VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ Fakulta strojního inženýrství

Doc. Ing. Jaroslav Fiala, CSc.

VISKÓZNÍ CREEP KOVOVÝCH MATERIÁLŮ PŘI VELMI NÍZKÝCH NAPĚTÍCH A ZVÝŠENÝCH TEPLOTÁCH

VISCOUS CREEP OF SEVERAL METALLIC MATERIALS AT VERY LOW STRESSES AND ELEVATED TEMPERATURES

TEZE PŘEDNÁŠKY K PROFESORSKÉMU JMENOVACÍMU ŘÍZENÍ V OBORU Materiálové vědy a inženýrství



KLÍČOVÁ SLOVA

kovové materiály, viskózní creep, nízká napětí, zvýšené teploty, mechanismy creepu, viskózní creep, technika helikoidních vzorků

KEY WORDS

metallic materials, viscous creep, low stresses, elevated temperatures, creep mechanisms, viscous creep, helicoid spring specimen technique

© Jaroslav Fiala, 2002 ISBN 80-214-2061-8 ISSN 1213-418X

Obsah

1	Úvod	4
2	Techniky studia creepu při velmi nízkých napětích a středních teplotách	5
3	Mechanismy creepu při velmi nízkých napětích a středních homologických teplotách	8
4	Creep železa alfa	10
5	Creep zirkonia alfa	14
6	Creep tuhých roztoků Cu–Al	16
7	Creep slitiny Ni–15Cr	19
8	Závěrečné poznámky	22
9	Závěr	24
10	Literatura	25
11	Summary	28
12	Představení autora	29

1 Úvod

Některé komponenty tepelně energetických i některých chemických zařízení pracující za zvýšených teplot jsou podrobeny statickému mechanickému namáhání po dobu nezřídka delší nežli dvacet let. Kovové materiály z nichž jsou tyto komponenty zhotoveny, se časem plasticky deformují, přičemž rychlost deformace musí být natolik nízká, aby v průběhu garantované životnosti komponenty nepřekročila deformace dovolenou, obvykle velmi malou hodnotu. Neustále se zvyšující požadavky na efektivnost a spolehlivost provozu zařízení kladou důraz na vývoj a výběr ocelí a slitin, z nichž jsou tato zařízení konstruována. Výběr slitin pro praktické použití je prováděn na základě celé řady materiálových vlastností. Pro inženýrskou praxi je velmi důležitou charakteristikou materiálu jeho odolnost proti statickému napěťovému namáhání, při němž probíhá časově závislá plastická deformace. Creepové vlastnosti jsou studovány pomocí creepových zkoušek prováděných za teplot předpokládané exploatace i teplot vyšších.

Trvalé poměrné prodloužení ε_{celk} , měřené při creepové zkoušce v tahu je obecně tvořeno několika složkami:

$$\mathcal{E}_{celk} = \mathcal{E}_{dc} + \mathcal{E}_n + \mathcal{E}_{gb} + \mathcal{E}_d + \mathcal{E}_{\nu}, \qquad (1)$$

kde ε_{dc} , ε_n , ε_{gb} , ε_d a ε_v značí v uvedeném pořadí poměrná prodloužení způsobená dislokačním skluzem, nekonzervativním pohybem dislokací, pokluzy po hranicích zrn, napětím usměrněnou difúzí vakancí a vznikem a růstem mezikrystalových dutin. Ne všechny uvedené mechanismy jsou však navzájem nezávislé.

Představu o tom který z deformačních mechanismů bude za daných podmínek přispívat k rychlosti deformace rozhodující měrou, poskytují deformační mapy zavedené Ashbym [1], který vyšel z původní Weertmanovy myšlenky "creepového diagramu" [2]. Již první publikované deformační mapy vedly k překvapujícímu poznatku, že i při relativně nízkých rychlostech creepu 10⁻¹¹ s⁻¹ až 10⁻¹³ s⁻¹, které patrně přicházejí v inženýrské praxi v úvahu nejčastěji, se může uskutečňovat viskózní creep jako dominantní, a že tedy může být z hlediska inženýrské praxe mnohem významnější, nežli se zpočátku soudilo. Původně totiž převládal názor, že viskózní creep může dominovat jen při homologických teplotách vyšších nežli 0,85 (homologická teplota je definována jako T/T_M , kde T_M je teplota tavení) a aplikovaných napětích nižších nežli $10^{-5} G$ (G je smykový modul pružnosti). Pro ilustraci je na obr. 1 uvedena deformační mapa oceli 17Cr-12Ni-2,5Mo [3]. V mapě jsou zakresleny křivky konstantních rychlostí creepu od 10^{-9} do 10^{-14} s⁻¹. Šrafovaná plocha P reprezentuje obor vnějších podmínek, za nichž pracují nádoby rychlých reaktorů, pro které byla ocel použita. Z obrázku je vidět že obor zasahuje z valné části do oblasti podmínek, za nichž se uskutečňuje Cobleův difúzní creep. Hodnotě $T/T_M = 2,5$ odpovídá teplota T = 670 K. V obrázku je dále vymezena přerušovanými přímkami oblast podmínek, za kterých měly pracovat tlakové nádoby rychlých reaktorů výhledově (V). Je vidět, že mechanismem, který by kontroloval deformaci nádoby, by byl difúzní, jmenovitě Nabarrův – Herringův creep.

V odborné literatuře se stále živě diskutuje o mechanismech creepu při nízkých napětích. Praktický význam jejich studia spočívá v tom, že změna creepového mechanismu představuje mez možnosti extrapolace creepových parametrů směrem k nižším napětím. Odchylka způsobená změnou deformačního mechanismu je přitom odchylkou k vyšším deformačním rychlostem, tedy odchylkou na "nebezpečnou" stranu.

Předkládaná inaugurační přednáška je založena na dlouhodobých creepových experimentech prováděných vysoce citlivou technikou. Shrnuje a zobecňuje jednotlivé dílčí etapy studia a klade si za cíl přispět k získání nových poznatků o mechanismech creepu při homologických teplotách nižších nežli 0,6 a při velmi nízkých napětích, tj. za podmínek běžně se vyskytujících v technické praxi. Práce vychází ze souboru autorových článků publikovaných v tuzemských a zejména zahraničních odborných časopisech, případně ve sbornících odborných konferencí.





2 Techniky studia creepu při velmi nízkých napětích a středních teplotách

Při studiu viskózního creepu, ať již difúzního, nebo Harperova – Dornova, jsou za vysokých teplot (blízkých 0,95 T_M nebo vyšších) většinou používány konvenční techniky isotermických creepových zkoušek. Protože však creepové deformace způsobené viskózním creepem jsou velmi malé, a rychlosti creepu velmi nízké bývá často přistupováno k několikanásobnému zvětšení měrné délky vzorku, aby se zvýšila citlivost měření.

Pro studium creepu při středních homologických teplotách ($T = 0.5 T_M$ nebo nižších) může být v principu použita podobná technika. Nicméně měření creepových rychlostí 10^{-12} s⁻¹ a nižších vyžaduje neúměrně dlouhé creepové testy. Tuto, tak významnou nevýhodu však lze obejít použitím techniky helikoidních vzorků [4]. Citlivost měření creepové deformace je u ní až o dva řády vyšší ve srovnání s klasickou technikou. To umožňuje ve většině případů redukovat dobu trvání creepového testu na přijatelnou míru. Výhodnost použití je zdůrazněna zejména vezmeme-li v úvahu, že z jednoho experimentu lze získat několik creepových křivek (až do 20) pro různá napětí a jednu experimentální teplotu.

Všechny uváděné výsledky (pokud není výslovně zdůrazněno jinak) byly získány za pomoci techniky helikoidních vzorků. Experimentální technika a použitá aparatura jsou popsány v práci [5]. Schéma aparatury je patrné z obr. 2. Na obr. 3 jsou potom znázorněny 2 typy použitých helikoidních vzorků.



30 mm

Obr. 2

Schéma aparatury – vzorek je situován v měřící komoře. 1 – helikoidní vzorek v komoře s průzorem pro optické měření vzdáleností mezi značkami na jednotlivých závitech, 2 – čelist, 3 – feromagnetické jádro s táhlem, 4 – vertikálně pohyblivý permanentní magnet, 5 – planparalelní okénko z křemenného skla, 6 – pec, 7 – katetometr, 8 – retorta ze žáruvzdorné oceli, 9 – vodní chlazení, 10 – termočlánek, 11 – reakční trubice s aktivní formou paládia na nosiči, 12 – molekulární síto (Calsit II), 13 – pec s paládiovou difúzní komorou, 14 – rotační olejová vývěva, 15 – lapač olejových par, 16 – stabilizátor průtoku plynu.



Fotografie vzorků použitých ve studiích; vlevo – vzorek tvořený drátem čtvercového průřezu vyrobený soustružením z trubky, vpravo – vzorek tvořený drátem kruhového průřezu zhotoveného protahováním průvlaky.

Avšak i technika helikoidních vzorků má svoje jisté nevýhody. Hlavní z nich je, že napětí v průřezu drátu tvořícího vzorek je rozloženo nelineárně. Tato skutečnost je však známá [6,7] a představuje problém pouze v případě, že creepové chování zkoušeného materiálu je neviskózní. Avšak i pro neviskózní creep bylo provedeno numerické řešení [7] umožňující korekci na redistribuci napětí v průřezu vzorku. Aplikace tohoto postupu eliminuje výše zmíněnou hlavní nevýhodu techniky. V obr. 5 jsou ukázány typické creepové křivky získané experimentálně na různých materiálech [8].



Dvě creepové aparatury na kterých byla získána uváděná experimentální data. Deformace na helikoidních vzorcích byla měřena opticky – katetometrem s digitálním výstupem.



Obr. 5

Typické creepové křivky pro různé kovové materiály uváděné v této práci. Podmínky experimentů byly voleny tak, aby bylo dosaženo průměrné rychlosti stacionárního creepu asi 10^{-10} s⁻¹: (\blacktriangle) – ocel P-91, 50 MPa, 873 K; (\blacksquare) – tuhý roztok Ni-15%Cr, 2,57 MPa, 1073 K; (\blacklozenge) – Cu-2,14%Al, 3,34 MPa, 773 K; (\blacklozenge) – a-Zr, 0,86 MPa,773 K.

Opodstatněnost použití techniky helikoidních vzorků a její srovnatelnost s klasickou technikou isotermických creepových zkoušek lze například dokumentovat výsledky znázorněnými v obr. 6, získanými na creepuvzdorné oceli P-91 [9].



Obr. 6

Creepové křivky creepuvzdorné oceli P-91 pro teplotu 873 K získané různými experimentálními technikami [9]: (a) klasická tahová creepová zkouška při konstantním napětí $\sigma = 102$ MPa, (b) křivka získaná technikou helikoidních vzorků při napětí $\sigma = 94$ MPa.

3 Mechanismy creepu při velmi nízkých napětích a středních

homologických teplotách

Řada mechanismů creepu probíhajícího při nízkých napětích a vysokých teplotách byla známa z literatury již před nejméně čtyřmi desítkami let. Avšak znalost, že některé z nich mohou být dominantní i při středních teplotách (v okolí poloviny teploty tavení) je mnohem mladšího data. V současné době není stále dostatek spolehlivých experimentálních údajů, aby mohl být výzkum deformačních mechanismů v této, z hlediska potřeb praxe tak důležité oblasti uzavřen. Získávání dalších nových creepových dat naráží na experimentální problémy způsobené nízkými rychlostmi tečení a tím obrovskou časovou náročností.

Nejvýznamnější společnou charakteristikou všech mechanismů creepu při nízkých napětích je slabá závislost rychlosti stacionárního creepu na aplikovaném napětí. Ve skutečnosti stacionární rychlost je charakterizována hodnotou napěťového exponentu nižší než 3 a často je pozorován viskózní creep, jehož rychlost je na napětí závislá lineárně. V současnosti známé a v literatuře uváděné mechanismy jsou shrnuty v tab. 1. Význam symbolů použitých v tabulce je následující: T znamená absolutní teplotu, σ aplikované napětí, σ_0 prahové napětí a d je střední efektivní průměr zrna. Creep způsobený difúzním transportem hmoty mřížkou (Nabarrův – Herringův creep), nebo hranicemi zrn (Cobleův creep) jsou v nauce o materiálu zcela výjimečné tím, že jejich existence byla nejdříve předpovězena teoreticky a teprve později verifikována experimenty.

Dalším creepovým mechanismem je Harperův – Dornův creep, který byl poprvé takto označen v roce 1957. Donedávna se však soudilo, že může k celkové deformaci významněji přispívat pouze při homologických teplotách 0,95 a vyšších, při napětích nižších než $5 \times 10^{-6} G$ a při průměrech zrna větších nežli asi 500 µm. Nicméně v posledních letech byla dokázána existence Harperova – Dornova creepu nejen při značně nižších homologických teplotách, ale i při značně menších velikostech zrn.

Superplastická deformace byla objevena před více než 75 lety a cca 50 let představovala vědeckou kuriozitu. Předmětem vědeckého bádání je i v současné době, ale má i řadu významných technických aplikací.

Creep způsobený napětím usměrněným difúzním transportem hmoty v sobě zahrnuje dva následné procesy: emisi a absorpci vakancí hranicemi zrn a difúzi vakancí buď mřížkou nebo hranicemi zrn. Celková rychlost je limitována rychlostí pomalejšího děje. Creep je tedy závislý na rychlosti difúze jen tehdy, slouží-li hranice zrn jako dokonalé zdroje i nory pro vakance. v tomto případě hovoříme o Nabarrově-Herringově resp. Cobleově creepu. V kovových materiálech obsahujících dispergované částice v hranicích zrn nemohou hranice sloužit jako dokonalé zdroje a pasti vakancí a rychlost creepu probíhajícího difúzním transportem hmoty je limitována rychlostí procesů v hranicích zrn (rozhraním řízený difúzní creep). Tento typ creepu je spojen s nezanedbatelným prahovým napětím (tzv. Binghamovo chování). Difúzní creep řízený procesy v rozhraních může být dále předpokládán i u některých tuhých roztoků. Nicméně experimentálně nebyl ještě tento typ deformačního mechanismu potvrzen. Nezávisle na tom, zda probíhá creep řízený procesy v rozhraních nebo řízený difúzí může být jeho rychlost zvyšována migrací hranic zrn. Difúzní creep ovlivňovaný migrací hranic zrn studoval ve vícesložkových kovových systémech Chen [10], nicméně experimentální důkaz tohoto mechanismu ve slitinách stále neexistuje. Na druhé straně, experimentálních důkazů superplastického creepového chování existuje v kovových soustavách celá řada.

Creep	Deformační proces	Proces řídící rychlost	Akomodační proces	Závislost rychl. creepu na		Literatura	
				σ	d	teorie	expe- riment
Nabarrův – Herringův	difúzní transport hmoty mřížkou	mřížková difúze	pokluzy po hranicích zrn	σ^{I}	$1/d^2$	[11,12]	[4,13,14]
Cobleův	difúzní transport hmoty hranicemi zrn	difúze hranicemi zrn	pokluzy po hranicích zrn	σ^{l}	$1/d^3$	[15]	[4,16,17]
rozhraním řízený difúzní: tuhé roztoky	difúzní transport hmoty mřížkou a/nebo hranicemi zrn	emise a/nebo absorpce vakancí hranicemi zrn	pokluzy po hranicích zrn	σ^2	1/d	[18]	[17,19,20]
rozhraním řízený difúzní: slitiny s částicemi	difúzní transport hmoty mřížkou a/nebo hranicemi zrn	emise a/nebo absorpce vakancí hranicemi zrn	pokluzy po hranicích zrn	$(\sigma - \sigma_0)^2$	1/ <i>d</i>	[18]	[21-23]
difúzní zrychlený migrací hranic zrn (tuhé rozt.)	difúzní transport hmoty zvýšený migrací hranic zrn	difúze hranicemi zrn ++)	pokluzy po hranicích zrn	σ^l	$1/d^3$	[10]	
pokluzy po hranicích zrn ^x)	pokluzy po hranicích zrn	difúze hranicemi zrn	dislokační skluz v úzkých zónách přiléhajících k hranicím zrn	σ^2	$\frac{1}{d^2}$	[26-28]	[25,29,30]
Harperův – Dornův: vysoké teploty	pohyb mřížkových dislokací	difúze mřížkou		σ^{l}	není	[31,32]	[31,33,34]
Harperův – Dornův: střední teploty	pohyb mřížkových dislokací	difúze jádry dislokací		σ^{l}	není	[35]	[37-40]

Tab. 1 Mechanismy creepu při nízkých napětích

aplikované napětí, σ_0 prahové napětí, d
 střední efektivní průměr zrna σ

⁺) Experimentálně je často pozorováno malé, avšak nenulové prahové napětí.
⁺⁺) Přítomnost složky s výrazně vyšším difúzním koeficientem je nezbytná.
⁺⁺⁺) Lze předpokládat prahové napětí.

^x) Creep probíhá mechnismem superplasticity.

^{xx}) $\dot{\varepsilon}_{S} \approx 1/d^{3}$ předpovězeno Sherbym a Wadsworthem [24] a exper. potvrzeno v práci [25].

4 Creep železa alfa

Studium creepu α-Fe čistoty 99,96 % bylo provedeno v intervalu teplot 723 – 918 K, tj. $0,40 - 0,51 T_M$ při napětích 0,12 - 3,50 MPa. Velikost zrna representovaná středním průsečíkem \overline{L} se pohybovala od 82 µm do 478 µm. Střední efektivní velikost zrna d je potom ke střednímu průsečíku ve vztahu:

$$d = 1,57 \ \overline{L} \tag{2}$$

Deformační mapa železa alfa pro teplotu 843 K v souřadnicích – normovaná velikost zrna, normované aplikované napětí.

Na obr. 7 je ukázána mapa creepových mechanismů v souřadnicích normované napětí σ/G – normovaná velikost zrna \overline{L}/b (*b* je modul Burgersova vektoru). Mapa vznikla na základě vyhodnocení více než 250 creepových křivek a je vztažena na teplotu 843 K, tj. 0,47 T_M . Hranice polí v mapě vymezují oblasti podmínek – napětí a velikosti zrn – při kterých jednotlivé mechanismy dominují. V mapě jsou pro ilustraci vyneseny křivky reprezentující různé rychlosti tečení od $5 \times 10^{-12} \text{ s}^{-1}$ do $1 \times 10^{-10} \text{ s}^{-1}$. V souladu s předpoklady dominoval Cobleův creep nad Harperovým – Dornovým creepem a dislokačním creepem s vyšším parametrem napěťové citlivosti při malých hodnotách \overline{L}/b a σ/G . Rychlost Cobleova creepu je přímo úměrná první mocnině napětí a nepřímo úměrná třetí mocnině velikosti zrna. Nalezená hodnota aktivační energie $Q_c = 150 \pm 15 \text{ kJ.mol}^{-1}$ je ve velmi dobré shodě s hodnotami aktivační entalpie difúze hranicemi zrn uváděné v řadě prací [41–45] v intervalu od 140,0 kJ.mol⁻¹ do 173,8 kJ.mol⁻¹.

Teoretické předpovědi [15] se liší od výsledků získaných v oblasti převládajícího Cobleova creepu ve dvou směrech: (a) bylo pozorováno prahové napětí, pod kterým creep neprobíhá a (b) měřené rychlosti jsou přibližně o dva řády vyšší než rychlosti spočtené podle Cobleovy teorie.

Prahové napětí při difúzním creepu v kovech bylo pozorováno a popsáno v řadě prací [18, 46–48], nicméně žádnou z jeho interpretací nelze přijmout bez námitek. Prahové napětí Cobleova creepu železa alfa se zdá být ve vztahu k nečistotám. Toto je ilustrováno obr. 8, kde je vyneseno prahové napětí σ_0 v závislosti na 1/T pro dvojí vzorky železa s rozdílnou čistotou. Tomuto tvrzení neodporuje ani obr. 9, ve kterém jsou k hodnotám z obr. 8 přidány výsledky získané pro tři různé ocele. Rovněž výše zmíněný rozdíl mezi rychlostmi spočtenými na základě teorie a rychlostmi zjištěnými experimentálně příliš nepřekvapuje s ohledem na podobné rozdíly uváděné v literatuře, kde znovu žádný z pokusů vysvětlit rychlostní disproporce nebyl úspěšný. Hlavní problém spočívá pravděpodobně v rozdílu mezi modelovou strukturou představovanou souborem kulových zrn o stejných průměrech a strukturou reálného kovu. Bohužel vztah vyjadřující efektivní hodnotu konstanty v Cobleově rovnici nezávislé na tvaru zrn a zjistitelné z měřitelných parametrů reálné struktury není dosud k disposici.

Prahové napětí difúzního creepu σ_0 v závislosti na reciproké teplotě pro železo alfa dvou různých čistot:

● 99,8 hm. % [49], ○ 99,96 hm. % [40].

Obr. 9

Závislost prahového napětí creepu σ_0 na reciproké teplotě pro železo dvou různých čistot a tři typy ocelí: • železo čistoty 99,8 hm. % [49], • železo čistoty 99,96 hm. % [40], • nízkolegovaná žárupevná ocel 0,6 Cr–0,5Mo–0,3V [50], • ocel AISI 316 [51], • ocel AISI 304 [52].

Harperův – Dornův creep byl dominantním deformačním mechanismem v oblasti větších zrn ($\overline{L} > 128 \mu m$). Přechod z Cobleova mechanismu na Harperův – Dornův creep v závislosti na velikosti zrna je patrný na obr. 10. Zjištěná hodnota aktivační energie creepu je mnohem nižší než aktivační entalpie difúze mřížkou a blíží se spíše aktivační entalpii difúze hranicemi zrn. Rychlost creepu však není řízena hraniční difúzí neboť nezávisí na velikosti zrn. Proto se zdá zcela přirozené vysvětlit aktivační energii creepu pomocí aktivační entalpie difúze jádry dislokací H_C . Pro železo alfa nebyla hodnota H_C experimentálně určena. Nicméně, použijemeli vztah [53] $H_C \approx 11 RT_M$ (kde R je universální plynová konstanta), blíží se odhad H_C hodnotě 165 kJ mol⁻¹, což je hodnota jen lehce vyšší nežli zjištěná Q_C . Předpokládáme tedy, že Harperův – Dornův creep v železe alfa při teplotách blízkých 0,5 T_M je řízen difúzí jádry dislokací.

Závislost rychlosti creepu (normované vůči teplotě, aplikovanému napětí a difúznímu koeficientu) na velikosti zrna pro železo alfa čistoty 99,96 hm. %; \circ 723 K, \Box 743 K, Δ 773 K, ∇ 793 K, \diamond 823 K, \bullet 843 K, \blacksquare 868 K, \blacktriangle 918 K, \checkmark 943 K. Trojúhelník uvnitř obrázku představuje závislost na třetí mocnině velikosti zrna, která vyplývá z Cobleovy teorie [15].

Je zajímavé připomenout, že při studiu creepu železa alfa čistoty 99,96 % nebyl pozorován Nabarrův – Herringův creep řízený difúzí mřížkou (v intervalu studovaných napětí, teplot a velikostí zrna) na rozdíl od železa čistoty 99,4 %. Studium méně čistého železa bylo původně navrženo pouze pro ověření použitelnosti techniky helikoidních vzorků, avšak práce přinesla cenné výsledky i v teoretické rovině. Přítomnost nečistot snižovala rychlost creepu cca o 1 řád ve srovnání s rychlostí creepu α-Fe čistoty 99,96 %. Na druhé straně působení nečistot nebylo natolik efektivní, aby byla rychlost creepu zcela limitována pohyblivostí hraničních dislokací. Cobleův creep byl potlačen ve prospěch Nabarrova – Herringova difúzního creepu.

V železe čistoty 99,96 % při napětích jen nepatrně vyšších nežli prahové napětí operoval Cobleův difúzní creep i při normovaných velikostech zrna až 3×10^6 . V intervalu normovaných napětí $2 \times 10^{-6} \le \sigma/G \le 8 \times 10^{-6}$ byl pozorován přímý přechod od Cobleova mechanismu k Harperovu – Dornovu creepu při normovaných velikostech zrna 5×10^6 (tj. $\overline{L} = 123 \mu$ m). Při normovaných velikostech zrna vyšších nežli 5×10^6 je pro stoupající napětí pozorován přechod mezi Harperovým – Dornovým creepem a creepem s vyšším parametrem napěťové citlivosti. Při menších normovaných velikostech zrna může být pozorován přímý přechod mezi Cobleovým difúzním creepem a creepem s vyšším parametrem napěťové citlivosti.

Přechod od viskózního creepu ke creepu s vyšším parametrem napěťové citlivosti je zobrazen na obr. 11. Při této příležitosti musí být připomenuto, že rychlost dislokačního, zotavením řízeného creepu, nezávisí na velikosti zrna. I když mezi body získanými pomocí techniky helikoidních vzorků a body získanými klasickou technikou isotermických zkoušek s konstantním napětím existuje jistá mezera, můžeme konstatovat, že shoda mezi oběma naměřenými soubory je dobrá.

Závislost rychlosti stacionárního creepu železa alfa na napětí. Data pro vyšší aplikovaná napětí byla získána klasickou technikou isotermických zkoušek v tahu [54]: $\circ T=843$ K, $\overline{L}=30$ µm, a data pro nižší napětí byla získána technikou helikoidních vzorků:

 $\Box T = 918 \text{ K}, \ \overline{L} = 118 \ \mu\text{m}; \ \blacksquare T = 843 \text{ K}, \\ \overline{L} = 122 \ \mu\text{m}; \ \nabla T = 823 \text{ K}, \ \overline{L} = 82 \ \mu\text{m}.$

5 Creep zirkonia alfa

Creep zirkonia alfa byl studován v intervalu teplot od 748 K do 1023 K (tj. 0,40 T_M až 0,54 T_M), intervalu napětí 0,08 MPa – 2,19 MPa a v intervalu velikostí zrna $48 \le \overline{L} \le 342 \,\mu\text{m}$. Příklad napěťových závislostí rychlosti stacionárního creepu pro vzorky s velikostí zrna reprezentovanou metalograficky zjišťovaným středním průsečíkem \overline{L} v intervalu od 48 do 67 µm je ukázán na obr. 12. Některé další dosažené výsledky jsou pak sumarizovány v obr. 13 ve formě mapy creepových mechanismů v souřadnicích normované napětí σ/G versus reciproká homologická teplota. Mapa byla zkonstruována pro velikost zrna representovanou středním průsečíkem $\overline{L} = 100 \,\mu\text{m}$. V uvedených souřadnicích a pro danou velikost zrna mohou být v jedné mapě ukázány pouze dva ze tří pozorovaných mechanismů (Cobleův, Harperův – Dornův a dislokační s vyšším parametrem napěťové citlivosti). Harperův – Dornův creep operuje totiž pouze při velikostech zrna větších nežli 127 µm, zatímco Cobleův creep je dominantní při velikostech zrna pod touto hodnotou. Aby mohlo být s dostatečnou přesností vyznačeno pole, kde je dominantním deformačním mechanismem dislokační creep s parametrem napěťové citlivosti n = 6,6, byla použita data získaná klasickými isotermickými zkouškami s konstantním napětím a publikovaná Pahutovou a Čadkem [55].

Typické napěťové závislosti rychlostí stacionárního creepu zirkonia alfa v oblasti velikostí zrna reprezentovaných metalograficky zjišťovaným středním průsečíkem \overline{L} od 48 do 67 μ m a v teplotním intervalu od 748 K do 973 K.

Hodnota aktivační energie získaná pro oblast Cobleova creepu činí 123,9±3,2 kJ.mol⁻¹ a je blízká hodnotě entalpie difúze hranicemi zrn [56]. Pro Harperův – Dornův creep byla nalezena hodnota aktivační energie 121,8±11,2 kJ.mol⁻¹, což je hodnota mnohem nižší nežli aktivační entalpie mřížkové difúze. Proto, obdobně jako u železa alfa, byla difúzi jádry dislokací připsána hlavní role, i když odhad (podle [53]) $H_C \approx 11 RT_M = 171,8 \text{ kJ.mol}^{-1}$ je značně vysoký. Sargent a Ashby [57] však z creepových dat odvodili hodnotu H_C výrazně nižší a to 124 kJ.mol⁻¹, která je s hodnotou námi získanou ve velmi dobré shodě.

Obdobně jako u železa alfa v daných experimentálních podmínkách nebyl pozorován v alfa zirkoniu Nabarrův – Herringův creep. Nicméně se dá očekávat, že tento mechanismus bude dominovat za dostatečně vysokých teplot a nahradí Cobleův a zejména Harperův – Dornův creep.

Mapa creepových mechanismů zirkonia alfa, v souřadnicích normované napětí σ/G , reciproká homologická teplota T_M/T pro $\overline{L} = 100 \ \mu m$.

6 Creep tuhých roztoků Cu–Al

V současné době se všeobecně předpokládá, že emise a absorpce vakancí hranicemi zrn je spojena s pohybem hraničních dislokací. Vlečení atmosfér atomů příměsí hraničními dislokacemi by se následně mohlo projevit v difúzním creepu, jehož rychlost bude řízena procesy v rozhraních [13] a tab.1.

Jiným efektem rozpuštěné látky může být zrychlení difúzního creepu migrací hranic zrn, jestliže rozpuštěná látka vykazuje významně vyšší difúzní koeficient než rozpouštědlo (v případě binárních tuhých roztoků – tab. 1)

Je tedy zřejmé, že poznatky o difúzním creepu čistých kovů se nedají obecně jednoduše aplikovat na tuhé roztoky a obdoba platí i pro Harperův – Dornův creep. Proto byly do programu studia viskózního creepu zařazeny jednoduché binární tuhé roztoky.

Creep dvou tuhých roztoků Cu–Al byl studován při teplotách blízkých 0,6 T_M a napětích menších nežli 5 MPa. Slitiny měly rozdílný obsah hliníku a to: slitina A obsahovala 4,9 at. % Al (2,14 hm. %) a slitina B obsahovala 14 at. % Al (6,5 hm. %). Veškeré testy byly provedeny opět technikou helikoidních vzorků a pro slitinu A bylo získáno a vyhodnoceno více než 200, pro slitinu B více než 250 creepových křivek. Zatímco slitina A vykazovala podle očekávání viskózní chování v celém rozsahu aplikovaných napětí, slitina B vykazovala viskózní chování jen asi do 1 MPa. Proto rychlost stacionárního creepu slitiny B musí být vyčíslena jako součet příspěvku viskózního a neviskózního mechanismu:

$$\dot{\varepsilon}_{S} = \dot{\varepsilon}_{V} + \dot{\varepsilon}_{NV} , \qquad (3)$$

kde $\dot{\varepsilon}_{V} \approx (\sigma - \sigma_{0})$ pro viskózní mechanismus a $\dot{\varepsilon}_{NV} \approx \sigma^{n}$ pro neviskózní creep.

Rozdílné chování obou slitin je dále dokumentováno obr. 14, obr. 15 a obr.16. Z obr. 16 plyne nezbytnost korekce na redistribuci napětí v průřezu drátu tvořícího helikoidní vzorek [7].

Typické creepové křivky pro obě zkoumané slitiny a teplotu T = 773 K, aplikované napětí $\sigma = 1, 1$ MPa a velikost zrna reprezentovanou středním průsečíkem $\overline{L} = 130 \ \mu m$.

Obr. 15

Mapa creepových mechanismů tuhého roztoku Cu–14 Al pro teploty 773 K a 873 K v souřadnicích aplikované napětí σ , velikost zrna reprezentovaná středním průsečíkem \overline{L} .

Obr. 16

Napěťová závislost rychlosti stacionárního creepu slitiny Cu–14 Al při teplotě 848 K a velikosti zrna reprezentované středním průsečíkem $\overline{L} = 145 \ \mu m$; \circ měřené hodnoty rychlosti deformace $\dot{\varepsilon}_R$ při různých napětích σ_{RE} na povrchu "drátu" tvořícího helikoidní vzorek, — závislost $\dot{\varepsilon}$ (σ) vypočtená postupem publikovaným v [7] umožňujícím korekci na redistribuci napětí v průřezu vzorku. Analýza výsledků ukázala, že exponent n je přibližně roven dvěma. Zdánlivé aktivační energie creepu byly určeny jako:

 $(Q_V)_A = (112\pm13)$ k.Jmol⁻¹ pro slitinu A

 $(Q_V)_B = (136 \pm 10) \text{ kJ.mol}^{-1} \text{ pro slitinu B}$

 $(Q_{NV})_B = (162\pm20) \text{ kJ.mol}^{-1} \text{ pro slitinu B}$

Rychlost difúzního creepu pozorovaného v obou slitinách byla přímo úměrná prvé mocnině aplikovaného napětí a nepřímo úměrná třetí mocnině velikosti zrna. Odhlédneme-li od prahového napětí, jsou uvedené závislosti charakteristické pro Cobleův difúzní creep. Použijeme-li pro výpočet rychlosti Cobleova creepu hodnot $D_B\delta_B$ změřených Čermákem [58] zjistíme, že experimentálně zjištěné rychlosti stacionárního creepu jsou přibližně 4 krát vyšší pro slitinu A, resp. 3 krát vyšší pro slitinu B. Podobné, ale častěji ještě mnohem větší rozdíly byly nalezeny mezi experimentálními a vypočtenými rychlostmi difúzního creepu čistých kovů (např. [40, 5, 59, 60] atd.) Hodnota aktivační entalpie difúze hranicemi zrn pro slitinu A publikovaná Čermákem [58] jako (H_B)_A = 125±13 kJ.mol⁻¹ je v dobré shodě s experimentálně zjištěnou zdánlivou aktivační energií creepu slitiny A. Vzhledem k tomu, že aktivační entalpie difúze hranicemi zrn pro slitinu B bude obdobná jako pro slitinu A, je možno uzavřít, že deformačním mechanismem v oblasti viskózního chování byl u obou slitin Cobleův difúzní creep.

Interpretace neviskózního mechanismu ve slitině B však není jednoduchá. Žádný z dosud v literatuře popsaných modelů nepředpovídá rychlost deformace přímo úměrnou druhé mocnině aplikovaného napětí a nepřímo úměrnou třetí mocnině velikosti zrna (kromě oblasti II superplastické deformace). Protože neviskózní mechanismus operuje paralelně s Cobleovým difúzním mechanismem, nemůže být interpretován jako jiný, hranicemi řízený difúzní creep. Nicméně v diskusi o možných mechanismech nemůžeme opomenout ani Chenův [10] zrychlený difúzní creep spojený s migrací hranic zrn, neboť silné prahové napětí může způsobit, že zdánlivý napěťový exponent bude vyšší nežli 1. Avšak Chenův mechanismus předpokládá významnou migraci hranic zrn, která nebyla pozorována ani při zevrubných metalografických pozorováních a tak nemůže být uvažována.

Jiným možným vysvětlením diskutovaného neviskózního chování by mohl být mechanismus připisovaný pokluzům po hranicích zrn akomodovaným krystalografickým skluzem v oblastech k hranicím přiléhajícím. Mechanismy tohoto typu jsou spojovány se superplasticitou. Avšak v našem případě nutno upozornit, že hlavní charakteristiky creepového chování korespondují s hlavními charakteristikami superplastické deformace. Někteří autoři, jako Gifkins [27], nebo Ruano, Wadsworth a Sherby [61] zdůraznili, že není důvod proč by se mechanismy superplasticity neměly účastnit deformace v daných podmínkách creepu. Na podmínkách však závisí, který z mechanismů bude dominovat a zastíní ostatní. Teorii pokluzů po hranicích zrn se věnovali Ball a Hutchinson [26] a Gifkins [27] a jejich studie dále rozpracovali Sherby a Ruano [62] a Kaibyshev, Valiev a Emaletdinov [28]. Všechny práce však předpovídají, že rychlost deformace je nepřímo úměrná ne třetí, ale druhé mocnině velikosti zrna. Akceptujeme-li úměrnost rychlosti na reciproké druhé mocnině velikosti zrna, pak podle Kaibysheva et al. [28] můžeme psát:

$$\dot{\varepsilon}_{S} = \frac{D_{B}\delta_{B}G}{1,25kT} \left(\frac{b_{B}}{d}\right)^{2} \left(\frac{\sigma - \sigma_{B}}{G}\right)^{2}, \tag{4}$$

kde b_B je délka Burgersova vektoru hraniční dislokace a σ_B je napětí nutné k aktivování zdrojů mřížkových dislokací vyvolaných lokálními koncentracemi napětí způsobenými nakupeními hraničních dislokací. Korelace experimentálních výsledků s rychlostmi spočtenými je ukázána v obr. 17. Z obrázku je patrné, že shoda rychlostí experimentálních s rychlostmi teoreticky vypočtenými není horší nežli v případech difúzního creepu obou slitin (za předpokladu, že $\sigma_B > 0$).

Obr.17

Tuhý roztok Cu–14 Al. Závislost rychlosti stacionárního creepu normované k napětí, teplotě a velikosti zrna $\dot{\varepsilon}_{NV} \overline{L}^2 T / \sigma^2$ na reciproké teplotě; \circ experimentální data, \bullet data vypočtená z rov. (4) za použití difúzního koeficientu změřeného Čermákem [58].

Neviskózní creep ve slitině B může být tedy výsledkem pokluzů po hranicích zrn akomodovaných krystalografickým skluzem v úzkých zónách přiiléhajících k hranicím zrn. Zbývá však vysvětlit, proč byl neviskózní creep pozorován ve slitině B a nebyl pozorován ve slitině A. Rovnice pro Cobleův difúzní creep ani rovnice (4) pro uvažovaný interval rychlostí creepu i velikostí difúzních koeficientů vysvětlení neposkytly. Nicméně je zřejmé, že obohacení hranic a oblastí k nim přilehlých hliníkem by mohlo ovlivnit jejich strukturu a tím i efektivní hodnotu hraničních difuzivit. Také efektivní hodnoty b_B mohou být v obou tuhých roztocích rozdílné. Navíc pokles rychlosti neviskózního creepu na polovinu může způsobit, že tento creep bude nadále nedetekovatelný. Jiné možné vysvětlení může být založeno na tom, že akomodující mechanismus je ovlivněn energií vrstevné chyby. Howie a Swann [63] uvádějí, že energie vrstevné chyby slitiny A je asi o řád vyšší, než slitiny B. Nehledě na možný efekt vrstevné chyby na strukturu hranice, by zpevňovací proces spojený s akomodujícím dislokačním skluzem mohl být rozdílný. Skutečnost, že tranzitní deformace ve slitině A je větší nežli ve slitině B [64] podporuje myšlenku, že takovýto proces může potlačit neviskózní creepový mechanismus ve prospěch tranzitního stadia.

7 Creep slitiny Ni–15Cr

V poslední době byla jednak Wilshirem [65] a jednak Ruanem, Wadsworthem, Wolfenstinem a Sherbym [66] zpochybněna existence difúzního, zejména Nabarrova – Herringova creepu. Východiska posledně jmenovaných autorů však byla následně kritizována Bilde–Sørensenem a Smithem [67], Wangem [68] a Nabarrem [69]. Nejnověji pak roli difúzního creepu vyzdvihl a jeho existenci teoreticky zdůvodnil Greenwood [70]. Z mikrostrukturních studií pak podali důkaz jeho existence McNee, Jones a Greenwood [71] i Bilde – Sørensen a Thorsen [72]. I naše studie provedená na systému Ni–15 % (hm.) Cr [73] znovu potvrdila, že důkazy pro existenci difúzního creepu v kovových materiálech jsou dostatečné a stále přibývají.

Experimentální studium creepu slitiny Ni-15Cr, představující primární tuhý roztok chromu v niklu, bylo provedeno opět technikou helikoidních vzorků. Aplikovaná napětí se pohybovala od 0,2 do 5,0 MPa, teploty od 973 do 1123 K (interval odpovídá intervalu homologických teplot od 0,59 do 0,65) a velikost zrna od 47 do 254 µm. Creepové křivky vykazovaly tranzitní stadium (obdobné jako u tuhých roztoků Cu-Al) po němž následoval stacionární stav. Typický soubor creepových křivek získaných na jednom helikoidním vzorku je ukázán na obr. 18. Rychlost stacionárního creepu byla při nízkých napětích charakterizována Binghamovým viskózním chováním. U nejvyšších aplikovaných napětí byla u některých vzorků pozorována odchylka od viskózního chování směrem k vyššímu napěťovému exponentu, jak je patrné z obr. 19. Lze tedy předpokládat, že obdobně jako u slitin Cu-Al se na celkové deformaci podílejí dva paralelně probíhající procesy, jeden viskózní a druhý neviskózní a jejich celková rychlost může být popsána rovnicí (3). Omezený rozsah dat pro neviskózní mechanismus však nedovolil určit současně napěťový exponent i prahové napětí. Za předpokladu nulového prahového napětí byl pak napěťový exponent stanoven na $n = 2,09\pm0,51$. Vzhledem k tomu, že odchylka od viskózního chování nebyla pozorována u všech vzorků a pro velké chyby i rozptyl parametrů nebyl učiněn pokus o určení mechanismu neviskózního creepu.

Obr. 18

Sada creepových křivek pro T = 1073 K, $\overline{L} = 47 \ \mu m, \ \sigma = 0, 12 - 3,55 \ MPa.$

Závislost rychlosti stacionárního creepu na aplikovaném napětí pro T = 1073 K a $\overline{L} = 110 \ \mu m; \circ$ experimentální hodnoty, — závislost korigovaná na přerozdělení napětí podle [7].

Pro rychlost viskózního creepu lze výsledky studia shrnout následovně:

- Prahové napětí dosahovalo hodnot nejvýše 0,7 MPa a s rostoucí teplotou klesalo. Při nejvyšších teplotách uvažovaného intervalu se blížilo nule. Hodnoty vykazovaly značný rozptyl a u některých vzorků bylo prahové napětí menší než chyba jeho určení.
- Závislost rychlosti creepu na velikosti zrna odpovídala přechodu od difúzního Cobleova creepu u menších zrn k dislokačnímu Harperovu – Dornovu creepu u větších zrn. Kritická velikost zrna byla stanovena na 88 μm.
- Zdánlivá aktivační energie creepu odpovídala v oblasti menších zrn aktivační entalpii difúze podél hranic zrn, v oblasti velkých zrn ji lze porovnat s aktivační entalpií difúze podél dislokačních jader.
- Experimentálně zjištěná absolutní velikost rychlosti creepu v oblasti menších zrn je ve velmi dobré shodě s teorií Cobleova difúzního creepu.
- Získané výsledky kvalitativně odpovídají dřívějším výsledkům studií čistých kovů, železa alfa [40] a zirkonia alfa [39], přičemž znatelně menší kritická velikost zrna je s největší pravděpodobností vyvolána vyšší dislokační hustotou u zkoumaného materiálu.

8 Závěrečné poznámky

- i) Je nutno mít na paměti, že názvy hlavních mechanismů viskózního creepu, které byly v této práci diskutovány, tj. "Nabarrův Herringův creep", "Cobleův creep" a "Harperův Dornův creep" vypadají na první pohled velmi podobně, avšak jejich podstata se značně odlišuje. Zatímco Cobleův difúzní creep a Nabarrův Herringův difúzní creep představují zcela jednoznačné fyzikální procesy Newtonovský tok vakancí (resp. částic) mezi hranicemi zrn, popisuje název Harperův Dornův creep pouze hlavní rysy creepového procesu. Tento fakt je často zdrojem nedorozumění. Název Harperův Dornův creep se používá jsou-li splněny dvě základní podmínky, tj. rychlost stacionárního creepu závisí na první mocnině aplikovaného napětí a nezávisí přímo na velikosti zrna.
- ii) Z porovnání výsledků creepových studií prezentovaných v této práci i v literatuře (např. [9,74]) je možno se domnívat, že creepové chování ve viskózní oblasti není u různých kovových materiálů konzistentní i za velmi podobných podmínek. Hlavní rysy viskózního creepu však mohou být shrnuty takto:
- Závislost rychlosti stacionárního creepu na velikosti zrna vyhovuje do jisté kritické velikosti ($\overline{L}_{krit} \approx 120 \ \mu\text{m}$) požadavkům teorií difúzního creepu.
- Nad kritickou velikostí zrna je závislost, s výjimkou tuhého roztoku Cu–6,5 % Al, zatížena značným rozptylem dat, někdy velikosti až jednoho řádu.
- Experimentálně zjišťované rychlosti creepu jsou pro tuhé roztoky a oceli v dobrém nebo akceptovatelném souladu s rychlostmi spočtenými podle Cobleovy teorie. Pro čisté kovy jsou však řádově vyšší.
- Přechod od viskózního k mocninovému creepu je u čistých kovů a tuhých roztoků hladký a poměrně nevýrazný, zatímco u oceli P–91 je daleko ostřejší [74] (viz obr. 20 a obr. 21).
- Napětí při kterém přechází dominatní role viskózního creepu na creep mocninový je u oceli P–91 mnohem vyšší než u čistých kovů a tuhých roztoků [74] (viz obr. 20 a obr. 21). Modely předložené Wu a Sherbym.[75] i Ardelem [76] jsou schopny tento rozdíl vysvětlit na základě rozdílných dislokačních hustot.

Obr. 20

Napěťová závislost rychlosti stacionárního creepu tuhého roztoku Cu - 6,5 %Al. Data pro oblast mocninového creepu jsou převzata z práce Pahutové, Čadka a Ryše [77]. Křivka označená v obrázku "Wu & Sherby" je spočtena podle práce. [75]. Křivka označená "V+P" předpokládá nezávislé příspěvky viskózního a neviskózního mechanismu. Křivka označená "V+GBS+P" předpokládá nezávislé příspěvky viskózního creepu, pokluzů po hranicích zrn a neviskózního mechanismu.

Napěťová závislost rychlosti stacionárního creepu žáruvzdorné oceli typu P-91. Data z oblasti mocninového creepu byla převzata z práce Skleničky a kol. [78]. Křivka označená v obrázku "Wu & Sherby" je spočtena podle práce [75]. Křivka označená "V+P" předpokládá nezávislé příspěvky viskózního a neviskózního mechanismu. Přímky označené "Coble eqn." představují maximální a minimální hodnoty vypočtené z Cobleovy rovnice při dosazení minimálních a maximálních hodnot v literatuře nalezených difúzních koeficientů.

- iii) Pro jednotlivé mechanismy viskózního creepu mohou být z předložených výsledků a literárních údajů vydedukovány některé obecné závěry:
- Závislost rychlosti creepu na velikosti zrna je patrně dosti pádnýmm důkazem pro tvrzení, že dominantním deformačním mechanismem je v oblasti s podkritickou velikostí zrna difúzní creep. Avšak důvod rozptylu hodnot nad kritickou velikostí zrna zůstává stále neodhalen.
- Skutečnost, že vypočtená závislost se dobře shoduje s experimentálními daty (viz obr. 20 a obr. 21) však nemůže být v žádném případě dostatečným důkazem pro uvažovaný mechanismus.
- Žádný z dosud uváděných mechanismů není schopen bezezbytku vysvětlit všechny zdánlivě protichůdné rysy viskózního creepu, ani za zjednodušených podmínek. Je to pravděpodobně způsobeno neexistencí obecného modelu hranice zrn a zejména neznalostí procesů odehrávajících se v hranicích i v celé dislokační síti.

9 Závěr

V předkládané práci bylo studováno creepové chování dvou technicky významných čistých kovů, železa alfa a zirkonia alfa a tří tuhých roztoků, Cu–5Al, Cu–14Al a Ni–15Cr při nízkých napětích a středních homologických teplotách. Veškerá získaná data byla konfrontována s dostupnými literárními údaji. V práci jsou diskutovány i experimentální výsledky získané na některých ocelích jinými autory.

K získání souboru experimentálních výsledků byla zavedena a využita vysoce citlivá a efektivní zkušební technika – technika helikoidních vzorků.

Publikované původní odborné články i tato práce jsou příspěvkem k poznání mechanismů zejména viskózního creepu za podmínek, s nimiž se setkává inženýrská praxe a mají proto nejen teoretický, ale i značný praktický význam.

Byly charakterizovány podmínky, za kterých ve zkoumaných kovových materiálech dominovaly mechanismy difúzního creepu. Byla prokázána jejich existence v oblastech teplot a napětí vyskytujících se v technické praxi. Tím byly poskytnuty i další nezvratné důkazy do mezinárodní diskuse o existenci a významu difúzního creepu.

Creep mající charakteristiky Harperova – Dornova creepu, tj. závislost rychlosti na první mocnině napětí a její nezávislost na velikosti zrna, který by byl řízen difúzí jádry dislokací nebyl až do doby zveřejnění našich prací v literatuře popsán.

Výsledky prací představují prohloubení znalostí a přinášejí řadu zcela nových poznatků o nízkonapěť ovém creepu binárních tuhých roztoků.

Na základě získaných experimentálních dat byly zkonstruovány mapy creepových mechanismů, které poskytují přesný obraz o výskytu jednotlivých mechanismů v dané oblasti podmínek a umožňují extrapolace bez nebezpečí chyb vyplývajících ze změny deformačních mechanismů.

10 Literatura

- [1] Ashby M.F.: Acta Metall., **20**, (1972), 887.
- [2] Weertman J., Weertman J.R.: *Physicall Metallurgy*, ed. R.W. Cahn, North Holland (1965), s. 736.
- [3] Dobeš F., Čadek J.: Kovové Mater. 20, (1982), 10.
- [4] Burton B., Greenwood G.W.: Met. sci. J., 4, (1970), 215.
- [5] Fiala J., Čadek J.: Met. Mater., 20, (1982), 277.
- [6] Sritharan T., Jones H.: Res. Mech., 2, (1981), 295.
- [7] Kloc L., Fiala J., Čadek J.: *Mater. Sci. Eng.*, A130, (1990), 61.
- [8] Kloc L., Fiala J.: Chem. Papers, 53, (1999), 155.
- [9] Fiala J., Kloc L., Sklenička V.: Materials Research Society 2001 Fall Meeting, November 26- 30, 2001, Boston, Massachusetts, USA. (Symposia proceedings will be published in 2002).
- [10] Chen I.-W.: Acta Metall., 30 (1982), 1317.
- [11] Nabarro F. R. N.: *Rep. of Conf. on Strength of Solids*, Physical Society, London, (1948), s. 75.
- [12] Herring C.: J. Appl. Phys., 21, (1950), 437.
- [13] Borch R., Hauber J. R.: Trans. Metall. Soc. AIME, 242, (1968), 1933.
- [14] Harris J. E., Jones R. B., Greenwood G. W., Ward M. J.: J. Aust. Inst. Met., 14, (1969), 154.
- [15] Coble R. L.: J. Appl. Phys., 34, (1963), 1679.
- [16] Jones R. B.: Nature, (London), 207, (1965), 70.
- [17] Bernstein I. M.: Trans. Metall. Soc. AIME, 239, (1967), 1518.
- [18] Arzt E., Ashby M. F., Verrall R. A., Acta Metall., 31, (1983), 1977.
- [19] Crossland I. G., in: Harris J.E., and Sykes E.C. (eds.) *Physical Metallurgy of Reactor Fuel Elements*, Metals Soc., London, (1975), s. 66 a 109.
- [20] Burton B., Crossland I. G., Greenwood G. W.: Met. Sci., 14, (1980) 134.
- [21] Burton B.: Met. Sci. J., 5, (1971), 11.
- [22] Stang R. G., Barret C. R.: Scr. Metall., 7, (1973), 233.
- [23] Clegg. W. J., Martin J. W.: Met. Sci., 16, (1982), 65.
- [24] Sherby O. D., Wadsworth J., in: Krauss G. (ed.) *Deformation Processing and Structure*, American Society for Metals, Metals Park, OH, }1984], s. 355.
- [25] Kloc L., Fiala J. Čermák J.: Met. Mater., 28, (1990), 478.
- [26] Ball A., Hutchinson M. M.: Met. Sci. J., 3, (1969), 1.
- [27] Gifkins R. C.: Metall. Trans. A, 7, (1976), 1225.
- [28] Kajbyshev O. A., Valiev R. Z., Emaletdinov A. K.: Phys. Status Solidi A, 90, (1985), 197.
- [29] Johnson R. H., Packer C. M., Anderson L. J., Sherby O.D.: Philos. Mag. 18, (1968), 1309.

- [30] Matsuki K., Morita H., Yamada M., Murakami Y.: Met. Sci. 11, (1977), 156.
- [31] Harper J. G., Dorn J. E.: Acta Metall., 5, (1957), 654.
- [32] Yavari P., Miller D. A., Langdon T. G.: Acta Metall., 30, (1982), 871.
- [33] Harper J. G., Shepard L. A. Dorn J. E.: Acta Metall., 6, (1958), 509.
- [34] Murty K. L.: Mater. Sci. Eng., 14, (1974), 169.
- [35] Čadek J.: Creep in Metallic Materials, Elsevier, Amsterdam, 1988.
- [36] Malakondaiah G., Rama Rao P.: Scr. Metall., 13, (1979), 1187.
- [37] Malakondaiah G., Rama Rao P.: Acta Metall., 29, (1981), 1263.
- [38] Malakondaiah G., Rama Rao P.: Mater. Sci. Eng., 52, (1982), 207.
- [39] Novotný J., Fiala J., Čadek J.: Acta Metall., 33, (1985), 905.
- [40] Fiala J., Novotný J., Čadek J.: Mater. Sci. Eng., 60, (1983), 195.
- [41] Borisov V. T., Golikov V. I., Schebedinskij G. V.: Fiz. Met. Metalloved., 17, (1964), 881.
- [42] Fridberg J., Thorndahl Z. E., Hellert T.: Jernkontorests Ann., 153, (1969), 263.
- [43] Chuang T. J., Kagawa K. J., Rice R. J., Sills L. B.: Acta Metall., 27, (1979), 265.
- [44] Federer J. I., Lundy T. S.: Trans. Metall. Soc. AIME, 227, (1969), 592.
- [45] James D. W., Leak G. M.: Philos. Mag., 12, (1965), 491.
- [46] Peters R. G.: Scr. Metall. 17 (1983), 587.
- [47] Burton B., in: Smallman R. E., Harris J. E. (eds.), *Vacancies 76*, Metals Society London, 1977, s.156.
- [48] Burton B.: Mater. Sci. Eng., 10, (1972), 9.
- [49] Towle D. J., Jones H.: Acta Metall., 24, (1976), 399.
- [50] Foldyna V., Jakobová A., Fiala J., Sklenička V., Novotný J., Čadek J.: Met. Mater., 21, (1983), 158.
- [51] Sritharan T, Jones H.: Met. Sci., 15, (1981), 365.
- [52] Sritharan T, Jones H.: Acta Metall., 28, (1980), 1633.
- [53] Sherby O. D., Weertmann J.: Acta Metall., 27, (1979), 387.
- [54] Čadek J., Milička K.: Czech. J. Phys. B, 18, (1968), 1156.
- [55] Pahutová M., Čadek J.: Mater. Sci. Eng., 11, (1973), 151.
- [56] Hwang J. C., Balluffi R. W.: Scr. Metall., 12, (1978), 709.
- [57] Sargent P. M., Ashby M. F. A.: Scr. Metall., 16, (1982),1415.
- [58] Čermák J.: Phys. Status Solidi, A121, (1990), K31.
- [59] Mishra R. S., Jones H., Greenwood G. W.: Scripta Metall., 22, (1983), 323.
- [60] Fiala J., Čadek J.: Met. Mater., 23, (1985), 445.
- [61] Ruano O.A., Wadsworth J., Sherby O.D.: Mater. Sci. Eng., 84, (1986), L1.
- [62] Sherby O.D., Ruano O.A., in: N.E. Paton and C.A. Hamilton (eds.), Superplastic Forming of Structural Alloys, Metallurgical Transactions of AIME, Warrendale PA, (1982), p.241.

- [63] Howie A., Swann P.R.: *Philos. Mag.*, **6**, (1961), 1215.
- [64] Kloc L., Fiala J., Čadek J.: "Transient Creep in Cu Al Solid Solution Alloys at Low Stresses", Proc. of 8th International Symposium on Creep-Resistant Metallic Materials, Zlín, ČSFR, (1991), p.314.
- [65] Wilshire B., in: Wilshire B. and Evans R.W. (eds.), *Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures*, The Institute of Metals, London (1990), p.1.
- [66] Ruano O.A., Wadsworth J., Wolfenstine J., Sherby O.D.: Mater. Sci. Eng., A165, (1993), 133.
- [67] Bilde-Sørensen J.B., Smith D.A.: Scripta Metall. Mater., 30, (1994), 383.
- [68] Wang Jian N.: Scripta Metall. Mater., 29, (1993), 1267.
- [69] Nabarro F.R.N.: Acta Metall., 37, (1989), 2217.
- [70] Greenwood G. W., in: Mishra R. S., Mukherjee A. K. and Murty K. L. (eds.), Creep Behavior of Advanced Materials for the 21st Century, TMS Warrendale, PA, U.S.A. (1999), p. 413.
- [71] McNee K. R., Jones H. and Greenwood G. W., in: Mishra R. S., Mukherjee A. K. and Murty K. L. (eds.), *Creep Behavior of Advanced Materials for the 21st Century*, TMS Warrendale, PA, U.S.A. (1999), p. 481.
- [72] Bilde-Sørensen J.B. and Thorsen P. A., in: Mishra R. S., Mukherjee A. K. and Murty K. L. (eds.), *Creep Behavior of Advanced Materials for the 21st Century*, TMS Warrendale, PA, U.S.A. (1999), p. 441.
- [73] Kloc L., Fiala J. and Čadek J.: Met. Mater., 32, (1994), 484.
- [74] Kloc L., Fiala J. and Čadek J., in: Mishra R. S., Mukherjee A. K. and Murty K. L. (eds.), *Creep Behavior of Advanced Materials for the 21st Century*, TMS Warrendale, PA, U.S.A. (1999), p. 471.
- [75] Wu M. Y. and Sherby O. D.: Acta Metall., 32, (1984), 1561.
- [76] Ardell A. J.: Acta Mater., 45, (1997), 2971.
- [77] Pahutová M., Čadek J. Ryš P.: Acta Metall., 17, (1969), 745.
- [78] Sklenička V., Kuchařová K., Dlouhý A., Krejčí J., in: Coutsouradis D. et al. (eds.), Materials for Advanced Power Engineering, Part 1, Liège, (1994), p. 435.

11 Summary

Viscous creep of several metallic materials was studied at temperatures close to one half of absolute melting temperature at very low stresses. For studies of physical aspects of viscous creep the technique of helicoid specimens originally introduced by Burton and Greenwood was chosen as most suitable. This technique was considerably modified to eliminate some serious disadvantages of its variants described in literature. The apparatus has been developed making it possible to study creep at homologous temperatures as low as 0,4 and to measure creep rates as low as 10^{-12} to 10^{-13} s⁻¹, respectively.

The results were interpreted as Coble and/or Harper – Dorn dislocation creep. Some of results are in very good agreement with the Coble theory of diffusional creep and can support the diffusional creep as a dominant deformation mechanism under certain conditions. Nevertheless, the theory of diffusional creep seems to be simplified to describe accurately the diffusional creep processes.

In several materials (α -Fe, α -Zr, two Cu–Al solid solutions, Ni–15Cr solid solution), dependence of the creep rate on grain size corresponds to Coble diffusional creep for grain sizes below approximately 100 μ m, while this dependence is replaced by data scatter for coarse grain sizes. This behaviour used to be interpreted as a transition from diffusional to Harper – Dorn creep regime. The structural parameter responsible for the large scatter of creep rates at large sizes has not been identified yet. Also the transition from viscous to power – law creep regime is discussed for several materials with very different dislocation structure.

12 Představení autora

Kvalifikace:

Ing.	1966	Vysoká škola chemickotechnologická v Pardubicích zakončená státní závěrečnou zkouškou a obhajobou diplomové práce: "Příprava, elektrické a optické vlastnosti krystalů sulfidojodidu vizmutitého". Specializace: anorganická technologie, výroba velmi čistých látek.
CSc.	1989	Vědecká příprava v ÚFM ČSAV v Brně, zakončená obhajobou v oboru "Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu" Téma kandidátské disertační práce: "Viskózní creep železa alfa a zirkonia alfa".
Doc.	1997	Habilitační řízení na Fakultě chemické, Vysokého učení technického v Brně (Habilitační práce: "Creep některých kovů a slitin při středních

v Brně (Habilitační práce: "Creep některých kovů a slitin při střední homologických teplotách a nízkých napětích").

Průběh praxe

1966 – 1992	Československá akademie věd, Ústav fyzikální metalurgie Brno (původní název: Ústav vlastností kovů; nyní: Ústav fyziky materiálů Akademie věd České republiky).
1987	Stáž - 1 měsíc, Anglie, University of Sheffield, School of Materials, Dept. of Materials Science; stipendium: Royal Society.
1990 – 1991	Stáž - půl roku, USA, University of Southern California Los Angeles, Department of Mechanical Engineering and Materials Science; stipendium: National Academy a University of Southern California.
1992 – 1995	Ministry of Electricity and Water of the State of Kuwait, konzultant, vedoucí materiálové zkušebny.
1995 – 1997	Fakulta chemická VUT v Brně, Ústav chemie materiálů, odborný asistent.
1997 – dosud	Fakulta chemická VUT v Brně, Ústav chemie materiálů, docent, proděkan.