

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

STRUKTURNÍ A MECHANICKÉ CHARAKTERISTIKY NIKLOVÝCH LITIN S KULIČKOVÝM GRAFITEM

STRUCTURAL AND MECHANICAL CHARACTERISTICS OF NICKEL-ALLOYED
DUCTILE CAST IRON

DISERTAČNÍ PRÁCE
DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Ing. HANA TESAŘOVÁ

ŠKOLITEL
SUPERVISOR

doc. Ing. BOHUMIL PACAL, CSc.

ŠKOLITEL SPECIALISTA
SUPERVISOR SPECIALIST

Ing. MARTIN PETRENEC, Ph.D.

ABSTRAKT

Práce se zabývá posouzením vlivu niklu na strukturu a mechanické vlastnosti litin s kuličkovým grafitem (dále LKG) s feritickou a bainitickou matricí. Ke studii vlivu niklu byly použity dvě tavby volně litych klínů legované 0,5 a 2,7 % niklu, na nichž bylo pomocí obrazové analýzy provedeno kvantitativní vyhodnocení struktury a byly stanoveny základní mechanické charakteristiky. Následně byla provedena optimalizace doby dvoustupňového feritizačního žíhání a izotermického zušlechťování při teplotě 375 °C pro obě LKG, s cílem získání optimální feritické a bainitické struktury s nejvhodnějšími statickými a dynamickými mechanickými vlastnostmi. Vliv niklu přispívá, po feritizačním žíhání k substitučnímu zpevnění matrice, které pozitivně ovlivňuje její pevnostní vlastnosti. Přítomnost niklu u izotermického zušlechťování způsobuje posun dob transformací k delším časům, což má za následek méně karbidů a větší množství stabilizovaného austenitu, jak bylo potvrzeno pozorováním na transmisním elektronovém mikroskopu. Na optimalizovaných strukturách LKG byly následně provedeny zkoušky tahem a zkoušky nízkocyklové únavy při 23 °C a – 45 °C při stejných rychlostech deformace. Na začátku průběhu tahových křivek deformace- napětí u obou LKG docházelo k mikroplastické deformaci matrice při napětích nižších, než je smluvní mez kluzu, díky vrubovému účinku grafitických nodulí. Použitý Hollomonův vztah dobře popisoval jednotlivé úseky tahových křivek obou LKG včetně jejich srovnání. Ze zkoušek nízkocyklové únavy byly získány křivky cyklického zpevnění-změkčení, průběh modulů a parametrů tvaru hysterézních smyček, cyklické deformační křivky a křivky únavové životnosti. V průběhu cyklického zatěžování u bainitické LKG byl zjištěn úbytek stabilizovaného austenitu pomocí neutronové difrakce a vývoj povrchového reliéfu. Na základě těchto výsledků byla detailně popsána jak cyklická plasticita v relaci k lokalizaci deformace, tak i únavový deformační mechanismus LKG.

Klíčová slova

LKG s feritickou matricí, ADI, legování niklem, zkouška tahem, nízkocyklová únava, neutronová difrakce, SEM, TEM.

ABSTRACT

The aim of this dissertation work is the evaluation of the influence of nickel alloying on the structure and mechanical properties, both monotonic and dynamic, of nodular cast iron with ferritic and bainitic matrix. Two chock melts with 0.5 and 2.7 % Ni were used to study the nickel influence. The quantitative evaluation of structure of these melts using image analysis was done and basic tensile mechanical properties were determined. Subsequently, the time optimization of two-stage ferritic annealing and isothermal austempered heat treatment at 375 °C was performed with the aim to obtain optimal ferritic and bainitic structures with best static and dynamic mechanical properties. After ferritic annealing the nickel alloying contributes to substitution hardening of ferritic matrix which positively affects its strength and other mechanical properties. The higher nickel content in the bainitic structure causes the shift of phase transformation times to longer times which results in restricted production of small carbides and in bigger volume of retained austenite. These features were confirmed by observation in transmission electron microscope. Precise tensile and low cycle fatigue tests at temperatures 23 and – 45 °C were performed on the optimized structures of both nodular cast irons. As a result of the notch effect of graphite nodules, microplastic deformation of both nodular cast irons was observed at stresses which were lower than the yield stress. The Hollomon's equation very well describes the individual parts of tensile curves for both nodular cast irons including their mutual comparison. From the low cycle fatigue tests, the cyclic hardening/softening curves, the evolution of elastic modulus and hysteresis loop shape parameters, cyclic stress-strain curves and fatigue life curves were obtained for both temperatures and materials. Moreover, the decrease of retained austenite volume was measured by neutron diffraction and the evolution of surface relief was characterized during cyclic straining for both austempered nodular cast irons at both temperatures. On the basis of these results both cyclic plasticity and fatigue degradation mechanisms in relation to the cyclic strain localization were described for both nodular cast irons.

Keywords

Ductile cast iron with ferritic matrix, austempered ductile iron (ADI), nickel alloying, tensile test, low cycle fatigue, neutron diffraction, SEM, TEM.

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

TESAŘOVÁ, H. *Strukturní a mechanické charakteristiky niklových litin s kuličkovým grafitem*.
Brno : Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2009. 123 s. Vedoucí
 disertační práce doc. Ing. Bohumil Pacal, CSc..

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem disertační práci vypracovala samostatně a na základě uvedených literárních pramenů.

V Brně 5.12. 2009

Hana Tesařová

PODĚKOVÁNÍ

Ráda bych touto cestou vyjádřila srdečné poděkování následujícím osobám:

- svým školitelům doc. Ing. Bohumilu Pacalovi, CSc. a Ing. Martinovi Petrencovi, Ph.D. za odborné vedení a cenné připomínky;
- pracovníkům a kolegům z ÚMVI VUT v Brně, ÚFM AV ČR v Brně a ÚJF AV ČR v Řeži, kteří mě podporovali během výzkumu a pomáhali mi nejen při studiu dané problematiky, ale i při provádění experimentálních prací;
- a v neposlední řadě manželovi a synům za trpělivost a pochopení v nelehkých chvílích při dokončování této práce.

Za podporu této práce bych chtěla poděkovat grantům GAČR č. 106/05/H008 a GA AV 1QS200410502.

OBSAH

1. ÚVOD.....	1
2. LITINA S KULIČKOVÝM GRAFITEM ČSN EN 1563.....	2
2.1. VÝROBA LKG	2
2.2. CHEMICKÉ SLOŽENÍ LKG	2
2.2.1. <i>Uhlík a křemík</i>	3
2.2.2. <i>Nikl</i>	4
2.2.3. <i>Chemická mikronehomogenita LKG</i>	5
2.3. TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ LKG.....	6
2.3.1. <i>Feritizační žíhání</i>	6
2.3.2. <i>Izotermické zušlechťování</i>	6
2.4. ADI (AUSTEMPERED DUCTILE IRON).....	7
2.4.1. <i>Austenitizace</i>	7
2.4.2. <i>Izotermická transformace</i>	7
2.4.3. <i>Mikrostruktura</i>	9
2.5. STATICKÉ MECHANICKÉ VLASTNOSTI LKG	12
2.5.1. <i>Vliv grafitu na deformační vlastnosti v matrici LKG</i>	13
2.5.2. <i>Vliv tahové deformace na vlastnosti a strukturu ADI</i>	14
2.6. TRANZITNÍ LOMOVÉ CHOVÁNÍ LKG	16
3. CHARAKTERISTIKY ÚNAVOVÉHO PROCESU	17
3.1. ÚNAVA KOVOVÝCH MATERIÁLŮ	17
3.2. PARAMETRY PROMĚNLIVÉHO ZATĚŽOVÁNÍ.....	18
3.3. ZÁKLADNÍ MAKROCHARAKTERISTIKY CYKlickÉ PLASTICITY.....	19
3.3.1. <i>Hysterezní smyčka</i>	20
3.3.2. <i>Křivky cyklického zpevnění – změkčení</i>	23
3.3.3. <i>Cyklická deformační křivka</i>	25
3.3.4. <i>Křivky života</i>	27
4. CÍLE PRÁCE	30
5. EXPERIMENT	31
5.1. VÝCHOZÍ MATERIÁL	31
5.2. TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ	31
5.2.1. <i>Feritizační žíhání pro vytvoření feritické mikrostruktury</i>	31
5.2.2. <i>Izotermické zušlechťování pro vytvoření ADI mikrostruktury</i>	32
5.3. ZKOUŠKY MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ.....	32
5.3.1. <i>Statická zkouška tahem</i>	33
5.3.2. <i>Zkoušky nízkocyklové únavy</i>	33
5.3.3. <i>Zkouška rázem v ohybu</i>	35
5.4. MIKROSKOPICKÉ POZOROVÁNÍ A EXPERIMENTÁLNÍ TECHNIKA.....	36
5.4.1. <i>Světelná mikroskopie</i>	36
5.4.2. <i>Kvantitativní obrazová analýza</i>	36
5.4.3. <i>Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM)</i>	38
5.4.4. <i>Transmisní elektronová mikroskopie (TEM)</i>	38
5.4.5. <i>Rentgenografická fázová analýza</i>	39
5.4.6. <i>Neutronová difrakce</i>	39

6. VÝSLEDKY	41
6.1. VÝCHOZÍ STAV	41
6.2. OPTIMALIZACE TEPELNÉHO ZPRACOVÁNÍ	42
6.2.1. Feritizační žíhání	42
6.2.2. Izotermické zušlechťování	44
6.3. OPTIMALIZOVANÝ STAV	53
6.3.1. Zkouška tahem	53
6.3.2. Nízkocyklová únavová odolnost	58
6.3.2.1. Křivky cyklického zpevnění-změkčení	58
6.3.2.2. Plocha smyčky W a V_H parametr	71
6.3.2.3. Elastické moduly	76
6.3.2.4. Cyklické deformační křivky	79
6.3.2.5. Křivky únavové životnosti	81
6.3.2.6. Povrchový reliéf	83
6.3.2.7. Vyhodnocení množství stabilizovaného austenitu pomocí neutronové difrakce po zkouškách nízkocyklové únavy	92
6.3.2.8. Vývoj podílu stabilizovaného austenitu a povrchového reliéfu u ADI	94
7. DISKUSE VÝSLEDKŮ	102
7.1. OPTIMALIZACE TEPELNÉHO ZPRACOVÁNÍ	102
7.1.1. Vliv doby feritizačního žíhání na mechanické vlastnosti LKG	102
7.1.2. Vliv doby izotermického zušlechťování na strukturu a mechanické vlastnosti LKG	103
7.2. OPTIMALIZOVANÝ STAV	104
7.2.1. Zkouška tahem	104
7.2.2. Zkoušky nízkocyklové únavy	107
8. ZÁVĚRY	115
8.1. OPTIMALIZACE TEPELNÉHO ZPRACOVÁNÍ	115
8.2. OPTIMALIZOVANÝ STAV	115
9. LITERATURA	118
10. PUBLIKACE AUTORA	122
11. SYMBOLY A ZKRATKY	123

1. ÚVOD

První zprávy o použití litiny jsou z vykopávek v Číně. Zde byla litina používána na výrobu zemědělského nářadí již před více než 2000 roky [1].

V moderní historii vyrobil první litinu s kuličkovým grafitem (dále LKG) Dr. Adey v roce 1937 (náhodný objev) ve Slévárenském Institutu na Technické Universitě v Aachenu tavením ve vysoce bazickém kelímku. Ve stejné době pracovala na tomto problému také skupina metalurgů pod vedením Dr. Morrogha na BCIRA v Anglii, kteří modifikovali taveninu cerem [1].

Teprve náhodné objevení možnosti modifikace hořčíkem v předslitině s niklem (NiMg) v laboratořích INCO v USA v roce 1942 Keithem Millisem umožnilo ekonomickou průmyslovou výrobu LKG. S využitím této technologie v průmyslovém měřítku se započalo až v roce 1948 u Ford Motor Co (USA), kde byly vyráběny první zalomené hřídele pro automobilové motory. Rozšíření výroby a použití bylo brzděno vysokými licenčními poplatky (INCO). Teprve vývoj předslitin na bázi ferosilicium-hořčík (FeSiMg) v Německu v polovině padesátých let umožnil konkurenceschopnou výrobu LKG. V roce 2004 dosáhla tonáž světové výroby LKG 19 milionů tun [1,2].

Výhody spjaté s použitím LKG jsou zřejmé a stále diskutované. Jedná se zejména o nízkou cenu tohoto materiálu, dobré technologické vlastnosti a také po stránce mechanických vlastností dokáže tento materiál obstát ve srovnání s jinými materiály, zejména litými oceli. Dnes je snahou získat materiál s optimálními vlastnostmi pro danou aplikaci při vynaložení minimálních nákladů. Proto je také třeba držet obsah legujících prvků na dolní hranici použitelnosti a požadovaných vlastností dosahovat především procesem tepelného zpracování. To klade nároky hlavně na znalost použitého materiálu a přesnost tepelného zpracování.

LKG se v současné době stala důležitým konstrukčním materiálem a její vysokopevná varianta, označovaná jako ADI (Austempered Ductile Iron), je některými autory dokonce považována za materiál budoucnosti [3].

Co se týká mechanických vlastností a únavového chování v oblasti vysokocyklové, na LKG a ADI bylo již v minulosti provedeno mnoho výzkumů a získáno mnoho experimentálních a teoretických výsledků. Z důvodu dynamického rozvoje strojírenského průmyslu jsou však požadavky kladené na konstrukční materiály neustále vyšší a vyvstávají tak nové problémy, které je potřeba řešit a které vyžadují detailnější zkoumání možností tohoto materiálu i v oblasti nízkých teplot. V této práci je podrobněji studována optimalizace podmínek tepelného zpracování (fertilizační žíhání a izotermické zušlechťování) dvou LKG s rozdílnými koncentracemi niklu a následně pro jeden čas fertilizačního žíhání a izotermického zušlechťování studován vliv složení strukturní směsi matrice na statické mechanické vlastnosti a zejména únavové chování feritické LKG a ADI v nízkocyklové oblasti, jak při pokojové teplotě, tak při teplotě snížené na $-45\text{ }^{\circ}\text{C}$.

2. LITINA S KULIČKOVÝM GRAFITEM ČSN EN 1563

Litina s kuličkovým grafitem (dále LKG) je slitina železa, uhlíku a dalších prvků, kde převážná část uhlíku je ve struktuře vyloučena jako kuličkový grafit.

2.1. Výroba LKG

LKG se vyrábí tavením kovové vsázky, která je tvořena surovým železem, vratným materiálem, litinovým odpadem, ocelovým odpadem a třískami. Vsázkové suroviny nesmí obsahovat prvky, které působí proti růstu kuličkového grafitu a dále musí mít nízký obsah fosforu, síry a karbidotvorných prvků [2,4,5].

Očkováním se vnáší do taveniny vhodné látky, které vedou ke vzniku heterogenních zárodků pro krystalizaci grafitu. Zárodky vznikají vzájemnou interakcí mezi aktivními prvky v očkovaadle a některými prvky přítomnými v litině. Zvýšením počtu aktivních zárodků se zlepšují podmínky pro nukleaci a růst grafitu. Oblast litiny, která přísluší jednomu útvaru grafitu se nazývá eutektická buňka. U LKG bývá počet buněk totožný s počtem kuliček grafitu. Čím je vyšší počet krystalizačních zárodků, tím větší je počet eutektických buněk a tím jemnější jsou útvary grafitu. Litina s jemnozrnnou strukturou (větší počet malých grafitických nodulí) má obvykle lepší mechanické vlastnosti než litina s hrubozrnnou strukturou [2,4]. Pro očkování LKG se používá především ferosilicium FeSi s obsahem $60 \div 75$ % křemíku, $0,5 \div 1,25$ % hliníku a $0,6 \div 1$ % vápníku [2,4,5].

Po očkování je nutné zařadit modifikaci, aby byl v litině vyloučen grafit ve formě kuliček. Jako modifikační prostředek se používá hořčík ve formě předslitin (slitiny hořčíku s niklem, s křemíkem a dalšími přísadami, jako nejvhodnější se dnes používá křemíková předslitina na bázi Fe-Si-Mg [2,4].

2.2. Chemické složení LKG

Chemické složení je jedním z nejdůležitějších činitelů, které mají vliv na strukturu LKG a její mechanicko – fyzikální vlastnosti [2]. Litiny obsahují mimo železa a uhlíku celou řadu dalších prvků jako křemík, mangan, fosfor a síru. Typické chemické složení nelegované LKG je uvedeno v tabulce 2.1.

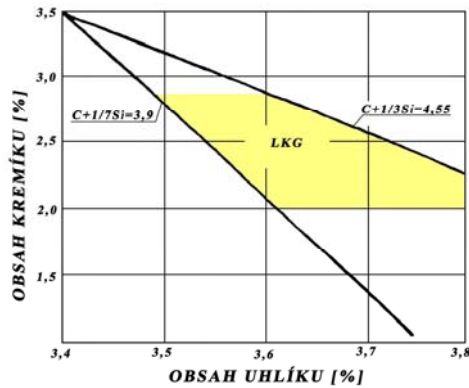
Tab.2.1.: Typické chemické složení nelegované LKG [2].

C [%]	Si [%]	Mn [%]	S [%]	P [%]
~ 3,65	~ 2,4	< 0,4	< 0,01	< 0,02

Struktura matrice ve stavu po odlití je většinou feritická až perlitická s proměnným podílem feritu či perlitu, případně čistě perlitická. Ferit je nositelem houževnatosti a plastických vlastností, perlit je nositelem pevnosti a tvrdosti. Strukturu i vlastnosti LKG lze do určité míry ovlivnit legováním. Nejčastěji se používají jako legující prvky Cu, Ni, které zvyšují plasticitu a houževnatost matrice, a Mn, Mo, které snižují plasticitu a zvyšují prokalitelnost [2,3,5]. Doprovodné a přísadové prvky, zvláště jsou-li přítomny v litině ve větším množství, mohou znatelně ovlivnit základní strukturu litiny. Legováním lze získat ve struktuře austenit, ferit, perlit a tepelným zpracováním sorbit, bainit nebo martenzit. Výrazně se uplatňují i podmínky při lití a krystalizaci i způsob ochlazování po ztuhnutí litiny [2].

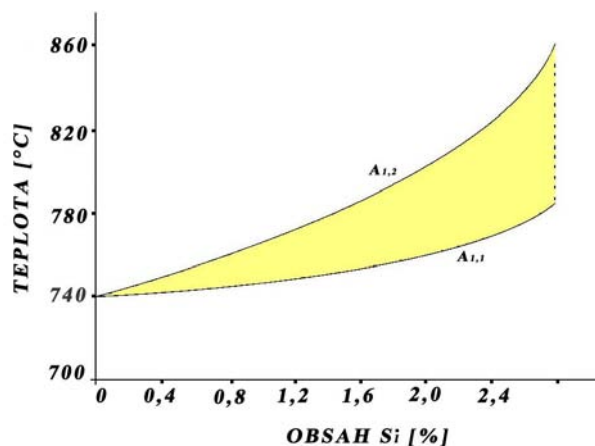
2.2.1. Uhlík a křemík

Typický obsah uhlíku v LKG se pohybuje v rozmezí $3,4 \div 3,9$ %, obsah křemíku mezi $2 \div 2,8$ %. Koncentrace uhlíku a křemíku vymezuje Hendersonův diagram znázorněný na obr. 2.1 [2,4,6].



Obr.2.1.: Oblast doporučených obsahů uhlíku a křemíku v LKG [2,4,6].

Křemík je grafitotvorný a feritotvorný prvek. Rozpouští se v základní kovové matici, čímž způsobuje substituční zpevnění feritu. Zvyšuje mez kluzu a mírně i mez pevnosti, snižuje tažnost a houževnatost, dále snižuje teplotu tání litiny a viskozitu taveniny. Zároveň však zvyšuje sklon k tvoření pórů a bublin. Přísada tohoto prvku má značný vliv na polohu jednotlivých rovnovážných čar ve stabilním (i v metastabilním) diagramu slitin železa s uhlíkem. Jeho vliv se projevuje teplotním rozmezím u eutektické ($t_{ES2} - t_{ES1}$) i eutektoidní přeměny ($A_{1,1} - A_{1,2}$). Křemík snižuje mezní rozpustnost uhlíku v austenitu a klesá koncentrace uhlíku v eutektiku i eutektoidu. Vyšší obsahy křemíku ovlivňují teplotní rozmezí eutektoidní přeměny. Existence teplotního rozmezí eutektoidní přeměny $A_{1,1}$ a $A_{1,2}$ v závislosti na obsahu křemíku je znázorněna na obr.2.2 [2,4,6-9].

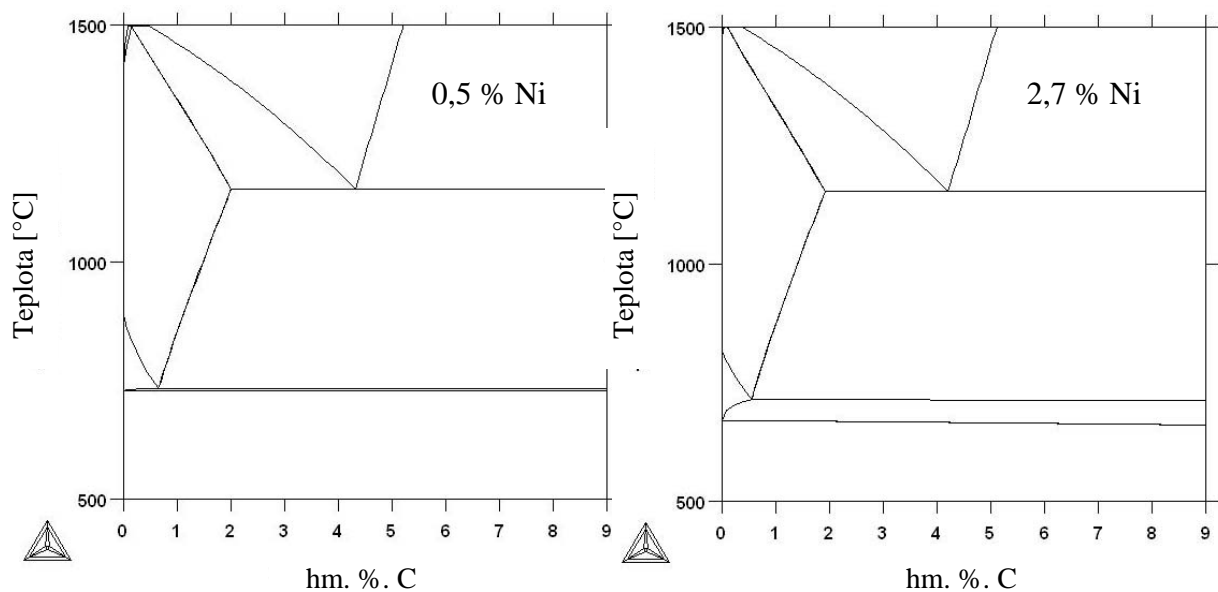


Obr.2.2.: Graf průběhu teplot $A_{1,1}$ a $A_{1,2}$ v závislosti na obsahu křemíku [4,6].

2.2.2. Nikl

Nikl je velmi vhodným legujícím prvkem v litinách s kuličkovým grafitem ke zvýšení mechanických vlastností, aniž je podstatně snížena obrobiteľnosť. Jeho použitie je však omezeno jeho vysokou cenou.

Nikl je prvek grafitotvorný a austenitotvorný. Doplnuje tak grafitotvorný vliv křemíku, takže při obsahu 1 hm.% niklu lze snížit obsah křemíku asi o 0,3 % bez zvýšení rizika výskytu cementitu ve struktuře. Nikl je v austenitu neomezeně rozpustný. Snižuje však rozpustnosť uhlíku v železe γ , což se ale výrazněji projeví až při obsahu niklu 5 % a více. Současně posouvá polohu eutektického bodu k nižšímu obsahu uhlíku a zvyšuje eutektickou teplotu. Rozšiřuje oblast stabilního austenitu a výrazně snižuje kritický interval teplot $A_{1,1}$, $A_{1,2}$ (obr.2.3). Ačkoliv nikl mírně zjemňuje velikost grafitu, jeho hlavním přínosem je změna matrice litiny [2,4,6,9].



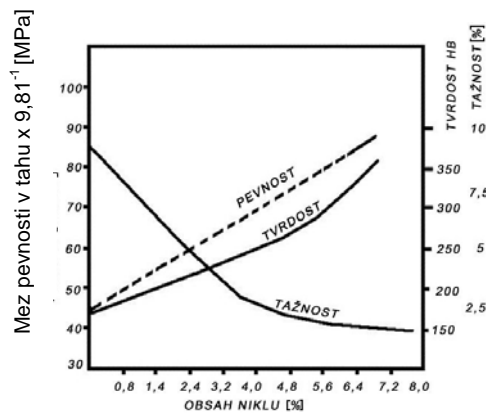
Obr. 2.3.: Řezy rovnovážnými ternárními diagramy Fe-C-Ni, vytvořené pomocí programu DICTRA pro dvě koncentrace niklu (spočítáno programem DICTRA na ÚMVI VUT v Brně).

Nikl je používán tedy ve třech základních rozmezích [2,4]:

- od 0,5 ÷ 4 % pro zvýšení pevnosti a tvrdosti feritu, nikl v tomto rozmezí stabilizuje perlit,
- od 1 ÷ 2 % pro nízkoteplotní aplikace,
- nad 18 % (za přítomnosti mědi asi od 13 %) pro stabilizaci austenitu.

Vliv niklu na mechanické vlastnosti LKG je závislý především na změnách struktury matrice a to hlavně vlivem zvýšení obsahu perlitu v matrici, substitučním zpevněním feritu a perlitického feritu a zjemněním lamel perlitu ve struktuře LKG. K získání maximálního užítku při použití grafitotvorných legujících prvků jako jsou nikl a měď, je třeba redukovat obsah křemíku na odpovídající množství. Přísada niklu obecně zvyšuje úroveň většiny mechanických vlastností (obr. 2.4), ačkoliv ne ve stejném rozsahu jako měď, chrom, vanad či molybden. Úroveň zvýšení pevnosti vlivem legování niklem závisí na chemickém složení materiálu, lze ale říci, že zvýšení meze pevnosti při obsahu 1 % niklu je asi o 40 MPa ve srovnání s nelegovanou LKG [2,10].

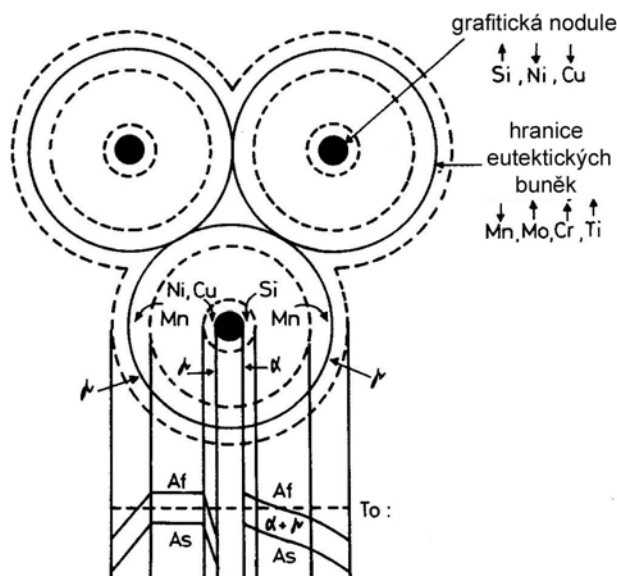
Nikl v obsazích kolem 1 % nachází uplatnění tam, kde je požadováno zvýšení úrovně pevnosti a křehkolomových vlastností bez rizika výskytu karbidických částic či metastabilně ztuhlých míst v tenkých stěnách odlitků [2,11].



Obr.2.4.: Vliv niklu na mechanické vlastnosti LKG [2,10].

2.2.3. Chemická mikronehomogenita LKG

Sledováním chemické mikronehomogenity matrice LKG se zabývalo již více prací [12-17], kdy se používaly tavby s odstupňovaným množstvím křemíku, niklu, molybdenu a manganu. Autoři během měření zjistili, že směrem k hranicím eutektických buněk gradient koncentrace niklu klesá. Průběh změny koncentrace pro různé úrovně legování LKG je znázorněn na obr.2.5. Rozložení přísad v matrici vyplývá, že v souladu s výsledky termodynamického rozboru usměrněného odměšování prvků v průběhu krystalizace LKG se vyskytuje zvýšené množství křemíku a niklu u grafitu, zatímco hranice eutektických buněk jsou o tyto prvky ochuzeny. Naopak zvýšená koncentrace molybdenu a manganu se nachází na hranicích eutektických buněk [12,13,15]. Nikl odměšuje podobně jako křemík. Jeho větší množství bylo zjištěno u grafitu. Vlivem dlouhodobé austenitizace se zvýšil obsah niklu na hranicích buněk, zejména u LKG s vyšší úrovní legování.



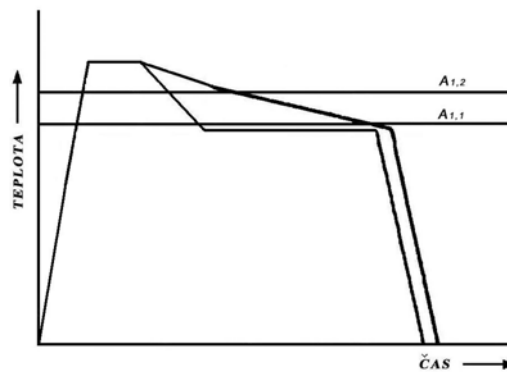
Obr.2.5.: Schéma mikrosegregace legujících prvků a fázové rozdělení při izotermickém kalení [15].

2.3. Tepelné zpracování LKG

Ze všech slitin železa určených na odlitky má LKG zřejmě největší schopnost variability mechanických vlastností. U ocelí je variabilita vlastností limitována tím, že uhlík je vždy po překročení hranic rozpustnosti v tuhých roztocích vyloučený jako karbid. V LKG jsme schopni získat na jedné straně feritickou strukturu, při které je všechn uhlík v kuličkovém grafitu, tedy strukturu, která je podobná nízkouhlíkovým ocelím. Na straně druhé jsme schopni tepelným zpracováním aktivovat uhlík z grafitových kuliček a rozpustit ho v austenitu a získat strukturu odpovídající vysokouhlíkovým ocelím. Hlavním důvodem pro tepelné zpracování odlitků je získání požadované struktury matrice, vhodné dle použití odlitku [8].

2.3.1. Feritizační žíhání (obr.2.6)

Cílem feritizačního žíhání je dosáhnout struktury odpovídající rovnovážnému stavu. Po ohřevu a výdrži na austenitizační teplotě je materiál pomalu ochlazován přes interval eutektoidních teplot ($A_{1,2} - A_{1,1}$), rychlostí 5 až 20 °C / h tak, aby došlo k rozpadu austenitu dle stabilního rovnovážného diagramu, tj. na ferit a grafit. V průběhu přeměny difunduje uhlík z austenitu k eutektickým grafitickým částicím a vylučuje se na jejich povrchu. Výsledná struktura LKG je tak tvořena čistě feritickou maticí a grafitem [7].



Obr.2.6.: Schéma průběhu feritizačního žíhání [7].

2.3.2. Izotermické zušlechťování

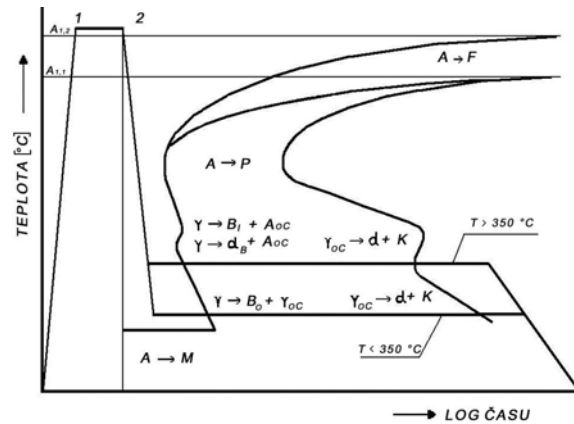
Cílem izotermického zušlechťování je zvýšit pevnost, tvrdost a odolnost proti opotřebení a získat příznivou kombinaci mechanických vlastností.

Při izotermickém zušlechťování se získá LKG s převážně bainitickou strukturou. Odlitky se nejprve austenitizují na teplotě v rozmezí 50 ÷ 80 °C nad $A_{1,2}$ a pak se ochladí na zvolenou teplotu fázové přeměny, která leží v rozmezí 230 ÷ 450 °C. Po izotermické výdrži v termální lázni na dané teplotě (0,5 ÷ 4 h) se odlitek ochladí na vzduchu. Podle zvolené teploty přeměny a doby výdrže může struktura obsahovat kromě bainitu i značný podíl stabilizovaného austenitu. Je-li doba zušlechťování příliš krátká, může vzniknout při chladnutí z austenitu i martenzit [7]. Detailnější popis vlivu podmínek izotermického zušlechťování LKG vedoucí ke vzniku izotermicky zušlechťované LKG, neboli ADI (Austempered Ductile Iron) následuje v kapitole 2.4.

2.4. ADI (Austempered ductile iron)

2.4.1. Austenitizace

Odlitek LKG se ohřeje na teplotu v rozmezí $820 \div 950 \text{ }^\circ\text{C}$ (tzn. nad kritické teploty $A_{1,1}$ a $A_{1,2}$ v diagramu Fe-C), kde setrvává po dobu potřebnou k získání čistě austenitické matrice nasycené uhlíkem. Doba výdrže na austenitizační teplotě (1-2 na obr. 2.7) se volí 1 ÷ 3 hodiny a je ovlivněna výchozí strukturou matrice odlitku LKG, množstvím a rozložením zrn grafitu, některými legujícími prvky a velikostí odlitku [18].



Obr.2.7.: Schéma průběhu izotermického zušlechťování LKG v diagramu IRA [3,18].

Se zvyšujícím se podílem feritu v matrici se prodlužuje doba potřebná k nasycení austenitu uhlíkem z důvodu nízkého obsahu uhlíku v této fázi. Perlitická struktura matrice potřebuje obvykle časy kratší. Potřebnou dobu austenitizace dále ovlivňuje počet zrn grafitu a jejich rozložení. Je-li zrn více a jejich rozložení rovnoměrné má matrice menší stupeň chemické mikronehomogenity. Difúzní dráhy atomů uhlíku jsou v takovém případě kratší a k nasycení matrice dojde rychleji. Schopnost přesunu atomů uhlíku od částic grafitu do matrice také ovlivňují legující prvky (antimon, cín a měď) segregující na mezifázové hranici grafit – matrice, kde vytvářejí tenkou vrstvu omezující difúzi uhlíku a tím prodlužují dobu austenitizace [18].

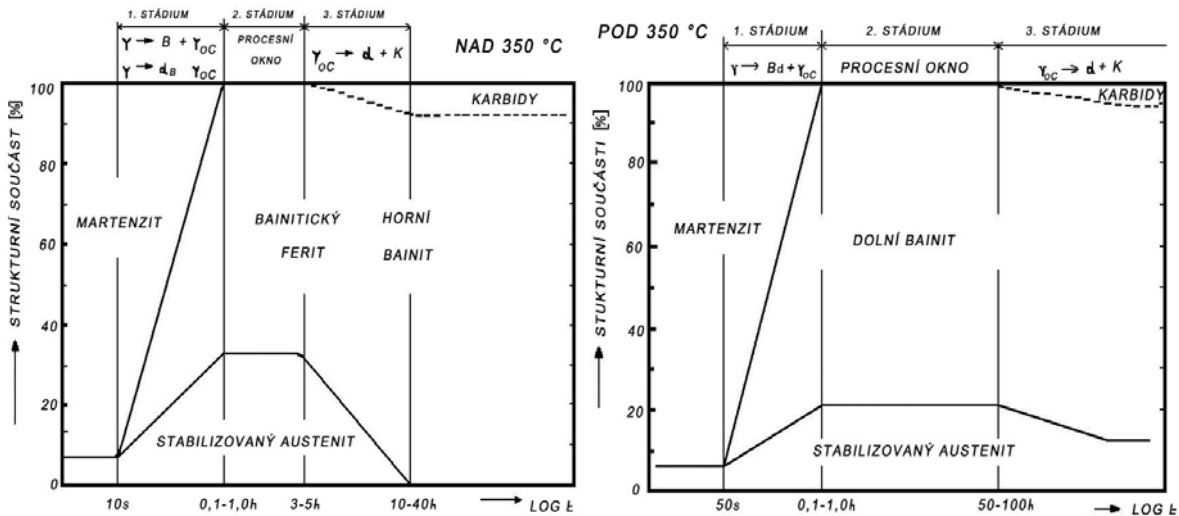
Kromě doby austenitizace má na výsledné mechanické vlastnosti ADI významný vliv její teplota. Je-li teplota austenitizace nízká, nedojde k úplné austenitizaci, ve struktuře zůstane zachován nerozpuštěný ferit a tím se snižuje pevnost. Pro získání optimálních vlastností ADI je potřeba, aby austenitizace byla úplná, tzn. aby bylo dosaženo čistě austenitické matrice nasycené uhlíkem na rovnovážnou koncentraci.

Na teplotu austenitizace má dále vliv chemické složení odlitku, protože některé legující prvky výrazně ovlivňují kritické teploty $A_{1,1}$ a $A_{1,2}$. Nejvýznamnějšími prvky jsou křemík, mangan a molybden. Zatímco křemík a molybden kritické teploty, a tedy i teplotu austenitizace zvyšují, mangan je snižuje [18].

2.4.2. Izotermická transformace

Rychlé ochlazení z austenitizační teploty na teplotu izotermické transformace austenitu v bainitické oblasti probíhá po vyjmutí odlitku z austenitizační pece a přenesení nejčastěji do solné lázně o teplotě $230 \div 450 \text{ }^\circ\text{C}$. Rychlost ochlazování a průběh celého tepelného zpracování musí být takové, aby nedocházelo ke vzniku proeutektoidního feritu a perlitu [18].

Doba izotermické transformace se pohybuje obvykle v rozmezí 0,5 ÷ 4 hodiny. Její délka závisí na podmínkách austenitizace, na teplotě izotermické transformace, na požadovaném rozsahu přeměny, na druhu a obsahu legujících prvků LKG.

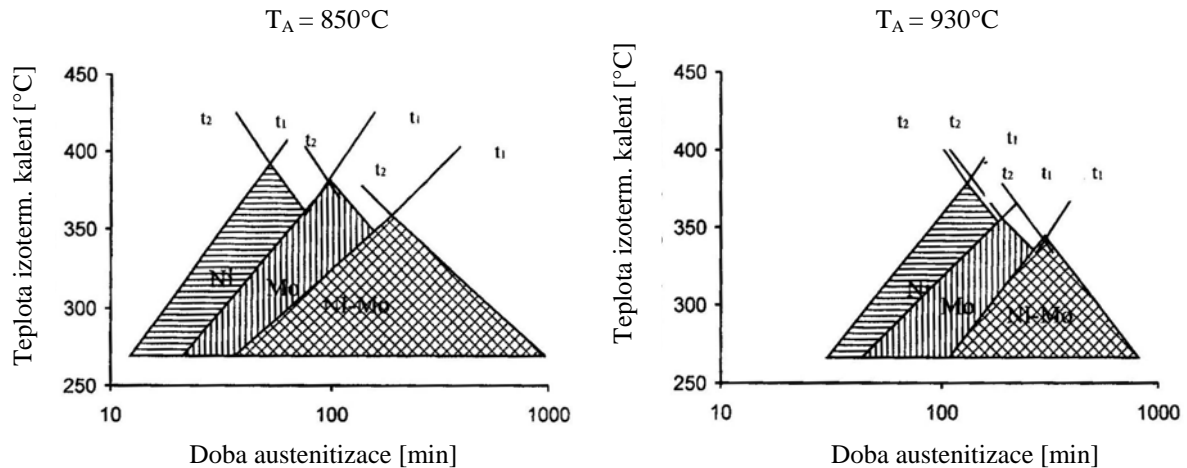


Obr.2.8.: Schéma změn struktury matrice ADI v průběhu izotermické přeměny austenitu v bainitické oblasti za teplot pod a nad 350 °C [18].

Při izotermické transformaci prochází materiál dvěma, popř. třemi stádii (obr.2.8.). Za vyšších teplot izotermické přeměny austenitu (nad asi 350 °C – obr. 2.8. vlevo) probíhá v prvním stádiu vylučování horního bainitu (B_h) bez nebo s malým množstvím karbidické fáze vyprecipitované v bainitickém feritu (α_B), popř. v austenitu. Zbylý netransformovaný austenit se obohacuje uhlíkem (γ_{OC}), takže průběh přeměny v prvním stádiu lze popsat rovnicí: $\gamma \rightarrow B_h + \gamma_{OC}$, popř. $\gamma \rightarrow \alpha_B + \gamma_{OC}$. Ve druhém stádiu (označované jako procesní okno) klesá nukleační rychlost na velmi nízkou hodnotu a přeměna $\gamma \rightarrow B_h + \gamma_{OC}$ prakticky ustává. Koncentrace uhlíku v netransformovaném, uhlíkem stabilizovaném austenitu, a množství austenitu ve výsledné struktuře dosahují maxima. Ve třetím stádiu se reakční rychlost opět zvyšuje, ve srovnání s prvním stádiem je ovšem nižší. Změny ve struktuře charakterizuje transformace uhlíkem obohaceného austenitu, která je obvykle popisovaná rovnicí: $\gamma_{OC} \rightarrow \alpha + K$. Složení obou vznikajících fází (ferit + karbid) jsou dány podmínkami přeměny, stavem austenitu (γ_{OC}), pohyblivostí atomů uhlíku, popř. jiných prvků. Vzrůstající množství feriticko – karbidické směsi v průběhu třetího stádia je doprovázeno snižováním plasticity a houževnatosti ADI a obvykle mírným zvyšováním tvrdosti [3,12,18 až 20,23].

Průběh izotermické přeměny v oblasti dolního bainitu (asi pod 350 °C – obr. 2.8 vpravo) se v porovnání s vyššími teplotami blíží více bainitické přeměně u ocelí. Lze jej opět rozdělit do tří stádií. V prvním stádiu s nejvyšší reakční rychlostí se z austenitu vylučují desky bainitického feritu, v nichž precipitují jehlice ϵ – karbidu. Podobně jako v oblasti horního bainitu má vylučování bainitického feritu za následek obohacování netransformovaného austenitu uhlíkem. Vlivem nižší rychlosti difúze uhlíku při teplotách pod 350 °C je však množství stabilizovaného austenitu ve struktuře dolního bainitu přibližně poloviční. Průběh izotermické přeměny lze popsat rovnicí: $\gamma \rightarrow B_d + \gamma_{OC}$. Druhé stádium je charakterizováno maximální koncentrací uhlíku v netransformovaném austenitu a maximálním množstvím stabilizovaného austenitu. Celková rychlost bainitické přeměny se výrazně snížila. Karbidickou fází dolního bainitu je nejčastěji ϵ – karbid, popř. cementit. Průběh třetího stádia lze jako v oblasti horního bainitu popsat rovnicí: $\gamma_{OC} \rightarrow \alpha + K$. Počátek a konec stádia jsou však posunuty k výrazně delším časům, zejména v oblastech eutektických buněk [12,18].

Nejčastěji používané ADI, které jsou charakteristické kombinací nejlepších hodnot mechanických vlastností (vysoká pevnost i houževnatost), odpovídají druhému stádiu (viz obr. 2.8), které je označováno jako tzv. procesní okno. V práci [23] byl studován vliv mikrolegování a tepelného zpracování na kinetiku bainitické přeměny ADI. Kdy byl zjišťován vliv teplot austenitizace (t_1 , t_2) na velikost procesního okna u komplexně legovaných (Ni-Mo) ADI s obsahem 0,8 % Ni a 0,25 % Mo. Na obrázku 2.9 je zobrazen interval pro dvě různé teploty austenitizace 850 a 930 °C. Autoři zde zjistili, že nikl a molybden jako legující prvky oddalují vznik procesního okna [23].



Obr.2.9.: Změny časů t_1 a t_2 procesního okna v závislosti s teplotou izotermického kalení pro kovy austenitizované při teplotě 850 a 930 °C [23].

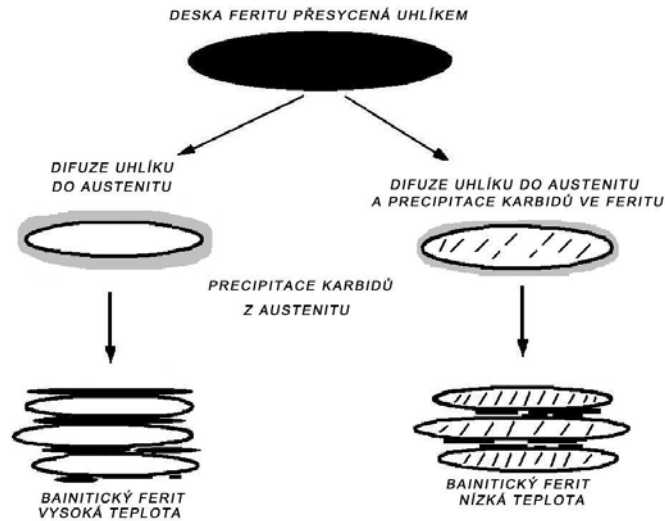
2.4.3. Mikrostruktura

Po izotermické transformaci se výsledná mikrostruktura ADI skládá z bainitického feritu, karbidů vyprecipitovaných na povrchu feritických jehlic a stabilizovaného austenitu nasyceného uhlíkem na maximální hodnotu. Ostatní fáze, jako martenzit, karbidy přísadových prvků, případně perlit jsou ve struktuře ADI nežádoucí, protože vedou ke snížení tažnosti i ostatních mechanických vlastností [21,22].

Bainitický ferit (obr. 2.10.)

Probíhá-li izotermická transformace za vyšších teplot (tj. nad 350 °C), tedy v oblasti horního bainitu, je bainitický ferit tvořen feritickými deskami rostoucími ve shlucích. V každém shluku jsou desky rovnoběžné, mají identickou krystalografickou orientaci a jsou od sebe odděleny vrstvou karbidů, které mají odlišnou krystalografickou orientaci.

Probíhá-li izotermická transformace za nižších teplot (tj. pod 350 °C), tedy v oblasti dolního bainitu, má bainitický ferit podobné krystalografické rysy jako při přeměně za vyšších teplot, ale v průběhu přeměny se v tomto případě karbidy mohou vylučovat i uvnitř desek feritu [21].



Obr.2.10.: Mechanismus vzniku mikrostruktury ADI v oblasti horního a dolního bainitu [21].

Stabilizovaný austenit

Austenit se vytváří během austenitizace. Obsah uhlíku v austenitu se mění v závislosti na austenitizační teplotě. V průběhu bainitické přeměny se nepřeměněný austenit obohacuje uhlíkem, což snižuje rychlost transformace a zvyšuje jeho stabilitu. Na stabilitu austenitu má zejména vliv doba přeměny a chemické složení, které ovlivňují změnu austenitu po deformaci. Uhlíkem obohacený austenit, který se vyskytuje ve struktuře po ukončení izotermické přeměny, zde zůstává i za pokojové teploty. Důvodem je vysoký obsah uhlíku v austenitu, který snižuje teplotu M_s až na -80 °C . Stabilizovaný austenit hraje významnou roli při zvyšování zejména únavových vlastností ADI a společně s bainitickým feritem zaručuje optimální vlastnosti tohoto materiálu [22].

Martenzit

Část netransformovaného austenitu může v průběhu ochlazování na pokojovou teplotu nebo během následného zatížení transformovat na martenzit. K tomu dochází vesměs v případech krátké prodlevy na izotermické teplotě, kdy austenit není dostatečně nasycený uhlíkem, nebo v důsledku segregace legujících prvků [21].

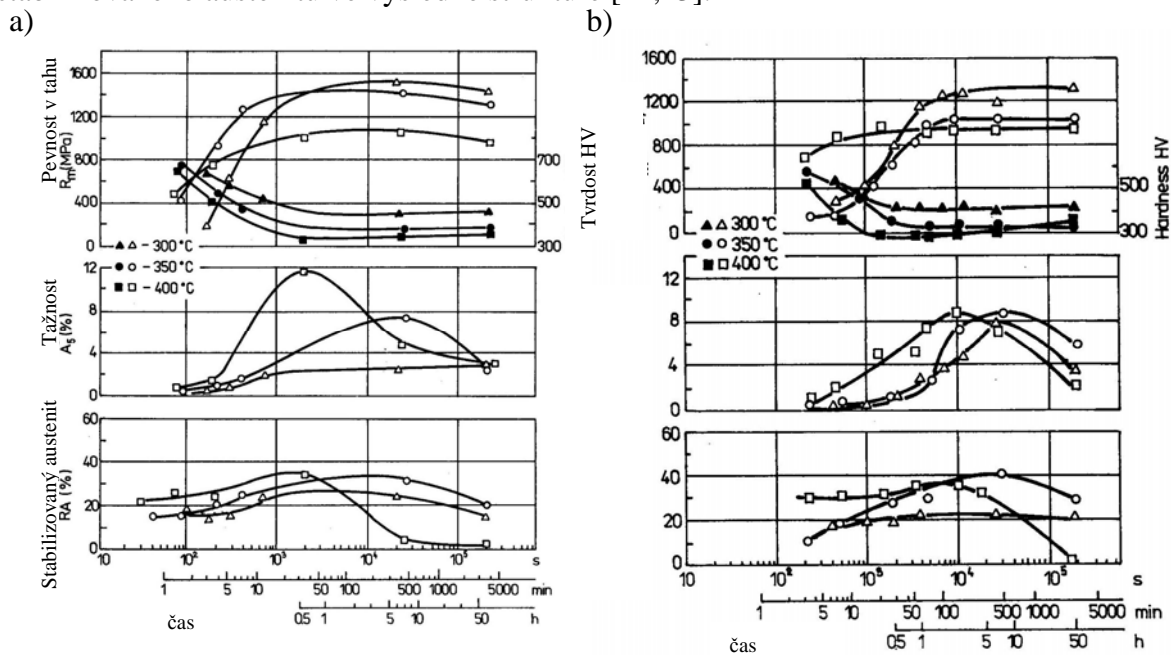
Karbidy

K precipitaci karbidické fáze na povrchu jehlic bainitického feritu, případně v jejich objemu, dochází v závislosti na chemickém složení a podmínkách tepelného zpracování. Výrazný vliv má zejména délka izotermické prodlevy. S jejím prodlužováním dochází k rozpadu netransformovaného austenitu na směs karbidů a feritu, což zhoršuje mechanické vlastnosti ADI [21].

Vliv tepelného zpracování a legování na mikrostrukturu a vlastnosti ADI

Vlivem podmínek tepelného zpracování na vznik karbidické fáze v mikrostruktúře ADI se zabývali autoři v práci [24]. K experimentům použili ADI legovanou Mo, Cu, Ni a Mn, kterou získali při teplotách izotermické transformace 320 a 400 °C. V práci bylo zjištěno, že již po 30 minutách pro obě teploty izotermické transformace se ve struktuře vyskytují karbidy cementitického typu. Při teplotě 320 °C izotermické transformace v době 2 až 5 hodin vzniká bainitický ferit obsahující ϵ – karbid ($\text{Fe}_{2,4}\text{C}$) s hexagonální mřížkou, jehož obsah narůstá s prodlužující se dobou transformace. Při izotermické transformaci 400 °C se po třech hodinách přeměny spolu s ϵ – karbidem ve struktuře vyskytují karbidy cementitického typu. Precipitace karbidické fáze v mikrostruktúře ovlivňuje mechanické vlastnosti ADI. V souvislosti s nárůstem obsahu karbidů materiál vykazuje zvyšující se tvrdost a přechod ke křehkolomovému chování [24].

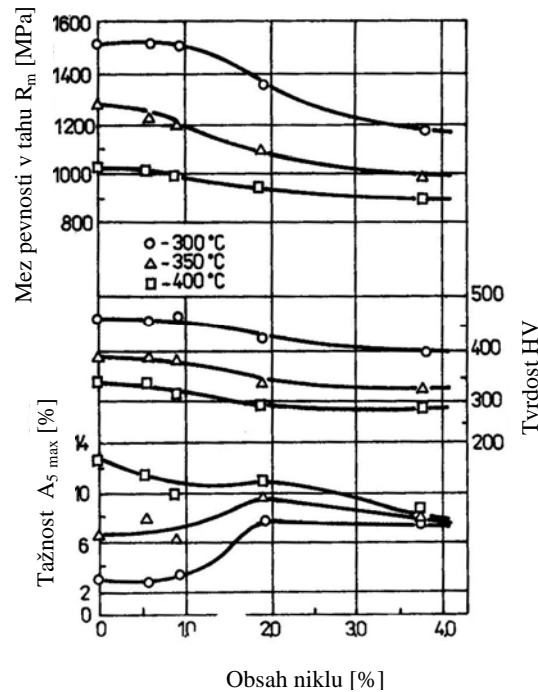
Při porovnání nelegované ADI a ADI legované niklem mají změny mechanických vlastností v průběhu přeměny stejný charakter. Pro LKG s obsahem 0,63 a 3,82 % Ni jsou závislosti hodnot meze pevnosti, tvrdosti, tažnosti a množství stabilizovaného austenitu znázorněny na obrázku 2.11. U obou taveb bylo dosaženo optimálních vlastností, charakterizovaných maximální tažností a odpovídajícími hodnotami pevnosti a tvrdosti, po izotermickém zpracování, které poskytuje při dané transformační teplotě nejvyšší podíl stabilizovaného austenitu ve výsledné struktuře [12,13].



Obr.2.11.: Vliv doby prodlevy za teplot 300, 350 a 400 °C na mechanické vlastnosti a množství stabilizovaného austenitu v LKG s obsahem:
 a) 0,63 % Ni, Teplota austenitizace 880 °C / 30 min,
 b) 3,82 % Ni. Teplota austenitizace 855 °C / 30 min [13].

Z nejvíce používaných legujících prvků jsou z hlediska dostatečné houževnatosti a plasticity výhodné zejména nikl a měď. Jejich příznivý vliv lze podobně jako u křemíku spojovat s omezením tvorby bainitických karbidů. Tento vliv podporuje zjištěný pokles pevnosti a naopak vzrůst tažnosti při zvyšujícím se obsahu niklu, což je patrné z obrázku 2.12. Vzhledem k tomu, že se s přísadou niklu nemění výrazně množství stabilizovaného austenitu, lze pokles pevnosti a tvrdosti přisoudit zmenšující se intenzitě precipitačního zpevnění bainitického feritu. Na obrázku 2.12 je znázorněna závislost maximálních hodnot tažnosti a

jim odpovídající pevnost v tahu a tvrdost na obsahu niklu. Jak je z obrázku patrné, se vzrůstajícím obsahem niklu pevnost a tvrdost mírně klesají. Oproti tomu tažnost ve většině případů vzrůstá [12,13].

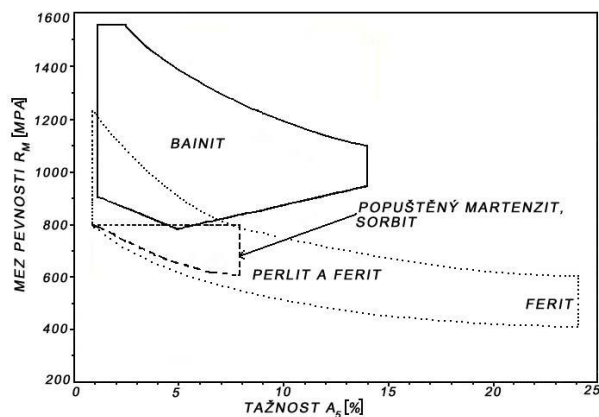


Obr.2.12.: Vliv niklu na mechanické vlastnosti izotermicky zušlechtěné LKG [12,13].

2.5. Statické mechanické vlastnosti LKG

Základní mechanické vlastnosti nelegované LKG dle normy ČSN EN 1563 jsou uvedeny v tab. 2.2. V nelegovaných litinách je odstupňovaná pevnost v tahu R_m od 350 ÷ 900 MPa, což je patrné z tab. 2.2. Pevnost v tlaku R_D je až 2,5 – krát vyšší jak pevnost v tahu a bývá v rozmezí 700 ÷ 1150 MPa. Poměr pevnosti tlak/tah je menší než u litiny s lupínkovým grafitem, většinou v mezích 1,5 ÷ 2,5 [4,8,25].

Při stejné struktuře je tažnost LKG srovnatelná s tažností litých ocelí. Ve feritické LKG s pevností 350 MPa se dosahuje minimální tažnost 22 %. Při požadavku na vyšší pevnost LKG je nutné dosáhnout čistě perlitické, sorbitické nebo bainitické struktury [8]. Možné kombinace pevnostních a plastických vlastností v závislosti na struktuře matrice LKG jsou uvedeny na obr. 2.13.



Obr.2.13.: Vztah mezi pevností v tahu a tažností pro různé druhy matrice[18].

Izotermicky zušlechtěná LKG je skoro dvojnásobně pevnější než obvyklé druhy LKG, při zachování vysoké tažnosti a houževnatosti. Izotermicky zušlechtěné LKG mají navíc velkou odolnost proti opotřebení a vysokou mez únavy, čímž umožňují snížit hmotnost součástí.

Podle chemického složení výchozí LKG, metalurgie výroby odlitku a podmínek tepelného zpracování se může výsledná struktura rozdílných druhů a jakostí ADI více nebo méně lišit. Proto je také možné statické, rázové, únavové a jiné vlastnosti měnit v poměrně širokém rozmezí. Pro daný případ technického použití je možné volbou podmínek izotermické transformace získat konstrukční materiál s takovou kombinací vlastností, které při použití jiného druhu grafitické litiny, popř. lité oceli není možné dosáhnout [8].

Tab.2.2.: Mechanické vlastnosti nelegovaných LKG na odděleně litych zkušebních tělesech.

Pozn.: 1) dále varianty se zaručenými vlastnostmi za nízkých teplot

2) varianty s tažností 15 a 18 %

3) lze dosáhnout pouze tepelným zpracováním anebo legování
struktura: F – ferit; P – perlit; S – sorbit; B – bainit [4,8].

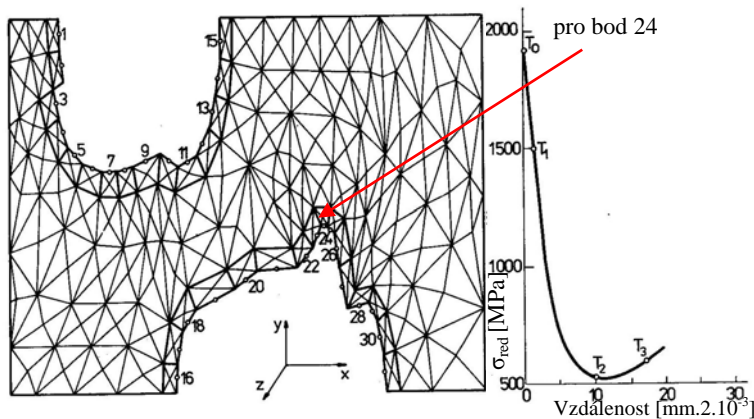
Označení materiálu	Pevnost v tahu R_m [MPa]	Smluvní mez kluzu $R_{p0,2}$ [MPa]	Tažnost A [%]	Tvrdość HB	Struktura	ozn.
EN-GJS-350-22	350	220	22	<160	F	1)
EN-GJS-400-18(15)	400	250	18(15)	130÷175	F	1) 2)
EN-GJS-450-10	450	310	10	160÷210	F	-
EN-GJS-500-7	500	320	7	170÷230	F+P	-
EN-GJS-600-3	600	370	3	190÷270	F+P	-
EN-GJS-700-2	700	420	2	225÷305	P	-
EN-GJS-800-2	800	480	2	245÷335	P,S	-
EN-GJS-900-2	900	600	2	270÷360	B,S	3)

2.5.1. Vliv grafitu na deformační vlastnosti v matici LKG

Zatímco u ocelí je při tahovém zatěžování deformace v oblasti pružného přetvoření přímo úměrná napětí, nejsou názory na platnost tohoto vztahu u grafitických litin jednotné. Ve většině případů se předpokládá, že konstanta úměrnosti – modul pružnosti E , je závislá na napětí a ovlivněna přítomností grafitu. Částice grafitu jednak zmenšují nosný průřez tělesa a současně působí vnitřním vrubovým účinkem. Vliv množství a tvaru grafitu na hodnotu modulu pružnosti studovali již Lisell a Margerie, kteří zjistili, že u LKG je modul pružnosti vyšší a s rostoucím podílem grafitu klesá pomaleji než u litiny s lupínkovým grafitem [12,13].

Příspěvkem k této problematice jsou také pokusy o výpočet gradientu napětí v okolí částice, které vycházejí z předpokladu, že při zatěžování tělesa z LKG dochází vlivem vnitřního vrubového účinku zrn grafitu k lokální koncentraci napětí v okolí grafitu a tím ke vzniku trojosé napjatosti. Koncentrace napětí je obvykle definována součinitelem koncentrace napětí $\alpha = \sigma_{max}/\sigma_n$ (σ_n – nominální napětí, σ_{max} – maximální složka napětí). Teoretické výpočty koncentrace napětí jsou zpracovány pro homogenní, dokonale elastický a izotropní materiál a pro samostatné vruby přesně definovaných tvarů. Koncentraci napětí v sousedství zrna grafitu by bylo možné modelovat např. napětíovými poměry v okolí dutiny kulovitého tvaru uloženého v neohrazené, dokonale elastické a izotropní matici. Pro případ dutiny dokonale kulovitého tvaru byla velikost součinitele koncentrace napětí vypočítána ($\alpha = 2$) a z rozboru průběhu napětí vyplynulo, že výrazné zvýšení napětí zasahuje v matici do vzdálenosti asi $0,25 r$ (r – poloměr dutiny). Tento výpočet počítal s dutinou dokonale kulového tvaru [12,13]. V případě méně pravidelného tvaru grafitu v LKG, může být hodnota součinitele koncentrace

napětí v různých místech matrice odlišná ve srovnání s předchozím ideálním případem. Pro výpočet bylo použita trojosá síť (obrázek 2.14) zobrazující strukturu se dvěma grafity, která byla matematicky upravena (dostatečně zvětšena). K výpočtu v tomto případě byla použita metoda konečných prvků a vlastní výpočet se prováděl na počítači (pro nominální napětí $\sigma_n = 355$ MPa; směr σ_n je stejný s osou x v obrázku 2.14). V každém vypočítaném bodě jsou stanoveny složky normálového napětí řízené osami x, y, z ($\sigma_x, \sigma_y, \sigma_z$), smykového napětí v rovině xy (τ_{xy}), redukovaného napětí σ_{red} a hlavního napětí σ_1, σ_2 . Maximální vypočtené hodnoty napětí (1920 MPa) a součinitele α (5,39) náleží pásmu těsně při okraji matrice v místě výstupku na povrchu zrna grafitu. Také průběh změny napětí v různých místech rozhraní matrice – dutina ve směru od okraje do okolní matrice ukázal, že nejvyšší hodnoty nominálních napětí jsou extrémně lokalizovány při okraji matrice. Ve feritické i bainitické matici byly pozorovány skluzové čáry přednostně v okolí zrn grafitu (obr. 2.15) [12,13].

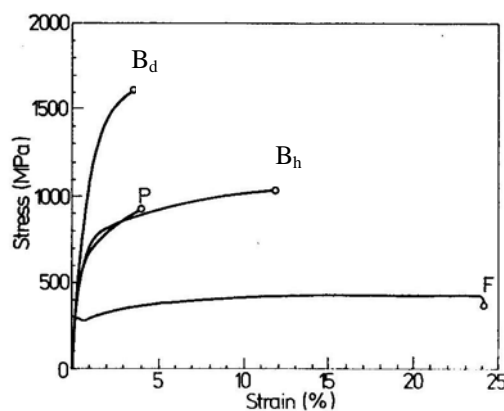


Obr. 2.14.: Trojosá síť pro kalkulaci napětí v matrici numerickou metodou [13].

Obr. 2.15.: Povrchová deformace v matrici feritické LKG, SM – interferenční kontrast, zvět. 160x [12,13].

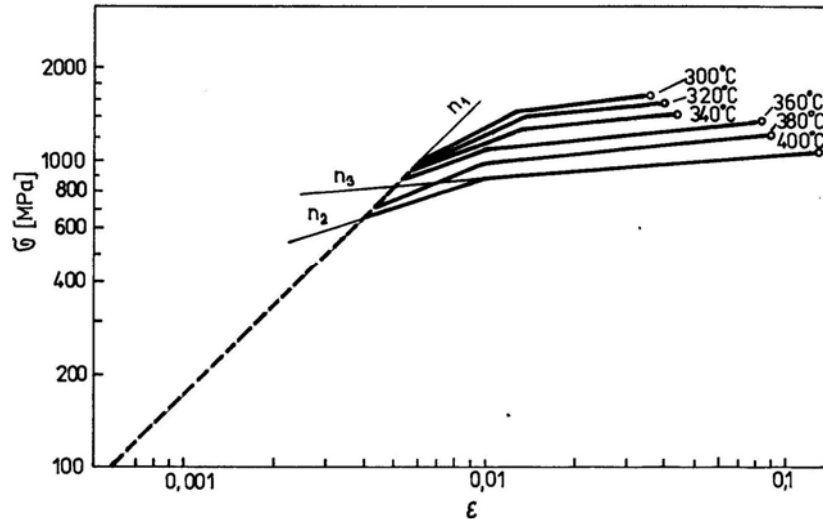
2.5.2. Vliv tahové deformace na vlastnosti a strukturu ADI

Závislost $\sigma - \varepsilon$ pro ADI (obr. 2.16) je charakterizována spojitým přechodem z pružné do pružně plastické oblasti a je možné ji popsat vztahem: $\sigma = k\varepsilon^n$.



Obr. 2.16.: Závislost napětí - deformace pro LKG s různým druhem matrice (B_d - bainit dolní, B_h - bainit horní, P - perlit, F - ferit) [12,13].

V logaritmických souřadnicích lze tuto závislost aproximovat třemi lineárními úseky s rozdílnou hodnotou směrnice (n_1, n_2, n_3). Pro ADI izotermicky zušlechťenou za teplot 300 až 400 °C byly hodnoty směrnic zjištěny ve zprávě [12] a příslušné závislosti $\log \sigma - \log \varepsilon$ jsou znázorněny na obrázku 2.17. Hodnota n_1 se pohybuje v rozmezí 0,9 až 1 a naznačuje, že závislost v prvním úseku není pouze deformací pružnou a to z toho důvodu, že modul pružnosti nemá u grafitických litin přesný fyzikální smysl. Pro oblast pružně plastické deformace vyjadřuje exponent schopnost plastické deformace bainitické strukturní směsi (bainit + stabilizovaný austenit). Jak je patrné z obrázku 2.17, hodnota n_2 se vzrůstající transformační teplotou klesá (z 0,5 na 0,36), hodnota n_3 se pohybuje v rozmezí 0,1 až 0,15 a s teplotou přeměny se výrazně nemění [12,13].



Obr. 2.17.: Závislost $\log \sigma - \log \varepsilon$ pro ADI litinu izotermicky zušlechťenou za teplot 300 až 400 °C [12,13].

Při posuzování deformačních pochodů bainitické strukturní směsi je nutné přihlídnout k jejímu složení a k vlastnostem jednotlivých strukturních složek. Významné jsou zejména plastické a pevnostní vlastnosti bainitického feritu a stabilizovaného austenitu. Nižší plasticita α – fáze, disperze karbidů a zvýšená hustota dislokací naznačují, že je tato strukturní složka v porovnání se stabilizovaným austenitem více odolná vůči trvalému přetvoření. Tento názor podpořily výsledky z pozorování vzorků křemíkové oceli na transmisním elektronovém mikroskopu, které byly plasticky deformovány při tahovém zatěžování nad mezí kluzu. Ve struktuře horního bainitu docházelo k plastické deformaci přednostně ve stabilizovaném austenitu. Po překročení meze kluzu se ve stabilizovaném austenitu objevují četná deformační dvojčata (viz obr. 2.18). Při znalosti těchto poznatků a jejich aplikaci na bainitickou LKG s obdobnou strukturou, lze předpokládat, že pro deformační pochody příslušející druhému úseku křivky $\log \sigma - \log \varepsilon$ (obr.2.17) je charakteristický značný podíl plastické deformace soustředěný v útvarech stabilizovaného austenitu. Jak se zdá, laťky bainitického feritu, popř. jejich svazky se pouze natáčí jako víceméně tuhé celky, a tak přispívají k celkové deformaci zatěžované zkušební tyče. Tento mechanismus lze očekávat především u horního bainitu, kde množství stabilizovaného austenitu je značné a lze ho považovat za víceméně spojitou strukturní složku. V porovnání s horním bainitem zpevňuje více dolní bainit. Příčinou je větší množství účinných překážek omezujících pohyb dislokací, a to větší tloušťka bainitických desek, karbidy vyloučené převážně uvnitř těchto desek a asi poloviční množství stabilizovaného austenitu. Ve třetím úseku pokračuje plastická deformace stabilizovaného austenitu a na celkovém přetvoření se ve větším rozsahu podílí trvalá deformace svazků bainitického feritu. Z výsledků transmisní elektronové mikroskopie v místě blízko lomové

plochy zkušebních tyčí křemíkových ocelí vyplynulo, že při tahovém namáhání část stabilizovaného austenitu transformuje na martenzit (viz obr. 2.18), což dokázalo i měření pomocí rtg. analýzy. Na deformačních pochodech se tedy v tomto údobí podílí martenzitická přeměna, ale i přítomnost grafitu v matrici LKG, který usnadňuje podélnou deformaci i příčnou kontrakci můstku mezi grafitickými zrny [12,13].

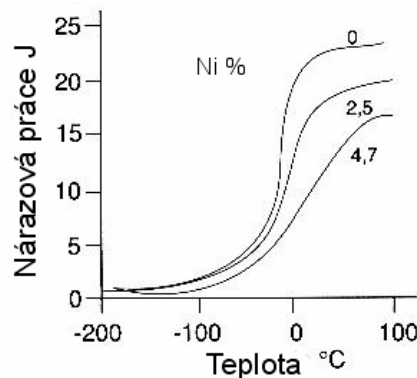


Obr. 2.18.: Deformační dvojčata ve stabilizovaném austenitu křemíkové oceli, horní bainit, izotermicky zušlechtěné 400°C / 92 min, po tahové deformaci 4,6 %, zvětš. 37000x [13].

2.6. Tranzitní lomové chování LKG

Mezi faktory, které ovlivňují lomové chování materiálu patří teplota, rychlost zatěžování a víceosá napjatost. Vlivem poklesu teploty a růstu rychlosti zatěžování dochází u mnohých materiálů ke změně v lomovém chování, tzn. k přechodu od porušení tvárného k porušení křehkého. Vliv vrubů se projevuje posunem tohoto přechodu k vyšším teplotám. Při studiu porušování je tedy nutné stanovit tranzitní teploty, které stanovují, jaký mechanismus porušení se v daném materiálu nachází.

Nárazová práce LKG závisí především na struktuře kovové matrice. Litina s feritickou strukturou má podstatně vyšší nárazovou práci než litina perlitická. Z hlediska použití v konstrukcích je velmi významnou hodnotou tranzitní teplota, při které dochází ke změně houževnatého lomu (z hlediska energetického) na křehký, provázený velkým poklesem houževnatosti [4,8]. Vliv niklu na nárazovou práci je uveden na obrázku 2.19, ze kterého je patrné, že s přibývajícím množstvím niklu dochází k poklesu hodnot horní prahové úrovně nárazové práce pravděpodobně v důsledku zvýšení množství perlitu ve struktuře .



Obr. 2.19.: Vliv niklu na nárazovou práci LKG [2].

3. CHARAKTERISTIKY ÚNAVOVÉHO PROCESU

3.1. Únava kovových materiálů

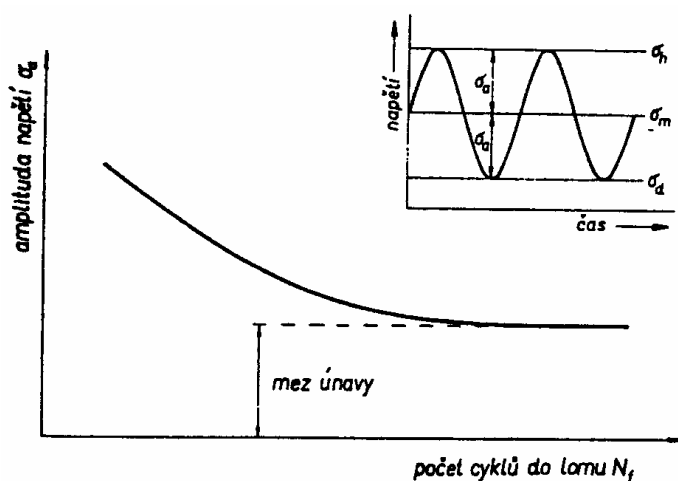
Pod pojmem únava materiálů rozumíme souhrn procesů probíhajících v materiálu pod účinkem časově proměnlivých vnějších sil, které vyúsťují ve vznik únavové trhliny a finálně v únavový lom. Přitom maximální velikost těchto sil může být tak malá, že její statické (monotónní) působení snáší materiál bez známek porušení. Poškozování materiálu při únavě je proces postupný, nevratný a má kumulativní charakter, tj. roste s počtem zátěžných cyklů a je charakterizován iniciací únavových trhlin, jejich šířením a v závěru růstem makrotrhliny a únavovým lomem. Z energetického hlediska je tento proces aktivní, což znamená, že při každém zátěžovacím cyklu materiál pohlcuje nebo uvolňuje mechanickou energii [26 až 28].

Obecně lze pojem únava materiálu definovat jako změny vlastností materiálu vznikající při opakovaném působení napětí a deformací na materiál, avšak obvykle se vztahuje ke změnám, které vedou ke vzniku trhlin a k lomu.

V současnosti je zažitá konvence dělení únavy na dvě oblasti:

- oblast nízkocyklové únavy je charakterizována deformačním přístupem, kde životnost určují vztahy odvozené Coffinem a Mansonem (např. součásti podrobené občasnému přetížení – součásti turbin, oblasti v okolí hrdel tlakových nádob). Cyklické zatěžování při němž napětí nad mezí kluzu vyvolá značnou amplitudu plastické deformace a výsledkem je počet cyklů do lomu nepřesahující 10^5 .
- oblast vysokocyklové únavy, která je charakterizována napětíovým přístupem, přičemž životnost je dána vztahy odvozenými Wöhlerem, Goodmanem popř. Minerem (např. všechny rotující a kmitající součásti v motoru). Napětí v okolí nebo i pod mezí kluzu při cyklickém zatěžování vede k počtu cyklů do lomu značně přesahující 10^5 .

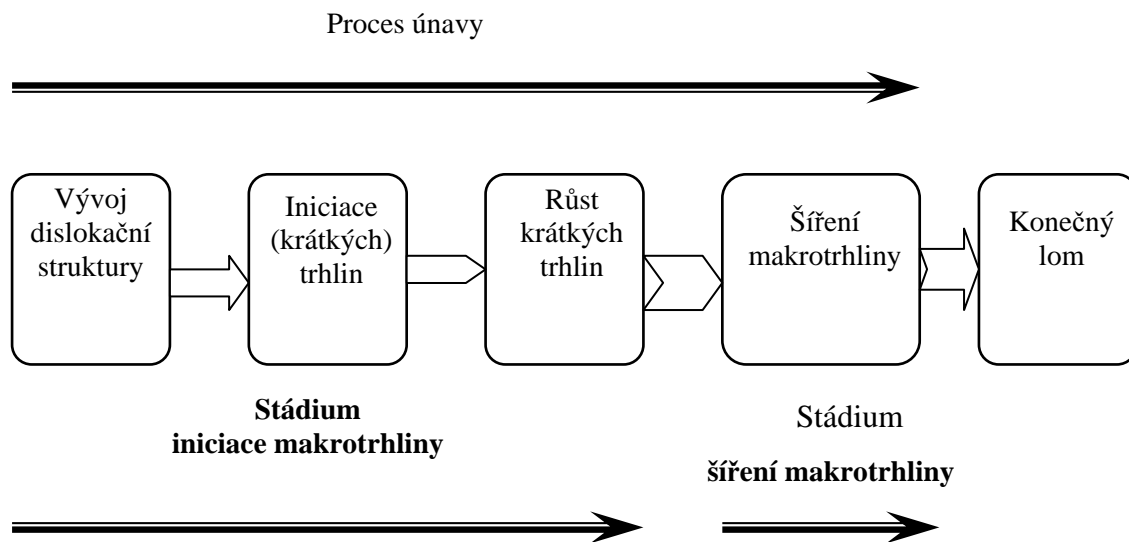
Z historického pohledu byl první výskyt únavových lomů spojen s vývojem konstrukcí, které obsahovaly součásti podrobené cyklickému působení vnějších sil (např. součásti parních strojů, osy železničních vagónů apod.). Vznikla snaha napodobit zatěžovací proces v laboratořích a stanovit mechanické charakteristiky, které by sloužily pro výpočet cyklicky zatěžovaných součástí. První systematické experimenty prováděl železniční inženýr August Wöhler v letech 1852-1870. Dodnes je jednou ze základních únavových křivek Wöhlerova křivka (obr. 3.1), která udává závislost počtu cyklů do lomu N_f na amplitudě napětí σ_a (při určité hodnotě středního napětí σ_m). Amplituda napětí, při které nedochází k lomu ani při vysokém počtu cyklů (někdy předepsaném) řádově 10^7 při harmonickém zatěžování, se nazývá mez únavy σ_c [26].



Obr. 3.1.: Wöhlerova křivka pro dané střední napětí σ_m [26].

Nevratná cyklická plastická deformace je základním a rozhodujícím parametrem procesu kumulativního poškození při proměnlivém zatěžování. Jejím projevem je změna mechanických vlastností v zatěžovaném makroobjemu, dále pak vznik únavových trhlin v lokalizovaných oblastech a později šíření trhlin v cyklické plastické zóně vytvořené před jejich čelem účinkem vysoké koncentrace napětí a deformace [26].

Podle výzkumů mechanismu únavového porušení, lze rozeznat hlavní stádia únavového procesu cyklicky zatěžovaného tělesa (obr. 3.2). Z makroskopického pohledu rozeznáváme dvě základní stádia, iniciace makrotrhlin a šíření (růst) makrotrhlin [28].



Není snadné obě stádia od sebe oddělit a najít délku trhliny, kterou lze prohlásit za délku iniciační makrotrhliny schopnou dalšího růstu do stádia šíření trhliny. Přes tyto potíže, se tato koncepce ukázala být užitečná. Na začátku zatěžování v tělese bez trhliny bude převládajícím mechanismem poškození iniciace trhliny. Naproti tomu, před koncem únavového života, bude k únavovému poškození přispívat jenom mechanismus šíření trhliny. Pomocí této úvahy, lze podat obecnou definici kritické délky trhliny oddělující stádia iniciace a šíření. Je to taková délka trhliny, pro kterou příspěvek obou mechanismů k únavovému poškození je stejný. Tato délka závisí na materiálu, jeho struktuře (krystalové mřížce), charakteru skluzu, velikosti zrna a textuře, na velikosti a rozložení inkluzí, atd.

Stádium iniciace makrotrhliny hladkého tělesa (obr. 3.2) se skládá ze tří podstádií, která se vzájemně překrývají. První je počáteční zpevnění nebo změkčení ve kterém se buduje dislokační struktura a mění se mechanické vlastnosti a které je následováno iniciací krátkých trhlin v oblastech lokalizované deformace. Poté následuje důležité stadium růstu krátkých trhlin. V součástech bez podstatných makroskopických vad pracujících při relativně nízkých úrovních napětí toto stádium může být rozhodující pro celý únavový život [28].

3.2. Parametry proměnlivého zatěžování

Znalost průběhu napětí, deformací, tlaků, zrychlení a všech veličin reprezentujících provozní namáhání součástí a konstrukcí je nutnou vstupní informací pro posuzování únavové životnosti a spolehlivosti. Převážná většina údajů o únavových charakteristikách potřebných pro konstrukční návrhy se opírá o experimentální práce, při kterých se aplikuje harmonický průběh zatěžování s různými hodnotami amplitudy napětí [29]. Konstrukce a součásti jsou však převážně podrobeny namáhání, které nemá ani přibližně harmonický průběh a proto jeho náhrada harmonickým procesem (ať již při simulaci provozních podmínek zatěžování nebo při

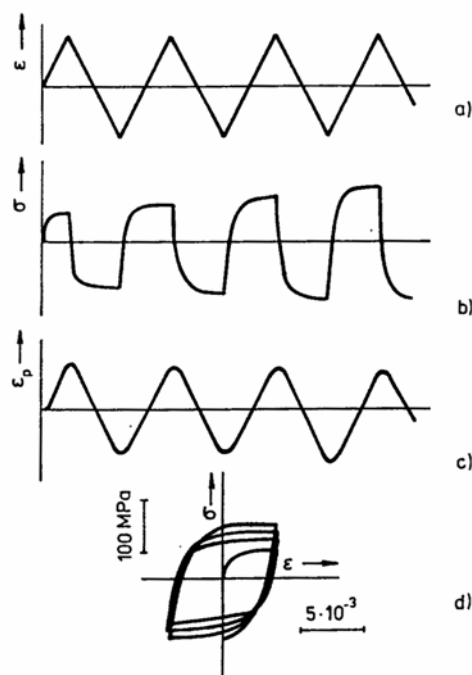
výpočtu únavové pevnosti) je velmi problematická. Průzkum firmy MTS (Material Testing Systems) ukazuje, že pouze asi 20 % provozních zatěžování má harmonický průběh. Zbytek tvoří náhodné zatěžovací procesy.

Při studiu kovových materiálů v nízkocyklové oblasti má důležitou úlohu rychlost deformace $\dot{\varepsilon}$. Abychom dosáhli požadované konstantní rychlosti deformace u řady vzorků namáhaných různými amplitudami celkové deformace ε_a , musíme volit pilový průběh deformace s frekvencemi v určených ze vztahu

$$V = \frac{\dot{\varepsilon}}{4\varepsilon_a} \quad (3.1)$$

V tahové části cyklu je rychlost deformace kladná, v tlakové záporná a v extrémech se tato rychlost skokem mění. Při běžných rychlostech deformace umožňují dodržet zadaný časový průběh deformace elektrohydraulické zkušební stroje, které pracují v režimu uzavřené smyčky [28,29].

Obr. 3.3 ukazuje časové průběhy deformace, napětí, plastické deformace a vzájemnou závislost napětí na deformaci při zatěžování s konstantní amplitudou plastické deformace a s nulovou střední hodnotou napětí. První čtvrtcyklus odpovídá počátku tahové křivky [28].



Obr. 3.3.: Cyklování s konstantní ε_a vyžehané polykrystalické mědi; časové průběhy
 (a) celkové deformace, (b) napětí, (c) plastické deformace a
 (d) výsledná závislost napětí-deformace [28].

3.3. Základní makrocharakteristiky cyklické plasticity

Působením vnějších sil na těleso v něm vznikají napětí a jejich důsledkem jsou deformace. Napětíový a deformační stav tělesa můžeme vyjádřit tenzory napětí a deformace, které jsou závislé na poloze v tělese a na čase. V řadě případů se složitý napětíový stav redukuje na jednodušší, např. při jednoosé napjatosti má tenzor napětí nenulový pouze jeden diagonální prvek, charakterizovaný tahovým, případně tlakovým napětím σ . Ve směru působícího napětí vzniká deformace ε . Jiný jednoduchý případ je čistě smykové napětí τ a jemu odpovídající smyková deformace γ . Vzájemná závislost napětí a deformace při proměnlivém zatěžování charakterizuje plastickou odezvu neboli cyklickou plasticitu. Ke změně napětíově – deformační

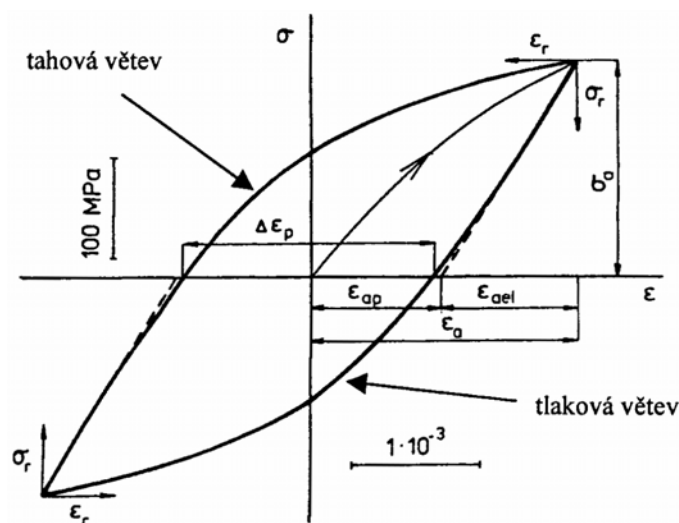
odezvy (cyklické plastické odezvy) dochází především vlivem měnící se hustoty a konfigurace mřížkových poruch.

Reálná tělesa se většinou považují za izotropní přesto, že v mikroskopickém měřítku izotropní nejsou. Polykrystalické kovové materiály se skládají z různě orientovaných zrn, z nichž každé má výrazně anizotropní vlastnosti. Velmi často se materiál považuje za izotropní [29], i když tomu tak je rigorózně vzato jen u polykrystalických materiálů s dokonale náhodnou orientací zrn. U tvářených materiálů mají zrna vždy vyvinutou přednostní orientaci a vyskytují se usměrněné struktury; extrémním případem anizotropického materiálu jsou monokrystaly.

V počátečním stádiu cyklického zatěžování kovů a slitin dochází v důsledku mikrostrukturních změn ke změnám mechanických i fyzikálních vlastností v celém objemu. Všechny tyto změny mají zpravidla sytící (saturační) charakter, to znamená, že nejvýraznější jsou na počátku cyklického zatěžování. Se vzrůstajícím počtem cyklů intenzita změn klesá a po poměrně malém počtu cyklů (ve srovnání s celkovou životností) se dosáhne nasycená (saturovaná) hodnota měřené veličiny nebo se měřená veličina mění jen nevýrazně. Pro popis únavového děje jsou důležité změny mechanických vlastností, které charakterizují odpor materiálu proti plastické deformaci vyvolané vnějšími silami. Všeobecně jde o charakteristiky popisující souvislost vnějšího napětí a deformace při zvolených podmínkách zatěžování [26,27,30].

3.3.1. Hysterézní smyčka

Nejlepší a nejadekvátnější způsob detekce mechanických vlastností je přímé měření parametrů mechanické hysterézní smyčky (obr. 3.4) za chodu zkušebního stroje.



Obr. 3.4.: Saturovaná hysterézní smyčka nízkouhlíkové oceli cyklicky zatěžované rychlostí deformace $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ a konstantní amplitudou deformace $\varepsilon_a = 2,05 \times 10^{-3}$ [28].

Po ukončení počátečního stádia cyklické deformace, během něhož probíhá cyklické zpevnění, popř. změkčení, nastává u většiny materiálů stadium stabilizace – saturace, v jehož průběhu je hysterézní smyčka uzavřená a mění se s počtem cyklu jen nepatrně nebo se nemění vůbec. Saturovaná hysterézní smyčka je charakterizována ustálenou amplitudou napětí σ_a a ustálenou amplitudou plastické deformace ε_{ap} . Amplituda celkové deformace je součtem plastické složky ε_{ap} a elastické složky ε_{ael} . Elastická složka je podle Hookova zákona $\varepsilon_{ae} = \sigma_a / E$ úměrná amplitudě napětí σ_a . Můžeme tedy psát:

$$\varepsilon_a = \varepsilon_{ap} + \frac{\sigma_a}{E} \quad (3.2)$$

Známe-li tedy amplitudu celkové deformace ε_a a amplitudu napětí σ_a , můžeme vypočítat amplitudu plastické deformace ε_{ap} . Tento vztah však neplatí zcela přesně, protože v důsledku relaxace může plastická deformace nabýt maximální hodnoty až po obrácení směru deformace. Pro praktické účely je však vztah (3.2) dostatečně přesný pro určení amplitudy plastické deformace při vyšších hodnotách ε_{ap} , tj. při hodnotách větších než amplituda elastické deformace ε_{ae} . Pro malé hodnoty ε_{ap} je lépe určovat amplitudy plastické deformace z poloviční šířky hysterézní smyčky $\Delta \varepsilon_p$ při střední hodnotě napětí, tj. podle vztahu:

$$\varepsilon_{ap} = \frac{\Delta \varepsilon_p}{2} \quad (3.3)$$

Vzhledem k existenci zpětné deformace platí $\varepsilon_{ap} \geq \Delta \varepsilon_p / 2$, přičemž ε_{ap} je vyšší než $\Delta \varepsilon_p / 2$ jen o několik procent. Protože se s cyklickou deformací mění modul pružnosti E , je určení ε_{ap} na základě vztahu (3.3) pro malé ε_{ap} zatíženo mnohem menší chybou než podle vztahu (3.2) a je reprodukovatelnější [29].

Tvar hysterézní smyčky byl aproximován různými přibližnými analytickými výrazy. Pro jeho vystižení je vhodné zavést relativní souřadnice tak, že počátek napětí a deformace posuneme do minima napětí a deformace pro tahovou pulsmyčku a pro tlakovou pulsmyčku umístíme relativní souřadnice do maxima napětí a deformace s obrácením směru os (obr. 3.4.).

Plocha hysterézní smyčky má význam hustoty energie disipované v materiálu v průběhu jednoho cyklu a je obecně určena vztahem [26]:

$$\Delta W = \iint d\sigma \cdot d\varepsilon = \oint \sigma(\varepsilon_p) \cdot d\varepsilon_p \quad (3.4)$$

Tato plocha závisí jednak na tvaru hysterézní smyčky, jednak na amplitudě napětí a plastické deformace, které při výpočtu vystupují jako integrační meze. V obecném případě závisí na amplitudě deformace, na teplotě a na materiálu. Konkrétní výrazy pro plochu smyčky jsou pak dány především volbou tvaru závislosti napětí na plastické deformaci po obvodu smyčky [26].

Tvar hysterézní smyčky lze dobře popsat aproximativním mocninovým vztahem [31]:

$$\frac{\sigma_r}{2\sigma_a} = \left(\frac{\varepsilon_{pr}}{2\varepsilon_{ap}} \right)^{n_1} \quad (3.5)$$

kde n_1 je exponent zpevnění smyčky. Tento vztah je pouze aproximativní a n_1 je funkcí amplitudy plastické deformace [28].

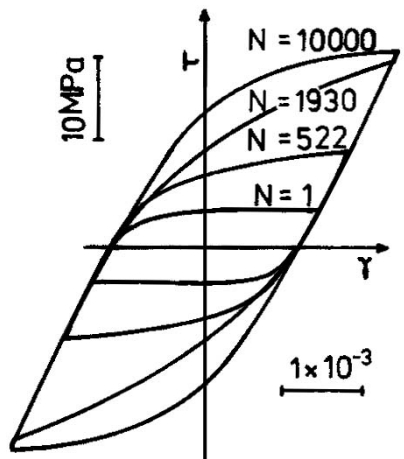
Užitečnou charakteristikou tvaru smyčky je parametr tvaru smyčky V_H [32], jenž je roven poměru plochy hysterézní smyčky ΔW ku ploše rovnoběžníku se základnou $2\varepsilon_a$ a výškou $2\sigma_a$, tj.

$$V_H = \frac{\Delta W}{4\varepsilon_a \sigma_a} \quad (3.6)$$

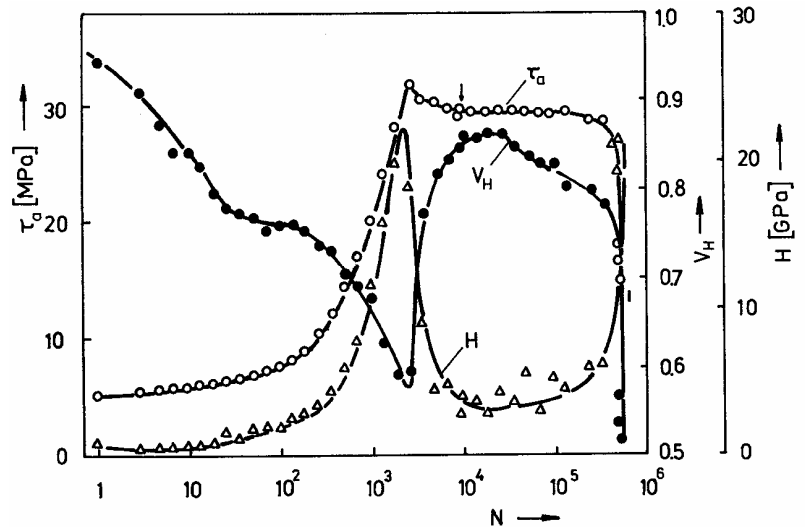
Parametr V_H nabývá velikosti od 0,5 do 1. V obecném případě závisí na amplitudě deformace, teplotě, materiálu a na historii zatěžování. Často bývá používán pro indikování lokalizace cyklické plastické deformace [33 až 35]. Zřetelné (výrazné) změny ve tvaru hysterézní smyčky byly pozorovány u cyklicky zatěžovaných monokrystalů kovů [32,36]. Tyto změny jsou spojeny s lokalizací plastické deformace do pásů s intenzivním skluzem.

Obr. 3.5 ukazuje čtyři smyčky monokrystalu mědi orientovaného pro jednoduchý skluz v různých stádiích únavového života, který byl cyklován s konstantní amplitudou plastické deformace a konstantní rychlostí deformace. Na začátku cyklování ($N = 1$) je monokrystal s nízkou hustotou dislokací ve stadiu snadného skluzu a hysterezní smyčka má nízkou

amplitudu napětí, nízký koeficient zpevnění H a proto tedy je velký parametr tvaru smyčky V_H . S následujícím cyklováním ($N = 522$) amplituda napětí a koeficient zpevnění vzrůstá a parametr tvaru smyčky V_H klesá. Krátce před dosažením maxima amplitudy napětí ($N = 1930$) koeficient zpevnění dosáhl maxima a parametr tvaru smyčky dosáhl minima (obr. 3.6). Po tomto počtu cyklů začne lokalizace cyklické deformace, která má za následek snížení koeficientu zpevnění a vzrůst parametru tvaru smyčky. Amplituda napětí se významně nemění a vzorek je v saturaci ($N = 10\ 000$) [28].

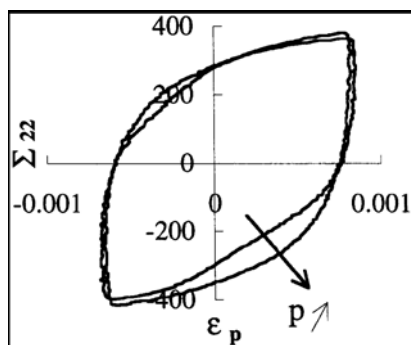


Obr.3.5.: Hysterezní smyčky monokrystalu mědi orientovaného pro jednoduchý skluz v různých stádiích únavového života [28].

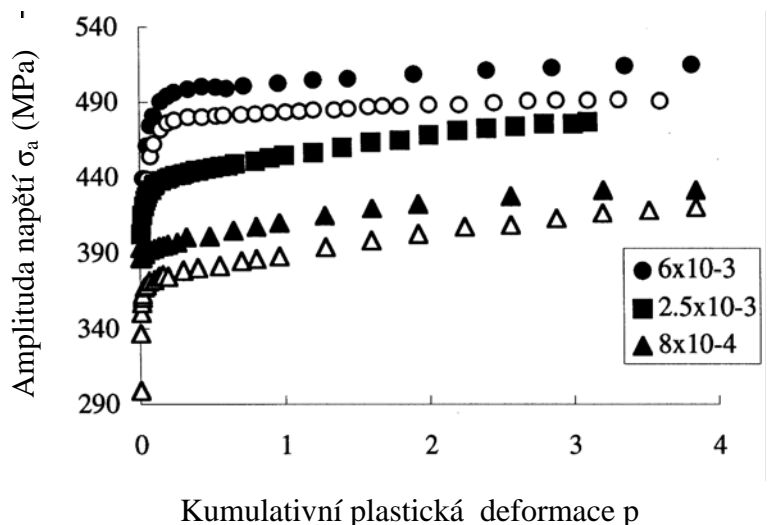


Obr. 3.6.: Amplituda skluzového napětí τ_a , parametr tvaru smyčky V_H a koeficient zpevnění H v závislosti na počtu cyklů N cyklicky zatěžovaného monokrystalu mědi s amplitudou skluzové deformace $\gamma_{ap}=1,1 \times 10^{-3}$ [28].

V práci [37] se zabývali detailněji cyklickou plasticitou feritické LKG. Obr. 3.7 ukazuje dvě smyčky vyžítané feritické LKG pro dvě stádia únavového života, reprezentované dvěmi kumulativními plastickými deformacemi p ($p = 4N\varepsilon_{ap}$), který byl cyklován s konstantní amplitudou plastické deformace a konstantní frekvencí deformace. Na začátku cyklování dochází k nárůstu amplitudy napětí až do hodnoty $p \sim 0,1$, dochází k cyklickému zpevnění, jak je patrné na obr. 3.8, které pokračuje dále v saturaci napětí.

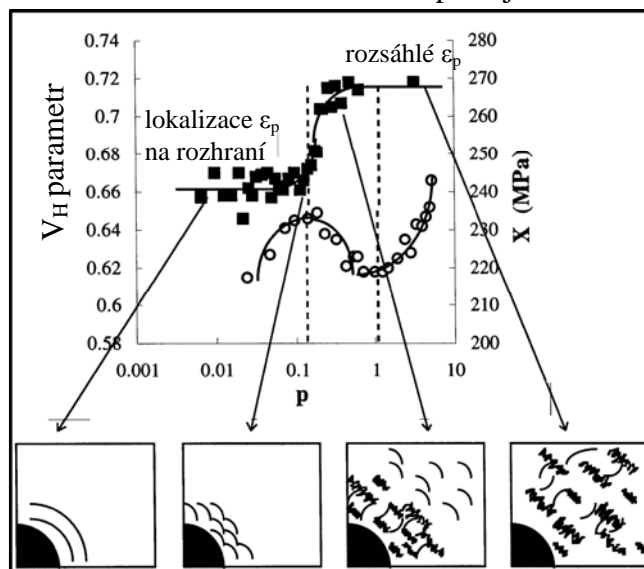


Obr. 3.7.: Změny tvaru hysterezních smyček v průběhu zatěžování $\varepsilon_{ap} = 8 \times 10^{-4}$, jsou zobrazeny první a saturovaná smyčka [37].



Obr.3.8.: Křivky cyklického zpevnění feritické LKG, provedené v řízení ε_{ap} . Vliv frekvence v : plné symboly 5×10^{-2} Hz, prázdné symboly 3×10^{-3} Hz. [37].

Na obrázku 3.9 je spočítán V_H parametr z hysterezních smyček, kdy je na začátku cyklování ($p < 0,1$) přibližně konstantní a s následujícím zatěžováním vzrůstá až do saturace ($p \sim 0,65$). Tento vývoj je vysvětlen šířením plastické deformace v matici, probíhajícím nejprve na rozhraní grafit-matrace a pokračujícím k hranicím eutektických buněk. Toto bylo potvrzeno pomocí transmisní elektronové mikroskopie a je zobrazeno schematicky na obr 3.9.



Obr.3.9.: Porovnání křivek parametru V_H (■) a interního napětí X (○) s rozložením dislokací v závislosti na kumulativní plastické deformaci p pro amplitudu plastické deformace $\epsilon_{ap} = 8 \times 10^{-4}$ napětí [37].

3.3.2. Křivky cyklického zpevnění – změkčení

Přestože se v průběhu cyklické deformace tvar hysterézní smyčky mění, nejsou změny jejího tvaru výrazné a za nedůležitější změny je třeba považovat změny amplitudy napětí nebo změny amplitudy celkové deformace, popř. plastické deformace.

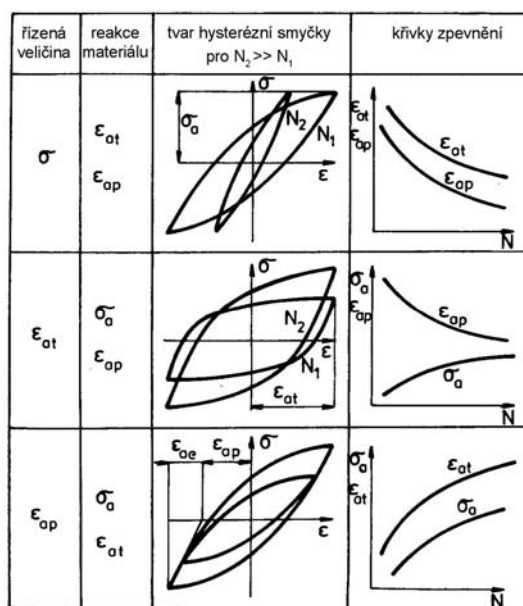
Rozeznáváme různé druhy cyklického zatěžování, při kterém řídíme buď amplitudu napětí σ_a (ozn. jako měkké zatěžování), anebo amplitudu deformace ϵ_a , resp. amplitudu plastické deformace ϵ_{ap} (ozn. jako tvrdé zatěžování).

Při režimu zatěžování s konstantní amplitudou deformace (ať celkové nebo plastické) se mění amplituda napětí. Zde jsou definice zpevnění a změkčení ještě názornější, cyklické zpevnění se projevuje růstem amplitudy napětí, tj. roste napětí potřebné k dosažení téže deformace, cyklické změkčení je naopak charakterizováno poklesem amplitudy napětí, tj. klesá napětí potřebné k dosažení téže deformace (obr. 3.10).

Z těchto závislostí je zřejmé, že plocha a tvar hysterézní smyčky se v průběhu zatěžování mění. Plocha hysterézní smyčky nemusí být kritériem změn mechanických vlastností. Například cyklické zpevnění při režimu zatěžování s konstantní amplitudou napětí se projevuje poklesem amplitudy deformace – plocha hysterézní smyčky klesá, zatímco při režimu s konstantní amplitudou plastické deformace se projevuje růstem amplitudy napětí – plocha hysterézní smyčky roste, ačkoliv jde o tentýž proces (o proces cyklického zpevnění) [27].

Cyklické změkčení je typické pro materiály zpevněné některým ze známých způsobů, např. deformační zpevnění, precipitační zpevnění, zpevnění martenzitickou transformací, disperzní zpevnění, zpevnění příměsovými atomy. Je to nežádoucí jev, poněvadž růst amplitudy plastické deformace ϵ_{ap} (při $\sigma_a = \text{konst.}$) vede k intenzivnějšímu únavovému poškození a zrychluje i kumulaci jednosměrné plastické deformace při asymetrickém zatěžování, tj. cyklický creep. Intenzita cyklického změkčování roste se stupněm statické

předdeformace tvářením za studena, tj. s klesajícím charakteristickým rozměrem statické dislokační struktury.

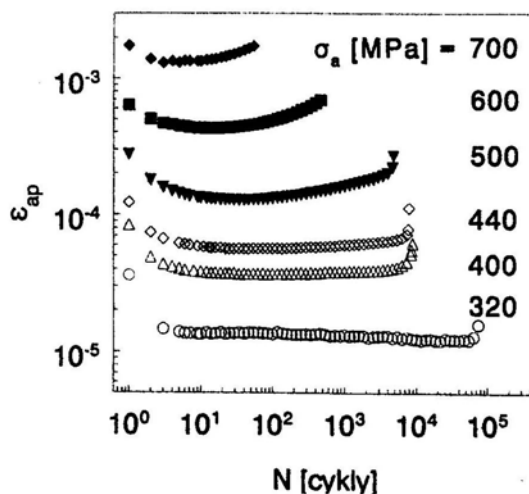


Obr.3.10.: Průběh cyklického zpevnění při volbě řízené veličiny [27].

Cyklické zpevnění je typické pro materiály vyžíhané. Je způsobeno vytvářením stabilní dislokační struktury s rostoucí hustotou, přičemž roste amplituda vnitřního i efektivního napětí [30].

LKG jsou materiály s komplikovanější strukturou, které mohou cyklicky zpevňovat a změkčovat v závislosti na její matici [38 až 40]. Na obrázku 3.11 je vidět počáteční zpevnění následované dlouhodobým změkčením pro ADI s horním bainitem legovanou mědí, zatěžovanou s konstantními amplitudami napětí. Po dosažení saturace se mechanické vlastnosti v průběhu dalšího zatěžování už výrazně nemění. To platí, dokud nenastane šíření iniciovaných trhlin, které mění tuhost tělesa a vedou ke změnám mechanických vlastností, tj. ke změnám sledované veličiny. Tyto změny však nemají nic společného se změnami mechanických vlastností celého objemu tělesa [39].

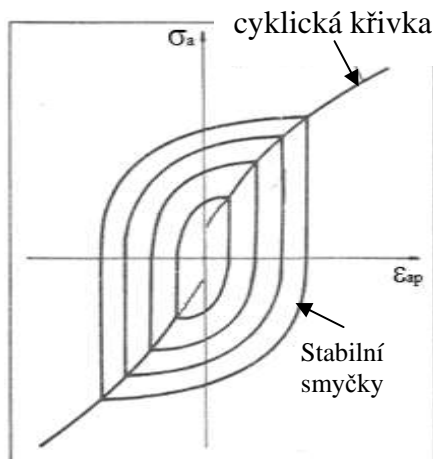
Obdobná cyklická odezva, jako při zatěžování s konstantními amplitudami napětí byla pozorována při zatěžování s různými amplitudami celkové deformace u ADI s horním bainitem [38,40] včetně stabilizované cyklické odezvy pro všechny amplitudy zatěžování [38,40]. U LKG s feritickou [41] nebo feriticko-perlitickou maticí bylo pozorováno pouze cyklické zpevnění (viz obr.3.8) [37,40].



Obr.3.11.: Křivky cyklického zpevnění-změkčení ADI [39].

3.3.3. Cyklická deformační křivka

Po dosažení saturovaných hodnot sledované veličiny se vytvoří saturovaná hysterézní smyčka. Různým amplitudám zatěžování odpovídají různé hysterézní smyčky (obr. 3.12). Když proložíme vrcholovými body hysterézních smyček křivku, dostaneme závislost mezi amplitudou napětí σ_a a amplitudou deformace ε_a , popř. amplitudou plastické deformace ε_{ap} v saturovaném stavu. Tato křivka se označuje jako cyklická deformační křivka (CDK) [26 až 30].



Obr.3.12.: Cyklická deformační křivka [27].

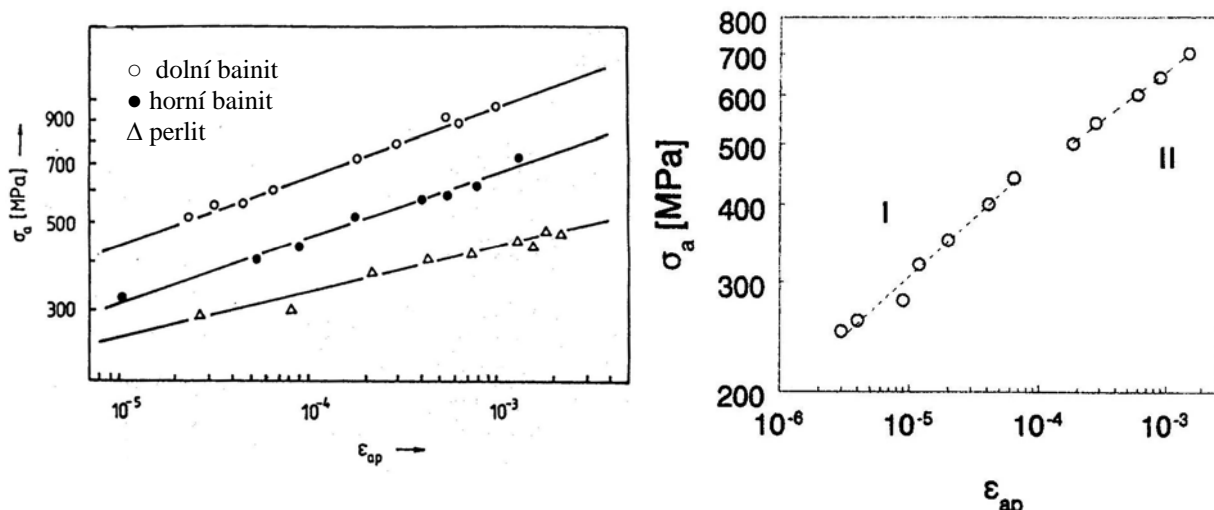
Pokud materiál nevykazuje výraznou saturaci, bereme za saturované hodnoty amplitudy napětí a deformace obvykle hodnoty při počtu cyklů, který je rovný polovičnímu počtu cyklů do lomu. Cyklickou deformační křivku lze též určit pro zadanou hodnotu kumulativní plastické deformace ε_k , která je dána součtem absolutních hodnot rozkmitů plastické deformace v každém půl-cyklu, tedy

$$\varepsilon_k = \sum_{i=1}^{2N} |\Delta\varepsilon_p|_i \quad (3.7)$$

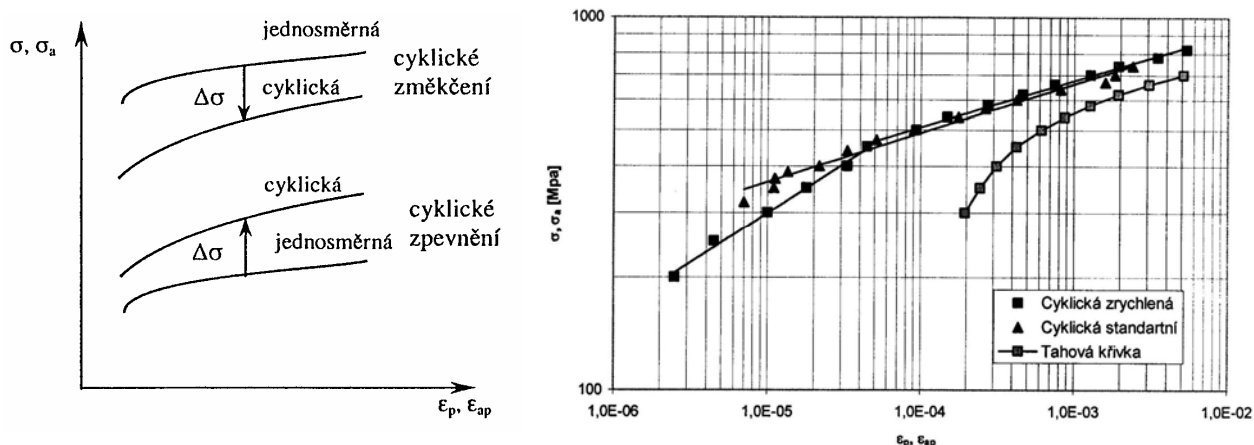
Pokud je kumulativní plastická deformace dostatečně velká ($\varepsilon_k \geq 1$), liší se obě křivky nepodstatně [29].

Cyklická deformační křivka charakterizuje cyklickou plastickou odezvu materiálu po většinu únavového života a je jednou z nejdůležitějších únavových charakteristik materiálu. Cyklickou deformační křivku vyjádřenou závislostí amplitudy saturovaného napětí na amplitudě celkové deformace vynášíme obvykle v lineárních souřadnicích. Je-li cyklická deformační křivka dána závislostí amplitudy napětí na amplitudě plastické deformace, vynášíme tuto závislost obvykle v bilogaritmických souřadnicích (obr. 3.13), neboť amplituda plastické deformace se může měnit až o několik řádů. Na obrázku 3.13a jsou uvedeny cyklické deformační křivky LKG s různou matricí. LKG s matricí horního bainitu je uvedena na obrázku 3.13b, kde jsou vidět dva sklony na CDK [39,40].

Statický tahový diagram reprezentuje závislost napětí na deformaci v prvním čtvrtcyklu, zatímco CDK reprezentuje tutéž závislost po saturaci. Leží-li tedy jednosměrná křivka napětí deformace pod cyklickou křivkou, jde o případ cyklického zpevnění, v opačném případě jde o cyklické změkčení (obr. 3.14a.). Pro danou amplitudu plastické deformace je celková velikost zpevnění či změkčení $\Delta\sigma$ dána příslušným rozdílem napětí na statické a na cyklické křivce. Příklad porovnání CDK a tahové křivky je uveden na obrázku 3.14b pro ADI legovanou 0,5 % Ni a 0,3 % Cu, se strukturou horního bainitu [42,43].



Obr. 3.13.: Základní CDK v celém rozsahu životnosti LKG:
 a) s různou matricí [40],
 b) s matricí horního bainitu [39].



Obr. 3.14.: Porovnání CDK s jednosměrnou tahovou křivkou:
 a) schematicky [30],
 b) ADI legovaná 0,5 % Ni a 0,3 % Cu [43].

Z obr. 3.13 je zřejmé, že průběh cyklické deformační křivky je možné aproximovat mocninovou závislostí amplitudy napětí na amplitudě plastické deformace. Tato závislost byla ověřena u řady polykrystalických kovů a můžeme ji vyjádřit ve tvaru [28]

$$\sigma_a = K'_b \varepsilon_{ap}^{n'_b} \quad (3.8)$$

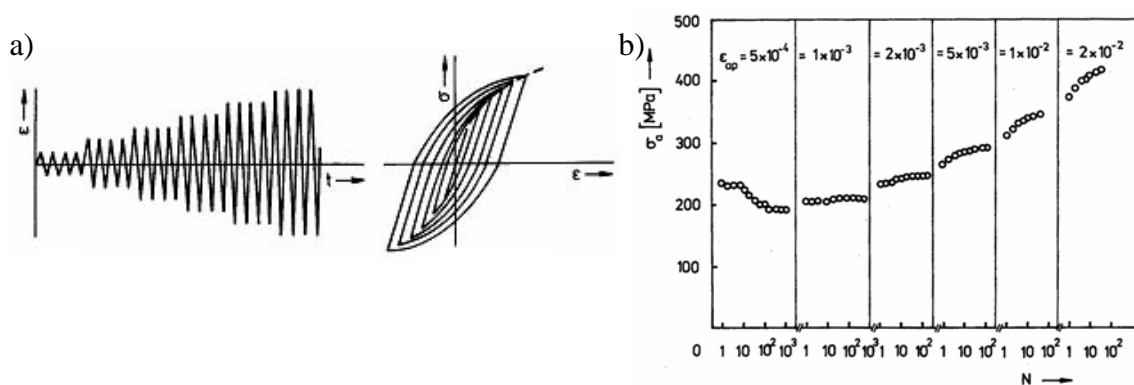
kde K'_b je součinitel cyklického zpevnění a n'_b je exponent cyklického zpevnění. Index b označuje, že jde o základní cyklickou deformační křivku, což znamená, že byla určena tak, že každý bod této křivky odpovídá vzorku deformovanému po celou dobu života na konstantní amplitudě plastické deformace. Konkrétní hodnoty těchto parametrů u LKG se liší pro různé matrice. Hodnoty parametrů pro LKG s feritickou ($K = 845 \text{ MPa}$, $n = 0,12$) a perlitickou matricí jsou typicky nižší ($K = 948$ až 1102 MPa , $n = 0,11$ až $0,15$) než u bainitkové matrice (horní bainit: $K = 2050$ až 2441 MPa , $n = 0,16$ až $0,17$; dolní bainit: $K = 3240 \text{ MPa}$, $n = 0,18$) [40,41,44]. U ADI s horním bainitem byl naměřen v pracích [39,45] dvojitý sklon na CDK (viz obr. 3.13b) o parametrech (I oblast $K = 2810 \text{ MPa}$, $n = 0,19$; II oblast $K = 1909 \text{ MPa}$, $n = 0,16$) [39].

Kromě určení CDK z definice existuje řada zkrácených postupů k jejímu určení. Tyto zkrácené metody využívají pouze jednoho vzorku namáhaného proměnnými amplitudami deformace, popř. plastické deformace, popř. i napětí. Zkrácené postupy byly navrženy Ladgrafem a kriticky zhodnoceny Polákem [28,46]. Mezi nejdůležitější patří metody

stupňovitěho nárůstu amplitudy deformace (multiple step test) a postupného růstu a poklesu amplitudy deformace (incremental step test).

Při metodě stupňovitěho nárůstu amplitudy deformace zatěžujeme vzorek na postupně rostoucích hladinách amplitudy deformace (obr.3.15a). Po uplynutí zadaného počtu cyklů na zvolené hladině, který je obvykle dán hodnotou kumulativní plastické deformace ε_k , přejdeme na hladinu vyšší. V průběhu cyklické deformace se po přechodu na vyšší hladinu deformace amplituda napětí nejdříve mění, poté se ustálí (saturuje). CDK určujeme z hodnot amplitud deformace a hodnot amplitudy napětí na konci každého bloku. Obr. 3.15b. ukazuje průběh amplitudy napětí v závislosti na počtu cyklů při této zkoušce. Bylo prokázáno, že při vzrůstu amplitudy deformace je vliv předchozí cyklické historie malý a CDK určená tímto způsobem velmi dobře aproximuje základní cyklickou deformační křivku [29].

Naměřená zkrácená cyklická deformační křivka pro LKG s horním bainitem se dvěma sklony je zobrazena na obrázku 3.14b, kde je porovnávána se základní CDK. V oblasti větších amplitud plastických deformací se obě křivky téměř shodují, narozdíl od oblasti nižších amplitud plastických deformací [42,43].



Obr.3.15.:

- a) *schematická závislost deformace na čase a graf napětí-deformace při metodě stupňovitěho nárůstu amplitudy deformace*
b) *průběh amplitudy napětí v závislosti na počtu cyklů N při určování CDK metodou stupňovitěho nárůstu amplitudy deformace [28].*

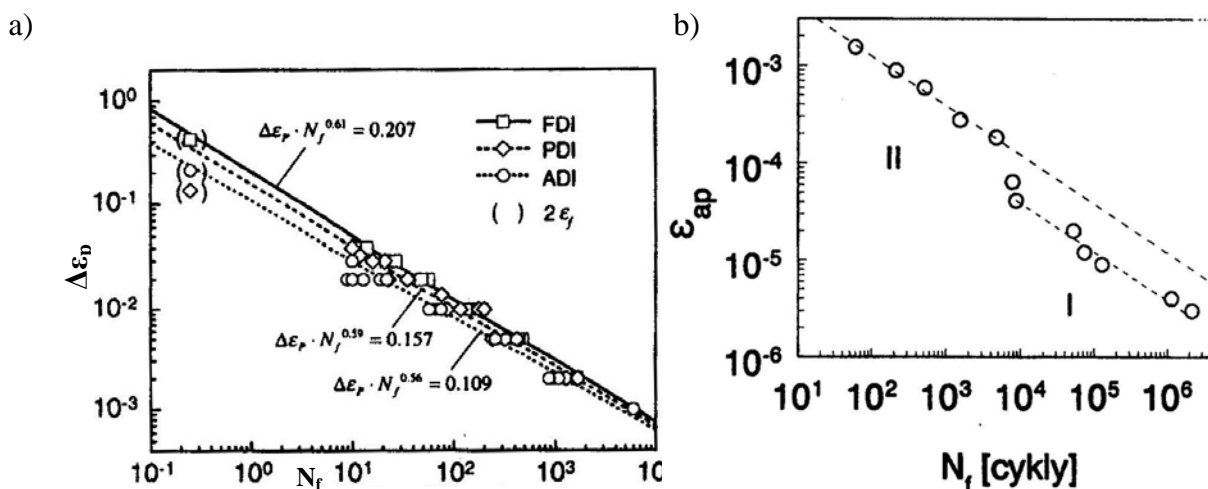
3.3.4. Křivky života

V nízkocyklové oblasti lze únavovou životnost materiálů popsat dvojicí rovnic, Mansonovou-Coffinovou (3.9) a Wöhlerovou-Basquinovou (3.10) křivkou. První z nich vyjadřuje závislost počtu cyklů do lomu N_f na amplitudě napětí σ_a , druhá na amplitudě plastické deformace ε_{ap} . Pro většinu materiálů lze tyto křivky popsat mocninnými funkcemi [29].

Podle Masonova-Coffinova zákona se únavová životnost určuje v závislosti počtu cyklů do lomu N_f na amplitudě plastické deformace ε_{ap} , kterou lze pro většinu materiálů vyjádřit vztahem [29]:

$$\varepsilon_{ap} = \varepsilon_f' (2 N_f)^c, \quad (3.9)$$

kde ε_f' je součinitel únavové tažnosti a c je exponent únavové tažnosti. Oba dva tyto parametry je možné určit z experimentálních bodů pomocí regresní analýzy. Součinitel únavové tažnosti ε_f' vyjadřuje extrapolovanou hodnotu amplitudy plastické deformace první na půlcyklus. Z tohoto důvodu byla ε_f' porovnávána s lomovou deformací ε_f určenou z tahové zkoušky [29].



Obr. 3.16.: Masonova-Coffinova křivka LKG:

a) s různými druhy matrice (FDI-feritickou, PDI-perlitickou, ADI-bainitickou) [48],
b) s matricí horního bainitu mající dvě oblasti křivky [39].

Tato závislost je platná i u LKG s ohledem na její matrici (obr. 3.16), přičemž exponent únavové tažnosti se liší jen nepatrně. U feritické LKG se dosahuje vyšší životnosti oproti perlitické matrici. U ADI byla naměřena nejnižší životnost [39,40,47 až 50] a ve struktuře horního bainitu kolektiv autorů [40] naměřil diskontinuitu a rozdělili Mansonovu-Coffinovu křivku na dvě oblasti (obr. 3.16b).

Vzhledem k tomu, že při zkouškách s konstantními amplitudami deformace dochází též k saturaci amplitudy napětí, můžeme vynést křivku životnosti v souřadnicích amplituda napětí versus počet půlcyklů do lomu. V analogii s Wöhlerovou křivkou určenou z definice tuto křivku nazýváme odvozenou Wöhlerovou křivkou. Její průběh můžeme ve většině případů aproximovat mocninovou závislostí (též Basquinova závislost) ve tvaru [29]:

$$\sigma_a = \sigma_f' (2 N_f)^b, \quad (3.10)$$

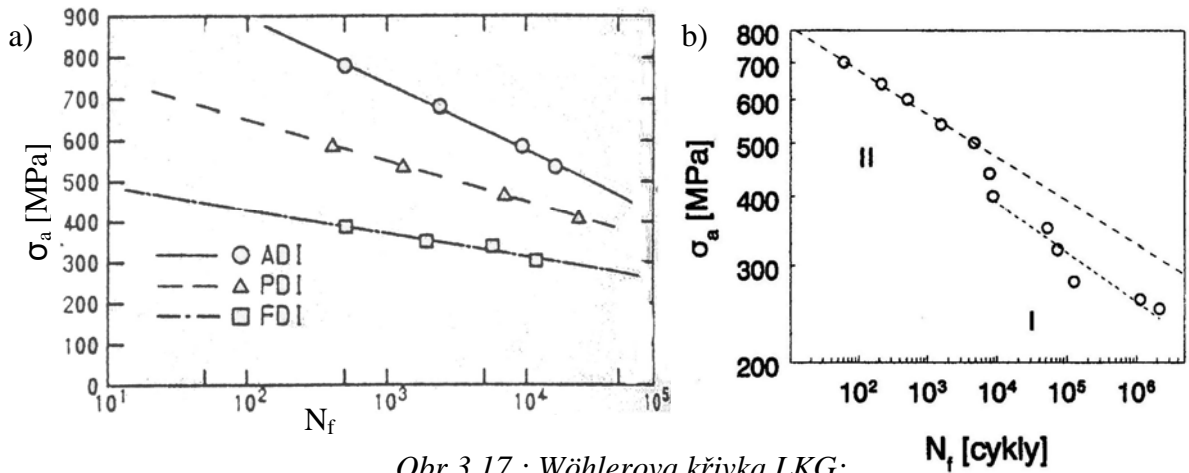
kde σ_f' je součinitel únavové pevnosti a b je exponent únavové pevnosti. Součinitel únavové pevnosti σ_f' , který reprezentuje extrapolovanou hodnotu amplitudy cyklického napětí na první půlcyklus, byl úspěšně porovnán se skutečným lomovým napětím [51 až 53]. Příklad uvedeného vztahu u LKG s rozdílnou matricí je uveden na obrázku 3.17. U těchto materiálů hraje velmi významnou roli CDK. U feritické LKG se dosahuje nejnižší životnosti oproti perlitické matrici. U ADI byla naměřena nejvyšší životnost [39,40,47 až 50] a ve struktuře horního bainitu kolektiv autorů [39] naměřil diskontinuitu a rozdělili Wöhlerovu křivku na dvě oblasti (obr. 3.17b).

Vzhledem k platnosti rovnice (3.2) můžeme dosazením vztahů (3.9) a (3.10) křivku životnosti při konstantních amplitudách celkové deformace vyjádřit závislostí [29]:

$$\varepsilon_a = \varepsilon_f' (2 N_f)^c + \frac{\sigma_f'}{E} (2 N_f)^b, \quad (3.11)$$

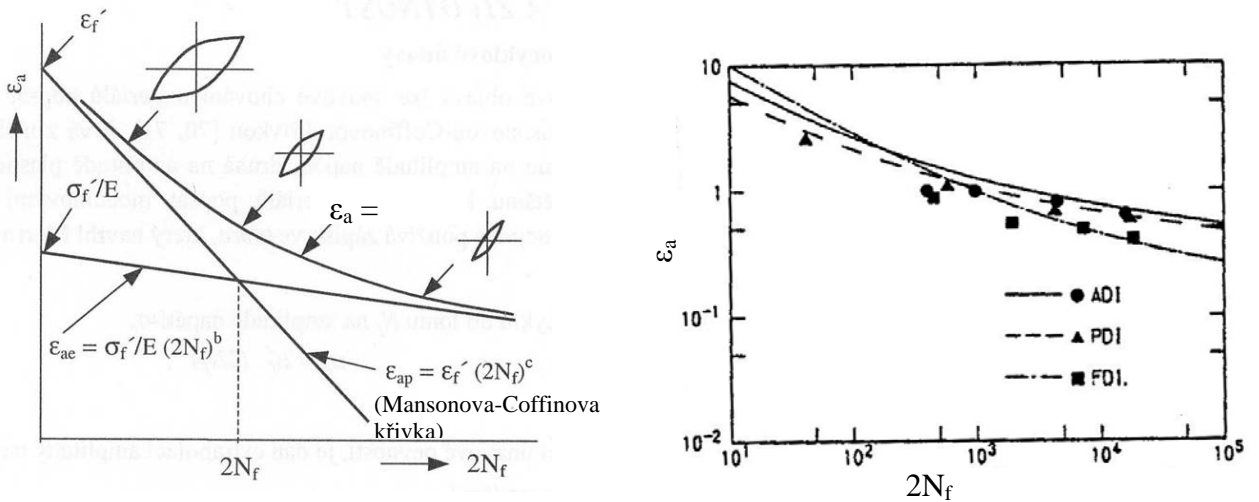
kde E je modul pružnosti. Tyto vztahy platí pro symetrické zatěžování hladkých vzorků homogenní napjatostí tah-tlak [3]. Schematické znázornění těchto rovnic v log-log systému je na obr. 3.18. Porovnání životnosti rozdílných LKG v podání této kombinované křivky života bylo použito mnoha autory [38,41,44,47,54 až 56]. Příklad těchto křivek uvádí obr. 3.18b, kde v první oblasti do 1000 cyklů do lomu má LKG s feritickou matricí lepší životnost než perlitická

LKG a ADI, zatímco v druhé oblasti (do cca 10^4 cyklů) dosahuje nejlepší životnost ADI a nejhorší LKG s feritickou maticí.



Obr.3.17.: Wöhlerova křivka LKG:

a) s různými druhy matrice (FDI-feritickou, PDI-perlitickou, ADI-bainitickou [47],
b) s maticí horního bainitu mající dvě oblasti křivky [39].



Obr.3.18.: Kombinovaná křivka života:

a) Schématický průběh křivek životnosti [29],
b) LKG s různými druhy matrice (FDI-feritickou, PDI-perlitickou, ADI-bainitickou) [47].

4. CÍLE PRÁCE

V literárním rozboru již bylo zmíněno, že LKG a její vysokopevná varianta, tj. izotermicky zušlechtěná LKG, tzv. ADI, patří mezi perspektivní konstrukční materiály, určené zejména pro dynamicky namáhané strojní součásti. Téma této práce bylo zvoleno s ohledem na doplnění a rozšíření komplexních poznatků o monotónních a nízkocyklových únavových vlastnostech feritické LKG a ADI legované niklem nejen při pokojové teplotě, ale i při snížené teplotě.

Pro splnění požadovaných úkolů byla celá disertační práce rozdělena do dvou oblastí:

I) Optimalizace tepelného zpracování

- Zvolit vhodný postup tepelného zpracování (včetně jeho parametrů) vedoucí k feritické a bainitické struktuře LKG (legované 0,5 % a 2,7 % Ni) s ohledem na optimální kombinaci jejich monotónních a dynamických vlastností.
- Určit vliv niklu na výchozí strukturu a strukturu získanou tepelným zpracováním, včetně jejího rozboru, kvantifikace a popisu pomocí dostupných povrchových i objemových metod.

II) Optimalizovaný stav

- Stanovit vliv niklu a teploty zatěžování (pokojová a nízká) na monotónní mechanické vlastnosti optimalizované struktury feritické LKG a ADI, s podrobnou charakteristikou deformačního chování.
- Určit vliv niklu a teploty zatěžování (pokojová a nízká) na nízkocyklovou únavovou pevnost optimalizované feritické LKG a ADI a provést detailnější studium cyklické plasticity a únavového mechanismu porušování včetně pozorování povrchového reliéfu.
- U obou optimalizovaných ADI a pro obě teploty cyklického zatěžování pozorovat vývoj povrchového reliéfu a úbytek stabilizovaného austenitu dostupnými povrchovými a objemovými metodami.

5. EXPERIMENT

5.1. Výchozí materiál

Experimentální materiál byl vyroben ve firmě FOCAM, s.r.o.. Tavenina byla vyrobena v 150 kg středofrekvenční kelímkové peci Inductoterm (obr. 5.1). Modifikace tekutého kovu byla provedena předslitinou BIOMET (Fe-Si-Mg) s následným očkováním FeSi75 a legována předslitinou Fe-Ni. Tavby LKG byly odlity do Y2 bloků (obr. 5.2). Jednotlivé bloky byly odlity do bentonitových forem. Teplota tavení se pohybovala okolo 1580 °C a teplota lící byla 1450 °C (měřeno pyrometrem).



Obr. 5.1.: Kelímková pec



Obr. 5.2.: Y2 blok

Jako experimentální materiál byly použity dvě tavby litiny s kuličkovým grafitem, s feritickoperlitickou strukturou legované niklem. Chemické složení jednotlivých taveb bylo analyzováno na optickoemisním spektrometru s doutnavým výbojem SPECTRUMAT GDS – 750 a je uvedeno v tabulce 5.1. Výrazný rozdíl v chemickém složení obou slitin je pouze v obsahu Ni.

Tab.5.1.: Chemické složení [hmot.%].

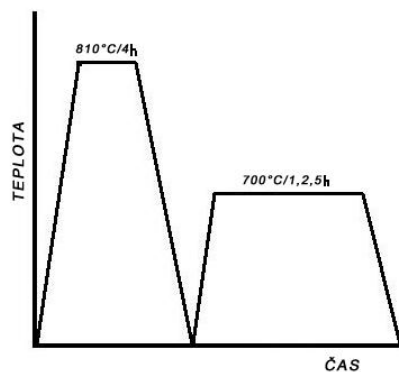
C	Mn	Si	P	S	Cu	Cr	Ni	Mg
3,46	0,25	2,61	0,02	0,023	0,03	0,04	0,54	0,038
3,41	0,18	2,35	0,02	0,015	0,02	0,01	2,75	0,053

5.2. Tepelné zpracování

Obě LKG byly podrobeny dvěma odlišným procedurám tepelného zpracování. Feritizační žhání bylo použito pro vytvoření feritické matrice, izotermické zušlechťování vedlo ke vzniku ADI struktury se stabilizovaným austenitem a bainitickým feritem. Kvantitativní popis vzniklé mikrostruktury je uveden v kapitole 6.

5.2.1. Feritizační žhání pro vytvoření feritické mikrostruktury

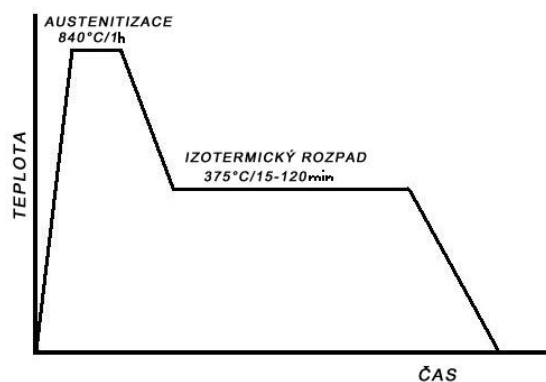
Dvoustupňové feritizační žhání zkušebních těles bylo realizováno podle obrázku 5.3. Teplota normalizace byla zvolena 810 °C s výdrží 4 hodiny s následným ochlazením na vzduchu (teplota a doba austenitizace byla předmětem řešení patentu č. 278783/94 [57]). Izotermické žhání bylo provedeno na teplotě 700 °C s výdržemi 1, 2 a 5 hodin s následným ochlazením na vzduchu.



Obr.5.3.: Schéma dvoustupňového feritizačního žíhání

5.2.2. Izotermické zušlechťování pro vytvoření ADI mikrostruktury

Izotermické zušlechťování zkušebních těles bylo realizováno ve firmě Q.I.P. s.r.o. Brno podle obrázku 5.4.



Obr.5.4.: Schéma tepelného zpracování ADI

Austenitizace byla provedena v elektrodové peci PEA se solnou lázní K750 (50 % NaCl + 50 % KCl) o teplotě 840 °C. Vzhledem k feritickoperlitické struktuře matrice byla, pro obě tavby zvolena výdrž na austenitizační teplotě jedna hodina. Izotermická transformace proběhla v kalicí vanové solné lázni KVSL se solí AS 140 (45 % KNO₃ + 45 % NaNO₂ + 10 % NaNO₃) při teplotě 375 °C (teplota 375 °C byla zvolena pro doplnění chybějících údajů ve studované literatuře). Délka prodlevy na teplotě izotermické transformace byla volena 15, 30, 45, 60, 90 a 120 minut. Ochlazení bylo vždy dokončeno proudem vzduchu.

5.3. Zkoušky mechanických vlastností

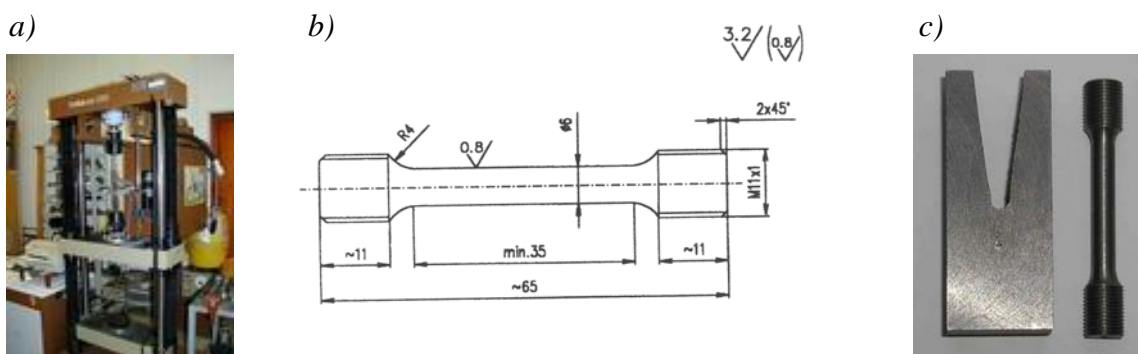
V počáteční fázi byly provedeny zkoušky tahem pro výchozí stav dvou LKG s různým obsahem niklu (viz. kapitola 6.1.). Zkoušky tahem byly použity pro stanovení optimálních mechanických vlastností obou LKG s rozdílným tepelným zpracováním (viz. kapitola 6.2).

Pro nalezené optimální doby tepelných zpracování vedoucích k plně feritické a bainitické struktuře LKG s 0,5 % Ni a LKG s 2,7 % Ni jsme vyhodnocovali statické, cyklické a rázové vlastnosti. Statické a cyklické zkoušky byly provedeny při teplotách 23 a – 45 °C. Podrobnosti o postupu při optimalizaci tepelného zpracování jsou uvedeny v kapitole 6.2.2.

5.3.1. Statická zkouška tahem

V počáteční fázi byly stanoveny základní mechanické charakteristiky studovaných LKG (mez pevnosti v tahu R_m , smluvní mez kluzu $R_p0,2$, tažnost A a kontrakce Z) při pokojové teplotě na trhacím stroji PC-TIRAtest 2300 se silovým rozsahem 100 kN (obr. 5.5a). Rychlost zatěžování byla 2 mm/min, což odpovídá přibližné rychlosti deformace vzorku $\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Z Y2 bloků byla vyrobena zkušební tělesa pro statickou zkoušku tahem (odběr zkušební tělesa z klínu – obr. 5.5c), podle normy ČSN EN 10002. Tvar a rozměry zkušebních těles jsou znázorněny na obrázku 5.5b.



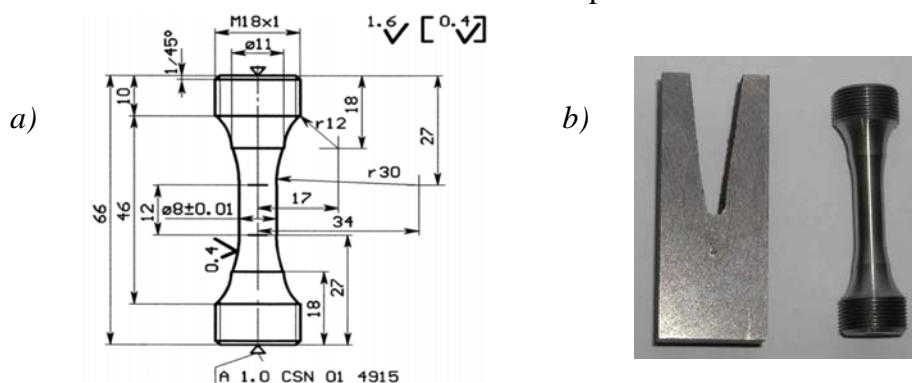
Obr.5.5.:

- a) Trhací stroj PC-TIRAtest2300
 b) Zkušební těleso pro statickou zkoušku tahem
 c) Odběr vzorků z Y2 bloku

Pro kvalitní srovnání křivek statické zkoušky tahem a zkoušky nízkocyklové únavy byly provedeny zkoušky při teplotách 23 °C a – 45 °C, na optimálně tepelně zpracovaných LKG. Tvar zkušebních těles byl shodný se zkušebními tělesy pro zkoušku nízkocyklové únavy (viz. obr. 5.6). Zkouška tahem byla provedena za stejných podmínek jako zkoušky nízkocyklové únavy, tzn. v řízení deformace s konstantní rychlostí deformace ($2,5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) na stejném zkušebním stroji jako zkoušky nízkocyklové únavy viz odstavec 5.3.2.

5.3.2. Zkoušky nízkocyklové únavy

Pro zkoušky nízkocyklové únavy byly z Y2 bloků (obr. 5.6b) vyrobeny válcové zkušební tyče (obr. 5.6a) se závitovými hlavami pro upnutí do čelistí pulsátoru. Měrná délka vzorku byla 15 mm a průměr 8 mm. Měrná část byla před experimentem řádně vybroušena brusnými papíry se stále nižší drsností a následně vyleštěna diamantovou pastou pro pozorování na skenovacím elektronovém mikroskopu.

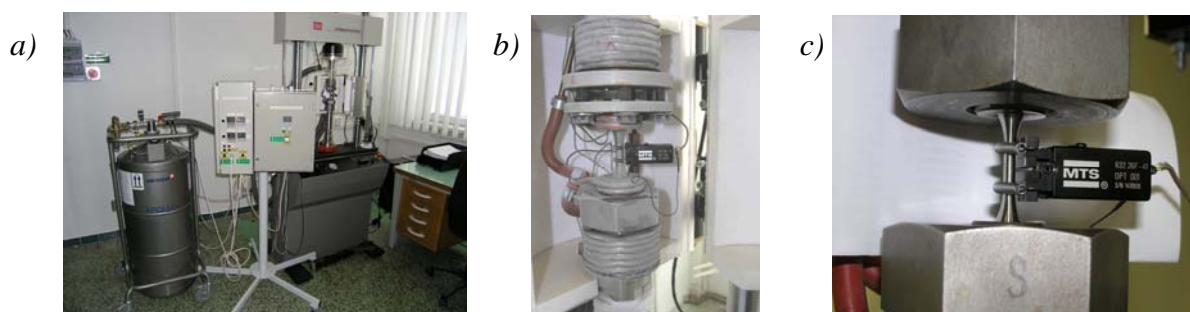


Obr.5.6.:

- a) Zkušební těleso pro zkoušku nízkocyklové únavy,
 b) Odběr vzorků z Y2 bloku.

Vzhledem k velkému rozsahu zkoušek byly pro stanovení cyklické životnosti použity vždy tři vzorky (pro zkušební teploty a optimální strukturní stavy). Pro stanovení cyklické plastické odezvy byla aplikována metoda stupňovitého nárůstu amplitudy deformace na jednom vzorku (pro zkušební teploty a optimální strukturní stavy).

Zkušební tělesa byla zatěžována v symetrickém deformačním cyklu ($R_\varepsilon = -1$) tah-tlak v elektrohydraulickém pulsátoru MTS 810 (obr. 5.7a) řízeném digitální elektronickou jednotkou TestStar IIC. Zkušební systém pro dva typy zkoušek byl řízen programy: „Advanced low cycle fatigue“ a „MPT“ dodanými fy MTS. Parametry zkoušky byly zadávány pomocí osobního počítače. Zkoušky probíhaly za řízení celkové podélné deformace zkušebních těles s konstantní rychlostí deformace $2,5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ při teplotách 23 a $-45 \text{ }^\circ\text{C}$. Nízké teploty bylo dosaženo pomocí par tekutého dusíku, které ochlazovaly hlavy vzorku (obr. 5.7b). Deformace byla měřena a řízena pomocí extenzometru o měrné délce 12 mm nasazeného uprostřed zkušebního tělesa (viz. obr. 5.7c).



Obr.5.7.:

- a) Elektrohydraulický pulsátor MTS 810 s chladicím zařízením
 b) Upnutí zkušebního tělesa s extenzometrem v čelistech pro nízké teploty,
 c) Detail upnutí zkušebního tělesa s extenzometrem pro pokojovou teplotu.

Pro stanovení cyklické deformační křivky byla použita zkrácená metoda, při které je jeden vzorek zatěžován danou amplitudou deformace po určitý počet cyklů až do saturace cyklické odezvy. Pak je amplituda deformace zvýšena a takto je postupně určena celá cyklická deformační křivka. Rozsah amplitud celkových deformací ε_a byl zvolen v intervalu 0,14 až 1,7 %. Počet cyklů pro jednotlivé zátěžné amplitudy celkové deformace ε_a byl stanoven podle experimentálně určeného vztahu $N_i = 1/\varepsilon_a$ a konkrétní zátěžná historie pro jednotlivé vzorky je uvedena v tabulkách 5.2 a 5.3.

Tab.5.2.: Použitá zátěžná historie pro 0,5 % Ni.

0,5 % Ni								
i	Ferit				ADI			
	23 °C		- 45 °C		23 °C		- 45 °C	
	ε_a [%]	N_i	ε_a [%]	N_i	ε_a [%]	N_i	ε_a [%]	N_i
1	0,14	740	0,16	600	0,25	3100	0,19	125
2	0,16	700	0,18	3000	0,275	3239	0,22	500
3	0,19	560	0,2	2000	0,31	1202	0,25	440
4	0,23	450	0,25	500	0,36	600	0,3	360
5	0,32	210	0,46	100	0,42	250	0,36	2205
6	0,54	400	1,35	15	0,54	125	0,43	170
7	1,3	27	-	-	0,71	60	0,57	80
8	-	-	-	-	-	-	0,92	202
9	-	-	-	-	-	-	1,5	9

Tab.5.3.: Použitá zátěžná historie pro 2,7 % Ni.

2,7 % Ni								
i	Ferit				ADI			
	23 °C		- 45 °C		23 °C		- 45 °C	
	ε_a [%]	N_i	ε_a [%]	N_i	ε_a [%]	N_i	ε_a [%]	N_i
1	0,16	600	0,14	800	0,22	500	0,22	500
2	0,2	1500	0,16	650	0,25	450	0,25	450
3	0,25	1000	0,195	540	0,3	450	0,295	350
4	0,32	600	0,23	430	0,35	400	0,36	200
5	0,48	280	0,285	330	0,43	300	0,44	160
6	0,68	120	0,385	200	0,59	120	0,58	80
7	1	40	0,555	60	0,92	19	0,93	26
8	1,3	30	1,3	25	1,48	20	1,48	20
9	-	-	1,95	13	1,72	11	-	-

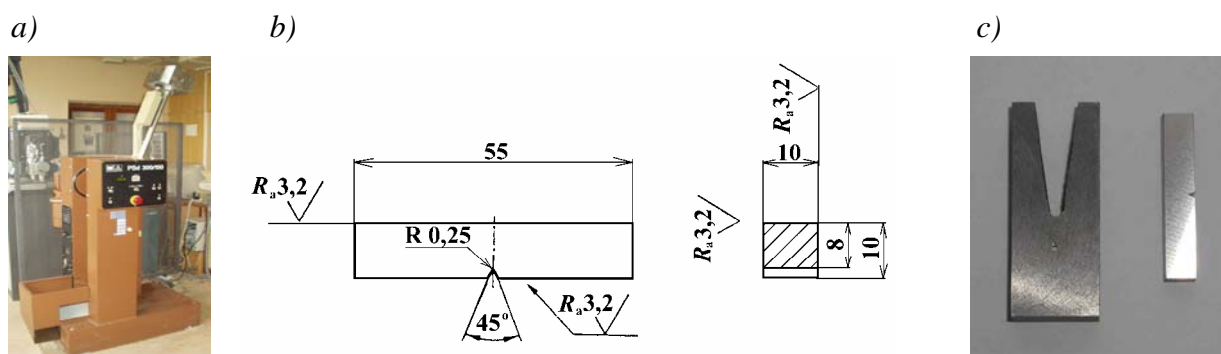
Pro stanovení životnosti byly použity tři amplitudy celkových deformací ε_a o přibližně stejné velikosti pro feritickou LKG (např. 0,28 %, 0,4 % a 0,7 %) a pro ADI byla přidána ještě jedna amplituda navíc (např. 0,3 %, 0,46 %, 0,62 % a 0,9 %) tak, aby vyvolaly stejnou amplitudu plastické deformace. V průběhu cyklického zatěžování zkušebních těles byly pro vybrané počty cyklů tvořící přibližně geometrickou posloupnost (10 hodnot na dekádu) měřeny extrémní hodnoty deformace i napětí a digitálně zaznamenávány hysterézní smyčky. Řídící program též vyhodnocoval efektivní moduly v tahu a tlaku a střední napětí a byl určován poměr středního napětí k amplitudě napětí σ_m/σ_a . Amplituda plastické deformace rovnající se poloviční šířce hysterézní smyčky při průchodu středním napětím byla vyhodnocena po ukončení zkoušky zvláštním programem s využitím elektronických dat pro jednotlivé zaznamenané hysterézní smyčky.

Dokud nebyla přítomna makroskopická trhлина v měrné části zkušebního tělesa, byla hodnota σ_m/σ_a blízka nule (symetrický napětíový cyklus) a se vznikem makroskopické trhliny v měrné části tělesa se měnila asymetrie cyklu a tento poměr klesal. Počet cyklů do lomu N_f byl stanoven na základě následujícího kriteria:

- pokud magistrální trhлина vznikla a šířila se mimo měrnou délku, finální šíření trhliny bylo rychlé při neklesající amplitudě napětí a počet cyklů do lomu N_f je roven počtu cyklů do úplné separace tělesa na dvě části.
- pokud magistrální trhлина vznikla a šířila se uvnitř měrné délky a docházelo k poklesu amplitudy napětí i k poklesu středního napětí, byl počet cyklů do lomu N_f roven počtu cyklů kdy parametr σ_m/σ_a klesl na hodnotu - 0,1. To odpovídalo přítomnosti únavové trhliny rozšířené přibližně na jednu třetinu průřezu zkušebního tělesa.

5.3.3. Zkouška rázem v ohybu

Zkouška rázem v ohybu na tělesech s V-vrubem (obr. 5.8b) byla provedena v souladu s normou ČSN EN 10 045-1 [58] pomocí kyvadlového kladiva HECKERT Psd300/150 (obr. 5.8a) s mechanickým zdvihem beranu kladiva a elektronickým určováním nárazové práce.



Obr. 5.8.:

- a) Kyvadlové kladivo HECKERT Psd300/150
 b) Zkušební těleso pro zkoušku rázem v ohybu
 c) Odběr vzorků z Y2 bloku

5.4. Mikroskopické pozorování a experimentální technika

5.4.1. Světelná mikroskopie

Pro posouzení mikrostruktury matrice v litém stavu a po tepelném zpracování byly zhotoveny metalografické výbrusy ze závitových hlav zkušebních tyčí. Vzorky byly rozřezány na pile Discotom od firmy Struers. Po zalisování na lisu Labo-Press-3 firmy Struers byly broušeny pod vodou, pomocí poloautomatického zařízení Pedemin-2 firmy Struers, brusnými papíry č. 280, 400 a 600 a následně leštěny diamantovými pastami 3 a 1 μm . Struktura byla pozorována a hodnocena v neleptané a leptaném stavu na světelném mikroskopu Olympus PMG3 s využitím kontrastu Nomarského a dokumentována digitální kamerou Olympus DP11. Snímky byly zpracovány programem Adobe Photoshop. Kvantitativní hodnocení grafitických zrn a strukturních složek se provádělo pomocí obrazové analýzy (kap. 5.4.2).

5.4.2. Kvantitativní obrazová analýza

Pro kvantitativní hodnocení struktury (tj. grafit + matrice) zkoumaného materiálu pomocí obrazové kvantitativní analýzy byl použit software NIS – ELEMENTS AR 2.30. Vyhodnocení bylo provedeno na snímcích pořízených na světelném mikroskopu.

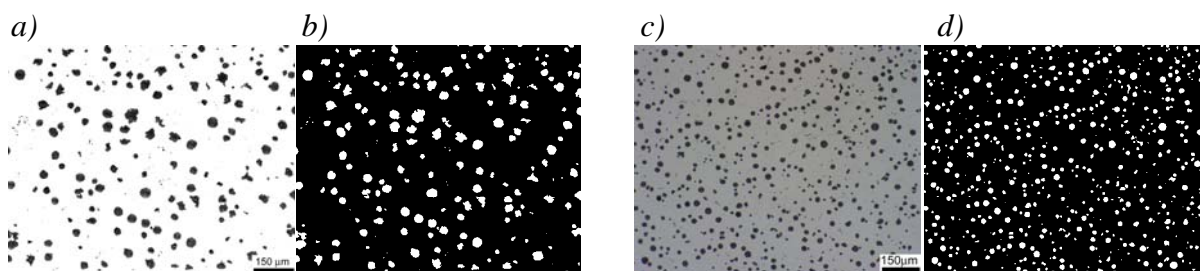
Pro určení tvaru, velikosti, četnosti a plošného podílu grafitických částic v matrici LKG byly použity snímky struktury po odlití v neleptaném stavu, při zvětšení 100x.

Plošný podíl perlitu a feritu ve výchozí struktuře matrice byl hodnocen na základě snímků po odlití v leptaném stavu, při zvětšení 200x.

Podíl stabilizovaného austenitu a bainitu ve struktuře ADI byl určen pomocí snímků struktury po izotermické transformaci v leptaném stavu, při zvětšení 500x.

Základní kroky úpravy obrazu ze snímků LKG v neleptaném stavu tak, aby software mohl požadované informace o grafitické fázi získat, dokumentuje obr. 5.9a, 5.9c. Objemový podíl byl potom programem stanoven po tzv. naprahování (obr. 5.9b a 5.9d) jako poměr počtu bílých a černých bodů.

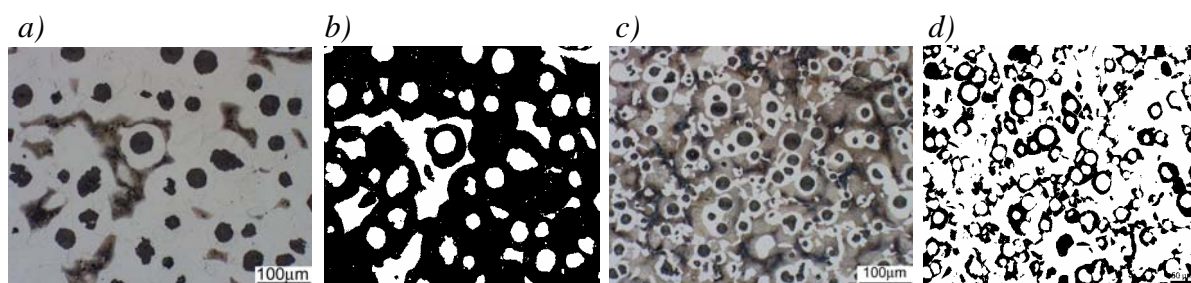
Velikost částic byla získána ve dvou směrech (délka a šířka), a tvar byl vyhodnocen jako ovalita – poměr délek částic fáze k jejich šířkám. Pro každý vzorek bylo analyzováno deset snímků, aby byl získán větší počet dat a měření bylo tak přesnější, přičemž ze statistiky byly vyloučeny ty částice, které se dotýkaly levého nebo spodního okraje hodnoceného snímku.



Obr.5.9.: Úpravy obrazu při obrazové analýze plošného podílu a morfologie grafitu v LKG:

- a) snímek ze světelného mikroskopu - 0,5 % Ni,
- b) konečná úprava snímku - binární obraz po naprahování - 0,5 % Ni,
- c) snímek ze světelného mikroskopu - 2,7 % Ni,
- d) konečná úprava snímku - binární obraz po naprahování - 2,7 % Ni.

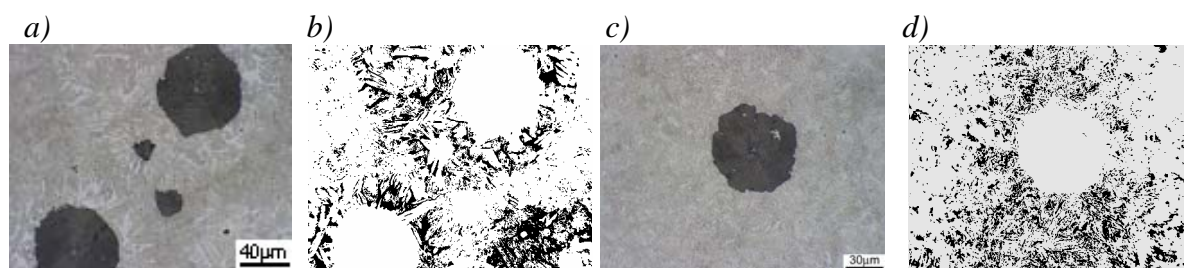
Na obr. 5.10 jsou uvedeny kroky pro úpravu snímku LKG v leptaném stavu, pro získání informací o podílu perlitu a feritu v matrici.



Obr.5.10.: Úpravy obrazu při obrazové analýze plošného podílu feritu a perlitu v matrici LKG:

- a) snímek ze světelného mikroskopu - 0,5 % Ni,
- b) konečná úprava snímku - binární obraz po naprahování - 0,5 % Ni,
- c) snímek ze světelného mikroskopu - 2,7 % Ni,
- d) konečná úprava snímku - binární obraz po naprahování - 2,7 % Ni.

Objemový podíl obou fází byl programem stanoven stejně jako v předchozím případě, jako poměr počtu černých a bílých bodů. Z důvodu přesnějšího výsledku bylo postupováno také při vyhodnocování plošného podílu jednotlivých součástí strukturní směsi po izotermické transformaci (obr. 5.11). Také při této analýze bylo analyzováno deset snímků z každého vzorku.



Obr. 5.11.: Úpravy obrazu při obrazové analýze plošného podílu stabilizovaného austenitu a bainitu v matrici ADI:

- a) snímek ze světelného mikroskopu - 0,5 % Ni,
- b) konečná úprava snímku - binární obraz po naprahování - 0,5 % Ni,
- c) snímek ze světelného mikroskopu - 2,7 % Ni,
- d) konečná úprava snímku - binární obraz po naprahování - 2,7 % Ni.

5.4.3. Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM)

Povrchový reliéf a lomové plochy byly pozorovány na ÚFM AV ČR v řádkovacím elektronovém mikroskopu JEOL JSM 6460 pracujícím s urychlovacím napětím 20 kV a na ÚMVI FSI VUT pomocí PHILIPS XL 30, pracující s urychlovacím napětím 20 kV. Zkušební tělesům určeným k pozorování povrchového reliéfu byla vyleštěna měrná délka před zatěžováním. K vytvoření obrazu byly použity sekundární elektrony a zpětně odražené elektrony.

Analýza chemického složení matrice ADI litin byla provedena na rastrovacím elektronovém mikroskopu JEOL 6460, vybaveném analyzátoři INCA Energy (EDX) a Wave (WDX) pro rtg. mikroanalýzu. Tyto analyzátoři zpracovávají emisní spektrum rentgenového záření, vybuzeného dopadajícím elektronovým svazkem. Na vybraných vzorcích bylo analyzováno několik míst mezi buňkami grafitu za účelem posouzení chemického složení stabilizovaného austenitu. U vzorků byl měřen obsah uhlíku pomocí vlnově disperzní chemické analýzy (WDS). Současně byly vždy měřeny i těžší prvky periodické tabulky pomocí energiově disperzní analýzy (EDS). Tento měřicí mód je sice méně přesný než WDS, avšak umožňuje současné měření obsahu všech prvků těžších než zhruba C. Chemická koncentrace uhlíku byla vyhodnocena pomocí standardů (0,88hm.%C-Fe) a programu INCA Suite 4.05 od firmy Oxford Instruments. Po změření profilů píků rtg. záření o známých vlnových délkách program INCA přepočítal s využitím změřených standardů koncentrace C měřenou metodou WDS a dopočítal koncentrace dalších prvků měřených metodou EDS ze změřeného rtg. spektra.

5.4.4. Transmisní elektronová mikroskopie (TEM)

Z naleptaných metalografických výbrusů byly dále připraveny dvoustupňové kolodium uhlíkové repliky stínované paladiem, které jsou pozitivním otiskem povrchu metalografického výbrusu a nesou všechny detaily povrchového reliéfu [59]. Příprava zahrnovala několik kroků:

- povrch metalografického výbrusu byl zakapán kolodiem,
- na vybrané místo výbrusu, na zaschlou kolodiovou vrstvu, byla položena nosná síťka a na ni terčík z filtračního papíru,
- celé uspořádání bylo přelepeno lepící páskou (izolepou), pomocí níž se kolodiová vrstva i s nosnou sítkou a filtračním papírem stáhla (první stupeň),
- vzniklý negativní kolodiový otisk se položil kolodiovou vrstvou nahoru a ve vakuovém napařovacím zařízení JEE-4B firmy Jeol na něj byla napařena tenká uhlíková vrstva spolu s paladiem (druhý stupeň),
- kolodiová vrstva byla rozpuštěna pomocí amylacetátu a na nosné síťce zůstala pouze vrstva amorfního uhlíku – výsledná dvoustupňová replika.

Takto připravené repliky byly pozorovány na ÚFM AV ČR pomocí transmisního elektronového mikroskopu PHILIPS CM-12, který pracuje s urychlovacím napětím 120 kV při použití dvounáklonového držáku (při nulovém náklonu držáku). Při pozorování replik byly využity změny absorpčního kontrastu vyvolané průchodem svazku urychlených elektronů pozorovaným vzorkem. Pro zvýšení kontrastu byla použita objektivová clonka. Snímky replik byly pořízeny digitální kamerou Mega View II a zpracovány v programu Adobe Photoshop.

5.4.5. Rentgenografická fázová analýza

Pomocí rentgenografické fázové analýzy byl měřen podíl stabilizovaného austenitu ve struktuře ADI na materiálu odebraném z hlav zkušebních tyčí a z měrné části tahových a cyklicky zatěžovaných vzorků s největší amplitudou celkové deformace.

Metoda je založena na měření a porovnání integrálních intenzit difrakčních linií jednotlivých fází směsi.

Pro studium fázového složení ADI litiny bylo použito rentgenové difrakce (rtg.) na metalografických výbrusech. Rentgenová difrakce materiálu byla měřena na přístroji X'Pert s užitím CoK α záření. Tato měření probíhala jak na pracovišti ÚMVI FSI VUT, tak i na ÚFM AV ČR. Měření na přístroji X'Pert Pro je doplněno lineárně pozičně citlivým detektorem X'Celerator, který zachycuje větší plochu divergovaného svazku a urychluje detekci až stokrát. Kvalitativní analýza byla provedena za pomoci programu HighScore Plus a databáze JCPDS PDF-4. Podíl fází a velikost krystalitů byla určena z difraktogramu Ritweldovou metodou s využitím strukturních modelů založených na ICSD databázi.

5.4.6. Neutronová difrakce

Neutronovou difrakci jsme použili pro ověření správnosti měření rentgenografické kvantitativní fázové analýzy.

Dále jsme neutronovou difrakci použili pro objasnění cyklické plastické odezvy ADI litin, kdy byly cyklicky zatěžovány dva vzorky z každé tavby při teplotách 23 °C a – 45 °C. Při zatěžování byla použita různá amplituda celkové deformace tak, aby počáteční amplituda plastické deformace byla vždy stejná (podmínky zkoušky viz kapitola 5.3.2.). Zatěžování bylo přerušováno vždy po určitém počtu cyklů a následně byly vzorky poslány na ÚJF AV ČR v Řeži. Zde byla provedena neutronová difrakce pro určení množství fází (grafit, ferit, stabilizovaný austenit) a jejich parametrů mřížky.

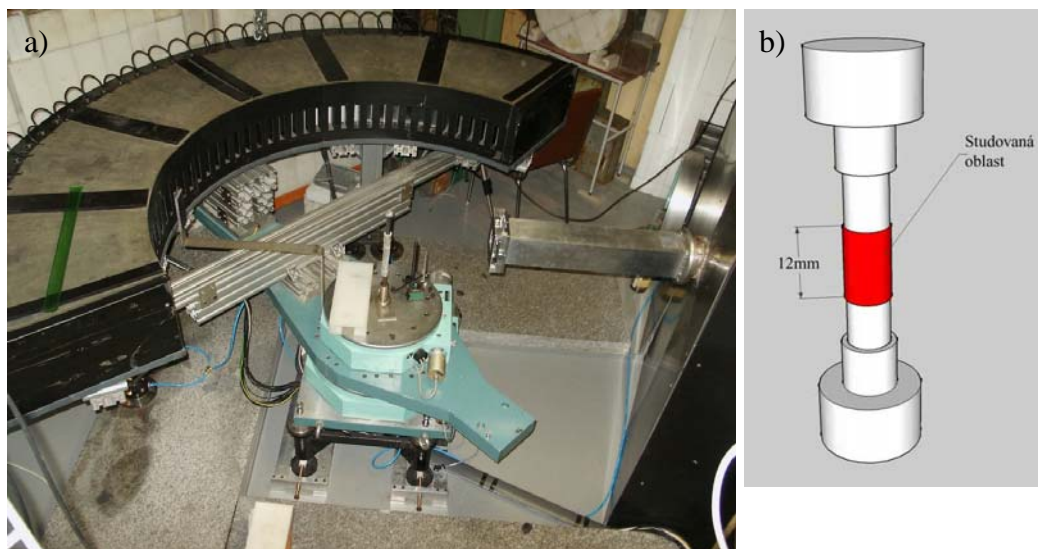
Difrakční data pro vzorky ADI litin byla pořízena na multidetektorovém neutronovém difraktometru HOKAN6 (obr. 5.12a) v ÚJF AV ČR v Řeži [60]. Data byla sbírána mezi úhly 4° až 148° 2 θ s krokem 0,1° 2 θ . Clonou byla vybrána střední část vzorku o délce 12 mm (viz obrázek 5.12b). Vlnová délka neutronů, vybraná z hlavního svazku rovinou 220 mozaikového krystalu mědi, byla 0,1467 nm.

Pro strukturní analýzu byl použit program FullProf [61]. Ve všech vzorcích byly nalezeny tři strukturní fáze: ferit, austenit a grafit. Prostorové grupy a polohy atomů použité při výpočtu pro jednotlivé fáze jsou uvedeny v tabulce 5.4.

Vyhodnocení spektra bylo provedeno pod vedením Ing. Přemysla Berana, Ph.D. (ÚJF AV ČR v Řeži) následujícím způsobem: pro srovnání jednotlivých měření v průběhu cyklování bylo vyhodnocení profilu jednotlivých spekter provedeno s využitím tzv. IRF souboru (Instrument Resolution File). IRF soubor byl získán fitováním profilu reflexí standardního vzorku SiO $_2$ v celém rozsahu úhlů 2 θ při použití stejného monochromátoru. Profil byl tedy fixní. Pozadí bylo odečteno manuálně a ponecháno stejné pro všechny difrakční spektra (poloha reflexí je velmi podobná). Výpočty byly rozděleny na dvě části: před a po přenastavení goniometru. V důsledku rozšíření reflexí díky pnutí ve vzorku způsobeného cyklickou únavou, byl do výpočtu zahrnut model popisující toto rozšíření jako anizotropní rozšíření reflexí s využitím Stephensova formalismu. Tento model byl použit pro majoritní fáze feritu a austenitu. Rozšíření reflexí u kubických struktur (s Laueho grupou $m\bar{3}m$, tedy fcc mřížka) lze rozepsat do dvou příspěvků, viz. rovnice (5.1). Toto rozšíření je přiřítáno k profilu vypočtenému z parametrů dodaných ve výše zmíněném IRF souboru. Jako nezávislé proměnné jsou zde brány hodnoty S_{400} a S_{220} , které se upřeshňují během výpočtů.

$$\sigma_{hkl}^2 = S_{400}h^2 + S_{220}k^2 \quad (5.1)$$

Jako příklad je na obrázku 5.13. znázorněn výsledek výpočtu pro difrakční spektrum vzorku ADI s 0,5 % Ni cyklováný při pokojové teplotě po 35 cyklech. Z obrázku je vidět, že shoda naměřeného a vypočteného spektra je přijatelná.

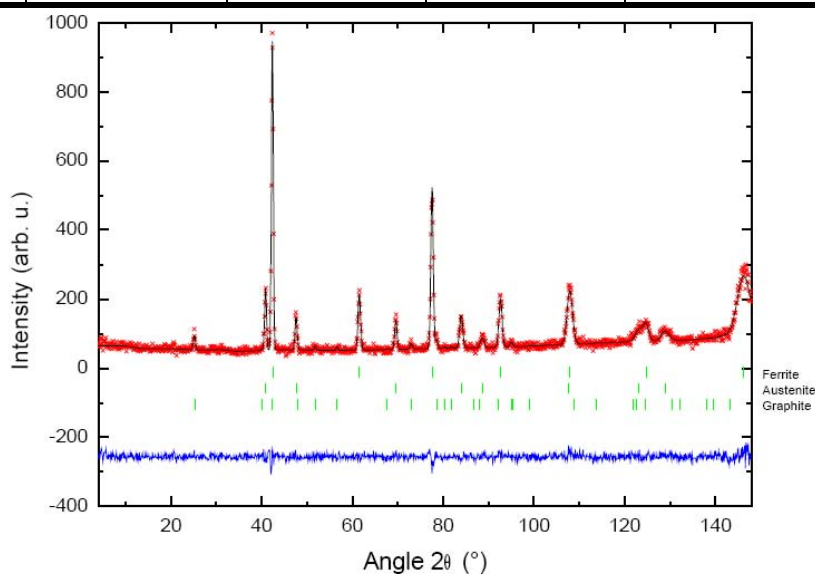


Obr.5.12.:

- a) Upnutí zkušebního tělesa v multidetektorovém neutronovém difraktometru HOKAN6 [60],
 b) Studovaná část vzorku.

Tab.5.4.: Strukturální data fází použitých ve výpočtech ADI litin.

Atom	Pozice	X	Y	Z	Obsazení
Ferit – Fe ₂ : bodová grupa Im-3m (229)					
Fe	2a	0	0	0	0,02083
Austenit – Fe ₄ : bodová grupa Fm-3m (225)					
Fe	4a	0	0	0	0,02083
Grafit – C ₄ : bodová grupa P6 ₃ /mmc (194)					
C1	2b	0	0	¼	0,08333
C2	2c	1/3	2/3	¼	0,08333

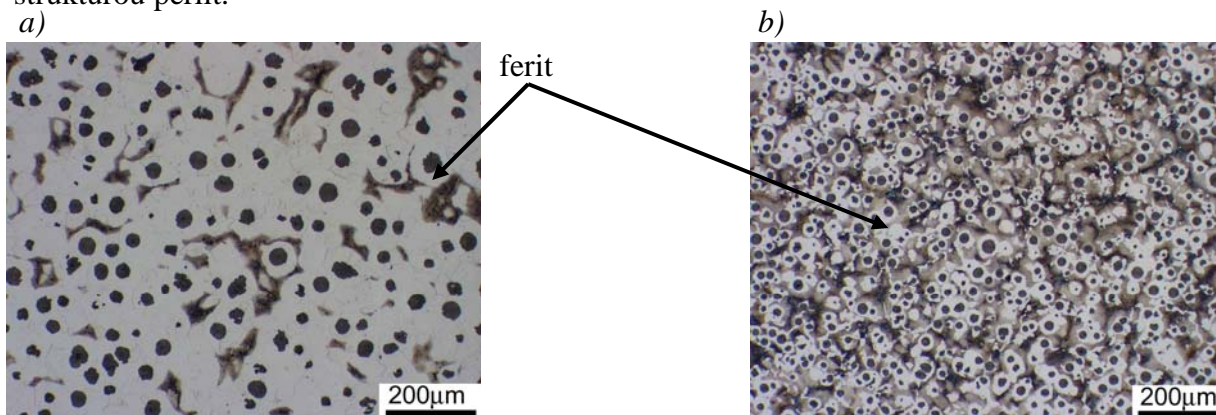


Obr.5.13.: Ukázka vypočteného spektra vzorku ADI s 0,5 % Ni cyklováný při pokojové teplotě po 35 cyklech. Červené body označují naměřené hodnoty, černá čára značí spočítané spektrum, zelené úsečky označují polohy reflexí pro jednotlivé fáze (shora ferit, austenit, grafit).

6. VÝSLEDKY

6.1. Výchozí stav

Výchozí struktura matrice obou taveb LKG byla feritickoperlitická. Jak je patrné z obr. 6.1 a z výsledků provedené obrazové analýzy uvedené v tab.6.1, u LKG s 0,5 % Ni byl ve struktuře matrice převažující fází ferit, v případě LKG s 2,7 % Ni byl převažující strukturou perlit.



Obr.6.1.: Mikrostruktura matrice studovaných LKG

a) 0,5 % Ni,

b) 2,7 % Ni.

Tab.6.1.: Plošný podíl feritu a perlitu ve struktuře matrice studovaných LKG.

	Ferit [%]	Perlit [%]
LKG s 0,5 % Ni	73,9	26,1
LKG s 2,7 % Ni	33,7	66,3

Na snímcích struktury po odlití v neleptaném stavu byly pomocí obrazové analýzy dále vyhodnocovány velikost, tvar a plošný podíl grafitických částic, které jsou uvedeny v tab.6.2.

Tab.6.2.: Výsledky analýzy částic grafitu ve struktuře studovaných LKG.

	Grafit				
	Plošný podíl [%]	Průměrná plocha částice [μm^2]	Průměrný rozměr částic [μm]	Ovalita [-]	Počet částic na 2,34 mm ²
LKG s 0,5 % Ni	9,48	702,61	32,11	0,835	262
LKG s 2,7 % Ni	9,53	468,40	20,58	0,925	566

Analýza grafitických částic byla prováděna na ploše 2,34 mm², a z ní vyplynulo, že grafit byl u obou taveb převážně dokonale zrnitý (kulatý). V případě tavy LKG s 0,5 % Ni byl jeho podíl 112 částic/mm², v případě tavy LKG s 2,7 % Ni 242 částic/mm².

Základní mechanické vlastnosti ve stavu po odlití jsou uvedeny v tabulce 6.3, kde jsou uvedeny průměrné hodnoty ze tří měření. LKG s 2,7 % Ni je pevnější, ale méně tažná než LKG s 0,5 % Ni, což je zapříčiněno větším množstvím perlitu ve struktuře (viz obr. 6.1).

Tab.6.3.: Zkouška tahem – průměrné hodnoty.

	$R_{p0.2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A_5 [%]	Z [%]
LKG s 0,5 % Ni	323,6	487,8	13,42	13,53
LKG s 2,7 % Ni	485,1	697,6	8,13	6,65

6.2. Optimalizace tepelného zpracování

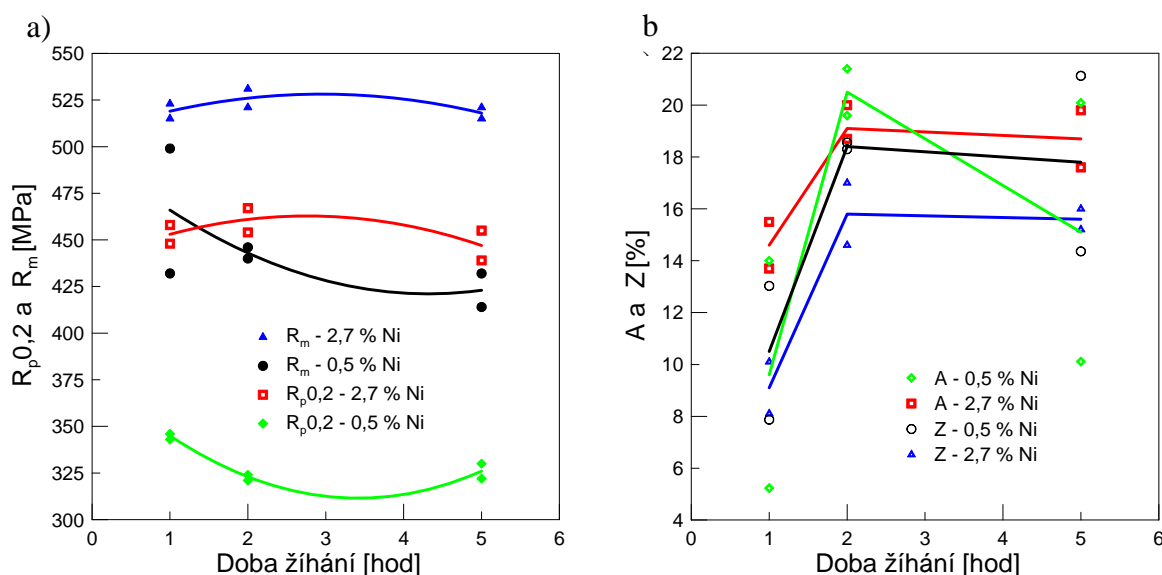
Procedura tepelného zpracování byla v obou případech optimalizována s ohledem na mechanické vlastnosti výsledného materiálu. Materiál byl udržován na teplotě izotermického žhání resp. izotermického zušlechťování po různou dobu a jeho tahové a rázové vlastnosti pak sloužily ke zvolení optimální doby izotermické prodlevy.

6.2.1. Feritizační žhání

Byly testovány tři různé doby izotermického žhání: 1, 2 a 5 hodin. Z každého typu materiálu byly připraveny vždy dva vzorky. Z průběhů tahových diagramů byly odečteny mechanické charakteristiky – napětové (R_m , $R_{p0.2}$) a deformační (A , Z). Jejich průměrné hodnoty jsou uvedeny v tabulce 6.4. Z uvedených charakteristik byly sestrojeny grafické závislosti vlivu doby feritizačního žhání na pevnostní a deformační charakteristiky (obr. 6.2.).

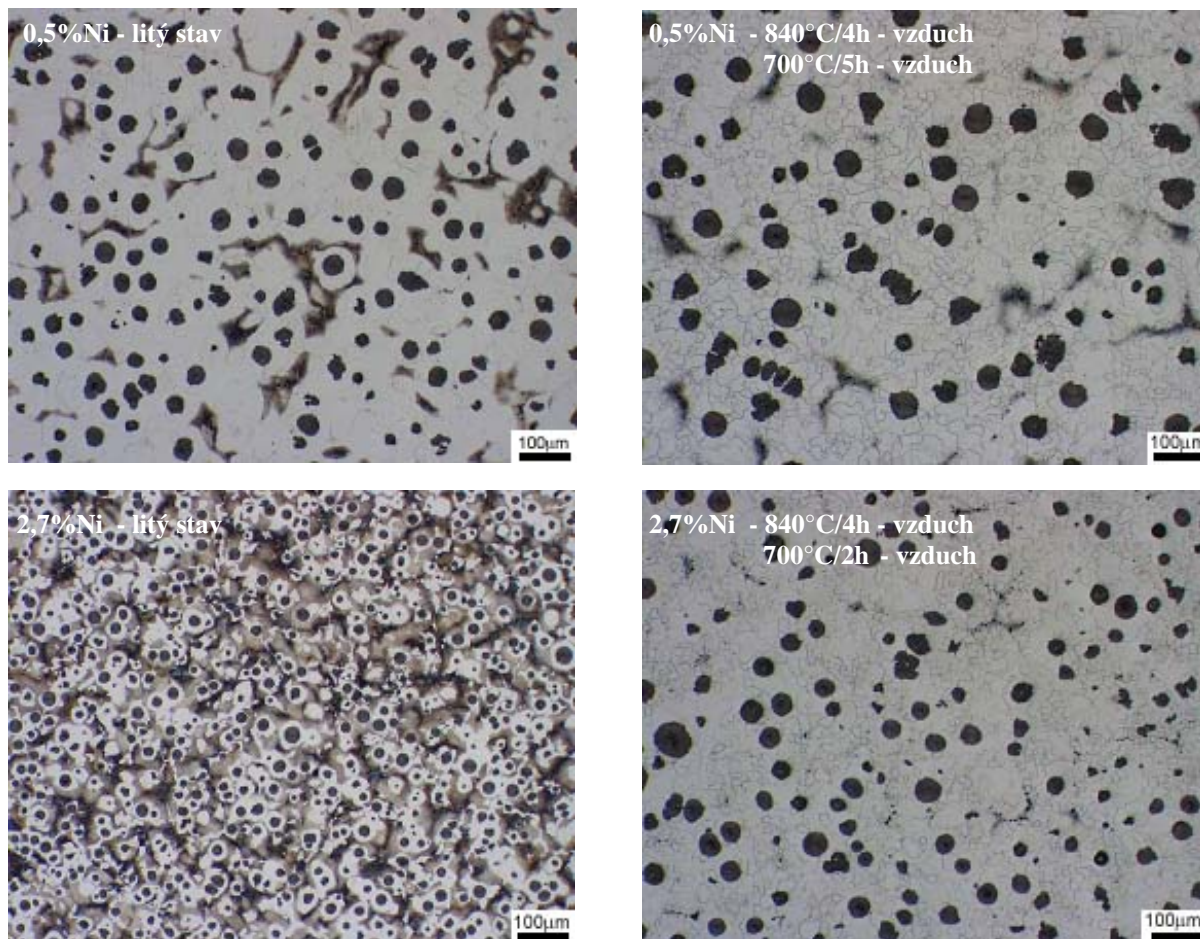
Tab.6.4.: Optimalizace doby feritizačního žhání pro obě LKG. Průměrné hodnoty ze zkoušky tahem, obrazové analýzy a světelné mikroskopie.

	Doba žhání [hod]	$R_{p0.2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A [%]	Z [%]	Velikost zrna [mm]	Obsah perlitu
LKG s 0,5 % Ni	1	345	466	9,6	10,5	0,015	13
	2	323	443	20,5	18,4	0,0159	10
	5	326	423	15,1	17,8	0,0236	0
LKG s 2,7 % Ni	1	453	519	14,6	9,1	0,0198	20
	2	461	526	19,1	15,8	0,0213	0
	5	447	518	18,7	15,6	0,0246	0



Obr.6.2.: Vliv doby feritizačního žhání (700 °C) na:
 a) smluvní mez kluzu $R_{p0.2}$ a mez pevnosti R_m
 b) tažnost A a kontrakci Z .

Z předchozích obrázků a tabulky je patrné, že se zvyšující se dobou feritizačního žíhání dochází k nepatrnému poklesu meze pevnosti a smluvní meze kluzu v případě 0,5 % Ni. U 2,7 % Ni dochází k mírnému nárůstu meze pevnosti a meze kluzu, jen do dvou hodin žíhání. Tažnost a kontrakce v obou případech zaznamenaly nárůst již po dvou hodinách, kdy se pak skoro neměnily.



Obr. 6.3.: Mikrostruktury LKG v litém stavu a po tepelném zpracování pro jednotlivé tavby. Leptáno 2% nitalem. SM.

Vliv doby feritizačního žíhání na množství perlitu ve struktuře bylo hodnoceno pomocí světelné mikroskopie (obr.6.3) a obrazové analýzy (tab.6.4). Z uvedených obrázků a tabulky vyplývá, že s dobou žíhání se snižovalo množství perlitu ve struktuře a docházelo k nepatrnému zhrubnutí zrna feritu pro obě koncentrace niklu.

Vliv doby feritizačního žíhání je znatelný v případě 0,5 % Ni, kdy se tranzitní oblast posouvá k vyšším hodnotám nárazové práce s přibývajícím časem žíhání. V případě 2,7 % Ni není tento rozdíl příliš markantní.

V grafech na obr. 6.4. byly jednotlivé body proloženy regresní funkcí [63,64] ve tvaru:

$$KV = \frac{KV_d + KV_h}{2} + \frac{KV_h - KV_d}{2} \operatorname{tg} \frac{2(t - t_0)}{\Delta t}, \quad (6.1)$$

kde: KV_d je dolní úroveň nárazové práce,

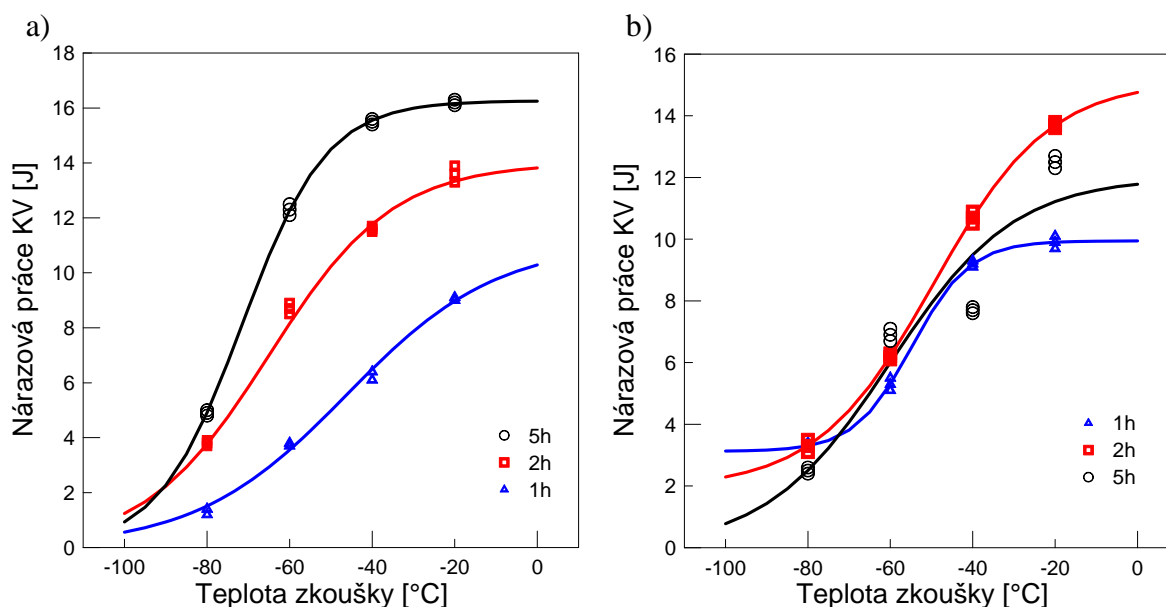
KV_h je horní úroveň nárazové práce,

t_0 je tranzitní teplota (poloha inflexního bodu),

Δt je šířka tranzitní oblasti.

Tab.6.5.: Optimalizace doby žíhání pomocí zkoušky rázem v ohybu – průměrné hodnoty.

	Teplota zkoušky [°C]	Doba žíhání [hod]	Nárazová práce KV [J]		Teplota zkoušky [°C]	Doba žíhání [hod]	Nárazová práce KV [J]
	LKG s 0,5 % Ni	-20	1		9,0	LKG s 2,7 % Ni	-20
-40		6,4		-40	9,2		
-60		3,7		-60	5,3		
-80		1,4		-80	3,3		
-20		2	13,6	-20	2		13,7
-40			11,6	-40			10,7
-60			8,7	-60			6,2
-80			3,8	-80			3,3
-20		5	16,2	-20	5		12,5
-40			15,5	-40			7,7
-60			12,3	-60			6,9
-80			4,9	-80			2,5



Obr.6.4.: Teplotní závislost nárazové práce pro různé doby feritizačního žíhání

a) 0,5 % Ni

b) 2,7 % Ni.

Z naměřených hodnot mechanických vlastností a obrázků struktur, byla zvolena jako optimální feritická struktura obou LKG vzniklá po 5 hodinách feritizačního žíhání, s ohledem na její maximální deformační charakteristiky, dostatečné pevnostní charakteristiky a na tranzitní křivku posunutou k výrazně nižším teplotám ve srovnání s materiálem žíhaným po kratší dobu. Tuto strukturu jsem použila pro další experimenty a nazvala jsem ji optimální stav. Pro charakterizaci plastických vlastností při nízkých teplotách byla vybrána teplota -45 °C kdy podle křivek nárazová práce versus teplota (obr. 6.4.), je materiál ještě dostatečně houževnatý.

6.2.2. Izotermické zušlechťování

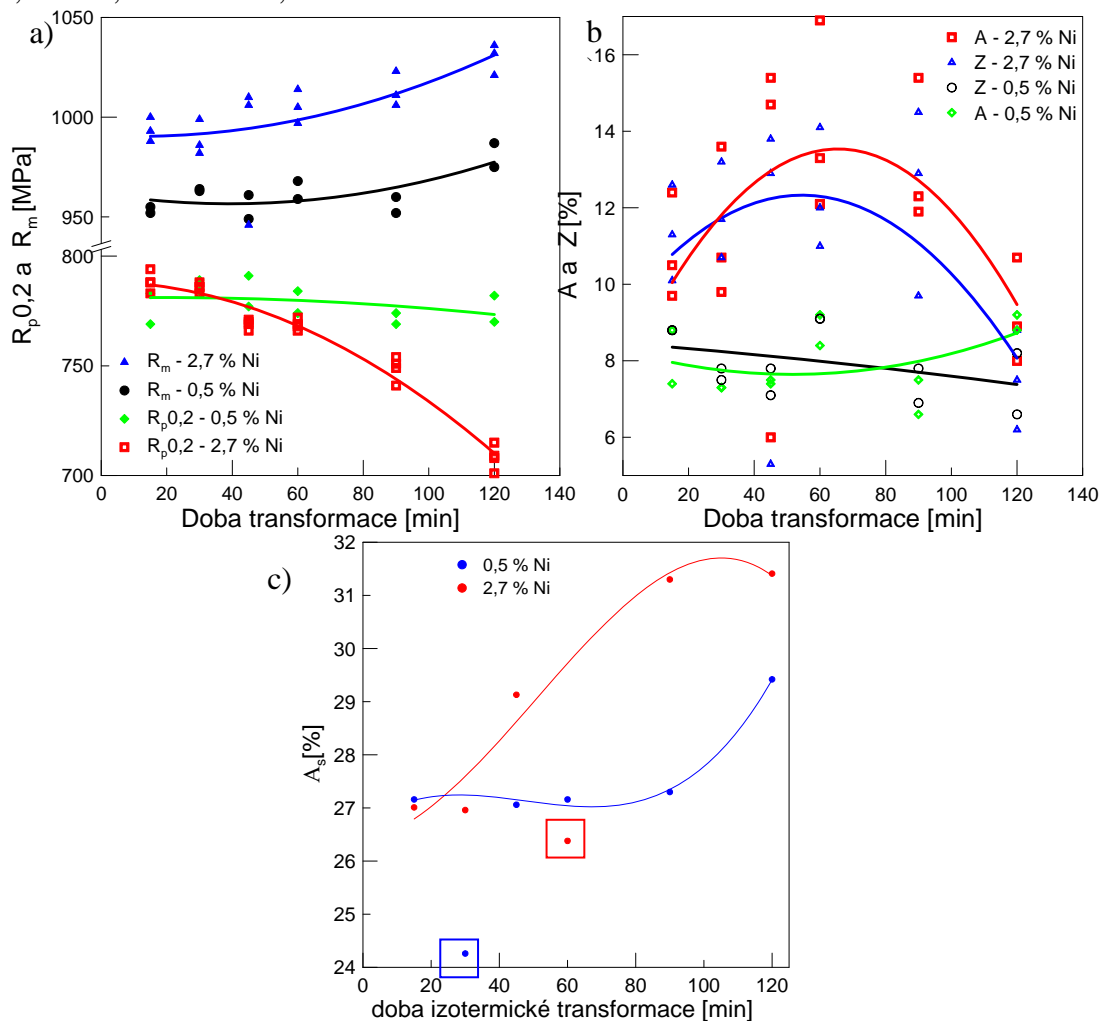
Pro dosažení bainitické struktury jsme použili austenitizaci na teplotě 840 °C s výdrží 1 hodiny a následné izotermické zušlechťování na teplotě 375 °C s různými dobami izotermické výdrže (15; 30; 45; 60; 90; 120; 240 a 480 minut).

Pro optimalizaci doby izotermické transformace za teploty 375 °C byly následně provedeny zkoušky tahem z nichž byly zjišťovány základní mechanické charakteristiky (smluvní mez kluzu $R_{p0,2}$, mez pevnosti R_m , tažnost A a kontrakce Z , dva až tři vzorky ze stejného stavu).

Z průběhů tahových diagramů a odečtených hodnot byly získány průměrné hodnoty napěťových (R_m , $R_{p0,2}$) a deformačních (A , Z) charakteristik, které jsou uvedeny v tabulce 5.

Z uvedených charakteristik byly sestrojeny grafické závislosti vlivu doby izotermického zušlechťování na pevnostní a deformační charakteristiky (obr.6.5). Z uvedených obrázků a tabulky je patrné, že se vzrůstající dobou transformace dochází k růstu meze pevnosti v obou případech. V případě materiálu s 0,5% Ni nemá doba zušlechťování viditelný vliv na mez kluzu, zatímco v případě 2,7% Ni mez kluzu poměrně výrazně klesá. Tažnost s rostoucí dobou transformace postupně narůstá, ale od doby transformace 90 minut dochází v případě 2,7 % Ni k následnému poklesu. V případě 0,5 % Ni dochází k mírnému nárůstu tažnosti během celé studované doby transformace

Podíl stabilizovaného austenitu ve strukturální směsi byl stanoven pomocí rtg. analýzy a jeho výsledky jsou uvedeny v tabulce 6.6. Z uvedených hodnot byly stanoveny grafické závislosti, které jsou uvedeny na obrázku 6.5. Z výsledků je zřejmé, že složení strukturální směsi matrice obou ADI se v závislosti na době izotermické transformace nepatrně mění u 0,5 % Ni, zatímco u 2,7 % Ni dochází k většímu nárůstu stabilizovaného austenitu.



Obr.6.5.: Vliv doby izotermického zušlechťování na:

a) smluvní mez kluzu $R_{p0,2}$ a mez pevnosti R_m .

b) tažnost A a kontrakci Z .

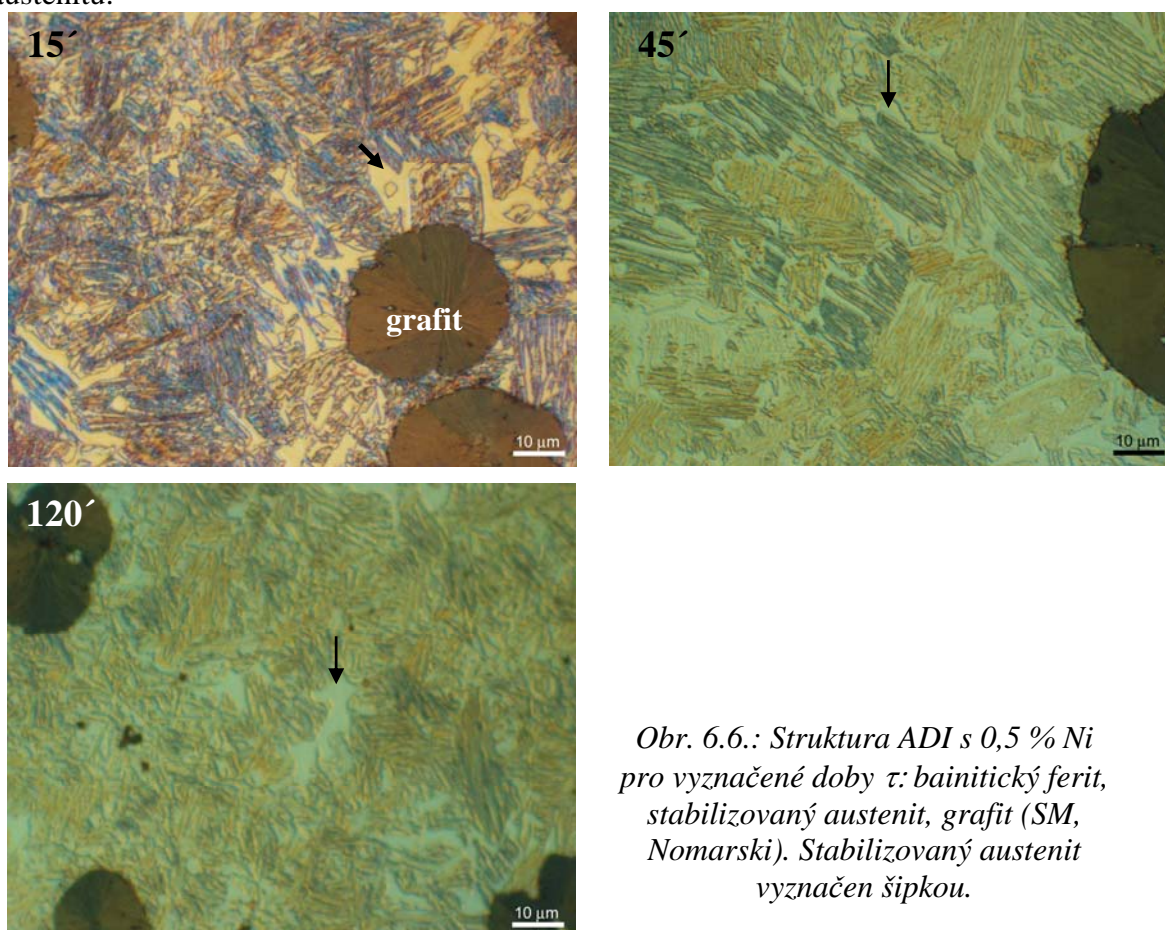
c) množství stabilizovaného austenitu A_s ve strukturách ADI.

Body v rámečku nebyly proloženy křivky z důvodu rozptylu hodnot při měření.

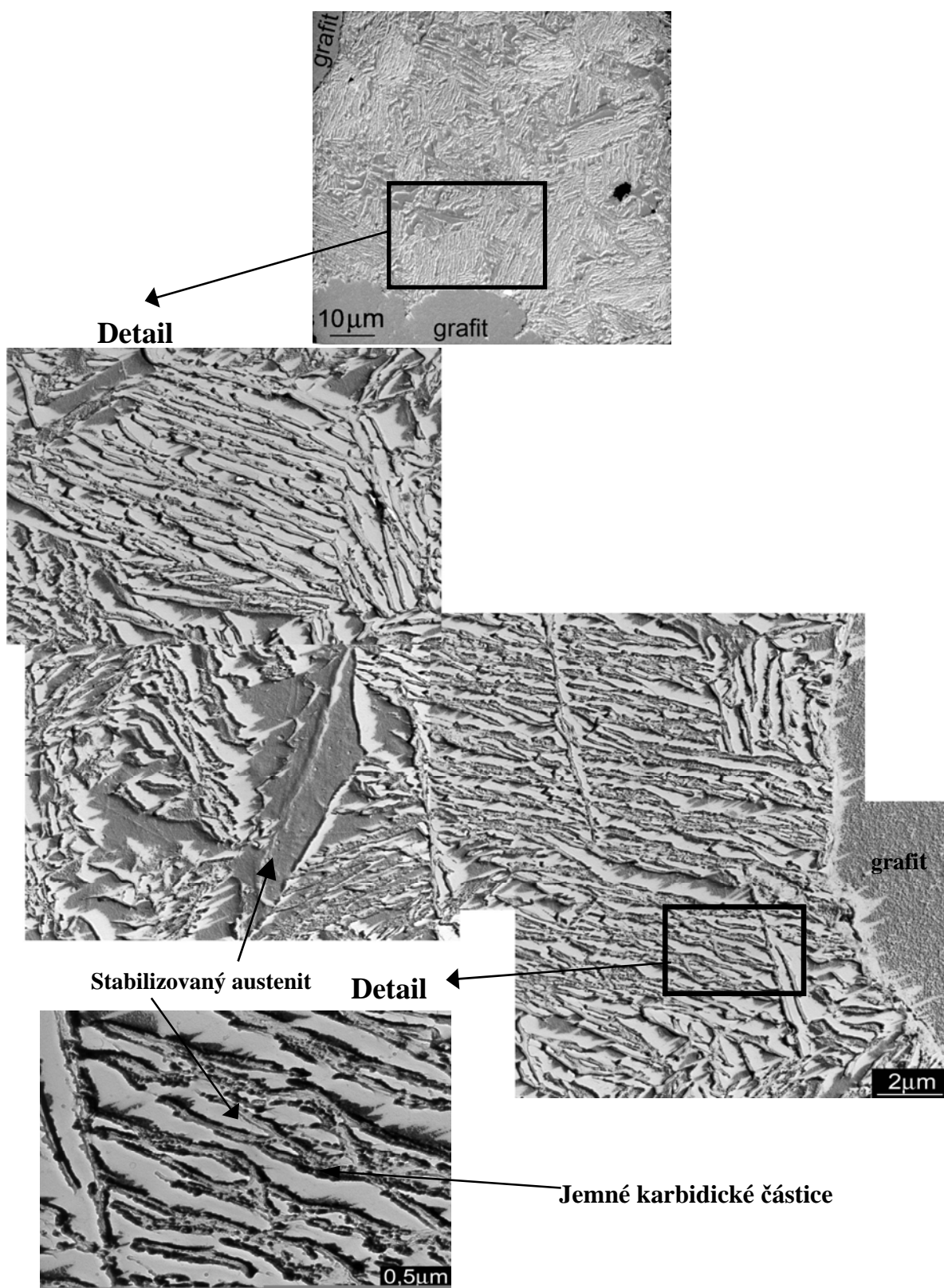
Tab.6.6.: Optimalizace doby izotermického zušlechťování obou LKG na teplotě 375 °C. Průměrné hodnoty ze zkoušky tahem a rtg. analýzy.

	Doba izotermického zušlechťování τ [min]	$R_{p0.2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A_5 [%]	Z [%]	Množství stabilizovaného austenitu [hm.%]
LKG s 0,5 % Ni	15	776	954	8,1	8,8	27,16
	30	787	964	7,3	7,65	24,26
	45	784	955	7,5	7,5	27,06
	60	779	964	8,8	9,1	27,16
	90	772	956	7,1	7,4	27,30
	120	776	981	9,0	7,4	29,42
LKG s 2,7 % Ni	15	788	994	10,6	11,3	27,01
	30	786	989	11,4	11,9	26,96
	45	769	987	12,0	10,7	29,13
	60	769	1005	14,1	12,4	26,38
	90	749	1013	13,2	12,4	31,30
	120	708	1030	9,2	7,5	31,41

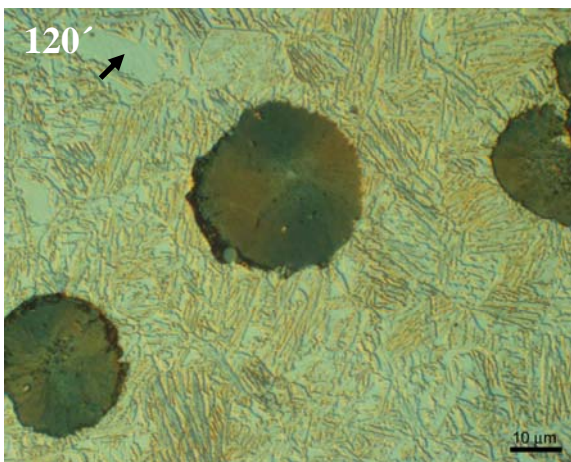
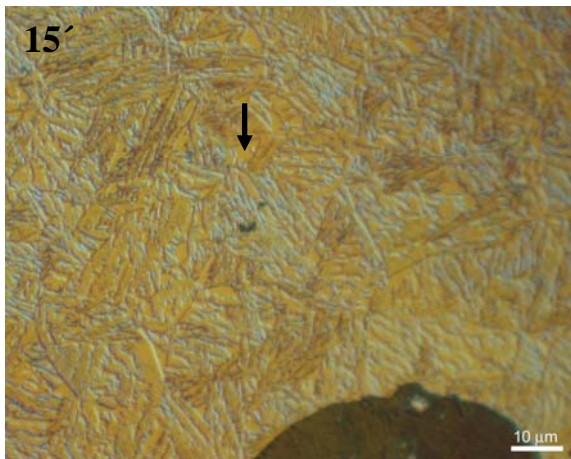
Vliv doby izotermického zušlechťování na mikrostrukturu obou ADI materiálů byl hodnocen pomocí světelné a transmisní elektronové mikroskopie (obr. 6.4 až 6.8). Z uvedených obrázků nelze přesně určit podíl stabilizovaného austenitu, který byl v celém rozsahu studovaných dob maximálně rozdílný o 4 % u ADI s 2,7 % Ni. Struktura obou ADI byla v celém rozsahu doby zušlechťování τ složena z bainitického feritu a stabilizovaného austenitu.



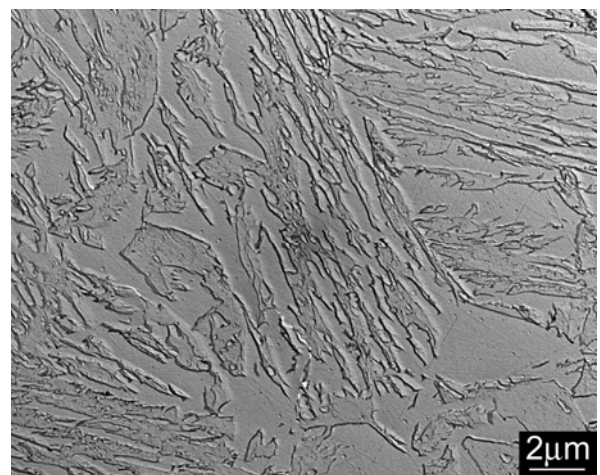
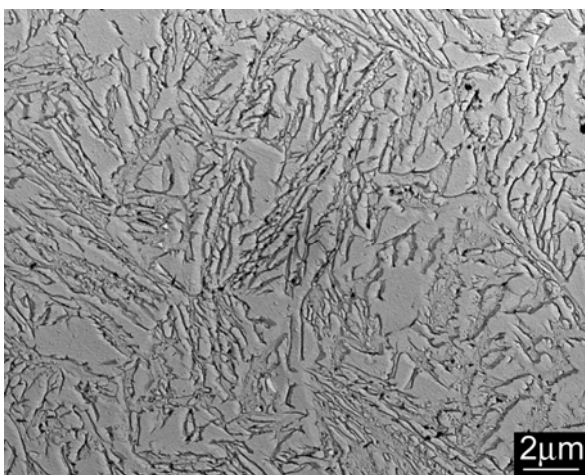
Obr. 6.6.: Struktura ADI s 0,5 % Ni pro vyznačené doby τ : bainitický ferit, stabilizovaný austenit, grafit (SM, Nomarski). Stabilizovaný austenit vyznačen šipkou.



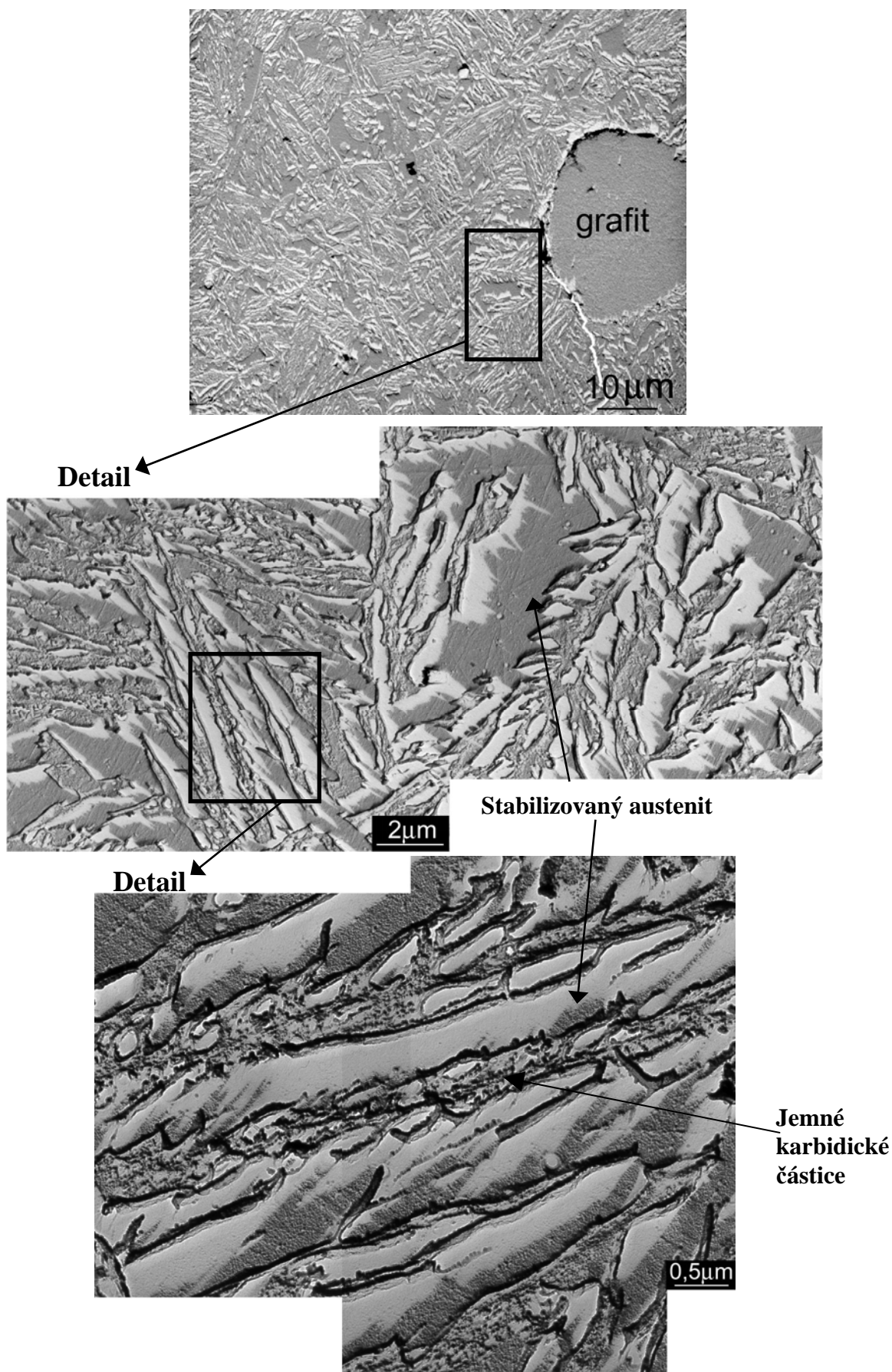
Obr. 6.7.: Mikrostruktura ADI s 0,5% Ni pro 45 minut na teplotě izotermické transformace (TEM, stínovaná replika).



Obr. 6.8.: Struktura ADI s 2,7 % Ni pro uvedené doby τ : bainitický ferit, stabilizovaný austenit (SM, Nomarski). Stabilizovaný austenit je vyznačen šipkou.



Obr. 6.9.: Porovnání charakteristické morfologie mikrostruktury stabilizovaného austenitu pro ADI s 0,5% a 2,7 % Ni po 45 minutách izotermické přeměny (TEM, replika).

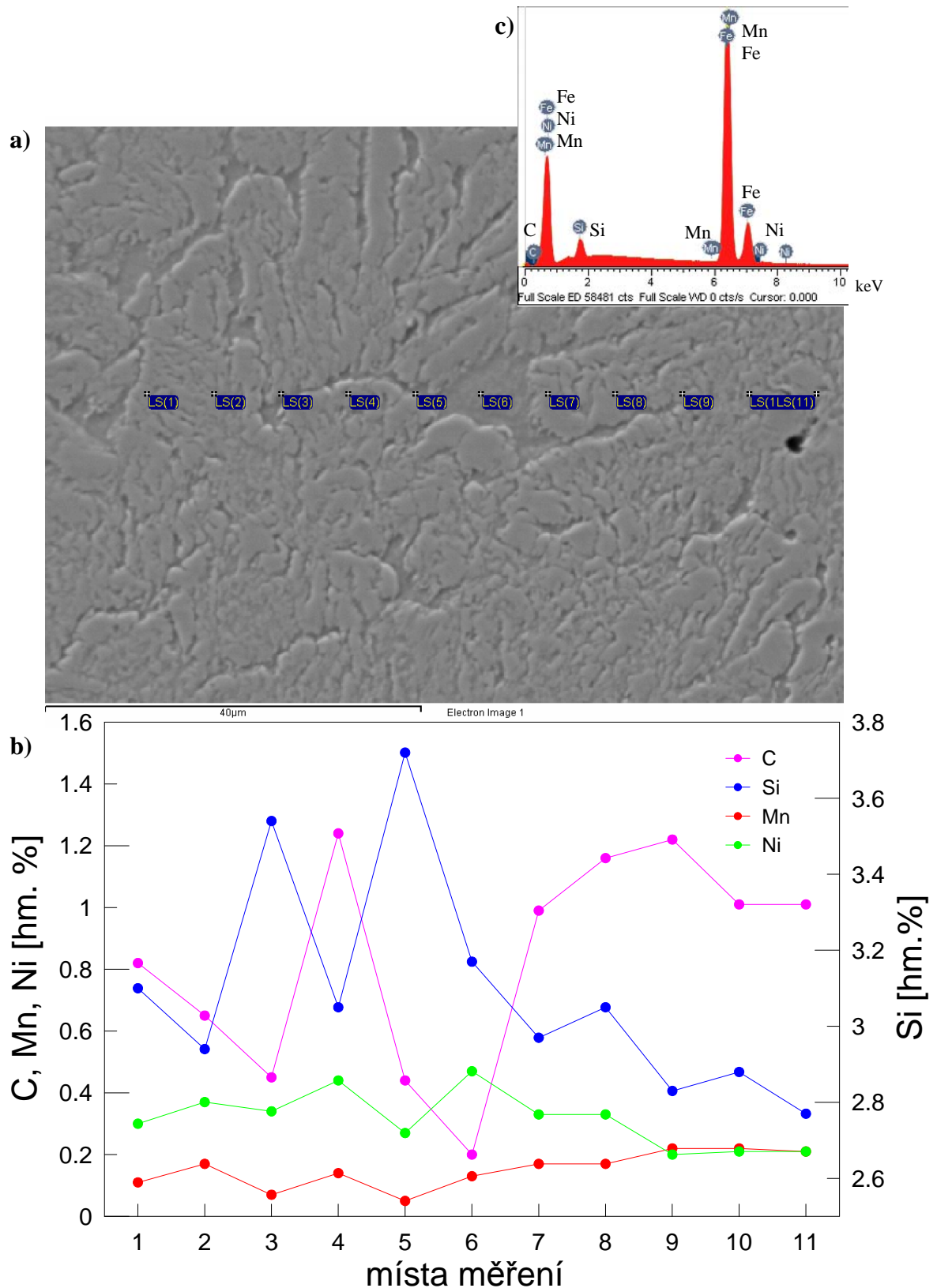


Obr. 6.10.: Mikrostruktura ADI s 2,7% Ni pro prodlevu 45 minut na teplotě izotermické transformace (TEM, stínovaná replika).

Z replik (obr. 6.7 a 6.10) bylo možné pro $\tau = 45$ minut popsat mikrostrukturu detailněji, tvořenou kromě bainitického feritu a stabilizovaného austenitu také karbidickými precipitáty velmi jemného rozměru na rozhraní bainitický ferit – stabilizovaný austenit. Morfologie stabilizovaného austenitu je dvojího druhu, buď se vyskytuje mezi jehlicemi, anebo tvoří uzavřené oblasti. U ADI s 2,7 % Ni, jak je patrné z obrázku 6.9, jsou větší oblasti uzavřeného stabilizovaného austenitu oproti ADI s 0,5 % Ni.

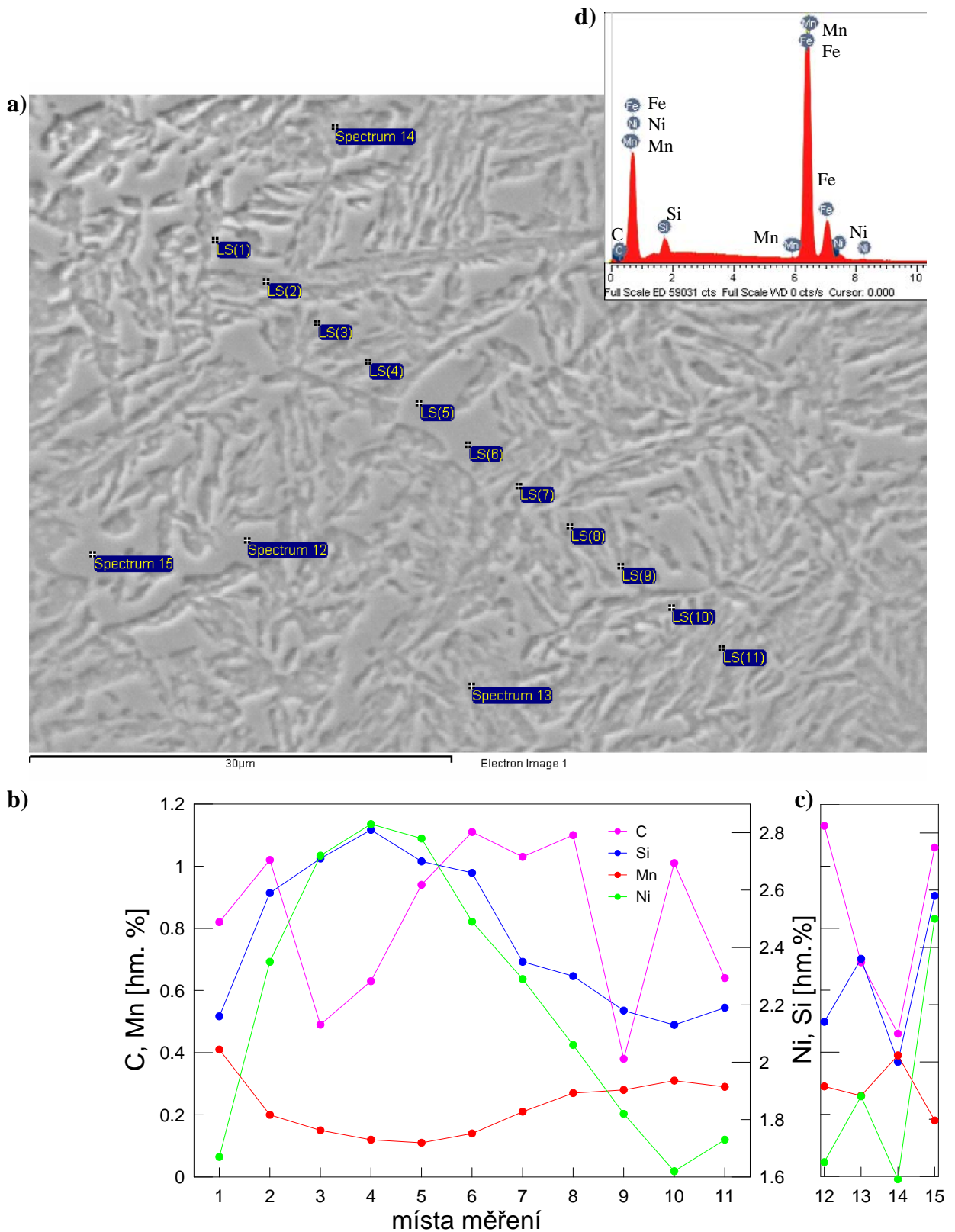
Z naměřených hodnot mechanických vlastností a obrázků struktur byla zvolena jako optimální bainitická struktura obou studovaných litin s kuličkovým grafitem, vzniklá po 45 minutách izotermického zušlechťování, s ohledem na její maximální deformační charakteristiky a dostatečné pevnostní charakteristiky. Tuto strukturu jsme použili pro další experimenty a nazvali jsme ji optimální stav.

Na vybraných vzorcích ADI (s 0,5 a 2,7 % Ni) – optimální stav, bylo pomocí bodové mikroanalýzy (EDS, WDS) studováno chemické složení matrice. Na snímcích (viz obr. 6.11a a 6.12a) ze SEM jsou vyznačena místa, ve kterých byla analýza prováděna. Chemické složení v určených místech je pak uvedeno v grafech pod obrázky (obr. 6.11b a 6.12b). K porovnání chemické heterogenity matrice byla vybrána místa bez zjevné přítomnosti grafitu. Pomocí chemické mikroanalýzy bylo zjištěno, že v místech výskytu stabilizovaného austenitu je vyšší koncentrace Ni v obou ADI. V případě ADI s 2,7 % Ni je tento rozdíl patrnější než v případě ADI s 0,5 % Ni, což je zřejmé z předchozích obrázků a grafů. Množství uhlíku v obou ADI je srovnatelné i včetně odchylek měření. Ostatní prvky v ADI s 2,7 % Ni mají daleko větší heterogenitu než u ADI s 0,5 % Ni. Výsledky měření mohou být částečně ovlivněny přítomností grafitu uloženého pod studovaným povrchem, což je nejvíce pravděpodobné v případě uhlíku.



Obr.6.11.: Bodová chemická mikroanalýza prvků ADI s 0,5 % Ni

- a) Místa měření prvků v matrici (SEM),
 b) Množství jednotlivých prvků pro místa z obrázku nahoře,
 c) Spektrum získané z bodové analýzy pro místo měření 6.



Obr.6.12.: Bodová chemická mikroanalýza prvků ADI s 2,7 % Ni
 a) Místa měření prvků v matrici (SEM)

b) Množství jednotlivých prvků pro místa z obrázku nahoře.

c) Pokračování grafu na obrázku za b, použitá stejná označení a měřítka os,

d) Spektrum získané z bodové analýzy pro místo měření 4.

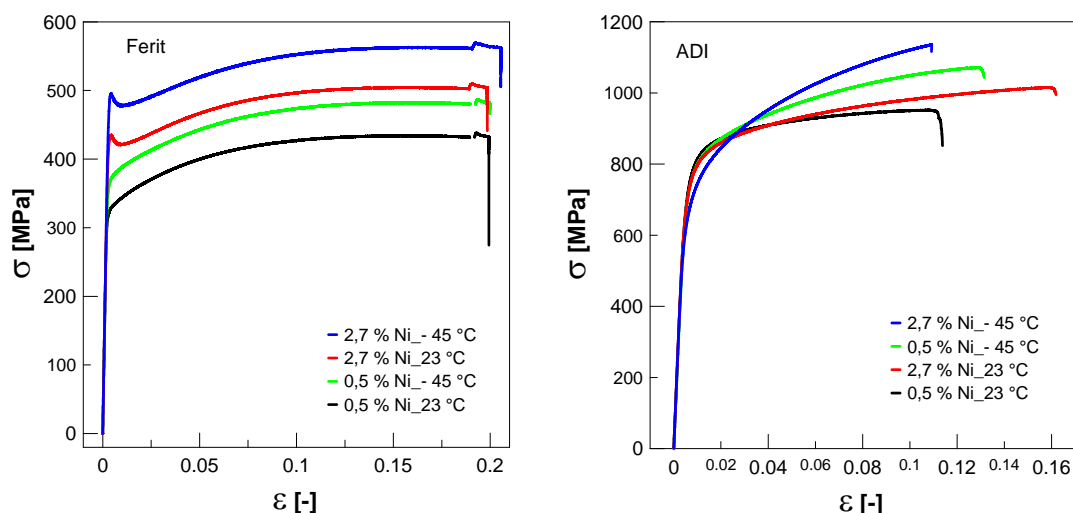
6.3. Optimalizovaný stav

6.3.1. Zkouška tahem

Zkoušky tahem byly provedeny pro materiály s optimalizovaným tepelným zpracováním s cílem:

- získání detailnějšího a přesnějšího popisu vlastností zkoumaných materiálů při monotónním zatěžování,
- pro porovnání cyklických a monotónních deformačních křivek.

Tahové křivky v podání závislosti smluvních napětí σ versus smluvních deformací ε obou materiálů pro pokojovou teplotu a teplotu -45 °C jsou uvedeny na obrázku 6.12a až 6.14. Ze zobrazených záznamů byly stanoveny hodnoty základních mechanických charakteristik ($R_{p0,2}$; $R_{p0,1}$; $R_{p0,05}$; R_m ; A a E), které jsou uvedeny v tab. 6.6.



Obr. 6.11a.: Tahové křivky feritické LKG a ADI pro pokojovou teplotu a pro teplotu -45 °C . V grafech je vynesena závislost napětí σ na deformaci ε .

Jak je patrné z obrázku 6.11a, tahové křivky jsou u LKG s feritickou maticí položeny níže než u ADI.

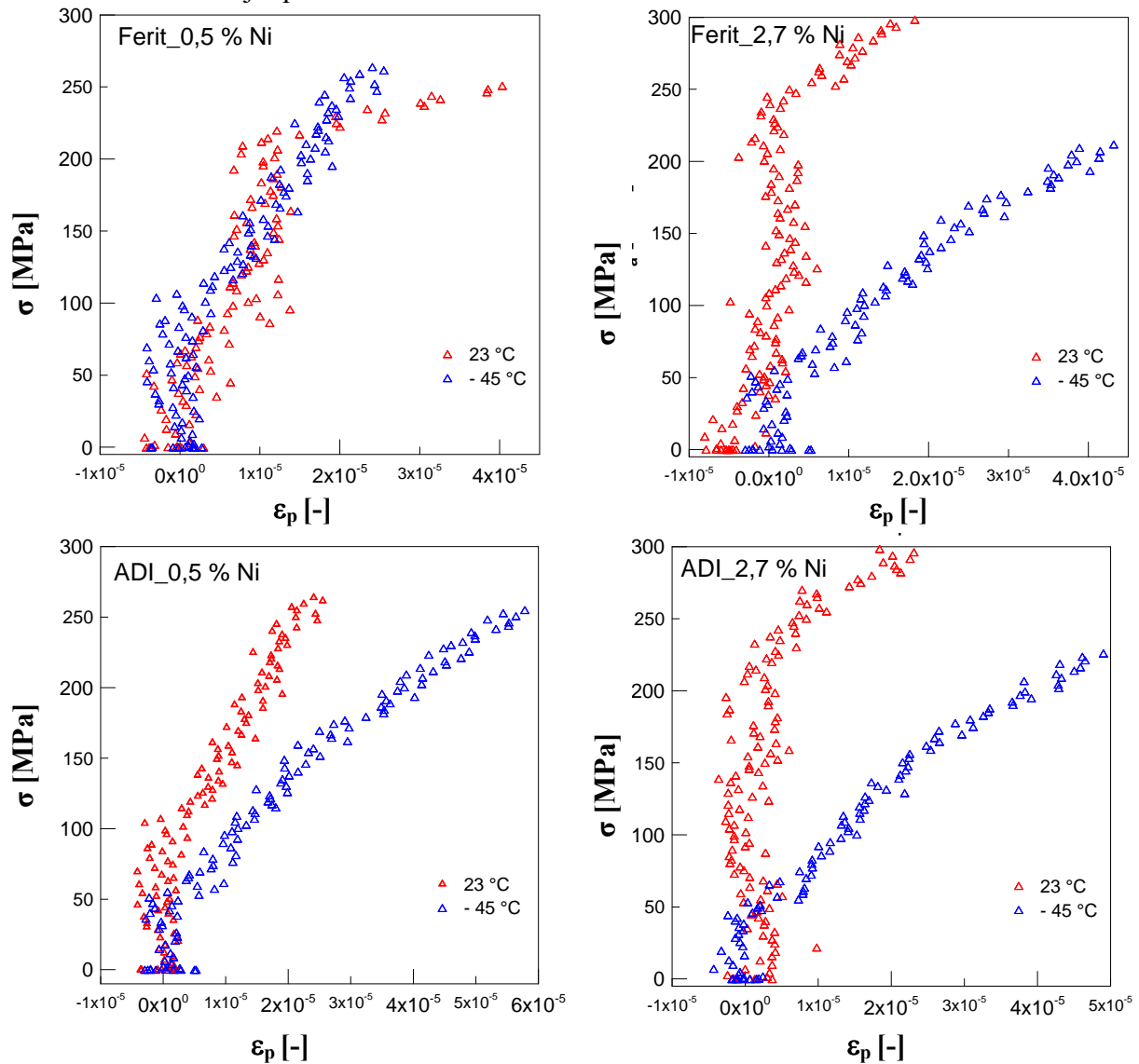
Feritické LKG jsou oproti ADI méně pevné, ale plastičtější. Feritická LKG s 0,5 % Ni má spojitý elasticoplastický přechod na tahové křivce, zatímco u feritické LKG s 2,7 % Ni je tento přechod nespojitý, doprovázen ostrou mezí kluzu, za níž následuje malá Lüdersova deformace. Následné srovnání mezí kluzu je provedeno pro smluvní mez kluzu a dolní mez kluzu. Přidáním niklu do LKG s feritickou maticí se mez kluzu zvýší cca o 100 MPa (viz. tab. 6.6). Vlivem snižující se teploty zkoušky došlo k zvýšení mezí kluzu u obou LKG o cca 50 MPa. Vliv teploty zkoušky na tažnost je nepatrný. Se zvyšujícím se obsahem niklu tažnost nepatrně vzrůstá.

Obě ADI mají spojitý elasticoplastický přechod na tahové křivce, který je ovlivněný koncentrací niklu a teplotou zkoušky. Mez kluzu se zvyšujícím se množstvím niklu mírně klesá. K poklesu dochází i se snižující se teplotou zkoušky. Koeficient zpevnění je u materiálu s vysokým Ni výrazně vyšší. To způsobuje obrácený charakter závislosti meze pevnosti na množství niklu a teplotě než mez kluzu. Z pohledu plastických vlastností, charakterizovaných tažností, dochází k jejímu nepatrnému nárůstu s rostoucím obsahem niklu v ADI.

Pro detailnější znázornění přechodu z elasticke do plastické oblasti tahového záznamu byla sestrojena závislost plastické deformace na napětí, což je uvedeno na obrázku 6.12a. Plastická deformace byla vypočtena odečtením elasticke deformace od celkové deformace:

$$\varepsilon_p = \varepsilon - \frac{\sigma}{E}, \quad (6.1)$$

Obecně platí, že s narůstajícím napětím je zpočátku plastická deformace nulová (dochází pouze k elastické deformaci) a s nástupem plastické deformace (mikroplastické) dochází později k odklonu od lineární závislosti celkové deformace na napětí. U LKG s 0,5 % Ni, jak je patrné z obrázku 6.12a, dochází k odklonu závislosti plastické deformace na napětí kolem hodnoty 50 MPa pro obě teploty zkoušky. U feritické LKG s 2,7 % Ni při pokojové teplotě je odklon pozorovatelný od 50 MPa, jen při teplotě -45 °C byl spočítán z naměřených hodnot anomální průběh začátku tahové křivky, který byl způsoben pravděpodobně přítomností dodatečného ohybového momentu. V případě ADI, jak ukazuje obr. 6.12a při pokojové teplotě začíná docházet k odklonu při cca 100 MPa. Zatímco, při teplotě -45 °C dochází k odklonu již při 50 MPa.

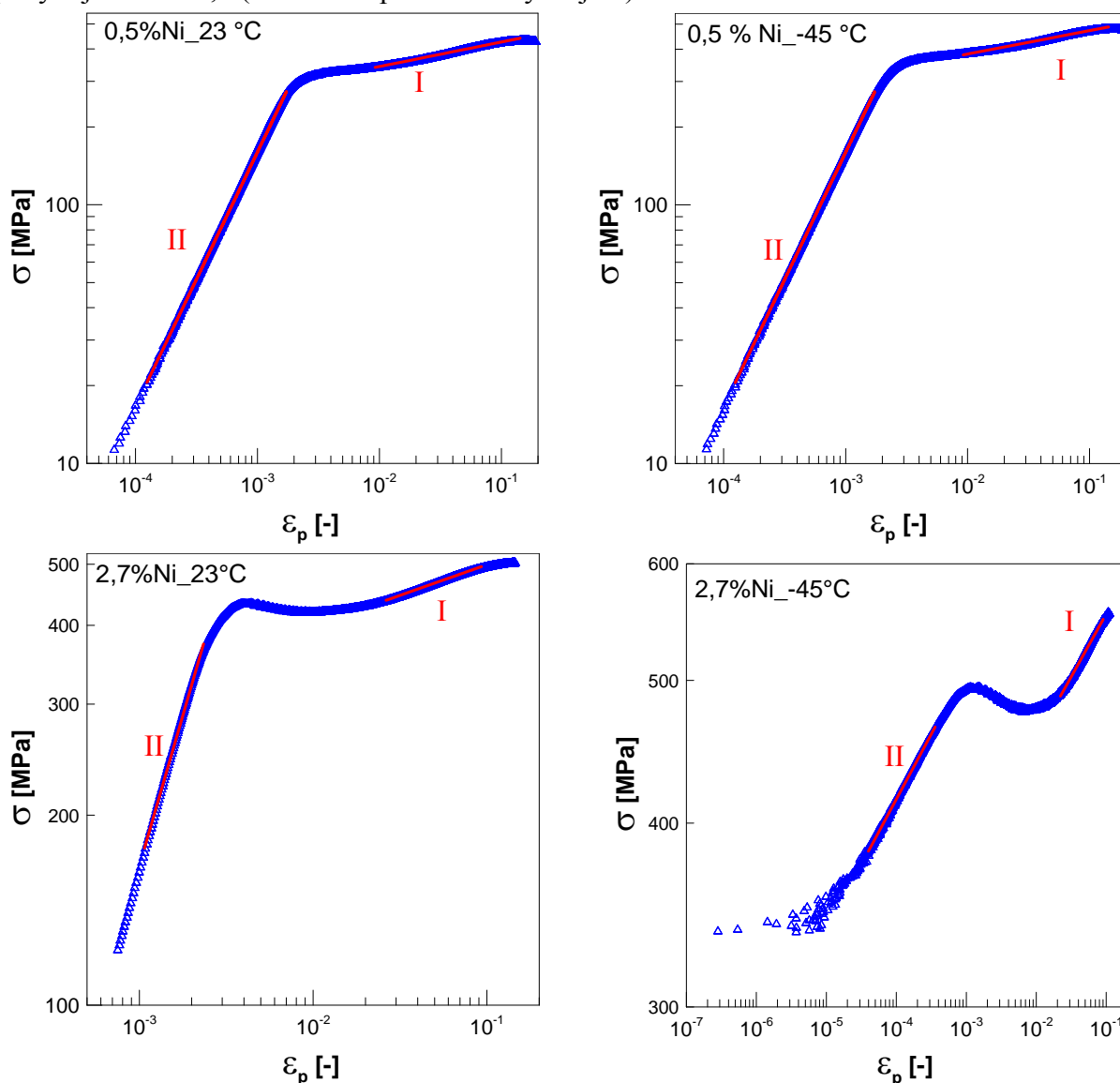


Obr. 6.12a.: Začátky tahových křivek feritické LKG a ADI pro pokojovou teplotu a pro teplotu -45 °C . V grafech je vynesena závislost amplitudy napětí σ_a na plastické deformaci ε_p .

Pro srovnání tahových monotónních deformačních křivek s cyklickými byla sestrojena závislost plastické deformace ε_p na napětí σ v log-log souřadnicích, které jsou znázorněny na obrázku 6.13. Pro stanovení závislosti napětí – plastická deformace byl použitý známý Hollomonův vztah:

$$\sigma = K (\varepsilon_p)^n, \quad (6.2)$$

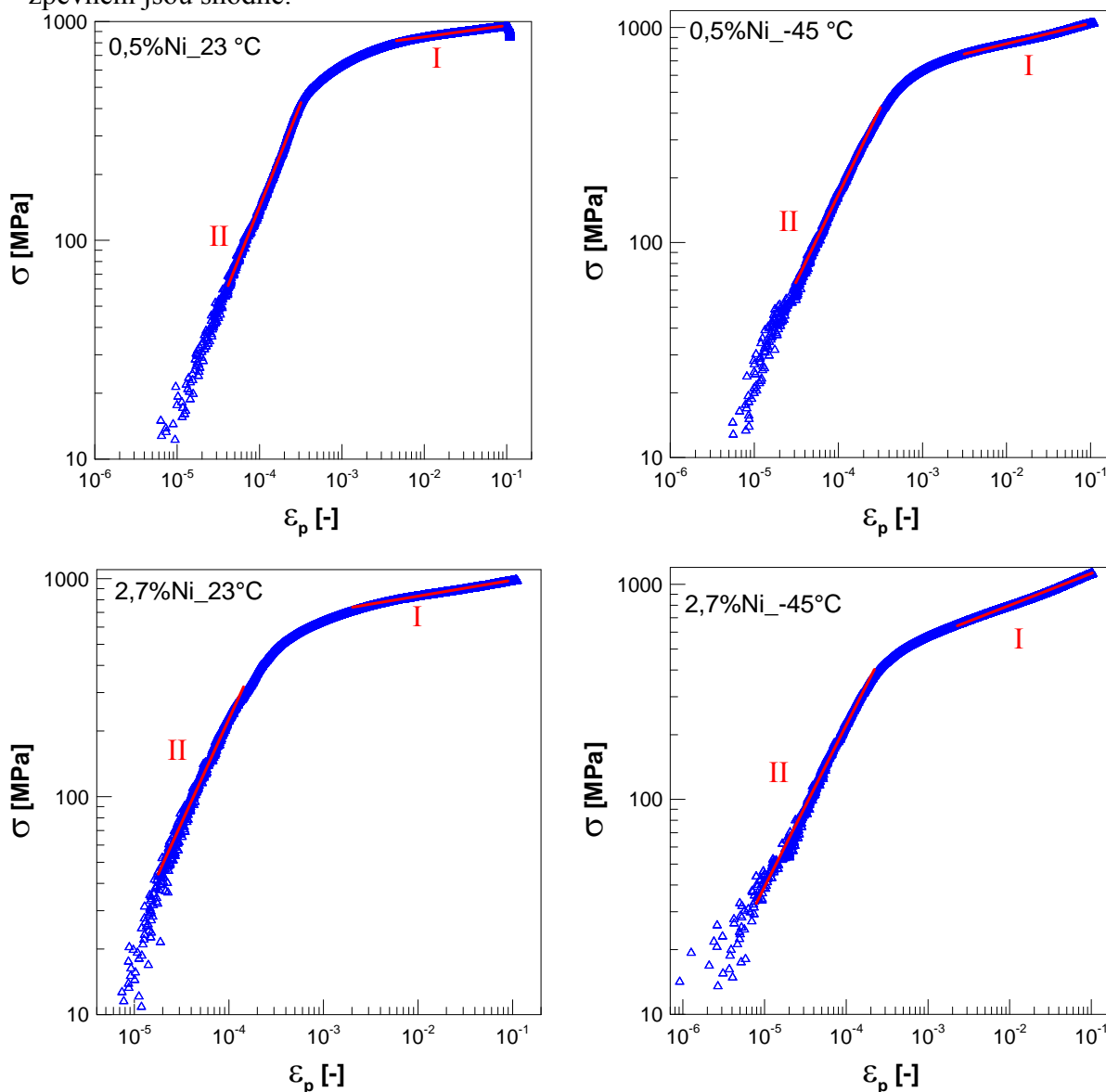
kteřý byl proložen pomocí regresní analýzy vhodnými oblastmi experimentálních dat. Pro jednotlivé proložené mocninné závislosti byly regresní analýzou zjištěny součinitele zpevnění (K), exponenty zpevnění (n) a koeficienty determinace (R). V logaritmických souřadnicích bylo možno tyto závislosti aproximovat dvěma lineárními úseky s rozdílnými hodnotami směrnice (n). Pro jednotlivé úseky mocninné závislosti mají tyto koeficienty a exponenty dolní index buď I nebo II. Tyto parametry jsou materiálovými charakteristikami reakce materiálu na monotónní tahové zatěžování a jsou uvedeny v tabulce 6.6. Hollomonův vztah a stanovené parametry K a n dobře popisují tahové křivky, poněvadž koeficient determinace se pohybuje kolem 0,9 (hodnota R pro dokonalý fit je 1).



Obr. 6.13.: Závislost napětí – plastická deformace při tahové zkoušce pro feritickou LKG.

Jak je patrné z obrázku 6.13, u LKG s feritickou maticí s 0,5 % Ni pro obě teploty bylo možno proložit dvě mocninné závislosti ve dvou úsecích. První úsek (I) se vyskytuje v rozmezí plastické deformace od cca 1×10^{-2} do cca 1×10^{-1} a druhý (úsek II) od cca 1×10^{-4} do cca 1×10^{-3} . Rozdíl ve stanovených dvou mocninných závislostech v úsecích I a II pro obě teploty u LKG s 0,5 % Ni je malý pro součinitele zpevnění (např. v úseci II je jejich rozdíl cca 50 MPa) a pro exponenty zpevnění není téměř žádný (jsou téměř shodné viz. tab. 6.6). U feritické LKG s 2,7 % Ni se mezi prvním (od cca 3×10^{-5} do 3×10^{-4}) a druhým (od cca $2,5 \times 10^{-2}$

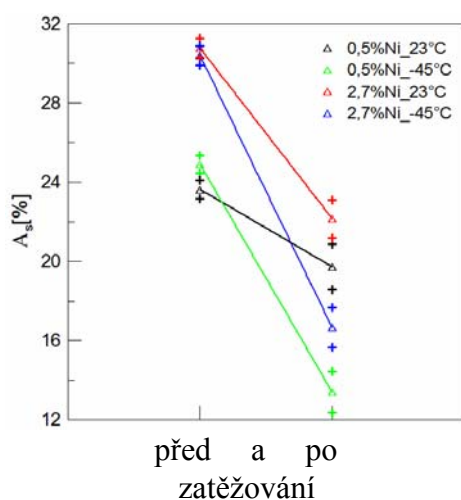
do cca 1×10^{-1}) úsekem vyskytuje Lüdersova deformace. Vliv teploty na součinitele zpevnění není velký, jen v prvním úseku je rozdíl cca 50 MPa. Na exponenty zpevnění nemá teplota žádný vliv. Při porovnání obou feritických LKG je v prvním úseku součinitel zpevnění u LKG s 0,5 % Ni nižší cca o 110 MPa pro obě teploty zatěžování než u LKG s 2,7 % Ni a exponenty zpevnění jsou shodné.



Obr.6.14.: Závislost napětí – plastická deformace při tahové zkoušce pro ADI.

U obou ADI pro obě teploty zatěžování jsou proloženy mocninné závislosti, které se nacházejí ve dvou úsecích plastické deformace ϵ_p . Z obrázku 6.14 je vidět, že všechny čtyři grafy jsou si podobné a mají tři úseky, přičemž prvním I (ϵ_p od cca 3×10^{-3} do cca 1×10^{-1}) a posledním II (ϵ_p od cca 9×10^{-5} do cca 2×10^{-4}) úsekem bylo možno proložit mocninnou závislost, (obdobnou jako u feritické LKG), ze které jsme získali exponenty a součinitele zpevnění (viz. tab. 6.6). Legující nikl v úseku I zvyšuje jak hodnotu exponentu zpevnění na téměř dvojnásobek, tak i hodnotu součinitele zpevnění při obou teplotách zatěžování. V úseku II je jeho vliv nepatrný. Teplota má obdobný vliv pro obě koncentrace niklu, a liší se jen pro dané úseky. Při nízké teplotě dochází v úseku I k nárůstu exponentu zpevnění na dvojnásobnou hodnotu v obou případech, v úseku II při nízké teplotě dochází k opačnému jevu (pokles n_{II} pro ADI s 0,5 % Ni o 13 % a ADI s 2,7 % Ni o 23%).

Pro ověření vlivu deformací indukované fázové transformace stabilizovaného austenitu na martenzit v průběhu tahového zatěžování na naměřené mechanické charakteristiky, exponenty a koeficienty deformačního zpevnění bylo pomocí neutronové difrakce (objemová metoda, měřený signál pochází z objemu 753,6 mm³) stanoveno množství stabilizovaného austenitu. Měření probíhalo na vzorcích odebraných ze závitové hlavy přetržených zkušebních tyčí (tj. z místa kde nedošlo k plastické deformaci) a z měrné části zkušebních tyčí (2 mm od lomové plochy, tj. místo, kde došlo k rovnoměrné plastické deformaci). Získané výsledky měření jsou uvedeny v tabulce 6.6 a zobrazeny na obr. 6.15. Z těchto měření je patrné, že v průběhu tahového zatížení (do lomu) dochází ke snížení stabilizovaného austenitu. Po zatěžování při pokojové teplotě u ADI s 2,7 % Ni došlo k většímu poklesu stabilizovaného austenitu o cca 9%, zatímco u ADI s 0,5 % Ni došlo k poklesu jen o cca 4 %. U nízkých teplot zatěžování byl rozdíl větší než u pokojové teploty, u ADI s 2,7 % Ni byl cca o 14 % a u ADI s 0,5 % Ni cca o 11 %. Martenzitická transformace je tedy podle očekávání intenzivnější při nižších teplotách.



Obr.6.15.: Vliv teploty na množství stabilizovaného austenitu před a po zkoušce tahem, pro dvě zatěžované ADI .
Křížky označují rozptyl hodnot při měření pomocí neutronové difrakce.

Tab.6.6.: Hodnoty mechanických charakteristik, exponentů a koeficientů deformačních zpevnění, podíl stabilizovaného austenitu před a po zkoušce tahem pro všechny zkoumané materiály a teploty zatěžování.

Parametr	0,5 % Ni				2,7 % Ni			
	Ferit		ADI		Ferit		ADI	
	23 °C	- 45 °C	23 °C	- 45 °C	23 °C	- 45 °C	23 °C	- 45 °C
E [GPa]	163,6	160,9	158,5	152,7	162,1	165,6	161,9	161,0
$R_{p0,2}$ [MPa]	328	371	747	737	-	-	728	656
$R_{p0,1}$ [MPa]	320	360	688	680	-	-	669	598
$R_{p0,05}$ [MPa]	308	344	629	616	-	-	608	544
R_{eL} [MPa]	-	-	-	-	421	477	-	-
R_{eH} [MPa]	-	-	-	-	435	495	-	-
R_m [MPa]	434	483	952	1071	504	563	1016	1177
A [%]	11,5	21,1	10,9	12,5	23,9	24,9	15,6	11,4
K_I [MPa]	511	564	1072	1312	619	675	1166	1585
n_I [-]	0,0837	0,0812	0,0499	0,0968	0,0925	0,0853	0,0736	0,1486
R_I [-]	0,9593	0,9677	0,9893	0,9955	0,9990	0,9974	0,9973	0,9970
K_{II} [MPa]	142088	132813	820643	303269	811	938	1716538	225285
n_{II} [-]	0,9831	0,9743	0,9399	0,8151	0,0876	0,0885	0,9725	0,7518
R_{II} [-]	0,9999	0,9996	0,9978	0,9961	0,9973	0,9986	0,9821	0,9943
před tahem A_s [%]	-	-	23,63	24,91	-	-	30,77	30,41
po tahu A_s [%]	-	-	19,72	13,94	-	-	22,16	16,66

6.3.2. Nízkocyklová únavová odolnost

6.3.2.1. Křivky cyklického zpevnění – změkčení

Křivky cyklického zpevnění – změkčení zjištěné při cyklování s konstantními amplitudami celkové deformace ε_a sledovaných LKG a ADI jsou na obrázcích 6.16 až 6.27. Na obrázcích jsou uvedeny závislosti amplitudy napětí σ_a a současně amplitudy plastické deformace ε_{ap} na počtu cyklů N pro testované hodnoty amplitudy celkové deformace. Z obrázků je patrné, že se průběh těchto křivek mění s amplitudou zatěžování, teplotou a množstvím niklu.

Jak je patrné z obrázků 6.16 až 6.21, u obou LKG s feritickou maticí (0,5 a 2,7 % Ni), zatěžovaných při pokojové teplotě a při $-45\text{ }^\circ\text{C}$, bylo v oblasti nízkých, středních a vysokých amplitud celkové deformace pozorováno počáteční dlouhodobé cyklické zpevnění následované obdobím saturace. Období saturace probíhalo po většinu únavového zatěžování materiálu, které bylo ke konci životnosti vystřídáno výrazným poklesem amplitudy napětí v důsledku šíření únavové trhliny. Průběhy počátečního zpevnění jsou nejvýraznější u nejvyšších hodnot amplitud zatěžování. V oblasti nízkých amplitud celkové deformace následuje po mírném počátečním zpevnění stabilní napěťová odezva pokračující až do konce životnosti. Cyklická napěťová odezva u LKG s 2,7 % Ni je vyšší než u LKG s 0,5 % Ni při obou teplotách cyklování. Při cyklování na teplotě $-45\text{ }^\circ\text{C}$ je naměřena vyšší amplituda napětí při přibližně stejných amplitudách celkové deformace než při pokojové teplotě u obou LKG.

Na obrázcích 6.17, 6.18, 6.20, 6.21 jsou vyneseny závislosti $\sigma_a - N$ a $\varepsilon_{ap} - N$ stanovené ze zkoušky stupňovitého nárůstu amplitudy celkové deformace. Průběhy těchto křivek jsou obdobné jako u zkoušek cyklovaných jednou amplitudou do lomu (viz. předchozí odstavec). Jediná odlišnost je v tom, že v některých případech nebylo dosaženo období saturace vzhledem k nízkému počtu cyklů.

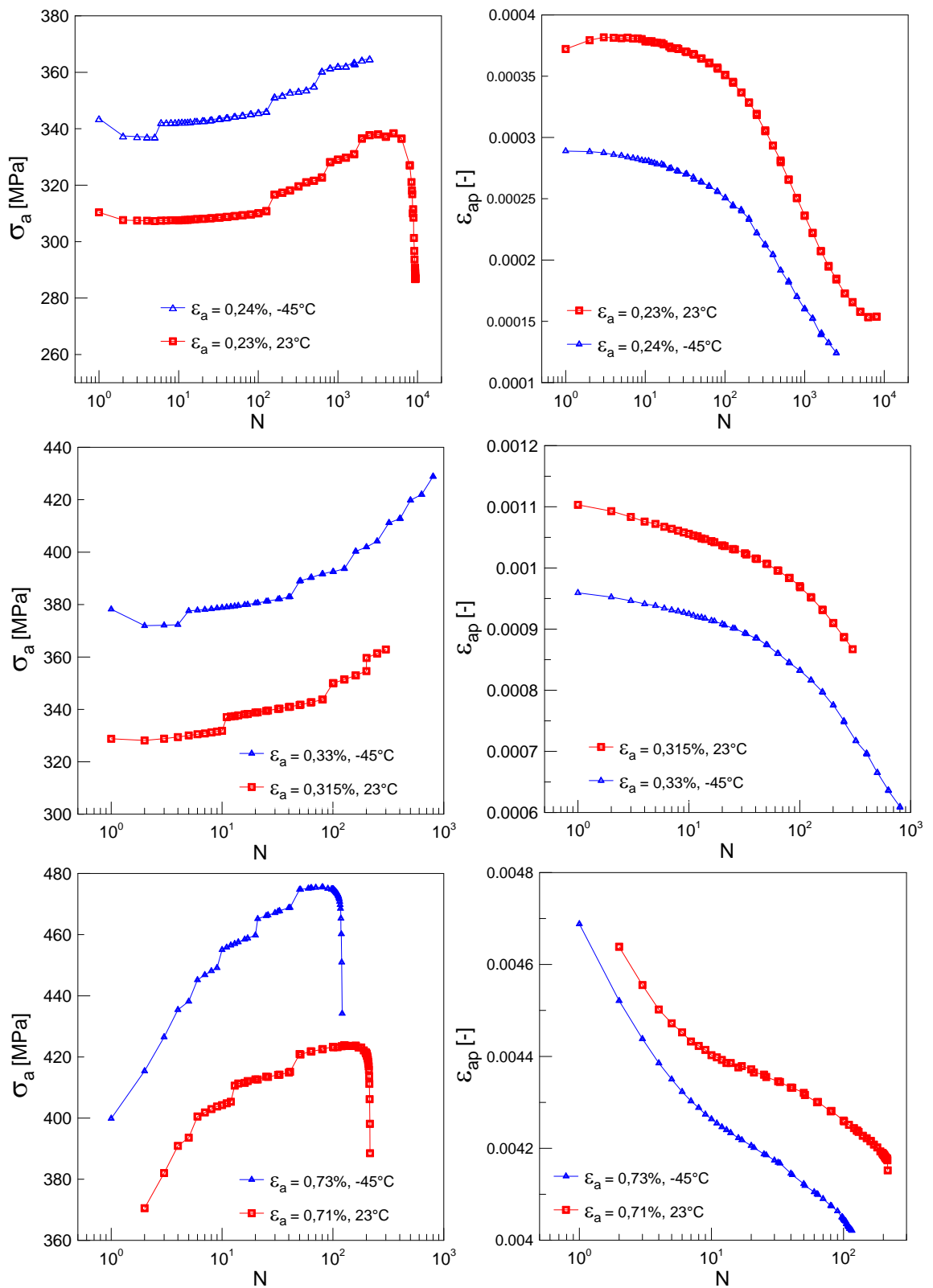
Jak je patrné z obrázku 6.22 až 6.27, u obou ADI (0,5 a 2,7 % Ni), zatěžovaných při pokojové teplotě a při $-45\text{ }^\circ\text{C}$, bylo v oblasti středních a vysokých amplitud celkové deformace pozorováno výrazné krátké počáteční cyklické zpevnění, výraznější při teplotě $-45\text{ }^\circ\text{C}$, následované dlouhodobým cyklickým změkčením. Cyklické změkčení probíhalo po většinu únavového zatěžování materiálu, které bylo ke konci životnosti vystřídáno výrazným poklesem amplitudy napětí v důsledku šíření únavové trhliny. V oblasti nízkých amplitud celkové deformace bylo pozorováno převážně saturované chování.

U obou ADI asi v polovině života je anomální závislost plastické deformace v porovnání s amplitudou napětí. S přibývajícím počtem cyklů dochází k poklesu amplitudy napětí, ale i k poklesu či saturaci amplitudy plastické deformace. U běžných konstrukčních materiálů při poklesu amplitudy napětí (cyklické změkčení) dochází k nárůstu amplitudy plastické deformace. Tyto jevy jsou výrazné u středních a vysokých amplitud zatěžování.

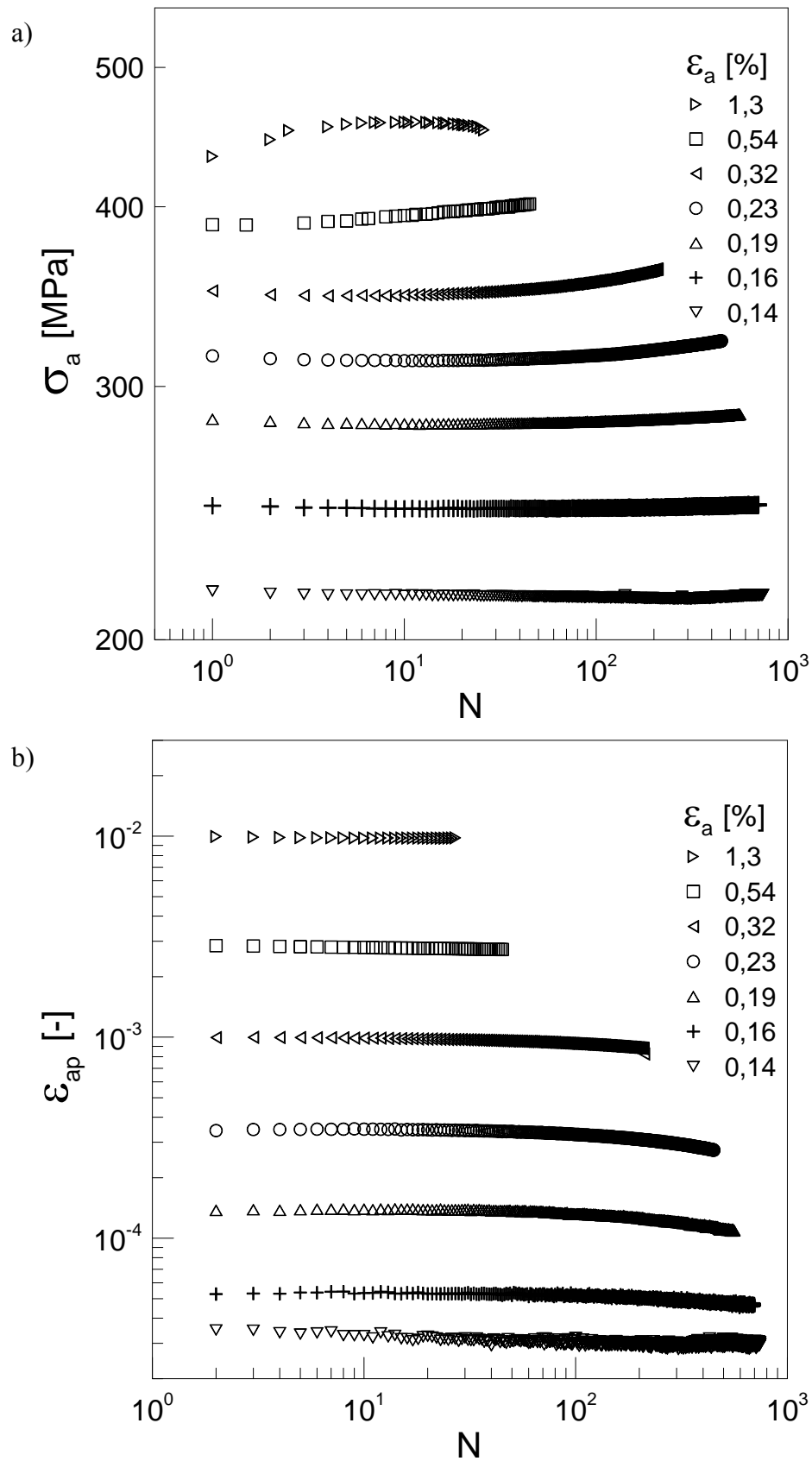
Průběhy počátečního zpevnění jsou nejvýraznější u nejvyšších hodnot amplitud zatěžování. Cyklická napěťová odezva u ADI s 2,7 % Ni je vyšší než u ADI s 0,5 % Ni při obou teplotách cyklování. Při cyklování na teplotě $-45\text{ }^\circ\text{C}$ je naměřena vyšší napěťová odezva při přibližně stejných amplitudách celkové deformace než při pokojové teplotě u obou ADI.

Na obrázcích 6.23, 6.24, 6.26, 6.27 jsou vyneseny závislosti $\sigma_a - N$ a $\varepsilon_{ap} - N$ stanovené ze zkoušky stupňovitého nárůstu amplitudy celkové deformace. Průběhy těchto křivek jsou obdobné jako u zkoušek cyklovaných jednou amplitudou do lomu (viz. předchozí odstavec).

Se zvyšující se zátěžnou amplitudou deformace dochází k výraznějšímu rozdílu v amplitudě napětí.



Obr. 6.16.: Křivky cyklického zpevnění-změkčení při teplotách 23 °C a – 45 °C. LKG s feritickou maticí s 0,5 % Ni. V grafech je vynesena amplituda napětí σ_a a amplituda plastické deformace ϵ_{ap} v závislosti na počtu cyklů N .

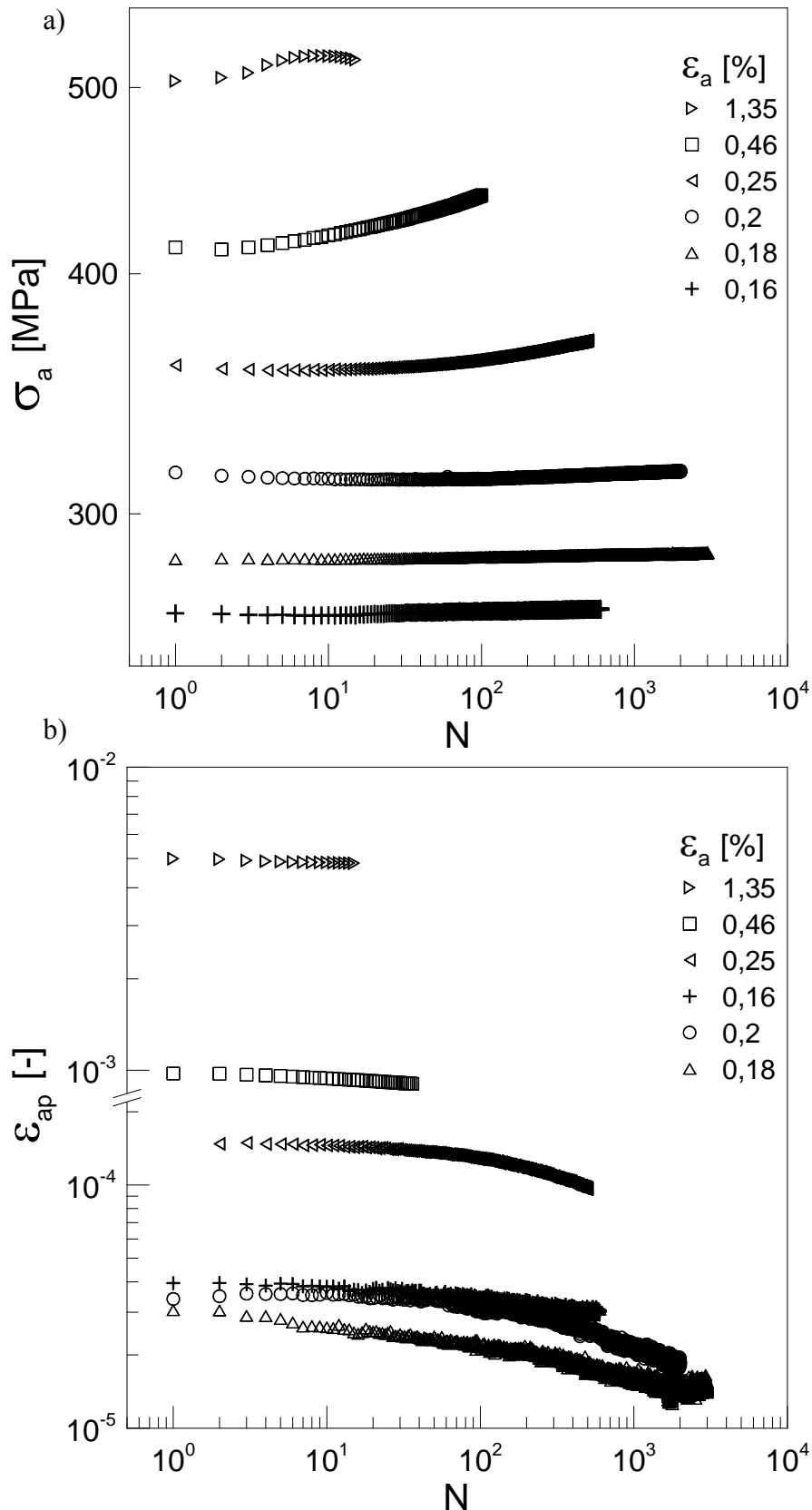


Obr. 6.17.: Křivky cyklického zpevnění-změkčení při teplotě 23 °C naměřené pomocí metody stupňovitého nárůstu amplitudy deformace. LKG s feritickou maticí s 0,5 %

Ni. V grafech je vynesena závislost:

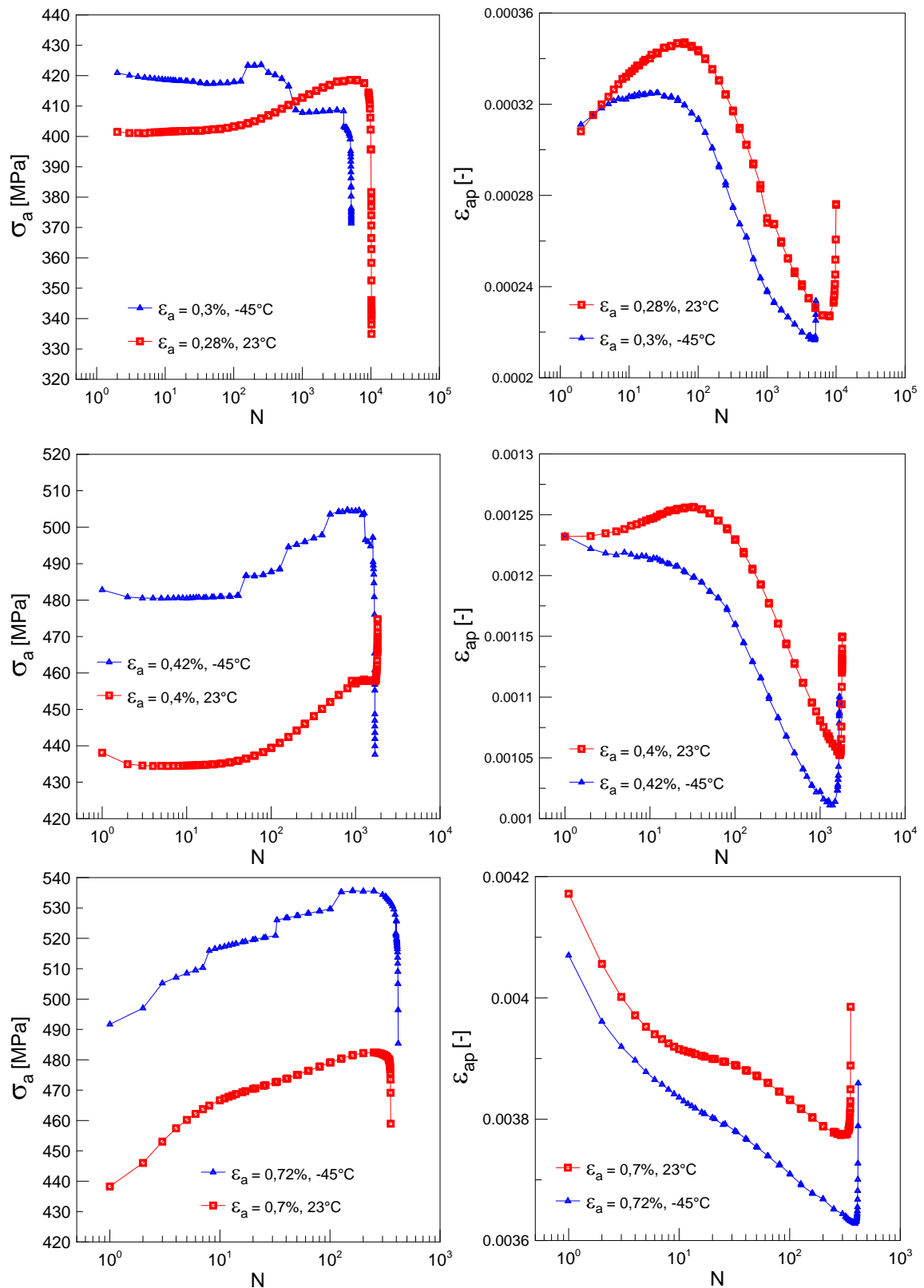
a) amplitudy napětí σ_a na počtu zátěžných cyklů N ,

b) amplitudy plastické deformace ϵ_{ap} na počtu zátěžných cyklů N .

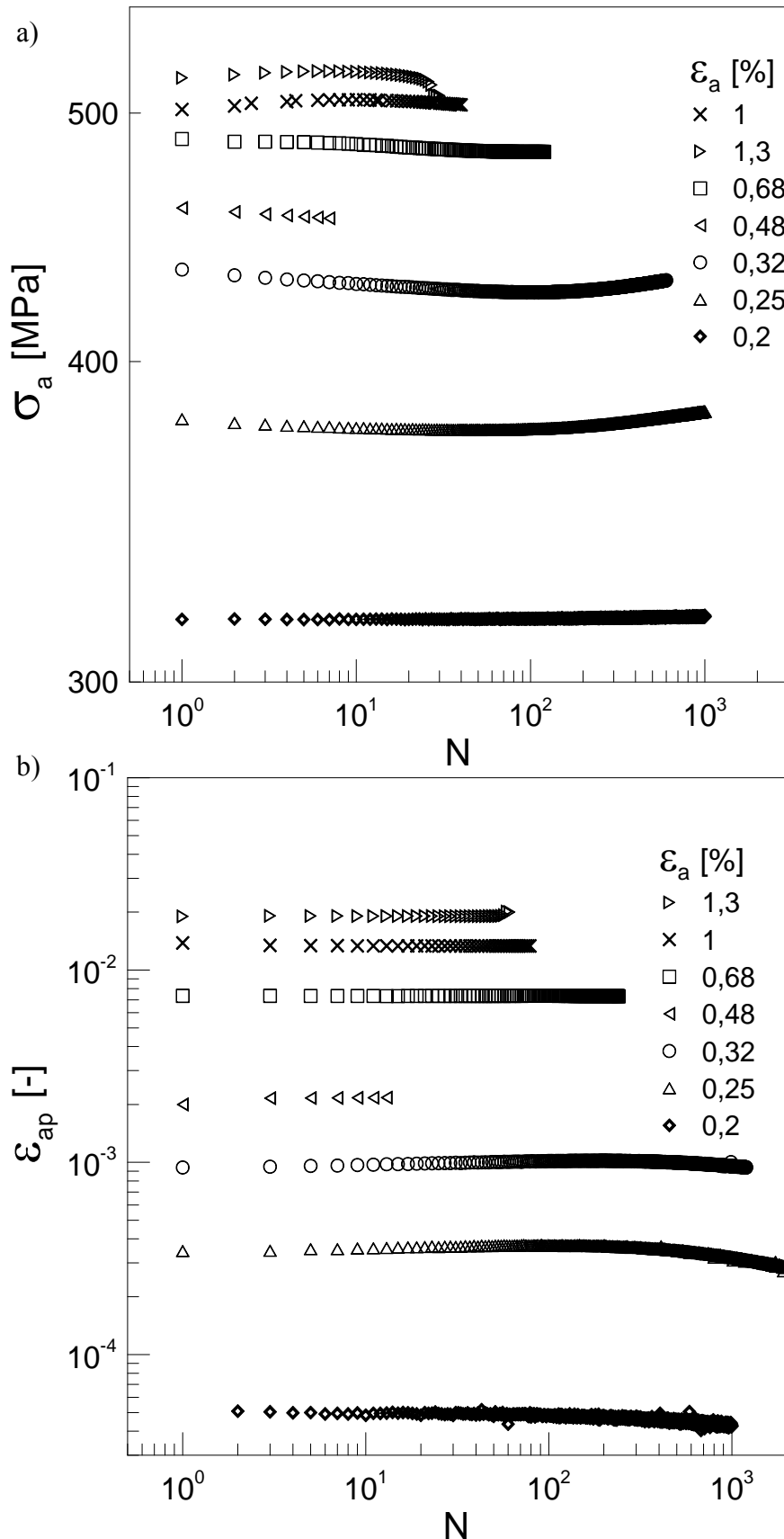


Obr.6.18.: Křivky cyklického zpevnění-změkčení při teplotě $-45\text{ }^{\circ}\text{C}$ naměřené pomocí metody stupňovitého nárůstu amplitudy deformace. LKG s feritickou maticí s 0,5 % Ni. V grafech je vynesena závislost:

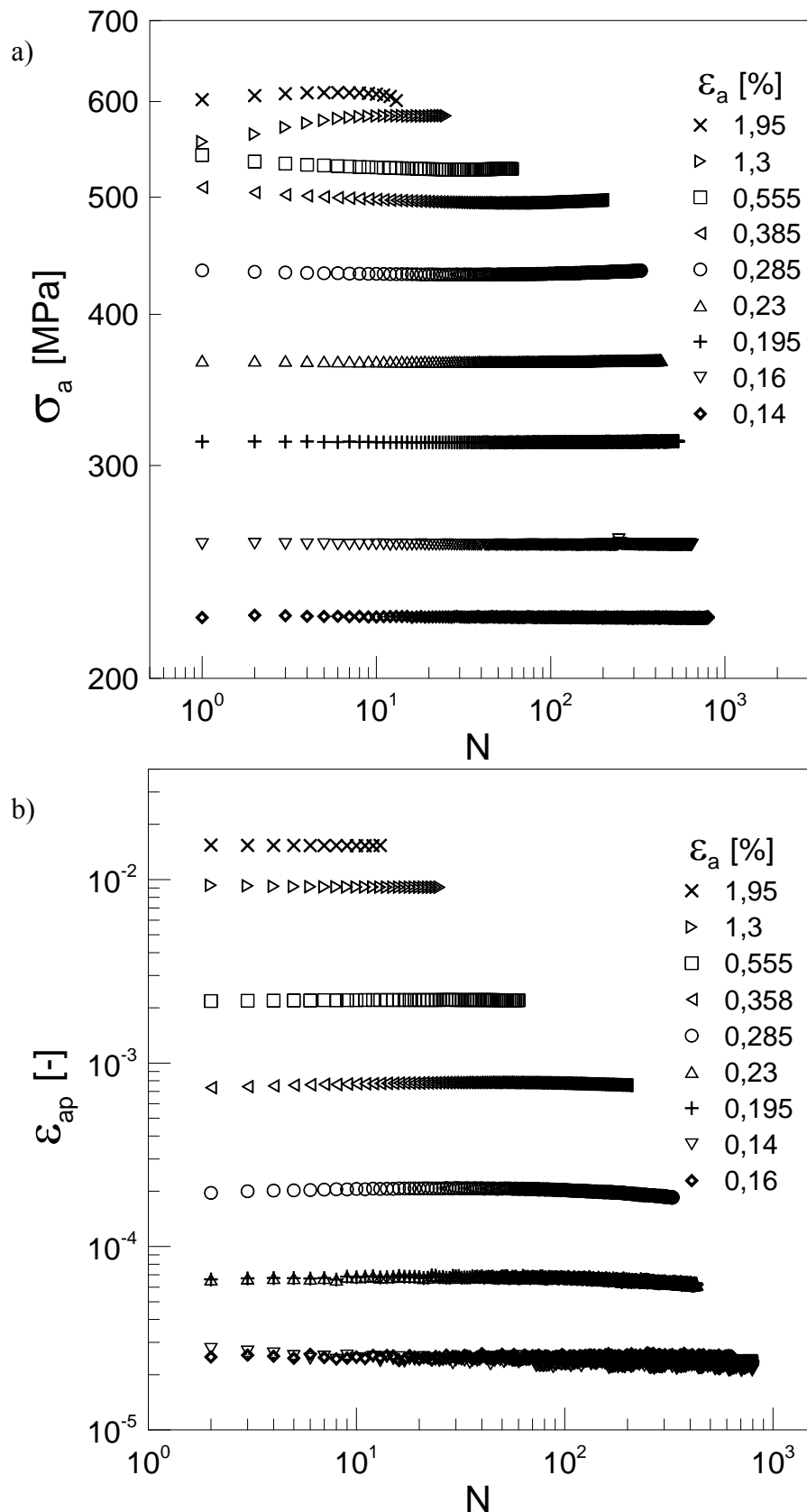
- a) amplitudy napětí σ_a na počtu zátěžných cyklů N ,
 b) amplitudy plastické deformace ϵ_{ap} na počtu zátěžných cyklů N .



Obr.6.19.: Křivky cyklického zpevnění-změkčení při teplotách 23°C a -45°C . LKG s feritickou maticí s 2,7 % Ni. V grafech je vynesena amplituda napětí σ_a a amplituda plastické deformace ϵ_{ap} v závislosti na počtu cyklů.



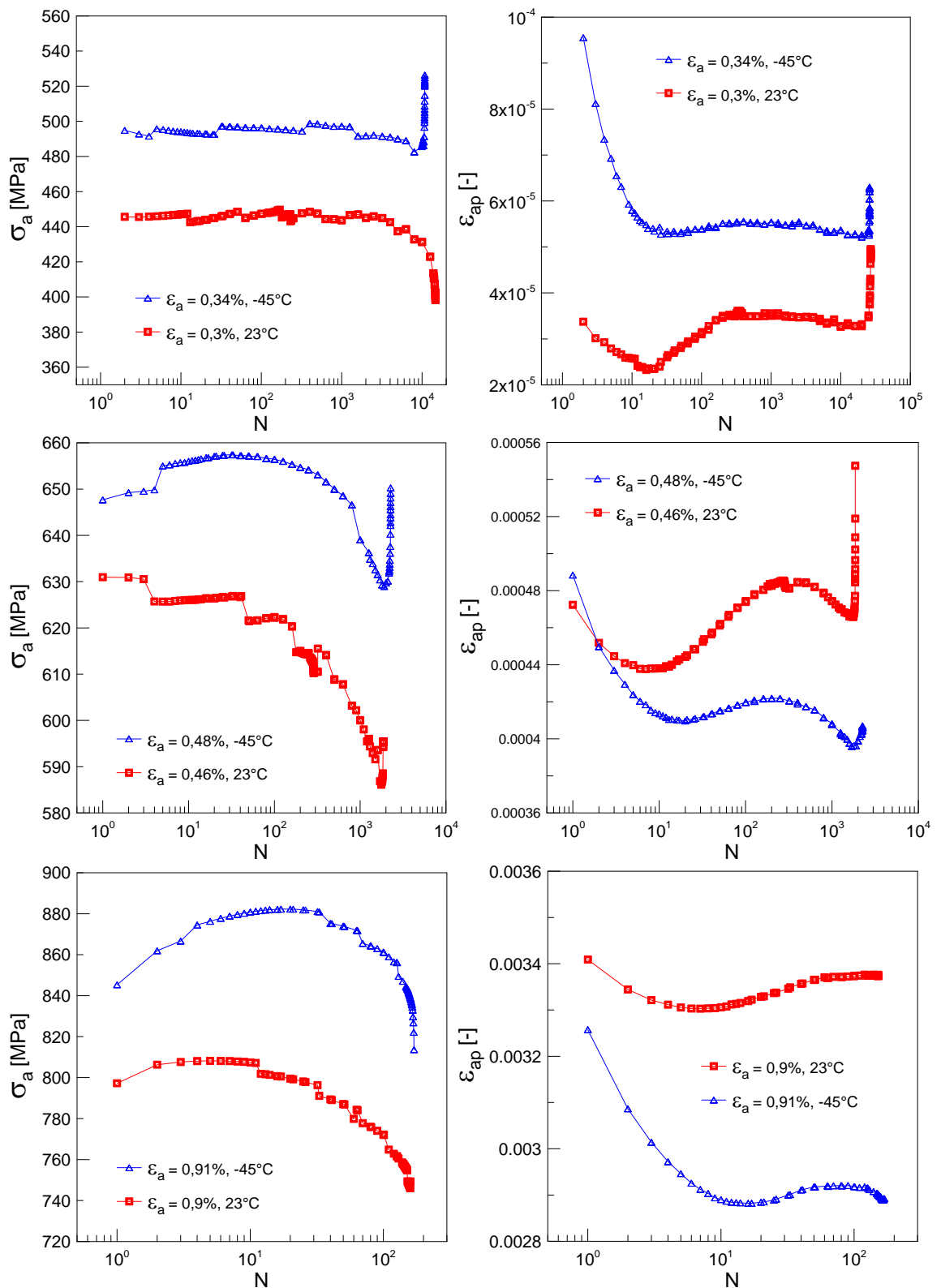
Obr.6.20.: Křivky cyklického zpevnění-změkčení při teplotě 23 °C naměřené pomocí metody stupňovitěho nárůstu amplitudy deformace. LKG s feritickou maticí s 2,7 % Ni. V grafech je vynesena závislost:
 a) amplitudy napětí σ_a na počtu zátěžných cyklů N ,
 b) amplitudy plastické deformace ϵ_{ap} na počtu zátěžných cyklů N .



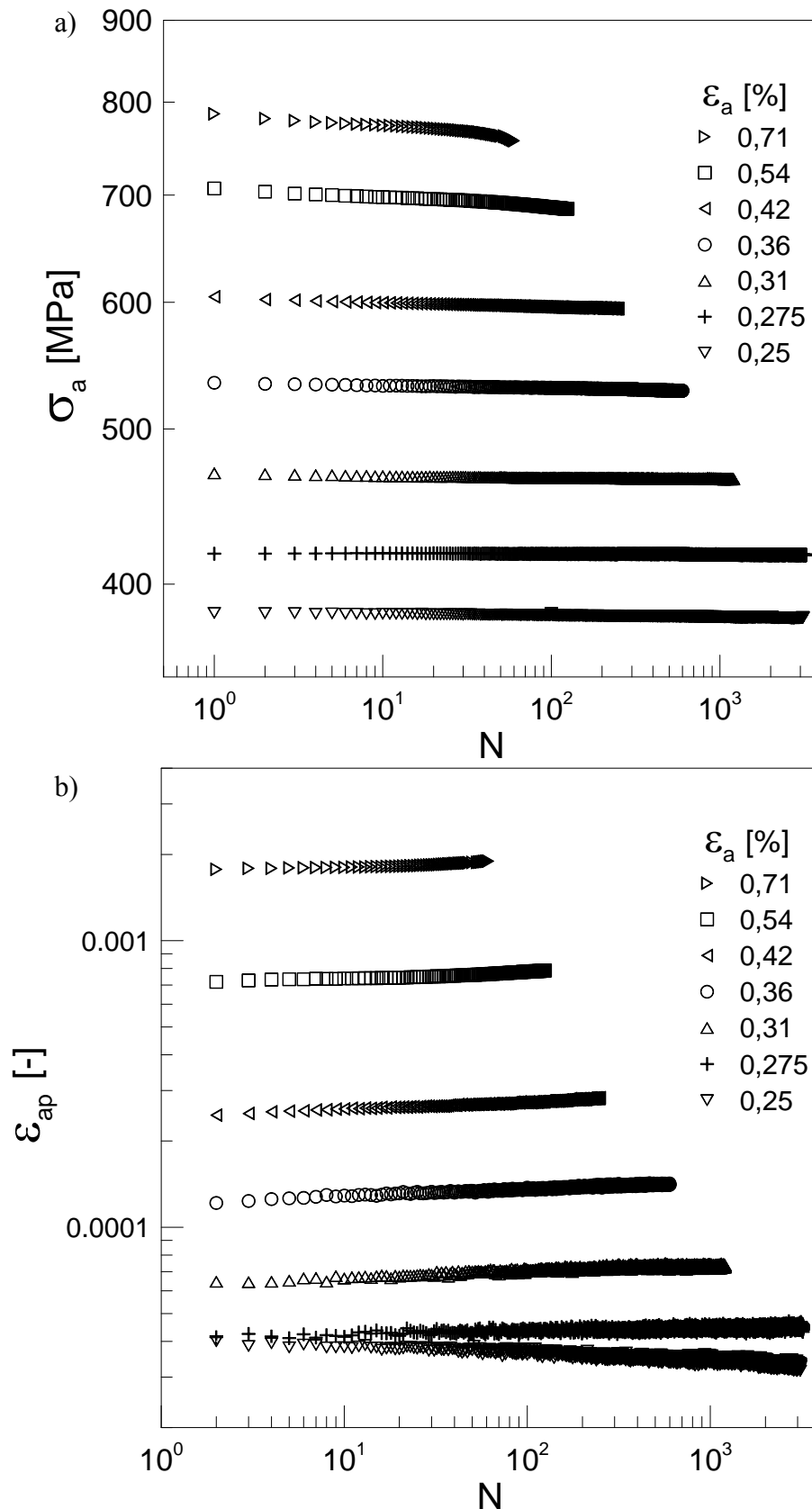
Obr.6.21.: Křivky cyklického zpevnění-změkčení při teplotě $-45\text{ }^{\circ}\text{C}$ naměřené pomocí metody stupňovitého nárůstu amplitudy deformace. LKG s feritickou maticí s 2,7 % Ni.

V grafech je vynesena závislost:

- a) amplitudy napětí σ_a na počtu zátěžných cyklů N ,
 b) amplitudy plastické deformace ϵ_{ap} na počtu zátěžných cyklů N .

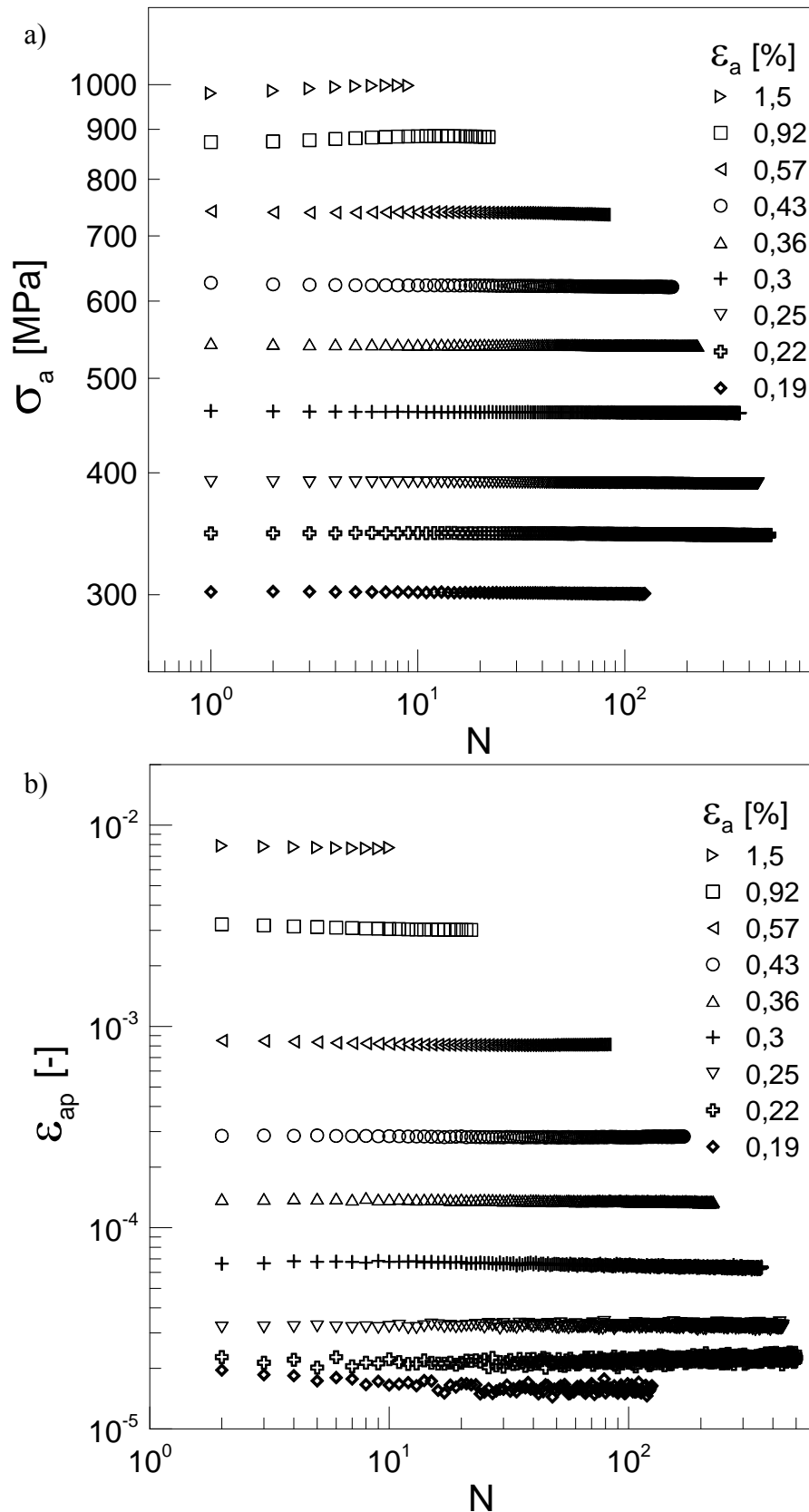


Obr.6.22.: Křivky cyklického zpevnění-změkčení při teplotách 23°C a -45°C . ADI s 0,5 % Ni. V grafech je vynesena amplituda napětí σ_a a amplituda plastické deformace ϵ_{ap} v závislosti na počtu cyklů N .



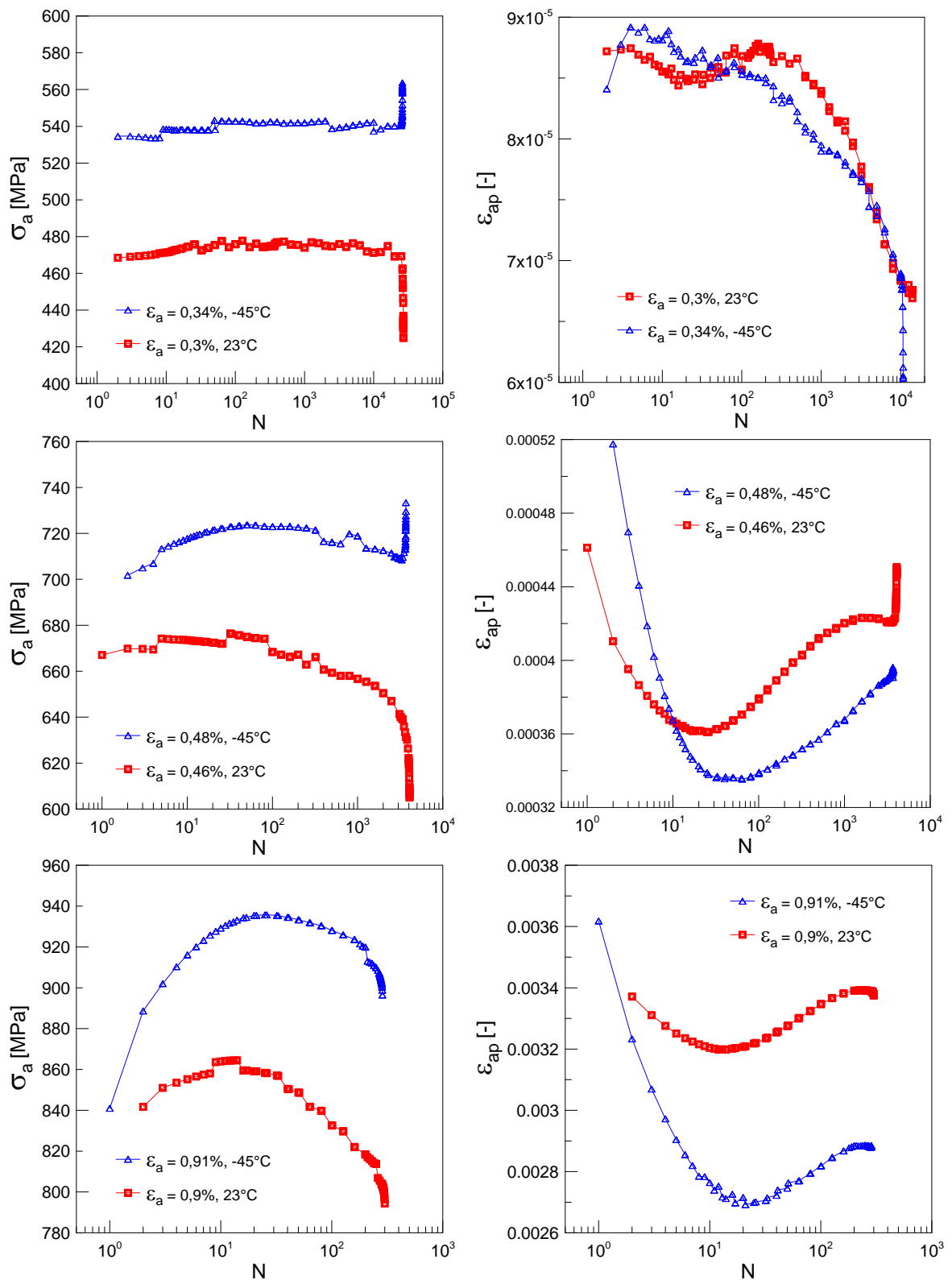
Obr. 6.23.: Křivky cyklického zpevnění-změkčení při teplotě 23 °C naměřené pomocí metody stupňovitého nárůstu amplitudy deformace. ADI s 0,5 % Ni. V grafech je vynesena závislost:

- a) amplitudy napětí σ_a na počtu zátěžných cyklů N ,
 b) amplitudy plastické deformace ϵ_{ap} na počtu zátěžných cyklů N .

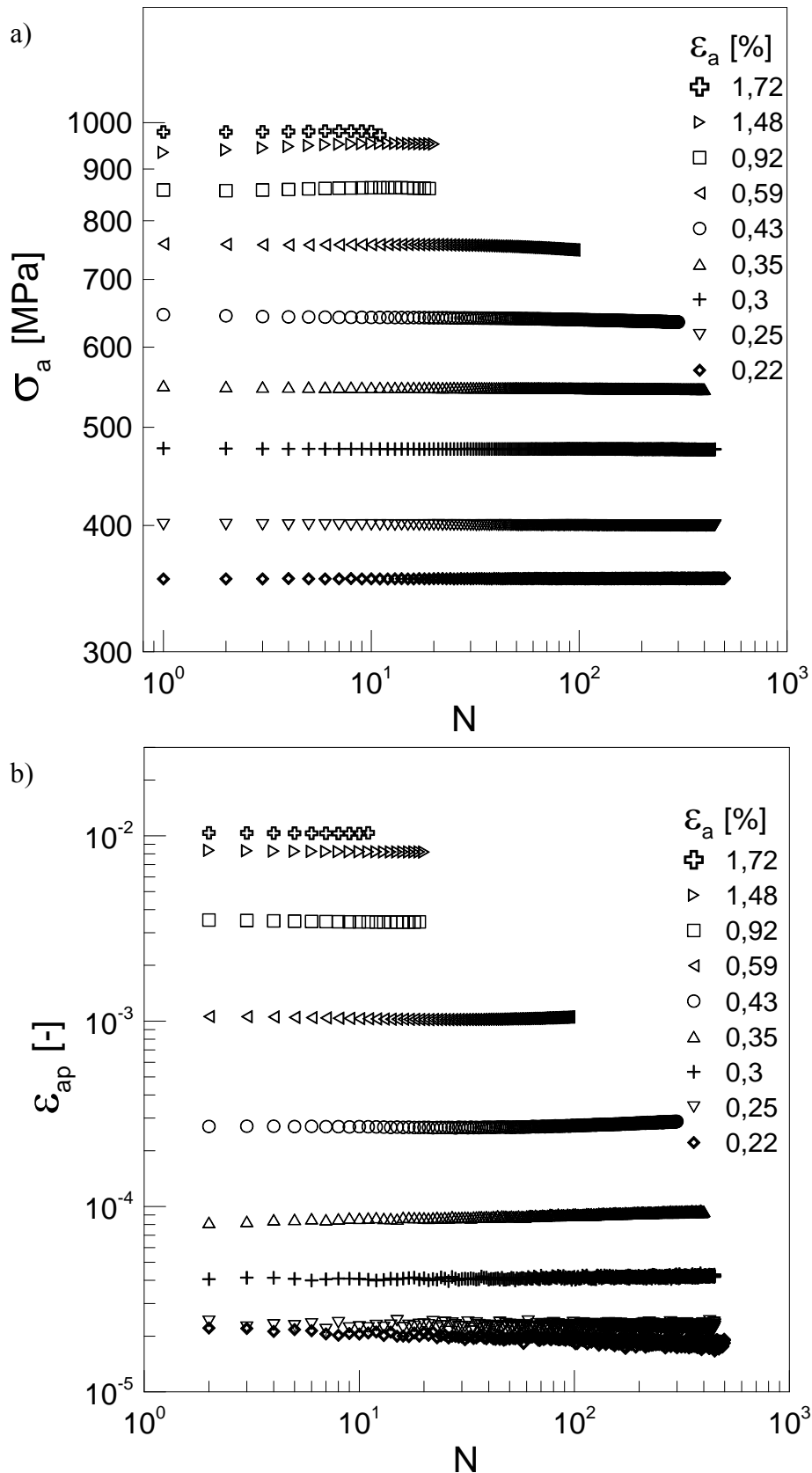


Obr.6.24.: Křivky cyklického zpevnění-změkčení při teplotě $-45\text{ }^{\circ}\text{C}$ naměřené pomocí metody stupňovitého nárůstu amplitudy deformace. ADI s 0,5 % Ni. V grafech je vynesena závislost:

- a) amplitudy napětí σ_a na počtu zátěžných cyklů N ,
 b) amplitudy plastické deformace ϵ_{ap} na počtu zátěžných cyklů N .

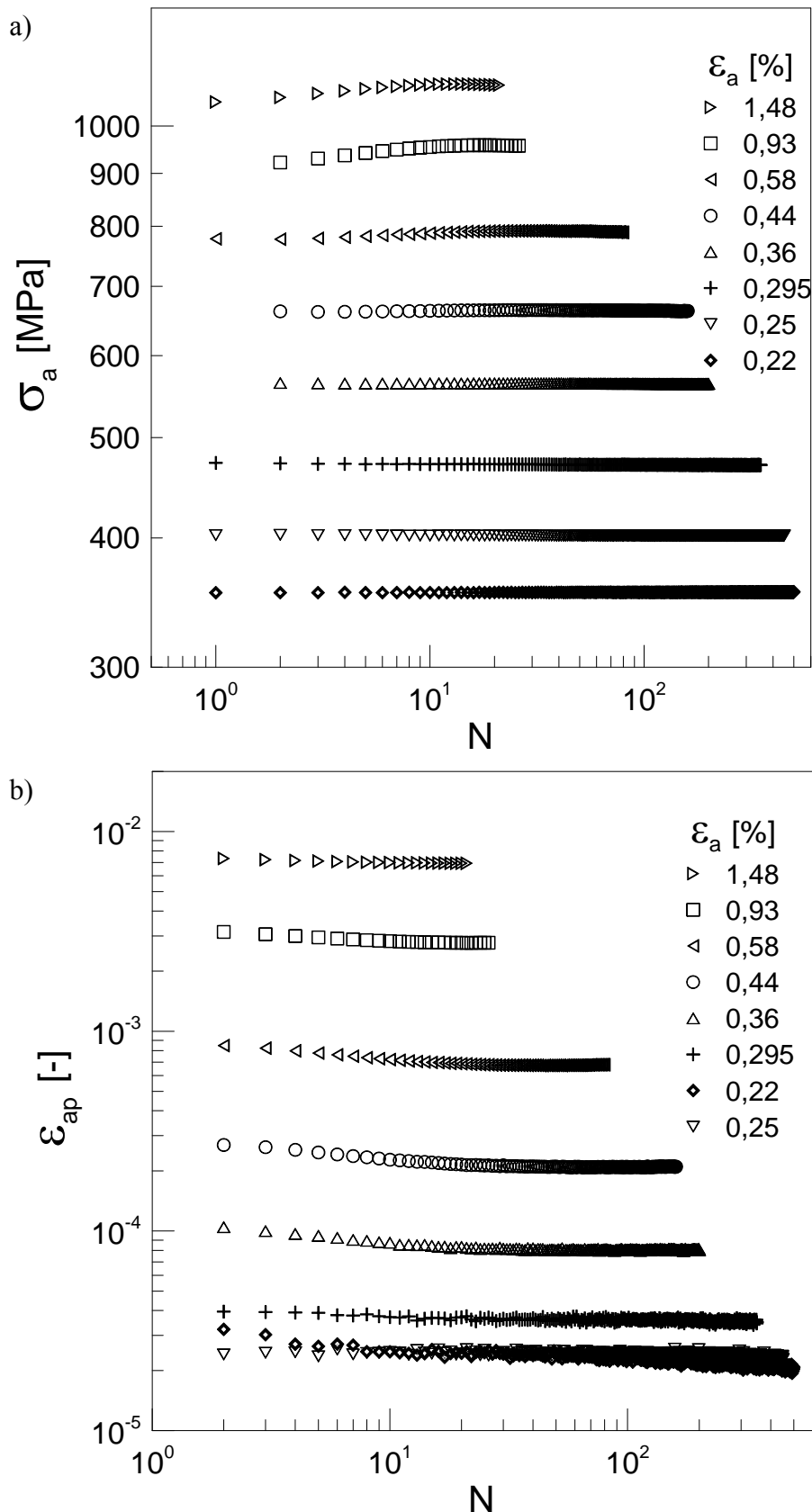


Obr.6.25.: Křivky cyklického zpevnění-změkčení při teplotách 23°C a -45°C . ADI s 2,7 % Ni. V grafech je vynesena amplituda napětí σ_a a amplituda plastické deformace ϵ_{ap} v závislosti na počtu cyklů N .



Obr.6.26.:Křivky cyklického zpevnění-změkčení při teplotě 23 °C naměřené pomocí metody stupňovitého nárůstu amplitudy deformace. ADI s 2,7 % Ni. V grafech je vynesena závislost:

- a) amplitudy napětí σ_a na počtu zátěžných cyklů N ,
 b) amplitudy plastické deformace ϵ_{ap} na počtu zátěžných cyklů N .



Obr.6.27.: Křivky cyklického zpevnění-změkčení při teplotě $-45\text{ }^{\circ}\text{C}$ naměřené pomocí metody stupňovitého nárůstu amplitudy deformace. ADI s 2,7 % Ni.

V grafech je vynesena závislost:

- a) amplitudy napětí σ_a na počtu zátěžných cyklů N ,
 b) amplitudy plastické deformace ϵ_{ap} na počtu zátěžných cyklů N .

6.3.2.2. Plocha smyčky W a V_H parametr

Po ukončení zkoušek byla pro všechny záznamy vyhodnocena numerickou Simpsonovou metodou plocha smyčky v souřadnicích napětí deformace. Tyto závislosti jsou uvedeny v grafech na obr. 6.28 až 6.31.

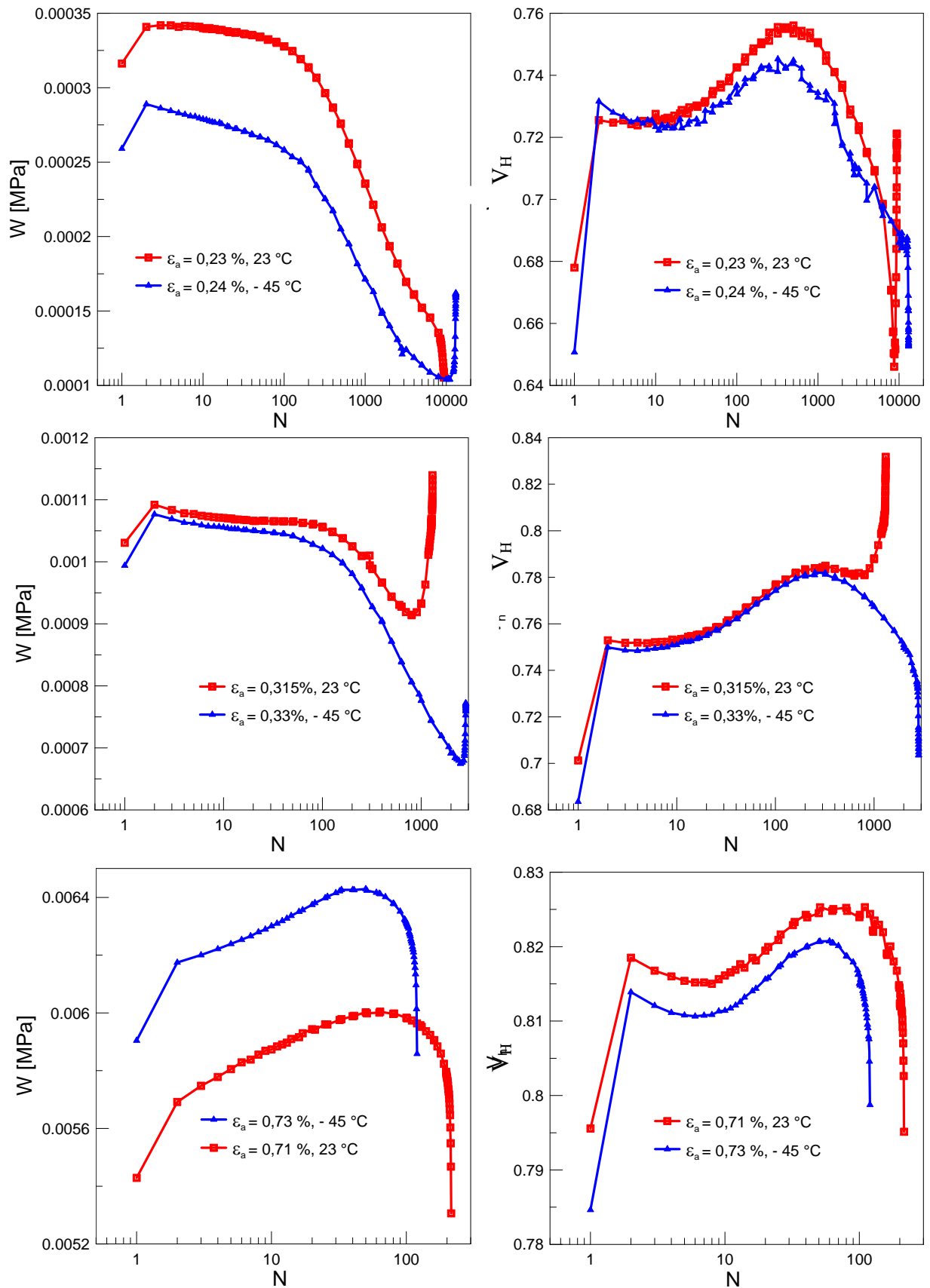
Jak je patrné z obrázků 6.28 a 6.29, u LKG s feritickou maticí s 0,5 % Ni průběh křivek se pro malé a střední amplitudy narušil od vyšších skoro nemění. Při cyklování s nejvyšší amplitudou plocha smyčky stoupá zhruba do poloviny životnosti a pak klesá, zatímco při zatěžování ostatními amplitudami plocha smyčky pozvolna klesá od začátku cyklování a po velmi málo cyklech prudce klesá. Na konci života plocha odráží přítomnost trhliny, kdy může dojít k výraznému poklesu nebo vzrůstu plochy smyčky. Vzrůst nebo pokles souvisí s přítomností a polohou magistralní únavové trhliny vůči břitům snímače. Vliv teploty na průběh plochy smyček není pozorován, jen se mění poloha v závislosti na amplitudě plastické deformace. U LKG s 2,7% Ni průběh křivek se pro malé a střední amplitudy na rozdíl od vyšších skoro nemění, ale má jiný tvar než u LKG s 0,5 % Ni. Při cyklování s nejvyšší amplitudou plocha smyčky stoupá zhruba do poloviny životnosti a pak klesá, zatímco při zatěžování ostatními amplitudami plocha smyčky při pokojové teplotě prudce stoupá, při teplotě $-45\text{ }^{\circ}\text{C}$ dochází k pozvolnému nárůstu plochy smyčky. Zhruba po sto cyklech dochází k následnému prudkému poklesu v obou dvou případech.

Jak je patrné z obrázků 6.30 a 6.31, u ADI s 0,5 % Ni, zatěžovaných malou a střední amplitudou dochází k rozdílu v průběhu plochy smyčky. Nejprve dochází k poklesu, pak asi po deseti cyklech k dlouhodobému nárůstu a k strmému poklesu plochy smyčky. Plocha smyčky u vysokých amplitud pouze klesá. Při teplotě $-45\text{ }^{\circ}\text{C}$, zachovává trend tvaru křivky plochy smyčky, pouze mění její sklon. U ADI s 2,7 % Ni zatěžovaných s malou a střední amplitudou je patrný velký počáteční rozdíl na křivce plochy smyčky při pokojové teplotě a teplotě $-45\text{ }^{\circ}\text{C}$. Ostatní průběh je téměř stejný jako u ADI s 0,5 % Ni. Při cyklování s nejvyšší amplitudou je průběh stejný jako u ADI s 0,5 % Ni, pouze je strmější sklon křivky plochy smyčky.

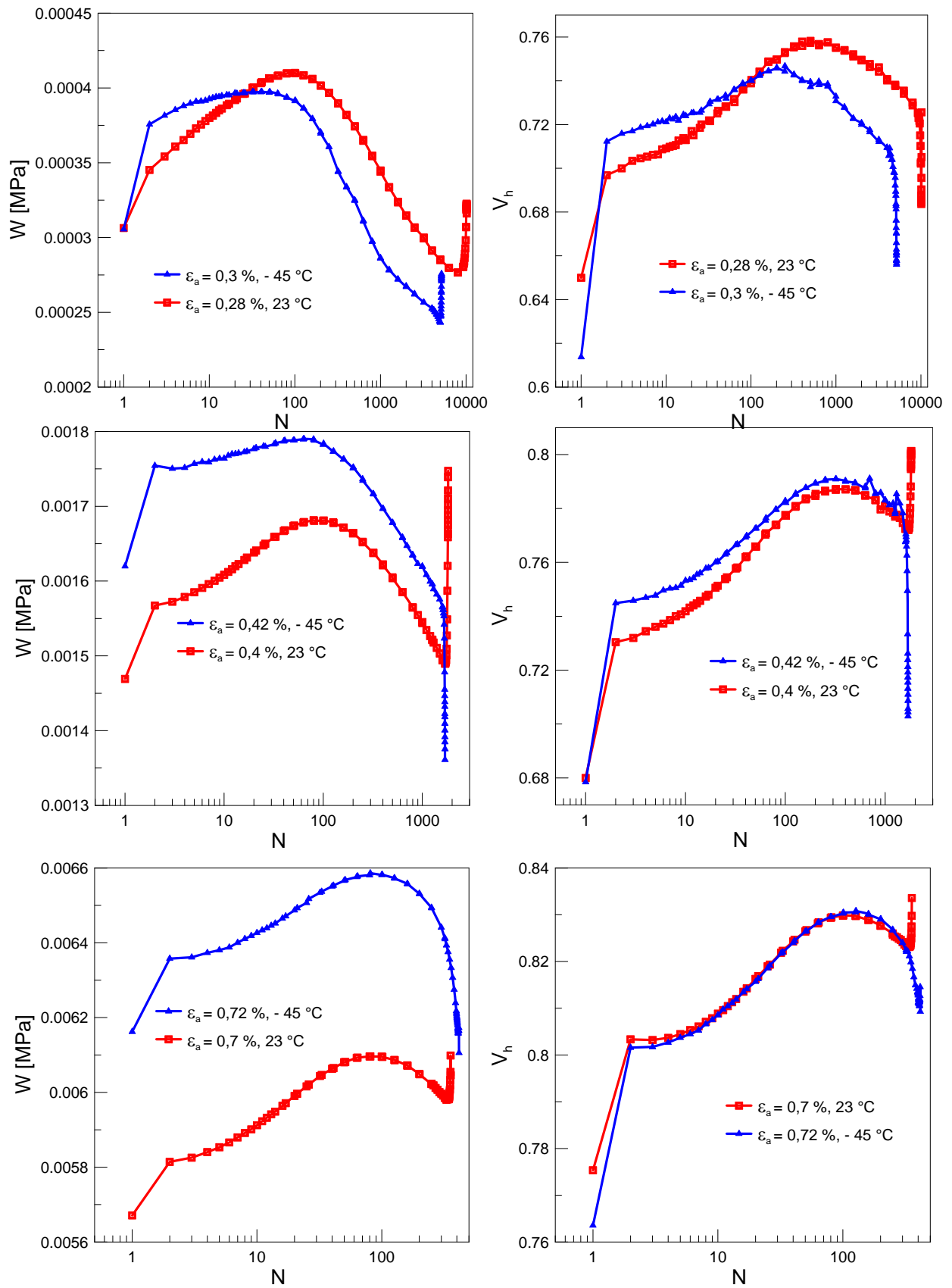
Parametr tvaru hysterezní smyčky V_H (parametr plnosti smyčky) byl stanoven pro vybrané počty cyklů jako poměr plochy smyčky W k ploše ohraničujícího rovnoběžníku o stranách $2\varepsilon_{ap}$ a $2\sigma_a$, tedy $V_H = W/(4 \varepsilon_{ap} \sigma_a)$.

U feritické LKG má téměř vždy identický průběh, ze začátku jsou nepatrné rozdíly. U LKG s 0,5 % Ni je začátek provázen nepatrným poklesem (asi deset cyklů), které je pronásledováno okamžitým nárůstem. Mezi jednou polovinou a jednou třetinou životnosti dochází k poklesu V_H parametru, který přetrvává až do lomu. Samotný průběh konce křivky V_H parametru může být ovlivněn polohou magistralní trhliny vůči snímači, tedy může vzrůstat nebo klesat.

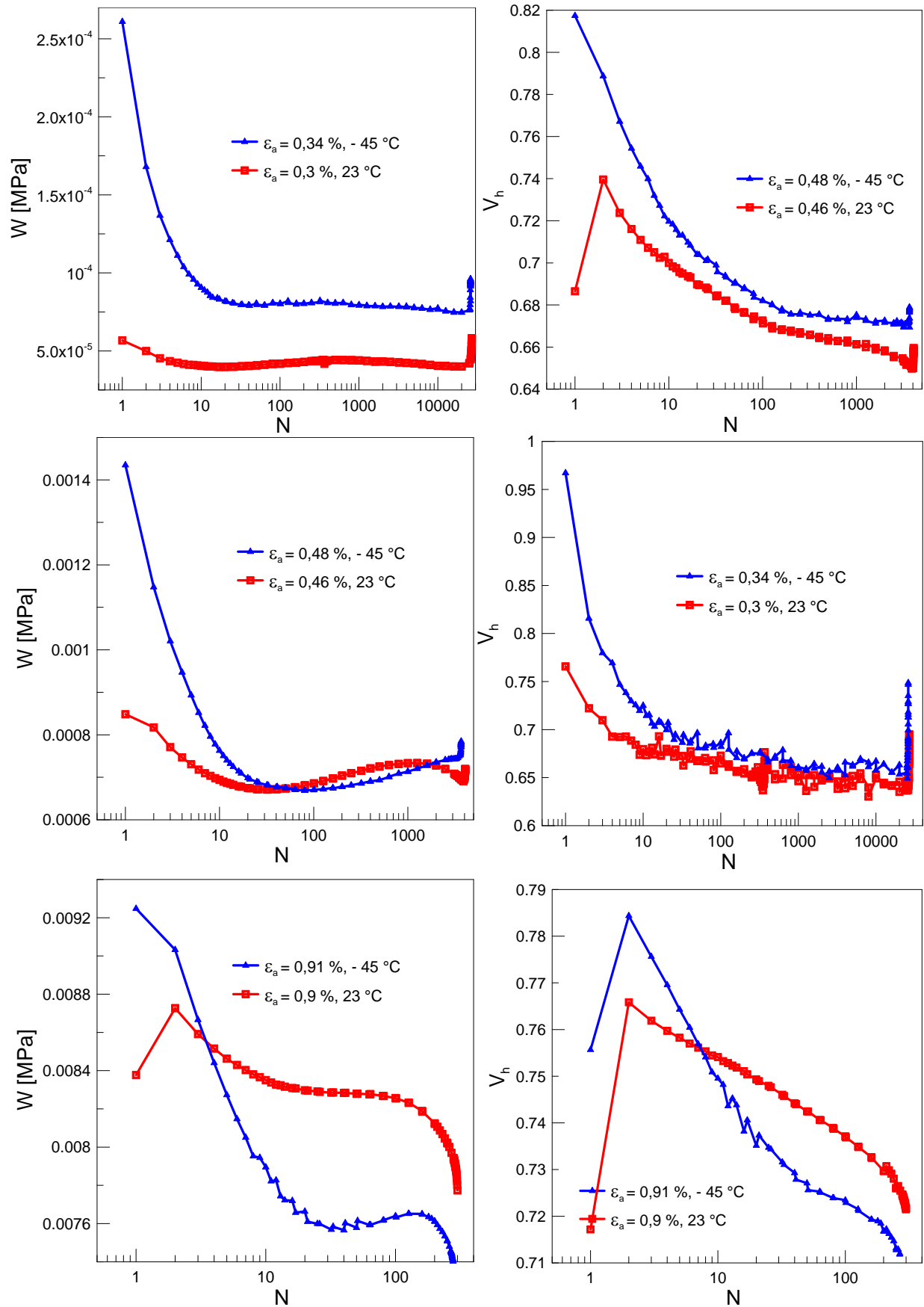
U ADI jsou křivky V_H parametru skoro shodné, mají jiný průběh než u LKG s feritickou maticí. Od počátku zatěžování dochází k poklesu křivek V_H parametru, které je nepatrně ovlivněno velikostí amplitudy plastické deformace. Při samotném klesání můžeme rozeznat dva sklony.



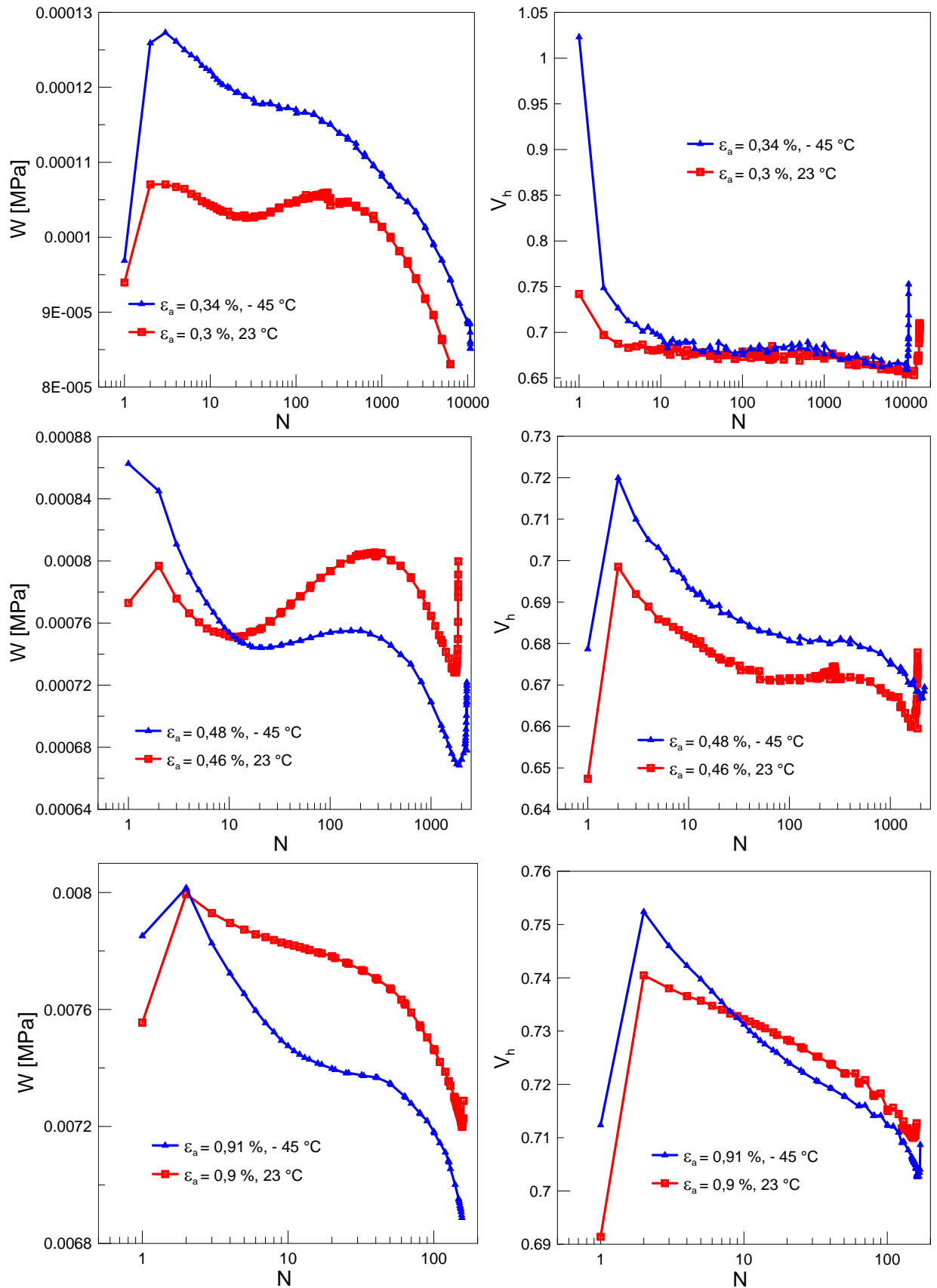
Obr.6.28.: Plocha smyčky W a V_H parametr pro LKG s feritickou maticí s 0,5 % Ni při teplotách 23 °C a - 45 °C. V grafech je vynesena plocha smyčky W a V_H parametr v závislosti na počtu cyklů N .



Obr.6.29.: Plocha smyčky W a V_H parametr pro LKG s feritickou maticí s 2,7 % Ni při teplotách 23 °C a - 45 °C. V grafech je vynesena plocha smyčky W a V_H parametr v závislosti na počtu cyklů N .



Obr.6.30.: Plocha smyčky W a V_h parametr pro ADI s 2,7 % Ni při teplotách $23 \text{ }^\circ\text{C}$ a $-45 \text{ }^\circ\text{C}$. V grafech je vynesena plocha smyčky W a V_h parametr v závislosti na počtu cyklů N .



Obr. 6.31.: Plocha smyčky W a V_H parametr pro ADI s 0,5 % Ni při teplotách $23 \text{ }^\circ\text{C}$ a $-45 \text{ }^\circ\text{C}$. V grafech je vynesena plocha smyčky W a V_H parametr v závislosti na počtu cyklů N .