



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ  
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING  
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

## NÍZKOCYKLOVÁ ÚNAVA NIKLOVÉ SUPERSLITINY IN713LC S TBC VRSTVOU ZA VYSOKÝCH TEPLOT

LOW CYCLE FATIGUE OF NICKEL SUPERALLOY IN713LC WITH TBC LAYER AT HIGH  
TEMPERATURES

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. JAN MACHALA

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. MARTIN JULIŠ, Ph.D.

BRNO 2013

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství  
Akademický rok: 2012/2013

## ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Bc. Jan Machala

který/která studuje v **magisterském navazujícím studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911T011)**

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 diplomové práce:

**Nízkocyklová únava niklové superslitiny IN713LC s TBC vrstvou za vysokých teplot**

v anglickém jazyce:

**Low cycle fatigue of nickel superalloy IN713LC with TBC layer at high temperatures**

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Práce bude zaměřena na studium vlastností lité polykrystalické niklové superslitiny Inconel 713LC na vzorcích s aplikovanou TBC vrstvou po cyklickém zatěžování v oblasti nízkocyklové únavy v režimu řízené deformace za vysokých teplot.

Cíle diplomové práce:

- [1] Vypracovat literární rešerši na dané téma
- [2] Posoudit chování studovaného materiálu bez vrstvy po cyklickém zatěžování na základě provedených nízkocyklových únavových zkoušek a porovnat jej s materiálem s aplikovanou TBC vrstvou
- [3] Provést fraktografické hodnocení vybraných lomových ploch

Seznam odborné literatury:


- [1] Manson S.S., Halford G.R.: Fatigue and durability of structural materials. ASM International, 2005, 456 s.
- [2] Lauschmann H.: Mezní stavy I, Únava materiálu. ČVUT v Praze, 2007, 71 s.
- [3] ASM specialty handbook, Nickel, Cobalt and Their Alloys. ASM International, 2000, 442 s.
- [4] Reed R.C.: The Superalloys; Fundamentals and Applications. Cambridge university press, 2008, 392 s.
- [5] Tamarin Y.: Protective Coatings for Turbine Blades. ASM International, 2002, 247 s.
- [6] Bose S.: High Temperature Coatings. Elsevier Inc., 2007, 299 s.
- [7] Fiala J., Kraus I.: Povrchy a rozhraní. Česká technika, ČVUT v Praze, 2009, 299 s.


Vedoucí diplomové práce: Ing. Martin Juliš, Ph.D.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2012/13.

V Brně, dne 30.10.2012



  
\_\_\_\_\_  
prof. Ing. Ivě Dlouhý, CSc.  
Ředitel ústavu

  
\_\_\_\_\_  
prof. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc., dr. h. c.  
Děkan

## **ABSTRAKT**

Diplomová práce se zabývá nízkocyklovou únavou niklové superslitiny IN713LC s aplikovanou TBC bariérou za vysoké teploty.

Teoretická část práce je rozdělena do čtyř částí. První je zaměřena na popis únavového poškození. Druhá poskytuje základní charakteristiku niklových superslitin. Třetí část popisuje nejdůležitější používané ochranné povrchové vrstvy - difúzní vrstvy a tepelné bariéry a poslední čtvrtá vliv těchto vrstev na únavové vlastnosti.

Experimentální část je zaměřena na vyhodnocení zkoušek nízkocyklové únavy a na objasnění mechanismu iniciace a šíření únavových trhlin.

Únavové vzorky pro experimentální část práce byly připraveny metodou přesného lití pomocí vytavitelného modelu. TBC bariéra byla aplikovaná technologií atmosférického plazmatického nástřiku a skládá ze dvou subvrstev - spodní vazebné vrstvy typu CoNiCrAlY a horní keramické vrstvy typu YSZ. Zkoušky nízkocyklové únavy proběhly v režimu řízené deformace při teplotě 900°C. Fraktografické hodnocení lomových ploch bylo provedeno s použitím světelné a elektronové mikroskopie.

Byl určen vliv aplikované bariéry na únavovou životnost - parametry Manson-Coffinovy a Basquinovy křivky. Dále byla získána cyklická deformační křivka, křivky změkčení/zpevnění a byl určen tranzitní počet cyklů. Získané parametry a hodnoty z únavových zkoušek byly porovnány s dostupnými daty z únavových zkoušek superslitiny IN713LC bez aplikované vrstvy a s aplikovanou difúzní vrstvou typu AlSi za vysokých teplot.

V rámci fraktografického hodnocení byly stanoveny místa iniciace na lomových plochách a diskutován vliv aplikované vrstvy na iniciaci a šíření únavových trhlin. Pomocným nástrojem bylo hodnocení podélných řezů pomocí rastrovací elektronové mikroskopie.

## **KLÍČOVÁ SLOVA**

Inconel 713 LC, nízkocyklová únava, tepelná bariéra (TBC), fraktografický rozbor

## **ABSTRACT**

This thesis deals with the low cycle fatigue nickel-based superalloy IN713LC with applied TBC barrier at high temperature.

The theoretical part is divided into four sections. The first one focuses on description of fatigue damage. The second one provides the basic characteristics of nickel-based superalloys. The third section describes the use of the surface layers - diffusion layers and thermal barriers and the fourth section deals with the influence of these layers on fatigue properties.

Experimental part is focused on the evaluation of low cycle fatigue tests and on the explanation of the mechanisms of initiation and propagation of fatigue cracks.

For the experimental part, fatigue samples were prepared by vacuum precision investment casting. TBC barrier was applied by atmospheric plasma spraying and consists of two sublayers - the lower metallic bond coating type CoNiCrAlY and top ceramic coating type YSZ. Low cycle fatigue tests were conducted under strain control at controlled temperature of 900 ° C. Fractographical analysis of fracture surfaces was carried out by using light and electron microscopy.

Effect of applied barrier to fatigue life was determined - the parameters of Manson-Coffin and Basquin curve. A cyclic stress-strain curve was also obtained. The curves softening / hardening and number of transit cycles were determined. The obtained parameters and values from fatigue tests were compared with available data from fatigue tests of superalloy IN713LC without the layer, as applied AlSi type diffusion layer, at high temperatures.

The initiation site on the fracture surfaces was determined within the fractographic evaluation and the influence of the layer on the initiation and propagation of fatigue cracks was discussed. A helpful tool was the assessment of longitudinal sections using scanning electron microscopy.

## **KEY WORDS**

Inconel 713 LC, low cycle fatigue, thermal barrier coatings (TBC), fractographic analysis

## **PROHLÁŠENÍ**

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracoval samostatně a že jsem správně a úplně odcitoval všechny literární zdroje, ze kterých jsem čerpal. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FSI VUT v Brně.

V Brně 24. 5. 2013

Jan Machala

## **PODĚKOVÁNÍ**

Největší díky patří vedoucímu této práce Ing. Martinu Julišovi Ph.D za vynikající vedení a bezproblémovou spolupráci. Dále děkuji za pomoc, rady a připomínky Ing. Simoně Hutařové Ph.D, Ing. Drahomíře Janové a doc. RNDr. Karlu Obrtlíkovi CSc.

Tato diplomová práce vznikla za podpory projektů GA ČR 107/12/1922 a „CEITEC - Středoevropský technologický institut“ (CZ.1.05/1.1.00/02.0068) z Evropského fondu regionálního rozvoje.

## **BIBLIOGRAFICKÁ CITACE**

MACHALA, J. *Nízkocyklová únava niklové superslitiny IN713LC s TBC vrstvou za vysokých teplot*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2013. 83 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Martin Juliš, Ph.D..

# OBSAH

1.	CÍLE PRÁCE.....	1
2.	ÚVOD.....	2
3.	ÚNAVA KOVOVÝCH MATERIÁLŮ.....	3
3.1.	Stádium změn mechanických vlastností.....	3
3.2.	Stádium nukleace únavových trhlin.....	6
3.3.	Stádium šíření únavových trhlin.....	8
3.4.	Křivky životnosti.....	10
4.	NIKLOVÉ SUPERSLITINY.....	12
4.1.	Vývoj a historie.....	12
4.2.	Rozdělení a využití.....	14
4.3.	Struktura a fáze.....	14
4.4.	Vybrané vlastnosti niklových superslitin.....	18
4.5.	Odlévání niklových superslitin.....	18
4.6.	Usměrněné tuhnutí a monokrystaly.....	20
4.7.	Tepelné zpracování.....	20
5.	POVRCHOVÉ VRSTVY NA NIKLOVÝCH SUPERSLITINÁCH.....	22
5.1.	Tepelné bariéry.....	22
5.2.	Difúzní vrstvy.....	30
6.	VLIV POVRCHOVÝCH ÚPRAV NA ÚNAVOVÉ VLASTNOSTI.....	31
7.	EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL A TECHNIKA.....	36
8.	NÍZKOCYKLOVÁ ÚNAVA IN713LC S TBC VRSTVOU.....	38
9.	INICIACE A ŠÍŘENÍ ÚNAVOVÝCH TRHLIN.....	44
9.1.	LC - 014.....	45
9.2.	LC - 010.....	56
9.3.	LC - 019.....	63
10.	DISKUZE VÝSLEDKŮ.....	69
11.	ZÁVĚRY.....	74
	POUŽITÁ LITERATURA.....	76
	SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ.....	80
	PŘÍLOHY.....	82

## **1. CÍLE PRÁCE**

Diplomová práce je zaměřena na studium vlastností lité polykrystalické niklové superslitiny Inconel 713LC na vzorcích s aplikovanou TBC vrstvou, po cyklickém zatěžování v oblasti nízkocyklové únavy v režimu řízené deformace za vysoké teploty. Dílčí cíle práce jsou následující:

- Vypracovat literární rešerši na dané téma.
- Posoudit chování studovaného materiálu s aplikovanou TBC vrstvou po cyklickém zatěžování na základě provedených nízkocyklových únavových zkoušek.
- Porovnat získané výsledky ze zkoušek nízkocyklové únavy s dostupnými výsledky charakterizujícími chování experimentálního materiálu při pokojové a zvýšené teplotě bez aplikace ochranné vrstvy, případně s jiným typem aplikované vrstvy.
- Provést fraktografické hodnocení vybraných lomových ploch.



## 2. ÚVOD

Hlavní oblastí použití niklových superslitin jsou vysokoteplotní aplikace v leteckém a energetickém průmyslu. Součásti z niklových superslitin musí kromě vysoké teploty odolávat také silnému oxidačnímu a koroznímu prostředí a jsou namáhány i mechanicky. Právě při těchto podmínkách plně vyniknou ty vlastnosti, kterými se niklové superslitiny odlišují od ostatních konstrukčních materiálů, tj. zejména vysoká žárupevnost a žárovzdornost. Obecným trendem, a to nejen ve výše uvedených odvětvích, je zvyšování funkčních parametrů strojních součástí. Tato snaha způsobuje, že se často pohybujeme na samé hranici možností materiálů. U niklových superslitin se metalurgická cesta vývoje struktury považuje prakticky za ukončenou a nepředpokládá se další výrazné zvýšení užitečných vlastností úpravou chemického složení nebo tepelného zpracování. Aplikací ochranných vrstev na povrch součástí z niklových superslitin lze však zmírnit extrémní působení pracovního prostředí.

Z výše uvedených důvodů se používají dva typy ochranných vrstev – difúzní vrstvy a tepelné bariéry. Hlavním úkolem prvně jmenovaných je zvýšení oxidační a korozní odolnosti. U tepelných bariér je sice možno toto zlepšení také pozorovat, mnohem důležitější je však snížení tepelného účinku na povrch součástí. Tepelné bariéry jsou schopny snížit teplotu na povrchu až o 150°C. Rovněž jsou schopny zmírnit rychlé teplotní výkyvy během reálného provozu. Pozitivní vliv tepelných bariér v tomto ohledu je tedy neoddiskutovatelný.

Na problematiku ochranných vrstev je však potřeba nahlížet i z jiného úhlu. Aplikace tepelné bariéry na povrch součástí může ovlivňovat např. její únavové vlastnosti. Při hodnocení je nutné nejen sledovat vliv na únavové vlastnosti základního materiálu - superslitiny (substrátu), ale celou soustavu superslitina plus nanesená bariéra hodnotit jako jeden funkční celek.

Tepelné bariéry sebou mohou nést celou řadu problémů. Jedním z nich je velmi odlišná tepelná roztažnost horní keramické vrstvy a kovového substrátu, což může způsobit značná tepelná pnutí. Tato pnutí jsou sice zmírněna přítomností přechodné vazebné vrstvy MCrAlY, ale přesto mohou způsobit prasknutí ochranné vrstvy, a co víc, tato trhlinka se může rozšířit i do tělesa součásti a negativně tak ovlivnit únavovou životnost. Při prasknutí ochranné vrstvy může také docházet k lokální oxidaci a korozi ve vrstvě. Tato skutečnost může způsobovat změny i v substrátu. Příkladem může být odčerpání hliníku z povrchu substrátu do tvořících se oxidů  $Al_2O_3$ . V substrátu dochází k rozpouštění precipitátů  $\gamma'$  a na rozhraní mezi vazebnou vrstvou MCrAlY a substrátem vzniká z těchto oxidů vrstva označovaná zkratkou TGO - thermally grown oxide. Existence této vrstvy zásadně ovlivňuje nejen životnost vrstvy - snižuje její přilnavost či dokonce může způsobovat její delaminaci, ale může také zhoršovat únavovou životnost superslitiny. Oxidy na rozhraní mohou být místem iniciace trhliny. Opomenout nelze ani vliv samotného nanášení tepelné bariéry. Před plasmatickým nástřikem musí být povrch otryskán, což opět způsobuje vznik potenciálních míst iniciace únavových trhlin. Při samotném nástřiku může být povrch také ovlivněn vneseným teplem.

Vliv tepelných bariér na únavovou životnost lité polykrystalické niklové superslitiny Inconel 713 LC je v této práci popsán pomocí vyhodnocení zkoušek nízkocyklové únavy (NCÚ) v režimu řízené deformace při teplotě 900 °C a pomocí fraktografického rozboru lomových ploch. Pro ucelenou představu šíření únavových trhlin v celém systému bylo použito i podélných řezů. Vliv tepelné bariéry na NCÚ byl porovnán s hodnotami zkoušek NCÚ materiálu bez povrchové úpravy a rovněž s vlivem difúzní bariéry typu AlSi.

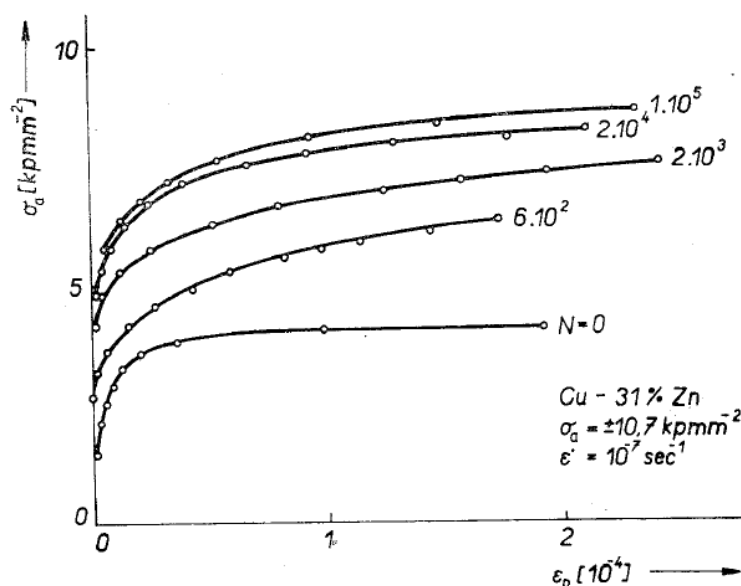
### 3. ÚNAVA KOVOVÝCH MATERIÁLŮ

Únava kovových materiálů a strojních součástí je degrační proces, který má kumulativní charakter. Nutnou podmínkou pro vznik a rozvoj únavy materiálu je cyklická plastická deformace, při které se mění hustota a konfigurace mřížkových poruch, což v konečném důsledku může vést k vytvoření zárodečné trhliny a lomu [1]. Únava materiálů je definována jako působení časově proměnlivých vnějších sil projevující se nevratnými změnami v mikrostruktuře a z toho vyplývajících změn mechanických vlastností. Časově lze tento degrační proces rozdělit na tři stádia - stádium iniciace únavové trhliny, následný růst trhliny a v poslední fázi nastává lom součásti [2]. Rozhraní mezi těmito třemi stádii únavového života není ostré, neboť se vzájemně překrývají.

#### 3.1. Stádium změn mechanických vlastností

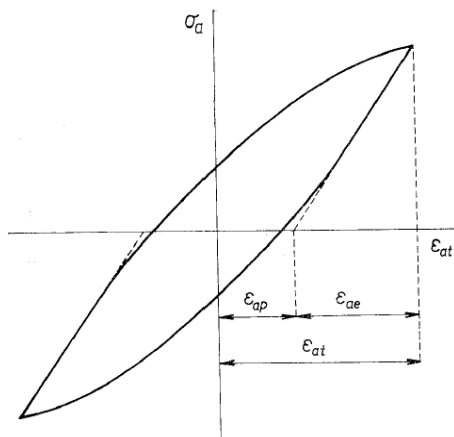
Změnu pevnostních vlastností v materiálech, které byly podrobeny cyklické plastické deformaci, lze sledovat provedením tahové zkoušky po cyklování. Na obr. 3.1 je uveden příklad zpevnování materiálu. Křivka s označením  $N=0$  ukazuje chování  $\alpha$ -mosazi, která nebyla cyklicky zatěžována. S rostoucím počtem cyklů, lze sledovat, že hodnoty napětí potřebné ke stejné deformaci rostou.

Řada experimentálních prací ukázala, že změny vlastností (nejen mechanických) mají zpravidla sytící charakter - nejvýraznější jsou na počátku zatěžování, s rostoucím počtem cyklů už není změna taková a následně dochází k saturaci vlastností [2].



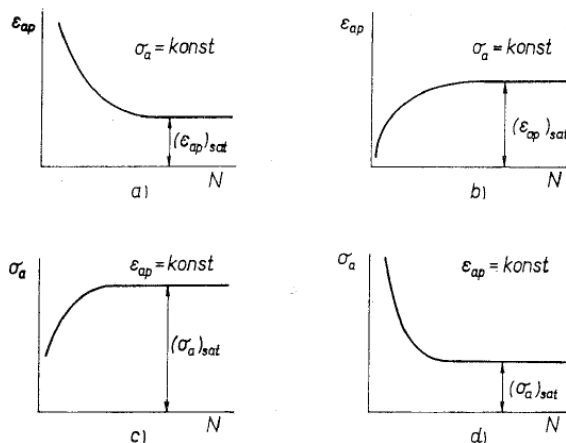
Obr. 3.1 Tahové diagramy  $\alpha$ -mosazi pro různý počet cyklů, příklad cyklického zpevnění [3]

K popisu změn pevnostních vlastností během únavového života se mnohem častěji používají cyklické deformační křivky (CDK). Údaje pro jejich konstrukci získáváme z hysterezních smyček zaznamenávaných v průběhu únavové zkoušky. Obecná hysterezní smyčka je uvedena na obr. 3.2. Zkoušky mohou probíhat ve dvou základních režimech – tj. v režimu konstantní amplitudy napětí nebo konstantní amplitudy deformace (celkové, nebo plastické). Pokud probíhá zkouška v režimu řízeného napětí (obr. 3.3a, b) udržujeme konstantní hodnotu amplitudy napětí -  $\sigma_a$ . Při režimu řízené deformace udržujeme konstantní hodnotu amplitudy celkové deformace -  $\epsilon_{at}$  nebo amplitudy plastické deformace -  $\epsilon_{ap}$  (obr. 3.3c, d). Předpokládá se, že CDK nezávisí na režimu zatěžování [2].



Obr. 3.2 Obecná hysterezní smyčka [2]

Situace, které mohou nastat, jsou přehledně znázorněny na obr. 3.3 (křivky změkčení/zpevnění). Varianta cyklického deformačního zpevnění je 3.3a (pro stejnou amplitudu napětí je amplituda plastické deformace s rostoucím počtem cyklu menší) a 3.3c (pro stejnou amplitudu plastické deformace je s rostoucím počtem cyklů potřeba vyšší amplitudy napětí). Varianta 3.3b a 3.3d jsou případy cyklického deformačního změkčení.

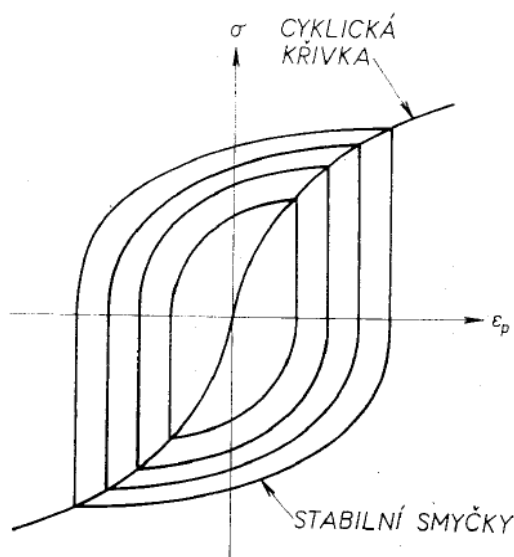


Obr. 3.3 Možnosti chování materiálu při cyklickém zatěžování [2]

Dolní index „sat“ u  $(\sigma_a)_{sat}$  a  $(\epsilon_{ap})_{sat}$  označuje skutečnost, kdy po určitém počtu cyklů dochází k ustálení (saturaci) těchto hodnot. Získáme tak jeden bod pro konstrukci CDK, což lze schematicky ukázat na obr. 3.4 - jedná se v podstatě o vrchol stabilní hysterezní smyčky. Cyklická deformační křivka je tedy závislost amplitudy napětí na amplitudě (plastické) deformace. Křivky zpevnění/změkčení ukazují závislost amplitudy napětí či deformace na počtu cyklů. Cyklické zpevnění/změkčení zpravidla zaujímá malou část únavové životnosti. Většinu času z únavové životnosti je tedy materiál v saturovaném stavu. Toto však neplatí pro materiály, které výraznou saturaci nevykazují (Al). V těchto případech pracujeme s hodnotami napětí a deformace pro  $N_f/2$  (počet cyklů do lomu) [4].

Experimentálně lze určit CDK dvěma způsoby. První možností je provést zkoušky na sérii vzorků. Každá zkouška proběhne pro jinou úroveň amplitudy plastické deformace -  $\epsilon_{ap}$  (pro režim konstantní  $\epsilon_{ap}$ ).

Získáme tak příslušné hodnoty amplitudy napětí -  $\sigma_a$  pro konstrukci CDK. Pro zkoušky nízkocyklové únavy se s úspěchem využívá zkrácené zkoušky, při níž lze určit CDK z jednoho vzorku. Podstatou této zkoušky je změna amplitudy zatěžování. Na každém stupni musí proběhnout dostatečný počet cyklů, aby došlo k saturaci. Výsledky pro nízkocyklovou oblast jsou v přijatelném souladu s výsledky CDK získaných ze série vzorků [5].



Obr. 3.4 Definice cyklické deformační křivky [2]

CDK lze poté vyjádřit mocninou závislostí:

$$\sigma_a = K' \cdot (\epsilon_{ap})^{n'} \quad (3.1), \text{ kde}$$

$K'$  je koeficient cyklického zpevnění a  $n'$  je exponent cyklického zpevnění.

Cyklické zpevnění je typické pro materiály vyžíhané. K cyklickému změkčení může dojít u materiálů zpevněných (deformačně, precipitačně, disperzně, příměsovými atomy, martenzitickou transformací apod.). Není to však pravidlem, neboť některé kovy vykazují superpozici obou chování (kovy s prodlevou na mezi kluzu) [2].

Jak již bylo uvedeno, změny mechanických vlastností jsou odrazem mikrostrukturních změn. Rovněž bylo uvedeno, že podmínkou únavy kovových materiálů je cyklická plastická deformace. Plastická deformace je nejvíce spojena s pohybem, chováním a interakcí dislokací a to nejen interakcí mezi dislokacemi, ale i mezi dislokacemi a jinými strukturními poruchami či jednotkami. Cyklická deformace vede rovněž k intenzivní tvorbě bodových poruch (vakancí), popř. může vést i k fázové transformaci.

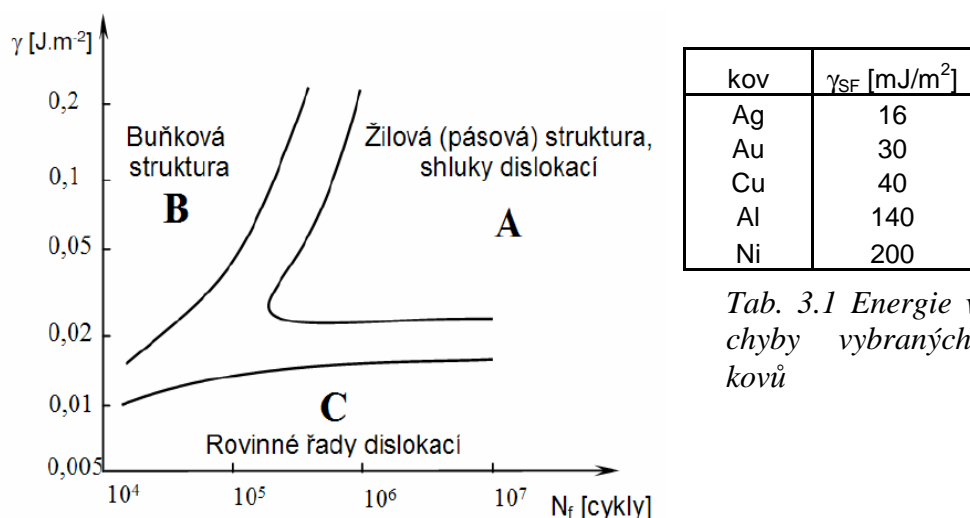
Rozhodujícími faktory pro vytvoření dislokační substruktury při cyklickém zatěžování je (kromě velikosti amplitudy napětí) snadnost příčného skluzu. Na základě množství experimentálních dat bylo vytvořeno jednoduché schéma (obr. 3.5). Energie vrstevné chyby ( $\gamma_{SF}$ ) určuje snadnost příčného skluzu (čím vyšší energie, tím snazší příčný skluz), počet cyklů do lomu je ve vztahu s amplitudou napětí.

- **oblast A:** Vyšší energie vrstevné chyby, vyšší únavová životnost (menší amplituda zatěžování). Typická struktura jsou shluky nebo pásy dislokací, vzájemně oddělených oblastmi bez dislokací.
- **oblast B:** Vyšší energie vrstevné chyby, nižší únavová životnost. Struktura je bunčková. Stěny buněk mají výrazně vyšší dislokační hustotu, než jejich vnitřek.

- **oblast C:** Oblast nízkých energií vrstevné chyby (a tedy obtížného příčného skluzu) po celou dobu životnosti. Dislokace se drží svých skluzových rovin. Nemohou tvořit shluky a buňky.

Zcela platný je tento diagram pouze pro jednofázové kovy s FCC mřížkou a stav homogenní napjatosti. Pro základní přiblížení je lze použít i pro jiné typy kovů. Zde však místo energie vrstevné chyby je potřeba pracovat se snadností příčného skluzu. Železo a jeho slitiny se vyznačují snadným příčným skluzem - jsou pozorovány substrukтуры A a B [6, 7]. Ovšem je potřeba zohlednit fakt, že rostoucí obsah příměsí snižuje energii vrstevné chyby -  $\gamma_{SF}$ . Např. u austenitických ocelí, mosazí, bronzů vznikají velice široce rozštěpené dislokace. V tab. 1 jsou uvedeny hodnoty energií vrstevné chyby -  $\gamma_{SF}$  pro vybrané FCC kovy.

V případě nehomogenní napjatosti pak výsledná struktura závisí na poloze v rámci tělesa (lokální amplituda deformace).



Tab. 3.1 Energie vrstevné chyby vybraných FCC kovů

Obr. 3.5 Oblasti výskytu dislokačních struktur v závislosti na energii vrstevné chyby  $\gamma$  a počtu cyklů do lomu  $N_f$  [2]

### 3.2. Stádium nukleace únavových trhlin

Pro únavovou životnost je velmi důležitý stav povrchu materiálu či úroveň povrchového zpracování. Nukleace únavových trhlin u makrostrukturně homogenních součástí probíhá v drtivé většině případů na volném povrchu cyklicky zatěžovaných součástí (s určitou výjimkou gigacyklové únavy a kontaktní únavy). U součástí makrostrukturně nehomogenních (se zpevněnou povrchovou vrstvou - např. nitrocementovanou, nitrídanou atd.) není nukleace únavových trhlin vždy vázaná na volný povrch, dochází k ní na rozhraní tvrdé povrchové vrstvy a měkké matrice. Nejdůležitějším faktorem je koncentrace plastické deformace, která úzce souvisí s koncentrací napětí. Ta je na povrchu největší a je znásobena koncentrací na různých makroskopických (konstrukční vrub, zápich) a mikroskopických (nerovnosti po broušení, leštění, extruze, intruze) koncentrátorech napětí. Rovněž může nastat případ, že se na povrchu vyskytují trhliny již před cyklickým zatěžováním. V takovém případě stádium nukleace zcela chybí. Stádium nukleace výrazně zkracuje rovněž korozivní prostředí.

U homogenního materiálu je deformace z počátku rozložena rovnoměrně. Později vzniká (v objemu) žilová dislokační struktura (viz obr. 3.5 oblast A). Při určité

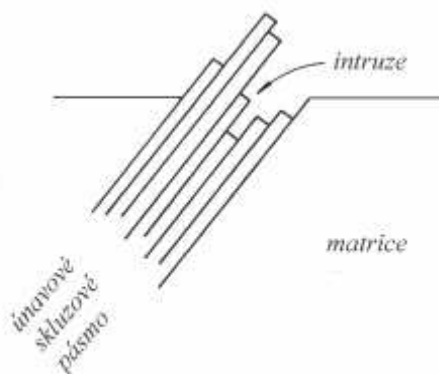
velikosti napětí (blízko povrchu) však tato struktura již není schopna přenášet veškerou plastickou deformaci a vzniká nová struktura perzistentních skluzových pásů (PSP). V případě polykrystalického materiálu jsou tato pásma omezena převážně jen na povrchová zrna. Pro oblast B a C na obr. 3.5 není povrchová dislokační struktura zásadně odlišná od struktury objemové [2].

Protože je v PSP vyšší úroveň plastické deformace než v okolní málo deformované matici, vystupují tyto pásy na povrch. Tvoří se perzistentní skluzové stopy (PSS) na povrchu - vzniká povrchový reliéf. Zavádějí se pojmy intruze (PSS pod úrovní povrchu) a extruze (PSS nad úrovní povrchu). Intruze a extruze vznikají i v oblasti B a C na obr. 3.5. Jsou však jemné a vznikají během prvního stádia únavového procesu - během zpevňování nebo změkčování. Kořen intruze je přirozeným koncentrátorem napětí a hraje důležitou roli při iniciaci únavové trhliny [8].

### Mechanismy nukleace

Byla navržena celá řada modelů popisujících způsob nukleace únavových trhlín. Tyto modely se shodují ve faktu, že k nukleaci dochází v místech silné lokalizace plastické deformace (v nukleačních místech) - kořen intruze v únavovém skluzovém pásmu, v blízkosti inkluze, v okolí hranice zrna. Rozcházejí se však v názoru, kde je předěl mezi ostrou inkluzí a mikrotrhlinou. Mechanismy lze rozdělit do šesti základních skupin:

- Modely nerozlišující mezi intruzí a mikrotrhlinou. [9 - 11] Mikrotrhlina je chápána jako spojitý růst intruze do hloubky. Růst probíhá opakovaným skluzem na jednom skluzovém systému uvnitř únavového skluzového pásmu - kartový skluz (viz obr. 3.6) Podle [11] je růst trhliny způsoben střídavým skluzem na dvou nekomplanárních skluzových systémech.



Obr. 3.6 Kartový skluz v únavovém skluzovém pásmu [2]

- Nukleace křehkým prasknutím v kořeni intruze. [12] Tento model rozlišuje intruzi a trhlinu. Na ostrém konci intruze dochází ke zpevnění a velké koncentraci napětí. Toto napětí nemůže být odrelaxováno skluzem a dosáhne takové úrovně, že maximální napětí přesáhne meziatomové vazebné síly.
- Vznik trhliny kondenzací vakancí. [13] Cyklická plastická deformace způsobuje zvýšení koncentrace vakancí. Největší nárůst je v oblastech s vysokou dislokační aktivitou - únavových pásech, neboť některé dislokační interakce právě vznik vakancí způsobují. Vzniklé vakance mohou difundovat, shlukovat se a vytvářet

dutiny. Dostatečně velká dutina již může být považována za trhlinu. Difúze vakancí je silně teplotně závislá - předpokládá se, že mechanismus kondenzace vakancí se na nukleaci podílí pouze při vyšších teplotách (společně s creepem).

- Dekoheze krystalu podél skluzové roviny způsobená akumulací dislokací. [14] Vytvoření takové konfigurace dislokací, které vede k tak velkému lokálnímu zvýšení napětí, které stačí ke ztrátě dekoheze v oblasti až několika nanometrů.
- Nukleace na hranicích zrn. Mikrotrhlina ve výše uvedených mechanismech vzniká v únavovém skluzovém pásu, a to často i v blízkosti hranice zrn. Tento model však uvažuje vznik intruze, ze které se poté vyvíjí mikrotrhlina, přímo na hranici zrn. Vyžaduje velmi intenzivní cyklickou plastickou deformaci celé povrchové vrstvy jednotlivých zrn. V místě hranice zrn však deformace neprobíhá, protože posunutí kolmé k povrchu v místě hranice je téměř nulové. Tento mechanismus proto vyžaduje velmi vysoké amplitudy zatěžování,  $N_f$  maximálně  $10^3$  a velké rychlosti deformace. [15, 16].
- Propojení intruzí podél PSP a vznik dlouhé mělké povrchové trhliny. [17, 18] Tento mechanismus (podobně jako druhý uvedený mechanismus - kondenzace vakancí) uvažuje zvyšování koncentrací vakancí v důsledku interakcí dislokací v PSP. Difúze vakancí je zákonitě spojena s difúzí atomů v opačném směru. Je pozorováno, že uvnitř kanálů v PSP dochází k přibývání hmoty. V místech kde kanály vybíhají na povrch, vznikají extruze. Naproti tomu v dislokačních stěnách vznikají napěťová pole, která jsou relaxovaná při cyklické plastické deformaci. V místech, kde se dislokační stěny střetávají s povrchem, vznikají intruze. S rostoucím počtem cyklů se extruze zvyšují a intruze prohlubují, roste koncentrace napětí a deformace a intruze se spojují. Podél PSP vzniká mělká, dlouhá trhlina.

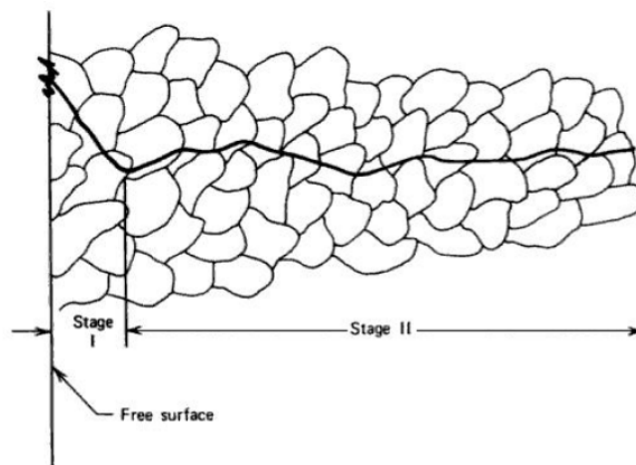
### 3.3. Stádium šíření únavových trhlin

Z podstaty procesů není žádné kritérium (jak je patrné i z odlišných mechanismu nukleace trhlin), které by umožňovalo oddělit druhé a třetí stádium únavového života. Rozhodnutí je proto dáno konvencí v otázce délky trhliny, kterou budeme požadovat za konec nukleačního stádia [2].

Šíření únavových trhlin probíhá ve dvou etapách (viz obr. 3.7). V prvním stádiu (Stage I) se vzniklá mikrotrhlina šíří od volného povrchu (free surface) ve směru aktivních skluzových rovin (krystalografické šíření trhliny). Toto stádium postihuje jen malou část lomové plochy, ale trvá až 90 % z celkových počtů cyklů do lomu (platí zejména oblast vysokocyklové únavy - čím nižší amplituda napětí, tím déle se bude trhlina šířit krystalograficky). Druhé stádium (Stage II) začíná v okamžiku, kdy trhlina dosáhne určité kritické velikosti a dále se šíří již nekrystalograficky, kolmo na směr působícího napětí. V této etapě se šíří jediná - magistrální trhlina [19].

Nekrystalografické šíření trhliny popisuje Lairdův model (viz obr. 3.8). Typický je žlábkovitý reliéf, žlábků jsou kolmé na směr šíření trhliny. Každý žlábek je tvořen jedním zátěžným cyklem, ovšem ne každý zátěžný cyklus vytvoří žlábek [2].

Na obr. 3.8 - bod *a*, je znázorněna trhlina. V bodě *b* dochází k výrazné deformaci ve směru maximálního smykového napětí. V bodě *c* narůstá tahové napětí - trhlina se otevírá a její čelo otupuje. V bodě *d* působí tlakové napětí - trhlina se zavírá, ale její čelo zůstává deformováno ve směru maximalního smykového napětí a nevrací se do původní polohy. V bodě *e* dochází k úplnému zavření - trhlina „poskočila“ o jeden žlábek.



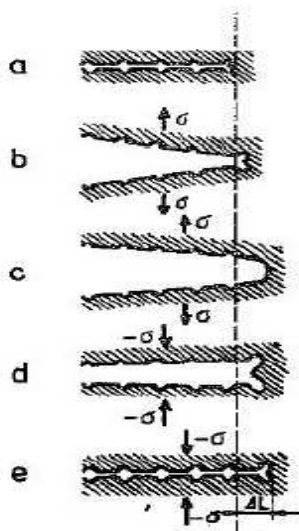
Obr. 3.7 Šíření únavové trhliny [20]

Free surface - volný povrch, Stage I - první stádium, Stage II - druhé stádium

Otázku rychlosti šíření trhliny popisuje (pro symetrický cyklus zatěžování) Parisův zákon (3.2):

$$\frac{dl}{dN} = A \cdot K_a^\beta \quad (3.2), \text{ kde}$$

- $\frac{dl}{dN}$  rychlost šíření magistrální trhliny [m.cyklus<sup>-1</sup>]
- A,  $\beta$  materiálové parametry
- $K_a$  amplituda součinitele intenzity napětí [MPa.m<sup>-1/2</sup>]



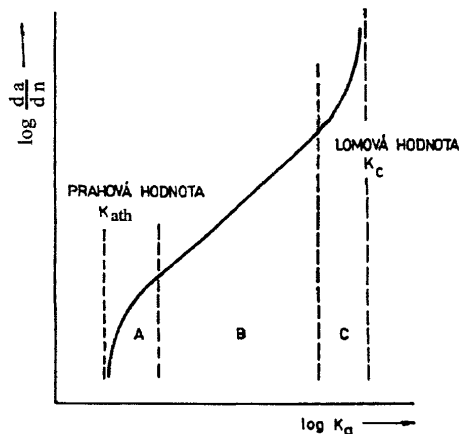
Obr. 3.8 Lairdův model [21]

Rychlost šíření trhliny je zde funkcí amplitudy intenzity napětí. Takto vztah definoval Paris [22]. V některých publikacích se setkáváme s rozkmitem faktoru intenzity napětí  $\Delta K$ . Tento základní vztah však potřebuje určitou modifikaci neboť výraz  $dl/dN$  se rovná nule pouze v tom případě, je-li  $K_a = 0$ . To znamená, že trhlina by se přestala šířit pouze v případě nulové amplitudy. Jak již však bylo zmíněno, ne každý zátěžný cyklus způsobuje růst trhliny. K růstu trhliny je zapotřebí určitá minimální prahová hodnota  $K_{ap}$  ( $\Delta K$ ). Vztah (3.3) [2] tuto hodnotu zahrnuje:



$$\frac{dl}{dN} = A \cdot (K_a^\beta - K_{ap}^\beta) \quad (3.3)$$

kde  $K_{ap}$  je prahová hodnota amplitudy součinitele intenzity napětí [ $\text{MPa} \cdot \text{m}^{-1/2}$ ]. Minimální prahová hodnota  $K_{ap}$  je charakteristická vlastnost materiálu.



Obr. 3.9 Závislost rychlosti šíření únavové trhliny na  $K_a$  [23],  $K_{ath} = K_{ap}$

Platnost vztahů (3.2) a (3.3) je na obr. 3.9 vymezena oblastí B. V oblasti A se únavová trhlina šíří krystalograficky (pomaleji). Oblast C je při zatěžování velkými amplitudami (nizkokycklová únava), kde je před čelem trhliny velká plastická deformace.

Poslední etapou šíření trhliny je únavový lom. Při dalším růstu trhliny dojde k oslabení nosného průřezu součásti a celý proces končí náhlým lomem. Ve většině případů se jedná o křehké porušení.

### 3.4. Křivky životnosti

Základní křivkou únavové životnosti je stále Wöhlerova křivka (obr. 3.10), zejména v oblasti vysokocycklové únavy, kde je rozhodující vlastností odolnost proti působení proměnlivých napětí - mez únavy  $\sigma_c$ . Mez únavy je taková amplituda napětí, při které již nedochází k porušení. Konstrukční materiály jako ocel a některé jiné intersticiální slitiny se k této hodnotě v oblasti vysokého počtu cyklů do lomu asymptoticky blíží. U materiálů, které toto chování nevykazují je nutno určit smluvní mez únavy pro daný počet cyklů  $N_c$ , přičemž se jedná především o slitiny s FCC mřížkou (slitiny Al -  $5 \cdot 10^8$  cyklů, slitiny Mg -  $10^8$  cyklů).

Při nizkokycklové únavě ( $10^2 - 10^5$  cyklů) je však důležitější schopnost materiálu snášet střídavou plastickou deformaci. Používají se dvě základní křivky: Manson - Coffinova (tvrdé zatěžování, tj. s konstantní amplitudou celkové nebo plastické deformace, viz rovnice 3.4) a Basquinova (měkké zatěžování, tj. s konstantní amplitudou napětí, viz rovnice 3.5).

Manson - Coffinova mocninná závislost mezi amplitudou plastické deformace  $\epsilon_{ap}$  a počtem cyklů do lomu  $N_f$ :

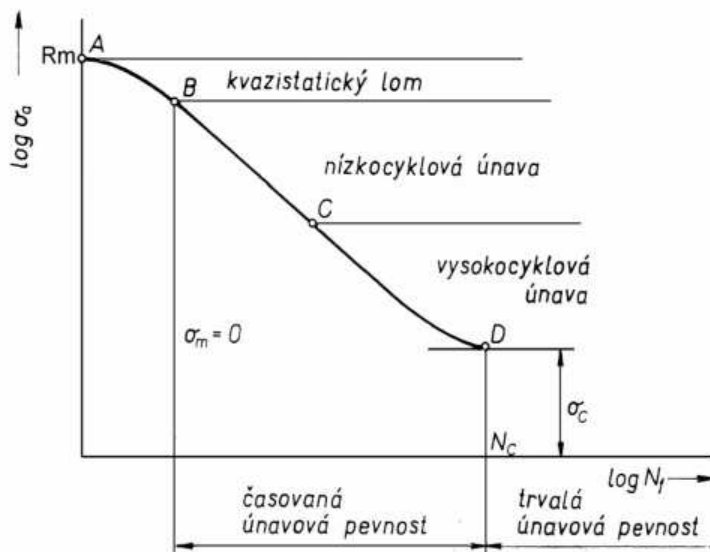
$$\epsilon_{ap} = \epsilon_f' \cdot (2N_f)^c \quad (3.4), \text{ kde}$$

$\epsilon_f'$  je koeficient únavové tažnosti,  $c$  je exponent únavové tažnosti.

Basquinova mocninná závislost mezi amplitudou napětí  $\sigma_a$  a počtem cyklů do lomu  $N_f$ :

$$\sigma_a = \sigma_f' \cdot (2N_f)^b \quad (3.5), \text{ kde}$$

$\sigma_f'$  je koeficient únavové pevnosti [ $\text{MPa}$ ],  $b$  je exponent únavové pevnosti.



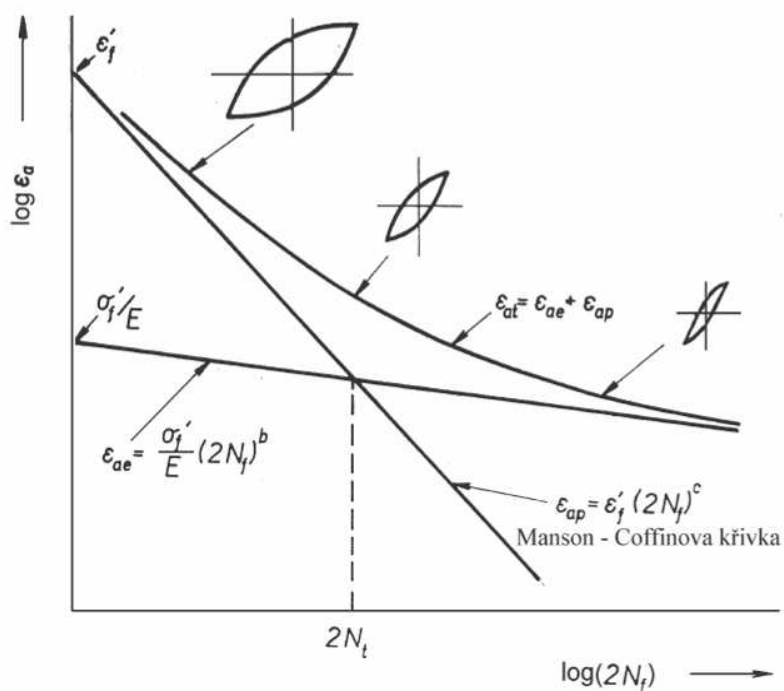
Obr. 3.10 Wöhlerova křivka [2]

S využitím vztahů 3.4 a 3.5 lze odvodit vztah 3.6 pro amplitudu celkové deformace  $\varepsilon_{at}$ , která se kromě složky plastické  $\varepsilon_{ap}$  sestává i ze složky elastické  $\varepsilon_{ae}$ . Grafické vyjádření je na obr. 3.11.

$$\varepsilon_{at} = \varepsilon_{ae} + \varepsilon_{ap} = \frac{\sigma_a}{E} + \varepsilon_{ap} = \frac{\sigma_f'}{E} \cdot (2N_f)^b + \varepsilon_f' \cdot (2N_f)^c \quad (3.6), \text{ kde}$$

E je modul pružnosti [MPa].

Při malých počtech cyklů do lomu  $N_f$  převládá  $\varepsilon_{ap}$ , při velkém počtu cyklů  $\varepsilon_{ae}$ . Hodnota  $2N_t$  na obr. 3.11 je tranzitní počet cyklů - rozsah obou složek deformace je stejný.



Obr. 3.11 Křivky životnosti a amplituda celkové deformace [2]

## 4. NIKLOVÉ SUPERSLITINY

### 4.1. Vývoj a historie

Za předchůdce niklových superslitin lze považovat žáruvzdorné slitiny typu Ni-20Cr, používané již během 30. let 20. století. Zásadním krokem byl přídavek Al a Ti do těchto slitin a pochopení mechanismu precipitačního vytvrzování. První vytvrditelná superslitina Nimonic 80 pak byla patentována v roce 1940. Byl tak odstartován intenzivní výzkum a vývoj, protože niklové superslitiny se prokázaly jako strategický materiál pro letecký průmysl. Jejich aplikace umožňuje vyšší pracovní teploty turbínových motorů, a tím jejich vyšší výkon a účinnost. Pracovní teploty vzrostly z původních 700 na dnešních přibližně 1100°C. Existuje i určitá spodní hranice použitelnosti - cca 650 °C, ta je však čistě ekonomická. Pod touto teplotou lze bez omezení používat jiné, výrazně levnější, konstrukční materiály (například austenitické korozivzdorné oceli) [24].

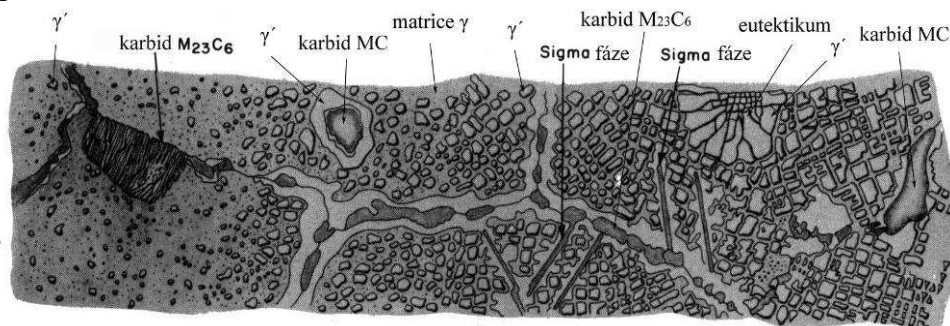
Celkový vývoj niklových superslitin a součástí z nich vyrobených je komplexní a dlouhodobý proces, lze však pozorovat čtyři základní cesty:

- úprava chemického složení a struktury
- konstrukční řešení
- vývoj povrchových úprav
- vývoj používaných technologií.

Na konkrétním případu vývoje turbínových lopatek lze ukázat, že první tři cesty na sebe do určité míry navazují. Rozvoj technologií výroby byl však zcela determinující a zpočátku celý proces spíše brzdil [25]. Výroba niklových superslitin totiž vyžaduje vakuovou technologii tavení, odlévání (metoda vytavitelného modelu) a tepelného zpracování. Teprve po zvládnutí těchto technologií a výrobě součástí bez slévárenských defektů bylo možno přistoupit k navýšení užitých vlastností metalurgickou cestou.

Obrázek 4.1 dokumentuje historický vývoj mikrostruktury precipitačně zpevněných superslitin. Popis jednotlivých fází bude konkrétněji rozebrán v kapitole 4.3. Obrázek však jasně ukazuje vliv legování a tepelného zpracování. Mezi první generací a dnešními superslitinami je zásadní rozdíl zejména v:

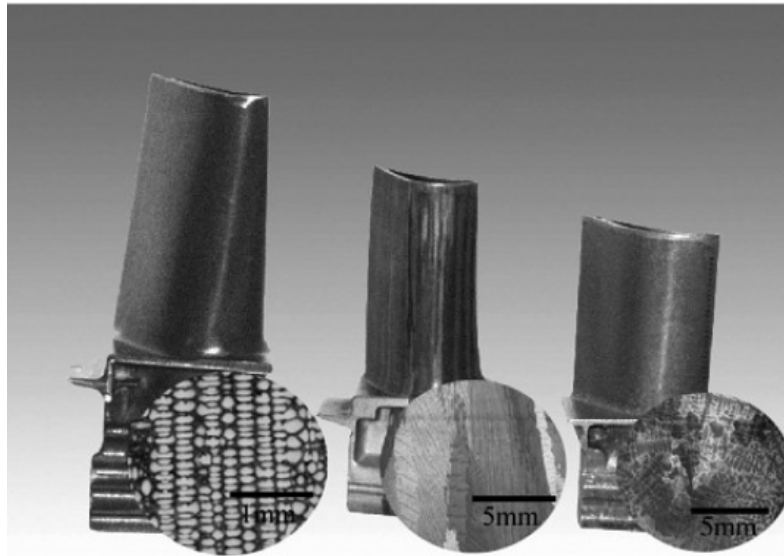
- navýšení objemového podílu vytvrzující fáze  $\gamma'$  (až na 60%)
- změně morfologie této fáze z kulovité na kubickou
- zmenšení velikosti primárních karbidů MC
- vyloučení jemných řetízkových sekundárních karbidů  $M_{23}C_6$  na hranicích zrn
- potlačení vzniku nežádoucích fází [26].



Obr. 4.1 Vývoj mikrostruktury precipitačně zpevněných niklových superslitin (zleva doprava)[26]

Další vývoj technologií odlévání přivedl na trh lopatky s usměrněně ztuhlou strukturou a dokonce monokrystalické lopatky (viz obr. 4.2). V prvním případě je

využito teplotního gradientu k tvorbě menšího počtu zrn se sloupcovitou morfologií, vhodně orientovaných k vnějšímu zatížení. V případě monokrystalických lopatek se využívá tzv. selektoru, který umožňuje, aby celé těleso lopatky bylo tvořeno jediným krystalem. Pro tyto typy lopatek je snížen nepříznivý vliv hranice zrn. Tzn. zvýšení creepové odolnosti, omezení segregáčních pochodů a precipitace karbidů nepříznivé morfologie [26]. Podrobněji o technologii výroby těchto lopatek bude pojednáno v kapitole 4.5.

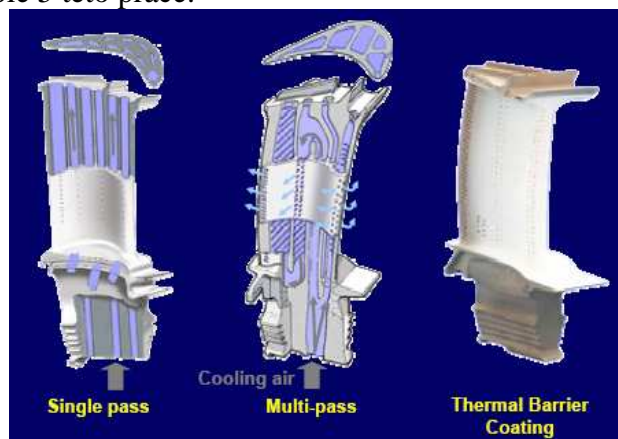


Obr. 4.2 Monokrystalická lopatka, lopatka s usměrněnou strukturou a lopatka s rovnoosými zrny (z leva doprava) [27]

Dnes jsou v podstatě vyčerpány možnosti jak zvýšit pracovní teploty metalurgickou cestou. V případě lopatek byly dalšími kroky konstrukční úpravy (vnitřní chladicí kanálky) a povrchové úpravy (tepelné bariéry).

Vnitřní chlazení lopatek je podmíněno dokonale zvládnutým procesem přesného lití metodou vytavitelného modelu. Těleso lopatky není kompaktní (viz obr. 4.3). Obsahuje množství vnitřních kanálků, kterými proudí vzduch a lopatku tak ochlazuje. První generace (Single-pass) byla tvořena řadou rovnoběžných kanálků menšího průřezu. Postupně se však dařilo vytvořit složitější a efektivnější síť vnitřního chlazení (Multi-pass)[28].

Tepelné bariéry jsou tvořeny několika vrstvami, z nichž nejdůležitější je vnější keramická vrstva. Ta má malou tepelnou vodivost a je schopna snížit teplotu na povrchu superslitiny až o 150 °C. Tepelným bariérám bude věnována velká pozornost v samostatné kapitole 5 této práce.



Obr. 4.3 Další možnosti zvýšení pracovních teplot [28]

## 4.2. Rozdělení a využití

Základní rozdělení je na slitiny žáruvzdorné a žárovevné.

Žáruvzdorné slitiny jsou zpevněné pouze substitučně. Horní teplota použití je až 1150°C, ovšem za předpokladu jejich provozu bez spolupůsobení mechanických napětí. Matrice je tvořena tuhým roztokem NiCr s obsahem chrómu 10 až 30 %, případně levnější varianta NiCrFe s obsahem železa 5 až 20 %. Prvky, které substitučně zpevňují tuhý roztok, jsou především molybden, kobalt a wolfram.

Žárovevné slitiny si udržují mechanické vlastnosti až do teploty 950 °C při spolupůsobení mechanických napětí. Mechanismů zpevnění je více: tyto slitiny jsou zpevněné substitučně, karbidy, popř. disperzně, ale největší roli hraje precipitační zpevnění koherentními precipitáty [29].

Hlavní oblast využití je v leteckém průmyslu - vysokoteplotní a nejmíc namáhané součásti leteckých turbínových motorů, a to jak odlitky, tak tvářené výrobky. Z odlitek především lopatky, integrálně litá kola. Z tvářených výrobků oběžná a rozváděcí kola pomocných energetických jednotek, spalovací komory apod.

V oblasti energetiky jsou to především součásti spalovacích a parních turbín. Turbodomchadla a výfukové ventily v automobilovém průmyslu. Nástroje používané pro práci v nadměrných teplotách. Tepelně namáhané pláště a části raketového motoru v kosmonautice. Hnací mechanismy regulačních tyčí a armatury reaktorů v jaderné energetice. Potrubí a reaktory v chemickém a petrochemickém průmyslu [30].

## 4.3. Struktura a fáze

Vliv jednotlivých prvků na strukturu shrnuje tabulka 4.1. Přehled většiny běžných fází je v tabulce 4.2.

Matrice s mřížkou FCC se označuje  $\gamma$ . Jedná se o uspořádaný tuhý roztok s niklovým základem. Velkou rozpustnost v tuhém roztoku má chróm. Prvky jako Mo, Co, W mají rozpustnost malou a po nasycení tvoří karbidy. U levnějších variant lze část niklu nahradit zvýšeným obsahem železa, klesá však jejich žárovevnost.

V matici se vyskytují fáze typu  $Ni_3X$ . Struktura a morfologie těchto fází může být značně odlišná a mohou mít tak diametrálně odlišný vliv na vlastnosti superslitin. Jednoznačně pozitivní vliv mají fáze  $Ni_3Al$  a  $Ni_3(AlTi)$  označované jako  $\gamma'$  a  $Ni_3Nb$  ( $\gamma''$ ). Fáze  $\gamma'$  je koherentní s maticí, má mřížku FCC typu  $L1_2$  [29] (viz obr. 4.5) a má nejčastěji kubický nebo kulovitý tvar. Fáze  $\gamma''$  má mřížku BCT, tvar disku.

Při tuhnutí může vznikat eutektikum složené z  $\gamma$  a  $\gamma'$ .

Některé fáze z této skupiny však řadíme mezi nežádoucí fáze. Vyznačují se nevhodnou morfologií, která negativně ovlivňuje vlastnosti superslitin (mají i odlišnou krystalografickou strukturu). Mezi tyto fáze patří například  $\pi$  fáze  $Ni_3(AlTa)$  a  $\eta$  fáze  $Ni_3Ti$ . (obr. 4.5) a mnohé další, spíše raritní fáze s prvky jako V, Mo, Ga apod.

Tvar fáze  $\gamma'$  je dán součtem povrchové a deformační energie. Zavádí se pojem nesoulad mřížek (misfit), který se vyjadřuje vztahem:

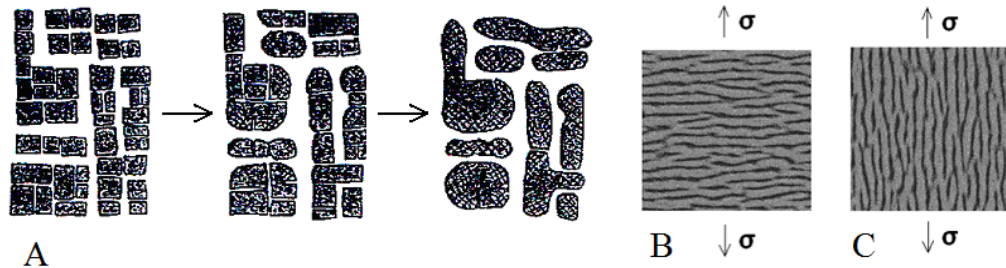
$$misfit = \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma}} \cdot 100[\%] \quad (4.1) [28], \text{ kde}$$

$a_{\gamma'}$  je mřížkový parametr precipitující fáze [nm]

$a_{\gamma}$  je mřížkový parametr matrice [nm].

Je-li hodnota mřížkového nesouladu od -0,2 do 0,4% má  $\gamma'$  kulový tvar. Kubický tvar je pro rozmezí -0,6 až 0%, a 0,4 až 1%. Tyčinkový tvar nad  $\pm 1\%$  a ztráta koherence nastává nad  $\pm 1,25\%$  [28].

Při dlouhodobém působení teplot dochází ke koagulaci (hrubnutí, spojování) jednotlivých částic  $\gamma'$ . Při spolupůsobení vnějšího napětí může docházet k jevu zvanému rafting. Vytváří se souběžné kanály matrice  $\gamma$  a precipitátů  $\gamma'$ . V oblastech  $\gamma$  je velice málo překážek pohybu dislokací a dochází tak k výrazné degradaci mechanických vlastností. Vliv hodnoty misfitu na směr raftingu je na obr. 4.4.



Obr. 4.4 A - koagulace  $\gamma'$ , B - rafting, kladný misfit, C - rafting, záporný misfit [29]

V mikrostruktuře lze dále rozlišit čtyři skupiny karbidů: primární MC, sekundární  $M_6C$  a  $M_{23}C_6$  a nestabilní  $M_7C_3$ .

Primární MC karbidy se vyznačují větší velikostí a SCC mřížkou. Tvoří je kovy Hf, Ti, Ta, W, Mo. V lici struktuře se zpravidla vyskytují v meziosové oblasti dendritů. Dlouhé doby tuhnutí a mírný gradient ochlazování podporují vznik velkých karbidických částic. Z uvedené řady karbidů jsou primární karbidy nejstabilnější. Rozpouští se až za teplot nad  $1200^\circ\text{C}$  (s přídavkem Nb až za teplot  $1260^\circ\text{C}$ ) a slouží jako dodavatel uhlíku pro následné fázové reakce (například tepelné zpracování) [31].

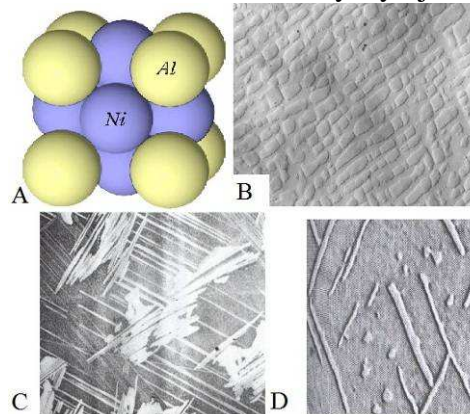
Tab. 4.1 Vliv legujících prvků na strukturu a vlastnosti niklových superslitin [31]

Tvorba strukturálních součástí		Prvky
Substituční zpevnění matrice		Co, Cr, Mo, Fe, W, Ta
Tvorba koherentních precipitátů		Al, Ti, Nb
Tvorba karbidů	MC	W, Ta, Ti, Mo, Nb
	$M_7C_3$	Cr
	$M_{23}C_6$	Cr, Mo, W
	$M_6C$	Mo, W
Tvorba karbonitridů M(CN)		Ti, Zr, Nb, Hf
Tvorba nežádoucích fází (TCP)		Cr, Mo, W, Fe, Nb, Ni, Co
Vlastnosti		Prvky
Korozní odolnost		Al, Cr, Ta
Zlepšení vysokoteplotní korozní odolnosti		La, Th
Zpevnění hranic zrn		B, Zr, Hf
Odolnost proti sulfidům		Cr

Sekundární  $M_6C$  karbidy s ortorombickou mřížkou vznikají za přítomnosti vysokotavitelných prvků W, Mo při teplotách  $815 - 900^\circ\text{C}$ . Karbidy  $M_{23}C_6$  se složitou FCC mřížkou zase při vysokém obsahu Cr při precipitačním žhání ( $700 - 980^\circ\text{C}$ ). Při vhodné morfologii - řetízkovitě vyloučené jemné částice na hranicích zrn, obklopené fází  $\gamma'$  - výrazně zlepšují creepovou odolnost. Nežádoucí morfologie - filmy, desky, nepravidelné a nerovnoměrně vyloučené částice - naopak výrazně degradují pevnostní vlastnosti za zvýšených teplot.

Mikrolegury B, Zr, Hf vytváří fáze na hranicích zrn a zpevňují tyto hranice zrn a rovněž zvyšují odolnost proti creepu [31].

Hexagonální karbidy  $M_7C_3$  jsou nestabilní, při ohřevu se transformují na typ  $M_{23}C_6$ . Po tepelném zpracování se ve struktuře nevyskytují [32].

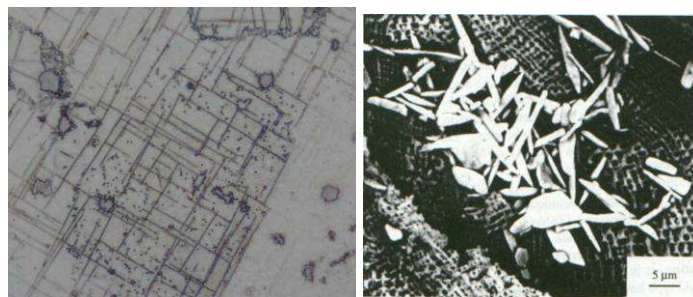


Obr. 4.5 A - uspořádání jednotkové buňky  $Ni_3Al$ , B - kubická morfologie  $\gamma'$ , C -  $\pi$  fáze  $Ni_3(AlTa)$ , D -  $\eta$  fáze  $Ni_3Ti$  [29]

Precipitace karbidů má vliv na zpevnění matrice. Ve srovnání s účinkem koherentních precipitátů je však tento vliv malý. Karbidy mohou působit negativně vrubovým účinkem. Mohou způsobovat předčasné únavové lomy a oxidaci. Proto se v řadě superslitin obsah uhlíku řízeně snižuje. Nesmí však dojít k opačnému extrému: pokud by na hranicích zrn nebyly žádné karbidy, byl by pohyb hranic zrn neomezený a na místě styku tří zrn by snadno mohlo docházet k tvorbě trhlin [30].

Příměsové prvky škodlivé v superslitinách jsou zbytkové plyny - O, H, N, Ar, He a nemetalické nečistoty - P, S. Mezi nežádoucí kovové nečistoty patří - Pb, Si, Sb, Se, Ag, Cu, Tl, Te a další prvky, které se nerozpouštějí v matrici superslitin (nebo jen velmi málo), segregují na hranice zrn a způsobují snížení tvařitelnosti, tažnosti a vznik trhlin po hranicích zrn [30].

Kromě již uvedených fází  $\pi$ - $Ni_3(AlTa)$  a  $\eta$ - $Ni_3Ti$  se vyskytují další fáze s nevhodnou morfologií, označované TCP - Topo Closed Packet. Tyto fáze mají nejčastěji mřížku BCT nebo HCP. Patří sem  $\sigma$  fáze ( $FeCr$ ),  $\mu$  fáze  $(Co, Fe, Ni)_7(Mo, W, Cr)_6$  a Lavesovy fáze (obr. 4. 6). Dlouhé, tenké a křehké částice vyloučené na hranici zrn degradují mechanické vlastnosti, jsou místem iniciace trhlin. Rovněž mají nepříznivý vliv na žáruvzdornost, protože obsahují velké množství prvků, které žáruvzdornost zajišťují. Při značném přesycení matrice  $\gamma$  o Cr, Mo a W se zvyšuje pravděpodobnost vylučování stabilních TCP fází [31].



Obr. 4.6  $\sigma$  fáze (vlevo),  $\mu$  fáze  $(Co, Fe, Ni)_7(Mo, W, Cr)_6$  [29]

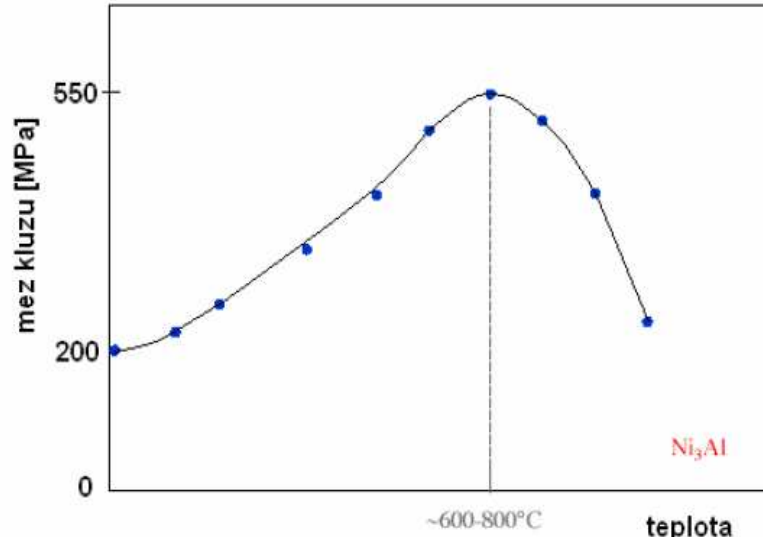
Tab. 4.2 Přehled fází v niklových superslitinách [30]

Fáze	Mřížka	Vzorec	Stručná charakteristika
$\gamma$	FCC		Matrice
$\gamma'$	FCC	Ni <sub>3</sub> Al Ni <sub>3</sub> (Al,Ti)	Základní zpevňující fáze koherentní s maticí
$\gamma''$	BCT	Ni <sub>3</sub> Nb	Zpevňující fáze koherentní s maticí
MC	SCC	TiC NbC HfC	Primární karbidy nepravidelné globule
M <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	FCC	Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> , Mo <sub>23</sub> C <sub>6</sub> W <sub>23</sub> C <sub>6</sub> , Fe <sub>23</sub> C <sub>6</sub>	Sekundární karbidy precipituje na hranici zrn globule, lamely, film
M <sub>6</sub> C	FCC	Fe <sub>3</sub> Mo <sub>3</sub> C, Fe <sub>3</sub> Nb <sub>3</sub> C Fe <sub>3</sub> W <sub>3</sub> C - Fe <sub>4</sub> W <sub>2</sub> C Nb <sub>3</sub> Co <sub>3</sub> C, Ta <sub>3</sub> Co <sub>3</sub> C	Náhodná distribuce
M <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	hexagonální	Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub>	Nestabilní karbid
M <sub>3</sub> B <sub>2</sub>	tetragonální	Ta <sub>3</sub> B <sub>2</sub> , V <sub>3</sub> B <sub>2</sub> , Nb <sub>3</sub> B <sub>2</sub> (Mo,Ti,Cr) <sub>3</sub> B <sub>2</sub> (Ni,Fe) <sub>3</sub> B <sub>2</sub> , Mo <sub>2</sub> FeB <sub>2</sub>	V superslitinách s obsahem B>0,03%.
MN, M(CN)	kubická	TiN, ZrN, NbN	Nitridy a karbonitridy nerozpustné pod T <sub>t</sub>
<b>TCP Fáze</b>			
$\eta$	HCP	Ni <sub>3</sub> Ti	buňky na hranicích zrn nebo jehlice uvnitř zrn
$\delta$	ortorombická	Ni <sub>3</sub> Nb	jehlicovité precipitáty uvnitř zrn
$\mu$	romboedrická	Co <sub>7</sub> W <sub>6</sub> , (Fe, Co) <sub>7</sub> (Mo, W) <sub>6</sub> (Co, Fe, Ni) <sub>7</sub> (Mo, W, Cr) <sub>6</sub>	hrubozrnná Widmanstättenova struktura
Lavesovy	hexagonální	Fe <sub>3</sub> Nb, Fe <sub>3</sub> Ti Fe <sub>3</sub> Mo, Co <sub>3</sub> Ta, Co <sub>3</sub> Ti	nepravidelné protažené globule
$\sigma$	tetragonální	FeCr, FeCrMo, CrFeMoNi CrCo, CrNiMo	nepravidelné protažené globule častěji ve slitinách Co
$\pi$		Ni <sub>3</sub> (AlTa)	



#### 4.4. Vybrané vlastnosti niklových superslitin

Superslitiny zpevněné fází  $\gamma'$  vykazují anomálii v teplotní závislosti pevnostních vlastností, ty se totiž až do rozmezí 700 - 800°C s rostoucí teplotou zvyšují (viz obr. 4.7). Toto chování je způsobeno interakcí dislokací s precipitáty a vzájemnými interakcemi dislokací.



Obr. 4.7 Teplotní závislost meze kluzu niklových superslitin [28]

V uspořádaném tuhém roztoku je situace složitější než u čistých kovů. Nevyskytují se zde jednotlivé dislokace, ale superdislokace - soustava několika dislokací a plošných poruch.

Primární skluzový systém v  $\gamma$  a  $\gamma'$  je při všech teplotách:  $\frac{1}{2} \langle 011 \rangle \{111\}$ . Při vyšších teplotách má skluzová dislokace  $\langle 011 \rangle \{111\}$  v  $\gamma'$  tendenci k příčnému skluzu na roviny  $\{001\}$  a pak zpátky na  $\{111\}$  - vytvoří se tak nepohyblivé konfigurace, zodpovědné za zpevnění [33]. Nad 800°C se konfigurace stávají pohyblivými a dochází ke změkčení.

Z hlediska únavového poškození je pro experimentální superslitinu IN713LC typická lokalizace plastické deformace do PSP podél rovin  $\{111\}$ . Vznikají tenké desky s vysokou hustotou dislokací, které prochází přes  $\gamma$  i  $\gamma'$ . Podél PSP vznikají trhliny, které se dále spojují, dokud jedna z trhlín nepřevládne a stane se magistrální [34].

#### 4.5. Odlévání niklových superslitin

Jak již bylo řečeno v úvodu této části diplomové práce, výroba a odlévání niklových superslitin vyžaduje vakuovou technologii. Při výrobě za přístupu vzduchu by docházelo k oxidaci reaktivních prvků s vysokou afinitou ke kyslíku - tedy hliníku a titanu a při přesném odlévání by docházelo k nežádoucímu naplynění. Tavení ve vakuové indukční umožňuje:

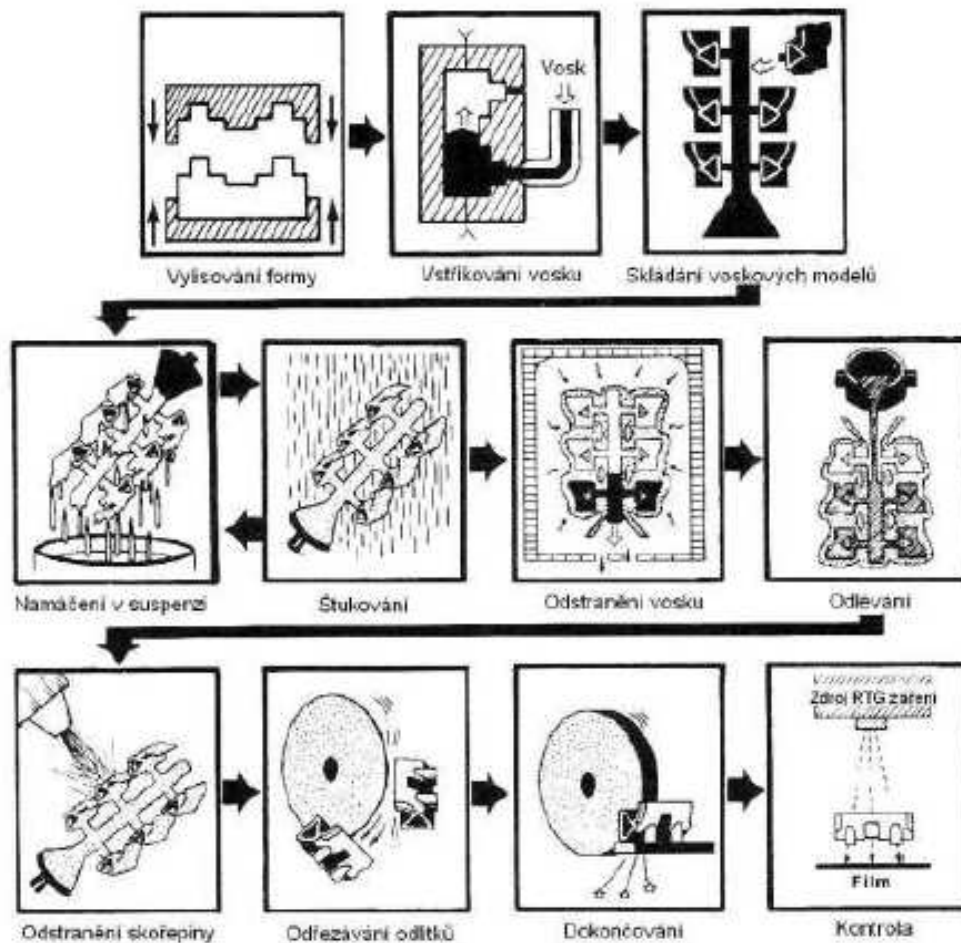
- hluboké odplynění
- dokonalou dezoxidaci díky dlouhé výdrži ve vakuu
- nepatrné množství nekovových vměstků díky promíchávání lázně
- ochranu legur před oxidací a tím vynikající stav povrchu
- zlepšení zabíhavosti a tím možnost výroby složitých a tenkostěnných odlitků
- úzké rozmezí chemického složení a tím stabilní vlastnosti odlitků [35].

Praktickým jediným vážnějším problémem vakuové technologie tavení je možná kontaminace při kontaktu mezi roztaveným kovem a žáruvzdorným kelímkem [35].

Moderní a nejčastěji používanou technologií při odlévání niklových superslitin je metoda přesného lití na vytavitelný model. Tato metoda umožňuje výrobu tvarově složitých odlitků, s vysokými požadavky na kvalitu povrchu, rozměrovou přesnost, celkovou jakost odlitku, ale také i na nižší cenu [35].

Na obr. 4.8 je schematicky znázorněn proces odlévání metodou vytavitelného modelu.

Celý proces začíná výrobou formy a vstřikováním vosku do této formy. Poté jsou jednotlivé voskové modely řazeny a lepeny na vtokový kůl a tvoří tzv. „stromeček“. V další fázi je potřeba vytvořit na voskovém stromečku keramickou skořepinu. Toto se většinou děje ponořením a otáčením stromečku v keramické břečce a následným sušením. Tento proces se zpravidla několikrát opakuje, až do vytvoření požadované tloušťky skořepiny. Mění se složení keramické břečky - na spodní vrstvy skořepiny se používá nejjemnější ostřívo, na další ostřívo hrubší [35].



Obr. 4. 8 Odlévání metodou vytavitelného modelu [30]

Konkrétní příklad přípravy skořepiny (dle PBS Velká Bíteš): pro první obal keramické břečky je použito plnivo  $ZrSiO_4$  a jemné ostřívo molochit ( $d=0,18-0,5$  mm), na další obaly pak plnivo molochit ( $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ ) a hrubější ostřívo molochit ( $d=0,5-1$  mm). Celkový počet obalu je přibližně devět a tloušťka skořepiny se pohybuje okolo 10 mm [36].

Dalším krokem je odtavení vosku ze skořepiny v autoklávu a žhání, které má za úkol jednak zabezpečit odstranění nežádoucích látek (voda, zbytky vosku) a dosažení mechanické pevnosti skořepiny.

Po tomto procesu je dutá keramická skořepina připravena k odlévání kovu ve vakuové indukční peci. Pro vyjmutí odlitku je nutno skořepinu rozbít [35].

#### 4.6. Usměrněné tuhnutí a monokrystaly

Po odlití kovu do skořepiny dochází přirozeným procesem ke vzniku polykrystalické struktury. Při krystalizaci lze však měnit teplotní podmínky při ochlazování (na obr. 4.9 vlevo) - lze vytvořit teplotní gradient, jednosměrně odvádět teplo a získat tak usměrněnou sloupcovitou strukturu s řízenou velikostí zrna. K nárůstu pevnostních a creepových vlastností a odolnosti proti tepelné únavě dochází, jsou-li sloupcovitá zrna orientovaná rovnoběžně se směrem hlavního působícího napětí. Toto zlepšení je způsobeno eliminací příčných hranic zrn [32].



Obr. 4.9 Usměrněné tuhnutí a příprava monokrystalů [27]

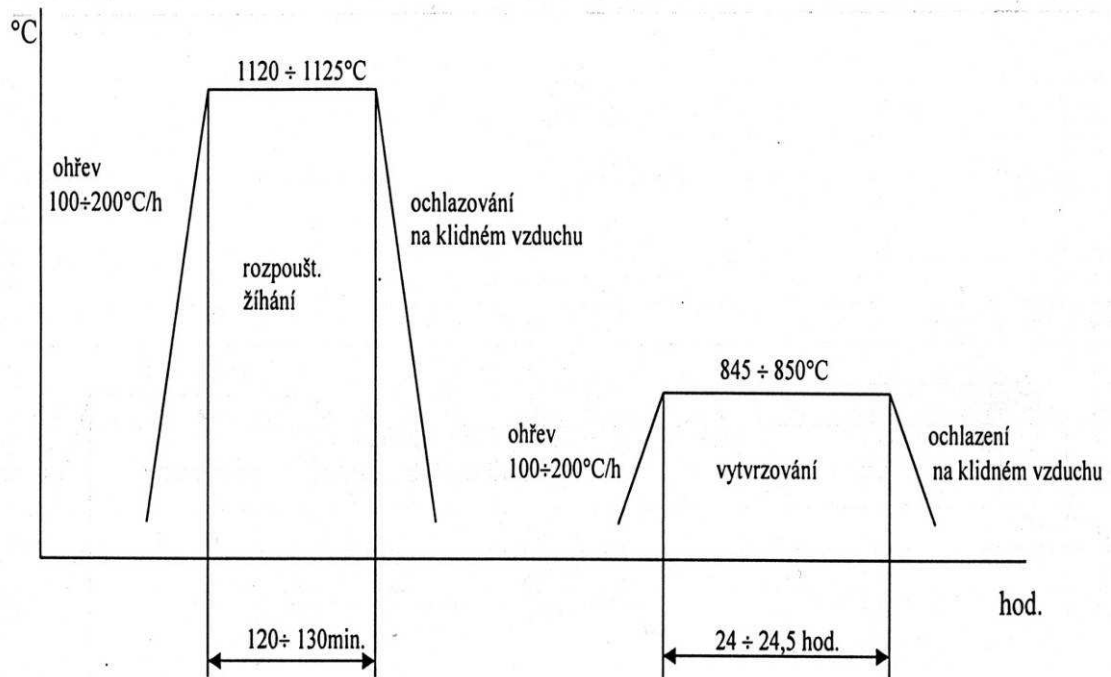
Je tedy logické hledat další cestu zlepšení v úplné absenci hranic – tzn. vytvoření monokrystalického odlitku. Technické řešení spočívá na zařazení prvku - selektoru, do technologie výroby usměrněných struktur. Selektor umožňuje vybrat pouze jedno zrna - jednu krystalografickou orientaci a té „dovolí“ dále růst. Ukázalo se však, že vytvoření monokrystalických odlitků není zcela jednoduchou záležitostí a že rozhodně není možné pro všechny slévárenské niklové superslitiny. První monokrystalické superslitiny i přes vysoké výrobní náklady nedosahovaly očekávaných vlastností v porovnání se slitinami s řízenou krystalizací a proto se pro ně hledala cesta úpravou chemického složení [32]. Vývoj monokrystalických superslitin probíhal v několika generacích:

- 1. generace: odstranění přísad zpevňující hranici zrn jako jsou C, B, Hf a Zr
- 2. generace: úprava chemického složení 1. generace - zvýšení obsahu obtížně tavitelných prvků - Co, W, Mo, Ta. Příklad - 3 hm. % rhenia, které zpevňuje tuhý roztok.
- 3. generace: zvýšení obsahu rhenia až na 6 hm. % způsobilo nárůst pevnosti při tečení
- 4. generace - přidavek Re 5hm% + Ru 2hm% snížil pravděpodobnost výskytu nežádoucích fází bohatých na chrom a wolfram
- 5. generace - přidavek Re 5hm% + Ru 6hm% + Mo [27, 32]

#### 4.7. Tepelné zpracování

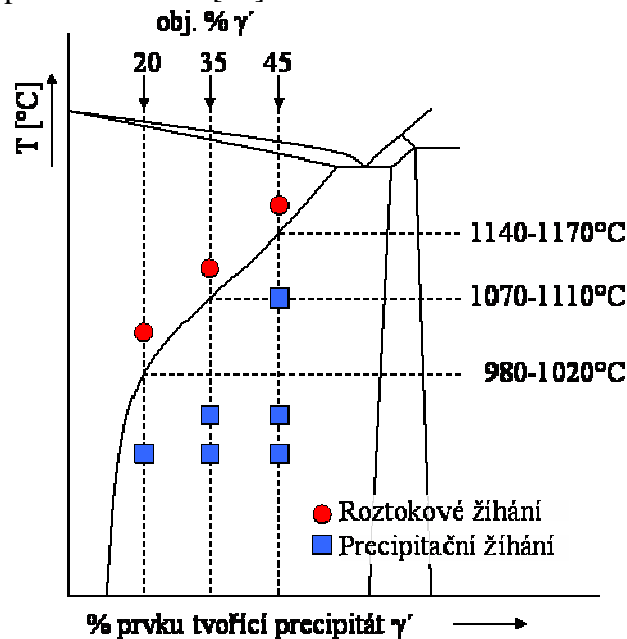
Základní tepelné zpracování niklových superslitin je vytvrzování, sestávající se z rozpouštěcího (také roztokového) žíhání a precipitačního vytvrzování (také vytvrzovací žíhání, precipitační žíhání, stárnutí). Příklad diagramu tepelného zpracování je na obr. 4.10. Tepelné zpracování probíhá výlučně vakuovou technologií. Další častěji používané tepelné zpracování je žíhání na měkko a HIPování (Hot Isostatic Dressing). Některé niklové superslitiny se tepelně nezpracovávají.

Při rozpouštěcím žhání jde o vytvoření chemicky homogenního tuhého roztoku rozpouštěním fáze  $\gamma'$ , příp. dalších fází. Podle chemického složení je rozpouštěcí teplota v rozmezí 1080° až 1220°C [26]. Teplota rozpouštěcího ohřevu je vysoká z důvodu rozpouštění co největšího množství fáze  $\gamma'$  (obr. 4.11). Výdrž na teplotě je minimálně 2 hodiny. Ochlazování z teploty rozpouštěcího se nejčastěji provádí na vzduchu. Při prudkém ochlazování by u vysokolegovaných žárovečných slitin hrozil vznik prasklin [26].



Obr. 4.10 Příklad diagramu tepelného zpracování (IN 738LC) [37]

Při vytvrzování je hlavním cílem dosažení optimální velikosti a disperze částic  $\gamma'$ . Teplota vytvrzování je vždy vyšší (v krajním případě se rovná) než pracovní teplota součásti. Běžný rozsah teplot je mezi 700 až 950 °C. Pro co nejvyšší vyloučení fáze  $\gamma'$  se může použít stupňovité stárnutí [26].



Obr. 4.11 Určení teplot rozpouštěcího žhání a precipitačního vytvrzování [38]

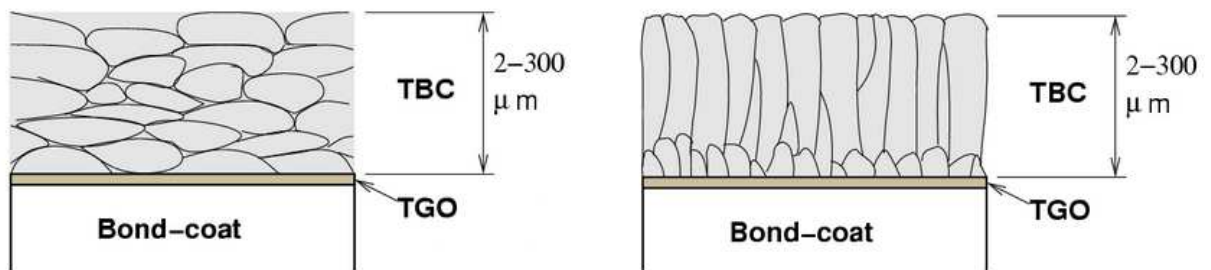
## 5. POVRCHOVÉ VRSTVY NA NIKLOVÝCH SUPERSLITINÁCH

Materiálem součástí leteckých motorů a stacionárních energetických turbín, na které za provozu působí vysoké pracovní teploty, jsou superslitiny na bázi niklu. Tyto slitiny musí dále odolávat celé řadě degračních procesů, mezi které patří např. vysokoteplotní koroze, oxidace a eroze. Spolu se zvyšujícími se nároky na tyto materiály (zejména výška pracovních teplot) je třeba zaměřit také pozornost na ochranu samotného povrchu součástí, neboť schopnosti nechráněných niklových slitin jsou v současné době již na samé hranici jejich možností. Úkolem povrchových vrstev je negativní působení prostředí co nejvíce eliminovat. Rozlišujeme dvě základní skupiny: tepelné bariéry a difúzní vrstvy. S ohledem na experimentální část této práce bude největší pozornost věnována skupině tepelných bariér.

### 5.1. Tepelné bariéry

Hlavním úkolem tepelných bariér je snížit pracovní teplotu součásti, přičemž ochrana proti korozi a oxidaci je až druhořadým cílem. Základní schéma tepelné bariéry je znázorněno na obr. 5.1. Tepelné bariéry se skládají z několika vrstev. Vnější keramická vrstva TBC (thermal barrier coating), která je v přímém kontaktu s okolím má především izolační funkci. Používají se keramické materiály - především YSZ (yttria stabilized zirconia). Jedná se v podstatě o  $ZrO_2$ , stabilizovaný  $Y_2O_3$ , nejčastěji v rozmezí 6 - 8 hm. %. Pod ní se nachází vazebná vrstva (MCrAlY, CONiCrAlY, difúzní Pt - Al). Na přechodu mezi nimi se difúzí na krátkou vzdálenost vytváří vrstva oxidů označovaných TGO (thermally grown oxide).

Vzhled bariéry a postupné uspořádání vrstev závisí na použité technologii nanášení. Na obr. 5.1 je uvedeno schéma tepelné bariéry vytvořené dvěma nejčastěji používanými metodami - plasmového nástřiku a EB - PVD.



Obr. 5.1 Schéma tepelných bariér připravených plasmovým nástřikem (vlevo) a EB - PVD (vpravo) [28]; Bond-coat - vazební vrstva

Použití vrstev má dvě velká omezení. Keramická vrstva je křehká a proto se TBC vrstvy častěji aplikují na součásti, které nejsou dynamicky namáhané. Druhé omezení - bariéra se skládá z několika vrstev, přičemž každá může mít jinou tepelnou roztažnost. Aby se zabránilo poškození povrchové ochranné vrstvy v důsledku tepelných pnutí, je nutné používat materiály s podobným koeficientem tepelné roztažnosti.

#### 5.1.1. Vnější keramická vrstva

Stabilizace  $ZrO_2$  znamená udržení jediné krystalové modifikace v požadovaném rozmezí teplot. Čistý  $ZrO_2$  má tři krystalové modifikace - monoklinický  $\alpha$ , stabilní do 1175 °C. Tetragonální  $\beta$ , stabilní do 2350 °C a kubický  $\gamma$  stabilní do teploty tavení

2690°C. Přídavkem  $Y_2O_3$  do tetragonální modifikace dojde k substituci některých iontů  $Zr^{4+}$  (iontový poloměr 0,082 nm) za ionty  $Y^{3+}$  (0,096 nm). Ke stabilizaci kromě velikosti iontů přispívá i fakt, že celkový náboj musí zůstat zachován. Rozdíl náboje je proto kompenzován bodovými defekty [39].

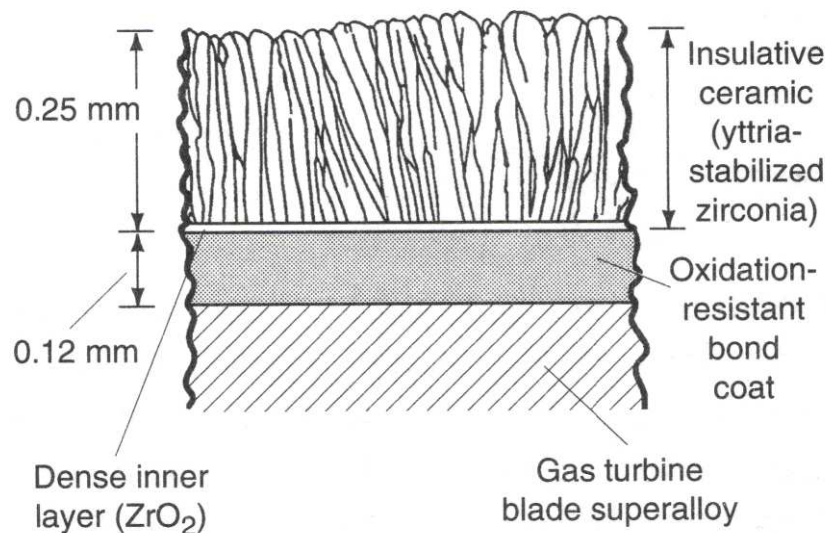
Povrchová keramická vrstva typu - YSZ disponuje dobrou pevností, lomovou houževnatostí a díky tomu, že neprodělává fázovou přeměnu, je i odolná proti cyklickým změnám teploty [26].

Vrstva TBC musí mít dostatečnou šířku, nízkou tepelnou vodivost a vysokou odolnost proti teplotním šokům. Vysoká koncentrace vnitřních dutin ve vnější izolační vrstvě vede k dalšímu snížení tepelné vodivosti [26].

Porušení TBC vrstev během provozu je obecně spojeno s napětím, které se rozvíjí během ochlazování po vysokoteplotní expozici a s přechodným tepelným pnutím, které se rozvíjí během rychlého teplotního cyklování. Porušení se primárně objevuje kvůli rozdílu v teplotní roztažnosti mezi keramickou a kovovou vrstvou a kvůli napadení vazebné vrstvy okolním prostředím.

Rozdíl mezi vnějším povrchem bariéry a pod ní se nacházející vazebné vrstvy může být až 150 °C. To má pro součást hned dvojí význam. Její teplota výrazně nižší než pracovní teplota v okolí. A také teplotní šok, kterému by byla součást bez povrchové úpravy vystavena, je výrazně redukován. Rychlé změny okolní teploty jsou moderovány a oslabeny předtím než dosáhnou substrátu.

Vnější keramické vrstvy nanášené technologií EB - PVD mají kolumnární (sloupcovitou) morfologii zrna (viz obr. 5.2 a 5.3). Jednotlivá zrna jsou silně vázána na vrstvu pod nimi, vazba mezi zrny je však slabá [26]. Vzhled keramických vrstev nanesených plasmovým nástřikem je naopak lamelární (viz obr. 5.1 a kapitola 10 - Fraktografie lomových ploch).



Obr. 5.2 Schéma tepelných bariér připravených pomocí EB - PVD [42]

*Insulative ceramic* - izolační keramická vrstva;

*Dense inner layer ( $ZrO_2$ )* - kompaktní mezifázový film  $ZrO_2$

*Oxidation-resistant bond coat* - antioxidační vazebná vrstva

*Gas turbine blade superalloy* - lopatka plynové turbíny ze superslitiny

Sloupcovitá struktura garantuje zvýšenou napěťovou odolnost. Hlavní výhoda tohoto uspořádání spočívá ve faktu, že dokáže velmi účinně redukovat napětí, které v povlaku vznikají. Napětí v TBC vrstvě je relaxováno volným roztažením nebo smrštěním do mezer, volných prostor. Teplotní pnutí v povlacích se objevuje kvůli rozdílu v teplotní roztažnosti kovového substrátu a povlaku a kvůli teplotnímu gradientu

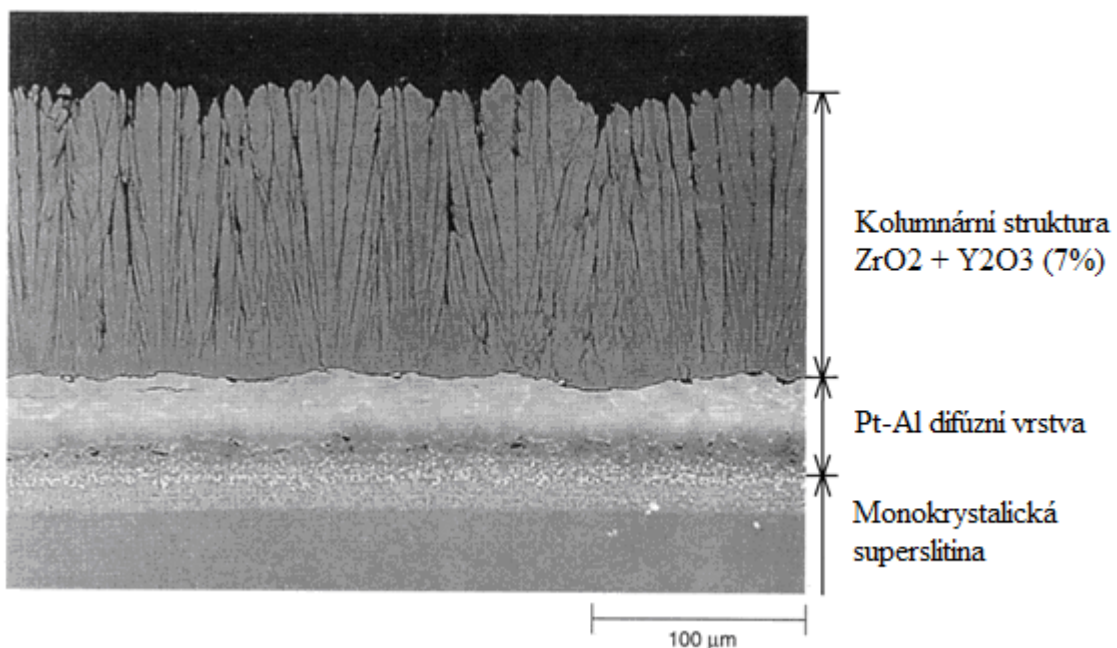
během rychlých změn teplot. V závislosti na depozičních podmínkách může PVD technika indukovat určitou úroveň napětí v povlaku. Tato vnitřní tlaková pnutí nanesených povlaků mohou působit jako „přednapětí“, které zmenšuje praskání povlaku vlivem tahových tepelných pnutí za zvýšených teplot. Kolumnární struktura TBC vrstev vytvořených EB - PVD má ale tu nevýhodu, že její tepelná vodivost se pohybuje v rozmezí 1,8 až 2,0 W/m.K, což je přibližně dvakrát vyšší než u vrstev nanášených plasmou (0,9 až 1 W/m.K) [28].

Proces nanášení plasmou také indukuje určité zbytkové pnutí, způsobená zahříváním substrátu a deposicí povlaku (bez napětí) za depoziční teploty. Teplotní zbytková pnutí se vyvíjí během ochlazování na pokojovou teplotu.

### 5.1.2. Vazebná vrstva

Typická struktura při použití techniky EB - PVD je schematicky na obr. 5.2 a na fotografii na obr. 5.3. Lze vidět tenkou, kompaktní vrstvu  $ZrO_2$ , která se vyskytuje na rozhraní vazebné vrstvy a horní kolumnární struktury. Tato fáze roste za podmínky nedostatku kyslíku na začátku deposice  $ZrO_2$ . Její tloušťka je kontrolována tím, jak rychle je po začátku deposice ve vakuové komoře EB - PVD aktivován přísun kyslíku. Tento kompaktní, mezifázový film je kritický pro životnost EB - PVD vrstev. Vytváří totiž chemickou vazbu mezi kolumnárním  $ZrO_2$  a antioxidační vazebnou vrstvou. Pokud ale tento film bude příliš široký ( $>2\mu m$ ), může udržet a přenést tlaková pnutí, dostatečná na to aby způsobila praskání  $ZrO_2$  vrstvy [40, 41]. Tento kompaktní povlak slouží i jako difúzní bariéra pro plyny za vysokých teplot. Vazebná vrstva pro případ bariéry na obr. 5.3 je vytvořena odprášením platiny a hliníku. Po nanesení následuje žihání, při kterém se uplatňuje difúze a vytvoří se výsledná struktura vazebné vrstvy.

Vzhledu vazebných vrstev nanášených plasmou je věnována pozornost v následující kapitole 5.1.3.

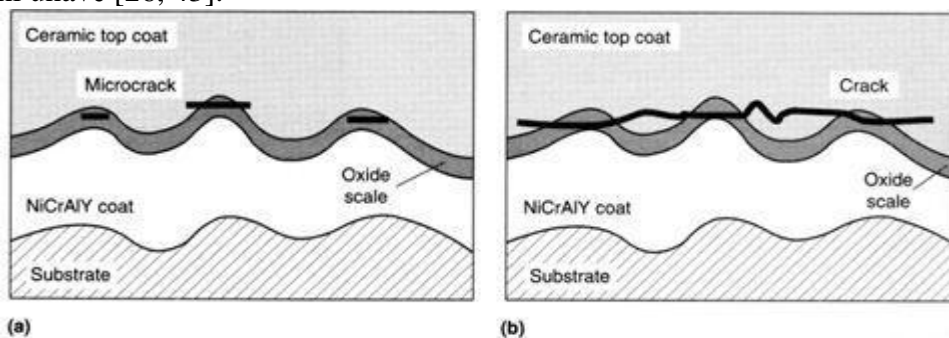


Obr. 5.3 TBC vrstva připravená technologií EB - PVD [26]

Vazebná vrstva zlepšuje vazbu horní keramické vrstvy, chrání substrát před vysokoteplotní korozí a oxidací a napomáhá snížit rozdíl v tepelné roztažnosti mezi keramickou vrstvou a niklovou superslitinou.

Schopnost povlaků poskytnout vyhovující ochranu při vysokoteplotních aplikacích je hodnocena několika faktory: stálostí, odolností proti oxidaci a korozi, schopností předcházet trhlinám.

Napěťový stav v keramické vrstvě lze označit jako biaxiální tlakový v rovině povlaku. Pnutí způsobené těmito napětími vzrůstá během opakovaného teplotního cyklování, vede k iniciaci trhlin na rozhraní oxidační a vnější keramické vrstvy a případnému odlupování povlaku (obr. 5.4). Užití  $Y_2O_3$  ke stabilizaci keramické vrstvy, společně s typem vazebné vrstvy MCrAlY, výrazně zlepšuje odolnost TBC vrstev proti teplotní únavě [26, 43].



Obr. 5.4 Mechanismus poškození v TBC vrstvách  
a) iniciace mikrotrhlin b) spojování v rovině povlaku [26]  
Pramic top coat - keramická vnější vrstva; Microcrack - mikrotrhliny  
Oxide scale - oxidová vrstva; substrate - základní materiál

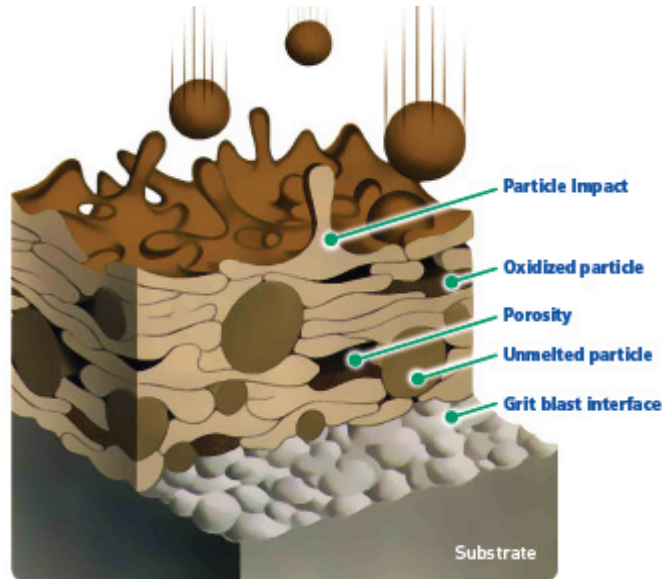
### 5.1.3. Technologie přípravy bariér

TBC bariéry jsou nejčastěji nanášeny plasmovým nástřikem při atmosférickém tlaku (APS) nebo sníženém tlaku (LPPS) a EB - PVD. Pro přípravu vazebných vrstev typu MCrAlY se zkouší technologie HP/HVOF, zejména pro aplikace v leteckých turbínách. S ohledem na experimentální část této práce bude kladen větší důraz na technologii atmosférického plasmatického nástřiku APS.

Principem plasmového nástřiku je injektáž nanášeného materiálu ve formě prášku do proudu plasmy. Jako plasmový plyn pro přípravu TBC se nejčastěji používá vzduch. V plasmě dochází k natavení prášku. Při dopadu na substrát mají roztavené částice vysokou rychlost, což způsobuje jejich rozstřík. Vytváří se tak vrstevnatá struktura paralelně s rovinou povrchu, tvořená lamelárními částicemi označovaných jako splaty [44]. I z tohoto důvodu vyžaduje plasmové nanášení hrubý povrch substrátu. Adhezivní a kohezivní pevnost spoje povlak /substrát jsou definovány charakterem mechanických zámek připravených tryskáním, případně jinou metodou [45]. Na obr. 5.5 lze vidět obecné schéma struktury povlaku. Ve výsledné struktuře lze pozorovat nežádoucí součásti:

- neroztavené částice – ty se mohou do povlaku dostat v důsledku nízké teploty zdroje, případně kvůli nadměrné velikosti částice. Částice o velké hmotnosti je při injektáži schopna se dostat do středu proudu plasmy, kde je nižší teplota. Uniformní velikost částic v nanášeném prášku je proto velice důležitá.
- oxidické částice – vznikají zejména u kovů s vysokou afinitou ke kyslíku při kontaktu s běžnou atmosférou.
- kavity a nespojitosti – kavity vznikají zejména v oblasti styku více splatů u kovových materiálů, trhliny jsou běžnější u nanášených keramických materiálů. Keramické vrstvy nanesené plasmovým nástřikem jsou velice porézní. K jejímu snížení se proces nanášení provádí v nízkotlakové vakuové komoře (LPPS - low-pressure plasma spraying) [26].



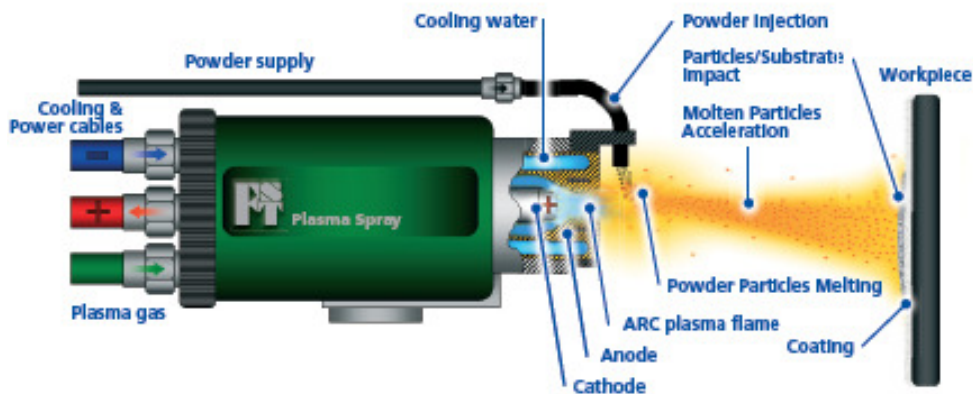


Obr. 5.5 Obecné schéma struktury povlaku připravené technologií žárového nástřiku [44]

Particle impact – dopad částice, Oxidized particle – oxidická částice,  
 Porosity – porozita případně kavita, Unmelted particle – neroztavená částice  
 Grit blast interface – otryskané rozhraní substrátu

Metoda APS umožňuje připravit povlaky z rozsáhlé škály materiálů. Plasmový paprsek dosahuje vysokých teplot, umožňuje tedy nanášení i materiálů s vysokou teplotou tavení, včetně materiálů keramických. Tato metoda se řadí mezi jednofázové žárové nástřiky – po jejich dopadu na substrát teplota nepřekročí 120°C [46]. Rozsah této technologie tak není výrazně omezen ani typem základního materiálu.

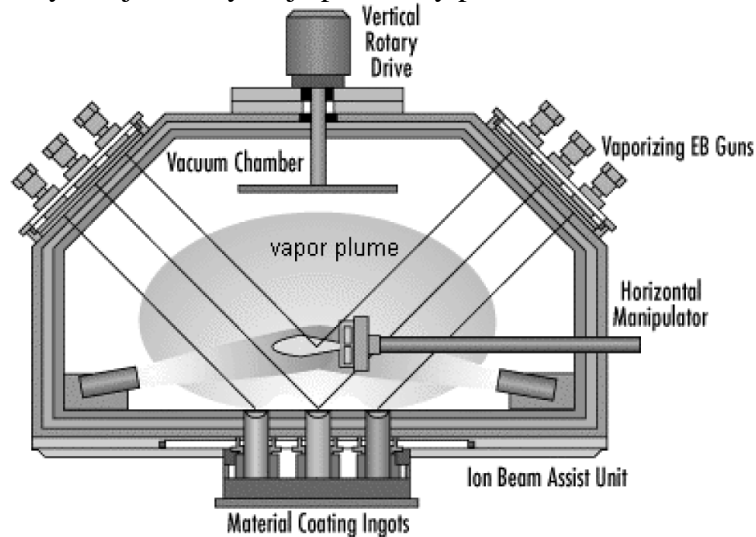
Ukázka plasmového hořáku je na obr. 5.6. Ustálený elektrický oblouk hoří mezi katodou (wolfram) a anodou (měď) v proudu plasmového plynu. Anoda tvoří i trysku hořáku a je chlazena vodou. Na výstup z trysky hořáku je přiváděn prášek, který je nataven a urychlen k povrchu substrátu. Tvorba povlaku je zajištěna řízeným pohybem plasmového hořáku.



Obr. 5.6 Příklad konstrukce plasmového hořáku [46]

cooling & power cables – chlazení a přívod energie, plasma gas – přívod plas. plynu  
 powder supply – přívod nanášeného práškového materiálu, cathode – katoda  
 anode – anoda, cooling water – chlazení vodou, ARC plasma flame – plasmový plamen  
 molten particles acceleration – urychlení natavených částic, workpiece – povlak. kus  
 particles/substrate impact – dopad částic na substrát, coating - povlak

Metoda EB - PVD (Electron Beam Physical Vapor Deposition) umožňuje depozici kovů transportem jejich par bez potřeby chemické reakce. Zdrojem, který převede kov v páry je zde elektronový paprsek. Celý proces probíhá ve vakuové komoře. Jedno z možných konstrukčních uspořádání je na obr. 5.7. Vzniklý povlak se vyznačuje vysokou kvalitou. Keramická vrstva má výrazné sloupcovité uspořádání. Nevýhodou metody EB - PVD je nízká depoziční rychlost a tím i vyšší cena. Oproti metodě LPPS se vyžaduje hladký, nejlépe leštěný povrch.



*Obr. 5.7 Metoda EB - PVD [47]*

*Vertical Rotary Drive - vertikální rotační pohon; Vacuum chamber - vakuová komora  
Vaporizing EB Guns - zdroje odpařovacích elektronových paprsků  
vapor plume - oblak par; Ion Beam Assist Unit - pomocný iontový paprsek  
Material Coating Ingots - ingoty povlakovaných materiálů*

#### **5.1.4. Vybrané vlastnosti tepelných bariér**

##### **Tvárnost vazebných vrstev**

Vazebné vrstvy musí být schopny snášet napětí vzniklé v důsledku rozdílné tepelné roztažnosti a vnějšího mechanického zatížení tak, aby se zachovala integrita vrstva - substrát. Schopnost vrstvy snášet napětí se popisuje tranzitní teplotou DBTT (The ductile to brittle transition temperature). Nad teplotou DBTT se vrstva chová tvárným způsobem, pod DBTT je křehká. Teplota DBTT je ovlivněna několika faktory, zahrnujícími složení vrstvy, procesem nanášení, šířkou povlaku, stavem povrchu a úrovní napětí. Teplota DBTT by měla být co nejnižší, aby se během provozu v povlaku nevyskytovaly trhliny, které by se mohly rozšířit do substrátu.

MCrAlY vrstvy mají obecně nižší DBTT teplotu než difúzní vrstvy, protože jejich chemické složení může být lépe kontrolováno. Teplota DBTT hliníkových difúzních vrstev je funkcí obsahu hliníku - s vyšším obsahem hliníku se zvyšuje DBTT. Přídavek platiny rovněž tranzitní teplotu zvyšuje. Houževnatost hliníkových difúzních vrstev může být někdy rozšířena laserovým přetavováním. Tenká povrchová vrstva povlaku je roztavena a rychle ochlazená (chladným objemovým pevným substrátem), vznikají tak jemná zrna.

Pro MCrAlY platí, že CoNiCrAlY povlaky, obsahující od 20 do 26 % Co, jsou výrazně houževnatější než samotné NiCrAlY nebo CoCrAlY povlaky. Tranzitní teplota obou těchto povlaků se zvyšuje s rostoucím obsahem Cr a Al [26].

### Oxidace difúzních vazebných vrstev

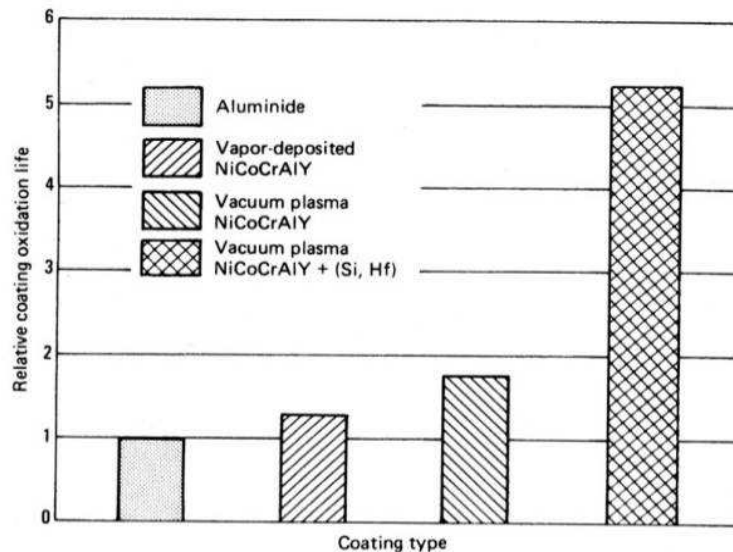
Hliník v povlaku reaguje s kyslíkem na povrchu substrátu a vytváří ochranou  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vrstvičku. Pokud tato vrstvička praskne (např. kvůli teplotnímu cyklování), další hliník difunduje z povlaku k povrchu. Hliník z povlaku rovněž difunduje do substrátu - fáze  $\beta$  ( $\text{NiAl}$ ) se mění na  $\gamma'$  ( $\text{Ni}_3\text{Al}$ ) a poté na tuhý roztok  $\gamma$ . Pokud obsah hliníku v povlaku poklesne na 4 - 5 hm. %, nemůže se vrstvička  $\text{Al}_2\text{O}_3$  vytvořit a dochází k rychlé oxidaci. Úroveň difúze hliníku je ovlivněna rovněž složením substrátu. V difúzní zóně může místně docházet k natavení za teplot 1120 °C - tedy výrazně pod teplotou tání  $\text{NiAl}$  (1590 °C). Difúze je tímto výrazně urychlena a oxidace usnadněna [26].

Z mnoha experimentálních prací byl prokázán příznivý vliv platiny na životnost hliníkových difúzních povlaků v oxidačním prostředí. Mechanismus není zcela objasněn, hlavní příčiny však spočívají v tom, že platina zlepšuje adhezi  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , způsobuje pomalejší transportní podmínky ve vrstvě  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a tím omezuje difúzi mezi povlakem a substrátem [48].

### Oxidace MCrAlY vrstev

Oxidační „model“ MCrAlY povlaků je podobný difúzním hliníkovým. Prvky jako Cr a Y zlepšují odolnost vrstev  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Většina široce používaných antioxidačních povlaků je typu CoNiCrAlY. Rozdíl je ten, že MCrAlY povlaky mají vyšší teplotu tání než difúzní povlaky, mohou být vystaveny teplotám až 1290 °C [26].

Přídavek prvků jako křemík, tantal a hafnium dále zlepšují oxidační odolnost a prodlužují životnost. (Obr. 5.8) Možnost flexibilně měnit chemické složení nabízí možnost tzv. ušít povlak pro optimální výkon.



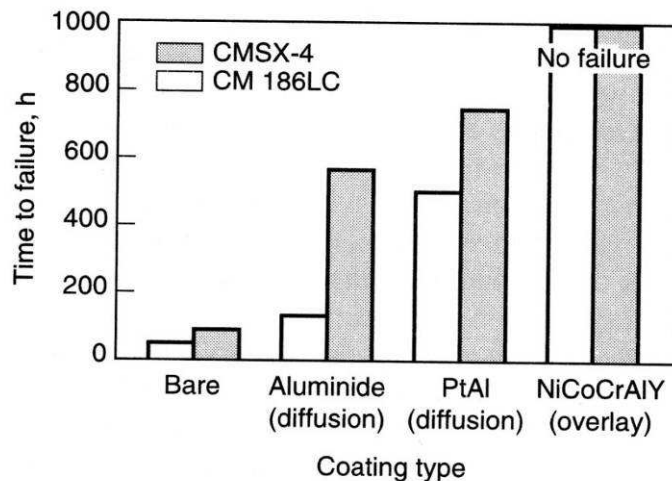
Obr. 5.8 Relative rating oxidation life - Relativní životnost povlaků (slitina PWA 1480 při teplotě 1149 °C) [48]

### Vysokoteplotní koroze

Vysokoteplotní korozní odolnost je požadována více u námořních a průmyslových turbínových aplikací, než v letectví. Povlaky jsou užívány k prevenci katastrofických selhání komponent v podmínkách zahrnujících znečištěné palivo nebo kontaminanty v atmosféře. Základ degradace povlaků je shodný jako u oxidace, v korozním prostředí navíc urychlený působením roztavených solí alkalických kovů. V pokročilých stádiích napadení se formují na chrom bohaté sulfidy v substrátu a v interdifúzní oblasti substrát/povlak [26]. Nicméně selhání povlaků se častěji vyskytuje

kvůli snížení obsahu hliníku a chromu, které jsou nutné k vytvoření ochranné vrstvy  $Al_2O_3$ . Nejlepší vlastnosti při vysokoteplotní korozi mají povlaky s kobaltovým základem s vysokým poměrem Cr-Al. Viz obr. 5.9.

Obr. 5.9 ukazuje výsledky experimentu [26]. Odolnost proti vysokoteplotní korozi superslitin CMSX-4 (niklová monokrystalická slitina) a CM186LC (niklová slitina s usměrněným tuhnutím) bez povlaku (bare) a s antikorozními povlaky je vyjádřena počtem hodin do porušení. Zrychlená korozní zkouška probíhala při teplotě  $900^\circ C$  v palivu obsahující 1% S a 10 ppm soli.



Obr. 5.9 Odolnost proti vysokoteplotní korozi při použití různých typů povlaků [26]

### Nízkoteplotní koroze

Povlaky vyvinuté k tomu aby odolávaly oxidaci a korozi za vysokých teplot, jsou většinou neefektivní při nízkých teplotách ( $680 - 750^\circ C$ ). Namísto nich poskytují nejlepší ochranu  $Cr_2O_3$  a  $SiO_2$  povlaky [26].

Chromové difúzní povlaky rychle formují ochrannou vrstvu a přílnavou vrstvu  $Cr_2O_3$ . Protože difúze přes rozhraní je při nižších teplotách malá, jsou povlaky relativně tenké (0,04 - 0,05 mm).

Proti korozi za nižších teplot jsou z různých možností MCrAlY povlaků účinné ty se základem CrCo-, Ni-, Fe-. Povlaky s kobaltovým základem s vysokým obsahem chromu jsou upřednostňovány, protože rozsah operačních teplot ve spoustě turbín je takový, že je potřebná ochrana jak proti vysokoteplotní tak i proti nízkoteplotní oxidaci a korozi [26].

## **5.2. Difúzní vrstvy**

Pracovní podmínky plynových turbín vyžadují použití ochranných povlaků, které chrání superslitiny před korozi, způsobenou kombinací několika faktorů - přítomností kontaminantů z okolního prostředí, nečistot z paliva a zvýšené teploty. Z toho vyplývají dva hlavní mechanismy degradace - oxidace a vysokoteplotní koroze. Každý z těchto mechanismů je dominantní v jiném rozmezí teplot.

Chemická podstata difúzních bariér je u některých typů velice podobná, jako u vazebných vrstev tepelných bariér. U tepelných bariér je však hlavním účelem zajištění dobré vazby se substrátem a snížení v rozdílu tepelné roztažnosti mezi keramickou TBC vrstvou a substrátem. Difúzní bariéry mají za hlavní cíl ochranu proti oxidaci a vysokoteplotní korozi. I z názvu je patrné, že při jejich přípravě hraje mnohem důležitější roli difúze na dlouhou vzdálenost.

Niklové superslitiny reagují s kyslíkem. Do teplot 870 °C není oxidace závažným problémem [26]. Při vyšších teplotách je však nutno povrch chránit. Do 980 °C se používají bariéry se zvýšeným obsahem Cr. Vytváří se ochranná vrstva Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Při teplotách nad 980 °C vzrůstá význam obsahu Al, tvoří se ochranná vrstva Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [26].

Zrychlený oxidační proces s přítomností síry je označován jako vysokoteplotní koroze, která se vyskytuje ve dvou separovaných režimech. Typ I při teplotách 900 - 1000 °C. Typ II při teplotách 680 - 750 °C. Síra je přítomna v nečistotách v palivu a v okolním prostředí. Vysokoteplotní koroze se častěji než u leteckých turbín vyskytuje u velkých průmyslových nebo generátorových turbín, velice často při použití nekvalitního paliva [26].

Rozlišujeme dva základní typy difúzních bariér - typ MCrAlY, který je podobný tepelným bariérám, často připravený i stejnou technologií (M = Co, Ni nebo kombinace obou). Druhý typ jsou čistě difúzní bariéry - princip je založen na sycení povrchu prvky s vyšší afinitou ke kyslíku než má Ni, tj. Al, Cr, Si a jejich kombinací. Vytváří se kompaktní oxidické vrstvy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CrO<sub>2</sub>, SiO<sub>2</sub>. Praktickým příkladem je alitosilitace – současné sycení povrchu hliníkem a křemíkem. Při této metodě aktivní ochranu proti oxidaci tvoří Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a fáze M<sub>x</sub>Al<sub>y</sub>. (M = opět Co, Ni nebo kombinace obou) [37].

Příprava difúzních bariér je možná z kapalného, plynného i tuhého prostředí. Difúzní sycení z tuhého prostředí se provádí v práškových směsích. Využívá se pro vytvoření homogenních Al vrstev. Difúzní žíhání probíhá při teplotách 500 - 1200 °C v ochranné atmosféře argonu.

Princip přípravy z plynné fáze spočívá v nuceném oběhu plynného média v prostoru mezi taveninou sytícího kovu a povlakovanou součástí. Součásti jsou zahřívány na teplotu 900 - 1000 °C, přičemž dochází k interakci mezi plynem a povrchem součásti. Výhodou této metody je, že lze připravit difúzní vrstvy i na vnitřních površích.

Pro přípravu z kapalného prostředí se využívají roztoky složené z prášků požadovaných prvků (velikost částic do 40 μm) a organického pojiva. Tyto roztoky lze nanášet ponořením do lázně, případně nátěrem nebo nástřikem. Po zaschnutí této suspenze a před difúzním žíháním musí proběhnout odpaření organického pojiva [49]. To se děje při teplotách 180 - 200 °C. Vlastní difúzní žíhání probíhá za teplot 850 - 1100 °C, výdrž 4 - 6 hodin, v ochranné atmosféře argonu, nebo ve vakuu [37]. Vrstvy připravené ve vakuu jsou rovnoměrnější a mají kvalitnější povrch [50].

## 6. VLIV POVRCHOVÝCH ÚPRAV NA ÚNAVOVÉ VLASTNOSTI

Vlivem difúzních bariér na nízkocyklovou únavu niklových superslitin se zabývalo již několik prací [viz 37, 51 - 54]. Ty se shodují v názoru, že při použití vhodné technologie a vhodného typu povrchové úpravy dochází většinou k prodloužení únavové životnosti.

Difúzní bariéra typu Al-Si zvyšuje únavovou životnost slitiny Inconel 713 LC, zejména při nižších amplitudách zatěžování. Vliv na parametry Manson - Coffinovy křivky je příznivý [51]. Dochází však k mírnému snížení napěťové odezvy. Křivky cyklického zpevnění/změkčení a CDK jsou posunuty k nižším amplitudám napětí oproti hodnotám materiálu bez vrstvy. Pokles je způsoben dlouhým difúzním žháním při 1000 °C, při kterém dochází ke zhrubnutí precipitátů  $\gamma'$  [37].

Podobný příznivý účinek v oblasti nízkých amplitud deformace má Al-Si vrstva i na nízkocyklovou únavu slitiny Inconel 738LC. V oblasti vyšších amplitud je napěťová odezva povlakovaného materiálu vyšší než nepovlakovaného. V Manson - Coffinově prezentaci je patrný škodlivý vliv Al-Si vrstvy v oblasti vysokých amplitud deformace [52].

Difúzní bariéry na monokrystalických slitinách CMSX-4 a SCB zlepšují nízkocyklovou únavovou životnost při 900°C, při 500 °C ji naopak zhoršují [53]. Plasmaticky nanášený povlak MCrAlY zlepšuje životnost superslitiny Inconel 738, zatím co Al-Pt povlak životnost mírně zhoršil [54].

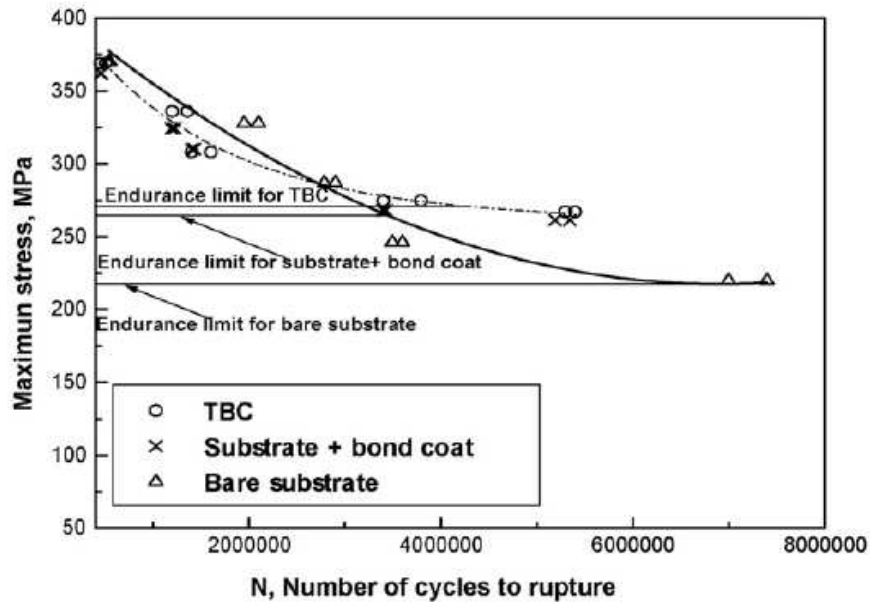
U TBC se celá řada prací zabývá spíše vlivem teplotního cyklování na kvalitu a životnost samotné vrstvy, než vlivem tohoto typu povrchové úpravy na nízkocyklovou únavu superslitiny.

Práce [55] srovnává vlastnosti konvekční a nanostrukturní PS - YSZ TBC vrstvy během teplotního cyklování. Oxidační odolnost byla zkoumána při teplotě 1100°C. Nanostrukturní povlak poskytuje lepší odolnost díky své husté a více uspořádané struktuře, brání difúzi kyslíku a ztěžuje tak tvorbu TGO vrstvy. Nanostrukturní povlak rovněž vykazuje příznivější a stabilnější termomechanické vlastnosti (tepelná roztažnost a modul pružnosti) a nižší úroveň tepelných prnutí.

Práce [56] se zabývá vlivem složení substrátu a stavu povrchu na tvorbu vrstvy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Tato oxidická vrstva se tvoří na povrchu vazebné vrstvy (Ni, Pt)Al během procesu nanášení vnější YSZ vrstvy metodou EB - PVD a negativně ovlivňuje odolnost celého systému tepelné bariéry. Vazebná vrstva byla nanášená metodou CVD. Výsledný povlak byl tvořen jedinou fází  $\beta$ -(Ni, Pt)Al. Povlakovanou superslitinou byla monokrystalická RENE N5 a to ve třech variantách s různým obsahem síry. Po nanesení vazebné vrstvy byla část vzorků otryskána. Snížení obsahu S pod 1 ppm a přísada Pt (nebo Y, Hf, Zr) zlepšuje odolnost povlaků. Podobný příznivý vliv má i otryskání povrchu vazebné vrstvy před nanášením vnější keramické vrstvy. Po otryskání se na rozhraní vazebné a vnější vrstvy vyskytoval výrazně menší počet dutin.

Přímý vliv TBC na vysokocyklovou únavu slitiny Superni C-263 (polykrystalická, slitina válcovaná za tepla) zkoumal Ray a kol. [57]. Zkoušky probíhaly v režimu řízeného napětí (v rozmezí amplitudy napětí 220 - 380 MPa, tj. 50 - 90 % meze kluzu), při teplotě 800 °C, ve vzduchu, parametr zatěžování R = 0,1 na třech sadách vzorků - bez povrchové úpravy, pouze s vazebnou vrstvou (Ni<sub>22</sub>Co<sub>17</sub>Cr<sub>12,5</sub>Al<sub>10,6</sub>Y) a s kompletní tepelnou bariérou (vazebná vrstva a vnější

keramická vrstva YSZ - 8 hm. %  $Y_2O_3$ ). Výsledky této práce naznačují, že aplikace TBC vrstvy má jednoznačně pozitivní vliv na hodnotu meze únavy, kterou výrazně zvyšuje. V oblasti vyšších aplikovaných amplitud napětí však TBC vrstva snižuje počtu cyklů do lomu (viz obr. 6.1). Autoři uvádí názor, že při vyšším aplikovaném napětí je snazší formace trhlin ve vrstvě v místě pórů a defektů v nanesených vrstvách (a jejich následného růstu do substrátu) než u nechráněného povrchu superslitiny [57].

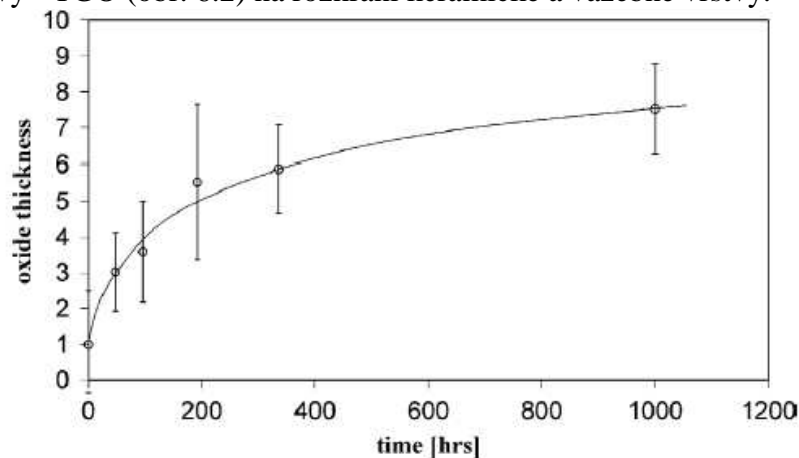


Obr. 6.1 Vliv TBC na vysokocyklovou únavu slitiny Superni C-263 [57]

Endurance limit - mez únavy

V práci [58] byl zkoumán mechanismus porušení plasmou nanášených TBC vrstev na slitině Haynes 230 ( $57Ni22Cr14W2Mo$ ) podrobené nízkocyklové únavě, a to pomocí fraktografického rozboru a modelováním metodou konečných prvků. Tepelná bariéra byla složena z vrchní keramické YSZ (7%  $Y_2O_3$ ) vrstvy a vazebné vrstvy  $Ni_{23}Co_{17}Cr_{12,5}Al_{10,5}Y$ . Šířka keramické vrstvy byla  $350\ \mu m$ , šířka vazebné vrstvy  $150\ \mu m$ . Všechny vzorky byly před únavovými zkouškami podrobeny tepelnému zpracování, simulujícímu reálný provoz. ( $1000^\circ C/80\% N_2 + 20\% O_2$ ). Zkoušky nízkocyklové únavy probíhaly v režimu řízené deformace, při teplotě  $850^\circ C$ .

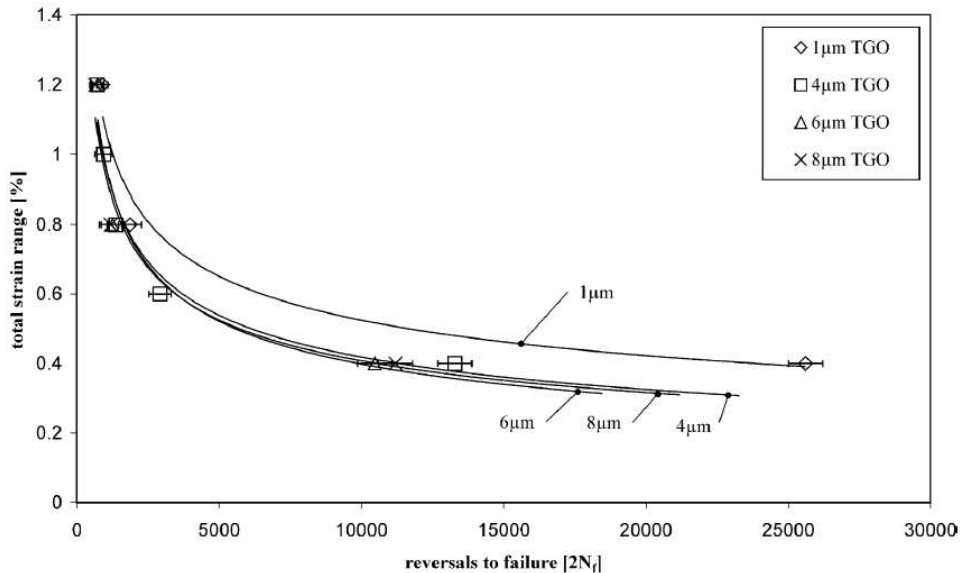
Závěry této práce jsou následující. Při tepelném zpracování dochází ke vzniku oxidické vrstvy - TGO (obr. 6.2) na rozhraní keramické a vazebné vrstvy.



Obr. 6.2 Růst TGO vrstvy na vazebné vrstvě při  $1000^\circ C$  [58]

oxide thickness - šířka oxidační vrstvy

Rostoucí šířka TGO vrstvy má negativní vliv na nízkocyklovou únavovou životnost (viz obr. 6.3). Během fraktografického rozboru byly pozorovány časté trhliny iniciující z této vrstvy. Iniciace trhlín probíhala v místech, kde byl největší úhel mezi TGO a vnějším zatížením. Modelování metodou konečných prvků potvrdilo v těchto místech nejvyšší úroveň napětí [58]. Nutno podotknout, že TGO vrstva není jediným místem, kde docházelo k iniciaci (zejména při nízké úrovni deformace).



Obr. 6.3 Úroveň celkové deformace vs. počet cyklů do lomu, (total strain range vs. reversals to failure) jednotlivé křivky reprezentují šířku TGO vrstvy, teplota zkoušky 850 °C [58]

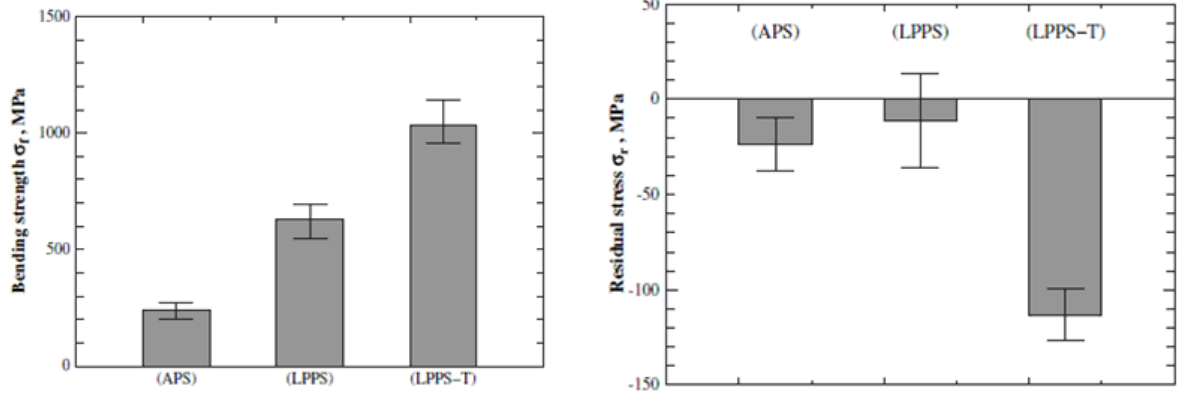
Pro potřeby experimentální části je uvedena další práce, která věnovala pozornost iniciaci a šíření únavových trhlín.

Práce [43] srovnává mimo jiné vliv aplikovaných technologií APS a LPPS na způsob poškození tepelné bariéry. Aplikovaná tepelná bariéra se sestává z vnější vrstvy YSZ o šířce 300 µm a vazebné vrstvy CoNiCrAlY o šířce 150 µm. Substrátem byla austenitická ocel typu 304. Únavové zkoušky probíhaly v režimu konstantního napětí, při zatěžování tah - tlak s parametrem  $R = -1$  při pokojové teplotě a při 620°C. Část zkušebních tyčí s bariérami připravených pomocí LPPS byla před cyklováním vystavena teplotnímu stárnutí - 3 hodiny na teplotě 1050°C ve vakuu (na obr. 6.7 uprostřed - označení LPPS-T).

Způsob poškození a delaminace na rozhraní jednotlivých vrstev je spojován s pevností vrstev, úrovní vnitřních pnutí a velikostí potřebné delaminační energie.

Pevnost v ohybu vrstev byla určena složitou experimentální procedurou, kdy bylo potřeba odleptat substrát a izolovat samostatně bariéru. Výsledné hodnoty pevnosti v ohybu shrnuje obr. 6.4





Obr. 6.4 (vlevo) Pevnost v ohybu jednotlivých vrstev [43]

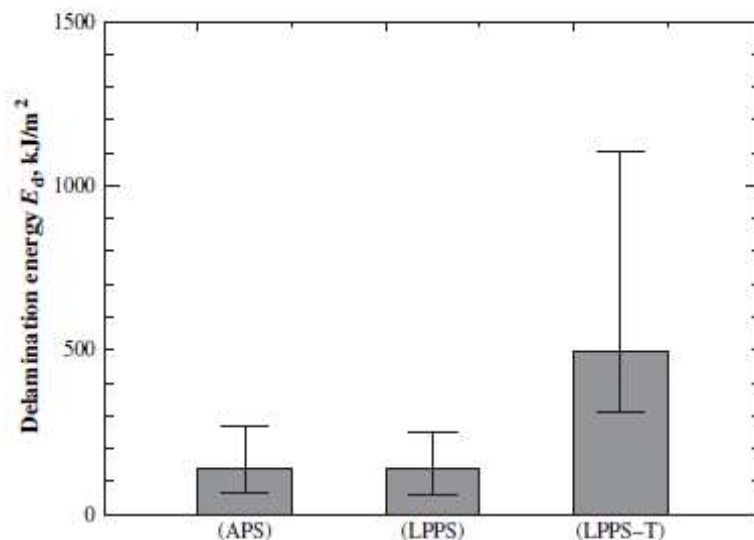
Obr 6.5 (vpravo) Vnitřní pnutí jednotlivých vrstev[43]

Způsob poškození a delaminace na rozhraní jednotlivých vrstev je spojován s pevností vrstev, úrovní vnitřních pnutí a velikostí potřebné delaminační energie.

Pevnost v ohybu vrstev byla určena složitou experimentální procedurou, kdy bylo potřeba odleptat substrát a izolovat samostatně bariéru. Výsledné hodnoty pevnosti v ohybu shrnuje obr. 6.4

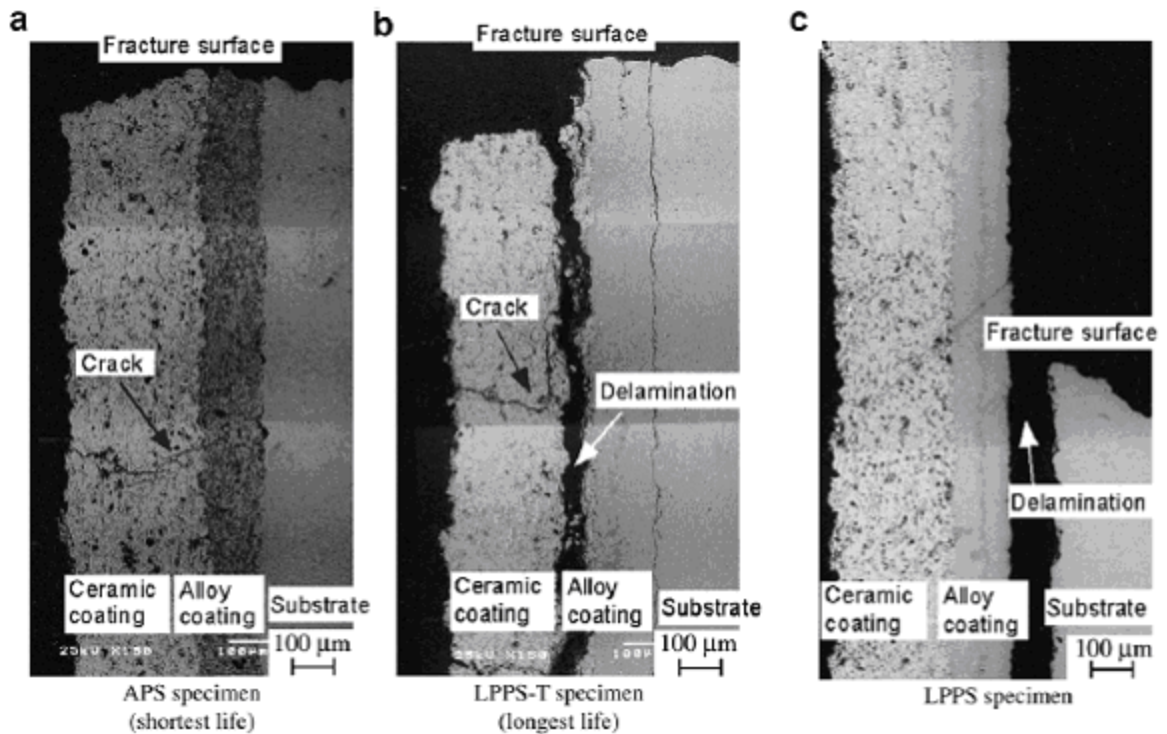
Rentgenovou difrakcí byla určena úroveň vnitřních pnutí ve vrstvě CoNiCrAlY (obr. 6.5). U vzorků LPPS-T je úroveň těchto pnutí nejvyšší.

Instrumentovanou indentační metodou byla určena delaminační energie  $E_d$  pro vrstvu CoNiCrAlY (obr. 6.6: jednotka - energie v kJ na jednotku plochy  $m^2$ ). U vzorků LPPS-T byl velký rozptyl zjištěných hodnot, ale potřebná energie byla minimálně 3x vyšší než u vzorků APS a LPPS. Autoři dávají vysokou adhezivní pevnost do souvislosti s přítomným vysokým tlakovým pnutím. Indentační metodou byl určen i modul pružnosti 20GPa pro YSZ vrstvu a 55GPa.



Obr. 6.6 Potřebná delaminační energie pro jednotlivé vrstvy [43]

Na obr. 6.7 je vlevo vidět vrstva připravená při atmosférickém tlaku. Ve vazebné vrstvě se nachází množství oxidů Al,Ni,Cr,Co. U metody LPPS (vpravo) je počet oxidů výrazně menší, Po aplikaci teplotního stárnutí (střed) je vazebná vrstva homogenizovaná s intermetalickými komponentami (Ni,Co)Al.



Obr. 6.7 Typický mechanismus poškození v podélných řezech po únavových zkouškách [43]

Zaměříme se nyní na jednotlivé mechanismy iniciace a šíření trhlin v tepelné bariéře.

U metody APS se trhliny iniciovaly na povrchu keramické vrstvy a šířily se souvisle přes vazebnou vrstvu až k substrátu, k delaminaci nedochází. Oproti vzorkům na které nebyly aplikované tepelné bariéry, však nedošlo ke snížení životnosti [43]. Podle autorů došla trhlinka na rozhraní vazebná vrstva/substrát, ale odsud došlo k iniciaci další trhliny jako pro nepovlakovaný vzorek.

U vzorku LPPS-T se trhliny z keramické vrstvy nerozšíří do vazebné vrstvy. Na rozhraní těchto vrstev dochází k delaminaci. Na delaminovaném rozhraní vznikají nové trhliny, které nemají návaznost na trhliny v keramické vrstvě. Důvodem je zřejmě vysoká pevnost vrstvy připravená pomocí LPPS. (Tato pevnost byla vždy vyšší než použitá amplituda napětí při cyklickém zatěžování). Na rozhraní mezi CoNiCrAlY a substrátem nedošlo k delaminaci vrstvy z důvodu velmi vysoké potřebné delaminační energie (viz obr. 6.6). Tyto vzorky měly nejvyšší únavovou životnost.

Pro případ LPPS došlo k delaminaci mezi vazebnou vrstvou a substrátem. Delaminační energie je zde mnohem nižší než v případě LPPS-T.

## 7. EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL A TECHNIKA

### Experimentální materiál

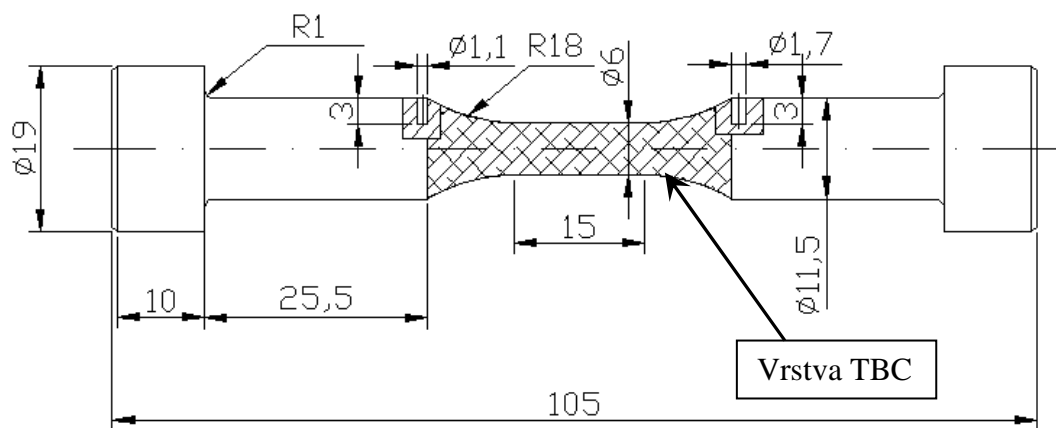
#### Zkušební tyče - Inconel 713 LC

Zkušební tyče pro nízkocyklovou únavu byly odlity vakuovou technologií přesného lití pomocí vytavitelného modelu ve firmě PBS Velká Bíteš a.s. Poté byly soustruženy a broušeny do požadovaných rozměrů - obr. 7.1. Do zkušebních tyčí byly na konci měrné části vyvrtány otvory pro umístění termočlánků.

Mechanické vlastnosti slitiny při pokojové teplotě garantované výrobcem jsou  $R_m \geq 745 \text{ MPa}$ ,  $R_{p0,2} \geq 677 \text{ MPa}$ ,  $A_5 > 3\%$ . Chemické složení dané normou musí být pro jednotlivé prvky v rozmezí dle tab. 7.1.

Tab. 7.1 Chemické složení IN713LC

prvek	hm. %	prvek	hm. %
Cr	11,0 - 13,0	Co	<1,0
Al	5,50 - 6,50	Si	<0,5
Mo	3,80 - 5,20	Fe	<0,5
Nb	1,50 - 2,50	Cu	<0,5
Ti	0,40 - 1,00	Mn	<0,25
Zr	0,05 - 0,15	P	<0,015
C	0,03 - 0,07	S	<0,015
B	0,005 - 0,015	N	<20 ppm
Ni	zbytek	O	<15 ppm



Obr. 7.1 Zkušební tyč pro zkoušky nízkocyklové únavy s vyznačením oblasti tepelné bariéry a vývrtů pro umístění termočlánků

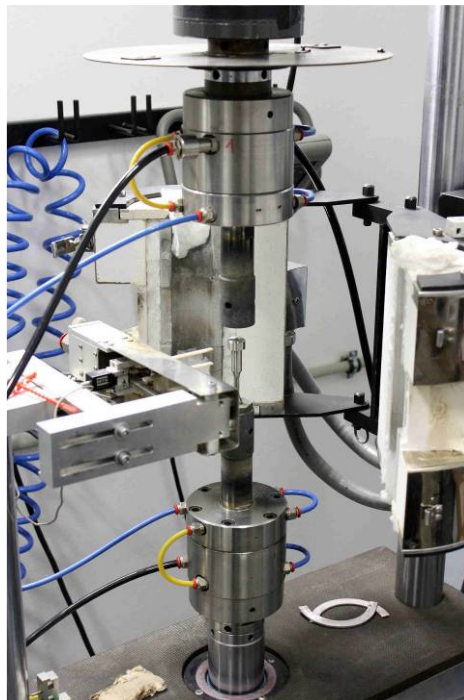
#### Povlak - TBC bariéra

Tepelná bariéra se skládá ze dvou vrstev - spodní vazebné vrstvy CoNiCrAlY a vnější keramické vrstvy  $ZrO_2$  stabilizované 8 - 10 %  $Y_2O_3$ , označované YSZ (yttria-stabilized zirconia). Šířka každé z vrstev je cca 200  $\mu\text{m}$ . Prášek pro tvorbu povlaků byl dodán společnostmi Wirpo, s.r.o. a Eutit s.r.o. Nanášení technologií APS (air plasma spraying) bylo provedeno ve firmě S.A.M. - metalizační společnost, s.r.o. v Brně. Parametry při depozici byly nastaveny dle doporučení výrobce nanášeného práškového materiálu.

## Experimentální technika

### Zkoušky nízkocyklové únavy

Zkoušky NCÚ byly provedeny na ÚFM AV ČR v Brně. Experimenty byly provedeny na elektrohydraulickém zkušebním stroji MTS 810 (obr. 7.2) v režimu řízené deformace v symetrickém deformačním cyklu  $R_\epsilon = -1$ . Rychlost deformace byla  $0,002 \text{ s}^{-1}$ . Průběh zkoušky byl zajištěn programem Advanced Low Cycle Fatigue od firmy MTS. Uchycení vzorku do čelistí zkušebního stroje bylo řešeno pomocí závitových vložek z niklové superslitiny. Deformace byla řízena extenzometrem s měrnou délkou 12mm. Elektronická část extenzometru byla umístěna vně pece. Kontakt extenzometru se zkušební tyčí zajišťovaly dvě keramické tyčinky s břity, které jsou ke vzorku přitlačované pružinou. Teplota v elektrické peci byla řízena pomocí tří termočlánků. Dva byly umístěny na koncích vzorku a jeden ve výběhu měrné části. Čtvrtý termočlánek, umístěný ve druhém výběhu z měrné části byl kontrolní. Teplota během zkoušky byla řízena s přesností  $\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ .



Obr. 7.2 Zkušební stroj MTS 810

### Fraktografický rozbor

Pro fraktografický rozbor lomových ploch a pozorování podélných řezů po provedení zkoušek NCÚ byl využit rastrovací elektronový mikroskop Philips XL30 s adaptérem pro EDS analýzu v laboratoři OSFA ÚMVI FSI VUT v Brně.

### Příprava metalografických vzorků

Příprava metalografických vzorků probíhala standardním postupem. Odběr vzorků pro osové podélné řezy probíhal na rozbrušovací kotoučové pile Acutom. Zalisování bylo provedeno v přístroji Struers - Labopress-2. Broušení na brusných papírech o zrnitosti postupně 280 až 600 a leštění s pomocí diamantové pasty (zrnitost 3 a  $1 \mu\text{m}$ ) a červeného smáčedla proběhlo na přístroji Struers - Pedemin-2. V závěru byly vzorky chemicky leštěny a leptány roztokem: 65ml etanol + 35ml HCl + 10 kapek H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Pro pozorování v REM byly vzorky především z důvodu špatné vodivosti keramické vrstvy nauhličený.

## 8. NÍZKOCYKLOVÁ ÚNAVA IN713LC S TBC VRSTVOU

Zkoušky nízkocyklové únavy superslitiny Inconel 713 LC s aplikovanou TBC bariérou proběhly na sérii 9 vzorků v režimu řízené deformace při teplotě 900°C. Každý ze vzorků byl vystaven jiné hodnotě amplitudy celkové deformace  $\epsilon_{ac}$ . Kritériem ukončení zkoušky bylo dosažení poměru středního napětí k amplitudě napětí  $\sigma_m/\sigma_a = -0,3$ . Tento poměr odpovídá únavové trhlině rozšířené přes polovinu průřezu zkušební tělesa [59]. Počet cyklů do lomu  $N_f$  byl určen dosažením tohoto kritéria nebo okamžikem lomu, pokud tento nastal před dosažením hodnoty  $\sigma_m/\sigma_a = -0,3$ . Hodnoty amplitudy napětí  $\sigma_a$  a amplitudy plastické deformace  $\epsilon_{ap}$ , uvedené v tabulce 8.1, jsou určeny v polovině počtů cyklů do lomu a byly použity pro konstrukci cyklické deformační křivky - CDK (obr. 8.2), křivek životnosti - Basquinovy (obr. 8.3) a Manson-Coffinovy (obr. 8.4) závislosti.

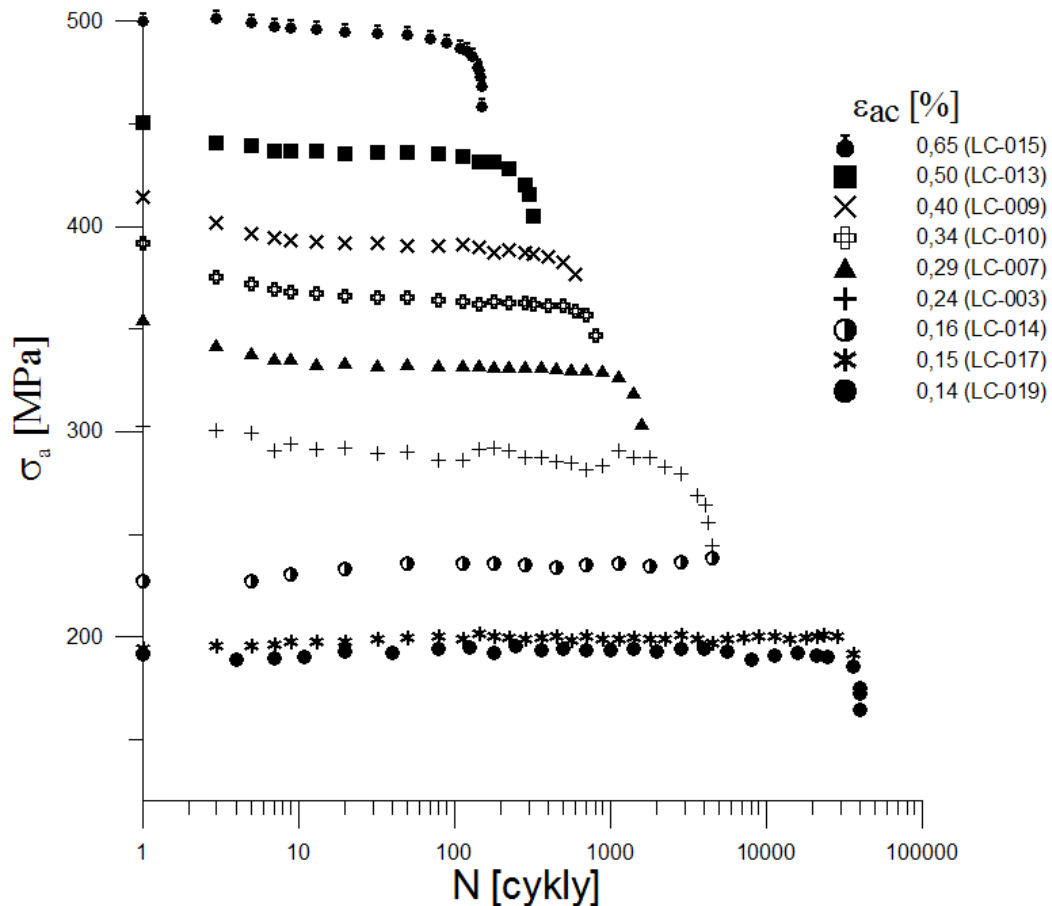
Pro každý vzorek byl také určen modul pružnosti při pokojové teplotě a při teplotě zkoušky 900°C. Experimentální materiál IN 713 LC je charakteristický velkým rozměrem zrna - řádově mm. Z tohoto faktu vyplývá, že na průměru měrné části únavové zkušební tyče je přítomno jen několik zrn a naměřený elastický modul může vykazovat velký rozptyl. Hodnoty modulu E za pokojové teploty leží v rozmezí 193 a 212 GPa. Hodnoty modulu za teploty 900°C jsou v intervalu 135 až 152 GPa. Hodnoty modulu pružnosti při 900°C jsou tedy přibližně o 60 GPa nižší než za teploty pokojové.

Získané závislosti poté byly srovnány s již dříve určenými hodnotami pro IN 713 LC, a to sice pro zkušební vzorky s aplikovanou difúzní AISi vrstvou při 800°C ,pro vzorky bez aplikované vrstvy při 800°C a pro vzorky bez aplikované vrstvy při pokojové teplotě [37,51].

Tab. 8.1 Základní charakteristiky experimentálního materiálu

	symbol na obr.1	označení vzorku	$\epsilon_{ac}$ [%]	E [GPa]	$E_{900^\circ C}$ [GPa]	$\sigma_a$ [MPa]	$N_f$ [-]	$\epsilon_{ap}$ [%]
1	●	LC-015	0,65	206	144	491	156	0,2880
2	■	LC-013	0,50	196	135	431	370	0,1718
3	✕	LC-009	0,40	199	141	385	776	0,1170
4	⊕	LC-010	0,34	206	144	361	1000	0,0863
5	▲	LC-007	0,29	199	148	330	1764	0,0588
6	+	LC-003	0,24	195	137	282	4795	0,0348
7	●	LC-014	0,16	212	152	239	8513	0,0069
8	*	LC-017	0,15	193	138	200	42341	0,0051
9	●	LC-019	0,14	207	148	191	40330	0,0040
	vrstva	teplota [°C]	K' [MPa]	n'	$\sigma_f'$ [MPa]	b	$\epsilon_f'$	c
	TBC	900	1573	0,207	1160	-0,169	0,191	-0,793
	koef. determinace $R^2$		0,979321		0,993716		0,956529	

Na obr. 8.1 je uvedena závislost amplitudy napětí na počtu cyklů  $N$ . Pro všechny úrovně deformace je napětěová odezva velice podobná. V průběhu celého zatěžování materiál vykazuje stabilní napětěovou odezvu, pouze s mírně klesajícím charakterem. Pouze v oblasti vyšších amplitud napětí lze pozorovat v počátku zatěžování rychlejší pokles. U nižších amplitud zatěžování není výraznější počáteční změkčení materiálu pozorováno. V závěru únavového života dochází k výraznějšímu změkčení, které je ale už spojeno s šířením únavové trhliny.



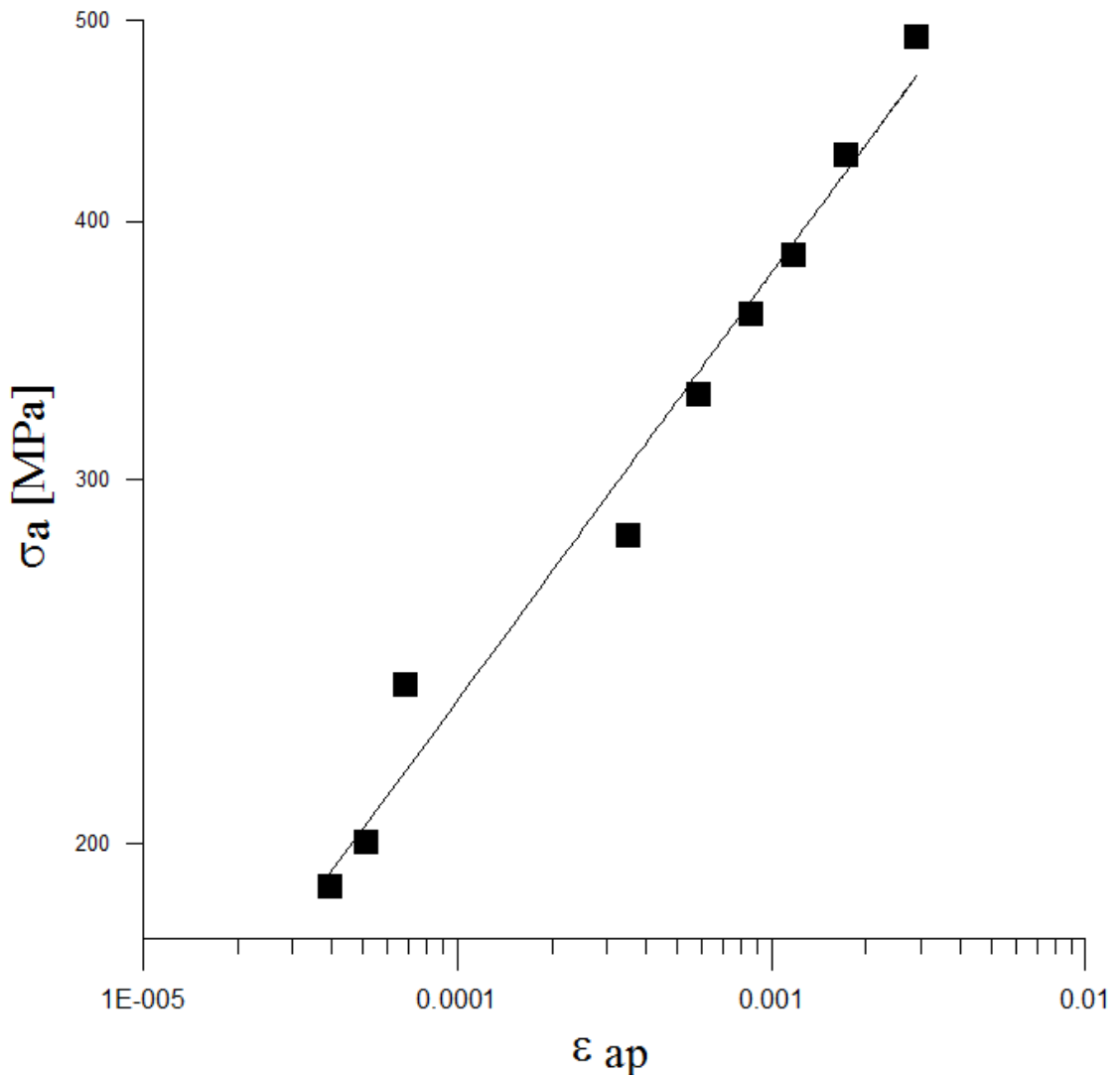
Obr. 8.1 Křivky cyklického změkčení/zpevnění superslitiny IN713LC s TBC bariérou při teplotě 900°C

Na obr. 8.2 je uvedena CDK superslitiny IN713 LC s aplikovanou tepelnou bariérou při teplotě 900°C.

Cyklická deformační křivka vyjadřuje závislost amplitudy napětí  $\sigma_a$  na amplitudě plastické deformace  $\epsilon_{ap}$  stanovené v polovině životnosti zkušební tyče. Experimentálními hodnotami byla proložena mocninná závislost (3.1), uvedená v kapitole 3. Na obr. 8.2 je tato závislost vyjádřena v logaritmické prezentaci:

$$\log \sigma_a = \log K' + n' \cdot \log \epsilon_{ap}$$

kde  $K'$  je koeficient cyklického zpevnění a  $n'$  exponent cyklického zpevnění. Tyto parametry byly určeny lineární regresní analýzou a jsou uvedeny v tabulce 8.1. V tabulce 8.1 je rovněž uveden koeficient determinace  $R^2$ , který určuje sílu lineární závislosti a kvalitu proložení experimentálních dat. Koeficient nabývá hodnot 0 až 1. Čím je vyšší, tím je proložení přesnější.



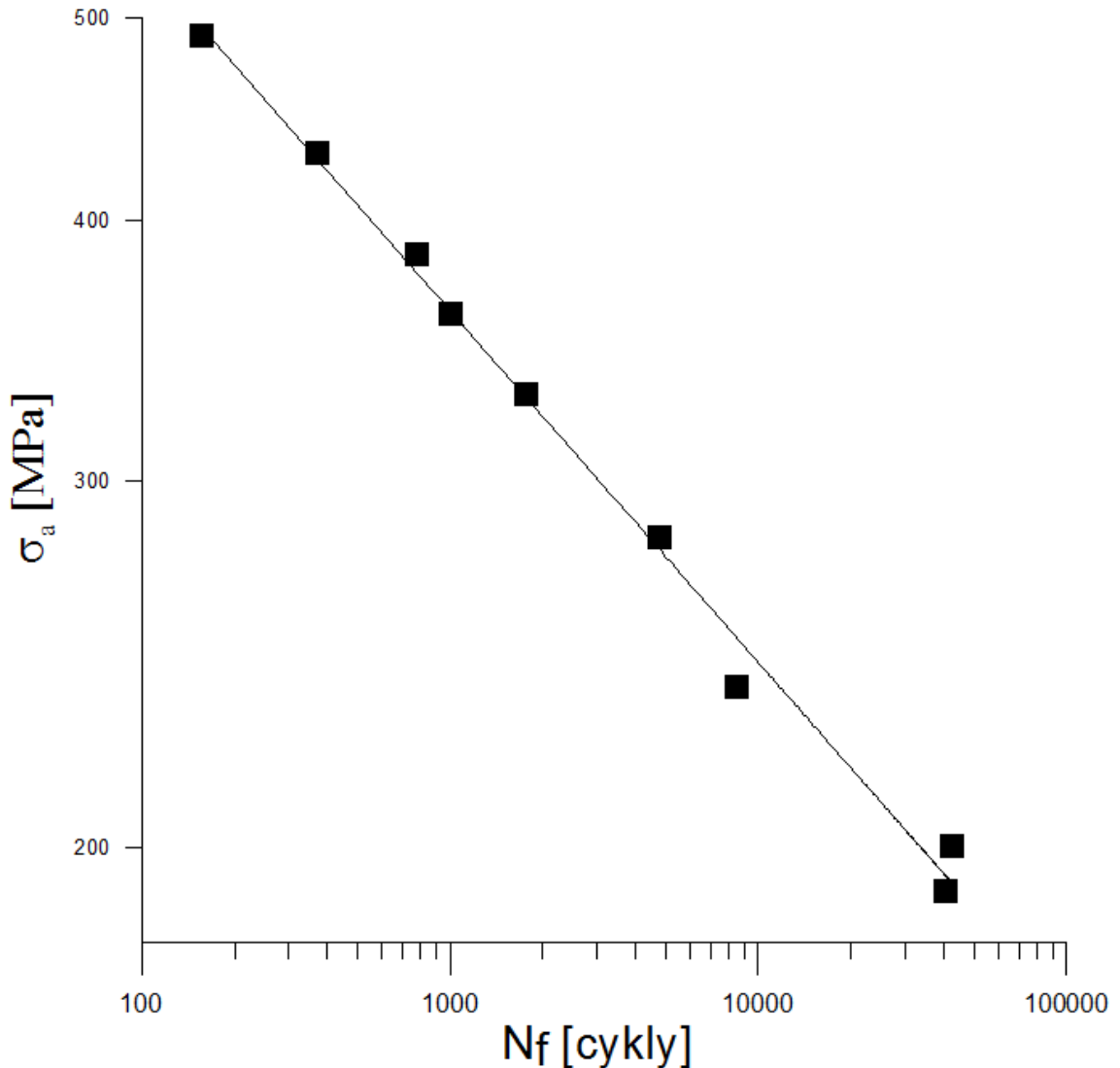
Obr. 8.2 Cyklická deformační křivka superslitiny Inconel 713LC s aplikovanou TBC bariérou při teplotě 900°C

Na obr. 8.3 je uvedena Basquinova křivka superslitiny IN713 LC s aplikovanou tepelnou bariérou při teplotě 900°C.

Basquinova křivka vyjadřuje závislost amplitudy napětí  $\sigma_a$  na počtu cyklů do lomu  $N_f$ . Amplituda napětí je stanovena v polovině životnosti zkušební tyče. Experimentálními hodnotami byla proložena mocninná závislost (3.5), uvedená v kapitole 3. Na obr. 8.3 je tato závislost vyjádřena v logaritmické prezentaci:

$$\log \sigma_a = \log \sigma'_f + b \cdot \log 2N_f$$

kde  $\sigma'_f$  je koeficient únavové pevnosti a  $b$  je exponent únavové pevnosti. Tyto parametry byly určeny lineární regresní analýzou a jsou uvedeny v tabulce 8.1. V tabulce 8.1 je rovněž uveden koeficient determinace  $R^2$ .



Obr. 8.3 Basquinova křivka životnosti superslitiny Inconel 713LC s aplikovanou TBC bariérou při teplotě 900°C

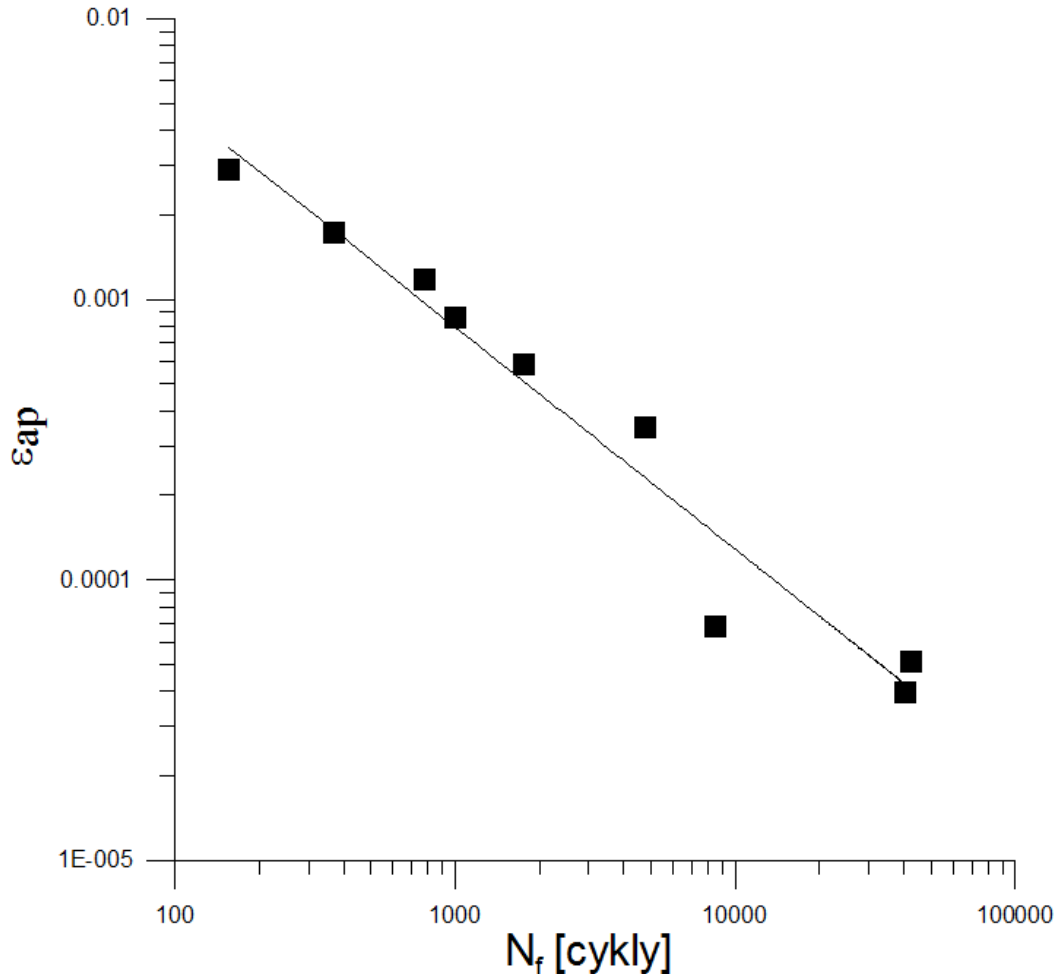


Na obr. 8.4 je uvedena Manson-Coffinova křivka superslitiny IN713 LC s aplikovanou tepelnou bariérou při teplotě 900°C.

Manson-Coffinova křivka vyjadřuje závislost amplitudy plastické deformace  $\varepsilon_{ap}$  na počtu cyklů do lomu  $N_f$ . Amplituda plastické deformace je stanovena v polovině životnosti zkušební tyče. Experimentálními hodnotami byla proložena mocinná závislost (3.4), uvedená v kapitole 3. Na obr. 8.4 je tato závislost vyjádřena v logaritmické prezentaci:

$$\log \varepsilon_{ap} = \log \varepsilon'_f + c \cdot \log 2N_f$$

kde  $\varepsilon'_f$  je koeficient únavové tažnosti a  $c$  je exponent únavové tažnosti. Tyto parametry byly určeny lineární regresní analýzou a jsou uvedeny v tabulce 8.1. V tabulce 8.1 je rovněž uveden koeficient determinace  $R^2$ .



Obr. 8.4 Manson-Coffinova křivka životnosti superslitiny Inconel 713LC s aplikovanou TBC bariérou při teplotě 900°C

S využitím vztahů 3.4 a 3.5 lze odvodit vztah 3.6 pro amplitudu celkové deformace  $\varepsilon_{at}$ , která se kromě složky plastické  $\varepsilon_{ap}$  sestává i ze složky elastické  $\varepsilon_{ae}$ :

$$\varepsilon_{at} = \varepsilon_{ae} + \varepsilon_{ap} = \frac{\sigma_a}{E} + \varepsilon_{ap} = \frac{\sigma'_f}{E} \cdot (2N_f)^b + \varepsilon'_f \cdot (2N_f)^c \quad (3.6), \text{ kde}$$

$E$  je modul pružnosti [MPa].

Hodnota, kdy je rozsah obou složek deformace je stejný se označuje  $2N_t$  - tranzitní počet cyklů [2]. Tranzitní počet cyklů byl určen pro IN 713LC s aplikovanou TBC bariérou při 900°C.

Výpočet byl proveden za pomoci hodnot parametrů  $\sigma_f'$ ,  $b$ ,  $\varepsilon_f'$ ,  $c$  určených lineární regresní analýzou uvedených v tabulce 1. Pro přesnost výpočtu uvedeného níže však bylo použito těchto parametrů s platností na deset číslic. Modul pružnosti při 900°C byl určen jako aritmetický průměr hodnot uvedených v tabulce 8.1. Grafické vyjádření vztahu 3.6, se zobrazením tranzitního počtu cyklů  $2N_t$ , je v logaritmické prezentaci zobrazeno na obr. 8.5.

$$\sigma_f' = 1160,972622[\text{MPa}]$$

$$\varepsilon_f' = 0,1906564731$$

$$b = -0,1686910779$$

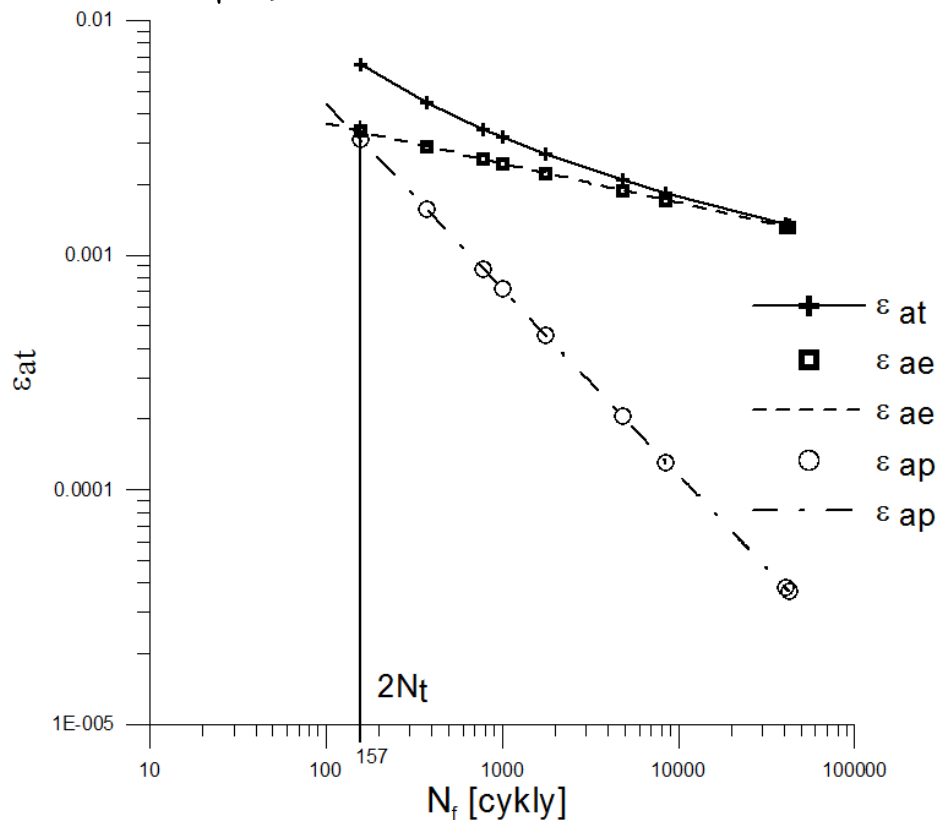
$$c = -0,7927763051$$

$$E = 143000[\text{MPa}]$$

$$\frac{\sigma_f'}{E} \cdot (2N_t)^b = \varepsilon_f' \cdot (2N_t)^c$$

$$(2N_t)^{b-c} = \frac{\varepsilon_f' \cdot E}{\sigma_f'}$$

$$2N_t = \sqrt[b-c]{\frac{\varepsilon_f' \cdot E}{\sigma_f'}} = \sqrt[0,624]{\frac{0,191 \cdot 143000}{1160}} = \underline{\underline{157}}(157,1953778)$$



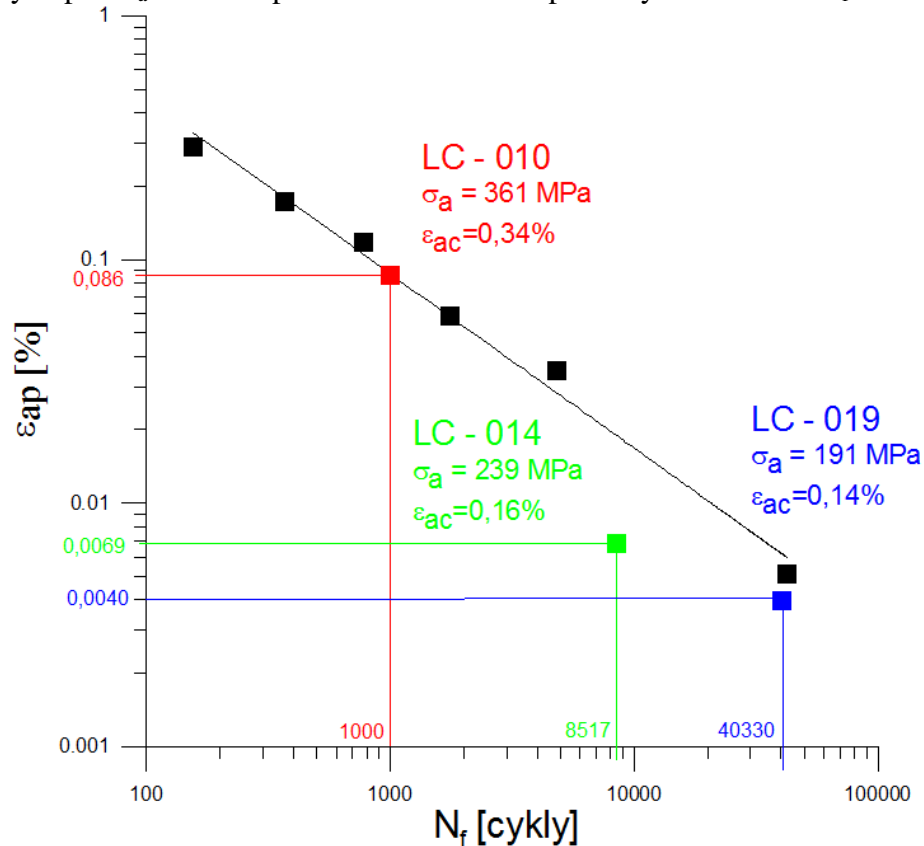
Obr. 8.5 Grafické vyjádření hodnoty tranzitního počtu cyklů do lomu  $2N_t$

Zkouška s označením LC - 015 byla vystavena amplitudě celkové deformace 0,65 % a dosáhla počtu cyklů do lomu  $N_f = 156$ , tedy téměř přesně v hodnotě tranzitního počtu cyklů. Určený rozsah  $\varepsilon_{ap}$  [%] v polovině životnosti pro zkoušku LC - 015 byl 0,2880 %, tvořil tedy přibližně 44 % celkové deformace. V rámci experimentálního rozptylu lze považovat tuto hodnotu za přijatelnou.

## 9. INICIACE A ŠÍŘENÍ ÚNAVOVÝCH TRHLIN

Mechanismus iniciace a šíření únavových trhlin byl hodnocen pomocí fraktografického rozboru lomových ploch a pozorování podélných řezů metodami světelné a elektronové mikroskopie.

Rozbor byl proveden na 3 vzorcích po zkouškách nízkocyklové únavy za vysoké teploty s označením LC-010, LC-014 a LC-019. Na obr. 9.1 jsou pro tyto vzorky uvedeny hodnoty řízené amplitudy deformace  $\epsilon_{ac}$ , amplitudy plastické deformace  $\epsilon_{ap}$ , amplitudy napětí  $\sigma_a$  určené v polovině životnosti a počet cyklů do lomu  $N_f$ .

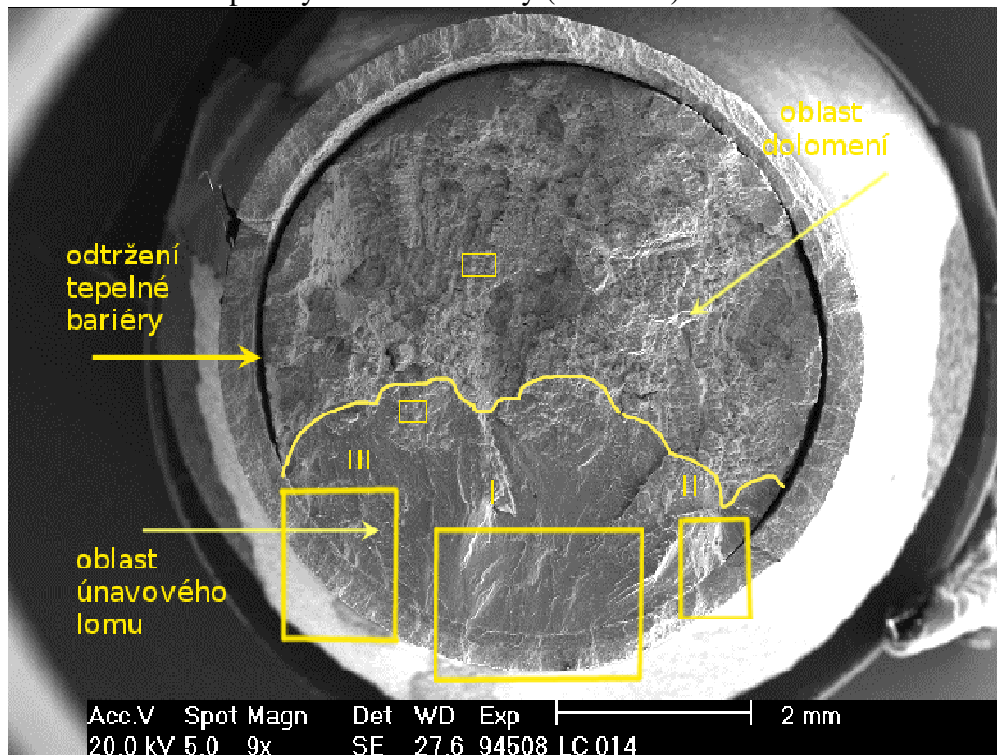


Obr. 9.1 Vybrané vzorky pro fraktografické hodnocení, vyznačené v křivce Manson-Coffinovy závislosti

## 9.1. LC - 014

Vzhledem k členitosti lomové plochy, lze u vzorku LC 014 předpokládat vyšší počet iniciačních míst. Zkouška NCÚ na tomto vzorku nebyla ukončena dosažením kritéria  $\sigma_m/\sigma_a = -0,3$ , ale lomem zkušebního tělesa. Při lomu také došlo k odtržení tepelné bariéry po větší části obvodu. Místa iniciace byla vyhodnocena ve třech hlavních oblastech I až III (viz obr. 9.2). Na rozdíl od předchozích prací [37,51,60] které se zabývaly fraktografií superslitiny IN713LC nebyly na lomové ploše pozorovány slévárenské defekty.

Povrch únavového lomu byl silně zoxidován. Ve vhodných oblastech bylo možné pozorovat růstové čáry, striace však viditelné nebyly (obr. 9.14). Dolomení součásti proběhlo tvárným mechanismem. V oblasti dolomu bylo množství karbidů výrazné - růst lomové plochy sledoval karbidy (obr. 9.15).



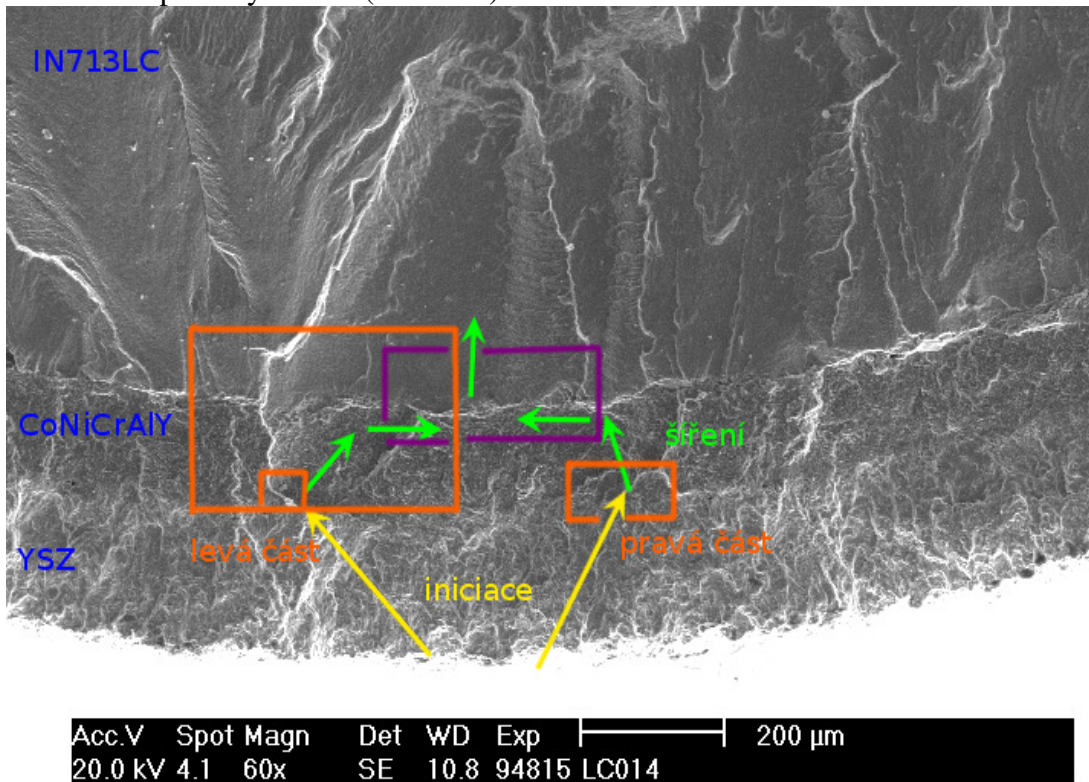
Obr. 9.2 Lomová plocha LC - 014 ( $\epsilon_{ac} = 0,16 \%$ ,  $N_f = 8517$ );  
s vyznačením hlavních míst iniciace

### Oblast I

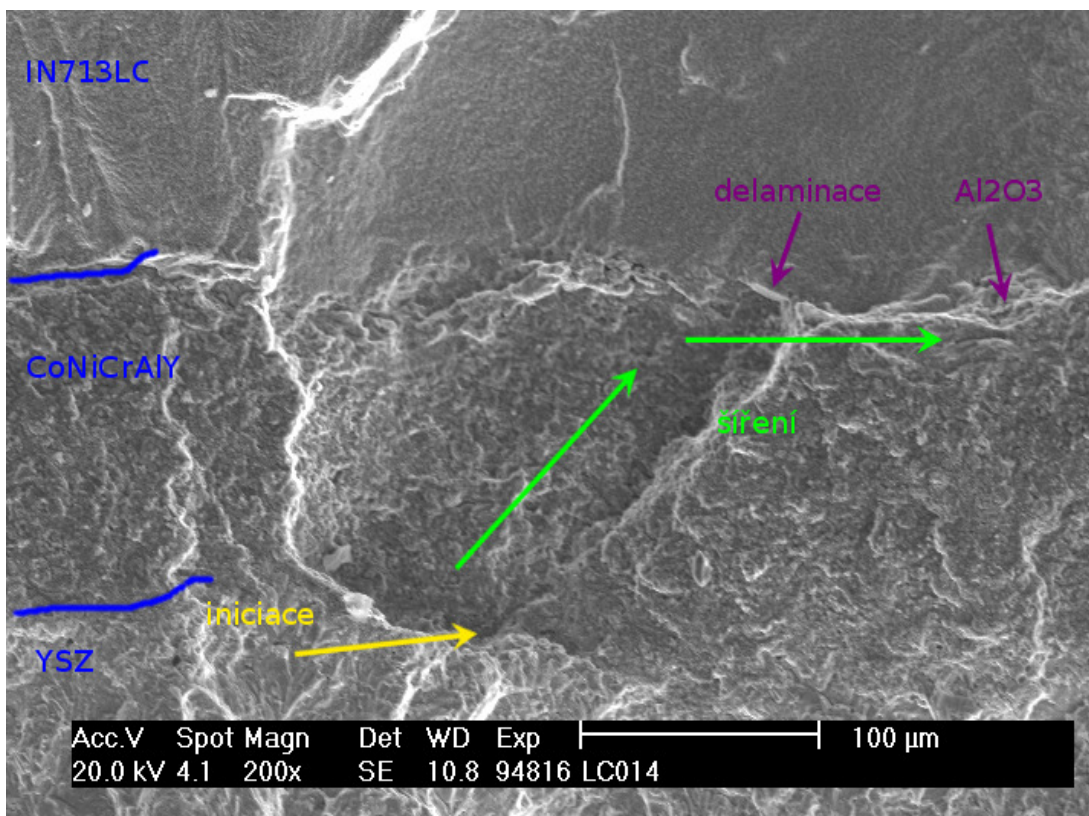
Žluté šipky na obr. 9.3 ukazují na dvě hlavní pozorovaná místa iniciace lomu. Místo v levé části obr. 9.3 je v bližším přiblížení na obr. 9.4 a obr. 9.5. Detail oblasti iniciace v pravé části obr. 9.3 je na obr. 9.6 a obr. 9.7.

Zelené šipky naznačují směr šíření trhlin z iniciačních míst/oblastí na rozhraní vnější vrstva YSZ/ vazebná vrstva CoNiCrAlY. Trhliny se šířily kolmo na směr zatěžování směrem k základnímu materiálu. Při rozšíření těchto trhlin na rozhraní vazebná vrstva CoNiCrAlY/ základní materiál IN713LC došlo ke změně směru šíření. Rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC označené na obr. 9.3 fialovou oblastí je oslabeno přítomností rozměrných částic  $Al_2O_3$ . Složení těchto částic bylo ověřeno EDS analýzou (viz Příloha 1). Původ těchto částic je s největší pravděpodobností z technologické operace otryskávání povrchu superslitiny před samotným APS nanášením vrstvy CoNiCrAlY. Trhlina se v oslabené části rozhraní šíří rovnoběžně se směrem zatěžování, dochází rovněž k delaminaci vrstvy CoNiCrAlY, jak je patrné především z obr. 9.8.

V této oblasti došlo ke spojení obou trhlin a dalšímu šíření do substrátu již kolmo na směr zatěžování. Tento mechanismus iniciace a šíření trhlin lze podpořit pozorováním podélných řezů (obr. 9.18).

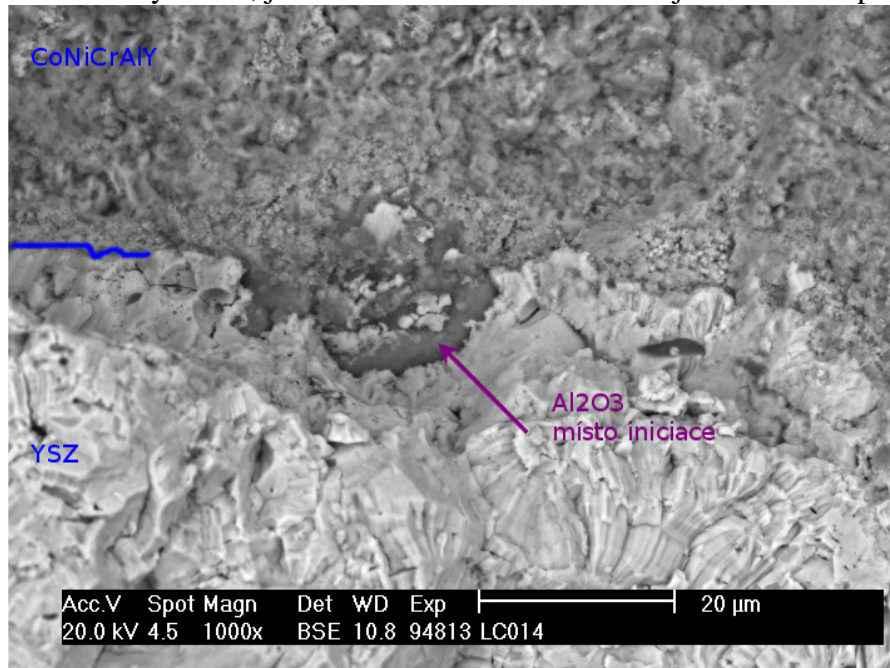


Obr. 9.3 Lomová plocha LC - 014 - oblast I



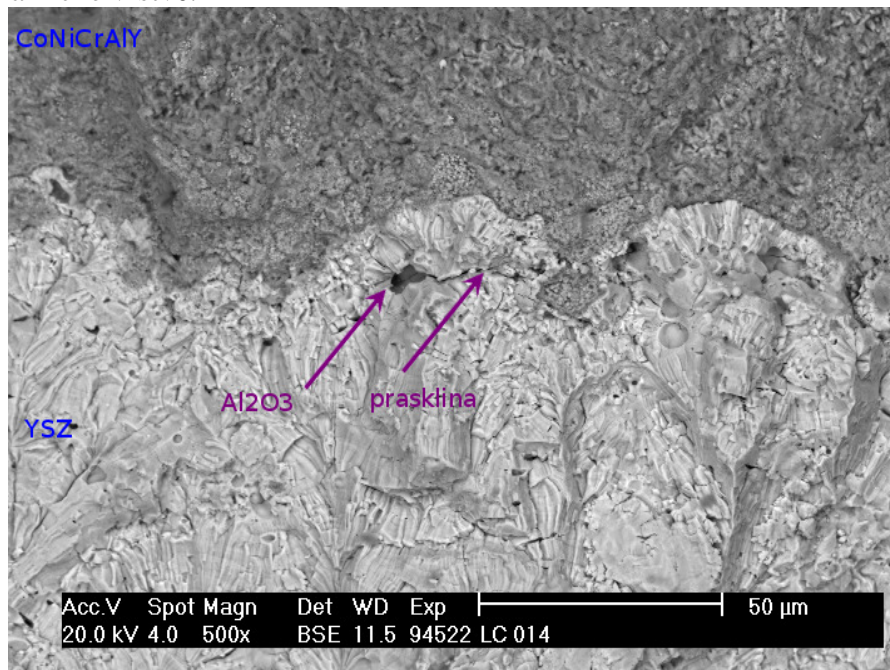
Obr. 9.4 Lomová plocha LC-014 - oblast I, místo iniciace v levé části

Na obr. 9.5 je detail místa iniciace v levé části oblasti I. Místem iniciace je částice  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY. Původ této částice je zjevně během přípravy tepelné bariéry. Souvislá TGO na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY se během zkoušky NCÚ sice vytvořila, je však velice tenká. Tento fakt je v souladu s prací [58].

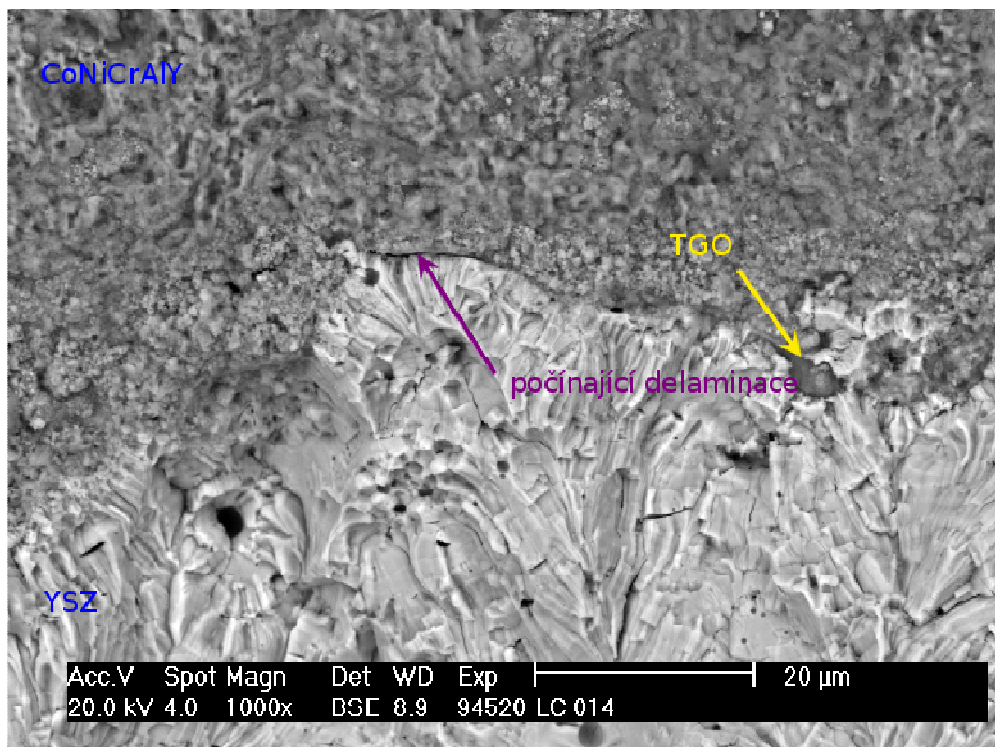


Obr. 9.5 Lomová plocha LC -014, detail iniciace v levé části oblasti I z obr. 9.3

Na obr. 9.6 a 9.7 je v bližším přiblížení oblast iniciace v pravé části oblasti I z obr. 9.3. V této oblasti nebylo pozorováno převažující místo iniciace, ale celá řada drobnějších oxidů, případně nespojitostí, ze kterých je možno pozorovat praskliny ve vrstvě YSZ rovnoběžně s povrchem. Lze pozorovat i počínající delaminaci vrstvy YSZ. Pozorování těchto dvou jevů je v souladu s publikací [26], ve které je popsán napěťový stav v keramické vrstvě.

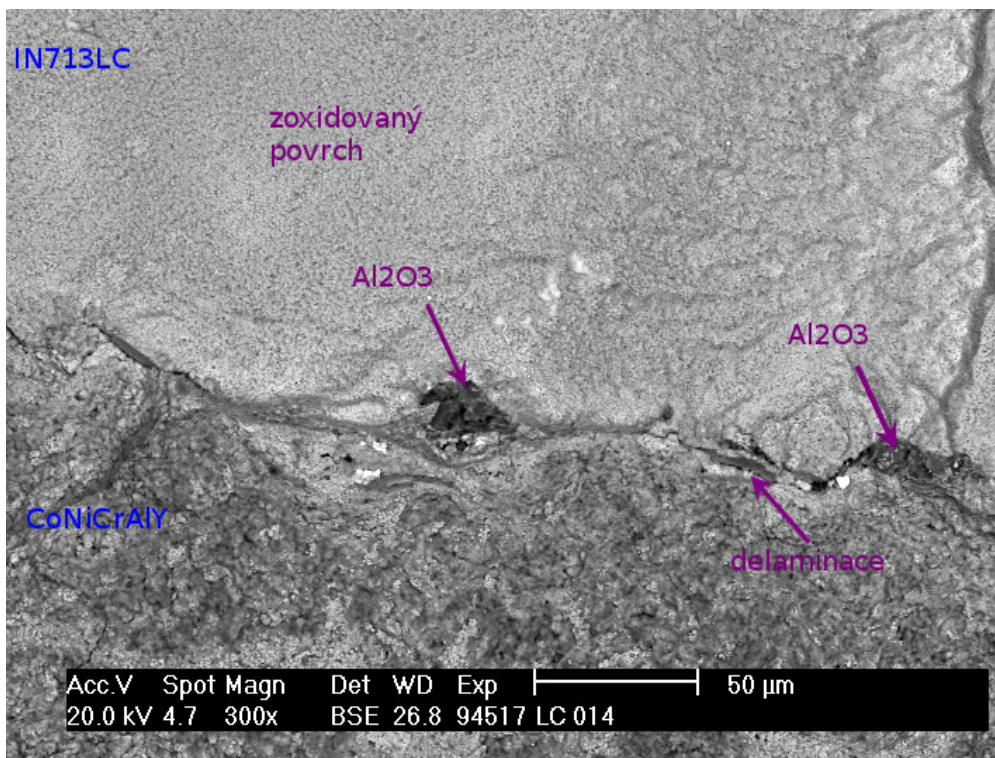


Obr. 9.6 Lomová plocha LC -014, detail iniciace v pravé části oblasti I z obr. 9.3  
prasklina vycházející z částice  $\text{Al}_2\text{O}_3$



Obr. 9.7 Lomová plocha LC -014, detail iniciace v pravé části oblasti I z obr. 9.3 počínající delaminace na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY

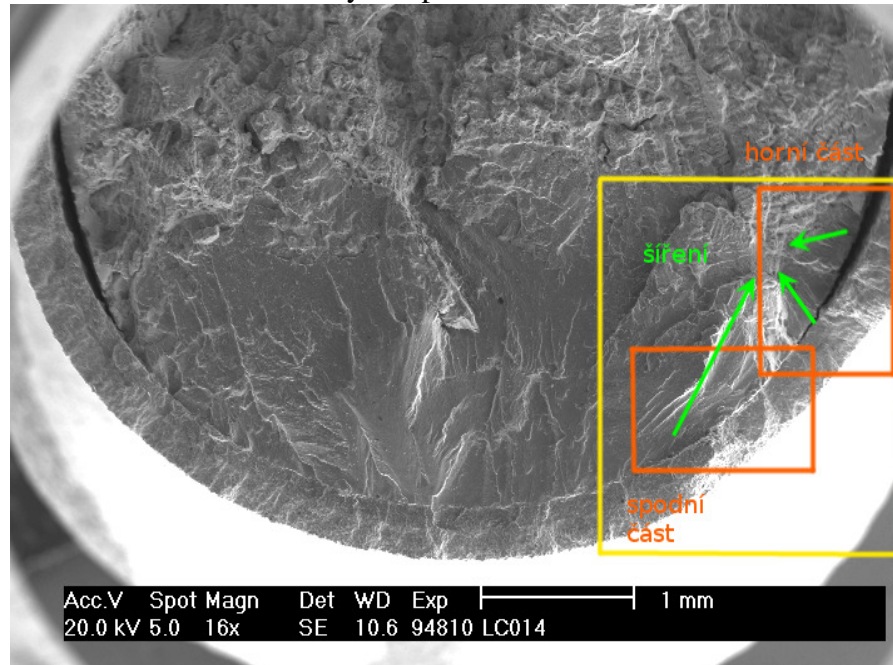
Na obr. 9.8 je vidět rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC v oblasti I z obr. 9.3. Lze pozorovat rozměrné částice  $\text{Al}_2\text{O}_3$  otrýskávacího materiálu, které způsobují změnu šíření trhlin a delaminaci vrstvy CoNiCrAlY. Na obr. 9.8 lze rovněž pozorovat silně zoxidovaný povrch základního materiálu.



Obr. 9.8 Lomová plocha LC -014, detail rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC

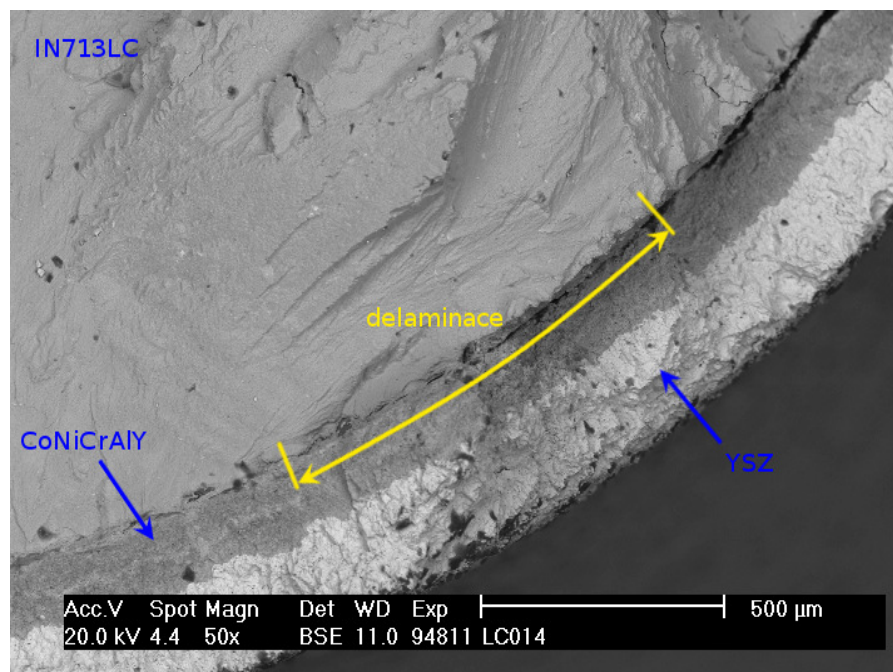
## Oblast II

V oblasti II (viz obr. 9.2) nelze přesněji určit konkrétní místo iniciace lomu. Z obr. 9.9 je patrné, že v této oblasti došlo k šíření a následnému propojení minimálně tří trhlin v naznačeném směru zelených šipek.



Obr. 9.9 Lomová plocha LC -014oblast II

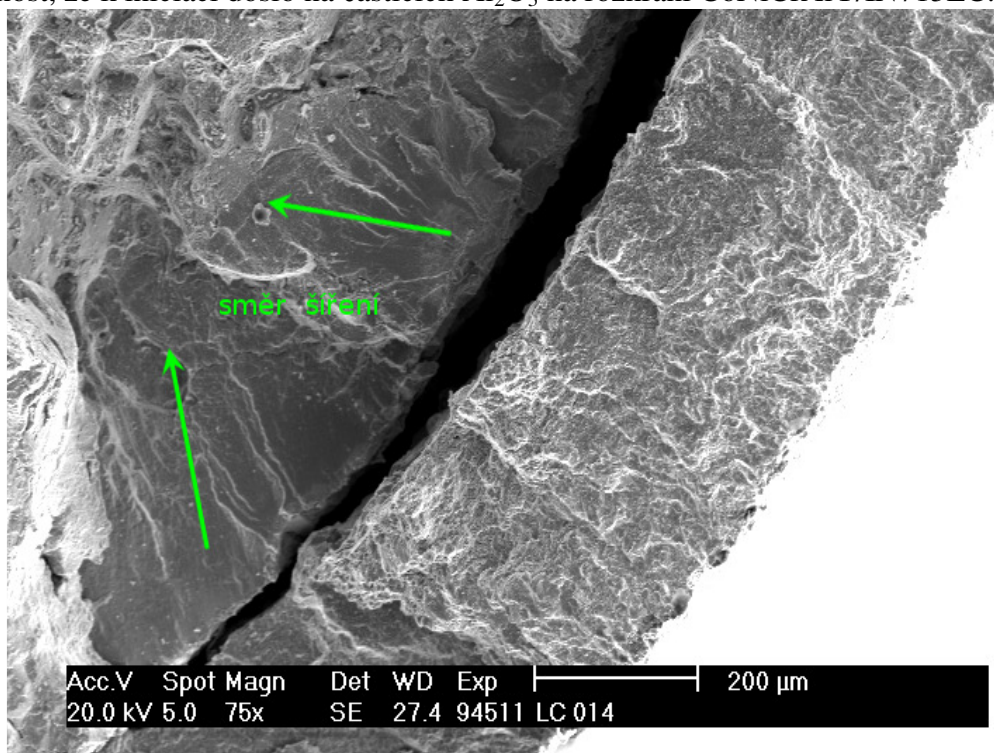
Na obr. 9.10 je detail spodní části oblasti II. Ve vyznačené části došlo k propojení trhlin. Na rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC však nelze odlišit, které nespojitosti byly způsobeny obdobným mechanismem popsaným v oblasti I a které vznikly během odtržení tepelné bariéry. Ve vrstvě CoNiCrAlY, ani na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY a rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC nelze s jistotou určit přesné místo iniciace.



Obr. 9.10 Lomová plocha LC -014; spodní část oblasti II



Na obr. 9.11 je uvedena horní část oblasti II. Lze pozorovat šíření dvou trhlin, které se v průběhu zatěžování spojily i s rostoucí trhlinou ze spodní části (viz obr. 9.9). Určit s přesností místo iniciace není možné. Vzhled lomové plochy v oblasti II připouští možnost, že k iniciaci došlo na částicích  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC.



Obr. 9.11 Lomová plocha LC -014; horní část oblasti II

### Oblast III

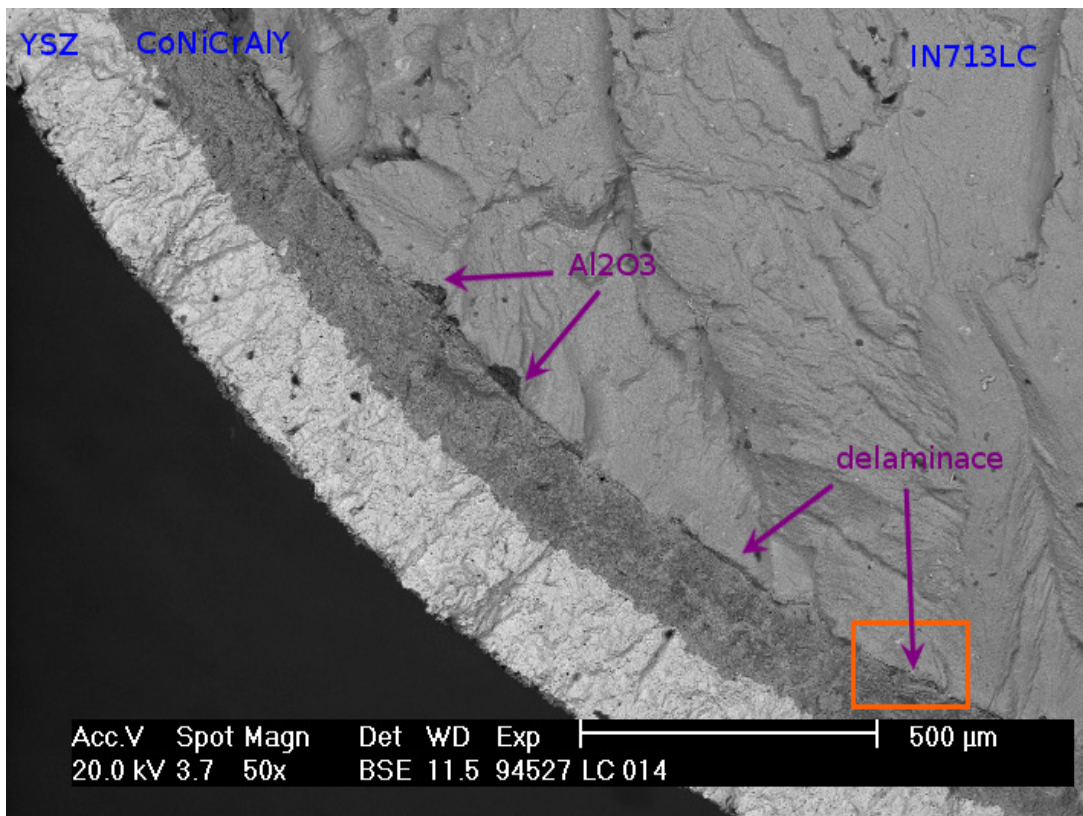
V oblasti III je situace velice podobná oblasti II. Z členitosti lomové plochy lze opět usuzovat na vyšší počet iniciačních míst. Na rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC se nachází rozměrné částice  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (obr. 9.12) a dochází zde k delaminaci vrstvy CoNiCrAlY (detail na obr. 9.13), avšak místo iniciace zde pravděpodobně neleží. Na obr. 9.13 lze rovněž pozorovat silnou oxidaci povrchu, která znesnadňuje identifikaci iniciačního místa.

### Striace a růstové čáry

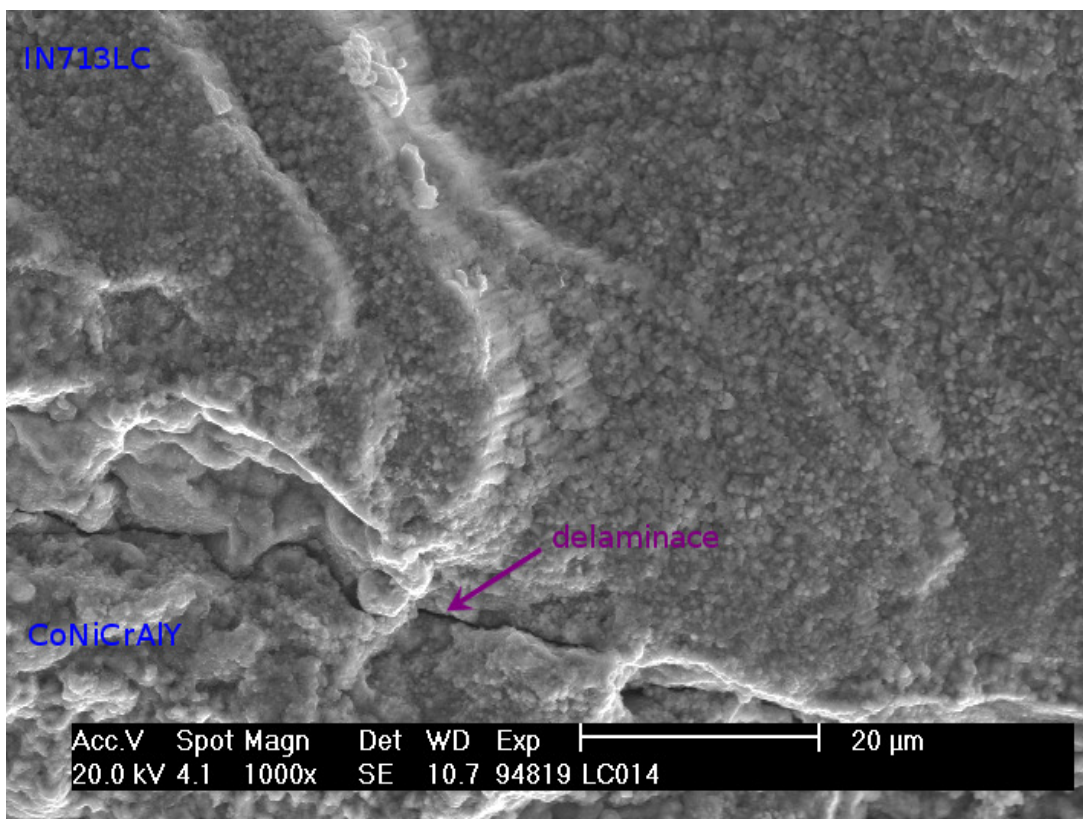
Striace nebyly kvůli silné povrchové oxidaci pozorovatelné na žádném z hodnocených lomů. Na zkušební tyči LC - 014 lze v místech únavového šíření blízko dolomu - tedy v místech, které byly vystaveny nejkratší dobu oxidačnímu prostředí, pozorovat růstové čáry (obr. 9.14). Snímek 9.14 je situován nad oblastí III - viz obr. 9.2.

### Oblast dolomení

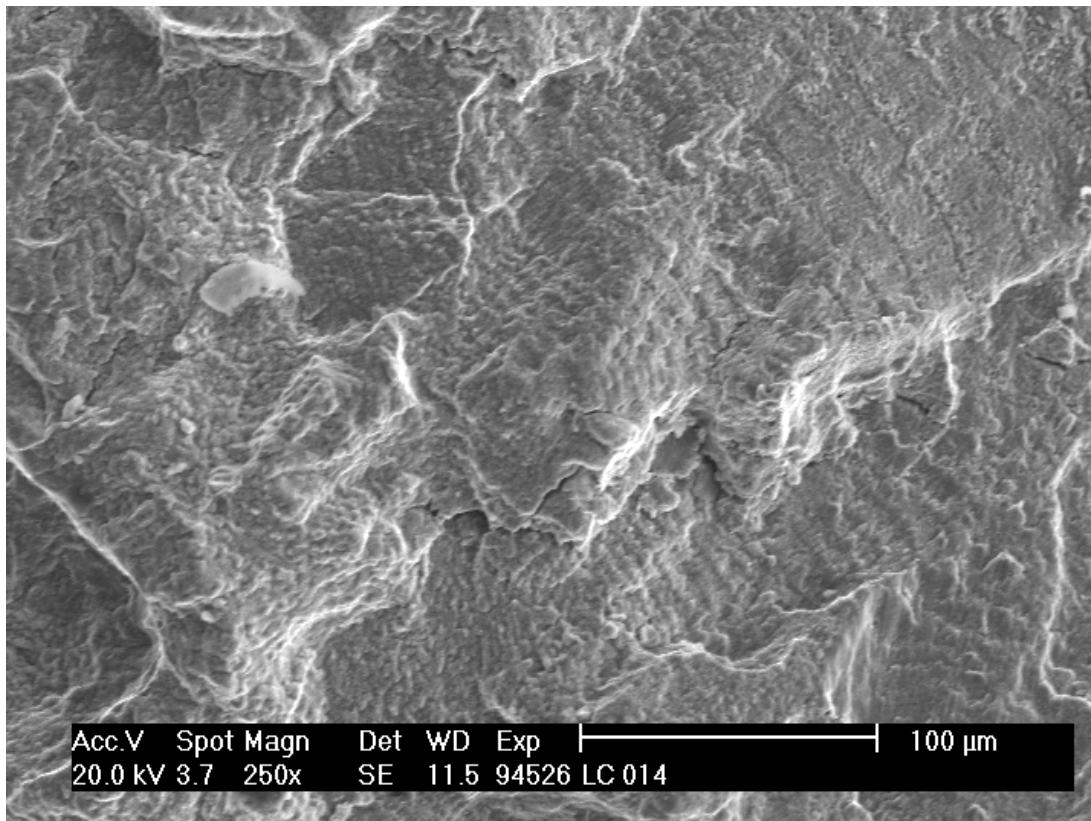
Na lomové ploše v oblasti dolomení lze sledovat celou řadu karbidů (Obr. 9.15). Toto reflektuje skutečnost, že vznik nového povrchu při tvárném porušení hledá cestu nejmenší energetické náročnosti. Lokalizace obr. 9.15 na lomové ploše je provedena na obr. 9.2.



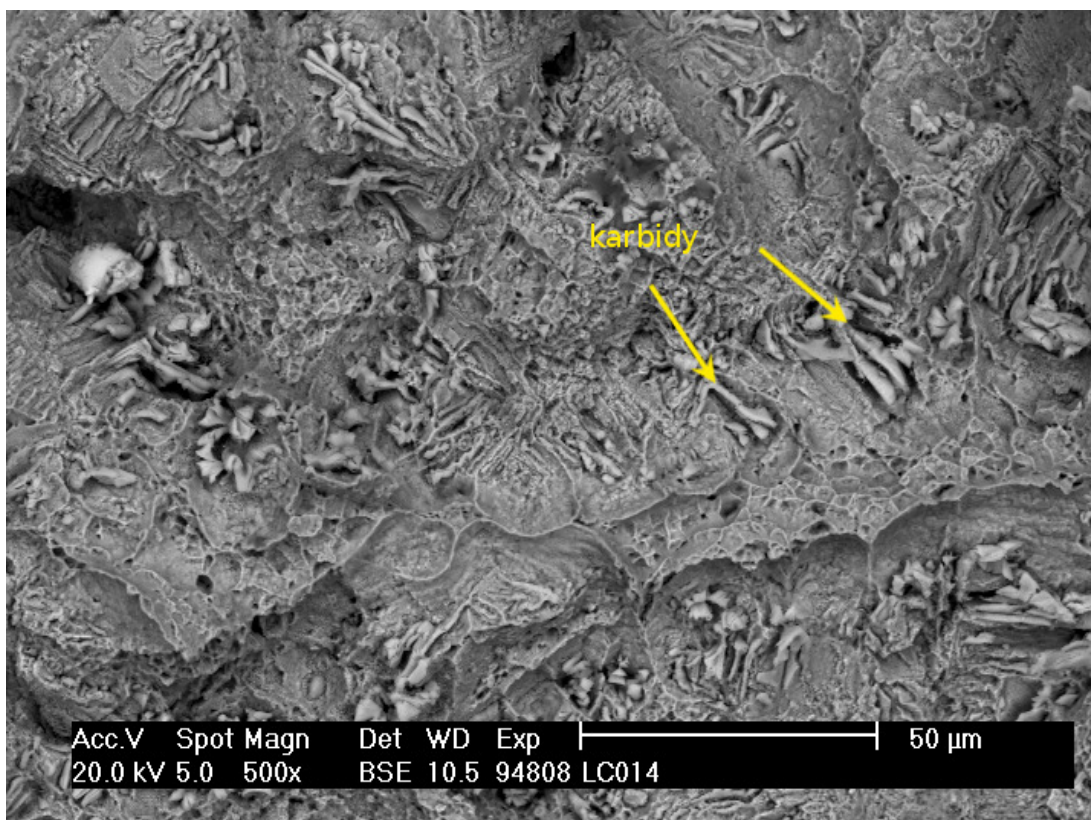
Obr. 9.12 Lomová plocha LC - 014, oblast III



Obr. 9.13 Lomová plocha LC - 014, detail delaminace v oblasti III



Obr. 9.14 Lomová plocha LC - 014, růstové čáry



Obr. 9.15 Lomová plocha LC - 014, oblast dolomu

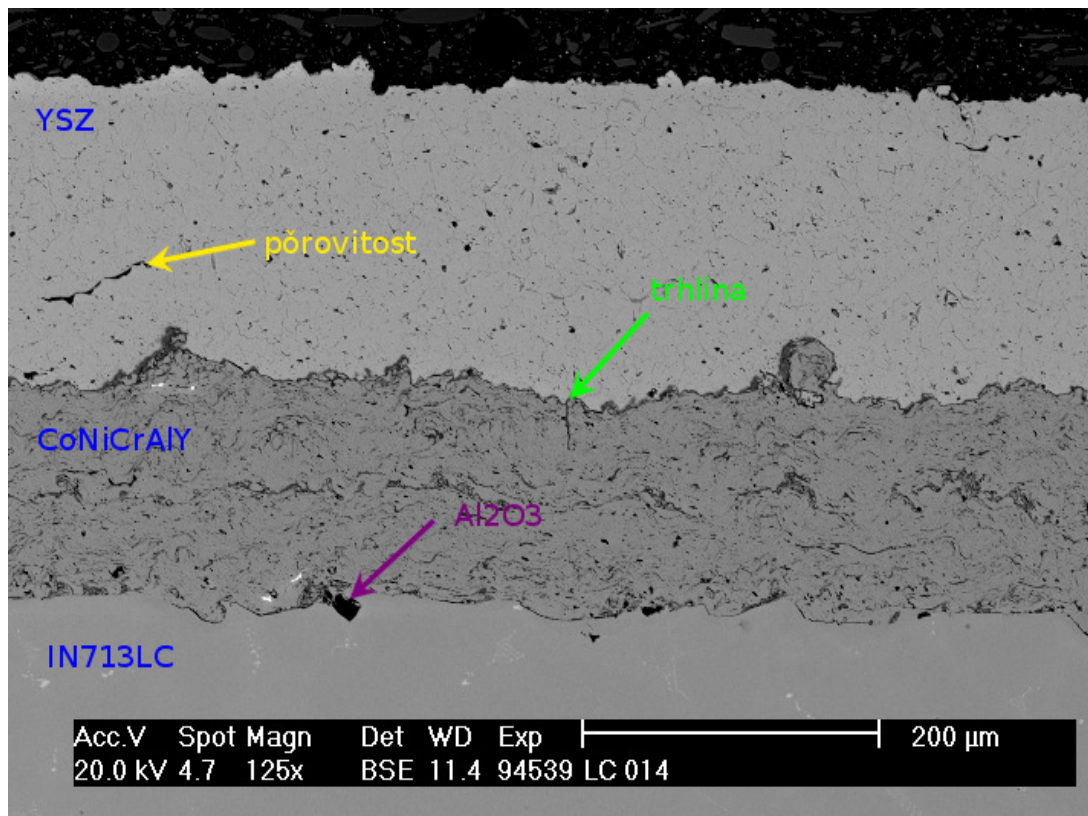
### **Podélný řez vzorku LC-014**

Přehledový snímek TBC bariéry v podélném řezu je na obr. 9.16. Na snímku lze pozorovat výraznou pórovitost ve vrstvě YSZ a rostoucí trhlinu z rozhraní YSZ/CoNiCrAlY. Na tomto rozhraní se nachází velice tenká, ale souvislá vrstva TGO. Na rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC je vidět oxid  $\text{Al}_2\text{O}_3$  po otryskání, který se však nestal místem iniciace.

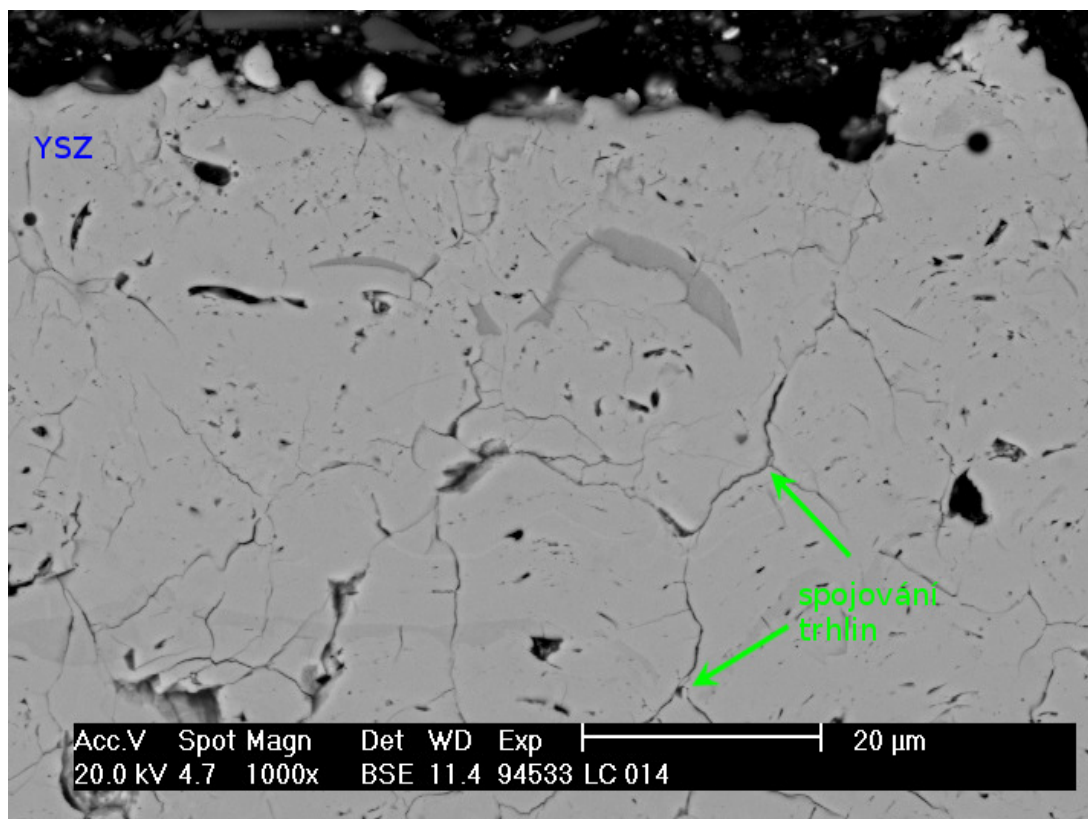
Detail vrchní keramické vrstvy YSZ je na obr. 9.17, kde lze pozorovat propojování trhlin přítomných již z výchozího stavu.

Na obr. 9.18 je zachyceno jiné místo podélného řezu. Tento snímek potvrzuje mechanismus šíření trhliny, který byl naznačen při fraktografickém hodnocení oblasti I na tomto vzorku LC-014. Lze pozorovat trhlínu iniciovanou na TGO vrstvě na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY, která se dále šířila kolmo na povrch směrem k rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC. Na tomto rozhraní změnila svůj směr šíření a šíří se přímo v rozhraní. V oblasti I (obr. 9.4) na lomové ploše došlo k šíření přes rozhraní oslabené přítomností rozměrných oxidů z otryskání  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Na obr. 9.18 není žádný takový rozměrný oxid přítomen. Ke změně šíření trhliny zřejmě může stačit pouze přítomné vnitřní pnutí v kombinaci s vadami menší velikosti (necelistvosti, póry, oxidy menší velikosti - viz obr. 9.19). Tato skutečnost částečně může vysvětlit obtížnost určení místa iniciace v oblastech II a III na lomové ploše vzorku LC -014.

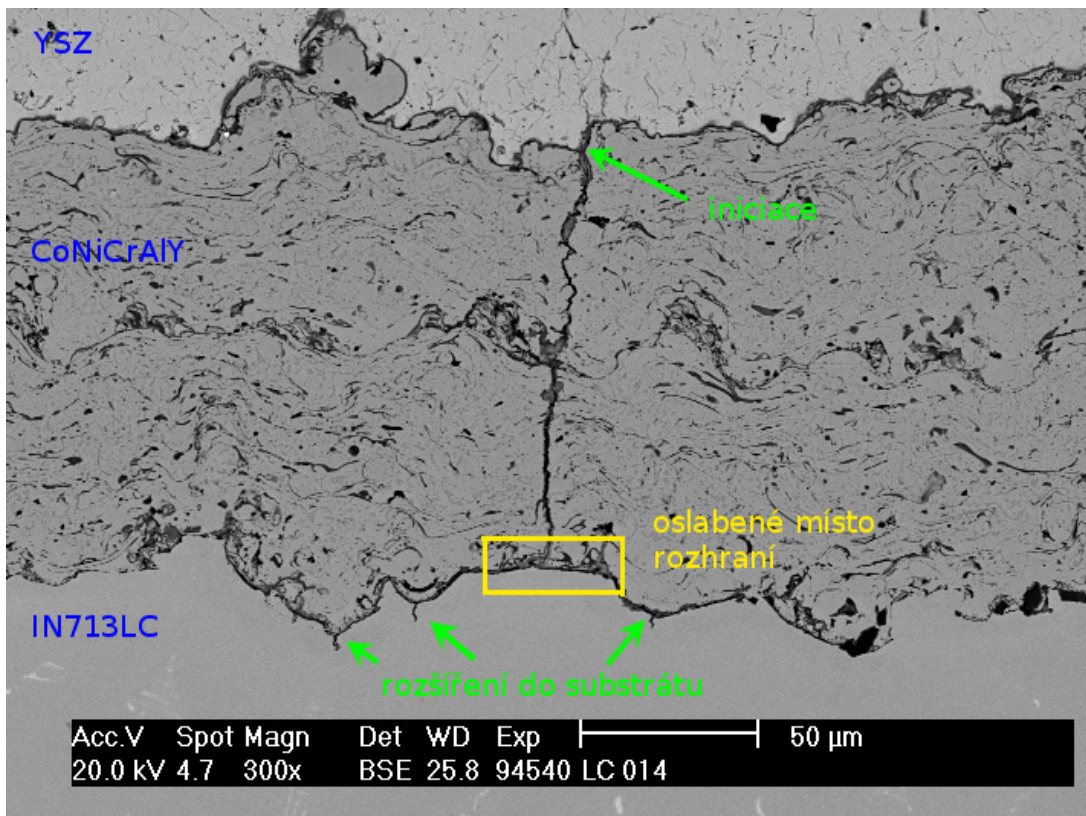
Na obr. 9.19 je detail dalšího šíření trhlin do základního materiálu. Z šířky oxidační vrstvy lze usuzovat, že se šíření trhliny na rozhraní pozastavilo. Z obr. 9.18 je totiž patrné, že v místech kam trhlína nepronikla, se na rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC souvislá vrstva oxidů vůbec nevyskytuje. Rozšíření oxidační vrstvy pak následně poskytlo iniciační místa pro rozšíření trhlin do substrátu. Z obrázků je rovněž patrné ovlivnění mikrostruktury IN713LC v oblasti přibližně 5 až 8  $\mu\text{m}$  od rozhraní.



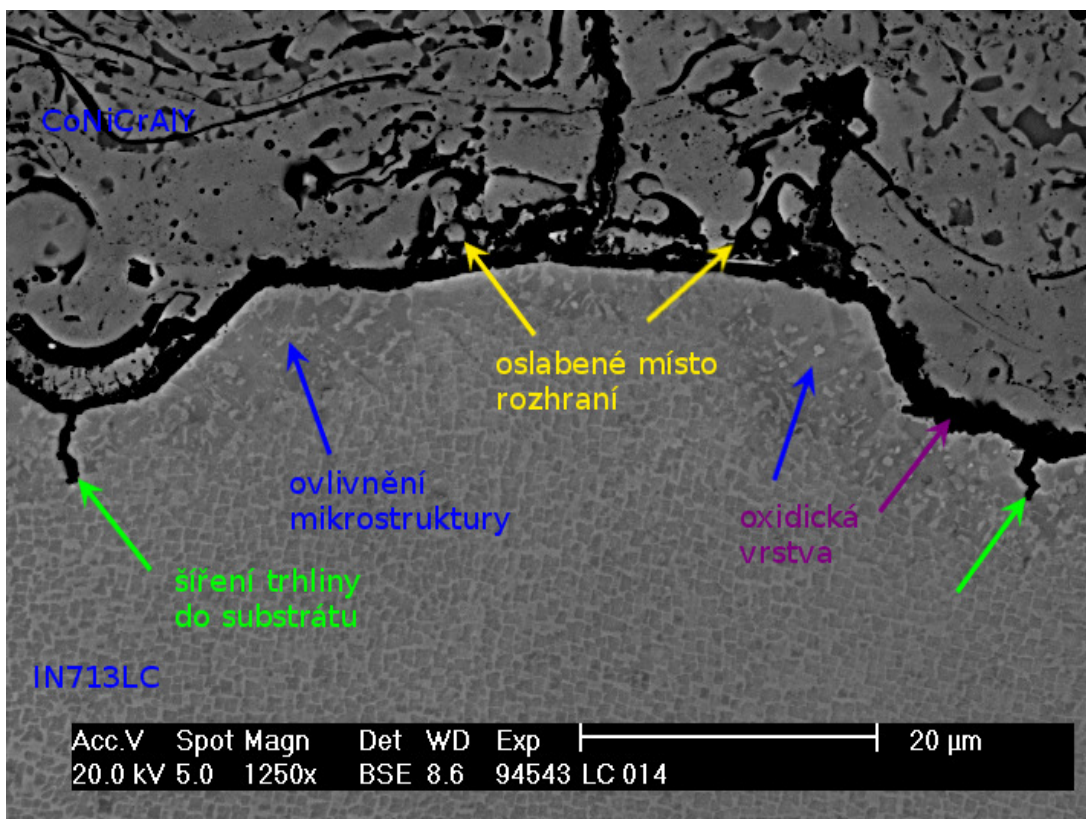
Obr. 9.16 Podélný řez TBC bariérou LC - 014



Obr. 9.17 Podélný řez TBC bariérou LC - 014, vnější keramická vrstva YSZ



Obr. 9.18 Podélný řez TBC bariérou LC - 014, šíření trhliny

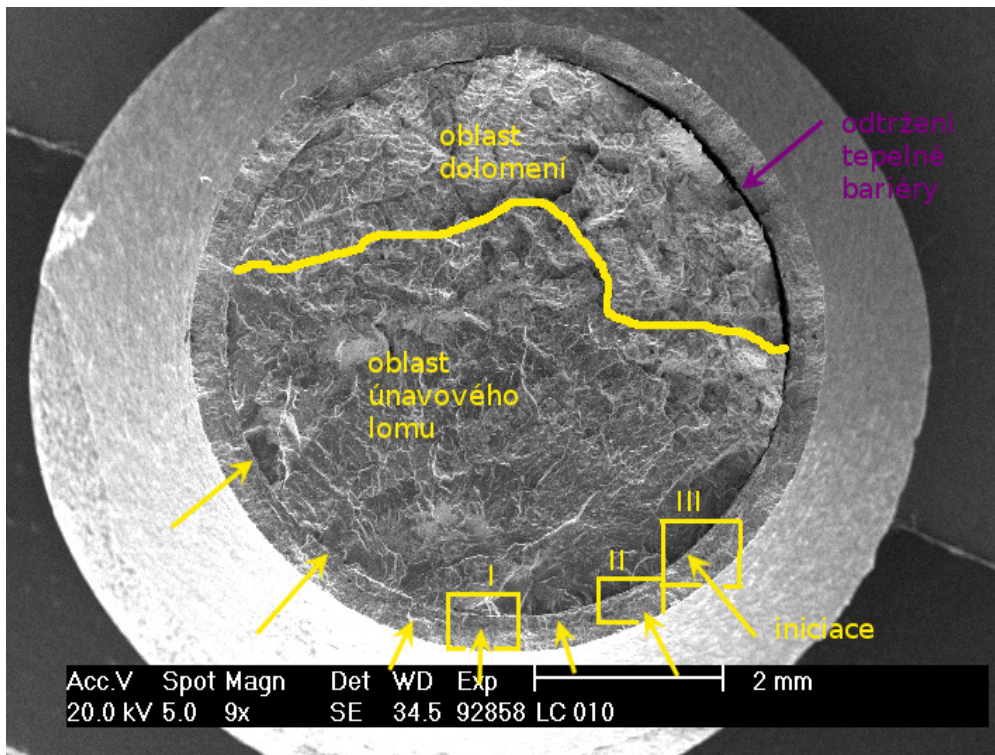


Obr. 9.19 Podélný řez TBC bariérou LC - 014, šíření trhliny do substrátu

## 9.2. LC - 010

Zkouška NCÚ na zkušební tyči proběhla s amplitudou deformace  $\varepsilon_{ac} = 0,34 \%$ . K lomu došlo po 1000 cyklech. Amplituda napětí  $\sigma_a = 361 \text{ MPa}$  a amplituda plastické deformace  $\varepsilon_{ap} = 0,0863 \%$  byly určeny v polovině životnosti. Lomová plocha je na obr. 9.20.

Oblast únavového lomu zabírá více jak dvě třetiny lomové plochy. Z pozorovaných lomových ploch má LC - 010 největší členitost lomové plochy, což dobře koresponduje s vyšší hodnotou amplitudy celkové deformace. Nejvýraznější místa iniciace jsou naznačena. V bližším přiblížení budou popsány oblasti I až III. Při lomu došlo k odtržení tepelné bariéry po menší části obvodu. Na lomové ploše nebyly pozorovány slévárenské defekty.



Obr. 9.20 Lomová plocha LC - 010 ( $\varepsilon_{ac} = 0,34\%$ ,  $N_f = 1000$ ); s vyznačením hlavních míst iniciace

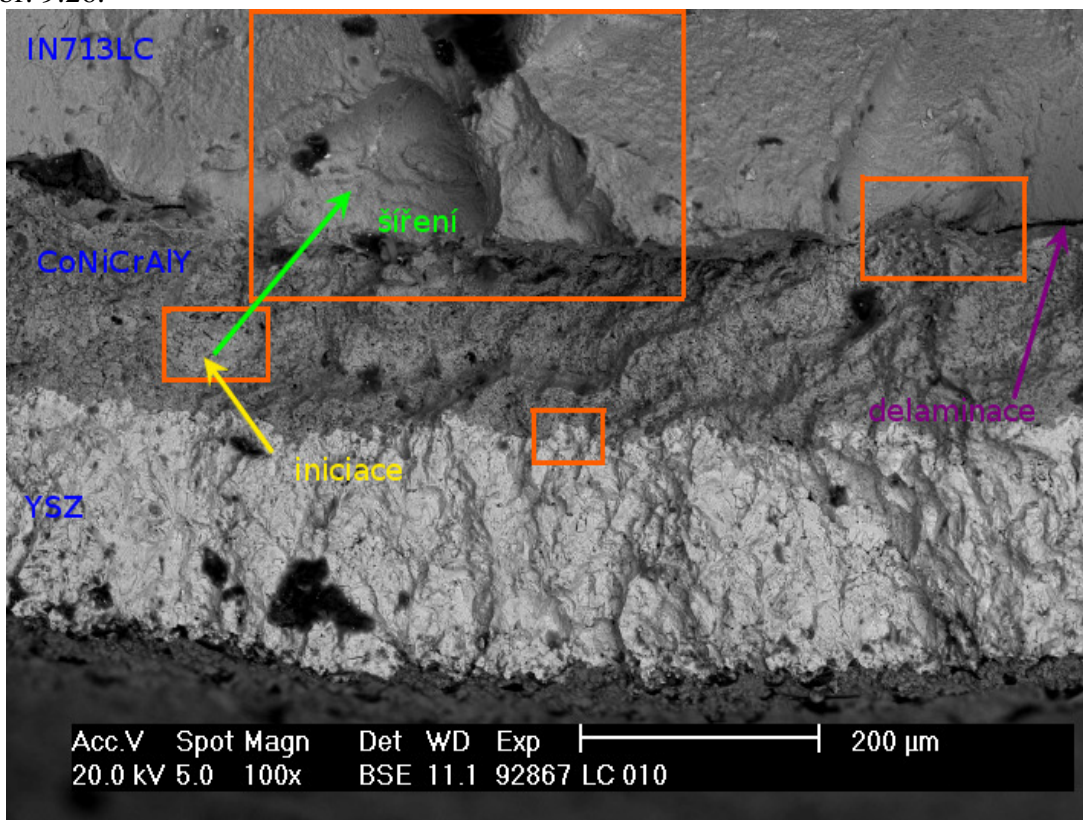
### Oblast I

Přehledový snímek oblasti I je na obr. 9.21. V této oblasti je možné pozorovat šíření jedné z počátečních trhlin ve směru zelené šipky. Na místo iniciace ukazuje žlutá šipka. Detail místa iniciace je na obr. 9.22. V tomto případě došlo k iniciaci uvnitř vrstvy CoNiCrAlY.

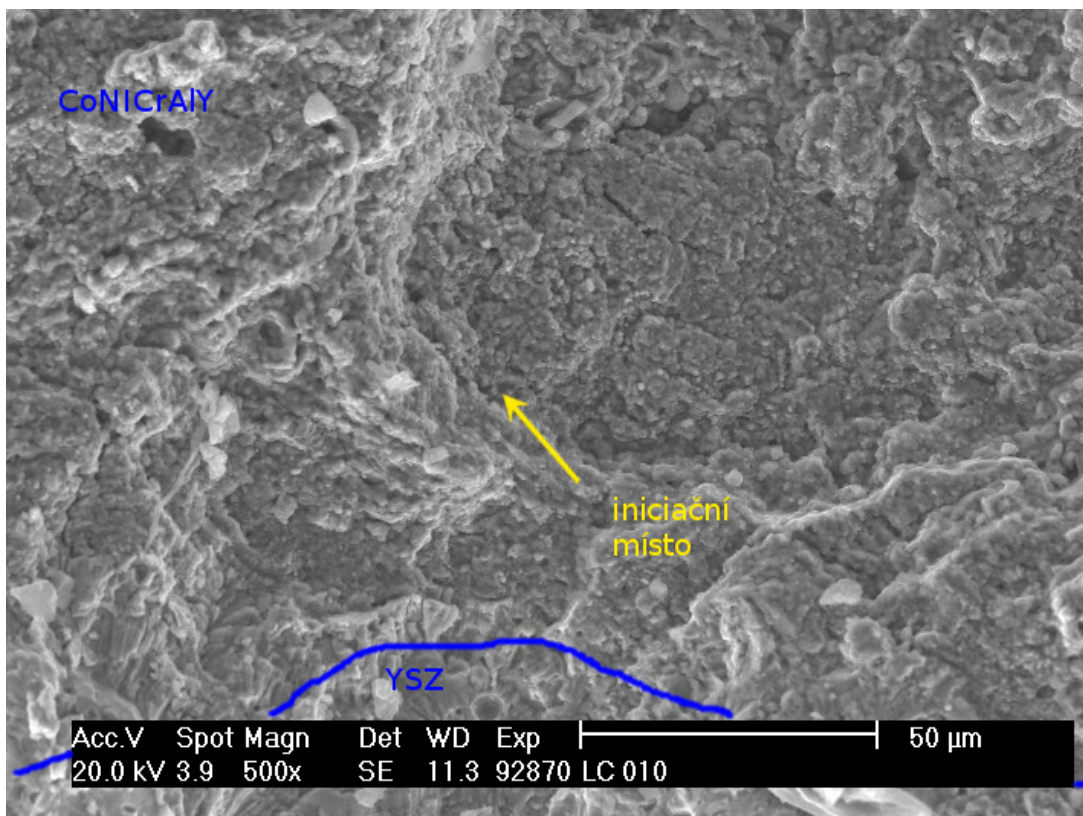
Na obr. 9.23 je vidět rozšíření této trhliny do substrátu. Směr šíření lze identifikovat podle směru růstových čar. Na tomto snímku je rovněž šíření druhé trhliny ve směru od bariéry. Ke spojení obou trhlin došlo v horní části snímku. Detail druhého směru šíření trhliny je na obr. 9.24.

Na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY se během cyklování vytvořily oblasti TGO, které ale netvoří souvislou vrstvu (obr. 9.25). Na druhém rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC tato vrstva pozorována nebyla.

Šíření trhlin způsobuje delaminaci na rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC - detail na obr. 9.26.

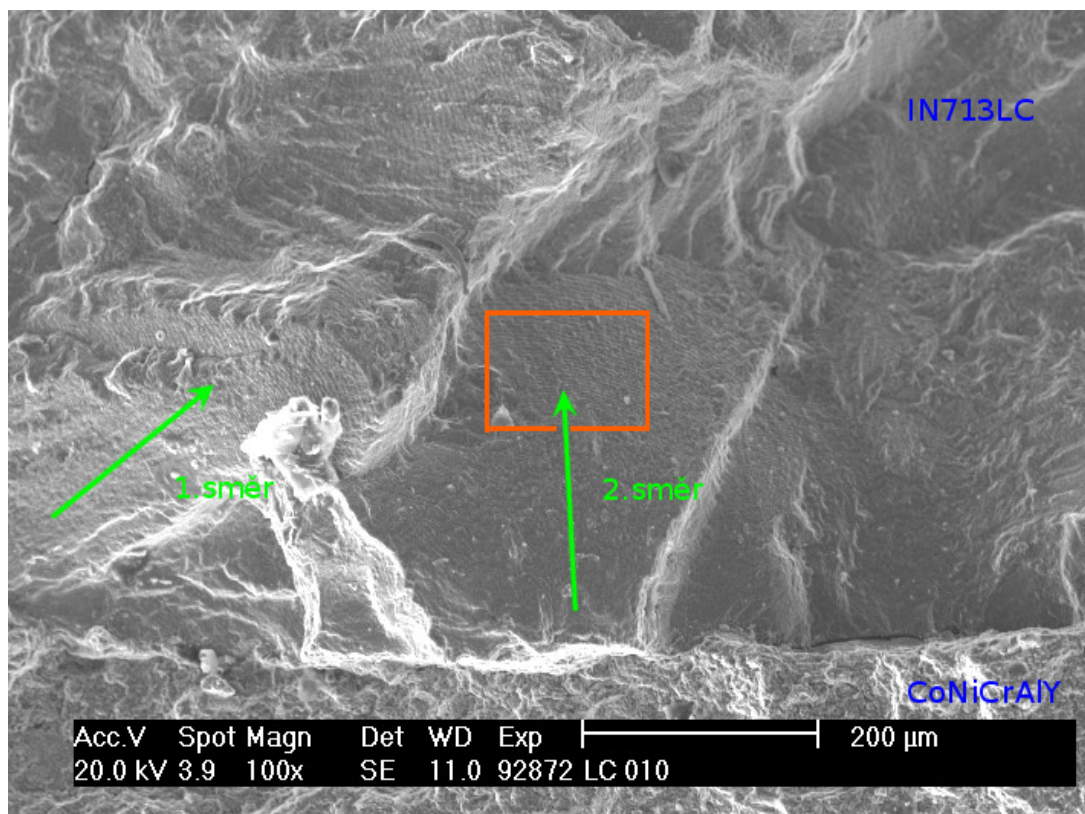


Obr. 9.21 Lomová plocha LC -010, oblast I

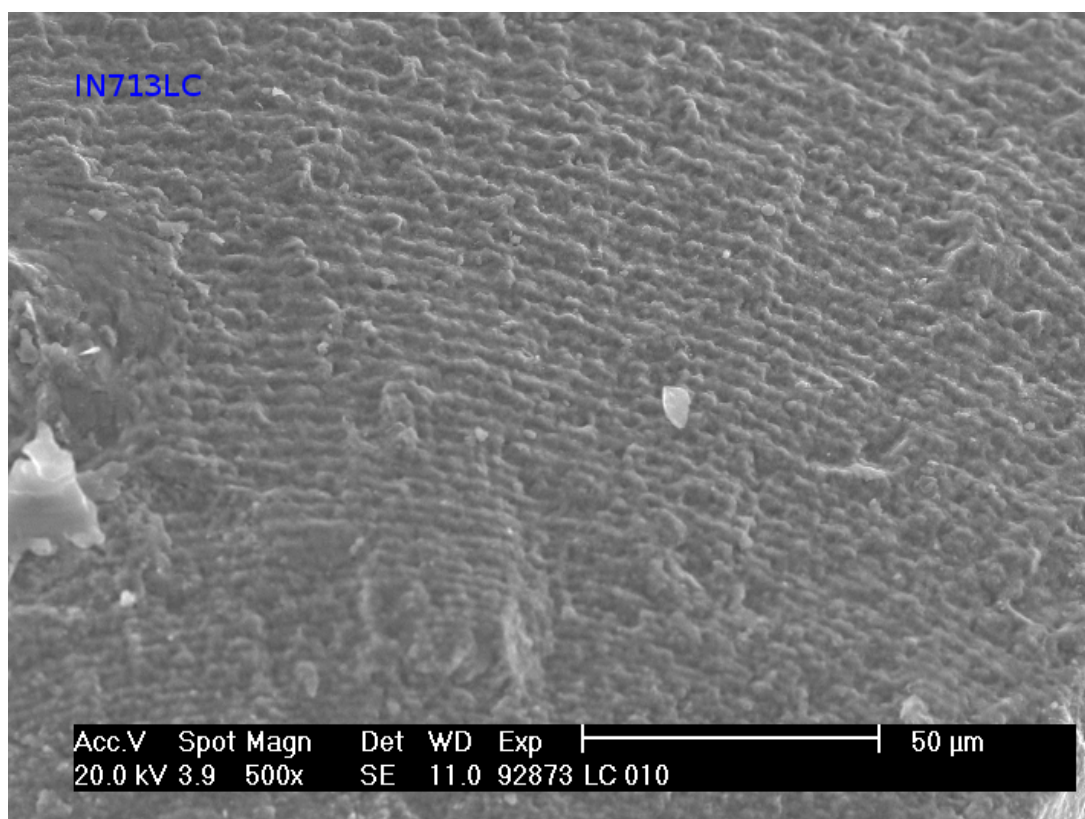


Obr. 9.22 Lomová plocha LC -010, oblast I - místo iniciace

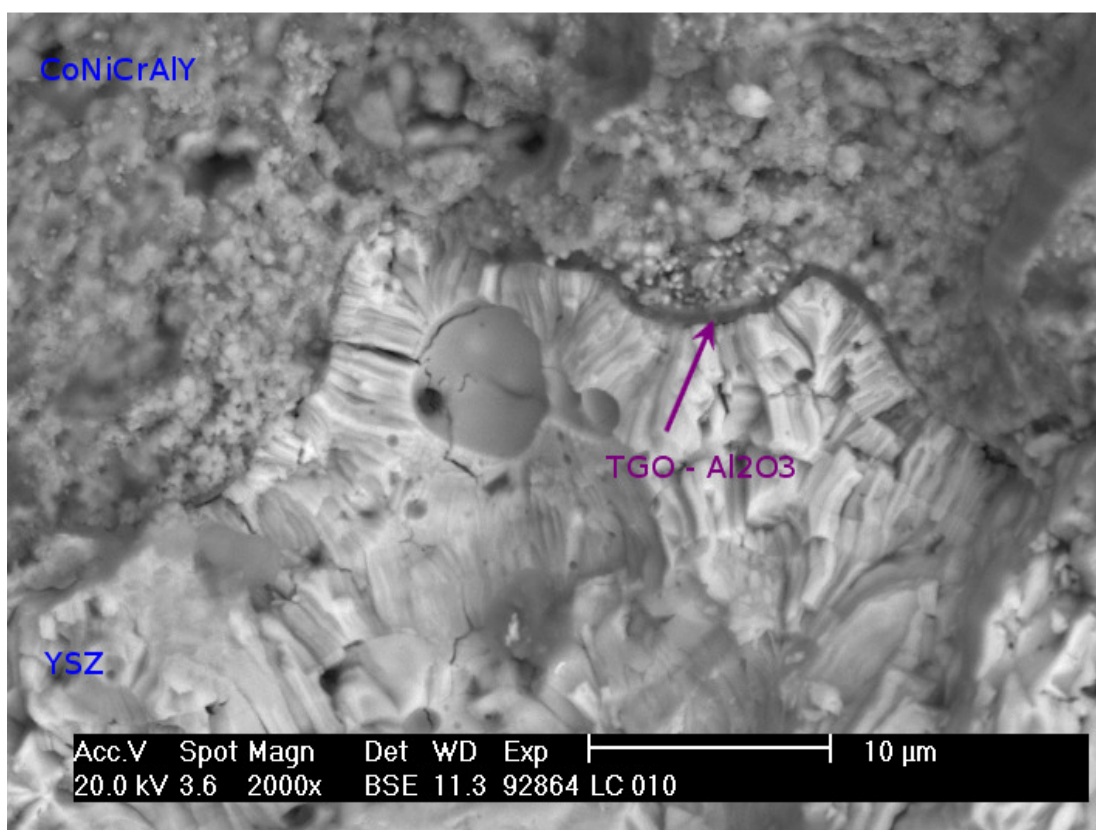




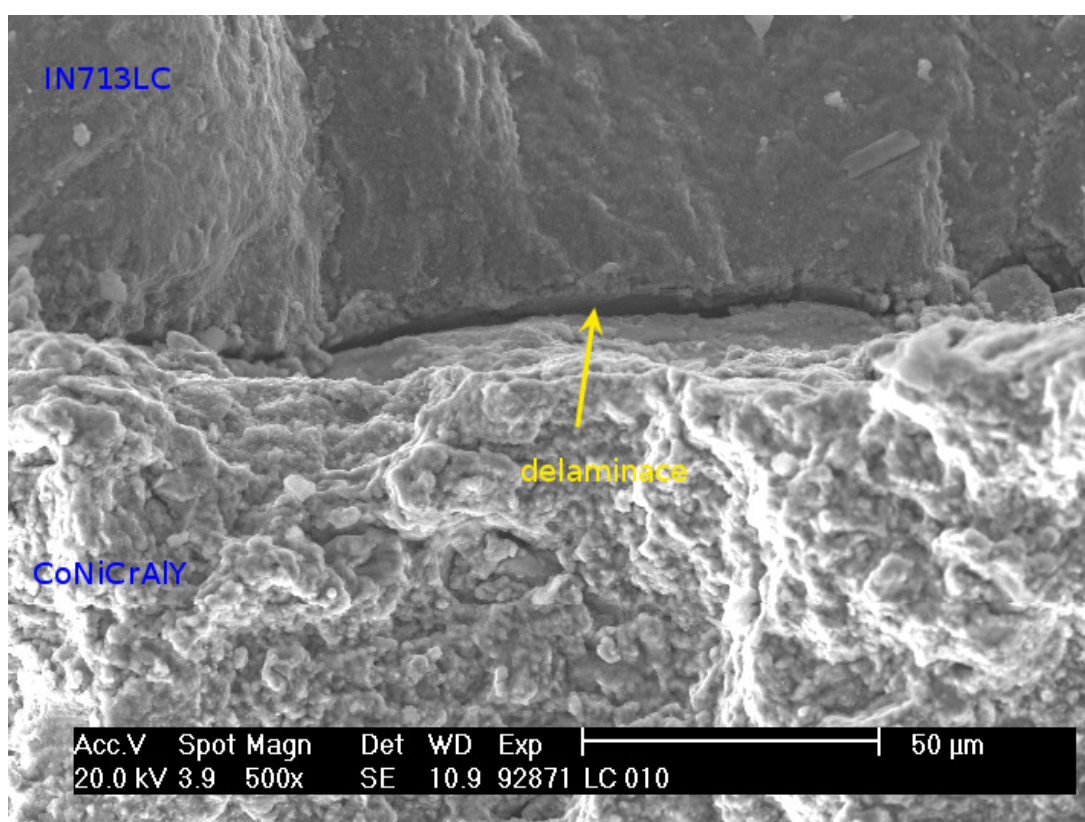
Obr. 9.23 Lomová plocha LC -010, oblast I - šíření trhlin



Obr. 9.24 Lomová plocha LC -010, oblast I - růstové čáry



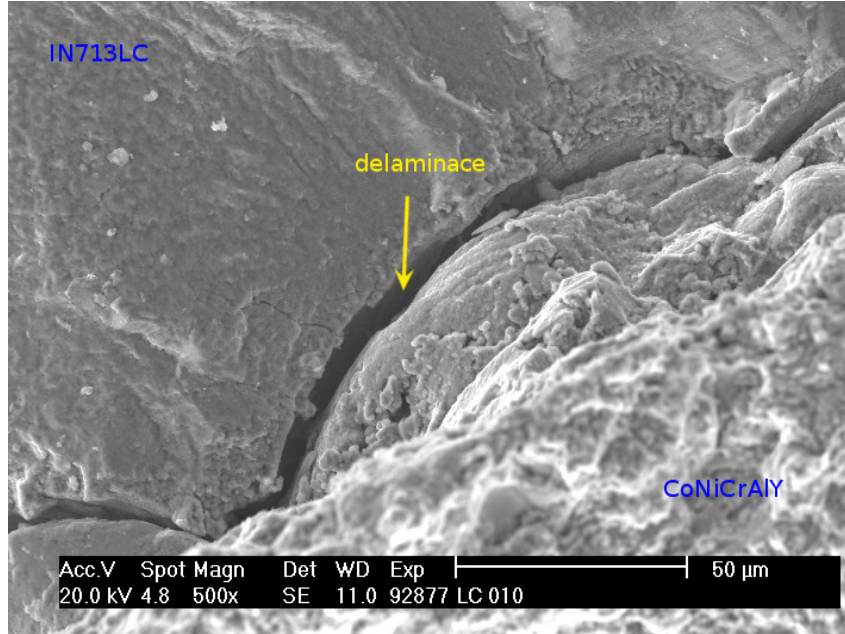
Obr. 9.25 Lomová plocha LC -010, oblast I - TGO na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY



Obr. 9.26 Lomová plocha LC -010, oblast I - delaminace na rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC

## Oblast II

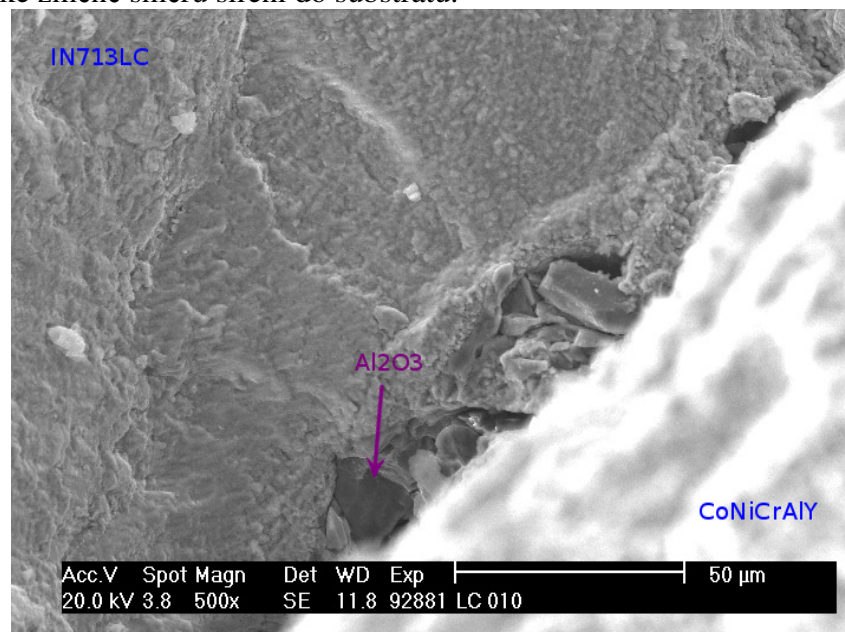
Z oblasti II je zde uveden pouze obr. 9.27, kde lze vidět delaminace na rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC a především výrazný výškový rozdíl mezi vazebnou vrstvou a substrátem. Tento rozdíl potvrzuje mechanismus šíření trhliny popsany dříve u vzorku LC - 014 - obr. 9.6 až 9.8 na lomové ploše a obr. 9.18 na podélném řezu.



Obr. 9.27 Lomová plocha LC -010, oblast II - delaminace na rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC

## Oblast III

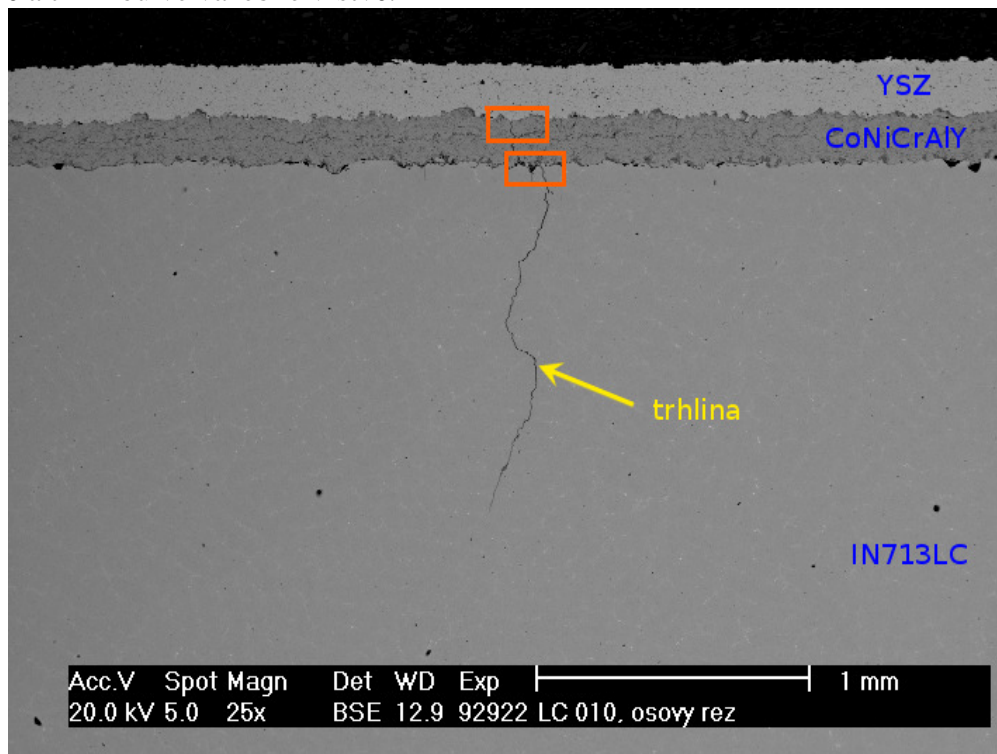
Z oblasti III je zde uveden obr. 9.28. Na tomto obrázku je vidět oxid  $Al_2O_3$  na rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC a především výrazný výškový rozdíl mezi vazebnou vrstvou a substrátem. Tento rozdíl potvrzuje mechanismus šíření trhliny popsany dříve u vzorku LC - 014. Trhlina se šířila v rozhraní až k místu, ve kterém se nachází oxid. Zde došlo ke změně směru šíření do substrátu.



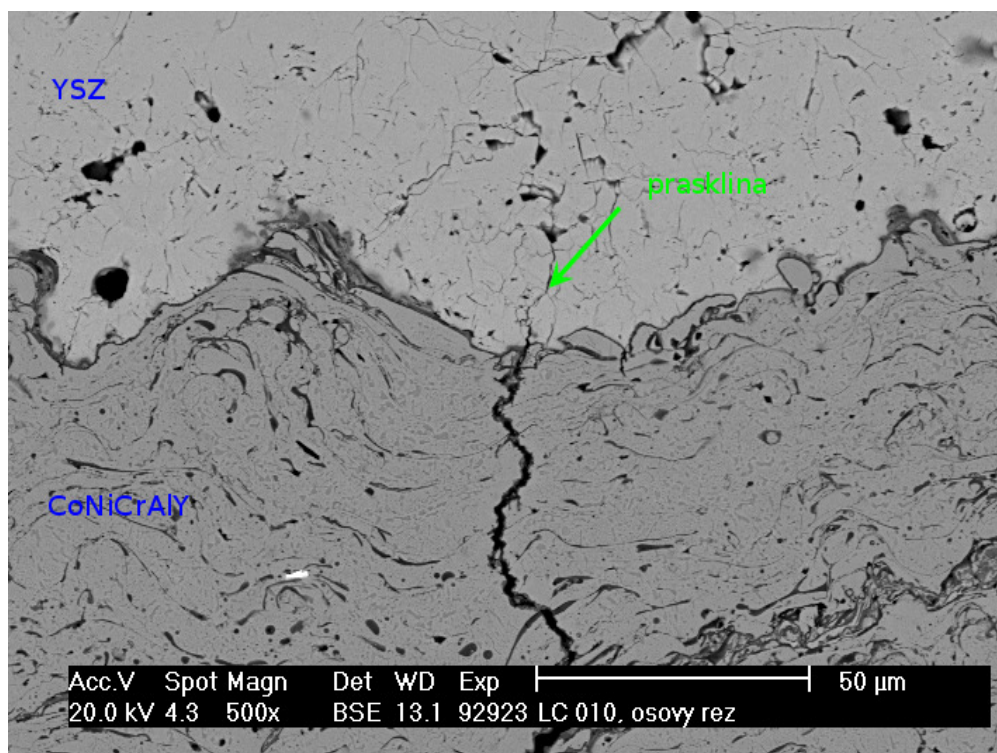
Obr. 9.28 Lomová plocha LC -010, oblast III -  $Al_2O_3$  na rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC

### Podélný řez vzorku LC-010

Přehledový snímek podélného řezu vzorku LC-010 je na obr. 9.29. Lze pozorovat dlouhou trhlinu, šířící se z rozhraní YSZ/CoNiCrAlY. Detail iniciačního místa je na obr. 9.30, kde lze pozorovat návaznost mezi prasklinou ve vnější keramické vrstvě a trhlinou ve vazebné vrstvě.

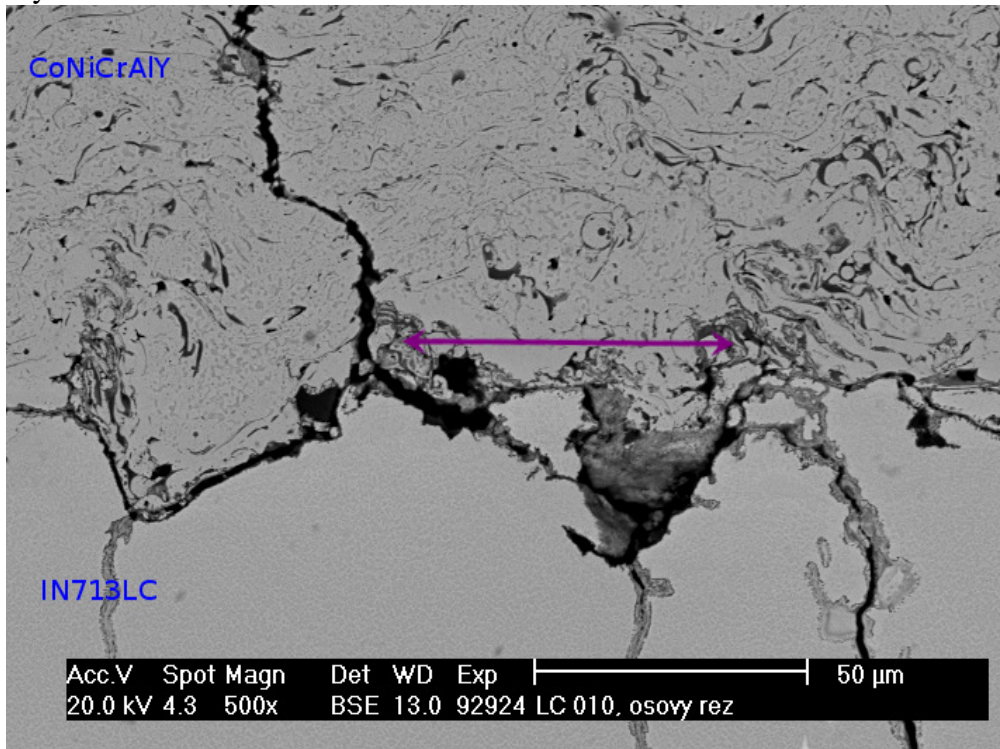


Obr. 9.29 Podélný řez LC -010



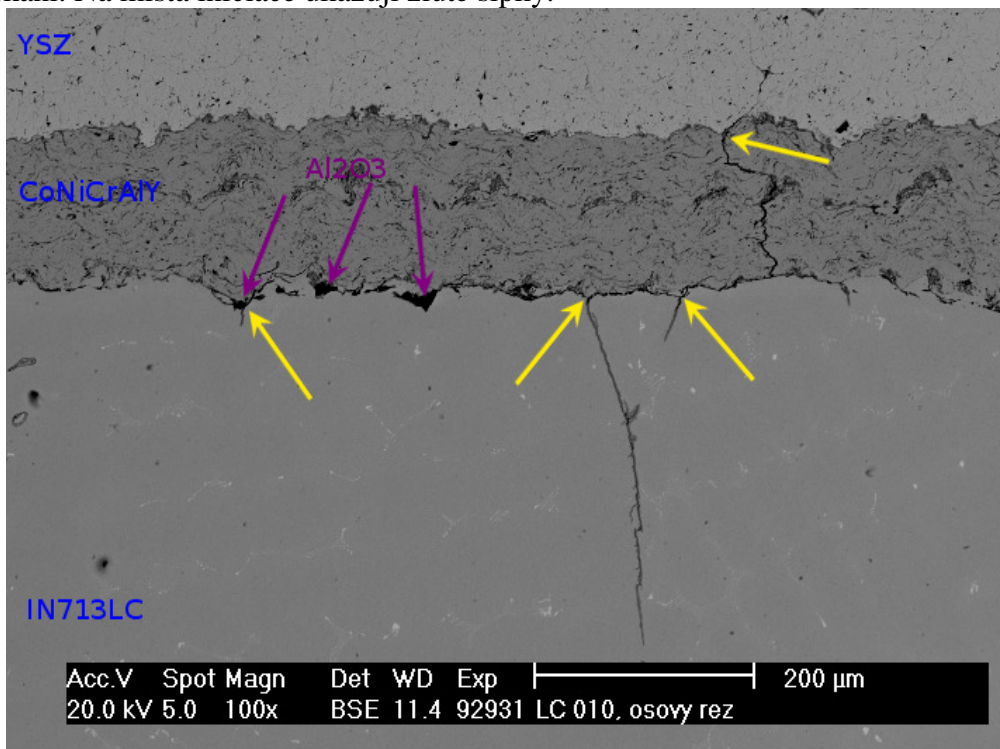
Obr. 9.30 Podélný řez LC -010, místo iniciace

Na obr. 9.31 je názorně vidět přechod trhliny přes rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC. Je zde jasná souvislost s obr. 9.28 z lomové plochy. Fialová šipka vymezuje oblast, kdy se trhlina složitě šířila po hranici a naznačuje tak důvody výškových rozdílů z obr. 9.28.



Obr. 9.31 Podélný řez LC -010, přechod trhliny přes rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC

Na obr. 9.32 je vidět jiná oblast podélného řezu s další sérií trhlin. K jejich iniciaci došlo jak na obou rozhraních, tak zřejmě i z oxidu  $Al_2O_3$ , přítomného po otryskání. Na místa iniciace ukazují žluté šipky.

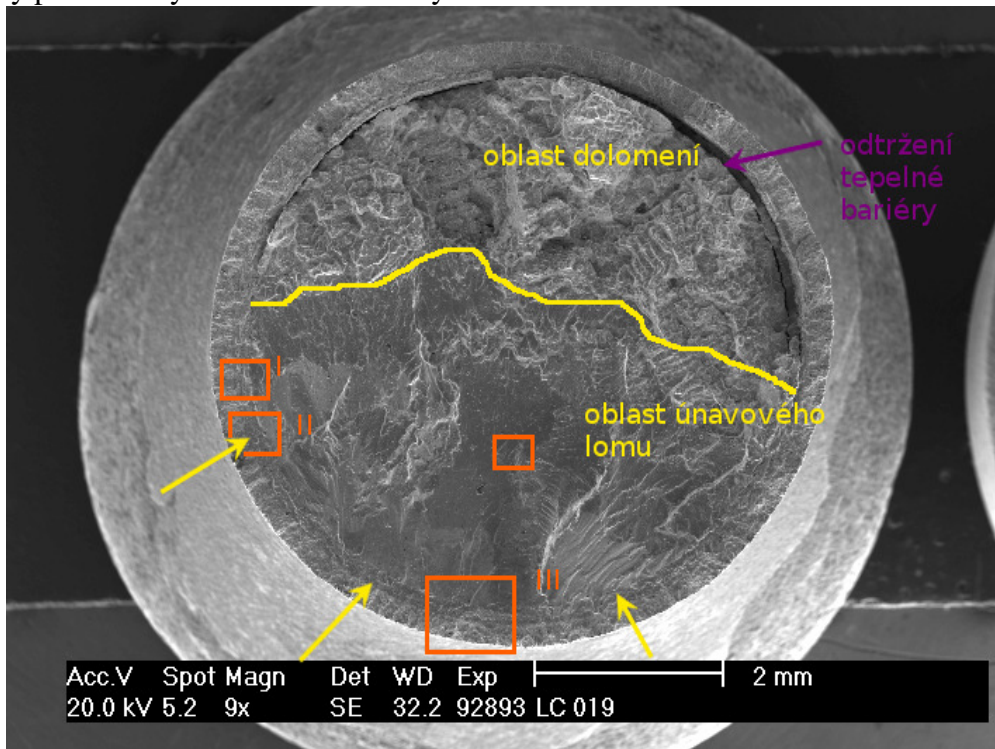


Obr. 9.32 Podélný řez LC -010, různé typy iniciačních míst

### 9.3. LC - 019

Zkouška NCÚ na zkušební tyči proběhla s amplitudou deformace  $\epsilon_{ac} = 0,14 \%$ . K lomu došlo po 40 330 cyklech. Amplituda napětí  $\sigma_a = 191$  MPa a amplituda plastické deformace  $\epsilon_{ap} = 0,040 \%$  byly určeny v polovině životnosti. Lomová plocha je na obr. 9.33.

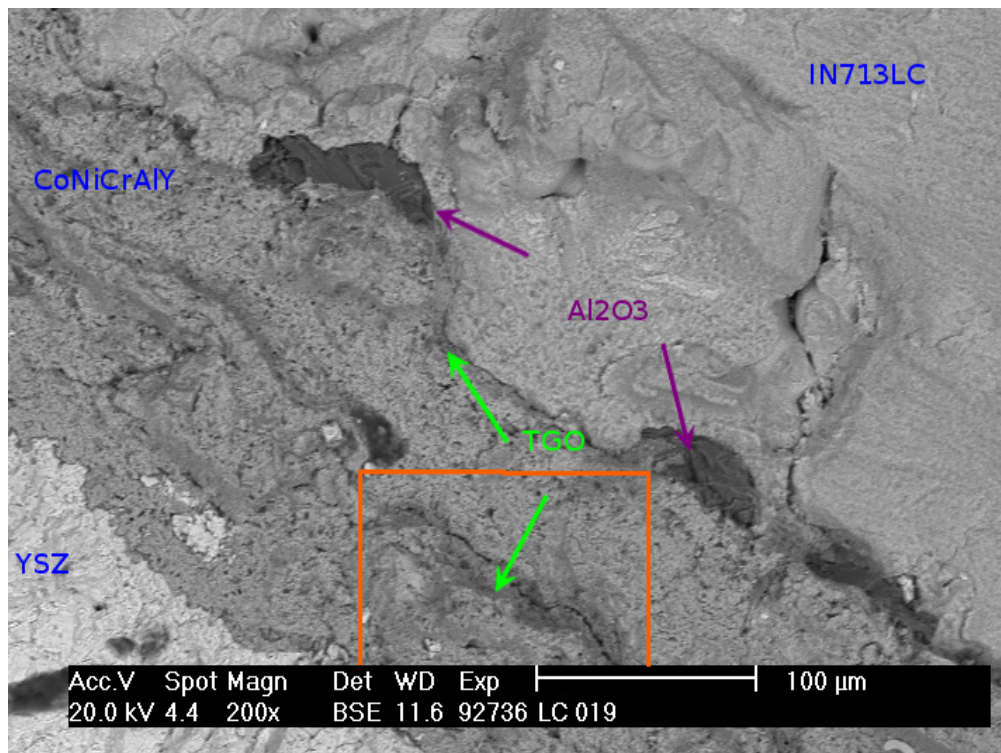
Oblast únavového lomu zabírá více jak dvě třetiny lomové plochy. Z pozorovaných lomových ploch má LC - 019 nejmenší členitost, což dobře koresponduje s nízkou hodnotou amplitudy celkové deformace. Rovněž oxidace povrchu je ze všech pozorovaných vzorků nejvyšší. Počet cyklů do lomu byl 5x větší než u zkoušky LC - 014 a 40x větší než u zkoušky LC - 010. Nejvýraznější místa iniciace jsou naznačena na obr. 9.33. V bližším přiblížení budou popsány oblasti I až III. Při lomu došlo k odtržení tepelné bariéry po menší části obvodu. Na lomové ploše nebyly pozorovány slévárenské defekty.



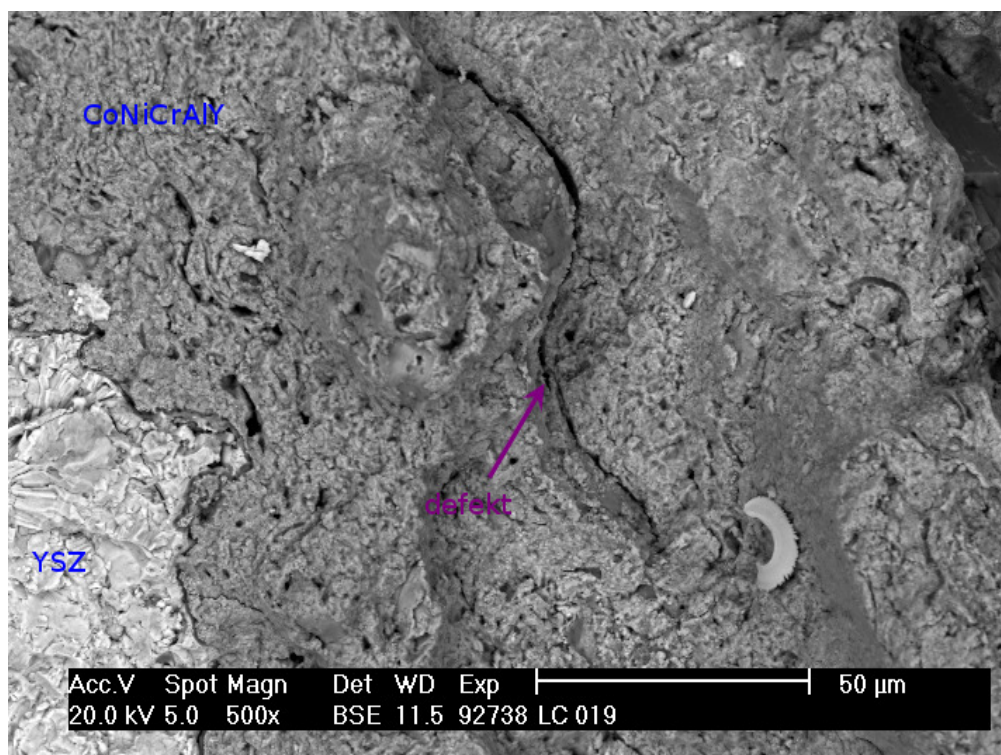
Obr. 9.33 Lomová plocha LC - 019 ( $\epsilon_{ac} = 0,14\%$ ,  $N_f = 40330$ ); s vyznačením hlavních míst iniciace

#### Oblast I

V pozorované oblasti I na obr. 9.33 lze pozorovat již kompaktní vrstvu TGO na hranici CoNiCrAlY/IN713LC, spojenou s oxidy  $Al_2O_3$  po otryskání (obr. 9.34). Nejdélší doba cyklování a tím expozice oxidační atmosféře rovněž způsobuje mikrostrukturní změny ve vrstvě CoNiCrAlY. Na obr. 9.35 je detail rozměrného defektu, který se nachází ve středu této vrstvy. Mikrostrukturní změny jsou lépe pozorovatelné na podélném řezu (obr. 9.37 až 9.42). Větší přítomnost defektů a souvislé oxidické vrstvy ve středu vazebné vrstvy má objektivní příčinu během přípravy tepelné bariéry technologií APS. Vazebná vrstva CoNiCrAlY byla nanášena dvěma průchody plasmového hořáku. Na spodní vrstvě tak zřejmě vznikly zárodečné částice oxidů, které se během zkoušky NCÚ zvětšily a spojily v kompaktní vrstvu.



Obr. 9.34 Lomová plocha LC -019, oblast I



Obr. 9.35 Lomová plocha LC -019, oblast I - rozměrný defekt

## Oblast II

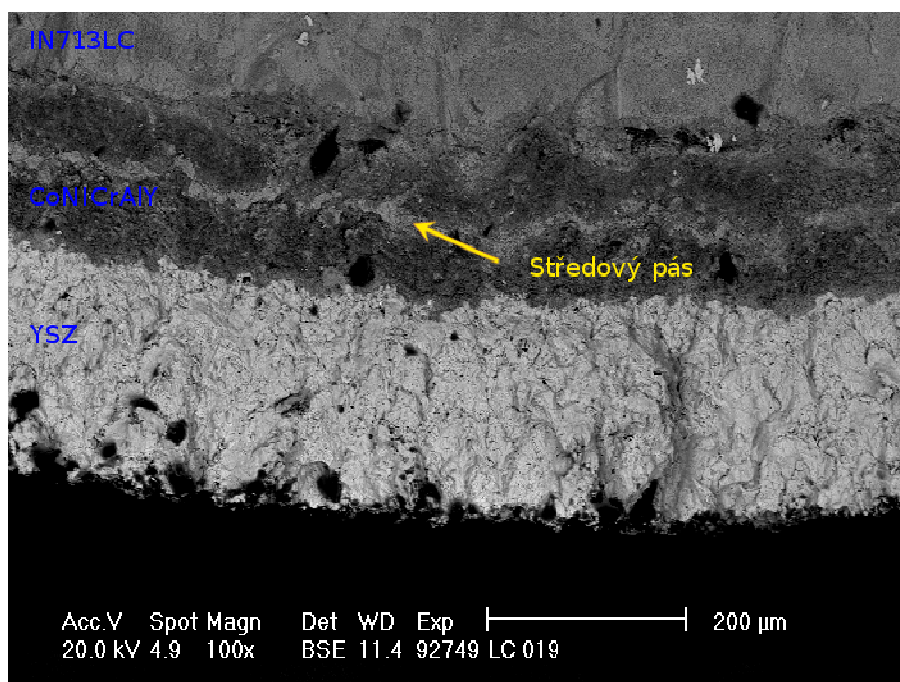
Z oblasti II je uveden detail pravděpodobného místa iniciace - TGO na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY (obr. 9.36).



Obr. 9.36 Lomová plocha LC -019, oblast II -místo iniciace

## Oblast III

Snímek oblasti III je uveden na obr. 9.37, kde je zřetelně vidět středový pás ve vazebné vrstvě CoNiCrAlY. Mezi tepelnou bariérou a substrátem není výškový rozdíl. To znamená, že při šíření trhliny nedošlo na hranici CoNiCrAlY/IN713LC ke změně směru šíření trhliny. Tato skutečnost je podložena pozorováním podélného řezu – viz dále.



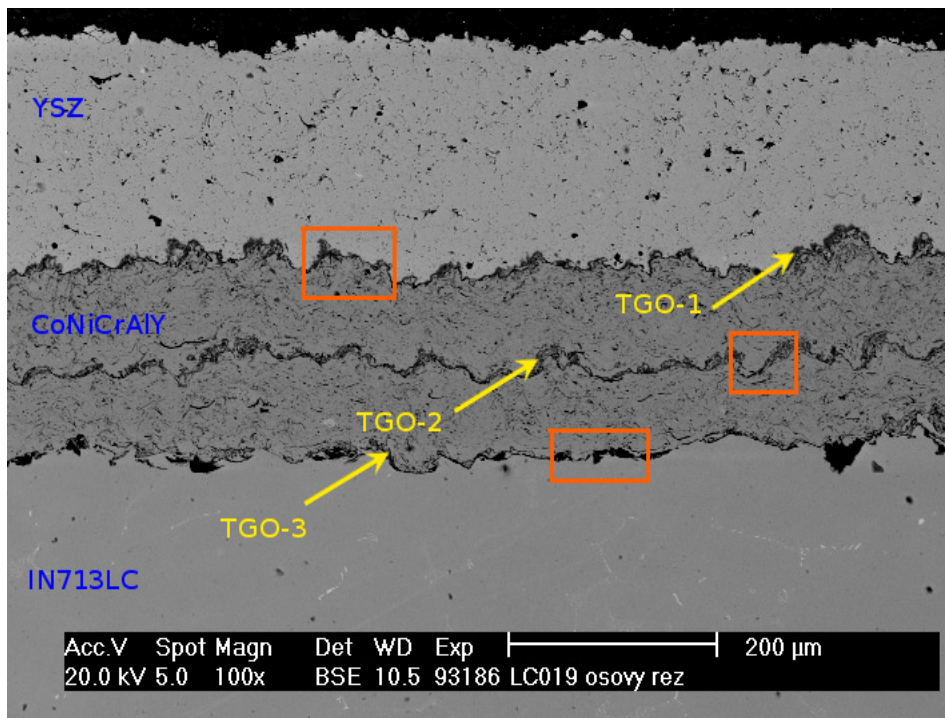
Obr. 9.37 Lomová plocha LC -019, oblast III -středový zoxidovaný pás



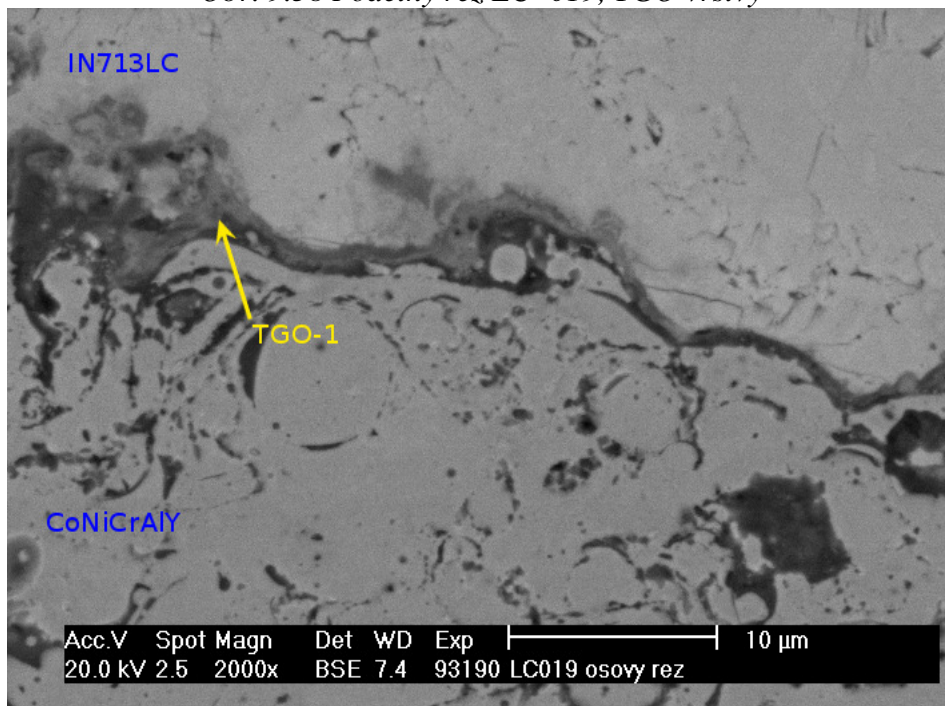
### Podélný řez vzorku LC-019

Pozorování podélného řezu potvrdilo existenci TGO oxidů na obou rozhraních i uvnitř vazebné vrstvy - obr. 9.38 - vrstvy 1 až 3. Detail vrstev je na obr. 9.39 až 9.41. Z lokální analýzy chemického složení plyne, že tyto oxidy jsou komplexní, často tvořené velkým počtem prvků (viz Příloha 2).

Na rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC jsou přítomny jak TGO, tak  $\text{Al}_2\text{O}_3$  oxidy po otryskání.

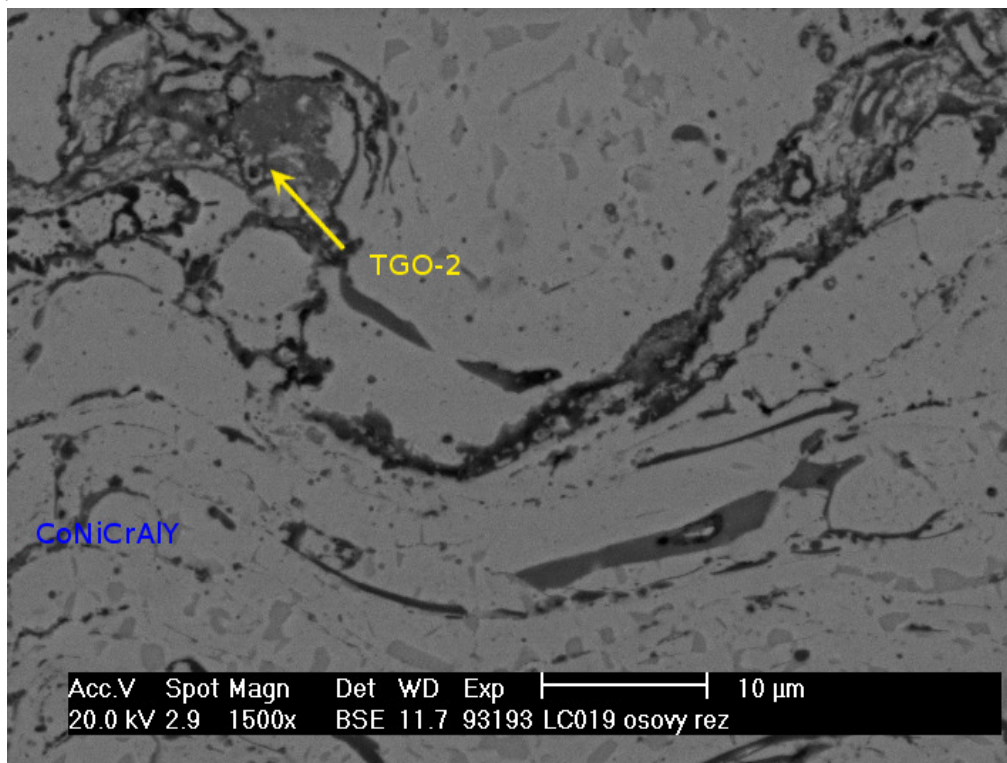


Obr. 9.38 Podélný řez LC -019, TGO vrstvy

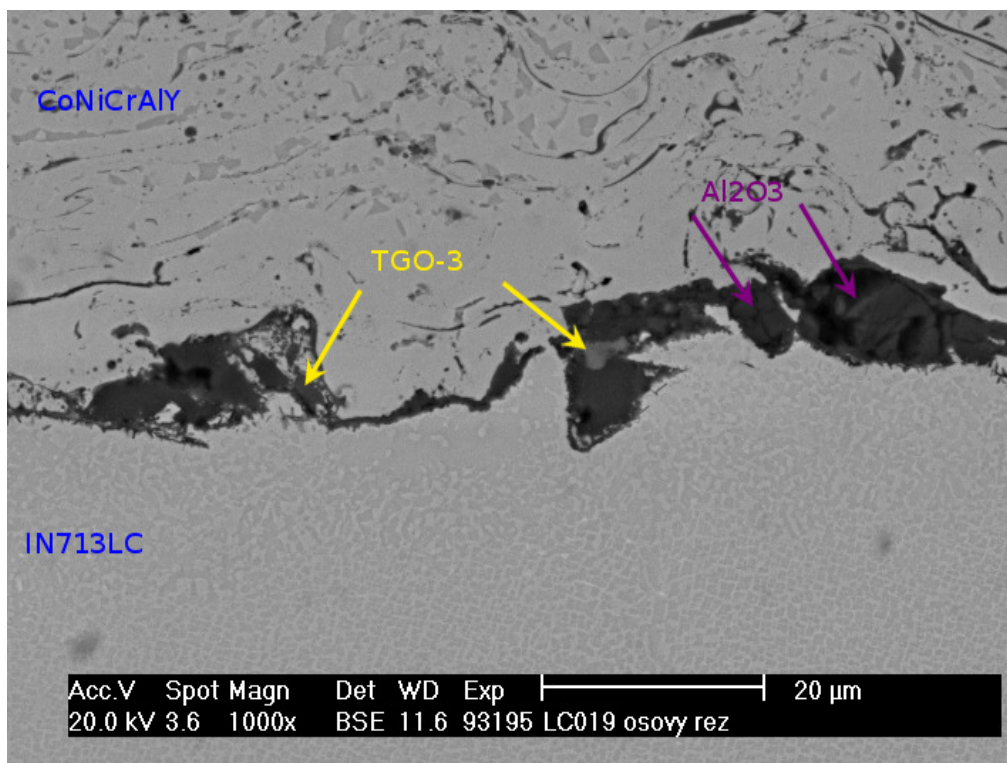


Obr. 9.39 Podélný řez LC -019, detail TGO-1

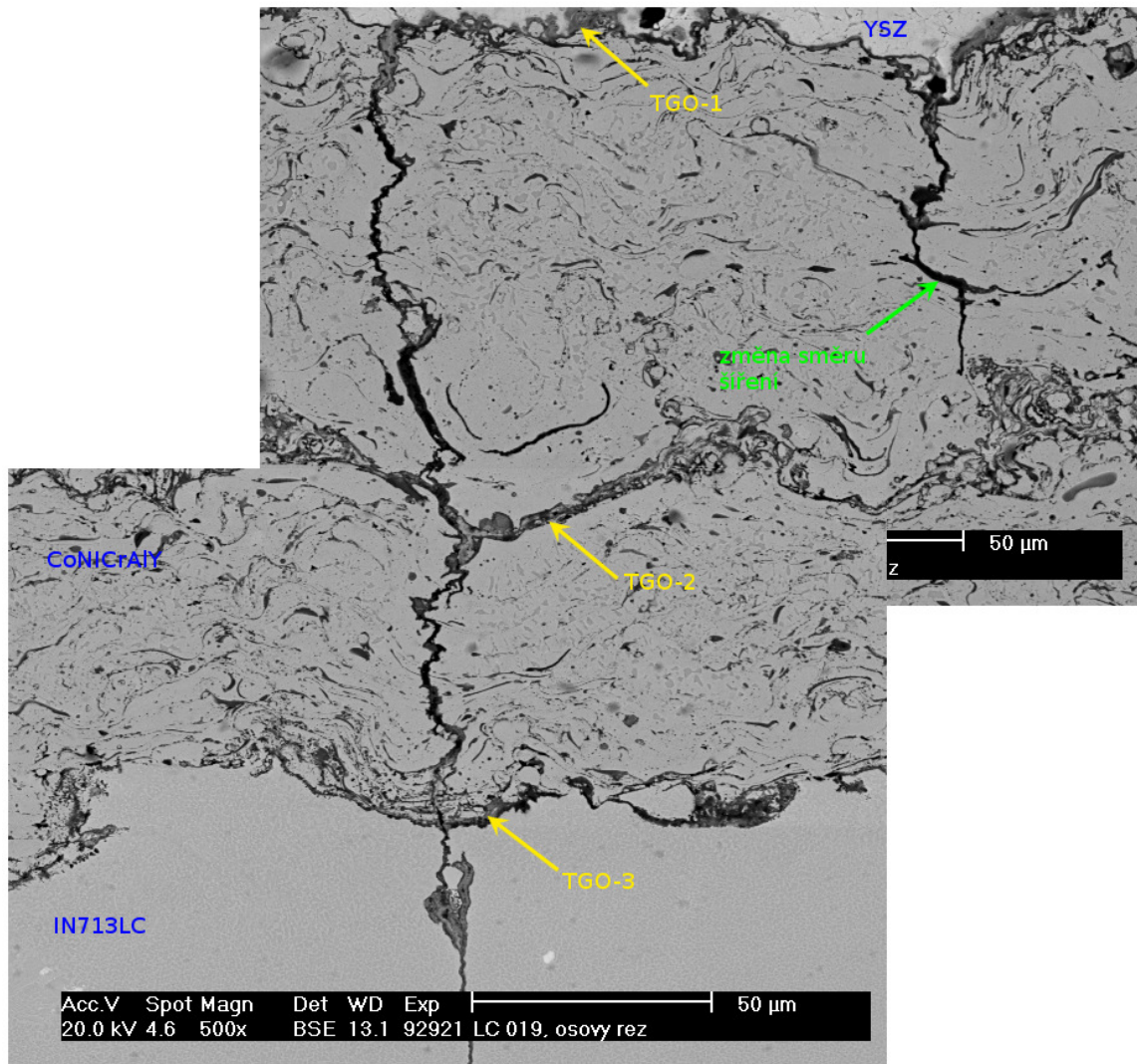
Přednostním místem iniciace trhlin je nejširší vrstva TGO-1 na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY. Při růstu trhliny nedochází ke změně směru šíření na rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC. Toto tvrzení je v souladu s pozorováním lomové plochy (obr. 9.37). Sít' oxidů a defektů uvnitř vazebné má vliv na šíření trhlin v této vrstvě - viz obr. 9.42.



Obr. 9.40 Podélný řez LC -019, detail TGO-2



Obr. 9.41 Podélný řez LC -019, detail TGO-3



Obr. 9.42 Podélný řez LC -019, šíření trhliny

## 10. DISKUZE VÝSLEDKŮ

### Nízkocyklová únava

Získané závislosti systému IN713LC+TBC zkoušeného za 900 °C (TBC/900) byly z důvodu nedostatku doposud publikovaných dat za obdobných podmínek srovnány s již dříve provedenými experimenty pro IN713 LC, a to sice pro zkušební vzorky s aplikovanou difúzní AlSi vrstvou při 800°C (AlSi/800), dále pro vzorky bez aplikované vrstvy při 800°C (bare/800) a pro vzorky bez aplikované vrstvy při pokojové teplotě (bare/RT) [37, 51].

V textu dále budou tyto experimenty pro jednoduchost označeny zkratkami uvedenými v závorkách - viz výše.

Získané parametry cyklické deformační křivky a křivek životnosti - Basquinovy a Manson-Coffinovy závislosti jsou uvedeny v tab. 10.1.

Tab. 10.1 Parametry cyklické deformační křivky, Basquinovy a Manson - Coffinovy závislosti

cyklická deformační křivka	Vrstva	Teplota	koeficient cyklického zpevnění K' [MPa]	exponent cyklického zpevnění n'
■	TBC	900	1573	0,207
✕	AlSi	800	2953	0,189
●	-	800	2087	0,140
▲	-	23	1519	0,090
Basquinova závislost	Vrstva	Teplota	koeficient únavové pevnosti σf' [MPa]	exponent únavové pevnosti b
■	TBC	900	1160	-0,169
✕	AlSi	800	1456	-0,139
●	-	800	1535	-0,157
▲	-	23	1354	-0,094
Manson Coffinova závislost	Vrstva	Teplota	koeficient únavové tažnosti εf'	exponent únavové tažnosti c
■	TBC	900	0,191	-0,793
✕	AlSi	800	0,018	-0,703
●	-	800	0,070	-1,050
▲	-	23	0,120	-0,880

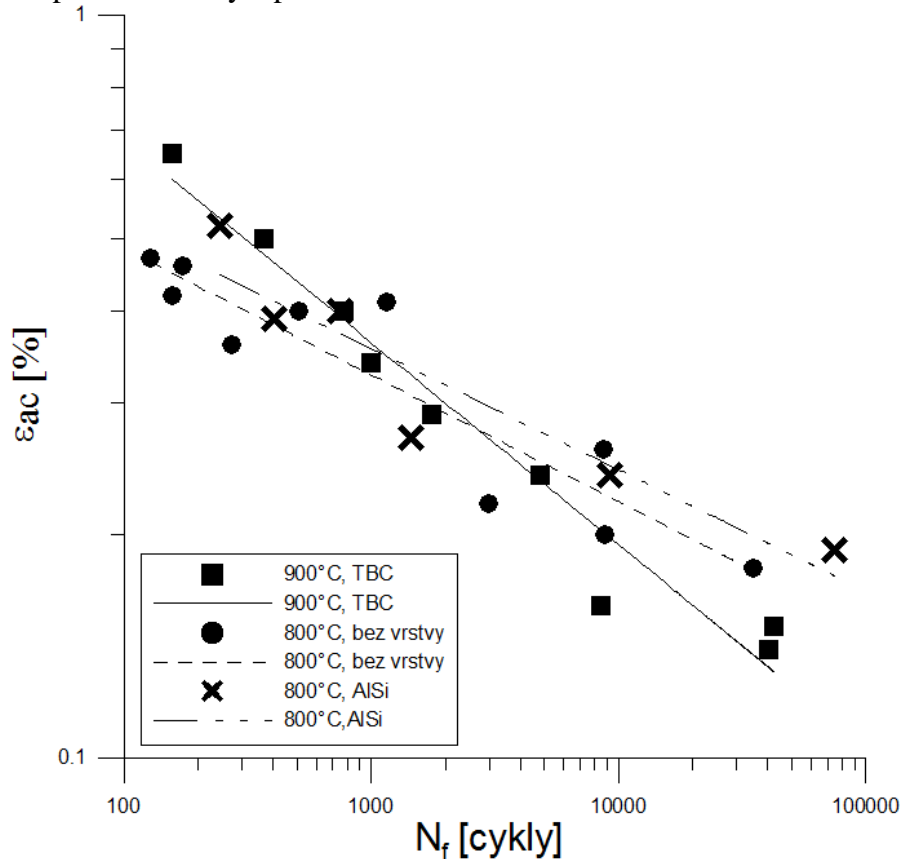
Jak bylo výše uvedeno - hodnoty ze zkoušek NCÚ superslitiny IN713LC bez ochranné tepelné bariéry při teplotě 900°C nebyly v době vypracování této práce k dispozici. S přijetím určitých předpokladů lze však v některých skutečnostech chování této superslitiny porovnávat i s údaji získanými při teplotě 800°C.

Při provedené zkoušce NCÚ pro TBC/900 byla teplota v peci řízena třemi termočládky, z nichž jeden byl umístěn ve vývrtnu na konci výběhu měrné části únavové zkušební tyče a dva na jejích koncích. Čtvrtý termočládek umístěný ve vývrtnu na druhém výběhu z měrné délky je kontrolní. Toto rozmístění termočládků zajišťuje vytemperování vzorku na požadovanou teplotu. Stejně rozmístění termočládku bylo použito i při zkouškách NCÚ pro AlSi/800 a bare/800 [37].

Kdyby se součást v reálném provozu vystavila v jejím pracovním cyklu teplotě okolí 900°C, lze očekávat snížení její teploty vlivem tepelné bariéry. V literatuře

[26,28] je uváděna schopnost vnější keramické vrstvy tepelné bariéry odstítnit při její tloušťce 150  $\mu\text{m}$  až 170  $^{\circ}\text{C}$ . Při přijetí tohoto předpokladu lze chování systémů AlSi/800 a bare/800 považovat za model reálného chování součástí s aplikovanou tepelnou bariérou.

Provedené zkoušky NCÚ pro TBC/900 tak z hlediska tepelné expozice nastavují horší podmínky, přesto počty cyklu do lomů korespondují se zkouškami AlSi/800, bare/800 a bare/23. Teplotní rozdíl však musí být brán na zřetel při porovnávání především napěťové odezvy a plastické deformace.

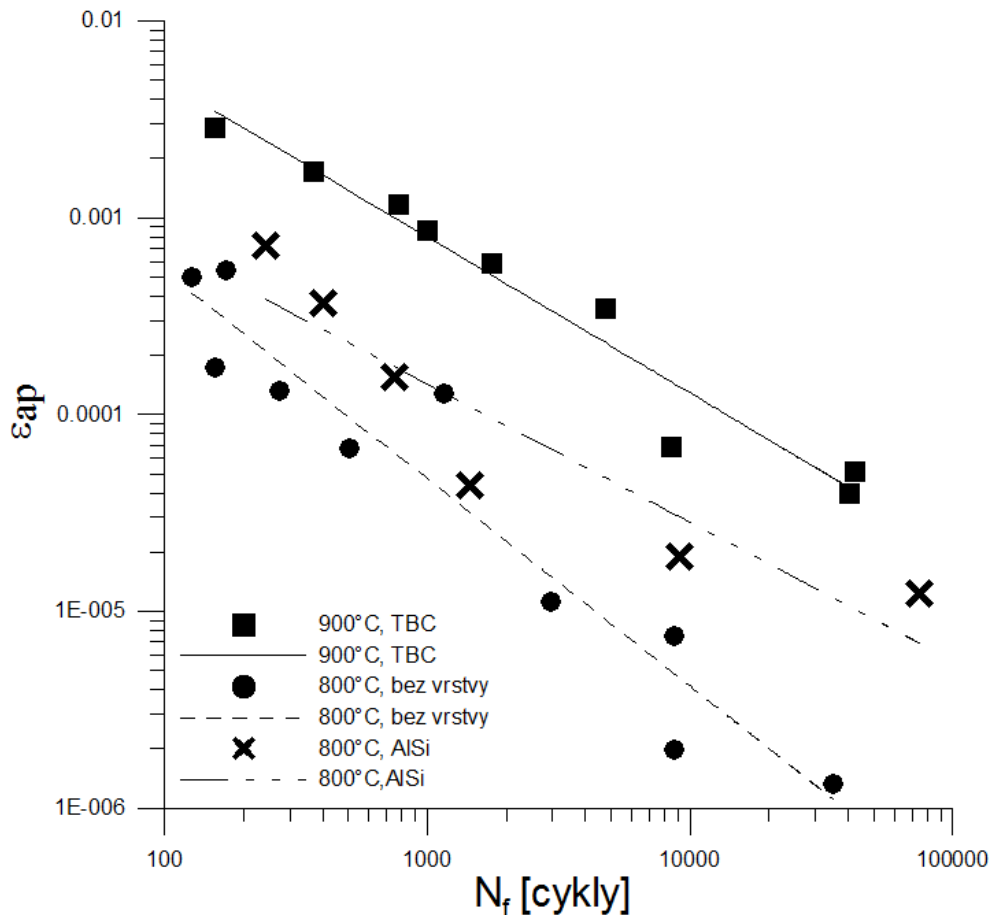


Obr. 10.1 Závislost počtů cyklů do lomu  $N_f$  na amplitudě celkové deformace  $\varepsilon_{ac}$  v %

Na obr. 10.1 je v logaritmické prezentaci uvedena závislost počtu cyklů do lomu  $N_f$  na amplitudě celkové deformace  $\varepsilon_{ac}$  pro TBC/900, AlSi/800 a bare/800. Lze pozorovat, že sklon křivek pro AlSi/800 a bare/800 je stejný. Hodnoty jsou velice podobné a leží v rámci experimentálního rozptylu.

Křivka pro TBC/900 má jinou směrnici, protíná závislosti AlSi/800 a bare/800 a určuje tak tři oblasti. V oblasti nejvyšších amplitud celkové deformace  $\varepsilon_{ac}$  lze pozorovat, že TBC/900 vykazuje vyšší počet cyklů do lomu  $N_f$  v porovnání s AlSi/800 a bare/800. Ve střední oblasti jsou všechny varianty (AlSi/800, bare/800 a TBC/900) rovnocenné. V oblasti nízkých hodnot  $\varepsilon_{ac}$  je naopak počet cyklů do lomu u systému TBC/900 snížen.

Hodnoty TBC/900 se rovněž vyznačují menším rozptylem naměřených hodnot. Tato skutečnost se projevuje u všech srovnávaných vlastností. Příčinu tohoto chování lze spíše než aplikaci tepelné bariéry přisuzovat kvalitnějšímu procesu vakuového odlévání zkušebních tyčí použitých pro tuto práci a pro srovnávané práce [37,51]. Velikost zrna bylo pro případ TBC/900 v průměru 4x menší než pro AlSi/800, bare/800 a bare/23.



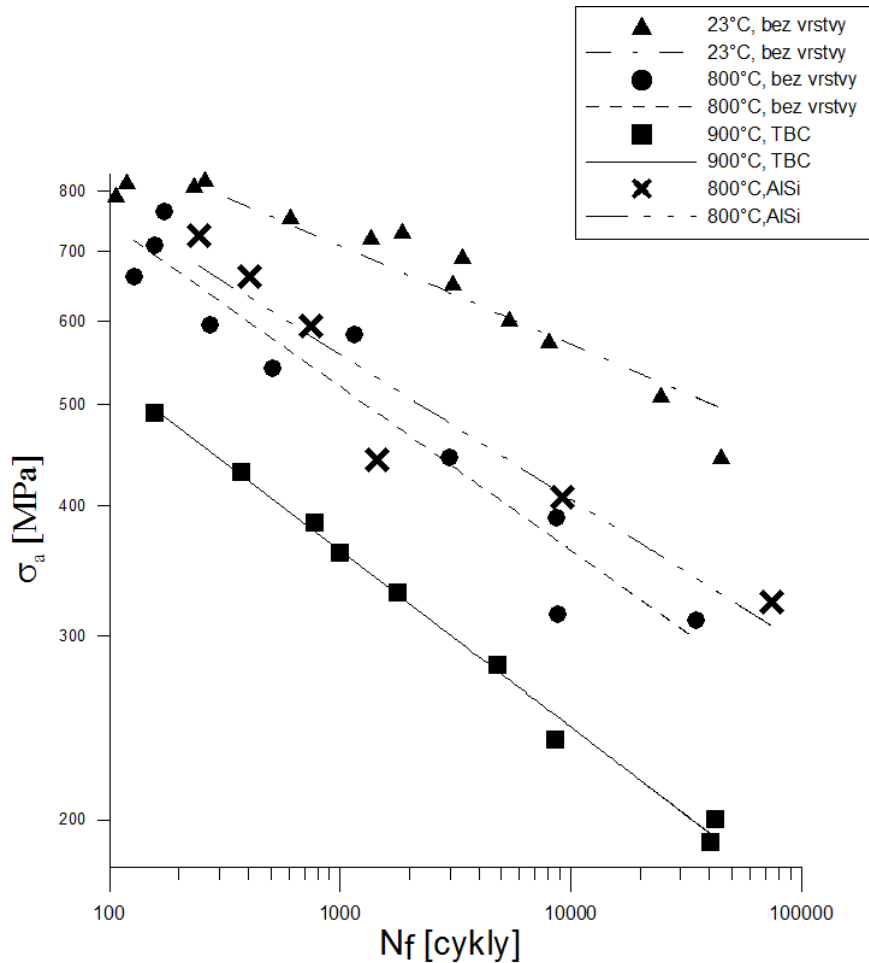
Obr. 10.2 Manson - Coffinovy závislosti srovnávaných experimentů

Odlišné chování lze pozorovat, pokud se do souvislosti počtem cyklů do lomu nebude uvažovat deformace celková ale plastická (obr. 10.2). V tomto případě vykazuje TBC/900 pro danou hodnotu plastické deformace  $\epsilon_{ap}$  vždy vyšší počet cyklů do lomu  $N_f$ . Tato skutečnost může být v prvním pohledu chápána jako pozitivní, ovšem zde se musí počítat s teplotním rozdílem. Ten způsobuje vyšší plasticitu materiálů. Pro dosažení určité hodnoty plastické deformace stačí menší napětí. Snížení napěťové odezvy lze pozorovat na obr. 10.3 v grafickém vyjádření Basquinova zákona.

### Fraktografie lomových ploch

Fraktografické hodnocení proběhlo na 3 vzorcích s odlišnou hodnotou celkové deformace. Zkouška LC - 010 byla vystavena nejvyšší amplitudě deformace  $\epsilon_{ap} = 0,34\%$  a počet cyklů do lomu  $N_f$  se rovnal 1000 cyklům. Parametry zkoušky LC - 014:  $\epsilon_{ap} = 0,16\%$ ,  $N_f = 8517$ . Zkouška LC - 019 vykazovala nejvyšší počet cyklů do lomu  $N_f = 40\,330$  při  $\epsilon_{ap} = 0,14\%$ .

Společným jmenovatelem lomových ploch byla nepřítomnost slévárenských defektů. Na všech pozorovaných plochách jsou přítomny rozměrné částice oxidů  $Al_2O_3$  na rozhraní mezi tělesem zkušební tyče a vazebnou intermetalickou vrstvou. Původ těchto částic je z otryskání povrchu před samotným APS nanášením tepelné bariéry. Všechny pozorované fraktografické plochy byly silně zoxidované. Všechny hodnocené zkoušky byly ukončeny lomem zkušební tyče, která způsobila částečné odtržení tepelné bariéry od zkušební tyče. V oblasti tvárného dolomení jsou na lomové ploše pozorovány karbidy typu MC. Toto reflektuje skutečnost, že vznik nového povrchu při tvárném porušení hledá cestu nejmenší energetické náročnosti.



Obr. 10.3 Basquinova závislost srovnávaných experimentů

Ze členitosti lomové plochy lze usuzovat na velký počet zárodečných trhlin. Největší reliéfnost byla pozorována u zkoušky LC - 014 a nejmenší u zkoušky LC - 019. Toto pozorování dobře koresponduje s hodnotou řízené deformace při cyklickém zatěžování.

S využitím podélných řezů byl nastíněn mechanismus iniciace a šíření únavových trhlin v systému TBC bariéra - IN713LC. Popsaný mechanismus uvedený v této práci lze podpořit kvantifikací trhlin. Tato kvantifikace není součástí této práce, ale byla provedena v rámci projektů GA ČR 107/12/1922 a „CEITEC - Středoevropský technologický institut“ (CZ.1.05/1.1.00/02.0068) z Evropského fondu regionálního rozvoje. Článek shrnující výsledky kvantifikace trhlin byl v době zveřejnění této práce recenzován a shoduje se závěry této práce.

### Iniciace trhlin

Přednostní oblastí iniciace trhlin je rozhraní YSZ/CoNiCrAlY. U zkoušek LC-010 a LC - 014, které byly vystaveny oxidačnímu prostředí kratší dobu, dochází k iniciaci na jednotlivých oxidech v rozhraní. Souvislá vrstva TGO se nestihla vytvořit. Lze pozorovat praskliny a delaminaci na tomto rozhraní. Praskliny často vycházejí z přítomných oxidů. U zkoušky LC -019, která byla vystavena oxidačnímu prostředí nejdelší dobu je již na tomto rozhraní souvislá vrstva TGO, která je přednostním místem

iniciace. Oxidační atmosféra se k vazebné vrstvě dostává přes četné praskliny ve vrstvě YSZ. Vlivem cyklického zatěžování a zvýšené teploty dochází k sintrování této keramické vrstvy.

Pouze u zkoušky LC - 010 s nejvyšší amplitudou aplikované deformace byla pozorována iniciace z oxidů  $Al_2O_3$  na rozhraní mezi vazebnou intermetalickou vrstvou a základním materiálem – IN713LC. Tento mechanismus je ale výrazně minoritní. Další případná možnost iniciace uvnitř vazebné vrstvy CoNiCrAlY nebyla na podélném řezu pozorována.

### Šíření trhlin

Po iniciaci na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY se trhlina šíří přes vazebnou vrstvu kolmo na směr zatěžování. Zejména u zkoušky LC - 019 bylo pozorováno odklonění trhliny přes vnitřní síť oxidů a defektů v této vrstvě. Tato síť byla díky nejdelší expozici oxidačnímu prostředí u vzorku LC - 019 nejvýraznější. Tímto způsobem se trhliny šíří až na spodní rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC.

Po tom co trhlina dosáhne tohoto rozhraní, mohou obecně nastat dvě možnosti:

- a) trhlina projde bez změny směru šíření do substrátu
- b) na rozhraní dojde ke změně směru šíření, trhlina způsobí delaminaci tepelné bariéry a do substrátu se rozšíří z jiného místa rozhraní.

První možnost (a) byla pozorována pouze u zkoušky LC - 019. Tento způsob šíření lze vysvětlit tím, že na spodním rozhraní je rovněž přítomná souvislá vrstva TGO, která oslabuje toto rozhraní. Ke změně směru šíření tedy není důvod. To, že nedochází ke změně šíření lze dokumentovat i z lomové plochy. Mezi tepelnou bariérou a tělesem zkušební tyče není patrný výškový rozdíl.

Možnost (b) byla pozorována u zkoušek LC - 010 a LC - 014. Zde není souvislá vrstva TGO na spodním rozhraní přítomna. Trhlina na rozhraní tak hledá oslabené místo a šíří se v rozhraní. Na fraktografickém rozboru se toto šíření projevuje výrazným výškovým rozdílem mezi tepelnou bariérou a tělesem zkušební tyče - zejména u zkoušky LC -010 s nejvyšší aplikovanou amplitudou napětí. Změna směru šíření zpět kolmo na směr zatěžování do substrátu nastává nejčastěji na oxidech  $Al_2O_3$  po otryskání (obr. 9.29), nebo na jinak oslabeném místě (obr. 9.19 a 9.28). Na tomto rozhraní dochází tedy k reiniciaci trhliny.

V základním materiálu IN713LC poté dochází ke spojení zárodečných trhlin, až se jedna z nich stane trhlinou magistrální a rozšíří se přes podstatnou část průměru zkušební tyče. Dolomení probíhá tvárným mechanismem - mezidendriticky po karbidech MC.

Při srovnání s literaturou [43,57,58] je patrné, že pozorovaný mechanismus a iniciace šíření trhlin je odlišný. S odvoláním především na práci [43] lze základní rozdíly pozorovat v místě iniciace trhlin. V této práci, na rozdíl od předchozích, nebyly pozorovány trhliny iniciované na vnějším povrchu horní keramické vrstvy.

Šíření trhlin v této práci není spojeno s výraznou delaminací mezi nanášenými vrstvami a substrátem jako v práci [43]. Pro šíření trhlin v rámci experimentů této práci je typická lokální delaminace, která způsobuje reiniciaci trhliny na rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC.



## 11. ZÁVĚRY

Výsledky zkoušek nízkocyklové únavy materiálu IN713LC s aplikovanou tepelnou bariérou, fraktografické hodnocení lomových ploch a pozorování osových podélných řezů zkušebních tyčí, společně s diskuzí získaných výsledků s technickou literaturou a příbuznými experimenty vedlo k následujícím závěrům:

### Zkoušky nízkocyklové únavy

- Průběh křivek změkčení/zpevnění má pro všechny úrovně deformace stejný průběh. Stabilní, velice mírně klesající napěťová odezva trvá většinu únavového života. V závěru je nahrazena změkčením, které je spojeno již s šířením únavové trhliny.
- Parametry cyklické deformační křivky a křivek životnosti - Basquinovy a Manson-Coffinovy závislosti byly určeny lineární regresní analýzou s vysokou hodnotou koeficientu determinace  $R^2$ . Malý rozptyl určených hodnot je způsoben menším průměrem a rovnoměrnější velikostí zrn zkoušeného materiálu.
- Tranzitní počet cyklů pro IN713LC s tepelnou bariérou je 157. Většinu únavového života je tedy zatěžován převažující složkou elastické deformace.
- Napěťová odezva je pro interval celkové deformace 0,14 až 0,65 % v rozmezí 191 až 491 MPa. Oproti napěťové odezvě IN713LC s difúzní vrstvou AlSi je pokles v celém rozsahu životnosti 150 až 250 MPa. Ve srovnání s materiálem bez povrchové úpravy a při pokojové teplotě klesá hodnota napěťové odezvy až na 2/3 pro nejmenší amplitudy zatěžování.
- Amplituda plastické deformace IN713LC s tepelnou bariérou při 900°C je při podobné životnosti výrazně (až řádově) vyšší než v literatuře uváděná hodnota pro IN713LC s aplikovanou vrstvou AlSi i bez vrstvy při 800°C.
- Pro nejvyšší amplitudy celkové deformace je životnost IN713LC s tepelnou bariérou při 900°C delší ve srovnání s IN713LC při 800°C s a bez difúzní vrstvy AlSi.
- Pro nejnižší amplitudy celkové deformace je životnost IN713LC s tepelnou bariérou při 900°C kratší ve srovnání s IN713LC při 800°C s a bez difúzní vrstvy AlSi.

### **Fraktografické hodnocení lomových ploch**

- Na lomových plochách nejsou přítomné slévárenské defekty. Silná oxidace povrchu zabraňuje pozorování striací. Dolom probíhá tvárným mechanismem cestou nejmenší energetické náročnosti po karbidech typu MC.
- Členitost lomových ploch značí velký počet zárodečných trhlin. S rostoucí amplitudou deformace roste členitost lomové plochy.

### **Iniciace trhlin**

- Přednostní oblastí iniciace trhlin je rozhraní YSZ/CoNiCrAlY. Na tomto rozhraní dochází k delaminaci. Při nejdelší životnosti vzniká na tomto rozhraní souvislá vrstva oxidů TGO.

### **Šíření trhlin**

- Šíření trhlin ve vazebné vrstvě CoNiCrAlY probíhá kolmo k povrchu. Zvýrazněná síť oxidů uvnitř vrstvy usměrňuje šíření trhlin
- Přes spodní rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC trhlina projde bez změny směru šíření v případě, je-li na tomto rozhraní přítomná souvislá vrstva TGO.
- Přes spodní rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC trhlina projde se změnou směru šíření v případě, není-li na tomto rozhraní přítomná souvislá vrstva TGO. Trhlina tak hledá oslabené místo a šíří se v rozhraní. Dochází k reinicaci trhliny. Změna směru šíření zpět kolmo na směr zatěžování do substrátu nastává nejčastěji na oxidech Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> po otryskání.

## POUŽITÁ LITERATURA

- [1] FIALA, J.; KRAUS, I. *Povrchy a rozhraní*. 1. vydání, Česká technika - nakladatelství ČVUT, Brno, 2009. 299s, ISBN 978 - 80 - 01 - 04248 - 9.
- [2] KLESNIL, M.; LUKÁŠ, P. *Únava kovových materiálů při mechanickém namáhání*. 1. vydání, Academia Praha, 1975. 222 s.
- [3] LUKÁŠ, P.; KLESNIL, M. *Phys. stat. sol.* 21, 1967, 717.
- [4] POLÁK, J.: *Cyclic plasticity and low cycle fatigue life of metals*, 2. vydání, Academia Praha, 1991.
- [5] LANDGRAF, R. W.; MORROW, J.; ENDO, T. *Materials* 4, 1969, 176.
- [6] YOSHIDA, A.; UEMURA, M.; KAWABE, H.; YAMADA, T. In *Sborník Proc. 13th Japan Congress on Materials Research*, 1970, s. 58.
- [7] IVANOVA, V. S.; ORLOV, L. G.; TERENCEV, V. T.; POJDA, V. G. *Fizika metalov i metalovedenie* 33, 1972, 627.
- [8] POLÁK, J. Moderní principy predikce únavové životnosti materiálů a konstrukčních dílů, In: *Životnost materiálů a konstrukcí 2006*, UFM AV ČR, Brno, 2006, str. 7-14, ISBN 80-239-6751-7.
- [9] MAY, A. N. A Model of Metal Fatigue, *Nature*, 185 ,1960, 303.
- [10] LIN, T. H.; ITO, Y. M. Mechanics of Fatigue Crack Nucleation Mechanism, *J. Mech. Phys. Solids*, 17 (1969) 511 – 523.
- [11] NEUMAN, P. Coarse Slip Model of Fatigue, *Acta Metallurgica*, 17 (1969) 1219 – 1225.
- [12] LUKÁŠ, P., KLESNIL, M. In *Corrosion Fatigue*, Ed.O.F.Devereux et al. NACE 1972, s. 118.
- [13] THOMPSON, N., WADSWORTH, N. *Adv. Phys.:*7 (1958), 72.
- [14] FUJITA, F. E. *Acta Met.* 6 (1958) 543.
- [15] TANAKA, T., KOSUGI, M. In *Basic question in fatigue*, ed. J.T. Fong, R.J. Fields, ASTM STP 924, Vol. 1, ASTM, Philadelphia, 1988, pp. 98-119.
- [16] SOMMER, C., MUGHRABI, H., LOCHNER, D. *Acta Mater.*, 46, (1998), 1537.
- [17] POLÁK, J. Iniciace únavových trhlin v monokrystalech kovů. *Kovové materiály* 4, 1986, 24 s.
- [18] POLÁK, J. *Mater. Sci. Eng.*, 92. 1987. 71.
- [19] NEUMANN, P.: Fatigue. In: *Physical Metallurgy*. Edit. R. W. Cahn and P. Haasen, 3rd edithion, Chapter 24, Amsterdam, 1983, p. 1554.

## Použitá literatura

- [20] STEPHENS, R.I. et al. *Metal Fatigue in Engineering*. Second Edition, Canada, John Wiley & Sons, Inc., 2001. 472 s.
- [21] VELES, P. *Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov*. 1. vydání, Alfa, Bratislava, 1985. 401s.
- [22] PARIS, P. C., ERDOGAN, F. *Eng.* 85, 1963, 528.
- [23] POKLUDA, J., KROUPA, F., OBDRŽÁLEK, L. *Mechanické vlastnosti a struktura pevných látek*, 1. vydání, PC-DIR spol. s r.o. - Nakladatelství, Brno, 1994. 387s, ISBN 80 - 214 - 0575 - 9.
- [24] BRADLEY, E. F. *Superalloys, A Technical Guide*. ASM International. 1988. 256s.
- [25] BROOKS, CH. R. *Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys*. ASM Ohio, USA, 1995. 419 s. ISBN 0-87170-138-3.
- [26] DAVIS, J. R. *ASM Speciality Handbook: Nickel, Cobalt, and their Alloys*. ASM International, Ohio, USA, 2000. 421 p. ISBN 0-87170-658-7.
- [27] ZÝKA, J.: *Využití niklových superslitin –příklady výzkumu a výroby v ČR.*, Konference JuveMatter 2011, UJP Praha.
- [28] BHADESHIA: *The superalloys*. Dostupné z <<http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/nickel.html>>. 2006.
- [29] DURAND-CHARRE, M. *The Microstructure of Superalloys*. Gordon & Breach Science Publishers, Amsterdam, 1997. 121 p.
- [30] DONACHIE, M. J. *Superalloys. A technical guide*. 2nd ed. Materials Park, ASM International 2002. 437 s. ISBN 0-87170-749-7.
- [31] NĚMEC, K.: *Vliv podmínek zatěžování na strukturu a vlastnosti litých niklových superslitin*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2005.
- [32] Jonšta, Z.: *Žárupevné oceli a slitiny*. 1.vydání. Žilina, ZUSI 2002. 389 s. ISBN 80-968605-6-9.
- [33] NABARRO, F. R. N., CRESS, C. M., KOTSHY, P. *The thermodynamic driving force for rafting in superalloys. Acta mater.* Vol. 44, No.8, 1996, p. 3189. Dostupné z [www](http://www.elsevier.com) <<http://www.elsevier.com>>.
- [34] PETRENEC, M., OBRTLÍK, K., POLÁK, J. *Inhomogeneous dislocation structure in fatigued Inconel 713 LC superalloy at room and elevated temperatures*. *Mater. Sci. Eng., A* 400-401, 2005, pp 485-488.
- [35] MRÁZEK, M. *Technologie přesného lití. Slévárenství. Zářij-říjen 2008, roč. LVI, č. 9-10, s. 468-470. ISSN 0037-6825.*
- [36] ZÁDĚRA, A. *Krystalizace superslitiny na bázi niklu typu INC 713 LC*. Diplomová práce v oboru „Strojářská technologie – slévárenství“. Brno: VUTFSI, Ústav strojářské technologie – odbor slévárenství. 2004. 76s.

## Použitá literatura

- [37] JULIŠ, M.: *Nízkocyklová únava vybraných niklových superslitin za vysokých teplot*. Disertační práce na ÚMVI, FSI VUT v Brně, 2008. 107 s
- [38] ŘIČÁNKOVÁ, V. *Využití obrazové analýzy při hodnocení degradace niklových superslitin*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2008. 65 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Karel Němec, Ph.D.
- [39] YANAGIDA, H., KOUMUTO, K., MIYAYAMA, M. *The chemistry of ceramics*. John Eley & Sons, 1996. ISBN 0-471-95627-9.
- [40] DAVIS, J.R.: Protective Coatings for Superalloys, In *ASM Speciality Handbook: Heat-Resistant Materials*, ASM International, Ohio, USA, 1997. p. 335 - 344.
- [41] GOWARD, G.W; SEIGLE, L.L. Diffusion Coatings for Gas Turbine Engine Hot Section Parts. In *Surface Engineering, ASM Handbook*. ASM International, Ohio, USA, 1994. p. 611 - 617.
- [42] JONES, R.L.: Thermal Barrier Coatings, In *Metallurgical and Ceramic Protective Coatings*, K.H. Stern, Ed., Chapman & Hall, 1996, p 194-235.
- [43] WAKI H., KOBAYASHI A.: *Influence of the mechanical properties of CoNiCrAlY under-coating on the high temperature fatigue life of YSZ thermal-barrier-coating system*, In *Vacuum*, Volume 83, Issue 1, 4 September 2008, Pages 171-174, ISSN 0042-207X, 10.1016/j.vacuum.2008.03.063.  
Dostupné z: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0042207X08001772>>
- [44] FLAME SPRAY TECHNOLOGIES. About Thermal Spray [online]. [cit. 2013-5-22]. Dostupné z: <[http://www.fst.nl/upload/documents/PDF%20for%20download/FST\\_poster\\_A1\\_web.pdf](http://www.fst.nl/upload/documents/PDF%20for%20download/FST_poster_A1_web.pdf)>.
- [45] ŠIELDBERGER, R. Optimalizace parametrů nástřiku elektrickým obloukem. Brno, 2008. 76p. Diplomová práce na FSI VUT na Ústavu strojírenské technologie.
- [46] ENGLAND, G. Thermal spraying Process [online]. [cit. 2013-5-22]. Dostupné z : <<http://www.gordonengland.co.uk/homepage.htm>>.
- [47] VITTAL V. P., INDRANEEL V. F., SOHYUNG CH., JOGENDER S. *Rapid manufacturing of rhenium components using EB-PVD*, In *Rapid Prototyping Journal*, Vol. 11, Iss: 2, 2005, pp.66 - 73.
- [48] GELL, M., DUHL, D. N., GUPTA, D. K., SHEFFLER, K.D. *Advanced Superalloy Airfoils*, In *J.Met.*, 1987, p. 11-15.
- [49] PROCHÁZKA, T.: *Vliv chemického složení a vlastnosti povrchu na chování litých niklových superslitin*. Diplomová práce na ÚMVI FSI VUT v Brně, 2007, 63 str.
- [50] TAMARIN, Y.: *Protective Coatings for Turbine Blues - Technological Processes for Deposition of Protective Coatings to Turbine Blades*. ASM International, 2002. pp 25-54. ISBN 0-087170-759-4.

## Použitá literatura

[51] OBRTLÍK K., POSPÍŠILOVÁ S., JULIŠ M., PODRÁBSKÝ T., POLÁK J. *Fatigue behavior of coated and uncoated cast Inconel 713LC at 800°C*, International Journal of Fatigue, Volume 41, August 2012, Pages 101-106, ISSN 0142-1123, 10.1016/j.ijfatigue.2011.12.010.

Dostupné z: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142112311003331>>.

[52] JULIŠ M., et al. *Influence of Al-Si diffusion coating on low cycle fatigue properties of cast superalloy Inconel 738LC at 800 °C*, Key Engineering Materials, Vols. 488-489, September 2011, Pages 307 - 310, doi:10.4028/www.scientific.net/KEM.488-489.307.

[53] STEKOVIC, S., ERICSSON, T., JOHANSSON, S. *Comparison of low cycle fatigue properties of two coated single crystal nickel-base superalloys CMSX-4 and SCB*, Oral reference: FT113, Elsevier, 2006.

[54] BICEGO, V., BONTEMPI, P., TAILOR, N. *Low cycle fatigue and thermomechanical fatigue behaviour of coated and uncoated Inc738 superalloy*, Low cycle fatigue and elasto-plastic behaviour of materials, Elsevier Science Ltd., 1998, pp. 137-142.

[55] KEYVANI, A., et al. *A comparison on thermomechanical properties of plasma-sprayed conventional and nanostructured YSZ TBC coatings in thermal cycling*, Journal of Alloys and Compounds, Volume 541, 15 November 2012, Pages 488-494, ISSN 0925-8388, 10.1016/j.jallcom.2012.06.062.

Dostupné z: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925838812010444>>.

[56] HAYNES, J.A., LANCE, M.J., PINT, B.A., WRIGHT I.G. *Characterization of commercial EB-PVD TBC systems with CVD (Ni,Pt)Al bond coatings*, Surface and Coatings Technology, Volumes 146–147, September–October 2001, Pages 140-146, ISSN 0257-8972, 10.1016/S0257-8972(01)01483-9.

Dostupná z: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897201014839>>.

[57] RAY A. K., DWARAKADASA E. S., DAS D.K., RANGANATH V.R., GOSWAMI B., SAHU J.K., WHITTENBERGER J.D. *Fatigue behavior of a thermal barrier coated superalloy at 800 °C*, Materials Science and Engineering: A, Volume 448, Issues 1–2, 15 March 2007, Pages 294-298, ISSN 0921-5093, 10.1016/j.msea.2006.10.035.

Dostupné z <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509306021939>>.

[58] JINNESTRAND M., BRODIN H., *Crack initiation and propagation in air plasma sprayed thermal barrier coatings, testing and mathematical modelling of low cycle fatigue behaviour*, Materials Science and Engineering: A, Volume 379, Issues 1–2, 15 August 2004, Pages 45-57, ISSN 0921-5093 10.1016/j.msea.2003.12.063.

Dostupné z <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509304000966>>.

[59] OBRTLÍK, K., a kol.: *Zkoušky nízkocyklové únavy materiálů za zvýšených teplot*, In *Životnost materiálů a konstrukcí 2006*, ÚFM AV ČR, Brno, 2006.

[60] ŠULÁK, I.: *Vliv Al a Al-Si vrstvy na únavové vlastnosti niklové superslitiny IN713LC za teploty 800 °C*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2011. 58 s. Vedoucí bakalářské práce prof. Ing. Tomáš Podrábský, CSc.

## SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

AlSi	difúzní vrstva hliníku a křemíku
APS	atmosférický plasmatický nástřik (air plasma spraying)
CDK	cyklická deformační křivka
CoNiCrAlY	vazebná vrstva tepelné bariéry složená z kobaltu, niklu, chromu, hliníku a yttria
DBTT	tranzitní teplota tvárně-křehkého přechodu (ductile to brittle transition temperature)
EB-PVD	depozice z pevné fáze aktivovaná elektronovým paprskem (elektron beam physical vapor deposition)
FCC	plošně centrovaná kubická mřížka (face centered cubic)
HP/HVOF	vysokotlakový/vysokorychlostní kyslíkový plamen (high-pressure / high-velocity oxygen fuel)
IN713LC	experimentální superslitina Inconel 713 Low Carbon
LPPS	plasmový nástřik při nízkém tlaku ( low-pressure plasma spraying)
NCÚ	nízkocyklová únava
PSP	perzistentní skluzové pásmo
PSS	perzistentní skluzová stopa
PS TBC	plasmou nanášené tepelné bariéry (plasma sprayed thermal barrier coatings)
TCP	těsně uspořádané nežádoucí fáze (topo closed packet)
TGO	tepelnou expozicí vzniklá vrstva oxidů (thermally grown oxide)
TBC	tepelná bariéra (thermal barrier coatings)
YSZ	oxidem $Y_2O_3$ stabilizovaný oxid zirkoničitý (yttria stabilized zirconia)
TBC/900	zkoušky NCÚ na IN713LC při teplotě 900°C s aplikovanou TBC bariérou
AlSi/800	zkoušky NCÚ na IN713LC při teplotě 800°C s aplikovanou AlSi vrstvou
bare/800	zkoušky NCÚ na IN713LC při teplotě 800°C bez povrchové úpravy
bare/RT	zkoušky NCÚ na IN713LC při pokojové teplotě bez povrchové úpravy

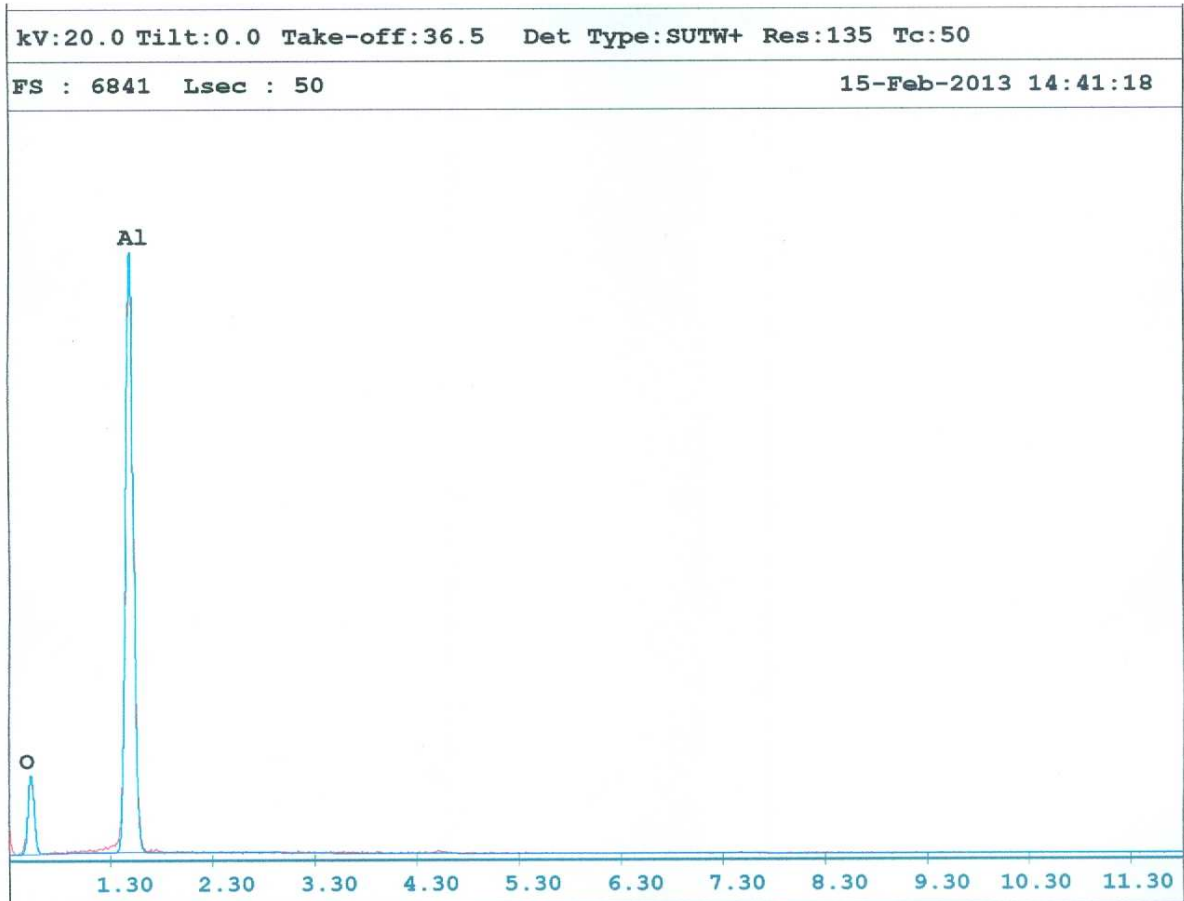
## Seznam použitých zkratk a symbolů

$A, \beta$	materiálové parametry vystupující v Parisově zákoně
$b$	exponent únavové pevnosti vystupující v Basquinově zákoně
$c$	exponent únavové tažnosti vystupující v Manson - Coffinově zákoně
$K'$	koeficient cyklického zpevnění [MPa]
$K_a$	amplituda součinitele intenzity napětí [ $\text{MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$ ]
$K_{ap}$	prahová hodnota amplitudy součinitele intenzity napětí [ $\text{MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$ ]
$N_c$	počet cyklů pro smluvní mez únavy
$N_f$	počet cyklů do lomu
$N_t$	tranzitní počet cyklů
$n'$	exponent cyklického zpevnění
$\Delta K$	rozkmít faktoru intenzity napětí [ $\text{MPa}\cdot\text{m}^{-1/2}$ ]
$a_{\gamma'}$	mřížkový parametr precipitující fáze [nm]
$a_{\gamma}$	mřížkový parametr matrice [nm]
$\gamma$	matrice, tuhý roztok niklu a chrómu
$\gamma'$	koherentní vytvrzující fáze $\text{Ni}_3\text{Al}$
$\gamma''$	koherentní vytvrzující fáze $\text{Ni}_3\text{Nb}$
$\gamma_{SF}$	energie vrstevné chyby [ $\text{mJ}\cdot\text{m}^{-2}$ ]
$\epsilon_{ae}$	amplituda elastické deformace [%]
$\epsilon_{ac}$	amplituda celkové deformace [%]
$\epsilon_{ap}$	amplituda plastické deformace [%]
$(\epsilon_{ap})_{sat}$	saturovaná hodnota amplitudy plastické deformace [%]
$\epsilon'_f$	koeficient únavové tažnosti
$\eta$	fáze $\text{Ni}_3\text{Ti}$ s nevhodnou morfologií
$\mu$	fáze $(\text{Co}, \text{Fe}, \text{Ni})_7(\text{Mo}, \text{W}, \text{Cr})_6$ s nevhodnou morfologií
$\pi$	fáze $\text{Ni}_3(\text{AlTa})$ s nevhodnou morfologií
$\sigma$	fáze $(\text{FeCr})$ s nevhodnou morfologií
$\sigma_a$	amplituda napětí [MPa]
$\sigma_c$	mez únavy [MPa]
$(\sigma_a)_{sat}$	saturovaná hodnota amplitudy napětí [MPa]
$\sigma'_f$	koeficient únavové pevnosti



# PŘÍLOHY

Příloha 1 - EDS analýza rozměrných částic na rozhraní CoNiCrAlY/IN713LC



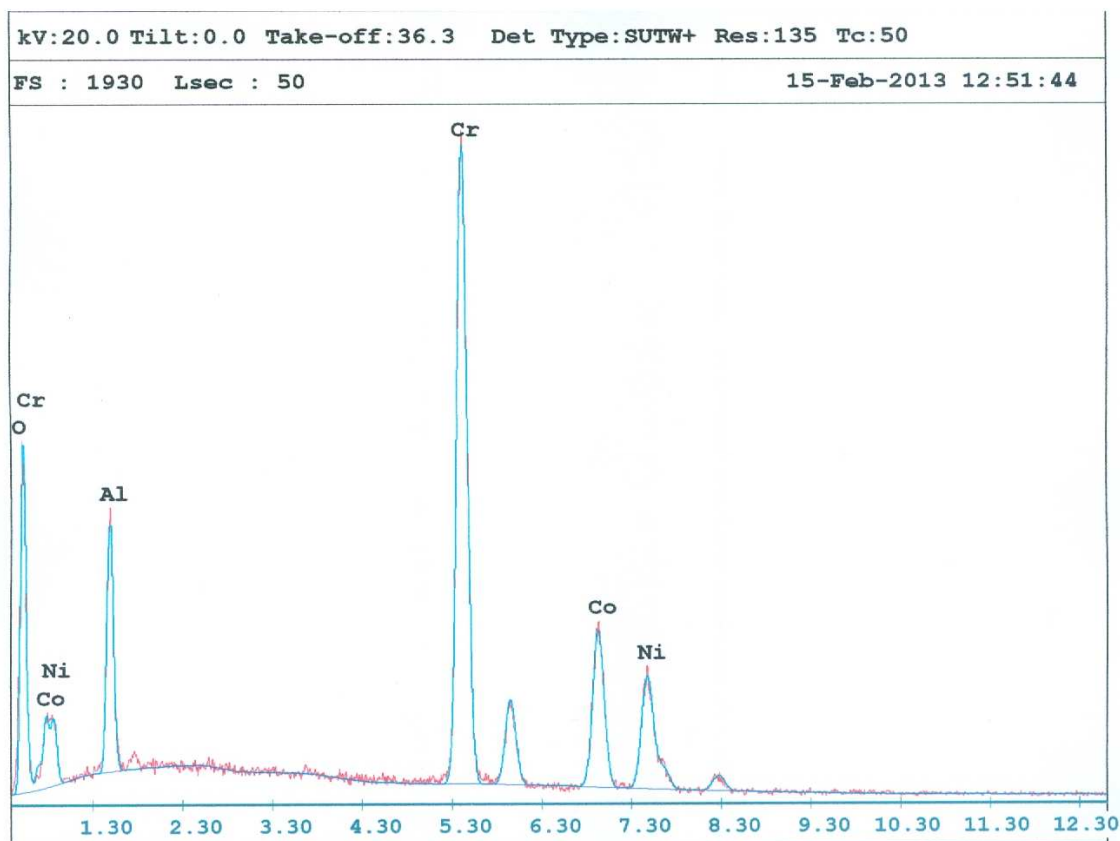
EDAX ZAF Quantification (Standardless)  
 Element Normalized  
 SEC Table : Default  
 Coating Correction Used : Element : C , Factor : 14.00

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
O K	33.50	45.94	0.1211	1.0475	0.3447	1.0010
AlK	66.50	54.06	0.5323	0.9754	0.8207	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
O K	88.76	2.34	1.54	37.93
AlK	842.66	5.52	0.49	152.66

Příloha 2 - EDS analýza TGO oxidů na rozhraní



EDAX ZAF Quantification (Standardless)

Element Normalized

SEC Table : Default

Coating Correction Used : Element : C , Factor : 14.00

Element	Wt %	At %	K-Ratio	Z	A	F
O K	17.39	39.28	0.0870	1.1232	0.4446	1.0026
AlK	9.36	12.55	0.0375	1.0446	0.3830	1.0006
CrK	39.08	27.17	0.3880	0.9572	0.9941	1.0434
CoK	18.37	11.27	0.1645	0.9394	0.9535	1.0000
NiK	15.80	9.73	0.1485	0.9740	0.9650	1.0000
Total	100.00	100.00				

Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B
O K	112.32	3.38	1.37	33.23
AlK	104.88	15.92	1.58	6.59
CrK	397.06	11.76	0.73	33.76
CoK	105.90	9.70	1.49	10.92
NiK	80.24	8.80	1.74	9.12