



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

**INICIACE A ROZVOJ CYKlickÉHO POŠKOZENÍ
V OCELI PRO ENERGETICKÝ PRŮMYSL**
INITIATION AND DEVELOPMENT OF CYCLIC DAMAGE IN STEEL FOR THE ENERGY INDUSTRY

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. VÍT HORNÍK

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

prof. Ing. STANISLAV VĚCHET, CSc.

BRNO 2014

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství

Akademický rok: 2013/14

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Bc. Vít Horník

který/která studuje v **magisterském studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911T011)**

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Iniciace a rozvoj cyklického poškození v oceli pro energetický průmysl

v anglickém jazyce:

Initiation and development of cyclic damage in steel for the energy industry

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Únavové zkoušky vybraného materiálu budou provedeny na zařízení AMSLER a RUMUL Cracktronic. Pro studium vzniku únavového poškození bude využita metoda akustické emise.

Cíle diplomové práce:

1. Úvod
2. Přehled současného stavu poznání
3. Cíle práce
4. Materiál a metodiky zkoušení
5. Výsledky
6. Diskuze
7. Závěry
8. Literatura

Seznam odborné literatury:

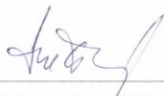
1. Askeland, D.R., Phulé, P.P.: The Science and Engineering of Materials, Fifth Edition, Thomson Canada Limited, Toronto, 2006
2. Castillo, E., Canteli, A.F.: A Unified Statistical Methodology for Modeling Fatigue Damage, Springer, United Kingdom, 2009
3. Schijve, J.: Fatigue of Structures and Materials, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht/Boston/London, 2001
4. Ptáček, L. a kol.: Nauka o materiálu I, CERM, s.r.o., Brno, 2001

Vedoucí diplomové práce: prof. Ing. Stanislav Věchet, CSc.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2013/14.

V Brně, dne 25.11.2013





prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
Ředitel ústavu



prof. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc., dr. h. c.
Děkan

ABSTRAKT

Hlavní náplní této diplomové práce je stanovení únavových vlastností s využitím nedestruktivních metod zkoušení – metody akustické emise a rentgenové difrakce. Jako modelový materiál je použita reaktorová ocel s označením GOST 15Ch2NMFA, která se používá pro tlakové nádoby reaktoru VVER-1000. Dodaný materiál byl ze dvou taveb oceli, označené jako H a S. Pro základní měření únavových vlastností byla použita asymetrie cyklu $R = -1$. Část vzorků byla využita pro orientační zjištění únavové pevnosti při asymetrii cyklu $R = 0$. V průběhu únavového zatěžování byla zaznamenávána rezonanční frekvence zkušebního zařízení a signál akustické emise. Ze záznamu akustické emise byly během celé únavové životnosti odhadovány změny mikrostruktury. Změna mikrostruktury byla experimentálně sledována rentgenovou difrakční analýzou. Mechanismus únavy materiálu lze popsat sledováním mikrostrukturních procesů a příslušných bifurkací s dobrou citlivostí. Výsledky použitých metod naznačují, že v průběhu zatěžování dochází k rozpadu a opětovnému růstu mozaikových bloků. V budoucnu je tak důležité najít korelaci těchto dvou nedestruktivních metod, případně využít dalších metod nedestruktivního zkoušení.

Klíčová slova

vysokocyklová únava, stádia únavového procesu, akustická emise, rentgenová difrakce

ABSTRACT

The main content of this master's thesis is a determination of the fatigue properties by using non-destructive testing methods – the acoustic emission technique and the X-ray diffraction. The reactor steel, that is named GOST 15Ch2NMFA, is used as a model material and is used to manufacture VVER-1000 reactor pressure vessels. The supplied material was made of two different steel melting, designated as H and S. For the basic measurement of the fatigue properties the stress-cycle asymmetry $R = -1$ was used. Some of the samples were used for approximate determination of the fatigue strength stress-cycle asymmetry $R = 0$. During the loading process the resonance frequency of the loading machine and acoustic emission signals were recorded. The changes in microstructure were estimated from the record of acoustic emissions during the whole fatigue life. The change of the microstructure was experimentally observed by X-ray diffraction analysis. The mechanism of the fatigue can be described by the observation of the microstructural processes as well as the relevant bifurcation with sufficient sensitivity. The results of the used methods indicate a decay and re-growth of mosaic blocks during the whole loading process. Therefore, it is important to find a correlation of these two non-destructive methods, or to use other non-destructive testing methods in the future.

Key words

high-cycle fatigue, stages of fatigue process, acoustic emission, X-ray diffraction

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

HORNÍK, V. *Iniciace a rozvoj cyklického poškození v oceli pro energetický průmysl*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2014. 62 s. Vedoucí diplomové práce prof. Ing. Stanislav Věchet, CSc.

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci na téma *Iniciace a rozvoj cyklického poškození v oceli pro energetický průmysl* vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, které jsou uvedeny a řádně citovány v seznamu použité literatury této práce.

Podpis autora

V Brně 29. 5. 2014

.....
Vít Horník

PODĚKOVÁNÍ

Tímto děkuji vedoucímu mé diplomové práce prof. Ing. Stanislavu Věchtovi, CSc. za cenné připomínky a rady. Dále děkuji doc. Ing. Pavlu Mazalovi, CSc. za poskytnutí měřicí techniky, odbornou pomoc a rady s vyhodnocením experimentálních údajů a prof. RNDr. Jaroslavu Fialovi, CSc. FEng za odbornou pomoc v oblasti rentgenografie.

Mé poděkování patří také pracovníkům Ústavu materiálových věd a inženýrství, Ústavu konstruování a Ústavu fyziky materiálů AV ČR za pomoc se zhotovením experimentů, materiálovou analýzou a rady při zpracování.

Na závěr bych rád poděkoval také rodině za všestrannou podporu v průběhu celého studia.

Práce vznikla v rámci projektu Ministerstva průmyslu a obchodu ČR TIP č. FR-TI4/602 " Diagnostický komplex pro detekci úniků tlakových médií a materiálových vad tlakových komponent jaderných a tepelných elektráren".

OBSAH

ÚVOD	1
1 ÚNAVOVÉ ZATĚŽOVÁNÍ	2
1.1 Základní proces	2
1.1.1 Stádium změny mechanických vlastností	3
1.1.2 Stádium vzniku (nukleace) únavových trhlin	10
1.1.3 Stádium šíření únavových trhlin	13
1.2 Vysokocyklová oblast a mez únavy	15
2 NEDESTRUKTIVNÍ METODY ZKOUŠENÍ	20
2.1 Akustická emise	20
2.2 Rentgenová difrakce	27
3 CÍLE PRÁCE	35
4 EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL A ZAŘÍZENÍ	36
4.1 Ocel 15Ch2NMFA	36
4.2 Statické tahové zkoušení	37
4.2.1 Zatěžovací zařízení	37
4.2.2 Zkušební vzorek	37
4.3 Únavové zkoušení	37
4.3.1 Zatěžovací zařízení	37
4.3.2 Zkušební vzorky	39
4.4 Příprava vzorků pro mikroskopické pozorování	40
4.5 Mikroskopické zařízení	40
4.5.1 Světelná mikroskopie	40
4.5.2 Elektronová mikroskopie	41
5 VÝSLEDKY	43
5.1 Výsledky tahových zkoušek	43
5.2 Výsledky únavových zkoušek	44
5.2.1 Naměřené Wöhlerovy křivky	44
5.2.2 Záznamy akustické emise	47
5.2.3 Vyhodnocení rentgenové difrakce	49
5.3 Měření mikrotvrdosti	50
5.4 Metalografický rozbor	53
5.5 Fraktografický rozbor lomových ploch	55
6 DISKUZE VÝSLEDKŮ	57
ZÁVĚR	58
SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	59
SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ	61
SEZNAM PŘÍLOH	62

ÚVOD

Spolu s rozvojem vědy a techniky jde ruku v ruce používání nových materiálů, nových technologií a v neposlední řadě snaha o úspory (a to ne pouze finanční, ale také energetické či materiální). Již dlouho je známo, že nelze navrhovat většinu strojních součástí podle předpokládaného statického zatížení a spoléhat se na bezpečný provoz celého konstrukčního celku. Velké množství součástí je porušeno za provozu, i když součásti byly navrženy bezpečně pod mezí kluzu. To je způsobeno dynamickým zatěžováním a s tím spojenou únavou materiálu. Získáváním nových informací o únavovém chování materiálu je možné lépe a přesněji předurčovat životnost strojních součástí. Z přesnějšího stanovení únavových vlastností lze navrhnout nový levnější materiál namísto stávajícího při zachování provozních podmínek.

Jednou z oblastí, kde je nutné studovat únavové chování, je v energetických zařízeních, především pak, pokud se jedná o strojní součásti pracující v jaderných elektrárnách. V souvislosti s jádrem je potřeba, aby byly tato zařízení v naprostém pořádku a aby nedošlo k poškození, které by mohlo ohrozit lidské životy nebo životní prostředí. Navíc je ve světě pohled na jadernou energetiku již tak negativní a nelze dávat lidem další záminku k odstranění jaderných bloků, jako k tomu došlo v Německu po havárii v jaderné elektrárně Fukušima I.

V České republice jsou pouze dvě jaderné elektrárny, a to JE Dukovany a JE Temelín. Právě ve druhé jmenované jsou použity tlakové nádoby reaktoru typu VVER-1000, které jsou vyrobeny z ocele 15Ch2NMFA. Tato dvofázová feriticko-martenzitická žáruvzdorná ocel musí zajistit přísné nároky na jadernou bezpečnost, dále pak spolehlivost a ekonomičnost provozu. Životnost tlakové nádoby reaktoru se počítá až na 40 let provozu.

Před spuštěním tlakové nádoby reaktoru dochází k mnoha kontrolám. Zde má velké využití zkoušení nedestruktivními metodami, jako jsou například zkoušení ultrazvukem, radiografické, magnetické, kapilární aj. Pro zjištění úniku kapaliny při tlakových zkouškách se používá metoda akustické emise. Bylo také objeveno, že odfiltrováním šumu, které je generováno proudícím médiem, je možno za provozu zařízení pozorovat strukturní změny v materiálu způsobené cyklickou plastickou deformací a detekovat růst trhlin.

Cílem této práce je stanovení únavových vlastností materiálu, používaném v jaderné energetice. Dále pak zpřesnění identifikace únavového porušení s využitím nedestruktivních metod zkoušení – akustickou emisí a rentgenovou difrakcí.

1 ÚNAVOVÉ ZATĚŽOVÁNÍ

1.1 Základní proces

Únavou se označuje proces, který probíhá v materiálu za působení časově proměnných vnějších sil. Pokud působí zatížení na strojní součásti nebo konstrukce, dochází ve struktuře materiálu k mikroskopickým procesům, vznikají (iniciují) únavové mikrotrhliny, a to vede až k lomu celého tělesa. Zajímavostí ale je, že k tomuto vzniku porušení součásti stačí již tak malé napětí, které je součástí schopna při statickém působení přenášet bez sebemenších známek porušení. Při proměnlivém zatěžování dochází k postupnému poškozování materiálu. Tento děj má nevratný a kumulativní charakter, přičemž nukleace poruch zapříčiní snížení soudržnosti materiálu tělesa, což ve svém důsledku vede k růstu makroskopických trhlin. To se projeví až u konce procesu, kdy dojde ke snížení jmenovitého průřezu až pod hranici únosnosti a následné překročení kritické hodnoty napětí způsobí zpravidla kvazikřehký lom součásti. Vhodné by bylo poznamenat, že existuje několik druhů únavy, které se rozlišují podle druhu působení – např. mechanická, korozní, tepelná, kontaktní aj. [1, 2].

Značnou nevýhodou únavového poškozování je fakt, že tento děj probíhá bez makroskopické plastické deformace. Určení vznikajícího poškození proto není tak jednoduché, jelikož mikroskopické únavové trhliny jsou velmi jemné a obtížně detekovatelné. Ve chvíli, kdy dojde k vytvoření magistrální trhliny, její růst je pak poměrně rychlý a k lomu dochází po poměrně krátké době. I z tohoto důvodu je studium únavy důležité, protože se tak může předejít vzniku finančních i lidských ztrát.

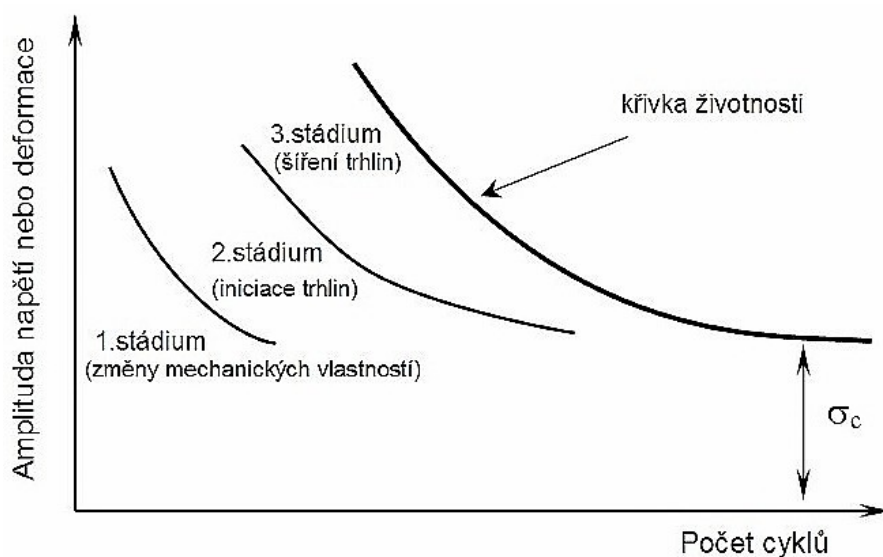
K nutnosti zabývat se únavovými lomy došlo s vývojem součástí, případně konstrukcí, které byly namáhané vnějšími silami cyklicky. K tomu došlo zejména s rozvojem železnice, kde docházelo k praskání os a náprav u železničních vozidel, ale i poškození součástí parních strojů apod., přičemž tyto součásti byly naprosto dostatečně dimenzovány pro statické namáhání. Proto začala simulace zátěžových procesů v laboratorních podmínkách, které by mohly vést k určení mechanických charakteristik a ke zpřesnění výpočtu cyklicky namáhaných součástí, aby se těmto provozním lomům zamezilo. Jedním z prvních průkopníků v této oblasti byl německý železniční inženýr August Wöhler [1819-1914]. Ten v letech 1852 – 1870 provedl mnoho experimentů, ze kterých je výsledkem Wöhlerova křivka (nazývaná také S-N křivka), obr. 1.1, jedna ze základních únavových charakteristik, kterou popsal ve směrnici o únavovém porušení z roku 1876. Wöhlerova křivka dává do závislosti amplitudu napětí σ_a na počtech cyklů do lomu N_f . Pokud při dané amplitudě napětí ani po vysokém počtu cyklů (řádově 10^7 až 10^8) nedojde k lomu, nazývá se pak toto napětí mez únavy σ_c . S vývojem moderní techniky a se zvyšujícími se nároky na nové konstrukce se zjistilo, že není možné bez bližšího poznání zákonitostí a podstaty probíhajících procesů žádný další výrazný pokrok, a tak od druhé poloviny dvacátého století pomalu začal vývoj právě v této oblasti [1, 3].

Únavové poškozování se dělí podle počtu zátěžných cyklů na oblast nízkocyklové únavy, kde počet cyklů do lomu je 10^4 a méně, a oblast vysokocyklové únavy, kde počet cyklů do lomu je 10^5 a více. Dále existuje oblast kvazistatická, kde dochází k lomu součásti již po několika cyklech. Při zatěžování v této oblasti

dochází k velké plastické deformaci v materiálu, většinou se v místě lomu vytvoří krček, jak tomu bývá při statické zkoušce tahem.

Během cyklického zatěžování dochází v materiálu ke kumulaci cyklické plastické deformace, což je jeden z typů nevratných změn. V důsledku toho lze rozdělit celý únavový proces na tři stádia, která se částečně překrývají:

1. *Stádium změn mechanických vlastností* – vlivem počátečního hromadění cyklické plastické deformace dojde ke změně mechanických vlastností, začne cyklicky zpevňovat nebo změkčovat; v celém objemu zatěžovaného kovu se mění hustota a konfigurace poruch krystalografické mřížky,
2. *Stádium iniciace trhlin* – protože se neustále kumuluje cyklická plastická deformace, dojde v lokální části vzorku z celého objemu v důsledku vysoké koncentrace napětí a deformace v povrchové vrstvě k vytvoření prvních mikrotrhlin,
3. *Stádium šíření trhlin* – již vzniklé trhliny neustále rostou, ale protože není napětí rozloženo rovnoměrně (rozhodují též vlastnosti plastické zóny na špici trhliny), dojde k potlačení většiny trhlin a zůstane pouze tzv. magistrální. Ta neustále roste a po zmenšení nosného průřezu a překročení kritického napětí dojde ke konečnému dolomení [1].



Obr. 1.1 Stádia únavového procesu [4]

1.1.1 Stádium změny mechanických vlastností

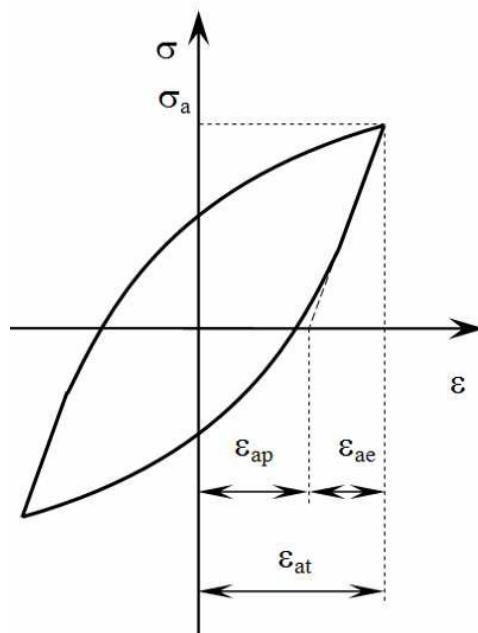
Cyklickým zatěžováním celého objemu materiálu dochází v jeho mikrostruktuře k nevratné změně, čímž dochází také ke změně fyzikálních (magnetické, elektrické aj.) a mechanických vlastností. V důsledku zatěžování se totiž utváří dislokační struktura vznikem dislokací a jejich vzájemnou interakcí. Pokud by se měla vzít v úvahu délka tohoto stádia, tak toto stádium je nejkratší vzhledem k celkové životnosti součásti [1].

Při cyklickém zatěžování klade namáhaný materiál odpor proti cyklické deformaci. Tím dochází k jevu, který se nazývá tzv. zpevňování materiálu (odpor materiálu proti cyklické deformaci roste) nebo změkčování materiálu (odpor materiálu proti cyklické deformaci klesá). Zpevnění materiálu je převážně u žíhaných materiálů, které obsahují málo strukturních poruch (hustota dislokací řádově 10^6 mm^{-2}). Oproti tomu změkčení materiálu je patrné u materiálů, které byly různým způsobem předtím zpevněny (např. precipitačně, martenzitickou transformací, deformačně, disperzně cizími částicemi apod.) a vykazují tak vysokou hustotou dislokací ($10^8 - 10^9 \text{ mm}^{-2}$ pro nízké stupně tváření; $10^9 - 10^{12} \text{ mm}^{-2}$ pro vysoké stupně tváření). Ke změkčení materiálu může i nemusí dojít, záleží to na druhu zatěžování i na stabilitě daného druhu zpevnění. Pokud však ke změkčení dojde, je to často brané z praktického hlediska jako nežádoucí jev. Některé materiály mohou vykazovat cyklické zpevnění i změkčení. Obecně je tento jev zřetelný zejména na počátku cyklického zatěžování. Se vzrůstajícím počtem cyklů klesá jejich intenzita. Až úplně ustanou, materiál se začne nacházet v tzv. saturevaném stavu [2, 5, 6].

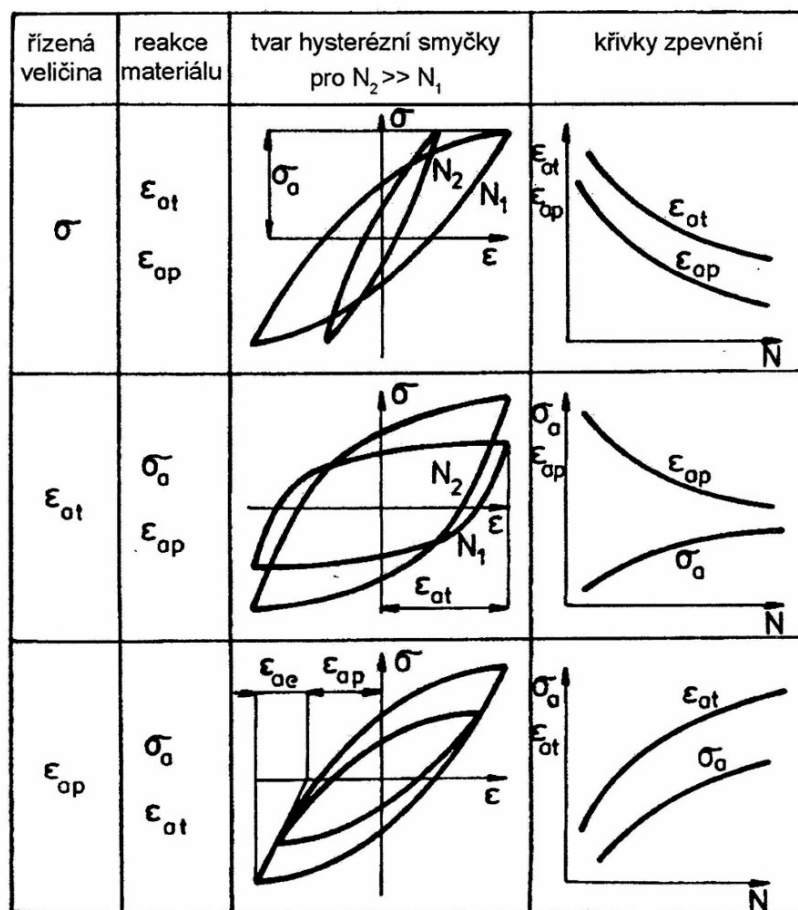
a) Změna cyklické plasticity

K určení, zda bylo dosaženo saturevaného stavu, slouží hysterezní smyčka, obr. 1.2. Ta stabilizuje svůj tvar a velikost, pokud je ukončeno zpevňování nebo změkčování. Dochází-li například k cyklickému zpevňování při měkkém zatížení ($\sigma_a = \text{konst.}$), smyčka se zúží a amplituda deformace klesne. U cyklického zpevňování při tvrdém zatížení ($\epsilon_{at} = \text{konst.}$) se smyčka rozšíří a amplituda deformace vzroste. Další druhy cyklického zpevňování ukazuje obr. 1.3, kde jsou k vidění i křivky zpevnění [2, 5].

Plocha hysterezní smyčky odpovídá energii, která byla přeměněna na tepelnou za jeden cyklus. Celková energie do lomu se vypočítá jako součin ploch saturevané hysterezní smyčky a počtu cyklů do lomu.



Obr. 1.2 Schéma hysterezní křivky [5]



Obr. 1.3 Průběh cyklického zpevnění vlivem různé řídící veličiny [6]

Doba, po kterou probíhá cyklické zpevnění nebo změkčení, je dána převážně charakterem skluzu. Kovy lze rozdělit do dvou základních skupin:

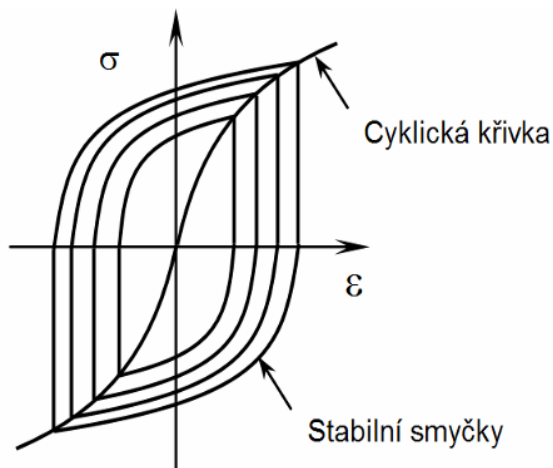
- Kovy s vlnitým charakterem skluzu* – mají snadný příčný skluz šroubových dislokací (Cu, Al, Ni, Fe, bronz);
- Kovy s planárním charakterem skluzu* – mají obtížný příčný skluz šroubových dislokací (Fe-Si, austenitické ocele, α -mosaz).

U kovů s planárním charakterem skluzu probíhá cyklické zpevnění i změkčení mnohem pomaleji, než u kovů s vlnitým charakterem. Dalo by se také říci, že se zvětšující se energií vrstevné chyby je příčný skluz dislokací snazší a díky tomu má kov více vlnitý charakter skluzu [1].

Po ukončení cyklického zpevňování nebo změkčování se mechanické vlastnosti příliš nemění, dojde k saturaci hysterézní smyčky (obr. 1.2). Při různých hodnotách amplitudy napětí a deformace vznikají různé stabilizované hysterézní smyčky. Proložení několika vrcholových bodů ustálených hysterézních křivek se vytvoří tzv. cyklická deformační křivka, obr. 1.4. Vzhledem k tomu, že tato křivka vyjadřuje vztah mezi napětím a plastickou deformací, je důležitou charakteristikou pro popis únavových vlastností materiálu (stejně tak, jako je tahový diagram pro jednoosou deformaci). Cyklickou deformační křivku je možné v oblasti velkých až středních amplitud plastické deformace aproximovat mocninovou funkcí, která je určena vztahem mezi amplitudou napětí a amplitudou plastické deformace:

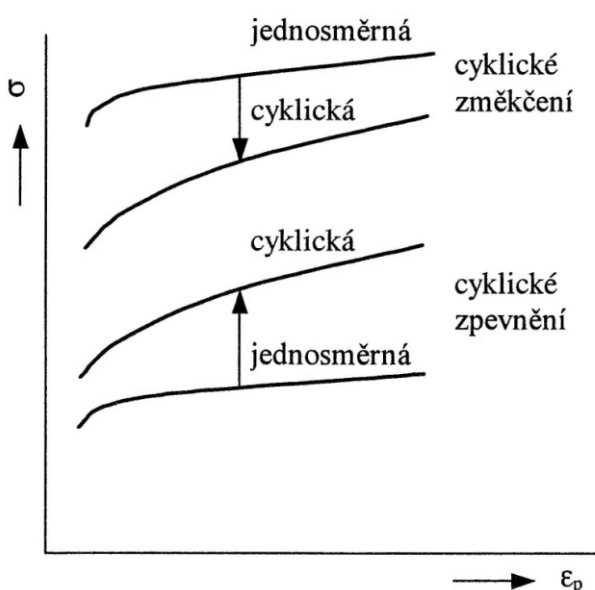
$$\sigma_a = K \cdot \varepsilon_{ap}^n, \quad (1)$$

kde: σ_a - amplituda napětí,
 ε_{ap} - amplituda plastické deformace,
 K - parametr cyklické deformační křivky,
 n - exponent cyklické deformační křivky.



Obr. 1.4. Cyklická deformační křivka [5]

Protože je tahový diagram dán závislostí napětí na deformaci v prvním čtvrtcyklu a cyklická deformační křivka v oblasti saturace vykazuje tutéž závislost, lze tyto dvě křivky spolu vložit do jednoho diagramu, obr. 1.5. Z poloh těchto křivek je možné zjistit, jak se bude daný materiál chovat při cyklickém zatěžování. Pokud například cyklická deformační křivka leží nad jednosměrnou tahovou křivkou, bude docházet u daného materiálu k cyklickému zpevnění. Také je možné pro specifickou amplitudu plastické deformace vypočítat velikost celkového zpevnění $\Delta\sigma$, které je dáno rozdílem napětí na jednosměrné a cyklické křivce [1].



Obr. 1.5 Srovnání jednosměrných (tahových) diagramů a cyklicky deformačních křivek [2]

b) Změna mikrostruktury

Proces, při kterém dochází k cyklickému zpevnění, změkčení nebo ke konečné saturaci, je závislý na pohybu dislokací, jejich generaci a vzájemné interakci mezi nimi či poruchami mřížky. Tento pohyb také ovlivňuje výskyt cizích částic, precipitátů, hranice zrn aj. Pohybem dislokací tedy bude docházet k mnoha změnám, ať už například v morfologii precipitátů (související s difuzními procesy), ale také třeba k fázovým transformacím, zapříčiněné cyklickou deformací [1].

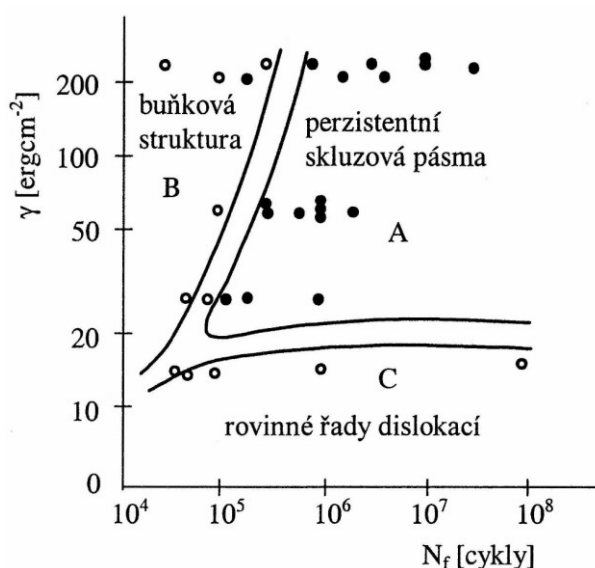
1) Cyklické zpevnění

Struktura před cyklickou deformací vykazuje nízkou hustotu dislokací. Při malé amplitudě napětí se s rostoucím počtem cyklů uspořádávají dislokace do pásů s velmi vysokou hustotou dislokací. Mezi jednotlivými pásy je však hustota dislokací malá. Pokud je stejný materiál (např. čisté Fe) zatěžován vysokou amplitudou napětí, tak se dislokace neutváří do pásů, ale začnou se tvořit shluky dislokací a po určitém malém počtu cyklů (několik set) je pozorovatelná buňková struktura. Obě tyto struktury jsou vytvořeny po poměrně malém počtu cyklů (až pár tisíc). Také lze říci, že výsledná struktura, která bude v saturovaném stavu, je závislá na amplitudě napětí.

Z těchto dvou případů lze obecně říci, že:

- změny, které jsou pozorovatelné uspořádáním dislokací, končí po přibližně stejném počtu cyklů, jako končí cyklické zpevnění;
- při ukončení cyklického zpevnění je již ukončena změna hustoty dislokací.

Lze říci, že výsledná dislokační struktura je závislá nejen na amplitudě zatěžování, ale také na druhu materiálu. Různé mřížky materiálu mají různý charakter skluzu a z něj vycházející snadnost či obtížnost příčného skluzu. U kovů s plošně centrovanou mřížkou určuje snadnost příčného skluzu energie vrstevné chyby. Experimentální metodou se zjistilo, že pokud se dají do závislosti energie vrstevné chyby a celkový počet cyklů do lomu, obr. 1.6, tak vzniknou 3 oblasti s odlišným typem vnitřní dislokační struktury [7, 8].

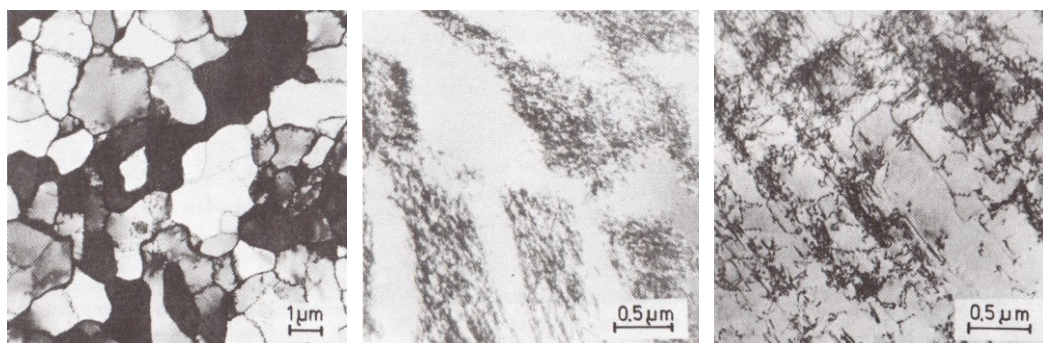


Obr. 1.6 Typy vnitřních dislokačních struktur v závislosti na energii vrstevné chyby γ a na amplitudě zatěžování [2]

Pro oblast A, která se vyznačuje vysokou energií vrstevné chyby a při zatěžování malými amplitudami vysokou životností, jsou charakteristickou vnitřní strukturou žíly, pásy či shluky dislokací. Jednotlivé shluky dislokací nejsou vzájemně propojeny, mezi nimi se nevyskytují příliš dislokace. Navíc shluky obsahují velké množství dislokačních smyček a dislokačních dipólů. Především u kovů s velmi vysokými energiemi vrstevné chyby jsou viditelné dislokační smyčky i mezi pásy a shluky dislokací.

Pro oblast B, která se vyznačuje vysokou energií vrstevné chyby a při zatěžování velkými amplitudami nízkou životností, je typická buňková vnitřní dislokační struktura. Dochází ke vzniku prostorově uzavřených buněk, v jejichž stěnách je značně vysoká hustota dislokací. Také zde se vyskytuje velké množství dislokačních smyček a dislokačních pólů, které se opět vyskytují nejen ve stěnách, ale i mimo ně (zejména u kovů s vysokou energií vrstevné chyby).

Pro oblast C, která se vyznačuje nízkou energií vrstevné chyby, je charakteristická vnitřní struktura v celé oblasti životnosti dána rovinnými řadami dislokací. Vzhledem k nízké energii vrstevné chyby dislokace nemohou tvořit prostorové buňky a prostorové shluky, a tak se drží pouze svých skluzových rovin. Také vznik dislokačních smyček potřebuje ke vzniku příčný skluz, a proto jejich výskyt v této oblasti je náhodný [7, 8].



Obr. 1.7 Typická dislokační struktura pro A, B, C [8]

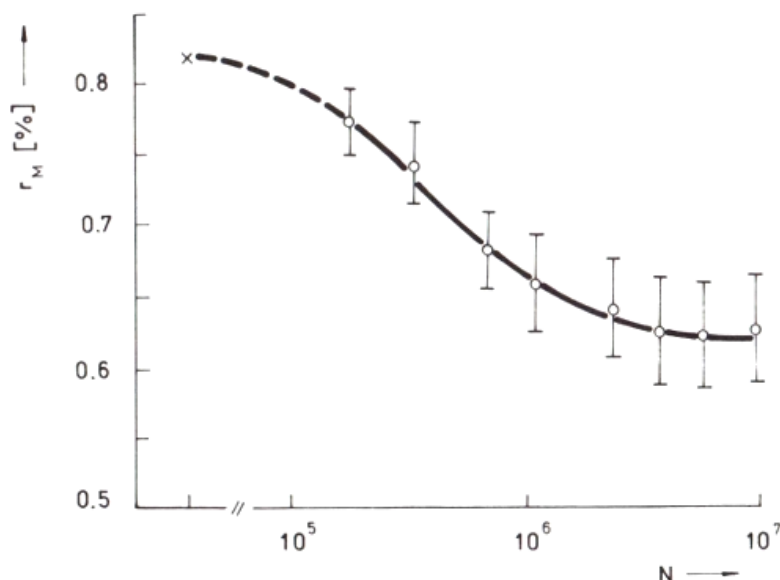
2) Cyklické změkčení

Probíhá u zpevněných materiálů, kde zvýšení pevnosti se dosahuje vytvořením překážek do mikrostruktury, které budou zabraňovat pohybu dislokací.

V kovech, které jsou **zpevněny deformačně**, je ovlivněna vnitřní dislokační struktura třemi vlivy – charakterem skluzu, teplotou a stupněm tváření, přičemž deformace musí být alespoň několik procent. Samotné dislokační struktury se dělí do dvou základních skupin, v závislosti na stupni snadnosti příčného skluzu. Kovy, které mají snadný příčný skluz, tvoří při zatížení statickou deformací buňkové dislokační struktury. Dislokace zde však tvoří tlustší hranice než v případě, kdy buňková struktura vznikla cyklickou deformací. To je způsobeno zvýšenou difuzivitou. Kovy, které mají obtížný příčný skluz, tvoří při zatížení statickou deformací dislokační strukturu s velkými shluky dislokací. Cyklické změkčení se u buňkové struktury projevuje tak, že při cyklickém zatěžování dochází k zužování hranic jednotlivých buněk a k výraznému snižování hustoty dislokací. Téměř stejně to probíhá i u kovů s obtížným příčným skluzem, kdy opět dochází ke snižování hustoty dislokací [7, 8].

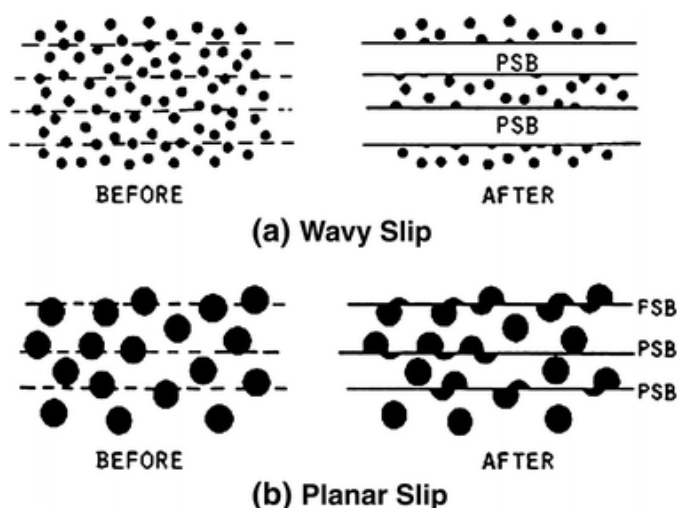
Jiné případy zpevnění, jako jsou **precipitačně vytvrzené, vytvoření cizích částic, martenzitickou transformací** aj., jsou založeny na vytvoření překážek, které brání pohybu dislokací. Precipitáty či částice musí být dispergovány v celém objemu materiálu, přičemž jejich vzdálenost mezi nimi musí být malá (pokud je již v jednotkách mikrometrů, tak nedochází k ovlivnění dislokační struktury). Takto hustě rozptýlené precipitáty ztěžují pohyb dislokací a omezují jejich generaci, že nedojde k vytvoření vnitřní dislokační struktury. Velikost cyklického změkčení určuje stabilita precipitátů.

Pokud precipitáty nejsou termodynamicky stabilní, dochází v nich k postupné změně chemických i mechanických vlastností vlivem difúze. Typickým představitelem pro tento jev je martenzitická transformace, která se vyznačuje bezdifúzní přeměnou za vzniku přesyceného tuhého roztoku. Cyklická deformace urychluje difuzní proces. V případě ocelí – pokud je součást zakalena a poté cyklicky zatěžována, dochází vlivem difúze ke snížení obsahu uhlíku v martenzitu, čímž se snižuje přesycení a pevnost martenzitu, obr. 1.8.



Obr. 1.8 Změna obsahu uhlíku v martenzitu v závislosti na počtu cyklů u zakalené oceli 12 090, kde x je výchozí stav po zakalení [8]

Pokud jsou precipitáty metastabilní, dochází v nich vlivem cyklické deformace k znovurozpouštění precipitátů. Když totiž dislokace prochází přes semikoherentní precipitát, dojde podél skluzové roviny k přeseknutí precipitátu na dvě menší části, obr. 1.9. Tento proces se tolikrát opakuje, dokud nejsou částice rozbité na kriticky malou velikost. Poté se tyto částice stávají opět nestabilními a dochází k jejich rozpouštění do základního kovu [8, 9].



Obr. 1.9 Zmenšování precipitátů v perzistentním skluzovém pásmu (PSB) pro: a) materiál s vlnitým charakterem skluzu s malými koherentními precipitáty, kde PSB je větší, než velikost precipitátů; b) velmi ostré PSB v materiálu s planárním charakterem skluzu, kde tloušťka PSB je mnohem menší, než velikost precipitátů [9]

Protože je cyklické změkčení jev nežádoucí, je nutné, aby překážky proti pohybu dislokací byly rovnoměrně rozptýlené a zároveň byly co nejstabilnější.

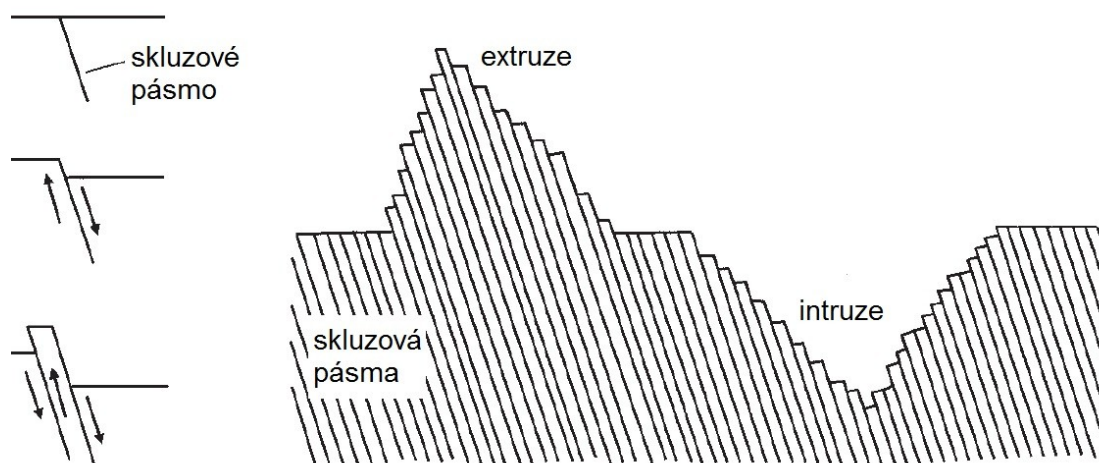
1.1.2 Stádium vzniku (nukleace) únavových trhlin

Nukleace únavových trhlin probíhá zpravidla na povrchu součástí. Proto je únavová životnost značně ovlivněna kvalitním povrchovým zpracováním. U tvarově složitých součástí jsou vruby a změny průřezu makroskopickými koncentrátory napětí na povrchu. Také při namáhání vzorků ohybem nebo krutem je maximální napětí na povrchu součástí. Důležité jsou nejen makroskopické, ale i mikroskopické koncentrátory napětí. Nelze vytvořit povrch ideálně rovný. Významný vliv mají dislokace, které vycházejí na volný povrch, a způsobují tak vznik povrchového reliéfu. To znamená, že i když byl povrch vzorku ideálně rovný, v průběhu zatěžování na povrchu vzniknou povrchové nerovnosti. Další značný vliv má koroze povrchu aj. U nehomogenních materiálů je koncentrace napětí kolem částic s jinou fází (působící jako inkluze nebo precipitáty) největší na povrchu. Ne vždy probíhá nukleace na povrchu. Pokud je například u součásti provedeno zpevnění povrchové vrstvy (nitridace, cementace,...), tak je potřeba vyššího napětí k deformaci tvrdé povrchové vrstvy než k deformaci základní matrice. V takovém případě k nukleaci dojde na přechodu tvrdé povrchové vrstvy a základní matrice [1, 5, 10].

Jako riziková místa, kde nejčastěji dochází ke vzniku únavových trhlin, jsou:

- *únavová skluzová pásma* – nejčastější, vznikají extruze a intruze;
- *hranice zrn* – především při vysokocyklové únavě za zvýšených teplot, působí zde koncentrace skluzových pásů;
- *rozhraní mezi inkluzemi a matricí* – u slitin obsahujících tvrdé precipitáty (inkluze) o minimální velikosti v mikronech [2, 5].

Za základní případ nukleace je nukleace v únavových skluzových pásmech. Únavová skluzová pásma vznikají až na konci prvního stádia únavového procesu, tzn. po ukončení všech vnitřních procesů v materiálu. Působením smykového napětí dojde v únavových skluzových pásmech k pokluzu sousedních rovin (tzv. kartový skluz) a následně dojde k vytvoření povrchového reliéfu, obr. 1.10. Roviny vystupující nad povrch se nazývají extruze, prohlubeniny intruze [1, 2].



Obr. 1.10 Představa kartového skluzu v perzistentním skluzovém pásmu [10]

Se zvyšujícím se počtem zátěžných cyklů roste nejen intenzita, ale i množství skluzových pásem. Např. u kovů se snadným příčným skluzem jsou skluzová pásma zpravidla vlnitější a s nižší hustotou. Naopak kovy s obtížným příčným skluzem mají skluzová pásma rovná a vyšší hustotou [1].

Právě intruze působí na povrchu součásti jako mikrokoncentrátory napětí a také jako zárodky pro vznik budoucích únavových trhlin. Nukleační místo bývá tedy v únavových skluzových pásmech v kořeni inkluze nebo v blízkosti inkluze, příp. v okolí hranice zrna.

Je velmi obtížné stanovit přesnou délku a hloubku mikrotrhlin, aby bylo možné se zaměřit na nukleaci a od kterých hodnot se bude jednat o šíření mikrotrhlin. Důvodem je i to, že nukleace a růst mikrotrhliny je spojitý děj bez určené hranice. Se vzrůstající amplitudou napětí klesá délka nukleačního stádia. Nukleační stádium lze vyjádřit jako poměr N_0 / N_f , kde N_0 je potřebný počet cyklů, aby za daných podmínek došlo k nukleaci, N_f je pak počet cyklů za stejných podmínek až do lomu. Délku nukleačního stádia zásadně snižují také koncentrátoři napětí (především vruby). V případech, kdy jsou koncentrátoři napětí velmi ostré, je nukleační stádium velmi krátké. Únavový proces je tak závislý pouze na šíření trhliny. Jsou-li vzorky hladké, potom v oblasti vysokocyklové únavy může být N_0 z celkové životnosti součásti až desítky procent. Pokud ale je malý počet cyklů do lomu, pak N_0 představuje opět méně významný úsek z celkové životnosti. V oblasti snížených teplot vykazují materiály nukleaci v únavových skluzových pásmech, ale za zvýšených teplot dochází ke změně na nukleaci na hranicích zrn [8].

Jak již bylo zmíněno, stavem povrchu je silně ovlivněna únavová životnost, a tím také délka nukleačního stádia. Ze způsobu povrchového zpracování a opracování lze popsat několik jevů, které se navzájem překrývají:

- *Povrchové nerovnosti* – snižují délku nukleačního stádia tím, že vytváří koncentrátoři napětí.
- *Reziduální napětí* – vznikají v povrchové vrstvě při opracování povrchu. Tato pnutí v povrchové vrstvě mohou být tahová nebo tlaková, přičemž tahová pnutí snižují délku nukleačního stádia a tlaková pnutí prodlužují nukleační stádium. Příčina je založena na působení vnějšího a vnitřního napětí a jejich vzájemným skutečným součtem. Při míjivém tlakovém cyklu bylo zjištěno, že únavové trhliny nevznikají. Tlaková pnutí v povrchové vrstvě slouží ke stlačování povrchové vrstvy do sebe, zatímco tahové pnutí se snaží povrchovou vrstvu rozevřít. Pokud je tedy součást zatěžována např. střídavým cyklem, pak součet tahové půlperiody a tahového pnutí v povrchové vrstvě bude větší než napětí, které by bylo v povrchové vrstvě bez pnutí. Tím se také zkrátí nukleační stádium. V případě, že je v povrchové vrstvě tlakové pnutí, dojde po sečtení s tahovou půlperiodou ke snížení napětí, než kdyby byla povrchová vrstva bez pnutí, a tak se prodlouží nukleace.
- *Jiné fázové a chemické složení v povrchové vrstvě* – vzniká buď účelně (povrchově zakaleno, nitridováno aj.) nebo nahodile (oduhličení povrchu). Pokud vzniklá vrstva působí větším odporem proti cyklické deformaci než primární matrice, tak má kladný vliv a prodlužuje nukleaci a životnost. V obráceném případě má silně negativní vliv.
- *Deformační zpevnění povrchové vrstvy* – vzniká již při opracování nebo uměle deformací povrchové vrstvy (kuličkování, balotinování aj.). V povrchové vrstvě se tak vytvoří reziduální (tlakové) pnutí. Deformačním zpevněním tedy vzrůstá odpor proti cyklické plastické deformaci a opět prodlužuje délku nukleačního stádia. Bohužel však tento efekt s rostoucím počtem zátěžových cyklů klesá [8].

Na nukleační stádium má také vliv korozivní prostředí. Vliv plynného prostředí je nepatrný. Vliv kapalného korozivního prostředí je zásadní, neboť extrémně snižuje délku nukleačního stádia. Hlavní důvody lze rozdělit do těchto jevů:

- *Vznik důlků* – vlivem naleptání lokálních míst dochází k vytvoření důlků, které následně slouží jako koncentrátoři napětí. Většinou to bývá selektivní koroze po únavových skluzových pásech (jako důsledek různého elektrochemického potenciálu).
- *Porušení ochranné oxidické vrstvy skluzem* – vlivem vytvoření katodické oxidické vrstvy na povrchu je zbylý objem kovu součástí chráněn před korozí. Jakmile dojde k porušení oxidické vrstvy, vznikne elchem. článok (velká katodická vrstva reaguje s malou anodickou oblastí v místě porušení). Dochází tak k naleptání kovu v místě porušení a následnému vzniku mikrovrubů [8].

Nukleace končí vytvořením povrchových mikrotrhlin.

1.1.3 Stádium šíření únavových trhlin

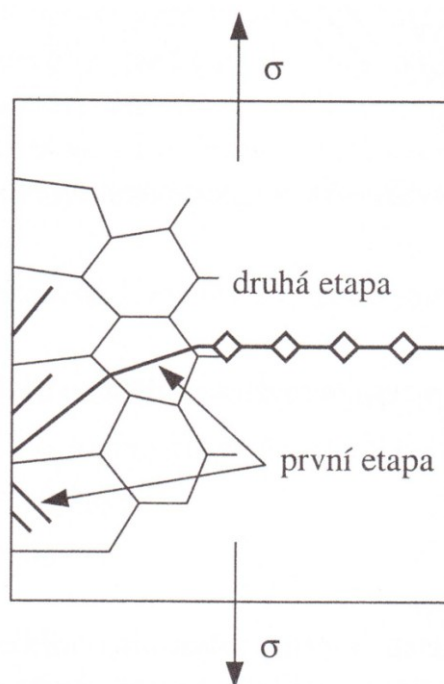
a) Etapy šíření

Šíření vzniklých mikrotrhlin lze rozdělit do tří etap:

- 1) šíření krátkých trhlin,
- 2) šíření dlouhých trhlin,
- 3) únavový lom.

1) Šíření krátkých trhlin

Největší skluzové napětí je při jednoosém namáhání v rovinách, které svírají se směrem namáhání úhel 45° . Ve všech kovech je velký počet skluzových rovin (např.: bcc kovy – 6, fcc kovy – 4 atd.). Skluzovou rovinou se nazývá rovina relativně hustě obsazená atomy. Z těchto skluzových rovin je aktivní ta, která je orientovaná přibližně k rovině maximálního skluzového napětí. Proto vznikající trhliny se šíří přibližně pod úhlem 45° od cyklického zatěžování. S rostoucím počtem zátěžných cyklů se trhliny propojují a zároveň rostou dále do hloubky. Tyto trhliny se stále drží podél aktivních skluzových rovin a šíří se transkrystalicky. Růst většiny trhlin se však s rostoucí hloubkou (délkou trhlin) zastavuje. Zbylé trhliny se začnou odchylovat z aktivních skluzových rovin a začnou se stáčet do směru kolmého na osu hlavního napětí, obr. 1.11 [2].



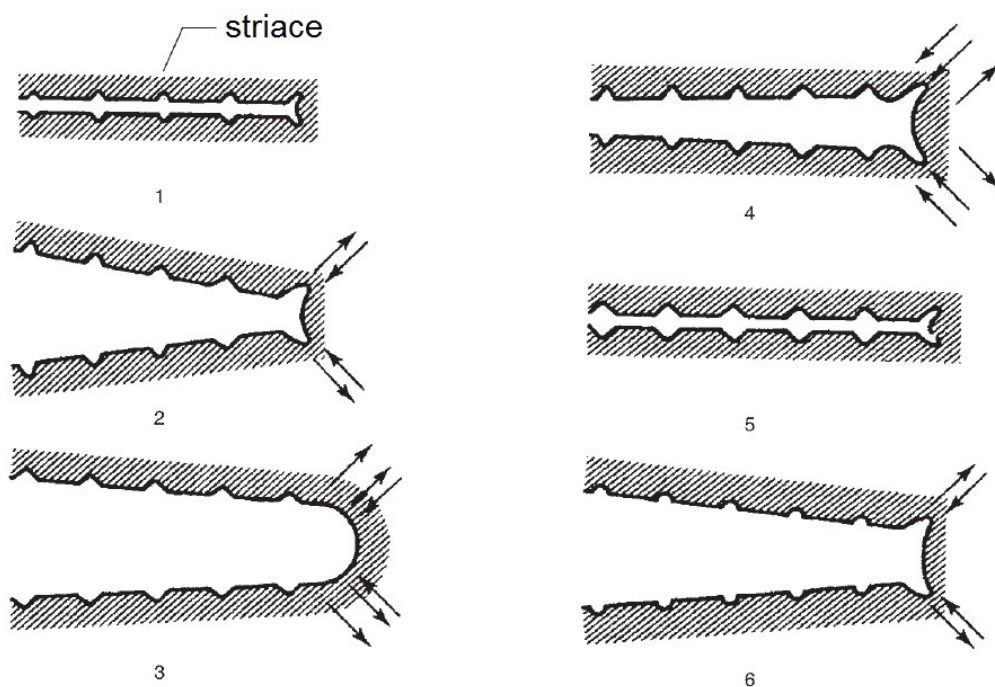
Obr. 1.11 Etapy šíření únavové trhliny [2]

2) Šíření dlouhých trhlin

Dochází k přechodu šíření trhlin z krystalografického na nekrystalografické. Zpravidla se šíří pouze jediná trhlina, někdy nazývaná jako magistrální. Růst ostatních trhlin se zastavil. Trhlina se šíří kolmo na směr hlavního napětí, na jejímž čele se objevuje plastická zóna. Ta tam vzniká působením vysoké koncentrace napětí. Stanovení délky trhliny, která určuje přechod z první etapy do druhé, je závislé zejména na zvoleném materiálu a na amplitudě zatěžování. Nejsou

zpravidla delší než desetiny milimetrů (výjimku tvoří např. některé vysokopevné slitiny niklu, které do druhé etapy vůbec nepřejdou). Se snižující se amplitudou zatěžování roste délka trhliny v první etapě. Také rychlost šíření je v první etapě malá, a proto je počet cyklů pro šíření trhlín v první etapě vyšší, než ve druhé (platí pro hladké součásti bez vrubů). U součástí s vruby (zejména ostrými) se první etapa stává zanedbatelnou a šíření trhlín se odehrává pouze ve druhé etapě. Trhlíny ve druhé etapě se šíří převážně transkrystalicky. Výjimku tvoří materiály, jejichž hranice jsou oslabeny nečistotami. Poté zde může být kombinace transkrystalického lomu s interkrystalickým [2].

Ve druhé etapě je rychlost šíření trhliny větší, a tak je vytvořená vzdálenost mezi žlábký větší taky. Základní model, který popisuje šíření trhliny, je navrhnul Lairdem, obr. 1.12. Při tahovém zatížení dochází na špičce trhliny k silné plastické deformaci v místě vysoké koncentrace napětí, následkem čehož se špička trhliny otupí. Protože ale napětí dále roste, trhlina se stále více otevírá a špička trhliny se zaobluje. Při snižování vnějšího napětí se trhlina začne uzavírat, ale špička trhliny se vlivem plastické deformace nemůže vrátit do své původní polohy, na lomové ploše zůstávají vytažené ve směru maximálního smykového napětí „uší“. To způsobuje typický vzhled únavové plochy – žlábkování. Následný přechod do tlakového napětí způsobí návrat do výchozí konfigurace s tím, že se trhlina prodloužila o jeden žlábek. Celý tento proces proběhne za jeden zátěžový cyklus, ale ne při každém cyklu k růstu trhliny dochází [8, 10].



Obr. 1.12 Schéma Lairdova mechanismu šíření únavové trhliny [10]

3) Únavový lom

Únavový lom je závěrečným stádiem nejen pro šíření únavových trhlín, ale i pro celý únavový proces. Vzhledem ke stále zvyšujícímu se napětí ve zmenšující se nosné ploše dojde překročením kritického napětí v tahové části zátěžového cyklu ke

konečnému lomu. Samotné dolomení součásti probíhá zpravidla rychle a nejčastěji má charakter křehkého lomu. Houževnatý lom se většinou vyskytuje za zvýšených teplot.

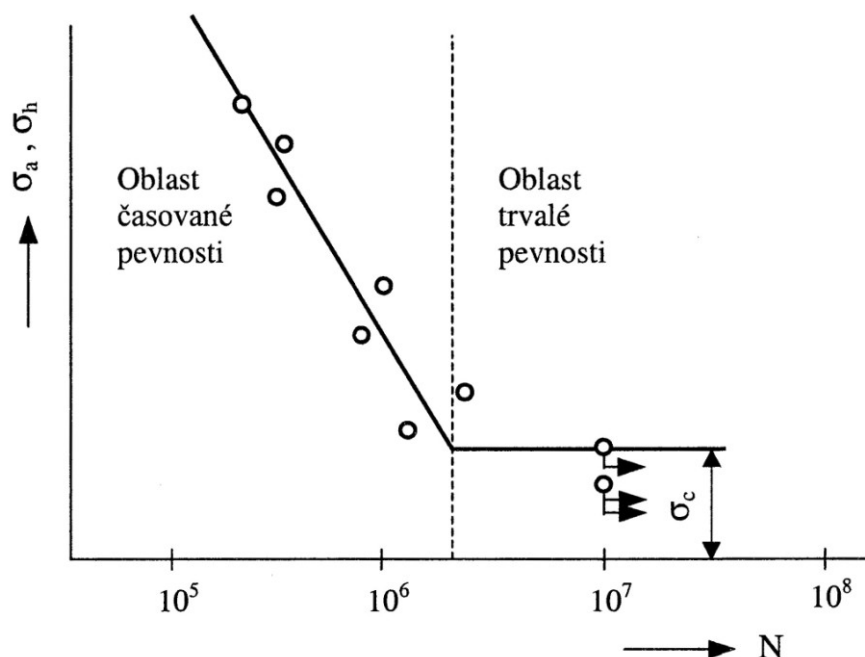
Před konečným lomem může u tenkých vzorků dojít k pootočení roviny šíření. Normála této roviny se z původní rovnoběžné polohy s osou zatěžování natočí do nové polohy posunutá o 45° . Je to způsobeno změnou stavu (z rovinné deformace do rovinné napjatosti). **Směr šíření trhliny však zůstává kolmý na osu zatěžování!** To znamená, že tento případ neodpovídá první etapě, kdy svírají normála roviny a směr postupu trhliny se směrem namáhání úhel 45° [2, 8].

1.2 Vysokocyklová oblast a mez únavy

Existuje velké množství definic, které vysokocyklovou únavu částečně popisují. Nejčastěji se uvádí, že u vysokocyklové únavy se jedná o čistě pružné chování, zatímco do nízkocyklové únavy se zahrnuje plasticita. Nízkocyklová únava je totiž řízena deformací, zatímco u vysokocyklové únavy se reguluje zatížení. Avšak toto není příliš jasný způsob, jak definovat rozdíly mezi nimi. Vysokocyklová únava obecně zahrnuje pásma nízkých amplitud, jmenovité cyklicky pružné chování a velké množství provozních cyklů.

V nízkocyklové a vysokocyklové oblasti popisují únavové vlastnosti dvě základní křivky – Mansonova-Coffinova a Wöhlerova-Basquinova. Mansonova-Coffinova křivka udává závislost počtu cyklů na amplitudě plastické deformace a Wöhlerova-Basquinova křivka popisuje závislost počtu cyklů na amplitudě působícího napětí. Ve vysokocyklové oblasti únavy je velikost amplitudy plastické deformace o několik řádů menší (asi 10^{-5}) než velikost elastické deformace. Proto není většinou možné Mansonovu-Coffinovu křivku v této oblasti využít [2, 3].

U Wöhlerovy křivky (často označovaná též jako S-N křivka), obr. 1.13, se vyskytuje v pravém konci diagramu po uplynutí velkého množství cyklů oblast, ze které lze získat statisticky významná data, která charakterizují chování materiálu. Je možné tedy zjistit nejen únavové chování materiálu při zatěžování, ale i následné hodnoty meze únavy σ_c . Pro přehlednost se počet cyklů nejčastěji udává v semilogaritmickém měřítku. Naměřené hodnoty se v diagramu jednoduchou aproximací znázorní jako dvě přímky, z nichž jedna je šikmá a druhá vodorovná. Průsečík těchto dvou přímek bývá většinou mezi 10^6 až $5 \cdot 10^6$ cyklů a rozděluje vysokocyklovou oblast na oblast časově omezené únavové pevnosti a oblast trvalé únavové pevnosti, z níž je určována hodnota meze únavy σ_c . Ta je základní únavovou charakteristikou, díky které je možné provést pevnostní výpočty u většiny součástí, aby byly odolné proti únavovému poškození. Lze také říci, že mez únavy je napětí, při kterém se na povrchu součásti vytvoří únavové mikrotrhliny, ale ty se samy o sobě nemohou dále šířit [2, 11].



Obr. 1.13 Wöhlerova křivka [2]

Únavový proces je ovlivněn velkým množstvím faktorů, které značně mění odolnost materiálu proti únavovému porušení. Některé z vlivů jsou:

- Vliv druhu zatěžování

Za rozhodující vliv na velikost meze únavy se považuje druh zatěžování. Materiály, reagující na různý druh zatěžování, vykazují rozdílné velikosti meze únavy. Pro tři základní druhy zatěžování (tah-tlak, krut a ohyb) se u oceli používá vztah:

$$\sigma_{oC} = 1,3 \cdot \sigma_C = 1,73 \cdot \tau_C, \quad (2)$$

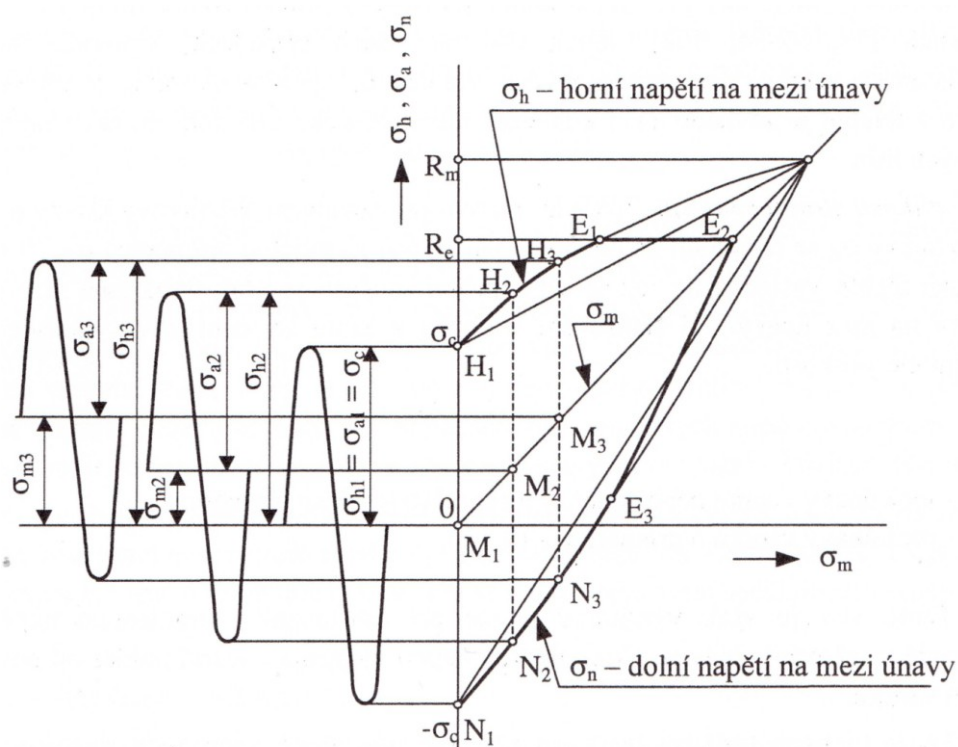
kde: σ_{oC} - mez únavy v ohybu,
 σ_C - mez únavy v tahu-tlaku,
 τ_C - mez únavy v krutu.

- Vliv asymetrie zátěžného cyklu

Vliv asymetrie zátěžného cyklu na velikost meze únavy je značná, protože mez únavy vzrůstá nebo klesá pro různé druhy zátěžných cyklů. To určuje velikost a znaménko statického předpětí. Důležitým výsledkem tohoto vlivu je grafické zpracování do Smithova, obr. 1.14, nebo Haighova diagramu. Je mnoho vztahů, které vyjadřují závislost mezní amplitudy zátěžného cyklu na střední amplitudě napětí, z nichž nejčastěji se používá:

$$\sigma_a = \sigma_C \cdot \left[1 - \left(\frac{\sigma_m}{R_m} \right)^\gamma \right], \quad (3)$$

kde: σ_a - mezní amplituda napětí,
 σ_m - střední napětí cyklu,
 R_m - mez pevnosti,
 γ - exponent.



Obr. 1.14 Smithův diagram [2]

- Vliv velikosti strojní součásti

Velikost vzorku je významná při zatíženích, kde nejvyšší napětí se nachází na povrchu součásti a s rostoucí hloubkou lineárně klesá. K tomu dochází pouze při zatěžování krutem, ohybem a jejich kombinacemi. Konvenční měření ke stanovení meze únavy se provádí na hladkých válcových vzorcích s průměrem 6 až 10 mm, zatímco u větších strojních součástí je nutné znát k získání vhodné meze únavy parametr, který bude zohledňovat vliv velikosti strojní součásti. Součinitel velikosti se určí:

$$k_V = \frac{\sigma_{oCd}}{\sigma_{oC}}, \quad (4)$$

kde: σ_{oCd} - mez únavy vzorku (součásti) o charakteristickém rozměru d,
 σ_{oC} - mez únavy vzorku o průměru 6 až 10 mm.

- Vliv vrubu

Značný vliv na únavové vlastnosti mají vruby konstrukční (osazení, drážky atd.) nebo technologické (rýhy vzniklé obráběním, poškození povrchu vznikem okují atd.). Při zatěžování dochází v místě vrubu ke koncentraci napětí, přičemž toto napětí

může snadno překročit mez kluzu, čímž dojde v jeho blízkém okolí ke vzniku tzv. plastické zóny. Na vrcholu vruby je největší koncentrace napětí a deformace, a tak zde dochází k iniciaci trhliny a jejímu následnému šíření již v oblasti zatěžované pouze elasticky. Součásti, na jejichž povrchu se nacházejí vruby, vykazují ve srovnání s hladkým povrchem nižší mez únavy součásti a menší počet cyklů do lomu [2].

- Vliv teploty

Únavové vlastnosti zásadně ovlivňuje provozní teplota. Při rostoucích teplotách únavová pevnost zpravidla klesá. Při teplotách blízkých teplotě tečení materiálu se významně projevuje frekvence zatěžování, zejména při asymetrickém cyklu. Dochází až ke změně mechanismu porušení (z transkrystalického lomu na interkrystalický). Při snížených teplotách únavová pevnost roste, zejména u hladkých součástí. U součástí s vruby není toto zvýšení meze únavy příliš patrné. Teplota se ale nesmí snížit pod tranzitní teplotu daného materiálu. Dojde totiž ke zkřehnutí materiálu, následkem čehož se výrazně sníží mez únavy.

- Vliv okolního prostředí

Pokud je materiál vystaven agresivnímu prostředí, dochází k ovlivnění jeho únavových vlastností, přičemž ovlivněná je zvláště iniciace a růst únavových trhlin. Např. v korozním prostředí dochází na povrchu součásti k naleptávání (především ve skluzových pásech), až vzniknou jamky, které působí jako vruby. Tím se značně sníží délka nukleačního stádia. U koroze v lokálním místě dochází ke vzniku rozdílu elektrochemického potenciálu a ke vzniku mikrovrubu. Nejen proto je rychlost šíření únavových trhlin až o řád vyšší, než v prostředí neutrálním [2].

- Vliv stavu povrchu

Vliv povrchu a jeho stavu na únavové vlastnosti je významný, neboť únavové trhliny vznikají především na povrchu součásti. Nerovný povrch zůstává i při nejjemnějším broušení, a tak tyto nerovnosti působí jako mikrokoncentrátoři napětí. Čím je povrch jakostnější (hladší), tím je také mez únavy vyšší. Také čím je materiál pevnější (vyšší R_m), tím je citlivější na jakost povrchu. Tento vliv je dán součinitelem stavu povrchu, který se vypočítá takto:

$$k_p = \frac{\sigma_{cp}}{\sigma_c}, \quad (5)$$

kde: σ_{cp} - mez únavy vzorku s danou drsností povrchu,

σ_c - mez únavy vzorku s leštěným povrchem o drsnosti $R_a = 0,025 \mu m$.

- Vliv zbytkových napětí v povrchové vrstvě

Plastickou deformací povrchu se vnese do povrchové vrstvy zbytkové pnutí (tahové a tlakové), které vznikají podle způsobu deformace, jako je mechanická, tepelná, fázovou transformací atd. Při vnášení napětí do povrchové vrstvy je nutné,

aby se potlačilo pnutí tahové, neboť snižuje mez únavy materiálu. Proto je snaha vnést plastickou deformací tlaková pnutí, protože mají zásadní význam na vznik a rozvoj únavových trhlin. V případě, kdy dojde na povrchu k vytvoření únavové trhliny, působí tlakové napětí v povrchové vrstvě tak, že trhlínu uzavírá nebo zmenšuje velikost jejího rozevření, což v konečném důsledku způsobí zpomalení růstu trhliny a zvyšuje únavovou životnost.

- Vliv chemicko-tepelného zpracování

Chemicko-tepelné zpracování, jako je cementace, nitridace aj., zvyšuje nejen odolnost povrchu vůči opotřebení, ale většinou také únavovou životnost.

Nejčastěji se používá cementace, protože je v porovnání s nitridací levnější a zvýšení odolnosti proti opotřebení povrchu velké. Cementace má v povrchové vrstvě velké tlakové pnutí a tvrdost, a to způsobí u středně rozměrných součástí s vrubem vzrůst meze únavy o 30 až 70 %.

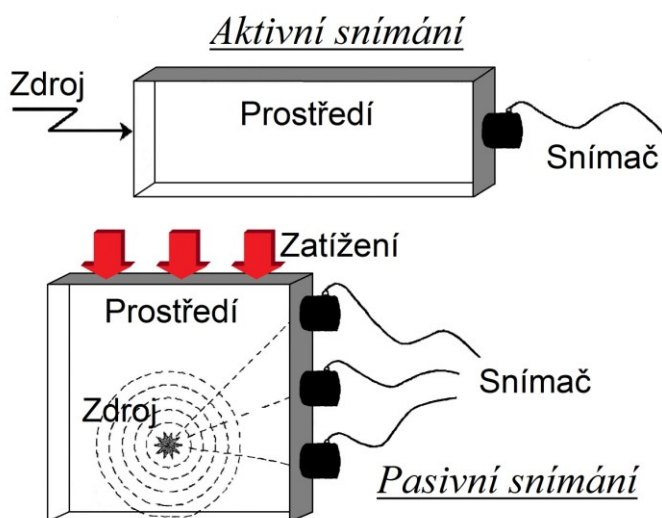
Mimo cementaci se velmi používá také nitridace. Zde je zvýšení meze únavy u středních nebo malých součástí s vrubem o 50 až 70 % oproti součástkám pouze zušlechťeným. Důvody jsou stejné jako v případě cementace [2].

2 NEDESTRUKTIVNÍ METODY ZKOUŠENÍ

Aby bylo možné zjistit, k jakým strukturním změnám dochází ve vzorcích během cyklického zatěžování a které zároveň nelze objevit pouze vizuálním pohledem, je potřeba použít metody nedestruktivního testování, které umožní sledovat např. podmínky zatěžování, stav mikrostruktury apod. Existuje šest základních metod nedestruktivního zkoušení. Jsou to zkoušení ultrazvukem, radiografické, magnetické, zkoušení vířivými proudy, vizuální a kapilární. Velké využití mají také zkoušky těsnosti a dnes progresivně rostoucí využití metody akustické emise. A právě k hodnocení únavových procesů lze metodu akustické emise využít. Bohužel má tato metoda také mnohá omezení, např. kolem mikrostruktury. Při této metodě se zaznamenává změna v mikrostruktuře (něco se děje) a i když se neustále pracuje na zdokonalení, tak stále jsou obtíže určit přesněji mnoho dějů v materiálu (zda dojde k poskoku několika dislokací či k vytvoření perzistentního skluzového pásu). Proto je v této práci využita ještě druhá nedestruktivní metoda, která umožňuje náhled přímo do struktury materiálu vzorku až na atomární úrovni, a to rentgenová difrakce [12, 13].

2.1 Akustická emise

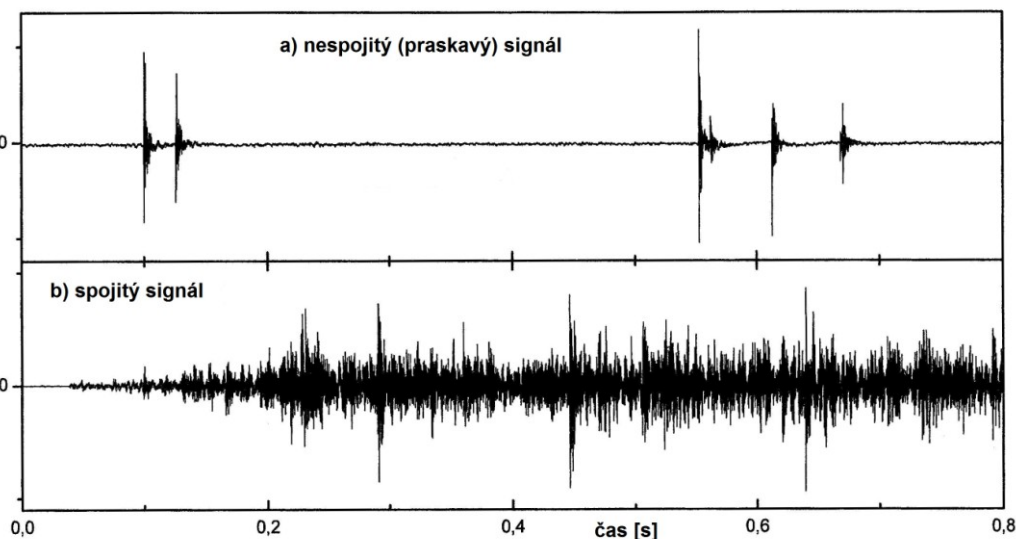
Vznik plastické deformace při namáhání kovu je doprovázen akustickými zvuky, jako jsou šum, praskání apod. Tyto zvuky jsou zpravidla lidským sluchem nezaznamatelné (z kovů tvoří výjimku cín a zinek, které při plastické deformaci „křičí“). Principem této nedestruktivní metody je detekování těchto zvuků, převedení na elektronický signál a jeho následné zpracování a vyhodnocení detekovaného signálu akustické emise. Od ostatních metod se liší tím, že zde je snímána emise emitovaná přímo ze vzorku a jedná se tedy o pasivní metodu snímání, obr. 2.1. U jiných metod (např. ultrazvuk) se nachází zdroj vně a až poté prochází materiálem. Při této metodě nemusí nutně docházet pouze k plastické deformaci. Metodou akustické emise je možné snímat také tření, sváření, netěsnosti, a s tím spojené úniky médií, porušování konstrukce apod. [12, 14, 15].



Obr. 2.1 Porovnání principu aktivního a pasivního snímání [14]

Následně dochází k detekci povrchových vln. Podle typu signálu se akustická emise dělí do dvou základních skupin:

1. *praskavá akustická emise* – ve výstupu elektrického signálu dochází k událostem, které jsou navzájem časově odděleny (obr. 2.2a),
2. *spojitá akustická emise* – ve výstupu elektrického signálu dochází k mnoha událostem současně (nejsou navzájem časově odděleny, obr. 2.2b) [12].



Obr. 2.2 Porovnání praskavého a spojitého signálu akustické emise [14]

Obtížné ale je, že každý snímač sejme jednu stejnou událost trochu jinak. Vliv na to má několik faktorů:

Útlum – snímače umístěné blízko zdroje akustické emise detekují oproti snímačům vzdáleným od tohoto zdroje silnější signál, což je způsobeno rozptylem energie a útlumem vln;

Disperze – zdroj akustické emise působí u snímačů umístěných blíž ostrý puls, zatímco ve snímačích vzdálenějších dochází k potlačení vyšší frekvence;

Časové zpoždění – bližší snímače zaznamenají signál akustické emise o chvilinku dříve, než snímače umístěné ve větší vzdálenosti.

Vysoká citlivost metody akustické emise je dána dvěma faktory:

- energie, která byla ze zdroje rázově uvolněna, je soustředěna do úzké rázové vlny,
- detekce akustické vlny při statickém zatěžování je mnohem méně citlivější, než když detekce probíhá při zatěžování dynamickém.

Akustickou emisí se nejčastěji detekuje v šířce frekvenčního pásma od 20 kHz do 1 MHz. Ve zvláštních případech lze zaznamenávat nižší i vyšší frekvence. Důležité je poznamenat, že není vhodné měřit jedním rezonančním snímačem v celé šířce měřitelného pásma, ale zvolí se takový snímač, který má své frekvenční pásmo užší, jako např. rezonanční snímač o jmenovité snímané frekvenci 200 kHz měří

v šířce od 100 kHz do 400 kHz a frekvence mimo tato pásma jsou filtračně potlačena [12].

Nejvyšší citlivosti a dosahu šíření zdroje akustické emise lze dosáhnout pouze při nízkých frekvencích. Zároveň při nejvyšší citlivosti detekce akustické emise je také akustické rušení největší, jako např.:

- *vliv okolního prostředí* – při nejnižších frekvencích,
- *vliv vibrací a chvění* – při středních frekvencích (do 20 kHz).

Problém s vibracemi a chvěním je i při vysokých frekvencích, ale s rostoucí frekvencí velikost rušení klesá.

Vlastnosti akustické emise a jejich využití pro nedestruktivní zkoušení:

- Musí dojít k podnětu v průběhu procesu, jakožto zdroje akustické emise (např. růst napětí při tahové zkoušce, růst tlaku v expanzní nádrži aj.).
- Snímatelnost akustické emise je možná jedině v postupném vývoji procesů.
- Většina zdrojů akustické emise je neopakovatelných, což znamená, že je lze zaznamenat pouze jednou a zdroje akustické emise jsou nevratné.
- V průběhu zkoušení pomocí akustické emise je vzorek (část vzorku) či celá konstrukce snímána mnoha snímači a tato metoda se nazývá integrální.
- Při snímání akustické emise se zaznamenávají jak vady na povrchu konstrukce, tak i uvnitř objemu materiálu (včetně špatně přístupných míst). Proto lze říci, že akustická emise je metodou objemovou.
- Předchozí vlastnost zvyrazňuje detekovatelnost akustické emise v objemu konstrukce, což je možné uplatnit pro snímání defektů v místech s velmi obtížným přístupem. Akustická emise je metodou neinvazivní.
- Protože dochází k detekování defektů v průběhu zatěžování, lze metodu akustické emise využít k on-line pozorování rozvoje porušení. Zároveň se zaznamenávají podmínky, při kterých je snímána vzniklá akustická emise od defektu [12].

Výhody použití akustické emise:

- Pokud nedochází k detekci akustické emise aktivitou defektu při největších zatíženích v provozních podmínkách, pak tato konstrukce vykazuje při výše zvolených podmínkách vysokou odolnost.
- Při použití detekování akustické emise je možné on-line pozorování chování defektu za skutečného zatížení, vlivu teploty aj., či samotného chování materiálu v místě defektu a jeho postupné znehodnocování.

Nevýhody použití akustické emise:

- Zkoušku pomocí metody akustické emise nelze opakovat.

- Nelze snímat vady, od kterých není aktivita akustické emise. To je u defektů statických (neaktivních) nebo defektů s tichou aktivitou (pro snímač nezaznamatelnou).
- Aby bylo možné detekovat akustickou emisi, je nutné vložit do soustavy nějaký impuls, např. zatížení.
- Impuls, který byl vložen do soustavy k aktivování defektu, může mít za následek vznik rušivé akustické aktivity, která svou velikostí znesnadní či znemožní vyhodnocování.

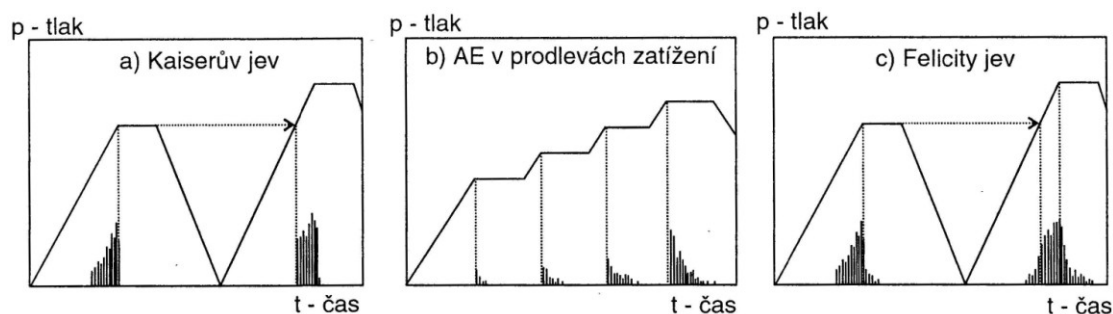
Důležité je mít na paměti, že měření pomocí akustické emise nelze plnohodnotně aplikovat všude. Na rozdíl od ostatních metod nedestruktivního testování je tato metoda více závislá na druhu materiálu, konstrukce, velikosti, velikosti rušení, historii zatížení apod. nebo na samotném stanovení předpokladů, jaké procesy se budou metodou akustické emise detekovat [12].

Nevratnost procesů při zkoušení metodou akustické emise:

Za základní příčinu nevratnosti procesu je vliv tzv. Kaiserova jevu, obr. 2.3a). Ten popisuje chování materiálu jakožto zdroje akustické emise, který vzniká v mnoha procesech, jako např. při plastické deformaci. Materiál se vystaví zatížení, při kterém již nastává plastická deformace a lze tento děj snadno mapovat akustickou emisí. Při přerušení namáhání a jeho opětovným spuštěním však dojde k zaznamenání akustické emise až po překročení předchozího napětí, za kterého byla plastická deformace předtím ukončena.

Když je materiál vystaven velké rychlosti plastické deformace, nestíhá celý objem materiálu včas reagovat na vnesené vnitřní napětí a při následném zastavení vnějšího zatížení dochází k takzvané relaxaci napětí v materiálu, obr. 2.3b). Pokud je tento jev pozorován, vznikají v materiálu zóny různého typu. Jedny jsou zplastizované zlehka nebo takřka netčené, zatímco jiné oblasti (především na čele trhliny, vrubů, defektů a dalších koncentrátorů napětí) jsou silně zdeformované. Toto nehomogenní rozložení má velký vliv na mechanické vlastnosti materiálu.

Jestliže je materiál zatěžován tak, aby ve zkoumaném vzorku docházelo ke Kaiserovu jevu, ale je při zatěžování zaznamenána akustická emise na nižší hodnotě napětí, než bylo ukončení předešlé, nazývá se tento jev Felicity, obr.2.3c). Toto chování materiálu je také negativní, protože materiál špatně reaguje na vnější zatížení [12].



Obr. 2.3 Základní jevy při snímání akustické emise [12]

Vznik akustické emise a faktory, které jeho detekovatelnost ovlivňují

Namáháním materiálu dochází v jeho objemu k pohybu defektů. Tyto pohyby mohou být buď kontinuální, nebo skokové. Pohybem uvolněná vnitřní energie (pnutí) je považována za zdroj akustické emise. K uvolnění vnitřní energie dochází:

- Odtržením dislokace od překážky (precipitát, vnesené částice atd.) nebo vytržením dislokace z oblasti obohacené o příměsové prvky.
- Proražením překážky, případně nakupením velkého množství dislokací v jednom místě, následkem čehož se vytvoří mikrotrhlina.
- Vytvořením křehké mikrotrhliny, lomem nekovových částic, které jsou rozptýleny v materiálu nebo jeho samotná dekoheze.
- Spojování trhlin a jejich skokový růst, praskání mŕstvků mezi kavitami atd [12].

Na detekovatelnost akustické emise mají značný vliv materiálové vlastnosti, především křehkost (houževnatost), plasticita a schopnost materiálu zpevňovat. Existují vlivy, které zlepšují uvolňování vnitřní energie, a tím zvyšují detekovatelnost.

Základní přínosné vlivy jsou: vznik trojosé tahové napjatosti, vyšší rychlost zatížení při nižších teplotách, pevnější materiály s vyšší mezí kluzu (termomechanicky zpracované oceli, martenziticky vytvrditelné oceli atd.), nízká tažnost, nižší míra zpevnění (lépe mírné změkčení), větší objem pozorovaného materiálu (tlustostěnné konstrukce) a vyšší heterogenita v materiálu, případně vyšší obsah nečistot.

Naproti tomu jsou také vlivy, které snižují detekovatelnost akustické emise v materiálu. Tyto vlivy jsou především: vznik dvouosé rovinné napjatosti, nižší rychlost zatížení při vyšších teplotách, materiály, které vykazují nižší mez kluzu (hlubokotažné oceli, austenitické oceli atd.), vysoká tažnost, vyšší míra zpevnění, menší objem pozorovaného materiálu (tenkostěnné konstrukce, tenké plechy), vysoká čistota a homogenita v materiálu.

Jestliže se materiál chová křehčeji, dojde k uvolnění většího množství energie a vzniklá akustická emise je detekovatelná při vysokých frekvencích (stovky kHz až jednotky MHz). Naopak u houževnatějších materiálů je energie uvolněna s nižší intenzitou akustické emise, a proto se musí detekovat při nízkých frekvencích (jednotky až desítky kHz) [12].

Akustická emise se používá také ke zjišťování netěsnosti a případnému měření úniku kapalin a plynů. Zdrojem akustické emise v kapalinách je tlakové kolísání turbulentního proudění. Vliv na jeho ostrost má stav povrchu ve styku s tekutinou, změna tloušťek a tvar výstupní štěrbiny. Tyto faktory mají značný vliv na čistotu zaznamenaného signálu akustické emise. Na každé nerovnosti, změně rozměru, ostré hraně aj. vznikají rušivé zdroje akustické emise. Hodnota frekvence emitované akustické emise je dána velikostí rozměrů, kde je zdroj akustické emise. Jsou-li rozměry zdroje velké (křídlo letadla), jsou emitované frekvence malé (nízkofrekvenční). V opačném případě (např. trhlina v potrubí) jsou vzniklé frekvence vysoké (vysokofrekvenční). V důsledku toho dochází ke kontinuálnímu

průtoku kapaliny trhlinou, jednotlivé pulsy akustické emise splývají v jednu spojitou akustickou emisi.

Přítomnost rušivých zdrojů je silně nežádoucí, neboť nenesou využitelné informace a navíc znesnadňuje vyhodnocování snímané akustické emise. Proto je důležité včas určit rušivý zdroj akustické emise a následně ho eliminovat.

Jako základní rušivý zdroj lze považovat vzájemný posuv a tření mezi částmi. Tento jev je pozorovatelný všude, kde jsou části snímané a části nosné. Typickým zdrojem je závitový spoj, kterým je buď spojeno potrubí, nebo je např. pomocí něho upevněna čelist se vzorkem. Při zatěžování dochází k mikroposuvu a následného emitování rušivého zdroje akustické emise. Zdrojů je mnohem více a vyznačují se nespojitým (praskavým) signálem akustické emise. Důležité je se pokusit rušivé zdroje akustické emise vhodně určit a přizpůsobit tak umístění snímačů v místech s nejnižším možným ovlivněním.

Jiným druhem rušivého zdroje se vyznačuje, jak bylo již dříve o tom psáno, netěsnost potrubí nebo únik média z potrubí (třeba i malý). Tím se vytvoří signál, který je spojitý (je neustále emitován) a často dokáže svojí silou znemožnit celé měření akustické emise. Mezi další zdroje spojitého signálu akustické emise patří například servoválec servohydraulického zkušebního stroje.

Zdrojů rušivého signálu akustické emise je mnoho. Pokud se měří v místech, které nejsou dostatečně chráněny před povětrnostními vlivy, může dojít k rušení různých zdrojů, jako je například pro spojitý rušivý signál při foukání větru přes měřenou část, nebo nespojitý signál při dopadu kapek vody na povrch snímané konstrukce [12].

Využití metody akustické emise v materiálovém výzkumu:

V současné době probíhá průzkum v oblastech, kde by bylo možné aplikovat tuto silně se rozrůstající metodu nedestruktivního testování. Jednou z nich je využití výhod metody akustické emise v materiálovém inženýrství a to v případech, ať už se jedná o tváření nebo mechanické a únavové zkoušení. K tomuto výzkumu dochází mimo jiné i na naší fakultě, přesněji na Ústavu konstruování, Fakulty strojního inženýrství, Vysokého učení technického v Brně [16, 17].

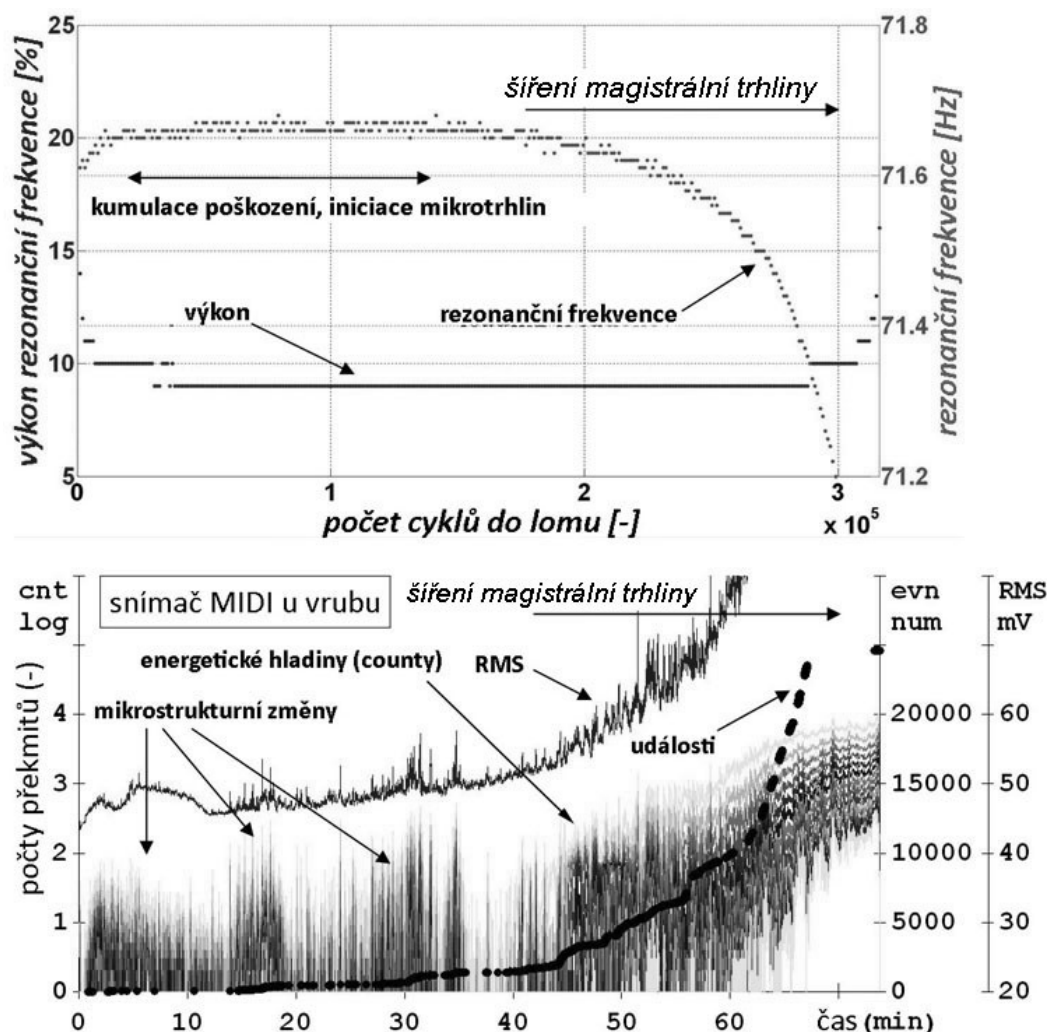
Příkladem lze uvést detekci akustické emise při únavovém poškozování materiálu. Strukturní změny, které v materiálu probíhají v důsledku cyklického zatěžování, nelze nijak vizuálně pozorovat. Je ale možné materiál „poslouchat“, respektive zaznamenávat emitovanou akustickou emisi. Ze zaznamenané akustické emise spolu s rezonanční frekvencí zatěžování stroje je možné vypočítat, kdy dojde ve zkoumaném materiálu ke vzniku trhlin a jejich následnému šíření. Jako příklad záznamu zde výborně poslouží únavová zkouška v ohybu, provedená na hliníkové slitině 2017A/T4, obr. 2.4. V průběhu zatěžování se zaznamenává mnoho parametrů, jako jsou:

- rezonanční frekvence zatěžovaného tělesa,
- počet cyklů do lomu,
- generovaná akustická emise,

- efektivní hodnota energie (výkonu) signálu – RMS,
- velikost a množství hitů,
- množství frekvenčních spekter [16].

Z horního diagramu, kde je vynesena závislost výkonu rezonanční frekvence zatěžovacího stroje na počtu cyklů do lomu, je viditelné, kdy došlo k transkrystalickému šíření trhliny, které je ukončeno náhlým lomem zatěžovaného vzorku. Není z něj však možné určit počáteční změny ve struktuře, samotnou iniciaci mikrotrhlin a jejich postupné šíření, až po vznik magistrální trhliny.

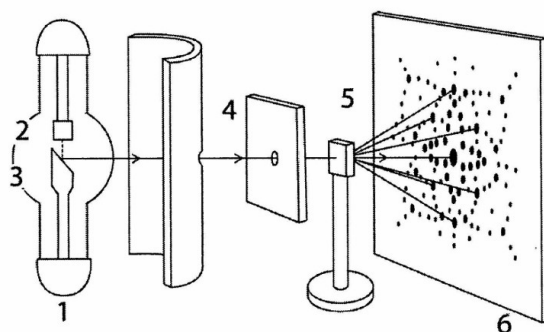
Na druhém spodním grafu, na němž je vynesena závislost množství překmitů na časové délce celé zkoušky, je vynesena záznam akustické emise, emitované z vrubu vzorku. Ze záznamu jsou patrné procesy, ke kterým docházelo ve vzorku v průběhu zatěžování. V první části, zhruba kolem 3. minuty, je vidět, že vyslané energetické hladiny ukazují změny v mikrostruktuře. Při porovnání s horním grafem je patrné, že v materiálu došlo ke zpevnění. Další místa s viditelnou aktivitou akustické emise jsou od 15. a poté ještě kolem 27. minuty. V těchto časových intervalech pravděpodobně došlo vlivem koncentrace cyklické plastické deformace k iniciaci a vzniku povrchových únavových mikrotrhlin, přičemž nelze jednoznačně říct, kdy ke vzniku trhlinek došlo. Následně kolem 40. minuty, čemuž odpovídá zhruba $1,72 \times 10^5$ cyklů, je již patrné, že aktivita akustické emise silně roste a zároveň rezonanční frekvence zatěžovaného vzorku klesá. To je způsobeno růstem magistrální trhliny a snížením celé tuhosti vzorku.



Obr. 2.4. Záznam rezonanční frekvence zařízení RUMUL (nahore) a záznam signálu AE (dole) z vrubu vzorku během únavové zkoušky v ohybu ($\sigma_a = 210$ MPa, $N_f = 315\,000$ cyklů, $R = -1$) [16]

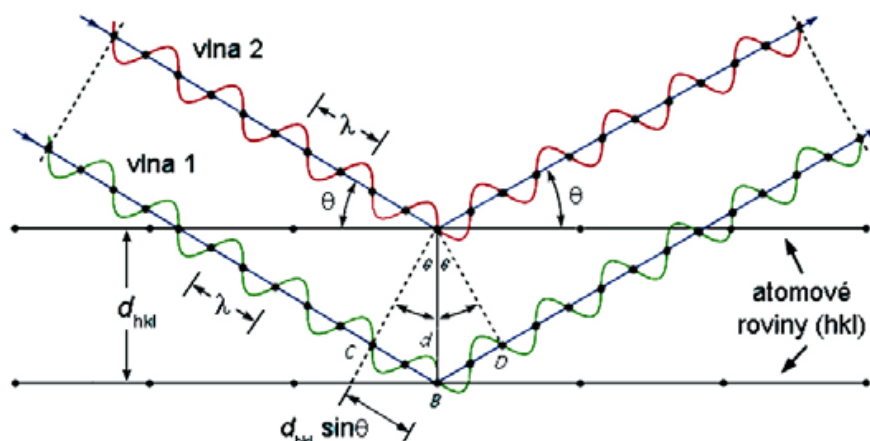
2.2 Rentgenová difrakce

Ke zjištění atomové struktury hmoty slouží difrakční analýza. Ta může vycházet z rentgenového, elektronového nebo neutronového záření, přičemž obecná pravidla těchto tří záření se mezi difrakčním obrazem a reálným uspořádáním atomu neliší. Nejčastěji se používá difrakce rentgenovým zářením, jehož vlnová délka je přibližně rovna velikosti atomů (cca $1 \text{ \AA} = 0,1 \text{ nm}$). Rentgenové záření, které dopadá na krystal, způsobí (mimo jiných) vyzáření elektromagnetických vln s přibližně shodnou vlnovou délkou, které jsou nutné pro pružný rozptyl. Vzniklé vlny, vytvořené každým atomem, mají stejný fázový rozdíl. Dopadá-li rentgenové záření na krystal, jehož atomy jsou rovnoměrně uspořádány, dojde k difrakci (ohybu) rentgenového záření. Vytvoří se tak difraktogram (ohybový obrazec), ze kterého je možné numericky určit polohu atomů v krystalu, obr. 2.5. Rentgenové záření lze použít i u amorfních pevných látek a kapalin, jen zde nevznikají tak ostrá difrakční maxima rozptýleného záření jako u krystalických látek [18, 19].



Obr. 2.5 Schéma uspořádání a vznik difraktogramu za působení rentgenového záření:
1 – rentgenka; 2 – katoda; 3 – anoda; 4 – clonky; 5 – krystal; 6 – difraktogram [18]

Působením elektromagnetických vln se rozkmitá elektronový obal proti kladně nabitému jádru se stejnou vlnovou délkou. Každý atom se tak stane vysílačem sekundárního rentgenového záření o stejné vlnové délce jako primární dopadající záření a jejich interferencí dojde k vytvoření difraktogramu.



Obr. 2.6 Odvození Braggovy rovnice [20]

Difrakční obraz je možné odvodit ze struktury krystalu. Záření, které prochází atomy ležícími v rovnoběžných rovinách a již došlo k jejich vzájemné interakci s primárním zářením, musí být s primárním zářením ve fázi, aby mohlo dojít k reflexi (odrazu). K reflexi dochází jedině při shodné fázi v rovnoběžných rovinách. Pokud nebudou ve fázi, dojde k velké ztrátě rozptýlených svazků. Vzniklý dráhový rozdíl, který je způsoben mezirovinnou vzdáleností, musí být roven celistvému počtu n vlnových délek. K zajištění shodné fáze záření, které vychází ze všech atomů, slouží Braggova rovnice:

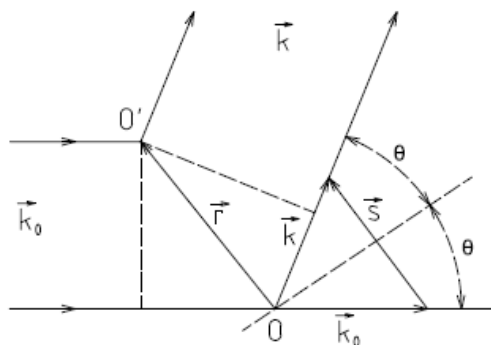
$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \theta, \quad (6)$$

kde: n - řád reflexe,

λ - vlnová délka rentgenového záření,

d_{hkl} - systémové roviny (h k l) vzájemně vzdálených d_{hkl} ,

θ - odleskový (Braggův) úhel, pod kterým dopadá primární paprsek na systém rovin (h k l) [18, 21].



Obr. 2.7 Rozptyl vln na dvou bodových centrech [19]

Pokud např. jsou dvě rozptylová centra označená O a O' , obr. 2.7, přičemž bod O je počátkem souřadné soustavy a O' je posunut velikostí vektoru r , pak se při průchodu rovinnou vlnou stanou obě rozptylová centra vytvářečem sekundárních vln. Problém bude v interferenci vln, jelikož primární vlna má různé fáze v obou rozptylových centrech, a tak dojde k zesílení (pokud fáze splynou) nebo zeslabení vln. K tomu, aby v rovinné osnově proběhla difrakce, slouží difrakční vektor (někdy nazýván také vektor rozptylu):

$$\mathbf{s} = \frac{\mathbf{k} - \mathbf{k}_0}{2 \cdot \pi}, \quad (7)$$

kde: $\mathbf{k}, \mathbf{k}_0$ - vlnové vektory dopadajícího a rozptýleného záření.

Pak tedy, v případě pružného rozptylu dvou bodových center, platí:

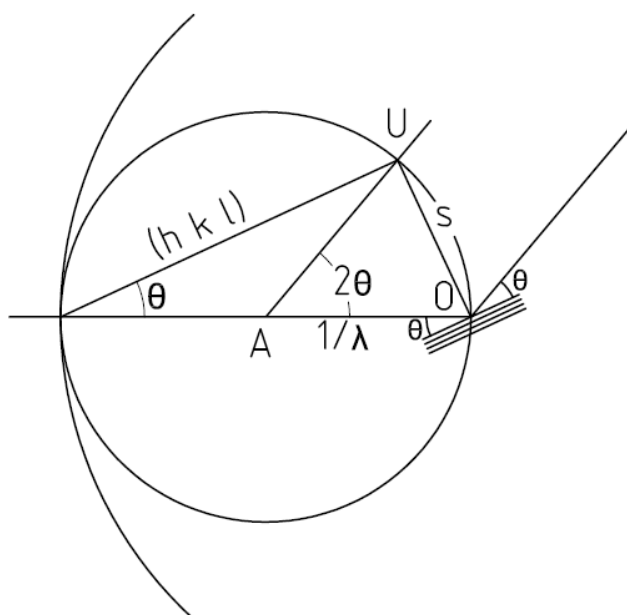
$$|\mathbf{s}| = \frac{|\mathbf{k}| \cdot |\mathbf{n} - \mathbf{n}_0|}{2 \cdot \pi} = \frac{2 \cdot \pi}{\lambda} \cdot \frac{|\mathbf{k}| \cdot |\mathbf{n} - \mathbf{n}_0|}{2 \cdot \pi} = \frac{2 \cdot \sin \theta}{\lambda}, \quad (8)$$

kde: $\mathbf{n}, \mathbf{n}_0$ - jednotkový vektor kolmý na vlnoplochu.

Pro velikost difrakčního vektoru musí platit:

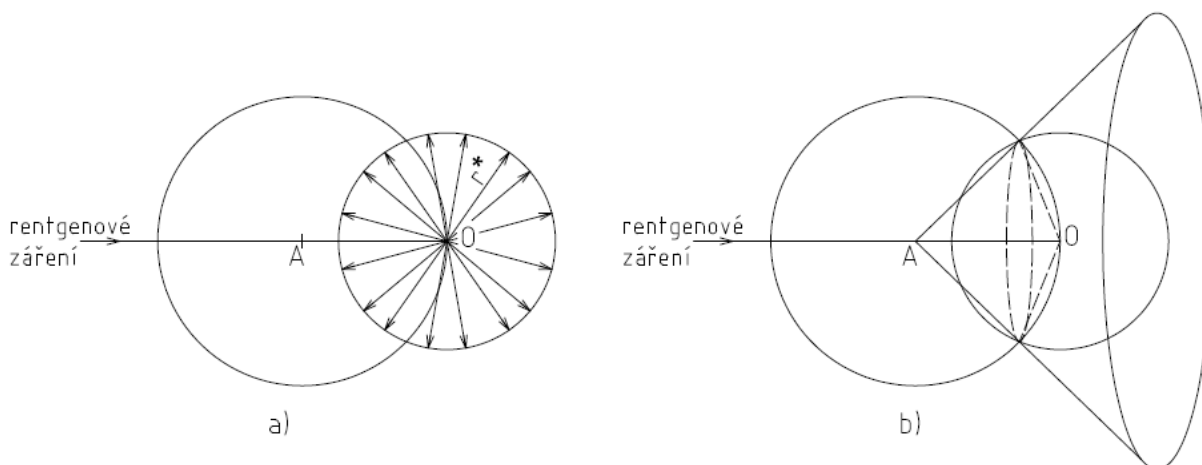
$$s = |\mathbf{s}| = \frac{2 \cdot \sin \theta}{\lambda} = \frac{2}{\lambda} \cdot \frac{\lambda}{2 \cdot d_{hkl}} = \frac{1}{d_{hkl}} \quad (9)$$

K zobrazení struktury materiálu pomocí rentgenové difrakce se využívá Ewaldova konstrukce, obr. 2.8. V bodě O je umístěn počátek souřadné soustavy – leží zde vzorek. Střed kulové plochy, nazývané Ewaldovou či reflexní sférou, je označena písmenem A a prochází počátkem O . Poloměr AO je roven převrácené velikosti vlnové délky rentgenového záření a polohou se nachází proti směru působícího záření. Aby mohlo dojít k difrakci rentgenového záření ve směru AU , musí být umístěn v Ewaldově sféře alespoň nějaký uzel U reciprokého zobrazení [18, 19].



Obr. 2.8 Ewaldova konstrukce [22]

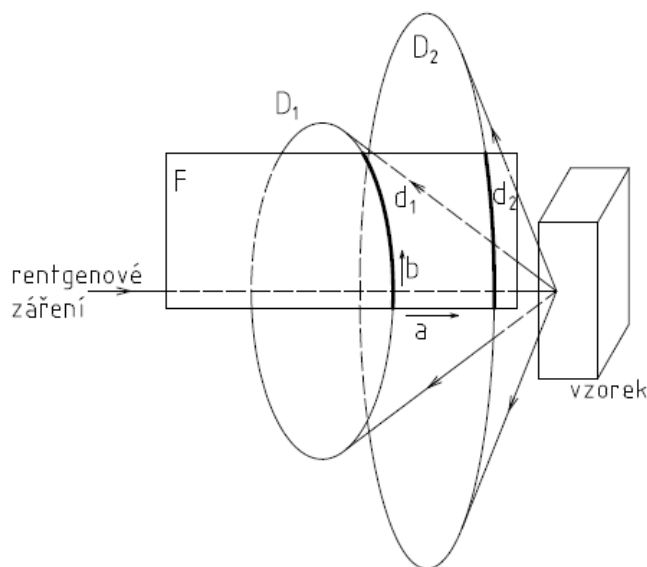
Pokud je materiál podrobený rentgenové difrakci polykrystalický, vytvoří se mnoho uzlových bodů r^* , přičemž střed této sféry se nachází v bodě O a poloměr má velikost difrakčního vektoru s , obr. 2.9a). V místech, kde se protne takto vzniklá kulová sféra s Ewaldovou sférou, se vytvoří kružnice. Touto kružnicí procházejí difraktované paprsky a tvoří kuželovou plochu, jejíž vrchol leží ve středu Ewaldovy sféry, obr. 2.9b).



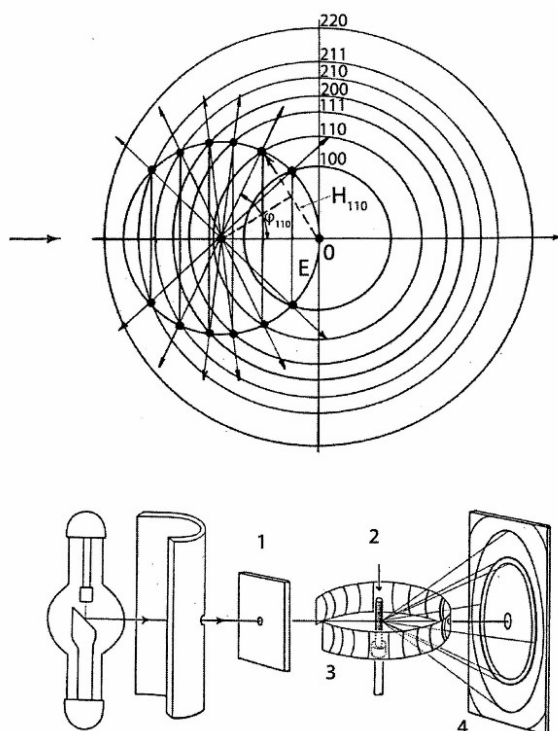
Obr. 2.9 Difrakce rentgenového záření na polykrystalickém vzorku a vznik kuželové plochy [22]

Z difraktovaných paprsků vzniklé kuželové plochy jsou zaznamenány jako difrakční linie, obr. 2.10, 2.11 [18, 23]. Vzniklé difrakční linie jsou zachyceny na záznamovém filmu a tyto difrakční stopy popisují mozaikové bloky. Pokud se difrakční stopy navzájem nepřekrývají, znamená to, že ozářené mozaikové bloky jsou velké a materiál je tudíž hrubozrnný, obr. 2.12a). Jestliže se však mozaikové

bloky překrývají, materiál je jemnozrný, difrakční linie se rozšíří a z difraktogramu je možné stanovit jejich velikost pomocí radiální rozlehlosti, obr. 2.12b). Zvláštním případem je zobrazení nerovnoměrného rozložení mozaikových bloků, nazývaná textura. Velikost těchto mozaikových bloků, jejichž difrakční stopy jsou svojí orientací blízké odděleným částem, se stanovuje z šířky segmentů, obr. 2.12c) [22, 24].



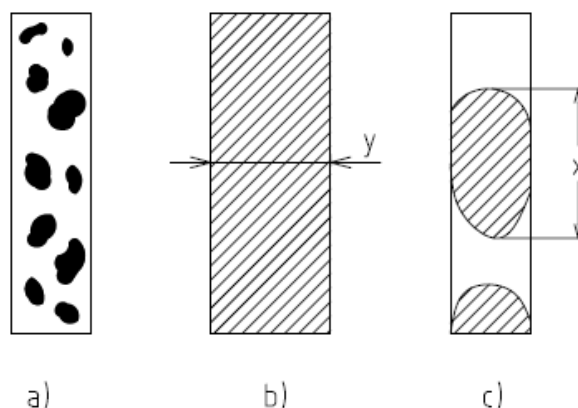
Obr. 2.10 Vznik difraktogramu [23]



Obr. 2.11 Difraktogram polykrystalického materiálu.

V horní části – Evaldova konstrukce.

Popis schématu difrakčního experimentu: 1 – clona; 2 – polykrystalický vzorek; 3 – válcový záznamový film; 4 – rovinný záznamový film [18]



Obr. 2.12 Orientace a velikost mozaikových bloků [22]

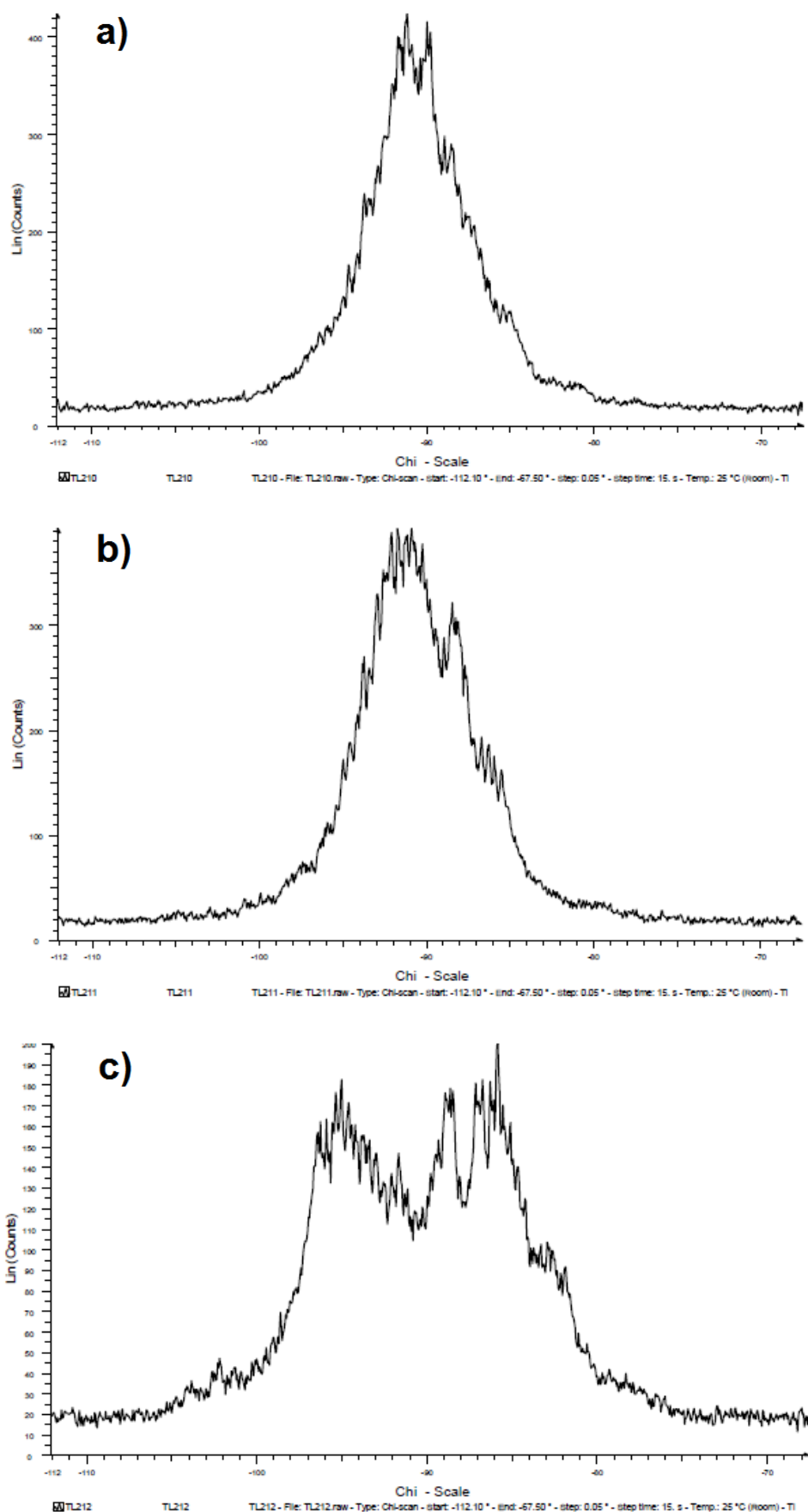
Využití rentgenové difrakce v materiálovém výzkumu:

Rentgenová difrakce se v materiálových vědách používá již od svého objevení, především ke zjištění krystalografie materiálu. V jedné z oblastí, ve kterých se v současné době používá rentgenová difrakce, je snaha zjistit vliv cyklického zatěžování na vnitřní strukturu vzorku a z ní provést lepší odhad zbytkové životnosti součásti [25, 26].

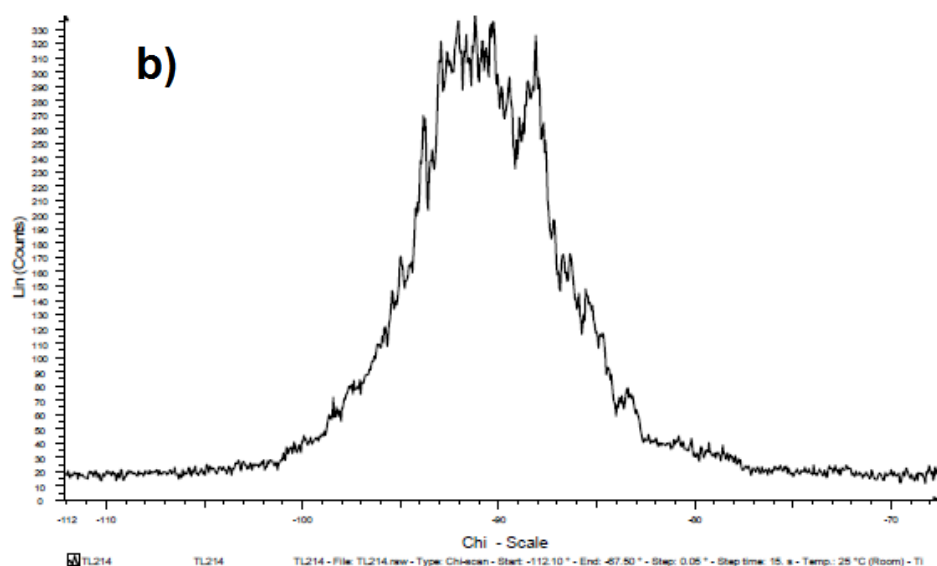
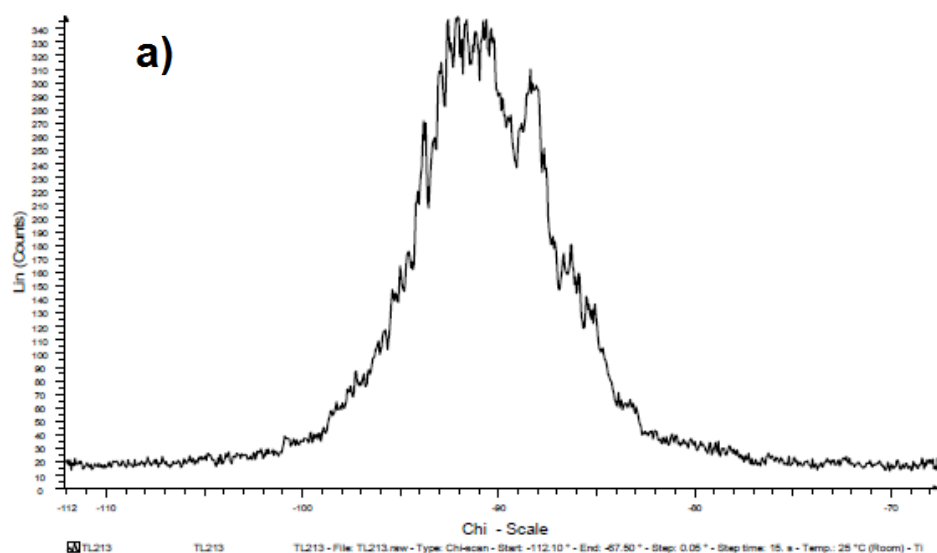
Jako příklad lze uvést rentgenografické zkoumání únavového procesu na hliníkové slitině EN AW-6082/T6 [25]. Protože byla shoda výsledků u vzorků velmi zajímavá, byla tato teorie ověřena na další hliníkové slitině EN AW-2017A [26]. Vzorky byly namáhány čtyřbodovým ohybem s přerušením vždy po 5 000 cyklech. Některé vzorky byly zatěžovány bez přerušení a současně u nich byla zaznamenávána akustická emise.

Dislokace, které se pohybují z důvodu působení cyklického zatěžování, spolu interagují a mění se tak velikost mozaikových bloků. Přímou dochází k jevu, kdy větší mozaikové bloky rostou na úkor těch menších. Zvětšuje se počet parakrystalických defektů a následkem toho vzrůstá povrchová energie a vnitřní hustota mozaikových bloků. Po určité době růstu mozaikového bloku náhle dojde k rozpadu (rekrytalizaci) mozaikové struktury. Tento cyklus se neustále opakuje a v materiálu vzorku se generují necelistvosti. S rostoucím počtem takto proběhlých cyklů vzrůstá pravděpodobnost výskytu únavové trhliny, která bude schopna se začít šířit [23, 26].

Tuto směrovou distribuci mozaikových bloků lze pozorovat pomocí rentgenové difrakce. Při cyklickém zatěžování dochází tak k rozšiřování a zužování směrové distribuce mozaikových bloků, obr. 2.13, 2.14. Podmínkou pro zkoumaný materiál je, aby se vyznačoval vysokou texturou a následně pozorovaný výbrus s texturou byl vhodně orientován.



Obr. 2.13 Azimutální profil difrakční linie (200) Al, který charakterizuje směrovou distribuci mozaikových bloků po **a)** 50 000 zátěžných cyklech, **b)** 55 000 zátěžných cyklech a **c)** 60 000 zátěžných cyklech [26]



Obr. 2.14 Azimutální profil difrakční linie (200) Al, který charakterizuje směrovou distribuci mozaikových bloků po **a)** po 65 000 cyklech a **b)** po 70 000 cyklech. **c)** udává závislost veličiny K, charakterizující směrovou distribuci mozaikových bloků, na počtu zátěžných cyklů (tučně je vyznačen vývoj (dis)orientace mozaikových bloků od 50 000 do 70 000 zátěžných cyklů, dokumentovaný azimutálními profilemi na obr.2.13a, 2.13b, 2.13c, 2.14a, 2.14b [26])

3 CÍLE PRÁCE

Cílem této práce je naměřit na modelovém materiálu dvou taveb oceli 15Ch2NMFA únavové vlastnosti pro daný typ zatěžování. Pro studium vzniku únavového porušení bude využito nedestruktivních metod zkoušení – metody akustické emise a rentgenové difrakce.

Konkrétní cíle, kterých má být dosaženo v této práci:

- Naměřit mechanické vlastnosti.
- Stanovit Wöhlerovy křivky životnosti v symetricky střídavém cyklu a určit mez únavy.
- Detekce a vyhodnocení signálu akustické emise, stanovení velikosti stádií únavového procesu.
- Provést hodnocení lomové plochy pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu.

4 EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL A ZAŘÍZENÍ

4.1 Ocel 15Ch2NMFA

Jako zkoumaný materiál zde byla použita Cr-Ni-Mo-V feriticko-martenzitická žáruvzdorná nízkolegovaná ocel, značená GOST 15Ch2NMFA. Tato ocel druhé generace se používá k výrobě prstenců v aktivní zóně reaktoru. Vzorky byly vyrobeny z velkých rozřezaných těles CT50. Ta byla vyrobena z kovaných prstenců, které tvoří tlakovou nádobu jaderného reaktoru typu VVER-1000. Dle sdělení výrobce zkušebních vzorků bylo tepelné zpracování zkoumaného materiálu složeno z dvoustupňového kalení a popuštění. Pro hodnocení únavových vlastností byly vzorky dodány ve dvou tavebách, označené H a S. Jejich chemické složení je v tab. 4.1 [27].

Tab. 4.1 Naměřené chemické složení [hm%]:

Vzorek	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	V
dle normy 15Ch2NMFA	0,13-0,18	0,30-0,60	0,17-0,37	max. 0,020	max. 0,020	1,70-2,40	1,00-1,50	0,50-0,70	max. 0,12
H	0,09	0,37	0,25	0,005	0,005	2,12	1,48	0,56	0,10
S	0,11	0,37	0,28	0,005	0,006	2,14	1,17	0,56	0,10

Vzorek	W	Cu	Al	Ti	Co	B	Sn	Sb	Nb
dle normy 15Ch2NMFA	-	max. 0,15	-	-	-	-	-	-	-
H	0,00	0,05	0,000	0,00	0,01	0,00	0,01	0,00	0,00
S	0,00	0,05	0,001	0,00	0,01	0,00	0,01	0,00	0,00

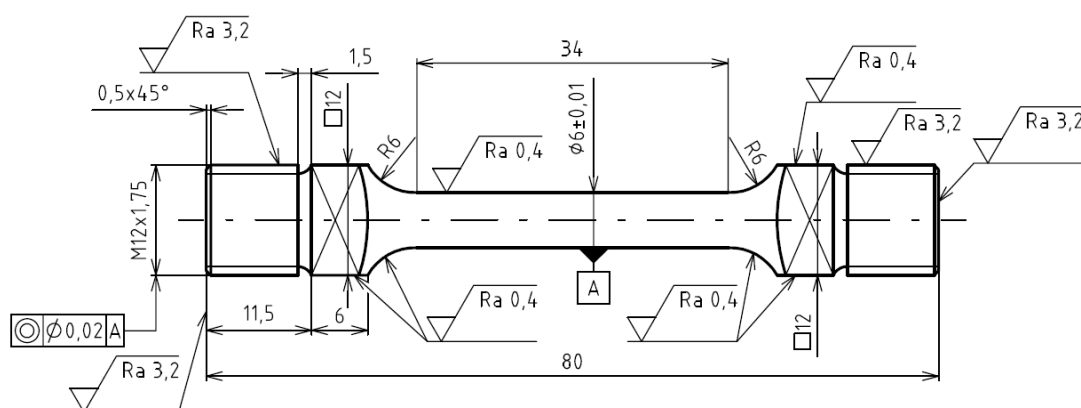
Chemické složení vzorků z obou taveb bylo naměřeno pomocí optické emisní spektrometrie s doutnavým výbojem na zařízení Spectrumat GDS 750.

4.2 Statické tahové zkoušení

4.2.1 Zatěžovací zařízení

Pro měření základních statických mechanických vlastností byl použit univerzální trhací stroj TIRA TEST 2300. V obou zkouškách byla použita rychlost příčnicku $v = 1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$. Zkušební vzorky byly válcové o $d_0 = 6 \text{ mm}$ a délce $L_0 = 60 \text{ mm}$ (viz obr. 4.1). Pro řízení zkušebního stroje a vyhodnocení zkoušek byl použit software LabTest. Pro snímání prodloužení byl použit průtahoměr MINI MFA 2.

4.2.2 Zkušební vzorek



Obr. 4.1 Geometrie zkušebního tělesa pro tahovou zkoušku

4.3 Únavové zkoušení

4.3.1 Zatěžovací zařízení

Pro únavové zkoušky materiálu v oblasti vysokocyklové únavy byl použit univerzální elektrozvukový pulzátor RUMUL Cracktronic 8204/160 od firmy Russenberger Prüfmaschinen AG. Toto zařízení může namáhat vzorky na tah-tlak, krut a ohyb. Vzorky pro tuto práci byly zatěžovány čtyřbodovým ohybem frekvencí o velikosti rezonanční frekvence vlastního tělesa a asymetrií zatěžovacího cyklu $R = 0$ a $R = -1$.



Obr. 4.2 Zatěžovací zařízení RUMUL Cracktronic

Při únavovém zatěžování byl snímán a zaznamenáván signál akustické emise spolu s rezonanční frekvencí. K tomuto účelu bylo použito zařízení s dvoukanalovým systémem XEDO od firmy ZD Rpety – DAKEL s piezokeramickými snímači akustické emise typu MIDI. Měření a vyhodnocování snímaného signálu byl použit software DaeMon a DaeShow od stejné firmy.

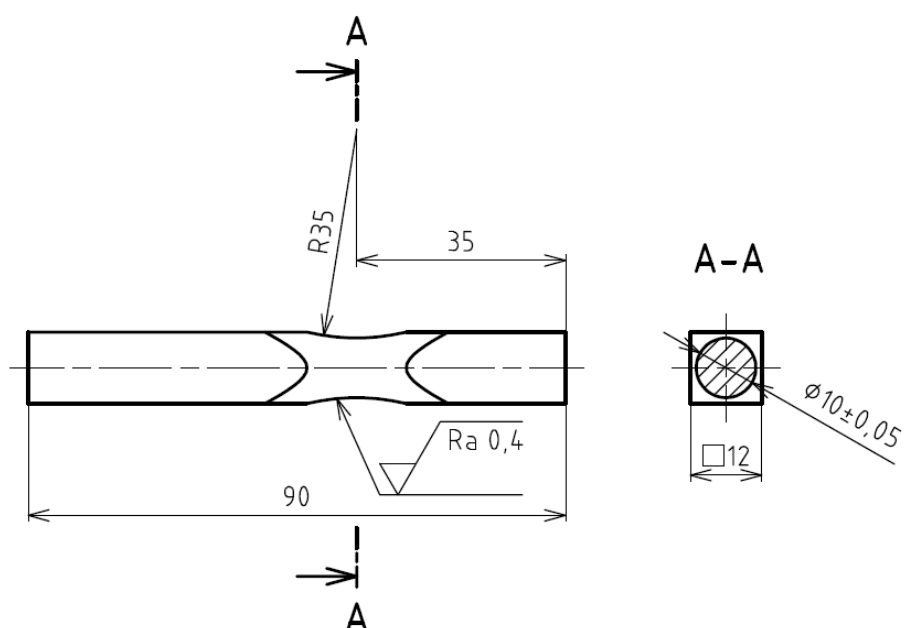


Obr. 4.3 Záznamové zařízení akustické emise DAKEL-XEDO

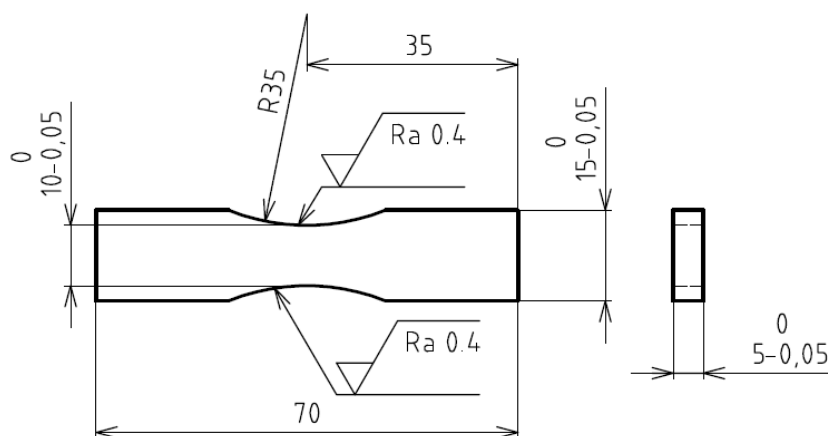


Obr. 4.4 Systém upevnění piezokeramického snímače akustické emise na vzorky

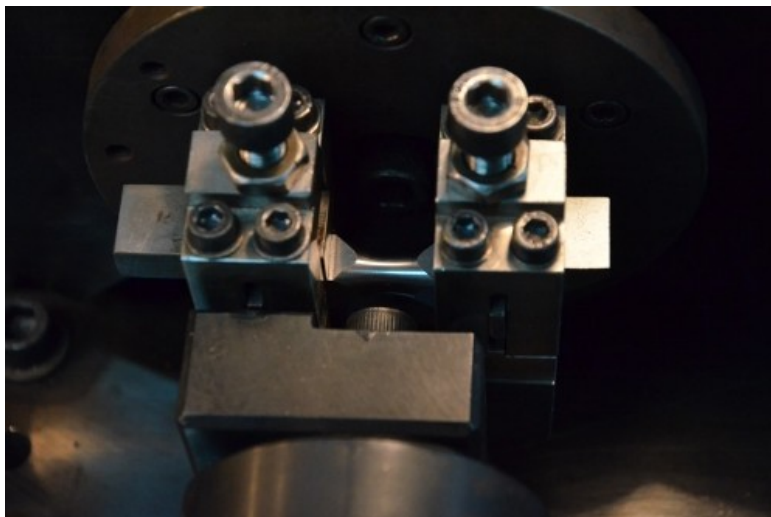
4.3.2 Zkušební vzorky



Obr. 4.5 Geometrie zkušebního tělesa pro Wöhlerovu závislost



Obr. 4.6 Geometrie zkušebního tělesa pro rentgenovou difrakci



Obr. 4.7 Upnutí vzorku do čelistí zkušebního stroje

4.4 Příprava vzorků pro mikroskopické pozorování

Metalografické vzorky byly připraveny takto:

Na kotoučové rozbrušovací pile byly odebrány vzorky, přičemž v průběhu řezu byl velmi intenzivní odvod tepla, aby nedošlo k ovlivnění struktury. Pro zamezení vzniku koroze byly vzorky ihned opláchnuty lihem a vysušeny. Tento postup ošetření byl používán po celou přípravu vzorku.

Následně byly vzorky zalisovány do hmoty isofast a dentacryl, přičemž jejich poměr byl 1:2,5. Zalisování proběhlo na stroji Labopress-2 od firmy Struers. Do přístroje se vložil vzorek, na který se nasypal nejprve isofast a poté dentacryl. Následně byla směs ohřátá na 180°C a stlačena konstantním tlakem o síle 20 kN po dobu 9 minut. Poté následovalo 3 minuty chlazení.

Broušení a leštění se provádělo na přístroji Pedemin-2. Při broušení za mokra bylo využito brusných papírů o zrnitosti 400, 600, 1200. Broušení probíhalo při rychlosti 125 ot./min v 3 minutových intervalech. Při leštění bylo využito diamantové pasty o hrubosti 3 μm a 1 μm . Pro konečnou úpravu pomocí chemického leštění (odleptání plasticky zdeformované vrstvy) bylo použito 2% Nitalu.

4.5 Mikroskopické zařízení

4.5.1 Světelná mikroskopie

Při zpracování diplomové práce bylo využito k pozorování povrchu metalografických výbrusů světelného mikroskopu Olympus GX71 s digitální kamerou Olympus DP11. Tento metalografický mikroskop je v převráceném uspořádání a pro pozorování plochy využívá viditelné části spektra elektromagnetického záření.

Světelný mikroskop je tvořen soustavou čoček, jejichž uložení, při kombinaci jednotlivých vlastností, se získává požadovaných vlastností výsledného obrazu, jako jsou požadované zvětšení, vysoká rozlišovací schopnost, optimální hloubka ostroty a vysoký výsledný kontrast. Z optické soustavy jsou důležité především objektiv (zvětšení od 5x až 100x) a okulár, který u tohoto mikroskopu zvětšuje 10x. Celkové zvětšení je dáno součinem těchto dvou, přičemž objektiv zvětšuje pozorovanou plochu na vzorku a okulár zvětšuje již vzniklý obraz z objektivu. Z toho jasně vyplývá, že rozlišení detailů na ploše vzorku je dáno objektivem.

Rozlišovací schopnost se určuje jako nejmenší možná vzdálenost dvou bodů, které lze od sebe ještě rozlišit. Se vzrůstající rozlišovací schopností roste kvalita výsledného zobrazení.

Jednou z dalších významných charakteristik, která je důležitá pro výslednou kvalitu zobrazovaného obrazu, je hloubka ostroty objektivu. Tato veličina udává vzdálenost, ve které je zobrazovaný povrch ostře viditelný.

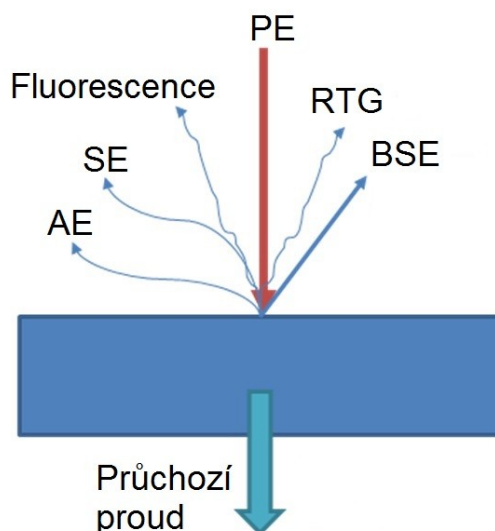
Poslední významnou charakteristikou je dostatečně vhodné množství světla, které je odraženo od povrchu vzorku a dobrý kontrast. Ten lze získat mnoha metodami, ať už se jedná o pozorování ve světlém či tmavém poli, v polarizovaném světle, fázový kontrast aj., avšak ne každý mikroskop obsahuje všechny tyto funkce [28].

4.5.2 Elektronová mikroskopie

Při pořizování snímků lomových ploch byl použit rastrovací elektronový mikroskop Philips XL30. Tento mikroskop je vybavený energiově dispersním spektrometrem EDAX, což bylo využito pro analýzu chemického složení vměstků na lomové ploše v oceli 15Ch2NMFA.

Jako zobrazovací médium slouží v elektronovém mikroskopu proud elektronu, generovaných z autoemisních či termoemisních zdrojů. Vzniklý elektronový svazek reaguje se vzorkem, který ve většině případů bývá elektricky vodivý. Pokud vodivý není, dochází k nabití pozorovaného místa a kontaminaci elektrony, což znemožní pozorování. V takovém případě je potřeba vzorek naprášit materiálem (nejčastěji uhlíkem), čímž se povrch vzorku stane opět vodivý.

Používané vzorky bývají dvou základních druhů. Prvním druhem je vzorek, kterým elektrony prochází. Je tedy velmi tenký a využití má v transmisní elektronové mikroskopii. Druhý typ vzorku je takový, že elektrony jeho objemem projít nemohou, ale interagují s povrchem a rastrují ho. Vzorky lze použít jak metalografické, tak i např. lomové plochy apod. Toto je používáno v rastrovací elektronové mikroskopii. Více informací o primárním paprsku a druzích signálů, vznikajících při interakci se vzorkem, ukazuje obr. 4.8.



Obr. 4.8 Vznik druhů signálů při interakci primárního elektronového svazku a vzorku [29]

Rastrovací elektronová mikroskopie – REM:

Při rastrování povrchu primárním elektronovým paprskem vzniká po interakci s elektronovými obaly jednotlivých atomů mnoho druhů signálů, jako jsou sekundární elektrony (SE), zpětně odražené elektrony (BSE), Augerovy elektrony (AE) a rentgenové záření (RTG). Jako doprovodný jev je vyzařování viditelného světla – fluorescence. SE jsou elektrony vyražené z elektronového obalu atomu. BSE jsou elektrony odražené pružnou srážkou s elektronem v elektronovém obalu atomu.

REM má oproti světelné mikroskopii daleko větší hloubku ostroty a možnost různých velikostí zvětšení. Toho se využívá především při pozorování lomových ploch, kdy lze sledovat nejen celý povrch lomu, ale také samotné místo iniciace atd. Před rastrováním povrchu však musí být prostor, kde je vzorek umístěn, vakuován a vzorky musí být velikostně uzpůsobeny velikosti komory. Navíc, jak bylo napsáno výše, vzorek musí být na povrchu vodivý.

REM bývají vybaveny analyzátory chemického složení, a to buď vlnově disperzním spektrometrem VDS nebo energiově disperzním spektrometrem EDS.

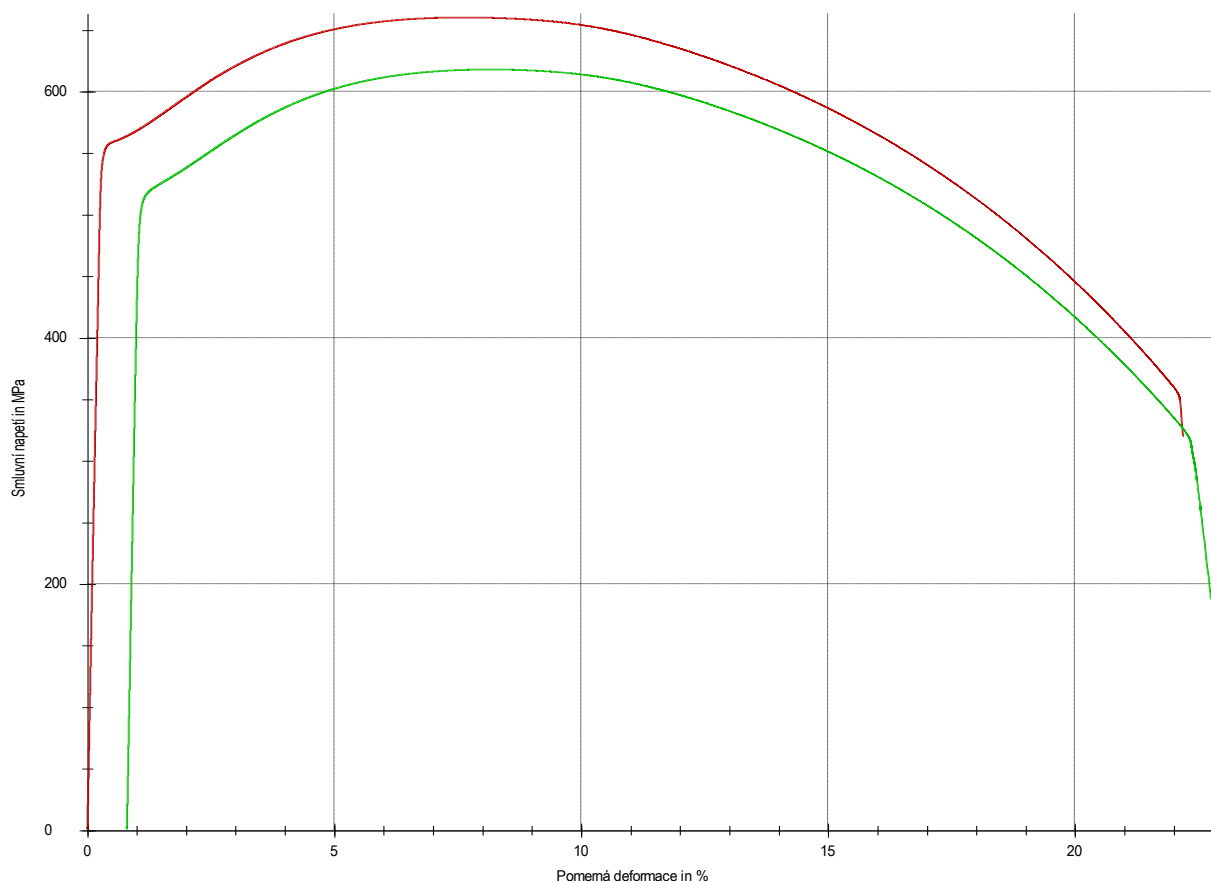
5 VÝSLEDKY

5.1 Výsledky tahových zkoušek

Pro ověření základních mechanických vlastností byla na vzorcích z obou taveb provedena tahová zkouška. Naměřené hodnoty jsou uvedeny v tab. 5.1 a výsledná tahová křivka je na obr. 5.1.

Tab. 5.1 Naměřené hodnoty počtu cyklů do lomu při únavovém zatěžování obou taveb

Vzorek	$R_{p0.2}$	R_m	A	Z
	[MPa]	[MPa]	[%]	[%]
S12	558	660	22	75,7
H12	520	618	21,9	77,4
Průměr	539	639	21,95	76,55



Obr. 5.1 Tahové křivky pro materiál 15Ch2NMFA;
závislost smluvního napětí R [MPa] na poměrné deformaci ϵ [%];
červená – vzorek S12; zelená – vzorek H12

5.2 Výsledky únavových zkoušek

Únavové zkoušky byly prováděny při dvou asymetriích zatěžovacího cyklu – základní ve střídavém ($R = -1$) a doplňkové při míjivém tahu ($R = 0$). V prvním případě jsou obě strany vzorku namáhány tahem a tlakem. Ve druhém případě je namáhána tahem pouze jedna část vzorku, druhá část je namáhána tlakem.

5.2.1 Naměřené Wöhlerovy křivky

Vzorky byly cyklicky zatěžovány na různých napětových hladinách při rezonanční frekvenci, která odpovídá tuhosti zkušebního tělesa. Naměřené hodnoty životnosti jednotlivých vzorků jsou uvedeny v tab. 5.2 a tab. 5.4. Tyto údaje byly matematicky zpracovány regresní analýzou (metodu nejmenších čtverců). Pro stanovení průběhů Wöhlerových křivek byla použita funkce Kohout-Věchet [30]:

$$\sigma = \sigma_{\infty} \cdot \left(\frac{N_f}{N_f + C} \right)^b, \quad (10)$$

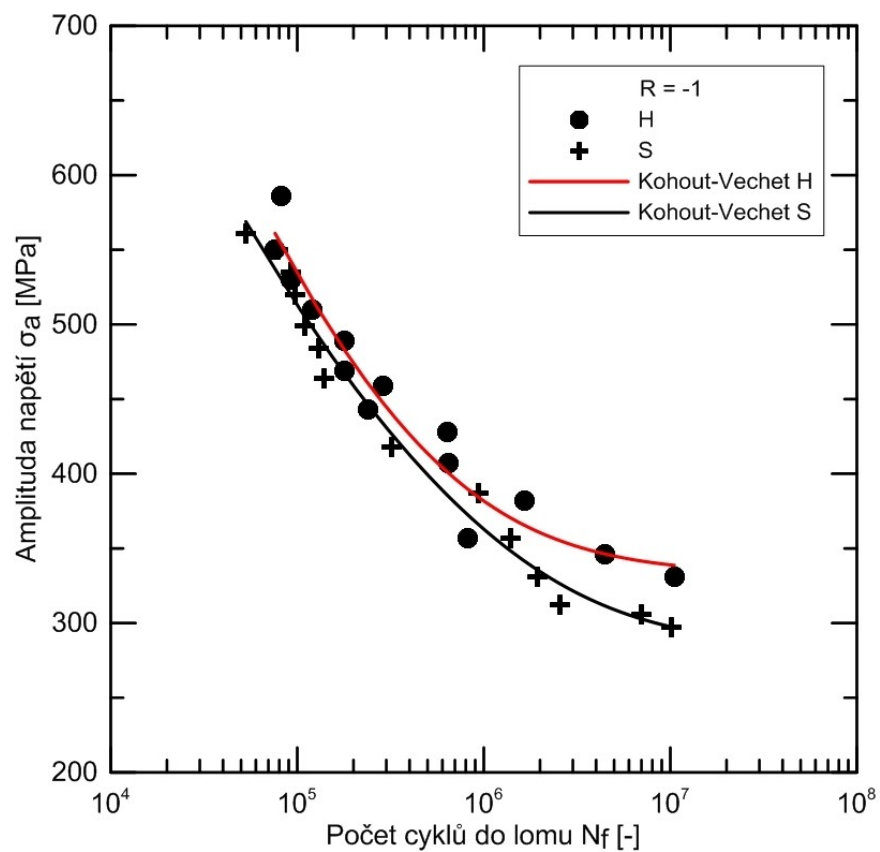
kde: σ_{∞} - mez trvalé únavy,
 N_f - počet cyklů do lomu,
 b, C - parametry regresní funkce.

Stanovené Wöhlerovy křivky jsou na obr. 5.2 pro $R = -1$ a obr. 5.2 pro $R = 0$.

Asymetrie zatěžovacího cyklu $R = -1$:

Tab. 5.2 Naměřené hodnoty počtu cyklů do lomu při únavovém zatěžování obou taveb

Číslo vzorku	H		S	
	N_f [cykly]	σ_a [MPa]	N_f [cykly]	σ_a [MPa]
1.	82 000	586	53 000	561
2.	76 000	550	79 000	550
3.	92 000	530	93 000	535
4.	120 000	510	98 000	520
5.	180 000	489	110 000	499
6.	180 000	469	130 000	484
7.	290 000	459	140 000	464
8.	240 000	443	320 000	418
9.	640 000	428	940 000	387
10.	650 000	407	1 394 300	357
11.	1 648 500	382	1 939 200	331
12.	816 800	357	2 564 700	312
13.	4 497 200	346	6 965 100	306
14.	10 501 000	331	10 150 200	297



Obr. 5.2 Wöhlerovy křivky pro materiál 15Ch2NMFA, $R = -1$

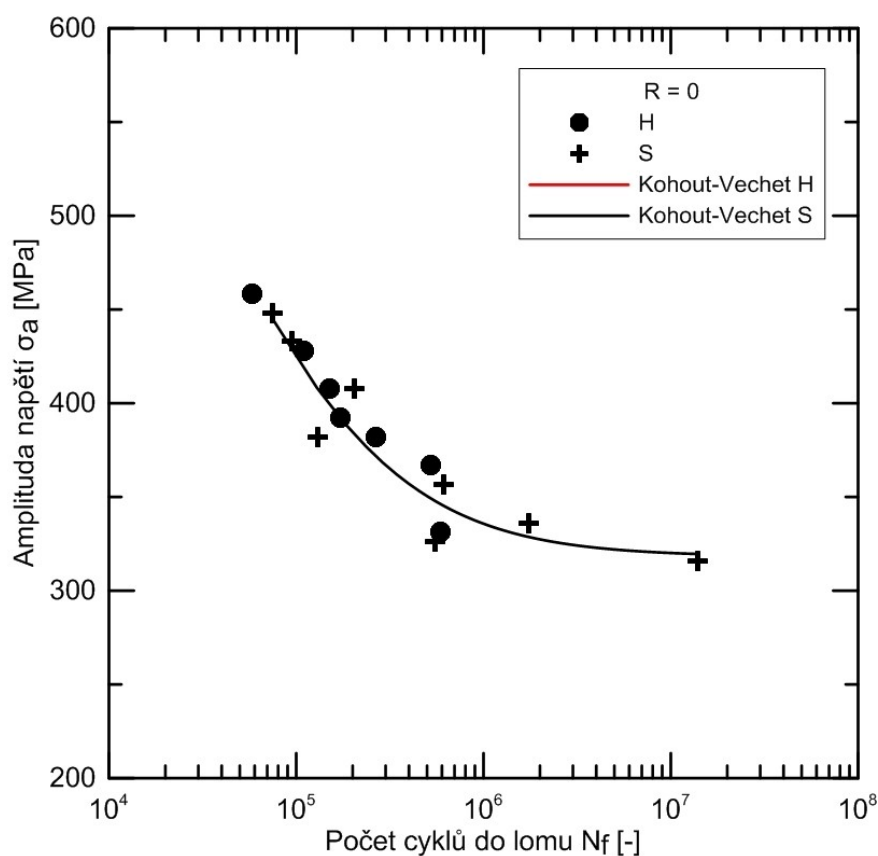
Tab. 5.3 Vypočtené parametry regresních křivek a hodnoty vysokocyklové únavy

Materiál	Parametry regresních křivek		Mez trvalé únavy	Mez únavy
	b [-]	C [cykly]	σ_∞ [MPa]	σ_c [MPa]
H	-0,195563	1 025 820,299	332,55	341,79
S	-0,129430	3 401 376,483	283,43	284,11

Asymetrie zatěžovacího cyklu $R = 0$:

Tab. 5.4 Naměřené hodnoty počtu cyklů do lomu při únavovém zatěžování obou taveb

Číslo vzorku	H		S	
	N_f [cykly]	σ_a [MPa]	N_f [cykly]	σ_a [MPa]
1.	58 400	458	74 900	448
2.	150 600	407	95 100	432
3.	109 700	428	205 000	407
4.	172 000	392	130 200	382
5.	265 800	382	611 400	357
6.	525 800	367	1 741 000	336
7.	593 100	331	550 000	326
8.			13 974 000	316



Obr. 5.3 Wöhlerovy křivky pro materiál 15Ch2NMFA, $R = 0$

Tab. 5.5 Vypočtené parametry regresních křivek a hodnoty vysokocyklové únavy

Materiál	Parametry regresních křivek		Mez trvalé únavy	Mez únavy
	b [-]	C [cykly]	σ_∞ [MPa]	σ_c [MPa]
H	-	-	-	-
S	-0,212837	286 790,51	318,16	324,30

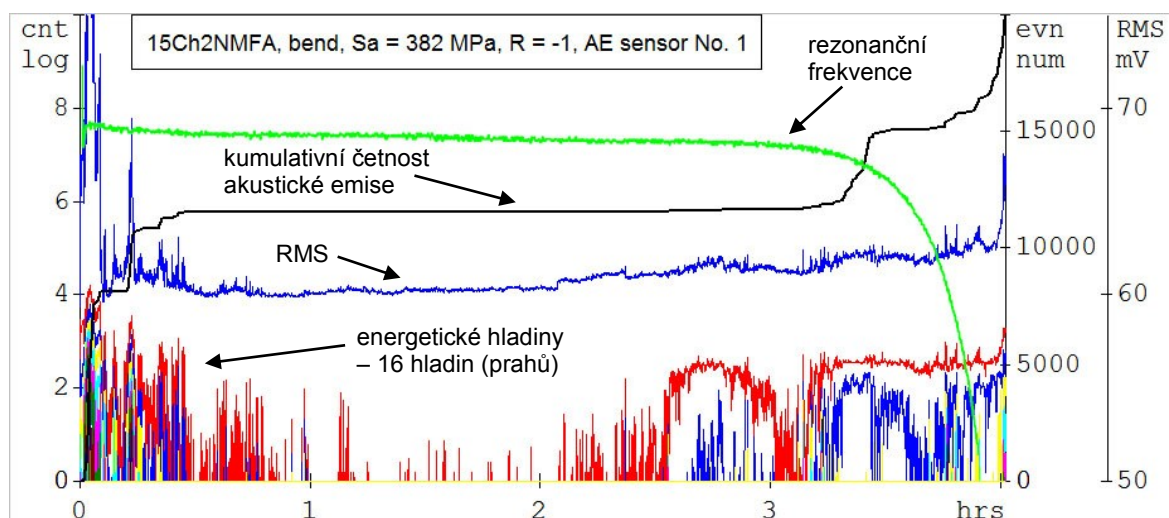
5.2.2 Záznamy akustické emise

Pro snímání signálu akustické emise bylo použito dvou snímačů, které byly připevněny na čela vzorků. První snímač byl upevněn na čelo vzorku, kde byla jeho statická část. Druhý snímač byl upevněn na čelo kmitající části vzorku. Zde mohlo být nebezpečí, že by se snímač mohl vlivem vysoké rezonanční frekvence (100 Hz i více) odlepovat. K tomu ale nedocházelo. Po upevnění snímačů byla použitím Hsu-Nielsonova zdroje (Pen Test) překontrolována citlivost snímačů a jejich správná lokalizace zdroje události akustické emise. Rychlost šíření vln byla $4 \text{ mm} \cdot \mu\text{s}^{-1}$. Před spuštěním byly nastaveny parametry pro snímání signálu akustické emise, které jsou uvedeny v tab. 5.6. Samotná doba zkoušení byla od několika minut až po dny. Několik záznamů akustické emise je na obrázcích 5.3 až 5.5, pár dalších v příloze.

Tab. 5.6 Nastavení parametrů signálu akustické emise

Parametr	Hodnota
Rozsah měření	2 400 mV
Zesílení	20 dB
Count prahy – 16 hladin	rozmezí 5 až 80 % rozsahu (120 – 1 920 mV)
Práh startu (konce) snímání události	16 % rozsahu (384 mV)
HW interval měření	1 000 ms
Mrtvá doba	300 μs
Vzorkování	2 MHz
Nastavení triggeru	začátek události

Na obrázku 5.4 je záznam signálu akustické emise z analyzátoru Xedo pro vzorek č. 11, tavby H, R = -1. Na počátku zatěžování dochází u materiálu k mírnému zpevnění, což je patrné z rezonanční frekvence. Kolem 20. a 40. minuty je na záznamu zvýšená aktivita signálu akustické emise a dochází zde ke kumulaci poškození a iniciaci únavových mikrotrhlin. K tomu dochází především na povrchu v místech s vysokou koncentrací cyklické plastické deformace. Mikrotrhliny vznikají na hranicích zrn, v únavových skluzových pásech atd. V čase 2 hodiny 30 minut došlo již k většímu propojování jednotlivých mikrotrhlin a následkem toho dochází od 3. hodiny a 10. minuty k postupnému nárůstu signálu akustické emise a postupnému poklesu tuhosti vzorku, znázorněné klesající rezonanční frekvencí, až ke konečnému lomu vzorku.



Obr. 5.4 Snímaná akustická emise na levém snímači, tavba H, $\sigma_a = 382$ MPa, $R = -1$

Osa x – čas zkoušky

Levá osa y – počet překmitů (log měřítko, vyneseny exponenty základu 10, tzn., 10^0 , 10^1 , atd.)

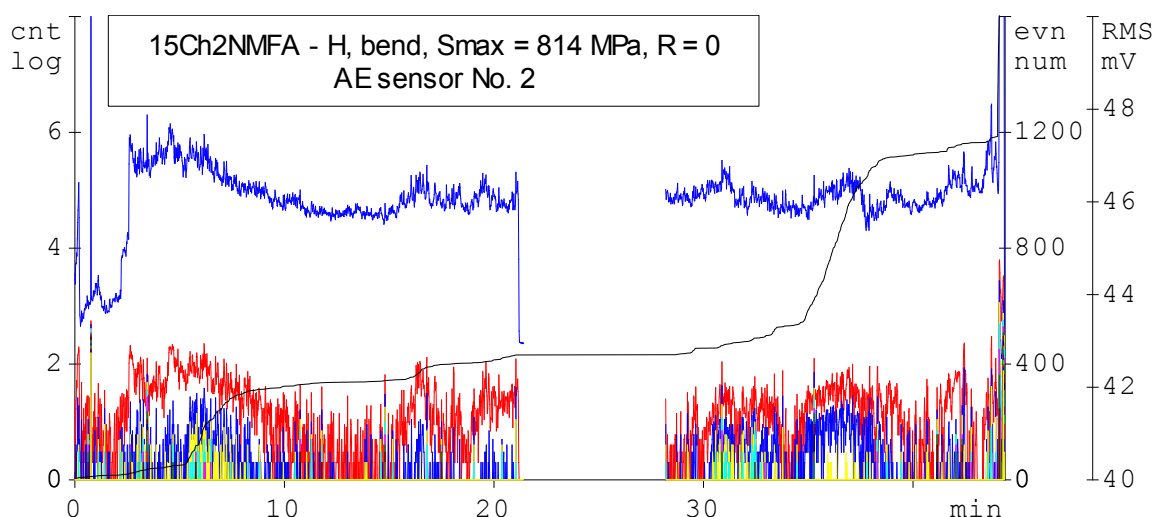
Pravá osa y – kumulativní četnost událostí AE; RMS [mV]

Pozn.: osa y na rezonanční frekvenci zatěžovacího zařízení RUMUL není uvedena (rozsah by byl od 112, 5 až 114,5 Hz)

Na obrázcích 5.5 a 5.6 jsou záznamy signálu akustické emise z obou snímačů pro vzorek č. 2, tavby H, $R = 0$. Ty se liší v intenzitě signálu (záznam z 2. snímače je citlivější). Kolem 5. minuty došlo (po usazení vzorku a změně mechanických vlastností) k iniciaci prvních mikrotrhlin. K šíření trhlin dochází kolem 19. minuty. Časová prodleva v záznamu akustické emise je způsobena přerušením zatěžovací zkoušky. K vytvoření magistrální trhliny dochází při 30. minutě záznamu. Poté již od 34. minuty následuje takřka nekontrolovaný růst trhliny, končící lomem součásti.



Obr. 5.5 Snímaná akustická emise na levém snímači, tavba H, $\sigma_a = 407$ MPa, $R = 0$

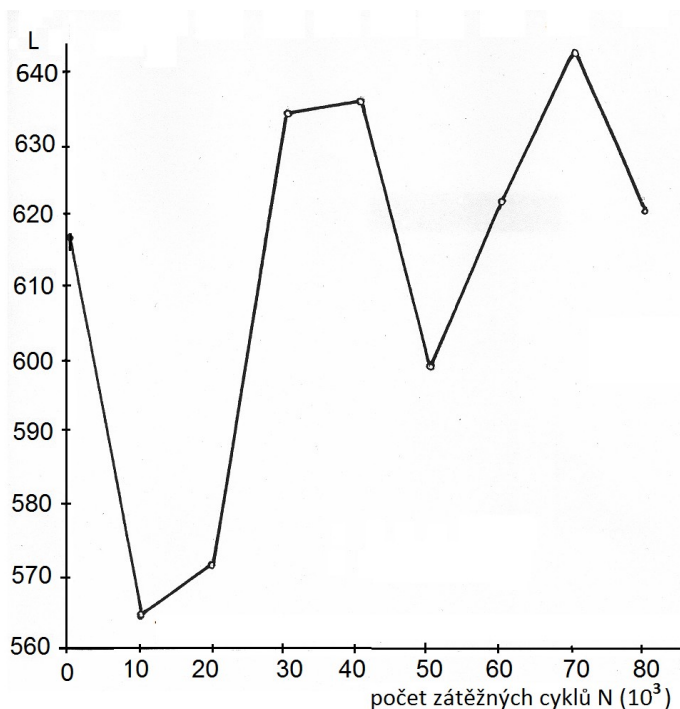


Obr. 5.6 Snímaná akustická emise na pravém snímači, tavba H, $\sigma_a = 407$ MPa, $R = 0$

5.2.3 Vyhodnocení rentgenové difrakce

Jak již bylo ukázáno v kapitole teoretické části rentgenové difrakce hliníkových slitin, dochází vlivem cyklického zatěžování k neustálému zvětšování a zmenšování bloků mozaikové struktury.

V současnosti probíhá intenzivní výzkum na vzorcích z oceli 15Ch2NMFA. Z předběžných výsledků je patrné, že dochází ve struktuře ke stejným změnám jako u zcela odlišných materiálů. Obrázek 5.7 ukazuje průběh změn záznamů rentgenového měření. Protože toto měření stále probíhá, výsledek těchto zkoušek bude možno najít v některém z budoucích článků.

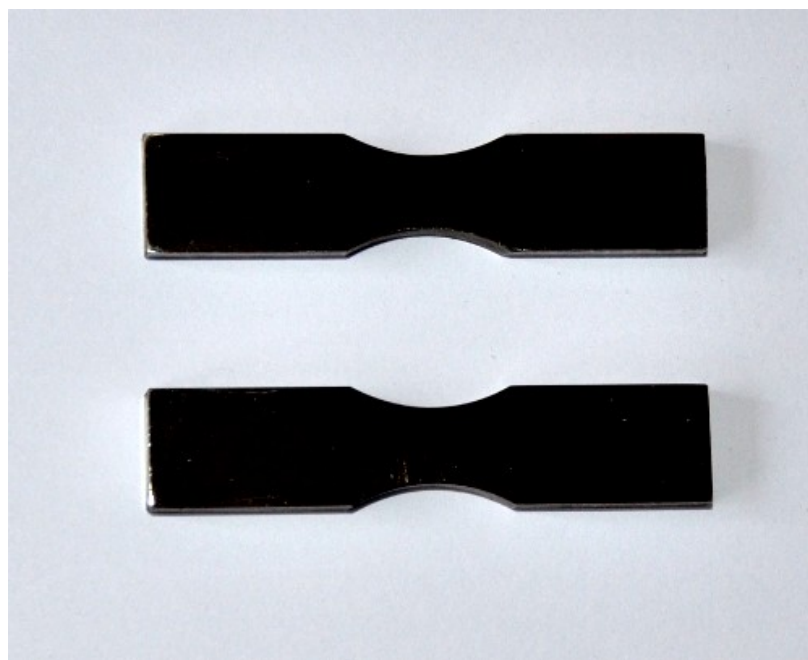


Obr. 5.7 Závislost šířky L difrakční linie (211) Fe- α , charakterizující velikost mozaikových bloků oceli 15Ch2NMFA na počtu zatěžovacích cyklů $N (\cdot 10^3)$.

Z výše uvedeného diagramu je patrné, že dochází k opakovaným rozpadům mozaikové struktury a následnému hrubnutí. Vzhledem k časové náročnosti této části výzkumu budou konečné výsledky tohoto měření publikovány v některém z budoucích článků.

5.3 Měření mikrotvrlosti

Mikrotvrdot materiálu byla měřena na dvou vzorcích určených pro rentgenovou difrakci, obr. 5.8. Měření bylo provedeno metodou Vickers na mikrotvrdoměru LECO LM247AT, který je vybavený softwarem pro automatické měření AMH 2000.



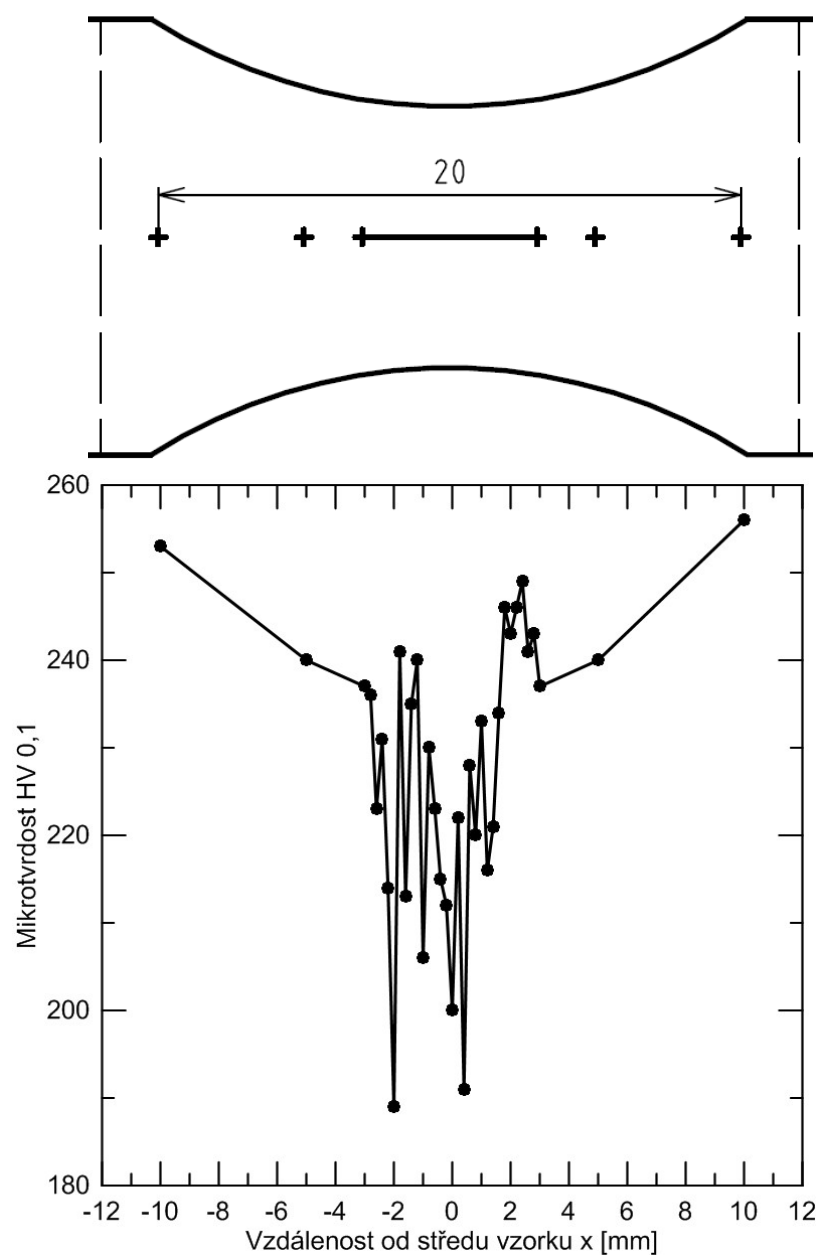
Obr. 5.8 Vyleštěné vzorky pro měření mikrotvrlosti

Vzorky byly nejprve na obou stranách vyleštěny a poté únavově zatěžovány až do lomu. Amplituda napětí u obou vzorků byla $\sigma_a = 432$ MPa při $R = -1$. Životnost vzorků byla u prvního $N_{f1} = 116\,000$ cyklů a u druhého $N_{f2} = 95\,300$ cyklů. Naměřená akustická emise je v Příloze 1.

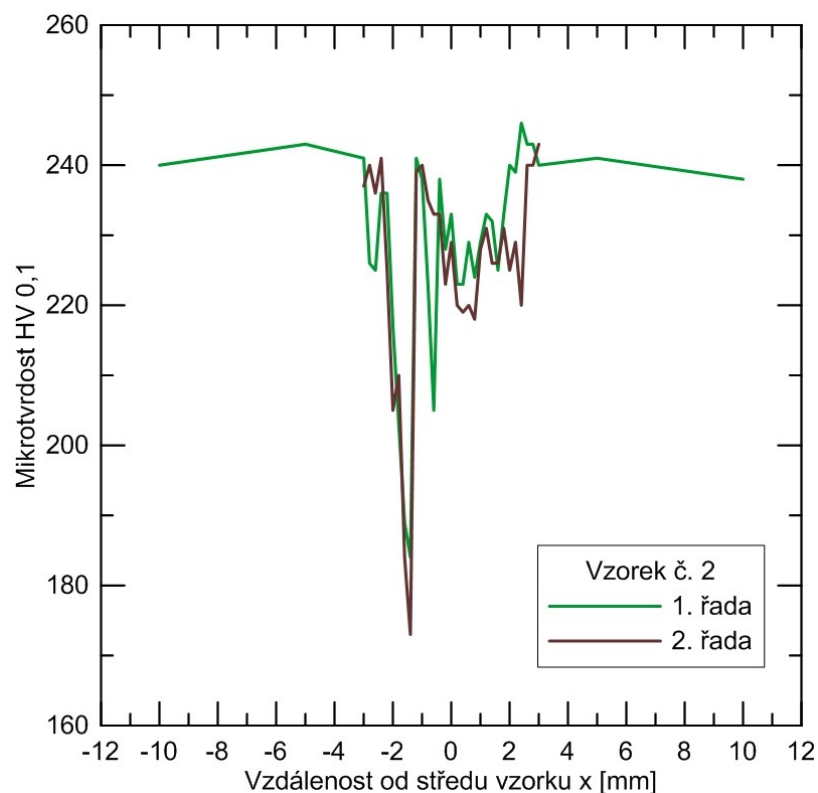
Následně byla na jejich povrchu bez trhliny vytvořena řada vpichů. Protože u druhého vzorku byl povrch ve velmi dobrém stavu, byly zde provedeny 2 řady se vzdáleností mezi nimi 2 mm. Naměřené mikrotvrdoti jsou v tab. 5.7 a vyhodnocené výsledky, včetně schémata měření na vzorku, jsou na obr. 5.9 a 5.10.

Tab. 5.7 Naměřené hodnoty mikrotvrdosti obou vzorků

Vzdálenost [mm]	1. vzorek	2. vzorek	
	HV 0,1	1. řada HV 0,1	2. řada HV 0,1
-10	253	240	
-5	240	243	
-3	237	241	237
-2,8	236	226	240
-2,6	223	225	236
-2,4	231	236	241
-2,2	214	236	225
-2	189	217	205
-1,8	241	203	210
-1,6	213	189	184
-1,4	235	184	173
-1,2	240	241	239
-1	206	238	240
-0,8	230	223	235
-0,6	223	205	233
-0,4	215	238	233
-0,2	212	228	223
0	200	233	229
0,2	222	223	220
0,4	191	223	219
0,6	228	229	220
0,8	220	224	218
1	233	229	228
1,2	216	233	231
1,4	221	232	226
1,6	234	225	226
1,8	246	233	231
2	243	240	225
2,2	246	239	229
2,4	249	246	220
2,6	241	243	240
2,8	243	243	240
3	237	240	243
5	240	241	
10	256	238	



Obr. 5.9 Průběh mikrotvrdosti na povrchu vzorku č. 1

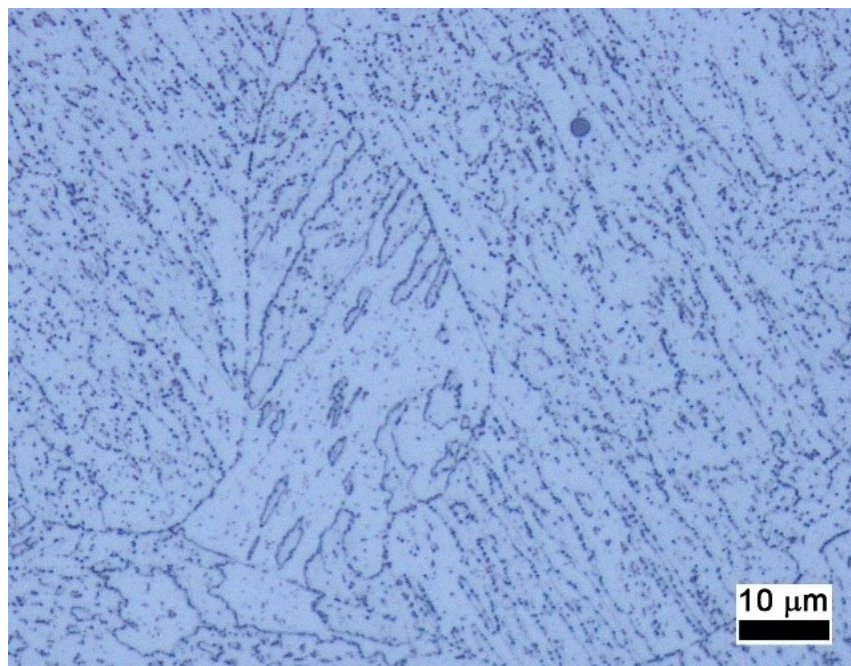


Obr. 5.10 Průběh mikrotvrdosti na povrchu vzorku č. 2

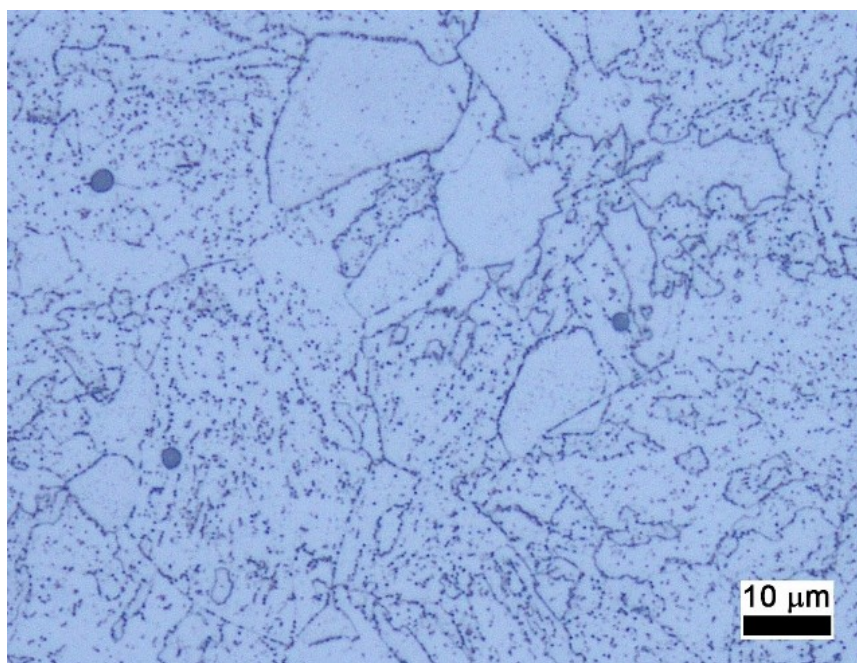
5.4 Metalografický rozbor

Už z chemického složení je patrné, že je v materiálu mírná heterogenita chemického složení. To je způsobeno tím, že vzorky jsou odebírány z tlustostěnných výkovků ve tvaru prstence a protože není známo přesné místo odběru jednotlivých vzorků, určených pro analýzu chemického složení, je naměřený rozdíl v chemickém složení způsoben pravděpodobně makrosegregací.

Fotografie struktur, pořízených na světelném mikroskopu Olympus GX71, jsou na obrázku 5.11 pro tavbu H a obrázku 5.12 pro tavbu S. Pro odleptání zdeformované vrstvy (vyvolání struktury) bylo použito 2% Nitalu.

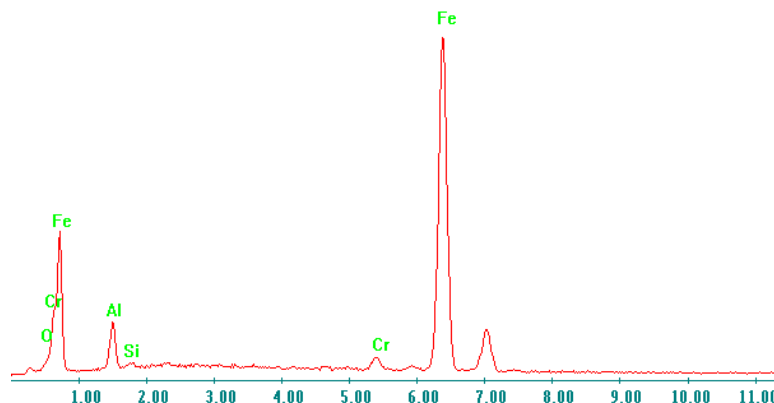


Obr. 5.11 Pohled na strukturu, tavba H, SM



Obr. 5.12 Pohled na strukturu, tavba S, SM

Ve strukturách obou taveb se vyskytuje poměrně velký počet vměstků. Následně při zkoumání slitiny pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu byla provedena bodová analýza chemického složení vměstků EDS analyzátozem. Výsledek je na obrázku 5.13. Vměstky jsou globulárního charakteru a tvořeny jsou MnS, Al_2O_3 a SiO_2 .



Obr. 5.13 Záznam spektra z EDS analýzy vměstku, tavba S, REM

5.5 Fraktografický rozbor lomových ploch

Snímky, na kterých byla hodnocena lomová plocha, byly pořízeny na rastrovacím elektronovém mikroskopu Philips XL30. Vzhledem k provozním problémům a velké podobnosti porušení byla hodnocena lomová plocha pouze vzorku č. 3 ze zkoumané tavby S. Tento vzorek byl cyklicky zatěžován amplitudou napětí $\sigma_a = 407$ MPa při asymetrii cyklu $R = 0$.

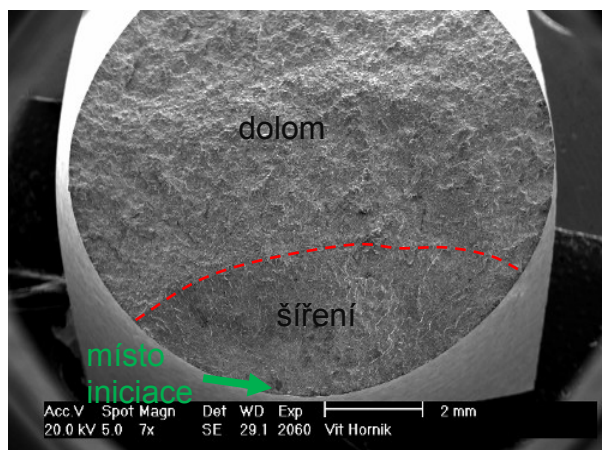
Lomové plochy jsou zobrazeny na obrázcích 5.14 až 5.19. Nejprve je na obrázku 5.14 zobrazen celkový pohled na lomovou plochu vzorku. Je zde dobře viditelné místo iniciace. Dále je jasně viditelná oblast šíření únavové trhliny a statický dolom. Protože zatěžování se provádělo na elektrozonančním pulzátoru, kde zařízení není schopné dosáhnout velkých deformací, byla výsledná plocha dolomu velká. Aby bylo možné pozorovat plochu, byl vzorek ponořen do tekutého dusíku a následně přeražen. Ochlazení do kryogenních teplot bylo zvoleno ze dvou důvodů – feriticko-martenzitická popuštěná struktura (tranzitní teplota) a materiál při pokojové teplotě vykazoval velmi vysokou houževnatost (což je pro brzdění růstu trhliny žádoucí).

Na obrázku 5.14 je detail místa iniciace trhliny. Trhlina iniciovala na hranici vměstku. Jeho chemické složení je na obr. 5.13. Žádná jiná odlišnost v chemickém složení či heterogenita v místě iniciace nalezena nebyla.

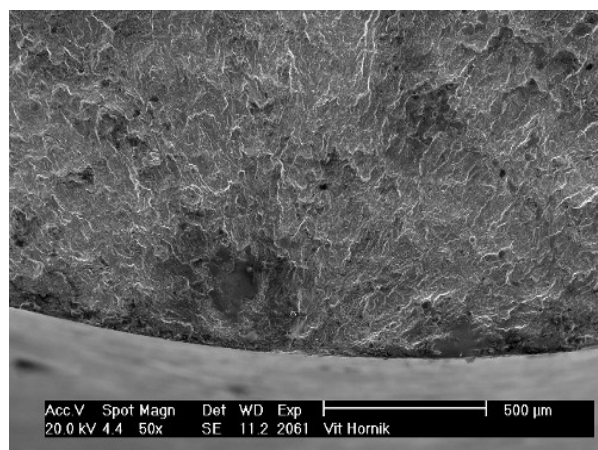
Na obrázku 5.16 je oblast šíření únavové trhliny. Trhlina se už v této oblasti šířila transkrystalicky štěpným mechanismem. Viditelné jsou zde také oblasti s únavovým žlábkováním (striacemi), jejichž vznik je popsán v kapitole 1.1.3 – viz Lairdův mechanismus str. 14.

Hranice mezi oblastí šíření únavové trhliny a statickým dolomem je zachyceno na obrázku 5.17. Na snímku je jasně viditelná oblast s únavovým žlábkováním (striace – dolní část obrázku) a oblast transkrystalického štěpného dolomení (horní část obrázku).

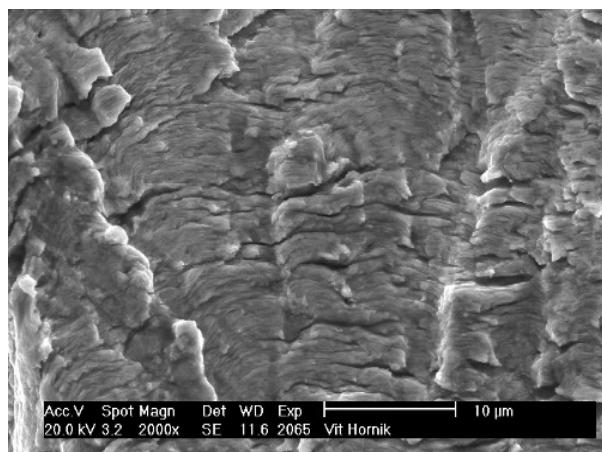
Na obrázcích 5.18 a 5.19 je zobrazena oblast transkrystalického štěpného dolomení. Na snímcích jsou viditelné fazety porušených zrn a vměstky, vyskytující se po hranicích zrn.



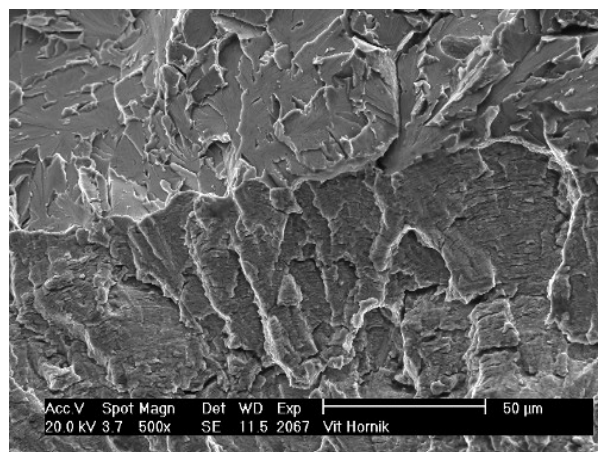
Obr. 5.14 Pohled na lomovou plochu, tavba S, $\sigma_a = 407$ MPa, R = 0, REM



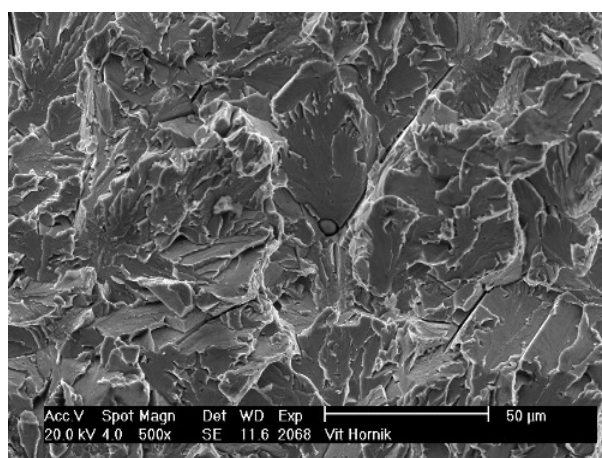
Obr. 5.15 Detail místa iniciace trhliny, tavba S, $\sigma_a = 407$ MPa, R = 0, REM



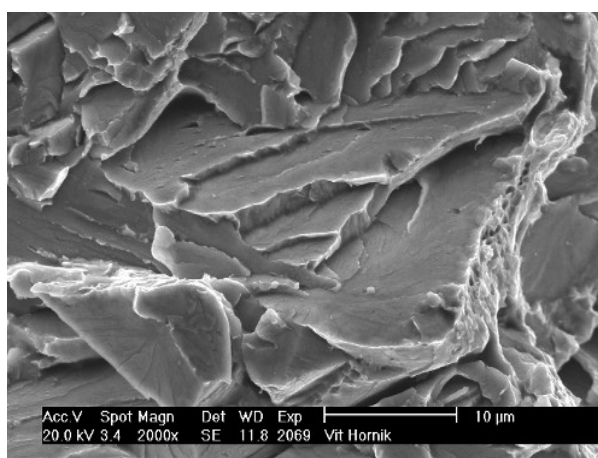
Obr. 5.16 Únavová trhlina, šířící se transkrystalicky, striace, tavba S, $\sigma_a = 407$ MPa, R = 0, REM



Obr. 5.17 Hranice šíření únavového poškození a štěpného dolomení, tavba S, $\sigma_a = 407$ MPa, R = 0, REM



Obr. 5.18 Plocha dolomení, fazety, tavba S, $\sigma_a = 407$ MPa, R = 0, REM



Obr. 5.19 Detail plochy dolomení, tavba S, $\sigma_a = 407$ MPa, R = 0, REM

6 DISKUZE VÝSLEDKŮ

Naměřené chemické složení oceli 15Ch2NMFA je u obou taveb shodné a je uvedené v tabulce 4.1. Drobné rozdíly jsou způsobeny výrobou, neboť na počátku se jednalo o masivní ingot, který byl následně rozkován v tlustostěnný prstenec. Vlivem makrosegregace je v materiálu mírná nehomogenita chemického složení v celém jeho objemu a nelze tu určit přesnou polohu zkoumaných vzorků.

Pro zjištění mechanických vlastností byla provedena tahová zkouška. Kvůli nedostatku zkušebního materiálu pro každou tavbu jedna tahová zkouška. Naměřené zprůměrované hodnoty mechanických vlastností za pokojové teploty: $R_m = 639 \text{ MPa}$, $R_{p0,2} = 539 \text{ MPa}$, $A_5 = 21,95\%$ a $Z = 76,55\%$.

Základní měření únavových vlastností probíhalo při asymetrii cyklu $R = -1$. Velikost meze únavy pro tavbu H je $\sigma_c = 341,8 \text{ MPa}$ a pro tavbu S je $\sigma_c = 284,1 \text{ MPa}$. Rozdíl u těchto dvou taveb je způsoben mnoha faktory. Jedním z nich je čistota oceli. V tavbě S bylo na metalografických výbrusech nalezeno více vměstků, než v tavbě H. To je jasně vidět i při porovnání snímků metalografických rozborů na obrázcích 5.10 a 5.11. Jako doplňkové měření byla zvolena asymetrie zatěžovacího cyklu $R = 0$. Experimenty se z důvodu nedostatku času nepodařilo všechny dokončit, ale bude se na nich pokračovat v dalším období. Z vyhodnocení lze uvést pouze mez únavové pevnosti pro tavbu S, která je $\sigma_c = 324,3 \text{ MPa}$.

U všech zatěžovaných vzorků byla snímána akustická emise. V naprosté většině případů šlo z akustické emise analyzovat všechny 3 stádia únavového procesu – tedy změnu mechanických vlastností, poté došlo ke snížení aktivity akustické emise, kdy v materiálu začaly iniciovat únavové trhliny, a nakonec opět zvýšení aktivity signálu akustické emise, kdy se materiálem začala šířit magistralní trhlina.

Chování bloků mozaikové struktury při cyklickém zatěžování je u 15Ch2NMFA velmi podobné jako u jiných, dříve zkoumaných slitin. Dochází opakovaně k rozpadu a vzniku mozaikových bloků.

U několika plochých vzorků bylo měřeno, jaký vliv má cyklická deformace na tvrdost povrchu. Na vzorcích byla naměřena mikrotvrdost HV 0,1. Vzniklé závislosti jsou zobrazené na obrázcích 5.9 a 5.10. Z nich vyplývá, že tvrdost povrchu dosahuje přibližně stejných hodnot až do oblasti, která je vzdálena několik milimetrů od trhliny. Naopak v oblastech, které jsou blízké trhlině, hodnoty mikrotvrdosti poměrně významně klesají. Důvodem je zplastizovaná zóna v oblasti blízké trhlině.

Na fraktografických snímcích lomových ploch je viditelná jak iniciace, tak i růst únavových trhlín a statický dolom. Šíření trhliny i dolom vzorku je transkrystalicky se štěpnou morfologií. Statický dolom je štěpný především proto, že byl proveden až po zachlazení na kryogenní teplotu v kapalném dusíku. Při provozních podmínkách je však ocel velmi houževnatá, což je pro použití v jaderné energetice velmi žádoucí.

ZÁVĚR

Tato práce se zabývala stanovením únavových vlastností oceli 15Ch2NMFA, která se používá pro výrobu tlakové nádoby jaderného reaktoru. Při zatěžování bylo použito metody akustické emise pro stanovení etap únavových vlastností.

Na základě výsledků získaných při řešení této práce lze vytvořit tyto závěry:

- 1) Naměřené hodnoty mechanických vlastností za pokojové teploty: mez pevnosti $R_m = 639$ MPa, mez kluzu $R_{p0,2} = 539$ MPa, tažnost $A_5 = 21,95\%$ a kontrakce $Z = 76,55\%$. Tyto údaje jsou v souladu s normovanými hodnotami.
- 2) Mez únavy pro taveninu H je $\sigma_c = 341,8$ MPa při asymetrii zatěžování $R = -1$.
- 3) Změnou asymetrie zatěžování se mění únavová životnost, což je ověřeno na tavenině S. Při $R = -1$ je velikost meze únavy $\sigma_c = 284,1$ MPa a při $R = 0$ je $\sigma_c = 324,3$ MPa.
- 4) Současně byl při únavovém zatěžování snímán signál akustické emise. Měřením se podařilo zjistit všechny tři stadia únavového procesu.
- 5) Změna mechanických vlastností se při snímání akustické emise vyznačuje mírným nárůstem signálu akustické emise, který však není ustálený, ale projevují se v něm opakované výkyvy signálu akustické emise. To by mohlo být způsobeno rozpadem dislokační struktury – viz bod 10).
- 6) Stádium iniciace mikrotrhlin se vyznačuje snížením signálu akustické emise.
- 7) Jakmile se začala šířit vzorkem magistralní trhlina, signál akustické emise opět vzrostl.
- 8) Při zatěžování asymetrií zátěžného cyklu $R = -1$ bylo naměřeno stádium změny mechanických vlastností jako nejdelší, zatímco iniciace trhlin byla ve většině případů nejkratší.
- 9) Naopak, při asymetrii zátěžného cyklu $R = 0$ bylo zjištěno, že iniciace a růst trhlin byly nejdelší. Změna mechanických vlastností trvala přibližně jednu pětinu z únavové životnosti.
- 10) S pomocí rentgenové difrakce byl identifikován vznik maxicyklů, které jsou způsobovány nakupením dislokací a jejich následným uvolňováním.
- 11) V dalším období je důležité najít korelaci mezi rentgenovou difrakcí a akustickou emisí.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] KLESNIL, M. - LUKÁŠ, P. *Únava kovových materiálů při mechanickém namáhání*. 1. vyd. Praha: Academia, 1975. 222 s.
- [2] VĚCHET, S. - KOHOUT, J. - BOKŮVKA, O. *Únavové vlastnosti tvárné litiny*. 1. vyd. Žilina: Žilinská univerzita, 2001, 157 s. ISBN 80-7100-910-5.
- [3] NICHOLAS, T. *High cycle fatigue: a mechanics of materials perspective*. 1st ed. Oxford: Elsevier, 2006, 641 s. ISBN 0-08-044691-4.
- [4] HNILICA, F. *Únavové porušování kovových materiálů*. 1. vyd. Praha: Nakladatelství ČVUT, 2005. 20 s. ISBN 80-01-03373-2.
- [5] LAUSCHMANN, H. *Mezní stavy I*. 2. vyd. Praha: Nakladatelství ČVUT, 2007. 71 s. ISBN 978-80-01-03671-6.
- [6] KLESNIL, M. et al. *Cyklická deformácia a únava kovov*. 1. vyd. Bratislava: VEDA, 1987, 383 s.
- [7] POLÁK, J. *Cyclic Plasticity and Low Cycle Fatigue Life of Materials*. 2 ed. Praha: Academia, 1991, 315 s. ISBN 80-200-0008-9.
- [8] KLESNIL, M. - LUKÁŠ, P. *Fatigue of metallic materials*. 2. rev.vyd. Amsterdam: Elsevier, 1992, 270 s.
- [9] MUGHRABI, H. *Cyclic Slip Irreversibilities and the Evolution of Fatigue Damage. Metallurgical and Materials Transactions A*. 2009, vol. 40, issue 6, s. 1257-1279. DOI: 10.1007/s11661-009-9839-8. Dostupné na Internetu: <<http://link.springer.com/10.1007/s11661-009-9839-8>>.
- [10] CAMPBELL, F. *Fatigue and fracture: understanding the basics*. Materials Park, Ohio: ASM International, c2012, xi, 685 p. ISBN 978-161-5039-760.
- [11] ASKELAND, D. R. - PHULÉ, P. P. *Science and engineering of materials*. 5th ed. Toronto: Thomson, 2006, 863 s. ISBN 0-534-55396-6.
- [12] KOPEC, B. *Nedestruktivní zkoušení materiálů a konstrukcí: (nauka o materiálu IV)*. 1. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2008, 571 s. ISBN 978-80-7204-591-4.
- [13] KOPEC, B. – BRODSKÝ, B. *Nedestruktivní zkoušení*, Brno, 2013, příloha časopisu *NDT Welding Bulletin*. Praha: Agentura Tíret. ISSN 1213-3825.
- [14] GROSSE, C. U. – MASAYASU, O. *Acoustic emission testing: basics for research - applications in civil engineering*. New York: Springer, 2008, p. cm. ISBN 978-354-0698-951.
- [15] KOKTAVY, P. – PAVELKA, J. – SIKULA, J. *Characterization of acoustic and electromagnetic emission sources*. Measurement Science and Technology. 2004-05-01, vol. 15, issue 5, s. 973-977. DOI: 10.1088/0957-0233/15/5/028. Dostupné na Internetu: <<http://stacks.iop.org/0957-0233/15/i=5/a=028?key=crossref.8568e54f8eaecac9ca623ea86db77715>>.
- [16] VLAŠIC, F. – NOHÁL, L. – GEJDOŠ, P. – MAZAL, P. *Detekce únavového poškození v konstrukčních materiálech využitím metody akustické emise*. In Proceedings of NDE for Safety/ Defektoskopie 2011. Praha: BETIS s.r.o., 2011. p. 207-214. ISBN: 978-80-214-4358-7.
- [17] VLAŠIC, F. – KOULA, V. – MAZAL, P. – GEJDOŠ, P. *Monitorování plastické deformace v raných stádiích únavového procesu užitím metody akustické emise*. In Proceedings of NDE for Safety/ Defektoskopie 2012. Praha: BETIS s.r.o., 2012. p. 279-288. ISBN: 978-80-214-4609-0.
- [18] KRAUS, I. – FIALA, J. *Elementární fyzika pevných látek*. 1. vyd. Praha: České vysoké učení technické v Praze, 2011, 230 s. ISBN 978-80-01-04931-0.

- [19] KRAUS, I. *Úvod do strukturní rentgenografie*. 1. vyd. Praha: Academia, 1985, 235 s
- [20] HALLIDAY, D. – WALKER, J. – RESNICK, R. *Fyzika - 5 dílů: vysokoškolská učebnice obecné fyziky*. 1. vyd. Překlad Jan Obdržálek. Brno: VUTIUM, 2001, 1198 s. ISBN 80-214-1868-0.
- [21] WALDEROVÁ, B. *Praktikum z rentgenografie*. 1. vyd. Ostrava, 1988.
- [22] FIALA, J. – MAZAL, P. – KOLEGA, M. – VLAŠIC, F. – LIŠKUTÍN, P. *Mechanismus únavových procesů*. In Proceedings of NDE for Safety/ Defektoskopie 2013. Praha: BETIS s.r.o., 2013. p. 17-22. ISBN: 978-80-214-4799-8.
- [23] FIALA, J. – SCHINDLER, I. – FORET, R. – NĚMEČEK, S. *Sledování struktury konstrukčních materiálů a její degradace rtg. difrakcí*. Strojnický časopis 53, 2002, č. 1, p. 1 – 23.
- [24] OULEHLA, J. – FIALA, J. *Experimentální metody v materiálovém inženýrství*. Brno: Vojenská akademie, 1993, 153 s.
- [25] FIALA, J. – MAZAL, P. – KOLEGA, M. *Mikrostrukturní změny vyvolané vyklíčkou deformací*. In Proceedings of NDE for Safety/ Defektoskopie 2009. Praha: BETIS s.r.o., 2009. p. 7-11. ISBN: 978-80-214-3973-3.
- [26] FIALA, J. – MAZAL, P. – KOLEGA, M. – LIŠKUTÍN, P. *Rentgenografické zkoumání únavového procesu*. In Proceedings of NDE for Safety/ Defektoskopie 2010. Praha: BETIS s.r.o., 2010. p. 49-56. ISBN: 978-80-214-4182-8.
- [27] KOUTSKÝ, J. – KOČÍK, J. *Radiation damage of structural materials*. 1. vyd. Praha: Academia, 1994, 361 s. ISBN 80-200-0462-9.
- [28] *Základní metody světelné mikroskopie* [online]. [cit. 2013-08-26]. Dostupné na Internetu: <http://www.are.cz/documents/ZAKLADNI_METODY_SVETELNE_MIKROSKOPIE.pdf>.
- [29] *Elektronovým mikroskopem do nitra materiálů aneb jak vypadá jejich struktura* [online]. [cit. 2014-03-17]. Dostupné na Internetu: <<http://www.fzu.cz/popularizace/elektronovym-mikroskopem-do-nitra-materialu-aneb-jak-vypada-jejich-struktura>>.
- [30] KOHOUT, J. – VĚCHET, S. A new function for description of fatigue curves and its multiple merits. *International Journal of Fatigue*, 2001, roč. 23, č. 2, s. 175–183. Dostupné na Internetu: <[http://dx.doi.org/10.1016/S0142-1123\(00\)00082-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0142-1123(00)00082-7)>.

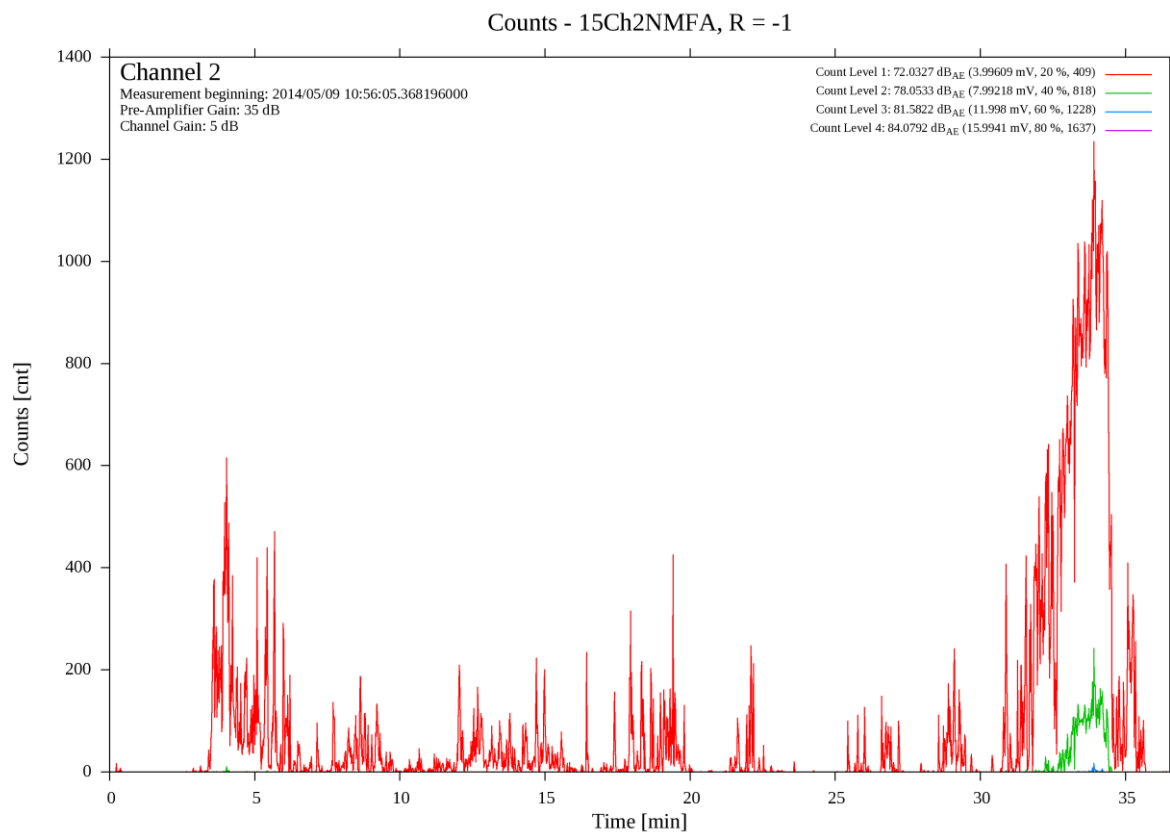
SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

<u>Zkratka/Symbol</u>	<u>Jednotka</u>	<u>Popis</u>
A	[%]	tažnost
b, C	-	parametry regresní funkce Kohout-Věchet
d_{hkl}	[m]	mezirovinná vzdálenost
K	-	parametr plastické deformační křivky
n	-	exponent cyklické deformační křivky
N_f	-	počet cyklů do lomu
R_e	[MPa]	mez kluzu v tahu
R_m	[MPa]	mez pevnosti v tahu
$R_{p0,2}$	[MPa]	smluvní mez kluzu v tahu
Z	[%]	kontrakce
γ	-	exponent
ε_{ae}	[%]	amplituda elastické deformace
ε_{ap}	[%]	amplituda plastické deformace
ε_{at}	[%]	amplituda celkové deformace
λ	[m]	vlnová délka
σ_a	[MPa]	mezní amplituda napětí; amplituda plastické deformace
σ_c	[MPa]	mez únavy v tahu-tlaku
σ_h	[MPa]	horní napětí na mezi únavy
σ_m	[MPa]	střední napětí cyklu
σ_n	[MPa]	dolní napětí na mezi únavy
σ_∞	[MPa]	mez trvalé únavy
σ_{oC}	[MPa]	mez únavy v ohybu
τ_c	[MPa]	mez únavy v krutu

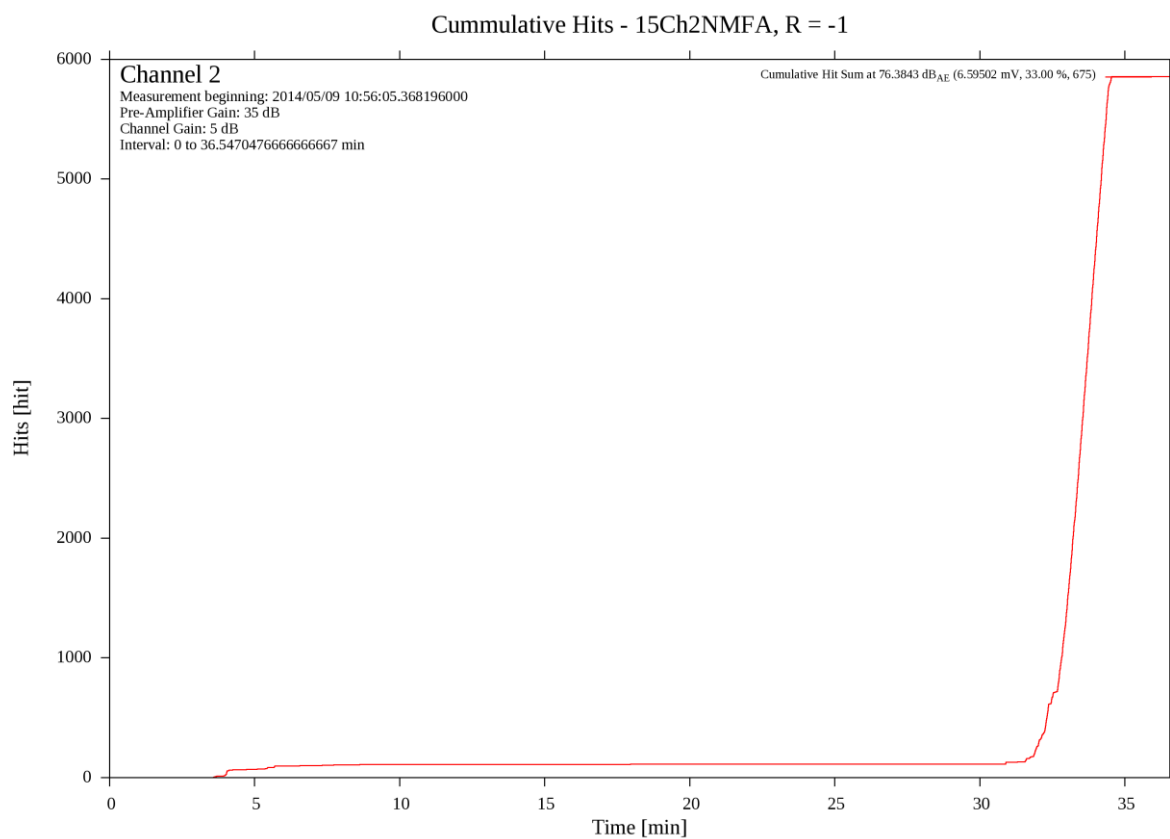
SEZNAM PŘÍLOH

Příloha 1 Záznamy akustické emise

Příloha 1



Obr. 1 Překmitý na 16 hladinách



Obr. 2 Kumulativní četnost událostí akustické emise