

ABSTRAKT

Systémy tepelných bariér na bázi oxidu zirkoničitého stabilizovaného oxidem yttritým patří mezi komerčně nejrozšířenější povrchové úpravy nacházející praktické uplatnění v leteckých motorech a pozemních energetických turbínách. Účelem tepelných bariér je primárně ochrana substrátu před působením vysokých teplot a rovněž zvýšení jeho oxidační odolnost. V současné době v relaci k poměrně častým sopečným erupcím a zvyšující se intenzitě letecké dopravy v pouštních oblastech je upírána pozornost směrem k novým povlakům, které budou odolávat tzv. CMAS poškození a zároveň budou splňovat nejpřísnější požadavky leteckého průmyslu.

Speciálně pro tuto práci byly vyvinuty dva nové experimentální povlaky sestávající ze tří na sebe navazujících vrstev, z nichž svrchní dvě tvoří tepelně izolační keramický povlak. U první varianty povlaku použitého pro izotermické zkoušky je nejsvrchnější vrstva tvořena směsí mullitu a hexacelsianu v poměru 70/30 hm. %. Druhý typ nejsvrchnějšího povlaku, který byl použit pro termomechanické zkoušky, tvořila směs $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13} + \text{MgAl}_2\text{O}_4 + \text{BaCO}_3$. Na svrchní vrstvy povlaku navazuje komerčně nejvyužívanější oxidem yttritým stabilizovaný oxid zirkoničitý. Metalický povlak, který je přímo deponovaný na substrát niklové superslitiny MAR-M247 je na bázi CoNiCrAlY a plní kompenzační funkci mezi mechanickými vlastnostmi niklové superslitiny a svrchního keramického povlaku. Systém tepelné a environmentální bariéry byl deponován technologií plasmatického nástřiku (APS).

Hlavním cílem této práce bylo hodnocení vlivu nově vyvinuté tepelné a environmentální bariéry, která má vysoký potenciál při ochraně povrchu komponent v agresivním prostředí, na izotermické a termomechanické únavové chování niklové superslitiny MAR-M247. Únavové zkoušky byly provedeny nejprve na nepovlakovaném materiálu a následně na povlakované superslitině v režimu řízení deformace s konstantní amplitudou celkové deformace. Byly zaznamenány křivky zpevnění/změkčení, cyklické deformační křivky a křivky životnosti v reprezentaci amplitudy celkové deformace, amplitudy plastické deformace a amplitudy napětí na počtu cyklů do lomu.

Mikrostrukturní analýza superslitiny MAR-M247 a nových experimentálních povlaků byla provedena ve skenovacím elektronovém mikroskopu. Byla identifikována místa iniciace a byl popsán proces šíření únavových trhlin. Dislokační struktury povlakované i nepovlakované superslitiny byly studovány v transmisním elektronovém mikroskopu.

Hlavním přínosem této dizertační práce jsou zjištěné parametry nízkocyklové únavy povlakované a nepovlakované superslitiny MAR-M247 a identifikace mechanismů poškození pro jednotlivé druhy zatěžování. Dosažené výsledky umožní přesnější odhady zbytkové životnosti součásti a bezpečnější provoz vysokoteplotních zařízení.

KLÍČOVÁ SLOVA

Niklová superslitina MAR-M247, tepelný a environmentální povlak, izotermická a termomechanická únava, napěťově-deformační odezva materiálu, křivky životnosti, degradace materiálu

ABSTRACT

Yttria-stabilized zirconia-based thermal barrier coating systems are the most widely used commercial coatings in the industry, with practical applications in aircraft engines and land-based power turbines. The purpose of thermal barriers is primarily to protect the substrate from high temperatures and also to increase its oxidation resistance. Currently, concerning the relatively frequent volcanic eruptions and increasing air traffic intensity in desert areas, increased attention is being paid to the development of new thermal and environmental coatings that will withstand the so-called CMAS attack and still successfully meeting the strictest requirements of the aerospace industry.

Two newly developed experimental coatings consisting of three successive layers have been developed for this work. The upper two layers are thermal insulating ceramic coatings, where two different uppermost coatings were deposited. The first uppermost layer of the coating is a mixture of mullite and hexacelsian in a ratio of 70/30 wt. %. The second upper most type of coating consists of $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ + MgAl_2O_4 + BaCO_3 in a ratio of 6:3:1 wt. %. The interlayer is made of the commercially utilized yttria-stabilized zirconia. The metallic CoNiCrAlY coating, which is directly deposited on the nickel-based superalloy MAR-M247, fulfils a compensatory function between the mechanical properties of the nickel superalloy and the ceramic coating. The thermal and environmental barrier system was deposited using air plasma spraying (APS) technology.

The main objective of this work was to evaluate the effect of the newly developed thermal and environmental barrier coating, which has a high potential for the protection of component surfaces in an aggressive environment, on isothermal and thermomechanical fatigue behaviour of nickel-based superalloy MAR-M247. Low cycle fatigue tests were performed in strain control mode with constant strain amplitude on both uncoated and TEBC coated superalloy. Fatigue hardening/softening curves, cyclic stress-strain curves and fatigue life curves in the representation of total strain amplitude, plastic strain amplitude and stress amplitude on the number of cycles to failure were obtained.

Microstructural analysis of MAR-M247 superalloy and a newly developed experimental coating was performed in a scanning electron microscope. The fatigue crack initiation sites were identified and the process of fatigue crack propagation was described. The dislocation arrangement after fatigue loading of MAR-M247 was investigated in a transmission electron microscope.

The findings of isothermal and thermomechanical low cycle fatigue behaviour of uncoated and TEBC coated MAR-M247 superalloy and identification of damage mechanisms presented in this dissertation will improve the estimation of safe-life that is particularly relevant to aircraft engines components.

KEY WORDS

Nickel-based superalloy MAR-M247, thermal and environmental barrier coating, isothermal and thermomechanical fatigue, stress-strain response, fatigue life curves, degradation of material

BIBLIOGRAFICKÁ CITACE

ŠULÁK, I. Izotermická a termomechanická únava povrchově upravené niklové superslitiny. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2019. 143 s. Vedoucí dizertační práce doc. RNDr. Karel Obtrlík, CSc.

PROHLÁŠENÍ

Čestně prohlašuji, že jsem dizertační práci na téma Izotermická a termomechanická únava povrchově upravené niklové superslitiny vypracoval samostatně, a že všechny použité literární zdroje jsou správně a úplně citované. Dizertační práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího práce a děkana FSI VUT v Brně.

PODĚKOVÁNÍ

Rád bych na tomto místě poděkoval svému školiteli doc. RNDr. Karlu Obrtlíkovi, CSc., za jeho vedení, trpělivost, cenné rady a připomínky během celého doktorského studia a za to, že mi umožnil čelit této výzvě. Dík patří rovněž mému školiteli specialistovi prof. Ing. Tomáši Podrábskému, CSc.

Dále bych rád poděkoval svým kolegům z řad pracovníků ÚFM (Ing. Jiřímu Manovi, Ph.D., Dr. Viktoru Škoríkovi, Ph.D, Ing. Pavlu Pokornému, Ph.D a Ing. Ivu Kuběnovi, Ph.D.) a CEITEC VUT v Brně (Ing. Pavlu Gejdošovi, Ph.D.), za jejich vstřícný přístup, pomoc a konzultace při řešení nejen experimentální části dizertační práce.

Ten největší dík patří mým rodičům, kteří pro mě byli oporou v složitých časech po celou dobu mých vysokoškolských studií. Velký dík patří mé přítelkyni, Bohdaně, jejíž trpělivost a tolerance obzvlášť v posledním roce neznala hranic. Rád bych také poděkoval své dlouholeté kamarádce Kateřině, za pomoc v oblasti, kde mé vlastní znalosti pokulhávají.

V Brně dne

.....
Ivo Šulák

Obsah:

1	ÚVOD	1
2	ÚNAVA KOVOVÝCH MATERIÁLŮ	3
2.1	MECHANICKÁ ÚNAVA	3
2.2	STÁDIA ÚNAVY MATERIÁLU	3
2.2.1	<i>Stádium změn mechanických vlastností</i>	4
2.2.1.1	<i>Cyklické zpevnění/změkčení</i>	4
2.2.1.2	<i>Cyklická deformační křivka</i>	6
2.2.1.3	<i>Dislokační struktura</i>	6
2.2.2	<i>Stádium iniciace trhliny</i>	7
2.2.2.1	<i>Povrchový reliéf</i>	8
2.2.2.2	<i>Iniciace únavových trhlin</i>	8
2.2.3	<i>Stádium šíření únavových trhlin</i>	10
2.3	KŘIVKY NÍZKOCYKLOVÉ ÚNAVOVÉ ŽIVOTNOSTI	10
2.4	ÚNAVA ZA VYSOKÝCH TEPLOT	12
2.4.1	<i>Vliv prodlev na únavu materiálu</i>	13
2.4.1.1	<i>Mechanismus interakce únava-creep</i>	14
2.4.2	<i>Termomechanická únava</i>	15
2.4.2.1	<i>Zátěžný cyklus při TMF</i>	16
2.4.2.2	<i>Mechanismy poškození při TMF</i>	17
2.4.2.1	<i>Křivky životnosti</i>	19
3	NIKLOVÉ SUPERSLITINY	21
3.1	STRUKTURNÍ SLOŽKY	22
3.1.1	<i>Fáze γ</i>	22
3.1.2	<i>Fáze γ'</i>	22
3.1.3	<i>Fáze γ''</i>	24
3.1.1	<i>Primární karbidy</i>	24
3.1.2	<i>Sekundární karbidy</i>	24
3.1.3	<i>Boridy</i>	25
3.1.4	<i>Nežádoucí fáze</i>	25
4	POVRCHOVÉ ÚPRAVY SUPERSLITIN	26
4.1	DIFÚZNÍ VRSTVY	26
4.2	METALICKÉ POVLAKY	27
4.3	TEPELNÉ BARIÉRY	28
4.3.1	<i>Keramické povlaky na bázi YSZ</i>	30
4.3.2	<i>Tepelné a environmentální bariéry</i>	31
4.4	TECHNOLOGIE DEPOZICE POVLAKŮ	32
4.4.1	<i>Vysokotlaký nástřik plamenem</i>	33
4.4.2	<i>Plazmatické nástřiky</i>	34
4.4.3	<i>Struktura povlaku</i>	35
4.5	ÚNAVA POVRCHOVĚ UPRAVENÝCH SUPERSLITIN	36
4.5.1	<i>Únavové chování za konstantních teplot</i>	36
4.5.2	<i>Únavové chování při termomechanickém zatěžování</i>	38
5	CÍLE PRÁCE	41
6	EXPERIMENT	42
6.1	SLITINA MAR-M247	42
6.2	DEPOZICE TEPELNÉ A ENVIROMENTÁLNÍ BARIÉRY	42
6.3	ÚNAVOVÉ ZKOUŠKY	43
6.3.1	<i>Izotermická únava</i>	43

6.3.2	<i>Termomechanická únava</i>	45
6.4	POZOROVACÍ METODY	46
6.5	MĚŘENÍ MIKROTVRDOSTI	46
7	VÝSLEDKY	47
7.1	VÝCHOZÍ MIKROSTRUKTURA SUPERSLITINY MAR-M247	47
7.2	VÝCHOZÍ MIKROSTRUKTURA TEBC	48
7.3	IZOTERMICKÁ A TERMOMECHANICKÁ ÚNAVA NEPOVLAKOVANÉ SUPERSLITINY	53
7.3.1	<i>Křivky zpevnění/změkčení</i>	54
7.3.2	<i>Relaxace napětí</i>	57
7.3.3	<i>Cyklická deformační křivka</i>	58
7.3.4	<i>Křivky životnosti</i>	60
7.3.5	<i>SEM pozorování</i>	63
7.3.6	<i>TEM pozorování</i>	73
7.4	IZOTERMICKÁ A TERMOMECHANICKÁ ÚNAVA POVLAKOVANÉ SUPERSLITINY	78
7.4.1	<i>Křivky zpevnění/změkčení</i>	80
7.4.2	<i>Relaxace napětí</i>	82
7.4.3	<i>Cyklická deformační křivka</i>	84
7.4.4	<i>Křivky životnosti</i>	85
7.4.5	<i>Optické pozorování</i>	89
7.4.6	<i>SEM pozorování</i>	90
7.4.7	<i>TEM pozorování</i>	97
8	DISKUSE VÝSLEDKŮ	101
8.1	CYKICKÉ ZPEVNĚNÍ/ZMĚKČENÍ	101
8.2	CYKICKÉ DEFORMAČNÍ KŘIVKY	105
8.3	VLIV TYPU ZÁTĚŽNÉHO CYKLU NA ÚNAVOVOU ŽIVOTNOST	107
8.3.1	<i>Izotermická únava</i>	107
8.3.2	<i>Termomechanická únava</i>	109
8.4	VLIV TEBC POVLAKU NA ÚNAVOVOU ŽIVOTNOST	110
8.5	ANALÝZA POŠKOZENÍ PRODLEVAMI	113
8.6	ANALÝZA POŠKOZENÍ PŘI TERMOMECHANICKÉ ÚNAVĚ	116
9	ZÁVĚRY	120
10	SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY	123
11	SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ	140
12	PUBLIKAČNÍ ČINNOST AUTORA	142

1 Úvod

Letectví a energetika patří k dynamicky se rozvíjejícím odvětvím průmyslu, kde nová konstrukční řešení a technologická zpracování jdou ruku v ruce s materiálovým výzkumem reagujícím na narůstající potřeby po vyšší kvalitě a spolehlivosti vyráběných komponent. Ke konci roku 2018 byly celkové náklady spojené s výrobou pohonných a energetických jednotek rovné přibližně devíti stům padesáti miliardám korun, přičemž 65 % z této částky je přisouzeno leteckému průmyslu. Stacionární jednotky pro výrobu elektrické energie pokrývají zbylou část finančních prostředků, přičemž očekáváme stabilní nárůst obou odvětví.

Vysokoteplotní sekce leteckých motorů, plynových turbín a uhelných elektráren jsou tvořeny pohyblivými částmi pracujícími v opakujících se režimech za vysokých teplot limitujících životnost komponent. Součásti jsou vystaveny jak statickému zatížení, tak cyklickému namáhání v důsledku změn silového působení v čase. Střídavé zatěžování má za následek lokalizaci a kumulaci plastické deformace, která se v konečném důsledku projeví únavovým lomem. Objasnění základních pochodů únavového poškození na mikrostrukturní úrovni v posledních několika dekádách vedlo k výraznému zdokonalení predikce životnosti zatěžovaných součástí.

Zařízení v reálném provozu jsou vystaveny mnohem komplexnějšímu zatěžování, kdy fáze náběhu s proměnným zatížením je záhy vystřídána ustáleným chodem. V takových případech roste význam časově závislých a tepelně aktivovaných dějů, jejichž synergické působení s cyklickým zatěžováním může podstatně ovlivnit spolehlivost součástí a vést k předčasnému selhání. Tyto interakční procesy lze simulovat v laboratorních podmínkách implementací prodlev do zátěžného cyklu, kdy jsou silová zatížení nebo deformace udržovány na konstantní hodnotě v tahovém a/nebo v tlakovém vrcholu hysterezní smyčky.

V posledních letech je rovněž věnována pozornost fenoménu termomechanické únavy. Deformace vyvolané v materiálu mají svůj původ jak v mechanickém zatížení, tak v podobě teplotních polí vyvolaných změnou teploty v čase. Nemnohé studie v oblasti termomechanické únavy rovněž prokázaly zásadní vliv fázového rozdílu mezi napětím a teplotou.

Požadavky na vyšší výkon, lepší účinnost a delší životnost ústí v technologický vývoj nových plynových turbín a pokročilých materiálů. Zvýšení účinnosti turbín lze dosáhnout mnohými způsoby, jako jsou rekuperace tepelné energie k předehřevu vzduchu vstupujícího do spalovací komory nebo zdokonalením teplotního cyklu. Nejefektivnějším prostředkem a rovněž i směrem, jímž se u moderních plynových turbín vývoj ubírá, se jeví zvyšování teploty vzplanutí. Superslitiny na bázi niklu či kobaltu jsou charakteristické výbornou odolností vůči degračním mechanismům za zvýšených teplot, jako jsou oxidace, vysokoteplotní koroze a eroze částicemi spalin, a současně si uchovávají dobré pevnostní vlastnosti. Realizace budoucích vysoce efektivních pohonných a energetických jednotek spočívá v ochraně tepelně nejexponovanějších míst. Toho je dosahováno především pomocí vhodně zvolených povrchových úprav. Moderní ochranné povlaky využívají vysoce sofistikovaných metod žárového nanášení plazmatem či svazkem elektronů. V současnosti mezi nejpokrokovější povlaky patří gradientní několikavrstvé kompozity na bázi oxidických keramik s velmi dobrou izolační schopností v kombinaci s metalickým podkladem kompenzujícím rozdílné vlastnosti substrátu a svrchní keramické vrstvy (tzv. thermal barrier coatings – TBC). Doposud publikované práce zaměřené na TBC

Úvod

systemy jsou orientované na optimalizaci parametrů nanášení, mechanické vlastnosti rozhraní TBC/substrát, vysokoteplotní oxidační odolnost, popřípadě charakterizaci povlaků jako takových. Znalosti chování TBC systémů v oblasti cyklického zatěžování, interakce únavy a creepu a termomechanické únavy jsou poměrně omezené. Tato práce si klade za cíl shromáždit experimentální údaje z oblasti únavy, interakce únavy a creepu a termomechanické únavy povrchově upravené polykrystalické niklové superslitiny MAR-M247 a následně diskutovat degradační mechanismy povlakovaného a nepovlakovaného materiálu.

2 Únava kovových materiálů

Řada strojních zařízení a jejich součástí je během svého provozu vystavena proměnlivému zatížení zapříčiňujícímu materiálové změny a nevratné poškození.

Následující kapitoly mají za cíl shrnout dosavadní vybrané poznatky o únavě materiálu, vlivu zvýšených teplot na mechanismy poškození a objasnit význam termomechanické únavy při posuzování životnosti zařízení pracujících v podmínkách proměnlivého napětí a proměnlivé teploty.

2.1 Mechanická únava

Únava materiálu je podmíněna existencí cyklické plastické deformace, ke které dochází v materiálu i při zatížení nižším než je mez kluzu. Periodicky se opakující působení vnějších sil, které jsou v rámci statického zatěžování zanedbatelného rozsahu, produkují v mikro objemech materiálu ireversibilní plastickou deformaci, jejíž kumulativní účinek vede ke strukturním, fyzikálním či mechanickým změnám vlastností materiálu a ve finální fázi k selhání celého zařízení. Takový proces degradace je nazýván únavou materiálu [1–3].

Schopnost materiálů, konstrukcí a strojních součástí odolávat střídavému zatěžování je dána strukturou, chemickým složením, konstrukčními a technologickými parametry a především způsobem zatěžování. Současný výzkum je směřován k porozumění synergických účinků více faktorů ovlivňujících únavovou životnost (interakce únavy a creepu, termomechanická únava, vliv korozního či oxidačního prostředí atd.). Skloubení experimentálních údajů únavových zkoušek s moderními pozorovacími technikami, jako jsou mikroskopie atomárních sil (AFM – atomic force microscopy), skenovací elektronová mikroskopie s vysokým rozlišením (HRSEM – high resolution scanning electron microscopy) či transmisní elektronová mikroskopie (TEM – transmission electron microscopy), pomohlo k objasnění pochodů, k nimž během periodického zatěžování dochází [4].

Formální rozdělení únavy z hlediska počtu cyklů do lomu je následující:

- a) oblast nízkocyklové únavy – lom nastává řádově v rozmezí $10^2 - 5 \times 10^4$ cyklů.
- b) oblast vysokocyklové únavy – životnost $5 \times 10^4 - 10^8$ cyklů.
- c) oblast gigacyklové únavy – počet cyklů do lomu může dosahovat řádu až 10^{10} cyklů při zatížení pod konvenční mezí únavy stanovenou pro 10^7 cyklů [5].

Následující kapitoly jsou věnovány rozdělení únavy materiálu na několik etap a popisu degradačních procesů, které doprovázejí jednotlivé etapy.

2.2 Stádia únavy materiálu

Na základě typu nevratných změn způsobených cyklickou plastickou deformací lze proces únavy rozčlenit do tří časově sousledných stádií [2, 6]:

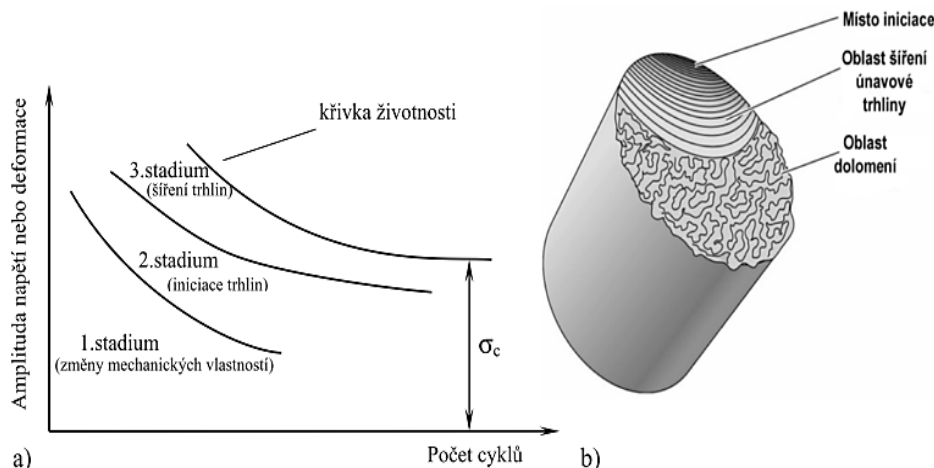
- 1) Změny mechanických vlastností.
- 2) Iniciací únavových trhlin.
- 3) Šíření únavových trhlin s finálním dolomem.

Únava kovových materiálů

Vzájemná poloha stádií únavového procesu je schematicky ukázána na obr. 2.1a. Hraniční křivky jednotlivých stádií nejsou jednoznačně definovány a v rámci statistického rozptylu dochází k jejich vzájemnému překryvu.

Ilustrativní vzhled únavové lomové plochy je ukázán na obr. 2.1b. Únavová lomová plocha je rozdělena na oblast stabilního šíření únavové trhliny s jediným místem iniciace a oblast statického dolomu.

Základní mechanismy únavového porušování byly velmi dobře zmapovány při studiu čistých kovů či jednofázových materiálů s kubickou plošně centrovanou (fcc) mřížkou. Z inženýrského hlediska je lze zjednodušit na fázi iniciace trhliny a fázi růstu řídicí trhliny ve finále zakončené lomem [7].



Obr. 2.1: (a) Stádia únavy materiálu zakončené křivkou životnosti (σ_c – napětí na mezi únavy) [2], (b) Vzhled lomové plochy [8].

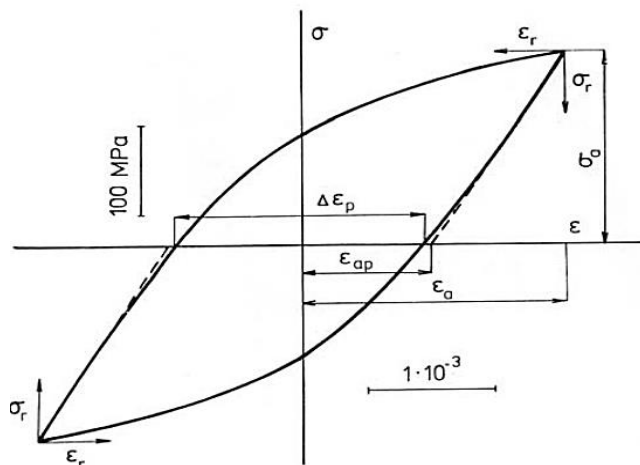
2.2.1 Stádium změn mechanických vlastností

Prvopočátky únavového poškození jsou doprovázeny mikrostrukturními změnami v celém zatěženém objemu materiálu a s tím spojenou změnou materiálových vlastností. Aplikované proměnlivé zatížení vyvolá změnu konfigurace stávajících poruch krystalové mřížky, jako jsou vakance a dislokace, a zároveň produkuje nové. Pohyb a interakce dislokací navzájem či s jinými překážkami a jejich multiplikace a anihilace vedou k evoluci dislokačních struktur (viz kapitola 2.2.1.3), jež ve svém důsledku zapříčiní změny mechanických, elektrických, magnetických či jiných fyzikálních vlastností. Projevy změn mohou být rovněž pozorovány na volném povrchu materiálu v důsledku odlišných podmínek napjatosti [9–13].

2.2.1.1 Cyklické zpevnění/změkčení

Odezva materiálu na působení vnějších sil v rámci jednoho cyklu je charakterizována hysterezní smyčkou (obr. 2.2). Tvar a plocha hysterezní smyčky v prvním stádiu nezůstávají neměnné a jejich změny v průběhu kontinuálního cyklování determinují, zda materiál cyklicky zpevňuje či změkčuje. Velmi častý je nemonotónní průběh změn mechanických vlastností materiálu, kdy je počáteční zpevnění vystřídáno změkčením nebo naopak je počáteční změkčení nahrazeno zpevněním. Nejintenzivnější změny v mechanických vlastnostech materiálu v odezvě na vnější zatížení jsou sledovány na počátku cyklování a s každým zátěžným cyklem postupně ustávají či jsou již nepatrné. Ustálení mechanických vlastností odpovídá

saturovanému stavu [3, 5]. Závislost sledovaných veličin napříč všemi zátěžnými cykly lze zaznamenat do křivek zpevnění/změkčení.



Obr. 2.2: Ustálená hysterezní smyčka [3].

Vyžíhané materiály s nízkou hustotou mřížkových poruch obvykle cyklicky zpevňují. Toto má příčinu v růstu hustoty dislokací a dalších mřížových poruch vzniklých v průběhu cyklické deformace. Na pohybující se dislokaci působí vnitřní napěťová pole od poruch krystalové mřížky. Pole působnosti vnitřního napětí se liší podle typu mřížkové poruchy. Napěťová pole v okolí bodových defektů jsou kratšího dosahu, než jsou napěťová pole v okolí nakupených dislokací. Aby se dislokace mohla dále pohybovat, musí tato napěťová pole překonat [14–16]. Mechanismy cyklického zpevnění jsou v literatuře objasněny na základě různých modelů, které jsou podpořeny mikroskopickým pozorováním [17–20].

Naproti tomu je cyklické změkčení pozorováno v převážné většině u zpevněných materiálů bez ohledu na mechanismus zpevnění materiálu (deformační, precipitační, transformační atd.), jehož podstata spočívá ve vytvoření překážek znesnadňujících mobilitu dislokací. Stabilita zpevnění a podmínky zatěžování jsou rozhodující faktory ovlivňující cyklické změkčení. Narušení stability, oslabení nebo úplné odstranění překážek, redistribuce vytvořené dislokační struktury a částečná anihilace dislokací účinkem střídavé plastické deformace mají za následek výrazný pokles pevnosti. Je snahou se těchto zvláště negativních jevů a jejich dopadu vyvarovat volbou vhodných technologických postupů [2, 21, 22].

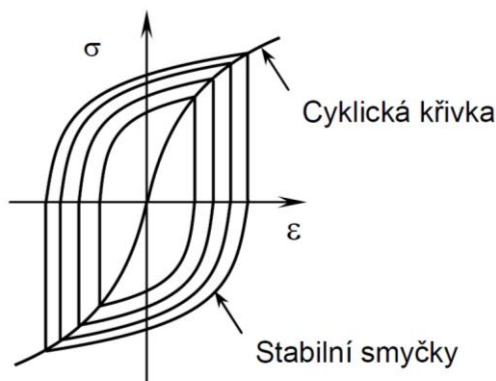
Délka trvání cyklického zpevnění/změkčení je vázána na charakter skluzu (vlnitý nebo planární), jehož projevy lze sledovat v podobě skluzových stop na povrchu vzorků. Kovy s vlnitým charakterem skluzu (např. Cu, Al, Ni, Fe) mají snadný příčný skluz dislokací. Materiály s planárním charakterem skluzu (např. Fe-Si, α -mosazi s vyšším obsahem Zn, austenitické oceli) se naopak vyznačují obtížným příčným skluzem. Snadnost příčného skluzu je ovlivněna řadou parametrů, z nichž ne všechny jsou dobře známy. Množství výzkumných prací bylo prováděno na jednofázových materiálech s fcc mřížkou, jako např. Cu, Al, α -mosaz. Náročnost příčného skluzu je v přímé relaci s energií vrstevné chyby u kovů s fcc mřížkou, kdy platí nepřímá úměra. S rostoucí energií vrstevné chyby klesá náročnost příčného skluzu dislokací a tím více je podpořen vlnitý charakter skluzu. Saturovaného stavu je v porovnání s materiály s planárním charakterem skluzu dosaženo dříve [3, 23].

2.2.1.2 Cyklická deformační křivka

Změny vlastností vyvolané střídavým namáháním mají u většiny konstrukčních materiálů sytící charakter a období cyklického zpevnění či změkčení je záhy vystřídáno ustáleným chováním, které zůstává až do porušení neměnné. Hodnoty amplitudy napětí a amplitudy plastické deformace odečtené ze saturovaných hysterezních smyček při různých velikostech zatížení jsou využity k sestrojení cyklické deformační křivky popisující odezvu materiálu na cyklickou plastickou deformaci po převážnou část únavové životnosti. Cyklická deformační křivka je únavovou charakteristikou, která je svým významem srovnatelná s tahovým diagramem při monotónní deformaci. Schematická konstrukce cyklické deformační křivky proložením vrcholovými body stabilní hysterezní smyčky je znázorněna na obr. 2.3. Experimentální body jsou obvykle vynášeny do log-log souřadnicovém systému, poněvadž rozsah amplitudy plastické deformace se může lišit i o několik řádů. Data lze proložit Hollomonovou mocninnou závislostí (rov. 2.1) amplitudy napětí $\frac{\Delta\sigma}{2}$ na amplitudě plastické deformace $\frac{\Delta\varepsilon_p}{2}$ ve tvaru [24]:

$$\frac{\Delta\sigma}{2} = K' \left(\frac{\Delta\varepsilon_p}{2} \right)^{n'} \quad (2.1)$$

kde K' a n' jsou součinitel respektive exponent cyklického zpevnění.



Obr. 2.3: Konstrukce cyklické deformační křivky ze saturovaných hysterezních smyček [3].

2.2.1.3 Dislokační struktura

Vývoj dislokační struktury je vyvolán plastickou deformací, která se uskutečňuje pohybem dislokací v rovinách a směrech nejhustěji obsazených atomy. Pohyb, anihilace, tvorba nových dislokací a interakce dislokací, ať již vzájemné nebo s dalšími typy poruch mřížky, vymezují pochody cyklického zpevnění, změkčení či vlastnosti v saturovaném stavu. Přítomnost precipitátů, cizích částic, hranic zrn apod. ovlivňuje pohyb dislokací. V průběhu cyklické deformace dochází nejen ke změnám v konfiguraci a hustotě dislokací, ale může rovněž nastat změna v rozložení a morfologii jiných typů překážek, jako jsou např. precipitáty.

Pro výslednou dislokační strukturu je nejen důležitý typ materiálu, ale především charakter skluzu jednotlivých materiálů. Dislokace se snaží zaujmout takové konfigurace, které jsou pro ně energeticky nejvýhodnější. Schéma na obr. 2.4a

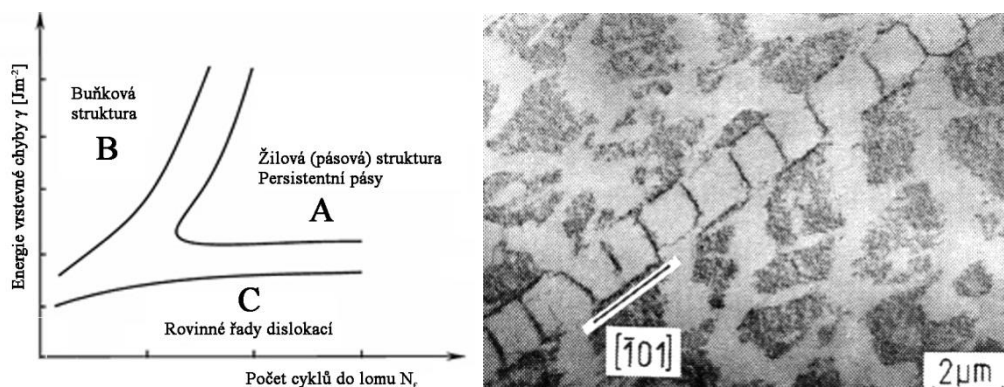
sumarizuje experimentální poznatky dislokačních struktur u materiálů s fcc mřížkou. Reprezentuje spojení saturovaných dislokačních struktur s energií vrstevné chyby (obtížností příčného skluzu) a počtem cyklů do lomu [14].

Dislokační struktury lze rozdělit následovně [2, 3]:

Oblast A: Typickou strukturou jsou shluky či pásy dislokací označované jako persistentní skluzové pásy (PSP), které nejsou vzájemně propojeny (obr. 2.4b). Mezi jednotlivými pásy jsou oblasti s ojedinělým výskytem dislokací. Pro pásy je typický výskyt jak komplikovaných dislokačních segmentů, tak zvýšené množství dislokačních smyček a dipólů. Pásy jsou schopny přenášet mnohonásobně vyšší plastickou deformaci než okolní matrice. Z toho vyplývá vysoká lokalizace plastické deformace do PSP [25].

Oblast B: I v tomto případě má dislokační struktura značné množství dislokačních dipólů a smyček, zejména v případě vysokých energií vrstevné chyby. Avšak dislokace se v této oblasti shlukují do stěn, které tvoří prostorově uzavřené buňky. Nejvyšší koncentrace dislokací je právě ve stěnách buňky.

Oblast C: Oblast nízkých energií vrstevné chyby je v celém rozsahu životnosti charakterizována rovinnými řadami dislokací. Dislokace se v důsledku téměř nemožného příčného skluzu drží svých skluzových rovin a nemohou tedy vytvářet prostorové shluky ani buňky. Dislokační smyčky se v této oblasti vyskytují málo.



Obr. 2.4: (a) Dislokační struktury v závislosti na energii vrstevné chyby a počtu cyklů do lomu u fcc materiálů [2], (b) Dislokační struktura PSP v monokrystalu mědi [7].

2.2.2 Stádium iniciace trhliny

Způsob a mechanismus iniciace trhlin v podmínkách časově proměnného zatížení je základní, nicméně doposud neuspokojivě vysvětlený problém řešený od počátku 20. století [26].

Rozložení cyklické plastické deformace v objemu materiálu je nehomogenní a vytváří se místa s kritickou koncentrací napětí, která jsou vhodnými centry pro vznik mikrotrhlin. V porovnání se stadiem změn mechanických vlastností se jedná o úzce lokalizované oblasti. Experimentální údaje v oblasti únavy kovových materiálů prokázaly, že většina únavových trhlin je nukleována z volného povrchu. Na vině jsou z valné části koncentrátoři napětí různého druhu přítomné na volném povrchu, ať už se jedná o vnější povrch – konstrukční vruby, ostré změny průřezu, vysoká drsnosti apod., nebo povrchy uvnitř materiálu – řediny, porozita materiálu, nekoherentní precipitáty.

Únavové trhliny vznikají i na hladkých tělesech. Lze tedy usuzovat, že existují i jiné mikroskopické příčiny vzniku trhlin [15]. Důvody mohou být následující (i) zrna na povrchu mají větší možnost deformace, (ii) volný povrch umožňuje tvorbu povrchového reliéfu, (iii) koncentrace napětí nebo deformace v okolí defektů nebo inkluzí je nejvyšší na volném povrchu [27]. Na základě představ a základních pozorování bylo vytvořeno množství modelů a jejich modifikací popisujících proces vývoje povrchového reliéfu a iniciace únavových mikrotrhlin [10, 28]. Nicméně jak poukázali ve své práci Laird a Duquette [29], nejsou vzhledem k experimentálním pozorováním všechny zcela adekvátní.

Doba iniciace únavové trhliny je podmíněna parametry zatěžování (amplituda zatěžování, teplota, prostředí), typem materiálu nebo tvarem součásti a dalšími. Doba iniciace trhlin je nepřímo úměrná velikosti vnějšího zatížení [2, 3].

2.2.2.1 Povrchový reliéf

Plastická deformace je v počátcích únavového zatěžování rozložena v celém objemu vzorku rovnoměrně a po krátké době může dojít k lokalizaci ireversibilní plastické deformace do struktur tvořených tenkými pásy (PSP), které se na povrchu projeví jako skluzové stopy.

Pozorováním povrchu oceli v průběhu cyklického namáhání identifikovali Ewing a Humfrey v roce 1903 [26] skluzové stopy, které se i po opětovném vyleštění povrchové vrstvy znovu objevily ve stejných místech. Tyto povrchové stopy byly nazvány perzistentními skluzovými stopami (PSS). Na povrchu materiálu vzniká velice jemný povrchový reliéf, který je obvykle tvořený extruzemi a intruzemi a později i zárodky trhlin a je výsledkem lokalizace plastické deformace do PSP. Jednotlivé PSP u polykrystalických materiálů mají šířku obvykle 1 – 2 μm a jsou rovnoběžné s aktivní skluzovou rovinou [26].

Pozdější zevrubné studium povrchového reliéfu bylo podporováno především faktem, že extruze byly často pozorovány v párech s intruzemi, které odpovídají místům nukleace trhlin. V současnosti se považuje za prokázané, že se povrchový reliéf spojený s PSP v monokrystalech i polykrystalech řadí k základním typům iniciačních míst únavových trhlin. Studium povrchového reliéfu přispívá k pochopení zákonitostí únavového poškozování materiálů, zejména pokud jde o stádium nukleace únavových trhlin.

2.2.2.2 Iniciace únavových trhlin

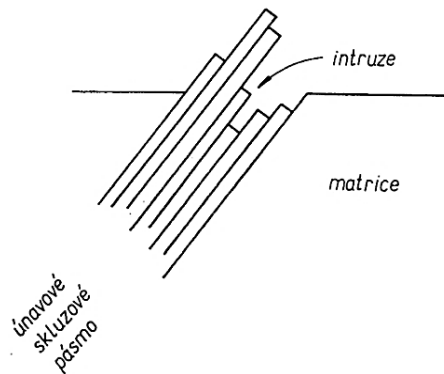
Řada experimentálních studií povrchového reliéfu vznikajícího v důsledku cyklického zatěžování je v souladu s nejnovějšími modely vzniku a vývoje povrchového reliéfu a iniciace trhlin [9, 12, 30, 31]. Navržené modely popisující vznik a vývoj povrchového reliéfu a s tím spojenou nukleaci únavových trhlin lze shrnout následovně:

- (i) mechanismy navržené Mayem [32] a Neumannem [33] kvalitativně nerozlišují mezi ostrou intruzí a mikrotrhlinou a vznik trhliny popisují jako „kartový“ skluz (obr. 2.5), kdy intruze prorůstá do materiálu v jedné či dvou skluzových rovinách;
- (ii) naproti tomu modely rozlišující intruze a mikrotrhliny vychází z přímého pozorování elektronovým mikroskopem. Mikrotrhliny se v tomto případě vytváří křehkým prasknutím v kořeni intruze, když koncentrace napětí

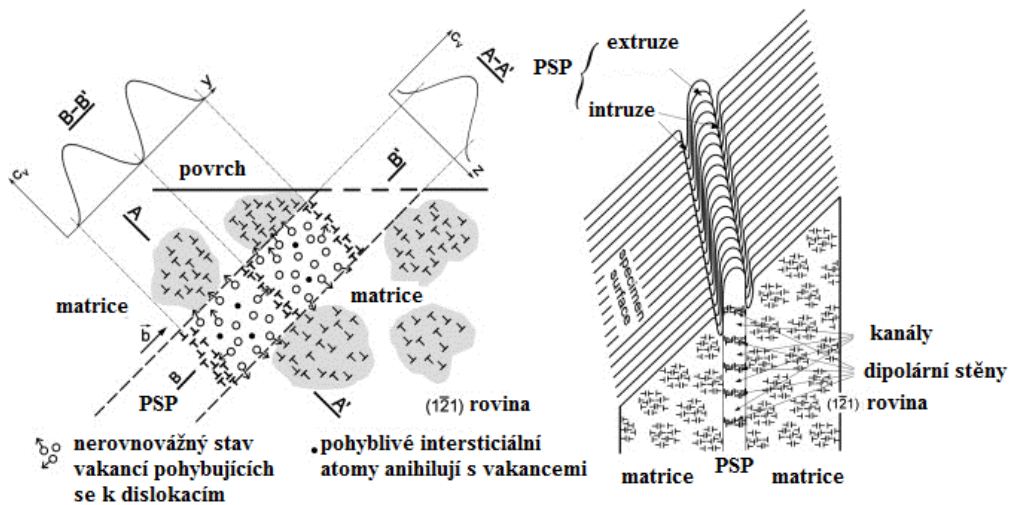
Únava kovových materiálů

přesáhne úroveň meziatomové vazebné síly. Nicméně jde pouze o rámcovou konstrukci, kterou nelze experimentálně dokázat ani vyvrátit [34];

- (iii) interakce dislokací mohou vést k tvorbě bodových poruch (vakancí). EGM model navržený Essmannem a spol. [35] a modifikovaný Polákem [36] předpokládá kondenzaci vakancí uvnitř PSP, z jejichž shluků se mohou na povrchu vytvořit intruze, které od určité velikosti lze považovat za trhliny (obr 2.6). Tato teorie ovšem pozbývá platnosti za teplot blízkých absolutní nule, neboť předpokládá difúzní mechanismus pohybu vakancí;
- (iv) vhodným uspořádáním dislokací podél skluzové roviny může dojít k lokálnímu zvýšení napětí a tím způsobit dekohezi krystalu v oblasti několika desetin až jednotek nanometru [2];
- (v) nukleace na hranici lze interpretovat jedním z výše popsaných mechanismů nebo jako tvorbu intruzí přímo na hranicích zrn. Hranice zrn jsou velmi těžko deformovatelné a v jejich místě proto mohou vznikat intruze. Aplikovatelnost tohoto mechanismu je omezena jen na velké amplitudy zatěžování odpovídající počtu cyklů do lomu řádu maximálně 10^3 .



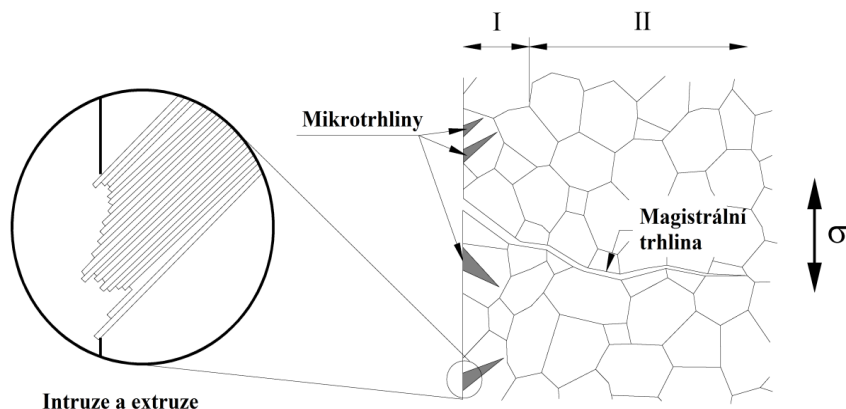
Obr. 2.5: Kartový skluz v perzistentním skluzovém pásmu [2].



Obr 2.6: Vznik povrchového reliéfu a trhlín kondenzací vakancí [37].

2.2.3 Stádium šíření únavových trhlin

Nukleační stádium končí vytvořením povrchových mikrotrhlin. Před objevením se magistrální trhliny leží etapa růstu strukturní trhliny (tzv. krystalografické šíření). Mikrotrhliny jsou nejčastěji pozorovány v místech podél aktivních skluzových rovin, u nichž je dosažena maximální intenzita smykového napětí. Tomuto odpovídají v rámci jednoosého zatěžování roviny, které svírají úhel 45° se směrem působení vnějšího napětí. Polykrystalické materiály se vyznačují množstvím zrn s různou krystalografickou orientací skluzových rovin. Aktivní budou jen ty skluzové systémy, jejichž Schmidův faktor je blízký hodnotě 0,5 [14, 16].



Obr. 2.7: Krystalografické (I) a nekrystalografické (II) šíření únavové trhliny [38].

Pokračujícím šířením dochází k propojení malých mikrotrhlin a v růstu podél aktivních skluzových rovin pokračuje jen několik málo trhlin. Po určité době se změni směr šíření z aktivních skluzových rovin a trhlina bude postupovat ve směru kolmém na osu zatížení. Nastane přechod z krystalografického (obr. 2.7 oblast I) do nekrystalografického (obr. 2.7 oblast II) šíření trhliny [3, 38].

Mechanismus šíření magistrální trhliny byl objasněn pomocí elektronové mikroskopie pozorováním lomových ploch. U většiny materiálů je v druhé etapě pozorováno charakteristické žlábkování (striace) kolmé na růst magistrální trhliny. Laird [39] v roce 1967 představil model vzniku striací založený na opakovaném otupování a zaostřování čela únavové trhliny během zátěžného cyklu. Rozteč mezi jednotlivými striacemi tedy odpovídá přírůstku délky trhliny během jednoho zátěžného cyklu. Nicméně toto není pravidlem a existují případy, kdy k vytvoření nové striace dojde po více než jednom cyklu. Charakter striací podléhá druhu materiálu, podmínkám zatěžování a okolnímu prostředí (vzduch, vakuum). Vznik striací je spjat s vývojem oxidického filmu, který brání opětovnému spojování materiálu, proto také nebyly striace ve vakuu pozorovány [2, 3].

2.3 Křivky nízkocyklové únavové životnosti

Stanovení únavové životnosti konstrukcí a jejich součástí je problematické. V oblasti nízkocyklové únavy lze chování pod účinkem proměnlivých napětí popsat pomocí mocninných funkcí vyjadřujících závislost počtu cyklů do lomu na amplitudě plastické deformace nebo amplitudě napětí.

Basquin [40] formuloval závislost počtu cyklů do lomu na amplitudě napětí (obr. 2.8a), kterou později upravil Morrow [41] do tvaru následující rovnice:

Únava kovových materiálů

$$\sigma_a = \sigma_f'(2N_f)^b \quad (2.2)$$

Přičemž σ_f' je součinitel únavové pevnosti, b je exponent únavové pevnosti. Součinitel únavové pevnosti σ_f' , který reprezentuje extrapolovanou hodnotu amplitudy cyklického napětí na první půlcyklus, byl pro řadu materiálů úspěšně korelován se skutečným lomovým napětím (σ_f) určeným při jednosměrném zatížení. Tato křivka může být konstruována pro různé hodnoty středního napětí (σ_m) jež ve výsledku ovlivňují její polohu. Této závislosti se rovněž říká odvozená Wöhlerova, neboť popisuje stejnou závislost v režimu řízené deformace namísto řízené síly.

Studie z počátku 50. a 60. let minulého století provedená v NACA Mansonem [42] a v General Electric Coffinem [43] položily základy pro stanovení životnosti součásti při nízkém počtu cyklů do lomu, kdy primární úlohu hraje velikost amplitudy plastické deformace, jejímž opakovaným působením je podmíněna únava materiálu. Grafické znázornění (obr. 2.8b) popisuje počet cyklů do lomu na amplitudě plastické deformace. Jím odvozený vztah únavové životnosti má tvar:

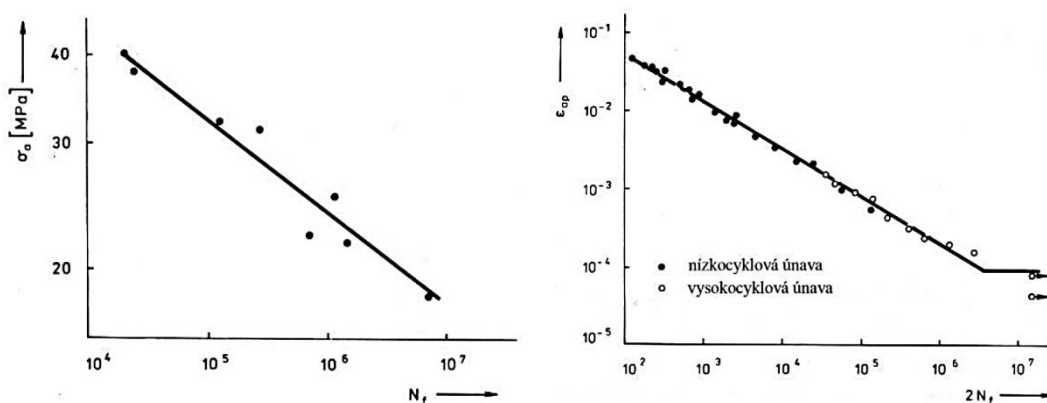
$$\Delta\varepsilon_p N_f^\beta = C_D \quad (2.3)$$

kde $\Delta\varepsilon_p$ je rozsah plastické deformace stanovené v polovině počtu cyklů do lomu, β a C_D jsou materiálové konstanty závislé na podmínkách zkoušení.

Nicméně tento zápis se dnes již nepoužívá. Vhodnější varianta byla navržena roku 1965 Morrowem [41]:

$$\varepsilon_{ap} = \varepsilon_f'(2N_f)^c \quad (2.4)$$

ε_f' je zde součinitel únavové tažnosti a c je exponent únavové tažnosti [1].



Obr. 2.8: Křivky životnosti (a) Wöhler-Basquinova; (b) Mansonova-Coffinova [2].

Řízení amplitudy plastické deformace je složité v laboratorních podmínkách, natož pak v provozu. Výhodnějším se jeví řízení amplitudy celkové deformace, která je složena z elastické a plastické složky. Manson navrhl vztah popisující závislost na obou těchto složkách deformace:

$$\varepsilon_a = \varepsilon_{ae} + \varepsilon_{ap} = \left(\frac{\sigma_f'}{E}\right)(2N_f)^b + \varepsilon_f'(2N_f)^c \quad (2.5)$$

kde E je modul pružnosti.

2.4 Únava za vysokých teplot

Součásti pohonných a energetických jednotek pracují ve velmi agresivních opakovaně působících podmínkách. Oxidace, vysokoteplotní koroze, eroze částicemi spalin, creep – to vše jsou procesy, kterým musí navíc kritické komponenty při cyklické namáhání za zvýšených teplot odolat a prokázat dlouhodobou životnost. Vliv teploty začíná být zásadním činitelem při polovině hodnoty bodu tavení uvažovaného materiálu. Snahou materiálového výzkumu je navrhnout experimenty, jež umožní získat charakteristiky cyklické plasticity, a odhalit deformační mechanismy snižující únavovou životnost. Na základě zjištěných experimentálních údajů lze s jistou mírou spolehlivosti navrhnout metody vedoucí k predikci zbytkové životnosti zařízení či komponent [1].

Při zvyšování teploty dochází k aktivaci dalších mechanismů poškození, jako jsou creep a oxidace materiálu, a především k jejich následné interakci, jež značně ovlivní deformační chování materiálu. Řadíme sem tepelně aktivované procesy, mezi něž patří šplh a příčný skluz dislokací, difúze a relaxační pochody. Jejich význam je tím intenzivnější, čím je vyšší teplota. Samotný únavový proces v režimu řízené deformace je tedy determinován nejen deformací, nýbrž i napětím. K určení vlivu jednotlivých složek je nutno základní zátěžný cyklus upravit. Využívá se tzv. prodlev, v anglické literatuře označovaných jako „dwell“ či „hold-time.“ Dle pracovních podmínek jsou prodlevy implementovány v tahové nebo tlakové části cyklu či v obou současně [44]. Další variantou je termomechanická únava kombinující vnější mechanickou složku deformace spolu s deformací vzniklou v důsledku teplotních gradientů při změně teploty v čase.

Pracuje-li součást za teplot přesahujících homologickou teplotu, tedy pokud pracovní teplota přesahuje polovinu teploty tavení, může dojít k změně deformačního mechanismu. Příčný skluz dislokací je potlačen a je podpořen vlnitý skluz. Za takovýchto podmínek dochází souběžně ke znatelnému poklesu interního napětí. Teplotní fluktuační pozitivně přispívá k překonávání překážek v pohybu dislokací a tím snižuje složku efektivního napětí. Na druhou stranu zotavení materiálu může vést ke snížení hustoty pohyblivých dislokací a tím k navýšení efektivního napětí [16]. Během vystavení materiálu vysokým provozním teplotám probíhají změny struktury v rámci dynamického deformačního stárnutí, zotavení materiálu, precipitace a hrubnutí. Příklad od případu mohou mít strukturní transformace pozitivní či negativní vliv [1, 2, 45].

Proces nukleace únavových trhlin za vysokých teplot je zásadně ovlivněn řadou faktorů vyplývajících z okolního prostředí, z míry zatěžování a zkušebních (provozních) teplot. Soudržnost materiálu je rozrušována působením následujících mechanismů [45]:

- Kavítace na hranicích zrn.
- Pokluz po hranicích zrn.
- Nukleace na inkluzích a precipitátech.

Únava kovových materiálů

- Vznik PSP a iniciace trhliny v kořeni intruze.
- Oxidace a koroze.

2.4.1 Vliv prodlev na únavu materiálu

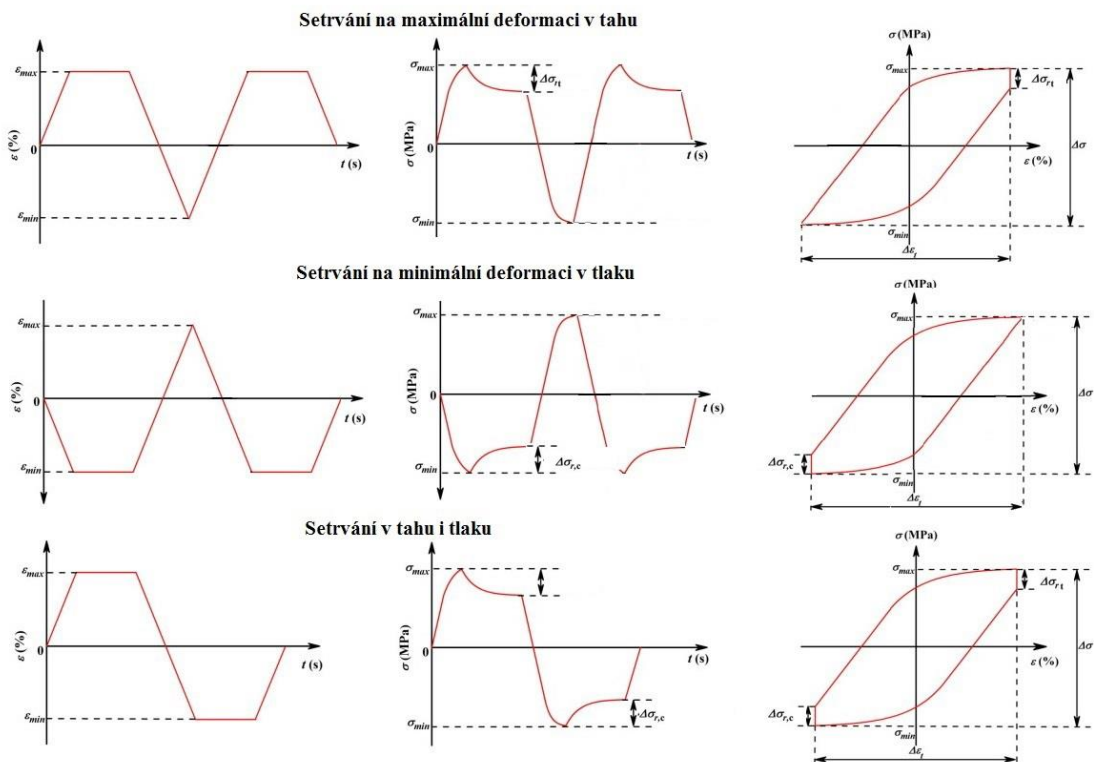
Studium nízkocyklové únavy je zpravidla prováděno v režimu řízené deformace za izotermických podmínek, kdy jsou brány v potaz časově závislé vlivy, z nichž je nejvýznamnější creepové zatížení. Zařízení způsobilá k simulaci reálných podmínek zatěžování jsou často velmi nákladná. Z toho důvodu je v laboratorních podmínkách přistupováno k náhradě teplotní složky namáhání (vzniklé gradientem teploty) složkou mechanickou za konstantní teploty. Průběh napětí a deformace zátěžného cyklu pro různé variace cyklu včetně hysterezní smyčky je ukázán na obr. 2.9. Znárodným zatížením jsou vystaveny především parní kotle, rotory a statory parních turbín či komponenty plynových turbín leteckých motorů. Alternující část cyklu představuje zahájení a ukončení provozu součásti. Období provozu je simulováno statickou složkou zatížení (tzv. „dwell“ či „hold time“), což umožňuje reprezentativně napodobit komplexní interakci únavy a creepu [45].

Dle sledu událostí, kterým je zkušební těleso vystaveno, rozlišujeme interakci únavy s creepem na dvě skupiny:

- a) Sekvenční – jsou-li jednotlivé způsoby namáhání oddělené. To znamená, že jsou prvně uskutečněny únavové testy a následně creepové zkoušky (respektive v opačném sledu).
- b) Simultánní – jak creepová, tak cyklická složka je obsažena v každém zátěžném cyklu.

V režimu řízené deformace je častěji voleným a snáze interpretovatelným druhým způsobem zatěžování. Creepové poškození je zde reprezentováno časovou prodlevou na dané hodnotě deformace v tahu, tlaku či obou zároveň (viz obr 2.9) a to vždy s ohledem na průmyslovou aplikaci daného materiálu.

Vliv prodlev na únavovou životnost není obecně stejný pro jednotlivé materiálové skupiny (slitiny hořčíku, niklové superslitiny, oceli...), natož pro všechny materiály. Existuje řada materiálů, kdy vložení prodlev skutečně vyvolá pokles životnosti, jak by se dalo očekávat. Stejně tak ale existují materiály, které nejsou vůči vloženým prodlevám citlivé, a může tedy dojít i k nárůstu celkové životnosti [44].

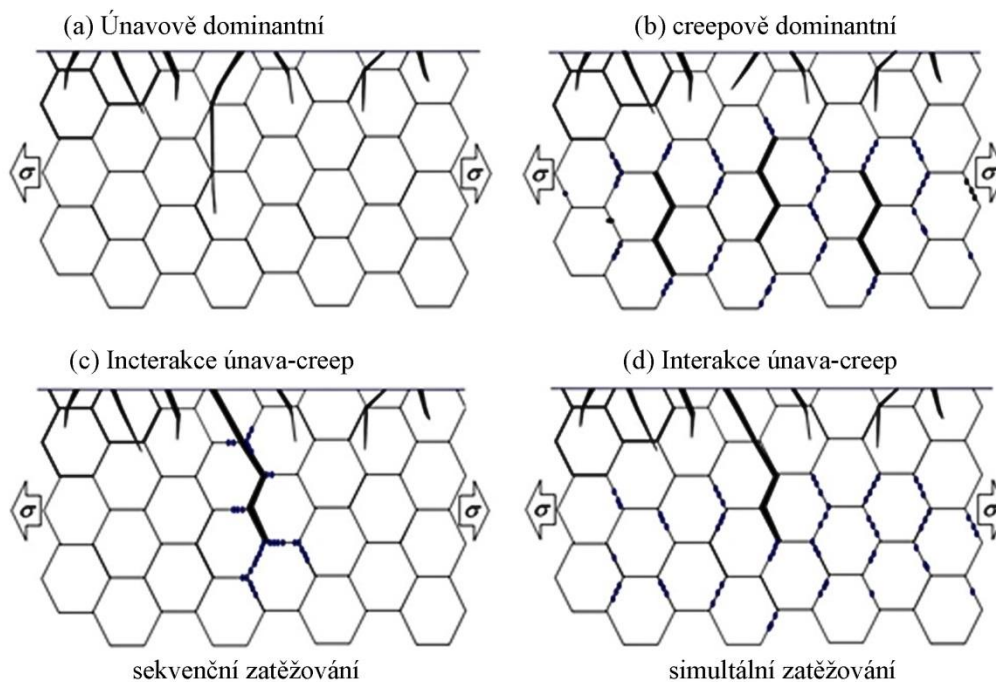


Obr. 2.9: Kombinace zátěžných cyklů s prodlevou a jim odpovídající tvary hysterezních smyček [46].

2.4.1.1 Mechanismus interakce únava-creep

Průmyslová zařízení pracují v odlišných podmínkách, kdy mezi startem a vypnutím mohou uplynout minuty, hodiny či dny. Vývoj poškození vlivem interakce únavy a creepu je závislý na teplotě, rozsahu deformace, deformační rychlosti, době prodlevy, mezi pevnosti a tažnosti materiálu [44, 46]. Poškození dle dominantního mechanismu může být rozděleno následovně:

- Mechanismy s převládající únavou – k porušení tělesa dochází díky růstu únavových trhlin bez viditelné známky creepového poškození (obr. 2.10a). Tento mechanismus převládá při vysokých rychlostech deformace a s krátkou dobou prodlevy i za velmi vysokých teplot.
- Mechanismy s převládajícím creepem – za těchto podmínek je interakce s únavovým porušením zanedbatelná a creep hraje zásadní úlohu. K selhání tělesa dojde interkrystalicky v důsledku nahromadění kavit na hranicích zrn (obr. 2.10b).
- Interakce únava-creep – v materiálu už jsou pozorovány kavity od creepového poškození spolu s únavovými trhlinami (obr. 2.10c,d). Oba druhy poškození se ze začátku vyvíjejí nezávisle. Rozsah interakce závisí na velikosti jejich vzájemného poměru. Často se vyskytujícím případem je počáteční růst trhlin, jejichž rychlost růstu se neliší od běžného cyklického zatěžování. V pokročilejším stádiu porušení začne docházet k spojování trhlin napříč zrnem, a to především oblastmi s kavitami. Výsledná lomová plocha sestává z oblastí transkrystalického a také interkrystalického porušení.



Obr. 2.10: Režimy porušování materiálu v relaci k způsobu zatěžování [47].

2.4.2 Termomechanická únava

Součásti plynových turbín leteckých motorů, mezi něž patří spalovací vložky, lopatky, disky, trysky a podobně, jsou vystaveny vysokým teplotám a mnohdy i značným teplotním gradientům. Deformace vyvolané v těchto komponentech mají svůj původ jak v mechanickém zatížení, tak i v podobě teplotních polí. Tento druh namáhání ústí ke komplexnímu termomechanickému únavovému poškození materiálu, což vede k iniciaci trhlin a jejich následnému šíření napříč průřezem součásti až do lomu [48].

Termomechanická únava (TMF) materiálu není novým fenoménem dnešní doby a je pro konstruktéry známá již celou řadu let. Kupříkladu Sims ve své knize [49] uvádí, že většina poruch vysokoteplotních zařízení je způsobena právě v důsledku TMF. Z nedostatku spolehlivých údajů a díky snaze konstruktérů extrapolovat data pro TMF z únavy za konstantní teploty byla tomuto tématu věnována omezená pozornost.

Zkoušky termomechanické únavy jsou variantou testování určeného k simulaci reálných provozních podmínek. Konkrétně je snahou TMF testů charakterizovat reakci materiálů na současné periodické změny mechanického zatížení a teplotních výkyvů mající synergický účinek. Základní teorie TMF se opírají o interakci únavy a creepu. Bylo zjištěno, že životnost komponent v rámci těchto zatížení se značně liší od dat získaných při izotermických zkouškách nízkocyklové únavy prováděné při maximální teplotě provozu. V práci Thomase [50] na materiálu IN738 bylo ukázáno, že v případě stejných hodnot amplitudy deformace je creepové poškození při teplotních cyklech 500 až 850 °C výraznější oproti cyklování za konstantní teploty 850 °C. Další práce [51] zabývající se touto tematikou jen potvrzuje výše popsaný fakt u jiné niklové slitiny. Tyto okolnosti vedou k závěru, že k predikci a hodnocení životnosti plynových turbín by mělo být využito TMF spíše než zkoušek za izotermických podmínek.

2.4.2.1 Zátěžný cyklus při TMF

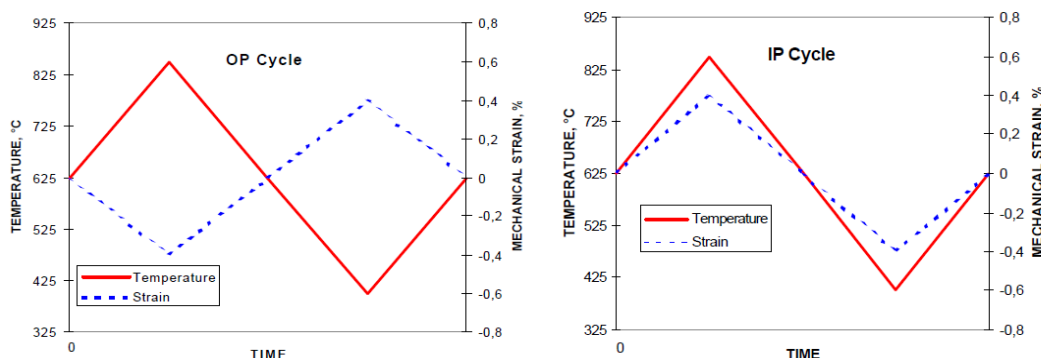
Moderní laboratorní testovací techniky umožňují realistické simulace tvarů cyklů. Tyto pak umožňují vytvářet takové zkušební podmínky, které jsou velmi blízké reálnému provoznímu zatížení. Existuje několik základních režimů cyklování, jež jsou ukázány v závislosti na čase na obr. 2.11 a obr. 2.12. K popisu cyklů je použito tzv. fázového posunutí δ definovaného jako úhlový rozdíl mezi mechanickým a teplotním cyklem. Je možné volit jakékoliv fázové posunutí v rozmezí $180^\circ > \delta > -180^\circ$. Aplikace různých zátěžných cyklů se liší komponenta od komponenty a spočívá na provozních podmínkách, geometrii a použití dílce [52].

Základní zátěžné cykly lze charakterizovat následovně:

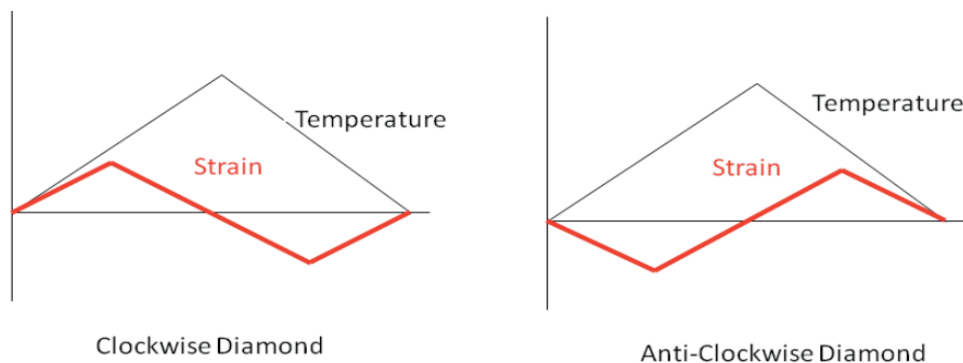
a) Ve fázi (In-Phase – IP) – hodnota maximální deformace (popřípadě napětí) koresponduje s maximální teplotou a naopak minimální deformace je dosaženo, když je teplota nejnižší. Fázové posunutí $\delta = 0^\circ$.

b) Mimo fázi (Out-of-Phase – OP) – maximální a minimální deformace je v cyklu dosaženo při nejnižší, respektive nejvyšší teplotě. Fázové posunutí v tomto případě je $\delta = 180^\circ$.

c) Příklad, kdy je fázové posunutí rovno 90° , je nazýván diamantovým cyklem. Maxima a minima deformací jsou dosahovány při středních hodnotách teplot. Jak ukazuje obr. 2.12, diamantový cyklus je možno provádět ve dvou variantách: po směru, respektive proti směru hodinových ručiček (Clockwise a Anti-Clockwise).



Obr. 2.11: Základní režimy zatěžování v průběhu TMF (temperature – teplota, time – čas, strain – deformace, mechanical strain – mechanická deformace) [53].



Obr. 2.12: „Diamantový“ cyklus s 90° fázovým rozdílem (clockwise (CD) – kladný fázový rozdíl, anti-clockwise (ACD) – záporný fázový rozdíl, temperature – teplota, strain – deformace) [54].

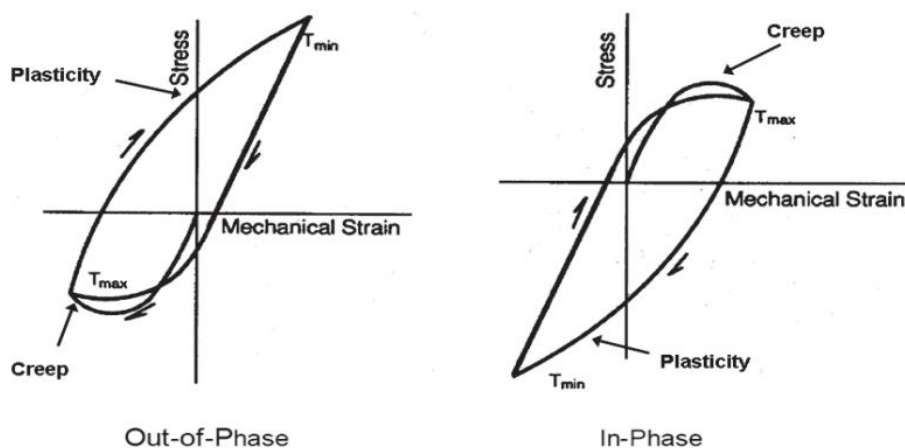
Únava kovových materiálů

Hodnota celkové deformace ε_{tot} , je dána součtem amplitud části mechanické ε_{mech} (plastické a elastické složky) a tepelné ε_{th} uvedené v rovnici 2.6,

$$\varepsilon_{tot} = \varepsilon_{mech} + \varepsilon_{th} = \varepsilon_{mech} + \alpha(T_{max} - T_{min}) \quad (2.6)$$

kde T_{max} a T_{min} jsou maximální a minimální teploty zkoušení a α je koeficient teplotní roztažnosti zkoušeného materiálu. „Real-time“ kompenzace teplotní složky v průběhu TMF zkoušek je velmi důležitá pro dosažení požadované mechanické deformace. Ověření korektnosti kompenzace se provádí za podmínek, kdy hodnoty mechanické deformace odpovídají: $\varepsilon_{max} = \varepsilon_{min} = 0$ [55,56].

Různé varianty fázového posunu mají významný vliv na mikrostrukturu, deformační chování a samotnou únavovou životnost materiálu. Uvažujeme-li cyklování v určitém teplotním intervalu, kdy se mechanická složka kryje s tepelnou (IP), bude v důsledku creepu docházet k snížení maximálního tahového napětí a tím i k poklesu středního napětí. Naproti tomu nárůst středního napětí je mnohem pravděpodobnější v případě OP cyklu, kdy se projeví pokles a relaxace napětí v tlakové oblasti v důsledku creepu. Způsob, jakým ovlivňuje fázový posun hysterezní smyčku, je deklarován na obr. 2.13 [56].



Obr. 2.13: Schematická hysterezní smyčka pro Out-of-Phase a In-Phase cyklus (plasticity – plasticita, mechanical strain – mechanická deformace, stress – napětí) [56].

2.4.2.2 Mechanismy poškození při TMF

Nejvýznamnější činitelé podílející se na poškození materiálu při termomechanické únavě jsou únava, creep a vliv prostředí (oxidace) [57]. Tyto tři základní činitelé mohou vzájemně interagovat v závislosti na teplotě, velikosti deformace a fázovému posunu. Zvláště za zvýšených teplot, kdy nabývá na důležitosti časově závislá složka deformace, jsou interakce únavy a creepu důležitými parametry [58]. Únava materiálu a vliv časově závislé složky deformace (creep) na mechanismy poškození byly zmíněny dříve.

Rozsah poškození vlivem vnějšího prostředí je dán citlivostí testovaného materiálu. Zpravidla můžeme za vysokých teplot pozorovat dva typy chování materiálu. Prvý typ je lineární oxidace, jež je popsána rovnicí (2.7), druhým typem chování je parabolická oxidace formulovaná rovnicí (2.8):

Únava kovových materiálů

$$\Delta m = k_L * t \quad (2.7)$$

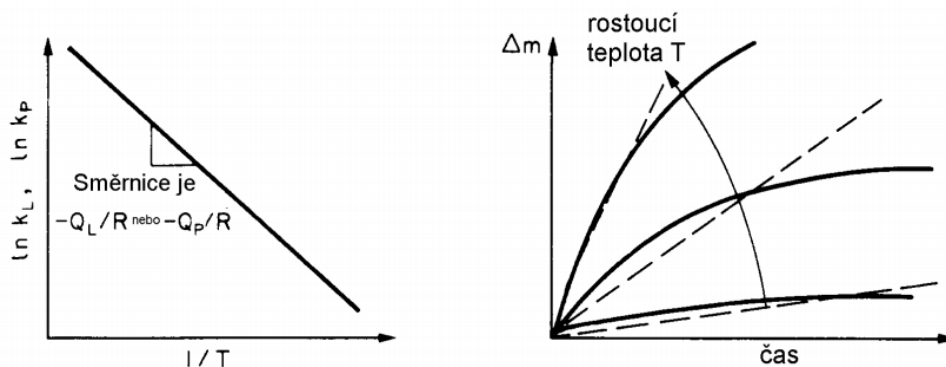
$$(\Delta m)^2 = k_P * t \quad (2.8)$$

kde k_L a k_P jsou kinetické konstanty, t čas a Δm hmotnostní přírůstek.

Degradace tvorbou oxidického filmu je značně závislá na teplotě (obr. 2.15) a její rychlost je definována Arrheniovým vztahem (2.9), tj. kinetické konstanty k_L a k_P rostou exponenciálně s teplotou.

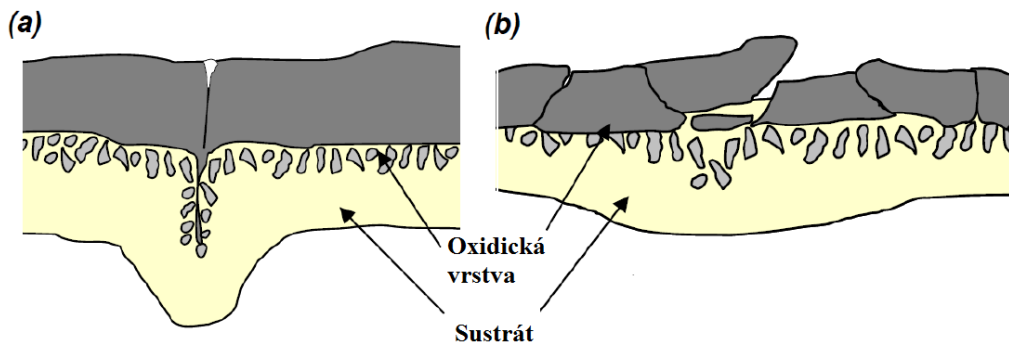
$$k_L = A_L * e^{\frac{-Q_L}{RT}} \quad k_P = A_P * e^{\frac{-Q_P}{RT}} \quad (2.9)$$

kde A_L a A_P , Q_L a Q_P jsou materiálové konstanty.



Obr. 2.14 Průběh rychlosti oxidace [59].

Pro ilustraci uvažujme Out-of-Phase cyklus, oxidace se bude nejvýrazněji projevat v tlakové části cyklu. Naproti tomu při snižování teploty a přesunu do tahové části nastane rozrušení a praskání oxidické vrstvy kvůli vyšší křehkosti oxidů. V těchto místech dojde k obnažení čistého materiálu a oxidace je na nepoškozeném povrchu urychlena a samotný proces je neustále dokola opakován (obr. 2.15). Praskání oxidického filmu může být pozorováno i v případě cyklování ve fázi v tahové části. Během ochlazování dojde k vybočení a delaminaci oxidů a obnažení povrchu. Seifert a Riedel ve své práci [60] uvádějí vliv oxidace na únavovou životnost a její predikci. Na základě jejich výzkumu bylo zjištěno, že doba šíření únavové trhliny značně dominuje nad dobou iniciace trhliny. Nicméně stanovení samotného vlivu oxidace na šíření je poměrně komplikované. Zatímco u IP testů je nejvýznamnější poškození v tahové sekci a je očekávána vyšší rychlost šíření, může mít oxidická vrstva i pozitivní efekt a přispět k výraznějšímu uzavírání trhliny a tím snížit koncentraci napětí na čele únavové trhliny. Naopak v případě OP testů může být pozorována vyšší rychlost šíření.

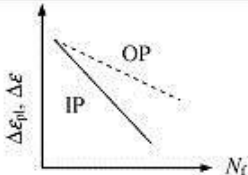
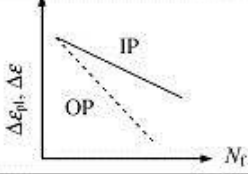
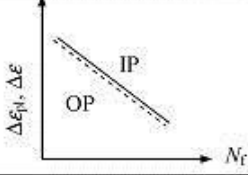
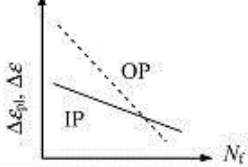


Obr. 2.15 Schéma praskání povrchové vrstvy oxidů
(a) Out-of-Phase, (b) In-Phase [61].

2.4.2.1 Křivky životnosti

Ve snaze popsat chování při TMF musí být brána v úvahu existence značného počtu mechanismů, které budou mít vliv na únavovou životnost. Faktor asymetrie cyklu R , fázový úhel, rozptyl, maximum a minimum teplot, hodnota deformace a odolnost materiálu vůči prostředí jsou sice určujícími parametry, ale samy o sobě nemají takový dopad, jako když působí současně. Obecně je predikce životnosti turbínových lopatek založena na počtu cyklů do iniciace trhliny. Naproti tomu u spalovacích vložek a disků, které mají mnohem větší toleranci k poškození, může predikce zahrnovat i oblast šíření trhliny. Nitta a Kuwabara [62] navrhli klasifikaci životnosti materiálu dle typu převládajícího poškození (obr 2.16). Chování typu I odpovídá převládajícímu creepovému poškození. Vliv napětí a vysoké teploty je proto více poškozující při IP cyklu než OP, kdy je maximální teploty dosaženo v tlakové části cyklu. Brzká iniciace trhlín vede ke snížení životnosti v případě OP cyklu (Typ O). Zkřehnutí povrchu tvorbou oxidického filmu akceleruje nukleaci únavových trhlín v případě, kdy je dosaženo maximální deformace za minimální teploty. V případě, kdy nepřevládá ani jeden z mechanismů, jsou životnosti IP a OP cyklů srovnatelné (Typ E, E').

Pro charakterizaci celkového poškození byla navržena řada modelů umožňujících s dostačující přesností odhadnout životnost materiálu. Sofistikovanější modely vyžadují více proměnných a souvisejících parametrů, které musí být zahrnuty do odhadu životnosti, aby plně representovaly hlavní mechanismy poškození. Mezi proměnné vstupující do rovnic patří modul pružnosti, rozsah elastické, plastické a celkové deformace, rozptyl deformační energie, teplota, frekvence nebo rychlost deformace, prodlevy na teplotě a velikost středního napětí [63–72].

Typ		dominantní mechanismus poškození
	<p>Typ I: IP zatěžování vede k nižší životnosti</p>	<p>creep</p>
	<p>Typ O: OP zatěžování vede k nižší životnosti</p>	<p>vliv prostředí</p>
	<p>Typ E: IP i OP zatěžování má shodnou životnost</p>	<p>nepřevládá žádný mechanismus</p>
	<p>Typ E': Pro IP i OP existuje tranzitní počet cyklů</p>	<p>creep převládá při vyšších deformacích</p>

Obr. 2.16: Klasifikace životnosti při termomechanickém cyklování [62].

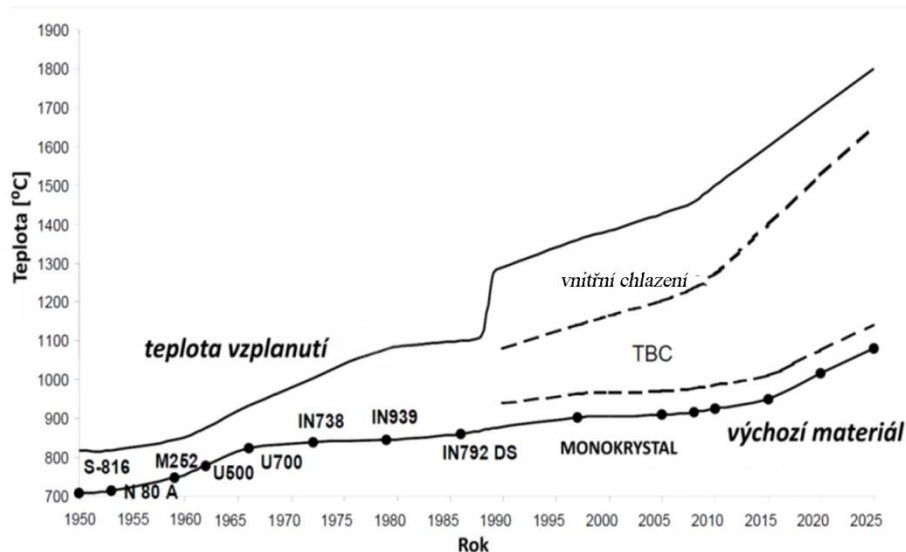
Experimentální data mohou být aproximovány mocnými funkcemi popsány rovnicemi (2.2) a (2.4). V důsledku proměnlivé teploty zkoušení během zkoušek termomechanické únavy dochází k poměrně výrazné asymetrii v odezvě materiálu na vnější zatížení, jak je patrné z hysterezních smyček na obr 2.13. Toto se projeví vývojem tahového (OP zátěžný cyklus) či tlakového (IP zátěžný cyklus) středního napětí. Smith, Watson a Topper navrhli úpravu Mansonova vztahu (rovnice 2.5), který skrze maximální napětí nepřímo definuje vliv středního napětí [73]:

$$\sigma_{max} \varepsilon_{amech} = \frac{(\sigma_f')^2}{E} (2N_f)^{2b} + \sigma_f' \varepsilon_f' (2N_f)^{b+c} \quad (2.10)$$

kde parametry σ_f' , ε_f' , b a c jsou známé z rovnic 2.2 a 2.4, E je modul pružnosti, σ_{max} maximální napětí, ε_{amech} amplituda mechanické deformace a N_f počet cyklů do lomu.

3 Niklové superslitiny

Niklové superslitiny jsou materiály schopné odolávat extrémním podmínkám panujícím v prostředí stacionárních a leteckých plynových turbín. Vyznačují se neobyčejně dobrou pevností, únavovou a creepovou odolností a povrchovou stálostí za vysokých teplot. Přelomovým objevem z roku 1926 bylo precipitační zpevnění ocelí hliníkem a titanem [74]. Nedlouho nato byl tento princip patentován i u niklových superslitin [75, 76]. První precipitačně vytvrditelnou slitinou z roku 1940 byl Nimonic 80. Rapidní růst pracovních teplot niklových superslitin z původních 700 °C na dnešních více jak 1100 °C je zachycen na obr 3.1 [77, 78].



Obr. 3.1: Vývoj pracovních teplot stacionárních turbín [79].

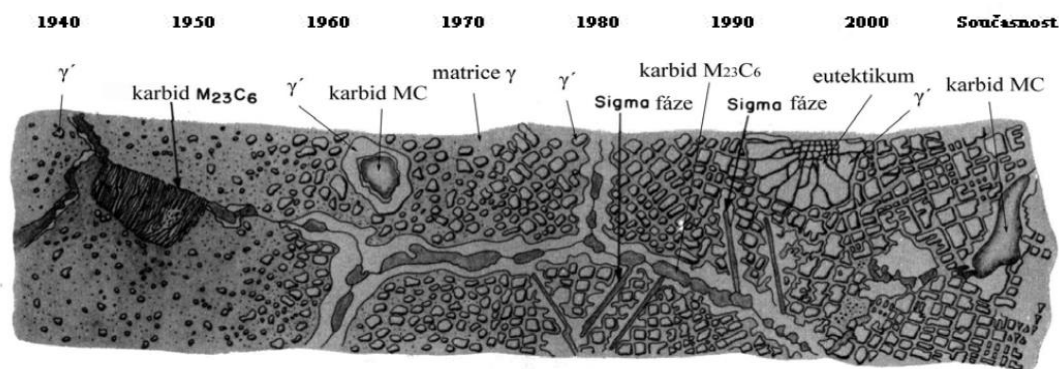
Soustavná optimalizace chemického složení, mikrostruktury a výrobních technologií dala vzniknout řadě průmyslově významných i méně využívaných niklových slitin. Zatímco chemické složení a mikrostruktura spolu s inovativním konstrukčním řešením šly ruku v ruce, rozvoj technologií výroby byl zcela determinující a zpočátku brzdícím elementem vývoje a produkce niklových superslitin [80]. Výroba niklových superslitin je závislá na vakuové technologii tavení, odlévání (metoda vytavitelného modelu) a tepelného zpracování. Zvládnutí technologie výroby součástí bez slévarenských defektů umožnilo navýšení užitých vlastností metalurgickou cestou. Mikrostruktura současných superslitin se od prvních zásadně liší v morfologii a podílu jednotlivých strukturních součástí včetně potlačení vzniku nežádoucích fází. Nicméně společným rysem všech je matrice tvořená tuhým roztokem gama γ s fcc mřížkou. Vhodnou kombinací legujících prvků (Al, Cr, Ti, Nb, Co, Ta, W, ...) lze výrazně ovlivnit a optimalizovat mechanické, chemické či fyzikální vlastnosti niklových superslitin. Zpevnění materiálu je dosaženo jak substitučním vytvrzováním matrice γ (W, Co, Mo, Re), tak převážně precipitáty intermetalických fází γ' – $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ a γ'' – Ni_3Nb . Přidáním malého množství Hf a/nebo Ta zvyšuje pevnost a stabilitu precipitátů. Pevnost hranic zrn lze podpořit přítomností karbidů a boridů [77, 81, 82]. Detailnější popis jednotlivých fází vyskytujících se ve struktuře niklových superslitin je uveden v následující kapitole.

3.1 Strukturální složky

Mikrostruktura niklových superslitin je díky širokému spektru legujících prvků velmi komplexní. Základní matici tvoří neuspořádaný tuhý roztok γ . Precipitáty zpevňující fáze γ' (Ni_3Al nebo $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$) jsou na matici koherentně navázány. U některých superslitin je možné pozorovat rovněž vytvrzující fázi γ'' (Ni_3Nb). Přítomny jsou často primární karbidy (MC) a sekundární karbidy (M_{23}C_6 , M_6C , M_7C_3) a v malé míře se vyskytující boridy a karbonitridy (M_3B_2 , $\text{M}(\text{C}, \text{N})$, $\text{M}_{23}(\text{C}, \text{N})_6$).

Nezbytností v procesu výroby je zabránění vzniku nežádoucích fází, které nepříznivě působí na vlastnosti materiálu. Tyto fáze (η , μ , σ , Lavesovy) se vylučují za vysokých teplot při dlouhodobém provozu. Je-li jejich obsah ve velkém množství, mají za následek především zkřehnutí materiálu [77].

Obr. 3.2 zachycuje historii strukturálního vývoje niklových superslitin, především je možno porovnat změnu tvaru precipitátu γ' .



Obr. 3.2: Historický vývoj mikrostruktury niklových superslitin [83].

3.1.1 Fáze γ

Tato fáze tvoří matici, v níž jsou dispergovány ostatní fáze. Jedná se o neuspořádaný substituční tuhý roztok niklu a legujících prvků. Matrice krystalizuje v fcc mřížce. Neprodělává žádnou alotropickou přeměnu, která by mohla destabilizovat strukturu. Prvky rozpouštějící se v matici jsou především z V., VI. a VII. skupiny periodické soustavy (Co, Cr, Fe, Mo, W, Nb a Ta). Zpevnění matrice je nejvýznamnější substituční náhradou atomů niklu atomy s větším poloměrem (W, Ta, Mo a Nb) [82]. Rozdíl ve velikosti atomů vzhledem k niklu je 3 – 13 %. Na volbu přísadových prvků rozpuštěných v tuhém roztoku má zásadní vliv valenční sféra s ohledem na požadovanou strukturální stabilitu za vysokých teplot. Korozní odolnost superslitin tvorbou povrchového oxidického filmu je zaručena vyšším obsahem Cr v matici. Při nevhodně zvoleném chemickém složení a přesycení matrice Cr, Mo, W, Re může docházet k vylučování intermetalických σ , μ a Lavesových fází [84]. V matici jsou rozpuštěny i Al a Ti, ale tyto prvky při tepelném zpracování a jiných precipitačních procesech opouštějí matici [49].

3.1.2 Fáze γ'

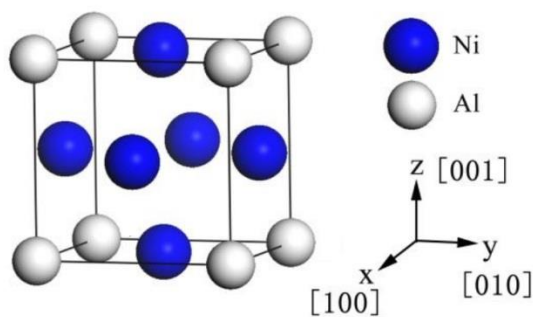
Tato fáze patří mezi tzv. Kurnakovovy fáze a ukázala se jako klíčová pro zpevnění niklových superslitin za zvýšených teplot. Jedná se o intermetalickou fázi krystalizující v fcc mřížce. Fáze má uspořádanou strukturu označovanou jako typ $L1_2$, pro kterou je charakteristický obecný vzorec A_3B . Uzlové body mřížky jsou

Niklové superslitiny

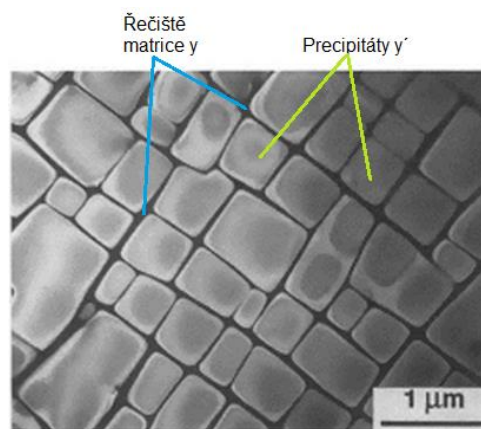
přednostně obsazeny atomy Al, případně nahrazeny atomy Ti. Nikl se pak usazuje do středů stěn mřížky (viz obr. 3.3).

Homogenní nukleace zpevňující fáze γ' probíhá z neuspořádaného tuhého roztoku při poklesu teploty, přičemž řídicím faktorem transformace je snižování entalpie během krystalizace uspořádané Ni_3Al fáze [82]. Jednotlivé precipitáty či shluky precipitátů jsou od sebe odděleny řečištěm matrice γ (obr. 3.4). Tvar a velikost precipitátů jsou do značné míry ovlivněny chemickým složením, rychlostí ochlazování superslitiny a tepelným zpracováním [85].

Morfologie, objemový podíl a vysokoteplotní stabilita precipitátů determinují výsledné vlastnosti superslitiny. První superslitiny obsahovaly precipitáty ve formě globulí, jejichž obsah nepřesahoval 20 % (viz obr. 3.2). Zvyšování objemového podílu γ' bylo docíleno kontrolou obsahu Al a Ti. Superslitiny získávají maximální pevnost při objemu kuboidálních částic γ' 70 % [82].



Obr. 3.3: Rozložení atomů v elementární buňce mřížky typu $L1_2$ (Ni_3Al) [86].



Obr. 3.4: Uspořádání kubických precipitátů v řečišti matrice (TEM snímek) [87].

Precipitáty s matricí na sebe koherentně navazují a pro toto koherentní rozhraní je typická návaznost krystalových rovin a směrů precipitátů s rovinami a směry matrice. Rozdíl v mřížkových parametrech mezi matricí a vytvrzujícími precipitáty je tudíž velice malý. Rozsah koherentního rozhraní u fází s odlišnými mřížkovými parametry je omezen napětím, které vyvolává distorze nezbytné k jejich návaznosti. Elastická napěťová pole, jež mají mnohem větší dosah, než je rozměr samotných částic precipitátů, se podílejí na zpevnění (omezení pohybu dislokací). Dojde-li k překročení mezního napětí, které závisí na součiniteli rozdílu velikosti mřížkových parametrů δ (tzv. misfit), koherence se částečně nebo úplně poruší. Při misfitu v rozmezí $\pm 0,2$ % mají precipitáty globulární morfologii, v rozmezí $\pm 0,5$ až 1 % kuboidální a při poměru do $\pm 1,25$ % tyčinkovitou (tzv. rafty). Nad tyto hodnoty nastává ztráta koherence rozhraní [77, 81, 82].

Misfit mřížkových parametrů δ je definován jako [81]:

$$\delta = \frac{\alpha_{\gamma'} - \alpha_{\gamma}}{\alpha_{\gamma}} \quad (3.1)$$

kde je $\alpha_{\gamma'}$ mřížkový parametr zpevňující fáze γ' a α_{γ} je mřížkový parametr fáze γ .

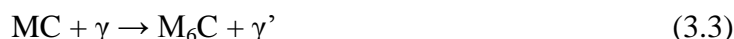
3.1.3 Fáze γ''

V padesátých letech 19. století bylo u superslitiny Inconel 718 objeven nový druh precipitátů s chemickým složením Ni_3Nb . Výrazně zvyšují pevnost a vylučují se jako nanočástice o rozměrech 5 – 30 nm [88]. Zpevnění je dosaženo podobně jako u γ' , tedy díky elastickým napětím na koherentním rozhraní matrice/precipitát, která vznikají v důsledku misfitu mřížkových parametrů. Misfit v tomto případě činí 2,9 %.

3.1.1 Primární karbidy

Ve slitinách obsahujících uhlík v rozmezí 0,02 – 0,2 hm. % ve vhodné kombinaci s reaktivními prvky jako například Ti, Ta, Hf, Nb, Mo, W se mohou utvářet primární karbidy MC. Jejich morfologie je náhodná, globulární nebo bloková [78]. Stejně jako matrice krystalizují v fcc mřížce, ale s odlišnou orientací. K jejich vzniku dochází během tuhnutí a jejich rozložení ve struktuře po odlití je značně heterogenní. Jelikož mají nižší teplotu tuhnutí než samotné superslitiny, bývají rozmístěny hlavně v mezidendritických prostorech.

Během provozu či v důsledku tepelného zpracování mají MC karbidy tendenci se rozpadat na karbidy typu M_{23}C_6 a nebo M_6C , pokud je ve slitině Mo a W, a to podle chemické rovnice (3.2) nebo (3.3). Příčinou je zeslabení vazebných sil a následná nestabilita a degradace primárních karbidů. Naproti tomu jsou prvky, jež mají schopnost zvyšovat stabilitu MC až do teplot 1200 – 1260 °C (Ta, Nb) [77, 81].



Karbidy vyloučeny po hranicích zrn mohou vést k zpevnění a zvýšení houževnatosti superslitiny. Současně přispívají k ochraně před zhrubnutím zrna. Se zvyšujícím se podílem a velikostí karbidů mohou být iniciátory zárodečných trhlin vedoucích k předčasným lomům. Morfologii, velikost a množství vyloučených karbidů lze ovlivňovat především chemickým složením a kontrolou řízení rychlosti ochlazování superslitiny [89].

3.1.2 Sekundární karbidy

Sekundární karbidy na sebe primárně vážou chemické prvky, jejichž přítomnost v jiné formě by způsobovala fázovou nestabilitu v průběhu provozu. Je-li rozložení sekundárních karbidů s globulární morfologií po hranicích zrn diskrétní, mohou je zesilovat a brzdít pokluzu hranic zrn. To vede k lepším creepovým vlastnostem a je tedy příhodné mít ve struktuře sice omezené, ale přesto dostatečné množství karbidů [90]. V případě precipitace jemné disperse karbidů v matrici dojde k jejímu dalšímu zpevnění. V případě, kdy je vyloučen po hranicích zrn souvislý karbidický film, výrazně narůstá tendence tvorby trhlin a přítomnost karbidů je nežádoucí [81].

U superslitin obsahujících zvýšené procento W a Mo (8 – 10 %) se vytváří ve struktuře karbidy typu M_6C . Teplotní interval geneze těchto sloučenin se pohybuje v rozmezí 815 až 980 °C. Karbidy typu M_{23}C_6 jsou přítomny v superslitinách se středním až vysokým obsahem Cr a vznikají během tepelného zpracování za teplot 760 až 816 °C, případně za provozních podmínek precipitací ze zbytkového uhlíku v tuhém roztoku nebo rozpadem primárních karbidů dle rovnice 3.2. Za vysokých teplot jsou však méně stabilní než karbidy M_6C [49, 77].

3.1.3 Boridy

Bór je jedním z prvků, který v omezeném množství příznivě ovlivňuje mechanické vlastnosti superslitin. V superslitinách obsahujících kolem 0,10 % bóru se snižuje koncentrace uhlíku pod 0,05 %. Výsledkem je nahrazení velké části karbidů za boridy typu M_3B_2 , $M_{23}B_6$ nebo MB_{12} . Tyto struktury jsou velmi tvrdé a vykazují deskovitou, případně pŕlmesícovou morfologii [91].

3.1.4 Nežádoucí fáze

Nežádoucími fázemi jsou v tomto případě myšleny topologicky uspořádané fáze (TCP – Topologically Close-Packed). Jejich přítomnost, v důsledku nevhodné morfologie, nepříznivě ovlivňuje mechanické vlastnosti a to především zkřehnutí materiálu. Vznikají za provozu při vysokých teplotách při nesprávném tepelném zpracování za spolupůsobení špatně zvoleného chemického složení. Jsou vylučovány ve formě dlouhých, tenkých nebo protáhlých částic, které jsou tvrdé a křehké a mají tendenci se seskupovat na hranicích zrn. Patří sem σ , μ , η , δ a Lavesovy fáze [81].

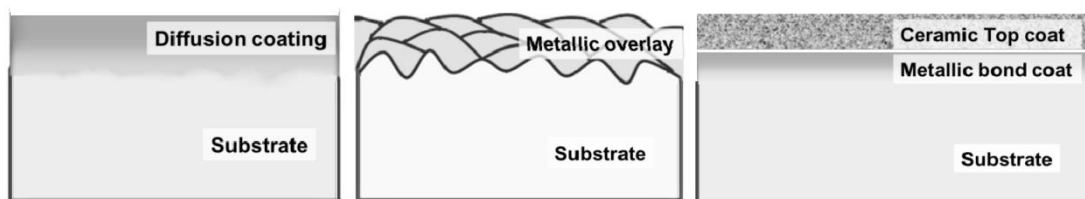
Přítomnost nežádoucích fází v některých superslitinách je nevyhnutelná. Dominantní se v tomto případě jeví fáze σ . Jedná se o intermetalickou velmi křehkou fázi vytvářející dlouhé desky nebo jehlice. Je označena A_xB_x kde A značí Cr, Mo a B je Fe, Ni. V případě zvýšeného obsahu W nebo Mo (obvykle nad 3,5 hm. %) je hlavní TCP fází vyloučenou ve slitině μ . Má obdobné vlastnosti jako σ fáze, je tvořena křehkými prodlouženými precipitáty. Z chemického hlediska vytváří sloučeniny typu A_7B_6 , kde A reprezentuje prvky VIII. skupiny a B prvky V.B a VI.B skupiny [92]. Lavesovy fáze tvoří interkrystalické precipitáty s obecným vzorcem A_2B , kde A je Fe, Cr, Mn, Si a B je Mo, Ti, Nb, Ta. Jejich krystalová struktura je charakterizována vysokou symetrií, vysokým koordinačním číslem atomů a vysokou specifickou hustotou. Základní podmínkou je velikost atomů, kdy A musí být o 20 až 30 % větší než atomy B [77].

4 Povrchové úpravy superslitin

Superslitiny jsou provozovány v prostředí bohatém na síru, chloridy, vodní páry, soli alkalických zemin či prachové částice [82, 93]. Nejmodernější niklové superslitiny nejsou schopny i přes své výjimečné vlastnosti plně vyhovět nárokům, které jsou kladeny na součásti turbín. Kritickým se stává především volný povrch. Za zvýšených teplot způsobuje kontakt kovových součástí s agresivním prostředím široké spektrum poškození, ať už se jedná o vysokoteplotní oxidaci, korozi, nahličování, sulfidaci či kombinaci jednotlivých mechanismů [94]. Nicméně ani v neagresivním vzdušném prostředí není oxidační odolnost superslitin dostatečná pro stálý provoz za teplot přesahujících 1050 °C [82, 95]. Navzdory těmto limitům je neustálý tlak na výrobu silnějších a účinnějších energetických a pohonných jednotek. Toho lze dosáhnout zvýšením provozních teplot, čímž se posouvají doposud užívané slitiny na hranici svých možností. Pozornost je proto věnována ochranným vrstvám a povlakům zajišťujícím vysokoteplotní oxidační a korozní odolnost a odolnost proti erozi spalinami.

K ochraně substrátu před účinky agresivních atmosfér slouží především difúzní vrstvy a kovové overlay povlaky. Jsou navrženy tak, aby se zabránilo přímému kontaktu základního materiálu s horkými plyny. Na povrchu se vytváří tenká vrstva stabilních oxidů zabraňující další oxidaci [96].

Dalším faktorem výrazně ovlivňujícím celkovou životnost substrátu je provozní teplota. Používané materiály determinují maximální teplotu spalin, které jsou přiváděny na lopatky turbín a mohou dosahovat teplot až 1600 °C [93], což je teplota dostačující k změkčení nebo roztavení základního materiálu. Účinné vnitřní chlazení spolu s tzv. teplotními bariérami – TBC (thermal barrier coating) umožňují práci za těchto teplot [97]. TBC povlaky jsou kombinací metalického povlaku, jež slouží jako podkladová tzv. vazebná vrstva (bond coat) a vnější izolační keramické vrstvy (top coat). Princip těchto povlaků spočívá v efektivní tepelné izolaci, kterou zajišťuje keramická vrstva s nízkou tepelnou vodivostí, čímž je zajištěna snížená teplota základního materiálu. Schéma jednotlivých vrstev a povlaků je ukázáno na obr 4.1.



Obr. 4.1: Schematické nákresy vrstev a povlaků používaných pro vysokoteplotní aplikace – zleva doprava – difúzní vrstva, overlay povlak a TBC povlak (diffusion coating – difúzní vrstva, metallic overlay – kovový overlay povlak, ceramic top coat – keramický povlak, metallic bond coat – kovový vazebný povlak, substrate – substrát [98].

4.1 Difúzní vrstvy

Vysokoteplotní koroze a oxidace jsou dva hlavní degradační mechanismy povrchu součástí pracujících v agresivním prostředí za vysokých teplot. Každý z těchto mechanismů je dominantní v jiném rozsahu teplot. Ochrana povrchu

Povrchové úpravy superslitin

součásti proti kontaminantům z okolního prostředí, nečistotám z paliva a vysokým teplotám je stěžejní pro dlouhodobý bezpečný chod zařízení.

Vysokoteplotní koroze je zrychlený oxidační proces v sirném prostředí. Může probíhat ve dvou režimech definovaných teplotními intervaly 900 až 1000 °C (Typ I) a 680 až 750 °C (Typ II). Síra je přítomna v nečistotách v méně kvalitním palivu a v okolním prostředí. Tento degradační mechanismu je více uplatňován u velkých průmyslových nebo generátorových turbín [99].

Primární funkcí difúzních vrstev je korozně oxidační odolnost zajištěná tepelně aktivovaným růstem oxidické vrstvy. Principem je difúzní sycení povrchu základního materiálu prvky s vysokou afinitou ke kyslíku, jako jsou Al, Cr a Si. Samotný základní materiál přispívá k tvorbě vrstvy. V případě provozu součásti do 980 °C je preferenčním prvkem tvořícím difúzní bariéru Cr. Ten vytváří na povrchu ochrannou vrstvu oxidů na bázi CrO_2 a Cr_2O_3 . Nad teplotou 980 °C je vhodnější sytit povrch hliníkem, který vytváří stabilnější a odolnější oxid Al_2O_3 . Ochrana povrchu není nutná v případě provozu do teplot 870 °C, kdy rychlost oxidace není zvláště velká [99].

Technologie přípravy difúzních vrstev ovlivňuje tloušťku a homogenitu výsledné vrstvy. Příprava difúzních bariér je možná z kapalného, plynného i tuhého prostředí. Průměrná hloubka je v rozmezí 10 – 100 μm . Difúze je tepelně aktivovaný proces. Z toho vyplývá možnost nárůstu tloušťky vrstvy během provozu, čímž může dojít k oslabení ochranného účinku [100].

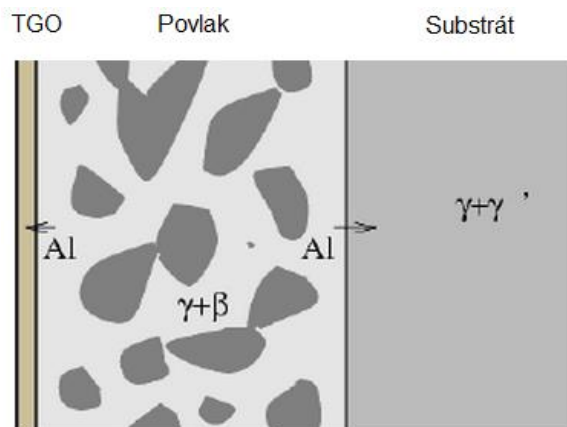
Vzniklé vrstvy jsou často rozděleny na vnější a vnitřní difúzní subvrstvu. Vnější vrstva obsahuje na hliník bohatou fázi $\beta\text{-NiAl}$ zajišťující především oxidační odolnost. Vnitřní difúzní vrstva se vyznačuje kolumnární strukturou bohatou na intermetalické fáze mající značně odlišné chemické složení. Objevují se v ní komplexní částice s vysokým obsahem Mo, Nb, Cr, Al, Ta, Si [101].

4.2 Metalické povlaky

Oxidační a korozní odolnost superslitin závisí na jejich chemickém složení. Současným trendem je zvyšování mechanických vlastností přidávkem žáruvzdorných prvků (Re, Ta, W) na úkor oxidační a korozní odolnosti (snížení obsahů Cr a Al). U metalických (tzv. overlay) povlaků se nepočítá s přispěním základního materiálu pro tvorbu ochranné vrstvy. Tento druh povlaků proto nabízí možnost použít zcela odlišné složení ve srovnání se substrátem a jejich mechanické a tepelné vlastnosti mohou být ideálně optimalizovány tak, aby byly plně kompatibilní se substrátem. Navzdory velké variabilitě je většina těchto povlaků obecného typu MCrAlX , kde M jsou Ni a/nebo Co a X vyjadřuje prvek reagující s kyslíkem, jako je např. Hf, Zr a Y [102, 103]. Příměs yttria slouží k lepší adhezi v průběhu tvorby vrstvy tepelně aktivovaných oxidů (TGO) na bázi Al_2O_3 a Cr_2O_3 a rovněž k optimalizaci mechanických vlastností povlaku. Základním požadavkem je obsah Al v rozmezí 10 až 12 hm. %, což je méně než u difúzních povlaků. Obsah chromu je přibližně 15 hm. % a jeho přítomnost podporuje tvorbu Al_2O_3 . Vyšší podíl hliníku v superslitinách způsobuje tvorbu intermetalických fází. V tomto případě je tvořena pouze $\beta\text{-NiAl}$, CoAl a/nebo $(\text{NiCo})\text{Al}$ fáze, která je obklopena tuhým roztokem γ . Výsledná dvofázová struktura zvyšuje tažnost povlaku i odolnost proti tepelné únavě [103]. Schematicky je struktura ukázána na obr 4.2.

Za vysokých teplot může dojít k degradaci povlaku odlupováním ochranné povrchové vrstvy oxidů Al_2O_3 a následnému ochuzování β fáze o hliník, který může

difundovat jak směrem k povrchu, tak i do substrátu, jak je naznačeno na obr. 4.2. S nižším obsahem β fáze je snížena oxidační i korozní odolnost povlaku [103].



Obr. 4.2: Schématické znázornění overlay povlaku [84].

Svémi mechanickými a fyzikálními vlastnostmi jsou tyto druhy povlaků předurčené jako funkčně gradientní materiály mezi substrátem a izolačním keramickým povlakem u TBC povlaků. Značné rozdíly v modulech pružnosti, koeficientech teplotní roztažnosti, houževnatosti a dalších vlastnostech superslitin a keramických povlaků musí být kompenzovány, aby nedocházelo k předčasnému selhání komponent. Proto jsou overlay povlaky často označovány za vazebné povlaky (z angl. bond coat) [103].

Nanášení overlay povlaků je možné několika způsoby, z nichž nejběžnější jsou PVD (physical vapor deposition) procesy, APS (atmospheric plasma spraying), VPS (vacuum plasma spraying), LPPS (low pressure plasma spraying), HVOF (high velocity oxyfuel spraying) a HVAF (high velocity air spraying). Vybraným technologiím žárových nástřiků je věnována kapitola 4.4.

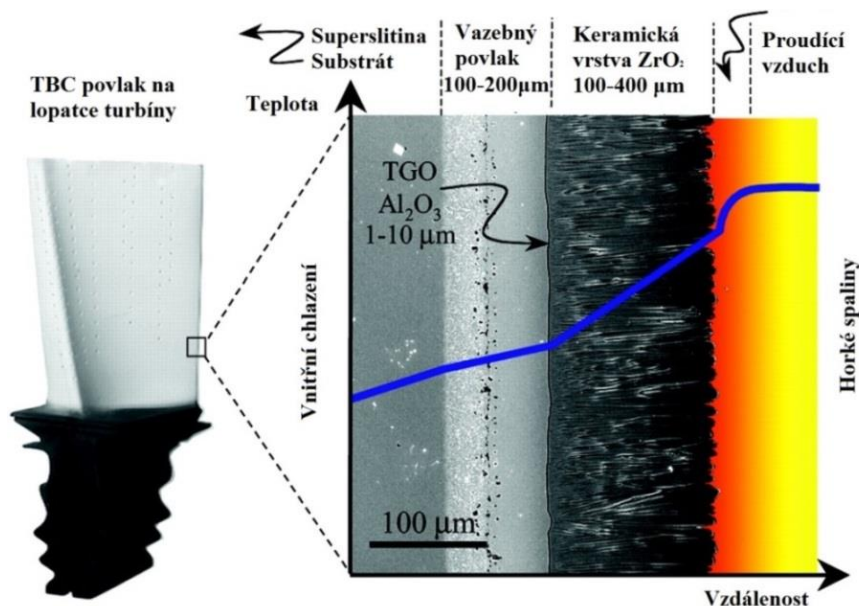
4.3 Tepelné bariéry

Primárním cílem tepelných bariér je odstínění a izolace základního substrátu proti působení vysokých teplot, kdy samotná vrstva o tloušťce 200 μm je schopná snížit teplotu substrátu až o 200 $^{\circ}\text{C}$ [84]. Vzhled a struktura TBC povlaku s kolumnární strukturou a funkčním principem jsou zobrazeny na obr. 4.3. Svrchní keramická vrstva s nízkou tepelnou vodivostí snižuje teplotu základního materiálu. V důsledku velmi rozdílných modulů pružnosti a koeficientů tepelné roztažnosti mezi základním materiálem a keramickou izolační vrstvou, které by mohly způsobit předčasné selhání povlaku, je svrchní vrstva nanášena na podkladový vazebný materiál kompenzující tyto rozdíly. Vazebná vrstva (bond coat) je na bázi MCrAlY, jimž byla věnována pozornost dříve (viz kapitola 4.2). Na rozhraní izolační a vazebné vrstvy povlaku vzniká difúzí na krátkou vzdálenost tenká oxidační vrstva TGO (thermally grown oxide). Sestává především z oxidů Al_2O_3 a Cr_2O_3 . Růst TGO vrstvy nad 8 μm vede k odlupování (delaminaci) keramického povlaku od vazebného povlaku [104].

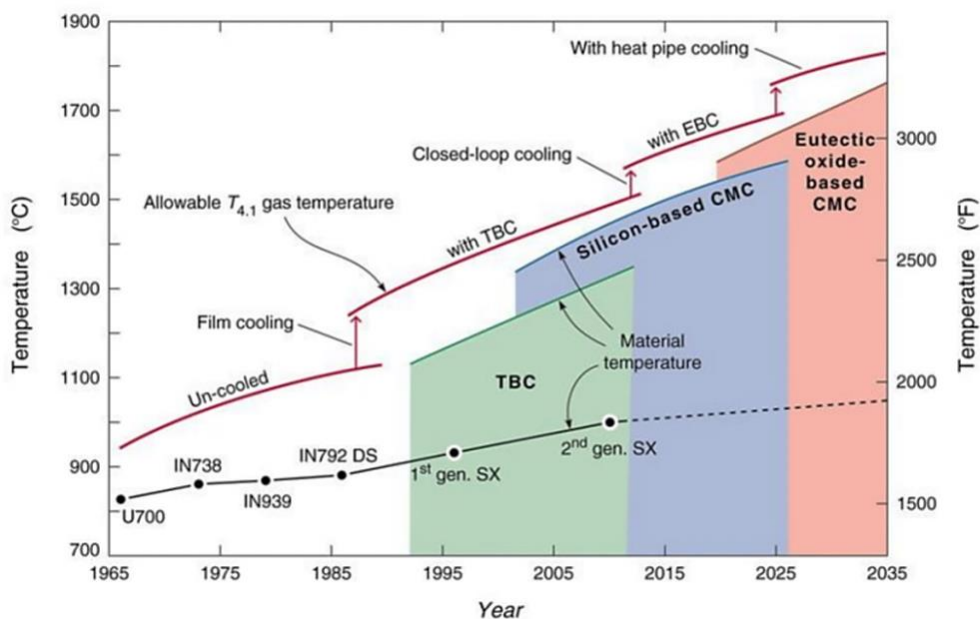
Významným parametrem TBC povlaků je tepelná vodivost. Tu ovlivňuje zejména technologie přípravy. Tepelná vodivost komerčně nejvyužívanějších TBC povlaků na bázi ZrO_2 stabilizovaného oxidem ytřitým připravených metodou plazmatického nástřiku a metodou EB-PVD za teploty 1027 $^{\circ}\text{C}$ je 0,8, respektive 1,3 $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$. Rozdíly jsou způsobeny odlišnou mikrostrukturou a porozitou povlaků.

Povrchové úpravy superslitin

Vyšší porozita zajišťuje lepší izolační vlastnosti. Nicméně dlouhodobá vysokoteplotní expozice aktivuje proces slinování, kdy dochází k zániku pórů a zhutňování povlaku, což vede k zvýšené tepelné vodivosti.



Obr. 4.3: Struktura a funkce TBC povlaku naneseného EB-PVD metodou na lopatku turbíny [105].



Obr. 4.4: Nárůst teplot spalin přiváděných na lopatky turbín v relaci s vývojem superslitin, TBC povlaků a vnitřního chlazení (Temperature – teplota, Un-cooled – bez chlazení, Allowable $T_{4.1}$ gas temperature – přípustná teplota plynů, with TBC – s tepelnou bariérou, TBC – tepelná bariéra, Material temperature – teplota materiálu, Closed-loop cooling – chlazení uzavřenou smyčkou, Silicon-based CMC – kompozity s keramickou maticí na bázi křemíku, with EBC – s environmentální tepelnou bariérou, Eutectic oxide-based CMC – kompozity s keramickou maticí na bázi eutektických oxidů, with heat pipe cooling – s trubkovým chlazením, Temperature – teplota, Year – rok) [106].

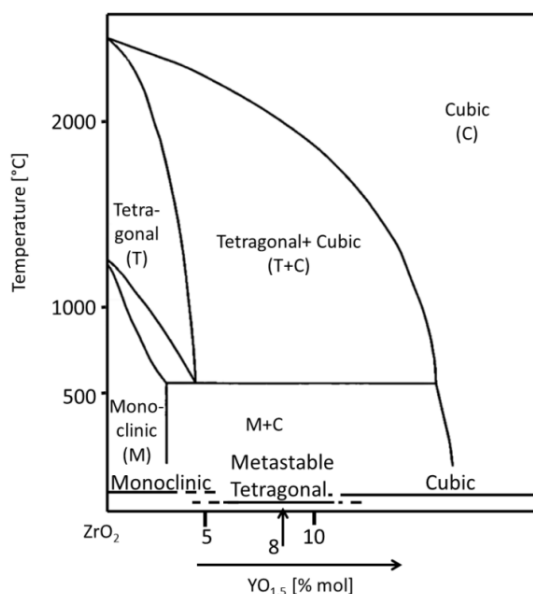
Vývoj nových TBC povlaků aplikovatelných v průmyslu umožnil za posledních několik dekád navýšení pracovních teplot niklových superslitin o 300 °C a je očekáváno, že tento trend bude i nadále pokračovat (viz obr. 4.4).

Tloušťka deponovaných keramických povlaků používaných pro součásti leteckých turbín je do 250 μm. U stacionárních energetických jednotek určených pro dlouhodobý nepřerušovaný provoz jsou tloušťky i několik mm. Objemová porozita povlaků je v rozmezí 10 až 15 % [103].

4.3.1 Keramické povlaky na bázi YSZ

Počáteční výzkum TBC začal již v 60. letech minulého století a první úspěšné testy proběhly v 70. letech [103]. Nejběžněji používaným typem TBC povlaků pro tepelnou izolaci lopatek turbín, kompresorů, ventilů a podobně se staly keramiky na bázi oxidu zirkoničitého (ZrO_2). U čistého ZrO_2 dochází během ochlazování ke změnám krystalové mřížky (obr. 4.5), které jsou spojené s nárůstem objemu o 3 až 5 obj. %. Stabilizace vysokoteplotní tetragonální fáze je možná přidáním oxidů CaO, MgO nebo Y_2O_3 [107]. Nejvíce se v praxi využívá stabilizace 6 až 8 hm. % Y_2O_3 k vytvoření keramiky označované zkratkou YSZ (yttria stabilized zirconia). Na fázovém diagramu (obr. 4.5) lze sledovat tři vodorovné oblasti ohraničující existenci fází za pokojové teploty. Obsah Y_2O_3 nižší než 4 hm. % stabilizuje monoklinickou fázi způsobující odlupování YSZ povlaků. Naproti tomu při koncentraci vyšší, než je 10 hm. % Y_2O_3 , je struktura tvořena kubickou fází s nízkou pevností a odolností vůči tepelným šokům [102, 103].

Depozice YSZ povlaků probíhá z důvodu vysoké teploty tání (~2690 °C) primárně metodami APS (viz kapitola 4.4.2) či EB-PVD. Homogenita chemického složení a distribuce částic výchozího práškového materiálu zásadně ovlivňuje výsledné vlastnosti a fázové složení naneseného povlaku. V případě nerovnoměrné distribuce Y_2O_3 může docházet k nežádoucí tvorbě monoklinické a kubické fáze [102].

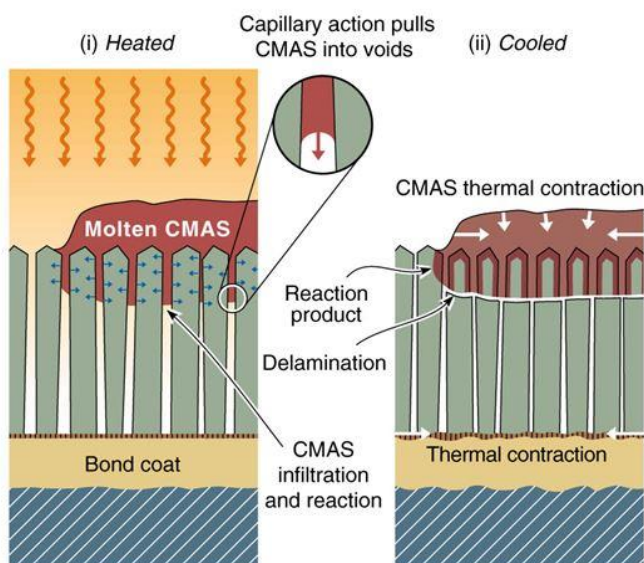


Obr. 4.5: Fázový diagram $ZrO_2 - Y_2O_3$ (Tetragonal – tetragonální, Monoclinic – monoklinická, Cubic – kubická) [98].

4.3.2 *Tepelné a environmentální bariéry*

Tepelné a environmentální bariéry (TEBC – Thermal and Environmental Barrier Coatings) jsou povlaky sloužící k ochraně povrchu lopatek turbín a tepelných štítů vůči vlivům prostředí. Klíčové požadavky pro TEBC zahrnují stabilitu v environmentálních atmosférách (především ve vodní páře), podobnost koeficientu tepelné roztažnosti s vazebným povlakem a základním materiálem, chemickou kompatibilitu a fázovou stabilitu. Dále je také požadována nízká tepelná vodivost pro zlepšení tepelné izolace povlakované komponenty.

Degradace konvenčních TBC povlaků ulpíváním částic písku, prachu a sopečného popílku označovaného jako CMAS (Calcium – Magnesium – Aluminium – Silicate) je v současné době velmi aktuálním tématem [108, 109]. Směs roztavených oxidů proniká do struktury TBC povlaku až do hloubky, kde teplota klesne na úroveň odpovídající teplotě tuhnutí penetrující směsi oxidů (přibližně 1100 °C). Po ztuhnutí je vytvořena skelná fáze s rozdílným koeficientem teplotní roztažnosti. Následně vzniklá vnitřní pnutí vedou k roztržení TBC povlaku v infiltrované oblasti [110]. Pronikání CMAS do TBC povlaku s kolumnární strukturou a jeho následnou degradaci znázorňuje obr. 4.6. V případě TBC povlaků na bázi YSZ reaguje CMAS depozit často s Y_2O_3 , čímž se zároveň oslabuje stabilita ZrO_2 [111] a povlak degraduje, jak bylo popsáno v předchozí kapitole.

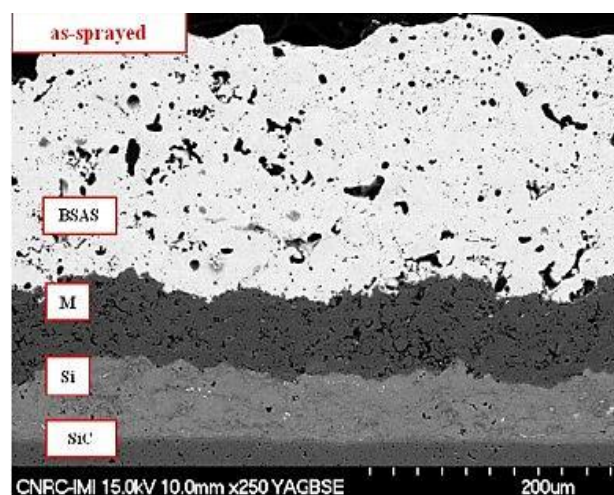


Obr. 4.6: *Pronikání roztaveného CMAS povrchem povlaku a vznik teplotních pnutí (heated – ohřátý, cooled – zchlazený, Capillary action pulls CMAS into voids – kapilární síly usnadňují pronikání CMAS depozitu do povlaku, molten CMAS – roztavený CMAS depozit, CMAS thermal contraction – teplotní kontrakce CMAS depozitu, reaction product – produkt reakce, bond coat – vazebný povlak, Thermal contraction – teplotní kontrakce, CMAS infiltration and reaction – infiltrace CMAS depozitu a reakce s povlakem [106].*

Vysoce účinné TEBC odolné vůči CMAS musí silně interagovat s roztavenými oxidy a vést k jejich rychlé krystalizaci nejlépe přímo na povrchu povlaku. V této oblasti bylo navrženo několik materiálových řešení. Vaßen poskytl přehled pokročilých TEBC na bázi oxidu zirkoničitého, pyrochlorů, perovskitů a hlinitanů vzácných zemin [112]. Slibné TEBC povlaky rezistentní k dopadu CMAS na bázi Al^{3+} a Ti^{4+} dopovaného YSZ [113, 114] s rezervoárem Al^{3+} a Ti^{4+} v povlaku TEBC

zlepšují krystalizaci CMAS a tím zabraňují dalšímu pronikání a následnému poškození povlaku TEBC. Podobného účinku lze dosáhnout přidáním prvků vzácných zemin. Drexler ukázal, že $Gd_2Zr_2O_7$ povlak se zdá být relativně netečný k různým typům environmentálních útoku [115, 116]. Jiný přístup je založen na principu obětovaných, nepropustných či nenasákavých TEBC. Jejich účinnost vůči působení CMAS studoval Rai [117], kdy prokázal, že všechny studované typy environmentálních povlaků mají vyšší odolnost proti napadení CMAS než komerční YSZ. Rovněž bylo prokázáno, že v rámci dlouhodobějšího působení CMAS depozitu se v dominantnějším postavení projevuje morfologie TEBC než jeho samotné chemické složení [117]. Jak je zřejmé z výše uvedeného, zvýšená schopnost moderních TEBC odolávat agresivnímu prostředí je dána nejen chemickým složením, které určuje míru interakce TEBC s roztaveným CMAS depozitem [118–120], ale rovněž procesem výroby ovlivňujícím uspořádání strukturních součástí povlaku. V této práci je pozornost věnována TEBC povlakům na bázi silikátů – BMAS (Barium – Magnesium – Aluminium – Silicate), BSAS (Barium – Stroncium – Aluminium – Silicate) či pouze BAS (Barium – Aluminium – Silicate), které mohou interagovat s oxidačním prostředím za vzniku ochranné vrstvy oxidu SiO_2 , který se za vysokých teplot pomalu odpařuje a brání pronikání CMAS depozitu do povlaku a jeho degradaci. Rychlost odpařování SiO_2 je v přímé relaci s teplotou, rychlostí proudění okolních plynů a parciálními tlaky odpařujících se látek.

Depozice EBC povlaků je prováděna plazmatickým nástřikem s následným tepelným zpracováním. Systémy TEBC sestávají nejméně ze dvou a více vrstev povlaků, často označovaných jako CMCs (ceramic matrix composites) materiály (obr. 4.4). Vazebný povlak $MCrAlY$ zajišťuje přilnutí svrchního keramického povlaku k substrátu a jistou kompenzaci rozdílných mechanických vlastností keramického povlaku a kovového substrátu. Povrchový povlak může sestávat z jedné i více vrstev rozdílných keramik, které poskytují odolnost zejména proti agresivnímu prostředí a rovněž plní funkci tepelné izolace [121]. Příklad struktury TEBC povlaku deponovaného metodou APS je uveden na obr 4.7.



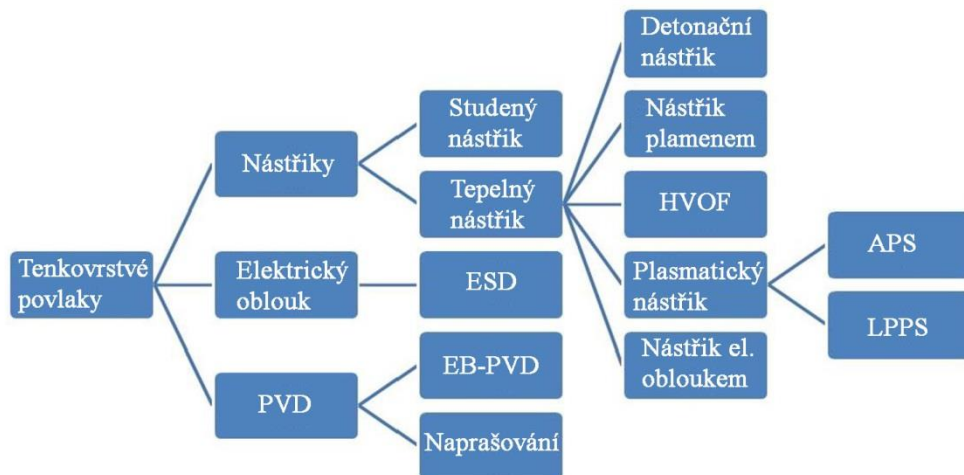
Obr. 4.7: Příklad struktury EBC povlaku (as-sprayed – stav po depozici, BSAS – barium-stroncium-aluminium-silicate, M – mullit) [121].

4.4 Technologie depozice povlaků

Overlay a TBC povlaky mohou být nanášeny řadou způsobů, jejichž přehled je graficky sumarizován na obr 4.8. Volba technologie a nastavení parametrů

nanášení zásadně ovlivňuje výslednou strukturu a vlastnosti povlaků. Principiálně jsou techniky depozice založeny na základních fyzikálních procesech interakce elektronů a látky, vypařování a formování parní fáze nebo toku plazmatu a kondenzace látky.

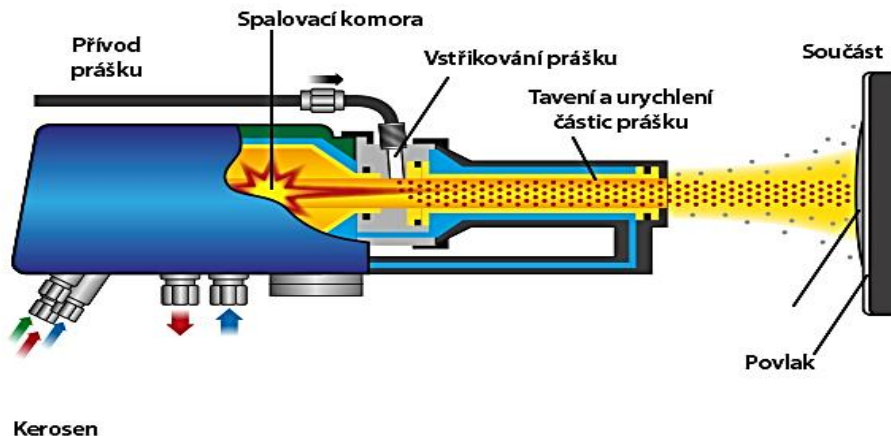
S ohledem na experimentální část této práce bude pozornost věnována technologii vysokorychlostního nástřiku plamenem a plasmatického nástřiku.



Obr 4.8: Přehled technologií používaných k depozici overlay a TBC povlaků (PVD – fyzikální depozice z plynné fáze, EB-PVD – Fyzikální depozice z plynné fáze asistovaná elektronovým svazkem, ESD – depozice elektronovým svazkem, HVOF – vysokorychlostní depozice plamenem v kyslíkové atmosféře, HVAF – vysokorychlostní depozice plamenem za atmosférických podmínek, APS – plasmatický nástřik, LPPS – plasmatický nástřik za nízkého tlaku) [122].

4.4.1 Vysokotlaký nástřik plamenem

Technologie HVOF (high velocity oxygen fuel) a její modifikace HVAF (high velocity air fuel) byla vyvinuta z technologie detonační vlnou. Depozice je uskutečňována pistolí s vnitřní spalovací komorou, jež je připojena k dvourozměrné konvergentně divergentní Lavalově dýze (obr 4.9). Ve spalovací komoře probíhá za vysokého tlaku hoření paliva a kyslíku (vzduchu), čímž je na ústí pistole vytvořen kontinuální plamen. Palivem je nejčastěji propylen, acetylén, propan a vodík. Kyslík v tomto případě slouží k iniciaci a udržení spalovacího procesu. Metoda HVAF používá jako okysličovadla místo čistého kyslíku stlačený vzduch. Materiál povlaku je následně v práškové formě axiálně nebo radiálně podáván do plamene a je expandujícím proudem plynu unášen k povrchu substrátu. V závislosti na palivu je teplota nosného plynu až 2760 °C. Rychlost plynu je v rozmezí 1370 až 2930 m.s⁻¹. Částice povlaku jsou takto nataveny a urychleny na rychlost 480 až 1020 m.s⁻¹. Po dopadu na povrchu substrátu jsou částice povlaku plasticky deformovány a vytvářejí lamelární strukturu. Metoda je vhodná pro nanášení otěruvzdorných nástřiků, cermetů, ale hlavně žáruvzdorných povlaků odolných proti vysokoteplotní korozi a oxidaci, jako jsou MCrAlX overlay povlaky [102, 103].



Obr. 4.9: Schematická konstrukce a depozice HVOF pistolí [122].

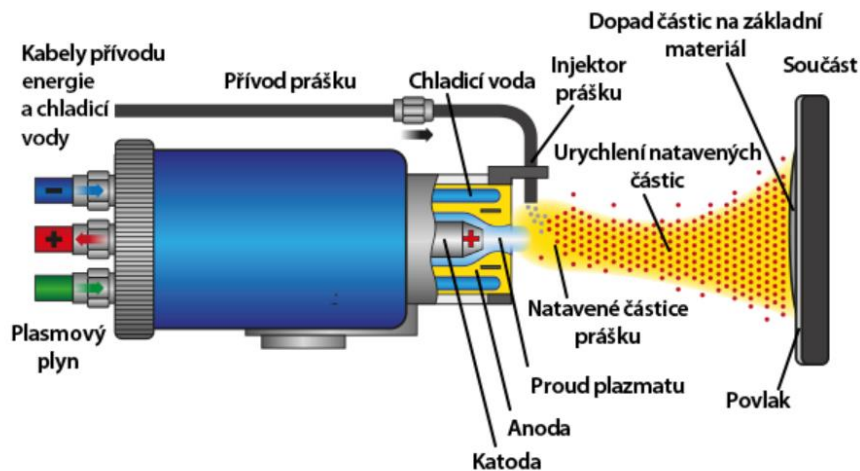
4.4.2 Plazmatické nástřiky

Plazma je známé jako čtvrté skupenství hmoty. Tento stav je do jisté míry podobný plynu, v němž jsou některé částice ionizovány (kladné a záporné ionty). Částice s opačnými náboji jsou k sobě přitahovány a posléze dochází k jejich rekombinaci způsobem blízkým exotermické chemické reakci. Při rekombinaci dochází k uvolnění entalpie, vývinu tepla a zformování plazmatu. Ionizace atomů a molekul plynu formujících plazma může být vyvolána ohřevem na vysokou teplotu, laserem nebo generátorem mikrovlnného záření [103].

Technologie plazmatického nástřiku je jednou z průmyslově nejpoužívanějších způsobů nanášení vrstev a povlaků. Vyznačuje se roztavením surového materiálu v prostředí plazmatu (15000 °C), které je vytvářeno v tzv. plazmatickém hořáku. Jedno z možných uspořádání je na obr. 4.10. K ionizaci plazmového plynu a zformování plazmatu je využit elektrický oblouk vytvořený stejnosměrným proudem mezi měděnou katodou tyčového tvaru s hrotem z wolframu a měděnou anodou chlazenou vodou. Plazma je tvořeno v inertní argonové nebo heliové atmosféře. Pro zvýšení entalpie a tím teploty plazmatu jsou do ionizovaného plynu přidávány atomy vodíku, jejichž rekombinací vzniká pětikrát více energie než rekombinací argonu. Vzniklé plazma je elektricky neutrální. Plyny na ústí dýzy mají rychlost 500 – 1000 m.s⁻¹ [102].

Materiál povlaku je ve formě prášku přiváděn na výstupu trysky do plazmatu vysokým tlakem argonu. Přidavný materiál je nataven a urychlen směrem k povrchu substrátu. Je-li tento proces prováděn na vzduchu, hovoříme o metodě APS (atmospheric plasma spraying). Přímý kontakt s atmosférou vede k zvýšené tvorbě oxidického filmu na povrchu částic přídavného materiálu, což může ve svém důsledku způsobit zhoršené korozní, oxidační a mechanické vlastnosti povlaku. Nástřikem v ochranné atmosféře nebo metodou nástřiku za nízkého tlaku LPPS (low pressure plasma spraying) lze tento nežádoucí proces potlačit [102, 103].

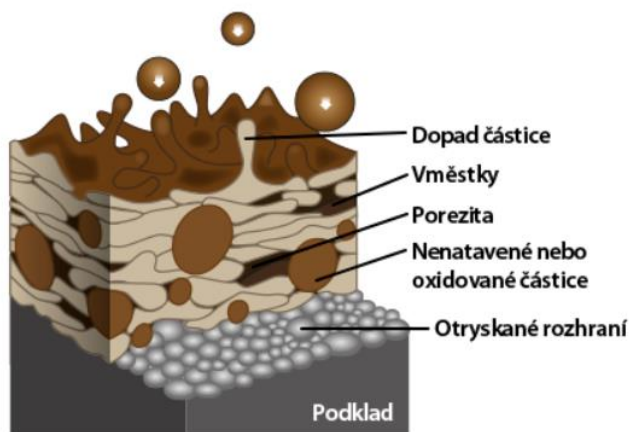
Řízený pohyb plasmového hořáku zajišťuje tvorbu povlaku o definované tloušťce, která je v rozmezí několika μm až jednotek mm. Plazmatický nástřik umožňuje deponovat povlaky z materiálů s vysokou teplotou tání, včetně oxidické či jiné keramiky. Povlaky nanesené touto technologií se vyznačují nízkou pevností vazeb a výrazně heterogenní strukturou. Obsahují značné množství pórů v množství 1 – 25 % [123].



Obr. 4.10: Schematická konstrukce a nástřik plazmatickou pistolí [122].

4.4.3 Struktura povlaku

Povlaky deponované metodou HVOF (HVOF) a APS mají velmi heterogenní vrstevnatou strukturu. Částice nataveného přídavného materiálu hnané nosným plynem vysokou rychlostí k povlakované součásti jsou při kontaktu s povrchem substrátu plasticky deformovány, čímž dochází k jejich mechanickému ukotvení. Adhezivní a kohezivní pevnost rozhraní povlak / substrát je definována charakterem mechanických zámků připravených tryskáním, gravírováním či jinou metodou. Vzniká lamelární „splatová“ struktura paralelní s rovinou povrchu (obr. 4.11). Výsledná struktura obsahuje rovněž nežádoucí součásti jako nenatavené částice, oxidické částice, kavity, póry a další defekty v podobě trhlin, prasklin a nespojitostí [102].



Obr. 4.11: Schéma struktury TBC povlaku připraveného technologií žárového nástřiku [122].

Nenatavené částice mohou být přítomny v povlaku v důsledku jejich nízké absorpce tepla či velmi krátké době v prostředí plazmatu, a vyplývají tak zejména z neuniformní velikosti částic výchozího prášku. Rozměrné částice s velkou hmotností se mohou při injektáži snáze dostat do středu proudu plazmatu s nižší teplotou. Oxidické částice vznikají v průběhu nanášení při kontaktu s okolní atmosférou zejména u kovů s vysokou afinitou ke kyslíku. Kavity a póry se pak vyskytují nejčastěji na hranicích splatů. Snížení jejich obsahu lze docílit depozicí za sníženého

atmosférického tlaku (LPPS) nebo v prostředí nízkého vakua (VPS). Nicméně porézní povlaky mají výrazně nižší tepelnou vodivost, čehož je s výhodou využito právě u TBC povlaků. Trhliny a praskliny jsou obecně nežádoucí a snižují ochranné vlastnosti povlaků. Vznikají v důsledku velkých vnitřních pnutí způsobených teplotním gradientem při ochlazování povlaku [124].

4.5 Únava povrchově upravených superslitin

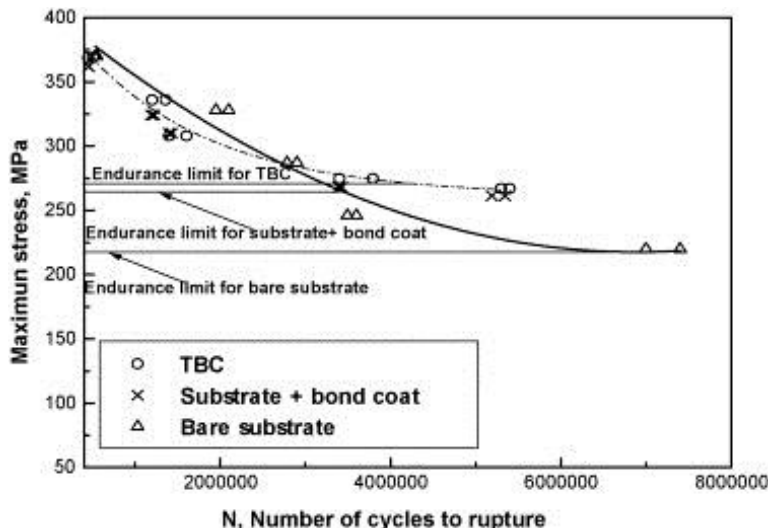
Řada prací z oblasti povrchových úprav je zaměřena převážně na vliv teplotního cyklování a odolnosti proti teplotním šokům [125–128]. Poznatky z oblasti únavy samotných vrstev nejsou nijak rozsáhlé a většina experimentálních dat pochází ze zkoušek nosného materiálu s deponovaným povlakem či vrstvou [129–131]. Vliv povrchových úprav na únavovou životnost je následně konfrontován s materiálem bez povrchových úprav. Odolnost povlaků a vrstev vůči nukleaci trhlin a jejich chování na rozhraní se substrátem jsou hlavními faktory determinujícími únavovou životnost.

4.5.1 Únavové chování za konstantních teplot

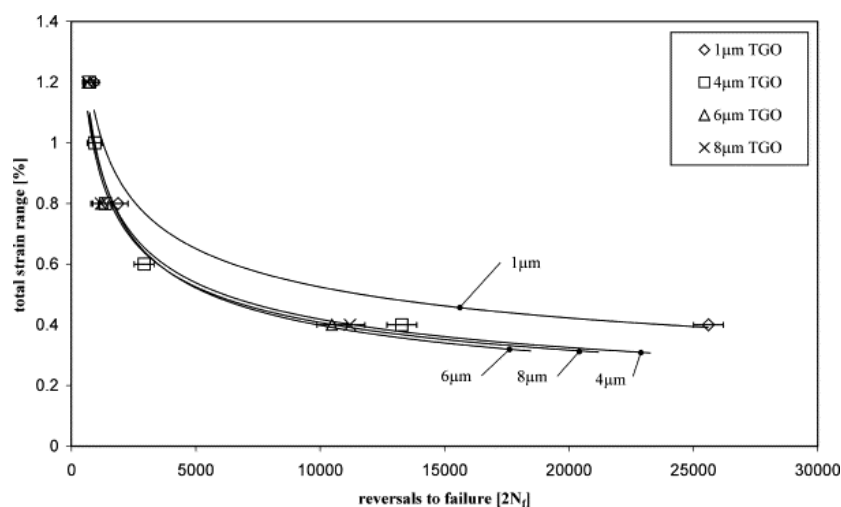
Nedávné studie únavového chování niklových superslitin s difúzní ochrannou vrstvou se shodují v názoru, že vhodná technologie a typ povrchové úpravy přispívá k zvýšení únavové životnosti [132–134]. Kritickým faktorem silně ovlivňujícím životnost se jeví teplota zkoušení [82, 102, 103]. Difúzní bariéry na monokrystalických slitinách CMSX-4 a SCB zlepšují nízkocyklovou únavovou životnost při 900 °C, při 500 °C ji naopak zhoršují [135]. Za nižších teplot jsou vrstvy křehké a trhliny snáze iniciují, čímž může dojít k předčasnému selhání komponenty. S rostoucí teplotou dochází ke zlepšení odolnosti vůči iniciaci únavových trhlin v důsledku vyšší plasticity vrstev. Toto chování difúzních a overlay povlaků je popisováno jako křehce-tvárný přechod (DBTT – ductile to brittle transition temperature) [102].

Ray [136] studoval účinek TBC povlaku na vysokocyklovou únavu polykrystalické tvářené slitiny Superni C-263 za teploty 800 °C v režimu řízené síly. Testy byly prováděny na vzduchu v rozsahu napětí 220 – 380 MPa s parametrem asymetrie $R = 0,1$. Z výsledků získaných na třech sadách vzorků (a) bez povrchové úpravy, (b) pouze s vazebným NiCoCrAlY povlakem a (c) s TBC povlakem (ZrO_2 stabilizovaný 8 hm. % Y_2O_3) vyplývá pozitivní vliv TBC povlaku na mez únavy, která je oproti (a) i (b) vyšší (obr. 4.12). S rostoucí amplitudou napětí tento benefit klesá a při amplitudě odpovídající přibližně 300 MPa je únavová životnost TBC povlaku horší než samotné superslitiny. Důvod je spojován se snazší nukleací trhlin v místech porů a defektů a jejich následným růstem do substrátu.

Únavová životnost materiálů s TBC povlakem je do značné míry ovlivněna růstem tepelně aktivovaných oxidů (TGO), které vznikají na rozhraní keramické vrstvy a vazebného povlaku. Vliv tloušťky TGO na nízkocyklovou únavu studoval Jinnestrandem [137] na slitině Haynes 230 s TBC povlakem složeným z vazebného Ni-23Co-17Cr-12,5Al-O,5Y povlaku a YSZ (7 hm. % Y_2O_3) keramického povlaku za teploty 850 °C (obr. 4.13). Zkoušky probíhaly v režimu řízené deformace. K vytvoření TGO o tloušťce v rozmezí 1 až 8 μm byla zkušební tělesa před zahájením zkoušek vystavena podmínkám simulujícím reálný provoz (1000 °C v atmosféře složené z 80 % N_2 a 20 % O_2) po dobu 0 – 1000 h.



Obr. 4.12 : Křivky životnosti superslitiny Superni C-263 bez povlaku, pouze s vazebným povlakem a s TBC povlakem (endurance limit for TBC – únavová životnost substrátu s TBC, endurance limit for substrate + bond coat – únavová životnost substrátu s vazebným povlakem, endurance limit for bare substrate – únavová životnost substrátu, maximum stress – maximální napětí, Number of cycles to rupture – počet cyklů do lomu) [136].

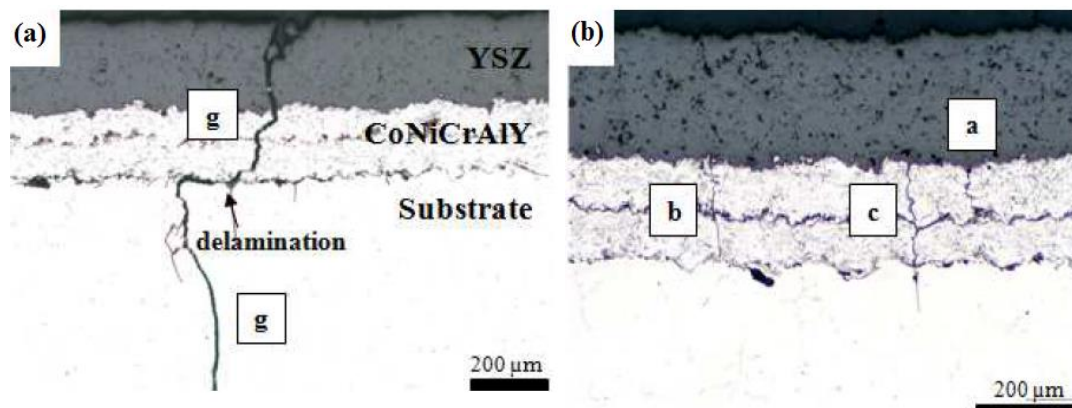


Obr. 4.13: Vliv tloušťky TGO na únavovou životnost slitiny Haynes 230 s TBC vrstvou (total strain range – rozsah celkové deformace, reversals to failure – počet půlcyklů do lomu) [137].

Pozorování lomových ploch a metalografických výbrusů odhalilo iniciaci únavových trhlin v místech, kde byla očekávána nejvyšší koncentrace napětí. Metodou konečných prvků bylo simulováno rozložení napětí v okolí míst iniciace, které potvrdilo maximální úroveň napětí v těchto oblastech [137].

Mechanismy poškození TBC bariér během únavových zkoušek byly studovány Wakim [138] a Hutařovou [139]. Způsob poškození povlaků probíhá především delaminací na rozhraní jednotlivých vrstev a je spojován s pevností vrstev, úrovní vnitřních pnutí a velikostí potřebné delaminační energie, která je závislá na způsobu depozice [138]. Nukleace únavových trhlin (obr. 4.14) probíhá přednostně na povrchu povlaku a rozhraních mezi keramickou vrstvou a vazebnou vrstvou, odkud

se následně šíří do substrátu [139]. Iniclace na rozhraní substrátu a vazebné vrstvy je spojována s přítomností Al_2O_3 částic. Jejich přítomnost je artefaktem po tryskání povrchu substrátu k docílení lepšího ukotvení a lepších adhezních vlastností povlaku [140].

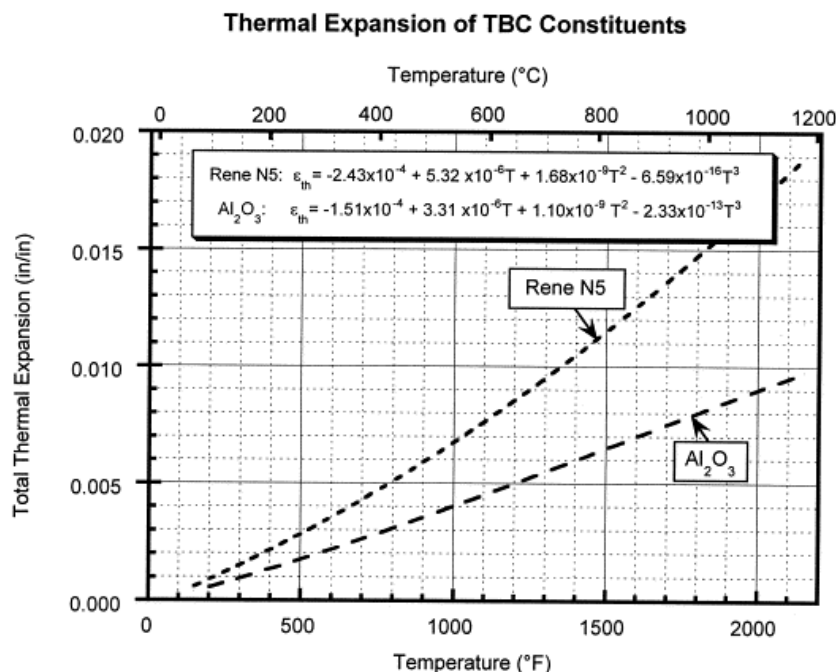


Obr. 4.14: Iniclace únavových trhlin (a) z povrchu TBC (b) rozhraní keramické vrstvy a vazebné vrstvy (substrate – substrát, delamination – delaminace) [139].

4.5.2 Únavové chování při termomechanickém zatěžování

Řada komponent je v provozu vystavena nejen působení mechanické složky namáhání, ale i opakujícím se teplotním gradientům. Z toho vyplývá důležitost zkoušek termomechanické únavy zvláště v systémech s TBC povlaky pro správné pochopení degračních mechanismů a určení životnosti komponent. Navzdory důležitosti je studií zkoumajících termomechanickou únavu systému s TBC povlakem velmi málo [141–146].

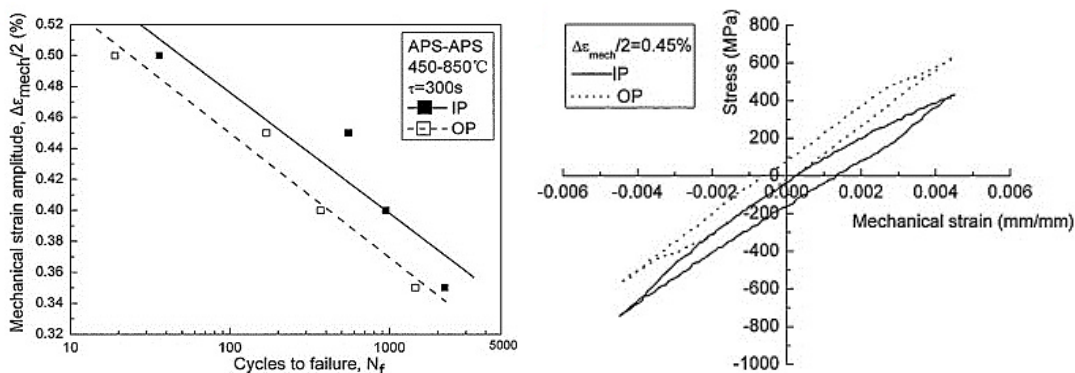
Problematickým je především ohřev a chlazení TBC povlaku, které jsou spojeny s nízkou absorpcí tepla a tepelnou vodivostí a současným udržením odpovídajících teplotních gradientů napříč celou jeho tloušťkou. Různých metod ohřevu, jako je radiační pec [141], indukční ohřev [142, 143] nebo ohřev lampou [146], bylo využito při termomechanických testech TBC povlaků v režimech IP a OP. Výsledky těchto studií jednoznačně nestanovují, jaký typ zátěžného cyklu je pro TBC systémy více devastující. Naproti tomu studie Wrighta [141] provedená na monokrystalické superslitiny René N5 povlakované YSZ (7 hm. % Y_2O_3) vede k závěru, že v OP režimu je životnost TBC systému delší, než je tomu v případě IP. Vysvětlení autoři nalézají v generaci tlakových napětí v TGO na rozhraní keramické vrstvy a substrátu v důsledku jejich rozdílných koeficientů teplotní roztažnosti (obr. 4.15). Takto vzniklá napětí umocňují celkovou složku tlakového napětí při IP cyklu a dochází k prohnutí a odloupení TBC povlaku.



Obr. 4.15: Teplotní roztažnost substrátu a TGO tvořené oxidem hlinitým (thermal expansion of TBC constituents – teplotní roztažnost složek TBC povlaku, total thermal expansion – celková teplotní roztažnost, temperature – teplota) [141].

Naproti tomu experimenty prováděné Chenem [147] prokázaly vyšší životnost TBC systému při IP cyklu. Zkoušky termomechanické únavy byly provedeny za teplot 450 – 850 °C na superslitině M963 s TBC systémem tvořeným Ni-25Cr-5Al-0.5Y vazebným povlakem a YSZ (7 hm. % Y₂O₃) s teplotním gradientem mezi svrchní keramickou vrstvou a substrátem 90 °C. Křivky životnosti jsou ukázány na obr. 4.16a.

Rozdíl v životnosti při režimu cyklování IP a OP je přisuzován rozdílnému vývoji středního napětí, kdy IP cyklus vykazuje tlakové střední napětí a OP naopak tahová (viz záznam hysterezní smyčky na obr. 4.16b). Stejných výsledků dosáhl i Baufeld [144].

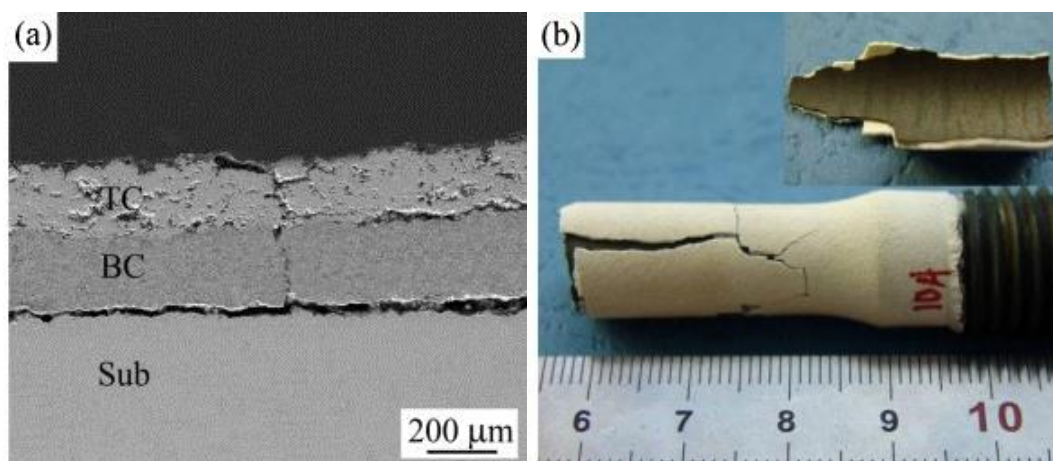


Obr. 4.16: (a) Křivka životnosti v reprezentaci amplitudy mechanické deformace vs. počet cyklů do lomu, (b) ustálené hysterezní smyčky odpovídající polovině počtu cyklů do lomu (mechanical strain amplitude – amplituda mechanické deformace, cycles to failure – počet cyklů do lomu, mechanical strain – mechanická deformace, stress – napětí) [147].

Povrchové úpravy superslitin

Neshody rovněž panují i v mechanismech porušení TBC povlaku a iniciace únavových trhlin při termomechanickém namáhání. Porušení TBC povlaků může probíhat delaminací nebo odlupováním povlaku (obr. 4.17) v kompresní části cyklu. Místa nukleace únavových trhlin se mohou vyskytovat jak na vnitřním nepovlakovaném povrchu (v případě zkušebních tyčí s vývrtem) [142, 144] vazebného povlaku [148], tak/nebo na rozhraní mezi vazebným povlakem a izolační keramickou vrstvou [143].

Šíření únavových trhlin do substrátu probíhá v módu II (nekrystalografické šíření), které se posléze mění na mód I (krystalografické šíření). Vzhledem k vysoké hustotě mikrotrhlin generovaných v povlaku může být růst únavových trhlin substrátem urychlen spojováním sousedních zárodečných trhlin do jedné větší trhliny, což vede k náhlému skoku v rychlosti růstu únavové trhliny [149].



Obr. 4.17: Porušení TBC povlaku při zkouškách termomechanické únavy (a) delaminace (b) odlupování (TC – keramický povlak, BC – vazebný povlak, Sub - substrát [147]).

5 Cíle práce

Dizertační práce je zaměřena na studium vlivu nového typu tepelné a environmentální bariéry na únavové chování precipitačně zpevněné niklové superslitiny MAR-M247 při termomechanickém zatěžování a izotermickém zatěžování ve spojitém režimu a v režimu interakce únavy s creepem. Pozornost je upírána především k získání poznatků o mechanismech degradace v jednotlivých režimech zatěžování superslitiny MAR-M247 a vlivu povrchové úpravy na mechanismus porušování a únavové charakteristiky superslitiny.

Na základě rozboru literárních údajů byly formulovány následující cíle této dizertační práce:

- 1) Provést zkoušky nízkocyklové únavy v režimu spojitého zatěžování a zatěžování symetrickými prodlevami v tahu a tlaku s konstantní hodnotou amplitudy celkové deformace za teploty 900 °C u materiálu MAR-M247 v základním stavu a s tepelnou a environmentální bariérou a jejich vyhodnocením získat charakteristiky napětí-ově-deformační odezvy a únavové životnosti.
- 2) Analogicky provést zkoušky termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C na materiálu MAR-M247 s tepelnou a environmentální bariérou a bez povrchové úpravy a získat charakteristiky cyklické plastické odezvy a únavové životnosti.
- 3) Získat poznatky o iniciaci únavových trhlin a počátečním šíření pozorováním povrchového reliéfu, osových řezů a lomových ploch u superslitiny s povrchovou úpravou i bez ní.
- 4) Analyzovat vliv zátěžného cyklu (IP vs. OP) při termomechanické únavě v teplotním intervalu 500 – 900 °C na chování testovaného materiálu.
- 5) Analyzovat vliv tepelné a environmentální bariéry na únavové charakteristiky a na mechanismus poškození materiálu MAR-M247.

6 Experiment

6.1 Slitina MAR-M247

Litá polykrystalická niklová superslitina s komerčním názvem MAR-M247 byla dodána firmou PBS Velká Bíteš, a.s. Svým chemickým složením (viz tabulka 6.1) se řadí do druhé generace niklových superslitin a využití nachází v první řadě pro vysokoteplotní aplikace na integrálních kolech a lopátkách rotorových turbín. Nízký obsah uhlíku vede k zvýšení teplot solidu a liquidu a zároveň k omezené tvorbě množství karbidů, které jsou za vysokých teplot nestabilní a mohou iniciovat únavové trhliny. Vysokotavitelné prvky (W, Co) zajišťují zpevnění substitučního roztoku γ . Zvýšené množství Ta a Hf stabilizuje a zpevňuje fázi γ' .

Tabulka 6.1: Chemické složení slitiny MAR-M247 – tavba G49 [hm. %] (dodáno výrobcem PBS, Velká Bíteš, a.s.)

C	Cr	Co	W	Mo	Ta	Ti	Al	B	Z	Hf	Ni
0,15	8,37	9,91	9,92	0,67	3,05	1,01	5,42	0,015	0,04	1,37	zbytek

Z důvodu náročné obrobitelnosti je superslitina MAR-M247 odlévána metodou přesného lití do vytavitelného modelu. Jelikož obsahuje titan a hliník, jež mají vysokou afinitu ke kyslíku a zároveň je nikl vysoce reaktivní v prostředí dusíku, musí být v celém procesu výroby aplikována vakuová technologie.

K dosažení optimální struktury a zajištění maximálních mechanických vlastností byla dodaná superslitina MAR-M247 po tepelném zpracování. Proces tepelného zpracování sestává z rozpouštěcího žíhání (1200 °C / 2h) s ochlazením na vzduchu a následného precipitačního žíhání (870 °C / 24h) rovněž s ochlazením na vzduchu. Před samotným tepelným zpracováním byl zařazen proces izostatického lisování za tepla (1200 °C / 100 MPa / 240 min) tzv. HIPování, jež významně redukuje velikost a množství slévárenských defektů [150].

6.2 Depozice tepelné a environmentální bariéry

Před samotným procesem depozice byl povrch vybrané skupiny vzorků tryskán za účelem zajištění dobré přilnavosti kovového vazebného povlaku k povrchu superslitiny MAR-M247. Tryskání povrchu bylo provedeno korundovými (Al_2O_3) částicemi, které byly urychleny tlakem vzduchu odpovídajícího 5 atmosférám po dobu 3 minut. Průměrná drsnost povrchu takto upravené superslitiny R_a byla 7,5 μm . Pro depozici vazebného povlaku byl použit komerčně dostupný prášek (H.C. Starck Amperit 415, Goslar, Německo) s průměrnou velikostí částic prášku (45 ± 22) μm a chemickým složením v hm. % je 32 Ni, 21 Cr, 8 Al, 0,5 Y a 38,5 Co. Nanesení CoNiCrAlY povlaku bylo provedeno metodou APS, kdy parametry nástřiku byly voleny s ohledem na zajištění optimální tloušťky vazebného povlaku a minimalizaci vnitřních pnutí. Proto byl vazebný povlak nanesen ve dvou průchodech plazmatického hořáku. Druhý průchod byl realizován po ochlazení povrchové teploty substrátu pod 80 °C. Depozice vazebného povlaku probíhala na zařízení MF-P-1000 vybaveného plazmatickou pistolí F4MB-XL. Rychlost otáček na polohovacím zařízení byla 2000 ot. /min.

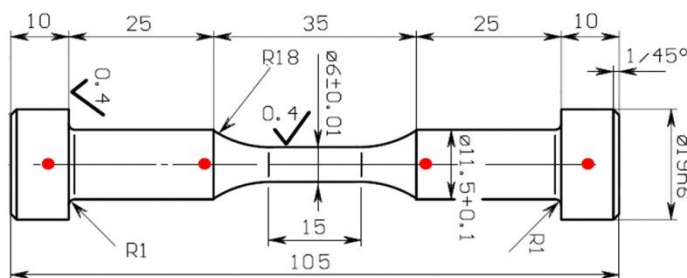
Experiment

Dvouvrstvý keramický povlak byl vyroben metodou APS na stejném zařízení, jako byl připraven vazebný povlak. Keramická YSZ mezivrstva TEBC povlaku byla vytvořena z komerčně dostupného aglomerovaného a slinutého prášku (H. C. Stark Amperit 827) s velikostí částic (45 ± 10) μm . Byly zvoleny dvě varianty svrchní vrstvy, z nichž jedna byla určena pro izotermické únavové zkoušky a je vytvořena experimentální směsí mullitu ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) a hexacelsianu ($\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) v poměru 70:30 vol. %, což tento povlak řadí do skupiny barium-alumino-silicate (BAS) povlaků. Z důvodu nestability prvně zmiňovaného prášku při rychlé změně teploty bylo nutné vyvinout stabilnější svrchní povlak. Tento povlak pro zkoušky termomechanické únavy byl tvořen z mullitu ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$), spinelu (MgAl_2O_4) a BaCO_3 v poměru 60:30:10 hm. %, což tento typ povlaku řadí mezi barium-magneisum-alumino-silicate (BMAS) povlaky.

6.3 Únavové zkoušky

6.3.1 Izotermická únava

Zkoušky nízkocyklové únavy bez prodlev a s prodlevami byly provedeny na válcových zkušebních tělesech. Rozměry a tvar jsou uvedeny na obr. 6.1. Měrná délka L_0 je 15 mm a průměr d_0 má 6 mm. Drsnost povrchu po finálním opracování byla $R_a = 0,4 \mu\text{m}$.



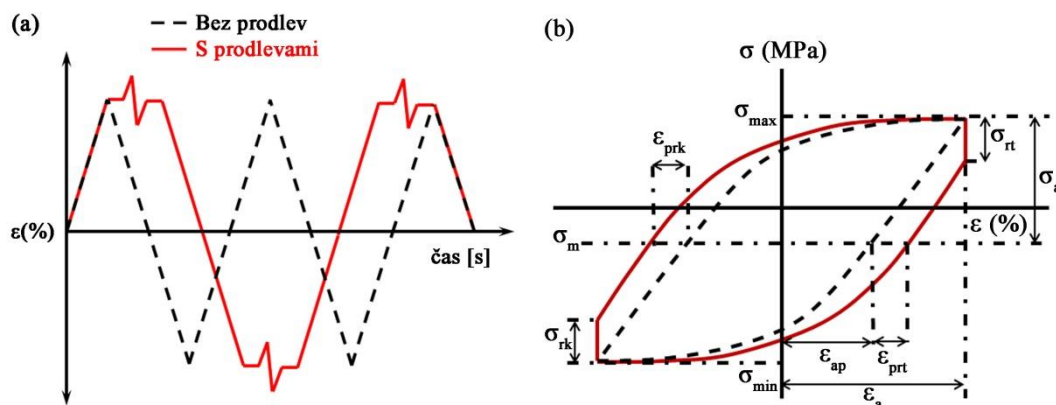
Obr. 6.1 Výkres zkušební tyče pro zkoušky nízkocyklové únavy a interakce únavy s creepem za konstantní teploty.

Zkušební tyče byly zatěžovány v symetrickém deformačním cyklu ($R_\epsilon = -1$) s řízenou konstantní amplitudou celkové deformace a konstantní rychlostí deformace ($0,002 \text{ s}^{-1}$) na elektrohydraulickém zkušebním zařízení MTS 810 s maximálním zatížením $\pm 100 \text{ kN}$ a řízením počítačem s programem dodaným firmou MTS. Schematické znázornění zátěžných cyklů při zkouškách nízkocyklové únavy za konstantní teploty je vyobrazeno na obr. 6.2a. Extenzometr upevněný ve střední části vzorku byl použit k řízení a měření podélné deformace. Měrná délka extenzometru odpovídá 12 mm. Pro zkoušky za zvýšených teplot byl použit extenzometr vybavený prodlouženými hroty z keramiky tak, že jeho elektronická část byla umístěna mimo pec a udržována na konstantní teplotě proudem stlačeného vzduchu. Doba trvání zkoušek bez prodlev byla mezi 0,4 až 50 hodinami a 24 až 300 hodinami pro zkoušky s prodlevami.

K ohřevu vzorků na teplotu zkoušek byla použita třízónová elektrická odporová pec. Řízení teploty v peci bylo provedeno za pomoci tříkanalového regulátoru prostřednictvím termočlánků připevněných na vzorku (viz červené tečky na obr. 6.1).

Experiment

V průběhu experimentů byla teplota na těchto místech udržována na zadané teplotě s přesností $\pm 1,5$ °C.



Obr. 6.2: Schéma (a) zátěžného cyklu (b) hysterezní smyčky
 ε_{prk} – přírůstek plastické deformace v tlaku, ε_{prt} – přírůstek plastické deformace v tahu, σ_{rk} – relaxace napětí v tlaku, σ_{rt} – relaxace napětí v tahu.

Pro vybrané počty cyklů tvořící přibližně geometrickou posloupnost (20 hodnot na dekádu) byla do elektronické paměti zaznamenávána digitální forma hysterezní smyčky (asi 400 dvojic napětí a deformace). Schéma hysterezních smyček ukazuje obr. 6.2b. Kromě toho řídicí program vyhodnocoval zejména amplitudu napětí, amplitudu celkové deformace, maximální a minimální hodnoty napětí a deformace v daném cyklu a efektivní modul pružnosti při odlehčení z tahu a z tlaku. Amplituda plastické deformace rovnající se poloviční šířce hysterezní smyčky při průchodu středním napětím byla vyhodnocena separátním programem později s využitím digitálních údajů o jednotlivých zaznamenaných hysterezních smyčkách. Digitální data (dvojice napětí a deformace) během zkoušek nízkocyklové únavy s prodlevami byla zaznamenávána v časovém intervalu $0,01 \text{ s}^{-1}$. Kritériem ukončení zkoušky bez prodlev byl pokles poměru středního napětí ku amplitudě napětí na hodnotu:

$$\frac{\sigma_m}{\sigma_a} = -0,3 \quad (6.1)$$

Podmínka ukončení zkoušky s prodlevami byla stanovena jako rozdíl rozkmitu napětí i -tého cyklu ($\sigma_{max}^i - \sigma_{min}^i$) a referenčního cyklu (σ_a^{ref}), který byl podělený hodnotou referenčního cyklu:

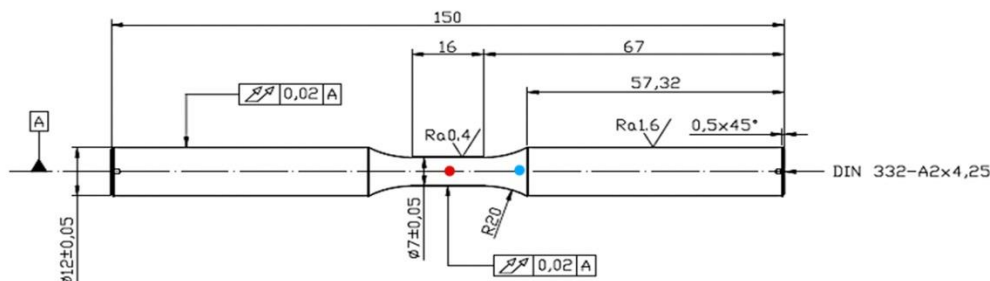
$$\frac{(\sigma_{max}^i - \sigma_{min}^i) - \sigma_a^{ref}}{\sigma_a^{ref}} \leq 0,7 \quad (6.2)$$

kde σ_{max}^i a σ_{min}^i jsou maximální a minimální hodnoty napětí v i -tém cyklu, σ_a^{ref} je referenční hodnota amplitudy napětí stanovená v 10. cyklu. Pokud klesne tento poměr na hodnotu 0,7, zkouška se považuje za ukončenou. Obě uvedená kritéria odpovídají únavové trhlině rozšířené přibližně na třetinu průřezu zkušební tělesa. Počet cyklů do lomu N_f byl stanoven jako počet uběhlých cyklů v okamžiku splnění kritéria nebo v okamžiku lomu zkušební tělesa, pokud nastal před dosažením kritéria ukončení zkoušky.

Experiment

6.3.2 Termomechanická únava

Pro zkoušky termomechanické únavy materiálu MAR-M247 byly zhotoveny zkušební vzorky válcového tvaru s měrnou délkou $L_0 = 16$ mm a průměrem měrné délky $d_0 = 7$ mm. Drsnost povrchu měrné délky byla $R_a = 0,4$ μm . Rozměry a tvar vzorku jsou uvedeny na obr. 6.3.



Obr. 6.3 Výkres zkušební tyče pro zkoušky termomechanické únavy.

Testy termomechanické únavy byly provedeny s použitím počítačem řízeného servo-hydraulického systému MTS 880 v teplotním intervalu $500 - 900$ $^\circ\text{C}$ s řízenou amplitudou mechanické deformace a s dobou cyklu 160 s (5 $^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$) v režimu In-Phase (IP) a Out-of-Phase (OP). Složka mechanické deformace $\varepsilon_{\text{mech}}$, byla vypočtena z celkové deformace ε_{tot} odečtením složky tepelné roztažnosti ε_{th} (viz rovnice 2.6). Ovládání zkoušky bylo zajištěno softwarem TestSuit umožňujícím nastavení parametrů zatěžovacího systému pomocí řídicího programu. Podélná deformace byla měřena a řízena extenzometrem upevněným ve střední části vzorku pomocí prodloužených keramických hrotů, aby nedošlo k ovlivnění elektrické části vysokou teplotou. Měrná délka extenzometru byla 12 mm.

Ohřev zkušebních těles byl prováděn vysokofrekvenčním indukčním topným zařízením. Teplota nepovlakovaných zkušebních těles byla měřena s přesností $\pm 0,2$ $^\circ\text{C}$ termočlánkem (typ K) umístěným ve středu měrné délky (červená tečka na obr. 6.3). Termočlánek byl navíc obalen izolační textilií, aby nedošlo k jeho ovlivnění během ochlazování proudem vzduchu. Nehomogenita teplotního pole v rámci měrné délky byla v rozsahu ± 5 $^\circ\text{C}$.

Ohřev a měření teploty povlakovaných těles probíhaly analogicky ke zkouškám nepovlakovaných zkušebních těles. Pouze umístění termočlánku pro povlakovanou superslitinu bylo z experimentálních důvodů zvoleno ve výběhu zkušebního tělesa, kde byl vyroben vývrt do hloubky 3 mm skrze povlak až do substrátu (modrá tečka na obr. 6.3). Jiné umístění termočlánku bylo vybráno z důvodu, aby nedocházelo k předčasné iniciaci a šíření únavových trhlin. S ohledem na tuto skutečnost byly zkoušky termomechanické únavy provedeny v teplotním intervalu $475 - 875$ $^\circ\text{C}$, což odpovídá teplotnímu intervalu $500 - 900$ $^\circ\text{C}$ na měrné délce.

Digitální záznam dat ze zkoušek TMF byl proveden analogicky k izotermickým zkouškám. Amplituda plastické deformace rovnající se poloviční šířce hysterezní smyčky při průchodu středním napětím byla vyhodnocena separátním programem s využitím digitálních údajů o jednotlivých hysterezních smyčkách. Kritérium ukončení TMF zkoušek bylo stanoveno obdobně jako u zkoušek izotermické únavy s prodlevami, a to dle rovnice 6.2. Zkoušky TMF byly prováděny v souladu s „Validated Code-of-Practice for Strain-Controlled Thermo-Mechanical Fatigue Testing“ [53].

6.4 Pozorovací metody

Optický mikroskop Olympus DSX 510 (OM) a software pro analýzu obrazu Olympus Stream Enterprise Desktop 2.1 byly použity pro měření tloušťky a plošné pórovitosti jednotlivých vrstev TEBC povlaku. Tato měření probíhala na příčných i podélných metalografických výbrusech vybraných zkušebních těles – výchozí stav před zkouškami nízkocyklové únavy a jeden vždy po dvou vzorcích pro jednotlivé režimy zatěžování – celkem tedy 10 vzorků.

Metalografické výbrusy, lomové plochy a leštěné měrné délky vybraných únavových zkušebních těles byly pozorovány ve skenovacím elektronovém mikroskopu (SEM) TESCAN LYRA 3 XMU s maximálním rozlišením 1,2 nm při 30 kV. Pro lokální chemickou analýzu byl použit EDS detektor Oxford XMAX, který je zabudován v SEMu.

Orientované fólie pro pozorování v transmisním elektronovém mikroskopu (TEM) byly připraveny standardní procedurou, kdy jsou ze zkušební tyče elektrojiskrově odřezány plátky o přibližné tloušťce 0,7 mm, které jsou posléze mechanicky broušeny na tloušťku přibližně 80 μm a následně jsou ze ztenčených plátek vyseknuty disky o průměru 3 mm. Finální ztenčování, kdy se dosáhne tloušťky potřebné k pozorování na TEM, probíhalo v elektrolytu skládajícím se z 950 ml ledové kyseliny octové p.a. a 50 ml kyseliny chloristé 70 % p.a. Nastavené napětí a odpovídající proud procházející 3mm diskem byly 70 V a přibližně 150 mA. TEM a STEM pozorování byla provedena na přístrojích Philips CM12 STEM a JEOL 2100F STEM s použitím goniometru s velkým naklápěcím rozsahem ($\pm 45^\circ$ hlavní náklon a $\pm 20^\circ$ příčný sklon) se zvláštním zaměřením na dislokační strukturu a objasnění mechanismů degradace během vysokoteplotní nízkocyklové a termomechanické únavy niklové superslitiny MAR-M247.

6.5 Měření mikrotvrdoti

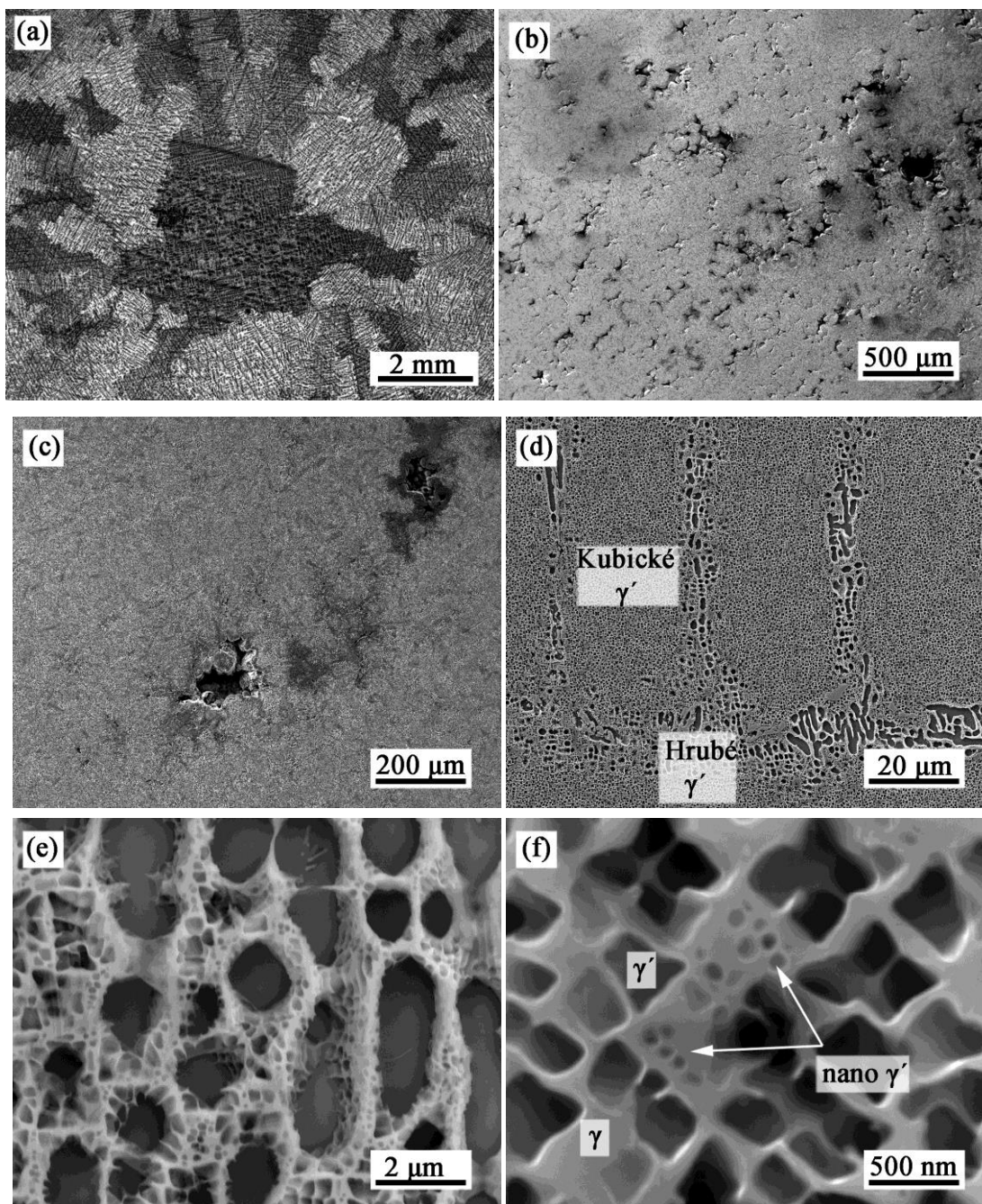
Měření mikrotvrdoti dle Vickerse superslitiny MAR-M247 a jednotlivých vrstev povlaku bylo provedeno na zařízení ZWICK Z2.5 s optickým systémem a mikrotvrdotní hlavou ZHU0.2. Zvolené zatížení bylo 0,2 kgf (1,96 N) a čas vnikání indentoru do materiálu byl 10 sekund s následnou 10 sekundovou výdrží na maximálním zatížení. Mikrotvrdot byla naměřena na metalografických výbrusech podélných řezů zkušebních těles a vtisky byly umístěny vždy přibližně v poloviční tloušťce jednotlivých vrstev povlaku. Odlehčovací křivky získané z testů mikrotvrdoti dle Vickerse byly použity pro stanovení Youngova modulu TEBC systému.

7 Výsledky

Pro charakterizaci vlivu TEBC povlaku na vysokoteplotní nízkocyklové únavové chování superslitiny MAR-M247 byly provedeny následující testy: 1) série izotermických únavových zkoušek se spojitým cyklováním v rozsahu amplitud celkové deformace odpovídající počtu cyklů 10^2 až 5×10^4 ; 2) série izotermických únavových zkoušek s vloženými 5minutovými prodlevami na hodnotě maximální deformace současně v tahu i tlaku; 3) série zkoušek termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C. Všechny tyto zkoušky byly provedeny jednak na nepovlakované superslitině MAR-M247 a jednak na materiálu s deponovanou TEBC vrstvou. Analýza výchozí mikrostruktury a mikrostruktury po únavových zkouškách byla provedena za pomoci SEM a TEM. Z naměřených dat jsou prezentovány křivky cyklického zpevnění/změkčení, křivky vývoje středního napětí, relaxační křivky, cyklické deformační křivky a křivky únavové životnosti.

7.1 Výchozí mikrostruktura superslitiny MAR-M247

Mikrostruktura superslitiny MAR-M247 ve výchozím stavu je dokumentována na metalografickém výbrusu zhotoveném ve směru kolmém na osu vzorku (obr. 7.1). Je tvořena hrubými dendritickými zrny, která jsou výsledkem pomalého ochlazování odlitku a jež jsou typická dlouhými primárními a krátkými sekundárními větvemi dendritů (obr. 7.1a). Průměrná velikost zrna zjištěná lineární průsečíkovou metodou je $2,1 \pm 0,3$ μm . Slévárenské vady jsou díky HIPování přítomny v materiálu v omezené míře. Porovnání defektů na metalografickém výbrusu neHIPované a HIPované superslitiny je prezentováno na obr. 7.1b, respektive obr. 7.1c. Rozměry slévárenských vad u materiálu, který nebyl izostaticky lisován za tepla, dosahovaly přes 500 μm (obr. 7.1b). Shlukování defektů do clusterů nebylo výjimkou. Naproti tomu HIPování vedlo k znatelnému snížení četnosti slévárenských vad a rovněž k redukci jejich velikosti, kdy maximální rozměr slévárenských defektů byl do 200 μm (obr. 7.1c). Mikrostruktura superslitiny je z převážné části tvořena maticí neuspořádaného tuhého roztoku γ s fcc mřížkou a koherentní γ' fází s uspořádanou strukturou ($L1_2$) zajišťující precipitační vytvrzení superslitiny. Obr. 7.1d ukazuje tvarovou různorodost γ' precipitátů, s jakou je možné se u superslitiny MAR-M247 setkat. Morfologie a velikost γ' precipitátů je trojího druhu. Okraje dendritických větví jsou lemovány oblastmi s hrubými γ' precipitáty s velikostí v jednotkách μm a jasně ohraničují oblasti s kubickými γ' precipitáty s průměrnou délkou hrany 460 nm. Na detailu hrubých γ' precipitátů (obr. 7.1e) je možné pozorovat výraznou tvarovou složitost s četnými zálivy. Nezbytné tepelné zpracování ve svém důsledku vede k seskupení několika kubických γ' precipitátů kolem společného jádra (obr. 7.1f). Rovněž dochází k precipitaci jemné disperze nanočástic γ' s průměrnou velikostí 50 nm. Objemový podíl γ' precipitátů určený obrazovou analýzou snímků z TEM byl stanoven na 61 %. Na hranicích zrn a v interdendritických prostorách je možné najít zvýšené množství komplexních karbidů na bázi Zr, Hf, Ta a Mo karbidů.



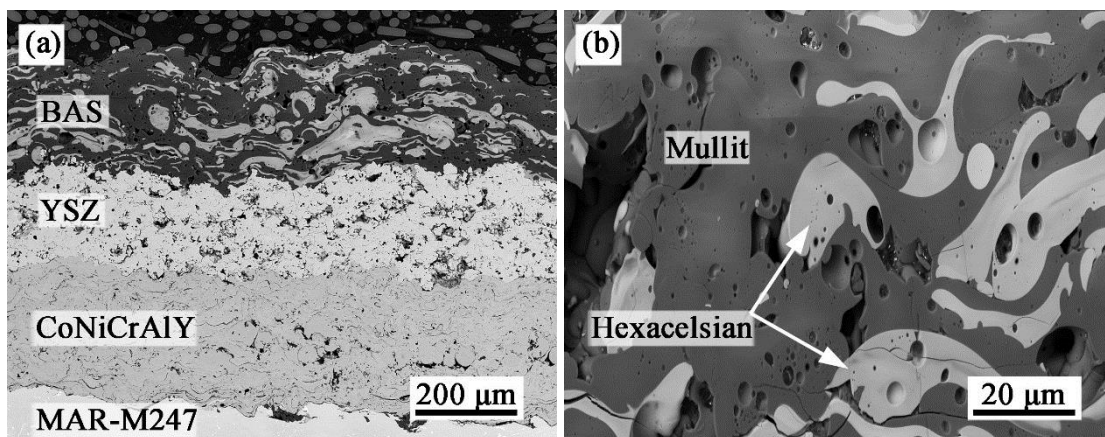
Obr. 7.1: Mikrostruktura superslitiny MAR-M247 (a) dendritická struktura (OM), (b) defekty před HIPováním, (c) defekty po HIPování, (d) morfologická rozličnost precipitátů, (e) detail morfologie hrubých precipitátů, (f) detail uspořádání kubických precipitátů s disperzí nanoprecipitátů; (b-f) – SEM; (a, c-e) – HIPovaný materiál.

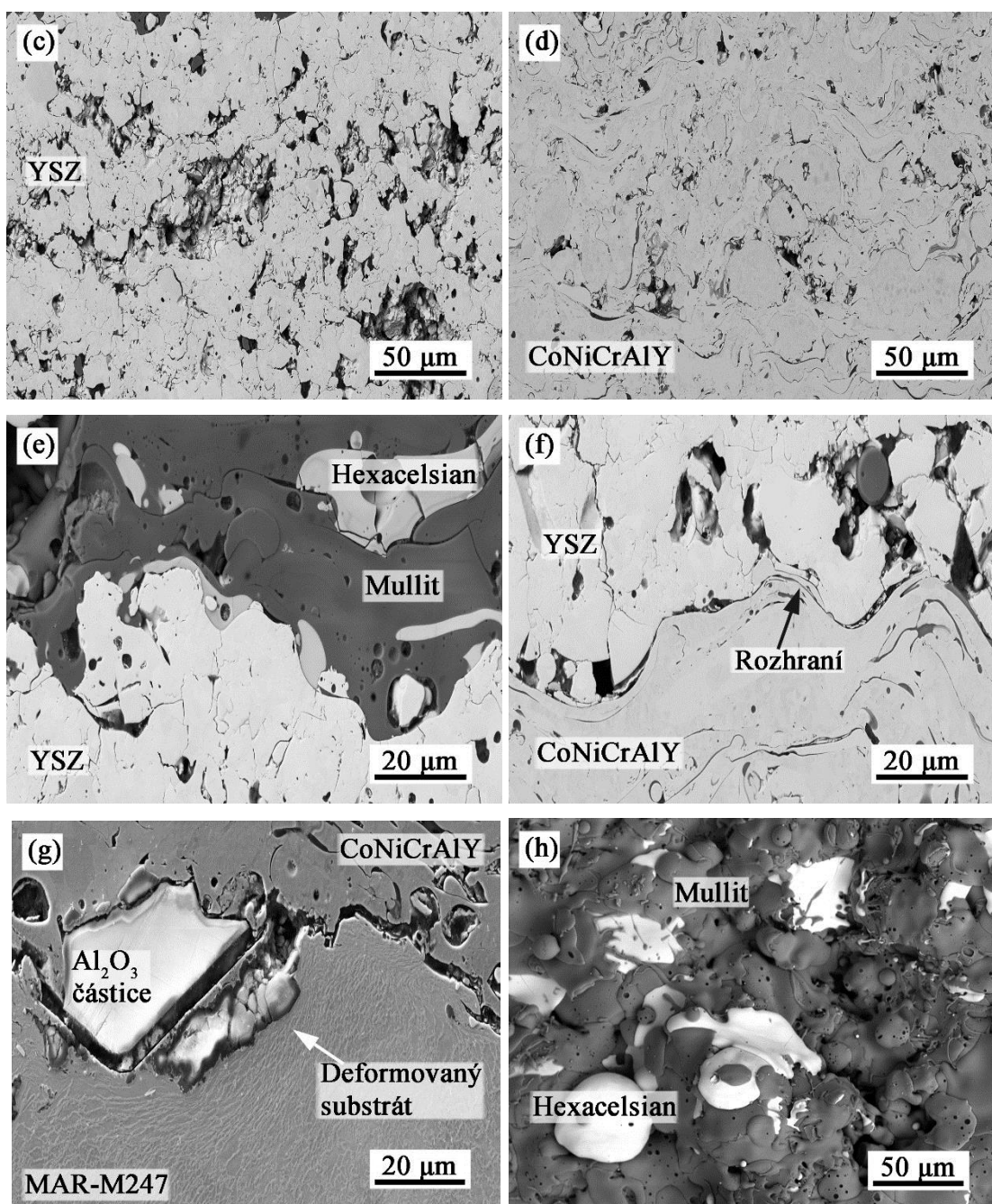
7.2 Výchozí mikrostruktura TEBC

Výchozí mikrostruktura TEBC povlaku pro zkoušky izotermické únavy spolu s jednotlivými strukturálními součástmi povlaku jsou v detailech ukázány na metalografickém výbrusu na obr. 7.2. Přehledový snímek pořízený v zpětně odražených elektronech, které jsou citlivé na chemické složení (back-scattered elektron – BSE), je znázorněn na obr. 7.2a a ukazuje počáteční splatovou mikrostrukturu TEBC povlaku deponovaného na superslitinu MAR-M247. V mikrostruktuře TEBC lze rozpoznat tři rozlišené oblasti. Svrchní keramickou vrstvu

Výsledky

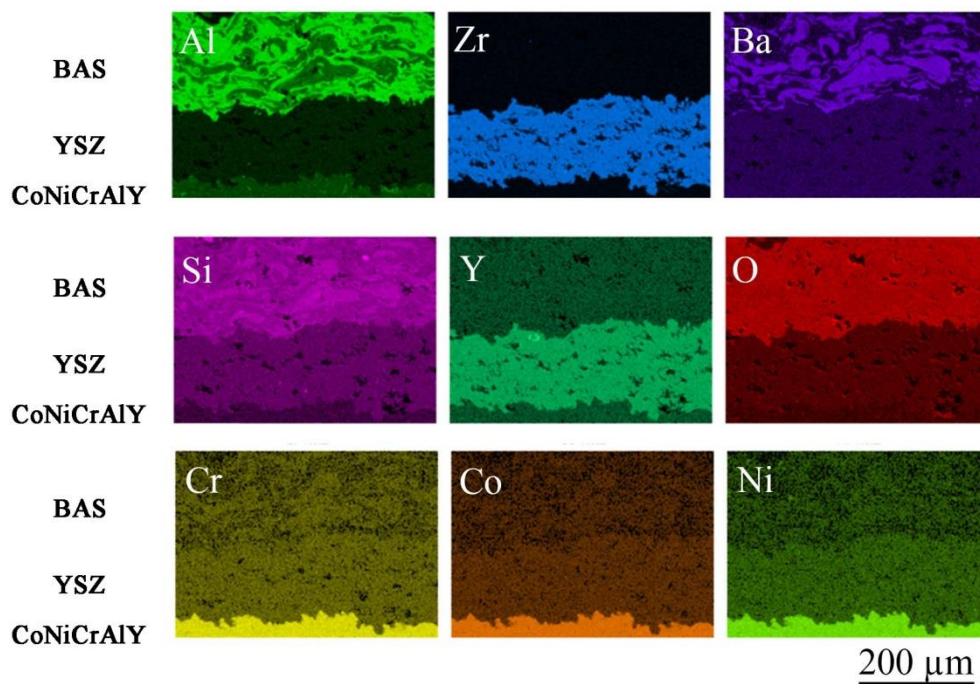
tvorí experimentální systém sestávající z Mullitu – $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ (tmavě šedé splaty) a Hexacelsianu – $\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ (světle šedé splaty). Heterogenní splatová morfologie typická pro APS deponované povlaky svrchní vrstvy je ukázána v detailu na obr. 7.2b. Splaty hexacelsianu mají značně nepravidelný tvar a jsou rovnoměrně distribuovány v převládající mullitové fázi. Poměr mullitu a hexacelsianu v povlaku po depozici zůstal stejný jako poměr vstupních prášků a to 70:30 obj. %. Příležitostně jsou v horní vrstvě přítomny tenké horizontální i vertikální kapilární trhliny. Průměrná tloušťka a plošná pórovitost svrchního BAS povlaku je $247 \pm 21 \mu\text{m}$ a 5,45 %. Keramická YSZ mezivrstva TEBC povlaku nacházející se přímo pod BAS povlakem má průměrnou tloušťku a plošnou pórovitost $169 \pm 23 \mu\text{m}$, resp. 9,13 %. Detail na obr. 7.2c ukazuje mikrotrhliny a štěpné defekty přítomné v YSZ mezivrstvě. Svrchní BAS povlak spolu s YSZ mezivrstvou tvoří tepelně izolační systém. Přímou na substrát superslitiny MAR-M247 byl nanesen kovový CoNiCrAlY vazebný povlak. Průměrná tloušťka vazebného povlaku a plošná pórovitost odpovídá $268 \pm 19 \mu\text{m}$, respektive 5 %. Mikrostruktura vazebného povlaku, jak je ukázána ve větším zvětšení na obr. 7.2d, má typickou lamelární morfologii roztavených splatů a je tvořena fázemi β (NiAl) a γ / γ' . Rozhraní mezi svrchním BAS povlakem a YSZ povlakem je plně spojitě a bez defektů (obr. 7.2e). Stejně tak je tomu i v případě rozhraní YSZ povlaku a vazebného povlaku a neobsahuje žádné rozeznatelné stopy tepelně aktivovaných oxidů (obr. 7.2f). Rozhraní YSZ povlaku a vazebného povlaku kopíruje topografii vazebného povlaku. Z hlediska celkové integrity jednotlivých na sebe navazujících povlaků a kvality jejich rozhraní splňuje výchozí stav TEBC povlaku standardy pro aplikaci v leteckém průmyslu. Rozhraní mezi vazebným povlakem a superslitinou MAR-M247 má vysokou drsnost způsobenou tryskáním Al_2O_3 částicemi pro zlepšení nezbytného mechanického spojení vazebného povlaku k substrátu. Tryskací částice mohou být zakotveny v substrátu (viz obr. 7.2g) a působit jako iniciátory únavových trhlin. Krom toho tryskání Al_2O_3 částicemi způsobuje silnou deformaci mikrostruktury v tenké podpovrchové vrstvě superslitiny MAR-M247. Průměrná hloubka deformované zóny je $(14 \pm 5) \mu\text{m}$. Toto rozhraní je opět bez přítomnosti defektů či mikrotrhlin a kopíruje topografii mechanicky předupraveného základního materiálu, čímž je zaručena vysoká adheze vazebného povlaku. EDS mapy zobrazené na obr. 7.3, ukazují distribuci prvků v TEBC. Nutno podotknout, že morfologie precipitátů mimo podpovrchovou vrstvu zůstala po nanesení TEBC povlaku nezměněná a depozicí povlaku nedošlo k negativnímu ovlivnění struktury, což by mohlo v konečném důsledku mít vliv na výsledky únavových zkoušek. Výsledný povrch deponovaného TEBC povlaku má vlnitý charakter s tenkými kapilárními trhlinami a je znázorněn na obr. 7.2h.





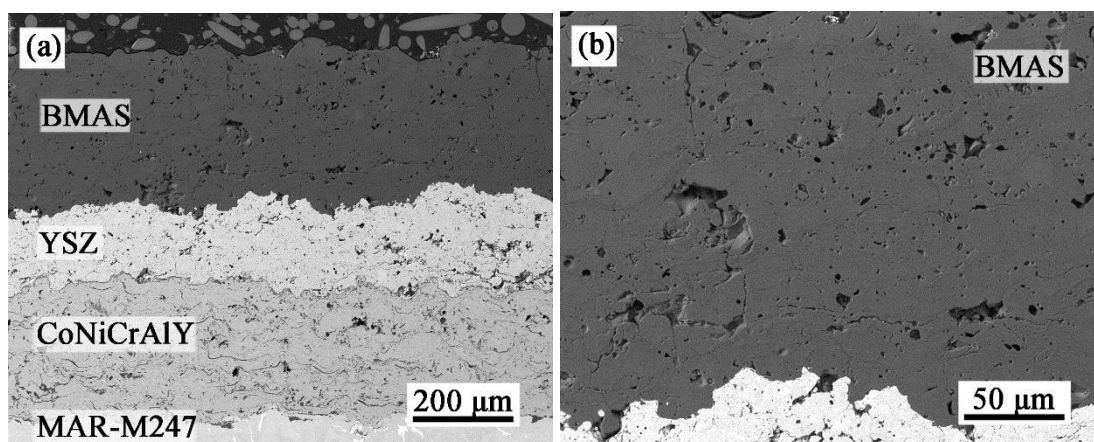
Obr. 7.2: Výchozí mikrostruktura TEBC povlaku pro izotermické zkoušky (a) přehledový snímek, (b) svrchní BAS vrstva tvořená mullitem a hexacelsianem, (c) YSZ mezivrstva, (d) vazebný CoNiCrAlY povlak, (e) rozhraní BAS/YSZ, (f) rozhraní YSZ/CoNiCrAlY, (g) rozhraní CoNiCrAlY/MAR-M247 s ukotvenou reliktní Al₂O₃ částicí po tryskání (h) vzhled povrchu zkušební tyče s TEBC povlakem; SEM.

Výsledky



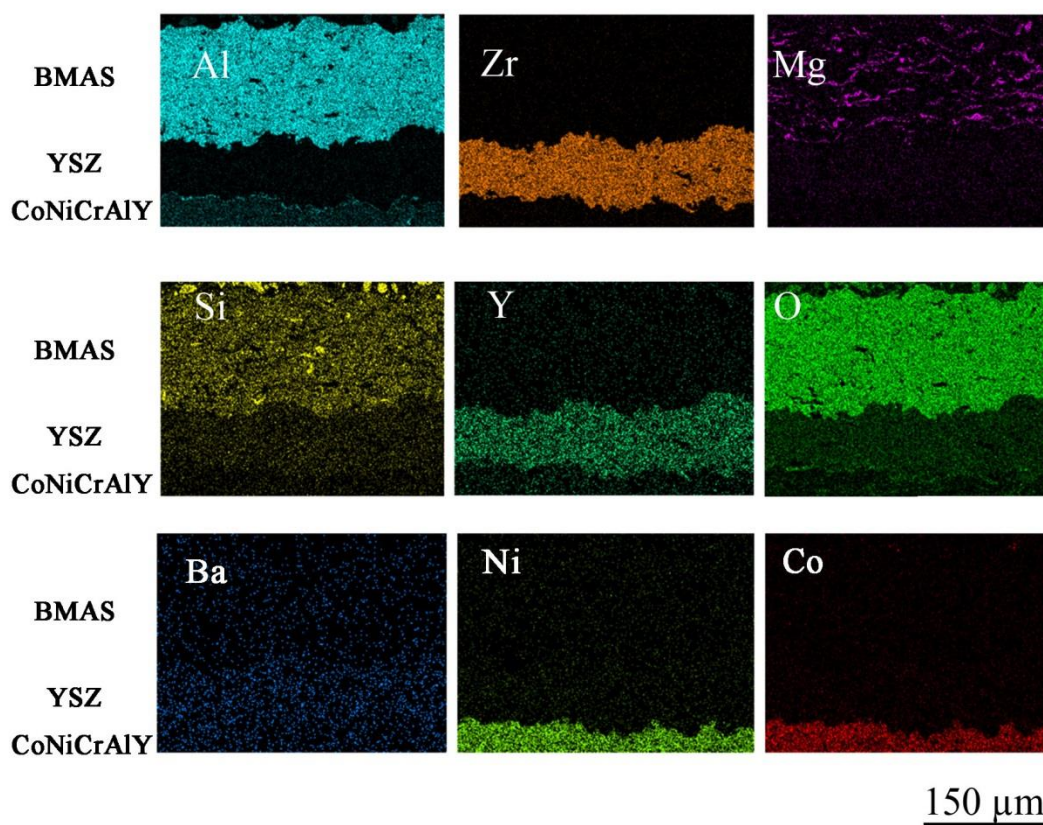
Obr. 7.3: EDS mapy distribuce základních prvků v TEBC povlaku pro izotermické zkoušky.

Výchozí mikrostruktura TEBC povlaku pro zkoušky termomechanické únavy je ukázána na obr. 7.4. Mikrostruktura, tloušťka i pórovitost vazebného CoNiCrAlY povlaku a YSZ mezivrstvy jsou shodné pro oba typy zkušebních těles, neboť parametry nástřiku zůstaly stejné. Průměrná tloušťka a plošná pórovitost svrchního BMAS povlaku tvořeného směsí $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13} + \text{MgAl}_2\text{O}_4 + \text{BaCO}_3$ v poměru 6:3:1 je $233 \pm 35 \mu\text{m}$ a 7,15 %. Ve vrstvě jsou a priori přítomny kapilární trhliny, které jsou nahodile orientovány (obr. 7.4b). Na první pohled jsou patrné rozdíly svrchních povlaků (obr. 7.2a a obr. 7.4a). Splatová morfologie BMAS povlaku je zachována, ale vrstva se zdá být mnohem homogennější stran chemického složení. EDS analýza odhalila, že během plazmatické depozice svrchní vrstvy došlo k odpaření značné části BaCO_3 , který není přítomen v svrchní vrstvě povlaku měrou odpovídající složení práškového materiálu (obr. 7.5).



Obr. 7.4 Výchozí mikrostruktura TEBC povlaku pro termomechanické zkoušky
(a) přehledový snímek, (b) detail svrchního povlaku.

Výsledky



Obr. 7.5: EDS mapy distribuce základních prvků v TEBC povlaku pro zkoušky termomechanické únavy.

V tabulce 7.1 jsou shrnuty výsledky měření mikrotvrdomosti za pokojové teploty a vypočtené moduly pružnosti, které byly stanoveny z odlehčovacích křivek během zkoušek mikrotvrdomosti pro niklovou superslitinu MAR-M247 a jednotlivé vrstvy TEBC povlaků. Průměrná mikrotvrdomost BMAS svrchního povlaku je shodná s tvrdostí YSZ povlaku. Rovněž moduly pružnosti obou těchto vrstev povlaku jsou si velmi blízké. Tvrdost a modul pružnosti BAS povlaku je nepatrně vyšší. Youngův modul pružnosti superslitiny MAR-M247 věrně sekunduje hodnotám naměřeným před únavovými zkouškami na válcových zkušebních tělesech za pokojové teploty, kdy průměrný modul pružnosti nepovlakovaného materiálu činil 221 GPa.

Tabulka 7.1: Výsledky měření mikrotvrdomosti a vypočtený modul pružnosti superslitiny MAR-M247 a jednotlivých vrstev TEBC povlaků.

	MAR-M247	CoNiCrAlY	YSZ	BAS	BMAS
HV 0.2	397	370	733	801	736
E [GPa]	225	119	52	66	60

7.3 Izotermická a termomechanická únava nepovlakované superslitiny

Zkoušky nízkocyklové únavy nepovlakované superslitiny MAR-M247 bez prodlev a s prodlevami (v tahovém i tlakovém vrcholu hysterezní smyčky zároveň) za konstantní teploty 900 °C byly provedeny na sérii 16 zkušebních těles. Zkoušky termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimech IP a OP proběhly na sérii 12 zkušebních těles. Amplituda celkové deformace byla volena s ohledem na modul pružnosti E jednotlivých zkušebních těles tak, aby životnost odpovídala nízkocyklové oblasti, tj. počet cyklů do lomu v rozmezí $10^2 - 5 \times 10^4$. Výsledky jsou uvedeny v následujících tabulkách 7.2 a 7.3.

Tabulka 7.2: Přehled provedených zkoušek a výsledků izotermické únavy na nepovlakované superslitině MAR-M247 na teplotě 900 °C.

Poznámka	ϵ_a [%]	E_{900} [GPa]	σ_a [MPa]	ϵ_{ap} [%]	N_f [-]
Bez prodlev	0,75	165	747,5	0,2316	90
	0,60	156	642,4	0,1436	242
	0,50	157	623,1	0,1043	206
	0,40	141	519,7	0,0456	965
	0,35	171	493,2	0,0306	1192
	0,25	173	411,9	0,0124	3089
	0,20	146	301,7	0,0056	15697
	0,18	156	306,7	0,0011	29004
	0,17	146	272,3	0,0016	31170
	0,16	160	255,2	0,0015	58034
S prodlevami	0,50	149	613,8	0,2381	94
	0,40	147	580,6	0,1729	141
	0,30	136	449,2	0,1070	476
	0,28	145	390,8	0,0818	579
	0,25	132	400,3	0,0797	500
	0,21	135	325,3	0,0563	1739

Výsledky

Tabulka 7.3: Přehled charakteristik provedených zkoušek termomechanické únavy na nepovlakované superslitině MAR-M247 v teplotním rozsahu 500 – 900 °C.

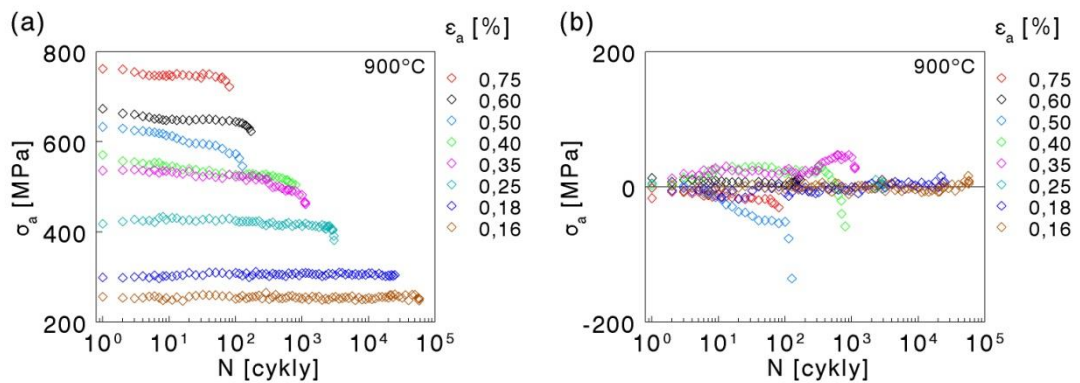
Poznámka	ε_{amech} [%]	E_{500} [GPa]	E_{900} [GPa]	σ_a [MPa]	ε_{ap} [%]	N_f [-]
IP	0,50	184	166	767,2	0,0519	86
	0,42	187	154	621,2	0,0231	144
	0,35	176	144	514,5	0,0170	349
	0,30	183	146	478,5	0,0137	767
	0,19	195	175	371,5	0,0028	2400
	0,17	185	142	293,0	0,0070	4998
OP	0,50	182	164	698,1	0,0918	128
	0,42	176	158	631,9	0,0563	273
	0,30	178	163	534,0	0,0293	413
	0,27	181	161	463,4	0,0246	1326
	0,25	170	150	475,9	0,0265	1941
	0,19	174	152	353,7	0,0029	3789

7.3.1 Křivky zpevnění/změkčení

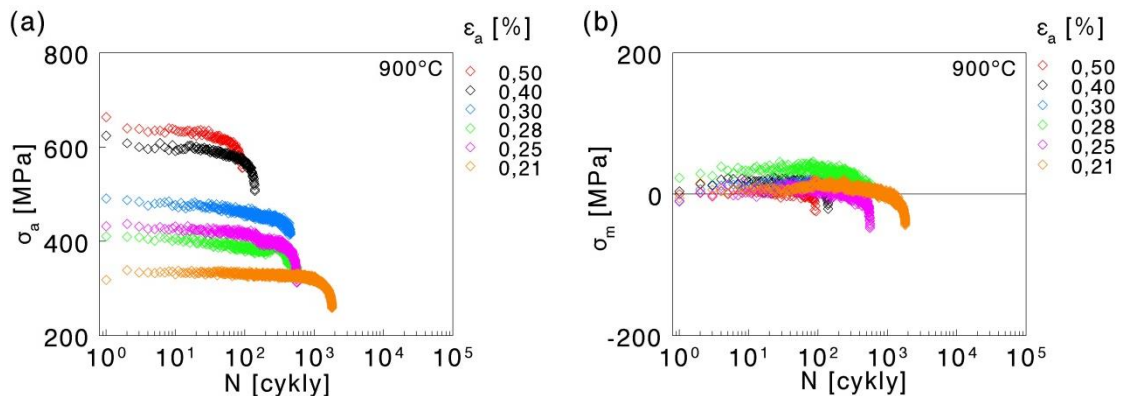
Na obr. 7.6 a 7.7 jsou uvedeny závislosti amplitudy napětí, respektive středního napětí na počtu cyklů N pro vybrané amplitudy celkové deformace ze zkoušek izotermické únavy. Pro oba typy zatěžování lze pozorovat obdobný charakter napěťové odezvy na vnější zatížení a průběh křivek zpevnění/změkčení (obr. 7.6a a 7.7a) může být rozdělen do tří oblastí. – oblast vyšších, středních a nízkých amplitud celkové deformace. V oblasti vyšších amplitud celkové deformace ($\varepsilon_a \geq 0,6$ % pro nízkocyklovou únavu bez prodlev a $\varepsilon_a \geq 0,4$ % pro únavu s prodlevami) vykazuje materiál po počátečním mírném změkčení stabilní napěťovou odezvu s opětovným poklesem amplitudy napětí ke konci únavového života. Cyklické změkčení po celou dobu únavového života je typické pro zkoušky provedené pro střední hodnoty deformací. Odezva materiálu na cyklické zatěžování s amplitudou celkové deformace $\varepsilon_a \leq 0,25$ % má stabilní průběh a ke změkčení materiálu nedochází ani v počáteční fázi. V závěru únavového života dochází k výraznějšímu poklesu amplitudy napětí, které je spojeno s šířením únavové trhliny. Nezanedbatelným činitelem v průběhu únavových zkoušek je střední napětí. Díky volbě symetrického zátěžného cyklu osciluje střední napětí v průběhu zkoušek nízkocyklové únavy bez prodlev i s prodlevami kolem stabilních hodnot ustanovených na začátku cyklování a nedochází ke kontinuálnímu vývoji středního napětí. Jak je patrné z diagramů 7.6b

Výsledky

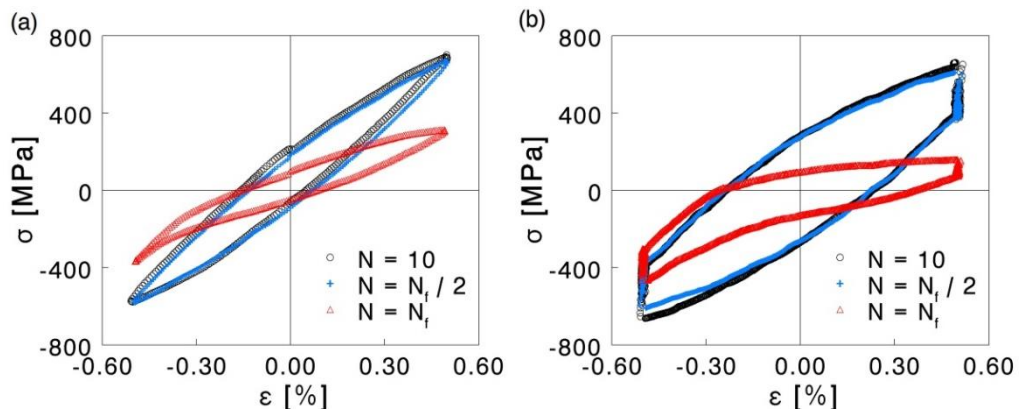
a 7.7b, střední napětí je spíše mírně tahové. Jeho hodnoty v průběhu cyklování (do doby, než je dosaženo kritérium určené rovnicí 6.1 pro únavu bez prodlev, respektive rovnicí 6.2 pro únavu s prodlevami) nepřesahují 45 MPa. Toto chování je dáno rozdílným tahovými a tlakovými moduly pružnosti superslitiny MAR-M247. Analogicky ke křivkám zpevnění/změkčení je pokles středního napětí na konci života spjat s šířením magistrální trhliny a se změnou tvaru hysterezní smyčky (viz obr. 7.8).



Obr. 7.6: Napěťová odezva nepovlakované superslitiny MAR-M247 při zkouškách izotermické únavy bez prodlev za teploty 900 °C (a) křivky cyklického zpevnění/změkčení, (b) průběh středního napětí.



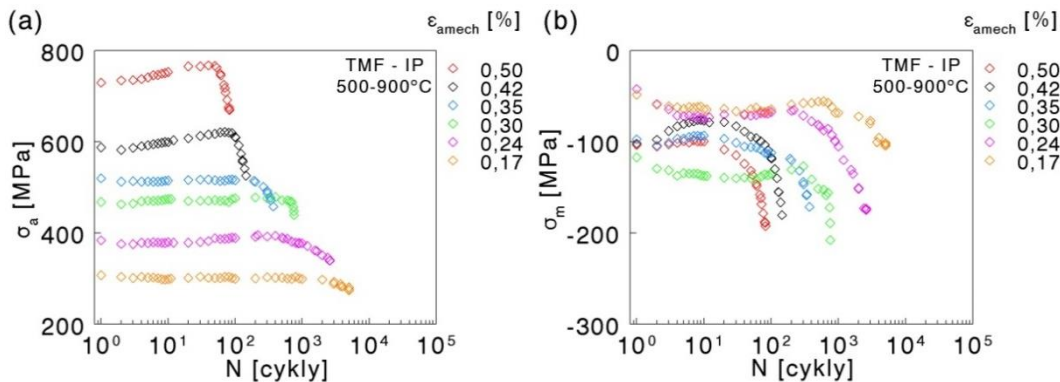
Obr. 7.7: Napěťová odezva nepovlakované superslitiny MAR-M247 při zkouškách izotermické únavy s prodlevami za teploty 900 °C (a) křivky cyklického zpevnění/změkčení, (b) průběh středního napětí.



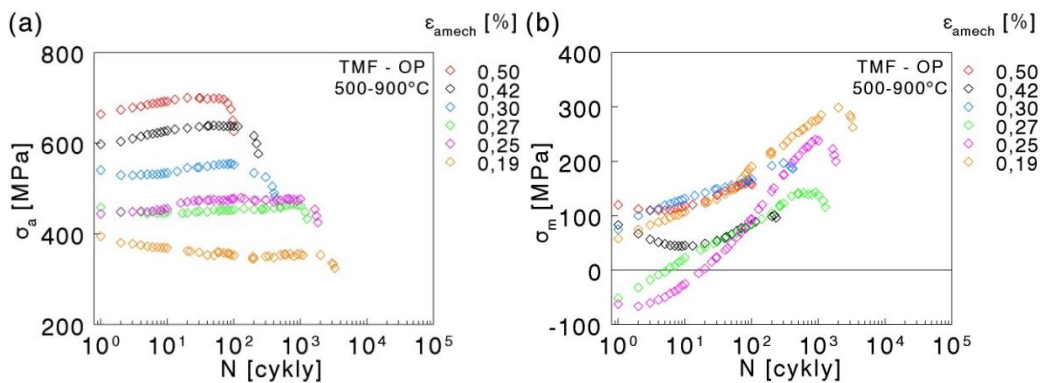
Obr. 7.28: Vývoj hysterezních smyček během únavových zkoušek (a) bez prodlev (b) s prodlevami. Zkoušky byly provedeny při $\epsilon_a = 0,5$ % a teplotě 900 °C.

Výsledky

Zkoušky termomechanické únavy nepovlakované superslitiny MAR-M247 byly provedeny v režimu In-Phase (maximální hodnoty tahové deformace korespondují s maximální teplotou cyklu) a Out-of-Phase (maximální hodnoty tahové deformace odpovídají minimální teplotě cyklu). Křivky cyklického zpevnění/změkčení určené závislostí amplitudy napětí na počtu cyklů v režimech IP a OP jsou demonstrovány na obr. 7.9a a 7.10a. Cyklování s amplitudou mechanické deformace $\epsilon_{amech} > 0,35$ % v režimu IP vede k zpevnění superslitiny v celém rozsahu zatěžování. Pokles amplitudy mechanické deformace pod 0,35 % vedl ke stabilní napěťové odezvě materiálu (obr. 7.9a). Cyklické zpevnění superslitiny MAR-M247 je pozorováno rovněž pro zatěžování v režimu OP pro amplitudy mechanické deformace $\epsilon_{amech} > 0,25$ %. Pro zvolené amplitudy celkové deformace v režimu OP nebyla pozorována stabilní odezva materiálu na vnější zatížení. Pro nejnižší hodnotu mechanické deformace je typické cyklické změkčení (obr. 7.10a). V obou případech (IP a OP) je rapidní pokles amplitudy napětí ke konci únavového života spojen s šířením únavové trhliny. Křivky vývoje středního napětí v režimu IP (obr. 7.9b) jsou v záporných hodnotách napětí. Toto chování je pozorováno v celém rozsahu zatěžování bez ohledu na hodnotu mechanické deformace a úzce souvisí s asymetrií napěťové odezvy při změně teploty v průběhu cyklu. Minimální teplota během cyklování v IP režimu odpovídá tlakové části cyklu a odpor materiálu vůči působení vnějších sil je v této fázi mnohem vyšší. Analogicky lze zdůvodnit tahové střední napětí v případě cyklování v OP režimu (obr. 7.10b).



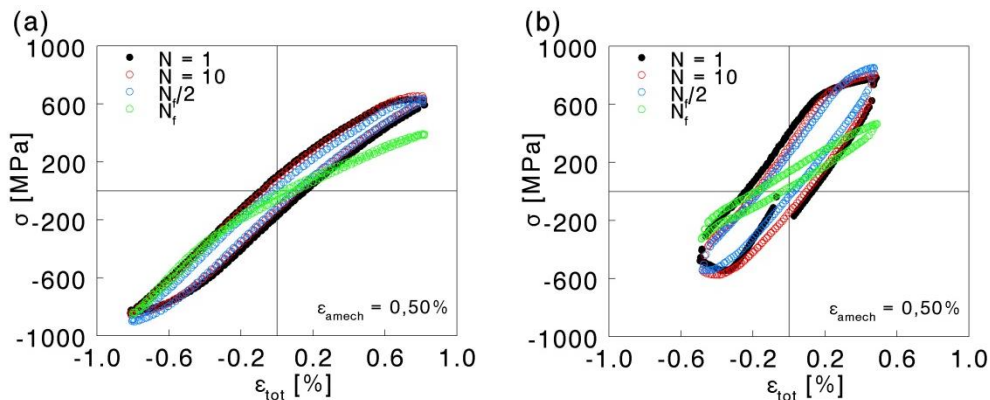
Obr. 7.9: Napěťová odezva nepovlakované superslitiny MAR-M247 při zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu IP
(a) křivky cyklického zpevnění/změkčení, (b) vývoj středního napětí.



Obr. 7.10: Napěťová odezva nepovlakované superslitiny MAR-M247 při zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu OP
(a) křivky cyklického zpevnění/změkčení, (b) vývoj středního napětí.

Výsledky

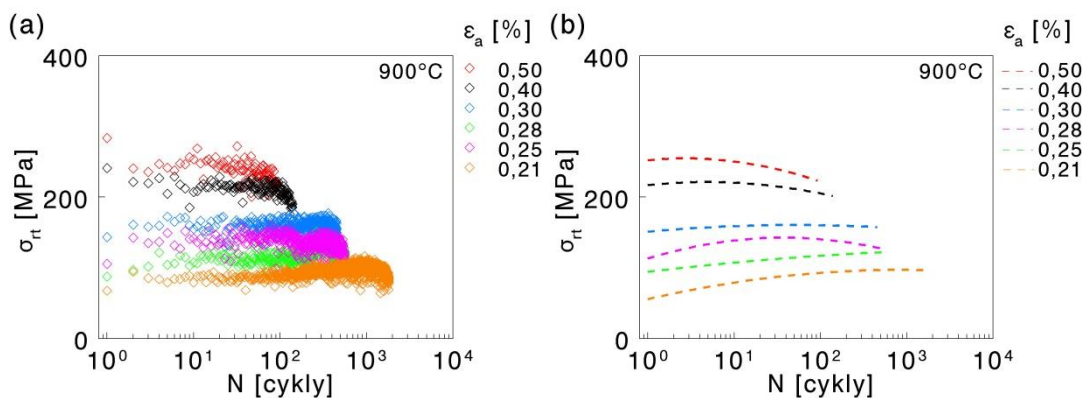
Reprezentativní hysterzní smyčky v závislosti napětí σ na celkové deformaci ε_{tot} pro zátěžné cykly $N = 1$, $N = 10$, $N_f/2$ a N_f u vybraných testů s amplitudou mechanické deformace $\varepsilon_{\text{amech}} = 0,5\%$ jsou vykresleny na obr 7.11a a 7.11b. Na hysterzních smyčkách je možné sledovat proces cyklického zpevnění, který je manifestován postupným ztenčováním širky hysterzní smyčky.



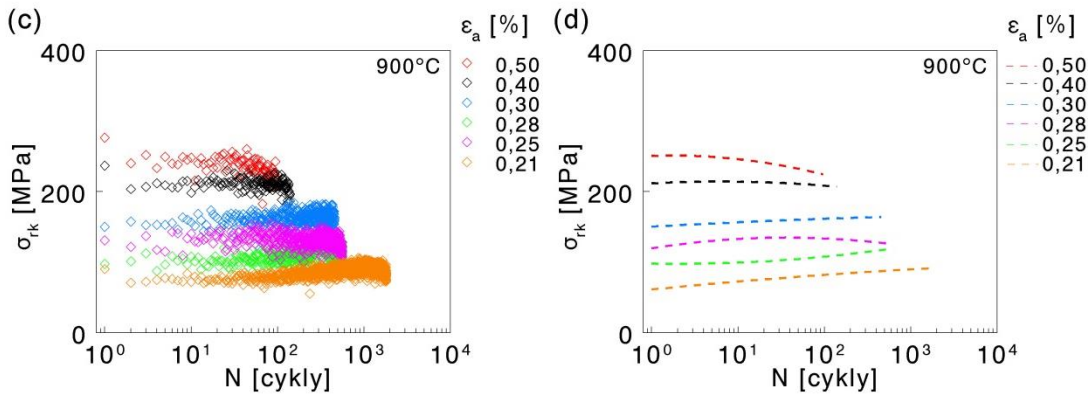
Obr. 7.11: Reprezentativní hysterzní smyčky při zvolené hodnotě mechanické deformace $\varepsilon_{\text{amech}} = 0,5\%$ v režimu (a) IP, (b) OP.

7.3.2 Relaxace napětí

V tahovém a tlakovém vrcholu hysterzní smyčky je během zkoušek s prodlevami udržována konstantní hodnota celkové deformace po dobu 5 minut, kdy dochází k relaxaci napětí. V této části cyklu tak dochází k poklesu hodnot tahových (σ_{rt}) a tlakových (σ_{rk}) napětí. Velikost změny napětí σ_{rt} a σ_{rk} od začátku prodlevy až po její konec se během únavového života mění a je závislá na amplitudě celkové deformace ε_a . Tento vývoj je pro nepovlakovanou superslitinu MAR-M247 znázorněn na obrázku 7.12, kdy jsou veličiny σ_{rt} a σ_{rk} vyneseny do grafu v absolutních hodnotách. Obecně lze konstatovat, že velikost tahových i tlakových relaxačních napětí je pro zvolenou amplitudu celkové deformace přibližně stejná. Toto platí pro všechny sledované amplitudy celkové deformace. Trend vývoje relaxačních napětí lze rozdělit na dvě oblasti. V oblasti amplitud celkové deformace $\varepsilon_a \geq 0,4\%$ v počáteční fázi není pozorována jakákoliv změna velikosti relaxačních napětí a až po několika málo cyklech dochází ke kontinuálnímu poklesu absolutních hodnot relaxačních napětí σ_{rt} a σ_{rk} . Během cyklování s nižší amplitudou celkové deformace naproti tomu dochází ke stálému mírnému nárůstu relaxačního napětí, který přetrvává až do konce únavového života.

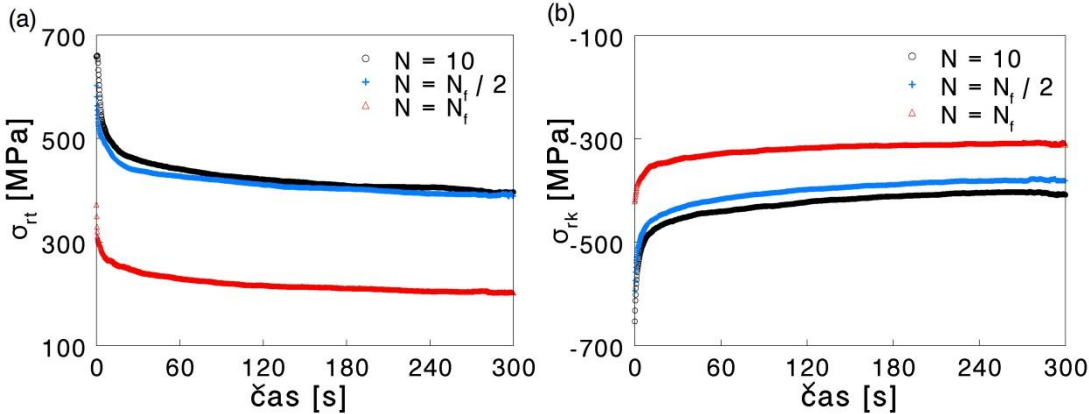


Výsledky



Obr. 7.12: Vývoj relaxačního napětí během zkoušek nízkocyklové únavy s prodlevami provedených na nepovlakované superslitině MAR-M247 za teploty 900 °C (a), (b) tahová část cyklu (c), (d) tlaková část cyklu; na grafech (b) a (d) jsou experimentálními body z grafů (a) a (c) proloženy křivky polynomu druhého stupně.

Průběh relaxačních napětí σ_{rt} a σ_{rk} v závislosti na čase během zkoušky nízkocyklové únavy s prodlevou cyklované s amplitudou celkové deformace $\varepsilon_a = 0.5 \%$ jsou uvedeny na obr. 7.13. Byly vybrány prodlevy odpovídající referenčnímu cyklu, polovině únavového života a jeho konci. Nejvýznamnější část relaxace se uskuteční v několika prvních sekundách a následně se pokles postupně zmírňuje. Počáteční rychlý pokles napětí i následný pozvolný pokles je až do poloviny únavového života přibližně stabilní a výraznější pokles nastává až na konci únavového života, kdy je poloha relaxačních křivek ovlivněna šířící se únavovou trhlinou.



Obr. 7.13: Časové průběhy relaxace napětí během zkoušky nízkocyklové únavy s prodlevami při zvolené amplitudě celkové deformace $\varepsilon_a = 0,5 \%$ v relaci k počtu uběhlých cyklů – 10 cyklů, $N_f/2$ a N_f (a) tahová část cyklu, (b) tlaková část cyklu.

7.3.3 Cyklická deformační křivka

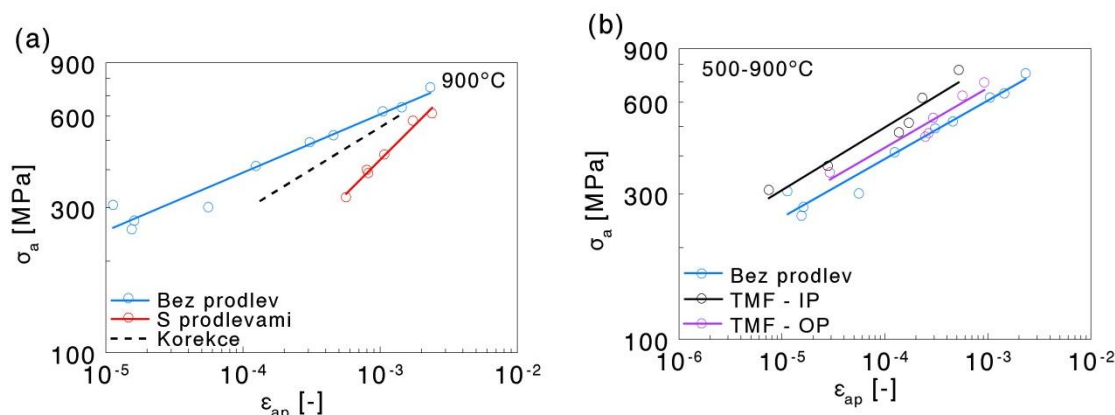
Cyklické deformační křivky sledované superslitiny MAR-M247 zatěžované v nízkocyklové oblasti bez prodlev a s prodlevami při teplotě 900 °C a při zkouškách termomechanické únavy v režimech IP a OP byly určeny ve formě závislosti amplitudy napětí σ_a na amplitudě plastické deformace ε_{ap} . Amplituda napětí a amplituda plastické deformace byly stanoveny v polovině života. Cyklické deformační křivky pro zkoušky za konstantní teploty a v teplotním intervalu 500 – 900 °C jsou uvedeny na obr. 7.14a a 7.14b v logaritmické reprezentaci.

Výsledky

Experimentální hodnoty závislosti σ_a vs. ε_{ap} byly aproximovány mocninovou závislostí ve tvaru:

$$\log \sigma_a = \log K' + n' \log \varepsilon_{ap} \quad (7.1)$$

kde K' je koeficient cyklického zpevnění a n' je exponent cyklického zpevnění. Hodnoty těchto parametrů byly stanoveny regresní analýzou a jsou pro sledovanou teplotu uvedeny v tabulce 7.4.



Obr. 7.14: Cyklické deformační křivky nepovlakové superslitiny MAR-M247 (a) zatěžovaného v režimu nízkocyklové únavy bez prodlev a s prodlevami za konstantní teploty (b) zatěžované v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimech IP a OP.

Z obr. 7.14a je patrné, že cyklická deformační křivka superslitiny MAR-M247 v režimu s prodlevami je posunuta k vyšším amplitudám plastické deformace v porovnání s materiálem cyklovaným v režimu bez prodlev. Rozdílné směrnice vedou k výraznějšímu rozdílu v oblasti nízkých amplitud napětí. Nárůst amplitudy plastické deformace je spojen s relaxací napětí během prodlev v tahovém a tlakovém vrcholu hysterezní smyčky. Za předpokladu, že odtížení je elastické, může být vypočítán přírůstek plastické deformace v důsledku relaxace $\Delta\varepsilon_{pr}$ jako:

$$\Delta\varepsilon_{pr} = \varepsilon_{prt} + \varepsilon_{prk} = \frac{\sigma_{rt}}{E} + \frac{\sigma_{rk}}{E} \quad (7.2)$$

Čárkovaná křivka na obr 7.14a uvažuje korekci amplitudy plastické deformace, kde je od celkové hodnoty plastické deformace odečtena hodnota $\Delta\varepsilon_{pr}$. Takto konstruovaná cyklická deformační křivka superslitiny MAR-M247 je posunuta k nižším hodnotám plastické deformace, nicméně tento posuv je stále vyšší, než je tomu v případě cyklické deformační křivky materiálu zatěžovaného bez prodlev.

Cyklická deformační křivka reprezentující termomechanické zkoušky je ukázána na obr. 7.14b. Cyklování v obou režimech TMF vedlo k posunu cyklické deformační k vyšším hodnotám amplitudy napětí v porovnání s cyklickým zatěžováním bez prodlev (modrá křivka). Tento posuv je daleko výraznější pro zkoušky provedené v režimu IP. Všechny křivky jsou téměř rovnoběžné, což je patrné i z exponentu cyklického zpevnění n' v tabulce 7.4.

Výsledky

Tabulka 7.4: Parametry cyklické deformační křivky nepovlakované superslitiny MAR-M247 cyklované v režimu bez prodlev a s prodlevami za konstantní teploty 900 °C a v režimech IP a OP při zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C.

	Bez prodlev	S prodlevami	TMF IP	TMF OP
K'	2290 ± 300	9840 ± 2060	3310 ± 810	3590 ± 780
n'	0,192 ± 0,014	0,452 ± 0,031	0,206 ± 0,026	0,218 ± 0,027

7.3.4 Křivky životnosti

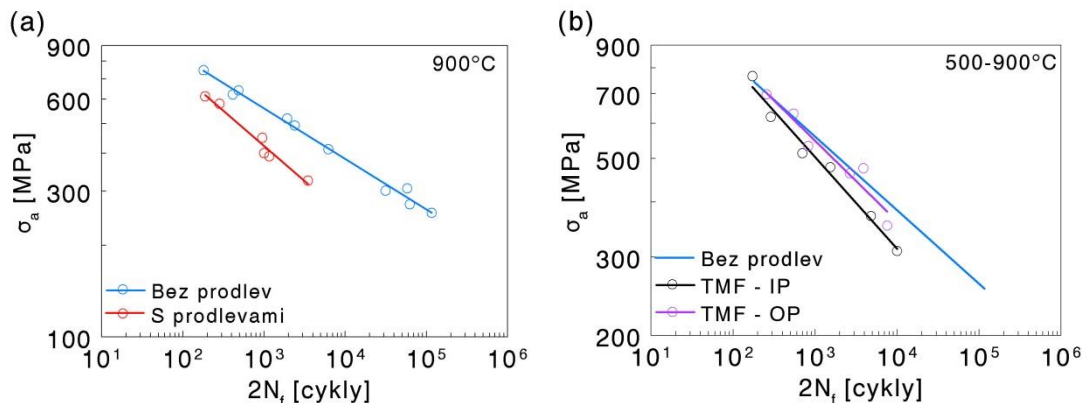
Křivky nízkocyklové únavy bez prodlev a s prodlevami za konstantní teploty 900 °C a při zkouškách termomechanické únavy v teplotním rozsahu 500 – 900 °C v režimech IP a OP nepovlakované superslitiny MAR-M247 jsou prezentovány ve formě závislosti amplitudy napětí σ_a na dvojnásobku počtu cyklů do lomu $2N_f$ na obr. 7.15. Hodnoty amplitudy napětí byly stanoveny v polovině počtu cyklů do lomu. Experimentálními body byla proložena mocninná závislost navržená Basquinem (rov. 2.2), která byla upravena do tvaru:

$$\log 2N_f = \left(\frac{1}{b}\right) \log \sigma_a - \left(\frac{1}{b}\right) \log \sigma_f' \quad (7.3)$$

kde σ_f' a je koeficient únavové pevnosti a b je exponent únavové pevnosti. Cyklování s prodlevami ve vrcholech hysterezní smyčky vedlo v Basquinově reprezentaci (obr. 7.15a) k výraznému poklesu únavové životnosti superslitiny MAR-M247. Přičemž výraznější vliv byl pozorován s rostoucím počtem cyklů do lomu. Pokles amplitudy napětí při počtu cyklů do lomu odpovídající 10^2 a 2×10^3 je 134 MPa, respektive 147 MPa.

Cyklické zatěžování niklové superslitiny MAR-M247 v IP režimu termomechanické únavy vedlo k mírnému poklesu únavové životnosti v celém rozsahu sledovaných amplitud mechanické deformace ε_{amech} (obr. 7.15b), přičemž pokles se stával výraznějším s poklesem amplitudy mechanické deformace. Naproti tomu téměř zanedbatelný efekt na únavovou životnost v Basquinově reprezentaci můžeme pozorovat při termomechanickém namáhání superslitiny MAR-M247 v režimu OP.

Výsledky



Obr. 7.15: Křivky únavové životnosti nepovlakované superslitiny MAR-M247 v Basquinově reprezentaci pro zkoušky provedené (a) za konstantní teploty 900 °C (b) v teplotním intervalu 500 – 900 °C.

Analogicky byly konstruovány křivky životnosti v reprezentaci plastické deformace ε_{ap} na dvojnásobku počtů cyklů do lomu $2N_f$ a jsou ukázány na obr. 7.16. Hodnoty amplitudy plastické deformace byly stanoveny v polovině počtů cyklů do lomu. Experimentálními body byla proložena Mansonova – Coffinova závislost (rov. 2.4) ve tvaru:

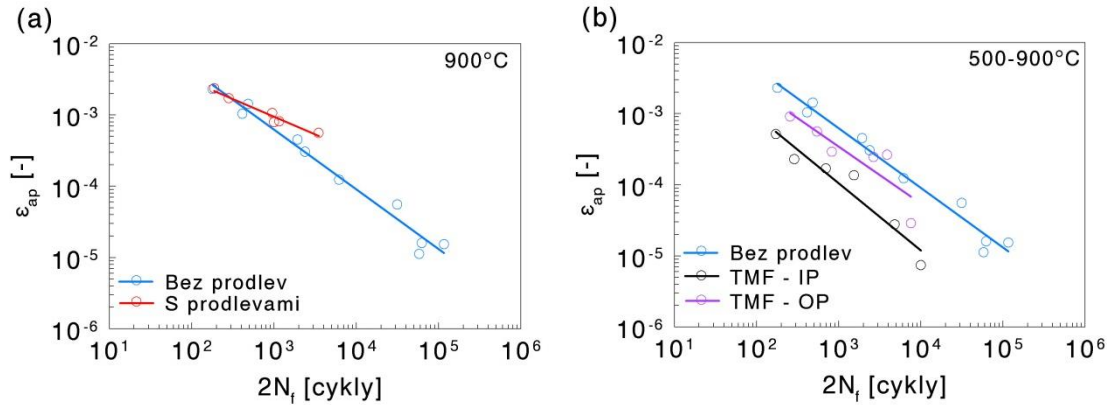
$$\log 2N_f = \left(\frac{1}{c}\right) \log \varepsilon_{ap} - \left(\frac{1}{c}\right) \log \varepsilon_f' \quad (7.4)$$

kde ε_f' je koeficient únavové tažnosti a c je exponent únavové tažnosti. Hodnoty těchto parametrů byly určeny regresní analýzou a jsou uvedeny s příslušnou chybou v tabulce 7.5. V případě Mansonovy-Coffinovy reprezentace (obr. 7.16a) se křivky životnosti superslitiny MAR-M247 při spojitém cyklování bez prodlev a při cyklování s prodlevami navzájem protínají v oblasti nejvyšších amplitud plastické deformace a s klesající amplitudou plastické deformace dochází k nárůstu počtu cyklů do lomu ve prospěch zátěžného cyklu s prodlevami.

Zřetelný pokles únavové životnosti je možné sledovat na obr. 7.16b, který reprezentuje data získaná ze zkoušek termomechanické únavy. Podobně jako v Basquinově reprezentaci má i v Mansonově-Coffinově reprezentaci více poškozující účinek režim IP než režim OP, kdy pro zvolenou amplitudu plastické deformace je životnost v režimu OP až dva a půlnásobná.

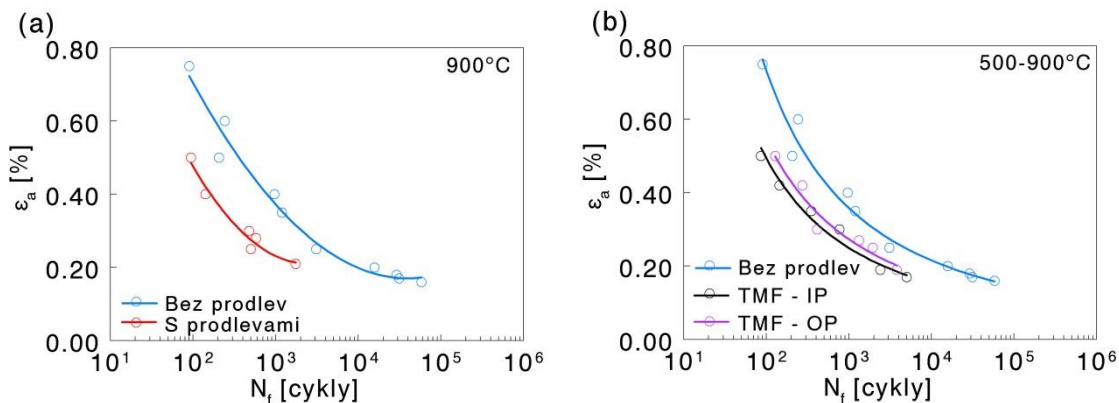
Experimentální data jsou zatížena poměrně velkým rozptylem zapříčiněným rozdíly ve struktuře a modulu pružnosti individuálních zkušebních těles a přesností extenzometru v oblasti nízkých amplitud plastické deformace.

Výsledky



Obr. 7.16: Křivky únavové životnosti nepovlakované superslitiny MAR-M247 v Mansonově-Coffinově reprezentaci pro zkoušky provedené (a) za konstantní teploty 900 °C (b) v teplotním intervalu 500 – 900 °C.

Veškeré únavové zkoušky byly řízeny v režimu celkové deformace, proto jsou v této práci rovněž uvedeny křivky životnosti ve formě závislosti amplitudy celkové deformace na počtu cyklů do lomu (obr. 7.17). Jednotlivými body reprezentujícími data z provedených únavových zkoušek byly proloženy křivky dle rovnice (2.5). Tato závislost potvrzuje negativní vliv jak cyklického zatěžování s prodlevami, tak zatěžování v obou režimech termomechanické únavy na únavovou životnost superslitiny MAR-M247, kdy největší posuv nastal v případě zkoušek nízkocyklové únavy s prodlevami. Tento režim cyklování vedl až k čtyřnásobnému zkrácení únavového života. Nejméně drastické bylo zatěžování v režimu OP těsně následované režimem IP, který vedl, co se týče životnosti, jen k nepatrně lepším výsledkům než režim cyklování s prodlevami.



Obr. 7.17: Křivky únavové životnosti nepovlakované superslitiny MAR-M247 v reprezentaci celkové deformace vs. N_f pro zkoušky provedené (a) za konstantní teploty 900 °C (b) v teplotním intervalu 500 – 900 °C.

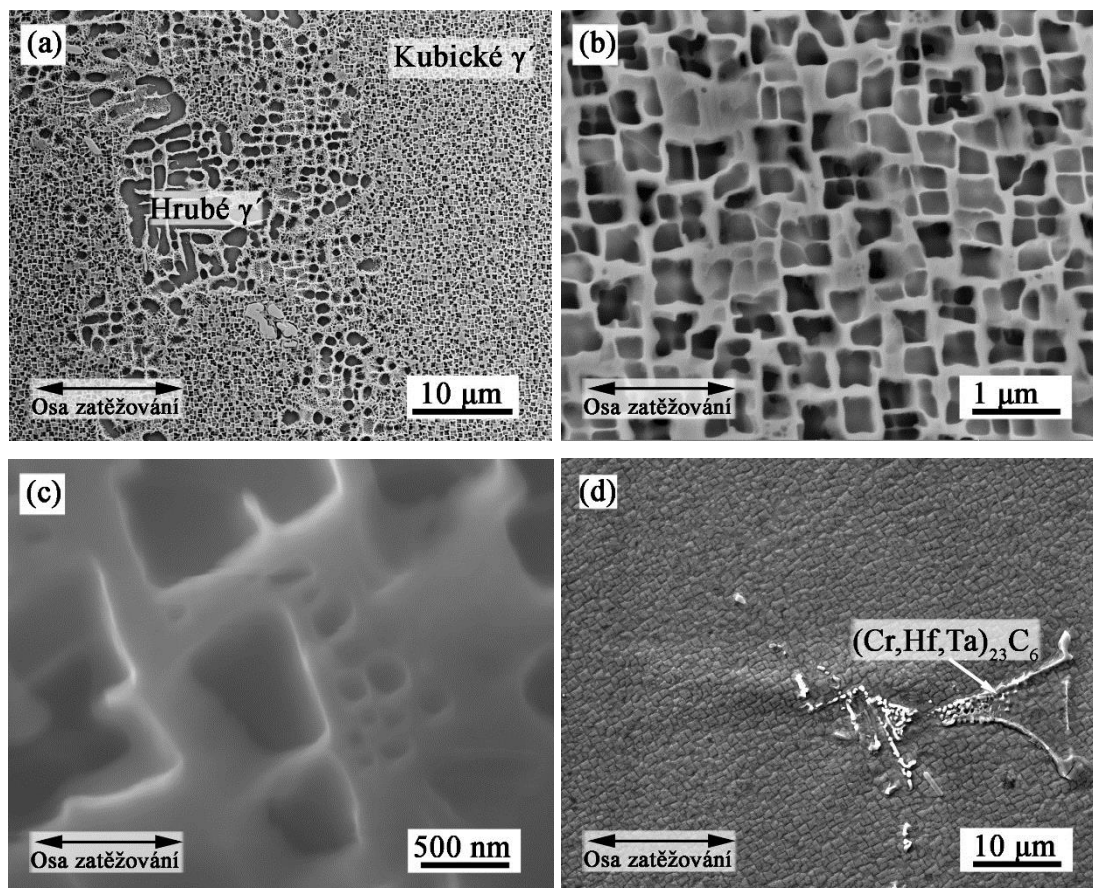
Výsledky

Tabulka 7.5: Parametry nízkocyklové únavy nepovlakované superslitiny MAR-M247 cyklované v režimu bez prodlev a s prodlevami za konstantní teploty 900 °C a v režimech IP a OP při zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C.

	σ_f [MPa]	b [-]	ϵ_f [-]	c [-]
Bez prodlev	1790 ± 100	-0,168 ± 0,007	0,294 ± 0,14	-0,887 ± 0,055
S prodlevami	2150 ± 300	-0,236 ± 0,020	0,035 ± 0,013	-0,521 ± 0,056
TMF IP	2160 ± 230	-0,210 ± 0,014	0,122 ± 0,098	-1,02 ± 0,14
TMF OP	2220 ± 500	-0,202 ± 0,031	0,19 ± 0,15	-0,897 ± 0,24

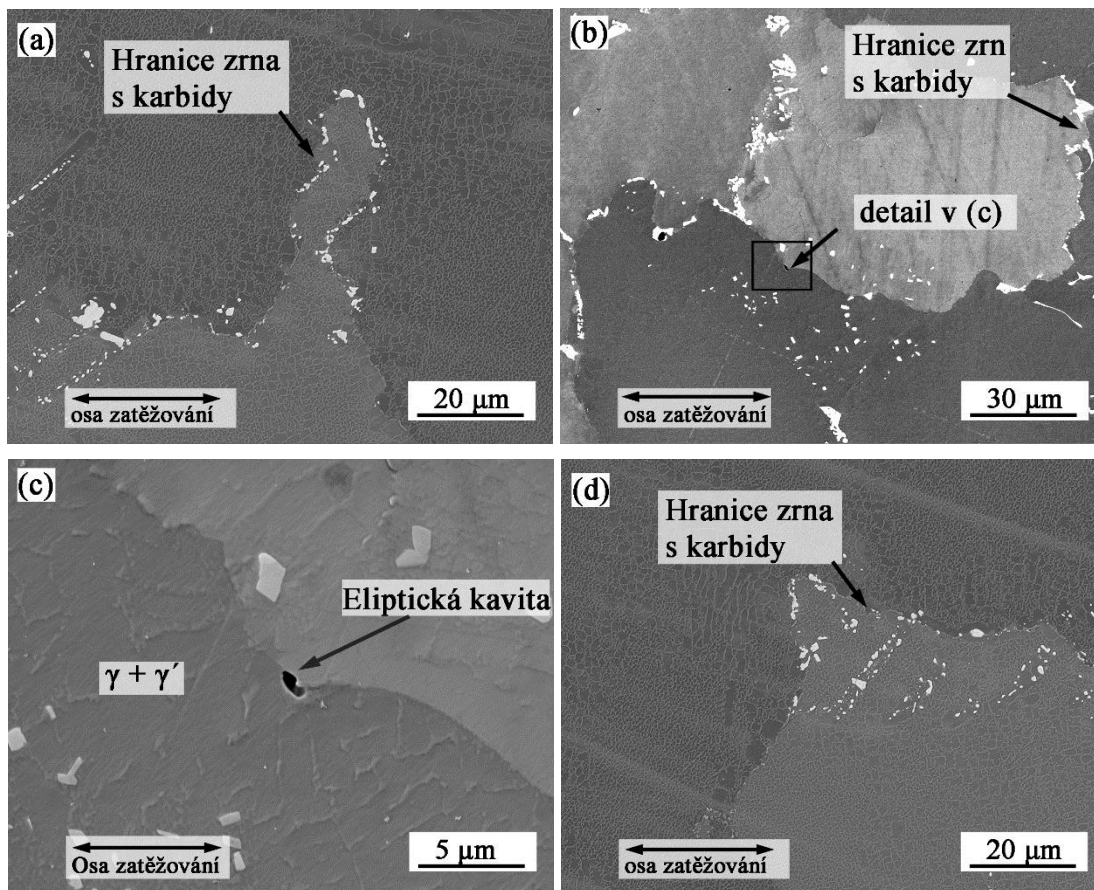
7.3.5 SEM pozorování

Typická mikrostruktura superslitiny MAR-M247 je ukázána na metalografickém výbrusu (obr. 7.18) ze zkušební tyče, která byla exponována na teplotě 900 °C během zkoušek nízkocyklové únavy po dobu 50 hodin. Značná tvarová různorodost γ' precipitátů komplikuje identifikaci degradačních pochodů, jako je shlukování a koagulace označovaná jako rafting, který je typickým projevem degradace mikrostruktury niklových superslitin za zvýšených teplot. Obrazová analýza, která byla provedena na vzorcích s dobou expozice 10h, 50h, 100h a 150h, neprokázala ani po nejdelší době výrazné změny morfologie γ' precipitátů. Změna morfologie kubických precipitátů byla oproti výchozí struktuře stanovena na 1,36 %, což je po započtení možné odchylky výsledků zanedbatelný rozdíl. Tato mimořádná stabilita je dána chemickým složením superslitiny MAR-M247. Legování wolframem a kobaltem zlepšuje zpevnění a vysokoteplotní odolnost tuhého roztoku γ a legování tantalem a hafniem přispívá ke stabilitě γ' precipitátů. Ke sferoidizaci a následnému raftingu především kubických precipitátů dochází za vyšších teplot, než je 900 °C. Proto morfologie γ' precipitátů superslitiny MAR-M247 po únavových zkouškách za teploty 900 °C zůstává víceméně stejná jako ve výchozím stavu (obr. 7.1). Nejinak je tomu i v případě termomechanické únavy, kdy je materiál vystaven maximální teplotě 900 °C pouze omezenou dobu. Na obr. 7.18d je prezentována mikrostruktura kubických precipitátů, které po zkouškách termomechanické únavy v režimu IP nepodléhají žádným pozorovatelným změnám.



Obr. 7.18: Morfologie precipitátů po únavovém zatěžování (a) - (c) s prodlevou – doba expozice na teplotě 50 hodin (a) přehled hrubých a kubických precipitátů, (b) detail kubických precipitátů, (c) detail sférických precipitátů, (d) mikrostruktura precipitátů po zkouškách termomechanické únavy v režimu IP, uprostřed sekundární $(Cr,Hf,Ta)_{23}C_6$ karbid ve formě čínského písma; SEM.

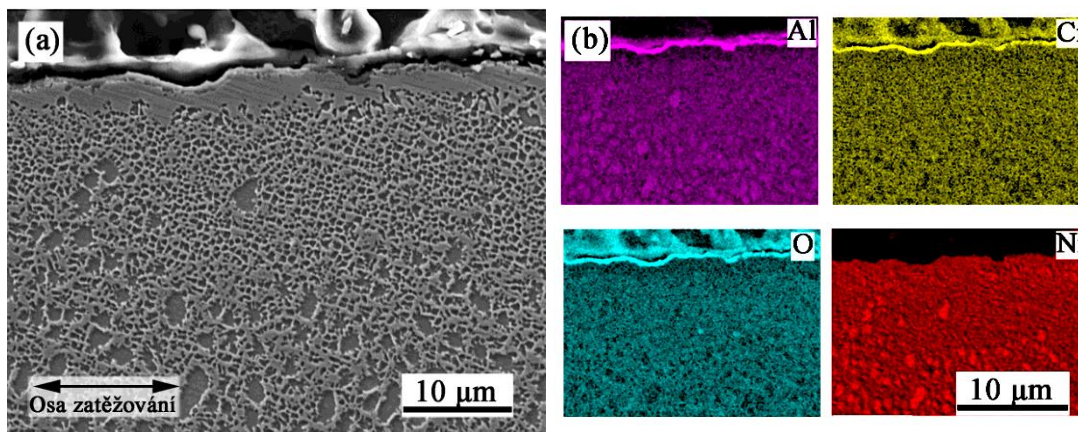
Je-li materiál dlouhodobě vystaven působení teplot přesahujících homologickou teplotu, může dojít k degradaci struktury, která je koncentrována v objemu materiálu a je tím intenzivnější, čím je doba expozice delší. Soudržnost materiálu v případě zkoušek nízkocyklové únavy za konstantní teploty 900 °C může být rozrušována pokluzem po hranicích zrn nebo kavitací na hranicích případně uvnitř zrn. Metalografické řezy vzorků testovaných až do lomu ve všech režimech zatěžování jsou dokumentovány na obr. 7.19 a dokumentují hranice zrn přibližně 1 mm od povrchu. Na obr. 7.19a je ukázán vzhled typických hranic dendritických zrn po únavovém namáhání bez prodlev. Hranice zrn neobsahují žádné vady způsobené vysokoteplotní expozicí a mechanickým namáháním a jsou zde přítomny pouze karbidy typu MC a $M_{23}C_6$ bohaté na Hf, Ta, W a Cr. Nejinak je tomu v případě únavového zatěžování s prodlevami, kdy nedošlo k podstatnému zhoršení stavu hranic zrn a kavitace podél hranic zrn je pozorována pouze sporadicky, jak je znázorněno na obr. 7.19b. Na obr. 7.19c je detail dokumentující kavitu typu „r“ eliptického tvaru na hranici dvou zrn. V případě zkoušek TMF v obou režimech zatěžování je stav hranic zrn identický s výchozím stavem (obr. 7.19d).



Obr. 7.19: Degradace hranic dendritických zrn v režimu nízkocyklové únavy (a) bez prodlev, (b) a (c) s prodlevami, (d) v režimu IP; SEM.

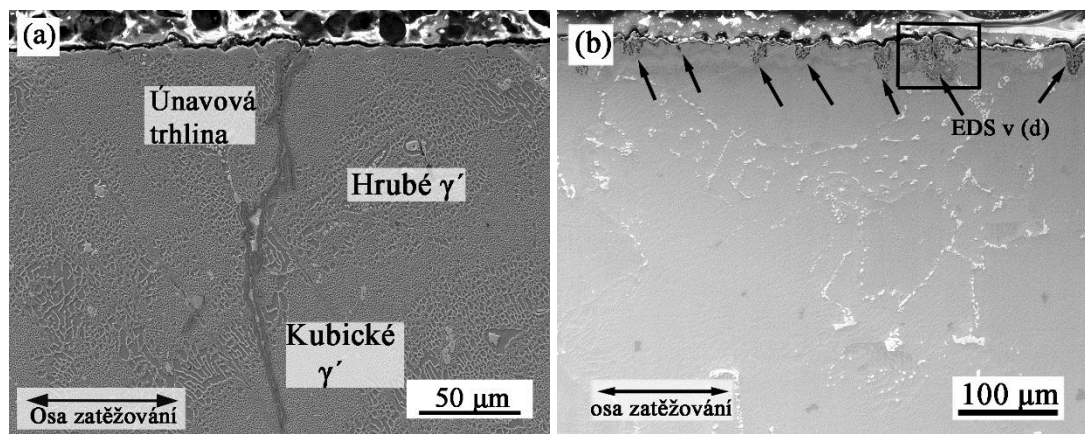
V průběhu vysokoteplotních únavových zkoušek dochází na povrchu k tvorbě tenkého oxidického filmu bohatého na chrom a hliník, tedy prvků s vysokou afinitou ke kyslíku, který následně chrání superslitinu vůči další degradaci. Jako první dojde k vytvoření svrchní vrstvy Cr_2O_3 a jakmile je vyčerpán fond chromu, v blízkosti povrchu, dojde k odčerpávání hliníku z precipitátů a tvorbě Al_2O_3 filmu. Tento proces vede k ochuzení podpovrchové vrstvy o γ' precipitáty (obr. 7.20), neboť dochází k difúzi hliníku z γ' precipitátů směrem k povrchu. Hloubka ochuzené zóny je časově závislá a roste s dobou vysokoteplotní expozice. Průměrná hloubka během zkoušek nízkocyklové únavy za konstantní teploty odpovídá 8 až 12 μm pro nejkratší resp. nejdelší zkoušky. Proces tvorby ochranné vrstvy povrchových oxidů je nejen časově, nýbrž i tepelně závislý. Proto v případě termomechanické únavy je růst oxidické vrstvy a s tím spojený i vývoj podpovrchové o precipitáty ochuzené vrstvy do jisté míry zpomalen a tloušťka ochuzené zóny dosahuje 5 μm pro nejdéle trvající zkoušky (110 hod.)

Výsledky

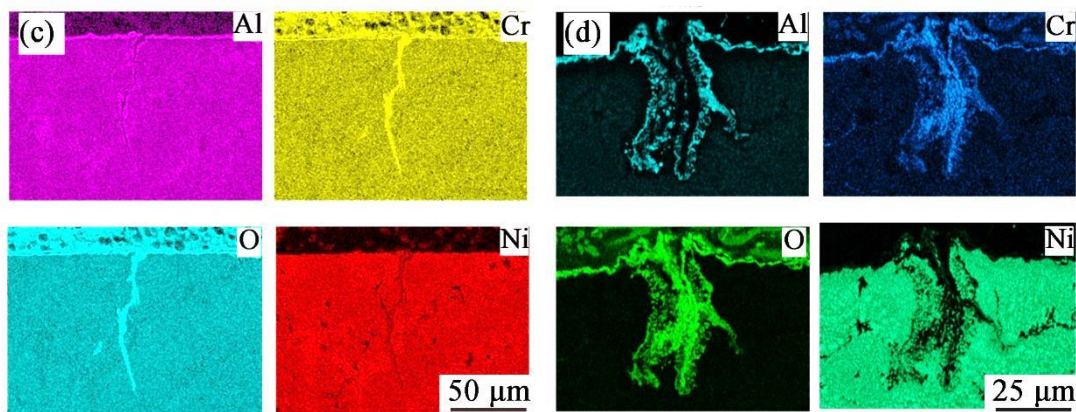


Obr. 7.20: Podpovrchová zóna ochuzená o γ' precipitáty po zkouškách nízkocyklové únavy za konstantní teploty 900°C (a) SEM snímek (b) EDS mapa podpovrchové vrstvy s vrstvou komplexních oxidů bohatých na Al a Cr; SEM.

Jakmile dojde k iniciaci únavové trhliny, je ochranný oxidický film narušen a jsou vytvořeny nové povrchy, které rychle oxidují, a v okolí trhliny opětovně dochází k tvorbě o γ' precipitáty ochuzené zóny stejným mechanismem, jak byl popsán výše. Na obr. 7.21a z podélného řezu zkušebním tělesem je ukázána sekundární únavová trhlina na vzorku zatěžovaném v režimu bez prodlev, která roste kolmo na osu zatížení. Obrázek 7.21c ukazuje mapy relativní koncentrace prvků (jmenovitě Al, Cr, O a Ni) v blízkosti povrchu vzorku a trhliny. Je patrné, že oxidace neprobíhala dostatečně dlouhou dobu (doba testu byla přibližně 15 hodin) a nedošlo k vyčerpání chromu v okolí trhliny, jehož následkem by byl zvýšený transport Al k povrchu trhliny a intenzivnější tvorba Al_2O_3 . Zóna ochuzená o precipitáty tak v okolí trhliny a na jejím čele nepřesahuje 1 μm . Podobná situace je dokumentována i pro zkoušky nízkocyklové únavy s prodlevami, kdy četnost sekundárních únavových trhlin je několikanásobně vyšší (viz černé šipky na obr. 7.21b). Tyto trhliny jsou však podstatně mělkší. Míra oxidace v okolí sekundárních trhlin je znatelnější a rovněž i zóna ochuzená o γ' precipitáty dosahuje několika jednotek μm právě v důsledku dlouhodobější expozice na teplotě 900 °C (doba zkoušky přibližně 120 hodin). EDS mapy chemického složení v okolí sekundární únavové trhliny, jak jsou ukázány na obr. 7.21d, korespondují oblasti ohraničené černým rámečkem na obr. 7.21b.



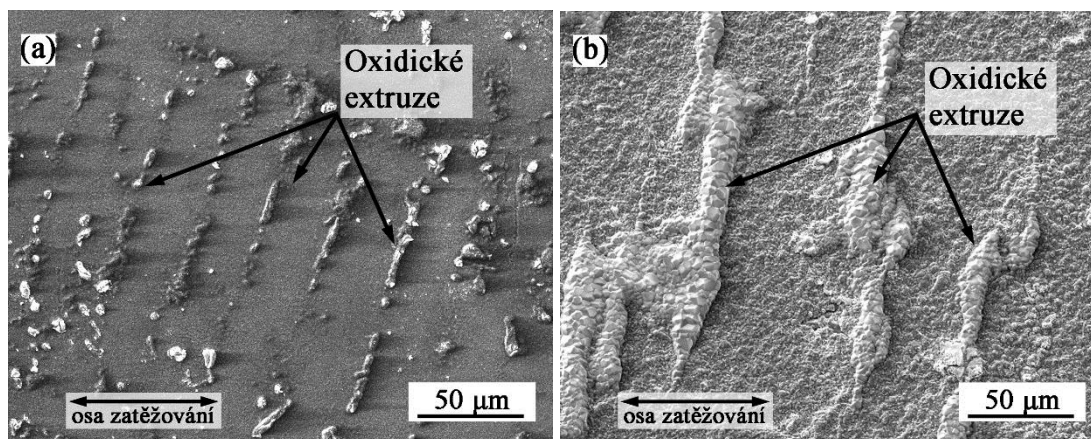
Výsledky



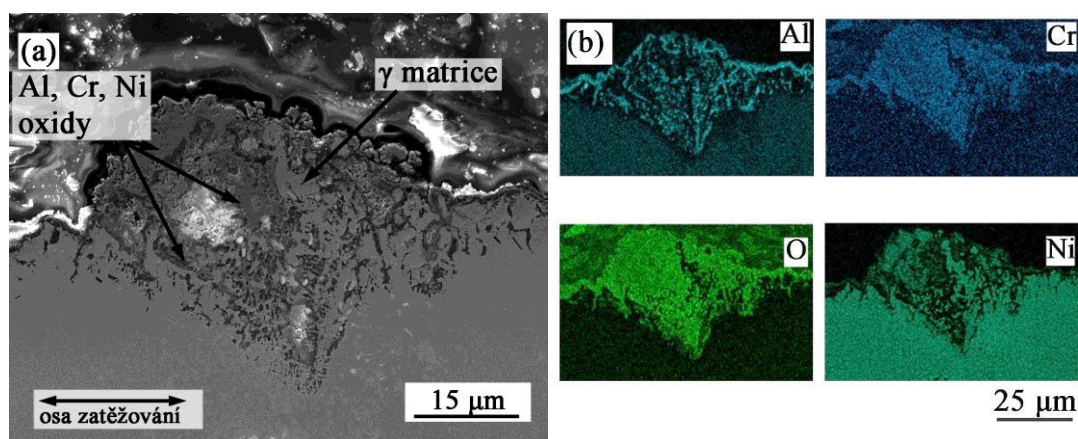
Obr. 7.21: SEM mikrografy zoxidovaných sekundárních únavových trhlin po zkouškách izotermické únavy za teploty 900 °C (a) bez prodlev, (b) s prodlevami, (c) a (d) EDS mapy korespondující k (a) a (b) podpovrchové vrstvy s vrstvou komplexních oxidů bohatých na Al a Cr; SEM.

Pozorování vývoje povrchového reliéfu a míst iniciace únavových trhlin bylo provedeno na vybraných zkušebních tyčích (jejichž měrné délky byly před únavovým zatěžováním mechanicky a elektrochemicky vyleštěny), na metalografických výbrusech a lomových plochách. Na obrázku 7.22a je snímek povrchu zkušebního tělesa ve vzdálenosti 1 mm od magistralní trhliny zatěžovaný v režimu nízkocyklové únavy bez prodlev s amplitudou celkové deformace $\epsilon_a = 0,5 \%$. Na některých místech, která představují vhodně orientovaná zrna, v nichž docházelo k intenzivní lokalizaci plastické deformace, se ojediněle vyvinul výrazný povrchový reliéf ve formě krátkých přerušovaných stop, jež jsou tvořeny extrudovaným materiálem nad rovinu původního povrchu. Orientace těchto stop je blízká směru kolmému na osu zatěžování. Podobné stopy byly nalezeny na tělesech, která byla zatěžována s prodlevami (obr. 7.22b) s amplitudou celkové deformace $\epsilon_a = 0,5 \%$. Ze snímku je patrné, že tyto stopy jsou poměrně vyvinutější a jsou mírně zvlněné. Na obrázku 7.23 je na metalografickém výbrusu vzorku zatěžovaného s prodlevou ($\epsilon_a = 0,5 \%$) řez jedné takové stopy, na němž je vidět, že stopy jsou tvořeny převážně oxidy prvků s vysokou afinitou ke kyslíku kolem extrudované matrice. Prorůstání oxidických extruzí do materiálu superslitiny může vést k iniciaci únavových trhlin. Zkušební tyče cyklované na středních a nízkých amplitudách celkové deformace jsou vystaveny výrazně menší cyklické plastické deformaci. Tato skutečnost se projevila na povrchu pozorovaných zkušebních tyčí absencí povrchového reliéfu. Sporadický výskyt povrchových stop naznačuje, že markantnější význam z hlediska iniciace únavových trhlin mají hranice dendritických zrn, křehké karbidické fáze a licí defekty. Statistická data četnosti únavových trhlin a typu místa iniciace jsou uvedeny v tabulce 7.6.

Výsledky



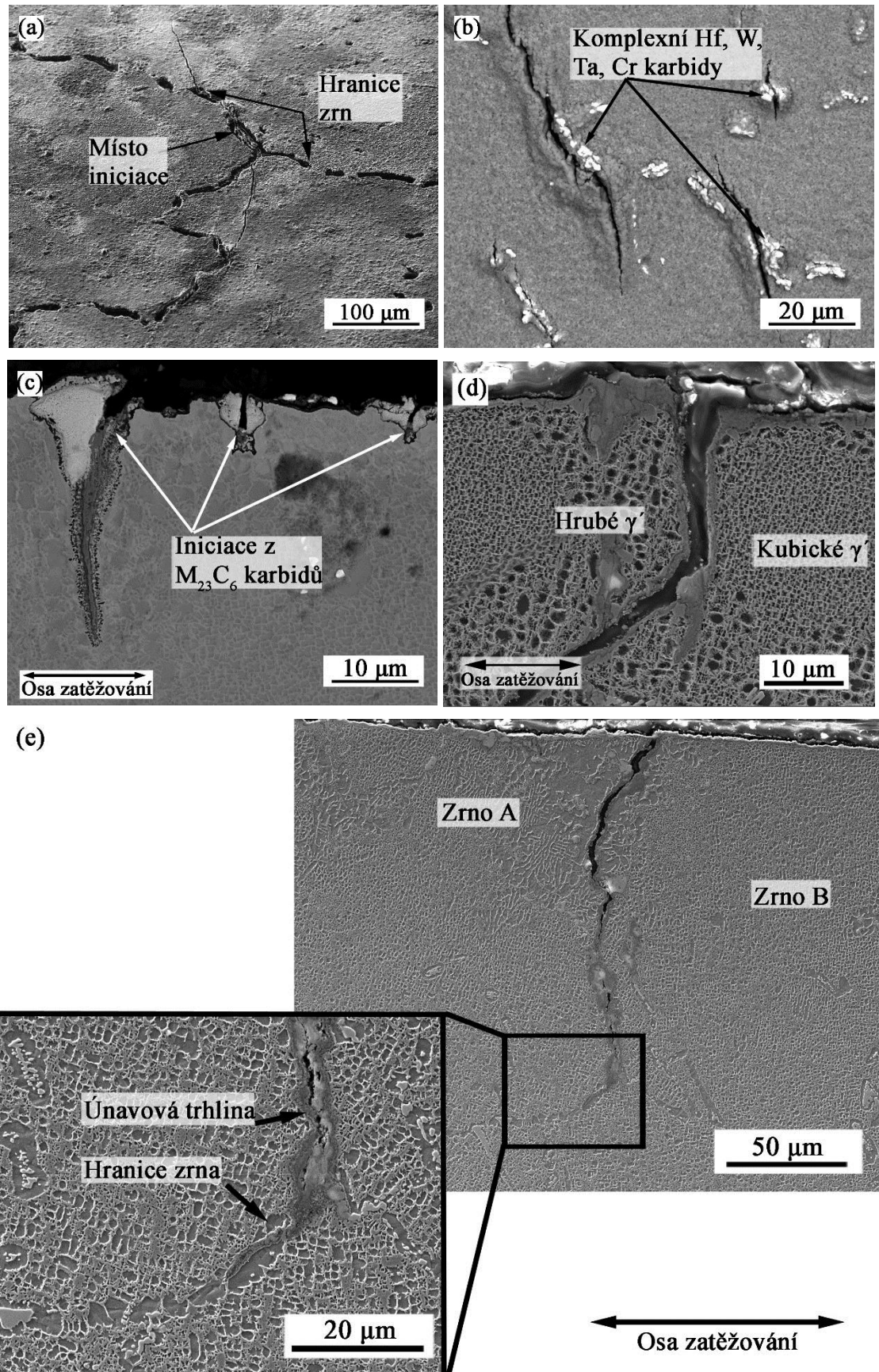
Obr. 7.22: Povrchový reliéf leštěných zkušebních tyčí po zkouškách nízkocyklové únavy (a) bez prodlev, (b) s prodlevami; SEM.



Obr. 7.23: Řez oxidickou extruzí zkušební tyče zatěžované v režimu cyklování s prodlevami za teploty 900 °C ($\epsilon_a = 0,5 \%$), (a) SEM snímek (b) EDS mapy chemického složení oxidické extruze; SEM.

Na povrchu zkušebních tyčí cyklovaných ve všech režimech zatěžování jsou i místa nukleace únavových trhlin, v jejichž okolí nebyly žádné viditelné stopy po lokalizaci cyklické plastické deformace. Typy míst nukleace jsou pro všechny režimy zatěžování stejné a liší se pouze svou četností (viz tabulka 7.6). Častými zdroji iniciace únavových trhlin za vysokých teplot jsou hranice zrn, převážně kvůli vyšší koncentraci defektů. Na obr. 7.24a je ukázána iniciace únavové trhliny na hranici dvou zrn a její následné rozšíření napříč jednotlivými zrny. Dalším typickým místem jsou rozpadlé a zoxidované MC a $M_{23}C_6$ karbidy (7.24b), které jsou výrazně křehčí než okolní matrice. Na metalografickém výbrusu je ukázána iniciace únavových trhlin z karbidů po zkouškách termomechanické únavy v režimu IP. Sekundární únavové trhliny iniciující ze zoxidovaných komplexních karbidů jsou povětšinou velmi mělké a jejich délka jen zřídka přesahuje 100 µm. Dalším význačným místem pro iniciaci únavových trhlin během zkoušek za zvýšených teplot je rozhraní hrubých a jemných precipitátů (7.24d). Šíření únavových trhlin v obou režimech izotermické únavy bylo převážně kolmo na směr zatěžování (obr. 7.21). Stejně tomu bylo i v případě termomechanické únavy v režimu OP, kdy se trhliny šířily transkrystalicky. Jiná situace nastala v režimu IP, kdy trhlinka ve svém šíření sleduje hranici dendritických zrn a šíří se interkrystalicky (obr. 7.24e)

Výsledky



Obr. 7.24: Preferenční místa iniciace únavových trhlin a jejich šíření při zkouškách nízkocyklové únavy (a) hranice zrn, (b) a (c) karbidy, (d) rozhraní hrubých a jemných precipitátů, (e) transkrystalické šíření únavové trhliny; SEM.

Výsledky

Tabulka 7.6: Statistická analýza četnosti sekundárních únavových trhlin a typu místa iniciace

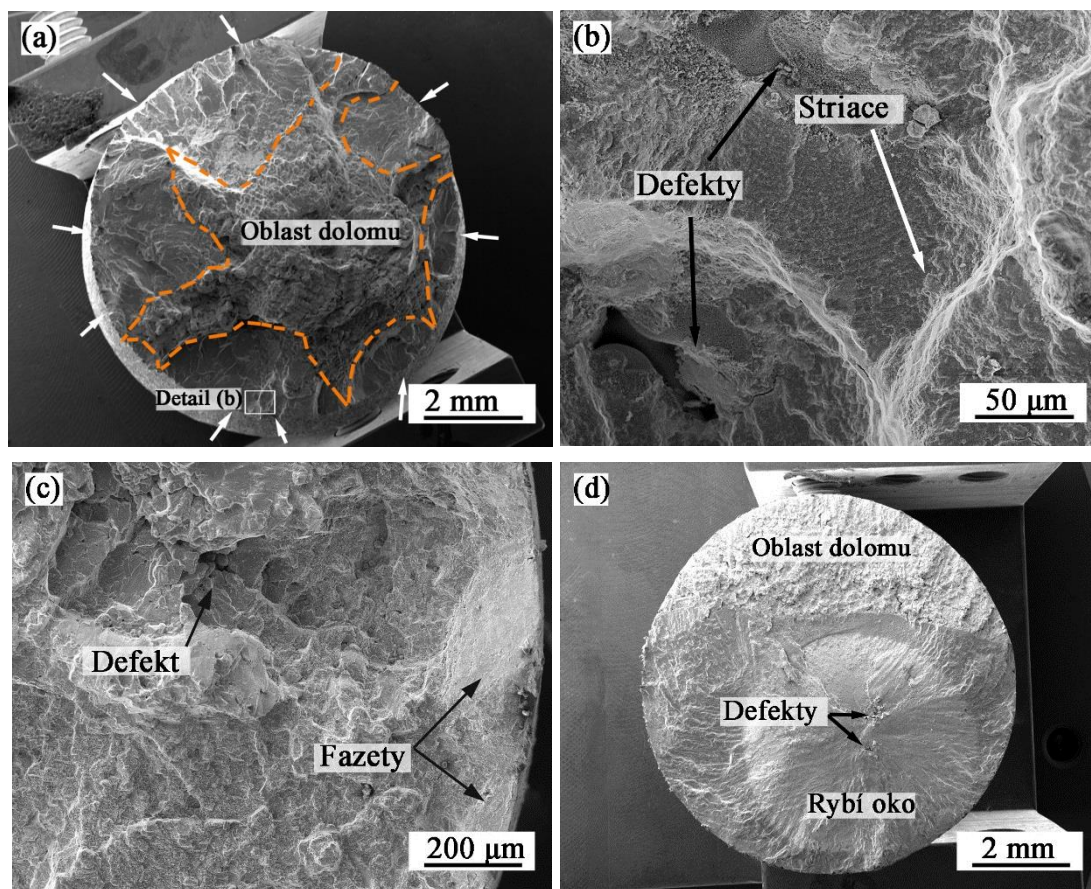
	Četnost trhlin (trhliny/mm)	Hranice zrn (%)	Karbidy (%)	Interdendritické oblasti (%)
Bez prodlev	0,68 – 2,08*	29	39	32
S prodlevami	2,84 – 7,23*	25	47	28
TMF – IP	1,16 – 3,23*	13	53	34
TMF – OP	0,93 – 9,43*	10	60	30

* Četnost trhlin roste s rostoucí amplitudou deformace, určeno z metalografických výbrusů.

Lomové plochy po zkouškách nízkocyklové únavy bez prodlev a s prodlevami za teploty 900 °C se oproti očekávání výrazně nelišily a vyznačovaly se mimo jiné svou rozmanitostí a členitostí. Členitost lomových ploch je dána jednak povahou materiálu, který je litý s hrubozrnnou dendritickou strukturou, a za druhé typem zatížení. I přes tuto komplexnost bylo ve většině případů možné pomocí SEM jednoznačně určit místa nukleace únavových trhlin a oblasti statického dolomu (viz obr. 7.25a). Šíření únavové trhliny probíhalo preferenčně místy nejmenšího odporu, mezi něž patří karbidy, hranice dendritických zrn a mezidendritické prostory. Jak již bylo zmíněno dříve (kapitola 7.1.1), superslitina MAR-M247 obsahuje řadu slévárenských defektů, což se projevilo i na vzhledu lomových ploch, které obsahovaly množství ředin. V případě cyklování bez prodlev probíhá iniciace únavových trhlin z míst nespojitosti zkušebního materiálu. V tomto případě jsou takovými místy zmiňované řediny. Rozměry ředin dosahovaly až stovek mikrometrů. Typická je nukleace únavové trhliny z řediny ústící na povrch případně vyskytující se těsně pod povrchem zkušební tělesa, jak je k vidění na obr. 7.25b. Slévárenské defekty jsou na snímku ukázány černými šipkami. Spojení řediny s povrchem zkušební tyče umožňuje významnější podíl oxidace na únavovém porušení. V přímé návaznosti na řediny byla pozorována pole striací (7.25b). Bílá šipka ukazuje směr šíření únavové trhliny, která v tomto případě směřuje z menšího vnitřního defektu směrem ven k povrchu zkušební tyče. Průměrná rozteč striací byla asi 1,5 μm. Iniciace únavových trhlin na povrchu nebo z ředin blízko povrchu se vyskytovala především u cyklických zkoušek při středních a vysokých amplitudách celkové deformace ϵ_a . Iniciaci únavových trhlin z povrchu a jejich následné krystalografické šíření (viz obr. 7.25c) bylo možné ojedinele pozorovat pouze u zkoušek s amplitudou $\epsilon_a \geq 0,5\%$. Na obr. 7.25c je možné pozorovat relativně hladkou fazetu s délkou asi 150 μm. Délky fazet rostou s amplitudou deformace a nejdelší fazeta (asi 370 μm) byla pozorována na lomové ploše zkušební tělesa zatěžovaného amplitudou celkové deformace $\epsilon_a \geq 0,75\%$. V případě únavových zkoušek s nízkou amplitudou celkové deformace ϵ_a a velkým počtem cyklů do lomu lze pozorovat iniciaci únavových trhlin z interních ředin. Uprostřed snímku 7.25d je označen defekt, z něhož se cirkulárně šířila únavová trhlina bez přístupu vzduchu z okolního prostředí. Takto je vytvořena velmi hladká oblast dominující lomové ploše, která je označována jako „rybí oko“

Výsledky

(z angl. „fish-eye“). Plocha v okolí místa iniciace byla orientována téměř kolmo vůči ose zatěžování. Jakmile trhlinka dosáhla povrchu v dolní části snímku, pokračovala ve svém šíření do materiálu až do lomu. Oblast statického dolomu je v horní části lomové plochy.

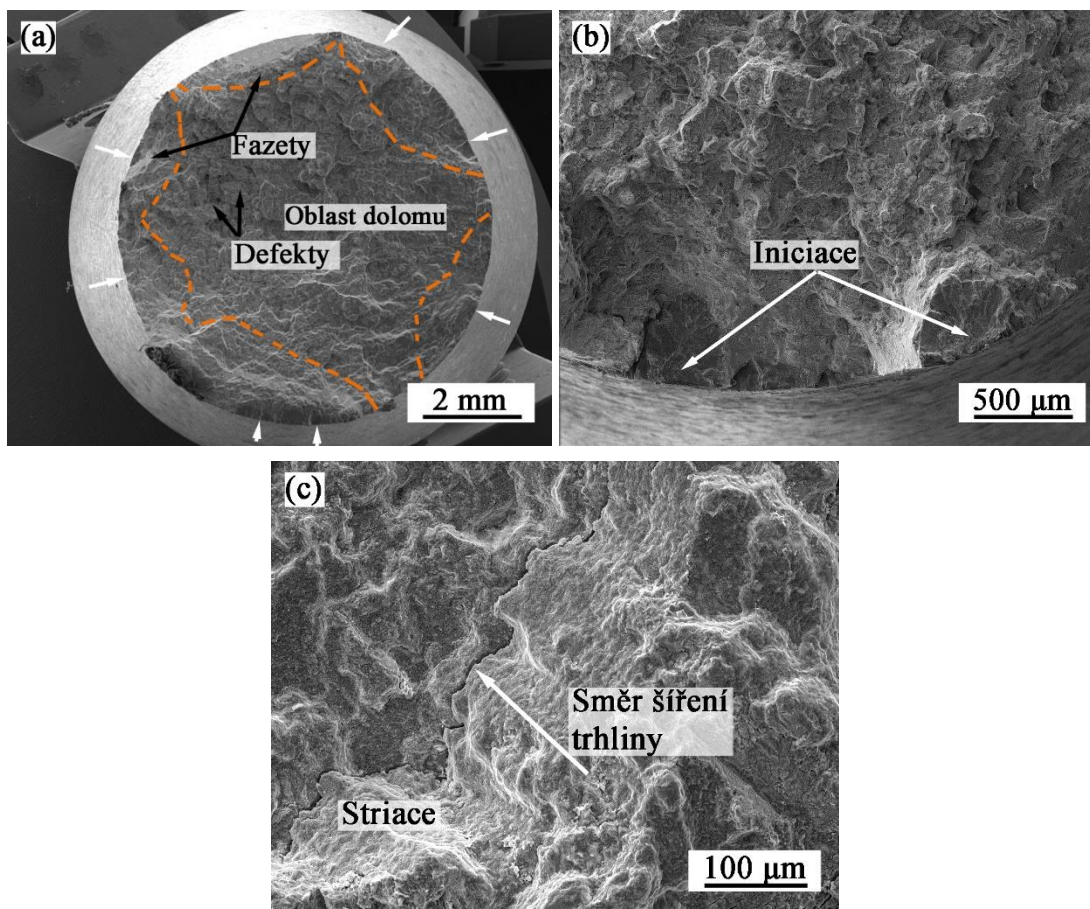


Obr. 7.25: Vzhled lomových ploch po zkouškách nízkocyklové únavy bez prodlev za teploty 900 °C (a) mnohočetná iniciace únavových trhlin (bílé šipky) – $\varepsilon_a = 0,5 \%$, (b) detail striací v blízkosti řediny z (a), (c) povrchová iniciace v blízkosti defektu a krystalografické šíření únavové trhliny, (d) iniciace únavové trhliny z vnitřního defektu – $\varepsilon_a = 0,17 \%$; SEM.

Na obrázku 7.26 jsou zachyceny lomové plochy po zkouškách nízkocyklové únavy s prodlevami. Členitost lomové plochy je podobná té pozorované po zkouškách bez prodlev. Lomová plocha sestává z řady iniciačních míst, která jsou na obr. 7.26a označena bílými šipkami. Lze rovněž pozorovat rozdílný charakter šíření únavových trhlin. Fazety typické pro krystalografické šíření únavové trhliny byly pozorovány na lomové ploše zkušebního tělesa zatěžovaného s amplitudou celkové deformace $\varepsilon_a = 0,5 \%$. Jejich délka byla přibližně 180 μm. Propojení několika únavových trhlin během cyklování s velkou amplitudou deformace dalo vzniknout rozsáhlé oblasti statického dolomu. Oblast statického dolomu je od oblastí šíření únavových trhlin oddělena oranžovou linií. Iniciace únavových trhlin byla ve většině případů pozorována z povrchu zkušebních těles (obr. 7.26b). Řediny v případě cyklování s prodlevami neovlivnily iniciaci únavových trhlin tak výrazně, jak tomu bylo v případě cyklování bez prodlev. Pole striací (obr. 7.26c) nalezených na lomových plochách svědčí o specifickém mechanismu únavového porušování. Jejich výskyt však byl více sporadický a jednotlivá pole striací byla méně rozsáhlá v porovnání

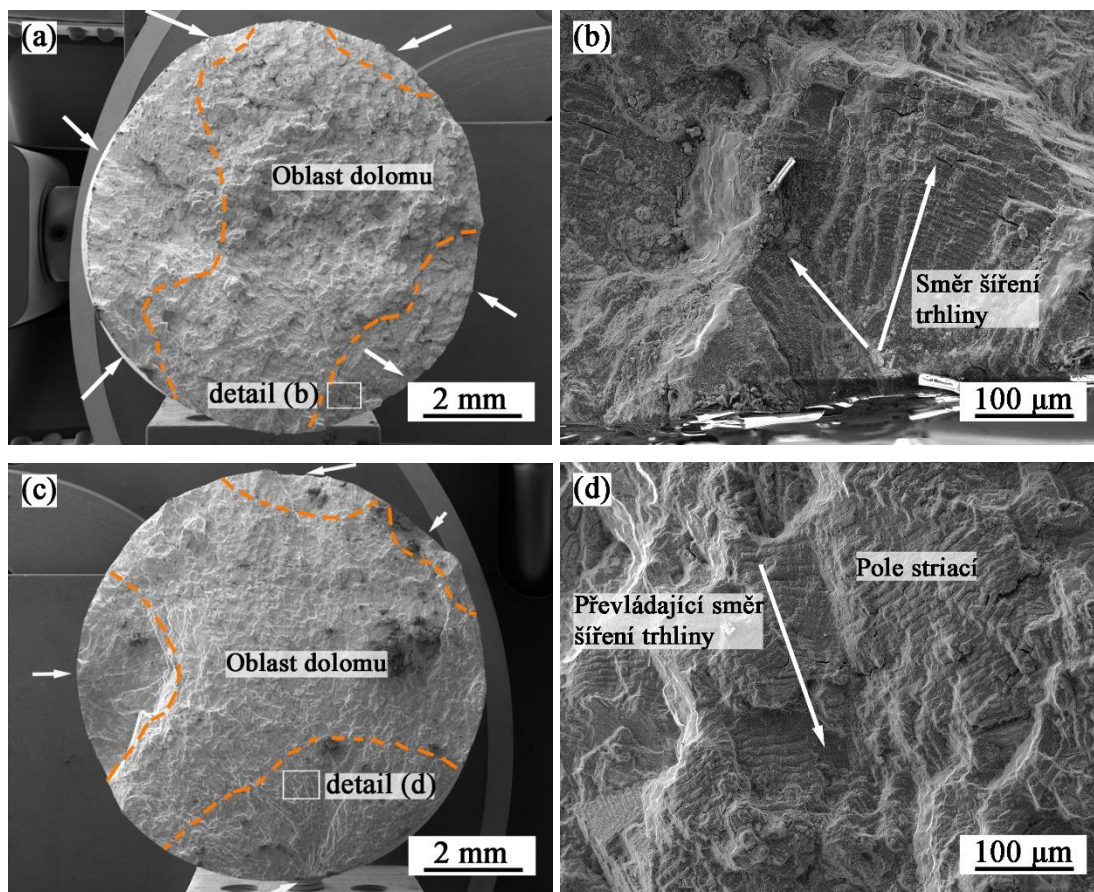
Výsledky

s cyklováním bez prodlev. Rozteč jednotlivých striací byla delší než u cyklování bez prodlev (přibližně kolem $7\ \mu\text{m}$).



Obr. 7.26: Vzhled lomových ploch po zkouškách nízkocyklové únavy s prodlevami za teploty $900\ \text{°C}$ (a) mnohočetná iniciace únavových trhlin – $\varepsilon_a = 0,5\ \%$, (b) detail místa iniciace únavových trhlin se semi-eliptickým šířením – $\varepsilon_a = 0,4\ \%$, (c) detail pole striací – $\varepsilon_a = 0,4\ \%$; SEM.

Lomové plochy po zkouškách termomechanické únavy v režimech IP a OP jsou pro zvolenou amplitudu mechanické deformace $\varepsilon_{\text{amech}} = 0,3\ \%$ ukázány na obr. 7.27. Iniciace únavových trhlin probíhala přednostně z povrchu zkušebních tyčí a následné nekystalografické šíření únavové trhliny bylo charakteristické poli striací. Rozteč jednotlivých striací pro IP (OP) režim zatěžování se pohybovala v rozmezí od $3,7\ \mu\text{m}$ do $20,7\ \mu\text{m}$ ($2,7 - 19,9\ \mu\text{m}$), kdy s rostoucí vzdáleností od místa iniciace narůstala rozteč striací přibližně lineárně (obr 7.27b a 7.27d). Šíření únavových trhlin v obou režimech bylo smíšeného charakteru, přesto v režimu OP převládalo transkrystalické šíření únavových trhlin nad interkrystalickým. V režimu IP byla situace opačná a šíření únavových trhlin probíhalo převážně interkrystalicky. Oblast statického dolomu je od oblastí šíření únavových trhlin oddělena oranžovou linií.



Obr. 7.27: Vzhled lomových ploch po zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C zatěžované amplitudou mechanické deformace – $\epsilon_{amech} = 0,3 \%$ (a) IP režim zatěžování, (b) detail pole striací, (c) OP režim zatěžování, (d) detail pole striací; SEM.

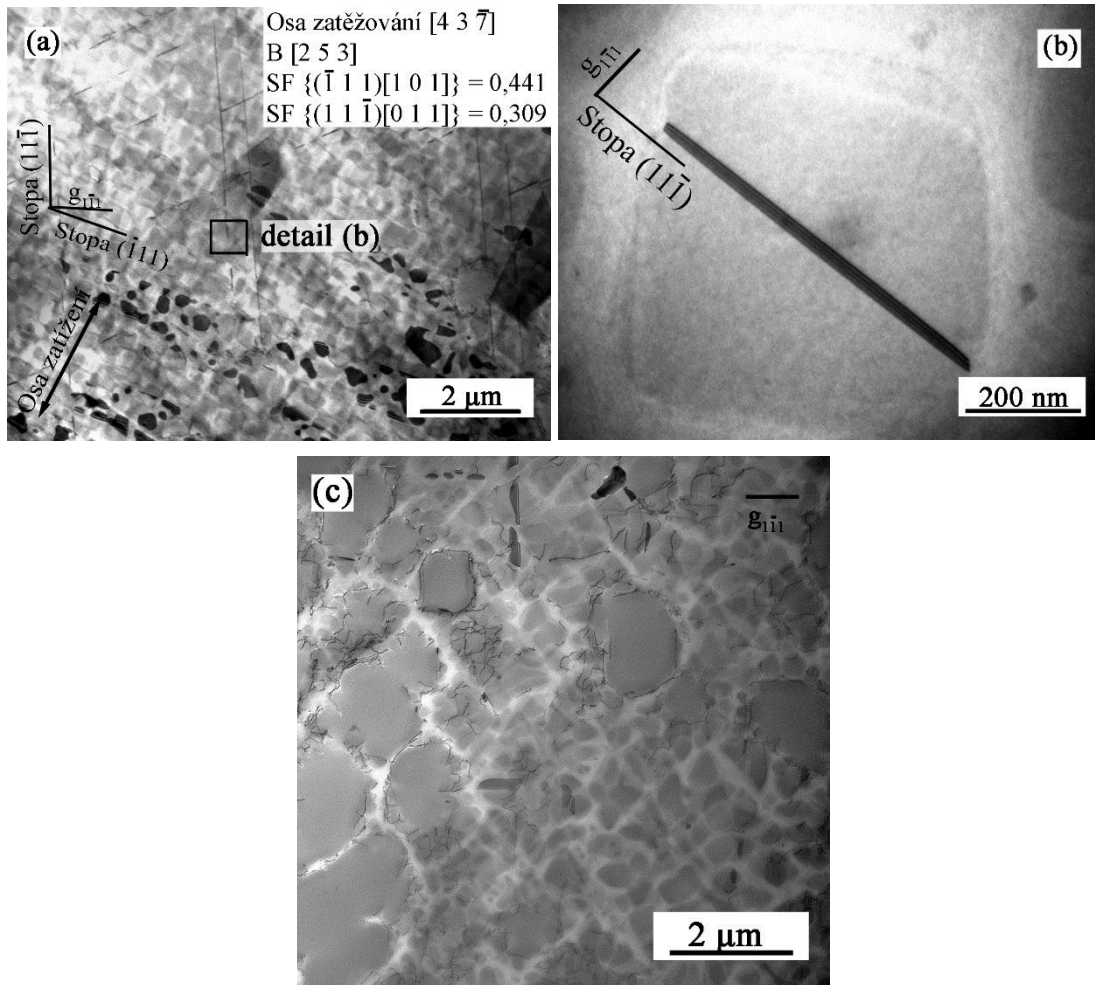
7.3.6 TEM pozorování

Deformační chování superslitiny MAR-M247 při únavovém zatěžování je charakterizováno pohybem dislokací. Na základě SEM pozorování byly vybrané zkušební tyče po zkouškách izotermické a termomechanické nízkocyklové únavy superslitiny MAR-M247 analyzovány pomocí transmisní elektronové mikroskopie (TEM). Jak již bylo zmíněno v kapitole 7.1, je mikrostruktura materiálu značně heterogenní. Pozorování, jak jsou prezentována v této kapitole, odhalila značné rozdíly v uspořádání dislokací a dislokační hustotě mezi oblastmi s kubickými γ' precipitáty a oblastmi s hrubými γ' precipitáty. K této heterogenitě dislokační struktury nemalou měrou přispívá orientace daného zrna vůči ose zatěžování a stejně tak i velikost amplitudy plastické deformace a teplota. Dislokace byly v případě izotermických zkoušek nízkocyklové únavy homogenně soustředěny uvnitř γ matrice a/nebo na rozhraní γ / γ' . Pouze sporadicky byly na TEM fóliích nalezeny i karbidy.

Na TEM snímku 7.28 pořízeného z fólie nepovlakované zkušební tyče zatěžované v režimu zkoušek izotermické únavy bez prodlev v oblasti nízkých amplitud celkové deformace ($\epsilon_a = 0,19 \%$, $\epsilon_{ap} = 0,0011 \%$) je možné pozorovat oblast kubických precipitátů. Tyto oblasti jsou typické nízkou dislokační hustotou a vysokým počtem vrstevných chyb, které se vyskytovaly hned na několika vhodných skluzových rovinách typu $\{111\}$ s vysokým Schmidovým faktorem. Detail na obr. 7.28b ukazuje vrstevnou chybu tvořenou dvěma parciálními dislokacemi přítomnou v kubickém γ'

Výsledky

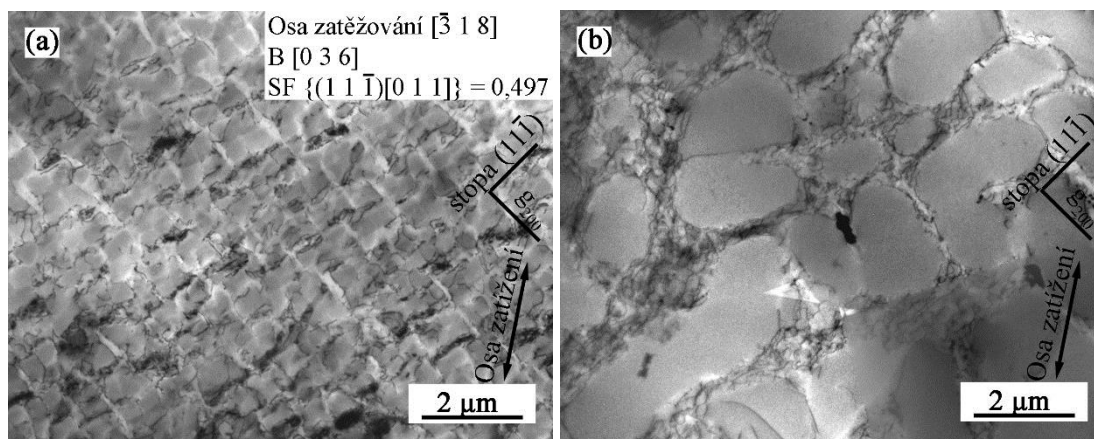
precipitátů. Obr 7.28c dokumentuje uspořádání dislokací v oblasti přechodu kubických γ' precipitátů do oblasti hrubých γ' precipitátů. V oblasti hrubých γ' je možné pozorovat zvýšenou dislokační hustotu, která je lokalizována na rozhraní γ / γ' .



Obr. 7.28: Dislokační struktura po zkouškách izotermické únavy bez prodlev za teploty 900 °C (a) Vrstevné chyby v oblasti s nízkou dislokační hustotou, (b) detail vrstevné chyby přítomné pouze v γ' precipitátu (c) oblast hrubých γ' precipitátů, TEM.

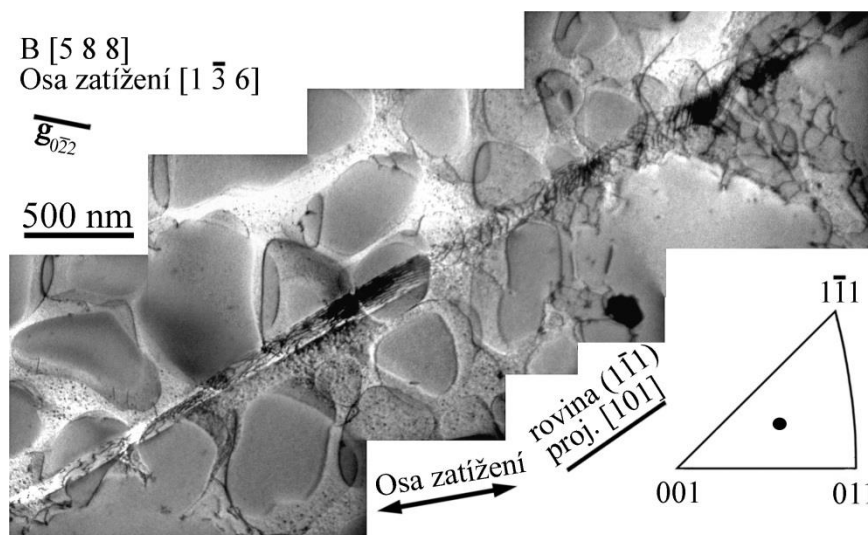
Dislokační struktura nepovlakované superslitiny MAR-M247 po zkouškách izotermické únavy bez prodlev cyklované v oblasti s vysokou amplitudou celkové deformace ($\epsilon_a = 0,5 \%$, $\epsilon_{ap} = 0,104 \%$) je vidět na obr. 7.29. Na snímku 7.29a je ukázána oblast kubických γ' precipitátů s poměrně heterogenním rozložením dislokací, které jsou primárně shlukovány do kanálů matrice γ . Rovněž byly pozorovány dislokace přesekávající γ' precipitáty. Obr. 7.29b dokumentuje dislokační strukturu v oblasti hrubých precipitátů stejného zrna. Dislokační hustota v kanálech matrice je výrazně vyšší, než je tomu v oblasti kubických γ' precipitátů, což je zapříčiněno výraznou povrchovou členitostí hrubých precipitátů. Zálivy a ostré výstupky spolu s vyšší koncentrací sférických precipitátů účinně ukotvují dislokace a brání jejich dalšímu pohybu. Dislokace pro svůj pohyb využívají více vhodných skluzových systémů. Dislokace jsou v hrubých γ' precipitátech přítomny pouze ojediněle, protože γ' precipitáty byly primárně obcházeny šplhem dislokací. Srovnatelné je to i s přítomností vrstevných chyb, které bylo možné sporadicky pozorovat v oblastech kubických precipitátů, a to pouze v zrna s nízkým Schmidovým faktorem.

Výsledky



Obr. 7.29: Dislokační struktura po zkouškách izotermické únavy bez prodlev za teploty 900 °C (a) oblast kubických precipitátů, (b) oblast hrubých komplexně tvarovaných precipitátů; TEM.

Po zkouškách izotermické únavy bez prodlev bylo možné výjimečně pozorovat lokalizaci plastické deformace do persistentních skluzových pásů, které protínaly γ matici i γ' precipitáty (obr. 7.30). Hustota dislokací je v pásích poměrně vysoká a dislokace s Burgersovým vektorem $\mathbf{b} [101]$ jsou uspořádány podél skluzové roviny $(1\bar{1}1)$.

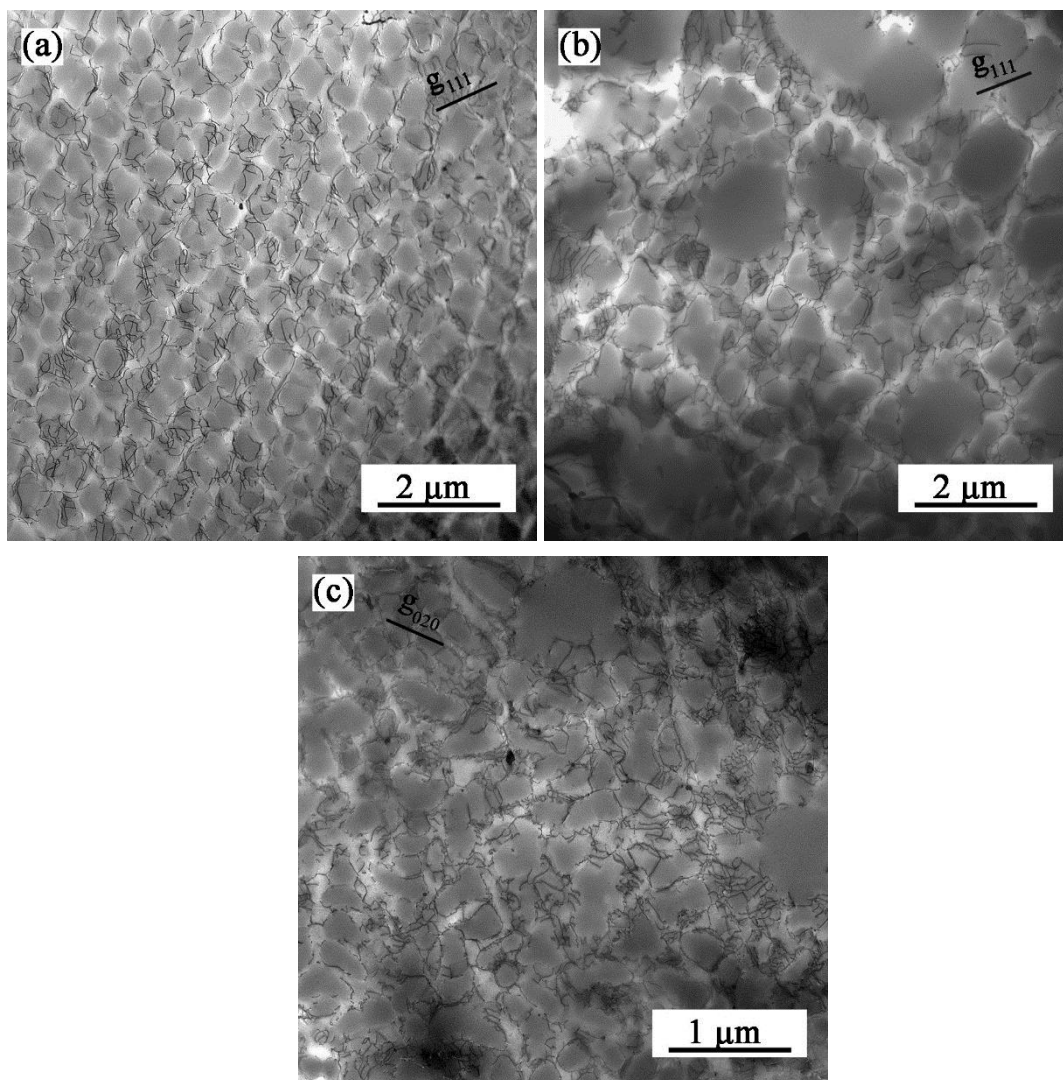


Obr. 7.30: Lokalizace plastické deformace do PSP ($\varepsilon_a = 0,5 \%$, $\varepsilon_{ap} = 0,104 \%$); TEM.

Série obrázků 7.31a až 7.31c byla pořízena z fólií zkušebních tyčí cyklovaných s tahovými a tlakovými prodlevami ve vrcholech hysterezní smyčky. Amplituda plastické deformace byla ve srovnání s izotermickými zkouškami bez prodlev při srovnatelné amplitudě celkové deformace několikanásobně vyšší. I tak ale nebyla dislokační hustota v materiálu výrazně vyšší. Obr. 7.31a a 7.31b byly pořízeny z folie zkušební tyče zatěžované s amplitudou celkové deformace $\varepsilon_a = 0,25 \%$ a vykazují relativně homogenní dislokační substrukturu s nízkou dislokační hustotou. Tvorba vrstevných chyb, které jsou typické pro izotermické zkoušky bez prodlev v oblasti nízkých amplitud, je zcela potlačena. Dislokace jsou přítomny výlučně v kanálech γ matrice a při svém pohybu obcházejí γ' precipitáty. Cyklování s vyšší amplitudou celkové deformace $\varepsilon_a = 0,40 \%$ vedlo k nepatrnému nárůstu dislokační hustoty. I přesto zůstávají dislokace přítomné převážně v kanálech γ matrice nebo na rozhraní γ / γ' a v zálivech hrubých precipitátů (obr. 7.31c) a v samotných γ' precipitátech jsou

Výsledky

přítomny pouze ojediněle. V případě izotermického cyklování s prodlevami TEM pozorování neodhalila žádnou lokalizaci plastické deformace do skluzových pásů.

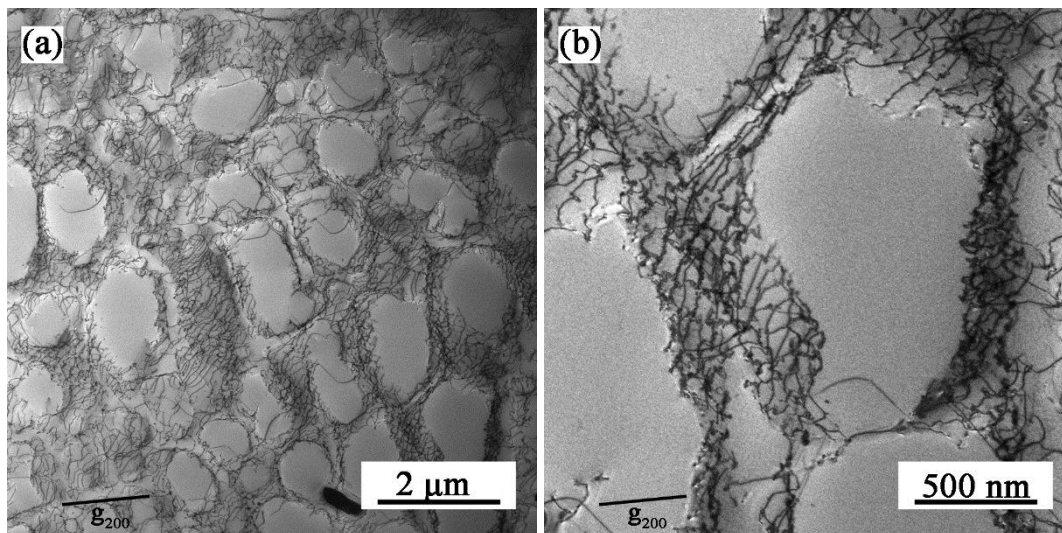


Obr. 7.31: Dislokační struktura po zkouškách izotermické únavy s prodlevami za teploty 900 °C (a) oblast kubických precipitátů, (b) oblast hrubých komplexně tvarovaných precipitátů - $\epsilon_a = 0,25 \%$, $\epsilon_{ap} = 0,0797 \%$, (c) $\epsilon_a = 0,4 \%$, $\epsilon_{ap} = 0,173 \%$; TEM.

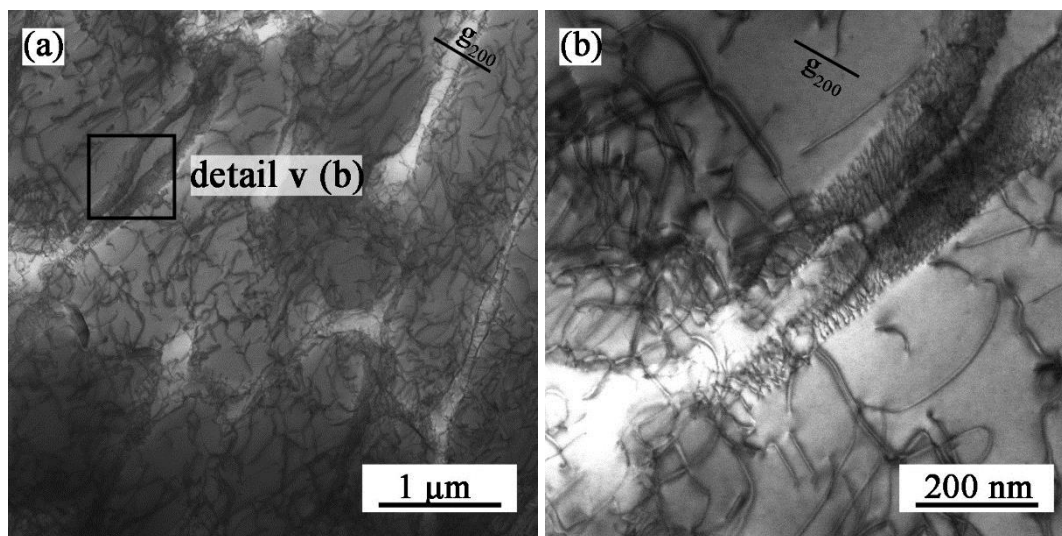
Dříve bylo zmíněno, že dislokační struktury závisí na teplotě, při níž probíhá deformace. S klesající teplotou jsou tepelně aktivované procesy jako šplh a příčný skluz dislokací potlačeny a deformace niklových superslitiny nejčastěji probíhá přesekáváním koherentních γ' precipitátů dislokacemi. V případě termomechanické únavy, kdy teplota v čase není konstantní, se mohou uplatňovat jak vysokoteplotní, tak nízkoteplotní mechanismy deformace a dislokační struktury se stávají více komplikovanými. Obrázek 7.32 ukazuje výraznou lokalizaci cyklické plastické deformace do kanálů matrice a to i v případě zkušební tyče, která byla zatěžována v oblasti nízkých amplitud celkové deformace ($\epsilon_{amech} = 0,17 \%$, $\epsilon_{ap} = 0,0007 \%$). Snímek 7.32b ukazuje detail dislokačního síťoví s zig-zag uspořádáním dislokací. Individuální dislokace s Burgersovým vektorem \mathbf{b} [110] se objevují v γ' precipitátech ojediněle. Cyklování v oblasti vysokých amplitud ($\epsilon_{amech} = 0,42 \%$, $\epsilon_{ap} = 0,0231 \%$) vedlo k výraznému nárůstu dislokační hustoty. Dislokace se již nesoustřeďují pouze do snadno deformovatelných oblastí γ matrice, ale jsou přítomny i v γ' precipitátech

Výsledky

a vytváří složitě propletené struktury (obr. 7.33a). Na obr. 7.33b je ukázán detail rozhraní γ / γ' z černého rámečku z obr. 7.33a. Jsou zde viditelné misfitové dislokace na rozhraní, které hustě interagují s vytvořenou zig-zag strukturou. Podrobnější analýzou dislokační struktury bylo zjištěno, že dislokace přítomné v γ' precipitátech jsou převážně šroubové.



Obr. 7.32: Dislokační struktura po zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu IP (a) přehled dislokační struktury, (b) detail zig-zag dislokační struktury v γ matici.

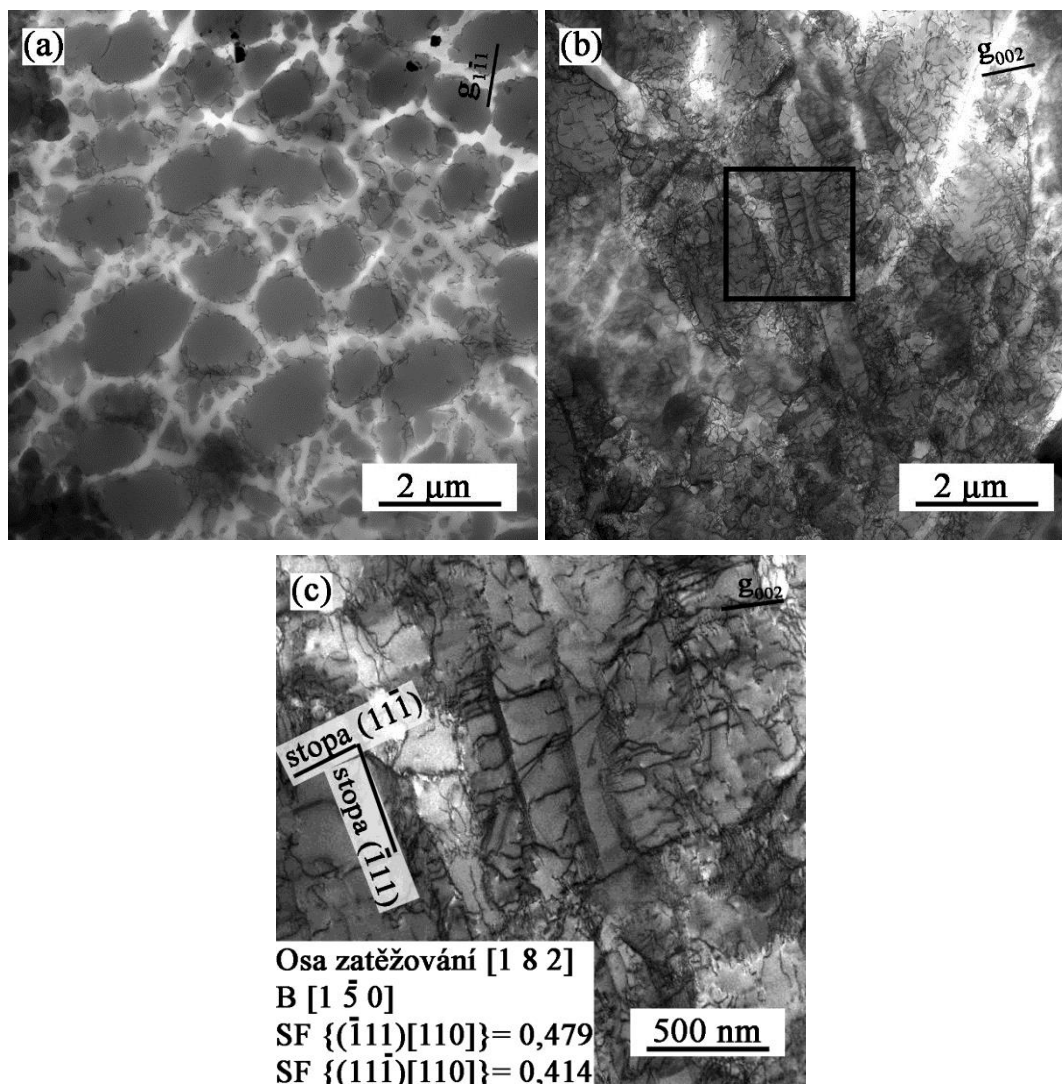


Obr. 7.33: Dislokační struktura po zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu IP (a) husté síťoví dislokací homogenně rozložené v celém objemu pozorovaného zrna, (b) detail nakupení dislokací na rozhraní γ / γ' ; TEM.

Obrázky 7.34a až 7.34c dokumentují dislokační strukturu po zkouškách termomechanické únavy v režimu OP. Opět lze pozorovat výrazné rozdíly v dislokační hustotě v závislosti na zvolené amplitudě mechanické deformace. I přes téměř o řád vyšší hodnotu plastické deformace je dislokační hustota v režimu OP v oblasti nízkých amplitud mechanické deformace výrazně nižší, než je tomu v případě cyklování v režimu IP. Přítomné dislokace jsou ukotveny v zálivech hrubých precipitátů. Zvýšení amplitudy mechanické deformace mělo za následek

Výsledky

výrazný nárůst počtu dislokací. Na obr 7.34b je ukázáno zrna vhodně orientované pro vícenásobný skluz na rovinách typu $\{111\}$. Na detailu obr. 7.34c je možné sledovat lokalizaci cyklické plastické deformace do krátkých dislokačních pásů. Detailní TEM analýzou tohoto místa bylo zjištěno, že lokalizace plastické deformace do pásu je uskutečněna podél roviny $(\bar{1}11)$. Tyto pásy jsou navíc překříženy hranovými dislokacemi s Burgersovým vektorem \mathbf{b} $[110]$ na rovině $(11\bar{1})$. Tato struktura byla pozorována pouze v případě cyklování v režimu OP a silně připomíná žebříkovitou strukturu PSP.



Obr. 7.34: Dislokační struktura po zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu OP (a) oblast hrubých precipitátů ($\epsilon_{amech} = 0,19\%$, $\epsilon_{ap} = 0,0043\%$), (b) hustá dislokační síť s náznaky lokalizace dislokací do rovinných řad ($\epsilon_{amech} = 0,5\%$, $\epsilon_{ap} = 0,0919\%$), (c) detail z (b); TEM.

7.4 Izotermická a termomechanická únava povlakované superslitiny

U povlakované superslitiny MAR-M247 byly zkoušky izotermické únavy provedeny na sérii 14 zkušebních těles a zkoušky termomechanické únavy na sérii 10 zkušebních těles. S ohledem na modul pružnosti E jednotlivých zkušebních těles byly zvoleny amplitudy celkové deformace tak, aby životnost odpovídala

Výsledky

nízkocyklové oblasti, tj. počet cyklů do lomu v rozmezí $10^2 - 5 \times 10^4$. Následující tabulky (7.7 a 7.8) uvádějí přehled výsledků provedených zkoušek na povlakovaném materiálu.

Tabulka 7.7: Přehled provedených zkoušek a výsledků izotermické únavy na povlakované superslitině MAR-M247 na teplotě 900 °C.

Poznámka	ϵ_a [%]	E_{900} [GPa]	σ_a [MPa]	ϵ_{ap} [%]	N_f [-]
Bez prodlev	0,67	122	522,1	0,153	156
	0,57	108	480,6	0,110	215
	0,44	115	400,2	0,0596	783
	0,38	112	372,7	0,0423	852
	0,30	108	325,6	0,0133	2902
	0,26	107	241,4	0,0075	12002
	0,15	116	182,8	0,0048	41935
	0,13	121	145,7	0,0034	181661
S prodlevami	0,60	109	467,1	0,336	90
	0,50	110	408,9	0,214	159
	0,40	102	316,6	0,163	336
	0,30	109	309,4	0,108	475
	0,25	114	262,5	0,0833	1193
	0,22	112	247,0	0,0651	1311

Výsledky

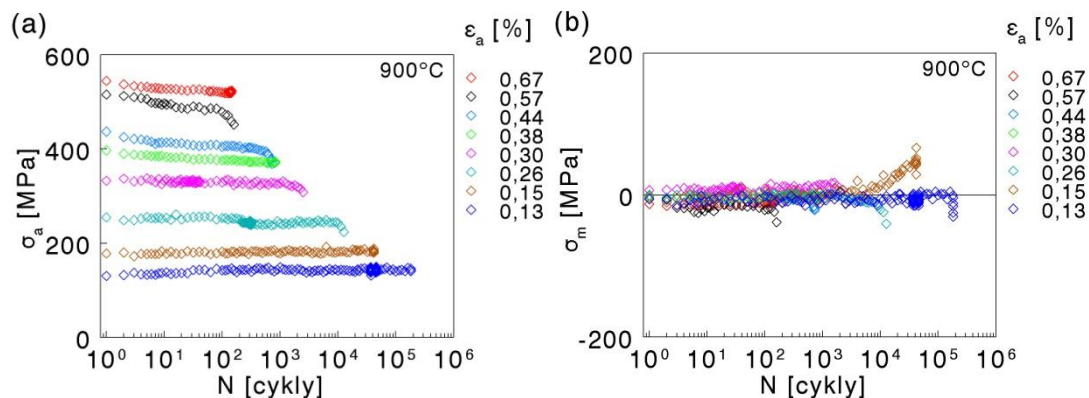
Tabulka 7.8: Přehled provedených zkoušek a výsledků termomechanické únavy na povlakované superslitině MAR-M247 v teplotním rozsahu 500 – 900 °C.

Poznámka	ϵ_{amech} [%]	E_{500} [GPa]	E_{900} [GPa]	σ_a [MPa]	ϵ_{ap} [%]	N_f [-]
IP	0,50	170	133	582,1	0,0844	55
	0,40	171	137	532,3	0,0223	159
	0,35	158	133	467,0	0,073	652
	0,30	158	134	426,0	0,0123	1143
	0,22	165	135	299,1	0,0021	5221
OP	0,50	152	111	585,7	0,179	41
	0,40	145	106	500,6	0,0794	156
	0,35	165	130	477,3	0,0799	396
	0,25	138	106	309,5	0,0332	1214
	0,20	130	107	258,6	0,0083	2253

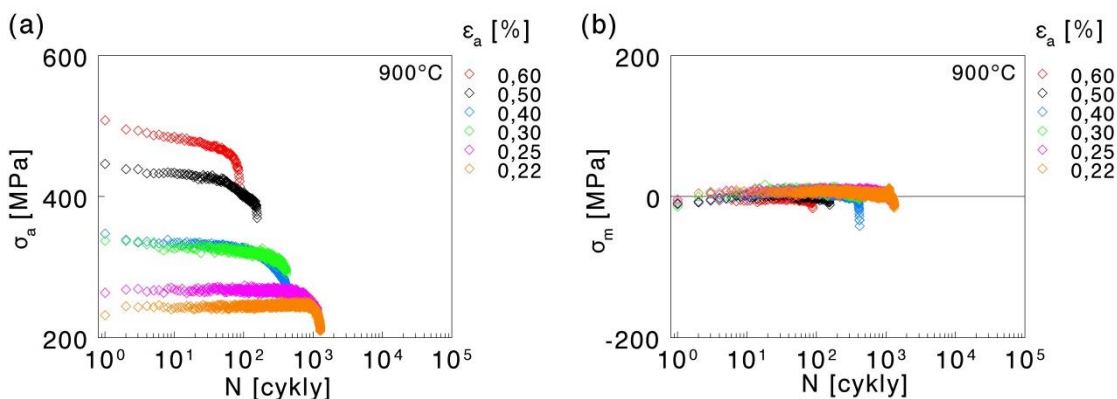
7.4.1 Křivky zpevnění/změkčení

Na obr. 7.35a až 7.38a jsou vykresleny křivky zpevnění/změkčení v závislosti amplitudy napětí na počtu cyklů N pro vybrané amplitudy celkové deformace. Oba režimy zatěžování za konstantní teploty jsou typické podobným charakterem napěťové odezvy na vnější zatížení. U cyklování s amplitudou celkové deformace $\epsilon_a \geq 0,26$ % je pozorováno cyklické změkčení materiálu v celém rozsahu únavového života. Výraznější změkčení nastává v případě cyklování s prodlevami, kdy pro amplitudu celkové deformace $\epsilon_a \leq 0,5$ % je pokles amplitudy napětí 35 MPa. Stabilní napěťové chování materiálu na cyklické zatěžování je typické pro zkoušky provedené s amplitudou celkové deformace $\epsilon_a \leq 0,25$ %, kdy nedochází ani v počáteční fázi ke změkčení či zpevnění superslitiny MAR-M247. Ke konci únavového života je možné sledovat poměrně dramatický pokles amplitudy napětí, který je spojen s šířením únavové trhliny. Střední napětí a jeho vývoj v průběhu cyklování má zásadní vliv na únavovou životnost materiálu. Nezávisle na hodnotách amplitudy napětí je symetrický zátěžný cyklus izotermických únavových zkoušek charakteristický hodnotami středního napětí, které jsou blízké nulové hodnotě, jak je patrné z diagramů 7.35b a 7.36b.

Výsledky



Obr. 7.35: Napětíová odezva povlakované superslitiny MAR-M247 při zkouškách izotermické únavy bez prodlev za teploty 900 °C (a) křivky cyklického zpevnění/změkčení, (b) průběh středního napětí.

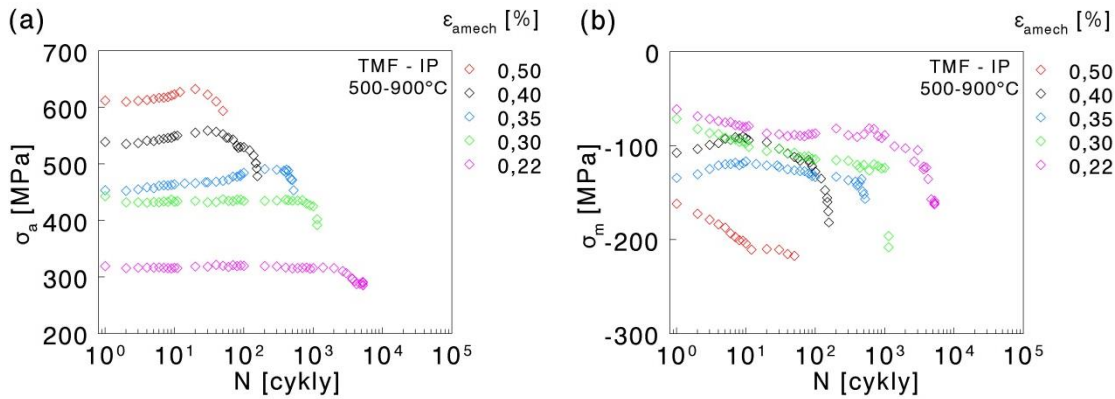


Obr. 7.36: Napětíová odezva povlakované superslitiny MAR-M247 při zkouškách izotermické únavy s prodlevami za teploty 900 °C (a) křivky cyklického zpevnění/změkčení, (b) průběh středního napětí.

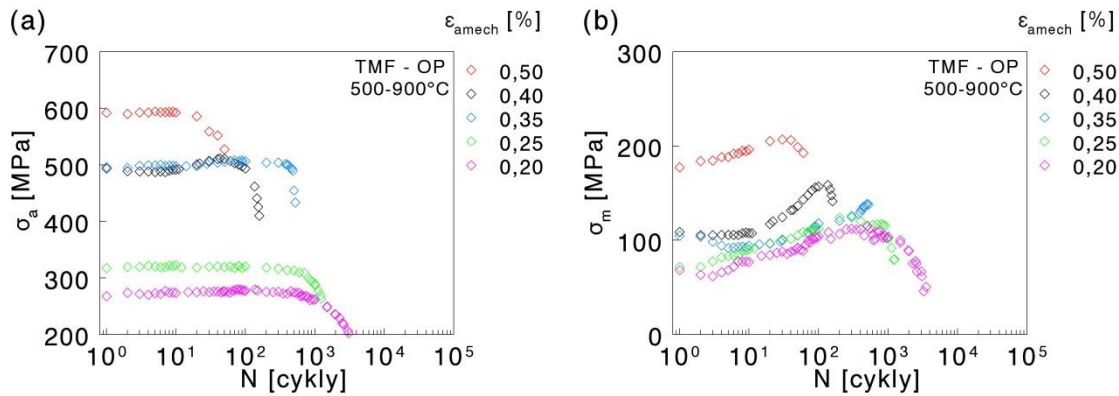
Charakter křivek cyklického zpevnění/změkčení a křivky vývoje středního napětí povlakované superslitiny MAR-M247 v režimech IP a OP korespondují s trendem, který je možné sledovat u nepovlakované superslitiny (viz kapitola 7.3.4). Křivky zpevnění/změkčení jsou pro oba režimy zatěžování v závislosti amplitudy napětí na počtu cyklů prezentovány na obr. 7.37a a 7.38a. Zatěžování s amplitudou mechanické deformace $\epsilon_{amech} \geq 0,35$ % v režimu IP vede k cyklickému zpevnění v majoritní části únavového života a je následně vystřídán cyklickým změkčením, které je v přímé relaci s šířením únavové trhliny. Snížení amplitudy mechanické deformace pod hodnotu 0,35 % vede ke stabilní napětíové odezvě materiálu (obr. 7.37a). Po počáteční stabilní odezvě (přibližně 10 cyklů) je možné pozorovat mírné cyklické zpevnění povlakované superslitiny MAR-M247 i v OP režimu zatěžování. Stabilní napětíovou odezvu materiálu na větší zatížení je možné sledovat během cyklování s amplitudou mechanické deformace $\epsilon_{amech} \leq 0,25$ %. Asymetrie napětíové odezvy související se změnou teploty v průběhu cyklu se promítá do polohy středního napětí. Pro zatěžování v režimu IP je typické tlakové střední napětí (obr. 7.37b). Velikost středního napětí je závislá na zvolené amplitudě mechanické deformace a hodnoty tlakového napětí rostou úměrně s nárůstem mechanické deformace. Protipól tvoří cyklování v režimu OP, kdy maximální teplota během cyklování odpovídá tlakové části cyklu a odpor materiálu vůči působení vnějších sil je

Výsledky

v této fázi adekvátně snižen, a proto je v tomto režimu možné pozorovat vývoj tahových středních napětí (obr. 7.38b).



Obr. 7.37: Napětová odezva povlakované superslitiny MAR-M247 při zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu IP (a) křivky cyklického zpevnění/změkčení, (b) vývoj středního napětí.



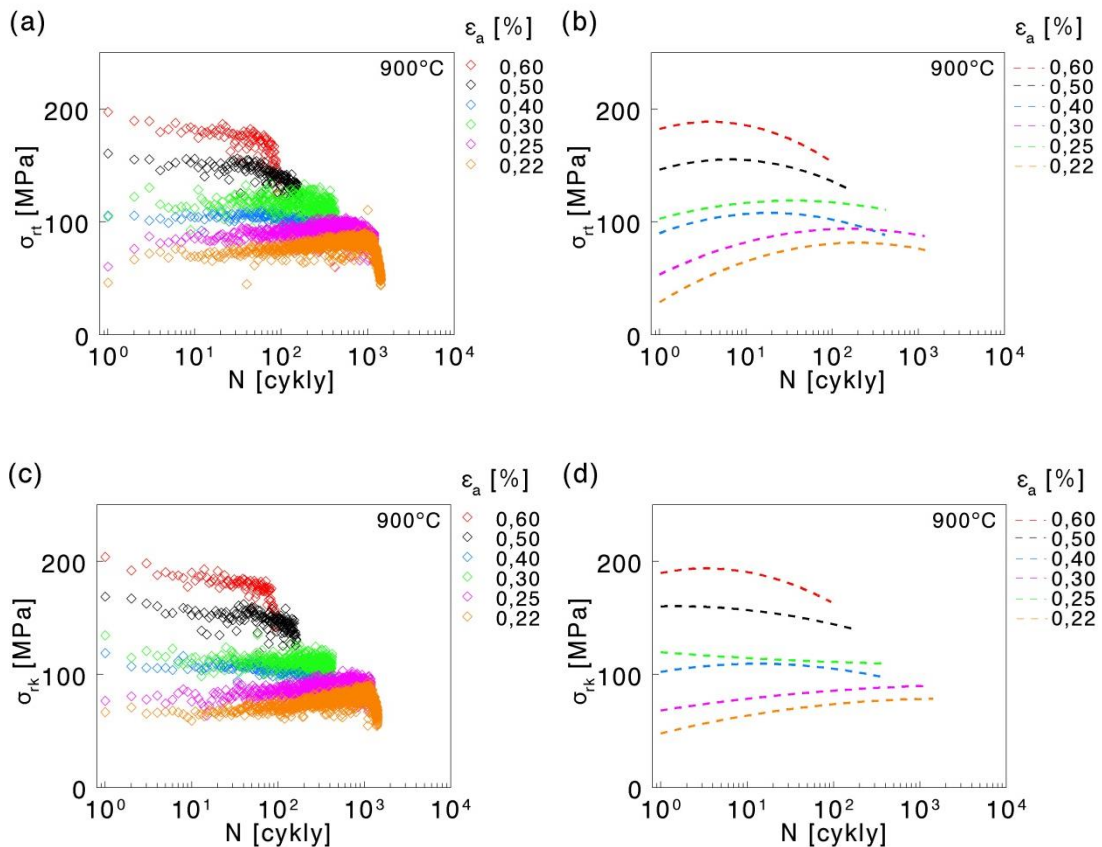
Obr. 7.38: Napětová odezva povlakované superslitiny MAR-M247 při zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu OP (a) křivky cyklického zpevnění/změkčení, (b) vývoj středního napětí.

7.4.2 Relaxace napětí

Průběh relaxace napětí v tahovém a tlakovém vrcholu hysterezní smyčky byl během zkoušek s prodlevami zaznamenáván s frekvencí 100 Hz. Velikost změny napětí σ_{rt} a σ_{rk} od začátku prodlevy až po její konec je proměnlivý a roste s rostoucí amplitudou celkové deformace. Tento vývoj relaxačního napětí je v absolutních hodnotách pro povlakovanou superslitinu MAR-M247 zaznamenán na obrázku 7.39.

Obecně lze konstatovat, že co do velikosti jsou tahová (σ_{rt}) i tlaková (σ_{rk}) relaxační napětí pro danou amplitudu celkové deformace ekvivalentní. Trend vývoje relaxačních napětí lze rozdělit na dvě oblasti. V oblasti amplitud celkové deformace $\epsilon_a \geq 0,3$ % v počáteční fázi je pozorován mírný nárůst relaxace napětí, který je po několik málo zátěžných cyklech vystřídám postupným snižováním tahových i tlakových relaxačních napětí až do lomu zkušební tyče. Během cyklování s nižší amplitudou celkové deformace naproti tomu dochází ke stálému nárůstu přetrvávajícímu až do konce únavového života.

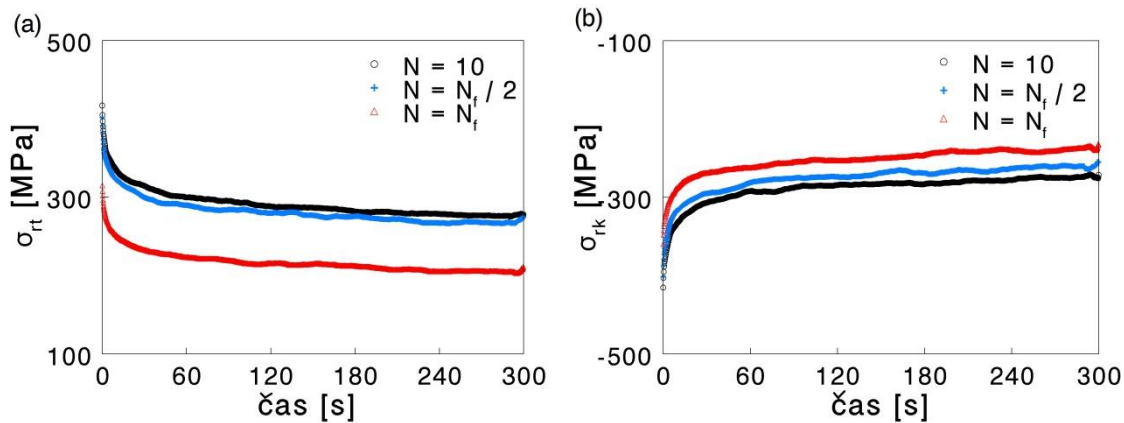
Výsledky



Obr. 7.39: Vývoj relaxačního napětí během zkoušek nízkocyklové únavy s prodlevami provedených na povlakované superslitině MAR-M247 za teploty 900 °C (a), (b) tahová část cyklu (c), (d) tlaková část cyklu; na grafech (b) a (d) jsou experimentálními body z grafů (a) a (c) proloženy křivky polynomu druhého stupně.

Časová závislost relaxace napětí σ_{rt} a σ_{rk} během izotermického únavového testu s prodlevou provedené s amplitudou celkové deformace $\varepsilon_a = 0,5\%$ je uvedena na obr. 7.40. Podobně jako v případě nepovlakové superslitiny byly vybrány průběhy tahových a tlakových prodlev odpovídající referenčnímu cyklu, polovině únavového života a konci. Hlavní část relaxace je možné pozorovat v několika prvních sekundách a následně je pokles méně výrazný. Počáteční dramatický propad napětí následovaný pomalým poklesem je až do poloviny únavového života přibližně stabilní a výraznější pokles nastává až na konci únavového života, kdy je poloha relaxačních křivek ovlivněna šířící se únavovou trhlinou. Počátky i konce relaxačních křivek povlakovaného materiálu jsou ve srovnání s nepovlakovaným materiálem posunuty o přibližně 180 MPa. Navíc konec únavového života se projevuje mírnou asymetrií relaxačních křivek.

Výsledky



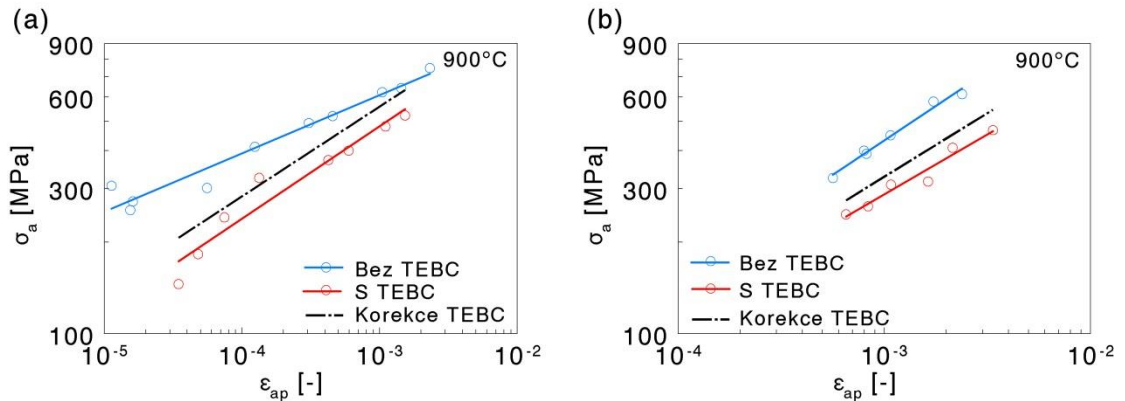
Obr. 7.40: Časové průběhy relaxace napětí během zkoušky izotermické únavy s prodlevami za teploty 900 °C při zvolené amplitudě celkové deformace $\varepsilon_a = 0,5 \%$ v relaci k počtu cyklů do lomu – 10 cyklů, $N_f/2$ a N_f (a) tahová část cyklu, (b) tlaková část cyklu.

7.4.3 Cyklická deformační křivka

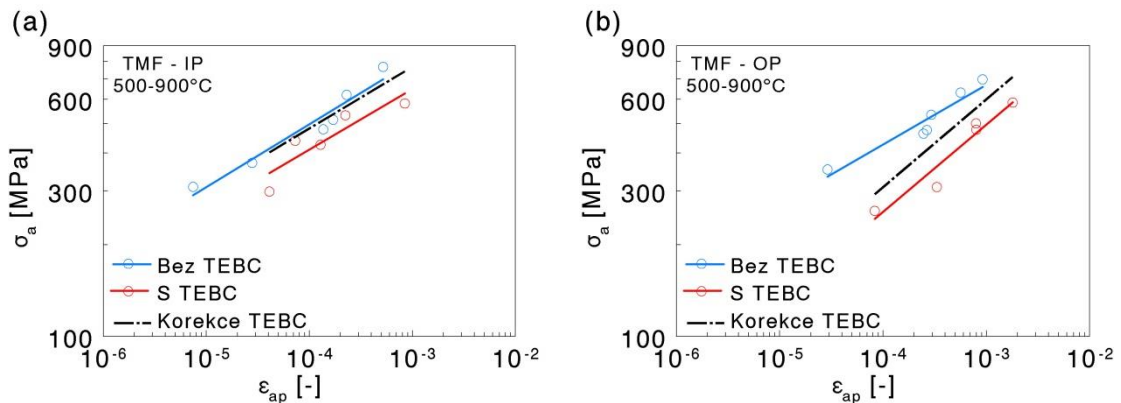
Cyklické deformační křivky povlakované superslitiny MAR-M247 zatěžované při zkouškách izotermické a termomechanické nízkocyklové únavy jsou zaneseny v logaritmickém souřadném systému v reprezentaci závislosti amplitudy napětí σ_a na amplitudě plastické deformace ε_{ap} na obrázcích 7.41 respektive 7.42. Stejně jako v případě nepovlakovaného materiálu byly amplituda napětí a amplituda plastické deformace stanoveny v polovině života. Experimentální hodnoty závislosti σ_a vs. ε_{ap} byly aproximovány mocninnou závislostí dle rovnice 7.1 a hodnoty parametrů stanovených regresní analýzou jsou uvedeny v tabulce 7.9. Výsledné křivky pro jednotlivé typy zatěžování jsou z důvodu lepší přehlednosti vyneseny separátně a jsou porovnány s cyklickou deformační křivkou nepovlakovaného materiálu.

Ve všech případech měla aplikace TEBC povlaku stejný účinek, a to posunutí cyklické deformační křivky k nižším hodnotám amplitudy napětí v porovnání s nepovlakovaným materiálem. Nejmarkantnější posun nastal v případě izotermického cyklování s prodlevami, kdy je cyklická deformační křivka povlakovaného materiálu snížena až o 250 MPa. Nejmenší pokles amplitudy napětí nastal při termomechanickém cyklování v režimu IP, a to přibližně 100 MPa. Takto významný posun k nižším hodnotám amplitudy napětí lze přisuzovat absenci mechanických vlastností keramického povlaku. Efektivní nosný průřez materiálu, který se podílí na přenosu zatížení, je nižší než ten, který vyhodnocuje program na základě zadaného celkového průměru vzorku. Z tohoto důvodu byla provedena korekce, kdy za nosný materiál byl považován pouze substrát a vazebný povlak. Korekce je v grafech 7.54 a 7.42 vynesena černou čerchovanou čarou. Tato korekce v případě cyklování s prodlevami pouze přiblížila cyklické deformační křivky blíže k sobě a pokles amplitudy napětí je po úpravě přibližně 50 MPa. V případě izotermického cyklování bez prodlev a termomechanické únavy v režimu OP jsou směrnice cyklických deformačních křivek povlakovaného a nepovlakovaného materiálu odlišné a křivky se tak téměř potkávají v oblasti vysokých amplitud plastické deformace a naopak se více rozcházejí se snižující se amplitudou plastické deformace. V případě termomechanického cyklování v režimu IP korekce téměř eliminovala rozdíl mezi jednotlivými křivkami.

Výsledky



Obr. 7.41: Cyklické deformační křivky povlakované superslitiny MAR-M247 zatěžované v režimu izotermické nízkocyklové únavy za teploty 900 °C (a) bez prodlev, (b) s prodlevami.



Obr. 7.42: Cyklické deformační křivky povlakované superslitiny MAR-M247 získané ze zkoušek termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu (a) IP, (b) OP.

Tabulka 7.9: Parametry cyklické deformační křivky povlakované superslitiny MAR-M247 cyklované v režimu bez prodlev a s prodlevami za konstantní teploty 900 °C a v režimech IP a OP při zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900°C.

	Bez prodlev	S prodlevami	TMF IP	TMF OP
K'	3940 ± 1090	4370 ± 1260	2560 ± 1290	2120 ± 720
n'	0,304 ± 0,033	0,394 ± 0,044	0,198 ± 0,056	0,206 ± 0,044

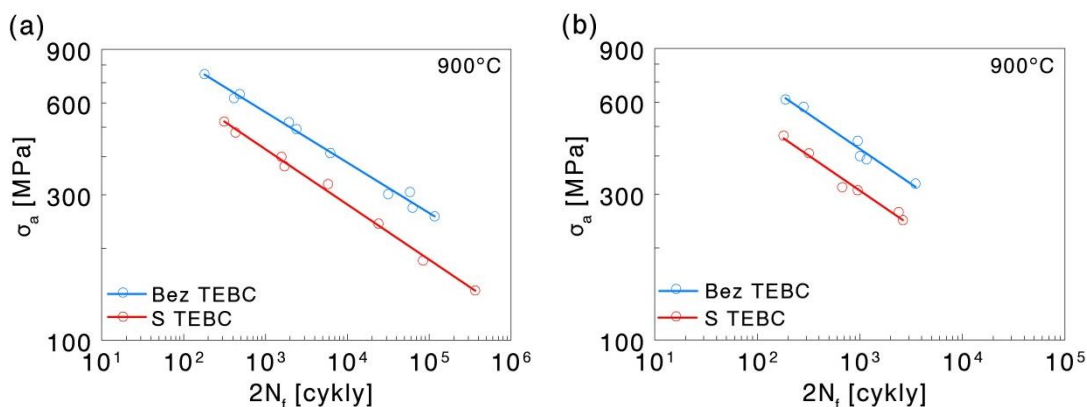
7.4.4 Křivky životnosti

Křivky únavové životnosti v Basquinově reprezentaci amplitudy napětí σ_a vs. dvojnásobek počtu cyklů do lomu $2N_f$ povlakovaného materiálu testovaného v módech izotermické a termomechanické nízkocyklové únavy jsou prezentovány

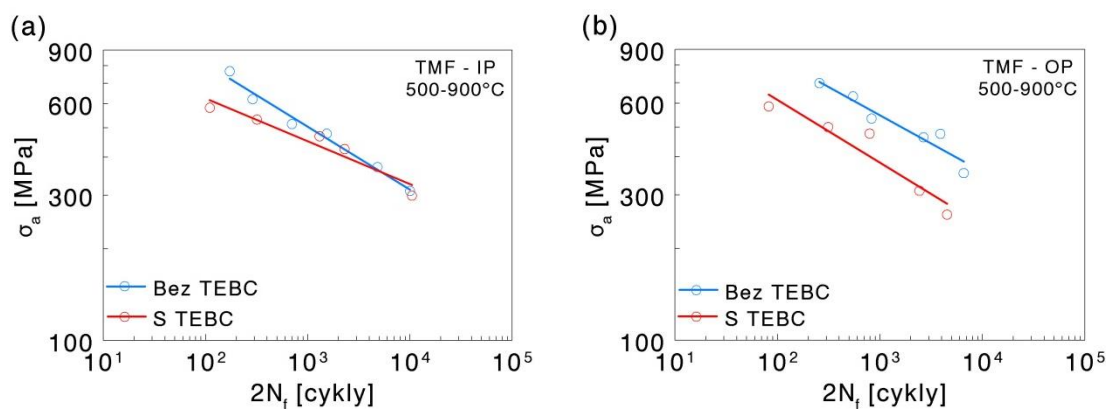
Výsledky

na obrázcích 7.43 a 7.44. Amplituda napětí byla stanovena jako polovina rozdílu maximální a minimální hodnoty napětí v polovině počtu cyklů do lomu. Experimentálními body byla proložena mocninná závislost navržená ve tvaru rovnice 7.3. Hodnoty koeficientů únavové pevnosti σ_f a exponentů únavové pevnosti b byly stanoveny regresní analýzou a jsou pro sledovaný typ zatěžování uvedeny v tabulce 7.10.

Ve všech sledovaných případech vedla aplikace TEBC povlaku k významnému snížení únavové životnosti. Pro srovnatelnou hodnotu amplitudy napětí je pokles únavového života v případě izotermických zkoušek bez prodlev a s prodlevami až pěti respektive čtyřnásobný, a to v celém rozsahu sledovaných amplitud, neboť směrnice křivek životnosti povlakovaného a nepovlakovaného materiálu v tomto režimu zatěžování si jsou velmi blízké. Obdobná situace nastává i v případě zkoušek termomechanické únavy v režimu OP, kdy byla životnost nepovlakované superslitiny MAR-M247 čtyři až 6krát vyšší než životnost povlakované superslitiny MAR-M247. Tomuto trendu se vymyká zatěžování v režimu IP (obr. 7.44a). Zde je únavová životnost povlakovaného materiálu v oblasti vysokých amplitud rovněž nižší než materiálu nepovlakovaného, ale odlišné exponenty únavové pevnosti tento rozdíl v životnosti v oblasti nízkých amplitud eliminují a je možné pozorovat i jistý trend k nárůstu únavového života povlakovaného materiálu.



Obr. 7.43: Křivky únavové životnosti povlakované superslitiny MAR-M247 v Basquinově reprezentaci pro izotermické únavové zkoušky za teploty 900 °C v režimu (a) bez prodlev (b) s prodlevami.

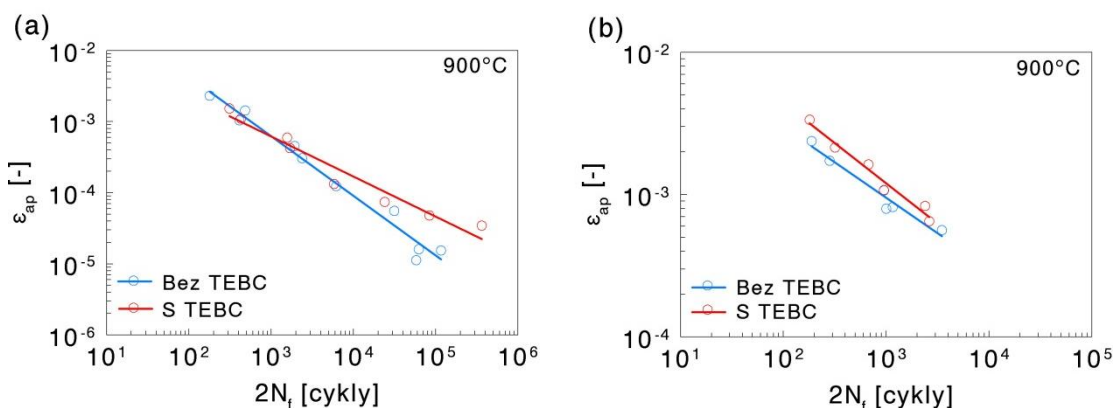


Obr. 7.44: Křivky únavové životnosti povlakované superslitiny MAR-M247 v Basquinově reprezentaci pro termomechanické únavové zkoušky v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu (a) IP (b) OP.

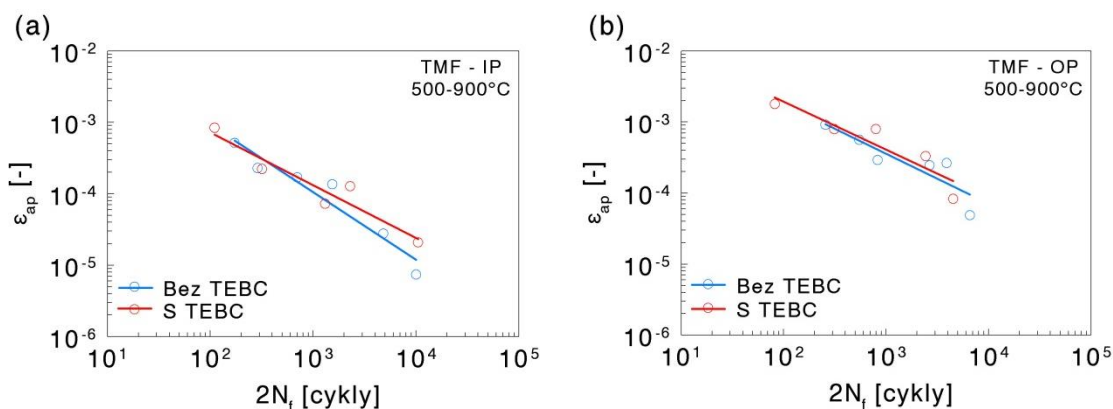
Výsledky

Diagramy v log-log souřadnicovém systému na obrázcích 7.45 a 7.46 představují křivky únavové životnosti v Mansonově-Coffinově reprezentaci plastické deformace ε_{ap} v relaci k dvojnásobku počtu cyklů do lomu $2N_f$. Hodnoty amplitudy plastické deformace byly stanoveny jako polovina šířky hysterezní smyčky v polovině únavového života. Experimentálními body byla proložena závislost uvedená v rovnici 7.4. Hodnoty koeficientů únavové tažnosti ε_f' a exponentů únavové tažnosti c byly určeny regresní analýzou a jsou uvedeny s příslušnou chybou v tabulce 7.10.

Experimentální výsledky v této reprezentaci jsou ambivalentní k Basquinovým křivkám životnosti. Ve všech případech je možné pozorovat příznivý vliv TEBC povlaku na únavovou životnost superslitiny MAR-M247. Nicméně zvýšení životnosti v celém rozsahu amplitud plastické deformace je možné sledovat pouze v případě izotermických zkoušek s prodlevami (obr. 7.45b), kdy je únavová životnost povlakovaného materiálu zvýšena přibližně 1,5 násobně. Cyklování za konstantní teploty bez prodlev (obr. 7.45a) a termomechanické zatěžování v režimu IP (obr. 7.46a) zvyšuje únavovou životnost pouze v oblastech středních a nízkých amplitud deformace, kdy povlak efektivně brání oxidačnímu poškození superslitiny. Naopak zanedbatelný efekt TEBC povlaku se jeví v režimu OP (obr. 7.46b), kdy jsou hodnoty součinitelů a exponentů únavové tažnosti povlakovaného a nepovlakovaného materiálu skoro totožné.



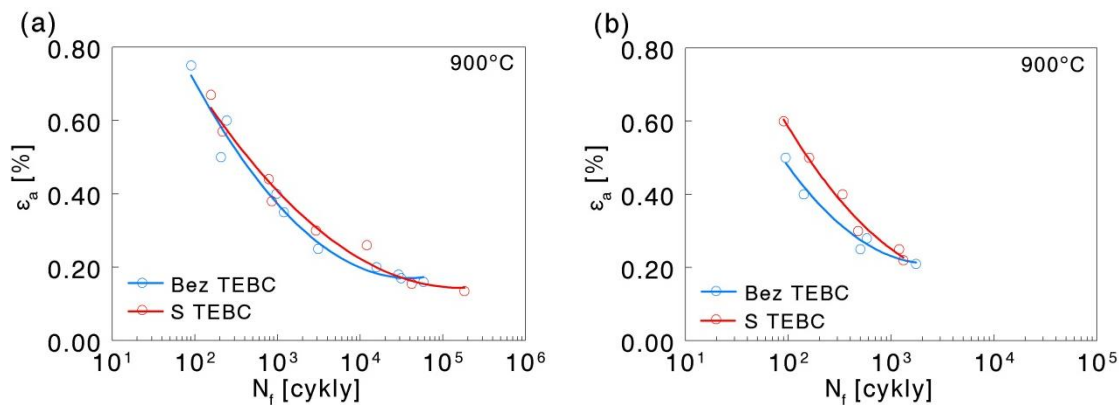
Obr. 7.45: Křivky únavové životnosti povlakované superslitiny MAR-M247 v Mansonově-Coffinově reprezentaci pro izotermické únavové zkoušky za teploty 900 °C v režimu (a) bez prodlev (b) s prodlevami.



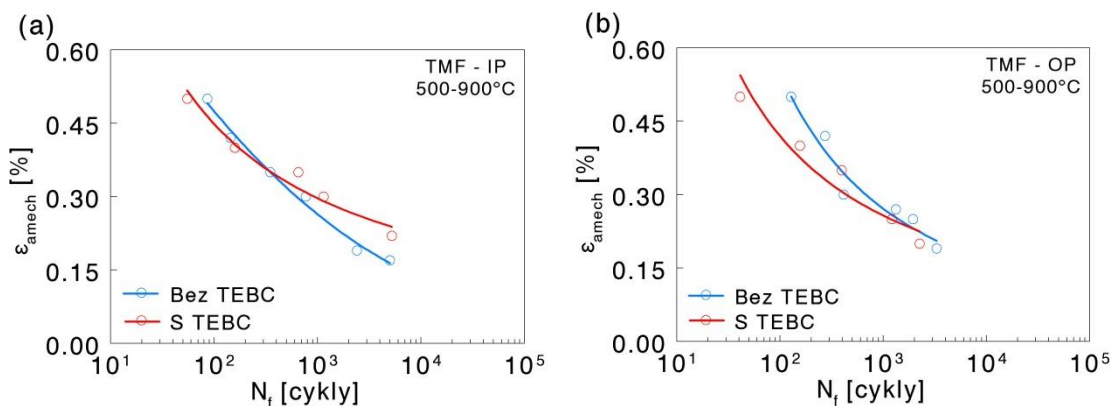
Obr. 7.46: Křivky únavové životnosti povlakované superslitiny MAR-M247 v Mansonově-Coffinově reprezentaci pro termomechanické únavové zkoušky v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu (a) IP (b) OP.

Výsledky

Z uvedených křivek životnosti v Basquinově a Mansonově-Coffinově závislosti, které jsou základními křivkami životnosti v nízkocyklové únavě a reprezentují elastickou respektive plastickou složku celkové deformace, vyvstává jistý rozpor, zda má TEBC povlak pozitivní či negativní efekt na únavovou životnost niklové superslitiny MAR-M247. Z tohoto důvodu jsou na obrázcích 7.47 a 7.48 uvedeny životnosti materiálu v reprezentaci amplitudy celkové deformace na počtu cyklů do lomu. Experimentálními body jsou proloženy křivky dle rovnice 2.5. Diagram na obrázku 7.47a ukazuje mírný nárůst únavového života v případě izotermických zkoušek bez prodlev. Poněkud markantnější pozitivní efekt v celém rozsahu sledovaných amplitud má vrstva v případě cyklování s prodlevami, kdy je únavová životnost pro nejvyšší amplitudy deformace až dvojnásobná, ale s poklesem amplitudy deformace je pozitivní vliv TEBC povlaku postupně redukován. Na základě obr. 7.48b lze konstatovat, že termomechanické cyklování povlakované slitiny v režimu OP vede k výraznému zkrácení únavového života v oblasti vysokých amplitud mechanické deformace. Křivky povlakovaného a nepovlakovaného materiálu se protínají přibližně v 2100 cyklu. V režimu IP je situace podobná. Mírné zhoršení únavového života je patrné pro oblast vysokých amplitud mechanické deformace. Křížení křivek životnosti ovšem nastává dříve, a to v $N = 386$. Dále již převládá pozitivní efekt TEBC na únavovou životnost.



Obr. 7.47: Křivky únavové životnosti povlakované superslitiny MAR-M247 v reprezentaci celkové deformace vs. N_f pro izotermické únavové zkoušky za teploty 900 °C v režimu (a) bez prodlev (b) s prodlevami.



Obr. 7.48: Křivky únavové životnosti povlakované superslitiny MAR-M247 v reprezentaci celkové deformace vs. N_f pro termomechanické únavové zkoušky v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu (a) IP (b) OP.

Výsledky

Tabulka 7.10: Parametry nízkocyklové únavy povlakované superslitiny MAR-M247 cyklované v režimu bez prodlev a s prodlevami za konstantní teploty 900 °C a v režimech IP a OP při zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C.

	σ_f [MPa]	b [-]	ϵ_f [-]	c [-]
Bez prodlev	1490 ± 70	-0,182 ± 0,005	0,039 ± 0,019	-0,592 ± 0,054
S prodlevami	1560 ± 180	-0,234 ± 0,017	0,067 ± 0,023	-0,583 ± 0,050
TMF IP	1250 ± 170	-0,149 ± 0,019	0,019 ± 0,018	-0,704 ± 0,156
TMF OP	1440 ± 480	-0,178 ± 0,049	0,093 ± 0,091	-0,790 ± 0,190

7.4.5 Optické pozorování

Z hlediska makroskopického vzhledu nedošlo u většiny vzorků testovaných za konstantní teploty k viditelnému poškození tepelné a environmentální bariéry, a to nezávisle na režimu cyklování (viz obr. 7.35a). Ojediněle bylo možné pozorovat na zkušebních tělesech cyklovaných v oblasti vysokých amplitud celkové deformace delaminaci keramického povlaku, a to pouze svrchního mullit + hexacelsian povlaku (obr. 7.35b), kdy tato delaminace může být způsobena finálním dolomem. V případě termomechanických zkoušek docházelo k delaminaci svrchní vrstvy keramického povlaku nebo i obou keramických vrstev (obr. 7.35c). Detailnějšímu pozorování mikrostruktury TEBC povlaku se věnuje následující kapitola.



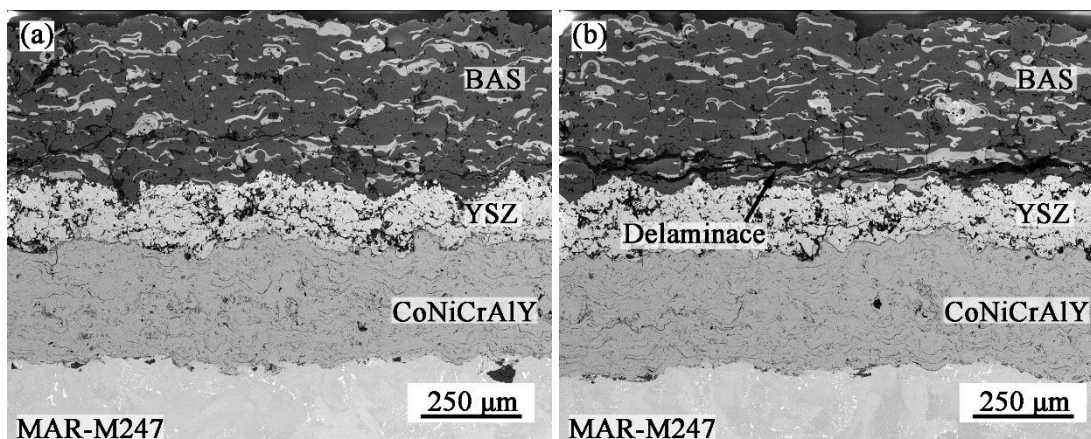
Obr. 7.35: Makroskopický vzhled povrchu zkušebních tyčí po únavovém zatěžování (a) izotermická únava bez prodlev za teploty 900°C – $\epsilon_a = 0,15\%$, (b) izotermická únava – $\epsilon_a = 0,38\%$, (c) termomechanická únava v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu OP – $\epsilon_{amech} = 0,5\%$.

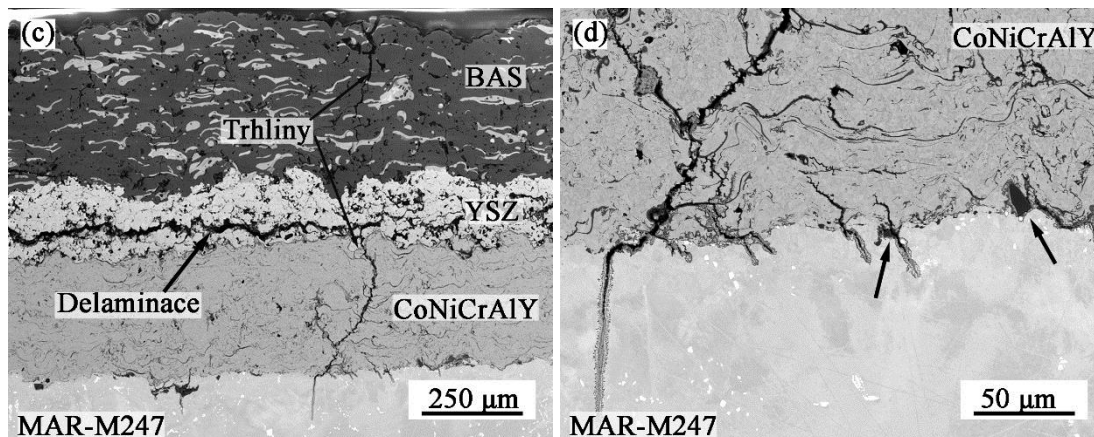
Výsledky

7.4.6 SEM pozorování

Na obrázcích 7.49 až 7.54 pořízených v BSE zobrazovacím módu je ukázána mikrostruktura obou typů TEBC povlaků v podélných řezech zkušebních tyčí po zkouškách izotermické a termomechanické únavy. Mikrostruktura TEBC po únavových zkouškách se z hlediska chemického a strukturního složení neliší od výchozího stavu povlaku a je tvořena typickou splatovou morfologií. Plošná porozita jednotlivých vrstev povlaku je v rámci statistické chyby shodná.

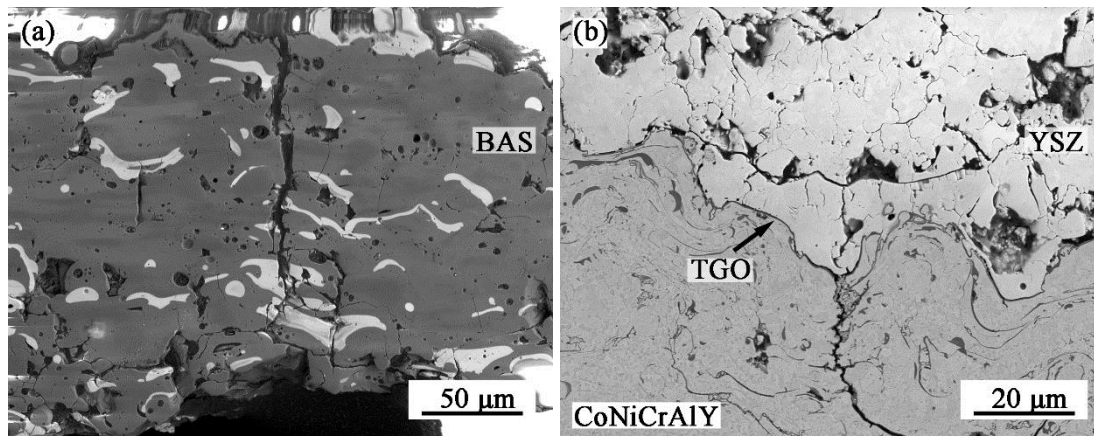
Na obr. 7.49 je ukázána variabilita poškození TEBC povlaku během zkoušek nízkocyklové únavy bez prodlev. Snímek 7.49a dokumentuje relativně kompaktní oblast povlaku, kde CoNiCrAlY vazebný povlak a YSZ mezivrstva TEBC povlaku jsou bez známek porušení. Ve svrchní vrstvě je možné pozorovat poměrně malou četnost trhlin kolmých na osu zatěžování a jisté náznaky počínající delaminace přibližně v třetině tloušťky povlaku. Na obr. 7.49b je ukázáno místo vzdálené přibližně 1 mm od magistrální trhliny. V tomto místě byl povlak porušen delaminací ve svrchní vrstvě povlaku. Ve vzdálenosti přibližně 200 μm od magistrální trhliny docházelo k delaminaci povlaku v YSZ vrstvě blízko rozhraní s vazebným CoNiCrAlY povlakem (obr. 7.49c). Delaminace TEBC povlaku, ať už svrchní BAS vrstvy nebo YSZ vrstvy, se jeví spíše jako důsledek finálního dolomu než únavového poškození. Na snímku 7.49c jsou patrné únavové trhliny, jež iniciovaly z povrchu povlaku a které se v keramické vrstvě povlaku šíří přibližně kolmo na osu zatěžování a v místě rozhraní s metalickým vazebným povlakem se mírně odklánějí od původního směru. Detailní pohled na šíření trhliny ve vazebném povlaku a následná penetrace trhliny do substrátu je ukázán na obr. 7.49d. Dvě původně separátní trhliny, které spolu svírají úhel přibližně 60°, se ve vzdálenosti 50 μm od rozhraní se substrátem spojují v jednu. Na rozhraní se substrátem se trhlina šíří necelých 10 μm po rozhraní a následně proniká do substrátu niklové superslitiny MAR-M247, kde se šíří opět kolmo k ose zatěžování. Černé šipky na obr. 7.49d označují možná místa iniciace únavových trhlin na rozhraní vazebného povlaku a superslitiny MAR-M247 v místě, kde jsou ukotveny reliktní Al_2O_3 částice po tryskání.





Obr. 7.49: Mikrostruktura TEBC povlaku po zkouškách izotermické únavy bez prodlev za teploty 900 °C – $\epsilon_a = 0,30 \%$ (a) kompaktní oblast s kapilárními trhlinami ve svrchní vrstvě povlaku a náznakem delaminace, (b) delaminace svrchní vrstvy povlaku, (c) delaminace YSZ mezivrstvy, (d) detail spojení trhlín v BC a šíření únavových trhlín; SEM.

Četnými místy iniciace únavových trhlín je povrch. Toto tvrzení platí jak pro materiály kovové, tak i pro keramické, jak je možné vidět z obr. 7.50a. Trhlina vzniklá v důsledku cyklického namáhání je orientována kolmo na osu zatěžování a šíří se nezávisle na jednotlivých splatech a jejich hranicích. V případě cyklování za zvýšených teplot dochází k degradaci rozhraní s vazebným povlakem, kde tento podléhá oxidaci a vytváří vrstvu tepelně aktivovaných křehkých oxidů, které vnášejí do materiálu silná pnutí, jež mohou na vhodných místech akcelarovat iniciaci únavových trhlín, jak je vidět z obr. 7.50b.

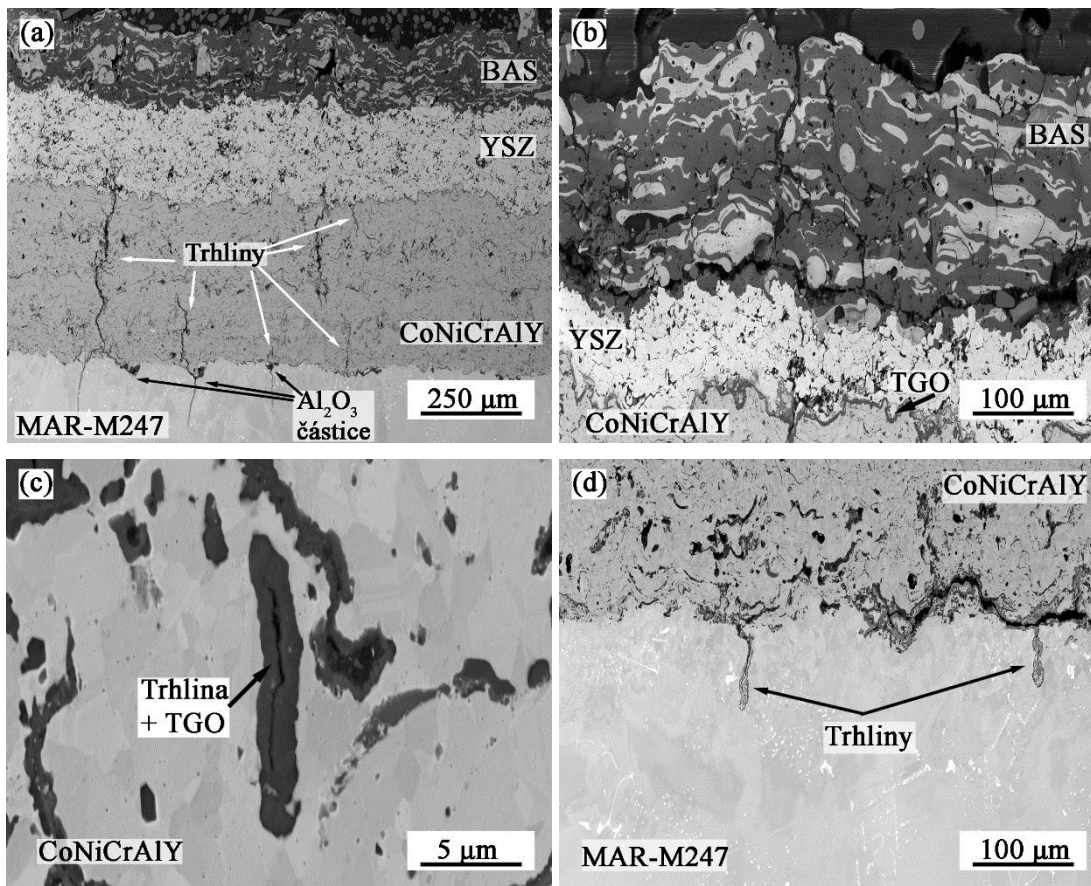


Obr. 7.50: Příklady iniciace únavových trhlín po zkouškách izotermické únavy bez prodlev za teploty 900 °C (a) povrchová nukleace trhlín v TEBC povlaku, (b) podpovrchová nukleace na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY; SEM.

Proces porušování TEBC povlaku během zkoušek izotermické únavy s prodlevami není nepodobný tomu bez prodlev. Na obr 7.51a je možné vidět kompaktní oblast TEBC povlaku s řadou únavových trhlín, které byly přítomny ve vazebném povlaku (bílé šipky). Místa označená černými šipkami označují místa iniciace únavových trhlín na rozhraní se superslitinou MAR-M247 opět v blízkosti částic Al_2O_3 nebo přímo na ukotvených Al_2O_3 částicích. Tento způsob iniciace je mnohem častější u zkoušek s prodlevami než u zkoušek provedených bez prodlev. K delaminaci jedné z keramických vrstev povlaku opět dochází v blízkosti magistrálních trhlín. Obr. 7.51b

Výsledky

ilustruje delaminaci BAS povlaku přibližně 300 μm od únavové trhliny. Blíže magistralní trhlíně došlo k úplné delaminaci a svrchní vrstva TEBC povlaku chyběla úplně. Svrchní vrstva povlaku je poměrně více poškozena, než tomu bylo v případě cyklování bez prodlev (7.50a). Delší doba vysokoteplotní expozice přispívá i k intenzivnější degradaci vazebného povlaku. Zde dochází k rozsáhlejší tvorbě křehkých komplexních oxidů a to nejen na rozhraní s YSZ mezivrstvou, ale i uvnitř vazebného povlaku, kde tyto oxidy mohou praskat a dát vzniknout novým únavovým trhlínám (obr. 7.51c). Delší doba expozice na teplotě 900 $^{\circ}\text{C}$ je rovněž patrná na samotném substrátu (obr. 7.51d). Navzdory poměrně rozsáhlé degradaci vazebného povlaku nedošlo u žádného ze sledovaných vzorků k delaminaci vazebného povlaku.

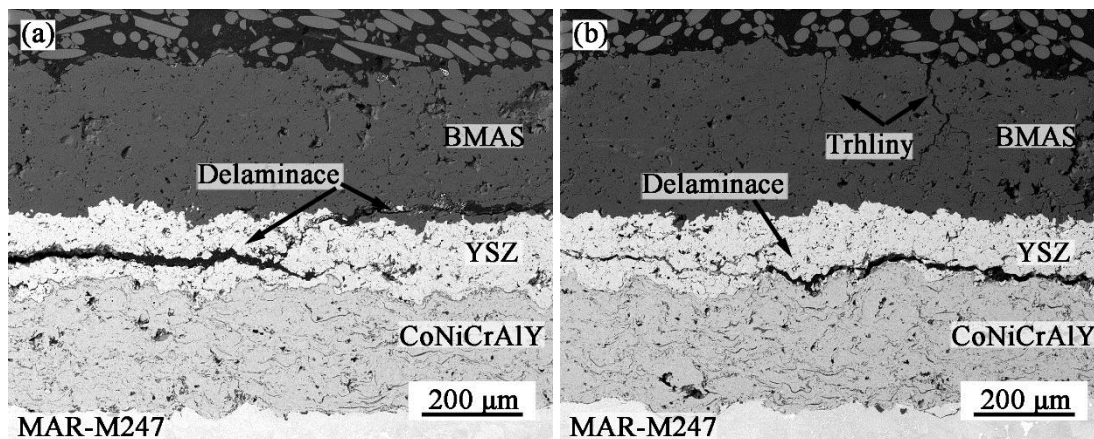


Obr. 7.51: Mikrostruktura TEBC povlaku po zkouškách izotermické únavy s prodlevami za teploty 900 $^{\circ}\text{C}$ – $\epsilon_a = 0,30 \%$ (a) přehledový snímek s řadou trhlín v CoNiCrAlY vazebném povlaku, (b) detail trhlín v svrchní vrstvě povlaku, (c) trhlina s TGO uvnitř vazebného povlaku (d) trhliny na rozhraní se superslitinou; SEM.

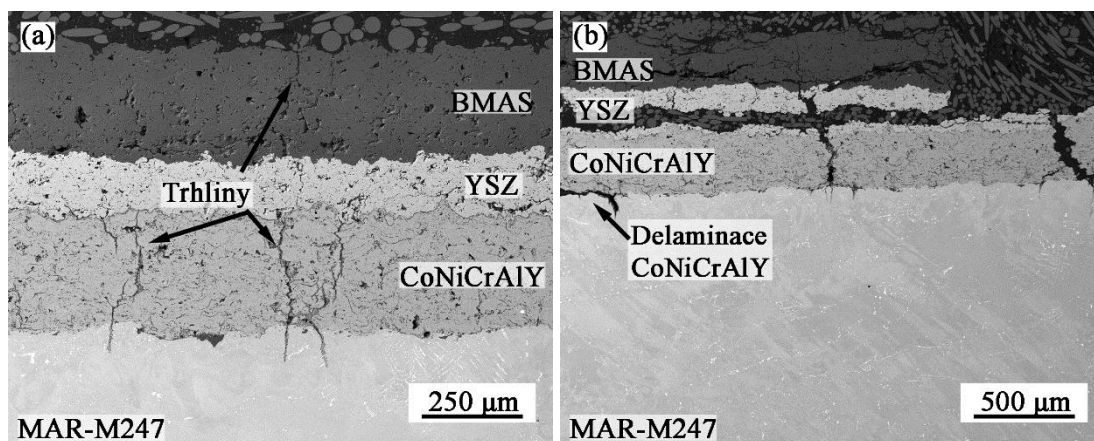
Poškození TEBC povlaku během zkoušek termomechanické únavy mělo řadu společných rysů s degradací TEBC povlaku během izotermických únavových zkoušek. Typickou delaminaci v blízkosti rozhraní BMAS/YSZ nebo YSZ/CoNiCrAlY bylo možné pozorovat nezávisle na módu termomechanické únavy (obr. 7.52 a 7.53). Obr. 7.52a ukazuje delaminaci obou keramických vrstev povlaku a jejich šikmé spojení trhlínou napříč YSZ povlakem. Mírně vyšší pórovitost BMAS povlaku umožňuje trhlínám větší volnost ve směru šíření a využívat tak oslabená místa a měnit směr šíření (obr. 7.52b). I přesto je směr šíření většiny trhlín v povlaku převážně kolmý na osu zatěžování. I přes velkou amplitudu mechanické deformace byly trhliny v TEBC povlaku po zkouškách termomechanické únavy v režimu IP poměrně ojedinělou záležitostí. Trhliny, které nukleovaly na povrchu, byly často

Výsledky

zastaveny na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY a jen sporadicky pronikaly do vazebného povlaku nebo přímo do substrátu. Toto ovšem neplatí v případě cyklování v režimu OP. Trhliny v TEBC povlaku byly mnohem četnější a rovněž delaminace povlaku se projevila v daleko větším rozsahu (obr. 7.53). Iniclace únavových trhlin se odehrávala především na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY nebo v samotném substrátu v blízkosti Al_2O_3 tryskacích částic.



Obr. 7.52: Mikrostruktura TEBC povlaku po zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu IP (a) $\epsilon_{amech} = 0,22\%$ (b) $\epsilon_a = 0,45\%$; SEM.

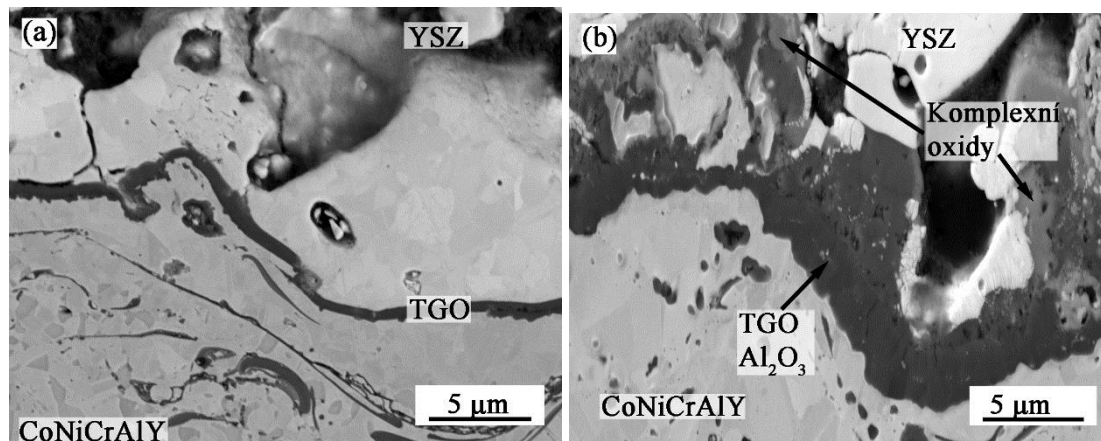


Obr. 7.53: Mikrostruktura TEBC povlaku po zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu OP (a) $\epsilon_{amech} = 0,20\%$ (b) $\epsilon_a = 0,35\%$; SEM.

Během vysokoteplotních únavových zkoušek dochází následkem pronikání kyslíku skrze keramický povlak k postupné oxidaci kovového vazebného povlaku. Detail rozhraní vazebného CoNiCrAlY povlaku a YSZ mezivrstvy po izotermických únavových testech s různou dobou vysokoteplotní expozice je ukázán na obr. 7.54. Tloušťka oxidického filmu je úměrná době expozice. Průměrná tloušťka pro nejkratší (přibližně 2 hodiny na teplotě 900 °C) a nejdelší (přibližně 250 hodiny na teplotě 900 °C) izotermické zkoušky byla 0,34 µm respektive 4,61 µm. Tmavá oxidická vrstva na bázi Al_2O_3 (TGO) se nevytváří pouze na rozhraní vazebného povlaku s YSZ keramickou vrstvou, ale také uvnitř samotného vazebného povlaku na rozhraní jednotlivých splatek a/nebo v blízkosti defektů, jako jsou např. póry nebo jiné strukturální nehomogenity (obr. 7.51c). Na metalografickém výbrusu zkušební tyče zatěžované v režimu s prodlevami s $\epsilon_a = 0,22\%$ (obr. 7.54b) byla vytvořena souvislá

Výsledky

vrstva TGO tvořená nejen Al_2O_3 oxidy ale i komplexními oxidy (spinely) na bázi Cr, Ni, Co a Al.

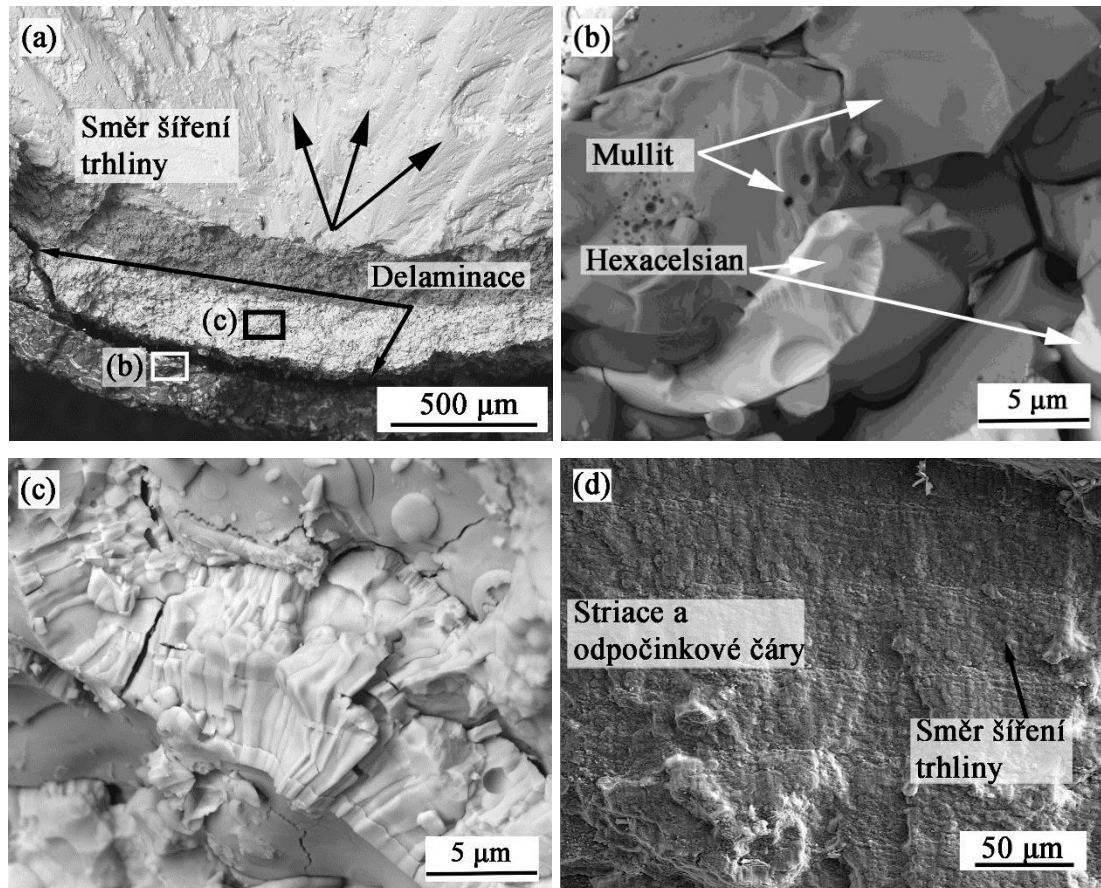


Obr. 7.54: Vrstva tepelně aktivovaných oxidů po zkouškách izotermické únavy za teploty 900 °C (a) bez prodlev $\epsilon_a = 0,15$ %, doba expozice přibližně 35 hodin, (b) s prodlevami $\epsilon_a = 0,22$ %, doba expozice přibližně 250 hodin; SEM.

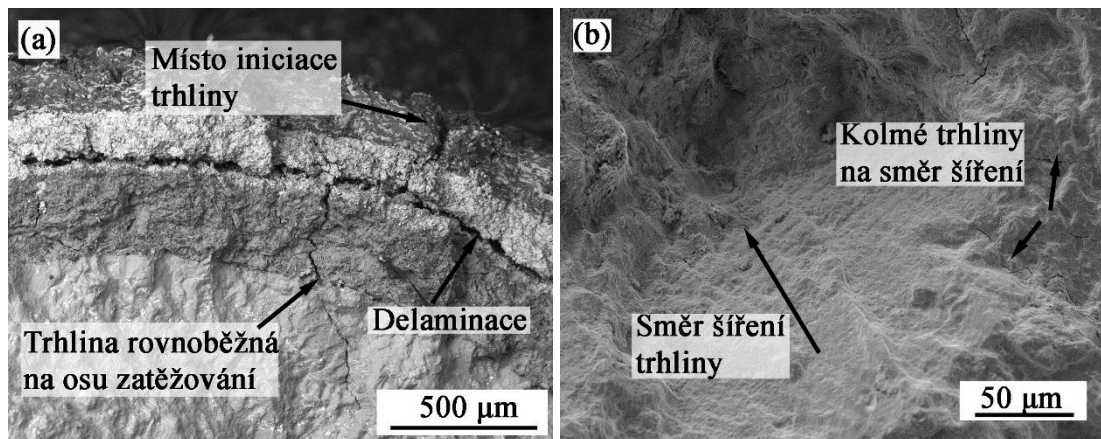
Vrstva tepelně aktivovaných oxidů se vytvářela i v případě termomechanického zatěžování, avšak v porovnání s izotermickými testy je tloušťka TGO značně redukována. Ani pro nejdéle trvající test (přibližně 232 hodin) nepřesahuje maximální tloušťka oxidické vrstvy na rozhraní vazebného povlaku a YSZ mezivrstvy tloušťku 1,5 μm . Jak vyplývá z rovnic 2.7 až 2.9, kinetika tvorby oxidické vrstvy je nejen časově, ale i teplotně závislá a s poklesem teploty při termomechanických zkouškách je tvorba oxidické vrstvy pomalejší než během zkoušek za konstantní teploty 900 °C.

Lomové plochy po zkouškách izotermické a termomechanické únavy povlakované superslitiny jsou ukázány na sérii obrázků 7.55 až 7.57. Pozorování se zaměřilo především na místa iniciace únavových trhlin, mechanismus jejich šíření a na způsob porušení TEBC povlaku. Iniciace únavových trhlin nezávisle na režimu zatěžování probíhala preferenčně z povrchu povlakovaných zkušebních těles. Iniciace z vnitřních slévárenských defektů byla přítomností TEBC povlaku potlačena. Na SEM snímku (obr. 7.55) je dokumentována lomová plocha zkušebního tělesa po zkouškách izotermické únavy bez prodlev zatěžovaného s amplitudou celkové deformace $\epsilon_a = 0,38$ %. Únavová trhlina se šíří z povrchu vzorku skrz obě keramické vrstvy povlaku i metalický vazebný povlak do substrátu. Z obr. 7.55a je možné pozorovat delaminaci TEBC obou keramických vrstev povlaku. Jednotlivé delaminační linie jsou v levé dolním rohu snímku 7.55a spojeny šikmou trhlinou napříč YSZ mezivrstvou. Detail (b) zachycuje štěpné porušení svrchní vrstvy povlaku. Délka štěpných fazet je rozdílná pro mullitové a hexacelsiální splaty, kdy delší štěpné fazety je možné pozorovat v mullitové fázi (obr. 7.55b). Podobné štěpné fazety je možné najít i v YSZ mezivrstvě TEBC povlaku (obr. 7.55c). Tyto charakteristické rysy keramické složky TEBC povlaku naznačují její nízkou houževnatost i za teploty 900 °C. Mechanismus porušení substrátu zůstal v porovnání s nepovlakovaným materiálem více méně zachován a nekrystalografické šíření únavových trhlin probíhalo striacním mechanismem (obr. 7.55d). Etapa krystalografického šíření únavové trhliny však nebyla pozorována na žádné z lomových ploch. Rozteč jednotlivých striací povlakovaného materiálu je se svou průměrnou velikostí 1,3 μm nepatrně nižší než je tomu v případě nepovlakovaného materiálu (obr. 7.25).

Výsledky



Obr. 7.55: Fraktografické pozorování lomové plochy povlakovaného zkušebního tělesa po zkouškách izotermické únavy bez prodlev za teploty 900 °C – $\epsilon_a = 0,38 \%$ (a) místo iniciace únavové trhliny, (b) detail štěpného porušení svrchní vrstvy povlaku, (c) detail porušení YSZ mezivrstvy, (d) striace na lomové ploše; SEM.



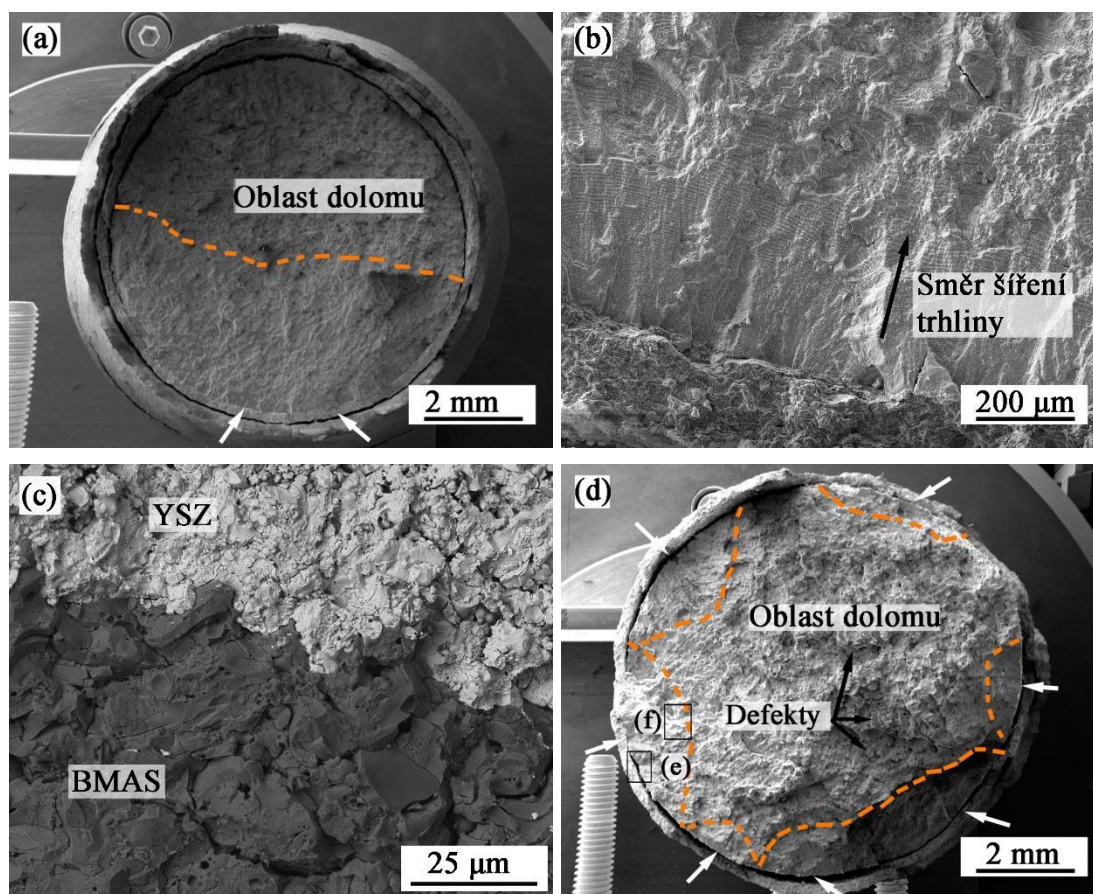
Obr. 7.56: Fraktografické pozorování lomové plochy povlakovaného zkušebního tělesa zatěžovaného v režimu s prodlevami za teploty 900 °C – $\epsilon_a = 0,60 \%$ (a) iniciace únavové trhliny z povrchu a rovnoběžná trhlina s osou zatěžování, (b) striace na lomové ploše; SEM.

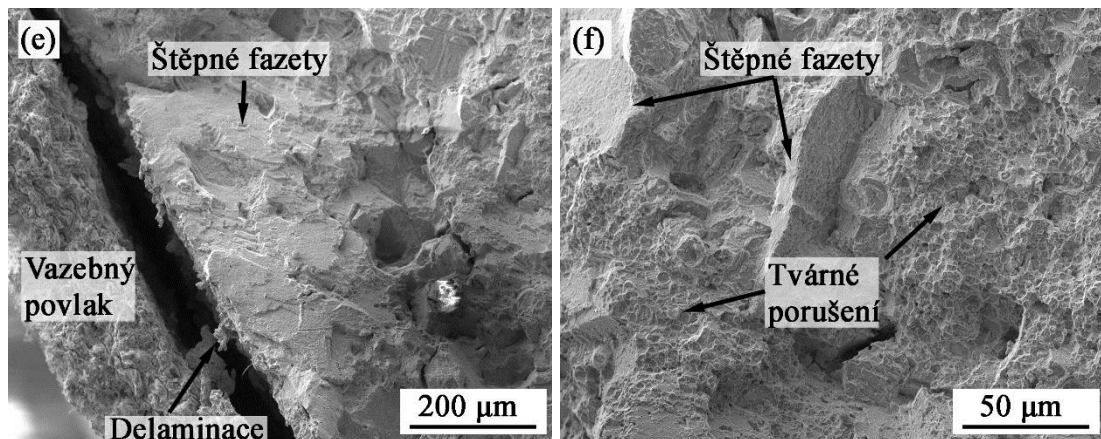
Na obr. 7.56 je prezentována lomová plocha po izotermické únavové zkoušce s prodlevami zatěžované s amplitudou celkové deformace $\epsilon_a = 0,60 \%$. Obr. 7.56a ukazuje místo iniciace sekundární únavové trhliny, která má svůj počátek na povrchu povlakovaného materiálu. Jistou zvláštností je šíření této trhliny, jejíž směr je shodný se směrem osy zatěžování. Šíření únavové trhliny opět probíhalo specifickým

Výsledky

Lairdovým mechanismem. Průměrná rozteč striací, které jsou ukázány na obr. 7.56b v přibližné vzdálenosti 250 μm od povrchu zkušební tělesa, je 6,2 μm . Na lomové ploše se poměrně často vyskytovaly krátké sekundární trhliny, které byly kolmé na směr šíření hlavní únavové trhliny.

Vzhled lomových ploch po zkouškách termomechanické únavy v režimech IP a OP je dokumentován na obr. 7.57. Režim IP reprezentují obr. 7.57a až 7.57c, snímky lomových ploch z obr. 7.57d až 7.57f dokumentují režim OP. Přehledový snímek (obr. 7.57a) reprezentativní lomové plochy zkušební tělesa zatěžovaného s amplitudou mechanické deformace $\epsilon_{\text{amech}} = 0,35 \%$ ukazuje rozsáhlou oblast šíření únavové trhliny, která zabírá přibližně 40 % lomové plochy. Místa nukleace únavových trhlin jsou naznačena bílými šipkami. Na lomových plochách byla pozorována typická delaminace jak obou keramických vrstev TEBC povlaku, tak i částečná delaminace vazebného povlaku (obr. 7.57a a 7.57e). Pole striací s průměrnou roztečí 5,3 μm je prezentováno na obr. 7.57b. Detail štěpného porušení svrchní BMAS vrstvy povlaku a YSZ vrstvy povlaku je zobrazen na obr. 7.57c. Lomová plocha na obr. 7.57d dokumentuje vícečetnou iniciaci únavových trhlin po celém obvodu zkušební tyče zatěžované v režimu OP ($\epsilon_{\text{amech}} = 0,40 \%$). Iniciaci únavových trhlin z povrchu povlakovaných zkušebních těles a následné krystalografické šíření únavové trhlin bylo pozorováno pouze v případě termomechanické únavy v režimu OP, jak ukazuje obr. 7.57e. Oblast krystalografického šíření únavové trhliny je tvořena několika stupni poměrně hladkých fazet s celkovou délkou přibližně 250 μm . Ve vzdálenosti přibližně 1,3 mm od povrchu zkušební tělesa bylo možné pozorovat smíšený lom, kdy oblasti štěpných fazet jsou střídány oblastmi s důlkovým charakterem (obr. 7.57f).

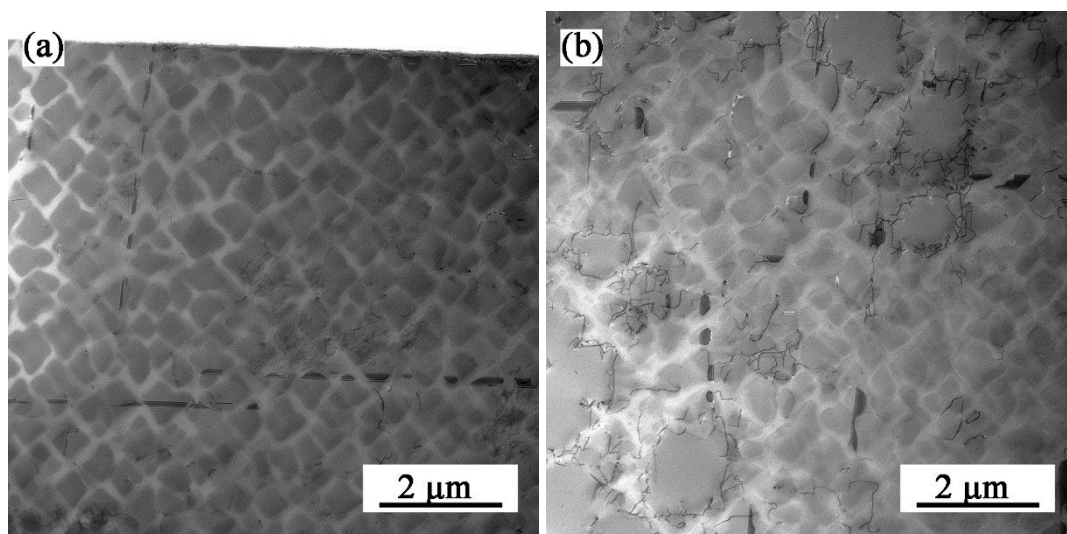




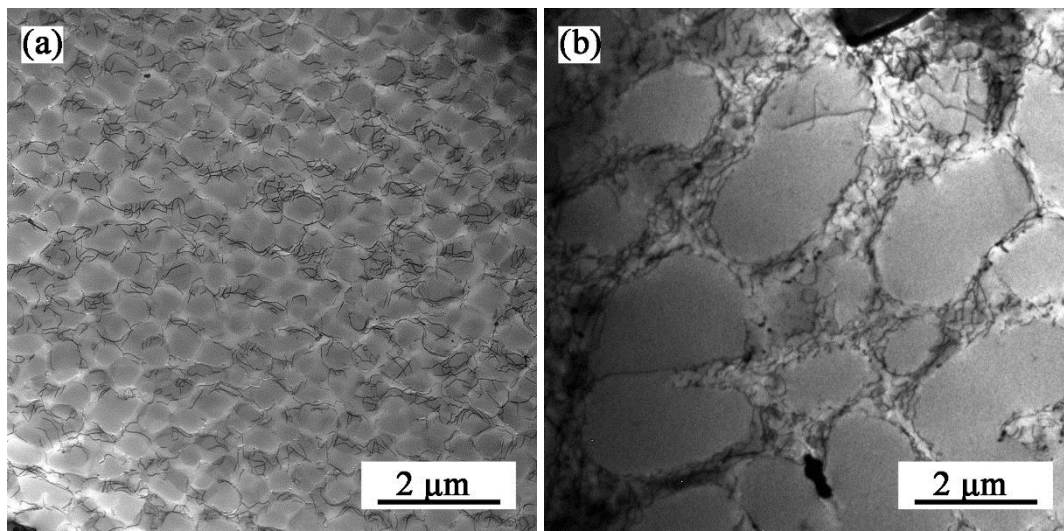
Obr. 7.57: Fraktografické pozorování lomových ploch povlakovaných zkušebních těles po zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C (a) přehledový snímek (IP), (b) pole striací v blízkosti rozhraní vazebného povlaku a substrátu (IP), (c) detail lomové plochy TEBC povlaku (IP), (d) přehledový snímek (OP), (e) delaminace vazebného povlaku a krystalografické šíření únavové trhliny (OP), (f) štěpné fazety a oblasti tvárného porušení (OP); SEM.

7.4.7 TEM pozorování

Pozorování v TEM provedená na tenkých foliích zhotovených ze zkušebních tyčí povlakované superslitiny MAR-M247 zatěžované ve všech režimech plně korespondují s pozorováními na nepovlakovaném materiálu. Nebyly nalezeny žádné významné změny dislokačních struktur oproti nepovlakované superslitině MAR-M247. Obrázky 7.58 až 7.61 dokumentují toto tvrzení pro všechny režimy zatěžování. Formování vrstevných chyb, které jsou přítomny pouze v kubických γ' precipitátech, je typické pro cyklování bez prodlev s nízkými amplitudami deformace (7.58a). Vyšší dislokační hustota je k vidění na rozhraní hrubých γ' precipitátů a matrice (7.58b). Dislokační struktura s vyšší koncentrací dislokací v matici a občasnými dislokacemi přítomnými v γ' precipitátech po cyklickém zatěžování s amplitudou deformace $\varepsilon_a = 0,57\%$ je ilustrována na obr. 7.59.

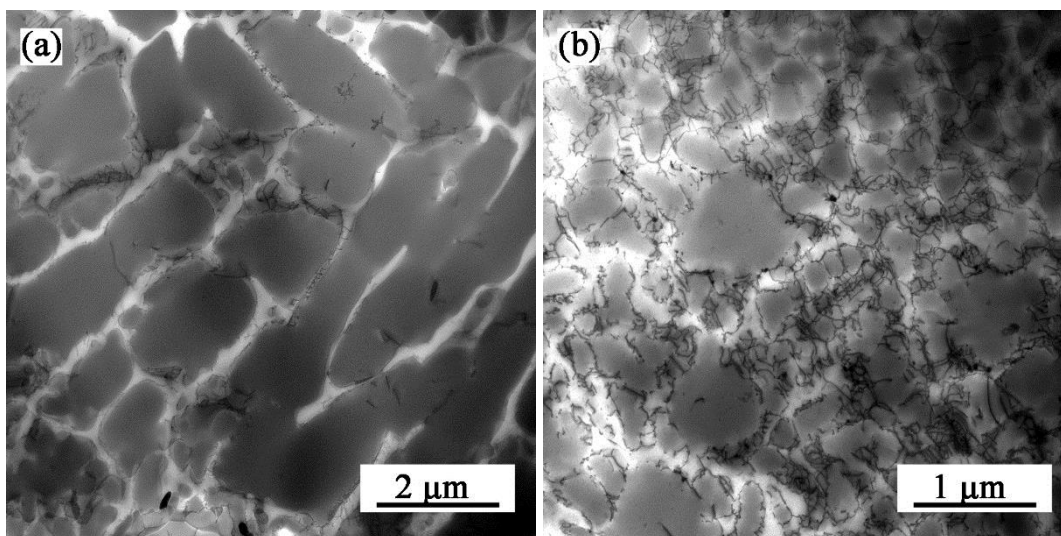


Obr. 7.58: Dislokační struktura povlakované superslitiny MAR-M247 po zkouškách izotermické únavy bez prodlev za teploty 900 °C – $\varepsilon_a = 0,26\%$ (a) oblast kubických γ' precipitátů, (b) oblast hrubých γ' precipitátů; TEM.



Obr. 7.59: Dislokační struktura povlakované superslitiny MAR-M247 po zkouškách izotermické únavy bez prodlev za teploty 900 °C – $\varepsilon_a = 0,57\%$ (a) oblast kubických γ' precipitátů, (b) oblast hrubých γ' precipitátů; TEM.

Obdobnou situaci je možné pozorovat i v případě izotermického cyklování s prodlevami (obr. 7.60). Hustota dislokací je i přes výrazně vyšší amplitudu plastické deformace nižší, než je tomu v případě cyklování bez prodlev, což může být výsledkem výrazně delšího času pro anihilaci dislokací. Přítomné dislokace jsou převážně lokalizovány do kanálů γ matrice.

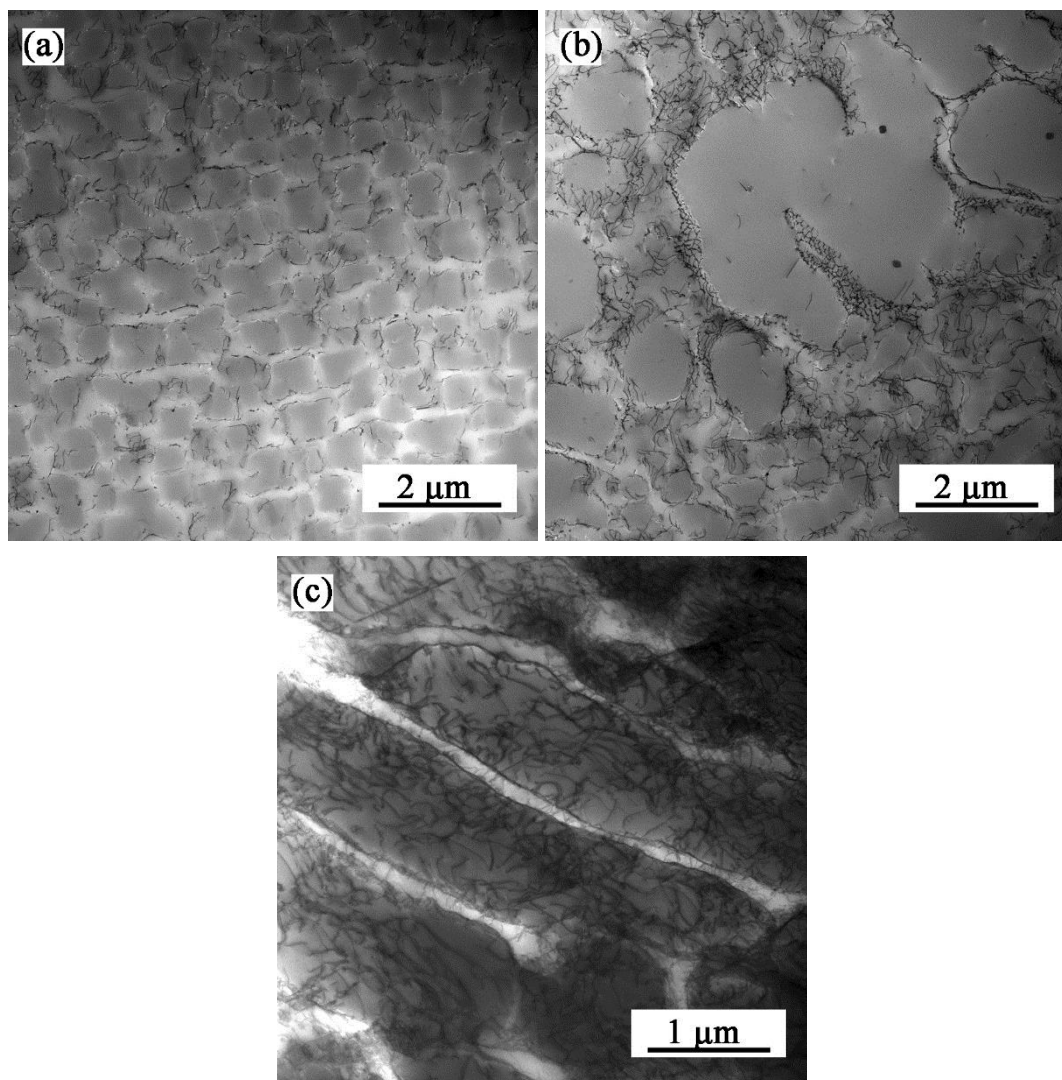


Obr. 7.60: Dislokační struktura povlakované superslitiny MAR-M247 po zkouškách izotermické únavy s prodlevami za teploty 900 °C (a) $\varepsilon_a = 0,25\%$, (b) $\varepsilon_a = 0,50\%$; TEM.

Obrázek 7.61 ukazuje výraznou heterogenitu v lokalizaci cyklické plastické deformace v oblasti kubických γ' precipitátů a hrubých γ' precipitátů jednoho zrna po zkouškách termomechanické únavy v režimu IP. Zatímco v oblasti kubických γ' precipitátů je dislokační hustota nižší a dislokace jsou těsně vázány na rozhraní γ' precipitátů a γ matrice, hustota dislokací v oblasti hrubých γ' precipitátů je vyšší a je lokalizována do kanálů γ matrice. Dislokace jsou v γ' precipitátech, nezávisle na jejich morfologii, přítomny pouze sporadicky. Obrázek 7.61c ukazuje dislokační síťoví, jež je typické pro zatěžování s vysokou amplitudou mechanické deformace.

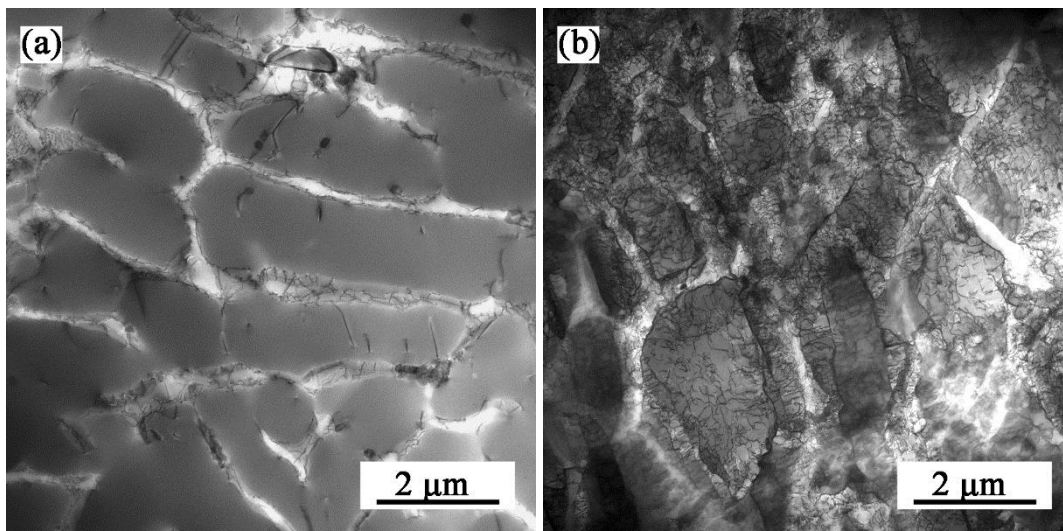
Výsledky

Dislokace se již nesoustřeďují jen do kanálů matrice, ale jsou přítomny i v γ' precipitátech a vytváří komplexní struktury.



Obr. 7.61: Dislokační struktura povlakované superslitiny MAR-M247 po zkouškách termomechanické únavy v režimu IP v teplotním intervalu 500 – 900 °C
(a) a (b) $\epsilon_{amech} = 0,22 \%$, (c) $\epsilon_{amech} = 0,50 \%$; TEM.

Obrázky 7.62a a 7.62b prezentují rozložení dislokací po zkouškách termomechanické únavy v režimu OP. I zde lze pozorovat odlišnosti v dislokační hustotě v závislosti na amplitudě mechanické deformace. Na obr. 7.62a je možné spatřit dislokace s Burgersovým vektorem $\mathbf{b} = a[101]$ přítomné v hrubých precipitátech, každopádně valná většina dislokací je stále přítomna ve snadněji deformovatelné matici γ . Zvýšená koncentrace dislokací je patrná v zálivech γ' precipitátů. Alternující zatížení s amplitudy mechanické deformace $\epsilon_{amech} = 0,5 \%$ vedlo k poměrně markantnímu nárůstu dislokační hustoty. Na obr. 7.62b je ukázáno zrnó vhodně orientované pro vícenásobný skluz na rovinách typu $\{111\}$. Dislokace hustě přesekávají γ' precipitáty. Oproti nepovlakovanému materiálu nebyla na zkoumaných tenkých fóliích nalezena lokalizace do PSP (čtenář může porovnat obr. 7.30 a obr. 7.62).



Obr. 7.62 Dislokační struktura povlakované superslitiny MAR-M247 po zkouškách termomechanické únavy v režimu OP v teplotním intervalu 500 – 900 °C
(a) $\varepsilon_{amech} = 0,2 \%$, (b) $\varepsilon_{amech} = 0,5 \%$; TEM.

8 Diskuse výsledků

Izotermická nízkocyklová únava s prodlevami a bez prodlev a termomechanická únava v režimech IP a OP nepovlakované a povlakované superslitiny MAR-M247 byla studována v režimu řízené celkové deformace v symetrickém cyklu. V následujících sekcích jsou diskutovány údaje získané z těchto testů a je provedena analýza vlivu zátěžného cyklu na únavovou životnost superslitiny MAR-M247 a následně analýza vlivu TEBC povlaků na únavovou životnost této superslitiny.

Zavedení tahových a tlakových prodlev významně ovlivnilo únavovou životnost superslitiny MAR-M247. Snížení únavového života v důsledku implementace prodlev je plně v souladu s literárními údaji o chování niklových superslitin v oblasti interakce únavy a creepu [151–155]. Srovnatelný negativní vliv na únavovou životnost mělo rovněž termomechanické cyklování. Řada studií ukázala, že vzhledem ke složitosti procesů při termomechanickém cyklování je analýza cyklické napěťově-deformační odezvy, únavové životnosti, jakožto i mechanismů poškození materiálu mnohem komplikovanější, než je tomu v případě izotermické únavy [156–159].

V poměrně významně omezené míře jsou k dispozici výzkumné práce a publikace zaměřené na izotermickou a termomechanickou únavu superslitin s deponovaným TBC povlakem, o TEBC systémech ani nemluvě. Navíc se dostupné práce plně neshodují v názoru na vliv povlaků na únavovou životnost a prezentované výsledky jsou do značné míry ambivalentní [130, 136, 137, 142, 149].

8.1 Cyklické zpevnění/změkčení

Následující kapitoly (8.1 a 8.2) se soustřeďují na diskuzi napěťově-deformační odezvy cyklicky zatěžované superslitiny MAR-M247, a to na základě získaných křivek únavového zpevnění/změkčení a cyklické deformační křivky. Dosažené výsledky jsou porovnány s dostupnou literaturou.

Mikrostruktura superslitin má významný vliv na mechanické vlastnosti a tedy také na cyklickou napěťově-deformační odezvu materiálu. Velmi vysoká strukturní stabilita superslitiny MAR-M247 je dána především jejím chemickým složením, kdy je díky přítomnosti wolframu a kobaltu dosaženo výraznějšího zpevnění tuhého roztoku γ . Nejdůležitější součástí je však zpevňující γ' fáze, která svou přítomností snižuje mobilitu dislokací. Zvýšená odolnost vůči degradaci za zvýšených teplot je také dána legováním tantalem a hafniem [81, 82]. Stupeň zpevnění superslitiny závisí na velikosti, morfologii a celkovém objemovém podílu γ' precipitátů. Je zřejmé, že mikrostruktura superslitiny MAR-M247 po zkouškách nízkocyklové únavy za teploty 900 °C je v téměř nepozměněné formě. To znamená, že hrubé komplexní γ' precipitáty i kubické γ' precipitáty si v podstatě zachovávají svůj původní tvar a v kanálech matrice stále existuje množství drobných sférických γ' nano-precipitátů, jak je ukázáno na obr. 7.4. Pro slitiny zpevněné malými převážně sférickými precipitáty do velikosti 25 nm je typické počáteční cyklické zpevnění do doby, dokud jsou tyto nanoprecipitáty účinnými bariérami pro pohyb dislokací [160]. Jakmile dojde k nárůstu dislokační hustoty v matici a na rozhraní γ/γ' , jsou nanoprecipitáty postupně přesekávány a materiál ztrácí svou cyklickou pevnost. Přítomnost hrubých komplexních precipitátů představuje účinnější překážku pro pohyb dislokací. Dislokace je obvykle překonávány obtékáním (viz TEM snímky v kapitolách 7.3.2 a 7.4.2) namísto běžnějšího přesekávání a cyklická pevnost materiálu tolik nedegraduje.

Diskuse výsledků

Velmi nepatrné změny morfologie γ' precipitátů MAR-M247 po zkouškách nízkocyklové únavy s prodlevami za teploty 900 °C odhalilo až TEM pozorování, kdy se velikost kubických γ' precipitátů liší od své původní velikosti a tvaru (lze porovnat výchozí strukturu na obr. 7.1 s TEM snímky na obr. 7.31a nebo 7.59a). Ostré hrany a rohy kubických γ' precipitátů se v důsledku působení vnějšího zatížení a vysokých teplot nepatrně zaoblují, čímž může docházet k degradaci mechanických vlastností materiálu. Jak uvádí ve své práci Gabb a Welsche [161] nebo Mughrabi [162], proces hrubnutí γ' precipitátů souvisí s dobou vysokoteplotní expozice a množstvím akumulované deformace. Kinetika hrubnutí γ' precipitátů během únavových zkoušek může být popsána podle Lifshitz–Slyozova [163] takto:

$$d^3 - d_0^3 = kt \quad (8.1)$$

$$k = \frac{(8\alpha DC_e V_m)}{9RT} \quad (8.2)$$

kde d je průměrná velikost kubických γ' precipitátů v čase t ; d_0 je průměrná velikost γ' precipitátů ve výchozím stavu; t je čas, k je rychlostní konstanta; α je energie rozhraní mezi γ' precipitáty a γ maticí; D je difuzní koeficient rozpuštěné látky v matici; C_e je rovnovážná koncentrace hliníku v matici; V_m je molární objem γ fáze; R je plynová konstanta a T je absolutní teplota. Dle tohoto modelu odpovídá změna morfologie precipitátů při hrubnutí u superslitiny MAR-M247 přibližně 2 % až 5 %, což koresponduje s nepatrným zaoblením kubických precipitátů pozorovaným na obr. 7.31a.

Mírné cyklické změkčení, které je patrné z křivek cyklického změkčení/zpevnění (obr. 7.6) pro vysoké amplitudy celkové deformace, lze tedy přičítat počátečním projevům degradace γ' precipitátů. Kromě toho lokalizace plastické deformace do PSP (obr. 7.30), které se na povrchu projevují ve formě persistentních skluzových stop (obr. 7.22), je obecně považována za proces zodpovědný za cyklické změkčení materiálu [31]. Kontinuální změkčení pozorované během zkoušek nízkocyklové únavy s prodlevami (obr. 7.7) může být kromě výše zmíněných mikrostrukturálních změn důsledkem poměrně většího času potřebného pro přeskupení dislokací do nízkoenergetických konfigurací. Vzhledem k tomu, že deformační substrukтуры po zkouškách nízkocyklové únavy s prodlevami jsou tvořeny z dislokačních smyček, navrhl Singh [164] mechanismus tvorby Orwanových smyček kolem γ' precipitátů. Singh předpokládá, že smyčka se musí otáčet o 90° podél rozhraní γ/γ' kombinací šplhu a příčného skluzu. Přítomnost dislokačních smyček (např. obr. 7.31) potvrzuje, že dislokace obtékají kolem γ' precipitátů a deformace probíhá převážně v kanálech matrice příčným skluzem, pro který je nutný ohyb dislokací. Orwanovo napětí, τ_{OR} , nezbytné pro tento proces, je rovno [165]:

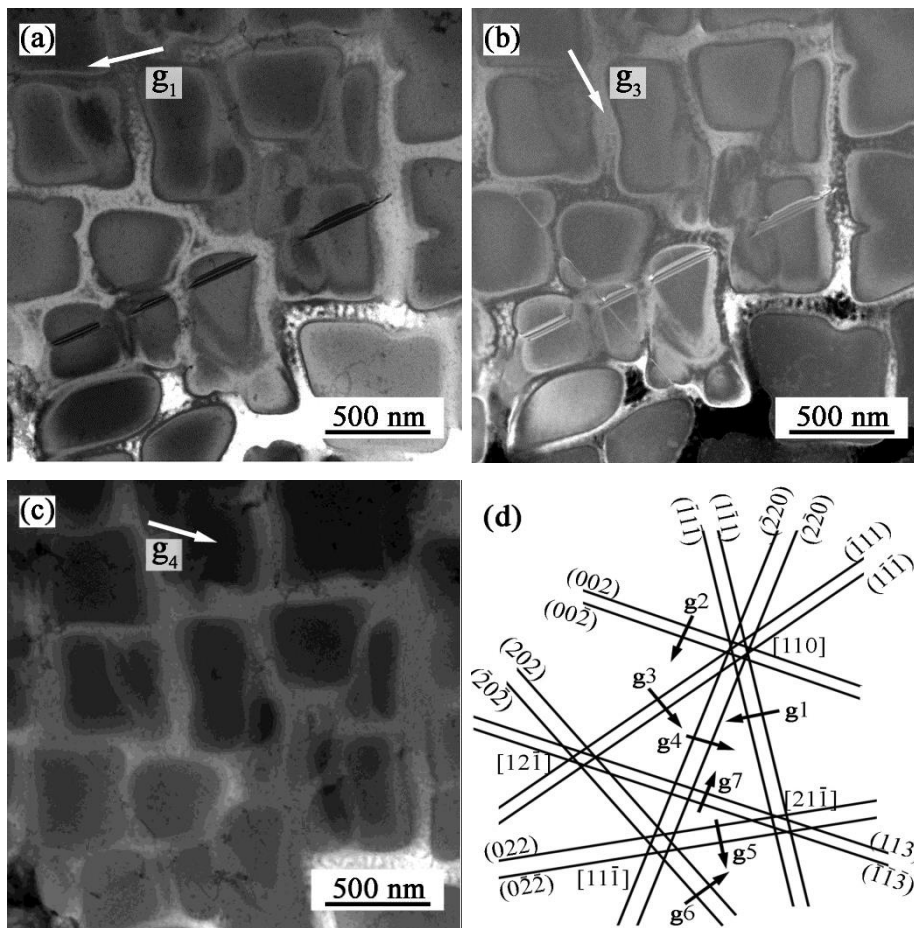
$$\tau_{OR} = \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{Gb}{h} \quad (8.3)$$

kde \mathbf{b} je velikost Burgersova vektoru, G je modul pružnosti ve smyku a h je šířka kanálu matrice. Pro příbuznou slitinu CM 247 DS LC jsou hodnoty těchto parametrů za teploty 850 °C následující: $G = 37$ GPa, $\mathbf{b} = 0,254$ nm a $h = 60$ nm pro zkoušky s prodlevou trvající 5 minut [165]. Rai [166] pro zkoušky nízkocyklové únavy

Diskuse výsledků

s minutovou a 5minutovou prodlevou stanovil hodnoty τ_{OR} na 306 MPa a 127,8 MPa. Pro kratší prodlevu je hodnota τ_{OR} více než dvojnásobná. Úměrně tomu bude narůstat τ_{OR} pro zkoušky bez prodlev. Proto je pro dislokace snazší obtékat γ' precipitáty během zkoušek s prodlevami a tím přispívat k cyklickému změkčení materiálu.

Stabilní napěťová odezva materiálu v případě cyklování bez prodlev v oblasti středních a nízkých amplitud celkové deformace poukazuje na vyváženost zpevňujících a změkčujících mechanismů a rovněž svědčí o vysoké stabilitě mikrostruktury, která velice dobře odolává hrubnutí precipitátů během dlouhodobého vystavení vysokým teplotám a působení deformace. Pozorované cyklické změkčení i stabilní napěťová odezva jsou v souladu s pracemi provedenými na dalších niklových superslitinách v teplotním rozsahu 750 °C až 1050 °C [161, 166–168]. Příčinou stabilní odezvy materiálu, krom již dříve zmíněné vysoké mikrostrukturní stability, může být i vysoký objemový podíl γ' precipitátů spolu s jejich tvarovou heterogenitou (tři morfologické druhy precipitátů). Relativně snadný šplh a příčný skluz dislokací za zvýšených teplot umožňuje dislokacím se efektivněji vyhýbat γ' precipitátům a pohybovat se v kanálech matrice. Vzhledem k tomu, že je dislokační struktura materiálu po zkouškách izotermické únavy bez prodlev v oblasti nízkých amplitud celkové deformace se vyznačuje četnými vrstevnými chybami, je pravděpodobné, že za stabilní napěťovou odezvu materiálu stojí právě formování vrstevných chyb v omezeném počtu aktivních skluzových systémů [160, 169]. U niklových superslitin obecně platí, že dislokace přesekávající γ' precipitáty mají Burgersův vektor typu $a/2 \langle 110 \rangle$, $a/6 \langle 112 \rangle$, $a/3 \langle 112 \rangle$ a svým průchodem přes γ' precipitáty produkují antifázová rozhraní, komplexní vrstevné chyby a vnitřní nebo vnější vrstevné chyby. Obr. 8.1a až 8.1c ukazují vybrané STEM snímky analýzy vrstevných chyb v kubických γ' precipitátech provedené nakláněním folie v TEM. Porovnání snímků pořízených v různých difrakčních podmínkách (viz obr. 8.1d) a použitím podmínky neviditelnosti, kdy parciální dislokace jsou neviditelné pro $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0, \pm 1/3, -2/3, 4/3$ atd. a viditelné pro $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = \pm 1, 2/3, -4/3$ atd., byl identifikován Burgersův vektor \mathbf{b} parciálních dislokací jako $a/3 [\bar{1}\bar{1}2]$ pohybujících se na rovině (111). HAADF snímek (obr.8.1c) potvrzuje, že se v tomto případě jedná o vnitřní vrstvené chyby (z angl. superlattice intrinsic stacking faults). Existuje mnoho dislokačních modelů, které podrobně vysvětlují vznik vrstevných chyb uvnitř γ' precipitátů. Mezi nejznámější patří modely navržené Condatem [170] a Kearem [171]. V Condatově modelu [170] je vrstevná chyba vytvořena přeseknutím γ' precipitátu dislokací $a/2 [110]$, která vytvoří antifázové rozhraní uvnitř γ' precipitátu a následně jsou nukleovány dvě Shockleyho parciální dislokace s Burgersovým vektorem \mathbf{b} $a/6 [112]$ na rozhraní γ/γ' . Kear [171] na základě energie antifázového rozhraní navrhl, že superdislokace $a [110]$ bude disociována na rozhraní γ/γ' na dvě identické superparciální dislokace $a/2 \langle 110 \rangle$, které mohou interagovat v kanálech matrice a vytvořit parciální dislokaci s Burgersovým vektorem $a/2 \langle 112 \rangle$. Superparciální dislokace $a/2 \langle 110 \rangle$ mohou rovněž disociovat na $a/3 \langle 112 \rangle$ superparciální dislokaci a Shockleyho parciální dislokaci $a/6 \langle 112 \rangle$. Pokud je aplikované externí napětí dostatečně vysoké, může superparciální dislokace $a/3 \langle 112 \rangle$ projít γ' precipitátem a zanechá za sebou vrstevnou chybu uvnitř γ' precipitátu a Shockleyho parciální dislokaci $a/6 \langle 112 \rangle$ na rozhraní γ/γ' . Uspořádání vrstevných chyb podél rovin typu {111} vede k snížení energie systému a efektivně přispívá k změkčení materiálu. Na druhou stranu drobné sférické γ' precipitáty přítomné v kanálech matrice představují pro dislokace doplňkové překážky v pohybu. Díky tomu mechanické vlastnosti materiálu při teplotách kolem 900 °C nedegradují tak intenzivně.



Obr. 8.1: Analýza Burgersova vektoru dislokací tvořících vrstevné chyby v kubických γ' precipitátech (a) podmínka g_1 (světlé pole), (b) podmínka g_3 (tmavé pole), (c) podmínka g_4 (světlé pole), (d) mapa kikuchiho linií studované oblasti s indexy rovin a zón a difrakčními vektory g .

Proces cyklického zpevnění, který je možné pozorovat v případě testů termomechanické únavy, je spojen se změnou mechanismu deformace, který je závislý na teplotě. Tepelně aktivované procesy jako šplh a příčný skluz dislokací jsou potlačeny a deformace niklových superslitiny za teplot nižších, než je homologická teplota, probíhá nejčastěji přesekáváním koherentních γ' precipitátů dislokacemi [172, 173]. Rovněž mobilita dislokací je za nižších teplot omezena a obtékání γ' precipitátů kanály γ matrice je energeticky náročnější než za teploty 900 °C. Navíc rychlý nárůst dislokační hustoty v průběhu cyklické deformace je jedním z mechanismů přispívajících k cyklickému zpevnění materiálu. Vybudování složitých konfigurací dislokační struktury (obr. 7.33 a 7.34), kde pohybující se dislokace musí překonávat vnitřní napěťová pole v okolí nakupených dislokací, dislokačních smyček a dislokací lesa, působících jako aditivní překážky a místa pro zakotvení pohyblivých dislokací [14–16], přispívá výraznou měrou ke zpevnění superslitiny MAR-M247.

Na základě experimentálních výsledků a TEM pozorování lze konstatovat, že výše popsané mechanismy cyklického zpevnění/změkčení platí stejně pro nepovlakovaný i povlakovaný materiál s tím rozdílem, že u povlakovaného materiálu jsou hodnoty amplitud napětí pro korespondující amplitudy deformace nižší. Příčinu poklesu lze objasnit nízkým podílem TEBC povlaku na přenosu zatížení. Převážná část deformace je přenášena hlavně superslitinou a zejména vazebný povlak přispívá k vyšší oxidační odolnosti substrátu.

8.2 Cyklické deformační křivky

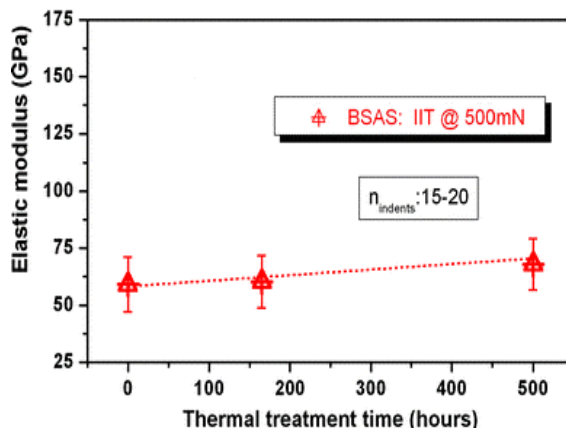
Cyklická deformační křivka je souhrnnou charakteristikou napětově-deformační odezvy materiálu na daný typ cyklického zatěžování. Z tohoto hlediska se vložení prodlev projevilo zřetelným posunem cyklické deformační křivky k vyšším hladinám amplitud plastické deformace (obr. 7.14a). K tomuto posunu přispívá hned několik faktorů; (i) implementace 5minutových prodlev v tahových a tlakových vrcholech hysterezní smyčky vedlo ke zvýšení amplitudy plastické deformace jakožto následek relaxace napětí, jejíž velikost se dá odvodit dle rovnice 7.2. Pro danou amplitudu napětí je tedy amplituda plastické deformace během cyklování s prodlevami vyšší, než je tomu v případě cyklování bez prodlev. Tento nárůst amplitudy plastické deformace je pouze částečně zodpovědný za posun cyklické deformační křivky pozorovaný na obr. 7.14a – viz černá čárkovaná čára [152]; (ii) dalším faktorem je vliv prostředí. Relativně nízký obsah chromu (tabulka 6.1) rozpuštěného v matici superslitiny MAR-M247 je zodpovědný za snížení korozní a oxidační odolnosti superslitiny za zvýšených teplot [125, 174]. Časově závislé procesy se tak mohou v daleko větší míře podílet na degradaci materiálu. Analýza iniciace únavových trhlin provedená na metalografických výbrusech zhotovených podél osy zatěžování ukázala, že četnost trhlin je ve vzorcích cyklovaných bez prodlev poměrně nižší než ve vzorcích cyklovaných s prodlevami – tabulka 7.6. Pozorovaná zvýšená hustota trhlin implikuje zvýšenou homogenitu rozložení plastické deformace na měrné délce zkušebních vzorků zatěžovaných s prodlevami, čímž může opět dojít k posunu cyklické deformační křivky k vyšším hodnotám amplitud plastické deformace [152]. Oxidace povrchu, jmenovitě oxidace hranic dendritických zrn a karbidů, je jedním z hlavních časově závislých degradačních procesů, které usnadňují iniciaci povrchových trhlin [169] a tím homogenizaci distribuce plastické deformace napříč zkušebním tělesem. Následné šíření únavových trhlin během zkoušek s prodlevami může být rovněž akcelerováno působením agresivního prostředí, kdy dochází k oxidaci nově vytvořených povrchů a tím je zabráněno jejich opětovnému spojení. Tento proces může nicméně vést i k opačnému efektu, kdy růst oxidů způsobí otupení čela únavové trhliny a tím sníží faktor intenzity napětí, čímž se šíření únavových trhlin může efektivně zpomalit a pro jejich další šíření je nutno více plastické deformace [175]. To, který vliv převládne, závisí na řadě faktorů, z nichž nejvýznamnější jsou typ testovaného materiálu, teplota zkoušení, rychlost zatěžování a doba prodlev [154, 175–177].

Opačný trend je možné sledovat z dat termomechanické únavy (obr. 7.14b), kdy oba režimy zatěžování vedou k posunu cyklické deformační křivky k vyšším hodnotám amplitudy napětí a nižším hodnotám amplitudy plastické deformace. Posun lze uspokojivě vysvětlit změnou teploty, kdy se snižující se teplotou roste odpor materiálu vůči vnějšímu zatížení a snižuje se jeho plasticita, přičemž výraznější posuv nastává v režimu IP. Homogenita plastické deformace hraje i v tomto případě v odůvodnění napětově deformační odezvy superslitiny MAR-M247 zatěžované v režimu termomechanické únavy důležitou roli. Vyšší četnost trhlin (tabulka 7.6) pozorovaná na vzorcích po zkouškách termomechanické únavy v režimu OP vypovídá o homogennější distribuci plastické deformace. Rovněž lokalizace plastické deformace do snadno deformovatelných struktur (obr. 7.34b) ne nepodobných žebříkům pozorovaných v mědi [7], svědčí o vyšší akomodaci plastické deformace během zatěžování v režimu OP. Příčinu lze částečně nalézt i v rozdílu modulu pružnosti, kdy průměrný modul pružnosti E_{500} zkušebních tyčí, které byly podrobeny testům termomechanické únavy v režimu IP, byl o cca 10 GPa vyšší než u vzorků

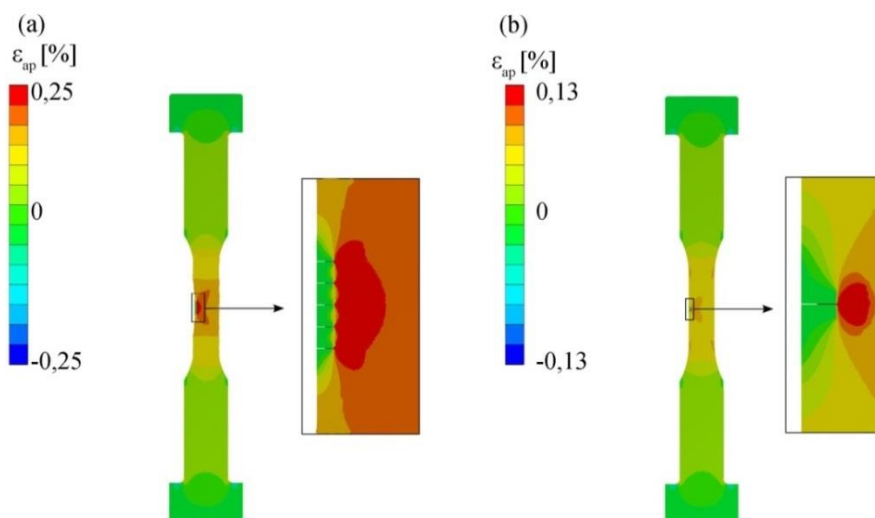
Diskuse výsledků

testovaných v režimu OP (viz tabulka 7.8). E_{900} byl pro oba režimy cyklování přibližně stejný.

Jak je možné vidět z grafů na obr. 7.41 a 7.42, aplikace TEBC povlaku má za následek posun cyklické deformační křivky povlakovaného materiálu ve srovnání s nepovlakovanou superslitinou MAR-M247 k nižším hodnotám amplitudy napětí a vyšším hodnotám amplitudy plastické deformace, a to nezávisle na typu zatěžování. Za tento posun jsou zodpovědné dva faktory. Jedním z nich jsou rozdílné mechanické vlastnosti keramického povlaku a kovového substrátu, kdy prim hraje Youngův modul pružnosti. Cojocar [178] měřil Youngův modul pružnosti TEBC povlaku tvořeného směsí mullitového prášku a BSAS prášku ($\text{BaSrAl}_2\text{Si}_2\text{O}_9$) naneseného metodou APS. Z měření provedených po expozici na teplotě 1300 °C (obr. 8.2) vyplývá, že modul pružnosti BSAS povlaku se s dobou expozice významně nemění a za pokojové teploty jsou jeho hodnoty přibližně 60 – 70 GPa. V případě YSZ povlaků jsou data dostupná v literatuře poměrně nesourodá a modul pružnosti se pohybuje od 2,3 GPa [179] až po 170 GPa [180], kdy stěžejní parametry ovlivňující výsledný modul jsou porozita a optimalizace technologie nástřiku povlaku. Moduly pružnosti pro oba TEBC povlaky studované v této práci jsou uvedeny v tabulce 7.1 a byly stanoveny z odlehčovacích křivek při měření mikrotvrdomosti povlaku. Jak je patrné z tabulky 7.1, jsou moduly pružnosti porézni keramické vrstvy povlaku výrazně nižší než u vazebného povlaku a substrátu. To naznačuje, že pokles amplitudy napětí ve vzorcích s TEBC povlakem může být zapříčiněn nižší napětíovou odezvou materiálu keramické vrstvy povlaku. Navíc, vzhledem k povaze meziatomárních vazeb keramického povlaku, které jsou kovalentní, je nepravděpodobné, že by docházelo během únavového zatěžování k přenosu plastické deformace v této vrstvě povlaku. Očekávanější je štěpné porušení keramické vrstvy povlaku (jak naznačují snímky z lomové plochy na obr. 7.55), které se nejpravděpodobněji uskuteční již v několika prvních cyklech zatěžování [139]. Efektivní nosný průřez materiálu, který se podílí na přenosu zatížení, je tedy nižší než ten, který vyhodnocuje program na základě zadaného celkového průměru vzorku. Proto jsou do grafů 7.41 a 7.42 vyneseny černou čerchovanou čarou korekce cyklických deformačních křivek. Konkrétně se jedná o korekci, kdy amplituda napětí byla vypočtena z průřezu tvořeného pouze substrátem a vazebným povlakem (keramický povlak nebyl zahrnut). Leč i tato korekce cyklické deformační křivky vysvětluje posun cyklické deformační křivky pouze částečně. Vysvětlení posunu cyklických deformačních křivek k vyšším hodnotám amplitudy plastické deformace je možné nalézt v poměrně rovnoměrné distribuci plastické deformace napříč měrnou délkou zkušebních těles. A priority přítomné kapilární trhliny v TEBC povlaku spolu s póry a záhy vytvořenými trhlínami v důsledku mechanického zatěžování na jednu stranu působí jako koncentrátory napětí, které mohou snadno iniciovat šíření únavových trhlín do substrátu, avšak jejich poměrně vysoká četnost a rovnoměrné rozložení po celé délce zkušebního tělesa zabraňuje výrazné lokalizaci plastické deformace a tím je umožněna vyšší akumulace plastické deformace v povlakovaném materiálu. Tato hypotéza je podpořena simulací na obr. 8.3, kdy byla simulována deformací varianta s jednou trhlínou a s pěti trhlínami s konstantní roztečí 500 μm . Hloubka trhliny byla zvolena 500 μm , amplituda celkové deformace byla $\epsilon_a = 0,5 \%$.



Obr. 8.2: Youngův modul pružnosti BSAS povlaku [178].



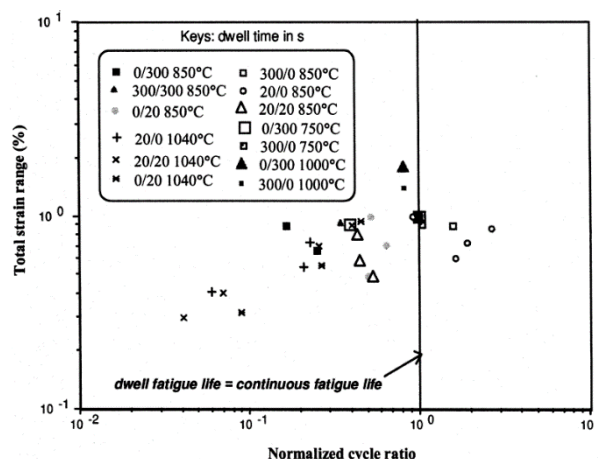
Obr. 8.3: Simulace vlivu četnosti trhlin na velikost akumulované plastické deformace (a) pět trhlin s rozstupem 500 μm (b) jedna trhlina.

8.3 Vliv typu zátěžného cyklu na únavovou životnost

V této dizertační práci byla niklová superslitina MAR-M247 podrobena čtyřem typům zátěžného cyklu. Zkoušky izotermické únavy za teploty 900 °C byly provedeny v základním pilovitém cyklu a v modifikovaném pilovitém zátěžném cyklu, který byl doplněn o 5minutové prodlevy v tahovém a tlakovém vrcholu hysterezní smyčky. Rovněž pro zkoušky termomechanické únavy provedené v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimech IP a OP byl zvolen základní pilovitý cyklus.

8.3.1 Izotermická únava

Goswami [44, 154] ve svých souhrnných studiích vlivu prodlev na únavovou životnost materiálu uvádí, že chování materiálu při vložených prodlevách je ovlivněno řadou faktorů a nelze s určitostí stanovit, jak bude který materiál reagovat. Citlivost materiálu na daný typ prodlev se projeví poklesem životnosti. Necitlivost pak srovnatelnou životností a ojediněle i nárůstem únavové životnosti. Obr. 8.4 zobrazuje mapy citlivosti slitiny MAR-M 002, která je příbuzná superslitině MAR-M247, na různé druhy prodlev. To zda je, či není superslitina MAR-M002 citlivá na daný typ prodlev, je podmíněno teplotou a dobou setrvání na maximální deformaci.



Obr. 8.4: Mapa citlivosti superslitiny MAR-M002 na různé druhy prodlev (total strain range – rozsah amplitudy deformace, normalized cycle ratio – poměr mezi únavovou životností s prodlevami a bez prodlev, dwell fatigue life – únavová životnost s prodlevami, continuous fatigue life – únavová životnost bez prodlev, Keys: dwell time in s – rozklíčování: doba prodlev v sekundách) [44].

Křivky životnosti nepovlakované superslitiny MAR-M247 byly prezentovány v kapitole 7.3.4 v Basquinově a Mansonově-Coffinově reprezentaci a v závislosti amplitudy celkové deformace. Na obr. 7.15a je vidět, že prodlevy vedou k posunu Basquinovy křivky životnosti k nižším životnostem. Lehce opačný trend je nastolen v Mansonově-Coffinově reprezentaci (obr. 7.16a), kdy zatěžování s prodlevami vedlo k zvýšení únavového života s rostoucí délkou zkoušek a pro kratší zkoušky je únavová životnost obou typů zátěžných cyklů za konstantní teploty 900 °C shodná. Rozhodující pro určení citlivosti materiálu na prodlevy se tedy stává křivka únavové životnosti v reprezentaci amplitudy celkové deformace (obr. 7.17a). Z prezentovaných křivek se superslitina MAR-M247 řadí do skupiny materiálu citlivých na prodlevy. Faktory ovlivňující únavovou životnost v případě cyklování s prodlevami se dají shrnout do několika bodů:

- (i) Únavová životnost je určena velikostí amplitudy plastické deformace, kdy její zvýšení v důsledku relaxace napětí přispívá k posunu Mansonovy-Coffinovy křivky (obr. 7.16a) k vyšším životnostem a zároveň stejný faktor způsobuje snížení únavové životnosti v reprezentaci amplitudy napětí vs počet cyklů do lomu (7.15a) a v reprezentaci amplitudy celkové deformace na počtu cyklů do lomu (obr. 7.17a).
- (ii) Pro danou amplitudu plastické deformace je amplituda napětí výrazně snížena, jak je zřejmé z cyklické deformační křivky (obr. 7.14a), čímž dochází k snížení koncentrace napětí na čele trhliny a tak může dojít k prodloužení únavového života v Coffin-Mansonově reprezentaci. Tento faktor je navíc umocněn vyšší homogenitou distribuce plastické deformace (vyšší hustota únavových trhlin na povrchu).
- (iii) Poškození způsobené creepem, které je reprezentováno přítomností kavit (obr. 7.19c) posouvá únavovou životnost k nižšímu počtu cyklů do lomu.
- (iv) Brzká iniciace únavových trhlin v důsledku oxidace povrchu negativně ovlivňuje únavovou životnost. Silně zoxidované skluzové stopy nalezené na povrchu zkušebních těles zatěžovaných s prodlevami a bez prodlev poukázaly na zvýšený význam oxidace a interakce prostředí s cyklickým zatěžováním.

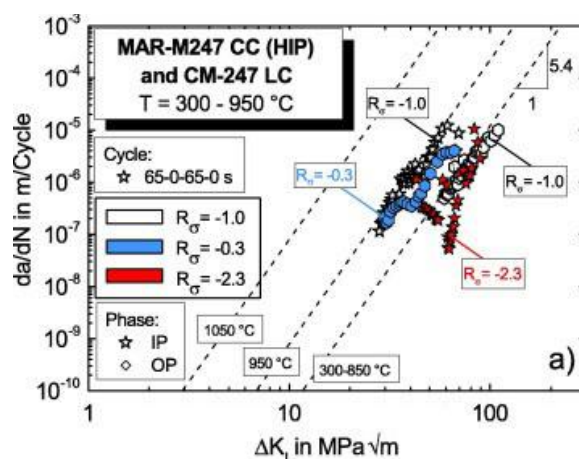
Krátké a vlnité povrchové stopy (obr. 7.22b) jsou podobné těm, které pozoroval Stinville [181] v superlitině René 88DT za teploty 650 °C. Jejich detailní pozorování skluzových stop prokázalo tvorbu pásů bohatých na dislokace v blízkosti dvojčat, které podporují tvorbu oxidických extruzí. Nicméně dvojčata v této práci pozorována nebyla. Původ skluzových stop vysvětluje Mughrabi [182] pomocí rozdílných v mřížkových parametřů γ matrice a γ' precipitátů, které generují v kanálech matrice pnutí. Jistá nespojitost povrchových stop (obr. 7.22) spolu s vysokou hustotou dislokací, které jsou přítomny převážně v kanálech γ matrice [152] nahrává této teorii. Během opakovaného cyklického zatížení je materiál z kanálů matrice vytlačován na povrch (obr. 14a). Extrudovaný materiál kanálů γ matrice rychle oxiduje a vytváří krátké povrchové stopy s vysokým objemem Cr, Al a O. Při dlouhodobější vysokoteplotní expozici dochází k tvorbě termodynamicky méně stabilních oxidů Ni a Co [183]. Krom toho oxidace hranic dendritických zrn, interdendritických oblastí a karbidů, jejíž význam narůstá s dobou vysokoteplotní expozice, je dalším důležitým a často diskutovaným činitelem snižujícím únavovou životnost niklových superslitin [184]. Tememaier [185] studoval interakci únavy, creepu a prostředí na životnost superslitiny Inconel 617. Testy provedené na vzduchu, ve vakuu a v argonu jednoznačně prokázaly, že s rostoucí dobou zkoušek významně roste vliv prostředí na životnost.

Vliv jednotlivých mechanismů degradace a jejich podíl na celkovém poškození je dále diskutován v kapitole 8.5.

8.3.2 Termomechanická únava

Termomechanická únava je způsobena kombinací opakovaného tepelného a mechanického zatížení, kde se jak deformace, tak teplota mění v čase. Tento typ zatížení se může negativně projevit na životnosti součásti, která je často více než o řád nižší než u izotermické únavy při maximální provozní teplotě. V této dizertační práci byla věnována pozornost vlivu IP a OP zátěžných cyklů na únavovou životnost superslitiny MAR-M247. Únavová životnost v grafických závislostech amplitudy napětí, amplitudy plastické deformace a amplitudy celkové deformace na počtu cyklů do lomu byla prezentována v kapitole 7.3.4. V závislosti na fázovém rozdílu mezi mechanickou a teplotní složkou namáhání se může dominantní mechanismus poškození lišit [186, 187]. Studie zaměřené na termomechanickou únavu vysokoteplotních materiálů se shodují v názoru, že cyklování v IP režimu vede k interkrystalickému šíření únavových trhlin, zatímco v režimu OP dominuje transkrystalické šíření únavových trhlin [186–189]. Interkrystalické šíření trhlin v IP testech se obvykle připisuje creepovému poškození na hranicích zrn v důsledku vysokého tahového napětí ve vysokoteplotní části cyklu. Degradací mechanismus převládající v režimu OP je praskání povrchové oxidické vrstvy a obecně vysoké napětí v nízkoteplotní části cyklu. Různé mechanismy poškození pro zkoušky v režimu IP a OP obvykle vedou k různým únavovým životnostem materiálu. Sklon křivek se také může lišit a může dojít k jejich překřížení [62]. Pineau [169] tvrdí, že zkoušky termomechanické únavy v režimu OP jsou nejvíce poškozující s nejnižší životností. Odůvodnění nachází v porušování oxidické vrstvy v tahové (nízkoteplotní) části OP cyklu, kdy skluzové pásy, které se formují za nižší teploty, snadněji pronikají křehkou oxidickou vrstvou na povrchu niklových superslitin, což dokládají i výsledky zkoušek termomechanické únavy superslitiny PWA 1480 [190]. Jak je ovšem patrné z obr. 7.15b, 7.16b a 7.17b je únavová životnost superslitiny MAR-M247 v režimu

OP mírně vyšší než v režimu IP. Stejných výsledků dosáhl Guth [191], který studoval termomechanickou únavu superslitiny MAR-M247LC v režimech IP, OP a obou diamantových cyklech v teplotním rozsahu 100 – 850 °C a rozsahu amplitud mechanické deformace 0,3 % až 0,6 %. Únavová životnost rostla v sekvenci $IP < OP < CD \approx ACD$. Dominantním mechanismem v IP režimu zatěžování je creep a oxidace na hranicích zrn, které vedou ke zrychlenému interkrystalickému šíření trhlin (obr. 7.24e) a tím snížení životnosti v porovnání s OP režimem a to i přes fakt, že v OP režimu dochází k dřívější iniciaci únavových trhlin [191]. Mírně vyšší životnost superslitiny MAR-M247 v OP režimu tedy může být přisouzena rozdílné rychlosti šíření únavové trhliny, související s právě s interkrystalickým či transkrystalickým šířením únavových trhlin. Menší rozteč striací, v přibližně stejné vzdálenosti od povrchu zkušebních těles, byla pozorována na lomových plochách (obr. 7.27) právě pro OP režim zatěžování. Charakterizaci růstu únavových trhlin, mechanismy poškození a vývoj poškození superslitiny MAR-M247 CC (HIP) během termomechanického zatěžování za použití in-situ optické mikroskopie studoval Eckmann a potvrdil vyšší rychlost růstu únavových trhlin v IP režimu (viz obr. 8.6) [192].



Obr. 8.5: Vliv asymetrie cyklu a režimu zatěžování (IP nebo OP) na rychlost šíření únavové trhliny při termomechanickém zatěžování v teplotním rozsahu 300 – 950 °C (cycle – cyklus, phase – režim zatěžování) [192].

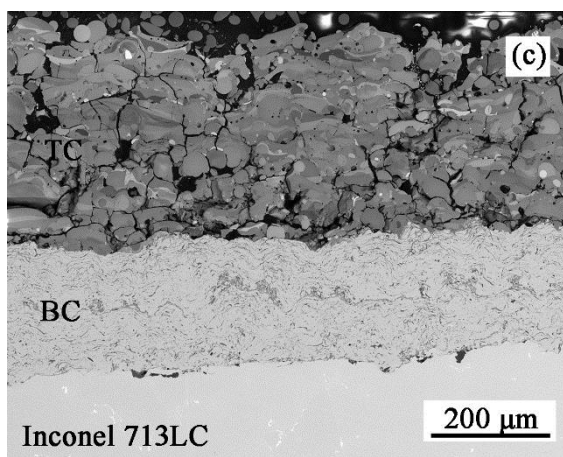
8.4 Vliv TEBC povlaku na únavovou životnost

Význam TBC či TEBC povlaků v průmyslovém sektoru neustále roste a je proto nutné pro jednotlivé povlaky a jejich nosné materiály provádět únavové zkoušky, které budou reprezentovat jejich skutečné zatížení. Z doposud publikovaných studií zabývajících se únavou povlakovaných superslitin [130, 136, 137, 193] není přesně zřejmé, jaký vliv mají tyto povlaky na únavovou životnost.

Křivky únavové životnosti povlakované superslitiny MAR-M247 v reprezentacích amplitudy napětí, amplitudy plastické deformace a amplitudy celkové deformace na počtu cyklů do lomu byly prezentovány v kapitole 7.4.4. kde byly křivky pro jednotlivé režimy zatěžování porovnány s křivkami únavové životnosti nepovlakované superslitiny MAR-M247. V Basquinově reprezentaci (obr. 7.43 a obr. 7.44) mají křivky příslušející povlakovanému materiálu nezávisle na druhu zatěžování několiknásobně nižší životnost než ty reprezentující materiál nepovlakovaný, a to v celém rozsahu testovaných amplitud deformace. Výjimku tvoří pouze IP režim zatěžování, kde se křivky obou testovaných materiálů kříží v oblasti nejvyšších

životností. V opačném gardu jsou křivky v Mansonově-Coffinově reprezentaci (obr. 7.45 a obr. 7.46), kdy životnost povlakované superslitiny je nepatrně vyšší pro všechny typy zatěžování. Rozhodující pro stanovení vlivu na únavovou životnost jsou tedy křivky životnosti v reprezentaci amplitudy celkové respektive mechanické deformace (obr. 7.47 a obr. 7.48).

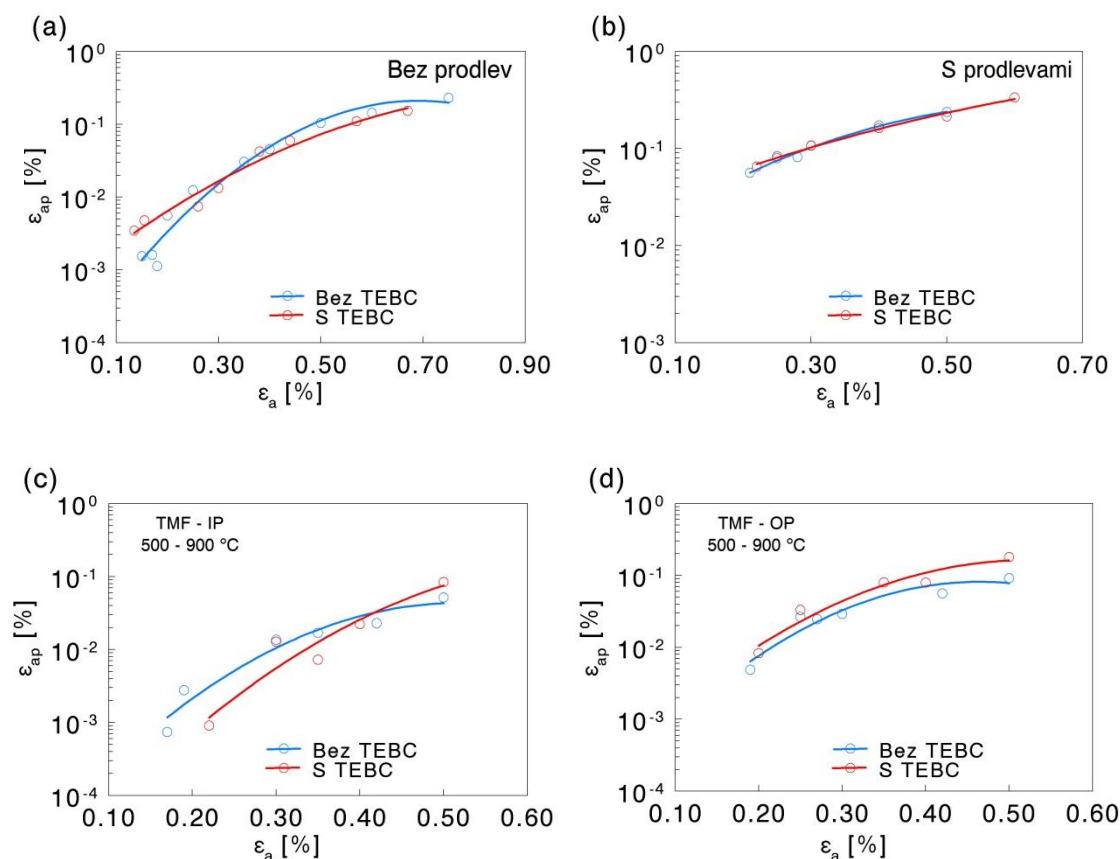
Degradace TBC povlaků během vysokoteplotních únavových zkoušek se projevuje tvorbou TGO (obr. 7.54), delaminací jednotlivých vrstev povlaku (obr. 7.49) a tvorbou trhlin (obr. 7.49 a obr. 7.50). Delaminace TEBC povlaku, která byla ukázána v této práci byla pouze z části způsobena přítomností TGO. Z valné většiny byla delaminace důsledkem finálního dolomu zkušebního tělesa. Přesto je delaminace TBC povlaků často spojována s růstem TGO, které v blízkosti rozhraní keramického povlaku a vazebného povlaku generují velká pnutí [194]. Čím je vrstva TGO tlustší tím je její vliv na delaminaci a potažmo i únavovou životnost významnější [137]. Kyslík potřebný pro tvorbu TGO se na rozhraní dostává póry a kapilárními trhlínami, které jsou a priority přítomné v keramickém povlaku. Cyklickou deformací dochází velmi záhy k tvorbě nových trhlin a tím je přenos kyslíku urychlen. Navíc tyto trhliny mohou akcelarovat iniciaci únavových trhlin do substrátu a tím snížit únavovou životnost studovaného materiálu. TBC povlaky na bázi YSZ vykazují i přes velmi dobře zvládnutý proces výroby řadu trhlin, které jsou přítomny již v panenském materiálu (obr. 7.2c). Zdrojem iniciace řady únavových trhlin jsou právě defekty, které jsou přítomny v YSZ [139]. Zkoušky nízkocyklové únavy za konstantní teploty provedené Obrtlíkem [130] srovnávají únavovou životnost superslitiny IN 713LC bez TBC povlaku a s YSZ povlakem. Výsledky v Basquinově reprezentaci plně korespondují s daty uvedenými v této práci. Vliv YSZ povlaku v Mansonově-Coffinově reprezentaci byl nulový. Jak bylo zmíněno v teoretické části této práce, je snaha povlaky na bázi YSZ nahradit povlaky, které budou odolávat tzv. CMAS poškození. Jistou alternativu nabízejí povlaky, které jsou svým složením blízké eutektickému složení [193, 195]. Ovšem během tepelného zpracování deponovaného $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-ZrO}_2$ povlaku, které je nutné ke stabilizaci struktury, snížení vnitřních pnutí v povlaku a zamezení změn v objemu povlaku v důsledku fázové transformační keramické fáze, došlo k poměrně výraznému praskání keramické izolační vrstvy povlaku (obr. 8.6), čímž se tento typ povlaku navzdory svému mírně pozitivnímu vlivu na únavovou životnost stal bez dalšího studia zaměřeného na odstranění těchto vlivů v průmyslové praxi prozatím nepoužitelným.



Obr. 8.6: Trhliny v $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-ZrO}_2$ povlaku po tepelném zpracování, které vznikly v důsledku relaxace vnitřních pnutí (TC – top coat – keramický povlak, BC – bond coat – vazebný povlak) [193].

Diskuse výsledků

Samotný proces výroby TBC a TEBC povlaků spolu s chemickou heterogenitou jednotlivých strukturních součástí keramických vrstev povlaků vnáší do povlaku značná vnitřní pnutí. Z pohledu únavy materiálu jsou vhodná tlaková povrchová pnutí, která prodlužují čas potřebný k iniciaci únavových trhlin. Kokini [196] prokázal, že relaxace napětí, ke kterému dochází v YSZ povlaku během vysokoteplotní expozice anuluje tlaková pnutí přítomná v povlaku a během ochlazování dochází k vývoji tahových pnutí. V případě povlaku tvořeného mullitem nedochází k relaxaci napětí a je tedy možné, aby TEBC povlaky s touto fází ve srovnání s jinými TBC či TEBC povlaky efektivně zvyšovaly dobu, která je nutná k iniciaci únavových trhlin a tím zvýšily únavovou životnost povlakovaného materiálu.



Obr. 8.7 Závislost velikosti plastické deformace na amplitudě celkové, respektive mechanické deformace (a) izotermická únava bez prodlev, (b) izotermická únava s prodlevami, (c) termomechanická únava v režimu IP, (d) termomechanická únava v režimu OP.

Vliv TEBC povlaku na únavovou životnost pro jednotlivé režimy zatěžování není zcela jednoznačný a v některých případech dochází ke křížení křivek únavové životnosti (obr. 7.47 a obr. 7.48). Na obr. 8.7 je ukázána závislost amplitudy plastické deformace na amplitudě celkové deformace, která může přispět k vysvětlení tohoto chování. V případě nízkocyklové únavy je amplituda plastické deformace determinujícím činitelem únavového života. Vyšší hodnoty amplitudy plastické deformace poměrně věrně sekundují výsledkům prezentovaných v reprezentaci celkové deformace vs. počet cyklů do lomu s jedinou výjimkou a to pro režim cyklování s prodlevami. Zde jsou hodnoty amplitudy plastické deformace pro dané hodnoty amplitudy celkové deformace shodné (obr. 8.7b) a přesto je únavová životnost pro povlakovanou superslitinu výrazně vyšší. V případě cyklování

s prodlevami se vložením 5minutových prodlev do tahového a tlakového vrcholu hysterezní smyčky prodloužila doba jednoho zátěžného cyklu z několika sekund na více jak 10 minut. Superslitina MAR-M247 byla vystavena výrazně vyššímu oxidačnímu působení okolní atmosféry a vzhledem k velmi špatné oxidační a korozní odolnosti této superslitiny [125] lze zvýšení životnosti, které je pozorované na obr. 7.47b přisoudit právě ochrannému účinku TEBC povlaku, který brání oxidaci povrchu superslitiny.

8.5 Analýza poškození prodlevami

Synergické působení několika degradačních mechanismů během cyklického namáhání s vloženými prodlevami za zvýšených teplot lze rozdělit na jednotlivé složky poškození, jmenovitě na složku únavovou, creepovou a interakční složku a stanovit jejich podíl na celkovém poškození. Experimentální data získaná ze zkoušek izotermické únavy s 5minutovými prodlevami v tahu a tlaku byla podrobena analýze poškození jednotlivých degradačních mechanismů pomocí zobecněného pravidla kumulace poškození:

$$\frac{N_f(\varepsilon_{apef})}{n_f(\varepsilon_{apef})} + \sum_n \sum_i \frac{(t_{ni+1} - t_{ni})}{t_r} + \left[\frac{H_{cr}}{K_{peff}} \right]^{-\frac{1}{\beta}} \frac{2(\Delta\varepsilon_a)^{\frac{2}{\beta}+1}}{\dot{\varepsilon}^{1-\frac{q}{\beta}}} + D_{(tdi)} = 1 \quad (8.1)$$

kde první člen rovnice (8.1) představuje podíl únavového poškození během zkoušek izotermické únavy s prodlevami. K vyhodnocení bylo použito Palmgren-Minerovo kumulativní pravidlo poškození, kde N_f reprezentuje skutečný počet cyklů do lomu během zkoušek izotermické únavy s prodlevami a n_f odpovídá vypočtenému počtu cyklů do lomu pro stejnou hodnotu efektivní amplitudy plastické deformace ε_{apef} , která je stanovena následovně:

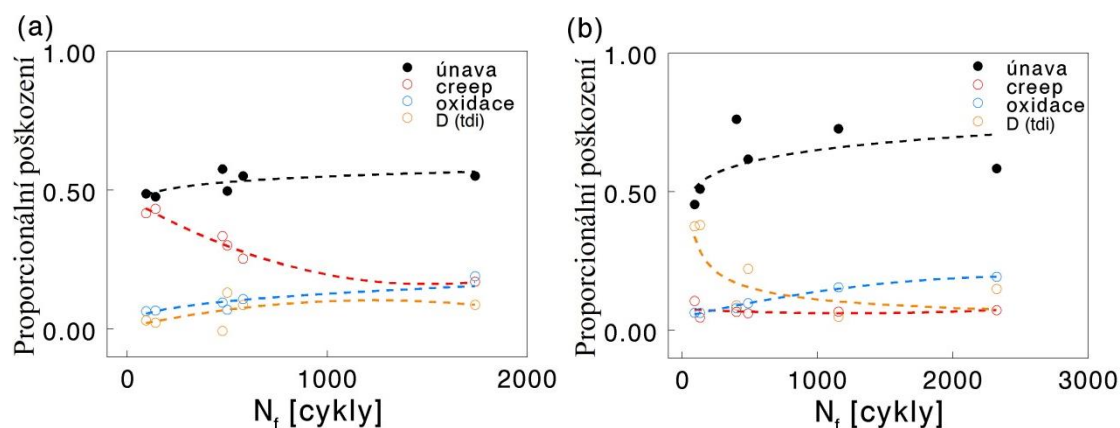
$$\varepsilon_{apef} = (4\varepsilon_{ap} - \varepsilon_{prt} - \varepsilon_{prk}) \quad (8.2)$$

kde ε_{ap} je celková amplituda plastické deformace získána z šířky hysterezní smyčky pro zkoušky izotermické únavy s prodlevami (obr. 6.2 – šířka červené hysterezní smyčky) a ε_{prt} a ε_{prk} jsou odvozené z rovnice (7.2). Poměrně vysoký rozptyl Youngova modulu pružnosti individuálních zkušebních těles neumožnil využít k výpočtu n_f amplitudu celkové deformace, proto byla do výpočtu n_f použita amplituda plastické deformace. Pro samotný výpočet n_f bylo využito parametrů získaných proložení experimentálních dat z izotermických zkoušek bez prodlev Mansonovou-Coffinovou závislostí. Druhá část rovnice (8.1) představuje příspěvek creepového poškození. Souhrnné creepové poškození bylo získáno z křivek průběhu relaxace napětí (obr. 7.13) pro každý cyklus zvlášť a použitím Larsonova-Milerova parametru ekvivalence teploty a času P_{LM} . Časový interval mezi jednotlivými body $t_{ni+1} - t_{ni}$ (z relaxační křivky) pro n -tý cyklus byl 0,01 s. Doba do lomu t_r je funkcí napětí $((\sigma_{ni+1} + \sigma_{ni})/2)$. Parametr P_{LM} byl získán z 23 creepových zkoušek provedených v intervalu 172 – 1103 MPa v teplotním rozsahu 800 – 1000 °C. Výsledné časy do porušení byly od 2,19 do 45970 hodin [197, 198]. V této analýze byl pro stanovení poškození oxidací použit model, který navrhli Neu a Sehitoglu [187], kde H_{cr} je konstanta spojená s kritickou tloušťkou oxidické vrstvy, β je exponent rychlosti oxidace, q je exponent citlivosti na rychlost deformace, K_{peff} je konstanta efektivní oxidace. Parametry pro výpočet poškození oxidací pochází z práce provedené Sehitogluem [57]. K poškození oxidací dochází pouze v případě, kdy napětí přesáhne prahovou hodnotu nutnou k popraskání oxidu. Poslední člen rovnice $D_{(tdi)}$ reprezentuje

Diskuse výsledků

časově závislé procesy interakce únavy, creepu a prostředí. Doposud nebyl nalezen žádný vhodný matematický model [199], který by vhodně reprezentoval interakční složku $D_{(tdi)}$. Proto je v této práci interakční složka $D_{(tdi)}$ vypočítána jako zbytkové poškození.

Obr. 8.8a ukazuje výsledky analýzy poškození po zkouškách izotermické únavy s prodlevami v reprezentaci proporcionálního poškození na počtu cyklů do lomu N_f . Únavové poškození, vypočtené z prvního členu v rovnici 8.1 zůstává v rámci statistického rozptylu téměř konstantní a jeho podíl je vždy vyšší než 50 %. Frakce creepového poškození je v rozmezí 17 % až 40 % a výrazně přispívá k celkovému poškození během krátkodobých zkoušek a s rostoucí délkou zkoušek je patrný pokles creepového poškození. Opačný trend je možné sledovat v případě poškození prostředím (oxidace) a v interakčním členu poškození. Oba tyto členy zastávají minoritní podíl na celkovém poškození a nepřesahují 18 %. Stejně analýze byly podrobeny výsledky získané ze zkoušek izotermické únavy v asymetrickém cyklu s 10minutovými prodlevami v tahovém vrcholu hysterezní smyčky [152]. Výsledky je možné najít na obr. 8.8b. Únavové poškození u 5 z 6 vzorků je nad 50 % a rovněž oxidační poškození koresponduje trendu na obr. 8.8a. Příspěvek creepového poškození je však značně snížen a maximální hodnota dosahuje 10 %. Adekvátně tomu je podíl interakčních procesů $D_{(tdi)}$ vyšší a výrazně přispívá k poškození především během krátkodobých zkoušek.



Obr. 8.8 Analýza poškození superslitiny po zkouškách izotermické únavy s prodlevami za teploty 900 °C (a) symetrický cyklus s 5minutovými prodlevami v tahu i tlaku, (b) asymetrický cyklus s 10minutovými prodlevami v tahu.

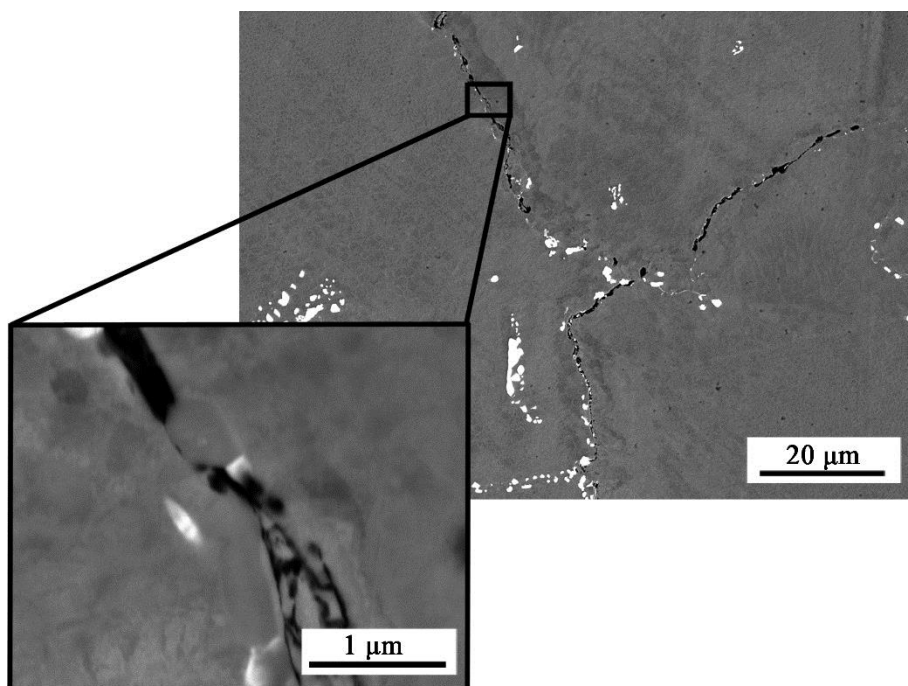
Na obr. 8.9 je ukázáno kavitační poškození, které bylo pozorováno v superslitině MAR-M247 během zkoušek izotermické únavy s 10minutovými prodlevami v tahu [152]. Z uvedené analýzy izotermických zkoušek s 5minutovými prodlevami vyplývá, že poškození creepem hraje daleko významnější roli v degradaci materiálu než je tomu v případě asymetrického zatěžování s 10minutovými prodlevami v tahu. Dalo by se tedy očekávat, že hranice dendritických zrn a interdendritické oblasti budou posety kavitami. Jak ukazuje obr. 7.19, nic není vzdálenější pravdě než toto očekávání. Hranice zrn po zkouškách izotermické únavy s prodlevami jsou téměř prosty kavit. Vysvětlení lze nalézt v reverzibilitě creepového poškození. Tvorba kavit pohybem vakancí je jak chemicky tak i mechanicky řízený proces [200]. Tok vakancí a substitučních atomů je řízen chemickým potenciálem, jak uvádí Fickův zákon a jeho směr během izotermických zkoušek za teploty 900 °C lze považovat za neměnný. Proto je možné, že se po dostatečně dlouhé době objeví v materiálu kavity vytvořené

Diskuse výsledků

kondenzací vakancí. Naproti tomu napět'ově indukovaný tok atomů a vakancí směrem k hranicím dendritických zrn je popsán vztahem [201]:

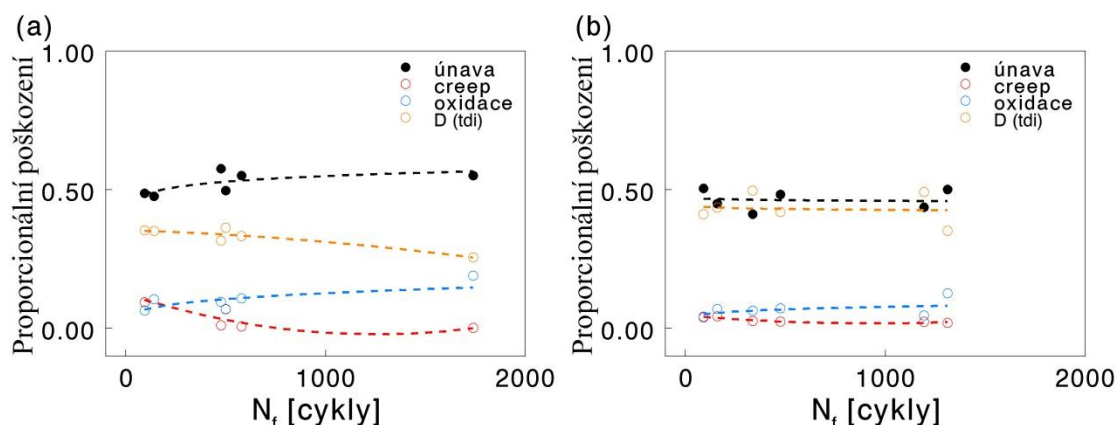
$$J_B = \frac{D_B}{kT} \text{grad } \sigma \quad (8.3)$$

kde D_B je koeficient difúze na hranici zrn, k je Boltzmannova konstanta, T je teplota a $\text{grad } \sigma$ je gradient napětí. Z rovnice 8.3 vyplývá, že tok vakancí a substitučních atomů je reverzibilní a tvorba kavit tak může být v případě symetrického zatěžování s prodlevami potlačena. Výše zmíněné okolnosti spolu s mikrostrukturním pozorováním (obr. 7.19 a obr. 8.9) naznačují, že analýza poškození uvedená na obr. 8.8a by měla být korigována. Namísto sumarizace tahové a tlakové složky creepového poškození je pro analýzu poškození symetrického zátěžného cyklu adekvátnější brát v úvahu rozdíl těchto složek. Takto vypočtené creepové poškození je ve všech vzorcích nižší než 5 % (obr. 8.10a). Tato hodnota mnohem věrněji koresponduje s pozorováním v této práci. Analogicky byla provedena analýza poškození pro povlakovanou superslitinu (obr. 8.10b). Výsledky analýzy ukazují, že dominantním poškozením je opět únava, která reprezentuje přibližně 50 % poškození nezávisle na době zkoušky. Creepová složka je opět velmi nízká a nepřesahuje hranici 5 %. Vzhledem k chybějícím údajům o oxidaci TEBC povlaku bylo předpokládáno, že oxidační poškození bude o třetinu nižší než je tomu v případě nepovlakované superslitiny. Tím vzrostl podíl interakčního členu, který se nyní téměř vyrovnává složce únavového poškození. Hodnoty podílu interakčních procesů jsou v rozmezí 35 % až 49 %.



Obr. 8.9 Kavity podél hranic dendritických zrn přibližně 1 mm od povrchu vzorku ($\epsilon_a = 0,24$ %). Detailní pohled ukazuje spojení jednotlivých kavit trhlinami [152].

Diskuse výsledků



Obr. 8.10: Analýza poškození po zkouškách izotermické únavy s prodlevami za teploty 900 °C (a) nepovlakovaná superslitina MAR-M247, (b) povlakovaná superslitina MAR-M247.

8.6 Analýza poškození při termomechanické únavě

Podobně jako v případě izotermické únavy s prodlevami i v případě termomechanického zatěžování dochází k vzájemné interakci několika různých mechanismů poškození. Pro zjednodušení popisu se vychází ze tří primárních zdrojů poškození: únava, oxidace a creep [56] z nichž vždy jeden dominuje nad ostatními. Socie [202] sestavil poměrně přesný model, kde sumací jednotlivých typů poškození (rovnice 8.4) můžeme získat odhad celkové únavové životnosti v případě termomechanického zatěžování:

$$\frac{1}{n_f} = \frac{1}{N_{únava}} + \frac{1}{N_{creep}} + \frac{1}{N_{oxidace}} \quad (8.4)$$

Únavové poškození se projevuje iniciací povrchových trhlin a jejich následným šířením napříč materiálem, kdy samotný proces únavového poškození je řízen cyklickou plastickou deformací. Poškození únavou bude dominantním mechanismem poškození při vysokých amplitudách a rychlostech deformace a zároveň při nízkých teplotách. Samotné poškození v tomto modelu je definováno rovnicí (2.5). Dosazené parametry nízkocyklové únavové životnosti pro zkoušky termomechanické únavy jsou uvedeny v tabulkách 7.5 a 7.10.

Poškození creepem je v podstatě difuzně řízený proces, který je významně závislý na teplotě a čase. Velikost creepového poškození je dáno aktuální hodnotou napětí, které je závislé na aktuální teplotě a rychlosti deformace a je definováno následovně:

$$\frac{1}{N_{creep}} = \int_0^{t_c} A_{cr} \Phi^{cr} \exp\left(\frac{\Delta H^{cr}}{RT}\right) \left(\frac{\alpha_1 \bar{\sigma} + \alpha_2 \sigma_h}{K}\right)^m \quad (8.5)$$

kde ΔH^{cr} je aktivační energie pro creep, A_{cr} je creepová konstanta, m exponent creepového napětí, α_1 konstanta stabilního napětí při creepu, α_2 konstanta hydrostatického tlaku při creepu, K vlečné creepové napětí, která souvisí s pevností materiálu a definuje přechod mezi creepovou deformací a cyklickou plastickou deformací a Φ^{cr} fázový faktor creepu zohledňující IP a OP režim zatěžování.

Diskuse výsledků

K poškození oxidací může docházet ve formě tenkého oxidického filmu (obr. 7.20b) případně ve formě oxidických intruzí nebo extruzí (obr. 7.23), k jejichž tvorbě bude docházet snadněji za vyšších teplot. Při mechanickém namáhání dochází k praskání oxidické vrstvy a obnažení nových povrchů, které mohou opětovně zoxidovat, a během následného cyklu se proces opakuje. Oxidační poškození ve formě jak ji navrhl Neu [187] je funkcí deformace, rychlosti deformace a teploty a je definováno následující rovnicí:

$$\frac{1}{N_{oxidace}} = \left[\frac{H_{cr}}{\Phi_{ox} K_{peff}} \right]^{-\frac{1}{\beta}} \frac{2(\Delta\varepsilon_a)^{\frac{2}{\beta}+1}}{\dot{\varepsilon}^{1-\frac{q}{\beta}}} \quad (8.6)$$

kde Φ_{ox} je fázový faktor, který zohledňuje typ praskání oxidů, ke kterému dochází buď v IP, nebo OP režimu (viz obr. 2.15). Zbylé parametry z rovnice 8.6 jsou shodné s parametry třetího členu rovnice 8.1.

Výsledky z analýzy poškození s odhadem životnosti při termomechanickém namáhání povlakované a nepovlakované superslitiny MAR-M247 jsou shrnuty v tabulkách 8.1 a 8.2. V případě nepovlakované superslitiny lze konstatovat, že model lehce přeceňuje únavovou životnost superslitiny MAR-M247 v režimu OP pro amplitudy mechanické deformace vyšší než 0,30 % a je poněkud konzervativní pro nižší amplitudy. V režimu IP je tomu přesně opačně, model předpokládá vyšší životnost pro nejnižší dvě amplitudy mechanické deformace. Pro amplitudu mechanické deformace $\varepsilon_{amech} \geq 0,3$ % je model poměrně konzervativní. Dominantním poškozením nezávisle na režimu zatěžování je únava, která má, v 90 % případů, více jak 50% podíl na poškození. Druhým je v případě IP režimu zatěžování creep a oxidační poškození je poměrně bezvýznamné. Opačně je tomu v případě OP režimu zatěžování, kdy oxidační poškození je druhým nejdůležitějším degradačním mechanismem a creepové poškození je zanedbatelné. Srovnatelných výsledků u superslitiny MAR-M247 bylo dosaženo Sehitogluem [57] případně u superslitiny IN 738LC, kterou ve své práci použil Socie [202]. Data z analýzy povlakované superslitiny jsou první svého druhu a nelze je porovnat s žádnými dostupnými literárními zdroji. Únavová životnost vypočtená pomocí tohoto modelu poměrně dobře koresponduje s únavovou životností povlakované superslitiny zatěžované v IP režimu. Model však hrubě přeceňuje životnost v režimu OP v oblasti vysokých amplitud mechanické deformace a naopak ji podceňuje při deformacích menších než 0,25 % (viz tabulka 8.2).

Diskuse výsledků

Tabulka 8.1: Výsledky odhadu životnosti a analýza poškození únavou, oxidací a creepem nepovlakované superslitiny MAR-M247 po zkouškách termomechanické únavy v režimech IP a OP v teplotním intervalu 500 – 900 °C.

Poznámka	ϵ_{amech} [%]	N_f [-]*	n_f [-]*	$N_{únava}$ [-]	$N_{oxidace}$ [-]	N_{creep} [-]
IP	0,50	86	62	94	14700	186
	0,42	144	98	171	40557	230
	0,35	349	201	343	144791	490
	0,30	767	521	648	530177	2670
	0,19	2400	3813	5054	$1,65 \times 10^8$	15520
	0,17	4998	7389	8497	$1,28 \times 10^9$	56674
OP	0,50	128	161	185	1231	1535886
	0,42	273	274	323	1695	21414300
	0,30	413	839	1145	3140	$5,04 \times 10^9$
	0,27	1326	1214	1781	3810	1×10^{10}
	0,25	1941	1588	2489	4387	1×10^{10}
	0,19	3789	3661	8724	7055	1×10^{10}

* N_f naměřený počet cyklů do lomu, n_f vypočítaný počet cyklů do lomu z rovnice (8.4).

Diskuse výsledků

Tabulka 8.2: Výsledky odhadu životnosti a analýza poškození únavou, oxidací a creepem povlakované superslitiny MAR-M247 po zkouškách termomechanické únavy v režimech IP a OP v teplotním intervalu 500 – 900 °C.

Poznámka	ϵ_{amech} [%]	N_f [-]*	n_f [-]*	$N_{únava}$ [-]	$N_{oxidace}$ [-]	N_{creep} [-]
IP	0,50	55	69	87	22050	186
	0,40	159	173	234	83511	259
	0,35	652	456	478	210476	490
	0,30	1143	1234	1192	630177	2670
	0,22	5221	4321	8766	21564952	5474
OP	0,50	41	116	127	1231	1535886
	0,40	156	216	245	1853	48573530
	0,35	396	322	373	2367	$5,13 \times 10^8$
	0,25	1214	939	1195	4387	1×10^{10}
	0,20	2253	1836	2561	6604	1×10^{10}

* N_f naměřený počet cyklů do lomu, n_f vypočítaný počet cyklů do lomu z rovnice (8.4).

9 Závěry

Na základě dosažených výsledků uvedených v této dizertační práci zabývající se vlivem tepelných a environmentálních bariér na izotermickou únavu při teplotě 900 °C a termomechanickou únavu v teplotním intervalu 500 – 900 °C niklové superslitiny MAR-M247 lze formulovat následující shrnutí a závěry:

- **Mikrostruktura**
 - MAR-M247 – Niklová superslitina byla tvořena hrubými dendritickými zrny s průměrnou velikostí 2,1 mm. Navzdory izostatickému lisování za tepla, kdy bylo dosaženo výrazného snížení licích defektů, byly ve zkušebních tělesech nalezeny licí defekty s velikostí do 200 μm. Podél hranic dendritických zrn a také v mezidendritických prostorách byly přítomny karbidy. Mikrostruktura materiálu byla tvořena maticí γ a zpevňujícími precipitáty γ' . Morfologie a velikost γ' precipitátů je trojího druhu. Okraje dendritických větví jsou lemovány oblastmi s hrubými γ' precipitáty s velikostí v jednotkách μm a jasně ohraničují oblasti s kubickými γ' precipitáty s průměrnou délkou hrany 460 nm. V řečišti γ matrice byly dispergovány jemné sférické γ' precipitáty s velikostí přibližně 50 nm.
 - TEBC povlaky – Na zkušební tyče byly deponovány a následně otestovány 2 typy TEBC povlaku. Pro zkoušky izotermické nízkocyklové únavy byl zvolen systém tvořený vazebním CoNiCrAlY povlakem, na který byly následně nanášeny dvě vrstvy keramického povlaku. První vrstva povlaku byla YSZ. Svrchní vrstvu keramického povlaku tvořila experimentální směs mullitu ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) a hexacelsianu ($\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$). Pro zkoušky termomechanické únavy byl svrchní keramický povlak tvořen směsí mullitu ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$), spinelu (MgAl_2O_4) a BaCO_3 . Mikrostruktura po APS depozici vykazuje typickou splatovou morfologii.
- **Křivky zpevnění/změkčení** – Zkoušky izotermické únavy s prodlevami povlakovaného i nepovlakovaného materiálu ukazují cyklické změkčení v celém rozsahu testovaných amplitud celkové deformace. U zkoušek bez prodlev bylo cyklické změkčení pozorováno pouze v oblasti vysokých a středních amplitud celkové deformace a v oblasti nízkých amplitud byla pozorována stabilní napěťová odezva superslitiny MAR-M247. Oba režimy termomechanické únavy byly charakteristické cyklickým zpevněním pro vysoké a střední hodnoty amplitud celkové deformace a stabilní napěťovou odezvou pro nízké hodnoty amplitudy celkové deformace.
- **Cyklické deformační křivky** – V závislosti na typu zatěžování byla cyklická deformační křivka nepovlakované superslitiny posunuta v relaci ke křivce reprezentující data z izotermických zkoušek bez prodlev k vyšším (zkoušky s prodlevou) případně nižším (termomechanické zkoušky) hodnotám amplitud plastické deformace. Aplikace TEBC povlaku vedla vždy k posunu cyklické deformační křivky k vyšším hodnotám amplitud plastické deformace a nižším hodnotám amplitud napětí.
- **Vliv zátěžného cyklu na únavovou životnost**
 - Basquinova reprezentace křivek únavové životnosti – Negativní vliv na únavovou životnost v této reprezentaci mají jak vložené prodlevy, tak i cyklování v režimu IP termomechanické únavy. Únavová životnost v režimu OP v teplotním intervalu

Závěry

500 – 900 °C je v rámci statistického rozptylu srovnatelná s únavovou životností materiálu zatěžovaného při konstantní teplotě 900 °C bez prodlev.

- Mansonova-Coffinova reprezentace křivek únavové životnosti – Křivka únavové životnosti pro zkoušky izotermické únavy s prodlevami je posunutá vzhledem ke křivce reprezentující zatěžování bez prodlev k vyšším životnostem. Cyklování v obou režimech termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C vedlo ke snížení únavové životnosti v porovnání s cyklickým zatěžováním bez prodlev na teplotě 900 °C.
- Křivky životnosti v reprezentaci celkové deformace – Zavedení prodlev při izotermické únavě při teplotě 900 °C stejně jako oba režimy IP a OP termomechanického cyklického zatěžování v teplotním intervalu 500 – 900 °C měly za následek snížení únavové životnosti v relaci k základním zkouškám izotermické nízkocyklové únavy bez prodlev za teplotě 900 °C.
- ***Vliv TEBC na únavovou životnost***
 - Basquinova reprezentace křivek únavové životnosti – Aplikace TEBC povlaku měla v této reprezentaci vždy, nezávisle na typech zatěžování sledovaných v této práci, negativní vliv na únavovou životnost a to v celém rozsahu testovaných amplitud deformace.
 - Mansonova-Coffinova reprezentace křivek únavové životnosti – V této reprezentaci měl deponovaný TEBC povlak vždy pozitivní efekt na únavovou životnost.
 - Křivky životnosti v reprezentaci celkové deformace – Nejmarkantnější přínos TEBC povlaku byl zaznamenán pro zkoušky izotermické únavy s prodlevami. Menší zvýšení únavové životnosti v celém rozsahu testovaných amplitud nastalo u izotermických zkoušek bez prodlev. Křivky únavové životnosti pro termomechanické zatěžování v obou režimech vykazují přechodové chování, kdy negativní vliv TEBC na únavovou životnost superslitiny MAR-M247 při vysokých amplitudách deformace je nahrazen pozitivním vlivem při dlouhodobějších testech.
- ***Iniciace a šíření únavových trhlin***
 - Nepovlakovaná superslitina MAR-M247 – Preferenčním místem iniciace únavových trhlin v případě izotermického cyklování při teplotě 900 °C byly zoxidované karbidy, interdendritické oblasti, hranice zrn a v menší míře slévárenské defekty uvnitř materiálu. Šíření únavových trhlin bylo převážně transkrystalického charakteru. V případě termomechanického namáhání v teplotním intervalu 500 – 900 °C byly dominantním místem nukleace únavových trhlin karbidy a interdendritické prostory. Šíření únavových trhlin bylo smíšeného charakteru, kdy v režimu OP převládalo transkrystalické šíření a v režimu IP naopak interkrystalické šíření únavových trhlin.
 - Povlakovaná superslitina MAR-M247 – Preferenčním místem iniciace únavových trhlin nezávisle na režimu zatěžování byl povrch povlakovaných zkušebních tyčí. Iniciace únavových trhlin z rozhraní jednotlivých vrstev povlaku případně rozhraní vazebného povlaku s niklovou superslitinou a rovněž z ukotvených Al₂O₃ částice byla velmi častá. Šíření trhlin v povlaku bylo převážně kolmé na osu zatěžování. Šíření únavových trhlin v substrátu se svým charakterem nelišilo od šíření únavových trhlin v nepovlakované superslitině MAR-M247.

- **Degradační mechanismy**

- Únava s prodlevami – Analýza degračních mechanismů uplatňujících se během zkoušek izotermické únavy s prodlevami za teploty 900°C odhalila, že dominantním mechanismem je únava materiálu, která je následována interakčním členem $D_{(td)}$. S rostoucí dobou roste vliv prostředí a klesá vliv creepové složky poškození.
- Termomechanická únava – Dominantním mechanismem poškození v obou režimech termomechanické únavy je únava materiálu. Dále dle typu zátěžného cyklu následuje creepová složka poškození v případě IP režimu cyklování, či oxidační složka poškození pro OP režim zatěžování. Vliv třetího z degračních mechanismů (creep pro IP a oxidace pro OP) je pro jednotlivé režimy zanedbatelný.

10 Seznam použité literatury

- [1] POLÁK, J. *Cyclic Plasticity and Low Cycle Fatigue Life of Metals*. 1st Ed., Amsterdam: Elsevier, 1991. Vol.63, 316 p. ISBN 0-444-98839-4.
- [2] KLESNIL, M. *Fatigue of Metallic Materials*. 2nd Ed. Amsterdam: Elsevier, 1992. 270 p. ISBN 0-444-98723-1.
- [3] KLESNIL, M. a P. LUKÁŠ. *Únava kovových materiálů při mechanickém namáhání*. 1. vyd. Praha: Academia, 1975. 222 s.
- [4] MAN, J., K. OBRTLÍK a J. POLÁK. Extrusions and Intrusions in Fatigued Metals. Part 1. State of the Art and History. *Philosophical Magazine*. 2009, vol. 89, no. 16, pp. 1295–1336.
- [5] PANTĚLEJEV, L. *Gigacyklová únava*, [online], Brno: VUT-FSI, 2013 [cit. 17. 3. 2016]. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/opory/gu/Index.html>.
- [6] LAUSCHMANN, H. *Mezní stavy I : Únava materiálu*. 2. přeprac. vyd. Praha: Nakladatelství ČVUT, 2007. 71 s. ISBN 978-80-01-03671-6.
- [7] POLÁK, J. Cyclic Deformation, Crack Initiation and Low-Cycle Fatigue. In: *Comprehensive Structural Integrity*. Oxford: Elsevier, 2003, pp. 1–39.
- [8] ASKELAND, D. R. *The Science and Engineering of Materials*. 2nd Ed. London: London : Chapman and Hall, 1990.
- [9] POLÁK, J., R. PETRÁŠ, G. CHAI a V. ŠKORÍK. Surface profile evolution and fatigue crack initiation in Sanicro 25 steel at room temperature. *Materials Science and Engineering: A*. 2016, vol. 658, pp. 221–228. ISSN 0921-5093.
- [10] POLÁK, J. a J. MAN. Experimental evidence and physical models of fatigue crack initiation. *International Journal of Fatigue*. 2016, vol. 91, Part 2, Variable Amplitude Loading, pp. 294–303. ISSN 0142-1123.
- [11] OBRTLÍK, K., J. MAN a J. POLÁK. Orientation dependence of surface relief topography in fatigued copper single crystals. *Materials Science and Engineering: A*. 1997, vol. 234, pp. 727–730. ISSN 0921-5093.
- [12] POLÁK, J., M. PETRENEC a J. MAN. Dislocation structure and surface relief in fatigued metals. *Materials Science and Engineering: A*. 2005, vols. 400–401, Dislocations 2004 An International Conference on the Fundamentals of Plastic Deformation, pp. 405–408. ISSN 0921-5093.
- [13] BAYERLEIN, M. a H. MUGHRABI. The formation of wither tongue- or ribbon-like extrusions in fatigued copper polycrystals. *Acta Metallurgica et Materialia*. 1991, vol. 39, no. 7, pp. 1645–1650. ISSN 0956-7151.

Seznam použité literatury

- [14] POKLUDA, J., F. KROUPA a L. OBDRŽÁLEK. *Mechanické vlastnosti a struktura pevných látek : (kovy, keramika, plasty)*. Vyd. 1. Brno: Brno : PC-DIR, 1994. 389 s. ISBN 80-214-0575-9.
- [15] POKLUDA, J. *Mechanické a strukturní materiálové charakteristiky*. Vyd. 1. Brno: Brno : VUT, 1990. 211 s. ISBN 80-214-0078-1.
- [16] KRUML, T. *Mechanismy plastické deformace* [online], [cit. 11. 4. 2016]. Brno: VUT-FSI. 2009. Dostupné z: http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/vyuka/dislokace_a_plasticka_deformace/skripta/mechanismy_plasticke_deformace-skripta.pdf
- [17] POLÁK, J. *Cyklická plasticita a nízkocyklová únavová odolnost kovových materiálů*. 1. vyd. Praha: Praha : Academia, 1986. 135 s.
- [18] PLUHAŘ, J. *Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu*. Vyd. 1. Praha : Bratislava: Praha : SNTL, 1987. 418 s.
- [19] KOCANDA, S. *Fatigue Failure of Metals*. 1. vyd. Warsaw: Sijthoff & Noordhoff International, 1978. 368 p. ISBN 978-90-286-0025-6.
- [20] POLÁK, J. Iniciace únavových trhlin v monokrystalech kovů. *Kovové materiály*. 1986, roč. 4, s 24-30. ISSN 1338-4252.
- [21] MUGHRABI, H. Dislocations and Properties of Real Materials. In: *Proceedings of the Conference to Celebrate the Fiftieth Anniversary of the Concept of Dislocation in Crystals*. 1985, pp. 244–262. ISBN: 978-09-043-5774-5.
- [22] VELES, P. *Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov*. 1. vyd. Bratislava : Praha: Bratislava : Alfa, 1985. 401 s.
- [23] POLÁK, J. Moderní principy predikce únavové životnosti materiálů a konstrukčních dílů. In: *Životnost materiálů a konstrukcí*. Brno: UFM AV, 2006, s. 7–14. ISBN 80-239-6751-7.
- [24] ASTM. *ASTM E606-92(2004)e1, Standard Practice for Strain-Controlled Fatigue Testing, ASTM International, West Conshohocken, PA* [online], [cit. 13. 4. 2016] ASTM International, West Conshohocken. 2004. Dostupné z: www.astm.org
- [25] MAN, J. *Povrchový relief při nukleaci únavových trhlin v krystalických materiálech*. Brno, 1999. 86s. Disertační práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojní, Vedoucí disertační práce Karel Obrtlík.
- [26] EWING, J. A. a J. C. W. HUMFREY. The Fracture of Metals under Repeated Alternations of Stress. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character*. 1903, vol. 200, no. 321-300. pp. 241. ISSN 0264-3952.

Seznam použité literatury

- [27] POLÁK, J., J. MAN a K. OBRTLÍK. AFM evidence of surface relief formation and models of fatigue crack nucleation. *International Journal of Fatigue*. 2003, vol. 25, no. 9, pp. 1027–1036. ISSN 0142-1123.
- [28] POLÁK, J. Models of fatigue crack initiation. *Kovové materiály*, 1998, vol. 36, no. 3, pp. 171–182.
- [29] LAIRD, C. a D. J. DUQUETTE. Mechanisms of fatigue crack nucleation. In: *Proc. 2nd Int. Conf. Corrosion Fatigue*. B.m.: Houston: NACE, 1971, pp. 88–117.
- [30] POLÁK, J., J. MAN, T. VYSTAVĚL a M. PETRENEC. The shape of extrusions and intrusions and initiation of stage I fatigue cracks. *Materials Science and Engineering: A*. 2009, vol. 517, pp. 204–211. ISSN 0921-5093.
- [31] POLÁK, J., K. OBRTLÍK, M. PETRENEC, J. MAN a T. KRUML. Mechanisms of High Temperature Damage in Elastoplastic Cyclic Loading of Nickel Superalloys and TiAl Intermetallics. *Procedia Engineering*. 2013, vol. 55, pp. 114–122. ISSN 1877-7058.
- [32] MAY, A. N. A Model of Metal Fatigue. *Nature*, 1960, vol. 185, pp. 303–304.
- [33] NEUMANN, P. Coarse Slip Model of Fatigue. *Acta Metallurgica*. 1969, vol. 17, no. 9, pp. 1219-1225.
- [34] LUKÁŠ, P. a M. KLESNIL. Fatigue damage and resultant dislocation substructures. In: *Corrosion Fatigue*. B.m.: Houston: NACE, 1972, pp. 118–132. ISBN: 978-0915567584.
- [35] ESSMANN, U., U. GÖSELE a H. MUGHRABI. A model of extrusions and intrusions in fatigued metals I. Point-defect production and the growth of extrusions. *Philosophical Magazine A*. 1981, vol. 44 no. 2, pp. 405–426. ISSN 0141-8610.
- [36] POLÁK, J. On the role of point defects in fatigue crack initiation. *Materials Science and Engineering*. 1987, vol. 92, pp. 71–80. ISSN 0025-5416.
- [37] POLÁK, J. a J. MAN. Fatigue crack initiation – The role of point defects. *International Journal of Fatigue*. 2014, vol. 65, pp. 18–27. ISSN 0142-1123.
- [38] BATHIAS, C. a A. PINEAU. *Fatigue des matériaux ' et des structures*. B.m.: Lavoisier, 2008. ISBN 978-2-7462-1710-2.
- [39] LAIRD, C. Fatigue crack propagation. In *ASTM Spec. Tech. Pub.* 1967, vol. 415. pp. 131–180.
- [40] BASQUIN, O. H. The Exponential Law of Endurance Tests. In: *Proceedings of the American Society for Testing and Materials*. B.m.: ASTM, 1910, vol. 10, pp. 625-630.
- [41] MORROW, J. D. Cyclic plastic strain energy and fatigue of metals. In: *ASTM Spec. Tech. Pub.* Philadelphia: ASTM, 1965, vol. 378, pp. 45–87.

Seznam použité literatury

- [42] MANSON, S. S. Behavior of Materials under Conditions of Thermal Stress, Heat transfer, Nation. Adv. Comm. Aeronaut., NACA Tech. Symp. In: . B.m.: University of Michigan, Engineering Research Inst., 1953. 105 p.
- [43] COFFIN, L. F. A Study of the Effects of Cyclic Thermal Stresses on a Ductile Metal. *Transactions of the ASME*, 1954, vol. 76, pp. 931-950.
- [44] GOSWAMI, T. a H. HÄNNINEN. Dwell effects on high temperature fatigue behavior: Part I. *Materials & Design*. 2001, vol. 22, no. 3, pp. 199–215. ISSN 0261-3069.
- [45] SURESH, S. *Fatigue of Materials*. Cambridge: Cambridge university press, 1998. 679 p. ISBN 978-0-521-57847-9.
- [46] GOSWAMI, T. A new dwell sensitivity damage parameter. *Materials & Design*. 2004, vol. 25, no. 3, pp. 191–197. ISSN 0261-3069.
- [47] HOLDSWORTH, S. Creep-Fatigue Failure Diagnosis. *Materials*. 2015, vol. 8, no. 11, pp. 7757–7769. ISSN 1996-1944.
- [48] VISWANATHAN, R. *Damage Mechanisms and Life Assessment of High-Temperature Components*. B.m.: ASM International, 1989. 440 p. ISBN 978-0-87170-358-3.
- [49] SIMS, CH. T. a W. C. HAGEL. *The superalloys*. New York: Wiley-Interscience, 1972. 645 p. ISBN 0-471-79207-1.
- [50] THOMAS, G., J. BRESSERS a D. RAYNOR. Low-Cycle Fatigue and Life Prediction Methods. In *High Temperature Alloys for Gas Turbines*. Springer, Dordrecht, 1982, pp. 291–317.
- [51] BILL, R., M. VERRILLI a G. HALFORD. *A Preliminary study of the Thermo- Mechanical Fatigue of Polycrystalline MAR M-200*, NASA TP-2280, AVSCOM TR83-C-6. 1984. 14 p.
- [52] PAHLAVANYALI, S., G. DREW, A. RAYMENT a C. M. F. RAE. Thermo-mechanical fatigue of a polycrystalline superalloy: The effect of phase angle on TMF life and failure. *International Journal of Fatigue*. 2008, vol. 30, no. 2, pp. 330–338. ISSN 0142-1123.
- [53] HÄHNER, P., E. AFFELDT, T. BECK, H. KLINGELHÖFFER, M. LOVEDAY a C. RINALDI. *Validated Code-of-Practice for Strain-Controlled Thermo-Mechanical Fatigue Testing*. Luxembourg: Office for Official Publications of the European Communities, 2006. 43 p. ISBN 92-79-02216-4.
- [54] LANCASTER, R.J., M.T. WHITTAKER a S.J. WILLIAMS. A review of thermo-mechanical fatigue behaviour in polycrystalline nickel superalloys for turbine disc applications. *Materials at High Temperatures*. 2013, vol. 30, no. 1, pp. 2–12. ISSN 0960-3409.

Seznam použité literatury

- [55] CASTELLI, M. G. Improved Techniques for Thermomechanical Testing in Support of Deformation Modeling. In: *Thermomechanical Fatigue Behavior of Materials*. Philadelphia: ASTM International, 1993. pp. 195-211.
- [56] SEHITOGLU, H. Advances in fatigue lifetime predictive techniques. In: *Advances in fatigue lifetime predictive techniques*. Philadelphia: ASTM International, 1992, pp. 47–76. ISBN 0-8031-1423-0.
- [57] SEHITOGLU, H. a D. A. BOISMIER. Thermo-mechanical fatigue of Mar-M247. Part 2. Life prediction. *Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions of the ASME*. 1990, vol. 112 no. 1, pp. 80–89. ISSN 0094-4289.
- [58] DAS, D. K., V. SINGH a S. V. JOSHI. High temperature oxidation behaviour of directionally solidified nickel base superalloy CM–247LC. *Materials Science and Technology*. 2003, vol. 19 no. 6, pp. 695–708. ISSN 0267-0836.
- [59] ASHBY, M. F. *Engineering materials v.1. An introduction to their properties and applications*. 2nd Ed. Butterworth-Heinemann, 1995. 306 p. ISBN 978-0750627665.
- [60] SEIFERT, T. a H. RIEDEL. Mechanism-based thermomechanical fatigue life prediction of cast iron. Part I: Models. *International Journal of Fatigue*. 2010, vol. 32, no. 8, pp. 1358–1367. ISSN 0142-1123.
- [61] GORDON, A. P. *Crack Initiation Modeling of a Directionally-solidified Nickel-base Superalloy*. Georgia, USA, 2006. 481 p. disertační práce. Georgia Institute of Mechanical Engineering.
- [62] NITTA, A. a K. KUWABARA. Thermal-Mechanical fatigue failure and life prediction. *High Temperature Creep-Fatigue*. Elsevier Applied Science, Current Japanese Materials Research, 1988, vol. 3, pp. 203-222.
- [63] CHABOCHE, J. Lifetime Predictions and Cumulative Damage under High-Temperature Conditions. In: *Low-Cycle Fatigue and Life Prediction*. Philadelphia: ASTM International, 1982, pp. 81–104.
- [64] TAIRA, S. Lifetime of Structures Subjected to Varying Load and Temperature. In: *Creep in Structures*. Verlag: Springer, 1962, pp. 96–124.
- [65] MINER, M. A. Cumulative Damage in Fatigue. *Journal of Applied Mechanics, Transactions of the ASME*. 1952. pp. A159-A164.
- [66] ROBINSON, E. Effect of Temperature Variation on the Long-Time Rupture Strength of Steels. *Transactions of the ASME*. 1952, vol.74, pp. 777–780.
- [67] ELLISON, E. G. a A. AL-ZAMILY. Fracture and life prediction under thermal-mechanical strain cycling. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*. 1994, vol. 17, no. 1, pp. 53–67. ISSN 8756-758X.

Seznam použité literatury

- [68] MANSON, S. S. The Challenge to Unify Treatment of High Temperature Fatigue – A Partisan Proposal Based on Strain-Range Partitioning. In: *Fatigue at elevated temperatures*. Philadelphia: ASTM, 1973, pp. 744–782.
- [69] KUWABARA, K., A. NITTA a T. KITAMURA. Thermal-Mechanical Fatigue Life Prediction in High-temperature Component Materials for Power Plant. In: *ASME International Conference on Advances in Life Prediction Methods*. 1983, pp. 131–141.
- [70] HALFORD, G. R. a J. F. SALTSMAN. Strainrange partitioning - A total strain range version. NASA TM-83023, 1983. 12 p.
- [71] SALTSMAN, J. F. a G. R. HALFORD. An update of the total-strain version of SRP. In *Low cycle fatigue*, Philadelphia: ASTM, 1988. pp. 329–341.
- [72] ESMAEILZADEH, M., F. QODS, H. ARABI a B. M. SADEGHI. An investigation on crack growth rate of fatigue and induction heating thermo-mechanical fatigue (TMF) in Hastelloy X superalloy via LEFM, EPFM and integration models. *International Journal of Fatigue*. 2017, vol. 97, pp. 135–149. ISSN 0142-1123.
- [73] GRANDT, A. F. *Fundamentals of structural integrity: damage tolerant design and nondestructive evaluation*. Hoboken: J. Wiley, 2003. 560 p. ISBN 0-471-21459-0.
- [74] Heraeus Vacuumschmelze AG. U.K. patent 286,376. 1926.
- [75] CHEVENARD, P. Proces Verbal Soc. Ing. Civils France, 6. 1927.
- [76] Society Anon. de Commentry, Fourchambert & Decazeville. U.K. patent 371,344.
- [77] DURAND-CHARRE, M. *The Microstructure of Superalloys*. Amsterdam: Gordon and Breach Science Publ, 1997. 124 p. ISBN 90-5699-097-7.
- [78] BETTERIDGE, W. a S. W. K. SHAW. Development of superalloys. *Materials Science and Technology*. 1987, vol. 3, no. 9, pp. 682–694. ISSN 0267-0836.
- [79] RAO, A. 1.3.2 *Advanced Brayton Cycles*. [online]. [cit. 30. 4. 2016]. 2013. Dostupné z: <https://www.netl.doe.gov/File%20Library/Research/Coal/energy%20systems/turbines/handbook/1-3-2.pdf>
- [80] BROOKS, CH. R. *Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys*. USA: ASM Ohio, 1995. 420 p. ISBN 0-87170-138-3.
- [81] DONACHIE, M. J. a S. J. DONACHIE. *Superalloys: A Technical Guide*, 2nd ed.. B.m.: ASM International, 2002. 439 p. ISBN 978-1-61503-064-4.

Seznam použité literatury

- [82] REED, R. C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. 1st ed. Cambridge, UK, Cambridge University Press, 2008. 392 p. ISBN 978-0-521-07011-9.
- [83] SIMS, CH. T. *Nickel Alloys – The Heart of Gas Turbine Engines, Paper 70-GT24*. B.m.: ASME, 1970.
- [84] BHADESHIA, H. K. D. H. *Superalloys*. [online]. [cit. 1. 5. 2016]. 1999. Dostupné z: <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/nickel.html>
- [85] LI, H., L. ZHENG, H. ZHANG, S. LI, H. ZHANG a S. GONG. Effects of solidification parameters on microstructures of Ni3Al based single crystal. *Procedia Engineering*. 2012. vol. 27, pp. 1187–1192. ISSN 1877-7058.
- [86] LUAN, X., H. QIN, F. LIU, Z. DAI, Y. YI a Q. LI. The Mechanical Properties and Elastic Anisotropies of Cubic Ni3Al from First Principles Calculations. *Crystals*. 2018. vol. 8, pp. 307–318.
- [87] NABARRO, F. R. N. Rafting in Superalloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 1996, vol. 27, no. 3, pp. 513–530. ISSN 1543–1940.
- [88] DECKER, R. F. The evolution of wrought age-hardenable superalloys. *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*. 2006, vol. 58, no. 9, pp. 32–36. ISSN 1543-1851.
- [89] MEETHAM, G. W. a M. H. VOORDE. *Materials for high temperature engineering applications*. Berlin: Springer, 2000. 164 p. ISBN 3-540-66861-6.
- [90] FURILLO, F. T., J. M. DAVIDSON, J. K. TIEN a L. A. JACKMAN. The effects of grain boundary carbides on the creep and back stress of a nickel-base superalloy. *Materials Science and Engineering*. 1979, vol 39, no. 2, pp. 267–273. ISSN 0025-5416.
- [91] BURKE, M. A., J. GREGGI a G. A. WHITLOW. The effect of boron and carbon on the microstructural chemistries of two wrought nickel base superalloys. *Scripta Metallurgica*. 1984, vol. 18, no. 1, pp. 91–94. ISSN 0036-9748.
- [92] ZHAO, K., Y. H. MA, L. H. LOU a Z. Q. HU. μ Phase in a Nickel Base Directionally Solidified Alloy. *Materials transactions*. 2005, vol. 46, no. 1, pp. 54–58. ISSN 1345-9678.
- [93] SINGH, K.. Advanced Materials for Land Based Gas Turbines. *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 2014. vol. 67, no. 5, pp. 601–615. ISSN 0975-1645.
- [94] YOUNG, D. J. *High Temperature Oxidation and Corrosion of Metals*. 2nd Ed. Amsterdam: Elsevier, 2016. 758 p. ISBN 978-0-08-100101-1.
- [95] VIALAS, N. a D. MONCEAU. Substrate Effect on the High Temperature Oxidation Behavior of a Pt-modified Aluminide Coating. Part II: Long-term

Seznam použité literatury

- Cyclic-oxidation Tests at 1050°C. *Oxidation of Metals*. 2007, vol. 68, no. 5, pp. 223–242. ISSN 1573-4889.
- [96] GOWARD, G. W. Progress in coatings for gas turbine airfoils. *Surface and Coatings Technology*. 1998, vols. 108–109, pp. 73–79. ISSN 0257-8972.
- [97] CLARKE, D., M OECHSNER a N. PADTURE. Thermal-Barrier Coatings for More Efficient Gas-Turbine Engines. *MRS Bulletin*, B.m.: Cambridge University Press, 2012. vol. 37, no. 10, pp. 891–898.
- [98] GALETZ, M. C. Coatings for Superalloys. *Superalloys* [online]. 2015 [cit. 3.11.2015]. Dostupné z: <https://www.intechopen.com/books/superalloys/coatings-for-superalloys>.
- [99] DAVIS, J.R. *ASM specialty handbook: nickel, cobalt, and their alloys*. USA: ASM International. 2000. 442 p. ISBN: 978-0-87170-685-0
- [100] HLAVNÍČKA, R. *Únavové vlastnosti niklové superslitiny IN738LC s AlSi vrstvou za teploty 800 °C*. Brno, 2012. 59 s. Bakalářská práce, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Vedoucí bakalářské práce Simona Pospíšilová.
- [101] POSPÍŠILOVÁ, S. *Vliv alitosilitace na strukturu a vlastnosti litých niklových superslitin*. Brno, 2007. 113 s. Disertační práce, Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Vedoucí disertační práce Tomáš Podrábský.
- [102] BOSE, S. *High Temperature Coatings*. 1st Ed. Burlington: Butterworth-Heinemann, 2007. 312 p. ISBN 978-0-7506-8252-7.
- [103] TAMARIN, Y. *Protective Coatings for Turbine Blades*. USA: ASM International, 2002. 247 p. ISBN 0-87170-759-4.
- [104] EVANS, H. E. Oxidation failure of TBC systems: An assessment of mechanisms. *Surface and Coatings Technology*. 2011, vol. 206, no. 7, pp. 1512–1521. ISSN 0257-8972.
- [105] PADTURE, N. P., M. GELL a E. H. JORDAN. Thermal Barrier Coatings for Gas-Turbine Engine Applications. *Science*. 2002, vol 296, no. 5566, pp. 280–284. ISSN 1095-9203.
- [106] University of Virginia. *Wadley Research Group - UVA* [online]. 2013 [cit. 15.5.2016]. Dostupné z: <http://www.virginia.edu/ms/research/wadley/high-temp.html>
- [107] JONES, R. L. Some Aspects of the Hot Corrosion of Thermal Barrier Coatings. *Journal of Thermal Spray Technology*. 1997, vol. 6, no. 1, pp. 77–84. ISSN 1544-1016.
- [108] KRÄMER, S., J. YANG, C. G. LEVI a C. A. JOHNSON. Thermochemical Interaction of Thermal Barrier Coatings with Molten CaO–MgO–Al₂O₃–

Seznam použité literatury

- SiO₂ (CMAS) Deposits. *Journal of the American Ceramic Society*. 2006, vol. 89, no. 10, pp. 3167–3175. ISSN 1551-2916.
- [109] GRANT, K. M., S. KRÄMER, J. P. A. LÖFVANDER a C. G. LEVI. CMAS degradation of environmental barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*. 2007, vol. 202, no. 4, pp. 653–657. ISSN 0257-8972.
- [110] SCHULZ, U. a W. BRAUE. Degradation of La₂Zr₂O₇ and other novel EB-PVD thermal barrier coatings by CMAS (CaO–MgO–Al₂O₃–SiO₂) and volcanic ash deposits. *Surface and Coatings Technology*. 2013, vol. 235, pp. 165–173. ISSN 0257-8972.
- [111] PENG, H., L. WANG, L. GUO, W. MIAO, H. GUO a S. GONG. Degradation of EB-PVD thermal barrier coatings caused by CMAS deposits. *Progress in Natural Science: Materials International*. 2012, vol. 22, no. 5, pp. 461–467. ISSN 1002-0071.
- [112] VAßEN, R., M. O. JARLIGO, T. STEINKE, D. E. MACK a D. STÖVER. Overview on advanced thermal barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*. 2010, vol. 205, no. 4, pp. 938–942. ISSN 0257-8972.
- [113] AYGUN, A., A. L. VASILIEV, N. P. PADTURE a X. MA. Novel thermal barrier coatings that are resistant to high-temperature attack by glassy deposits. *Acta Materialia*. 2007, vol. 55, no. 20, pp. 6734–6745. ISSN 1359-6454.
- [114] SENTURK, B. S., H. F. GARCES, A. L. ORTIZ, G. DWIVEDI, S. SAMPATH a N. P. PADTURE. CMAS-resistant plasma sprayed thermal barrier coatings based on Y₂O₃-Stabilized ZrO₂ with Al³⁺ and Ti⁴⁺ solute additions. *Journal of Thermal Spray Technology*. 2014, vol. 23, no. 4, pp. 708–715. ISSN 1544-1016.
- [115] DREXLER, J. M., K. SHINODA, A. L. ORTIZ, D. LI, A. L. VASILIEV, A. D. GLEDHILL, S. SAMPATH a N. P. PADTURE. Air-plasma-sprayed thermal barrier coatings that are resistant to high-temperature attack by glassy deposits. *Acta Materialia*. 2010, vol. 58, no. 20, pp. 6835–6844. ISSN 1359-6454.
- [116] DREXLER, J. M., CH. CHEN, A. D. GLEDHILL, K. SHINODA, S. SAMPATH a N. P. PADTURE. Plasma sprayed gadolinium zirconate thermal barrier coatings that are resistant to damage by molten Ca–Mg–Al–silicate glass. *Surface and Coatings Technology*. 2012, vol 206, no. 19, pp. 3911–3916. ISSN 0257-8972.
- [117] RAI, A.K., R.S. BHATTACHARYA, D.E. WOLFE a T.J. EDEN. CMAS-resistant thermal barrier coatings (TBC). *International Journal of Applied Ceramic Technology*. 2010, vol. 7, no. 5, pp. 662–674. ISSN 1744-7402.
- [118] OZGURLUK, Y., K. M. DOLEKER a A. C. KARAOGLANLI. Hot corrosion behavior of YSZ, Gd₂Zr₂O₇ and YSZ/Gd₂Zr₂O₇ thermal barrier coatings exposed to molten sulfate and vanadate salt. *Applied Surface Science*. 2017. vol. 438, pp. 96–113. ISSN 0169-4332.

Seznam použité literatury

- [119] ZHOU, X., L. HE, X. CAO, Z. XU, R. MU, J. SUN, J. YUAN a B. ZOU. La₂(Zr_{0.7}Ce_{0.3})₂O₇ thermal barrier coatings prepared by electron beam-physical vapor deposition that are resistant to high temperature attack by molten silicate. *Corrosion Science*. 2017, vol. 115, pp. 143–151. ISSN 0010-938X.
- [120] DREXLER, J. M., A. L. ORTIZ a N. P. PADTURE. Composition effects of thermal barrier coating ceramics on their interaction with molten Ca–Mg–Al–silicate (CMAS) glass. *Acta Materialia*. 2012, vol. 60, no. 15, pp. 5437–5447. ISSN 1359-6454.
- [121] COJOCARU, C. V., D. LÉVESQUE, C. MOREAU a R. S. LIMA. Performance of thermally sprayed Si/mullite/BSAS environmental barrier coatings exposed to thermal cycling in water vapor environment. *Surface and Coatings Technology*. 2013, vol. 216, pp. 215–223. ISSN 0257-8972.
- [122] PLASMAMETAL. *Použité technologie | PLASMAMETAL, spol. s r.o.* [online]. 2012 [cit. 11.3.2015]. Dostupné z: <http://www.plasmametal.cz/pouzite-technologie>.
- [123] GORDON ENGLAND. *Nature of Thermal Spray Coatings* [online]. [cit. 12.4.2015]. Dostupné z: <https://www.gordonengland.co.uk/tsc.htm>
- [124] LI, CH., X. ZHANG, Y. CHEN, J. CARR, S. JACQUES, J. BEHNSEN, M. DI MICHIEL, P. XIAO a R. CERNIK. Understanding the residual stress distribution through the thickness of atmosphere plasma sprayed (APS) thermal barrier coatings (TBCs) by high energy synchrotron XRD; digital image correlation (DIC) and image based modelling. *Acta Materialia*. 2017, vol. 132, pp. 1–12. ISSN 1359-6454.
- [125] KIANICOVÁ, M., J. KAFRÍK aj. TRNÍK. Degradation of Aluminide Coatings Deposited on Nickel Superalloys. *Procedia Engineering*. 2016, vol. 136, pp. 346–352. ISSN 1877-7058.
- [126] JANG, H. J., D. H. PARK, Y. G. JUNG, J.CH. JANG, S.CH CHOI a U. PAIK. Mechanical characterization and thermal behavior of HVOF-sprayed bond coat in thermal barrier coatings (TBCs). *Surface and Coatings Technology*. 2006, vol. 200, no. 14, pp. 4355–4362. ISSN 0257-8972.
- [127] LOGHMAN-ESTARKI, M.R., R. RAZAVI, H. JAMALI a R. ASHIRI. Effect of scandia content on the thermal shock behavior of SYSZ thermal sprayed barrier coatings. *Ceramics International*. 2016. vol. 42, no. 9, pp. 11118–11125. ISSN 0272-8842.
- [128] MEI, H. Thermal shock damage and microstructure evolution of thermal barrier coatings on Mar-M247 superalloy in a combustion gas environment. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*. 2012, vol. 42, no. 6, pp. 1781–1790. ISSN 1073-5623.
- [129] YAMAZAKI, Y., H. FUKANUMA a N. OHNO. High temperature low-cycle fatigue behavior of thermal barrier coated Ni-base superalloy

Seznam použité literatury

- IN738LC. *Journal of the Society of Materials Science, Japan*. 2015, vol. 64, no. 2, pp. 128–133. ISSN 1880-7488.
- [130] OBRTLÍK, K., S. HUTAŘOVÁ, L. ČELKO, M. JULIŠ, T. PODRÁBSKÝ a I. ŠULÁK. Effect of thermal barrier coating on low cycle fatigue behavior of cast inconel 713LC at 900 °C. *Advanced Materials Research*. 2014, vols. 891–892, pp. 848–853. ISSN 1022-6680.
- [131] STEKOVIC, S. Low Cycle Fatigue of Single Crystal Nickel-Base Superalloy CMSX-4 Coated With a New Coating IC1. In *International Mechanical Engineering Congress and Exposition*. Orlando, USA: ASME, 2005. pp. 235–241. ISBN: 0-7918-4234-7
- [132] KEYVANI, A., M. SAREMI, M. HEYDARZADEH SOHI a Z. VALEFI. A comparison on thermomechanical properties of plasma-sprayed conventional and nanostructured YSZ TBC coatings in thermal cycling. *Journal of Alloys and Compounds*. 2012, vol 541, pp. 488–494. ISSN 0925-8388.
- [133] OBRTLÍK, K., S. POSPÍŠILOVÁ, M. JULIŠ, T. PODRÁBSKÝ a J. POLÁK. Effect of Al and Al-Si diffusion coating on the low cycle fatigue behavior of Inconel 713LC. *Procedia Engineering*. 2011, vol. 10, pp. 1360–1365. ISSN 1877-7058.
- [134] JULIŠ, M., K. OBRTLÍK, S. POSPÍŠLOVÁ, T. PODRÁBSKÝ a J. POLÁK. Effect of Al-Si diffusion coating on the fatigue behavior of cast Inconel 713LC at 800 °c. *Procedia Engineering*. 2010, vol. 2, no. 1, pp. 1983–1989. ISSN 1877-7058
- [135] STEKOVIC, S. *Low Cycle Fatigue and Thermo-Mechanical Fatigue of Uncoated and Coated Nickel-Base Superalloys*. Linköping, 2007. 46 p. Doctoral Thesis. Linköping University, Institute of Technology, Division of Engineering Materials. ISBN 978-91-85895-94-6
- [136] RAY, A. K., E. S. DWARAKADASA, D. K. DAS, V. R. RANGANATH, B. GOSWAMI, J. K. SAHU a J. D. WHITTENBERGER. Fatigue behavior of a thermal barrier coated superalloy at 800°C. *Materials Science and Engineering: A*. 2007, vol. 448, no.1, pp. 294–298. ISSN 0921-5093.
- [137] JINNESTRAND, M. a H. BRODIN. 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*. 2004, vol. 379, no. 1, pp. 45–57. ISSN 0921-5093.
- [138] WAKI, H. a A. KOBAYASHI. Influence of the mechanical properties of CoNiCrAlY under-coating on the high temperature fatigue life of YSZ thermal-barrier-coating system. *Vacuum*. 2008, vol. 83, no. 1, pp. 171–174. ISSN 0042-207X.
- [139] HUTAŘOVÁ, S., K. OBRTLÍK, M. JULIŠ, L. ČELKO, M. HRČKOVÁ a T. PODRÁBSKÝ. Degradation of TBC coating during low-cycle fatigue

Seznam použité literatury

- tests at high temperature. *Key Engineering Materials*. 2014, vols 592–593, pp. 461–464. ISSN 1013-9826.
- [140] ŠULÁK, I., K. OBRTLÍK a L. ČELKO. High Temperature Low Cycle Fatigue Characteristics of Grit Blasted Polycrystalline Ni-Base Superalloy. *Key Engineering Materials*. 2016, vol. 665, pp. 73–76. ISSN 1662-9795.
- [141] WRIGHT, K. P. Influence of cyclic strain on life of a PVD TBC. *Materials Science and Engineering: A*. 1998, vol. 245, no. 2, pp. 191–200. ISSN 0921-5093.
- [142] BAUFELD, B., E. TZIMAS, P. HÄHNER, H. MÜLLEJANS, S. D. PETEVES a P. MORETTO. Phase-angle effects on damage mechanisms of thermal barrier coatings under thermomechanical fatigue. *Scripta Materialia*. 2001, vol. 45, no. 7, pp. 859–865. ISSN 1359-6462.
- [143] TZIMAS, E., H. MÜLLEJANS, S. D. PETEVES, J. BRESSERS a W. STAMM. Failure of thermal barrier coating systems under cyclic thermomechanical loading. *Acta Materialia*. 2000, vol. 48, no. 18, pp. 4699–4707. ISSN 1359-6454.
- [144] BAUFELD, B., E. TZIMAS, H. MÜLLEJANS, S. PETEVES, J. BRESSERS a W. STAMM. Thermal-mechanical fatigue of MAR-M 509 with a thermal barrier coating. *Materials Science and Engineering: A*. 2001, vol. 315, no. 1, pp. 231–239. ISSN 0921-5093.
- [145] PEICHL, A., T. BECK a O. VÖHRINGER. Behaviour of an EB-PVD thermal barrier coating system under thermal–mechanical fatigue loading. *Surface and Coatings Technology*. 2003, vol. 162, no. 2, pp. 113–118. ISSN 0257-8972.
- [146] BAUFELD, B., M. BARTSCH, S. DALKILIÇ a M. HEINZELMANN. Defect evolution in thermal barrier coating systems under multi-axial thermomechanical loading. *Surface and Coatings Technology*. 2005, vol. 200, no. 5, pp. 1282–1286. ISSN 0257-8972.
- [147] CHEN, Z. B., Z. G. WANG a S. J. ZHU. Thermomechanical fatigue behavior of an air plasma sprayed thermal barrier coating system. *Materials Science and Engineering: A*. 2011, vol. 528, no. 29, pp. 8396–8401. ISSN 0921-5093.
- [148] ZHANG, Y., P. WITHERS, M. D. FOX a D. M. KNOWLES. Damage mechanisms of coated systems under thermomechanical fatigue. *Materials Science and Technology*. 1999, vol. 15, no. 9, pp. 1031–1036. ISSN 0267-0836.
- [149] ZHANG, W. J. Thermal Mechanical Fatigue of Single Crystal Superalloys: Achievements and Challenges. *Materials Science and Engineering: A*. 2016, vol 650, no. 5, pp.389–395. ISSN 0921-5093.

Seznam použité literatury

- [150] ŠULÁK, I., K. OBRTLÍK a L. ČELKO. High-temperature low-cycle fatigue behaviour of HIP treated and untreated superalloy MAR-M247. *Kovove Materialy*. 2016, vol. 54, no. 6, pp. 471–481. ISSN 0023-432X.
- [151] OBRTLÍK, K., J. MAN, M. PETRENEC, J. POLÁK a T. PODRÁBSKÝ. Influence of hold times on fatigue life and fracture behavior of cast superalloy INCONEL 713LC at 700°C. In: *12th International Conference on Fracture 2009, ICF-12*. Japan, 2009. pp. 2885–2893. ISBN 978-1-61738-227-7.
- [152] ŠULÁK, I. a K. OBRTLÍK. Effect of tensile dwell on high-temperature low-cycle fatigue and fracture behaviour of cast superalloy MAR-M247. *Engineering Fracture Mechanics*. 2017, vol. 185, pp. 92–100. ISSN 0013-7944.
- [153] ŠMÍD, M., K. OBRTLÍK, M. PETRENEC a J. POLÁK. Effect of Tensile Dwell on Low Cycle Fatigue of Cast Superalloy Inconel 792-5A at 800°C. *Key Engineering Materials*. 2012, vols. 488–489, pp. 735–738. ISSN 1662-9795.
- [154] GOSWAMI, T. Low cycle fatigue - Dwell effects and damage mechanisms 1. *International Journal of Fatigue*. 1999, vol. 21, no. 1, pp. 55–76. ISSN 0142-1123.
- [155] RAO, K. B. S., H. SCHIFFERS, H. SCHUSTER a H. NICKEL. Influence of time and temperature dependent processes on strain controlled low cycle fatigue behavior of alloy 617. *Metallurgical Transactions A*. 1988, vol. 19, no. 2, pp. 359–371. ISSN 1543-1940.
- [156] DENG, W., J. XU, Y. HU, Z. HUANG a L. JIANG. Isothermal and thermomechanical fatigue behavior of Inconel 718 superalloy. *Materials Science and Engineering: A*. 2019, vol 742, pp. 813–819. ISSN 09215093.
- [157] RAMESH, M., H. J. LEBER, K. G. F. JANSSENS, M. DIENER a R. SPOLENAK. Thermomechanical and isothermal fatigue behavior of 347 and 316L austenitic stainless tube and pipe steels. *International Journal of Fatigue*. 2011, vol. 33, no. 5, pp. 683–691. ISSN 01421123.
- [158] ZHOU, H., Y. RO, Y. KOIZUMI, T. KOBAYASHI, H. HARADA a I. OKADA. Thermomechanical fatigue behavior of the third-generation, single-crystal superalloy TMS-75: Deformation structure. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2004, vol. 35, no. 6, pp. 1779–1787. ISSN 1543-1940.
- [159] VASSEUR, E. a L. RÉMY. High temperature low cycle fatigue and thermal-mechanical fatigue behaviour of an oxide-dispersion-strengthened nickel-base superalloy. *Materials Science and Engineering: A*. 1994, vol 184, no. 1, pp. 1–15. ISSN 0921-5093.
- [160] LERCH, B. A., N. JAYARAMAN a S. D. ANTOLOVICH. A study of fatigue damage mechanisms in Waspaloy from 25 to 800°C. *Materials Science and Engineering*. 1984, vol. 66, no. 2, pp. 151–166. ISSN 00255416.

Seznam použité literatury

- [161] GABB, T.P. a G. WELSCH. The high temperature deformation in cyclic loading of a single crystal nickel-base superalloy. *Acta Metallurgica*. 1989, vol. 37, no. 9, pp. 2507–2516. ISSN 0001-6160.
- [162] MUGHRABI, H., S. KRAFT a M. OTT. Specific Aspects of Isothermal and Anisothermal Fatigue of the Monocrystalline Nickel-Base Superalloy CMSX-6. In: *Superalloys: Superalloys 1996 (Eighth International Symposium)*. B.m.: TMS, 1996, pp. 335–344.
- [163] LIFSHITZ, I. M. a V. V. SLYOZOV. The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 1961, vol. 19, no. 1–2, pp. 35–50. ISSN 00223697.
- [164] SINGH, A. K., N. LOUAT a K. SADANANDA. Dislocation network formation and coherency loss around gamma- prime precipitates in a nickel-base superalloy. *Metallurgical Transactions A*. 1988, vol. 19, no. 12, pp. 2965–2973. ISSN 1543-1940.
- [165] CHIOU, M. S., S. R. JIAN, A. CH. YEH, CH. M. KUO a J. Y. JUANG. High temperature creep properties of directionally solidified CM-247LC Ni-based superalloy. *Materials Science and Engineering: A*. 2016, vol. 655, pp. 237–243. ISSN 09215093.
- [166] RAI, R. K. a J. K. SAHU. Substructural evolution in a directionally solidified nickel-base superalloy during relaxation fatigue tests at 850 °C. *Materials Letters*. 2018, vol. 230, pp. 241–244. ISSN 0167-577X.
- [167] XU, J., Z. HUANG a L. JIANG. Low cycle fatigue behavior of a high Co polycrystalline nickel-base superalloy at 750 °C. *Journal of Alloys and Compounds*. 2018, vol. 749, pp. 1106–1114. ISSN 0925-8388.
- [168] ŠULÁK, I., K. OBRTLÍK, L. ČELKO, T. CHRÁSKA, D. JECH a P. GEJDOŠ. Low cycle fatigue performance of Ni-based superalloy coated with complex thermal barrier coating. *Materials Characterization*. 2018, vol. 139, pp. 347–354. ISSN 1044-5803.
- [169] PINEAU, A. a S. D. ANTOLOVICH. High temperature fatigue of nickel-base superalloys – A review with special emphasis on deformation modes and oxidation. *Engineering Failure Analysis*. 2009, vol. 16, no. 8, pp. 2668–2697. ISSN 1350-6307.
- [170] CONDAT, M. a B. DÉCAMPS. Shearing of γ' precipitates by single $a/2 \langle 110 \rangle$ matrix dislocations in a γ/γ' Ni-based superalloy. *Scripta Metallurgica*. 1987, vol. 21, no. 5, pp. 607–612.
- [171] KEAR, B. H., J. M. OBLAK a A. F. GIAMEI. Stacking faults in gamma prime Ni₃(Al,Ti) precipitation hardened nickel-base alloys. *Metallurgical Transactions*. 1970, vol. 1, no. 9, pp. 2477–2486.
- [172] PETRENEC, M., K. OBRTLÍK a J. POLÁK. Inhomogeneous dislocation structure in fatigued INCONEL 713 LC superalloy at room and elevated

Seznam použité literatury

- temperatures. *Materials Science and Engineering A*. 2005, vols. 400–401, pp. 485–488. ISSN 0921-5093.
- [173] PETRENEC, M., K. OBRTLÍK a J. POLAK. Dislocation arrangements in cyclically strained INCONEL 713LC. In: *Fracture of Nano and Engineering Materials and Structures - Proceedings of the 16th European Conference of Fracture*. Greece: Springer, 2006, pp. 883–884. ISBN 978-1-4020-4971-2.
- [174] MEI, H., Y. LIU a L. CHENG. Comparison of oxidation resistance of NiCoCrAlTaY-coated and -uncoated Mar-M247 superalloys in the air at 1150 °C. *Journal of Materials Science*. 2012, vol. 47, no. 5, pp. 2278–2283. ISSN 0022-2461.
- [175] GUSTAFSSON, D., J. J. MOVERARE, S. JOHANSSON, K. SIMONSSON, M. HÖRNQVIST, T. MÅNSSON a S. SJÖSTRÖM. Influence of high temperature hold times on the fatigue crack propagation in Inconel 718. *International Journal of Fatigue*. 2011, vol. 33, no. 11, pp. 1461–1469. ISSN 0142-1123.
- [176] SAARIMÄKI, J. *Effect of Dwell-times on Crack Propagation in Superalloys* [online]. 2016 [cit. 10.6.2019]. Linköping University Electronic Press. Dostupné z: <https://www.diva-portal.org/smash/get/diva2:881294/FULLTEXT01.pdf>
- [177] MOVERARE, J. J. a D. GUSTAFSSON. Hold-time effect on the thermo-mechanical fatigue crack growth behaviour of Inconel 718. *Materials Science and Engineering: A*. 2011, vol. 528, no. 29, pp. 8660–8670. ISSN 0921-5093.
- [178] COJOCARU, C. V., S. E. KRUGER, C. MOREAU a R. S. LIMA. Elastic Modulus Evolution and Behavior of Si/Mullite/BSAS-Based Environmental Barrier Coatings Exposed to High Temperature in Water Vapor Environment. *Journal of Thermal Spray Technology*. 2011, vol. 20, no. 1–2, pp. 92–99. ISSN 1544-1016.
- [179] TANG, F. a J. M. SCHOENUNG. Evolution of Young's modulus of air plasma sprayed yttria-stabilized zirconia in thermally cycled thermal barrier coatings. *Scripta Materialia*. 2006, vol. 54, no. 9, pp. 1587–1592. ISSN 1359-6462.
- [180] RADOVIC, M., E. LARA-CURZIO, R. M. TREJO, H. WANG a W. D. PORTER. Thermophysical Properties of YSZ and Ni-YSZ as a Function of Temperature and Porosity. In: *Ceramic Engineering and Science Proceedings*. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2008, pp. 79–85. ISBN 978-0-470-29133-7.
- [181] STINVILLE, J. C., M. P. ECHLIN, P. G. CALLAHAN, V. M. MILLER, D. TEXIER, F. BRIDIER, P. BOCHER a T. M. POLLOCK. Measurement of Strain Localization Resulting from Monotonic and Cyclic Loading at 650 °C in Nickel Base Superalloys. *Experimental Mechanics*. 2017, pp. 1–21. ISSN 1741-2765.

Seznam použité literatury

- [182] MUGHRABI, H.. Microstructural aspects of high temperature deformation of monocrystalline nickel base superalloys: Some open problems, *Materials Science and Technology*, 2009, vol. 25, no. 2, pp. 191–204. ISSN: 1743-2847.
- [183] SATO, A., Y. L. CHIU a R. C. REED. Oxidation of nickel-based single-crystal superalloys for industrial gas turbine applications. *Acta Materialia*. 2011, vol. 59, no. 1, pp. 225–240. ISSN 1359-6454.
- [184] NÉMETH, A. A. N., D. J. CRUDDEN, D. E. J. ARMSTRONG, D. M. COLLINS, K. LI, A. J. WILKINSON, C. R. M. GROVENOR a R. C. REED. Environmentally-assisted grain boundary attack as a mechanism of embrittlement in a nickel-based superalloy. *Acta Materialia*. 2017, vol. 126, pp. 361–371. ISSN 1359-6454.
- [185] TOTEMEIER, T. C. a H. TIAN. Creep-fatigue–environment interactions in INCONEL 617. *Materials Science and Engineering: A*. 2007, vol. 468, pp. 81–87. ISSN 0921-5093.
- [186] BOISMIER, D. A. a H. SEHITOGLU. Thermo-mechanical fatigue of Mar-M247. Part 1. Experiments. *Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions of the ASME*. 1990, vol. 112, no. 1, pp. 68–79. ISSN 0094-4289.
- [187] NEU, R. W. a H. SEHITOGLU. Thermomechanical fatigue, oxidation, and creep: Part i. Damage mechanisms. *Metallurgical Transactions A*. 1989, vol. 20, no. 9, pp. 1755–1767. ISSN 1543-1940.
- [188] BECK, T., R. RATCHEV, M. MOALLA, K. H. LANG a D. LÖHE. Lifetime, cyclic deformation and damage behaviour of MAR-M-247 CC Under in-Phase, out-of-Phase and phase-Shift TMF-Loadings. In: *European Structural Integrity Society*. B.m.: Elsevier, 2002, pp. 115–124. ISBN 978-0-08-043982-2.
- [189] HUANG, Z. W., Z. G. WANG, S. J. ZHU, F. H. YUAN a F. G. WANG. Thermomechanical fatigue behavior and life prediction of a cast nickel-based superalloy. *Materials Science and Engineering: A*. 2006, vol. 432, no. 1–2, 308–316. ISSN 09215093.
- [190] GAYDA, J, T P. GABB a R V. MINER. Isothermal and „Bithermal” Thermomechanical Fatigue Behavior of a NiCoCrAlY-Coated Single Crystal Superalloy, In *Superalloys*. Ohio, USA: The Metallurgical Society, 1988.
- [191] GUTH, S., S. DOLL a K. H. LANG. Influence of phase angle on lifetime, cyclic deformation and damage behavior of Mar-M247 LC under thermo-mechanical fatigue. *Materials Science and Engineering A*. 2015, vol. 642, pp. 42–48. ISSN 0921-5093.
- [192] ECKMANN, S. a CH. SCHWEIZER. Characterization of fatigue crack growth, damage mechanisms and damage evolution of the nickel-based superalloys MAR-M247 CC (HIP) and CM-247 LC under thermomechanical

Seznam použité literatury

- fatigue loading using in situ optical microscopy. *International Journal of Fatigue*. 2017, vol. 99, pp. 235–241. ISSN 01421123.
- [193] OBRTLÍK, K., L. ČELKO, T. CHRÁSKA, I. ŠULÁK a P. GEJDOŠ. Effect of alumina-silica-zirconia eutectic ceramic thermal barrier coating on the low cycle fatigue behaviour of cast polycrystalline nickel-based superalloy at 900°C. *Surface and Coatings Technology*. 2017, vol. 318, pp. 374–381. ISSN 0257-8972.
- [194] SKALKA, P., K. SLÁMEČKA, J. POKLUDA a L. ČELKO. Finite element simulation of stresses in a plasma-sprayed thermal barrier coating with a crack at the TGO/bond-coat interface. *Surface and Coatings Technology*. 2018, vol. 337, pp. 321–334. ISSN 0257-8972.
- [195] CHRÁSKA, T., J. HOSTOMSKÝ, M. KLEMENTOVÁ a J. DUBSKÝ. Crystallization kinetics of amorphous alumina–zirconia–silica ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*. 2009, vol. 29, no. 15, pp. 3159–3165. ISSN 0955-2219.
- [196] KOKINI, K., Y. R. TAKEUCHI a B. D. CHOULES. Surface thermal cracking of thermal barrier coatings owing to stress relaxation: zirconia vs. mullite. *Surface and Coatings Technology*. 1996, vol. 82, no. 1, pp. 77–82. ISSN 0257-8972.
- [197] KVAPILOVÁ, M., K. KUCHAROVÁ, K. HRBÁČEK a V. SKLENIČKA. Creep Processes in MAR-M247 Nickel-Base Superalloy. *Solid State Phenomena*. 2017, vol. 258, pp. 603–606. ISSN 1662-9779.
- [198] KVAPILOVÁ, M., K. KUCHAROVÁ, K. HRBÁČEK a V. SKLENIČKA. Creep life assessment of a cast MAR– M247 superalloy through use of creep deformation parameters. In: *International Conference on Experimental Mechanics*. Greece, 2016, s. 1–2.
- [199] LIU, D., D. J. PONS a E. H. WONG. Creep-Integrated Fatigue Equation for Metals. *International Journal of Fatigue*. 2017, vol. 98, pp. 167–175. ISSN 0142-1123.
- [200] FISCHER, F. D. a J. SVOBODA. Chemically and mechanically driven creep due to generation and annihilation of vacancies with non-ideal sources and sinks. *International Journal of Plasticity*. 2011, vol. 27, no. 9, pp. 1384–1390. ISSN 0749-6419.
- [201] RIEDEL, H.. Constrained Diffusive Cavitation of Grain Boundaries. In: *Fracture at High Temperatures*. B.m.: Springer, Berlin, Heidelberg, 1987, Materials Research and Engineering, pp. 172–197. ISBN 978-3-642-82963-5.
- [202] SOCIE, D. a B. SOCIE. Thermomechanical fatigue made easy. In *The 6th Engineering Integrity Society International Conference on Durability and Fatigue, Fatigue 2007*, Cambridge: Engineering Integrity Society, pp. 1–14.

11 Seznam použitých zkratk a symbolů

ACD	diamantový zátěžný cyklus s fází - 90°
AFM	mikroskop atomárních sil
APS	plazmatický nástřik
BAS	barium – aluminium – silicate
BMAS	barium – magnesium – aluminium – silicate
BSAS	barium – Stroncium – aluminium – silicate
BSE	zpětně odražené elektrony
CD	diamantový zátěžný cyklus s fází + 90°
CMAS	calcium – magnesium – aluminium – silicate
CMC	kompozity s keramickou maticí
DBTT	křehce tvárný přechod
EB-PVD	fyzikální depozice z plynné fáze asistovaná elektronovým svazkem
ESD	depozice elektronovým svazkem
HIP	izostatické lisování za tepla
HRSEM	skenovací elektronová mikroskopie s vysokým rozlišením
HVAF	vysokorychlostní depozice plamenem za atmosférických podmínek
HVOF	vysokorychlostní depozice plamenem v kyslíkové atmosféře
IP	režim zatěžování In-Phase
LPPS	plasmový nástřik za nízkého tlaku
OP	režim zatěžování Out-of-Phase
PSP	persistentní skluzové pásy
PSS	persistentní skluzové stopy
PVD	fyzikální depozice z plynné fáze
SE	sekundární elektrony
SEM	skenovací elektronová mikroskopie
TBC	tepelný povlak
TEM	transmisní elektronová mikroskopie
TGO	vrstva tepelně rostlých oxidů
TMF	termomechanická únava
VPS	plazmatická depozice ve vakuu
YSZ	ytrium stabilizované zirkonium
fcc	kubická plošně centrovaná mřížka
α	koeficient teplotní roztažnosti
β	NiAl fáze
β	exponent rychlosti oxidace
γ	fcc matrice niklových superslitin
γ'	vytvrzující precipitáty Ni ₃ Al
γ''	vytvrzující precipitáty Nb ₃ Al
δ	rozdíl mřížkových parametrů
δ	fázový posun mechanické a tepelné složky zátěžného cyklu TMF
Δm	hmotnostní přírůstek během oxidace

Seznam použitých zkratek

$\Delta\varepsilon_{pr}$	velikost amplitudy plastické deformace během relaxace
ε_a	amplituda celkové deformace
ε_{ae}	amplituda elastické deformace
ε_{amech}	amplituda mechanické deformace TMF
ε_{ap}	amplituda plastické deformace
ε_{apef}	efektivní hodnota amplitudy plastické deformace
ε_f	koeficient únavové tažnosti
ε_{max}	maximální hodnota deformace
ε_{min}	minimální hodnota deformace
ε_{prk}	přírůstek plastické deformace v tlaku
ε_{prt}	přírůstek plastické deformace v tahu
ε_{th}	amplituda tepelné deformace TMF
ε_{tot}	amplituda celkové deformace TMF
σ_a	amplituda napětí
σ_a^{ref}	referenční hodnota napětí pro 10-tý cyklus
σ_f	koeficient únavové pevnosti
σ_m	střední napětí
σ_{max}^i	maximální napětí i-tého cyklu
σ_{min}^i	minimální napětí i-tého cyklu
σ_{rk}	relaxační napětí v tlaku
σ_{rt}	relaxační napětí v tahu
Φ_{ox}	fázový faktor oxidace při TMF
Φ^{cr}	fázový faktor creepu při TMF
b	Burgersův vektor
b	exponent únavové pevnosti
c	exponent únavové tažnosti
d	velikost precipitátu v čase t
d_0	velikost precipitátu v čase 0
d_0	měrný průřez zkušebního tělesa
$D(tdi)$	interakční člen poškození prodlevami
E	Youngův modul pružnosti
G	modul pružnosti ve smyku
H_{cr}	konstanta spojená s kritickou tloušťkou oxidické vrstvy
H^{cr}	aktivační energie pro creep
K	vlečné creepové napětí
K'	koeficient cyklického zpevnění
K_L	kinetická konstanta oxidace
K_P	kinetická konstanta oxidace
K_{peff}	konstanta efektivní oxidace
L_0	měrná délka zkušebního tělesa
n'	exponent cyklického zpevnění
R	plynová konstanta
R_a	povrchová drsnost
t	čas
t_r	čas do lomu během creepových zkoušek
T	teplota
T_{max}	maximální teplota při TMF
T_{min}	minimální teplota při TMF

12 Publikační činnost autora

Seznam publikací v impaktovaných časopisech

- [1] ŠULÁK, I., K. OBRTLÍK, a L. ČELKO. High-temperature low-cycle fatigue behaviour of HIP treated and untreated superalloy MAR-M247, *Kovové Materiály*, 2016 Vol. 54, pp. 471-481. ISSN 1338-4252.
- [2] ŠULÁK, I. a K. OBRTLÍK. Effect of tensile dwell on high-temperature low-cycle fatigue and fracture behaviour of cast superalloy MAR-M247, *Engineering Fracture Mechanics*, 2017, Vol. 185, pp. 92-100. ISSN 0013-7944.
- [3] OBRTLÍK, K., L. ČELKO, T. CHRÁSKA, I. ŠULÁK a P. GEJDOŠ. Effect of alumina-silica-zirconia eutectic ceramic thermal barrier coating on the low cycle fatigue behaviour of cast polycrystalline nickel-based superalloy, *Surface and Coatings Technology*, 2017, Vol. 318, pp. 374-381. ISSN 0257-8972.
- [4] ŠULÁK, I., K. OBRTLÍK, L. ČELKO, T. CHRÁSKA, D. JECH a P. GEJDOŠ. Low cycle fatigue performance of Ni-based superalloy coated with complex thermal barrier coating, *Materials Characterization*, 2018, Vol. 139, pp. 347-354. ISSN: 1044-5803.
- [5] ŠULÁK, I., K. OBRTLÍK, L. ČELKO, P. GEJDOŠ a D. JECH. High-Temperature Low-Cycle Fatigue Behaviour of MAR-M247 Coated with Newly Developed Thermal and Environmental Barrier Coating, *Advances in Materials Science and Engineering*, 2018, Vol. 2018, pp. 1-8, ID 9014975. ISSN 1687-8442.

Seznam publikací v recenzovaných časopisech a sbornících

- [1] OBRTLÍK, K., S. HUTAŘOVÁ, L. ČELKO, M. JULIŠ, T. PODRÁBSKÝ a I. ŠULÁK. Effect of Thermal Barrier Coating on Low Cycle Fatigue Behavior of Cast Inconel 713LC at 900 °C, *Advanced Materials Research*, 2014, Vols. 891-892, pp. 848-853. ISSN 1662-8985.
- [2] ŠULÁK, I., K. OBRTLÍK, V. ŠKORÍK a K. HRBÁČEK. Effect of HIP on low cycle fatigue of MAR-M247 at 900°C. In *Proceedings of Metal 2014*. Ostrava: Tanger Ltd., 2015. s. 1381-1386. ISBN 978-80-87294-54-3
- [3] ŠULÁK, I., K. OBRTLÍK, L. ČELKO a P. GEJDOŠ. Effect of grit blasting surface treatment on high temperature low cycle fatigue life of Inconel 713LC. In *Multi Scale Design of Advanced Materials*. Brno. 2015. s. 139-144.
- [4] ŠKORÍK, V., I. ŠULÁK, K. OBRTLÍK a J. POLÁK. Thermo-mechanical and isothermal fatigue behavior of austenitic stainless steel AISI 316L, In *Proceedings of METAL 2015*. Ostrava: Tanger Ltd, 2016, s. 851-856. ISBN 978-80-87294-62-8
- [5] ŠULÁK, I., K. OBRTLÍK a L. ČELKO. High temperature low cycle fatigue characteristics of grit blasted polycrystalline Ni-base superalloy. *Key Engineering Materials*. 2016. vol 665, pp. 73-76. ISSN 1662-9795.

- [6] ŠULÁK, I., K. OBRTLÍK, L. ČELKO a P. GEJDOŠ. Degradation of YSZ/EUCOR TBC Coating System during High Temperature Low Cycle Fatigue Tests, *Solid State Phenomena*, 2017, vol 258, pp. 420-423. ISSN 1662-9779.
- [7] ČELKO, L., D. JECH, K. DVOŘÁK, I. ŠULÁK, L. KLAČURKOVÁ a K. OBRTLÍK. Durability of Amorphous and Crystalline BMAS Thermal Barrier Coatings Produced by Plasma Spraying, *Solid State Phenomena*, 2017, vol 258, pp. 383-386. ISSN 1662-9779.
- [8] ŠULÁK, I. a K. OBRTLÍK. Fatigue Crack Initiation in Nickel-Based Superalloy MAR-M247 at High Temperature, *Key Engineering Materials*, 2017, vol 754, pp. 27-30. ISSN 1662-9795.
- [9] ČELKO, L., D. JECH, P. KOMAROV, M. REMEŠOVÁ, K. DVOŘÁK, I. ŠULÁK, B. SMETANA a K. OBRTLÍK. Failure Mechanism of Ytria Stabilized Zirconia Atmospheric Plasma Sprayed Thermal Barrier Coatings Subjected to Calcia-Magnesia-Alumino-Silicate Environmental Attack, *Solid State Phenomena*, 2017, vol 270, pp. 39-44. ISSN 1662-9779.
- [10] ŠULÁK, I., K. OBRTLÍK, L. ČELKO, D. JECH a P. GEJDOŠ. High-Temperature Low Cycle Fatigue Resistance of Inconel 713LC Coated with Novel Thermal Barrier Coating, In *Proceedings of the 17th International Conference on New Trends in Fatigue and Fracture*. NT2F 2017. Springer, 2017, pp. 49-56. ISBN 978-3-319-70364-0.
- [11] ŠULÁK, I., K. OBRTLÍK a K. HRBÁČEK. Low Cycle Fatigue Behavior and Fatigue Crack Initiation in MAR-M247 at 700 °C, In *Proceedings of METAL 2017*. Ostrava: Tanger Ltd., 2018. s. 1580-1586. ISBN 978-80-87294-79-6.

Prezentace na konferencích

Junior EUROMAT 2014	Lausanne, Švýcarsko, 2014
METAL 2014	Brno, Česká republika, 2014
ICSMA-17	Brno, Česká republika, 2015
RIPT 7	Limoges, Francie, 2015
ICFDM 14	Budva, Černá hora, 2015
ICM 12	Karlsruhe, Německo, 2015
MSMF-8	Brno, Česká republika, 2016
ICFDM 15	Alicante, Španělsko, 2016
ICMFM 18	Gijon, Španělsko, 2016
Junior EUROMAT 2016	Lausanne, Švýcarsko, 2016
27th Colloquium on Fatigue Mechanisms	Vídeň, Rakousko, 2016
ICF 14	Rhodos, Řecko, 2017
ICFDM 16	Florencie, Itálie, 2017
METAL 2017	Brno, Česká republika, 2017
NT2F 17	Cancun, Mexiko, 2017
Fatigue_2018	Poitiers, Francie, 2018
ICMFM19	Porto, Portugalsko, 2018
METAL 2019	Brno, Česká republika, 2019