

# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ ÚSTAV ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

# MECHANISMY ÚNAVOVÉHO POŠKOZENÍ NIKLOVÉ SUPERSLITINY INCONEL 713LC ZA TEPLOTY 800 °C FATIGUE FAILURE MECHANISM OF NICKEL-BASED SUPERALLOY INCONEL 713LC

DIPLOMOVÁ PRÁCE MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

BC. JANA SMÉKALOVÁ

VEDOUCÍ PRÁCE SUPERVISOR ING. SIMONA POSPÍŠILOVÁ, PH.D.

**BRNO 2010** 

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství Akademický rok: 2009/10

# ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Bc. Jana Smékalová

který/která studuje v magisterském studijním programu

obor: Materiálové inženýrství (3911T011)

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

#### Mechanismy únavového poškození niklové superslitiny Inconel 713LC za teploty 800°C

v anglickém jazyce:

# Fatigue failure mechanism of nickel-based superalloy Inconel 713LC under 800°C

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

V práci budou studovány mechanismy únavového poškození lité polykrystalické niklové superslitiny po zkouškách nízkocyklové únavy v režimu řízené deformace při teplotě 800 °C. V rámci předešlého výzkumu bylo sledováno únavové chování dané slitiny na vzorcích s aplikovanou alitosilitovanou vrstvou a na vzorcích bez vrstvy. Bylo zjištěno, že po aplikaci této povrchové vrstvy na materiál Inconel 713LC došlo ke zlepšení únavových vlastností při teplotě 800 °C. Cílem této práce je zhodnotit mechanismy únavového poškození a to iniciaci a rozvoj únavové trhliny na základě studia lomové plochy, sledováním šíření primárních a sekundárních trhlin, pozorováním povrchového reliéfu atd. a také určit vliv ochranné povrchové vrstvy na mechanismy únavového poškození a vlastnosti dané slitiny.

Cíle diplomové práce:

Cílem této práce je:

- vypracovat literární rešerši na dané téma,

- vyhodnotit mechanismy únavového poškození, co se týká iniciace a rozvoje únavové trhliny a to na základě pozorování lomové plochy, vyhodnocení šíření primárních a sekundárních únavových trhlin na podélných řezech zkušebního tělesa, popř. sledováním povrchového reliéfu atd.; a to na vzorcích po zkouškách nízkocyklové únavy v režimu řízené deformace, které byly provedeny v rámci předchozího výzkumu,

 porovnat výsledky mezi vzorky s aplikovanou povrchovou alitosilitovanou vrstvou a se vzorky bez vrstvy a určit tak vliv vrstvy na únavové vlastnosti a mechanismy únavového poškození materiálu při teplotě 800 °C. Seznam odborné literatury:

[1] DURAND-CHARRE, M.: The Microstructure of Superalloys. Gordon Breach Science Publishers, Amsterdam, 1997. 121s.

[2] BROOKS, Ch.R.: Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys. ASM Ohio, USA, 1995. 419s. ISBN 0-87170-138-3.

[3] TAMARIN, Y.: Protective Coatings for Turbine Blades. ASM Ohio, USA, 2002. 256s. ISBN 0-87170-759-4.

[4] JULIŠ, M.; POSPÍŠILOVÁ, S.; PODRÁBSKÝ, T.: An Application of Al-Si Layer on Nickel-based Superalloys and their Analysis. Chemické listy, S/102 (2008), pp. 880-881. ISSN: 0009-2770.

Vedoucí diplomové práce: Ing. Simona Pospíšilová, Ph.D.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2009/10.

V Brně, dne 20.10.2009

prof. RNDr. Jaroslav Cihlář, CSc. Ředitel ústavu

L.S. DEKANAT

doc. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc. Děkan

## ABSTRAKT

Niklové superslitiny jsou používány pro vysokoteplotní aplikace v energetickém a leteckém průmyslu. Jsou namáhány v agresivním prostředí za vysokých teplot při spolupůsobení únavových a creepových procesů, vysokoteplotní oxidace, koroze a eroze. Prodloužení životnosti takto namáhaných součástí a současné zvýšení výkonu jednotlivých zařízení je možné pomocí aplikace povrchových ochranných vrstev.

Tato práce je zaměřena na zkoumání mechanismů únavového poškození superslitiny Inconel 713LC při teplotě 800 °C a porovnání těchto mechanismů u materiálu s ochrannou povrchovou vrstvou na bázi Al-Si a materiálu bez této vrstvy. Užitím optické mikroskopie, rastrovací elektronové mikroskopie a konfokální laserové rastrovací mikroskopie byly analyzovány iniciační místa únavových trhlin, způsob jejich šíření a v některých oblastech i rychlosti šíření únavových trhlin. Na základě předešlého výzkumu bylo zjištěno, že aplikace povrchové úpravy má pozitivní vliv na únavovou životnost slitiny Inconel 713LC. Tyto výsledky byly v práci potvrzeny a doplněny.

# KLÍČOVÁ SLOVA

niklová superslitina, Inconel 713LC, mechanismus únavového poškození, povrchová Al-Si vrstva, rychlost šíření únavové trhliny

## ABSTRACT

Nickel superalloys are used for high-temperature application in energetic and aerospace industry. They are exposed to aggressive environment at high temperatures with the interactions between fatigue and creep processes, high-temperature oxidation, corrosion and erosion. Lifetime extension of such strained parts while increasing the performance of particular machine is possible by applying protective surface coatings.

The subject of this work is to investigate the fatigue failure mechanisms of superalloy Inconel 713LC at 800 °C and to compare these mechanisms between material with a protective coating based on Al-Si and material without coating. The location of initiation fatigue cracks, their propagation and the fatigue crack propagation rate in some areas were analyzed by optical microscopy, scanning electron microscopy and confocal laser scanning microscopy. Based on previous research it was found that the application of the coating AlSi has a positive effect on lifetime of alloy Inconel 713LC. These results were confirmed and estimated in the diploma thesis.

## **KEY WORDS**

nickel based superalloy, Inconel 713LC, fatigue failure mechanism, Al-Si coating, fatigue crack growth rate

## **BIBLIOGRAFICKÁ CITACE**

SMÉKALOVÁ, J. *Mechanismy únavového poškození niklové superslitiny Inconel 713LC za teploty 800°C.* Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2010. 58 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Simona Pospíšilová, Ph.D.

# PROHLÁŠENÍ

"Prohlašuji, že jsem diplomovou práci zpracovala samostatně za použití uvedené literatury a podle pokynů své školitelky."

V Brně dne 28. 5. 2008

Bc. Jana Smékalová

# PODĚKOVÁNÍ

Chtěla bych tímto poděkovat své vedoucí práce Ing. Simoně Pospíšilové, Ph.D. za cenné rady při zpracování diplomové práce a za čas, který mi věnovala.

Dále děkuji RNDr. Karlu Obrtlíkovi, CSc. a Ing. Pavlu Hutařovi, Ph.D. z ústavu fyziky materiálů AVČR a Ing. Drahomíře Janové z ústavu materiálových věd a inženýrství VUT FSI.

Děkuji také svým blízkým za jejich morální a psychickou podporu.

# **OBSAH**:

| BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY                                                                                                                                                                                                                                                                                          | 1                                      |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------|
| 1. ÚVOD                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | 1                                      |
| 2. CÍLE PRÁCE                                                                                                                                                                                                                                                                                                          | 2                                      |
| 3. CHEMICKÉ SLOŽENÍ                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | 3                                      |
| 4. MIKROSTRUKTURA NIKLOVÝCH SUPERSLITIN                                                                                                                                                                                                                                                                                | 5                                      |
| <ul> <li>4. 1. Matrice</li> <li>4. 2. Vytvrzující fáze</li> <li>4. 3. Primární karbidy</li> <li>4. 4. Sekundární karbidy</li> <li>4. 5. Nežádoucí fáze – TCP fáze</li> </ul>                                                                                                                                           | 5<br>6<br>7<br>7<br>8                  |
| 5. VLIV TEPLOTY NA STRUKTURU A VLASTNOSTI SUPERSLITIN                                                                                                                                                                                                                                                                  | 10                                     |
| 6. OCHRANA POVRCHU MATERIÁLU                                                                                                                                                                                                                                                                                           | 12                                     |
| 6.1. Difúzní povlaky na bázi Al-Si                                                                                                                                                                                                                                                                                     | 12                                     |
| 7. CYKLICKÉ NAMÁHÁNÍ                                                                                                                                                                                                                                                                                                   | 14                                     |
| <ul> <li>7. 1. Stádia únavového procesu</li> <li>7. 2. Stádium změn mechanických vlastností</li> <li>7. 3. Stádium iniciace trhlin</li> <li>7. 4. Stádium šíření trhlin</li> <li>7. 5. Křivky únavové životnosti</li> <li>7. 6. Únavové zkoušky</li> <li>7. 7. Vliv zvýšených teplot na cyklické zatěžování</li> </ul> | 14<br>15<br>17<br>19<br>20<br>22<br>23 |
| 8. LOMOVÁ MECHANIKA                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | 24                                     |
| 8. 1. Napjatost v tělese s trhlinou<br>8. 2. Faktor intenzity napětí<br>8. 3. Šíření únavových trhlin                                                                                                                                                                                                                  | 25<br>25<br>26                         |
| 9. EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL                                                                                                                                                                                                                                                                                             | 28                                     |
| 10. EXPERIMENTÁLNÍ METODY                                                                                                                                                                                                                                                                                              | 30                                     |
| 10. 1. Příprava metalografických preparátů<br>10. 2. Světelná mikroskopie (SM)<br>10. 3. Konfokální laserová rastrovací mikroskopie<br>10. 4. Rastrovací elektronová mikroskopie (REM)                                                                                                                                 | 30<br>30<br>31<br>31                   |
| 11. VÝSLEDKY EXPERIMENTŮ A JEJICH DISKUZE                                                                                                                                                                                                                                                                              | 32                                     |
| <ol> <li>11. 1. Hodnocení lomových ploch vzorků</li> <li>11. 1. Vzorky s ochrannou Al-Si vrstvou</li> <li>11. 1. 2. Vzorky bez ochranné Al-Si vrstvy</li> <li>11. 2. Pozorování trhlin na povrchu a na řezech rovnoběžných s osou</li> </ol>                                                                           | 32<br>32<br>36<br>39<br>30             |
| 11. 3. Hodnocení mikrostruktury                                                                                                                                                                                                                                                                                        |                                        |
| 11. 4. Kvantitativní hodnocení rychlosti šíření únavových trhlin                                                                                                                                                                                                                                                       | 44                                     |
| 12. ZAVERY                                                                                                                                                                                                                                                                                                             | 50                                     |

| 13. SEZNAM | POUŽITÉ LITERATURY          | 52 |
|------------|-----------------------------|----|
| 14. SEZNAM | POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ | 54 |
| 15. SEZNAM | TABULEK                     | 56 |
| 16. SEZNAM | OBRÁZKŮ                     | 57 |

# 1. ÚVOD

Superslitiny na bázi niklu jsou nepostradatelné materiály pro vysokoteplotní aplikace v energetickém a leteckém průmyslu díky svým jedinečným vlastnostem. I při relativně vysokých teplotách (nad 650 °C) se vyznačují vysokou pevností, rozměrovou stálostí a odolností vůči korozi. Tyto materiály by tedy měly odolávat mechanickému namáhání za vysokých teplot jako je creep nebo únava a různým korozním účinkům pracovního prostředí.

Niklové superslitiny jsou děleny na žáruvzdorné a žárupevné. Žáruvzdorné superslitiny odolávají korozi až do teplot 1150 °C, nejsou schopny dlouhodobě přenášet vnější zatížení a z toho důvodu nejsou vhodné pro aplikace v leteckých motorech a jiných dynamicky namáhaných zařízení. Jsou zpevněné substitučně a karbidy, zatímco žárupevné superslitiny navíc i precipitačně (koherentními precipitáty). To zabezpečuje přidávání přísad AI a Ti, které tvoří hlavní vytvrzující fázi Ni<sub>3</sub>(AI, Ti). Díky tomuto zpevnění mohou být vystaveny teplotám až 950 °C při mechanickém zatěžování.

Vývoj superslitin byl znatelný zejména v období druhé světové války, kdy díky vysokému požadavku na další vývoj proudových leteckých motorů musel materiál dlouhodobě odolávat vysokým teplotám, mechanickému zatížení a korozi. Pro další zvyšování žáruvzdornosti a žárupevnosti bylo upravováno chemické složení a hledán vhodný výrobní postup.

Tyto slitiny mohou být buď v litém nebo v méně často používaném tvářeném stavu. Tavení superslitin do 50. let probíhalo na vzduchu, což byl problém hlavně z hlediska vysoké reaktivnosti hliníku a titanu s kyslíkem. Poté se začaly uvedené lité slitiny vyrábět vakuovým tavením a odlévat přesným litím metodou vytavitelného modelu. Zvyšováním pracovních teplot z původních asi 700 °C (ve 40. letech minulého století) se dosáhlo použitelnosti těchto slitin v dnešní době až do 1100 °C pro součásti nenamáhané mechanicky.

Nejčastějším zdrojem poruch v praxi u těchto slitin je povrch součástí, a to hlavně díky působení vysokých teplot, koroze, oxidace nebo eroze. Proto pro další zvýšení životnosti je nutná jeho ochrana, což může být zajištěno pomocí aplikace povrchových vrstev. To umožní zvýšení provozní teploty a s tím spojené i následné zvýšení výkonu jednotlivých zařízení. Důležitým požadavkem je, že povrchové vrstvy nesmí zhoršovat mechanické vlastnosti původního materiálu.

# 2. CÍLE PRÁCE

Diplomová práce navazuje na předchozí výzkum únavových vlastností niklové superslitiny Inconel 713LC [1]. Bylo zjištěno, že aplikovaná ochranná vrstva na bázi Al-Si na povrch materiálu má příznivý vliv na únavovou životnost základního materiálu.

Z tohoto důvodu bylo hlavním cílem diplomové práce studovat a porovnat mechanismy únavového poškození slitiny Inconel 713LC s aplikovanou povrchovou vrstvou na bázi Al-Si a základního materiálu bez vrstvy v oblasti nízkocyklové únavy, namáhané na tah-tlak v režimu řízené deformace, při 800 °C na vzduchu.

Jednotlivé cíle práce:

- seznámit se s danou problematikou a vypracovat interdisciplinární rešerši na téma niklové superslitiny, cyklické namáhání a lomová mechanika,
- vyhodnotit mechanismy únavového poškození, a to jak iniciace, tak rozvoje únavové trhliny při teplotě 800 °C na základě pozorování lomové plochy pomocí světelné a rastrovací elektronové mikroskopie u materiálu s povrchovou Al-Si vrstvou i u materiálu bez vrstvy při různých podmínkách zatěžování,
- popsat mechanismy iniciace únavových trhlin při teplotě 800 °C na podélných osových řezech vybraných zkušebních těles pomocí světelné a rastrovací elektronové mikroskopie a dále na povrchu materiálu pomocí konfokální mikroskopie,
- porovnat mechanismy únavového porušení mezi vzorky s povrchovou ochrannou Al-Si vrstvou a vzorky bez vrstvy a určit tak vliv vrstvy na mechanismy únavového poškození materiálu při teplotě 800 °C,
- odhadnout rychlost šíření únavových trhlin při teplotě 800 °C na základě pozorování lomových ploch pomocí světelné a elektronové mikroskopie a porovnat výsledky s dostupnými literárními prameny.

# 3. CHEMICKÉ SLOŽENÍ

Niklové superslitiny jsou tvořeny hlavně niklem v kombinaci s dalšími prvky. Nejčastěji to je chrom, kobalt, hliník a další přísadové prvky jako je wolfram, niob či molybden. Obsahy vyskytujících se legujících prvků jsou uvedeny v tabulce 3.1.

Kromě těchto prvků se v niklových superslitinách vyskytují také doprovodné příměsi, nečistoty a mikrolegury.

| Prvky | Obsah [hm %] |
|-------|--------------|
| С     | 0,02 - 0,38  |
| Cr    | 5 - 25       |
| Mo, W | 0 - 12       |
| AI    | 0 - 6        |
| Ti    | 0 - 6        |
| Co    | 0 - 20       |
| Nb    | 0 - 5        |
| Та    | 0 - 12       |
| Fe    | 0 - 36       |
| Re    | 0 - 6        |

Tab. 3.1: Rozmezí legujících prvků v superslitinách niklu, [2]

Hlavní úlohou prvků, které tvoří substituční tuhý roztok, je zvýšení pevnosti matrice superslitin. Mezi tyto prvky patří Co, Cr, Mo, W a Ta. Wolfram a molybden značně ke zpevnění přispívají, i když jejich rozpustnost v niklu není příliš vysoká. Zpevňující účinek chromu v tuhém roztoku je menší než u předchozích prvků, ale díky jeho větší rozpustnosti v niklu zajišťuje vysoké zpevnění, [3]. Substituční rozpouštění kobaltu v matrici je prospěšné z hlediska zvyšování rekrystalizační teploty, čímž zvyšuje žárupevnost superslitin. Hliník a titan společně s niklem tvoří koherentní precipitáty  $\gamma'$  (viz. kapitola 4. 2.) a kobalt s tantalem zvyšují jejich teplotu rozpustnosti. Hliník, chrom a tantal navíc zvyšují korozní odolnost superslitin a Cr současně napomáhá také zvýšení odolnosti proti sulfidům, [4].

Uhlík spolu s karbidotvornými prvky tvoří v niklových superslitinách karbidy. Jeho množství se snažíme u některých niklových superslitin snižovat na co nejnižší podíl. Při dlouhodobých provozních podmínkách či tepelném zpracování za vysokých teplot se mohou karbidy nevhodně seskupovat na hranicích zrn a snižovat tak pevnostní vlastnosti za vysokých teplot. Mimo jiné mohou karbidy ochuzovat matrici o důležité prvky, a to například při tvorbě karbidů z chromu, kdy se snižuje korozní odolnost a žáruvzdornost slitiny vlivem menšího podílu Cr v matrici.

Wolfram, titan, tantal, molybden a niob jsou prvky tvořící primární karbidy typu MC. Karbidy  $M_{23}C_6$  se pak lehce vytvářejí ve slitinách se středním a vysokým obsahem Cr. Chrom tvoří také karbidy typu  $M_7C_3$  a Mo a W karbidy typu  $M_6C$ . Tyto druhy karbidů vysvětluje blíže kapitola 4. 3 a 4. 4. Ve struktuře se mohou vyskytovat také karbonitridy ve formě M(CN), kde M představuje Ti, Zr, Nb nebo Hf, [3].

V niklových superslitinách se mohou rovněž vyskytovat i různé příměsi, které se do slitiny dostávají již během technologického procesu z výchozích surovin. Jejich výskyt může být prospěšný i nežádoucí. Mezi nežádoucí patří zbytkové plyny (O, N, H, Ar, He), nemetalické nečistoty (P, S) a kovové a metaloidní nečistoty (Pb, Bi, Sb, Se, Ag, Cu, Te). Mezi prospěšné prvky patří B, Zr a Hf, které se používají pro zpevnění hranic zrn, čímž chrání materiál proti difúznímu creepu po hranicích zrn. Dobrý vliv na strukturu mají také rafinační přísady jako je Ca, Mg, Ce, La. Nejvíce škodlivé nečistoty jsou O, N a S. Odstranění kyslíku a síry lze provádět rafinačními přísadami, mikrolegováním a jinými technologickými opatřeními. Odstranění dusíku je technologicky velice náročné, nicméně nutné, protože přítomnost dusíku způsobuje v odlitcích superslitin různé defekty, [5].

Vlastnosti niklových superslitin můžeme ovlivňovat nejen optimalizací chemického složení, kontrolou mikročistoty či mikrolegováním, ale také technologií výroby nebo tepelným zpracováním.

## 4. MIKROSTRUKTURA NIKLOVÝCH SUPERSLITIN

Niklové superslitiny mají mikrostrukturu tvořenou matricí  $\gamma$ , která má kubickou plošně středěnou mřížku. S touto fází jsou koherentně spojeny částice vytvrzující fáze  $\gamma'$  (Ni<sub>3</sub>Al nebo Ni<sub>3</sub>(Al, Ti)). V mikrostruktuře se rovněž vyskytují primární karbidy (MC), sekundární karbidy (M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, M<sub>6</sub>C, M<sub>7</sub>C<sub>3</sub>) nebo boridy a karbonitridy (M<sub>3</sub>B<sub>2</sub>, M(C,N), M<sub>23</sub>(C,N)<sub>6</sub>), [1].

Pro získání co nejlepších vlastností materiálu je velice důležitá eliminace vylučování nežádoucích fází. Tyto fáze se nejčastěji vylučují v průběhu dlouhodobého provozu při vysokých teplotách a svou morfologií mohou způsobovat zkřehnutí struktury a jiné zhoršení vlastností materiálu. Toto vede ke zhoršení funkce v provozu až k následné havárii. Zamezit tvorbě těchto fází můžeme vhodnou volbou chemického složení, [6].

Na obrázku 4.1 je vidět typická struktura niklových precipitačně zpevněných superslitin, kde jsou uvedeny žádoucí (matrice  $\gamma$ , fáze  $\gamma'$ , karbidy MC, M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>) a nežádoucí fáze (eutektikum,  $\sigma$  fáze). Tento obrázek navíc demonstruje historický vývoj těchto slitin, kde můžeme porovnat změnu tvaru (od kulovitého po kubický) a množství fáze  $\gamma'$ .



Obr. 4.1: Historický vývoj mikrostruktury niklových superslitin, [7]

#### 4.1. Matrice

Fáze γ je u niklových superslitin základní strukturní složkou. Je to substituční tuhý roztok Ni a přísad. Má kubickou plošně středěnou mřížku (FCC) a nejčastěji se leguje prvky Co, Fe, Cr, Mo, W, Nb a Ta. Tvorba matrice se řídí velikostním faktorem a počtem valenčních elektronů s ohledem na strukturní stabilitu za vysokých teplot. Velikost atomů legujících prvků se liší maximálně o 13% od velikosti atomu niklu. V matrici jsou také rozpuštěny Al a Ti, ale tyto prvky při tepelném zpracování a jiných precipitačních procesech opouštějí matrici, [4].

#### 4. 2. Vytvrzující fáze

Nejdůležitější strukturní součástí ve většině niklových superslitin je zpevňující fáze  $\gamma'$ . Je to intermetalická fáze Ni<sub>3</sub>Al nebo Ni<sub>3</sub>(Al,Ti). V rovnovážném binárním diagramu Al - Ni, na obrázku 42, je výskyt fáze  $\gamma'$  zvýrazněn červenou barvou.



Obr. 4.2: Binární rovnovážný diagram Al - Ni, [2]

Tato fáze vzniká při ochlazování základního tuhého roztoku  $\gamma$ , kde se vylučuje ve formě uspořádaného tuhého roztoku s mřížkou FCC typu L1<sub>2</sub>. Také vzniká během provozu při ochlazování z vysokých teplot a při tepelném zpracování. Může zde docházet k částečnému rozpouštění i zpětné precipitaci. Na obrázku 4.3 vidíme základní buňku FCC s atomy AI (Ti) a Ni. Zatímco atomy Ni obsazují místa ve středu stěn, atomy AI a Ti zaujímají místo v uzlových bodech.

Vysoký stupeň koherence rozhraní částice fáze  $\gamma'$  a matrice základního tuhého roztoku  $\gamma$  (přibližně 0 ÷ 1%) způsobuje dlouhodobé koherentní vytvrzení tj. krystalové roviny fáze  $\gamma'$  jsou spojené s matricí  $\gamma$ , [4].



Obr. 4.3: Uspořádání atomů v mřížce L1<sub>2</sub> – fáze Ni<sub>3</sub>AI

Fáze γ' může vznikat ve formě globulí, krychlí a nebo tyčinek. Tento tvar určuje deformační a povrchová energie. Výsledný tvar precipitátu je dán minimem v součtu obou energií. Velikost deformační energie se určuje mřížkovou neshodou (misfit, mismatch), orientací a velikostí precipitátu. Misfit vyjádříme pomocí vztahu (1), [3].

misfit = 
$$\frac{\alpha_{\gamma'} - \alpha_{\gamma}}{\alpha_{\gamma'}} \times 100 = [\%],$$
 (1)

kde  $\alpha_{v'}$  je mřížkový parametr zpevňující fáze  $\gamma'$  a  $\alpha_v$  je mřížkový parametr fáze  $\gamma$ .

Při mřížkové neshodě menší než I0,4I nabývá precipitát kulového tvaru. Pro mřížkovou neshodu v rozmezí I0,4 ÷ 1I má precipitát tvar kubický a při hodnotě větší než I1I vzniká tvar tyčinkový, [5, 3]. S růstem precipitátů  $\gamma'$ , k němuž může docházet vlivem zvyšující se teploty, se mění jejich tvar z kulového na kubický nebo tyčinkový, [5].

#### 4. 3. Primární karbidy

Uhlík, jehož množství se v niklových superslitinách pohybuje v rozmezí 0,02  $\div$  0,3 %, v kombinaci s prvky, jako jsou W, Mo, Ta, Ti, Hf a Nb, vytváří primární karbidy typu MC. Ve struktuře se obvykle vyskytují ve formě větších nepravidelných částic s kubickou morfologií. Karbidy vznikají během krystalizace z taveniny nebo z eutektické reakce. V matrici se vyskytují v mezidendritických prostorech, kde jsou rozmístěné jak uvnitř zrn, tak i po jejich hranicích. V průběhu tepelného zpracování nebo za provozních podmínek se karbidy typu MC mohou měnit na sekundární karbidy typu M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> příp. M<sub>6</sub>C, pokud slitina obsahuje dostatečné množství Mo, Cr a W. Tomuto jevu je možné zabránit zvýšením obsahu Nb ve slitině, čímž se karbidy MC stabilizují až do teplot 1200  $\div$  1260° C [8].

Primární karbidy, které jsou velké a hrubé jsou nežádoucí, protože můžou jak mechanickým, tak tepelným namáháním iniciovat únavovou trhlinu. To následně vede k předčasným lomům. Důležité je proto sledovat morfologii, velikost a množství karbidů, což můžeme ovlivnit především chemickým složením a řízenou rychlostí ochlazování slitiny.

#### 4. 4. Sekundární karbidy

Sekundární karbidy v niklových superslitinách mohou být ve struktuře žádoucí nebo nežádoucí podle toho, v jaké formě se vyskytují. Tvoří se při tepelném zpracování nebo při dlouhodobém provozu za vysokých teplot. Jsou-li vhodně rozmístěny ve struktuře, mohou zvyšovat odolnost proti creepu, [3].

Karbidy  $M_{23}C_6$  se lehce vytvářejí ve slitinách se středním a vysokým obsahem Cr. Přítomnost těchto karbidů na hranicích zrn obklopených koherentními částicemi  $\gamma'$ může zlepšit creepové vlastnosti. Výskyt karbidů  $M_{23}C_6$  ve formě síťoví, desek nebo nespojených, nepravidelných částic na hranicích zrn vede ke snížení tažnosti slitin a výrazně zvyšuje náchylnost k tvorbě trhlin po hranicích zrn [8]. Tvoří je převážně Cr, Mo a W. Karbidy  $M_6C$  se vyskytují hlavně při obsahu nad 8% W nebo Mo, což jsou žáruvzdorné těžko tavitelné kovy. Tvoří se v rozsahu teplot 815 ÷ 980 °C a mají složitou kubickou strukturu. Karbidy  $M_6C$  jsou stabilnější při vyšších teplotách než karbidy  $M_{23}C_6$ , [4].

V tabulce 4.1 je zobrazen přehled karbidů, nitridů a boridu, které se mohou ve struktuře nacházet.

| Fáze                           | Mřížka                        | Vzorec                                                                                                                                                                                                               | Popis                                                                                                                                        |
|--------------------------------|-------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| МС                             | SCC<br>kubická prostá         | TiC, Nb,C, HfC                                                                                                                                                                                                       | Složení je různé, tvoří nepravidelné globule.<br>Muže být Ti, Ta, Nb, Hf, Th nebo Zr.                                                        |
| M <sub>23</sub> C <sub>6</sub> | FCC                           | Cr <sub>23</sub> C <sub>6</sub> , Fe <sub>23</sub> C <sub>6</sub> ,<br>W <sub>23</sub> C <sub>6</sub> , Mo <sub>23</sub> C <sub>6</sub>                                                                              | Může být ve tvaru globulí, desek aj., obvykle<br>se vyskytuje na hranicích zrna.                                                             |
| M₅C                            | FCC                           | Fe <sub>3</sub> Mo <sub>3</sub> C, Fe <sub>3</sub> W <sub>3</sub> C,<br>Fe <sub>4</sub> W <sub>2</sub> C, Fe <sub>3</sub> Nb <sub>3</sub> C,<br>Nb <sub>3</sub> Co <sub>3</sub> C, Ta <sub>3</sub> Co <sub>3</sub> C | Náhodně distribuované karbidy.                                                                                                               |
| M <sub>7</sub> C <sub>3</sub>  | HCP<br>hexagonální            | Cr <sub>7</sub> C <sub>3</sub>                                                                                                                                                                                       | Vyskytují se pouze v některých slitinách po<br>vystavení teplot nad 1000°C. Nejčastěji tvoří<br>deskovité částice na hranicích zrn.          |
| $M_3B_2$                       | SCT<br>tetragonální<br>prostá | Ta <sub>3</sub> B <sub>2</sub> , V <sub>3</sub> B <sub>2</sub> ,<br>Cr <sub>3</sub> B <sub>2</sub> , Fe <sub>3</sub> B <sub>2</sub> ,<br>Mo <sub>3</sub> FeB <sub>2</sub> , Nb <sub>3</sub> B <sub>2</sub>           | Vyskytují se v niklových slitinách s obsahem<br>bóru nad 0,03. Vypadají obdobně jako karbidy                                                 |
| MN                             | SCC<br>kubická prostá         | TiN, ZrN, NbN                                                                                                                                                                                                        | Nitridy se vyskytují ve slitinách obsahujících<br>Ti, Ni a Zr. Jsou nerozpustné pod teplotou<br>tavení. Mají kruhové nebo obdélníkové tvary. |

Tab. 4.1: Typy karbidů, nitridů a Borisů, [3]

## 4. 5. Nežádoucí fáze – TCP fáze

Topologicky uspořádané fáze (TCP - Topologically Close-Packed), jako jsou  $\sigma$  fáze,  $\mu$  fáze, Lavesovy fáze, mají především nežádoucí morfologii. Jedná se o dlouhé, tenké nebo protáhlé částice, které jsou tvrdé a křehké a bývají nevhodně vyloučeny na hranicích zrn (tab. 4.2). Jejich morfologie a umístění má špatný dopad hlavně na mechanické a creepové vlastnosti a zvyšují tak riziko předčasné iniciace trhliny či mikrotrhliny, [3]. TCP fáze navíc obsahují vysoký podíl žáruvzdorných prvků, čímž o ně ochuzují matrici a následkem toho dochází ke snížení žáruvzdornosti slitiny. Obecně se jedná o fáze, které mají těsně uspořádané atomy ve vrstvách a ty jsou navzájem odděleny velkou meziatomovou vzdáleností (vložená vrstva větších atomů). Jejich vznik je dán především chemických složením niklových superslitin. Tyto fáze se mohou také tvořit při samotném tepelném zpracování a při dlouhodobých provozních podmínkách.

V některých niklových superslitinách se mohou vyskytovat:

- Fáze σ je intermetalická velmi křehká ráze, vytváří dlouhé desky nebo jehlice. Je označena A<sub>x</sub>B<sub>x</sub> (A = Cr, Mo; B = Fe, Ni).
- Fáze μ má podobné vlastnosti jako σ fáze, tvoří křehké precipitáty. Vzniká podle vzorce A<sub>7</sub>B<sub>6</sub> (A = Co, Fe, Ni; B = Mo, W, Cr).
- Lavesovy fáze se tvoří jako interkrystalické precipitáty, mají obecný vzorec A<sub>2</sub>B (A = Fe, Cr, Mn, Si; B = Mo, Ti, Nb, Ta), kde A je o 20 ÷ 30% větší atom než B. Řadí se mezi substituční sloučeniny, u kterých převládá vliv velikostního faktoru nad vlivem elektronové koncentrace. Nejčastěji se jedná o velikostní faktor 1,2247, [3].

| Fáze     | Mřížka                                                                                                                                                             | Vzorec                                                                                                                                  | Popis                                                                                                                                                                           |
|----------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| μ        | Romboedrická                                                                                                                                                       | Co <sub>7</sub> W <sub>6</sub> , Fe <sub>7</sub> Cr <sub>6</sub> ,<br>Ni <sub>7</sub> Mo <sub>6</sub> , Co <sub>7</sub> Mo <sub>6</sub> | Vyskytují se ve slitinách s vysokým obsahem<br>Mo a W. Tvoří se za vysokých teplot jako<br>hrubozrnná Widmanstättenova struktura.                                               |
| Lavesovy | vesovy HCP Fe <sub>2</sub> Nb, Fe <sub>2</sub> Ti,<br>Fe <sub>2</sub> Mo, Ni <sub>2</sub> Nb Často se vyskytují v superslitiná<br>Nejčastěji vypadají jako pepravi |                                                                                                                                         | Často se vyskytují v superslitinách Co.<br>Neičastěji vypadají jako nepravidelné                                                                                                |
| fáze     | FCC                                                                                                                                                                | Co₂Ta, Co₂Ti                                                                                                                            | protažené globule.                                                                                                                                                              |
| σ        | вст                                                                                                                                                                | (CrMo) <sub>x</sub> (NiCo) <sub>y</sub>                                                                                                 | Vyskytují se častěji ve slitinách na bázi Co.<br>Nejčastěji vypadají jako nepravidelné<br>protažené globule.                                                                    |
| η        | НСР                                                                                                                                                                | Ni <sub>3</sub> Ti                                                                                                                      | Vyskytuje se ve slitinách s vysokým obsahem<br>Al a Ti po dlouhodobé namáhání. Tvoří kulaté<br>útvary na hranicích zrn nebo jehlice uvnitř zrn<br>ve Widmanstättenové struktuře |

#### Tab. 4.2: Nežádoucí fáze, [3]

# 5. VLIV TEPLOTY NA STRUKTURU A VLASTNOSTI SUPERSLITIN

Při zvyšování teploty dochází ve struktuře niklových superslitin ke zhrubnutí jednotlivých precipitátů fáze  $\gamma'$ . Čím vyšší teplota je, tím intenzivnější je tento jev. Následkem tohoto jevu je propojování částic vytvrzující fáze  $\gamma'$ . Nakonec dochází ke spojení částic fáze  $\gamma'$  do řetízků nebo blokových útvarů s úplnou ztrátou koherence, [9].



Obr. 5.1: Spojování částic vytvrzující fáze γ' vlivem působení vysoké teploty, [3] a) rozšiřují se prostory v matrici a umožňuje snadný pohyb dislokací b) dochází ke slučování γ' částic a vytváří se mezifázová dislokační síť c) konečné sloučení částic a ztráta koherence

#### Raftová morfologie

Dochází k ní pouze za vysokých teplot vlivem elastické a povrchové energie rozhraní. Částice  $\gamma'$  se mají snahu spojovat a vytvářet krátké řetízky nebo bloky (viz. obr. 5.1). Průběh tohoto procesu není náhodný, ale dochází při něm k usměrněné koalescenci, což je způsobeno chemickou heterogenitou vyplývající se segregace v průběhu tuhnutí, [3].

#### • Rafting

K tomuto ději dochází při zatížení materiálu vysokou teplotou a napětím. Struktura je tedy ovlivněna nejen chemickou nestejnorodostí, jak tomu bylo u raftové morfologie, ale také napětím. Při tomto procesu dochází k zaobalování a protahování částic  $\gamma'$ . Ve struktuře se vyskytuje výrazná anizotropie vlastností, což ovlivňuje creepovou pevnost za vyšších teplot.

Formování raftů je závislé na mřížkové neshodě (misfitu) fází γ a γ'. Je-li misfit záporný, pak se rafty formují kolmo na vnější zatížení. Při kladné hodnotě misfitu se rafty formují rovnoběžně se zatížením [3].

Precipitačně zpevněné niklové superslitiny mají schopnost za vysokých teplot v rozmezí 600÷800 °C zpevňovat. Je to dáno interakcí dislokací s koherentním rozhraním matrice - precipitát v'. Dislokace se musí při přechodu přes toto rozhraní rozdělit na soustavu parciálních dislokací a plošných poruch. Při přechodu do jiné skluzové roviny se musí celý útvar spojit zpět v původní dislokaci a následně se opět rozvinout. Tento děj je velmi energeticky náročný a v některých skluzových rovinách nemožný. Jedná se o tepelně aktivovaný proces, tedy systém získává energii v podobě tepla. Se zvyšující se teplotou se zvyšuje počet interakcí dislokací s rozhraním, čímž materiál zpevňuje. Při takto vysokých teplotách a mechanickém namáhání může ve struktuře docházet k výše popsanému raftingu, který má za následek usměrněnou koagulaci precipitátů. Tím se prostor mezi precipitáty rozšiřuje a dislokace pak neprocházejí přes koherentní rozhraní matrice - precipitát  $\gamma'$ , ale mohou snadno procházet pouze matricí. Následkem toho dochází k poklesu pevnostních charakteristik materiálu, [10, 11]. Vysoká teplota způsobuje také změny ve struktuře, ztrátu koherence precipitátů  $\gamma'$  s matricí, nevhodné vylučování karbidů, vznik TCP fází a jiné. Všechny tyto faktory vedou k postupné degradaci vlastností materiálu a následnému vzniku lomu.

# 6. OCHRANA POVRCHU MATERIÁLU

Velké množství průmyslových zařízení pracuje ve velmi agresivním prostředí, které je charakterizováno vysokou teplotou a mechanickým zatěžováním za přítomnosti oxidační, korozní a erozní atmosféry. Vhodnou ochranou povrchu niklových superslitin, které pracují za těchto podmínek, je aplikace povrchových úprav.

Mezi povlaky, které zabezpečují korozně-oxidační odolnost růstem tepelně aktivovaných stabilních oxidů, patří difúzní povlaky (difúzní bariéry) a tzv. overlay povlaky (povlaky MCrAIY). Další skupinou používaných povlaků jsou tzv. tepelné bariéry (TBC), které se skládají z vrchního keramického povlaku, který snižuje vysoké teploty na povrchu a dále z ochranného povlaku MCrAIY.

Ochranné povlaky obecně mají poskytovat oxidační a korozní odolnost, ale nesmí zhoršovat mechanické vlastnosti základního materiálu, a to zejména při vysokých teplotách. Ochrana povrchu vůči agresivnímu prostředí je zabezpečena hlavně tvorbou oxidických sloučenin na povrchu povlaku, který omezuje přístup kyslíku a korozních solí. Dále by měly být ochranné povlaky termodynamicky stabilní, dobře přilnavé k povrchu, rovnoměrné, mít optimální drsnost, nevytvářet vysoká tepelná vnitřní napětí, minimalizovat tvorbu křehkých fází a měly by být schopny tvořit ochranné a stabilní oxidy.

V této diplomové práci byl studován materiál s aplikovaným difúzním povlakem na bázi Al-Si, který bude dále podrobněji popsán.

## 6.1. Difúzní povlaky na bázi Al-Si

Difúzní povlaky obecně představují termodifúzní sycení povrchu součásti prvky, které tvoří oxidy. Nejčastěji se používají Al, Cr, Si, Ni, Pt a jiné. Tyto prvky spolu s prvky tvořícími základní materiál pak tvoří intermetalické fáze. Při provozních podmínkách za vysokých teplot pak dochází k difúzi Al, Cr, Si apod. z ochranného povlaku a na povrchu tvoří ochranné a stabilní oxidy. Důležitou funkcí ochranných vrstev je, aby co nejdéle zamezovaly difúzi prvků ze základního materiálu směrem ven. Difúzní povlaky mohou být vyrobeny jednou z těchto metod:

- Pack procesy probíhá za zvýšené teploty v inertní atmosféře. Halogenidový aktivátor (1%NaF nebo NH<sub>4</sub>CI) a prášek Al, Cr apd. tvoří hliníkové a jiné plyny vysoké aktivity, které následně reagují na povrchu. Tvoří se intermetalické povlaky. Po tomto procesu následuje tepelné zpracování.
- Použití elektrického oblouku ve vakuu hliník a jiné prvky jsou odpařované, ionizované a přenášené k materiálu. K tomuto dochází vlivem hořícího elektrického oblouku mezi katodou (slitina Al) a anodou. Po povlakování následuje žíhání ve vakuu.
- Suspenze Ochranná vrstva vzniká nanesením suspenze hliníku a jiných prvků nástřikem na vyleštěný povrch součásti s následným difúzním žíháním.

Vrstvy na bázi Al-Si slouží pro ochranu povrchu pro vysokoteplotní součástky, které pracují až do teplot 1100 °C nebo do teplot 950 °C. Podle těchto parametrů volíme složení a tloušťku vrstvy. Tyto vrstvy se vyrábí nejčastěji metodou nanášené suspenze na povrch materiálu (tzv. slurry proces) s následným vhodně zvoleným tepelných zpracováním v ochranné atmosféře. Při vysokých teplotách pak dochází k postupnému termodifúznímu sycení povrchu součásti hliníkem a křemíkem a tím k tvorbě ochranné vrstvy.

Hliník reprezentuje hlavně ochranu proti oxidaci za vysokých teplot, a to tvorbou oxidů  $Al_2O_3$  a fází typu  $M_XAl_Y$ , kde M představuje nikl, kobalt nebo jejich kombinace. Křemík pomáhá zvyšovat protikorozní odolnost. Vrstvy na bázi Al-Si se tedy používají hlavně pro zvýšení žáruvzdornosti a také odolnosti proti erozi.

Vrstva vzniklá pomocí nanášení suspenze s následným žíháním (obr. 6.1) se rozděluje do dvou subvrstev, a to tzv. povrchové vrstvy a vnitřní difúzní vrstvy. Takto vzniklá vrstva má tloušťku od 40 do 50  $\mu$ m [12]. V povrchové vrstvě se nachází  $\beta$ fáze (AlNi) a v ní jsou usazeny drobné intermetalické částice na bázi Cr-Mo-Al a Si-Ni. Vnitřní difúzní vrstva je složena z  $\gamma'$  fáze a velkého množství intermetalických částic na bázi Si-Nb-Mo a Si-Cr-Mo apod., [13].



Obr. 6.1: Difúzní vrstva vytvořená pomocí suspenze, [12]

# 7. CYKLICKÉ NAMÁHÁNÍ

Hlavním cílem experimentálního i teoretického výzkumu únavového procesu kovových materiálů je spolehlivá predikce únavové životnosti součástí, zařízení a konstrukcí pracujících v reálných podmínkách zatěžování [14].

Na schopnost materiálů a součástí odolávat střídavému zatěžování má vliv několik faktorů. Mohou souviset se složením a strukturou materiálů nebo s konstrukčními a technologickými parametry a také především s úrovní a charakterem působení vnějších sil v daném okolním prostředí.

Při cyklickém zatěžování vzorku dochází ke kumulaci plastické deformace a její lokalizaci, která má za následek iniciaci únavových trhlin, růst makroskopické trhliny a únavový lom. Únava materiálu je proces změn strukturního stavu materiálu a jeho vlastností vyvolaných cyklickým zatěžováním. Nejvyšší napětí je menší než mez pevnosti a často je i menší než mez kluzu.

## 7. 1. Stádia únavového procesu

Celý únavový proces od prvého zátěžného cyklu až po závěrečný lom můžeme rozdělit na tři stádia, obr. 7.1, plynule přecházející jedno v druhé [15, 16].

#### 1. Stádium změn mechanických vlastností

V důsledku kumulace plastické deformace se mění rozložení a hustota mřížkových poruch a následkem toho i mechanické vlastnosti. Změny probíhají v celém objemu materiálu.

#### 2. Stádium iniciace trhlin

Toto stadium se týká již jen malé části celkového objemu materiálu. Narůstající kumulace plastické deformace v malých zónách materiálu má za následek vznik koncentrace napětí, a to zejména v povrchových vrstvách součásti. Zde pak může docházet k nukleaci trhliny. Pokud se v materiálu nacházejí nehomogenity, vměstky a dutiny, může nukleace trhlin vycházet z jejich okolí, i když se nenacházejí v blízkosti povrchu. Toto stádium tedy končí vytvořením mikrotrhlin.

#### 3. Stádium šíření trhlin

Trhliny vzniklé v předchozím stádiu neustále rostou, přičemž z důvodu nerovnoměrného rozložení napětí a deformace se z jedné z nich stane tzv. trhlina magistrální. Tato trhlina se šíří značnou částí vzorku. Růst ostatních trhlin je potlačen. K dolomení dojde překročením kritického napětí ve zbylé části vzorku. Toto stádium je ukončeno únavovým lomem součásti.



Obr. 7.1: Stádia únavového procesu, [1]

#### 7. 2. Stádium změn mechanických vlastností

Při cyklickém zatěžování kovů a slitin dochází v důsledku změn v mikrostruktuře materiálu ke změnám jejich mechanických, elektrických, magnetických a jiných fyzikálních vlastností. Tyto změny mají zpravidla sytící charakter. Z toho plyne, že nejvýraznější jsou na počátku cyklického zatěžování a s rostoucím počtem cyklů jejich intenzita klesá [17, 18]

Změnu mechanických vlastností můžeme sledovat pomocí měření parametrů hysterezních smyček, obr. 7.2. Při cyklickém zatěžování udržujeme konstantní buď amplitudu síly nebo amplitudu celkové nebo plastické deformace. Reakci materiálu na cyklické zatěžování charakterizujeme křivkami cyklického zpevnění a změkčení. V případě, že v režimu konstantní síly amplituda deformace s počtem cyklů klesá, pak jde o případ cyklického zpevnění. Naopak u cyklického změkčení amplituda deformace s počtem cyklů roste.



Obr. 7.2: Hysterezní smyčka:  $\sigma_a$  - amplituda napětí,  $\varepsilon_{at}$  - amplituda celkové deformace,  $\varepsilon_{ap}$  - amplituda plastické deformace,  $\varepsilon_{ae}$  - amplituda elastické deformace, [1]

## • Cyklické zpevnění a změkčení

Obrázek 7.3 naznačuje změnu plochy a tvaru hysterezní smyčky během cyklického zpevnění a změkčení. Při cyklickém zpevnění v režimu  $\varepsilon_{ap}$  = konst. se křivka projevuje růstem amplitudy napětí. Naopak je tomu při cyklickém změkčení, kde amplituda napětí při stejném režimu zatěžování klesá.

Cyklické zpevnění se projevuje růstem napětí, které je potřebné pro danou deformaci. Je charakteristické pro vyžíhané materiály.

Cyklické změkčení se vyskytuje u zpevněných materiálů některými známými mechanismy: *deformačním zpevněním* - pohybu dislokací je bráněno vlastní dislokační strukturou, *precipitačním zpevněním* - pohyb dislokací omezen přítomností částic jiné fáze a *substitučním zpevněním* - podobné precipitačnímu zpevnění. K cyklickému změkčení dojde, jestliže jsou v průběhu cyklické deformace odstraněny nebo alespoň oslabeny překážky pro pohybující se dislokace. Cyklické změkčení je jev nežádoucí.

Cyklická deformační křivka (obr. 7.4) je z hlediska únavových vlastností nejdůležitější charakteristikou. Popisuje plastickou reakci kovu po převážnou dobu životnosti.



Obr. 7.3: Materiál a) cyklicky zpevňuje, b) cyklicky změkčuje, [15]

#### • Cyklická deformační křivka

Většina materiálů, které byly vystaveny cyklickému zatěžování, vykazovaly stádium ustálení neboli saturaci mechanických vlastností. V tomto stádiu se hysterezní smyčka s počtem cyklů mění jen nepatrně. Některé materiály mohou vykazovat výraznou saturaci již od počátku zatěžování, což znamená, že prakticky nenastává cyklické zpevnění ani změkčení, a to jak při tvrdém tak měkkém zatěžování.

Různým amplitudám zatěžování (napětí a deformace) odpovídají různé stabilizované hysterezní smyčky. Proložením křivky vrcholovými body ustálených hysterezních smyček obdržíme závislost mezi amplitudou napětí a amplitudou plastické deformace v saturovaném stavu - cyklickou deformační křivku, [18].



Obr. 7.4: Cyklická deformační křivka, [17]

#### • Plocha hysterezní smyčky

Plocha hysterezní smyčky může narůstat - cyklické změkčení nebo se zmenšovat - cyklické zpevnění. K tomu dochází, pokud řízenou veličinou je napětí a to pouze za předpokladu konstantních zkušebních podmínek.

Plocha hysterezní smyčky je rovna deformační práci přeměněné za jeden cyklus na tepelnou energii. Celková energie do lomu je pak dána součtem ploch smyček v jednotlivých cyklech. Plocha smyčky se v průběhu zatěžování mění jen ve stádiu zpevnění či změkčení, které je zpravidla krátké, [1].

## 7. 3. Stádium iniciace trhlin

Způsob iniciace trhliny závisí na mnoha faktorech, zejména na typu materiálu a jeho struktuře, na teplotě, při jaké je materiál namáhán, na okolním prostředí nebo na amplitudě plastické deformace. Únavová životnost je také velice závislá na stavu povrchu, tedy je ovlivněna povrchovým zpracováním. To je dáno tím, že nukleace únavových mikrotrhlin u homogenních materiálů probíhá vždy na volném povrchu v místech koncentrace cyklické plastické deformace.

U tvarových součástí jsou jasnými makroskopickými koncentrátory napětí vruby. Odtud se také únavové mikrotrhliny často šíří. V povrchové vrstvě mohou vznikat mikrotrhliny i v případě hladkých součástí. Vytvoří se v důsledku cyklické plastické deformace, která na volném povrchu vytváří povrchový reliéf. Ten pak působí jako koncentrátor napětí. V případě nehomogenních materiálů mohou částice jiné fáze, jako jsou inkluze nebo precipitáty, působit rovněž jako koncentrátory napětí. To je dáno odlišnými elastickými vlastnostmi na rozdíl od základního materiálu, [17].

V počátečním stádiu je deformace ve vyžíhaném materiálu rozložena v celém objemu rovnoměrně a stopy skluzu se objevují na povrchu jen ojediněle. V průběhu dalšího cyklování hustota mřížkových poruch a zejména dislokací narůstá a začíná tvořit tzv. žilovou dislokační strukturu. Po překročení určité velikosti napětí již dislokační struktura není schopna přenášet veškerou plastickou deformaci a vzniká struktura perzistentních skluzových pásů (PSP), [19]. Tato struktura je schopna přenášet mnohonásobně vyšší deformace než původní žilová struktura. Tam, kde PSP vycházejí na povrch namáhaného materiálu, se vyskytují perzistentní skluzové stopy (PSS), které vytváří na povrchu výrazný reliéf, obr. 7.5.

Povrchový reliéf se tvoří buď vtažením materiálu pod původní úroveň - intruze nebo vytlačením materiálu nad původní úroveň - extruze. Tvorba intruzí a extruzí je způsobena vysokou skluzovou aktivitou uvnitř PSP. Intruze i extruze se mohou s rostoucím počtem cyklů prohlubovat a tak vytvářet koncentrátory napětí a deformace. Na nich mohou následně nukleovat únavové trhliny.



Obr. 7.5: Intruze a extruze v oblasti PSP, [20]

#### • Mechanismy nukleace mikrotrhlin

Pro nukleaci mikrotrhlin bylo navrženo velké množství modelů. Tyto mechanismy však většinou nerozlišují rozdíl mezi intruzí a mikrotrhlinou a mohou se uplatňovat pouze v místech silné lokalizace plastické deformace. To znamená, že na volném povrchu se uplatňují v kořeni intruze v únavových skluzových pásmech, v blízkosti inkluze, nebo v okolí hranice zrna.

1) Modely nerozlišující mezi intruzí a mikrotrhlinou. Vznik mikrotrhliny je chápán jako spojité prorůstání intruze do hloubky buď pomocí opakovaného skluzu na jednom nebo na dvou skluzových systémech. Při skluzu na jednom skluzovém systému se uvažuje skluz jako relativní pohyb rovnoběžných "karet" uvnitř skluzového pásu, [1].

2) Nukleace křehkým prasknutím v kořeni intruze. Tento model rozlišuje intruzi a trhlinu. Mikrotrhliny začínají vždy na ostrých intruzích bez ohledu na typ okolní dislokační struktury. Když koncentrace napětí kolem intruzí nemůže být odrelaxována skluzovými procesy, dosáhne takového stupně, že maximální napětí přesáhne meziatomové vazebné síly a to způsobí mikrotrhlinu. Tento děj závisí na geometrii intruze. V tomto mechanismu se předpokládá extrémně vysoká a silně lokalizovaná koncentrace napětí u kořene intruze, což není možné experimentálně doložit ani vyvrátit, [17].

*3)* Vznik trhliny kondenzací vakancí. Některé dislokační interakce vedou ke vzniku vakancí, což se v průběhu cyklického zatěžování projeví v jejich zvýšené koncentraci v celém zatěžovaném objemu. Takto vzniklé vakance mohou tvořit shluky a dutiny. Dutinu o dostatečné velikosti můžeme považovat již za trhlinu, [1].

4) Dekoheze krystalu podél skluzové roviny způsobená akumulací dislokací. V kritických místech se vytváří taková konfigurace dislokací, která vede k lokálnímu zvýšení napětí nebo energie dostačující ke ztrátě koheze v oblasti několika Å až několika desítek Å, [21]. 5) Nukleace na hranicích zrn. V předchozích bodech jsou definovány mechanismy, jak může vzniknout trhlina v únavovém skluzovém pásu. Byl také navržen mechanismus tvorby intruze přímo na hranici zrn, ze které může vzniknout mikrotrhlina. Přednostně se tento typ mechanismu uplatňuje u kovů s BCC mřížkou, [18]. Můžeme jej aplikovat pouze pro velmi vysoké amplitudy zatěžování odpovídající počtu cyklů do lomu maximálně řádu 10<sup>3</sup> a velké rychlosti deformace. Při takto vysokých amplitudách dochází k intenzivní cyklické plastické deformaci a to prakticky v celé povrchové vrstvě jednotlivých zrn. V místě hranice zrna však deformace proběhnout nemůže a tak se vytvoří intruze, [17].

6) Propojení intruzí podél PSP a vznik mělké dlouhé povrchové trhliny. Vznikající vakance v PSP a jejich následná migrace uvnitř PSP i z PSP směrem do matrice způsobují tok atomů opačným směrem. V důsledku toho uvnitř kanálů přibývá hmota, zatímco v dislokačních stěnách má za následek dodatečná napěťová pole, která jsou však systematicky relaxována při cyklické plastické deformaci. Jejich působením vznikají v místech, kde kanály vycházejí na povrch krystalu, vyvýšeniny - extruze, a v místech, kde na povrch vycházejí dislokační stěny, vznikají prohlubně - intruze. Při pokračující plastické deformaci extruze dále rostou a intruze se prohlubují, což způsobuje kumulativní charakter tohoto procesu. Takto vzniklé extruze a intruze mají za následek koncentraci napětí a deformace ve svém okolí. V důsledku takto vzniklé koncentrace je velmi pravděpodobné, že při opakované deformaci dojde k propojení vzniklých intruzí podél velké části PSP a tedy ke vzniku mělké avšak dlouhé povrchové trhliny, [19, 22].

Žádné kritérium neumožňuje jasné určení hranice mezi stádii iniciace a šířením trhlin, proto připouštíme, že lze hovořit o spojitém procesu. Řídíme se tedy volbou délky trhliny, která bude považována za konec nukleačního stádia.

## 7. 4. Stádium šíření trhlin

Mikrotrhliny vytvořené v předchozím stadiu leží podél skluzových rovin s největším skluzovým napětím - aktivní skluzové roviny. Za aktivní skluzové roviny považujeme ty, jejichž orientace je blízká rovině maximálního smykového napětí.

Únavové trhliny, které jsou iniciované v krystalografických směrech, se obvykle šíří ve stejném směru, v jakém proběhla iniciace. To je přibližně pod úhlem 45° ke směru hlavního napětí - první stadium šíření únavové trhliny [14].

V průběhu dalšího cyklického zatěžování se trhliny propojují a rostou dále do hloubky podél aktivních skluzových rovin. Velké množství trhlin se však brzy zastavuje a jen málo jich proniká do hloubky větší než desítky mikrometrů.

Ve velké většině případů se trhlina při dosažení určité velikosti stáčí do směru kolmého na hlavní napětí - druhé stadium šíření únavové trhliny. O způsobu šíření trhliny rozhoduje velké množství faktorů jako je typ materiálu, úroveň napjatosti, a tedy i rychlost šíření, okolní prostředí aj., [14]. V této etapě se již šíří jen jediná trhlina, která je někdy označovaná jako magistrální.

Stanovení délky trhliny, při kterém dochází k přechodu z prvního do druhého stádia šíření únavové trhliny, závisí především na druhu materiálu a na amplitudě zatěžování. Většinou však není delší než několik desetin milimetru. Platí, že čím je menší amplituda zatěžování pro daný materiál, tím je větší délka trhlin odpovídající první etapě. Šíření únavové trhliny v druhé etapě končí náhlým lomem zbývající části nosného průřezu.

## 7. 5. Křivky únavové životnosti

Křivky životnosti rozdělujeme podle způsobu zatěžování, kdy rozeznáváme měkké a tvrdé zatěžování. Měkké zatěžování je nejstarší způsob únavových zkoušek materiálů, vhodnou charakteristikou únavové životnosti je Wöhlerova křivka, kde řízenou veličinou je síla (napětí  $\sigma_a = konst$ ). Tvrdé zatěžování, které je typické pro nízkocyklovou únavu, má jako řízenou veličinu hodnotu plastické nebo celkové deformace ( $\varepsilon_a = konst$ ). Pro případ tvrdého zatěžování používáme Masonovu - Coffinovu křivku, která je dána závislostí mezi amplitudou plastické deformace  $\varepsilon_{ap}$  a počtem cyklů do lomu  $N_{f}$ , a Basquinovu křivku charakterizovanou závislostí amplitudy napětí  $\sigma_a$  a počtem cyklů do lomu  $N_{f}$ .

#### Wöhlerova křivka životnosti

Wöhlerova křivka (obr. 7.6) udává závislost amplitudy napětí  $\sigma_a$  (při dané střední hodnotě napětí  $\sigma_m$ ) na počtu cyklů do lomu  $N_f$ . Pro tuto křivku je charakteristický pokles počtu cyklů do lomu s rostoucím napětím. Tuto oblast nazýváme časovanou únavovou pevností a je ohraničena zprava amplitudou napětí  $\sigma_c$ , při kterém již nedochází k porušení pro předem zvolený počet cyklů  $N_c$ [1].



počet cyklů do lomu N<sub>f</sub>

Obr. 7.6: Wöhlerova křivka pro dané střední napětí  $\sigma_m$ , [17].  $\sigma_h$  – horní napětí v cyklu,  $\sigma_d$  – dolní napětí v cyklu Únavový proces má kumulativní charakter. S rostoucím počtem zátěžných cyklů poškození zvyšuje. Při stejných podmínkách - frekvence, teplota, rozměry tělesa, existuje pro každou amplitudu zatížení  $\sigma_a$  různý počet cyklů  $N_f$ .

Na obrázku 7.7 je křivka únavové životnosti. V bodě A odpovídá amplituda hodnotě meze pevnosti. K lomu v tomto případě dojde v prvním nebo v několika málo cyklech. Lom, který vzniká, nemá charakter únavového lomu, ale je označován jako kvazistatický. V oblasti nízkocyklové únavy (počet cyklů do lomu 10<sup>2</sup> - 10<sup>5</sup>) je namáhání větší než mez kluzu, kdežto u vysokocyklové únavy je tato hodnota menší než mez kluzu.



Obr. 7.7: Křivka únavové životnosti, [16]

#### Křivky únavové životnosti s řízenou veličinou deformace

Podle Basquina se může křivka životnosti se závislostí  $\sigma_a$  -  $N_f$  popsat následující mocninou závislostí:

$$\sigma_{a} = \sigma_{f} (2N_{f})^{b}, \qquad (2)$$

kde  $\sigma_a$  je amplituda napětí,  $N_f$  je počet cyklů do lomu,  $\sigma'_f$  je koeficient únavové pevnosti a *b* je exponent únavové pevnosti.

Únavovou životnost můžeme popisovat nejen pomocí napěťového přístupu, ale také pomocí deformačního přístupu. Mansonovy a Coffinovy studie vedly k popisu závislosti počtu cyklů do lomu na amplitudě plastické deformace ve formě jednoduché mocninné závislosti, která má tvar:

$$\varepsilon_{\rm ap} = \varepsilon'_{\rm f} \left( 2N_{\rm f} \right)^{\rm c}, \tag{3}$$

kde  $\varepsilon_{ap}$  je amplituda plastické deformace,  $\varepsilon'_{f}$  je koeficient únavové tažnosti a *c* je exponent únavové tažnosti.

Manson - Coffinovy křivky můžeme získat jak z přístupu napěťového, tak deformačního. Při použití napěťového přístupu měříme šířku hysterezní smyčky, z které získáme žádanou hodnotu plastické deformace pro naměřený počet cyklů do lomu  $N_{f}$ . Druhý přístup je nejjednodušším způsobem získávání Mansonových - Coffinových křivek životnosti. Experimenty se provádějí v režimu řízené amplitudy plastické deformace resp. řízené amplitudy celkové deformace, kde pro danou hodnotu  $\varepsilon_{ap}$  resp.  $\varepsilon_a$  získáme určitý počet cyklů do lomu  $N_{f}$ .

Na obrázku 7.8 je znázorněn schématický průběh křivek životnosti, kde  $N_t$  je tranzitní počet cyklů a ten odpovídá stejnému rozsahu elastické a plastické složky [23].



Obr. 7.8: Schématický průběh křivek životnosti (pozn.  $\varepsilon_{at} = \varepsilon_a$ ), [23]

#### 7. 6. Únavové zkoušky

Pro stanovení křivek životnosti je potřeba provést zkoušku na velkém počtu vzorků, které mají různý rozptyl naměřených hodnot životnosti na jednotlivých napěťových hladinách. Vzorky musí být připraveny tak, aby se navzájem jejich pevnostní vlastnosti lišily co nejméně. Tyto vzorky musí být stejné jak z hlediska materiálu a jeho zpracování, ale také z hlediska tvaru, rozměrů a jakosti povrchu.

Hlavním cílem zkoušky je obvykle získat vztah mezi amplitudou napětí a počtem cyklů do lomu ( $N_f$ ). Vzorky se zatěžují přibližně od oblasti meze kluzu s následným napětím vždy nižším, dokud se nedosáhne hladiny, při které vzorky vydrží bez porušení předepsaný počet cyklů.

Stroje, na kterých se únavové zkoušky provádí, musí splňovat vysoké požadavky. Zejména musí umožňovat pevné a stabilní uchycení zkušebních vzorků a zaručit, že bude deformovat pouze vzorek a ne rám stroje. Nejvhodnější zatěžovací stroje pro nízkocyklové únavové zkoušky jsou elektrohydraulické stroje, které pracují v režimu uzavřené smyčky.

Nízkocyklovou únavovou odolnost určujeme při tvrdém zatěžování. Řídíme časový průběh deformace na zadané měrné délce a sledujeme napětí, přemístění čelistí, případně další veličiny, které můžeme převést na stejnosměrný elektrický signál.

#### Ukončení únavové zkoušky

Ukončení únavové zkoušky je voleno podle chování materiálu a podle parametrů zatěžování. Pokud magistrální trhlina vznikne uvnitř měřené délky, pak sledujeme poměr středního napětí  $\sigma_m$  k amplitudě napětí  $\sigma_a$  až do hodnoty kdy ( $\sigma_m/\sigma_a$ ) = - 0,3. Počet cyklů do lomu  $N_f$  se stanoví jako počet uběhlých cyklů v okamžiku splnění zvoleného kritéria nebo v okamžiku lomu pokud nastal před dosažením kritéria ukončení zkoušky.

Pokud magistrální trhlina vznikla a šířila se mimo měrnou délku, finální šíření trhliny bylo rychlé při neklesající amplitudě napětí  $\sigma_a$  a počet cyklů do lomu  $N_f$  je roven počtu cyklů do úplné separace tělesa na dvě části [24].

Výsledkem zkoušky nízkocyklové únavy jsou křivky cyklického zpevněnízměkčení, vyjádřené závislostní amplitudy napětí na počtu cyklů při různých amplitudách celkové deformace, základní cyklická deformační křivka, Masonova-Coffinova křivka životnosti, popř. odvozená Wöhlerova křivka životnosti [14].

Křivka cyklického zpevnění-změkčení je konstruována jako závislost amplitudy napětí  $\sigma_a$  popř. amplitudy plastické deformace  $\varepsilon_{ap}$  na počtu cyklů N pro zkoušku s řízenou amplitudou celkové deformace za dané teploty. Cyklická deformační křivka je tvořena závislostí amplitudy napětí v polovině života na amplitudě plastické deformace odečtené v polovině života. Křivky životnosti jsou reprezentovány závislostmi amplitudy celkové deformace  $\varepsilon_a$ , amplitudy plastické deformace  $\varepsilon_{ap}$  a amplitudy napětí  $\sigma_a$  odečtené v polovině životnosti na počtu cyklů do lomu  $N_f$  [25].

## 7. 7. Vliv zvýšených teplot na cyklické zatěžování

Obecně je známo, že zvýšené teploty podstatně ovlivňují únavové chování materiálů. Jak úroveň napěťové odezvy, tak únavová životnost ve většině případů s rostoucí teplotou klesá. Důležitou úlohu mají při vysokých teplotách zotavovací a difúzní procesy, uplatňuje se creepová deformace a okolní prostředí. Důležitými parametry únavového procesu při vysokých teplotách jsou rychlost deformace, popř. frekvence zatěžování a délka prodlev při zatížení. S růstem teploty se cyklické deformační křivky posunují k nižším amplitudám napětí, [14].

Podstatný vliv na cyklickou plasticitu a hlavně na její teplotní závislost má typ materiálů a jeho struktura. U niklových superslitin, stejně jako u jednoduchých kovu s plošně středěnou mřížkou, cyklické deformační napětí s růstem teploty klesá. Může docházet také k dynamickému stárnutí a k růstu úrovně cyklického deformačního napětí v omezeném teplotním intervalu, [14].

# 8. LOMOVÁ MECHANIKA

Lomová mechanika jako vědní obor vznikla na základě snahy objasnit zákonitosti vzniku lomu při nízkých napětích (výrazně menší než mez kluzu) v materiálech o vysoké pevnosti. Je to tedy vědní obor, který se zabývá mezním stavem součástí s trhlinami.

Aplikací některého z lomově-mechanických kritérií je možno definovat podmínky vzniku trhliny v kritickém místě součásti, popsat průběh jejího stabilního šíření, řešit otázky související se ztrátou stability této trhliny, navrhnout opatření, která by vzniku a šíření trhlin zabránila apod. Lomová mechanika poskytuje výzkumu lomových procesů teoretickou bázi, umožňující kvantifikovat vzájemnou vazbu mezi podmínkami expozice (tj. parametry vnějšího zatěžování včetně časově vázaných charakteristik typu počet cyklů, doba provozu, počet letů, počet ujetých km apod.) a parametry charakterizujícími rozsah poškození (tj. např. délka trhliny či velikost porušeného nosného průřezu), [26].

Lomová mechanika se běžně dělí na lineárně elastickou a elasticko-plastickou. Lineárně elastická lomová mechanika je použitelná u materiálů, u kterých vzniká při šíření trhliny v okolí čela trhliny jen malá plastická oblast. Základním parametrem této koncepce je faktor intenzity napětí (viz. kap. 8. 2). Pomocí tohoto přístupu můžeme popsat mezní stav stability trhlin nebo formulace růstové závislosti trhliny při cyklickém zatěžování.

Elasticko-plastická lomová mechanika se používá tam, kde již nelze použít lineárně elastickou lomovou mechaniku. Určuje popis lomového chování materiálu tam, kde dochází k časově nezávislé plastické deformaci. Nejběžnější parametry tohoto přístupu jsou rozevření v kořeni trhliny (CTOD – crack tip opening displacement) a J-integrál.

CTOD kritérium vyjadřuje, jak se během zatěžování před lomem součásti líce trhliny oddalují a dochází k otupování původně ostrého konce trhliny. J-integrál představuje změnu deformační energie tělesa při změně délky trhliny. Obě veličiny charakterizují napjatost na čele trhliny a tím popisují její chování.

Průběh lomového chování úzce souvisí s výskytem trhlin, na kterých se soustředí lokální vysoké koncentrace napětí a deformace. Takovýmto koncentrátorem může být i vrub, a to buď konstrukční, který je daný tvarovými změnami těles, nebo vrub technologický (neboli defekt), který je zapříčiněný např. heterogenitou použitého materiálu, stopami po obrábění apod.

## 8. 1. Napjatost v tělese s trhlinou

Rozlišujeme tři základní módy zatěžování tělesa s trhlinou. Liší se orientací vnějšího zatížení, které působí na těleso, vzhledem k rovině lomu a k čelu šířící se trhliny.



Obr. 8.1: Způsoby zatěžování tělesa s trhlinou, [27]

- Mód I (opening mode) je charakterizován vnější silou působící kolmo na rovinu lomu, zatěžování tahem, obr. 8.1a.
- Mód II (sliding mode) je charakterizován vnějšími silami působícími ve směru šíření trhliny, zatěžování smykem, obr. 8.1b.
- **Mód III** (tearing mode) je charakterizován orientací vnějších sil ve směru rovnoběžném s čelem trhliny, zatěžování střihem, obr. 8.1c.

Tato práce se zabývá hodnocením vzorků po cyklické únavě tahovým zatěžováním, proto se dále bude uvažovat pouze mód l.

# 8. 2. Faktor intenzity napětí

Faktor intenzity napětí K patří mezi nejdůležitější lomově mechanické veličiny, které popisují stav napjatosti v tělese s trhlinou. Zahrnuje jak velikost a způsob zatížení, tak i základní kvalitativní a kvantitativní charakteristiky geometrie tělesa a trhliny, popisuje rozdělení napětí v okolí špice trhliny a obecně je dán vztahem

$$\mathbf{K}_{1} = \sigma \sqrt{\pi \cdot \mathbf{a}} \,, \tag{4}$$

kde  $\sigma$  je nominální zatěžující napětí a *a* je délka trhliny.

V případě zatěžujících módů I, II, III, označíme odpovídající faktory intenzity napětí K<sub>I</sub>, K<sub>II</sub>, K<sub>III</sub>. Faktory intenzity napětí odovídající jednotlivým módům zatěžování určují rozdělení napětí v malém okolí v blízkosti kořene trhliny.

Nejpoužívanější materiálovou charakteristikou (kritickou hodnotou faktoru intenzity napětí) je lomová houževnatost (K<sub>IC</sub>). Ta popisuje mezní stav stability trhliny:

- K<sub>I</sub> < K<sub>IC</sub> existující trhlina je v klidu nebo se šíří stabilně,
- K<sub>I</sub> = K<sub>IC</sub> trhlina přechází z klidu nebo stabilního šíření do fáze nestabilního šíření,
- $K_I > K_{IC}$  trhlina se šíří nestabilně, [28]

K výpočtu faktoru intenzity napětí v této práci byl použit vztah (5), který popisuje rozdělení napětí v okolí čela vnitřní eliptické trhliny v nekonečně velkém tělese, [29] a je dobrou aproximací studovaného problému.

$$K_{\rm imax} = 0.5\sigma \sqrt{\pi \sqrt{\text{area}}}$$
 (5)

## 8. 3. Šíření únavových trhlin

Rychlost šíření únavové trhliny charakterizuje odezvu materiálu na cyklické zatěžování. Mohou ji ovlivňovat mnohé faktory jako např. frekvence zatěžování, geometrie tělesa, prostředí (teplota, radiace apod.) nebo vlastnosti samotného materiálu jako chemické složení, nečistoty, mikrostruktura, tepelné zpracování aj.

Šíření únavových trhlin popisuje Parisova křivka (obr. 8.2), která udává závislost rychlosti šíření trhliny v na faktoru intenzity napětí  $\Delta K$ , kde obě veličiny jsou v logaritmických souřadnicích. Křivka má tři stádia:

- Stádiu I prahové hodnoty rozkmitu faktoru intenzity napětí  $\Delta K_p$ , nízké rychlosti šíření únavových trhlin.
- Stádium II mezi rychlostí šíření trhliny a faktorem intenzity napětí je lineární závislost a platí vztah (6).
- Stádium III vysoká rychlost šíření únavových trhlin, oblast nestabilního lomu součásti. Maximální hodnota faktoru intenzity napětí se blíží únavové lomové houževnatosti materiálu *K*<sub>cf</sub> tedy Δ*K* se blíží hodnotě (1-*R*)· *K*<sub>cf</sub>.



Obr. 8.2: Parisova křivka, [27]

Oblast II je popsána zákonem podle Parise a Erdogana, který popisuje rychlost šíření únavové trhliny

$$v = \frac{da}{dN} = AK_{I}^{m}, \qquad (6)$$

kde a je délka trhliny, N je počet cyklů a A a m jsou materiálové konstanty.

Mikrofraktografickým znakem typickým pro únavový lom jsou striace (postupové čáry), které se mohou vyskytovat v celé řadě kovových materiálů. Striace jsou nositelem informace o lokální reakci materiálu na časově proměnné zatěžování tělesa s trhlinou. Důležitým parametrem striací je jejich rozteč s. S její pomocí jsme schopni určit makroskopickou rychlost šíření trhliny v.

Lairdův model popisuje šíření trhliny a vznik striací. Šíření trhliny je proces opakovaného plastického otupování a nového zostřování čela únavové trhliny v tahové a tlakové části únavového cyklu.

Samotný vznik striace můžeme rozdělit do tří fází. Trhlina je v prvním stádiu uzavřena po předchozím cyklu a okolí jejího čela je silně přetvořeno. Špice trhliny je budoucím zárodkem striace. V dalším stádiu se po překročení určitého napětí trhlina otvírá, čelo se prodlužuje a otupuje plastickým procesem ve skluzových systémech. Tím vzniká statická plastická zóna. V posledním stádiu dojde k poklesu napětí a trhlina se uzavírá. To způsobí zaostření trhliny a za čelem vzniká nová striace. Tímto mechanismem také vzniká cyklická plastická zóna.

Jestliže je před čelem trhliny elasticko plastická deformace, lokalizovaná do malé oblasti, lze použít předpoklady lineární elastické lomové mechaniky. Velikost plastické zóny lze potom odhadnout z velikosti faktoru intenzity napětí.

Pro podmínku rovinné deformace je velikost plastické zóny  $r_y$  plynoucí z elastického řešení následující, [30].

$$r_{y} = \frac{1}{6\pi} \left(\frac{K_{I}}{\sigma}\right)^{2},$$
(7)

# 9. EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL

Jako experimentální materiál byla zvolena polykrystalická litá niklová superslitina Inconel 713LC (low carbon). Tato slitina se vzhledem ke své obtížné obrobitelnosti odlévá s minimálními přídavky na opracování. Odlitky se vyrábí metodou přesného lití s vytavitelným modelem. Díky obsahu prvků, které mají velkou afinitu ke kyslíku je nezbytná aplikace vakuové technologie. Licí teplota této slitiny je obvykle 1389 °C kvůli dobré zabíhavosti, optimálním mechanickým vlastnostem a zdravosti odlitku. Úplné chemické složení studované tavby z této slitiny je uvedeno v tabulce 9.1.

| hm % | tavba A18 | přípustné<br>rozmezí | hm % | tavba A18 | přípustné<br>rozmezí |
|------|-----------|----------------------|------|-----------|----------------------|
| С    | 0,05      | 0,03 - 0,07          | Та   | < 0,05    | -                    |
| Mn   | < 0,05    | < 0,25               | Мо   | 4,58      | 3,80 - 5,20          |
| Si   | < 0,05    | < 0,5                | Со   | < 0,05    | < 1,0                |
| Cr   | 12,08     | 11,0 - 13,0          | Cu   | < 0,05    | < 0,5                |
| Ti   | 0,75      | 0,40 - 1,00          | Р    | 0,004     | < 0,015              |
| AI   | 5,91      | 5,50 - 6,50          | S    | < 0,004   | < 0,015              |
| Fe   | < 0,10    | < 0,5                | 0    | 5 ppm     | < 15 ppm             |
| В    | 0,010     | 0,005 - 0,015        | N    | 6 ppm     | < 20 ppm             |
| Zr   | 0,10      | 0,05 - 0,15          | NI:  |           |                      |
| Nb   | 2,02      | 1,50 - 2,50          | INI  | Zbytek    | Zbytek               |

Tab. 9.1: Chemické složení použitých vzorků, [1]

Z tohoto materiálu byly vyrobeny válcové zkušební tyče o měrné délce 15 mm a průměru 6 mm s osazením, na kterých byly v rámci disertační práce [1] provedeny zkoušky nízkocyklové únavy. Jedna série vzorků byla opatřena difúzní ochrannou vrstvou na bázi Al-Si. Před jejím nanesením byly vzorky dokonale očištěné, odmaštěné a vyleštěné. Poté se nástřikem nanesla na povrch směs z roztoku koloxilínu (350 ml), křemíkového prášku (112 g) a hliníkového prášku (112 g). Následně proběhlo difúzní žíhání při teplotě 1000 °C po dobu 3 hodin a konečným ochlazením v retortě. Druhá série vzorků byla ponechána bez této vrstvy.

V disertační práci [1], bylo zjištěno, že difúzní ochranná vrstva Al-Si má příznivý vliv na únavovou životnost materiálu, což dokazuje Manson-Coffinova křivka (obr. 9.1) odvozená z výsledků této práce. Křivka charakterizující vzorky s ochrannou vrstvou Al-Si je oproti křivce charakterizující vzorky bez této vrstvy posunuta k vyšším únavovým životnostem. Z tohoto důvodu byl v rámci diplomové práce blíže zkoumán mechanismus iniciace a šíření únavové trhliny. Byly vybrány vzorky 3, 7 a 11 s ochrannou Al-Si vrstvou a vzorky A1 a A8 bez této vrstvy. Parametry zatěžování a výsledky únavových zkoušek jsou uvedeny v tab. 9.2., kde  $\varepsilon_a$  je amplituda celkové deformace,  $N_f$  je počet cyklů do lomu,  $\varepsilon_{ap}$  je amplituda plastické deformace a  $\sigma_a$  je amplituda napětí.

| Vzorek                       |    | ε <sub>a</sub> [%] | N <sub>f</sub> [-] | <b>ε</b> <sub>ap</sub> ·10 <sup>-4</sup> [-] | σ <sub>a</sub> [MPa] |
|------------------------------|----|--------------------|--------------------|----------------------------------------------|----------------------|
| bez                          | A1 | 0,26               | 8660               | 0,019714                                     | 389,45               |
| Al-Si vrstvy                 | A8 | 0,46               | 172                | 5,407700                                     | 765,93               |
|                              | 3  | 0,19               | 74442              | 0,122488                                     | 323,56               |
| s ochrannou<br>Al-Si vrstvou | 7  | 0,52               | 244                | 7,172420                                     | 725,68               |
|                              | 11 | 0,24               | 9178               | 0,191222                                     | 407,26               |

Tab. 9.2: Výsledky únavových zkoušek materiálu Inconel 713LC bez povrchové úpravy a s ochrannou AI-Si vrstvou, [1]



Obr. 9.1: Manson - Coffinovy křivky, [1]

# 10. EXPERIMENTÁLNÍ METODY

## 10. 1. Příprava metalografických preparátů

Při přípravě metalografických preparátů je potřeba dodržovat určité postupy a pravidla, aby se struktura v průběhu preparace nezměnila a nebyla jednotlivými operacemi ovlivněna.

Tato příprava se skládá z několika kroků. Nejprve se volí místo pro samotný odběr vzorku. Při odběru vzorku nesmí dojít k ovlivnění struktury, což znamená, že vzorek se nesmí zahřát na teplotu případných fázových přeměn a nesmí se plasticky deformovat. Dále dochází k preparaci a označení vzorku. Následuje příprava výbrusu, která se skládá z broušení, leštění a často pro vyvolání struktury i leptání.

Postup přípravy metalografických preparátu pro tuto diplomovou práci byl následující. Odběr vzorku byl proveden na kotoučové rozbrušovací pile Dscotom či Akutom od firmy Struers při intenzivním chlazení. Na plně automatickém přístroji Labopress-2 (Struers) bylo provedeno zalisování vzorků do hmoty (isofast a technický dentacryl v poměru 1:3). Doba zalisování byla celkem 9 minut při tlaku 20 kN. Broušení a leštění se provádělo na přístroji Pedemin-2, kdy broušení za mokra probíhalo na brusných papírech s odstupňovanou zrnitostí 280, 600, 1200 a 1400 nebo 280, 400 a 600 v 3 minutových intervalech rychlostí 125 ot/min. Poté následovalo leštění pomocí 3 a 1 µm diamantové pasty s použitím červeného smáčedla (Struers) po dobu 3 minut. Finální úpravou vzorků bylo chemické leštění pomocí chemikálií OP-S na podložce OP-CHEM (Struers) po dobu 1 minuty a následný oplach vodou po dobu 2 minut. Výbrusy byly dále leptány leptadlem Kalling's.

## 10. 2. Světelná mikroskopie (SM)

Princip světelného mikroskopu je založen na uspořádání soustavy čoček tak, aby bylo dosaženo požadovaného zvětšení, vysokého kontrastu strukturních částí, při určité rozlišovací schopnosti a relativně velké hloubky ostrosti. Mezi hlavní části světelného mikroskopu patří objektiv a okulár, což jsou v podstatě soustavy čoček. Výsledné zvětšení je dáno součinem zvětšení objektivu a okuláru.

K dosažení kvalitního obrazu struktury a vysoké rozlišovací schopnosti je významný dostatečný kontrast a optimální množství odraženého světla od jednotlivých detailů ve struktuře. Pro výšení kontrastu je velmi důležitá příprava vzorků. K docílení vysokého kontrastu existují různé metody pozorování, jako je světlé a tmavé pole, polarizované světlo nebo fázový interferenční kontrast Nomarski. Pro pozorování pomocí těchto metod musí být mikroskop vybaven nezbytným příslušenstvím.

Pro experimenty v této diplomové práci byly použity mikroskopy Olympus PMG-3 a Olympus GX-71, které jsou vybaveny kamerami DP11 a DP50. Makrostruktura lomů byla sledována pomocí optické stereolupy Olympus SZ-61 a kamery.

## 10. 3. Konfokální laserová rastrovací mikroskopie

Konfokální laserová rastrovací mikroskopie se liší od klasické optické mikroskopie hlavně vyšší rozlišovací schopností. Umožňuje dosáhnout zvětšení až 14 400x, při rozlišovací schopnosti 0,12 µm. Pozorovaný vzorek není nutné upevnit nebo dělit a není požadován vodivý povrch, jak tomu je u rastrovací elektronové mikroskopie. Tato metoda umožňuje rychlé pozorování a měření, ihned po vložení vzorku na stůl, a to hlavně z důvodu nepotřebnosti vakua.

Měření a zobrazování povrchu probíhá v reálném čase nekontaktní formou pomocí laserového paprsku. Vzorek je možné pozorovat ve světlém a tmavém poli a použít DIC kontrast (Nomarski), který umožňuje precizní zobrazení jemných nerovností povrchu. Při posouvání vzorku vůči objektivu v ose z (vertikálně) můžeme pozorovat optické řezy v různých hloubkách a tím zobrazovat povrch vzorku v trojrozměrném rozlišení.

Touto metodou byl v diplomové práci sledován povrch materiálu. Byl použit konfokální laserový rastrovací mikroskop Olympus Lext 3000.

## 10. 4. Rastrovací elektronová mikroskopie (REM)

Rastrovací elektronovou mikroskopií se dosahuje poměrně dobré kombinace rozlišovací schopnosti, zvětšení a velké hloubky ostrosti. Vzorek není nutno preparovat zvláštními technikami, pokud je elektricky vodivý.

Metoda REM využívá pro vytvoření obrazu interakci primárního elektronového svazku s elektrony z pozorovaného materiálu za vzniku zpětně rozptýlených nebo sekundárních elektronů. Zpětně rozptýlené elektrony (BSE) i sekundární elektrony (SE) jsou zachycovány vhodnými detektory. BSE se z místa interakce primárního svazku pohybují přímočaře, a proto všechna zastíněná místa vzorku nedávají žádný obraz. Oproti tomu se SE pohybují po zakřivených drahách díky kladnému předpětí na detektoru. Získaný obraz je pak úplnější, nevyskytují se na něm zastíněná místa, ale je méně kontrastní než obraz získaný pomocí BSE. Pro pozorování reliéfu používáme SE, které zvýrazňují hrany.

Hodnocení lomových ploch a mikrostruktury probíhalo na rastrovacím elektronovém mikroskopu Philips XL30.

# 11. VÝSLEDKY EXPERIMENTŮ A JEJICH DISKUZE

Tato diplomová práce byla zaměřena na studium mechanismů únavového poškození lité polykrystalické niklové superslitiny Inconel 713LC po zkouškách nízkocyklové únavy v režimu řízené deformace při teplotě 800 °C a to jak na zkušebních tělesech s aplikovanou povrchovou vrstvou na bázi Al-Si, tak na vzorcích bez vrstvy.

## 11. 1. Hodnocení lomových ploch vzorků

Lomové plochy byly hodnoceny pomocí optické stereolupy a REM. Lomové plochy všech studovaných vzorků byly podobné a nepatrně zoxidované. Byla sledována iniciační místa, která se vyskytovala na povrchu. Ve studovaném materiálu byla vysoká koncentrace slévárenských vad, nejčastěji ředin, kolem kterých se v mnoha případech vyskytovala rybí oka. Obecně licí defekty urychlují proces iniciace únavových trhlin a mohou přispívat k rozptylu únavových parametrů studovaného materiálu. Dále byl pozorován výskyt striací, které jsou typickým znakem únavového poškození. Ty se tvoří při růstu trhliny a jsou orientovány kolmo na směr šíření trhliny. Jejich vznik popisuje kapitola 8. 3.

## 11. 1. 1. Vzorky s ochrannou AI-Si vrstvou

## • Vzorek 3

Na obrázku 11.1 a 11.2a je zobrazena lomová plocha, na které se nachází ředina. Její detail je na obrázku 11.2c. Tuto ředinu obklopuje rybí oko, které sahá téměř k okraji vzorku. Iniciace únavové trhliny byla na povrchu vzorku (obr. 11.1) V únavové části lomu se na několika místech vyskytovaly striace (obr. 11.2d), které byly pozorovány také v menší míře v oblasti rybího oka. Na snímku 11.2a je viditelné rozdělení únavového lomu a statického dolomu, v němž se vyskytovaly karbidy typu MC (obr. 11.2b).



Obr. 11.1: Lomová plocha vzorku 3 (stereolupa),  $\varepsilon_a = 0,19\%$ ,  $N_f = 74442$ ,  $\varepsilon_{ap} = 0,122488 \cdot 10^{-4}$ ,  $\sigma_a = 323,56$  MPa.



Obr. 11.2: a) Lomová plocha vzorku 3 (REM), b) statický dolom - karbidy typu MC(REM), c) detail řediny a okraje rybího oka na lomové ploše (REM), d) striace v blízkosti okraje rybího oka (REM)

#### • Vzorek 7

Na snímku pořízeném pomocí optické stereolupy (obr. 11.3) je vidět zřetelný povrchový reliéf lomové plochy. Tento vzorek s ochrannou povrchovou vrstvou Al-Si nemá kolem vyskytujících se ředin žádná rybí oka, což zobrazuje obrázek 11.4a. V blízkosti ředin se vyskytují striace (obr. 11.5b), jejichž povrch je zoxidovaný díky teplotě 800 °C, při které byla prováděna únavová zkouška. Iniciace únavových trhlin v tomto zkušebním tělese byla na několika místech ze dvou stran na povrchu vzorku, vyznačených na obr. 11.4a, 11.5a. V těchto oblastech se pak nezávisle na sobě šířily únavové trhliny, které se spojily. Oblast statického dolomu se nachází uprostřed lomové plochy a opět se zde vyskytují karbidy typu MC (obr. 11.4b).



Obr. 11.3: Lomová plocha vzorku 7 (stereolupa),  $\varepsilon_a = 0.52\%$ ,  $N_f = 244$ ,  $\varepsilon_{ap} = 7,17242 \cdot 10^{-4}$ ,  $\sigma_a = 725,68$  MPa.



Obr. 11.4: a) Lomová plocha vzorku 7 (REM), b) statický dolom - karbidy typu MC (REM)



Obr. 11.5: a) Detail řediny na okraji vzorku 7 - iniciace únavové trhliny (REM), b) striace v okolí ředin (REM)

#### • Vzorek 11

V tomto vzorku se nacházelo jedno větší (oblast A) a dvě menší (oblast B, C) rybí oka (obr. 11.6). Je zde také vidět výrazný statický dolom v dolní části snímku. Obrázek 11.7c pak zobrazuje detail rozhraní mezi únavovým lomem a statickým dolomem. Řediny vystupující na povrch vzorku (obr. 11.7a, b) se podílely na iniciaci a rozvoji únavové trhliny. V jejich okolí se vyskytovaly striace. Iniciace únavových trhlin v oblasti defektů v blízkosti povrchu vzorku se ukazuje jako rozhodující pro únavovou životnost studovaného materiálu.



Obr. 11.6: Lomová plocha vzorku 11 (stereolupa),  $\varepsilon_a = 0,24\%$ ,  $N_f = 9178$ ,  $\varepsilon_{ap} = 0,191222 \cdot 10^{-4}$ ,  $\sigma_a = 407,26$  MPa.



Obr. 11.7: a) Detail řediny na povrchu - iniciace únavové trhliny (REM), b) ředina vystupující na povrch vzorku - iniciace únavové trhliny (REM), c) rozhraní únavového lomu a statického dolomu (REM), d) lomová plocha vzorku 11 (REM)

## 11. 1. 2. Vzorky bez ochranné Al-Si vrstvy

#### • Vzorek A1

Na lomové ploše vzorku A1, která je na snímku 11.8 se nachází rybí oka označená jako oblasti A, B, C a D. V jejich středech jsou přítomny řediny. Následující obrázek zobrazuje detail jedné z ředin (11.9b). Přechod mezi únavovým lomem a statickým dolomem je vidět na obr. 11.9a a jeho detail pak na obr. 11.9c. K iniciaci únavové trhliny došlo také na povrchu vzorku (obr. 11.9b).



Obr. 11.8: Lomová plocha vzorku A1 (stereolupa),  $\varepsilon_a = 0,26\%, N_f = 8660, \varepsilon_{ap} = 0,019714 \cdot 10^{-4}, \sigma_a = 389,45$  MPa.



Obr. 11.9: a) Lomová plocha vzorku A1 (REM), b) rybí oko na okraji lomové plochy, iniciační místo únavové trhliny (REM), c) hranice únavového lomu a statického dolomu (REM)

#### • Vzorek A8

V tomto vzorku se vyskytovalo opět velké množství ředin a to jak na povrchu, tak uvnitř vzorku. Obrázek 11.10a zobrazuje jejich výskyt a obr. 11.10b přítomnost pole striací, které se kolem těchto vad nacházelo. Opět došlo k iniciaci únavové trhliny na povrchu (obr. 11.10a).



Obr. 11.10: a) Detail řediny na povrchu vzorku A8 - iniciace únavové trhliny (REM), b)Striace kolem řediny (REM),  $\varepsilon_a = 0.46\%, N_f = 172, \varepsilon_{ap} = 5.4077 \cdot 10^{-4}, \sigma_a = 765.93$  MPa.

Pozorované lomové plochy byly velice členité. Nacházely se zde řediny a kolem většiny velkých ředin se vytvořila rybí oka. Rybí oko u vzorku 3 prorostlo téměř na okraj. K iniciaci únavových trhlin došlo ve všech případech na povrchu. Trhliny se ovšem šířily také od ředin uvnitř vzorku. Při střetnutí trhliny šířící se od řediny s trhlinou či trhlinami šířícími se od okraje vzorku, se tyto trhliny spojily a rostly dále určitým směrem. Trhlina, která se původně šířila z řediny uvnitř vzorku, se tedy přestala šířit původním směrem a vzniklo tak ohraničené rybí oko.

V únavové části lomu se vždy nacházely striace. Striace byly pozorované také v rybím oku. V porovnání s ostatními oblastmi únavové části lomu jich bylo méně. Mimo únavovou část, tj. v oblasti dolomu, se trhlina šířila po karbidech.

Při pozorování lomových ploch nebyl nalezen žádný rozdíl mezi vzorky s ochrannou vrstvou na bázi Al-Si a vzorky bez vrstvy ani nebyl pozorován žádný vztah mezi vzorky s větší či menší amplitudou plastické deformace (viz. tab. 9.2). Lomové plochy u všech sledovaných vzorků byly pokryty jemnými oxidy.

# 11. 2. Pozorování trhlin na povrchu a na řezech rovnoběžných s osou vzorku

Hodnocení trhlin v experimentálním materiálu **na řezech rovnoběžných s osou vzorku** bylo provedeno s pomocí SM, REM. Dále byl pozorován povrch vzorku také pomocí konfokální mikroskopie.

V experimentálním materiálu jsme rozlišovali tři druhy trhlin. Magistrální trhlinu, která se ve většině případů iniciovala ze slévárenských vad (ředin), následně pak trhliny primární a sekundární. Primární trhliny se mohou šířit od povrchu materiálu po hranicích zrn, po skluzových pásech, atd. Sekundární trhliny se šířily z magistrální trhliny směrem do materiálu.

Primární trhliny nalezené ve vzorcích se šířily vždy kolmo k povrchu a častěji se vyskytovaly u vzorků s ochrannou Al-Si vrstvou (obr. 11.11, 11.12), kdy prostupovaly celou její tloušťkou a jejich šíření se zastavilo vždy v určité vzdálenosti od povrchu. Tyto trhliny byly ve vzorcích bez ochranné vrstvy (obr. 11.13) ojedinělé a vyznačovaly se větší délkou.

Délka primárních trhlin u vzorků s ochrannou Al-Si vrstvou je závislá na velikosti plastické deformace. Při menší plastické deformaci se na povrchu vzorků vyskytuje více kratších primárních trhlin a naopak při větší plastické deformaci se primární trhliny vyskytují v menším počtu, ale jsou delší. Při velkých amplitudách se projevuje lokalizace deformace v oblasti povrchových defektů substrátu a ovlivňuje iniciaci trhlin v povrchové vrstvě. Vysoká lokalizace deformace se projevuje menší hustotou iniciovaných trhlin.

Hlavním důvodem lepších únavových vlastností vzorků s ochrannou Al-Si vrstvou (viz. obr. 9.1) je ten, že energie, která by mohla iniciovat magistrální trhlinu se postupně spotřebovává na produkci primárních trhlin. V materiálu s povrchovou vrstvou je iniciace únavových trhlin homogenní, zatímco v povrchově neupraveném materiálu dochází k výrazné lokalizaci v důsledku defektů v blízkosti povrchu. Tyto rozdíly v mechanismu iniciace únavových trhlin vlivem ochranné difúzní vrstvy mohou vysvětlit zlepšení únavové životnosti povrchově upraveného materiálu.



Obr. 11.11: Primární trhliny na vzorku 3 s ochrannou Al-Si vrstvou (SM), kdy  $\varepsilon_{ap} = 0,122488 \cdot 10^{-4}$ 



Obr. 11.12: Primární trhliny na vzorku 3 s ochrannou Al-Si vrstvou (REM), kdy  $\varepsilon_{ap} = 0,122488 \cdot 10^{-4}$ 



Obr. 11.13: Primární trhliny na vzorku A8 bez ochranné Al-Si vrstvy (REM), kdy  $\varepsilon_{ap} = 5,407700 \cdot 10^{-4}$ 

Dále byl studován povrch zkušebních těles s ochrannou vrstvou. Byly pozorovány členité trhliny, které vedly od povrchu směrem do materiálu. Obrázek 11.14 zobrazuje povrchový reliéf s trhlinou v ochranné Al-Si vrstvě na vzorku 3.

Při pozorování vrstvy na podélných řezech bylo zjištěno, že vnější povrchová vrstva je místy nerovnoměrná. To je patrné i z obrázku 11.15, kde je zobrazena členitost ochranné vrstvy na vzorku 7. Tento snímek byl pořízen pomocí konfokálního mikroskopu.



Obr. 11.14: Pohled na povrch ochranné vrstvy Al-Si - vzorek 3 (REM)



Obr. 11.15: Členitost ochranné Al-Si vrstvy - vzorek 7 (konfokální mikroskopie)

## 11. 3. Hodnocení mikrostruktury

Hodnocení struktury základního materiálu bylo provedeno pomocí SM a REM na podélných (osových) řezech zkušebních vzorků.

Struktura niklové superslitiny Inconel 713LC je dendritická (obr. 11.16a). V mikrostruktuře můžeme pozorovat kromě základního tuhého roztoku  $\gamma$  také výskyt a rozložení karbidů, eutektika a precipitáty  $\gamma'$  (obr. 11.16b, 11.17a). Morfologie precipitátů  $\gamma'$  je kubická. Ve struktuře se také často nacházely primární karbidy typu MC (obr. 11.17). Jeden z nich zasahuje do ochranné Al-Si vrstvy (obr. 11.17b).

Při tvorbě ochranné vrstvy na bázi Al-Si bylo provedeno tepelné zpracování, konkrétně žíhání při teplotě 1000 °C po dobu 3 h v ochranné argonové atmosféře s následným pomalým chlazením. Tato teplota by mohla mít případný vliv na změnu struktury základního materiálu a to by mohlo ovlivnit únavové vlastnosti materiálu.

Rozložení a morfologie precipitátů nebyla během únavové zkoušky (800 °C) ani během tvorby ochranné vrstvy Al-Si vlivem teploty podstatně ovlivněna. Také nebyly pozorovány jiné podstatné rozdíly ve struktuře vzorků s aplikovanou vrstvou a bez vrstvy, ovšem k podrobnějšímu studiu mikrostruktury základního materiálu by bylo třeba provést ještě kvantitativní a kvalitativní hodnocení částic γ´.

Kromě základních fází se ve struktuře materiálu také vyskytovaly slévárenské vady, konkrétně řediny, které jsou zobrazeny na obrázku 11.18a a 11.8b.



Obr. 11.16: a) Dendritická struktura vzorku 3 (SM), b) Mikrostruktura vzorku 3 - základní tuhý roztok γ (světlá fáze) a precipitáty γ' (tmavé částice) (REM)



Obr. 11.17: a) Karbidy typu MC - vzorek 3, b) karbid typu MC zasahující do ochranné vrstvy Al-Si - vzorek 3



a)

Obr. 11.18: a) Řez ředinou ve vzorku A1, b) ředina na okraji vzorku 3

## 11. 4. Kvantitativní hodnocení rychlosti šíření únavových trhlin

Tato část experimentální práce se zabývá vyhodnocováním stavu napjatosti tělesa s trhlinou a rychlosti šíření krátké trhliny na základě údajů získaných pozorováním lomových ploch v optickém a elektronovém rastrovacím mikroskopu a porovnáním s dostupnou literaturou. Rychlost šíření únavové trhliny byla z důvodu nepřehledné a složité lomové plochy počítána pouze v oblasti rybího oka, tj. od řediny (defekt) po okraj (maximální velikost) rybího oka, viz. obr. 11.6, 11.8 a 11.19 - 11.21.

V literatuře [31] byla stanovena závislost celkového J-integrálu (a jeho elastické a plastické složky) na velikosti krátké únavové trhliny ve zkušebním únavovém tělese z podobného materiálu (žáropevná ocel Eurofer 97) při různých amplitudách celkové deformace. Bylo zjištěno, že i při amplitudě celkové deformace  $\varepsilon_a = 0,20$  % je hodnota plastické části J-integrálu zanedbatelná, a proto je možné použít lineárně elastickou lomovou mechaniku, konkrétně výpočet faktoru intenzity napětí *K*. K výpočtům rychlosti šíření krátké únavové trhliny byla tedy v této práci použita lineárně elastická lomová mechanika (koncepce faktoru intenzity napětí) na zkušebních tělesech 11 ( $\varepsilon_a = 0,24$  %) a A1 ( $\varepsilon_a = 0,26$  %).

Ovšem hlavní podmínkou pro použití lineární elastické lomové mechaniky je, že elasticko plastická deformace před čelem trhliny je lokalizovaná pouze do malé oblasti. Velikost plastické zóny musí být tedy menší, než jsou relevantní rozměry tělesa (vzdálenost defektu od volného povrchu) a velikost defektu. Velikost plastické zóny  $r_y$  byla vypočtena podle vztahu (7), kdy napětí  $\sigma$  je mez kluzu  $R_{p0,2}$ . Pro Inconel 713LC při 800 °C dosahuje hodnoty 786 MPa. Faktor intenzity napětí  $K_I$  byl vypočten podle vztahu (5). Parametr *area* ze vztahu (5) je dále označen jako plocha S. Šíření trhliny bylo aproximováno elipsou, a proto byl pro výpočet plochy S použit vztah (8). V tabulce 11.1 jsou uvedeny parametry  $a_f$  a  $b_f$ , které značí maximální velikost trhliny (= velikost rybího oka), tedy poloosy elipsy,  $\sigma_a$  vnější amplitudu napětí (v polovině životnosti) a  $K_{I-RO}$  hodnotu faktoru intenzity napětí na okraji rybího oka.

$$\mathbf{S} = \boldsymbol{\pi} \cdot \mathbf{a} \cdot \mathbf{b} \tag{8}$$

| Vzorek | a <sub>f</sub><br>[mm] | b <sub>f</sub><br>[mm] | σ <sub>a</sub><br>[MPa] | K <sub>I-RO</sub><br>[Mpa∙mm <sup>1/2</sup> ] | r <sub>v</sub><br>[mm] |
|--------|------------------------|------------------------|-------------------------|-----------------------------------------------|------------------------|
| 11     | 1,2                    | 0,5                    | 407,26                  | 422,74161                                     | 0,15                   |
| A1     | 1,25                   | 0,75                   | 389,45                  | 451,9722465                                   | 0,17                   |

Tab. 11.1: Parametry pro výpočet plastické zóny před čelem trhliny

Z tabulky 11.1 tedy vyplývá, že velikost plastické zóny před čelem trhliny ani v jednom případě nepřesáhla velikost rybího oka (defektu) a tudíž byla splněna podmínka lineárně elastické lomové mechaniky. Dále bylo sledováno umístění defektu. Defekt se nacházel vždy v dostatečné vzdálenosti od okraje, tj. od volného povrchu.



Obr. 11.19: Místo striací na vzorku 11 - oblast A koresponduje s tab. 11.2 a 11.3



Obr. 11.20: Místo striací na vzorku A1 - oblast B koresponduje s tab. 11.2 a 11.3



Obr. 11.21: Místo striací na vzorku A1 - oblast C koresponduje s tab. 11.2 a 11.3

Dále byla počítána rychlost šíření únavové trhliny dle rovnice (6) z rozteče striací s. V tabulkách 11.2 a 11.3 jsou uvedeny základní parametry pro výpočet faktoru intenzity napětí, kde  $a_v$  je vzdálenost striací od defektu (rybího oka); a a b jsou poloosy elipsy; S je plocha, která značí lokální výskyt striací; a  $v_1$  a  $v_2$  jsou rychlosti šíření trhliny. Místa, kde byly striace sledovány, jsou uvedeny na obrázku 11.19 - 21.

Nutným předpokladem pro výpočet šíření únavové trhliny bylo v prvním případě, že rychlost šíření trhliny je úměrná tvorbě jedné striace za cyklus, což platí pro rychlost  $v_1$ . Tato rychlost je srovnatelná s příslušnou vzdáleností striací a platí vztah (9). V případě druhém se vychází z literatury [32], která uvádí, že lokální rychlost šíření trhliny může být až čtyřikrát pomalejší, tj. že se striace vytvoří až po 4 cyklech. To platí pro rychlost  $v_2$ , kterou vyjadřuje vztah (10).

$$v_1 = s = \frac{da}{dN}$$
(9)

$$v_2 = \frac{s}{4} = \frac{da}{4 \cdot dN}$$
(10)

| Vzorek | Obrázek          | a <sub>∨</sub><br>[mm] | a<br>[mm] | b<br>[mm] | S<br>[mm²] |
|--------|------------------|------------------------|-----------|-----------|------------|
|        | 11.10            | 0,2060                 | 1,160     | 0,306     | 1,11       |
| 11     | 11.19<br>místo A | 0,2060                 | 1,160     | 0,306     | 1,11       |
|        |                  | 0,2060                 | 1,160     | 0,306     | 1,11       |
|        | 11.20<br>místo B | 0,0526                 | 0,933     | 0,383     | 1,12       |
|        |                  | 0,0535                 | 0,934     | 0,384     | 1,12       |
| A1     | 11.21<br>místo C | 0,1800                 | 1,060     | 0,510     | 1,70       |
|        |                  | 0,1810                 | 1,060     | 0,511     | 1,70       |
|        |                  | 0,1810                 | 1,060     | 0,511     | 1,70       |

Tab. 11.2: Základní parametry pro výpočet rychlosti krátké únavové trhliny

Tab. 11.3: Základní parametry pro výpočet rychlosti krátké únavové trhliny

| Vzorek | Obrázek          | K <sub>l</sub><br>[Mpa·m <sup>1/2</sup> ] | v₁ · 10 <sup>-4</sup><br>[mm·cyklus <sup>-1</sup> ] | v₂ · 10 <sup>-4</sup><br>[mm·cyklus <sup>-1</sup> ] |
|--------|------------------|-------------------------------------------|-----------------------------------------------------|-----------------------------------------------------|
|        | 44.40            | 11,7141                                   | 2,750                                               | 0,688                                               |
| 11     | 11.19<br>místo A | 11,7165                                   | 3,010                                               | 0,753                                               |
|        |                  | 11,7189                                   | 2,950                                               | 0,738                                               |
|        | 11.20            | 11,2261                                   | 0,626                                               | 0,157                                               |
|        | místo B          | 11,2354                                   | 0,766                                               | 0,192                                               |
| A1     | 11.21<br>místo C | 12,4566                                   | 2,060                                               | 0,515                                               |
|        |                  | 12,4594                                   | 3,390                                               | 0,848                                               |
|        |                  | 12,4603                                   | 1,440                                               | 0,360                                               |

Rychlost šíření trhliny se vypočítá podle vztahu (6). Pro zjištění materiálových konstant *A* a *m* byly zhotoveny grafy (obr. 11.22, 11.23), do kterých byly naneseny logaritmické hodnoty faktoru intenzity napětí  $K_l$  a rychlosti  $v_1$  nebo  $v_2$ . Body byla proložena přímka s využitím regresní analýzy, ze které byly tyto konstanty odečteny.



Obr. 11.22: Stanovení materiálových konstant m1 a A1 pro rychlost v1, dle (9)



Obr. 11.23: Stanovení materiálových konstant m<sub>2</sub> a A<sub>2</sub> pro rychlost v<sub>2</sub>, dle (10)

Autoři práce [33] studovali rychlost šíření krátkých a dlouhých únavových trhlin v hladkém válcovém tělese a CT tělese při teplotě 600 °C a podobných podmínkách zatěžování (v případě hladkého tělesa). Tyto tělesa byla vyrobena z materiálu Inconel 713C, který je svými vlastnostmi a chemických složením srovnatelný s experimentálním materiálem diplomové práce (Inconel 713LC). Výsledky z této práce uvedli do grafu (obr. 11.24), což je závislost rychlosti šíření únavových trhlin na rozkmitu faktoru intenzity napětí (pro studovaný zatěžovací cyklus je to dvojnásobek vypočteného K<sub>1</sub> nebo-li K<sub>1a</sub>). Proto do tohoto grafu můžeme zanést hodnoty experimentálního materiálu pro rychlost  $v_1$  (červená barva) a rychlost  $v_2$  (modrá barva) z tab. 11. 3, Z tohoto grafu je patrné, že výsledky této práce jsou v dobré shodě s literaturou, kde rychlost šíření únavové trhliny přímo měřili.



Obr. 11.24: Závislost rozkmitu intenzity napětí na rychlosti šíření trhliny v materiálu Inconel 713C, [33]

Po stanovení konstant A a m (viz. obr. 11.22, 11.23) následuje upravení vztahu (6) pro výpočet doby šíření trhliny v rybím oku, tj. kolik % životnosti trvá rozvoj a šíření trhliny v rybím oku.

$$d\mathbf{N} = \frac{d\mathbf{a}}{\mathbf{A} \cdot \mathbf{K}_{l}^{m}} \tag{11}$$

Faktor intenzity napětí  $K_l$  je vyjádřen v rovnici (13), kde je plocha eliptické trhliny upravena o konstantu *k* (rovnice (12), tab. 11.4). Po té následuje samotná integrace upraveného vztahu (11) pomocí rovnic (12) a (13), kde výsledný vztah je uveden v rovnici (14).

$$\mathbf{b}_{\mathbf{f}} = \mathbf{k} \cdot \mathbf{a}_{\mathbf{f}} \tag{12}$$

$$K_{I} = 0.5 \cdot \sigma_{0} \sqrt{\pi \sqrt{\pi \cdot k \cdot a_{f}^{2}}}$$
(13)

$$N = \frac{1}{A \cdot \left(\sigma_0 \cdot 0, 5\sqrt{\pi} \sqrt[4]{\pi \cdot k}\right)^m} \left(\frac{a_f^{1 - \frac{m}{2}}}{1 - \frac{m}{2}} - \frac{a_1^{1 - \frac{m}{2}}}{1 - \frac{m}{2}}\right)$$
(14)

Tab. 11.4: Parametry pro výpočet doby šíření trhliny v rybím oku

| Vzorek | a <sub>i</sub><br>[mm] | a <sub>f</sub><br>[mm] | b <sub>f</sub><br>[mm] | k<br>[-] |
|--------|------------------------|------------------------|------------------------|----------|
| 11     | 0,95                   | 1,2                    | 0,5                    | 0,4      |
| A1     | 0,88                   | 1,25                   | 0,75                   | 0,6      |

V tabulce 11.5 a 11.6 jsou uvedeny výsledky, které byly získány ze vztahu (14). Bylo zjištěno, kolik počtu cyklů *N* se bude eliptická trhlina z defektu (řediny) v rybím oku šířit. Indexy 1 a 2 přiřazují hodnoty konkrétním rychlostem  $v_1$  a  $v_2$ . Hodnota celkového počtu cyklů do lomu  $N_f$  je uvedena v tab. 9.2. Z těchto výsledů je patrné, že trhlina se bude šířit v rybím oku rychlostí  $v_2$  téměř čtyřikrát pomaleji než rychlostí  $v_1$ . Poměr  $N_{1(2)}/N_f$  pak udává jakou část (kolik %) únavové životnosti vyčerpá rozvoj a šíření únavové trhliny v rybím oku. Výsledné hodnoty, cca 10 a 11 % pro rychlost  $v_1$ , jsou velice nízké.

Trhlina šířící se od okraje vzorku (z povrchu) se spojí s trhlinou šířící se z řediny a ohraničí se tak rybí oko. Samotný růst rybího oka je krátký.

| Vzorek | N₁ [-] | N₁/N <sub>f</sub> [%] |
|--------|--------|-----------------------|
| 11     | 916,37 | 9,98                  |
| A1     | 935,35 | 10,80                 |

Tab. 11.5: Šíření trhliny v rybím oku rychlostí v1

Tab. 11.6: Šíření trhliny v rybím oku rychlostí v2

| Vzorek | N <sub>2</sub> [-] | N₂/N <sub>f</sub> [%] |
|--------|--------------------|-----------------------|
| 11     | 3681,89            | 40,12                 |
| A1     | 3758,14            | 43,40                 |

# 12. ZÁVĚRY

V rámci této práce byla sepsána rešerše zabývající se niklovými superslitinami, které jsou zpevněny koherentní fází q´. Byl popsán vliv chemického složení, teploty a vnějšího mechanického namáhání na strukturu těchto slitin. Dále byla vysvětlena určitá nutnost aplikace ochranných povrchových vrstev (zejména difúzních bariér) na niklové superslitiny používané v agresivním prostředí. V teoretické části byl také kladen důraz na cyklické namáhání, zejména na únavové mechanismy iniciace a šíření únavových trhlin a v neposlední řadě také na vybrané kapitoly z lomové mechaniky.

Cílem této diplomové práce bylo posoudit mechanismy, které se projevují při únavovém poškození slitiny Inconel 713LC v oblasti nízkocyklové únavy při 800 °C a následně porovnat tyto mechanismy u vzorků s aplikovanou povrchovou ochrannou Al-Si vrstvou a bez této vrstvy. Na základě provedených experimentů lze vyhodnotit následující závěry:

- Studované lomové plochy byly velice členité. K iniciaci únavových trhlin došlo ve všech případech na povrchu nebo velmi těsně pod povrchem a to vždy na licích defektech. Trhliny se ovšem šířily také od ředin uvnitř vzorku. Kolem velkých ředin uvnitř se ve většině vzorků (kromě vzorku 7) nacházela ohraničená rybí oka. V únavové části lomu se vždy nacházely striace. V oblasti dolomu, se trhliny šířily po karbidech. Přítomnost licích defektů, jako jsou řediny, urychluje proces iniciace únavových trhlin a může přispívat k rozptylu únavových parametrů studovaného materiálu. Iniciace únavových trhlin v oblasti defektů v blízkosti povrchu nebo přímo na povrchu může být rozhodující pro únavovou životnost studovaného materiálu. Při pozorování lomových ploch nebyl nalezen žádný rozdíl mezi vzorky s ochranným povlakem na bázi Al a vzorky bez povlaku ani nebyl pozorován žádný vztah mezi vzorky zatěžovanými větší či menší amplitudou plastické deformace.
- Hlavním důvodem lepších únavových vlastností vzorků s ochrannou Al-Si vrstvou je ten, že energie, která by mohla iniciovat magistrální trhlinu se postupně spotřebovává na produkci několika primárních trhlin. V materiálu s povrchovou vrstvou je iniciace únavových trhlin (zejména při nízkých amplitudách plastické deformace) homogenní, zatímco v povrchově neupraveném materiálu dochází k výrazné lokalizaci v důsledku přítomnosti defektů v blízkosti povrchu. Jinak řečeno, na podélných osových řezech nebyly primární trhliny pozorovány nebo se jich vyskytovalo minimální množství v porovnání s množstvím primárních trhlin na vzorcích s AlSi vrstvou. Tyto rozdíly v mechanismu iniciace únavových trhlin vlivem ochranné difúzní vrstvy mohou vysvětlit zlepšení únavové životnosti povrchově upraveného materiálu.

- Délka primárních trhlin u vzorků s ochrannou Al-Si vrstvou je závislá na velikosti plastické deformace. Při velkých amplitudách se projevuje lokalizace deformace v oblasti povrchových defektů substrátu a ovlivňuje iniciaci trhlin v povrchové vrstvě. Vysoká lokalizace deformace se projevuje menší hustotou iniciovaných trhlin. Při malých amplitudách plastické deformace se naopak tvoří větší množství primárních trhlin.
- V rámci práce byla počítána rychlost šíření únavové trhliny a stanovení počtu cyklů rozvoje únavové trhliny v oblasti rybího oka pomocí Parisova vztahu. Na základě literatury a výpočtu velikosti plastické zóny na čele trhliny byly ověřeny předpoklady lineární elastické lomové mechaniky. Rychlost šíření únavové trhliny bylo počítáno ze vzdálenosti striací při různých okrajových podmínkách (rychlost v<sub>1</sub> a v<sub>2</sub>). Rozvoj rybího oka rychlostí v<sub>1</sub> vyčerpá 10 a 11% únavové životnosti, zatímco rychlostí v<sub>2</sub> je to 40 a 43%. Trhlina šířící se od okraje vzorku (z povrchu) nebo z blízkosti povrchu se spojí s trhlinou šířící se z řediny uvnitř vzorku. Růst eliptické trhliny z řediny uvnitř vzorku se zastaví a rybí oko se tak ohraničí. Samotný růst rybího oka je za předpokladu rychlosti v<sub>1</sub> (tj. da/dN je rovno vzdálenosti striací) poměrně krátký. Výsledky jsou v souladu s uvedenou literaturou.
- Na únavovou životnost materiálu s aplikovanou vrstvou AlSi mohly mít také vliv mikrostrukturní změny základního materiálu, ke kterým mohlo dojít při samotné tvorbě vrstvy. U těchto vzorků bylo provedeno tepelné zpracování, tj. žíhání při teplotě 1000 °C po dobu 3 h. Tyto podmínky mohly mít případný vliv na změnu struktury základního materiálu. Ovšem rozdíly v mikrostruktuře u vzorků s ochrannou vrstvou a bez vrstvy nebyly pozorovány. Pro přesnější popis strukturních změn by měla být provedena hlubší kontrola struktury v podobě kvalitativní a kvantitativní analýzy.

# 13. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] JULIŠ, M.: *Nízkocyklová únava vybraných niklových superslitin za vysokých teplot.* Disertační práce na ÚMVI, FSI VUT v Brně. Brno, 2008. 107 s.
- [2] DAVIS, J., R.: ASM Speciality Handbook: Nickel, Cobalt and their Alloys. ASM Ohio, USA, 2000. 421 s. ISBN 0-87170-685-7.
- [3] DURAND-CHARRE, M.: *The Microstructure of Superalloys*. Gordon & Breach Science Publishers, Amsterdam, 1997. 121s.
- [4] POSPÍŠILOVÁ, S.: Vliv alitosilitace na strukturu a vlastnosti litých niklových superslitin. Disertační práce na ÚMVI při FSI VUT v Brně. Brno, 2007. 113 s.
- [5] BROOKS, Ch.R.: *Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys.* ASM Ohio, USA, 1995. 419s. ISBN 0-87170-138-3.
- [6] PYCZAK, F., DEVRIENT, B., NEUNER, F. C., MUGHRABI, H.: The influence of different alloying elements on the development of the γ/ γ'microstructure of nickel-base superalloys dutiny high-temperature annealing and deformation. Acta mater. Vol. 53, No.14, 2005, s. 3879
- [7] C. T. SIMS, Nickel Alloys The Heart of Gas Turbine Engines, Paper 70-GT-24, American Society of Mechanical Engineers, 1970
- [8] ZRNÍK, J.: Vplyv tepelném a napäťovej expozície na štruktúru niklových superzliatin. Košice, 1990, Habilitačná práca na HF, TU Košice. 123. s.
- [9] NĚMEC, K., PODRÁBSKÝ, T.: Kvantitativní hodnocení vlivu creepového zatěžování na strukturu niklové superslitiny Inconel 713 LC. Žilina, Materiálové inženierstvo, Vol XII, Nr 3/2005. pp 80-83. ISSN 1335-0803.
- [10] CAILLARD, D.: A model ror the anomalous mechanical properties of nickelbase L12 ordered alloys – II. Gross slip processes and mechanical properties. Acta mater. Vol. 44, No.7 1996, s.2773. Dostupné z URL <http://www.elsevier.com>.
- [11] PARTHASARATHY, T. A., DIMIDUK, D. M.: *Atomistic simulations of the structure and stability of PPV locks in an L12 compound*. Acta mater. Vol. 44, No.6 1996, s.2237. Dostupné z URL <a href="http://www.elsevier.com">http://www.elsevier.com</a>>.
- [12] JULIŠ, M., OBRTLÍK, K., POSPÍŠILOVÁ, S. Effect of Al-Si diffusion coating on the fatigue behavior of cast Inconel 713LC at 800 °C. Procedia Engineering 2 ( 2010), s. 1983 – 1989. Dostupné z URL <a href="http://www.elsevier.com">http://www.elsevier.com</a>>.
- [13] POSPÍŠILOVÁ, S., KRUML, T.: Identifikace fází v alitosilitované vrstvě. In Vrstvy a povlaky 2008. Trenčín: Digital Graphic, 2008. CD-No. 10/B. ISBN: 978-80-969310-7-1.
- [14] POLÁK, J.: Cyklická plasticita a nízkocyklová únavová odolnost kovových materiálů. 1. vyd. Praha, Academia, 1986. 160 s.
- [15] KLESTIL, M., LUKÁŠ, P.: Únava kovových materiálů při mechanickém namáhání. 1. vyd. Praha, Academia, 1975. 224 s.
- [16] VELES, P.: *Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov.* 1. vyd. Bratislava, Alfa, 1985. 408 s.

- [17] KLESTIL, M., LUKÁŠ, P.: *Fatigue of metallic materials.* Praha, Academia, 1992.
- [18] POLÁK, J.: Cyclic plasticity and low cycle fatigue life of metals. 2nd enl. Praha, Academia, 1991. 316 s.
- [19] POLÁK, J.: Iniciace únavových trhlin v monokrystalech kovů. Kovové materiály 4, 1986, 24 s.
- [20] SURESH, S.: *Fatigue of Materials.* 2nd edition. Cambridge, UK: Cambridge University Press, 2003. 679 s. ISBN 0-521-57847-7.
- [21] BOUCNÍK, P.: Vliv doby izotermické transformace na únavové vlastnosti bainitické tvárné litiny. Diplomová práce na ÚMVI, FSI VUT v Brně, 1996. 53 s.
- [22] POLÁK, J.: Cyclik deformation, crack initiation and low cycle fatigue, Comprehensive structural integrity, Vol. 4 Cyclic loading and fatigue, 1st edit., 2003, ISBN 0-08-043749-4
- [23] PLUHAŘ, J., PUŠKÁR, A., KOUTSKÝ, J., MACEK, K.: Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálů, 1. vyd. Praha, SNTL, 1987. 420 s.
- [24] POLÁK, J., PETRENEC, M.: Nízkocyklová únava rotorové oceli 22CrMoNiWV-88. Brno, ÚFM AV ČR, 2007
- [25] OBRTLİK, K., a kol.: Zkoušky nízkocyklové únavy materiálů za zvýšených teplot, In Životnost materiálů a konstrukcí 2006, ÚFM AV ČR, Brno, 2006.
- [26] KUNZ, J.: Aplikovaná fraktologie únavových lomů. Profesorské pojednání. Praha, 2006. ČVUT.
- [27] KUNZ, J.: Základy lomové mechaniky. 2. vyd. Praha, ČVUT, 1994. 172 s. ISBN 80-01-01215-8.
- [28] ONDRÍČEK, E., VRBKA, J., JANÍČEK, P., BURŠA, J.: Mechanika těles pružnost a pevnost II. Brno, Akademické nakladatelství CERM, s. r. o., 2006. 262 s. ISBN 80-214-3260-8.
- [29] MURAKAMI, Y.: *Metal Fatigue Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions.* Oxford, Elsevier, 2002. 369 s. ISBN 0-08-044064-9.
- [30] ANDERSON, T., L.: *Fracture Mechanics : Fundamentals and Applications.* 3rd edition. Boca Ratonj, Taylor & Francis, 2005. 621 s. ISBN 0-8493-1656-1.
- [31] KRUML, T., HUTAR, P., OBRTLÍK, K., PETRENEC, M.: Modelling of damage accumulation under cyclic loading. Study of nucleation and propagation of fatigue cracks. Comparison of physically short cracks against macroscopic cracks under cyclic fatigue. Brno: IPM, 2007
- [32] JACOBSSON, L., PERSSON, C., MELIN, S.: In-situ ESEM study of thermomechanical fatigue crack propagation. Materials Science and Engineering A. 2008, 496, s. 200-208.
- [33] SONINO, C., M., BRAND, U., BERGMANN, J.: Fatigue and short crack propagation behaviour of cast nickel base alloys IN 713 C and MAR-M-247 LC at high temperatures. Low cycle fatigue and elasto-plastic behaviour of materials - 3, Elsevier Applied Science, London and New York 1992.

# 14. SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

| SYMBOL          | VÝZNAM                                                         |
|-----------------|----------------------------------------------------------------|
| γ               | strukturní složka, základní tuhý roztok,                       |
| Y'              | strukturní složka, vytvrzující fáze Ni₃Al, Ni₃Ti, Ni₃(Al, Ti), |
| γ"              | strukturní složka, vytvrzující fáze Ni₃Nb,                     |
| β               | strukturní složka, fáze AlNi,                                  |
| σ               | strukturní složka, intermetalická fáze,                        |
| TCP fáze        | topologicky uspořádané fáze,                                   |
| FCC             | kubická plošně středěná mřížka,                                |
| BCC             | kubická prostorově středěná mřížky,                            |
| ВСТ             | tetragonální prostorové středěná mřížka,                       |
| SCC             | kubická prostá mřížka,                                         |
| НСР             | hexagonální mřížka,                                            |
| SCT             | tetragonální prostá mřížka,                                    |
| ТВС             | tepelné bariéry (thermal barrier coatings),                    |
| $\sigma_c$      | mez únavy, [MPa],                                              |
| σ <sub>a</sub>  | amplituda napětí, [MPa],                                       |
| $\sigma_m$      | střední napětí v cyklu, [MPa],                                 |
| $\sigma_h$      | horní napětí v cyklu, [MPa],                                   |
| $\sigma_d$      | dolní napětí v cyklu, [MPa],                                   |
| E <sub>at</sub> | amplituda celkové deformace, [%],                              |
| ε <sub>ap</sub> | amplituda plastické deformace, [%],                            |
| ε <sub>ae</sub> | amplituda elastické deformace, [%],                            |
| Ν               | počet cyklů, [-],                                              |
| N <sub>f</sub>  | počet cyklů do lomu, [-],                                      |
| N <sub>c</sub>  | smluvní počet cyklů, [-],                                      |
| $\sigma_{f}'$   | koeficient únavové pevnosti, [MPa],                            |
| b               | exponent únavové pevnosti, [-],                                |
| ε' <sub>f</sub> | koeficient únavové tažnosti, [-],                              |
| С               | exponent únavové tažnosti, [-],                                |
| PSP             | perzistentní skluové pásy,                                     |
| PSS             | perzistentní skluové stopy,                                    |
| СТОД            | rozevření v kořeni trhliny (crack tip opening displacement),   |
| K <sub>IC</sub> | lomová houževnatost, [MPa·m <sup>1/2</sup> ],                  |

| K                 | faktor intenzity napětí, [MPa·m <sup>1/2</sup> ],                  |  |
|-------------------|--------------------------------------------------------------------|--|
| K <sub>cf</sub>   | únavová lomová houževnatost, [MPa·m <sup>1/2</sup> ],              |  |
| ΔΚ                | rozkmit faktoru intenzity napětí, [MPa m¹/2],                      |  |
| $\Delta K_p$      | prahová hodnota faktoru intenzity napětí, [MPa·m <sup>1/2</sup> ], |  |
| а                 | délka trhliny, [mm],                                               |  |
| V                 | rychlost, [mm·cyklus <sup>-1</sup> ],                              |  |
| А                 | na materiálu závislá konstanta, [-],                               |  |
| m                 | na materiálu závislá konstanta, [-],                               |  |
| S                 | rozteč striací, [mm],                                              |  |
| r <sub>y</sub>    | velikost plastické zóny před čelem trhliny, [mm],                  |  |
| S                 | plocha, [mm²],                                                     |  |
| a <sub>i</sub>    | minimální velikost poloosy elipsy, [mm],                           |  |
| a <sub>f</sub>    | maximální velikost poloosy elipsy, [mm],                           |  |
| b <sub>f</sub>    | maximální velikost poloosy elipsy, [mm],                           |  |
| a <sub>v</sub>    | vzdálenost striací od defektu, [mm],                               |  |
| k                 | konstanta, [-],                                                    |  |
| R <sub>p0,2</sub> | smluvní mez kluzu, [MPa],                                          |  |
| DIC               | fázový interferenční kontrast Nomarski,                            |  |
| SM                | světelná mikroskopie,                                              |  |
| REM               | rastrovací elektronová mikroskopie,                                |  |
| SE                | sekundární elektrony,                                              |  |
| BSE               | primární zpětně rozptýlené elektrony,                              |  |
| Inconel 713LC     | niklová superslitina, obchodní název,                              |  |
| Inconel 713C      | niklová superslitina, obchodní název,                              |  |
| Eurofer 97        | žáropevná ocel, obchodní název.                                    |  |

# **15. SEZNAM TABULEK**

- Tab. 3.1Rozmezí legujících prvků v superslitinách niklu, [2]
- Tab. 4.1Typy karbidů, nitridů a Borisů, [3]
- Tab. 4.2 Nežádoucí fáze, [3]
- Tab. 9.1 Chemické složení použitých vzorků, [1]
- Tab. 9.2Výsledky únavových zkoušek materiálu Inconel 713LC bez povrchové<br/>úpravy a s ochrannou AI-Si vrstvou, [1]
- Tab. 11.1
   Parametry pro výpočet plastické zóny před čelem trhliny
- Tab. 11.2
   Základní parametry pro výpočet rychlosti krátké únavové trhliny
- Tab. 11.3 Základní parametry pro výpočet rychlosti krátké únavové trhliny
- Tab. 11.4 Parametry pro výpočet doby šíření trhliny v rybím oku
- Tab. 11.5 Šíření trhliny v rybím oku rychlostí v1
- Tab. 11.6 Šíření trhliny v rybím oku rychlostí v<sub>2</sub>

# 16. SEZNAM OBRÁZKŮ

- Obr. 4.1 Historický vývoj mikrostruktury niklových superslitin, [7]
- Obr. 4.2 Binární rovnovážný diagram Al Ni, [2]
- Obr. 4.3 Uspořádání atomů v mřížce L1<sub>2</sub> fáze Ni<sub>3</sub>Al
- Obr. 5.1 Spojování částic vytvrzující fáze  $\gamma'$  vlivem působení vysoké teploty, [3]
  - d) rozšiřují se prostory v matrici a umožňuje pohyb dislokací
  - e) dochází ke slučování γ' částic a vytváří se mezifázová dislokační síť
  - f) konečné sloučení částic a ztráta koherence
- Obr. 6.1 Difúzní vrstva vytvořená pomocí suspenze, [12]
- Obr. 7.1 Stádia únavového procesu, [1]
- Obr. 7.2 Hysterezní smyčka:  $\sigma_a$  amplituda napětí,  $\varepsilon_{at}$  amplituda celkové deformace,  $\varepsilon_{ap}$  -amplituda plastické deformace,  $\varepsilon_{ae}$  amplituda elastické deformace, [1]
- Obr. 7.3 Materiál a) cyklicky zpevňuje, b) cyklicky změkčuje, [15]
- Obr. 7.4 Cyklická deformační křivka, [17]
- Obr. 7.5 Intruze a extruze v oblasti PSP, [20]
- Obr. 7.6 Wöhlerova křivka pro dané střední napětí  $\sigma_m$ , [17]
- Obr. 7.7 Křivka únavové životnosti, [16]
- Obr. 7.8 Schématický průběh křivek životnosti (pozn.  $\varepsilon_{at} = \varepsilon_a$ ), [23]
- Obr. 8.1 Způsoby zatěžování tělesa s trhlinou, [27]
- Obr. 8.2 Parisova křivka, [27]
- Obr. 9.1 Manson Coffinovy křivky, [1]
- Obr. 11.1: Lomová plocha vzorku 3 (stereolupa)
- Obr. 11.2: a) Lomová plocha vzorku 3 (REM)
  - b) statický dolom karbidy typu MC(REM)
  - c) detail řediny a okraje rybího oka na lomové ploše (REM)
  - d) striace v blízkosti okraje rybího oka (REM)
- Obr. 11.3: Lomová plocha vzorku 7 (stereolupa)
- Obr. 11.4: a) Lomová plocha vzorku 7 (REM)
  - b) statický dolom karbidy typu MC (REM)
- Obr. 11.5: a) Detail řediny na okraji vzorku 7 iniciace únavové trhliny (REM) b) striace v okolí ředin (REM)
- Obr. 11.6: Lomová plocha vzorku 11 (stereolupa)

Obr. 11.7:

b) ředina vystupující na povrch vzorku - iniciace únavové trhliny (REM) c) rozhraní únavového lomu a statického dolomu (REM) d) lomová plocha vzorku 11 (REM) Obr. 11.8: Lomová plocha vzorku A1 (stereolupa) Obr. 11.9: a) Lomová plocha vzorku A1 (REM) b) rybí oko na okraji lomové plochy, iniciační místo únavové trhliny (REM) c) hranice únavového lomu a statického dolomu (REM) Obr. 11.10: a) Detail řediny na povrchu vzorku A8 - iniciace únavové trhliny (REM) b)Striace kolem řediny (REM) Obr. 11.11 Primární trhliny na vzorku 3 s ochrannou Al-Si vrstvou (SM) kdy  $\varepsilon_{ap}$  = 0,122488 · 10<sup>-4</sup> Obr. 11.12 Primární trhliny na vzorku 3 s ochrannou Al-Si vrstvou (REM) kdy  $\varepsilon_{ap}$  = 0,122488  $\cdot$  10<sup>-4</sup> Obr. 11.13 Primární trhliny na vzorku A8 bez ochranné Al-Si vrstvy (REM) kdy  $\varepsilon_{ap} = 5,407700 \cdot 10^{-4}$ Obr. 11.14 Pohled na povrch ochranné vrstvy Al-Si - vzorek 3 (REM) Obr. 11.15 Členitost ochranné Al-Si vrstvy - vzorek 7 (konfokální mikroskopie) Obr. 11.16: a) Dendritická struktura vzorku 3 (SM) b) Mikrostruktura vzorku 3 - základní tuhý roztok y (světlá fáze) a precipitáty  $\gamma'$  (tmavé částice) (REM) Obr. 11.17 a) Karbidy typu MC - vzorek 3 b) karbid typu MC zasahující do ochranné vrstvy Al-Si - vzorek 3 Obr. 11.18 a) Řez ředinou ve vzorku A1 b) ředina na okraji vzorku 3 Obr. 11.19 Místo striací na vzorku 11 - oblast A koresponduje s tab. 11.2 a 11.3 Obr. 11.20 Místo striací na vzorku A1 - oblast B koresponduje s tab. 11.2 a 11.3 Obr. 11.21 Místo striací na vzorku A1 - oblast C koresponduje s tab. 11.2 a 11.3 Obr. 11.22: Stanovení materiálových konstant  $m_1$  a  $A_1$  pro rychlost  $v_1$ , dle (9) Obr. 11.23: Stanovení materiálových konstant  $m_2$  a  $A_2$  pro rychlost  $v_2$ , dle (10) Obr. 11.24: Závislost rozkmitu intenzity napětí na rychlosti šíření trhliny v materiálu Inconel 713C, [33]

a) Detail řediny na povrchu - iniciace únavové trhliny (REM)