

ZÁPADOČESKÁ UNIVERZITA V PLZNI
FAKULTA STROJNÍ

Studijní program: B 2301 Strojírenství inženýrství
Studijní zaměření: Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Možnosti využití in-situ deformačního stolku

Autor: **Julie Volkmannová**

Vedoucí práce: **Doc. Ing. Ludmila Kučerová, Ph.D.**

Akademický rok 2017/2018

Prohlášení o autorství

Předkládám tímto k posouzení a obhajobě bakalářskou práci, zpracovanou na závěr studia na Fakultě strojní Západočeské univerzity v Plzni.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně, použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je součástí této bakalářské práce.

.....

V Plzni dne 20.5.2018

Julie Volkmanová

ANOTAČNÍ LIST DIPLOMOVÉ (BAKALÁŘSKÉ) PRÁCE

AUTOR	Příjmení Volkmannová	Jméno Julie	
STUDIJNÍ OBOR	Materiálové inženýrství a strojírenská metalurgie		
VEDOUCÍ PRÁCE	Příjmení (včetně titulů) Doc. Ing. Kučerová, Ph.D.	Jméno Ludmila	
PRACOVÍŠTĚ	ZČU - FST - KMM		
DRUH PRÁCE	DIPLOMOVÁ	BAKALÁŘSKÁ	Nehodící se škrtněte
NÁZEV PRÁCE	Možnosti využití in-situ deformačního stolku		

FAKULTA	strojní	KATEDRA	KMM	ROK ODEVZD.	2018
----------------	---------	----------------	-----	--------------------	------

POČET STRAN (A4 a ekvivalentů A4)

CELKEM	37	TEXTOVÁ ČÁST	22	GRAFICKÁ ČÁST	15
---------------	----	---------------------	----	----------------------	----

STRUČNÝ POPIS (MAX 10 ŘÁDEK) ZAMĚŘENÍ, TÉMA, CÍL POZNATKY A PŘÍNOSY	Předkládaná bakalářská práce je zaměřena na řešení problému in-situ deformačního stolku. Tento problém se zabývá jak metalografickou přípravou, tak výsledky různých analýz. Mezi tyto analýzy patří studium šíření a iniciace trhlin, studium stability zbytkového austenitu pomocí EBSD. Pro tyto experimenty se hodí především vysokopevnostní oceli.
KLÍČOVÁ SLOVA ZPRAVIDLA JEDNOSLOVNÉ POJMY, KTERÉ VYSTIHUJÍ PODSTATU PRÁCE	In-situ, elektronový mikroskop, deformační stůl, EBSD signály, vysokopevnostní oceli, oceli s TRIP efektem

SUMMARY OF DIPLOMA (BACHELOR) SHEET

AUTHOR	Surname Volkmannová	Name Julie	
FIELD OF STUDY	Material engineering and engineering metallurgy		
SUPERVISOR	Surname (Inclusive of Degrees) Doc. Ing. Kučerová, Ph.D.	Name Ludmila	
INSTITUTION	ZČU - FST - KMM		
TYPE OF WORK	DIPLOMA	BACHELOR	Delete when not applicable
TITLE OF THE WORK	The possibility of using in-situ deformation table		

FACULTY	Mechanical Engineering	DEPARTMENT	Machine Design	SUBMITTED IN	2018
----------------	------------------------	-------------------	----------------	---------------------	------

NUMBER OF PAGES (A4 and eq. A4)

TOTALLY	35	TEXT PART	22	GRAPHICAL PART	15
----------------	----	------------------	----	-----------------------	----

BRIEF DESCRIPTION TOPIC, GOAL, RESULTS AND CONTRIBUTIONS	This bachelor thesis is focused on solving the in-situ deformation table problem. This problem deals with both metallographic preparation and the results of various analyzes. These analyzes include the study of the propagation and initiation of cracks, the study of residual austenitic stability using EBSD. High-strength steels are particularly suitable for these experiments.
KEY WORDS	In-situ, electron microscope, deformation table, EBSD signals, high strength steel, TRIP effect steel

Seznam symbolů a zkratk

TRIP oceli – transformačně indukovaná plasticita

EBSD – difrakce zpětně odražených elektronů

SE – sekundární elektrony

RTG záření – rentgenové záření

DP oceli – dvojfázové oceli

CP oceli – vícefázové oceli

MS oceli – martenzitické oceli

fcc mřížka - kubická plošně centrovaná mřížka

bcc mřížka – kubická prostorově centrovaná mřížka

eV – jednotka elektronvolty

kV – jednotka kilovolty

Hz – jednotka hertzy

mm - milimetry

N – jednotky newtony

s – jednotka sekundy

μm - jednotka mikrometry

°C – jednotka stupně celsia

V – jednotka volty

Obsah

1. Úvod.....	3
1.2 Cíl in-situ experimentu	3
1.3 Požadavky na splnění cíle.....	3
2. Elektronový mikroskop	4
2.1 Řádkovací elektronový mikroskop	5
2.1.1 Zdroje elektronů pro SEM	6
2.1.2 EBSD	7
3. Deformační stolek	8
3.1 Typy deformačních stolků	8
4. Příprava vzorků	9
4.1 Metalografické výbrusy	9
4.2. Příprava vzorku pro in-situ experimenty	9
5. Využití in-situ experimentů pro výzkum vysokopevnostních ocelí.....	11
5.1 Stabilita zbytkového austenitu.....	12
5.2 Rozložení deformací v mikrostruktuře	14
5.3 Iniclace a šíření únavových trhlin.....	15
6. Praktická část bakalářské práce	17
6.1. Definování zkoušených materiálů	17
6.2 Hlavní použité přístrojové vybavení.....	18
6.2.1 Elektronový mikroskop.....	18
6.2.2 Deformační stolek	19
6.2.3 Upnutí	20
6.3 Používané vzorky	20
6.4 Metalografická příprava	21
6.4.2 Kroky metalografické přípravy	23
6.5 Studium iniciace šíření trhlin.....	24
6.5.1 Iniclace a šíření trhliny v oceli 19436.....	24
6.5.2 Iniclace a šíření trhliny v oceli TRIP	28
6.6 Studium stability zbytkového austenitu vysokopevnostních ocelí pomocí EBSD.....	30
6.6.1 Martenzitická ocel 42SiCr	31
6.6.2 Vícefázová ocel TRIP	32
6.7 Shrnutí výsledků	36

7. Závěr..... 37

1. Úvod

Technické materiály musí v reálném světě běžně odolávat teplotnímu a deformačnímu působení, nebo jejich kombinacím. Metalografické výbrusy a následné zkoumání vzorků po mechanických zkouškách, tepelném a tepelně-mechanickém zpracování nebo po provozu za vyšších teplot poskytují pouze částečnou informaci o tom, jak se během zkoušení, zpracování nebo za provozu mikrostruktura mění. Fázové transformace, rekrytalizace, precipitace nebo rozpouštění částic mohou některé důležité změny mikrostruktury zcela skrýt. [1]

In-situ experimentální metody mohou pomoci k pochopení mechanismů poškození a fázových přeměn nově vyvíjených materiálů za různých podmínek a dále mohou sloužit v oblasti ověření bezpečných provozních podmínek již existujících, vyrobených materiálů. Vhodné pro tyto experimenty jsou vysokopevnostní oceli, určené pro automobilový průmysl – TRIP oceli. Jde o úspěšné využití transformačně indukované plasticity. Tento efekt doprovází napětově indukovaná přeměna meta-stabilního zbytkového austenitu na martenzit. [1]

Své uplatnění nachází vysokoteplotní in-situ experimenty mikrostrukturních změn také v jaderných elektrárnách, parogenerátorech a horkovzdušných potrubích. [1]

1.2 Cíl in-situ experimentu

Hlavním cílem in-situ experimentů je v komoře řádkovacího elektronového mikroskopu (SEM) přímo sledovat změny v mikrostruktuře materiálu v závislosti na působícím napětí nebo teplotě. To vyžaduje kombinaci sběru dat po danou dobu (na unikátním vzorku) a zároveň zobrazení vzorků pro sběr dat. Studované vlastnosti jsou obecně spojeny s mikroskopickými jevy, které jsou obtížně popsitelné jinými technikami.[1]

Cílem práce je provést základní typ analýz při in-situ zkoušení. Jsou to studium, iniciace šíření trhlin a využití detekce EBSD při studiu stability zbytkového austenitu spojené s deformací za studena.

1.3 Požadavky na splnění cíle

- a) Pozorované jevy musí být dostatečně dlouhodobé, aby je bylo možné vůbec zachytit. Musí odpovídat minimálně zobrazovací rychlosti mikroskopu. Za předpokladu, že by změna mikrostruktury byla příliš rychlá, není možné ji zaznamenat.
- b) Systém musí být při ozařování elektronovým svazkem dostatečně stabilní po celou dobu snímání experimentu. U některých vzorků je třeba měnit podmínky snímání.
- c) Rozlišení obrazu musí být v souladu s velikostí detailů, které mají být pozorovány.
- d) Pozorovaný systém musí být schopen fungovat v podmínkách vakuované komory mikroskopu.
- e) V komoře mikroskopu musí být možné zajistit zatížení a teplotu, za kterých se systémy běžně vyvíjí nebo stabilizují. [1]

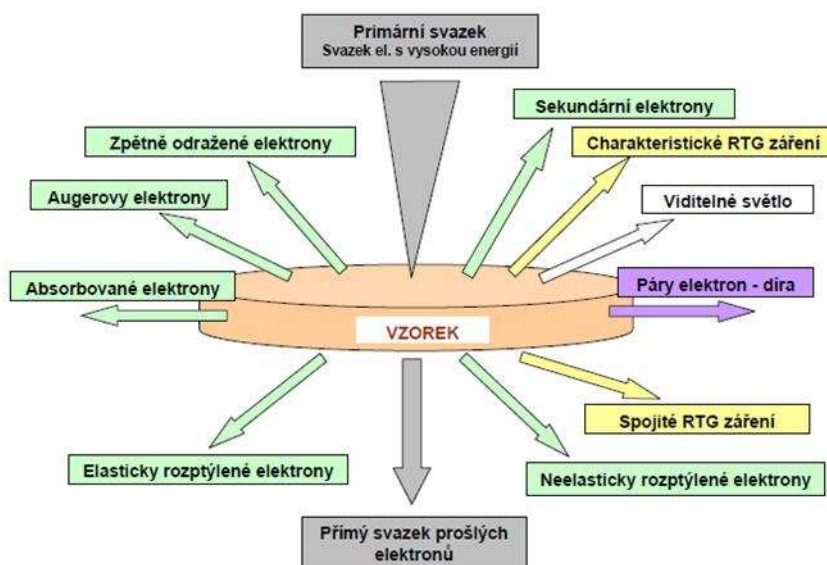
2. Elektronový mikroskop

Existují dva základní typy elektronových mikroskopů, které využívají ke svým analýzám průchod elektronů skrze vzorek:

- Řádkovací elektronový mikroskop SEM (scanningelectronmicroscope)
- Transmisní elektronový mikroskop TEM (transmissionelectronmicroscope) [2]

Obrázek 1 popisuje signály generované při interakci s pevnou látkou (vzorkem):

- Primární svazek je dopadající svazek elektronů o stejné energii a homogenní intenzitě.
- Přímý svazek prošlých elektronů jsou elektrony, které prošly vzorkem, aniž by došlo k jakémukoliv rozptylu.
- Elasticky rozptýlené elektrony jsou elektrony, které se odrazily beze změny energie.
- Páry elektron-díra se využívají při studiu polovodičů a nečistot.
- Neelasticky rozptýlené elektrony, u kterých nastala změna energie. Mohou se přeměnit na RTG záření. [6]
- Odražené elektrony – elektrony, které se odrazily od vzorku. Předtím ale byly nuceny odevzdat část své energie při nárazu do vzorku. Množství odražených elektronů vzrůstá s atomovým číslem. Odražené elektrony se používají pro zobrazení rozdílu chemického složení. [6]
- Sekundární elektrony – dělí se do tří skupin:
 - Pomalé sekundární elektrony – elektrony z vodivostních nebo valenčních pásů, k uvolnění potřebují relativně malé množství energie (okolo 50 eV). Používají se k zobrazení topografie povrchu sledovaného vzorku.
 - Rychlé sekundární elektrony – elektrony z vnitřních slupek atomových obalů, které jsou silně vázány. Při uvolnění však získávají významnou část energie primárního svazku až 50%. Nepoužívají se k tvorbě obrazu, jsou však nevyhnutelnou a nežádoucí součástí podílející se na procesech využívaných při mikroanalýze.
 - Augerovy elektrony – používají se pro analýzu povrchu. [6]



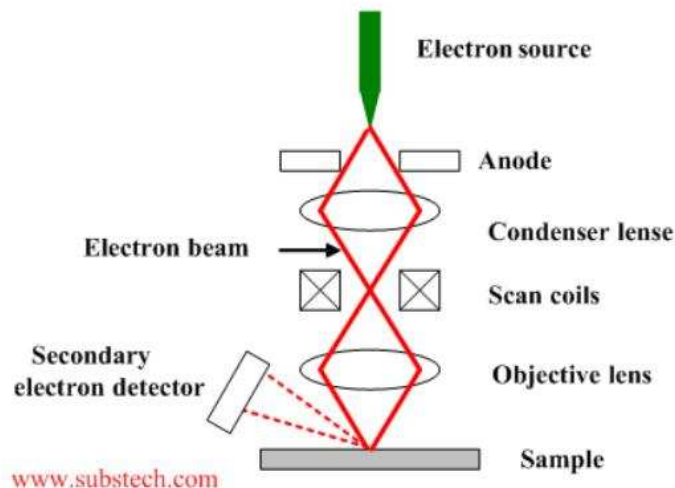
Obrázek 1 - Signály generované při interakci pevné látky a svazku energetických elektronů [6]

Různé typy in-situ experimentů mohou probíhat v obou typech elektronových mikroskopů. V této práci však bude používán pouze řádkovací elektronový mikroskop, a proto se další popis omezí na něj. Předností řádkovacího elektronového mikroskopu je vyšší rozlišovací schopnost než je možno dosáhnout u světelného mikroskopu a větší hloubka ostroty, než jakou disponuje transmisní elektronová mikroskopie. [3]

2.1 Řádkovací elektronový mikroskop

Princip SEM je takový, že katoda emituje elektrony, které jsou urychlovány kladným napětím na anodě (Obrázek 2). Tam se vytváří primární svazek. Svazek je čočkami fokusován na povrch sledovaného vzorku. Vychylovací cívky řádkovacího systému umožňují, aby tento svazek bod po bodu a řádek po řádku systematicky monitoroval vymezenou mikrooblast. S pohybem primárního elektronového svazku je synchronizován pohyb elektronového svazku pozorovací obrazovky, jejíž rozměr je podstatně větší než oblast skenovaná na vzorku. Libovolnému bodu na skenované ploše vzorku odpovídá bod na pozorovací obrazovce, který je charakterizován stejnými relativními souřadnicemi. [3]

Kontrast na obrazovce se vytváří jako výsledek rozdílné intenzity signálu v jednotlivých bodech dopadu primárního svazku a zvětšení je dáno poměrem strany obrazovky k délce úseku skenované na povrchu vzorku. [3]



Obrázek 2 – Schéma skenovacího mikroskopu [9]

2.1.1 Zdroje elektronů pro SEM

Od zdroje elektronů je požadováno, aby poskytoval koherentní svazek elektronů. Elektrony by měly vycházet z bodového zdroje, měly by mít stejnou energii a jejich průvodní vlna by měla být ve stejné fázi a pokud možno s nejmenším rozptylem energie. V praxi se nejčastěji používají dva způsoby získávání elektronů. [4]

- Termoemise

Zahřívání katody (nejčastěji wolframové vlákno o průměru okolo 0,1 mm) na vysokou teplotu, při dodání dostatečné energie elektronům, aby překonaly přirozenou energetickou bariéru, která jim brání v úniku. Katoda je obvykle ohnutá do tvaru písmena V, což usnadňuje uvolnění elektronů. Je přímo žhavená (existuje také nepřímo žhavená katoda – tyčinka z LaB_6).

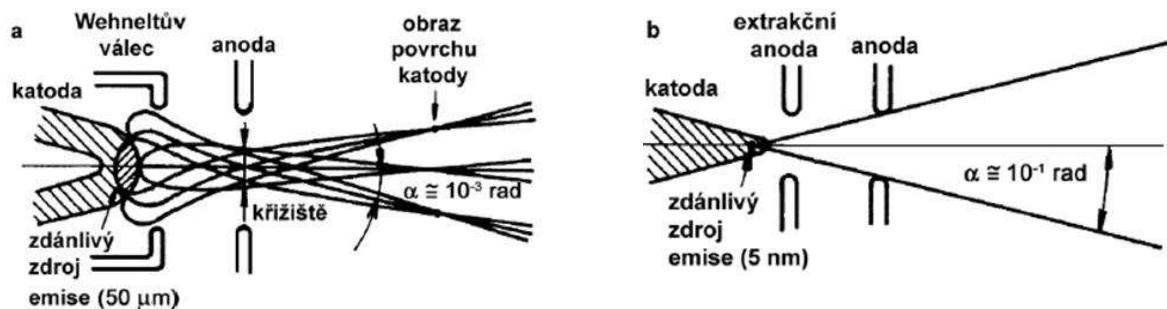
Katodu má smysl zatěžovat žhavicím proudem pouze do té doby, dokud nedosáhne hodnoty maximálního emisního proudu. Po dalším zvyšování se již emisní proud téměř nemění a dochází tak pouze k opotřebenosti a snižování životnosti katody.

Dále je zapotřebí elektronová tryska, kterou tvoří katoda emitující elektrony a anoda s kruhovým otvorem ve svém středu. Přitahuje elektrony a dodává jim dostatečné zrychlení na průlet tělem mikroskopu. Vlákno katody je vystředěno do otvoru Wehneltova válce, který má záporné předpětí a díky jehož působení se okolo emitujícího hrotu katody tvoří mrak elektronů. Ty jsou potom postupně odsávány z otvoru Wehneltova válce k anodě. Elektrony, které mají správný směr, získají dostatečnou rychlost, aby skrz otvor v anodě prolétly dále do tubusu. [4] [5] V praktické části této práce je využito termoemise elektronů.

- Autoemise

Znamená výstup volných elektronů za studena, a to překonáním potenciálové bariéry na rozhraní kov – vakuum vlivem silného elektrického pole. Elektrony emituje studené wolframové vlákno odleptané do hrotu. Proti hrotu je umístěna elektroda s kladným napětím. Kolem hrotu potom vzniká elektrické pole, které je schopno vysávat velké množství elektronů z povrchu wolframového hrotu. Druhá anoda nesoucí vyšší kladný

potenciál určuje konečnou energii elektronů. Clona druhé anody vymezuje úhlové rozmezí trysky. Jako katoda se používá tzv. Schottkyho katoda.[4] [5]



Obrázek 3 - Emisní charakteristiky – termoemise (a), autoemise (b) [5]

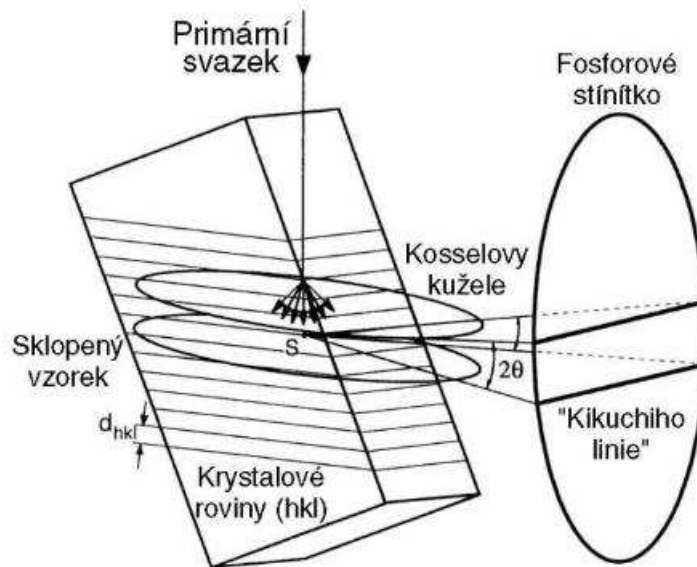
2.1.2 EBSD

Pro in-situ experimenty může být velkým přínosem spolupráce deformačních stolků s EBSD detektorem. EBSD, neboli difrakce zpětně odražených elektronů, (Electron Back Scattered Diffraction) je metoda založená na analýze Kikuchiho linií.

EBSD difraktogramy vznikají dvoustupňovým procesem (Obrázek 4):

- I. Elektrony dopadajícího svazku jsou rozptylovány pod povrchem vzorku. Tento proces může být považován za vznik bodového zdroje elektronů v povrchové vrstvě vzorku. Elektrony se z malého centra pohybují všemi směry. Tak vzniká kužel difraktovaných svazků. Difrakční kužely protínají stínítko a vytvářejí téměř rovnoběžné dvojice čar – Kikuchiho linie. [7] [8]
- II. Sejmutí difrakčního obrazce ze stínítka kamerou – vzorek je v držáku mikroskopu nakloněn pod úhlem cca 70° , aby bylo možné pozorovat Kikuchiho linie vystupující z povrchu vzorku na fluorescenčním fosforovém stínítku. Stínítko je obvykle ve vzdálenosti 25 – 40 mm od vzorku. Linie jsou snímány kamerou. Povrch vzorku se pohybuje v rovině rovnoběžné s rovinou pohybu držáku. [7] [8]

Využití EBSD signálu je zejména v oblasti detailních analýz technických materiálů, například při studiu textury nebo rekystalizace. Dále umožňuje detailně charakterizovat nízko i vysokoúhlové hranice zrn v krystalických materiálech, nebo studovat fázové transformace v kovových materiálech. [7]



Obrázek 4 - Princip vzniku EBSD [8]

3. Deformační stolek

Deformační stolky jsou navrženy tak, aby se vešly do komory elektronového řádkovacího mikroskopu. Při zatěžování je možné pozorovat např. šíření trhliny v reálném čase, rotace zrn, fázové transformace. Tato pozorování umožňují pochopit také mechanismy iniciace trhliny při různých zatíženích a lze je provádět pro široké spektrum materiálů. [1]

3.1 Typy deformačních stolků

Na trhu existuje v současnosti řada různých stolků pro in-situ experimenty od různých výrobců. Výběr stolku se odvíjí od zkoumaného materiálu a konfigurace komory konkrétního elektronového mikroskopu. Například pokud je zkoumaný materiál vysokopevnostní je nutné k němu vybrat stolek s vhodným zatížením. Stolek může být použit pro široké spektrum materiálů od kovů až po dřevo nebo organický materiál. Komerčně dostupné stolky se dají v současnosti rozdělit do tří skupin. [1]

- čistě deformační stolek – schopnost dokumentovat vliv působícího napětí na mikrostrukturu nebo na iniciaci a šíření trhliny
- čistě teplotní stolek – schopnost dokumentovat pouze změny mikrostruktury vyvolané změnou teploty
- kombinovaný ohříváný deformační stolek

4. Příprava vzorků

Pro in-situ experimenty je třeba mít připravený vzorek v dostatečné kvalitě povrchu. To znamená, že je nutné vzorek připravit minimálně v kvalitě standardního metalografického výbrusu. Pokud má být na finálním vzorku provedena během in-situ zkoušek EBSD analýza, musí být finální povrch připraven bezdeformační metodou. [1]

4.1 Metalografické výbrusy

V této kapitole jsou popsány úkony při zhotovování klasických výbrusů, které je pro přípravu in-situ vzorků vždy nezbytně nutné provést, bez ohledu na to, jestli chceme pouze pozorovat mikrostrukturu, nebo provádět EBSD analýzy.

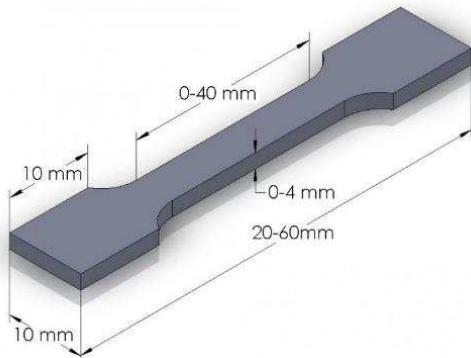
- Odběr vzorku
Při odběru nesmí dojít k mechanickému ani tepelnému ovlivnění struktury. Důležité je také označení plochy k experimentu, popsání vzorku. [10]
- Preparace vzorku
U klasických metalografických výbrusů, pokud je vzorek malý a špatně by se prováděly ostatní operace, je nutné ho zalít. Vždy se volí takový materiál, aby nedošlo ke kontaminaci. [10] U vzorků určených pro in-situ experimenty se nepoužívá zalévací hmoty.
- Broušení vzorku
Cílem broušení je minimalizovat povrchové nerovnosti vzorku. Lze ho provádět ručně, nebo mechanizovaně. Při ručním broušení pomocí brusného papíru pohybujeme vzorkem stále jedním směrem. Při přechodu na brusný papír s menší drsností je vzorek nutno opláchnout lihem. [10]
- Leštění vzorku
Na rozdíl od broušení materiál z povrchu neubývá (nebo jen minimálně), ale dochází k deformaci vrcholů povrchové drsnosti. Rozlišují se tři druhy leštění mechanické, elektrolytické nebo vibrační. [10] Pro in-situ experimenty s využitím EBSD přichází v úvahu elektrolytické leštění a vibrační leštění. V další části práce je používáno jen elektrolytické leštění, protože laboratoř RTI nedisponuje vibrační leštičkou.
- Chemické leptání
Slouží k vyvolání její mikrostruktury. Existuje několik metod na leptání vzorku. Každý materiál vyžaduje speciální techniku včetně volby leptadla. [10] U vzorků pro EBSD analýzu se leptání obvykle neprovádí.

4.2. Příprava vzorku pro in-situ experimenty

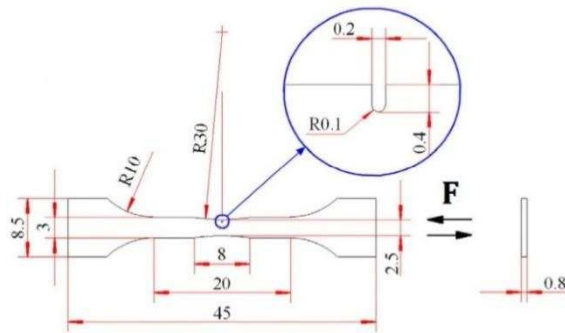
S ohledem na možnost průběžného pozorování změn mikrostruktury přichází pro využití v praktické části bakalářské práce v úvahu především ploché vzorky. Právě na nich lze jednoznačně definovat pracovní vzdálenost jednotlivých detektorů a pozorování pak provádět v přesně definované oblasti uprostřed vzorku.

Tento typ vzorků je také jednoznačně upřednostňován v publikovaných pracích na téma in-situ deformačních experimentů. Přesný tvar a rozměry používaných vzorků se však u jednotlivých výzkumných týmů výrazně liší. Dále je uvedeno několik typů vzorků. [1]

- Jako typický vzorek pro deformačně ohřivaný stolec uvádí firma Kammrath and Weiss plochý vzorek ve tvaru kosti (Obrázek 6) a celkové délce 2-5cm. [1]
- Vzorek pro šíření únavových trhlin v heterogenním svaru primárních okruhů jaderných elektráren byl vyvinut vědci Yi-Bo Shang a spol. Jejich vzorky jsou vyřezávány z plochých desek o tloušťce 2 mm. V těle vzorku je z jedné strany zářez o hloubce 0,4 mm ukončený zaoblením R0,1, který slouží jako koncentrátor napětí pro iniciaci únavové trhliny. (Obrázek 5) [1]



Obrázek 6 - Typický tvar a rozměry vzorku firmy Kammrath and Weiss [1]



Obrázek 5 - Rozměry zkušební vzorku v mm podle pro testování únavy svaru [1]

Minimálně středovou část plochého vzorku je nutné připravit ve stejné kvalitě, jako standardní metalografický výbrus, který by byl použit pro stejný typ mikroskopické analýzy. Z toho vyplývá, že pro in-situ experimenty kombinované s EBSD pozorováním musí být tato oblast nejen dokonale vybroušena a vyleštěna, ale na analyzovaném povrchu nesmí zůstat stopy plastické deformace. [1]

Pro přípravu bezdeformačních povrchů lze využít jednu ze tří následujících metod:

- **Elektrolytické leštění**
Podstatou této metody je průchod elektrického proudu mezi vzorkem a předem připraveným, namíchaným elektrolytem. Tento chemický proces se uskutečňuje za různých podmínek, které výrazně ovlivňují výslednou kvalitu povrchu. Je dobré počítat i s tím, že elektrolytické leštění může vzorek spálit.
- **Mechanické leštění koloidním křemíkem**
Tato metoda využívající suspenze SiO_2 , byla původně vyvinuta pro přípravu křemíkových substrátů, ale našla své uplatnění i v metalografii. Její zrnitost je velmi jemná a jednotlivá zrna jsou téměř kulatá a velmi měkká, proto způsobují velmi malý úbytek materiálu. Křemík je amorfni struktury a pH se pohybuje v rozmezí od 8,5 – 11. Při kombinaci vysokého pH a abrazivních účinků zrn dochází k chemickomechanickému leštění.

Při leštění se musí dbát na to, aby nedošlo k vyschnutí koloidního křemíku, protože pak se stává nestabilním a dochází ke krystalizaci. [11]

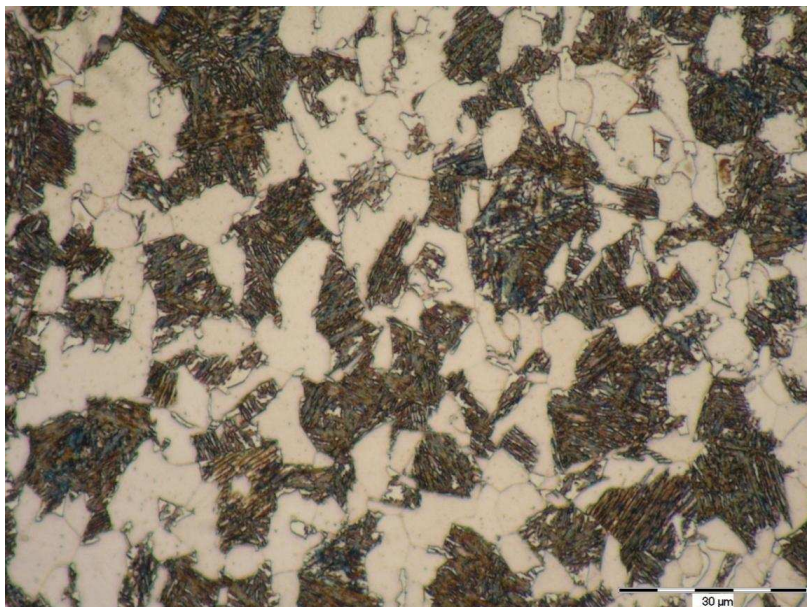
- Iontové leštění
Při této metodě dochází k bombardování tenkého vzorku energetickými ionty, nebo neutrálními atomy. Základem aparatury přístroje jsou iontové trysky, které jsou umístěny na opačných stranách vzorku. Argonový plyn vycházející z trysek vytvoří úzký svazek, který je urychlen v potenciálovém poli a nasměrován na rotující vzorek. Důležité je, aby svazek dopadal pod malým úhlem, zabrání se tak poškození povrchu a jeho zahřívání. [12]
- Vibrační leštění
Tato metoda je časově náročnější. Vzorek se volně pohybuje, vibruje na leštící ploše s předem připravenou kapalnou směsí. Laboratoř RTI nedisponuje touto leštičkou.

5. Využití in-situ experimentů pro výzkum vysokopevnostních ocelí

Moderní vysokopevnostní oceli AHSS oceli jsou obvykle definovány následujícím způsobem:

AHSS oceli – (Advanced High Strength Steel) – jejich struktura je dvojfázová i vícefázová. Patří sem DP oceli, které se skládají z feritické matrice s rozptýlenými martenzitickými ostrůvky. Další jsou například CP oceli a MS oceli. [15]

Nejvýznamnější AHSS oceli z hlediska tohoto experimentu jsou oceli s TRIP efektem.



Obrázek 7 - Světelná mikroskopie oceli s TRIP efektem [15]

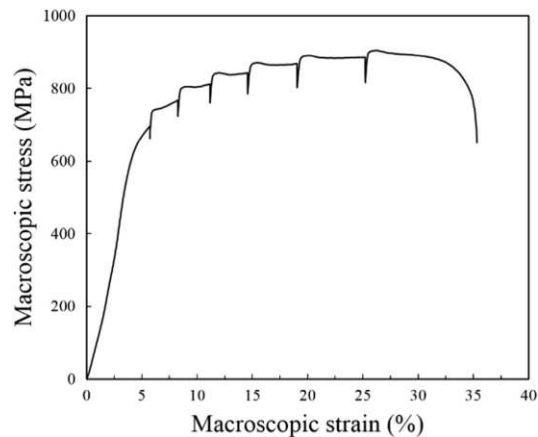
5.1 Stabilita zbytkového austenitu

Mnoho moderních ocelí je založeno na mikrostruktuře, která obsahuje nějaký zbytkový austenit, který při deformaci za studena transformuje na martenzit. Tato napěťově nebo deformačně indukovaná transformace vede ke zvýšení plasticity, která umožňuje vysoce pevným ocelím, aby byly tvářeny do komplexních tvarů. Kritická pro toto chování je však mechanická stabilita zbytkového austenitu. Protože většina TRIP ocelí má multifázovou mikrostrukturu, je austenit součástí smíšených mikrostruktur, jejichž dominantní fází je mechanicky měkký ferit. Během deformace dochází nejprve k deformaci měkké fáze a po náležitém zpevnění je do tvrdší oblasti přeneseno dostatečné napětí, aby i zde došlo ke kluzu. Distribuce plastické deformace je proto nerovnoměrná. A právě tato heterogenní distribuce plastické deformace je důležitým faktorem pro stanovení mechanické stability zbytkového austenitu. [1]

Pozitivního vlivu zbytkového austenitu na mechanické vlastnosti využívají také moderní martenzitické oceli zpracované metodou kalení a následného přerozdělení uhlíku (Q-P). Deformační mechanismus zbytkového austenitu v QP ocelích nebyl zatím zcela popsán. Jeho výzkumu se věnoval např. Li a spol., kteří při zkoušce tahem in-situ s využitím EBSD zkoumali vztah mezi deformací, transformací zbytkového austenitu a jeho rotací. [1]

Vzorky byly namáhány tahem s přerušovaným zatěžováním (Obrázek 8). Průběh zkoušky byl při dosažení určité deformace přerušen vždy na cca 25 minut, aby mohla být pořízena dokumentace vývoje mikrostruktury. Na grafu je patrný na několika místech pokles napětí v důsledku relaxace materiálu. Pro srovnání byla na stejném zařízení provedena i standardní zkouška tahem s plynulým zatěžováním. [1]

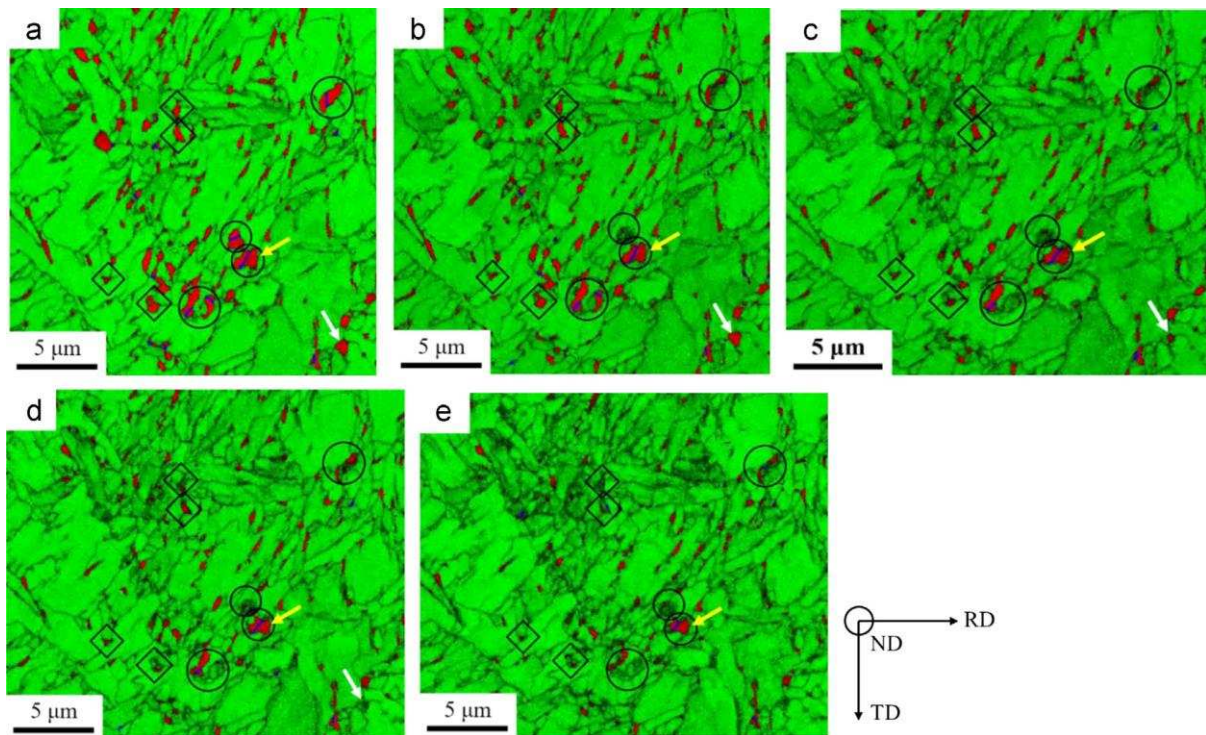
V této studii je zbytkový austenit nově klasifikován do čtyř skupin, místo zatím obvyklého členění na dva typy, laťkový a objemový. Prvním typem je austenit umístěný v místě styku tří zrn. Druhý je uvnitř zbytkového austenitu obsahujícího dvojčata, která vznikla při žíhání jeho fcc mřížky. Dvojčatový austenit byl rozpoznán na základě rozdílu orientace významných krystalografických rovin (111) na rozhraní s okolními zrny. Třetí typ představuje fóliový austenit umístěný mezi laťkami martenzitu a čtvrtý typ austenitu je zcela obklopen feritickými zrny (ocel byla kalena z dvoufázové oblasti). Rotace různých typů austenitických zrn při zatěžování byla sledována pomocí map rozložení Schmidtova faktoru. Vzhledem k tomu, že k detekci zbytkového austenitu je při těchto měřeních používáno EBSD s omezeným rozlišením, je velmi těžké sledovat tenké filmy austenitu rozptýlené v martenzitické matici. Li přesto uvádí, že některé širší filmy byli schopni detekovat (Obrázek 9). [1]



Obrázek 8 - Záznam z přerušované zkoušky tahem během EBSD experimentu [1]

Zbytkový austenit v místě dotyku tří zrn a dvojčatový austenit transformují už při malém zatížení. Na druhé straně, tenké filmy mezilatkového austenitu a austenit mezi feritickými zrny se na počátku zatěžování pouze otáčely, ale k jejich postupné transformaci došlo až později při větších deformacích vzorku. Tyto rozdíly v deformačním chování austenitu se připisují různému vlivu napětí na tato zrna a různé schopnosti oddálit vlastní deformaci natočením. [1]

Rozdíly v rotaci zrn zbytkového austenitu a změny hlavních texturních složek naznačují, že stáčení zrn odpovídá specifickým rovinám a směrům skluzu. Stáčení zrn také může přispívat k větší tažnosti oceli. Zrna zbytkového austenitu, která jsou zcela uzavřena okolním feritem, přispívají k růstu tažnosti. Při experimentu bylo zjištěno, že deformace je soustředěná především na fázovém rozhraní feritu a austenitu a uvnitř martenzitu. [1]

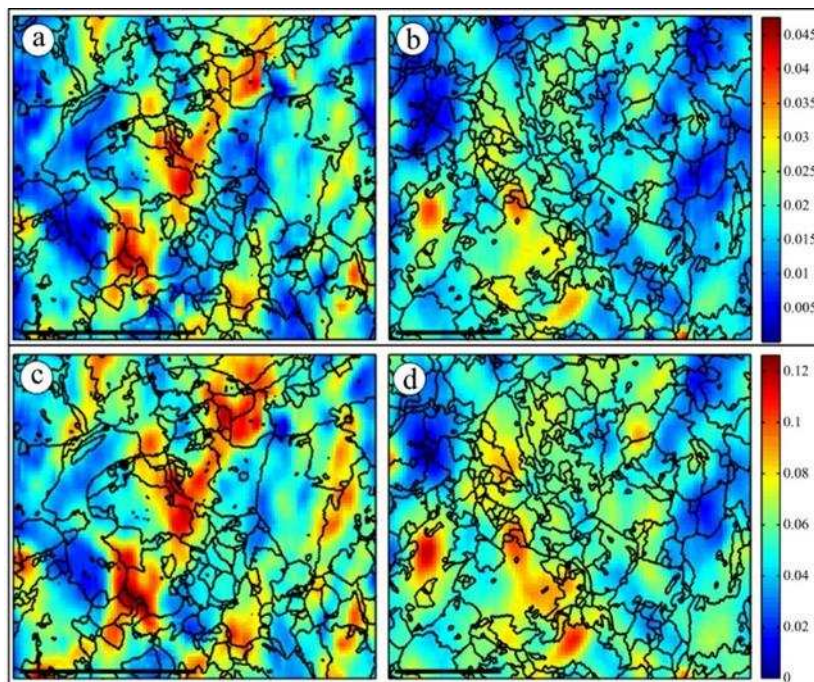


Obrázek 9 - EBSD mapy stejné oblasti vzorku po různé deformace: (a)0%, (b)2.1%, (c)4.4%, (d)7.0%, (e)10.3%. Modré a červené oblasti odpovídají fcc struktuře zbytkového austenitu, zelené pozadí je bcc martenzit a ferit. Modře je označený dvojčatový austenit. Na čtyřech zrnech v kroužcích je zachycena jejich postupná transformace na martenzit. Při 7% deformace už je na mapě pouze jedno zrn dvojčatového austenitu (žlutá šipka). V kosočtvcích je austenit v bodě styku tří zrn. Bílé šipky ukazují na zrníčka austenitu v místě styku čtyř zrn. (RD směr válcování, TD příčný směr, ND kolmý směr).

5.2 Rozložení deformací v mikrostruktuře

Kvantitativní měření místní deformace jako funkce orientace zrn a morfologie sousedních fází jsou nezbytné pro pochopení mechanismu a ověření modelů plasticity krystalů. Byla proto vyvinuta experimentální metodika pro charakterizaci místních deformačních heterogenit ve slitinách prostřednictvím in-situ mechanických testů v SEM. [1]

Pro měření makroskopických rovinných a prostorových pohybů a deformací je vhodnou metodou digitální korelace obrazu, která využívá optické zobrazování (Obrázek 10). [1]



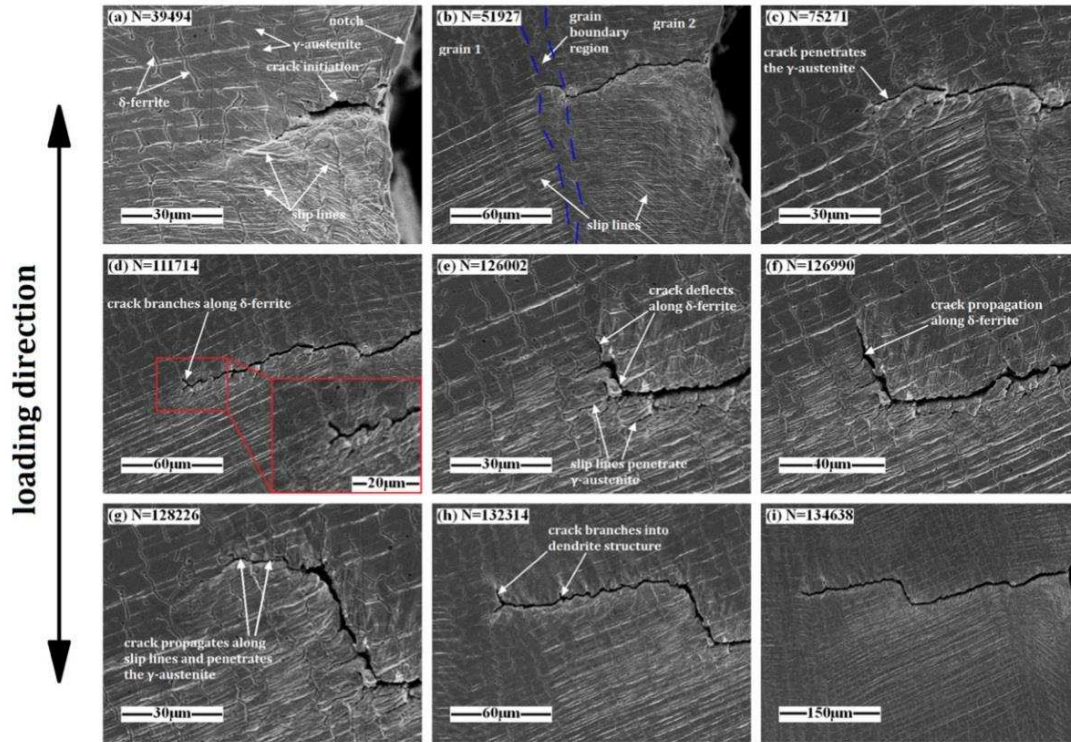
Obrázek 10 - Napět'ové pole vzorku pro tah získané při 20 °C při průměrné tahové deformaci 1,7% (a, c) a -100 °C při průměrné tahové deformaci 5,3% (b, d). Měřítka vyznačená černou barvou v rozích představují velikost 50 μm [1]

5.3 Iniclace a šíření únavových trhlin

Pochopení principů iniciace a šíření trhlin únavových je velmi důležité pro návrh bezpečných konstrukcí pracujících v podmínkách koroze pod napětím, korozní únavy, vysokých provozních teplot a tlaků. Jednou z oblastí, kde se všechny tyto faktory setkávají a kde je zajištění bezpečnosti výsledné konstrukce naprosto nezbytné, jsou i svarové spoje různých materiálů používané v primárním systému jaderných elektráren. Tento typ in-situ experimentů byl prozatím publikován převážně na materiálech pro energetiku. Zde se obvykle jedná o heterogenní svarový spoj feritických nátrubků a austenitických konců trubek. [1]

První studie šíření únavové trhliny heterogenních svarových spojů byly provedeny s využitím in-situ deformačních experimentů. Šíření únavových trhlin je ve svarech velmi citlivé na místní mikrostrukturu, proto byly při in-situ experimentech sledovány vzorky z různých částí svarového spoje i ze sousedních oblastí. Během svařovacího procesu probíhají v materiálu fázové transformace a na hranicích zrn může dojít k precipitaci nežádoucích karbidů. Hranice zrn proto mohou fungovat jako překážky šíření trhliny. V důsledku koncentrace napětí na fázovém rozhraní vznikají v těchto oblastech kavity a dislokace. Z tohoto důvodu mají trhliny

tendenci šířit se právě po mezifázovém rozhraní a podél rovin skluzu v austenitu a feritu. (Obrázek 11) [1]



Obrázek 11 - Šíření krátkých únavových trhlin

6. Praktická část bakalářské práce

6.1. Definování zkoušených materiálů

Při experimentech byly využity tři druhy materiálů: nástrojová ocel 19436, nízkouhlíková TRIP ocel a středně uhlíková ocel 42SiCr. Jejich chemické složení je zobrazeno v Tabulka 1.

Tabulka 1 – Chemické složení vzorků 19 436, TRIP, 42SiCr

	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Cu	Al	Nb	Mo
19 436	1,8- 2,05	0,2- 0,45	0,2- 0,45	max 0,030	max 0,035	11- 12,5	max 0,5	-	-	-	-
TRIP	0,21	1,54	0,55	0,008	0,004	0,18	0,08	0,07	1,43	0,06	0,05
42SiCr	0,43	0,59	2,03	0,009	0,004	1,33	0,07	-	0,008	0,03	0,03

Vzorky z nástrojové oceli 19 436 byly zhotoveny pomocí drátořezu ze žíhané tyče s dochlazením na vzduchu.

Vzorky z materiálu TRIP byly zhotoveny kováním z nepravidelných segmentů. Jeden segment vážil cca 5 kg. Segment byl držen na teplotě 1 100°C po dobu 1,5 hodiny, aby se dostatečně prohřál. Poté bylo využito rovných kovadel na změnu tvaru segmentu na tyč – celkem na 4 cykly prohřátí. Rovná kovadla byla vyměněna za kulatá a došlo k postupnému zmenšování průměru tyče z 30 mm na 27 mm, 24 mm a 21 mm. Mezi změnami průměru byla tyč ponechána v peci při stávající teplotě 1 100 °C. Po těchto operacích byla tyč dochlazena na vzduchu. Z jednoho segmentu byly vykovány 4 tyče. Z nich byly následně pomocí drátořezu vyříznuty unikátní vzorky (Obrázek 16).

Polotovar, ze kterého byl zhotoven vzorek 42SiCr byl ohřát na teplotu 900°C po 25 minut, poté byl ochlazen ve vodě. Dále byl popuštěn na teplotu 250°C po dobu 2 hodin. Polotovar byl poté dochlazen na vzduchu. Vzorky zvoleného tvaru byly vyříznuty pomocí drátořezu.

6.2 Hlavní použité přístrojové vybavení

6.2.1 Elektronový mikroskop

Jedná se o řádkovací elektronový mikroskop Zeiss EVO MA 25. Elektronových mikroskopů řady EVO je několik. Liší se hlavně velikostí vakuované komory a možností pohybu se vzorkem v ose XYZ (Tabulka 2). Mikroskop EVO 25 je tedy největší z řady (Obrázek 12).

Tento elektronový mikroskop lze využít i v průmyslu. Jeho velká komora umožňuje zkoumat velké díly a sestavy. Mikroskop může být rozšířený o volitelný posuvný stolek o průměru 80 mm, na kterém lze analyzovat vzorky s hmotností až do 2 kg, a to i při naklápění. Velká komora umožňuje současné osazení většího počtu detektorů pro nejnáročnější aplikace mikroanalýzy i využití in-situ deformačních stolků. [16]

Tabulka 2- Vybrané specifikace elektronového mikroskopu Zeiss EVO MA 25 [16]

Maximální výška vzorku	210 mm
Maximální průměr vzorku	300 mm
Možnosti pohybu v osách XYZ	130 x 130 x 50 (80) mm



Obrázek 12 - Elektronový mikroskop Zeiss EVO MA 25 [14]

6.2.2 Deformační stolek

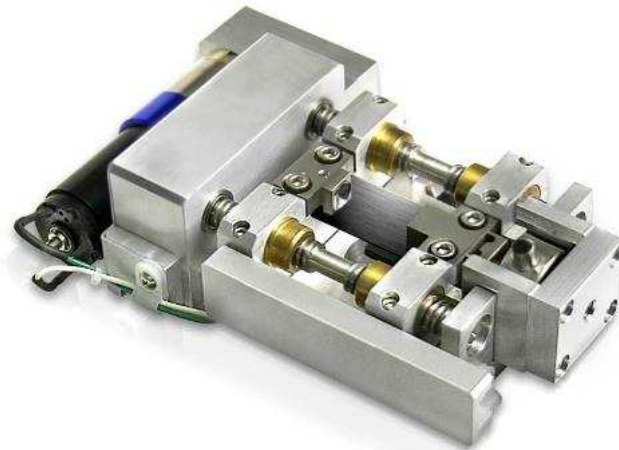
Vzhledem k tomu, že budou používány vysokopevnostní oceli vhodné pro tepelněmechanické zpracování, je zapotřebí deformační stolek s vysokým zatížením a možností ohřevu na vysokou teplotu. [1]

MTII / Fullam SEMTester 1000EBSD

Tento deformační stolek je schopen zatěžovat vzorek tahem, tlakem, ohybem a únavou (Obrázek 13). Zátěžná síla se pohybuje od 4 500N do 10 000N a rychlost deformace může být v rozmezí 0,02 mm/s až 2 mm/s.

Všechny uvedené typy zatížení lze aplikovat až do teploty 1 200°C. Použitá velikost vzorků závisí na zkoušeném materiálu a na typu zkoušky, maximálně však může dosahovat rozměrů 2,5 x 64 x 10 mm. Během všech experimentů je možno vzorek sledovat komorovou kamerou. SE i EBSD detektorem je možno zaznamenávat průběh experimentů. [1]

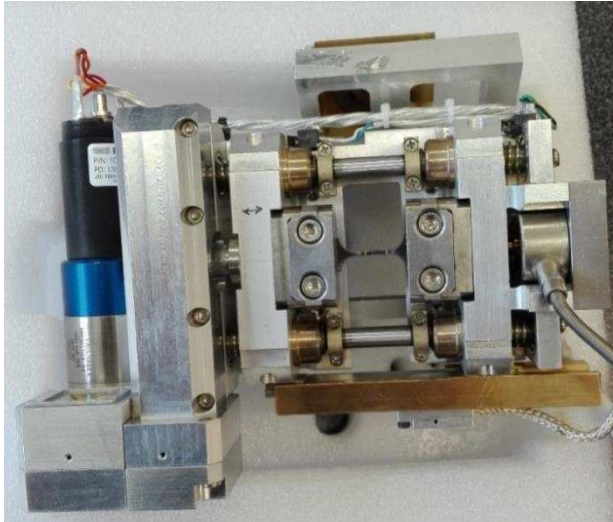
Řídící jednotka stolku umožňuje automatické řízení servomotoru a snímání dat pomocí softwaru. Automaticky vyhodnocuje veličiny, jako jsou napětí, tah, tlak, modul pružnosti, mez pevnosti, atd. Zatímco samostatná deformační jednotka může pracovat i v prostředí s atmosférickým tlakem, lze jí tudíž využít i mimo elektronový mikroskop. Ohřev vzorků lze provádět pouze ve vakuu. [1]



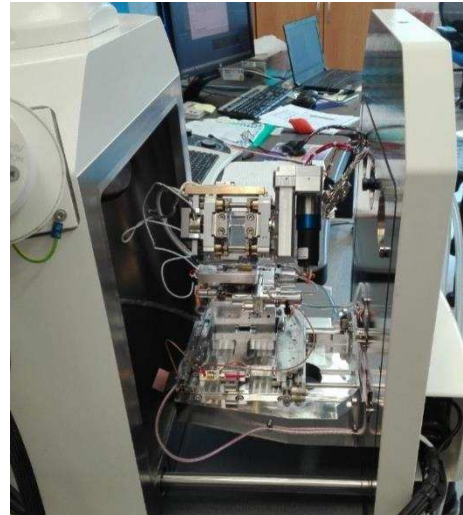
Obrázek 13 - Deformační stolek MTII / Fullam SEMTester 1000 EBSD [15]

6.2.3 Upnutí

Nejprve je nutno vzorek upnout do deformačního stolku (Obrázek 14). Pro co nejnižší kontaminaci vzorku lze použít i ochranných rukavic. Poté se nainstaluje vzorek s deformačním stolkem do těla mikroskopu (Obrázek 15). V mikroskopu musí být nakloněn pod úhlem, který se zajistí nastavčovým klínem. Je to z důvodu odrazu elektronů do jejich detektorů. Celé zařízení je elektronicky připojeno k počítači a na řídicí jednotku deformačního stolku.



Obrázek 14 – Upnutý vzorek



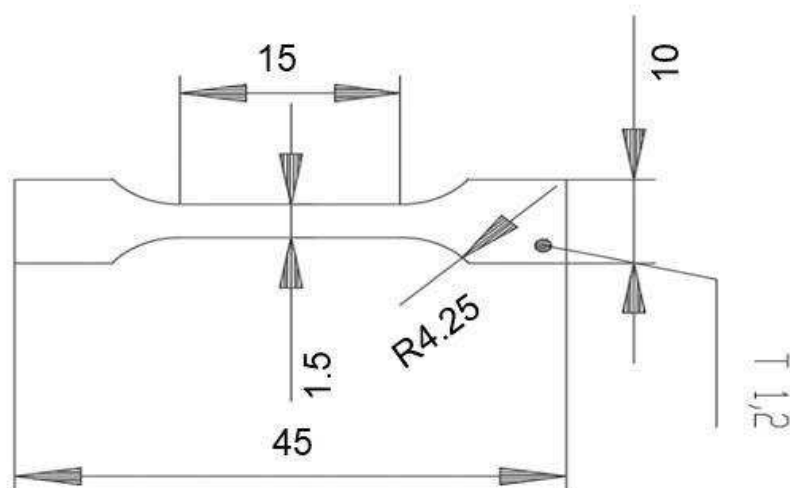
Obrázek 15 - Tělo mikroskopu s deformačním stolkem

6.3 Používané vzorky

Aby bylo možné pozorovat mikrostrukturu na vzorku deformačního stolku, musí být pozorovaná oblast připravena minimálně se stejnou kvalitou povrchu jako standardní metalografický výbrus.

Obvykle však není možné vzorek vzhledem k jeho tvaru a velikosti zalít do speciální pryskyřice nebo bakelitu, a proto je třeba najít jiný způsob přípravy dokonale lesklého a hladkého povrchu bez mechanického poškození. Metodika přípravy vzorku je závislá na druhu materiálu, ze kterého je vzorek vyroben a jeho specifických vlastnostech a na typu analýz, které budou během teplotnědeformačních testů prováděny. [1]

Vzorky se také mohou lišit v závislosti na prováděné zkoušce. Mezi nejčastěji používané, ale patří ploché vzorky ve tvaru kosti (Obrázek 16).



Obrázek 16 – Výkres zkoušeného vzorku

6.4 Metalografická příprava

Vzorky nelze zalít ani do pryskyřice ani do bakelitu, potom by už nešlo o in-situ experimenty, ale pouze o čistou dokumentaci jejich základního stavu. Kvůli jejich velmi slabé tloušťce nelze ani brousit vzorek ručně, proto se používá speciálního přípravku (Obrázek 17, Obrázek 18).

S přípravkem je nejen lepší manipulace, ale i větší úspora času, protože na přípravek lze umístit tři vzorky. Přesto se tato varianta ukázala jako nepříliš ideální. Opakovaně nebyl prostřední vzorek ideálně připraven. Proto bylo nutné tento vzorek dodělat samostatně.

Na přípravek byla nalepena oboustranná lepicí páska, která vzorky zajistila v poloze. Lepicí páska se ukázala jako dobrá varianta, protože ani manipulace ve vodě nepoškodila její funkčnost (Obrázek 19).



Obrázek 17 – Přípravek: pohled na funkční plochu



Obrázek 18 – Přípravek: pohled na úchytnou plochu



Obrázek 19 - Přípravek se vzorky

6.4.2 Kroky metalografické přípravy

Vzorky je nutné téměř dokonale připravit, aby na nich mohly být dokumentovány speciální analýzy na elektronovém mikroskopu hlavně jako je EBSD analýza.

Pokud jsou vzorky nařezané a připravené už v odpovídající kvalitě, není samotná metalografická příprava tak dlouhá. Nutno jí ale upravit podle aktuálního stavu vzorku.

Mohou následovat různé druhy speciálního leštění (elektrolytické, vibrační, iontové), záleží na prováděném experimentu.

Tabulka 3 - Základní představa o metalografickém výbrusu

	Brusný papír (zrnitost)	Doba trvání kroku (minuty)
1.	1200	3
2.	2000	3
	Lešticí látkové plátno (μm)	
3.	3	2
4.	1	2

Při experimentech s EBSD signály, kde se dokumentuje orientace, změna tvaru a velikosti zrn byla užitá doplňková lešticí příprava, a to elektrolytické leštění. Podstata elektrolytického leštění je v průchodu elektrického proudu mezi vzorkem a předem připraveným, namíchaným elektrolytem.

Další úkol je správně vybrat a nadefinovat parametry přístroje, které výrazně ovlivní výsledný signál EBSD. Mezi tyto parametry patří:

- typ elektrolytu
- napětí
- teplota
- čas
- průtočnost

Jako elektrolytická lešticí byla použita Struers LectroPol-5.

6.5 Studium iniciace šíření trhlin

Studium iniciace a šíření trhlin bylo provedeno:

- 1) na nástrojové oceli 19436, kde lze očekávat vliv morfologie a typu částic na iniciaci trhlin při tahovém namáhání (Obrázek 20 - Obrázek 31)
- 2) na multifázové TRIP oceli, kde lze sledovat polohu iniciace s ohledem na rozložení fází a strukturních součástí (Obrázek 36 - Obrázek 45)

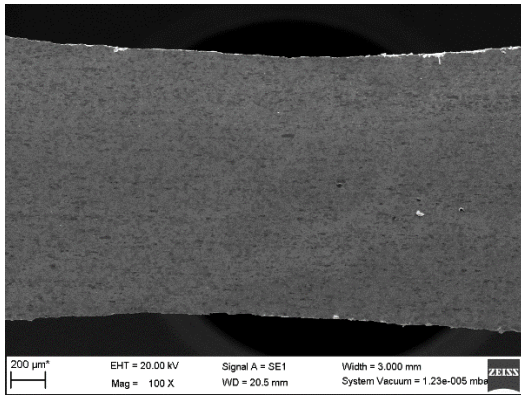
Nejdříve je zapotřebí správně nastavit parametry mikroskopu, aby bylo vůbec možné snímat mikrostrukturu vzorku:

- urychlující napětí – zvoleno 20 kV
- pracovní vzdálenost – měřena jako vzdálenost elektronového děla od vzorku – zvoleno 55 mm
- naklopení vzorku vůči pozici elektronového děla a detektorů - zvoleno 70°

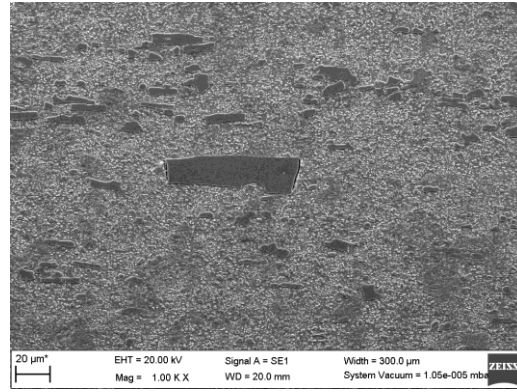
Poté co je obraz v odpovídající kvalitě, nastaví se v programování řídicí jednotky deformačního stolku parametry jako je:

- rychlost deformace – u všech experimentů zvolená 0,5 mm/min. Tato rychlost byla vybrána na základě zkušeností z předchozích experimentů jako nejvhodnější.
- pauzy v zatěžování - k jejich přesnému určení je třeba udělat tahovou zkoušku na vzduchu. Naplánované pauzy určuje pozice čelistí v mm, o tuto hodnotu je zároveň prodloužený i vzorek. Když se blíží úplné přetržení vzorku, jsou pauzy častější i po desetinách milimetru.
- délka pauzy – obvykle 10 s, aby bylo možno experiment přerušit. Pak je prostor pro dokumentování mikrostruktury.
- maximální možná zátěž – zvoleno 4 500 N
- o kolik musí poklesnout síla, aby byl experiment přerušeny – zvoleno 1 000 N
- informace o průřezu vzorku – výška 1,6 mm, tloušťka 1,2 mm

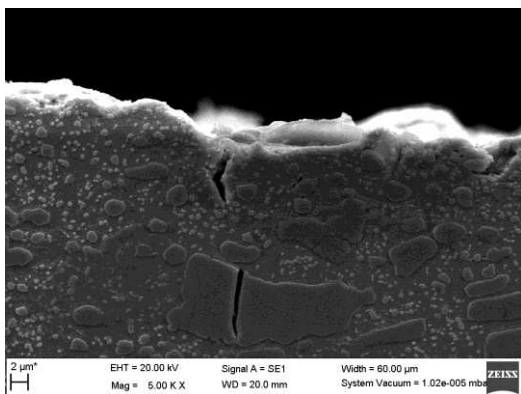
6.5.1 Iniciace a šíření trhliny v oceli 19436



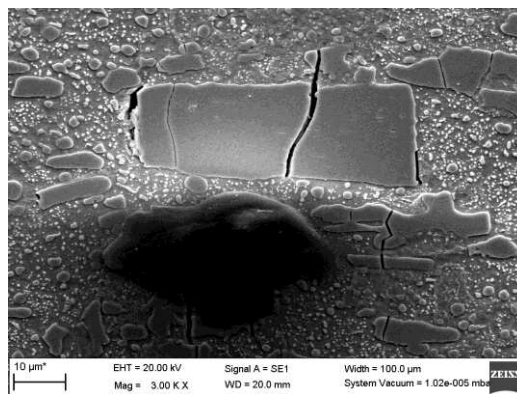
Obrázek 20 – Vzorok ve výchozím stavu



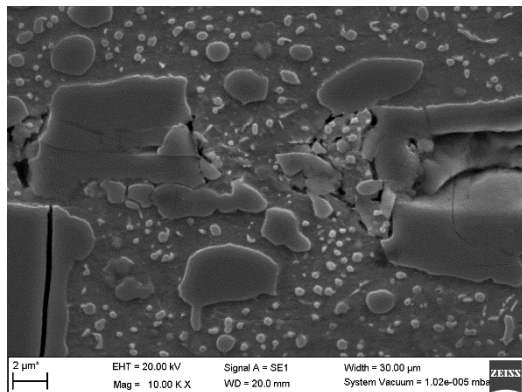
Obrázek 21 - Mikrostruktura při prodloužení 0,4 mm



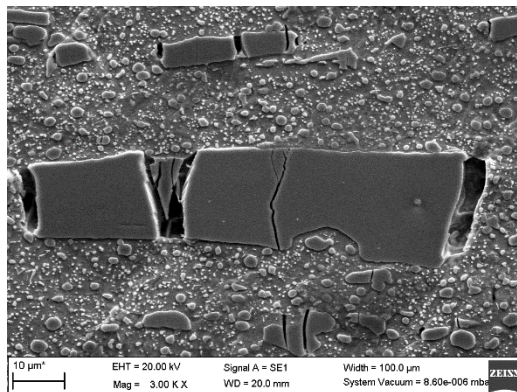
Obrázek 22 - Počáteční stádium trhliny při prodloužení 0,53 mm



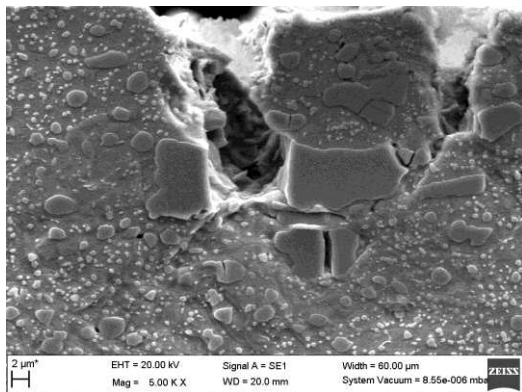
Obrázek 23 – Tahové působení na větší částici, prodloužení 0,53 mm



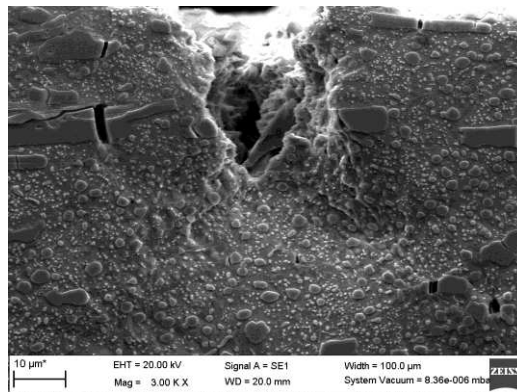
Obrázek 24 – Mikrotrhliny při prodloužení 0,53 mm



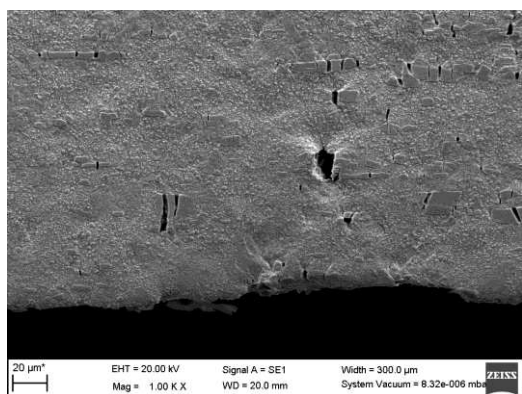
Obrázek 25 - Trhlina přes větší částice při prodloužení 0,72 mm



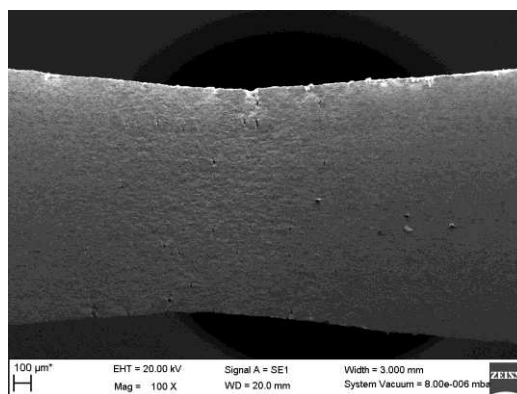
Obrázek 26 – Postup trhliny při prodloužení 0,72 mm



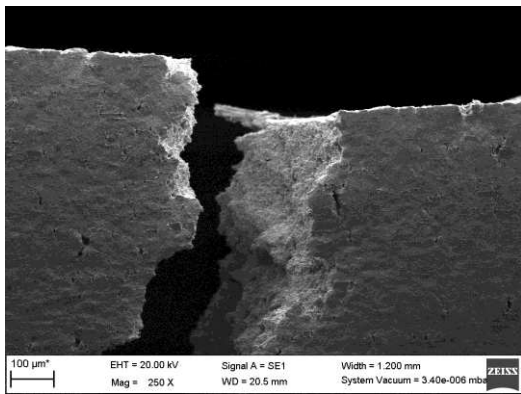
Obrázek 27 – Postup trhliny při prodloužení 0,84 mm



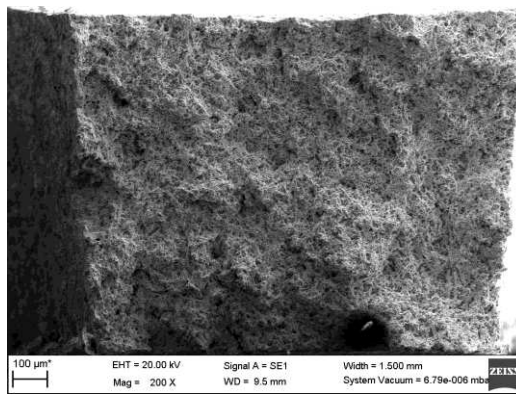
Obrázek 28 – Mikrotrhliny v materiálu při prodloužení 0,84 mm



Obrázek 29 – Celkový pohled, prodloužení 1,28 mm



Obrázek 30 – Přetržený vzorek

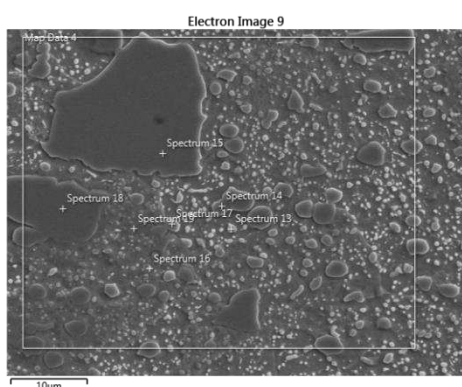


Obrázek 31 - Lomová plocha vzorku

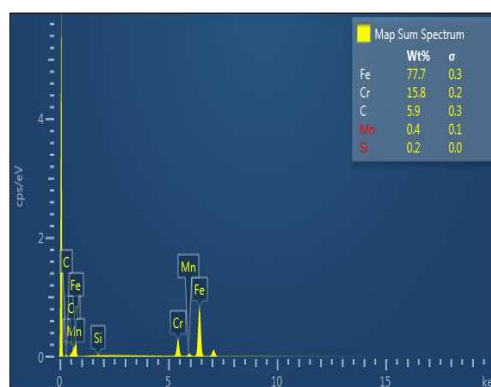
Na snímcích (Obrázek 20 - Obrázek 31) je vybraná část dokumentace zvětšování a iniciování nových mikrotrhlin. Tato zkouška se dá také spojit s určováním typu lomové plochy. Nevýhodou ale je, že vzorek musí být vyjmut z těla mikroskopu, poté i z deformačního stolku. Následně se vzorek umístí na standardní stůl elektronového mikroskopu pro pozorování lomové plochy. V tomto případě se jednalo o tvárný lom.

Tvárný lom je oproti křehkému lomu více energeticky náročný. Uplatňuje se při něm plastická deformace a působení pohybu dislokací podél skluzové roviny. Tento lom může probíhat oběma způsoby - transkrystalicky nebo interkrystalicky. Nejčastějším modelem vzniku tvárného lomu je, že se v materiálu vyskytují dutinky anebo cizí částice. Působením napětí se na rozhraní cizí částice a materiálu objevují dutiny, které zvětšují svůj rozměr. Můstky mezi dutinami se zmenšují, až zaniknou a nastává porušení materiálu. [16]

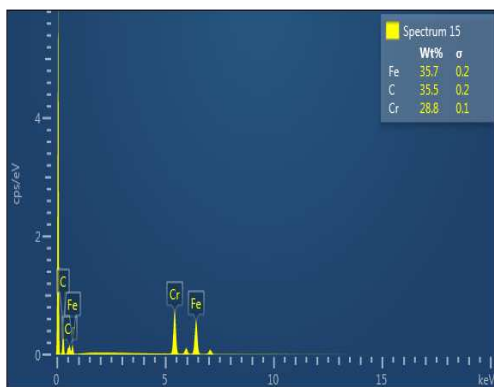
Na použitém elektronovém mikroskopu EVO MA 25 lze také na vybraných oblastech pozorovaného vzorku analyzovat chemické složení ve vybraných oblastech vzorku. Lze tak i predikovat možnosti míst vzniku trhlin, například u vměstků jiného chemického složení než má zbytek materiálu. (Obrázek 32 -Obrázek 35)



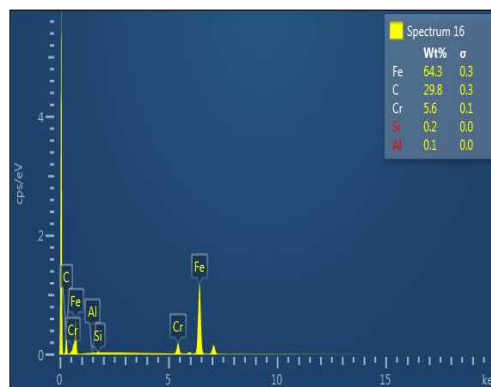
Obrázek 32 – Místa měření (Spectrum 14-19)



Obrázek 33 – Zprůměrované chemické složení ze všech měření

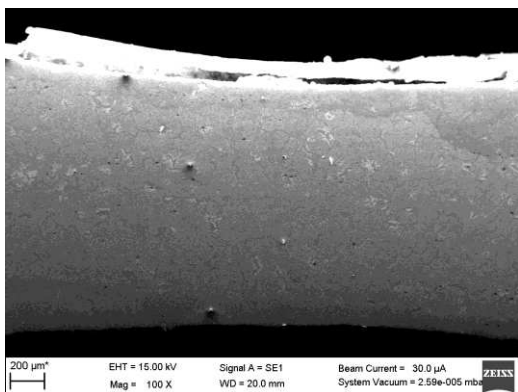


Obrázek 34 – Chemické složení velké částice (Spectrum 15)

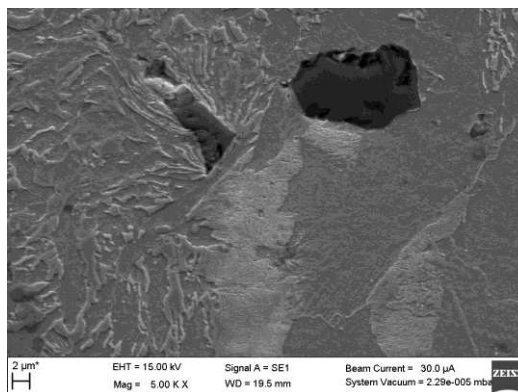


Obrázek 35 – Chemické složení základní matrice (Spectrum 16)

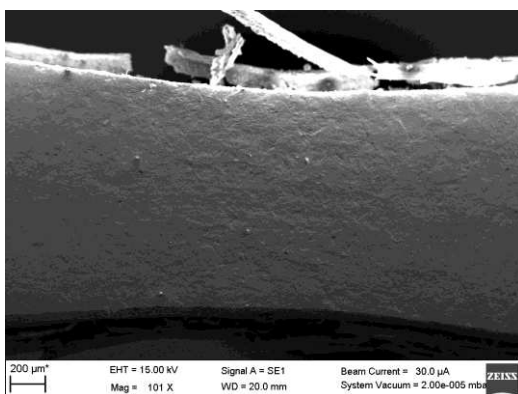
6.5.2 Iniclace a šíření trhliny v oceli TRIP



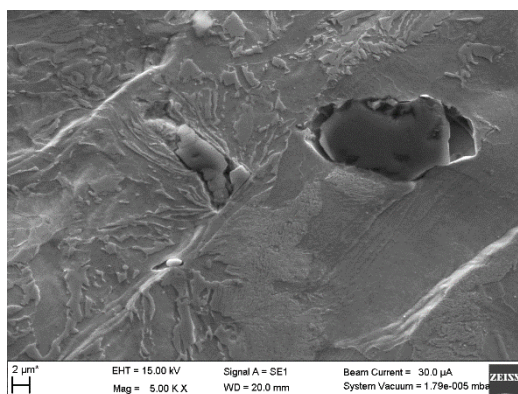
Obrázek 36 – Základní stav



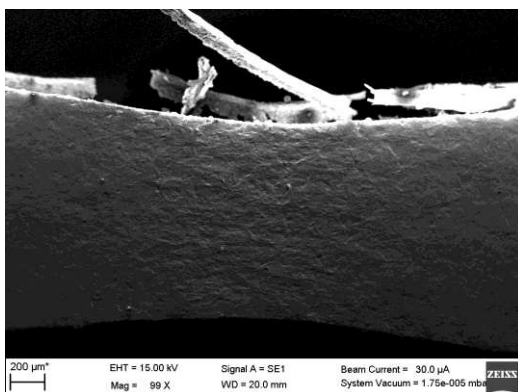
Obrázek 37 – Detail základního stavu



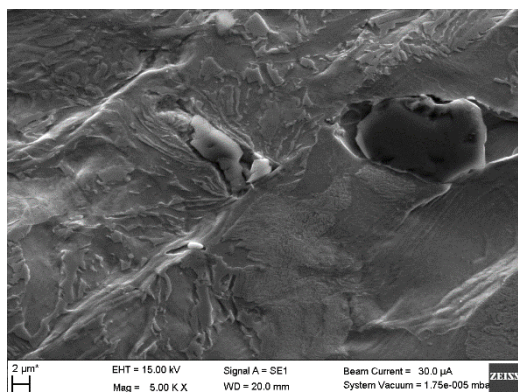
Obrázek 38 – Celkový pohled při prodloužení 0,7 mm



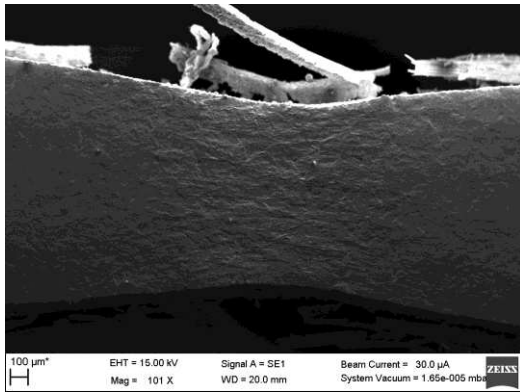
Obrázek 39 – Vybrané místo při prodloužení 0,7 mm



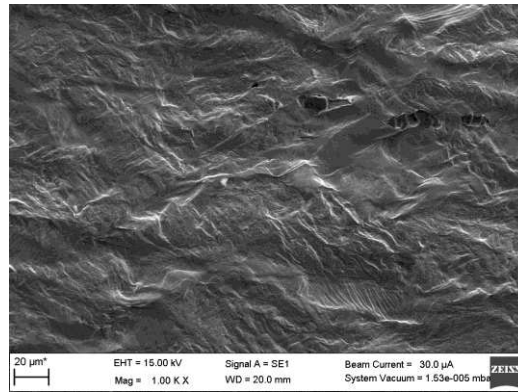
Obrázek 40 – Celkový pohled při prodloužení 1,1 mm



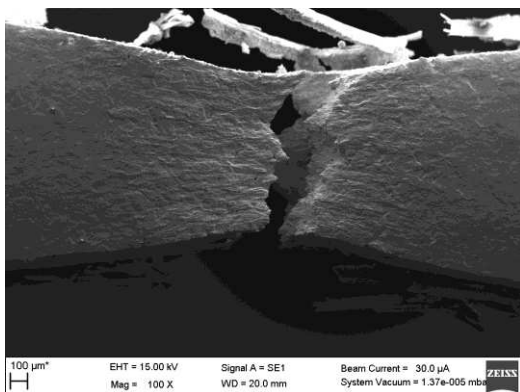
Obrázek 41 – Vybrané místo při prodloužení 1,1 mm



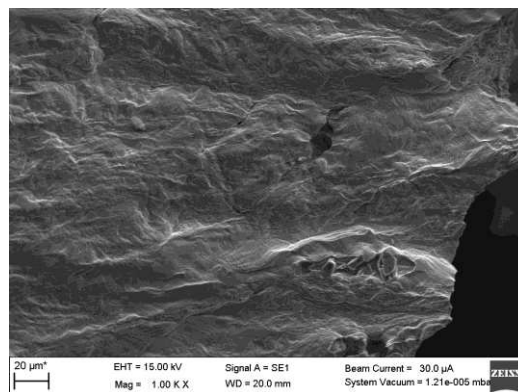
Obrázek 42 – Celkový pohled při prodloužení 1,3 mm



Obrázek 43 – Vybrané místo při prodloužení 1,3 mm



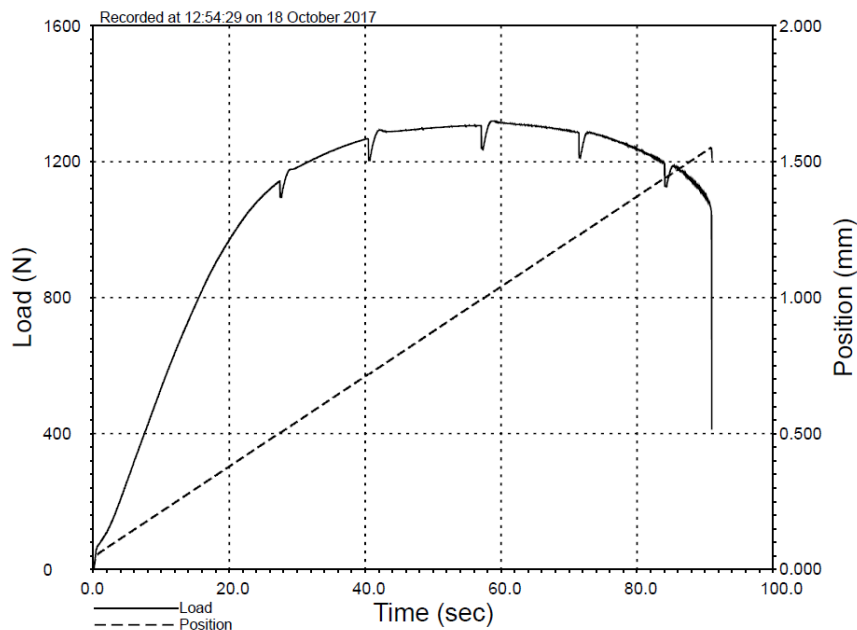
Obrázek 44 – Celkový pohled na vzniklý lom



Obrázek 45 – Lomová plocha a část ovlivnění mikrostruktury

Na snímcích (Obrázek 36 - Obrázek 45) je vybraná část dokumentace zvětšování a iniciování nových mikrotrhlin. Další funkcí řídicí jednotky je, že umožňuje dokumentaci postupu zatížení v závislosti na čase a pozici. (Obrázek 46)

Graf je téměř totožný s klasickým tahovým diagramem. Liší se prakticky jen v plynulosti jeho křivky. Na křivce vytvořené pomocí deformačního stolku jsou vidět skoky způsobené právě přerušением experimentu z důvodu dokumentace mikrostruktury. Mechanické vlastnosti zjištěné z těchto grafů odpovídají vlastnostem stanoveným na stejném materiálu klasickou zkouškou tahem.



Obrázek 46 – Záznam namáhání vzorku TRIP

6.6 Studium stability zbytkového austenitu vysokopevnostních ocelí pomocí EBSD

K tomuto experimentu byly vybrány právě dva typy oceli se zbytkovým austenitem (42SiCr a TRIP), pro které je typická deformačně indukovaná přeměna zbytkového austenitu na martenzit. Obecně mají tyto oceli vysokou pevnost a současně dobré plastické vlastnosti.

Elektronový svazek přejíždí po zvolené oblasti (pro experimenty určena plocha $100 \times 75 \mu\text{m}$) řádek po řádku a v předem nastaveném kroku (pro experimenty využit $1 \mu\text{m}$) jsou snímány a hodnoceny vznikající EBSD signály. To znamená, že v tomto případě bylo možné vyhodnotit v optimálním případě až 7500 difrakčních obrazců. Tyto obrazce jsou softwarově zpracovávány, indexovány a srovnávány s údaji v rozsáhlé materiálové databázi. Na základě tohoto srovnání je ke každému obrazci přiřazena odpovídající krystalografická mřížka (a tím i fáze), na které k difrakci došlo. Důležitý je vliv operátora, který ve výsledku volí mezi nabídnutými řešeními to nejvhodnější. A to podle míry shody naměřeného obrazce s databází a rovněž na základě důkladné znalosti analyzovaného materiálu.

Pro interpretaci získaných IPF (inverzních pólových obrazů) je potřeba znát orientaci os XYZ na vzorku. V experimentech uvedených v této práci byla osa X rovnoběžná s delší stranou vzorku (tj. leží ve směru působící síly), osa Y byla rovnoběžná s kratší stranou vzorku a osa Z byla kolmá na rovinu vzorku. V každém z těchto směrů lze pak pomocí barevných obrazů analyzovat krystalografickou orientaci zrn.

Další důležitou částí experimentu je nastavení parametrů snímání signálů. Mezi tyto parametry patří

- urychlující napětí (kV) – pohybuje se většinou v rozmezí 15-20 kV
- náklon stolku ($^{\circ}$) – zůstává 70°
- frekvence snímání (Hz) – lze upravit nastavení času expozice a velikostí zkoumané plochy – mění se s každým snímkem
- procento míst, které dávají odezvu (%) – vypočteno přístrojem

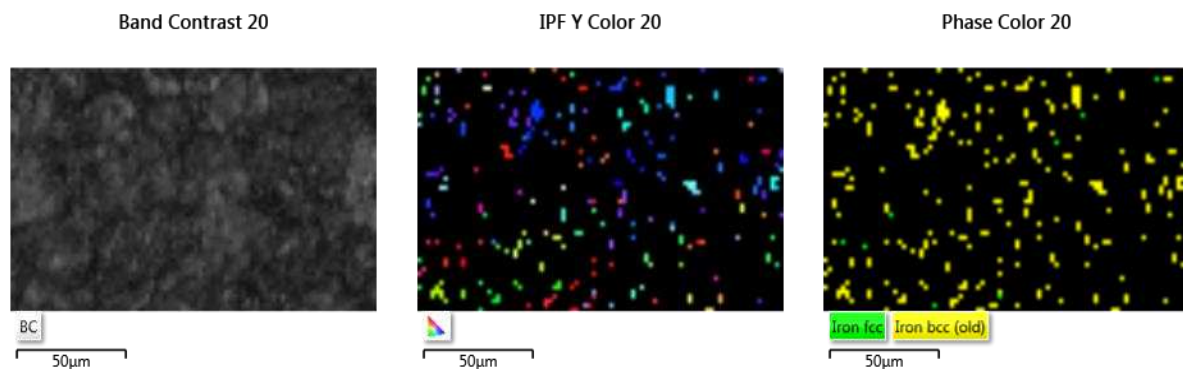
Celý experiment opět probíhá společně s tahovou zkouškou simulovanou deformačním stolkem.

6.6.1 Martenzitická ocel 42SiCr

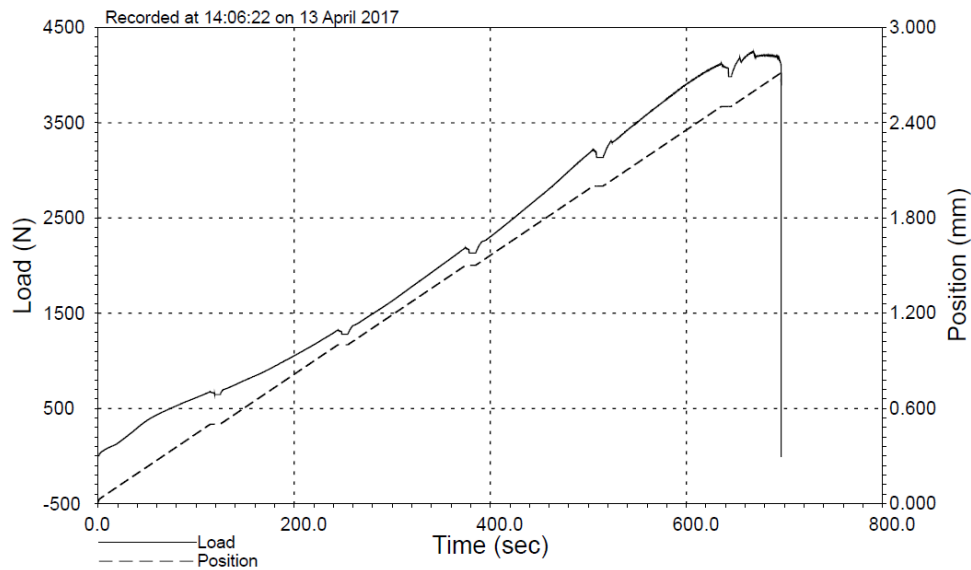
Byla provedena klasická metalografická příprava spojená s elektrolytickým leštěním se zvolenými parametry:

- elektrolyt – typ USER 4
- napětí – 25 V
- teplota - laboratorní 22°C
- čas – 10 s
- průtočnost – 14 V/s

Uvedené parametry přípravy nevedly k dosažení povrchu s dostatečnou kvalitou pro EBSD analýzu (Obrázek 47). Ještě před vlastním zatěžováním (Obrázek 48) byl podíl bodů, ze kterých nebyl získán identifikovatelný EBSD signál (tzv. nulových řešení) velmi vysoký. Na obrázcích IPF a Phase Color jsou tyto body zobrazeny černě. Tento případ jasně ukazuje na klíčový význam přípravy vzorků pro in-situ experimenty.



Obrázek 47 – Ukázka neúspěšného experimentu



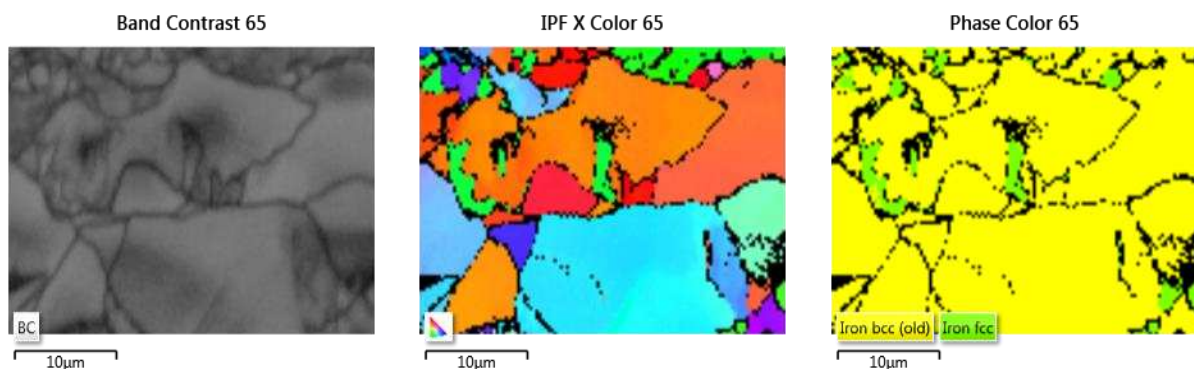
Obrázek 48 - Záznam tahové zkoušky typické pro in-situ experimenty

I když například elektrolytické leštění není časově náročné, je hodně variabilní v parametrech, které je třeba vždy nově optimalizovat pro každý zkušební materiál a často i pro různá zpracování stejného materiálu.

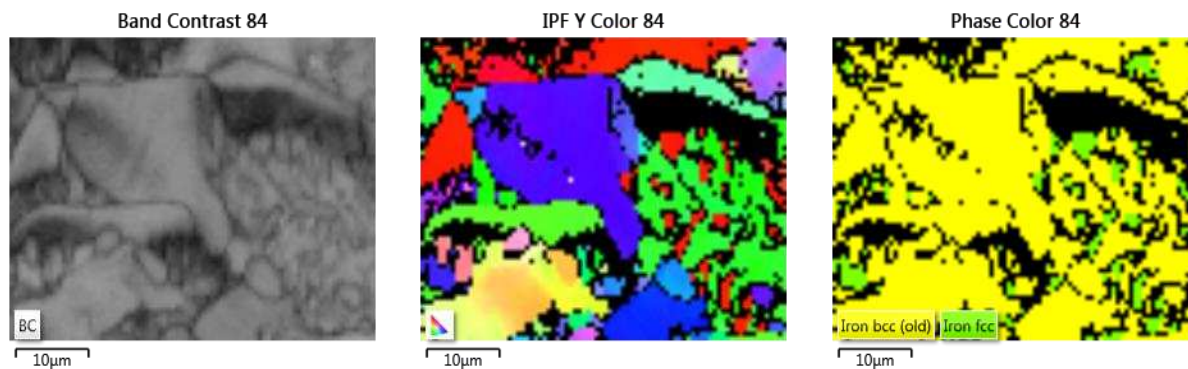
6.6.2 Vícefázová ocel TRIP

Byla provedena klasická metalografická příprava spojená s elektrolytickým leštěním se zvolenými parametry:

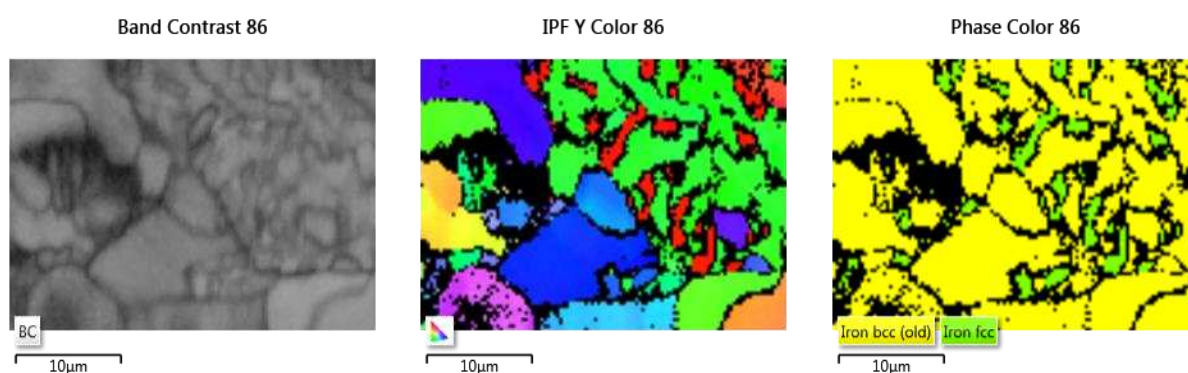
- elektrolyt – zhotovený od firmy Struers, typ A2 na bázi kyseliny chloristé
- napětí – 19 V
- teplota - laboratorní 22°C
- čas – 15 s
- průtočnost – 16 V/s



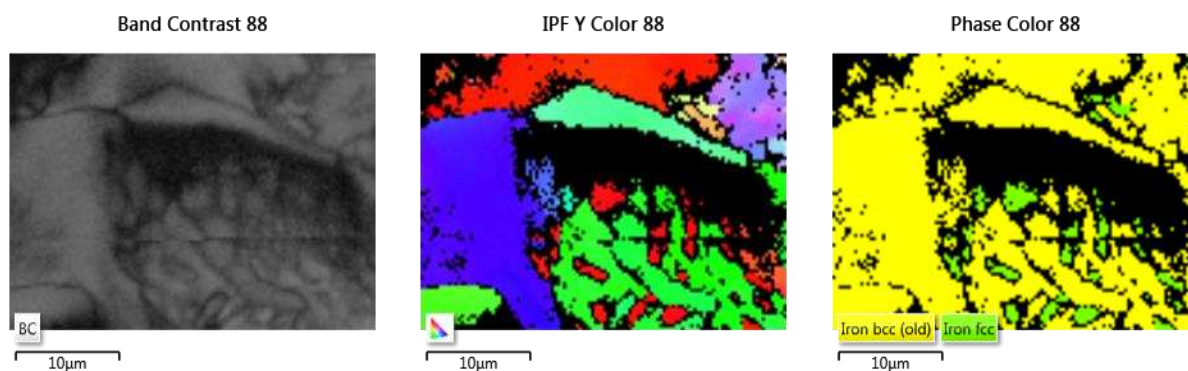
Obrázek 49 – Základní stav vzorku bez zatížení



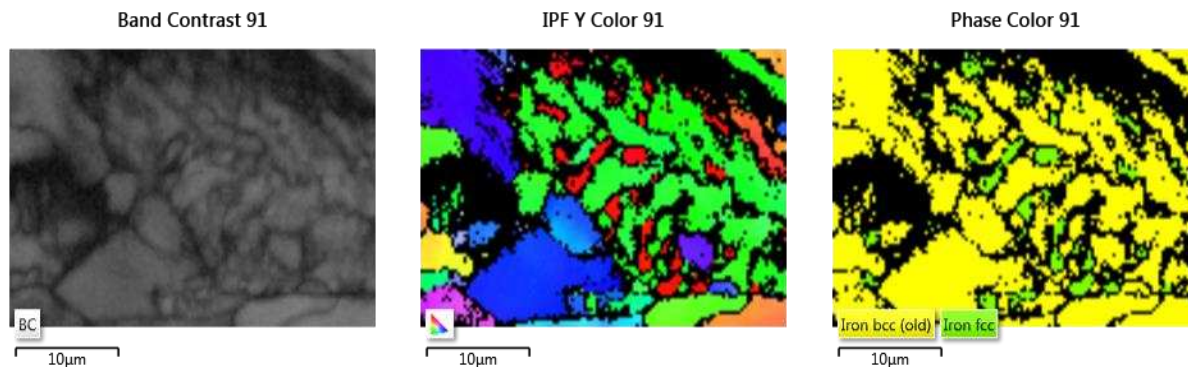
Obrázek 50 – Změna při prodloužení 0,5 mm



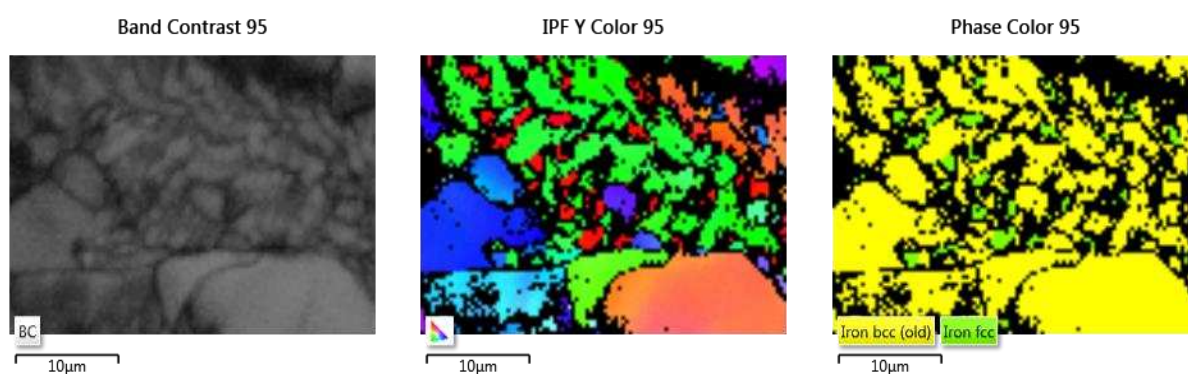
Obrázek 51 – Změna při prodloužení 0,75 mm



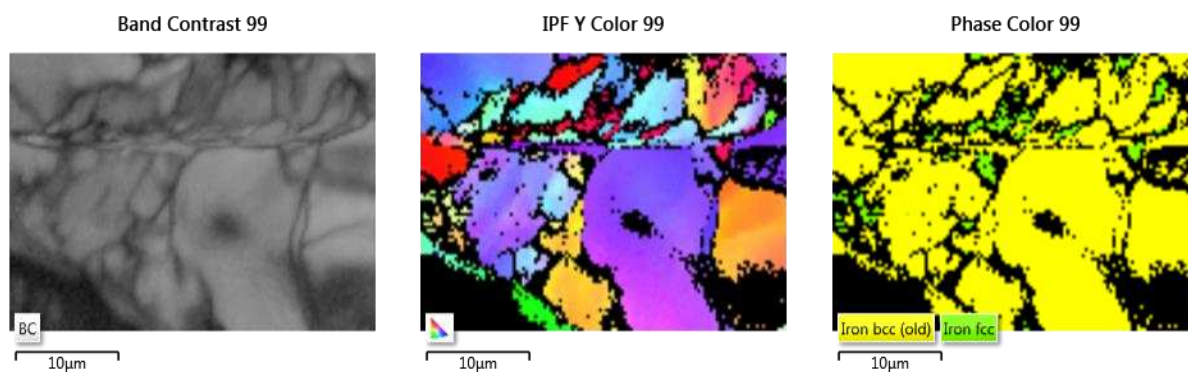
Obrázek 52 – Změna při prodloužení 1 mm



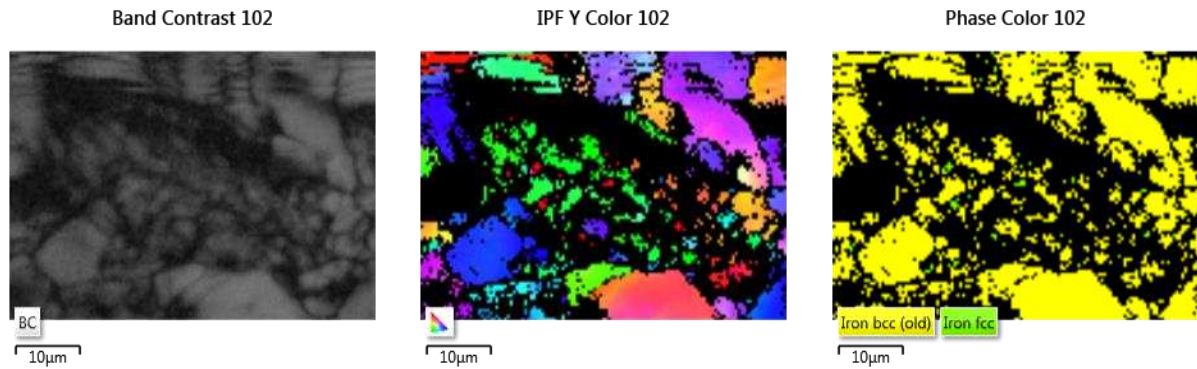
Obrázek 53 – Změna při prodloužení 1,1 mm



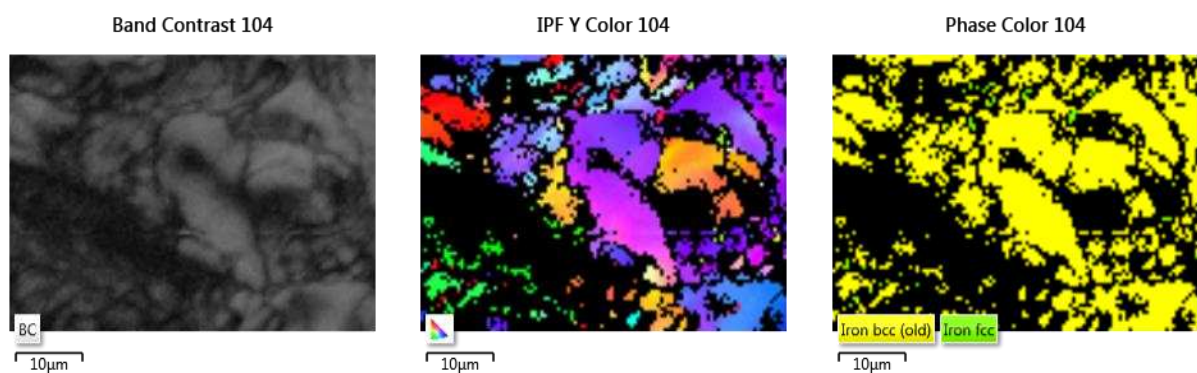
Obrázek 54 – Změna při prodloužení 1,2 mm



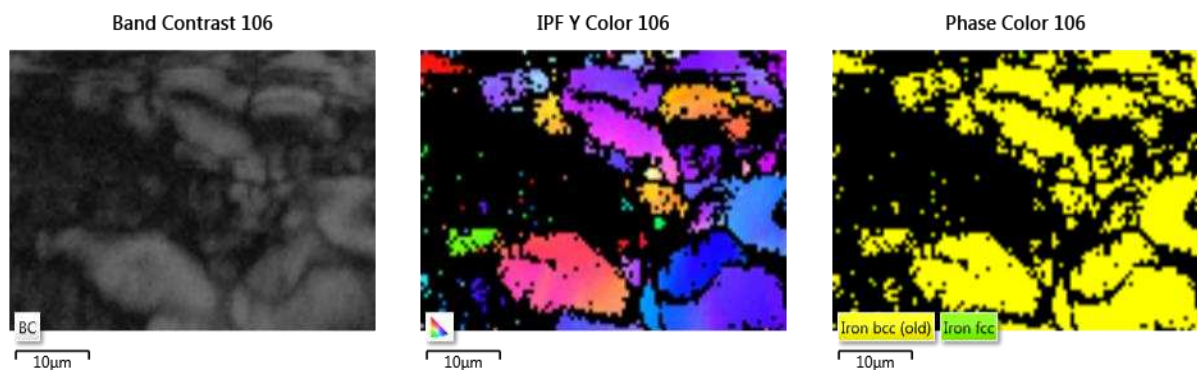
Obrázek 55 – Změna při prodloužení 1,4 mm



Obrázek 56 – Změna při prodloužení 1,9 mm



Obrázek 57 – Změna při prodloužení 2,4 mm



Obrázek 58 – Změna při prodloužení 2,9 mm – dochází k úplnému přetržení zkoušeného vzorku

I když odezva EBSD signálu nebyla 100%, přesto se dá tento pokus hodnotit jako úspěšný. Na jednotlivých snímcích (Obrázek 49 - Obrázek 58) je vidět posun struktury a její změny.

Levý sloupec snímků je zobrazované místo, kde tvoří kontrast hranice zrn. Uprostřed je orientace zrn vůči ose X – tato osa je rovnoběžná s dlouhou stranou vzorku. Z toho vyplývá, že je i v souladu se směrem zatěžování. Tato analýza je zvýrazněná barevným odlišením. Pravý sloupec dokumentuje změnu krystalografických mřížek. Žlutá barva znamená kubickou mřížku prostorově centrovanou. Ta patří feritu. Zelená barva značí kubickou mřížku plošně centrovanou a ta patří austenitu.

Ze všech snímků je patrné, že při větším prodloužení dochází k procentuálnímu nárůstu míst (z 13% na 60%), z kterých není software schopen přijímat signály EBSD. To je pravděpodobně zaviněno deformovaným povrchem. Ten už není tak kvalitní jako před deformací.

6.7 Shrnutí výsledků

Na in-situ deformačním stolku byly provedeny experimenty na třech různých ocelích, nástrojové oceli 19436, nízkouhlíkové oceli typu TRIP a martenzitické oceli 42SiCr. Byla stanovena obecná metodika přípravy plochých vzorků pro deformační in-situ testy. Pro sledování iniciace a šíření trhliny nebo pouze vizuální sledování změny mikrostruktury při tahovém namáhání, lze připravit povrch vzorků obdobným postupem jako pro standardní metalografické analýzy. Je ovšem třeba zohlednit, že vzorky nelze před přípravou zalít, aby se daly následně umístit do stolku. Také není možné je brousit a leštit v komerčních držácích na vzorky ani ruční provedení není vhodné, protože jsou velmi dlouhé a tenké. Z toho důvodu byl navržen přípravek umožňující poloautomatické broušení a leštění. U vzorků určených pro kombinaci in-situ testů s EBSD analýzou je potřeba pokračovat elektrolytickým leštěním. Parametry přípravy se podařilo stanovit pro nízkouhlíkovou ocel typu TRIP. U obou typů experimentů je užitečné doplnit informace o vzorku vstupní charakterizací mikrostruktury a následnou analýzou lomových ploch.

Na oceli 19436 byl experiment zaměřen na studium iniciace a šíření trhliny. Průběh zkoušky byl detailně zdokumentován a byla zachycena iniciace trhlín z praskajících křehkých částic uložených v tvárné feritické matici. Jako kritické se z tohoto pohledu ukázaly především hrubé ostrohranné částice obdélníkového tvaru se zvýšeným obsahem chromu.

Experimenty na vysokopevnostních ocelích typu TRIP a martenzitické oceli byly zaměřené na studium stability zbytkového austenitu pomocí EBSD. Tento experiment je mnohem náročnější na přípravu vzorků i vlastní provedení a byl úspěšně dokončen pouze pro vícefázovou TRIP ocel. Snímání kvalitních EBSD map ve vysokém rozlišení a z dostatečně reprezentativních oblastí vzorku je také velmi časově náročné a provedení jedné zkoušky tak může trvat několik pracovních dní. U martenzitické oceli pokračují práce na optimalizaci přípravy finálního povrchu. Vysoká kvalita povrchu vzorku TRIP oceli na druhé straně umožňovala sledování i velmi jemných latěk a ostrůvků zbytkového austenitu. S rostoucí deformací vzorku docházelo i zde k přirozenému úbytku EBSD signálu, který je způsobený postupující plastickou deformací povrchu.

7. Závěr

In-situ experimenty jsou stále se rozvíjející metoda zkoušení materiálů. Tyto experimenty výraznou měrou přispívají k lepšímu pochopení dějů probíhajících v materiálech během deformace nebo při působení vyšších teplot.

V této práci byly popsány pouze experimenty využívající tahové zatížení při pokojové teplotě, používaný stolek však umožňuje mnohem širší aplikace. Pro vzorky vhodných tvarů a rozměrů lze provádět obdobné experimenty se zatížením v tlaku, ohybu, cyklickém zatížení a to vše při zvýšených teplotách až do 1 200°C.

Na druhé straně je třeba zmínit i nevýhody a omezení in-situ experimentů. Mezi ně patří kromě pořizovací ceny zkušebního zařízení především časová náročnost experimentů, ať se jedná o vyčerpání komory mikroskopu na hodnotu vakua, detekce EBSD signálů nebo metalografickou přípravu. Ta musí být provedena ve vysoké kvalitě a nelze použít standardní držáky pro přípravu zalitých výbrusů. Konkrétní praktické zkušenosti s prováděním zkoušek a nastavením různých parametrů mikroskopů a stolků jsou navíc obtížně přenosné mezi jednotlivými uživateli, s ohledem na velkou škálu možných typů mikroskopů s různými geometriemi komor a uspořádáním detektorů a různými typy deformačních stolků, které v nich lze provozovat.

Zdroje

- [1] KUČEROVÁ L., B5, In-situ identifikace fenoménů deformačních procesů
- [2] Dostupné z <http://www.fzu.cz/popularizace/elektronovym-mikroskopem-do-nitra-materialu-aneb-jak-vypada-jejich-struktura>, viděno 29. 11. 2016
- [3] JANDOVÁ, Skenovací elektronová mikroskopie 1, přednáška č. 3, KMM/EMI
- [4] JANDOVÁ, Elektronová mikroskopie – úvod, přednáška č. 1, KMM/EMI
- [5] MEDLÍN R., Využití elektronové mikroskopie pro zkoumání multivrstevných materiálových struktur v podmínkách intenzivních zdrojů tepla, dizertační práce, ZČU, 2015, Dostupné z <http://hdl.handle.net/11025/20649>, viděno 29. 11. 2016
- [6] JANDOVÁ, Interakce elektronů s pevnými látkami, přednáška č. 2, KMM/EMI
- [7] JANDOVÁ, Skenovací elektronová mikroskopie 2, přednáška č. 4, KME/EMI
- [8] MAN O., Aplikace metody difrakce zpětně odražených elektronů v materiálovém inženýrství, dizertační práce, VUT Brno, Dostupné z https://www.vutbr.cz/www_base/zav_prace_soubor_verejne.php?file_id=25137, viděno 29. 11. 2016
- [9] Obr. 2, Dostupné z http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=scanning_electron_microscope&do_recent&DokuWiki=d66f619ba5b6e07423302e53f1d45dfe, viděno 29. 11. 2016
- [10] ŠEBESTOVÁ H., Základy přípravy vzorků pro optickou metalografii, Dostupné z <https://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/texty/znm2-1.pdf> viděno 29. 11. 2016
- [11] PAKOSTA J., Metalografické výbrusy materiálů a struktur v elektronice, ZČU Plzeň, 2013, Dostupné z <http://hdl.handle.net/11025/7466>, viděno 29. 11. 2016
- [12] JANÍČEK, Přístroj pro přesné elektrolytické leštění, Dostupné z <http://www.janicek-design.cz/portfolio/pristroj-pro-presne-iontove-lesteni/>, viděno 29. 11. 2017
- [13] PRŮCHA V., Diplomová práce, Vývoj mikrostruktury vícefázových ocelí s TRIP efektem
- [14] Obrázek 10, <https://www.zeiss.com/microscopy/us/products/scanning-electron-microscopes/evo.html> aktivní 10. 4. 2018
- [15] Obrázek 13., Dostupné z <http://www.mtiinstruments.com/products/microscopytensiletest.aspx> , viděno 30. 11. 2017
- [16] BÍLEK, FARKAŠOVÁ, referát Lomová mechanika