



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

## ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

# VYUŽITÍ METODY DIGITAL IMAGE CORRELATION PŘI STUDIU VÝVOJE PLASTICKÉ DEFORMACE KOVOVÝCH MATERIÁLŮ

APPLICATION OF DIGITAL IMAGE CORRELATION TECHNIQUE IN STUDIES OF PLASTIC DEFORMATION  
EVOLUTION IN METALLIC MATERIALS

## BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR THESIS

### AUTOR PRÁCE

AUTHOR

DALIBOR PAVELČÍK

### VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. MIROSLAV ŠMÍD, Ph.D.

BRNO 2024



# Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství  
Student: **Dalibor Pavelčík**  
Studijní program: Základy strojíního inženýrství  
Studijní obor: Základy strojíního inženýrství  
Vedoucí práce: **Ing. Miroslav Šmíd, Ph.D.**  
Akademický rok: 2023/24

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

## Využití metody digital image correlation při studiu vývoji plastické deformace kovových materiálů

### Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Strojní komponenty jsou během jejich provozu vystaveny zátěžným silám, a tedy i možným deformacím, které v konečném důsledku mohou vést až k selhání či významnému omezení funkčnosti. Z toho důvodu je charakterizace probíhajících deformačních mechanismů příslušného materiálu velice důležitá. U mnoha široce používaných slitin ovšem dochází k souběhu několika deformačních mechanismů v průběhu zatížení, který výrazně komplikuje interpretaci napětově–deformační odezvy. V těchto případech nestačí základní post-mortem mikrostrukturní analýza k jasné identifikaci posloupnosti a charakteru jednotlivých deformačních procesů. Začínají se proto stále častěji uplatňovat in-situ metody, které dovedou poskytnout důležité informace i během samotného mechanického zatížení. Jednou z nejčastěji používaných technik je digitální korelace obrazu.

Bakalářská práce je zaměřena na aplikaci metody digitální korelace obrazu (DIC) k charakterizaci deformačních mechanismů během tahové zkoušky na úrovni jednotlivých zrn austenitické nerezové oceli X2CrNi18–9. K tomuto účelu bude použit skenovací elektronový mikroskop. Práce obsahuje souhrnnou rešerši dané metody a experimentální část obsahující originální výsledky získané během přerušované tahové zkoušky.

### Cíle bakalářské práce:

Cílem bakalářské práce je základní interpretace pozorovaných deformačních mechanismů v relaci k napětově–deformační odezvě studovaného materiálu. Součástí cílů práce je také osvojení nezbytné přípravy zkušebního tělesa pro úspěšné použití DIC a seznámení se na uživatelské úrovni se skenovacím elektronovým mikroskopem.

### Seznam doporučené literatury:

YAN, D.; TASAN, C.C.; RAABE, D. High resolution in situ mapping of microstrain and microstructure evolution reveals damage resistance criteria in dual phase steels. Acta Materialia. 2015, 96, s. 399-409.

SUTTON, M.A.; LI, N.; JOY, D.C.; REYNOLDS, A.P.; LI, X. Scanning Electron Microscopy for Quantitative Small and Large Deformation Measurements Part I: SEM Imaging at Magnifications from 200 to 10 000. Experimental Mechanics. 2007, 47, s. 775-787.

SUTTON, M.A.; LI, N.; GARCIA, D.; CORNILLE, N.; ORTEU, J.J.; McNEILL, S.R.; SCHREIER, H.W.; LI, X.; REYNOLDS, A.P. Scanning Electron Microscopy for Quantitative Small and Large Deformation Measurements Part II: Experimental Validation for Magnifications from 200 to 10,000. Experimental Mechanics. 2007, 47, s. 789-804.

POLATIDIS, E.; ŠMÍD, M.; HSU, W.-N.; KUBĚNOVÁ, M.; ČAPEK, J.; PANZNER, T.; VAN SWYGENHOVEN, H. The interplay between deformation mechanisms in austenitic 304 steel during uniaxial and equibiaxial loading. Materials Science and Engineering: A. 2019, 764, 138222.

KAMMERS, A.D.; DALY, S. Active Slip System Identification in Polycrystalline Metals by Digital Image Correlation (DIC). Experimental Mechanics. 2017, 57, s. 115-127.

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2023/24

V Brně, dne

L. S.

---

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
ředitel ústavu

---

doc. Ing. Jiří Hlinka, Ph.D.  
děkan fakulty

## Abstrakt

Tato práce se zabývá studiem rozvíjející se plastické deformace kovových materiálů při jednoosém tahovém zatížení. Konstrukční zařízení jsou při plnění své funkce značně namáhána, riziko vyřazení dílce z provozu nebo nehody v důsledku deformace je proto vážné. Proto byly vyvinuty mnohé nedestruktivní metody zkoumání materiálové odezvy na zatížení. Příkladem je digitální obrazová korelace (DIC), pomocí které lze pozorovat plastickou deformaci v průběhu zatěžování na volitelné úrovni - od zkoumání chování celé součástky (světelná optika) až po detailní pozorování na submikronové úrovni (elektronová mikroskopie). V rámci této práce byl navržen a proveden experiment přerušované tahové zkoušky vzorku austenitické nerezové oceli X2CrNi18-9 za současného pozorování rozvoje plastické deformace metodou DIC pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu během jednotlivých přerušování zkoušky. Zároveň byla v průběhu deformace vyšetřována krystalografie deformovaného vzorku pomocí EBSD. Získaná krystalografická data umožnila identifikaci aktivních skluzových systémů vybraných pozorovaných zrn, čímž bylo možné získat ucelený přehled o vývoji lokalizace plastické deformace v pozorované oblasti. Získané výsledky ukázaly, že distribuce plastické deformace je ve struktuře studované oceli značně heterogenní, kdy lokálně může významně přesáhnout dosaženou makroskopickou deformaci testovaného vzorku. Navržená metodologie se tak prokázala jako efektivní nástroj pro popis vztahu mezi mikrostrukturou a mechanickými vlastnostmi.

## Klíčová slova

Plastická deformace, digitální obrazová korelace, elektronová mikroskopie, tahová zkouška, skluzové systémy

## Summary

This thesis studies evolving plastic deformation of metallic materials under uniaxial tensile load. The risk of disabling or accidents due to deformation is serious because of considerable loading of engineering components during their operational period. Therefore, many non-destructive methods have been developed to investigate the material response to loading. A good example is digital image correlation (DIC), which can be used to observe plastic deformation during loading at an optional level - from examining the behavior of the entire component (light optics) to detailed observations at the submicron level (electron microscopy). Within this work, an interrupted tensile test experiment of an austenitic stainless steel sample X2CrNi18-9 with simultaneous observation of the development of plastic deformation by the DIC method using a scanning electron microscope during individual test interruptions was proposed and performed. At the same time, crystallography of the deformed sample using EBSD was investigated during the deformation. The obtained crystallographic data enabled the identification of active slip systems of selected observed grains, which made it possible to obtain a comprehensive overview of the development of the localization of plastic deformation in the observed area. The obtained results showed that the distribution of plastic deformation in the structure of the studied steel is very heterogeneous, where locally it can significantly exceed the achieved macroscopic deformation of the tested sample. The proposed methodology has proven to

be an effective tool for describing the relationship between microstructure and mechanical properties.

**Keywords**

Plastic deformation, digital image correlation, electron microscopy, tensile test, slip systems

### **Bibliografická citace**

PAVELČÍK, Dalibor. *VYUŽITÍ METODY DIGITAL IMAGE CORRELATION PŘI STUDIU VÝVOJE PLASTICKÉ DEFORMACE KOVOVÝCH MATERIÁLŮ*. Brno, 2024. Bakalářská práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství. Vedoucí práce Miroslav Šmíd.

### **Čestné prohlášení**

Prohlašuji, že jsem svou bakalářskou práci vypracoval samostatně, za pomoci vedoucího bakalářské práce, odborné literatury a ostatních materiálů, které jsou řádně uvedeny v seznamu použitých zdrojů.

Dalibor Pavelčík



## **Poděkování**

Tímto bych rád poděkoval svému vedoucímu Ing. Miroslavu Šmídovi Ph.D. za vedení, rady a trpělivost při vypracování mé bakalářské práce jakož i své rodině za podporu v průběhu celého studia.

Dalibor Pavelčík

# Obsah

Úvod	11
<b>2 Deformace kovových materiálů a její popis</b>	<b>12</b>
2.1 Krystalografie kovů	12
2.2 Vztah mezi napjatostí a deformací	13
2.3 Mechanismy plastické deformace	15
2.3.1 Skluz dislokací	15
2.3.2 Deformace dvojčatěním	17
<b>3 Metodologie experimentu</b>	<b>19</b>
3.1 Způsoby testování materiálů	19
3.1.1 Zkouška tahem	20
3.2 Pozorovací metody	21
3.2.1 Optická mikroskopie	21
3.2.2 Elektronová mikroskopie	21
3.3 Digitální obrazová korelace	25
<b>4 Cíle práce</b>	<b>26</b>
<b>5 Experiment</b>	<b>27</b>
5.1 Materiál vzorku	27
5.2 Mechanická zkouška	27
5.3 Příprava vzorku	29
5.3.1 Metalografická příprava vzorku	29
5.3.2 Nanášení styčných bodů na povrch vzorku	30
5.4 Analýza metodou DIC	31
5.4.1 Prvotní pozorování vzorku	31
5.4.2 Pozorování deformace vzorku	33
5.4.3 Zpracování dat	34
<b>6 Výsledků experimentu</b>	<b>37</b>
6.1 Tahová zkouška	37
6.2 DIC a EBSD mapování	37
<b>7 Diskuze výsledků</b>	<b>44</b>
<b>Závěr</b>	<b>47</b>
<b>Seznam použitých zdrojů</b>	<b>48</b>

# Úvod

Už od počátku civilizace se lidstvo snaží hledat a zdokonalovat nové materiály ve svůj prospěch. A stejně jako u pěstního klínu je i v moderních aplikacích volba toho správného naprosto klíčová, ať jde o konstrukce mostu nebo baterie s pevným elektrolytem. Naproti tomu zkoušení a testování konstrukčních materiálů je věc poměrně nová, rozvíjející se postupně až od dob průmyslové revoluce. Rychlý vývoj důlní, lodní a železniční techniky záhy odhalil limity dosavadních postupů. Ve snaze zabránit obětem na životech proto vědci a inženýři začali zavádět nové postupy a principy zkoumání vlastností jednotlivých látek. Testování materiálů a dílců tahem, rázem v ohybu Charpyho kladivem, zkoušky tvrdosti a mnoho dalších se tak staly nedílnou součástí inženýrské praxe a jejich výstup je jedním ze základních stavebních kamenů návrhů konstrukce průmyslových výrobků.

Pro potřeby moderních aplikací je třeba také vyvíjet nové, komplexnější materiály schopné plnit čím dál vyšší požadavky na pevnost, houževnatost ale zároveň také lehkost a subtilnost konstrukcí. Začaly se proto prosazovat nové slitiny s čím dál složitější vnitřní strukturou. Při testování těchto materiálů ovšem nastává problém, dosud používané metody nemusí být s to podat o vlastnostech testované látky dostatek informací. V závislosti na mnoha faktorech, chemickým složením počínaje a metodou zpracování dílce konče, se může odezva materiálu nebo celé součásti na působící zatížení diametrálně lišit. Výsledky získané měřením tradičními metodami zkoušení materiálů přitom toto mohou, ale také nemusí odrážet. Přibývá proto případů, kdy je k vyšetření situace zapotřebí použít metod nových, které jsou schopny podat komplexní informaci o chování vnitřní struktury materiálu. K tomuto účelu se začínají prosazovat in-situ metody schopné lépe popsat vztah mezi vnějším zatížením a deformací vzorku. Pomocí těchto metod lze popsat odezvu materiálu na vnější zatížení přímo v jeho průběhu a lépe tak porozumět jednotlivým jevům, ke kterým při deformaci dochází uvnitř studované struktury.

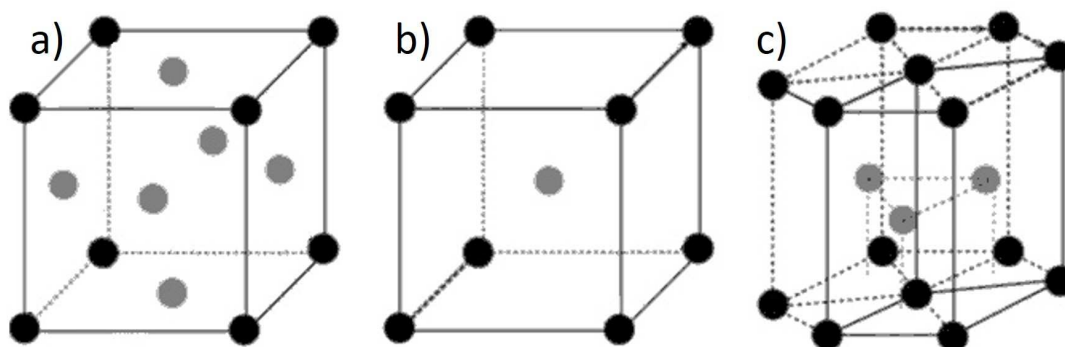
Cílem této práce je osvojit si alternativní způsob provedení tahové zkoušky prostřednictvím přerušovaného testu tahového vzorku za současného pozorování deformace metodou digitální korelace obrazu neboli DIC a pokusit se nasbíraná data zdokumentovat a interpretovat. K pozorování deformační odezvy materiálu na úrovni jednotlivých zrn bude použit rastrovací elektronový mikroskop. Snímky získané elektronovou mikroskopií budou následně sloužit k podrobnému popisu deformačních procesů probíhajících uvnitř materiálu vzorku zatíženého prostým tahem. Toto zpracování dat proběhne za pomoci programu Ncorr, software kompatibilní s programovacím prostředím Matlab, určenému k vytváření deformačních map pozorované oblasti vzorku. Neméně důležitou součástí práce je také seznámení se s metalografickou přípravou vzorků, jakož i základní pochopení práce s elektronovým mikroskopem.

## 2 Deformace kovových materiálů a její popis

Různorodá zatížení používaných konstrukčních celků s sebou nesou rizika spojená s deformací a porušováním použitých materiálů. Pro jeho správný výběr je proto v rámci návrhu jakékoliv součástky nebo dílce naprosto zásadní znalost odezvy materiálu na působící zatížení. Následující kapitola je proto věnována vztahům mezi zatížením kovových materiálů a jejich deformací.

### 2.1 Krystalografie kovů

Pro popis deformace kovových materiálů je třeba nejdříve upřesnit jejich vnitřní strukturu. Kovy jsou látky krystalické, jejich atomy se v pevném stavu formují do pravidelné krystalové mřížky. Těchto mřížek existuje mnoho druhů, v případě konstrukčních materiálů jsou ale nejdůležitější tři - kubická plošně středěná FCC<sup>1</sup>, kubická prostorově středěná BCC<sup>2</sup> a šesterečná těsně uspořádaná HCP<sup>3</sup> [1], nákresy těchto krystalových mřížek jsou níže viz obr. 1. Typ krystalové mřížky zásadně ovlivňuje základní vlastnosti materiálu, stejně tak je ale důležitá orientace mřížky vzhledem k vnějšímu zatížení. Ta se dá vyjádřit přímo zobrazením elementární buňky natočené v prostorových souřadnicích nebo využitím pólového obrazce [2].



Obrázek 1: Nákresy základních krystalických mřížek používaných kovů. a) mřížka FCC, b) mřížka BCC, c) mřížka HCP, upraveno dle [3].

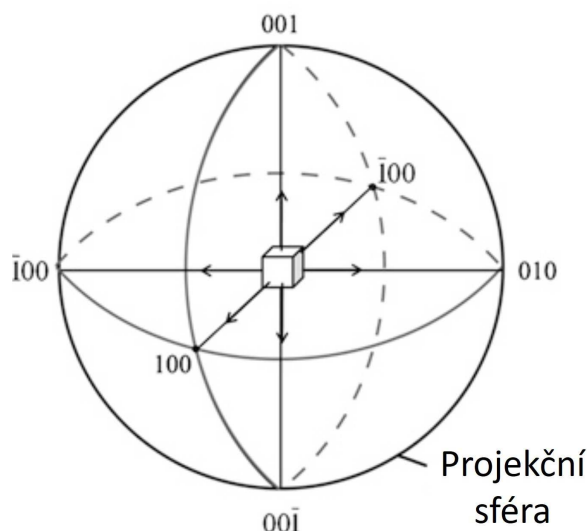
Pólový obrazec vzniká stereografickou projekcí základní krystalografické buňky na sféru. Normály stěn této buňky na sféře vytínají šest základních pólů rovin typu  $\{100\}$ , viz obr. 2. Natáčením buňky v prostoru tyto normály opisují na povrch sféry kružnice. Při kolmém průřezu sféry ve směru osy  $(001)$  se tyto kružnice jeví jako sada křivek a jejich průsečíků reprezentujících různé polohy základní buňky v prostoru. Vyjmutím části pólového obrazce vznikne inverzní pólový obrazec neboli IPF<sup>4</sup> diagram, který v sobě zahrnuje všechna možná natočení krystalové mřížky v prostoru viz obr. 3 [2, 4]. Jelikož jde v tomto případě o IPF diagram vzhledem k ose  $x$ , označuje se jako IPF X diagram.

<sup>1</sup>FCC = Face-centered cubic lattice

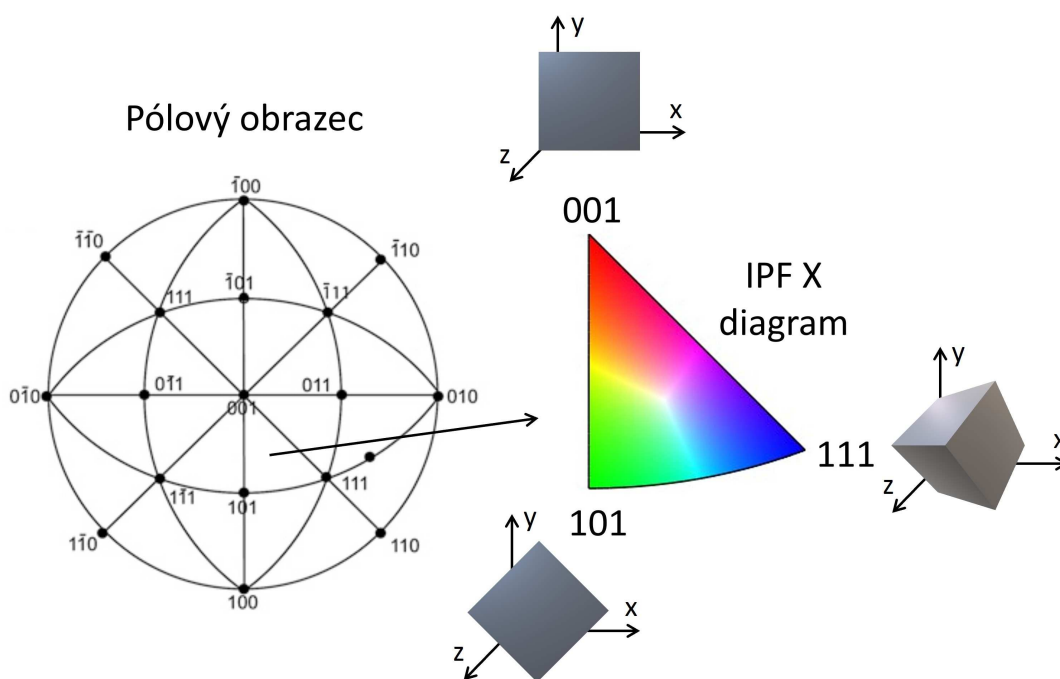
<sup>2</sup>BCC = Body-centered cubic lattice

<sup>3</sup>HCP = Hexagonal close-packed lattice

<sup>4</sup>IPF = Inverse pole figure



Obrázek 2: Schéma stereografické projekce buňky na sféru, upraveno dle [2].



Obrázek 3: Schéma pólového obrazce a IPF X diagramu s přiřazenými orientacemi základní buňky, upraveno dle [2].

## 2.2 Vztah mezi napjatostí a deformací

Pro popis zatížení strojních součástí se používají dva základní pojmy, napjatost a deformace. Napjatost jakožto obecný pojem v sobě zahrnuje všechna působící napětí ve všech bodech zatížené strojní součásti. Ta vznikají uvnitř struktury materiálu vlivem pružných deformací, kdy na těleso působí vnější silová zatížení. Jako reakce na ně vznikají v mikrostruktúře vnitřní síly, které způsobují její deformaci a tím i napjatost [5]. Deformace a napjatost jsou tedy jevy na sebe zcela navázané. Jelikož je problematika obecné napjatosti značně obsáhlá a není předmětem této práce, je dále uvažováno zatížení jednoosou tahovou napjatostí, konkrétně zatížení prostým tahem.

Je-li těleso namáháno souosými silami směřujícími od sebe, dochází k zatížení součásti prostým tahem. Reakcí tělesa je vznik vnitřního pnutí, které lze vyjádřit rovnicí (2.1), kde  $\sigma$  je napětí uvnitř součásti,  $F$  působící síla a  $S$  průřez součásti. Je-li normála zatíženého průřezu nakloněná vůči ose zatěžování o nenulový úhel  $\alpha$ , zatěžující sílu  $F$  lze rozdělit na normálovou složku  $F_n$  a tečnou složku  $F_t$ . Vnitřní napětí působící na nakloněný průřez  $S_\alpha$  lze poté stejně rozložit na dvě základní složky, normálové a smykové. Normálové napětí působí ve směru normály tohoto průřezu, smykové přímo v jeho rovině viz obr.4. Dle vztahů (2.2) lze určit normálovou a tečnou sílu, dle rovnice (2.3), respektive (2.4), lze určit obě složky napětí [4].

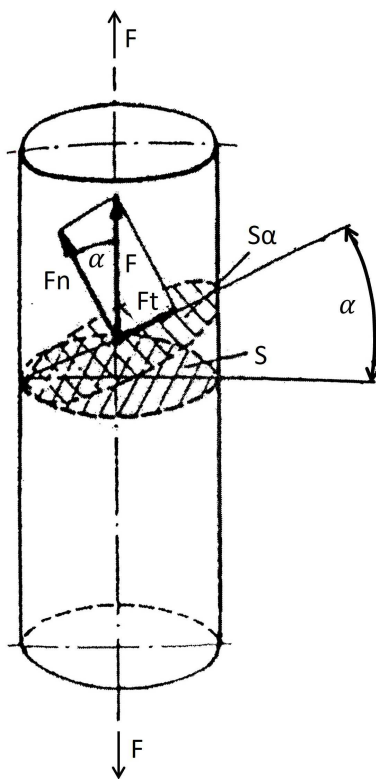
$$\sigma = \frac{F}{S} \quad (2.1)$$

$$F_n = F \cos(\alpha) \quad F_t = F \sin(\alpha) \quad (2.2)$$

$$\sigma_\alpha = \frac{F_n}{S_\alpha} = \frac{F}{S} \cos^2(\alpha) = \sigma \cos^2(\alpha) \quad (2.3)$$

$$\tau_\alpha = \frac{F_t}{S_\alpha} = \frac{F}{S} \sin(\alpha) \cos(\alpha) = \sigma \sin(\alpha) \cos(\alpha) \quad (2.4)$$

Z těchto rovnic je patrné, že nejvyšší hodnota normálového napětí nastává při úhlu náklonu normály od osy zatížení  $\alpha = 0^\circ$ , zatímco smykové napětí dosahuje nejvyšších hodnot při náklonu průřezu o úhel  $\alpha = 45^\circ$  [1].



Obrázek 4: Schéma válcového tělesa zatíženého prostým tahem, upraveno dle [1].

Napjatost samotnou nelze jednoduše měřit, není nikde vidět, lze pouze modelovat pomocí metody konečných prvků a nebo měřit její následky, tedy deformace. Tu lze kvantifikovat naopak velmi jednoduše, stala se proto základem materiálového výzkumu a velké skupiny metod zkoušení materiálu, které budou zmíněny dále.

Deformace tělesa se dělí na dva základní druhy, elastickou deformaci a plastickou deformaci. Elastická deformace je deformace vratná a souvisí s natahováním meziatomárních vazeb ve struktuře materiálu. Takováto deformace je lineárně závislá na probíhajícím napětí dle vztahu (2.5), kde  $\sigma$  je působící napětí,  $E$  je Youngův modul pružnosti a  $\epsilon$  je deformace tělesa. Tato rovnice je známá jako Hookův zákon [4]. Mezním bodem elastické deformace je mez kluzu označovaná  $R_e$ , při vyšších hodnotách již dochází k deformaci plastické.

$$\sigma = E \cdot \epsilon \quad (2.5)$$

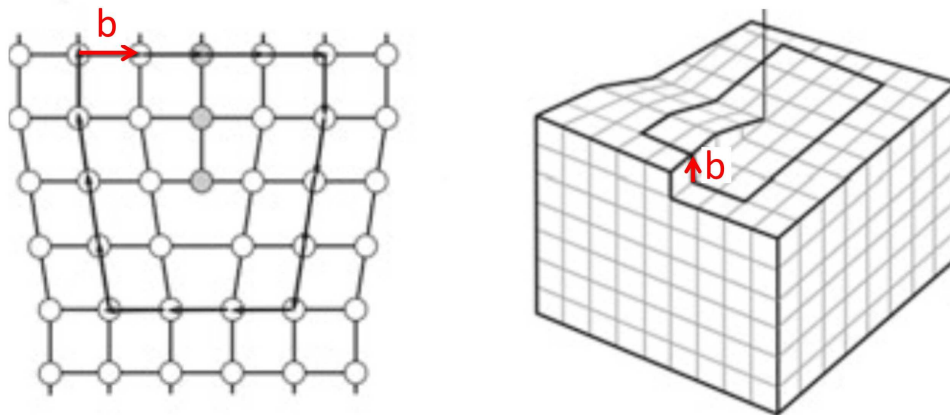
## 2.3 Mechanismy plastické deformace

Plastická deformace již přímo souvisí s pohybem velkého množství atomů v látce. Na rozdíl od deformace elastické není vratná a její závislost na napětí je unikátní pro každý materiál. Jde tedy o poměrně komplexní jev, jehož znalost je pro mnoho dnešních oborů klíčová. Plastická deformace může probíhat pomocí více různých mechanismů, často se také objevuje jejich vzájemná kombinace. Nejběžnější způsoby plastické deformace jsou rozebrány níže.

### 2.3.1 Skluz dislokací

Základním a nejdůležitějším mechanismem plastické deformace je skluz dislokací. Skluzem dislokací se rozumí pohyb čarových poruch krystalovou mřížkou materiálu. Čarové poruchy existují dvojího druhu, hranové a šroubové a pro jejich popis se používá Burgersův vektor. Ten lze jednoduše popsat pomocí Burgersovy smyčky zakreslené do krystalografické struktury kovu viz obr. 5. Burgersova smyčka je soubor dvou horizontálně a dvou vertikálně vzájemně opačně orientovaných vektorů stejné velikosti v jedné rovině krystalové mřížky [6]. Je-li uvnitř smyčky krystalografická struktura dokonalá, smyčka se uzavře. V opačném případě je třeba smyčku doplnit Burgersovým vektorem, který značí přítomnost dislokace. V případě hranové dislokace je Burgersův vektor v rovině Burgersovy smyčky a dislokační čára reprezentující dislokaci je na tuto rovinu kolmá. U šroubové dislokace jsou dislokační čára i Burgersův vektor rovnoběžné a kolmé na rovinu smyčky [3, 4].

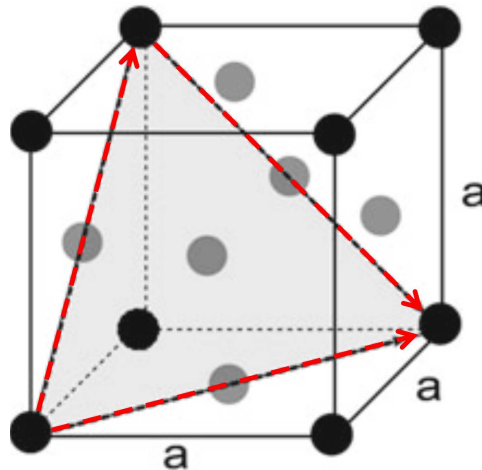
Směry, kterými se mohou dislokace látkou pohybovat, jsou pro každou krystalografickou mřížku jasně dané. Dislokace se přednostně pohybují nejhustěji obsazenými směry na nejhustěji obsazených rovinách. Takové směry se označují jako skluzové směry, roviny obdobně jako skluzové roviny a dohromady se všechny tyto roviny a směry dané krystalografické mřížky označují jako její skluzové systémy. Čím více takových skluzových systémů mřížka obsahuje, tím je plastická deformace mřížky snazší [4]. V krystalografické mřížce FCC jsou atomy nejhustěji obsazené roviny  $\{111\}$ , které jsou v základní buňce mřížky celkem čtyři. Každá tato rovina obsahuje celkem tři nejhustěji obsazené směry  $\langle 110 \rangle$ , po kterých se mohou dislokace pohybovat. Počet všech skluzových systémů mřížky FCC je tedy  $3 \cdot 4 = 12$  [3]. Příklad jednoho ze skluzových systémů FCC mřížky je níže viz obr. 6.



(a) Mřížka s hranovou dislokací.

(b) Mřížka se šroubovou dislokací.

Obrázek 5: Krystalové struktury s čarovou poruchou, červeně vyznačený Burgersův vektor, upraveno dle [3].



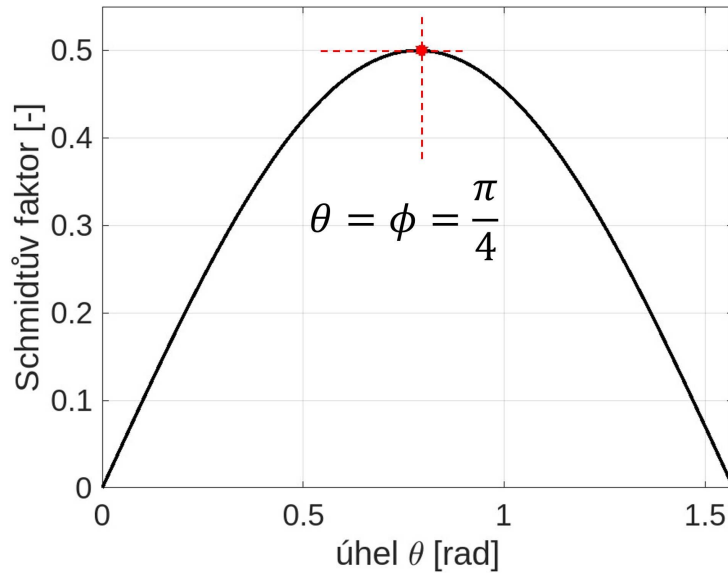
Obrázek 6: Základní buňka FCC mřížky s vyznačenou rovinou (111) a červeně vyznačenými směry  $\langle 110 \rangle$ , upraveno dle [3].

Aby se mohla dislokace materiálem pohybovat a dílec se mohl pod napětím plasticky deformovat, musí existovat alespoň jeden vhodně orientovaný skluzový systém, ve kterém působí dostatečně velké smykové napětí zodpovědné za pohyb dislokací. To je označováno jako  $\tau_r$  a pokud dosáhne hodnoty kritického smykového napětí pro pohyb dislokací  $\tau_{kr}$ , může nastat plastická deformace skluzem. Pokud k takovému skluzu dojde, označuje se daný skluzový systém za aktivní [6].

Úpravou rovnice (2.4) lze získat vztah pro výpočet působícího napětí (7), kde úhel  $\phi$  je adekvátní úhlu  $\alpha$  viz obr. 4 a pro úhel  $\theta$  platí  $\theta = 90^\circ - \phi$ . Vztah (2.6) je označován jako Schmidův zákon a výraz  $\cos(\theta)\cos(\phi)$  jako Schmidův faktor [4]. Hodnota Schmidova faktoru se v závislosti na hodnotách úhlů  $\theta$  a  $\phi$  pohybuje od 0 do 0,5, jak zobrazuje graf 7. Čím vyšší je hodnota Schmidova faktoru pro daný skluzový systém, tím vyšší v něm působí smykové napětí a tím vyšší pravděpodobnost má tento systém stát se aktivním. Nejvyšší teoretické hodnoty Schmidova faktoru dosahuje skluzový systém natočený vůči vnějšímu silovému zatížení o úhel  $\alpha = 45^\circ$ , v takovém případě je jeho hodnota právě 0,5.



$$\tau_r = \sigma \cos(\theta) \cos(\phi) \quad (2.6)$$



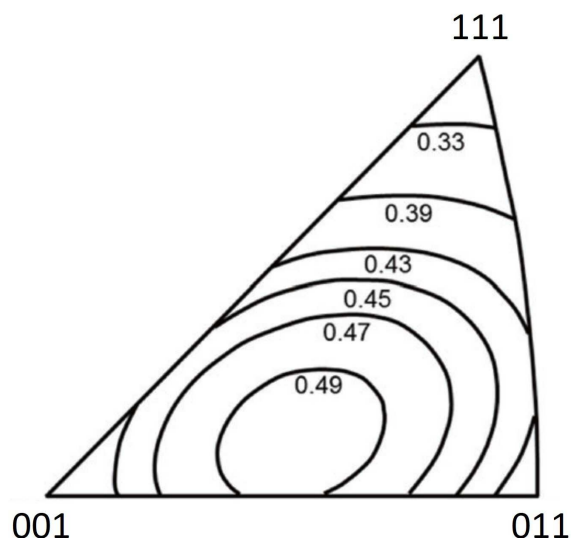
Obrázek 7: Graf hodnot Schmidova faktoru v závislosti na úhlu  $\theta$ .

Aktivní skluzový systém je označován souřadnicemi Burgersova vektoru dislokace, která v něm prochází. Jsou-li souřadnice Burgersova vektoru násobkem nejhustěji obsazeného směru základní mřížky, je tato dislokace označovaná jako dokonalá. Někdy se ale ukazuje, že je energeticky výhodnější rozštěpení jedné dislokace na dvě parciální a vytvoření vrstevné chyby. Například v FCC kovech je pro atomy náročnější přesouvat přímo ve své rovině mezi jednotlivými polohami pomocí dokonalé dislokace, místo toho se střídavě přesouvají dvě sousední roviny pomocí dvojice parciálních dislokací. Tím vzniká odlišnost v uspořádání atomových rovin mřížky, která se označuje jako vrstevná chyba [3, 4, 6].

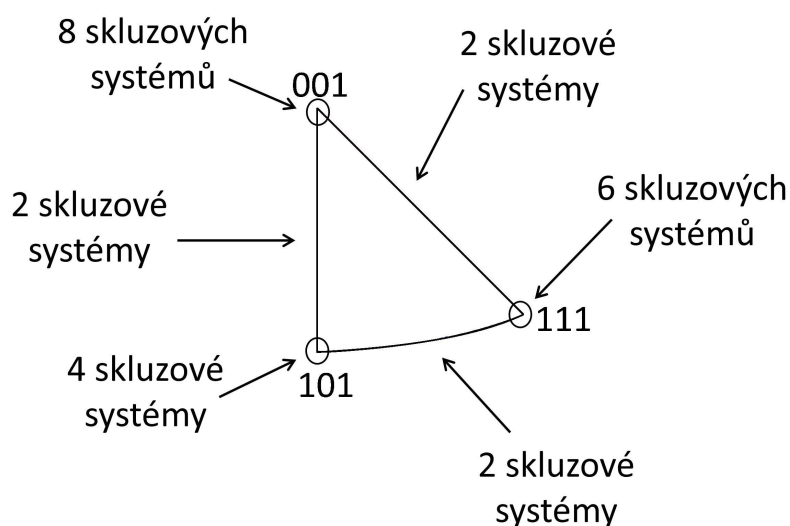
Hodnotu Schmidova faktoru pro dané roviny a směry v krystalové mřížce lze graficky zobrazit v IPF diagramu viz obr. 8, stejně jako počet potenciálně aktivních skluzových systémů. Vzhledem k symetrii krystalické mřížky je určitá pravděpodobnost, že existuje více než jeden skluzový systém, který je vhodně orientován vůči vnějšímu zatížení a může v něm proto probíhat plastická deformace [6, 7]. Struktura, jejíž orientace spadá do vnitřní oblasti IPF diagramu, má přednostně aktivní jen jeden skluzový systém, při hranicích IPF diagramu se ale objevují prostorové konfigurace struktury, které mohou mít již od počátku deformace více aktivních skluzových systémů viz obr. 9.

### 2.3.2 Deformace dvojčatěním

Dalším důležitým mechanismem plastické deformace je dvojčatění. Zrna označovaná jako dvojčata se vyznačují tím, že je jejich krystalová mřížka natočená zrcadlově o nenulový úhel dle jejich společné hranice. Taková hranice zrn se proto označuje jako rovina dvojčatění. Schematický náčrt struktury dvojčat je vidět na obrázku 10. Ke vzniku dvojčat může dojít vícero způsoby, například již při samotném tuhnutí kovu z taveniny. Dalším typem jsou takzvaná žíhací dvojčata, vzniklá, jak již název napovídá, při žíhání v rámci výrobního procesu [4].

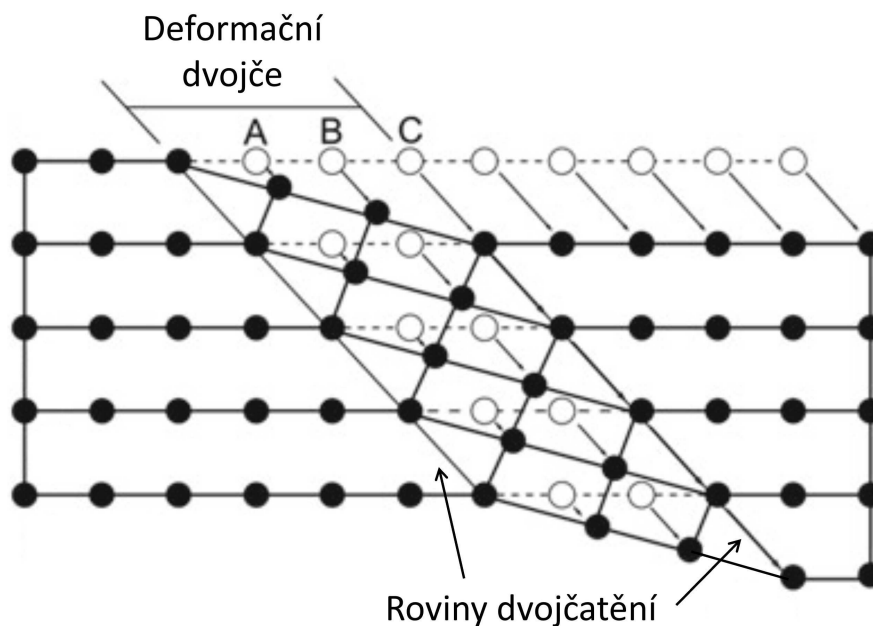


Obrázek 8: IPF diagram s vrstevnicemi hodnot Schmidova faktoru dle orientaci mřížky, upraveno dle [8].



Obrázek 9: IPF diagram s vyznačenými oblastmi možného vícenásobného skluzu dislokací, upraveno dle [7].

Vlivem namáhání strojní součásti a probíhající plastické deformace se mohou uvnitř mikrostruktury objevovat deformační dvojčata. Pro jejich vznik je třeba několika specifických podmínek. Při dvojčatění se jednotlivé atomy posouvají o podíl meziatomární vzdálenosti, takový přesun je možný například působením parciální dislokace viz kapitola 2.3.1. Je také nutné, aby bylo působící napětí vyšší, než pro počátek skluzu dislokací, proto je deformace dvojčatěním, například v FCC materiálech, až sekundárním jevem [3]. Důležité ale je dvojčatění pro materiály, které nemají dostatek skluzových systémů a proto v nich nedochází ke skluzu, například HCP kovy. Další důležitou vlastností dvojčatění je jeho nenáchylnost k teplotě a menší závislost na difuzi v porovnání s pohybem dislokací. Důsledkem toho je dvojčatění důležitý deformační mechanismus při nízkých teplotách nebo při vysokých rychlostech zatěžování [3, 4].



Obrázek 10: Schéma krystalové struktury dvojčat, upraveno dle [3].

## 3 Metodologie experimentu

Základem vědeckého výzkumu je relevance výsledků, zda naměřené výsledky odpovídají teoretickým předpokladům. Tento aspekt úzce souvisí s reprodukovatelností celého experimentu. S velkým počtem schodných nebo alespoň podobných výsledků opakovaného pokusu lze pokládat dosažené výsledky za platné. Je proto třeba se velmi pečlivě věnovat metodologii. Níže jsou proto podrobně popsány techniky a metody, jejichž znalost je k provedení experimentu nezbytná.

### 3.1 Způsoby testování materiálů

Zatímco předchozí kapitola byla věnována samotné podstatě chování materiálu, jeho vlastnostem a charakteristikám, zde budou podrobně rozepsány způsoby měření těchto fyzikálních veličin v praxi. Obecně lze tyto metody rozdělit na dvě skupiny podle toho, jsou-li měřené veličiny sbírány v průběhu testu nebo až po jeho konci. V prvním případě jde o tzv. in-situ měření, druhá skupina metod se označuje jako post-mortem [9].

Mechanické vlastnosti materiálu popisují chování samotné látky, ze které je součást vyrobena. Nedají se ale samostatně měřit, neboť závisí na mnoha vnějších faktorech včetně geometrie samotné součásti. Proto se pro jejich popis používají mechanické charakteristiky materiálu, které se měří při různých mechanických testech [1]. Takové zkoušky bývají prováděny na vzorcích normalizované geometrie při konkrétních způsobech zatěžování pro co nejširší využitelnost výsledků. V následující kapitole je proto popsána základní metoda zkoušení mechanických vlastností materiálů.

### 3.1.1 Zkouška tahem

Tahová zkouška představuje praktickou aplikaci teoretických poznatků popsaných výše v kapitole 2.2, respektive 2.3. Zkušební těleso je při testu upnuté do zkušebního stroje izostaticky zatěžováno prostým tahem a měřena je jeho deformace. Základními měřenými veličinami jsou působící síla  $F$  a prodloužení vzorku  $\Delta L$  [4]. Zátěžná síla je měřena pomocí siloměru, který je součástí aparatury k upevnění vzorku do zátěžného stroje, deformaci vzorku podélnou i příčnou lze měřit pomocí dotykového extenzometru nebo bezdotykově pomocí metody DIC viz kapitola 3.3. Výsledkem tahové zkoušky je tahový diagram znázorňující závislost deformace vzorku na použitém napětí.

Pomocí rozměrů vzorku lze zátěžnou sílu a prodloužení přepočítat na působící napětí  $\sigma$  a způsobenou deformaci  $\epsilon$ . Jelikož se ale rozměry vzorku v průběhu testu mění, lze obě charakteristiky zaznamenat dvojím způsobem v závislosti na tom, jsou-li při jejich výpočtu používány rozměry zkušebního tělesa počáteční nebo aktuální. Je-li při přepočtu uvažován počáteční průřez vzorku  $S_0$ , výsledkem je smluvní napětí  $\sigma$  dle rovnice (3.1), hodnoty smluvní deformace  $\epsilon$  lze získat dle rovnice (3.2) pomocí porovnání délky vzorku před testem  $L_0$  a délky konečné  $L$ . Graf závislosti napětí na deformaci s vnesenými smluvními hodnotami se označuje jako smluvní tahová křivka. Při použití aktuálního průřezu vzorku  $S$  pro výpočet napětí se jedná o skutečné napětí  $\bar{\sigma}$  viz rovnice (3.3), integrací infinitezimálně malých prodloužení vzorku  $\frac{dL}{L}$  od počáteční délky po konečnou lze získat hodnoty skutečné deformace  $\bar{\epsilon}$  dle rovnice (3.4) a graf vnesených hodnot těchto veličin se nazývá skutečná tahová křivka [3, 4].

$$\sigma = \frac{F}{S_0} [MPa] \quad (3.1)$$

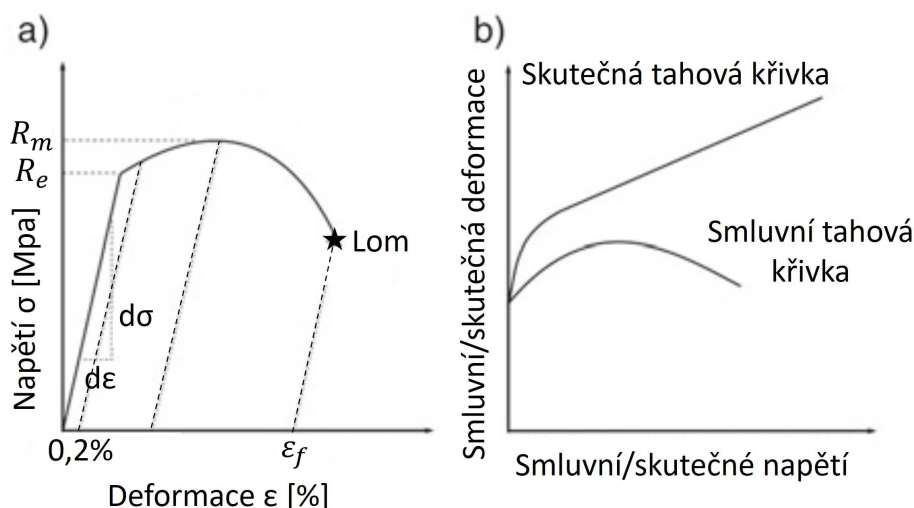
$$\epsilon = 100 \cdot \frac{L}{L_0} = 100 \cdot \frac{L_0 + \Delta L}{L_0} [\%] \quad (3.2)$$

$$\bar{\sigma} = \frac{F}{S} [MPa] \quad (3.3)$$

$$\bar{\epsilon} = \int_{L_0}^L \frac{dL}{L} = \ln \frac{L}{L_0} [-] \quad (3.4)$$

Příklad typického tahového diagramu pro oceli je níže viz obr. 11a, rozdíl mezi smluvním a skutečným diagramem je znázorněn na obrázku 11b. V inženýrské praxi se téměř výhradně používá k určení mechanických charakteristik materiálu smluvní tahový diagram. Základními měřenými mechanickými charakteristikami jsou mez pevnosti jakožto nejvyšší při testu dosažené napětí značená  $R_m$ , mez kluzu  $R_e$  nebo smluvní mez kluzu  $R_{p0,2}$  označující počáteční napětí pro vznik plastické deformace, Youngův modul pružnosti  $E$  vyjadřující tuhost meziatomárních vazeb materiálu a poissonovo číslo  $\mu$  značící poměr mezi deformací příčnou  $\epsilon_y$  a podélnou  $\epsilon_x$  určené rovnicí (3.5) [1, 4].

$$\mu = -\frac{\epsilon_y}{\epsilon_x} \quad (3.5)$$



Obrázek 11: Ukázky tahových diagramů. a) typický tahový diagram tvárného kovu, b) rozdíl mezi smluvní a skutečnou tahovou křivkou, upraveno dle [3].

## 3.2 Pozorovací metody

Pozorovací a zvětšovací aparatury jsou pro sledování struktur používaných kovů a slitin velmi důležité. Rozlišitelná vzdálenost lidského oka je v porovnání se sledovanými rozměry násobně větší, vývoj nových materiálů by byl proto téměř nemožný bez různých metod mikroskopie [10]. Těch existuje mnoho typů a konstrukcí pro konkrétní použití, základní dělení ovšem spočívá v použitém pozorovacím médiu. Podle toho se dělí mikroskopy na optické a elektronové. Protože je problematika mikroskopie značně obsáhlá, budou v následujících podkapitolách popsány technologie a techniky použité v této práci.

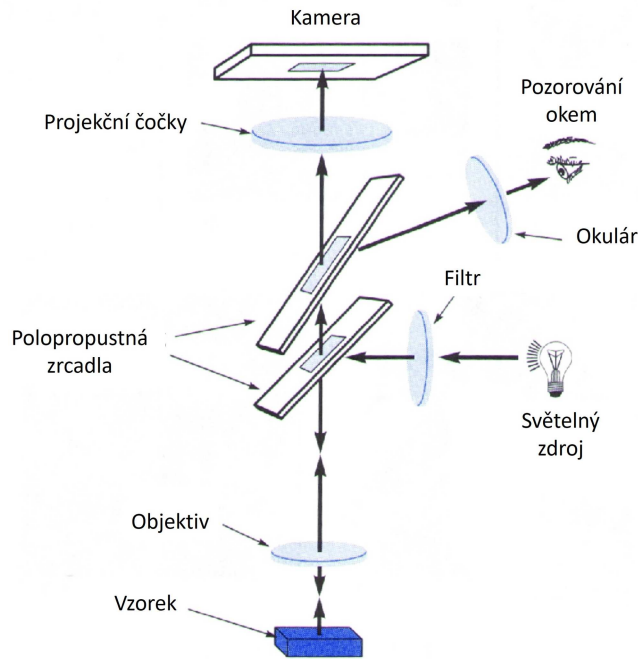
### 3.2.1 Optická mikroskopie

Nejjednodušším způsobem zkoumání látek je klasický optický mikroskop. Ten sestává ze soustavy zvětšujících čoček objektivu a okuláru, kterými prochází viditelné světlo, které slouží jako pozorovací médium. V případě mikroskopu pro použití v metalografii jde o světlo z vnějšího zdroje odražené od povrchu pozorovaného objektu, neboť kovové vzorky nelze připravit transparentní [10]. Stručné schéma optického mikroskopu je zobrazeno níže viz obr. 12.

Sledovaný povrch vzorku musí být zrcadlově vyleštěn aby odrazil dostatek světla pro kvalitní pozorování. Toho lze docílit broušením na metalografických bruskách a leštěním na leštícím plátnu pomocí diamantové pasty. Dále lze povrch vzorku leptat pro zvýraznění hranic zrn nebo barevné zvýraznění jednotlivých zrn kovu [1].

### 3.2.2 Elektronová mikroskopie

Rastrovací elektronový mikroskop neboli REM, jak již název indikuje, používá k zobrazování předmětů elektronový svazek. Jelikož mají elektrony několikanásobně menší vlnovou délku než viditelné světlo, lze s jejich použitím dosáhnout mnohem vyšších zvětšení. Zdrojem elektronů je elektronové dělo umístěné nad vakuovou komorou se vzorkem. Mezi komorou a zdrojem se nachází soustava elektromagnetických čoček, které slouží k fokusaci svazku viz obr. 13 [10].



Obrázek 12: Schéma optického mikroskopu, upraveno dle [11].

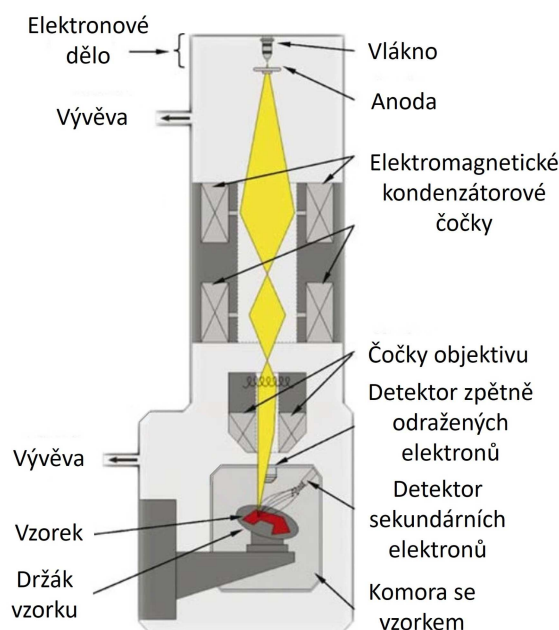
Zatímco optický mikroskop zpracovává fotony světla odražené od povrchu vzorku, elektrony svazku dopadajícího na vzorek jsou schopné proniknout do určité hloubky, interagovat se strukturou vzorku a následně emitovat různé druhy záření, které jsou vyhodnocovány sadou sensorů. Ty v každém bodě měří intenzitu daného signálu, čímž vznikají výsledné snímky. Interakcí materiálu vzorku se svazkem při skenování vzniká interakční objem viz obr. 14. Velikost interakčního objemu se mění na základě dvou hlavních parametrů elektronového svazku, urychlovacího napětí a intenzity svazku, a pozorovaném materiálu. Se vzrůstajícím napětím a intenzitou svazku se interakční objem zvětšuje, s rostoucí hustotou látky vzorku se naopak zmenšuje [10, 12]. Nejdůležitější signály emitované při interakci vzorku s elektronovým svazkem a způsoby jejich využití jsou rozepsány níže.

Základním signálem zpracovávaným při elektronové mikroskopii jsou sekundární elektrony neboli  $SE^1$  signál. Ten vniká uvnitř struktury pozorovaného vzorku, interagující elektron skenovacího svazku předá část své vlastní energie elektronovému plynu pozorovaného kovu, čímž se stane jeho součástí. V reakci na to materiál vypudí elektron, který putuje látkou. Je-li dostatečně blízko povrchu, může se dostat ven ze vzorku do komory k SE detektoru umístěném vedle vzorku. Takový signál není nijak ovlivněn objemem vzorku a nese primárně informaci o jeho topografii [10, 13]. Jelikož je SE signál používán k ohledání povrchu vzorku, používají se pro tento typ snímání nižší hodnoty urychlovacího napětí a intenzity svazku z důvodů minimalizace interakčního objemu a kontaminace povrchu vzorku pozorováním.

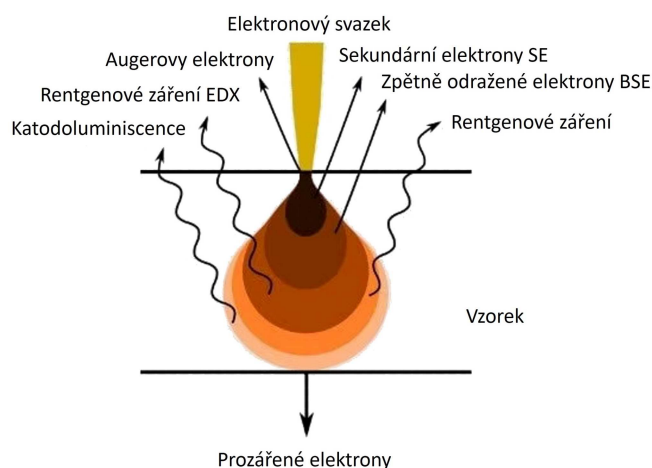
Dalším často používaným signálem jsou zpětně odražené elektrony neboli  $BSE^2$  signál. Tento signál je produktem elastických srážek elektronového svazku s jádrem kovu, které jen minimálně ovlivňují energii elektronů. Ty proto opouští materiál s téměř stejnou kinetickou energií, jakou měl původní elektronový svazek [10], BSE signál je tak schopen proniknout ze vzorku k detektoru i z větších hloubek uvnitř vzorku. Z tohoto důvodu se

<sup>1</sup>SE = Secondary Electrons

<sup>2</sup>BSE = Backscattered Electrons



Obrázek 13: Schéma elektronového mikroskopu, upraveno dle [13].

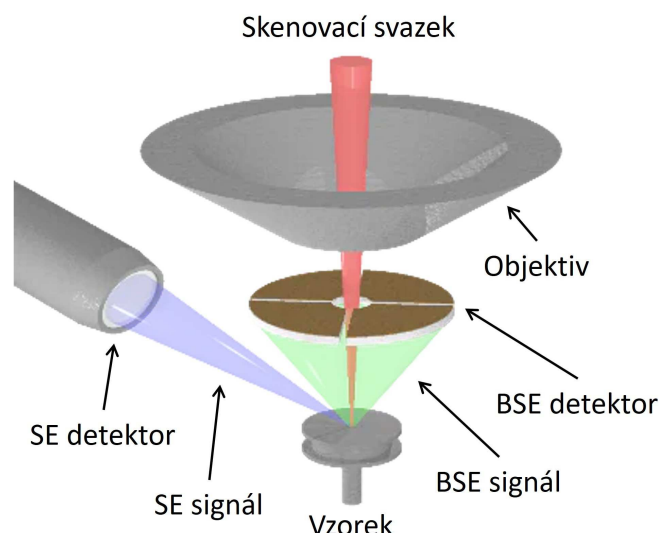


Obrázek 14: Interakční objem uvnitř pozorovaného vzorku, upraveno dle [12].

tento typ signálu používá pro hlubší vyšetření struktury zkoumané látky [13]. BSE signál vzorek opouští ve formě kužele, který lze přímo snímat BSE detektorem. Ten je ve formě prstence umístěný přímo mezi vzorkem a objektivem elektronového mikroskopu. Schéma pozorování pomocí SE a BSE signálu při akvizici a pozice detektorů v komoře mikroskopu je zobrazeno níže viz obr. 15. Jelikož je snahou získat informaci o mikrostruktuře vzorku, používají se vyšší hodnoty urychlovacího napětí a intenzity svazku aby měly elektrony dostatek energie pro průnik pod povrch materiálu. Na výsledných snímcích jsou poté v odstínech šedi vidět jednotlivá zrna pozorovaného kovu [10]. Dále lze BSE signál využít pro jednu z technologií elektronové difrakce, která je popsána níže.

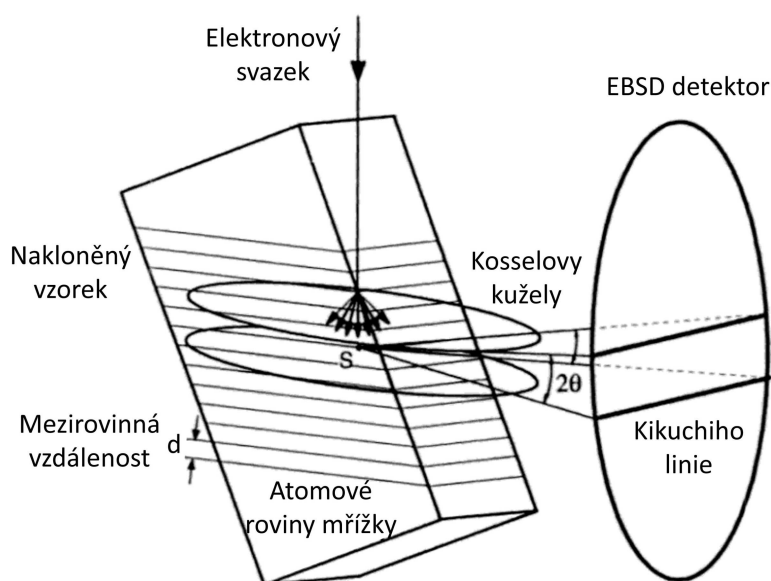
Difrakce zpětně odraženými elektrony neboli EBSD<sup>3</sup> je velmi účinná metoda ke zkoumání krystalografie materiálu [9]. Je založená na zpracování BSE signálu detektorem v konkrétní geometrické konfiguraci vzhledem ke vzorku a elektronovému svazku viz obr. 16. Vzorek je v držáku pod úhlem 70° skenován elektronovým svazkem, přičemž

<sup>3</sup>EBS = Electron Backscattered Diffraction



Obrázek 15: Schéma pozorování vzorku elektronovým mikroskopem se znázorněnými signály a detektory, upraveno dle [12].

EBSD detektor snímá BSE signál. Ten vzniká interakcí elektronů s atomy látky v krystalových rovinách a je vyzařován ven ze vzorku ve formě dvou kuželů, které se nazývají Kosselovy kužely. Kvůli vzájemné pozici vzorku a elektronového svazku mají tyto kužely vrcholový úhel téměř  $180^\circ$ , mezi nimi lze poté pozorovat dvojnásobek úhlu označovaného jako Braggův úhel  $\theta$ . Při projekci na EBSD detektor se kužely jeví téměř jako dvě rovnoběžky, které se nazývají Kikuchiho pás [14] viz obr. 16. Každý Kikuchiho pás odpovídá jedné difrakční rovině, při projekci proto vzniká Kikuchiho obrazec ze všech difraktujících rovin v daném bodě. Na základě zpracování těchto obrazců lze určit typ krystalové mřížky a její orientaci v prostoru v každém bodě skenování [2, 14], čímž vznikne IPF mapa orientací krystalových mřížek zrn skenované oblasti viz kapitola 2.1.



Obrázek 16: Princip tvorby signálu při pozorování pomocí EBSD, upraveno dle [14].



### 3.3 Digitální obrazová korelace

Digitální obrazová korelace neboli DIC<sup>4</sup> je moderní metoda měření deformace tělesa pomocí zpracování obrazových dat. K provedení měření je třeba na zkoumaný vzorek nanést sadu náhodně rozmístěných bodů, tzv. pattern. Částice patternu slouží při pozorování jako styčné body, které se při deformaci vzorku pohybují spolu s podkladem, tedy vzorkem, který je v průběhu zatížení dokumentován. Následným porovnáním snímků vzorku po deformaci s referenčními před deformací lze pomocí počítačového programu vytvořit 2D mapu pohybu částic v průběhu zatěžování a tedy i mapu deformace vzorku [13].

Metody DIC lze jednoduše rozdělit dle použité technologie snímání vzorku v průběhu deformace a tedy i výsledného rozlišení samotné metody. Při snímání kamerou nebo soustavou kamer se jedná o klasické DIC [15]. Takové měření dosahuje menších rozlišení, ale lze teoreticky provést na jakékoliv ploše, na kterou lze nanést potřebný pattern a kterou lze kamerou pozorovat [16]. Dalším způsobem, jak snímat vzorek v průběhu deformace, je použití mikroskopu. V takové případě se již jedná o tzv. HR-DIC<sup>5</sup>. Dosažené rozlišení se v případě HR-DIC liší v závislosti na použitém mikroskopu a způsobu pozorování, metoda samotná je ale již vhodná k pozorování deformací kovů a slitin na úrovni jednotlivých zrn. Pro pozorování lze použít optický mikroskop [17], REM [18, 19] nebo kombinaci obojího.

Pro celou metodu DIC je naprosto klíčové správné nanesení patternu, jakákoliv nedokonalost by mohla v lepším případě zhoršit kvalitu naměřených dat, v horším případě znemožnit pozorování samotné. Způsobů přípravy patternu existuje mnoho, lze je rozdělit do dvou skupin technik podle toho, jestli je pattern nanášen na povrch vzorku nebo je vyhotoven přímo do jeho povrchu. Příkladem prvního způsobu je technika nanášení patternu ve formě suspenze [20] nebo nanofilmu [21] na povrch vzorku. Přímo do povrchu vzorku lze pattern vyhotovit například fokusovaným iontovým svazkem (metoda FIB<sup>6</sup>) [22].

Zatěžování vzorku a pozorování jeho povrchu lze provádět simultánně, dovoluje-li to zatěžovací stroj [20]. V takovém případě se jedná o in-situ zkoušku materiálu. V opačném případě jde o pseudo in-situ testování, kdy je vzorek postupně po krocích zatěžován a po každém kroku je třeba zdokumentovat jeho aktuální deformaci [15]. Tento postup se hodí zejména pokud není k dispozici aparatura k provádění HR-DIC kombinující zátěžný stroj a elektronovou mikroskopii. Je ale náchylnější na zanesení chyby v průběhu experimentu a časově bývá značně náročný vzhledem k nutnosti opakované manipulace se vzorkem v zátěžném stroji a mikroskopu zvlášť.

---

<sup>4</sup>DIC = Digital image correlation

<sup>5</sup>HR-DIC = High resolution digital image correlation

<sup>6</sup>FIB = Focused ion beam

## 4 Cíle práce

Hlavním záměrem praktické části této práce je vyšetření postupující plastické deformace při zatížení. Za tímto účelem bude provedena pseudo in-situ REM tahová zkouška zahrnující mapování vyvíjející se plastické deformace v průběhu testu. Pro měření lokální plastické deformace zkoušeného kovu byla vybrána metoda HR-DIC. Mezi vytyčené dílčí cíle patří:

- Seznámit se s metalografickou přípravou vzorku pro potřeby jeho vyšetření elektronovým mikroskopem a navrhnout a otestovat metodologii nanesení patternu na povrch vzorku.
- Navrhnout a otestovat metodologii práce s elektronovým mikroskopem při současném pozorování rozvíjející se plastické deformace a vyšetřování vývoje mikrostruktury materiálu pomocí EBSD.
- Optimalizovat parametry zpracování snímků deformovaného patternu v DIC mapy deformace studované oblasti vzorku.
- Na základě dat o krystalografii výchozí struktury určit skluzové systémy krystalové mřížky vybraných zrn a jejich příslušné Schmidovy faktory.
- Analyzovat naměřená data a porovnáním s dostupnou literaturou určit jejich validitu.

# 5 Experiment

V následujících podkapitolách jsou podrobně popsány všechny části praktické části práce od přípravy vzorku až po zpracování naměřených dat. Celý experiment byl proveden v laboratořích a s využitím vybavení Ústavu fyziky materiálů Akademie věd.

## 5.1 Materiál vzorku

Experiment probíhal na vzorku válcované oceli X2CrNi18-9, dle americké normy AISI 304L, o chemickém složení viz tab. 1. Jedná se o austenitickou nerezovou ocel široce rozšířenou díky výhodné kombinaci dobrých mechanických vlastností a chemické stálosti. Austenit je v těchto ocelích převažující fází, doplněn je většinou malým množstvím delta feritu. Austenitické oceli mají typicky velmi nízký obsah uhlíku v řádu setin procent a vysoký obsah chromu a niklu. Chrom zajišťuje korozní odolnost materiálu zatímco nikl jeho strukturní stabilitu v rozsahu od kryogenních teplot až po teplotu tavení. Tyto oceli sice vykazují nižší hodnoty meze kluzu, řádově 250 až 300 MPa, vynikají ale dobrou tažností až 60%, vysokou houževnatostí i za velmi nízkých teplot a jsou nemagnetické. Uplatnění nacházejí v mnoha odvětvích, například v potravinářském nebo chemickém průmyslu, v medicíně, ve stavebnictví nebo v automobilovém průmyslu [23, 24].

Snímek výchozí struktury materiálu z optické mikroskopie je vidět na obrázku 17, zatímco fázová mapa oblasti na obrázku 18a a IPF X mapa krystalografie materiálu je na obrázku 18b. Ze snímků je patrné, že jde o dvoufázovou ocel s majoritním zastoupením fáze austenitu, jehož zrna doplňují menší podlouhlé částice delta feritu. Řádkovité rozmístění a tvar těchto částic je typickým znakem válcované oceli. Převažující Austenit s krystalovou mřížkou FCC je také dobře vidět na fázové mapě, kde je vyznačen modrou barvou, červeně je vyznačen delta ferit s krystalickou mřížkou BCC.

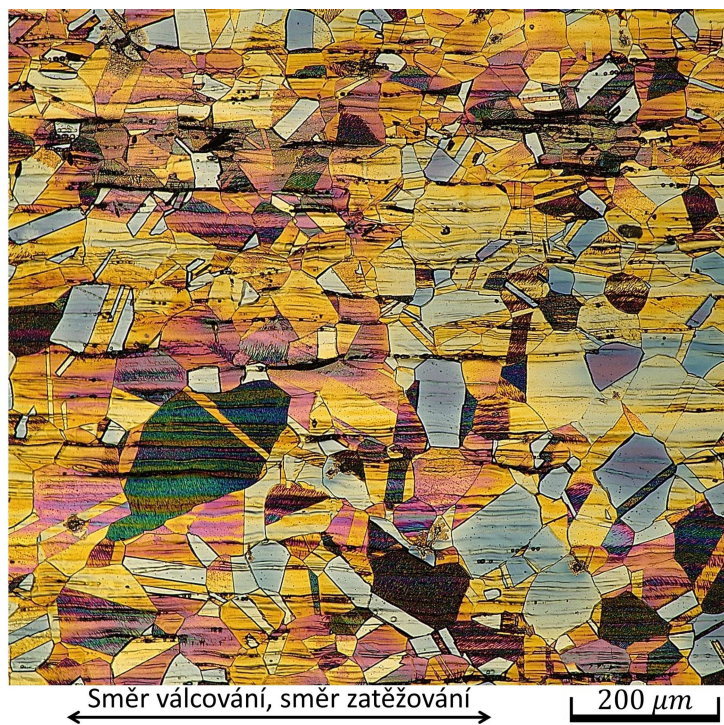
Tabulka 1: Chemické složení oceli v hmotnostních procentech

Materiál	<i>C</i>	<i>Mn</i>	<i>S</i>	<i>P</i>	<i>Si</i>	<i>Ni</i>	<i>Cr</i>	<i>N</i>
X2CrNi18-9	0,023	1,79	0,003	0,04	0,17	8,18	18,12	0,086

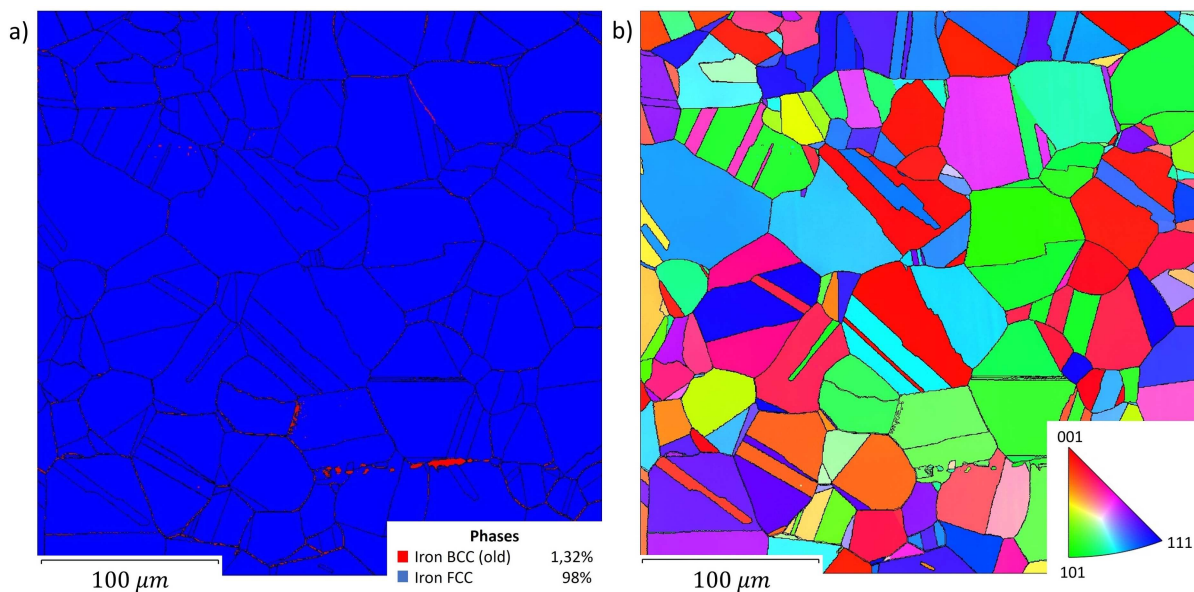
## 5.2 Mechanická zkouška

Experiment byl proveden formou přerušovaného testu pomocí elektromechanického zkušebního stroje ZWICK Z50 laboratoře lomových vlastností viz obr. 19b. Z důvodu použití metody DIC ke sledování deformace materiálu je třeba použít kompatibilní geometrii vzorku, která zároveň splňuje normu upravujících tahové zkoušky a je použitelná pro daný zátěžný stroj. Byl tedy zvolen plochý vzorek geometrie dogbone viz obr. 19a.

Vzorek byl vždy nejprve upnut do čelistí zkušebního stroje a zatížen do dosažení předem stanovené deformace vzorku. Poté byl vyjmut ze zkušebního stroje a přesunut do laboratoře elektronové mikroskopie k pozorování vyvolané deformace. Experiment tak probíhal v režimu řízené deformace, jednotlivé zátěžné kroky ukazuje diagram viz obr. 20.

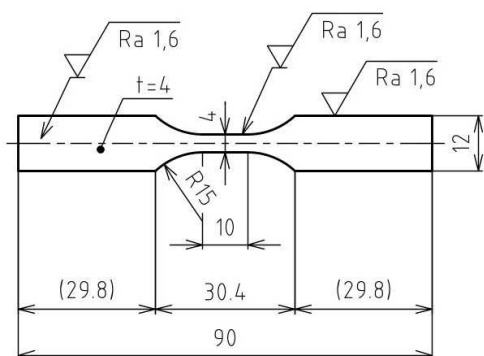


Obrázek 17: Snímek použité oceli barevně elektrolyticky leštěný.



Obrázek 18: Mapy vzorku výchozí struktury získané pomocí EBSD. a) fázová mapa oblasti zájmu, b) IPF X mapa oblasti zájmu.

Část experimentu probíhající na zkušební stroji obstarával odborný personál laboratoře, neboť jej smí obsluhovat pouze osoba k tomu proškolená.

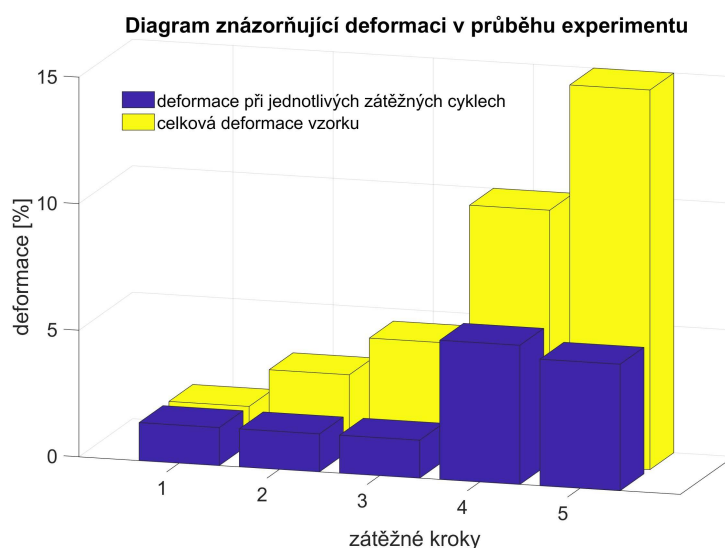


(a) Nákres vzorku geometrie dogbone.



(b) Elektromechanický zkušební stroj ZWICK Z50 [25].

Obrázek 19: Zátěžně vybavení experimentu.



Obrázek 20: Diagram znázorňující vývoj deformace v průběhu experimentu.

## 5.3 Příprava vzorku

### 5.3.1 Metalografická příprava vzorku

Svrchní povrch měrné délky tohoto vzorku je pro akvizici dat elektronovým mikroskopem potřeba metalograficky připravit broušením na metalografické brusce a následně elektrolyticky vyleštit. Broušení probíhalo ručně na metalografické brusce Saphir 330 za použití brusných papírů s postupně klesající drsností až po brusný papír o drsnosti P4000. V průběhu broušení vzniká třením mezi vzorkem a brusným papírem značné množství tepla, proto je vzorek celou dobu ochlazován vodou, která zároveň slouží i jako lubrikant. Elektrolytické leštění bylo provedeno na zařízení LectroPol-5, použit byl elektrolyt A3 Struers o složení viz tab. 2 při napětí 35 V, teplotě 10 °C po dobu 40 s. Jelikož elektrolytické leštění zahrnuje manipulaci s nebezpečnými chemikáliemi, musí tento krok provést osoba k tomu vyškolená, proto byl proces proveden technikem chemické laboratoře.

Tabulka 2: Složení použitého elektrolytu

Složky elektrolytu	Methanol	2-butoxyethanol	kyselina chloristá
Množství [ml]	600	360	60

### 5.3.2 Nanášení styčných bodů na povrch vzorku

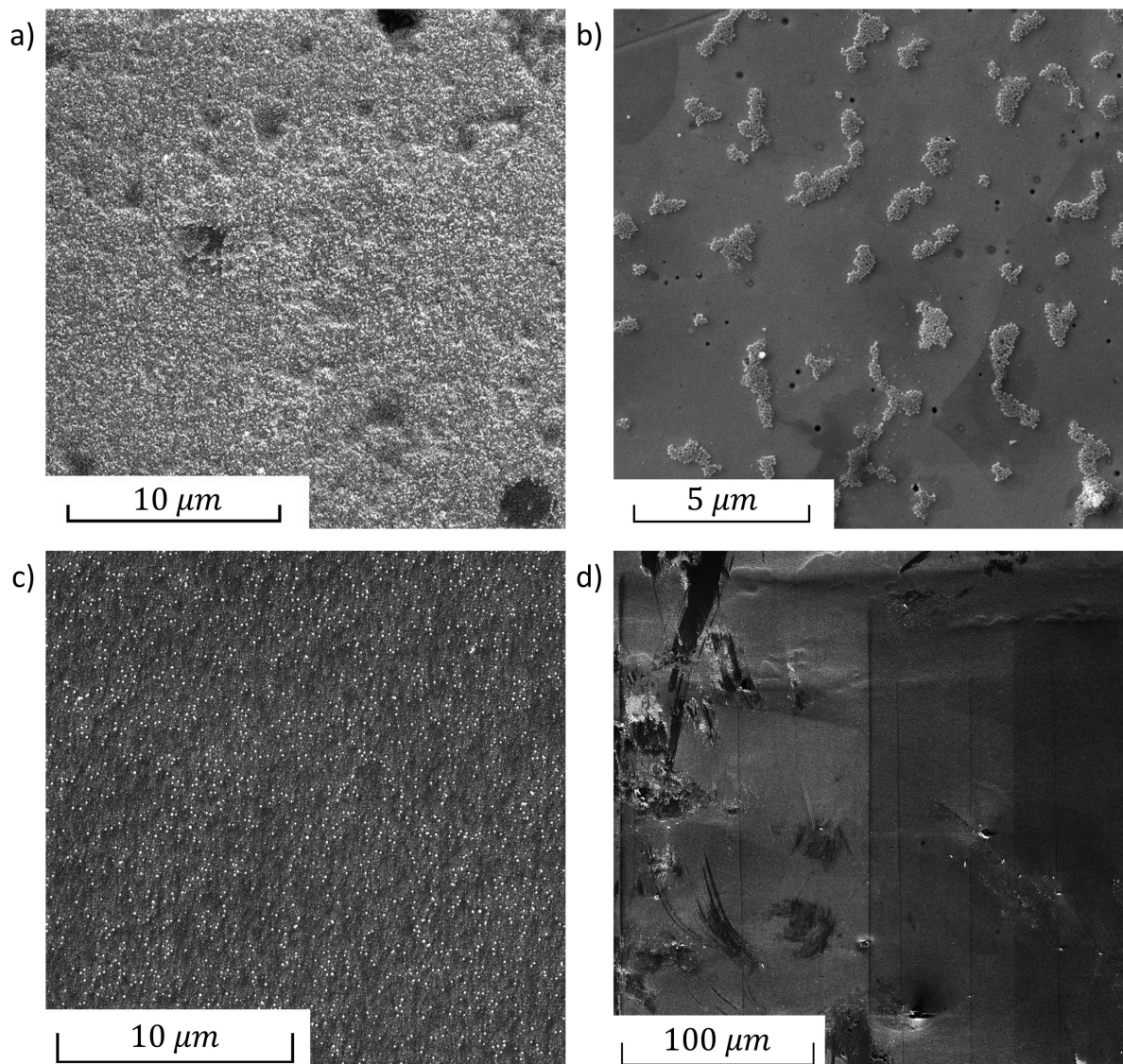
Posledním krokem přípravy vzorku je nanesení patternu na jeho svrchní vyleštěnou plochu. Pro tento experiment byla zvolena metoda nanášení částic oxidu křemičitého o velikosti  $0,06 \mu\text{m}$  pomocí leštícího koloidního roztoku OPS<sup>1</sup>. Částice se na vzorek nanáší na leštícím plátně pomocí ruční metalografické leštičky. V jednotlivých krocích je postup aplikace patternu popsán níže.

1. Připravit si potřebné vybavení: ruční metalografickou leštičku, leštící plátno, roztok OPS, pipetu, kádinku s destilovanou vodou, vzorek a časovač není-li integrován v řídicím softwaru leštičky.
2. Rychlost kotouče leštičky nastavit na 150 otáček za minutu a časovač nastavit na 38 sekund. Roztok OPS je třeba před použitím důkladně protřepat, neboť mají částice tendenci sedimentovat.
3. Leštící plátno několikrát propláchnout deionizovanou vodou, aby bylo úplně mokré a vyprchali z něj vzduchové bubliny a poté umístit na kotouč leštičky.
4. Na mokré leštící plátno pipetou rovnoměrně nanést 13 kapek roztoku OPS a položit na něj vzorek naleštěnou stranou dolů.
5. Vzorek uchopit rukou a malou přítlačnou silou ho přidržovat na jednom místě.
6. Spustit otáčení plátna, prvních 30 sekund pouze přidržovat vzorek ve stálé poloze.
7. Následujících 8 sekund oplachovat rotující plátno mírným proudem deionizované vody z kádinky.
8. Po uplynutí času zastavit kotouč není-li nastaven k samočinnému zastavení, opatrně zvednout vzorek z plátna a nechat při pokojové teplotě úplně uschnout.

Jakmile je vzorek dokonale suchý, je záhodno kvalitu patternu zkontrolovat za použití elektronového mikroskopu. Tato metoda nanášení patternu na vzorek bohužel závisí na mnoha vnějších faktorech, které nelze jednoduše ovlivnit, jako například aktuální teplota a povrchové napětí vody, nebo nejsou dostatečně probádané, například vliv podkladového materiálu. Vytvoření patternu proto může být dosti problematické. Jednotlivé částice by měli být rovnoměrně rozprostřeny na co největší ploše ve velmi jemném vzoru pro dosažení požadovaného rozlišení. V opačném případě mohou vytvářet větší shluky částic viz obr. 21b, čímž dojde k podstatnému zhoršení rozlišení samotné metody, případně může být nevyhovující hustota částic viz obr. 21a.

Povrch vzorku s dostatečně kvalitním patternem viz obr. 21c je třeba pečlivě uchovávat, jakýkoliv kontakt s ošetřeným povrchem by mohl znamenat destrukci patternu viz obr. 21d. Pro tyto účely byla použita krabička na uchování tahových vzorku vlastní konstrukce ze slitiny hliníku viz obr. 22.

<sup>1</sup>OPS = oxide polier suspension



Obrázek 21: Ukázky možných výsledků nanášení patternu na vzorek. a) nekvalitní pattern, homogenní vrstva částic na povrchu vzorku, b) nekvalitní pattern, částice vytvářejí velké shluky, c) kvalitní pattern použitelný k provedení DIC, d) kvalitní pattern zničený nesprávnou manipulací.

## 5.4 Analýza metodou DIC

V následujících podkapitolách je popsán celý proces pozorování vzorku a následného zpracování naměřených dat. Jelikož jde o metodu velmi komplexní a je snahou získat co nejvyšší výsledné rozlišení, je nutné postupovat velmi obezřetně. Jakákoliv počáteční chyba by se nesla dále celým experimentem pokud by nebyla včas odhalena a odstraněna.

### 5.4.1 Prvotní pozorování vzorku

Je-li vzorek správně připraven, lze přistoupit k jeho prvnímu zdokumentování před samotnou deformací. K pozorování byl použit rastrovací elektronový mikroskop Tescan LYRA 3 XMU FEG/SEMxFIB viz obr. 23. Na vzorku bylo nejprve provedeno skenování zkou-



Obrázek 22: Krabička pro uchování vzorků vlastní konstrukce se založeným vzorkem.

mané oblasti a naneseného patternu pomocí detektoru sekundárních elektronů a poté byla vyšetřena vnitřní mikrostruktura oblasti vzorku pomocí metody EBSD. Podrobný postup obou metod zvláště je popsán níže. Pro obě použité metody je nezbytné, aby byl vzorek dokumentován vždy ve stejné pozici, je proto na místě si jednu hlavu vzorku poznačit pro zjednodušení upínání vzorku do mikroskopu. K upínání vzorku do mikroskopu byl použit systém držáků pro práci se vzorkem při různých náklonech vlastní konstrukce.



Obrázek 23: Elektronový mikroskop Tescan Lyra 3 [26].

### Snímání patternu na povrchu vzorku

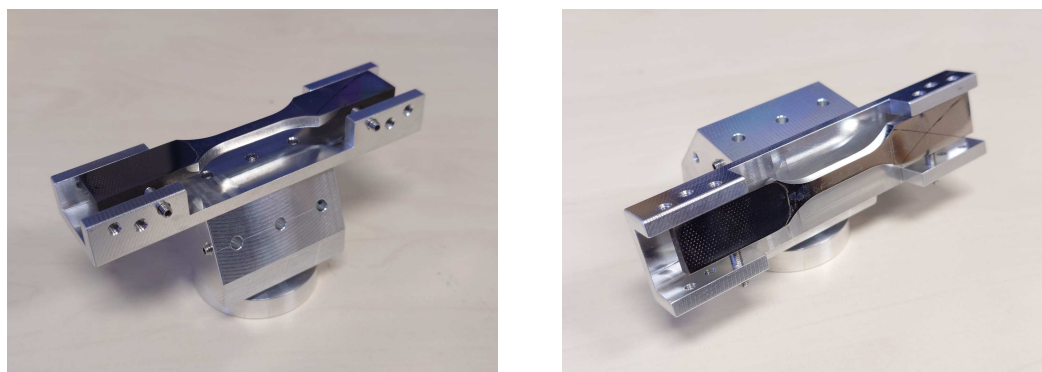
Při pozorování je záhodno snímat pouze částice patternu na povrchu vzorku, bez ovlivnění výsledného snímku strukturou samotného vzorku. Z toho důvodu byly použity nízké hodnoty urychlovacího napětí a intenzity svazku, konkrétně  $5\text{ kV}$  a  $5\text{ BI}$ . Pro potlačení topografie vzorku a zvýraznění částic byl ke snímání použit detektor sekundárních elektronů umístěný uvnitř zdroje elektronů ve směru proudu elektronů tzv. In-Beam detector a velmi krátká pracovní vzdálenost, přibližně  $6,7\text{ mm}$  v závislosti na konkrétním zaostření. Akvizice je provedena na vzorku upnutém v držáku pro pozorování pod různými úhly vlastní konstrukce viz obr. 24a v horizontální poloze. Z důvodu maximalizace přesnosti zpraco-



vání dat byly snímky nafoceny v rozlišení  $4096 \times 4096$  *pxs*. Sledovaná oblast o rozměrech  $260 \times 260$   $\mu\text{m}$  byla rozdělena na skupinu jednotlivých snímků o velikosti  $100 \times 100$   $\mu\text{m}$  do tří řad a tří sloupců se vzájemným překryvem 20 %.

### Charakterizace struktury vzorku pomocí EBSD

K vyšetření vnitřní struktury vzorku pomocí EBSD je nutné vzorek umístit do mikroskopu pod úhlem  $70^\circ$ , proto byl použit držák viz obr. 24b. Je také třeba změnit parametry elektronového svazku, a sice na hodnoty  $15$  *kV* a  $20$  *BI*. Pracovní vzdálenost je třeba zvolit optimální vzhledem k použitému mikroskopu a EBSD detektoru, pro účely tohoto experimentu byla zvolena hodnota přibližně  $15$  *mm*. Jelikož je třeba mezi snímáním patternu na povrchu vzorku a vyšetřením struktury pomocí EBSD se vzorkem značně manipulovat, byla zdokumentována větší plocha než pro samotné DIC. Tímto bylo zajištěno překrytí obou zkoumaných oblastí s dostatečným manipulačním prostorem. Vzorek se v průběhu zatížení prodlužuje, bylo proto nutné v průběhu experimentu postupně upravovat velikost vyšetřované oblasti z počáteční plochy IPF mapy  $320 \times 320$   $\mu\text{m}$  před deformací až po konečných  $360 \times 320$   $\mu\text{m}$  po 15% deformaci vzorku.



(a) Vzorek umístěný v horizontální poloze. (b) Vzorek umístěný pod úhlem  $70^\circ$ .

Obrázek 24: Vzorek umístěný v držáku pro pozorování pod různými úhly vlastní konstrukce.

### 5.4.2 Pozorování deformace vzorku

Po každém provedeném zátěžném cyklu je potřeba, ideálně s co nejmenší časovou prodlevou, vzorek za pomoci elektronového mikroskopu opět zdokumentovat. Je přitom velmi důležité dodržovat stejná nastavení mikroskopu a stejné pracovní postupy jako při prvním skenování povrchu vzorku, například pozici vzorku vůči svazku, dodržovat stálou polohu a teplotu vzorku, stejnou rychlost skenování a rozlišení výsledných snímků. Výsledné snímky musí mít ideálně stejné parametry jako snímky získané před deformací. Toto se začne s rostoucí deformací vzorku jevit jako čím dál větší problém. I přes to je ale třeba parametry obrazu, hlavně jas a kontrast, upravovat pokud možno co nejméně. V případě výrazné odlišnosti snímků před a po deformaci by mohly nastat značné komplikace při softwarovém vyhodnocování dat.

### 5.4.3 Zpracování dat

Získaná data byla zpracována za použití programu Ncorr. Jedná se o volně dostupný software pro vyhodnocování DIC dat, který lze stáhnout jako doplněk programu Matlab. Jediné omezení je použití minimálně verze Matlab R2009a+, doporučena je ovšem verze 2015a+ a novější. Doporučené jsou taktéž doplňky Image Processing Toolbox a Statistics Toolbox. Doporučenými operačními systémy jsou Windows a Linux, funkčnost programu při použití operačního systému Mac Os nebyla testována [27]. Vyhodnocení dat sestává z několika kroků, které jsou podrobně popsány níže. Hotové DIC mapy deformace zkoumané oblasti jsou vykreslovány na referenční snímek a neobsahují informaci spojující mapy s hranicemi zrn. Ty byly posléze získány pomocí zpracování EBSD dat nedeformovaného materiálu a do hotových map doplněny [28].

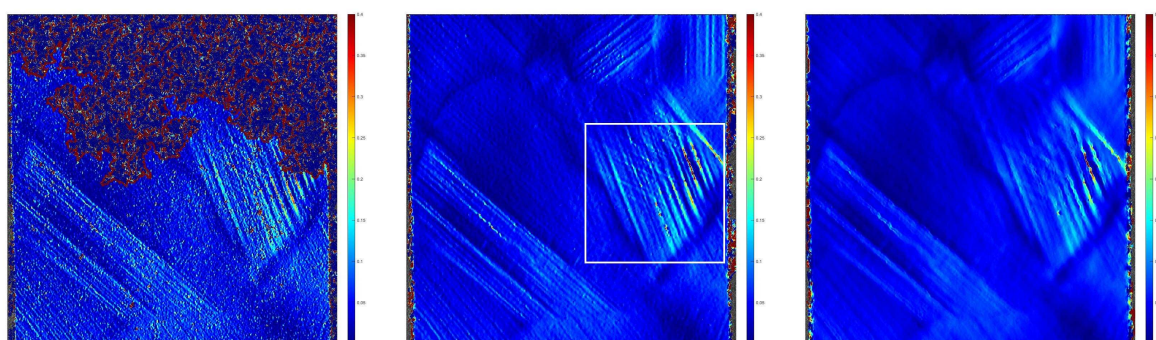
1. Stáhnout doplněk Ncorr a je-li to možné i všechny doporučené doplňky programu Matlab.
2. Spustit program Matlab, v sekci Current folder zvolit složku s programem Ncorr a spustit program jako jakýkoliv script - zobrazí se uživatelské rozhraní programu Ncorr.
3. Pomocí záložek Load Reference Image a Load Current Image v liště File nahrát snímek vzorku před deformací a snímek vzorku v aktuálním stavu.
4. V liště Region of Interest nastavit oblast zájmu zpracování dat. To lze provést nakreslením oblasti přímo na snímek nebo nahráním oblasti zájmu ve formě obrázku. Oblastí může být libovolný počet v závislosti na aktuální aplikaci.
5. V liště Analysis nastavit parametry DIC analýzy pomocí záložky Set DIC Parameters. Výběr správných parametrů analýzy je popsán níže.
6. Spustit vyhodnocení pomocí záložky Perform DIC Analysis v liště Analysis - vybrat konkrétní oblast zájmu, umístit Seeds a ujistit se, že je jejich pozice na aktuálních snímcích určená programem totožná s tou na snímku referenčním.
7. Pomocí záložky Format Displacements v liště Analysis přepočítat pixely vzniklé mapy na reálnou jednotku posunu, v tomto případě mikrometry.
8. Vypočítané body grafu reprezentující deformaci vzorku proložit splajnem pomocí záložky Calculate Strains v záložce Analysis.

#### Load current Image

Program umožňuje nahrát více snímků po deformaci najednou, lze tak analyzovat několik zátěžných kroků na téže oblasti najednou. Pro tyto případy je záložka rozdělena na dvě části v závislosti na tom, jsou-li nahrávány snímky přímo a tedy zatěžují paměť RAM - Load All (memory heavy) - a nebo je-li do programu vložena pouze cesta a snímky se načítají postupně až při analýze - Load Lazy (slower but less memory).

## Set DIC Parameters

V rámci nastavení parametrů analýzy musí uživatel určit hodnoty Subset radius a Subset spacing. Subset radius neboli poloměr podmnožiny udává velikost imaginárního políčka, pixelu následně vzniklé mapy. Subset spacing neboli rozestup podmnožin udává vzdálenost mezi jednotlivými políčky. Dohromady tyto dva parametry zásadně ovlivňují rozlišení mapy. Příliš nízké hodnoty způsobují mnoho šumu a zpomalují průběh zpracování, příliš vysoké naopak snižují rozlišení a degradují výsledné mapy. Je proto třeba iterativně nalézt ideální hodnoty obou parametrů pro danou aplikaci. V rámci této studie byly vybrány parametry Subset radius 20 a Subset spacing 3. Vyhotovené mapy s různými hodnotami Subset radius jsou vidět níže viz obr. 25, změna hodnoty Subset spacing je vidět až při bližším pohledu, pro tyto účely byl v rámci obr. 25b vybrán detail, který je dále rozebrán viz obr. 26.

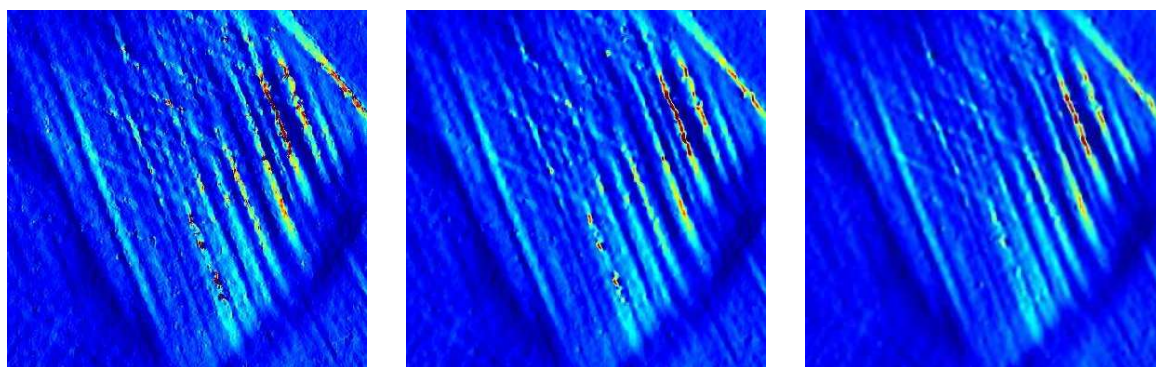


(a) Subset radius 10.

(b) Subset radius 20.

(c) Subset radius 40.

Obrázek 25: DIC mapy s různými hodnotami Subset radius.



(a) Subset spacing 1.

(b) Subset spacing 3.

(c) Subset spacing 5.

Obrázek 26: Detail DIC mapy s různými hodnotami Subset spacing.

Dále je možné nastavit parametr Num Threads, který se dá interpretovat jako počet jader procesoru, která se podílí na výpočtu. Je-li k výpočtu například využit počítač s procesorem s osmi výpočetními jádry, lze zvolit parametr libovolně od jedné do osmi.

## Perform DIC Analysis

Při vlastní analýze v rámci záložky Perform DIC Analysis je třeba nejprve zvolit oblast zájmu k vyhodnocení. Toto je ale důležité pouze je-li v rámci jednoho snímku více oblastí včetně těch, kterým je třeba se vyhnout. V případě analýzy celého snímku stačí vybrat tuto oblast zájmu. Dalším krokem je umístění Seeds, bodů, které reprezentují jednotlivé části, na které se oblast zájmu rozdělí pro potřeby výpočtu. Počet těchto bodů, stejně jako oněch částí, je dán parametrem Num Threads. Na čím víc částí se celková oblast zájmu rozdělí, tím rychleji analýza proběhne, zároveň ale s tím roste pravděpodobnost neúspěchu při výpočtu. Ideální počet bodů je tedy opět pro danou aplikaci vhodné určit empiricky, zde byl zvolen parametr Num Threads roven jedné.

Reprezentativní body je třeba umisťovat tak, aby se nacházely i na všech snímcích deformovaných vzorků, je tedy dobré se vyhnout okrajům. Dále je záhodno body rozmístit po oblasti zájmu rovnoměrně tak, aby si byly jednotlivé části oblasti zájmu co nejpodobnější. Tyto body se umísťují na referenční snímek, program se je poté snaží nalézt na všech aktuálních snímcích. Je proto třeba zkontrolovat správnost jejich pozice na všech snímcích, korelační koeficient by se přitom měl co nejvíce blížit nule. Pokud program jeden nebo více bodů vyhodnotí chybně, je třeba celý postup opakovat.

## Format displacements

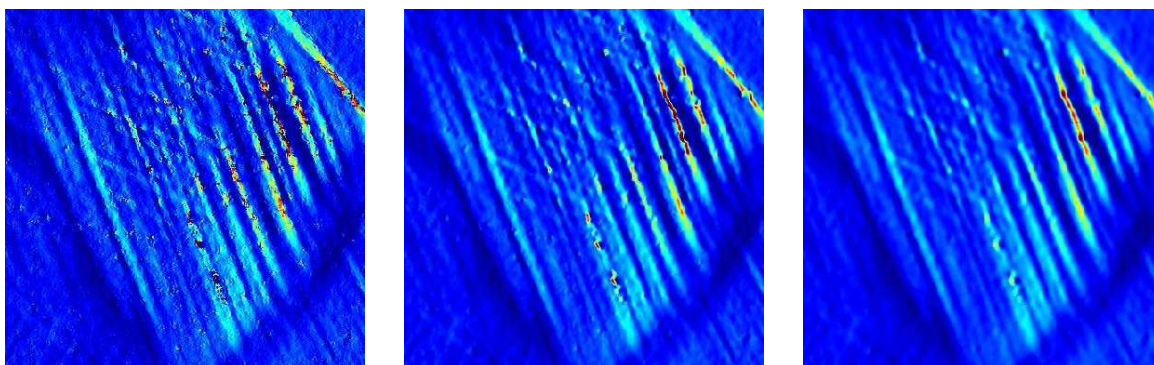
Poměr skutečné velikosti deformace k pixelu lze jednak zadat přímo le-li hodnota poměru známá. Není-li přesná hodnota přepočtu k dispozici, lze jí docílit nahráním snímku vzorku a změřením známé délky na snímku, například měřítko.

Dále je možné nastavit parametr Corr-Coef Cutoff, pomocí kterého lze ze vzniklé mapy odfiltrovat pravděpodobně špatně vyhodnocené pixely. Ty se vyznačují abnormální hodnotou korelačního koeficientu, ať už příliš vysokou nebo nízkou. Pomocí parametru Corr-Coef Cutoff lze tyto pixely z výsledné mapy odstranit.

Posledním volitelným parametrem je Lens Coef, koeficient prostorové distorze čočky kamery. Určení hodnoty tohoto koeficientu není předmětem této práce, byla proto ponechána defaultní hodnota rovna nule.

## Calculate Strains

Jediným volitelným parametrem je v této části Strain Radius, poloměr oblasti bodů, které budou proloženy rovinou. Ideální hodnotu tohoto parametru je třeba opět hledat iterativně v závislosti na dostupných datech. V případě příliš malé hodnoty poloměru vzniká velké množství šumu viz obr. 27a, příliš velký poloměr naopak způsobí vyhlazení výsledků a tím i zbytečnou ztrátu dat viz obr. 27c. V rámci této práce byla zvolena hodnota Strain radius 3.



(a) Strain radius 1.

(b) Strain radius 3.

(c) Strain radius 5.

Obrázek 27: Detail DIC mapy s různými hodnotami Strain radius.

## 6 Výsledků experimentu

V této kapitole budou přehledně uvedeny a popsány všechny v průběhu experimentu naměřené výsledky. Na prvním místě je zde popsán tahový diagram, dále pak IPF a DIC mapy oblasti zájmu v průběhu zatěžování.

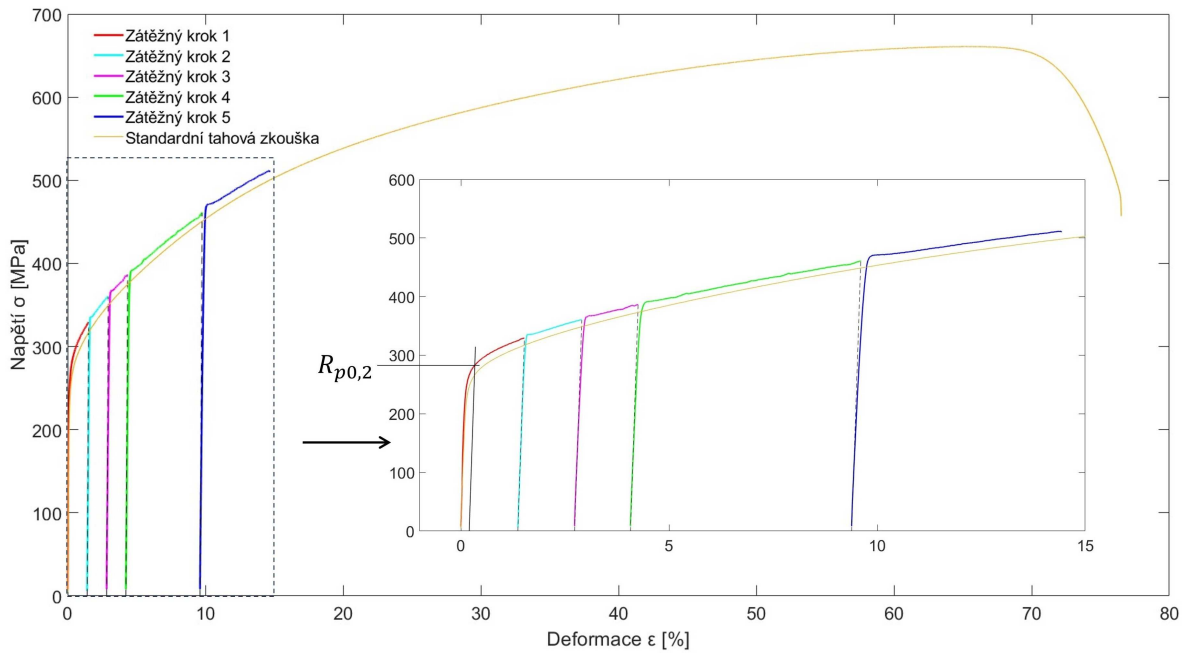
### 6.1 Tahová zkouška

Zde je graf porovnávající proběhnuvší přerušovaný experiment a tradiční tahovou zkoušku viz obr. 28. Oba testy byly provedeny na vzorcích téhož materiálu, rozdílná byla ale použitá geometrie vzorku. Zatímco v případě experimentu této práce byl použit vzorek plochý, klasická tahová zkouška byla provedena na válcovém zkušebním vzorku. Obě tahové zkoušky byly provedeny na téže zátěžném stroji a proto jsou naměřené tahové křivky přímo porovnatelné.

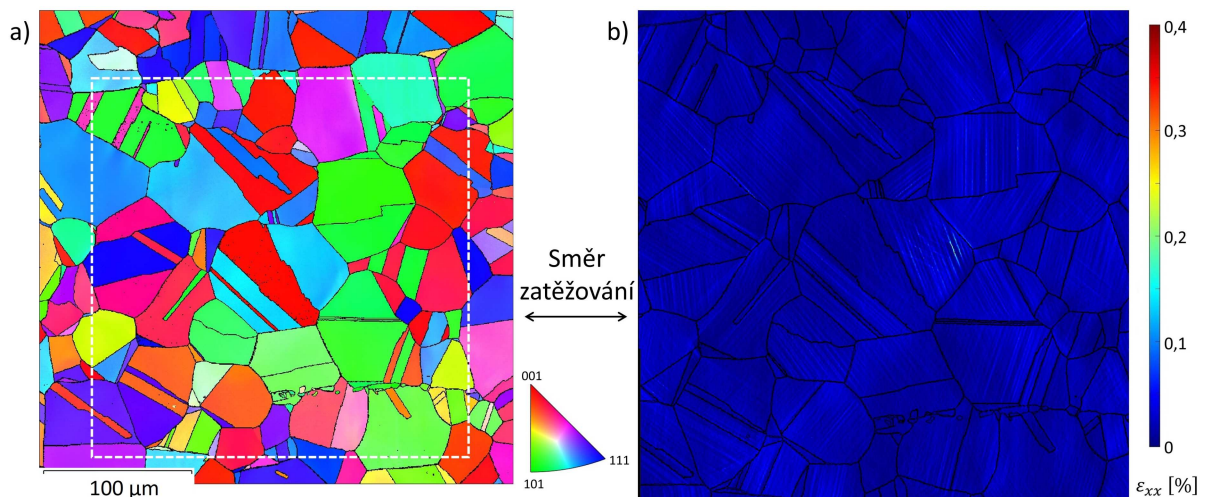
Smluvní mez kluzu  $R_{p0,2}$  byla experimentem určena přibližně 283 MPa, což je hodnota v předpokládaném intervalu pro danou ocel. Přerušení tahové zkoušky - celkově pět zastavení - byla zvolena tak, aby byla DIC analýza schopna zachytit prvotní projevy plastické deformace v nejpříznivěji orientovaných zrnech a její následné rozvinutí v zrnech ostatních. Jednotlivé zátěžné kroky měly také ukázat postupné zvyšování intenzity plastické deformace ve skluzových rovinách.

### 6.2 DIC a EBSD mapování

Dále jsou již přehledně zpracovány snímky vzorku v průběhu deformace. Na IPF mapě materiálu (obr. 29a - 33a) získané EBSD analýzou je vyznačená oblast zkoumaná pomocí DIC (obr. 29b - 33b). Pro další zkoumání deformace materiálu je vhodná IPF mapa podél směru zatěžování, v tomto případě podél směru osy x, z naměřených EBSD dat byly proto vybrány IPF X mapy viz kapitola 2.1. Z téhož důvodu zobrazují také DIC mapy složku deformace ve směru zatěžování, tedy ve směru osy x  $\epsilon_{xx}$ . IPF X mapy mění s postupující deformací tvar ze čtvercového na obdélníkový v důsledku protahování vzorku, DIC mapa si naproti tomu zachovává původní čtvercový tvar. To je způsobeno zpracováním programem Ncorr, jenž vykresluje vypočítané deformace v jednotlivých bodech do referenčního snímku.



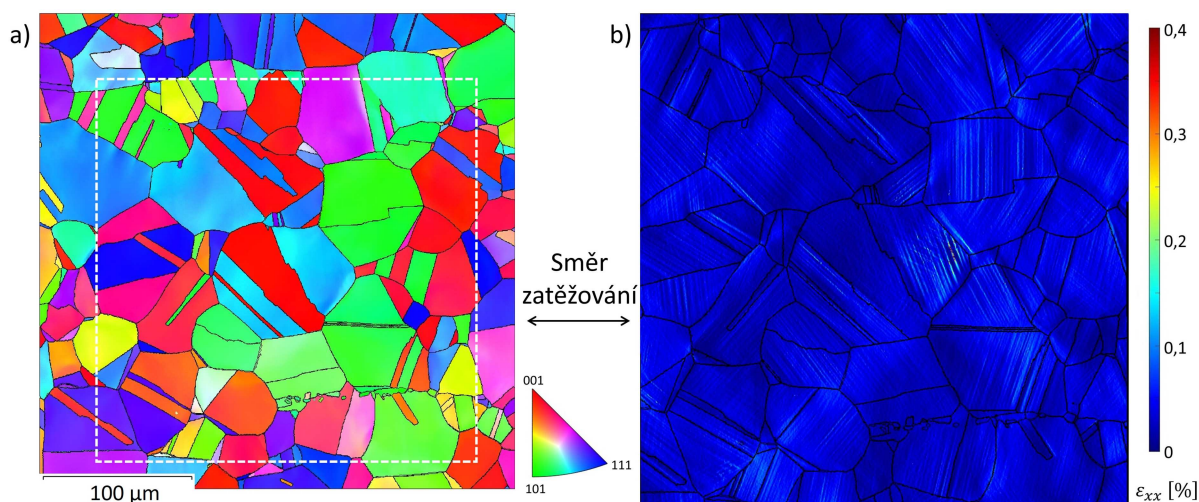
Obrázek 28: Graf porovnávající tradiční tahovou zkoušku a přerušovaný test.



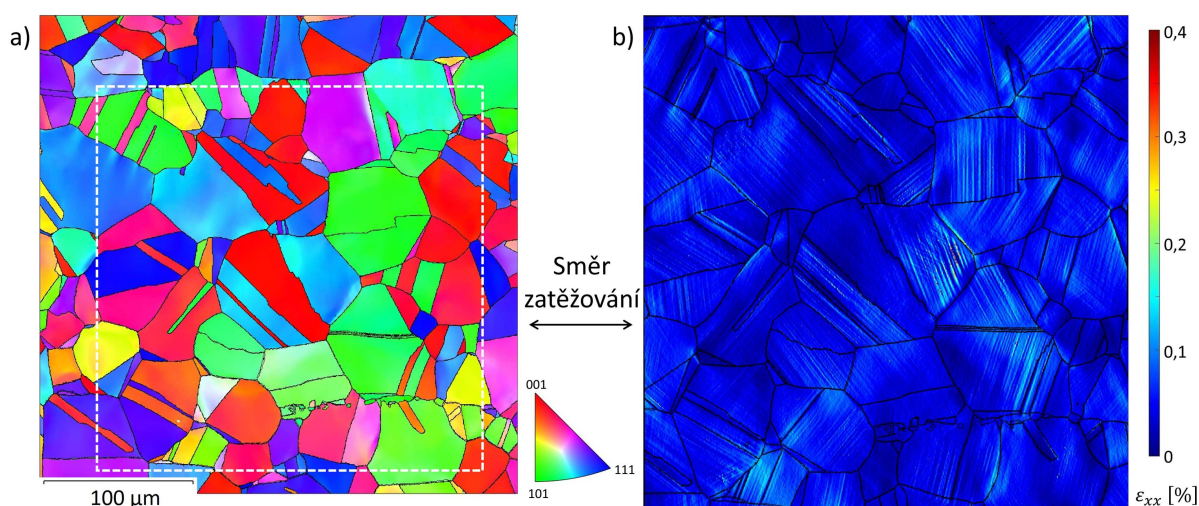
Obrázek 29: Charakterizace zkoumané oblasti vzorku při deformaci 1,5 %. a) IPF X mapa, b) DIC mapa.

Na IPF X mapách sledované oblasti lze v průběhu zatěžování dobře pozorovat dva důležité fenomény probíhající simultánně vedle sebe. Některá příhodně orientovaná zrna vykazují s narůstající plastickou deformací značnou prostorovou distorzi své krystalické mřížky. Jejich barva se poté dle narůstajících misorientací mění z jednotného odstínu značícího původní orientaci mřížky na mix různých odstínů naznačující odlišnou orientaci krystalové mřížky v rámci jednoho zrna. Další jinak orientovaná zrna ale vykazují chování odlišné, zachovávají si svou původní orientaci krystalové mřížky a tudíž i jednotnou barvu v průběhu celého testu.

DIC mapy vyvíjející se plastické deformace sledované oblasti dobře zobrazují její skutečnou povahu na úrovni jednotlivých zrn. Od počátku zatěžování vzorku se začínají



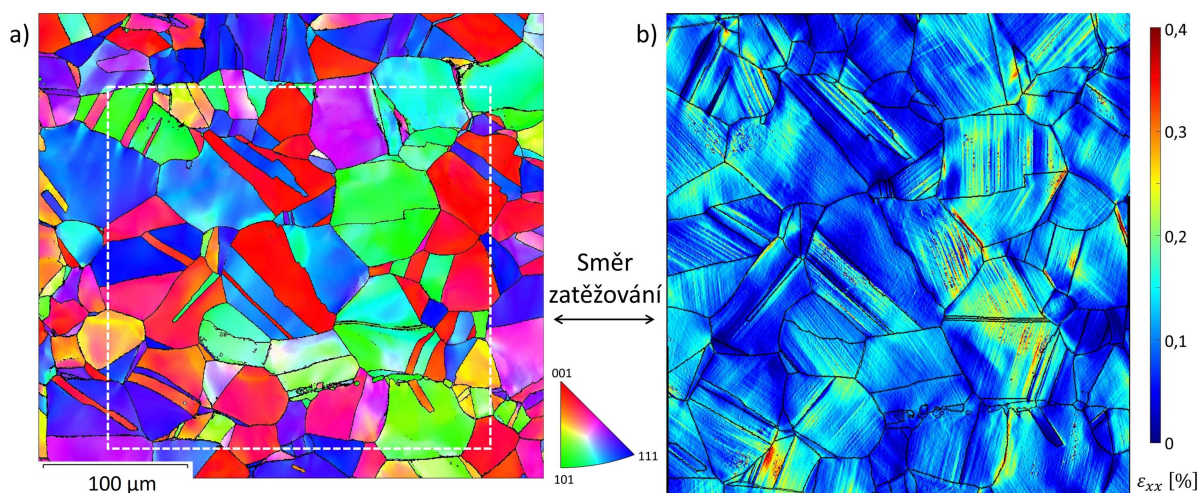
Obrázek 30: Charakterizace zkoumané oblasti vzorku při deformaci 3 %. a) IPF X mapa, b) DIC mapa.



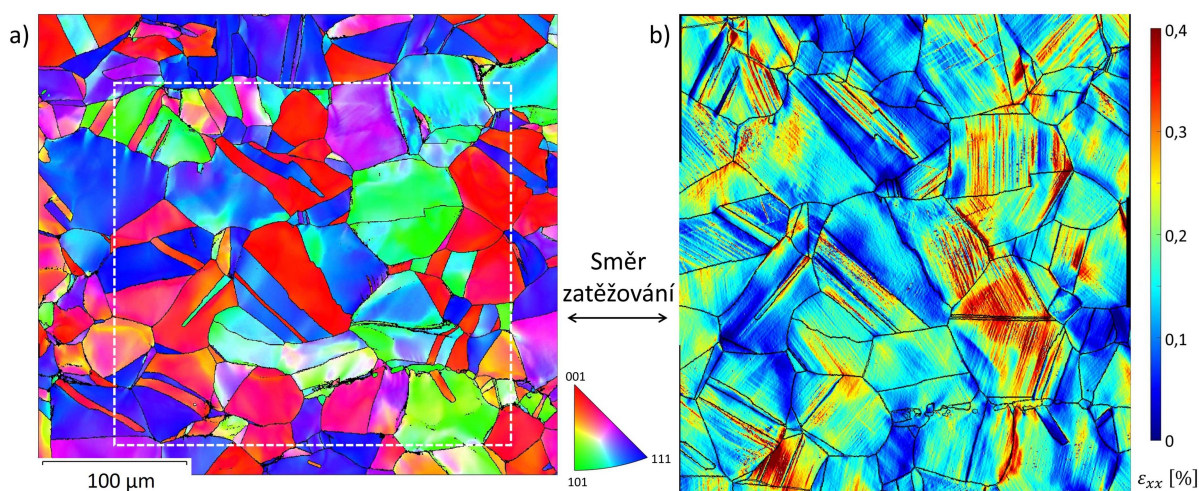
Obrázek 31: Charakterizace zkoumané oblasti vzorku při deformaci 4,5 %. a) IPF X mapa, b) DIC mapa.

objevovat první známky plastické deformace, ty jsou ale silně lokalizovány do příhodně orientovaných zrn, zbylý materiál vykazuje plastickou deformaci minimální. Teprve při dalším zatěžování se objevují známky plastické deformace celé zkoumané oblasti, mezi jednotlivými zrny jsou ale stále velké rozdíly což značí silně heterogenní distribuci plastické deformace napříč studovanou ocelí.

Tato heterogenita navíc nepostihuje jen materiál jako celek, ale i zrna samotná. V některých případech je dobře vidět silná lokalizace plastické deformace uvnitř zrn, která se tak deformují nerovnoměrně. Plastická deformace jednotlivých zrn má navíc silně planární charakter, což její lokalizaci jen umocňuje. V rámci některých příhodně orientovaných zrn lze s přibývajícím plastickou deformací pozorovat také postupnou aktivaci dalších skluzových systémů, která vede naopak ke snižování nerovnoměrnosti deformace zrna. Dále lze na DIC mapách sledovat potenciální vliv velkoúhlových hranic zrn a míst dotyku tří a více zrn na pohyb dislokací a tedy i na plastickou deformaci jako takovou.



Obrázek 32: Charakterizace zkoumané oblasti vzorku při deformaci 10 %. a) IPF X mapa, b) DIC mapa.

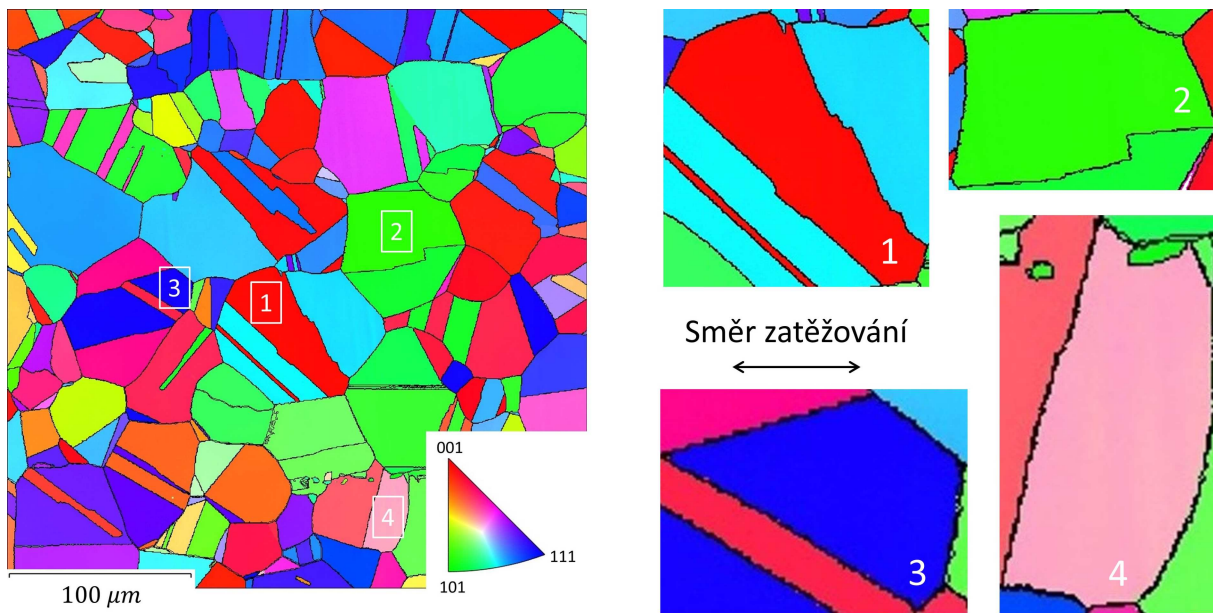


Obrázek 33: Charakterizace zkoumané oblasti vzorku při deformaci 15 %. a) IPF X mapa, b) DIC mapa.

Pro popis rozvíjející se lokalizace plastické deformace do skluzového systému vzorku byla vybrána zrna reprezentující materiál z hlediska orientace krystalové mřížky vůči vnějšímu zatížení. Vybraná zrna jsou vyznačena níže viz obr. 34, jde o zrna reprezentující tři prominentní orientace -  $\langle 001 \rangle$ ,  $\langle 101 \rangle$  a  $\langle 111 \rangle$  - a jednu v obecné orientaci. U těchto zrn lze očekávat různý počet aktivovaných skluzových systémů viz kapitola 2.3.1. Ve všech případech jde o zrna s krystalovou mřížkou FCC, tedy zrna převažující fáze.

Ze získaných IPF X a DIC map při plastické deformaci 4, 5 %, 10 % a 15 % byly vyjmuty podoblasti obsahující vždy jedno vybrané zrno a tyto sady dat byly vzájemně srovnány níže viz schémata 35 až 38. Na základě známé krystalografie nedeformovaného vzorku byly pomocí analytického softwaru MStrace určeny skluzové systémy krystalové mřížky vybraných zrn, jejich roviny a směry a hodnoty Schmidova faktoru. Pro přehlednost výsledků byly vybrány a níže vyobrazeny pouze ty skluzové směry s nejvyšší hodnotou Schmidova faktoru v každé ze čtyř možných skluzových rovin. Jde tedy o skluzové směry s nejvyšší pravděpodobností aktivace v dané skluzové rovině.





Obrázek 34: IPF X mapa vzorku s vyznačenými zrny.

### Zrno 1

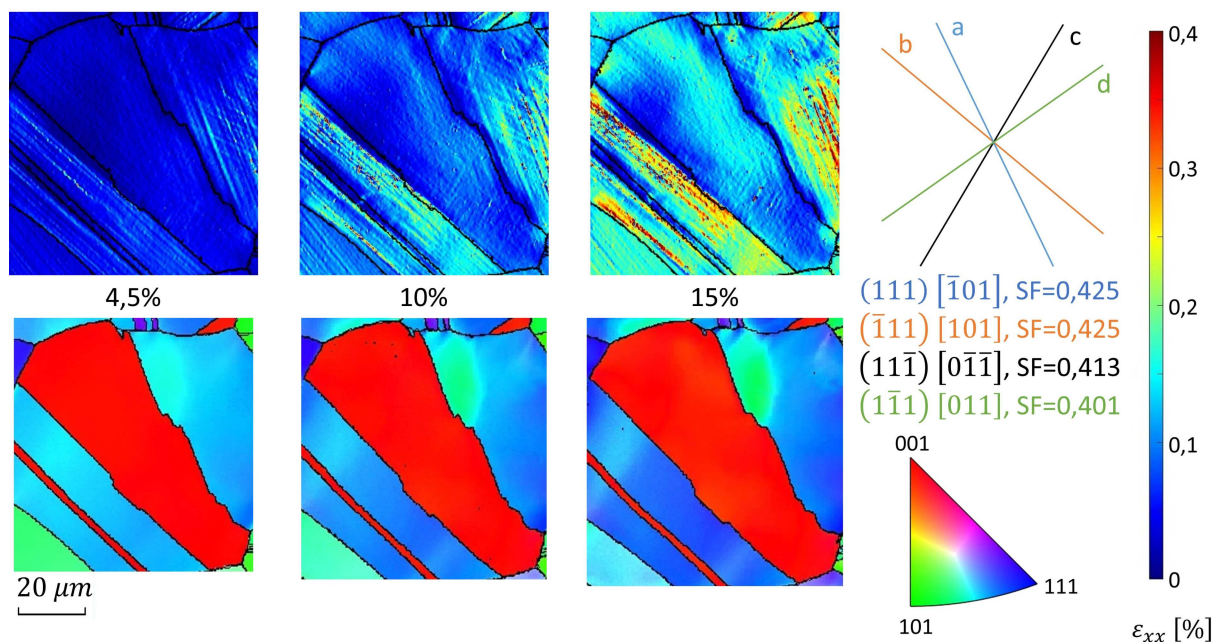
Rozbor deformace zrna číslo 1 ilustruje obrázek 35. Jeho krystalická mřížka zrna je natočená hranou základní buňky ve směru zatěžování. Na základě DIC mapy lze předpokládat, že je již od počátku zatěžování vzorku aktivních najednou více skluzových systémů, maximální hodnota deformace je ale v rámci tohoto zrna z pozorovaných zrn nejmenší. Na DIC mapě jsou při nejvyšší dosažené deformaci jasně viditelné linie rovnoběžné se třemi skluzovými systémy označenými a, b a c, skluzový systém d pravděpodobně není aktivní, v rámci DIC mapy není nijak zřetelný. IPF X mapa zůstává plně červená, což značí rovnoměrnou deformaci celého zrna bez lokálních deformací a natáčení jeho krystalové mřížky.

### Zrno 2

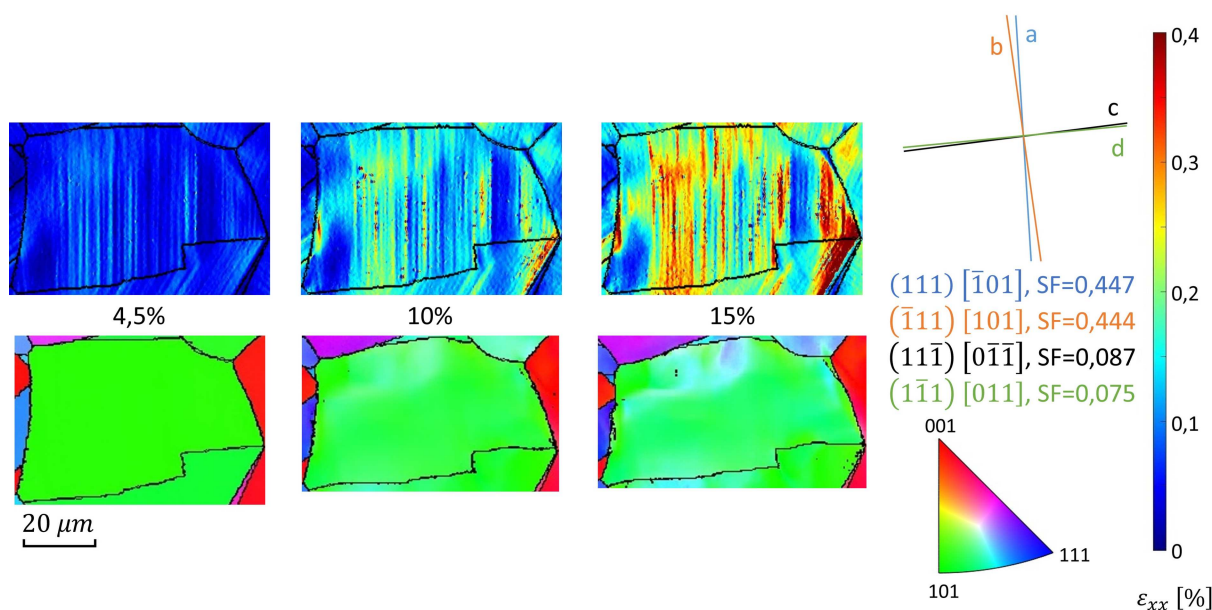
Rozbor deformace zrna číslo 2 ilustruje obrázek 36. Jeho krystalická mřížka je natočená stěnovou úhlopříčkou ve směru zatěžování, je tedy zatěžována vnější silou přímo v atomy nejhustěji obsazeném směru. Jak je vidět na DIC mapě, již od počátku je silně aktivní jeden ze skluzových systémů. Pravděpodobně jde o systém a, vzhledem k možným odchylkám mezi nedeformovanými EBSD daty a deformovanou DIC mapou ale toto nelze jednoznačně rozhodnout. Skluzové systémy c a d se pravděpodobně do deformace vůbec nezapojují, což koresponduje i s řádově nižší hodnotou Schmidtova faktoru. V nejvyšším kroku plastické deformace lze na IPF X mapě zrna již pozorovat výraznou distorzi krystalové mřížky. Monolitická zelená barva zrna se postupně proměňuje v různé odstíny zelené a modré, z čehož lze pomocí IPF X diagramu vyčíst místně proměnlivou orientaci mřížky zrna.

### Zrno 3

Rozbor deformace zrna číslo 3 ilustruje obrázek 37. Jeho krystalická mřížka je natočená tělesovou úhlopříčkou základní buňky ve směru zatěžování. Na počátku zatěžování je evi-

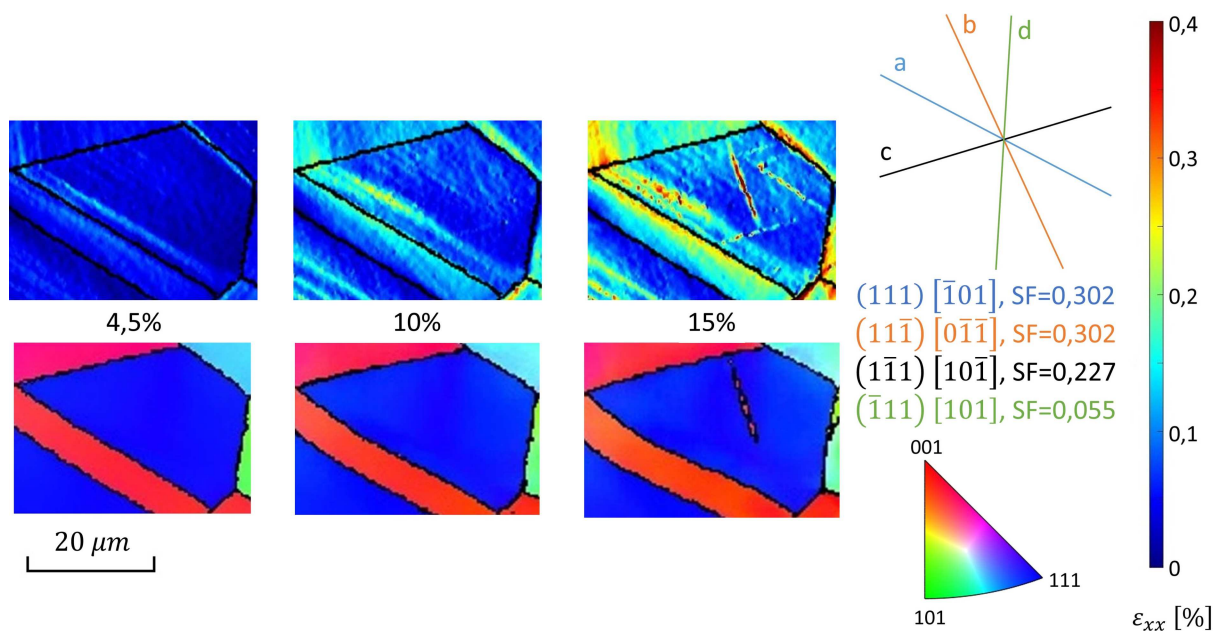


Obrázek 35: Rozbor plastické deformace zrna 1.



Obrázek 36: Rozbor plastické deformace zrna 2.

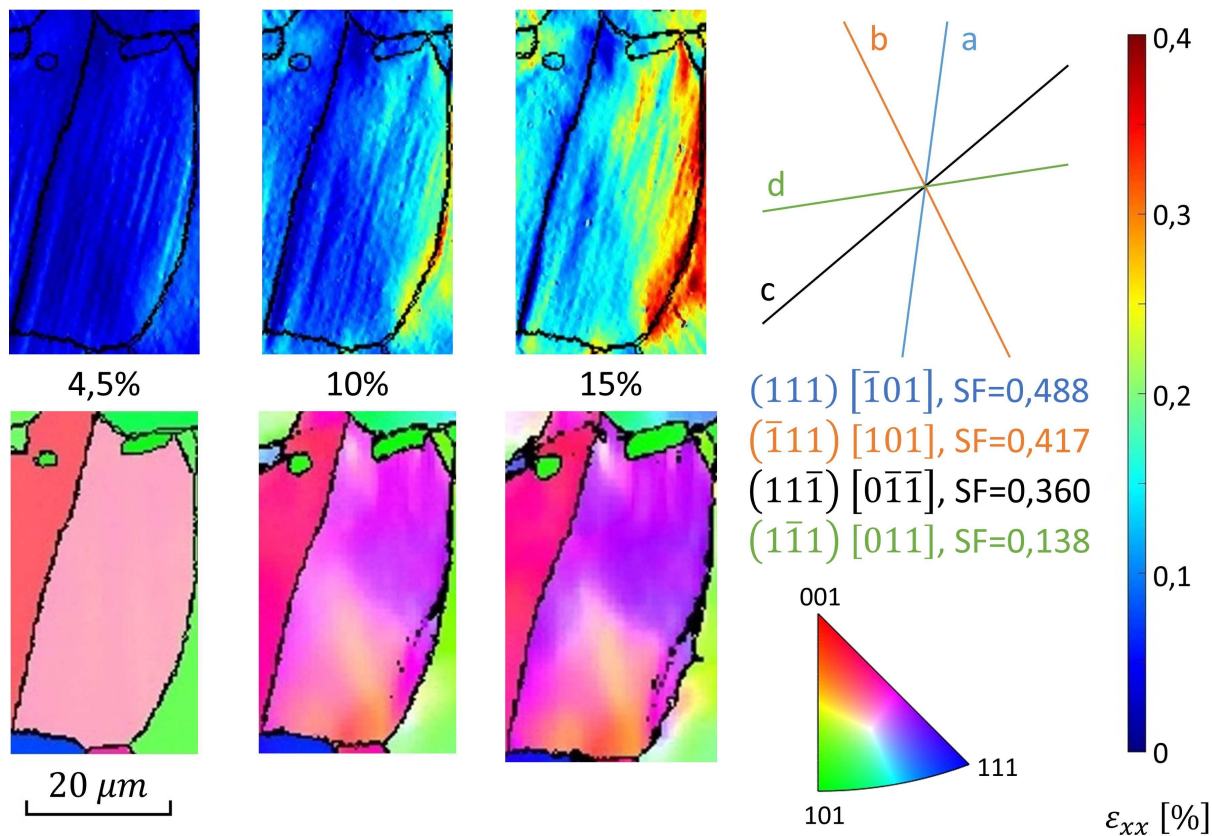
dentně aktivní skluzový systém a, v průběhu deformace se ale viditelně aktivují další dva skluzové systémy b a c. V nejvyšším stupni deformace je na DIC mapě vidět výrazná linie rovnoběžná se skluzovým systémem b. Při srovnání s IPF X mapou je v témže místě vidět nově vznikající podlouhlé úzké zrno s odlišně orientovanou krystalickou mřížkou taktéž rovnoběžné se směrem skluzového systému b. Lze proto usuzovat, že se jedná s největší pravděpodobností o deformační dvojčce a tedy projev plasticity indukované dvojčatením. Skluzový systém d je pravděpodobně neaktivní, na DIC mapě není nijak zřetelný a hodnota Schmidova faktoru je velmi nízká.



Obrázek 37: Rozbor plastické deformace zrna 3.

#### Zrno 4

Rozbor deformace zrna číslo 4 ilustruje obrázek 38. Jeho krystalická mřížka je obecně orientovaná v prostoru, zrno bylo proto vybráno jako referenční k ostatním zrnům. Od začátku měření plastické deformace je vidět aktivní skluzový systém a, ostatní skluzové systémy nejsou v rámci DIC mapy zřetelné. Zrno se značně nerovnoměrně deformuje při své pravé hranici, je tedy potenciálně ovlivňováno sousedním zrnem. IPF X mapa zato prozrazuje výrazné místní deformace mřížky v průběhu zatěžování, v pravé části dokonce dovnitř zrna vybíhá velkoúhlová hranice zrn potenciálně vedoucí k rozštěpení zrna v případě dalšího namáhání vzorku.



Obrázek 38: Rozbor plastické deformace zrna 4.

## 7 Diskuze výsledků

V kapitole 6 byl uveden tahový diagram viz obr. 28 srovnávající standardní tahovou zkoušku s experimentem provedeným v rámci této práce. Porovnáním průběhu klasické tahové křivky a přerušovaného testu lze usoudit, že mají obě sady naměřených dat shodný trend, pouze jsou od sebe výsledné křivky diagramů posunuty o přibližně 15 MPa. Tento rozdíl je způsoben rozdílnou geometrií vzorků použitých při zkoušce, což ve své studii ukazuje taktéž D. Cruz et al. [29]. Naměřené chování materiálu při vnějším zatížení tím ale není nijak ovlivněno, z toho důvodu lze oba testy označit za rovnocenné a data naměřená při přerušované zkoušce za relevantní.

Pro vytvoření DIC map plastické deformace zkoumané oblasti byl použit software Ncorr, zatímco k určení skluzových systémů posloužil program MStrace. Oba tyto programy ale mají jistá omezení. Software Ncorr vykresluje vypočítané deformační mapy do referenčního snímku, nijak tedy nezohledňuje plastickou deformaci vzorku samotného. Výsledná mapa navíc slouží pouze jako obrazová data, v rámci programu nelze vypočítané DIC mapy nijak dále zpracovávat. Analytický software MStrace je určen primárně k určení skluzových směrů perfektních dislokací, k dokázání potenciálního výskytu parciálních dislokací není vhodný. Z dostupné literatury [23, 24, 30, 31] lze přitom výskyt parciálních dislokací v průběhu plastické deformace studovaného materiálu předpokládat.

Z těchto důvodů by bylo v rámci dalšího výzkumu vhodnější užití kombinace programů DefDAP [32], schopného provést určení skluzových faktorů pro perfektní dislokace a kompletní DIC analýzu včetně charakterizace deformačního chování samostatných zrn,

a MTEX [33] vhodného k určení burgersových vektorů a schmidtových faktorů parciálních dislokací.

K popisu plastické deformace uvnitř vybraných zrn byly určeny skluzové systémy krystalové mřížky na základě EBSD dat nedeformovaného materiálu. To může potenciálně zapříčinit určitou odchylku mezi teoretickými směry skluzových systémů a směry zjištěnými pomocí DIC. Tato odchylka by se dala odstranit použitím EBSD dat deformovaného vzorku, čímž by se ale do predikce zanesla chyba ze samotného skenování mikroskopem, které v případě deformovaného materiálu dosahuje horších výsledků jak ve své práci píše Z. Chen [34]. Proto byla zvolena cesta porovnání DIC map jednotlivých zrn s predikcí skluzových systémů daných zrn získanou pomocí EBSD dat před deformací vzorku.

Pro určení aktivních skluzových systémů v rámci zrna byl z každé skluzové roviny vybrán skluzový směr s nejvyšším Schmidovým faktorem jakožto směr s nejvyšší pravděpodobností aktivace v průběhu zatěžování. Může ale nastat situace, kdy se v jedné skluzové rovině objeví více skluzových směrů s vysokou hodnotou Schmidova faktoru, poté může být teoreticky v jedné rovině aktivních skluzových směrů více. Pouze na základě zjištěných dat pomocí DIC ale nelze určit, který skluzový směr je v dané skluzové rovině aktivní, případně jestli je aktivní směr jediný. Pro takovéto zpřesnění predikovaných dat by bylo třeba použití dalších analytických metod schopných hlubšího pozorování vnitřní struktury kovu, například 3D EBSD [35], transmisní elektronové mikroskopie [36] nebo rentgenové mikrotomografie [37].

Skluzové systémy vybraných zrn označené jako aktivní byly poté srovnány s DIC mapami zobrazujícími rozvíjející se plastickou deformaci studovaných zrn. Ukazuje se vysoká míra shody mezi teoreticky určenými skluzovými systémy a vytvořenými DIC mapami, což dobře koreluje s výsledky dosaženými v rámci studií Y. Das [38] nebo J. Talonen [31]. V příhodně orientovaných zrnech lze dobře pozorovat postupnou aktivaci dalších skluzových systémů v rámci probíhající plastické deformace, případně projevy plastické deformace indukované dvojčatěním.

Jak již bylo uvedeno výše, zrna se v průběhu zatěžování chovají diametrálně odlišně v závislosti na jejich orientaci vůči směru zatěžování. Zatímco některá zrna si s postupující plastickou deformací udržují svou původní krystalografii, jiná vykazují silné prostorové deformace krystalové mřížky. Tyto dva typy chování lze dobře pozorovat na IPF X mapách vybraných zrn. Při porovnání informace o krystalografii jednotlivých zrn s analýzou jejich plastické deformace, je zjevné, že se zrna s vyšším počtem aktivních skluzových systémů již od počátku zatěžování vzorku deformují téměř rovnoměrně. Naopak zrna s jediným aktivním skluzovým systémem vykazují silnou lokalizaci plastické deformace planárního charakteru a s tím související prostorovou distorzi jejich krystalové mřížky. Podobné chování již bylo rozebíráno v rámci studií provedených A. Harte [39] nebo F. Di-Gioacchino [40], což značí dobrou validitu dosažených výsledků.

Dalším vlivem posilujícím heterogenitu rozvíjející se plastické deformace jsou velkoúhlové hranice zrn. Ty slouží jako efektivní překážky pohybujícím se dislokacím mezi zrny, čímž zpomalují postupující plastickou deformaci materiálu a slouží tak jako deformačně zpevňující mechanismus. Toto lze pozorovat u vybraných dvojic zrn s rozdílnou orientací krystalové mřížky, jejichž hranice efektivně zamezuje pohybu dislokací mezi zrny a způsobuje nakupení dislokace podél velkoúhlové hranice zrn jak ukazuje ve své studii Z. Shen [41]. V případě míst styku tří a více zrn s krystalovou mřížkou rozdílné orientace může být toto nakupení dislokací podél hranic zrn ještě silnější, čímž se dále zvyšuje heterogenita plastické deformace materiálu.

Ačkoliv dávají DIC i IPF mapy jistý obraz o vnitřní mikrostruktuře a jejím chování, jedná se stále o data postihující informaci o zkoumaném kovu v rovině, nikoliv v prostoru. Z tohoto důvodu nelze v některých případech přesně určit aktivní skluzový směr nebo demonstrovat vliv objemu materiálu pod sledovaným povrchem. Velikost sledovaných zrn na povrchu nemusí zcela odpovídat jejich celkovému objemu, proto může nastat situace, kdy nebudou postihnuty případné vlivy okolních zrn na pozorované deformační procesy. K naměřeným datům je proto třeba se stavět zdrženlivěji a případně je možné je doplnit pomocí dalších analytických metod schopných zdokumentovat celý objem materiálu jak již bylo zmíněno výše.

# Závěr

Tato práce se zabývá studiem rozvíjející se plastické deformace struktury oceli při vnějším zatížení. Pro správné pochopení této problematiky byly v rámci rešeršní části práce rozebrány jak vztahy mezi vnějším zatížením a vnikající deformací, tak také jednotlivé mechanismy plastické deformace kovových materiálů. Dále byly rozebrány moderní metody používané v materiálovém inženýrství, jejich možnosti a limitace.

Na tomto teoretickém základě byl navrhnout a proveden experiment zahrnující pseudo in-situ REM tahovou zkoušku za souběžného snímání rozvíjející se plastické deformace zkoušeného materiálu. Probíhající plastická deformace byla charakterizována pomocí metody HR-DIC. Společně s pozorováním deformace byla dále identifikována krystalografie zatěžovaného kovu pomocí EBSD. Na základě známé krystalografie vzorku byly za použití analytického softwaru určeny skluzové systémy vybraných zrn kovu v rámci zkoumané oblasti, které byly následně porovnány s naměřenými daty. V rámci provedené práce bylo dosaženo těchto dílčích výsledků:

- Z dat získaných v průběhu zatěžování ze zkušebního stroje lze při srovnání s běžnou tahovou zkouškou provedenou na vzorku téhož materiálu potvrdit, že forma zkoušení kovu pomocí přerušovaného testu nijak neovlivňuje výsledný tahový diagram. Projevuje se ale vliv rozdílné geometrie použitých vzorků, který je třeba brát v potaz.
- Navržená metodologie přípravy povrchu zkušebního vzorku a nanesení DIC patternu a následné akvizice REM snímků a EBSD analýzy se ukázala jako validní a všeobecně použitelná.
- Bylo prokázáno, že naměřená data pomocí HR-DIC dobře korelují s teoreticky získanými skluzovými systémy. Na základě porovnání těchto sad informací lze s úspěchem určit aktivní skluzové systémy v rámci určených skluzových roviny s rozlišením na úrovni jednotlivých zrn. Dále je možné simultánním zhodnocením DIC map a IPF map krystalografie jednotlivých zrn potvrdit nebo vyvrátit přítomnost deformačních dvojčat vzniklých v průběhu zatěžování.

Limitem v experimentu použitých metod je jejich silná vazba na povrch vzorku a nemožnost popisu deformačních procesů v objemu materiálu. Vzájemná interakce zrn během deformace může vést k aktivaci skluzových systému nečekaných pouze na základě nízkého Schmidova faktoru a to především u málo objemných zrn. Minimalizaci této limitace metody lze dosáhnout DIC-EBSD analýzou velkých ploch s velkým počtem zrn, tj. statistickým zlepšením dosažených výsledků. Tento aspekt by bylo vhodné v dalším studiu lépe postihnout. I přes tato omezení lze ale prohlásit, že bylo všech vymezených cílů práce dosaženo.

# Seznam použitých zdrojů

- [1] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I. 2.*, opr. a rozš. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, c2003. ISBN 80-7204-283-1.
- [2] SUWAS, Satyam; RAY, Ranjit Kumar. *Crystallographic Texture of Materials* [online]. London: Springer London, 2014 [cit. 2024-03-20]. ISBN 978-1-4471-6313-8. Dostupné z DOI: [10.1007/978-1-4471-6314-5](https://doi.org/10.1007/978-1-4471-6314-5).
- [3] WEIDNER, Anja. *Deformation Processes in TRIP/TWIP Steels* [online]. Cham: Springer International Publishing, 2020 [cit. 2024-04-18]. ISBN 978-3-030-37148-7. Dostupné z DOI: [10.1007/978-3-030-37149-4](https://doi.org/10.1007/978-3-030-37149-4).
- [4] ANDERSON, J. C.; LEAVER, K.D; RAWLINGS, R.D; ALEXANDER, J.M. *Materials science*. Fourth edition. London: Chapman a Hall, 1990. ISBN 0412341506.
- [5] JANÍČEK, Přemysl. *Mechanika těles: pružnost a pevnost I. 3.*, přeprac. vyd., V Akademickém nakladatelství CERM 1. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2004. ISBN 80-214-2592-x.
- [6] KETTUNEN, Pentti O.; KUOKKALA, Veli-Tapani. *Plastic deformation and strain hardening*. Uetikon-Zuerich: Trans Tech Publications, 2006. ISBN 0-87849-906-7.
- [7] ANDERSON, Peter Martin; HIRTH, John Price; LOTHE, Jens. *Theory of dislocations*. Third edition. Cambridge: Cambridge University Press, 2017. ISBN 9780521864367.
- [8] JUNG, Il-Chan; CHO, Lawrence; COOMAN, Bruno Charles De. In situ/i Observation of the Influence of Al on Deformation-induced Twinning in TWIP Steel. *ISIJ International* [online]. 2015, roč. 55, č. 4, s. 870–876 [cit. 2024-05-12]. ISSN 0915-1559. Dostupné z DOI: [10.2355/isijinternational.55.870](https://doi.org/10.2355/isijinternational.55.870).
- [9] STINVILLE, J.C.; CHARPAGNE, M.A.; MAASS, R.; PROUDHON, H.; LUDWIG, W.; CALLAHAN, P.G.; WANG, F.; BEYERLEIN, I.J.; ECHLIN, M.P.; POLLOCK, T.M. Insights into Plastic Localization by Crystallographic Slip from Emerging Experimental and Numerical Approaches. *Annual Review of Materials Research* [online]. 2023-07-03, roč. 53, č. 1, s. 275–317 [cit. 2023-11-14]. ISSN 1531-7331. Dostupné z DOI: [10.1146/annurev-matsci-080921-102621](https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-080921-102621).
- [10] EGERTON, R.F. *Physical Principles of Electron Microscopy* [online]. Cham: Springer International Publishing, 2016 [cit. 2024-02-12]. ISBN 978-3-319-39876-1. Dostupné z DOI: [10.1007/978-3-319-39877-8](https://doi.org/10.1007/978-3-319-39877-8).
- [11] HOUÉROU, Vincent le. *Schematic principle of a classical optical microscope. (from [101])* [online]. [cit. 2024-04-17]. Dostupné z: [https://www.researchgate.net/figure/Schematic-principle-of-a-classical-optical-microscope-from-101\\_fig26\\_281531104](https://www.researchgate.net/figure/Schematic-principle-of-a-classical-optical-microscope-from-101_fig26_281531104).
- [12] NANAKOUDIS, Antonis. *SEM: Types of Electrons and the Information They Provide* [online]. [cit. 2024-04-14]. Dostupné z: <https://www.thermofisher.com/blog/materials/sem-signal-types-electrons-and-the-information-they-provide/>.



- [13] SUTTON, M. A.; LI, N.; GARCIA, D.; CORNILLE, N.; ORTEU, J. J.; MCNEILL, S. R.; SCHREIER, H. W.; LI, X.; REYNOLDS, A. P. Scanning Electron Microscopy for Quantitative Small and Large Deformation Measurements Part II: Experimental Validation for Magnifications from 200 to 10,000. *Experimental Mechanics* [online]. 2007-12-3, roč. 47, č. 6, s. 789–804 [cit. 2023-11-14]. ISSN 0014-4851. Dostupné z DOI: [10.1007/s11340-007-9041-0](https://doi.org/10.1007/s11340-007-9041-0).
- [14] SCHWARTZ, Adam J; KUMAR, Mukul; ADAMS, Brent L. *Electron backscatter diffraction in materials science*. New York: Kluwer Academic, 2000. ISBN 030646487X.
- [15] RAABE, D.; SACHTLEBER, M.; ZHAO, Z.; ROTERS, F.; ZAEFFERER, S. Micro-mechanical and macromechanical effects in grain scale polycrystal plasticity experimentation and simulation. *Acta Materialia* [online]. 2001, roč. 49, č. 17, s. 3433–3441 [cit. 2024-05-10]. ISSN 13596454. Dostupné z DOI: [10.1016/S1359-6454\(01\)00242-7](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00242-7).
- [16] HARENBERG, Stefan; PAHN, Matthias; MALÁRICS-PFAFF, Viktória; DEHN, Frank; CAGGIANO, Antonio; SCHICCHI, Diego S.; YANG, Sha; KOENDERS, Eddie. Digital image correlation strain measurement of ultra-high-performance concrete-prisms under static and cyclic bending-tensile stress. *Structural Concrete* [online]. 2019, roč. 20, č. 4, s. 1220–1230 [cit. 2024-05-13]. ISSN 1464-4177. Dostupné z DOI: [10.1002/suco.201900033](https://doi.org/10.1002/suco.201900033).
- [17] JONNALAGADDA, K. N.; CHASIOTIS, I.; YAGNAMURTHY, S.; LAMBROS, J.; PULSKAMP, J.; POLCAWICH, R.; DUBEY, M. Experimental Investigation of Strain Rate Dependence of Nanocrystalline Pt Films. *Experimental Mechanics* [online]. 2010, roč. 50, č. 1, s. 25–35 [cit. 2024-05-10]. ISSN 0014-4851. Dostupné z DOI: [10.1007/s11340-008-9212-7](https://doi.org/10.1007/s11340-008-9212-7).
- [18] VERMEIJ, T.; HOEFNAGELS, J.P.M. Plasticity, localization, and damage in ferritic-pearlitic steel studied by nanoscale digital image correlation. *Scripta Materialia* [online]. 2022, roč. 208 [cit. 2024-05-10]. ISSN 13596462. Dostupné z DOI: [10.1016/j.scriptamat.2021.114327](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2021.114327).
- [19] KAMMERS, A. D.; DALY, S. Digital Image Correlation under Scanning Electron Microscopy: Methodology and Validation. *Experimental Mechanics* [online]. 2013, roč. 53, č. 9, s. 1743–1761 [cit. 2024-03-20]. ISSN 0014-4851. Dostupné z DOI: [10.1007/s11340-013-9782-x](https://doi.org/10.1007/s11340-013-9782-x).
- [20] YAN, Dingshun; TASAN, Cemal Cem; RAABE, Dierk. High resolution in situ mapping of microstrain and microstructure evolution reveals damage resistance criteria in dual phase steels. *Acta Materialia* [online]. 2015, roč. 96, s. 399–409 [cit. 2023-11-01]. ISSN 13596454. Dostupné z DOI: [10.1016/j.actamat.2015.05.038](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.05.038).
- [21] SCRIVENS, W. A.; LUO, Y.; SUTTON, M. A.; COLLETTE, S. A.; MYRICK, M. L.; MINEY, P.; COLAVITA, P. E.; REYNOLDS, A. P.; LI, X. Development of Patterns for Digital Image Correlation Measurements at Reduced Length Scales. *Experimental Mechanics* [online]. 2007, roč. 47, č. 1, s. 63–77 [cit. 2024-05-12]. ISSN 0014-4851. Dostupné z DOI: [10.1007/s11340-006-5869-y](https://doi.org/10.1007/s11340-006-5869-y).
- [22] HAN, Qihang; KANG, Yonglin; HODGSON, Peter D.; STANFORD, Nicole. Quantitative measurement of strain partitioning and slip systems in a dual-phase steel. *Scripta Materialia* [online]. 2013, roč. 69, č. 1, s. 13–16 [cit. 2024-05-12]. ISSN 13596462. Dostupné z DOI: [10.1016/j.scriptamat.2013.03.021](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2013.03.021).

- [23] ŠMÍD, Miroslav; KUBĚNA, Ivo; JAMBOR, Michal; FINTOVÁ, Stanislava. Effect of solution annealing on low cycle fatigue of 304L stainless steel. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2021, roč. 824 [cit. 2024-03-20]. ISSN 09215093. Dostupné z DOI: [10.1016/j.msea.2021.141807](https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141807).
- [24] MARSHALL, P. *Austenitic stainless steels: microstructure and mechanical properties*. London: Elsevier Applied Science Publishers, 1984. ISBN 0-85334-277-6.
- [25] AUTOR, Nenalezený. *Elektromechanický zkušební stroj ZWICK Z50* [online]. [cit. 2024-01-16]. Dostupné z: <https://www.ipm.cz/vybaveni/elektromechanicky-zkusebni-stroj-zwick-z50/>.
- [26] AUTOR, Nenalezený. *Rastrovací elektronový mikroskop Tescan LYRA 3 XMU FEG/SEMx-FIB - Lyra 1* [online]. [cit. 2024-01-15]. Dostupné z: <https://www.ipm.cz/vybaveni/rastrovaci-elektronovy-mikroskop-tescan-lyra-3-xmu-feg-semxfib/>.
- [27] BLABER, J.; ADAIR, B.; ANTONIOU, A. Ncorr: Open-Source 2D Digital Image Correlation Matlab Software. *Experimental Mechanics* [online]. 2015, roč. 55, č. 6, s. 1105–1122 [cit. 2024-03-20]. ISSN 0014-4851. Dostupné z DOI: [10.1007/s11340-015-0009-1](https://doi.org/10.1007/s11340-015-0009-1).
- [28] GIOACCHINO, F. Di; FONSECA, J. Quinta da. Plastic Strain Mapping with Sub-micron Resolution Using Digital Image Correlation. *Experimental Mechanics* [online]. 2013, roč. 53, č. 5, s. 743–754 [cit. 2023-11-14]. ISSN 0014-4851. Dostupné z DOI: [10.1007/s11340-012-9685-2](https://doi.org/10.1007/s11340-012-9685-2).
- [29] CRUZ, Daniel J.; SHAMCHI, Sahand P.; SANTOS, Abel D.; AMARAL, Rui L.; TAVARES, Paulo J.; MOREIRA, PMGP. Development of a mini-tensile approach for sheet metal testing using Digital Image Correlation. *Procedia Structural Integrity* [online]. 2020, roč. 25, s. 316–323 [cit. 2024-05-14]. ISSN 24523216. Dostupné z DOI: [10.1016/j.prostr.2020.04.036](https://doi.org/10.1016/j.prostr.2020.04.036).
- [30] SCHRAMM, R. E.; REED, R. P. Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A* [online]. 1975, roč. 6, č. 7, s. 1345–1351 [cit. 2024-05-22]. ISSN 0360-2133. Dostupné z DOI: [10.1007/BF02641927](https://doi.org/10.1007/BF02641927).
- [31] TALONEN, J.; HÄNNINEN, H. Formation of shear bands and strain-induced martensite during plastic deformation of metastable austenitic stainless steels. *Acta Materialia* [online]. 2007, roč. 55, č. 18, s. 6108–6118 [cit. 2024-05-23]. ISSN 13596454. Dostupné z DOI: [10.1016/j.actamat.2007.07.015](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.07.015).
- [32] ATKINSON, Michael; RHYS, Thomas; HARTE, Allan; CROWTHER, Peter; FONSECA JOÃO, Quinta da. *DefDAP: Deformation Data Analysis in Python* [online]. [cit. 2024-05-22]. Dostupné z: <https://zenodo.org/records/3688097>.
- [33] BACHMANN, F.; HIELSCHER, Ralf; SCHAEBEN, Helmut. Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox. *Solid State Phenomena* [online]. 2010, roč. 160, s. 63–68 [cit. 2024-05-21]. ISSN 1662-9779. Dostupné z DOI: [10.4028/www.scientific.net/SSP.160.63](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.160.63).
- [34] CHEN, Z.; DALY, S. H. Active Slip System Identification in Polycrystalline Metals by Digital Image Correlation (DIC). *Experimental Mechanics* [online]. 2017, roč. 57, č. 1, s. 115–127 [cit. 2024-03-20]. ISSN 0014-4851. Dostupné z DOI: [10.1007/s11340-016-0217-3](https://doi.org/10.1007/s11340-016-0217-3).

- [35] CHARPAGNE, M.A.; STINVILLE, J. C.; POLONSKY, A. T.; ECHLIN, M. P.; POLLOCK, T. M. A Multi-modal Data Merging Framework for Correlative Investigation of Strain Localization in Three Dimensions. *JOM* [online]. 2021, roč. 73, č. 11, s. 3263–3271 [cit. 2024-05-20]. ISSN 1047-4838. Dostupné z DOI: [10.1007/s11837-021-04894-6](https://doi.org/10.1007/s11837-021-04894-6).
- [36] XU, X.; LUNT, D.; THOMAS, R.; BABU, R. Prasath; HARTE, A.; ATKINSON, M.; FONSECA, J.Q. da; PREUSS, M. Identification of active slip mode in a hexagonal material by correlative scanning electron microscopy. *Acta Materialia* [online]. 2019, roč. 175, s. 376–393 [cit. 2024-05-20]. ISSN 13596454. Dostupné z DOI: [10.1016/j.actamat.2019.06.024](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.06.024).
- [37] MAIRE, E.; BOUAZIZ, O.; MICHIEL, M. Di; VERDU, C. Initiation and growth of damage in a dual-phase steel observed by X-ray microtomography. *Acta Materialia* [online]. 2008, roč. 56, č. 18, s. 4954–4964 [cit. 2024-05-23]. ISSN 13596454. Dostupné z DOI: [10.1016/j.actamat.2008.06.015](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.06.015).
- [38] DAS, Yadunandan B.; FORSEY, Alexander N.; SIMM, Thomas H.; PERKINS, Karen M.; FITZPATRICK, Michael E.; GUNGOR, Salih; MOAT, Richard J. In situ observation of strain and phase transformation in plastically deformed 301 austenitic stainless steel. *Materials & Design* [online]. 2016, roč. 112, s. 107–116 [cit. 2024-05-23]. ISSN 02641275. Dostupné z DOI: [10.1016/j.matdes.2016.09.057](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.09.057).
- [39] HARTE, A.; ATKINSON, M.; PREUSS, M.; FONSECA, J. Quinta da. A statistical study of the relationship between plastic strain and lattice misorientation on the surface of a deformed Ni-based superalloy. *Acta Materialia* [online]. 2020, roč. 195, s. 555–570 [cit. 2024-05-22]. ISSN 13596454. Dostupné z DOI: [10.1016/j.actamat.2020.05.029](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.05.029).
- [40] GIOACCHINO, Fabio Di; FONSECA, João Quinta da. An experimental study of the polycrystalline plasticity of austenitic stainless steel. *International Journal of Plasticity* [online]. 2015, roč. 74, s. 92–109 [cit. 2024-05-22]. ISSN 07496419. Dostupné z DOI: [10.1016/j.ijplas.2015.05.012](https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2015.05.012).
- [41] SHEN, Z.; WAGONER, R.H.; CLARK, W.A.T. Dislocation and grain boundary interactions in metals. *Acta Metallurgica* [online]. 1988, roč. 36, č. 12, s. 3231–3242 [cit. 2024-05-23]. ISSN 00016160. Dostupné z DOI: [10.1016/0001-6160\(88\)90058-2](https://doi.org/10.1016/0001-6160(88)90058-2).