



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIAL SCIENCE AND ENGINEERING

MIKROSTRUKTURA, JEJÍ STABILITA A ÚNAVOVÉ VLASTNOSTI ULTRAJEMNOZRNNÉ MĚDI PŘIPRAVENÉ METODOU ECAP

MICROSTRUCTURE, IT'S STABILITY AND FATIGUE PROPERTIES OF ULTRA-FINE
GRAINED COPPER PREPARED BY ECAP METHOD

DOKTORSKÁ PRÁCE

DOCTOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Ing. LUCIE NAVRÁTILOVÁ

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

prof. RNDr. LUDVÍK KUNZ, CSc., dr. h. c.

ŠKOLITEL–SPECIALISTA
SUPERVISOR – SPECIALIST

doc. Ing. LIBOR PANTĚLEJEV, Ph.D.

BRNO 2012



Tato disertační práce byla vypracována ve spolupráci s Ústavem fyziky materiálů, Akademie věd České Republiky, v. v. i., Žižkova 22, 616 62 Brno.

Disertační práce vznikla s podporou projektu Grantové agentury České Republiky P108/10/2001 – Cyklická plastická deformace a únavové vlastnosti ultajemnozrnných materiálů. Za tuto podporu děkuji.

Abstrakt:

Tato disertační práce se zabývá únavovými vlastnostmi a stabilitou struktury ultrajemnozrné (UFG) mědi připravené intenzivní plastickou deformací metodou „equal channel angular pressing“ (ECAP). Byl sledován vliv různých zatěžovacích režimů a teplotní expozice na vývoj mikrostruktury, experimentálně byly stanoveny křivky únavové životnosti pro jednotlivé způsoby zatěžování, byla zkoumána lokalizace cyklické plastické deformace a mechanismus iniciace únavových trhlin. Z naměřených výsledků vyplývá, že při zatěžování v režimu řízené síly v symetrickém i asymetrickém cyklu si struktura zachovává ultrajemnozrný charakter. Zatěžování v režimu řízené amplitudy plastické deformace vede k vytváření bimodální struktury. K vytváření bimodální struktury vede i teplotní zatěžování od teploty 250 °C po dobu 30 minut. Žíhání na nižších teplotách po různou dobu nevede k hrubnutí struktury. Během únavového zatěžování vzniká na povrchu zkušebních těles povrchový reliéf ve formě skluzových pásů. Pro jednotlivé způsoby zatěžování se liší jejich hustota, rozložení a tvar na povrchu zkušebních těles. Byly prokázány rozdíly v mechanismu iniciace únavových trhlin v nízkocyklové a ve vysokocyklové oblasti. Společným rysem však je, že v místě výskytu skluzových pásů ani v okolí trhlin nebylo pozorováno hrubnutí struktury.

Klíčová slova:

ultrajemnozrná Cu, ECAP, únavové zatěžování, teplotní expozice, stabilita struktury, iniciace únavových trhlin

Abstract:

This work deals with fatigue properties and stability of microstructure of ultrafine-grained (UFG) copper prepared by severe plastic deformation by means of equal channel angular pressing (ECAP) method. The effect of different fatigue loading regimes and thermal exposition on microstructural changes was investigated and the fatigue lifetime curves were experimentally determined. The research attention was focussed on localization of cyclic plastic deformation and fatigue crack initiation in UFG structure. Experimental results indicate that after stress-controlled fatigue loading (both symmetrical and asymmetrical) the microstructure remains ultrafine; no grain coarsening was observed. Contrary to this, strain-controlled fatigue loading results in formation of bimodal structure. Grain coarsening was observed also after thermal exposition at 250 °C for 30 minutes. Annealing at lower temperatures does not result in grain coarsening or development of bimodal structure. Fatigue loading results in development of surface relief in form of cyclic slip markings. Their density, distribution and shape differ for particular fatigue loading regimes. Differences in crack initiation mechanism in low- and high-cycle fatigue region were found. Nevertheless, the characteristic feature for all loading regimes was stability of UFG microstructure in the region of cyclic slip bands and fatigue cracks.

Key words:

ultrafine-grained Cu, ECAP, fatigue loading, thermal exposition, microstructural stability, fatigue crack initiation

Bibliografická citace:

NAVRÁTILOVÁ, L. *Mikrostruktura, její stabilita a únavové vlastnosti ultrajemnozrné mědi připravené metodou ECAP*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2012. 103 s. Vedoucí disertační práce prof. RNDr. Ludvík Kunz, CSc., dr. h. c..

Prohlášení:

Prohlašuji, že tato disertační práce byla vypracována samostatně s použitím uvedených literárních zdrojů a pod vedením vedoucího práce a školitele-specialisty.

.....
podpis autora

V Brně dne

Poděkování:

Především bych chtěla poděkovat svému vedoucímu práce, prof. RNDr. Ludvíku Kunzovi, CSc., dr. h. c. za jeho ochotu, vstřícnost, trpělivost a zejména cenné rady, které mi při zpracování této práce velice pomohly. Dále bych chtěla poděkovat svému školiteli-specialistovi doc. Ing. Liborovi Pantělejevovi, Ph.D. za podnětné připomínky, Ing. Ondřeji Manovi, Ph.D. za pomoc při přípravě vzorků a jeho práci na EBSD analýzách a Janě Hirschové za pomoc při únavových experimentech. Poděkování také patří Ing. Ivo Kuběnovi, Ing. Miroslavu Šmídovi, Miroslavu Danielovi a mnoha dalším lidem na Ústavu fyziky materiálů, Akademie věd České republiky, v. v. i., kde byla provedena velká většina experimentů. Chtěla bych poděkovat všem, kteří mají na vzniku této práce ať už přímý či nepřímý podíl.

OBSAH

1	ÚVOD	10
2	ULTRAJEMNORZNNÉ MATERIÁLY	12
2.1	Metoda ECAP	12
2.2	Mikrostruktura	14
2.3	Základní mechanické vlastnosti	16
3	ÚNAVA MATERIÁLU	19
3.1	Únavové vlastnosti ultrajemnozrných materiálů	19
3.1.1	Únavové zatěžování v režimu řízené síly	19
3.1.2	Únavové zatěžování v režimu řízené deformace	20
3.1.3	Cyklická napěťově–deformační odezva	21
3.1.4	Iniciace trhlin v UFG materiálech	23
3.2	Gigacyklová únava	25
4	STABILITA UFG STRUKTURY	30
4.1	Teplotní stabilita	30
4.2	Stabilita mikrostruktury při únavovém zatěžování	34
5	DVOUSVAZKOVÝ MIKROSKOP SEM–FIB	36
6	CÍLE PRÁCE	40
7	MATERIÁL A EXPERIMENTY	41
7.1	Materiál a příprava zkušebních těles	41
7.2	Experimentální zařízení	42
7.3	Příprava fólií pro TEM pomocí FIB	45
8	VÝSLEDKY	47
8.1	Stabilita struktury	47
8.1.1	Vliv žhání	48
8.1.2	Vliv žhání a únavového zatěžování se středním napětím	53
8.1.3	Vliv režimu únavového zatěžování	56
8.1.4	Vliv gigacyklového zatěžování	58
8.2	Lokalizace cyklické plastické deformace	59
8.2.1	Symetrické zatěžování s konstantní silou	59
8.2.1.1	Rozvoj skluzových pásů	60
8.2.1.2	Iniciace únavových trhlin	63
8.2.2	Gigacyklové zatěžování	67
8.2.2.1	Rozvoj skluzových pásů	68
8.2.2.2	Iniciace únavových trhlin	69
8.2.3	Zatěžování s konstantní amplitudou plastické deformace	71
8.2.3.1	Rozvoj skluzových pásů	72
8.2.3.2	Iniciace únavových trhlin	73
8.2.4	Zatěžování se středním napětím	75
8.2.4.1	Rozvoj skluzových pásů	78
8.2.4.2	Iniciace únavových trhlin	79
8.3	Vliv středního napětí na únavové chování	80
9	DISKUZE	83
9.1	Stabilita struktury	83
9.2	Lokalizace cyklické plastické deformace	87
9.3	Vliv středního napětí na únavové chování	91
10	ZÁVĚRY	93

11	PŘEHLED POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ	95
12	VLASTNÍ PUBLIKACE A PREZENTACE	97
13	LITERATURA	99

1 ÚVOD

Únava materiálu je, a pravděpodobně stále bude, aktuální téma výzkumu. Od doby, kdy první systematické únavové zkoušky provedl v letech 1852 – 1870 August Wöhler, neustále narůstá počet materiálů, mnohdy velmi sofistikovaných, na které je tato oblast zájmu zaměřena. Existuje nespočetně konstrukcí a součástí strojů, které jsou při své funkci podrobeny cyklickému zatěžování a které je potřeba kontrolovat a případně závčas vyměnit, aby nedošlo k únavovému lomu. V některých případech je výhodné nahradit stávající materiál jiným, který vykazuje vyšší mechanické, zejména únavové charakteristiky. Z tohoto důvodu je zájem soustředěn také na vývoj nových materiálů.

Ultrajemnozrné (UFG) materiály a postupy k jejich produkci jsou předmětem zájmu základního i aplikovaného výzkumu v posledních přibližně dvaceti letech. Cílem je vyvinout materiály, které díky výrazně lepším mechanickým vlastnostem mohou v některých případech nahradit materiály s klasickou velikostí zrna a zvýšit užité vlastnosti řady výrobků. Zájem je soustředěn na metodiky přípravy UFG materiálů, na jejich výslednou strukturu a na související mechanické vlastnosti. Za UFG materiály se považují takové, které mají velikost zrna řádově 10^2 až 10^3 nm. Velký nárůst zájmu o problematiku UFG materiálů lze demonstrovat např. na stále se zvyšujícím počtu příspěvků účastníků na mezinárodních konferencích řady NanoSPD1 (NATO Advanced Research Workshop on Investigations and Applications of SPD, 1999, Rusko) až NanoSPD5 (2011, Čína).

Kromě klasických metod využívaných ke zjemnění zrna již mnoho desítek let, jako je válcování, tažení, protlačování a další, bylo v posledních asi 20ti letech vyvinuto mnoho metod využívajících intenzivní plastické deformace (severe plastic deformation), nazývaných souhrnně SPD techniky. Tyto techniky se postupně přesouvají z oblasti laboratorního výzkumu do technické praxe a stávají se reálnou možností výroby ultrajemnozrných materiálů [1], [2].

Nejslibnější se zdá být příprava různých ultrajemnozrných kovů a slitin pomocí metody ECAP (equal channel angular pressing). Důvodem je skutečnost, že touto metodou lze připravit UFG materiály v dostatečně velkém objemu. Dobrým příkladem jsou v současnosti Ti slitiny, pro jejichž přípravu se využívá procesu ECAP v kombinaci s klasickými metodami tváření. Díky tomuto zpracování lze vyrábět implantáty, které vykazují dostatečné pevnostní vlastnosti, aby odolávaly jednorázovému i cyklickému zatížení bez porušení [3].

Z publikovaných prací vyplývá, že nejčastěji používaným experimentálním materiálem pro základní výzkum vzniku UFG struktury, jejích vlastností a vztahu k mechanickým charakteristikám je měď. Důvodem je i to, že vlastnosti tohoto materiálu s konvenční velikostí zrna jsou velmi dobře známy a pro porovnání ultrajemnozrné mědi s materiálem s konvenční velikostí zrna existuje dostatek podkladů, např. [4]–[7].

Základní a rozhodující skutečností je fakt, že UFG materiály vykazují oproti materiálům s konvenční velikostí zrna podstatně vyšší pevnostní charakteristiky. Např. mez kluzu $R_{p0,2}$ se u UFG Cu pohybuje okolo hodnoty 400 MPa, zatímco u žíhané Cu je to pouze 80 MPa a u Cu tvářené konvenčními způsoby max. 300 MPa. Problémem však je, že v případě únavového zatěžování není zlepšení únavových charakteristik jednoznačné. Zvýšení pevnosti nemusí zdaleka odpovídat nárůstu meze únavy.

Problematika únavové pevnosti a únavového chování materiálů s konvenční velikostí zrna byla předmětem systematického výzkumu dlouhá desetiletí a v současnosti je velmi dobře popsána v celé řadě prací, např. [5]–[7]. V případě UFG

materiálů, které lze právem řadit mezi nové tzv. „advanced“ materiály, jsou však poznatky o jejich únavových vlastnostech zatím neúplné. Problémem je mimo jiné i to, že mechanismy únavového poškození navržené pro materiály s konvenčním zrnem nelze pro popis únavového chování materiálu s velmi jemným zrnem použít.

Z dosavadních poznatků plyne, že únavová životnost UFG struktur je výrazně ovlivněna způsobem únavového zatěžování. Zatímco v případě zatěžování s konstantní amplitudou síly vykazují UFG materiály vyšší životnost, při zatěžování s konstantní amplitudou deformace, ať už plastické nebo celkové, může být životnost oproti materiálům s konvenční velikostí zrna dokonce snížena. Současné poznatky o únavovém chování UFG materiálů se týkají převážně pouze symetrického zatěžování, tedy případů s nulovým středním napětím [8]–[11]. Naopak studií týkajících se vlivu asymetrického zatěžování je doposud velmi málo [12].

Významným problémem UFG struktur připravených metodami SPD je skutečnost, že obsahují velkou akumulovanou deformační energii, v jejímž důsledku jsou UFG materiály mikrostrukturně nestabilní. Jedním z případů, kdy dochází ke ztrátě unikátních vlastností, je působení zvýšených teplot, přičemž se uplatňují zotavovací a rekrytalizační procesy, které vedou ke změně rozložení dislokací na hranicích zrn a nastává hrubnutí struktury. Ke změně struktury (k dynamické rekrytalizaci) dochází při cyklickém zatěžování často za překvapivě nízkých homologických teplot. Tento fenomén není v současnosti zdaleka dobře popsán a pochopen a vyžaduje systematický výzkum. Hrubnutí struktury je nepochybně ovlivněno řadou faktorů a může mít komplikovaný průběh. U některých UFG materiálů, zahrnujících i měď, může docházet k vytváření bimodální struktury, kdy se v ultrajemnozrnné struktuře vyskytují místa se zhrublými zrny [13]–[15]. Přitom z hlediska únavových vlastností může být bimodální struktura podle některých pozorování [15] dokonce lepší než UFG struktura s minimálními rozdíly ve velikosti jednotlivých zrn.

Specifickou oblastí zájmu je gigacyklové zatěžování, tj. zatěžování materiálu počtem cyklů vyšším než 10^7 , většinou 10^9 – 10^{10} , které je běžné v celé řadě reálných konstrukcí, zejména v dopravě. Toto téma je dobře shrnuto v řadě publikací, např. [16]–[21]; ty se nicméně zabývají pouze materiály s konvenční velikostí zrna. V literatuře zatím nejsou žádné zmínky o gigacyklovém zatěžování ultrajemnozrnných materiálů.

Cílem této práce je shrnout doposud získané poznatky o únavovém chování UFG Cu při různých zatěžovacích podmínkách a o vývoji mikrostruktury po teplotní expozici. Na základě rozboru poznatků realizovat cílené únavové experimenty a studie mikrostruktury s cílem objasnit sporné či nedostatečně vyjasněné otázky související především s mechanismy lokalizace cyklické plasticity, iniciace únavových trhlin a únavové životnosti.

2 ULTRAJEMNOZRNNÉ MATERIÁLY

Ultrajemnozrnné materiály jsou definovány jako polykrystalické materiály s velmi malými zrny, kde se průměrná velikost zrna pohybuje v rozmezí 100–1000 nm [22], [23]. Pro ultrajemnozrnné materiály jsou kromě velikosti zrna důležité i další parametry: homogenní mikrostruktura, ekviaxiální zrna a vysoké procento velkoúhlových hranic zrn. Přítomnost velkoúhlových hranic je důležitá právě pro dosažení vyšších pevnostních charakteristik při zachování dobrých deformačních charakteristik [24]. Mikrostruktura UFG materiálů se od materiálů s konvenční velikostí zrna podstatně liší především tím, že poměr mezi objemem zrn (bez uvažování hranic) a objemem hranic zrn je podstatně větší. U nanokrystalických materiálů s velikostí zrna menší než 10 nm je šířka hranice zrna téměř stejná jako velikost zrna [25]. Tato skutečnost má vliv na vlastnosti materiálu, např. velký objem hranic zrn znamená mnohem výhodnější podmínky pro difúzi po hranicích. Lze tedy předpokládat, že vlastnosti UFG mikrostruktury budou odlišné ve srovnání s mikrostrukturou s konvenční velikostí zrna.

Studie provedené na různých ultrajemnozrnných materiálech odhalily, že tyto materiály mají v porovnání s materiály s konvenční velikostí zrna vyšší pevnost a plasticitu, mohou vykazovat superplastické chování a lepší tlumící vlastnosti. Nicméně zákonitosti jejich deformačního chování, jejich strukturní změny a deformační mechanismy jsou vzhledem k jejich již zmíněnému objemovému podílu hranic zrn odlišné od materiálů s konvenční velikostí zrna; jsou proto v současnosti záležitostmi odborných diskusí [26].

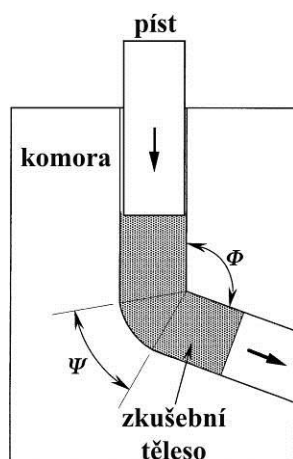
Nejčastějším postupem pro přípravu ultrajemnozrnných kovů a slitin jsou metody intenzivní plastické deformace [23], [24], díky kterým je dosaženo mimořádně zjemněné struktury bez výrazné změny celkových rozměrů tělesa. Lze připravit ultrajemnozrnné materiály i ve velkých objemech a přitom bez porosity. Pod pojmem SPD proces je zahrnuta spousta technik, z nichž jednou z nejpoužívanějších je metoda ECAP. Tato metoda má řadu výhod, díky kterým může být začleněna a dobře využita ve výrobním procesu [22]. Jednou z nich je relativně vysoká produkce materiálu ve větším objemu [28]; další velmi významnou předností je možnost začlenění metody klasického postupu válcování plechů jako nepřetržitý proces [29], [30].

2.1 Metoda ECAP

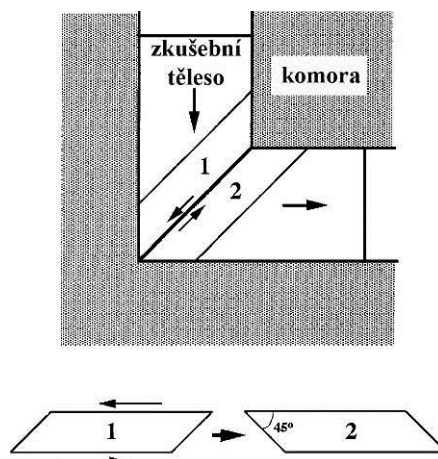
Metoda ECAP – „equal channel angular pressing“ neboli ve volném překladu „smyková deformace při bezkontrakčním protlačování“ je, jak již bylo zmíněno výše, nejčastěji využívaná SPD technika k přípravě ultrajemnozrnných materiálů. Princip této metody, který je velmi detailně popsán ve značném množství publikací, např. [23], [27], [32], spočívá v několikanásobném protlačování materiálu komorou se dvěma kanály se stejným průřezem, které mohou být vzájemně orientované pod různým úhlem ϕ . Kromě tohoto úhlu je ještě důležitý úhel ψ reprezentující vnější zakřivení v místě styku kanálů, jak je vidět na obr. 1. Nejčastěji používané úhly jsou $\phi = 90^\circ$ a $\psi = 0^\circ$, které byly aplikovány i při výrobě materiálu použitého v této práci. Zkušební těleso ve formě tyče přesně odpovídající příčnému průřezu kanálů je potřeno mazivem (lubrikantem) a protlačeno komorou pomocí razníku. V místě, kde se kanály stýkají, dochází k velké deformaci materiálu jednoduchým smykem, jak je ukázáno na obr. 2, kde je pro jednoduchost použit úhel $\phi = 90^\circ$ a kde je zobrazena teoretická smyková rovina mezi dvěma sousedními elementy uvnitř vzorku. Navzdory velké deformaci při průchodu

zkušební tělesa komorou nedochází k žádné změně jeho příčného průřezu, což je velkou výhodou této metody. Díky tomu může být proces několikanásobně opakován, aby bylo dosaženo co největší deformace.

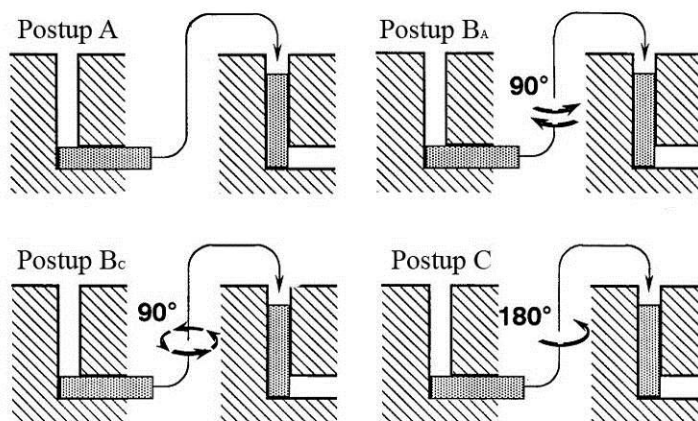
Několikanásobné protlačování zkušební tělesa ECAPovací komorou může být provedeno několika způsoby v závislosti na směru a úhlu otáčení zkušební tělesa mezi jednotlivými průchody. Na obr. 3 jsou zobrazeny čtyři základní postupy: způsob A, při kterém nedochází k rotaci zkušební tělesa mezi jednotlivými průchody, způsob B_A, kdy je po každém průchodu střídán směr rotace o 90°, způsob B_C, kde je zkušební těleso otáčeno o 90° v jednom směru, a způsob C, při kterém je zkušební těleso otáčeno po každém průchodu o 180°.



Obr. 1: Řez ECAP komorou zobrazující úhly ϕ a ψ [27].



Obr. 2: Princip smykové deformace v průběhu protlačování zkušební tělesa ECAP komorou pod úhlem 90° [27].



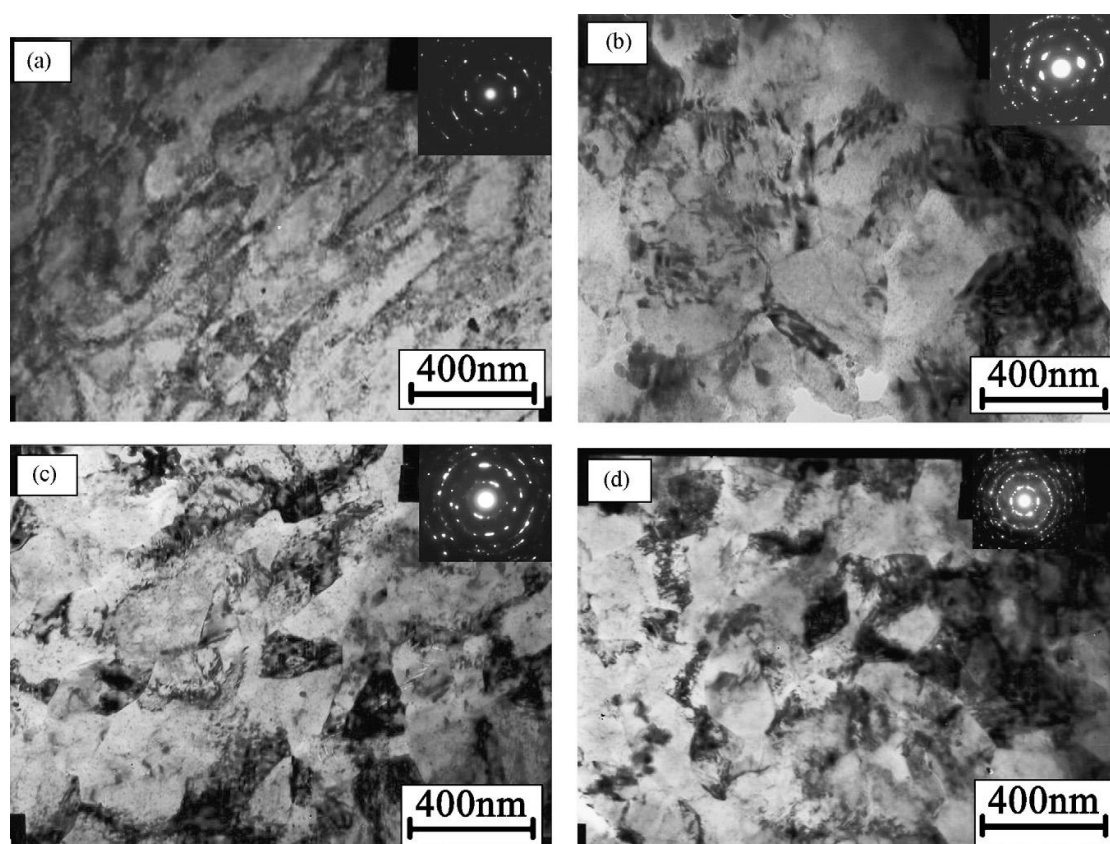
Obr. 3: Základní způsoby protlačování při ECAP procesu [27].

Nevýhodným omezením konvenční metody ECAP je právě to, že zkušební tělesa jsou po každém průchodu vytažena z komory a musí být znovu vložena. Na konvenční ECAP metodě je založeno několik alternativních metod, které využívají princip protlačování pod úhlem zejména 90°, ale kdy během několikanásobného protlačování nemusí být zkušební těleso z komory vytaženo. Mezi tyto metody patří např. rotační ECAP komory [33], boční protlačování [34] a multiprůchodové ECAP komory [35].

Metoda ECAP je také aplikována na některé kontinuální techniky v průmyslové výrobě, kdy je potřeba produkovat relativně velké množství materiálu. Jde např. o proces, který byl různě pojmenovaný jako „continuous confined strip shearing“ (C2S2) [29], „dissimilar-channel angular pressing“ (DCAP) [36] a „equal-channel angular rolling“ (ECAR) [37], nebo metodu pro výrobu drátů spojenou s metodou ECAP a nazvanou „the ECAP–Conform process“ [38].

2.2 Mikrostruktura

Vysoká úroveň plastické deformace dosahovaná v průběhu SPD procesu má za následek zjemnění struktury. Výhodou ECAP procesu je, že zkušební tělesa mohou být protlačována opakovaně a lze tak dosáhnout vysoké deformace a tudíž velmi jemného zrna. Vývoj mikrostruktury souvisí zejména se stupněm (úrovní) dosažené plastické deformace. Proces postupného vývoje ultrajemné struktury během protlačování lze demonstrovat na slitině Cu-Cr [31]. Při procesu nejprve vzniká buňková struktura s vysokou hustotou dislokací. Uvnitř výchozích hrubých zrn se vytváří oblasti s malouhlovou disorientací, obr. 4a. Se zvyšující se deformací se disorientace zvyšuje a podíl velkoúhlových hranic roste. Nový charakter mikrostruktury se postupně vyvíjí ve všech zrnech, obr. 4b. S pokračující deformací se nemohou bloky buněk s nízkou disorientací dále přizpůsobovat deformačnímu napětí a do skluzu se zapojuje více skluzových systémů. Subzrna se začnou natáčet, aby se přizpůsobila stále větší deformaci, což vede k vytvoření velké disorientace hranic zrn při působení vysokého napětí. Vnitřní prostor subzrn může finálně obsahovat méně dislokací a hranice zrn, které byly původně difúzní, se stávají ostřejšími, nicméně celková hustota dislokací



Obr. 4: Vývoj mikrostruktury QCr0,5 (slitina Cu-Cr) během ECAP procesu: (a) 1 průchod, (b) 4 průchody, (c) 6 průchodů, (d) 12 průchodů [31].

zůstává velmi vysoká. Příklad struktury, kde převládají velkoúhlové hranice, je na obr. 4c, d. Výsledná struktura a její detaily závisí na konkrétním materiálu. V uvedeném případě slitiny Cu-Cr je výsledná struktura méně homogenní než v případě Cu [26], [32], kde je vyšší procento velkoúhlových hranic a hranice jsou lépe vyvinuty [13], [31].

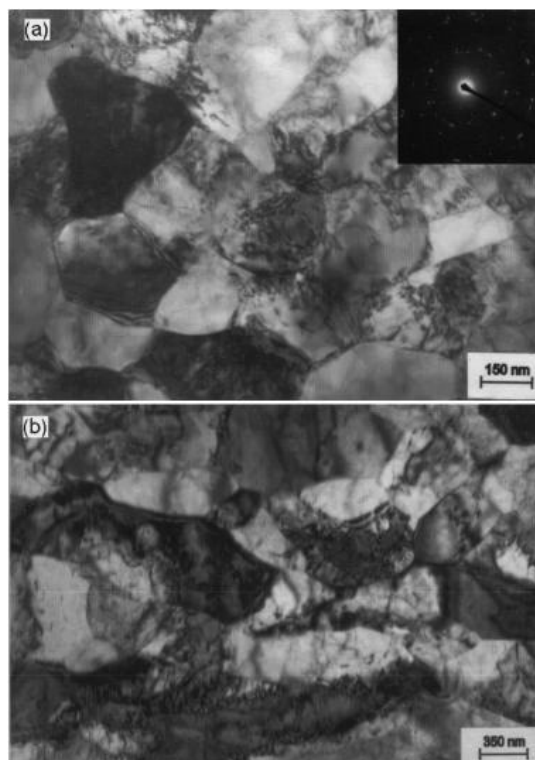
Parametry UFG mikrostruktury jsou závislé na mnoha okolnostech. Závisí přirozeně na materiálu a na parametrech ECAP procesu (popř. jiné SPD techniky). V případě přípravy metodou ECAP zejména na počtu a způsobu průchodů komorou, teplotě, rychlosti protlačování, která souvisí s rychlostí plastické deformace, velikosti tlaku resp. protitlaku (back pressure), způsobu mazání atd. [23], [24]. Vliv materiálu na výsledné vlastnosti mikrostruktury získané po SPD procesu lze demonstrovat na těchto příkladech: průměrná velikost zrna u čistého Al je $\sim 1,2\text{--}1,3\text{ }\mu\text{m}$ a mikrostruktura je zcela homogenní při protlačování za pokojové teploty. Naproti tomu čistá Cu protlačovaná za pokojové teploty má průměrnou velikost zrna mnohem menší, typicky $\sim 270\text{ nm}$ a mikrostruktura není tak homogenní jako u Al. Jako ideální materiál pro ECAP proces se zdá být Ni, jehož průměrná velikost zrna po protlačování za pokojové teploty se pohybuje $\sim 300\text{ nm}$ a mikrostruktura je v podstatě homogenní [23].

Vzhledem k tomu, že téma disertační práce je zaměřeno na zkoumání mikrostruktury ultrajemnozrnné mědi, bude pozornost v následujícím textu soustředěna zejména na tento materiál.

Přesto, že UFG Cu vykazuje relativně homogenní mikrostrukturu, při bližším zkoumání lze rozlišit tři typy zrn, jejichž velikost je v rozmezí od desítek nanometrů do 600 nm . Zrna s různou velikostí mají také odlišnou vnitřní strukturu. Malá zrna v rozsahu $50\text{--}200\text{ nm}$ jsou téměř bez dislokací. Druhý typ zrn o velikosti $100\text{--}200\text{ nm}$ obsahuje dislokace, které jsou buď chaoticky rozmístěné, nebo tvoří síťoví. Zrna

s velikostí $100\text{--}600\text{ nm}$, která jsou ve struktuře zastoupena nejvíce, obsahují dislokační stěny a subzrna. Průměrná dislokační hustota po ECAP procesu je udávána řádově 10^{14} m^{-2} [26], [39].

Při zpracování metodou ECAP dochází ke vzniku deformace o velikosti $\varepsilon_N \approx 1$ při každém průchodu komorou (úhel $\phi = 90^\circ$), přičemž v materiálu vzniká velké množství dislokací. Mikrostruktura po ECAP procesu je velice často vysoce heterogenní a zrna i hranice zrn jsou ve vysoce (energiově) nevyváženém stavu [23], [24], [40]. V závislosti na způsobu deformace mohou během procesu vznikat dva typy struktury lišící se tvarem zrn. S ohledem na podstatně rozdílné morfologické znaky můžeme rozlišovat ekviaxiální strukturu nazývanou také jako typ „A“ a strukturu s protáhlými zrny nazývanou typ „B“ (obr. 5). Přibližně ekviaxiální A typ struktury popisují ve svých pracích zejména Vinogradov a kol. [41] a Valiev a kol. [26], zatímco strukturu typu B pozoroval Agnew a kol. [42]. Je



Obr. 5: Mikrostruktura Ti po ECAP procesu: a) ekviaxiální, b) protáhlá zrna [40].

vysoce pravděpodobné, že z důvodu nehomogenity deformace v průběhu ECAP procesu může docházet ke vzniku obou typů struktury a v jednom zkušebním tělese (biletu) se pak místy vyskytuje střídavě struktura ekviaxiálních zrn a struktura protáhlých zrn. Z toho vyplývá, že k získání zcela homogenní struktury, ať už typu A, B nebo rovnoměrně rozložené směsi obou, je zapotřebí pečlivá kontrola procesu SPD [9], [10].

Zjemnění mikrostruktury se zdá být silně závislé na rychlosti protlačování, přičemž výsledné vlastnosti mikrostruktury souvisí i se způsobem protlačování. Jedním z nejdůležitějších parametrů při ECAP procesu je úhel ϕ , který kanály svírají. Pro vytvoření ekviaxiální struktury s velkouúhlovými hranicemi zrn je optimální úhel $\phi = 90^\circ$ a způsob B_C , zatímco způsob A může být efektivnější při použití úhlu $\phi = 120^\circ$. Pro vytvoření velice jemné struktury jsou vhodné kovy s malou náchylností k zotavování, ale nezbytný počet průchodů k dosažení homogenní struktury je u těchto materiálů vyšší [27].

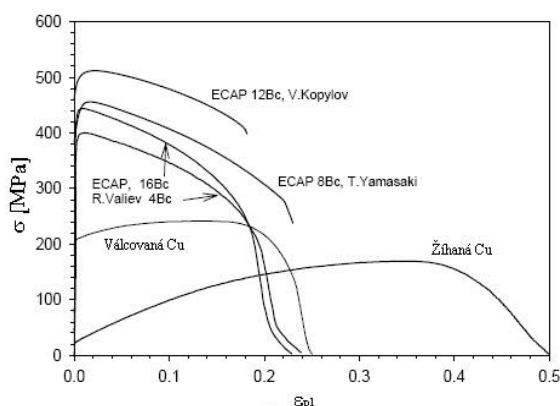
Rozdíl v mikrostruktuře v důsledku způsobu protlačování ($\phi = 90^\circ$) pozorovaný na příčném i podélném řezu zkušebním tělesem Ti pomocí TEM (transmisní elektronový mikroskop) ukázal, že nejefektivnější ze tří vybraných způsobů (B_C , B_A a C) je způsob B_C , při kterém vzniká nejjemnější struktura ekviaxiálních zrn o průměrné velikosti 260 nm. Při protlačování ostatními dvěma způsoby vznikají zrna protáhlá, přičemž nejméně efektivní je způsob B_A . Pro materiály připravené metodou ECAP jsou typické SAED (selected area electron diffraction) obrazce (např. obr. 5a), kdy nezískáváme bodovou difrakci, ale difrakční stopy uspořádané do kružnic, což značí přítomnost vysokého podílu velkouúhlových hranic zrn. Některé difrakční stopy jsou rozděleny, což může znamenat existenci malouúhlových hranic zrn. Na základě tohoto typu difrakce lze usuzovat na existenci velkých vnitřních pnutí vzniklých při SPD procesu [40].

2.3 Základní mechanické vlastnosti

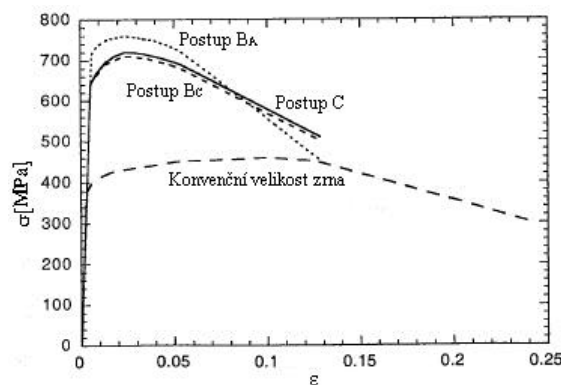
Materiály připravené některým z SPD procesů vykazují v průběhu tahové zkoušky výrazné zvýšení pevnosti. Mez kluzu a mez pevnosti se v porovnání se žíhaným materiálem může zvýšit o faktor 3–5. Porovnání křivek napětí–deformace Cu žíhané, tvářené za studena a zpracované postupem ECAP s různým počtem průchodů je ukázán na obr. 6. K zvyšování pevnostních charakteristik dochází v důsledku dvou mechanismů provázejících intenzivní tváření za studena – akumulace dislokací a zjemnění zrna. Se zvyšujícím se stupněm deformace dochází postupně k saturaci celkové hustoty dislokací, což má za následek nižší úroveň zpevnění. V čistých kovech a tuhých roztocích se objevuje zpevnění během tváření za studena na úkor tažnosti ze zřejmých důvodů: ke zvýšení pevnosti je třeba omezit pohyblivost dislokací, zatímco opačná akce – uvolňování dislokací – je potřebná ke zvýšení tažnosti. Z tohoto hlediska je zarážející fakt, že kromě vyšší pevnosti zůstává po SPD procesu značně vysoká také tažnost. Zatímco zvýšenou superplasticitu za zvýšených teplot můžeme po SPD procesu předpokládat, neboť vyžaduje jemná ekviaxiální zrna, lze jen stěží očekávat, že díky zjemnění zrna a akumulaci dislokací při monotónní i cyklické deformaci dosáhneme relativně vysoké tažnosti za teplot pokojových. Ačkoliv tažnost většiny SPD materiálů neobstojí v porovnání se žíhanými polykrystaly, může být srovnatelná, nebo dokonce vyšší v porovnání s tvářeným materiálem (obr. 6) [8].

Míra zpevnění a tvar tahového diagramu materiálů zpracovaných metodou ECAP závisí na způsobu opakovaného průchodu tvářeného tělesa komorou. Na obr. 7 jsou zobrazeny křivky napětí–deformace pro Ti s konvenční velikostí zrna a pro ultrajemnozrný Ti zpracovaný třemi způsoby ECAP procesu: B_A , B_C a C. Ve všech

případech došlo k mechanickému zpevnění materiálu. Při porovnání všech tří způsobů ECAP procesu se zdá, že na tahové chování titanu mají stejný vliv. Zkušební tělesa Ti zpracovaná pomocí způsobu B_A mají mírně vyšší pevnost než zkušební tělesa zpracovaná způsobem B_C a C. Jak bylo uvedeno v kapitole 2.2, mají jednotlivé způsoby odlišný vliv na vývoj mikrostruktury. Zatímco pomocí způsobu B_C lze dosáhnout jemných ekviaxiálních zrn, ostatními způsoby vznikají zrna protáhlá. Zdá se, že protažení zrna způsobuje zvýšení pevnosti [40].



Obr. 6: Křivky napětí–deformace pro Cu zpracovanou různými postupy [8].

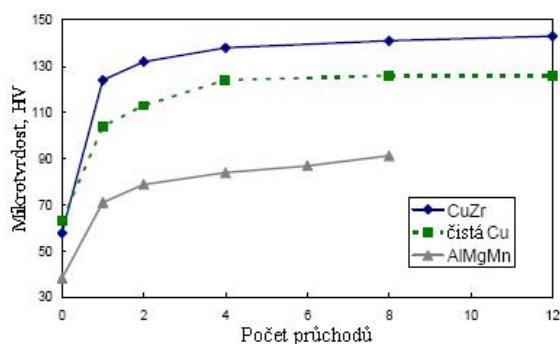


Obr. 7: Tahové křivky Ti s konvenční velikostí zrna a ECAP Ti zpracovaného postupy B_C, B_A a C [40].

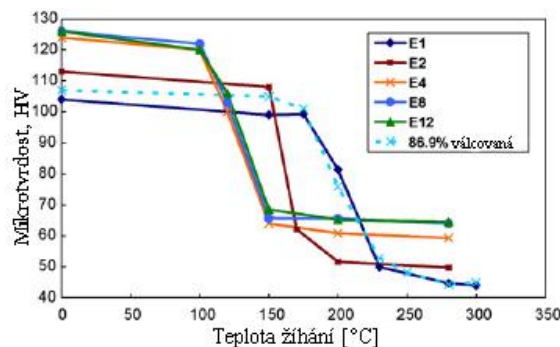
Vliv na vlastnosti ultrajemnozrné struktury má kromě způsobu protlačování také počet průchodů ECAP komorou. Žíhané vzorky Cu (čistoty 99,95 %) vykazují průměrnou mez kluzu 68 MPa při 0,2% deformaci a tažnost přibližně 50 %. Po jednom průchodu komorou byl pozorován velký nárůst pevnosti a zároveň významné snížení tažnosti. S následujícími průchody roste mez kluzu i mez pevnosti a maximálních hodnot je dosaženo zhruba po čtyřech průchodech ECAP komorou. Po více než čtyřech průchodech se hodnoty meze kluzu i meze pevnosti snižují. Maximální celkové prodloužení je malé a zůstává přibližně konstantní mezi 8–10 % po všech počtech průchodů. Nicméně rovnoměrné prodloužení narůstá od 0,75 % do 2,5 % od jednoho po 16 průchodů komorou. Nárůst rovnoměrného plastického prodloužení s počtem průchodů může být vysvětlen menším poklesem mechanického zpevnění [43]. Výsledky uváděné v literatuře však nejsou zcela konsistentní. Valiev a kol. [23], [44] uvádí, že další deformace Cu (čistoty 99,996 %) až do 16 průchodů zvyšuje zároveň pevnost i tažnost, přičemž zvýšení tažnosti je mnohem výraznější než nárůst pevnosti. To je v rozporu s klasickými mechanickými vlastnostmi kovů, které jsou plasticky deformovány. Vyšší plastická deformace dosažená konvenčními technikami jako válcováním, protahováním nebo protlačováním vede k nárůstu pevnosti a zároveň ke snížení tažnosti [44].

Jednou ze snadno stanovitelných mechanických charakteristik je mikrotvrdost. Na základě její změny můžeme snadno posuzovat změnu mechanických vlastností po různých počtech průchodů ECAP komorou, popřípadě může sloužit jako metoda pro určení míry změn při teplotních procesech.

Změna mikrotvrdosti jako funkce počtu průchodů ECAP komorou je ukázána na obr. 8. Tvrdost UFG Cu narůstá po prvním průchodu, po čtyřech průchodech však dochází k saturaci. Obdobná tendence byla u křivek pozorována pro všechny sledované materiály v [13] a [14].



Obr. 8: Vývoj mikrotvrlosti jako funkce počtu průchodů ECAP komorou [14].



Obr. 9: Vývoj mikrotvrlosti v závislosti na teplotě žíhání [13].

Vliv teploty žíhání na mikrotvrlost UFG Cu je ukázán na obr. 9. Se zvyšujícím se počtem průchodů ECAP komorou se snižuje teplota, při které dochází k poklesu mikrotvrlosti, přibližně ze 170 °C na 100 °C. Současně je možno sledovat rozdílnou úroveň poklesu mikrotvrlosti v závislosti na počtu průchodů v oblasti teplot 150 °C až 300 °C [13].

I přes nesrovnalosti ve výsledcích různých autorů pokud se týká základních mechanických vlastností je zřejmé, že oproti materiálům s konvenční velikostí zrna mají UFG materiály vyšší napěťové charakteristiky při zachování relativně dobrých deformačních charakteristik.

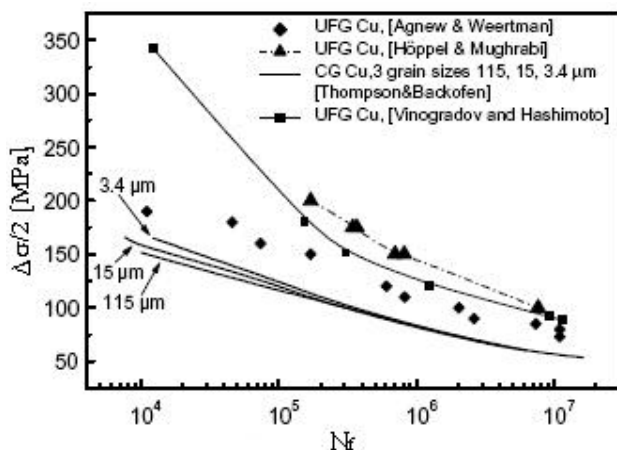
3 ÚNAVA MATERIÁLU

3.1 Únavové vlastnosti ultrajemnozrnných materiálů

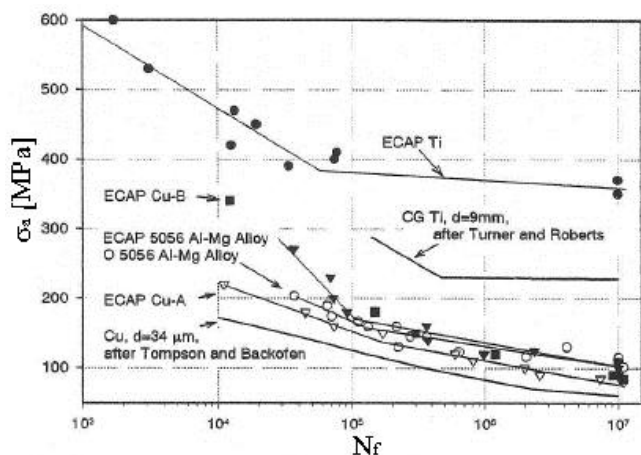
Výrazně vyšší základní pevnostní charakteristiky UFG materiálů indikují, že i jejich únavové vlastnosti by měly být podstatně lepší než vlastnosti materiálu s konvenční velikostí zrna. Přitom právě únavové vlastnosti jsou z hlediska potenciálních aplikací v inženýrské praxi mnohdy rozhodující. Očekávání výrazně lepší únavové pevnosti UFG materiálů však nebylo potvrzeno za všech okolností; jednoduchá relace vyšší pevnost – lepší únavová odolnost neplatí u UFG struktur obecně.

Únavové chování ultrajemnozrnných materiálů je závislé na parametrech použité SPD techniky, protože právě její detaily určují vlastnosti UFG mikrostruktury. Dále se ukazuje, že na rozdíl od materiálů s konvenční velikostí zrna únavové vlastnosti mohou výrazně záviset i na způsobu zatěžování, tj. je-li realizováno v režimu řízené síly (napětí) nebo deformace a dále na velikosti amplitudy plastické deformace.

3.1.1 Únavové zatěžování v režimu řízené síly



Obr. 10: Porovnání S-N křivek UFG mědi a mědi s konvenční velikostí zrna [49].



Obr. 11: Porovnání S-N křivek materiálů s konvenční velikostí zrna a po ECAP procesu [9].

Jak bylo uvedeno výše, základním zjištěním, které plyne z téměř všech doposud publikovaných prací, je skutečnost, že u drtivé většiny sledovaných ultrajemnozrnných materiálů bylo po únavovém zatěžování v režimu řízené síly zjištěno zvýšení počtu cyklů do lomu; rozdílný je pouze stupeň zlepšení únavové životnosti.

U Cu s konvenční velikostí zrna bylo v minulosti dobře experimentálně prokázáno a vysvětleno, že závislost únavové pevnosti na velikosti zrna je velmi slabá. Thompson a kol. [46] experimentálně prokázali, že změna velikosti zrna od 3,4 μm do 150 μm nemá měřitelný vliv na únavovou pevnost ve vysokocyklové oblasti. Pozdější cílené studie vlivu velikosti zrna prokázaly pouze velmi mírný pokles meze únavy definované na bázi experimentálně stanovených závislostí počtu cyklů do lomu na amplitudě celkové plastické deformace s rostoucí velikostí zrna [47]. Obecně lze shrnout, že křivky únavové životnosti, vyjádřené jak v reprezentaci S-N křivek, tak závislostí počtu cyklů

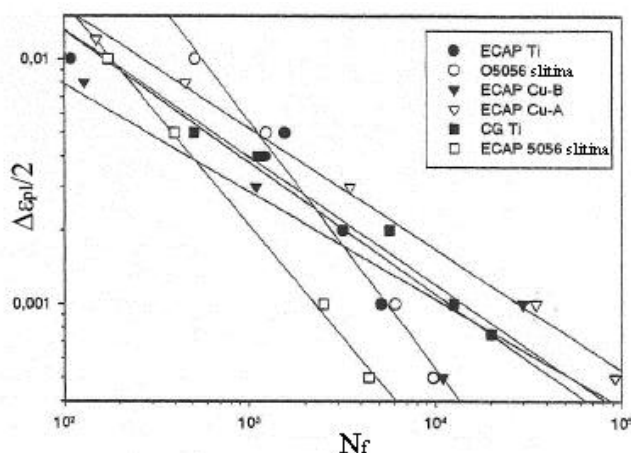
do lomu na amplitudě celkové plastické deformace, závisí na velikosti zrna pouze nepatrně. To platí zejména pro meze únavy stanovené na bázi 10^7 cyklů [48]. Totéž je patrné z obr. 10, převzatého z práce Mughrabiho a kol., ve kterém jsou však uvedeny také výsledky získané pro UFG Cu. Z obrázku je zřejmé, že k výrazné změně vlivu velikosti zrna dochází při snížení pod $1\ \mu\text{m}$ – zvýšení životnosti je velmi výrazné. Kromě toho lze pozorovat rozdíly mezi únavovými charakteristikami UFG Cu studované různými autory, přičemž tyto odlišnosti jsou pravděpodobně způsobeny detaily ECAP procesu [49]. Tato pozorování indikují, že mechanismy únavového poškození, které fungují u materiálů s konvenční velikostí zrna, není možno jednoduše aplikovat na UFG struktury.

Při porovnání S–N křivek různých materiálů (obr. 11) můžeme pozorovat u většiny ultrajemnozrnných struktur zvýšení počtu cyklů do lomu v celém rozsahu aplikovaných napětí a zvýšení meze únavy oproti jejich protějškům s konvenčním zrnem. Zvýšení únavové životnosti u většiny UFG materiálů je zřetelné zejména v nízkocyklové oblasti, tedy v oblasti vyšších amplitud napětí, zatímco vliv na mez únavy je menší [9].

3.1.2 Únavové zatěžování v režimu řízené deformace

Výsledky získané zkouškami v oblasti nízkocyklové únavy a publikované v drtivé většině prací ukazují, že při zatěžování v režimu řízené amplitudy plastické deformace vykazuje měď s konvenční velikostí zrna výrazně vyšší únavové charakteristiky než měď po ECAP procesu [9], [49]. Existují však i práce uvádějící opačné výsledky, tedy vyšší únavové charakteristiky UFG materiálů v porovnání s materiály s konvenční velikostí zrna [49], [51].

Efekt zkrácení životnosti u UFG materiálů je výraznější v oblasti vyšších zatěžovacích amplitud deformace. Vysvětlení je spojováno s nestabilitou silně deformované ultrajemnozrnné struktury a v její tendenci k dynamickému zotavování. Cyklické změkčení a růst velikosti zrna jsou považovány za hlavní mechanismy zodpovědné za nižší únavové charakteristiky ultrajemnozrnných materiálů ve srovnání

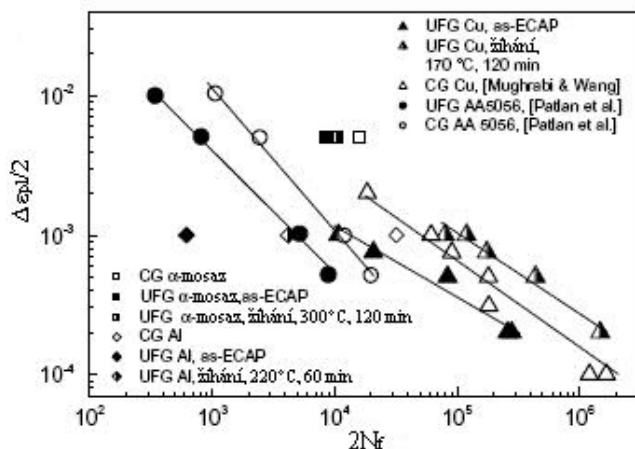


Obr. 12: Mansonovy–Coffinovy křivky životnosti pro srovnání materiálů s konvenční velikostí zrna a po ECAP procesu [9].

s materiály s konvenční velikostí zrna [11]. Dynamická rekristalizace při únavovém namáhání byla pozorována při překvapivě nízkých homologických teplotách [50].

Mansonovy–Coffinovy křivky na obr. 12 ukazují srovnání životností Cu, Ti a slitiny 5056 Al–Mg s ultrajemnozrnnou strukturou a s konvenční velikostí zrna. V případě UFG Cu a slitiny Al–Mg je zřejmý výrazný pokles životnosti oproti vzorkům s konvenční velikostí zrna. V případě Ti jsou životnosti přibližně stejné pro oba typy struktury.

V grafu na obr. 12 jsou také porovnány oba typy struktur UFG Cu získané po ECAP procesu – ekviaxiální (typ A) a s protaženými zrny (typ B). Vzorky se strukturou typu A vykazují v porovnání se strukturou typu B vyšší životnost při zatěžování stejnou amplitudou plastické deformace [9].



Obr. 13: Mansonovy–Coffinovy křivky životnosti pro srovnání UFG materiálů a materiálů s konvenční velikostí zrna [49].

Snížení životnosti UFG materiálů v porovnání s materiály s konvenční velikostí zrna je zřejmé i z obr. 13. Při použití optimalizovaného žhání, které vede ke zvýšení houževnatosti, však autoři pozorovali významné zvýšení únavové životnosti UFG Cu v porovnání s materiálem s konvenční velikostí zrna. V případě UFG α -mosazi, hliníku a slitiny Al–Ag AA5056 nebyl vliv tepelného zpracování na zvýšení životnosti natolik výrazný jako v případě Cu [49], [51].

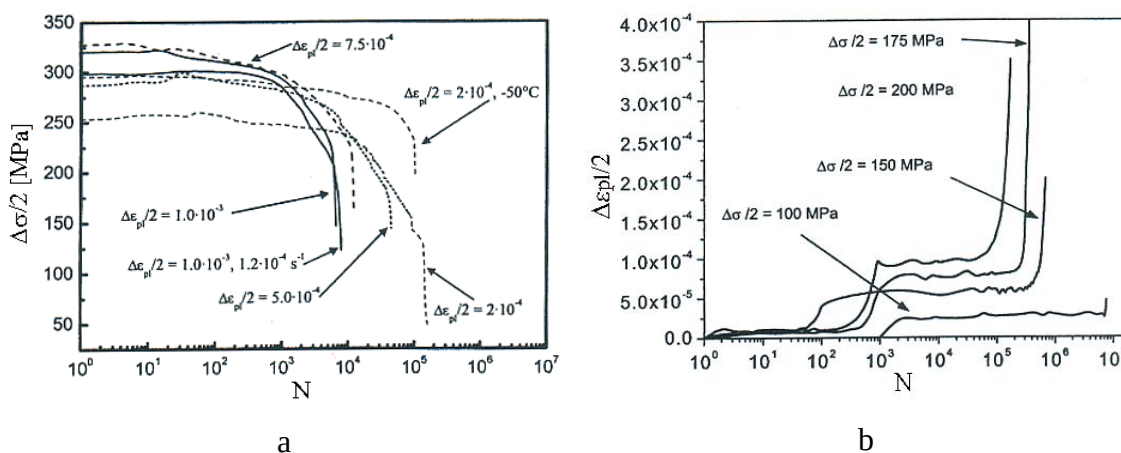
3.1.3 Cyklická napět'ově–deformační odezva

Deformačně zpevněné kovy v důsledku cyklického zatěžování změkčují. Stupeň změkčení závisí na počátečním stavu materiálu (stupni tváření) a na amplitudě cyklické plastické deformace. Tohle charakteristické chování bylo prokázáno také u materiálů připravených metodou ECAP (obr. 14). Stupeň změkčení závisí na parametrech procesu intenzivní plastické deformace. Vliv má teplota, při které se intenzivní deformace realizuje, rychlost deformace, tření a mazání během ECAP procesu. Tyto parametry mohou ovlivňovat rekrytalizaci mikrostruktury přímo v průběhu intenzivní plastické deformace, což se může finálně promítnout do různé citlivosti UFG materiálu ke změkčení.

Jedním z nejdůležitějších parametrů pro rozsah změkčení je amplituda plastické deformace aplikovaná při únavové zkoušce. Obecně platí, že při klesající amplitudě se stupeň změkčení snižuje [10]. Důvodem je to, že malá napětí odpovídající malým hodnotám amplitud plastické deformace již nejsou dostačující pro pohyb dislokací přes bariéry a k přeuspořádání původní dislokační substruktury [10], [42]. Vysvětlení pro snižování stupně změkčení při malých amplitudách deformace je tak analogické s rekrytalizačním žháním – pod jistou teplotou již není energie dostačující k překonání aktivační bariéry nutné k rekrytalizaci. Podobně může existovat amplituda deformace, pod kterou není pohyb dislokací dostatečný pro činnost mechanismu změkčení.

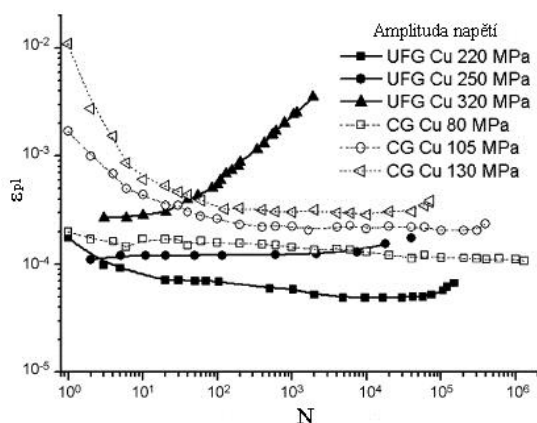
Růst zrna je obecně spojován se snižováním mechanických vlastností a změkčením materiálu. U UFG struktur je vztah mezi změnami mechanických vlastností a strukturou složitější a ne zcela objasněný. Zatímco v některých případech materiál změkčuje a zároveň dochází k hrubnutí zrna [45], v jiných zůstává velikost zrna bez větších změn i přesto, že došlo v průběhu zatěžování k výraznému cyklickému změkčení materiálu [52]. Vliv na chování materiálu má i způsob zatěžování. Při únavovém zatěžování v režimu řízené deformace bylo doposud pozorováno a popsáno pouze cyklické změkčení; naproti tomu při zatěžování s konstantní amplitudou napětí bylo pozorováno v závislosti na velikosti napětí (tedy i na velikosti plastické deformace) cyklické změkčení i cyklické zpevnění materiálu.

Například v práci Höppela a kol. [45] v případě zatěžování ultrajemnozrnné Cu vyššími amplitudami plastické deformace, jmenovitě v intervalu $2 \times 10^{-4} \leq \Delta \varepsilon_{pl}/2 \leq 1,0 \times 10^{-3}$, dochází k výraznému změkčování materiálu (obr. 14a), zatímco pro napětově řízený cyklus s nízkými amplitudami deformace v intervalu $2,4 \times 10^{-5} \leq \Delta \varepsilon_{pl}/2 \leq 1,2 \times 10^{-4}$ je v závislosti na velikosti amplitudy pozorováno pouze nepatrné, nebo dokonce téměř žádné cyklické změkčování (obr. 14b).

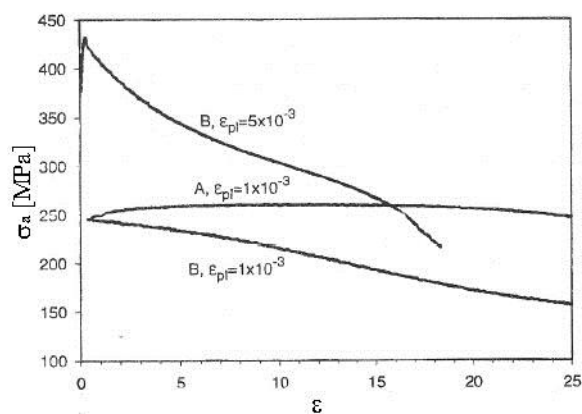


Obr. 14: Cyklické deformační chování pro a) různé amplitudy plastické deformace a b) pro různé amplitudy napětí [45].

Výsledky únavových zkoušek v režimu řízené amplitudy napětí jsou presentovány v práci Xu a kol. [52]. Při vysokých amplitudách napětí bylo pozorováno, že UFG Cu cyklicky změkčuje, zatímco při nízkých amplitudách napětí dochází dokonce k cyklickému zpevnění a to v průběhu celého procesu zatěžování (obr. 15). Struktura přitom zůstává po zatěžování až do lomu bez větších změn ve velikosti zrna.



Obr. 15: Křivky změkčení/zpevnění UFG Cu [52].



Obr. 16: Změkčování Cu se strukturou typu A a typu B [10].

Kromě závislosti cyklického změkčování na amplitudě napětí či deformace lze pozorovat i vliv rychlosti deformace cyklického zatěžování a teploty zkoušky. Pro nižší rychlosti deformace při stejné amplitudě deformace bylo pozorováno výraznější cyklické změkčování [45]. Kromě toho při nižší teplotě v porovnání s teplotou

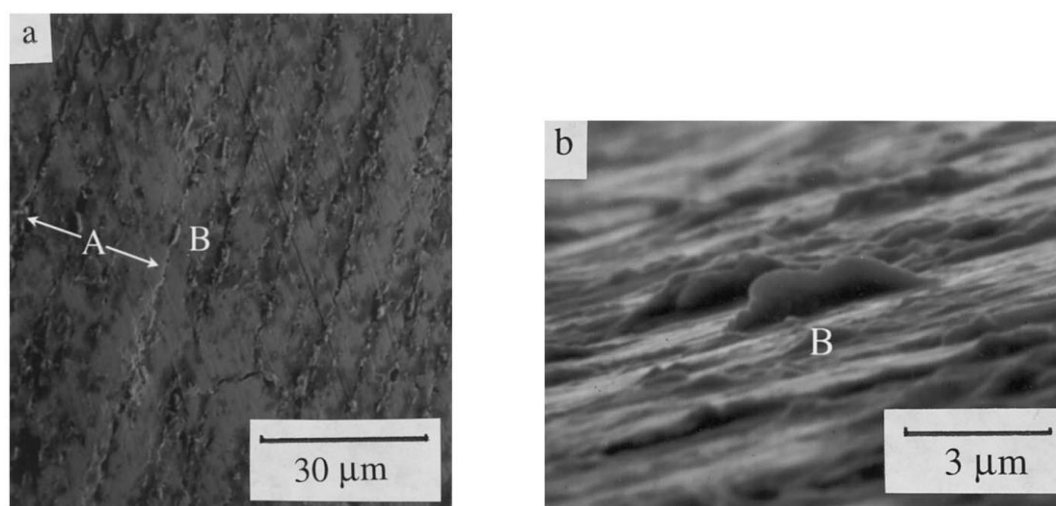
pokojevou došlo ke snížení úrovně cyklického změkčování. Autoři uvádí, že cyklické změkčování nesouvisí výhradně s hrubnutím zrna, ale také s dynamickým zotavováním.

Proces změkčení závisí mírně i na dalších parametrech, např. na detailech struktury. Z obr. 16 plyne, že chování struktury typu A a typu B je ve smyslu změkčování odlišné a že vhodnější je struktura typu A, která je více odolná relaxaci napětí v průběhu cyklické deformace a vystavení vysokým teplotám [10].

3.1.4 Iniciace trhlin v UFG materiálech

Během cyklického zatěžování dochází v materiálu k lokalizaci cyklické plastické deformace, což ve výsledku vede k iniciaci únavových trhlin. V případě materiálů s konvenční velikostí zrna jsou mechanismy iniciace, zejména u modelových materiálů jako je Cu, dobře známy a popsány [5], [6], [7]. Přenos těchto poznatků na materiály UFG resp. materiály nanokrystalické však není jednoduše možný právě z důvodu velmi malého zrna. Mechanismy iniciace trhlin v ultrajemnozrnných materiálech nejsou dosud dostatečně objasněny a nadále zůstávají předmětem zkoumání.

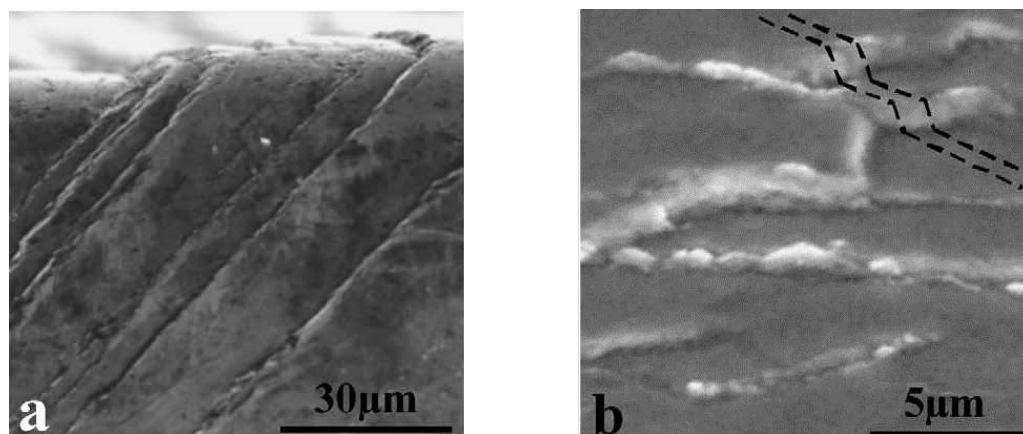
Počáteční pozorování vývoje povrchového reliéfu u UFG Cu (Agnew a Weertman [42]) vedlo k zjištění, že na povrchu cyklicky namáhaného materiálu se vytvářejí skluzové pásy, které připomínají skluzové pásy pozorované na materiálech s konvenční velikostí zrna. To bylo zřejmě důvodem, proč byly v prvních studiích označovány jako „perzistentní skluzové pásy“ (PSP, persistent slip bands – PSB), navíc bylo prokázáno, že se po odleštění a následujícím cyklickém namáhání objevují na stejných místech [10]. Povrch materiálu po únavovém zatěžování obsahuje velké množství těchto pásů orientovaných přibližně pod úhlem 45° vzhledem k ose zatěžování (obr. 17) s patrnými extruzemi. Velikost extruzí (výška i délka) je mnohem větší, než střední velikost zrna. V pokročilém stádiu únavy jsou podél skluzových pásů pozorovány intruze a z nich iniciující trhliny. Tento mechanismus únavového poškození je formálně velmi podobný tomu, který je znám z pozorování na hrubozrnné Cu a také na monokrystalech. Na druhé straně nebyly pozorovány žádné specifické dislokační struktury spojené s těmito pásy.



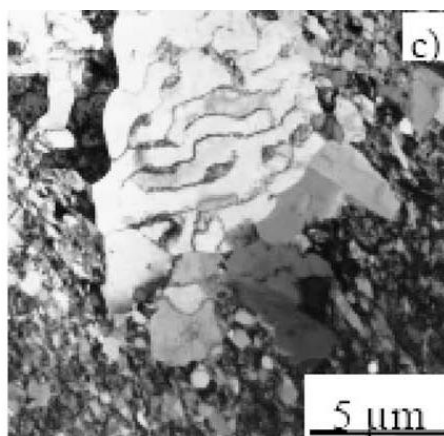
Obr. 17: Povrchový reliéf vzorku po únavovém zatěžování: a) paralelní trhliny (označené A), b) extruze vystupující nad povrch materiálu (označené B) [42].

Wu a kol. [53] rozlišují dva různé typy těchto morfologických rysů, které označují jako „PSB-like SBs“ (obr. 17), které jsou velmi podobné persistentním skluzovým

pásům v cyklicky deformovaném monokrystalu mědi, a „step-like SBs“, jejichž tvar připomíná schodiště (obr. 18a, b). Autoři konstatují, že často je těžké tyto dva typy skluzových pásů od sebe rozlišit. „Step-like SBs“ jsou dobře pozorovatelné jen při vhodném náklonu vzorku, popřípadě pokud se objeví na hraně vzorku.



Obr. 18: „Step-like SBs“ při různém zvětšení [53].



Obr. 19: Snímek mikrostruktury z TEM – lokální hrubnutí [50], [51].

I přesto, že se během únavového zatěžování objevují na povrchu UFG materiálu skluzové pásy podobně jako u materiálů s konvenčním zrnem, mechanismus jejich vzniku musí být vzhledem k jemnozrnné struktuře zcela jiný. V současné době jsou k dispozici dvě základní představy pro vznik skluzových pásů v UFG materiálech. Jedna z představ, publikovaná Mughrabim a Höppelem [51], je založena na skutečnosti, že bylo pozorováno hrubnutí struktury během únavového zatěžování (obr. 19). Snímky z transmisního elektronového mikroskopu ukazují vznik velkých zrn se specifickou dislokační strukturou. Autoři navrhli dva modely vývoje skluzových pásů. První z nich zahrnuje lokální zhrubnutí struktury, tzn. vytvoření jednoho nebo více velkých zrn v ultrajemnozrnné struktuře, ve kterých se v důsledku lokalizace cyklické plastické deformace vytvoří skluzové pásy analogicky jako v hrubozrnném materiálu. Druhý model je založen na představě, že se nejprve lokálně vytvoří smykové pásy, přičemž zanikne původní UFG mikrostruktura, a následně se v okolí těchto pásů vytvoří nová hrubozrnná mikrostruktura. Únavová životnost této zhrublé struktury pak může odpovídat výsledkům experimentálního stanovení Mansonových–Coffinových křivek, které ukazují kratší životnost UFG materiálů než materiálů s konvenční velikostí zrna.

Druhý navržený model tvorby skluzových pásů v UFG materiálech reflektuje skutečnost, že v řadě případů nebylo pozorováno hrubnutí zrna v důsledku únavového namáhání. Wu a kol. [53], [54] uvádějí, že v okolí skluzových pásů nedochází k pozorovatelným změnám struktury. Jejich práce neukazuje žádnou souvislost mezi tvorbou skluzových pásů a dynamickou rekrytalizací. Podobně Kunz a kol. [11] sledovali na povrchu zatěžovaných zkušebních těles vznik pásů a následně vznik trhlin, ale nepozorovali žádné hrubnutí struktury ani významné změny v dislokační mikrostruktuře vyšetřované pomocí EBSD (electron backscatter diffraction) techniky a TEM. Autoři usuzují, že mechanismus vzniku extruzí a intruzí souvisí s pokluzy po hranicích zrn, ke kterému dochází ve vhodně orientovaných oblastech materiálu, které jsou charakteristické nízkou disorientací zrn. Představa je založena na analogii se vznikem PSP v Cu s konvenční velikostí zrna, která byla únavově namáhána tak, že vykazuje dobře vyvinutou buňkovou dislokační strukturu. V tomto případě se předpokládá vzájemné posouvání vrstev dislokačních buněk podél skluzové roviny s maximálním smykovým napětím.

Experimentálně pozorované výrazné rozdíly v únavové odolnosti Cu po ECAP zpracování, které jsou uváděny v literatuře [52] byly diskutovány i z pohledu možného vlivu čistoty materiálu. Je oprávněné očekávat, že Cu nižší čistoty může vykazovat vyšší odolnost proti pohybu dislokací a tudíž i vyšší únavovou odolnost, zejména ve vysokocyklové oblasti. Množství doposud publikovaných výsledků je však malé a neumožňuje jednoznačné závěry.

Z výše uvedeného je evidentní, že v současné době není vypracována jasná představa nebo model lokalizace cyklické plastické deformace v UFG materiálech; nejsou také dostatečně známy mechanismy tvorby skluzových pásů (dokonce není doposud zcela jednotná ani terminologie: jsou používána označení „shear bands“, „persistent slip bands“ nebo „cyclic fatigue markings“) a ani vzniku trhlin. Tato oblast vyžaduje další základní výzkum s cílem objasnit tyto otázky resp. vyjasnit, v čem spočívá rozdílné chování popisované v literatuře.

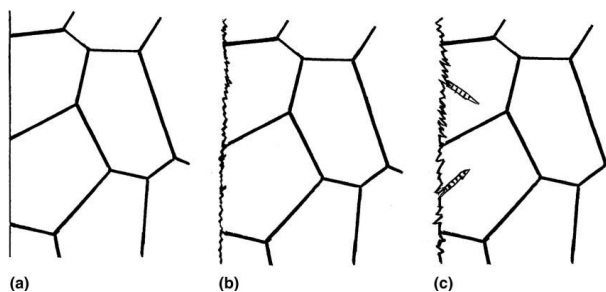
Hlubší poznání mechanismů a podmínek iniciace únavových trhlin v UFG materiálech má kritický dopad na jejich praktické aplikace, protože právě iniciace únavových trhlin je rozhodující pro únavovou životnost.

3.2 Gigacyklová únava

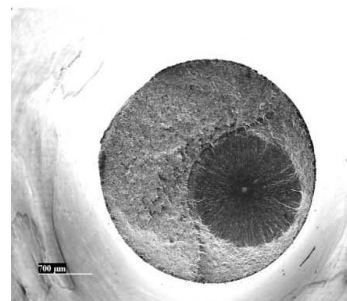
Únavové charakteristiky jsou v převážné většině případů experimentálně stanovovány pro počet cyklů řádově do 10^7 . Nicméně v praxi existuje mnoho příkladů, kdy k únavovému porušení dojde při daleko větším počtu cyklů (10^9 a více), tedy v oblasti, která je označována jako gigacyklová (UHCF – ultrahigh cycle fatigue, VHCF – very high cycle fatigue). Výzkum únavového chování v této oblasti byl doposud zaměřen pouze na materiály s konvenční velikostí zrna (CG – conventional grain). Údaje o chování UFG materiálů zcela chybí.

Experimentálně stanovené S–N křivky v nízko- a vysokocyklové oblasti vykazují buď trvalý vzrůst počtu cyklů do lomu N_f s klesající amplitudou napětí a nebo vykazují mez únavy, tj. pod určitou hodnotou amplitudy napětí již nedochází k lomu. S–N křivka má „vodorovnou“ větev. Experimentální vyšetřování S–N křivek v gigacyklové oblasti ukazuje, že jejich průběh může být složitější. Materiály lze rozdělit podle způsobu únavového porušení na materiály Typu I a Typu II [17], [18]. Mezi materiály označené jako Typ I se řadí materiály s mřížkou fcc, jako například měď. Při zatěžování těchto materiálů nízkými amplitudami napětí v gigacyklové oblasti dochází následkem vysokého počtu cyklů současně s nízkým stupněm ireverzibility cyklického skluzu,

k vytváření skluzových stop na povrchu, tedy k vytváření povrchového reliéfu (zdrsnění povrchu a vzniku koncentrace napětí v důsledku vrubového účinku). Se zvyšováním drsnosti povrchu může být v některých místech lokálně dosaženo dostatečně velké napětí převyšující prahovou hodnotu vzniku persistentních skluzových pásů (PSP), přestože nominální hodnota amplitudy zatěžovacího napětí leží pod touto hodnotou. PSP tedy mohou v těchto místech zvýšené koncentrace napětí lokálně vznikat a vést k iniciaci únavových trhlin. Schematické zobrazení tohoto procesu je na obr. 20. Příslušná S-N křivka zahrnující gigacyklovou oblast zatěžování je zobrazena na obr. 22a. Oblast I odpovídá nízkocyklové oblasti, kterou dobře charakterizuje matematický popis pro Coffin–Mansonovu křivku. Plató v oblasti II je definováno jako konvenční prahová hodnota vzniku PSP. Oblast III s klesající tendencí vychází z výše uvedené úvahy, že k iniciaci únavové trhliny v gigacyklové oblasti dochází pod touto konvenční hodnotou vzniku PSP, pokud je aplikován velmi vysoký počet cyklů. Jestli existuje absolutní mez únavy zobrazená jako oblast IV, kde dochází k úplně reversibilnímu skluzu, je stále otevřená otázka.

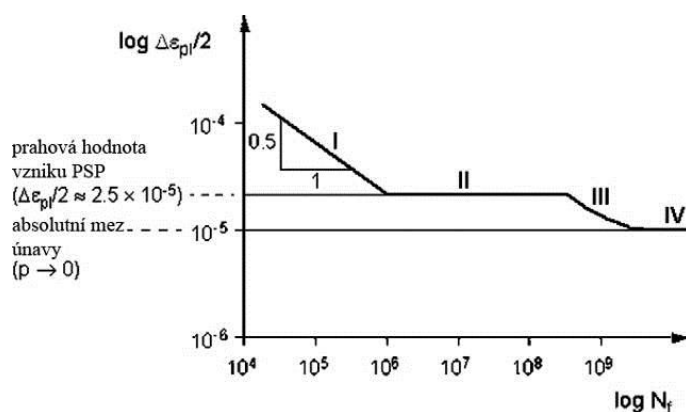


Obr. 20: Schematické znázornění iniciace únavových trhlin v materiálech typu I: a) počáteční stav, b) vznik nerovností a c) vytváření PSP [18].

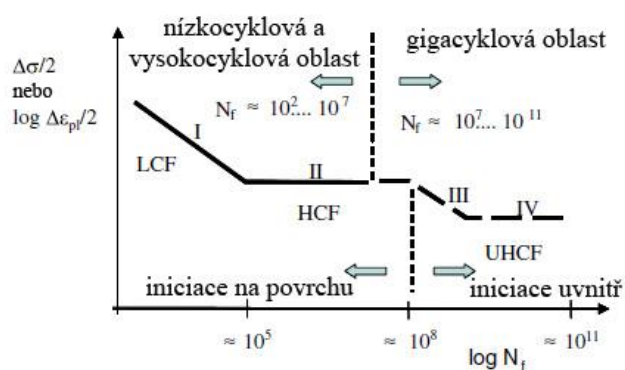


Obr. 21: Tzv. „rybí oko“ [16].

Skupina materiálů Typu II zahrnuje vysoce pevné heterogenní materiály jako jsou např. ložiskové oceli. Tyto materiály jsou často porušeny po vytvoření tzv. „rybího oka“ (obr. 21), které je pozorováno v okolí heterogenit v objemu materiálu, od kterých iniciuje únavová trhlina. Diagram únavové životnosti je na obr. 22b. V nízkocyklové oblasti zatěžování s vysokými amplitudami napětí vzniká na povrchu mnoho míst iniciace trhlin. V oblasti vysokocyklové, kde jsou amplitudy napětí nižší, se také vytváří povrchový reliéf, který je však méně výrazný a tudíž má i menší vliv na iniciaci. Místa iniciace jsou podobná jako v oblasti nízkocyklové, nicméně se vyskytují v mnohem menším počtu. Povrchový reliéf se vytváří i v gigacyklové oblasti a může být také místem, kde se trhliny iniciují. V heterogenních materiálech, např. zmíněných vysoce pevných ocelích obsahujících heterogenity uvnitř materiálu, jako jsou inkluze, dochází často k upřednostnění iniciace právě na nich. Podobně mohou vnikat trhliny uvnitř i v nízkocyklové oblasti, ale nejsou rozhodující pro životnost, z důvodu lomu rychleji iniciovaného z povrchu. Závažným problémem u trhlin iniciovaných uvnitř materiálu a šířících se v gigacyklové oblasti velice pomalu v objemu materiálu je to, že takové porušení může být dlouho skryto defektoskopickými metodami a ve výsledku vést k zdánlivě náhlému lomu součásti [17], [18].



a)

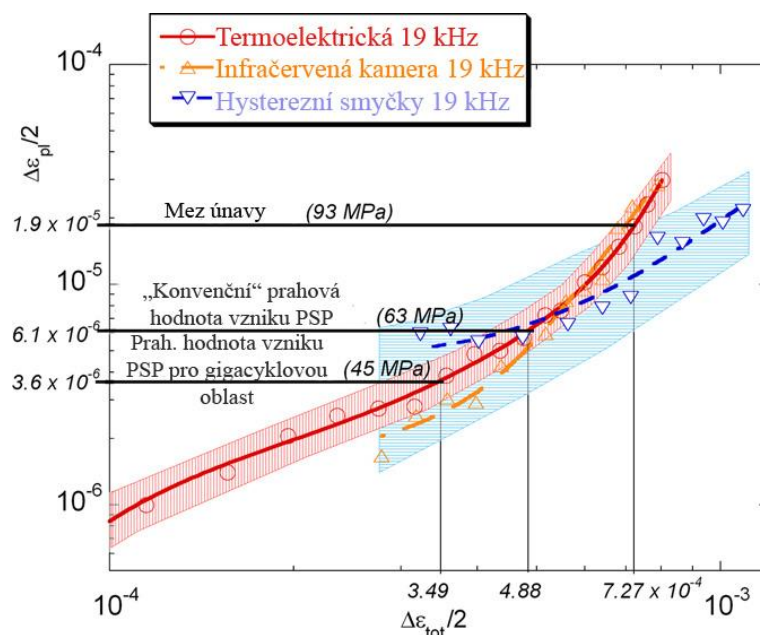


b)

Obr. 22: Schematický diagram životnosti a) materiálu Typu I a b) materiálu Typu II [18].

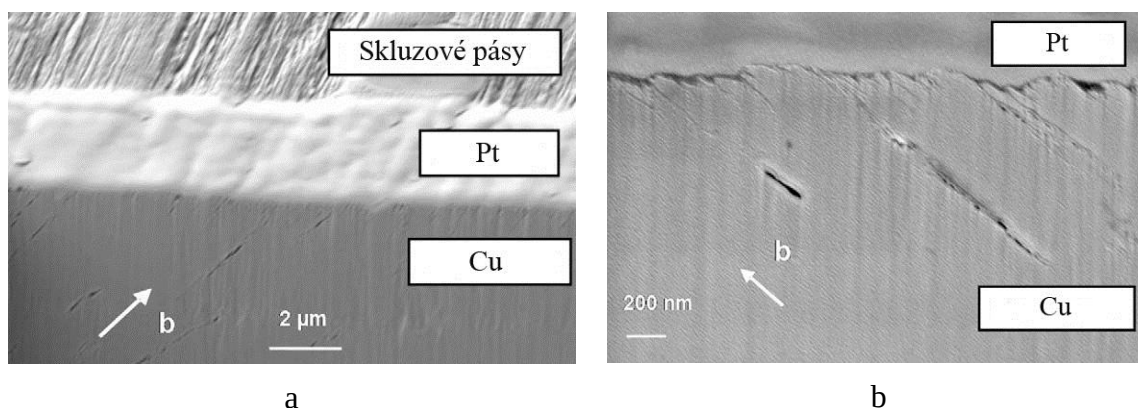
Práce zabývající se chováním CG mědi v průběhu gigacyklového zatěžování, např. [19], [20], popisují, že se na povrchu objevují skluzové pásy. Jejich výskyt je však pozorován nejen nad jistou hodnotou amplitudy napětí označovanou jako „konvenční“ (založená na predikci existence napětového plátu na křivkách napětí–deformace naměřených na monokrystalech) prahová hodnota pro vznik persistentních skluzových pásů („conventional“-PSB threshold“), ale objevují se i při amplitudách napětí nižších než je tato hodnota, tedy pod mezí únavy. Hustota těchto skluzových pásů se zvyšuje jak se zvyšující se amplitudou napětí (příp. deformace), tak se zvyšujícím se počtem cyklů. Navíc čím je amplituda napětí nižší, tím vyšší počet cyklů je třeba, aby se skluzové pásy vytvořily. K lomu CG materiálu však dochází až ve chvíli, kdy skluzové pásy zabírají významnou část povrchu vzorku.

Bylo zjištěno [20], že jak prahová hodnota amplitudy napětí pro vznik PSP tak ani mez únavy nejsou konstantní hodnoty, ale jsou závislé na počtu cyklů; čím vyšší je počet cyklů, tím jsou nižší. Experimentální výsledky měření cyklické plastické deformace při zatěžování s frekvencí 19 kHz při využití různých metod (termoelektrická, infračervená kamera, tenzometrické měření hysterezních smyček) jsou ukázány na obr. 23. V grafu je vyznačena prahová hodnota pro vznik PSP v gigacyklové oblasti (45 MPa pro $2,7 \times 10^8$ cyklů), „konvenční“ prahová hodnota vzniku PSP (63 MPa pro 2×10^6 cyklů) a mez únavy (93 MPa pro 1×10^{10}). Lze konstatovat, že zjištěná prahová hodnota vzniku PSP v gigacyklové oblasti je přibližně o 25% nižší, než „konvenční“ hodnota vzniku PSP.



Obr. 23: Amplitudy plastické deformace získané měřením různými metodami a s různými hodnotami amplitudy celkové deformace při 19 kHz. V grafu jsou vyznačeny prahové hodnoty vzniku PSP a mez únavy [20].

Amplituda napětí pro vznik perzistentních skluzových pásů pro gigacyklovou oblast („VHCF–PSB threshold“) experimentálně získaná pro CG měď [20] je tedy $\Delta\sigma/2 = 45$ MPa pro $2,7 \times 10^8$ cyklů. Z prací [19], [20] zabývajících se touto problematikou současně plyne, že se skluzové pásy i malé trhliny objevují už pod touto hodnotou. Jedná se však o nepoškozující porušení z hlediska únavové životnosti. Velikost amplitudy napětí, kdy začíná cyklická skluzová aktivita v CG mědi, se tedy pohybuje pod polovinou hodnoty meze únavy pro gigacyklovou oblast zatěžování.



Obr. 24: a) Povrchový reliéf a podpovrchové poškození po gigacyklovém zatěžování CG Cu. b) Povrchový reliéf dobře viditelný pod ochrannou vrstvou platiny a podpovrchové poškození při větším zvětšení [21].

Vývoj povrchového reliéfu a poškození v povrchové vrstvě v oblasti pod persistentními skluzovými pásy byl u vysokofrekvenčně zatěžované CG mědi studován v práci [21], ze které je převzat obr. 24. Snímky byly pořízeny na kolmém řezu provedeném pomocí techniky fokusovaného iontového svazku v rastrovacím

elektronovém mikroskopu (metoda je blíže popsána v kapitole 5). Na obrázku 24a je dobře vidět povrch vzorku s PSP a nanesená vrstva platiny (z důvodu ochrany povrchového reliéfu při použití iontového svazku), pod kterou je provedený kolmý řez do materiálu vzorku. Lokální amplituda napětí v místě pořízení snímku byla 57 MPa, což je 6 MPa pod prahovou hodnotou vzniku PSP (63 MPa). Mezi platinovou vrstvou a materiálem vzorku je při větším zvětšení na obr. 24b dobře pozorovatelný povrchový reliéf vytvořený během únavového zatěžování. Amplituda napětí v tomto místě byla 61,5 MPa, tedy 1,5 MPa pod prahovou hodnotou vzniku PSP. Pod povrchem lze pozorovat skupinu přibližně rovnoběžných trhlinek, orientovaných přibližně pod úhlem 45° k ose zatěžování. Tyto trhliny považují autoři za místa iniciace únavových trhlin.

4 STABILITA UFG STRUKTURY

4.1 Teplotní stabilita

Důležitým předpokladem pro zachování vlastností ultrajemnozrnných materiálů při jejich exploataci je stabilita mikrostruktury. Tyto materiály se však z hlediska stability struktury, jak již bylo výše uvedeno, chovají rozdílně při různých podmínkách zatěžování.

Ultrajemnozrnná struktura bez ohledu na materiál a počet průchodů ECAP komorou vykazuje při vystavení zvýšeným teplotám charakteristický vývoj, při kterém se v deformované struktuře velmi často objevují zrna výrazně větší velikosti než má okolní matrice [13], [55]. Nárůst zrna bývá pozorován často i za pokojové teploty nebo pod teplotami rekrytalizace obvyklými pro tytéž materiály s konvenční velikostí zrna [56]. I když tomuto tématu byla věnována řada prací, jsou znalosti o vývoji mikrostruktury během žhání stále sporadické v porovnání s dalšími znalostmi týkajícími se ECAP procesu. Poměrně málo je známo o mechanismu mikrostrukturních změn v průběhu žhání [13].

Při vystavení materiálu vyšším teplotám je deformovaná struktura náchylná k mikrostrukturním změnám zahrnujícím zotavení, rekrytalizaci a růst zrn. Tyto procesy jsou teplotně a časově závislé, jsou řízeny difúzí a souvisí s detaily dislokačního uspořádání hranic zrn. Proces mikrostrukturních změn v čisté Cu za pokojových teplot, tj. nahrazení ultrajemnozrnné mikrostruktury hrubšími zrny, se urychluje s narůstajícím počtem průchodů ECAP komorou.

Pozorované mikrostrukturní změny během žhání ve smyslu nárůstu zrna jsou vysvětlovány na základě předpokladu, že deformovaná struktura je dokonalý polykrystal se submikronovou velikostí zrna. V takovémto případě je struktura náchylná k růstu zrn, který je řízen zakřivením hranic. Nicméně struktura po ECAP procesu se od dokonalého polykrystalu diametrálně liší. UFG struktura po ECAP procesu vykazuje velkou hustotu dislokací a zahrnuje velký podíl maloúhlových hranic. Nárůst zrna není v tomto případě řízen zakřivením hranic, ale vysokou mírou akumulované energie, která je uložena ve struktuře v důsledku vysoké hustoty dislokací vzniklé v průběhu ECAP procesu [13].

Nestabilitu struktury UFG Cu konvenční čistoty po ECAP procesu (způsob B_C) za pokojových teplot pozorovali Estrin a kol. [55]. Tendence k nárůstu zrna byla více zřetelná u vzorků, které podstoupily větší počet průchodů komorou (např. 4 nebo 8). S ohledem na mikrostrukturu mědi pozorovanou po ECAP procesu s různým počtem průchodů a následným přirozeným stárnutím mohou být pozorované struktury rozděleny do tří skupin, které autoři označují jako A, B a C (nesouvisí s označením uvedeným v kapitole 2.2). Pod „přirozeným stárnutím“ se rozumí ponechání materiálu na pokojové teplotě po dobu 8–12 týdnů před mechanickými zkouškami nebo určováním mikrostrukturních vlastností. Z hlediska vlastností struktury jsou podle autorů tyto rozdíly významnější než počet průchodů komorou nebo průměrná velikost zrna.

Typ A (ultrajemná struktura, obr. 25a): je reprezentován průměrnou velikostí zrna přibližně 1 μm ve směru podélné osy obsahující velkou hustotu dislokací a nízkou disorientací jednotlivých zrn. Tento typ silně deformované struktury byl pozorován u materiálu, který byl podroben jen jednomu nebo dvěma průchodům ECAP komorou s následným přirozeným stárnutím. U tohoto typu byla nalezena nejsilnější textura.

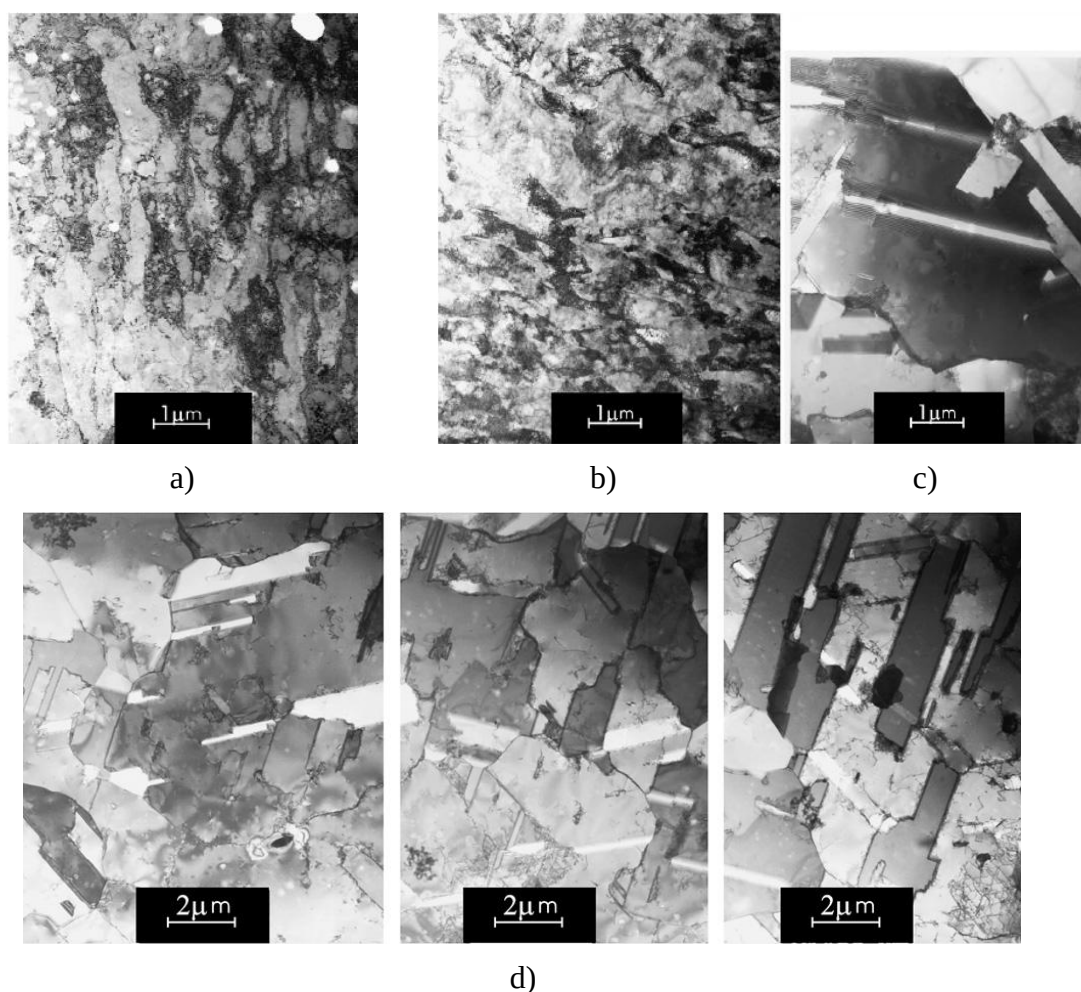
Typ B (ultrajemná struktura): smíšená struktura skládající se ze dvou charakteristických skupin zrn:

1) protáhlá zrna s průměrnou vzdáleností mezi nejbližšími hranicemi 0,5–1 μm s větší disorientací než v případě struktury typu A a s větší dislokační hustotou uvnitř zrn. Tato struktura byla pozorována přibližně ve 30 % objemu vzorku (obr. 25b).

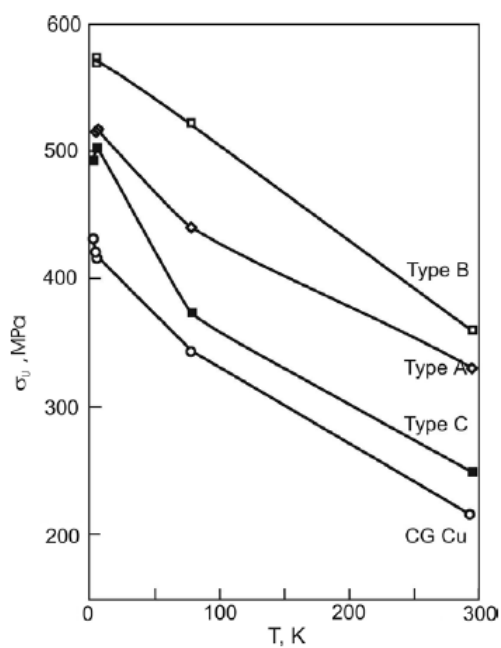
2) relativně hrubá zrna bez dislokací obsahující mnoho dvojčat různého vzniku. Průměrná velikost těchto zrn (při eliminaci dvojčatových hranic) se pohybuje v rozmezí 1–10 μm (obr. 25c). Hrubozrnná struktura byla pozorována přibližně v 70 % objemu vzorku. Takováto bimodální struktura je typická pro silně deformované materiály, ve kterých došlo k částečné rekrytalizaci v důsledku žíhání.

Typ C: relativně hrubozrnná struktura (obr. 25d) s velikostí zrna několika desítek μm (dvojčata eliminována). Tato struktura byla běžně pozorována ve vzorcích, které byly podrobeny osmi průchodům ECAP komorou a následovalo přirozené stárnutí. Tento typ struktury má nejslabší texturu.

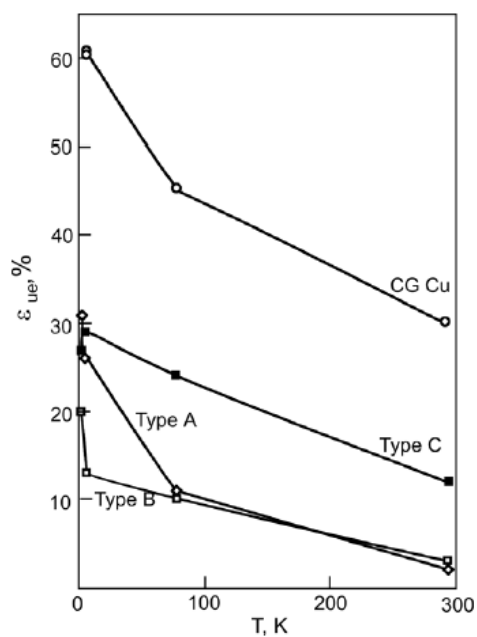
Takovéto změny v mikrostruktuře při pokojové teplotě po ECAP procesu nebyly popsány jinými autory. Z porovnání různých mechanických vlastností UFG Cu po ECAP procesu provedeném různými autory je zřejmé, že se tyto vlastnosti méně či více liší. Příčinou těchto odlišných vlastností jsou zřejmě různé detaily samotného ECAP procesu. Je tedy možné, že v případě Estrina a kol. [55] došlo v materiálu během ECAP procesu k určitým změnám, které posléze vedly i při pokojové teplotě ke změnám v mikrostruktuře.



Obr. 25: UFG Cu (99,95 %): a) TEM mikrosnímky typické mikrostruktury A, b) B v 30 % vzorku, c) B v 70 % vzorku a d) C [55].

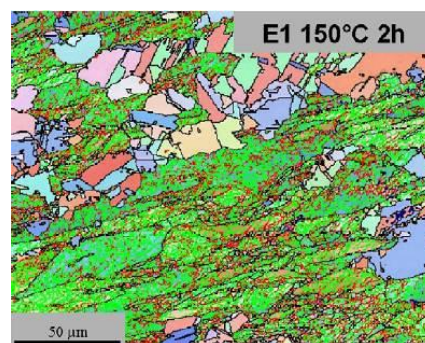


a)

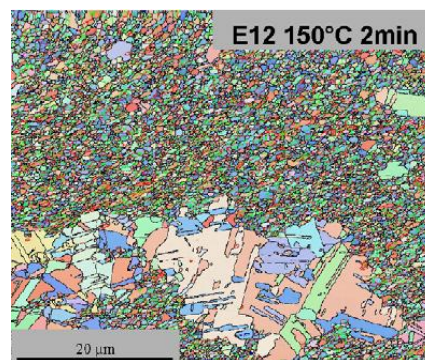


b)

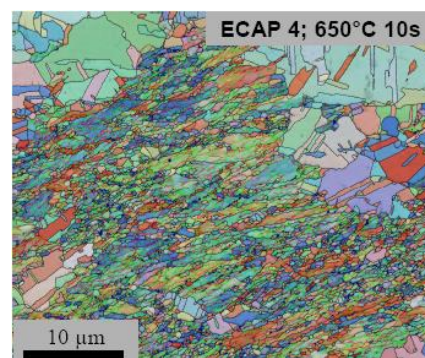
Obr. 26: UFG Cu (99,95 %) Teplotní závislost a) pevnosti v tahu a b) rovnoměrné deformace v teplotním rozsahu 0,5–300 K [55].



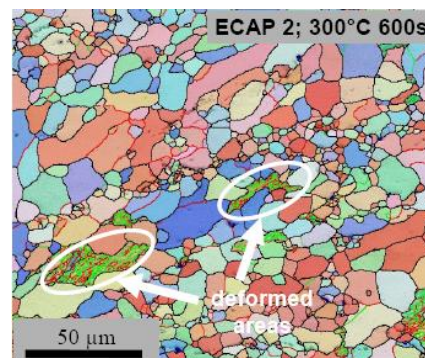
a)



b)



c)



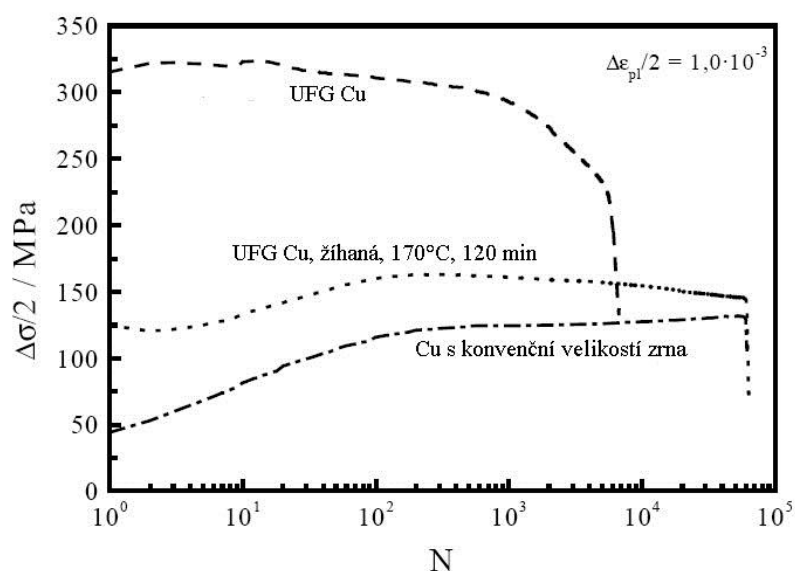
d)

Obr. 27: Vývoj mikrostruktury v důsledku žhání a), b) čistá Cu, c) CuZr a d) AlMgMn [13], [14].

Různý počet průchodů ECAP komorou, stejně tak jako výsledný typ mikrostruktury po následném přirozeném stárnutí mají vliv na mechanické vlastnosti UFG Cu. Jako příklad jsou uvedeny teplotní závislosti pevnosti v tahu a maximální rovnoměrné deformace v rozsahu teplot 0,5–300 K (obr. 26). Hodnoty obou těchto parametrů narůstají se snižující se teplotou. Podle očekávání se vlastnosti jednotlivých typů struktury liší, ale všechny vykazují zvýšení mechanických charakteristik v porovnání s mědí s konvenční velikostí zrna. Výsledky dokazují, že intenzivní plastická deformace nemá nepříznivý vliv na mechanické vlastnosti mědi při kryogenních teplotách, přičemž se zvyšuje pevnost v souladu s Hall–Petchovým zákonem bez zhoršení tažnosti [55].

Po žihání (v intervalu teplot 150 °C–700 °C podle druhu materiálu) různě deformované struktury po různém počtu průchodů ECAP komorou bylo pozorováno (obr. 27), že bez ohledu na materiál a počet průchodů se ve struktuře objevovala nová větší zrna. V průběhu žihání část těchto větších zrn rostla na úkor původní jemnozrnné struktury. Velikost narůstajících zrn se však snižuje se zvyšujícím se počtem průchodů [13], [14] a závisí také u jednotlivých materiálů na teplotě a době žihání. U UFG materiálů bylo prokázáno, že růst zrna je, podle očekávání, ovlivněn sekundárními fázemi nebo precipitáty, které působí proti růstu [23].

Vhodně zvolené žihání materiálu může mít pozitivní vliv na jeho mechanické vlastnosti. V porovnání s konvenční velikostí zrna může ultrajemnozrnná struktura vysoce čisté mědi po žihání odolávat podstatně vyšším hodnotám napětí v deformačně řízeném zatěžování při srovnatelné životnosti. Příklad tohoto chování je uveden na obr. 28, kde je ukázán vliv žihání na teplotě 170 °C po dobu 120 minut. Z obrázku je dále vidět, že nežíhaná UFG struktura má při zatěžování se stejnou amplitudou plastické deformace řádově nižší únavovou životnost. V průběhu únavového zatěžování jak nežíhané, tak žíhané ultrajemnozrnné struktury je možno pozorovat změny v mikrostruktuře, a to hrubnutí zrna, tvorbu dislokační (labyrintové) struktury, tvorbu skluzových pásů a extruzí, které jsou místy iniciace trhlin [15].



Obr. 28: Porovnání cyklické odezvy UFG Cu, UFG Cu po žihání na teplotě 170 °C po dobu 120 minut a Cu s konvenční velikostí zrna [15].

4.2 Stabilita mikrostruktury při únavovém zatěžování

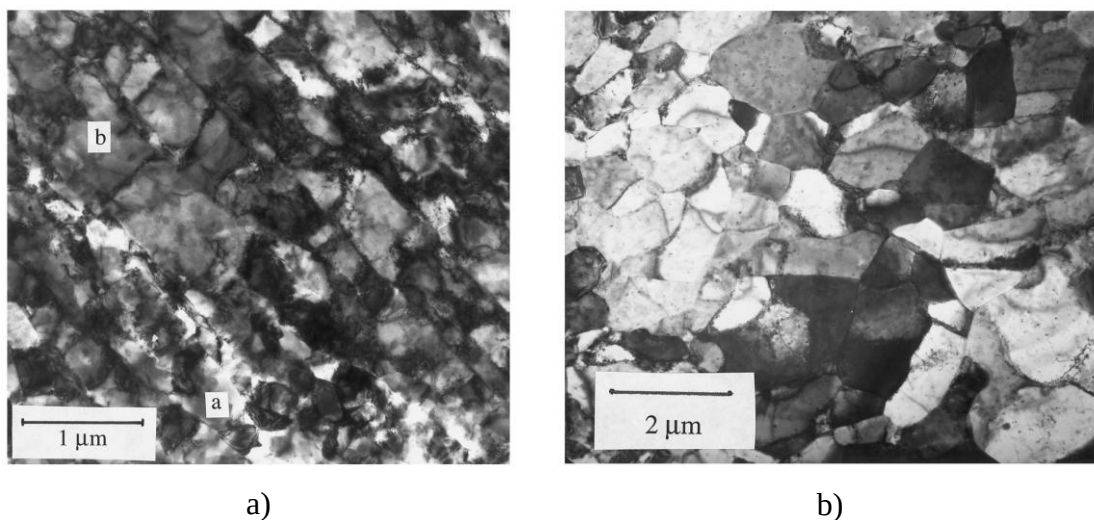
Únavové zatěžování materiálu způsobuje změny ve struktuře v důsledku působení opakované amplitudy plastické deformace. To platí i pro ultrajemnozrnné materiály. Pro úspěšnou inženýrskou aplikaci UFG materiálů je zapotřebí znát, k jakým mikrostrukturním změnám v průběhu únavového zatěžování za různých podmínek dochází a zda je struktura stabilní. Podobně jako v případě teplotní stability se i výsledky různých autorů zaměřené na stabilitu struktury během únavového zatěžování liší. Zatímco někteří autoři pozorovali po únavovém zatěžování změny ve velikosti zrna [42], [45], [49], v jiných případech docházelo pouze k mírným změnám v dislokační mikrostruktuře [11]. Jednoznačný výklad těchto rozdílů není v současné době k dispozici. Z doposud provedených studií je zřejmé, že na vývoj mikrostruktury UFG materiálů má vliv zejména režim únavového zatěžování, což dokazují výsledky např. Höppela, Mughrabiho a kol. [45], [49].

V případě únavového zatěžování v režimu řízené deformace v porovnání s mikrostrukturou po ECAP procesu autoři pozorovali výrazné hrubnutí zrna při amplitudě plastické deformace $\Delta\epsilon_p/2 = 2,0 \times 10^{-4}$ a při rychlosti deformace $1,0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Po zvýšení amplitudy na hodnotu $\Delta\epsilon_p/2 = 1,0 \times 10^{-3}$ a ponechání stejné rychlosti deformace již nedošlo k žádnému podstatnému hrubnutí zrna. Hrubnutí zrna, avšak méně výrazné než v případě nižší amplitudy, bylo pozorováno při experimentu provedeném s amplitudou plastické deformace $\Delta\epsilon_p/2 = 1,0 \times 10^{-3}$, avšak nižší rychlostí zatěžování $1,2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Proces dynamického hrubnutí zrna je navíc tepelně aktivovaný. Únavové zkoušky provedené při teplotě -50°C prokazují také hrubnutí zrna, ale při porovnání se vzorky zatěžovanými při pokojové teplotě je hrubnutí mnohem méně výrazné. Únavové zkoušky v režimu řízeného napětí s nízkými hodnotami amplitudy plastické deformace vedly pouze k mírnému hrubnutí struktury. V případě vyšší amplitudy napětí $\Delta\sigma/2 = 200 \text{ MPa}$ bylo hrubnutí zrna výraznější než pro nejnižší zatěžovací amplitudu $\Delta\sigma/2 = 100 \text{ MPa}$. Tyto výsledky jsou v souladu s cyklickou napětíově-deformační odezvou (viz kapitola 3.1.3) i s výsledky v režimu řízené deformace.

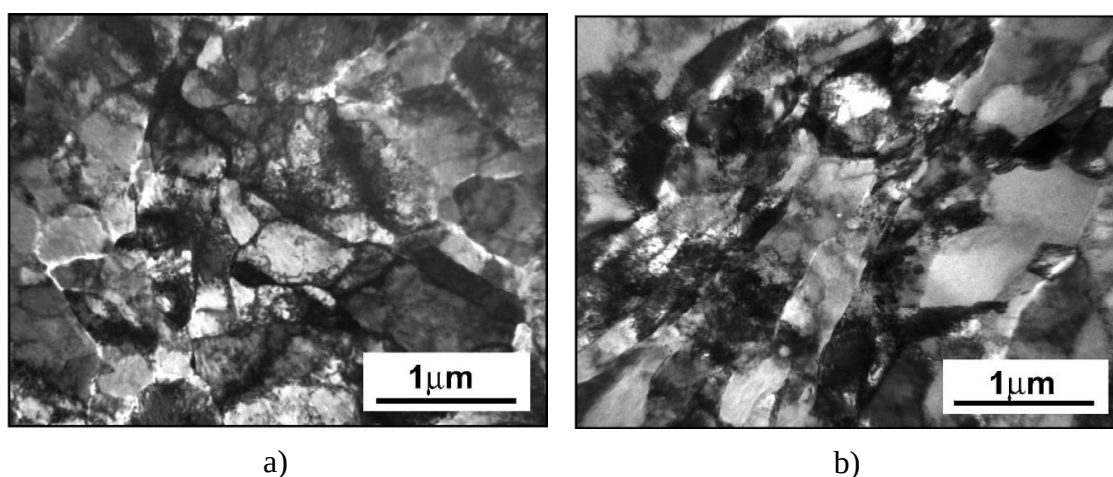
Shrnutí výsledků experimentů v obou zatěžovacích režimech podle Höppela, Mughrabiho a kol. naznačuje, že mikrostrukturní procesy odpovědné za hrubnutí zrna jsou teplotně a časově závislé a také závisí na amplitudě plastické deformace [45].

Zhrubnutí struktury po únavovém zatěžování pozorovali i Agnew a kol. [42]. Pomocí transmisní elektronové mikroskopie pozorovali UFG strukturu Cu po zatěžování vysokými amplitudami plastické deformace. Prokázali dobře vyvinutou buňkovou strukturu a strukturu subzrn se značnou úhlovou disorientací mezi nimi, jak je vidět z kontrastu mezi subzrny, obr. 29. V důsledku únavového namáhání byl pozorován pokles tvrdosti, který autoři dávají do souvislosti především s nárůstem velikosti zrna.

Uvedené výsledky jsou v rozporu s prací [11]. V případě únavového namáhání v režimu řízené síly vedoucí k únavové životnosti v intervalu řádově od 10^3 do 10^8 cyklů pozorováním pomocí TEM (obr. 30) nebylo zjištěno hrubnutí struktury. Byla pozorována pouze mírná tendence k vytvoření „setřesené“ struktury, která měla užší hranice zrn a nižší hustotu dislokací uvnitř zrn.



Obr. 29: Snímky z TEM: a) struktura po ECAP procesu (a: jemná ekviaxiální buňková struktura, b: struktura smykových pásů), b) výsledná struktura po únavovém zatěžování vysokou amplitudou plastické deformace [42].



Obr. 30: Snímky dislokační mikrostruktury z TEM: a) před únavovým zatěžováním, b) po únavovém zatěžování s amplitudou napětí 255 MPa [11].

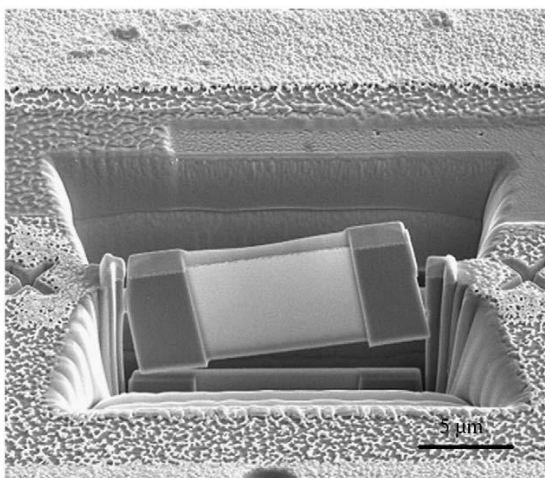
Pro uvedené rozdíly v chování UFG Cu je k dispozici několik možných výkladů, mezi jinými vliv čistoty a detailů ECAP procesu. Uspokojivé objasnění podmínek stability UFG struktury při aplikaci mechanického namáhání a teplot však vyžaduje další cílený výzkum.

5 DVOUSVAZKOVÝ MIKROSKOP SEM–FIB

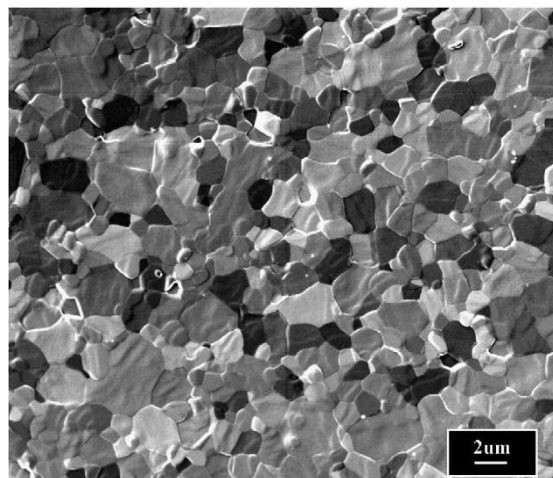
Pro pozorování mikrostruktury UFG mědi po různém způsobu zatěžování a přípravu tenkých fólií pro zkoumání v transmisním elektronovém mikroskopu byl v této práci využit mikroskop TESCAN LYRA\FEG, který je vybaven jak elektronovým, tak iontovým svazkem. Vzhledem k tomu, že získávání informací z materiálu po únavovém zatěžování pomocí fokusovaného iontového svazku není používáno dlouho, dokonce nejsou v literatuře žádné zmínky o použití této techniky na ultrajemnozrnných materiálech, je věnována tomuto zařízení krátká kapitola.

Mikroskop s fokusovaným iontovým svazkem (dále jen FIB – focused ion beam; [59], [60], [61]) je vyráběn pro komerční účely posledních přibližně 20 let. Nejdříve byl využíván zejména v oblasti mikroelektronického průmyslu, do dalších oblastí začal pronikat asi před 10-ti lety. V poslední době je stále častěji využíván v čím dál širším okruhu materiálových věd.

FIB technika se postupně stala velice oblíbeným nástrojem pro zkoumání velkého množství materiálů [62], [63]. Hnací silou komercializace FIBu byly aplikace v polovodičovém průmyslu. Postupně se tato technika začala využívat i v oblasti materiálových věd, a to zejména díky aplikaci vyvinuté v polovodičovém průmyslu, kterou je příprava vzorků pro TEM, obr. 31. Jedny z prvních zkoumaných nepolovodičových materiálů, z kterých byly připraveny vzorky pro TEM, byly mikrometrové částice Ni prášku a Mg–Zn slitiny, které se velice obtížně připravovaly konvenčními metodami. Další výhodnou aplikací FIBu je kombinace provádění in-situ řezů a zobrazování pomocí iontů, obr. 32.



Obr. 31: Lamela připravená pro TEM pomocí FIBu. [63]



Obr. 32: Vzorek hliníku zobrazený pomocí iontů Ga^+ tzv. kanálováním. [63]

FIB zařízení se skládá ze základních tří částí, podobně jako rastrovací elektronový mikroskop (přičemž v celém systému je vakuum), a to ze:

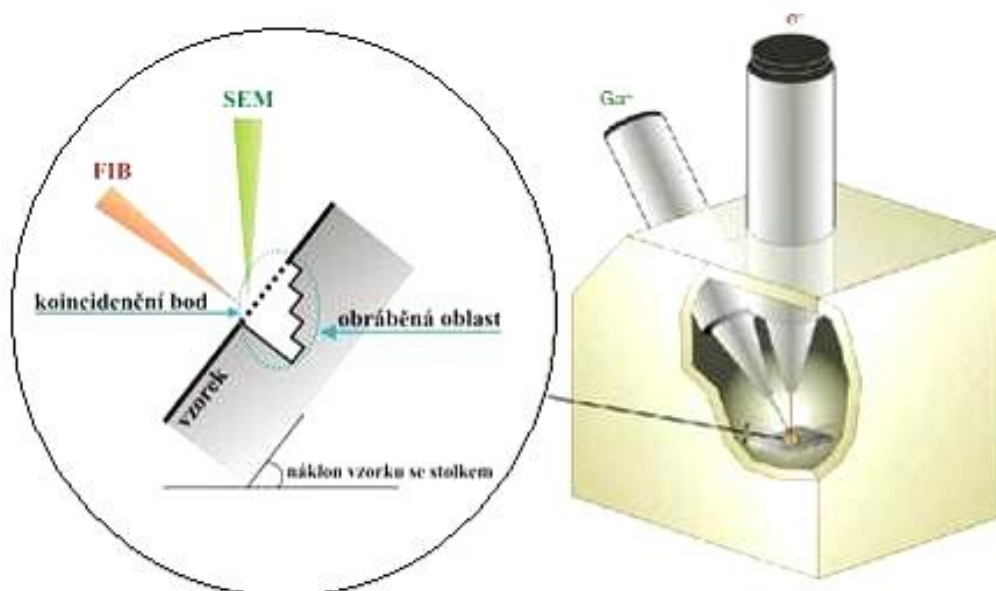
- zdroje iontů,
- optické soustavy, která zahrnuje elektrostatické čočky (rozdíl oproti SEM, kde jsou elektromagnetické), vychylovač svazku a clony,
- a stolku pro uchycení vzorku.

Nejčastěji používaným zdrojem iontů je galium (Ga^+). Je používáno díky svým výhodným vlastnostem, jako je například nízká teplota tání ($T_m = 30^\circ C$), díky které je

snadnější konstrukce zdroje iontů. Další výhodou galia je jeho pozice v periodické tabulce prvků, kde zaujímá číslo 31, tedy přibližně uprostřed, díky čemuž může být použito pro velkou škálu materiálů. Důsledkem použití galia je, že je vždy po expozici přítomno ve struktuře vzorku. Lze jej ale dobře detekovat pomocí RTG analýzy. Během provozu je galium v tekuté fázi, čímž se řadí mezi tzv. kapalné kovové iontové zdroje (LMIS – liquid metal ion source).

Oproti elektronům mají ionty vyšší hmotnost a jsou mnohem větší. Díky větší velikosti nemohou ionty lehce penetrovat mezi atomy v mřížce materiálu vzorku, navíc pravděpodobnost interakce iontů s atomy vzorku je mnohem větší. Důsledkem je rapidní ztráta energie, což způsobí, že hloubka penetrace je v porovnání s elektrony se stejnou energií mnohem menší. Avšak na rozdíl od elektronů, které mohou vymizet díky vodivosti materiálu, jsou ionty zachyceny mezi atomy vzorku, jenž je poté těmito ionty kontaminován. Větší hmotnost iontů způsobuje, že můžou získat větší hybnost. Navíc je jejich hmotnost porovnatelná, na rozdíl od elektronů, s hmotností atomu zkoumaného materiálu a tyto atomy tak mohou získat dostatečnou rychlost a energii na to, aby se uvolnili z matrice, čímž dochází k odprašování materiálu. Tento základní proces funguje pro všechny prvky periodické tabulky.

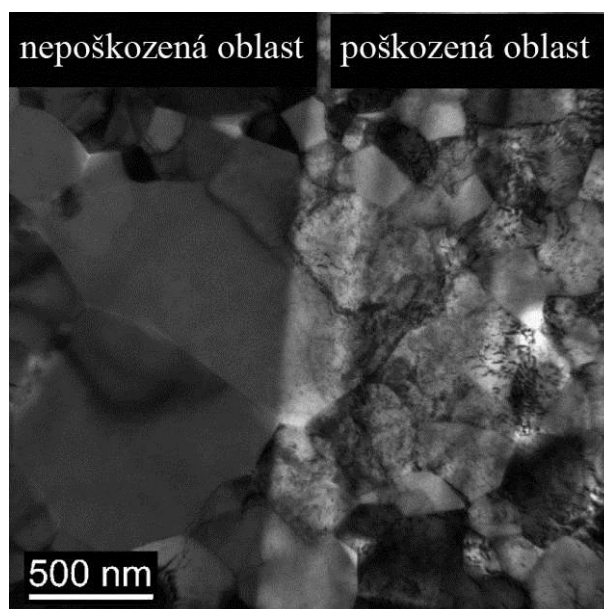
FIB tedy využívá svazku iontů k odprašování, případně při použití menších proudů svazku k zobrazování materiálu. Nevýhodou je, že i při menších proudcích a malé stopě použitých pro iontovou mikroskopii působí svazek při dopadu na povrch vzorku vždy destruktivně. Nicméně rychlost odprašování je v tomto případě velmi malá. Dalo by se říci, že je povrch průběžně svazkem iontů čištěn, což může být výhodné. Pomocí tohoto zařízení lze také za současného použití plynového injektoru (GIS – gas injection system) na povrch materiálu nanášet tenké vrstvy. Nanášeným materiálem může být v závislosti na chemickém složení plynu např. Pt, W, SiO₂, C atd. Stejně jako v případě odprašování je i při depozici vrstev velkou výhodou, že je velmi lokalizovaná a můžeme si zvolit místo depozice i jednotlivé rozměry a tloušťku vrstvy.



Obr. 33: Schéma uspořádání svazků ve dvousvazkovém mikroskopu SEM–FIB [59], [61].

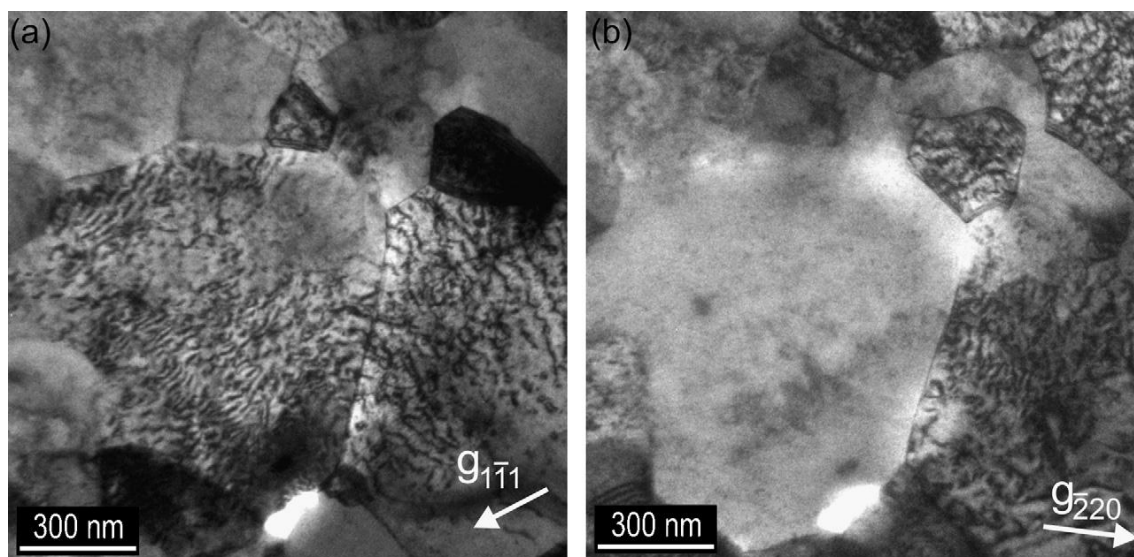
Princip zobrazování u FIBu je podobný jako v případě svazku elektronů v rastrovacím elektronovém mikroskopu. Při dopadu iontového svazku na povrch dochází k jejich interakci a jsou generovány sekundární elektrony z povrchu materiálu. K detekci signálu a tedy k zobrazování můžou být tudíž využity ionty i elektrony. Velkou výhodou iontů je také to, že se pomocí nich dá pozorovat uspořádání jednotlivých zrn v krystalických materiálech, případně uspořádání fází ve vícefázovém materiálu. Tento jev je známý jako „ion channeling“ neboli kanálování a přináší další prospěšné informace o zkoumaném materiálu.

Nejčastější využití FIBu je v tzv. „dvousvazkovém mikroskopu“, který obsahuje jak již zmíněný fokusovaný iontový svazek, tak také elektronový svazek. Tyto svazky nemohou být umístěny v mikroskopu paralelně, ale musí být k sobě nakloněny (obr. 33.). Úhel mezi nimi se pohybuje (s ohledem na výrobce) okolo hodnoty 50° (v případě mikroskopu TESCAN LYRA\FEG je tento úhel 55°). Velkou výhodou tohoto zařízení je, že je možno pomocí iontového svazku odprašovat materiál vzorku a zároveň tento proces sledovat pomocí svazku elektronů.



Obr. 34: Cu zobrazená v TEM ukazující ionty Ga^+ nepoškozenou (vlevo) a poškozenou (vpravo) oblast [64].

Výhodou je, že při mikroobrábění FIBem dochází k mnohem menšímu poškození povrchu materiálu ve srovnání s mechanickým obráběním, což je velmi užitečné například při již zmíněné výrobě fólií pro TEM. I přesto dochází při přípravě fólií k mírnému poškození iontovým svazkem [64], dokonce i při použití nízkých proudů nebo nízkého urychlovacího napětí (5 kV). Pozorovaný deformační kontrast poškozené struktury připomíná dislokační síť. Příklad takového poškození je ukázán na obr. 34, kde je měděná fólie na levé straně nepoškozená a na pravé straně poškozená ionty Ga^+ (30 keV, 50 pA). Další příklad Cu fólie poškozené FIBem je na obr. 35, kde jsou zobrazena zrna s různými difrakčními podmínkami, která byla vystavena svazku Ga iontů s urychlovacím napětím 30 keV a proudem 50 pA. Deformační kontrast při užití určitých podmínek v některých zrnech zmizí. Poškození FIBem se však dá zmírnit vhodným snížením energie iontů, velikosti použitého proudu, případně změnou úhlu dopadu iontů.



Obr. 35: Zrna Cu zobrazená v TEM s různými difrakčními podmínkami. [64]

6 CÍLE PRÁCE

Cíle práce vycházejí z rozboru současného stavu poznatků o únavovém chování UFG materiálů a reagují na doposud neobjasněné či diskutabilní pozorování. Poznatky uváděné v literatuře jsou mnohdy rozporuplné a ne vždy zcela jasné a úplné. Práce přímo navazuje a dále rozvíjí výzkum, který byl v uplynulých letech realizován na školícím pracovišti a snaží se najít odpovědi na některé doposud nezodpovězené otázky.

- Prvním z cílů práce je výzkum stability UFG struktury Cu při teplotní expozici a při únavovém namáhání. V literatuře se nachází řada publikací, které se mnohdy liší výsledky a popisují nestabilitu UFG materiálů, vedoucí k jejich degradaci. Cílem této práce je rozšířit poznatky o stabilitě struktury a hrubnutí zrna. V případě únavového namáhání jsou poznatky korelovány s únavovou životností. Práce rozšiřuje a prohlubuje základní představy o mechanismech degradace UFG struktury za vyšších teplot a mechanického namáhání.
- Druhým cílem je provedení únavových experimentů zaměřených na výzkum mechanismu lokalizace cyklické plasticity v UFG Cu. Hlubší poznání mechanismů lokalizace cyklické plastické deformace je kriticky důležité pro potenciální aplikace UFG struktur v cyklicky namáhaných komponentách. Pomocí SEM a FIB byly pozorovány únavové skluzové pásy a jejich vývoj, navíc také byla pomocí FIB pozorována oblast pod nimi. Cílem bylo odpovědět na otázku, k jakým mikrostrukturním změnám dochází v jejich bezprostřední blízkosti. Pokud změny nastávají, pak odpovědět na otázku, do jaké míry je nestabilita zrna rozhodující pro únavovou životnost.
- Třetím cílem bylo zjistit, jaký má vliv střední napětí na únavové chování UFG Cu a na stabilitu struktury. Poznatky tohoto druhu doposud zcela chybí.
- Čtvrtým cílem bylo zjištění únavového chování v gigacyklové oblasti. Dostupné literární údaje se týkají pouze materiálu s konvenční velikostí zrna. Cílem této práce tedy bylo rozšířit tyto znalosti i na materiály ultrajemnorozné.

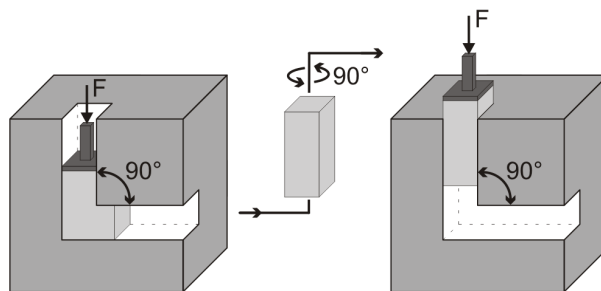
7 MATERIÁL A EXPERIMENTY

7.1 Materiál a příprava zkušebních těles

Jako experimentální materiál byla v práci použita ultrajemnozrná měď konvenční čistoty 99,9 %, která byla vyrobena a zpracována v laboratořích Ufa State Aviation Technical University v Rusku. Chemické složení Cu odpovídá ruskému standardu all-Union State Standard 859-78 a je uvedeno v Tab. 1. Ultrajemnozrná struktura bylo dosaženo intenzivní plastickou deformací osmi průchody ECAP komorou. Při zpracování procesem ECAP byl zvolen postup B_C , při kterém je po každém průchodu komorou zkušební těleso otočeno o 90° kolem podélné osy, obr. 36. Proces byl uskutečněn za pokojové teploty. Úhel mezi dvěma kanály komory byl 90° . Výsledné válcové polotovary po protlačování měly průměr 20 mm a délku cca 120 mm.

Tab. 1: Chemické složení ultrajemnozrné Cu.

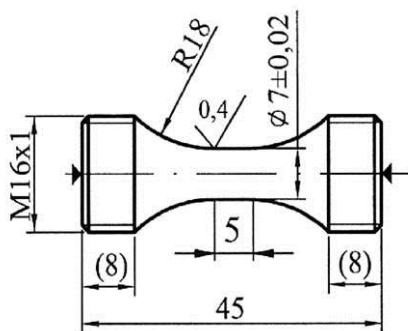
Cu [max %]	Nečistoty [min %]										
	Bi	Sb	As	Fe	Ni	Pb	Sn	S	O	Zn	Ag
99,9	0,001	0,002	0,002	0,005	0,002	0,005	0,002	0,004	0,05	0,004	0,003



Obr. 36: Schéma ECAP procesu pro přípravu ultrajemnozrné Cu způsobem B_C .

Protlačené polotovary byly následně obrobena soustružením na průměr 16 mm a zkráceny na délku 100 mm. Z nich byla posléze soustružením vyrobena zkušební tělesa válcového tvaru. Pro zkoušky v oblasti nízko- a vysokocyklové byla použita zkušební tělesa o průměru měrné délky 5 mm, 6 mm a 7 mm (obr. 37), pro oblast gigacyklového zatěžování zkušební tělesa o průměru 4 mm (obr. 38). Na zkušebních tělesech byla označena orientace k poslední smykové rovině ECAP procesu.

Před EBSD analýzou a únavovým zatěžováním byla zkušební tělesa nejdříve mechanicky broušena brusnými papíry a leštěna diamantovou pastou se zrnitostí $1\mu\text{m}$, poté elektrolyticky leštěna v roztoku kyseliny fosforečné (23,8 %), demineralizované vody (47,6 %), ethanolu (23,8 %) a isopropylalkoholu (4,8 %). Elektrolytické leštění bylo prováděno na dvou pracovištích za různých podmínek. V laboratořích na VUT v Brně bylo elektrolytické leštění provedeno vždy při napětí 10 V po dobu 60 sekund. Teplota elektrolytu se pohybovala v rozmezí $9\text{--}13^\circ\text{C}$. Leštění bylo prováděno za pomoci magnetické míchačky, kdy bylo zkušební těleso staticky upevněno a byl míchán elektrolyt. Dodržení stejných podmínek na pracovišti UFM v Brně však nevedlo ke stejné kvalitě povrchu. Podmínky leštění byly postupně měněny a vyvíjeny. Jako nejlepším řešením se zdálo být použití metody, kdy nebyl míchán elektrolyt, ale bylo rotováno se zkušebním tělesem, a to při podmínkách, kdy bylo napětí 5 V, čas 10 s a teplota $6\text{--}11^\circ\text{C}$. Nicméně ani v tomto případě nedosahovala kvalita povrchu té dosažené na pracovišti VUT.

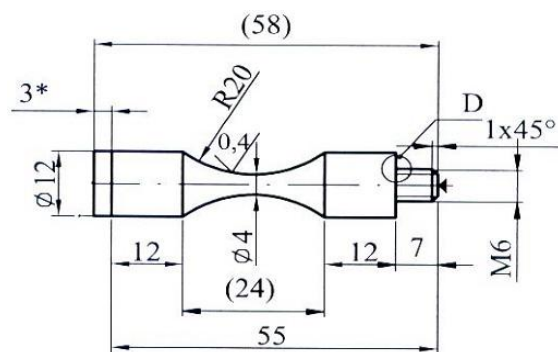


a)



b)

Obr. 37: a) Výkres zkušební tělesa
a b) reálné zkušební těleso pro nízko-
a vysokocyklovou oblast zatěžování.



a)



b)

Obr. 38: a) Výkres zkušební tělesa
a b) reálné zkušební těleso pro
gigacyklové zatěžování.

7.2 Experimentální zařízení

Pro únavové zkoušky byly používány čtyři zkušební stroje. V oblasti nižších počtů cyklů do lomu (řádově do 10^5) byl k dispozici servohydraulický pulsátor Shimadzu EHF-F1 (obr. 39) se silovým rozsahem 10 kN. Cyklická plastická odezva byla snímána pomocí „clip-on“ extenzometru s měrnou délkou 10 mm, přičemž signál byl veden přes zesilovač a osciloskop na X-Y zapisovač. Výsledkem je grafický záznam ve formě hysterezních smyček. Z jejich velikosti a polohy lze určovat odpovídající hodnoty jednosměrné i cyklické deformace. Zatěžovací frekvence byly voleny nízké, v intervalu 1 až 10 Hz. Hysterezní smyčky byly zaznamenávány pro předem zvolený počet zatěžovacích cyklů. Při záznamu byla frekvence zatěžování snižována z důvodu zápisu na X-Y zapisovači na 0,1 Hz.



Obr. 39: Servohydraulický pulsátor
Shimadzu EHF-F1.



Obr. 40: Resonanční pulsátor
Roell/Amsler HFP 5100.

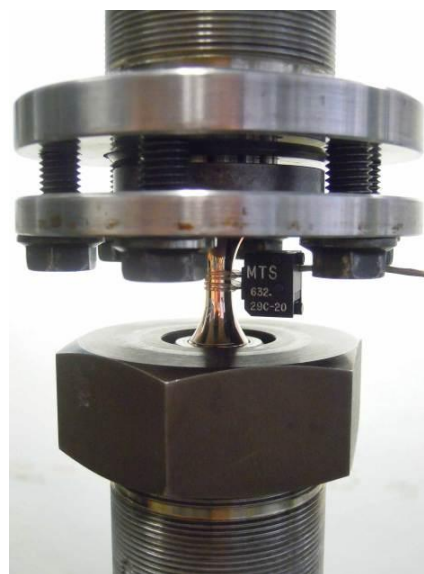
Druhým zkušebním strojem pro únavové zkoušky v režimu řízené síly byl resonanční pulsátor Roell/Amsler HFP 5100 (obr. 40) se silovým rozsahem 20 kN. Zatěžovací frekvence byly v tomto případě řádově vyšší než u servohydraulického systému a pohybovaly se okolo 100 Hz. Na tomto zařízení nebyly hysterezní smyčky snímány, protože amplitudy plastické deformace jsou prakticky neměřitelné.

Únavové zkoušky v režimu řízené plastické deformace byly realizovány na elektrohydraulickém počítačem řízeném zkušebním stroji MTS 810 (obr. 41). Při provedení experimentu byla udržována konstantní rychlost celkové deformace $0,002 \text{ s}^{-1}$. Deformační odezva materiálu byla měřena axiálním extenzometrem od firmy MTS s měrnou délkou 6 mm umístěným ve střední části zkušebního tělesa (obr. 42).

Pro únavové zkoušky v gigacyklové oblasti byl použit ultrazvukový zkušební stroj na univerzitě v Žilině se zatěžovací frekvencí 20 kHz (obr. 43).



Obr. 41: Elektrohydraulický zkušební stroj MTS 810.



Obr. 42: Upnutí zkušebního tělesa s axiálním extenzometrem od firmy MTS.



Obr. 43: Ultrazvukové testovací zařízení pro únavové zatěžování v gigacyklové oblasti.

Mikrostruktura materiálu po teplotní expozici i po únavovém zatěžování byla sledována v transmisním elektronovém mikroskopu CM12 TEM/STEM Philips (obr. 44) na tenkých fóliích a v rastrovacích elektronových mikroskopech PHILIPS XL30 s EBSD detektorem (obr. 45) pomocí difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD), JEOL 6460 SEM s EBSD analyzátozem Crystal (obr. 46) a TESCAN LYRA\FEG kombinovaný s fokusovaným iontovým svazkem (FIB, obr. 47). V rastrovacích elektronových mikroskopech byl také sledován povrchový reliéf UFG Cu po únavovém zatěžování. Pro zobrazení mikrostruktury pomocí FIB byly detekovány sekundární elektrony (SE) vyražené pomocí iontů z materiálu zkušebního tělesa. Pomocí FIB byly v rastrovacím elektronovém mikroskopu TESCAN LYRA\FEG vytvořeny fólie pro transmisní elektronovou mikroskopii.



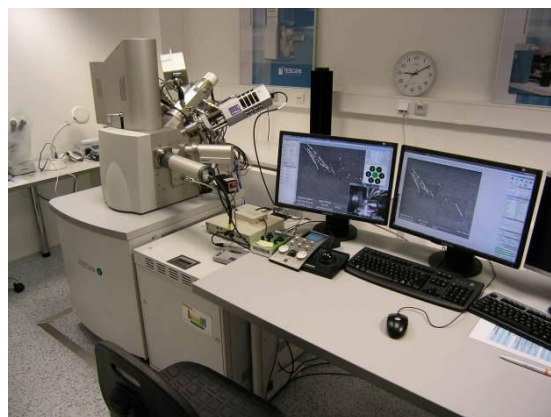
Obr. 44: Transmisní elektronový mikroskop CM12 TEM/STEM Philips.



Obr. 45: Rastrovací elektronový mikroskop PHILIPS XL30 s EBSD detektorem.



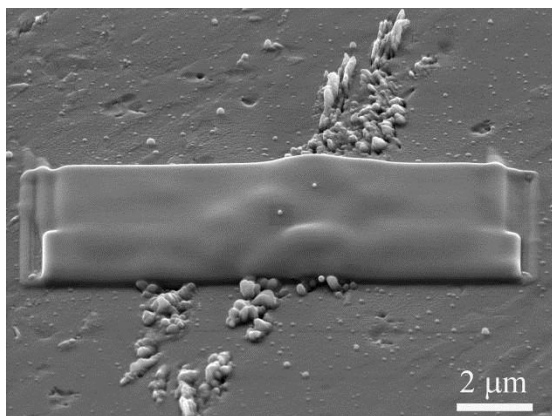
Obr. 46: Rastrovací elektronový mikroskop JEOL 6460 SEM s EBSD analyzátozem Crystal.



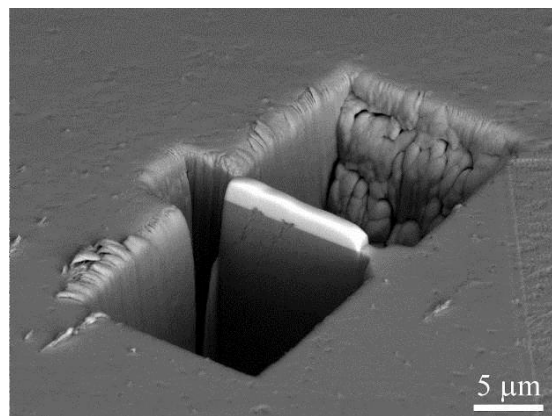
Obr. 47: Rastrovací elektronový mikroskop TESCAN LYRA\FEG kombinovaný s fokusovaným iontovým svazkem (FIB).

7.3 Příprava fólií pro TEM pomocí FIB

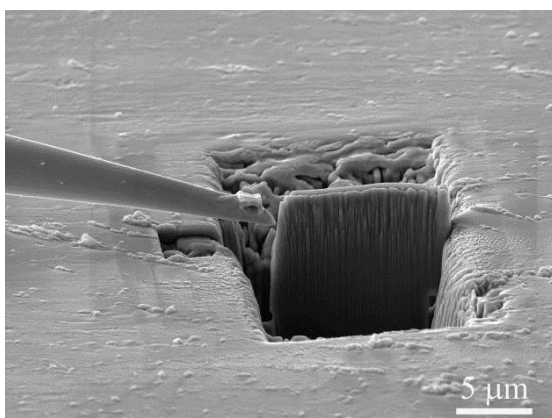
Použití dvousvazkového mikroskopu s fokusovaným iontovým svazkem je relativně nový přístup pro přípravu fólií pro pozorování v transmisním elektronovém mikroskopu. Velkou výhodou je, že lze na zkušební tělese zvolit přesně místo, ze kterého chceme fólii pro pozorování v TEM připravit.



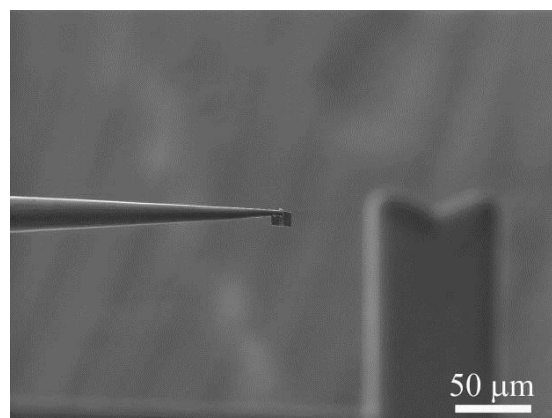
Obr. 48: Skluzový pás s nanesenou vrstvou platiny na povrchu zkušební tělesa.



Obr. 49: Tenká lamela s ochrannou vrstvou platiny připravená pomocí svazku iontů.



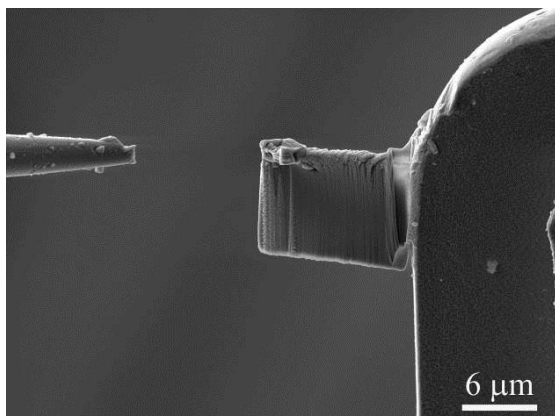
Obr. 50: Jehlový manipulátor pro přenos lamely z materiálu na speciální držák.



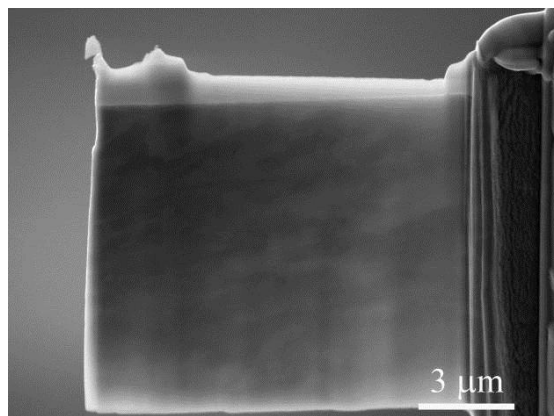
Obr. 51: Přenos lamely za pomoci jehlového manipulátoru.

Vybrané místo je za pomoci iontů v kombinaci s GIS (gas injection system – systém vstřikování plynů) pokryto vrstvou platiny (obr. 48), aby byl ochráněn povrchový reliéf. Pomocí svazku iontů se poté odebere materiál v okolí nanesené platinové vrstvy tak, aby vznikla tenká lamela (obr. 49). Ta je dále ztenčována a vyhlazována (za použití stále menšího proudu) až na tloušťku přibližně 300 nm. Nakonec je zkušební těleso nakloněno tak, aby bylo pomocí iontového svazku možno lamelu „podříznout“. Takto je již lamela připravena na vyjmutí z materiálu. K tomu dojde za pomoci jehlového manipulátoru (obr. 50). Manipulátor je přisunut co nejblíže k lamele a ta je na něj připevněna vrstvičkou platiny. Lamela je poté svazkem iontů zcela odříznuta od materiálu zkušební tělesa a pomocí manipulátoru přenesena (obr. 51) ke speciálnímu držáku, na nějž je opět pomocí platiny připevněna. Nyní již může být lamela svazkem iontů od manipulátoru oddělena (obr. 52) a nadále ztenčována

na tloušťku, kdy je již transparentní pro elektrony v transmisním elektronovém mikroskopu (obr. 53).



Obr. 52: Oddělení manipulátoru od lamely po jejím připevnění na držák pomocí platiny.



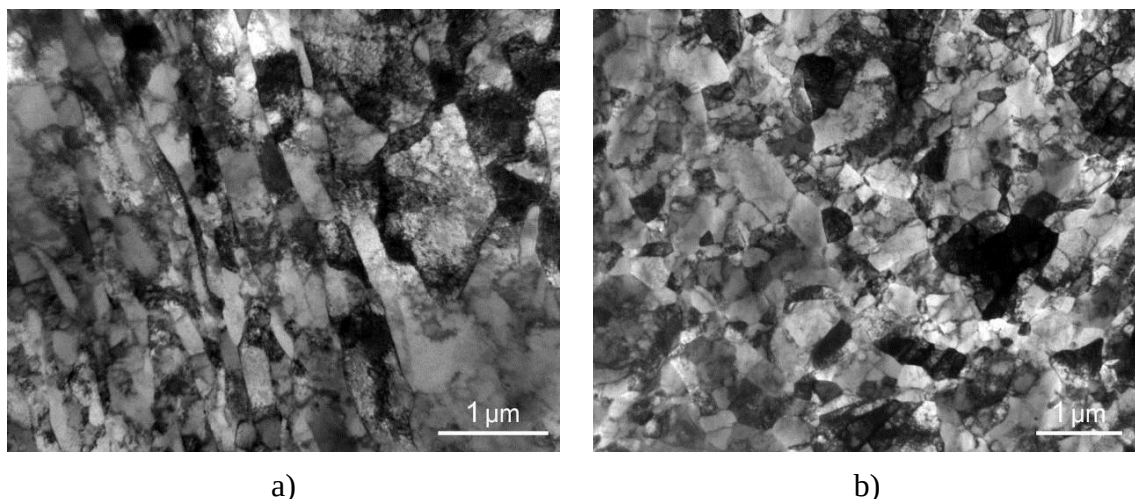
Obr. 53: Ztenčená lamela připravená na pozorování v TEM.

8 VÝSLEDKY

Vzhledem k definici cílů práce uvedených v kapitole 3 byly provedeny následující experimenty a získány tyto poznatky:

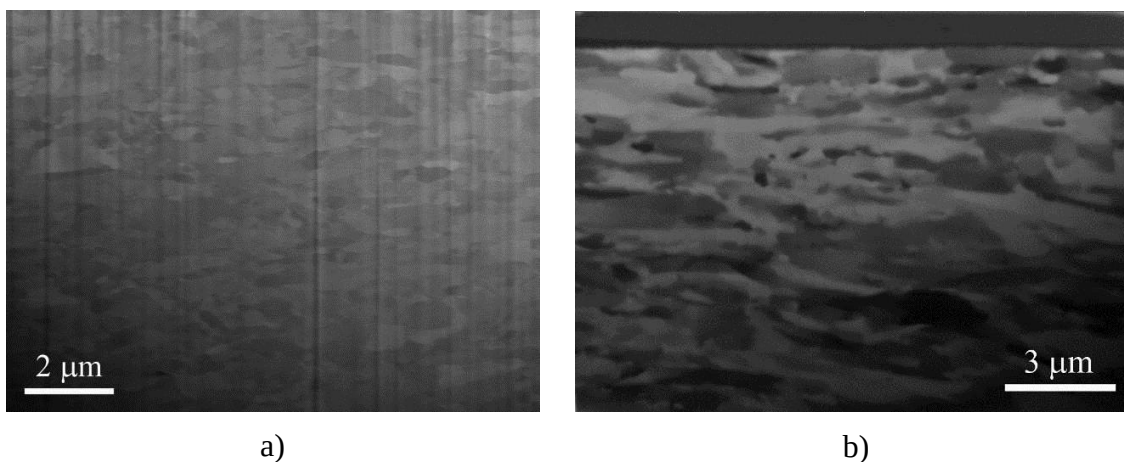
8.1 Stabilita struktury

Mikrostruktura UFG mědi po ECAP procesu byla pozorována v transmisním elektronovém mikroskopu ve dvou různých řezech odebraných z protlačeného polotovaru. Fólie byly odebrány jako příčný a podélný řez a byly připraveny klasickým postupem. Bylo pozorováno, že struktura UFG mědi po ECAP procesu není zcela homogenní. Jak je vidět na obr. 54a, v podélném řezu jsou zrna v některých oblastech protáhlá, v příčném řezu, který je ukázán na obr. 54b, je zrna možno popsat jako ekviaxiální. Jejich průměrná velikost stanovená na snímcích z TEM (průsečkovou metodou) je asi 300 nm v příčném řezu, což je v souladu s údaji, které jsou běžně uváděny v literatuře [15], [67], [68]. Průměrná velikost buněk ve směru jejich protažení je větší a činí asi dvojnásobek (590 nm).



Obr. 54: Dislokační struktura UFG Cu po ECAP procesu pozorovaná na fólii připravené klasickým způsobem z a) podélného řezu a b) příčného řezu polotovarem.

Výsledek zobrazení mikrostruktury v SEM na podélném řezu připraveném fokusovaným iontovým svazkem je ukázán na obr. 55. Na obr. 55a je struktura zobrazená pomocí sekundárních elektronů, na obr. 55b pomocí iontového svazku (po vzorku je rastrováno svazkem iontů Ga^+ a detektorem jsou snímány sekundární elektrony). Struktura je v tomto zobrazení podobná struktuře na obr. 54a. Jedná se o buňkovou strukturu s mírně protáhlými zrny. Průměrná velikost zrna v podélném směru (stanoveno průsečkovou metodou) je asi 1 μm, v příčném směru asi 500 nm.

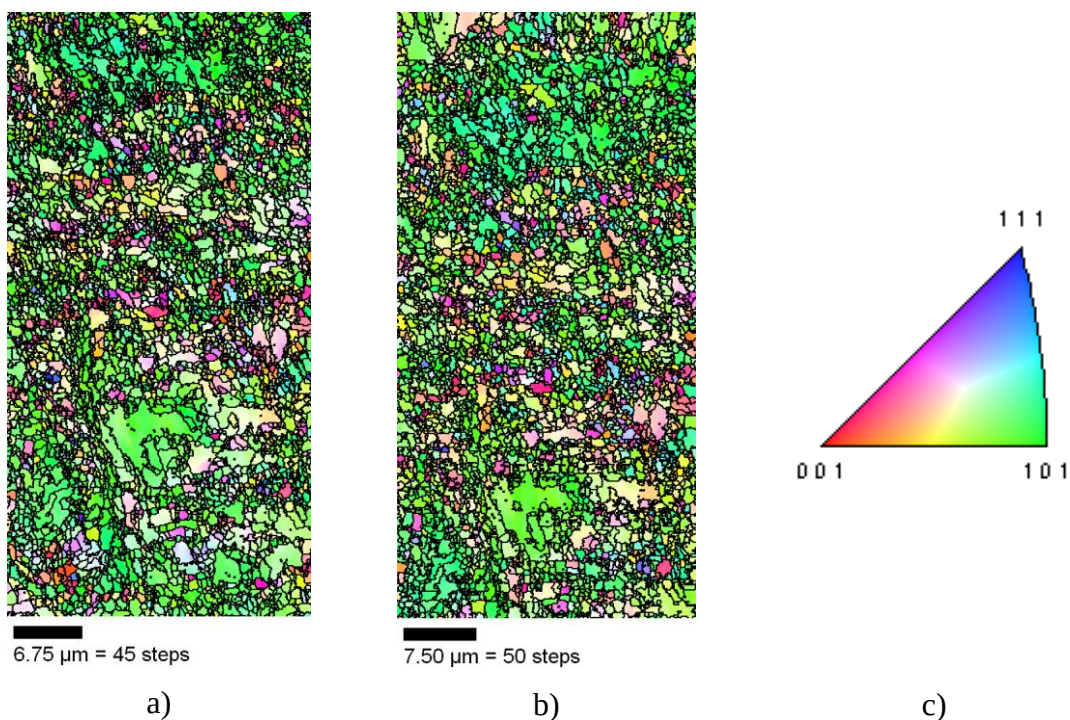


Obr. 55: a) Mikrostruktura UFG Cu po ECAP procesu pozorovaná pomocí elektronového a b) iontového svazku.

8.1.1 Vliv žhání

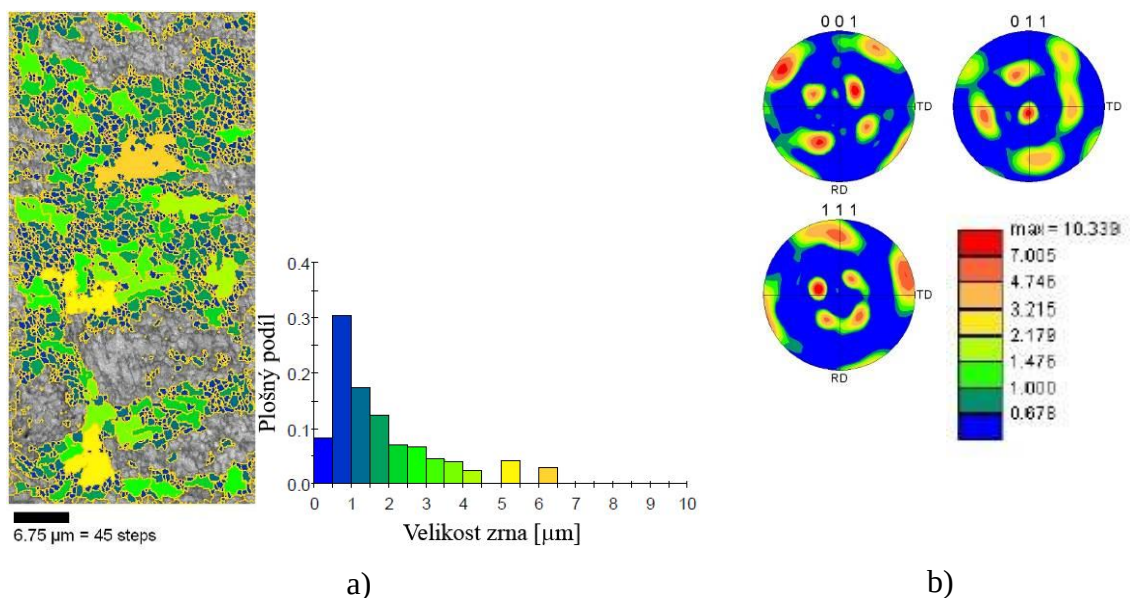
S cílem získat nové a detailnější poznatky o stabilitě mikrostruktury byly provedeny žhací experimenty. Žhání bylo provedeno na dvou pracovištích (VUT v Brně a ÚFM v Brně) za různých podmínek, tedy teploty a času žhání.

Zkušební tělesa na VUT byla žhána v rozsahu teplot od 180 °C do 250 °C po dobu 6 až 120 minut, přičemž byla na zkušebních tělesech provedena EBSD analýza před i po žhání. V některých případech bylo dokonce pozorováno stejné místo, kdy byla přesná pozice definována pomocí mikrovrtisků Vickersova indentoru.

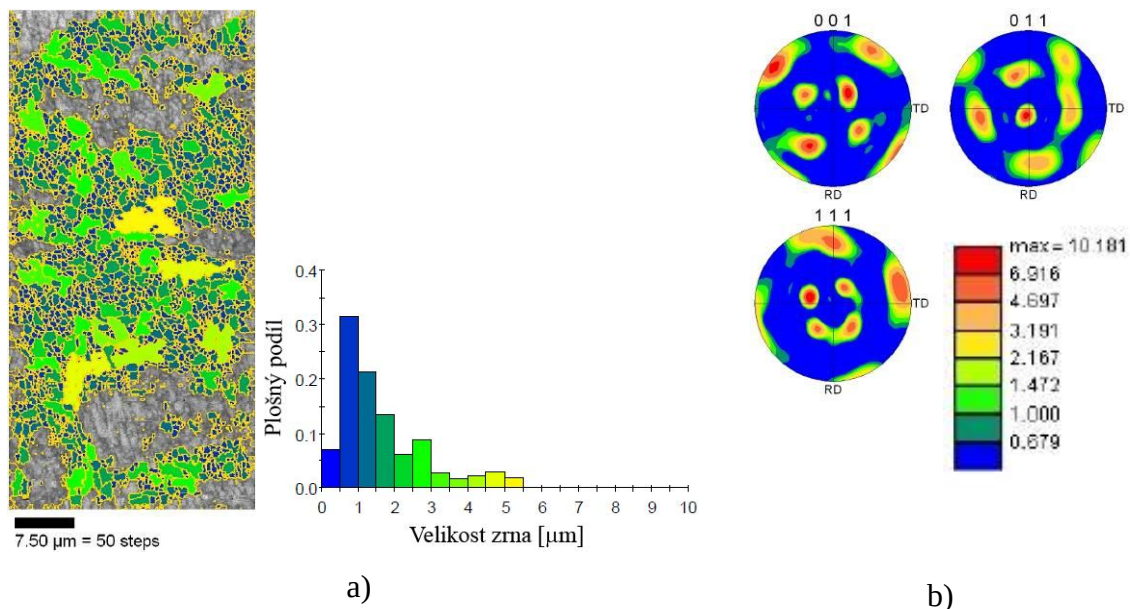


Obr. 56: Mikrostruktura UFG Cu (disorientace hranic 1°): a) nežháný materiál, b) žháný materiál, 180 °C/6 minut, c) základní stereografický trojúhelník - barevný kód pro IPF mapu.

Žihání na teplotě 180 °C v celém rozsahu časových výdrží 6–120 minut nevyvolalo žádné měřitelné změny struktury (obr. 56-63). Na obr. 56 jsou výsledky EBSD analýzy ve formě mapy inverzního pólového obrazce (IPF – inverse pole figure) s vykreslenými hranicemi zrn s disorientací 1°. Obr. 56a zobrazuje strukturu mědi po ECAP procesu, tedy v nežíhaném stavu. Při porovnání s žíhanou strukturou na teplotě 180 °C po dobu 6 minut na obr. 56b, kdy bylo sledováno stejné místo, lze konstatovat, že nedošlo k pozorovatelnému zhrubnutí zrna.



Obr. 57: a) Mikrostruktura nežíhaného zkušebního tělesa a histogram velikosti zrn, b) pólové obrazce pro vybrané roviny.



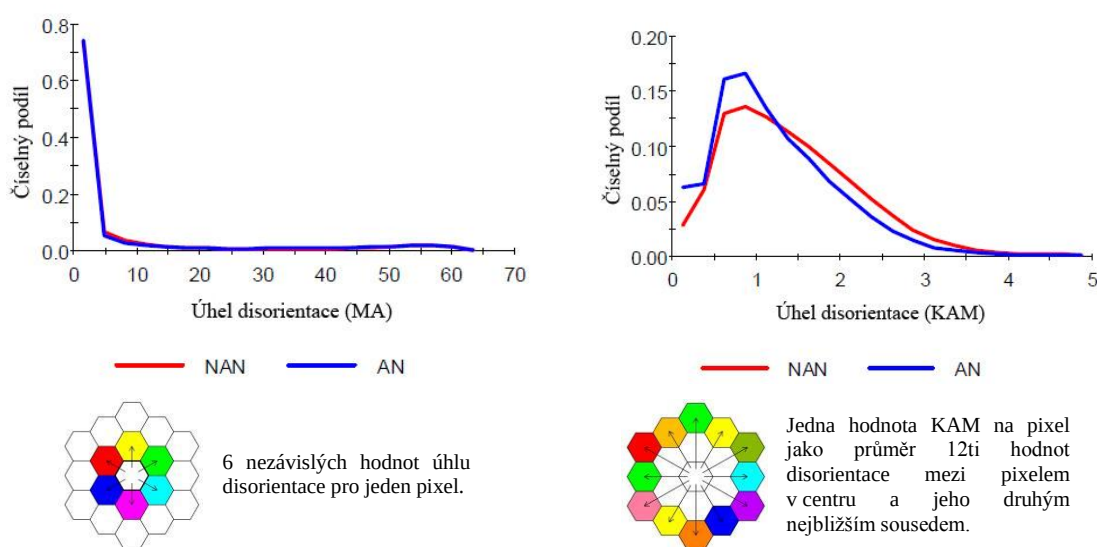
Obr. 58: a) Mikrostruktura zkušebního tělesa po teplotní expozici 180 °C/6 minut a histogram velikosti zrn, b) pólové obrazce pro vybrané roviny.

Podobně porovnání map velikosti zrn na obr. 57 (nežíhaná struktura) a obr. 58 (struktura po žíhání na teplotě 180 °C po dobu 6 minut) neukazuje žádnou výraznou

změnu ve velikosti zrn. Tento závěr potvrzují i histogramy zobrazující plošný podíl velikosti zrn a pólové obrazce charakterizující texturu před a po teplotní expozici, které jsou velmi podobné a tedy signalizují stabilitu UFG struktury, v tomto případě z globálního hlediska.

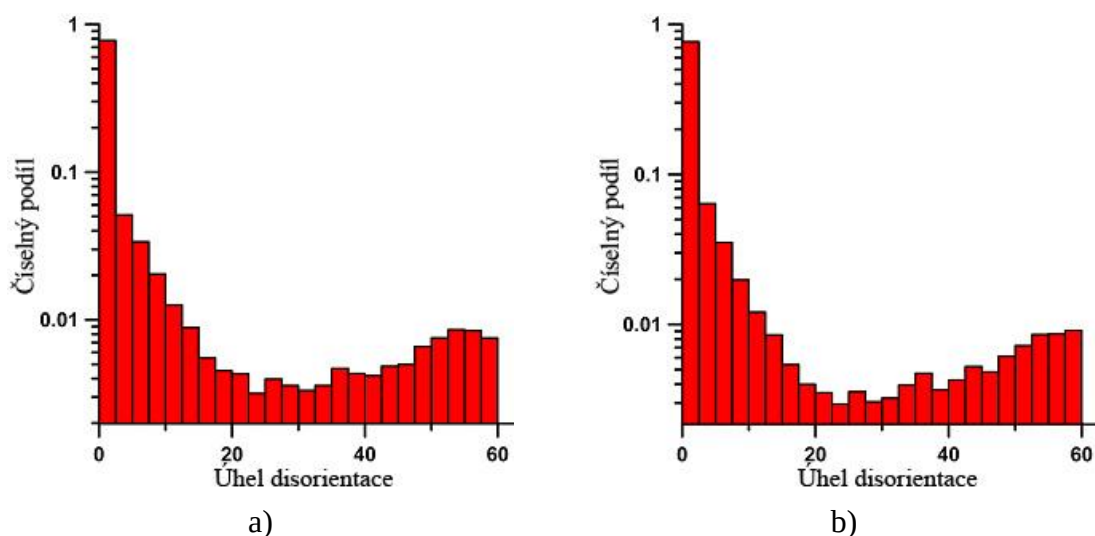
Kvantitativní vyhodnocení úhlu disorientace hranic zobrazené v MA (Misorientation Angle) histogramu (obr. 59) signalizuje malý, téměř zanedbatelný nárůst rozložení úhlu disorientace, přibližně 3 %. Rozložení odpovídající UFG struktury před teplotní expozicí je označené jako NAN, po žihání jako AN. V celkovém měřítku tedy nebylo naměřeno žádné výrazné přeuspořádání sítě hranic zrn.

Menší změny způsobené žiháním byly detekovány pomocí KAM (Kernel Average Misorientation) analýzy (obr. 60), která poskytuje informace o průměrném úhlu disorientace mezi každým pixelem a jeho druhým nejbližším referenčním bodem. Fyzikální význam tohoto parametru je stupeň lokálního zhroucení mříže.



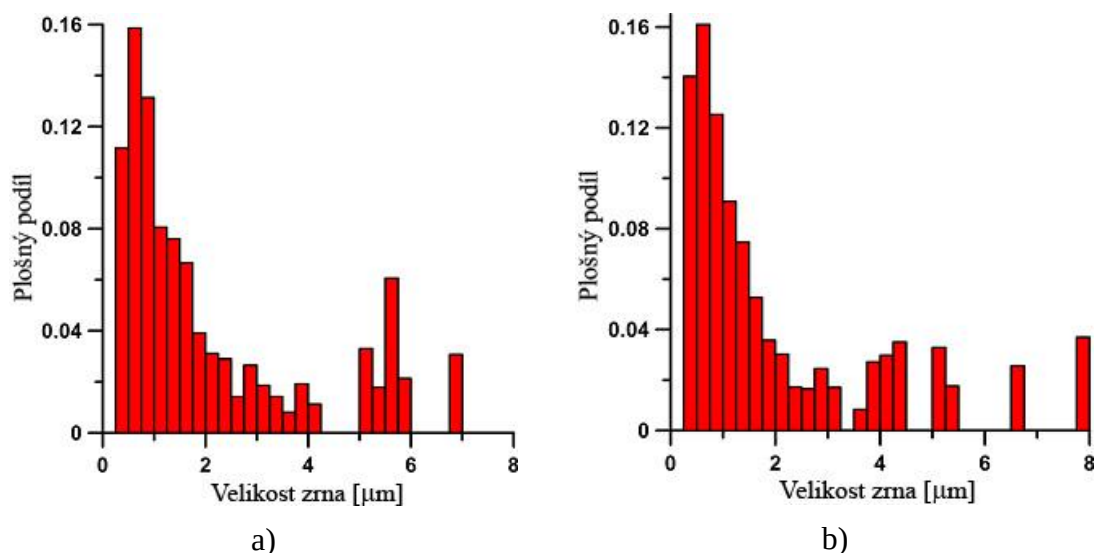
Obr. 59: Změny v úhlu disorientace (MA) před a po teplotní expozici a schéma výpočtu úhlu disorientace.

Obr. 60: Změny v průměrné disorientaci (KAM) před a po teplotní expozici a schéma výpočtu KAM.

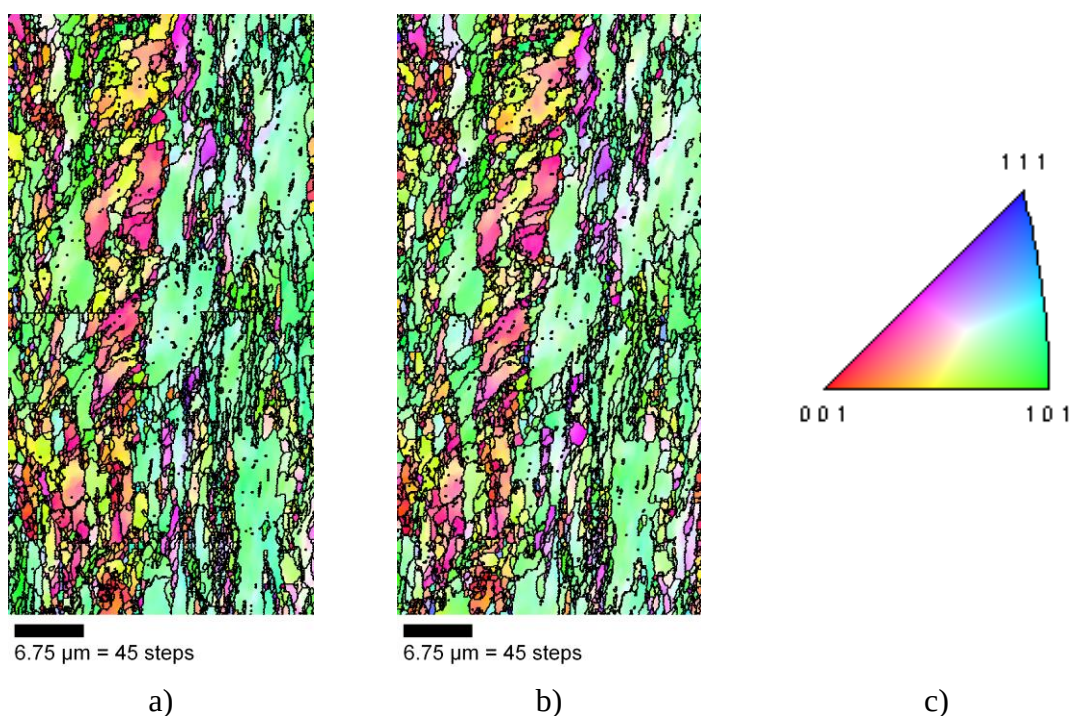


Obr. 61: Distribuce disorientačních úhlů a) před žiháním, b) po žihání 180 °C/60 minut/argon.

Na obr. 61 jsou histogramy distribuce disorientačních úhlů pro materiál nežíhaný a žíhaný na teplotě 180 °C po dobu 60 minut. Z porovnání je patrné, že disorientace se mění pouze minimálně, přičemž převažuje podíl malouhlových hranic zrn. Také v distribuci velikostí zrn na obr. 62 můžeme po žíhání pozorovat pouze minimální změny.



Obr. 62: Distribuce velikostí zrn a) před žíháním, b) po žíhání 180 °C/60 minut/argon.



Obr. 63: IPF mapy s vykreslenými hranicemi zrn pro disorientaci 1°, a) před, b) po tepelném zpracování 180°C/120 min, c) základní stereografický trojúhelník – legenda barev k IPF

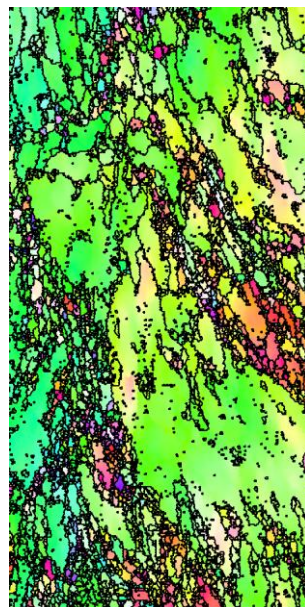
Mapy inverzního pólového obrazce (IPF) s vykreslenými hranicemi zrn s disorientací 1° pro materiál nežíhaný a po teplotní expozici na teplotě 180°C po dobu 120 minut, tedy nejdelší dobu výdrže, jsou na obr. 63. V tomto případě bylo opět pozorováno stejné místo na zkušebním tělese před a po teplotní expozici. Opět můžeme konstatovat, že nedošlo k žádným výrazným změnám ve velikosti zrn, došlo pouze k mírné změně orientací.

Žihání na teplotě 250°C po dobu 30 minut již mělo na strukturu UFG mědi vliv. Na obr. 64 je materiál před a po teplotní expozici. Lze pozorovat podstatný nárůst velikosti zrna způsobený žiháním.



6.75 μm = 45 steps

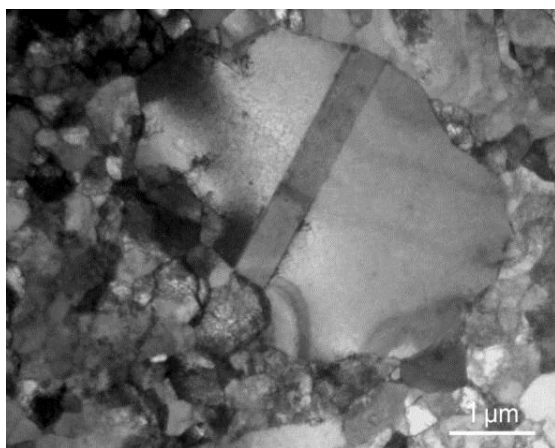
a)



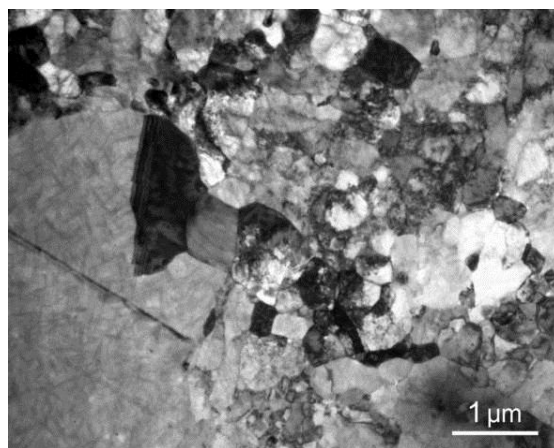
6.75 μm = 45 steps

b)

Obr. 64: Mikrostruktura UFG Cu a) před žiháním, b) po žihání $250^\circ\text{C}/30\text{ min}$.



a)



b)

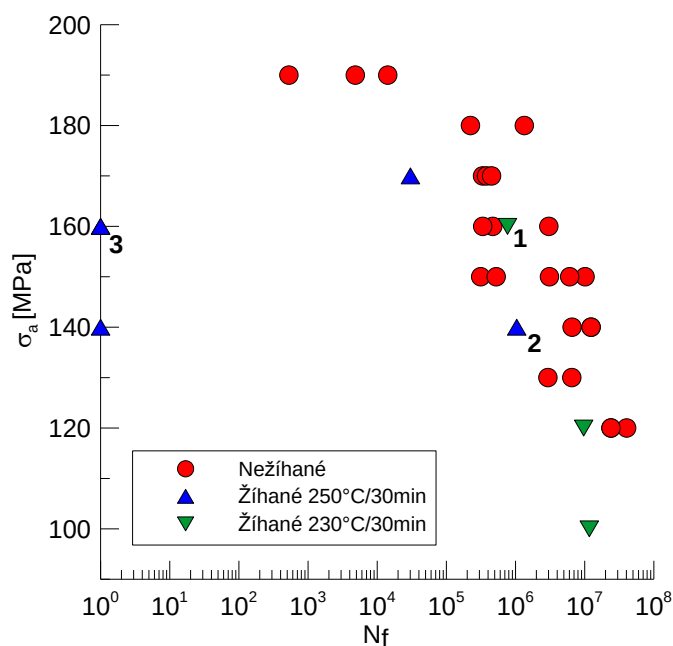
Obr. 65: Mikrostruktura UFG Cu po žihání na teplotě 250°C po dobu 30 minut.

Struktura ultrajemnozrné mědi zobrazená pomocí TEM po žihání na teplotě 250 °C po dobu 30 minut je ukázána na obr. 65. Ve struktuře lze pozorovat bimodální strukturu – velká rekrytalizovaná zrna o velikosti několika mikronů obklopená ultrajemnozrnou strukturou. Jsou zde i dobře viditelná žíhací dvojčata (obr. 65a) a vnitřní dislokační substruktura (obr. 65b) vznikající v rekrytalizovaných zrnech.

8.1.2 Vliv žihání a únavového zatěžování se středním napětím

V rámci disertační práce byly provedeny únavové experimenty s nenulovým středním napětím ($\sigma_m = 200$ MPa). Tato problematika byla vyšetřována již v rámci mé diplomové práce [65]. Získaný soubor experimentálních dat byl dále v této disertační práci rozšířen (viz kapitola 8.3) a navíc byly provedeny únavové zkoušky s nenulovým středním napětím na materiálu žíhaném pro sledování vlivu teplotní expozice na životnost materiálu. Tyto experimenty poskytly nové poznatky o vlivu žihání a únavy na stabilitu struktury UFG Cu.

Únavovým zkouškám byla zkušební tělesa podrobena po předchozím žihání na teplotě 230 °C a 250 °C po dobu 30 minut. Zkoušky byly provedeny v režimu řízené síly se středním napětím 200 MPa. Naměřená S–N data získaná cyklickým zatěžováním zkušebních těles po žihání (obr. 66) indikují, že na únavovou životnost má vliv teprve žihání na teplotě 250 °C po dobu 30 minut. Žihání na nižších teplotách vliv na únavovou životnost nemá.

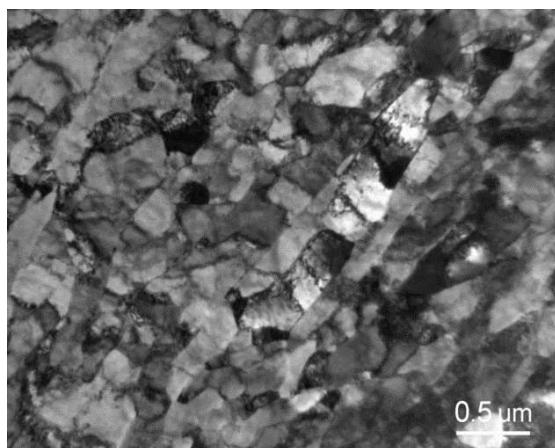


Obr. 66: Srovnání S–N dat po únavovém zatěžování se středním napětím 200 MPa zkušebních těles po ECAP procesu a po žihání na teplotě 230 °C a 250 °C po dobu 30 minut.

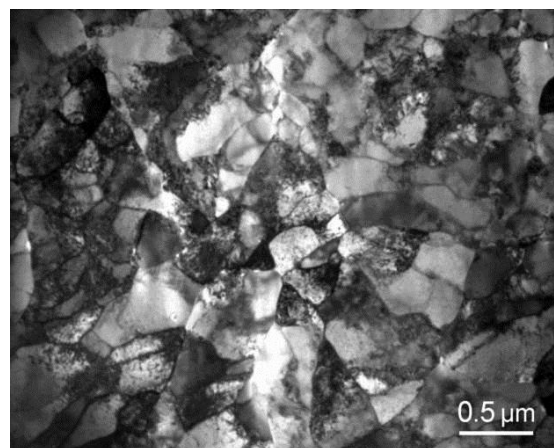
Mikrostruktura žíhané mědi byla po únavovém zatěžování sledována v transmisním elektronovém mikroskopu s cílem posoudit stabilitu dislokačních struktur. Pozorování ukázalo, že strukturu tepelně zpracovaných zkušebních těles po únavové expozici lze charakterizovat jako bimodální, přestože se poměr zhrubých a jemných zrn v různých zkušebních tělesech liší.

Na obr. 67a je struktura zkušební tělesa vyžíhaného na teplotě 230 °C po dobu 30 minut a následně zatěžovaného amplitudou napětí $\sigma_a = 160$ MPa při středním napětí $\sigma_m = 200$ MPa, u kterého byla dosažena životnost $7,6 \times 10^5$ cyklů (na obr. 66 označen číslem 1). Toto zkušební těleso má zachovanou převážně ultrajemnozrnnou strukturu a jeho únavová životnost odpovídá nežíhanému materiálu.

Podobně je tomu u zkušební tělesa žíhaného na teplotě 250 °C po dobu 30 minut a následně zatěžovaného amplitudou napětí $\sigma_a = 140$ MPa, u kterého byla dosažena životnost $1,04 \times 10^6$ cyklů (na obr. 66 označen číslem 2). Pozorovaná struktura si zachovala jemnozrnný charakter (obr. 67b), přestože místy se objevila mírně větší zrna.

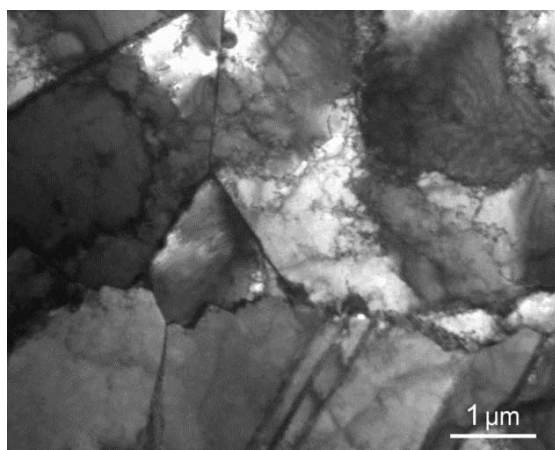


a)

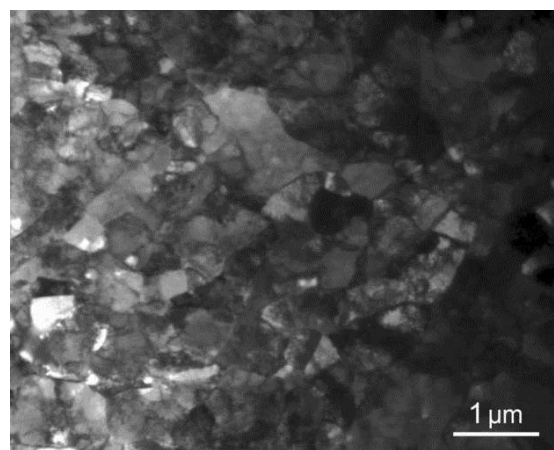


b)

Obr. 67: a) UFG Cu po žíhání na teplotě 230 °C po dobu 30 minut a únavovém zatěžování s amplitudou napětí $\sigma_a = 160$ a b) UFG Cu po žíhání na teplotě 250 °C po dobu 30 minut a únavovém zatěžování s amplitudou napětí $\sigma_a = 140$ MPa se zachovanou UFG strukturou.



a)

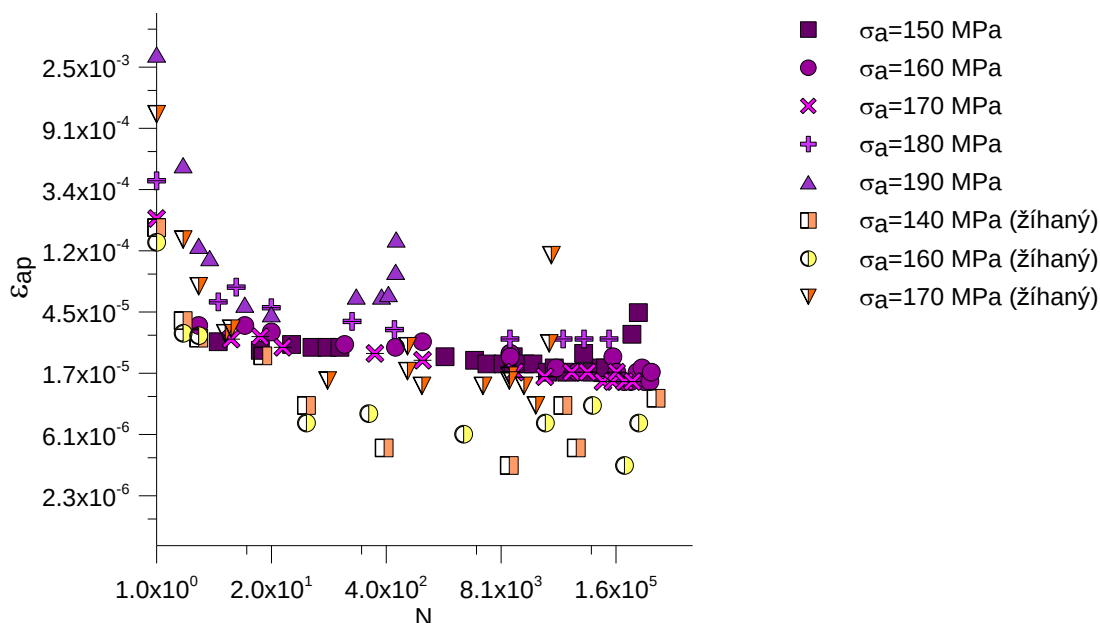


b)

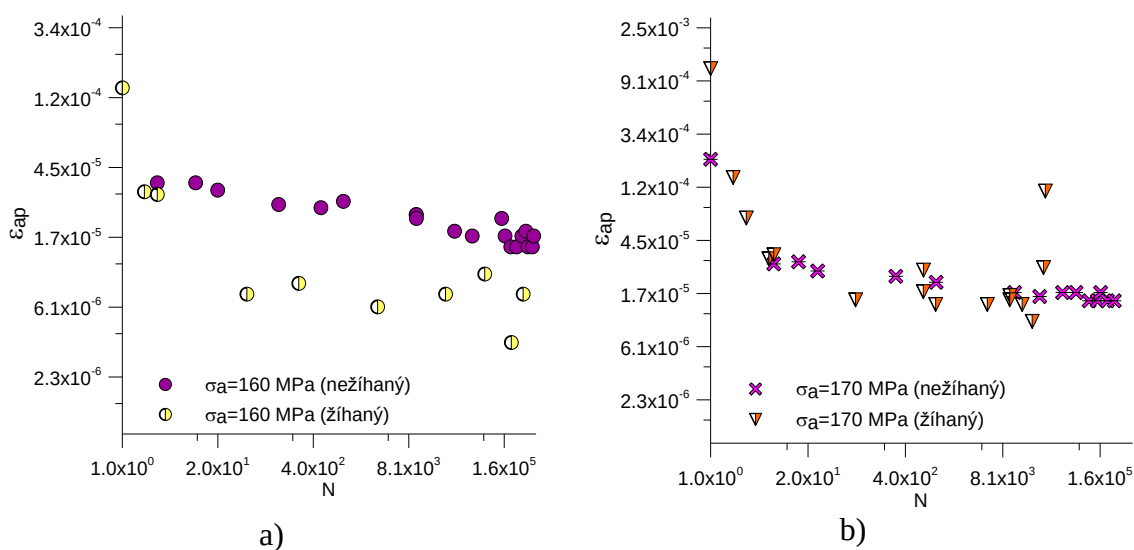
Obr. 68: a) UFG Cu po žíhání na teplotě 250 °C po dobu 30 minut porušená hned v prvním cyklu únavového zatěžování se vzniklou hrubozrnnou strukturou ve velké části vzorku a b) se zachovanou UFG strukturou pouze v malé oblasti.

Naproti tomu jiné zkušební těleso vyžíhané na teplotě 250 °C po dobu 30 minut se porušilo tvárným lomem při zatížení v prvním cyklu (na obr. 66 označen číslem 3). Pozorování mikrostruktury ukázalo, že v tomto zkušebním tělese dominuje hrubozrnná struktura ukázaná na obr. 68a. Oblasti s UFG strukturou zůstaly v materiálu sice zachovány, jak je vidět z obr. 68b, ale pouze v relativně malém objemovém množství.

Na základě provedených experimentů lze vyvodit, že pro studovanou UFG měď je teplota 250 °C při výdrži 30 minut z hlediska stability struktury expozicí kritickou. Expozice pod touto hranicí nemají vliv na únavovou životnost a stabilitu struktury při cyklickém zatěžování. Při dosažení této expozice se struktura stává bimodální s vysokým poměrem velikých zrn a únavové vlastnosti se skokově snižují.



Obr. 69: Křivky změkčení/zpevnění nežíhaného a žíhaného materiálu při zatěžování se středním napětím 200 MPa.



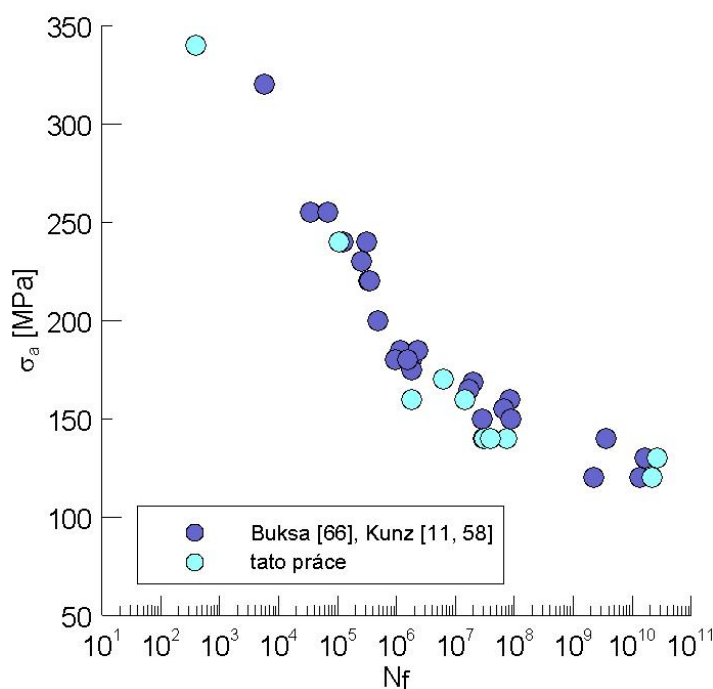
Obr. 70: Porovnání křivek změkčení/zpevnění pro nežíhaný a žíhaný materiál při zatěžování se středním napětím 200 MPa a a) amplitudou napětí 160 MPa; b) amplitudou napětí 170 MPa.

Během cyklického zatěžování se středním napětím byla u vybraných nežíhaných i žíhaných zkušebních těles měřena cyklická plastická odezva materiálu. Závislost amplitudy plastické deformace na počtu cyklů je uvedena na obr. 69. Pro nežíhaná zkušební tělesa byly hodnoty ε_{ap} naměřeny pro zatěžovací amplitudy napětí v rozsahu 150–190 MPa. Ve všech případech docházelo po většinu životnosti zkušebních těles k cyklickému zpevnění materiálu. Před tím, než došlo k porušení, bylo u některých zkušebních těles ke konci zatěžování zaznamenáno výrazné zvýšení amplitudy plastické deformace, což souvisí s růstem trhliny v oblasti měrné délky extenzometru. U žíhaného materiálu byla cyklická plastická odezva měřena u zkušebních těles zatěžovaných amplitudou napětí 140, 160 a 170 MPa. Opět u všech zkušebních těles došlo během zatěžování k cyklickému zpevnění a ke konci životnosti ke zvýšení amplitudy plastické deformace v souvislosti s růstem trhliny. Při porovnání žíhaného a nežíhaného materiálu pro stejnou zatěžovací amplitudu napětí můžeme konstatovat, že u žíhaného materiálu došlo během zatěžování k výraznější změně velikosti amplitudy plastické deformace, tedy k výraznějšímu zpevnění materiálu.

Pro lepší přehlednost jsou na obr. 70 vykresleny jednotlivé křivky změkčení/zpevnění pro žíhaný a nežíhaný materiál zatěžovaný stejnou amplitudou napětí. Obr. 70a je pro asymetrický cyklus s amplitudou napětí 160 MPa, obr. 70b pro zatěžování s amplitudou napětí 170 MPa.

8.1.3 Vliv režimu únavového zatěžování

Podobně jako má na strukturu UFG Cu vliv teplota, dochází k určitým změnám ve struktuře i během únavového zatěžování. Většina experimentů v této práci byla provedena v režimu s konstantní silou, ať už v symetrickém nebo asymetrickém zatěžovacím cyklu. S cílem stanovit, jaký vliv má na UFG strukturu způsob zatěžování, byly provedeny experimenty v režimu s konstantní amplitudou plastické deformace v symetrickém zatěžovacím cyklu a následně porovnány se symetrickým zatěžováním s konstantní silou. Je třeba poznamenat, že vzhledem k údajům v literatuře, které jsou částečně rozporuplné, byly v případě této práce oba typy zkoušek realizovány na

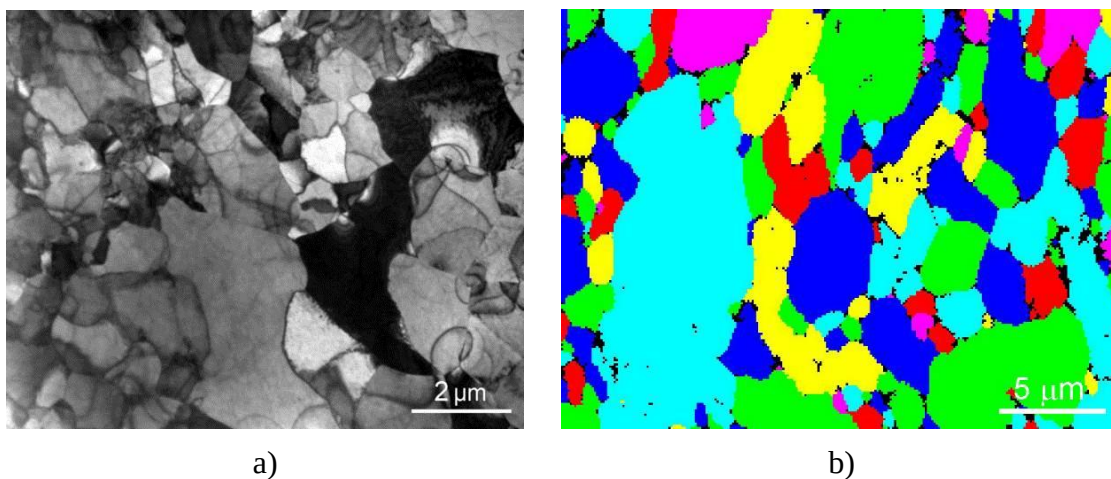


Obr. 71: S-N data zahrnující i gigacyklovou oblast pro symetrický zatěžovací cyklus s konstantní silou.

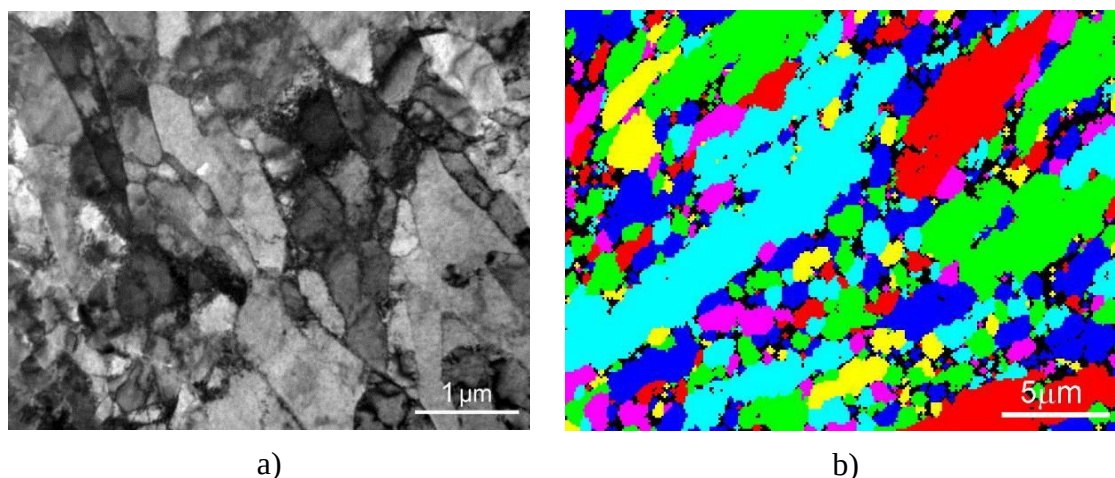
identickém materiálu, takže lze vyloučit vliv rozdílných detailů v přípravě materiálu během ECAP procesu.

Na obr. 71 jsou S–N data pro symetrické zatěžování v režimu konstantní síly zahrnující i gigacyklovou oblast. Jde o data naměřená v rámci práce [66] doplněná o další data experimentálně stanovená v této disertační práci.

Pro zjištění vlivu způsobu zatěžování na mikrostrukturu byla porovnána zkušební tělesa zatěžovaná v režimu řízené síly a v režimu řízené deformace tak, aby amplituda napětí pro zatěžování v režimu řízené síly odpovídala maximálnímu dosaženému napětí při zatěžování v režimu řízené deformace. Z porovnání obr. 72a a 73a, kde je zobrazena mikrostruktura materiálu po zatěžování pomocí TEM, je zřejmé, že výsledná mikrostruktura má po různém režimu zatěžování odlišný charakter. Zatímco struktura po zatěžování v režimu řízené deformace obsahuje spíše ekviaxiální zrna a struktura je převážně bimodální, po zatěžování v režimu řízené síly se objevuje struktura spíše jemnozrnnější a zrna jsou protáhlá. Výsledná mikrostruktura po obou zatěžovacích režimech byla také pozorována pomocí metody EBSD v rastrovacím elektronovém mikroskopu a je zobrazena na obr. 72b a 73b. Získané mapy zrn ukazují obdobný výsledek jako pozorování v TEM.

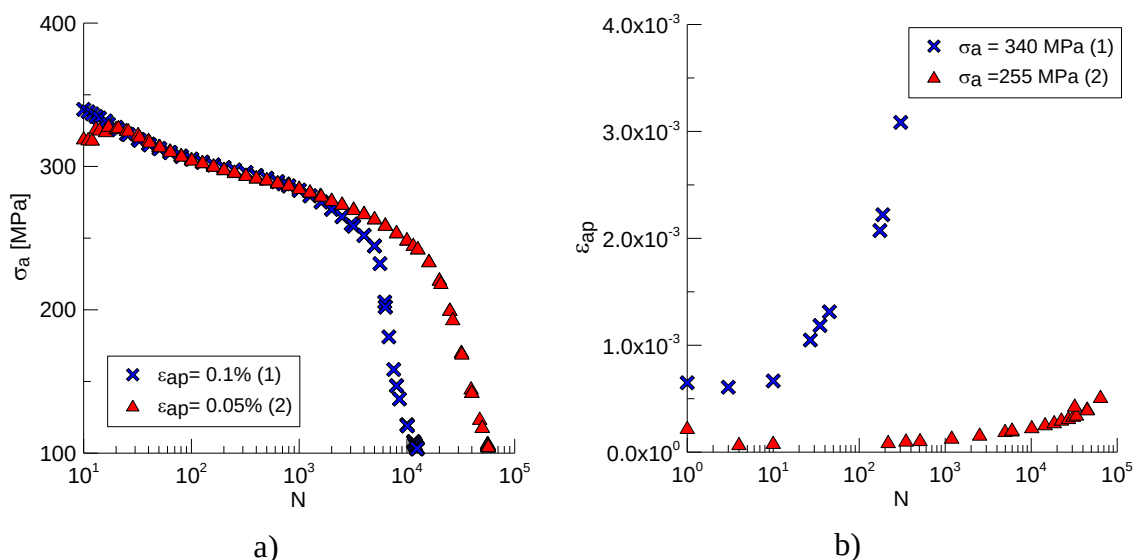


Obr. 72: Mikrostruktura UFG Cu po únavovém zatěžování v režimu řízené deformace pozorovaná pomocí a) TEM a b) EBSD.



Obr. 73: Mikrostruktura UFG Cu po únavovém zatěžování v režimu řízené síly pozorovaná pomocí a) TEM a b) EBSD.

Během únavových zkoušek byla pro oba zatěžovací režimy měřena cyklická plastická odezva materiálu. Cyklická plastická odezva naměřená při zatěžování s řízenou amplitudou plastické deformace je ukázána na obr. 74a a pro zatěžování s řízenou amplitudou napětí je na obr. 74b. Z obou grafů je zřejmé, že charakteristickou vlastností materiálu v rozsahu aplikovaných hodnot amplitud napětí a deformace je cyklické změkčení.



Obr. 74: Křivky změkčení pro zatěžování s a) řízenou amplitudou plastické deformace a b) řízenou silou.

Křivka označená v obr. 74a jako „1“ byla naměřena v režimu řízené plastické deformace s amplitudou plastické deformace $\epsilon_{ap} = 0,1\%$ a životnost zkušebního tělesa byla $N_f = 1,2 \times 10^4$ cyklů. Odpovídající kumulativní plastická deformace je $\epsilon_{ap,cum} = 12$. Křivka v obr. 74b označená také jako „1“ je pro zatěžování v režimu řízené síly, kdy byla amplituda napětí zvolena tak, aby odpovídala maximální amplitudě napětí v režimu řízené deformace. Počet cyklů do lomu je $N_f = 3 \times 10^3$, tedy o řád nižší, než u odpovídajícího testu v řízené deformaci. Hodnota kumulativní plastické deformace je v tomto případě $\epsilon_{ap,cum} = 1$.

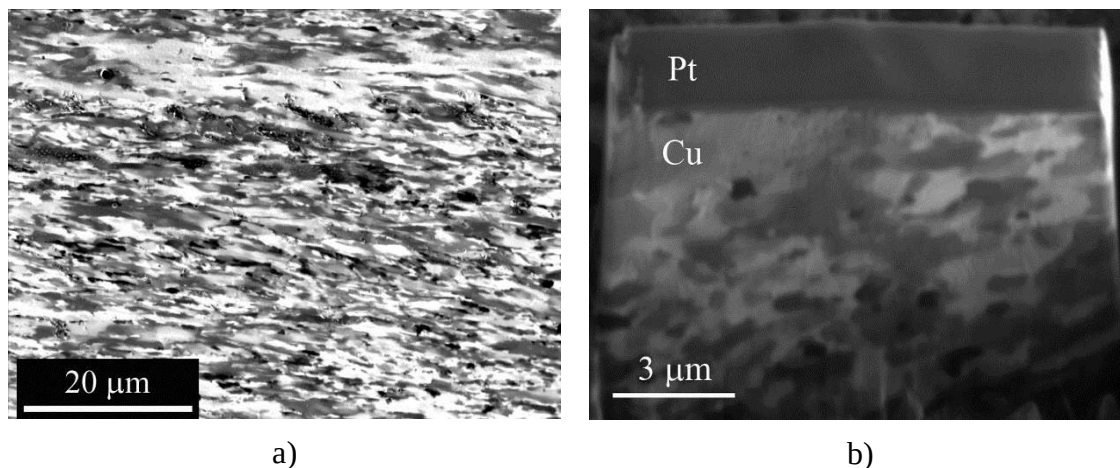
Křivky označené číslem „2“ odpovídají testům v obou zatěžovacích režimech, kdy byl naměřen přibližně stejný počet cyklů do lomu. Zkušební těleso zatěžované v režimu řízené amplitudy plastické deformace dosáhlo počtu cyklů $N_f = 6,8 \times 10^4$, zkušební těleso zatěžované v režimu řízené síly $N_f = 5,6 \times 10^4$. V obou případech byla opět stanovena hodnota kumulativní plastické deformace, která činila $\epsilon_{ap,cum} = 44$ pro řízenou deformaci a $\epsilon_{ap,cum} = 28$ pro řízenou sílu. Nicméně amplituda napětí při zatěžování v režimu řízené síly byla jen 255 MPa, tedy zdaleka nedosahovala maximální hodnoty naměřené v režimu řízené deformace 330 MPa.

8.1.4 Vliv gigacyklového zatěžování

V symetrickém zatěžovacím cyklu s konstantní silou byly provedeny také experimenty zasahující počtem cyklů do gigacyklové oblasti. Na obr. 71 jsou S–N data pro symetrický zatěžovací cyklus zahrnující i výsledky získané při gigacyklovém

zatěžovacím režimu. Z porovnání s výsledky získanými v [66] je zřejmé, že nové výsledky dobře odpovídají dříve stanovené S–N závislosti.

Pozorování struktury po gigacyklovém zatěžování, tedy po počtu cyklů řádově 10^{10} , neodhalilo žádné výrazné změny ve velikosti zrna oproti průměrné velikosti zrna 300 nm naměřené ve stavu po ECAP procesu pomocí TEM [58], [67], [68] (viz také obr. 54 a 55). Struktura byla pozorována pomocí iontového svazku (FIB) jak na povrchu, obr.75a, tak v podpovrchové oblasti pod skluzovými pásy, obr.75b. Z hlediska stability struktury tedy lze konstatovat, že zatěžování v gigacyklové oblasti nevyvolává změnu struktury. Navíc byly získány informace o struktuře nejen na povrchu, ale i v jeho blízkosti v oblasti těsně pod skluzovými pásy.



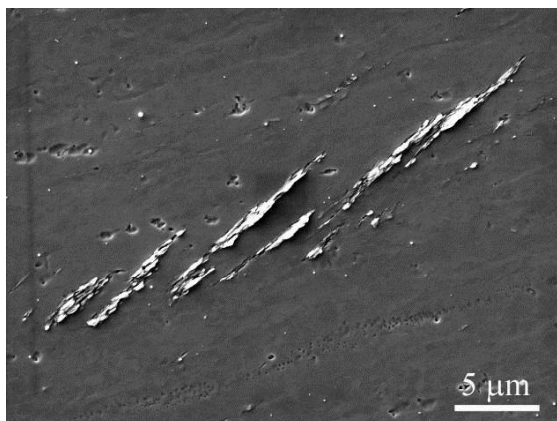
Obr. 75: Mikrostruktura UFG Cu po gigacyklovém namáhání zobrazená pomocí fokusovaného iontového svazku a) na povrchu zkušebního tělesa, b) pod povrchem na kolmém řezu (osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

8.2 Lokalizace cyklické plastické deformace

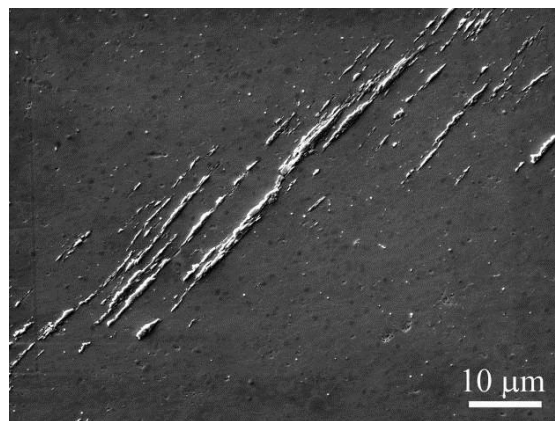
8.2.1 Symetrické zatěžování s konstantní silou

Charakteristickým projevem lokalizace cyklické plastické deformace na povrchu únavově zatěžovaného materiálu je vývoj skluzových pásů. Pozorování povrchu po symetrickém únavovém namáhání indikuje heterogenitu ECAPovaného materiálu. Rozložení skluzových pásů na povrchu je nerovnoměrné. Skluzové pásy se po obvodu zkušebního tělesa objevují v různé hustotě a také jejich charakter se liší.

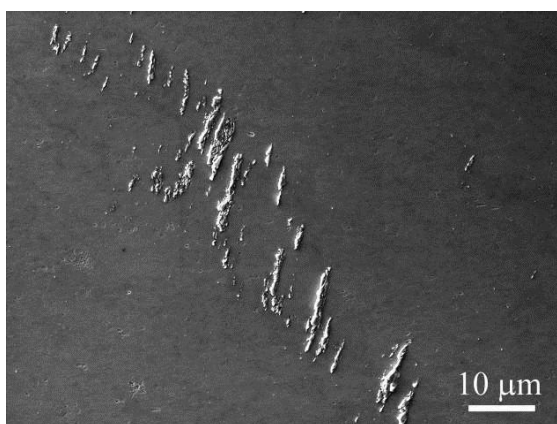
Na obr. 76a až 76f jsou ukázány příklady skluzových pásů postupně po celém obvodu měrné délky zkušebního tělesa zatěžovaného amplitudou napětí 170 MPa. Směr působení makroskopického napětí je ve všech případech ukázaných na obr. 76 horizontální. Pásy jsou orientovány (vzhledem k umístění po obvodu zkušebního tělesa) přibližně ve směru poslední smykové roviny ECAP procesu.



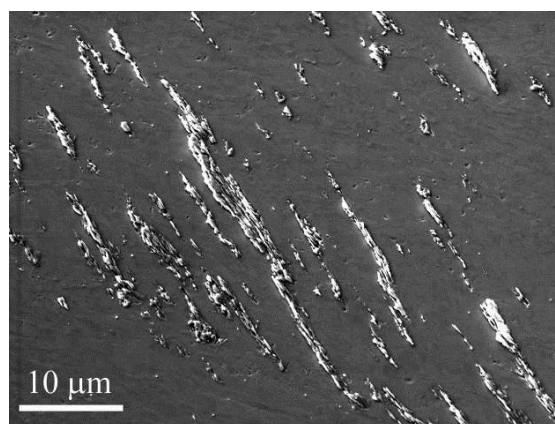
a)



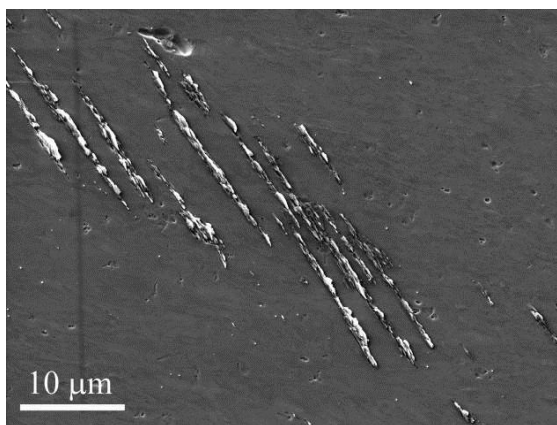
b)



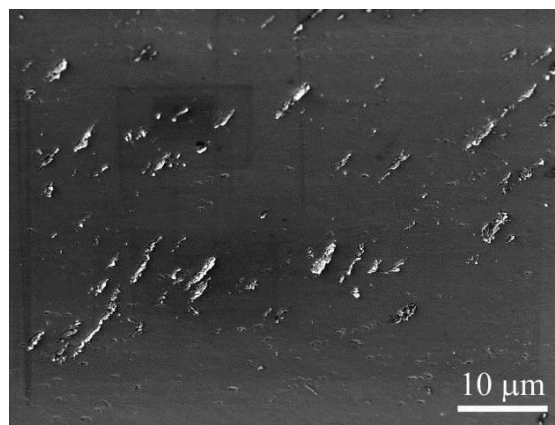
c)



d)



e)



f)

Obr. 76: Skluzové pásy pozorované po celém obvodu zkušebního tělesa zatěžovaného amplitudou napětí 170 MPa po $6,2 \times 10^6$ cyklů (osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

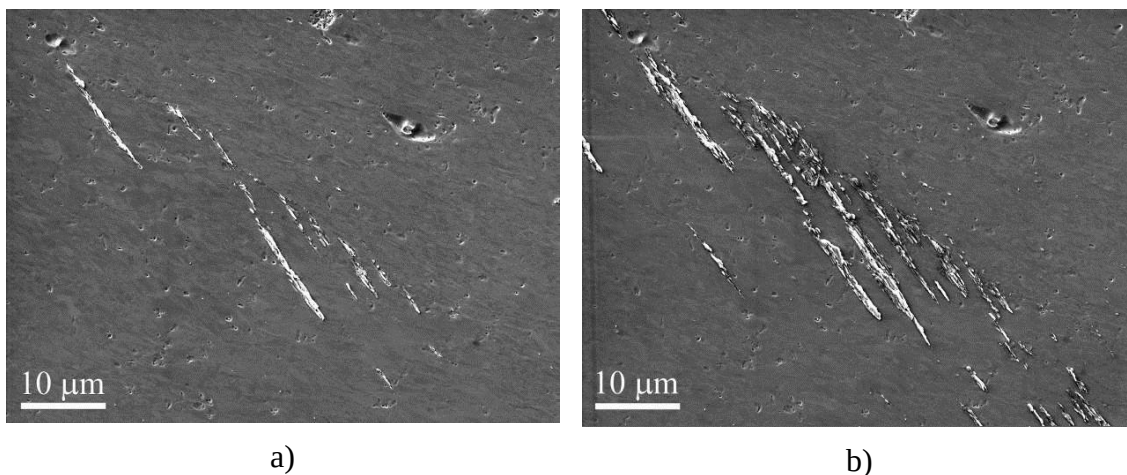
8.2.1.1 Rozvoj skluzových pásů

Pro zjištění vlivu únavového zatěžování na rozvoj skluzových pásů bylo provedeno pozorování zkušebního tělesa po určitém počtu cyklů a poté pokračováno

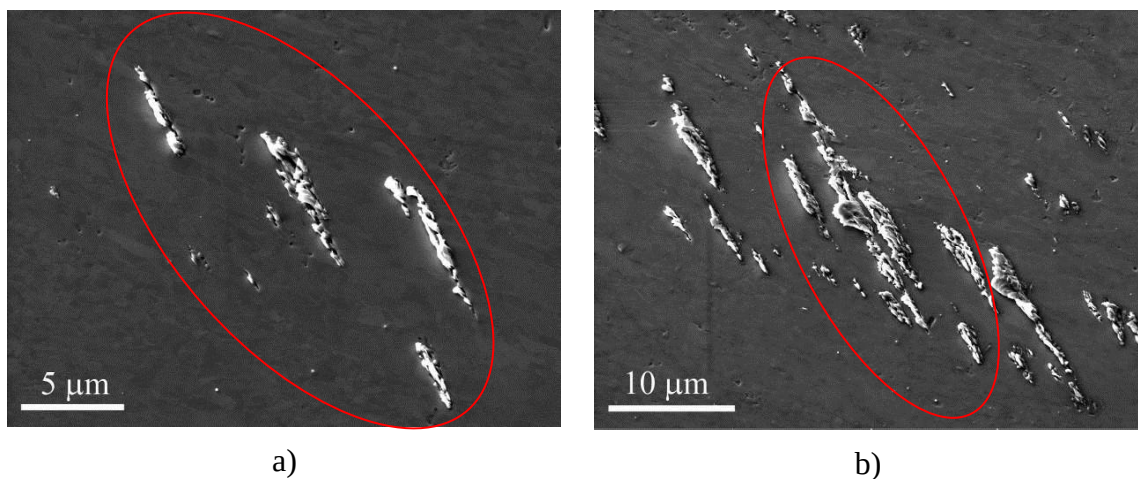
v zatěžování, po kterém byla pozorována stejná místa se skluzovými pásy a jejich vývoj.

Rozvoj skluzových pásů byl pozorován na zkušebním tělese zatěžovaném konstantní amplitudou napětí 170 MPa v symetrickém zatěžovacím cyklu. První pozorování bylo provedeno po 950 000 cyklech, další při dosažení $6,2 \times 10^6$ cyklů, kdy ještě nedošlo k lomu.

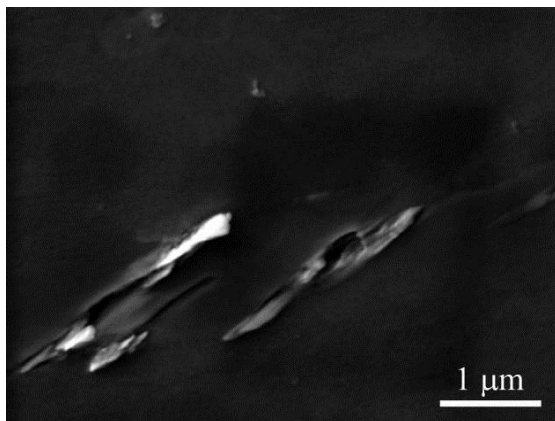
Z pozorování na obr. 77 můžeme konstatovat, že došlo k nárůstu četnosti skluzových pásů na povrchu zkušebního tělesa. Při větším zvětšení je vidět, že zatímco některé skluzové pásy v průběhu zatěžování rostly (obr. 78), u jiných vlivem zatěžování nedošlo k žádné výrazné změně jak ve velikosti, tak délce (obr. 79).



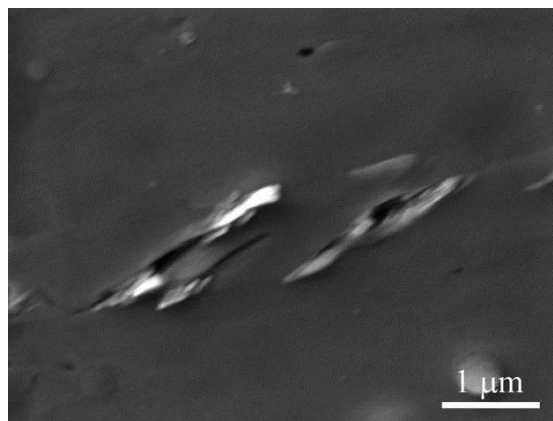
Obr. 77: Skluzové pásy po a) 950 000 cyklech a b) $6,2 \times 10^6$ cyklech ($\sigma_a = 170$ MPa, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).



Obr. 78: Skluzové pásy po a) 950 000 cyklech a b) $6,2 \times 10^6$ cyklech s viditelným nárůstem velikosti a přírůstkem nových ($\sigma_a = 170$ MPa, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).



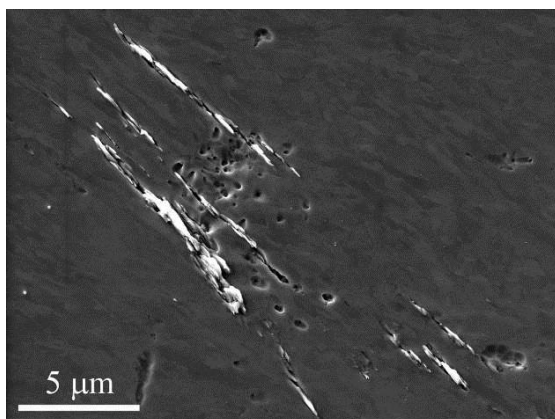
a)



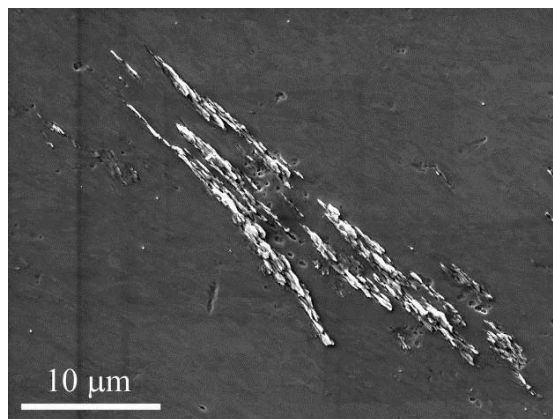
b)

Obr. 79: Skluzové pásy po a) 950 000 cyklech a b) $6,2 \times 10^6$ cyklech beze změny v jejich velikosti a počtu ($\sigma_a = 170$ MPa, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

Na obr. 80a jsou zobrazeny skluzové pásy, které se vyvinuly na povrchu zkušebního tělesa po 950 000 cyklech. Stejné pozorované místo je na obr. 80b, kde jsou ukázány skluzové pásy po $6,2 \times 10^6$ cyklech. Z porovnání můžeme konstatovat, že došlo k nárůstu délky a šířky pásů. Dále bylo pozorováno, že se objevily i nové skluzové pásy v místech, kde se po 950 000 cyklech nevyskytovaly žádné. Jejich sklon k ose zatěžování je však stejný jako u předcházejících. Postupný vývoj nových pásů a mírný nárůst předchozích pak vede k vytváření dlouhých skluzových pásů.



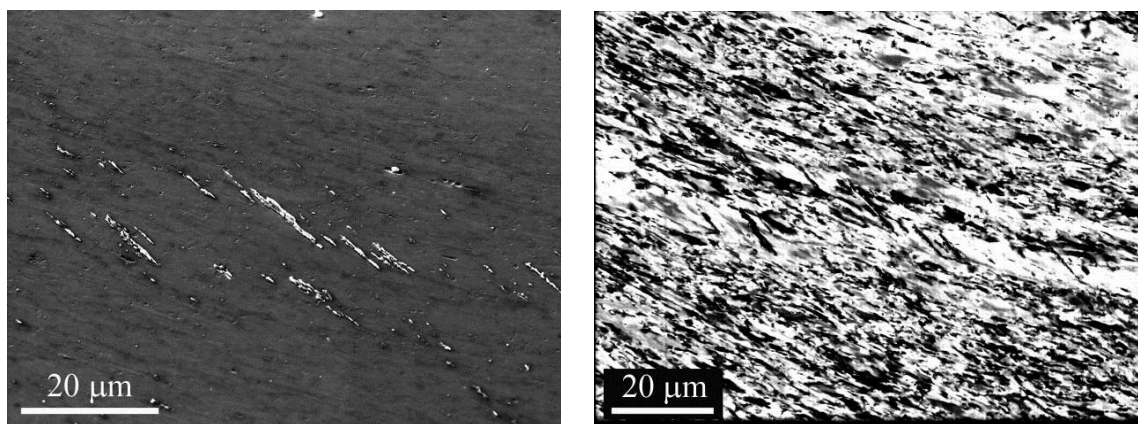
a)



b)

Obr. 80: Postupný nárůst skluzových pásů: a) pásy po 950 000 cyklech, b) stejné místo po $6,2 \times 10^6$ cyklech ($\sigma_a = 170$ MPa, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

Oblast se skluzovými pásy byla pozorována jak pomocí elektronového (obr. 81a), tak iontového svazku (obr. 81b). Na obr. 81b lze vidět skluzové pásy, které se vyskytují především v oblasti, kde mají sousedící zrna malou disorientaci (charakterizovanou nízkým kontrastem šedi) na rozdíl od oblastí s větší disorientací zrn, ve kterých se skluzové pásy neobjevují.



a)

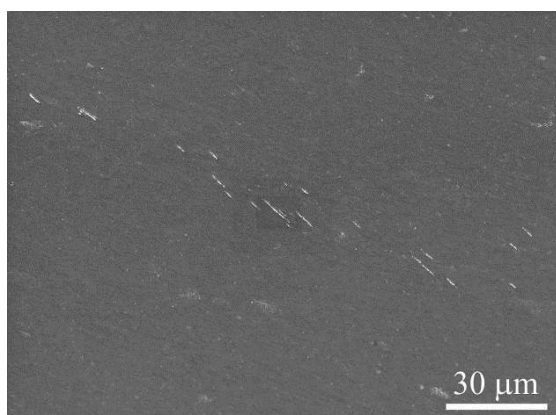
b)

Obr. 81: Skluzové pásy zobrazené pomocí a) SEM a b) FIB ($\sigma_a = 170$ MPa, $6,2 \times 10^6$ cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

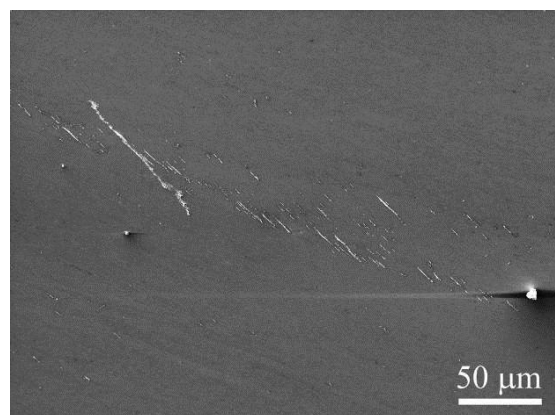
8.2.1.2 Iniciace únavových trhlin

Únavové trhliny v UFG Cu vznikají ve skluzových pásích. Jak bylo uvedeno v předchozí kapitole pojednávající o rozvoji skluzových pásů, není jejich vývoj kontinuální. Nelze tvrdit, že únavové trhliny se objeví v těch skluzových pásích, které se na povrchu zatěžovaného tělesa objeví jako první a které se zdají být nejvyvinutější. Příklad iniciace trhlin ve zkušebním tělese zatěžovaném amplitudou napětí 170 MPa po $6,2 \times 10^6$ cyklů je uveden na obr. 82. Na měrné délce bylo v tomto stádiu objeveno několik trhlin. Z porovnání pozorování stejných skluzových pásů po 950 000 cyklech a $6,2 \times 10^6$ cyklech je zřetelně patrné, že trhlina vznikla v oblasti, kde se sice vyskytovaly skluzové pásy již po 950 000 cyklech, ale v místě, kde předtím žádný skluzový pás nebyl vyvinut, případně kde skluzové pásy nebyly v porovnání s okolními nijak výrazné. Na obr. 82a jsou skluzové pásy na povrchu zkušebního tělesa po 950 000 cyklech a stejné místo pozorované po $6,2 \times 10^6$ cyklech, kde byla objevena trhlina, na obr. 82b. Obr. 82c, d ukazují stejné místo při větším zvětšení.

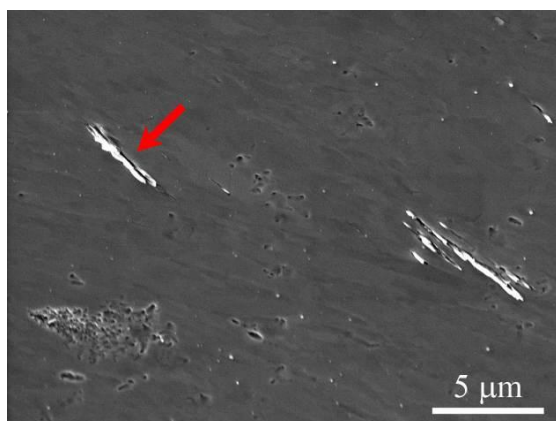
Použitím iontového svazku byla pozorována také struktura v oblasti skluzových pásů a trhliny. Na obr. 83 jsou vidět skluzové pásy a únavová trhlina zobrazené pomocí elektronového a iontového svazku. Z obr. 83b lze dobře vidět, že skluzové pásy leží v oblasti, kde je disorientace sousedících zrn velice malá. Také vzniklá trhlina (označená šipkou) leží v této oblasti, kde došlo i k její iniciaci a počátku šíření. Dále však zasahuje do oblasti, kde je již disorientace zrn větší a kde také dochází ke změně způsobu jejího šíření.



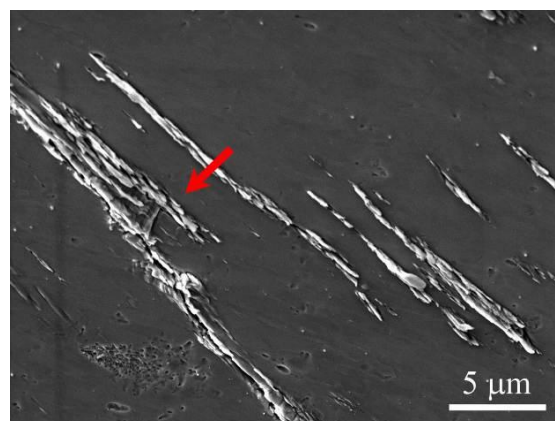
a)



b)

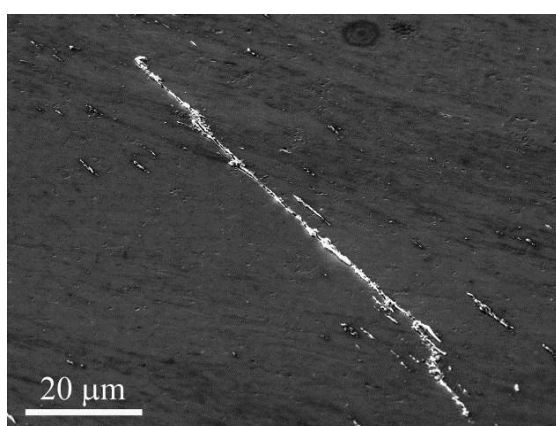


c)

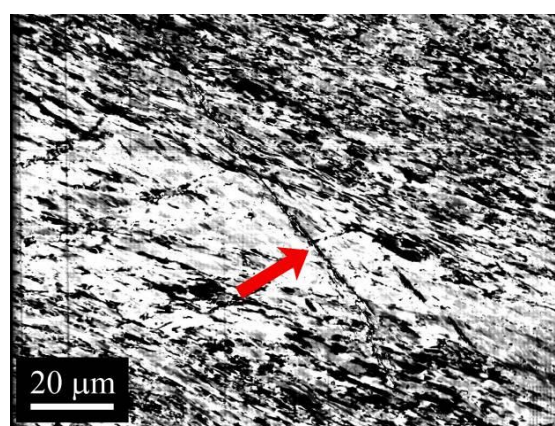


d)

Obr. 82: Skluzové pásy a vznik trhliny na povrchu zkušebního tělesa zatěžovaného amplitudou napětí 170 MPa. a) Místo pozorované po 950 000 cyklech a b) po $6,2 \times 10^6$ cyklech, kdy byla objevena trhlina. c) Skluzové pásy při větším zvětšení po 950 000 cyklech a d) místo, kde iniciovala trhlina, po $6,2 \times 10^6$ cyklech (osa zatěžování je orientovaná horizontálně).



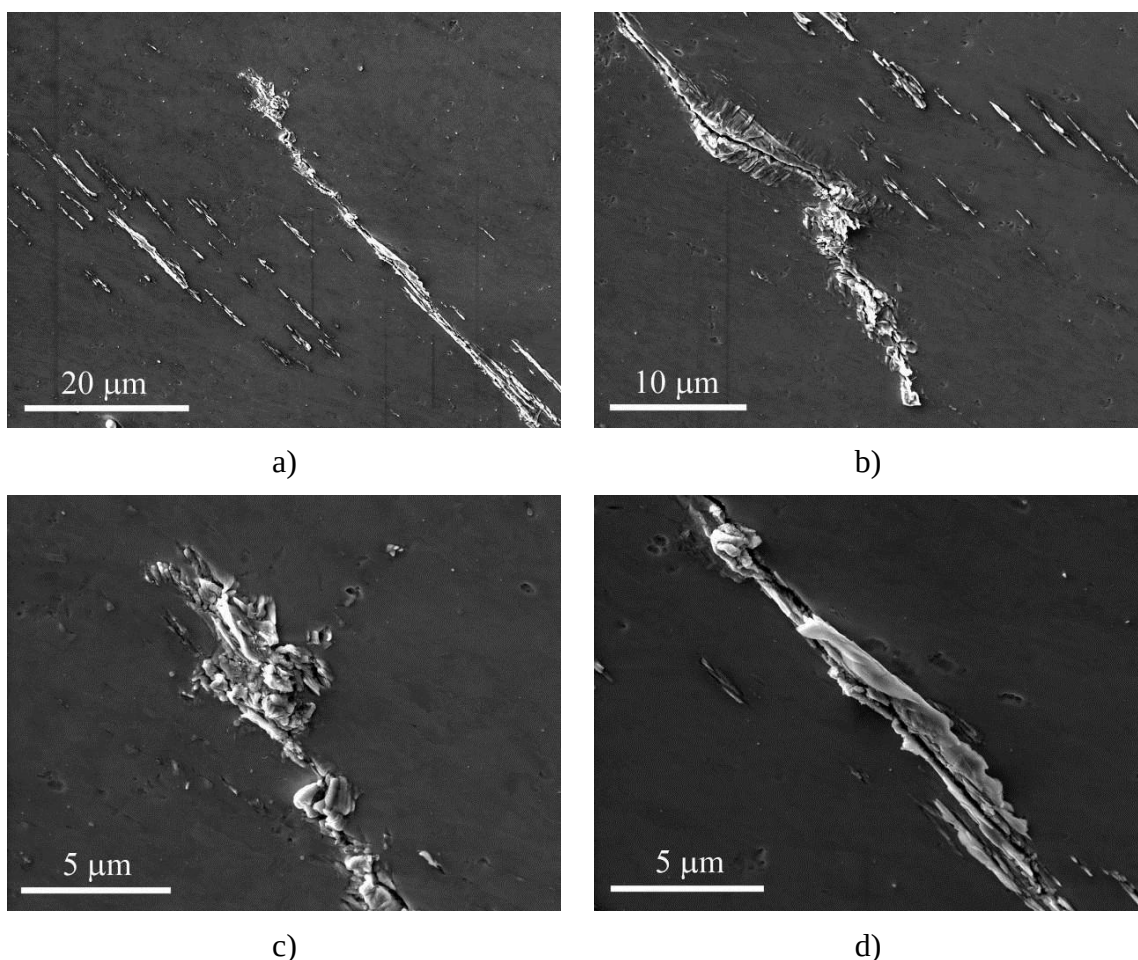
a)



b)

Obr. 83: Trhlina zobrazená pomocí a) SEM a b) FIB ($\sigma_a = 170$ MPa, $6,2 \times 10^6$ cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

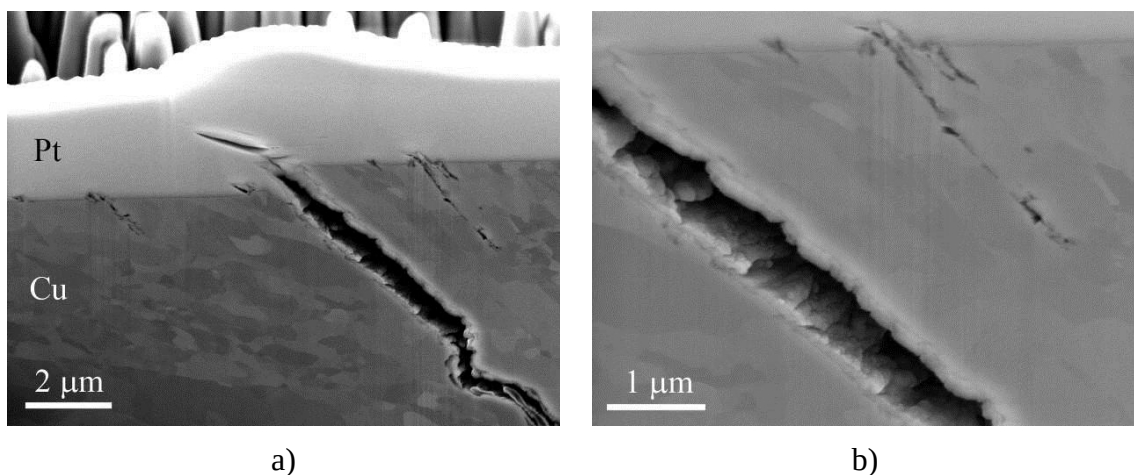
S rostoucí délkou trhliny a jejím přechodem do oblasti s větší disorientací zrn se povrchový reliéf kolem jejího čela mění. Na obou koncích trhliny, obr. 84, je patrné, že při přechodu trhliny do oblasti zrn s větší disorientací okolních zrn, jak je zobrazeno na obr. 83b, (a současně s nárůstem její délky) došlo ke změně způsobu šíření trhliny v porovnání s její střední částí, obr. 84a, b. Na obr. 84a až 84c jsou zobrazeny konce jedné z trhlín, na kterých lze vidět jak skluzový pás, vytvořený v důsledku únavového zatěžování (pás ve kterém trhlina vznikla), tak sekundárně vytvořené skluzové pásy, zejména v blízkosti špičky trhliny v její plastické zóně, které jsou výsledkem koncentrace napětí při růstu trhliny materiálem. Ve střední části trhliny, tj. v místě její iniciace a současně v oblasti, kde mají sousední zrna malou disorientaci, není zřejmá žádná sekundární skluzová aktivita, obr. 84d.



Obr. 84: a), b) Konce trhliny, kde je vidět přechod dvou způsobů jejího šíření, a okolní skluzové pásy; c) špička trhliny se sekundárně vytvořenými skluzovými pásy; d) střední část trhliny bez projevu sekundární skluzové aktivity ($\sigma_a = 170$ MPa, $6,2 \times 10^6$ cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

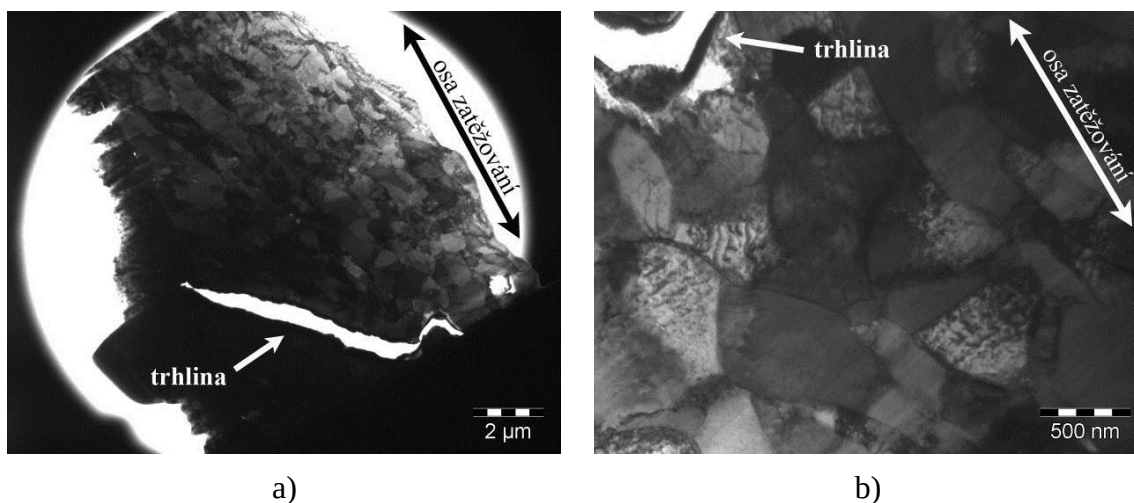
Ve střední části jedné z trhlín byl pomocí iontového svazku proveden kolmý řez, který je ukázán na obr. 85a. Hranice mezi ochrannou platinovou vrstvou a mědí odpovídá povrchovému reliéfu. Únavová trhlina prochází materiálem od povrchu pod úhlem přibližně 45° a je značně otevřená. Otevření činí asi $1 \mu\text{m}$. Zřetelné je výrazné posunutí materiálu na obou stranách trhliny. V blízkosti trhliny je také vidět kolmý řez několika skluzovými pásy. Při větším zvětšení, obr. 85b, je dobře patrný povrchový

relíéf s extruzemi a poškození pod povrchem způsobené únavovým zatěžováním. Orientace podpovrchového poškození je stejná jako orientace trhliny a odpovídá rovině maximálního smykového napětí.



Obr. 85: a) Kolmý řez únavovou trhlinou v její střední části a skluzovými pásy v jejím okolí, b) detail skluzových pásů a trhliny těsně pod povrchem zkušebního tělesa ($\sigma_a = 170$ MPa, $6,2 \times 10^6$ cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

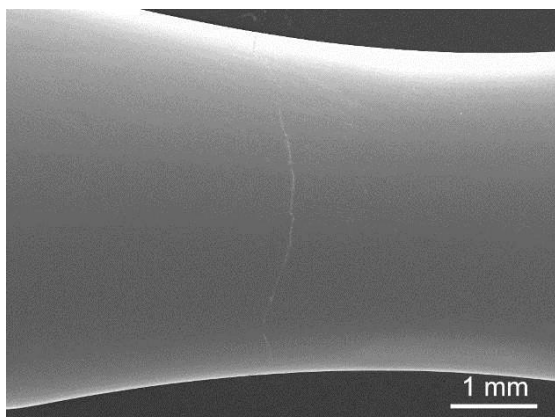
S cílem vyšetřit dislokační strukturu v okolí trhliny byla z lamely s trhlinou, která je ukázána na obr. 85, postupným ztenčováním iontovým svazkem připravena fólie pro TEM, obr. 86a. Na obrázku je vidět fólie s trhlinou a dislokační struktura v blízkosti únavové trhliny, která je při větším zvětšení na obr. 86b. Struktura obsahuje lehce disorientované přibližně ekviaxiální dislokační buňky s úzkými hranicemi.



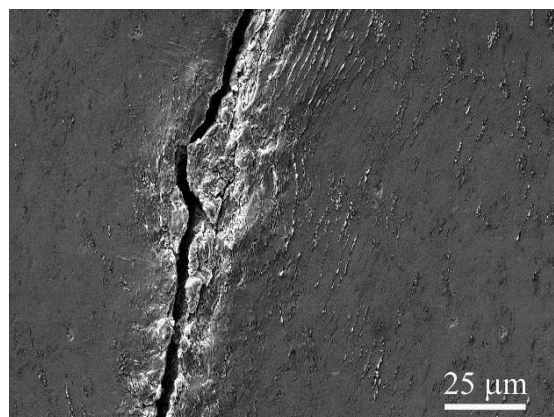
Obr. 86: a) TEM fólie s dislokační strukturou v blízkosti trhliny, b) při větším zvětšení ($\sigma_a = 170$ MPa, $6,2 \times 10^6$ cyklů).

8.2.2 Gigacyklové zatěžování

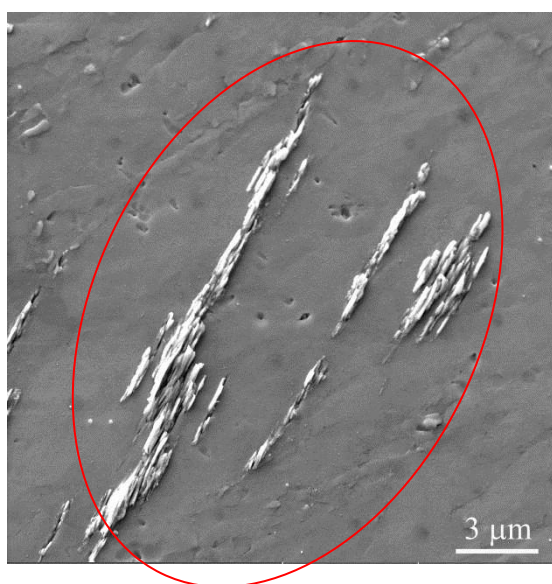
Gigacyklové zatěžování, provedené s cílem vyšetřit rozvoj skluzových pásů bylo provedeno stupňovitě se zvyšující se amplitudou napětí. Na jednotlivých stupních bylo aplikováno vždy řádově 10^{10} cyklů. Skluzové pásy se na povrchu objevily až od jisté hodnoty amplitudy napětí. Jejich rozložení nebylo rovnoměrné. Největší množství skluzových pásů se objevilo v okolí trhliny. Přítomnost těchto pásů však souvisí se šířením trhliny. Hustota skluzových pásů v ostatních částech měrné části zkušebního tělesa byla nízká. Příklad únavové trhliny je na obr. 87, na obr. 88 je detail trhliny s dobře viditelnými skluzovými pásy.



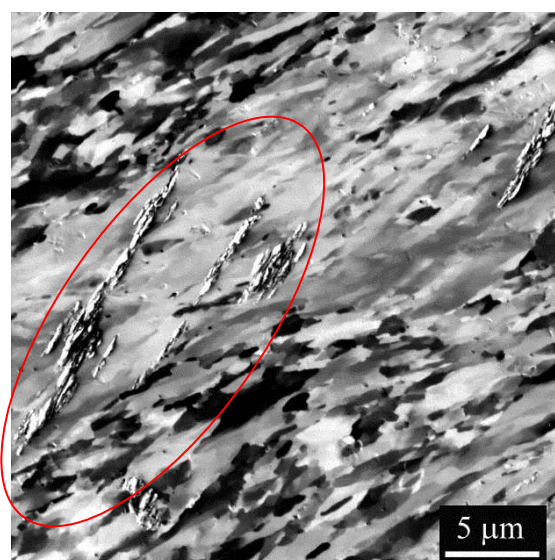
Obr. 87: Zkušební těleso s trhlinou po gigacyklovém zatěžování.



Obr. 88: Detail únavové trhliny (osa zatěžování je orientovaná horizontálně).



a)



b)

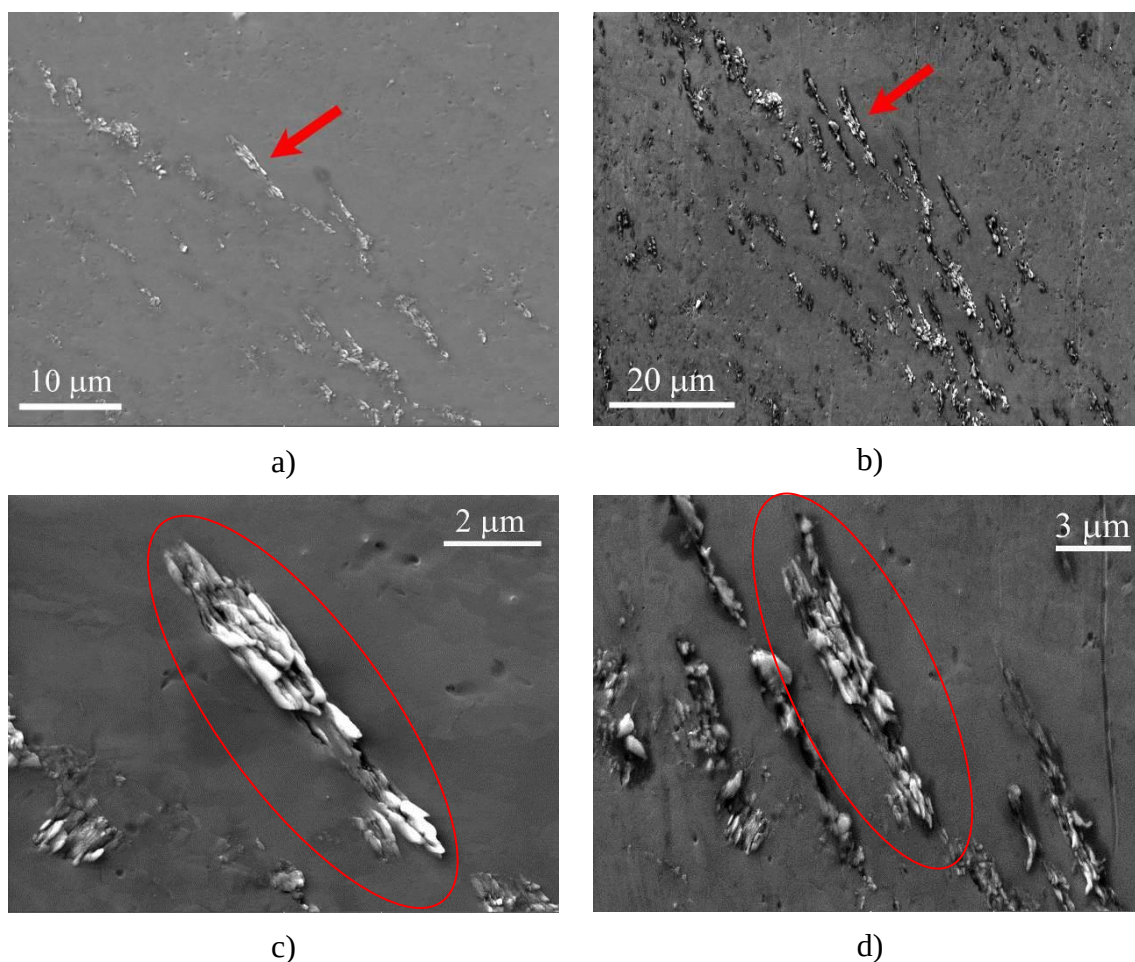
Obr. 89: a) Skluzové pásy pozorované pomocí SEM a b) pomocí FIB ($\sigma_a = 130$ MPa, $5,18 \times 10^9$ cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

Skluzové pásy pozorované pomocí SEM na povrchu zkušebního tělesa zatěžovaného amplitudou napětí 130 MPa jsou ukázány na obr. 89a. Stejná oblast, ale zobrazená pomocí svazku iontů, je na obr. 89b. Na tomto snímku lze dobře pozorovat

i strukturu materiálu. Je vidět, že skluzové pásy vznikly v oblasti, kde je nízký kontrast sousedních zrn, tedy kde mají jednotlivá zrna přibližně stejnou orientaci („zone of near-by oriented grains“). Zrna mimo tuto oblast mají výrazně vyšší rozdíl v kontrastu a jsou tedy různě orientovaná. Efekt lokalizace skluzových pásů do oblastí s nízkou vzájemnou disorientací zrn je tedy společný vysokocyklové (obr. 81) i gigacyklové únavě. Z obr. 81 a 89 dále plyne, že délka skluzových pásů výrazně převyšuje průměrnou velikost zrna.

8.2.2.1 Rozvoj skluzových pásů

Stejně jako v případě vysokocyklového zatěžování, bylo i v oblasti zatěžování gigacyklového provedeno pozorování rozvoje skluzových pásů. Zkušební těleso bylo zatěžováno po dobu $1,18 \times 10^{10}$ cyklů na amplitudě napětí 110 MPa, ale toto zatěžování nevedlo ke vzniku skluzových pásů. Amplituda napětí byla proto poté zvýšena na 120 MPa a zkušební těleso zatěžováno dalších 1×10^{10} cyklů, což již vedlo ke vzniku povrchového reliéfu (obr. 90a). Po dalším zatěžování s amplitudou napětí 120 MPa, které vedlo po dalších $2,17 \times 10^8$ cyklech k lomu, bylo v SEM pozorováno totéž místo



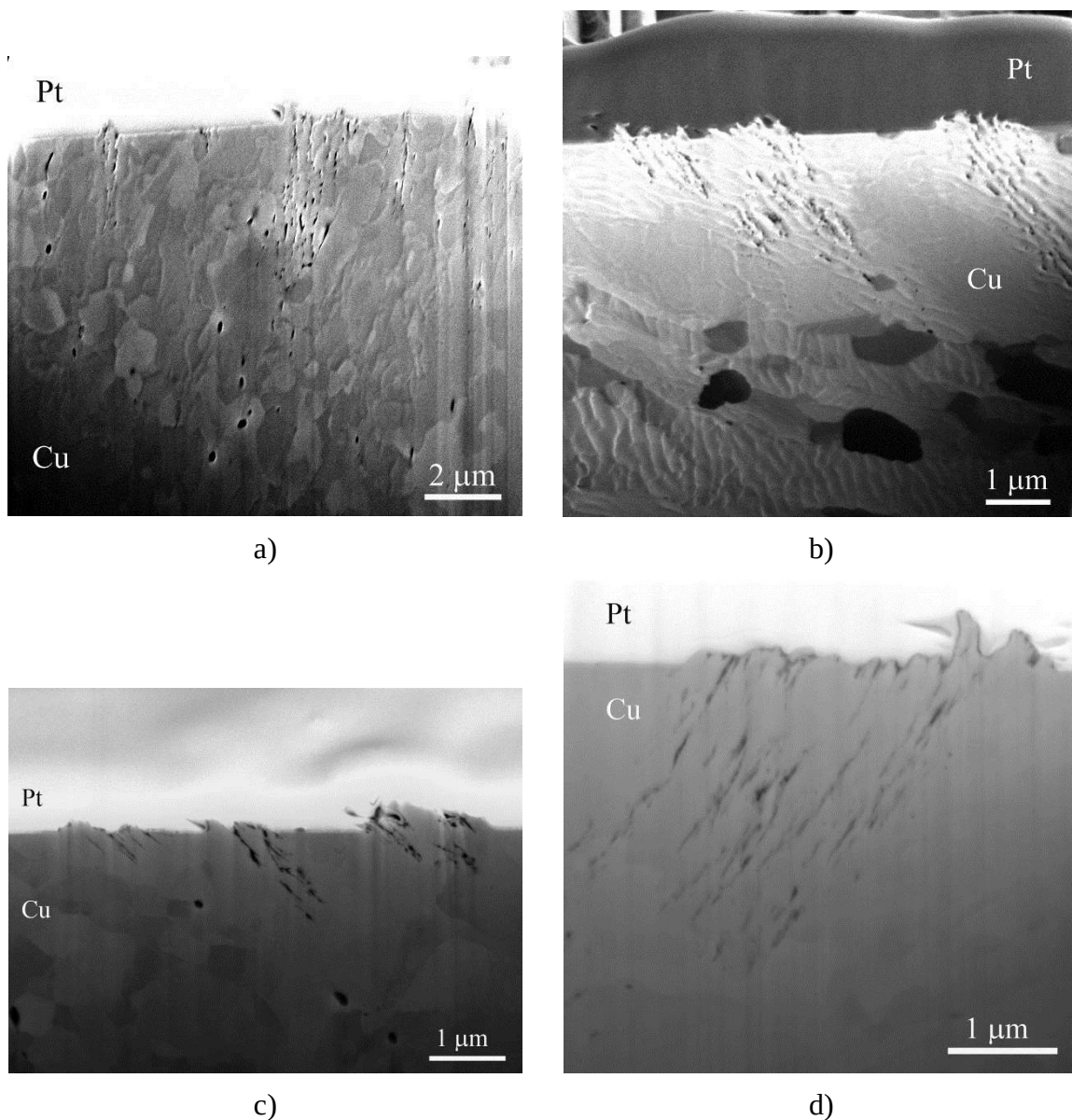
Obr. 90: a) Povrchový reliéf po 1×10^{10} cyklech s amplitudou napětí 120 MPa b) a po následném zatěžování po $2,17 \times 10^8$ cyklů; c) detail skluzového pásu z a), d) detail skluzového pásu z b) (osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

(obr. 90b). Na obr. 90c je detail skluzového pásu z obr. 90a a na obr. 90d detail stejného pásu z obr. 90b, tedy po dalším cyklování. Na základě porovnání lze konstatovat, že

nedošlo k výraznějšímu rozvoji dříve pozorovaného skluzového pásu, nicméně v jeho okolí se objevilo větší množství nových skluzových pásů.

8.2.2.2 *Iniciace únavových trhlin*

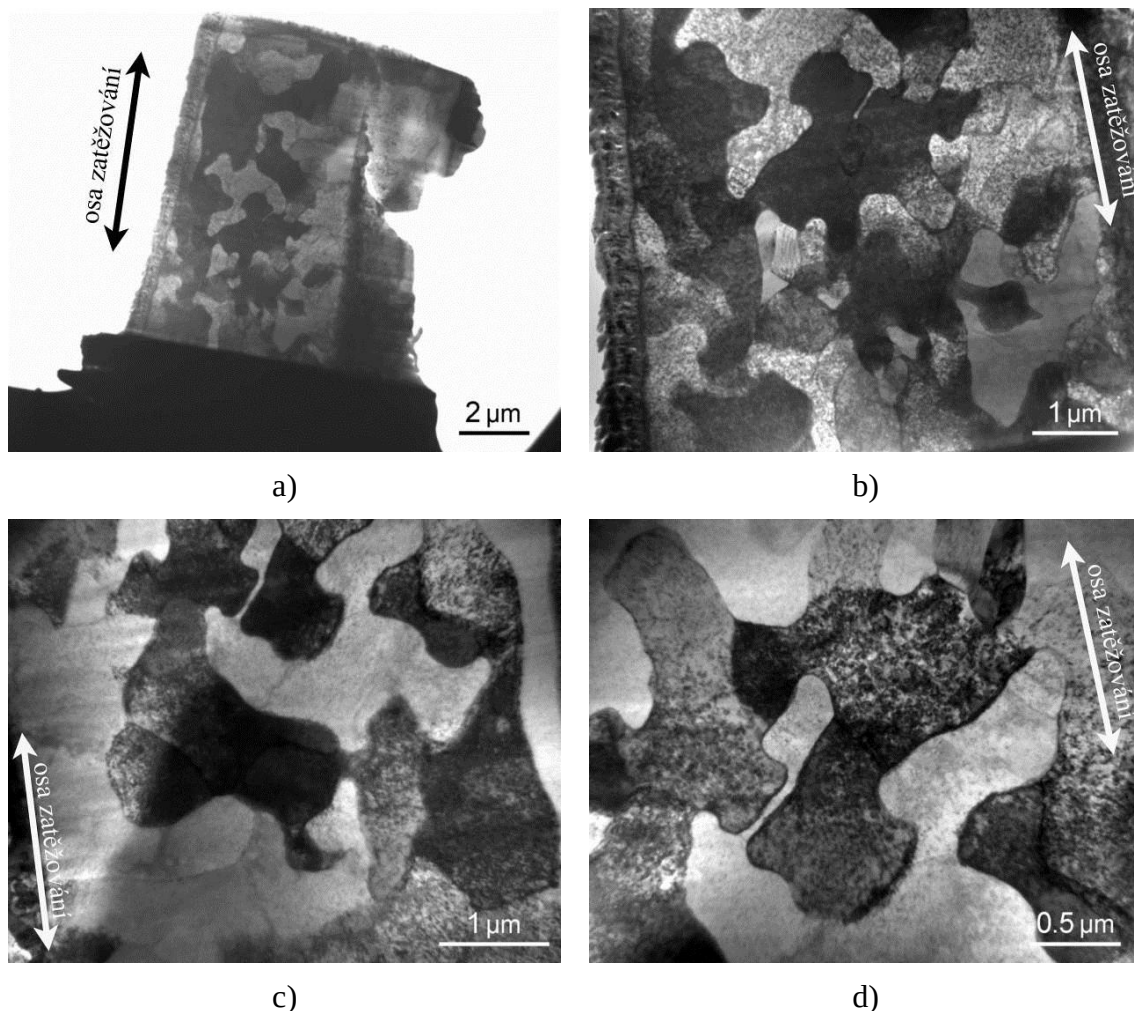
Pomocí svazku iontů byl v místě, kde se nacházely skluzové pásy, proveden kolmý řez, který je zobrazen na obr. 91a pomocí svazku elektronů a na obr. 91b pomocí svazku iontů. Z důvodu ochrany povrchového reliéfu byla s použitím FIB před



Obr. 91: a) Oblast pod skluzovými pásy pozorovaná pomocí elektronového svazku a b) iontového svazku; c) a d) povrchový reliéf a podpovrchové poškození při větším zvětšení ($\sigma_a = 130 \text{ MPa}$, $5,18 \times 10^9$ cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

odebíráním materiálu na povrch zkušebního tělesa nanесena vrstva platiny, která je na snímcích dobře viditelná. Pod ní se nachází původní reliéf vytvořený při únavovém zatěžování. Pod povrchem je vidět poškození ve formě kavit a protažených dutin, které se lokalizují v přibližně rovnoběžných pásích šikmo k povrchu pod úhlem asi 45° ve směru největšího smykového napětí. Některé z nich jsou přímo spojené s povrchovým

relíefem (konkrétně v místech, kde se v případě únavového poškození Cu s konvenční velikostí zrna tvoří intruze), což je dobře viditelné na obr. 91c a 91d. Tyto soustavy kavit představují místa nukleace únavových trhlin. Zdá se, že existuje korelace mezi výškou extruze a hloubkou, do které soustavy kavit zasahují. Čím více vystupují skluzové pásy nad povrch zkušebního tělesa, tím hlouběji zasahuje podpovrchové poškození do materiálu.

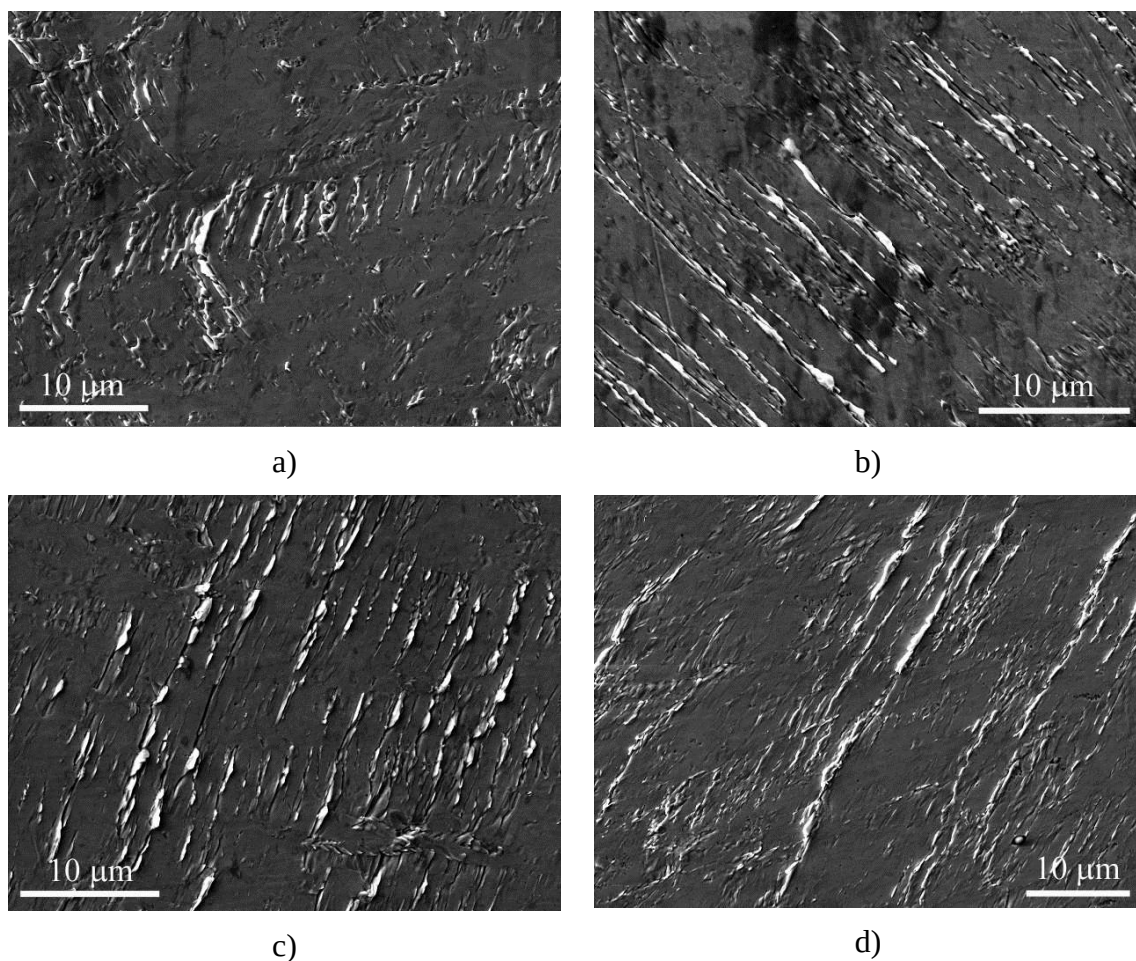


Obr. 92: a) Fólie připravená pomocí FIB z oblasti pod skluzovými pásy; b), c) a d) mikrostruktura UFG Cu po gigacyklovém zatěžování při větším zvětšení pozorovaná v TEM ($\sigma_a = 130 \text{ MPa}$, $5,18 \times 10^9$ cyklů).

FIB technologie nabízí možnost přípravy fólie pro TEM z předem lokalizovaného místa. Tímto postupem byla připravena fólie postupným ztenčováním kolmého řezu do materiálu, který je ukázán např. v obr. 91. Obr. 92 reprezentuje mikrostrukturu UFG mědi v oblasti velice blízko pod povrchovým reliéfem vytvořeným na zkušebním tělese v důsledku gigacyklového zatěžování. V porovnání s mikrostrukturou po ECAP procesu, obr. 54, je zřejmé, že dislokační struktura je jiná. Buňky jsou větší, jejich rozměr je asi $1 \mu\text{m}$, mají velmi ostré a úzké hranice a zaoblené tvary. Struktura připomíná buňkovou strukturu Cu s konvenční velikostí zrna po deformaci v nízkocyklové oblasti. Dislokační hustota uvnitř buněk je nízká. Na fólii lze pozorovat poškození iontovým svazkem.

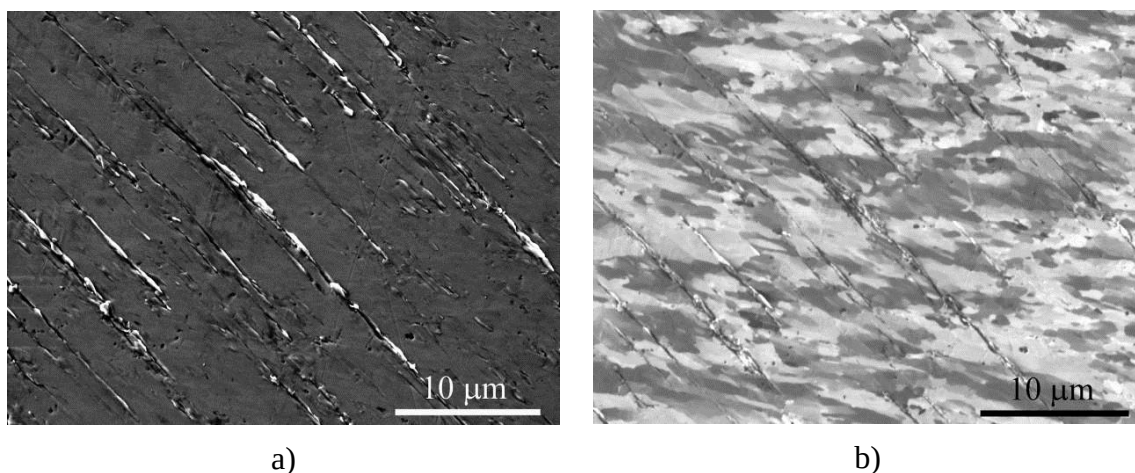
8.2.3 Zatěžování s konstantní amplitudou plastické deformace

Analogicky jako v případě symetrického zatěžování s konstantní silou, tak i v případě zatěžování s konstantní amplitudou plastické deformace byl pozorován povrch zkušebního tělesa po únavové zkoušce. Povrchový reliéf po zatěžování amplitudou plastické deformace $\varepsilon_{ap} = 8 \times 10^{-4}$ po 5801 cyklů je ukázán na obr. 93a až 93d. Snímky odpovídají přibližně středu měrné délky a vzájemně se liší otočením o 90° okolo osy zatěžování. Majoritní orientace skluzových pásů odpovídá přibližně stopě poslední skluzové roviny při ECAP procesu. Existují však i lokální oblasti, kde je toto přibližné pravidlo porušeno.



Obr. 93: Skluzové pásy po celém obvodu zkušebního tělesa vytvořené po 5801 cyklech s amplitudou plastické deformace $\varepsilon_{ap} = 8 \times 10^{-4}$ (osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

Povrchový reliéf po namáhání s konstantní amplitudou plastické deformace vykazuje zřejmé odlišnosti od reliéfu, který vyvolává zatížení s konstantní amplitudou napětí. Skluzové pásy se tvoří velmi brzy na počátku zatěžování. Na rozdíl od zatěžování v režimu s konstantní silou se skluzové pásy při zatěžování s konstantní amplitudou plastické deformace netvoří preferenčně v oblastech s nízkou disorientací sousedních zrn, ale procházejí celou strukturou bez ohledu na to, zda se jedná o oblast zrn s nízkou nebo vysokou disorientací zrn. To je dokumentováno na obr. 94b.



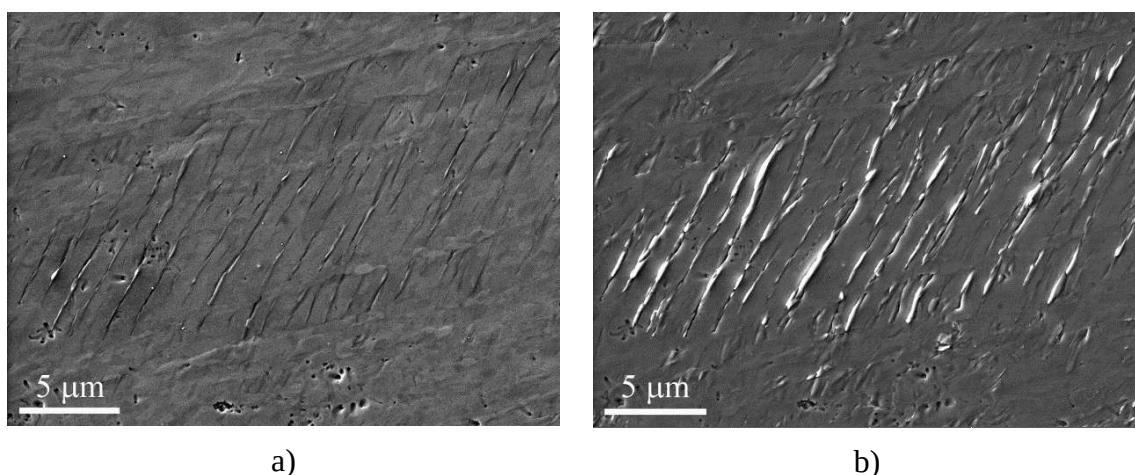
a)

b)

Obr. 94: a) Skluzové pásy vzniklé na povrchu zkušebního tělesa zatěžovaného s konstantní amplitudou plastické deformace $\varepsilon_{ap} = 8 \times 10^{-4}$ po dobu 5801 cyklů a pozorované pomocí elektronového a b) iontového svazku (stejně místo, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

8.2.3.1 Rozvoj skluzových pásů

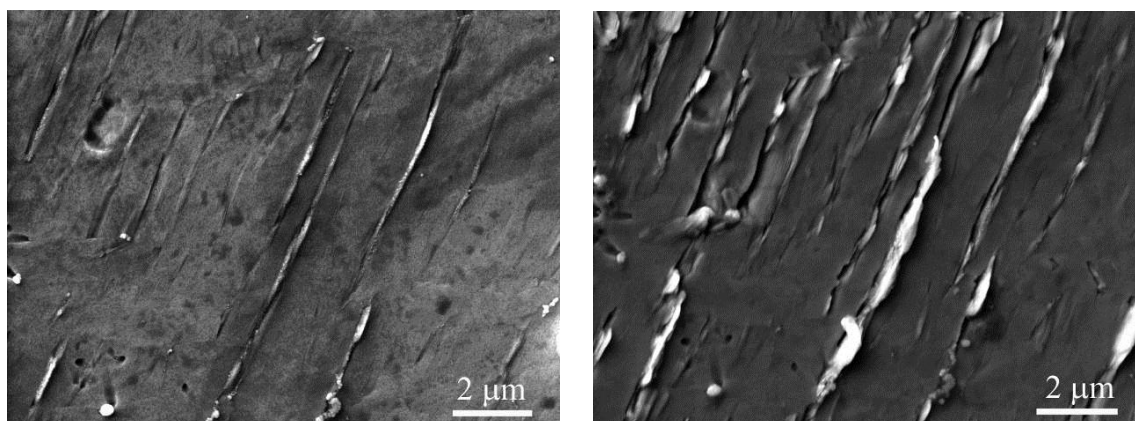
V porovnání s únavovým zatěžováním v režimu řízené síly, kdy skluzové pásy vznikají postupně v průběhu cyklického zatěžování, během kterého se stále tvoří pásy nové, pozorování dynamiky rozvoje pásů při namáhání s konstantní amplitudou plastické deformace indikuje, že v tomto zatěžovacím režimu je tomu jinak. Porovnání v obr. 95 a obr. 96 vede k závěru, že velká většina skluzových pásů vznikla již na začátku zatěžování a po dalším cyklování až do 5801 cyklů došlo pouze k nárůstu již dříve vzniklých skluzových pásů.



a)

b)

Obr. 95: Skluzové pásy po zatěžování s řízenou amplitudou plastické deformace $\varepsilon_{ap} = 8 \times 10^{-4}$ a) po 500 cyklech a b) po 5801 cyklech (stejně místo, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).



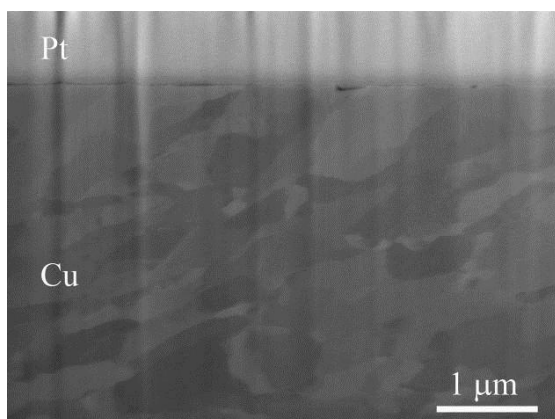
a)

b)

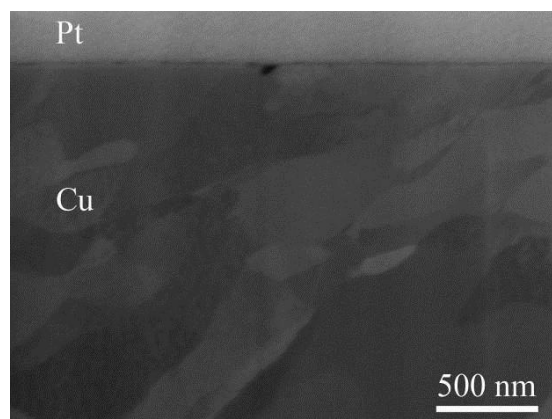
Obr. 96: Skluzové pásy ($\varepsilon_{ap} = 8 \times 10^{-4}$) a) po 500 cyklech a b) po 5801 cyklech (stejně místo, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

8.2.3.2 Iniciace únavových trhlin

Analogicky jako v případě únavových zkoušek s řízenou amplitudou napětí byla i v případě zatěžování s řízenou plastickou deformací zkoumána oblast pod skluzovými pásy. Pomocí iontového svazku byl proveden kolmý řez do materiálu (kolmo k povrchu zkušebního tělesa) a pozorován povrchový reliéf pod platinovou vrstvou a podpovrchové poškození způsobené únavovým zatěžováním. Toto pozorování bylo provedeno na zkušebním tělese zatěžovaném amplitudou plastické deformace $\varepsilon_{ap} = 8 \times 10^{-4}$ a to jak po 500 cyklech (obr. 97), tak po 5801 cyklech (obr. 98). Povrchový reliéf je zřetelný v obou případech, nicméně po vyšším počtu cyklů je mnohem výraznější. Navíc po 5801 cyklech je již možné pozorovat i podpovrchové porušení materiálu rozkládající se od povrchu do hloubky v rámci jednoho zrna. Ve srovnání s vysokocyklovým (obr. 85) a gigacyklovým zatěžováním (obr. 91) je možno konstatovat, že v případě zatěžování s řízenou amplitudou plastické deformace se charakter poškození pod povrchem liší a lze ho charakterizovat jako trhliny vzniklé smykovým módem I. V materiálu se nevyskytují kavity a dutiny.

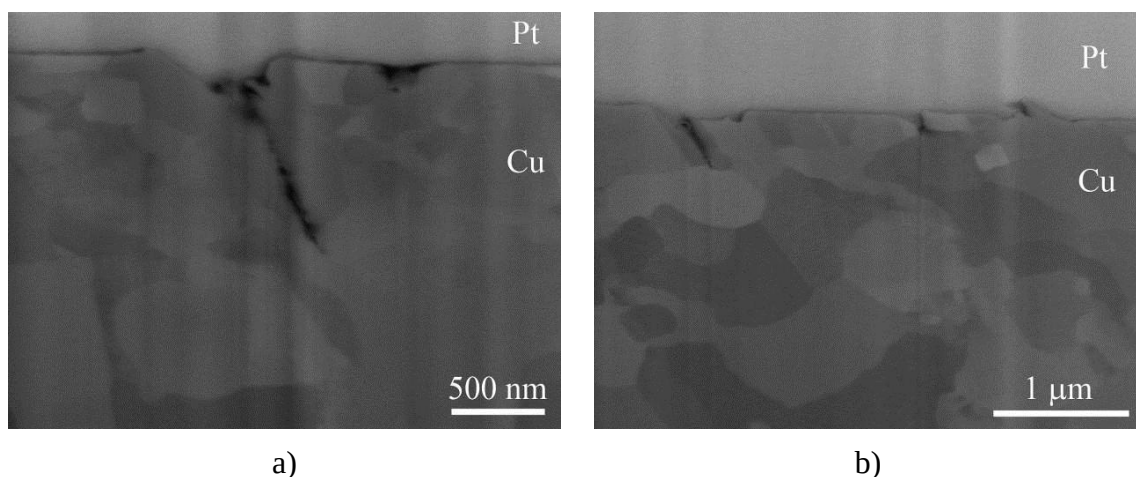


a)



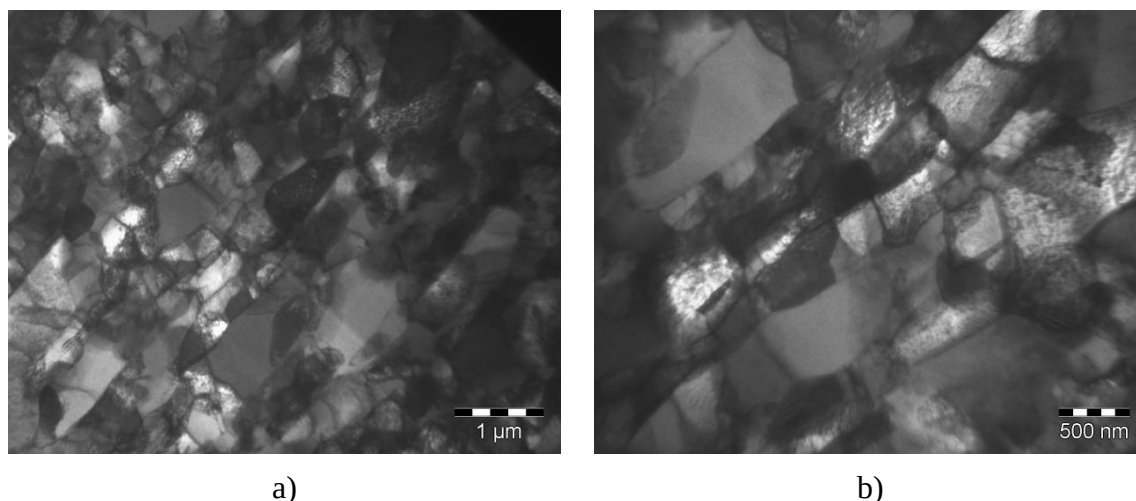
b)

Obr. 97: Oblast pod skluzovými pásy po 500 cyklech ($\varepsilon_{ap} = 8 \times 10^{-4}$) pozorovaná pomocí SEM (osa zatěžování je orientovaná horizontálně).



Obr. 98: Povrchový reliéf a podpovrchové poškození po 5801 cyklech ($\varepsilon_{ap} = 8 \times 10^{-4}$) pozorovaný pomocí SEM (osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

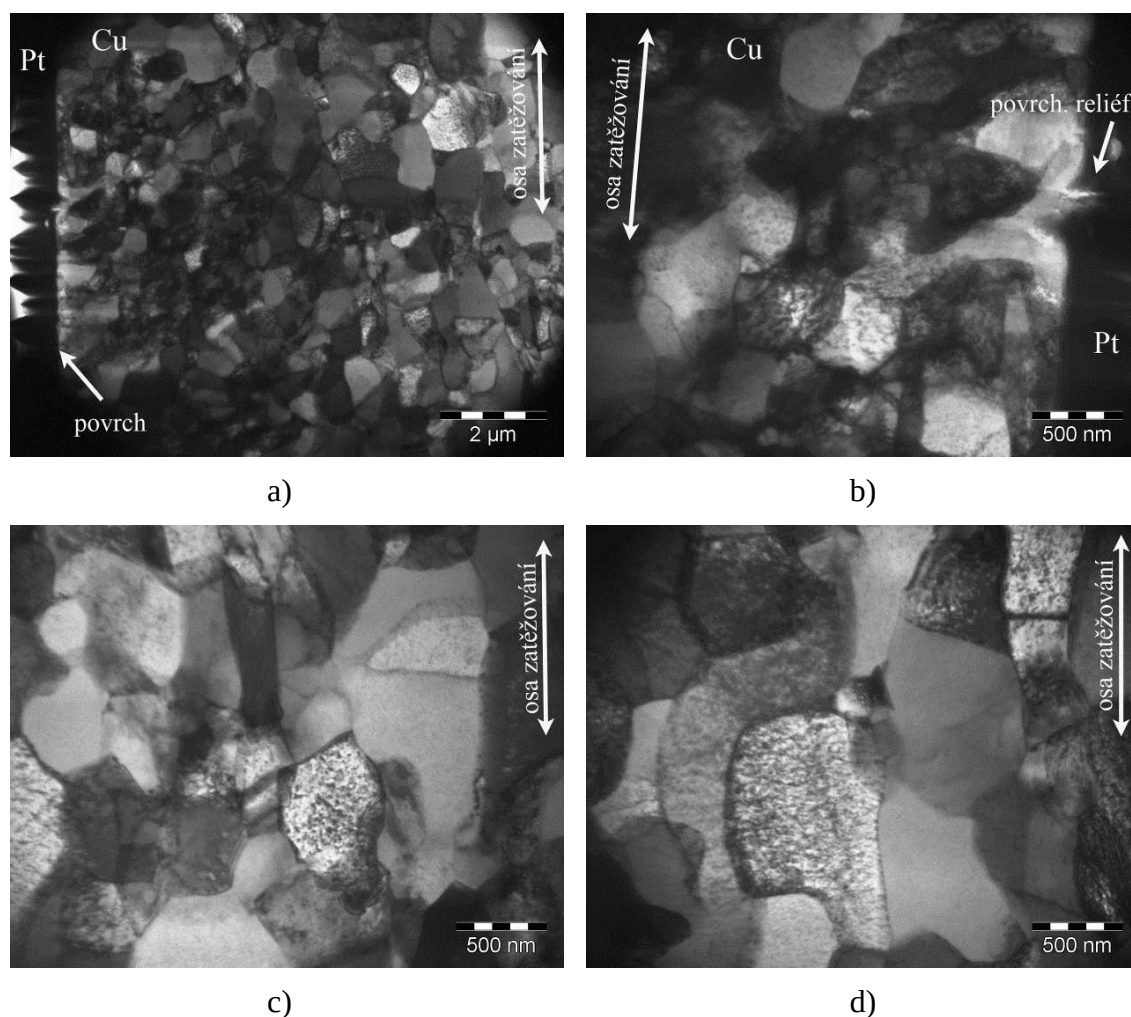
Na obr. 97 a 98 lze ve zobrazení sekundárních elektronů sledovat mikrostrukturu materiálu po únavovém zatěžování. Při porovnání velikosti zrn s nezatěžovaným materiálem i materiálem po zatěžování v režimu řízené síly lze konstatovat, že je v případě zatěžování v režimu řízené amplitudy plastické deformace velikost zrn větší. Přesná kvantifikace změn velikosti provedena nebyla. Nicméně lze konstatovat, že průměrná velikost zrn ve sledované oblasti je cca 1 μm . S určitostí lze však uzavřít, že v okolí skluzových pásů nebyla pozorována bimodální struktura, resp. vznik velkých rekrystalizovaných zrn.



Obr. 99: Mikrostruktura UFG Cu po 500 cyklech zatěžované s konstantní amplitudou plastické deformace ($\varepsilon_{ap} = 8 \times 10^{-4}$) pozorovaná pomocí TEM.

Pomocí iontového svazku byly připraveny fólie z bezprostřední blízkosti skluzových pásů pro pozorování v TEM. Mikrostruktura v oblasti pod skluzovými pásy po 500 cyklech je na obr. 99, po dalším zatěžování potom na obr. 100. Po 500 cyklech se ve struktuře objevují některá větší zrna o velikosti kolem 1 μm . Mikrostruktura po dalším zatěžování (obr. 100) neukazuje žádné výrazné zhrubnutí struktury. Na obr. 100a je vidět téměř celá fólie připravená pomocí fokusovaného iontového svazku pokrytá na povrchu vrstvou platiny, která chrání povrchový reliéf. Detail povrchového reliéfu pod

vrstvou platiny je zobrazen na obr. 100b a na obr. 100c a d je detail mikrostruktury pod povrchem.

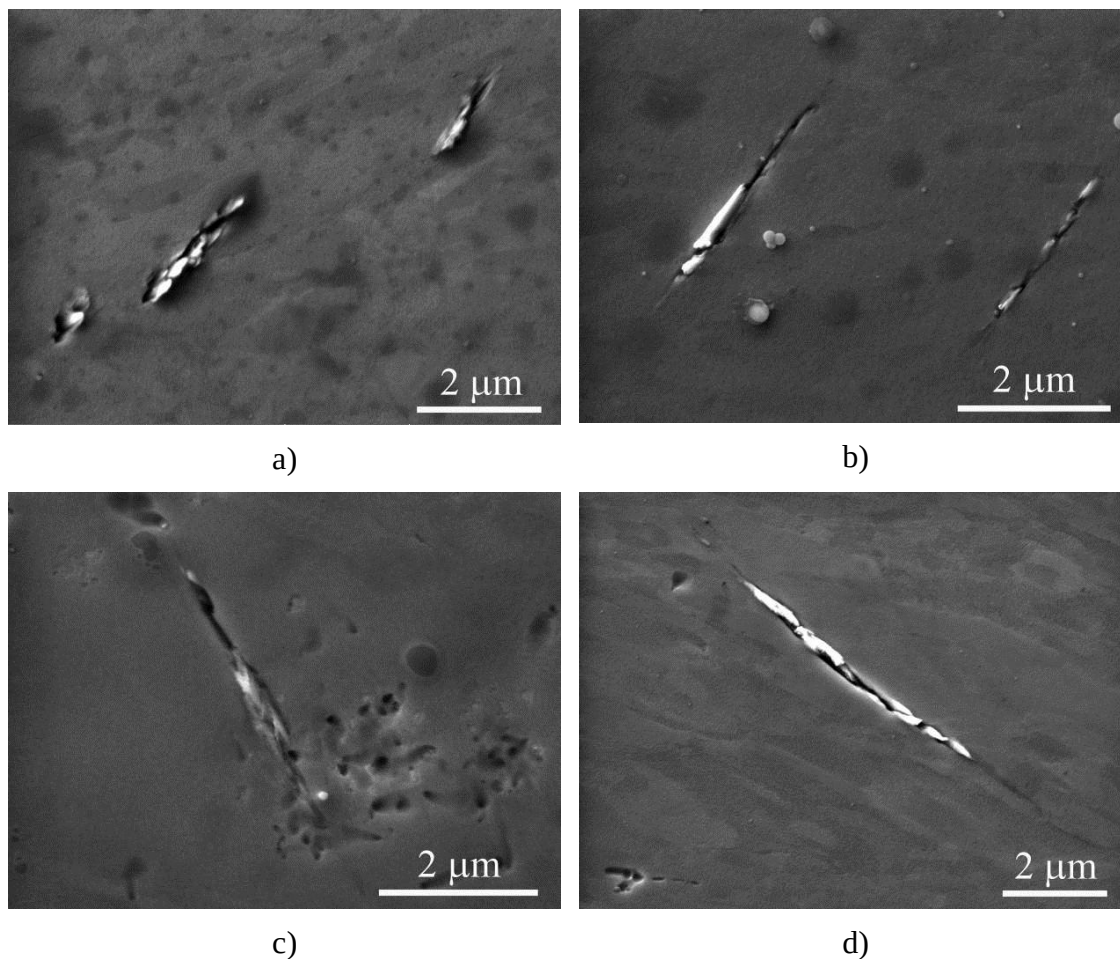


Obr. 100: a) Mikrostruktura UFG Cu pod skluzovými pásy ($\epsilon_{ap} = 8 \times 10^{-4}$) pozorovaná pomocí TEM po 5801 cyklech, b) detail povrchového reliéfu a mikrostruktura těsně pod povrchem, c) a d) detail mikrostruktury pod povrchem.

8.2.4 Zatěžování se středním napětím

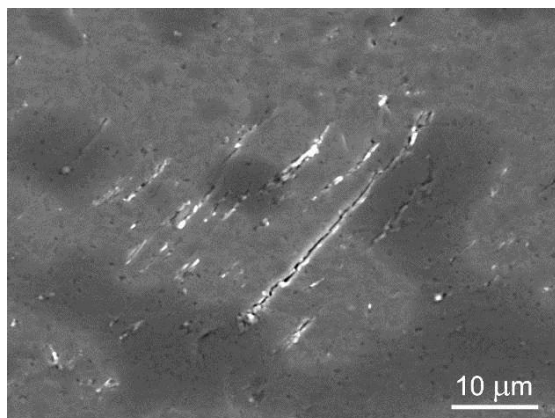
Pozorování povrchu cyklicky namáhaných těles se středním napětím prokázalo vznik povrchového reliéfu v důsledku cyklické plastické deformace a její lokalizaci ve formě skluzových pásů. Na obr. 101 jsou zobrazeny skluzové pásy postupně po celém obvodu zkušebního tělesa, snímky jsou pořízeny vždy při otočení zkušebního tělesa o 90 %, přičemž skluzové pásy jsou orientovány ve směru stopy poslední smykové roviny ECAP procesu. Tento projev chování materiálu je velmi podobný tomu, který byl pozorován při symetrickém únavovém namáhání v režimu řízené síly. Při větším zvětšení jsou dobře patrné extruze a později se vyvíjející trhliny ve skluzových pásích. V některých případech jsou v cyklických skluzových pásích iniciovány trhliny (obr. 102a), které se velmi brzy stáčí do směru kolmého na působící hlavní napětí (obr. 102b). S rostoucím počtem cyklů dochází ke spojování trhlín a posléze ke vzniku

magistrální trhliny. Rozvíjející se trhliny vykazují na rozdíl od zatěžování v symetrickém cyklu výrazně větší otevření (obr. 103), což je důsledkem vzniku jednosměrné (cyklické creepové) deformace během zkoušky s vysokým středním napětím.

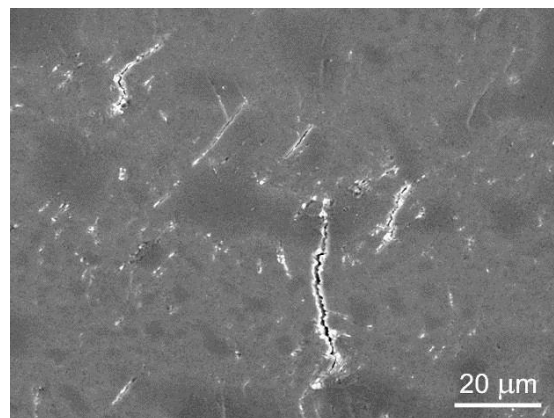


Obr. 101: Skluzové pásy po celém obvodu zkušebního tělesa po zatěžování se středním napětím 200 MPa a amplitudou napětí 160 MPa po 400 000 cyklů (osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

Při pozorování charakteru a orientace únavových pásů v této práci se ukazuje, že stopy jsou rovnoběžné nejen se stopou poslední smykové roviny ECAP procesu, ale také se stopami smykových rovin souvisejících s předcházejícími průchody ECAP komorou (obr. 104). Charakteristickým rysem je nehomogenita cyklické deformace. Na povrchu jsou patrné oblasti, ve kterých je hustota skluzových stop podstatně vyšší než jinde. Skluzové stopy jsou v těchto oblastech orientovány vzájemně rovnoběžně.

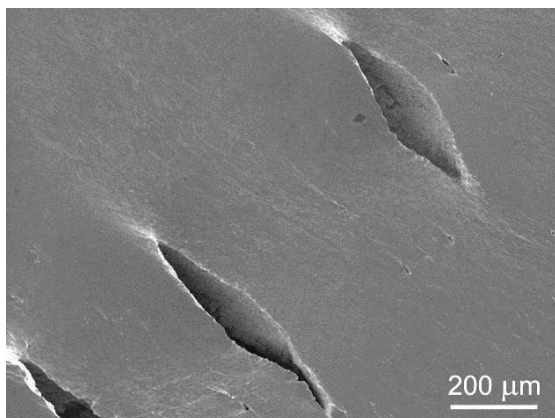


a)

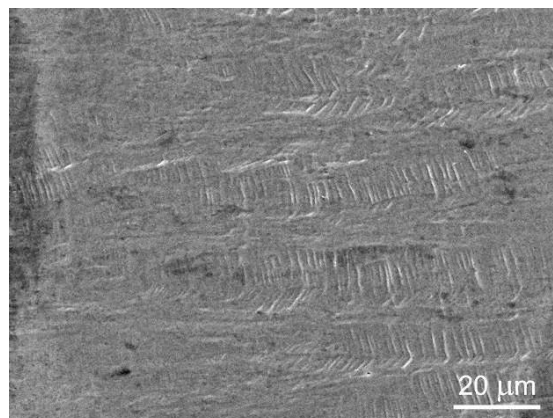


b)

Obr. 102: a) Únavové skluzové stopy a vyvíjející se trhliny, b) z nichž některé se později stáčí kolmo na působící napětí ($\sigma_m = 200$ MPa, $\sigma_a = 160$ MPa, 334 900 cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

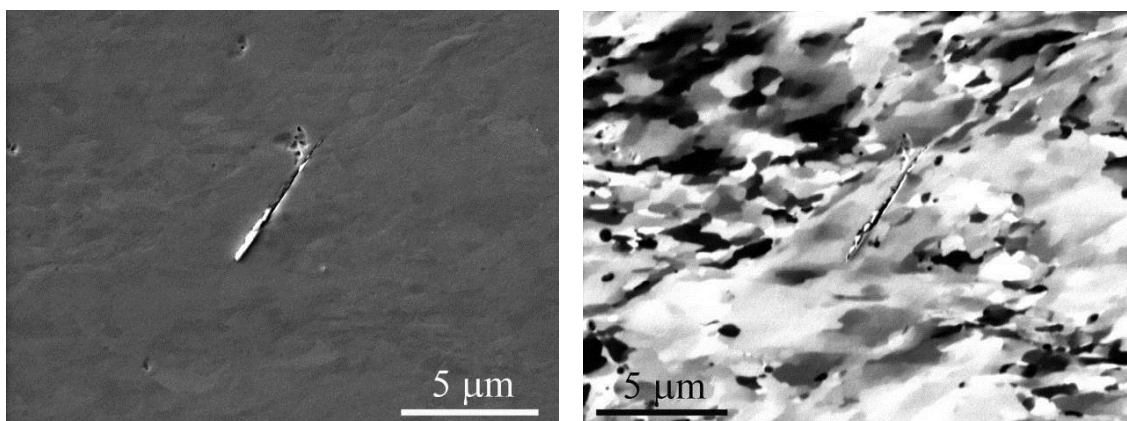


Obr. 103: Únavové trhliny pozorované na povrchu po lomu zkušebního tělesa zatěžovaného se středním napětím 200 MPa a amplitudou napětí 160 MPa po 334 900 cyklů (osa zatěžování je orientovaná horizontálně).



Obr. 104: Oblasti s různou hustotou a orientací skluzových stop ($\sigma_m = 200$ MPa, $\sigma_a = 160$ MPa, 334 900 cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

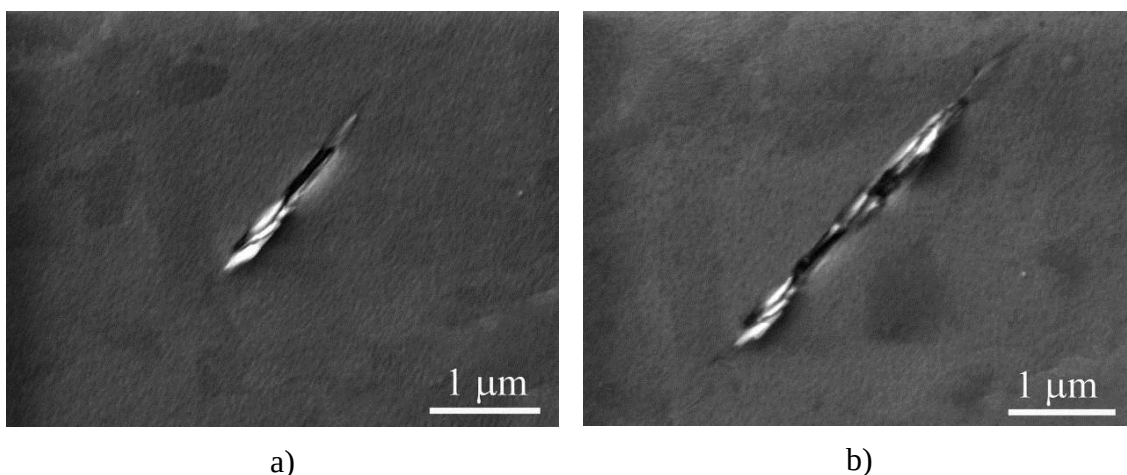
Pozorování struktury pomocí iontového svazku ukázalo, že stejně jako při symetrickém zatěžování i při asymetrickém zatěžování se skluzové pásy tvoří v oblastech s nízkou disorientací okolních zrn, obr. 105. Ve vzdálenějším okolí pásu lze pozorovat ultrajemnozrnnou strukturu s výrazně vyšší disorientací.



Obr. 105: Skluzový pás zobrazený pomocí a) elektronového a b) iontového svazku s viditelnou strukturou ($\sigma_m = 200$ MPa, $\sigma_a = 160$ MPa, 400 000 cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

8.2.4.1 Rozvoj skluzových pásů

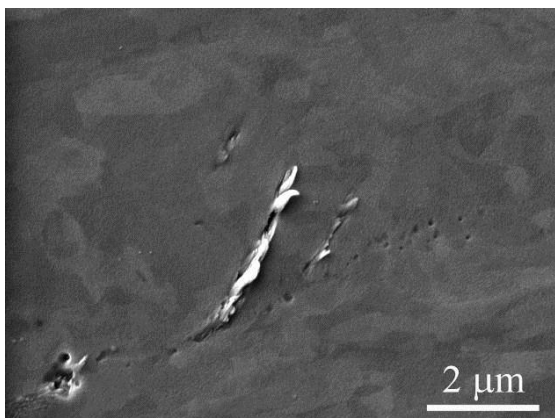
Rozvoj skluzových pásů byl pozorován na zkušebním tělese zatěžovaném se středním napětím 200 MPa a amplitudou napětí 160 MPa. Vývoj povrchového reliéfu byl sledován průběžně během únavového zatěžování, nicméně první pásy byly objeveny až po 300 000 cyklech. Další pozorování bylo provedeno po následujících 100 000 cyklech. U některých skluzových pásů došlo k nárůstu jejich délky, jak je vidět např. na obr. 106. V jiných případech se v okolí dříve pozorovaných pásů objevily některé nové, viz obr. 107. Nicméně většina sledovaných pásů zůstala beze změny rozměrů, např. obr. 108, a ani se v jejich okolí neobjevily žádné nové pásy.



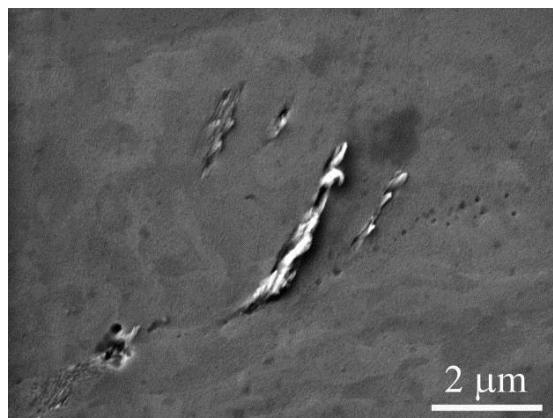
a)

b)

Obr. 106 a) Skluzový pás pozorován pomocí SEM po 300 000 cyklech a b) jeho nárůst po 400 000 cyklech ($\sigma_m = 200$ MPa, $\sigma_a = 160$ MPa, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

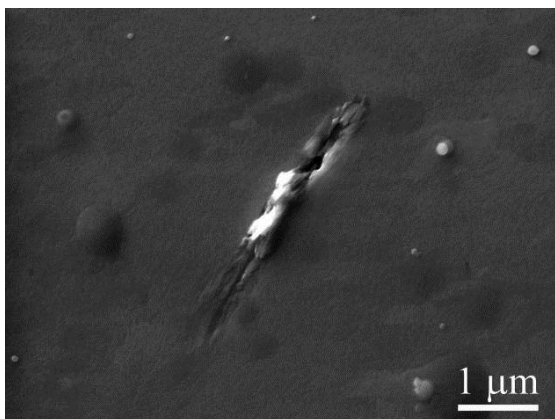


a)

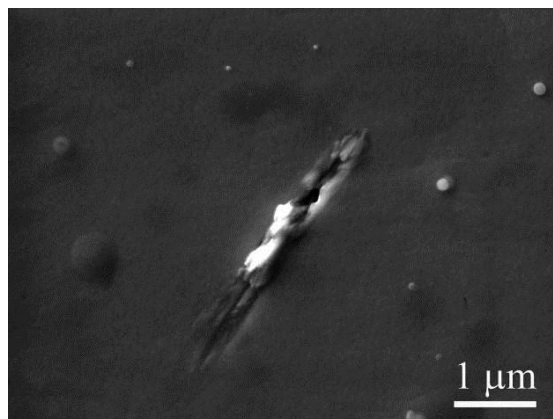


b)

Obr. 107: a) Skluzové pásy pozorovány pomocí SEM po 300 000 cyklech a b) 400 000 cyklech s nárůstem nových pásů ($\sigma_m = 200$ MPa, $\sigma_a = 160$ MPa, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).



a)

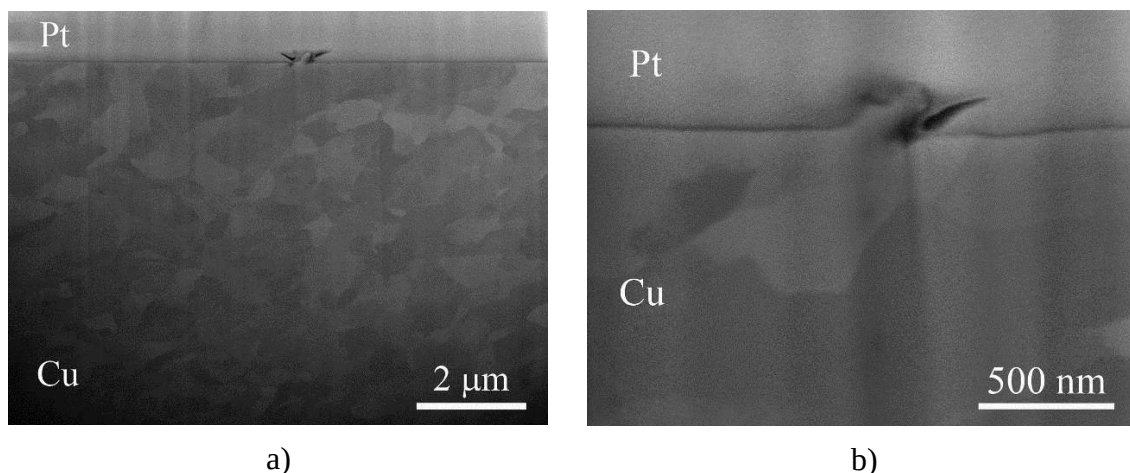


b)

Obr. 108: a) Skluzový pás pozorovaný pomocí SEM po 300 000 cyklech a b) 400 000 cyklech bez viditelného rozvoje ($\sigma_m = 200$ MPa, $\sigma_a = 160$ MPa, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

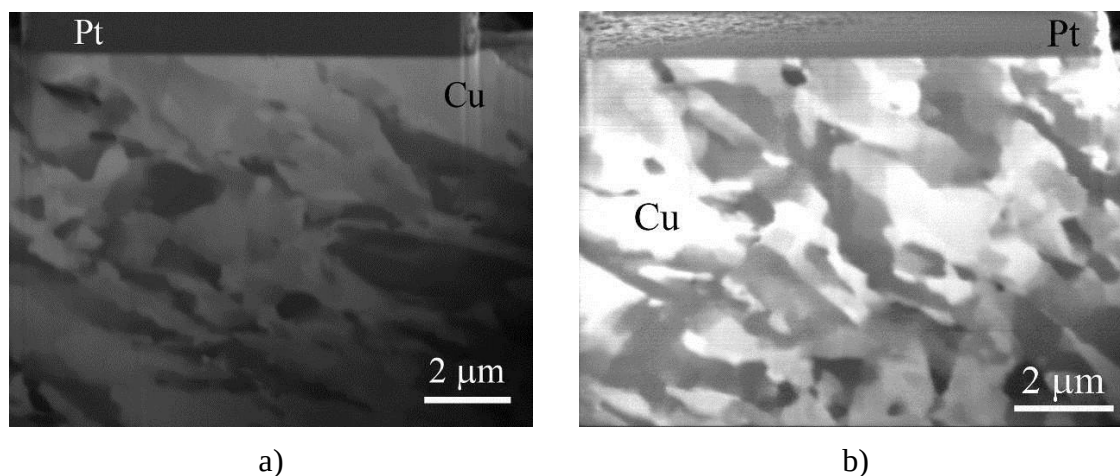
8.2.4.2 Iniciační únavových trhlin

Vyšetřování oblastí pod skluzovými pásy ukázalo rozdíl v poškození mezi symetrickým a asymetrickým zatěžováním v režimu řízené síly. Na kolmém řezu provedeném iontovým svazkem na zkušební tělese zatěžovaném se středním napětím 200 MPa a amplitudou napětí 160 MPa je pod platinovou vrstvou vidět povrchový reliéf ve formě extruzí a intruzí. Příklad je ukázán na obr. 109. Na obr. 109b je vidět detailně extruze a intruze vystupující nad povrch materiálu a vyskytující se pouze v rámci jednoho zrna.



Obr. 109: Oblast pod skluzovými pásy s jasně viditelnou extruzí a intruzí na povrchu zkušebního tělesa pozorovaná pomocí SEM ($\sigma_m = 200$ MPa, $\sigma_a = 160$ MPa, 400 000 cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

Jak na obr. 109, který byl pořízen pomocí elektronového svazku, tak na obr. 110 pořízeným pomocí iontového svazku je vidět struktura materiálu po asymetrickém zatěžování v oblasti pod skluzovými pásy. Podobně jako při symetrickém namáhání, ani v případě asymetrického namáhání nedošlo k zhrubnutí ultrajemnozrné struktury.

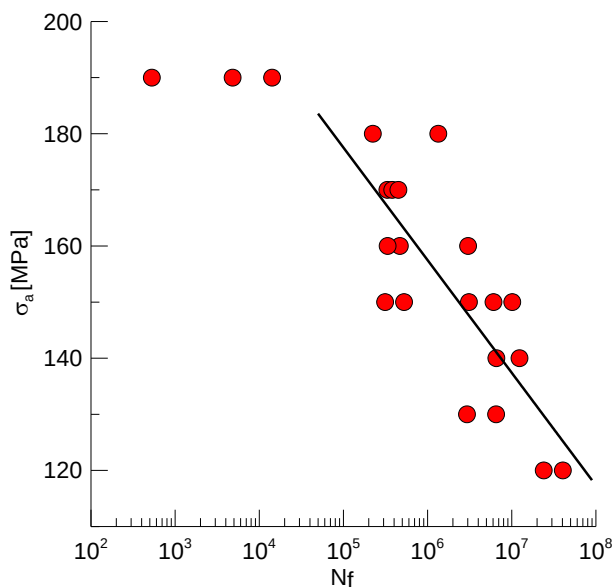


Obr. 110: Oblast pod skluzovými pásy zobrazená pomocí fokusovaného iontového svazku s viditelnou strukturou ($\sigma_m = 200$ MPa, $\sigma_a = 160$ MPa, 400 000 cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

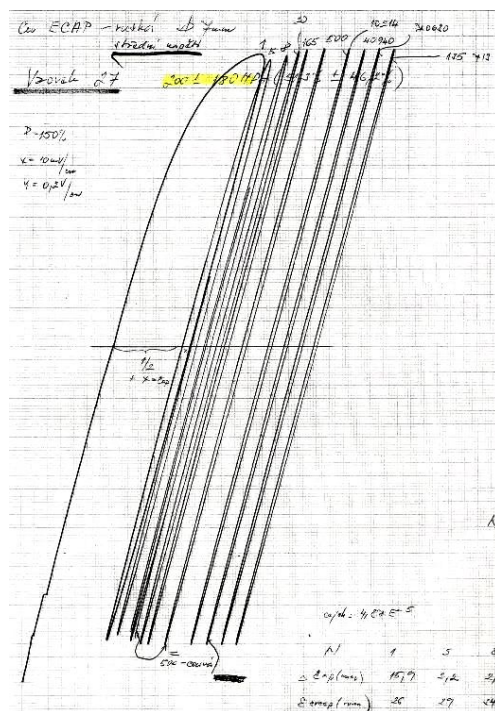
8.3 Vliv středního napětí na únavové chování

V rámci této disertační práce byly provedeny, jak již bylo zmíněno v kapitole 8.1.2, únavové experimenty se středním tahovým napětím. Tomu, jaký vliv má na životnost ultrajemnozrné mědi po ECAP procesu tahové střední napětí ($\sigma_m = 200$ MPa) je věnována pozornost v mé diplomové práci [65]. Experimentálně získaná S–N data charakterizující životnost ultrajemnozrné Cu při cyklickém

zatěžování se středním napětím byla v této práci doplněná o další hodnoty. Výsledky měření jsou ukázány na obr. 111. S-N křivka vykazuje v nízkocyklové oblasti (asi do 10^5 cyklů) rozptyl dat, který je charakterizován amplitudou napětí $\sigma_a = 190$ MPa. Očekávaný vzrůst počtu cyklů do lomu s klesající amplitudou napětí se projevuje teprve nad tímto počtem cyklů tj. ve vysokocyklové oblasti.

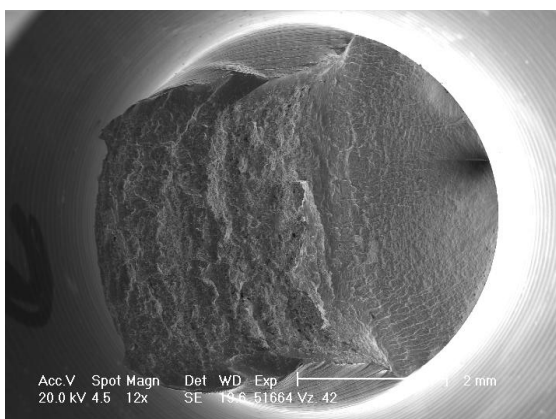


Obr. 111: S-N data po únavovém zatěžování se středním napětím 200 MPa.

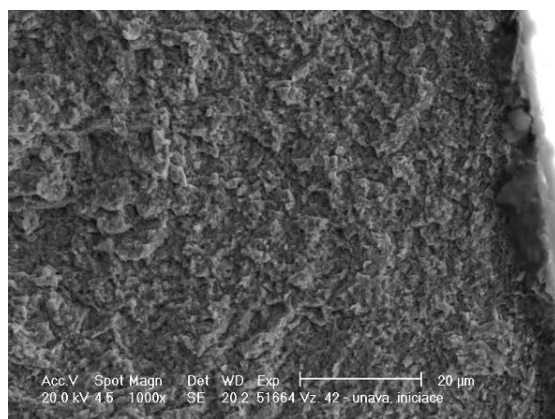


Obr. 112: Hysterezní smyčky získané při únavovém zatěžování UFG Cu ($\sigma_a = 180$ MPa, $\sigma_m = 200$ MPa).

Experimentálně zjištěný průběh S-N křivky souvisí se skutečností, že hodnoty meze kluzu $R_{p0,2} = 375 \pm 4$ MPa a meze pevnosti $R_m = 387 \pm 5$ MPa UFG Cu jsou velmi blízko sebe. Únavová životnost se s rostoucí amplitudou napětí podle očekávání snižuje. Při dosažení amplitudy napětí 180 MPa dosahuje maximální napětí v cyklu 380 MPa téměř meze pevnosti. Je zajímavé, že i při takto vysokém stupni zatížení je únavová životnost relativně velmi vysoká. Vysvětlení lze hledat v tom, že odpovídající amplituda cyklické plastické deformace je velmi malá – naměřené hysterezní smyčky jsou velmi úzké (obr. 112). Velmi malá amplituda plastické deformace má za následek dlouhou dobu do iniciace trhliny a tudíž i vysokou životnost. Další zvyšování amplitudy napětí na 190 MPa má za následek překročení napětí na úrovni meze pevnosti při maximálním zatížení v cyklu a nikoliv únavové, nýbrž tvárné porušení zkušebního tělesa. Příklad únavového lomu je ukázán na obr. 113, tvárného lomu na obr. 114. Můžeme tedy konstatovat, že v případě zatěžování UFG Cu s tahovým středním napětím 200 MPa chybí stádium nízkocyklové únavy. S-N křivka má tudíž dvě zcela odlišné větve. Experimentální body v rozsahu od nejnižších amplitud napětí po 180 MPa lze proložit mocninou funkcí odpovídající rovnici křivky $\sigma_a = 355 N_f^{-0,059}$, obr. 111.

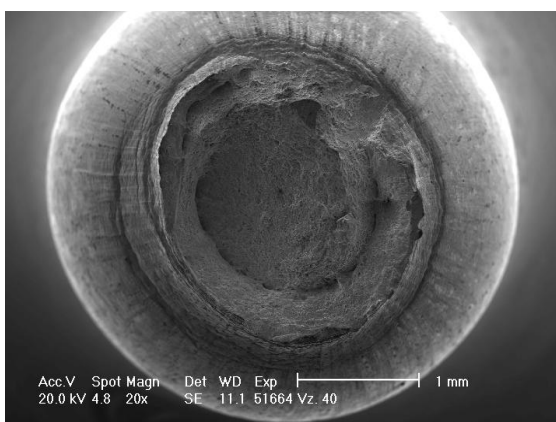


a)

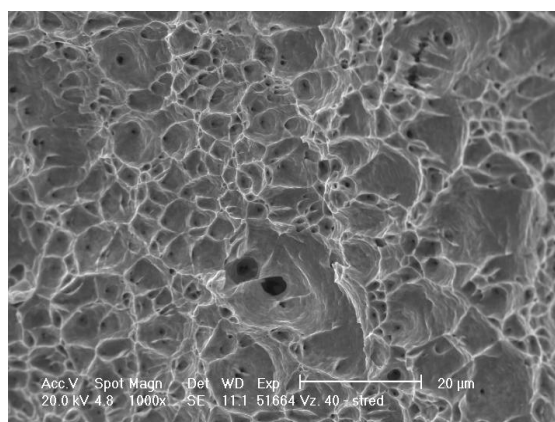


b)

Obr. 113: a) Únavový lom, b) detail.



a)



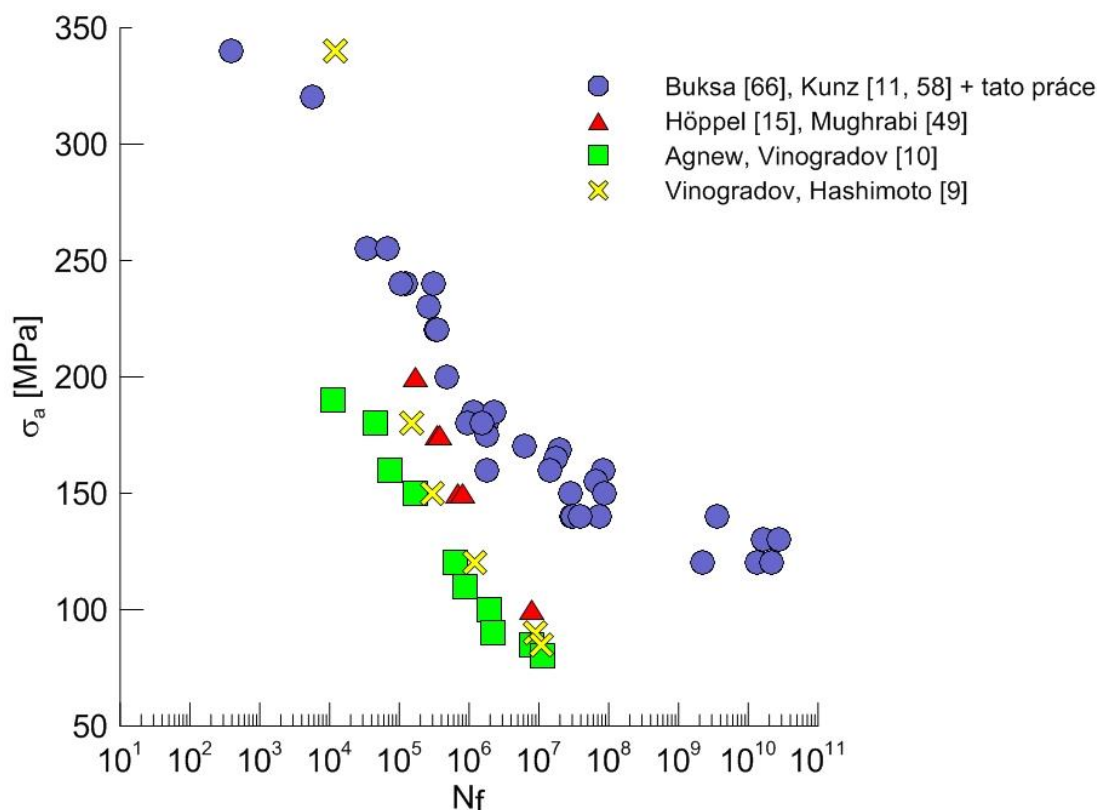
b)

Obr. 114: a) Tvárný lom po cyklickém creepu, b) detail.

9 DISKUZE

9.1 Stabilita struktury

Pro zkoumání stability UFG Cu bylo v této práci použito několik metod (TEM, FIB, EBSD), které se vzájemně podstatně odlišují. I když každá metoda využívá jiného principu pro pozorování struktury, a tedy kvantitativní výsledek se liší, pro porovnání a detekci změn ve struktuře v důsledku zatěžování jsou velmi dobře použitelné. Na základě výsledků lze konstatovat, že UFG Cu, která byla studována v této disertační práci, vykazuje vyšší stabilitu, než je běžně uváděno v literatuře. Na vyšší stabilitu struktury ukazují i výsledky únavových experimentů prováděných v režimu zatěžování s konstantní amplitudou síly stanovené v této práci, kdy únavová životnost je pro danou hladinu zatížení vyšší, než je běžně v literatuře uváděno. Porovnání experimentálně stanovené únavové životnosti UFG Cu je ukázáno na obr. 115, kde jsou uvedena data z obr. 71 spolu s literárními údaji publikovanými v pracích [9], [10], [15] a [49]. Rozdíl je zejména výrazný ve vysokocyklové a gigacyklové oblasti. Nižší únavová pevnost pozorovaná v pracích [49]–[51] je vysvětlována tím, že ve velkých zrnech bimodální struktury, které vznikají v důsledku dynamické rekrytalizace, může docházet k lokalizaci cyklické plastické deformace analogicky jako u CG Cu, tedy ke vzniku persistentních skluzových pásů. Pro iniciaci únavových trhlin lze pak použít modely navržené pro CG Cu. Zbytek objemu, který je tvořen UFG strukturou, o únavové pevnosti nerozhoduje. Tento výklad, předložený Mughrabim a kol. [50], [51], se opírá o pozorování charakteristických dislokačních struktur, viz obr. 19 z TEM. V našem případě, kdy vznik bimodální struktury při únavových zkouškách za pokojové teploty nebyl pozorován, je tento mechanismus tedy neaplikovatelný.



Obr. 115: $S-N$ data – porovnání s literaturou.

Obecně nízké hodnoty únavové pevnosti u UFG Cu jsou spojovány s tendencí ultrajemnozrnné struktury k dynamické rekrytalizaci. S cílem blíže vysvětlit pozorovanou vysokou únavovou pevnost UFG Cu použité jako experimentální materiál v této práci byla provedena žíhací studie zaměřená na stabilitu struktury. Bylo zjištěno, že mikrostruktura vykazuje vyšší stabilitu ve srovnání s UFG Cu, jejíž chování bylo předmětem výzkumu v pracích, které publikovali Mughrabi a kol. [49], Vinogradov a Hashimoto [9], Agnew a kol. [10] a Höppel a kol. [15]. Ke stejnému závěru, jako byl získán zde, vedly i cílené žíhací experimenty na identickém materiálu popsáné v práci [57]. V pracích Mughrabiho a kol. [49] (žíhání na teplotě 170 °C, 2 hodiny), Molodové a kol. [13] (100–300 °C, 10 s–2 h) nebo Liana a kol. [56] (nad 150 °C) se uvádí, že docházelo ke vzniku bimodální struktury. V našem případě si struktura po žíhacích experimentech provedených na teplotách 180 °C po dobu 6 až 120 minut a 230 °C po dobu 30 minut zachovala jemnozrnný charakter. Došlo jen k mírné reorganizaci hranic zrn. Teprve při zvýšení teploty žíhání na 250 °C a výdrži po dobu 30 minut se v jinak jemnozrnné mikrostruktuře UFG Cu objevila v některých případech větší zrna, tedy vznikla bimodální struktura, což je kvalitativně v souladu s uvedenými pracemi [13], [56]. Lze tudíž konstatovat, že teplota žíhání 250 °C a doba 30 minut představují pro UFG Cu použitou v této disertační práci kritickou hranici, při jejímž dosažení ultrajemnozrnná struktura přestává být stabilní. Žíhání na vyšších teplotách a po delší časy již způsobuje výrazný nárůst některých zrn ve struktuře a tedy vznik bimodální struktury, charakteristické velkými rekrytalizovanými zrny, obklopenými původní UFG strukturou.

Výsledky týkající se teplotní stability doplňují poznatky, které byly na stejném materiálu získány v rámci rozsáhlejších žíhacích experimentů, jejichž popis a diskuse je předmětem práce [69]. Žíhací experimenty byly provedeny v rozsahu teplot 180 °C až 300 °C po dobu 10 až 300 minut a potvrzují stabilitu UFG Cu do teploty 250 °C, kdy se objevila bimodální struktura při výdrži na této teplotě po dobu 30 minut. Mnohem výraznější hrubnutí zrna bylo pozorováno při teplotě 300 °C, kdy navíc došlo ke snížení mikrotvrlosti o 50 % oproti výchozímu stavu.

Nezodpovězenou otázkou zůstává, proč je struktura připravená intenzivní plastickou deformací v našem případě výrazně stabilnější než ve většině ostatních pozorování, kde současně se vznikem bimodální struktury jsou uváděny nižší únavové vlastnosti. Na druhé straně je třeba zmínit práce, např. [52], které ukazují na srovnatelnou únavovou pevnost UFG Cu, jaká byla zjištěna v této práci. Pokud se týká stability struktury, i v tomto případě autoři [52] uvádějí, že nebyly pozorovány její změny v důsledku cyklického namáhání. Je ovšem třeba podotknout, že systematická studie v tomto případě prováděna nebyla. Výklad rozdílné citlivosti UFG struktury Cu po ECAP procesu na únavovou a teplotní expozici je zřejmě nutno hledat v detailech ECAP procesu. Oprávněně lze předpokládat, že nejenom počet průchodů a způsob protlačení, ale i další parametry procesu intenzivní plastické deformace, které se běžně neuvádí a nepovažují za rozhodující, mohou mít určitý vliv. Jedná se o externí faktory jako je rychlost protlačování, velikost protlačovaného tělesa, odvod tepla, mazání komory a o interní faktory jako je čistota materiálu. Její vliv byl diskutován v některých pracích, např. [52], s tím, že nižší čistota může mít za následek nižší tendenci k dynamické rekrytalizaci. Tento závěr vyplývá z jednoduché představy, že přítomnost nečistot omezuje pohyb dislokací a může stabilizovat dislokační strukturu. Vliv výše uvedených externích a interních faktorů se přitom na běžném pohledu na dislokační strukturu zobrazenou transmisí elektronovou mikroskopií (obr. 54) nemusí vůbec projevit. Velikost (sub)zrna je vždy cca 300 nm, jejich disorientace je ve většině případů podobná, i když v tomto ohledu detailní srovnávací studie chybí. Vliv rozdílů ECAP

procesu lze tedy nejspíše očekávat v detailech konfigurace dislokací na hranicích UFG zrn, které jsou přirozeně rozhodující pro stabilitu struktury a její tendenci ke změnám v důsledku únavového či tepelného namáhání. Höppel, Mughrabi a kol. [15], [49], [51] se zabývali vlivem tepelného zpracování UFG Cu na únavové vlastnosti. Zjistili, že vhodné tepelné zpracování může vést k dosažení vyšší únavové odolnosti než má UFG Cu ihned po ECAP procesu. Lze najít maximum teploty a doby tepelného zpracování, po jehož překročení únavová pevnost opět klesá. Maximum je spojeno s existencí bimodální struktury. Toto zjištění je poněkud překvapivé, právě proto, že existence velkých zrn je na druhé straně spojována s možností vzniku persistentních skluzových pásů a iniciací trhlin analogicky jako v CG materiálu. Únavové zatěžování se středním napětím žíhané struktury (v našem případě výrazně bimodální) ukázalo, že životnost žíhaného materiálu je nižší než materiálu po ECAP procesu. To lze z pohledu studie provedené Mughrabim a kol. interpretovat tak, že v našem případě jsme se pohybovali za optimálním maximem pro žíhání. Relevantní vyjádření k existenci maxima nelze však na základě našich pozorování učinit. Na druhé straně je třeba zmínit fakt, že v rámci této práce bylo pozorováno snížení amplitudy plastické deformace během zatěžování žíhaného materiálu v porovnání s nežíhaným, obr. 69. Za předpokladu platnosti Manson–Coffinova vztahu to ale implikuje vyšší únavovou životnost, což odporuje experimentálně zjištěné skutečnosti. Přímé srovnání s literárními údaji je obtížné, protože únavové namáhání realizované v této práci se týkalo mnohem nižších amplitud plastické deformace než v případě Mughrabiho a kol.. Rozdíl, který může hrát podstatnou roli, je rozdílný způsob únavového namáhání. V případě studií [15], [49] a [51] bylo zatěžování provedeno v režimu řízené deformace a symetrickém zatěžovacím cyklu, zatímco v této práci byl materiál zatěžován v režimu řízené síly a v asymetrickém zatěžovacím cyklu. Navíc v této práci bylo provedeno jen omezené množství únavových experimentů na žíhaném materiálu, jedná se tedy pouze o indikativní výsledek a bylo by zapotřebí provést další detailní cílený výzkum, což je ale již mimo rámec této práce.

V odborné literatuře je shodný názor na to, že únavová pevnost UFG Cu je vyšší než CG Cu v případě zatěžování v symetrickém cyklu s konstantní amplitudou napětí [9], [49]. V případě zkoušek s konstantní amplitudou plastické deformace je naopak únavová pevnost nižší. Výklad je založen na nestabilitě a dynamickém hrubnutí UFG struktury v průběhu únavového zatěžování, která je po intenzivní plastické deformaci v nerovnovážném stavu. Tento efekt rozdílu v zatěžování je logický v nízkocyklové oblasti, kde je amplituda plastické deformace značná. Stejně amplitudě plastické deformace u CG a UFG materiálu odpovídají podstatně odlišné amplitudy napětí. S klesající intenzitou cyklického zatěžování směrem do vysokocyklové a gigacyklové oblasti se amplituda plastické deformace snižuje a rozdíl mezi napětově a deformačně řízenými experimenty by měl klesat. Názory jednotlivých autorů na to, co způsobuje rozdíly mezi chováním UFG Cu při zatěžování v řízené síle a řízené deformaci, se podstatně liší a doposud navržená vysvětlení nejsou zcela bez výhrad. Nižší životnost UFG materiálu zatěžovaného v režimu řízené deformace je často spojována právě se vznikem bimodální struktury. V některých pracích se také uvažuje o vlivu čistoty materiálu – měď s vyšší čistotou se zdá být více citlivá na hrubnutí zrna, s čímž souvisí následné snížení únavových charakteristik.

Nárůst velikosti zrna pozorovaný v této práci po zatěžování s řízenou plastickou deformací je v souladu s pracemi Höppela a kol. [15], [45] a Agnewa a kol. [42]. Avšak co se týče zatěžování v režimu řízené síly, literární údaje se liší. Höppel a kol. [45] pozorovali po únavovém zatěžování změny ve struktuře UFG Cu, zatímco v práci

Kunze a kol. [11] zůstala struktura beze změn ve velikosti zrna, stejně jako v případě materiálu použitého v této práci.

Pro jednoznačné posouzení vlivu zatěžovacího módu při únavě je nezbytné realizovat zkoušky na identickém materiálu. Pouhé porovnání literárních údajů z různých studií vnáší do úvah nejistotu související s výše zmíněnými detaily ECAP procesu, které mohou mít rozhodující vliv. Z tohoto důvodu byly v této disertační práci provedeny oba typy zkoušek na identickém materiálu, což eliminuje výše uvedené potenciální vlivy.

Cyklické změkčení v případě zatěžování v režimu řízené síly i deformace, které bylo pozorováno (obr. 74), kvalitativně souhlasí s cyklickou plastickou odezvou popsanou v literatuře. Pro únavové zkoušky s řízenou deformací je charakteristické cyklické změkčení [15], [42], [45]. V případě zatěžování s řízenou silou je cyklické změkčení typické pro všechny zatěžovací amplitudy s výjimkou nejmenších amplitud v gigacyklové oblasti [45], [52]. Kvalitativní porovnání experimentálně stanovených křivek cyklického změkčení/zpevnění naznačuje, že rozdíl v mikrostruktuře po zatěžování v různých režimech nelze jednoduše vysvětlit dosaženou hodnotou amplitudy napětí. Mikrostruktura UFG Cu odpovídající křivkám „1“ v obr. 74a a 74b se liší i přesto, že maximální amplitudy napětí v obou režimech jsou přibližně stejné. Také hodnoty kumulativní plastické deformace dosažené v obou testech se nijak výrazně neliší. Tedy ani kumulativní plastická deformace se nezdá být rozhodujícím faktorem způsobujícím odlišnosti. Zdá se, že jediný rozdíl mezi těmito dvěma zatěžovacími režimy, který může mít vliv na strukturu materiálu, je cyklická plastická odezva na začátku testu. V případě zatěžování v režimu s řízenou silou lze na začátku testu pozorovat relativně malou hodnotu plastické deformace v porovnání se zatěžováním s řízenou amplitudou plastické deformace. To souvisí s charakterem napětí-ovně-deformačního diagramu, který vykazuje velmi dlouhou elastickou oblast. Rozdíl mezi mezí kluzu a pevností je velmi malý. Je pravděpodobné, že právě několik málo zatěžovacích cyklů s postupně rostoucí amplitudou deformace na začátku testu může ovlivnit následující změny ve struktuře. Tato navrhovaná hypotéza je založena na výsledcích publikovaných před řadou let a získaných na Cu s konvenční velikostí zrna. Tyto práce se zabývaly vlivem tzv. rampy zatěžování na únavové vlastnosti [70], cyklickou plastickou odezvu [71] a dislokační strukturu [72]. Bylo prokázáno, že různý průběh počátku vysokocyklové únavové zkoušky spočívající v tom, že amplituda napětí v průběhu několika desítek počátečních cyklů roste, může překvapivě silně ovlivnit následující cyklickou plastickou odezvu.

Pro pozorování struktury a jejích změn v důsledku únavového namáhání bylo v této práci využito zejména kanálovacího kontrastu při rastrování povrchu iontovým svazkem a dále byly pozorovány tenké fólie v TEM připravené mikroobráběním iontovým svazkem. Je třeba poznamenat, že jmenovaná technika je relativně nová a teprve krátce využívaná v oblasti materiálových věd. Její předností je, že výrazně rozšiřuje možnosti přesně lokalizovat místo pozorování. Obě metody pozorování struktury (pomocí iontového svazku a sledování v transmisním elektronovém mikroskopu) nemusí dávat kvantitativně stejné výsledky, pokud se týká velikosti zrna. Podobně je tomu při porovnání výsledků z TEM s pozorováním pomocí metody EBSD. Vzhledem k tomu, že každá metoda využívá jiných mechanismů interakce elektronů, případně iontů s krystalickou mřížkou materiálu a jiných způsobů vyhodnocení, velikost strukturních jednotek materiálu jimi zobrazených se může lišit. Nicméně, pokud jsou tyto metodiky aplikovány na materiál před a po tepelném či únavovém namáhání, jsou velmi dobrým nástrojem pro indikaci změn. Pozorování těmito metodami neprokázalo zhrubnutí struktury při únavovém zatěžování v režimu řízené síly a lokálně v oblastech,

kde vznikají únavové skluzové pásy. Důležitým novým zjištěním je, že hrubnutí UFG struktury není rozhodujícím faktorem, který určuje únavovou životnost UFG Cu. Otázka vztahu mechanismu iniciace trhlin a dynamické rekrystalizace, která je v současnosti v literatuře živě diskutována, je rozebrána podrobněji v další kapitole.

9.2 Lokalizace cyklické plastické deformace

Mechanismus únavového poškození v UFG Cu je odlišný v porovnání s CG materiálem z důvodu velkého rozdílu ve velikosti zrn. U CG mědi při vysokocyklovém zatěžování, tedy zatěžování s nízkými amplitudami napětí, se ve většině zrn, ve kterých se objevují skluzové pásy, aktivuje pouze jeden skluzový systém. Tyto skluzové pásy jsou dlouhé a ohraničené hranicemi zrn, případně povrchem zkušebního tělesa, tedy jejich délka je dána velikostí zrn. Malá zrna v CG materiálu většinou nevykazují žádnou, nebo jen nepatrnou skluzovou aktivitu, i pokud jsou vhodně orientována. V porovnání s CG Cu jsou skluzové pásy v UFG Cu kratší, nicméně jejich délka výrazně přesahuje průměrnou velikost zrn. Skluzová aktivita některých pásů se v průběhu zatěžování s konstantní silou „vyčerpává“ a tedy jejich vývoj se zastaví, jak je dokumentováno např. na obr. 79. Formování dlouhých skluzových pásů, které se později mohou stát místem iniciace trhliny, spočívá ve vývoji skupiny skluzových pásů, které jsou přibližně stejně orientovány k ose zatěžování, v růstu jejich reliéfu na povrchu (výšky i šířky), formování dalších skluzových pásů v jejich okolí a postupném řetězení jednotlivých pásů, jak je vidět na obr. 80. Překvapující je, že k iniciaci a růstu dalších pásů dochází v místech, ve kterých nebyla na začátku zatěžování pozorována žádná skluzová aktivita.

Pozorování struktury pomocí iontového svazku ukázalo, že skluzové pásy se při symetrickém únavovém zatěžování s řízenou silou vyvíjí zejména v oblastech s nízkou disorientací sousedních zrn. Z EBSD pozorování lze tyto oblasti klasifikovat jako oblasti s nízkouhlovými hranicemi (do 15°) [57], [69]. Jejich vývoj v oblastech, kde zrna mají vysokou disorientaci, je velmi potlačen. Pozorování provedené na řezech iontovým svazkem ukazuje, že únavové poškození ve vysokocyklové a gigacyklové oblasti v těsné blízkosti pod povrchem je ve formě kavit. Ty se vyskytují jak uvnitř jednotlivých zrn, tak na jejich hranicích. Kavity na hranicích zrn mají často protáhlý tvar sledující hranici. Kavítace se objevuje v blízkosti povrchu, nicméně se netýká pouze povrchových zrn (viz obr. 85). Lze předpokládat, že kavity se tvoří migrací a seskupováním vakancí, které vznikají v důsledku ireversibilního pohybu a interakce dislokací. Podpovrchové poškození tohoto typu, vzniklé v důsledku únavového zatěžování, je zejména výrazné v gigacyklové oblasti (obr. 91). V porovnání s CG materiálem má UFG materiál větší objem hranic zrn a vyšší průměrnou dislokační hustotu. I když ireversibilita skluzu je v gigacyklové oblasti extrémně nízká [17], při velmi vysokém počtu cyklů je představa vzniku kavítace přijatelná.

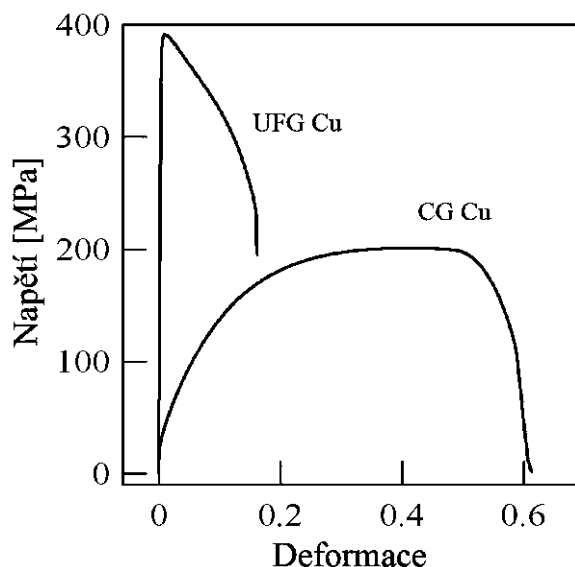
Pro pozorování únavového poškození v CG mědi podrobené gigacyklovému zatěžování byla použita metoda FIB v práci [21]. Na obr. 24, který je z této práce převzat, lze sledovat podobnou situaci jako na obr. 91. Jsou zde také vidět kavity, které jsou lokalizovány izolovaně pod povrchem. Z povrchu do materiálu však zasahují trhliny orientované přibližně pod úhlem 45° k povrchu. Tyto trhliny autoři interpretují jako smykové trhliny vzniklé módem I. Trhliny však zdaleka nepřekračují hranice zrna. Na povrchu jsou spojeny s typickým reliéfem a vycházejí z intruzí. Lze předpokládat, že v tomto případě podstatnou roli hraje „kartový“ skluz podél skluzových rovin s vysokým smykovým napětím, tedy standardně akceptovaný mechanismus vedoucí ke

vzniku ranných trhlin. Z porovnání obou případů je zřejmé, že mechanismus vzniku ranného únavového poškození v CG a UFG Cu ve vysokocykové oblasti je různý.

Únavové trhliny se při vysokocyklovém a gigacyklovém zatěžování vyvíjí z poškození v jednotlivých zrnech a na jejich hranicích. Mechanismus vývoje trhliny spočívá v postupném rozvoji skluzových pásů na povrchu, které jsou navzájem blízko situované a orientované přibližně pod stejným úhlem k ose zatěžování. Tyto pásy leží přednostně v oblastech s nízkou disorientací sousedních zrn, která jsou vhodně natočená k ose zatěžování. Je zajímavé, že ve všech sledovaných případech k iniciaci trhlin došlo ve skluzových pásech, které se objevily později v průběhu zatěžování, případně v těch, které v porovnání se sousedními nebyly natolik z počátku vyvinuté, což je zřejmé např. z obr. 82. Trhlina se vytvoří podél pásu kavitací jejich postupnou koalescencí a po dosažení dostatečné velikosti (zejména délky na povrchu), se začne šířit v důsledku koncentrace napětí na její špičce. V této fázi se na konci trhliny vytváří plastická zóna a díky cyklické koncentraci napětí se kolem trhliny tvoří sekundární skluzové pásy, jak je vidět v obr. 84. Jedná se tedy o přechod k šíření klasickým módem II.

Únavové zkoušky provedené v oblasti gigacyklové únavy prokázaly, že chování UFG mědi je z hlediska lokalizace cyklické plasticity v porovnání s materiálem s konvenční velikostí zrna odlišné. Jak bylo uvedeno výše v kapitole 3.2, v průběhu gigacyklového zatěžování CG mědi (např. [19]) se na povrchu objevují skluzové pásy. Jejich výskyt je však pozorován nejen nad jistou hodnotou amplitudy napětí označovanou jako prahová hodnota pro vznik persistentních skluzových pásů („PSB threshold“), ale objevují se i při amplitudách napětí nižších než je tato prahová hodnota. Znamená to, že pod povrchovým reliéfem v tomto případě nevznikají typické „žebříkové“ dislokační struktury. Hustota skluzových pásů se zvyšuje se zvyšující se amplitudou napětí (příp. deformace) i se zvyšujícím se počtem cyklů. K lomu tělesa z CG materiálu však dochází jen v případě, že namáhání je nad hodnotou amplitudy napětí pro vznik perzistentních skluzových pásů a skluzové pásy pokrývají významnou část povrchu materiálu. Amplituda napětí pro vznik perzistentních skluzových pásů pro gigacyklovou oblast („VHCF-PSB threshold“) experimentálně stanovená pro CG měď [20] je $\Delta\sigma/2 = 45 \text{ MPa}$ pro $2,7 \times 10^8$ cyklů. Pozorování však prokazují, že se skluzové pásy i malé trhliny objevují už pod touto hodnotou amplitudy napětí. Velikost amplitudy napětí, kdy začíná cyklická skluzová aktivita v CG mědi, se tedy pohybuje pod polovinou hodnoty meze únavy pro gigacyklovou oblast zatěžování. Chování UFG mědi je odlišné v tom smyslu, že cyklická plastická deformace je vysoce lokalizovaná. Při rostoucí amplitudě napětí není pozorováno významné pokrytí povrchu skluzovými pásy předtím, než je dosaženo meze únavy. Např. při zatěžování s amplitudou napětí 120 MPa nebyla na povrchu konkrétního zkušební tělesa pozorována žádná skluzová aktivita po 10^{10} cyklech. Zvýšení amplitudy napětí na 130 MPa vedlo k vytvoření povrchového reliéfu a následně k lomu zkušební tělesa. Hodnota amplitudy napětí, při které se objevuje první skluzová aktivita reprezentovaná skluzovými pásy, je v případě UFG mědi přibližně 0,9ti násobek hodnoty meze únavy.

Vysvětlení pozorovaných rozdílů únavového chování UFG a CG mědi v gigacyklové oblasti lze vysvětlit odlišnostmi v průběhu tahových křivek, viz obr. 116. Amplituda plastické deformace odpovídající mezi únavy pro CG měď, která je asi 60 MPa, je řádově 10^{-5} , zatímco tato hodnota pro UFG měď je podstatně nižší a je prakticky neměřitelná konvenčními metodami. Odpovídající část tahové křivky UFG mědi je lineární. Tato skutečnost je v souladu s výše diskutovaným pozorováním extrémně vysoké lokalizace cyklické plasticity na mezi únavy.



Obr. 116: Tahové křivky UFG a CG mědi.

Jak bylo výše uvedeno, na únavové chování UFG Cu a její životnost má vliv zatěžovací režim. Z tohoto důvodu byl zkoumán a porovnáván vývoj skluzových pásů v režimu řízené amplitudy plastické deformace a v režimu řízené síly. Zkoušky byly provedeny v oblasti počtu cyklů do lomu řádově 10^4 až 10^5 . Při zatěžování v režimu řízené amplitudy plastické deformace skluzové pásy vznikají po celém obvodu zkušebního tělesa, stejně jako v případě zatěžování s konstantní silou, nicméně při pozorování struktury pomocí iontového svazku se nevyskytují především v oblastech s nízkou disorientací sousedních zrn („zones of near-by oriented grains“), ale tvoří se vcelku rovnoměrně i v oblastech zrn s vysokou vzájemnou disorientací. Další odlišností při těchto dvou zatěžovacích režimech je to, že v případě deformačně řízeného zatěžování byl pozorován rozvoj většiny skluzových pásů již od začátku zatěžování. V dalším průběhu docházelo už jen k vývoji a růstu již existujících pásů, a to zejména zvyšování jejich reliéfu nad povrchem. Toto odlišné chování je zřejmě důsledkem existence velké amplitudy plastické deformace hned v prvních zatěžovacích cyklech. Role bodových poruch v procesu iniciace trhlin se v tomto případě zdá být zcela minoritní.

Při zatěžování s konstantní silou ve vysokocyklové oblasti je mechanismus vzniku skluzových pásů a iniciace únavových trhlin odlišný od mechanismu, který funguje v CG materiálu. Podpovrchové poškození vzniklé v režimu zatěžování s konstantní amplitudou plastické deformace se naopak zdá být velice podobné tomu, které nastává v materiálu s konvenční velikostí zrna. Pod povrchem zkoumaného materiálu nebylo pozorováno kavitační poškození. Na FIB řezech je dobře vidět poškození, které lze interpretovat jako embryonální smykové trhliny, vycházející od povrchového reliéfu a směřující do materiálu podle rovin s nejvyšším smykovým napětím. Poškození tohoto typu zasahuje do hloubky jednoho zrna. Detailní pozorování tohoto embryonálního poškození na více řezech potvrdilo představu, že mechanismus jeho vzniku není kavitační, nýbrž že se jedná o klasický smykový mechanismus. Důležité je, že ke vzniku povrchového reliéfu ani ke vzniku trhlin není nutnou podmínkou přítomnost zhrublých zrn v UFG struktuře, jak je popisováno v literatuře [50], [51]. Jak je vidět z obr. 72, bimodální struktura při zatěžování s řízenou plastickou deformací sice vzniká, nicméně pozorování v oblasti pod skluzovými pásy ukazují ultrajemnou strukturu, viz obr. 99, 100.

Projevy únavového poškození při silovém zatěžování se středním tahovým napětím 200 MPa, které bylo provedeno v této práci, připomínají v některých rysech symetrické silové zatěžování, v jiných zase deformační zatěžování. Skluzové pásy byly pozorovány na celém obvodu vzorku, nicméně jejich četnost byla relativně malá, podobně jako v případě gigacyklového zatěžování, což je překvapivé vzhledem k rozdílům ve velikosti maximálního zatížení u těchto dvou zatěžovacích režimů. Stejně tak lze ke gigacyklovému zatěžování přirovnat dobu vzniku skluzových pásů (N/N_f), i když pouze relativní dobu vzhledem k rozdílným počtům cyklů do lomu. V případě zatěžování s nenulovým středním napětím se skluzové pásy na povrchu neobjevily na začátku zatěžování, ale až po delší době, přičemž jejich četnost, jak již bylo řečeno, byla velice malá. Skluzové pásy byly pozorovány v oblastech s nízkou diorientací sousedních zrn, tedy v „zones of near-by oriented grains“, což bylo pozorováno i u symetrického silového zatěžování. Naopak poškození pozorované pod skluzovými pásy se v případě zatěžování s nenulovým středním napětím podobalo spíše tomu, které bylo pozorováno při zatěžování s konstantní amplitudou plastické deformace. Pod povrchem se nevyskytovaly žádné kavity, byly pozorovány pouze extruze a sousedící intruze. Zdá se tedy, že stejně jako v případě deformačního zatěžování i v tomto případě půjde spíše o skluzový mechanismus poškození.

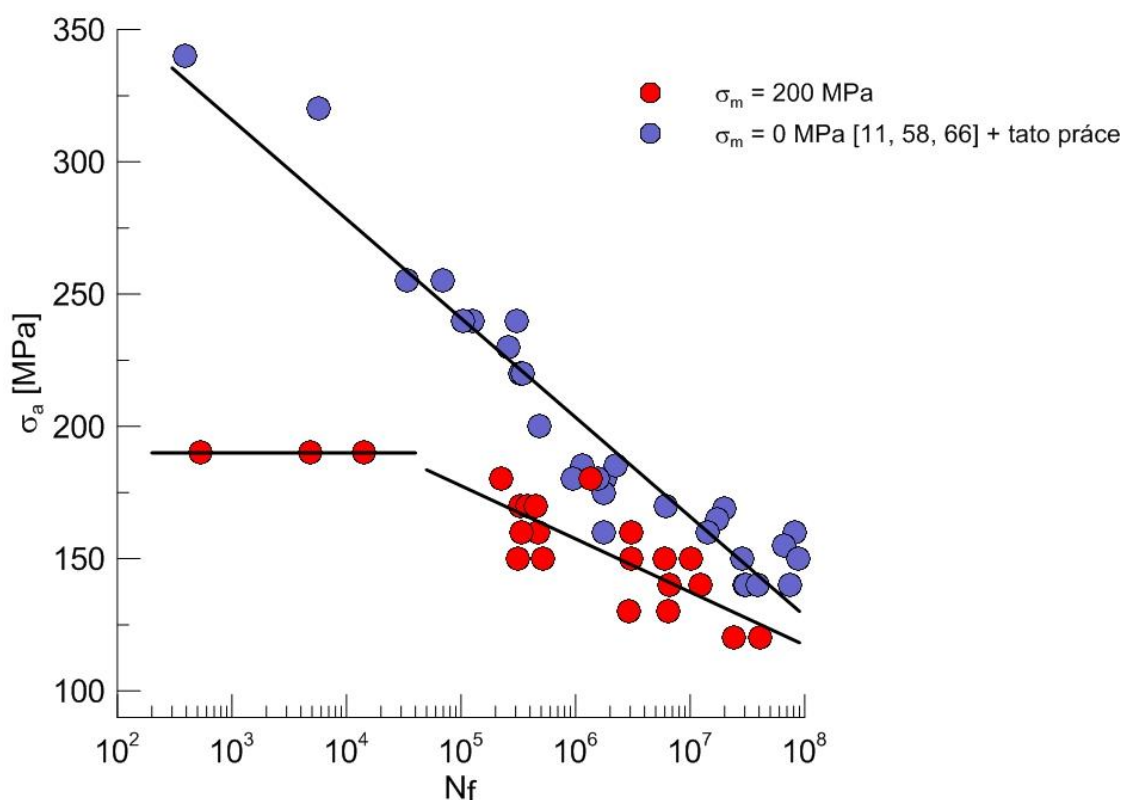
Lze tedy shrnout, že se při únavovém zatěžování UFG mědi uskutečňují dva různé mechanismy lokalizace cyklické plastické deformace a iniciace trhlin. Jedním z nich je vznik řad kavit pod povrchem materiálu a jejich vzájemné spojování. Tento mechanismus se projevuje při symetrickém zatěžování s konstantní silou, ať už vysokocyklovém nebo gigacyklovém. Druhým je skluzový mechanismus, který byl pozorován v případě symetrického zatěžování s amplitudou plastické deformace a při asymetrickém silovém zatěžování. Z toho plyne, že zřejmě záleží na zatížení aplikovaném na UFG materiál. Pakliže cyklické zatížení vyvolává především mnohokrát opakovaný „to and fro“ pohyb dislokací na malou vzdálenost, byť při nepatrném stupni ireverzibility plastické deformace, rozhodujícím mechanismem poškození je vznik bodových poruch. Rozhodující roli hrají vakance a jejich koalescence, vedoucí ke vzniku a spojování kavit. Tento proces nastává v povrchové vrstvě, která zahrnuje desítky zrn. Ve druhém případě, pokud je plastická deformace velká, převládá pohyb dislokací na vhodně orientovaných skluzových rovinách v povrchových zrnech. V důsledku vznikají na povrchu extruze a intruze a embryonální trhlina se vytváří podél skluzové roviny. Je to tedy mechanismus, který lze popsat jako „klasický“ smykový mechanismus.

Značná stabilita struktury UFG Cu zjištěná v této práci, a to jak při tepelném, tak při dynamickém namáhání, byla důvodem pro cílený výzkum zaměřený na vztah stability struktury a iniciaci únavových trhlin. Struktura v okolí skluzových pásů, případně krátkých únavových trhlin a pod nimi byla pozorována zejména za pomoci fokusovaného iontového svazku v rastrovacím elektronovém mikroskopu. Kanálovací kontrast, který lze pozorovat při rastrování vzorku iontovým svazkem, umožňuje pozorovat rozdílnou orientaci jednotlivých zrn ve struktuře. Navíc iontový svazek umožňuje odprašování materiálu a tedy bylo možno pozorovat oblast pod povrchem zkušebního tělesa. Zároveň bylo využito iontového svazku k vytvoření fólií pro pozorování v transmisním elektronovém mikroskopu, které potvrdilo pozorování pomocí iontů. Z pozorování pomocí FIB i TEM bylo zjištěno, že nedochází k podstatné změně velikosti zrna. Mikrostruktura UFG Cu po vysokocyklovém únavovém zatěžování pozorovaná v TEM vykazovala podobné změny jako měď s konvenční velikostí zrna po stejném únavovém zatěžování. Dislokační struktura je buňková s úzkými hranicemi zrn. Buňky v blízkosti skluzových pásů či embryonálních trhlin

mají zaoblené tvary. Po vyšším počtu cyklů, tedy v případě gigacyklového zatěžování, se materiál snažil dosáhnout rovnovážného stavu a struktura vykazovala „setřepaný“ charakter. Na velikost zrn však nemělo silové zatěžování žádný výrazný vliv. Struktura po zatěžování s řízenou amplitudou plastické deformace v místech, kde zůstala jemnozrnná, se svým charakterem nijak výrazně nelišila od materiálu po ECAP procesu. Navíc i přesto, že se ve struktuře objevila po zatěžování větší zrna, přímo pod skluzovými pásy nebylo pozorováno žádné hrubnutí struktury. Z provedených pozorování tedy závěrem plyne, že vytváření bimodální struktury je pro iniciaci únavových trhlin nevýznamné.

9.3 Vliv středního napětí na únavové chování

Porovnáme-li výsledky získané při únavovém zatěžování v režimu řízené síly se středním napětím 200 MPa s únavovou životností téhož materiálu namáhaného v symetrickém cyklu, je zřejmé, že tahové napětí snižuje životnost materiálu (obr. 117). Experimentální data pro symetrický cyklus byla převzata z prací [11], [58] a [66] a doplněna dalšími měřeními. Křivku proloženou experimentálními body v symetrickém cyklu popisuje rovnice $\sigma_a = 565 N_f^{-0,076}$. Součinitel únavové pevnosti se nepatrně liší od publikovaného v práci [58], což je způsobeno tím, že byl použit větší soubor experimentálních dat. Exponent únavové životnosti se s uvedenou prací shoduje. Stanovená mez únavy (pro 10^7 cyklů) pro symetrický cyklus je podle rovnice 167 MPa, pro zatěžování se středním napětím podle rovnice uvedené v kapitole 8.3 137 MPa.



Obr. 117: Porovnání S–N dat pro symetrický a asymetrický cyklus.

Pro amplitudy napětí 180 MPa a nižší spočívá mechanismus porušení ultrajemnozrnné Cu při zatěžování s nenulovým středním napětím v iniciaci únavové

trhliny na povrchu zkušebního tělesa způsobem diskutovaným výše a jejím následným šířením makroskopicky kolmo na hlavní napětí směrem do materiálu a finálním porušením zkušebního tělesa tvárným lomem zbylého nosného průřezu. Maximální napětí v cyklu při zatěžování se středním napětím 200 MPa a amplitudou napětí 180 MPa je 380 MPa, což je prakticky rovno mezi pevnosti v tahu, která je 387 ± 5 MPa. I přesto je však únavová životnost relativně vysoká, řádově 10^5 cyklů. Při zvýšení amplitudy napětí na 190 MPa je již hodnota pevnosti v tahu dosažena, případně překročena. Lze pozorovat velký pokles únavové životnosti UFG Cu. Rozptyl experimentálních bodů na hladině amplitudy napětí 190 MPa souvisí s inherentním rozptylem materiálových vlastností jednotlivých zkušebních těles. Se zvýšením amplitudy napětí na 190 MPa se současně mění i charakter lomu na lom tvárný. Z toho plyne, že při asymetrickém zatěžování se středním tahovým napětím 200 MPa chybí stádium nízkocyklové únavy.

10 ZÁVĚRY

Disertační práce přinesla soubor experimentálních výsledků, které pomohly odpovědět na některé z doposud neobjasněných otázek souvisejících se stabilitou struktury UFG Cu a její únavové pevnosti. Z diskuse získaných výsledků, jejich interpretace a z porovnání s dostupnými údaji z literatury však vyplynuly některé otázky nové, jejichž zodpovězení bude vyžadovat další cílený výzkum. Shrnutí získaných poznatků a nových představ je uvedeno v následujících bodech:

- Mikrostruktura ultrajemnozrné mědi studovaná v této práci vykazuje stabilní chování při symetrickém únavovém zatěžování v režimu řízené síly v celém rozsahu zatěžovacích amplitud, které mají za následek únavový lom v intervalu od 10^3 do 10^{10} cyklů. EBSD analýzou, pozorováním pomocí FIB techniky v rastrovacím elektronovém mikroskopu ani vyšetřování struktury pomocí TEM na tenkých fóliích nebyl prokázán podstatný růst zrna ani vývoj bimodální struktury, textura také zůstává stabilní. Únavové zatěžování v režimu řízené deformace naopak vedlo k hrubnutí některých zrn a ke vzniku bimodální struktury. Struktura při zatěžování v režimu řízené síly byla na rozdíl od zatěžování v režimu řízené deformace stabilní dokonce i tehdy, když byl materiál zatěžován amplitudou napětí odpovídající maximálnímu napětí dosaženému v režimu řízené deformace.
- Rozdílné chování mikrostruktury v různých zatěžovacích režimech je připisováno rozdílům v cyklické napěťově-deformační odezvě na začátku zatěžování. Jedná se o podobný efekt, který je znám při zatěžování napěťovou rampou u CG Cu. Podrobnější vysvětlení tohoto efektu vyžaduje další výzkum.
- V případě obou zatěžovacích režimů bylo pozorováno cyklické změkčení. Zkoušky v režimu řízené síly při velmi nízkých amplitudách napětí, vedoucí k životnostem řádově 10^7 cyklů, prokázaly mírné cyklické zpevnění zkoumaného materiálu.
- Mikrostruktura UFG Cu po teplotní expozici na teplotách 180 °C po dobu 6 až 120 minut a 230 °C po dobu 30 minut si zachovala ultrajemnozrný charakter, došlo jen k mírné reorganizaci hranic zrn. Teprve při zvýšení teploty na 250 °C a výdrži po dobu 30 minut se v ultrajemnozrné struktuře objevila v některých případech větší zrna, tedy vznikla bimodální struktura.
- Porovnání S-N dat pro materiál po žihání na teplotách 230 °C a 250 °C po dobu 30 minut s materiálem nežíhaným ukazuje nižší odolnost materiálu žíhaného na teplotě 250 °C.
- Lokalizace cyklické plastické deformace spočívá ve všech případech únavového zatěžování ve tvorbě skluzových pásů na povrchu UFG mědi po celém obvodu válcového zkušebního tělesa. Skluzové pásy se pro jednotlivé způsoby zatěžování liší velikostí, tvarem a zejména hustotou rozložení po obvodu měrné délky zkušebního tělesa. Velikost, hustota a orientace skluzových pásů po obvodu jednoho zkušebního tělesa se také liší v závislosti na poloze stopy poslední smykové roviny ECAP procesu na povrchu zkušebního tělesa. V některých případech, zejména při zatěžování s řízenou amplitudou plastické deformace a při asymetrickém silovém zatěžování, se projevil i vliv předchozích smykových rovin ECAP procesu.
- Vytvářející se skluzové pásy se ve všech případech silového zatěžování objevují v místech s blízkou orientací sousedních zrn („zones of near-by oriented grains“). Při zatěžování s řízenou amplitudou plastické deformace vznikají dlouhé

skluzové pásy i v oblastech, kde je disorientace sousedních zrn velká. Délka skluzových pásů v UFG Cu mnohonásobně převyšuje průměrnou velikost zrna.

- Skluzová aktivita pásů se v průběhu symetrického zatěžování s konstantní silou vyčerpává. Skluzové pásy nerostou během zatěžování kontinuálně. Růst některých pásů se může zastavit, zatímco jiné rostou do délky a výšky a zvýrazňuje se jejich povrchový reliéf. V průběhu celého zatěžování vznikají nové skluzové pásy v místech, která byla původně beze stop cyklické plasticity.
- Při zatěžování s řízenou amplitudou plastické deformace vznikají skluzové pásy na povrchu UFG Cu na začátku únavového zatěžování. V průběhu dalšího zatěžování dochází k postupnému nárůstu těchto pásů, přičemž nové pásy vznikají jen zřídka.
- Únavové zatěžování se středním tahovým napětím vytváří skluzové pásy podobné těm, které vznikají v případě napětově symetrického namáhání. Odlišnosti spočívají ve vytváření pásů nejenom podél stop rovin intenzivní plastické deformace, které byly aktivní při posledním ECAP průchodu, ale i podél rovin aktivních v průchodech předcházejících. K vývoji skluzových pásů při asymetrickém únavovém zatěžování dochází později v průběhu zatěžování, přičemž tyto pásy jsou relativně malé a jejich hustota výskytu na povrchu zkušebního tělesa je nízká. Po dalším zatěžování nebyl pozorován žádný významný rozvoj již existujících skluzových pásů, ani větší nárůst nových pásů na povrchu zkušebního tělesa.
- Cyklická plastická deformace při gigacyklovém zatěžování je však v porovnání s CG materiálem extrémně lokalizovaná. Při rostoucí amplitudě napětí při step-testu nebylo pozorováno pokrývání povrchu skluzovými pásy před tím, než bylo dosaženo meze únavy. Hodnota amplitudy napětí, při které se objevuje první skluzová aktivita ve formě skluzových pásů, je přibližně 0,9ti násobek hodnoty meze únavy.
- Mechanismus iniciace trhlin, který je dobře známý z materiálu s konvenční velikostí zrna, tedy iniciace v PSP, nelze použít pro případ UFG Cu, pokud struktura zůstává jemnozrnná. V případě symetrického silového zatěžování ve vysokocyklové oblasti vzniká v povrchové vrstvě pod skluzovými pásy kavitační poškození, které je důsledkem vzniku koalescence vakancí. Ke vzniku embryonálních trhlin dochází postupným spojováním kavit, které jsou lokalizovány přednostně podél rovin s největším smykovým napětím. Současně se vyvíjí povrchový reliéf skluzového pásu. Při zatěžování s řízenou amplitudou plastické deformace a asymetrickém silovém zatěžování dochází k lokalizaci cyklické plasticity skluzovým mechanismem podobným CG Cu, kdy na povrchu materiálu vznikají extruze a intruze, z nichž později iniciují únavové trhliny.
- Mikrostruktura vyšetřovaná na povrchu i pod povrchem zkušebního tělesa v okolí skluzových pásů a počátečních trhlin po všech typech únavového zatěžování si zachovala ultrajemnozrnný charakter. Pro iniciaci únavových trhlin tedy není zapotřebí vytváření větších zrn, tedy bimodální struktury.
- Únavové zatěžování ultrajemnozrnné mědi s tahovým středním napětím vede ke snížení životnosti ve srovnání se zatěžováním symetrickým.
- S-N křivka se středním napětím 200 MPa při zatěžování v řízené amplitudě napětí nemá klasické stádium nízkocyklové únavy. Zkušební těleso se poruší tvárným lomem se vznikem krčku, pokud maximální napětí v cyklu dosáhne meze pevnosti v tahu. V případě, že maximální napětí v cyklu je nižší než mez pevnosti, pak porušení nastává iniciací únavové trhliny na povrchu a jejím šířením přes nosný průřez tělesa, přičemž životnost je vyšší než 10^5 cyklů.

11 PŘEHLED POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

<i>C2S2 (continuous confined strip shearing)</i>	<i>válcovací stolice rozšířená o ECAP zařízení</i>
<i>CG (conventional grain size)</i>	<i>konvenční velikost zrna</i>
<i>Cu</i>	<i>chemická značka mědi</i>
<i>cyclic fatigue markings</i>	<i>cyklické skluzové stopy</i>
<i>DCAP (dissimilar-channel angular pressing)</i>	<i>válcovací stolice rozšířená o ECAP zařízení</i>
<i>EBSD (electron backscatter diffraction)</i>	<i>difrakce zpětně odražených elektronů</i>
<i>ECAP (equal channel angular pressing)</i>	<i>smyková deformace při bezkontrakčním protlačování</i>
<i>ECAR (equal-channel angular rolling)</i>	<i>válcovací stolice rozšířená o ECAP zařízení</i>
<i>FIB (focused ion beam)</i>	<i>fokusuovaný svazek iontů</i>
<i>GIS (gas injection system)</i>	<i>systém vstřikování plynů</i>
<i>HCF (high cycle fatigue)</i>	<i>vysokocyklová únava</i>
<i>LCF (low cycle fatigue)</i>	<i>nízkocyklová únava</i>
<i>MPa (Megapascal)</i>	<i>jednotka tlaku, příp. napětí</i>
<i>N (N_f)</i>	<i>počet cyklů (počet cyklů do lomu)</i>
<i>PSB (persistent slip bands)</i>	<i>perzistentní skluzové pásy</i>
<i>PSB-like SBs</i>	<i>skluzové pásy připomínající charakterem perzistentní skluzové pásy</i>
<i>PSB threshold</i>	<i>prahová hodnota pro vznik perzistentních skluzových pásů</i>
<i>PSP</i>	<i>perzistentní skluzové pásy</i>
<i>R_m</i>	<i>mez pevnosti</i>
<i>R_{p0,2}</i>	<i>mez kluzu</i>
<i>SAED (selected area electron diffraction)</i>	<i>difrakce elektronů z dané oblasti u TEM</i>

<i>SEM (scanning electron microscopy, scanning electron microscop)</i>	<i>rastrovací elektronová mikroskopie, rastrovací elektronový mikroskop</i>
<i>shear bands</i>	<i>smykové pásy</i>
<i>SPD (severe plastic deformation)</i>	<i>intenzivní plastická deformace</i>
<i>step-like SBs</i>	<i>stupňovité skluzové pásy</i>
<i>T</i>	<i>teplota</i>
<i>TEM (transmission electron microscopy, transmission electron microscop)</i>	<i>transmisní elektronová mikroskopie, transmisní elektronový mikroskop</i>
<i>the ECAP-Conform process</i>	<i>metoda pro výrobu drátů spojená s ECAP zařízením</i>
<i>UFG (ultra-fine grained)</i>	<i>ultrajemnozrný</i>
<i>UHCF (ultra high cycle fatigue)</i>	<i>gigacyklová únava</i>
<i>VHCF (very high cycle fatigue)</i>	<i>gigacyklová únava</i>
<i>VHCF-PSB threshold</i>	<i>prahová hodnota pro vznik persistentních skluzových pásů v gigacyklové oblasti zatěžování</i>
<i>zone of near-by oriented grains</i>	<i>oblast s nízkou disorientací sousedních zrn</i>
$\Delta\epsilon_p/2$	<i>amplituda plastické deformace</i>
ϵ	<i>deformace</i>
ϵ_{ap}	<i>amplituda plastické deformace</i>
ϵ_N	<i>deformace při průchodu ECAP komorou</i>
ϵ_{pl}	<i>plastická deformace</i>
ϕ	<i>úhel mezi kanály ECAP komory</i>
σ	<i>napětí</i>
σ_a	<i>amplituda napětí</i>
σ_m	<i>střední napětí</i>

12 VLASTNÍ PUBLIKACE A PREZENTACE

Publikace vztahující se k tématu DDP

Časopis s IF:

- LUKÁŠ, P.; KUNZ, L.; NAVRÁTILOVÁ, L.; BOKŮVKA, O. Fatigue damage of ultrafine-grain copper in very-high cycle fatigue region. *Material Science and Engineering*, 2011, A 528, s. 7036–7040.
- LUKÁŠ, P.; KUNZ, L.; NAVRÁTILOVÁ, L. Initiation of fatigue cracks in ultrafine-grained copper. *Metallic materials/Kovové materiály*. 2012, In Press.
- KUNZ, L.; LUKÁŠ, P.; NAVRÁTILOVÁ, L. Fatigue crack initiation and early crack propagation in ultrafine-grained copper in high-cycle fatigue region. Accepted for publication in special issue *International Journal of Fatigue*, 2013.

Příspěvek na konferenci:

- NAVRÁTILOVÁ, L.; PANTĚLEJEV, L.; KUNZ, L. Vliv středního napětí na únavové chování ultrajemnozrné mědi. In *Letná škola únavy materiálů'2008*. Žilina: EDIS, Žilinská univerzita v Žilině, 2008. s. 175–179. ISBN: 978-80-8070-888-7.
- NAVRÁTILOVÁ, L.; PANTĚLEJEV, L.; MAN, O.; KUNZ, L. Stability of Microstructure of UFG Copper after Fatigue Loading and Thermal Exposition. In *Proceedings Transcom 2009*. Section 5. Žilina, Sk: University of Žilina, 2009, s. 149–154. ISBN: 978-80-554-0042- 6.
- NAVRÁTILOVÁ, L.; PANTĚLEJEV, L.; MAN, O.; KUNZ, L. Mikrostrukturní stabilita ultrajemnozrné mědi připravené metodou ECAP. In *Víceúrovňový design pokrokových materiálů 2009*. Brno: ÚFM AVČR, 2009. s. 115–122. ISBN: 978-80-254-6070- 2.
- NAVRÁTILOVÁ, L.; KUNZ, L.; PANTĚLEJEV, L.; MAN, O. Lokalizace cyklické plastické deformace v ultrajemnozrné mědi. In *SEMDOK 2009, 14th International of PhD. students' seminar*. 1. Žilina: EDIS - Žilina University publisher, 2009. s. 77–81. ISBN: 978-80-8070-959-4.
- NAVRÁTILOVÁ, L.; OBRTLÍK, K.; KUNZ, L. Cyclic plastic behaviour of UFG Cu under controlled stress and strain loading. In *SEMDOK 2011, 16th International of PhD. students' seminar*. Žilina: EDIS – Žilina University publisher, 2011. s 21–24. ISBN: 978-80-554-0315-1.
- NAVRÁTILOVÁ, L.; KUNZ, L.; NOVÝ, F.; MINTÁCH, R. Development of cyclic slip bands in UFG copper in gigacycle fatigue. In *Konštrukčné materiály 2011*, 28. 4. 2011, Žilina.
- NAVRÁTILOVÁ, L.; KUNZ, L.; NOVÝ, F.; MINTÁCH, R. Influence of gigacycle fatigue on development of surface relief in UFG copper. In *Proceeding Transcom 2011*. Section 5. Žilina, Sk: University of Žilina, 2011, s. 129–132. ISBN: 978-80-554-0374-8.

- NAVRÁTILOVÁ, L.; KUNZ, L. Mechanism of fatigue crack initiation in UFG copper. In *SEMDOK 2012, 17th International of PhD. students' seminar*. 1. Žilina: EDIS - Žilina University publisher, 2012. s. 50–53. ISBN: 978-80-554-0477-6.
- NAVRÁTILOVÁ, L.; KUNZ, L. Development of fatigue damage in ultrafine-grained copper. [CD-ROM]. In *19th European Conference on Fracture*, Kazaň, 26.–31.8.2012. ISBN 978-5-905576-18-8.
- KUNZ, L.; LUKÁŠ, P.; NAVRÁTILOVÁ, L. Fatigue crack initiation and early crack propagation in ultrafine-grained copper in high-cycle fatigue region. In *The Fourth International Conference on Crack Paths*, Gaeta (Italy), 19.–21. 9. 2012, invited paper.
- LUKÁŠ, P.; KUNZ, L.; NAVRÁTILOVÁ, L. Fatigue strength and early fatigue damage of ultrafine-grained copper. [CD-ROM]. In *16th International Colloquium Mechanical Fatigue of Metals*, Brno, 24.–26. 9. 2012. ISBN 978-80-87434-05-5.

Ostatní:

- NAVRÁTILOVÁ, L.; KUNZ, L.; MAN, O.; PANTĚLEJEV, L. Effect of Annealing on Microstructure and Fatigue Life of UFG Copper. *Materials engineering/Materiálové inžinierstvo*, 2009, Vol. 16, No. 3a, s. 28-31. ISSN: 1335- 0803.
- PALA, Z.; NAVRÁTILOVÁ, L.; KUNZ, L.; GANEV, N. Residual stress analysis in ultrafine grained copper. *Materials engineering/Materiálové inžinierstvo*, 2009, Vol. 16, No. 3a, s. 58–61. ISSN: 1335- 0803.
- NAVRÁTILOVÁ, L.; OBRTLÍK, K.; KUNZ, L. Cyclic plastic behaviour of UFG Cu under controlled stress and strain loading. *Materials engineering/Materiálové inžinierstvo*, 2012, Vol. 19, No. 1, s. 18–21. ISSN: 1335-0803.

Ostatní publikace

Příspěvek na konferenci:

- KUNZ, L.; VLK, M.; ZAVADILOVÁ, P.; KLUSÁK, J.; NAVRÁTILOVÁ, L. Fatigue strength of weathering steel Atmofix 52A. In *13th conference Applied mechanics 2011 conference proceedings*. 18.–20. 4. 2011, Velké Bílovice. s. 127–130. ISBN 978-80-87434-03-1.

13 LITERATURA

- [1] SEGAL, V. M. Plastic deformation of crystalline materials. *United States Patent*. 1996, Patent No.: 5513512.
- [2] SEGAL, V. M. Shear-extrusion method. *United States Patent*. 2006, Patent No.: US 7096705 B2.
- [3] LATYSH, V.; KRALLICS, GY.; ALEXANDROV, I.; FODOR, A. Application of bulk nanostructured materials in medicine. *Current Applied Physics*, 2006, 6, s. 262–266.
- [4] MURPHY, M. C. The engineering fatigue properties of wrought copper. *Fatigue of Engineering Materials and Structures*, 1981, 4, 3, s. 199–234.
- [5] SURESH, S. Fatigue of Materials. Second edition. Cambridge: Cambridge university press, 1998. 679 s. ISBN 0–521–57847–7.
- [6] KLESNIL, M.; LUKÁŠ, P. Fatigue of metallic materials. Second revised edition. Amsterdam – Oxford – New York – Tokyo: Elsevier, 1992. 270 s. ISBN 0–444–98723–1.
- [7] POLÁK, J. Cyclic plasticity and low cycle fatigue life of metals. Vydání 2., upravené a rozšířené anglické. Praha: Academia, nakladatelství Československé akademie věd, 1991. 316 s. ISBN 80–200–0008–9.
- [8] VINOGRADOV, A. Monotonic and cyclic behavior of ultrafine grain metals: overview. *Materials Science Forum*, 2006, 503–504, s. 267–274.
- [9] VINOGRADOV, A.; HASHIMOTO, S. Multiscale phenomena in fatigue of ultra-fine grain materials - an overview. *Materials Transactions*, 2001, 42, 1, s. 74–84.
- [10] AGNEW, S. R.; VINOGRADOV, A. Y.; HASHIMOTO, S.; WEERTMAN, J. R. Overview of fatigue performance of Cu processed by severe plastic deformation. *Journal of Electronic Materials*, 1999, 28, 9, s. 1038–1044.
- [11] KUNZ, L.; LUKÁŠ, P.; SVOBODA, M. Fatigue strength, microstructural stability and strain localization in ultrafine-grained copper. *Materials Science and Engineering*, 2006, A 424, s. 97–104.
- [12] KUNZ, L.; LUKÁŠ, P.; PANTĚLEJEV, L.; MAN, O. Stability of microstructure of ultrafine-grained copper under fatigue and thermal exposition. *Strain*, 2011, 47, 6, s. 476–482. ISSN 0039–2103.
- [13] MOLODOVA, X.; GOTTSTEIN, G.; WINNING, M.; HELLMIG, R. J. Thermal stability of ECAP processed pure copper. *Materials Science and Engineering*, 2007, A 460–461, s. 204–213.
- [14] MOLODOVA, X.; GOTTSTEIN, G.; HELLMIG, R. J. On the thermal stability of ECAP deformed fcc metals. *Materials Science Forum*, 2007, 558–559, s. 259–264.
- [15] HÖPPEL, H. W.; BRUNNBAUER, M.; MUGHRABI, H. Cyclic deformation behaviour of ultrafine grain size copper produced by equal channel angular extrusion [online]. In: Materials Week 2000 – Proceedings, Werkstoffwoche-Partnerschaft (ed.), Frankfurt, 25–28 September 2000. [cit 20. ledna 2010] Dostupné z: <http://www.materialsweek.org/proceedings>.

- [16] BATHIAS, C.; PARIS, P. C. Gigacycle fatigue in mechanical practice. New York: Marcel Dekker, 2005. 304 s. ISBN: 0–8247–2313–9.
- [17] MUGHRABI, H.; Fatigue, an everlasting materials problem – still en vogue. *Procedia Engineering*, 2010, 2, s. 3–26.
- [18] MUGHRABI, H.; Specific features and mechanisms of fatigue in the ultrahigh-cycle regime. *International Journal of Fatigue*, 2006, 28, s. 1501–1508.
- [19] STANZL-TSCHEGG, S.; MUGHRABI, H.; SCHÖNBAUER, B. Life time and cyclic slip of copper in the VHCF regime. *International journal of Fatigue*, 2007, 29, s. 2050–2059.
- [20] STANZL-TSCHEGG, S.; SCHÖNBAUER, B. Mechanisms of strain localization, crack initiation and fracture of polycrystalline copper in the VHCF regime. *International Journal of Fatigue*, 2010, 32, s. 886–893.
- [21] WEIDNER, A.; AMBERGER, D.; PYCZAK, F.; SCHÖNBAUER, B.; STANZL-TSCHEGG, S.; MUGHRABI, H. *International Journal of Fatigue*, 2010, 32, s. 872–878.
- [22] ZHU, Y. T.; LOWE, T. C.; LANGDON, T. G. Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation. *Skripta Materialia*, 2004, 51, s. 825–830.
- [23] VALIEV, R. Z.; LANGDON, T. G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, 2006, 51, s. 881–981.
- [24] VALIEV, R. Z. Structure and mechanical properties of ultrafine-grained metals. *Materials Science and Engineering*, 1997, A 234-236, s. 59–66.
- [25] VALIEV, R. Z.; KORZNIKOV, V.; MULYUKOV, R. R. Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering*, 1993, A 168, s. 141–148.
- [26] VALIEV, R. Z.; KOZLOV, E. V.; IVANOV, YU. F.; LIAN, J.; NAZAROV, A. A.; BAUDELET, B. Deformation behaviour of ultra-fine-grained copper. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1994, 42, 7, s. 2467–2475.
- [27] FURUKAWA, M.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Review Processing of metals by equal-channel angular pressing. *Journal of materials science*, 2001, 36, s. 2835–2843.
- [28] HORITA, Z.; FUJINAMI, T.; LANGDON, T. G. The potential for scaling ECAP: effect of sample size on grain refinement and mechanical properties. *Materials Science and Engineering*, 2001, A 318, s. 34–41.
- [29] LEE, J. C.; SEOK, H. K.; SUH, J. Y. Microstructural evolutions of the Al strip prepared by cold rolling and continuous equal channel angular pressing. *Acta Materialia*, 2002, 50, s. 4005–4019.
- [30] UTSUNOMIYA, H.; HATSUDA, K.; SAKAI, T.; SAITO, Y. Continuous grain refinement of aluminum strip by conshearing. *Materials Science and Engineering*, 2004, A 372, s. 199–206.
- [31] XU, C. Z.; WANG, Q. J.; ZHENG, M. S.; ZHU, J. W.; LI, J. D.; HUANG, M. Q.; JIA, Q. M.; DU, Z. Z. Microstructure and properties of ultra-fine grain

- Cu-Cr alloy prepared by equal-channel angular pressing. *Materials Science and Engineering*, 2007, A 459, s. 303–308.
- [32] SEGAL, V.M. Equal channel angular extrusion: from macromechanics to structure formation. *Materials Science and Engineering*, 1999, A 271, s. 322–333.
- [33] NISHIDA, Y.; ARIMA, H.; KIM, J. C.; ANDO, T. Rotary–die equal–channel angular pressing of an Al – 7 mass% Si – 0.35 mass% Mg alloy. *Scripta Materialia*, 2001, 45, s. 261–266.
- [34] AZUSHIMA, A.; AOKI, K. Properties of ultrafine-grained steel by repeated shear deformation of side extrusion process. *Materials Science and Engineering*, 2002, A 337, s. 45–49.
- [35] NAKASHIMA, K.; HORITA, Z.; NEMOTO, M.; LANGDON, T. G. Development of a multi–pass facility for equal–channel angular pressing to high total strains. *Materials Science and Engineering*, 2000, A 281, s. 82–87.
- [36] SUH, J.Y.; HAN, J. H.; OH, K. H.; LEE, J. C. Effect of deformation histories on texture evolution during equal– and dissimilar–channel angular pressing. *Scripta Materialia*, 2003, 49, s. 185–190.
- [37] NAM, C. Y.; HAN, J. H.; CHUNG, Y. H.; SHIN, M. C. Effect of precipitates on microstructural evolution of 7050 Al alloy sheet during equal channel angular rolling. *Materials Science and Engineering*, 2003, A 347, s. 253–257.
- [38] RAAB, G. J.; VALIEV, R. Z.; LOWE, T. C.; ZHU, Y. T. Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP–Conform. *Materials Science and Engineering*, 2004, A 382, s. 30–34.
- [39] KOZLOV, E. V.; ZHDANOV, A. N.; POPOVA, N. A.; PEKARSKAYA, E. E.; KONEVA, N. A. Subgrain structure and internal stress fields in UFG materials: problem of Hall-Petch relation. *Materials Science and Engineering*, 2004, A 387–389, s. 789–794.
- [40] STOLYAROV, V. V.; ZHU, Y. T.; ALEXANDROV, I. V.; LOWE, T. C.; VALIEV, R. Z. Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti. *Materials Science and Engineering*, 2001, A299, s. 59–67.
- [41] VINOGRADOV, A.; KANEKO, Y.; KITAGAWA, K.; HASHIMOTO, S.; STOLYAROV, V.; VALIEV, R. Cyclic response of ultrafine-grained copper at constant plastic strain amplitude. *Skripta Materialia*, 1997, 36, 11, s. 1345–1351.
- [42] AGNEW, S. R.; WEERTMAN, J. R. Cyclic softening of ultrafine grain copper. *Materials Science and Engineering*, 1998, A 244, s. 145–153.
- [43] DALLA TORRE, F.; LAPOVOK, R.; SANDLIN, J.; THOMSON, P. F.; DAVIES, C. H. J.; PERELOMA, E. V. Microstructures and properties of copper processed by equal channel angular extrusion for 1–16 passes. *Acta Materialia*, 2004, 52, s. 4819–4832.
- [44] VALIEV R.Z. Recent developments of SPD processing for fabrication of bulk nanostructured materials. *Materials Science Forum*, 2003, 426–432, s. 237–244.

- [45] HÖPPEL, H. W.; ZHOU, Z. M.; MUGHRABI, H.; VALIEV, R. Z. Microstructural study of the parameters governing coarsening and cyclic softening in fatigued ultrafine-grained copper. *Philosophical Magazine A*, 2002, 82, 9, s. 1781–1794.
- [46] THOMPSON, A. W.; BACKOFEN, W. A. The effect of grain size on fatigue. *Acta Metallurgica*, 1971, 19, s. 597–606.
- [47] MÜLLNER, H.; WEISS, B.; STICKLER, R.; LUKÁŠ, P.; KUNZ, L. The effect of grain size and test frequency on the fatigue behavior of polycrystalline Cu. *Fatigue 84. Proc. of the 2nd Int. Conf. on Fatigue Thresholds*. 1984, s. 479.
- [48] LUKÁŠ, P.; KUNZ, L. Effect of grain size on the high cycle fatigue behaviour of polycrystalline copper. *Material Science and Engineering*, 1987, 85, s. 67–75.
- [49] MUGHRABI, H.; HÖPPEL, H. W.; KAUTZ, M. Fatigue and microstructure of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 2004, 51, s. 807–812.
- [50] MUGHRABI, H.; HÖPPEL, H. W. Cyclic deformation and fatigue properties of very fine-grained metals and alloys. *International Journal of Fatigue*, 2010, 32, s. 1413–1427.
- [51] MUGHRABI, H.; HÖPPEL, H. W. Cyclic deformation and fatigue properties of ultrafine grain size materials: current status and some criteria for improvement of the fatigue resistance. *Material Research Society Symposium Proceedings*, 2001, 634, s. B2.1.1–B2.1.12.
- [52] XU, CH.; WANG, Q.; ZHENG, M.; LI, J.; HUANG, M.; JIA, Q.; ZHU, J.; KUNZ, L.; BUKSA, M. Fatigue behavior and damage characteristic of ultra-fine grain low-purity copper processed by equal-channel angular pressing (ECAP). *Materials Science and Engineering*, 2008, A 475, s. 249–256.
- [53] WU, S. D.; WANG, Z. G.; JIANG, C. B.; LI, G. Y.; ALEXANDROV, I. V.; VALIEV, R. Z. Shear bands in cyclically deformed ultrafine grained copper processed by ECAP. *Materials Science and Engineering*, 2004, A 387-389, s. 560–564.
- [54] WU, S. D.; WANG, Z. G.; JIANG, C. B.; LI, G. Y.; ALEXANDROV, I. V.; VALIEV, R. Z. The formation of PSB-like shear bands in cyclically deformed ultrafine grained copper processed by ECAP. *Scripta Materialia*, 2003, 48, s. 1605–1609.
- [55] ESTRIN, Y.; ISAEV, N. V.; LUBENETS, S. V.; MALYKHIN, S. V.; PUGACHOV, A. T.; PUSTOVALOV, V. V.; RESHETNYAK, E. N.; FOMENKO, V. S.; FOMENKO, L. S.; SHUMILIN, S. E.; JANECEK, M.; HELLMIG, R. J. Effect of microstructure on plastic deformation of Cu at low homologous temperatures. *Acta Materialia*, 2006, 54, s. 5581–5590.
- [56] LIAN, J.; VALIEV, R. Z.; BAUDELET, B. On the enhanced grain growth in ultrafine grained metals. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1995, 43, 11, s. 4165–4170.
- [57] MAN, O.; PANTĚLEJEV, L.; KUNZ, L. Study of thermal stability of ultrafine-grained copper by means of electron back scattering diffraction. *Materials Transactions*. 2010, 51, 2, s. 209–213.

- [58] LUKÁŠ, P.; KUNZ, L.; SVOBODA, M. Effect of low temperature on fatigue life and cyclic stress-strain response of ultrafine-grained copper. *Metalurgical and Materials Transactions*, 2007, A 38, s. 1910–1915.
- [59] JÄGER, A.; Mikroobrábění fokusovaným iontovým svazkem. [online] URL: <http://www.fzu.cz/popularizace/mikroobrabeni-fokusovany-iontovym-svazkem> [citováno 14.října 2011]
- [60] Focused ion beam technology, capabilities and applications. Hillsboro: FEI Company, 2005. 19 s.
- [61] VOLKERT, C. A.; MINOR, A. M. Focused ion beam microscopy and micromachining. *Mrs Bulletin*, 2007, 32, s. 389–395.
- [62] PHANEUF, M. W. Applications of focused ion beam microscopy to material science specimens. *Micron*, 1999, 30, s. 277–288.
- [63] MUNROE, P. R. The application of focused ion beam microscopy in the material sciences. *Materials Characterization*, 2009, 60, s. 2–13.
- [64] KIENER, D.; MOTZ, C.; RESTER, M.; JENKO, M.; DEHM, G. FIB damage of Cu and possible consequences for miniaturized mechanical test. *Materials Science and Engineering*, 2007, A 459, s. 262–272.
- [65] NAVRÁTILOVÁ, L. *Únavové vlastnosti jemnozrnné mědi připravené metodou ECAP*. Brno, 2008. 72 s. Diplomová práce na Fakultě strojního inženýrství Vysokého učení technického v Brně na Ústavu materiálových věd a inženýrství. Vedoucí diplomové práce Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.
- [66] BUKSA, M. *Únavové vlastnosti ultrajemnozrnných materiálů*. Brno, 2007. 124 s. Disertační práce na Fakultě strojního inženýrství Vysokého učení technického v Brně na Ústavu materiálových věd a inženýrství. Vedoucí disertační práce prof. RNDr. Ludvík Kunz, CSc.
- [67] LUKÁŠ, P.; KUNZ, L.; SVOBODA, M. Fatigue of ultrafine-grained copper. In: *Proceedings of Sixth International Conference on Low Cycle Fatigue LCF6*. Berlin, 2008, s. 295–305.
- [68] LUKÁŠ, P.; KUNZ, L.; SVOBODA, M. Fatigue notch sensitivity of ultrafine-grained copper. *Materials Science and Engineering*, 2005, A 391, s. 337–341.
- [69] PANTĚLEJEV, L. *Únavové vlastnosti a mikrostrukturní stabilita ultrajemnozrnné mědi*. Brno, 2010. 190 s. Habilitační práce na Fakultě strojního inženýrství Vysokého učení technického v Brně na Ústavu materiálových věd a inženýrství.
- [70] WANG, Z.; SUN, Z.: Effect of initial ramp loading on fatigue behaviour in polycrystalline copper. *Materials Science and Engineering*, 1992, A 151, s. 121–130.
- [71] WANG, Z.; LAIRD, C. Cyclic stress-strain response of polycrystalline copper under fatigue conditions producing enhanced strain localization. *Materials Science and Engineering*, 1988, 100, s. 57–65.
- [72] LLANES, L.; LAIRD, C. Substructure evolution of copper polycrystals under different testing conditions: conventional strain control and ramp loading. *Materials Science and Engineering*, 1993, A 161, s. 1–12.