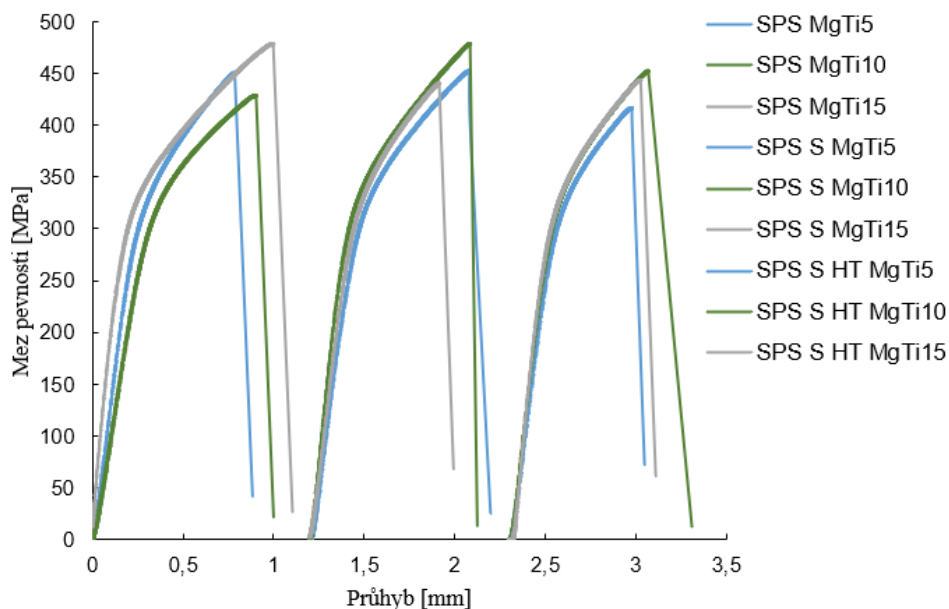
Obrázek 34 Lomová plocha vzorků připravených metodou lisování za studena a slinutí (a) Mg–5Ti, (b) Mg–10Ti a (c) Mg–15Ti



Obrázek 35 Lomová plocha vzorků připravených metodou lisování za studena, slinutí a tepelné zpracování (a) Mg-5Ti, (b) Mg-10Ti a (c) Mg-15Ti

4.5.2 Série připravené pomocí metody SPS

U sérií připravených pomocí metody SPS byla provedena ohybová zkouška. Záznam ohybových křivek zobrazuje Obrázek 36, kde vzorky se stejným obsahem titanu jsou zobrazeny stejnou barvou. Je z nich patrné, že všechny série dosahovaly podobných hodnot mezí pevnosti. Po přípravě vzorku pomocí metody SPS, tedy nemá další tepelná úprava vliv na mez pevnosti.



Obrázek 36 Záznam ohybových křivek pro přípravy metodou SPS

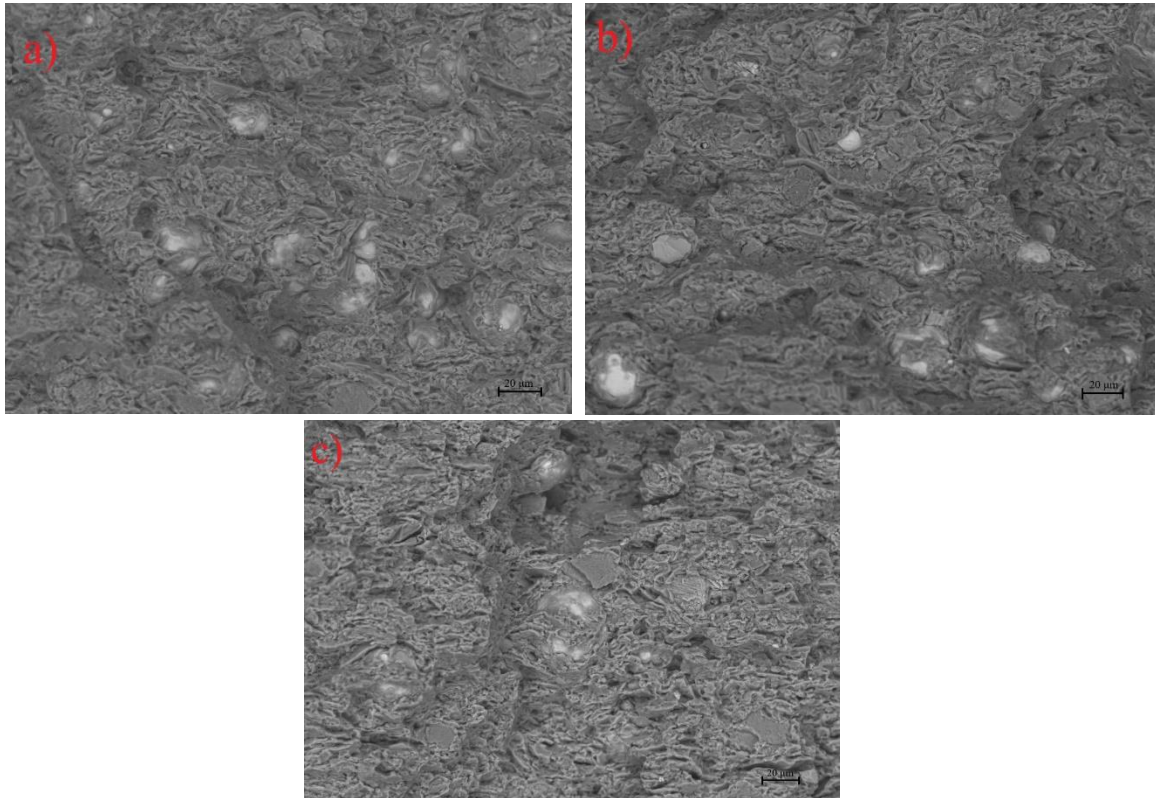
Hodnoty mezí pevnosti pro jednotlivé metody přípravy uvádí Tabulka 18. Tyto hodnoty jsou opět zatíženy příliš velikou odchylkou pro objektivní zhodnocení přítomných trendů.

Tabulka 18 Naměřené hodnoty mezí pevnosti pro vzorky připravené metodou SPS

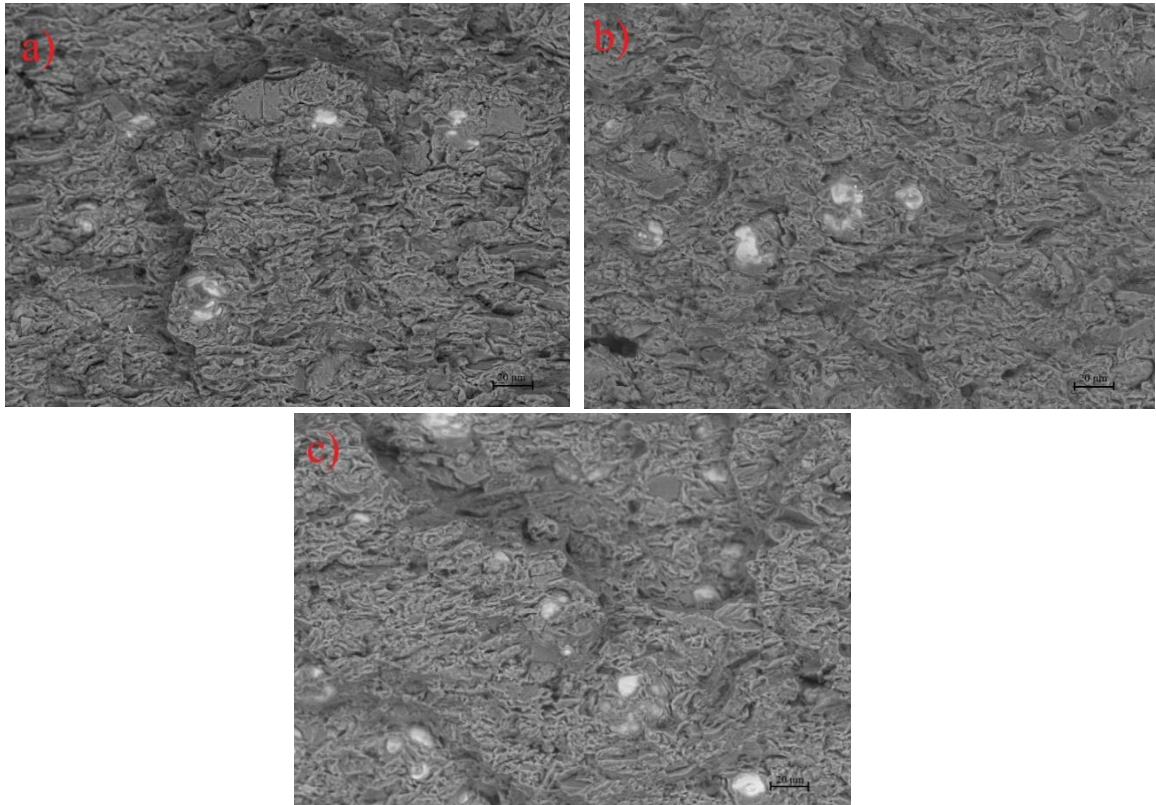
Metoda	Navážený obsah Ti [%]		
	5	10	15
	Mez pevnosti [MPa]		
SPS	450,82	428,45	478,50
SPS a slinutí	452,60	478,60	440,57
SPS, slinutí a tepelné zpracování	416,68	452,30	443,54

4.5.2.1 Fraktografické hodnocení

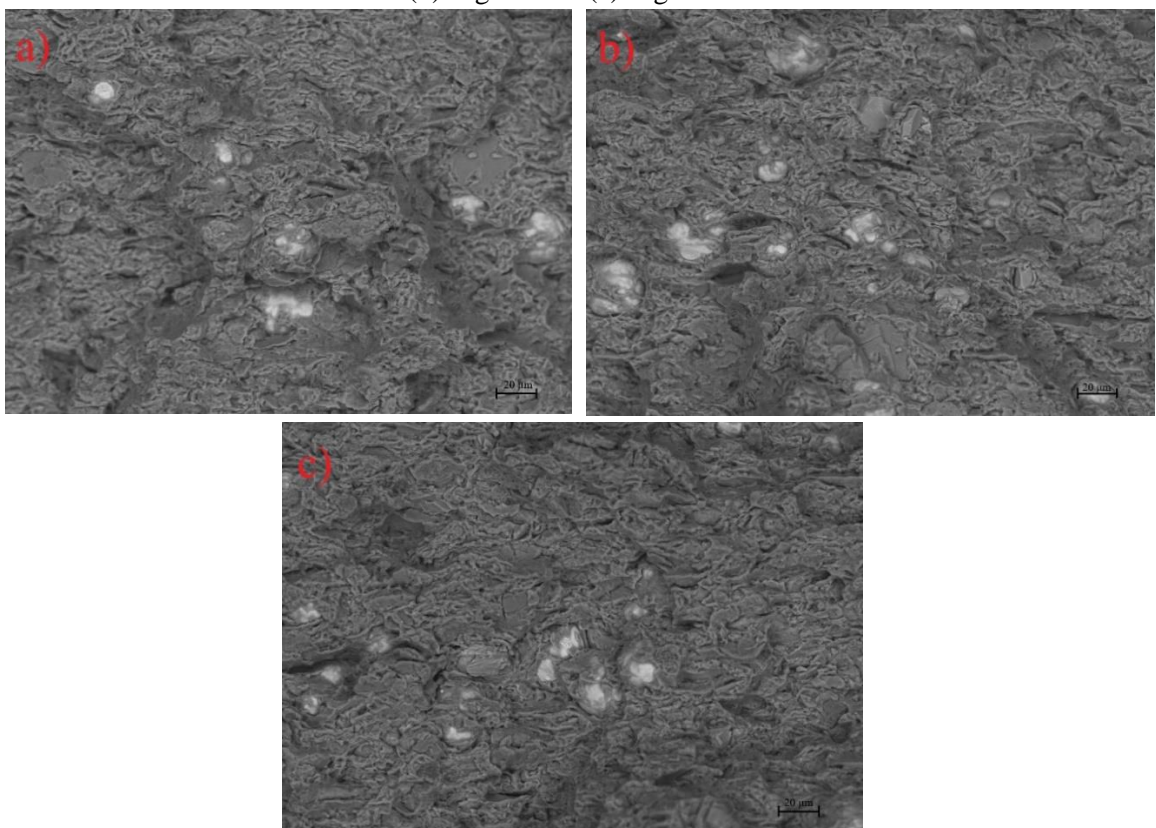
Obrázek 37, Obrázek 38 a Obrázek 39 zachycují lomovou plochu vzorků připravených pomocí metod SPS. Je z nich patrné, že při ohybové zkoušce došlo k tvárnému transkrystalickému lomu. Částice titanové výztuže jsou tak s matricí difuzně spojeny. Toto spojení je velmi pevné, protože po přetržení zůstala část matrice spojena s výztuží. Adhezní síly mezi matricí a výztuží, jsou tak větší než kohezní síly v matrici.



Obrázek 37 Lomová plocha vzorků připravených metodou SPS (a) Mg–5Ti, (b) Mg–10Ti a (c) Mg–15Ti



Obrázek 38 Lomová plocha vzorků připravených metodou SPS a slinutí (a) Mg-5Ti, (b) Mg-10Ti a (c) Mg-15Ti



Obrázek 39 Lomová plocha vzorků připravených metodou SPS, slinutí a tepelné zpracování (a) Mg-5Ti, (b) Mg-10Ti a (c) Mg-15Ti

4.5.3 Porovnání metod přípravy

Při porovnání mezí pevnosti materiálů po přípravě konvenčními metodami PM a metodami SPS bylo pozorováno, že vzorky připravené pomocí metod SPS dosahují až 5× vyšších hodnot mezí pevnosti. Tento jev je vysvětlen tím, že při přípravě vzorků pomocí metod SPS dochází ke vzniku kompaktnějšího materiálu s jemnoznější mikrostrukturou. Také k vyšším hodnotám mezí pevnosti přispívá menší obsah kyslíku, a tedy menší obsah oxidu hořečnatého v materiálu. U vzorků připravených pomocí metod SPS, také nebyl pozorován výskyt TiN. V poslední řadě se díky pozorované změně tvaru části titanové výztuže k modelu náhrady objemu přidává také model přenosu napětí [1, 3, 27, 29].

Při porovnání fraktografického zhodnocení použitých metod, bylo zjištěno, že u vzorků připravených pomocí metody SPS dochází k tvárnému transkrystalickému lomu a připravené materiály tedy nepraskají křehce. Také byla u těchto metod pozorována lepší soudržnost matrice s výztuží. Tyto skutečnosti značí vyšší hodnoty mezí pevnosti vzorků připravených pomocí metod SPS.

5 ZÁVĚR

V teoretické části této práce byly popsány vlastnosti výchozích materiálů, tedy hořčíku a titanu, a bylo zdůvodněno proč je z nich obtížné vyrobit slitinu. Také byl zmíněn možný přínos tohoto lehkého materiálu pro různá odvětví průmyslu. Dále byla popsána prášková metalurgie a její aplikovatelnost systém Mg–Ti. Další kapitola teoretické části byla zaměřena na částicové kompozity. V rešerši současného výzkumu problematiky systému Mg–Ti byly zmíněny další možné postupy přípravy tuhého roztoku těchto kovů.

V experimentální části této práce byla popsána příprava a charakterizace objemového materiálu Mg–Ti z výchozích práškových materiálů. Vzorky byly připraveny pomocí konvenčních metod PM a také pomocí metod SPS.

- Byly připraveny objemové materiály s různými obsahy titanové výztuže v hořčíkové matici
- Pozorováním mikrostruktury bylo zjištěno, že titanová výztuž je v hořčíkové matici rozdělena náhodně, a nedochází tak k jejímu shlukování či rozdělování
- Provedením XRD analýzy byly stanoveny fáze přítomné v objemových materiálu
- Pomocí SEM s využitím EDS analýzy, a také pomocí XRF analýzy byl stanoven obsah titanové výztuže v hořčíkové matici. Bylo zjištěno, že s rostoucím obsahem titanové výztuže ve výsledném materiálu dochází k větší odchylce od naváženého množství této výztuže
- Měření tvrdosti u konvenčních metod PM docházelo s vyšším obsahem titanové výztuže v hořčíkové matici k nárůstu tvrdosti. Tyto hodnoty byly však nižší než hodnoty tvrdosti samotné hořčíkové matrice. Měření tvrdosti u vzorků připravených pomocí SPS docházelo s vyšším obsahem titanové výztuže v hořčíkové matici k nárůstu tvrdosti
- Při fraktografickém hodnocení byl u vzorků připravených lisováním pozorován štěpný transkrystalický lom. U vzorků s tepelnou úpravou byl pozorován štěpný interkrystalický lom. U vzorků připravených pomocí metod SPS docházelo k tvárnému transkrystalickému lomu
- Přípravou pomocí SPS bylo dosaženo jemnozrnější mikrostruktury a menšího výskytu defektů. Použitím této metody také docházelo k oxidaci v menší míře. Také nedocházelo ke vzniku nežádoucích sloučenin jako TiN. Touto metodou bylo dosaženo také lepších mechanických vlastností jako vyšší tvrdosti a 5× vyšší meze pevnosti, než u konvenčních metod přípravy
- Pomocí SEM s využitím EDS analýzy ani XRD analýzou nebyla prokázána přítomnost tuhého roztoku Mg–Ti

V této práci bylo popsáno chování binárního systému Mg–Ti. Jsou tak podány podklady k dalším bakalářským či diplomovým pracím, které by se mohly zabývat porozitou, nebo odolností vůči korozi takto připravených materiálů. Práce také dává podklady pro studium složitějších systémů jako například ternárního systému Mg–Ti–Al.

POUŽITÁ LITERATURA

- [1] POLMEAR, I. J., Jian-Feng NIE, Ma QIAN a David STJOHN. *Light alloys: metallurgy of the light metals*. Fifth edition. Oxford: Butterworth-Heinemann, an imprint of Elsevier, [2017]. ISBN 978-008-0994-314.
- [2] IMMARIGEON, J-P., R.T. HOLT, A.K. KOUL, L. ZHAO, W. WALLACE a J.C. BEDDOES. Lightweight materials for aircraft applications. *Materials Characterization*. 1995, **35**(1), 41-67. DOI: 10.1016/1044-5803(95)00066-6. ISSN 10445803. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/1044580395000666>
- [3] FRIEDRICH, Horst E. a Barry Leslie MORDIKE, ed. *Magnesium Technology: Metallurgy*, reprint Design Data, Applications. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2010. ISBN 978-3-642-05825-7.
- [4] CAMPBELL, F. C. *Elements of metallurgy and engineering alloys*. Materials Park, Ohio: ASM International, c2008. ISBN 978-0-87170-867-0.
- [5] J.L., Murray. *The Mg-Ti (Magnesium-Titanium) System*. Bulletin of Alloy Phase Diagrams. National Bureau of Standards, 1972, 1972(Vol. 7 3), 4.
- [6] FROES, F. H., D. ELIEZER a E. AGHION. *The science, technology, and applications of magnesium*. JOM. 1998, 50(9), 30-34. DOI: 10.1007/s11837-998-0411-6. ISSN 1047-4838. Dostupné také z: <http://link.springer.com/10.1007/s11837-998-0411-6>
- [7] LÜTJERING, G. a J.C. WILLIAMS. *Titanium*. 2nd edition. Berlin: Springer-Verlag, 2007. ISBN 1619-0181.
- [8] SANKARAN, Krishnan K. a Rajiv S. MISHRA. Introduction. *Metallurgy and Design of Alloys with Hierarchical Microstructures*. Elsevier, 2017, 2017, , 1-20. DOI: 10.1016/B978-0-12-812068-2.00001-1. ISBN 9780128120682. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780128120682000011>
- [9] SKOTNICOVÁ, Kateřina a Miroslav KURSA. *PRÁŠKOVÁ METALURGIE*. Ostrava, 2013. ISBN 978-80-248-3378-1.
- [10] UPADHYAYA, G. S. *Powder metallurgy technology*. Cambridge: Cambridge International Science Publishing, 2002. ISBN 18-983-2640-1.
- [11] HIRSCH, J. a T. AL-SAMMAN. Superior light metals by texture engineering: Optimized aluminum and magnesium alloys for automotive applications. *Acta Materialia*. 2013, (Vol. 61 3), 26. DOI: 10.1016/j.actamat.2012.10.044.
- [12] BAO, G., J.W. HUTCHINSON a R.M. MCMEEKING. Particle reinforcement of ductile matrices against plastic flow and creep. *Acta Metallurgica et Materialia*. 1991, **39**(8), 1871-1882. DOI: 10.1016/0956-7151(91)90156-U. ISSN 09567151. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/095671519190156U>
- [13] KIPOUROS, Georges J. a Donald R. SADOWAY. THE CHEMISTRY AND ELECTROCHEMISTRY OF MAGNESIUM PRODUCTION. *Advances in Molten Salt Chemistry*. 1987, (Vol. 6), 70.
- [14] VOJTĚCH, Dalibor. *Kovové materiály*. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2006. ISBN 80-708-0600-1.
- [15] SURYANARAYANA, C. a F. H. FROES. *Nanocrystalline titanium-magnesium alloys through mechanical alloying*. J. Mater. Res. 1990, Sep 1990(Vol. 5, 9), 7.

- [16] LEYENS, C. a M. PETERS. *Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications*. Köln Germany: German Aerospace Center Institute of Materials Research, 2003. ISBN 3-527-30339-1.
- [17] DUNCAN, Ronald. *Plating and Surface Finish*. 1996, 83.
- [18] RICHTER, Jan, Tomáš SVĚRÁK a Petr STEHLÍK. *Chemické inženýrství I*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, 2004. ISBN 80-214-2568-7.
- [19] KONDOH, Katsuyoshi. *Powder metallurgy*. Rijeka, Croatia: Janeza Trdine, 2012. ISBN 978-953-51-0071-3.
- [20] DOMBROWSKI, N. a W.R. JOHNS. *Applied mechanics reviews*. Volume 41, Number 10. The American Society of Mechanical Engineers, 1988. ISBN ISSN 0003-6900.
- [21] JANČÁŘ, Josef. *Úvod do materiálového inženýrství polymerních kompozitů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2003. ISBN 80-214-2443-5.
- [22] KANG, Suk-Joong L. *Sintering: densification, grain growth, and microstructure*. Amsterdam: Elsevier, 2005. ISBN 07-506-6385-5
- [23] SHARMA, N., S. N. ALAM a B. C. RAY, 2019. *Fundamentals of Spark Plasma Sintering (SPS): An Ideal Processing Technique for Fabrication of Metal Matrix Nanocomposites*. Spark Plasma Sintering of Materials. Cham: Springer International Publishing, 2019-02-19, 21-59. DOI: 10.1007/978-3-030-05327-7_2. ISBN 978-3-030-05326-0. Dostupné také z: http://link.springer.com/10.1007/978-3-030-05327-7_2
- [24] CAVALIERE, Pasquale, B. SADEGHI a A. SHABANI, 2019. *Spark Plasma Sintering: Process Fundamentals*. Spark Plasma Sintering of Materials. Cham: Springer International Publishing, 2019-02-19, 3-20. DOI: 10.1007/978-3-030-05327-7_1. ISBN 978-3-030-05326-0. Dostupné také z: http://link.springer.com/10.1007/978-3-030-05327-7_1
- [25] MAMEDOV, V. Spark plasma sintering as advanced PM sintering method. *Powder Metallurgy*. 2013, **45**(4), 322-328. DOI: 10.1179/003258902225007041. ISSN 0032-5899. Dostupné také z: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/003258902225007041>
- [26] SHEN, Zhijian, Mats JOHNSON, Zhe ZHAO a Mats NYGREN. Spark Plasma Sintering of Alumina. *Journal of the American Ceramic Society*. 2002, **85**(8), 1921-1927. DOI: 10.1111/j.1151-2916.2002.tb00381.x. ISSN 00027820. Dostupné také z: <http://doi.wiley.com/10.1111/j.1151-2916.2002.tb00381.x>
- [27] JANČÁŘ, Josef. *Úvod do materiálového inženýrství polymerních kompozitů*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, 2003. ISBN 80-214-2443-5.
- [28] *Kompozitní materiály a jejich technologie I* [online]. Brno: P. Poláček [cit. 2020-03-04]. Dostupné z: <https://moodle.vutbr.cz/enrol/index.php?id=212218>
- [29] KAINER, K.U. *Metal Matrix Composites.: Custom-made Materials for Automotive and Aerospace Engineering*. Weinheim, 2006. ISBN 3-527-31360-5.
- [30] PAI, B. C., Geetha RAMANI, R. M. PILLAI a K. G. SATYANARAYANA. Role of magnesium in cast aluminium alloy matrix composites. *Journal of Materials Science*. 1995, **30**(8), 1903-1911. DOI: 10.1007/BF00353012. ISSN 0022-2461. Dostupné také z: <http://link.springer.com/10.1007/BF00353012>
- [31] BRDIČKA, Miroslav, Ladislav SAMEK a Bruno SOPKO. *Mechanika kontinua*. Vyd. 3., rev. Praha: Academia, 2005. Česká matice technická (Academia). ISBN 80-200-1344-X.

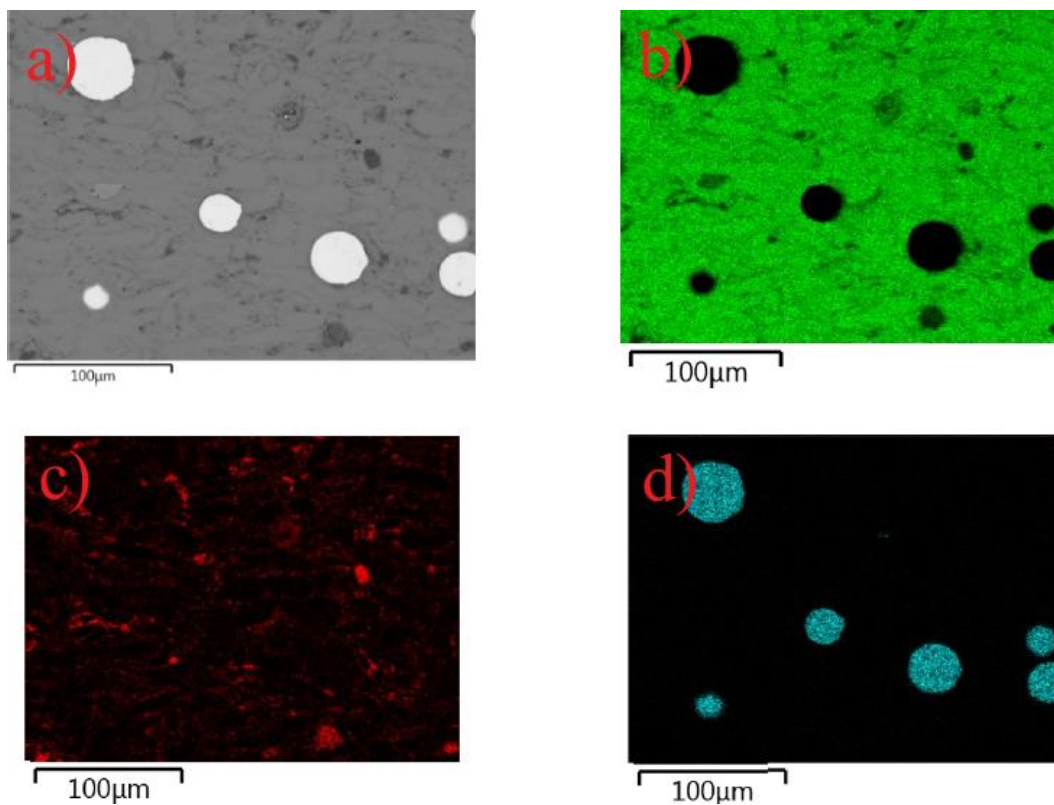
- [32] STARINK, M.J., P. WANG, I. SINCLAIR a P.J. GREGSON. Microstructure and strengthening of Al–Li–Cu–Mg alloys and MMCs: II. Modelling of yield strength. *Acta Materialia*. 1999, **47**(14), 3855–3868. DOI: 10.1016/S1359-6454(99)00228-1. ISSN 13596454. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645499002281>
- [33] DEY, Abhijit a Krishna Murari PANDEY. MAGNESIUM METAL MATRIX COMPOSITES - A REVIEW. Department of mechanical engineering, National institute of technology, Silchar, Assam-788010, India. **2015**(42), 10.
- [34] KIM, Chang-Soo, Il SOHN, Marjan NEZAFATI, J. B. FERGUSON, Benjamin F. SCHULTZ, Zahra BAJESTANI-GOHARI, Pradeep K. ROHATGI a Kyu CHO. Prediction models for the yield strength of particle-reinforced unimodal pure magnesium (Mg) metal matrix nanocomposites (MMNCs). *Journal of Materials Science*. 2013, **48**(12), 4191–4204. DOI: 10.1007/s10853-013-7232-x. ISSN 0022-2461. Dostupné také z: <http://link.springer.com/10.1007/s10853-013-7232-x>
- [35] LLOYD, D. J. Particle reinforced aluminium and magnesium matrix composites. *International Materials Reviews*. 2013, **39**(1), 1–23. DOI: 10.1179/imr.1994.39.1.1. ISSN 0950-6608. Dostupné také z: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/imr.1994.39.1.1>
- [36] Magnesium AZ61A Alloy (UNS M11610). *AZO MATERIALS* [online]. 2012 [cit. 2020-02-28]. Dostupné z: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=6708>
- [37] SUMITOMO, T., C.H. CÁCERES a M. VEIDT. *The elastic modulus of cast Mg–Al–Zn alloys*. *Journal of Light Metals*. 2002, 2(1), 49–56. DOI: 10.1016/S1471-5317(02)00013-5. ISSN 14715317. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1471531702000135>
- [38] GUTMAN, E. M., Ya. UNIGOVSKI, A. ELIEZER a E. ABRAMOV. *Journal of Materials Synthesis and Processing*. **8**(3/4), 133–138. DOI: 10.1023/A:1011399723559. ISSN 10647562. Dostupné také z: <http://link.springer.com/10.1023/A:1011399723559>
- [39] LIANG, G. a R. SCHULZ. Synthesis of Mg–Ti alloy by mechanical alloying. *Kluwer Academic Publishers*. 2003, , 6.
- [40] LU, L., M.O. LAI a L. FROYEN. Effects of mechanical milling on the properties of Mg–10.3% Ti and Mg–5% Al–10.3% Ti metal–metal composite. *Journal of Alloys and Compounds*. 2005, **387**(1–2), 260–264. DOI: 10.1016/j.jallcom.2004.06.083. ISSN 09258388. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838804008977>
- [41] MAWEJA, Kasonde, Maje PHASHA a Nic VAN DER BERG. Microstructure and crystal structure of an equimolar Mg–Ti alloy processed by Simoloyer high-energy ball mill. *Powder Technology*. 2010, **199**(3), 256–263. DOI: 10.1016/j.powtec.2010.01.014. ISSN 00325910. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0032591010000446>
- [42] MOTEVALLI, Parisa Darvish a Beitallah EGHBALI. Microstructure and mechanical properties of Tri-metal Al/Ti/Mg laminated composite processed by accumulative roll bonding. *Materials Science and Engineering: A*. 2015, **628**, 135–142. DOI: 10.1016/j.msea.2014.12.067. ISSN 09215093. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509314015676>

- [43] SINHA, S.K., S.U. REDDY a M. GUPTA. Scratch hardness and mechanical property correlation for Mg/SiC and Mg/SiC/Ti metal–matrix composites. *Tribology International*. 2006, **39**(2), 184-189. DOI: 10.1016/j.triboint.2005.04.017. ISSN 0301679X. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0301679X05001428>
- [44] SONG, Guang-Ling a Daad HADDAD. *The topography of magnetron sputter-deposited Mg–Ti alloy thin films*. *Materials Chemistry and Physics*. 2011, 125(3), 548-552. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2010.10.018. ISSN 02540584. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0254058410008345>
- [45] Schumann, S, and Friedrich, F. *The use of magnesium in cars - today and in future*. Germany: N. p., 1998. Web.
- [46] *GoodFellow* [online]. UK, 2020 [cit. 2020-03-31]. Dostupné z: <http://www.goodfellow.com/E/Magnesium-Metal.html>
- [47] *GoodFellow* [online]. UK, 2020 [cit. 2020-03-31]. Dostupné z: <http://www.goodfellow.com/E/Titanium-Metal.html>
- [48] *All reactions: MAGNESIUM HYDROXIDE - Mg(OH)2* [online]. [cit. 2020-05-17]. Dostupné z: <http://www.allreactions.com/index.php/group-2a/magnesium/magnesium-hydroxide>
- [49] ANTTILA, A., J. RÄISÄNEN a J. KEINONEN. Diffusion of nitrogen in α -Ti. *Applied Physics Letters*. 1983, **42**(6), 498-500. DOI: 10.1063/1.93981. ISSN 0003-6951. Dostupné také z: <http://aip.scitation.org/doi/10.1063/1.93981>
- [50] *Microscopy Australia: Accuracy, Precision and Detection Limits* [online]. 2014 [cit. 2020-05-15]. Dostupné z: <https://myscope.training/legacy/analysis/eds/accuracy/>

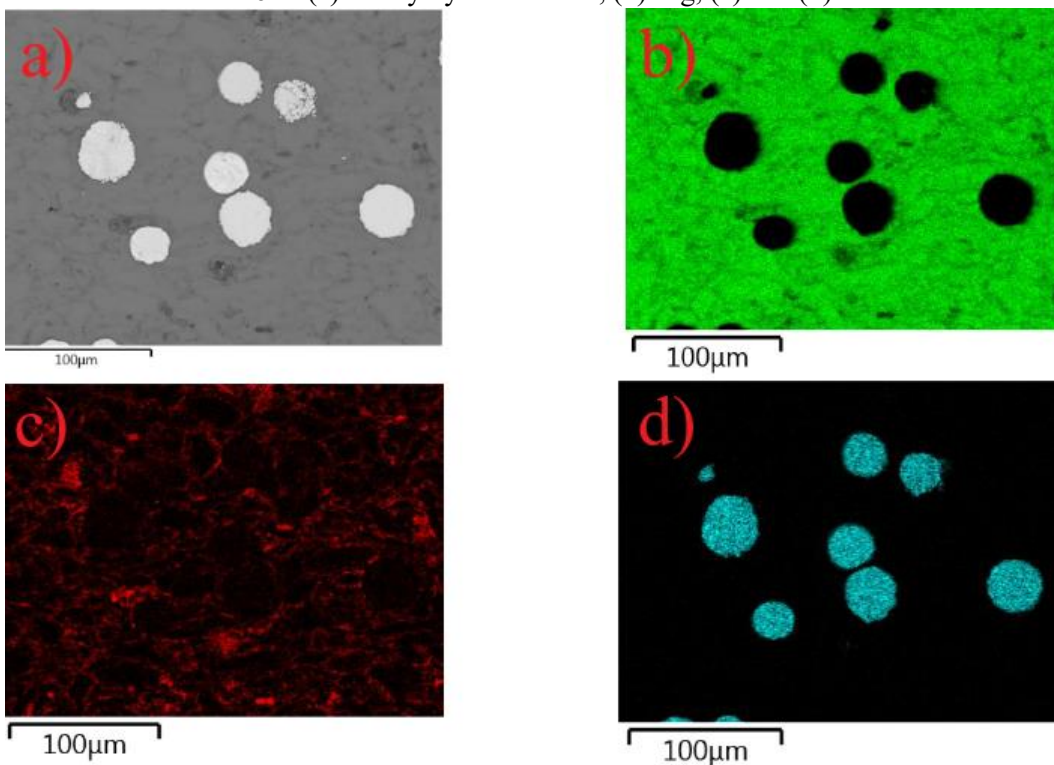
SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK

XRD	Rentgenová difrakční analýza
SEM	Rastrovací elektronový mikroskop
EDS	Energiově disperzní spektroskopie
XRF	Rentgenová fluorescence
HCP	Nejtěsnější hexagonální uspořádání
BCC	Kubická středově centrovaná struktura
VAR	Vakuové obloukové přetavování
PM	Prášková metalurgie
CIP	Izostatické lisování za studena
HIP	Izostatické lisování za tepla
SPS	Spark plasma sintering – Slinování jiskrovým výbojem
MMC	Metal matrix composites – Kompozity s kovovou maticí
Mg–MMC	Kompozity s hořčíkovou maticí
FCC	Stěnově centrovaná kubická struktura
EDX	Rentgenová fluorescenční analýza
TEM	Transmisní elektronový mikroskop
VŠCHT	Vysoká škola chemicko–technologická v Praze
Mg–5Ti	Hořčíková matrice s naváženým obsahem titanové výztuže 5 %
Mg–10Ti	Hořčíková matrice s naváženým obsahem titanové výztuže 10 %
Mg–15Ti	Hořčíková matrice s naváženým obsahem titanové výztuže 15 %
CP	Vzorek po přípravě lisováním
S	Vzorek po přípravě lisováním a slinutím
S HT	Vzorek po přípravě lisováním, slinutím a tepelným zpracováním

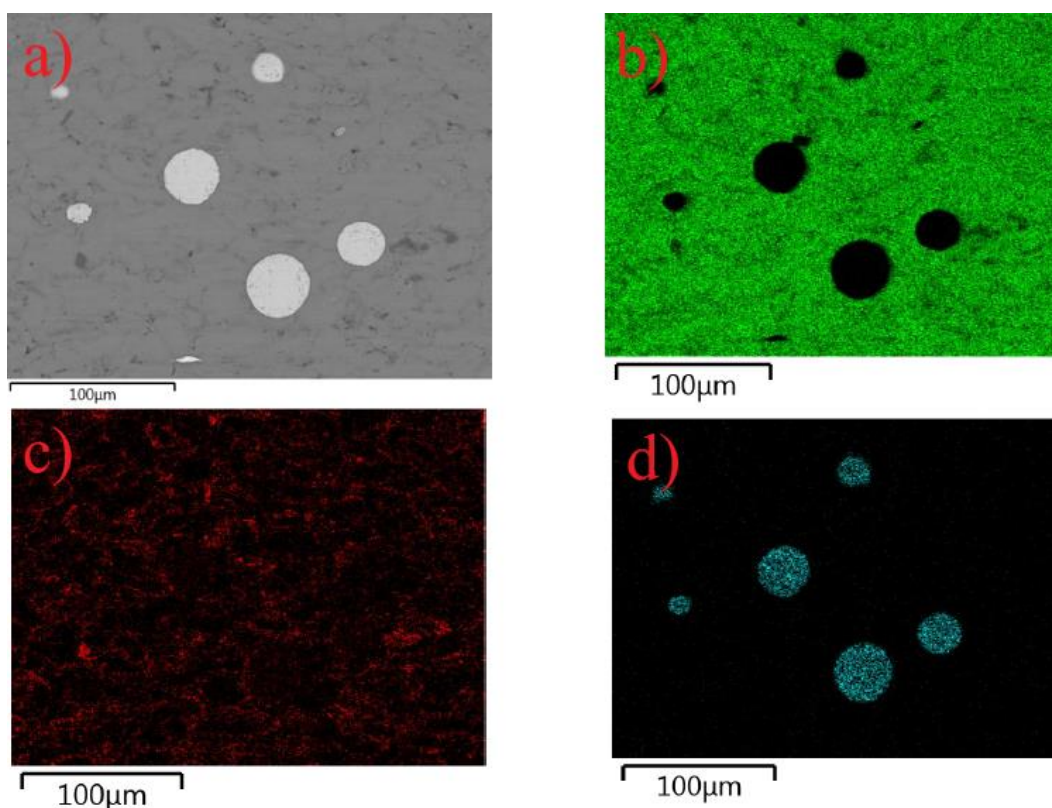
PŘÍLOHY



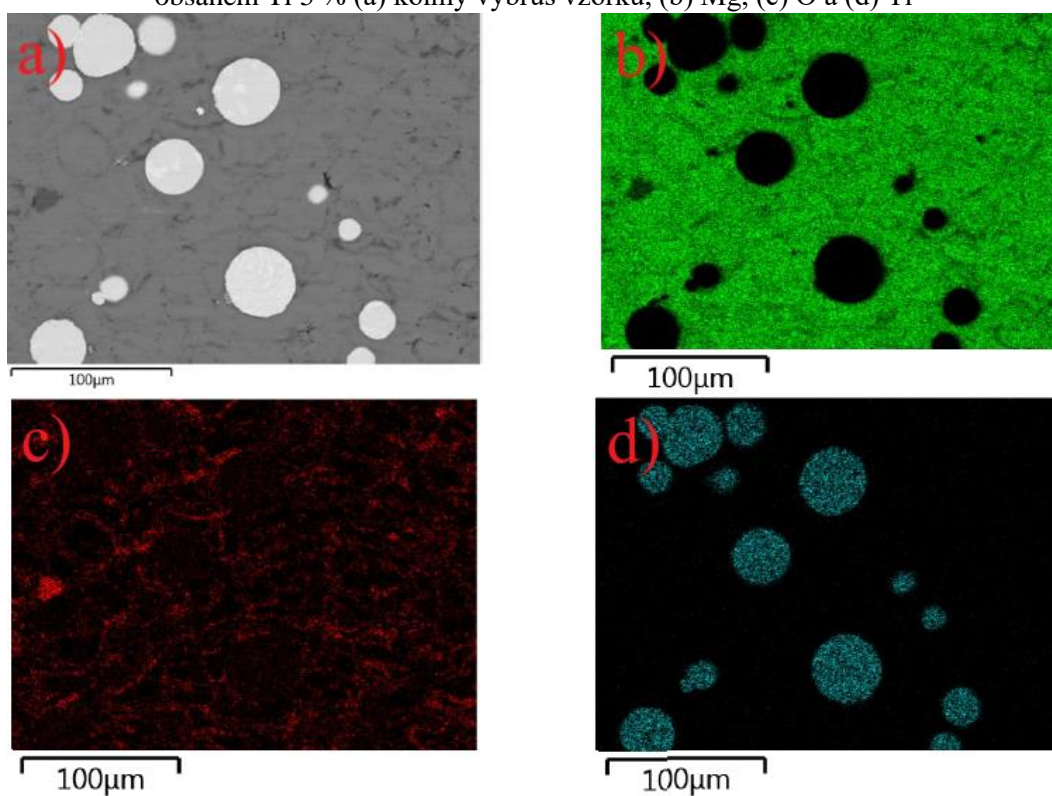
Obrázek 40 Prvkový mapping vzorku připraveného lisováním za studena s naváženým obsahem Ti 10 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



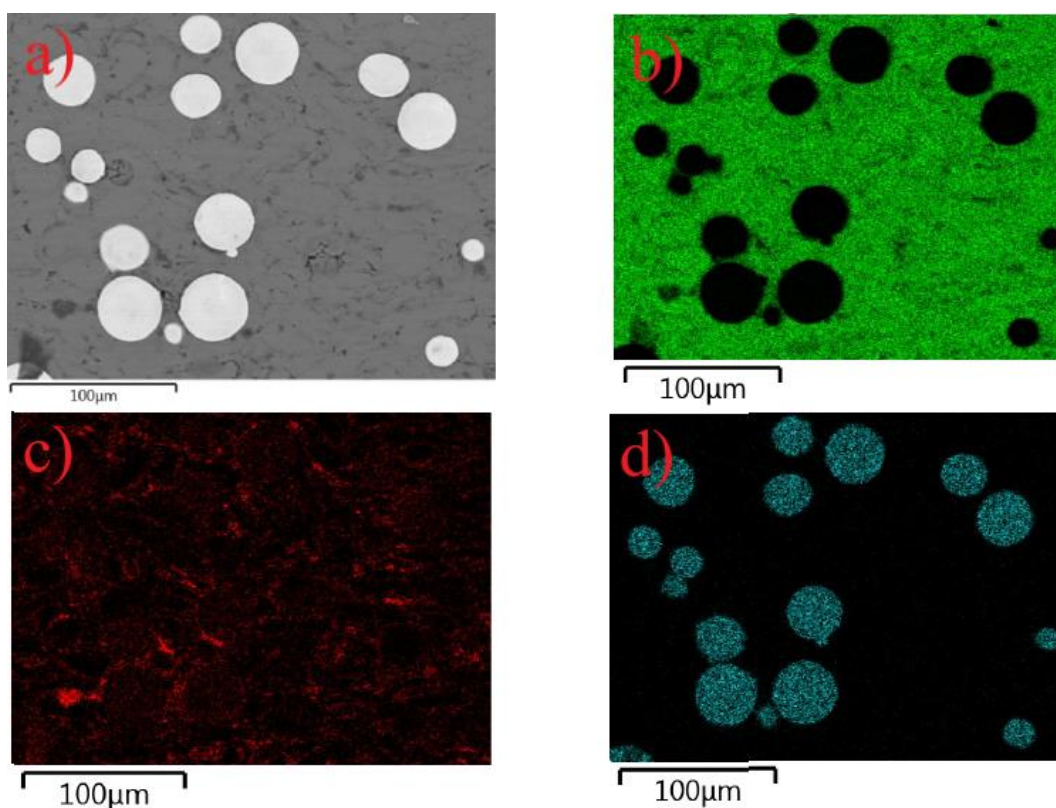
Obrázek 41 Prvkový mapping vzorku připraveného lisováním za studena s naváženým obsahem Ti 15 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



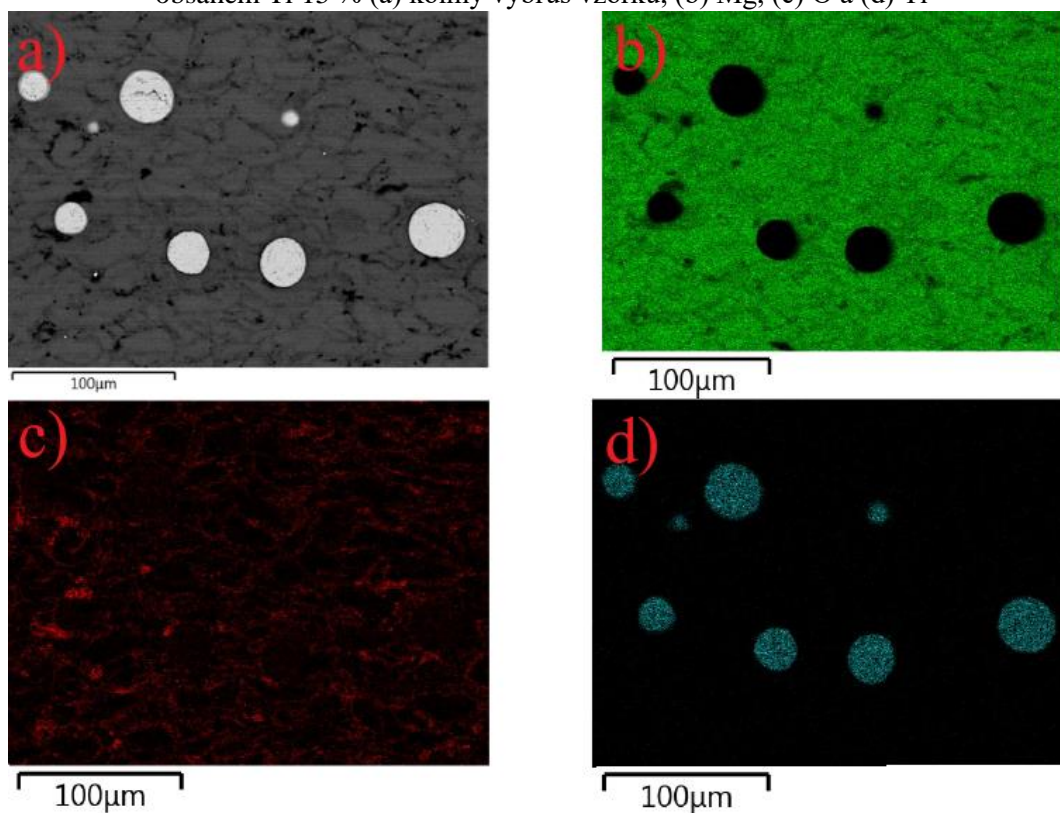
Obrázek 42 Prvkový mapping vzorku připraveného lisováním za studena a slinutí s naváženým obsahem Ti 5 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



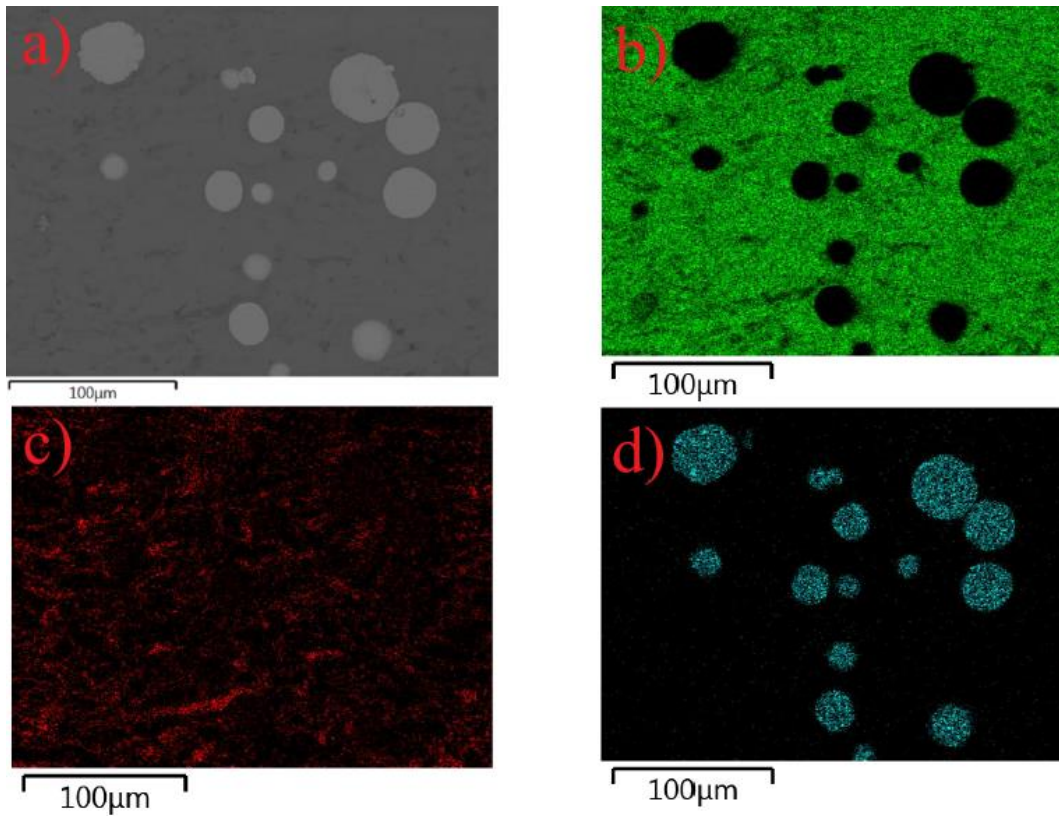
Obrázek 43 Prvkový mapping vzorku připraveného lisováním za studena a slinutí s naváženým obsahem Ti 10 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



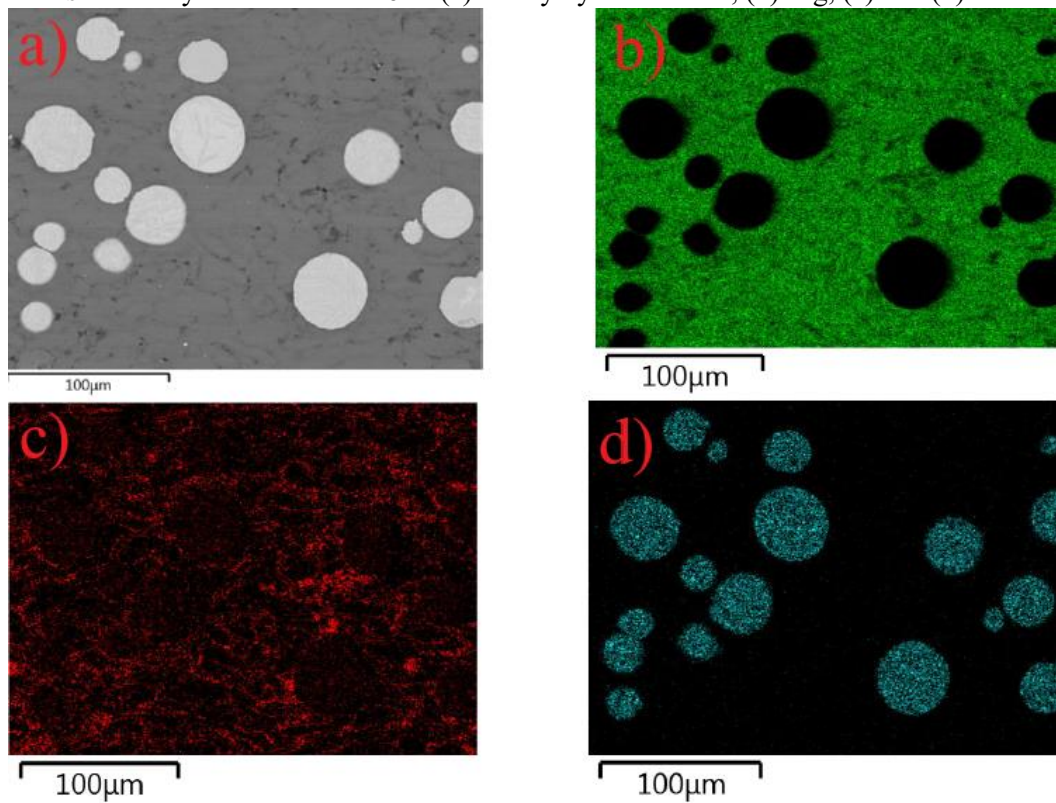
Obrázek 44 Prvkový mapping vzorku připraveného lisováním za studena a slinutí s naváženým obsahem Ti 15 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



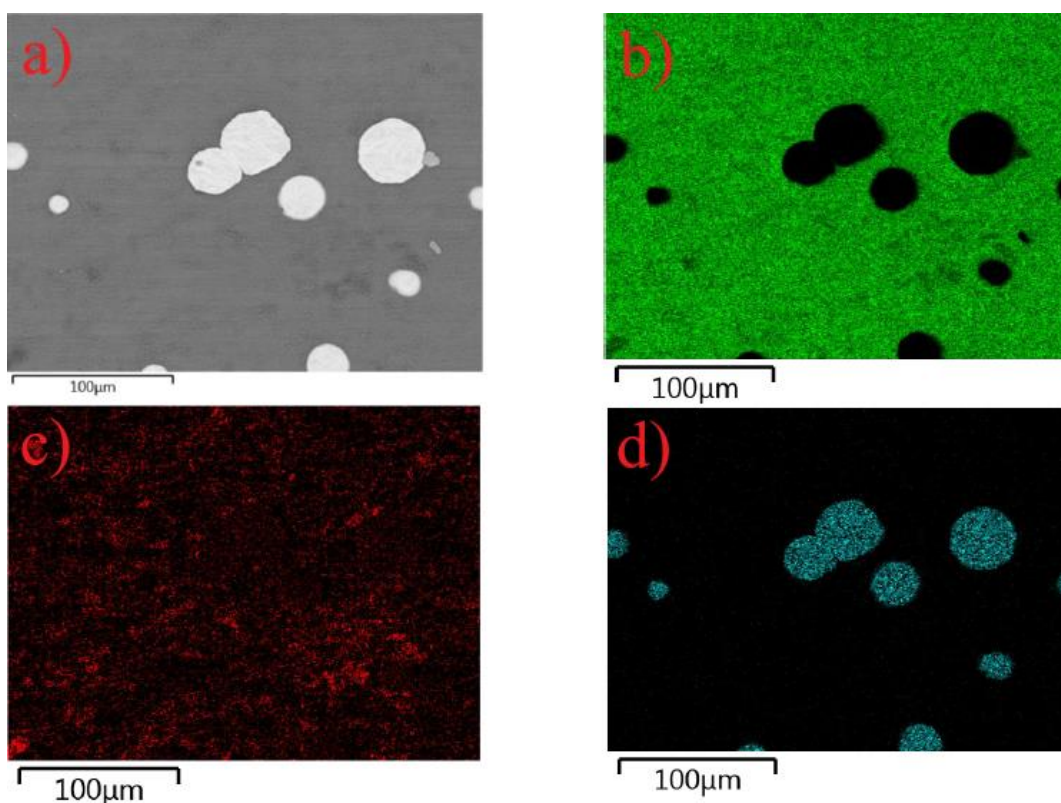
Obrázek 45 Prvkový mapping vzorku připraveného lisováním za studena, slinutí a vytvrzení s naváženým obsahem Ti 5 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



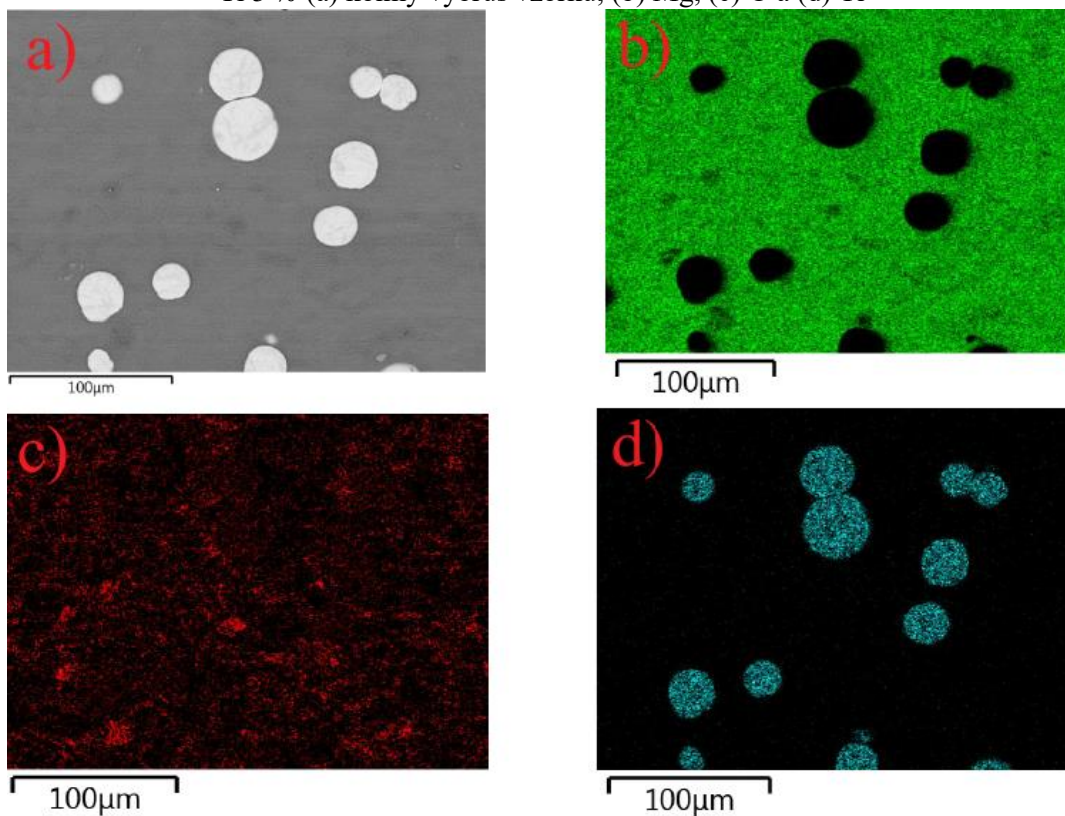
Obrázek 46 Prvkový mapping vzorku připraveného lisováním za studena, slinutí a vytvrzení s naváženým obsahem Ti 10 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



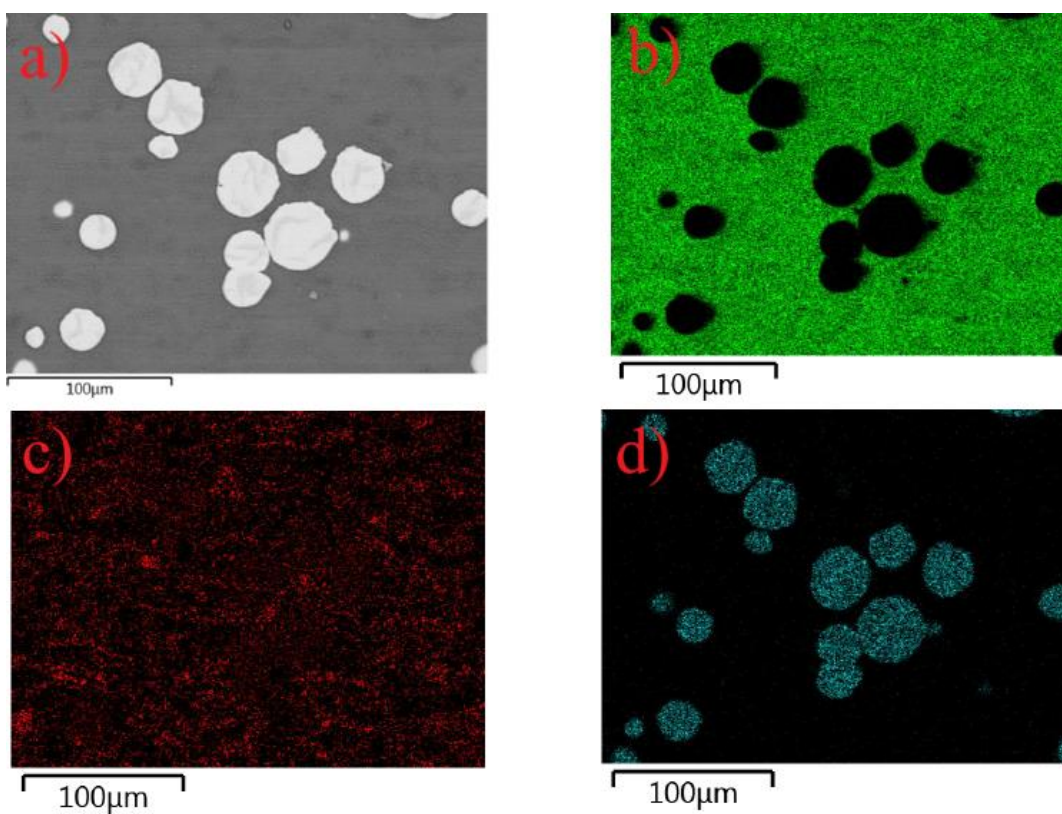
Obrázek 47 Prvkový mapping vzorku připraveného lisováním za studena, slinutí a vytvrzení s naváženým obsahem Ti 15 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



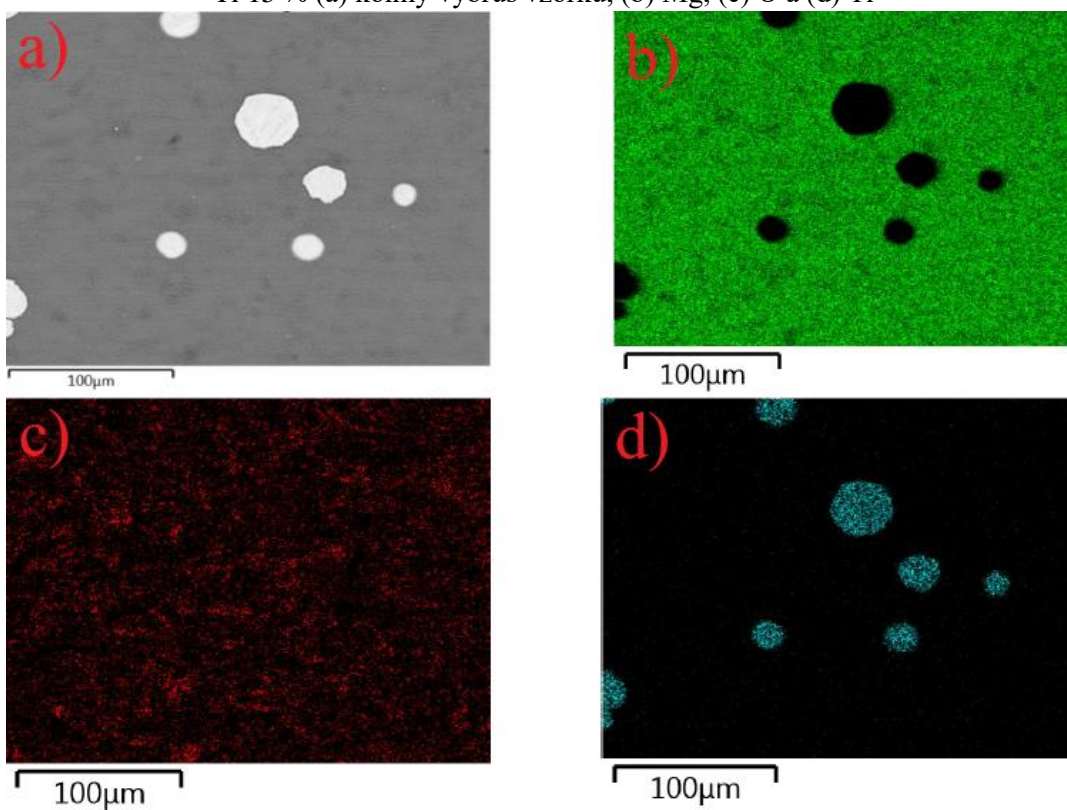
Obrázek 48 Prvkový mapping vzorku připraveného metodou SPS s naváženým obsahem Ti 5 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



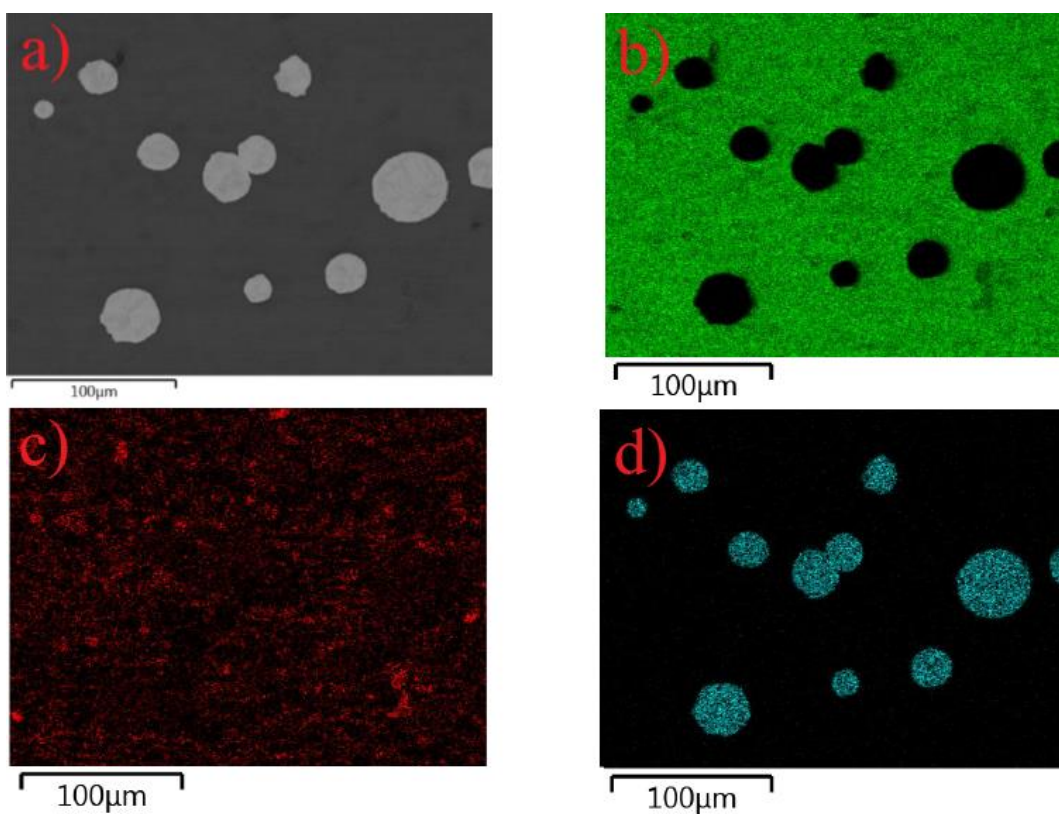
Obrázek 49 Prvkový mapping vzorku připraveného metodou SPS s naváženým obsahem Ti 10 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



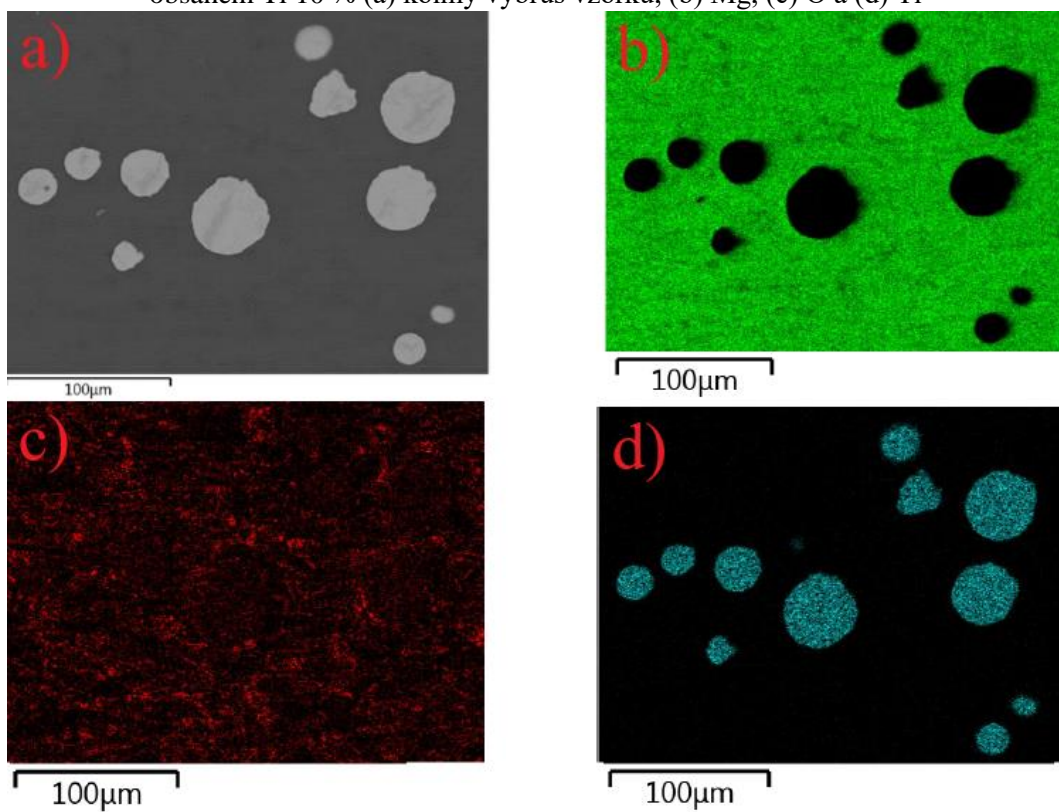
Obrázek 50 Prvkový mapping vzorku připraveného metodou SPS s naváženým obsahem Ti 15 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



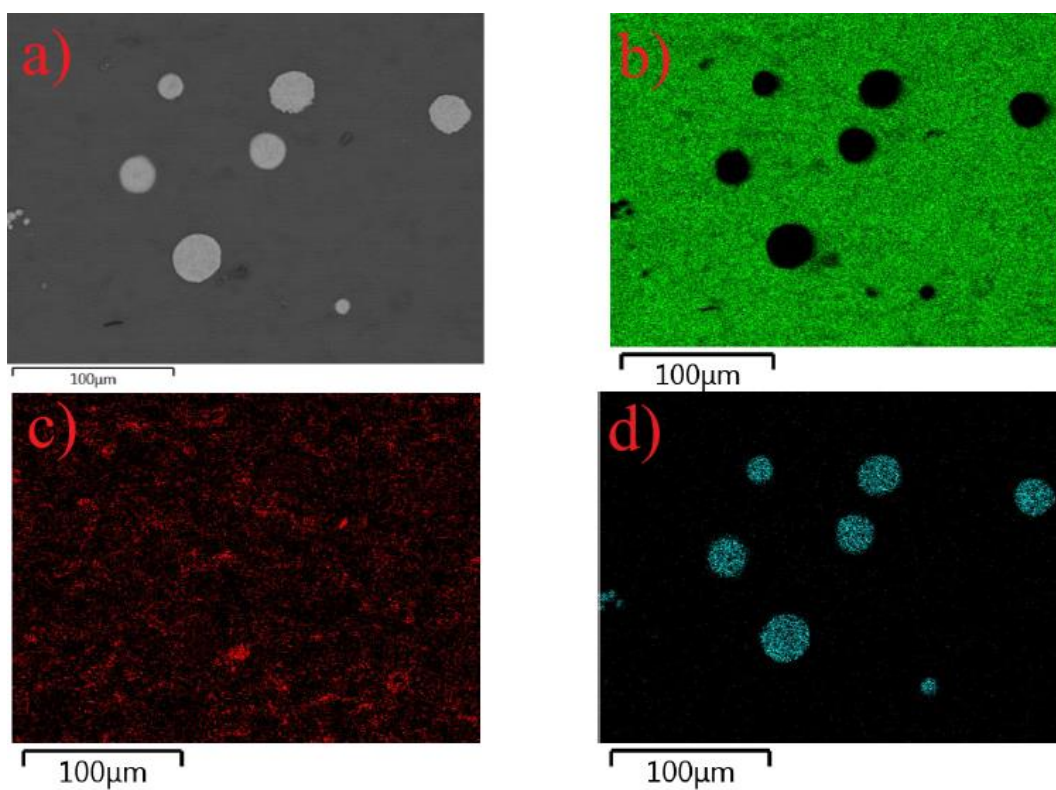
Obrázek 51 Prvkový mapping vzorku připraveného metodou SPS a slinutí s naváženým obsahem Ti 5 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



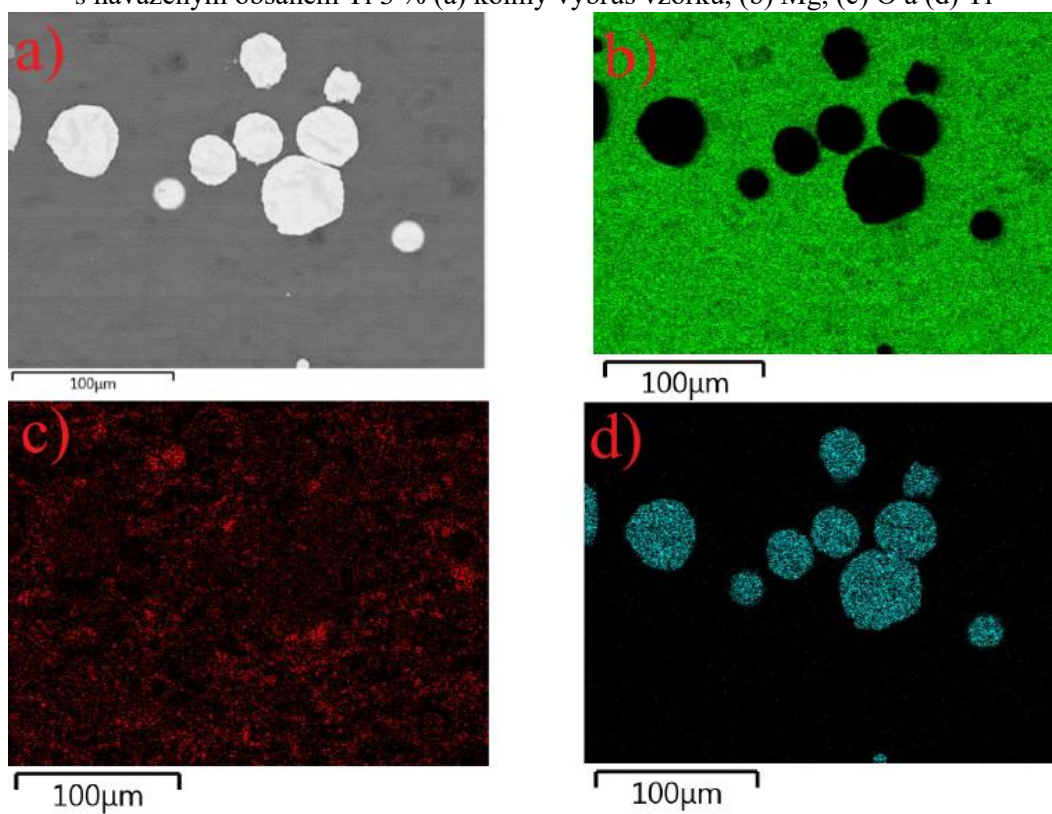
Obrázek 52 Prvkový mapping vzorku připraveného metodou SPS a slinutí s naváženým obsahem Ti 10 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



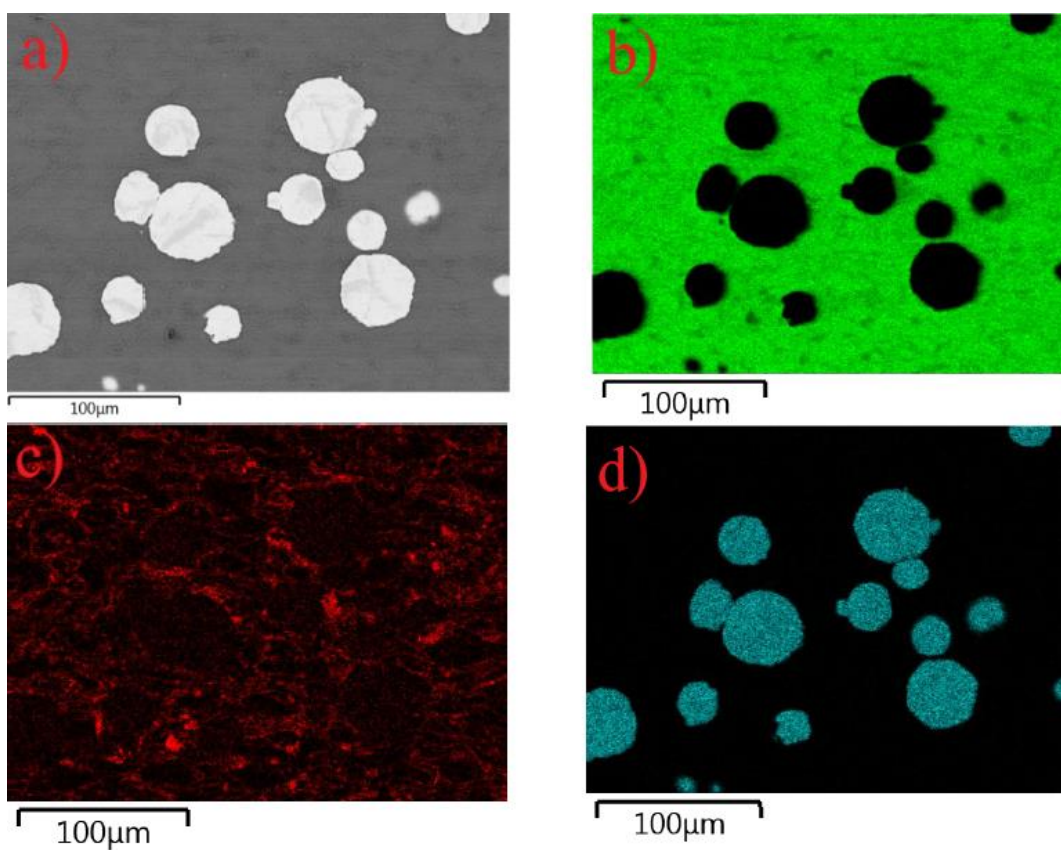
Obrázek 53 Prvkový mapping vzorku připraveného metodou SPS a slinutí s naváženým obsahem Ti 15 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



Obrázek 54 Prvkový mapping vzorku připraveného metodou SPS, slinutí a vytvrzení s naváženým obsahem Ti 5 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



Obrázek 55 Prvkový mapping vzorku připraveného metodou SPS, slinutí a vytvrzení s naváženým obsahem Ti 10 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti



Obrázek 56 Prvkový mapping vzorku připraveného metodou SPS, slinutí a vytvrzení s naváženým obsahem Ti 15 % (a) kolmý výbrus vzorku, (b) Mg, (c) O a (d) Ti