

VĚDECKÉ SPISY VYSOKÉHO UČENÍ TECHNICKÉHO V BRNĚ

Edice PhD Thesis, sv. 687

ISSN 1213-4198

thesis
?
IS

Ing. Lucie Navrátilová

**Mikrostruktura, její stabilita
a únavové vlastnosti
ultrajemnozrnné mědi
připravené metodou ECAP**

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

Ing. LUCIE NAVRÁTILOVÁ

**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

ZKRÁCENÁ VERZE DOKTORSKÉ PRÁCE

OBOR:	FYZIKÁLNÍ A MATERIÁLOVÉ INŽENÝRSTVÍ
VEDOUCÍ PRÁCE	prof. RNDr. LUDVÍK KUNZ, CSc., dr. h. c.
ŠKOLITEL–SPECIALISTA	doc. Ing. LIBOR PANTĚLEJEV, Ph.D.
OPONENTI	prof. Ing. RADOMILA KONEČNÁ, PhD. doc. RNDr. KAREL OBRTLÍK, CSc.
DATUM OBHAJOBY	5. 12. 2012

Klíčová slova

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

Key words

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

Disertační práce je uložena na oddělení vědy a výzkumu, FSI VUT v Brně, Technická 2896/2, 616 62 Brno.

© Lucie Navrátilová, 2012

ISBN 978-80-214-4666-3

ISSN 1213-4198

OBSAH

1 SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY	5
2 CÍLE PRÁCE	6
3 MATERIÁL A EXPERIMENTY	7
4 HLAVNÍ VÝSLEDKY A DISKUZE	8
4.1 Stabilita struktury.....	8
4.1.1 <i>Vliv žhání</i>	8
4.1.2 <i>Vliv žhání a únavového zatěžování se středním napětím</i>	10
4.1.3 <i>Vliv režimu únavového zatěžování</i>	11
4.2 Lokalizace cyklické plasticity.....	12
4.2.1 <i>Symetrické zatěžování s konstantní silou</i>	12
4.2.2 <i>Gigacyklové zatěžování</i>	14
4.2.3 <i>Zatěžování s konstantní amplitudou plastické deformace</i>	17
4.2.4 <i>Zatěžování se středním napětím</i>	18
4.3 Vliv středního napětí na únavové chování.....	20
5 ZÁVĚRY	20
SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	23
CURRICULUM VITAE	25
ABSTRAKT	28
ABSTRACT	28

1 SOUČASNÝ STAV ŘEŠENÉ PROBLEMATIKY

Ultrajemnozrnné (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.

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 ultrajemnozrnných materiálů [1], [2].

Nejslibnější se zdá být příprava různých ultrajemnozrnných 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].

Základní a rozhodující skutečností je fakt, že UFG materiály vykazují oproti materiálům s konvenční velikostí zrna podstatně vyšší pevnostní charakteristiky. 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. [4]–[6]. 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 [7], [8]. Současné poznatky o únavovém chování UFG materiálů se týkají převážně pouze symetrického zatěžování, tedy případů s nulovým středním napětím [7]–[12]. 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 ultrajemnozrné struktuře vyskytují místa se zhrublymi 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 ultrajemnozrných materiálů.

Tato práce shrnuje doposud získané poznatky o únavovém chování UFG Cu při různých zatěžovacích podmínkách a o vývoji mikrostruktury po teplotní expozici. Na základě rozboru poznatků byly realizovány 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 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 vyšetřit únavové 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 ultrajemnozrné.

3 MATERIÁL A EXPERIMENTY

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. Ultrajemnozrné struktury 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. 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.

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 průřezu. Pro zkoušky v oblasti nízko- a vysokocyklové byla použita zkušební tělesa o průměru měrné délky 5 mm, 6 mm a 7 mm, pro oblast gigacyklového zatěžování zkušební tělesa o průměru 4 mm. 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 μm, poté elektrolyticky leštěna v roztoku kyseliny fosforečné (23,8 %), demineralizované vody (47,6 %), ethanolu (23,8 %) a isopropylalkoholu (4,8 %).

Pro únavové zkoušky byly používány čtyři zkušební stroje. V oblasti nižších počtů cyklů do lomu (řádově do 10⁵) byl k dispozici servohydraulický pulsátor Shimadzu EHF-F1 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.

Druhým zkušebním strojem pro únavové zkoušky v režimu řízené síly byl rezonanční pulsátor Roell/Amsler HFP 5100 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 zkušební stroji MTS 810. Konstantní rychlost celkové deformace byla $0,002 \text{ s}^{-1}$. Deformační odezva materiálu byla měřena axiálním extenzometrem od firmy MTS s měrnou délkou 6 mm umístěným ve střední části zkušební tělesa.

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

Mikrostruktura materiálu po teplotní expozici i po únavovém zatěžování byla sledována v transmisním elektronovém mikroskopu CM12 TEM/STEM Philips na tenkých fóliích a v rastrovacích elektronových mikroskopech PHILIPS XL30 s EBSD detektorem pomocí difrakce zpětně odražených elektronů (EBSD), JEOL 6460 SEM s EBSD analyzátozem Crystal a TESCAN LYRA\FEG kombinovaný s fokusovaným iontovým svazkem (FIB – focused ion beam). V rastrovacích elektronových mikroskopech byl také sledován povrchový reliéf UFG Cu po únavovém zatěžování. Pomocí FIBu byly v rastrovacím elektronovém mikroskopu TESCAN LYRA\FEG vytvořeny fólie pro transmisní elektronovou mikroskopii.

4 HLAVNÍ VÝSLEDKY A DISKUZE

4.1 STABILITA STRUKTURY

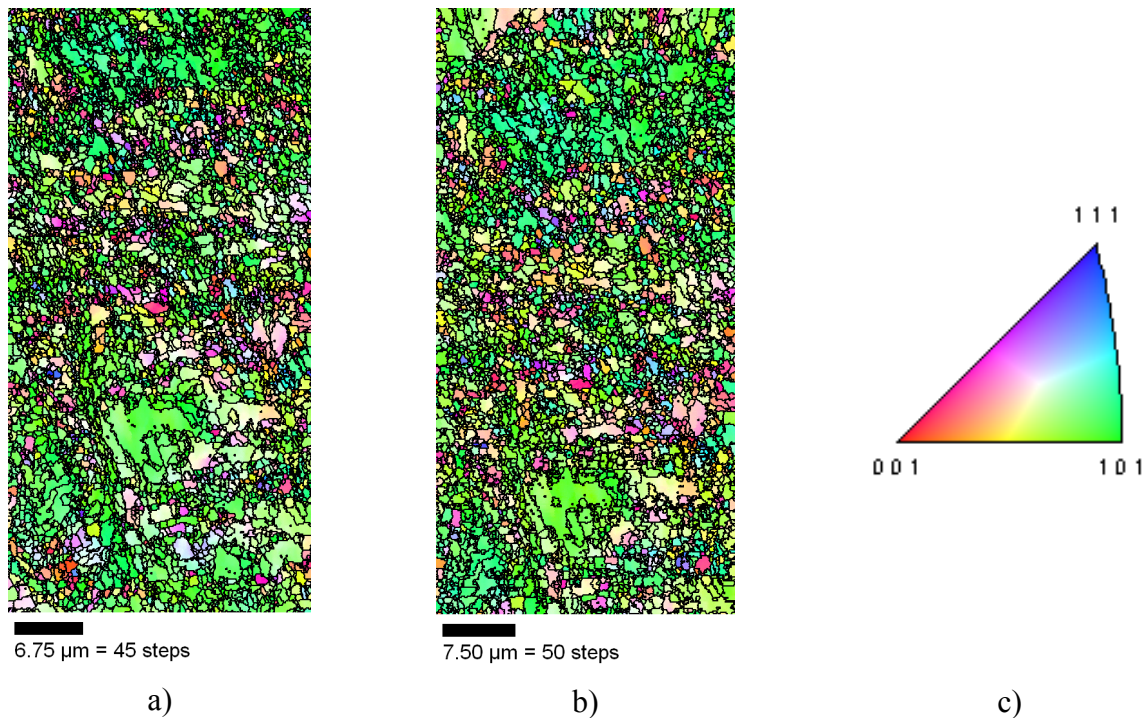
4.1.1 Vliv žihání

S cílem získat nové a detailnější poznatky o stabilitě mikrostruktury byly provedeny žihací experimenty. Žihání bylo provedeno na dvou pracovištích (VUT v Brně a ÚFM v Brně) za různých podmínek, tedy teploty a času žihání. Bylo zjištěno, že mikrostruktura vykazuje vyšší stabilitu ve srovnání s UFG Cu, jejíž chování bylo předmětem výzkumu v pracích, které publikovali Mughrabi a kol. [7], Vinogradov a Hashimoto [8], Agnew a kol. [10] a Höppel a kol. [15].

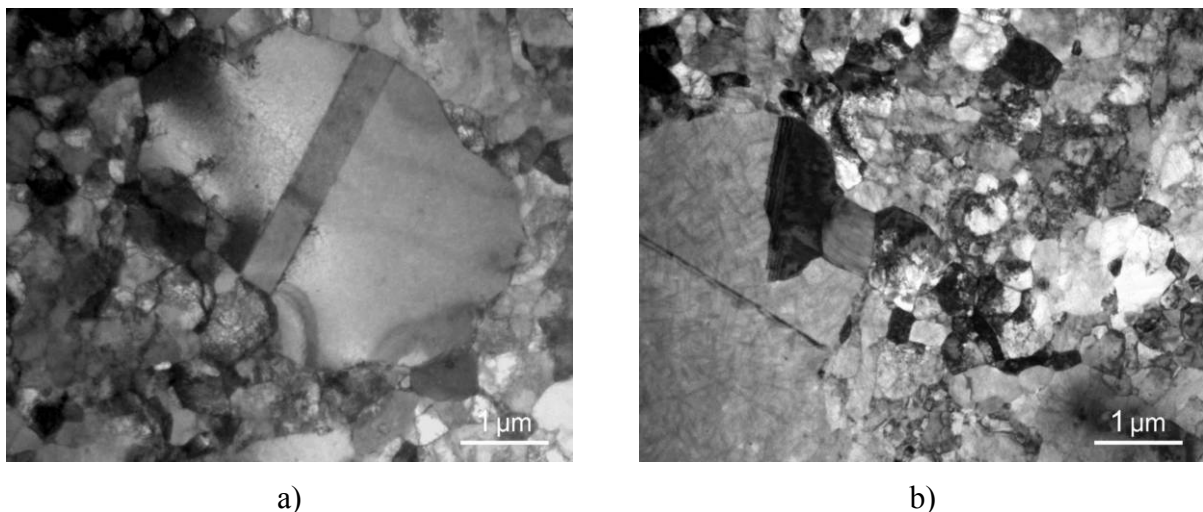
Zkušební tělesa byla žihána v rozsahu teplot od $180 \text{ }^{\circ}\text{C}$ do $250 \text{ }^{\circ}\text{C}$ po dobu 6 až 120 minut, přičemž byla na zkušebních tělesech provedena EBSD analýza před i po žihání. V některých případech bylo dokonce pozorováno stejné místo, kdy byla přesná pozice definována pomocí mikrovrtisků Vickersova indentoru.

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

V pracích Mughrabiho a kol. [7] (žihání na teplotě 170 °C, 2 hodiny), Molodové a kol. [13] (100–300 °C, 10 s až 2 h) nebo Liana a kol. [23] (nad 150 °C) se uvádí, že docházelo ke vzniku bimodální struktury.



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



Obr. 2: a, b) Mikrostruktura UFG Cu po žihání na teplotě 250 °C po dobu 30 minut.

Žihání na teplotě 250 °C po dobu 30 minut již mělo na strukturu UFG mědi vliv. Struktura ultrajemnozrnne mědi zobrazená pomocí TEM po žihání na teplotě 250 °C po dobu 30 minut je ukázána na obr. 2. Ve struktuře lze pozorovat bimodální strukturu – velká rekrytalizovaná zrna o velikosti několika mikronů obklopená

ultrajemnozrnnou strukturou. Jsou zde i dobře viditelná žihací dvojčata (obr. 2a) a vnitřní dislokační substruktura (obr. 2b) vznikající v rekrystalizovaných zrnech.

Ke stejnému závěru, jako byl získán zde, vedly i cílené žihací experimenty na identickém materiálu popsané v práci [24].

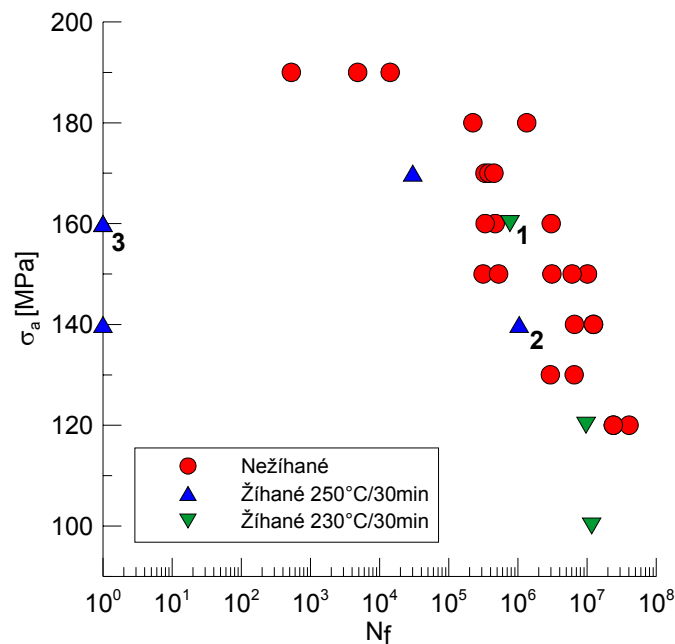
4.1.2 Vliv žihání a únavového zatěžování se středním napětím

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 [22]. Získaný soubor experimentálních dat byl dále v této disertační práci rozšířen a navíc byly provedeny únavové zkoušky s nenulovým středním napětím na materiálu žihaném 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. 3) 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.

Mikrostruktura žihané mědi byla po únavovém zatěžování pozorována v transmisním elektronovém mikroskopu s cílem posoudit stabilitu dislokačních struktur. Vyšetřování 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.

Vlivem tepelného zpracování na únavové vlastnosti UFG Cu se zabývali Höppel, Mughrabi a kol. [7], [15], [27]. 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. To lze z pohledu studie provedené Mughrabim a kol. interpretovat tak, že v našem případě jsme se pohybovali za optimálním maximum pro žihání. Relevantní vyjádření k existenci maxima nelze však na základě našich pozorování učinit. 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 [7], [15] a [27] 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.



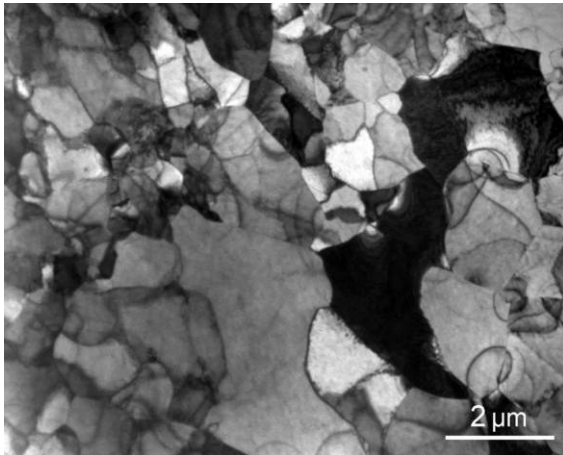
Obr. 3: Srovnání S–N dat po únavovém zatěžování se středním napětím 200 MPa zkušebních těles po ECAP procesu a po žíhání na teplotě 230 °C a 250 °C po dobu 30 minut.

4.1.3 Vliv režimu únavového zatěžování

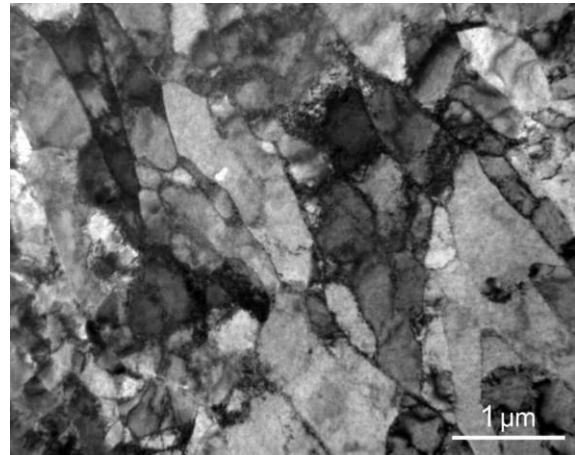
Podobně jako má na strukturu UFG Cu vliv teplota, dochází k určitým změnám ve struktuře i během únavového zatěžování. S cílem stanovit jaký vliv má na UFG strukturu způsob zatěžování, byly provedeny experimenty v režimu s konstantní amplitudou plastické deformace v symetrickém zatěžovacím cyklu a následně 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 identickém materiálu, takže lze vyloučit vliv rozdílných detailů v přípravě materiálu během ECAP procesu.

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 v režimu řízené deformace. Z porovnání obr. 4a a 4b, 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 ekvixiální zrna a struktura je převážně bimodální, po zatěžování v režimu řízené síly se objevuje struktura spíše jemnozrnější a zrna jsou protáhlá.

Nárůst velikosti zrna pozorovaný v této práci po zatěžování s řízenou plastickou deformací je v souladu s pracemi Höppela a kol. [15], [25] a Agnewa a kol. [26]. Avšak co se týče zatěžování v režimu řízené síly, literární údaje se liší. Höppel a kol. [25] 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.



a)



b)

Obr. 4: Mikrostruktura UFG Cu pozorovaná pomocí TEM po únavovém zatěžování v režimu a) řízené deformace a b) řízené síly.

4.2 LOKALIZACE CYKLIČKÉ PLASTICITY

4.2.1 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.

Rozvoj skluzových pásů

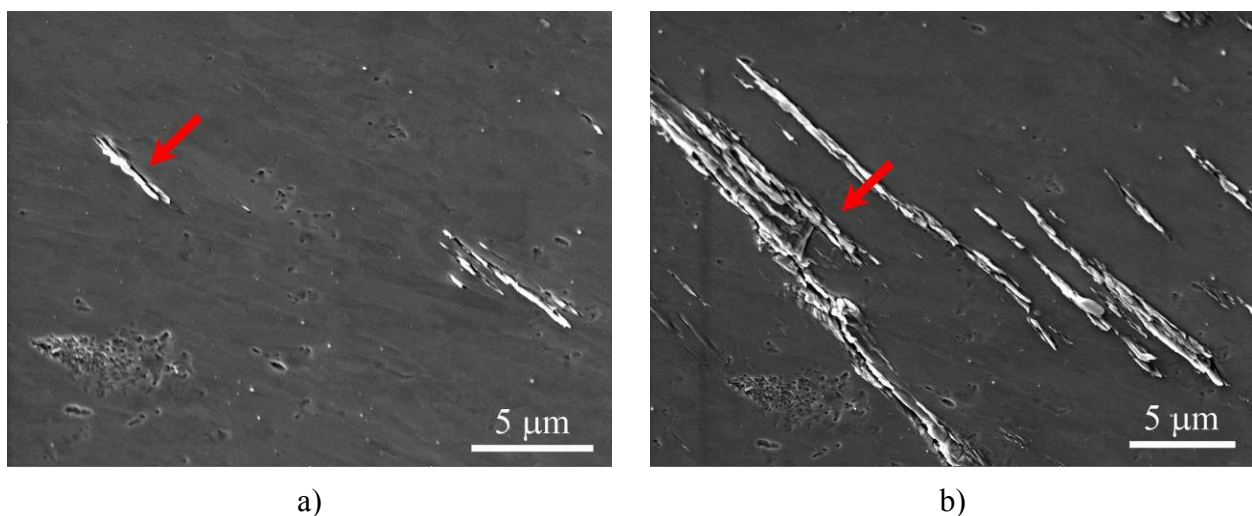
Pro zjištění vlivu únavového zatěžování na rozvoj skluzových pásů bylo provedeno pozorování zkušebního tělesa po určitém počtu cyklů a poté pokračováno v zatěžování, po kterém byla pozorována stejná místa se skluzovými pásy a jejich vývoj.

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 můžeme konstatovat, že došlo k nárůstu četnosti skluzových pásů na povrchu zkušebního tělesa. Zatímco některé skluzové pásy v průběhu zatěžování rostly, u jiných vlivem zatěžování nedošlo k žádné výrazné změně jak ve velikosti, tak délce. Navíc bylo pozorováno, že se skluzové pásy 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.

Iniciace únavových trhlin

Únavové trhliny v UFG Cu vznikají ve skluzových pásech. Jak bylo uvedeno v předchozí kapitole, není jejich vývoj kontinuální. Nelze tvrdit, že únavové trhliny se objeví v těch skluzových pásech, které se na povrchu zatěžovaného tělesa objeví jako první a které se zdají být nejvyvinutější. Z porovnání pozorování stejných skluzových pásů po 950 000 cyklech a $6,2 \times 10^6$ cyklech je zřetelně patrné, že trhlinka 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. 5a jsou skluzové pásy po 950 000 cyklech a stejné místo pozorované po $6,2 \times 10^6$ cyklech, kde byla objevena trhlinka, na obr. 5b.



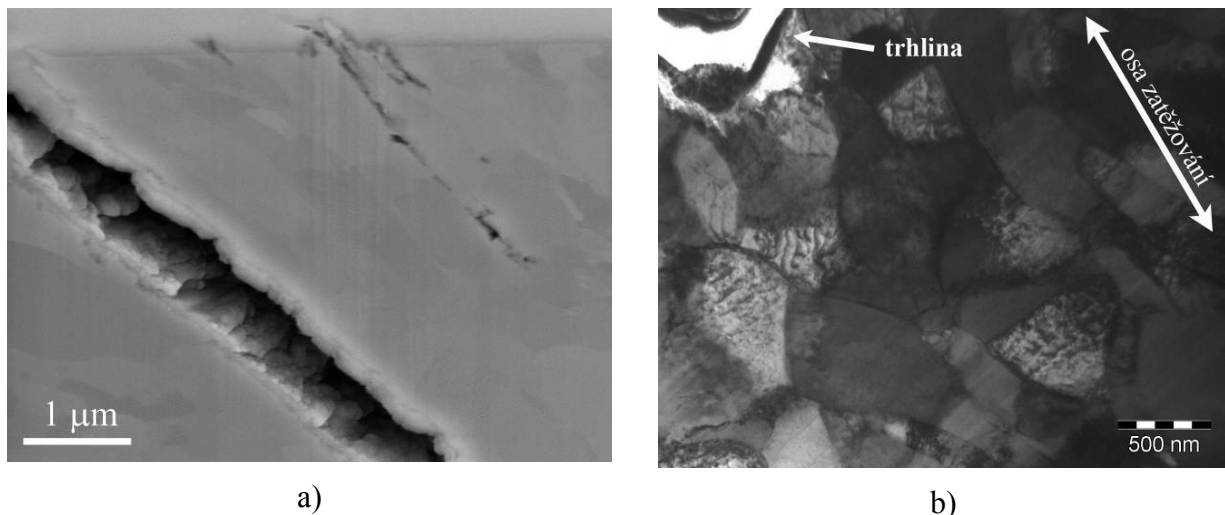
Obr. 5: Skluzové pásy a vznik trhliny na povrchu zkušebního tělesa zatěžovaného amplitudou napětí 170 MPa. a) Místo pozorované po 950 000 cyklech a b) po $6,2 \times 10^6$ cyklech, kdy byla objevena trhlinka (osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

Použitím iontového svazku byla pozorována také struktura v oblasti skluzových pásů a trhliny. Skluzové pásy leží v oblasti, kde je disorientace sousedících zrn velice malá. Také vzniklá trhlinka 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.

S rostoucí délkou trhliny a jejím přechodem do oblasti s větší disorientací zrn se povrchový reliéf kolem jejího čela mění. Na obou koncích trhliny bylo patrné, že při přechodu trhliny do oblasti zrn s větší disorientací okolních zrn (a současně s nárůstem její délky) došlo ke změně způsobu šíření trhliny v porovnání s její střední částí. V okolí trhliny byly pozorovány 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.

Ve střední části jedné z trhlin byl pomocí iontového svazku proveden kolmý řez, který je ukázán na obr. 6a. 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 μm . V blízkosti trhliny je také vidět kolmý řez skluzovými pásy, kde je dobře patrný povrchový reliéf s extruzemi a poškození pod povrchem způsobené únavovým zatěžováním. Orientace podpovrchového poškození je stejná jako orientace trhliny a odpovídá rovině maximálního smykového napětí.

S cílem vyšetřit dislokační strukturu v okolí trhliny byla z lamely s trhlinou, která je ukázána na obr. 6a, postupným ztenčováním iontovým svazkem připravena fólie pro TEM, obr. 6b. Na obrázku je vidět fólie s trhlinou a dislokační struktura v blízkosti únavové trhliny. Struktura obsahuje lehce disorientované přibližně ekvixiální dislokační buňky s úzkými hranicemi. Z provedených pozorování tedy závěrem plyne, že vytváření bimodální struktury je pro iniciaci únavových trhlin nevýznamné.



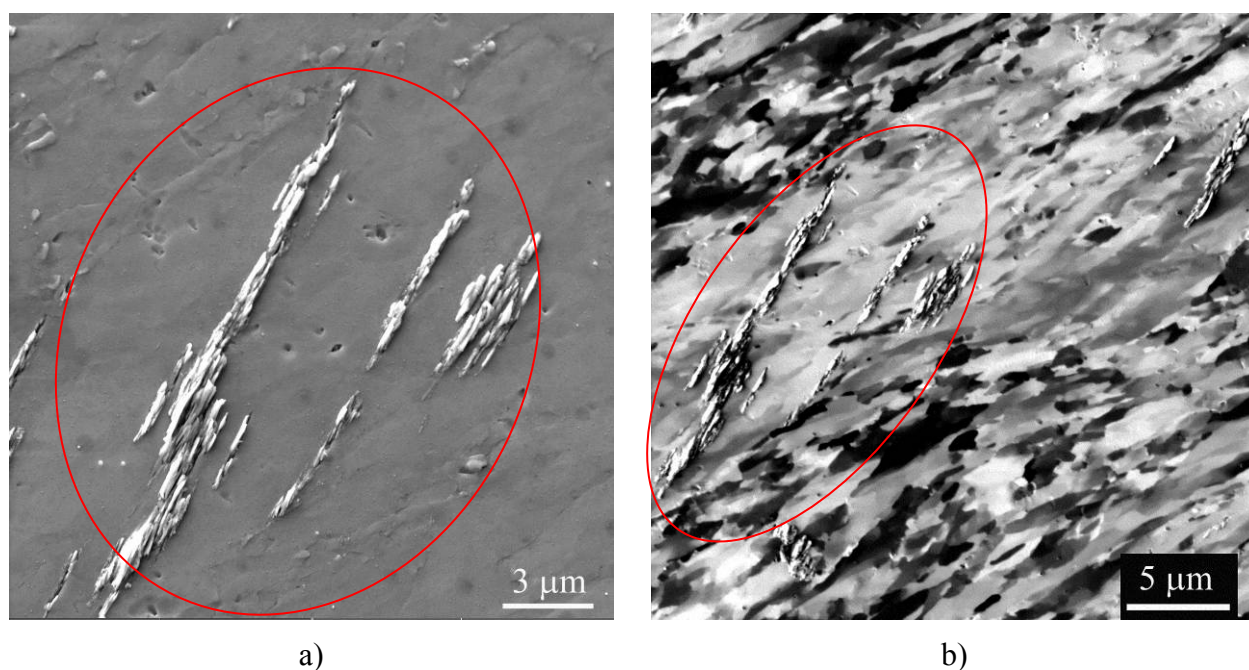
Obr.6: a) Kolmý řez únavovou trhlinou v její střední části a skluzovými pásy v jejím okolí s viditelným podpovrchovým poškozením ve formě kavit, b) TEM fólie s dislokační strukturou v blízkosti trhliny ($\sigma_a = 170 \text{ MPa}$, $6,2 \times 10^6$ cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

4.2.2 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.

Skluzové pásy pozorované pomocí SEM na povrchu zkušebního tělesa zatěžovaného amplitudou napětí 130 MPa jsou ukázány na obr. 7a. Stejná oblast, ale

zobrazená pomocí svazku iontů, je na obr. 7b. 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. Zrna mimo tuto oblast mají výrazně vyšší rozdíl v kontrastu a jsou tedy různě orientovaná. Efekt lokalizace skluzových pásů do oblastí s nízkou disorientací je tedy společný vysokocyklové i gigacyklové únavě. Z obr. 7 dále plyne, že délka skluzových pásů výrazně převyšuje průměrnou velikost zrna.



Obr. 7: a) Skluzové pásy pozorované pomocí SEM a b) pomocí FIB ($\sigma_a = 130 \text{ MPa}$, $5,18 \times 10^9$ cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

Rozvoj skluzových pásů

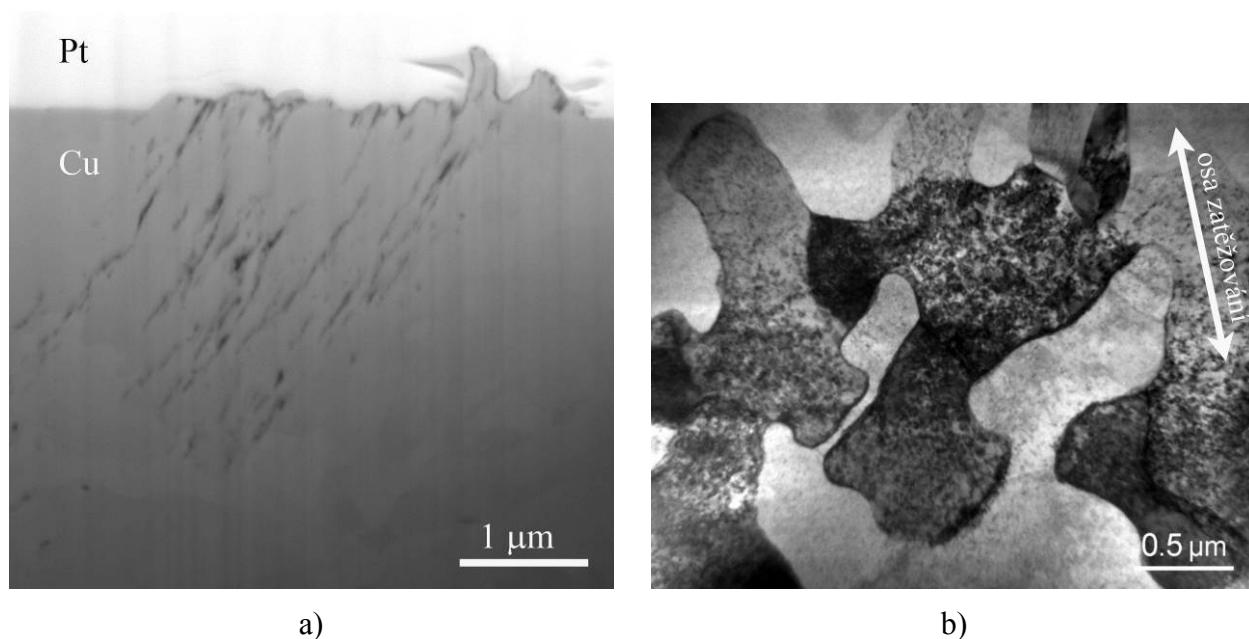
Stejně jako v případě vysokocyklového zatěžování, bylo i v oblasti zatěžování gigacyklového provedeno pozorování rozvoje skluzových pásů. Zkušební těleso bylo zatěžováno po dobu $1,18 \times 10^{10}$ cyklů na amplitudě napětí 110 MPa, ale toto zatěžování nevedlo ke vzniku skluzových pásů. Amplituda napětí byla proto poté zvýšena na 120 MPa a zkušební těleso zatěžováno dalších 1×10^{10} cyklů, což již vedlo ke vzniku povrchového reliéfu. Po dalším zatěžování s amplitudou napětí 120 MPa, které vedlo po dalších $2,17 \times 10^8$ cyklech k lomu, byla v SEM pozorována tatáž místa. Z porovnání lze konstatovat, že nedošlo k výraznějšímu nárůstu dříve pozorovaných skluzových pásů, nicméně v jejich okolí se objevilo větší množství nových skluzových pásů.

Iniciace únavových trhlin

Pomocí svazku iontů byl v místě, kde se nacházely skluzové pásy, proveden kolmý řez, obr. 8. Z důvodu ochrany povrchového reliéfu byla před odebráním

materiálu na povrch nanese vrstva platiny, která je na obr. 8a 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 pásech šikmo k povrchu pod úhlem asi 45° ve směru největšího smykového napětí. Některé z nich jsou přímo spojené s povrchovým reliéfem (konkrétně v místech, kde se v případě únavového poškození Cu s konvenční velikostí zrna tvoří intruze). 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.

Velice podobná cyklická skluzová aktivita jako pod skluzovými pásy v UFG mědi byla pozorovaná také v CG mědi podrobené gigacyklovému zatěžování [21]. Autoři pozorovali trhliny orientované přibližně pod úhlem 45° k povrchu materiálu, které interpretují jako smykové trhliny vzniklé módem I. Vzhledem k různé velikosti zrna však mechanismus vzniku únavového poškození musí být zcela odlišný.



Obr. 8: a) Oblast pod skluzovými pásy na zkušebním tělese po gigacyklové únavě pozorovaná pomocí elektronového svazku ($\sigma_a = 130 \text{ MPa}$, $5,18 \times 10^9$ cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně) a b) fólie připravená pomocí iontového svazku pozorovaná v TEM.

Pomocí FIB byla připravena fólie postupným ztenčováním kolmého řezu do materiálu. Obr. 8b 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 je dislokační struktura jiná. Buňky jsou větší, jejich rozměr je asi 1 μm, 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.

4.2.3 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. Majoritní orientace skluzových pásů odpovídá přibližně stopě poslední skluzové roviny při ECAP procesu. Existují však i lokální oblasti, kde je toto přibližné pravidlo porušeno.

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. Narozdíl od zatěžování s konstantní amplitudou napětí 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.

Rozvoj skluzových pásů

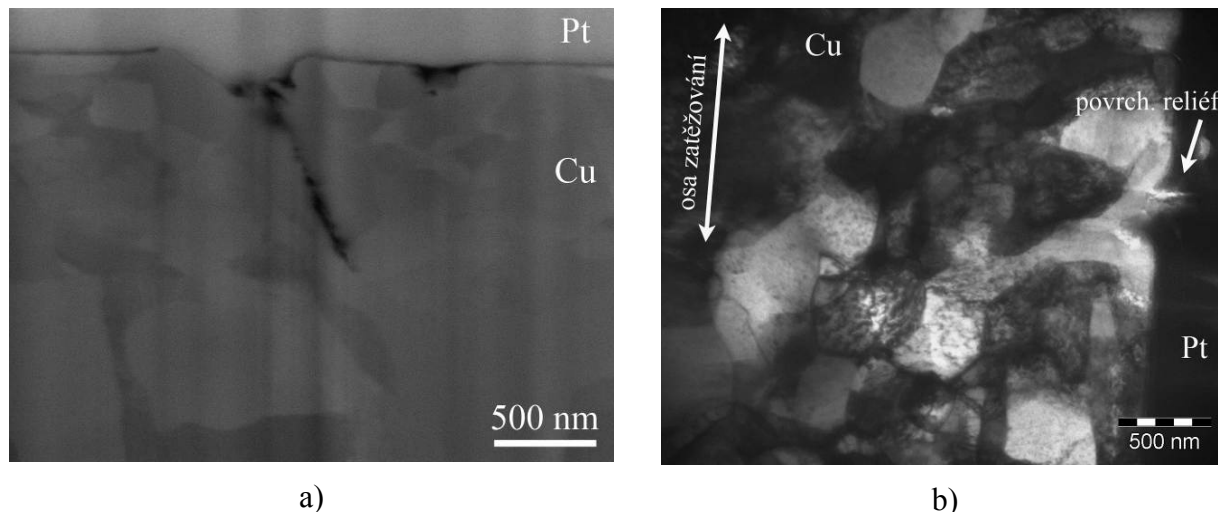
V porovnání s únavovým zatěžování v řízené síle, kdy skluzové pásy vznikají postupně v průběhu cyklického zatěžování, během kterého se stále tvoří pásy nové, pozorování dynamiky rozvoje pásů při namáhání s konstantní amplitudou plastické deformace indikuje, že v tomto zatěžovacím režimu je tomu jinak. Velká většina skluzových pásů vzniká již na začátku zatěžování a po dalším cyklování dochází pouze k nárůstu již dříve vzniklých skluzových pásů, případně k tvorbě velmi malého počtu pásů nových.

Iniciace únavových trhlin

Analogicky jako v případě únavových zkoušek s řízenou amplitudou napětí byla i v případě zatěžování s řízenou plastickou deformací vyšetřována oblast pod skluzovými pásy. Pomocí iontového svazku byl proveden kolmý řez do materiálu 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, tak po 5801 cyklech (obr. 9a). Povrchový reliéf byl 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. 6a) a gigacyklovým zatěžováním (obr. 8a) je možno konstatovat, že v případě zatěžování s řízenou plastickou deformací se charakter poškození pod povrchem liší a lze ho charakterizovat jako trhliny vzniklé smykovým módem I. V materiálu se nevyskytují kavity a dutiny.

Mikrostruktura UFG Cu po zatěžování byla pozorována ve zobrazení sekundárních elektronů (obr. 9a) a na tenké fólii v TEM (obr. 9b). Po 500 cyklech se ve struktuře objevují některá větší zrna o velikosti kolem 1 μm . Mikrostruktura po dalším zatěžování neukazuje žádné výrazné zhrubnutí struktury. Přesná kvantifikace

změn velikosti provedena nebyla. Nicméně lze konstatovat, že průměrná velikost zrn ve sledované oblasti je asi 1 μm . S určitostí lze ale uzavřít, že v okolí skluzových pásů nebyla pozorována bimodální struktura, resp. vznik velkých rekrystalizovaných zrn.



Obr. 9: a) Povrchový reliéf a podpovrchové poškození po 5801 cyklech ($\varepsilon_{ap} = 8 \times 10^{-4}$, osa zatěžování je orientovaná horizontálně). b) Struktura v TEM.

4.2.4 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. Skluzové pásy jsou orientovány ve směru stopy poslední smykové roviny ECAP procesu. Tento projev chování materiálu je velmi podobný tomu, který byl pozorován při napěťově symetrickém únavovém namáhání. Při větším zvětšení jsou dobře patrné extruze a později se vyvíjející trhliny ve skluzových pásech. V některých případech jsou v cyklických skluzových pásech iniciovány trhliny, které se velmi brzy stáčí do směru kolmého na působící hlavní napětí. S rostoucím počtem cyklů dochází ke spojování trhlín a posléze ke vzniku magistralní trhliny. Rozvíjející se trhliny vykazují na rozdíl od zatěžování v symetrickém cyklu výrazně větší otevření, což je důsledkem jednosměrné cyklické creepové deformace během zkoušky s vysokým středním napětím.

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. 10a). 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

Pozorování struktury pomocí iontového svazku ukázalo, že stejně jako při symetrickém zatěžování i při asymetrickém zatěžování se skluzové pásy tvoří

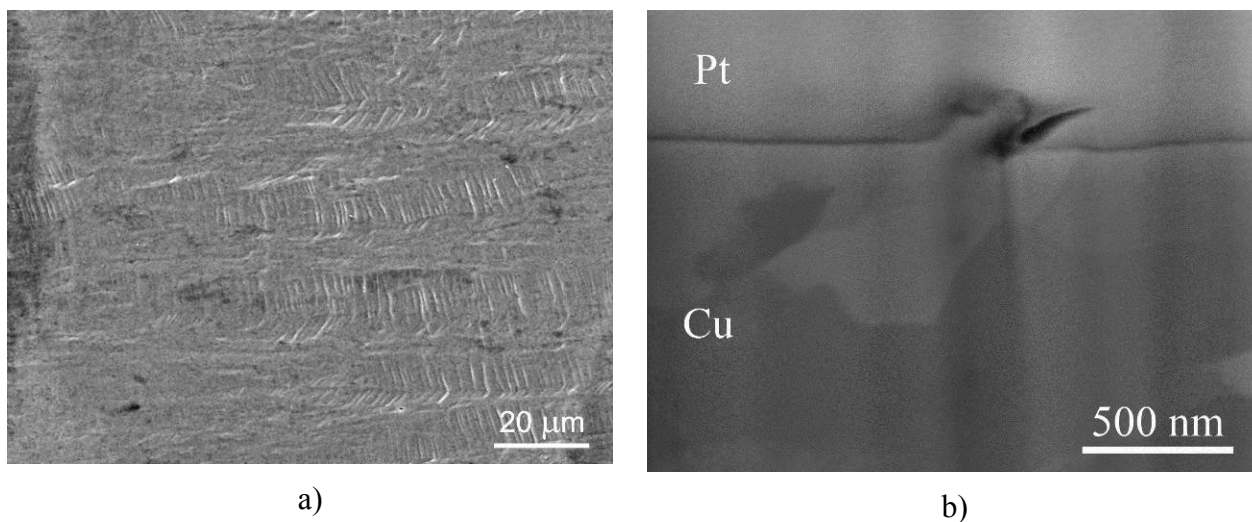
v oblastech s nízkou disorientací okolních zrn. Ve vzdálenějším okolí pásu lze pozorovat ultrajemnozrnnou strukturu s výrazně vyšší disorientací.

Rozvoj skluzových pásů

Rozvoj skluzových pásů byl pozorován na zkušebním tělese zatěžovaném se středním napětím 200 MPa a amplitudou napětí 160 MPa. Zkouška byla postupně přerušována a sledován povrch zkušebního tělesa, 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. V jiných případech se v okolí dříve pozorovaných pásů objevily některé nové. Nicméně většina sledovaných pásů zůstala beze změny rozměrů a ani se v jejich okolí neobjevily žádné nové pásy.

Iniciace únavových trhlin

Vyšetřování oblastí pod skluzovými pásy ukázalo rozdíl v poškození mezi symetrickým a asymetrickým zatěžováním s řízenou silou. Na kolmém řezu provedeném iontovým svazkem na zkušebním tělese zatěžovaném se středním napětím 200 MPa a amplitudou napětí 160 MPa je pod platinovou vrstvou vidět povrchový reliéf ve formě extruzí a intruzí. Na obr. 10b je vidět detailně extruze a intruze vystupující nad povrch materiálu a vyskytující se pouze v rámci jednoho zrna. Podobně jako při symetrickém namáhání, ani v případě asymetrického namáhání nedošlo k zhrubnutí ultrajemnozrnné struktury.



Obr. 10: a) Skluzové pásy s různou hustotou a orientací ($\sigma_m = 200$ MPa, $\sigma_a = 160$ MPa, 334 900 cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně). b) Oblast pod skluzovými pásy s jasně viditelnou extruzí a intruzí na povrchu zkušebního tělesa ($\sigma_m = 200$ MPa, $\sigma_a = 160$ MPa, 400 000 cyklů, osa zatěžování je orientovaná horizontálně).

4.3 VLIV STŘEDNÍHO NAPĚTÍ NA ÚNAVOVÉ CHOVÁNÍ

Tomu, jaký vliv má na životnost ultrajemnozrné mědi po ECAP procesu tahové střední napětí ($\sigma_m = 200$ MPa) je, jak již bylo řečeno, věnována pozornost v mé diplomové práci. Experimentálně získaná S–N data, charakterizující životnost ultrajemnozrné Cu při cyklickém zatěžování se středním napětím $\sigma_m = 200$ MPa, byla v této práci doplněná o další hodnoty. Výsledky měření jsou ukázány na obr. 3 (nežíhaný materiál). S–N křivka vykazuje v nízkocyklové oblasti (asi do 10^5 cyklů) výrazné plató, které je charakterizováno 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.

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. 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 meze pevnosti při maximálním zatížení v cyklu a nikoliv únavové, nýbrž tvárné porušení zkušebního tělesa. 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 mocninnou funkcí odpovídající rovnici křivky $\sigma_a = 355 N_f^{-0,059}$.

5 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 vyloučily 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 vyšetřováním 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 napět'ově-deformační odezvě na začátku zatěžování. Jedná se o podobný efekt, který je znám při zatěžování napět'ovou rampou u CG Cu.
- 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.
- 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 žíhání 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 zkušební tělesa. Skluzové pásy se pro jednotlivé způsoby zatěžování liší velikostí, tvarem a zejména hustotou rozložení po obvodu měrné délky zkušební tělesa. Velikost, hustota a orientace skluzových pásů po obvodu jednoho zkušební tělesa se také liší v závislosti na poloze stopy poslední smykové roviny ECAP procesu na povrchu zkušební 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 zvyrazňuje 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 napěťově 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 předtím, 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 jemnozrná. 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 ultrajemnozrný charakter. Pro iniciaci únavových trhlin tedy není zapotřebí vytváření větších zrn, tedy bimodální struktury.
- Únavové zatěžování ultrajemnozrné 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.

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [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] SURESH, S. *Fatigue of Materials*. Second edition. Cambridge: Cambridge university press, 1998. 679 s. ISBN 0–521–57847–7.
- [5] 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.
- [6] 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.
- [7] 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.
- [8] VINOGRADOV, A.; HASHIMOTO, S. Multiscale phenomena in fatigue of ultra-fine grain materials - an overview. *Materials Transactions*, 2001, 42, 1, s. 74–84.
- [9] VINOGRADOV, A. Monotonic and cyclic behavior of ultrafine grain metals: overview. *Materials Science Forum*, 2006, 503–504, s. 267–274.
- [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] 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.
- [23] 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.
- [24] 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.
- [25] 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.
- [26] AGNEW, S. R.; WEERTMAN, J. R. Cyclic softening of ultrafine grain copper. *Materials Science and Engineering*, 1998, A 244, s. 145–153.
- [27] 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.

CURRICULUM VITAE

Jméno: Ing. Lucie Navrátilová
Datum narození: 3. 6. 1984
Adresa trvalého bydliště: Žerotínovo náměstí 28, 664 91 Ivančice
E-mail: LuNavra@seznam.cz

Dosažené vzdělání:

- 1999–2003, Gymnázium Jana Blahoslava, Ivančice
- 2003–2008, VUT v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství

Pedagogická činnost v rámci DS:

- Mezní stavy materiálů
- Úvod do materiálových věd a inženýrství
- Struktura a vlastnosti materiálů

Pracovní zkušenosti v rámci oboru fyzikální a materiálové inženýrství:

- 2008–2012, Ústav fyziky materiálů, Akademie věd České Republiky, v. v. i., Žižkova 22, 616 62 Brno

Publikační činnost:

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*

materiálov'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 *Konstrukčné 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.

Jazykové znalosti:

- anglický jazyk – pokročilý aktivní
- německý jazyk – středně pokročilý
- francouzský jazyk – mírně pokročilý

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.

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 were 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.