



# 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-A-TI METODAMI PRÁŠKOVÉ METALURGIE

PREPARATION OF MG-AL-TI BULK MATERIALS VIA POWDER METALLURGY

## DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

## AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. Roman Brescher

## VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. Matěj Březina, Ph.D.

BRNO 2020

## Zadání diplomové práce

Číslo práce: FCH-DIP1493/2019 Akademický rok: 2019/20  
Ústav: Ústav chemie materiálů  
Student: **Bc. Roman Brescher**  
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–Al–Ti metodami práškové metalurgie

### Zadání diplomové práce:

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

### Termín odevzdání diplomové práce: 31.7.2020:

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

-----  
Bc. Roman Brescher  
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**

Táto diplomová práca sa zaoberá výskumom a prípravou objemového materiálu na báze systému Mg–Al–Ti. V teoretickej časti boli zhrnuté základné poznatky o horčíkových zliatinách, so zameraním najmä na systémy Mg–Al a Mg–Ti. Ďalej tu boli spracované základné informácie o metódach práškovej metalurgie a to od výroby práškových materiálov, cez ich kompakciu, až po tepelné spracovanie a poľom aktivované spekanie (SPS). Teoretickú časť uzatvárajú literárne rešerše o súčasnom výskume systému Mg–Al–Ti. V experimentálnej časti bol pripravený objemový materiál na báze systému Mg–Al–Ti pomocou tradičných postupov práškovej metalurgie, ako aj pomocou metódy SPS. V práci bola preskúmaná mikroštruktúra materiálu, prvkové a fázové zloženie. Následne bolo vykonané meranie tvrdosti podľa Vickersa, zmeraná pevnosť pri zaťažení v ohybe a vykonané fraktografické pozorovanie lomovej plochy. Zistilo sa, že počas tepelného spracovania došlo k úplnému rozpusteniu hliníka, avšak častice titánu ostali v materiáli takmer neporušené a figurovali v ňom, ako časticová výstuž. Materiály pripravené konvenčnými metódami práškovej metalurgie vykazovali zvýšenú porozitu v porovnaní s materiálmi pripravenými metódou SPS, dôsledkom čoho dosahovali nižšie hodnoty tvrdosti a medze pevnosti v ohybe. Tvrdosť stúpala s množstvom hliníka a titánu a s množstvom horčíkovej fázy  $\beta$ . Fraktografické pozorovanie lomovej plochy naznačuje, že po procese spekania mohlo dôjsť ku vzniku difúzneho spojenia medzi titánom a horčíkovou zliatinou.

## **ABSTRACT**

This diploma thesis deals with research and preparation of bulk materials based on the Mg–Al–Ti system. The theoretical part summarizes the basic knowledge about magnesium alloys, focusing mainly on Mg–Al and Mg–Ti systems. Furthermore, basic information on powder metallurgy methods was included here, from the production of powder materials, through their compaction, to heat treatment and spark plasma sintering (SPS). The theoretical part ends with literature review on the current research of the Mg–Al–Ti system. In the experimental part, bulk materials based on the Mg–Al–Ti system was prepared using traditional methods of powder metallurgy, as well as using the SPS method. The microstructure of the material, elemental and phase composition was examined in this thesis. Subsequently, Vickers hardness and flexural strength were measured, and fractographic observation of the fracture surface was performed. It was found that the aluminum was completely dissolved during the heat treatment, but the titanium particles remained almost intact in the material and worked as a particulate reinforcement. Materials prepared by methods of conventional powder metallurgy showed increased porosity compared to materials prepared by the SPS, resulting in lower hardness and flexural strength. The hardness increased with increasing the amount of aluminum and titanium and with the amount of magnesium phase  $\beta$ . Fractographic observation of the fracture surface suggests that a diffuse connection between the reinforcement and the matrix may have occurred after the sintering process.

## **KLÚČOVÉ SLOVÁ**

horčíkové zliatiny, hliník, titán, poľom aktivované spekanie, tvrdosť, pevnosť v ťahu

## **KEY WORDS**

magnesium alloys, aluminium, titanium, spark plasma sintering, hardness, flexural strength

BRESCHER, Roman. *Příprava objemových materiálů na bázi Mg-Al-Ti metodami práškové metalurgie*. Brno, 2020. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/123848>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta chemická, Ústav chemie materiálů. Vedoucí práce Matěj Březina.

## **PREHLÁSENIE**

Prehlasujem, že som diplomovú prácu vypracoval samostatne a že všetky použité literárne zdroje som správne a úplne citoval. Diplomová práca je z hľadiska obsahu majetkom Fakulty chemickej VUT v Brne a môže byť využitá na komerčné účely len so súhlasom vedúceho diplomovej práce a dekana FCH VUT.

.....  
podpis

## **POĎAKOVANIE**

Týmto by som sa chcel poďakovať vedúcemu práce Ing. Matějovi Březinovi PhD. za vstřícnost', odborné vedenie a množstvo cenných informácií pri vypracovaní tejto diplomovej práce.

# OBSAH

1	ÚVOD .....	7
2	TEORETICKÁ ČASŤ .....	8
2.1	Zliatiny horčíka.....	8
2.1.1	Označenie zliatin horčíka .....	9
2.1.2	Legujúce prvky a nečistoty v horčíkových zliatinách .....	9
2.2	System Mg–Al.....	11
2.3	System Mg–Ti .....	12
2.4	Prášková metalurgia .....	13
2.5	Výroba práškových, kovových materiálov .....	14
2.5.1	Mechanická príprava práškových materiálov .....	14
2.5.2	Fyzikálno-mechanická príprava práškových materiálov.....	14
2.5.3	Príprava práškového horčíka.....	16
2.5.4	Príprava práškového hliníka.....	16
2.5.5	Príprava práškového titánu.....	16
2.6	Lisovanie práškových materiálov .....	17
2.6.1	Lisovanie za studena .....	17
2.6.2	Lisovanie za tepla.....	18
2.7	Spekanie.....	20
2.7.1	Termodynamika spekania a transport hmoty .....	21
2.7.2	Fázy spekania .....	23
2.7.3	Typy spekania .....	24
2.8	Pol'om aktivované spekanie.....	25
2.9	Súčasný výskum systému Mg–Al–Ti.....	28
2.9.1	Príprava kompozitného materiálu Al <sub>3</sub> Ti/Mg práškovou metalurgiou.....	28
2.9.2	Vlastnosti prídavku hliníka a titánu na horčík.....	28
2.9.3	Zlepšenie mechanických vlastností horčíka prídavkom titánu a hliníka.....	29
2.9.4	Mikroštruktúra a mechanické vlastnosti kompozitu Ti/AZ31 .....	29
2.9.5	Vplyv teploty lisovania zmesi Mg–Al–Ti na mikroštruktúru .....	30
2.9.6	Fázové rozhranie Mg–9Al/Ti .....	31
2.9.7	Vplyv prídavku titánu na zliatinu AZ31 .....	31
2.9.8	Zmena mikroštruktúry kompozitu Ti/AZ61 pri spekaní .....	32
3	CIELE PRÁCE.....	33
4	EXPERIMENTÁLNA ČASŤ .....	34
4.1	Základný materiál .....	34
4.2	Príprava experimentálnych vzoriek .....	35
4.2.1	Lisovanie za studena .....	35
4.2.2	Spekanie a tepelné vytvrdenie.....	35
4.2.3	Pol'om aktivované spekanie .....	36
4.2.4	Ďalšie spracovanie vzoriek.....	36
4.3	Prístrojové vybavenie a podmienky merania.....	37
4.3.1	Invertovaný svetelný mikroskop .....	37
4.3.2	Mikrotvrdomer .....	37
4.3.3	Rastrovací elektrónový mikroskop.....	37

4.3.4	Test pevnosti v ohybe.....	37
4.3.5	Röntgenová difrakčná analýza .....	37
5	VÝSLEDKY A DISKUSIA.....	38
5.1	Mikroštruktúra .....	38
5.2	Prvkové zloženie a rozloženie prvkov .....	41
5.3	Fázové zloženie .....	46
5.4	Tvrdosť .....	49
5.5	Pevnosť v ohybe .....	52
5.6	Fraktografické pozorovanie .....	55
6	ZÁVER .....	59
7	ZOZNAM POUŽITÝCH ZDROJOV .....	61
8	ZOZNAM POUŽITÝCH SYMBOLOV A SKRATIEK .....	70
9	ZOZNAM OBRÁZKOV .....	71
10	ZOZNAM TABULIEK.....	73

# 1 ÚVOD

Ľahké konštrukčné kovy sa najmä v posledných rokoch dostávajú do popredia záujmu v mnohých konštrukčných odvetviach. Vo všeobecnosti sa tento výraz používa najmä pre kovy ako horčík, hliník a titán. Ich veľkou výhodou je v porovnaní s klasickými konštrukčnými materiálmi, akým je napríklad oceľ, veľmi dobrý pomer pevnosti k hustote. Tieto materiály to predurčuje na použitie najmä v odvetviach priemyslu, ktoré sa zaoberajú transportom, akými sú napríklad automobilový, letecký, alebo vesmírny priemysel. Jedná sa o vhodnú odpoveď na snahu spoločnosti o dlhodobú ekologickú a ekonomickú udržateľnosť rozvoja. Redukcia hmotnosti však nie je jedinou výhodou týchto kovov pretože majú aj ďalšie vlastnosti s pomerne veľkou technologickou dôležitosťou. Jedná sa napríklad o pomerne dobrú koróznu odolnosť, tepelnú vodivosť a elektrickú vodivosť hliníka, odlievateľnosť a spracovateľnosť horčíka, alebo veľmi dobrú koróznu odolnosť a pevnosť titánu. Teoretická možnosť spojenia týchto kovov do jedného materiálu, ktorý by kombinoval ich výhodné vlastnosti by mohlo byť z hľadiska jeho využiteľnosti v praxi veľmi zaujímavé, avšak aj náročné, vzhľadom na nízku rozpustnosť titánu v horčíku [1].

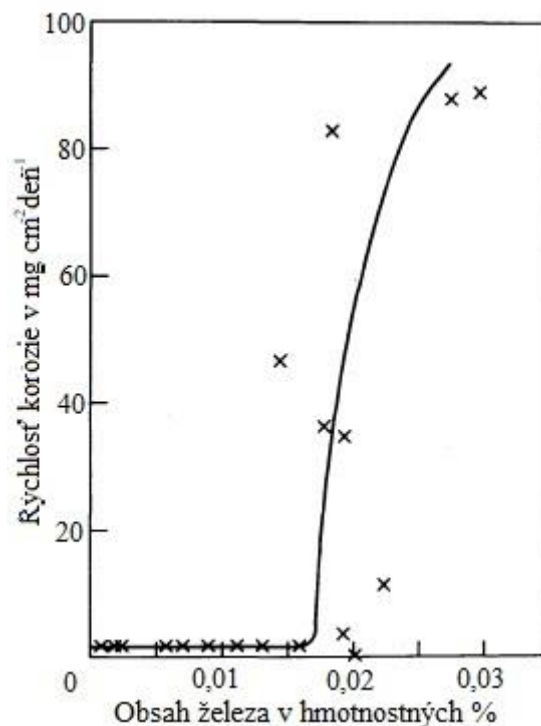
Problém s nízkou vzájomnou rozpustnosťou by sa však dal vyriešiť pomocou metód práškovej metalurgie. Jedná sa formovaciú a výrobnú techniku, ktorá sa zaoberá prípravou práškových kovov, alebo zliatin a ich spracovaním do finálneho výrobku. Táto technika pozostáva z troch hlavných etáp. Prvou je príprava samotného prášku, nasleduje tvarovanie a zhutňovanie prášku a poslednou etapou je spekanie, pri ktorom vzniká finálny produkt. To môže byť vykonané pomocou vysokého tlaku, teploty, prípadne ich kombináciou. Okrem toho poznáme aj menej štandardné postupy práškovej metalurgie, ako napríklad poľom aktivované spekanie, ktoré v sebe zahŕňa zhutňovanie prášku a spekanie v jednom kroku. Zahrievanie materiálu je pritom veľmi rýchle a výsledný materiál sa bežne vyznačuje veľmi vysokou relatívnou hustotou v porovnaní s teoretickou hustotou materiálu [2, 3].

## 2 TEORETICKÁ ČASŤ

### 2.1 Zliatiny horčíka

Hustota čistého horčíka je  $1738 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$  [4, 5, 6], čo je 64,3 % z hustoty hliníka [4] a 22,1 % z hustoty železa [4], čo z neho robí najľahší kov používaný pre konštrukčné aplikácie. Horčíkové zliatiny sa tiež vyznačujú pevnosťou v ťahu obvykle v rozmedzí 140 – 345 MPa [5] a modulom pružnosti približne 45 GPa, [5] z čoho vyplýva, že majú spomedzi všetkých konštrukčných kovov jeden z najlepších pomerov pevnosti v ťahu k hustote a modulu pružnosti k hustote [5, 6].

Širokému uplatneniu horčíka ako konštrukčného materiálu, bráni jeho vysoká náchylnosť na koróziu. Jeho štandardný elektródový potenciál je  $-2,360 \text{ V}$  [7]. V zliatinách rýchlosť korózie ovplyvňujú aj rôzne prímеси a nečistoty. Z hľadiska korózie sa za najvýznamnejšie nečistoty považujú železo, meď, nikel a kobalt. Na obr. 1 je zobrazený vplyv obsahu nečistôt železa na rýchlosť korózie horčíka. Tieto kovy sú pre horčík škodlivé, lebo majú oproti horčíku pomerne vysoký štandardný elektródový potenciál a sú v ňom len málo rozpustné v tuhej fáze. V dôsledku toho vznikajú v materiáli elektrochemické články, kde horčík slúži ako anóda. Ich nežiadúcemu účinku sa dá do určitej miery zabrániť napríklad prídavkom mangánu, alebo zinku, v ktorých sa tieto nečistoty rozpúšťajú [5, 6, 8, 9].



Obrázok 1: Rýchlosť korózie horčíka v závislosti na obsahu železa [10]

Čistý horčík kryštalizuje v tesnom hexagonálnom usporiadaní (HCP), ktoré obmedzuje sklz pri normálnej teplote najmä do bazálnej roviny. Pri zvýšenej teplote sa stávajú aktívnymi aj ďalšie sklzové roviny, kvôli čomu klesá mechanická odolnosť horčíka a jeho zliatin. Pri aplikáciách pri teplotách nad  $200 \text{ }^\circ\text{C}$  sa preto horčík leguje kovmi vzácnych zemín. Horčíkové zliatiny sa obvykle tvarujú pri teplotách presahujúcich  $345 \text{ }^\circ\text{C}$  [5, 8, 9, 11].



### 2.1.1 Označenie zliatin horčíka

Zliatiny horčíka sa označujú na základe postupu zavedeného v norme ASTM B951. Na začiatku označenia sa nachádzajú maximálne dve písmená označujúce legujúce prvky, alebo skupiny prvkov (tab. 1), usporiadané zostupne podľa zastúpenia, za ktorými nasleduje v rovnakom poradí ich zastúpenie v hm. % zaokrúhlené na celé čísla. Ak je množstvo týchto dvoch legúr rovnaké, tak sú usporiadané v abecednom poradí ich označenia. Z tejto definície vyplýva, že na príklad zliatina AZ61 bude obsahovať približne 6 hm. % hliníku a 1 hm. % zinku. Za základným označením zliatiny sa môže nachádzať ďalšie písmeno označujúce variantu zliatiny, ktorá ďalej špecifikuje jej zloženie. Na konci označenia môže byť zaznačená ďalšia úprava zliatiny, čo je znázornené v tab. 2 [9, 12, 13, 14].

Tabuľka 1: Označenie legujúcich prvkov v horčíkových zliatinách [9]

Označenie	Legujúce prvky	Označenie	Legujúce prvky
A	Hliník	C	Meď
E	Kovy vzácnych zemín	H	Tórium
K	Zirkónium	L	Lítium
M	Mangán	Q	Striebro
S	Kremík	Y	Ytrium
Z	Zinok		

Tabuľka 2: Označenie spracovania zliatiny [9]

Označenie	Úprava zliatiny
F	Neupravené
O	Rekryštalizačné žíhanie
H	Deformačné spevnenie
T	Tepelné spracovanie
W	Rozpúšťacie žíhanie

### 2.1.2 Legujúce prvky a nečistoty v horčíkových zliatinách

Horčík, rovnako ako iné kovy v čistom stave, je vo svojej čistej podobe v porovnaní s inými konštrukčnými materiálmi relatívne mäkký, má nízku pevnosť a je náchylný na koróziu. Avšak vhodnou kombináciou rôznych legujúcich prvkov je možné v horčíkových zliatinách dosiahnuť zlepšenie mechanických a korózných vlastností. Na obr. 2 je v periodickej tabuľke chemických prvkov znázornená relatívna rozpustnosť prvkov v horčíku. Rozpustnosť závisí na viacerých faktoroch, ako napríklad vzájomná veľkosť atómov, valencia, elektronegativita, alebo podobnosť kryštalických štruktúr [9, 15, 16].

1												2					
1 H																2 He	
3 Li	4 Be											5 B	6 C	7 N	8 O	9 F	10 Ne
11 Na	12 Mg											13 Al	14 Si	15 P	16 S	17 Cl	18 Ar
19 K	20 Ca	21 Sc	22 Ti	23 Cr	24 Cr	25 Mn	26 Fe	27 Co	28 Ni	29 Cu	30 Zn	31 Ga	32 Ge	33 As	34 Se	35 Br	36 Kr
37 Rb	38 Sr	39 Y	40 Zr	41 Nb	42 Mo	43 Tc	44 Ru	45 Rh	46 Pd	47 Ag	48 Cd	49 In	50 Sn	51 Sb	52 Te	53 I	54 Xe
55 Cs	56 Ba	57* La	72 Hf	73 Ta	74 W	75 Re	76 Os	77 Ir	78 Pt	79 Au	80 Hg	81 Tl	82 Pb	83 Bi	84 Po	85 At	86 Rn
87 Fr	88 Ra	89† Ac															
			58 Ce	59 Pr	60 Nd	61 Pm	62 Sm	63 Eu	64 Gd	65 Tb	66 Dy	67 Ho	68 Er	69 Tm	70 Yb	71 Lu	
			90 Th	91 Pa	92 U	93 Np	94 Pu	95 Am	96 Cm	97 Bk	98 Cf	99 Es	100 Fm	101 Md	102 No	103 Lr	

Obrázok 2: Relatívna rozpustnosť prvkov periodickej tabuľky prvkov v horčíku [15]

Hliník je najdôležitejším a najčastejšie využívaným legujúcim prvkom v horčíkových zliatinách. S výhodou sa používa najmä u zliatin určených na liatie, pretože rozširuje rozpätie teploty tuhnutia taveniny a teda predlžuje dobu, počas ktorej sa dá s taveninou pracovať. Pevnosť zliatiny s prídavkom hliníka kontinuálne vzrastá až do obsahu 9 hm. % [5, 8], avšak najvyššia ťažnosť sa dosahuje pri 3 hm. % [5, 8]. Hliník taktiež zvyšuje tvrdosť, znižuje veľkosť kryštalických zŕn a zlepšuje koróznú odolnosť zliatiny, avšak pri množstve nad 3 hm. % znižuje húževnatosť zliatiny [5, 8, 9, 17, 18].

Ďalším dôležitým legujúcim prvkom v horčíkových zliatinách je zinok. Najčastejšie sa používa spolu s ďalšími legujúcimi prvkami a len výnimočne sa používa ako majoritný legujúci prvok. Avšak zliatiny typu Mg–Zn naznačujú sľubný potenciál na poli kostných implantátov. Jeho maximálna rozpustnosť v horčíku je 6,2 hm. % [19, 20]. Zinok v horčíkových zliatinách zvyšuje tvrdosť a pevnosť až do množstva 4 – 5 hm. % [21, 22], avšak vo vyšších množstvách môže spôsobovať vznik intermetalika MgZn, čo môže mať za následok elektrochemickú koróziu horčíka [19, 22, 23].

Mangán sa v horčíkových zliatinách používa primárne z dôvodu zlepšenia koróznej odolnosti zliatiny a len vzácné sa používa ako jediný legujúci prvok. Svojou prítomnosťou znižuje rozpustnosť železa v horčíku a obaluje jeho zvyšné častice. Pri použití mangánu v zliatinách typu Mg–Al a Mg–Al–Zn zvyšuje ich pevnosť v ťahu a koróznú odolnosť proti morskej vode. Zliatiny typu Mg–Mn sa môžu používať na výrobu plechov a fólií z dôvodu dobrého správania sa pri valcovaní, zvariteľnosti a pomerne dobrej koróznej odolnosti v porovnaní s inými horčíkovými zliatinami [9, 19, 24].

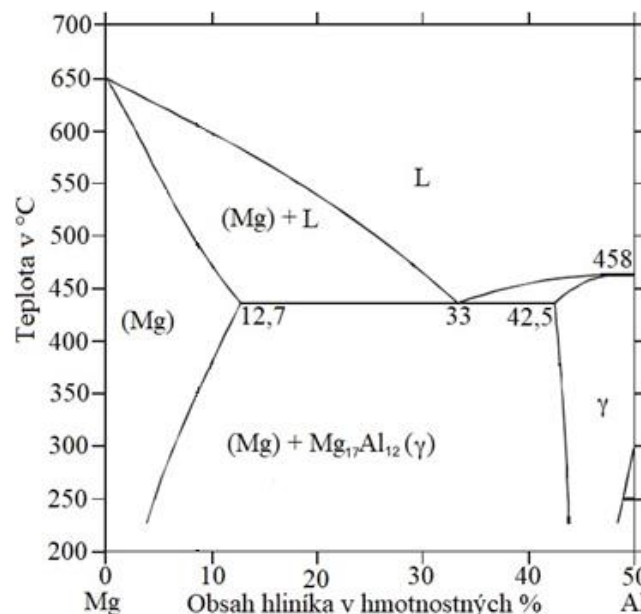
Kovy vzácnych zemín sa používajú najmä na zlepšenie mechanických vlastností, ako pevnosť a odolnosť proti creepu za zvýšených teplôt. Keďže sa jedná o spevnenie tuhého roztoku, najvyššie hodnoty pevnosti sa v tomto prípade dosahujú blízko maximálnej rozpustnosti legujúceho kovu v horčíku [25, 26, 27].

Kremík sa do horčíkových zliatin pridáva za účelom zlepšenia odolnosti proti creepu. Kremík s horčíkom spolu tvoria stabilnú intermetalickú fázu  $Mg_2Si$ . Jeho nevýhodou však je zhoršenie koróznej odolnosti zliatiny (najmä v prítomnosti železa) a zhoršenie odlievateľnosti. Z týchto dôvodov sa väčšinou pridáva do zliatin v množstvách do 1 hm. % [17, 28, 29].

Meď, železo a nikel sú v horčíkových zliatinách vo všeobecnosti považované za nečistoty z dôvodu zhoršovania koróznej odolnosti materiálu. Tieto kovy môžu mať buď slabú rozpustnosť v horčíku, alebo sa môžu začleňovať do nových fáz vytvorených z inými legujúcimi prvkami (napríklad  $FeAl$ , alebo  $Fe_2Al_5$  v zliatinách typu  $Mg-Al$ ) a vytvárať s horčíkom elektrochemické články, v ktorých horčík pôsobí ako anóda. Ich množstvo je preto vo všetkých zliatinách striktné limitované na 0,05 hm. % (Cu), 0,005 hm. % (Fe) a 0,002 hm. % (Ni) [9, 10, 30].

## 2.2 Systém Mg–Al

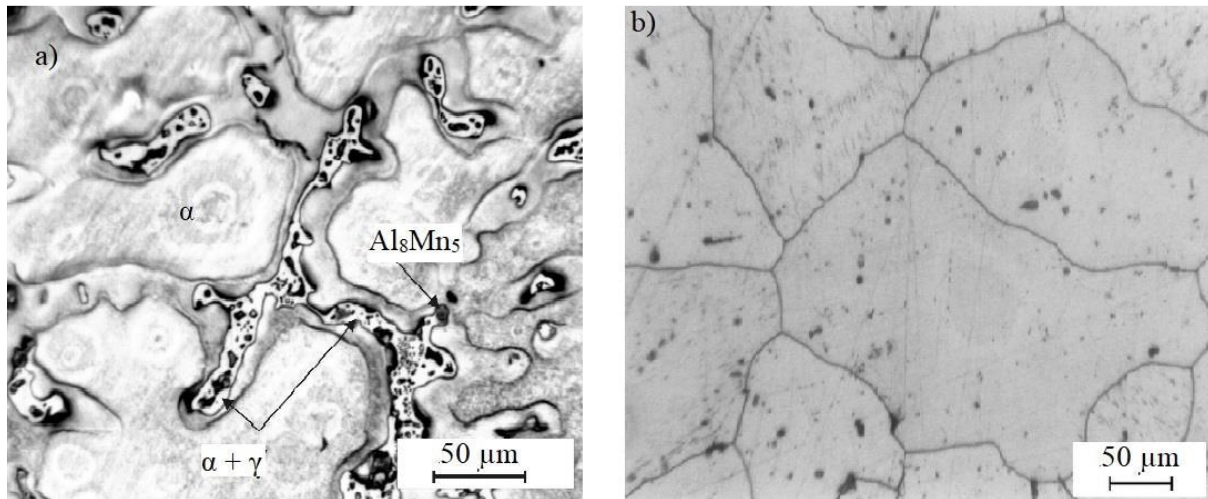
Pri nízkej koncentrácii hliníka dochádza k jeho rozpúšťaniu v horčíku. Pri tuhnutí zmesi vzniká tuhý roztok, označovaný ako fáza  $\alpha$ . Táto fáza kryštalizuje v HCP usporiadaní. Z obr. 3 je zrejmé, že najvyššia rozpustnosť hliníka v horčíku je 12,7 hm. % [5, 8, 9], pri eutektickej teplote 437 °C [8, 31]. Pod touto teplotou, v závislosti na obsahu hliníka a rýchlosti ochladzovania, začína precipitácia fázy bežne označovanej ako  $\beta$  (alebo  $\gamma$ ). Táto fáza kryštalizuje v kubickej kryštalickej mriežke a jej stechiometrický vzorec je  $Mg_{17}Al_{12}$ . Nevýhodou prítomnosti fázy  $\beta$  v zliatine je jej znížená odolnosť proti creepu z dôvodu jej nízkej tepelnej stability. V porovnaní s fázou  $\alpha$  je viac krehká, avšak dosahuje vyššiu mikrotvrdosť a Youngov modul pružnosti [9, 10, 32, 33, 34].



Obrázok 3: Časť rovnovážneho fázového diagramu Mg–Al [9]

Okrem fázy  $\alpha$  a  $\beta$  sa v mikroštruktúre zliatin typu  $Mg-Al$  môžu objaviť ďalšie fázy. Pri nerovnomernom chladnutí, sa v mikroštruktúre môže vytvoriť diskontinuálny precipitát (DP) a kontinuálny precipitát (KP). Tvorba KP začína vo vnútri kryštalickeho zrna, zatiaľ čo DP sa tvorí na hraniciach zrn. V oboch prípadoch sa jedná o rozpad fázy  $\alpha'$  (presýtený tuhý roztok hliníka v horčíku) na fázu  $\alpha$  a  $\beta$ , kde v KP vznikajú spojité fázy, zatiaľ čo v DP vzniká lamelárna štruktúra v ktorej sa striedajú fázy  $\alpha$  a  $\beta$ . Rýchlosť vzniku a finálny pomer medzi KP

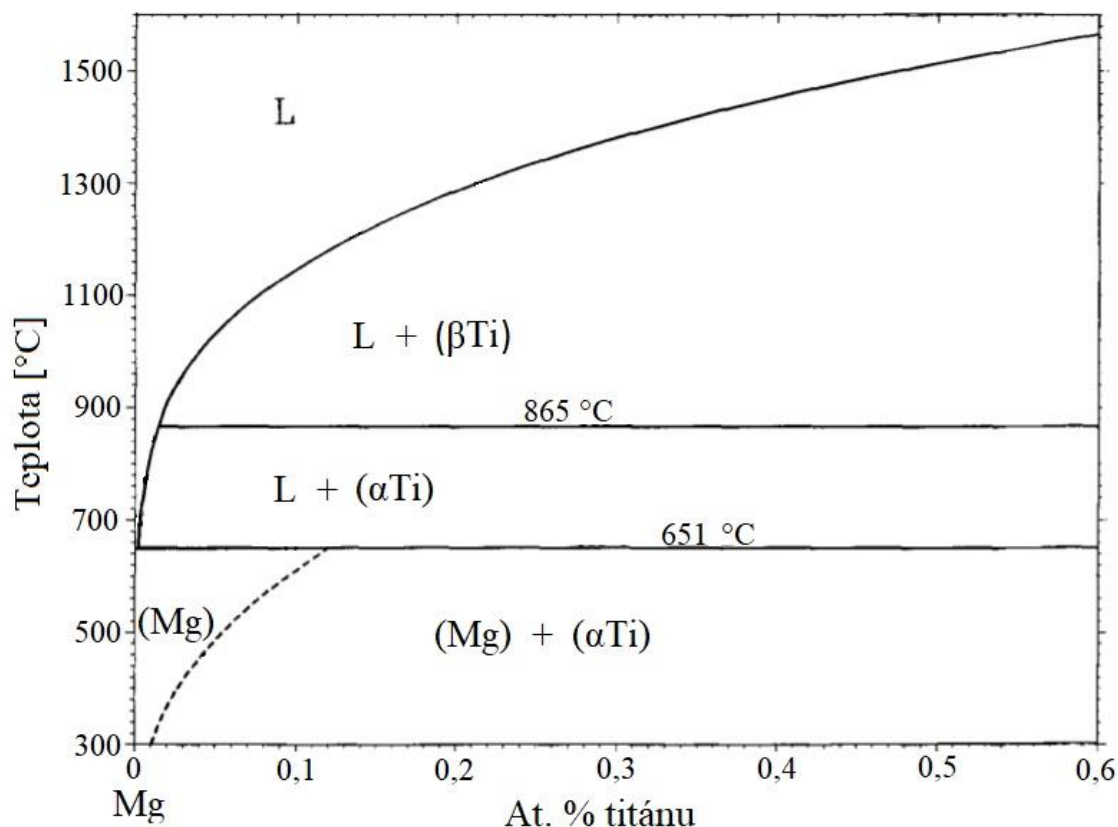
a DP je podmienený viacerými faktormi, ako sú na príklad teplota precipitačného spevňovania, alebo koncentrácia vakancií. Vo väčšine prípadov vznikajú v zliatine naraz a ich vznik je navzájom kompetitívny. Okrem precipitátov sa v zliatine môže nachádzať aj eutektická zmes. Všetky spomenuté fázy je možné odstrániť rozpúšťacím žíhaním s následným dostatočne rýchlym ochladením, aby sa precipitáty nemali čas vytvoriť, čím sa zlepšia mechanické vlastnosti zliatiny. Zmena mikroštruktúry tepelným vytvrdením zliatiny AZ91 je zobrazená na obr. 4 (častice fázy  $Al_8Mn_5$  v tomto prípade nie sú rozpustné v horčíku) [32, 35, 36, 37].



Obrázok 4: Mikrofotografia mikroštruktúry zliatiny AZ91 a) pred tepelným spracovaním a b) po tepelnom spracovaní pri teplote 693 K po dobu 24 h [32]

### 2.3 Systém Mg–Ti

Vytvoriť zliatinu horčíka a titánu klasickými zlievarenskými postupmi je náročné. Jedným z dôvodov je, že teplota topenia titánu je až 1668 °C [38], čo je omnoho vyššie než je teplota topenia horčíka (650 °C [38]) a dokonca vyššie, než teplota varu horčíka (1090 °C [38]). Ďalším dôvodom je, ako je z fázového diagramu na obr. 5 zrejmé, že maximálna rozpustnosť titánu v horčíku je len 0,12 at. % (čiže 0,24 hm. %) [39]. Prídavkom nanočastíc titánu do horčíka sa však dá pripraviť kompozitný materiál, ktorý má v porovnaní s čistým horčíkom lepšie mechanické vlastnosti, ako sú tvrdosť, pevnosť v ťahu, alebo zmluvná medza klzu. Tieto vlastnosti sú však do veľkej miery závislé na veľkosti častíc titánu a jeho množstve v zliatine. Napríklad pri zvyšujúcom sa množstve nanočastíc sa môžu v horčíkovej matici pod mechanickým napätím tvoriť mikropraskliny, ktoré materiál oslabujú. Okrem toho, už pri veľkosti častíc v ráde  $\mu\text{m}$  bol zistený pokles pevnosti materiálu, taktiež zvýšenie medze klzu, ťažnosti a zníženie koeficientu rozťažnosti [39, 40, 41, 42, 43].



Obrázok 5: Časť rovnovážneho fázového diagramu Mg–Ti [39]

Zliatiny horčíka a titánu sa však už podarilo pripraviť rôznymi metódami, ako napríklad magnetronové naprašovanie, mechanické legovanie v guľovom mlyne, rýchlym ochladením pár, alebo fyzikálnou depozíciou z plynej fázy. Vzhľadom na to, že titán s horčíkom nevytvára intermetalické zlúčeniny, sa týmito metódami podarilo pripraviť metastabilné presýtené tuhé roztoky titánu v horčíku. Titán v týchto prípadoch zvyšoval pevnosť, modul pružnosti aj tvrdosť zliatiny. Nevýhodou týchto metód prípravy zliatin typu Mg–Ti je však to, že sa nimi dajú pripraviť len mikroskopické častice, alebo povlaky [44, 45, 46, 47].

## 2.4 Prášková metalurgia

Prášková metalurgia je formovacia a výrobná technika, ktorá sa zaoberá prípravou práškových kovov, alebo zliatin a ich spracovaním do finálneho výrobku. Táto technika pozostáva z troch hlavných etáp. Prvou je príprava prášku, ktorá môže byť mechanická, fyzikálno-mechanická, chemická, alebo elektrochemická. Jej cieľom je pripraviť práškový materiál s veľkosťou zrn obvykle do 150  $\mu\text{m}$ . Nasleduje tvarovanie a zhutňovanie prášku, ktoré je vykonávané aplikáciou vysokého tlaku, obvykle v ráde stoviek MPa. Výsledkom zhutňovania je obvykle pomerne slabo súdržná štruktúra, s rozmermi blížiacimi sa finálnemu výrobku. Poslednou etapou je spekanie pri ktorom vzniká finálny produkt. To môže byť vykonané pomocou vysokého tlaku, teploty, prípadne ich kombináciou. S výnimkou spekania v kvapalnej fáze, teplota pri spekaní nikdy neprekročí teplotu topenia prítomných materiálov, avšak je dostatočne vysoká na to, aby mohla prebehnúť difúzia materiálu [2, 3].

## 2.5 Výroba práškových, kovových materiálov

### 2.5.1 Mechanická príprava práškových materiálov

Medzi mechanické spôsoby prípravy práškových, kovových materiálov patrí drvenie, mletie a mechanické legovanie. Princíp fungovania týchto metód je založený na lomovej mechanike, kedy je kinetická energia mletia čiastočne prevedená na mechanické napätie vo vnútri materiálu. Mechanické napätie následne spôsobí vznik a propagáciu prasklín, čo vedie k tvorbe nových povrchov. Nevýhodou pri tomto spracovaní kovových materiálov je ich relatívne veľká elastická a plastická deformácia, čo vedie k pomerne veľkým energetickým stratám. Na druhej strane sa však táto vlastnosť kovových materiálov využíva pri mechanickom legovaní [3, 48].

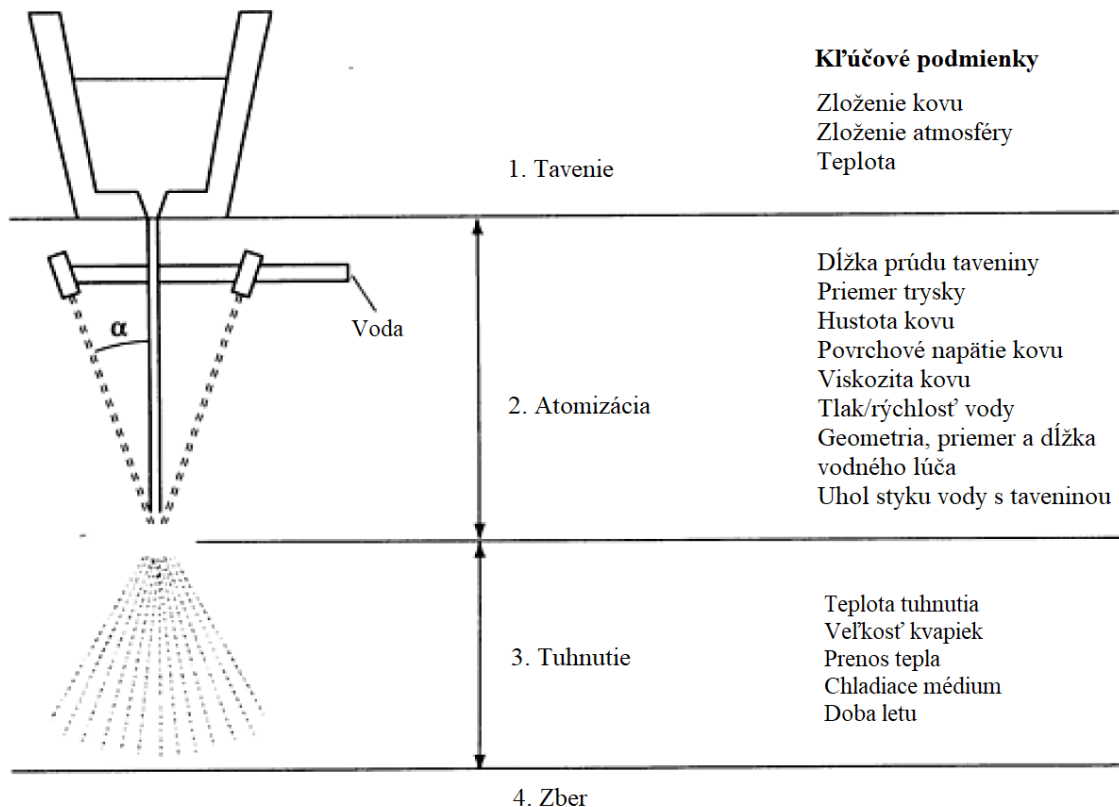
Medzi najpoužívanejšie mlyny používané v práškovej metalurgii patria guľový mlyn a attritor. V prípade guľového mlynu sa jedná o rotujúcu nádobu naplnenú mlecími telesami. Odstredivá sila vynáša mlecie telesá po obvode stien mlecíj nádoby nahor, odkiaľ padajú voľným pádom a nárazom rozdrobujú melivo. Jeho nevýhodou je však znečistenie mletého materiálu z dôvodu mechanického opotrebovania mlecích telies a stien mlyna. Attritor, rovnako ako guľový mlyn, používa mlecie telesá, ktoré sú však do pohybu uvádzané pohybom lopatiek mlyna. Melivo je v tomto prípade rozdrobované nárazmi mlecích telies, ako aj nárazmi s lopatkami mlyna. Jeho výhodou oproti guľovému mlynu je vyššia účinnosť aj rýchlosť mletia. Pre zvýšenie účinnosti mletia je v oboch prípadoch možné mlieť materiál za mokra, čo v prípade použitia vhodnej povrchovo aktívnej kvapaliny môže znížiť povrchovú energiu mletého materiálu a teda aj energiu potrebnú na jeho rozdrobenie [3, 48, 49].

### 2.5.2 Fyzikálno-mechanická príprava práškových materiálov

Rozstrekovanie taveniny, alebo atomizácia, je v súčasnosti najpoužívanejšou metódou na výrobu práškových, kovových materiálov a zliatin. Jedná sa o disperziu taveniny na jemné kvapôčky čo znamená, že akýkoľvek materiál, ktorý sa dá roztaviť, sa dá atomizovať. Jej výsledkom sú stuhnuté kvapôčky taveniny, ktoré sa rôznymi spôsobmi zbierajú a tvoria výsledný práškový materiál. Proces pozostáva z troch základných krokov – tavenia, atomizácie a tuhnutia. Typická veľkosť práškových zŕn je menšia než 150  $\mu\text{m}$ , avšak je možné pripraviť aj častice väčších rozmerov. Vo všeobecnosti existuje päť základných typov atomizácie, a to atomizácia kvapalinou (obvykle vodou), atomizácia plynom, atomizácia odstredivou silou, vákuová atomizácia a ultrazvuková atomizácia [3, 50, 51].

Atomizácia vodou sa používa najčastejšie pri výrobe práškových zliatin železa, avšak dá sa použiť aj pri príprave neželezných práškových kovov. V porovnaní s inými metódami atomizácie je cenovo najvýhodnejšia, avšak jej nevýhodou je zhoršená čistota výsledného materiálu, najmä ak pri kontakte materiálu s vodou dochádza k jeho oxidácii. Ďalšou nevýhodou je vysoká rýchlosť chladenia, čo môže mať za následok nepravidelný tvar častíc a to najmä u kovových materiálov s nízkou teplotou topenia. Proces začína dodávaním taveniny do rezervoáru zakončeného na jednej strane tryskou. Tá má za úlohu regulovať prietok a tvar toku taveniny. Za ňou sa nachádzajú trysky s vodou, ktoré majú za úlohu vytvárať prúd vody s vysokou rýchlosťou. Predaním kinetickej energie vody a jej vyparovaním pri kontakte s taveninou dochádza k atomizácii taveniny a jej chladeniu. Po atomizácii nastáva zber práškového materiálu, jeho filtrácia a sušenie. Celý proces, ako aj najdôležitejšie podmienky, ktoré ho ovplyvňujú, sú zobrazené na obr. 6. Okrem vody je možné použiť aj iné typy kvapalného chladiaceho média, ako napríklad oleja, výhodou čoho je zabránenie oxidácie materiálu. Tvar častíc je rovnako, ako pri atomizácii vodou nepravidelný. V porovnaní s atomizáciou vodou, chladne materiál pomalšie, čo pri týchto dvoch metódach môže mať za

následok rozdielnu kryštalickú štruktúru. Nevýhodou atomizácie olejom je však možné zvyšovanie obsahu uhlíka v materiáli [49, 52, 53].



Obrázok 6: Schéma princípu fungovania atomizácie vodou [52]

Atomizácia plynom je principiálne podobná atomizácii kvapalinou. Roztavený kovový materiál opäť preteká tryskou, za ktorou je atomizovaný vysokorýchlostným prúdom plynu. Ako atomizačný plyn sa najčastejšie používajú dusík, argón, alebo hélium. Na atomizáciu je možné využiť aj vzduch, avšak pri jeho použití môže dôjsť k oxidácii materiálu. Rozrušenie prúdu roztaveného kovu je spôsobené len predávaním kinetickej energie a o veľkosti častíc v tomto prípade rozhoduje najmä pomer medzi množstvom plynu a kovového materiálu, vzhľadom na to, že nad 0,1 MPa sa rýchlosť plynu s narastajúcim tlakom mení veľmi pomaly. Chladienie materiálu je v porovnaní s atomizáciou kvapalinou taktiež pomalšie, čo má vplyv na kryštalickú štruktúru a tvar, ktorý je obvykle guľovitý [52, 54, 55, 56].

Vákuová atomizácia sa tiež nazýva aj atomizáciou rozpustným plynom. Proces spočíva v rozpustení plynu, obvykle vodíka, alebo zmesi vodíka s argónom, v tavenine pri zvýšenom tlaku (1–3 MPa [3]). Nádoba s taveninou je pomocou keramickej trysky prepojená s evakuovanou komorou. Prudký pokles tlaku v okolí taveniny spôsobí uvoľnenie rozpusteného plynu do okolia a atomizáciu taveniny. Vznikajúce častice sú tvarom podobné časticiam vznikajúcich pri atomizácii plynom a rýchlosť chladenia je v tomto prípade približne 1000 K/s [3, 48, 52].

Atomizácia odstredivou silou v sebe zahŕňa niekoľko metód. Všetky metódy majú rovnaký princíp fungovania, kde dochádza k rozpadu taveniny kovu, alebo zliatiny pomocou odstredivej sily. Mrak kvapiek následne rýchlo tuhne na častice prášku. Tieto metódy sú vo všeobecnosti energeticky účinnejšie a vznikajúci prášok má užšiu distribúciu veľkostí, než v prípade

plynovej, alebo kvapalinovej atomizácie. Prášky majú taktiež z pravidla guľovitý tvar. Metódy sa delia na jednostupňové a dvojestupňové. V jednostupňových metódach sa jedná o rotujúcu elektródu vyrobenú z kovu, ktorý chceme atomizovať. Tá rotuje rýchlosťou približne 15000 ot./min a je postupne tavená iskrovým výbojom. Roztavené častice kovu odlietavajú vo forme kvapiek, ktoré následne tuhnú. Jej výhodou je príprava veľmi čistého práškoveho materiálu. Na druhej strane však nie je možné pripraviť prehriatu taveninu a vznikajúce častice sú relatívne hrubozrnné, s veľkosťou 150 – 250  $\mu\text{m}$  [3], čo je spôsobené okamžitou atomizáciou taveniny hneď po jej vzniku. Týmto problémom sa však dá zabrániť pri použití dvojestupňových metód, kde je kovový materiál v prvom kroku roztavený a následne naliaty na rýchlo rotujúci kelímok, alebo platňu. Tavenina je pomocou trenia tangenciálne urýchlená na okraj platne, kde je atomizovaná. Veľkosť, distribúciu veľkostí a tvar kvapiek ovplyvňuje viacero parametrov, ako napríklad geometria platne, alebo kelímku, rýchlosť a tvar toku taveniny, teplota taveniny, teplota topenia materiálu, alebo hustota a viskozita taveniny [3, 52, 57, 58, 59].

### 2.5.3 Príprava práškoveho horčička

Najjednoduchšou cestou výroby horčikového prášku sú mechanické metódy. V závislosti na požadovanej veľkosti, distribúcii veľkostí a tvaru častíc sa používa sústruženie, brúsenie, drvenie a mletie. V závislosti na použitom výrobnom postupe a podmienkach, je možné vyrobiť častice s veľkosťou 44 – 2000  $\mu\text{m}$  [8] a nepravidelným tvarom. Ich najväčšou výhodou je, že pri nich nie je nutné pracovať v ochrannej atmosfére, avšak vzhľadom na ich veľkosť a tvar sa používajú najmä ako reaktanty v chemickom priemysle. Ďalšou, široko využívanou metódou výroby horčikového prášku je atomizácia plynom, alebo odstredivou silou. Vzhľadom na veľkú náchylnosť horčikovej taveniny na oxidáciu je nutné pracovať pod ochrannou atmosférou. K tomuto účelu sa môže využívať hélium, argón, alebo metán. Dusík sa v tomto prípade taktiež nepoužíva z dôvodu chemickej reakcie s taveninou horčička za vzniku nitridov. Takto vytvorené častice majú vo všeobecnosti guľovitý tvar a v závislosti na výrobných parametroch môžu dosahovať veľkosti menšie, než 44  $\mu\text{m}$  [8]. Okrem čistého horčička je uvedenými metódami tiež možné pripraviť práškový materiál z jeho zliatin [8, 48, 52, 60].

### 2.5.4 Príprava práškoveho hliníka

V závislosti na požadovaných vlastnostiach a čistote, sa dá hliníkový prášok vyrábať viacerými spôsobmi, ako napríklad mletím, atomizáciou plynom, alebo odstredivou silou, elektrolyzou z roztoku aj taveniny, redukčnou reakciou, alebo kondenzáciou pár. Zďaleka najviac je však využívaná atomizácia plynom. V závislosti na výrobných podmienkach sa týmto spôsobom dajú pripraviť častice rôznych veľkostí, vo všeobecnosti približne 1  $\mu\text{m}$  – 2000  $\mu\text{m}$  [61]. Častice môžu mať taktiež rôzny tvar, od guľovitého až po nepravidelný. Nevýhodou tohto procesu je však to, že hliníkový prášok je v zmesi so vzduchom vysoko výbušný. Z tohto dôvodu je nutné zaviesť opatrenia, ako napríklad dostatočné chladenie prášku v uzavretej chladiacej komore so spevnenými stenami, udržiavať koncentráciu prášku vo vzduchu pod limitom výbušnosti. V najnebezpečnejších častiach procesu nainštalovať protiexplozívne poistky a v rámci bezpečnosti ľudí, v týchto častiach automatizovať proces výroby. Tieto opatrenia podstatne zvyšujú cenu hliníkového prášku a tým do istej miery obmedzujú jeho priemyselnú využiteľnosť [61, 62].

### 2.5.5 Príprava práškoveho titánu

Podobne, ako v predošlých prípadoch, sa aj práškový titán často vyrába atomizáciou. V tomto prípade sa však jedná okrem atomizácie plynom, najmä o atomizáciu rotujúcej elektródy. Vzhľadom na to, že pri tradičnej atomizácii iskrovým výbojom môže dochádzať k znečisteniu



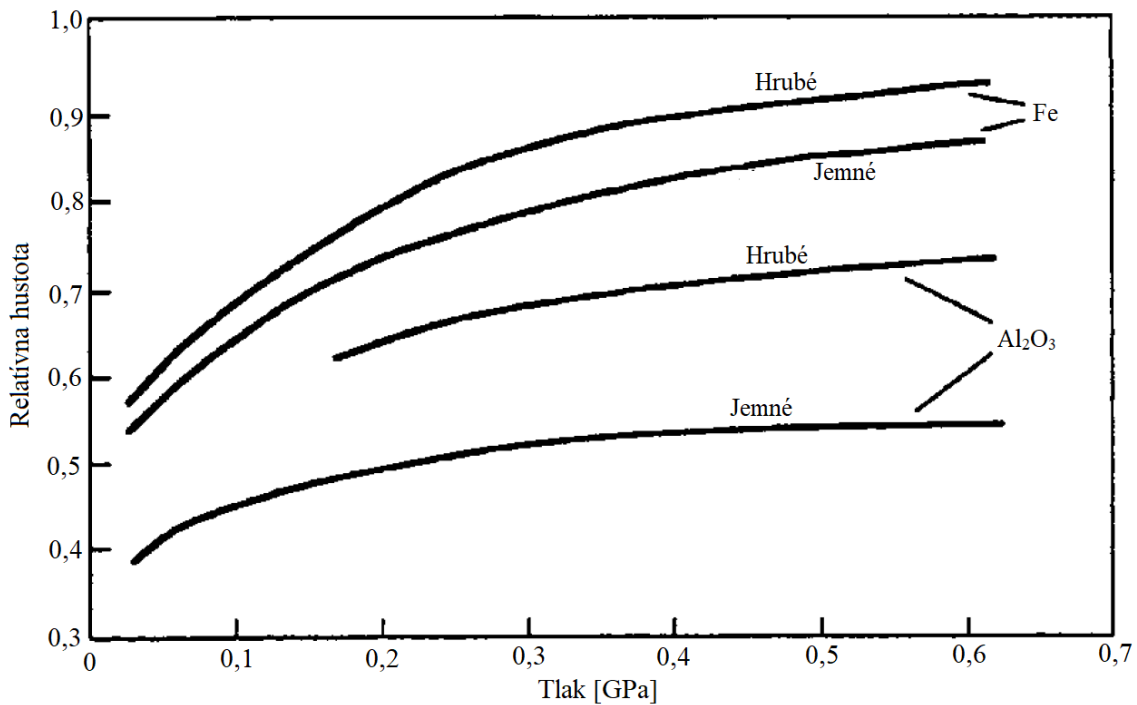
prášku stopovým množstvom materiálu z volfrámovej protielektródy, pristupuje sa v tomto prípade skôr k procesu atomizácie rotujúcej elektródy plazmou (PREP). Elektróda je tavená väčšinou héliovou plazmou. Prášok pripravený pomocou PREP má väčšinou guľovitý tvar a dosahuje veľkosť približne 100  $\mu\text{m}$  – 150  $\mu\text{m}$  [63]. Titánový prášok sa však často pripravuje aj chemickou cestou. Pri výrobe titánu redukciou chloridu titaničitého horčíkom (Krollov proces), vzniká špongiovitý kov, ktorý sa následne melie na menšie častice. Nevýhodou tohto postupu je však znížená čistota prášku a nepravidelný tvar častíc [63, 64, 65].

## **2.6 Lisovanie práškových materiálov**

Za účelom výroby z práškových materiálov, je tvarovanie a kompakcia prášku kľúčovým bodom výrobného procesu. Jednou z možností tvarovania prášku je lisovanie. Podľa procesov, ktoré prebiehajú počas lisovania v materiáli, rozdeľujeme lisovanie na lisovanie za tepla a za studena. Lisovanie za studena prebieha v takom rozsahu teplôt, pri ktorom nedochádza k vysokoteplotným deformačným mechanizmom a väčšinou sa preň volí teplota prostredia. Takto pripravené výlisky musia mať dostatočnú pevnosť na ďalšiu manipuláciu, ako napríklad ich vybratie z lisovnice, alebo vloženie do pece na spekanie. Avšak materiály s nízkou teplotou topenia, ako je napríklad olovo, môžu podliehať vysokoteplotným deformačným mechanizmom aj pri tejto teplote. V takom prípade sa jedná o lisovanie za tepla, ktorého výsledkom je hotový, spečený výrobok. Lisovanie za tepla prebieha pri podobných teplotách ako spekanie materiálu, pri ktorých dochádza aj k vysokoteplotnej deformácii [3, 49].

### **2.6.1 Lisovanie za studena**

Lisovanie za studena sa dá v závislosti na smere pôsobenia tlaku rozdeliť na axiálne a izostatické. V prípade axiálneho lisovania, tlak pôsobí na materiál len v jednom smere a rozlišujeme jednosmerné lisovanie, pri ktorom sa pohybuje len jeden razník, zatiaľ čo druhý je stacionárny. Druhým spôsobom je obojsmerné lisovanie, pri ktorom sú oba razníky v pohybe proti sebe. Pôsobenie tlaku len v jednom smere má za následok nerovnomerné rozloženie hustoty v materiáli po lisovaní. To je spôsobené najmä trením medzi jednotlivými zrnami materiálu a trením medzi materiálom a stenami formy. Odpor trenia voči denzifikácii materiálu sa však dá obmedziť lubrikantami. Na hustotu výlisku má vplyv taktiež lisovací tlak, veľkosť zrn a typ deformácie, ktorej materiál môže podliehať, čo je zobrazené na obr. 7. Hustota výlisku sa vo väčšine prípadov pohybuje v rozmedzí 75 – 85 % [52] teoretickej a najvyššiu hustotu materiál dosahuje v okolí razníku. V prípade obojsmerného lisovania je hustota materiálu uniformnejšia, než v prípade jednosmerného. V procese lisovania súčasne prebiehajú dva deje. Prvým je preskupovanie častíc, ktoré je dominantné na začiatku procesu lisovania. Dochádza pri ňom k rozdrobovaniu niektorých agregátov a vzniku nových, čo vedie znižovaniu množstva dutín v materiáli. Ďalším je plastická deformácia, pri ktorej dochádza k vzniku pevných spojov medzi časticami prášku, v dôsledku porušenia povrchovej oxidovej vrstvy a následného vzniku studených zvarov. V dôsledku toho dochádza k obmedzeniu pohybu častíc a prudko stúpa odpor materiálu k ďalšej kompakcii, ktorá je možná len tečením materiálu v dôsledku plastickej deformácie [3, 52, 66, 67].



Obrázok 7: Závislosť relatívnej hustoty výlisku, veľkosti častíc a typu materiálu na tlaku lisovania [3]

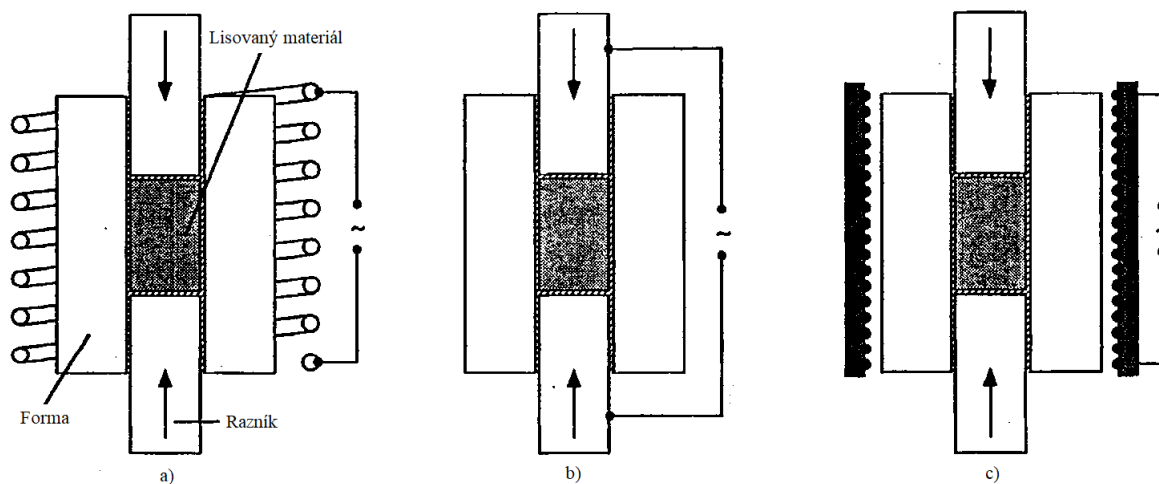
Problém s gradientom hustoty v materiáli sa dá vyriešiť pomocou studeného izostatického lisovania (CIP). Jeho ďalšou výhodou je možnosť lisovania komplikovanejších tvarov, než pri axiálnom lisovaní. Proces spočíva vo využití elastomérskej membrány ako formy, ktorá oddeľuje lisovaný materiál od tekutého média (v prípade CIP sa najčastejšie jedná o hydraulický olej), ktoré pôsobí tlakom na formu. Kompakcia materiálu je teda izotropická a gradient hustoty v materiáli je v porovnaní s axiálnym lisovaním menej výrazný a zároveň je možné dosiahnuť vyššiu relatívnu hustotu aj pri nižšom tlaku. Hustota výlisku závisí taktiež na materiáli a jeho tvare vlastnostiach. Materiály, ktorých častice majú guľovitý tvar, nízku tvrdosť a vykazujú vysoké mechanické spevnenie spravidla dosahujú vyššiu hustotu. Keďže sa elastická forma pohybuje spolu s materiálom, efekt trenia materiálu o steny formy je minimalizovaný. Typický tlak pri CIP sa pohybuje okolo 415 MPa [52]. V porovnaní s axiálnym lisovaním, je vzhľadom na pohyblivú formu zložitejšie dosiahnuť dostatočnú rozmerovú presnosť a výlisky sú obvykle pred spekaním mechanicky opracované. Tento problém sa však dá do istej miery obmedziť použitím rigidných častí formy v miestach, kde je rozmerová presnosť nevyhnutná [52, 68, 69, 70].

### 2.6.2 Lisovanie za tepla

Lisovanie za tepla prebieha pri podobnej teplote, ako spekanie a jeho výsledkom je hotový, spečený výrobok. Z tohto dôvodu sa mu občas hovorí aj spekanie za zvýšeného tlaku. Vzhľadom na pomerne veľký povrch prášku a náchylnosť viacerých kovov na oxidáciu vzdušným kyslíkom najmä za zvýšenej teploty, je nutné pracovať v ochrannej atmosfére. Obvykle sa používajú plyny ako hélium, argón, alebo oxid uhoľnatý, avšak je možné použiť aj vákuum. V porovnaní s lisovaním za studena, nastáva plastická deformácia pri lisovaní za tepla pri nižšom tlaku, čo umožňuje použitie nižšieho tlaku na dosiahnutie vyššej relatívnej hustoty, ktorá sa môže blížiť až k hodnote teoretickej hustoty. Tento jav je spôsobený znižovaním medze klzu so vzrastajúcou teplotou. Pri zvýšenej teplote, sa uplatňujú viaceré mechanizmy plastickej deformácie. Jedná sa o pohyb dislokácií, difúziu a sklz hraníc zrn. To, ktorý deformačný

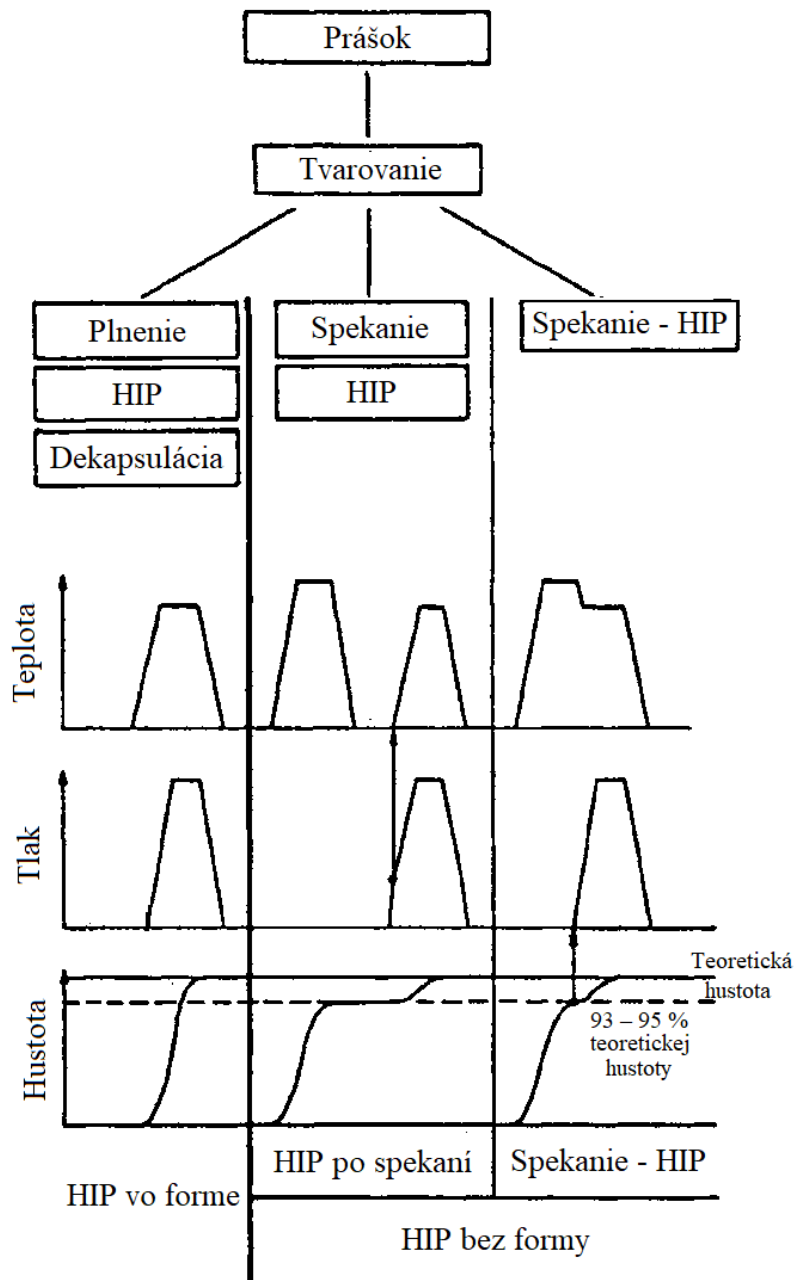
mechanizmus bude prevládať, závisí najmä na tlaku lisovania (a teda mechanickom napätí v materiáli), teplote pri lisovaní, relatívnej hustote materiálu a vlastnostiach materiálu, ako teplota topenia a medza klzu. Lisovanie za tepla prebieha pri teplotách vyšších, než polovica termodynamickkej teploty topenia materiálu, obvykle však až pri  $0,7 - 0,8 T_m$  [3, 71, 72, 73].

Rovnako ako pri lisovaní za studena, môže byť lisovanie za tepla axiálne a izostatické. V prípade axiálneho lisovania je prášok nasýpaný do rigidnej, vyhrievanej formy. Tá môže byť v závislosti na potrebnej teplote, tlaku a kompatibilite s vyrábaným materiálom vyrobená z keramiky, ocele, volfrámu, alebo iných kovových zliatin, avšak najčastejšie sa využíva grafit, ktorý umožňuje presiahnuť pracovnú teplotu  $2500\text{ }^\circ\text{C}$  [3]. Forma môže byť vyhrievaná buď indukčne, odporovo, alebo konvekciou a radiáciou (obr. 8). Lisovací tlak sa typicky pohybuje okolo  $100\text{ MPa}$  pre oceľové formy a  $50\text{ MPa}$  pre formy vyrobené z grafitu. V porovnaní s axiálnym lisovaním za studena, je možné dosiahnuť pri axiálnom lisovaní za tepla vyššiu relatívnu hustotu, avšak vzhľadom na zvýšenú teplotu je komplexnosť dosiahnuteľných tvarov výrobku obmedzená [3, 52, 71].



Obrázok 8: Možnosti zahrievania formy pri axiálnom lisovaní za tepla a) indukčne b) odporovo c) konvekciou a radiáciou [46]

Pri lisovaní za tepla je taktiež možné využiť izostatické lisovanie za tepla (HIP). Na rozdiel od CIP sa tu z dôvodu zvýšenej teploty nepoužívajú kvapalné médiá, ale inertné plyny, ako napríklad argón. Nutnosťou pri izostatickom lisovaní je, aby natlakované médium nemohlo preniknúť cez otvorené póry dovnútra materiálu. V prípade CIP sa tento problém rieši polymérnymi formami, avšak v prípade HIP použitie týchto materiálov nie je možné. Existuje viacero spôsobov ako tento problém obísť. Jedným z nich je použitie plechovej formy, ktorá sa vplyvom tlaku a teploty zmršťuje spolu s lisovaným materiálom, avšak lisovanie v tomto prípade nie je ideálne izotropické. Forma môže byť vyrobená z ocele, titánových zliatin, keramiky, alebo skla. V prípade skla je však nutná predpríprava materiálu lisovaním za studena. Ďalším typom metód, je izostatické lisovanie za tepla bez použitia formy. V tomto prípade sú práškové materiály, rovnako ako v prípade použitia sklenenej formy, najskôr vylisované za studena. Ďalej nasleduje spekanie bez použitia vonkajšieho tlaku, ktorého úlohou je zabezpečiť uzavretie pórov. V závislosti na vlastnostiach materiálu a zmenách jeho mikroštruktúry, môže HIP prebiehať hneď po uzavretí pórov spekaním, alebo až po vychladnutí materiálu. Výhodou tohto procesu je dosiahnutie veľmi vysokej, alebo až teoretickej hustoty materiálu a eliminácia pórov. Celkový prehľad HIP metód je zobrazený na obr. 9 [3, 52, 74].



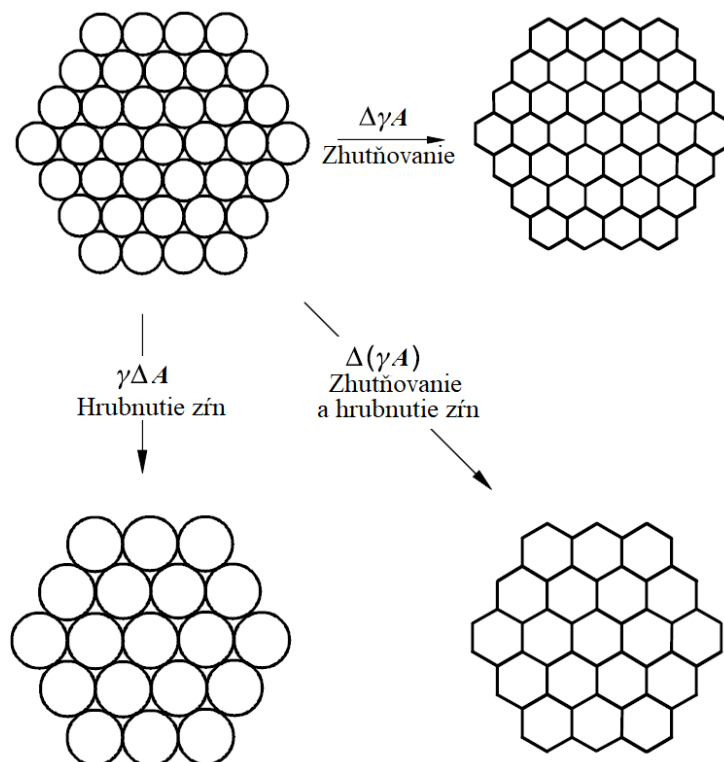
Obrázok 9: Metódy izostatického lisovania za tepla [3]

## 2.7 Spekanie

Na konci lisovania za studena, materiál drží pokope najmä vďaka adhéznym silám medzi jednotlivými časticami, ktoré sú však v porovnaní s väzbami vo vnútri kryštalických mriežok veľmi slabé. Spekanie (tiež nazývané sintrovanie) je tepelne aktivovaný proces transportu hmoty v práškovom materiáli pri ktorom dochádza k znižovaniu merného povrchu rastom kontaktu medzi časticami, znižovaním objemu pórov a zmene ich geometrie pri teplote, ktorá nedosahuje teplotu topenia hlavnej zložky. V prípade spekania viaczložkového systému, sa pri spekaní môže objaviť aj kvapalná fáza, avšak len do takej miery, aby nebola ohrozená geometrická stabilita spekaného telesa. Okrem teploty ovplyvňujú parametre vznikajúceho výrobku aj voľba atmosféry pri spekaní, alebo čas spekania [72, 75].

### 2.7.1 Termodynamika spekania a transport hmoty

Tento proces je z termodynamického hľadiska poháňaný znižovaním voľnej energie systému. To je dosiahnuté viacerými, súbežne sa odohrávajúcimi dejmi. Jedným z nich je znižovanie merného povrchu častíc rastom kontaktu medzi nimi a hrubnutím zrn. Ďalším dejom ktorý znižuje povrchovú energiu, je zmenšovanie a sféroidizácia pórov (zhuťňovanie materiálu). Tieto deje sú poháňané snahou o zmenšenie povrchovej energie, z čoho vyplýva, že čím menšie častice sú prítomné v danom systéme, tým je spekanie jednoduchšie a rýchlejšie. Ich schematické znázornenie sa nachádza na obr. 10. Ďalším dejom znižujúcim voľnú energiu systému je eliminácia defektov v kryštalickej mriežke jednotlivých zrn, ktoré sú často pozostatkom z výroby a lisovania práškových materiálov. V multifázových systémoch dochádza aj k eliminácii nerovnovážnych stavov, ktoré existujú v dôsledku vzájomnej rozpustnosti, alebo chemickej reaktivity jednotlivých zložiek systému [72, 75, 76].

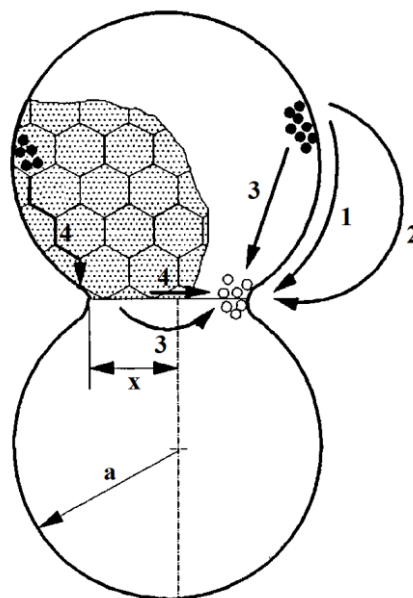


Obrázok 10: Schematické znázornenie procesov znižovania povrchovej energie, kde  $\gamma$  je energia medzifázového rozhrania a  $A$  je merný povrch častíc [75]

Pri spekaní dochádza k transportu hmoty viacerými mechanizmami. Medzi tieto mechanizmy patrí najmä povrchová difúzia, transport v plynnej fáze, objemová difúzia, difúzia na hraniciach zrn a plastický a viskózný tok. To, ktorý z nich bude prevládať, závisí napríklad na veľkosti častíc, priemeru krčku medzi časticami, teplote, čase, alebo prítomnosti kvapalnej fázy. Mechanizmy transportu hmoty sa vo všeobecnosti delia na povrchové a objemové. Oba typy prispievajú k rastu krčkov, avšak len objemové mechanizmy prispievajú k zhuťňovaniu materiálu. V prípade povrchových mechanizmov nedochádza k zhuťňovaniu materiálu, keďže sa jedná len o transport hmoty ktorý začína a končí na povrchu častíc a postupuje v smere geometrického gradientu. Povrchová difúzia je dominantná najmä na začiatku spekania, kedy má materiál ešte relatívne veľký merný povrch. Aktivačná energia povrchovej difúzie je taktiež v porovnaní s ostatnými mechanizmami transportu hmoty menšia, z čoho vyplýva, že bude prebiehať už pri nižšej teplote. Transport v plynnej fáze je pomerne neobvyklým mechanizmom

a vyskytuje sa najmä pri spekaní materiálov s vysokým tlakom nasýtených pár pri teplote spekania [3, 72, 76].

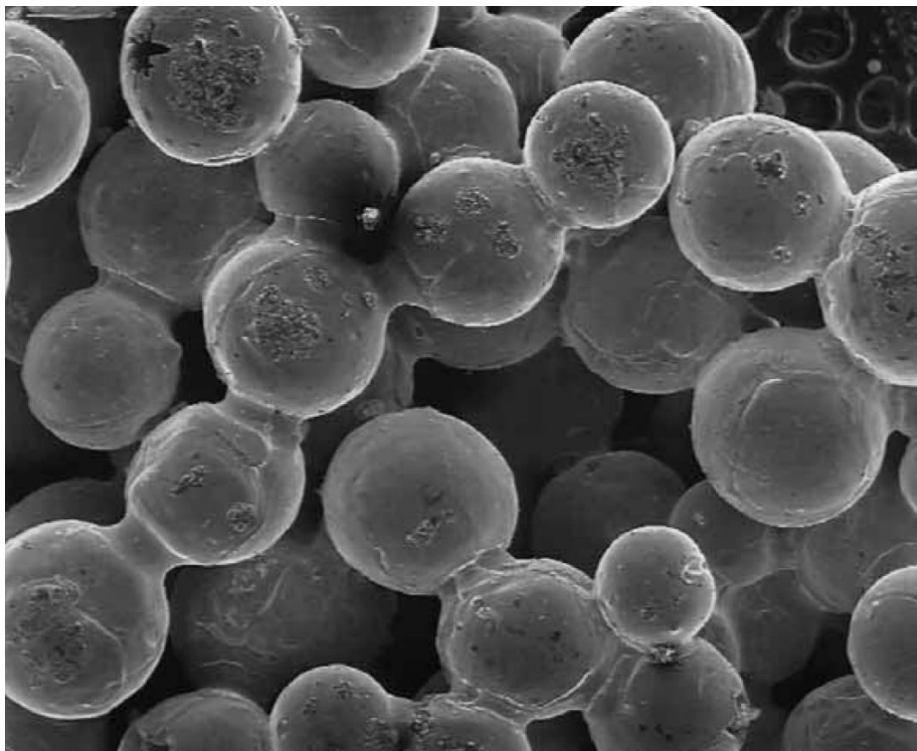
K zhutňovaniu materiálu dochádza vplyvom objemového transportu hmoty, pretože pri týchto mechanizmoch hmotu využitá na rast krčkov pochádza z vnútra materiálu. V prípade, že sa jedná o multifázový systém a každá fáza má iný difúzny koeficient, môže objemový transport hmoty spôsobiť Kirkendallov efekt (vznik vakancií v materiáli). Medzi typy objemového transportu hmoty patria plastický tok, viskózný tok, difúzia na hraniciach zŕn a objemová difúzia. V prípade plastického toku sa jedná o pohyb a postupný zánik dislokácií v materiáli. Najviac sa prejavuje v lisovaných výrobkoch, kde je koncentrácia dislokácií najvyššia v dôsledku deformačného spevnenia. Vzhľadom na to, že v priebehu spekania nové dislokácie nevznikajú, je plastický tok najvýznamnejší na začiatku spekania a jeho význam s časom spekania postupne klesá. Amorfné materiály ako je sklo, alebo plasty, sa spekajú pomocou viskózneho toku. Ten vzniká v dôsledku znižovania viskozity materiálu s teplotou a rýchlosť spekania pri týchto materiáloch je závislá najmä na veľkosti častíc a viskozity. Viskózný tok sa môže objaviť aj u kovových materiáloch, pri ktorých došlo k sformovaniu kvapalnej fázy na hraniciach zŕn. Difúzia na hraniciach zŕn je pomerne dôležitá pre zhutňovanie kryštalických materiálov. Hranice zrna sú defektom v kryštalickej mriežke, v ktorom sú atómy materiálu neusporiadané a v porovnaní so zvyškom mriežky slabo viazané medzi sebou, čoho dôsledkom je ich zjednodušený transport. Napriek tomu, že sa jedná o najvýznamnejší mechanizmus transportu hmoty, s časom spekania postupne dochádza k rastu zŕn a zániku hraníc medzi zrnami a difúzia na hraniciach zŕn sa tým spomaľuje. Objemová difúzia je v porovnaní s difúziou na hraniciach zŕn energeticky náročnejšia a prebieha len pri najvyšších teplotách spekania. Prehľad mechanizmov transportu hmoty, okrem plastického a viskózneho toku, je zobrazený na obr. 11 [3, 72, 76].



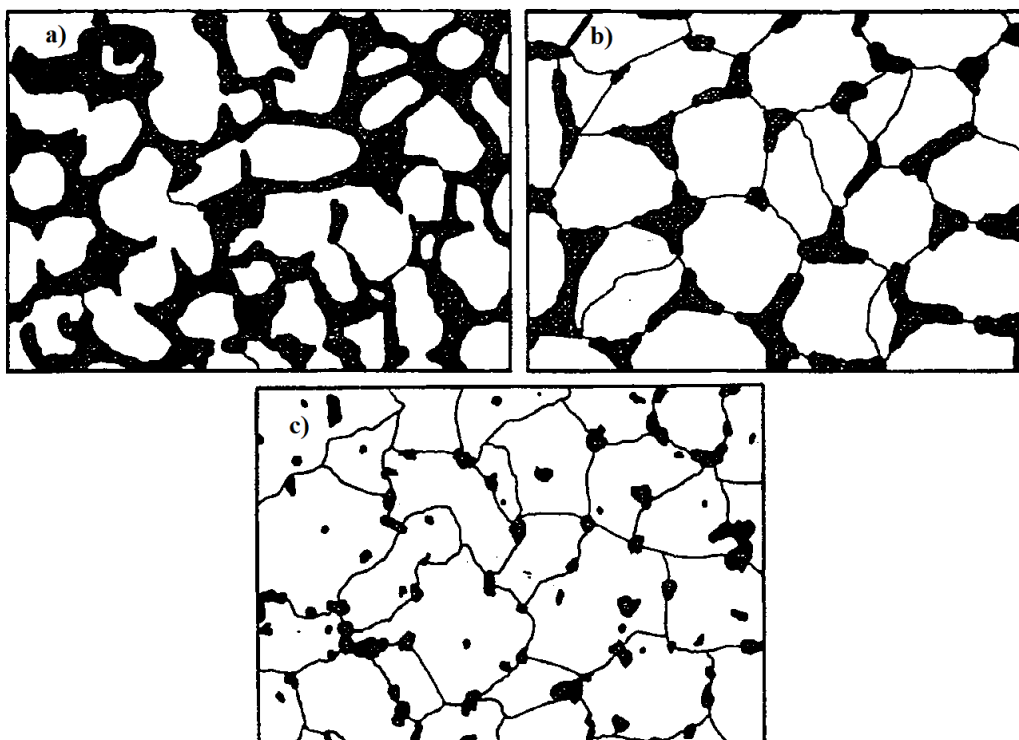
Obrázok 11: Schéma transportu hmoty pri spekaní 1) povrchová difúzia, 2) transport v plynnej fáze 3) objemová difúzia 4) difúzia na hraniciach zŕn [3]

### 2.7.2 Fázy spekania

Proces spekania je fenomenologicky rozdelený do troch fáz. Prvá sa začína sformovaním kontaktov medzi práškovými časticami do spečených mostíkov medzi nimi. Tieto zvary, tiež nazývané krčky, exponenciálne rastú s časom pri teplote spekania a dochádza cez ne k difúzii materiálu. Mikrofotografia vytvorených krčkov je zobrazená na obr. 12. Častice prášku v tejto fáze ostávajú diskkrétne, avšak dochádza k vzniku nových rozhraní medzi kryštalickými zrnami patriacimi rozdielnym časticiam prášku. Práškové častice sa k sebe približujú len nepatrne, preto je aj zmrštenie materiálu v tejto fáze len pomerne malé. Na začiatku druhej fázy existuje v materiáli spojitá sieť pórov, z ktorých je veľká časť otvorená, avšak v priebehu tejto fázy sa začínajú uzatvárať. V dôsledku rýchleho rastu krčkov a rastu častíc kvôli transportu hmoty, jednotlivé častice práškového materiálu začínajú strácať svoju identitu. Procesmi v tejto fáze dochádza k tvorbe novej mikroštruktúry materiálu a dochádza k najväčšiemu zmršteniu. Počas tretej fázy dochádza k rýchlemu zvýšeniu relatívneho množstva uzavretých pórov v materiáli. Dochádza taktiež k ich zmenšovaniu a sféroidizácii. V prípade, že vo vnútri pórov ostal uzavretý plyn, je po dosiahnutí rovnováhy tlaku plynu v póre s tlakom spôsobeným povrchovým napätím materiálu ďalšie zhutňovanie nemožné. Výnimku tvoria napríklad prípady spekania vo vákuu, alebo spekania materiálov, cez ktoré plyn môže ľahko difundovať do okolia. V týchto prípadoch môže dochádzať k ďalšiemu zhutňovaniu materiálu a to najmä pri spekaní jemných, práškových častíc. Zmena mikroštruktúry počas jednotlivých fáz spekania je zobrazená na obr. 13 [3, 72, 77, 78].



Obrázok 12: Mikrofotografia krčkov medzi časticami bronzu v počiatkovej fáze spekania [72]

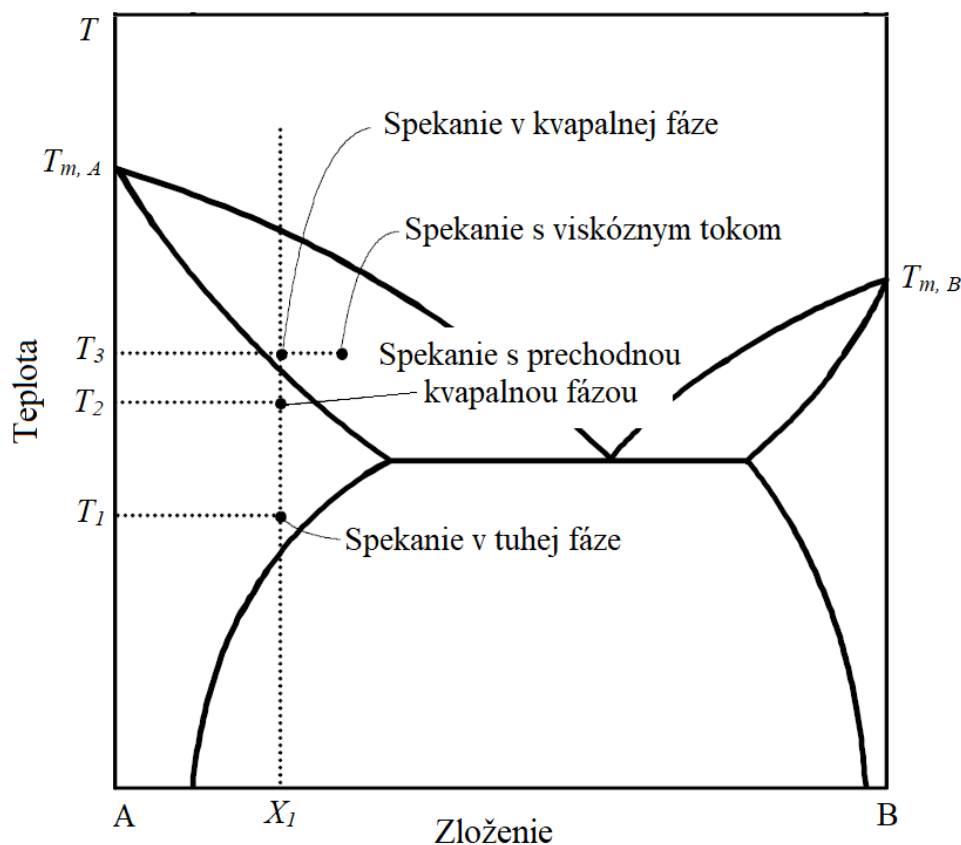


Obrázok 13: Schematické znázornenie zmeny mikroštruktúry v a) prvej, b) druhej, c) tretej fáze spekania [3]

### 2.7.3 Typy spekania

V závislosti na prítomnosti, alebo absencii kvapalnej fázy, sa spekanie vo viacfázových systémoch delí na viacero typov. Základné rozdelenie je na spekanie v pevnej fáze a v kvapalnej fáze. Najväčšou výhodou spekania v kvapalnej fáze je zrýchlenie celého procesu v porovnaní so spekaním v pevnej fáze. To je spôsobené jednoduchšou difúziou atómov a zníženým trením medzi časticami. Kapilárne sily taktiež urýchľujú zhutňovanie materiálu a v porovnaní so spekaním v pevnej fáze, je možné dosiahnuť vyššej relatívnej hustoty aj bez aplikácie externého tlaku. Ďalej je možné rozpustiť ostré hrany jednotlivých častíc, čo umožní efektívnejšie vyplnenie priestoru. Na druhej strane je nevýhodou tohto typu spekania možná deformácia tvaru výrobku a to najmä v prípade, keď sa v systéme nachádza priveľa taveniny. Na obr. 14 je schematicky zobrazený fázový diagram dvojzložkového systému, v ktorom sú vyznačené rôzne typy spekania. Pri teplote  $T_1$  dochádza k spekaniu v tuhej fáze, zatiaľ čo pri teplote  $T_3$  dochádza ku spekaniu v kvapalnej fáze. Pri teplote  $T_2$  dochádza ku spekaniu s prechodnou kvapalnou fázou. Táto teplota sa síce nachádza pod čiarou solidus, avšak už je nad eutektickou teplotou. Táto kombinácia umožňuje vznik kvapalnej fázy v skorých fázach spekania, ktorá však v priebehu procesu zaniká a spekanie je dokončené v tuhej fáze. Spekanie s viskóznym tokom nastáva, pokiaľ sa v systéme vyskytuje dostatočné množstvo taveniny. Pri tomto type spekania je možné dosiahnuť až teoretickej hustoty materiálu a to aj bez plastickej deformácie častíc prášku, alebo aplikácie vonkajšieho tlaku [75, 79, 80, 81].





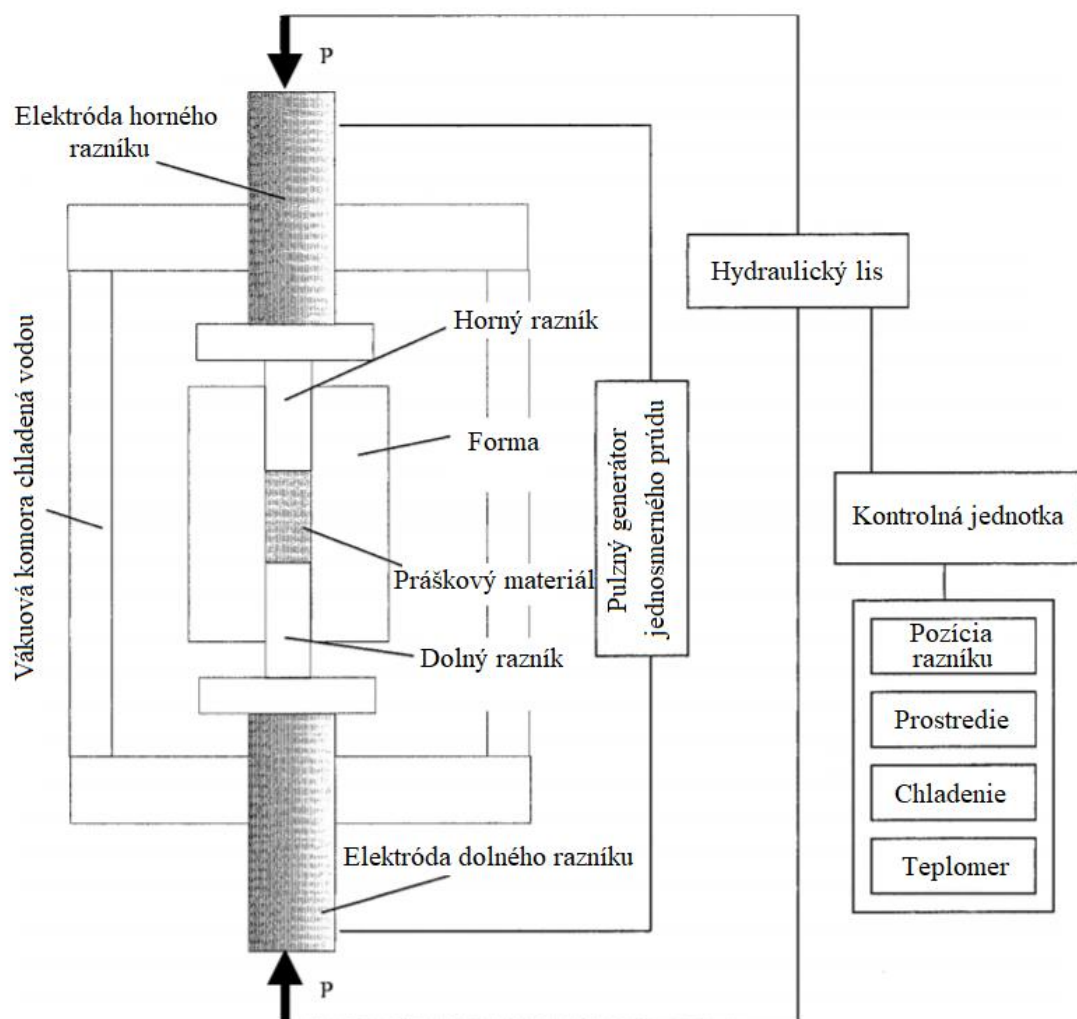
Obrázok 14: Schematický rovnovážny fázový diagram, popisujúci typy spekania podľa prítomnosti kvapalnej fázy [75]

## 2.8 Poľom aktivované spekanie

Poľom aktivované spekanie je metóda spekania, ktorá umožňuje rýchle spekanie, ktoré trvá 5 min – 30 min a to aj pre materiály s vysokou teplotou topenia a nízkou plasticitou. Princípiálne je podobná lisovaniu za tepla, avšak rozdiel je v princípe zahrievania materiálu. Pri lisovaní za tepla sa na tento účel používa externý zdroj tepla, zatiaľ čo SPS na zahrievanie materiálu používa pulzy jednosmerného, alebo striedavého elektrického prúdu s pomerne nízkym napätím a vysokým elektrickým prúdom. V prípade spekania vodivých častíc, vzniká Joulovo teplo priamo v materiáli, zatiaľ čo pri nevodivých časticiach sa teplo generuje najmä odporovým zahrievaním razníkov a formy. To umožňuje vysokú rýchlosť zahrievania, ktorá môže dosiahnuť až 1000 K/min [82]. Súčasné použitie teploty a tlaku v SPS umožňuje pracovať pri teplote asi o 200 °C – 250 °C [83] nižšej, než pri konvenčných technikách spekania na dosiahnutie vysoko kompaktného materiálu, ktorého hustota sa môže blížiť k teoretickej, alebo ju dokonca dosiahnuť. V SPS je kvôli vysokej rýchlosti zahrievania hrubnutie zŕn spomalené, vďaka čomu je možné jednoduchšie kontrolovať mikroštruktúru výrobku. Z tohto dôvodu je možné pomocou SPS vyrobiť keramické, alebo kovové nanokompozity, ktoré majú nízku pórovitosť a vysokú hustotu. Proces SPS spravidla prebieha vo vákuu, alebo ochrannej atmosfére, za účelom zabránenia nežiadúcej oxidácie materiálu a komponentov prístroja, pri zvýšených teplotách [82, 83, 84].

Samotné spekanie materiálu pri SPS prebieha vo vnútri vákuovej komory. Tá je prepojená s vákuovým systémom a prívodom inertného plynu. Jej úlohou je vydržať prítomnosť rôznych typov atmosféry, ako je napríklad vákuum, dusík, argón, alebo inej inertnej atmosféry a to až do teploty 2200 °C. Z tohto dôvodu býva vákuová komora vybavená dutými stenami v ktorých je zabezpečený obeh chladiva (obvykle vody). Ďalšou dôležitou súčasťou systému na SPS je

zdroj elektrického prúdu. Ten musí byť schopný zahriať vzorky rýchlosťou aspoň 800 K/min, ideálne až 1000 K/min. Požiadavky na zdroj sa môžu líšiť podľa typu a zloženia spekaného materiálu a veľkosti formy, avšak vo všeobecnosti sa požaduje prúd aspoň 8 kA – 10 kA, pri napätí 5 V – 30 V a trvaní jedného pulzu 1 ms – 300 ms. Za účelom aplikácie tlaku sa spravidla používa hydraulický lis, ktorý je schopný vyvinúť silu až 250 kN. Tlak by malo byť možné aplikovať aj uvoľniť relatívne rýchlo a je nutné, aby všetky jeho súčasti vo vnútri vákuovej komory boli chladené vodou, za účelom výdrže vysokého tlaku pri teplotách dosahujúcich až 2200 °C. Rzníky a forma musia byť vyrobené z tepelne odolného, vodivého materiálu. K tomuto účelu sa obvykle používa grafit, avšak ten limituje aplikovateľný tlak na 100 MPa. Okrem grafitu je tiež možné použiť karbid volfrámu. Vstupné a výstupné parametre procesu SPS ako sú elektrický výkon, prostredie vo vákuovej komore, tlak aplikovaný hydraulickým lisom, chladenie, teplota a bezpečnostné prvky, sú riadené pomocou kontrolnej jednotky, ktorá je ovládaná počítačom. Schéma prístroja na SPS je zobrazená na obr. 15 [83, 85, 86].

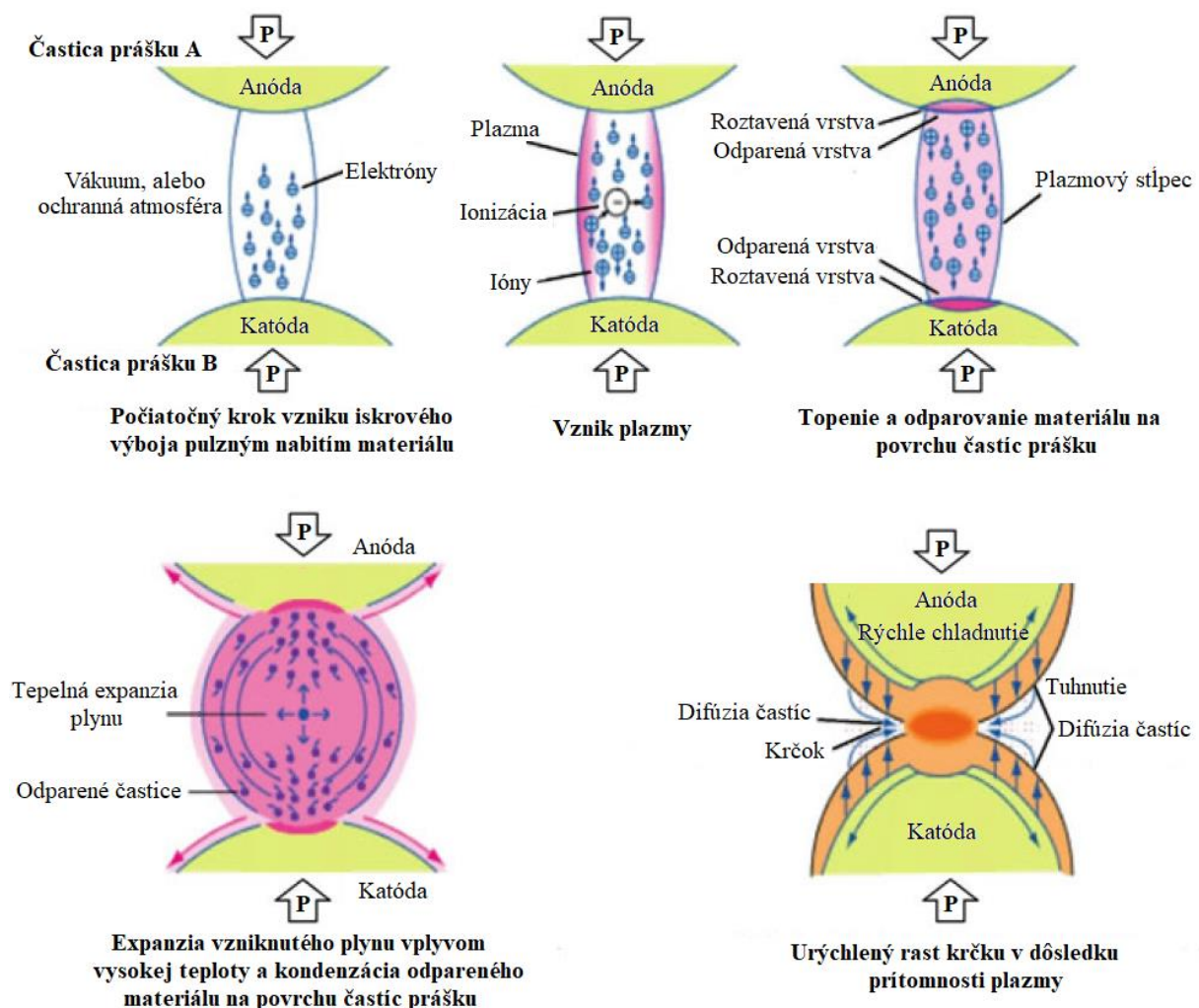


Obrázok 15: Schéma prístroja na SPS [85]

Proces SPS sa vo všeobecnosti uskutočňuje v štyroch hlavných krokoch. V prvom ide najmä o vytvorenie vákuua, prípadne následnú tvorbu inertnej atmosféry na spekanie. V druhom kroku sa aplikuje tlak na práškový materiál. To spôsobí jeho zhutnenie a elimináciu veľkých pórov vo voľne nasýpanom prášku. Tretí krok sa začína odporovým zahrievaním materiálu, zatiaľ čo

sa naň stále pôsobí tlakom. V tomto kroku prebieha samotné spekanie materiálu. Posledný, štvrtý krok v sebe zahŕňa uvoľnenie tlaku a chladenie materiálu [83, 86].

Vysoká hodnota elektrického prúdu počas procesu SPS môže taktiež ovplyvniť mechanizmy spekania. Okrem mechanizmov diskutovaných v predošlých kapitolách o lisovaní za tepla a spekaní, množstvo aplikovanej elektrickej energie môže dosiahnuť hodnotu, kedy sa v systéme objaví plazma vo forme iskrového výboja. Nevodivá, povrchová vrstva oxidov na časticiach prášku, alebo medzera medzi časticami môže spôsobiť, že častice sa medzi sebou začnú správať ako malé kondenzátory a pri ich vybití, môže takýto výboj vzniknúť. V dôsledku toho dochádza ku krátkodobému, lokálnemu nárastu teploty, ktorý môže dosiahnuť až niekoľko tisíc stupňov Celzia [83]. Tento nárast teploty zapríčini roztavenie a vyparenie povrchu častíc prášku, čo podporuje difúziu a urýchľuje formovanie krčkov medzi časticami. V prípade kovových materiálov je ďalšou výhodou odparenie a rozklad povrchovej oxidovej vrstvy, čoho dôsledkom je kontakt priamo medzi atómami kovu, čo taktiež uľahčuje vznik krčku. Celkový vizuálny popis vzniku iskrového výboja medzi časticami prášku sa nachádza na obr. 16 [83, 85, 86].



Obrázok 16: Schéma vzniku plazmy vo forme iskrového výboja a následné urýchlenie formovania krčku v procese SPS [83]

## 2.9 Súčasný výskum systému Mg–Al–Ti

V súčasnosti prebieha rozsiahla výskumná činnosť v oblasti prípravy horčikových zliatin v kombinácii s hliníkom a titánom. Jedná sa o perspektívnu technológiu, ktorá by mohla priniesť nové materiály s unikátnymi vlastnosťami medzi ľahkými kovovými zliatinami, najmä z pohľadu mechanických vlastností.

### 2.9.1 Príprava kompozitného materiálu $Al_3Ti$ /Mg práškovou metalurgiou

Yang a kol. vo svojej práci [87] pripravili kompozitný materiál pozostávajúci z horčikovej matrice a  $Al_3Ti$  časticovou výstužou, ktorá bola pripravená in situ z práškového hliníka a titánu. Procesy odohrávajúce sa v zmesi pri zahrievaní, boli skúmané pomocou diferenčného kompenzačného kalorimetra (DSC) (NETZSCH-STA449C). Mikroštruktúra a prvkové zloženie boli skúmané pomocou rastrovacieho elektrónového mikroskopu (SEM) (TXA-840A), ktorý bol vybavený energiovo disperzným spektrometrom (EDS). Fázové zloženie bolo skúmané röntgenovým difraktometrom (XRD) (Rigaku D/Max-2500/pc). Bolo zistené, že počas reakčného spekania systému Mg–Al–Ti sa častice  $Al_3Ti$  tvoria v dôsledku reakcie roztaveného hliníka s rozpusteným titánom a vzniknuté intermetalické častice sa akumulujú na pôvodných miestach častíc titánu. S rastúcim časom spekania dochádza k lepšej disperzii častíc intermetalika v matrici. Horčík pri týchto reakciách taktiež pôsobí ako katalyzátor tým, že posúva reakciu hliníka s titánom na nižšie teploty. Na elimináciu celého obsahu titánu je však potrebné vyššie množstvo hliníka, než je jeho teoretické množstvo potrebné pre vznik intermetalika  $Al_3Ti$ , čo je spôsobené jeho rozpustnosťou v horčikovej matrici.

### 2.9.2 Vlastnosti prídavku hliníka a titánu na horčík

Sankaranarayanan a kol. skúmali v práci [88] efekt prídavku hliníka a titánu v horčíku. Boli tu pripravené 4 typy vzoriek a to horčík s prídavkom 3 hm. % hliníka (1), 5,6 hm. % titánu (2), 3 hm. % hliníka a 5,6 hm. % titánu bez predošlej predúpravy (3) a 3 hm. % hliníka a 5,6 hm. % titánu, ktoré boli pred tým spolu mleté v guľovom mlyne (4). Taktiež bola pripravená vzorka čistého horčíka (0) za účelom porovnania výsledkov. Vzorky boli pripravené sprejovaním taveniny a následným pretlačovaním za tepla. Na každej zo vzoriek bola vykonaná analýza mikroštruktúry a fraktografia pomocou SEM (Jeol JSM-5800 LV) vybaveným s EDS analyzátorom a svetelným mikroskopom (Olympus). Taktiež bolo vykonané XRD (Shimadzu LAB X XRD 6000), testy mikrotvrdoosti podľa Vickersa (Matsuzawa MXT 50) a meranie pevnosti v ťahu a tlaku (Model-MTS 810). Bolo zistené, že prídavok hliníka vo vzorke 1 spôsobil vznik fázy  $\beta$ , čo spôsobilo zlepšenie mechanických vlastností, ako je pevnosť v ťahu a tlaku a taktiež zvýšenie tvrdosti, čo je vidno v tab. 3. Taktiež tu došlo k zjemneniu mikroštruktúry, v porovnaní s čistým horčíkom. Prídavkom titánu vo vzorke 2 bol pripravený kompozitný materiál, ktorý vykazoval zlepšené mechanické vlastnosti v porovnaní s čistým horčíkom. Taktiež bolo zistené, že zmáčavosť medzi časticami titánu a taveninou horčíka je veľmi dobrá. V prípade prídavku hliníka aj titánu vo vzorkách 3 a 4 do veľkej miery záležalo na predúprave. V prípade vzorky 3 (bez predúpravy) došlo ku vzniku časticového kompozitu pozostávajúceho z výstuže vo forme častíc Ti v matrici zliatiny typu Mg–Al (došlo k vytvoreniu fázy  $\beta$ ). Vo vzorke 4 došlo vďaka mletiu zmesi hliníka a titánu pred jej použitím, ku vzniku časticového kompozitu, kde sa v horčikovej matrici nachádzali častice titánu a intermetalickej fázy  $Al_3Ti$ . Táto vzorka vykazovala najväčšie zvýšenie medze klzu a pevnosti v ťahu aj v tlaku, najvyššiu tvrdosť a najnižšiu ťažnosť spomedzi všetkých vzoriek. Taktiež došlo k zníženiu koeficientu tepelnej rozťažnosti a zjemneniu mikroštruktúry v porovnaní s čistým horčíkom.

Tabuľka 3: Výsledky merania pevnosti v ťahu a tlaku a tvrdosti [88]

Vzorka	Skúšanie v ťahu			Skúšanie v tlaku			Tvrdosť [HV 0,025]
	Medza klzu [MPa]	Pevnosť [MPa]	Ťažnosť [%]	Medza klzu [MPa]	Pevnosť [MPa]	Ťažnosť [%]	
0	125 ± 9	169 ± 11	6,2 ± 0,7	74 ± 3	273 ± 11	22,7 ± 4,9	48 ± 1
1	161 ± 15	250 ± 20	7,5 ± 1,1	127 ± 2	437 ± 5	21,7 ± 4,3	65 ± 2
2	158 ± 6	226 ± 6	8,0 ± 1,5	85 ± 3	360 ± 5	13,6 ± 1,2	71 ± 2
3	167 ± 5	236 ± 5	4,8 ± 0,5	104 ± 1	378 ± 13	12,6 ± 1,3	78 ± 3
4	194 ± 2	265 ± 2	4,8 ± 0,6	139 ± 6	431 ± 14	12,9 ± 1,6	93 ± 3

### 2.9.3 Zlepšenie mechanických vlastností horčička prídavkom titánu a hliníka

V práci [89] Rashad a kol. študovali zmenu mechanických vlastností čistého horčička v dôsledku prídavku titánu a hliníka. Za týmto účelom bola pripravená referenčná vzorka čistého horčička, vzorky horčička s 10 hm. % titánu a 10 hm. % titánu s 1 hm. % hliníka. Vzorky boli pripravené pomocou práškovej metalurgie. Tlak pri lisovaní dosahoval 620 MPa teplota spekania bola 630 °C po dobu 110 min. Nakoniec boli vzorky zahriate na teplotu 350 °C a pretlačované rýchlosťou 1 m·min<sup>-1</sup>. Fázové zloženie vzoriek bolo skúmané pomocou XRD (D/MAX-1200), povrch a mikroštruktúra a fraktografia boli skúmané pomocou svetelného mikroskopu a SEM EDS analyzátorom. Taktiež bola zmeraná mikrotvrdosť podľa Vickersa (SHANGHAI HX-1000TM) a pevnosť v ťahu. Bolo zistené, že prídavkom titánu boli zlepšené všetky merané mechanické vlastnosti materiálu, v porovnaní s čistým horčičkom, čo je zobrazené v tab. 4. Pri pridaní hliníku došlo k jeho rozpusteniu v horčičkovej matrici, čo malo zjavne dobrý vplyv na kompatibilitu matrice s titánovou výstužou a v dôsledku toho dosiahla táto vzorka najvyššiu pevnosť. Táto vzorka mala oproti čistému horčičku taktiež najjemnejšie zrno. Hodnoty namerané počas ťahových testov sa zhodujú aj s fraktografickými pozorovaniami, kde čistý horčiček vykazoval najmä krehký lom, zatiaľ čo lom u kompozitných materiálov bol prevažne ťažný. K lomu kompozitných materiálov došlo najmä v miestach, kde sa nachádzala výstuž.

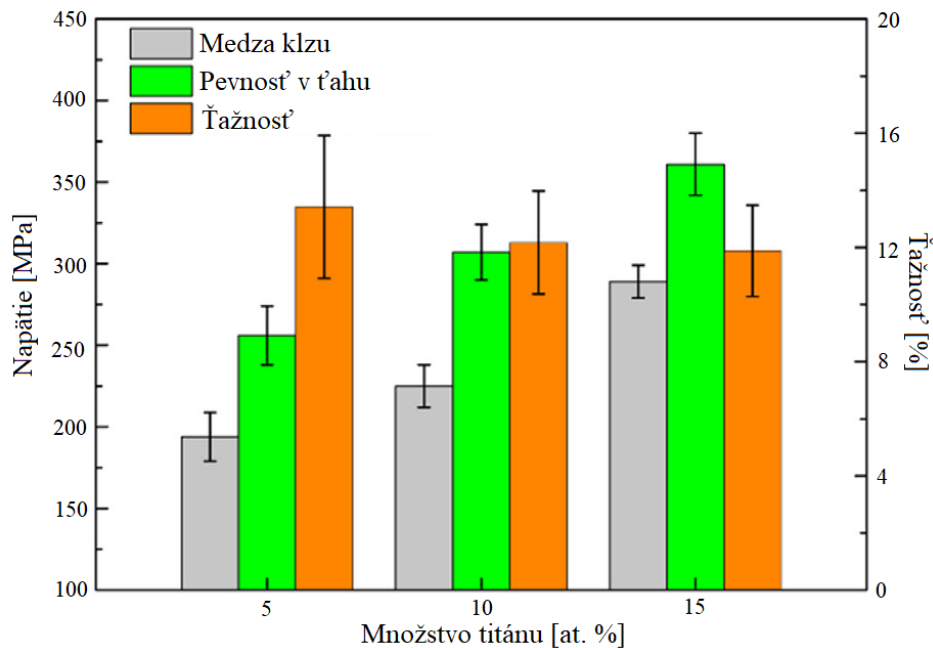
Tabuľka 4: Výsledky merania pevnosti v ťahu a tvrdosti [89]

Vzorka	Medza klzu [MPa]	Pevnosť v ťahu [MPa]	Ťažnosť [%]	Tvrdosť Hv 0,1
Mg	104	164	6,2	40
Mg-10Ti	147	212	11,1	46
Mg-10Ti-1Al	163	238	21,2	55

### 2.9.4 Mikroštruktúra a mechanické vlastnosti kompozitu Ti/AZ31

Yu a kol. v práci [90] skúmali zmenu mikroštruktúry a pevnosti v ťahu za laboratórnej a zvýšenej teploty u zliatiny AZ31, s prídavkom častíc titánu s priemernou veľkosťou 310 nm. Za týmto účelom boli pripravené vzorky s 5 at. % titánu, 10 at. % titánu a 15 at. % titánu. Vzorky boli pripravené vákuovým lisovaním za tepla pri teplote 523 K a tlaku 50 MPa po dobu 30 min. Vzorky boli následne pretláčané za horúca, pri teplote 523 K. Vzorky vykazovali relatívnu hustotu až 99 %. Na pozorovanie mikroštruktúry bol použitý transmisný elektrónový mikroskop (TEM) vybavený s EDS analyzátorom. Na meranie pevnosti v ťahu za laboratórnej teploty bol použitý testovací prístroj Instron 5569 a na meranie pevnosti v ťahu za zvýšenej teploty bol použitý testovací prístroj Instron 5500R. Pevnosť za zvýšenej teploty bola meraná pri teplote 573 K. Na základe pozorovania mikroštruktúry extrudovaných vzoriek bolo zistené,

že s prídavkom titánu sa priemerná veľkosť kryštalických zŕn znižuje. Pre vzorky s 5 at. % titánu, 10 at. % titánu a 15 at. % titánu, bola priemerná veľkosť 1,2  $\mu\text{m}$ , 1,0  $\mu\text{m}$  a 0,8  $\mu\text{m}$ , čo malo pravdepodobne vplyv aj na pevnosť v ťahu. Výsledok ťahovej skúšky za laboratórnej teploty je uvedený na obr. 17. Z výsledkov je zrejmé, že pevnosť a medza klzu sa so vzrastajúcim množstvom titánu zvyšovala, zatiaľ čo ťažnosť klesala. Pri 15 at. % prídavku titánu, sa jedná až o 2,4-násobok medze klzu v porovnaní s čistou zliatinou AZ31, pri ktorej autor uvádza hodnotu medze klzu 99 MPa. Podobný trend ako pri pevnosti za laboratórnej teploty môžeme pozorovať aj pri meraniach za zvýšenej teploty. So vzrastajúcim množstvom titánu v zliatine, dosahovala medza klzu pri ťahovej skúške hodnotu 63 MPa, 69 MPa a 82 MPa.



Obrázok 17: Výsledky ťahových skúšok pre rôzne zloženia kompozitného materiálu typu Ti/AZ31 [89]

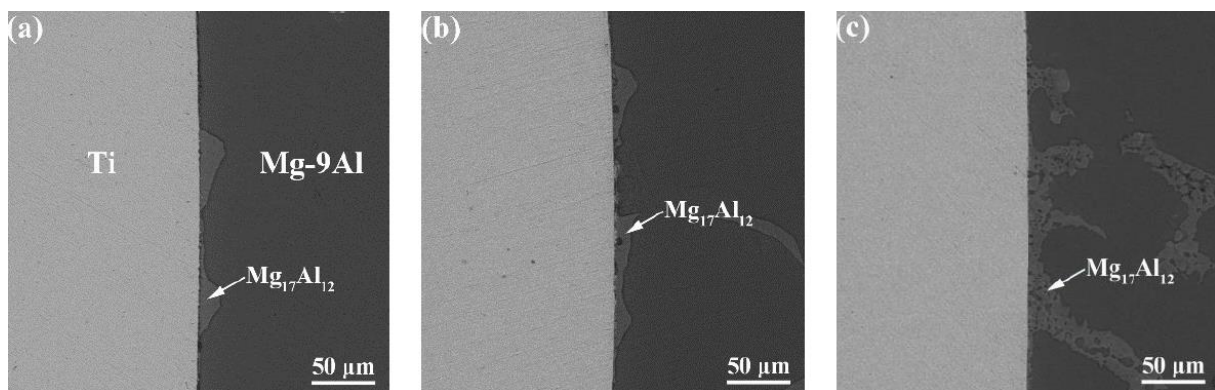
### 2.9.5 Vplyv teploty lisovania zmesi Mg–Al–Ti na mikroštruktúru

Olszówka-Myalska a kol. [91] skúmali vplyv teploty na mikroštruktúru materiálu pri príprave kompozitu typu Mg–Al–Ti lisovaním za tepla. Boli pripravené 3 typy vzoriek, každý s hmotnostným pomerom Mg:Ti:Al 10,5:6,1:3,4. Ich príprava pozostávala z dvoch krokov. V prvom boli lisované pri tlaku 15 MPa a teplote 300 °C po dobu 30 min. Následne sa pokračovalo ďalších 30 min pri tlaku 8 MPa a teplote 640 °C pre vzorku 1, 650 °C pre vzorku 2 a 660 °C pre vzorku 3. U každého typu vzoriek bola zmeraná tvrdosť a mikrotvrdosť (Duramin A). Mikroštruktúra a zloženie metalografického výbrusu bolo pozorované pomocou SEM (Hitachi 4200) s EDS analyzátorom (Noran system). Fázové zloženie bolo skúmané pomocou XRD (Jeol JDX-7S). Metódou XRD boli v kompozitných vzorkách identifikované dva typy intermetalických fáz a to  $\text{Al}_3\text{Ti}$  a  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  a tuhé roztoky  $\alpha\text{Ti}$  a  $\alpha\text{Mg}$ . Bolo zistené, že všetok elementárny hliník bol spotrebovaný na tvorbu jednej z týchto fáz. Fáza  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  bola dispergovaná v horčíkovej matici a jej disperzia sa zvyšovala s teplotou. Fáza  $\text{Al}_3\text{Ti}$  sa vytvorila buď ako tenká vrstva okolo Ti častíc pri vzorke 1, alebo bola pri vyššej teplote dispergovaná v horčíkovej matici, ale so sklonom ku koncentrácii okolo častíc Ti. Tvrdosť dosahovala u všetkých troch vzoriek hodnotu približne 130 HV 3, avšak mikrotvrdosť u Ti častíc stúpala s teplotou spekania a dosahovala hodnôt  $178,5 \pm 23$  HV 0,1 u vzorky 1,

$196 \pm 32$  HV 0,1 pri vzorke 2 a  $215 \pm 18$  HV 0,1 pri vzorke 3. So vzrastajúcou teplotou taktiež klesala priemerná veľkosť častíc titánu.

### 2.9.6 Fázové rozhranie Mg–9Al/Ti

Dai a kol. študovali vo svojej práci [92] fázové rozhranie medzi zliatinou Mg–9Al a čistým titánom. Za týmto účelom boli pripravené vzorky roztavením zliatiny Mg–9Al (9 hm. % Al), do ktorej bola následne ponorená vyčistená titánová tyč s priemerom 8 mm. Tavenina s tyčou vo vnútri bola udržiavaná pri teplote  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  po dobu 0 min (a), 30 min (b) a 60 min (c) pre 3 typy vzoriek. Celý systém bol následne ponechaný vychladnúť na laboratórnu teplotu. Rozhranie medzi zliatinou a titánom bolo pozorované na priečnom reze pomocou SEM (TESCAN VEGA 3 LMH) vybaveným EDS analyzátorom (Oxford Instrument Technology). Fázové zloženie bolo skúmané pomocou XRD (D/Max 2500PC). Na záver bola testovaná pevnosť rozhrania v strihu (NEW SANSEI CMT-5105), po ktorej bol lom materiálu pozorovaný pomocou SEM. Na obr. 18 sú mikrofotografie rozhrania medzi zliatinou a titánom, z ktorých je vidieť že pri zvyšujúcom sa čase difúzie dochádza ku zvýšenej tvorbe fázy  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  blízko rozhrania. Predĺženie času difúzie má taktiež vplyv na pevnosť rozhrania v strihu, ktorá dosahovala hodnotu 16 MPa pre vzorku a), 35 MPa pre vzorku b) a 56 MPa pre vzorku c). EDS analýza a XRD uskutočnené na lomových plochách taktiež ukázali, že vo všetkých troch prípadoch došlo k lomu v matici Mg–9Al pri rozhraní a v prípade vzorky c) taktiež došlo k tvorbe intermetallickej fázy  $\text{Al}_3\text{Ti}$  na povrchu titánu.



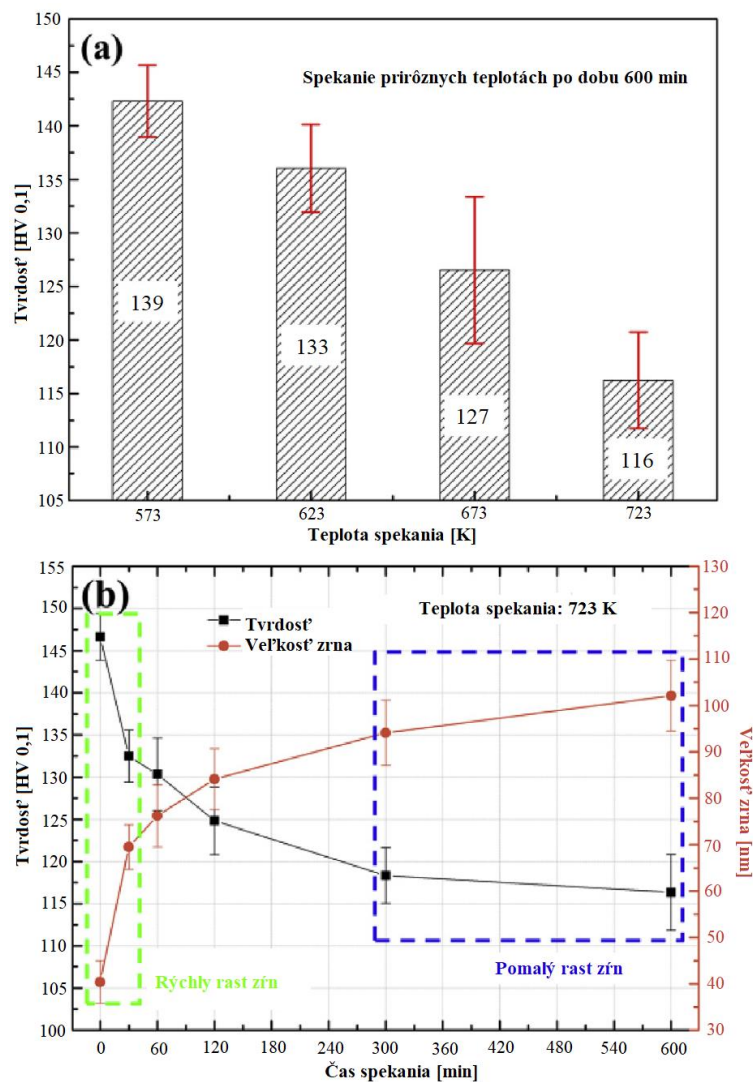
Obrázok 18: Mikrofotografie rozhrania Mg–9Al/Ti pre vzorky a) b) a c) [92]

### 2.9.7 Vplyv prídavku titánu na zliatinu AZ31

Zaid, Raghad a Hememat v štúdiu [93] skúmali vplyv prídavku titánu na mechanické vlastnosti a mikroštruktúru liatej a pretlačanej zliatiny AZ31. Merania boli vykonané na 4 typoch vzoriek, z ktorých 2 boli tvorené čistou zliatinou AZ31 (jedna vzorka liata, druhá liata a pretláčaná) a 2 vzorky boli tvorené zliatinou AZ31 a 0,15 hm. % titánu (jedna vzorka liata, druhá liata a pretláčaná). Na každom type vzorky bol vykonaný test tvrdosti podľa Vickersa, pozorovanie mikroštruktúry pomocou svetelného mikroskopu a taktiež bola vypočítaná hodnota energie potrebná na pretlačanie materiálu. Na základe pozorovania svetelným mikroskopom bolo zistené, že prídavok titánu mal vplyv na priemernú veľkosť kryštalických zŕn materiálu. U liatych vzoriek sa priemerná veľkosť znížila z  $22\text{ }\mu\text{m}$  u čistej zliatiny, na  $16\text{ }\mu\text{m}$  u zliatiny s prídavkom titánu. Pri pretláčaných vzorkách sa s prídavkom titánu priemerná veľkosť kryštalického zrna znížila zo  $16\text{ }\mu\text{m}$  na  $14\text{ }\mu\text{m}$ . Prídavok titánu mal taktiež za následok zvýšenie tvrdosti zo 72 HV na 94 HV u liatej zliatiny a zo 74 HV na 98 HV u pretlačanej zliatiny. Energia potrebná na pretlačanie sa pri pridaní titánu znížila o 59 % a to z 207 J pre čistú zliatinu na 85,3 J pre zliatinu s prídavkom titánu.

## 2.9.8 Zmena mikroštruktúry kompozitu Ti/AZ61 pri spekaní

Yu a kol. v práci [94] skúmali vplyv spekania na mikroštruktúru a fázové zloženie kompozitného materiálu pozostávajúceho z matrice zliatiny AZ61 a titánovej časticovej výstuže. Všetky pripravené vzorky obsahovali 18 hm. % titánu. Práškové zmesi kovov boli na začiatku lisované pri tlaku 2038 MPa a následne vložené do pece, kde boli vo vákuu zahrievané pri teplotách 573 K – 723 K po dobu 30 min – 600 min. Na určenie fázového zloženia bolo použité XRD (D/max-rb), mikroštruktúra bola pozorovaná pomocou TEM vybaveným EDS analyzátorom a taktiež bol uskutočnený test tvrdosti podľa Vickersa (HST HV-1000). Priemerná veľkosť kryštalických zŕn v zliatine AZ61 na začiatku meraní bola 43 nm. Pri spekaní po dobu 600 min došlo k ich nárastu na 51 nm pri teplote 473 K, 64 nm pri teplote 623 K, 80 nm pri teplote 673 K a 102 nm pri teplote 723 K. Na obr. 19 v časti b) sa nachádza závislosť veľkosti častíc na čase spekania pri teplote 723 K. Zo závislosti vyplýva, že nárast veľkosti zŕn bol najrýchlejší počas prvých 60 min, po ktorých sa rast spomalil. Obr. 19 taktiež zachytáva zmenu tvrdosti materiálu na teplote a čase. Vyplýva z neho, že tvrdosť materiálu klesá s teplotou aj s časom spekania a je nepriamo závislá na zmene veľkosti zŕn. Meranie pomocou XRD ukázalo, že hliník difunduje z presýteného tuhého roztoku v horčíku a dochádza k jeho rozpúšťaniu v titáne. Toto meranie taktiež potvrdilo reakciu medzi titánom a hliníkom, za vzniku fázy  $Al_3Ti$ . Zrná tejto fázy dosahovali priemernú veľkosť menšiu než 10 nm.



Obrázok 19: Závislosť tvrdosti na a) teplote spekania a b) závislosť tvrdosti a veľkosti častíc na čase spekania [94]



### 3 CIELE PRÁCE

Cieľom práce je príprava a štruktúrno-mechanický popis materiálov na báze horčíku. Dielčím cieľom bude rešerš súčasnej problematiky binárnych a ternárnych systémov na báze Mg–Al–Ti. Hlavným cieľom je potom príprava a charakterizácia objemových materiálov na báze Mg–Al–Ti. Tento hlavný cieľ v sebe zahŕňa:

- Prípravu objemových materiálov na báze Mg–Al–Ti pomocou metód práškovej metalurgie
- Charakterizáciu mikroštruktúry, prvkového zloženia, rozloženia prvkov a kvalitatívnu analýzu fázového zloženia materiálu
- Analýzu mechanických vlastností, akými sú tvrdosť a pevnosť pri zaťažení ohybom

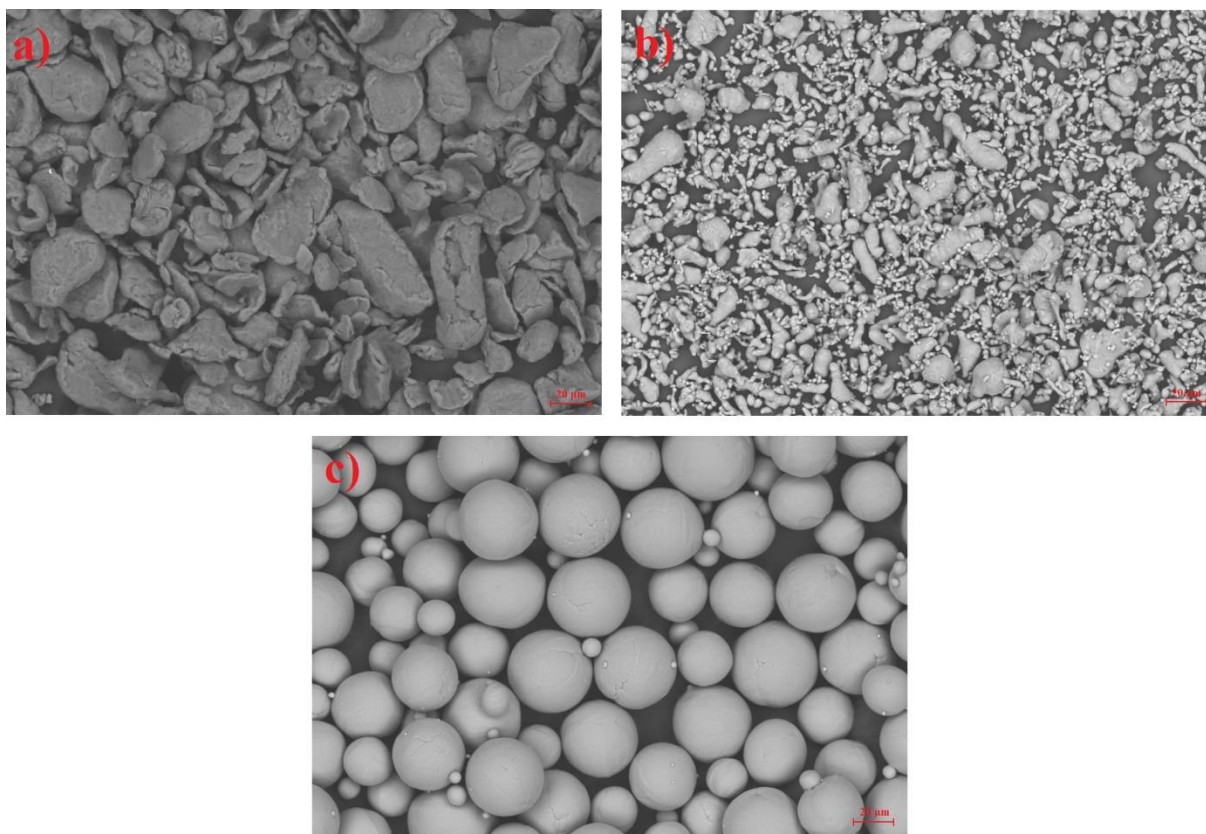
## 4 EXPERIMENTÁLNA ČASŤ

### 4.1 Základný materiál

Ako základný materiál na prípravu vzoriek bol použitý práškový horčík, hliník a titán. Všetky práškové materiály pochádzali zo spoločnosti Goodfellow Cambridge Limited. Veľkostná distribúcia častíc bola zmeraná pomocou laserovej difrakčnej analýzy. Jej výsledky sú zobrazené v tab. 5. Práškový horčík bol vyrobený mletím. Jeho častice mali nepravidelný tvar a maximálna veľkosť častíc deklarovaná výrobcom bola 50  $\mu\text{m}$ , s čistotou prášku 99,8 %. Mikrofotografia horčíkového prášku je zobrazená na obr. 20 a). Práškový hliník bol vyrobený atomizáciou vzduchom v dôsledku čoho mali jeho častice nepravidelný tvar, čo je vidno aj na mikroskopickej snímke zobrazenej na obr. 20 b). Maximálna veľkosť častíc deklarovaná výrobcom bola 30  $\mu\text{m}$ , s čistotou prášku 99 %. Častice titánového prášku boli vyrobené atomizáciou plynom a mali guľovitý tvar. Mikroskopická snímka titánového prášku je zobrazená na obr. 20 c). Maximálna veľkosť častíc deklarovaná výrobcom bola 75  $\mu\text{m}$ , s čistotou prášku 99,5 % [95, 96, 97].

Tabuľka 5: Výsledky laserovej difrakčnej analýzy práškového materiálu

Materiál	Horčík	Hliník	Titán
D <sub>50</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	26,44	10,57	33,27
D <sub>90</sub> [ $\mu\text{m}$ ]	44,09	22,15	46,75
Priemerná veľkosť [ $\mu\text{m}$ ]	27,63	11,97	33,56



Obrázok 20: Mikroskopické snímky použitých práškových materiálov; rastrovací elektrónový mikroskop; zväčšenie 1000 $\times$ ; a) horčík, b) hliník, c) titán; mierka 20  $\mu\text{m}$

## 4.2 Príprava experimentálnych vzoriek

Za účelom vykonania experimentov, bolo vytvorených viacero vzoriek. Pripravené vzorky mali tvar tabliet s priemerom 20 mm a výškou približne 5 mm. Ich príprava začala navážením potrebného množstva práškoveho materiálu v dusíkovej atmosfére za účelom presného pomeru jednotlivých zložiek a zabráneniu ich oxidácie vzdušným kyslíkom. Jednotlivé skupiny vzoriek obsahovali 5 hm. % hliníka a 5 hm. % titánu; 10 hm. % hliníka a 10 hm. % titánu; 15 hm. % hliníka a 15 hm. % titánu. Zvyšok hmotnosti tvoril horčík. Pripravené práškové zmesi boli miešané po dobu 30 min, rýchlosťou 100 ot./min. Po príprave jednotlivých zmesí, prebehla ďalšia úprava, ktorá zahŕňala lisovanie za studena (CP), spekanie (S), tepelné vytvrdenie (HT) a poľom aktivované spekanie (SPS). Označenie jednotlivých vzoriek podľa typu finálnej úpravy a zloženia sa nachádza v tab. 6.

Tabuľka 6: Označenie pripravených vzoriek podľa typu finálnej úpravy a zloženia

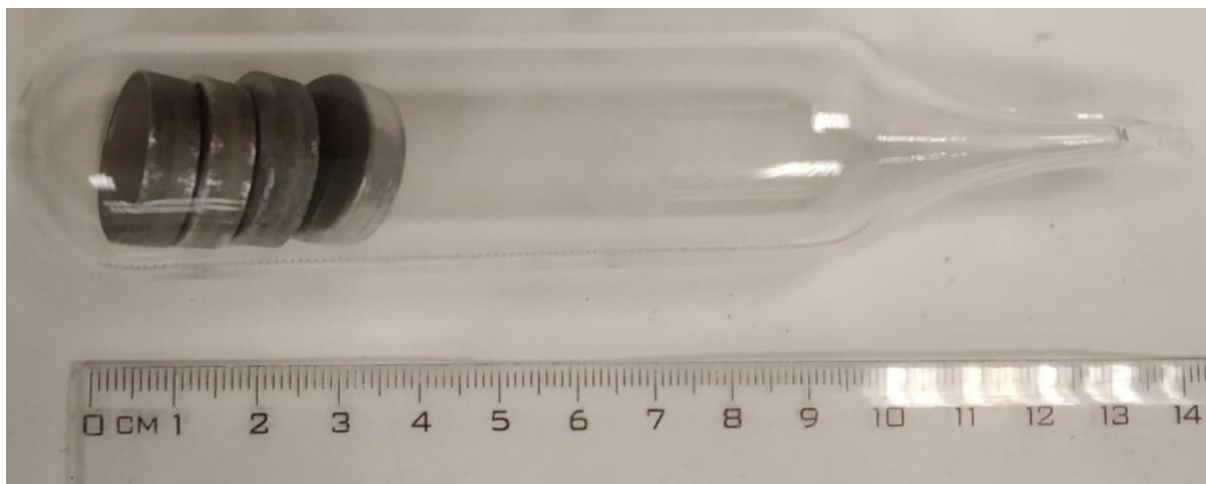
Typ finálnej úpravy	Mg	90 hm. % Mg, 5 hm. % Al, 5 hm. % Ti	80 hm. % Mg, 10 hm. % Al, 10 hm. % Ti	70 hm. % Mg, 15 hm. % Al, 15 hm. % Ti
CP	CP	CP5	CP10	CP15
S	S	S5	S10	S15
S a HT	HT	HT5	HT10	HT15
SPS	SPS	SPS5	SPS10	SPS15
SPS a S	SPSS	SPSS5	SPSS10	SPSS15
SPS a S a HT	SPSHT	SPSHT5	SPSHT10	SPSHT15

### 4.2.1 Lisovanie za studena

Zamiešaná zmes bola v dusíkovej atmosfére nasypaná do ocelových lisovníc tvaru valca s vnútorným priemerom 20 mm. Lisovnice uzavreté raznicami boli následne axiálne lisované pomocou prístroja Instron 5985. Pohyb raznice pri lisovaní prebiehal rýchlosťou  $1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$  až po dosiahnutie tlaku 400 MPa s výdržou 30 s pri maximálnom tlaku. Výška vzniknutej tablety činila približne 5 mm.

### 4.2.2 Spekanie a tepelné vytvrdenie

Tablety určené na tepelné spracovanie boli zatavené do evakuovanej sklenenej ampule, ktorá je zobrazená na obr. 21. Na spekanie a tepelné vytvrdenie bola použitá elektricky vyhrievaná, laboratórna, muflová pec 018 LP. Spekanie prebehlo pri teplote  $400 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  po dobu 10 h a tepelné vytvrdenie prebehlo pri teplote  $220 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  po dobu 5 h. Vzorky boli na začiatku každej operácie vložené do pece vytemperovanej na danú teplotu a po jej ukončení, boli ponechané voľne vychladnúť na vzduchu.



Obrázok 21: Evakuovaná, zatavená, sklenená ampula so vzorkami pripravenými na tepelné spracovanie

#### 4.2.3 Poľom aktivované spekanie

Metóda SPS bola vykonaná pomocou prístroja FCT Systeme HP-D 10 na Ústave kovových materiálov a korózneho inžinierstva na Vysoké škole chemicko-technologické v Prahe. Práškový materiál bol vo vhodnom množstve, ktoré záviselo na zložení zmesi, vložený do grafitovej lisovnice tvaru valca, s vnútorným priemerom 20 mm. Lisovnica spolu s grafitovými piestami obloženými grafitovou fóliou, bola vložená do spekacej komory prístroja. Spekacia komora bola evakuovaná a na vzorku sa začalo pôsobiť tlakom 5 MPa. Po jeho dosiahnutí, bol spustený ohrev elektrickým prúdom rýchlosťou 50 °C/min na teplotu 400 °C. Lisovací tlak bol zvyšovaný rýchlosťou 20 MPa/min až na hodnotu 80 MPa s výdržou 10 min pri maximálnom tlaku a teplote. Po ukončení operácie bol tlak znižovaný rýchlosťou 20 MPa/min a vzorky boli ponechané vychladnúť v komore prístroja na teplotu približne 50 °C. Dve sady takto pripravených vzoriek boli následne podrobené tepelnému spracovaniu analogickému so vzorkami pripravenými lisovaním za studena.

#### 4.2.4 Ďalšie spracovanie vzoriek

Z každej z pripravených vzoriek boli pripravené 2 trámiky s rozmermi 4 × 4 × 18 mm určené na test pevnosti v ohybe. Zvyšky zo vzoriek, ktoré ostali po príprave trámikov boli využité na prípravu metalografických tabliet. Vzorky boli rezané pomocou metalografickej píly Secotom-50. Za účelom ochrany vzoriek pred koróziou, bolo rezanie uskutočnené bez použitia chladiva, alebo lubrikantu. Z dôvodu absencie chladiva však hrozilo nežiadúce tepelné zaťaženie vzoriek, kvôli čomu bola zvolená rýchlosť kotúča 4000 ot/min a rýchlosť rezania 0,04 mm/s.

Metalografické tablety boli pripravené zaliatím časti vzorky do pomaly tuhúcej epoxidovej živice Aka-Resin. Po jej zatuhnutí bol vyhotovený metalografický výbrus, postupným brúsením na metalografickej brúske Tegramin-25, na brúsných papieroch so zrnitosťou 320, 800, 1200 a 4000. Po brúsení nasledovalo leštenie na leštiacich papieroch MOL 3 μm, NAP 1 μm a NAP 1/4 μm. Pri každom kroku leštenia bola použitá príslušná diamantová pasta DP-Paste od spoločnosti Struers. Ako lubrikant bol použitý izopropanol a po každom kroku brúsenia a leštenia ním boli vzorky opláchnuté a následne vysušené prúdom horúceho vzduchu. Na výbruse každej vzorky bola pozorovaná mikroštruktúra, meraná tvrdosť a bol vyhotovený prvkový mapping.

### **4.3 Prístrojové vybavenie a podmienky merania**

Prehľad prístrojového vybavenia a podmienok jeho použitia na prípravu a charakterizáciu vzoriek materiálu typu Mg–Al–Ti

#### **4.3.1 Invertovaný svetelný mikroskop**

Na pozorovanie mikroštruktúry pripravených vzoriek bol použitý invertovaný svetelný mikroskop Zeiss Axio Observer Z1m.

#### **4.3.2 Mikrotvrdomer**

Mikrotvrdomer LECO AMH43, bol použitý na stanovenie tvrdosti a mikrotvrdosti vzoriek. Meranie bolo vykonané metódou podľa Vickersa, vtláčaním diamantového indentoru tvaru tetragonálnej pyramídy do vzoriek. Pri meraní tvrdosti bola použitá záťaž 1 kg s výdržou 10 s a pri meraní mikrotvrdosti bola použitá záťaž 25 g s výdržou 10 s.

#### **4.3.3 Rastrovací elektrónový mikroskop**

Na pozorovanie mikroštruktúry vzoriek, vyhodnotenie fraktografie a overenie veľkosti a tvaru práškoveho materiálu, bol použitý rastrovací elektrónový mikroskop Zeiss Evo LS-10. Mikroskop bol taktiež vybavený EDS analyzátorom OXFORD X-Max 80 mm<sup>2</sup>, ktorý bol použitý na analýzu prvkového zloženia povrchu metalografického výbrusu vzoriek. Kalibrácia zariadenia bola vykonaná pomocou monokryštálu kremíka a meranie prebehlo s presnosťou 0,5 %. Urýchľovacie napätie pri meraní bolo 15 kV

#### **4.3.4 Test pevnosti v ohybe**

3-bodová skúška ohybom bola vykonaná na prístroji Instron E3000 na vzorkách s rozmermi 4 × 4 × 18 mm na Ústave fyziky materiálov Akadémie vied Českej republiky. Polomer podpier a trňa bol 2,5 mm. Vzďialenosť podpier bola 16 mm. Ohyb prebiehal rýchlosťou 0,5 mm/min.

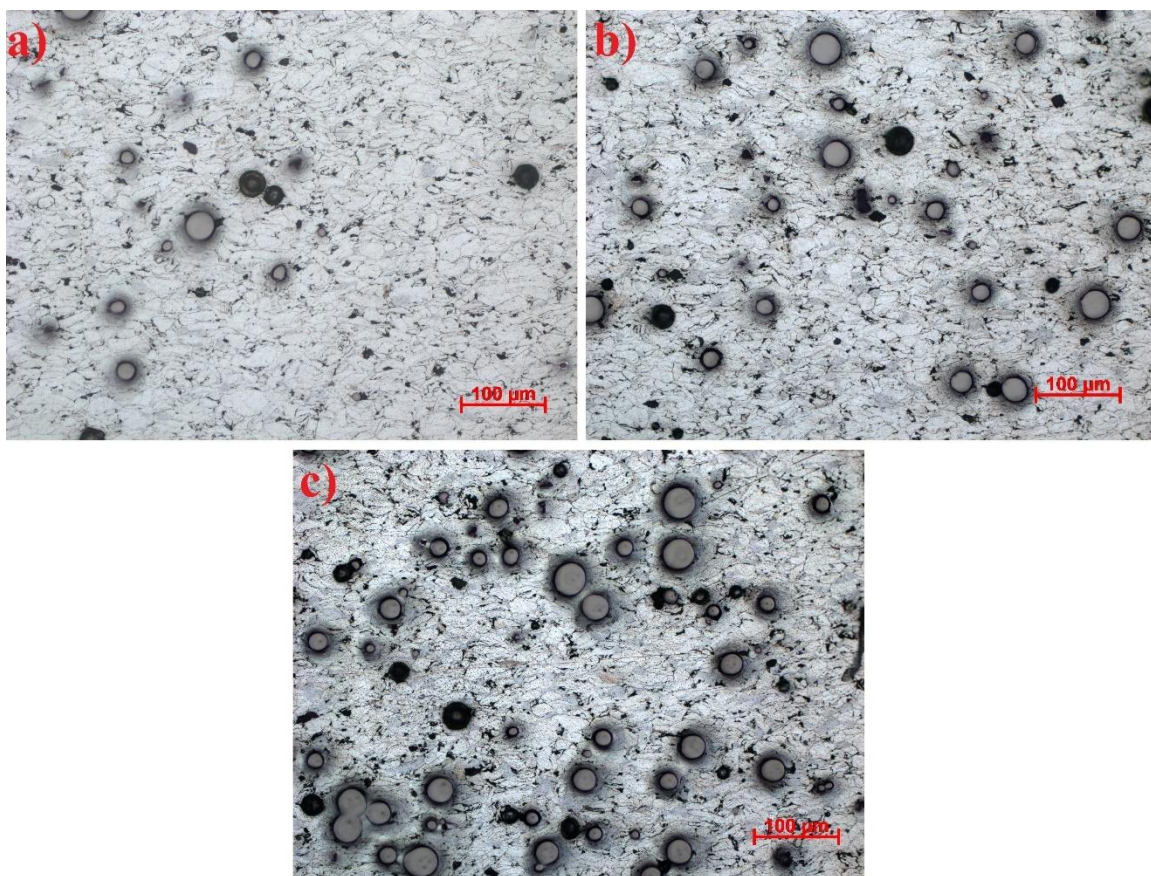
#### **4.3.5 Röntgenová difrakčná analýza**

Kvalitatívna analýza fázového zloženia pripravených vzoriek bola vykonaná pomocou XRD na prístroji SmartLab. Ako zdroj röntgenového žiarenia slúžila röntgenka s charakteristickým žiarením CuK<sub>α1,2</sub>. Meranie prebiehalo v rozsahu 5° – 90° s veľkosťou kroku 0,02°. Vyhodnotenie difraktogramov prebehlo pomocou databázy JCPDS PDF–4.

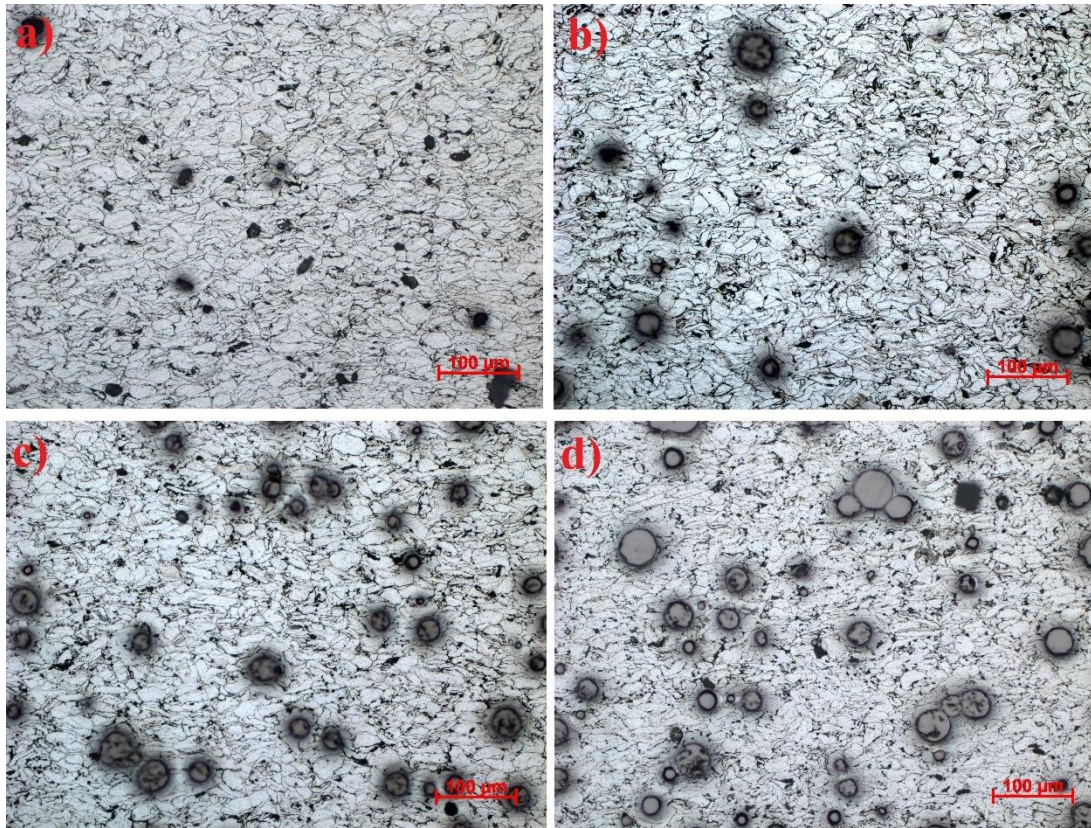
## 5 VÝSLEDKY A DISKUSIA

### 5.1 Mikroštruktúra

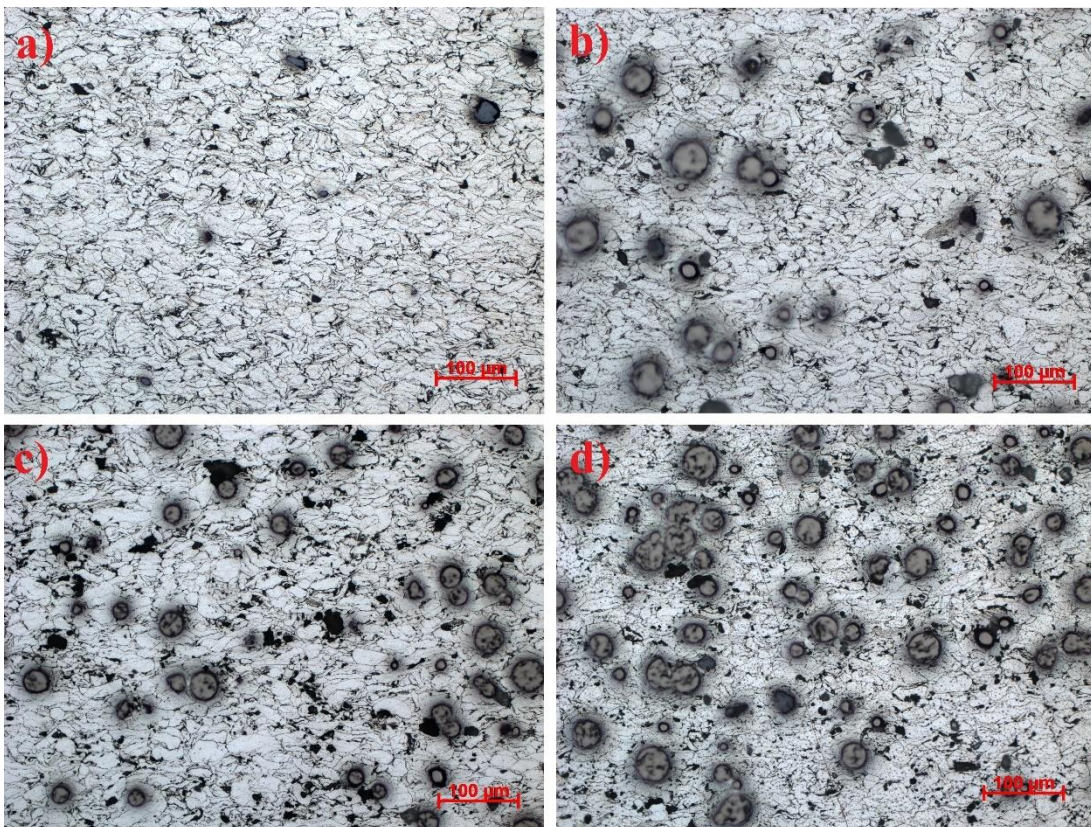
Mikroštruktúra vzoriek bola skúmaná pomocou svetelného mikroskopu. Na obr. 22 – obr. 24 sú zobrazené mikroskopické snímky vzoriek, ktoré boli pripravené štandardnými postupmi práškovej metalurgie, teda lisované za studena, spečené a tepelne vytvrdené. Mikroskopické snímky zobrazené na obr. 25 – obr. 27, zobrazujú mikroštruktúru vzoriek, ktoré boli pripravené metódou SPS a následne spečené, alebo spečené a tepelne vytvrdené. Zo snímok je na prvý pohľad zrejмый výskyt dvoch fáz a to horčikovej, resp. hliníkovej matrice a titánovej výstuže v podobe guľovitých častíc. Vzhľadom na rôznu tvrdosť a oteruvzdornosť matrice a výstuže, má výbrus výrazný reliéf a častice titánu presahujú nad povrch materiálu. Na niektorých miestach, najmä v prípade vzoriek lisovaných za studena sú viditeľné miesta, odkiaľ titán vypadol v dôsledku procesu brúsenia, avšak po tepelných spracovaniach je tento jav zriedkavý a u vzoriek pripravených metódou SPS nebol zaznamenaný vôbec. Častice titánu sa nezhlukujú a ich rozloženie v matrici je náhodné. Zo snímok je taktiež pozorovateľné zvýšenie porozity pri vzorkách typu S a HT v porovnaní so vzorkou CP, čo znamená, že pri spekaní a tepelnom vytvrdení došlo k jej zjavnému nárastu. Toto viditeľné zvýšenie porozity je možné pozorovať najmä u vzoriek, ktoré obsahovali hliník a titán. Na druhej strane pri vzorkách pripravených metódou SPS je v porovnaní so vzorkami pripravenými štandardnými postupmi práškovej metalurgie viditeľná nižšia porozita. K viditeľnej zmene porozity u vzoriek pripravených pomocou SPS nedošlo ani po ich spekaní a tepelnom vytvrdení.



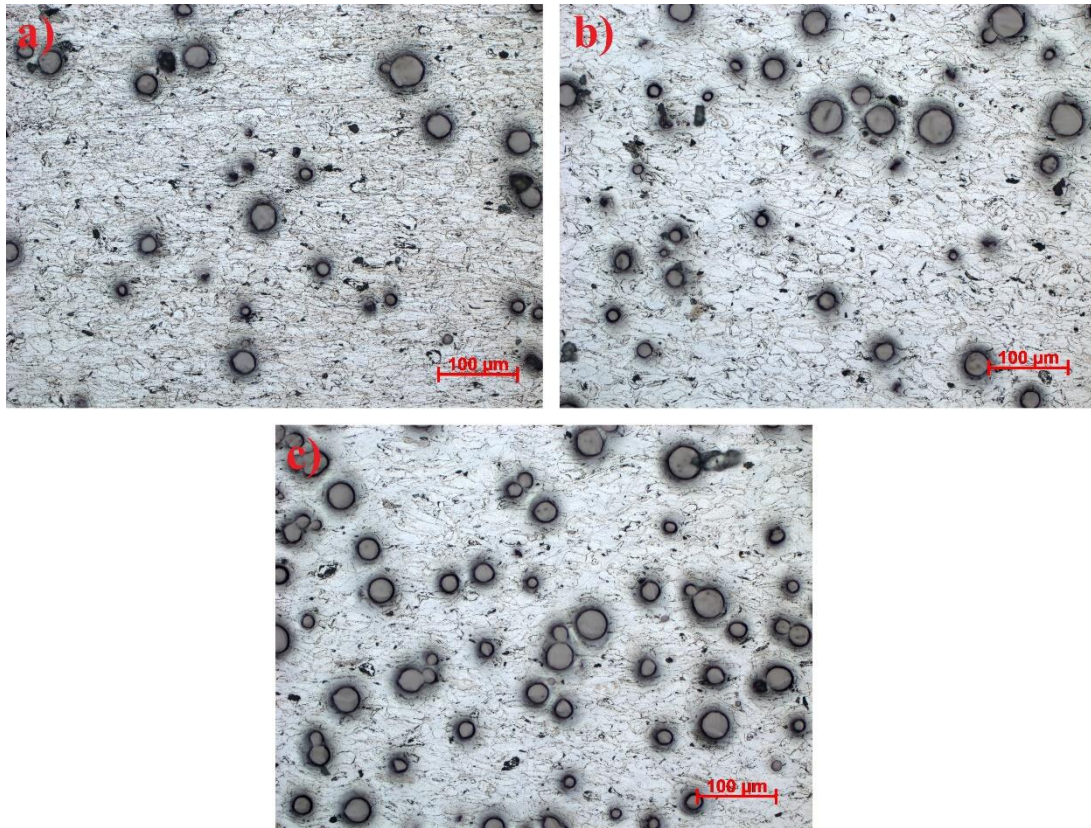
Obrázok 22: Mikroštruktúra vzoriek pripravených lisovaním za studena; a) CP5; b) CP10; c) CP15; svetelný mikroskop, zväčšenie 200 ×



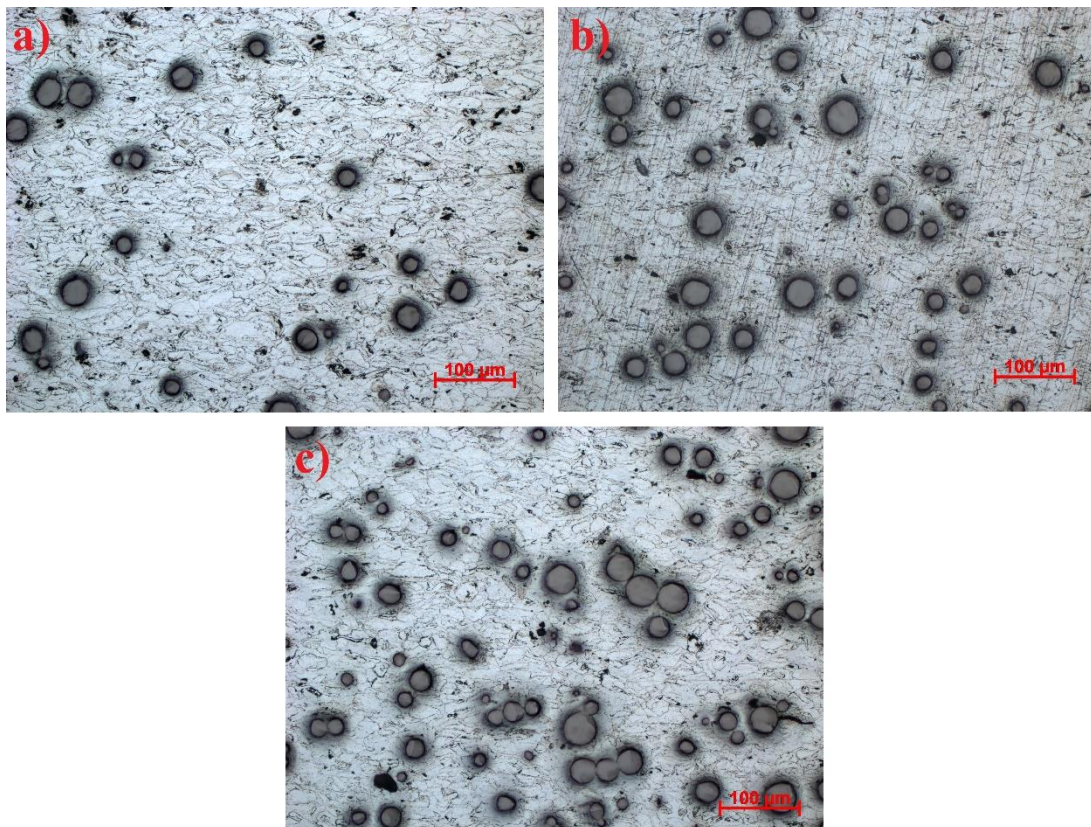
Obrázok 23: Mikroštruktúra vzoriek pripravených lisovaním za studena a spekaním; a) S, b) S5, c) S10, d) S15; svetelný mikroskop, zväčšenie 200 ×



Obrázok 24: Mikroštruktúra vzoriek pripravených lisovaním za studena, spekaním a tepelným vytvrdením; a) HT, b) HT5, c) HT10, d) HT15; svetelný mikroskop, zväčšenie 200 ×

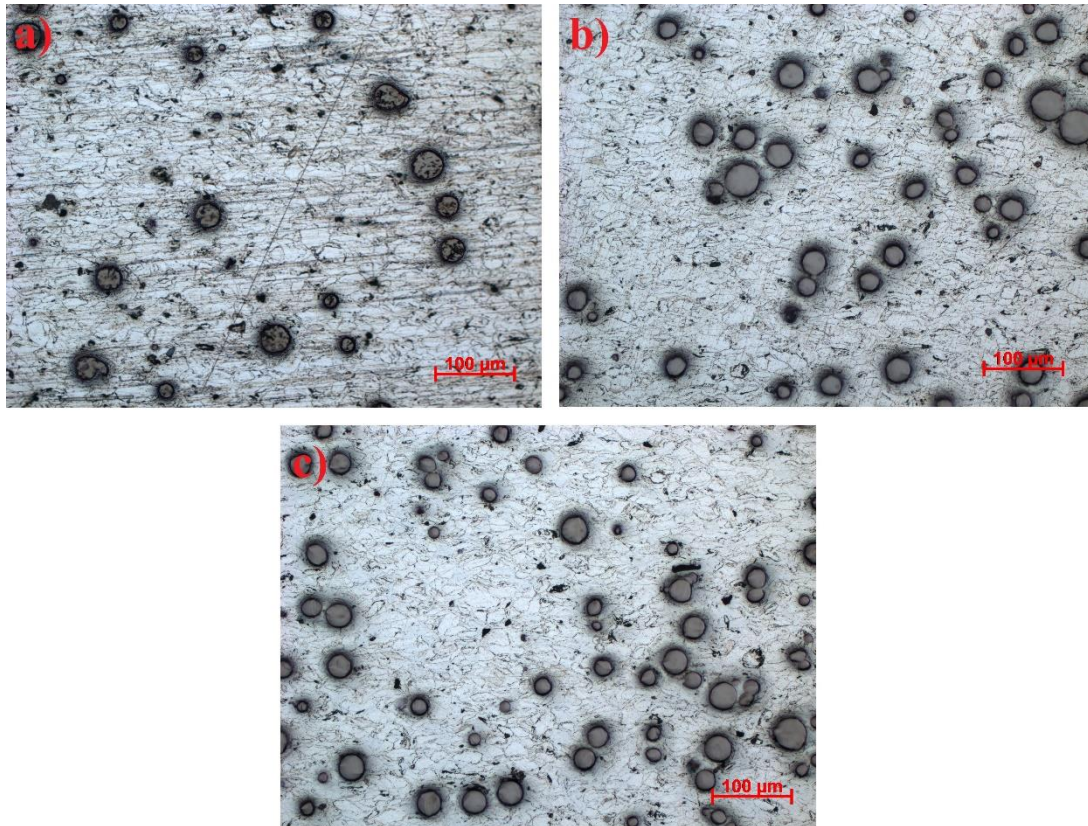


Obrázok 25: Mikroštruktúra vzoriek pripravených metódou SPS; a) SPS5, b) SPS10, c) SPS15; svetelný mikroskop, zväčšenie 200 ×



Obrázok 26: Mikroštruktúra vzoriek pripravených metódou SPS a následným spekaním; a) SPSS5, b) SPSS10, c) SPSS15; svetelný mikroskop, zväčšenie 200 ×





Obrázok 27: Mikroštruktúra vzoriek pripravených metódou SPS a následným spekaním a tepelným vytvrdením; a) SPSHT5, b) SPSHT10, c) SPSHT15; svetelný mikroskop, zväčšenie 200 ×

## 5.2 Prvkové zloženie a rozloženie prvkov

Prvkové zloženie jednotlivých vzoriek bolo stanovené pomocou EDS analýzy. Zistené výsledky sú zobrazené v tab. 7. Z výsledkov je zrejmé, že experiment bol zaťažený pomerne vysokou chybou v meraní množstva hliníka a titánu. Ako bolo spomenuté v kapitole 5.1, rozloženie častíc titánu v materiáli je náhodné. Keďže meranie prebiehalo pri 1000 × zväčšení, určité náhodné odchýlky v meraní boli v závislosti na množstve zachytených titánových (a v prípade vzoriek typu CP aj hliníkových) častíc očakávané. Ďalším dôvodom môže byť zvýšená odchýlka EDS analýzy pri kontakte čistých kovov.

Z výsledkov v tab. 7 taktiež vyplýva, že napriek zavedeným opatreniam došlo k oxidácii vzoriek. Vo väčšine prípadov je množstvo kyslíka na výbruse veľmi podobné a možností, ako mohlo dôjsť k oxidácii je niekoľko. Najvyššia pravdepodobnosť je v oxidácii vzdušným kyslíkom, alebo vzdušnou vlhkosťou, či už pri skladovaní vzoriek medzi jednotlivými meraniami, alebo pri skladovaní základného materiálu. Najvyššie množstvo kyslíka bolo pozorované v prípade vzoriek pripravených štandardnými metódami práškovej metalurgie a to najmä u vzoriek typu S a HT. To korešponduje aj so zvýšenou porozitou pozorovanou v kapitole 5.1 a z toho vyplývajúcim zvýšením povrchu materiálu, čo mohlo zvýšiť rýchlosť oxidácie.

Tabuľka 7: Prvkové zloženie jednotlivých vzoriek

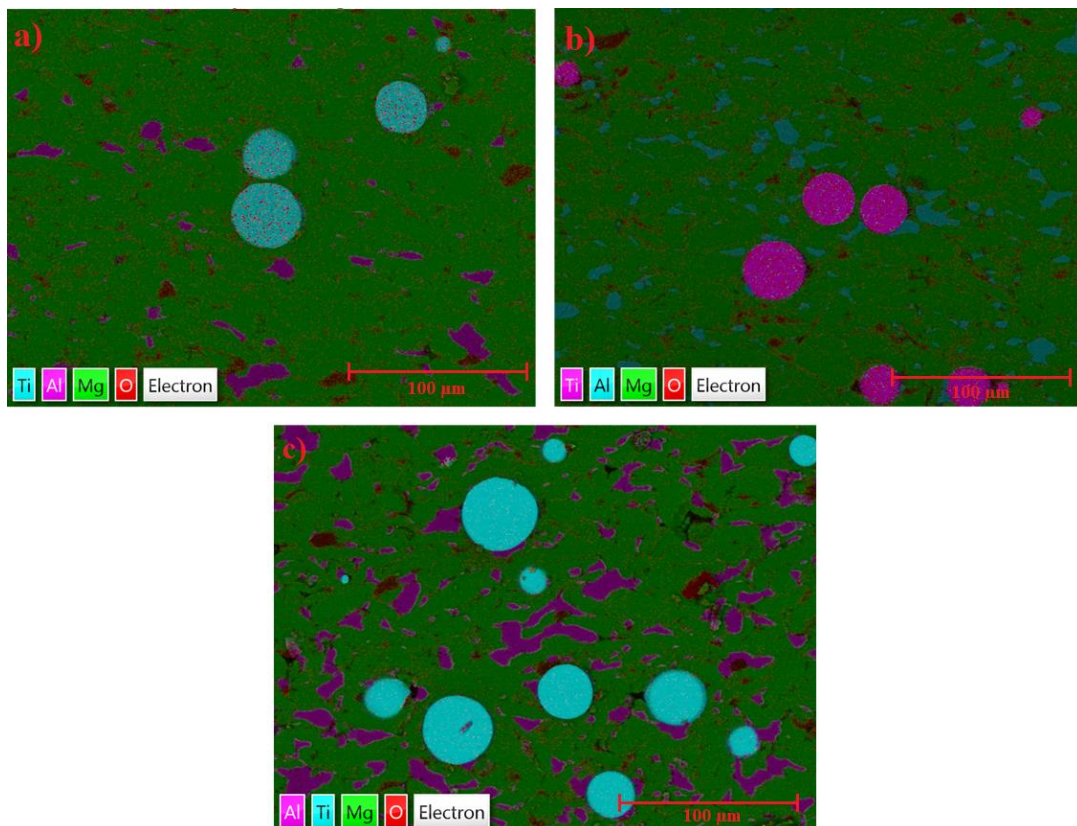
Typ prípravy	Navážené množstvo každej prímеси [hm. %]	Mg [hm. %]	Al [hm. %]	Ti [hm. %]	O [hm. %]
CP	5	82,0	7,6	4,5	6,0
	10	77,1	11,5	5,6	5,8
	15	64,6	20,6	9,1	5,8
S	5	84,0	4,3	4,0	7,7
	10	73,9	7,7	11,2	7,2
	15	62,9	12,3	17,5	7,4
HT	5	83,6	4,3	4,8	7,4
	10	75,8	8,3	8,7	7,2
	15	65,8	13,4	13,5	7,4
SPS	5	83,6	4,1	6,4	5,9
	10	74,9	7,6	11,5	6,0
	15	67,4	16,4	11,4	4,8
SPSS	5	82,5	4,2	7,9	5,4
	10	73,2	7,5	13,3	6,1
	15	65,5	14,7	14,7	5,1
SPSHT	5	79,5	3,7	10,3	6,5
	10	74,2	7,3	12,7	5,8
	15	67,6	11,5	15,8	5,1

Rozloženie prvkov v materiáli bolo pozorované pomocou EDS analýzy. Na obr. 28 – obr. 30 sú zobrazené prvkové mapy vzoriek, ktoré boli pripravené štandardnými postupmi práškovej metalurgie, teda lisované za studena, spečené a tepelne vytvrdené. Prvkové mapy zobrazené na obr. 31 – obr. 33, zobrazujú rozloženie prvkov vo vzorkách, ktoré boli pripravené metódou SPS a následne spečené, alebo spečené a tepelne vytvrdené. Na prvkovej mape vzoriek typu CP je okrem titánu, dobre viditeľné aj rozloženie hliníka v horčíkovej matici. Zo snímky je zrejme, že rovnako ako titán, aj hliník zachováva náhodné rozmiestnenie v materiáli a nedochádza k jeho zhlukovaniu.

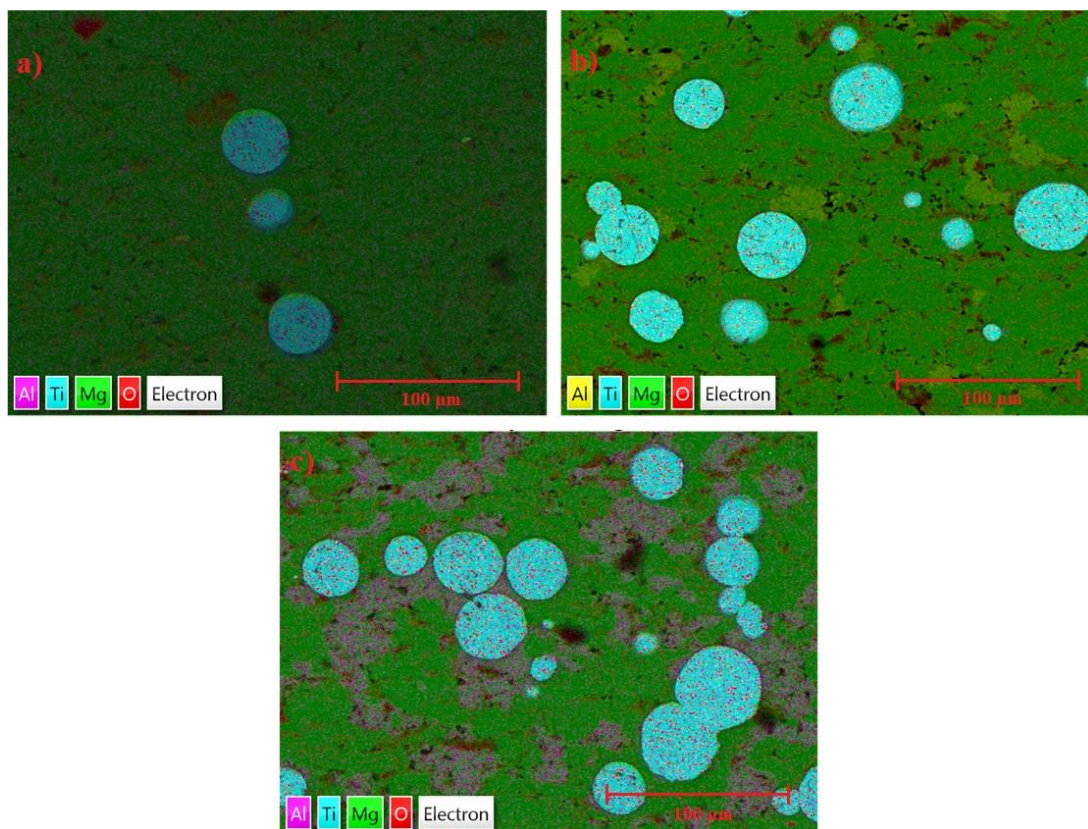
Z ostatných prvkových máp je zrejme, že vo všetkých prípadoch došlo po tepelnom spracovaní k rozpusteniu hliníka v horčíkovej matici, čoho dôsledkom bol vznik horčíkovej  $\alpha$ , alebo  $\beta$  fázy. V tab. 8 sa nachádza hmotnostný pomer medzi horčíkom a hliníkom, vypočítaný z celkového zloženia zmesi. Vyplýva z nej, že pri celkovom 15 hm. % obsahu hliníka je jeho pomer k horčíku vyšší, než je jeho maximálna rozpustnosť v tuhom roztoku (12,7 hm. % pri teplote 437 °C [9]) a pri jeho celkovom obsahu 10 hm. % je jeho pomer k horčíku tesne pod hranicou jeho maximálnej rozpustnosti pri 400 °C [9]. Z tohto dôvodu bol očakávaný výskyt fázy  $\beta$  u všetkých vzoriek s týmto zložením, čo sa EDS analýzou potvrdilo. V prípade celkového obsahu 5 hm. % došlo k úplnému rozpusteniu hliníka v horčíku a ku vzniku fázy  $\alpha$  vo všetkých prípadoch, s výnimkou vzorky typu SPS5. Tu, rovnako ako vo všetkých prípadoch série SPS, došlo ku vzniku izolovanej fázy  $\beta$  v miestach, kde sa pred tým nachádzali častice hliníku. To bolo spôsobené krátkym časom spekania, ktorý umožnil len čiastočnú difúziu hliníka do horčíka [98].

Tabuľka 8: Hmotnostný pomer medzi horčíkom a hliníkom, v závislosti na naváženom množstve prímiesí

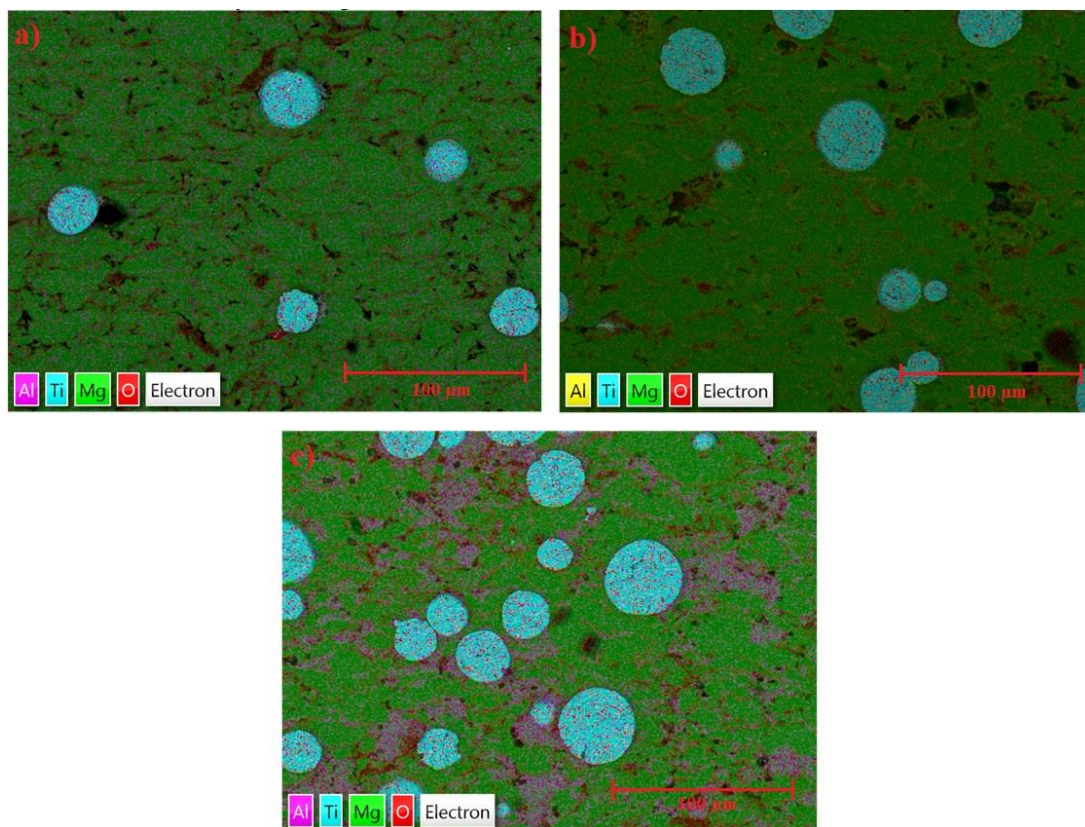
Navážené množstvo Al [hm. %]	Pomer medzi Mg a Al	
	Mg [hm. %]	Al [hm. %]
5	94,7	5,3
10	88,9	11,1
15	82,4	17,6



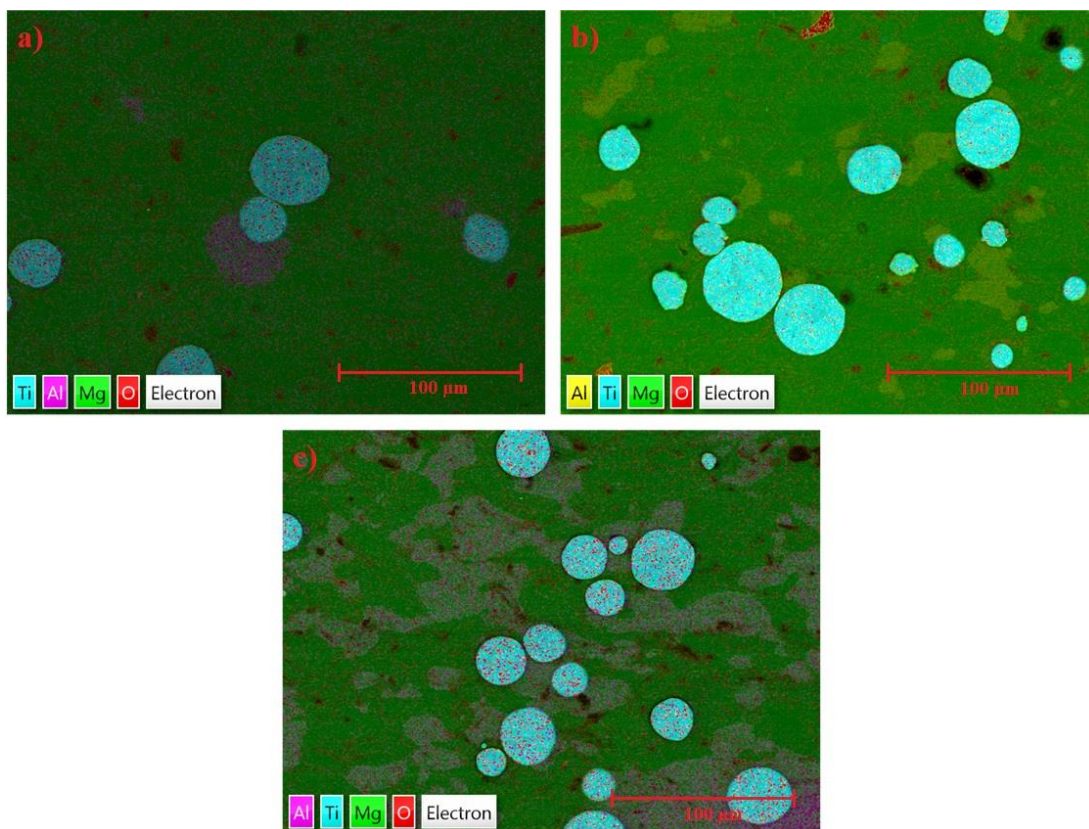
Obrázok 28: Prvkové mapy vzoriek pripravených lisovaním za studena; a) CP5, b) CP10, c) CP15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 ×



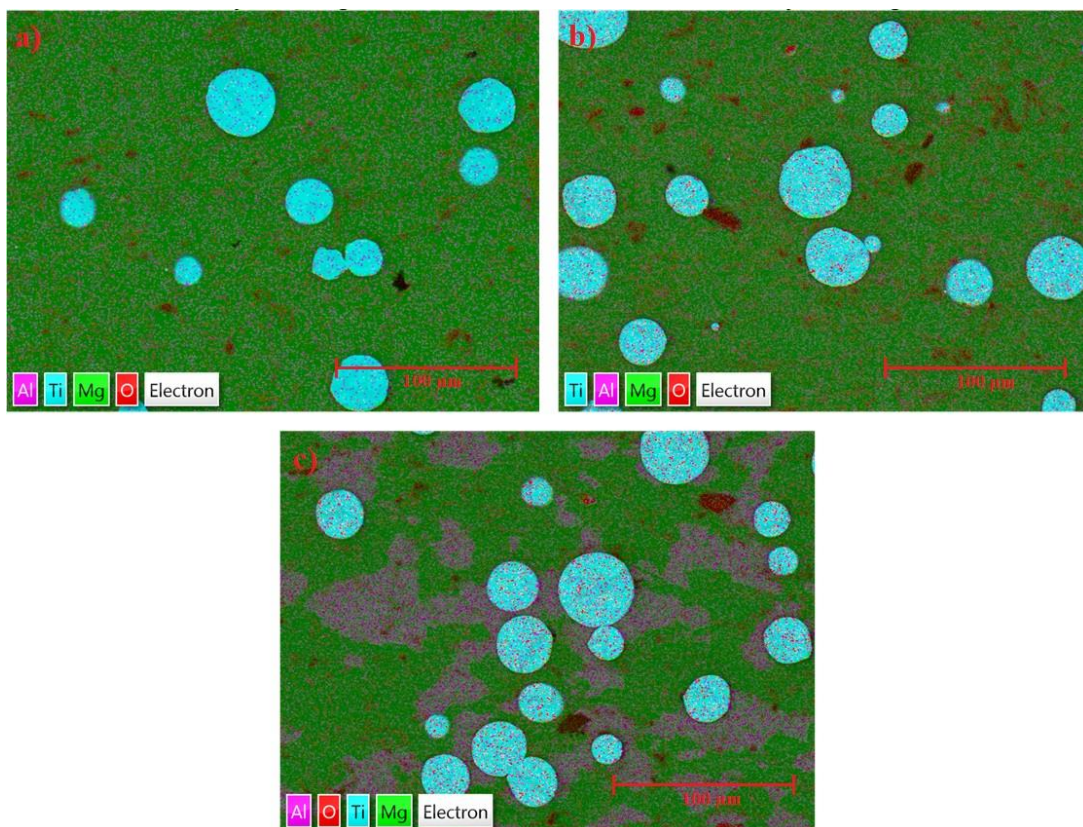
Obrázok 29: Prvkové mapy vzoriek pripravených lisovaním za studena a spekaním; a) S5, b) S10, c) S15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 ×



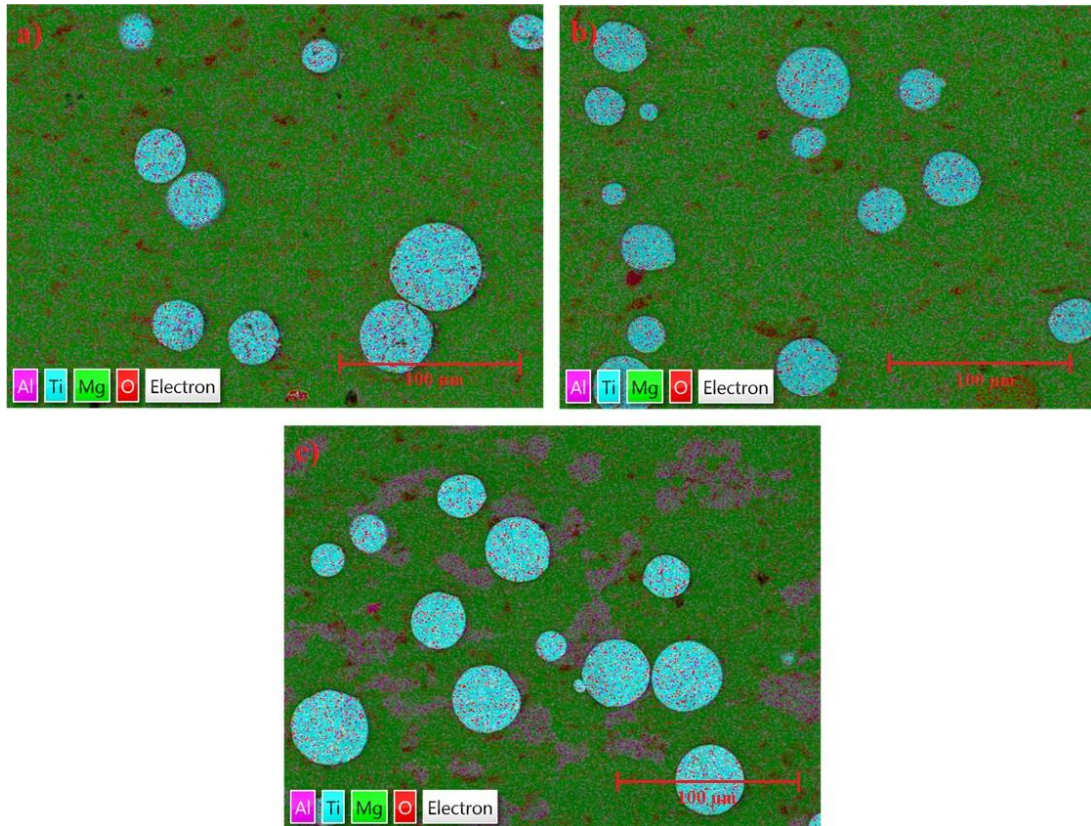
Obrázok 30: Prvkové mapy vzoriek pripravených lisovaním za studena, spekaním a tepelným vytvrdením; a) HT5, b) HT10, c) HT15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 ×



Obrázok 31: Prvkové mapy vzoriek pripravených metódou SPS; a) SPS5, b) SPS10, c) SPS15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 ×



Obrázok 32: Prvkové mapy vzoriek pripravených metódou SPS a spekaním; a) SPSS5, b) SPSS10, c) SPSS15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 ×



Obrázok 33: Prvkové mapy vzoriek pripravených metódou SPS, spekaním a tepelným vytvrdením; a) SPSHT5, b) SPSHT10, c) SPSHT15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 ×

Na základe prvkových máp a v nich viditeľnom rozložení fáz, sa dá čiastočne vysvetliť zvýšená porozita vo vzorkách pripravených štandardnými metódami práškovej metalurgie. Ako bolo spomenuté v kapitole 5.1, k viditeľnému nárastu porozity došlo po spekaní vzoriek lisovaných za studena. Z prvkových máp je zrejmé, že v prípade vzoriek typu SPS vznikla len  $\beta$  fáza, ktorá sa následným tepelným spracovaním ďalej rozpúšťala za vzniku fázy  $\alpha$ . V kontraste s tým, u vzoriek S5 a S10 došlo k úplnému rozpusteniu hliníka a vzniku fázy  $\alpha$  a pri vzorke S15 došlo ku vzniku fázy  $\alpha$  a z prebytku hliníka nad jeho maximálnou rozpustnosťou v horčíku, došlo ku vzniku fázy  $\beta$ . Tieto fakty ukazujú na vznik vakancií v miestach, kde sa nachádzali častice hliníka v dôsledku Kirkendallovho efektu, čo potvrdzuje aj práca [98].

### 5.3 Fázové zloženie

Kvalitatívne meranie fázového zloženia pripravených materiálov prebehlo pomocou XRD. Kvantitatívne výsledky experimentu neboli v tomto prípade brané do úvahy z dôvodu vysokej nepresnosti, ktorá vznikla v dôsledku deformácie kryštalických zŕn spôsobenej lisovaním pripravených zmesí. Časti spektier v rozmedzí uhlov  $2\theta$  od  $30^\circ$  do  $50^\circ$ , získané pomocou difrakcie röntgenového žiarenia sú zobrazené na obr. 34 a obr. 35. obr. 34 zobrazuje difrakčné spektrá vzoriek pripravených štandardnými metódami práškovej metalurgie, zatiaľ čo obr. 35 zobrazuje difrakčné spektrá vzoriek pripravených metódou SPS. Celkový prehľad fázového zloženia vzoriek sa nachádza v tab. 9.

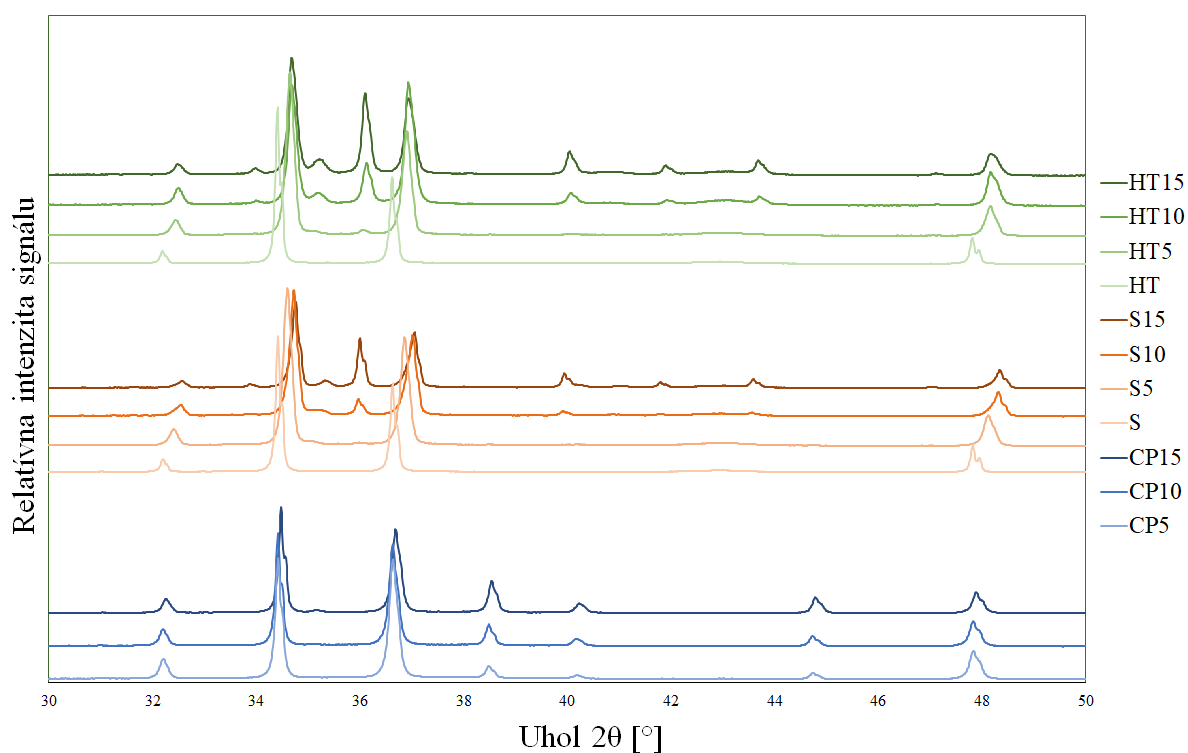
Píky v XRD spektrách zobrazené približne pri uhloch  $2\theta \approx 32^\circ$ ,  $2\theta \approx 34^\circ$ ,  $2\theta \approx 37^\circ$  a  $2\theta \approx 48^\circ$ , náležia horčíku a slabo výrazný pík pri uhle  $2\theta \approx 43^\circ$  indikuje prítomnosť oxidu horečnatého,

čo značí koróziu materiálu oxidáciou. Tieto fázy boli nájdené u všetkých vzoriek, bez ohľadu na zloženie a spôsob ich prípravy.

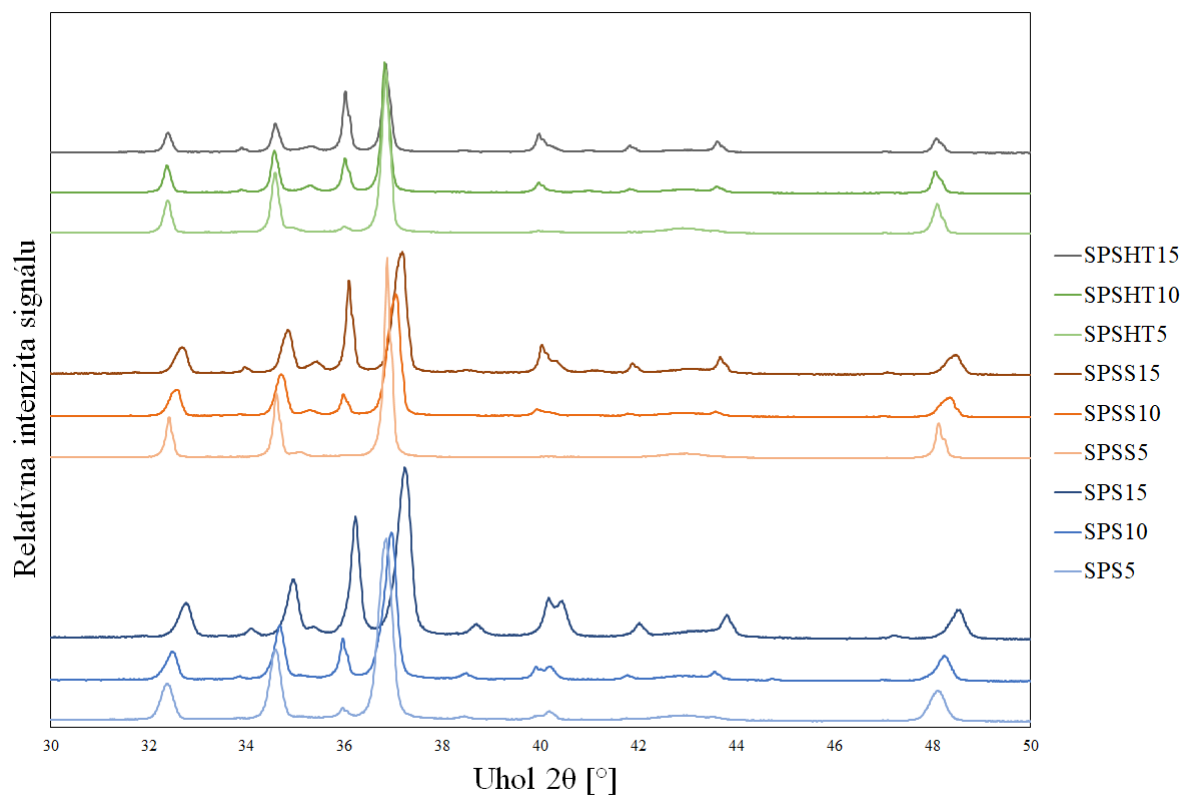
Pri uhle  $2\theta \approx 38^\circ$  a  $2\theta \approx 45^\circ$ , sa nachádza pík označujúci prítomnosť hliníka. Tá však bola potvrdená len v prípade vzoriek lisovaných za studena. Tento fakt hovorí o tom, že po tepelnom spracovaní došlo vo všetkých prípadoch k úplnému rozpusteniu hliníka. To dokazuje aj prítomnosť  $\beta$  fázy horčíka ( $Mg_{17}Al_{12}$ ) vo všetkých meraniach vykonaných na tepelne spracovaných vzorkách. Charakteristický pík pre  $\beta$  fázu sa nachádza pri uhle  $2\theta \approx 36^\circ$  a zo spektier je zrejmé, že jeho množstvo sa zvyšuje so zvyšujúcim sa počiatočným množstvom hliníka. Pri vzorkách s obsahom hliníka 5 hm. % mohlo k výskytu tejto fázy dôjsť v dôsledku lokálneho zvýšenia jeho koncentrácie, ktoré mohlo nastať v dôsledku náhodného rozloženia hliníka v materiáli. To, že sa u týchto vzoriek (s výnimkou vzorky SPS5)  $\beta$  fáza horčíka nenašla pomocou EDS analýzy môže znamenať, že jej množstvo v materiáli je nízke, alebo že kryštalické zrná  $\beta$  fázy boli v prípade týchto vzoriek príliš malé.

Titán bol v jeho čistej forme detegovaný vo všetkých vzorkách okrem vzoriek čistého horčíka. Píky značiace jeho prítomnosť sa nachádzajú pri uhloch  $2\theta \approx 35^\circ$ ,  $2\theta \approx 38^\circ$  a pri uhle  $2\theta \approx 40^\circ$ . XRD analýza vo väčšine prípadov nepotvrdila zmenu fázového zloženia titánu, s výnimkou vzoriek S10, S15, HT10 a HT15. U týchto vzoriek bola zistená prítomnosť fázy s kubickou kryštalickou mriežkou, ktorá bola identifikovaná ako nitrid titánu. Jej charakteristické píky sa nachádzajú pri uhloch  $2\theta \approx 35^\circ$  (ktorý sa môže prekrývať s ďalšími fázami) a  $2\theta \approx 41^\circ$ . Na základe intenzity odozvy môžeme povedať, že s rastúcim počiatočným množstvom titánu rastie vo vzorkách typu S a HT aj množstvo fázy TiN. Na základe toho sa dá predpokladať, že táto fáza vznikla aj v prípade vzoriek S5 a HT5, avšak jej množstvo bolo príliš malé na detekciu. Vznik nitridu titánu je možné vysvetliť prípravou vzoriek v dusíkovej atmosfére. Vzhľadom na to, že práškové materiály boli v tejto atmosfére nasypané a uzavreté v lisovniciach, je možné, že pri lisovaní došlo k uväzneniu časti dusíka medzi zrnami materiálu. Pri spekaní následne došlo k jeho reakcii s prítomnými časticami titánu. Reakciu titánu s plynným dusíkom potvrdzujú aj práce [99, 100]. To, že sa túto fázu nepodarilo zachytiť pomocou EDS analýzy je spôsobené tým, že sa píky emisie žiarenia  $K_\alpha$  pre dusík a  $L_\alpha$  pre titán prekrývajú a teda ich pri malom množstve fázy TiN nie je možné od seba odlíšiť.

Prítomnosť dusíku vo vzorkách lisovaných za studena môže mať následný dopad aj na zvýšenú porozitu pozorovanú v materiáloch pripravenými konvenčnými metódami práškovej metalurgie. Pri zahrievaní na teplotu  $400^\circ\text{C}$  mohlo dôjsť k expanzii a následnému nárastu tlaku dusíka uväzneného medzi zrnami materiálu, čo mohlo spôsobiť vznik prasklín v materiáli na mikroskopickú úroveň.



Obrázok 34: Röntgenové difrakčné spektrá vzoriek pripravených štandardnými metódami práškovej metalurgie



Obrázok 35: Röntgenové difrakčné spektrá vzoriek pripravených metódou SPS



Tabuľka 9: Kvalitatívne fázové zloženie vzoriek zistené XRD analýzou

Typ vzorky	Množstvo prísad [hm. %]	Fázy prítomné v materiáli				
CP	5	Mg	MgO	Al	Ti	
	10	Mg	MgO	Al	Ti	
	15	Mg	MgO	Al	Ti	
S	0	Mg	MgO			
	5	Mg	MgO	Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub>	Ti	
	10	Mg	MgO	Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub>	Ti	TiN
	15	Mg	MgO	Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub>	Ti	TiN
HT	0	Mg	MgO			
	5	Mg	MgO	Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub>	Ti	
	10	Mg	MgO	Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub>	Ti	TiN
	15	Mg	MgO	Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub>	Ti	TiN
SPS	5	Mg	MgO	Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub>	Ti	
	10	Mg	MgO	Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub>	Ti	
	15	Mg	MgO	Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub>	Ti	
SPSS	5	Mg	MgO	Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub>	Ti	
	10	Mg	MgO	Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub>	Ti	
	15	Mg	MgO	Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub>	Ti	
SPSHT	5	Mg	MgO	Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub>	Ti	
	10	Mg	MgO	Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub>	Ti	
	15	Mg	MgO	Mg <sub>17</sub> Al <sub>12</sub>	Ti	

#### 5.4 Tvrdosť

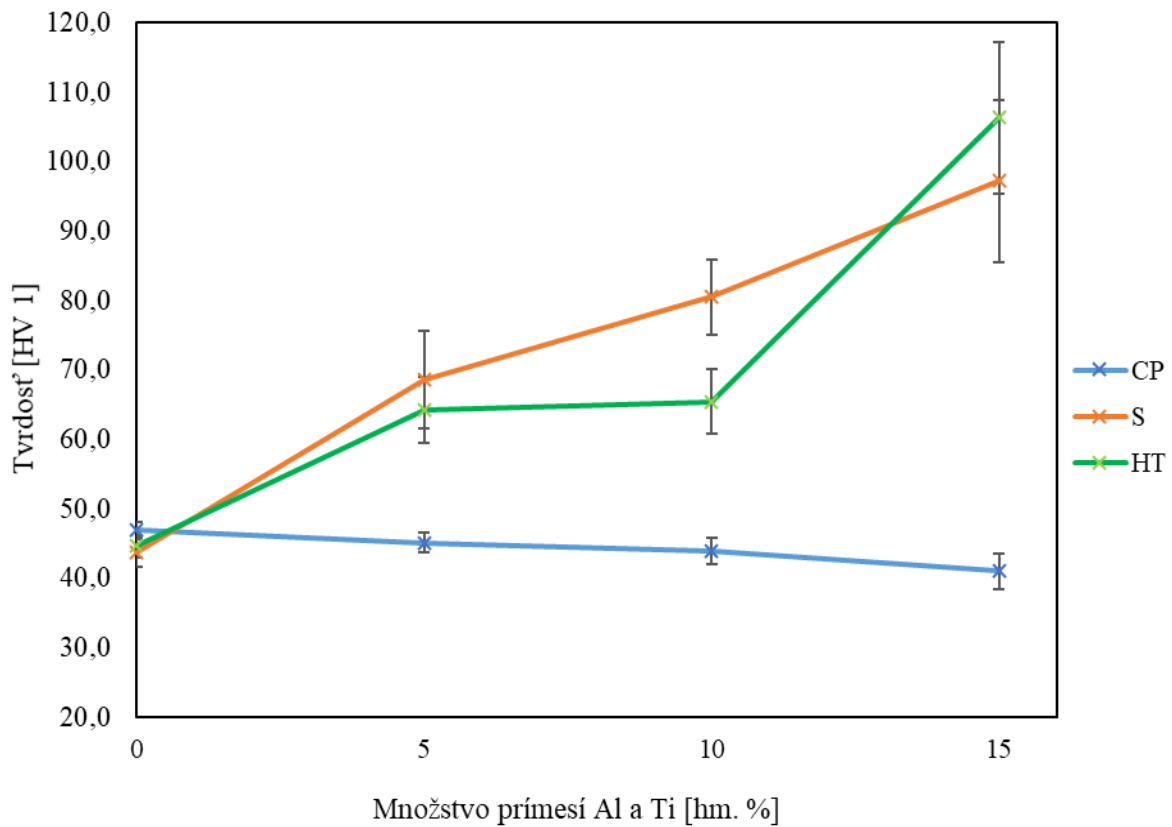
Dáta z merania tvrdosti podľa Vickersa boli spracované pomocou Dean-Dixonovho testu na vylúčenie odľahlých hodnôt. Hladina významnosti pri Dean-Dixonovom teste bola  $\alpha = 0,05$  a smerodajná odchýlka merania bola  $2\sigma$ . Výsledky z merania tvrdosti zachytáva tab. 10. Z tab. 10 je vidno, že najvyššia tvrdosť bola dosiahnutá pri vzorke SPS15 a to  $(149 \pm 10)$  HV 1. Pre tak vysokú hodnotu tvrdosti existuje viacero vysvetlení – vo vzorke sa nachádza 15 hm. % titánu, ktorý má zo všetkých prítomných čistých materiálov v zmesi Mg–Al–Ti najvyššiu tvrdosť a to až 60 HV [101]. Ďalším dôvodom je deformačné spevnenie materiálu, ku ktorému došlo počas lisovania v priebehu procesu SPS a v porovnaní s inými vzorkami vysoké množstvo fázy  $\beta$ , ktorá je tvrdšia než fáza  $\alpha$ . Tvrdosť materiálov pripravených metódou SPS bola dokonca vyššia než najpoužívanejšia komerčná zliatina horčička AZ91. Tvrdosť zliatiny AZ91 spekej pomocou metódy SPS pri 400 °C bola v práci [102] zameraná na hodnotu 81 HV, zatiaľ čo tvrdosť tejto zliatiny liatej pod tlakom môže dosahovať hodnoty až 90 HV [103]. Nami pripravený materiál s obdobným pomerom hliníka k horčičku, pripravený metódou SPS (vzorka SPS10) dosahoval tvrdosť  $(116 \pm 11)$  HV 1. Na základe toho môžeme usúdiť, že došlo ku zlepšeniu tvrdosti v dôsledku prídavku titánu.

Najnižšia tvrdosť spomedzi všetkých vzoriek bola nameraná na vzorkách typu CP, konkrétne na vzorke CP15, ktorá dosahovala tvrdosť len  $(41 \pm 3)$  HV 1. Nízke hodnoty tvrdosti boli v prípade vzoriek typu CP očakávané, pretože sa nejednalo o spekaný materiál a jednotlivé práškové zrná boli spojené len relatívne slabými mechanickými silami. Ďalším dôvodom je, že čistý hliník má tvrdosť len 15 HV [104], zatiaľ čo tvrdosť čistého horčíka dosahuje hodnotu približne 42 HV [105]. Klesajúca tvrdosť s rastúcim množstvom hliníka v zmesi bola v tejto sérii vzoriek spôsobená aj tým, že za daných podmienok nedôjde pri lisovaní za studena k jeho výraznému mechanickému spevneniu. Vyplýva z toho, že pokiaľ sa v materiáli tohto typu bude nachádzať hliník v jeho čistej forme, tvrdosť materiálu bude nižšia.

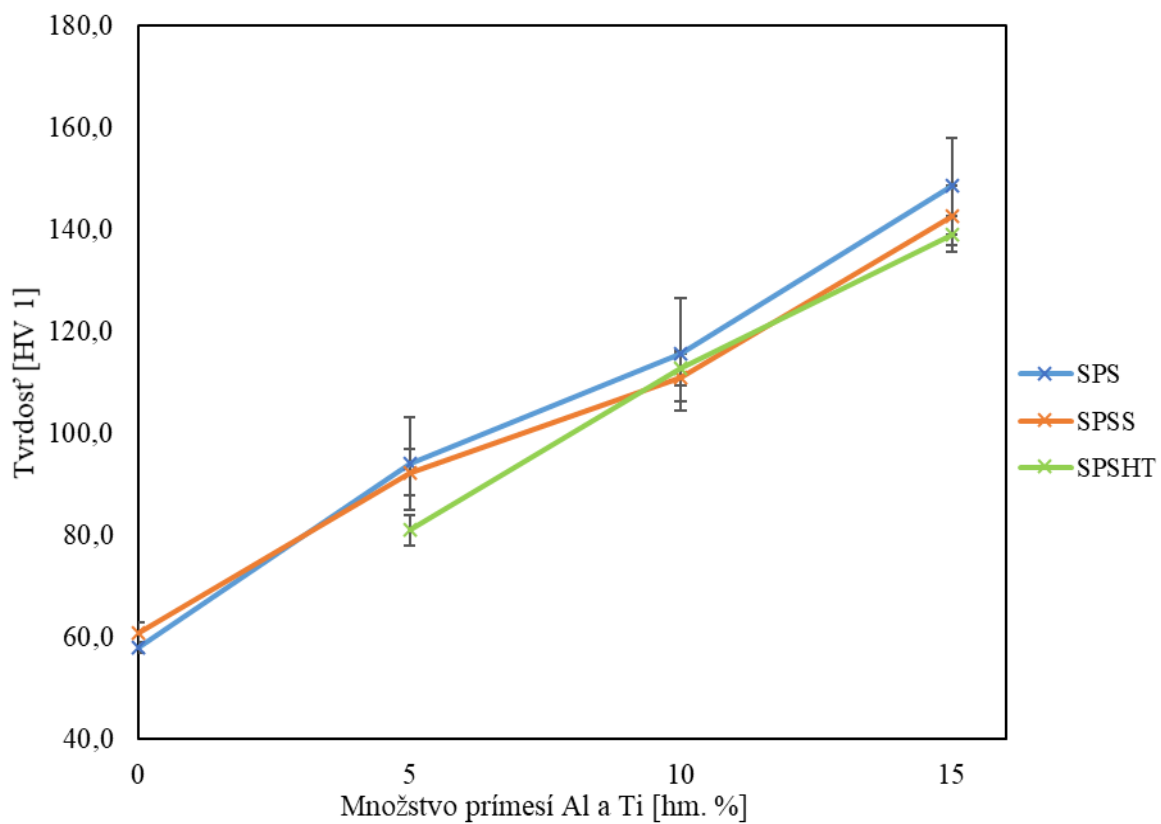
Tabuľka 10: Výsledky merania tvrdosti

Množstvo prímesí [hm. %]	Tvrdosť [HV 1]					
	CP	S	HT	SPS	SPSS	SPSHT
0	$47 \pm 1$	$44 \pm 2$	$45 \pm 2$	$58 \pm 1$	$61 \pm 2$	
5	$45 \pm 2$	$69 \pm 7$	$64 \pm 5$	$94 \pm 9$	$92 \pm 5$	$81 \pm 3$
10	$44 \pm 2$	$81 \pm 6$	$65 \pm 5$	$116 \pm 11$	$111 \pm 5$	$113 \pm 3$
15	$41 \pm 3$	$97 \pm 12$	$106 \pm 11$	$149 \pm 10$	$143 \pm 6$	$139 \pm 4$

Na obr. 36 a obr. 37 sa nachádza grafické znázornenie výsledkov merania tvrdosti. Z grafického znázornenia je zrejmé, že u väčšiny typov vzoriek došlo k nárastu tvrdosti. Je to spôsobené zvyšujúcim sa množstvom rozpusteného hliníka v horčíku a taktiež zvyšujúcim sa množstvom tvrdých častíc titánu. Mierny pokles tvrdosti s množstvom prímesí bol pozorovaný len u vzoriek typu CP. Ako už bolo diskutované, tento jav bol spôsobený zvyšujúcim sa množstvom čistého hliníka v zmesi. Z výsledkov je taktiež pozorovateľné, že vzorky pripravené pomocou metódy SPS mali vo všeobecnosti vyššiu tvrdosť než vzorky pripravené konvenčnými metódami práškovej metalurgie. To bolo pravdepodobne spôsobené najmä relatívne nižšou porozitou v porovnaní so štandardnými metódami práškovej metalurgie, ktorá bola diskutovaná v kap. 5.1 a 5.2. Vzorky typu SPS taktiež dosahovali vo všeobecnosti najvyššiu tvrdosť a to aj v porovnaní so vzorkami typu SPSS a SPSHT. To bolo pravdepodobne spôsobené mechanickým spevnením materiálu a zvýšeným množstvom fázy  $\beta$ , ktoré už bolo diskutované na začiatku kapitoly. Pri následných operáciách ďalšieho tepelného spracovania došlo k uvoľneniu mechanického napätia v materiáli a k rozpusteniu väčšieho množstva fázy  $\beta$ , čo malo za následok zníženie tvrdosti materiálu.



Obrázok 36: Grafické znázornenie nameranej tvrdosti pre vzorky typu CP, S a HT



Obrázok 37: Grafické znázornenie nameranej tvrdosti pre vzorky typu SPS, SPSS a SPSHT

## 5.5 Pevnosť v ohybe

V tab. 11 sú zobrazené výsledky pre modul pružnosti v ohybe a medzu pevnosti v ohybe u vzoriek typu CP, S a HT, zatiaľ čo tab. 12 obsahuje rovnaké výsledky pre vzorky typu SPS, SPSS a SPSHT. Najnižšie hodnoty medze pevnosti dosahovali vzorky typu CP, čo bolo v prípade vzoriek typu CP očakávané, pretože sa nejednalo o spekaný materiál a jednotlivé práškové zrná boli spojené len relatívne slabými mechanickými silami. Spomedzi vzoriek pripravených konvenčnými metódami práškovej metalurgie, dosahovali najvyššiu hodnotu medze pevnosti vzorky pripravené len lisovaním za studena a spekaním. Za pozornosť stojí aj fakt, že vzorky čistého horčíka dosahovali nízku medzu pevnosti, porovnateľné so vzorkami lisovanými za studena.

V porovnaní so vzorkami pripravenými konvenčnými metódami práškovej metalurgie, medza pevnosti vzoriek pripravených metódou SPS bola niekoľkonásobne vyššia. To bolo pravdepodobne spôsobené vyššou porozitou vzoriek pripravených konvenčnými metódami práškovej metalurgie, v porovnaní so vzorkami pripravenými metódou SPS, čo malo za následok mechanické oslabenie materiálu. Najvyššia nameraná medza pevnosti v ohybe bola 262,2 MPa u vzorky SPSHT15. Táto hodnota medze pevnosti v ohybe je však nižšia, než u väčšiny liatych horčíkových zliatin obsahujúcich hliník, ako je napríklad AZ31, ktorej medza pevnosti v ohybe je podľa práce [106] 330 MPa, AZ41, ktorej medza pevnosti v ohybe je podľa práce [107] 331 MPa, alebo AZ91, ktorej medza pevnosti v ohybe je podľa práce [108] 648 MPa. Výsledné hodnoty medze pevnosti v ohybe však boli vyššie, než medza pevnosti pre čistý horčík pripravený metódou SPS, ktorá bola v práci [109] 158 MPa. Porovnateľne nižšie hodnoty medze pevnosti v ohybe u materiálov pripravených pomocou SPS oproti liatym zliatinám, môžu byť spôsobené relatívne slabými kohéznymi silami medzi kryštalickými zrnami matrice, alebo mikroporozitou vzniknutou pri lisovaní materiálu.

U vzoriek typu SPS môžeme taktiež pozorovať značný nárast modulu pružnosti v ohybe so zvyšovaním množstva prímiesí. Nárast modulu pružnosti je najviac evidentný medzi vzorkami s 5 hm. % každej z prímiesí a vzorkami s 10 hm. % každej z prímiesí vo všetkých sériách. Ďalší nárast modulu pružnosti s prídavkom prímiesí je minimálny a u vzorky typu SPSHT15 bol dokonca zaznamenaný jeho pokles v porovnaní so vzorkou SPSHT10.

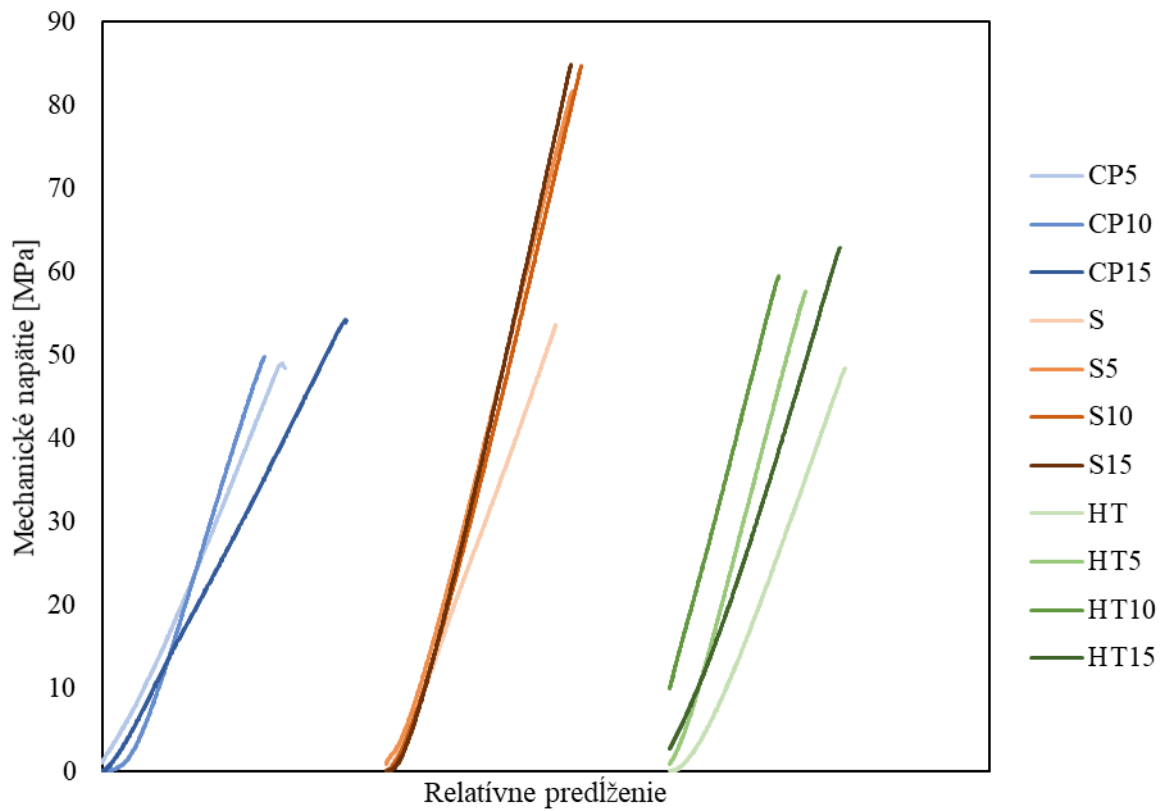
Tabuľka 11: Vypočítané hodnoty modulu pružnosti a pevnosti v ohybe pre vzorky typu CP, S a HT

Typ vzorky	CP5	CP10	CP15	S	S5	S10	S15	HT	HT5	HT10	HT15
Modul pružnosti [GPa]	9,04	10,72	8,06	11,51	15,05	14,47	15,67	9,08	15,54	16,29	11,74
Medza pevnosti [MPa]	48,9	49,7	54,1	53,3	81,6	84,7	84,8	48,4	57,5	59,4	62,9

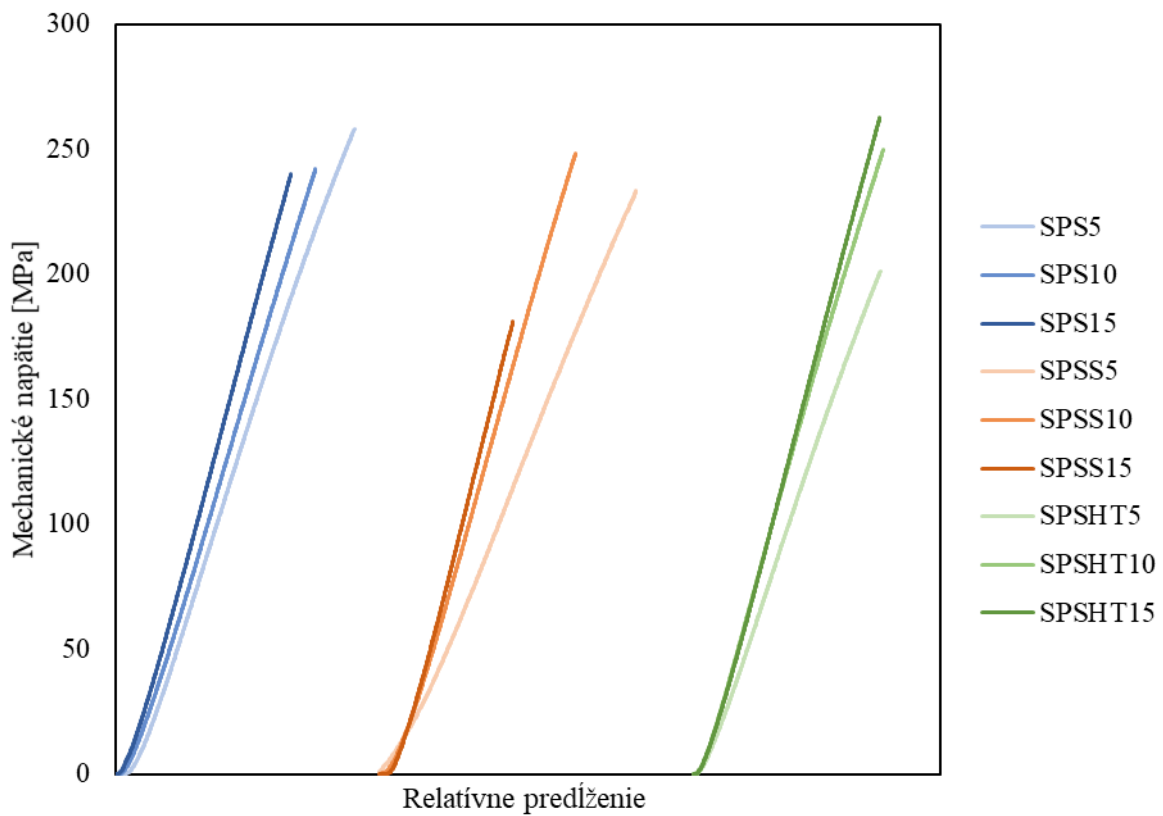
Tabuľka 12: Vypočítané hodnoty modulu pružnosti a pevnosti v ohybe pre vzorky typu SPS, SPSS a SPSHT

Typ vzorky	SPS 5	SPS 10	SPS 15	SPSS 5	SPSS 10	SPSS 15	SPSHT 5	SPSHT 10	SPSHT 15
Modul pružnosti [GPa]	12,79	16,37	19,44	10,90	16,12	17,95	16,16	20,78	20,17
Medza pevnosti [MPa]	258	241,7	239,8	233,2	247,5	180,8	200,6	249,4	262,2

Ohybové krivky sú zobrazené na obr. 38 pre vzorky pripravené štandardnými metódami práškovej metalurgie a na obr. 39 pre vzorky pripravené metódou SPS. Z grafického znázornenia je zrejmé, že všetky vzorky podliehali krehkému lomu a plastická deformácia u nich neprebíhala. Tento fakt je možné vysvetliť mikroporozitou vzniknutou pri lisovaní materiálu. Tá by mohla pôsobiť ako zdroj hromadenia mechanického napätia v materiáli, čo by mohlo iniciovať vznik a šírenie porušenia. Z ohybových kriviek je tiež na prvý pohľad vidieť, že konkrétne trendy pre medzu pevnosti v ohybe a modul pružnosti v ohybe v závislosti na množstve prímiesi vo vzorkách nie je možné spoľahlivo stanoviť. Je to spôsobené tým, že vzorky boli z vyrezaných trámikov brúsené ručne. To malo za následok nepravidelnosti v rozmeroch jednotlivých vzoriek, ktoré sa podpísali na pomerne veľkej nepresnosti merania. Tento problém by sa dal vyriešiť opakovaním meraní, alebo presným, strojovým brúsením. To je však limitované faktormi, ako sú nároky na čistotu vzoriek a ich tepelné zaťaženie.



Obrázok 38: Ohybové krivky pre vzorky typu CP, S a HT

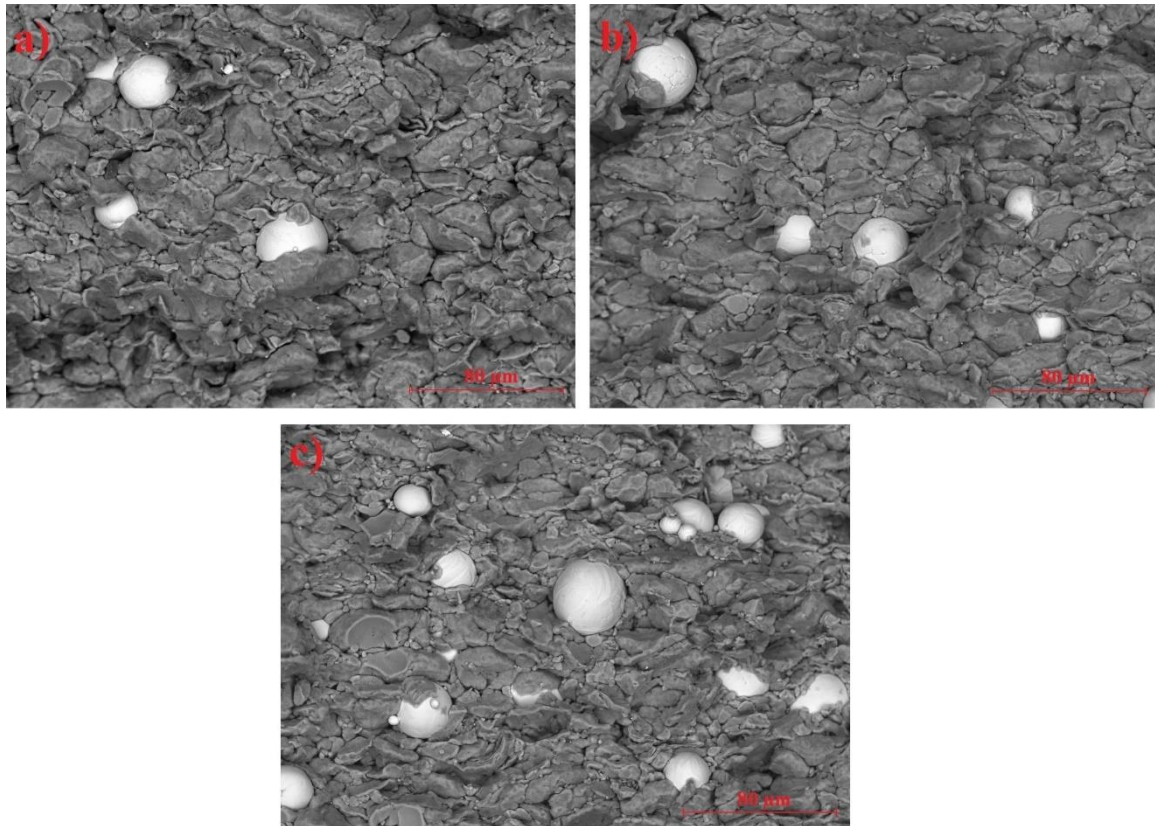


Obrázok 39: Ohybové krivky pre vzorky typu SPS, SPSS a SPSHT

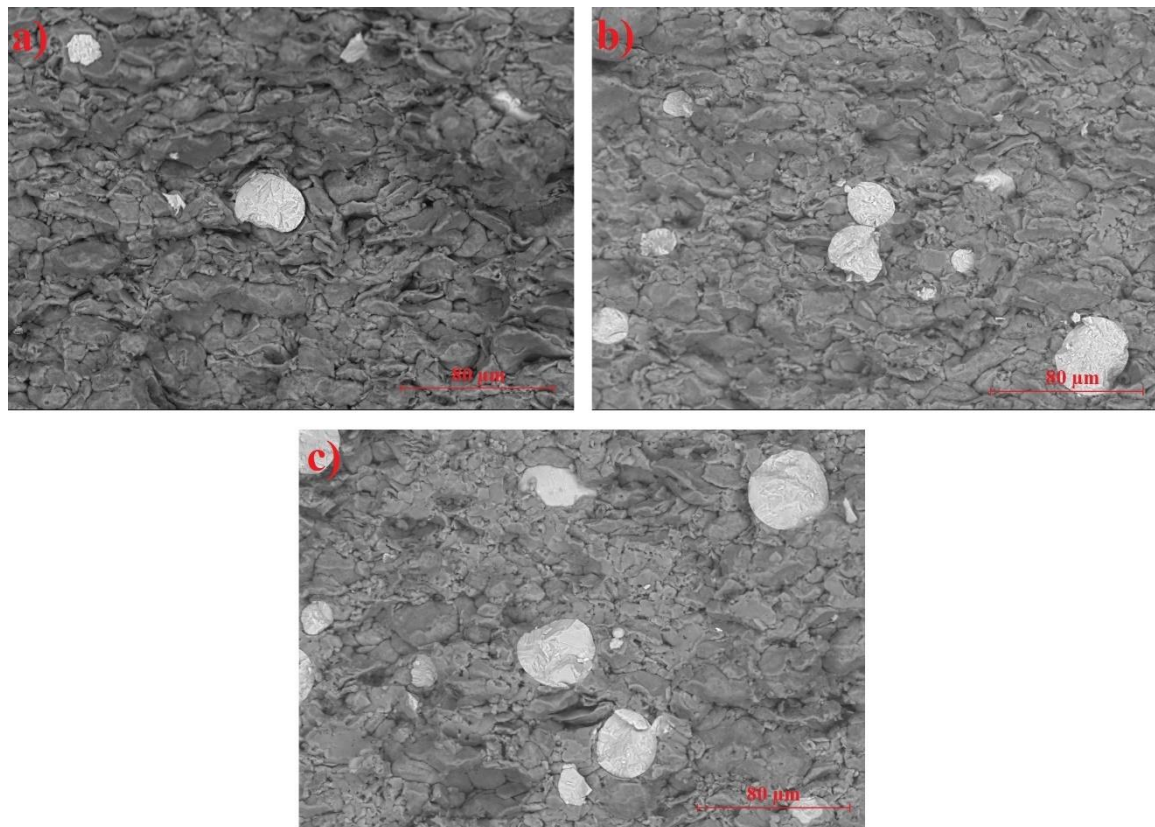
## 5.6 Fraktografické pozorovanie

Pozorovanie lomových plôch prebehlo pomocou rastrovacieho elektrónového mikroskopu. Na obr. 40 – obr. 42 sú zobrazené lomové plochy vzoriek pripravených klasickými metódami práškovej metalurgie, zatiaľ čo na obr. 43 – obr. 45 sú zobrazené lomové plochy vzoriek pripravených metódou SPS. Na Obrázok 40 sú zobrazené snímky lomových plôch vzoriek typu CP. Je z nich evidentné, že vzorka podliehala štiepnemu interkryštalickému lomu, bez akejkoľvek plastickej deformácie. Tento výsledok bol očakávaný z dôvodu absencie pevnejších väzieb medzi časticami práškoveho materiálu, ktoré boli spojené len mechanicky. Na obr. 41 a obr. 42 sú zobrazené lomové plochy vzoriek, ktoré boli lisované za studena a spečené, respektíve lisované za studena, spečené a tepelne vytvrdené. Zo snímok je vidno, že lom bol štiepny a transkryštalický čo znamená, že lomová plocha prebieha skrz kryštalické zrná a to vrátane zŕn titánu. Vyplýva z toho, že pri spekaní došlo k difúznemu spojeniu titánovej výstuže s matricou. Na snímkach je to najlepšie viditeľné v prípadoch, kedy bola výstuž obklopená zrnami fázy  $\beta$ . V týchto miestach lomovej plochy vôbec nedošlo k prerušeniu spojenia medzi matricou a výstužou. Na druhej strane v niektorých miestach, kde boli titánové častice obklopené len fázou  $\alpha$ , došlo k prerušeniu spojenia s matricou a v niektorých miestach až k ich vypadnutiu z matrice. Na základe tohto zistenia môžeme usudzovať, že v našom materiáli tvoril hliník dôležitú medzivrstvu v difúznom spojení medzi titánom a horčíkom.

Na obr. 43 sa nachádzajú snímky lomových plôch pre vzorky pripravené pomocou metódy SPS. Lom bol štiepny a transkryštalický, avšak nedošlo k porušeniu žiadnych zŕn titánu a to aj napriek tomu, že v týchto vzorkách už došlo ku vzniku fázy  $\beta$ , čo bolo diskutované v kap. 5.2. Je možné, že na vznik účinného difúzneho spojenia medzi titánom a matricou je potrebný dlhší čas než 15 min, počas ktorých príprava pomocou SPS prebiehala. Na druhej strane, vo vzorkách typu SPSS a SPSHT, ktoré sú zobrazené na obr. 44 a obr. 45, došlo aj k porušeniu častíc titánu, čo naznačuje vznik pevného spojenia medzi matricou a výstužou. V prípade týchto vzoriek však šírenie trhliny vo väčšine prípadov obišlo titánovú výstuž úplne a došlo len k pretrhnutiu matrice. Lom bol v oboch prípadoch rovnako, ako pri predchádzajúcich vzorkách štiepny a transkryštalický.

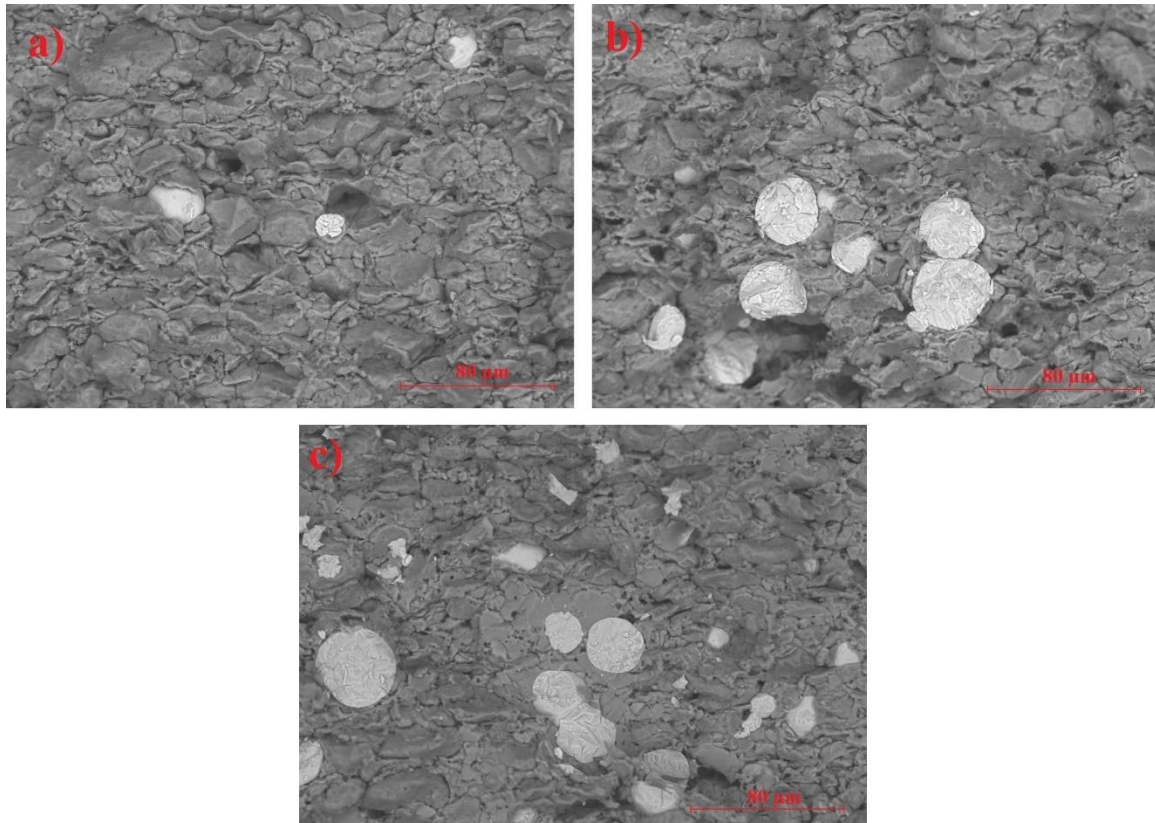


Obrázok 40: Fraktografické pozorovanie vzoriek lisovaných za studena; a) CP5, b) CP10, c) CP15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväšenie 1000 ×

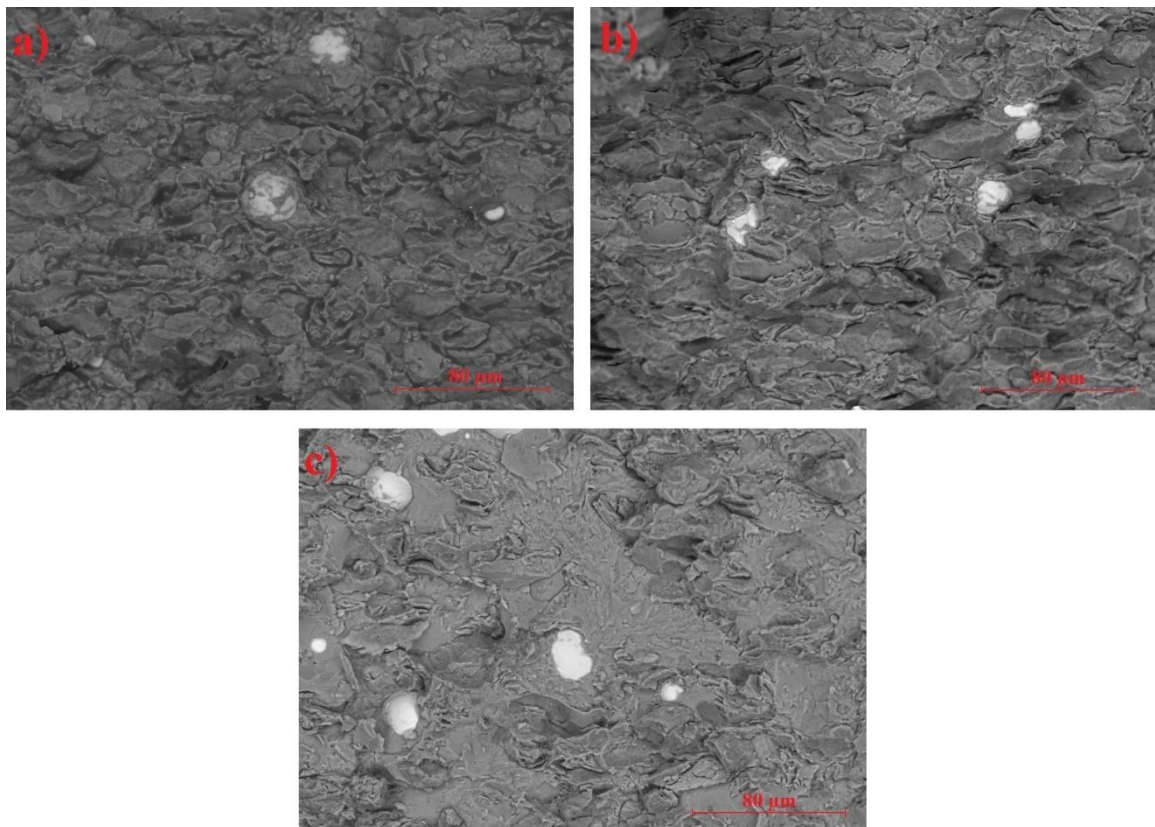


Obrázok 41: Fraktografické pozorovanie vzoriek lisovaných za studena a spekaných; a) S5, b) S10, c) S15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväšenie 1000 ×

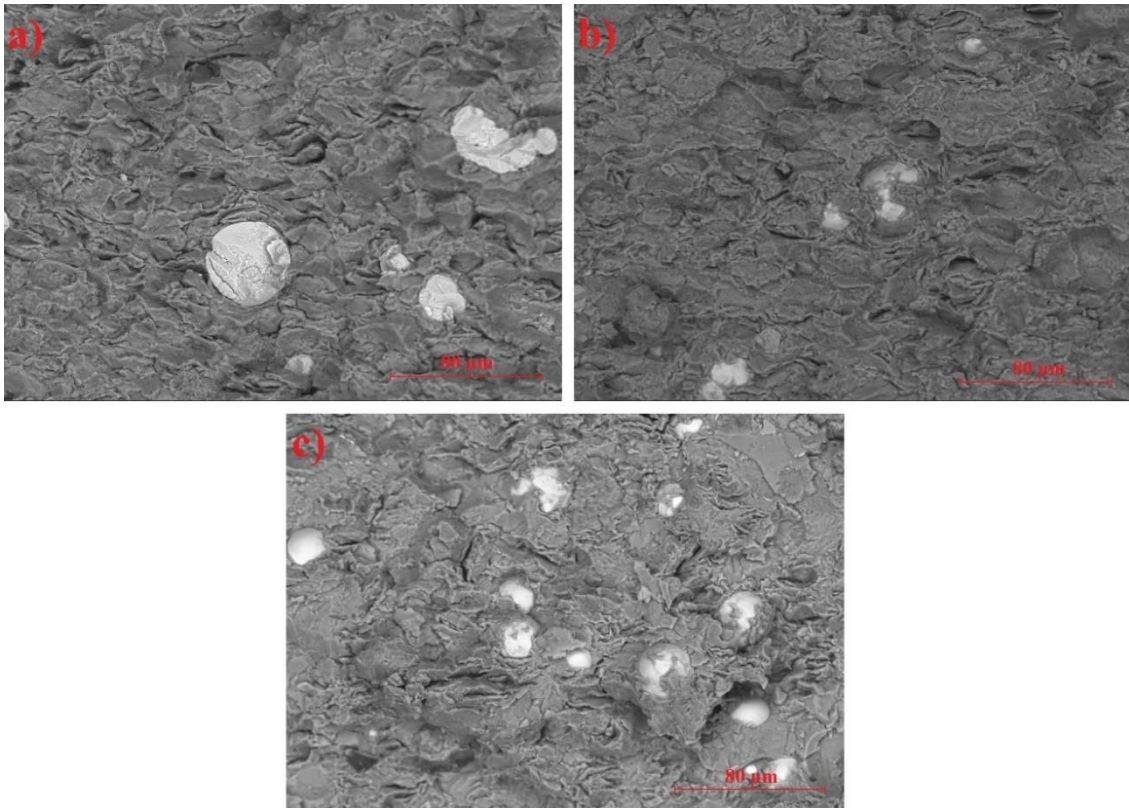




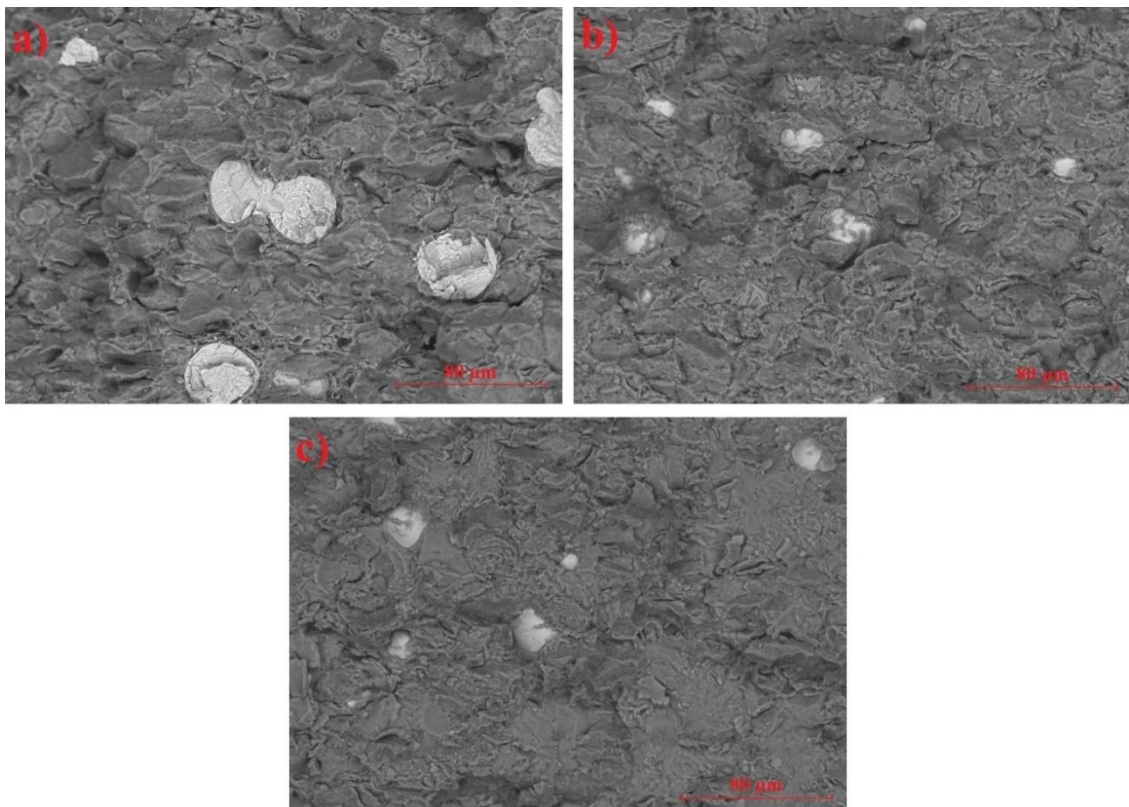
Obrázok 42: Fraktografické pozorovanie vzoriek lisovaných za studena, spekaných a tepelne vytvrdených; a) HT5, b) HT10, c) HT15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväšenie 1000 ×



Obrázok 43: Fraktografické pozorovanie vzoriek pripravených metódou SPS; a) SPS5, b) SPS10, c) SPS15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväšenie 1000 ×



Obrázok 44: Fraktografické pozorovanie vzoriek pripravených metódou SPS a spekaných; a) SPSS5, b) SPSS10, c) SPSS15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväšenie 1000 ×



Obrázok 45: Fraktografické pozorovanie vzoriek pripravených metódou SPS, spekaných a tepelne vytvrdených; a) SPST5, b) SPST10, c) SPST15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväšenie 1000 ×

## 6 ZÁVER

Táto diplomová práca sa zaoberala prípravou a štruktúrnou a mechanickou charakterizáciou materiálu na báze systému Mg–Al–Ti. Práca bola rozdelená na teoretickú a experimentálnu časť. Teoretická časť bola rozdelená do dvoch hlavných celkov. V prvom celku boli spracované základné informácie o horčíku a jeho zliatinách so zameraním najmä na systémy Mg–Al a Mg–Ti. V druhom celku sa nachádzali základné informácie o práškovej metalurgii. Teoretická časť bola nakoniec uzavretá literárnymi rešeršami o najnovšom výskume v oblasti systému Mg–Al–Ti.

V experimentálnej časti boli pomocou rôznych metód práškovej metalurgie pripravené objemové materiály na báze systému Mg–Al–Ti. Použité boli konvenčné postupy práškovej metalurgie, ktoré zahŕňali kompakciu materiálu lisovaním, spekanie a následné tepelné vytvrdenie vzoriek. Okrem konvenčného postupu prípravy materiálu, bola využitá aj príprava pomocou poľom aktivovaného spekania.

Hlavným cieľom experimentálnej časti však bola charakterizácia pripravených objemových materiálov. Ich mikroštruktúra bola pozorovaná pomocou svetelného mikroskopu, prvkové zloženie bolo merané pomocou SEM s EDS analýzou a kvalitatívne fázové zloženie materiálov bolo stanovené pomocou XRD. Spomedzi mechanických vlastností bola zameraná tvrdosť a pevnosť pri ohybovom zaťažení, po meraní ktorej bolo pomocou SEM uskutočnené fraktografické pozorovanie. Na základe uvedených meraní došlo k viacerým zisteniam:

- Pozorovanie mikroštruktúry pomocou svetelnej mikroskopie a prvkový mapping vzoriek ukázali, že častice titánu a hliníka boli v horčíkovej matici rozložené náhodne.
- U vzoriek pripravených konvenčnými metódami práškovej metalurgie bola zistená zvýšená porozita v porovnaní so vzorkami pripravenými pomocou metódy SPS. To mohlo byť spôsobené Kirkendallovým efektom v dôsledku vyššej rýchlosti difúzie hliníka. Ďalším dôvodom pre zvýšenú porozitu materiálu by mohol byť plynný dusík uväznený medzi časticami prášku pri lisovaní, expanzia ktorého mohla pri tepelnom spracovaní zapríčiniť zvýšenie porozity.
- U všetkých vzoriek došlo po ich spracovaní za vyššej teploty k úplnému rozpusteniu hliníka, či už vo forme tuhého roztoku hliníka v horčíku (fázy  $\alpha$ ), alebo vo forme intermetalickej zlúčeniny  $Mg_{17}Al_{12}$  (fázy  $\beta$ ).
- Najvyššie množstvo kyslíka na povrchu vzoriek bolo zaznamenané vo vzorkách pripravených konvenčnými metódami práškovej metalurgie, konkrétne vo vzorkách spekaných a spekaných a tepelne vytvrdených. Zvýšená oxidácia bola v týchto prípadoch zapríčinená pravdepodobne väčším povrchom vzoriek spôsobeným zvýšenou porozitou.
- Čas spekania pri metóde SPS nebol dostatočný na rozpustenie všetkého hliníka v matici, čoho dôsledkom bol vznik izolovaných častíc fázy  $\beta$ , bez viditeľnej prítomnosti fázy  $\alpha$ .
- Pomocou XRD analýzy bol zistený výskyt fázy TiN. Tá sa v materiáli mohla v menšom množstve objaviť v dôsledku reakcie častíc titánovej výstuže s plynným dusíkom.
- Meraním tvrdosti materiálu sa zistilo, že so zvyšujúcim sa množstvom hliníka a titánu došlo k jej zvýšeniu. Najvyššia nameraná tvrdosť činila  $(149 \pm 10)$  HV1 u vzorky SPS15, z dôvodu vysokého množstva fázy  $\beta$  v materiáli.
- V dôsledku nižšej porozity v porovnaní so vzorkami pripravenými konvenčnými metódami práškovej metalurgie, dosahovali vzorky pripravené metódou SPS niekoľkonásobne vyššiu pevnosť pri zaťažení v ohybe. Všetky vzorky podliehali krehkému lomu, bez plastickej deformácie.

- Fraktografické pozorovanie ukázalo, že vo všetkých prípadoch mechanického porušenia vzoriek ohybom, sa jednalo o štiepny lom. Vo všetkých prípadoch, okrem vzoriek lisovaných za studena, sa jednalo o transkryštalický lom, napriek tomu, že u niektorých vzoriek nedošlo k porušeniu zŕn titánu (najmä SPS). Pozorovaním lomovej plochy sa zistilo, že zrná titánu po operácii spekania veľmi dobre držia v matrici a to najmä v okolí fázy  $\beta$ . Tento fakt naznačuje možnosť vzniku difúzneho spojenia titánu s matricou prostredníctvom tuhého roztoku. Jeho množstvo by však muselo byť dostatočne malé, aby bolo pod limitom detekcie XRD a EDS analýzy.

Ako vyplýva z výsledkov, táto práca ponúka množstvo možností pre ďalší výskum. Zdokonaľiť by sa dala optimalizácia výrobného procesu za účelom eliminácie porozity vyskytujúcej sa v pripravených materiáloch. Ďalšou možnosťou by mohla byť povrchová úprava titánovej výstuže za účelom lepšej kompatibility s horčíkovou matricou, alebo preskúmanie iných legúr, ktoré by mohli fungovať ako medzivrstvy medzi titánovou výstužou a horčíkovou matricou.

Na záver sa dá konštatovať, že vytýčené ciele práce boli splnené v ich plnom rozsahu.

## 7 ZOZNAM POUŽITÝCH ZDROJOV

- [1] POLMEAR, Ian J., David STJOHN, Jian-Feng NIE a Ma QIAN. *Light alloys: metallurgy of the light metals*. Fifth edition. Oxford: Butterworth-Heinemann, [2017]. ISBN 978-0-08-099431-4.
- [2] FREITAS, Robert A. a William P. GILBREATH, ed. *Advanced automation for space missions: NASA Conference Publication 2255*. Santa Clara, California: University of Santa Clara, 1980.
- [3] THÜMLER, F. a R. OBERACKER. *An Introduction to Powder Metallurgy*. London: Institute of Materials, 1993. ISBN 0-901716-26-X.
- [4] VOHLÍDAL, Jiří a Karel ŠTULÍK. *Chemické a analytické tabulky*. Praha: Grada, 1999. ISBN 80-716-9855-5.
- [5] CAMPBELL, F. C. *Elements of metallurgy and engineering alloys*. Materials Park, Ohio: ASM International, c2008. ISBN 978-0-87170-867-0.
- [6] GUNN, Gus, ed. *Critical metals handbook*. Chichester: John Wiley, 2014. ISBN 978-0-4706-7171-9.
- [7] HARRIS, Daniel. *Quantitative Chemical Analysis*. 7. New York: W. H. Freeman and company, 2007. ISBN 978-0-7167-7041-1.
- [8] AVEDESIAN, M. M. a Hugh BAKER. *Magnesium and magnesium alloys*. Materials Park, OH: ASM International, 1999. ISBN 08-717-0657-1.
- [9] FRIEDRICH, Horst E. a Barry L. MORDIKE. *Magnesium technology: metallurgy, design data, applications*. New York: Springer, c2006. ISBN 978-3-540-20599-9.
- [10] POLMEAR, I. J. *Magnesium alloys and applications*. Materials Science and Technology. 2013, 10(1), 1-16. DOI: 10.1179/mst.1994.10.1.1. ISSN 0267-0836. Dostupné tiež z: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/mst.1994.10.1.1>
- [11] ROUČKA, Jaromír. *Metalurgie neželezných slitin*. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2004. ISBN 80-214-2790-6.
- [12] *ASTM B951-11(2018), Standard Practice for Codification of Unalloyed Magnesium and Magnesium-Alloys, Cast and Wrought*. 11. West Conshohocken, PA: ASTM International, 2018.
- [13] *ASTM B93 / B93M-15, Standard Specification for Magnesium Alloys in Ingot Form for Sand Castings, Permanent Mold Castings, and Die Castings*. 15. West Conshohocken, PA: ASTM International, 2015.
- [14] ASHBY, M. F. a David R. H. JONES. *Engineering materials 1: an introduction to properties, applications, and design*. 4th ed. Boston: Butterworth-Heinemann, c2012. ISBN 978-008-0966-656.
- [15] BUSCHOW, K. H. J. *Encyclopedia of materials: science and technology*. 4 th ed. Amsterdam: Elsevier, 2001. ISBN 978-0-08-043152-9.
- [16] SMITH, William F. a Javad HASHEMI. *Foundations of materials science and engineering*. 5th ed. Boston: McGraw-Hill, c2010. ISBN 978-0-07-352924-0.
- [17] POLMEAR, I.J. Magnesium alloys. *Light Alloys*. Elsevier, 2005, 2005, , 237-297. DOI: 10.1016/B978-075066371-7/50009-8. ISBN 9780750663717. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780750663717500098>
- [18] CAO, H. a M. WESSÉN. *Effect of microstructure on mechanical properties of as-cast Mg-Al alloys*. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2004, 35(1), 309-319. DOI: 10.1007/s11661-004-0132-6. ISSN 1073-5623. Dostupné tiež z: <http://link.springer.com/10.1007/s11661-004-0132-6>
- [19] KAPINOS, Dawid, Bogusław AUGUSTYN a Marcin SZYMANEK. METHODS OF INTRODUCING ALLOYING ELEMENTS INTO LIQUID MAGNESIUM. *Metallurgy*

- and Foundry Engineering*. 2014, 40(3). DOI: 10.7494/mafe.2014.40.3.141. ISSN 1230-2325. Dostupné tiež z: <http://journals.agh.edu.pl/mafe/article/view/1652>
- [20] Mg-Zn: Data from SGTE 2004 alloy database. *Center for Research on Computational Thermochemistry* [online]. 2004 [cit. 2020-02-22]. Dostupné tiež z: [http://www.crct.polymtl.ca/fact/phase\\_diagram.php?file=Mg-Zn.jpg&dir=FTLite](http://www.crct.polymtl.ca/fact/phase_diagram.php?file=Mg-Zn.jpg&dir=FTLite).
- [21] JINGYUAN, Yu, Wang JIANZHONG, Li QIANG, Shang JIAN, Cao JIANMING a Sun XUDONG. Effect of Zn on Microstructures and Properties of Mg-Zn Alloys Prepared by Powder Metallurgy Method. *Rare Metal Materials and Engineering*. 2016, 45(11), 2757-2762. DOI: 10.1016/S1875-5372(17)30035-8. ISSN 18755372. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1875537217300358>
- [22] CAI, Shuhua, Ting LEI, Nianfeng LI a Fangfang FENG. Effects of Zn on microstructure, mechanical properties and corrosion behavior of Mg-Zn alloys. *Materials Science and Engineering: C*. 2012, 32(8), 2570-2577. DOI: 10.1016/j.msec.2012.07.042. ISSN 09284931. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0928493112003608>
- [23] ZHANG, Shaoxiang, Xiaonong ZHANG, Changli ZHAO, et al. Research on an Mg-Zn alloy as a degradable biomaterial. *Acta Biomaterialia*. 2010, 6(2), 626-640. DOI: 10.1016/j.actbio.2009.06.028. ISSN 17427061. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1742706109002797>
- [24] BETTLES, Colleen a Matthew BARNETT. *Advances in wrought magnesium alloys: fundamentals of processing, properties and applications*. Oxford, UK: Woodhead Publishing, 2012. Woodhead Publishing in materials. ISBN 978-1-84569-968-0.
- [25] ROKHLIN, L. L. Advanced Magnesium Alloys with Rare-Earth Metal Additions. *Advanced Light Alloys and Composites*. Dordrecht: Springer Netherlands, 1998, 1998, , 443-448. DOI: 10.1007/978-94-015-9068-6\_58. ISBN 978-90-481-5087-8. Dostupné tiež z: [http://link.springer.com/10.1007/978-94-015-9068-6\\_58](http://link.springer.com/10.1007/978-94-015-9068-6_58)
- [26] LÜ, Zhong, Jian ZHOU, ZhiMei SUN a RongShi CHEN. Effect of rare earth elements on the structures and mechanical properties of magnesium alloys. *Chinese Science Bulletin*. 2013, 58(7), 816-820. DOI: 10.1007/s11434-012-5617-x. ISSN 1001-6538. Dostupné tiež z: <http://link.springer.com/10.1007/s11434-012-5617-x>
- [27] TONG, Guo-dong, Hai-feng LIU a Yao-hui LIU. Effect of rare earth additions on microstructure and mechanical properties of AZ91 magnesium alloys. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2010, 20, s336-s340. DOI: 10.1016/S1003-6326(10)60493-1. ISSN 10036326. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1003632610604931>
- [28] SRINIVASAN, A., U. T. S. PILLAI a B. C. PAI. Microstructure and mechanical properties of Si and Sb added AZ91 magnesium alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2005, 36(8), 2235-2243. DOI: 10.1007/s11661-005-0342-6. ISSN 1073-5623. Dostupné tiež z: <http://link.springer.com/10.1007/s11661-005-0342-6>
- [29] MORDIKE, Barry L. a K. U. KAINER. *Magnesium alloys and their applications*. Frankfurt: Werkstoff-Informationsgesellschaft, c1998. ISBN 35-272-9936-X.
- [30] VOLKOVA, E. F. Effect of Iron Impurity on the Phase Composition, Structure and Properties of Magnesium Alloys Containing Manganese and Aluminum. *Metal Science and Heat Treatment*. 2017, 59(3-4), 154-160. DOI: 10.1007/s11041-017-0120-2. ISSN 0026-0673. Dostupné tiež z: <http://link.springer.com/10.1007/s11041-017-0120-2>
- [31] Al-Mg: Data from SGTE 2004 alloy database. *Center for Research on Computational Thermochemistry* [online]. 2004 [cit. 2019-08-14]. Dostupné tiež z: [http://www.crct.polymtl.ca/fact/phase\\_diagram.php?file=Al-Mg.jpg&dir=FTLite](http://www.crct.polymtl.ca/fact/phase_diagram.php?file=Al-Mg.jpg&dir=FTLite).
- [32] BRASZCZYSKA-MALIK, Katarzyna. Precipitates of Gamma-Mg17Al12 Phase in Mg-Al Alloys. In: *Magnesium Alloys - Design, Processing and Properties*. InTech, 2011,

- 2011-01-14. DOI: 10.5772/13115. ISBN 978-953-307-520-4. Dostupné tiež z: <http://www.intechopen.com/books/magnesium-alloys-design-processing-and-properties/precipitates-of-gamma-mg17al12-phase-in-mg-al-alloys>
- [33] RAGHAVAN, V. Al-Mg-Zn (Aluminum-Magnesium-Zinc). *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*. 2010, 31(3), 293-294. DOI: 10.1007/s11669-010-9684-x. ISSN 1547-7037. Dostupné tiež z: <http://link.springer.com/10.1007/s11669-010-9684-x>
- [34] ZHANG, L., Z.Y. CAO, Y.B. LIU, G.H. SU a L.R. CHENG. Effect of Al content on the microstructures and mechanical properties of Mg–Al alloys. *Materials Science and Engineering: A*. 2009, 508(1-2), 129-133. DOI: 10.1016/j.msea.2008.12.029. ISSN 09215093. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509308014007>
- [35] DULY, D., J.P. SIMON a Y. BRECHET. On the competition between continuous and discontinuous precipitations in binary Mg–Al alloys. *Acta Metallurgica et Materialia*. 1995, 43(1), 101-106. DOI: 10.1016/0956-7151(95)90266-X. ISSN 09567151. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/095671519590266X>
- [36] BRASZCZYŃSKA-MALIK, K.N. Discontinuous and continuous precipitation in magnesium–aluminium type alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. 2009, 477(1-2), 870-876. DOI: 10.1016/j.jallcom.2008.11.008. ISSN 09258388. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838808020057>
- [37] NIE, Jian-Feng. Precipitation and Hardening in Magnesium Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2012, 43(11), 3891-3939. DOI: 10.1007/s11661-012-1217-2. ISSN 1073-5623. Dostupné tiež z: <http://link.springer.com/10.1007/s11661-012-1217-2>
- [38] WINTERS, Mark. WebElements periodic table. *WebElements* [online]. Sheffield: The University of Sheffield, 2020 [cit. 2020-02-26]. Dostupné z: <https://www.webelements.com/>
- [39] MURRAY, J. L. The Mg–Ti (Magnesium-Titanium) system. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*. 1986, 7(3), 245-248. DOI: 10.1007/BF02868999. ISSN 0197-0216. Dostupné tiež z: <http://link.springer.com/10.1007/BF02868999>
- [40] MEENASHISUNDARAM, Ganesh Kumar a Manoj GUPTA. Low volume fraction nano-titanium particulates for improving the mechanical response of pure magnesium. *Journal of Alloys and Compounds*. 2014, 593, 176-183. DOI: 10.1016/j.jallcom.2013.12.157. ISSN 09258388. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838813031368>
- [41] PÉREZ, P., G. GARCÉS a P. ADEVA. Mechanical properties of a Mg–10 (vol.%)Ti composite. *Composites Science and Technology*. 2004, 64(1), 145-151. DOI: 10.1016/S0266-3538(03)00215-X. ISSN 02663538. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S026635380300215X>
- [42] HASSAN, S.F. a M. GUPTA. Development of ductile magnesium composite materials using titanium as reinforcement. *Journal of Alloys and Compounds*. 2002, 345(1-2), 246-251. DOI: 10.1016/S0925-8388(02)00413-9. ISSN 09258388. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838802004139>
- [43] GUPTA, M. a Mui Ling Sharon NAI. *Magnesium, magnesium alloys, and magnesium composites*. New York: John Wiley, c2011. ISBN 978-047-0494-172.
- [44] ASANO, Kohta, Hirotoshi ENOKI a Etsuo AKIBA. Synthesis process of Mg–Ti BCC alloys by means of ball milling. *Journal of Alloys and Compounds*. 2009, 486(1-2), 115-123. DOI: 10.1016/j.jallcom.2009.06.140. ISSN 09258388. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838809012948>
- [45] ZHENG, J. G, P. G PARTRIDGE, J. W STEEDS, D. M. J WILKES a C. M WARD-CLOSE. Microstructure of vapour quenched Ti–29 wt% Mg alloy solid solution. *Journal*

- of Materials Science*. **32**(12), 3089-3099. DOI: 10.1023/A:1018682130018. ISSN 00222461. Dostupné tiež z: <http://link.springer.com/10.1023/A:1018682130018>
- [46] HADDAD, Daad, GuangLing SONG a Yang Tse CHENG. Structure and Mechanical Properties of Magnesium-Titanium Solid Solution Thin Film Alloys Prepared by Magnetron-sputter Deposition. In: *Magnesium Technology 2011*. Cham: Springer International Publishing, 2016, 2011, , 617-621. DOI: 10.1007/978-3-319-48223-1\_113. ISBN 978-3-319-48568-3. Dostupné tiež z: [http://link.springer.com/10.1007/978-3-319-48223-1\\_113](http://link.springer.com/10.1007/978-3-319-48223-1_113)
- [47] XU, Zhenqing, Guang-Ling SONG a Daad HADDAD. Corrosion Performance of Mg-Ti Alloys Synthesized by Magnetron Sputtering. In: *Magnesium Technology 2011*. Cham: Springer International Publishing, 2016, 2011, , 611-615. DOI: 10.1007/978-3-319-48223-1\_112. ISBN 978-3-319-48568-3. Dostupné tiež z: [http://link.springer.com/10.1007/978-3-319-48223-1\\_112](http://link.springer.com/10.1007/978-3-319-48223-1_112)
- [48] NEIKOV, Oleg, Stanislav NABOYCHENKO a Gordon DOWSON. *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders*. 1st ed. Spojené štáty americké: Elsevier, 2009. Materials Science 2009. ISBN 978-1-85617-422-0.
- [49] SKOTNICOVÁ, Kateřina a Miroslav KURSA. *Prášková metalurgie: studijní opora*. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2014. ISBN 978-80-248-3596-9.
- [50] LAGUTKIN, Stanislav, Lydia ACHELIS, Sheikhal SHEIKHALIEV, Volker UHLENWINKEL a Vikas SRIVASTAVA. Atomization process for metal powder. *Materials Science and Engineering: A*. 2004, **383**(1), 1-6. DOI: 10.1016/j.msea.2004.02.059. ISSN 09215093. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509304002023>
- [51] APELIAN, D. Particulate Processing (Powder Metallurgy). In: *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. Elsevier, 2001, 2001, , 6761-6768. DOI: 10.1016/B0-08-043152-6/01197-9. ISBN 9780080431529. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B0080431526011979>
- [52] *ASM Handbook, Volume 7: Powder Metallurgy*. Materials park: ASM International, 1998, 907 s. ISBN 0-87170-387-4.
- [53] KASSYM, Kazybek a Asma PERVEEN. Atomization processes of metal powders for 3D printing. *Materials Today: Proceedings*. 2020. DOI: 10.1016/j.matpr.2020.02.364. ISSN 22147853. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2214785320311196>
- [54] LAWLEY, A. Atomization. In: *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. Elsevier, 2001, 2001, , 387-392. DOI: 10.1016/B0-08-043152-6/00077-2. ISBN 9780080431529. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B0080431526000772>
- [55] HEANEY, D.F. Powders for metal injection molding (MIM). In: *Handbook of Metal Injection Molding*. Elsevier, 2019, 2019, s. 45-56. DOI: 10.1016/B978-0-08-102152-1.00004-0. ISBN 9780081021521. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780081021521000040>
- [56] AKKAŞ, Mehmet a Mustafa BOZ. Investigation of the compressibility and sinterability of AZ91 powder production and particle production by gas atomisation method. *Journal of Magnesium and Alloys*. 2019, **7**(3), 400-413. DOI: 10.1016/j.jma.2019.05.007. ISSN 22139567. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2213956719300568>
- [57] ÖZTÜRK, S., F. ARSLAN a B. ÖZTÜRK. Effect of process parameters on production of metal powders by water jet cooled rotating disc atomisation. *Powder Metallurgy*. 2013, **48**(2), 163-170. DOI: 10.1179/003258905X37738. ISSN 0032-5899. Dostupné tiež z: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/003258905X37738>



- [58] YEFIMOV, Nikolay A. Powders With Quasicrystalline Structure. In: *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders*. Elsevier, 2019, 2019, , 313-321. DOI: 10.1016/B978-0-08-100543-9.00010-5. ISBN 9780081005439. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780081005439000105>
- [59] ZHANG, L.P. a Y.Y. ZHAO. Particle size distribution of tin powder produced by centrifugal atomisation using rotating cups. *Powder Technology*. 2017, 318, 62-67. DOI: 10.1016/j.powtec.2017.05.038. ISSN 00325910. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0032591017304370>
- [60] AKKAŞ, Mehmet a Mustafa BOZ. Investigation of the compressibility and sinterability of AZ91 powder production and particle production by gas atomisation method. *Journal of Magnesium and Alloys*. 2019, 7(3), 400-413. DOI: 10.1016/j.jma.2019.05.007. ISSN 22139567. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2213956719300568>
- [61] GOPIENKO, Victor G. Production of Aluminum Powders. In: *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders*. Elsevier, 2019, 2019, s. 459-480. DOI: 10.1016/B978-0-08-100543-9.00015-4. ISBN 9780081005439. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780081005439000154>
- [62] *ASM Specialty Handbook: Aluminum and aluminum alloys*. Materials Park, OH: ASM International, c1993. ISBN 08-717-0496-X.
- [63] GOPIENKO, Victor G. a Oleg D. NEIKOV. Production of Titanium and Titanium Alloy Powders. In: *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders*. Elsevier, 2009, 2009, s. 314-323. DOI: 10.1016/B978-1-85617-422-0.00014-8. ISBN 9781856174220. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9781856174220000148>
- [64] YOLTON, C.F. a Francis H.(Sam) FROES. Conventional titanium powder production. In: *Titanium Powder Metallurgy*. Elsevier, 2015, 2015, s. 21-32. DOI: 10.1016/B978-0-12-800054-0.00002-2. ISBN 9780128000540. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780128000540000022>
- [65] LEYENS, Christoph a Manfred PETERS, ed. *Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications*. Köln, Germany: WILEY-VCH, 2003. ISBN 3-527-30534-3.
- [66] HUO, S.H., M. QIAN, G.B. SCHAFFER a E. CROSSIN. Aluminium powder metallurgy. In: *Fundamentals of Aluminium Metallurgy*. Elsevier, 2011, 2011, , 655-701. DOI: 10.1533/9780857090256.3.655. ISBN 9781845696542. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9781845696542500213>
- [67] *ASM Metals Handbook, Vol. 14: Forming and Forging*. 9th edition. Materials park: ASM International, 1988, 978 s. ISBN 978-0871700209.
- [68] JAMES, P. J. Particle Deformation During Cold Isostatic Pressing of Metal Powders. *Powder Metallurgy*. 2013, 20(4), 199-204. DOI: 10.1179/pom.1977.20.4.199. ISSN 0032-5899. Dostupné tiež z: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/pom.1977.20.4.199>
- [69] GOVINDARAJAN, R.M. a N. ARAVAS. Deformation processing of metal powders: Part I—Cold isostatic pressing. *International Journal of Mechanical Sciences*. 1994, 36(4), 343-357. DOI: 10.1016/0020-7403(94)90040-X. ISSN 00207403. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/002074039490040X>
- [70] KIM, H.G., J.W. LEE a K.T. KIM. The effect of a rubber mold on densification and deformation of a metal powder compact during cold isostatic pressing. *Materials Science and Engineering: A*. 2001, 318(1-2), 174-182. DOI: 10.1016/S0921-5093(01)01328-4. ISSN 09215093. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509301013284>

- [71] BEDDOES, Jonathan a M. J. BIBBY. *Principles of metal manufacturing processes*. London: Arnold, 1999. ISBN 03-407-3162-1.
- [72] GERMAN, R.M. Thermodynamics of sintering. In: *Sintering of Advanced Materials*. Elsevier, 2010, 2010, , 3-32. DOI: 10.1533/9781845699949.1.3. ISBN 9781845695620. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9781845695620500017>
- [73] SONG, M.C., H.G. KIM a K.T. KIM. Creep densification of copper powder compact. *International Journal of Mechanical Sciences*. 1996, **38**(11), 1197-1208. DOI: 10.1016/0020-7403(96)00011-2. ISSN 00207403. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0020740396000112>
- [74] GOVINDARAJAN, R.M. a N. ARAVAS. Deformation processing of metal powders: Part II—Hot isostatic pressing. *International Journal of Mechanical Sciences*. 1994, **36**(4), 359-372. DOI: 10.1016/0020-7403(94)90041-8. ISSN 00207403. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/0020740394900418>
- [75] KANG, Suk-Joong L. *Sintering: densification, grain growth, and microstructure*. Amsterdam: Elsevier, 2005. ISBN 07-506-6385-5.
- [76] GERMAN, Randall M. Thermodynamic and Kinetic Treatments. In: *Sintering: from Empirical Observations to Scientific Principles*. Elsevier, 2014, 2014, s. 183-226. DOI: 10.1016/B978-0-12-401682-8.00007-0. ISBN 9780124016828. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780124016828000070>
- [77] DEHOFF, R.T. Path and kinetics of microstructural change in simple sintering. In: *Sintering of Advanced Materials*. Elsevier, 2010, 2010, s. 65-85. DOI: 10.1533/9781845699949.1.65. ISBN 9781845695620. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9781845695620500030>
- [78] CHAIX, Jean Marc. Quantitative Analysis of Microstructure and Modeling of Sintering. *Materials Science Forum*. 2009, **624**, 1-18. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.624.1. ISSN 1662-9752. Dostupné tiež z: <https://www.scientific.net/MSF.624.1>
- [79] GERMAN, Randall M. *Liquid phase sintering*. New York: Plenum Press, c1985. ISBN 03-064-2215-8.
- [80] KANG, S-J.L. Liquid phase sintering. In: *Sintering of Advanced Materials*. Elsevier, 2010, 2010, s. 110-129. DOI: 10.1533/9781845699949.1.110. ISBN 9781845695620. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9781845695620500054>
- [81] GERMAN, Randall M. Sintering With a Liquid Phase. In: *Sintering: from Empirical Observations to Scientific Principles*. Elsevier, 2014, 2014, s. 247-303. DOI: 10.1016/B978-0-12-401682-8.00009-4. ISBN 9780124016828. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9780124016828000094>
- [82] QUACH, D.V., J.R. GROZA, A. ZAVALIANGOS a U. ANSELMINI-TAMBURINI. Fundamentals and applications of field/current assisted sintering. In: *Sintering of Advanced Materials*. Elsevier, 2010, 2010, 249-275e. DOI: 10.1533/9781845699949.2.249. ISBN 9781845695620. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B9781845695620500108>
- [83] CAVALIERE, Pasquale, B. SADEGHI a A. SHABANI. Spark Plasma Sintering: Process Fundamentals. In: *Spark Plasma Sintering of Materials*. Cham: Springer International Publishing, 2019, 2019-02-19, s. 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](http://link.springer.com/10.1007/978-3-030-05327-7_1)
- [84] BISWAS, Koushik. Solid State Sintering of SiC-Ceramics. *Materials Science Forum*. 2009, **624**, 71-89. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.624.71. ISSN 1662-9752. Dostupné tiež z: <https://www.scientific.net/MSF.624.71>
- [85] 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 tiež z:  
<http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/003258902225007041>
- [86] SHARMA, N., S. N. ALAM a B. C. RAY. 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, 2019-02-19, , 21-59. DOI: 10.1007/978-3-030-05327-7\_2. ISBN 978-3-030-05326-0. Dostupné tiež z: [http://link.springer.com/10.1007/978-3-030-05327-7\\_2](http://link.springer.com/10.1007/978-3-030-05327-7_2)
- [87] YANG, Zi R, Shu QI WANG, Xiang H CUI, Yu T ZHAO, Ming J GAO a Min X WEI. Formation of Al<sub>3</sub>Ti/Mg composite by powder metallurgy of Mg–Al–Ti system. *Science and Technology of Advanced Materials*. 2016, **9**(3). DOI: 10.1088/1468-6996/9/3/035005. ISSN 1468-6996. Dostupné tiež z:  
<http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1088/1468-6996/9/3/035005>
- [88] SANKARANARAYANAN, S., S. JAYALAKSHMI a M. GUPTA. Effect of addition of mutually soluble and insoluble metallic elements on the microstructure, tensile and compressive properties of pure magnesium. *Materials Science and Engineering: A*. 2011, **530**, 149-160. DOI: 10.1016/j.msea.2011.09.066. ISSN 09215093. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921509311010264>
- [89] RASHAD, Muhammad, Fusheng PAN, Muhammad ASIF, Jia SHE a Ahsan ULLAH. Improved mechanical proprieties of “magnesium based composites” with titanium–aluminum hybrids. *Journal of Magnesium and Alloys*. 2015, **3**(1), 1-9. DOI: 10.1016/j.jma.2014.12.010. ISSN 22139567. Dostupné tiež z:  
<https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2213956715000146>
- [90] YU, Huan, Haiping ZHOU, Yu SUN, Lili REN, Zhipeng WAN a Lianxi HU. Microstructures and mechanical properties of ultrafine-grained Ti/AZ31 magnesium matrix composite prepared by powder metallurgy. *Advanced Powder Technology*. 2018, **29**(12), 3241-3249. DOI: 10.1016/j.apt.2018.09.001. ISSN 09218831. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0921883118304564>
- [91] OLSZÓWKA-MYALSKA, Anita, Roman PRZELIORZ, Tomasz RZYCHOŃ a Monika MISIOWIEC. Microstructure of Mg-Ti-Al Composite Hot Pressed at Different Temperature. *Solid State Phenomena*. 2012, **191**, 199-207. DOI: 10.4028/www.scientific.net/SSP.191.199. ISSN 1662-9779. Dostupné tiež z: <https://www.scientific.net/SSP.191.199>
- [92] DAI, Jiahong, Bin JIANG, Qiong YAN, et al. Microstructures and Mechanical Properties of Mg-9Al/Ti Metallurgical Bonding Prepared by Liquid-Solid Diffusion Couples. *Metals*. 2018, **8**(10). DOI: 10.3390/met8100778. ISSN 2075-4701. Dostupné tiež z: <http://www.mdpi.com/2075-4701/8/10/778>
- [93] ZAID, Adnan I. O., RAGHAD a S. HEMEMAT. Investigation on the effect of titanium (Ti) addition to the Mg- AZ31 alloy in the as cast and after extrusion conditions on its metallurgical and mechanical characteristics. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2016, **146**. DOI: 10.1088/1757-899X/146/1/012026. ISSN 1757-8981. Dostupné tiež z: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/1757-899X/146/1/012026>
- [94] YU, Huan, Yu SUN, Zhipeng WAN, Haiping ZHOU a Lianxi HU. Nanocrystalline Ti/AZ61 magnesium matrix composite: Evolution of microstructure and mechanical property during annealing treatment. *Journal of Alloys and Compounds*. 2018, **741**, 231-239. DOI: 10.1016/j.jallcom.2018.01.136. ISSN 09258388. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838818301373>
- [95] Magnesium powder - online catalogue source. *Goodfellow* [online]. Huntingdon, England [cit. 2020-05-27]. Dostupné z: <http://www.goodfellow.com/E/Magnesium-Powder.html>

- [96] Aluminium powder - online catalogue source. *Goodfellow* [online]. Huntingdon, England [cit. 2020-05-27]. Dostupné z: <http://www.goodfellow.com/E/Aluminium-Powder.html>
- [97] Titanium powder - online catalogue source. *Goodfellow* [online]. Huntingdon, England [cit. 2020-05-27]. Dostupné z: <http://www.goodfellow.com/E/Titanium-Powder.html>
- [98] FUNAMIZU, Yasuhiro a Katsuya WATANABE. Interdiffusion in the Al–Mg system. *Transactions of the Japan Institute of Metals*. 1972, **13** (4), 278-283. Dostupné tiež z: [https://www.jstage.jst.go.jp/article/matertrans1960/13/4/13\\_4\\_278/\\_pdf](https://www.jstage.jst.go.jp/article/matertrans1960/13/4/13_4_278/_pdf)
- [99] HU, X.F., Q.L. GE a Z.L. WU. Interaction between titanium and nitrogen atoms in solid solution of ferrous alloys. *Acta Metallurgica et Materialia*. 1993, **41**(5), 1625-1632. DOI: 10.1016/0956-7151(93)90271-S. ISSN 09567151. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/095671519390271S>
- [100] YOSHIDA, Masashi, Ryuta ICHIKI a Noah UTSUMI. Surface hardening of titanium using gas nitriding. *International Journal of Precision Engineering and Manufacturing*. 2013, **14**(6), 971-976. DOI: 10.1007/s12541-013-0128-5. ISSN 2234-7593. Dostupné tiež z: <http://link.springer.com/10.1007/s12541-013-0128-5>
- [101] Titanium, Ti. *MatWeb* [online]. Blacksburg, USA [cit. 2020-07-02]. Dostupné z: <http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=66a15d609a3f4c829cb6ad08f0dafc01&ckck=1>
- [102] MONDET, M., E. BARRAUD, S. LEMONNIER, J. GUYON, N. ALLAIN a T. GROSDIDIER. Microstructure and mechanical properties of AZ91 magnesium alloy developed by Spark Plasma Sintering. *Acta Materialia*. 2016, **119**, 55-67. DOI: 10.1016/j.actamat.2016.08.006. ISSN 13596454. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1359645416305845>
- [103] HAN, G.M., Z.Q. HAN, A.A. LUO a B.C. LIU. Microstructure characteristics and effect of aging process on the mechanical properties of squeeze-cast AZ91 alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. 2015, **641**, 56-63. DOI: 10.1016/j.jallcom.2015.04.042. ISSN 09258388. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838815010208>
- [104] Aluminium. Al. *MatWeb* [online]. Blacksburg, USA [cit. 2020-07-02]. Dostupné z: <http://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?bassnum=AMEAL00&ckck=1>
- [105] SAHOO, S. K., R. K. SABAT, S. PANDA, S. C. MISHRA a S. SUWAS. Mechanical Property of Pure Magnesium: From Orientation Perspective Pertaining to Deviation from Basal Orientation. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2015, **24**(6), 2346-2353. DOI: 10.1007/s11665-015-1522-1. ISSN 1059-9495. Dostupné tiež z: <http://link.springer.com/10.1007/s11665-015-1522-1>
- [106] EASTON, Mark, Wei QIAN SONG a Trevor ABBOTT. *A comparison of the deformation of magnesium alloys with aluminium and steel in tension, bending and buckling*. 2006, **27**(10), 935-946. DOI: 10.1016/j.matdes.2005.03.005. ISSN 02613069. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0261306905000725>
- [107] PRAKASH, Gyan, N. K. SINGH, D. KUMAR a P. CHANDEL. Compression and flexure behaviours of magnesium alloy AZ41 at different strain rates. *UPB Scientific Bulletin: Series D: Mechanical Engineering*. 2020, **2**(82), 211-222. Dostupné tiež z: [https://www.scientificbulletin.upb.ro/rev\\_docs\\_arhiva/rezfb5\\_765329.pdf](https://www.scientificbulletin.upb.ro/rev_docs_arhiva/rezfb5_765329.pdf)
- [108] BROOKS, Emily K., Stephanie DER a Mark T. EHRENSBERGER. Corrosion and mechanical performance of AZ91 exposed to simulated inflammatory conditions. *Materials Science and Engineering: C*. 2016, **60**, 427-436. DOI: 10.1016/j.msec.2015.11.059. ISSN 09284931. Dostupné tiež z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0928493115305907>

[109] ZENG, Feng, Qiang CAI, Xujie LIU, Youwei YAO, Fanlu ZHUO, Qin GAO, Yong XIE a Yu WANG. Fabrication and mechanical properties of mesoporous silica nanoparticles reinforced magnesium matrix composite. *Journal of Alloys and Compounds*. 2017, **728**, 413-423. DOI: 10.1016/j.jallcom.2017.09.043. ISSN 09258388. Dostupné také z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0925838817330724>

## 8 ZOZNAM POUŽITÝCH SYMBOLOV A SKRATIEK

SPS	spark plasma sintering (poľom aktivované spekanie)
HCP	hexagonal close packed (najtesnejšie hexagonálne usporiadanie)
hm. %	koncentrácia v hmotnostných percentách
AZ61	horčíková zliatina obsahujúca približne 6 % hliníku a 1 % zinku
DP	diskontinuálny precipitát
KP	kontinuálny precipitát
AZ91	horčíková zliatina obsahujúca približne 9 % hliníku a 1 % zinku
at. %	koncentrácia v atómových percentách
ot/min	otáčky za minútu
PREP	plasma rotate electrode process (proces atomizácie rotujúcej elektródy plazmou)
CIP	cold isostatic pressing (izostatické lisovanie za studena)
HIP	hot isostatic pressing (izostatické lisovanie za tepla)
$\gamma$	energia medzifázového rozhrania
A	merný povrch
DSC	differential scanning calorimetry (diferenčná kompenzačná kalorimetria)
SEM	scanning electron microscope (rastrovací elektrónový mikroskop)
EDS	energiovo disperzná spektrometria
XRD	X-ray diffraction (röntgenová difrakcia)
AZ31	horčíková zliatina obsahujúca približne 3 % hliníku a 1 % zinku
TEM	transmission electron microscope (transmisný elektrónový mikroskop)
CP	cold pressed (lisované za studena)
S	sintered (spekané)
HT	heat treated (tepelne vytvrdené – v kontexte vzorky spekané a tepelne vytvrdené)

## 9 ZOZNAM OBRÁZKOV

Obrázok 1: Rýchlosť korózie horčička v závislosti na obsahu železa [10] .....	8
Obrázok 2: Relatívna rozpustnosť prvkov periodickej tabuľky prvkov v horčičku [15].....	10
Obrázok 3: Časť rovnovážneho fázového diagramu Mg–Al [9].....	11
Obrázok 4: Mikrofotografia mikroštruktúry zliatiny AZ91 a) pred tepelným spracovaním a b) po tepelnom spracovaní pri teplote 693 K po dobu 24 h [32].....	12
Obrázok 5: Časť rovnovážneho fázového diagramu Mg–Ti [39] .....	13
Obrázok 6: Schéma princípu fungovania atomizácie vodou [52] .....	15
Obrázok 7: Závislosť relatívnej hustoty výlisku, veľkosti častíc a typu materiálu na tlaku lisovania [3].....	18
Obrázok 8: Možnosti zahrievania formy pri axiálnom lisovaní za tepla a) indukčne b) odporovo c) konvekciou a radiáciou [46].....	19
Obrázok 9: Metódy izostatického lisovania za tepla [3] .....	20
Obrázok 10: Schematické znázornenie procesov znižovania povrchovej energie, kde $\gamma$ je energia medzifázového rozhrania a $A$ je merný povrch častíc [75] .....	21
Obrázok 11: Schéma transportu hmoty pri spekaní 1) povrchová difúzia, 2) transport v plynnej fáze 3) objemová difúzia 4) difúzia na hraniciach zŕn [3] .....	22
Obrázok 12: Mikrofotografia krčkov medzi časticami bronzu v počiatočnej fáze spekania [72] .....	23
Obrázok 13: Schematické znázornenie zmeny mikroštruktúry v a) prvej, b) druhej, c) tretej fáze spekania [3] .....	24
Obrázok 14: Schematický rovnovážny fázový diagram, popisujúci typy spekania podľa prítomnosti kvapalnej fázy [75] .....	25
Obrázok 15: Schéma prístroja na SPS [85].....	26
Obrázok 16: Schéma vzniku plazmy vo forme iskrového výboja a následné urýchlenie formovania krčku v procese SPS [83].....	27
Obrázok 17: Výsledky ťahových skúšok pre rôzne zloženia kompozitného materiálu typu Ti/AZ31 [89] .....	30
Obrázok 18: Mikrofotografie rozhrania Mg–9Al/Ti pre vzorky a) b) a c) [92].....	31
Obrázok 19: Závislosť tvrdosti na a) teplote spekania a b) závislosť tvrdosti a veľkosti častíc na čase spekania [94].....	32
Obrázok 20: Mikroskopické snímky použitých práškových materiálov; rastrovací elektrónový mikroskop; zväčšenie 1000 $\times$ ; a) horčička, b) hliník, c) titán; mierka 20 $\mu\text{m}$ .....	34
Obrázok 21: Evakuovaná, zatavená, sklenená ampula so vzorkami pripravenými na tepelné spracovanie.....	36
Obrázok 22: Mikroštruktúra vzoriek pripravených lisovaním za studena; a) CP5; b) CP10; c) CP15; svetelný mikroskop, zväčšenie 200 $\times$ .....	38
Obrázok 23: Mikroštruktúra vzoriek pripravených lisovaním za studena a spekaním; a) S, b) S5, c) S10, d) S15; svetelný mikroskop, zväčšenie 200 $\times$ .....	39
Obrázok 24: Mikroštruktúra vzoriek pripravených lisovaním za studena, spekaním a tepelným vytvrdením; a) HT, b) HT5, c) HT10, d) HT15; svetelný mikroskop, zväčšenie 200 $\times$ .....	39
Obrázok 25: Mikroštruktúra vzoriek pripravených metódou SPS; a) SPS5, b) SPS10, c) SPS15; svetelný mikroskop, zväčšenie 200 $\times$ .....	40
Obrázok 26: Mikroštruktúra vzoriek pripravených metódou SPS a následným spekaním; a) SPSS5, b) SPSS10, c) SPSS15; svetelný mikroskop, zväčšenie 200 $\times$ .....	40
Obrázok 27: Mikroštruktúra vzoriek pripravených metódou SPS a následným spekaním a tepelným vytvrdením; a) SPSHT5, b) SPSHT10, c) SPSHT15; svetelný mikroskop, zväčšenie 200 $\times$ .....	41

Obrázok 28: Prvkové mapy vzoriek pripravených lisovaním za studena; a) CP5, b) CP10, c) CP15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 × .....	43
Obrázok 29: Prvkové mapy vzoriek pripravených lisovaním za studena a spekaním; a) S5, b) S10, c) S15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 × .....	44
Obrázok 30: Prvkové mapy vzoriek pripravených lisovaním za studena, spekaním a tepelným vytvrdením; a) HT5, b) HT10, c) HT15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 × .....	44
Obrázok 31: Prvkové mapy vzoriek pripravených metódou SPS; a) SPS5, b) SPS10, c) SPS15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 × .....	45
Obrázok 32: Prvkové mapy vzoriek pripravených metódou SPS a spekaním; a) SPSS5, b) SPSS10, c) SPSS15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 × .....	45
Obrázok 33: Prvkové mapy vzoriek pripravených metódou SPS, spekaním a tepelným vytvrdením; a) SPSHT5, b) SPSHT10, c) SPSHT15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 × .....	46
Obrázok 34: Röntgenové difrakčné spektrá vzoriek pripravených štandardnými metódami práškovej metalurgie .....	48
Obrázok 35: Röntgenové difrakčné spektrá vzoriek pripravených metódou SPS .....	48
Obrázok 36: Grafické znázornenie nameranej tvrdosti pre vzorky typu CP, S a HT .....	51
Obrázok 37: Grafické znázornenie nameranej tvrdosti pre vzorky typu SPS, SPSS a SPSHT .....	51
Obrázok 38: Ohybové krivky pre vzorky typu CP, S a HT .....	54
Obrázok 39: Ohybové krivky pre vzorky typu SPS, SPSS a SPSHT .....	54
Obrázok 40: Fraktografické pozorovanie vzoriek lisovaných za studena; a) CP5, b) CP10, c) CP15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 × .....	56
Obrázok 41: Fraktografické pozorovanie vzoriek lisovaných za studena a spekaných; a) S5, b) S10, c) S15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 × .....	56
Obrázok 42: Fraktografické pozorovanie vzoriek lisovaných za studena, spekaných a tepelne vytvrdených; a) HT5, b) HT10, c) HT15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 × .....	57
Obrázok 43: Fraktografické pozorovanie vzoriek pripravených metódou SPS; a) SPS5, b) SPS10, c) SPS15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 × .....	57
Obrázok 44: Fraktografické pozorovanie vzoriek pripravených metódou SPS a spekaných; a) SPSS5, b) SPSS10, c) SPSS15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 × .....	58
Obrázok 45: Fraktografické pozorovanie vzoriek pripravených metódou SPS, spekaných a tepelne vytvrdených; a) SPSHT5, b) SPSHT10, c) SPSHT15; rastrovací elektrónový mikroskop, zväčšenie 1000 × .....	58



## 10 ZOZNAM TABULIEK

Tabuľka 1: Označenie legujúcich prvkov v horčíkových zliatinách [9] .....	9
Tabuľka 2: Označenie spracovania zliatiny [9].....	9
Tabuľka 3: Výsledky merania pevnosti v ťahu a tlaku a tvrdosti [88] .....	29
Tabuľka 4: Výsledky merania pevnosti v ťahu a tvrdosti [89] .....	29
Tabuľka 5: Výsledky laserovej difrakčnej analýzy práškoveho materiálu .....	34
Tabuľka 6: Označenie pripravených vzoriek podľa typu finálnej úpravy a zloženia .....	35
Tabuľka 7: Prvkové zloženie jednotlivých vzoriek.....	42
Tabuľka 8: Hmotnostný pomer medzi horčíkom a hliníkom, v závislosti na naváženom množstve prímiesí.....	43
Tabuľka 9: Kvalitatívne fázové zloženie vzoriek zistené XRD analýzou .....	49
Tabuľka 10: Výsledky merania tvrdosti.....	50
Tabuľka 11: Vypočítané hodnoty modulu pružnosti a pevnosti v ohybe pre vzorky typu CP, S a HT.....	52
Tabuľka 12: Vypočítané hodnoty modulu pružnosti a pevnosti v ohybe pre vzorky typu SPS, SPSS a SPSHT .....	53