

## **CONTRIBUTION TO DIFFRACTION ANALYSIS OF MACROSCOPIC AND MICROSCOPIC RESIDUAL STRESSES IN SURFACE LAYERS OF SHOT-PEENED STEELS**

### **PŘÍSPĚVEK K DIFRAKČNÍ ANALÝZE ZBYTKOVÝCH MAKROSKOPICKÝCH A MIKROSKOPICKÝCH NAPĚTÍ BALOTINOVANÝCH POVRCHŮ OCELÍ**

Nikolaj Ganev <sup>1</sup>, Marian Čerňanský <sup>2</sup>, Jan Drahokoupil <sup>3</sup>, Kamil Kolařík <sup>4</sup>

*The controlled working of metal surfaces is carried out in order to induce surface compressive stresses. This is usually done in order to improve the fatigue properties of machine parts under service loading or to improve resistance to stress corrosion cracking, fretting corrosion and corrosion fatigue. Processes of surface hardening are attended by inhomogeneous plastic deformation, which leads to macroscopic as well as microscopic stresses in surface layers of treated materials. The present contribution deals with X-ray diffraction determination of the surface magnitudes and the depth distributions of the both kinds of stress in surface layers of the set of five different types of shot-peened steel.*

#### **Keywords**

Macroscopic and microscopic residual stresses, X-ray diffraction, shot peening, steels

Makroskopická a mikroskopická zbytková napětí, rtg difrakce, balotínování ocelí

#### **1. Zbytková napjatost vyvolaná kuličkováním**

Kuličkování – brokování (shot peening, Kugelstrahlen, droběstrujná obrabotka) je metodou umožňující *za studena* zpracovávat povrch kovových dílů nárazy kovových, skleněných, případně keramických sférických částic (kuliček). Jejich kinetická energie je dána rychlostí proudu stlačeného vzduchu, kapaliny nebo obvodovou rychlostí metacího kola. Údery částic na povrch je v tenké vrstvě vyvolána plastická deformace. Protože spodní vrstvy brání, aby se takto kovaná povrchová vrstva mohla rozšířit, jsou pozorovány následující efekty:

---

<sup>1</sup> Doc. Ing. Nikolaj Ganev, CSc.: Katedra inženýrství pevných látek, FJFI ČVUT v Praze, Trojanova 13, 120 00 Praha 2, tel. +420-2-24358604, e-mail: ganev@troja.fjfi.cvut.cz

<sup>2</sup> Ing. Marian Čerňanský, CSc.: Oddělení kovů, Fyzikální ústav AV ČR, Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, tel.: +420-2-66052898, e-mail: cernan@fzu.cz

<sup>3</sup> Ing. Jan Drahokoupil: Oddělení kovů, Fyzikální ústav AV ČR, Na Slovance 2, 182 21 Praha 8, tel.: +420-2-66052898, e-mail: jandrahokoupil@seznam.cz

<sup>4</sup> Ing. Kamil Kolařík: Katedra inženýrství pevných látek, FJFI ČVUT v Praze, Trojanova 13, 120 00 Praha 2, tel. +420-2-24358624, e-mail: kamil.kolarik@email.cz

- Vznik zbytkového tlakového napětí, které se při cyklickém namáhání v tahu odčítá od napětí tahového a tím vede ke zvýšení meze únavy materiálu. Relativně velké povrchové tlaky jsou uvnitř uvažovaného objektu kompenzovány malými tahy. (Připomeňme, že v první fázi tryskání musí nutně docházet k relaxaci původních napětí; teprve pak se vytvoří distribuce nová.)
- Plastické tečení na povrchu materiálu vede ke stejným změnám mechanických vlastností jako při mechanickém zpevňování (tváření za studena).
- Topografické změny způsobené účinkem napětí na geometrii objektu, změny drsnosti povrchu.

Tato technologie se užívá zejména ke zvýšení únavové životnosti, k prevenci koroze pod napětím, k rovnání a tvarování součástí, čištění povrchu, odstraňování závad vzniklých v dřívějších fázích technologického postupu, k mechanickému zpevnění povrchů apod.[2]. Je dobře známo, že se trhliny nešíří do vrstvy, která je tlakově předpjatá. Protože téměř všechna únavová poškození a defekty generované korozí pod napětím vznikají na povrchu součástí, vyvolá vznik tlakově předpjaté vrstvy výrazný vzrůst životnosti; tím se vytvoří předpoklady redukce hmotnosti kuličkováného dílu. Pro optimalizaci únavových vlastností platí obecné pravidlo: dosáhnout co největší tloušťky tlakově ovlivněné povrchové vrstvy, co největších zbytkových tlaků i zpevnění a zároveň co nejmenší drsnosti.

Hloubka, do níž toto tlakové napětí působí, je závislá na vlastnostech otryskávaného materiálu, charakteristikách kuliček a způsobu otryskávání (rychlosti, velikosti a materiálu kuliček, době i úhlu tryskání apod.). Z celkové kinetické energie proudu částic dopadajících na povrch kovu je na plastickou deformaci spotřebováno jen asi 10 %. Kolem 90 % se přemění na teplo vyvolané třením při deformaci.

V pneumatických zařízeních stlačený vzduch strhává kuličky ze zásobníku a přes trysku je unáší na povrch. Tlakem tryskání rozumíme tlak vzduchu v trysce, rychlost tryskání je dána rychlostí kuliček při výletu z trysky. Větší rychlosti tryskání vedou k růstu povrchové drsnosti, tloušťky ovlivněné vrstvy, tvrdosti, meze únavy.

Nejčastěji se používají wolfram–karbidové trysky typu Venturiho trubice o minimálním průměru 11 mm. Z experimentů vyplývá, že do vzdálenosti 100 až 300 mm od ústí trysky zůstává rychlost kuliček prakticky neměnná. Průměr trysky musí být úměrný velikosti kuliček. V praxi se užívá i více trysek současně.

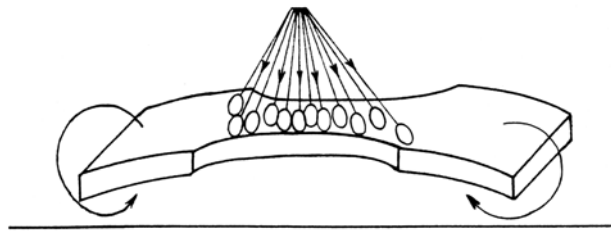
Empiricky bylo zjištěno několik prakticky důležitých zákonitostí:

- Příznivý účinek kuličkování se mnohem výrazněji projeví na objektech s nehomogenitami napětí, než na součástkách, které mají napěťové pole homogenní.
- Kuličkování je efektivní zejména u povrchů náchylných k únavovému poškození.
- Vzrůst únavové životnosti je tím větší, čím má kuličkováná ocel větší tvrdost. Na složení oceli při tom prakticky nezáleží.
- Pokud dochází k poruše dříve než po 1000 cyklech, nemá kuličkování smysl. K podstatnému zvýšení životnosti naproti tomu dochází, jestliže se porucha objeví po více než 100 tisících cyklů.

- Příznivý účinek balotínování se projevuje jak u malých, tak i velkých objektů.
- Únavová trhlinka začíná téměř vždy na povrchu. (Mechanismus, vedoucí ke vzniku trhliny, nemusí být však identický s tím, který odpovídá za její růst.) Je proto velmi důležité, aby částice dopadající na povrch materiálu byly sférické. Jakákoliv ostrá hrana totiž vytvoří na povrchu vrub; tím vzroste pravděpodobnost vzniku defektu (trhliny).

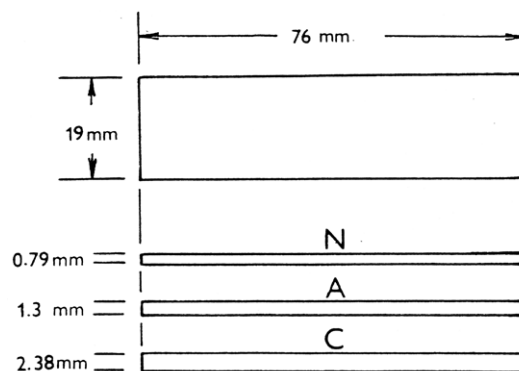
Při kuličkování dopadají částice na povrch značnými rychlostmi. Intenzita, s níž je částicemi povrch zpracováván, závisí na jejich kinetické energii a na úhlu dopadu.

Existují dva nejvýznamnější způsoby umožňující určit napětí vytvořené kuličkováním: rentgenová difrakční tenzometrická metoda a Almenova zkouška (J. O. Almen, General Motors Research Laboratories Division) spočívající na měření změny křivosti kovového pásku, který byl kuličkován pouze na jedné straně (obr. 1). Zakřivení pásku, indikované jako jeho prohnutí, je spolehlivým měřítkem intenzity kuličkování (obr. 2). Pro různé rozsahy intenzit se standardně užívají zkušební destičky třech různých tloušťek.



Obr.1 Schematické znázornění vlivu kuličkování na změnu křivosti Almenova pásku

Almenovy pásy jsou vyrobeny z oceli o definované struktuře a tepelném zpracování, aby byla zajištěna reprodukovatelnost vlastností. Délka a šířka pásků je konstantní, mění se pouze jejich tloušťka. Pásy jsou označeny symboly A, C a N (obr. 2).

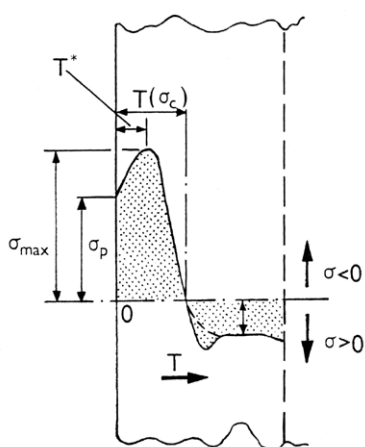


Obr.2 Rozměry Almenových pásků N, A, C

Intenzita kuličkování je definována průhybem a typem Almenova pásu; např. intenzita 0,5 mmA reprezentuje průhyb 0,5 mm naměřený na pásu A. Nasycením rozumíme stav, kdy je

dopadajícími částicemi plasticky deformováno alespoň 98 % povrchu. Při vizuálním pozorování *nasyceného stavu* nebude už původní povrch patrný.

Konstrukterům obvykle nestačí pouze informace o existenci tlakově předpjaté povrchové vrstvy vyvolané kuličkováním, ale nezbytné jsou i údaje o tloušťce vrstvy a o průběhu napětí uvnitř; velmi důležitá je např. vzdálenost od povrchu, kde mají tlaková napětí maximum. V praxi se někdy používá hrubého odhadu, podle něhož je tloušťka vrstvy rovna průměru dříčku vytvořeného dopadající částicí. Je-li po kuličkování vyžadována ještě dodatečná úprava (vyhlazení) povrchu, nesmí být použita technologie, při níž by tepelné efekty účinek kuličkování negovaly (tepelná relaxace zbytkových tlakových napětí) a tloušťka odejmuté (odleštěné nebo odleptané) vrstvy nesmí přesahovat 10 % tloušťky tlakově předpjaté; jinak příznivé účinky kuličkování poklesnou nebo zcela vymizí. Obecný charakter hloubkového profilu zbytkových napětí v povrchové vrstvě po kuličkování je na obr. 3.



Obr.3 Průběh zbytkových napětí  $\sigma$  v různých vzdálenostech  $T$  od povrchu kuličkováného materiálu;  $T(\sigma_c)$  – tloušťka tlakově předpjaté vrstvy,  $\sigma_p$  – povrchové napětí,  $\sigma_{max}$  – maximální hodnota tlakového napětí (v hloubce  $T^*$  pod povrchem),  $\sigma < 0$  je tahové zbytkové napětí, tlakové zbytkové napětí  $\sigma > 0$ .

Zbytková tlaková napětí generovaná kuličkováním vzrůstají obecně s tvrdostí otryskávaného materiálu. Pokud jde však o tloušťku ovlivněné vrstvy, ta se při větší tvrdosti kuličkováného objektu naopak zmenšuje. Hodnota této veličiny závisí rovněž na kinetické energii  $E$  částic:  $E = (\pi/12)sd^3v^2$ , kde  $s$  je hustota kuliček,  $d$  jejich průměr a  $v$  rychlost.

## 2. Stanovení makroskopických zbytkových napětí v polykrystalických materiálech vystavených napětí nehomogennímu ve směru povrchové normály

Tradiční způsoby rentgenografického měření napětí uvažují v povrchových vrstvách, do nichž pronikají rentgenové paprsky, dvojsoý stav napjatosti. Tato představa vychází z koncepce, že hloubka vnikání záření je příliš malá, než aby se na ní mohla napětí ve směru povrchové normály výrazněji projevit. Klasické difrakční metody jsou založeny na výpočtu napětí ze směrnice lineární závislosti experimentálně stanovené mřížkové deformace  $\bar{\epsilon}_{\varphi,\psi}$  na  $\sin^2\psi$  [1]. Mají-li složky předpokládaného dvojsoého stavu zbytkové napjatosti v ozářeném objemu strmý gradient, bude graf  $\bar{\epsilon}_{\varphi,\psi}(\sin^2\psi)$  zakřivený; fyzikální smysl směrnice získané z experimentálních hodnot výpočtem metodou nejmenších čtverců je potom obecně problematický.

Předpoklad klasických metod, že napětí  $\sigma_{13}$ ,  $\sigma_{23}$ ,  $\sigma_{33}$  ve směru povrchové normály jsou zanedbatelná, se ukázal vzhledem k pokroku v metodice experimentu a způsobech vyhodnocování výsledků jako nesprávný. Tyto složky byly spolehlivě detektovány v povrchových vrstvách po takových technologiích opracování, jako je broušení, frézování, kuličkování, nitridování apod.

Protože  $\sigma_{33}$  je napětí kolmé k povrchu, bude podle definice v případě zbytkové napjatosti na povrchu ( $T = 0$ )  $\sigma_{33} = 0$ . Při trojosém stavu napjatosti vzniká tedy mezi povrchem a vrstvami s ním sousedícími vždy gradient  $\partial\sigma_{33}/\partial T$ . Tuto skutečnost lze vyjádřit rovněž tvrzením, že  $\sigma_{33}$  může v povrchových vrstvách existovat jen jako gradient.

Závislosti složek tenzoru napětí  $\sigma_{ij}$  na vzdálenosti  $T$  od povrchu mohou mít pro předpověď pevnostních vlastností výrobků často větší význam než pouze povrchové hodnoty  $\sigma_{ij}(0)$ . Znalost funkce  $\sigma_{ij}(T)$  umožňuje předpovědět provozní spolehlivost výrobků, resp. zvolit vhodné povrchové opracování, kterým se vytvoří potřebná tloušťka a dostatečné tlakové předpětí vrstvy představující bariéru proti trhlinám šířícím se od povrchu směrem dovnitř objemu. Z ekonomického hlediska je cílem optimalizovat výrobní technologii tak, aby povrchová vrstva zaručovala spolehlivou ochranu proti porušení výrobku, i když na něm budou pozorovány trhliny dosahující určitých podkritických hodnot.

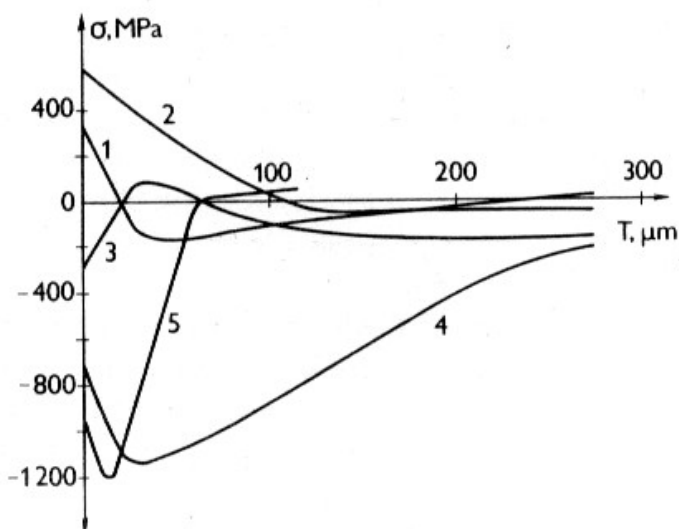
U materiálů na bázi Fe je pro difrakční analýzu napěťových nehomogenit (průběhu zbytkových napětí měnících se výrazně již v několika málo desítkách  $\mu\text{m}$  pod povrchem) vhodné záření rentgenky s chrómovou anodou. Vzhledem k velké absorpci pronikají paprsky  $\text{CrK}\alpha$  jen do nepatrné hloubky ( $\approx 10^0 \mu\text{m}$ ); naměřená napětí jsou proto specificky povrchová. Závislost  $\sigma(T)$  lze získat jako graf hodnot napětí  $\sigma$  přiřazených ke vzdálenostem  $T$  od původního povrchu k povrchům, které jsou na zvoleném místě zkoumaného vzorku postupně elektrolyticky obnažovány. Průběh  $\sigma(T)$  lze principiálně stanovit i nedestruktivně zářením různých vlnových délek. Použijeme-li *tvrdší* (pronikavější) záření, bude tenzometrická informace (*střední* napětí) odpovídat větší hloubce pod povrchem.

Racionální využívání rentgenografických tenzometrických metod pro analýzu nehomogenních stavů napjatosti je podmíněno v každém konkrétním případě kritickým posouzením vztahu mezi možnostmi použitého experimentálního zařízení a efekty, které lze při známé technologické historii zkoumaného objektu očekávat, např. na charakteru průběhu závislosti  $\bar{\epsilon}_{\varphi,\psi}(\sin^2\psi)$ . Bez kvalifikovaného splnění tohoto předpokladu se vystavujeme riziku, že získáme výsledky více či méně zkreslené. Neuvážená aplikace klasických rentgenografických tenzometrických metod může tedy vést ke ztrátě důvěry k tomuto způsobu experimentální analýzy napětí. *Mechanicky* provedená interpretace měření je nepřipustná zvláště tehdy, mají-li výsledky sloužit jako kritérium pro optimalizaci výroby nebo ke kontrole dodržování technologické kázně.

Při daném úhlu dopadu rentgenových paprsků na povrch vzorku je ozářený objem dán průřezem svazku paprsků a pronikavostí použitého záření. Oba tyto faktory mají proto v rentgenografické analýze nehomogenních stavů napjatosti rozhodující význam.

Při destruktivním stanovení průběhu  $\sigma(T)$  klasickými rentgenografickými metodami se předpokládá, že do hloubky  $T_{ef}$  zůstává napětí konstantní. Největší pravděpodobnost výjimek z platnosti této představy lze očekávat u málo absorbujících látek (hliníkových slitin nebo železných materiálů zkoumaných *tvrdým* zářením  $\text{MoK}\alpha$ ).

V posledních dvou desetiletích se rentgenová difrakční analýza rozložení napětí v povrchových vrstvách ovlivněných různými způsoby opracování stává součástí kontroly výrobních technologií. Příklady závislosti  $\sigma(T)$  stanovených rentgenograficky na některých železných materiálech jsou uvedeny na obrázku 4. Z grafů  $\sigma(T)$  se dá určit i gradient napětí  $g = \partial\sigma/\partial T$ .



Obr.4 Závislost  $\sigma(T)$  v povrchových vrstvách různě opracovaných vzorků ocelí [1]. Do vzdálenosti  $T = 10 \div 20 \mu\text{m}$  lze průběhy aproximovat lineární funkcí  $\sigma = gT + \sigma_0$ ; 1 – broušení s velkou hloubkou záběru brusného kotouče,  $g = -15 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{-1}$ ,  $\sigma_0 = 300 \text{ MPa}$ , 2 – soustružení,  $g = -8 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{-1}$ ,  $\sigma_0 = 600 \text{ MPa}$ , 3 – broušení tepelně zpracovaných vzorků,  $g = 15 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{-1}$ ,  $\sigma_0 = -300 \text{ MPa}$ , 4 – kuličkování,  $g = -22 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{-1}$ ,  $\sigma_0 = -720 \text{ MPa}$ , 5 – balotínování,  $g = -24 \text{ MPa}\cdot\mu\text{m}^{-1}$ ,  $\sigma_0 = -940 \text{ MPa}$

I když uvedené závislosti  $\sigma(T)$  nelze navzájem porovnávat z hlediska vztahu *technologie–napětí*, vyplývá z nich přesto velký rozptyl možných hodnot gradientu  $g$  v blízkosti povrchu. Dále je patrné, že existence vysokého povrchového napětí  $\sigma(0) = \sigma_0$  nemusí být předpokladem (nebo důsledkem) extrémního gradientu  $g$ . Z obr. 4 se dá rovněž usoudit, že v *rozsahu účinné hloubky vnikání záření  $\text{CrK}\alpha$  do železných materiálů ( $\approx 10\mu\text{m}$ )* můžeme považovat  $\sigma(T)$  za lineární. Nedostatkem informací uváděných v literatuře jsou chybějící údaje o směru měření napětí  $\sigma$  vzhledem ke směru namáhání, kterým byla zbytková napjatost ve zkoumaných povrchových vrstvách vyvolána.

### 3. Principy difrakční analýzy mikroskopických napětí

Většina strojírenských a stavebních materiálů má polykrystalickou strukturu, která je tvořena velkým počtem náhodně orientovaných krystalových zrn. V důsledku různé orientace sousedních zrn a anizotropie elastických konstant, meze kluzu a zpevnění se jednotlivá zrna při elasticko-plastické deformaci deformují různě. Nestejná deformace v různých zrnech má za následek vznik mikronapětí, která jsou v rovnováze v mikroskopicky malých objemech materiálu srovnatelných

s velikostí zrn. Odtud předpona „mikro“. Velikost mikroskopických napětí může být značná a někdy se blíží mezi kluzu. V některých případech jsou větší než makroskopická napětí [2, 3].

Mikroskopická napětí ve struktuře materiálů vznikají i dalšími způsoby:

- Při tepelné dilataci materiálu obsahujícího několik statisticky rozdělených krystalických fází s různými součiniteli teplotní roztažnosti nebo i v materiálu s jednofázovým složením, pokud koeficient teplotní roztažnosti vykazuje anizotropii.
- Při segregaci zbytkové fáze (stárnutí) v důsledku toho, že krystalová mřížka segregované fáze se liší od krystalové mřížky matrice a obě fáze mají různé specifické objemy. Na jejich hranici vznikají mikroskopická napětí v důsledku koherence mřížek.
- Při chemických nebo strukturních (fázových) změnách vedoucích k změnám tvaru nebo velikosti malých elementů objemu, např. při procesech cementace, nitridace a kalení ocelí.
- Při nehomogenní plastické deformaci, při ohřevu nebo ochlazení, při tuhnutí, při proměnném zatížení, magnetickými vlivy u feromagnetických látek apod.

Vlivem mikroskopických napětí přísluší každému zrn polykrystalu jiné mřížkové parametry, které se spojitě liší od mřížkových parametrů nedeformovaného krystalu na obě strany. V důsledku toho se profily difrakčních linií rozšiřují a umožňují tak v principu stanovit velikost mikroskopických napětí.

K tomu je však nutné především odstranit zkreslení profilů difrakčních linií, které způsobuje skutečnost, že měřicí přístroj – rentgenový difraktometr - není ideální. Ohnisko rentgenky není nekonečně malé, spektrum primárního záření není nekonečně úzké, otvory v clonách mají nenulové rozměry atd. Tento problém se většinou řeší měřením difrakčních linií vhodného standardu, t.j. takového vzorku, jehož difrakční záznam odpovídá jen přístrojovému zkreslení a profily difrakčních linií nevykazují difrakční rozšíření způsobené reálnou strukturou vzorku.

Difrakční rozšíření profilů linií je způsobeno již zmíněným mikroskopickým napětím a většinou také malou velikostí zrn – pod 1 mikrometr. K určení mikroskopických napětí je proto nutná separace difrakčních rozšíření od těchto dvou strukturních, resp. fyzikálních vlivů.

Většina metod na separaci difrakčních rozšíření (příčin rozšíření difrakčních linií) je založena na využití v principu minimálně dvou difrakčních linií s různými úhly reflexe. Východiskem je skutečnost, že difrakční rozšíření od mikroskopických napětí závisí na úhlu reflexe jinak než difrakční rozšíření způsobené malou velikostí zrn.

V důsledku různých příčin může nastat situace, kdy je nutné určit velikost mikroskopických napětí a velikost zrn pouze z profilu jediné difrakční linie. Například proto, že další linie nejsou měřitelné. K tomuto účelu bylo navrženo několik metod. V principu je lze rozdělit na tři skupiny:

- metody založené na aproximacích průběhu Fourierových koeficientů difrakční linie,
- metody založené na vlastnostech momentů difrakční linie,
- metoda Voigtovy funkce, resp. metoda tvarového faktoru difrakční linie.

Metody jediné linie pomocí doplňujících předpokladů umožňují provést zmíněnou separaci příčin rozšíření difrakčních linií. Jednou z nich je metoda tvarového faktoru, která je velmi rychlá a poměrně jednoduchá. Základním pojmem této metody je tvarový faktor  $\phi$  difrakční linie,

definovaný jako poměr její šířky v poloviční výšce  $2w$  (FWHM) a její integrální šířky  $\beta$ . Výchozím předpokladem je, že malá velikost částic vede k difrakčnímu profilu, který má Cauchyho (Lorentzův) tvar, že mikrodeformacím odpovídá Gaussov profil a že oba tyto profily se skládají nezávisle, tedy konvolucí na výsledný fyzikální profil difrakční linie [4].

Konvoluce Cauchyho a Gaussovy funkce se nazývá Voigtovou funkcí a platí pro ni následující vztahy:

$$\beta_C = \beta (2.0207 - 0.4803 \varphi - 1.7756 \varphi^2) \quad (1)$$

$$\beta_G = \beta (0.6420 + 1.4187 (\varphi - \varphi_C)^{1/2} - 2.2043 \varphi + 1.8706 \varphi^2), \quad (2)$$

kde  $\varphi = 2w/\beta$  je tvarový faktor linie a  $\varphi_C = 2/\pi = 0.6366$  je tvarový faktor Cauchyho funkce (tvarový faktor Gaussovy funkce je  $\varphi_G = 2 ((\ln 2)/\pi)^{1/2} = 0.9394$ ). Jde vlastně o rozložení integrální šířky na Cauchyho ( $\beta_C$ ) a Gaussovu ( $\beta_G$ ) složku. Maximální chyba těchto vztahů je okolo 1% a ve většině případů by měla být o mnoho menší.

Vztahy (1) a (2) se použijí na rozložení integrální šířky měřeného profilu ( $h$ ) na část odpovídající Cauchyho profilu  $\beta_C^h$  a na část odpovídající Gaussovu profilu  $\beta_G^h$ . Totéž se provede s přístrojovým profilem ( $g$ ), naměřeném na vhodném standardu, tj. takovém, který nemá difrakční, fyzikální rozšíření. Získáme tak analogicky Cauchyho  $\beta_C^g$  a Gaussovu  $\beta_G^g$  část integrální šířky přístrojového profilu ( $g$ ). Tyto čtyři veličiny pak dosadíme do následujících vztahů

$$\beta_C^f = \beta_C^h - \beta_C^g \quad (3)$$

$$(\beta_G^f)^2 = (\beta_G^h)^2 - (\beta_G^g)^2, \quad (4)$$

které nám umožňují určit Cauchyho  $\beta_C^f$  a Gaussovu  $\beta_G^f$  složku integrální šířky fyzikálního profilu ( $f$ ). Pro velikost částic  $D$  a mikrodeformace  $\varepsilon$  pak nakonec dostáváme

$$D = \lambda / (\beta_C^f \cos \theta) \quad (5)$$

$$\varepsilon = \beta_G^f / (4 \lg \theta). \quad (6)$$

Metoda tvarového faktoru linie tedy pracuje jenom se šířkami difrakčních linií. Výpočet dekonvoluce difrakčních profilů se neprovádí, ale korekce na přístrojové rozšíření je v ní organicky začleněna. Úspěšnost a spolehlivost této metody závisí na tom, do jaké míry jsou splněny její výchozí předpoklady o tvarech profilů.

## 4. Difrakční diagnostika balotinovaných povrchových vrstev ocelí

### 4.1 Zkoumané materiály, přípravy vzorků a jejich značení

K výrobě zkušebních vzorků s rozměry  $50 \times 50 \times 8 \text{ mm}^3$  bylo použito pět materiálů (A, B, C, D, E) na bázi železa:

- uhlíková feritická ocel 12 050 (**A**) – standardní srovnávací materiál s jednoduchou strukturou,
- materiál 14 220 (**B**) – Mn–Cr ocel pro chemicko–tepelné zpracování, vhodná pro strojní součásti pro zušlechťení,
- Cr–Mo speciální korozivzdorná ocel ČSN 17 135 (**C**),
- dvě nástrojové oceli třídy 19: 19 313 (**D**) typický materiál pro řezné nástroje a 19 852 (**E**) – rychlořezná vysoce výkonná Mo–W–Co ocel.

Tab. 1 Chemické složení zkoumaných materiálů

| Ocel | Značka | C                 | Cr              | Cu         | Mn               | Ni          | Mo              | V               | Si                | W               | Co              |
|------|--------|-------------------|-----------------|------------|------------------|-------------|-----------------|-----------------|-------------------|-----------------|-----------------|
| A    | 12 050 | 0,42<br>–<br>0,50 | $\leq 0,25$     | $\leq 0,3$ | 0,5<br>–<br>0,8  | $\leq 0,3$  |                 |                 | 0,17<br>–<br>0,37 |                 |                 |
| B    | 14 220 | 0,14<br>–<br>0,19 | 0,8<br>–<br>1,1 |            | 1,1<br>–<br>1,4  |             |                 |                 | 0,17<br>–<br>0,37 |                 |                 |
| C    | 17 135 | 0,33<br>–<br>0,43 | 15<br>–<br>17   |            | $\leq 1$         | $\leq 1$    | 1,0<br>–<br>1,3 |                 | $\leq 1$          |                 |                 |
| D    | 19 313 | 0,8<br>–<br>0,9   | 0,2<br>–<br>0,4 |            | 1,75<br>–<br>2,1 | $\leq 0,35$ |                 | 0,1<br>–<br>0,2 | 0,15<br>–<br>0,35 |                 |                 |
| E    | 19 852 | 0,8<br>–<br>0,9   | 3,8<br>–<br>4,6 |            | $\leq 0,45$      |             | 4,5<br>–<br>5,5 | 1,5<br>–<br>2,2 | $\leq 0,45$       | 5,5<br>–<br>7,0 | 4,3<br>–<br>5,2 |

Z každého materiálu bylo vyrobeno pět zkušebních těles označených 11X, 12X, 13X, 14X a 15X, kde X = A, B, C, D, E značí jednotlivé materiály.

Připravené vzorky byly žíhány při teplotě 550 °C po dobu 2 hodin v argonové atmosféře za účelem odstranění zbytkových napětí vložených při jejich výrobě. Ochlazení na pokojovou teplotu bylo realizováno samovolně v uzavřené peci.

Balotínování obou čtvercových povrchů  $50 \times 50 \text{ mm}^2$  vzorků bylo zajištěno v Technometře Radotín, a. s. Po konzultaci s tímto technologickým pracovištěm byly realizované dva způsoby kuličkování s odlišnou intenzitou dopadajících částic – 0,2 mmA, 0,4 mmA, a tím i odlišnou kvalitou výsledného povrchu. Intenzita 0,2 mmA byla použita k opracování obou stran vzorků 11, 12 (povrchy 11X1, 11X2, 12X1, 12X2) a jedné strany vzorků 15 (15X1), zatímco povrchy 13X1, 13X2, 14X1, 14X2 a 15X2 byly balotínovány intenzitou 0,4 mmA, kde X = A, B, C, D, E značí jednotlivé druhy ocelí.

Tab. 2 Technologické podmínky balotínování zkušebních vzorků

| Intenzita | Zpevněné povrchy             | Tlak     | Čas  | Pokrytí | Vzdál. trysky | Druh media     |
|-----------|------------------------------|----------|------|---------|---------------|----------------|
| 0,2 mmA   | 11X1, 11X2, 12X1, 12X2, 15X1 | 0,10 MPa | 42 s | 200%    | 130 mm        | S 230 – 58 HRC |
| 0,4 mmA   | 13X1, 13X2, 14X1, 14X2, 15X2 | 0,22 MPa | 42 s | 200%    | 130 mm        | S 230 – 58 HRC |

#### 4.2 Použité experimentální metody:

Byla použita rentgenografická tenzometrická metoda “ $\sin^2\psi$ ” [1] na  $\omega$ -goniometru *Siemens* se zářením rentgenky s chromovou anodou. Byla analyzovaná difrakční linie  $\{211\}$   $\alpha$ -Fe. Hodnoty mřížkových deformací byly interpretovány napětím za předpokladu dvojsového stavu zbytkové napjatosti z experimentálně stanovených závislostí difrakčního úhlu  $2\theta(\sin^2\psi)$ ;  $\psi$  je úhel mezi povrchem vzorku a difraktujícími atomovými mřížkovými rovinami. K výpočtu napětí byly použity rentgenografické elastické konstanty  $\frac{1}{2}s_2 = 5,76 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$ ,  $-s_1 = 1,25 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$ .

Elektrolytické leptání vzorků bylo prováděno na leštičce zn. *LectroPol-5* firmy *Struers* elektrolytem A2 dodávaným výrobcem přístroje. Výkon pumpy čerpající elektrolyt byl nastaven na stupni 19, chladicí systém udržoval teplotu elektrolytu v intervalu 15 – 25 °C.

Pro zajištění homogenity leštění (především pro zamezení rychlejšímu leštění na krajích opracované oblasti) a možnosti opakovaně leštit vzorek na stejném místě byl zvolen systém dvou masek z tenké PVC folie. První měla kruhový otvor o průměru 14 mm, byla nalepená přímo na vzorku a vymezovala leštěnou oblast. Druhá, s kruhovým otvorem o průměru 20 mm, byla umístěna na přístroji a sloužila k vymezení oblasti obtékané elektrolytem.

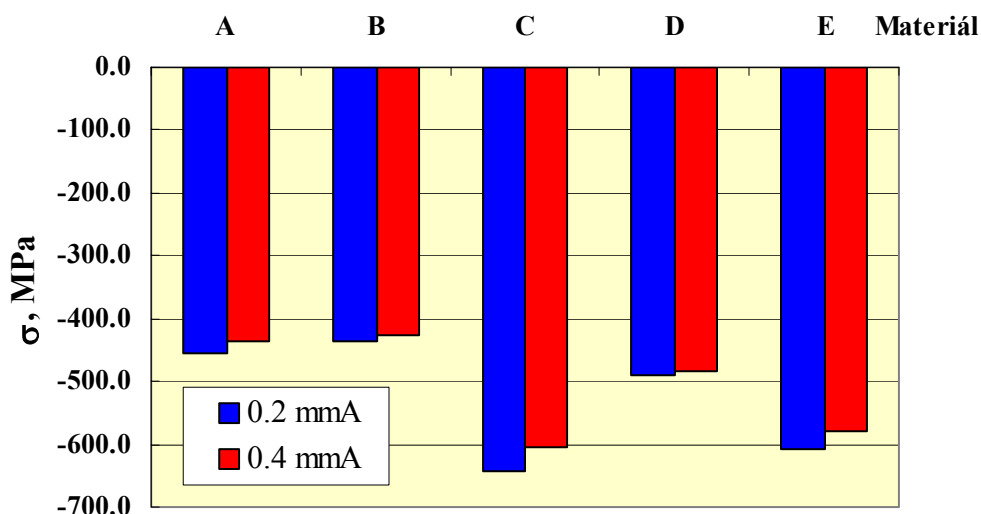
Pro zvolení optimální hodnoty napětí byly naměřeny voltampérové charakteristiky pro zkoumané vzorky. Jako optimální napětí (hodnota, při které je poměr  $U/I$  největší) byla pro všechny materiály nalezena hodnota 42 V. Doba pro odstranění 10  $\mu\text{m}$  byla cca 50 s (klesala v průběhu leštění z důvodu zahřívání vzorků); tloušťka odleštěné vrstvy byla měřena mechanickým úchylkoměrem s přesností 1  $\mu\text{m}$ . Rentgenografické měření bylo prováděno na čtvercové oblasti  $8 \times 8 \text{ mm}^2$  vystíněné uprostřed odleštěného kruhu.

### 4.3 Výsledky měření a jejich diskuse

Výsledky difrakčních měření všech balotinovaných povrchů materiálu 12050 (A) jsou uvedena v tab. 3, 4. Experimentálně zjištěné závislosti  $2\theta^{211}(\sin^2\psi)$  jsou lineární a ve čtyřech směrech měření  $\varphi = 0^\circ$ ,  $\varphi = 90^\circ$ ,  $\varphi = 180^\circ$  a  $\varphi = 270^\circ$  identické. Lze tedy usoudit, že oba režimy kuličkování vedou ke vzniku rovinného centrálně symetrického stavu napjatosti. Z rozptylu hodnot napětí naměřených na jednotlivých vzorcích je zřejmé, že výsledný stav napjatosti je vzhledem k zvoleným podmínkám povrchového zpevnění zcela reprodukovatelný. Na základě tohoto zjištění byl plán dalšího experimentu upraven tak, že na vzorcích typu B, C, D, E byla difrakční měření prováděna jen na třech površích ve dvou na sobě kolmých směrech (viz tab. 5, 6).

Tab. 3 Povrchová makroskopická zbytková napětí stanovená na všech balotinovaných površích materiálu 12050 (A)

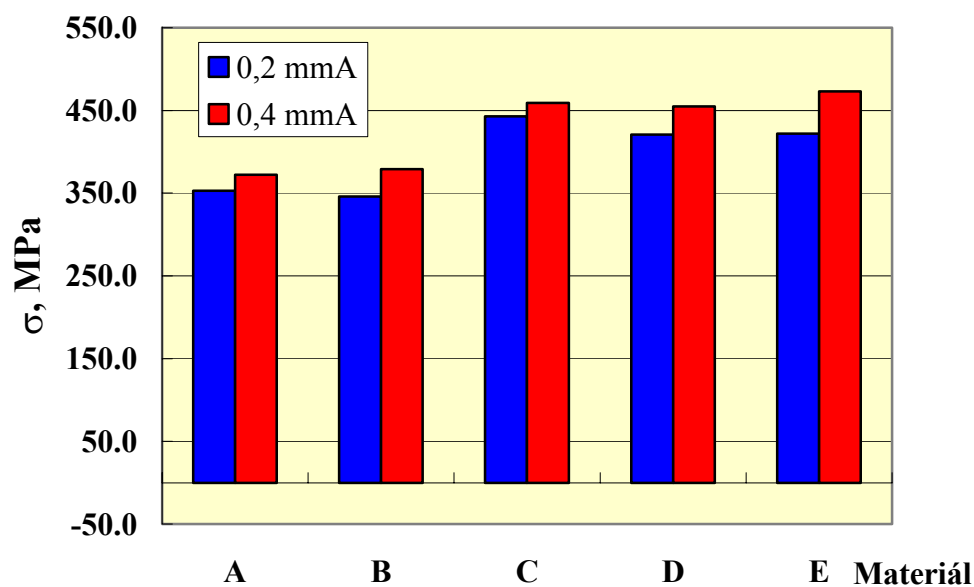
|         |                  |        |        |        |        |        |        |
|---------|------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 0,2 mmA | Povrch           | 11A1   | 11A2   | 12A1   | 12A2   | 15A1   | Průměr |
|         | $\sigma_I$ , MPa | -464,8 | -441,2 | -463,9 | -446,7 | -461,3 | -455,6 |
| 0,4 mmA | Povrch           | 13A1   | 13A2   | 14A1   | 14A2   | 15A2   | Průměr |
|         | $\sigma_I$ , MPa | -459,0 | -431,6 | -442,8 | -426,7 | -426,5 | -437,3 |



Obr. 5 Průměrná zbytková makroskopická napětí na povrchu zkoumaných vzorků

Tab. 4 Povrchová mikroskopická zbytková napětí stanovená na všech balotinovaných površích materiálu 12050 (A)

|         |                     |      |      |      |      |      |        |
|---------|---------------------|------|------|------|------|------|--------|
| 0,2 mmA | Povrch              | 11A1 | 11A2 | 12A1 | 12A2 | 15A1 | Průměr |
|         | $\sigma_{II}$ , MPa | 362  | 355  | 348  | 351  | 347  | 353    |
| 0,4 mmA | Povrch              | 13A1 | 13A2 | 14A1 | 14A2 | 15A2 | Průměr |
|         | $\sigma_{II}$ , MPa | 361  | 378  | 365  | 375  | 380  | 372    |



Obr. 6 Průměrná mikroskopická napětí na povrchu zkoumaných vzorků

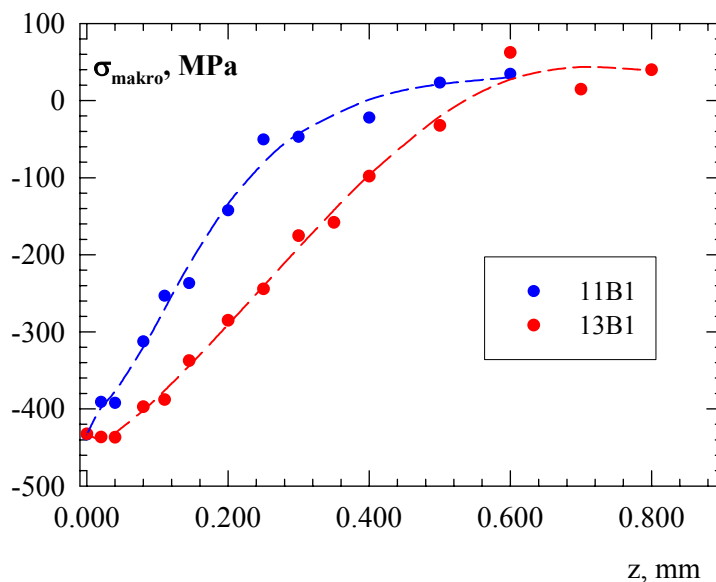
Tab. 5 Povrchová makroskopická zbytková napětí  $\sigma_I$ , MPa stanovená na vzorcích z materiálů 14220 (B), 17135 (C), 19313 (D) a 19862 (E)

| Intenzita     | 0,2 mmA |        |        |        | 0,4 mmA |        |        |        |
|---------------|---------|--------|--------|--------|---------|--------|--------|--------|
| Vzorek/Povrch | 11/1    | 12/1   | 15/1   | Průměr | 13/1    | 14/1   | 15/2   | Průměr |
| B             | -433,2  | -438,4 | -440,6 | -437,4 | -432,4  | -439,3 | -411,4 | -427,7 |
| C             | -634,3  | -639,4 | -658,8 | -644,2 | -590,6  | -608,8 | -613,7 | -604,4 |
| D             | -478,4  | -499,2 | -491,0 | -489,5 | -482,4  | -491,9 | -477,5 | -483,9 |
| E             | -620,5  | -572,5 | -627,0 | -606,7 | -578,7  | -591,5 | -565,0 | -578,4 |

Tab. 6 Povrchová mikroskopická zbytková napětí  $\sigma_{II}$ , MPa stanovená na vzorcích z materiálů 14220 (B), 17135 (C), 19313 (D) a 19862 (E)

| Intenzita     | 0,2 mA |      |      |        | 0,4 mA |      |      |        |
|---------------|--------|------|------|--------|--------|------|------|--------|
| Vzorek/Povrch | 11/1   | 12/1 | 15/1 | Průměr | 13/1   | 14/1 | 15/2 | Průměr |
| B             | 331    | 350  | 357  | 346    | 385    | 375  | 376  | 379    |
| C             | 432    | 451  | 445  | 443    | 492    | 497  | 496  | 495    |
| D             | 418    | 427  | 420  | 421    | 454    | 453  | 459  | 455    |
| E             | 377    | 453  | 435  | 422    | 455    | 448  | 514  | 473    |

Průběhy sledovaných difrakčních charakteristik byly zjištěny u vzorků vyrobených z materiálu 14220 (B). Výsledky měření (tab. 7) jsou znázorněny na obr. 7, 8. Elektrolytické odnímaní vrstev bylo ze začátku prováděno s krokem 20  $\mu\text{m}$ , ve větších hloubkách pak byla odlešťována vrstva o síle až 100  $\mu\text{m}$ .

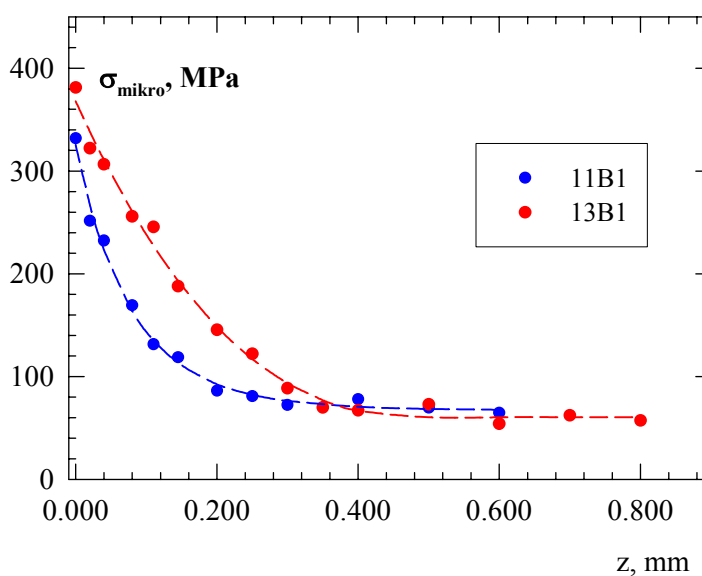


Obr. 7 Hloubkové průběhy zbytkových makroskopických napětí vzorků 11B1 a 13B1 stanovené postupným odleptáváním povrchových vrstev

Tab. 7 Makroskopická  $\sigma_I$  a mikroskopická  $\sigma_{II}$  zbytková napětí stanovená na vzorcích 11B1 a 13B1 v různých vzdálenostech  $z$  od povrchu

| Vzorek 11B1 |                  |                     | Vzorek 13B1 |                  |                     |
|-------------|------------------|---------------------|-------------|------------------|---------------------|
| $z$ , mm    | $\sigma_I$ , MPa | $\sigma_{II}$ , MPa | $z$ , mm    | $\sigma_I$ , MPa | $\sigma_{II}$ , MPa |
| 0.00        | – 433.2          | 331.8               | 0.00        | – 432.4          | 381.1               |
| 0.02        | – 391.0          | 251.5               | 0.02        | – 436.7          | 322.1               |
| 0.04        | – 392.4          | 232.4               | 0.04        | – 436.8          | 306.4               |
| 0.08        | – 312.7          | 169.3               | 0.08        | – 397.3          | 255.9               |
| 0.11        | – 253.2          | 131.4               | 0.11        | – 388.0          | 245.6               |
| 0.15        | – 236.9          | 118.8               | 0.15        | – 337.4          | 187.7               |
| 0.20        | – 142.4          | 86.2                | 0.20        | – 285.2          | 145.5               |
| 0.25        | – 50.5           | 81.0                | 0.25        | – 244.3          | 122.1               |
| 0.30        | – 47.1           | 72.4                | 0.30        | – 175.3          | 88.6                |
| 0.40        | – 22.2           | 78.0                | 0.35        | – 158.1          | 69.9                |
| 0.50        | 23.1             | 69.9                | 0.40        | – 98.2           | 67.1                |
| 0.60        | 34.5             | 64.8                | 0.50        | – 32.5           | 72.9                |
|             |                  |                     | 0.60        | 62.3             | 54.1                |
|             |                  |                     | 0.70        | 14.7             | 62.3                |
|             |                  |                     | 0.80        | 39.9             | 57.2                |

Experimentální chyba (polovina 95% intervalu spolehlivosti odhadu parametrů) jednotlivých naměřených hodnot makroskopických napětí  $\sigma_I$  nepřevyšuje 15 MPa. Nepřesnost určení mikroskopických napětí  $\sigma_{II}$  je menší než 32 MPa.



Obr. 8 Hloubkové průběhy mikroskopických napětí vzorků 11B1 a 13B1 stanovené postupným odleptáváním povrchových vrstev

## 5 Závěry

- a) Ve všech analyzovaných případech byl pozorován izotropní rovinný stav zbytkové napjatosti.
- b) Porovnání povrchových makroskopických a mikroskopických napětí v důsledku dvou odlišných způsobů balotínování (obr. 5, 6) vede k závěru, že zatímco makroskopická tlaková napětí jsou v případě nižší intenzity kuličkování (0,2 mmA) systematicky větší, mikroskopická napětí jsou této intenzitě úměrná.
- c) Z obrázků 5 a 6 lze usoudit, že mezi absolutními hodnotami makroskopických a mikroskopických napětí na povrchu jednotlivých materiálů existuje korelace, tj. hodnoty v případě ocelí A a B jsou nižší než napětí zjištěná na materiálech C a E.
- d) Hloubkové průběhy napětí stanovené pro oba sledované způsoby balotínování potvrzují zkušenost, že různé intenzity otryskávání se projeví především odlišným gradientem zbytkových napětí do hloubky materiálu. Z grafů 7 a 8 je však vidět, že „pokles“ nejen makroskopických, ale i mikroskopických napětí se vzdáleností od povrchu je u méně intenzivního balotínování „strmější“, tj. tloušťka zpevněné vrstvy je v případě intenzity 0,4 mmA větší. Přitom je dosah makroskopických napětí do hloubky větší než napětí mikroskopických. Zatímco oba znázorněné průběhy na obr. 8 dosahují svého minima při cca 0,320 mm, u makroskopických napětí (obr. 7) je tomu tak až u cca 0,600 mm.
- e) Z obrázků 7 a 8 je patrné odlišné chování hloubkového profilu obou sledovaných druhů napětí. Oba průběhy mikroskopických napětí na obr. 8 jsou monotónní. Tlaková makroskopická napětí mají v případě vzorků 13B1 (intenzita balotínování 0,4 mmA) své maximum pod povrchem (obr. 7).

## Literatura

- [1] Kraus I., Ganey N.: *Technické aplikace difrakční analýzy*, Vydavatelství ČVUT, Praha, 2004, 171 s.
- [2] Behnken, H., Hauk, V., Kruger, B.: *Microstresses caused by uniaxial deformation and by mechanical surface treatments*, Zeitschrift für Metallkunde. Vol. 93, no. 2, pp. 147-154. Feb. 2002
- [3] R. Delhez, Th.H. de Keijser, E.J. Mittemeijer: *Role of x-ray diffraction analysis in surface engineering: investigation of microstructure of nitrided iron in steels*, Surface Engineering 3 (1987) 331-342
- [4] Th.H. de Keijser, J.I. Langford, E.J. Mittemeijer and A.B.P. Vogels: *Use of the Voigt function in a single-line method for the analysis of X-ray diffraction line broadening*, Journal of Applied Crystallography 15 (1978) 308-314
- [5] Wasgestianová M.: *Základy metalografické techniky*. Práce, Praha 1958

*Tato práce vznikla za podpory projektu č. 106/03/1039 Grantové agentury České republiky.*