



MICROSTRUCTURAL PROCESSES ACCOMPANYING MATERIALS FATIGUE

MIKROSTRUKTURNÍ PROCESY DOPROVÁZEJÍCÍ ÚNAVU MATERIÁLU

J. FIALA[†], P. MAZAL^{**}, M. KOLEGA[†], F. VLAŠIČ^{**}, P. LIŠKUTÍN^{**}

[†]University of West Bohemia Plzeň CZ

^{**}Brno University of Technology

Abstract

Changes in the structure of duralumin caused by its cyclic loading up to failure have been followed using x-ray diffraction. For that purpose, the loading has been interrupted after every 5.000 or 10.000 cycles (up to 39 times at the most resistant sample). Different modes of loading were applied and structure has been analyzed at three spots on the surface of each sample. The results obtained confirm our previous findings concerning other samples: that the materials texture (orientation distribution of its mosaic blocks) changes in the course of the cyclic loading with notable regularity. In order to explain what lies at the root of these changes, we designed a structural model based on the balance of the interface energy of the mosaic aggregate and the volume energy of individual blocks. So as to verify this model, we propose to monitor the redox potential of the surface of loaded samples in the course of cyclic loading.

Key words: fatigue, x-ray diffraction, paracrystalline distortions

Abstrakt

Pomocí rtg difrakce jsme sledovali změny, ke kterým dochází ve struktuře duralu během jeho cyklického zatěžování až do lomu. Za účelem analýzy bylo cyklování po každých 5.000 resp. 10.000 cyklech přerušováno (u nejodolnějšího vzorku celkem 39-krát). Vzorky byly zatěžovány různým způsobem a strukturní analýzu jsme prováděli na třech místech povrchu každého vzorku. Výsledky potvrzují to, co jsme zjistili dříve u jiných vzorků: že textura materiálu (orientační distribuce jeho mosaikových bloků) se během cyklického zatěžování mění s pozoruhodnou pravidelností. Abychom vysvětlili co je příčinou těchto změn, zkonstruovali jsme strukturní model, vycházející z bilance mezipovrchové energie mosaikového agregátu a objemové energie jednotlivých bloků. Pro verifikaci toho modelu navrhuje monitorovat během cyklování redoxní potenciál povrchu zatěžovaných vzorků.

Klíčová slova: únava, rentgenová difrakce, parakrystalické distorse

1. Úvod

Cyklické zatěžování vnáší do tělesa energii nevratné (plastické) deformace. Ta se v něm postupně, každým zatěžovacím cyklem kumuluje a když je dost velká, může se podílet na aktivaci různých strukturních přeměn. Spektrum stavů, jichž těmito změnami struktura tělesa může nabývat, je omezené potenciální energií vzájemného působení jeho atomů. Změny struktury proto nejsou monotónní: opakují se, vracejí a (kvasi)periodicky se střídají. A protože se jedná o systém obrovského množství stavebních součástí, hraje přitom důležitou úlohu náhoda. Náhodným souběhem při tom koloběhu strukturních přeměn vznikne kritická konfigurace (nestabilní necelistvost), která má vzápětí za následek únavový lom. Pravděpodobnost takové náhody roste s počtem restitucí, návratů k historicky předešlému stavu struktury tělesa v důsledku jeho cyklického zatěžování. Monitorováním rytmických strukturních změn můžeme vysledovat jejich zákonitost a na základě toho pak odhadnout kolik zátěžných cyklů těleso ještě vydrží.

2. Spontánní strukturalizace

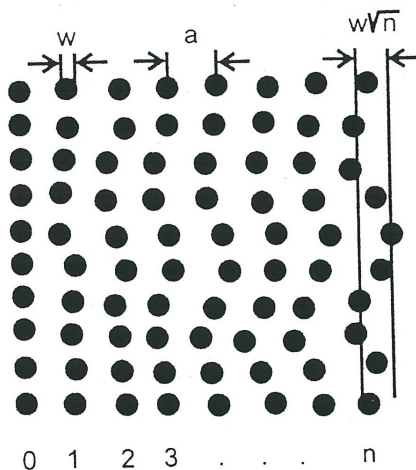
Jednorázovou a dočasnou (ideálně) elastickou deformací se do tělesa žádná energie nevloží. Skutečná deformace reálných těles zatěžovaných pod mezí kluzu však není ideálně elastická, ale anelastická (viskoelastická). Nenastává totiž ihned po zatížení tělesa, ale s určitým časovým zpožděním. A to způsobuje, že po odlehčení (anelasticky deformovaného) tělesa v něm určitá energie zůstane. Při každém cyklu proměnného zatěžování tělesa se do něj ukládá stále nová a nová energie a jejím hromaděním roste potenciál, který se pak využije na vykonání práce spojené s únavovým poškozením a posléze s lomem cyklicky namáhaného tělesa. Energie, vkládaná při cyklickém namáhání do zatěžovaného tělesa, v něm vyvolá kmitavý pohyb dislokací sem a tam v rytmu zatěžování. Při takovém pohybu spolu dislokace interagují mnohem živěji než při statickém nebo monotónním zatěžování. Určitou formou interakce dvou dislokací (protínáním) může dojít k omezení jejich pohyblivosti. Když se pak s takovou dvojicí znehýbnělých dislokací protne ještě nějaká další, třetí dislokace, je pravděpodobnost zablokování jejího dalšího pohybu větší, než když se protne s jedinou dislokací [1]. Znehýbnělé dislokace se hromadí a tím se pole dislokací strukturalizuje, dichotomizuje na „políčka“ (mosaikové bloky) s relativně nízkou hustotou volně pohyblivých dislokací a „meze“ (rozhraní) mosaikových bloků, tvořené shluky znehýbnělých dislokací, jejichž hustota je na těchto rozhraních vysoká.

3. Hrubnutí struktury

Strukturalizací pole dislokací v něm vzniknou rozhraní a ta jsou sídlem povrchové energie. Povrchová energie je lineárně úměrná ploše rozhraní (koeficient této úměrnosti, plošná hustota povrchové energie, je povrchové napětí). Strukturalizací pole dislokací se tudíž zvětšuje jeho energie. A to tím více, čím jsou mosaikové bloky menší. Což je hnací silou hrubnutí mosaikové struktury. Hrubnutí mosaikové struktury je tedy spontánní proces, neboť je spojen se snížením jejího termodynamického potenciálu (probíhá-li hrubnutí za konstantní teploty a tlaku, je tím potenciálem volná entalpie, Gibbsova funkce); jinými slovy, afinita hrubnutí mosaikové struktury je kladná. Rychlost hrubnutí mosaikové struktury je ovšem dána aktivační energií, kterou je třeba vynaložit při překonávání překážek, jež jsou s tím (byť spontánním) procesem spojené a ta arci s velikostí mezipovrchové energie agregátů mosaikových bloků souvisí jen zprostředkovaně.

4. Zjemňování struktury

Když mosaiková struktura hrubne, zvětšují se (tedy rostou) mosaikové bloky, (více méně) koherentní krystalky (s minimem odchylek od ideální krystalové struktury). Tomuto procesu se říká Ostwaldovo stárnutí nebo také sekundární rekrystalizace a spočívá v tom, že některé krystalky (mosaikové bloky) při svém růstu pohltnou krystalky jiné (menší, méně dokonalé, nepříznivě orientované [povrchové napětí a tedy i rychlost růstu jsou směrově závislé] či ty, které mají menší počet stěn). Při (jakkoli vyvolaném) růstu krystalů se však v nich hromadí (růstové čili) parakrystalické distorce: atomy se uloží v rostoucím krystalu do „nesprávné“ polohy (jiné než je ta, kde jsou umístěny ve struktuře ideálního „bezdefektního“ krystalu). Pokud k nápravě takové chyby nedojde v době, během které je atom v krystalizační zóně, budou (pozdější) korekce velmi obtížné (neboť se musí realizovat difusí, jež je v dokonalém krystalu bez defektů velmi pomalá). Chyby vznikající při růstu mosaikového bloku (krystalku) se proto hromadí (obr.1) a jejich počet (a objemová hustota) roste [2]. Tím se zvyšuje energie mosaikového bloku, což posléze vyústí v jeho rozpad. Rozpadem bloků se mosaiková struktura zjemňuje. Zjemňování mosaikové struktury je tedy stejně jako její hrubnutí procesem spontánním, neboť je provázáno snížením příslušného termodynamického potenciálu. A opět je třeba mít na zřeteli, že rychlost zjemňování mosaikové struktury je dána aktivační energií (nukleace a růstu trhlin, kterými se rozpad mosaikových bloků uskutečňuje), jež s velikostí energie parakrystalické distorce, nahromaděné během růstu mosaikových bloků, souvisí jen zrostředkovaně.

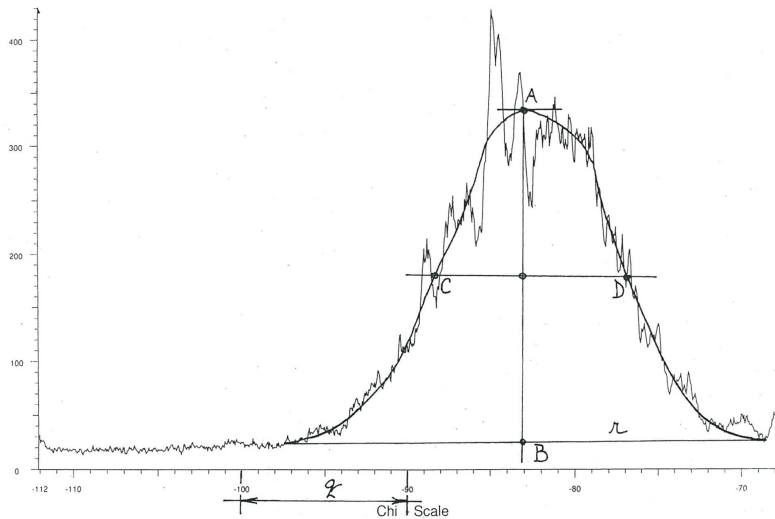


Obr.1. Při růstu krystalu se v jeho struktuře hromadí defekty, čímž vzniká pnutí, které další růst krystalu posléze zastaví.

Fig. 1. In course of the growth of a crystal, defects accumulate in its structure, creating stress which finally stops its further growth.

5. Strukturní oscilace

Cyklicky zatěžované těleso může existovat ve dvou termodynamicky stacionárních stavech: jedné a téže hodnotě jeho energie (termodynamického potenciálu) přísluší dva konfiguračně odlišné stavy – hrubozrný a jemnozrný. A struktura toho tělesa může mezi těmito dvěma stavy oscilovat, ale to jenom díky přísunu energie zvenčí (tedy díky tomu, že se jedná o soustavu termodynamicky otevřenou, která je tím přísunem energie zvenčí od termodynamické rovnováhy oddalovaná). Jedná se tedy o disipativní strukturu, tolerantní k alternativám (což je příznačné pro chaos), které jsou však jednoznačně definované (což je negací chaosu) [3,4]. V průběhu cyklického zatěžování přechází těleso z jednoho stacionárního stavu do druhého, a protože tento proces je stochastický, může ale nemusí vygenerovat (jako růstový defekt) kritickou konfiguraci (nadkritickou trhlinu) a následně únavový lom. Únava materiálu tedy nevzniká postupným hromaděním strukturálních poruch, ale kumulací pravděpodobnosti, že vznikne kritická porucha (strukturální konfigurace). A k této kumulaci dochází opakovaným přechodem mezi dvěma stacionárními (metastabilními) stavy mikrostruktury tělesa. Monitorováním (počtu) těchto přechodů (např. rtg difrakcí nebo elektrochemicky) lze proto odhad zbytkové životnosti cyklicky zatěžovaného tělesa zpřesnit.



Obr. 2. Konstrukce hodnoty K , charakterizující azimutální profil sledované rentgenové difrakční linie (dle textu).

Fig. 2. Construction of K value characterizing the azimuthal profile of the diffraction line under consideration (according the text).

6. Rentgenografická měření

Strukturální oscilace (střídavé zjemňování a hrubnutí struktury) lze sledovat pomocí rentgenové difrakce, a to:

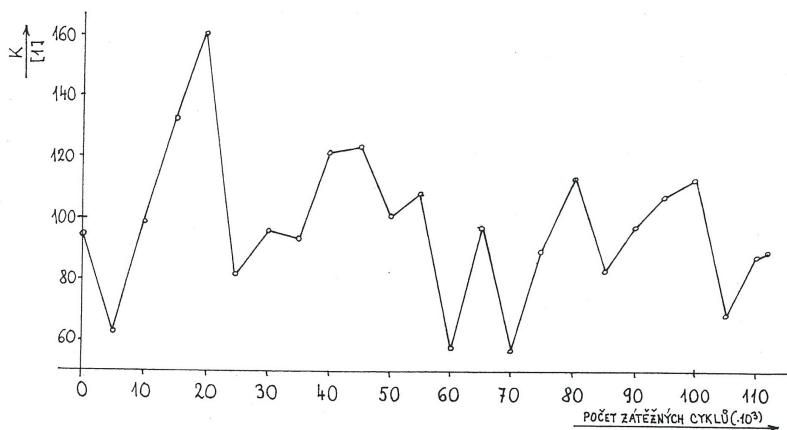
- měřením šířky radiálního profilu difrakčních linií;
- hodnocením azimutálního profilu difrakčních linií;
- určováním poměru intenzit předních a zadních difrakčních linií.

Ta první metoda je účinná pouze tehdy, když mosaikové bloky jsou nanodispersní (jejich velikost je koloidní). Azimutální profil difrakčních linií lze hodnotit buď na základě poměru integrální intenzity soliterních píků a spojitého pozadí (pokud jsou hrubé mosaikové bloky větší než 10 μm a jemné mosaikové bloky menší než 10 μm) [5] anebo podle směrové distribuce intenzity difraktovaného záření [6]. Poměr intenzit předních a zadních linií je citlivou funkcí tzv. pnutí 3. druhu, které vzniká výchyly atomů z jejich rovnovážné polohy v důsledku parakrystalických distorsí, jež se hromadí ve struktuře mosaikových bloků při jejich růstu.

V této práci jsme změny ve struktuře cyklicky zatěžovaných vzorků hliníkové slitiny EN AW-2017A (dural: 4%Cu; 0,6%Mg; 0,7%Si) sledovali měřením šířky K azimutálního profilu, tj. směrové distribuce intenzity difraktovaného záření podél difrakční linie (200) hliníkové matrice. Šířka azimutálního profilu je přímo úměrná disorientaci (dispersi orientace) mosaikových bloků: pro hrubozrnnou strukturu je K malé, pro jemnozrnnou velké [6]. Geometrická konstrukce hodnoty

$$K = 100 \cdot \frac{p}{q}$$

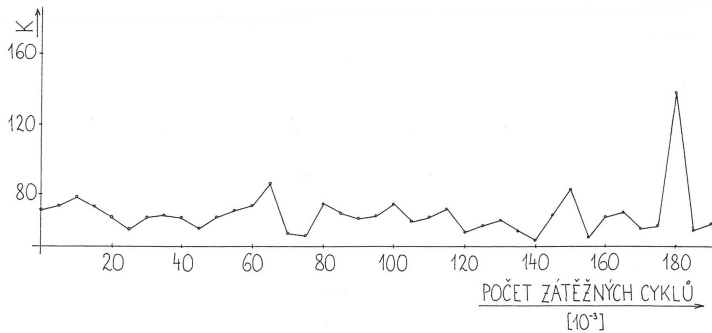
je znázorněna na obr.2. p je délka horizontální úsečky CD, která půlí úsečku AB mezi



Obr. 3. Závislost veličiny K, charakterizující směrovou distribuci (disorientaci) mosaikových bloků na počtu zatěžných cyklů.

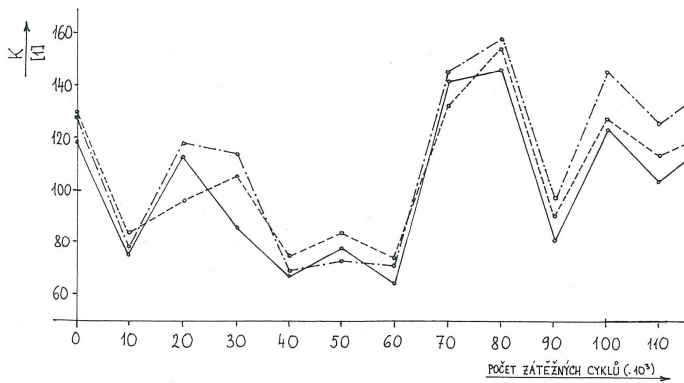
Fig. 3. Dependence of the quantity K, characterizing the orientation distribution (disorientation) of mosaic blocks on the number of loading cycles.

maximem distribuce A a bodem B. Bod B je průsečíkem vertikály vedené bodem A a přímkou r aproximující pozadí distribuční křivky. Hodnota q (měřítková korekce) je odlehlost bodů „-100“ a „-90“ na horizontální ose souřadné, charakterizující směr. Na vertikální ose se uvádí intenzita záření difraktovaného v daném směru.



Obr. 4. Ke strukturální oscilaci dochází až když se ve vzorku cyklickým zatěžováním nahromadí dost velká energie.

Fig. 4. Structural oscillation sets in only after an energy large enough has been accumulated by cyclic loading.



Obr. 5. Strukturální oscilace, indikované ve třech různých bodech jednoho a téhož vzorku, se liší jen málo.

Fig. 5. Structural oscillations, indicated in three different spots of the same sample, differ only slightly.

7. Výsledky

Obrázek 3 dokumentuje rytmické změny textury (směrové distribuce) mosaikových bloků vzorku během jeho cyklického zatěžování. Obrázek 4 ukazuje, že ke strukturální oscilaci dochází až když se ve vzorku cyklickým zatěžováním nashromáždí dost velká energie. Obrázek 5 dokazuje, že strukturální oscilace, indikované rentgenograficky ve třech různých bodech (A,B,C) jednoho a téhož vzorku, se vzájemně jen velmi málo liší.

8. Závěr

- (a) Termodynamický potenciál mosaikové struktury je nelineární bimodální funkcí její disperse.
- (b) Stabilita obou konfiguračních modů klesá s energií, která se v tělese hromadí jeho cyklickým zatěžováním, což posléze přivodí tepelně excitované strukturální oscilace.
- (c) S počtem uskutečněných přechodů mezi oběma stacionárními strukturálními stavy roste pravděpodobnost vzniku nadkritické nečelistvosti a únavového lomu.

Literatura

- [1] J.Fiala, V.Mentl, P.Šutta: Struktura a vlastnosti materiálů, Academia, Praha 2003, 45-46.
- [2] J.Fiala: Paracrystallinity. In Applied Crystallography, H.Morawiec, D.Stroz (eds), World Scientific, Singapore 1998, 107-115.
- [3] L.Treindl: Chemická kinetika, Slovenské pedagogické nakladatelstvo, Bratislava 1990, 311-324.
- [4] J.Briggs, F.D.Peat: Die Entdeckung des Chaos, Carl Hanser Verlag, München 1990, 207-212.
- [5] J.Fiala, I.Schindler, R.Foret, S.Němeček: Sledování struktury konstrukčních materiálů a její degradace rtg difrakcí, Strojnícky časopis **53** (2002), 1-23.
- [6] J.Fiala, P.Mazal, M.Kolega, P.Liškutín: Rentgenografické zkoumání únavového procesu. In Proceedings of NDE for Safety/Defektoskopie 2010, P.Mazal, L.Pazdera (eds), Brno University of Technology, Brno 2010, 49-56.

