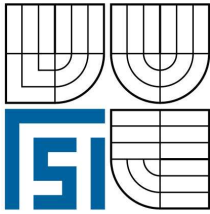


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIAL SCIENCE AND ENGINEERING

ÚNAVOVÉ VLASTNOSTI JEMNOZRNNÉ MĚDI PŘIPRAVENÉ METODOU ECAP

FATIGUE PROPERTIES OF ULTRA-FINE GRAIN COPPER PRODUCED BY ECAP METHOD

DIPLOMOVÁ PRÁCE
DIPLOMA THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

LUCIE NAVRÁTILOVÁ

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

Ing. LIBOR PANTĚLEJEV, Ph.D.

BRNO 2008

Abstrakt

Tato diplomová práce se zabývá vlastnostmi ultrajemnozrné mědi připravené metodou ECAP. Byl sledován vliv únavového zatěžování s nenulovým středním napětím na křivku životnosti, cyklické plastické chování a velikost zrna. Výsledky ukazují, že nenulové střední napětí snižuje životnost UFG mědi v porovnání se symetrickým zatěžováním. Během zatěžování dochází po převážnou část životnosti všech vzorků ke zpěvňování materiálu, ale není zřetelný vliv na orientaci ani stabilitu mikrostruktury.

Abstract

This diploma thesis describes properties of ultra-fine grain Cu prepared via ECAP procedure. The influence of fatigue loading with positive mean stress on S-N curve (i.e. fatigue life), cyclic plastic behaviour and grain size was investigated. It was found that tensile mean stress leads to shorter lifetime in comparison with fatigue loading with zero mean stress. During main part of the lifetime, significant hardening of UFG Cu was observed. There is no distinct effect on microstructural orientation and stability.

Klíčová slova

Ultrajemnozrnné materiály, Cu, ECAP, únava materiálu, střední napětí, S-N křivka, EBSD

Key words

Ultra-fine grain materials, copper, ECAP, fatigue, mean stress, S-N curve, EBSD

Bibliografická citace dle ČSN ISO 690:

NAVRÁTILOVÁ, L. *Únavové vlastnosti jemnozrnné mědi připravené metodou ECAP*.
Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2008. 72 s. Vedoucí
diplomové práce Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.

Prohlášení:

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci vypracovala samostatně, s použitím uvedených literárních zdrojů pod vedením vedoucího diplomové práce.

Lucie Navrátilová

V Brně dne 21.5.2008

Poděkování:

Chtěla bych srdečně poděkovat svému vedoucímu diplomové práce, panu Ing. Liborovi Pantělejevovi, Ph.D., za jeho ochotu, trpělivost a vstřícnost, jehož odborné znalosti mi při zpracování této práce velice pomohly. Chtěla bych také poděkovat prof. RNDr. Ludvíku Kunzovi, CSc. a paní Janě Hirschové za pomoc při provádění únavových experimentů v laboratořích ÚFM AV ČR; dále pak Ing. Ondrovi Manovi za podnětné připomínky k EBSD analýzám.

OBSAH

1. ÚVOD	9
2. ÚNAVA	10
2.1. Rozdělení únavy	10
2.2. Etapy únavového života	10
2.2.1. Stádium změn mechanických vlastností	11
2.2.2. Stádium iniciace únavových trhlin	13
2.2.2.1. Mechanismy nukleace mikrotrhlin	13
2.2.3. Stádium šíření únavových trhlin	15
2.3. Křivky únavového života	15
2.3.1. Wöhlerova křivka (SN křivka) = křivka životnosti $\sigma_a - N_f$	15
2.3.1.1. Oblast kvazistatického lomu	16
2.3.1.2. Oblast dynamického tečení	16
2.3.1.3. Oblast nízkocyklové a vysokocyklové únavy	17
2.3.2. Křivka životnosti $\epsilon_a - N_f$	17
2.3.2.1. Křivka životnosti $\epsilon_{ap} - N_f$	17
2.3.2.2. Křivka životnosti $\epsilon_{at} - N_f$	18
2.3.3. Parametry cyklického zatěžování	18
2.3.4. Vliv středního napětí	19
3. ULTRAJEMNOZRNNÉ MATERIÁLY	24
3.1. Příprava UFG materiálů	24
3.2. Důležité faktory SPD technik	24
3.3. Torzní deformace za vysokého tlaku - HPT technika	25
3.3.1. Princip metody	25
3.4. Smyková deformace při bezkontrakčním protlačování – ECAP	25
3.4.1. Princip metody	26
3.5. Alternativní metody založené na ECAP	28
3.5.1. Rotační zápustky	29
3.5.2. Boční protlačování	29
3.5.3. Mnohonásobné protlačování ECAP zápustkou	30
3.6. Kontinuální techniky intenzivní plastické deformace	30
4. VLASTNOSTI UFG MATERIÁLŮ	32
4.1. Vlastnosti mikrostruktury	32
4.1.1. Teplotní stabilita	34
4.2. Mechanické vlastnosti	34
4.2.1. Pevnost UFG materiálů	34
4.2.2. Únavové vlastnosti UFG materiálů	35
4.2.2.1. Únavové vlastnosti UFG materiálů v režimu řízeného napětí	35
4.2.2.2. Únavové vlastnosti UFG materiálů v režimu řízené deformace	36
4.2.2.3. Cyklické změkčení / zpevnění	38
5. EBSD	39
5.1. Princip metody	39
5.2. Akviziční (sběrný) řetězec a jeho funkce	40
5.3. Rozlišovací schopnost EBSD	41
5.4. Velikost zrna	42
5.5. Využití EBSD	42
6. CÍLE PRÁCE	44
7. EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL A ZAŘÍZENÍ	45
7.1. Materiál a zkušební vzorky	45

7.2. Zkušební zařízení	46
8. VÝSLEDKY	48
8.1. Měření cyklické plastické odezvy	48
8.2. S-N křivka únavové životnosti	56
8.3. Vliv únavového zatěžování na mikrostrukturu	57
9. DISKUZE	64
10. ZÁVĚRY	67
11. LITERATURA	68
12. PŘEHLED POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ	71

1. ÚVOD

Cyklické zatížení konstrukcí a součástí strojů, při kterém dochází k hromadění napětí v materiálu, často vede k jejich únavovému poškození. Pokud není součást vyměněna včas, dojde k únavovému lomu i přesto, že zatížení bylo nižší, než je mez kluzu. Aby byl materiál vůči iniciaci únavové trhliny odolný, musí mít vysokou pevnost, zatímco odolnost vůči šíření trhliny vyžaduje jeho houževnatost. Tyto vlastnosti splňují materiály vyrobené pomocí SPD („severe plastic deformation“) technik využívajících vysoké plastické deformace ke zjemnění zrna. Bylo zjištěno, že materiály s ultrajemnozrnou („ultra-fine grained materials“ - UFG) strukturou vykazují vyšší pevnostní charakteristiky při zachování dostačujících hodnot houževnatosti.

O pevnostních vlastnostech ultrajemnozrných materiálů již existuje celá řada studií, zatímco poznatky o únavových vlastnostech a změnách mikrostruktury v průběhu cyklického namáhání jsou v porovnání s pevnostními charakteristikami jen malé a to i přesto, že jejich výzkum je v posledních letech mnohem intenzivnější. Ukázalo se, že zjemnění zrna příznivě ovlivňuje mechanické i fyzikální vlastnosti materiálů a je směrodatným faktorem pro prodloužení únavového života namáhaných součástí.

V současné době je k přípravě ultrajemnozrných materiálů nejčastěji používána SPD metoda s názvem ECAP („equal channel angular pressing“), při které je materiál protlačován formou se speciální geometrií umožňující vícenásobné průchody téhož vzorku.. Vytvořená UFG struktura může mít v závislosti na parametrech metody různou velikost, tvar a orientaci zrna i odlišné uspořádání dislokací na hranicích zrn.

UFG materiály začaly přitahovat svou pozornost díky svým vlastnostem odlišujícím se od vlastností polykrystalických materiálů se standardní velikostí zrna. Hlavním cílem současného výzkumu je optimalizovat UFG mikrostrukturu často používaných kovů a jejich slitin s ohledem na jejich únavové vlastnosti.

2. ÚNAVA

Podrobíme-li strojní součást nebo konstrukci působení časově proměnlivých vnějších sil, může po určité době nastat porušení nebo lom, který je výsledkem hromadění deformace, probíhající ve struktuře materiálu. Přitom vnější síly, které způsobí porušení nebo lom, mohou být tak malé, že by jejich statické působení nevyvolalo ani žádné zřetelné porušení, protože se nedosahuje kritické délky trhliny; nastává jen podkritický růst trhliny. Uplatňuje se tedy kumulativní charakter postupného rozrušování kovu, který po určité době vede ke vzniku makroskopické trhliny a lomu. Takový charakter zatěžování i porušování označujeme jako únavový [1].

Prvé systematické únavové zkoušky při zatěžování ohybem za rotace provedl v letech 1852 - 1870 železniční inženýr August Wöhler [2]. Podle něj jsou pojmenovány únavové křivky, obecně známy jako Wöhlerovy. Udávají závislost amplitudy napětí při její dané střední hodnotě na počtu cyklů do lomu. Amplituda napětí, při níž ani po vysokém počtu cyklů (řádově 10^7) nenastává lom, se nazývá mezí únavy [1].

2.1 Rozdělení únavy

Existence únavy kovů je podmíněna a determinována cyklickou plastickou deformací. Teprve mnohonásobné opakování plastické deformace, byť tak malé, že z hlediska běžného pojetí jde o zatěžování elastické, vede ke kumulativnímu poškození, končícímu únavovým lomem. Elastická deformace nevede k nevratným změnám materiálu; plastická deformace naopak k nevratným změnám ve struktuře a v důsledku toho ve vlastnostech materiálu vede [3].

V této souvislosti se podle počtu cyklů do lomu obvykle únavové procesy rozdělují na *vysokocyklové* (počet cyklů do lomu je 10^5 nebo větší) a *nízkocyklové* (počet cyklů do lomu je 10^4 a méně). Přesnější rozdělení vyžaduje vyjádření poměru elastických a plastických deformací v závislosti na počtu cyklů. U vysokocyklové únavy převládají elastické deformace, u nízkocyklové naopak deformace plastické [1].

2.2 Etapy únavového života

Na základě typů nevratných změn, způsobených cyklickou plastickou deformací, lze celý únavový proces rozdělit na tři časově následující a do jisté míry se překrývající stádia (obr. 1) [3, 4]:

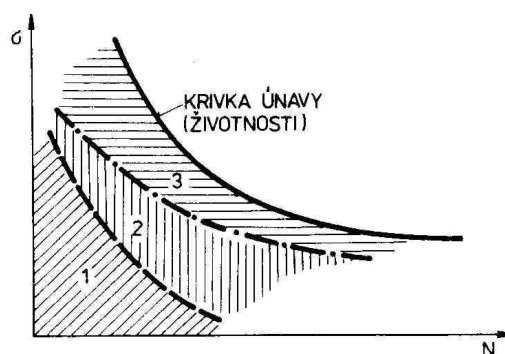
1) *Stádium změn mechanických vlastností*

V důsledku kumulace plastické deformace se mění rozložení a hustota dislokací v materiálu a následkem toho i mechanické vlastnosti. Změny mechanických vlastností mohou být dvojího druhu:

- cyklické zpevnění
- cyklické změkčení [2, 4].

2) *Stádium iniciace únavových trhlin*

Týká se již jen malé části z celkového objemu, a to povrchových vrstev. Společným

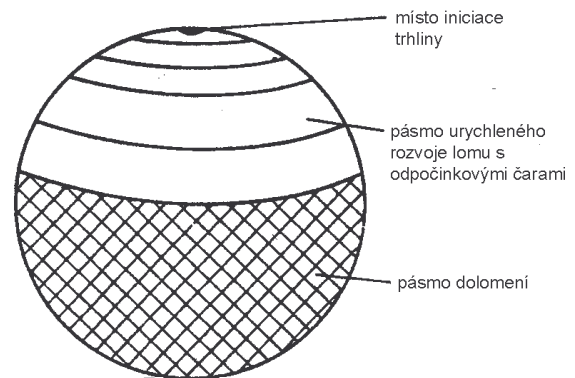


Obr. 1: Stádia únavového procesu [5].

jmenovatelem všech typů nukleace je koncentrace cyklické plastické deformace [3, 4].

3) Stádium šíření únavových trhlin

Rozhodující procesy jsou opět ostře lokalizovány do malé části z celkového objemu. Pro šíření únavových trhlin jsou rozhodující podmínky na špičce trhliny, tzn. proces šíření je determinován vlastnostmi plastické zóny před špičkou trhliny, kde je vysoká koncentrace cyklické plastické deformace [3, 4].



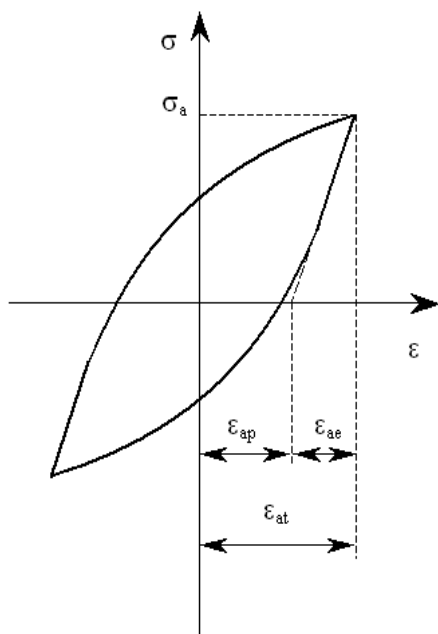
Obr. 2: Schéma únavového lomu [2].

2.2.1 Stádium změn mechanických vlastností

Elastická deformace ani při neomezeném počtu cyklů nevede k žádným nevratným změnám ve struktuře, tedy ani ve vlastnostech materiálu a nezpůsobí proto ani porušení. Naproti tomu sebemenší, ale mnohokrát opakovaná plastická deformace způsobí změny v hustotě a uspořádání mřížkových poruch, tedy i změny v mechanických vlastnostech. Po určité době vznikají trhliny, které se mohou dále šířit a způsobit tak lom.

Při cyklickém zatěžování se fyzikální i mechanické vlastnosti zpočátku mění velmi rychle až do určité hodnoty podle velikosti amplitudy zatěžování nebo plastické deformace [1]. Nejzávažnější jsou změny mechanických vlastností, což jsou vlastnosti charakterizující odpor materiálu proti deformaci vyvolané vnějšími silami [3].

Odpor proti plastické deformaci se může během procesu buď zvětšovat, nebo zmenšovat podle charakteru strukturních změn, podle podmínek pole napětí a charakteru zatěžování.



Obr. 3: Schéma hysterezní smyčky [4].

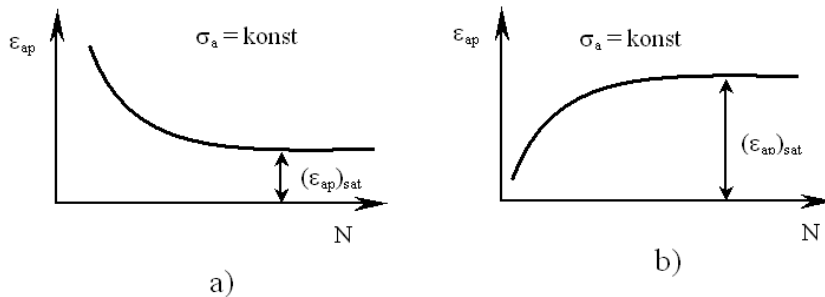
Zpevnění materiálu, tedy zvyšování odporu proti cyklické únavě, je typické pro materiály vyžíhané a je charakterizováno zvyšováním hustoty dislokací. Změkčení naopak nastává u materiálů dříve zpevněných. Podle charakteru zpevnění probíhají různé změny [1].

Hrubým kritériem pro určení, zda se materiál bude zpevňovat nebo změkčovat, je poměr $R_m/R_{p0,2}$. Je-li větší než 1,4, materiál se zpravidla zpevňuje, při poměru menším než 1,2 lze očekávat změkčení [1].

Nejlepší a nejadekvátnější způsob detekce změn mechanických vlastností je přímé měření parametrů hysterezích smyček (obr. 3) za chodu zkušebního stroje. Na elektronicky řízených únavových strojích lze udržovat v průběhu zatěžování buďto konstantní amplitudu síly, nebo amplitudu plastické nebo celkové

deformace. Pokud používáme jiný způsob zatížení než prostý tah – tlak, můžeme udržovat konstantní hodnoty příslušných momentů a výchylek [3, 4].

Při cyklickém zatěžování s konstantní hodnotou amplitudy napětí se může měnit pouze amplituda deformace. Pokud amplituda deformace s počtem cyklů klesá, materiál cyklicky zpevňuje, v opačném případě změkčuje [3, 4].

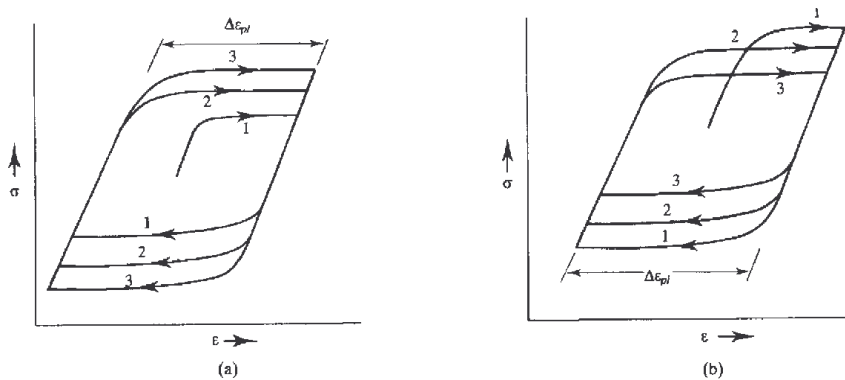


Obr. 4:

a) materiál cyklicky zpevňuje

b) materiál cyklicky změkčuje [6].

Při zatěžování s konstantní hodnotou amplitudy deformace (plastické či celkové) materiál cyklicky zpevňuje, pokud amplituda napětí roste, a změkčuje, pokud amplituda napětí klesá [3, 4].



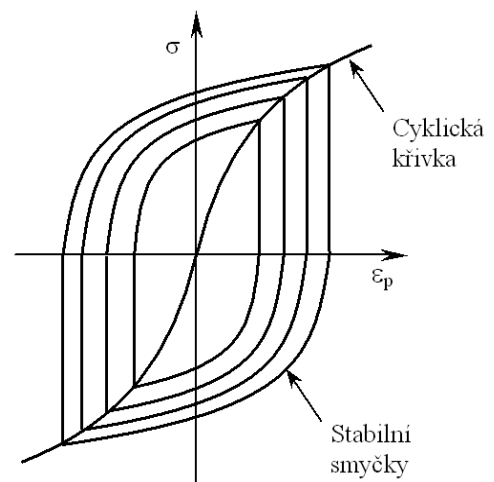
Obr. 5:

a) materiál cyklicky zpevňuje

b) materiál cyklicky změkčuje [5].

Cyklické plastické chování materiálu je velmi často nemonotónní, tzn. že cyklické zpevnění může být vystřídáno cyklickým změkčením nebo naopak. Také plocha a tvar hysterezi smyčky se v průběhu zatěžování velmi často mění [3, 4].

Po skončení cyklického zpevnění nebo změkčení se zpravidla už dále mechanické vlastnosti zatěžovaného materiálu nemění. Amplituda napětí i deformace dosáhne svých saturevaných hodnot a vytvoří se saturevaná (stabilní) hysterezi smyčka. Různým amplitudám zatěžování odpovídají určité saturevané hysterezní smyčky. Proložíme-li jejich vrcholovými body křivku, dostaneme relaci mezi amplitudou napětí a amplitudou plastické



Obr. 6: Definice cyklické křivky napětí-deformace [6].

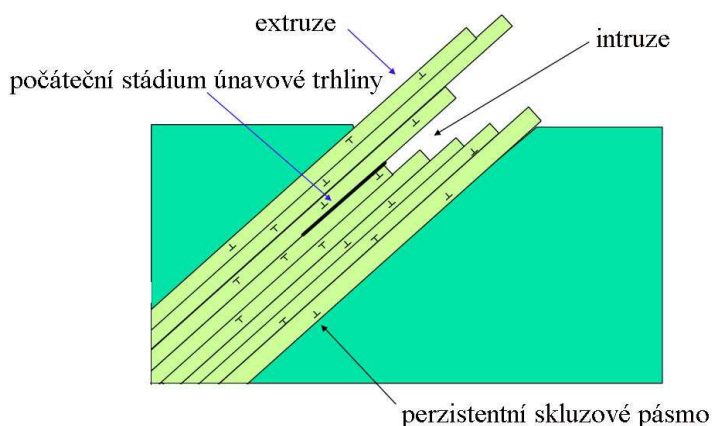
deformace v saturovaném stavu. Tato křivka se nazývá cyklická křivka napětí – deformace (obr. 6) a je velmi významnou materiálovou charakteristikou, protože popisuje plastickou reakci kovu po převážnou část životnosti [3, 4].

2.2.2 Stádium iniciace únavových trhlin

V určitém stádiu cyklického namáhání dojde k nukleaci únavové trhliny. S největší pravděpodobností je vznik trhlin vázán k povrchu materiálu následkem zvýšené hladiny napětí vlivem koncentrace napětí, která byla vyvolána vruby nebo heterogenními částicemi. Jen výjimečně vznikají trhliny uvnitř materiálu, a to při kontaktní únavě a u materiálů strukturně nehomogenních nebo s vnitřními geometrickými defekty.

Trhliny na povrchu nejčastěji vznikají ve skluzových pásech, na hranicích zrn nebo na rozhraní mezi inkluzemi a matricí základního kovu nebo slitiny. Charakter skluzových pásm se liší podle typu materiálu (konkrétně podle jeho energie vrstevné chyby) a podmínek zatěžování v souvislosti s podmínkami uspořádání dislokací [1].

Nukleační stádium se vyjadřuje poměrem počtu cyklů potřebných k nukleaci k celkovému počtu cyklů do lomu za určitých zatěžovacích podmínek. Celkové stádium může být různě dlouhé a závisí na amplitudě zatěžování, na geometrii vzorku i součásti, na



materiálových parametrech, na stavu zpracování povrchové vrstvy a na prostředí, v němž únavový proces probíhá. Koncentrátory napětí (zejména vruby) podstatně zkracují nukleační stádium a v případech ostrých koncentrátorů (trhlin) je toto stádium zanedbatelně krátké [1].

Obr. 7: Skluz v perzistentním skluzovém pásmu [5].

2.2.2.1 Mechanismy nukleace mikrotrhlin

Pro nukleaci mikrotrhlin bylo navrženo velké množství modelů, ale žádný není úplně vyhovující.

Mechanismy nukleace lze v hrubých rysech rozdělit do pěti skupin:

1. Modely nerozlišující mezi intruzí a mikrotrhlinou.

V tomto případě je vznik mikrotrhliny chápán jako spojitě prorůstání intruze do hloubky, a to pomocí opakovaného skluzu buď na jednom, nebo na dvou skluzových systémech. V případě skluzu na jednom skluzovém systému je základem představy relativní pohyb více rovnoběžných „karet“ (viz obr. 7) [3].

2. Nukleace křehkým prasknutím v kořeni intruze [7].

Tato představa, která jasně rozlišuje mezi intruzí a trhlinou, vychází z přímého pozorování povrchových vrstev elektronovým mikroskopem. Mikrotrhliny začínají vždy na ostrých intruzích bez ohledu na typ okolní dislokační struktury. Lze se domnívat, že mikrotrhlina se vytvoří tehdy, když koncentrace napětí kolem intruzí (závisící na geometrii intruze) nemůže být odrelaxována skluzovými procesy (následkem zpevnění), dosáhne

takového stupně, že maximální napětí přesáhne meziatomové vazebné síly. Tato představa je opět značně rámcová, předpokládá extrémně vysokou, i když silně lokalizovanou koncentraci napětí u kořene intruze. Existenci takto vysoké koncentrace napětí není možno experimentálně ani doložit, ani vyvrátit [3].

3. *Vznik trhliny kondenzací vakancí* [8].

Některé dislokační interakce vedou ke vzniku vakancí. V průběhu cyklické deformace byla experimentálně zjištěna relativně vysoká koncentrace vakancí v celém zatěžovaném objemu. Protože únavová skluzová pásma jsou oblasti se stálou a největší dislokační aktivitou, je možné, že právě v těchto pásmech je v důsledku dislokačních interakcí koncentrace vakancí největší. Vzniklé vakance mohou vytvářet shluky a dutiny. Dutinu o dostatečné velikosti je již možno považovat za trhlinu. Tato představa implicitně předpokládá difúzi vakancí, která je silně závislá na teplotě.

V několika experimentálních pracích (např. [9]) bylo ukázáno, že únavový proces (nukleace a šíření trhlin) probíhá i za teploty 1,7 K, tedy za teploty, při které již difúze neprobíhá. Možnost difúze vakancí tedy není nutnou podmínkou pro nukleaci trhlin. To je také nejvážnější námitka proti vakančnímu mechanismu. Ovšem při cyklickém zatěžování v oblasti vyšších teplot, kde se již také uplatňuje creep, se mechanismus kondenzace vakancí může na nukleaci podílet.

4. *Dekoheze krystalu podél skluzové roviny způsobená akumulací dislokací.*

Základní představa je taková, že v kritických místech se vytváří taková konfigurace dislokací, která vede k lokálnímu zvýšení napětí nebo energie dostačující ke ztrátě koheze v oblasti několika Å až několika desítek Å [3]. Je teoreticky dokázáno [10], že dislokační dipól s velmi malou vzdáleností mezi dislokacemi může prostřednictvím anihilace vést až ke vzniku trhliny.

5. *Nukleace na hranicích zrn.*

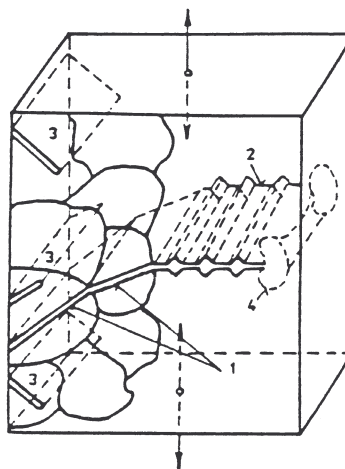
Byl navržen mechanismus tvorby intruze přímo na hranici zrn, ze které se může vyvinout mikrotrhlina. Tento experimentálně dobře doložený mechanismus je aplikovatelný jen pro velmi vysoké amplitudy zatěžování odpovídající počtu cyklů do lomu maximálně řádu 10^3 . V případě takto vysokých amplitud dochází k intenzivní cyklické plastické deformaci prakticky celé povrchové vrstvy jednotlivých zrn. V místě hranice zrna nemůže však deformace proběhnout – cyklické posunutí kolmé k povrchu v místě hranice je téměř nulové. Proto se v místě hranice může vytvářet intruze [11]. Tato ryze geometrická představa popisuje jen tvorbu intruzí na hranicích a implicitně předpokládá, že není rozdíl mezi intruzí a mikrotrhlinou.

Kromě těchto modelů však existuje ještě celá řada variací a obměn. Žádný z modelů není plně uspokojivý a žádný z nich není rozpracován natolik v kvantitativní podobě, aby umožnil vyjádření vlivu strukturních a materiálových parametrů na rychlost nukleace [3, 4]. Do jaké hloubky a délky mikrotrhlin je možno hovořit o nukleaci a od kterých hodnot již o šíření mikrotrhlin je nejasné. Není k dispozici žádné kritérium vyplývající z podstaty procesů, které by toto rozdělení umožňovalo. Je nutné také připustit to, že nukleace i šíření mikrotrhliny je zcela spojitý proces bez možnosti vymezení hranice. Z tohoto důvodu jsme odkázáni vždy jen na konvenci volby délky trhliny, kterou budeme považovat za konec nukleačního stádia [4].

2.2.3 Stádium šíření únavových trhlin

Nukleační stádium končí vytvořením povrchových mikrotrhlin, které leží podél aktivních skluzových rovin. Při jednoosém namáhání to jsou většinou roviny, které s vektorem vnějšího napětí svírají úhel 45° . Během dalšího cyklického zatěžování se trhliny jednak propojují, jednak rostou do hloubky. Nejprve se šíří podél aktivních skluzových rovin a později se stáčíjí do směru kolmého k vektoru hlavního napětí. V této etapě se šíří zpravidla jen jediná trhlina, tzv. magistrální.

Délka trhliny, při níž se mění směr trhliny (což se označuje jako přechod z první etapy (krystalografické šíření trhliny) do druhé etapy (nekrystalografické šíření trhliny) [4]), závisí především na druhu materiálu a na amplitudě zatěžování. Délka není zpravidla větší, než několik desetin milimetru. Čím menší je pro daný materiál amplituda zatěžování, tím větší je délka trhlin odpovídající první etapě. Protože rychlost šíření trhlin v první etapě je malá, může být počet cyklů potřebný pro její rozvoj vysoký ve srovnání s počtem cyklů v druhé etapě šíření. Toto platí pro nevrubovaná tělesa. U vrubovaných těles je počet cyklů pro první etapu nepodstatný, v těchto případech je celé šíření záležitostí druhé etapy [1]. Šíření v druhé etapě končí náhlým lomem zbývající části nosného průřezu [3].



Obr. 8: Šíření trhliny [5].

2.3 Křivky únavového života

2.3.1 Wöhlerova křivka (S-N křivka) = křivka životnosti $\sigma_a - N_f$

Únavový proces má kumulativní charakter. Poškození roste s počtem zátěžných cyklů. Pro každou amplitudu zatížení σ_a (stejná frekvence, teplota, rozměry tělesa) existuje určitý počet cyklů N_f do porušení. Závislost amplituda napětí ~ počet cyklů do porušení je křivka únavového života (S-N křivka).

Křivka $\sigma_a - N_f$ může být konstruována pro různá střední napětí σ_m , která ovlivňují její průběh. Obvykle se experimentálně zjišťují pouze dvě $\sigma_a - N_f$ křivky, a to při symetrickém zátěžném cyklu ($\sigma_m = 0$) a při míjivém cyklu ($\sigma_m = \sigma_a$). Pro oba diagramy je společný pokles počtu cyklů do lomu s rostoucím napětím. Tuto oblast nazýváme časovanou únavovou pevností a je ohraničena zprava počtem cyklů N_c (počet cyklů, nad nímž již nedojde k únavovému porušení). Oblast s vyšším počtem cyklů $N > N_c$ nazýváme oblastí trvalé únavové pevnosti [3].

Křivku životnosti $\sigma_a - N_f$ lze popsat mocninnou závislostí navrženou Basquinem v roce 1910:

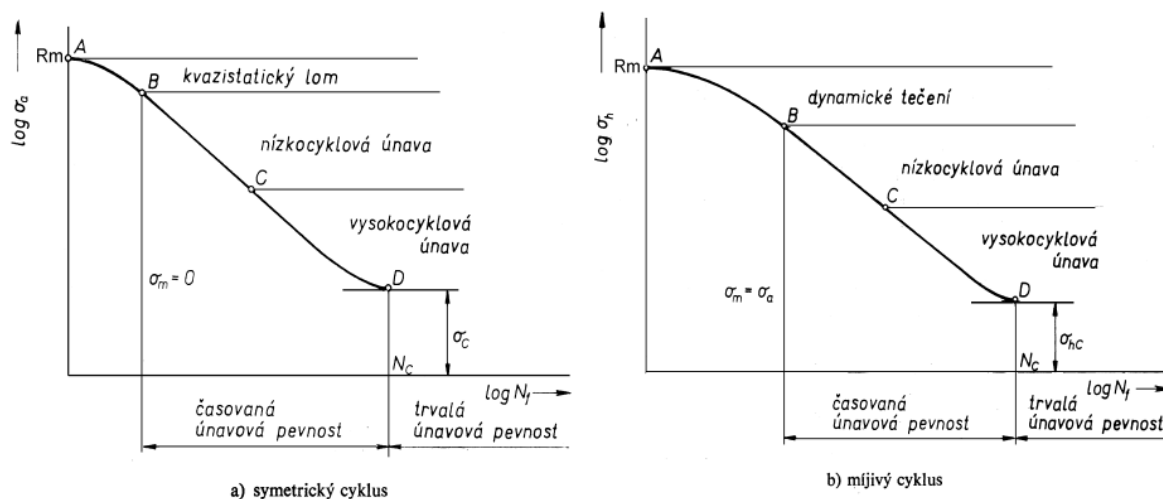
$$\sigma_a = \sigma'_f (2N_f)^b, \quad (1)$$

kde σ'_f je součinitel únavové pevnosti,
 b je součinitel únavové životnosti.

Obě konstanty charakterizují odpor materiálu proti únavovému poškození při silovém zatěžování [4].

Bývá zvykem členit křivku životnosti $\sigma_a - N_f$ na (obr. 9):

1. oblast kvazistatického lomu
2. oblast cyklického tečení
3. oblast nízkocyklové únavy
4. oblast vysokocyklové únavy [3]



Obr. 9: Křivky životnosti $\sigma_a - N_f$ [12].

2.3.1.1 Oblast kvazistatického lomu

Oblast A-B (obr. 9a):

V bodě A odpovídá amplituda hodnotě meze pevnosti R_m , k lomu dojde v prvním, případně po několika málo cyklech. Lom, který vznikne, nemá charakter únavového lomu [5], ale lomová plocha vykazuje všechny znaky tvárného lomu [3] – proto označení kvazistatický lom [5]. Lze předpokládat, že stejně jako u tvárného lomu, dochází v místech nehomogenit struktury k lokálnímu porušení a k rychlému růstu těchto poruch, vedoucích k lomu po několika zátěžných cyklech [3].

2.3.1.2 Oblast dynamického tečení

Oblast A-B (obr. 9b):

Oblast dynamického tečení je typická pouze pro zatěžování asymetrické s kladnou hodnotou středního napětí (mijivý cyklus). Dynamické tečení probíhá pouze při zatěžování tělesa konstantní amplitudou napětí. Při zatěžování tělesa konstantní amplitudou deformace se objevuje relaxace střední hodnoty napětí.

Dynamické tečení je vlastnost materiálu projevující se progresivním růstem celkové deformace. Křivka dynamického tečení se od vysokoteplotního tečení odlišuje tím, že první a třetí stádium je zcela nevýrazné.

Při přechodu do pásma nízkocyklové únavy dochází stále k deformaci tečením, ale s tím rozdílem, že s narůstajícím počtem cyklů rychlost tečení klesá k nule, hysterezní smyčka se uzavírá a dále se prakticky nemění. Přestože jednosměrná deformace způsobená tečením může být značná, je vždy menší než hodnota, při které vznikne plastická nestabilita a lom v krčku. Příčinou porušení je střídavá plastická deformace vedoucí k únavovému lomu procesem nukleace a šíření únavových trhlin.

Prakticky se vyskytuje pouze buď úsek kvazistatického lomu, nebo úsek dynamického tečení. Který z procesů se uplatní závisí na asymetrii cyklu a rezistenci struktury proti dynamickému tečení [3].

2.3.1.3 Oblast nízkocyklové a vysokocyklové únavy

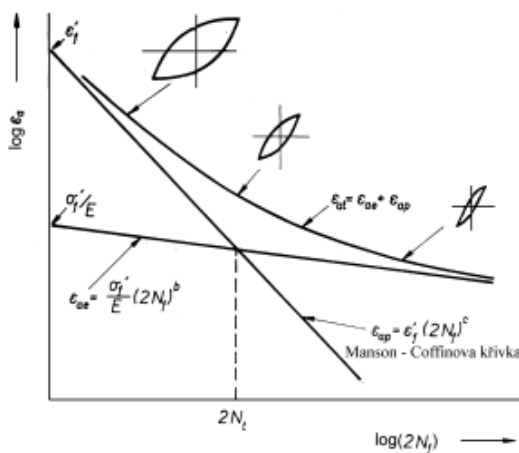
Oblast B-D (obr. 9):

Bývá zvykem členit zbývající oblast časované únavové pevnosti v diagramu $\sigma_a - N_f$ na úseky nízkocyklové a vysokocyklové únavy. Přitom se používá různých a ne vždy dostatečně zdůvodněných kritérií [3].

V bodě C dochází k nespojitosti křivky. Na první pohled se dá jednoduše formulovat jako změna rychlosti kumulativního poškození při přechodu z mikroplastického do makroplastického stavu [13]; přitom za hranici přechodu se považuje mez průtažnosti. Jestliže však uvážíme, že neexistuje zákonitý vztah mezi mezí průtažnosti a mezí únavy, lze stěží nespojitost v bodě C popsaným způsobem vysvětlit. Jestliže tato nespojitost vůbec existuje, je možné hledat vysvětlení jedině v rychlosti kumulativního poškození v nukleačním stadiu únavových trhlin [3].

2.3.2 Křivka životnosti $\epsilon_a - N_f$

V oblasti nízkocyklové únavy se na únavovém poškození významně podílí plastická cyklická složka deformace. Proto je vhodnější provádět zkoušky při řízené poměrné deformaci, tj. při tvrdém zatěžování. Získaná křivka životnosti se nazývá únavová křivka deformace nebo též Mansonova-Coffinova křivka.



Obr. 10: Mansonova - Coffinova únavová křivka deformace a její rozklad na elastickou a plastickou část [14].

2.3.2.1 Křivka životnosti $\epsilon_{ap} - N_f$

Základní studie Coffinovy a Mansonovy umožnily popis počtu cyklů do lomu v závislosti na amplitudě plastické deformace. Mansonův – Coffinův vztah pro závislost mezi amplitudou plastické deformace ϵ_{ap} a počtem cyklů do lomu N_f má tvar :

$$\epsilon_{ap} = \epsilon'_f (2N_f)^c, \quad (2)$$

kde ϵ'_f je součinitel únavové tažnosti,
 c je součinitel únavové životnosti.

Oba parametry lze považovat za únavové charakteristiky materiálu při jeho zatěžování konstantní amplitudou plastické deformace. Nejjednodušším způsobem získávání Manson – Coffinových křivek životnosti je provádění experimentů v režimu řízené amplitudy plastické deformace resp. řízené amplitudy celkové deformace, přičemž pro danou hodnotu ϵ_{ap} resp. ϵ_{at} získáváme určitý počet cyklů do lomu N_f . Při těchto režimech dochází pouze ke změně amplitudy napětí, amplituda deformace je konstantní. Data pro konstrukci Manson – Coffinovy křivky životnosti můžeme získat také z experimentů, při nichž je řízena amplituda napětí, přičemž měříme hysterezní smyčky, z nichž získáme žádanou hodnotu amplitudy plastické deformace pro naměřený počet cyklů do lomu N_f [4].

2.3.2.2 Křivka životnosti $\epsilon_{at} - N_f$

Z experimentálních důvodů je často výhodnější aplikovat při únavovém zatěžování amplitudu celkové deformace, která se skládá z pružné a plastické složky (obr. 10). Manson navrhl závislost počtu cyklů do lomu na obou složkách deformace ve tvaru:

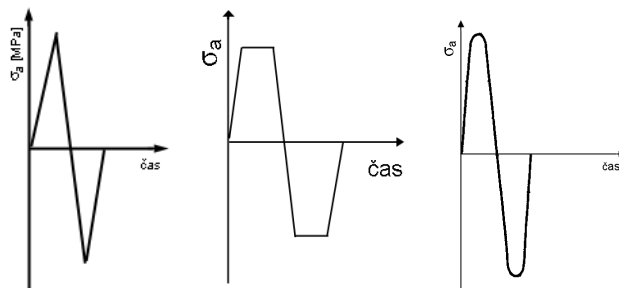
$$\epsilon_{at} = \epsilon_{ae} + \epsilon_{ap} = \frac{\sigma_a}{E} + \epsilon_{ap} = \frac{\sigma'_f}{E} (2 N_f)^b + \epsilon'_f (2 N_f)^c, \quad (3)$$

kde E je modul pružnosti,
 σ'_f je součinitel únavové pevnosti,
 b je součinitel únavové životnosti..

Při malých počtech cyklů do lomu převládá plastická složka ϵ_{ap} , zdůrazňující význam součinitele únavové tažnosti ϵ'_f . Při vysokých počtech cyklů do lomu se prosazuje elastická složka ϵ_{ae} , zdůrazňující význam součinitele únavové pevnosti σ'_f . Stejný rozsah elastické a plastické složky odpovídá tranzitnímu počtu cyklů N_t (obr. 10) [4].

2.3.3 Parametry cyklického zatěžování

Strojní součásti jsou v praxi vystaveny zcela nahodilému průběhu zatěžování. Tento průběh zatížení je velmi obtížné v laboratorních podmínkách namodelovat, a je zde proto



Obr. 11: Příklady zátěžných cyklů: a) trojúhelníkové (pilové), b) lichoběžníkové, c) sinusové [2].

snaha o zjednodušení. V praxi se používá mnoho druhů zátěžných cyklů viz. obr. 11. Nejčastějším případem je náhrada náhodného zatěžování sinusovým průběhem zatížení, případně u zkušebních strojů vybavených počítačem souborem zátěžných bloků o různé hodnotě amplitudy sinusového zatížení.

Cyklické zatěžování mění svou hodnotu periodicky od maxima do minima. Základní charakteristiky sinusového zatěžovacího cyklu jsou znázorněny na obr. 12 a jsou definovány takto:

Doba kmitu T je nejmenší časový úsek, za který se opakuje stejný průběh napětí.

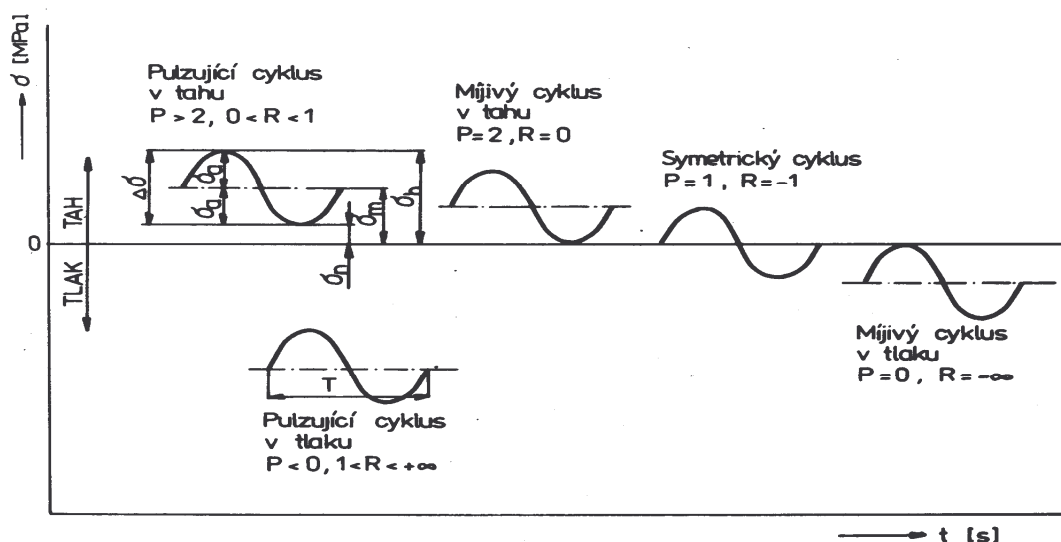
Frekvence f je počet změn za jednotku času; $f = \frac{1}{T}$. (4)

Horní napětí σ_h je maximální hodnota cyklického napětí. Dolní napětí σ_n je minimální hodnota cyklického napětí. Střední napětí σ_m neboli statická složka zátěžového cyklu je průměrná hodnota z horního a dolního napětí :

$$\sigma_m = \frac{\sigma_h + \sigma_n}{2} \quad (5)$$

Amplituda napětí σ_a neboli dynamická složka zátěžového cyklu je rovna polovině rozdílu horního a dolního napětí:

$$\sigma_a = \frac{\sigma_h - \sigma_n}{2}. \quad (6)$$

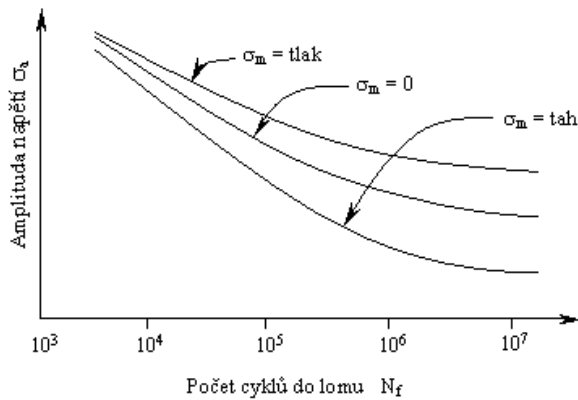


Obr. 12: Různé typy sinusových zátěžných cyklů a jejich charakteristiky [2].

Jak je zřejmé z obr. 12, může se zátěžný cyklus nalézat jak v tahové, tak i tlakové oblasti. Jestliže se střední napětí cyklu rovná nule, je cyklus symetrický; v ostatních případech, kdy střední napětí je různé od nuly, jde o cykly asymetrické [2].

2.3.4 Vliv středního napětí

Střední napětí cyklu silně ovlivňuje rychlost únavového poškození. S-N křivky jsou silně závislé na středním napětí; ze schematického obrázku (obr. 13) je vidět, že tahové střední napětí má tendenci snižovat hodnotu meze únavy pro daný počet cyklů do porušení, zatímco tlakové střední napětí může být prospěšné. Vliv různých středních napětí je nejvíce patrný ve vysokocyklové oblasti. Přijatelným se jeví vysvětlení, že střední napětí ovlivňuje celý únavový proces. Urychluje stádium šíření únavových trhlin a zkracuje délku trhliny, při které vznikne výsledný náhlý lom. Je pravděpodobné, že zkracuje také stádium nukleace tím, že snižuje kritický rozměr primární trhliny.



Obr. 13: Vliv středního napětí na $S-N$ křivku [15].

Pro vyjádření asymetrie cyklu se používá parametr asymetrie cyklu R , který můžeme vyjádřit ve tvaru:

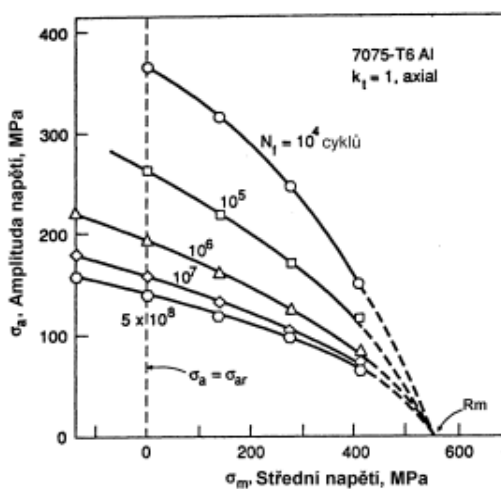
$$R = \frac{\sigma_n}{\sigma_h} = 2 \frac{\sigma_m}{\sigma_h} - 1. \quad (7)$$

Asymetrii cyklu můžeme také vyjádřit pomocí parametrů P a A , které se definují jako:

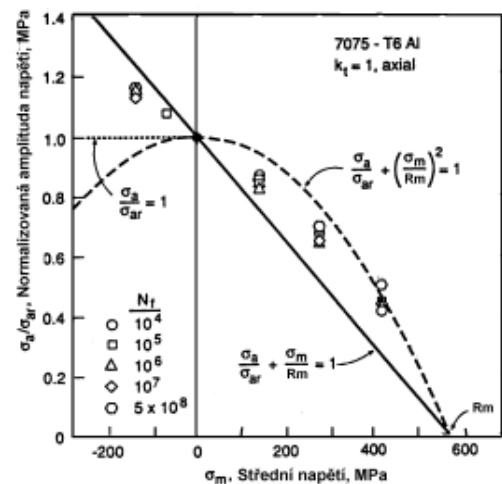
$$P = \frac{\sigma_h}{\sigma_a}, \quad A = \frac{\sigma_a}{\sigma_m}. \quad (8)$$

Vliv středního napětí σ_m roste směrem k mezi únavy. Pro nízkocyklovou oblast je vliv menší než pro oblast vysokocyklovou (obr. 13).

Pro vyjádření vlivu σ_m při únavovém zatěžování se používají diagramy konstantní životnosti (obr. 14). Ty se konstruuji nejen pro hladká, ale také vrubovaná tělesa. Z diagramu konstantní životnosti je zřejmé, že zvýšení středního tahového napětí musí být doprovázeno poklesem amplitudy napětí pro zachování stejné životnosti. Použijeme-li normované amplitudy napětí σ_a/σ_{ar} , kde σ_{ar} je amplituda napětí při $\sigma_m = 0$, pro danou životnost, obdržíme normovaný diagram (obr. 15). Diagram konstantní životnosti může mít i jinou podobu, protože hodnoty (σ_m, σ_a) jsou ekvivalentní hodnotám (σ_d, σ_h) .



Obr. 14: Diagram konstantní životnosti pro slitinu 7075-T6 Al [16].



Obr. 15: Normovaný diagram konstantní životnosti pro slitinu 7075-T6 Al [16].

Z obr. 15 plyne, že všechna experimentální data pro různé životnosti můžeme normováním k σ_{ar} proložit jedinou křivkou.

Proložíme-li experimentální body přímkou, tj. závislost $\sigma_a/\sigma_{ar} + \sigma_m/R_m = 1$ za předpokladu, že budeme uvažovat mez únavy, tj. $\sigma_{ar} = \sigma_c$ obdržíme rovnici

$$\frac{\sigma_a}{\sigma_c} + \frac{\sigma_m}{R_m} = 1. \quad (9)$$

Tato rovnice je nazývána Goodmanovou a umožňuje stanovit mez únavy pro dané střední napětí, za předpokladu znalosti meze únavy σ_c v symetrickém cyklu.

V závislosti na materiálu lze experimentální body někdy dobře proložit přímkou, jindy skutečnost mnohem lépe vystihuje parabola. Příslušný vztah

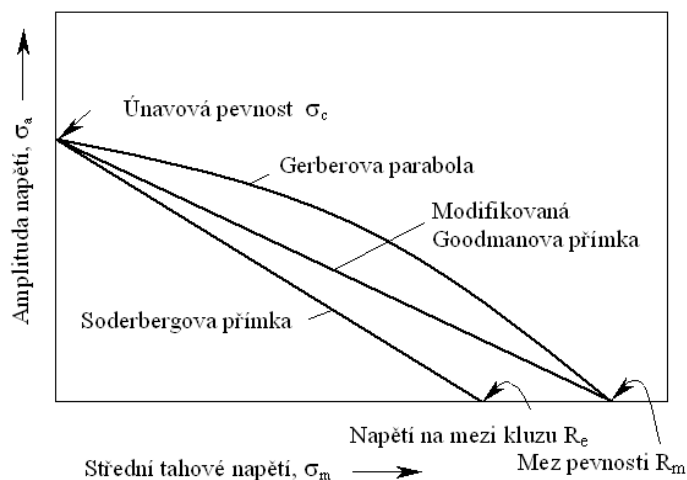
$$\frac{\sigma_a}{\sigma_c} + \left(\frac{\sigma_m}{R_m}\right)^2 = 1 \quad (10)$$

je nazýván Gerberovým.

Pro některé materiály vyhovuje nejlépe závislost

$$\frac{\sigma_a}{\sigma_c} + \frac{\sigma_m}{R_e} = 1 \quad (11)$$

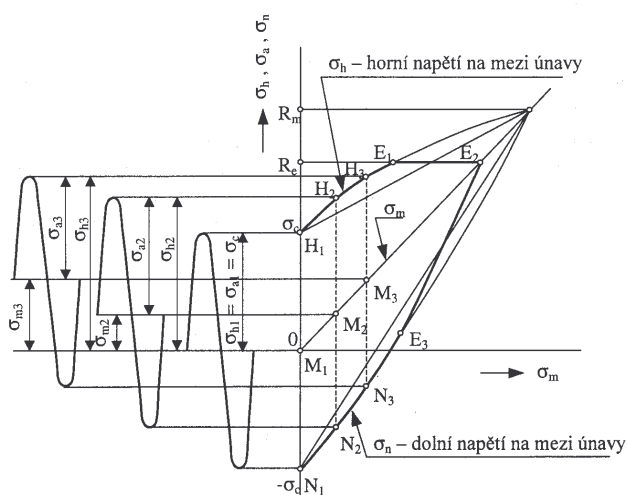
uvažující jako materiálovou konstantu mez kluzu R_e . Všechny výše uvedené závislosti jsou schematicky ukázány na obr. 16.



Obr. 16: Křivky charakterizující vliv středního napětí [15].

Jiný, běžně používaný způsob vyjádření vlivu asymetrie cyklu na životnost a mez únavy při zatěžování konstantní amplitudou napětí je Smithův únavový diagram (obr. 17) [4].

Wöhlerova křivka a z ní plynoucí mez únavy se nejčastěji stanovují při symetrickém zátěžovém cyklu, kde platí $\sigma_h = \sigma_a$; $\sigma_m = 0$. Hodnota meze únavy je však funkcí asymetrie cyklů a pro různé druhy zátěžných cyklů vzrůstá nebo klesá podle velikosti a znaménka statického předpětí σ_m , neboť platí $\sigma_h = \sigma_a + \sigma_m$.



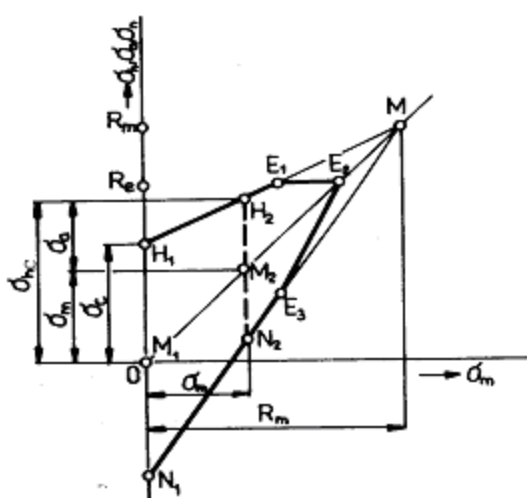
Obr. 17: Smithův únavový diagram [2].

libovolného bodu na této přímce odpovídají velikosti středního napětí σ_m , okolo něhož kmitají napětí s amplitudou σ_a .

Spojnice jednotlivých amplitud pro různé zátěžové cykly (body H_1, H_2, H_3 a N_1, N_2, N_3) vytváří mezní závislost horního a dolního napětí cyklu σ_h, σ_n . Tyto křivky se protnou v bodě M , který je určen z meze pevnosti R_m , neboť tuto je možno chápat jako mez únavy jejíž amplituda se blíží nule.

Pro praktické účely se Smithův diagram omezí tak, aby v materiálu nemohly vzniknout velké plastické deformace, tedy napětím rovným mezi kluzu R_e nebo $R_{p0,2}$ (body E_1, E_2, E_3). Silně vytažená část diagramu na obr. 18 pak představuje oblast mezních cyklů napětí, při kterých nevznikne únavový lom.

Z diagramu je patrné, že hodnota meze únavy σ_{hc} vzrůstá se zvětšujícím se středním napětím. V praxi se pro značnou časovou náročnost nesestavuje Smithův diagram na základě



Obr. 18: Zjednodušený Smithův diagram [2].

na podmínkách namáhání, mezi které patří i poměr amplitudy napětí a asymetrie cyklu. Pro oblast časované únavové pevnosti však lze nalézt empirické relace umožňující posoudit vliv středního napětí na počet cyklů do lomu [4].

Pro získání dokonalé představy o únavovém chování materiálu je tedy třeba stanovit několik Wöhlerových křivek s různou asymetrií cyklů a z nich sestavit diagram mezních cyklů neboli Smithův únavový diagram. Tento diagram vyjadřuje vztah mezi hodnotami meze únavy pro různé druhy asymetrie cyklu. Jeho konstrukce je patrná z obr. 17 (pro $\sigma_m > 0$). Na osu x se vynáší statické předpětí σ_m a ve směru osy y amplituda cyklu σ_a a horní a dolní napětí cyklu σ_h, σ_n . Počátkem souřadnic je vedena přímka pod úhlem 45° , takže platí, že souřadnice

stanovení celé řady Wöhlerových křivek při různých asymetriích cyklů, ale zjednodušeně, pouze ze známé hodnoty meze únavy σ_c při symetrickém zatěžování a za předpokladu, že závislost horního σ_h a dolního napětí cyklu σ_n je na statickém předpětí σ_m lineární, viz. obr. 18.

Velikost a tvar Smithova diagramu se mění podle druhu materiálu a také podle způsobu zatěžování [2].

Smithův diagram je omezen jen na případ trvalé pevnosti, kdy nedojde k šíření únavové trhliny. Pro časovanou únavovou pevnost ($N_f = \text{konst}$), se skládají složky nukleace a šíření trhlin, které závisí

Jednou z dalších možností jak zachytit vliv středního napětí pro případ zatěžování s konstantní amplitudou napětí je použití modifikace rovnice (1) dle [17]. Tato rovnice se vztahuje k lineární části křivek na obr. 13, tedy k oblasti časované únavové pevnosti obr. 9.

$$\sigma_a = (\sigma'_f - \sigma_m)(2N_f)^b. \quad (12)$$

Podle rovnice (12) tahové střední napětí σ_m efektivně redukuje součinitel únavové pevnosti σ'_f a tlakové střední napětí naopak vede k jeho zvýšení [18].

Všechny výše uvedené přístupy jsou založeny na napět'ových úvahách. Rozhodující veličinou při únavovém poškození je však amplituda plastické deformace. Je tedy přirozené, že byly činěny i pokusy popsat vliv středních napětí na základě napět'ově – deformačního přístupu [19]. Vychází z představy rovnocenného vlivu cyklického napětí a cyklické deformace. Zavádí se např. funkce ve tvaru $(\sigma_h \epsilon_{at} E)^{1/2}$ a předpokládá se, že závislost počtu cyklů do lomu N_f na tomto parametru nezávisí na středním napětí.

U těchto relací je však třeba upozornit na to, že nebyly ověřeny na dostatečně širokém počtu materiálů, takže jejich použití nelze považovat za spolehlivé jako např. použití Smithova diagramu pro trvalou únavovou pevnost [4].

3. ULTRAJEMNOZRNÉ MATERIÁLY

3.1 Příprava UFG materiálů

Za UFG materiály je možné považovat materiály s velikostí zrna 100 - 1000 nm [20]. Nicméně tyto materiály mají strukturu subzrn, které s dislokačními buňkami a koherentními difrakčními doménami jsou často menší než 100 nm [21]. V dnešní době existují dva nejčastější přístupy pro přípravu UFG materiálů.

Prvním přístupem je řada chemických a fyzikálních metod [22], kdy se UFG materiály zhotovují z jednotlivých nanometrických komponent (např. nanočástic), které jsou uspořádány do polykrystalických materiálů. Nevýhodou takto vyrobených materiálů je nedokonalé zhutnění a konsolidace.

Druhým přístupem je využití intenzivní plastické deformace („severe plastic deformation“) materiálu (SPD techniky), kdy dochází ke zjemnění zrna. Materiály vytvořené touto technikou mají odlišnou strukturu a v mnoha ohledech lepší mechanické vlastnosti oproti materiálům se standardní velikostí zrna. Tyto metody mají velkou výhodu v získání relativně rozměrných vzorků bez zbytkové porozity.

V současné době je známo mnoho SPD technik, z nichž dvě nejpoužívanější jsou torzní deformace za vysokého tlaku („high pressure torsion“ – HPT) [23, 24, 25] a smyková lokální deformace při bezkontrakčním protlačování („equal channel angular pressing“ – ECAP) [23, 26]. Mezi další, méně používané SPD techniky, patří např. „accumulative roll-bonding“ - ARB [27, 28], „friction stir processing“ – FSP [29, 30], „repetitive corrugation and straightening“ – RCS [31, 32], „continuous confident strip shearing“ – C2S2 [33], „cyclic-extrusion-compression“ – CEC [34] a další. Tyto metody se provádí za relativně nízkých teplot, obvykle nižších než $0,4T_m$. Výsledná velikost zrna bývá řádově ve stovkách nanometrů.

3.2 Důležité faktory SPD technik

SPD metody by měly splňovat několik následujících základních požadavků:

- Je zapotřebí dosáhnout převažujícího podílu velkoúhlových hranic zrn, aby byly zaručeny kvalitativní změny vlastností UFG materiálů vůči počátečnímu stavu.
- Pro získání co nejlepších vlastností zhotoveného materiálu je nezbytné, aby výsledná struktura UFG materiálu byla dosažena v celém objemu vzorku.
- Ačkoliv je materiál podroben intenzivní plastické deformaci, nesmí obsahovat žádné necelistvosti typu trhlin, mikrotrhlin, popř. kavit.

Klasické metody, jako jsou válcování, tažení nebo protlačování, nespĺňují tyto výše uvedené požadavky v plném rozsahu. Formování nanostruktur v objemu vzorku je tedy nemožné bez použití zvláštních metod deformace umožňující intenzivní deformaci za relativně nízkých teplot (při teplotách menších než 0,4 teploty tavení) [23].

Pomocí SPD technik můžeme dosáhnout skutečné deformace materiálu řádově ~ 10 a dokonce vyšší bez znatelného poškození celistvosti struktury materiálu. V současné době byly SPD techniky zvládnuty u širokého spektra materiálů, počínaje čistými polykrystalickými kovy (např. Al, Cu, Mg) a jejich tuhými roztoky, přes různé třídy ocelí a konče částicovými kompozitními materiály s kovovou maticí. Podstatné zvýšení výsledných mechanických vlastností oproti polykrystalům se standardní velikostí zrna je však výrazně determinováno volbou typu SPD techniky, případně zvoleným režimem její aplikace [23].

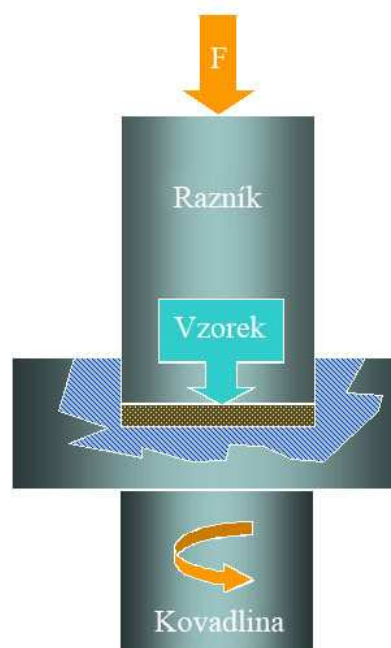
3.3 Torzní deformace za vysokého tlaku – HPT technika

První experimenty s HPT („high pressure torsion“) technikou byly provedeny Zhorinem a kol. [35] jako součást studia fázových transformací při intenzivní plastické deformaci a při studiu rekrytalizačních procesů. Úspěšnou aplikaci HPT techniky vedoucí ke zhotovení UFG materiálu s velkoúhlovými hranicemi, provedl Valiev a kol. [24] v průběhu 90. let.

3.3.1 Princip metody

Princíp HPT procesu je schematicky zobrazený na obr. 19. Polotovár materiálu je umístěn mezi dvěma kovadlinami, kde je vystaven tlakovému působení řádově několika GPa za pokojové teploty a současně deformován krutem, který je způsoben rotací dolní kovadliny [25]. Tření mezi kovadlinou a povrchem vzorku vytváří vzrůstající smykovou deformaci s rostoucí rotací kovadliny. Ve výsledku, navzdory vysoké deformaci, deformovaný polotovár není poškozen.

Princíp deformace metodou HPT vytváří situaci, kdy deformace roste z centra vzorku směrem k okraji [36].



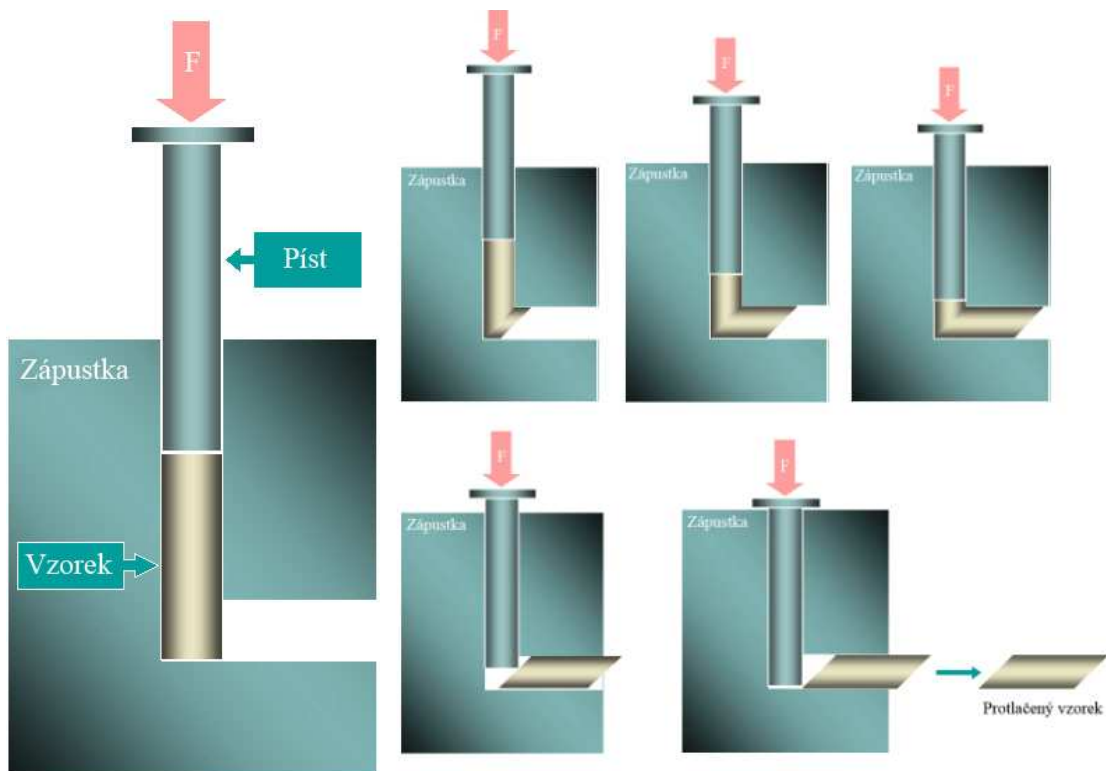
Obr. 19: Schéma HTP procesu [37].

3.4 Smyková deformace při bezkontrakčním protlačování - ECAP

V současné době je k přípravě jemnozrnných materiálů nejčastěji užívaná metoda ECAP („equal channel angular pressing“). Velikost zrna se obvykle udává v rozsahu 0,1-1 μ m. Vzájemná orientace strukturních částí nemůže být uspokojivě popsána jako velkoúhlová náhodná orientace. Existují oblasti, kde se ve velké míře nachází malouhlové hranice. Proto často nahrazujeme termín velikost zrna termínem velikost buňky. Kvantitativní určení velikosti zrna (buňky) u materiálů připravených metodou ECAP je komplikované, protože velikost se pohybuje od stovek nanometrů po jednotky mikrometrů a také z důvodu ne moc dobře definovatelných hranic zrn v TEM („transmission electron microscopy“) [38].

Princíp metody navrhl V.M. Segal a jeho spolupracovníci [39] na začátku 80. let. Jejich cílem bylo minimalizovat porozitu litého stavu materiálu. V 90. letech R.Z. Valiev se spolupracovníky [24] poprvé rozvinuli a aplikovali metodu ECAP jako SPD techniku pro vytvoření mikrostruktury se submikroskopickou či nanometrickou velikostí zrna pro řadu materiálů. V posledních letech je tato metoda využívána pro získání UFG materiálů se speciální mikrostrukturou a texturou, které mají vyšší pevnost při jejich nižší hmotnosti.

Tato metoda umožňuje zachování přibližně stejného průřezu polotovaru materiálu před a po deformaci. Umožňuje také vytvořit velký objem UFG materiálu s vyšší pevností a tažností za zvýšených teplot oproti materiálům se standardní velikostí zrna [26].

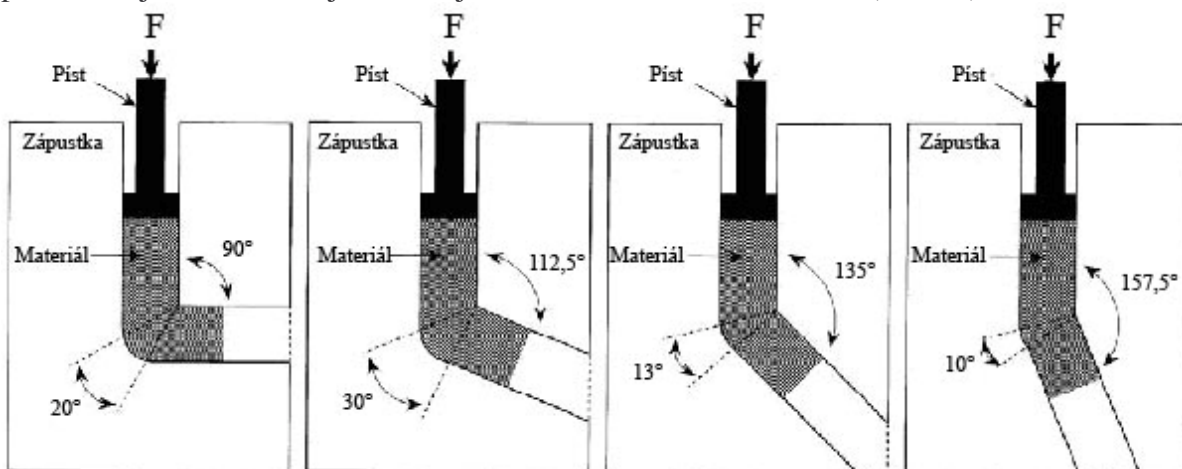


Obr. 20: Schéma stroje pro metodu ECAP a deformace materiálu [37].

3.4.1 Princip metody

Tvářecí nástroj je tvořen zápustkou se dvěma protínajícími se kanály o téměř stejném průřezu (obr. 20). Polotovár materiálu musí být potřený vhodným lubrikátorem. Následně je vložen do vertikálního kanálu a tlakem průtláčnicku protlačén do výstupního kanálu pod úhlem ϕ .

Polotovár se pohybuje kanálem jako tuhé těleso a lokálního přetváření je dosaženo intenzívní lokální smykovou plastickou deformací v průsečkové rovině kanálů. Intenzita plastické deformace je závislá na úhlu, který kanály svírají. Přednostně se používají úhly 90° , při kterém je dosaženo nejefektivnější deformace, dále 120° a 150° (obr. 21) [26].



Obr. 21: Použití různých úhlů protlačování [40].

Výhody úhlového protlačování jsou patrnější při vícenásobném průchodu materiálu zápustkou. Díky tomu, že při tváření nedochází ke změně průřezu polotovaru, lze celý proces snadno několikrát opakovat a celková dosažená úroveň deformace odpovídá příslušnému

počtu průchodů. Se zvyšujícím se počtem průchodů lze dosáhnout přibližně homogenního materiálu.

Působící tlak p a přírůstek deformace $\Delta\varepsilon_i$, kterým je materiál podroben po průchodu rovinou smyku, jsou funkcí úhlu ϕ mezi oběma kanály a funkcí skluzového napětí Y podle rovnice [26]:

$$\frac{p}{Y} = \Delta\varepsilon_i = \frac{2}{\sqrt{3}} \cdot \cot\left(\frac{\Phi}{2}\right) \quad (12)$$

Při vícenásobných průchodech lze dosáhnout velmi velkých efektivních deformací v objemu materiálu. Existuje i řada možností pro vytvoření různých struktur a textur u stejného materiálu modifikací smykových rovin a směru smyku při průchodech. Při vícenásobných průchodech materiálu rozlišujeme čtyři modifikace (obr. 22) v závislosti na rotaci vzorku mezi jednotlivými tvářecími operacemi.

Nejčastější postupy:

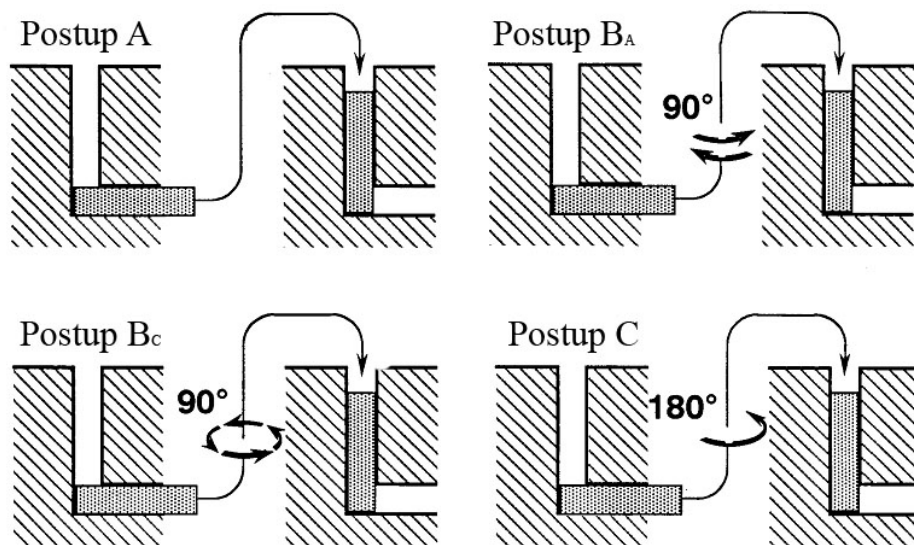
A: orientace polotovaru vzorku se při dalším průchodu nemění, k rotaci vzorku nedochází

B: polotovar je otočen o 90° před následným průchodem

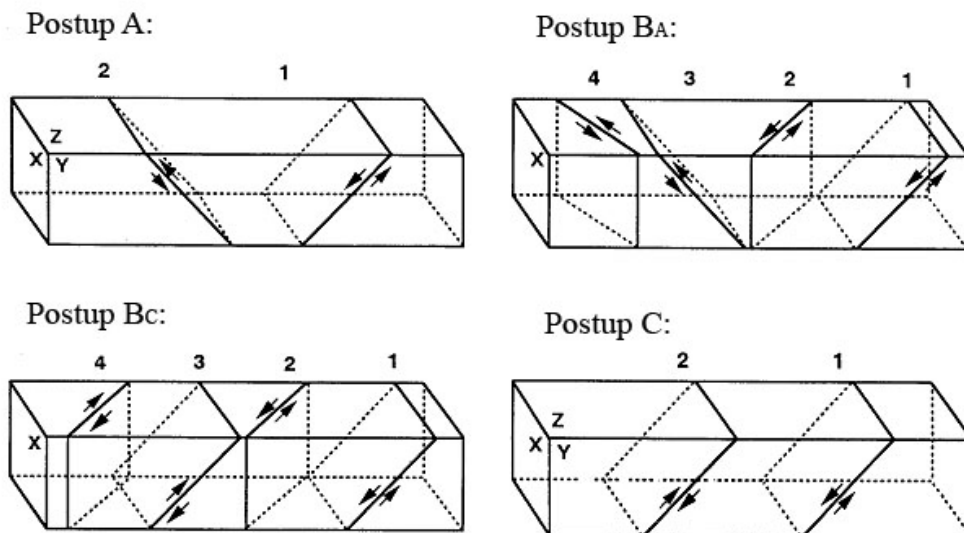
B_A: dochází pouze ke střídání směru rotace, jednou po směru hodinových ručiček, po dalším protlačení proti směru hodinových ručiček

B_C: rotace vzorku vždy v jednom směru

C: rotace o 180° [41]



Obr. 22 : Čtyři možnosti ECAP protlačování [37].



Obr. 23: Skluzové systémy pro několikanásobné průchody postupy A, B_A, B_C a C [37].

Srovnání metod ECAP a HPT (tab. 1) ukazuje, že HPT umožňuje získat materiál s menší velikostí zrna, ale dosažení homogenity je pracnější [42].

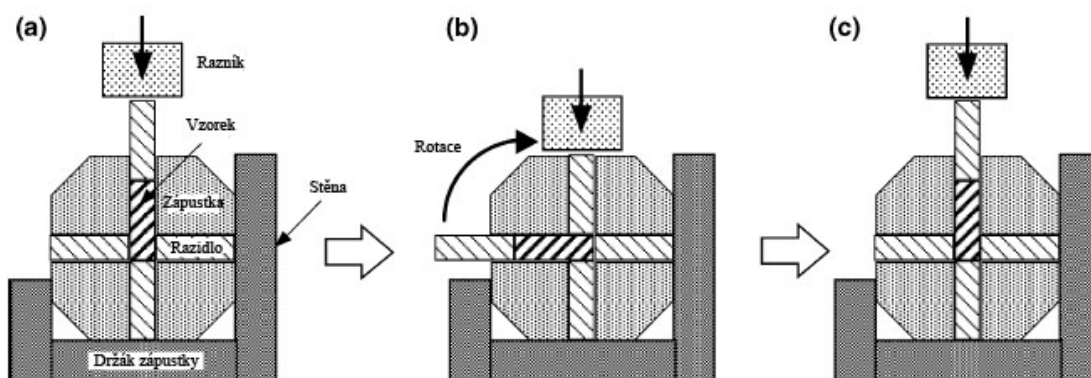
Tab.1: Porovnání SPD metod [42]:

SPD metoda	ECAP	HPT
Velikost zrna	~ 0,1 - 1 μm	~ 1 μm a méně
Homogenita	S vyšším počtem průchodů lze dosáhnout vyšší homogenity protlačeného vzorku.	Homogenita závisí nejen na počtu otáček pístu, ale také zejména na rozměrech vzorku. Hodnota deformace roste od středu vzorku k vyšším hodnotám na obvodu vzorku. Dosažení homogenity je obtížné, leckdy až nemožné.
Možnost volby orientace směru deformace	Mezi jednotlivými průchody skrz zápustku lze užít prakticky čtyři možné způsoby rotace vzorku.	Prakticky žádná.
Velikost vzorku	Lze vytvořit vzorek o různé velikosti a tvaru. Závisí na tvaru a velikosti zápustky.	Vzorek po SPD má zpravidla diskovitý tvar o průměru 10 – 20 mm a tloušťce 0,2 – 0,5 mm.

3.5 Alternativní metody založené na ECAP

Hlavní omezení konvenční metody ECAP spočívá v tom, že vzorek musí být vyjmut ze zápustky a následně znovu vložen, ať už s rotací či bez ní za účelem dosáhnout většího počtu průchodů a vyššího vnitřního napětí. Za účelem vyvarování se omezením byly vyvinuty další metody založené na principu metody ECAP, jako jsou rotační zápustky, boční protlačování a mnohonásobné protlačování ECAP zápustkou [40].

3.5.1 Rotační zápustky



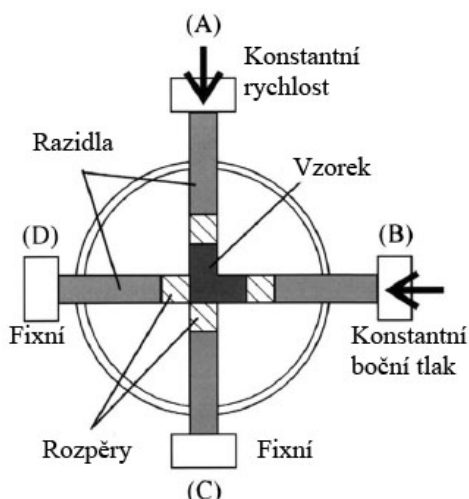
Obr. 24: ECAP proces s využitím rotační zápustky: (a) počáteční stav, (b) po jednom průchodu, (c) po otočení zápustky o 90° [43].

Jednoduchá procedura, která efektivně eliminuje potřebu vytažení vzorku ze zápustky mezi každým protlačáním, je použití rotační ECAP zápustky (obr. 24). Výhoda spočívá v zápustce obsahující dva kanály, které mají stejný příčný průřez a kříží se ve středu zápustky pod úhlem 90°. Tři razidla stejné délky jsou vložena do spodní části vertikálního kanálu a do horizontálního kanálu, viz obr. 24(a). Vzorek je vložen do vertikálního kanálu tak, že spočívá na spodním razidle a horní razidlo je vloženo na něj a stlačeno pomocí razníku. Uspořádání po jednom protlačení je zobrazeno na obr. 24(b) a zápustka je následně otočena o 90°, takže vzorek může být protlačen znovu (obr. 24(c)). Pozorné prozkoumání procedury ukazuje, že je ekvivalentní způsobu protlačování A, kde je vzorek protlačován bez rotace. Podstatnou výhodou tohoto způsobu protlačování je jeho jednoduchost. Např. rotační ECAP zápustka může být efektivně použita pro po sobě jdoucích až 32 průchodů. Avšak nevýhodou tohoto procesu je, že velikost vzorku je poměrně malá a konečným efektem může být podstatná nehomogenita struktury [43].

3.5.2 Boční protlačování

Alternativním, fyzikálně obdobným přístupem, je boční protlačování (obr. 25). Tento proces užívá čtyř pístů, které jsou schopné vytvořit během procesu velké síly. Vzorek je protlačován razidlem A a zároveň je pod bočním tlakem razidla B. Jako u rotační ECAP zápustky může být i zde provedeno opakované protlačování a proces je ekvivalentní způsobu protlačování A.

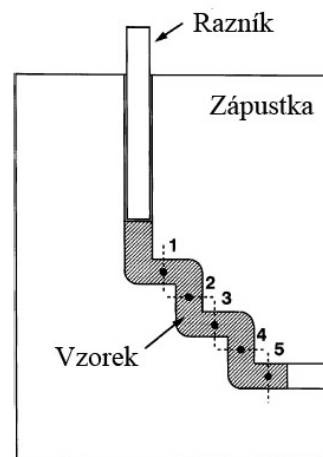
Tento proces může být efektivně použit maximálně pro 10 průchodů [44].



Obr. 25: Schéma bočního protlačování pomocí ECAP [44].

3.5.3 Mnohonásobné protlačování ECAP zápustkou

Alternativní procedurou, která nevyžaduje nárůst komplexu protlačovacího zařízení, je konstrukce zápustky s vícenásobným průchodem. Příklad je na obr. 26, kde zápustka obsahuje zakřivený kanál s pěti úhly o velikosti 90° . Tento proces je ekvivalentní způsobu protlačování C, kdy k druhému a následujícím průchodům dojde po otočení vzorku o 180° . Tento typ zápustky je užitečný k porovnání mikrostrukturních charakteristik vzorku po různém počtu průchodů. Např. pozice 1 – 5 v obr. 26 odpovídají 1 – 5 průchodům konvenční ECAP zápustkou. Experimentálně bylo zjištěno, že mikrostrukturní vývoj a hodnoty lokální tvrdosti byly identické po stejném počtu průchodů při použití jak vícenásobné tak konvenční ECAP zápustky [45].



Obr. 26: Schéma mnohonásobného protlačování ECAP zápustkou: čísla označují místa na zkušební vzorku odpovídající 1, 2, 3, 4 a 5 průchodům [45].

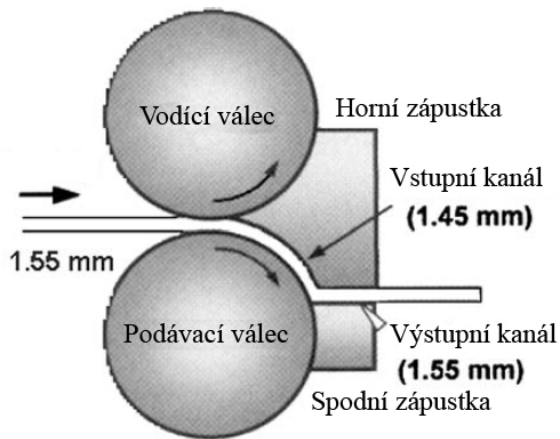
3.6 Kontinuální techniky intenzivní plastické deformace

Techniky HPT a ECAP mají dvě hlavní nevýhody:

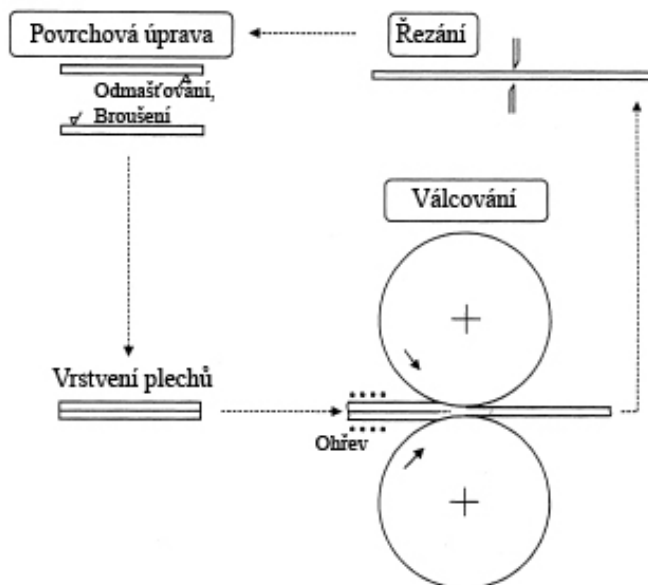
1. tvářecí stroje s relativně velkou zátěžnou silou a nákladné zápustky,
2. jejich produktivita je relativně nízká a množství produkovaného materiálu je omezeno.

Tyto procesy nebudou pravděpodobně nejvhodnější pro praktické aplikace, obzvláště pro materiály jako jsou plechy. Omezení délky polotovaru dělá z těchto technik nekontinuální procesy s nízkou efektivitou.

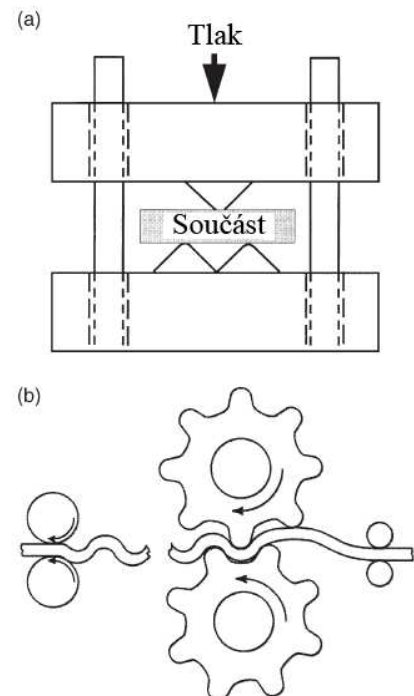
Pokud má dojít k širokému zavedení SPD technik do průmyslu, je potřeba snížit výrobní náklady a zajistit snadnější kontinuální výrobu [42]. Mezi kontinuální techniky patří zařízení využívající válcovací zařízení spolu s ECAP zápustkou (např. „continuous confined strip shearing“ - C2S2 (obr. 27)), metody využívající válcovací postupy (např. „accumulative roll-bonding“ – ARB (obr. 28)) a metody využívající různých metod plastické deformace (např. „repetitive corrugation and straightening“ – RCS (obr. 29)).



Obr. 27: Princip procesu C2S2 pro užití v kontinuální výrobě [40].



Obr. 28: Grafické znázornění procesu ARB [27].



Obr. 29: a) Zařízení pro nekontinuální a b) zařízení pro kontinuální RCS proces použitelný pro velkovýrobu [31].

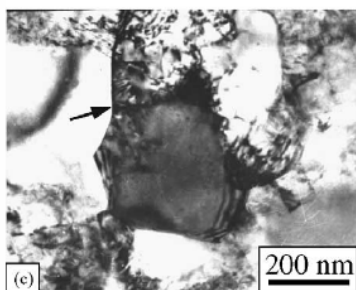
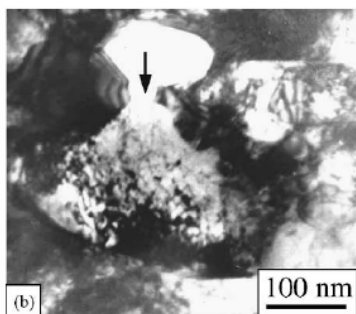
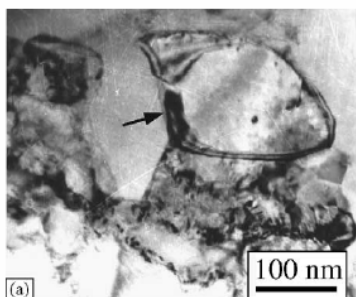
4. VLASTNOSTI UFG MATERIÁLŮ

4.1 Vlastnosti mikrostruktury

SPD metody mohou být aplikovány na různé materiály, ale výsledná struktura je závislá nejen na použité SPD metodě, ale také na pracovních režimech, fázovém složení a původní mikrostrukturu materiálu [23].

UFG materiály, zpracované SPD metodou, mají velmi vysokou hustotu hranic zrn.

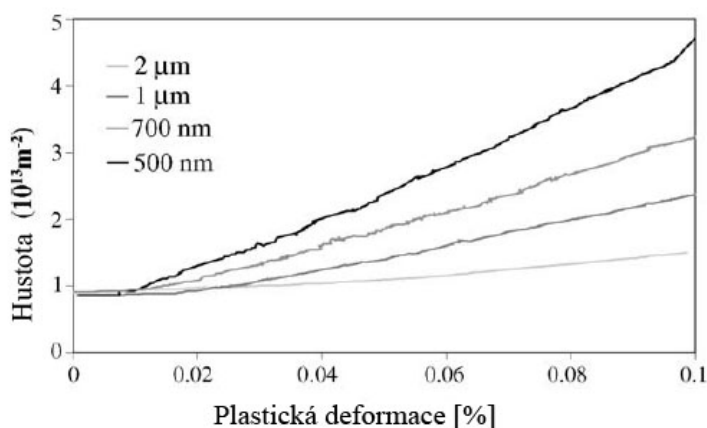
Zvláště důležité je, že tyto hranice jsou v nerovnovážném stavu, který je charakterizován nadbytkem energie hranic zrn a přítomností elastických napětí velkého rozsahu [46]. Možným zdrojem těchto napětí může být v případě krystalograficky uspořádané struktury hranic zrn nespojitá distorze struktury (dislokace hranic zrn a jejich vzájemné uspořádání).



Obr. 30: Tři typy zrn UFG Cu: a) bez dislokací, b) s dislokacemi, c) s buňkami a fragmenty. Odpovídající zrna jsou zobrazena šipkami (TEM) [48].

Obrazce selektivní elektronové difrakce („selected area diffraction“ – SAD) mají různý počet difrakčních bodů (obr. 32). Čím více je těchto bodů, tím více roste podíl velkoúhlových hranic zrn ve struktuře. Navíc s vyšším počtem průchodů dochází k rozšíření difrakčních bodů, tzn. ke zvyšování podílu hranic zrn. Při větším počtu průchodů je zřetelné, že SAD obrazce jsou uspořádány do

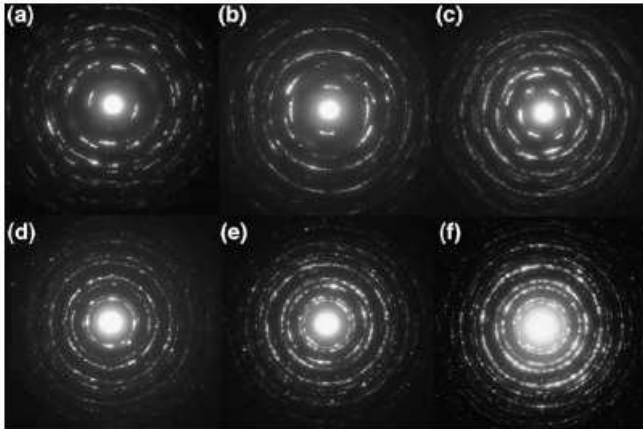
Mikrostruktura UFG Cu připravené metodou ECAP není zcela homogenní. Vinogradov a Hashimoto [47] pozorovali již při prvních studiích UFG Cu různé typy zrn, zejména oblasti složené ze zrn protáhlých a ze zrn ekviaxiálních (obr. 33). Experimentální studium mikrostruktury pomocí TEM ukázalo přítomnost tří typů zrn podle velikosti (obr. 30). Malá zrna o velikosti 50 - 200 nm neobsahovala téměř žádné dislokace, v zrnech střední velikosti (100 – 190 nm) se vyskytovaly dislokace chaoticky uspořádané nebo tvořily síťoví a ve velkých zrnech (100 – 600 nm) byla pozorována tvorba subzrn. Střední hustota mřížkových dislokací byla odhadnuta na $5,8 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ (obr. 31). Navíc bylo zjištěno, že výsledná struktura je kromě závislosti na velikosti deformace také silně závislá na směru průchodu skrz zápustku [23, 48].



Obr. 31: Hustota dislokací v závislosti na plastické deformaci pro různé velikosti zrna [49].

soustředných kruhů, což dokazuje výskyt ekviaxiální struktury vymezené velkouhlovými hranicemi.

Při formování mikrostruktury během prvního průchodu zápustkou se struktura skládá z mnoha paralelních lamelárních zrn se silně protáhlými subzrny o střední vzdálenosti ~ 400 nm. Subzrna tvoří pásovou strukturu souběžnou se směrem tváření.



Obr. 32: SAD obrazce ECAP Cu po různém počtu průchodů (štěrbina o průměru 5,8 mm): a) 1 průchod, b) 2 průchody, c) 4 průchody, d) 8 průchodů, e) 12 průchodů, f) 16 průchodů [50].

Po následujícím průchodu je vzdálenost hranic zrn podstatně menší ~ 200 nm. Stále je zde však patrná pásová struktura. V několika oblastech se může tvořit rovnoosá mikrostruktura subzrn, která indikuje vliv nových skluzových systémů během druhého protlačení. Podíl maloúhlových hranic se podstatně zvyšuje, zatímco velkouhlové hranice tvoří jen malou část, což indikuje tvorbu buněk a subzrn v existujících zrnech.

Po čtyřech průchodech je podíl protažené lamelární struktury v porovnání s ekviaxiální znatelně nižší. Přibližně polovina oblastí se vyznačuje

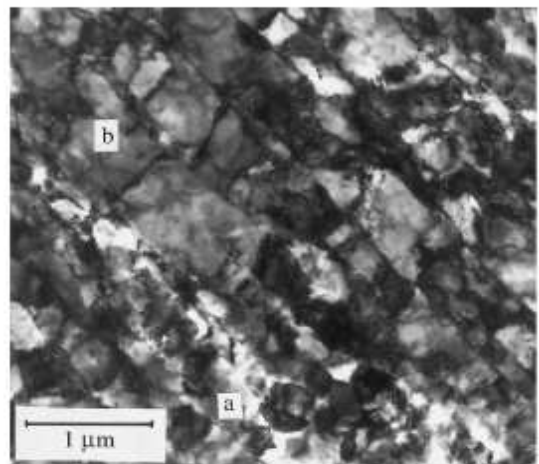
ekviaxiální strukturou subzrn. Předchozí lamelární hranice nesou často stopy protnutí smykovými rovinami, aktivními v předcházejícím protlačování, což vede k homogennější výsledné struktuře. Po čtyřech průchodech se dezorientace mezi subzrny zvyšuje a rozdělení malo- a velkouhlových hranic je přibližně v rovnováze.

Po osmi průchodech vykazují některé oblasti stále zbytky lamelární struktury, ačkoli poměr ekviaxiální struktury je již značný. Skutečnost, že ani po osmi průchodech není mikrostruktura konzistentně složena z ekviaxiálních subzrn naznačuje, že ani osm průchodů skrz zápustku není vždy dostačující, aby tato technologie produkovala homogenní mikrostrukturu. Toto tvrzení však nejde generalizovat a je třeba brát v úvahu užitý materiál a postup při protlačování.

Mikrostruktura po 12 a 16 průchodech je homogenní. Smykové systémy již nejsou viditelné. Subzrna jsou převážně ekviaxiální a vzhled výsledné mikrostruktury se dále nemění [50].

Experimentální studie také dokazují, že s legováním příměsí roste počet průchodů nutných k vytvoření homogenní UFG struktury [51].

Typická struktura SPD Cu je na obr. 33 tvořená směsí jemných, relativně ekviaxiálních buněk a jemné lamelární struktury, typické pro kovy zpracované za studena [48].



Obr. 33: Mikrostruktura po SPD procesu složená z a) jemných ekviaxiálních buněk a b) lamelárních stříhových pásů [48].

4.1.1 Teplotní stabilita

UFG materiály vyrobené metodou SPD jsou spíše tepelně nestabilní a jejich růst zrna nastává při teplotě $0,4.T_m$, někdy dokonce nižší [52]. Hnací silou tohoto růstu je velká energie akumulovaná v dislokační struktuře. Příčinou může být i atomová mobilita v hranicích zrn vyjádřená obvykle pomocí tepelné difúzní aktivační energie hranice zrna při dané teplotě. SPD materiály se vyznačují nejednotným charakterem změn nastávajících během ohřevu. Dochází ke změně velikosti krystalů, vnitřních pnutí a různých mechanických charakteristik.

Mikrostrukturní změny v různých stavech žhání nanomateriálů lze rozdělit do tří stádií [51]:

- V prvním stádiu jsou změny spíše nevýznamné. Hlavním procesem je zotavení nerovnovážné struktury hranic zrn, který je spojený s částečnou anihilací defektů při hranicích zrn a uvnitř zrn. Stádium je doprovázeno relaxací vnitřních elastických napětí.
- Druhé stádium charakterizuje začátek migrace nerovnovážných hranic zrn, která má za následek abnormální růst některých zrn. V tomto stádiu se výrazně mění vlastnosti.
- Ve třetím stádiu postupně roste zrno a změny vlastností jsou nevýznamné.

V závislosti na rychlosti ohřevu a době žhání se jednotlivá stádía často překrývají. Mohou se také lišit v závislosti na typu a množství legur v materiálu.

U ECAP Cu byla pozorována nižší teplotní stabilita než u válcované Cu a s rostoucím počtem průchodů se podstatně snížila hodnota aktivační energie pro nespojitou rekrystalizaci. K tomuto jevu dochází i vzhledem k zlepšeným podmínkám tvorby zárodků a s rostoucím podílem velkoúhlových hranic [53].

U UFG Cu s počáteční střední velikostí zrna 160 nm začíná stálý růst zrna při relativně nízké teplotě $0,32.T_m$ a je doprovázen následným růstem zrna do teploty ~ 473 K. Počátek růstu zrn na nízkých teplotách je zejména kvůli zvětšené atomové mobilitě a nízké aktivační energii pro difúzi na hranice zrn. Hodnoty aktivační energie pro difúzi rostou během růstu zrna a mohou být dány obnovou struktury hranice zrn z nerovnovážného stavu [52].

Bylo prokázáno, že pro materiály zpracované pomocí SPD technik je prospěšná nízká teplota žhání, protože dochází k podstatnému zlepšení tažnosti bez značného vlivu na pevnostní charakteristiky.

4.2 Mechanické vlastnosti

4.2.1 Pevnost UFG materiálů

Pevnost polykrystalických materiálů je závislá na velikosti zrna a lze ji popsat pomocí Hall – Petchova vztahu [5]:

$$\sigma_y = \sigma_o + k_y \cdot d^{-1/2} \quad (13)$$

kde σ_y je pevnost materiálu,

σ_o lze interpretací vyjádřit jako třecí napětí, vyjadřující odpor krystalové mřížky proti pohybu dislokací v rámci jednoho zrna,

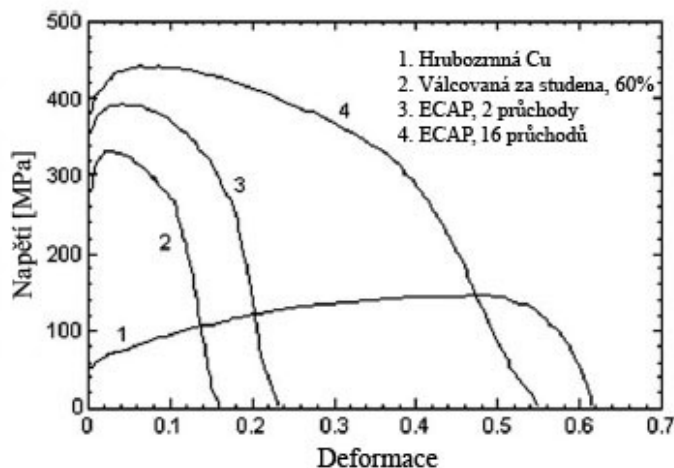
k_y je konstanta vyjadřující uchycení dislokací v jednom zrně,

d je velikost zrna.

Vztah vyjadřuje, že se snižující se velikostí zrna roste pevnost materiálu. Ale v případě velmi jemného zrna je stále vedena diskuze o platnosti tohoto vztahu.

UFG materiály mají z hlediska mechanických vlastností svůj speciální význam způsobený zvýšením pevnostních a plastických vlastností. Je to díky tomu, že tyto materiály jsou vysoce čisté a bez pórů.

Speciální pozornost je zaměřena na výzkum vlivu specifických poruch v nanostruktuře na pevnost a únavové chování, které jsou zkoumány při pokojové teplotě, jako i superplastické vlastnosti zjištěné při zvýšených teplotách.



Obr. 34: Křivky napětí – deformace Cu (99,996%) testované při 22°C rychlostí deformace 10^{-3} s^{-1} [40].

odpovídá šestnácti protlačení ECAP záпустkou. Je zde vidět další zvýšení pevnosti a mnohem výraznější zvýšení houževnatosti. Tyto výsledky získané pro Cu zpracované metodou ECAP zřetelně demonstrují zvýšení pevnosti a tažnosti při zvýšení počtu průchodů ze 2 na 16 [40].

Na obr. 34 jsou uvedeny tahové křivky pro různé zpracovanou Cu. Křivka č.1 odpovídající konvenční Cu o velikosti zrna 30 μm vykazuje nízkou hodnotu meze kluzu s významným deformačním zpevněním a velkou tažností. Na křivce č. 2 pro Cu válcovanou za studena je vidět výrazné zvýšení pevnosti, ale dramatický pokles houževnatosti. Velmi podobná závislost je zřejmá i u křivky č. 3 pro Cu zpracovanou pomocí ECAP metody, v tomto případě po dvou protlačení záпустkou. Křivka č. 4

4.2.2 Únavové vlastnosti UFG materiálů

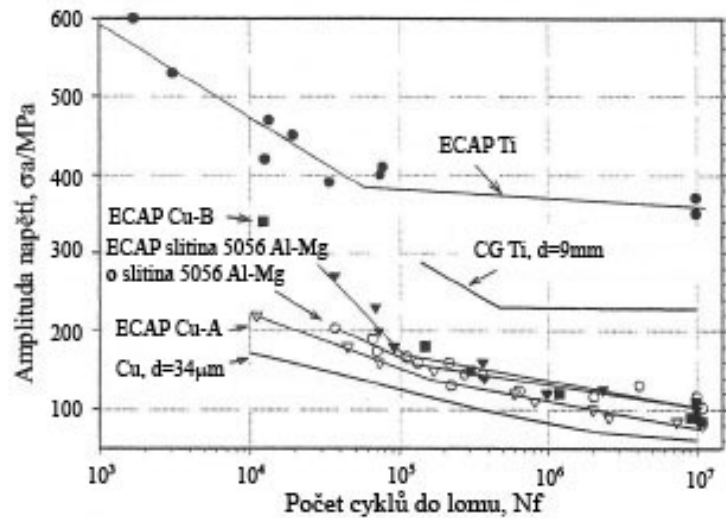
Vyšší pevnost UFG materiálů nezabezpečuje všeobecně vyšší únavovou odolnost, jak v oblasti vysokocyklové tak i nízkocyklové únavy. Únavová životnost ECAP materiálů určená při konstantním napětí (zvláště v oblasti vysokocyklové únavy) je lepší ve srovnání s hrubozrnnými materiály. Tomu může přispívat zvýšení tahové pevnosti. Naopak cyklické zatěžování při konstantní deformaci (oblast nízkocyklové únavy) vede většinou ke kratší životnosti. Za hlavní faktory způsobující snížení životnosti je považován růst velikosti zrna, cyklické změkčování a citlivost na lokalizaci deformace. Při pokusu o zlepšení únavové odolnosti je třeba zvládnout celkovou kombinaci materiálových vlastností zahrnujících pevnost, tažnost a teplotní stabilitu. Vhodnost metody ECAP spočívá v tom, že umožňuje pružně kontrolovat mnoho procesních parametrů, např. počet průchodů přes záпустku, různé způsoby protlačování, teplotu, rychlost protlačování a další [54].

4.2.2.1 Únavové vlastnosti UFG materiálů v režimu řízeného napětí

U všech zkoumaných ECAP materiálů je zřejmé zvýšení únavového života (obr. 35). Nicméně stupeň tohoto zlepšení se liší v závislosti na materiálu. Měď vykazuje zcela stejné charakteristiky, jen je zřejmé mírné zlepšení počtu cyklů do lomu v celém rozsahu aplikovaných napětí. Pro Al-Mg slitinu je zvýšení únavového života mnohem výraznější v oblasti vyšších napětí ($\sigma_a > 160 \text{ MPa}$), zatímco mez únavy zůstává beze změny. Mnohem

větší zlepšení únavových vlastností bylo dosaženo na ECAP titanu [55], kde je mez únavy dvakrát vyšší než u konvenčně jemnozrnného Ti [56] (obr. 35). Únavová životnost při vysokých napětích je podstatně vyšší než u vzorků s konvenční velikostí zrna, protože napětí aplikovaná na UFG vzorky mohou převyšovat nejvyšší tahovou sílu pro vzorky s konvenční velikostí zrna.

Otázkou zájmu zůstává, který typ struktury, ekvixiální (A) nebo lamelární (B), vykazuje lepší únavové vlastnosti. Omezená dostupná data připouští, že vzorky s lamelární strukturou (typ B) déle odolávají stejné amplitudě napětí. Stolyarov a kol. [55] ukázali, že Ti se strukturou typu B vykazuje významně vyšší tahové i únavové vlastnosti, než Ti s ekvixiálním typem struktury A. Podobně B typ Cu má delší únavovou životnost než typ A (obr. 35). Přesto to není dostatečný důkaz toho, že lamelární struktura má lepší únavové vlastnosti než ekvixiální [47].

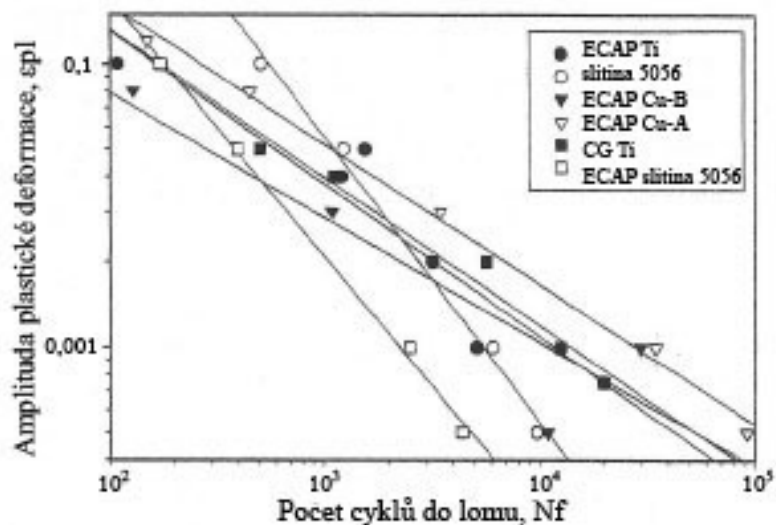


Obr. 35: S-N křivky ECAP materiálů [47].

4.2.2.2 Únavové vlastnosti UFG materiálů v režimu řízené deformace

Výsledky zatěžovacích testů vyjádřené pomocí Coffin-Mansonových křivek ukazují kratší životnost jemnozrnné Cu než Cu s konvenční velikostí zrna [47, 54]. Efekt zkrácení životnosti je výraznější pro vyšší amplitudy zatížení. Objasnění tohoto chování spočívá v nízké tepelné a mechanické stabilitě silně deformované UFG struktury, která má velkou tendenci k zotavení a tím pádem dochází ke zhoršování mechanických charakteristik. Cyklické změkčení, růst velikosti zrna a lokalizace plastické deformace jsou hlavní mechanismy zodpovědné za nižší únavovou odolnost UFG materiálů ve srovnání s materiály s konvenční velikostí zrna za předpokladu zatěžování stejnou amplitudou plastické deformace [38].

Slitina 5056 Al-Mg zpracovaná metodou ECAP vykazuje (obr. 36) ve srovnání s materiálem s konvenční velikostí zrna v režimu řízené deformace

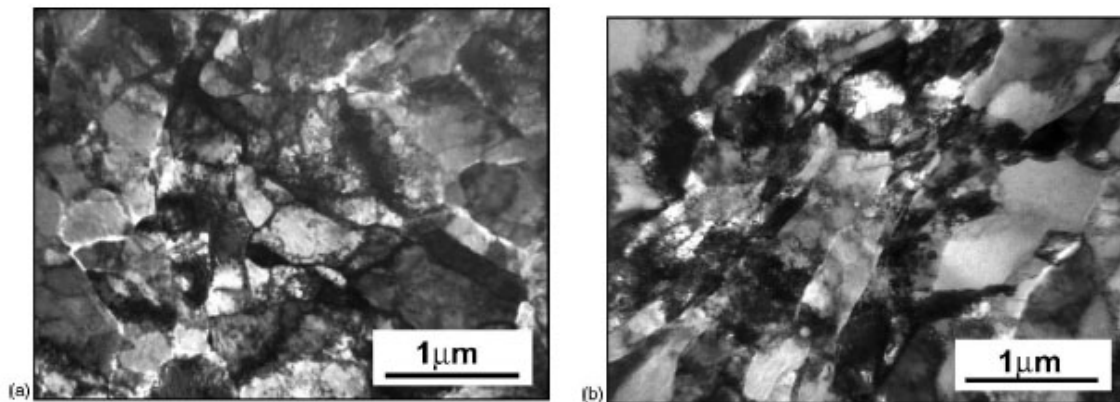


Obr. 36: Coffinova-Mansonova křivka Pro Cu, slitinu 5056 Al-Mg a Ti před a po ECAP [47].

znatelně nižší únavovou životnost. Na obr. 36 jsou uvedeny Mansonovy – Coffinovy křivky pro ECAP Cu s dvěma typy struktur (struktura typu A – ekviaxiální, B – protažená zrna).

Vzorky s ekviaxiální strukturou vykazují vyšší únavovou životnost při zatížení stejnou amplitudou plastické deformace ve srovnání se vzorky se strukturou protažených zrn. Kromě vyšší únavové životnosti vykazuje ekviaxiální struktura lepší deformační charakteristiky, než struktura s protaženými zrny, která má však vyšší hodnotu meze pevnosti [47].

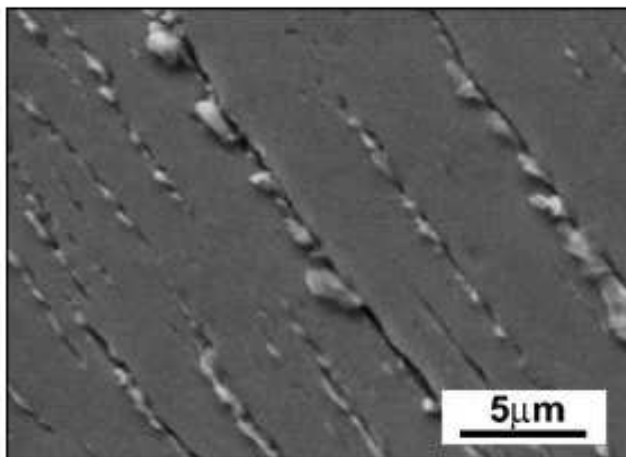
Na obr. 37 jsou uvedeny struktury (TEM – „transmission electron microscopy“) před a po únavové expozici. Materiál před únavovým zatěžováním vykazuje téměř ekviaxiální strukturu. V některých zrnech se vyskytuje změť dislokací. Zformovaná zrna jsou často oddělena nízkoúhlovými hranicemi. Na obr. 37b je uvedena typická dislokační struktura po



Obr. 37: Dislokační mikrostruktura: a) panenský materiál b) po únavě [38].

únavovém zatěžování s amplitudou deformace 255 MPa. Struktura je velmi podobná struktuře před únavovým zatěžováním, přičemž nebylo pozorováno zhrubnutí zrna. Z mnoha porovnávání struktur „před a po“ vyplývá, že struktura v důsledku únavového zatěžování má slabou tendenci strukturu „setřepat“, tj. subzrna vykazují užší hranici a nižší hustotu dislokací uvnitř buněk [38].

Na obr. 38 je vidět povrch vzorku zatíženého amplitudou deformace 255 MPa při počtu cyklů $0,88N_f$, kde jsou dobře zřetelné rovnoběžné pásy sledující stopy poslední smykové roviny ECAP procesu. Jejich průměrná délka značně přesahuje průměrnou velikost zrna materiálu. Rovněž jsou patrné střídající se extruze (vystupující do výšky až 5 μm nad povrch vzorku) a intruze [38].



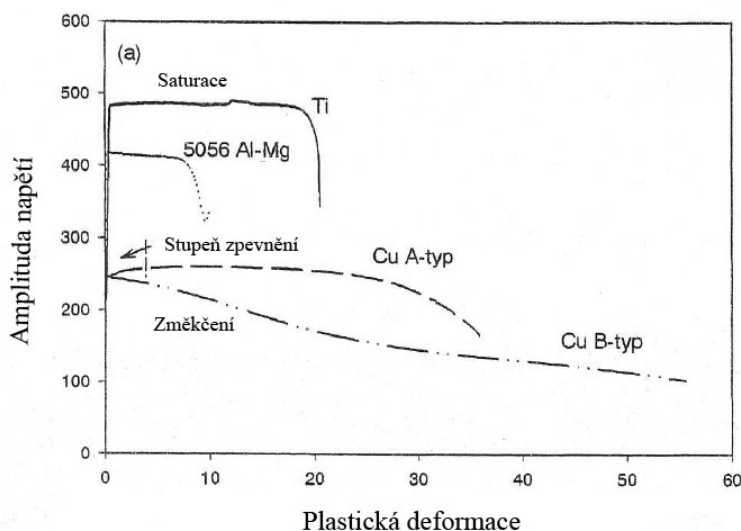
Obr. 38: Skluzové pásy se zřetelnými extruzemi a intruzemi [38].

4.2.2.3 Cyklické změkčení / zpevnění

Existují dvě spolu úzce související příčiny, které vysvětlují kratší únavovou životnost při řízené deformaci: cyklické změkčení a lokalizace deformace. Cyklické změkčení je proces, při kterém materiál ztrácí svoji stabilitu během cyklické deformace kvůli procesům zotavení, které porušují předcházející zpevňující materiál. Stupeň změkčení závisí na počáteční struktuře kovu zpracovaného za studena a na amplitudě cyklické deformace. Vyšší amplituda vede k rychlejšímu změkčování materiálu. U tvářených materiálů je zpevnění způsobeno vytvářením hustého sítoví dislokací. Substruktura může být obnovena během únavového procesu vlivem zpětného a dopředného pohybu dislokací [47, 57]. Např. příčný skluz může umožnit anihilaci dislokací opačného znaménka [58].

Procesem zodpovědným za cyklické změkčení je únavou vyvolané zhrubnutí zrna na velikost až několika mikrometrů a vznik makroskopických skluzových pásů orientovaných pod úhlem přibližně 45° ke směru namáhání. Zhrubnutí zrna v UFG mědi je teplotně aktivovaný proces dynamické rekrystalizace, ke kterému dochází již při velmi nízkých homologických teplotách (~ 0,2), nižších rychlostech cyklické deformace a vyšších teplotách [54].

Křivky cyklického zpevnění pro vzorky testované stejnou malou amplitudou plastické deformace 5×10^{-3} jsou zobrazeny na obr. 39. Pro ECAP slitinu Al-Mg, Ti a A typ Cu



Obr. 39: Cyklická odezva ECAP kovů zatížených stejnou amplitudou plastické deformace $\Delta \epsilon_{pl}/2 = 5 \times 10^{-3}$ [47].

vyšší než u čistých kovů. Z tohoto důvodu je jisté množství nečistot prospěšné u ECAP materiálů, které jsou v podstatě ve stavu metastabilním, přičemž požadujeme co nejlepší strukturní stabilitu.

Pro všechny ECAP materiály na obr. 39 je dosaženo rychle maxima amplitudy napětí či saturevané hodnoty napětí, což dokazuje, že množení dislokací je nevýznamné a materiál je zpevněn na maximum. Saturace indikuje, že mezi dislokacemi existuje rovnováha (tvorba nových dislokací je kompenzována anihilací) [47].

(ekviaxiální struktura) je změkčení velice malé, nebo dokonce zanedbatelné, zatímco u B typu Cu (struktura protažených zrn) je vidět prudké snížení amplitudy napětí při řízené celkové (nebo plasticke) deformaci. Stupeň změkčení slitiny Al-Mg je závislý na předchozím zpracování a rychlost změkčení klesá s rostoucí strukturní nehomogenitou. Protože mobilita dislokací a hranic zrn je ovlivňovaná nečistotami, je odolnost slitin vůči změkčování, rekrystalizaci a růstu zrn

5. EBSD

Pro zkoumání mikrostruktury UFG materiálů lze použít několik metod. Optimální volba mikroskopické metody by měla splňovat dva základní předpoklady:

1. musí mít dostatečnou rozlišitelnost,
2. měla by umožňovat stanovení úhlové dezorientace jednotlivých strukturních oblastí u UFG materiálů.

Tyto požadavky splňuje transmisní elektronová mikroskopie (TEM) a metoda difrakce zpětně odražených elektronů v rastrovacím elektronovém mikroskopu (EBSD – „electron backscatter diffraction“).

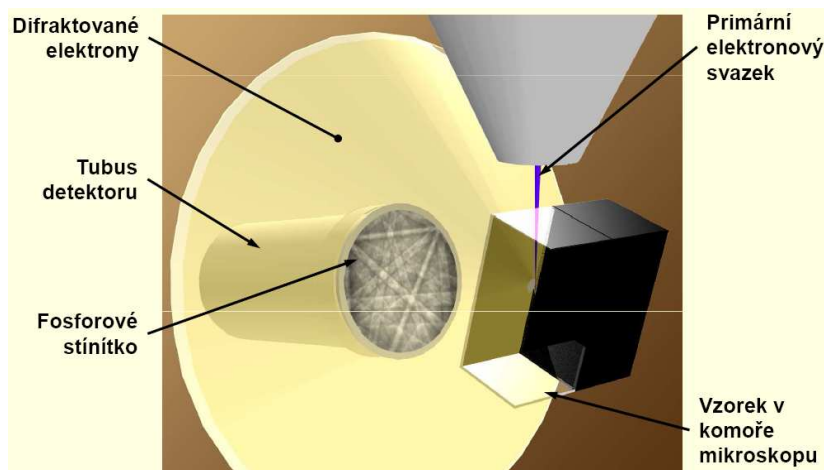
Metoda TEM je používána pro analýzu vývoje mikrostruktury [59, 60] a zkoumání hranic zrn SPD materiálů [61]. Je to velmi přesná metoda, ale její nevýhodou je, že je velmi lokální a příprava preparátů je obtížná. Metoda EBSD umožňuje stanovení orientace jednotlivých oblastí na větší ploše. Má však horší rozlišitelnost než TEM, proto ji nelze použít pro všechny SPD materiály, zejména pokud se blíží nanostrukturní oblasti.

Metoda EBSD je založena na získávání krystalografických údajů z objemných vzorků v rastrovacím mikroskopu. Důležitá je znalost morfologie mikrostruktury a také její krystalografické orientace. Tradiční přístup získává tyto informace souběžně, ale oddělenými analýzami: světelnou mikroskopií, REM – rastrovací elektronovou mikroskopií (s chemickou analýzou), rentgenovou difrakční analýzou a difrakcí v TEM. EBSD umožňuje současné získání informací jak o velikosti zrna, tak i o jeho orientaci z poměrně velké oblasti vzorku.

Technika EBSD umožňuje automatické mapování hranic, ale existuje limitní hodnota ($\sim 1\text{-}2^\circ$), pod kterou nelze rozeznat vzájemnou úhlovou dezorientaci sousedních zrn [42].

5.1 Princip metody

Difrakční jevy, zahrnované pod zkratku EBSD, lze pozorovat v komoře rastrovacího elektronového mikroskopu (REM) při dostatečně velkých úhlech naklonění vzorku ($60^\circ\text{-}75^\circ$), tj. při dostatečně ostrém úhlu dopadu elektronového svazku na povrch vzorku.



Obr. 40: Konfigurace pro EBSD [62].

Děje, vedoucí k difrakci zpětně rozptýlených elektronů, lze rozdělit do dvou fází, které následují bezprostředně po sobě:

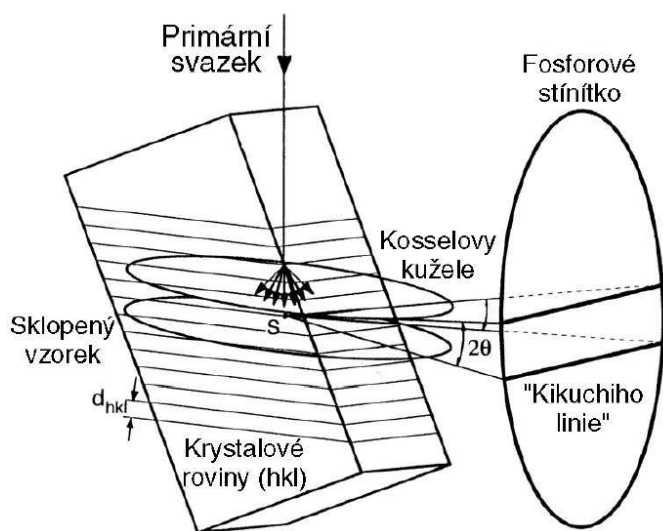
1. Neelastická (nepružná) interakce elektron – hmota vzorku;
2. Elastická (pružná) „braggovská“ interakce s vybranými atomovými rovinami.

V první fázi dopadají elektrony primárního svazku na vzorek a pronikají do velmi malé hloubky pod jeho povrch, kde interagují s hmotou mechanismem nepružných srážek. Dochází k různě velké ztrátě energie, ale zejména k velkému zakřivení jejich trajektorie a nastává rozptyl elektronů. Rozptýlené elektrony se pohybují v omezené části vzorku (interakčním objemu) všemi směry - i proti směru dopadu primárního svazku. Tím nastává situace, kdy je s jistou pravděpodobností možné, že pohybující se rozptýlené elektrony dopadnou na některou krystalovou rovinu (systém rovin) pod natolik vhodným úhlem, že nastane druhá fáze difrakčních dějů – pružná interakce s atomy v dotyčných krystalových rovinách. Ta může nastat jen v případě, kdy je splněna podmínka konstruktivní interference odražených vln, jinými slovy: úhel dopadu a odrazu splňuje Braggovu rovnici

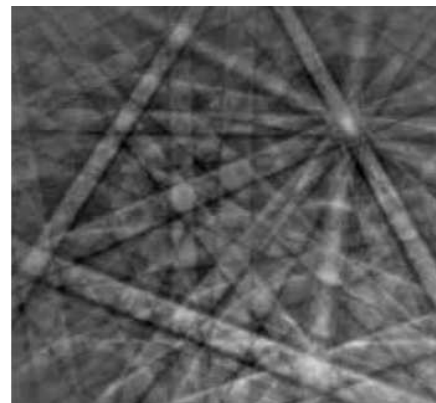
$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \Theta, \quad (14)$$

kde n je řád interference, resp. difrakce (celé číslo vyjadřující, o kolik násobků vlnové délky je jeden paprsek vůči druhému zpožděn),
 λ je vlnová délka,
 d je mezirovinná vzdálenost,
 Θ je difrakční úhel.

Po pružné fázi interakce se již elektrony nešíří všemi směry, ale jen těmi, do kterých se „odrazily“ od systémů krystalových rovin, pro které splňují Braggovu difrakční podmínku. Tyto „povolené“ směry šíření elektronů mají podobu úzkých prostorů, vymezených dvěma kuželovými plochami – tzv. Kosselovými kužely (obr. 41).



Obr. 41: Vznik difrakčních pásů [62].



Obr. 42: Difrakční obrazec [62].

Po prodělání obou fází interakce se vzorkem jsou rozptýlené elektrony schopny vytvořit na vhodně umístěné průmětně difrakční obrazec. Ten je tvořen systémem pásů různé šířky, které se protínají pod různými úhly (obr. 42). Ve skutečnosti je každý pás tvořen dvěma čarami (extinkčními liniemi), jež odpovídají průsečíkům Kosselových kuželů s rovinou průmětny a tím pádem pás ohraničují, a plochou mezi nimi, která je vyplněna šumovým signálem [62].

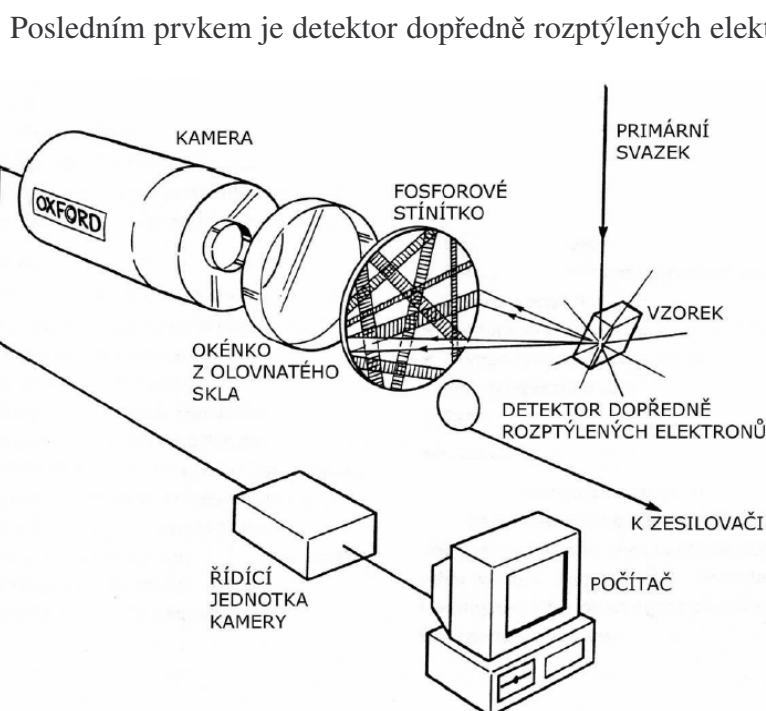
5.2 Akviziční (sběrný) řetězec a jeho funkce

Na obr. 43 je znázorněno schéma systému pro sběr dat metodou EBSD. Nejdůležitější součástí tohoto řetězce je stínítko (skleněná destička se světlo emitující vrstvou), na kterém se zviditelňují difrakční stopy.

Vzniklé difrakční obrazce se snímají digitální kamerou – v současné době je standardem kamera se snímacím čipem CCD („Charge Coupled Device“ – snímač s nábojovou vazbou), který je přizpůsoben pro snímání velmi málo intenzivních obrazů. Toto přizpůsobení je provedeno s ohledem na nutnost omezit veškeré rušivé signály, které by mohly degradovat snímání obraz (např. tepelný šum).

Signál z kamery je přenášěn přes řídicí jednotku do počítače, kde je zpracováván – jsou „indexovány“ difrakční stopy, tj. identifikován typ krystalové mřížky a z typických znaků difrakčních stop jsou odvozeny parametry jako mezivzrost, ale zejména orientace krystalu ve vzorku.

Díky možnosti automatizace celé procedury indexace stop a přemístování elektronového svazku po povrchu vzorku lze takto bod po bodu analyzovat relativně velké oblasti (řádově stovky až tisíce mikrometrů čtverečních) – lze tedy získat celé mapy či obrazy vzorku, založené na krystalové orientaci jednotlivých „pixelů“, kterých může být až několik tisíc, resp. desítek či stovek tisíc.



Obr. 43: Schéma akvizičního řetězce [62].

Posledním prvkem je detektor dopředně rozptýlených elektronů. Tento prvek nesouvisí přímo s funkcí EBSD detektoru, ale usnadňuje orientaci na vzorku, když plní vlastně funkci detektoru zpětně rozptýlených elektronů (BSE) v tzv. nízkém úhlu snímání. Detektor BSE v této poloze je jediný BSE detektor, který lze při tak velkém náklonu vzorku, jako je pro EBSD potřeba, vůbec použít – detektor BSE na pólovém nastavci je v této situaci zcela ve „stínu“ [62].

5.3 Rozlišovací schopnost EBSD

Prostorové rozlišení EBSD je ovlivněno několika faktory. Zejména závisí na parametrech a rozlišovací schopnosti rastrovacího elektronového mikroskopu, konkrétně na zdroji elektronového svazku [62]. Lepšího rozlišení dosáhneme použitím např. trysky z LaB_6 nebo trysky emitující elektrony pomocí elektrického pole (FEG – „field emission gun“), které způsobí zvýšení počtu emitovaných elektronů ve svazku. Toto zvýšení počtu elektronů (vyšší elektronová hustota elektronového svazku) dovolují zmenšit průměr primárního svazku, což vede ke zvýšení rozlišitelnosti mikroskopu.

Dalším parametrem je urychlovací napětí [62]. Lepší rozlišení dostaneme volbou nižšího urychlovacího napětí. Při zvyšujícím se urychlovacím napětím roste velikost interakčního objemu při daném atomovém čísle zkoumaného materiálu. Pokud je urychlovací

napětí konstantní, pak se interakční objem zvětšuje s klesajícím atomovým číslem materiálu. Z toho plyne, že rozlišovací schopnost mikroskopu je závislá i na materiálu vzorku [42, 62].

Úhel sklonu vzorku neovlivňuje celkové rozlišení metody, avšak je třeba zdůraznit, že způsobuje rozdílnost v rozlišení v osách x a y vzorku, které lze definovat takto: osa x je rovnoběžná s osou náklonu a osa y je na tuto osu kolmá, přičemž tyto osy leží v povrchové rovině vzorku. Nejvýhodnější a nejčastěji používaný úhel náklonu je 70° , který je kompromisem mezi výtěžností BSE a kontrastem difrakčních linií [42].

5.4 Velikost zrna

Schopnost přesně definovat charakter hranice představuje významnou výhodu ve srovnání s technikou světelné mikroskopie a REM, kde je detekce hranice funkcí postupu přípravy vzorku a kde jsou zobrazeny všechny detekovatelné hranice. Velikost zrna měřená pomocí EBSD u vzorku se slabou texturou je obvykle podobná velikosti zrna získané metodou optické mikroskopie nebo REM. U vzorků se silnou krystalografickou texturou bylo zjištěno, že velikost zrna určená EBSD je větší než velikost zjištěná pomocí REM. Důvodem tohoto rozdílu je, že při určování velikosti zrna pomocí REM jsou brány v úvahu všechny detekovatelné hranice, kdežto EBSD měří pouze hranice definované jako velkoúhlové (např. $> 15^\circ$). Pokud je metoda EBSD nastavena tak, aby zahrnuje všechny hranice, potom se velikost zrna stává podobnou velikosti zrna měřené pomocí REM. Při vhodném použití definice velkoúhlové hranice poskytuje EBSD přesnější údaje než konvenční metody (světelná mikroskopie, REM), u kterých jsou započítané hranice závislé na použité technice. Metoda EBSD detekuje jak velkoúhlové hranice (HAB) nebo také velkoúhlové + malouhlové hranice (HAB + LAB) a je potřeba zvolit, které kritérium je vhodnější [63].

Pokud je velikost zrn a subzrn určována z mapy zrn, potom by se měla vzít v úvahu velikost pixelu δ ve vztahu k velikosti zrna. Největší přesnost je získána, když je δ malé. Se zvyšováním δ roste chybné stanovení velikosti zrna a průsečíků zrn a naměřená velikost zrna bude větší než skutečná.

Každý bod vzorku, ze kterého jsou při EBSD analýze získávány difrakční stopy nemusí tyto stopy produkovat, protože kvalita těchto stop je špatná, eventuálně obslužný software není schopen rozlišovat mezi překrývajícími se difrakčními stopami získanými z hranice zrna, subzrna nebo fáze. Toto může způsobit nepřesnost, jestliže množství neindexovaných bodů je takové, aby způsobilo, že zrna je chybně vymezeno. Nepřesnosti při stanovení velikosti zrna nastávají, když se velikost zrna přibližuje limitní rozlišitelnosti a když dezorientace subzrna se přibližuje úhlové přesnosti metody EBSD [42].

5.5 Využití EBSD

EBSD může poskytovat přesnější měření velikosti zrn a subzrn než konvenční zobrazovací metody, často ve srovnatelném čase. Informace dosažitelné pomocí EBSD, kterých použitím konvenční mikroskopie nedosáhneme, dává kvantitativní metalografii větší rozsah.

Použití EBSD umožňuje charakterizovat vztah mezi velikostí a tvarem zrn a subzrn a může určit jejich krystalografickou orientaci nebo texturu. S texturou souvisí mechanické a fyzikální vlastnosti materiálu, proto je velký zájem o kontrolu jejího vývoje v průběhu zpracování materiálu.

Jedny z nejdůležitějších parametrů, které můžeme pomocí EBSD určit, souvisí s povahou hranic zrn. Hranice je charakterizovaná pěti stupni volnosti, tři z nich souvisí

s orientací materiálu v každém místě hranice zrna a další dva stupně volnosti definují sklon roviny hranice zrna. EBSD data mohou být zpracována tak, aby zobrazovala charakter hranic. Dezorientace hranic zrn, kterou můžeme pomocí EBSD snadno změřit, umožňuje rozlišení typů hranic zrn; můžeme také identifikovat koincidenční mříž. Parametry jako je střední hodnota dezorientace hranic a podíl velkoúhlových hranic mohou být důležité pro zjištění vlastností materiálu. Nezanedbatelnou výhodou metody EBSD je rychlé měření výše uvedených parametrů ve srovnání s technikou TEM.

Pomocí metody EBSD můžeme determinovat i energii akumulovanou v materiálu vzorku a také stupeň rekrytalizace [63].

6. CÍLE PRÁCE

Cílem diplomové práce je zjistit vliv únavového zatěžování s nenulovým středním napětím na křivku životnosti, cyklické plastické chování a velikost zrna ultrajemnozrné Cu připravené metodou ECAP.

7. EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL A ZAŘÍZENÍ

7.1 Materiál a zkušební vzorky

Jako experimentální materiál byla použita Cu konvenční čistoty 99,9 % po ECAP procesu. Přesné chemické složení je uvedeno v tab. 2 a odpovídá all-Union State Standard 859-78. Byly vyrobeny válcové zkušební vzorky (viz obr. 44).

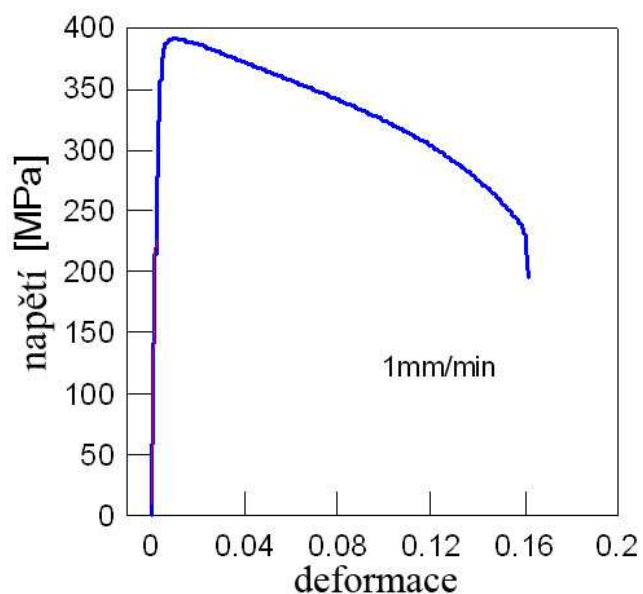
Tab. 2: Chemické složení Cu.

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



Obr. 44: Zkušební vzorky Cu.

Pro zjištění základních mechanických vlastností byla provedena tahová zkouška (obr. 45). Pevnost v tahu byla $R_m = 391$ MPa a smluvní mez kluzu $R_{p0,2} = 379$ MPa.



Obr. 45: Křivka napětí – deformace pro zkoumaný materiál.

7.2 Zkušební zařízení

Tahová zkouška byla provedena na zkušebním stroji ZWICK / ROELL Z050 (obr. 46).



Obr. 46: Zkušební stroj Zwick / Roell Z050.

K vlastním únavovým experimentům byly použity dva zkušební stroje pro únavové zkoušky: rezonanční únavový pulzátor AMSLER 2 HFP (20 kN, obr. 47) a servo-hydraulický pulzátor SHIMADZU EHF - F1 (10 kN, obr. 48).



Obr. 47: Rezonanční pulzátor Amsler HFP 5100.

Na servo-hydraulickém pulzátoru SHIMADZU byly prováděny únavové experimenty, u nichž byla zaznamenávána jednosměrná deformace z posunu hysterezních smyček, které byly snímány pomocí „clip-on“ extenzometru. Signál byl veden přes osciloskop a hysterezi smyčky registrovány na X-Y zapisovači.



Obr. 48: Servo-hydraulický pulzátor Shimadzu EHF – F1.

Ke zkoumání stability mikrostruktury byl použit rastrovací elektronový mikroskop („REM“) PHILIPS XL30 (obr. 49) s EBSD detektorem (obr. 50).



Obr. 49: Rastrovací elektronový mikroskop s EBSD detektorem.



Obr. 50: Detail EBSD detektoru.

8. VÝSLEDKY

1. Byly provedeny únavové zkoušky na vzorcích zatížených středním napětím $\sigma_m = 200$ MPa s aplikací různých amplitud napětí.
2. Zjišťována byla životnost a cyklické plastické chování zkušebních vzorků Cu pro různé amplitudy napětí.
3. V tab. 3 jsou uvedena získaná data pro všechny vyšetřované amplitudy.

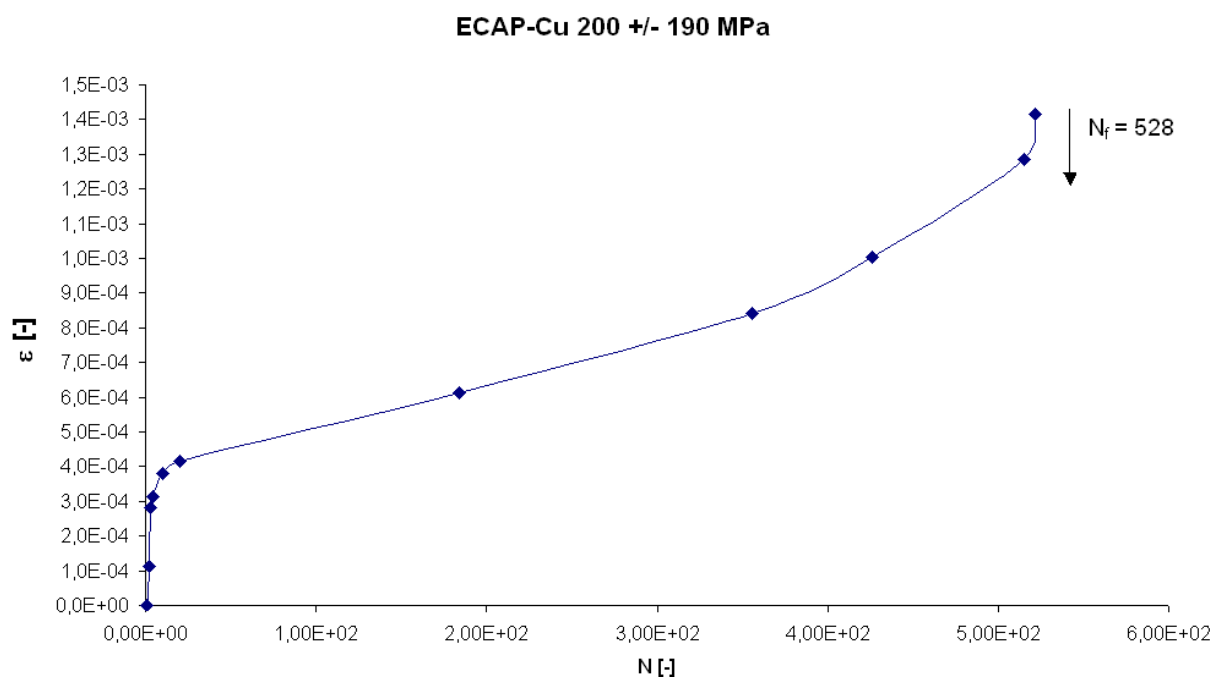
Tab. 3: Naměřená data.

$\sigma_m = \text{konst.} = 200 \text{ MPa}$							
zařízení	Amsler	Amsler	Amsler	Amsler	Amsler	Shimadzu	Amsler
σ_a	120		130	140		150	
N	$23,974 \times 10^6$	$38,569 \times 10^6$	$6,516 \times 10^6$	$12,356 \times 10^6$	$6,566 \times 10^6$	312 932	$10,139 \times 10^6$
$\dot{\epsilon}$						$1,05 \times 10^{-9}$	
Pozn.	Nezlomen	Nezlomen		Nezlomen			

$\sigma_m = \text{konst.} = 200 \text{ MPa}$						
zařízení	Shimadzu	Shimadzu	Shimadzu	Shimadzu	Shimadzu	Shimadzu
σ_a	160		170		180	190
N	467 879	$3,025 \times 10^6$	332 895	344 104	223 149	528
$\dot{\epsilon}$	$5,25 \times 10^{-10}$		$1,69 \times 10^{-9}$	$4,08 \times 10^{-10}$	$6,27 \times 10^{-10}$	$1,27 \times 10^{-6}$
Pozn.	Lom pod břitem snímače	Bez snímače	Lom pod břitem snímače		Lom pod břitem snímače	

8.1 Měření cyklické plastické odezvy

Na obr. 51 je uvedena cyklická creepová křivka pro zatížení s amplitudou napětí 190 MPa, která zobrazuje závislost deformace na počtu cyklů. Lom nastal po 528 zátěžných cyklech.

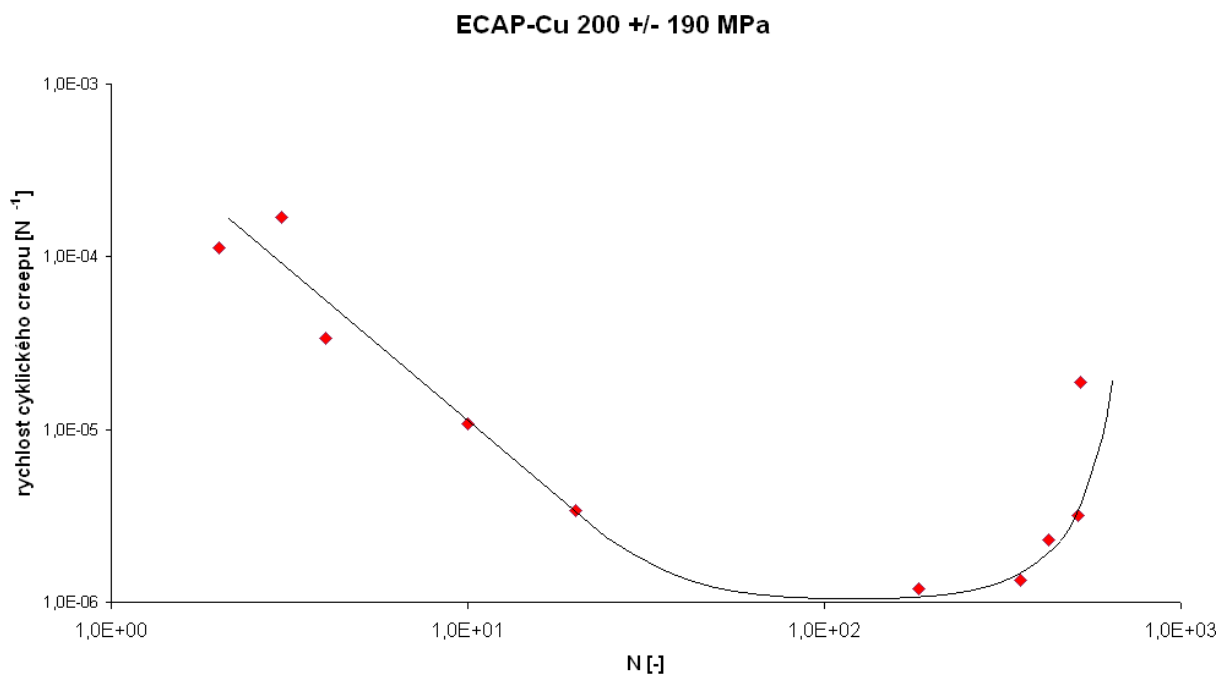


Obr. 51: Cyklická creepová křivka pro napětí 200 +/- 190 MPa.

Cyklická creepová křivka obsahuje klasická tři stádia (oblasti) tečení:

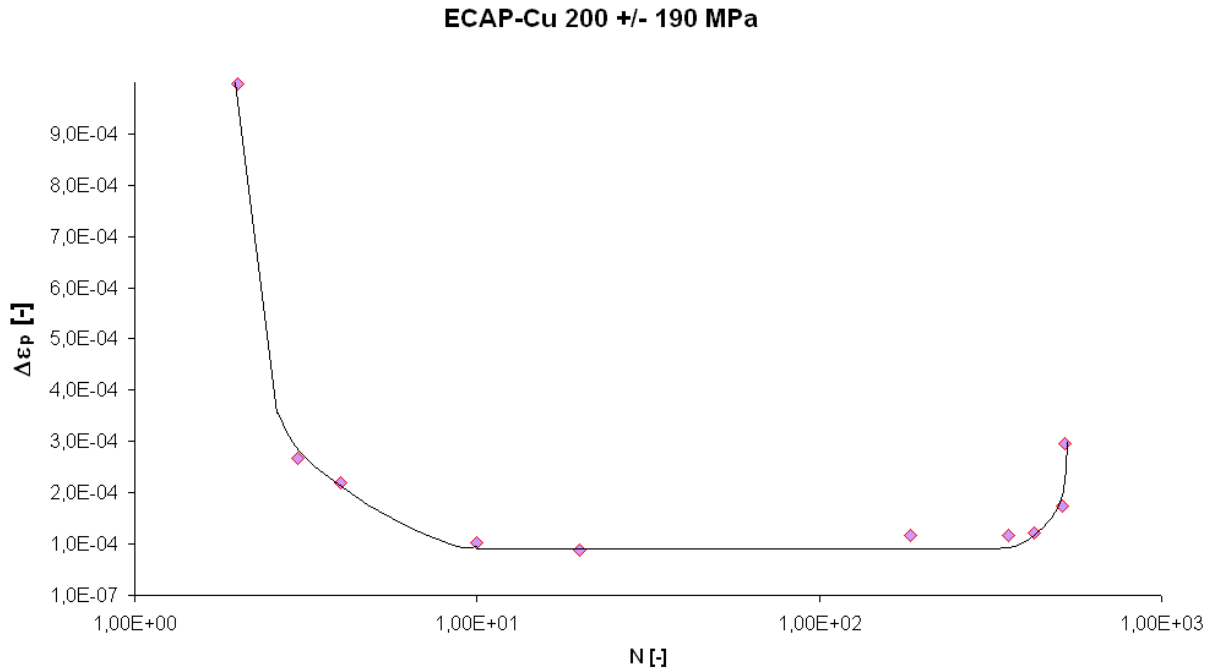
1. Primární (přechodové) stádium: Významně se mění elastická i plastická deformace, rychlost creepové deformace klesá vlivem nárůstu deformačního zpevnění.
2. Sekundární (ustálené) stádium: Tato oblast charakterizuje creepovou křivku po převážnou část životnosti. Rychlost creepové deformace dosahuje minimální hodnoty a zůstává konstantní (rovnováha mezi deformačním zpevněním a zotavovacími procesy).
3. Terciální (nestabilní) stádium: Dochází k významné redukci průřezu zkušebního vzorku, což vede ke zvýšení skutečného napětí, zvýšení rychlosti creepové deformace a následně k lomu.

Obr. 52 ukazuje závislost rychlosti cyklického creepu na počtech cyklů. Rychlost tečení s rostoucím počtem cyklů klesá až je dosaženo minimální hodnoty $\dot{\epsilon} = 1,27 \times 10^{-6} \text{ N}^{-1}$. Ke konci životnosti dochází ke zvýšení rychlosti tečení.



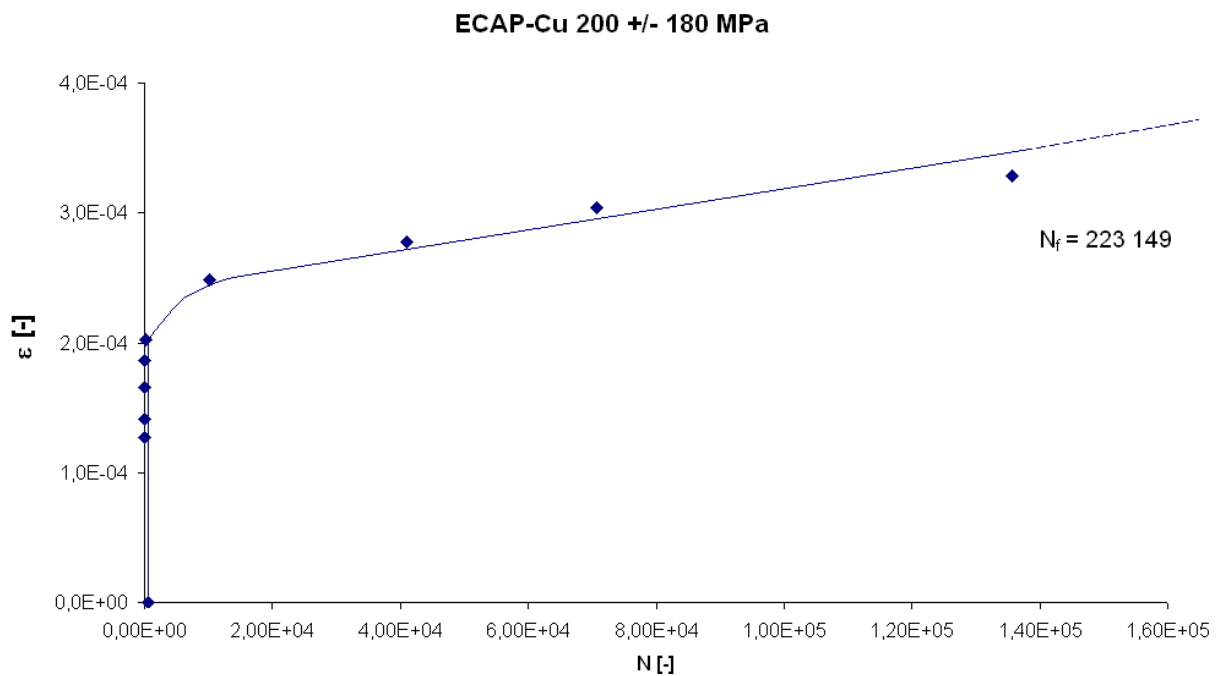
Obr. 52: Křivka rychlosti cyklického creepu.

Závislost rozkmitu amplitudy plastické deformace na počtech cyklů je uvedena na obr. 53. V prvním cyklu vykazovala hysterezní smyčka značnou šířku, která se v důsledku cyklického zatěžování zmenšovala – docházelo k cyklickému zpevnění. Po převážnou část životnosti se rozkmit amplitudy plastické deformace pohyboval okolo hodnoty 1×10^{-4} .



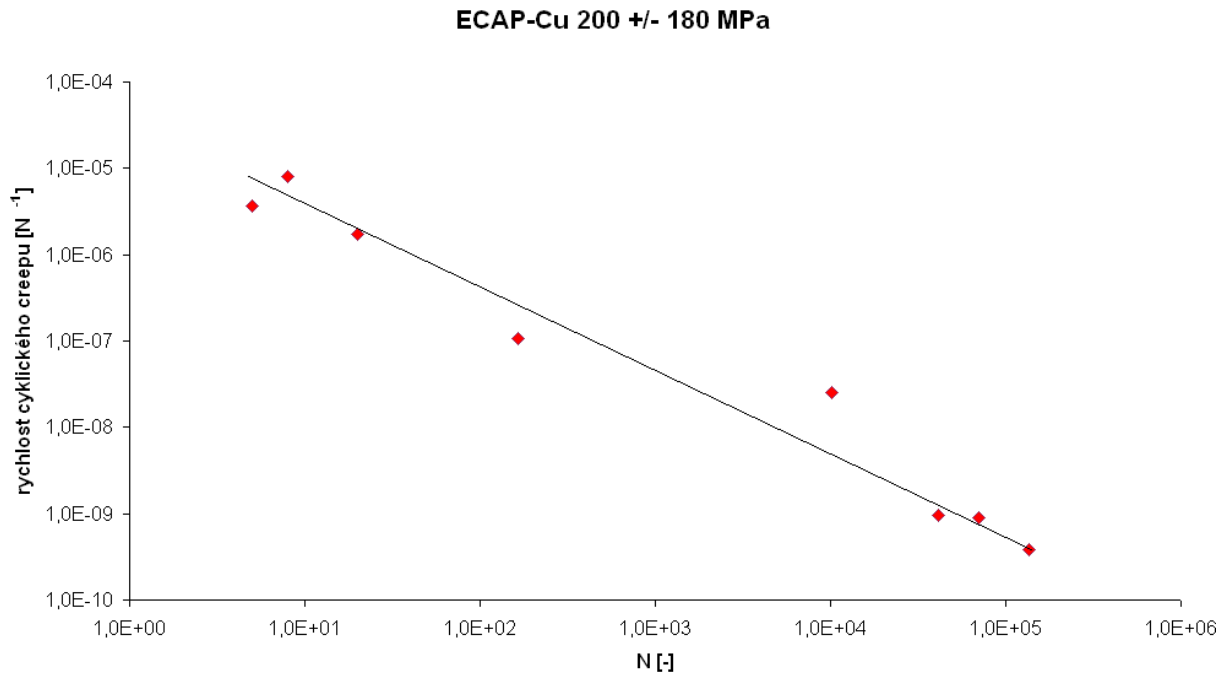
Obr. 53: Velikost plastické deformace v závislosti na počtu cyklů.

Cyklická creepová křivka pro experiment s amplitudou napětí 180 MPa je uvedena na obr. 54. U tohoto vzorku došlo k lomu po 223 149 cyklech. Je patrné primární a dlouhé sekundární stádium tečení, terciální stádium chybí z důvodu vzniku trhliny pod břitem snímače a rozšíření lomu.



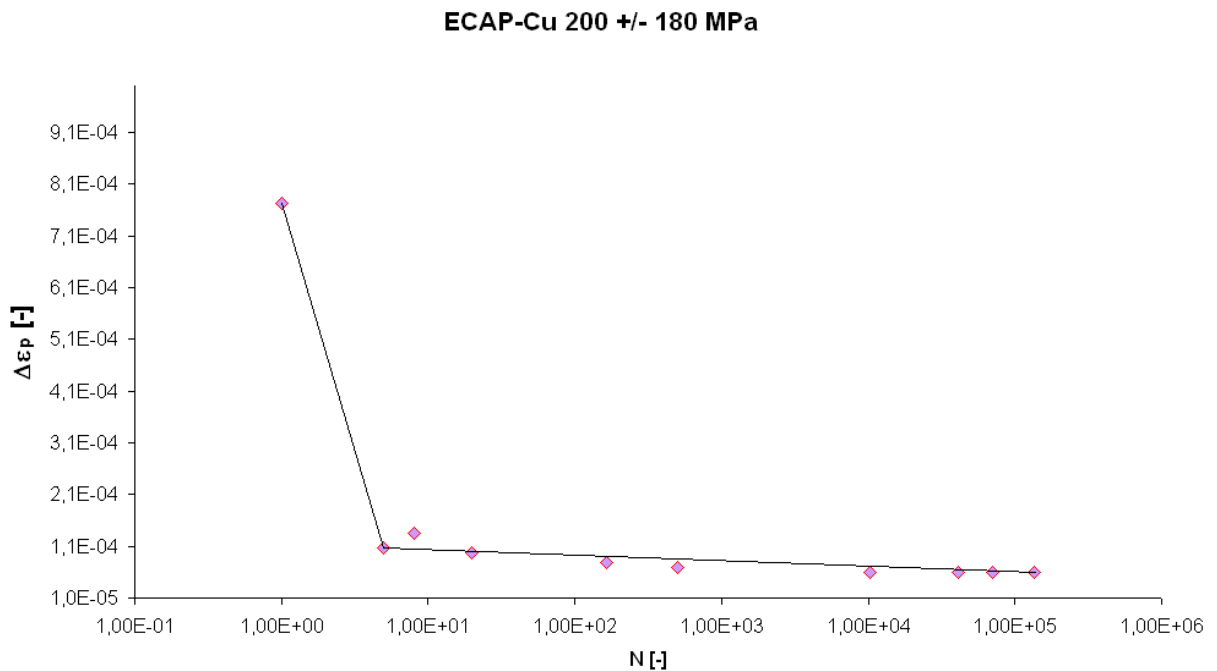
Obr. 54: Cyklická creepová křivka pro napětí 200 +/- 180 MPa.

Na obr.55 je zobrazena klesající tendence závislosti rychlosti cyklického creepu na počtu cyklů. Bylo dosaženo minimální rychlosti tečení $\dot{\epsilon} = 6,27 \times 10^{-10} \text{ N}^{-1}$.



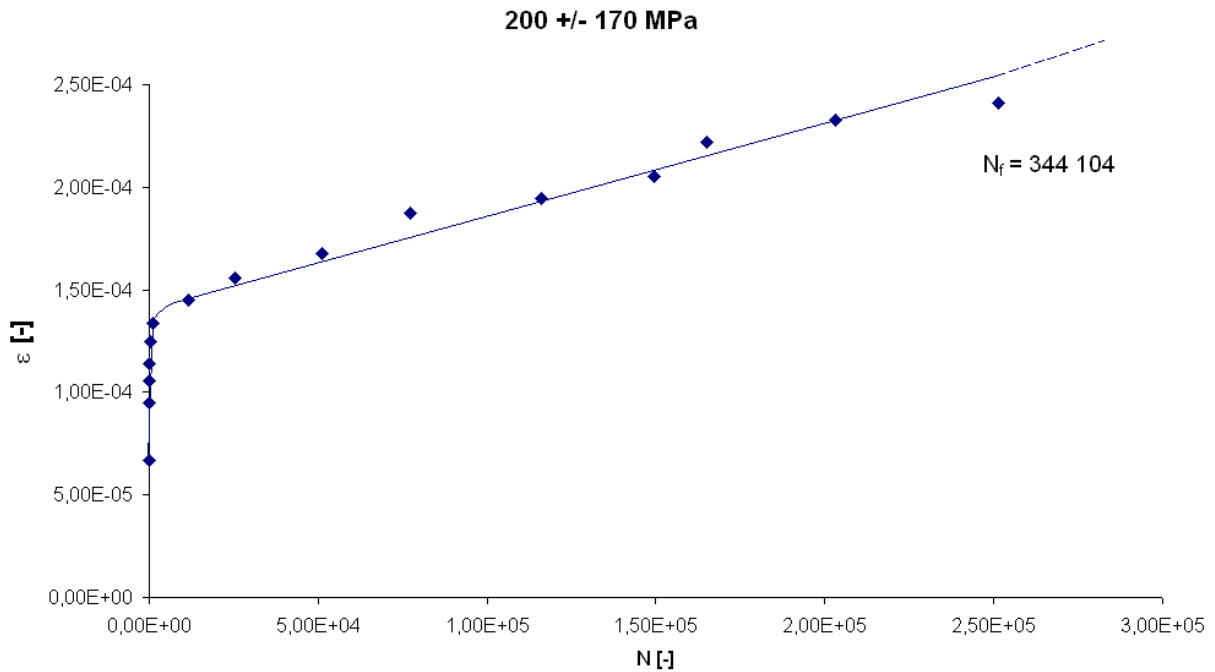
Obr. 55: Křivka rychlosti cyklického creepu.

U vzorku zatíženého amplitudou napětí 180 MPa došlo k postupnému zpevnění materiálu, jak ukazuje klesající charakter křivky na obr. 56. V prvním cyklu vykazovala hysterezní smyčka velkou plastickou odezvu, která se v dalších cyklech výrazně zmenšila. Ke konci životnosti se rozkmit plastické deformace ustálil na hodnotě $5,84 \times 10^{-5}$.



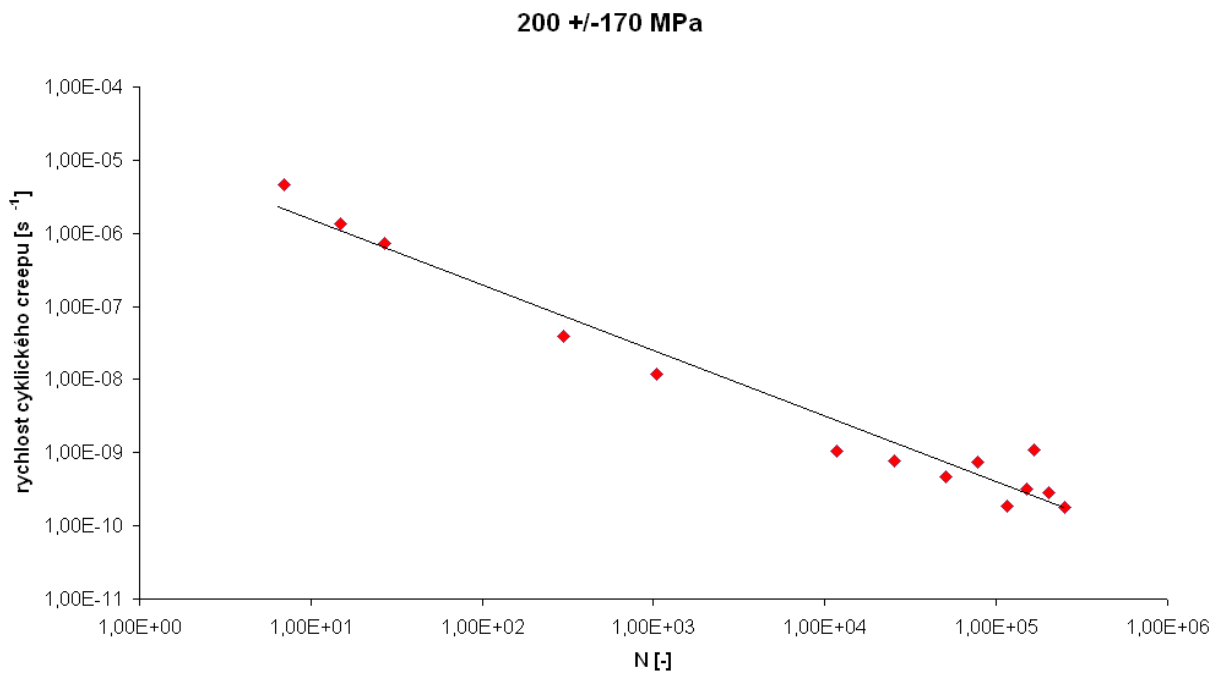
Obr. 56: Velikost plastické deformace v závislosti na počtu cyklů.

Pro vzorek zatěžovaný amplitudou napětí 170 MPa je znázorněna cyklická creepová křivka na obr. 57. Opět je patrné jen primární a po převážnou část životnosti sekundární stádium tečení. Lom nastal po 344 104 cyklech pod břitem snímače, což má za následek chybějící terciální stádium na cyklické creepové křivce.



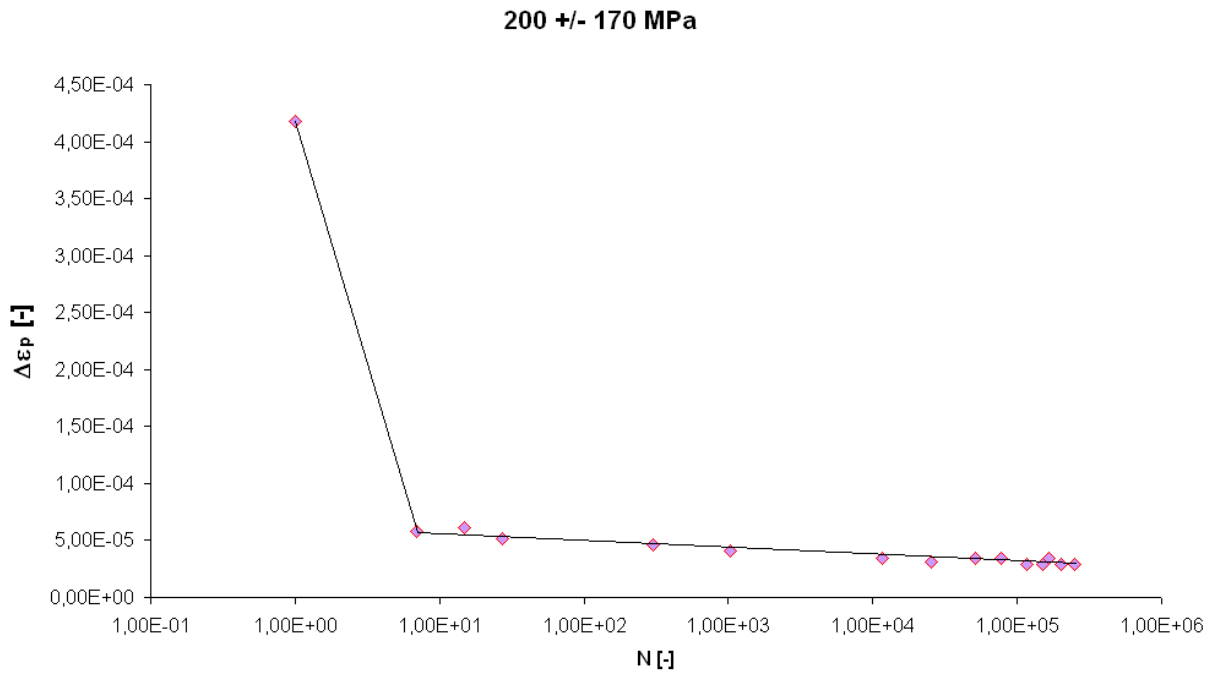
Obr. 57: Cyklická creepová křivka pro napětí 200 +/- 170 MPa.

Rychlost cyklického creepu se vzrůstajícím počtem cyklů klesala (viz obr. 58). Minimální dosažená rychlost tečení byla $\dot{\epsilon} = 4,08 \times 10^{-10} \text{ N}^{-1}$.



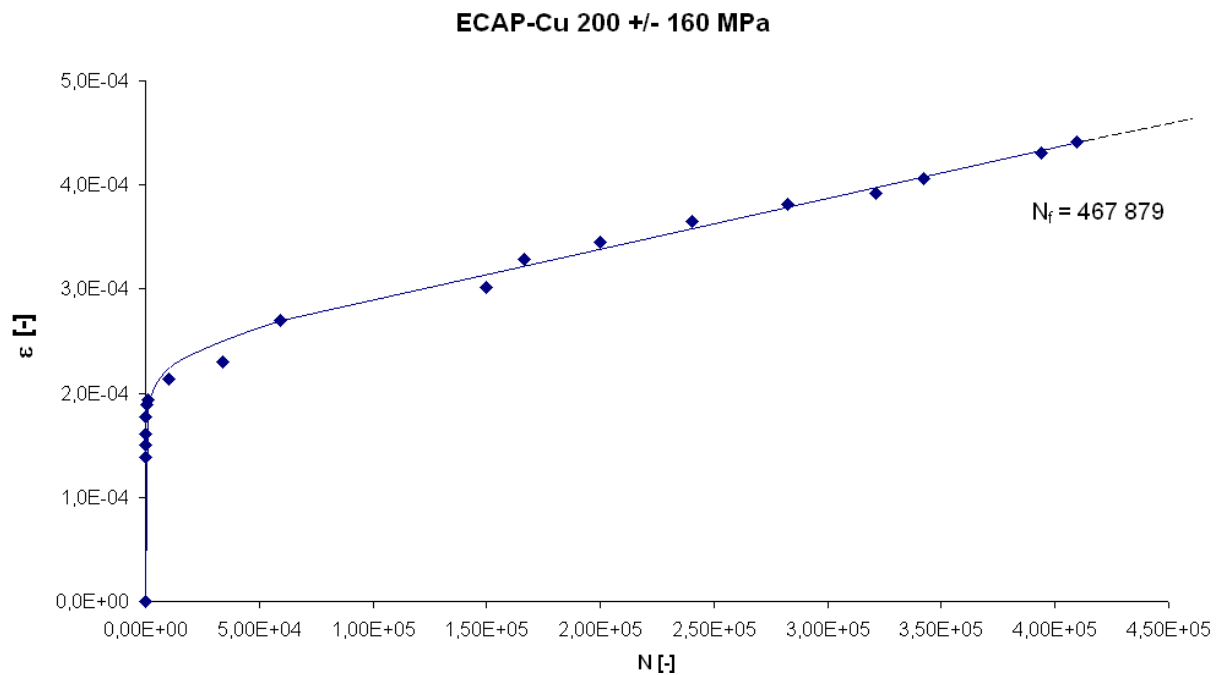
Obr. 58: Křivka rychlosti cyklického creepu.

Velikost rozkmitu plastické deformace, jak je zřejmé z obr. 59, prudce klesla po prvním zatěžovacím cyklu a poté došlo k jejímu postupnému ustálení na hodnotu $2,92 \times 10^{-5}$. Materiál opět zpevňoval.



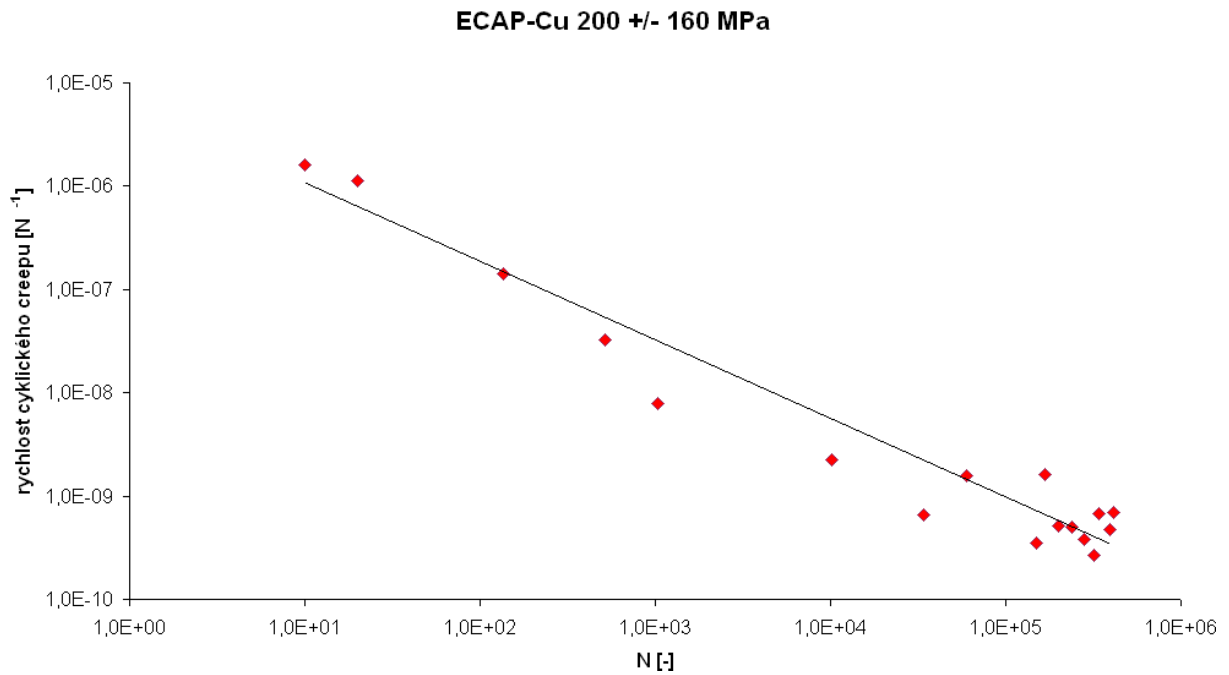
Obr. 59: Velikost plastické deformace v závislosti na počtu cyklů.

Pro amplitudu napětí 160 MPa je cyklická creepová křivka obsahující primární a sekundární stádium tečení na obr. 60. Z důvodu lomu pod břitem snímače měl vzorek životnost 467 879 cyklů a na křivce chybí terciální stádium.



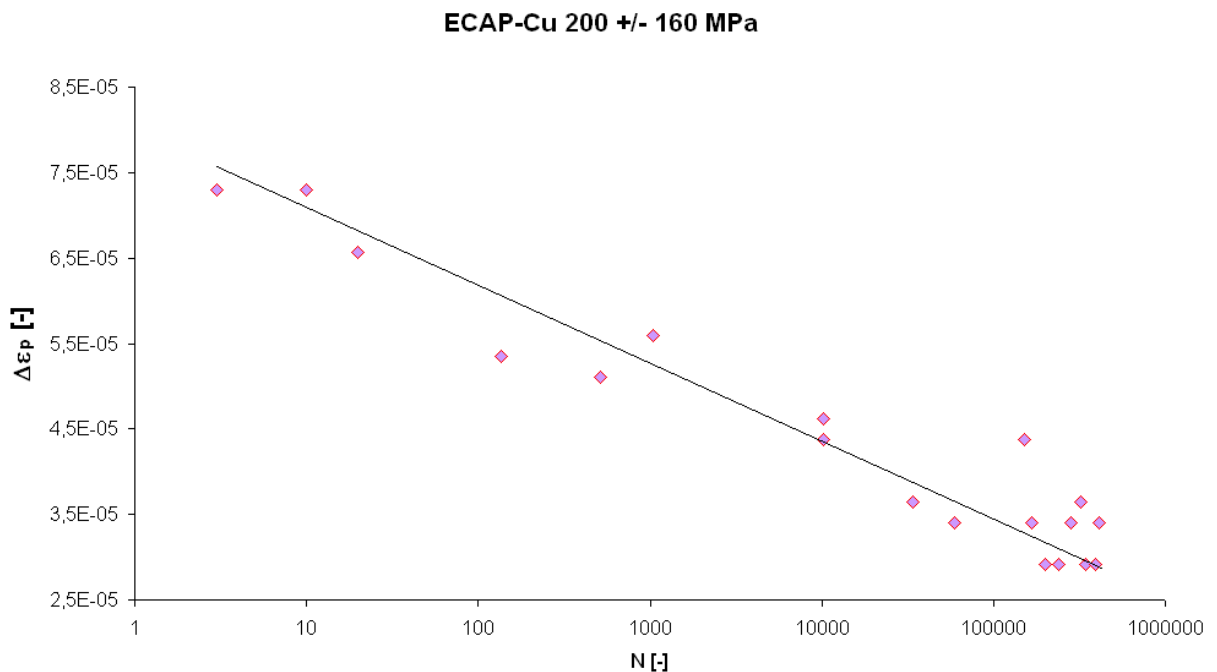
Obr. 60: Cyklická creepová křivka pro napětí 200 +/- 160 MPa.

Závislost rychlosti cyklického creepu na počtu cyklů má klesající tendenci (obr. 61) a dosahuje minimální rychlosti tečení $\dot{\epsilon} = 5,25 \times 10^{-10} \text{ N}^{-1}$.



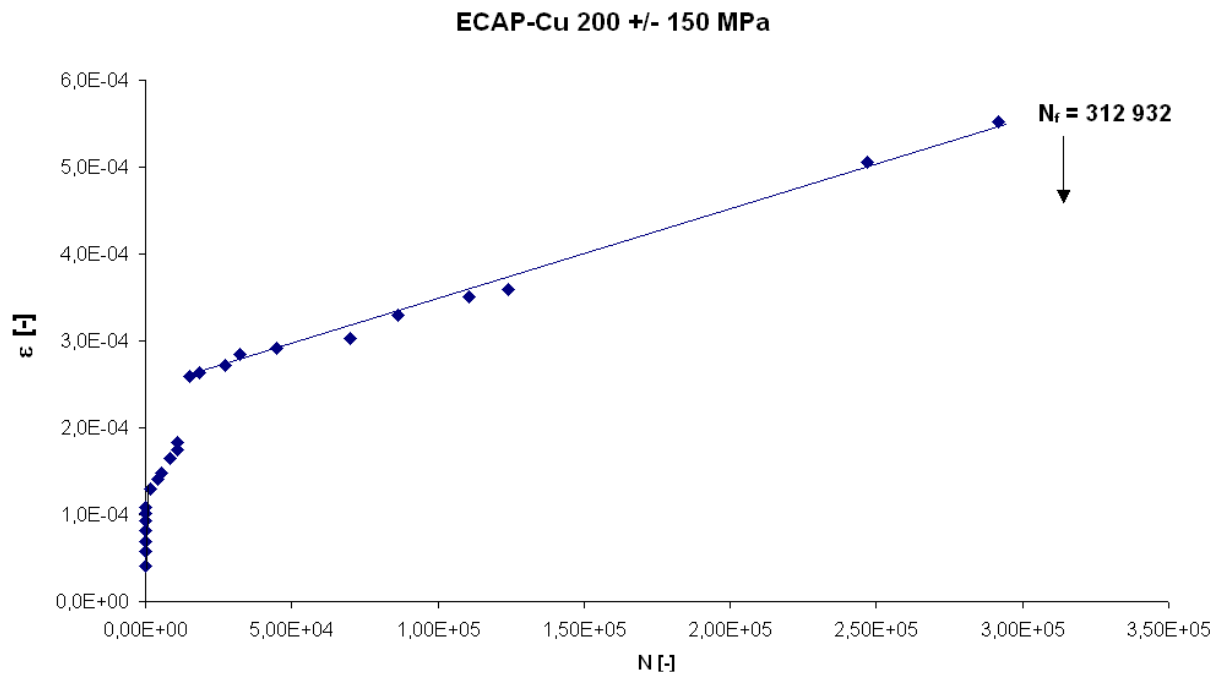
Obr. 61: Křivka rychlosti cyklického creepu.

U zkušební vzorku zatíženého amplitudou napětí 160 MPa také došlo k cyklickému zpevnění materiálu, jak je zřejmé z obr. 62. Minimální dosažená hodnota rozkmitu plastické deformace byla $2,92 \times 10^{-5}$.



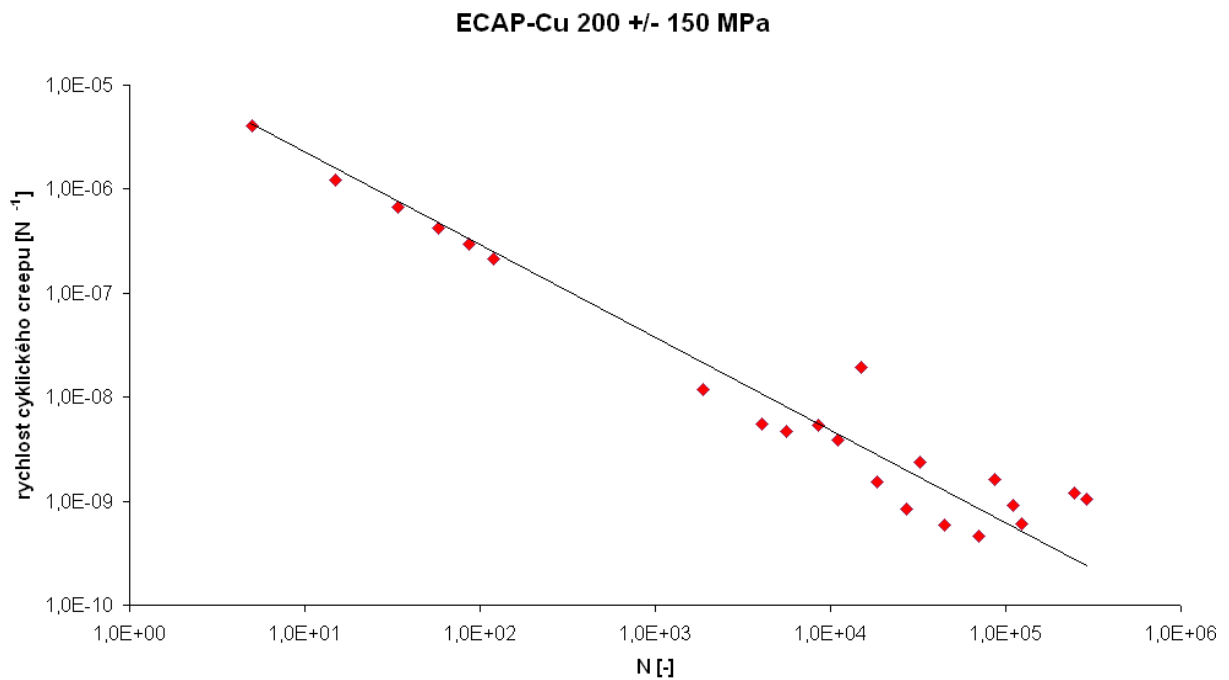
Obr. 62: Velikost plastické deformace v závislosti na počtu cyklů.

Obr. 63 zobrazuje křivku cyklického creepu pro zatížení amplitudou 150 MPa, který byl porušen po 312 932 cyklech. Na křivce je vidět primární a dlouhé sekundární stádium tečení.



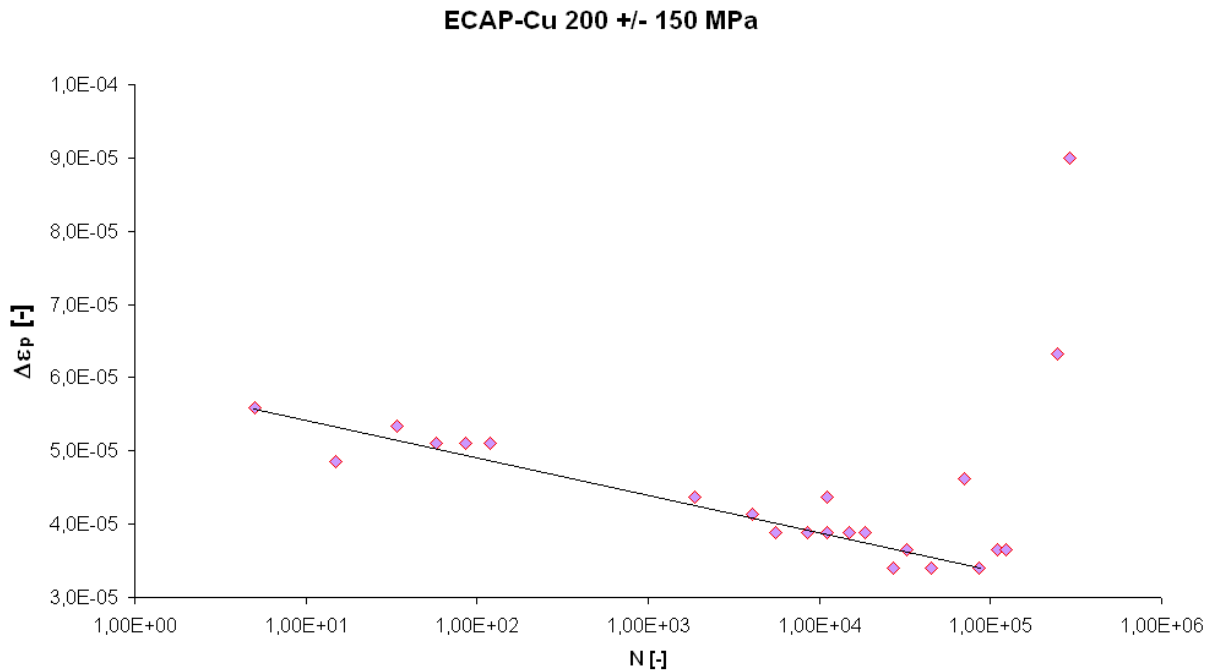
Obr. 63: Cyklická creepová křivka pro napětí 200 +/- 150 MPa.

Rychlost cyklického creepu opět klesla s počtem cyklů (obr. 64), přičemž minimální rychlost tečení byla $\dot{\epsilon} = 1,05 \times 10^{-9} \text{ N}^{-1}$.



Obr. 64: Křivka rychlosti cyklického creepu.

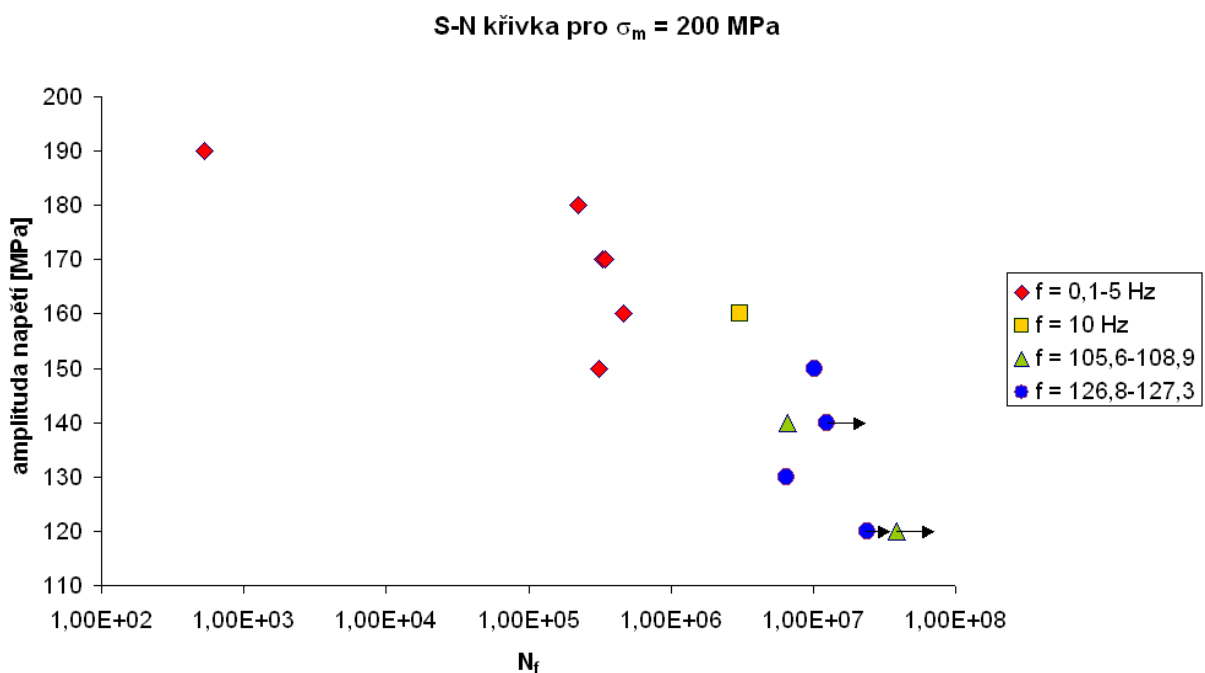
U vzorku zatíženého amplitudou napětí 150 MPa má křivka na obr. 65 klesající tendenci – došlo k cyklickému zpevnění. Křivka se dočasně ustálila na hodnotě rozkmitu plastické deformace $3,40 \times 10^{-5}$, ke konci životnosti však tato závislost prudce roste – materiál změkčuje.



Obr. 65: Velikost plastické deformace v závislosti na počtu cyklů.

8.2 S-N křivka únavové životnosti

S-N křivka pro zatížení se středním napětím $\sigma_m = 200$ MPa je uvedena na obr.66. Z obrázku je zřejmé, že zatěžování s nižší amplitudou napětí vede k vyšší životnosti.



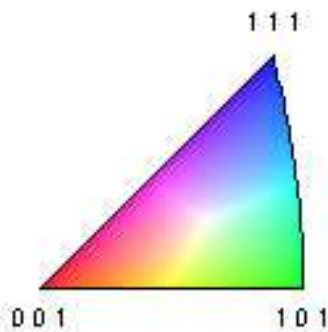
Obr. 66: S-N křivka pro zatížení se středním napětím 200 MPa.

8.3 Vliv únavového zatěžování na mikrostrukturu

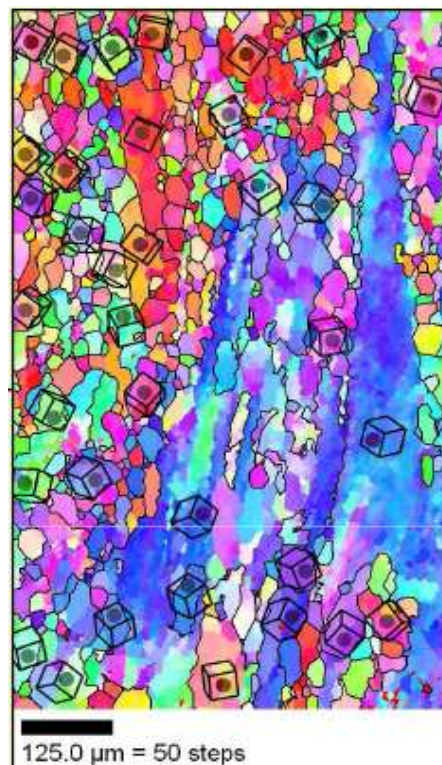
Stabilita mikrostruktury při cyklickém zatěžování byla zkoumána pomocí EBSD techniky. Na obr. 69 - 74 jsou zobrazeny mapy „IPF“ („inverse pole figure“ = mapy krystalové orientace) pro podélný (L) a příčný (T) řez zkušební vzorkem. K orientaci v těchto mapách slouží základní stereografický trojúhelník zobrazený na obr. 67. Podle něj a zbarvení zrn na mapě „IPF“ můžeme vyhodnotit, jak jsou zobrazená zrna orientovaná vzhledem k souřadnému systému vzorku (viz obr. 68).

Na obr. 69 je zobrazena mikrostruktura vzorku před únavovým zatěžováním v podélném řezu vzhledem k ose zkušebního tělesa. Zrna jsou orientovaná ve směru poslední smykové roviny při ECAP procesu. Pro zjištění stavu mikrostruktury a velikosti zrna ve zvoleném místě vzorku po únavové expozici byly vybrány vzorky zatěžované amplitudou napětí 160 MPa a 190 MPa. Na obr. 70 a 71 jsou uvedeny IPF mapy výše uvedených experimentů. Opět je patrná orientace zrn do směru poslední smykové roviny ECAPu, rozdílné natočení u obr. 70 a 71 je způsobeno pouze zvolením opačné části řezu vzorku.

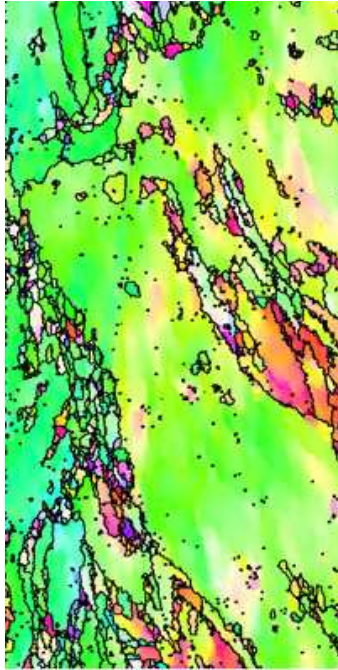
Mikrostruktura pro vzorek ve stavu po ECAP - příčný řez je na obr. 72. Na obr. 73 a 74 jsou uvedeny opět mikrostruktury vzorků v příčném řezu zatížených amplitudou napětí 160 MPa (obr. 73) a 190 MPa (obr. 74).



Obr. 67: Základní stereografický trojúhelník.

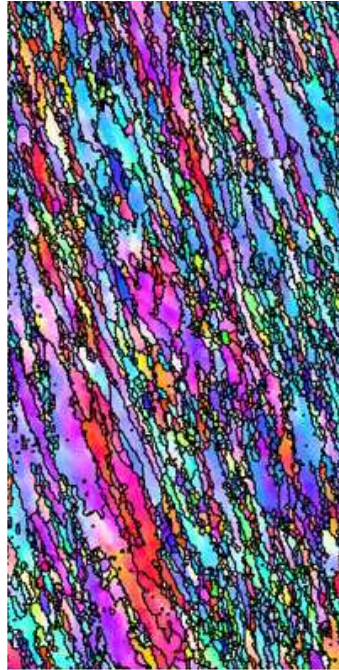


Obr. 68: Mapa „IPF“ – schématické zobrazení krystalové orientace [62].



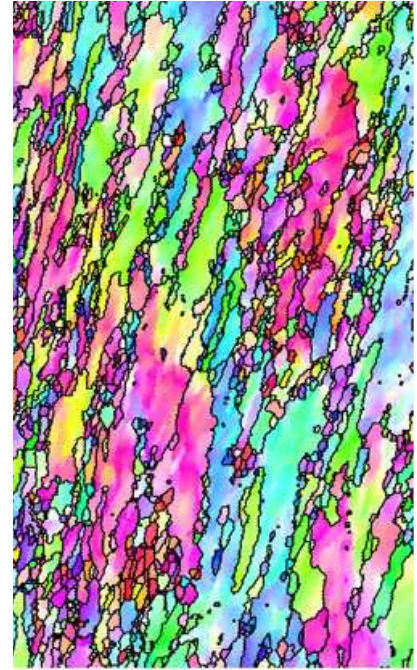
6.75 μm = 45 steps

Obr. 69: Mikrostruktura po ECAP procesu před únavovým namáháním – L-řez.



6.75 μm = 45 steps

Obr. 70: Mikrostruktura po zatěžování amplitudou 160 MPa – L-řez.



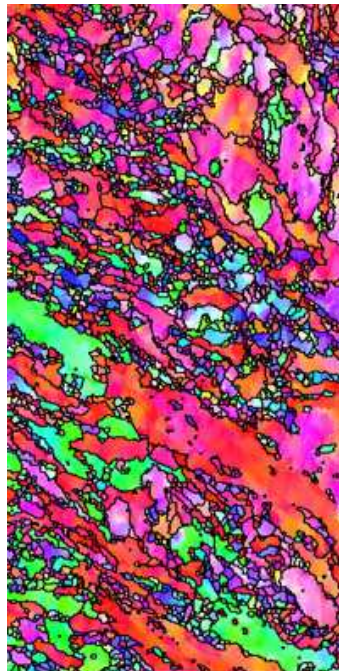
7.50 μm = 50 steps

Obr. 71: Mikrostruktura po zatěžování amplitudou 190 MPa – L-řez.



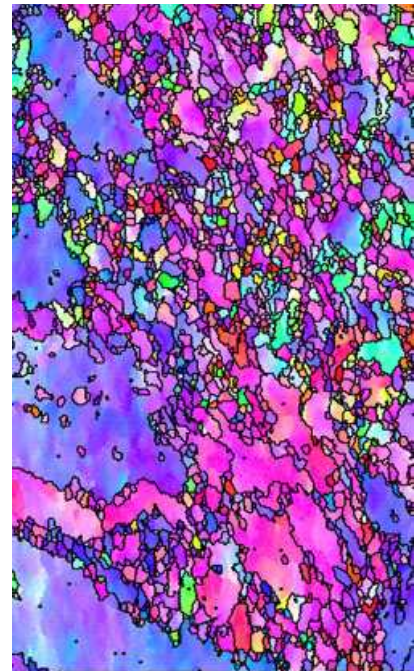
6.75 μm = 45 steps

Obr. 72: Mikrostruktura po ECAP procesu před únavovým namáháním – T-řez.



6.75 μm = 45 steps

Obr. 73: Mikrostruktura po zatěžování amplitudou 160 MPa – T-řez.



7.50 μm = 50 steps

Obr. 74: Mikrostruktura po zatěžování amplitudou 190 MPa – T-řez.

Na obr. 75 – 77 a 81 - 83 jsou zobrazeny mapy „IQ“ („image quality“ = kvalita difrakčních stop) pro podélný resp. příčný řez vzorku. Čím je hodnota „IQ“ vyšší, tím je v materiálu menší hustota dislokací a difrakce je lepší (obrázek je světlejší). Naopak nízká hodnota „IQ“ znamená horší difrakci (obrázek je tmavší) a hustota dislokací v materiálu je vyšší. Velká hustota dislokací je typická např. na hranicích zrn.

Pro vzorky vytvořené podélným řezem (L-řez) zkušebního tělesa má nejlepší difrakci vzorek po únavovém zatěžování amplitudou napětí 190 MPa (IQ: [33–143]), o něco horší vzorek po zatěžování amplitudou 160 MPa (IQ: [31–136]) a nejhorší difrakci vykazoval vzorek po ECAP procesu (IQ: [26–81]).

U vzorků v příčném řezu (T-řez) je difrakce přibližně stejná u všech tří případů, ale je vidět mírný vliv velikosti amplitudy únavového zatěžování. Vzorek po ECAP má úroveň šedi v rozsahu [35 – 140], pro vzorek po zatěžování amplitudou napětí 160 MPa je tento rozsah [30 – 130] a vzorek po zatěžování amplitudou 190 MPa [24 – 130].

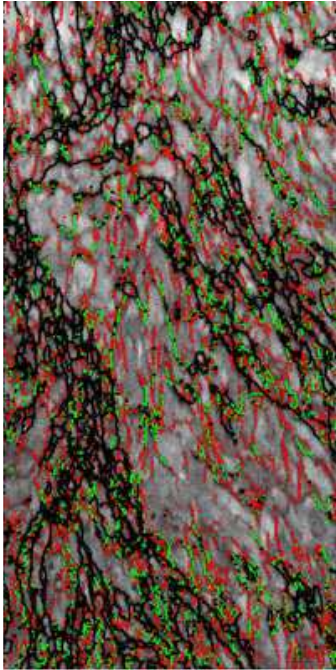
V mapách „IQ“ jsou červenou barvou označeny malouhlové hranice s úhlem orientace 1° až 5° , zelenou od 5° do 10° a velkouhlové hranice 10° - 65° mají barvu černou.

Po ECAP procesu a v podélném řezu (L), jak je vidět na obr. 75, bylo největší zastoupení (~ 49 %) velkouhlových hranic do 65° , ~ 35 % tvořily malouhlové hranice do 5° a zbylých ~ 16 % tvořily hranice s úhlem dezorientace 5° - 10° . Po únavovém zatěžování (obr. 76 a 77) se procentuální podíl pro jednotlivé rozsahy dezorientací měnil pouze minimálně. Největší podíl opět tvořily hranice s orientací zrn 10° až 65° a nejméně bylo hranic s úhlem orientace 5° až 10° .

Histogramy charakterizující plošný podíl velikosti zrn ve struktuře (pro L-řezy) jsou uvedeny na obr. 78 – 80. Ve všech případech (jak po ECAP tak i po únavové expozici) je nejvíce zastoupena velikost zrna $0,846 \mu\text{m}$, jednotlivé vzorky se liší pouze v detailech, tj. vzorek po ECAP obsahoval 18,5 % zrn této velikosti, vzorek po zatěžování s amplitudou napětí 160 MPa 23 % a vzorek po zatěžování s amplitudou napětí 190 MPa 16,3 %. Statisticky určená průměrná velikost zrna bez uvážení plošného podílu zrn dané velikosti je u vzorku po ECAP $0,857 \mu\text{m}$, pro vzorek zatěžovaný amplitudou 160 MPa je tato hodnota $0,758 \mu\text{m}$ a pro vzorek zatěžovaný amplitudou 190 MPa je zmíněná průměrná hodnota $0,845 \mu\text{m}$.

Mapy „IQ“ pro řez kolmý (T) na osu zkušebního vzorku jsou zobrazeny na obr. 81 – 83. U vzorku před únavovým zatěžováním (obr. 81) jsou nejvíce zastoupeny, stejně jako v podélném řezu, velkouhlové hranice do 65° , které tvoří ~ 65 %, a nejmenší podíl (~ 16 %) tvoří hranice s úhlem orientace 5° až 10° . Malouhlové hranice do 5° tvoří zbylých ~ 19 %. U vzorků po únavové expozici (obr. 82 a 83) mírně vzrostl podíl hranic zrn s úhlem orientace do 5° i do 10° , zatímco menší pokles je zřetelný u orientace 10° až 65° .

Histogramy charakterizující plošný podíl velikosti zrn ve struktuře pro kolmé (T) řezy jsou uvedeny na obr. 84 – 86. Po ECAP procesu i po únavové expozici v obou uvedených příkladech je opět nejvíce zastoupena velikost zrna $0,846 \mu\text{m}$. Vzorek po ECAP obsahoval zrna této velikosti z 30 %, vzorek zatěžovaný amplitudou napětí 160 MPa obsahoval 23,8 % těchto zrn a vzorek po zatěžování s amplitudou napětí 190 MPa 29,4 %. Statisticky určená průměrná velikost zrna bez uvážení plošného podílu zrn dané velikosti je u ECAPovaného vzorku $0,689 \mu\text{m}$, u vzorku po zatěžování s amplitudou napětí 160 MPa $0,715 \mu\text{m}$ a pro vzorek zatěžovaný amplitudou napětí 190 MPa je tato hodnota $0,763 \mu\text{m}$.



6.75 μm = 45 steps

Obr. 75: Rozložení malouhlových a velkouhlových hranic Cu po ECAP procesu před únavovým namáháním – L-řez.

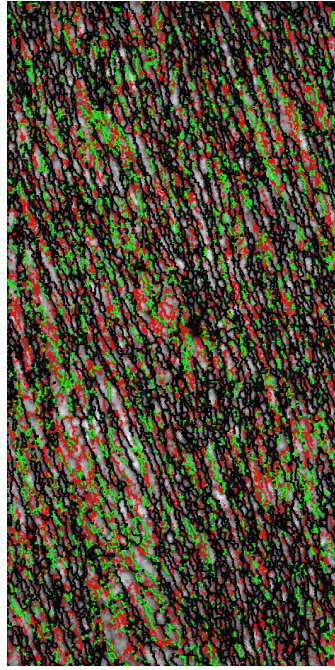
Gray Scale Map Type: Image Quality
25.692...80.658 (25.692...80.658)

Color Coded Map Type: <none>

Boundaries: Rotation Angle

	Min	Max	Fraction
—	1°	5°	0.353
—	5°	10°	0.161
—	10°	65°	0.486

*For statistics - any point pair with misorientation exceeding 2° is considered a boundary



6.75 μm = 45 steps

Obr. 76: Rozložení malouhlových a velkouhlových hranic Cu po zatěžování amplitudou 160 MPa – L-řez.

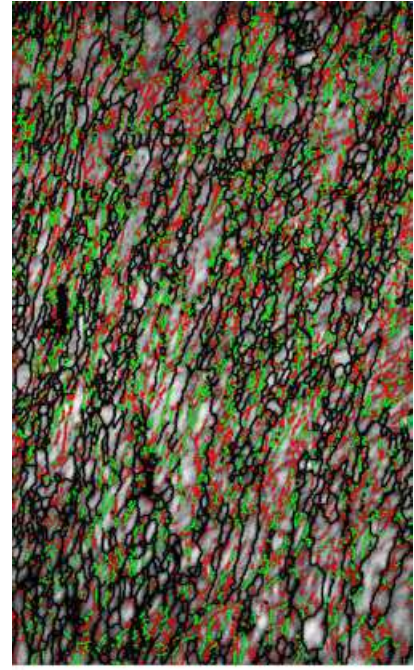
Gray Scale Map Type: Image Quality
31.329...136.169 (31.329...136.169)

Color Coded Map Type: <none>

Boundaries: Rotation Angle

	Min	Max	Fraction
—	1°	5°	0.230
—	5°	10°	0.160
—	10°	65°	0.610

*For statistics - any point pair with misorientation exceeding 2° is considered a boundary



7.50 μm = 50 steps

Obr. 77: Rozložení malouhlových a velkouhlových hranic Cu po zatěžování amplitudou 190 MPa – L-řez.

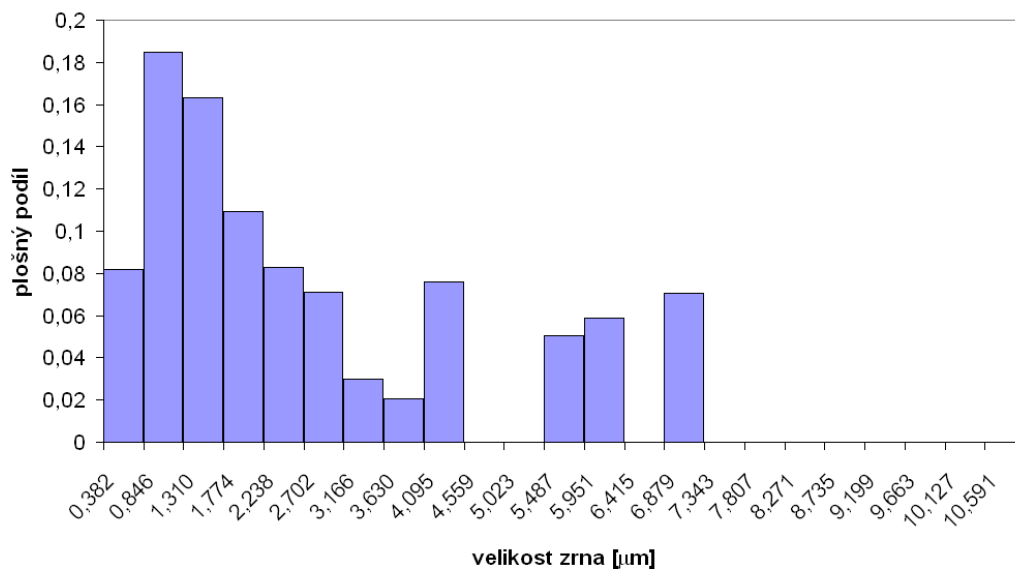
Gray Scale Map Type: Image Quality
32.526...143.018 (32.526...143.018)

Color Coded Map Type: <none>

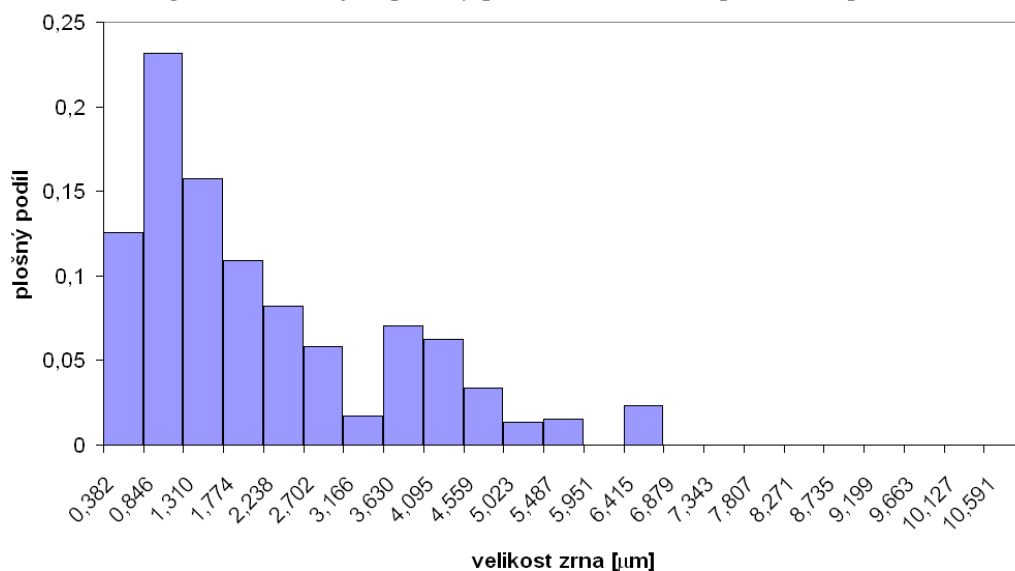
Boundaries: Rotation Angle

	Min	Max	Fraction
—	1°	5°	0.282
—	5°	10°	0.213
—	10°	65°	0.505

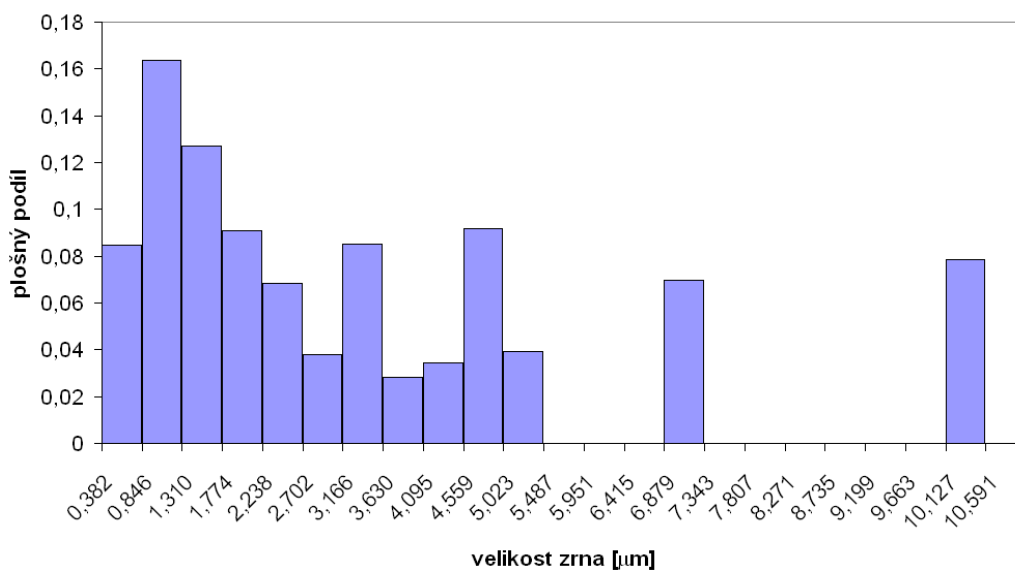
*For statistics - any point pair with misorientation exceeding 2° is considered a boundary



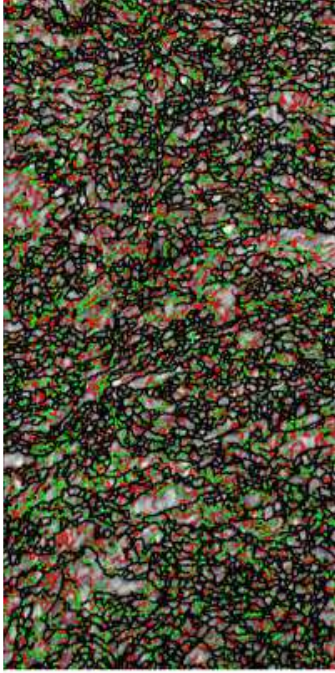
Obr. 78: Histogram zobrazující plošný podíl velikosti zrn po ECAP procesu – L-řez.



Obr. 79: Histogram zobrazující plošný podíl velikosti zrn po zatěžování $\sigma_a = 160 \text{ MPa}$ – L-řez.



Obr. 80: Histogram zobrazující plošný podíl velikosti zrn po zatěžování $\sigma_a = 190 \text{ MPa}$ – L-řez.



6.75 μm = 45 steps

Obr. 81: Rozložení malouhlových a velkouhlových hranic Cu po ECAP procesu před únavovým namáháním – T-řez.

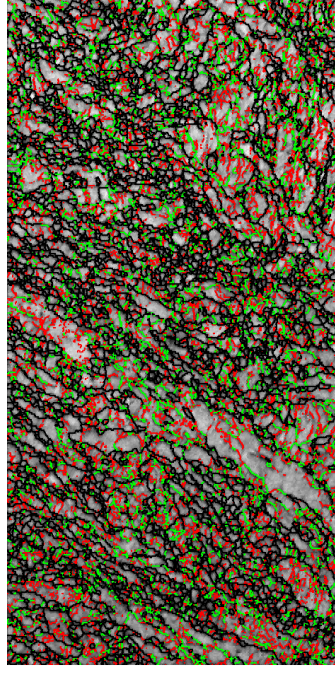
Gray Scale Map Type: Image Quality
35.474...139.523 (35.474...139.523)

Color Coded Map Type: <none>

Boundaries: Rotation Angle

	Min	Max	Fraction
—	1°	5°	0.191
—	5°	10°	0.156
—	10°	65°	0.653

*For statistics - any point pair with misorientation exceeding 2° is considered a boundary



6.75 μm = 45 steps

Obr. 82: Rozložení malouhlových a velkouhlových hranic Cu po zatěžování amplitudou 160 MPa – T-řez.

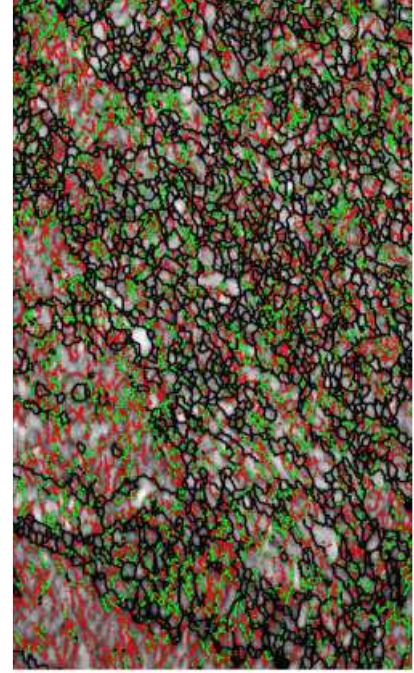
Gray Scale Map Type: Image Quality
30.385...130.415 (30.385...130.415)

Color Coded Map Type: <none>

Boundaries: Rotation Angle

	Min	Max	Fraction
—	1°	5°	0.276
—	5°	10°	0.195
—	10°	65°	0.529

*For statistics - any point pair with misorientation exceeding 2° is considered a boundary



7.50 μm = 50 steps

Obr. 83: Rozložení malouhlových a velkouhlových hranic Cu po zatěžování amplitudou 190 MPa – T-řez.

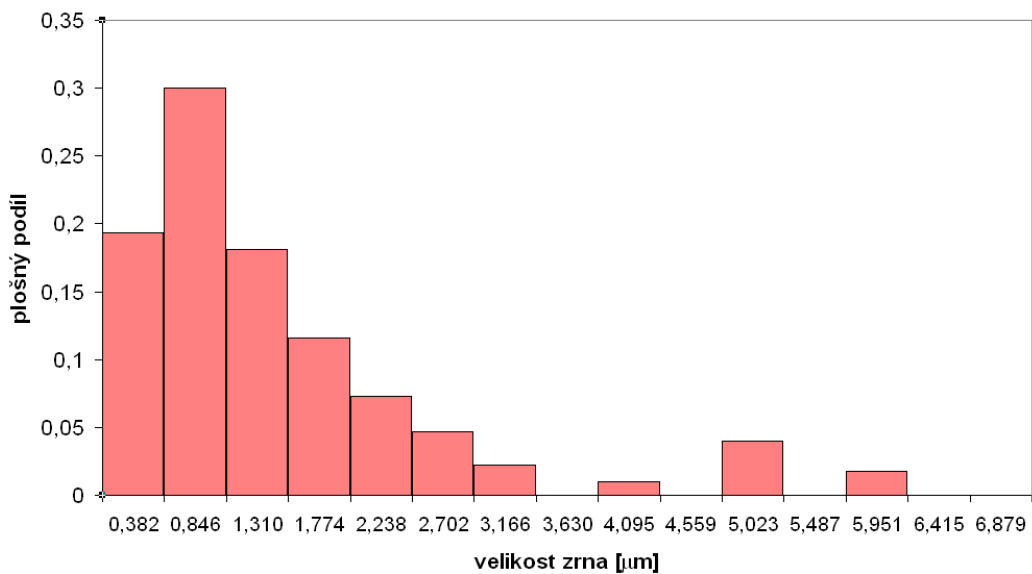
Gray Scale Map Type: Image Quality
23.775...130.809 (23.775...130.809)

Color Coded Map Type: <none>

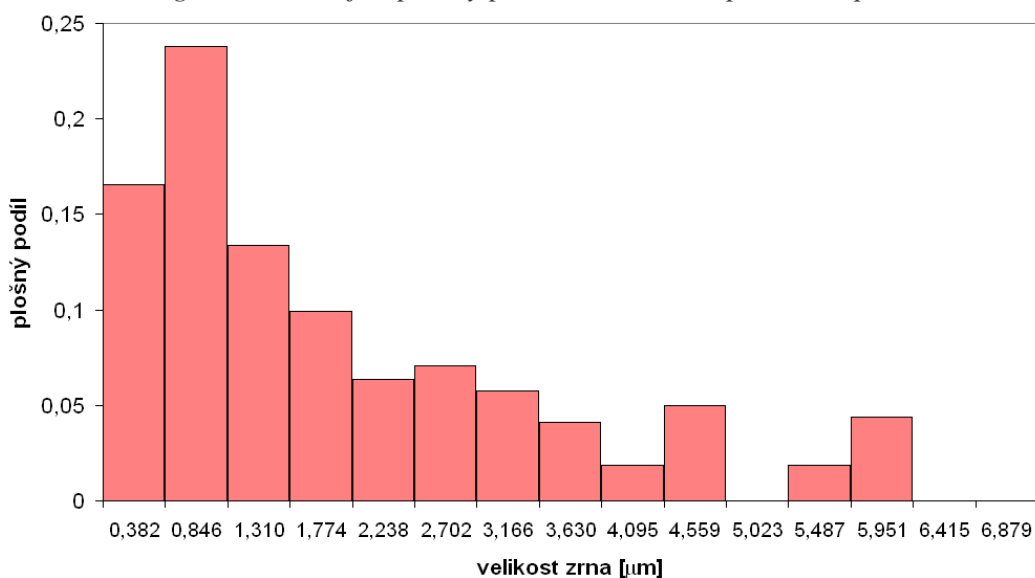
Boundaries: Rotation Angle

	Min	Max	Fraction
—	1°	5°	0.298
—	5°	10°	0.191
—	10°	65°	0.511

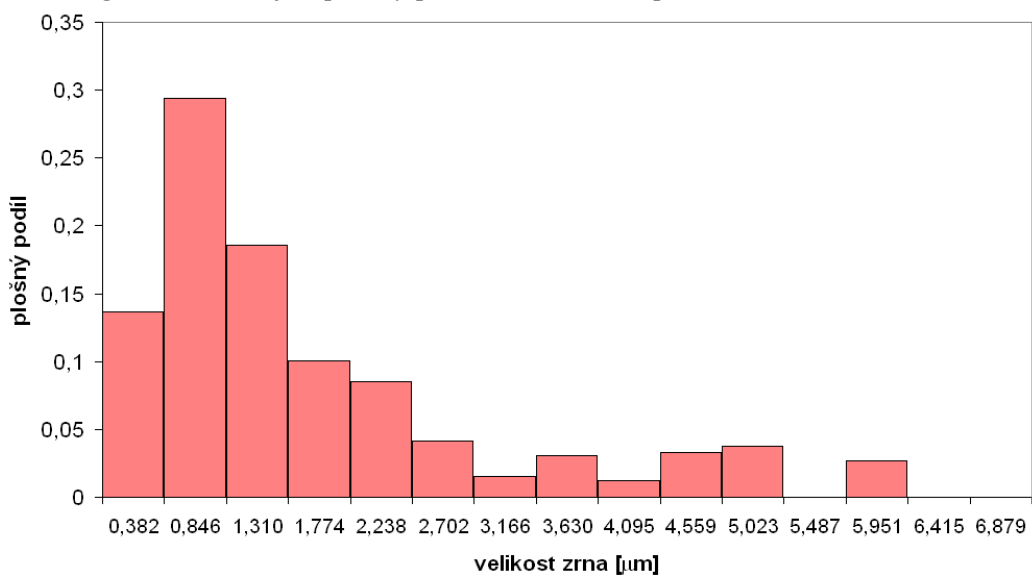
*For statistics - any point pair with misorientation exceeding 2° is considered a boundary



Obr. 84: Histogram zobrazující plošný podíl velikosti zrn po ECAP procesu – T-řez.



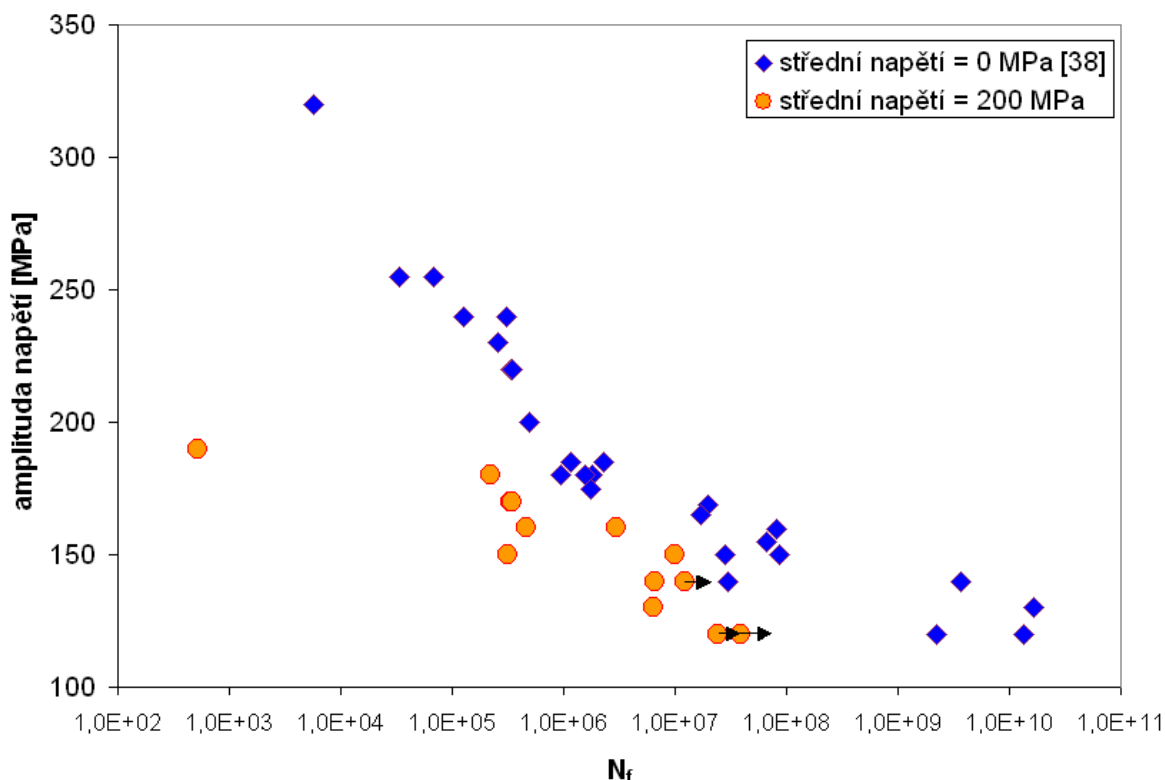
Obr. 85: Histogram zobrazující plošný podíl velikosti zrn po zatěžování $\sigma_a = 160$ MPa – T-řez.



Obr. 86: Histogram zobrazující plošný podíl velikosti zrn po zatěžování $\sigma_a = 190$ MPa – T-řez.

9. DISKUZE

Porovnáme-li S-N křivku materiálu pro symetrický cyklus [38] a pro zatěžování se středním napětím $\sigma_m = 200$ MPa, je křivka posunuta k nižší hodnotě životnosti, jak je vidět na obr. 87. Výsledky experimentů dokazují, že s rostoucí σ_a při $\sigma_m = 200$ MPa klesá životnost zkoušeného materiálu.



Obr. 87: Srovnání S-N křivek pro zatěžování s nulovým a nenulovým středním napětím.

Vzorek, na který byla aplikována amplituda napětí 150 MPa, v průběhu zatěžování postupně zpevňoval, ale ke konci své životnosti u něj došlo k výraznému změkčení materiálu. U vzorků s amplitudou napětí 160 - 190 MPa, u kterých byly zapisovány hysterezní smyčky, docházelo k cyklickému zpevnění materiálu. První smyčka většinou vykazovala velkou plastickou odezvu, která se následně několikanásobně zmenšila. Např. pro amplitudu napětí 160 MPa se šířka hysterezní smyčky zmenšila přibližně 21-krát, pro amplitudu napětí 180 MPa byla odezva ke konci zatěžování cca 13-krát menší.

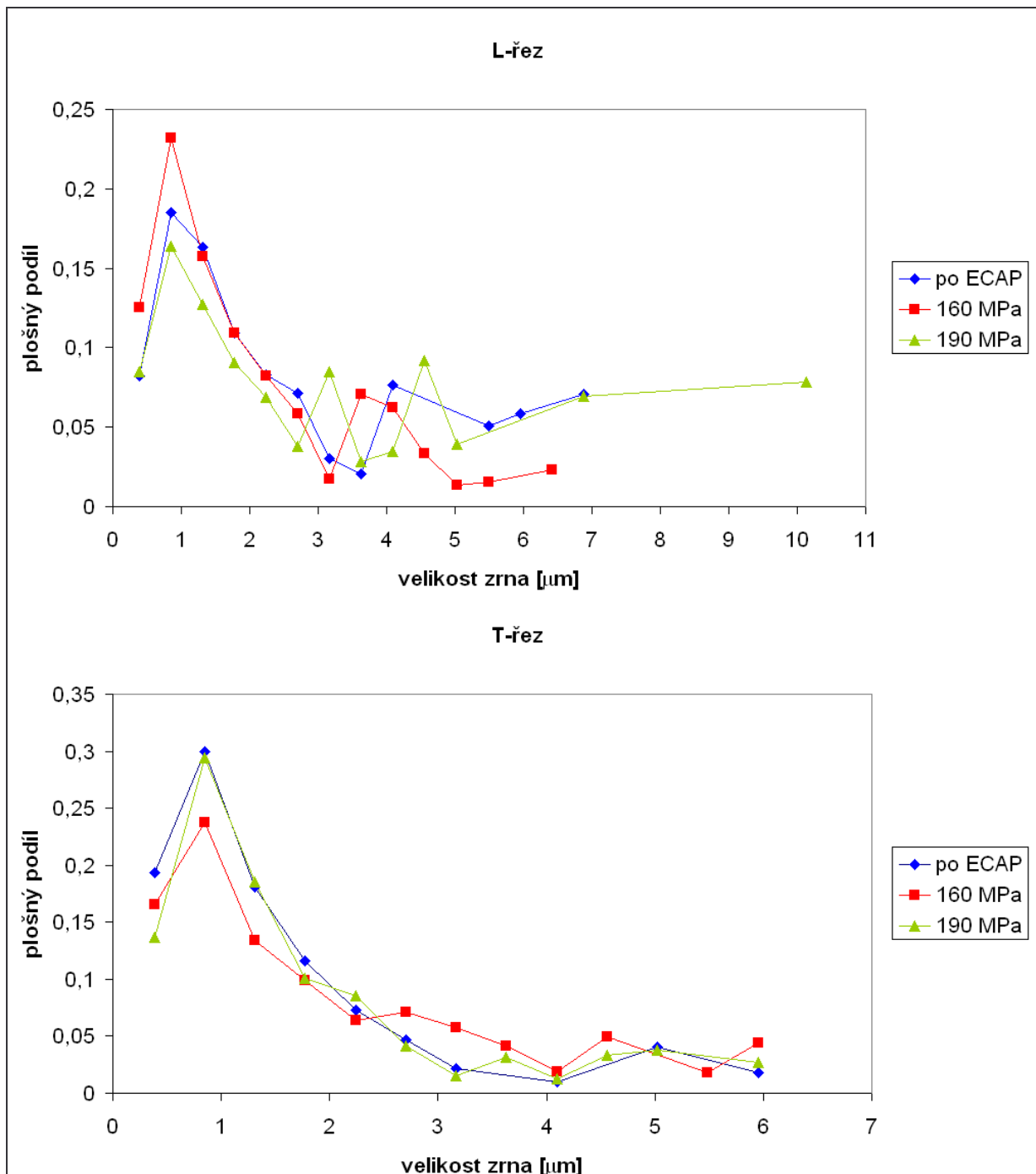
Rychlosti cyklického creepu pro zatěžování s amplitudou 150 - 180 MPa se pohybovaly v rozmezí $5,25 \times 10^{-10}$ až $1,69 \times 10^{-9} \text{ N}^{-1}$. Pro zatěžování s maximální amplitudou se rychlost cyklického creepu změnila o několik řádů a to na hodnotu $1,27 \times 10^{-6} \text{ N}^{-1}$.

Srovnáním map „IPF“ pro vzorky před cyklickým zatížením (po ECAP procesu, obr. 69 a 72) s mapami „IPF“ vzorků po cyklickém zatěžování amplitudou 160 MPa (obr. 70 a 73) a 190 MPa (obr. 71 a 74) je vidět, že pozorovaná místa mají různou orientaci zrn k souřadnému systému vzorku (dle obr. 67). Protože pozorování byla prováděna na třech různých vzorcích, nelze posuzovat detaily mikrostrukturních změn, ke kterým došlo vlivem únavové expozice. Pro posouzení přímého vlivu únavového zatěžování na mikrostrukturu by bylo nutné provádět pozorování přesně definovaného místa před a po únavové expozici na konkrétním vzorku. Zvolený postup měl za cíl dokumentovat mikrostrukturu v daném stavu a posoudit vliv únavové expozice především na velikost zrna.

Numericky určená velikost zrna (bez uvážení plošného podílu zrn dané velikosti), pro jednotlivé stavy (po ECAP a únavové expozici) je v obou řezech (L i T) téměř stejná – viz tab.4.

Tab.4: Numericky určená velikost zrna.

stav	ECAP		$\sigma_a = 160$ MPa		$\sigma_a = 190$ MPa	
velikost zrna	L-řez	T-řez	L-řez	T-řez	L-řez	T-řez
d [μm]	0,857	0,689	0,758	0,715	0,845	0,763
\bar{d} [μm]	0,773		0,737		0,804	



Obr. 88: Distribuční křivky plošného podílu velikosti zrn.

Stálost struktury je zřejmá i z porovnání distribučních křivek uvedených na obr. 88. Případné rozdíly ve velikosti zrna jsou způsobeny předchozím ECAP procesem, stejně jako směrovost struktury, tzn. protažení zrn (L - podélný řez, obr. 69 - 71). Strukturu tudíž můžeme považovat za stabilní.

10. ZÁVĚRY

1. Únavové zatěžování s nenulovým středním napětím ultrajemnozrnné mědi vede ke snížení životnosti ve srovnání se zatěžováním symetrickým.
2. UFG Cu vykazuje v průběhu zatěžování po převážnou dobu životnosti cyklické zpevnění.
3. Únavová expozice s vysokým σ_m nezpůsobuje změny velikosti zrna UFG Cu.
4. Orientace zrn zůstává po únavovém zatěžování bez zřetelných změn, zjištěná usměrňenost struktury je způsobena procesem ECAP.

11. LITERATURA

- [1] SEDLÁČEK, V.: Neželezné kovy a slitiny, kapitola 7.2 Únavové pochody, Praha: SNTL – Nakladatelství technické literatury, 1979.
- [2] VĚCHET, S., KRÁL, P.: Únava materiálu [online], cit. 28.5.2007, dostupné z WWW: <http://ime.fme.vutbr.cz/files/vyuka/BUM/07-Unava%20materialu-Podklady.pdf>
- [3] KLESNIL, M., LUKÁŠ, P.: Únava kovových materiálů při mechanickém namáhání, Praha: ACADEMIA, nakladatelství Československé akademie věd, 1975, 224 s.
- [4] PANTĚLEJEV, L.: Únava kovových materiálů [online], cit. 4.6.2007, dostupné z WWW: <http://ime.fme.vutbr.cz/files/Studijni%20opory/ukm/Unava%20kovovych%20materialu.doc>.
- [5] VLACH, B.: Únava materiálu [online], cit. 30.5.2007, dostupné z WWW: <http://ime.fme.vutbr.cz/files/vyuka/GS0/10%20-%20Unava.ppt>
- [6] KLESNIL, M., LUKÁŠ, P., POLÁK, J. a kol.: Cyklická deformácia a únava kovov, Bratislava: VEDA, 1987.
- [7] LUKÁŠ, P., KLESNIL, M., ve sborníku Corrosion Fatigue, Ed. O. F. Devereux aj., NACE 1972, 118 s.
- [8] THOMPSON, N., WADSWORTH, N. J., Advances in Physics 7 (1958) 72.
- [9] MACCRONE, R.K., MCCAMMON, R.D., ROSENBERG, H.M.: The Fatigue of Metals at 1,7° K, Phil. Mag., 4 (1959) 267 – 268.
- [10] FUJITA, F.E.: Dislocation Theory of Fracture of Crystals, Acta Metallurgica, 6 (1958) 543 – 551.
- [11] LAIRD, C., KRAUSE, A. R., Int. J. Frac. Mech. 4 (1968) 219.
- [12] VELES, P.: Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov , Bratislava: Alfa, 1985.
- [13] BÍLÝ, M., LUBUŠKÝ, P.: Výzkumná zpráva ÚMS SAV S-72-301-2, 1972.
- [14] PLUHAŘ, J., PUŠKÁR, A., KOUTSKÝ, J., MACEK, K., BENEŠ, V.: Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu, Praha: SNTL, 1987.
- [15] STEPHEN, R.I.: Fatigue Design Handbook, Iowa, 1977.
- [16] DOWLING, N.E.: Mechanical behavior of materials, Prentice – Hall International, Inc; Engelwood Clifs, New Jersey, 1993.
- [17] LANDGRAF, R.W.: The Resistance of Metals to Cyclic Deformation, ASTM STP, 467 (1970) 3 – 36.
- [18] SURESH, S.: Fatigue of Materials 2nd ed., Cambridge University Press, 1998.
- [19] SMITH, K. N., WATSON, P., TOPPER, T. H.: A Stress – Strain Function for the fatigue of Metals, Journal of Materials, JMLSA, 5, Dec. 1970, 767 – 778.
- [20] Proc. Of 2002 TMS Annual Meeting of Ultrafine Grained Materials II, Seattle Washington 2002, Y. T. Zhu et. al. (Eds), TMS Warrendale, ISBN 0-87339-523-9, 685 s.
- [21] ZHU, Y.T., LOWE, T. C., LANGDON, T. G.: Scripta Mater. 51 (2004) 825-830.

- [22] SURYANARAYANA, C., KOCH, C. C., In *Non-Equilibrium Processing of Materials*, ed. C. Suryanarayana, Pergamon Materials Series, vol. 2, Pergamon Amsterdam 1999, 313 s.
- [23] VALIEV, R. Z., ISLAMGALIEV, R. K., ALEXANDROV, I. V.: *Progress in Materials Science* 45, (2000) 103-189.
- [24] VALIEV, R. Z., KORZNIKOV, A. V., MULYUKOV, R. R.: *Mat. Sci. Eng. A* 168 (1993) 141-148.
- [25] ZHILYAEV, A. P., NURISLAMOVA, G. V., KIM, B. -K., BARÓ, M. D., SZPUNAR, J. A., LANGDON, T. G.: *Acta Materialia* 51 (2003) 753-765.
- [26] SEGAL, V. M.: *Materials Science and Engineering A* 197 (1995) 157-164.
- [27] SAITO, Y., TSUJI, N., UTSUNOMIYA, H., SAKAI, T., HONG, R. G., *Scripta Materialia* 39 (1998) 1221-1227.
- [28] LEE, S. H., SAITO, Y., TSUJI, N., UTSUNOMIYA, H., SAKAI, T.: *Scripta Materialia* 46 (2002) 281-285.
- [29] HOFMANN, D. C., VECCHIO, K. S.: *Materials Science and Engineering A* 402 (2005) 234-241.
- [30] HOFMANN, D. C., VECCHIO, K. S.: *Materials Science and Engineering A* 465 (2007) 165-175.
- [31] HUANG, J. Y., ZHU, Y. T., JIANG, H., LOWE, T. C.: *Acta Materialia* 49 (2001) 1497-1505.
- [32] HUANG, J. Y., ZHU, Y. T., ALEXANDER, D. J., LIAO, X., LOWE, T. C., ASARO, R. J.: *Materials Science and Engineering A* 371 (2004) 35-39.
- [33] HAN, J. H., SEOK, H. K., CHUNG, Y. H., SHIN, M. Ch., LEE, J. Ch.: *Materials Science and Engineering A* 323 (2002) 342-347.
- [34] RICHERT, M., LIU, Q., HANSEN, N.: *Materials Science and Engineering A* 260 (1999) 275-283.
- [35] ZHORIN, V. A., SHASHKIN, D. P., YENIKOPONYAN, N. S.: *DAN SSSR* 278 (1984) s. 144.
- [36] VALIEV, R. Z., IVANISENKO, Y. V., RAUCH, E. F., BAUDELET, B.: *Acta Materialia* 44 (1996) 4705-4712.
- [37] LANGDON, T. G.: *Processing Ultrafine-Grained Materials Using Severe Plastic Deformation*, University of Southampton and University of Southern California, NANO'07, Brno, Czech Republic, 8. October 2007
- [38] KUNZ, L., LUKÁŠ, P., SVOBODA, M.: *Materials Science and Engineering A* 424 (2006) 97-104.
- [39] SEGAL, V. M., REZNIKOV, V. I., DROBYSHEVKIJ, A. E., KOPYLOV, V. I.: *Russian Metall.* 1 (1981) 99-115.
- [40] VALIEV, R. Z., LANGDON, T. G.: *Progress in Materials Science* 51 (2006) 881-981.
- [41] LANGDON, T. G.: *Materials Science and Engineering A* (2006), doi:10.1016/j.msea.2006.02.473.

- [42] KRÁL, P.: Vliv mikrostruktury na mechanické vlastnosti ultrajemnozrného hliníku a slitiny Al-0,2%Sc po extrémní plastické deformaci (ECAP), Brno, 2006, disertační práce.
- [43] NISHIDA, Y., ARIMA, H, KIM, J. C., ANDO, T.: Scripta Materialia 45 (2001) 261-266.
- [44] AZUSHIMA, A., AOKI, K.: Materials Science and Engineering A 337 (2002) 45-49.
- [45] NAKASHIMA, K., HORITA, Z., NEMOTO, M., LANGDON, T. G.: Materials Science and Engineering A 281 (2000) s. 82.
- [46] VALIEV, R. Z.: Nanostructured Materials, 6, (1995), s.73.
- [47] VINOGRADOV, A., HASHIMOTO, S.: Materials Transaction Vol. 42, No. 1 (2001) 74-84.
- [48] KOZLOV, E. V., ZHDANOV, A. N., POPOVA, N. A., PEKARSKAYA, E. E., KONEVA, N. A.: Materials Science and Engineering A 387-389 (2004) 789-794.
- [49] LEFEBVRE, S., DEVINCRE, B., HOC, T.: Materials Science and Engineering A 400-401 (2005) 150-153.
- [50] TORRE, F. D., LAPOVOK, R., SANDLIN, J., THOMSON, P. F., DAVIES, C. H. J., PERELOMA, E. V.: Acta Materialia 52 (2004) 4819-4832.
- [51] HASEGAWA, H., KOMURA, S., UTSUNOMIYA, A., HORITA, Z., FURUKAWA, M., NEMOTO, M., LANGDON, T. G.: Materials Science and Engineering A 265 (1999)188-196.
- [52] LIAN, J., VALIEV, R. Z., BAUDELET, B.: Acta Metall. Mater. 43, No. 11. (1995) 4165-4170.
- [53] MOLODOVA, W., et. al.: Materials Science and Engineering A (2007), doi:10.1016/j.msea.2007.01.042.
- [54] MUGHRABI, H., HÖPPEL, H. W., KAUTZ, M.: Scripta Materialia 51 (2004) 807-812.
- [55] STOLYAROV, V. V., ALEXANDROV, I. V., KOLOBOV, YU. R., ZHU, M., ZHU, Y., LOWE, T.: Proc. Of the 7th Int.Gatigue Congress, Beijing, P. R. China, v. 3, ed. By WU, X. R. and WANG, Z. G. (Higher Education Press, 1999) 1435-1440.
- [56] TURNER, N. G., ROBERTS, W. T.: Trans. AIME 242 (1968) 1223-1230.
- [57] AGNEW, S. R., VINOGRADOV, A. YU., HASHIMOTO, S., WEERTMAN, J. R.: Journal of Electronic Materials, Vol. 28, No. 9, 1999.
- [58] FELTNER, C. E., LAIRD, C.: Acta Metall. 15 (1967) s. 1633
- [59] ISLAMGALIEV, R.K.,CHMELIK, F., KUZEL, R.: Materials Science and Engineering A 237 (1997) s. 43.
- [60] IWAHASHI, Y., HORITA, Z., NEMOTO, M., LANGDON, T.G.: Acta Materialia 46 (1998) s.3317.
- [61] LIAO, X.Z., et al., Appl. Phys. Lett., 84 (2004) s. 592.
- [62] MAN, O.: Difrakce zpětně rozptýlených elektronů v rastrovacím elektronovém mikroskopu. Prezentace do předmětu Metody studia materiálů A, VUT v Brně, 2006 – 2007.
- [63] HUMPHREYS, F. J.: Journal of Materials Science 36 (2001) 3833-3854.

12. PŘEHLED POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

UFG	ultrajemnozrný = ultra-fine grained
Cu	měď
SPD	intenzivní plastická deformace = severe plastic deformation
ECAP	smysková deformace při bezkontrakčním protlačování = equal channel angular pressing
HPT	torzní deformace za vysokého tlaku = high pressure torsion
ARB	accumulative roll-bonding
FSP	friction stir processing
RCS	repetitive corrugation and straightening
C2S2	continuous confident strip shearing
CEC	cyclic-extrusion-compression
SAD	selektivní elektronová difrakce = selected area diffraction
TEM	transmisní elektronová mikroskopie = transmission electron microscopy
EBSD	difrakce zpětně odražených elektronů = electron backscattered diffraction
REM (SEM)	rastrovací elektronová mikroskopie = scanning electron microscopy
CCD	snímač s nábojovou vazbou = charge coupled device
BSE	zpětně odražené elektrony = backscattered electron
LaB ₆	hexaborid lanthanu
FEG	tryska emitující elektrony pomocí elektrického pole = field emission gun
HAB	velkoúhlové hranice = high-angle boundaries
LAB	malouhlové hranice = low-angle boundaries
σ_a	amplituda napětí
σ_m	střední napětí
σ_h	horní napětí
σ_n	dolní napětí
σ_C	mez únavy
σ_{hC}	horní napětí pro mez únavy
N	počet cyklů
N_f	počet cyklů do lomu
N_c	počet cyklů odpovídající časované mezi únavy
σ_f'	součinitel únavové pevnosti
b	součinitel únavové životnosti
ϵ_a	amplituda deformace
ϵ_{ae}	amplituda elastické deformace
ϵ_{ap}	amplituda plastické deformace
ϵ_{at}	amplituda celkové deformace
ϵ_f'	součinitel únavové tažnosti
c	součinitel únavové životnosti.
E	modul pružnosti
R_e	mez kluzu
$R_{p0,2}$	smluvní mez kluzu
R_m	mez pevnosti
T	doba kmitu
f	frekvence
T_m	teplota tavení
R, P, A	parametr asymetrie
p	tlak

$\Delta\varepsilon_i$	přírůstek deformace
ϕ	úhel mezi dvěma kanály v ECAP zápustce
Y	skluzové napětí
n	řád interference
λ	vlnová délka
d	mezirovinná vzdálenost
Θ	difrakční úhel
δ	velikost pixelu
ε	deformace
$\dot{\varepsilon}$	rychlost cyklického creepu
$\Delta\varepsilon_p$	rozkmit plastické deformace
IPF	inverzní pólový obrazec = inverse pole figure
IQ	kvalita difrakčních stop = image quality