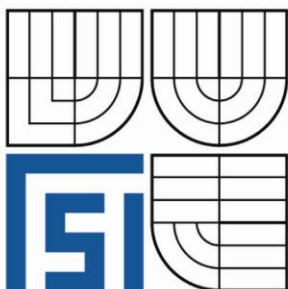


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ  
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING  
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

## MECHANICKO-STRUKTURNÍ CHARAKTERISTIKY SLITINY HOŘČÍKU AZ61.

DETERMINATION OF MECHANICAL PROPERTIES AND STRUCTURAL EVALUATION OF THE  
ALLOY  
AZ61

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. LIBOR SVOZIL

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

prof. Ing. TOMÁŠ PODRÁBSKÝ, CSc.

BRNO 2010

## ABSTRAKT

V této práci jsou porovnávány struktury a výsledné mechanické vlastnosti slitiny AZ61 v litém stavu a po rozpouštěcím žíhání. Práce obsahuje srovnání vyskytujících se fází, mechanické vlastnosti a tvrdost materiálu. Pro studium byly použity metody světelné mikroskopie, měření tvrdosti a chemická mikroanalýza fází na rastrovacím elektronovém mikroskopu.

### Klíčová slova

slitina hořčíku AZ61, squeeze casting, statická zkouška tahem, tvrdost, fáze, vměstky, EDS, mikroanalýza,

### Abstract

Microstructure and mechanical properties of AZ61 magnesium alloy in cast condition and after solution annealing were compared. The compare of mechanical properties of alloy, their hardness and microanalysis of occurring phases are included in this work. For compare has been used a light microscopy, tensile test, hardness measurements and scanning electron microscopy.

### Key words

magnesium alloy AZ61, squeeze casting, tensile test, hardness, phases, inclusion, EDS, microanalysis,

## BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

SVOZIL, L. *Mechanicko-strukturní charakteristiky slitiny hořčíku AZ61*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010. 51 s. Vedoucí diplomové práce prof. Ing. Tomáš Podrábský, CSc.

## **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma, “ Mechanicko-strukturní charakteristiky slitiny hořčíku AZ61.“, vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který tvoří přílohu této práce.

Datum: 14.6.2008

Podpis:

.....  
Libor Svozil

**Obsah**

1 Úvod .....	3
2 Hořík a jeho slitiny .....	4
2.1 Historie výroby hoříku a jeho slitin .....	4
2.2 Označování slitin hoříku .....	5
2.2.1 Značení dle ASTM .....	5
2.2.2 Značení dle EN .....	6
2.3 Vliv legujících prvků ve slitinách hoříku .....	7
2.4 Metody výroby hoříkových slitin .....	7
2.4.1 Lití pod tlakem .....	8
2.4.2 Squeeze casting .....	8
2.5 Druhy tepelného zpracování .....	10
2.5.1 Rekrytalizační žhání .....	10
2.5.2 Žhání na odstranění vnitřního napětí .....	10
2.5.3 Rozpouštěcí žhání .....	10
2.5.4 Umělé stárnutí .....	10
2.6 Mikrostruktura hoříkových slitin .....	11
2.6.1 Intermetalická fáze $\gamma$ .....	13
2.6.2 Formy výskytu intermetalické fáze .....	13
2.7 Vliv zvýšené teploty na vlastnosti slitin hoříku .....	14
2.7.1 Plastická deformace .....	14
2.7.2 Creepová odolnost .....	15
2.8 Koroze a protikorozi ochrana .....	16
2.8.1 Korozi charakteristika hoříku .....	16
2.8.2 Korozi charakteristika slitin hoříku .....	16
2.8.3 Protikorozi ochrana slitin hoříku .....	16
2.9 Vlastnosti slitiny AZ61 .....	17
3 Cíl práce .....	18
4 Experimentální materiál .....	19
4.1 Chemické složení vzorků .....	19
4.2 Tepelné zpracování .....	20
5 Experimentální metody .....	22
5.1 Statická zkouška tahem .....	22
5.2 Měření tvrdosti .....	23
5.3 Příprava vzorků pro světelnou mikroskopii .....	23
5.4 Světelná mikroskopie .....	24

5.5 Elektronová mikroskopie.....	25
6 Rozbor a diskuze výsledků .....	26
6.1 Statická zkouška tahem .....	26
6.2 Měření tvrdosti .....	29
6.3 Světelná mikroskopie – struktury vzorků.....	30
6.4 Chemická analýza vyskytujících se fází.....	36
6.5 Plošné rozložení prvků .....	44
7 Závěry.....	46
8 Seznam použité literatury .....	47
9 Použité zkratky .....	49
10 Přílohy .....	51

## 1 Úvod

Hořčík se používá v pyrotechnice jako palivo do pyrotechnických blesků pro fotografování, v metalurgii na modifikaci litiny, jako dezoxidovalo do ocelí a slitin mědi, nebo pro legování lehkých slitin na bázi hliníku. Další oblastí použití hořčíku je chemický a elektrochemický průmysl, kde se hořčíku používá jako reakčního činidla. Poslední a pro tuto práci nejdůležitější oblastí je použití hořčíku a jeho slitin jako konstrukčního materiálu. Díky své specifické hmotnosti  $1740\text{kg/m}^3$ , je hořčík a jeho slitiny velmi zajímavý jako konstrukční kov. V období II světové války se ve větší míře rozvíjela letecká a vojenská výroba. Slitiny hořčíku se používaly pro konstrukci ochranných rámců, součástí letadel, základen minometů anebo raket. [1]

V dnešní době se hořčíkových slitin využívá jako lehkého konstrukčního kovu v automobilovém, leteckém a železničním průmyslu. Používání hořčíkových slitin tak přináší vítané úspory hmotnosti, a tím i snížení spotřeby pohonných hmot. Slitiny hořčíku tak přispívají ke snížení emisí hlavního skleníkového plynu  $\text{CO}_2$ .

## 2 Hořčík a jeho slitiny

Hořčík je lehký kov, který není ušlechtilý. Má šesterečnou mřížku (dále jen hcp), to znamená, že i jeho slitiny budou nést všechny nedostatky s tímto spojené. Díky šesterečné mřížce jsou slitiny hořčíku za pokojové teploty téměř netvářitelné. [5]

Hořčík je prvek II. A skupiny periodické tabulky prvků. Má pořadové číslo 12 a patří mezi kovy alkalických zemin. Poprvé byl objeven v roce 1808 ve formě oxidu sirem Humpleym Davym. První izolování hořčíku v kovovém stavu se podařilo francouzskému vědci Antoine-Alexander Bussyemu v roce 1828.[1] Skutečnost, že první historická zmínka o hořčíku, byla ve formě oxidu (MgO), není nikterak překvapující. Jako prvek II. A skupiny disponuje hořčík dvěma elektrony ve valenční slupce s-orbitalu. Při slučování s jinými prvky tato dva elektrony velmi snadno odevzdává a tvoří ionty  $Mg^{2+}$ . Hořčík velmi snadno reaguje s kyslíkem, který je z pohledu elektronegativity v opačné situaci. Důsledkem toho je velmi nízká korozní odolnost hořčíku a velmi složité a z toho důvodu i nákladné zpracování. Odlévání musí probíhat ve vakuu nebo v ochranné atmosféře inertního plynu. Dostane-li se hořčík, nebo jeho slitiny, při teplotách nad 300°C do kontaktu se vzduchem, dojde k masivní oxidaci a je možné i velmi prudké až výbušné hoření. [2]

Hořčík je hojně zastoupen v horninách ve formě oxidů, uhličitánů a jiných sloučenin. Najdeme ho v rozpuštěném stavu ve všech mořích a oceánech, ve formě chloridů. Těžba hořčíku je tak možná prakticky kdekoli na světě. Nejčastějším způsobem získávání kovového hořčíku je tavná redukce z oxidu hořečnatého (MgO) s využitím redukovadel, což mohou být křemík, ferosilicium, uhlík, a jiné. Dále se nabízí tavná elektrolýza chloridu hořečnatého ( $MgCl_2$ ) v prostředí roztaveného chloridového elektrolytu. A v neposlední řadě, možným způsobem získání hořčíku je redukce hořčíku z rud Magnesit ( $MgCO_3$ ) a Dolomit ( $MgCO_3, CaCO_3$ ). Ať už je využita kterákoli ze zmíněných metod, získaný kovový hořčík nemá dostatečnou čistotu. Pro získání požadované čistoty, nejčastěji (99,9 – 99,95)%, je potřeba hořčík dále rafinovat.[1,2,3]

### 2.1 Historie výroby hořčíku a jeho slitin

První izolování hořčíku z oxidového stavu bylo provedeno francouzským vědcem Antoine-Alexanderem Bussym v roce 1928. Následná masivnější výroba kovového hořčíku probíhala v Paříži v roce 1833. Michael Faraday pro ni použil elektrolytickou redukci z chloridových mořských solí. Skutečná první komerční výroba probíhala v Paříži v padesátých letech devatenáctého století. Pro výrobu se používal tzv. Deville-Canonův proces. Podstatou bylo použití draslíku k redukci chloridu hořečnatého v zahřátém tlakovém reaktoru. V následujících letech byla téměř veškerá produkce využita ve formě drátu jako palivo do pyrotechnických blesků na fotografování. Okolo roku 1860 byla založena výroba hořčíku v Manchesteru v Anglii. Ostrovní království následovalo Německo roku 1886. Produkce hořčíku na celém světě se postupem času velmi výrazně zvyšovala. V roce 1900 činila celosvětová produkce asi jen 10 tun za rok. Na začátku dvacátého století se vyšplhala na 350 tun ročně. V minulém desetiletí se produkce dostala až na 250 tis. tun ročně. Současný stav již překročil 350 tis. tun ročně. Z tohoto množství se asi 14 % zpracovává na komponenty ze slitin Mg. 56% se používá jako legující prvek do hliníkových slitin. Zbytek světové produkce je spotřebován na jiné účely. Jako např.: dezoxidace ocelí a slitin na bázi mědi, modifikace litiny, elektrochemické aplikace, modifikátory v chemickém průmyslu, atd. [1,4]

## 2.2 Označování slitin hořčíku

### 2.2.1 Značení dle ASTM

Zkratka ASTM znamená American Society for Testing and Materials, což je jedna z největších, celosvětových, dobrovolných organizací, které vytvářejí normy pro materiály, produkty, systémy a servis. Systém značení slitin hořčíku dle ASTM je podrobně popsán v tabulkách 1, 2 a 3. V oblasti označování hořčíkových materiálů je ASTM norma rozšířenější než norma evropská (EN). Pravděpodobně je to důsledkem velkého množství hořčíkových slitin vyráběných na americkém kontinentu. Nemalou roli určitě hraje i jednoduchost značení v porovnání s EN normou.

Tab. 1 Oddíly ve značce ASTM

První část	Druhá část	Třetí část	Čtvrtá část
Dvě písmena	Dvě čísla	Jedno písmeno	Písmeno a číslo
Charakterizují dva hlavní legující prvky (viz tabulka 2)	Charakterizují množství legujících prvků z první části	Rozlišují různé slitiny se stejným nominálním množstvím hlavních legur. Prakticky jde o pořadové písmeno. (mimo písmen I a O)	Popisují stav, v jakém se slitina vyskytuje. (viz tabulka 3)

Př.:

AZ 91 E – T6

rozpouštěcí žíhání a umělé stárnutí

5. normovaná slitina se složením 9%Al, 1%Zn. „E“ blíže specifikuje: max. 0,005% Fe; max. 0,0010% Ni; a max. 0,015% Cu

Obsah legujících prvků: 9% Al; 1% Zn

Hlavní legující prvky: A= Hliník; Z= Zinek



Tab. 2 Označení legujících prvků ve slitinách hořčíku

Značka:	A	B	C	D	E	F	H	K	L	M	N	P	Q	R	S	T	W	Y	Z
Prvek:	Al	Bi	Cu	Cd	KVZ	Fe	Th	Zr	Li	Mn	Ni	Pb	Ag	Cr	Si	Sn	Y	Sb	Zn

Tab. 3 Označení tepelného zpracování

F	Podle výroby (bližší specifikace výrobcem)
O	Rekrystalizační žihání
H10 a H11	Slabě deformačně zpevněný
H23, H24 a H26	Deformační zpevnění a částečné žihání
T4	Rozpouštěcí žihání
T5	Umělé stárnutí
T6	Rozpouštěcí žihání a umělé stárnutí
T8	Rozpouštěcí žihání + deformace za studena + umělé stárnutí

[6]

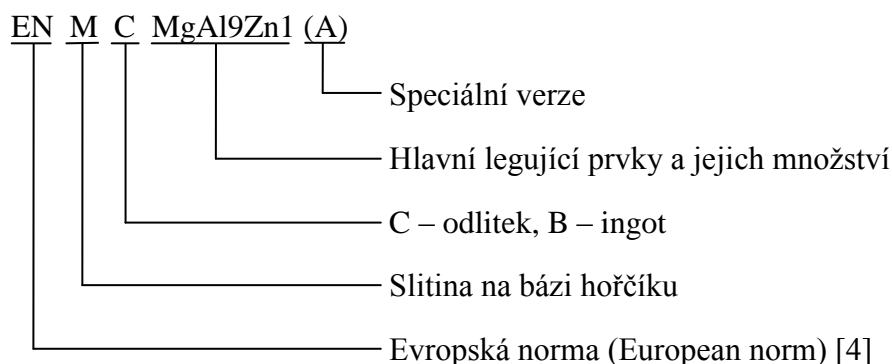
### 2.2.2 Značení dle EN

Evropská norma EN (z anglického European norm) vznikla sloučením více státních norem. Ve většině případů se materiály označují způsobem stejným anebo velice podobným jako v původní německé normě DIN. Ani v případě hořčíkových slitin tomu nebylo jinak. Dnešní značení dle EN je tomu původnímu německému velmi podobné. V následující tabulce 4 jsou podrobně popsány jednotlivé části značení slitin hořčíku dle EN.

Tab. 4 Části ve značce EN

První část	Druhá část	Třetí část	Čtvrtá část
Dvě písmena EN	Jedno písmeno	Jedno písmeno	Značky prvků a čísla
EN (European norm)	Charakterizují základní prvek slitiny M = Mg (hořčík)	Písmena B nebo C, udávají způsob zpracování slitiny B = ingot (slitina pro tváření) C = odlitek	Popisuje základní prvek a hlavní legující prvky s číslem udávajícím jejich obsah v procentech.

Př.:



### 2.3 Vliv legujících prvků ve slitinách hořčíku

Čistý kovový hořčík je pro konstrukční aplikace téměř nevyužitelný. Je příliš reaktivní což způsobuje jeho špatnou korozní odolnost, je příliš měkký a nemá požadovanou pevnost. Navíc hořčík má šesterečnou strukturu s těsným uspořádáním (hcp), která za pokojové teploty umožňuje skluz jen v bazálních rovinách a za zvýšené teploty i v prizmatických a pyramidálních rovinách. Hořčík tak za pokojové teploty nesplňuje podmínku pěti nezávislých skluzových systémů a je velmi těžko tvářitelný. Pro nápravu těchto nedostatků hořčíku se používají jeho slitiny s přísadovými prvky.

- Hliník je nejčastějším legujícím prvkem slitin hořčíku. S hořčíkem tvoří substituční tuhý roztok. Jeho maximální rozpustnost je 12,7 hm% při 437°C. Tvoří základ nejpoužívanějších slitin s označeními AZ, AM, AS, aj. Při obsahu hliníku větším jako 3 hm% lze takovou slitinu vytvrzovat umělým stárnutím.
- Zinek se používá jako třetí legující prvek ve slitinách na bázi Mg-Al-Zn, Mg-KVZ-Zn, Mg-Th-Zn. Nebo jako hlavní legující prvek do systémů Mg-Zn-Cu, Mg-Zn-Zr, Mg-Zn-Th. Zinek potlačuje škodlivý vliv železa.
- Mangan se používá pro zlepšení korozní odolnosti v prostředí slané vody. Potlačuje rozpustnost škodlivého železa. Dále zvyšuje napětí na mezi kluzu Re a zvětšuje tažnost A.
- Lithium je legující prvek, který ještě více sníží hustotu slitiny ( $\rho_{Li} = 540 \text{ kg/m}^3$ ). Lithium snižuje pevnost, ale zlepšuje tažnost.
- Zirkonium se používá ke zjemnění zrna ve slitinách legovaných Zn, KVZ, Th, Y a jejich kombinací. Zirkonium vytváří sloučeniny s Al, Mn, Fe, Si, ve slitinách obsahujících tyto prvky se tak funkce zjemňování zrna neprojeví.
- Thorium od 350°C zvyšuje odolnost proti creepu. Zlepšuje svařitelnost, zlepšuje slévateľnost. Slitiny s thoriem jsou postupně nahrazovány jinými, protože thorium je radioaktivní.
- Křemík. Vyskytuje-li se spolu se železem, snižuje odolnost vůči korozi. Používá se ke zlepšení tekutosti tavenin hořčíkových slitin.
- Kovy vzácných zemin se používají ke zlepšení mechanických vlastností za vyšších teplot a ke zlepšení creepové odolnosti.
- Beryllium je používáno pro zmenšení oxidace v tavenině. V hořčíku je beryllium velmi špatně rozpustné a může způsobovat zhrubnutí zrna.
- Měď zvyšuje pevnost za vyšších teplot. Ve větších koncentracích jako 0,05 % zhoršuje korozní odolnost.
- Nikl snižuje korozní odolnost
- Železo v koncentraci přesahující 0,005% snižuje korozní odolnost. [1,3]

### 2.4 Metody výroby hořčíkových slitin

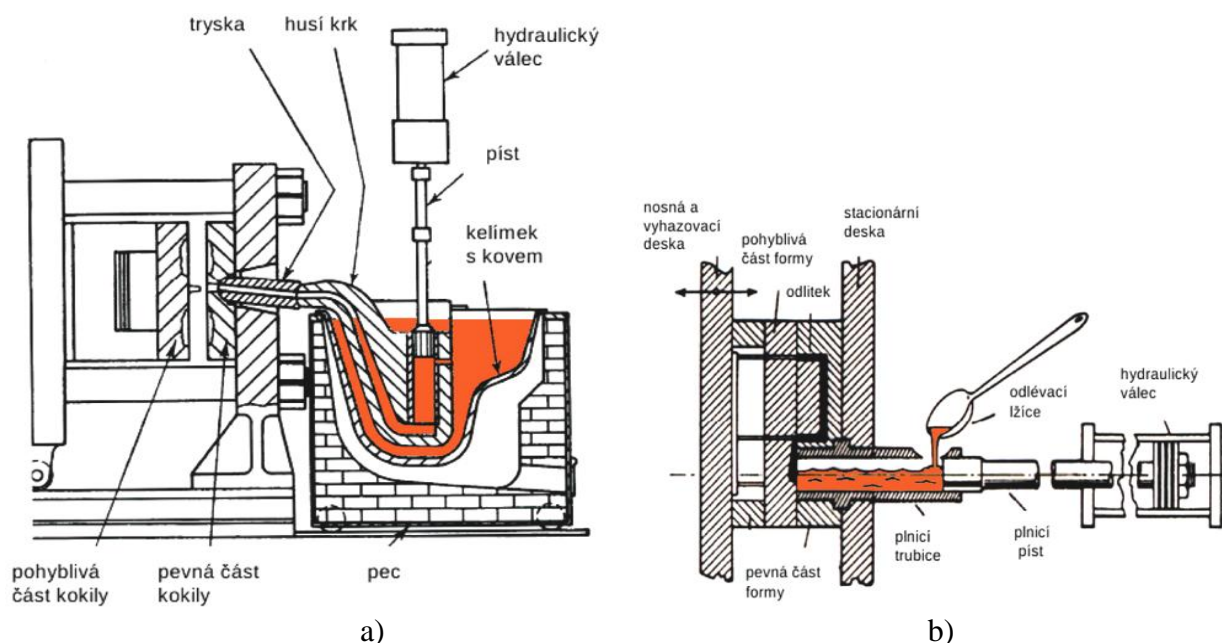
Slitiny hořčíku je možné zpracovávat mnoha různými způsoby odlévání a i přes jejich špatné plastické vlastnosti, dokonce tvářením (metoda ECAP, aj.). Jako první používaná technologie je gravitační odlévání do pískových forem. Tato metoda je nejsnazší a nejlevnější, ale výsledky této metody nejsou nijak ohromující. Takto vyrobené odlitky mají obrovské množství slévářenských vad. Vady v odlitcích slitin hořčíku jsou způsobeny charakterem taveniny a jejími fyzikálními vlastnostmi. Tavenina slitin hořčíku má malou hustotu, reaguje se vzduchem, má velkou plnicí rychlost a velkou rychlost tuhnutí. Důsledkem těchto vlastností jsou bubliny uzavřeného vzduchu, řediny a oxidycké nečistoty v odlitku. V následujících dvou částech jsou popsány dva nejčastější způsoby odlévání slitin hořčíku.

### 2.4.1 Lití pod tlakem

Následujícím stupněm vývoje bylo nahrazení pískových forem, formami kovovými (tzv. Pressure die casting). Tato technologie zabrání vzniku zapečenin na povrchu odlitku. Nezabrání ale vzniku staženin a ředin. Technologie odlévání do kovové formy se dá vylepšit odsátím vzduchu z dutiny formy, pomocí něhož se sníží obsah ředin, ovšem nezabrání vzniku staženin a oxidů. V rámci lití pod tlakem se používají dvě principiálně stejné technologie.

Lití pod tlakem se studenou komorou: Princip funkce je velmi jednoduchý a je patrný z obrázku 1b). Nevýhodou tohoto uspořádání je to že tavenina přichází do styku se vzduchem a oxiduje. Navíc lící komora není vyhřívána a tavenina se tak ochlazuje ještě než je skutečně odlita. Výsledný odlitek má menší obsah ředin. Stále ale obsahuje staženiny a oxidy.

Lití pod tlakem s teplou komorou: Princip funkce je patrný z obrázku 1a). Toto uspořádání vyřešilo problém styku taveniny se vzduchem a jeho nepříznivou oxidaci pomocí plnění lící komory pod hladinou roztaveného kovu. Stejně jako u předchozího způsobu je snížen obsah ředin, ke kterému se přidává zamezení oxidace taveniny. Stále zde ale zůstává problém se staženinami.[7]



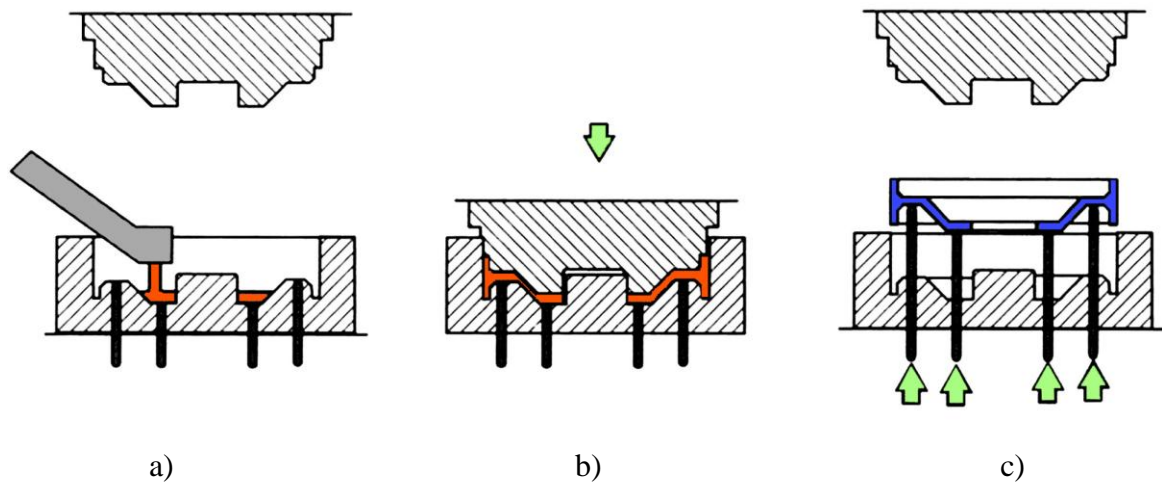
Obr. 1. Lití pod tlakem a) s teplou komorou, b) se studenou komorou.[7]

### 2.4.2 Squeeze casting

Princip technologie squeeze castingu vychází z lití pod tlakem. Stejně jako u lití pod tlakem je tekutý kov plněn do komory kovové formy. Důležitou odlišností je tuhnutí taveniny pod tlakem. Tlak je na taveninu ve formě aplikován dvoufázově. První plnicí tlak je obvykle 80MPa po dobu 15s. Následuje takzvané dotlačení tlakem 140MPa po dobu 90s. Doby působení samozřejmě záleží na velikosti odlitku. Důležité je aby druhý vyšší tlak působil na taveninu až do jejího úplného ztuhnutí. Aby se redukoval odvod tepla, a snížila se rychlost tuhnutí, je forma predehřátá na 200°C. Teplota taveniny při plnění je velmi vysoká až 700°C. Podle konstrukce odlévacího zařízení se odlišují dva způsoby.

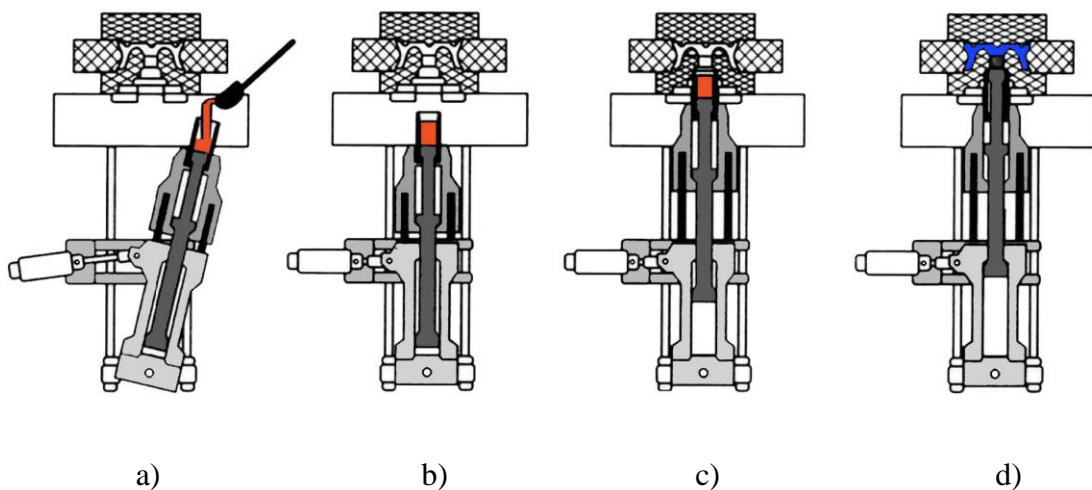
Metoda přímého squeeze castingu: Při této metodě je roztavený kov nalit do dutiny formy a je stlačen druhou polovinou formy. Tato metoda je vhodnější pro masivní a méně tvarově složité

odlitky. [7] Schéma jednotlivých výrobních kroků při přímém squeeze castingu zachycuje obrázek 2.



Obr. 2 Squeeze casting, přímá metoda. a) plnění formy, b) stlačení a chlazení, c) otevření a vyjmutí odlitku [7]

Metoda nepřímého squeeze castingu: Schéma jednotlivých výrobních kroků při nepřímém squeeze castingu je na obrázku 3. Na rozdíl od předchozí metody je kov dávkován do plnicí komory lisu. Následně se plnicí komora připojí k formě a malou rychlostí (asi 0,5 m/s) vtlačí taveninu do formy. Po celou dobu tuhnutí taveniny je plnicí komora připojena k formě a dotlačuje taveninu do dutiny. Díky tomu se v odlitku netvoří řediny a staženiny. Dotlačování je vhodné i z hlediska tuhnutí. Při smrštění odlitku při tuhnutí nedochází k vytváření mezery mezi odlitkem a formou. Přestupu tepla do formy tak nic nebrání a odlitek chladne po celou dobu rovnoměrně.



Obr.3 Squeeze casting, nepřímá metoda. a) naplnění plnicí komory, b) sklopení plnicího zařízení, c) nasazení plnicího zařízení na formu, d) vtlačení tekutého kovu do formy a zchlazení. [7]

Používáním metod squeeze castingu dochází k řadě příznivých efektů. Odlitky neobsahují velké množství plynových dutin a staženin. Tuhnutí a chladnutí je rovnoměrnější a rychlejší díky dobrému přestupu tepla do formy. Vyšší rychlost tuhnutí způsobuje jemnozrnnou strukturu odlitku

a příznivé vyloučení fází. Celková chemická heterogenita odlitku je tak menší. Všechny tyto efekty pozitivně ovlivňují mechanické vlastnosti odlitku. [7]

## 2.5 Druhy tepelného zpracování

### 2.5.1 Rekrystalizační žihání

Rekrystalizační žihání si klade za cíl, napravení tvaru zrn po tváření za studena, a tím odstranění anizotropních vlastností materiálu. Rekrystalizační žihání má u slitin hořčíku menší význam jako u jiných slitin. Hořčíkové slitiny se nejčastěji tváří za tepla v rozmezí teplot (230-400)°C [6] žihání tak probíhá souběžně s tvářením (tzv. dynamická rekrystalizace). Průběh rekrystalizačního žihání je následující: pomalý nebo stupňovitý ohřev na teploty (260-450)° C a výdrž na teplotě po dobu 1 i více hodin. Následuje ochlazení volně na vzduchu.[4]

### 2.5.2 Žihání na odstranění vnitřního napětí

Žihání na odstranění vnitřního napětí se používá k zlepšení rozměrové stálosti součástí po odlévání, tváření za studena i za tepla, svařování a třískovém obrábění. Použitím tohoto druhu žihání se relaxují vnitřní napětí vzniklá nerovnoměrným tuhnutím, chladnutím, a plastickou deformací při tváření a obrábění. Výsledkem tohoto druhu žihání může být i malé zlepšení korozní odolnosti. Nejčastějším průběhem je pomalý ohřev na teplotu (260-330)° C a následná výdrž na teplotě po dobu (1-2) hodiny. Ochlazování se provádí volně na vzduchu. V případě žihání po třískovém obrábění obvykle stačí výdrž (15-60) minut na teplotě 260° C. [4]

### 2.5.3 Rozpouštěcí žihání

Rozpouštěcí žihání se používá k odstranění nerovnoměrností v rozložení legujících prvků ve slitině. Toto nerovnoměrné rozložení vzniká vlivem dendritického odmíšení při tuhnutí slitiny po odlévání. V mezidendritických prostorách takto vznikají precipitáty  $\gamma$  a eutektikum. Na velikost odmíšení u hořčíkových slitiny má přímý vliv množství legujících prvků. Pro příklad: Slitina AZ31, má 3% hliníku a ve struktuře eutektikum ani precipitáty  $\gamma$  téměř nevznikají. Naproti tomu slitina AZ91, má 9% hliníku a eutektikum a precipitáty  $\gamma$  vznikají vždy. Rozpouštěcí žihání se provádí při teplotách okolo 400°C a po vyjmutí z pece je potřeba slitinu rychle ochladit, nejlépe do vody. Takto dosaženou rychlostí ochlazování se uchová přesycený tuhý roztok  $\delta$ . Struktura po žihání je tvořena homogenním tuhým roztokem  $\delta$  a malým množstvím nerozpuštěných minoritních fází, zejména částic na bázi manganu a železa, které bývají přítomny jako příměsi. Rozpouštěcí žihání se často používá jako předstupeň umělého stárnutí, u Mg slitin je možno využít jen rozpouštěcího žihání. Takto zpracovaná slitina vykazuje maximální hodnoty pevnosti  $R_m$  a nárazové práce KV.[4]

### 2.5.4 Umělé stárnutí

Principem umělého stárnutí je precipitace vytvrzujících částic legujících prvků, které jsou rozpuštěny v přesyceném tuhém roztoku. U hořčíkových slitin je možno použít umělého stárnutí s předchozím rozpouštěcím žiháním i bez něj.

- umělé stárnutí po rozpouštěcím žihání: (označení T6 dle ASTM)

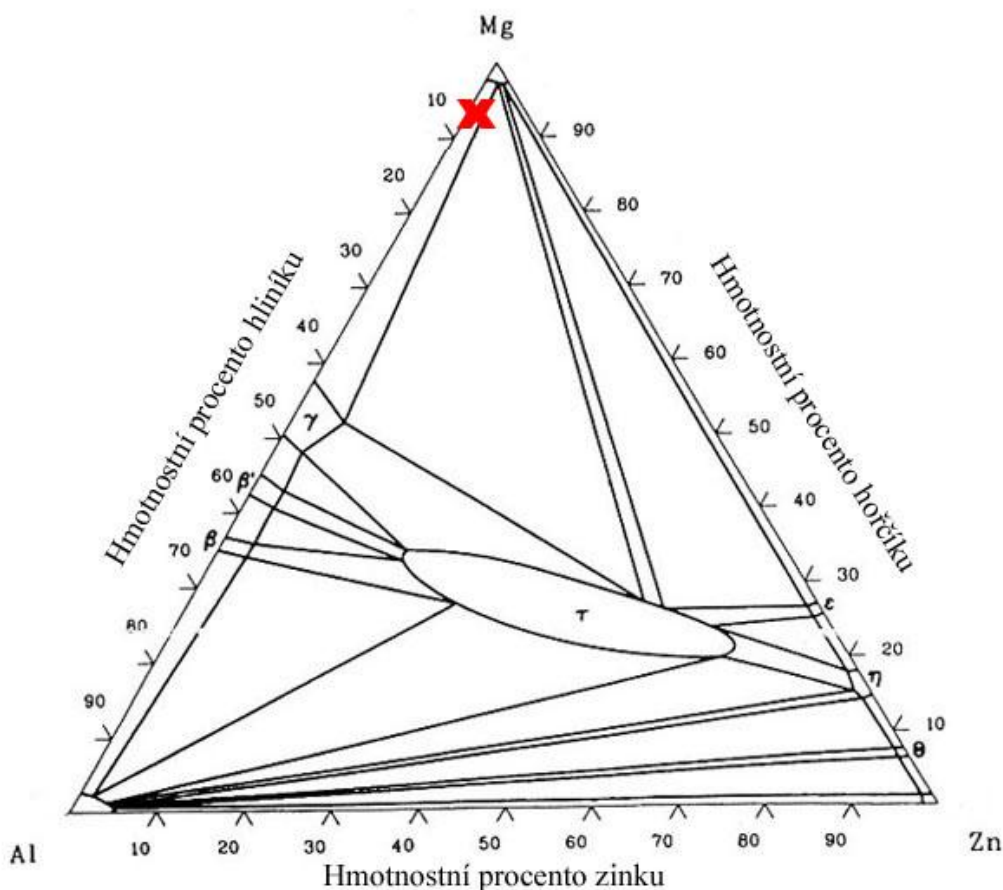
Ve srovnání se slitinami jiných kovů je použití této kombinace u hořčíkových slitin méně časté. Četnost použití je samozřejmě závislá na konkrétní slitině. Provedením tohoto tepelného zpracování se dosáhne zvýšení tvrdosti HB a meze kluzu  $R_e$  na úkor snížení nárazové práce KV.

- umělé stárnutí bez předchozího rozpouštěcího žíhání: (označení T5 dle ASTM)

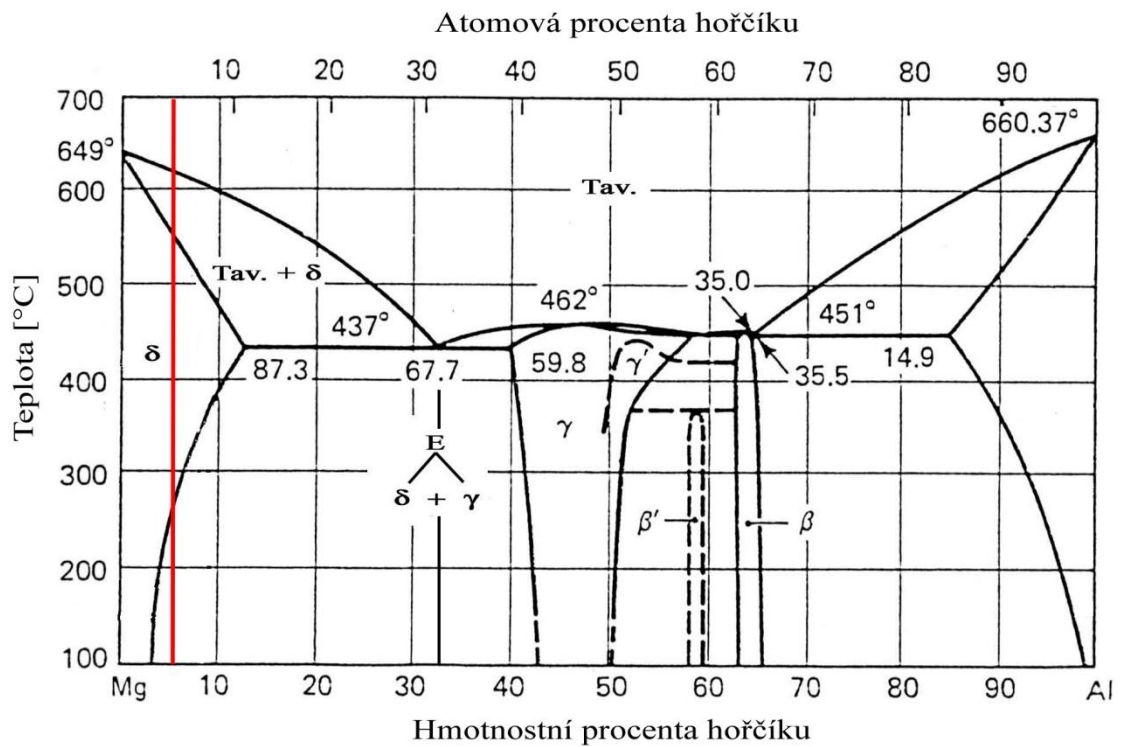
Používá se u některých slévárenských slitin hořčíku. Výsledkem je zvýšení pevnosti slitiny  $R_m$ , za současného snížení vnitřního napětí, které vzniklo během chladnutí slitiny ve formě.[4]

## 2.6 Mikrostruktura hořčíkových slitin

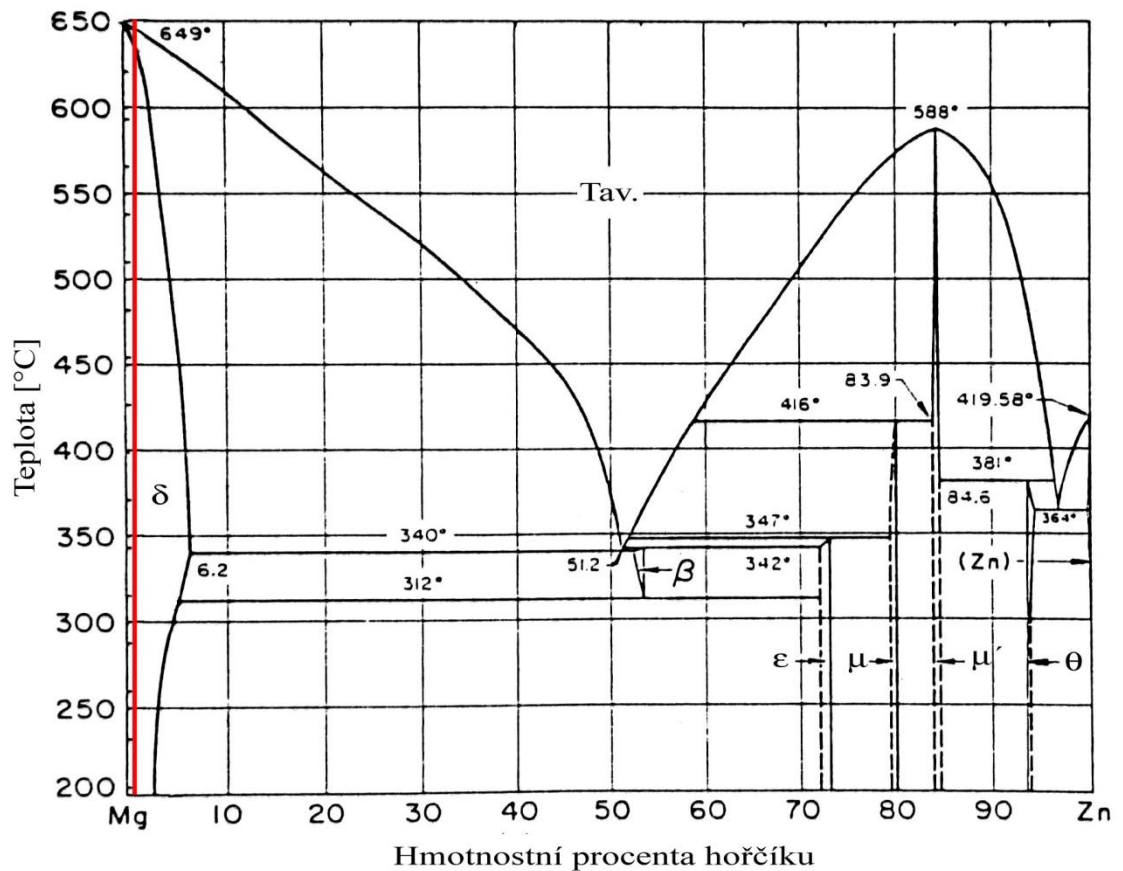
Z celého objemu používaných slitin hořčíku jsou nejvíce rozšířeny slitiny na Mg-Al-Zn. I tato práce se jednou z těchto slitin zabývá. Konkrétně slitinou AZ61. V následující části jsou popsány diagramy, z kterých je možno určit mnoho údajů týkajících se slitin typu AZ. Na obrázku 4 je ternární diagram Mg-Al-Zn z něhož všechny slitiny typu AZ vycházejí. V ternárním diagramu je červeným křížkem vyznačeno místo kde se slitina AZ61 nachází. Na obrázcích 5 a 6 jsou binární diagramy Mg-Al a Mg-Zn. opět je na těchto diagramech červenou barvou vyznačena slitina AZ61. Údaji získanými z binárních a ternárních diagramů mohou být: teploty tání čistých látek, snížení teploty tání ve vícesložkových soustavách, interakce látek za vzniku sloučenin, přítomnost a složení tuhých roztoků, vliv teploty na složení tuhých roztoků, polymorfní fázové přeměny látek, množství a složení kapalných a tuhých fází v závislosti na teplotě a složení, přítomnost nemísitelných kapalných fází.



Obr. 4 Ternární diagram Mg-Al-Zn [3]



Obr. 5 Binární diagram Mg-Al [3]



Obr. 6 Binární diagram Mg-Zn [3]

Z obrázků 5 a 6 je patrné že hořčík vytváří s legujícími prvky hliníkem a zinkem částečně rozpustné soustavy se změnou rozpustnosti v tuhém stavu. Změna rozpustnosti je podstatná vlastnost soustavy, jež se využívá pro tepelné zpracování (rozpuštěcí žíhání a umělé stárnutí). Maximální rozpustnosti legující prvků v tuhém roztoku jsou: 12,7 hm% při 437°C pro hliník a 6,2 hm% při 340°C v případě zinku. V diagramu Mg-Al se ve střední oblasti vyskytuje, pro hořčíkové slitiny velmi podstatná, intermetalická fáze  $\gamma$ .

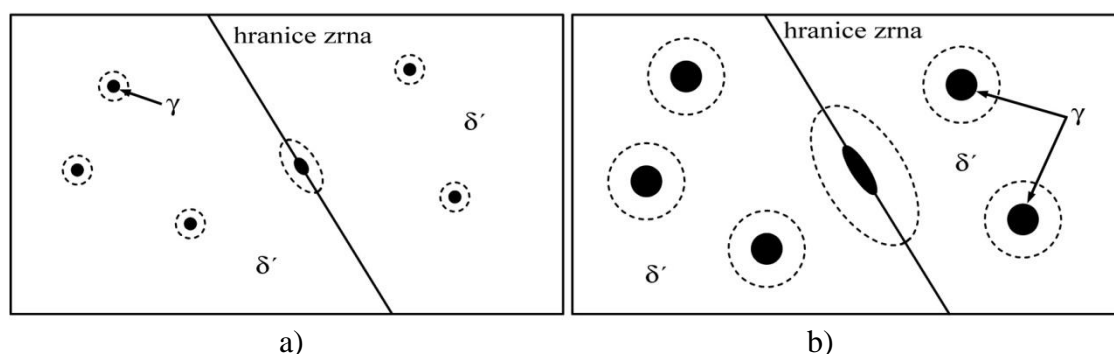
### 2.6.1 Intermetalická fáze $\gamma$

Intermetalická fáze  $\gamma$  patří do skupiny fází určených velikostním faktorem. Název intermetalická je vyjádřením skutečnosti, že se jedná o chemickou sloučeninu dvou kovů. Stechiometrický zápis fáze je  $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ . Ze zápisu vyplývá, že hliník a hořčík se v  $\gamma$  fázi vyskytují v pevně daném poměru (12:17) at%. Fáze  $\gamma$  krystalizuje v kubické mřížce s parametrem  $a = 10,5438 \text{ nm}$  a úhlem  $90^\circ$ . Naproti tomu hořčík a tuhé roztoky legujících prvků v hořčíku mají hcp mřížku s parametry  $a = 0,3203 \text{ nm}$ ,  $c = 0,52 \text{ nm}$ . Jak je vidět parametr mřížky  $\gamma$  fáze je téměř o řád větší a samotný tvar mřížek také nesouhlasí. To je důvod, proč rozhraní fáze  $\gamma$  - tuhý roztok  $\delta$  není koherentní. Další nedostatkem  $\gamma$  fáze je její křehkost. U odlévaných slitin tyto dvě vlastnosti mohou způsobit velké problémy. Eutektikum složené z  $\gamma$  fáze a tuhého roztoku  $\delta$ , se nachází v mezidendritických prostorech, a právě tam se často iniciují a šíří praskliny. [1,4,8]

### 2.6.2 Formy výskytu intermetalické fáze

V technických slitinách hořčíku se intermetalická  $\gamma$  fáze vyskytuje jako kontinuální a diskontinuální precipitát.

Kontinuální precipitát: Pojmenování kontinuální napovídá, že precipitát vzniká během kontinuálního chladnutí slitiny po odlití. Při teplotním výkyvu během práce součásti se velikost ani tvar precipitátu nijak nemění. Výjimkou je rozpouštěcí žíhání, které dovede materiál až nad teploty vzniku  $\gamma$  fáze a precipitáty se tak rozpouští zpět do tuhého roztoku. Kontinuální precipitát  $\gamma$  fáze se vyskytuje v podobě malých zrníček v tuhém roztoku  $\delta$  a na hranicích zrn. Schematické zobrazení kontinuálního precipitátu je na obrázku 7.

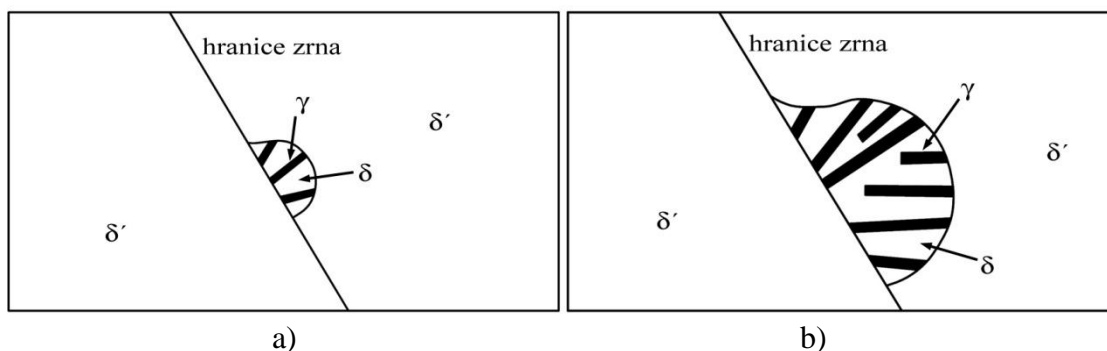


Obr. 7 Kontinuální precipitát, a) v počátečním stádiu, b) v pozdějším stádiu [20]

Diskontinuální precipitát: Vznik diskontinuálního precipitátu je silně závislý na rychlosti difúze a tím i na teplotě. Mechanismus vzniku diskontinuálního precipitátu je difuzní oddělování složek od sebe. Takto vzniklá struktura má charakteristický tvar lamel  $\gamma$  fáze ( $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ ) střídané lamelami tuhého roztoku  $\delta$ . Lamelární struktura je dobře patrná i na schematickém obrázku 8. Vznik precipitátu je difuzní proces, který dle II Fickova zákona závisí na teplotě. Rychlost růstu



precipitátu při různých teplotách je tak odlišná. Při pokojové teplotě je difuze minimální a precipitát neroste. Při navýšení teploty se difuze zvýší a precipitát narůstá. Proces ochlazení a ohřátí se při práci součásti mohou střídát a i nárůst a zastavení růstu precipitátu se tak střídají. Diskontinuální precipitát svými špatnými mechanickými vlastnostmi a postupným nárůstem při zvýšení teploty negativně ovlivňuje výsledné mechanické vlastnosti slitiny.[1,8]

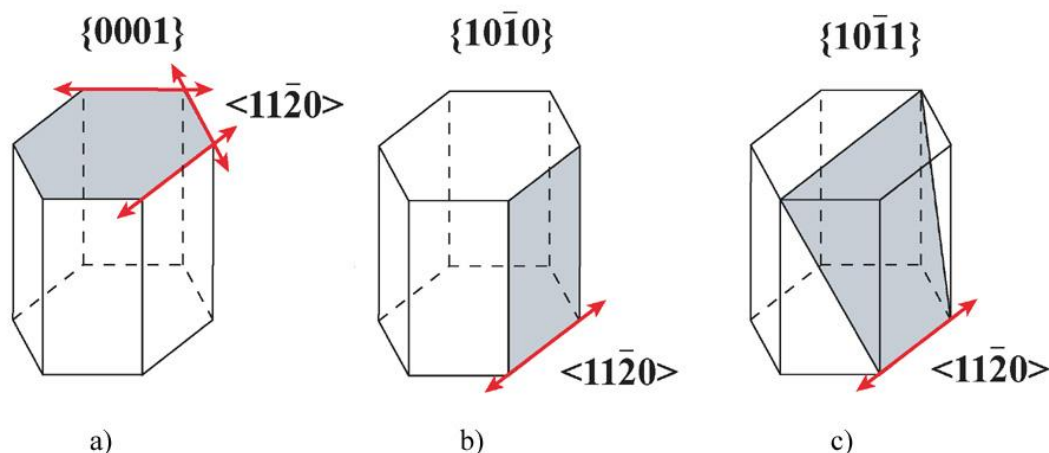


Obr. 8 Diskontinuální precipitát, a) v počátečním stádiu, b) v pozdějším stádiu [20]

## 2.7 Vliv zvýšené teploty na vlastnosti slitin hořčíku

### 2.7.1 Plastická deformace

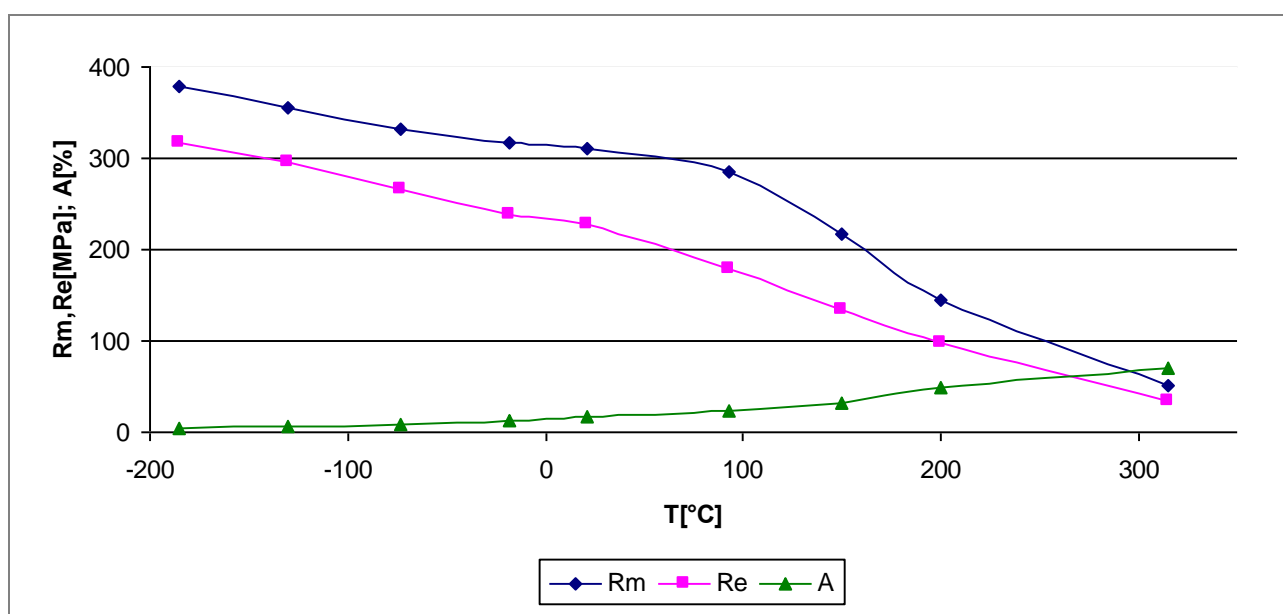
Plastická deformace je u hořčíků poměrně obtížná. Hořčík a jeho slitiny mají hexagonální strukturu s nejtěsnějším uspořádáním. To znamená, že za pokojové teploty nesplňují podmínku pěti nezávislých funkčních skluzových systémů. Za pokojové teploty je plastická deformace v hořčíku a jeho slitinách omezena pouze na bazální roviny typu  $\{0001\}$ , se směry skluzu  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Popřípadě sekundární skluz v rovinách  $\{10\bar{1}0\}$  ve směru  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ . Tímto je plastická deformace za nízkých teplot dosti omezena. Po zvýšení teploty se aktivují i další skluzové systémy. V takovém případě je skluz uskutečnitelný i ve směrech  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  a  $\langle 11\bar{2}3 \rangle$  na prizmatických rovinách  $\{10\bar{1}1\}$  a na prizmatických a pyramidálních rovinách druhého druhu ve směrech  $\langle 11\bar{2}3 \rangle$ . Orientace skluzových rovin a směrů je na obrázku 9. Makroskopicky se aktivování více skluzových systémů projeví změnou mechanických vlastností v závislosti na teplotě, tak jak je ukázáno v tabulce 5 a obrázku 10.



Obr. 9. Skluzové systémy v hořčíku: a) bazální rovina, b) prizmatická rovina, c) pyramidální rovina [5]

Tab. 5 Závislost mechanických charakteristik slitiny AZ61 na teplotě.[6]

T [°C]	Rm [MPa]	Re [Mpa]	A [%]
-185	379	317	4
-130	355	296	6,5
-73	331	265	9,5
-18	317	238	13
21	310	228	16
93	286	179	23
150	217	134	32
200	145	97	48,5
315	52	34	70



Obr. 10 Graf závislosti uvedené v Tab. 5

### 2.7.2 Creepová odolnost

Největším konkurentem hořčkových slitin jsou slitiny na bázi hliníku. Odolnost hořčkových slitin vůči tečení je tak další důležitou vlastností pro konkurenceschopnost materiálu. Přidáním vhodných legujících prvků do slitiny hořčíku se dá docílit vylepšení odolnosti vůči tečení. Takto používané prvky by měly splňovat několik základních parametrů. Jejich rozpustnost v Mg za vysoké teploty by měla být dostatečná pro plnění jejich funkce. Rozpustnost by se měla se snižující se teplotou zmenšovat, aby bylo možné vyloučení precipitátů z tuhého roztoku. A v neposlední řadě, legující prvky by měli mít spatné difuzní schopnosti, aby nedocházelo k přestárnutí slitiny. Ze všech legujících prvků, které se do hořčkových slitin přidávají, nejvíce zvyšuje pracovní teplotu Thorium. Slitiny Mg-Th mohou být používány až do 350°C. Thorium je radioaktivní, takže použití pro normální aplikace je nemožné. Další prvky, které se používají k navýšení creepové odolnosti mohou být: Sc, Y, La, N, Tb, Er, Dy, Gd a Zr. Všechny tyto prvky ve slitinách hořčíku stabilizují velikost zrna a tak přispívají k odolnosti proti creepu. Navýšení creepové odolnosti je možné dosáhnout i změnou technologie zpracování slitiny. Takováto změna technologie je často levnější

alternativou k legování. Příkladem může být nahrazení odlévání do kovové formy, squeeze castingem. I přes všechny tyto možnosti jak vylepšit creepové chování slitin Mg se za bezpečnou a spolehlivou horní hranici pracovních teplot považuje 200°C [11, 12, 13,14]

## 2.8 Koroze a protikorozi ochrana

### 2.8.1 Korozní charakteristika hořčíku

Hořčík je jako prvek alkalických zemin velmi reaktivní. Vyznačuje se záporným elektrochemickým potenciálem (-1,58V pro slitinu AZ61A-F [6]). Využitelnost hořčíku a slitin z něho vyrobených je velmi závislá na charakteru, stálosti a ochranných schopnostech vrstvy, která se na jeho povrchu vytváří reakcí s prostředím. Takto vzniklá vrstva hořčík chrání před dalším znehodnocováním, na druhou stranu tuto vlastnost nemá vždy. Chování vrstvy vzniklé reakcí s prostředím se odvíjí od charakteru prostředí. Konkrétně od jeho hodnoty pH.

V alkalickém prostředí: Na povrchu hořčíku vznikají oxidy, které jsou nestabilní a plynule se mění na oxohydroxidy a hydroxidy. Výsledkem malé rozpustnosti hydroxidu hořečnatého je stabilní vrstva na povrchu hořčíku, která nadále kov pasivuje a zabraňuje dalším reakcím.

V kyselém prostředí: Chování hořčíku v kyselém prostředí je odlišné. V kyselém prostředí hořčík koroduje rovnoměrně. Korozní produkty tvoří nestabilní vrstvu a povrch kovu nijak nadále nechrání. Výsledkem kontaktu s takovým prostředím je hluboké korozní napadení, které může vést až k úplnému zničení (rozpuštění) součásti. Mezi kyselými prostředími existují i výjimky. Například kontaktem hořčíku s kyselinou chromovou vznikají stabilní pasivační vrstvy s dobrou ochranou schopností.

Další negativní faktory ovlivňující korozní odolnost hořčíku mohou být nečistoty obsažené v hořčíku nebo vytvoření korozního článku s mědí, niklem a železem. [9]

### 2.8.2 Korozní charakteristika slitin hořčíku

Koroze hořčíkových slitin v elektrolytech je obvykle rovnoměrná. Jejím výsledkem je zmatnění a zdrsnění povrchu vznikem vrstvy korozních produktů. Dojde-li k mechanickému poškození vrstvy, vede to k nebezpečnému bodovému napadení slitiny a následnému prasknutí součásti pod zatížením. Bodové napadení slitiny hořčíku může vzniknout i přítomností mikroskopického množství nečistot katodického charakteru, a následnému vzniku korozního mikročlánku tuhý roztok Mg - nečistota. Stejně jako je tomu u čistého hořčíku velmi nebezpečný je kontakt a vytvoření korozního makročlánku s železem, mědí a niklem. [9]

### 2.8.3 Protikorozi ochrana slitin hořčíku

Protikorozi ochrana slitin hořčíku je založena na pasivačních vlastnostech hořčíku. Stejně jako u slitin hliníku se tak využívá anodického oxidového povlaku anebo anodického oxidového povlaku spolu s protikoroziními nátěrovými systémy. Samozřejmě je možné použít polymerní laky, inhibiční systémy, aj. Současným nedostatkem slitin hořčíku je málo pozornosti, která je věnována protikorozi úpravě hořčíkových slitin. I přes současnou větší objem využití hořčíkových slitin je stále většina pozornosti upřena na protikorozi ochranu slitin hliníku. Také nové typy chemických předúprav a technologie jejich výroby pro hliníkové slitiny, nejsou prozatím dostatečně odzkoušeny na hořčíkových slitinách. [9]

## 2.9 Vlastnosti slitiny AZ61

Slitina AZ61 má obchodní název Elektron. Nejčastěji je používána v podobě za tepla tvářených plných i dutých profilů, výkovek a v poslední době i squeeze castingových odlitků. Z technologických vlastností má velký význam velmi dobrá tvářitelnost za teplot (230-425)°C, vynikající obrobitelnost a je možné použít i svařování v ochranné atmosféře. V následující tabulce 6 je výčet normou stanoveného množství legujících a příměsových prvků. V tabulce 7 jsou uvedeny běžně dosahované mechanické charakteristiky slitiny AZ61 v závislosti na technologii zpracování slitiny. [6]

Tab. 6 Chemické složení AZ61A-F: [6]

Prvek:	Al	Mn	Zn	Si	Cu	Ni	Fe	ostatní	Mg
hm %:	5,8-7,2	max 0,15	0,4-1,5	max 0,1	max 0,05	max 0,005	max 0,005	Max 0,3	zbytek

Tab. 7 Mechanické vlastnosti slitiny AZ61A-F při 20°C [6]

Technologie zpracování slitiny	Rm [MPa]	Re [MPa]	A <sub>50</sub> (a) [%]	Tvrdość [HB]
Výkovek	295	180	12	55
Protlačované tyče a plné profily	305	205	16	60
Protlačované trubky a duté profily	285	165	14	50
Válcované plechy	305	220	8	-
ECAP [21]	310	230	16	60

(a) na délce 50 mm

### 3 Cíl práce

V této práci jsou porovnávány struktury a výsledné mechanické vlastnosti slitiny AZ61v litém stavu a po rozpouštěcím žihání. Práce obsahuje srovnání vyskytujících se fází, mechanické vlastnosti a tvrdost materiálu. Pro studium byly použity metody světelné mikroskopie, měření tvrdosti a chemická mikroanalýza fází na rastrovacím elektronovém mikroskopu.

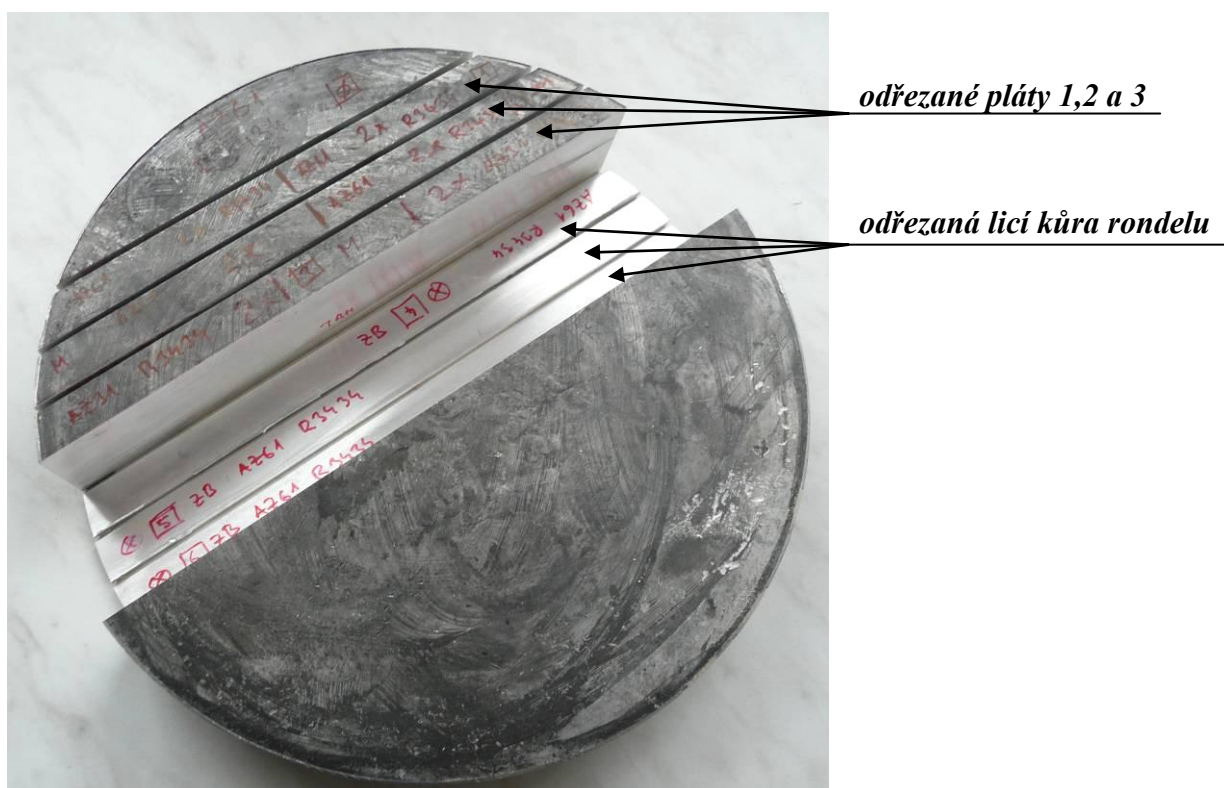
Jednotlivé cíle práce:

- Určit chemické složení studované slitiny.
- Kvantifikovat morfologii vyskytujících se strukturních fází v litém stavu.
- Stanovit mechanické vlastnosti po odlití.
- Určit vliv tepelného zpracování na strukturu a mechanické vlastnosti uvedené slitiny.
- Pomocí EDS mikroanalýzy určit vyskytující se fáze ve slitině po odlití a po rozpouštěcím žihání.

## 4 Experimentální materiál

Jako experimentální materiál pro tuto práci byl použit rondel z materiálu AZ61, odlitý metodou squeeze casting. Materiál byl odlit firmou Zentrum für Funktionswerkstoffe GmbH Clausthal, DE. Rondel měl vnější rozměry:  $\varnothing 205\text{mm}$  a výšku 40 mm. Průběh výroby tohoto odlitku byl: plnění tlakem 97MPa pod dobu 5s a tuhnutí při tlaku 150MPa pod dobu 30s. [17]

Pro dosažení věrohodných výsledků bylo nutné odřezat „licí kůru“ rondelu, a zbavit se tak špinavého a zoxidovaného materiálu na povrchu (viz obrázek 11). Z rondelu bylo odřezáno šest plátů očíslovaných 1 až 6. Z plátů 1,2 a 3 bylo vyrobeno dvanáct vzorků pro statickou zkoušku tahem. Z plátů 4,5 a 6 byly vyrobeny vzorky pro potřeby jiné diplomové práce.



Obr. 11 Rozřezaný rondel ze slitiny AZ61.

### 4.1 Chemické složení vzorků

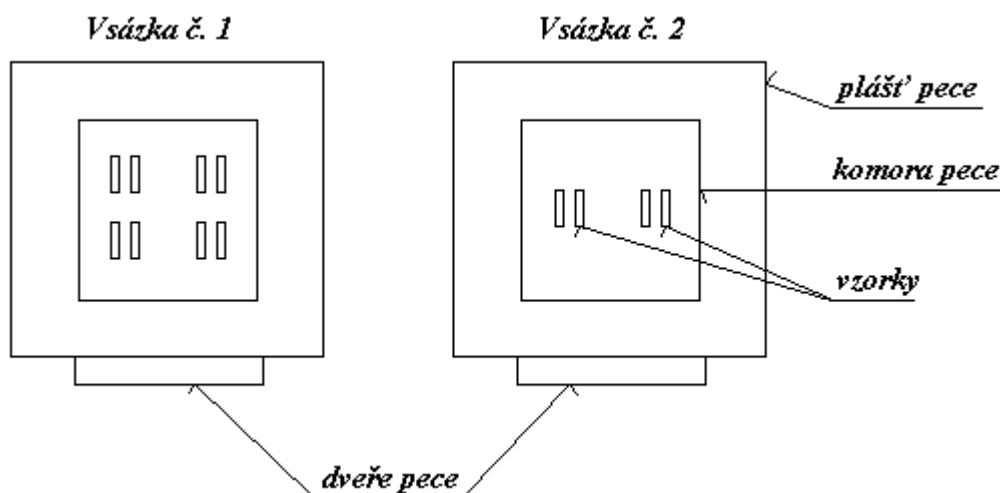
Slitina AZ61 má dle ASTM normy 6% hliníku a 1% zinku. Mimo těchto dvou základních legujících prvků se ve slitině nacházejí i jiné prvky. U hořčíkových slitin to mohou být doprovodné prvky Mn, Si, aj. a škodlivé prvky Fe, Cu, Ni. Pro změření chemického složení byl v této práci použit opticko-emisní spektrometr s doutnavým výbojem SPECTRUMAT GDS750. Výsledky měření a jejich porovnání s normou ASTM je v následující tabulce 8.

Tab. 8 Změřené hodnoty chemického složení slitiny AZ61-F a jejich porovnání s normou ASTM.

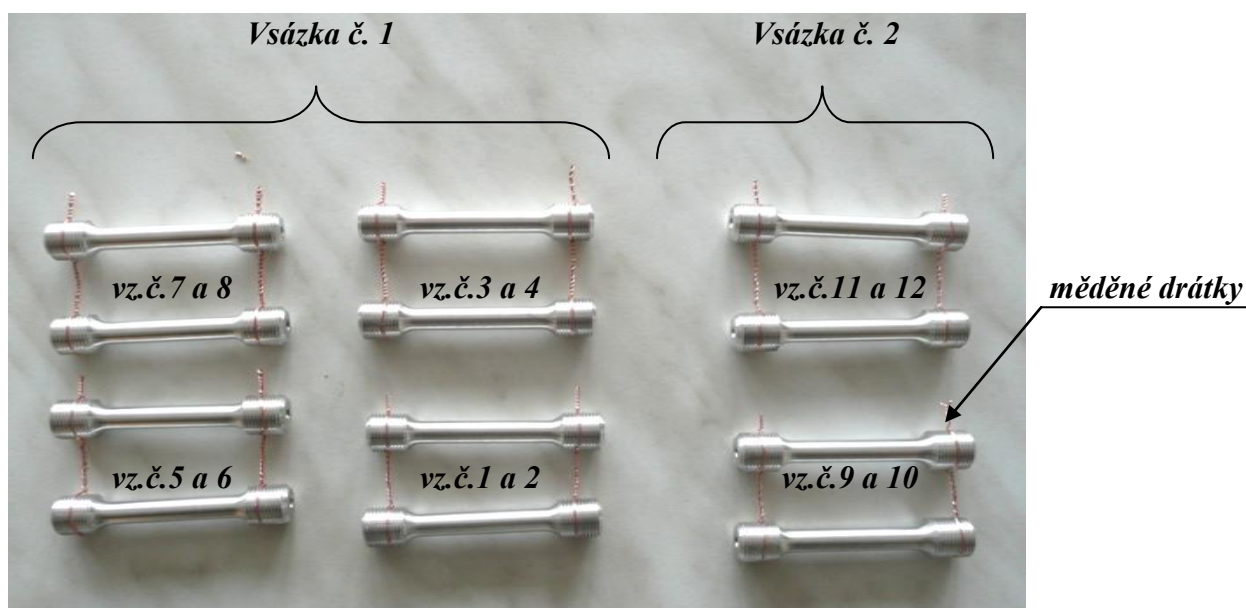
Prvek:	naměřeno hm%	dle ASTM hm%
Al	6,19	5,8-7,2
Zn	1,87	0,4-1,5
Cu	0	max 0,05
Mn	0,39	max 0,15
Si	0,013	max 0,1
Fe	0,004	max 0,005
Ni	0	max 0,005
Sn	0	Σ max 0,3
Pb	0	
Zr	0,01	
Ca	0	
Be	0,001	
Mg	zbytek	zbytek

## 4.2 Tepelné zpracování

Rozpouštěcí žíhání bylo provedeno na vysoustružených vzorcích pro statickou zkoušku tahem. Po rozpouštěcím žíhání byly tyto vzorky broušeny na přesný rozměr. Rozpouštěcí žíhání bylo provedeno v elektrické komorové peci ELSKLO MF5. Rozmístění a příprava vzorků do pece je patrné z obrázků 12 a 13. Při použitím způsobu vsázkování se do pece vešlo maximálně osm kusů vzorů. Navíc v průběhu práce bylo nutné připravit dodatečné vzorky. Z tohoto důvodu bylo nutné provést tepelné zpracování na více vsázek. Název vsázky a specifikace vzorků v jednotlivých vsázkách zachycuje tabulka 9.



Obr. 12 Schéma rozmístění vzorků v peci.



Obr. 13 Příprava vzorků do pece.

Tab. 9 Teploty a výdrže na teplotě při rozpouštěcím žihání.

Vzorek č.:	Teplota:	Výdrž na teplotě:	Vsázka:
13 a 14	380°C	1 hod	Vsázka č. 3
1 a 2	380°C	2 hod	Vsázka č. 1
3 a 4	380°C	4 hod	
5 a 6	380°C	6 hod	
7 a 8	380°C	8 hod	
9 a 10	380°C	12 hod	Vsázka č. 2
11 a 12	380°C	16 hod	
15 a 16	380°C	8 hod	Vsázka č. 3
17 a 18	380°C	8 hod	Vsázka č. 4

Teplota a doba výdrže na teplotě byly stanoveny předběžným testem rozpouštěcího žihání na slitině AZ61. Při testech byl brán zřetel na množství rozpuštěné intermetalické fáze  $\gamma$  a také na růst zrna při vyšších testovaných teplotách a delší výdrži na teplotě. Jako ideální teplota rozpouštění fází byla zvolena teplota 380°C a výdrže na teplotě v rozmezí 2 a 16 hodin. Při vytahování vzorků z pece je nutné je ochladit ve vodě o teplotě 20°C. Pomocí rychlého ochlazení se eliminuje vznik difúzního diskontinuálního precipitátu  $\gamma$ . Chlazení do vody bylo z důvodu snížení deformace provedeno ve svislé poloze.

Po vyhodnocení statických zkoušek tahem, bylo k těmto vzorkům dodatečně zpracováno šest vzorků. Dva s výdrží na teplotě 1 hod a čtyři byly použity pro zopakování výdrže 8 hod. Tyto dodatečné vzorky, byly zpracovávány ve stejné peci, při stejných podmínkách a zcela v duchu předchozích vzorků.



## 5 Experimentální metody

### 5.1 Statická zkouška tahem

Statická zkouška tahem je základní mechanickou zkouškou. Její princip spočívá v jednoosém zatěžování vzorků. Vzorky mají normované rozměry s kruhovým nebo obdélníkovým průřezem. Pro uchycení vzorků na příčnky stroje se používá samosvorných čelistí, závitových, nebo osazených hlav. Samotný stroj sestává z tuhého rámu, příčníků se siloměrnou hlavou a upínacích čelistí. U starších zařízení se k pohonu pohyblivého příčniku používalo šroubového mechanismu. Novější stroje využívají hydrauliku, což jim umožňuje použití větších sil a přesnějšího řízení. U moderních zařízení je dnes už samozřejmostí řízení pomocí PC. Pro měření průtahů vzorků se používá kontaktní průtahoměr.

Výstupem tahové zkoušky je závislost napětí  $\sigma$  a poměrná deformace  $\epsilon$  vynesené do grafu. Méně časté je použití systému síla  $F$  a prodloužení  $L$ . Z tahového diagramu se pomocí rozměrů vzorku vypočítají mechanické veličiny charakterizující materiál. Mechanické charakteristiky získané pomocí tahové zkoušky jsou:  $R_e / R_{p0,2}$  [MPa] - mez kluzu / smluvní mez kluzu,

$$R_{p0,2} = \frac{F_{p0,2}}{S_0}$$

$R_m$  [MPa] - mez pevnosti,

$$R_m = \frac{F_{max}}{S_0}$$

$A$  [%] - tažnost,

$$A = \frac{L_u - L_0}{L_0} \cdot 100$$

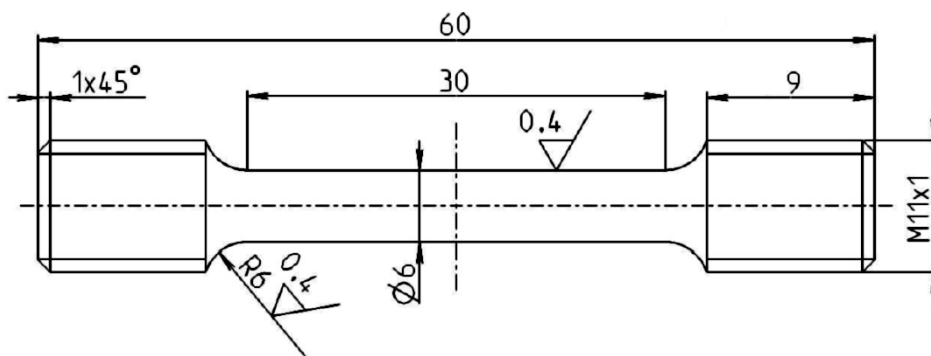
$Z$  [%] - zúžení,

$$Z = \frac{S_u - S_0}{S_0} \cdot 100$$

$E$  [GPa] - modul pružnosti.

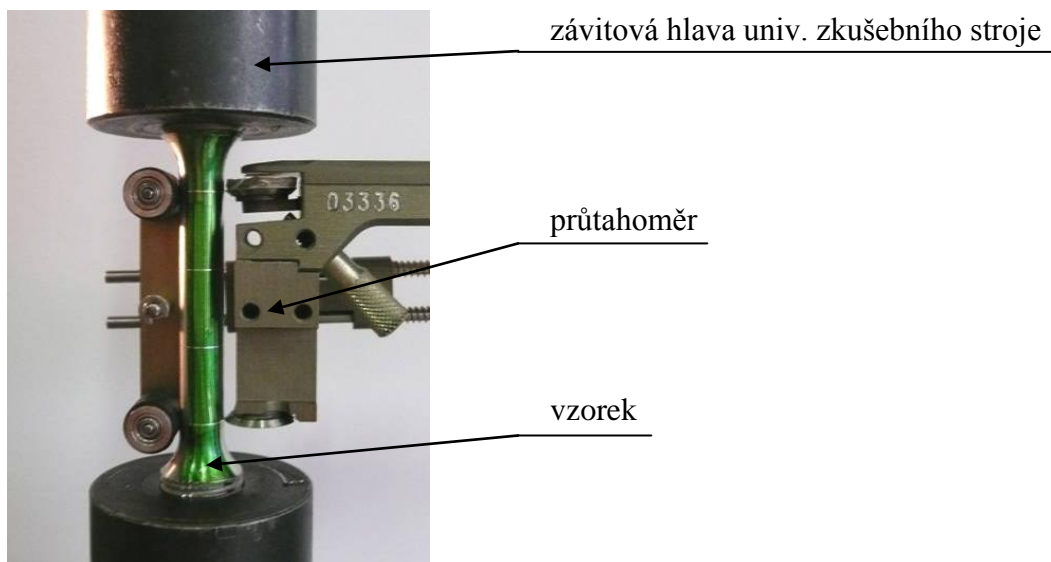
$$E = \frac{R_{p0,2}}{\epsilon_{el}}$$

V této práci byl použit stroj TIRA test 2300. Rozměr a tvar zkušební tělesa je zachycen na obrázku 14.



Obr. 14. Zkušební tyč pro zkoušku tahem.

Pro odečet prodloužení zkušebních vzorků bylo použito průtahoměru s pracovním rozsahem 0 až 1 mm. Po dosažení prodloužení 1 mm bylo testování zastaveno, průtahoměr odebrán a odečet prodloužení byl nadále realizován pomocí vestavěných měřidel pohyblivého příčnicku stroje. Detailní uspořádání při statické zkoušce tahem je na obrázku 15.



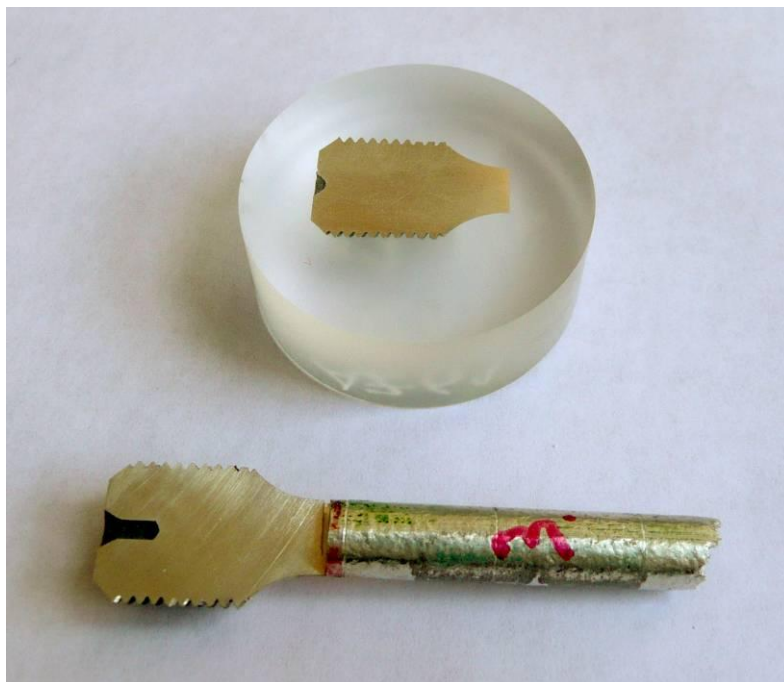
Obr. 15 Uspořádání statické zkoušky tahem.

## 5.2 Měření tvrdosti

Tvrдость materiálu je materiálová charakteristika definovaná jako odpor kladený proti tělesu vtlačovanému do povrchu materiálu. Tělesem je při měření tvrdosti indentor tvaru kuličky, kuželu či jehlanu. Ve strojírenské praxi je používáno více modifikací měření tvrdosti. Tyto modifikace se od sebe liší tvarem indentoru, materiálem indentoru, zátěžnou silou, způsobem odečtu a vyhodnocování výsledků a v neposlední řadě i rozsahem a stupnicí tvrdostí. Pro měření měkkých materiálů, jako jsou hořčíkové slitiny, je vhodné používat tvrdost dle Brinella. Indentorem bude v takovém případě ocelová kalená kulička nejčastěji o průměru 5 mm. Vzniklý vtisk bude mít velkou plochu a měření tak nebude tolik citlivé na rozdíly v mikrotvrđosti jednotlivých fází ve struktuře. K měření tvrdosti dle Brinella bylo v této práci použito tvrdoměru Volpert-Amsler Dia Testor 2Rc.

## 5.3 Příprava vzorků pro světelnou mikroskopii

Vzorky pro světelnou mikroskopii vznikly rozřezáním závrtových hlav zkušebních tyčí pro statickou zkoušku tahem. Orientace je patrná z obrázku 16. Pro řezání vzorků byla použita abrazivní metalografická řezačka Discotom od fy Struers. Vzorky byly připravovány následujícím postupem: Byly zalisovány do měkké hmoty (Technický Dentakryl) na stroji Labopress. Dále broušeny na brusných papírech zrnitosti 600, 1200, 4000 zrn/cm<sup>2</sup> po dobu 3min pod vodou. Následovaly 2 min mechanického leštění na kotouči DPdur s pastou 3μm od fy Struers a na kotouči DPnap s pastami 1μm a 0,25 μm. Při leštění bylo používáno růžové smáčedlo na olejové bázi a stroje Pedemin-2 od fy Struers. Na naleptání byl použit roztok kyseliny pikrové o následujícím složení: 5ml kyseliny octové, 5g kyseliny pikrové, 10ml destilované vody, 100 ml ethanolu.



Obr. 16 Vzorek pro světelnou mikroskopii.

## 5.4 Světelná mikroskopie

Světelný mikroskop je zařízení používané pro pozorování detailů struktury živého i neživého světa. Pro účely metalografie se používá tzv. převrácené Le Chatelierovo uspořádání. Výhodou tohoto uspořádání je jednoduchá manipulace a ustavení vzorků, které se jednoduše položí na stůl nad objektiv. Světelný mikroskop má dvě hlavní části: objektiv a okulár. Jedná se vlastně o dvě soustavy za sebe poskládaných čoček. Každá z čoček má své vlastní zvětšení. Výsledné zvětšení objektivu nebo okuláru je součinem těchto jednotlivých zvětšení. A stejně tak, zvětšení mikroskopu je součinem zvětšení okulárů a objektivu. Objektiv zvětšuje přímo pozorovaný povrch a okulár dále zvětšuje obraz vytvořený objektivem. Protože okuláry mají nejčastěji zvětšení 10x a objektivy 5x-100x, rozlišení detailů je tedy dáno hlavně objektivem. Celkové užitečné zvětšení je definováno jako poměr rozlišení lidského oka  $d_l$  k rozlišení objektivu  $d_{min}$ .

$$Z_{cel.už.} = \frac{d_l}{d_{min}}$$

Průměrná rozlišovací schopnost zdravého lidského oka je 0,3 mm. Protože  $d_l$  je konstanta a  $d_{min}$  je přímo úměrné vlnové délce  $\lambda$  a nepřímo úměrné numerické apertuře  $A$ , lze konstatovat, že čím bude mít použité světlo menší vlnovou délku  $\lambda$ , tím se zmenší  $d_{min}$  (za předpokladu konstantní numerické apertury  $A$ ).

$$d_{min} = \frac{\lambda}{A}$$

Numerická apertura je číslo charakterizující objektiv. Je dána vztahem:

$$A = n \cdot \sin \alpha \quad ; n - \text{index lomu světla prostředí mezi objektivem a vzorkem}$$

$\alpha$  - je polovina otvorového úhlu objektivu

Pro dosažení kvalitního snímku stejně důležité mít velkou hloubku ostrosti. Hloubka ostrosti je vzdálenost mezi mezními pomyslnými rovinami. Mezi těmito rovinami je pozorovaný povrch vnímán jako zaostřený. Z geometrie uspořádání vyplývá následující vztah pro hloubka ostrosti:

$$H = \frac{d_{min}}{tg \alpha}$$

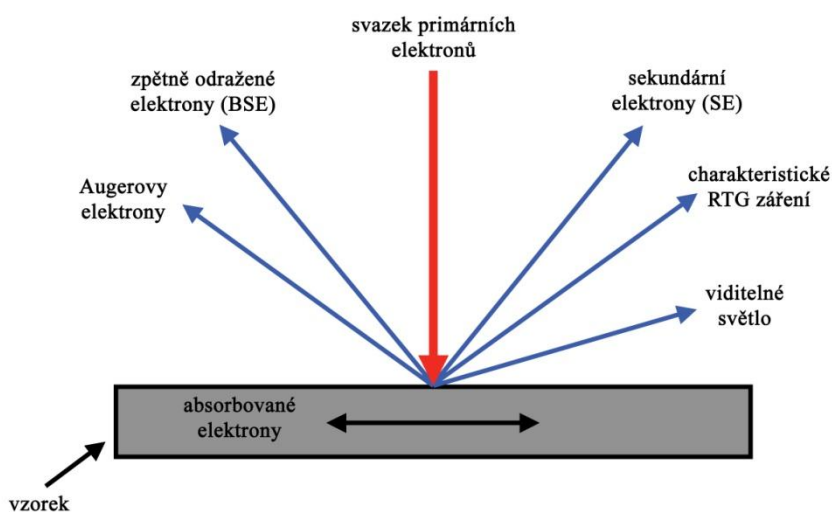
To znamená, že hloubka ostrosti je přímo úměrná rozlišitelné vzdálenosti  $d_{min}$  a nepřímo úměrná tangentě poloviny vstupního úhlu objektivu. Pro účely této práce byl použit mikroskop Olympus GX-71 s digitální kamerou Olympus DP 11.

## 5.5 Elektronová mikroskopie

Elektronová mikroskopie používá pro zobrazení paprsek urychlených elektronů. Elektrony primárního svazku se emitují ze žhaveného wolframového vlákna, nebo jiných pokročilejších zdrojů elektronového záření. Elektrony jsou ve Wehneltově válci urychleny vysokým napětím skrze soustavu elektromagnetických fokusačních a vychylovacích čoček na povrch vzorku. Elektronové mikroskopy se používají ve dvou uspořádáních, jako transmisní a rastrovací. Liší se od sebe charakterem použitého vzorku a také způsobem pozorování. U rastrovacího elektronového mikroskopu je primární svazek elektronů vychylován speciální elektromagnetickou čočkou tak, aby skenoval určitou plochu vzorku. Vzorek je v tomto případě masivní, protože elektrony neprocházejí skrz, ale interagují s povrchem a podpovrchovými vrstvami. Elektrony vyražené nebo odražené ze vzorku jsou pak zachycovány různými druhy detektorů umístěných společně se vzorkem ve vakuové komoře. Obraz vzniká, nepřímo pixel po pixelu, na základě aktuální polohy primárního paprsku elektronů a okamžité intenzity dopadajících elektronů na detektor.

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

Pro účel této práce byl použit rastrovací elektronový mikroskop Philips XL 30 Series a energievě-disperzní spektroskop EDAX.



Obr. 17 Interakce elektronů se vzorkem v REM

## 6 Rozbor a diskuze výsledků

Zkoumáno bylo osmnáct vzorků odebraných z rondelu vyrobeného metodou squeeze casting. Na těchto vzorcích bylo provedeno tepelné zpracování (rozpouštěcí žíhání) s odstupňovanými časy výdrže na teplotě. Následovalo provedení základních mechanických zkoušek a vyhodnocení struktur jednotlivých vzorků. Jako konečný cíl této práce bylo vytyčeno popsání závislosti mezi výdrží na teplotě při rozpouštěcím žíhání, strukturou a výslednými mechanickými vlastnostmi.

### 6.1 Statická zkouška tahem

Naměřené hodnoty ze statické zkoušky tahem jsou uvedeny v následujících tabulkách 10, 11, 12 a graficky zpracovány na obrázcích 18, 19. V příloze č. 1 je porovnání tahových křivek testovaných vzorků.

Tab. 10 Základní mechanické charakteristiky zkoumaných vzorků ze slitiny AZ 61-F.

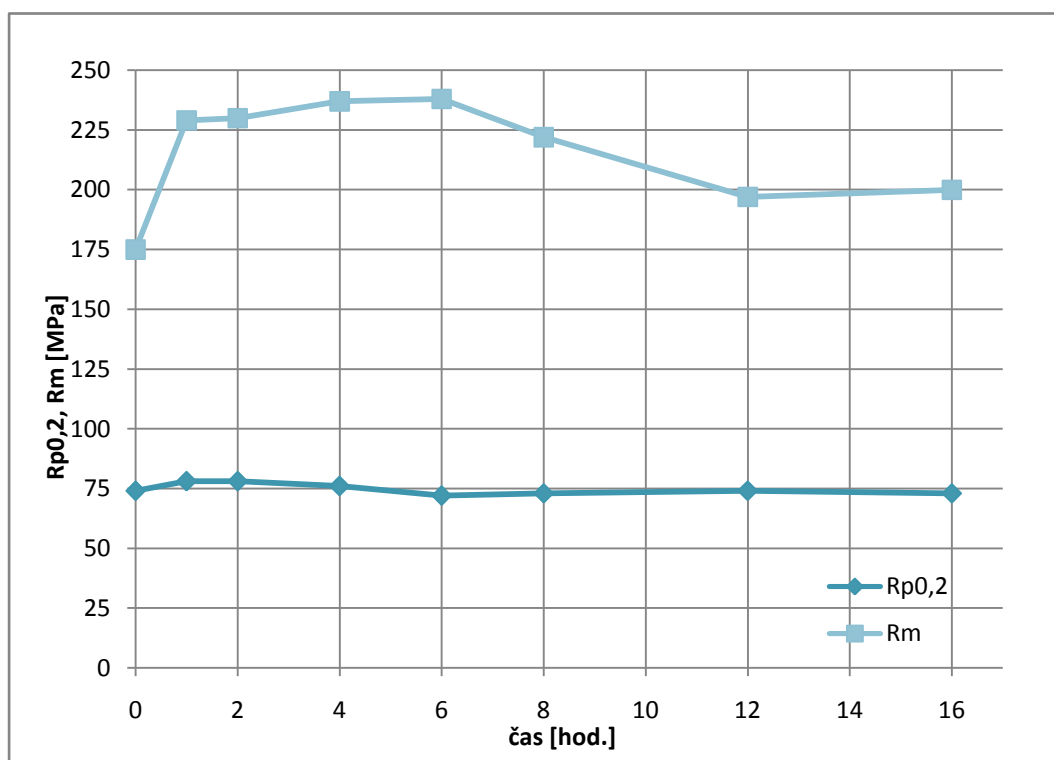
Výsledky tah AZ 61 S.C. L.S. 6x30mm, 25.2.2010							
Datum testu	Číslo vzorku	E	Rp0.2	Rm	Z	A	Pozn.
		GPa	MPa	MPa	%	%	
25.2.2010	L.S. 1	45.9	73	176	5.3	5.2	Dobrý
25.2.2010	L.S. 2	31.7	77	168	4.9	4.5	Dobrý
25.2.2010	L.S. 3	45.6	73	181	5.6	5.4	Dobrý

Tab. 11 Základní mechanické charakteristiky zkoumaných vzorků ze slitiny AZ 61-T4.

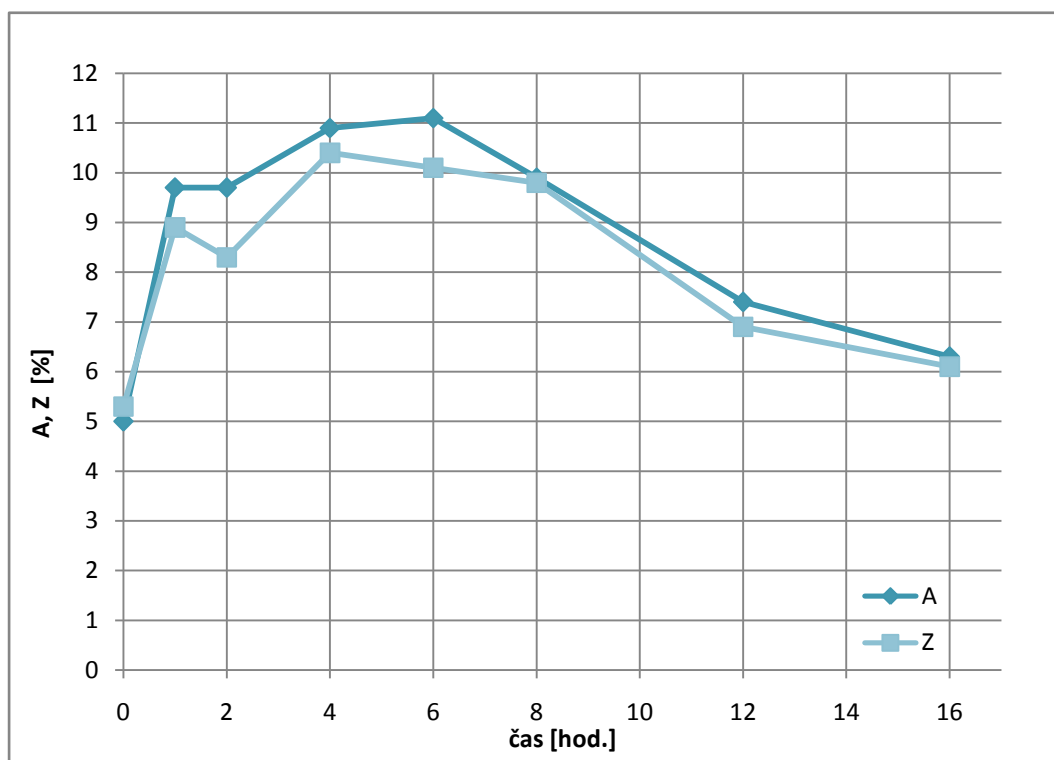
Výsledky tah AZ 61 S.C. T4-380 °C,							
Datum testu	Číslo vzorku	E	Rp0.2	Rm	Z	A	Pozn.
		[GPa]	[MPa]	[MPa]	[%]	[%]	
16.3.2010	Vz. 1, 2hod.	35.68	78	235	9.4	10.6	Dobrý
16.3.2010	Vz. 2, 2hod.	37.9	78	226	7.2	8.8	Dobrý
16.3.2010	Vz. 3, 4hod.	33.08	77	238	11.0	11	Dobrý
16.3.2010	Vz. 4, 4hod.	40.36	74	236	9.7	10.8	Dobrý
16.3.2010	Vz. 5, 6hod.	40.56	73	241	10.1	11.2	Dobrý
16.3.2010	Vz. 6, 6hod.	36.45	71	235	10.1	10.9	Dobrý
18.5.2010	Vz. 17, 8hod.	39.01	72	206	7.8	6.9	Dobrý
18.5.2010	Vz. 18, 8hod.	41.28	73	239	11.7	11.3	Dobrý
17.3.2010	Vz. 9, 12hod.	37.84	70	223	8.5	9.1	Vada
17.3.2010	Vz. 10, 12hod.	27.58	78	172	5.3	5.7	Vada
17.3.2010	Vz. 11, 16hod.	30.74	72	201	7.5	7.4	Vada
17.3.2010	Vz. 12, 16hod.	34.87	73	198	4.6	5.1	Vada
14.4.2010	Vz. 13, 1hod.	30.08	77	230	8.8	9.5	Dobrý
14.4.2010	Vz. 14, 1hod.	29.79	80	229	9.1	9.8	Dobrý
14.4.2010	Vz. 15, 8hod.	32.06	71	201	7.5	7.2	Vada
14.4.2010	Vz. 16, 8hod.	32.84	74	219	8.2	8.6	Vada

Tab. 12. Zjednodušená a seřazená data z tabulek 10 a 11

Stř. hodnoty ze dvou měření					
Čas výdrže T4	Rp0.2	Rm	A	Z	Poznámka
Hod.	MPa	MPa	%	%	
0	74	175	5	5.3	Litý stav, průměr ze tří měření
1	78	229	9.7	8.9	Přidáno, vz.13,14
2	78	230	9.7	8.3	
4	76	237	10.9	10.4	
6	72	238	11.1	10.1	
8	73	222	9.9	9.8	Oprava, vz.17,18
12	74	197	7.4	6.9	
16	73	200	6.3	6.1	



Obr. 18 Vliv doby rozpouštěcího žíhání na pevnostní vlastnosti AZ61  
(Pozn.: Jednotlivé body v grafu jsou aritmetickým průměrem z více měření.)



Obr. 19 Vliv doby rozpouštěcího žhání na plastické vlastnosti AZ61  
(Pozn.: Jednotlivé body v grafu jsou aritmetickým průměrem z více měření.)

Po vyhodnocení výsledků statické zkoušky tahem vyplynuly nedostatky použitého experimentálního materiálu. V polovině případů se v testovaném průřezu vzorku nacházely zalité oxidické plény. Výjimkou nebyly ani vady téměř přes polovinu testovaného průřezu. Viz obrázek 20 pořízený na lomové ploše pomocí stereolupy Olympus. Tyto vady naprosto degradovaly mechanické vlastnosti materiálu a znehodnotily tak měření na vzorcích 10-16 hodin rozpouštěcího žhání.



Obr. 20 Oxidická pléna na lomové ploše.

Mechanické vlastnosti slitiny AZ61 v litém stavu jsou adekvátní skutečnosti, že se jedná o odlitek. V tabulce 7 jsou uvedeny hodnoty mechanických vlastností slitiny AZ61 zpracovaných jinými technologiemi. [6] Tyto hodnoty jsou vyšší, protože se jedná o tvářené materiály. Z grafů závislosti mechanických vlastností na době rozpouštěcího žihání vyplývá: Nárůst pevnosti  $R_m$  se odehraje v čase do 30 min výdrže na teplotě rozpouštěcího žihání. Tento nárůst je velikosti asi 60 MPa. V práci [22] bylo dosaženo nárůstu pevnosti až o 100MPa. V časech 2 až 6 hodin výdrže na teplotě dochází k pozvolnému nárůstu pevnosti o jednotky až desítky MPa. Mez kluzu  $R_{p0,2}$  zůstává téměř nezměněna. Stejně jako bylo uvedeno v práci [22], u delších časů výdrže na teplotě (2 hod a více) se projevuje téměř nezatelný pokles meze kluzu v řádech jednotek MPa. Tento pokles meze kluzu je způsoben nárůstem velikosti zrna. Kontrakce Z a tažnost A kopírují chování pevnosti  $R_m$ . Vyznačují se nárůstem hodnot v čase do 30 min výdrže na teplotě a následným pozvolným zvyšováním až k maximálním hodnotám při době výdrže na teplotě 6 hod.

Maximální hodnoty mechanických vlastností, to znamená maximální pevnost a maximální plastické vlastnosti, jsou při čase 4 hodin výdrže na teplotě. Jako ideální délka výdrže na teplotě rozpouštěcího žihání bude pro tuto slitinu prodleva 4 hodiny.

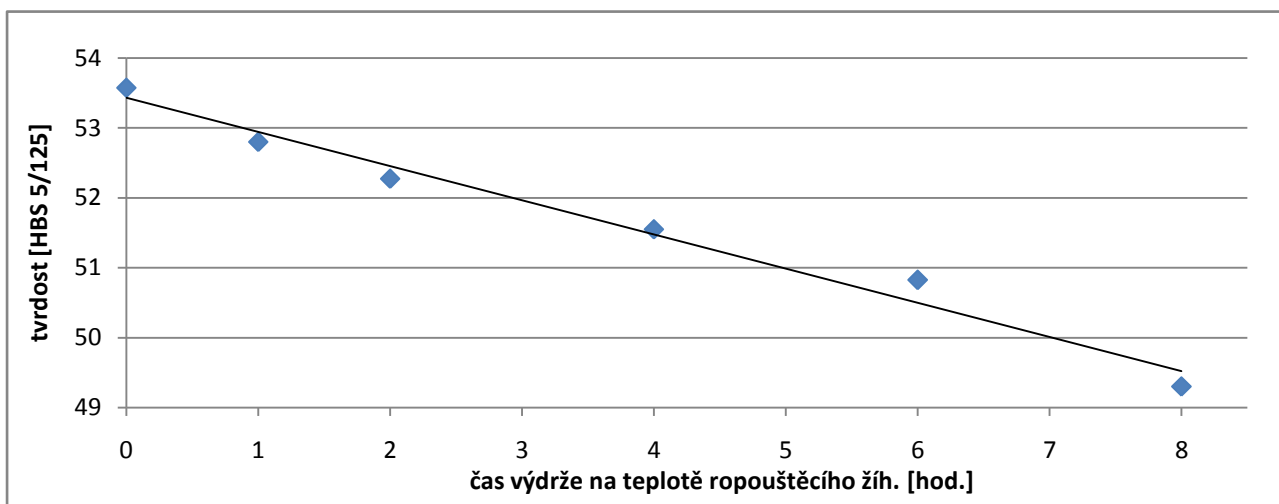
## 6.2 Měření tvrdosti

Měření tvrdosti slitiny AZ61 bylo provedeno na metalografických vzorcích. Tvrdosti jednotlivých měření jsou uvedeny v tabulce 13. Závislost tvrdosti na čase výdrže na teplotě rozpouštěcího žihání je zachycena v grafu na obrázku 21. K měření byl použit stroj Volpert-Amsler Dia Testor 2Rc. Hořčík a jeho slitiny náleží do kategorie zátěžného faktoru  $K=5$ . To znamená, že k měření bylo použito zátěžné síly  $F=1225N$  a ocelové kalené kuličky o průměru 5mm.

Tab. 13 Hodnoty naměřené tvrdosti HBS 5/125.

č. měření	S.C.- L.S.	T4-1hod	T4-2hod	T4-4hod	T4-6hod	T4-8hod
1	53,4	53,4	52,9	51,0	50,7	49,4
2	54,1	53,4	51,2	52,1	51,2	50,2
3	53,4	52,2	52,5	52,4	50,2	47,8
4	53,4	52,2	52,5	50,7	51,2	49,8
∅	53,6	52,8	52,3	51,6	50,8	49,3





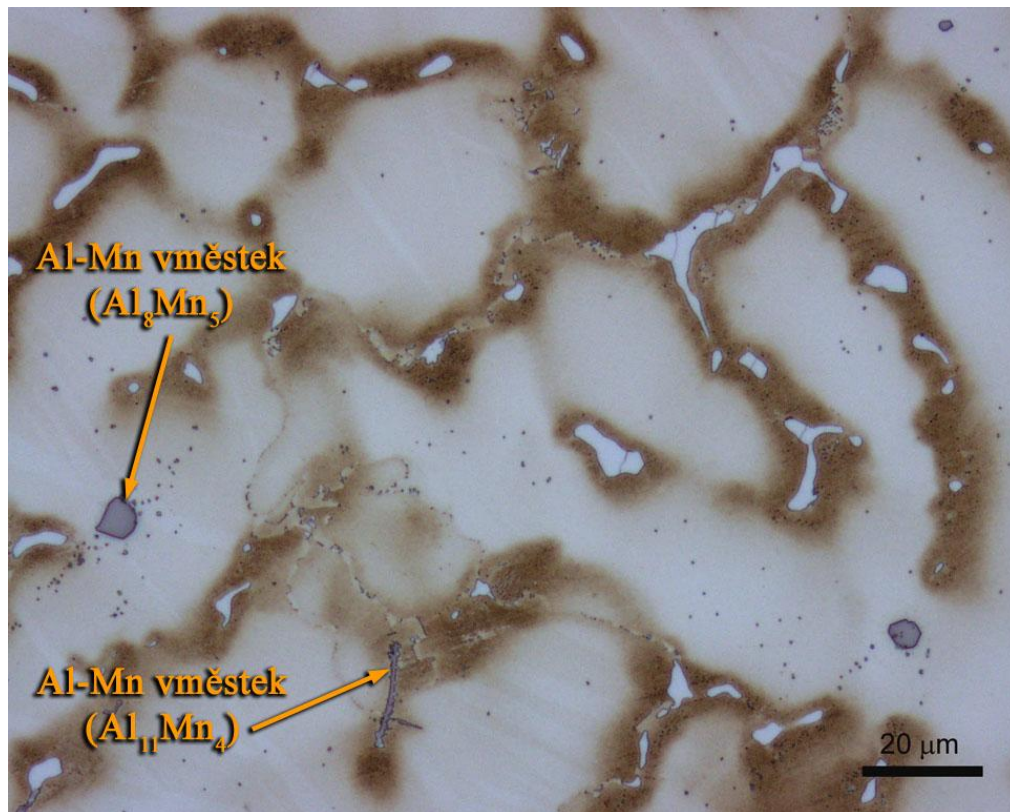
Obr. 21 Grafická závislost tvrdosti slitiny AZ61 na výdrži na teplotě při rozpouštěcím žíhání.

Tvrlosti v rozmezí hodnot 50-53 HBS 5/125 odpovídají očekávaným hodnotám pro hořčíkové slitiny. V práci [21], byly měřeny hodnoty až 60HBS. V případě této práce byl ale použit materiál s vyšší pevností a tvrdostí zpracovaný pomocí ECAP. V grafické závislosti je spojnicí trendu naznačen počáteční lineární pokles tvrdosti slitiny v závislosti na čase výdrže na teplotě rozpouštěcího žíhání. Tento počáteční lineární pokles tvrdosti by se při delších časech výdrže na teplotě zpomalil. Další pokles tvrdosti se odvíjel pouze od nárůstu velikosti zrna [1, 23].

### 6.3 Světelná mikroskopie – struktury vzorků

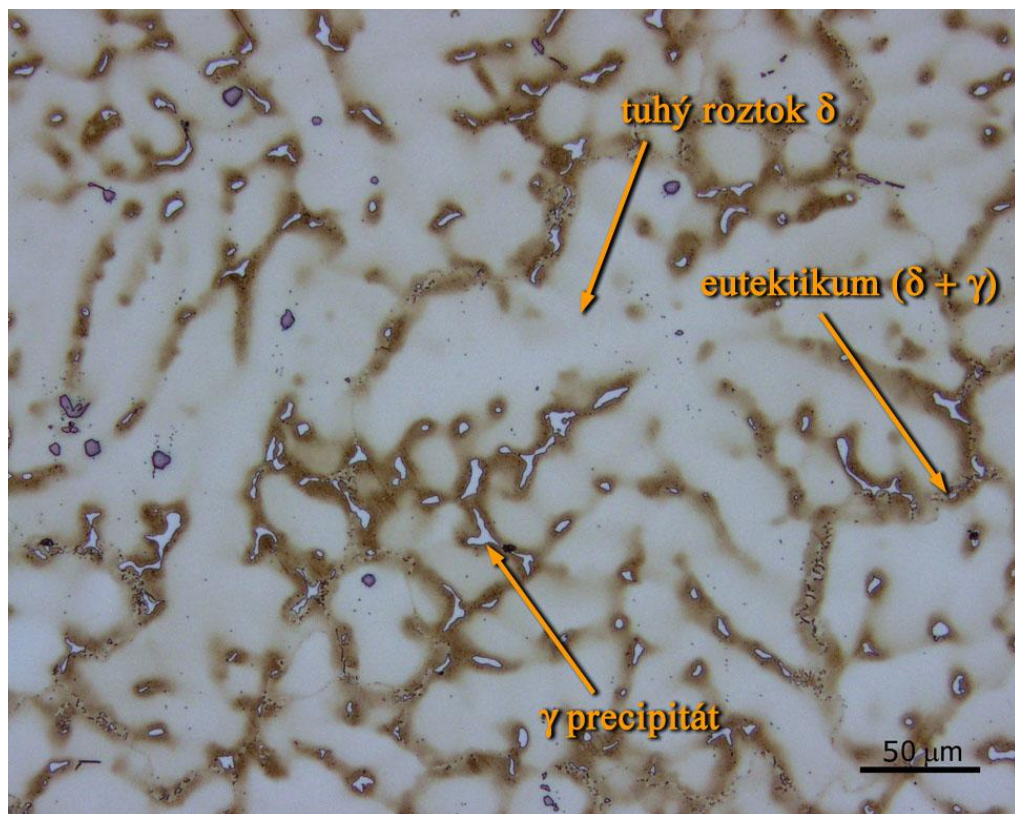
Vzorky pro světelnou mikroskopii byly připravovány podle postupu popsaného v oddílu 5.3 této práce. Připravovány byly pouze vzorky, které měly odpovídající mechanické vlastnosti. Jedná se o vzorky označené jako „Dobry“ v tabulkách 10 a 11, oddílu 6.1 této práce. Ostatní vzorky byly z dalšího zkoumání vyřazeny.

Následující fotografie byly pořízeny při pozorování metalografických vzorků ve světlém poli, jiné metody pozorování jako jsou: pozorování v tmavém poli, diferenciální interferenční kontrast nebo polarizované světlo, nepřinesly žádné nové poznatky. Pořízeny byly fotografie ve zvětšeních 100x, 200x a 500x. Menší hodnoty zvětšení nebyly vhodné, protože struktura byla příliš jemná. Fotografie ve zvětšení 1000x neměly potřebnou kvalitu díky reliéfu povrchu většímu než hloubka ostrosti, při daném zvětšení. Reliéf povrchu vzorku vznikl díky rozdílu v tvrdostech jednotlivých fází a rozdílné rychlosti jejich leštění.

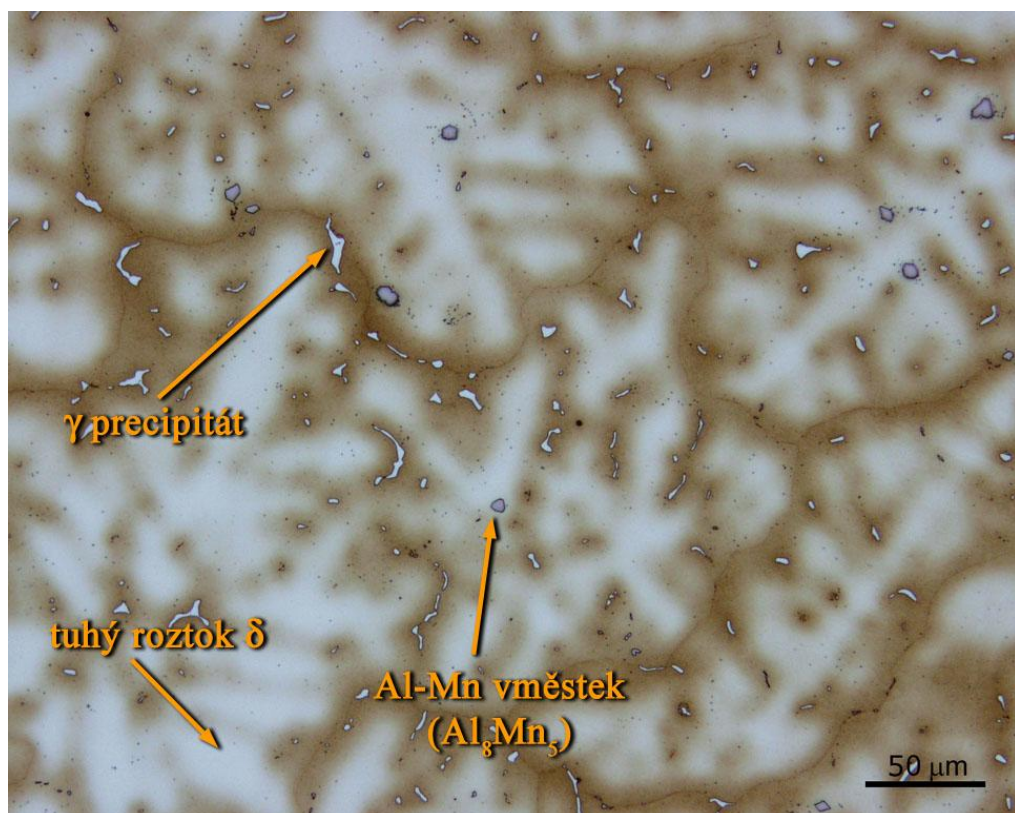


Obr. 22 Slitina AZ61, odlitá metodou Squeeze casting, litý stav, světelná mikroskopie.

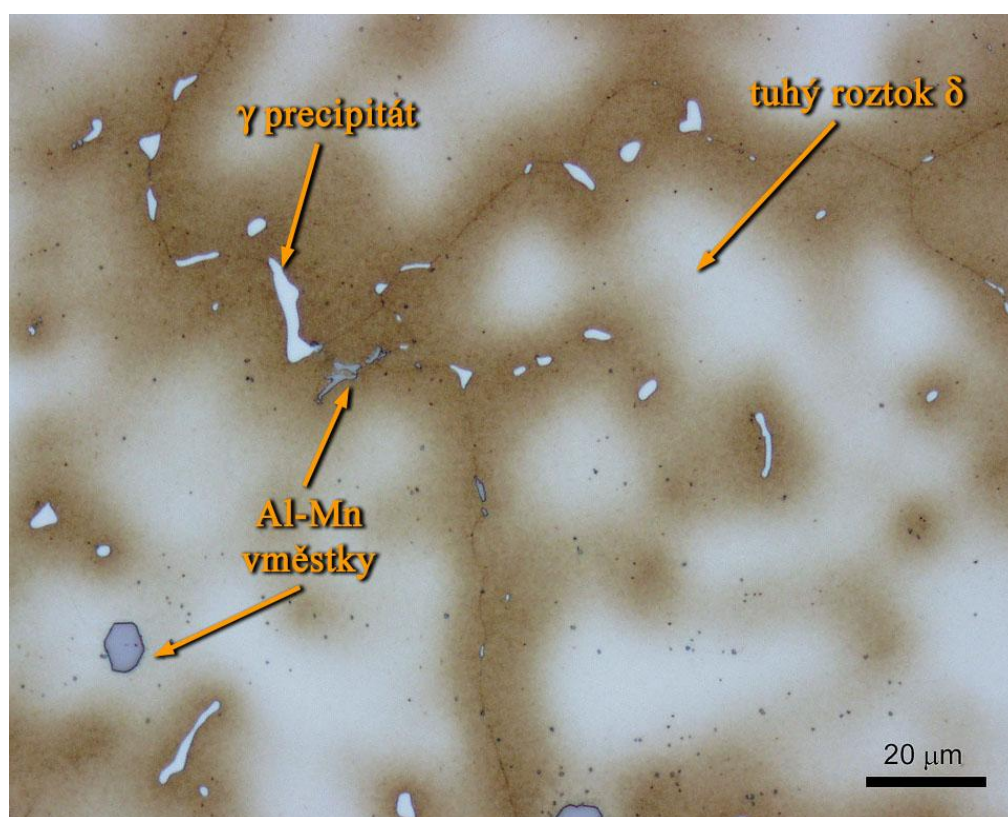
Na obrázcích 22 a 23 je struktura slitiny AZ61 v nezpracovaném, litém stavu. Stejně jako v práci [1, 22] zde možno pozorovat šedé dendritické útvary tuhého roztoku  $\delta$ , diskontinuální precipitáty  $\gamma$ , a oblasti eutektika složeného z tuhého roztoku  $\delta$  a precipitátů  $\gamma$ . Do hněda zbarvené oblasti je taktéž tuhý roztok  $\delta$ , jen s vyšším podílem hliníku a obsahem zinku. (viz obrázek 34 na straně 39 a plošné rozložení prvků v kapitole 7) Ve struktuře se vyskytují vměstky dvojího tvaru. Prvními jsou zrnité částice o velikosti asi  $5\mu\text{m}$  na bázi Al-Mn. Následná chemická analýza fází a porovnání s literaturou [22,24,25] prokázaly, že se jedná o  $\text{Al}_8\text{Mn}_5$ . Druhý druh vměstků, tenké pravděpodobně deskovité částice, byly taktéž na bázi Al-Mn. Rozdílné obsahy prvků v částici ukazují, že by se stejně jako v práci [25] mohlo jednat o  $\text{Al}_{11}\text{Mn}_4$ .



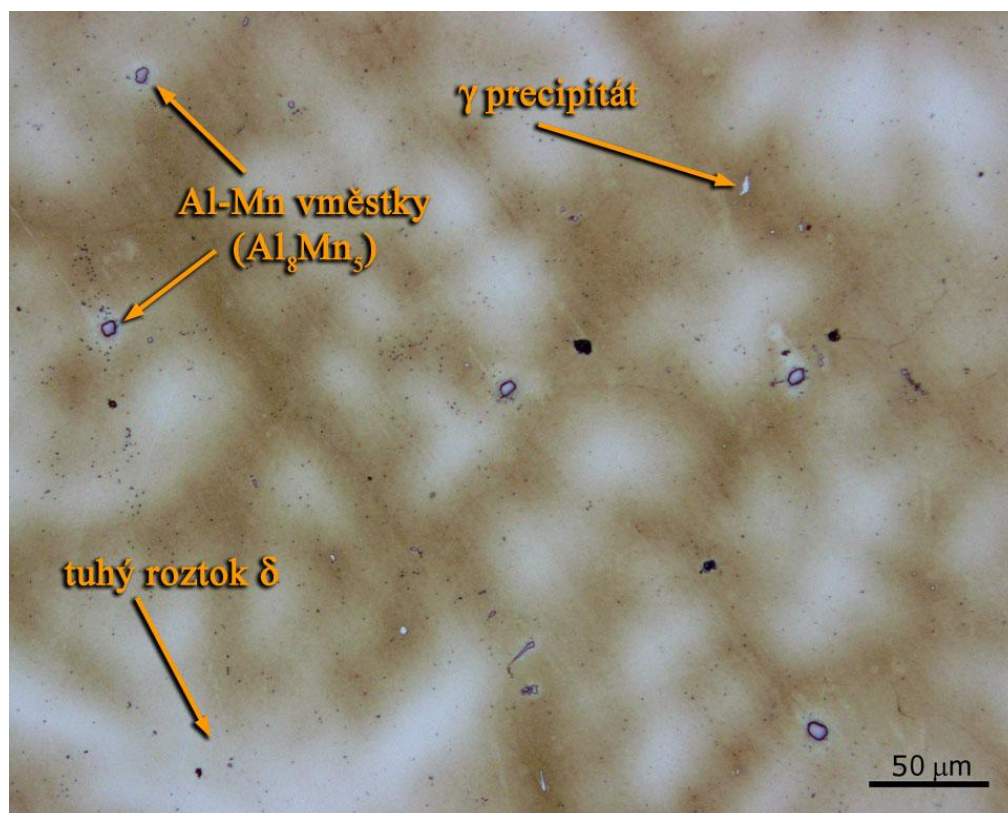
Obr. 23 Slitina AZ61, odlitá metodou Squeeze casting, litý stav, SM



Obr. 24 Slitina AZ61-T4, výdrž na teplotě 2hod, SM

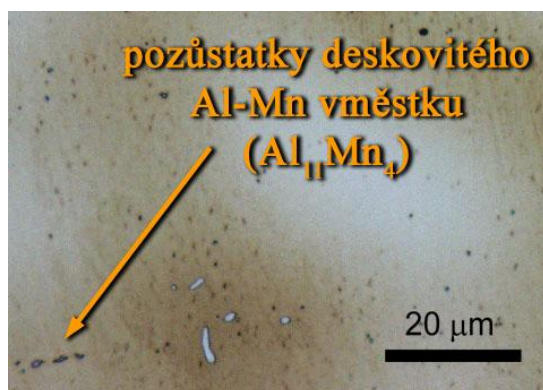


Obr 25 Slitina AZ61-T4, výdrž na teplotě 2hod, SM

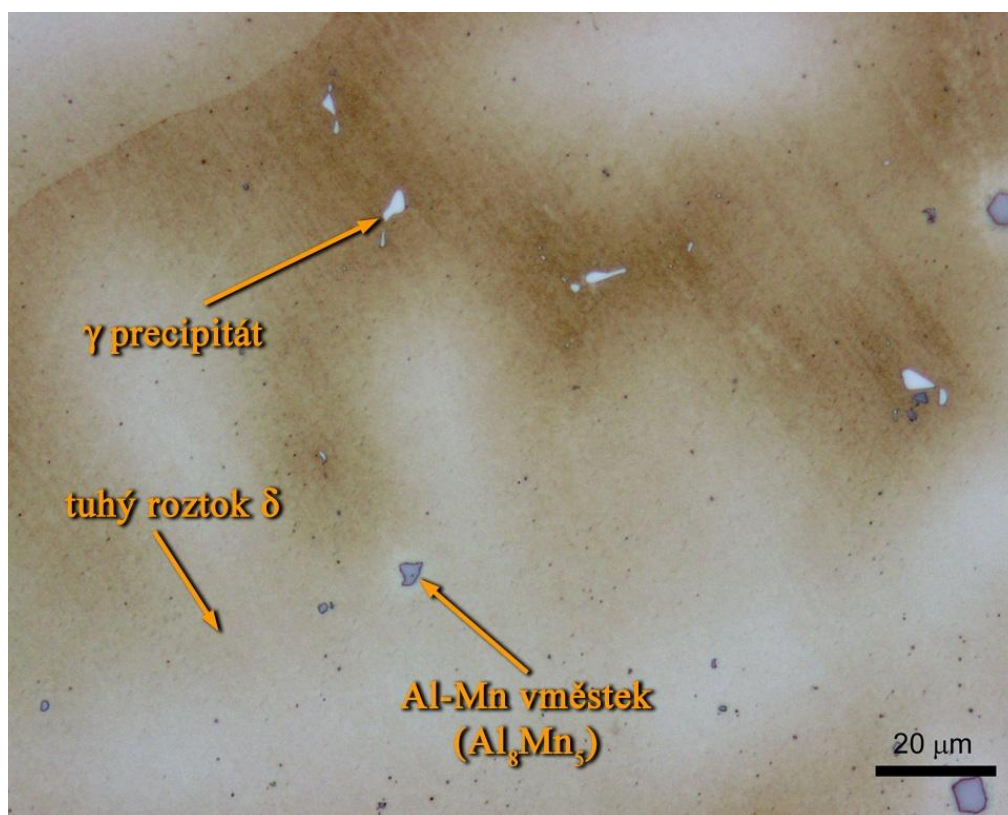


Obr. 26 Slitina AZ61-T4, výdrž na teplotě 6hod, SM

Na obrázcích 24 a 25 je slitina AZ61-T4 po dvou hodinách rozpouštěcího žhání. Na první pohled je patrné zhrubnutí struktury. Je možno zde pozorovat oblast tuhého roztoku  $\delta$  světle šedé barvy, a oblasti hnědé, které mají rozdílné chemické složení (viz plošné rozložení prvků v kapitole 7). Tyto oblasti stále kopírují tvary dendritů. Dendrity se zde ale již nevyskytují. Došlo k rozpuštění eutektika a granulaci dendritické lící struktury. Pozůstatky rozpuštěného eutektika se nacházejí na hranicích zrn v podobě malých částic  $\gamma$  fáze. Částice  $\gamma$  precipitátu se také rozpouštějí a jejich objem se na první pohled zmenšil. Naproti tomu vměstky na bázi Al-Mn se nijak nezmenšily a stále se ve struktuře vyskytují.



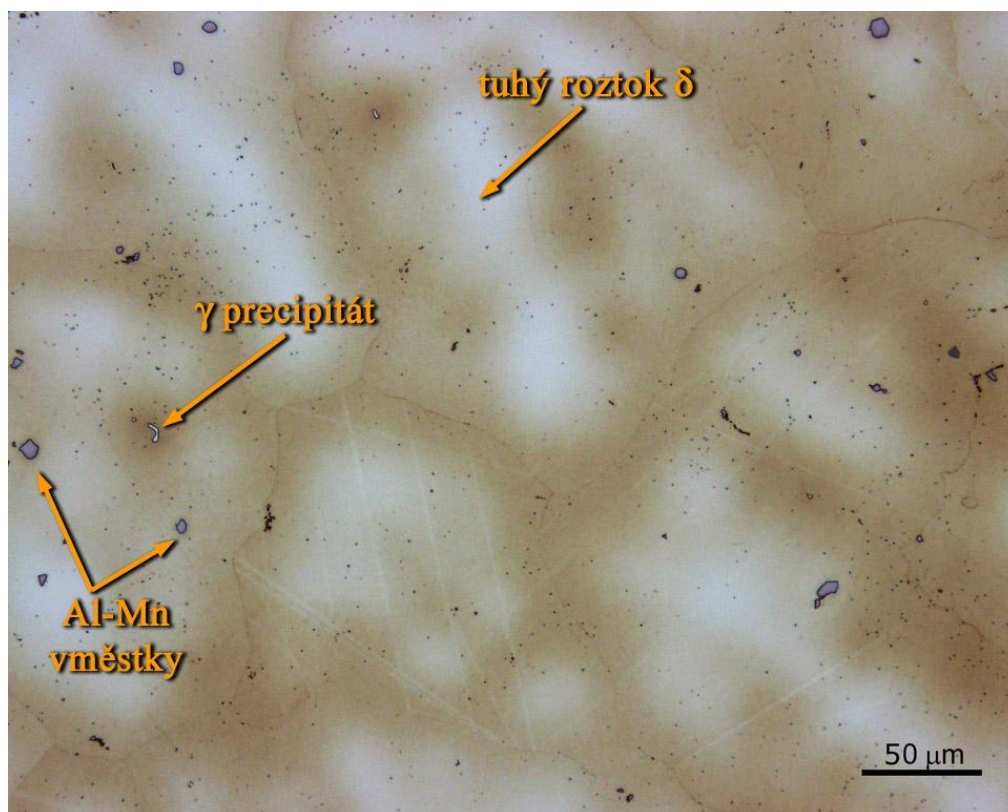
Obr. 27 Částice Al-Mn, výřez z fotografie, AZ61-T4 6hod, SM



Obr. 28 Slitina AZ61-T4, výdrž na teplotě 6hod, SM

Obrázky 26 a 28 zachycují strukturu po rozpouštěcím žhání s výdrží na teplotě 6 hodin. Tuhý roztok nyní tvoří naprostou většinu objemu vzorku. Struktura dále hrubne. Díky difúznímu pohybu

částic legujících prvků, se rozdíl v chemickém složení tuhého roztoku začínají ztrácet. Jemné  $\gamma$  precipitáty, které zůstaly na hranicích zrn po rozpuštění eutektika, se již rozpustily. Ve struktuře se nadále vyskytují jen původně velké částice  $\gamma$  precipitátu, ale i ty se už téměř zcela rozpustily. Velké zrnité vměstky na bázi Al-Mn se nijak nerozpouští a zdá se, že zůstávají neměnné. Pozorované skutečnosti jsou v souladu s prací [26]. Druhý druh částic na bázi Al-Mn, (deskovité částice, pravděpodobně  $Al_{11}Mn_4$ ) se zdá se pozvolna rozpadají na velmi drobné zrnité částice. Tato skutečnost je ale pouze domněnkou, která se bohužel nedá ověřit. Vzniklé částice jsou již příliš malé pro EDS analýzu. (viz obrázek 27)



Obr. 29 Slitina AZ61-T4, výdrž na teplotě 8hod, SM

Obrázek 29 zachycuje strukturu po osmi hodinách rozpouštěcího žíhání. Struktura je nyní tvořena prakticky jen tuhým roztokem  $\delta$  a vměstky na bázi Al-Mn. Ve struktuře se vyskytují poslední zbytky, dosud ještě nerozpuštěného,  $\gamma$  precipitátu. Pozorované výsledky odpovídají závěrům dosaženým v práci [26].

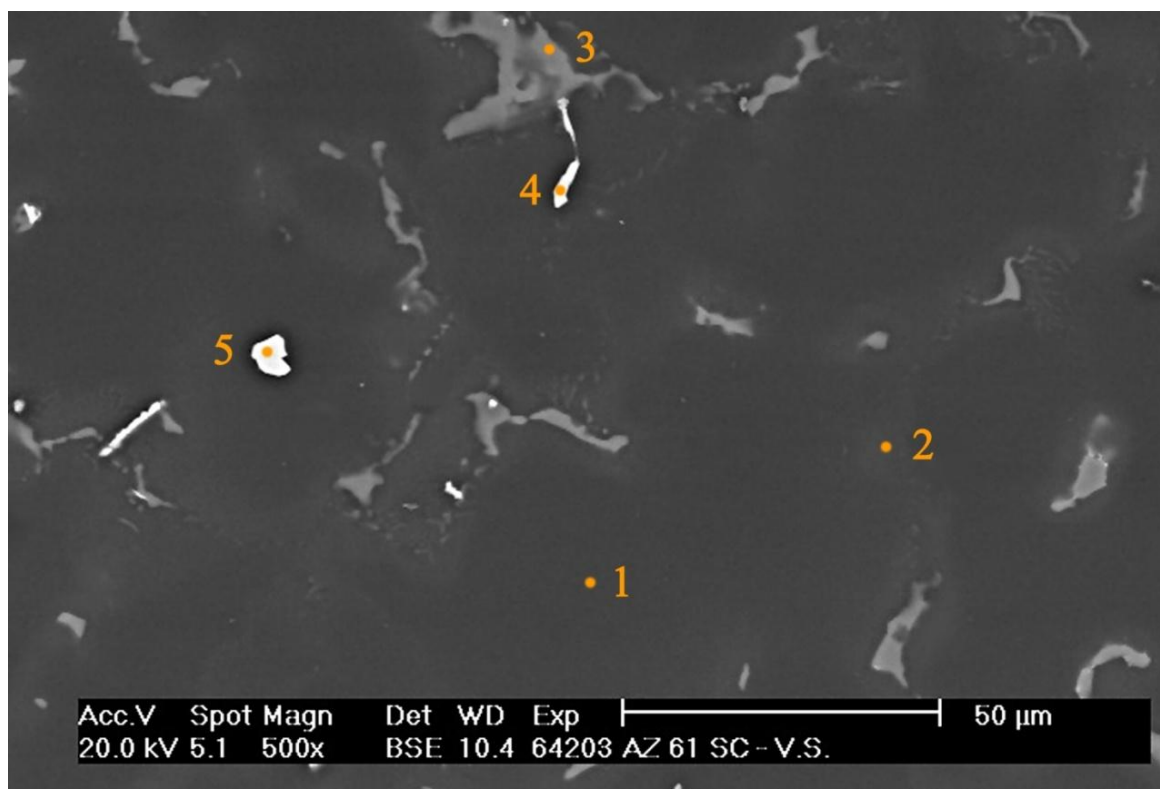
Pozn.:

- Malé tečky na obrázcích 22 – 29 je koroze na povrchu nalepeného vzorku. I když bylo postupováno kus po kuse. Způsobem kdy, jeden vzorek byl naleptán a okamžitě nafocen, nepodařilo se vzniku těchto artefaktů zabránit.
- Světlé rovné čáry vyskytující se na obrázcích 23 a 29 nejsou žádnou fází vyskytující se ve struktuře. Po konzultaci s lidmi připravujícími vzorky ze slitin hořčíku bylo zkonstatováno, že se pravděpodobně jedná o odlupující se svrchní vrstvu naleptaného povrchu. Tento jev byl pozorován pouze ve spojitosti s použitým leptadlem kyselinou Pikrovou.

## 6.4 Chemická analýza vyskytujících se fází

Analýza fází byla prováděna na metalografickém vzorku. Aby bylo dosaženo nezbytné vodivosti povrchu, byly vzorky napařeny uhlíkem. Úkolem této části práce bylo pomocí chemického složení jednoznačně identifikovat a pojmenovat jednotlivé fáze vyskytující se ve struktuře. Dále identifikovat fáze, které se během žhání rozpouští a které zůstávají neměnné. Bohužel ne u všech měřených fází bylo možné spolehlivě kvantifikovat výsledky. U těch, které měly velikost menší jako je minimální rozlišitelná vzdálenost, bylo měření použito jen ke kvalitativní analýze vyskytujících se prvků. Pro pojmenování takovýchto fází byla použita literatura.

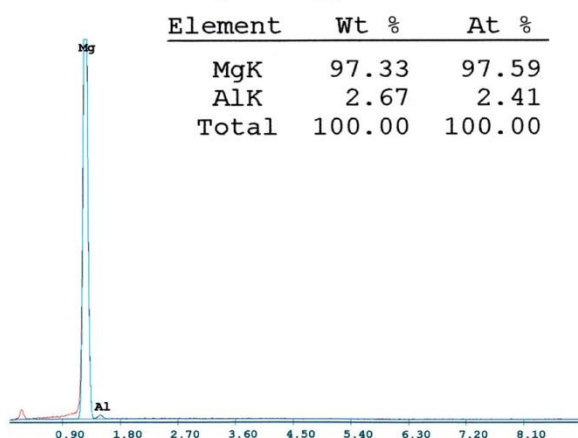
AZ61 (litý stav):



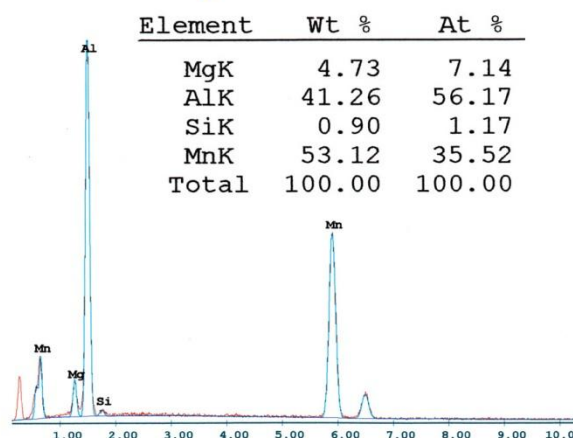
Obr. 30 Slitina AZ61, odlitá metodou Squeeze casting, litý stav, REM

Na obrázku 30 je slitina AZ61 ve výchozím, litém stavu vyfotografovaná na rastrovacím elektronovém mikroskopu. Na této fotografii jsou vyznačena místa s čísly 1 až 5. Spektra a kvantifikované obsahy prvků v jednotlivých místech (obrázky 31, 32, 33 a 34) jsou dále používána k výpočtům.

### místo 1, tuhý roztok $\delta$



### místo 5, vměstek Al-Mn



Obr. 31 Naměřená spektra a kvantifikované obsahy prvků na místě 1 a 5.

#### Příklad výpočtu:

Na obou spektrech je obsažen Mg i Al proto je nutné vyčíslit, jaké množství Al z celkového se nachází na měřených místech.

→ Určení poměru  $\frac{at\% (Mg)}{at\% (Al)}$  v tuhém roztoku  $\delta$ :

$$\frac{at\% (Mg)_\delta}{at\% (Al)_\delta} = \frac{97,59}{2,41} = \mathbf{40,9 [-]}$$

→ Obsah Al v tuhém roztoku  $\delta$ , vypočtený z analýzy Al-Mn částice:

$$\frac{at\% (Mg)_{\text{částice}}}{x} = \frac{at\% (Mg)_\delta}{at\% (Al)_\delta} \rightarrow$$

$$\rightarrow x = \frac{at\% (Mg)_{\text{částice}}}{40,9} = \mathbf{0,176 [\%]}$$

→ Určení poměru  $\frac{at\% (Al)}{at\% (Mn)}$  v částici:

$$\frac{at\% (Al)_{\text{částice}} - x}{at\% (Mn)_{\text{částice}}} = \frac{56,17 - 0,176}{35,52} = \mathbf{1,58 [-]}$$

→ Dle literatury [18] se mohou ve slitinách Mg mimo jiné vyskytovat tyto fáze: (viz tabulka 14)

Tab. 14 Poměry Al a Mn v jednotlivých sloučeninách

Částice:	$\frac{at\% (Al)}{at\% (Mn)}$
Al <sub>4</sub> Mn	4
Al <sub>11</sub> Mn <sub>4</sub>	2,75
Al <sub>8</sub> Mn <sub>5</sub>	1,6
AlMn	1

→ **Analyzovaná částice na místě 5 je asi Al<sub>8</sub>Mn<sub>5</sub>.**



Pro stanovení zda je měření důvěryhodné je potřeba ověřit není-li měřená částice menší než rozlišovací schopnost při daném měření.

→ Rozlišovací schopnost: 
$$\Delta\rho = 0,02 \cdot \frac{\varnothing Z + 8}{\varnothing Z^2} \cdot \varnothing V_A \cdot U^2 \cdot \left(1 + \frac{1}{\sin\varphi}\right) \quad [19]$$

$\varnothing Z$  - průměrné atomové číslo

$\varnothing V_A$  - průměrný atomární objem [ $\text{cm}^3/\text{mol}$ ]

$U$  - urychlovací napětí [kV]

$\varphi$  - výstupní úhel analyzátoru

→ Průměrné atomové číslo  $\varnothing Z$ : 
$$\varnothing Z = \sum \frac{\text{wt}\%_i}{100} \cdot Z_i = \frac{\text{wt}\%(Mg)}{100} \cdot Z_{Mg} + \frac{\text{wt}\%(Al)}{100} \cdot Z_{Al} + \frac{\text{wt}\%(Si)}{100} \cdot Z_{Si} + \frac{\text{wt}\%(Mn)}{100} \cdot Z_{Mn}$$

$$Z_{Mg} = 12$$

$$Z_{Al} = 13$$

$$Z_{Si} = 14$$

$$Z_{Mn} = 25$$

$$\varnothing Z = \frac{4,73}{100} \cdot 12 + \frac{41,26}{100} \cdot 13 + \frac{0,9}{100} \cdot 14 + \frac{53,12}{100} \cdot 25 = \mathbf{19,337[-]}$$

→ Atomární objem  $V_A$ : 
$$V_A = \frac{A_r}{\rho} = \frac{\text{relativní atomová hmotnost [mol/g]}}{\text{hustota [\rho]}}$$

$$A_r(Mg) = 24,305 \text{ [mol/g]}$$

$$A_r(Al) = 26,982 \text{ [mol/g]}$$

$$A_r(Si) = 28,086 \text{ [mol/g]}$$

$$A_r(Mn) = 54,938 \text{ [mol/g]}$$

$$V_A(Mg) = \frac{24,305}{1,74} = 13,968 \text{ [cm}^3/\text{mol]}$$

$$V_A(Al) = \frac{26,982}{2,7} = 9,993 \text{ [cm}^3/\text{mol]}$$

$$V_A(Si) = \frac{28,086}{2,33} = 12,054 \text{ [cm}^3/\text{mol]}$$

$$V_A(Mn) = \frac{54,938}{7,43} = 7,394 \text{ [cm}^3/\text{mol]}$$

$$\rho(Mg) = 1,74 \text{ [g/cm}^3\text{]}$$

$$\rho(Al) = 2,7 \text{ [g/cm}^3\text{]}$$

$$\rho(Si) = 2,33 \text{ [g/cm}^3\text{]}$$

$$\rho(Mn) = 7,43 \text{ [g/cm}^3\text{]}$$

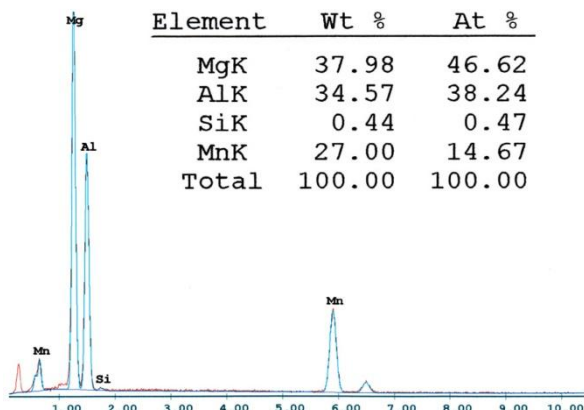
→ Průměrný atomární objem  $\varnothing V_A$ : 
$$\varnothing V_A = \sum \frac{\text{at}\%_i}{100} \cdot V_{A_i} = \mathbf{9,378 \text{ [cm}^3/\text{mol}]}$$

→ Rozlišovací schopnost  $\Delta\rho$ : 
$$\Delta\rho = 0,02 \cdot \frac{19,337+8}{19,337^2} \cdot 9,378 \cdot 20^2 \cdot \left(1 + \frac{1}{\sin 35,4^\circ}\right) = \mathbf{3,344 \mu m}$$

→ Velikost částice  $d$ : 
$$d = \mathbf{5,68 \mu m} \quad d > \Delta\rho$$

Velikost částice  $d$  je větší než minimální rozlišitelný rozměr částice  $\Delta\rho$  při daném měření, chemickém složení částice a tuhého roztoku a distribuci prvků mezi částicí a tuhým roztokem. Proto výsledek tohoto měření byl správný a měřená částice byla skutečně  $\text{Al}_8\text{Mn}_5$ . Obdobného výsledku bylo dosaženo i v práci [25].

### místo 4, vměstek Al-Mn



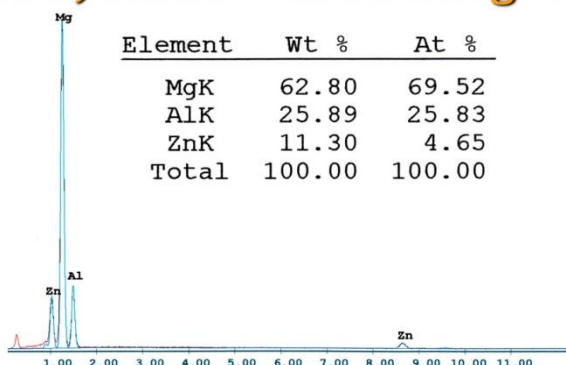
Obr. 32 Naměřené spektrum a kvantifikované obsahy prvků na místě 4.

Tab. 15 Výsledky výpočtu pro místo měření 4.

Stav slitiny	místo č.:	$\frac{Al}{Mn}$ v částici: [-]	Částice:	$\varnothing Z$ [cm <sup>3</sup> /mol]	$\varnothing V_A$ [cm <sup>3</sup> /mol]	$\Delta\rho$ [μm]	velikost částice d: [μm]
výchozí	4	2,53	asi Al <sub>11</sub> Mn <sub>4</sub>	15,863	11,475	5,307	1,93

V tabulce 15 jsou stručně uvedeny výsledky výpočtů pro místo měření 4. Z těchto výsledků vyplývá: Velikost částice d je menší než minimální rozlišitelný rozměr částice  $\Delta\rho$  při daném měření, chemickém složení částice a tuhého roztoku a distribuci prvků mezi částicí a tuhým roztokem. Proto výsledek tohoto měření nemůže být brán jako úplně správný výsledkem tohoto měření je pouze naměřené spektrum a konstatování, že se jedná o vměstek na bázi Al-Mn.

### místo 3, částice na bázi Mg-Al-Zn



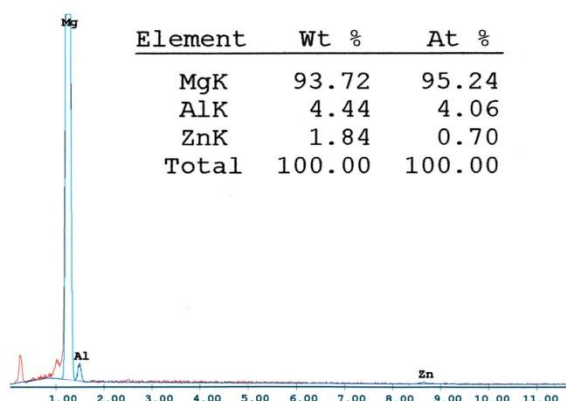
Obr. 33 Naměřené spektrum a kvantifikované obsahy prvků na místě 3.

Tab. 16 Výsledky výpočtu pro místo měření 3.

Stav slitiny	místo č.:	$\frac{Al}{Mg}$ v částici: [-]	Částice:	$\varnothing Z$ [cm <sup>3</sup> /mol]	$\varnothing V_A$ [cm <sup>3</sup> /mol]	$\Delta\rho$ [μm]	velikost částice d: [μm]
výchozí	3	0,35	asi Mg <sub>17</sub> (Al,Zn) <sub>12</sub> nebo Mg <sub>21</sub> (Al,Zn) <sub>17</sub>	14,292	12,718	6,769	3,89

V tabulce 16 jsou stručně uvedeny výsledky výpočtů pro místo měření 3. Z těchto výsledků vyplývá: Velikost částice d je menší než minimální rozlišitelný rozměr částice  $\Delta\rho$ . Proto výsledek tohoto měření nemůže být brán jako úplně správný výsledkem tohoto měření je pouze naměřené spektrum a konstatování, že se jedná o fázi na bázi Mg-Al-Zn. V literatuře [21,24,27] jsou zmíněny výskyty obou z uvedených druhů fází.

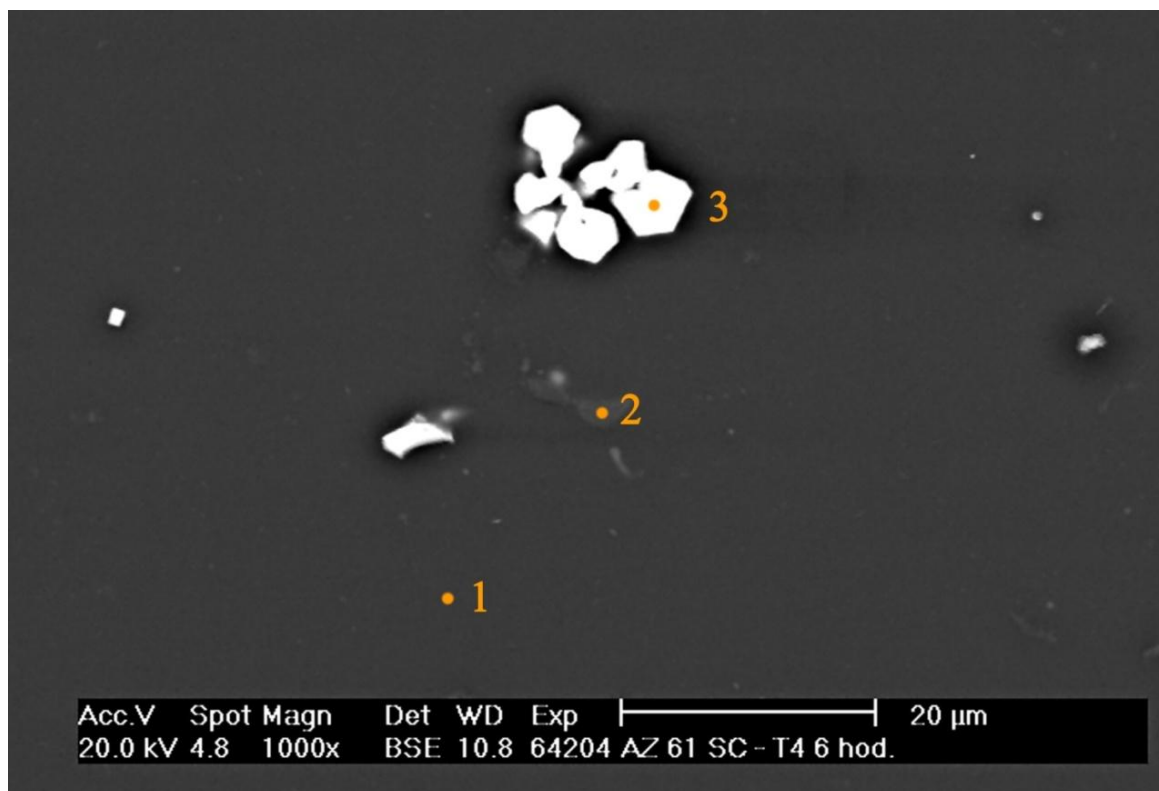
### místo 2, tuhý roztok $\delta$



Obr. 34 Naměřené spektrum a kvantifikované obsahy prvků na místě 2.

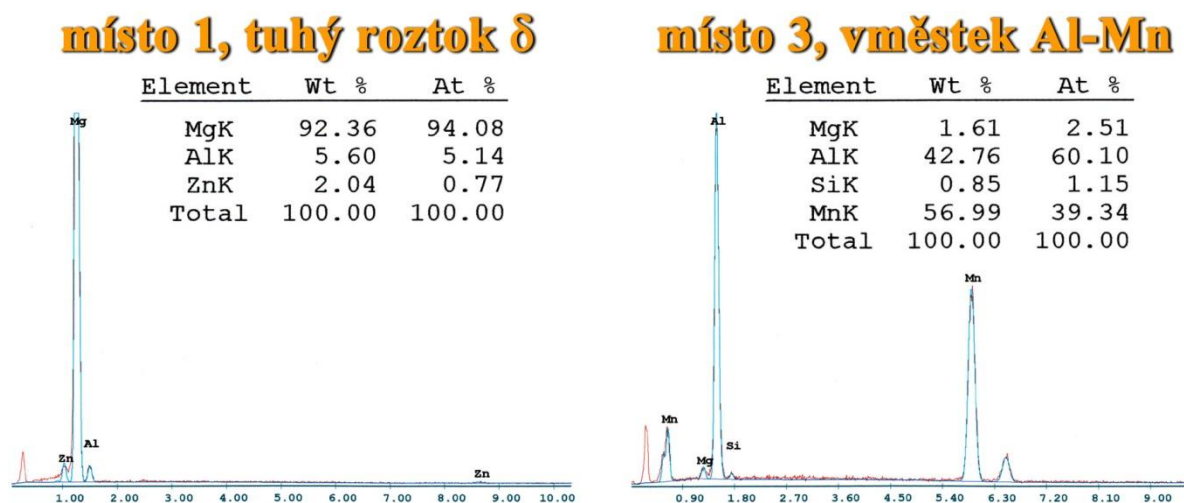
V kapitole 6.3 byly zmíněny oblasti v tuhém roztoku s odlišným chemickým složením. V těchto oblastech se vyskytuje větší obsah hliníku a nachází se zde i malé množství zinku. Chemické složení a odpovídající spektrum energií je uvedeno na obrázku 34. Plošné rozložení prvků viz kapitola 7.

AZ61 – T4 (rozpouštěcí žihání 6 hodin):



Obr. 35 Slitina AZ61 – T4 (rozpouštěcí žihání 6 hod), REM

Na obrázcích 35 a 38 je slitina AZ61-T4 po šesti hodinách rozpouštěcího žihání. Fotografie byly pořízeny na rastrovacím elektronovém mikroskopu. Na těchto fotografiích jsou vyznačena místa s čísly 1 až 4. Spektra a kvantifikované obsahy prvků v jednotlivých místech (obrázky 36,37, 39) jsou dále používána k výpočtům.



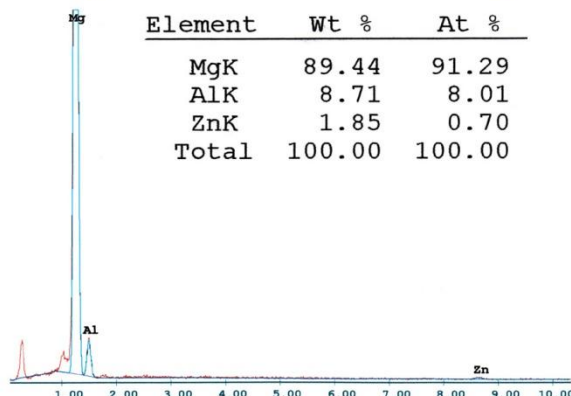
Obr. 36 Naměřená spektra a kvantifikované obsahy prvků na místě 1 a 3.

Tab. 17 Výsledky výpočtu pro místo měření 3.

Stav slitiny	místo č.:	$\frac{Al}{Mn}$ v částici: [-]	Částice:	$\varnothing Z$ [cm <sup>3</sup> /mol]	$\varnothing V_A$ [cm <sup>3</sup> /mol]	$\Delta\rho$ [μm]	velikost částice d: [μm]
T4	3	1,52	asi Al <sub>8</sub> Mn <sub>5</sub>	19,998	9,265	3,139	6,21

V tabulce 17 jsou stručně uvedeny výsledky výpočtů pro místo měření 3. Z těchto výsledků vyplývá: Velikost částice d je větší než minimální rozlišitelný rozměr částice  $\Delta\rho$  při daném měření. Proto výsledek tohoto měření může být brán jako správný a měřený vměstek na místě 3 je Al<sub>8</sub>Mn<sub>5</sub>.

### místo 2, částice na bázi Mg-Al-Zn

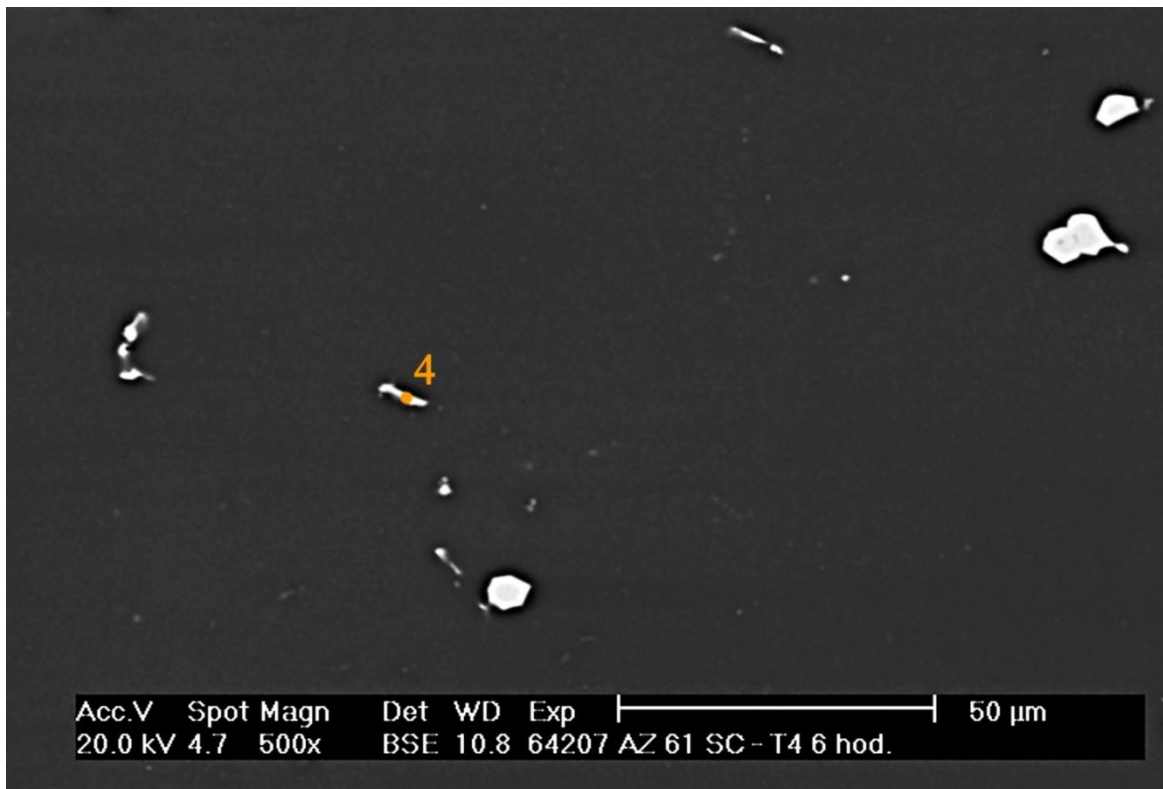


Obr. 37 Naměřené spektrum a kvantifikované obsahy prvků na místě 2.

Tab. 18 Výsledky výpočtu pro místo měření 2.

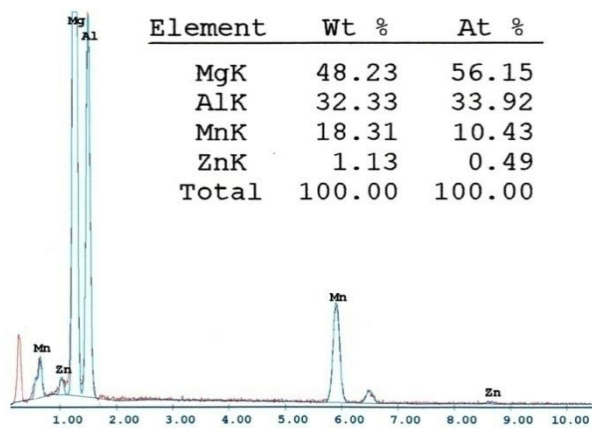
Stav slitiny	místo č.:	$\frac{Al}{Mg}$ v částici: [-]	Částice:	$\varnothing Z$ [cm <sup>3</sup> /mol]	$\varnothing V_A$ [cm <sup>3</sup> /mol]	$\Delta\rho$ [μm]	velikost částice d: [μm]
T4	2	18,3	asi Mg <sub>17</sub> (Al,Zn) <sub>12</sub> nebo Mg <sub>21</sub> (Al,Zn) <sub>17</sub>	12,42	13,616	8,723	0,48

V tabulce 18 jsou stručně uvedeny výsledky výpočtů pro místo měření 2. Z těchto výsledků vyplývá: Velikost částice d je menší než minimální rozlišitelný rozměr částice  $\Delta\rho$ . Proto výsledek tohoto měření nemůže být brán jako úplně správný výsledkem tohoto měření je pouze naměřené spektrum a konstatování, že se jedná o fázi na bázi Mg-Al-Zn. Literatura [21,24,27] hovoří o výskytu obou z výše zmíněných druhů fází ve slitinách systému Mg-Al-Zn.



Obr. 38 Slitina AZ61 – T4 (rozpouštěcí žihání 6 hod), REM

### místo 4, vměstek Al-Mn



Obr. 39 Naměřené spektrum a kvantifikované obsahy prvků na místě 4.

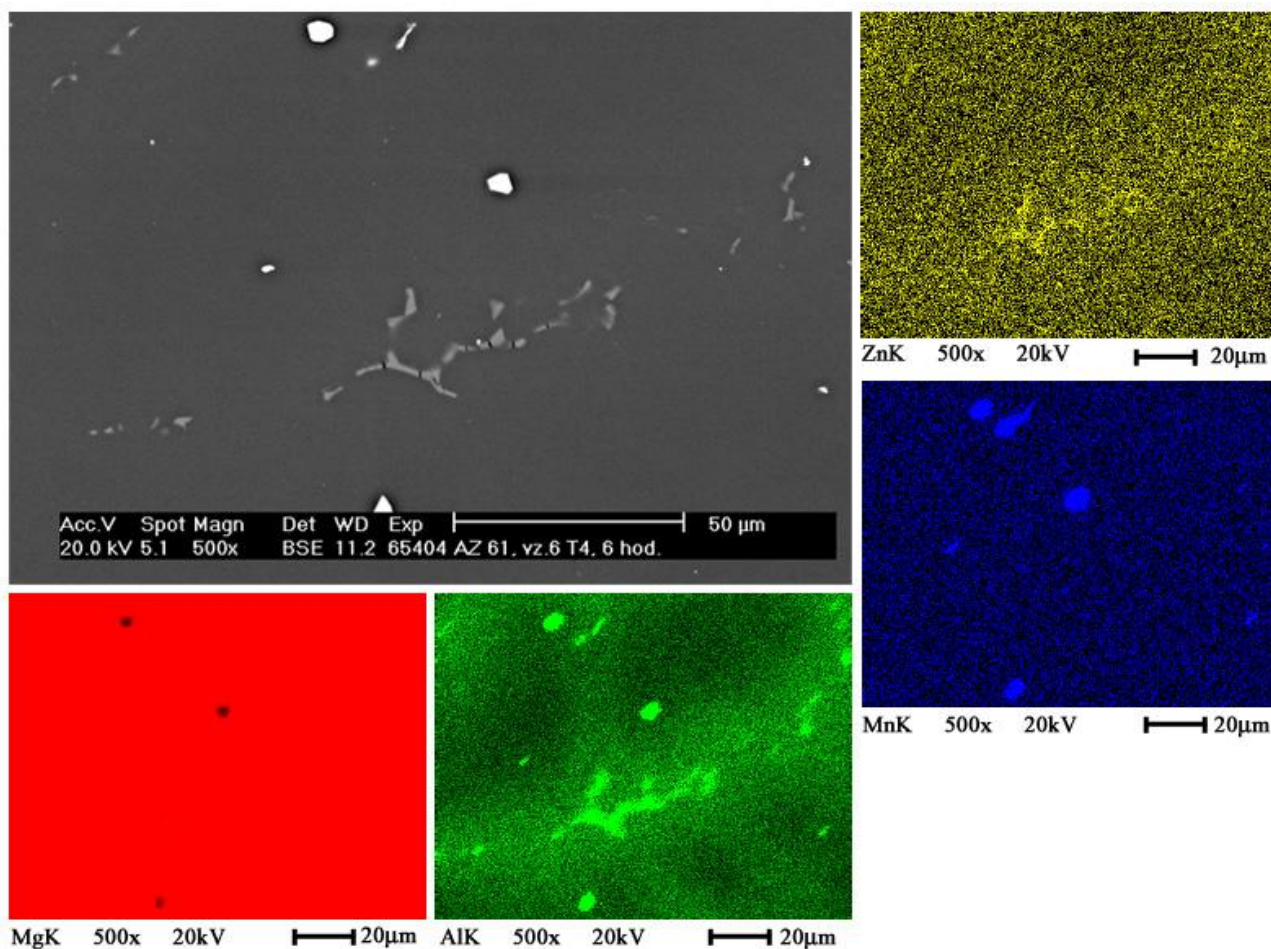
Tab. 19 Výsledky výpočtu pro místo měření 4.

Stav slitiny	místo č.:	$\frac{Al}{Mn}$ v částici: [-]	Částice:	$\phi_Z$ [cm <sup>3</sup> /mol]	$\phi_{V_A}$ [cm <sup>3</sup> /mol]	$\Delta\rho$ [μm]	velikost částice d: [μm]
T4	4	2,96	asi Al <sub>11</sub> Mn <sub>4</sub>	14,568	12,004	6,187	1,4

V tabulce 19 jsou stručně uvedeny výsledky výpočtů pro místo měření 4. Z těchto výsledků vyplývá: Velikost částice d je menší než minimální rozlišitelný rozměr částice  $\Delta\rho$  při daném měření, proto výsledek tohoto měření nemůže být brán jako úplně správný. Výsledkem tohoto měření je pouze naměřené spektrum a konstatování, že se jedná o vměstek na bázi Al-Mn.

### 6.5 Plošné rozložení prvků

V kapitole 6.3 byly zmíněny oblasti tuhého roztoku  $\delta$  o rozdílném chemickém složení. Na obrázku 34 v kapitole 6.4 je provedena bodová mikroanalýza této oblasti. Tyto zmíněné věci jsou jen domněnkou pokud je nepotvrdí měření na větší ploše vzorku. Z tohoto důvodu byla provedena EDS analýza v módu plošného rozložení prvků. (viz obrázek 40)



Obr. 40 Plošné rozložení prvků, AZ61-T4 6hod, REM/EDS

Z analýzy plošného rozložení prvků je patrné, že i po rozpuštění  $\gamma$  fáze heterogenita chemického složení zůstává neměnná. Pro zrovnoměrnění rozložení prvků by muselo být provedeno homogenizační žíhání, které díky mnohem delší výdrž na teplotě zajistí dostatek času pro difúzní pohyb prvků.



## 7 Závěry

Z provedených měření na slitině AZ61 ve výchozím stavu a po rozpouštěcím žíhání vyplývají tato závěry:

- 1) Analýza chemického složení potvrdila, že se jedná o slitinu AZ61. Současně byly zjištěny vyšší obsahy Zn, Mn, Si a Fe než povoluje norma.
- 2) Slitina AZ61-T4 má vyšší pevnost a lepší plastické vlastnosti než stejná slitina po odlití.
- 3) Při časech výdrže více jako 2 hodiny klesá smluvní mez kluzu díky růstu velikosti zrna.
- 4) Jako ideální výdrž na teplotě při rozpouštěcím žíhání slitina AZ61 byla stanovena doba 4 hodiny.
- 5) Hodnoty mechanických vlastností slitiny zpracované na 8-16 hodin byly nižší kvůli výskytu oxidických plén v testovaném průřezu vzorku.
- 6) Měření tvrdosti na vzorcích vykazuje počáteční pokles tvrdosti během rozpouštěcího žíhání rychlostí asi 0,5 HBS / hodinu.
- 7) Při pozorování struktur s použitím světelné mikroskopie bylo pozorováno rozpouštění  $\gamma$  částic a eutektika.
- 8) V průběhu rozpouštěcího žíhání docházelo k viditelnému hrubnutí zrna.
- 9) Vměstky na bázi Al-Mn zůstaly neměnné a při rozpouštěcím žíhání se nerozpouští.
- 10) Chemická analýza fází s použitím mikroanalyzátoru EDAX identifikovala větší polygonální vměstky  $Al_8Mn_5$  a fáze na bázi Al-Mg, které se při žíhání rozpouští. Ostatní částice byly svou velikostí pod mezí rozlišitelnosti.
- 11) Analýza plošného rozložení prvků potvrdila, že rozpouštěcí žíhání při 380°C/6hod nemá vliv na chemickou heterogenitu slitiny AZ61.

## 8 Seznam použité literatury

- [1] AVEDESIAN, M. M.; BAKER, H. *Magnesium and Magnesium Alloys*. Materials Park OH : ASM International, 1999. 298 s. ISBN 0-87170-657-1.
- [2] SVOZIL, L. *Struktura a vlastnosti vybraných hořčkových slitin na odlitky*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2008. 38 s. Vedoucí bakalářské práce: prof. Ing. Tomáš Podrábský, CSc.
- [3] DRAPAL, J., et al. *Hořčík, jeho slitiny a binární systémy hořčík - příměs*. Ostrava : Vysoká škola báňská - TU Ostrava, 2004. 172 s. ISBN 80-248-0579-0.
- [4] PTÁČEK, L a kol.: *Nauka o materiálu II.*, Akademické nakladatelství CERM, Brno, 1999.
- [5] KRUML, T.; MICHEL, J.-P. *Úvod do teorie dislokací*. Brno : Vysoké učení technické v Brně, 2009. 59 s.
- [6] HOUSH, S.; MIKUCKI, B.; STEVENSON, A. *ASM Metals Handbook Volume 02 : Properties and Selection Nonferrous Alloys and Special Purpose Material*. 2. Materials Park OH : ASM International, 1990. 3470 s. ISBN 0-87170-378-5.
- [7] ROUČKA, J. *Metalurgie neželezných slitin*. Brno : CERM, 2004. 148 s. ISBN 80-214-2790-6.
- [8] *Ekocentrum 2007*, Ekocentrum aplikovaného výzkumu, Brno, sborník konference, str. 9, 59, 77, 85, 87, 111.
- [9] PODRABSKY, T. *Koroze Mg (podkladový materiál)*, Brno, 2007. 1s.
- [10] ZÚBEROVÁ, Z. *Mechanické vlastnosti hořčkové slitiny AZ31*. Brno, 2004. 40 s. Diplomová práce. VUT Brno.
- [11] SMOLA, B., et al. *Phasetransformations due to isochronal annealing of Mg-rare earth-Sc-Mn squeeze cast alloy*. Z. Metall 5/2003, pp. 553-558
- [12] STULÍKOVÁ, I., et al. *Machanical properties and creep of Mg-rare earth-Sc-Mn squeeze cast alloy*. Mat.-wiss. u., Werkstofftech , 2003, pp. 102-108
- [13] STULÍKOVÁ, I., SMOLA, B., MORDIKE, B.L. *New hight temperature creep resitant Mg-Y-Nd-Sc-Mn alloy*. physica status solidi (a) 190, 2002. R4-R6.
- [14] *Kovové materiály*, Bratislava 2007, roč.3, č. 45, s. 115, 129, 135.
- [15] MORDIKE, B.L., EBERT, T. *Magnesium – Properties – Application – Potention*, Materials science and engineering, 15 April 2001, roč. 1, č. 302, s.37-45.
- [16] MORDIKE, B.L. *Magnesium and Magnesium alloys*, J.JILM, 2001. s. 2-13.
- [17] [Http://www.z-f-w.de/](http://www.z-f-w.de/) [online]. Clausthal, DE : 16.12.2004 [cit. 03.12.2010]. Dostupné z WWW: [http://www.z-f-w.de/Startseite\\_ZFW.html](http://www.z-f-w.de/Startseite_ZFW.html).

- [18] PARK, J. P., et al. Microstructures and mechanical properties of Mg–Al–Zn–Ca alloys fabricated by high frequency electromagnetic casting method. *Material Science*. 20.12.2008, 44, s. 47-54. Dostupný také z WWW: <http://www.springerlink.com/content/x242g1lg86421100/fulltext.pdf>. ISSN 1573-4803.
- [19] STRÁNSKÝ, K.; LEVÍČEK, P. *Metalurgické vady ocelových odlitků*. Praha : SNTL, 1984. 269 s.
- [20] PLUHARĚ, J., et al. *Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu*, Praha: SNTL, 1987. 418s.
- [21] GREGER, M., et al. Possibilities of mechanical properties and microstructure improvement of magnesium alloys. *Materials Science and Engineering* [online]. Únor 2007, 28, 2, [cit. 2010-05-18]. Dostupný z WWW: [www.archivesmse.org/vol28\\_2/2823.pdf](http://www.archivesmse.org/vol28_2/2823.pdf). ISSN 1683-4792.
- [22] KLEINER, S., et al. Microstructure and mechanical properties of squeeze cast and semi-solid cast Mg–Al alloys. *Journal of Light Metals*. 2002, 2, 4, s. 277-280.
- [23] CHAMOS, A. N. , et al. Tensile and fatigue behaviour of wrought magnesium alloys AZ31 and AZ61. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*. 2008, 31, 9, s. 812-821.
- [24] GEJDOŠ, P. *Studium nízkočyklových unavových vlastností hořčikové slitiny AZ31 s 0,5% vápníku*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2009. 50 s. Vedoucí diplomové práce prof. Ing. Tomáš Podrabský, CSc.
- [25] HORYNOVÁ, M. *Mechanicko-strukturní charakteristiky slitiny hořčíku AZ31 s rozdílným obsahem vápníku*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2009. 44 s. Vedoucí bakalářské práce prof. Ing. Tomáš Podrabský, CSc.
- [26] ZHAO, M.-C., et al. Influence of Homogenization Annealing of AZ91 on Mechanical Properties and Corrosion Behavior. *Advanced Engineering Materials* [online]. Feb. 2007, 10, 1-2, [cit. 2010-05-18]. Dostupný z WWW:<http://www3.interscience.wiley.com/journal/117910286/abstract?CRETRY=1&SRETRY=0>.
- [27] BOBRESKU, M.; VASILESCU, M.; DIMITRIU, M. Magnesium and magnesium alloys properties and the effect of intermetallic compounds on the properties. *Metalurgia international*. 2009, 14, 3, s. 109-112.

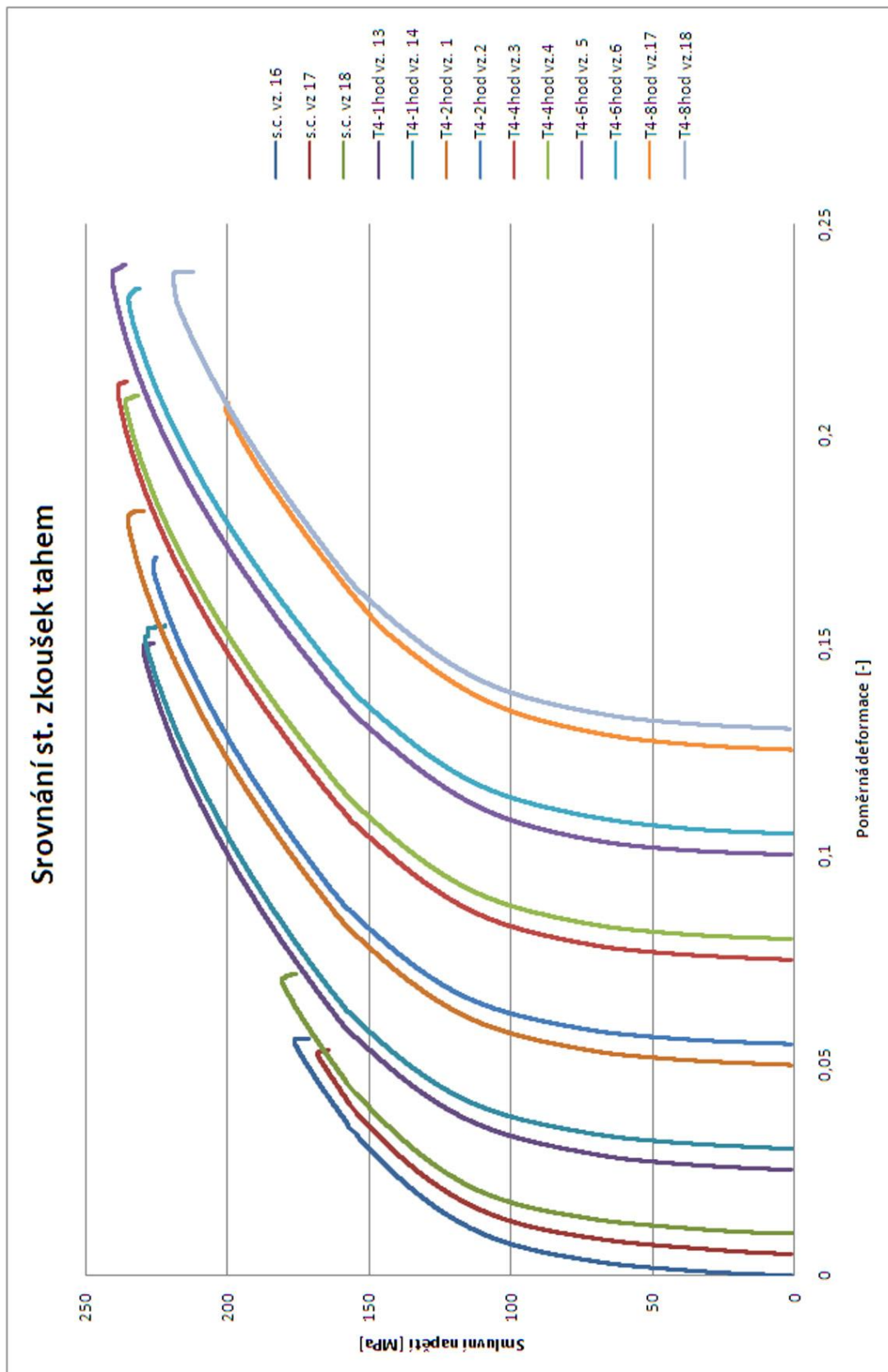
## 9 Použité zkratky

A	tažnost materiálu
Ar	Argon
aj.	a jiné
ASTM	American Society for Testing and Materials
atd.	a tak dále
CO <sub>2</sub>	oxid uhličitý
č.	Číslo
E	modul pružnosti materiálu
ECAP	equal channel angular pressing, technologie tváření
EDS	energiově dispersní spektroskopie
EN	European norm
HB	jednotka tvrdosti dle Brinella
hod.	hodina (hodin)
KV	nárazová práce
KVZ	kovy vzácných zemin
MgCl <sub>2</sub>	chlorid hořečnatý
MgCO <sub>3</sub>	Magnesit
MgCO <sub>3</sub> .CaCO <sub>3</sub>	Dolomit
MgO	oxid hořečnatý
N <sub>2</sub>	molekula Dusíku
Obr.	Obrázek
pozn.	Poznámka
Re	mez kluzu materiálu
Rm	mez pevnosti materiálu
Rp0,2	smluvní mez kluzu materiálu
s.c.	squeeze casting, technologie odlévání
SF <sub>2</sub>	Fluorid siřičitý

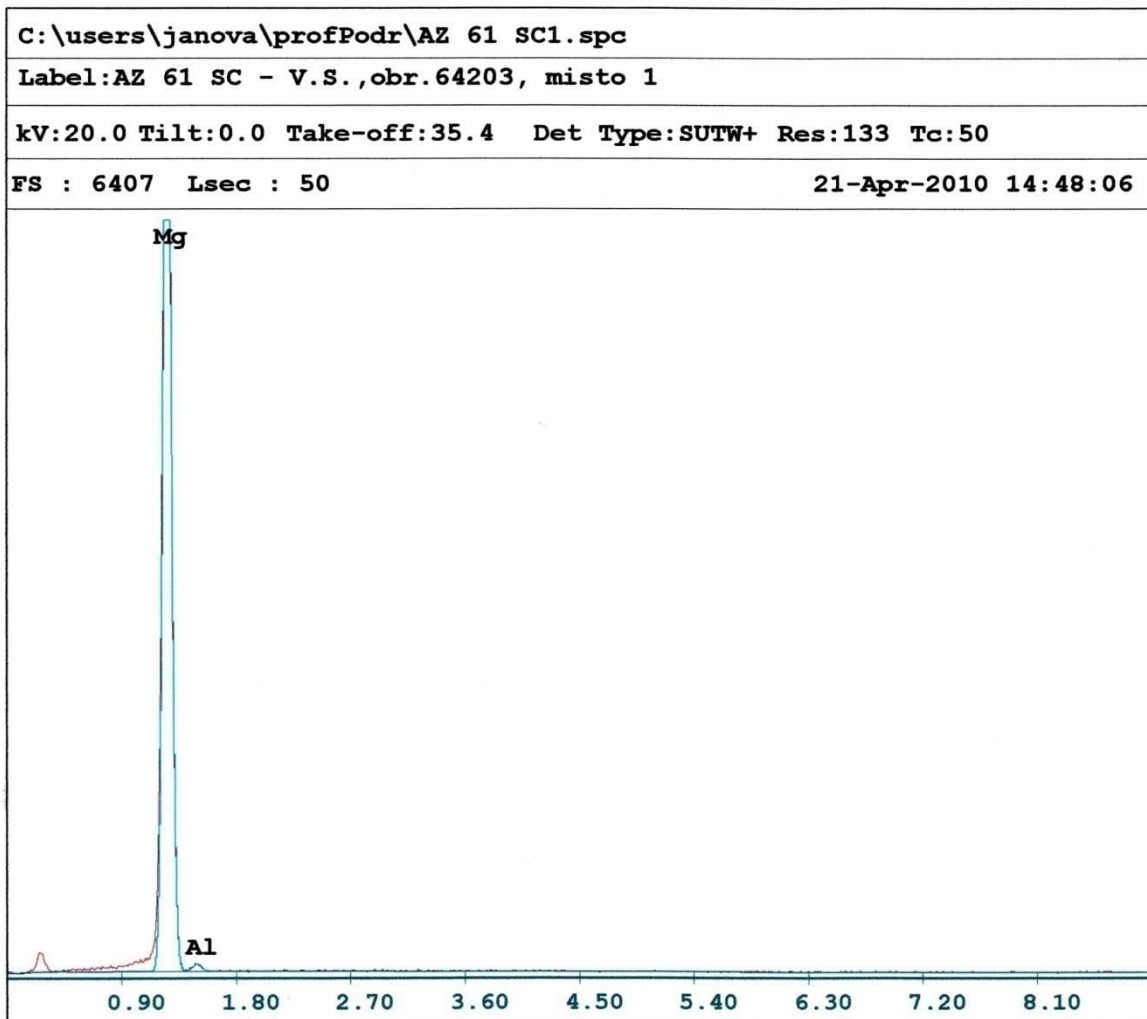
SO <sub>2</sub>	oxid siřičitý
Tab.	tabulka
L.S.	litý stav
VDS (WDS)	vlnově dispersní spektroskopie
vz.	vzorek
Z	kontrakce materiálu
žih.	žihání

## 10 Přílohy

Příloha 1 – Porovnání tahových diagramů všech vzorků



Příloha 2 – EDS analýza místo 1, s.c. litý stav



**EDAX ZAF Quantification (Standardless)**

**Element Normalized**

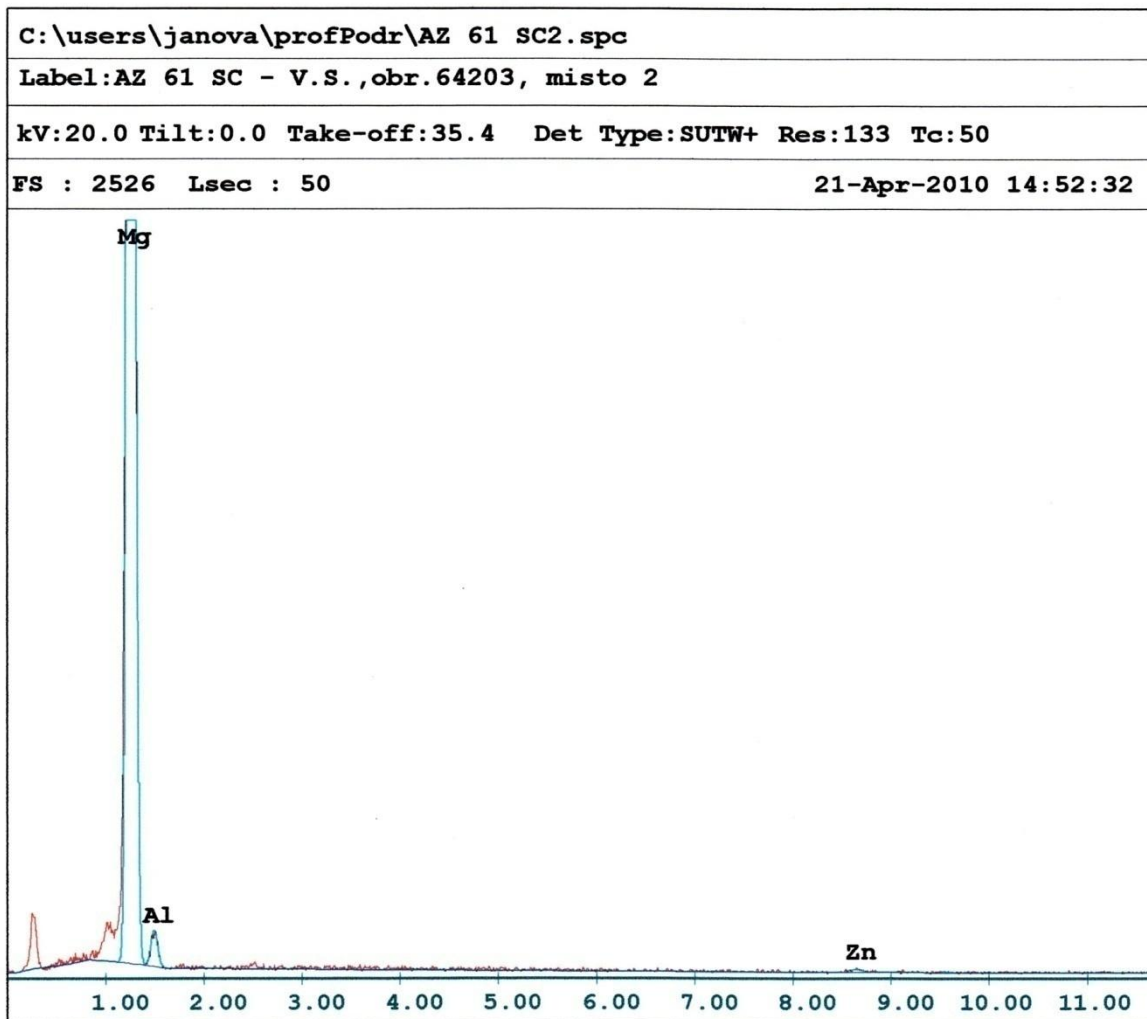
**SEC Table : Default**

**Coating Correction Used : Element : C , Factor : 14.00**

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	97.33	97.59	0.9723	1.0008	0.9978	1.0004
AlK	2.67	2.41	0.0069	0.9713	0.2663	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MgK	1152.30	2.70	0.42	426.78
AlK	8.22	2.70	6.35	3.04

Příloha 3 – EDS analýza místo 2, s.c. litý stav



**EDAX ZAF Quantification (Standardless)**

**Element Normalized**

**SEC Table : Default**

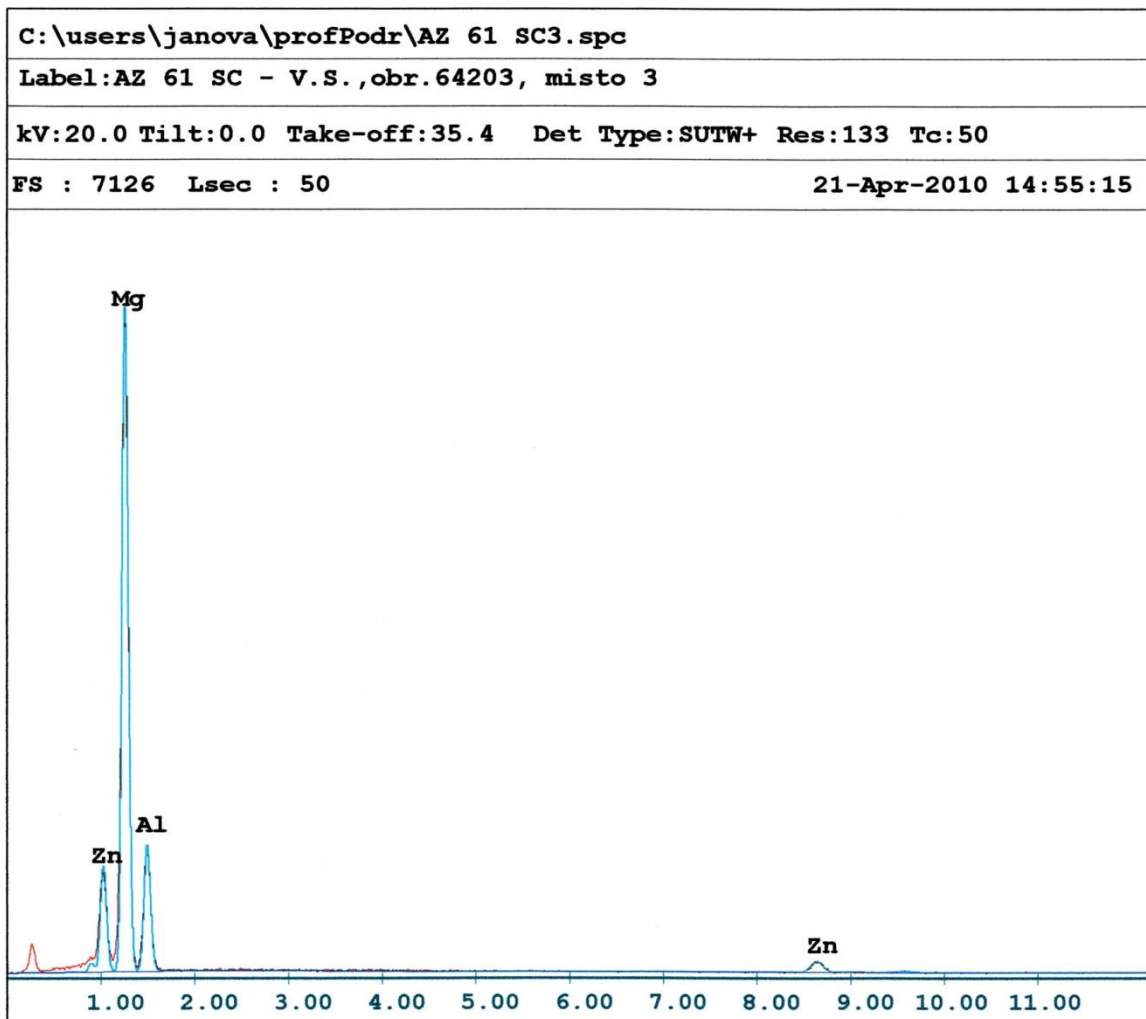
**Coating Correction Used : Element : C , Factor : 14.00**

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	93.72	95.24	0.8747	1.0034	0.9297	1.0006
AlK	4.44	4.06	0.0117	0.9738	0.2696	1.0000
ZnK	1.84	0.70	0.0158	0.8540	1.0057	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MgK	1260.60	5.92	0.40	212.94
AlK	16.86	4.04	4.19	4.17
ZnK	3.00	0.64	9.75	4.69



Příloha 4 – EDS analýza místo 3, s.c. litý stav



**EDAX ZAF Quantification (Standardless)**

Element Normalized

SEC Table : Default

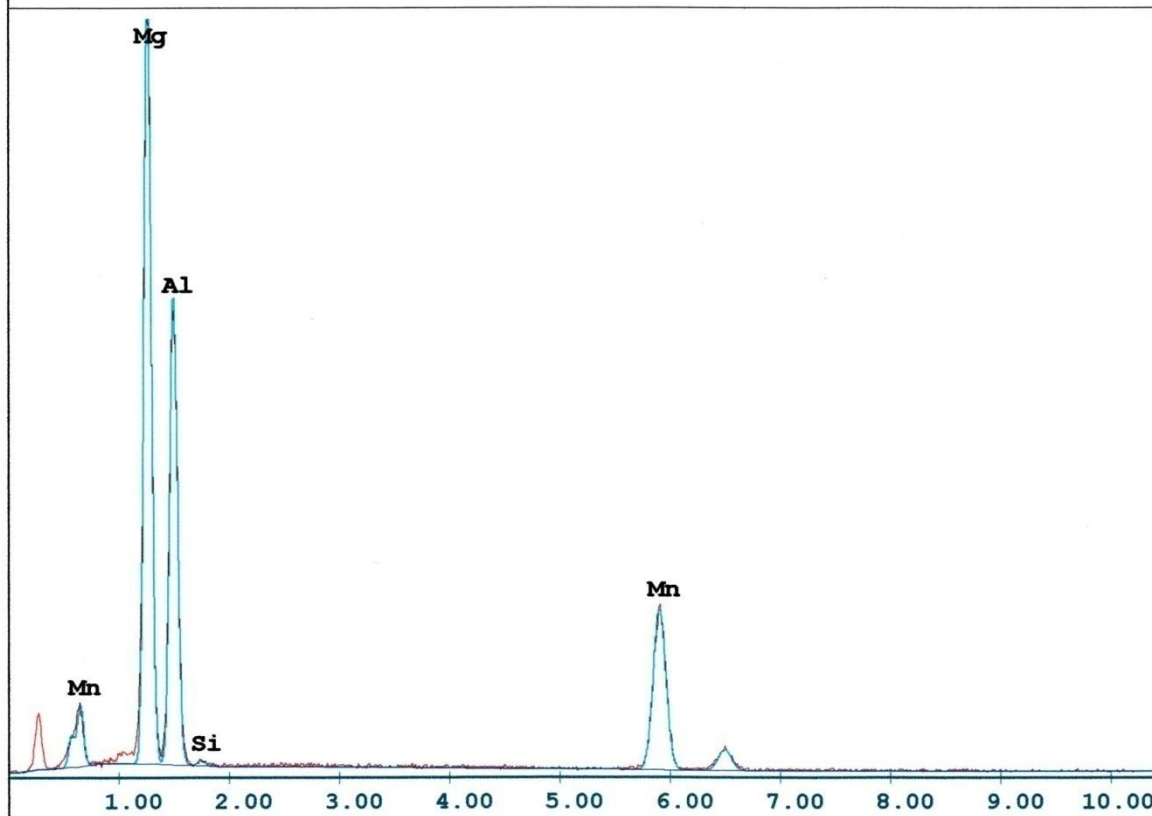
Coating Correction Used : Element : C , Factor : 14.00

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	62.80	69.52	0.4266	1.0208	0.6629	1.0038
AlK	25.89	25.83	0.0832	0.9907	0.3244	1.0000
ZnK	11.30	4.65	0.0989	0.8713	1.0044	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MgK	854.50	2.34	0.49	365.17
AlK	167.38	2.94	1.11	56.93
ZnK	26.04	1.60	2.94	16.27

Příloha 5 – EDS analýza místo 4, s.c. litý stav

C:\users\janova\profPodr\AZ 61 SC4.spc  
 Label:AZ 61 SC - V.S.,obr.64203, místo 4  
 kV:20.0 Tilt:0.0 Take-off:35.4 Det Type:SUTW+ Res:133 Tc:50  
 FS : 4068 Lsec : 50 21-Apr-2010 14:58:43



**EDAX ZAF Quantification (Standardless)**

**Element Normalized**

**SEC Table : Default**

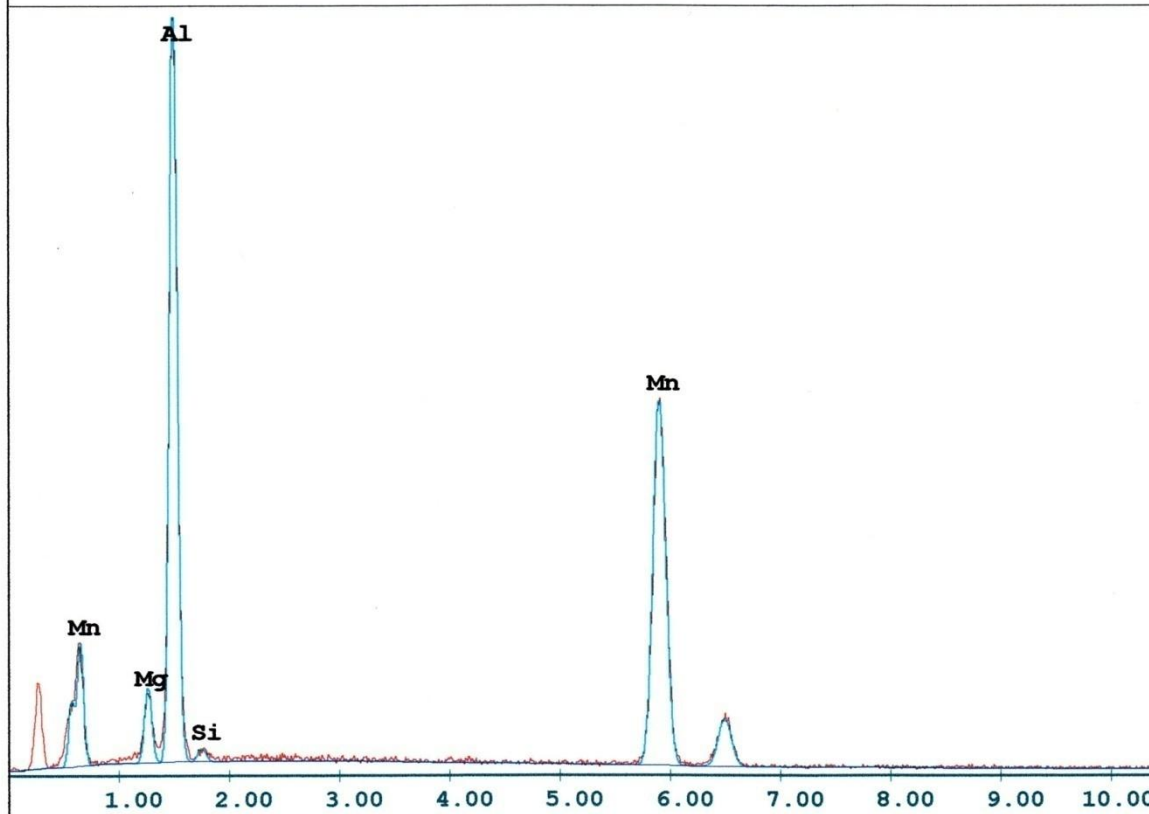
**Coating Correction Used : Element : C , Factor : 14.00**

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	37.98	46.62	0.2270	1.0435	0.5694	1.0061
AlK	34.57	38.24	0.1410	1.0126	0.4026	1.0004
SiK	0.44	0.47	0.0017	1.0420	0.3679	1.0005
MnK	27.00	14.67	0.2420	0.9066	0.9888	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MgK	565.72	8.16	0.60	69.33
AlK	352.68	7.40	0.77	47.66
SiK	4.00	6.32	14.42	0.63
MnK	192.46	3.02	1.04	63.73

Příloha 6 – EDS analýza místo 5, s.c. litý stav

C:\users\janova\profPodr\AZ 61 SC5.spc  
 Label:AZ 61 SC - V.S.,obr.64203, místo 5  
 kV:20.0 Tilt:0.0 Take-off:35.4 Det Type:SUTW+ Res:133 Tc:50  
 FS : 2794 Lsec : 50 21-Apr-2010 15:00:37



**EDAX ZAF Quantification (Standardless)**

**Element Normalized**

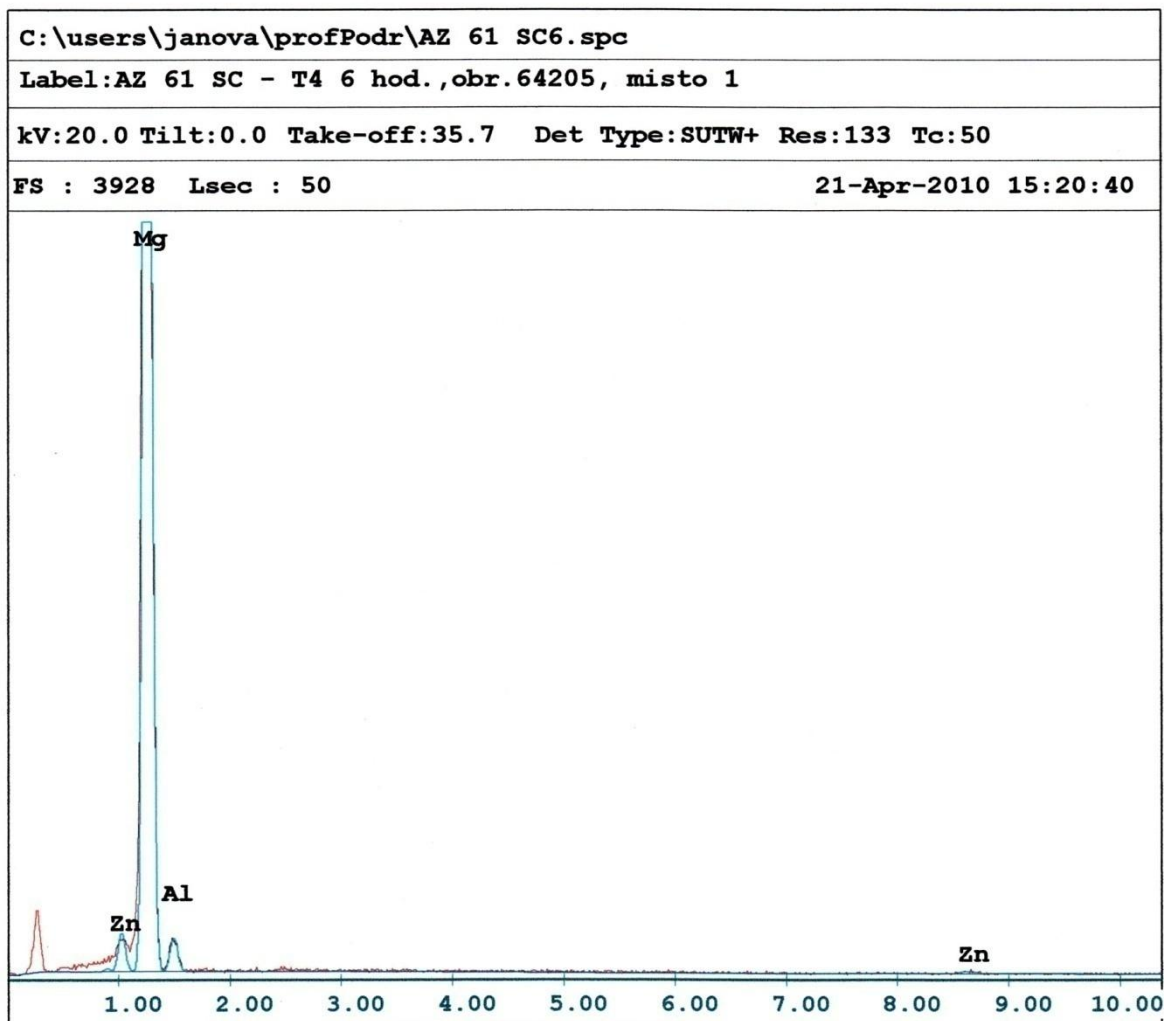
**SEC Table : Default**

**Coating Correction Used : Element : C , Factor : 14.00**

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	4.73	7.14	0.0197	1.0819	0.3826	1.0079
AlK	41.26	56.17	0.2099	1.0499	0.4842	1.0008
SiK	0.90	1.17	0.0038	1.0802	0.3883	1.0010
MnK	53.12	35.52	0.4962	0.9431	0.9905	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MgK	37.52	5.28	2.61	7.11
AlK	400.82	5.66	0.72	70.82
SiK	6.76	5.94	9.03	1.14
MnK	301.22	4.48	0.83	67.24

Příloha 7 – EDS analýza místo 1, po rozpouštěcím žihání



**EDAX ZAF Quantification (Standardless)**

**Element Normalized**

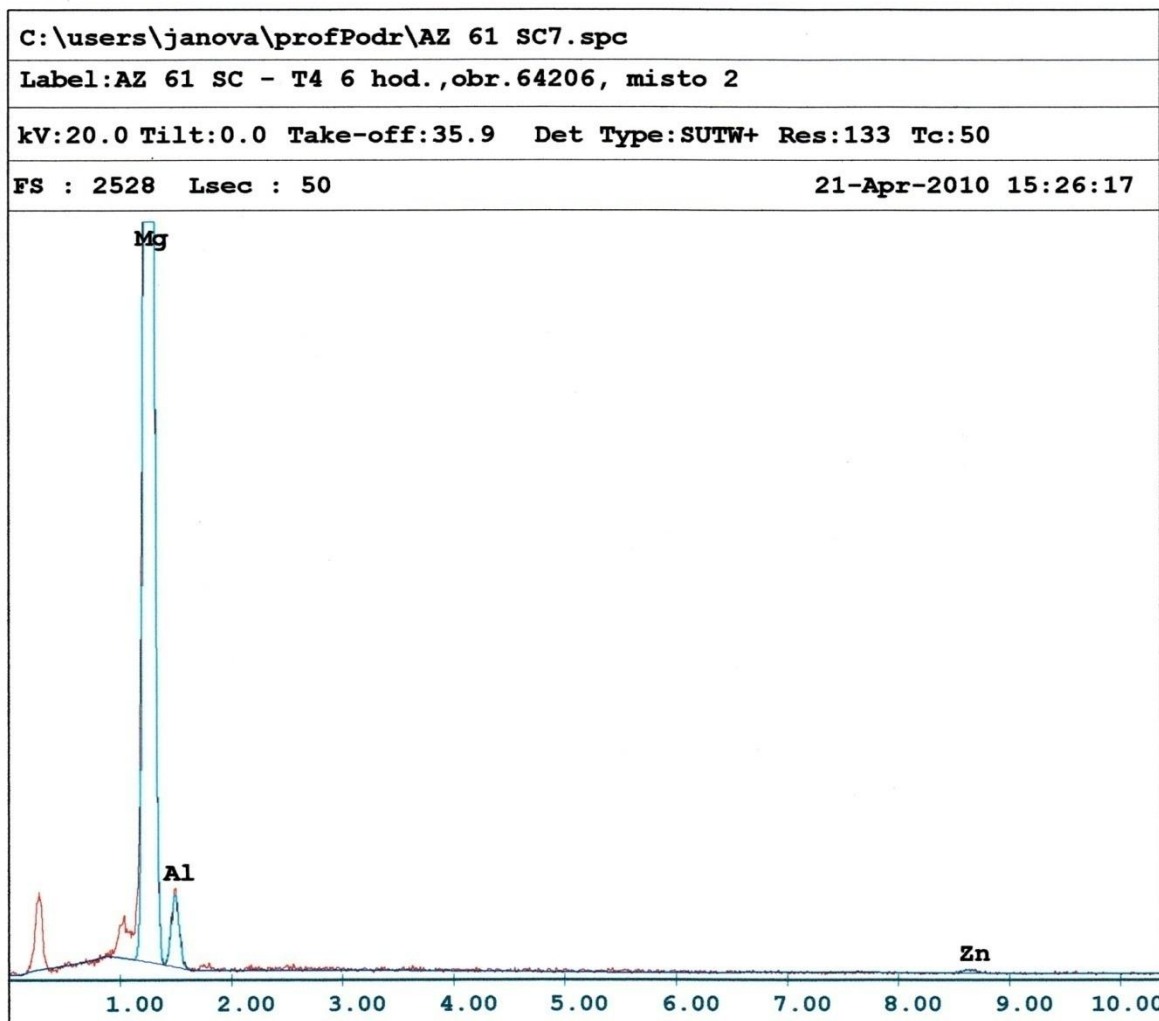
**SEC Table : Default**

**Coating Correction Used : Element : C , Factor : 14.00**

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	92.36	94.08	0.8561	1.0039	0.9226	1.0007
AlK	5.60	5.14	0.0150	0.9744	0.2741	1.0000
ZnK	2.04	0.77	0.0175	0.8545	1.0056	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MgK	1391.22	2.88	0.38	483.06
AlK	24.40	2.88	3.18	8.47
ZnK	3.74	0.96	9.00	3.90

Příloha 8 – EDS analýza místo 2, po rozpouštěcím žihání



**EDAX ZAF Quantification (Standardless)**

**Element Normalized**

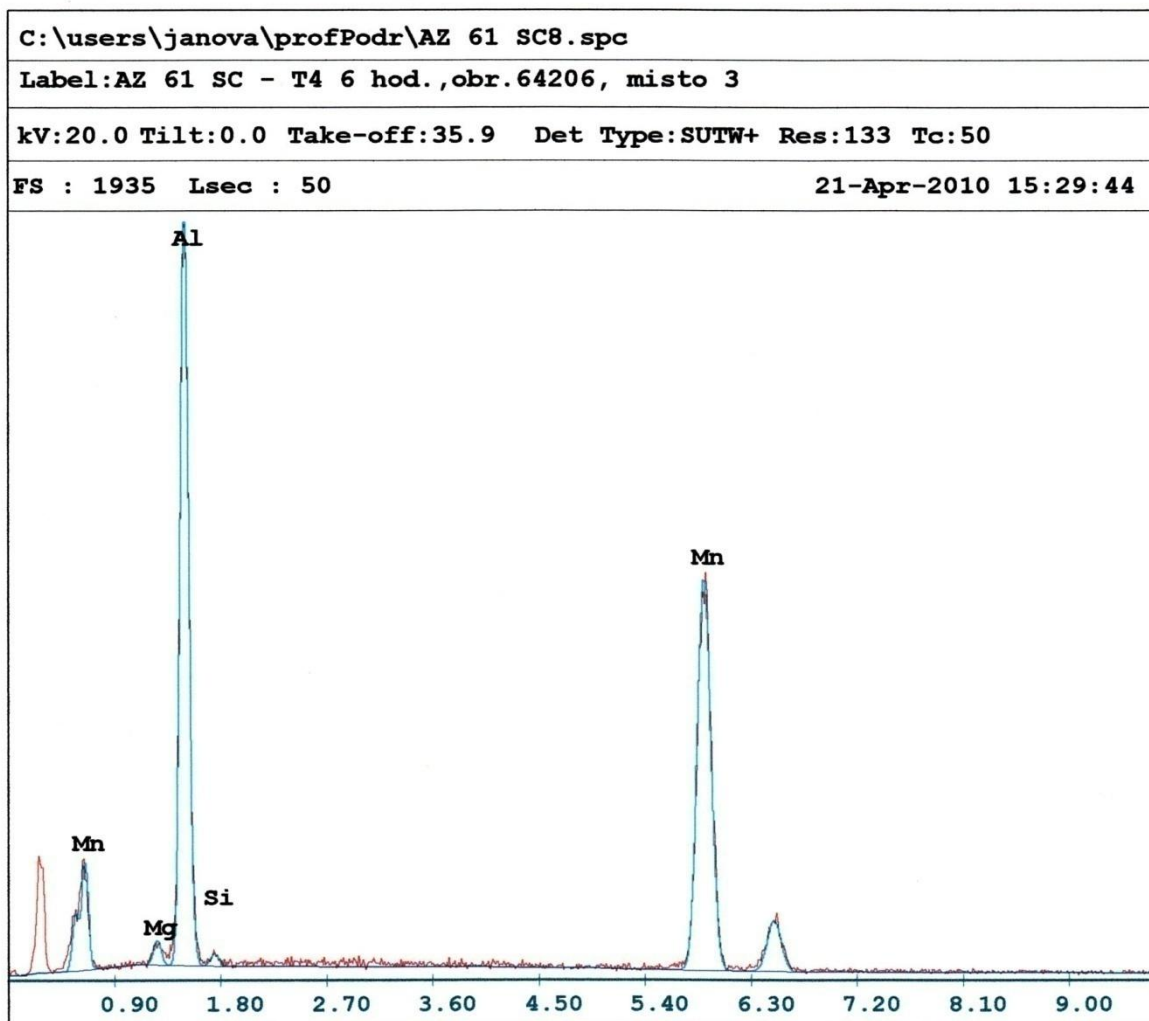
**SEC Table : Default**

**Coating Correction Used : Element : C , Factor : 14.00**

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	89.44	91.29	0.8340	1.0046	0.9270	1.0012
AlK	8.71	8.01	0.0240	0.9751	0.2826	1.0000
ZnK	1.85	0.70	0.0159	0.8551	1.0054	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MgK	1160.26	7.68	0.42	151.08
AlK	33.50	4.62	2.76	7.25
ZnK	2.90	1.34	11.52	2.16

Příloha 9 – EDS analýza místo 3, po rozpouštěcím žihání



**EDAX ZAF Quantification (Standardless)**

**Element Normalized**

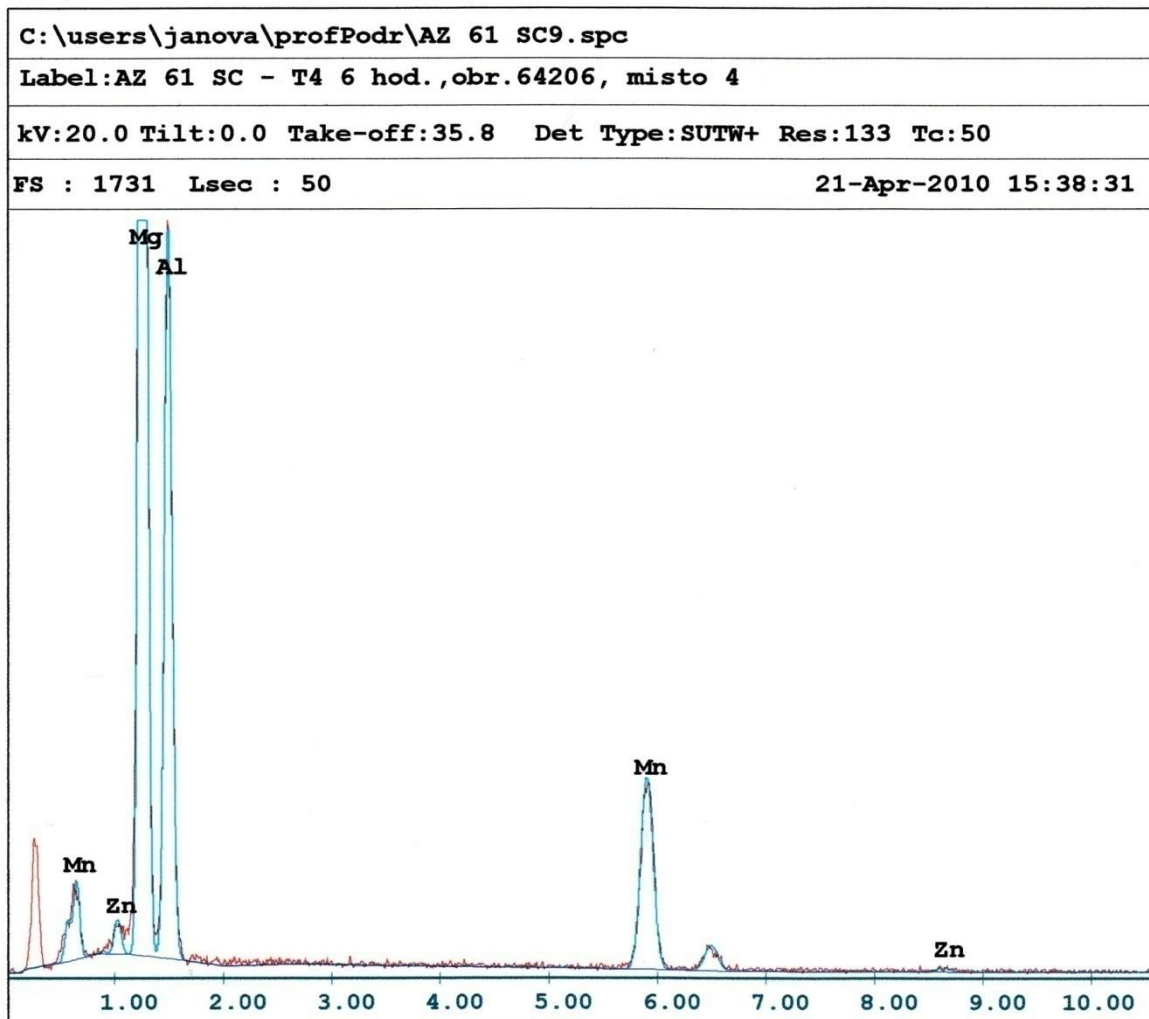
**SEC Table : Default**

**Coating Correction Used : Element : C , Factor : 14.00**

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	1.61	2.51	0.0065	1.0874	0.3669	1.0077
AlK	42.76	60.10	0.2095	1.0552	0.4893	1.0008
SiK	0.85	1.15	0.0037	1.0856	0.3952	1.0011
MnK	56.99	39.34	0.5356	0.9483	0.9910	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MgK	8.48	4.60	7.01	1.84
AlK	275.74	4.38	0.87	62.95
SiK	4.52	4.04	11.11	1.12
MnK	223.50	2.98	0.96	75.00

Příloha 10 – EDS analýza místo 4, po rozpouštěcím žihání



**EDAX ZAF Quantification (Standardless)**

Element Normalized

SEC Table : Default

Coating Correction Used : Element : C , Factor : 14.00

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
MgK	48.23	56.15	0.3238	1.0330	0.6464	1.0055
AlK	32.33	33.92	0.1233	1.0025	0.3802	1.0002
MnK	18.31	10.43	0.1625	0.8967	0.9882	1.0013
ZnK	1.13	0.49	0.0099	0.8826	0.9909	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
MgK	613.92	7.08	0.58	86.71
AlK	234.54	5.92	0.95	39.62
MnK	98.04	1.96	1.46	50.02
ZnK	2.46	0.86	11.75	2.86