

VĚDECKÉ SPISY VYSOKÉHO UČENÍ TECHNICKÉHO V BRNĚ

*Edice PhD Thesis, sv. 601*

*ISSN 1213-4198*

*thesis* IS

*Mgr. Štěpán Major*

**Vliv plazmové nitridace  
na únavovou životnost  
vysocepevných ocelí  
při biaxiálním zatěžování**

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

Fakulta strojního inženýrství

Ústav fyzikálního inženýrství

**Mgr. Štěpán Major**

**Vliv plasmové nitridace na únavovou životnost  
vysocepevných ocelí při biaxiálním zatěžování**

**Influence of Plasma-nitriding on Fatigue Life of  
High-strength steels under Biaxial Loading**

Zkrácená verze Ph.D. Thesis

Obor: Fyzikální a materiálové inženýrství  
Školitel: prof. RNDr. Jaroslav Pokluda, CSc.  
Oponenti: prof. RNDr. Jan Kohout CSc.  
doc. RNDr. Karel Obrtlík CSc.  
prof. Ing. Milan Růžička CSc.

Datum obhajoby: 22. června 2010

**Klíčová slova:** biaxiální namáhání, únava, fraktografie, rybí oko.

**Key words:** Biaxial Loading, Fatigue, Fractography, Fish-eye.

Ústav fyzikálního inženýrství  
Fakulta strojního inženýrství  
Vysoké Učení Technické v Brně,  
Technická 2, 616 69 Brno

© Štěpán Major, 2010  
ISBN 978- 80-214-4163-7  
ISSN 1213-4198

## OBSAH

	Obsah	3
1.	Úvod	5
2.	Únava materiálu	6
2.1	Únavový proces	6
2.2	Biaxiální zatěžování	6
3.	Kritéria životnosti	7
4.	Vliv nitridace na únavovou životnost	9
4.1	Nitridace plasmou	10
4.2	Nukleace trhliny v nitridovaných vzorcích	10
5.	Fraktografie	11
5.1	Morfologie lomové plochy	11
5.2	Kvantitativní fraktografie	12
5.2.1	Rekonstrukce lomových ploch	12
5.2.2	Parametry drsnosti	13
6.	Životnost při biaxiálním zatěžování	13
6.1	Únavové experimenty	13
6.2	Predikce únavové životnosti	14
7.	Fraktografická analýza	15
7.1	Vzorky bez vrstvy	15
7.2	Nitridované vzorky	16
7.2.1	Rozměry rybího oka	16
7.2.2	Odhad reziduálních napětí	21
8.	Závěr	23
	Přehled publikovaných prací	25
	Použitá literatura	27
	Curriculum Vitae	31
	Abstract	32



# 1 ÚVOD

Podrobíme-li součásti nebo konstrukci dynamickému namáhání, může dojít po určité době k jejich porušení lomem, ačkoliv amplituda zatěžujícího napětí je mnohem nižší než mez kluzu. Proces postupného porušování materiálu postupnou nukleací mikrotrhlin a jejich šířením a spojováním nazýváme únava materiálu. Poněvadž většina komponent v inženýrské praxi je podrobena kombinovanému namáhání, je od sedmdesátých let minulého století věnována značná pozornost tzv. víceosé únavě, tedy únavovým lomům vznikajícím v podmínkách víceosé napjatosti. Vzhledem k významu rotačních součástí, jako jsou např. hřídele, lopatky turbín nebo ozubená kola, v technické praxi je třeba klást zvýšený důraz na studium únavových procesů při namáhání kombinací ohybu a krutu.

Detailní pochopení fyzikální podstaty lomového procesu je nezbytnou podmínkou pro optimalizaci vlastností materiálů, přičemž sama lomová plocha se stává významným zdrojem informací o mechanismu únavového procesu. Studiu lomového mikroreliefu se věnuje vědní disciplína kvantitativní fraktografie.

Na Ústavu fyzikálního inženýrství FSI VUT v Brně je studiu lomových ploch, vytvořených při víceosém namáhání, věnována pozornost od roku 2000, kdy byly provedeny první únavové experimenty kombinací krutu a ohybu. Takto získané lomové plochy byly studovány v dizertační práci K. Slámečky [1-4]. Cílem práce bylo zejména posoudit vztah mezi způsobem experimentálního zatěžování a výsledným lomovým reliéfem. Vzhledem k tomu, že u vzorků analyzovaných v citované studii byl počet cyklů do lomu v rozsahu 14000 - 105000 cyklů, zaměřuji se ve svém doktorském studiu na kvantitativní analýzu lomových ploch, získaných v oblasti VCÚ, přičemž jedním z cílů studia je realizace srovnání výsledků fraktografické analýzy lomových ploch, získaných v oblasti VCÚ, s výsledky získanými v oblasti NCÚ. Dále věnuji pozornost analýze lomových ploch vzorků s nitridovanou vrstvou, a zvláště pak problematice podpovrchově nukleovaných trhlin typu rybí oko („*fish-eye*“).

Tato práce je rozdělena na dvě části. První část reprezentuje literární rešerši, jež obsahuje ve druhé kapitole stručný výklad základních problémů únavy materiálu. Třetí kapitola je věnována multiaxiálnímu zatěžování, přičemž je kladen důraz na oblast realizovaného zatěžování kombinací krutu a ohybu. Tato kapitola obsahuje popis jednotlivých únavových kritérií, včetně teorie nezbytné pro pochopení jejich chování. Kapitola čtvrtá je věnována vlivu povrchových úprav, zvláště pak vlivu plasmové nitridace na únavovou životnost. Kapitola pátá je věnována shrnutí současných metod kvantitativní fraktografické analýzy. V experimentální části této práce je šestá kapitola věnována otázkám predikce únavové životnosti. Tato kapitola obsahuje popis realizovaných experimentů a výpočet chybových indexů posuzovaných únavových kritérií. Kapitola sedmá obsahuje fraktografickou analýzu lomových ploch vzorků bez povrchové vrstvy. Dále je tato kapitola věnována studiu útvarů typu rybí oko.

## 2 ÚNAVA MATERIÁLU

### 2.1 ÚNAVOVÝ PROCES

Proces únavové degradace, popsany pomocí Wöhlerovy křivky, popisující celkovou únavovou životnost konstrukčních prvků, lze obecně rozdělit do pěti základních fází:

- změny mechanických vlastností
- nukleace trhlin
- šíření krátkých trhlin
  - mikrostrukturní krátké trhliny
  - přechodové krátké trhliny
- šíření magistralní trhliny
  - konečný dolom

Toto rozdělení únavového procesu na jednotlivé fáze má pouze orientační význam, a to z toho důvodu, že jednotlivé etapy únavové životnosti nejsou jednoznačně ohraničeny, takže se jednotlivé etapy únavového procesu navzájem překrývají. Samotná délka jednotlivých etap únavového procesu je značně závislá nejen na provozních podmínkách, ale i technologických parametrech použitého výrobního procesu [5].

### 2.2 BIAXIÁLNÍ ZATĚŽOVÁNÍ

Při experimentálním výzkumu víceosé únavy je nejčastěji studován případ časově sinusového průběhu zátěžných sil. Časovou závislost tenzoru napětí pro případ synchronního střídavého zatěžování vyjádříme ve tvaru

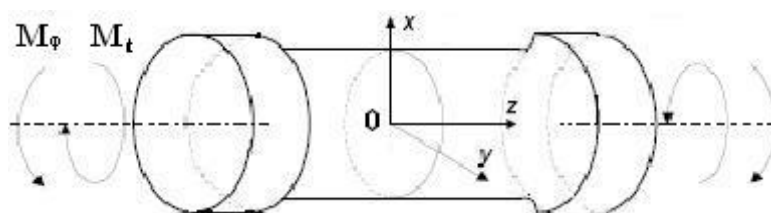
$$\sigma_{ij}(t) = \sigma_{ija} \sin(\omega_{ij}t). \quad (2.1)$$

V oblasti VCÚ je prakticky celý objem tělesa deformován v inženýrsky pružné oblasti, což umožňuje použití principu superpozice složek tenzoru napětí. Napěťový stav v libovolném bodě na povrchu válcového tělesa zatěžovaného kombinací krutu a ohybu lze tak popsat užitím tenzoru [6]

$$\vec{\sigma} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & \tau_{xz} \\ 0 & 0 & \tau_{yz} \\ \tau_{zy} & \tau_{zy} & \sigma_{zz} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & 0 & -\frac{M_t}{I_p}y \\ 0 & 0 & -\frac{M_t}{I_p}x \\ -\frac{M_t}{I_p}y & -\frac{M_t}{I_p}x & -\frac{M_o}{I_y}x \end{bmatrix}, \quad (2.3)$$

kde  $M_t$  a  $M_o$  jsou torzní a ohybový moment,  $I_p$  je polární moment setrvačnosti (moment vzhledem k ose  $z$ ) a  $I_y$  moment setrvačnosti vzhledem k ose  $y$ . Použitý souřadný systém ukazuje obr. 2.1. Úpravami vztahu (2.4) obdržíme charakteristickou rovnici, jejímž řešením získáme trojici kořenů  $\sigma_{ia}$  ( $i = 1, 2, 3$ )

$$\sigma_{1a} = \frac{\sigma_a + \sqrt{\sigma_a^2 + 4\tau_a^2}}{2}, \quad \sigma_{2a} = \frac{\sigma_a - \sqrt{\sigma_a^2 + 4\tau_a^2}}{2}, \quad \sigma_{3a} = 0. \quad (2.4)$$



Obr.2.1. Válcové těleso zatěžované torzním ( $M_t$ ) a ohybovým ( $M_o$ ) momentem a s ním spojený souřadný systém [1].

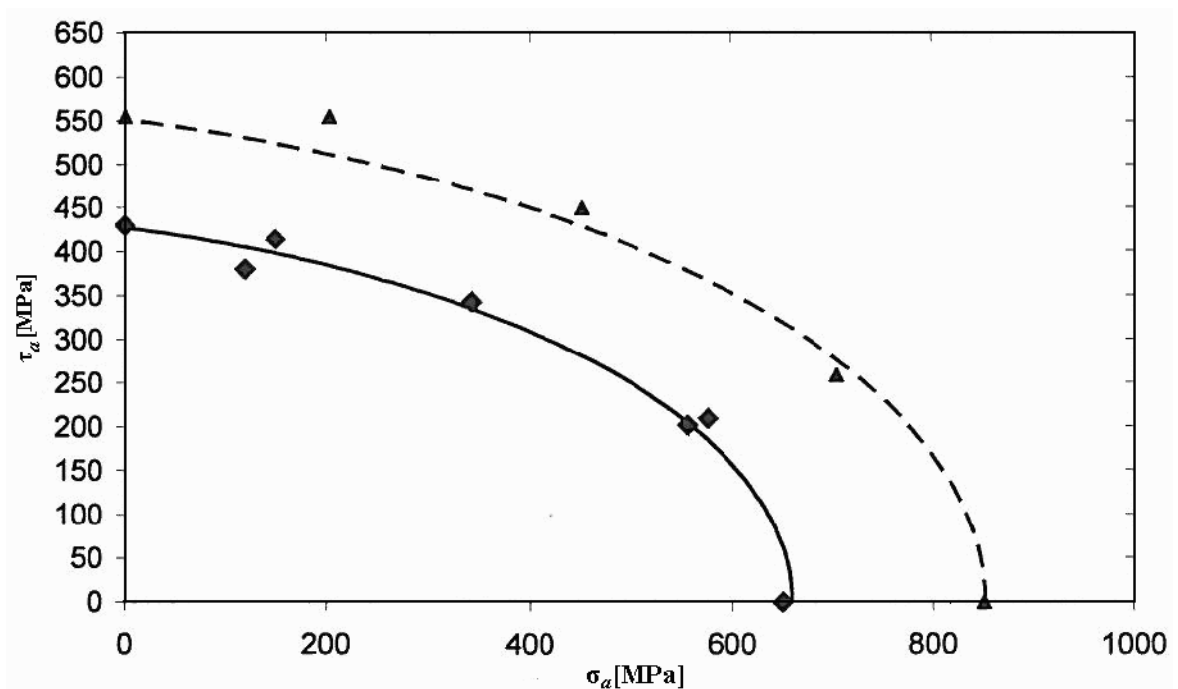
### 3 KRITÉRIA ŽIVOTNOSTI

V současnosti disponujeme velkým množstvím kritérií, jejichž autoři se pokusili co nejlépe předpovídat mez únavy (resp. napětí na mezi únavy) při jednoosém nebo víceosém zatěžování [6-20]. Doposud však žádný z těchto vztahů není schopen komplexně popsat veškeré faktory ovlivňující únavovou životnost [6,7,17]. Zkušební těleso se v oblasti vysokocyklové únavy nachází v makroskopicky elastickém stavu, což znamená, že únavová životnost je určena především napěťovými členy.

Kritéria pro predikci víceosé únavy většinou využívají představy, že napěťově-deformační prostor lze rozdělit na dvě části (bezpečnou a nebezpečnou) od sebe oddělené mezní křivkou. Ty kombinace napětí, jejichž aplikace nepovede pro danou životnost k lomu, leží v bezpečné oblasti a naopak ty kombinace, které způsobí únavový lom, leží na mezní křivce, resp. nad touto křivkou, tedy v nebezpečné oblasti – viz obr. 3.1. Tvar mezní křivky, oddělující bezpečný prostor od nebezpečného, je určen únavovou životností, vyjádřenou funkční nerovností  $f(\sigma_a, \tau_a, \lambda, \kappa, \mu, N_f) \leq 1$  [6,7]. Parametry  $\lambda$ ,  $\kappa$  a  $\mu$  jsou materiálové konstanty, které obecně nabývají pro každé kritérium odlišných hodnot. Únavová kritéria lze rozdělit na :



- Fenomenologická kritéria, jež jsou odvozena na základě empirických pozorování.
  - Koncepce, na nichž jsou založena fenomenologická únavová kritéria:
    - ekvivalentní napětí
    - napět'ové invarianty
- Mezoskopická kritéria, jež jsou odvozena na základě teoretických úvah a formulována tak, že určitá veličina, jako např. napětí v kritické rovině, je považována za klíčovou pro vznik a šíření trhliny. Koncepce, na nichž jsou založena mezoskopická únavová kritéria:
  - kritická rovina, resp. napětí v kritické rovině
  - mikroskopické úvahy



Obr. 3.1 Křivky konstantní životnosti ( $N_f = 3 \cdot 10^5$  cyklů) pro případ Matakoeva kritéria [12].

Kvalitu jednotlivých kritérií posuzujeme užitím tzv. chybového indexu  $I$ . Chybového indexu se používá k posuzování přesnosti predikce únavové životnosti. Tento index vyjadřuje procentuální chybu mezi teoreticky předpovědanou únavovou životností a její skutečnou hodnotou, získanou experimentálně na zatěžovacím stroji. Chybový index je definován vztahem [6,17]

$$I = \left( \frac{LHS - RHS}{RHS} \right) \cdot 100\% , \quad (3.7)$$

kde *LHS* („left-hand“) je levá strana nerovnice a *RHS* („right-hand“) je pravá strana nerovnice. Vstupní veličiny *LHS* jsou hodnoty  $\sigma_a$  a  $\tau_a$ , korespondující s naměřenými hodnotami únavových životností.

Kladná hodnota chybového indexu znamená, že reálná únavová životnost je nižší než vypočtená, tedy predikovaná životnost, a tudíž leží v nebezpečné oblasti. Takové kritérium označujeme jako nekonzervativní. Papadopoulos uvádí, že v případě, kdy se hodnota chybového indexu pohybuje kolem  $\pm 5\%$ , lze považovat předpověď únavového chování za dobrou [17].

Zde je uveden hlubší rozbor nejúspěšnějších kritérií biaxiální únavy:

### Marinovo kritérium

Marinovo kritérium je navrženo tak, že využívá pouze napět'ových invariantů deviátoru napětí. Toto kritérium je definováno vztahem [7,17]

$$\left( \frac{\sqrt{3J_{2,a}}}{\sigma_c} \right)^\lambda + \left( \kappa \frac{\sqrt{J_{2,m}}}{R_m} \right)^\mu \leq 1, \quad (3.1)$$

kde  $\lambda$ ,  $\mu$  a  $\kappa$  jsou charakteristické konstanty. Veličiny  $J_{2,m}$  a  $J_{2,a}$  jsou invariant druhého deviátoru napětí a jeho amplituda. Hodnoty těchto konstant pro oceli stanovené Marinem jsou  $\kappa = 1$  a  $\lambda = \mu = 2$ .

### Matakovo kritérium

Matake definuje svůj vztah [17] pro určení kritické roviny jako  $\max(\tau_{a,\rho})$ , kde  $\tau_{a,\rho}$  reprezentuje maximální amplitudu příslušného smykového napětí v rovině  $\rho$ . Kritickou rovinu tedy identifikuje s rovinou, na níž smyková napětí dosahují maxima. Kritérium navržené Matakem je potom definováno vztahem

$$\tau_{a,\max} + \kappa \sigma_{n,\max} \leq \lambda. \quad (3.2)$$

## 4 Vliv nitrídace na únavovou životnost

Poněvadž únavové trhliny nejčastěji iniciují na povrchu součástí, je výhodné upravovat povrchy namáhaných komponent takovým způsobem, aby se iniciaci trhlín předcházelo. Při nitrídaci je na povrchu materiálu vytvářena velmi tvrdá tenká vrstvička s běžným rozsahem hodnot mikrotvrdosti 500-800 HV [21]. Důsledkem těchto úprav je výrazné zvýšení únavové životnosti, asi o 25% [22]. Tímto způsobem se upravuje velké množství součástí, u kterých je riziko

poškození únavovým lomem, otláčením a korozí, jako jsou např. ozubená kola, klikové hřídele apod.

#### 4.1 NITRIDACE PLASMOU

Princip plasmové, resp. iontové nitridace spočívá ve využití tzv. *anomálního doutnavkového* výboje [21]. Zpracovávané součásti jsou uloženy ve vakuové nádobě, tzv. recipientu, a jsou zapojeny jako katoda. Recipient je zapojen jako anoda a udržuje se v něm snížený tlak zředěné směsi plynů. Plyná směs, tvořící atmosféru v recipientu, obsahuje čpavek, argon, dusík, metan a vodík. Uvedené plyny se do recipientu dostávají z tlakových lahví, obsahujících samostatné plyny. Napětí a tlak jsou nastaveny na podmínky anomálního výboje.

Nitridovaný povrch je složen ze dvou částí, přímo na povrchu je až několik mikrometrů tlustá, tzv. *bílá vrstva*, tvořená sloučeninou Fe a N, která je velice tvrdá (až 1500 HV) [21]. Tuto vrstvu považujeme z hlediska únavové životnosti za škodlivou. Pod touto vrstvou se nachází tzv. difúzní vrstva, sahající do hloubky několika desetin milimetru.

Praxe ukázala, že v případě iontově nitridovaných vzorků se místa iniciace trhliny často vyskytují v oblasti rozhraní nitridovaná vrstva - základní materiál a obvykle se iniciátorem trhliny stává vměstek, v jehož bezprostředním okolí dochází k plastické deformaci. Typickým útvarem pozorovaným na únavové lomové ploše nitridovaných vzorků jsou rybí oka, trhliny vzniklé na nekovových vměstcích v základním materiálu.

#### 4.2 NUKLEACE TRHLINY V NITRIDOVANÝCH VZORCÍCH

Povrchová vrstva zpevněná nitridací má odlišné mechanické vlastnosti než základní materiál (vysoká tvrdost, přítomnost vnitřních tlakových pnutí). Tvrdost nitridovaného povrchu je přibližně čtyřnásobná ve srovnání se základním materiálem (tvrdost vrstvy 1200HV, bez vrstvy 290 HV). Velký význam má přítomnost vnitřních tlakových pnutí v nitridované vrstvě a jejím okolí. Tato pnutí brání vzniku únavové trhliny na povrchu tělesa a trhliny tudíž mohou snáze vzniknout na vnitřních koncentrátorech napětí, jako jsou vměstky nebo inkluze.

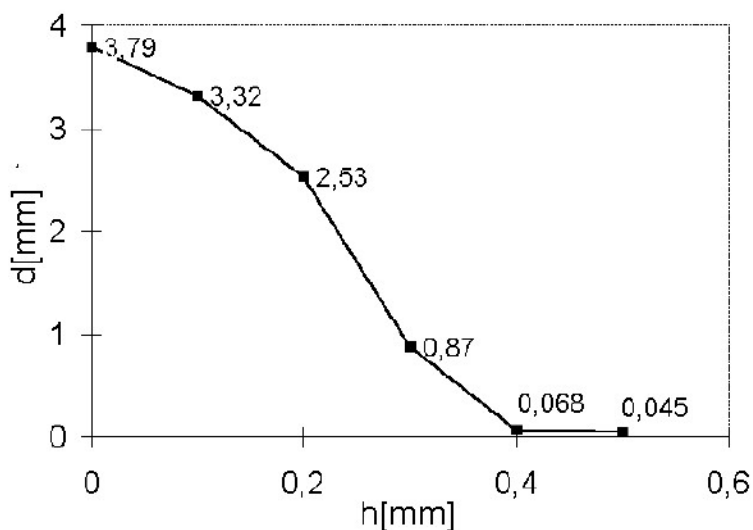
Hodnota intenzity napětí  $K_{I,\max}$  na povrchu eliptické inkluze může být vyjádřena vztahem

$$K_{I,\max} \approx 0,65\sigma\sqrt{\pi\sqrt{A_p}}, \quad (4.1)$$

kde  $A_p$  je plocha příčného průřezu inkluze [22-24]. Druhá odmocnina  $A_p$  odpovídá hodnotě efektivního průměru inkluze  $a_{ef}$ . Mez únavy potom může být vyjádřena jako

$$\sigma_c = \frac{K_{th}}{0,65\sqrt{\pi\sqrt{A_p}}} = \frac{K_{th}}{0,65\sqrt{\pi a_{ef}}}, \quad (4.2)$$

kde  $K_{th}$  je prahová hodnota. Reziduální tlaková napětí v povrchové vrstvě mění asymetrii namáhání [22,23]. Na základě těchto poznatků lze určit kritický průměr inkluze, nutný ke vzniku trhliny u vysocepevných ocelí. Obr. 4.1 [22] ukazuje závislost kritického průměru inkluze  $a_{ef}$  na vzdálenosti od povrchu tělesa. Kritický rozměr inkluze uvnitř nitrídané vrstvy přesahuje o dva řády rozměry inkluzí, což je důvod, proč není pozorován vznik trhlin na inkluzích v nitrídané vrstvě. Naopak ve větší vzdálenosti než 0.4 mm od povrchu, vypočtený kritický průměr inkluze odpovídá reálným rozměrům inkluzí a na těchto inkluzích mohou vznikat trhliny.



Obr.4.1 Závislost kritického průměru inkluze  $a$  na vzdálenosti od povrchu tělesa  $h$ .

## 5 FRAKTOGRAFIE

### 5.1 MORFOLOGIE LOMOVÉ PLOCHY

Na lomové ploše, generované únavovým lomem, lze identifikovat oblasti, v nichž došlo k iniciaci mikrotrhlin a sledovat jejich postupné spojování do magistrální trhliny. Dále zde nalézáme oblast stabilního šíření magistrální únavové trhliny a můžeme ji odlišit od oblasti náhlého dolomení [1,5,25-37]. Morfologické znaky lze rozdělit, dle nutného zvětšení k jejich studiu, na makromorfologické a mikromorfologické. Makromorfologické znaky lze studovat pozorováním lomového povrchu pouhým okem nebo lupou. Pro zkoumání mikromorfologických znaků se používají různé druhy mikroskopů. Na většině lomových ploch lze rozpoznat čtyři oblasti: ohnisko primárního porušení, oblast postupného růstu trhliny a zrychleného růstu a oblast finálního lomu [37].

Pravděpodobně nejdůležitějším makromorfologickým znakem jsou odpočinkové čáry, které odpovídají poloze čela trhliny při změně zátěžného cyklu. Odpočinkové čáry jsou kolmé na směr šíření magistrální trhliny a k jejich vzniku dochází při změně velikosti plastické zóny v případě náhlé změny způsobu zatěžování. Makromorfologickým útvarem, typickým pro nitrídané vzorky, jsou rybí oka. Za nejvýznamnější mikromorfologický znak lze jednoznačně označit striace. V té oblasti, kterou je možno popsat Parisovou-Erdoganovou rovnicí, vznikne právě jedna striace během jednoho zatěžovacího cyklu.

## 5.2 KVANTITATIVNÍ FRAKTOGRAFIE

### 5.2.1 REKONSTRUKCE LOMOVÝCH PLOCH

V této studii byla trojrozměrná rekonstrukce lomových ploch realizována užitím stereofotogrammetrie a další měření byla realizována na optickém rastrovacím zařízení *Microprof 100*. Stereofotogrammetrie je metoda, která umožňuje výpočet  $(x, y, z)$  souřadnic bodů studovaného povrchu na základě znalostí parametrů dvojice snímků, pořízených ze dvou odlišných úhlů [5,38,39]. Tato dvojice snímků se nazývá stereopár. V této práci byly stereosnímky získány pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu. Používané hodnoty relativního náklonu mezi oběma snímky se pohybují v rozmezí  $5^\circ$  až  $20^\circ$ .

Získané stereosnímky jsou následně zpracovány výpočetní technikou. Tuto fázi lze rozdělit do dvou částí. Nejprve se určují tzv. homologické body, tj. body na obou stereosnímcích, které přísluší témuž reálnému bodu povrchu na studovaném objektu. Ve druhé části stereofotogrammetrické rekonstrukce jsou pak pomocí stereologických vztahů, které jsou obsaženy v tzv. dispartibilní mapě, vypočteny relativní výškové souřadnice bodů rekonstruovaného povrchu. Obě popsané fáze trojrozměrné rekonstrukce jsou realizovány pomocí tzv. systému pro automatickou rekonstrukci lomového povrchu. Výsledkem stereofotogrammetrické rekonstrukce lomové plochy je trojrozměrný model studované oblasti, obsahující řádově 100 000 bodů se známými souřadnicemi  $x, y$  a  $z$ .

Další možností, jak získat trojrozměrný obraz studovaného lomového povrchu spočívá ve využití chromatické aberace, zobrazovací optické soustavy [2,40]. Na tomto principu pracuje měřicí zařízení *FRT Microprof 100*. Chromatická aberace má za následek změnu ohniskové vzdálenosti zobrazovací soustavy v závislosti na vlnové délce světla. Tento jev lze vysvětlit závislostí indexu lomu na vlnové délce. Jak je známo, bílé světlo procházející optickou soustavou, která není korigována na barevnou vadu, se rozkládá podle jednotlivých vlnových délek. Nejméně se při průchodu optickou soustavou láme červené světlo, tedy záření s největší vlnovou délkou, což způsobuje, že průsečík červeného paprsku s optickou osou je v největší vzdálenosti od čočky. U takto „rozloženého“ světelného svazku, dopadajícího na studovanou plochu, dochází k optimálnímu

odrazu, který umožňuje další zpracování soustavou pouze u paprsků s určitou vlnovou délkou.

## 5.2.2 PARAMETRY DRSNOSTI

Vzhledem k tomu, že v současné době neexistuje žádná jednoznačně uznávaná definice povrchové drsnosti, zůstává základní otázkou kvantitativní fraktografie vhodná volba parametrů popisujících lomovou plochu. Parametry drsnosti lze obecně interpretovat jako statistickou analýzu souboru geometrických souřadnic bodů studovaného povrchu [1,38]. Běžně používané parametry popisují nejen prostorové rozložení jednotlivých bodů lomového povrchu. Jako příklad je zde uvedena ve fraktografii velmi často používaná vertikální drsnost  $R_V$  (hybridní parametr), která je definována jako poměr součtu výškových diferencí mezi po sobě následujícími body profilu  $h$ , vůči délce průmětu tohoto profilu  $L_p$  do makroskopické roviny lomu

$$R_V = \frac{h}{L_p}, \quad h = \sum_{i=1}^{N-1} (z_{i+1} - z_i). \quad (5.1)$$

## 6 ŽIVOTNOST PŘI BIAXIÁLNÍM ZATĚŽOVÁNÍ

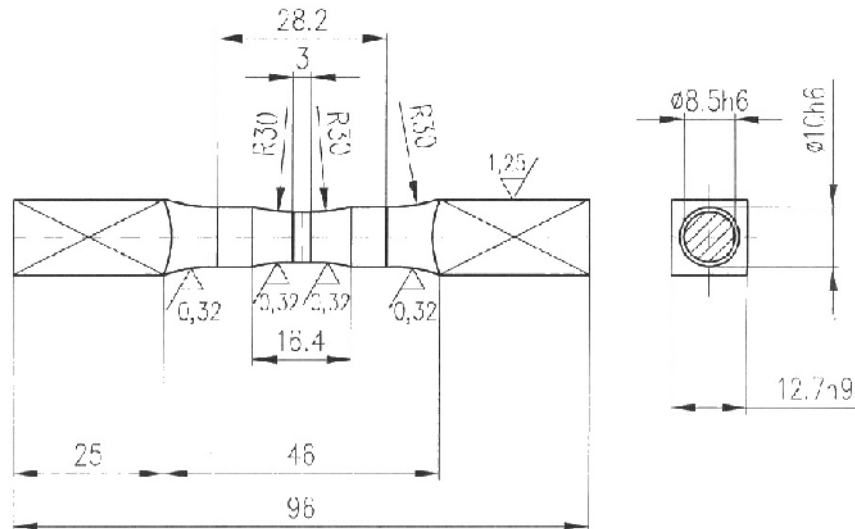
### 6.1 ÚNAVOVÉ EXPERIMENTY

Únavové experimenty byly realizovány užitím zatěžovacího stroje MZGS-100. Všechny únavové experimenty byly realizovány při frekvenci 29Hz, symetrickém zatěžovacím cyklu ( $R = -1$ ), sinusovém ohybu a krutu a jejich synchronní soufázové kombinaci. Experimenty byly provedeny při pokojové teplotě. Způsob zatěžování je popsán parametrem  $z$  (v dalším textu označovaný jako *součinitel zatížení*, resp. angl. *loading ratio*)

$$z = \frac{\tau_a}{\tau_a + \sigma_a}. \quad (6.1)$$

Z definice součinitele  $z$  je zřejmé, že v případě prostého krutu je  $z = 1$  a prostého ohybu  $z = 0$ . Kombinovanému namáhání potom odpovídá hodnota  $0 < z < 1$ .

Vzorky byly vyrobeny z vysocepevné nízkolegované oceli 41 5340 (ČSN 15 340) o mezi kluzu  $R_{p\ 0.2} = 840$  MPa a mezi pevnosti  $R_m = 950$  MPa. Plasmová nitridace vzorků byla realizována v nitridačním zařízení PN60/60 od německé firmy Rübiger AG. Mechanické vlastnosti materiálu po nitridaci jsou tyto: mez kluzu  $R_{p\ 0.2} = 871$  MPa, mez pevnosti  $R_m = 1020$  MPa a tvrdost nitridovaného povrchu  $HV_{max} = 1280$ , přičemž tloušťka nitridované vrstvy je  $h_{nitr} \approx 200 \mu m$ .



Obr. 6.1: Geometrie vzorků pro studium biaxiálního zatěžování.

## 6.2 PREDIKCE ÚNAVOVÉ ŽIVOTNOSTI

Jak již bylo uvedeno, k posuzování kvality predikce únavového kritéria se používá chybového indexu. Samotný výpočet chybových indexů byl realizován několika způsoby. Nejjednodušší kritéria byla vypočtena pomocí Excelu. Všechna kritéria uvedená v této práci, včetně těch kritérií, která byla vypočtena v Excelu, byla následně vypočtena programem vytvořeném v Delphi a programem napsaném v jazyce Perl. Dále byly realizovány výpočty pomocí programu PragTic.

Tabulka 6.1 ukazuje průměrné hodnoty chybového indexu  $I_P$  a průměrné hodnoty  $I_{AP}$ , vypočtené z absolutních hodnot chybových indexů pro případ vzorků s vrstvou i bez vrstvy. Z tabulky je zřejmé, že nejlepší predikci únavové životnosti dává, pro případ vzorků bez vrstvy, kritérium Marinovo. Pro případ vzorků s vrstvou kritérium Matakaovo. Marinovo kritérium, které dává nejpřesnější odhad životnosti ( $I_P = -0,06\%$ ), patří do skupiny kritérií, založených na napěťových invariantech. Z tohoto hlediska by bylo možno právě tento přístup považovat za nejefektivnější pro popis únavových experimentů.

Z obr. 3.1 je zřejmé, že nitridované vzorky, zatěžované kombinací ohybu a krutu, vykazují výrazně vyšší únavovou životnost, než vzorky bez vrstvy. I přes určitý rozptyl zakreslené experimentální body odpovídají stejné únavové životnosti. V celém rozsahu únavového života je odolnost nitridovaných vzorků asi o 25% vyšší, než v případě vzorků bez vrstvy.

Povrchová úprava	Vzorky bez vrstvy		Nitridované vzorky	
	$I_P$ [%]	$I_{AP}$ [%]	$I_P$ [%]	$I_{AP}$ [%]
Gough - Pollard	13,29	15,6	-9,55	17,62
Gough-Pollard -BM	23,67	72,61	84,42	47,26
Mod. Gough- Poll.	-7,36	8,49	-5,35	9,21
Mod. Gough- Poll- BM	-2,68	6,17	-0,25	6,77
Findley	-3,38	7,08	-0,87	8,62
Matake	-3,04	7,04	-0,18	8,32
McDiarmid	-3,02	7,08	1,72	8,65
Spagnoli	-3,13	7,25	-0,35	8,56
Papadopoulos-CPA	-6,30	11,08	-6,70	16,56
Marin	-0,06	5,93	4,04	8,72
Sines	-11,23	11,85	12,82	12,32
Crossland	-5,42	7,28	-2,47	8,65
Kakuno - Kawado	-5,42	7,28	-2,46	8,65
Dang Van	-3,03	7,35	-0,35	8,45
Papadopoulos - IA	-5,34	7,66	-2,35	8,46
GAM	-5,38	7,66	-2,38	8,92

Tab. 6.1 Průměrné hodnoty chybových indexů  $I_P$  pro jednotlivá kritéria a průměrné hodnoty jejich absolutních hodnot  $I_{AP}$ .

## 7 FRAKTOGRAFICKÁ ANALÝZA

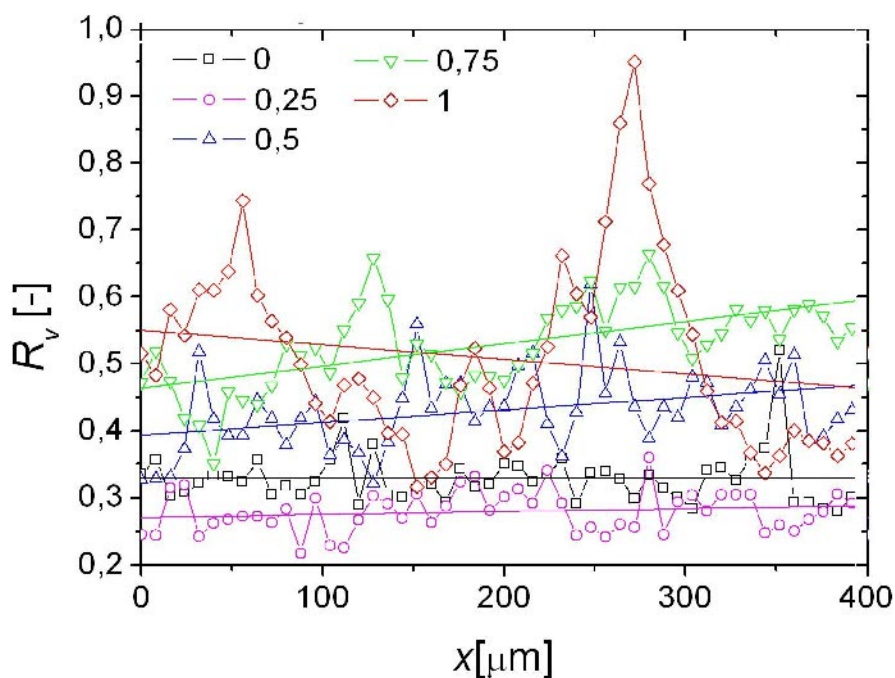
### 7.1 VZORKY BEZ VRSTVY

Tato studie potvrzuje nárůst globální drsnosti povrchového reliéfu se zvyšujícím se parametrem zatížení  $z$ , pozorovaný v práci [1-4]. Studovaná lomová plocha byla rekonstruována užitím stereofotogrammetrie. Na každém ze vzorků (viz. tab. 7.1) byla vybrána čtvercová oblast velikosti  $0,4 \times 0,4 \text{ mm}^2$ , jejíž střed leží ve vzdálenosti 0,8 mm od bodu počáteční iniciace trhliny. Strany těchto čtverců byly zvoleny ve směru rovnoběžném, resp. kolmém, na lokální směr šíření trhliny. Pro každou ze studovaných čtvercových plošek byly separovány dvě skupiny po 50 lomových profilech: profily první skupiny jsou rovnoběžné se směrem šíření trhliny (ve směru osy  $y$ ) a profily druhé skupiny jsou kolmé na směr šíření (ve směru osy  $x$ ). Lomové profily druhé skupiny tedy označují jednotlivé polohy postupujícího čela trhliny. Pro jednotlivé profily byly spočteny různé parametry drsnosti. Vzhledem k rozsahu tohoto pojednání zde uvedeme pouze vertikální drsnost  $R_V$ , viz obr. 7.1. Z obrázku je zřejmé, že při kritické hodnotě  $z_c \approx 0,5$  dochází k prudkému nárůstu hodnot parametru drsnosti. Chování dalších výškových a smíšených parametrů je podobné.



Typ namáhání	$\sigma_a$ [MPa]	$\tau_a$ [MPa]	$z$ [-]	$N_f$ [cyklů]
Čistý ohyb	620	0	0	1229000
Kombinace ohyb-krut	550	200	0,23	1252000
Kombinace ohyb-krut	330	330	0,5	1099100
Kombinace ohyb-krut	140	385	0,73	1700150
Čistý krut	0	390	1	4475000

Tab. 7.1. Způsob zatěžování vzorků, jejichž povrch byl rekonstruován pomocí stereofotogrammetrie.

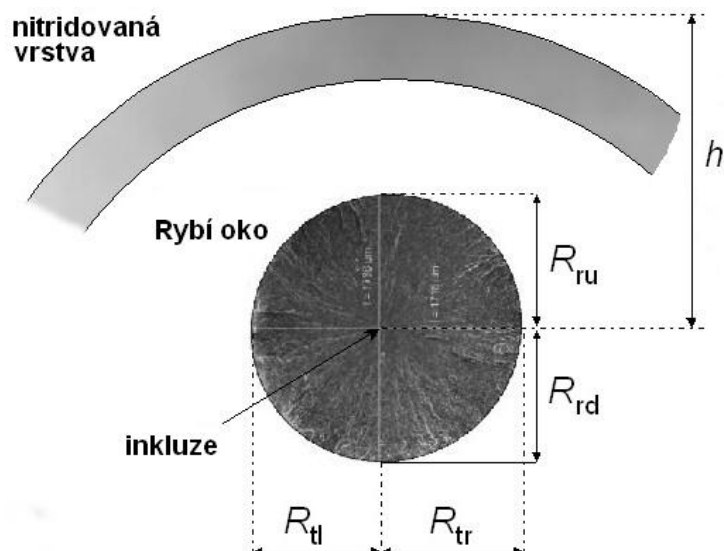


Obr. 7.1 Závislost smíšených parametru  $R_V$  na koeficientu zatížení  $z$ .

## 7.2 NITRIDOVANÉ VZORKY

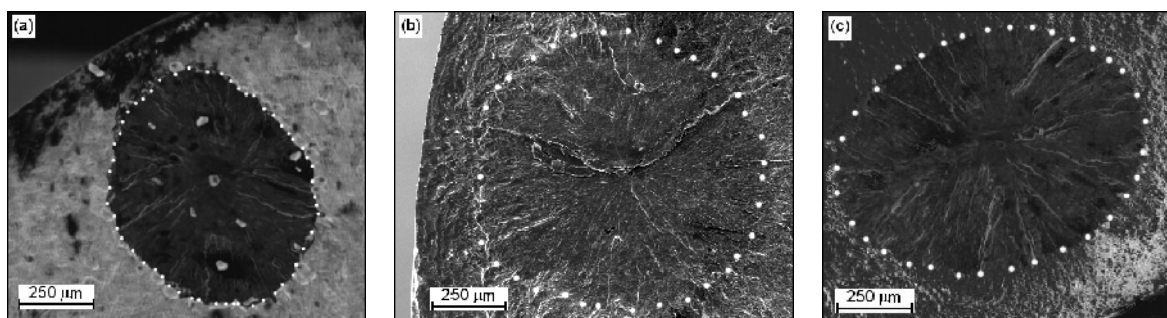
### 7.2.1 Rozměry rybího oka

Cílem této studie bylo stanovení závislostí mezi rozměry trhlin typu rybí oko a parametry únavového procesu (počet cyklů do lomu, koeficient zatěžování  $z$ ). Všechny doposud zveřejněné studie, věnující se analýze těchto trhlin, byly realizovány pro případ prostého ohybu nebo krutu [41-44].

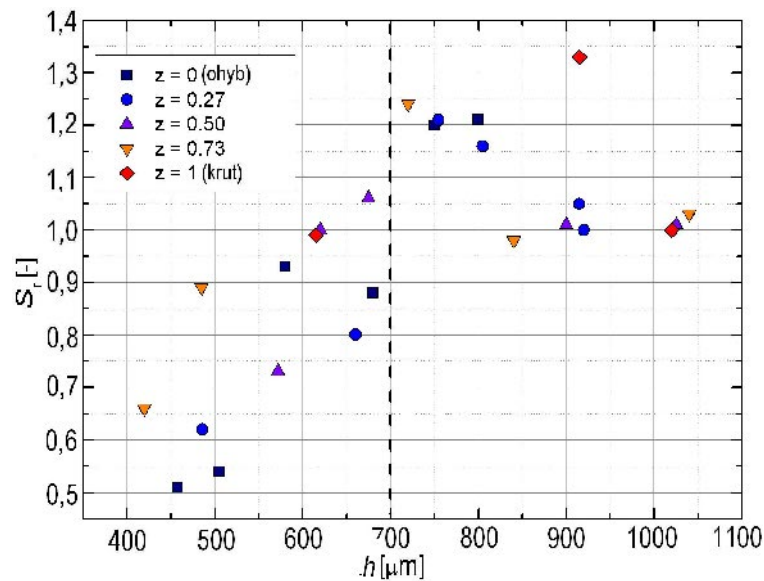


Obr. 7.2 Měřené parametry rybího oka [41].

Na obr. 7.2 je schematicky zobrazena trhлина typu rybí oko se všemi měřenými rozměry. Na obr. 7.3 jsou zobrazeny snímky trhlín typu rybí oko pro různé typy namáhání. Rozměry pro jednotlivá rybí oka byly měřeny na zařízení *Microprof100*. Měření průměru inkluze, na níž trhлина vznikla, bylo realizováno pouze pro pět vybraných vzorků užitím stereofotogrammetrické rekonstrukce. Pro pět vybraných zkušebních těles byla provedena analýza drsností v oblasti trhliny typu rybí oko.



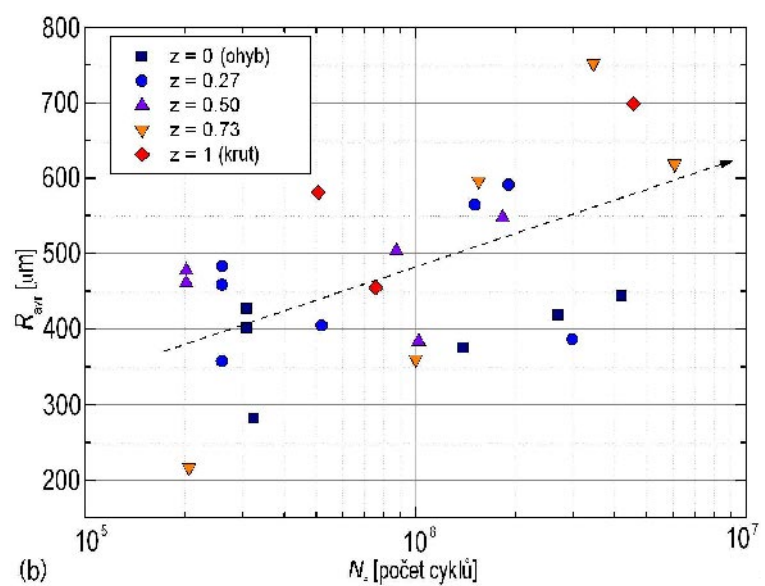
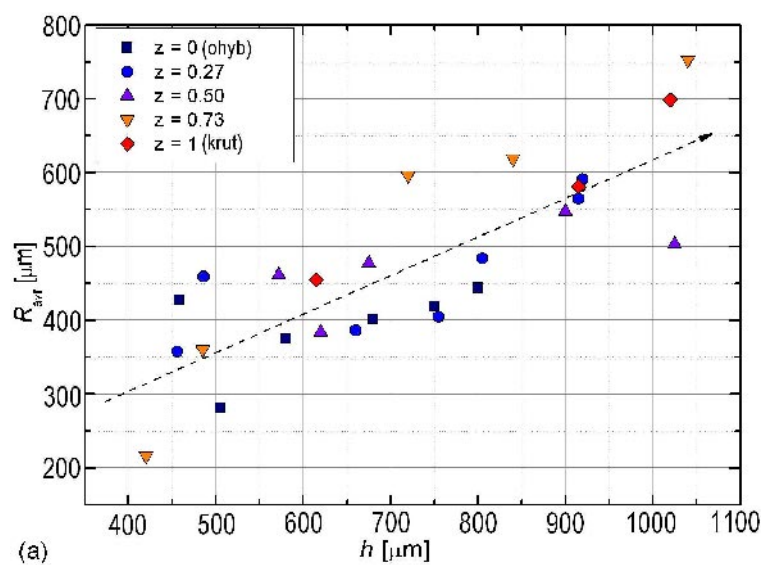
Obr. 7.3 Mikroskopické snímky trhlín typu rybí oko pro různé způsoby zatěžování [41,45]: (a)  $z = 0$ , (b)  $z = 0,5$ , (c)  $z = 1$ .



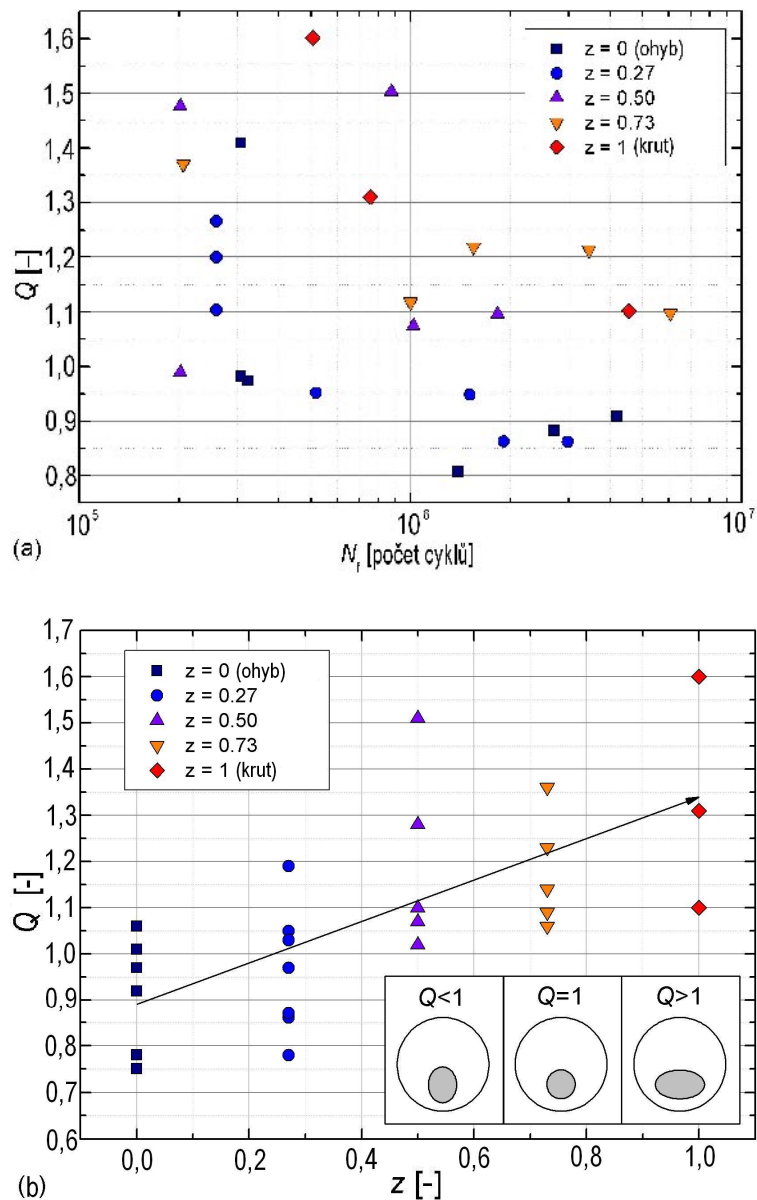
Obr. 7.4 Závislost koeficientu symetrie  $S_r$  na vzdálenosti  $h$  inkluze pod povrchem.

Pro vyhodnocení geometrických vlastností rybích ok byly zavedeny dva koeficienty [41,45]: koeficient symetrie  $S_r$  a koeficient elipsovitosti  $Q$ . Koeficient symetrie je definován jako poměr poloměrů oka v radiálním směru  $S_r = R_{ru}/R_{rl}$ . Tento koeficient vypovídá o tom, zda se trhlina snáze šířila ve směru do tělesa nebo směrem k povrchu tělesa, viz obr. 7.4. Z obr. 7.4 vyplývá, že pro vzdálenosti  $h < 0,7$  mm je  $S_r < 1$ , neboť růst rybího oka ve vrstvě je zpomalen. Radiální symetrie dosáhne hodnot  $S_r \approx 1,2$  pro  $h \in (0,7; 0,8)$  mm, což je v souladu s výsledky simulace růstu rybího oka (viz disertační práce). Pro větší vzdálenosti od povrchu však trhlina má tendenci růst symetricky ( $S_r \approx 1$ ), což lze vysvětlit přítomností malých tahových pnutí vně vrstvy, vyrovnávajících pnutí tlaková uvnitř vrstvy (viz obr. 7.8).

Koeficient elipsovitosti  $Q$  je definován jako poměr rozměru oka v tangenciálním směru k rozměru oka v radiálním směru, tedy jako  $Q = (R_{tl} + R_{tr}) / (R_{ru} + R_{rl})$ . Obr. 7.5 ukazuje závislost průměrné hodnoty poloměru rybího oka  $R_{avr}$  na vzdálenosti inkluze pod povrchem a na počtu cyklů do lomu. Průměrná hodnota poloměru byla definována jako  $R_{avr} = (R_{tl} + R_{tr} + R_{ru} + R_{rl}) / 4$ . Z grafů je zřejmé, že velikost rybího oka roste s počtem cyklů do lomu a se vzdáleností inkluze od povrchu.



Obr. 7.5 (a) Závislost průměrné hodnoty poloměru rybího oka na vzdálenosti  $h$  inkluze pod povrchem. (b) na počtu cyklů do lomu.



Obr. 7.6 (a) Závislost koeficientu elipsovitosti  $Q$  na počtu cyklů do lomu, (b) na koeficientu namáhání  $z$ .

Obr. 7.6 ukazuje závislost  $Q$  na počtu cyklů do lomu a na koeficientu namáhání  $z$ . Z grafu na obr. 7.6 (a) je zřejmé, že trhliny vzniklé blízko nitrídané vrstvy ( $h < 0,7$  mm) se obtížně šíří směrem k povrchu tělesa ( $R_{ru} < R_{rl}$ ). To lze vysvětlit vysokou hodnotou reziduálních napětí v povrchové vrstvě. Graf na obr. 7.6 (b) ukazuje, že s rostoucím podílem krutové složky se oko stává více protáhlým.

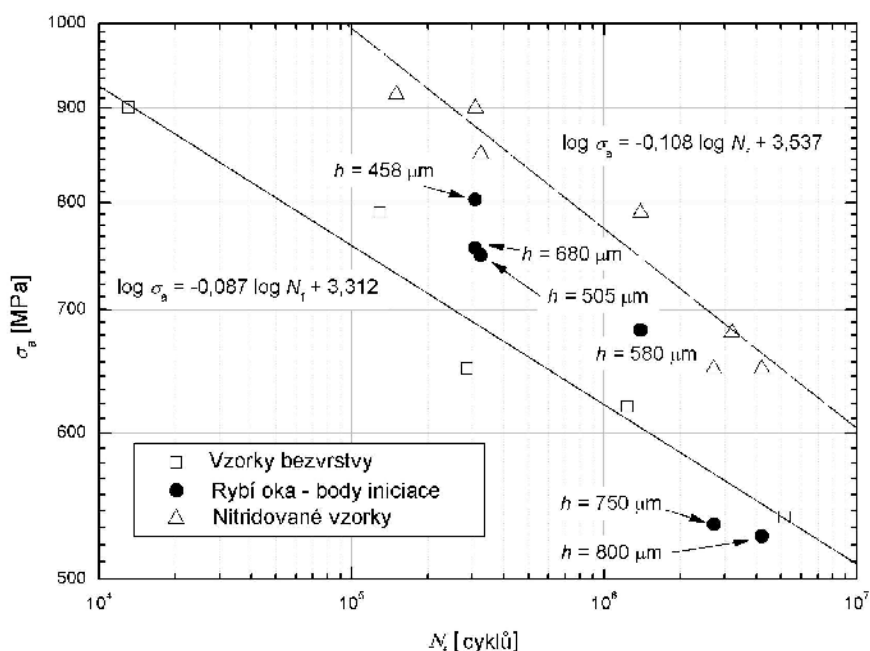
## 7.2.2 Odhad reziduálních napětí

Tato metoda, sloužící k odhadu reziduálních napětí v oblasti trhliny typu „rybí oko“, byla navržena Pokludou v práci [41]. Experimentální data, získaná pro případ prostého ohybu, mohou být použita pro přibližné určení reziduálních napětí na vnitřní straně nitridované vrstvy, resp. v oblasti přechodu z nitridové vrstvy do jádra materiálu. V případě čistého ohybu je směr vnitřních napětí roven směru hlavních napětí. Vektor reziduálních napětí je orientován opačně vůči hlavnímu napětí během tahového půlcyklu. Během tlakového půlcyklu je jeho orientace shodná s hlavním napětím. To znamená, že reziduální napětí  $\sigma_{res}$  způsobuje posun S-N křivky k menším hodnotám parametrů asymetrie v nitridovaných vzorcích  $R = -1 \rightarrow R < -1$ . Této skutečnosti bylo použito v metodě, již lze popsat takto:

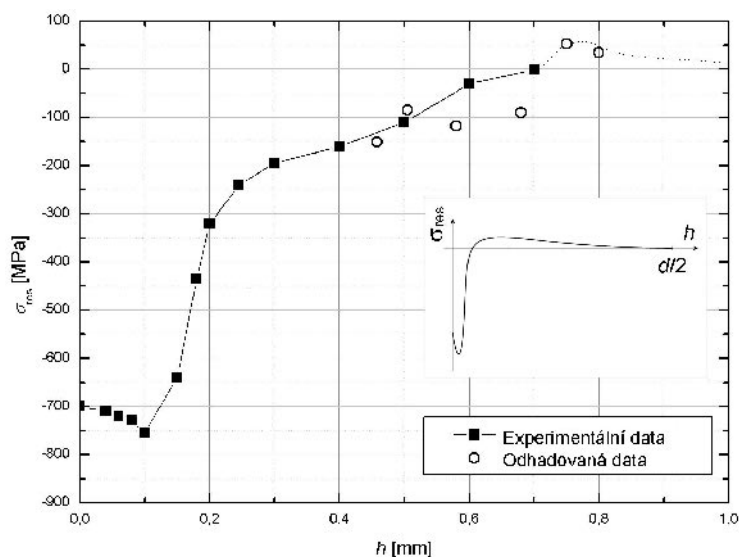
- Určení hloubky iniciace  $h_k$   $k$ -tého rybího oka.
- Výpočet amplitudy ohybového napětí  $\sigma_{ak}$ , jež odpovídá hloubce iniciace  $h_k$ .
- Zjištění počtu cyklů do lomu  $N_{fk}$ , jež přísluší  $k$ -tému ohybovému experimentu.
- Stanovení amplitudy napětí  $\sigma_{ak}^v$  (na povrchu), korespondující s  $N_{fk}$  na Wöhlerově křivce bezvrstvých vzorků.
- Využití poměru  $\sigma_{ak} / \sigma_{ak}^v$  a obecného vztahu pro posun S-N křivek vlivem asymetrie ke stanovení středního napětí  $\sigma_m = \sigma_{res}$ , které odpovídá hloubce iniciace trhliny  $h_k$ .
- Aplikace této procedury na jednotlivá rybí oka pro různé hloubky  $h$  ke zjištění závislosti  $\sigma_{res}(h)$ .

Tato procedura byla použita pro zjištění aproximativní závislosti  $\sigma_{res}(h)$  a výsledek byl srovnán s naměřenými hodnotami (viz obr. 7.7 a 7.8). Na obr. 7.7 je plnou čarou nakreslena S-N křivka pro vzorek bez nitridované vrstvy [18] a nad ní je čárkovaně znázorněna S-N křivka pro nitridovaný vzorek. Data pro tvorbu S-N křivky nitridovaných vzorků byla získána z práce [18]. Plné kroužky odpovídají vypočteným hodnotám napětí  $\sigma_{ak}$  v hloubce  $h_k$ . Pro hloubku menší než 0,7 mm ( $h_k < 0,7$  mm) tyto body leží mezi S-N křivkami pro bezvrstvé a nitridované vzorky. Pro hloubky vyšší než 0,7 mm ( $h_k > 0,7$  mm) leží tyto body pod S-N křivkou bezvrstvých vzorků. Pro posun S-N křivky byly adaptovány dobře známé vztahy: Sodebergův ( $\sigma_{av} / \sigma_{av}^v = (1 - \sigma_m / \sigma_y)$ )

a Goodmanův ( $\sigma_{av} / \sigma_{av}^v = (1 - \sigma_m / \sigma_u)$ ). Střední hodnota  $\bar{\sigma}_m = \sigma_{res}$  pro oba přístupy je zakreslena pomocí otevřených symbolů v obr. 7.7, jako teoretický odhad residuálních napětí.



Obr. 7.7. Wöhlerovy křivky pro nitridované vzorky a vzorky bez vrstvy [24]. Plné body odpovídají amplitudám napětí v místech analyzovaných rybích ok.



Obr. 7.8 Experimentální profil a teoretický odhad reziduálních napětí v nitridované vrstvě [41]. Na vloženém obrázku je obecné schéma reziduálních napětí podél poloměru vzorku. Experimentální hodnoty vyznačené na tomto obrázku byly získány pomocí RTG měření.

Jak lze vidět, bylo dosaženo poměrně dobrého souhlasu mezi vypočtenými hodnotami a experimentálními daty, získanými měřeními v oblasti přechodu z vrstvy nitridované do materiálu jádra. V materiálu jádra byla výpočtem předpovězena malá tahová reziduální napětí. To bylo možno očekávat vzhledem k tomu, že musí nutně docházet k vyrovnání reziduálních napětí na průměru  $d/2$ , jak je schematicky znázorněno v obr. 7.8. Popsaná metoda má některé limity použitelnosti, které jsou popsány v práci [24].

## 8 ZÁVĚR

Tato práce je věnována výzkumu biaxiální únavy vysocepevných ocelí, zušlechtěných pomocí plasmové nitridace. Experimentální výsledky a jejich analýza byla rozdělena do tří částí: (1) únavová životnost a její predikce, (2) kvantitativní fraktografie vzorků bez vrstvy a (3) kvantitativní fraktografie nitridovaných vzorků.

Výsledky, prezentované v této práci a uveřejněné na konferencích a v odborných časopisech, byly kolektivní prací. Je tudíž třeba zhodnotit, které partie jsou především výsledkem mé výzkumné činnosti. V části věnované predikci únavové životnosti (kapitola 6.) jsou veškeré výpočty mým dílem. V kapitole 7, věnované faktografické analýze lomového povrchu, byla triangulace dat dílem doc. Ponižila (UTB ve Zlíně), přičemž následné výpočty parametrů drsnosti jsem realizoval užitím programu, vytvořeného v rámci práce [2]. V druhé stati (7.2) této kapitoly, která se věnuje problematice nitridovaných vzorků, jsou experimenty výsledkem převážně mé činnosti, zatímco návrh metody a realizace odhadu reziduálních napětí je dílem prof. Pokludy. Tuto metodu bylo nutno prezentovat z důvodů interpretace experimentálních výsledků.

Experimentální práce byly realizovány na zkušebních vzorcích, vyrobených z oceli ČSN 41 5340. Část těchto zkušebních vzorků byla zušlechtěna užitím plasmové nitridace. Tyto vzorky byly podrobeny namáhání symetrickým ohybem, symetrickým krutem a jejich soufázovou synchronní kombinací.

V práci bylo jasně prokázáno, že v oblasti VCÚ má přítomnost povrchové vrstvy, vytvořené plasmovou nitridací, výrazně pozitivní vliv na únavovou životnost a to 25% [18]. Jako nejefektivnější kritérium pro predikci únavové životnosti bezvrstvých vzorků se jeví kritérium Marinovo, zatímco v případě vzorků s vrstvou se jako nejlepší jeví kritérium Matakaovo [12]. V této práci byla prokázána obecně vysoká přesnost kritérií založených na kritické rovině.

V části věnované fraktografické analýze vzorků bez vrstvy byly v podstatě potvrzeny některé výsledky prezentované v práci [1-4], věnované NCÚ, zejména skutečnost, že s rostoucím podílem krutové složky zatěžování (tedy s rostoucím parametrem  $z$ ) je trajektorie únavové trhliny složitější při současném nárůstu poškození obou lomových povrchu jejich vzájemným otěrem. Projevem vyšší složitosti trajektorie únavové trhliny je náhlý nárůst makrodrsnosti lomového povrchu v oblasti iniciace trhliny, počínající od kritického parametru  $z_c \approx 0,5$ . Ze



srovnání výsledků, získaných pro případy VCÚ a NCÚ, je zřejmý pokles hodnot jednotlivých parametrů drsnosti s rostoucím počtem cyklů do lomu

Pro kvantitativní analýzu lomového povrchu nebylo možno použít stejného přístupu jako tomu bylo v případě bezvrstevných vzorků. To je důsledkem výrazně odlišné povahy podpovrchové iniciace trhliny, pro niž je charakteristickým útvarem lomového povrchu tzv. rybí oko. Fraktografická analýza byla tedy především zaměřena na posouzení geometrických parametrů těchto morfologických znaků ve vztahu k aplikovanému zatěžování.

Za nejdůležitější výsledky práce lze považovat:

- Nitridovaná vrstva zvyšuje únavovou životnost při kombinovaném namáhání v krutu-ohybu.
- Jako nejefektivnější kritérium pro predikci biaxiální únavové životnosti bezvrstevných vzorků se jeví kritérium Marinovo, zatímco v případě vzorků s vrstvou kritérium Matakaevo.
- Přítomnost nitridované vrstvy omezuje růst trhliny. Zpomalující efekt reziduálních napětí je velmi výrazný především pro ta rybí oka, jež iniciovala na inkluzích v hloubce menší než  $h < 0.7$  mm. Pro vyšší hodnoty mají rybí oka tendenci růst symetricky ( $S_r \approx 1$ ).
- Průměrná velikost rybího oka vzrůstá s rostoucí vzdáleností od povrchu vzorku a s rostoucím počtem cyklů do lomu.
- Koeficient elipsovitosti  $Q$  vzrůstá s rostoucím podílem krutové složky zatěžování.
- Při všech způsobech biaxiálního namáhání dochází k růstu rybího oka v prostém módu I.
- V případě vzorků bez vrstvy existuje i v oblasti VCÚ kritická hodnota parametru zatěžování  $z_c \approx 0,5$ , při níž dochází k prudkému nárůstu výškových a smíšených parametrů drsnosti lomového povrchu.
- Teoretický odhad reziduálních pnutí ze srovnání S-N křivek pro vzorky s vrstvou a bez vrstvy poskytuje hodnoty srovnatelné s experimentem.

## PŘEHLED PUBLIKOVANÝCH PRACÍ

- [1] Major Š., Papuga J., Horníková J. a Pokluda J.: Comparison of Fatigue Criteria for Combined Bending-torsion Loading of Nitrided and Virgin Specimens. *Strength of Materials* 40, č. 1(2008) 73 - 76, ISSN: 0039-2316.
- [2] Slámečka K., Pokluda J., Ponížil P., Major Š. a Šandera P.: On the Topography of Fracture Surfaces in Bending-torsion Fatigue. *Engineering Fracture Mechanics* 75 (2008) 760 - 767, ISSN: 0013-794.
- [3] Slámečka K., Pokluda J., Kianicová M., Major Š. a Dvořák I.: Quantitative Fractography of Fish-Eye Crack Formation under Bending-Torsion Fatigue. *International Journal of Fatigue* in print (2009) , ISSN: 0142-1123.
- [4] Major Š., Slámečka K., Ponížil P., Pokluda J. a Šandera P.: Details of Fracture Morphology Generated by Fatigue., *Materials Engeneering*, Vol. XIV (3/2007), Žilinská univerzita, ISSN 1335-0803.
- [5] Pokluda, J., Dvořák, I., Horáková, H. a Major, Š.: Influence of Plasma-Nitriding Surface Layer on Fatigue Life of Steel Specimens under Push-Pull and Bending-Torsion. Ve sb.: "*Fatigue 06*", Ed. W. S. Johnson, Elsevier (CD), Atlanta, Georgia, USA 2006, s. 0601A\_24.
- [6] Major, Š., Ponížil, P., Slámečka, K. a Pokluda J.: 3D-Fractography in Bending-Torsion Fatigue. Ve sb.: "*Crack Paths*", Parma, Italy 2006.
- [7] Slámečka K., Major Š., Ponížil P. a Pokluda J.: Roughness and Fractal Analysis in Bending-Torsion Fatigue. Ve sb.: "*Fractography 2006*", Ed. Ľ. Parilák, IMR SAS, Stará Lesná, Slovensko 2006, s. 90 - 96, ISBN: 80-968543-5-6.
- [8] Major Š., Papuga J., Horníková J. a Pokluda J.: Comparison of Fatigue Criteria for Combined Bending-torsion Loading of Nitrided and Virgin Specimens. Ve sb.: "*Materials Structure & Micromechanics of Fracture (MSMF5)*", Ed. P. Šandera, Vutium, Brno 2007, s. 148 - 148, ISBN: 978-80-214-3434-9.
- [9] Major Š., Slámečka K., Kianicová M. a Pokluda J.: Fractographical Analysis of Fish-eye Formation under Multiaxial Fatigue. Ve sb.: "*Multilevel Approach to Fracture of Materials, Components and Structures (ECF17)*", Ed. J. Pokluda, P. Lukáš, P. Šandera, I. Dlouhý, Vutium, Brno, Czech Republic 2008, s. 1143 - 1149, ISBN: 978-80-214-3692-3.
- [10] Horáková H., Major Š. a Pokluda J.: Vliv plazmové nitridace ocelových vzorků na únavovou životnost při biaxiálním

- zatěžování. Ve sb.: *"Víceúrovňový design pokrokových materiálů"*, Ed. I. Dlouhý, J. Švejcar, M. Šob, B. Strnadel, ÚFM AV ČR, Brno 2005, s. 155 - 162, ISBN: 80-239-6145-4.
- [11] Slámečka K., Major Š. a Pokluda J.: Morfologie a fraktální analýza biaxiálních únavových lomů. Ve sb.: *"Únava a lomová mechanika 2006"*, Škoda Výzkum, ZČU v Plzni, Žinkovy 2006.
- [12] Major Š., Horníková J. a Pokluda J.: Biaxial Fatigue Life of Plasma-Nitrided and Virgin Specimens. Ve sb.: *"Životnost materiálů a konstrukcí"*, Ed. J. Man, M. Petrevec, J. Polák, ÚFM AV ČR, Brno 2006, s. 23 - 27, ISBN: 80-239-6751-7.
- [13] Major Š., Pokluda J. a Šandera P.: Improved Fatigue Criterion and Biaxial Fatigue of Virgin and Plasma-Nitrided Specimens. Ve sb.: *"Juniormat 07"*, Ed. Šandera P., Vutium, Brno 2007, s. 81 - 84, ISBN: 978-80-214-3459-2.
- [14] Major, Š., Pokluda, J., Šandera, P.: Improved Fatigue Criterion and Biaxial Life of Virgin and Plasma –Nitrided specimens. Ve sb.: *"Juniormat 07"*, Ed. Šandera P., Brno 2007, s. 81-84.
- [15] Major Š., Slámečka K., Ponížil P., Pokluda J. a Šandera P.: Details of Fracture Morphology Generated by Fatigue. Ve sb.: *"Degradácia 07"*, Žilinská univerzita, Žilina 2007.
- [16] Slámečka K., Major Š. a Pokluda J.: SEM-stereofotogrammetrie únavových lomů krutově zatěžovaných vzorků s obvodovým vrubem. Ve sb.: *"FSI Junior konference 2008"*, Ed. I. Ptáčková, VUTIUUM, Brno 2009, s. 56 - 63, ISBN: 978-80-214-3834-7.
- [17] Holář L., Major Š., Slámečka K., Horníková J. a Pokluda J.: Fatigue Long Crack Propagation in Austenitic Steel under Remote Loading Modes II and III. Ve sb.: *"FSI Junior konference 2008"*, Ed. I. Ptáčková, VUTIUUM, Brno 2009, s. 49 - 55, ISBN: 978-80-214-3834-7.

## POUŽITÁ LITERATURA

- [1] Slámečka, K.: Disertační práce, VUT, Brno 2006
- [2] Slámečka, K., Pokluda, J., Ponížil, P., Major, Š., Šandera, P.: On the Topography of Fracture Surfaces in Bending–torsion Fatigue. *Engineering Fracture Mechanics* 75 (2008) 760 - 767, ISSN: 0013-7944
- [3] Slámečka, K., Pokluda, J.: Analysis of Fracture Morphology and Local Loading Modes in Torsional Fatigue. *Materials Science Forum* 482 (2005) 263 - 266, ISSN: 0255-547
- [4] Slámečka, K., Ponížil, P., Pokluda, J.: Quantitative Fractography in Bending-Torsion Fatigue. *Materials Science and Engineering A* 462 (2007) 359 - 362, ISSN: 0921-509
- [5] Pokluda, J., Kroupa, F., Obdržálek, F.: Mechanické vlastnosti a struktura pevných látek, PC-DIR, Brno 1994.
- [6] Pokluda, J.: Únavová životnost při víceosém namáhání. *Materiálové inženýrstvo* 9, 2002, c. 3, s.33 - 40.
- [7] Socie, D.F., Marquis, G.B.: Multiaxial Fatigue. SAE Int., Warrendale 2000
- [8] Bernasconi, A.: Efficient algorithms for calculation of shear stress amplitude and amplitude of the second invariant of the stress deviator in fatigue criteria applications. *International Journal of Fatigue* 24, 2002, pp. 649-657.
- [9] Sines, G.: *Failure of materials under combined repeated stresses with superimposed static stresses.*, Washington, NACA 1955.
- [10] Sines, G.: Behavior of metals under complex static and alternating stresses. In: *Metal Fatigue*. Ed. Sines, G., Waisman, J.L., New York, McGraw Hill 1959, pp. 145-469.
- [11] Crossland, B.: Effect of large hydrostatic pressure on the torsional fatigue strength of an alloy steel. In: *Proc. Int. Conference on Fatigue of Metals*, Institution of Mechanical Engineers, London, 1956, pp. 138-149.
- [12] Major, Š., Papuga, J., Horníková, J., Pokluda, J.: Comparison of the Fatigue Criteria for Combined Bending-torsion loading of Nitrided and Virgin specimens. *Strength of Materials* 40, (2008) 64 – 66, ISSN: 0039-2316
- [13] Major, Š., Horníková, J., Pokluda, J.: Biaxial Fatigue Life of Plasma-Nitrided and Virgin Specimens. Ve sb. „*Životnost materiálů a konstrukcí*“, Ed. J. Man, M. Petranec, J. Polák, ÚFM AV ČR, Brno 2006, s.23-27, ISBN: 80-239-6751-7.
- [14] Major, Š., Pokluda, J., Šandera, P.: Improved Fatigue Criterion and Biaxial Life of Virgin and Plasma –Nitrided specimens. Ve sb.: „*Juniormat 07*“, Ed. Šandera P., Brno 2007, s.81-84.

- [15] Slámečka, K., Pokluda, J., Bartík, L.: Životnost nízkolegované oceli při kombinovaném namáhání v krutu a ohybu. *Degradácia vlastností konštrukčných materiálov únavou VII*, Rajecké Teplice 2001, s.36 - 41.
- [16] You, B.R., Lee, S.B.: A critical review on multiaxial fatigue assessments of metals. PII: S0142 -112(96)00002 - 3, Elsevier Science 1996, pp. 235 - 244.
- [17] Papadopoulos, I.V., Davoli, P., Gorla, C., Filipini, M., Bernasconi, A.: A komparative study of multiaxial high - cycle fatigue criteria for metals., *International Journal of Fatigue*, Vol. 19, No.3, Elsevier Science 1997, pp. 219 - 235.
- [18] Zemandl, M.: Přístupy a kritéria pro predikci únavové pevnosti při kombinovaném víceosém namáhání. Výzkumná zpráva GA101/99/0103, Ústav termomechaniky AC ČR Plzeň, 1999
- [19] McDiarmid, D. L.: A shear stress based critical-plane criterion of multiaxial fatigue failure for designand life prediction. *Fatigue Fracture & Engeneering Matereasl Structure*, 17, 1994, No. 12, pp. 1475-1484.
- [20] Carpintieri, A.; Spagnoli, A.: Multiaxial high-cycle fatigue criterion for hard metals, *International Journal of Fatigue*, 23, 2001, pp. 135-145.
- [21] Holemař, A., Hrubý, V., Iontová nitridace v praxi., SNTL, Praha, 1989.
- [22] Pokluda J., Dvořák I., Horáková H., Major Š.: Influence of Plasma-Nitriding Surface Layer on Fatigue Life of Steel Specimens under Push-Pull and Bending-Torsion. Ve sb.: "*Fatigue 06*", Ed. W. S. Johnson, Elsevier (CD), Atlanta, Georgia, USA 2006, s. 0601A\_24.
- [23] Murakami, Y., Nomoto, T., Ueda, T., Murakami, Y., *Fatigue Fracture & Engeneering Matereal Structure.*, 23, Blackwell Science Ltd. pp. 903 – 910.
- [24] Chapetti, M.D., T.Tagawa, T. Miyata, "Ultra-long cycle fatigue of high strength carbon steels part I: review and analysis of the mechanism of failure"., *Materials Science and Eneieering.*, A356 (2003) 227-235.
- [25] Mills. K et al.: "History of Fractography". In: K. Mills et al. (eds.) *Metals Handbook*, Vol. 12., ASM International, Metals Park, Ohio 1992, 1-9.
- [26] Underwood, E. E: *Quantitative Fractography, in Applied Metallography*, G.F. Vander Voort, Ed., Van Nostrand Reinhold, 1986.

- [27] Banerji, K.: Quantitative fractography: A modern perspective, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol 19, No. 4, April, 1988.
- [28] Vasilev, A.D., Fractography and failure analysis of materials studied by SEM., *European Microscopy Analysis*, July (1998) 9-11.
- [29] Kobayashi, T. , Shockey, D.A.“The relationship between fracture surface roughness and fatigue load parameters”. *International Journal of Fatigue*, 23 (2001) S135-S142
- [30] F.O. Riemelmoser, R.Pippan, H.P. Stüve, “An argument for a cycle-by-cycle propagation of fatigue cracks at small stress intensity ranges”. *Acta Mater.* 46, 5 (1998) 1793-1799.
- [31] Wang, H.S., Müller, C.:“Fracture surface roughness and roughness-induced fatigue crack closure in Ti-2.5 wt% Cu”. *Materials Science and Engineering*, A255 (1998) 7-15.
- [32] Engel, L., Klingele, H.: *Atlas of Metal Damage*, Ed. S. Muray, Trans., Prentice Hall, 1981.
- [33] Palček, P., Chalupová, M. : Fraktografie a mikrofraktografie konstrukčních materiálů, 9, 3, 2002, 57-66.
- [34] Lauschmann, H., Nedbal, I.: Auto-shape analysis of image textures in fractography, *Image Analysis and Stereology*. 21 (2002) 139-144.
- [35] Lauschmann, H., Šiška, F. , Šumbera, J. , Nedbal, I.: Společné znaky únavových lomových ploch vytvořených odlišnými zátěžovacími režimy In: V.Mentl (ed.) *Únava a lomová mechanika 2006*, Žinkovy 2006, CD.
- [36] Kunz, J.: Aplikace lomové mechaniky a kvantitativní fraktografie při analýze únavových poruch těles a konstrukcí, *Materiálové Inženýrstvo* 9, 3 (2002) 49-56.
- [37] Zemandl, M.: Fraktografie únavových lomu kovových materiálu při mechanickém namáhání, *Materiálové Inženýrstvo* 9, 3 (2002) 41-48.
- [38] ASM Handbook: Fractography, The Ninth Edition of Metals Handbook, Vol. 12., ASM International, Metals Park, Ohio 1992.
- [39] Semprimoschnig, C.O.A., Stampfl, J., Pippan, R., Kolednik, O.: A new powerful tool for surveying cleavage fracture surfaces, *Fatigue Fracture & Engineering Materials Structure*,. 20, 11 (1997) 1541-1550.
- [40] Ohlídal, M., Páleníková, K.: Možnosti optického profilometru MicroProf FRT při 3D hodnocení kvality povrchu, *Jemná Mechanika a Optika*, 9/2004.

- [41] Slámečka, K., Pokluda, J., Kianicová, M., Major, Š., Dvořák, I.: Quantitative fractography of fish-eye crack formation under bending-torsion fatigue. In: *International Journal of Fatigue*, 32 č.6 (2010) pp.921-928, ISSN 0142-1423.
- [42] De la Cruz, P., Odén, M., Ericsson, T.: Influence of plasma nitriding on fatigue strength and fracture of a B-Mn steel., *Materials Science and Engineering*, 1998; A242:1 81-194.
- [43] Genel, K., Demirkol, M., Çapa, M.: Effect of ion nitriding on fatigue behaviour of AISI 4140 steel., *Materials Science and Engineering*, 2000; A279:207-216.
- [44] Limodin, N., Verreman, Y.: Fatigue strength improvement of a 4140 steel by gas nitriding: influence of notch severity. *Materials Science and Engineering*, 2006; A435-436:460-467.

## CURICULUM VITAE

Mgr. Štěpán Major

Narozen: 28.října 1977

Místo narození: Jaroměř

Vzdělání: 1984 – 1992 ZŠ Červený Kostelec  
1992 – 1996 SPŠ strojní Trutnov, obor strojírenství.  
1998 – 2003 Univerzita Hradec Králové,  
Obor: Učitelství pro střední školy:  
Fyzika-Základy techniky  
2002-2006 Univerzita Hradec Králové,  
Obor: Informatika  
2004 – 2010 Vysoké učení technické v Brně,  
Fakulta strojního inženýrství,  
Ústav fyzikálního inženýrství  
Obor studia:  
Fyzikální a materiálové inženýrství

Disertační práce na téma: Vliv plasmové nitridace na únavovou životnost vysocepevných ocelí při biaxialním zatěžování



## ABSTRACT

This work deals with fatigue life and fractographical analysis of plasma-nitrided and virgin specimen made of the low-alloy high-strength steel. Specimens were subjected to in-phase combined bending-torsion loading. The work is focused on three groups of problems. The first group was associated with the fatigue life and its prediction. The objective was to examine a relationship between the presence of the nitrided layer and fatigue life. The application of surface layers has significantly improved the fatigue life in the high-cycle region. An extended comparison between classical and advanced multiaxial criteria was performed. The effectiveness of seventeen different criteria was assessed by the error index  $I$ . Criteria proposed by Marin and McDiarmin were found to be the most precise in the fatigue life prediction for virgin specimens. Criterion proposed by Mataka was found to be most precise in the fatigue life prediction for nitrided specimens.

The second objective of this work was to examine a relationship between the loading ratio  $z = \tau_a / (\tau_a + \sigma_a)$  ( $\tau_a$  is the bending amplitude and  $\sigma_a$  is the torsion amplitude) and the fracture surface topography in the high-cycle fatigue. A stereophotogrammetrical analysis in SEM was used to investigate the fracture morphology. Roughness parameters start to increase rapidly above a critical value of the loading ratio  $z_c = 0,5$ .

The last part of this work deals with fractographical analysis of fish-eye cracks that were formed in plasma-nitrided steel specimens under symmetrical bending, symmetrical torsion and biaxial in-phase bending-torsion combinations. Due to higher strength and compressive residual stress introduced by nitrided layer, the subsurface fish-eye cracks were initiated inside the bulk as a dominant failure mechanism. The geometrical characteristics of fish-eye cracks were studied in the relation to the inclusion depths, the loading ratio  $z$  and the number of cycles to final fracture. One of the most interested results of this study is that the average size of the fish-eye crack increases with both the inclusion depth and number of cycles to failure. The residual stress level within the nitrided layer was estimated by a simple method based on a difference in the Wöhler curves of virgin and nitrided specimen under pure bending in a combination with fractographical analysis.