



**VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ**

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

**FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ**

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

**ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ**

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

**ZÁKLADNÍ MECHANISMY ÚNAVOVÉHO  
A KOMBINOVANÉHO POŠKOZENÍ ÚNAVA-CREEP  
NIKLOVÝCH SUPERSLITIN MAR-M 247 A IN 713LC**

BASIC MECHANISM OF FATIGUE AND COMBINED FATIGUE-CREEP DAMAGE OF NI-BASED  
SUPERALLOYS MAR-M 247 AND IN 713LC

**DIZERTAČNÍ PRÁCE**

DOCTORAL THESIS

**AUTOR PRÁCE**

AUTHOR

Ing. Vít Horník

**ŠKOLITEL**

SUPERVISOR

prof. RNDr. Ludvík Kunz, CSc., dr. h. c.

BRNO 2020



## Abstrakt

Práce je zaměřena na rozšíření poznatků o mechanismech únavového poškození a kombinovaného poškození únava-creep polykrystalických niklových superslitin MAR-M 247 a IN 713LC. V teoretické části práce jsou nejprve uvedeny základní informace o niklových superslitinách a jejich mikrostruktuře, po nichž následuje popis mechanismů poškození únava, creepem a jejich vzájemnou interakcí. Další část práce obsahuje experimentálně získané výsledky popisující chování niklových superslitin MAR-M 247 a IN 713LC při různých podmínkách. Pro měření únavových vlastností při symetrickém zátěžném cyklu byly zvoleny tři teploty testování - 800, 900 a 950 °C, neboť v rozsahu teplot 800 – 950 °C by mělo u obou superslitin docházet ke změně mechanismu šíření únavových trhlin z původně krystalografického při „nižších“ teplotách (800 °C) na nekystalografické při „vyšších“ teplotách (950 °C). Mimo získání základních únavových charakteristik byl na superslitině IN 713LC studován vliv technologie zpracování na únavové vlastnosti. K vyvolání interakce únava-creep bylo zvoleno vysokofrekvenční cyklické namáhání (okolo 120 Hz) s vysokým středním napětím při zvýšených teplotách. Pro kombinované namáhání byly zvoleny teploty 800 °C pro superslitinu IN 713LC a 900 °C pro teplotně stabilnější superslitinu MAR-M 247.

***Klíčová slova:*** *niklové superslitiny, IN 713LC, MAR-M 247, vysokocyklová únava, creep, kombinované namáhání, interakce únava-creep, mechanismy poškození*

© Vít Horník, 2020

Ústav materiálových věd a inženýrství  
Fakulta strojního inženýrství  
Vysoké učení technické v Brně  
Technická 2, 616 69 Brno

a

Ústav fyziky materiálů  
Akademie věd České republiky, v. v. i.  
Žižkova 22, 616 62 Brno

tel.: (+420) 532 290 357  
e-mail: hornik@ipm.cz

## **Abstract**

The thesis is focused on clarifying fatigue damage mechanisms and fatigue-creep damage mechanisms of MAR-M 247 and IN 713LC polycrystalline Ni-based superalloys. This thesis begins with basic information about nickel based superalloys and their microstructure, followed by a description of fatigue and creep mechanisms and their mutual interaction. The next part contains experimentally obtained results describing the behavior of MAR-M 247 and IN 713LC superalloys under various sets of conditions. Three testing temperatures - 800, 900 and 950 °C were used for the measurement of fatigue properties under symmetrical loading cycle, because in the temperature range 800 – 950 °C, the mechanism of fatigue crack propagation of both superalloys should change from the originally crystallographic at "lower" temperatures (800 °C) to non-crystallographic at "higher" temperatures (950 °C). In addition the effect of processing technology on fatigue properties was studied on the superalloy IN 713LC. High-frequency cyclic loading (about 120 Hz) with high mean stress at elevated temperatures was applied to induce fatigue-creep interaction. The combined fatigue-creep loading was performed on the IN 713LC superalloy at 800 °C and on the MAR-M 247 superalloy at 900 °C.

**Keywords:** *nickel-based superalloys, IN 713LC, MAR-M 247, high-cycle fatigue, creep, combined loading, fatigue-creep interaction, damage mechanisms*

## **Bibliografická citace**

HORNÍK, Vít. *Základní mechanismy únavového a kombinovaného poškození únava-creep niklových superslitin MAR-M 247 a IN 713LC*. Brno, 2020. Dostupné také z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/122475>. Dizertační práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce Ludvík Kunz.

## **Prohlášení**

Prohlašuji, že jsem dizertační práci na téma Základní mechanismy únavového a kombinovaného poškození únava-creep niklových superslitin MAR-M 247 a IN 713LC vypracoval samostatně s použitím literatury a pod odborným vedením školitele prof. RNDr. Ludvíka Kunze, CSc. dr. h. c.

V Brně dne 1. 6. 2020

-----  
Ing. Vít Horník

## Poděkování

Rád bych touto cestou poděkoval svému školiteli prof. RNDr. Ludvíku Kunzovi, CSc., dr. h. c., školitelce specialiste doc. Ing. Stanislavě Fintové, Ph.D. a doc. Ing. Pavlu Hutařovi, Ph.D. za odborné konzultace, jejich názory a vytvořené podmínky na Ústavu fyziky materiálů Akademie věd České republiky, díky kterým mohla vzniknout tato práce. Poděkování patří také rodině za trpělivost a podporu v průběhu doktorského studia.

Výzkumná činnost byla realizována v rámci Strategie AV21 Akademie věd ČR. Úkoly týkající se dizertační práce byly realizovány s využitím zařízení Velké infrastruktury pro výzkum, experimentální vývoj a inovace – projekt IPMinfra, LM2015069, a v souvislosti s řešením projektu Technologické agentury České republiky TA04011525 a projektů CZ.01.1.02/0.0/15\_019/0004399 a CZ.01.1.02/0.0/0.0/15\_019/0002421, poskytnutých Ministerstvem průmyslu a obchodu ČR.







## OBSAH

|          |  |    |
|----------|--|----|
| 1        | ÚVOD.....  | 11 |
| 2        | SOUČASNÝ STAV POZNÁNÍ.....   | 13 |
| 2.1      | Niklové superslitiny.....  | 13 |
| 2.1.1    | Charakterizace mikrostruktury.....   | 14 |
| 2.1.1.a) | Fáze $\gamma$ .....  | 14 |
| 2.1.1.b) | Fáze $\gamma'$ .....   | 14 |
| 2.1.1.c) | Fáze $\gamma''$ .....  | 15 |
| 2.1.1.d) | Karbidy.....   | 16 |
| 2.1.1.e) | Boridy.....  | 16 |
| 2.1.1.f) | Ostatní fáze.....  | 16 |
| 2.1.2    | Superslitina Inconel 713LC.....  | 17 |
| 2.1.3    | Superslitina MAR-M 247.....  | 18 |
| 2.2      | Mechanismy únavového a creepového poškození.....                                   | 19 |
| 2.2.1    | Únavové poškození.....   | 19 |
| 2.2.2    | Mechanismus únavového poškození niklových superslitin.....                         | 22 |
| 2.2.3    | Creepové poškození.....  | 25 |
| 2.2.4    | Creepové chování niklových superslitin.....  | 26 |
| 2.2.5    | Interakce namáhání únava – creep.....  | 28 |
| 2.2.6    | Interakce únava – creep u niklových superslitin.....                               | 30 |
| 3        | CÍLE PRÁCE.....  | 31 |
| 4        | METODIKA ŘEŠENÍ.....   | 32 |
| 4.1      | Experimentální materiál.....   | 32 |
| 4.1.1    | Inconel 713LC.....   | 32 |
| 4.1.2    | MAR-M 247.....   | 35 |
| 4.2      | Popis experimentálního zařízení a experimentů.....                                 | 37 |
| 5        | VÝSLEDKY.....  | 39 |
| 5.1      | Únavové zkoušky.....   | 39 |
| 5.1.1    | Únavové chování superslitiny IN 713LC.....   | 39 |
| 5.1.2    | Únavové chování superslitiny MAR-M 247.....  | 48 |
| 5.2      | Zkoušky s interakcí únava-creep.....   | 54 |
| 5.2.1    | Chování superslitiny IN 713LC při interakci únava-creep.....                       | 54 |
| 5.2.2    | Chování superslitiny MAR-M 247 při interakci únava-creep.....                      | 63 |
| 5.3      | Mechanismus poškození.....   | 67 |
| 5.3.1    | Mechanismus poškození během únavového namáhání.....                                | 68 |
| 5.3.2    | Mechanismus poškození během creepového namáhání.....                               | 73 |
| 5.3.3    | Mechanismus kombinovaného poškození únava-creep.....                               | 75 |
| 6        | DISKUSE ZÍSKANÝCH VÝSLEDKŮ.....  | 83 |
| 6.1      | Únavové poškození niklových superslitin.....                                       | 83 |
| 6.2      | Creepové poškození niklových superslitin.....                                      | 86 |
| 6.3      | Poškození niklových superslitin v důsledku kombinovaného namáhání únava-creep..... | 87 |

|    |  |     |
|----|--|-----|
| 7  | ZÁVĚRY .....                                   | 93  |
| 8  | PŘEHLED POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ .....      | 95  |
| 9  | TABULKY VÝSLEDKŮ VŠECH TESTOVANÝCH TĚLES ..... | 97  |
| 10 | SEZNAM OBRÁZKŮ .....                           | 107 |
| 11 | VLASTNÍ PUBLIKACE .....                        | 112 |
| 12 | POUŽITÁ LITERATURA .....                       | 115 |

# 1 ÚVOD

Superslitiny jsou materiály vyznačující se dlouhodobou vysokou pevností a korozní odolností za teplot nad 650 °C. Pro všechny superslitiny je společná plošně centrovaná (austenitická) mřížka (FCC – face-centered cubic) matrice. Podle majoritních kovů se superslitiny dělí do dvou základních skupin, a to na superslitiny na bázi niklu (příp. niklu a železa) a superslitiny na bázi kobaltu. Superslitiny na bázi niklu a železa se zpevňují precipitací intermetalické fáze a karbidy [1]. Kobaltové superslitiny jsou zpevněny jednak substitučním tuhým roztokem s doprovodnými prvky, dále pak karbidy [2], případně intermetalickou fází [3, 4]. Zvláštní skupinou jsou intermetalika (např. TiAl), což jsou fáze složené z minimálně dvou prvků, které se jak strukturou a typem krystalografické mřížky, tak i fyzikálními a mechanickými vlastnostmi od původních vstupních komponent často výrazně odlišují [5]. Superslitiny se využívají v mnoha oblastech, například v chemickém průmyslu (korozní odolnost), energetických zařízeních, vesmírné technice a automobilovém průmyslu [6]. Dominantní postavení mají ve výrobě turbodmýchadel a lopatek pro letecké motory a plynové turbíny.

Součástí leteckých motorů a plynových turbín jsou vystaveny různým druhům vzájemně interagujících způsobů namáhání. Při náběhu („start up“ efekt) a vypnutí („shut down“ efekt) leteckých motorů a plynových turbín je charakteristická změna teploty vedoucí ke změně fyzikálních a materiálových vlastností a současně k působení složitého silového namáhání. Během stacionárního provozu jsou lopatky turbín namáhány vysokou teplotou a vysokým středním napětím  $\sigma_m$ , způsobeným odstředivou silou působící na lopatky, a také vysokofrekvenční amplitudou napětí  $\sigma_a$ , která je způsobena vibracemi lopatek. Při provozu leteckých a plynových turbín tedy dochází k interakci vysokocyklové únavy a creepu.

Obecně platí, že životnost materiálu s rostoucí cyklickou složkou  $\sigma_a$  při stejném středním napětí  $\sigma_m$  klesá. U některých niklových superslitin však byla pozorována anomálie, kdy s rostoucí amplitudou napětí životnost při interakci únava-creep roste. V určitém rozmezí má tedy rostoucí amplituda napětí při stejném středním napětí pozitivní vliv na životnost materiálu. Je to dáno rozdílným mechanismem poškození při únavě a creepu, které se mohou při vzájemné interakci výrazně ovlivňovat. Vliv kombinovaného namáhání vysokocyklovou únavou a creepem na životnost niklových superslitin není ještě příliš dobře popsán, přestože první experimentální poznatky byly získány již před řadou desetiletí, např. na slitinách Nimonic 80A a Nimonic 90 [7].

Předložená práce se zabývá odezvou niklových superslitin na únavové namáhání a na namáhání, při kterém se projevuje interakce poškození únava-creep. Cílem práce je charakterizace a porovnání únavového chování superslitin MAR-M 247 a IN 713LC při teplotách 800, 900 a 950 °C, a popis chování těchto superslitin během kombinovaného namáhání. Nedílnou součástí této práce je vyjma rozsáhlého experimentálního programu i popis základních mechanismů poškození zmíněných superslitin.



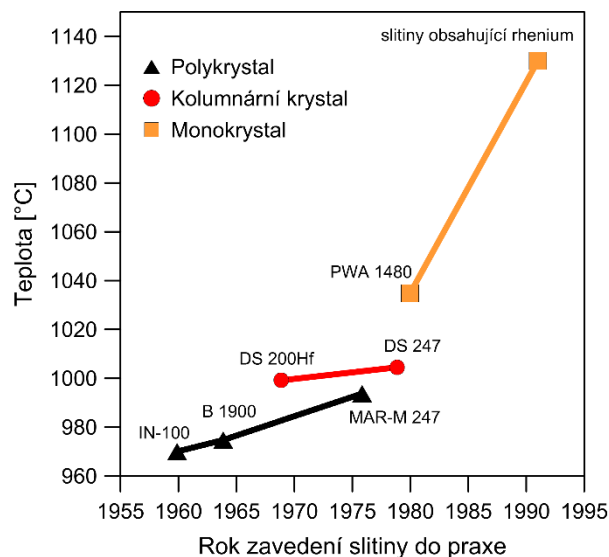
## 2 SOUČASNÝ STAV POZNÁNÍ

### 2.1 Niklové superslitiny

Jedním z materiálů vhodných pro výrobu součástí používaných za vysokých teplot jsou niklové superslitiny, protože mají výbornou žárupevnost v kombinaci s vysokou žáruvzdorností. Mikrostruktura superslitin je tvořena maticí, označovanou jako  $\gamma$ , která spolu s dalšími obsaženými fázemi určuje výsledné mechanické vlastnosti. Protože má na zpevnění matrice niklové superslitiny zásadní vliv intermetalická fáze  $\gamma'$ , je žádoucí její vysoký objemový podíl a zároveň nízký obsah nežádoucích křehkých fází, jako např. TCP fáze (topologically close-packed),  $\sigma$  fáze aj. Z tohoto důvodu se v niklových superslitinách během jejich vývoje zvyšoval hlavně obsah hliníku a titanu, čímž rostl obsah zpevňující fáze  $\gamma'$ . Spolu s přidáním prvků (např. Cr, W aj.) zpevňujícími tuhý roztok  $\gamma$ , byly získány lepší mechanické vlastnosti superslitin za zvýšených teplot [8]. S rostoucím množstvím přidávaných reaktivních přísadových prvků, jakými jsou např. titan s hliníkem, byla nutná změna technologie výroby Ni superslitin. Především bylo nutné zavést tavení ve vakuových pecích s následným přetavováním ve studeném kelímku, aby bylo lépe kontrolováno tuhnutí odlitků, omezena segregace prvků v mikrostruktuře a zamezena oxidace taveniny [9].

Na výsledné vlastnosti vyrobené součásti nemá vliv pouze použitá superslitina (chemické složení), ale také použitá výrobní technologie, a proto se stále pracuje na optimalizování procesů výroby a následného zpracování. To platí zejména u odlévání, kde se v současnosti využívá zejména technologie přesného lití do skořepinových forem. Zásadní vliv na výsledné vlastnosti má proces tuhnutí odlitku. Při „konvenčním“ odlévání je struktura odlitku polykrystalická s náhodně orientovanými zrnky. Protože ale výrobky (např. turbínové lopatky) z těchto materiálů pracují za vysokých teplot a hranice zrn zde představují slabé místo při creepovém zatížení, byla vyvinuta technologie usměrněné krystalizace. Pomocí této výrobní technologie je možné získat strukturu s kolumnárními zrnky orientovanými v rovnoběžném směru s osou lopatky, což vede ke zvýšení odolnosti takto vyrobených odlitků. Pozdějším zdokonalením usměrněné krystalizace (přidáním šroubovitého selektoru pro vhodnou orientaci zrna) se začaly vyrábět monokrystaly, což ještě výrazněji zlepšilo odolnost výrobků z niklových superslitin proti creepu. Na obr. 1 je vidět, jak vývoj superslitin od polykrystalických k monokrystalickým umožnil zvýšení provozní teploty. Na druhé straně je však technologie výroby monokrystalických komponent mimořádně nákladná. Z tohoto důvodu má stále smysl věnovat se výzkumu a dalšímu vývoji polykrystalických superslitin, včetně jejich výrobních technologií [10].

Pokud je v niklové superslitině objemový podíl fáze  $\gamma'$  do 45 % (např. Udimet 720 [11, 12]), zpracovávají se výrobky především technologií tváření (kováním). Součásti, které jsou vyrobeny ze superslitin s objemovým podílem fáze  $\gamma'$  větším než 40 – 45 %, se musejí vyrábět pomocí odlévání [13], případně pomocí práškové metalurgie, která navíc potlačuje nežádoucí vliv segregace prvků a fází v mikrostruktuře [14]. Při objemovém podílu fáze  $\gamma'$  větším než 40 – 45 % je interval teplot mezi solidem a začátkem tání superslitiny, za kterých je materiál tvářitelný, úzký [6].



Obr. 1 Vývoj provozních teplot lopatek leteckých turbín. Převzato z [1].

### 2.1.1 Charakterizace mikrostruktury

Vzhledem k velkému množství vstupujících legujících prvků do materiálu se ve struktuře niklových superslitin vyskytuje velké množství fází. Základní fází je matrice  $\gamma$ . Mezi sekundární fáze patří zpevňující fáze  $\gamma'$ ,  $\gamma''$ , dále pak primární a sekundární karbidy, boridy a karbonitridy [10]. Dlouhodobá expozice superslitiny vysokým teplotám může způsobit nukleaci některé z nežádoucích TCP fází [15]. Aby byl tento efekt potlačen, musí se použít vhodné chemické složení a následné tepelné zpracování slitiny a kontrolovat provozní teploty výrobku.

#### 2.1.1.a) Fáze $\gamma$

Fáze  $\gamma$ , nazývaná také jako matrice, je substituční tuhý roztok přísadových prvků v Ni, který krystalizuje v nemagnetické FCC mřížce. Mezi přísadové prvky, rozpuštěné ve fázi  $\gamma$ , se řadí Co, Cr, Fe, Mo, W, Ru a Re. Protože mají tyto prvky od Ni větší atomový poloměr, vznikají distorze mřížek. Důsledkem toho je substituční zpevnění tuhého roztoku [16, 17].

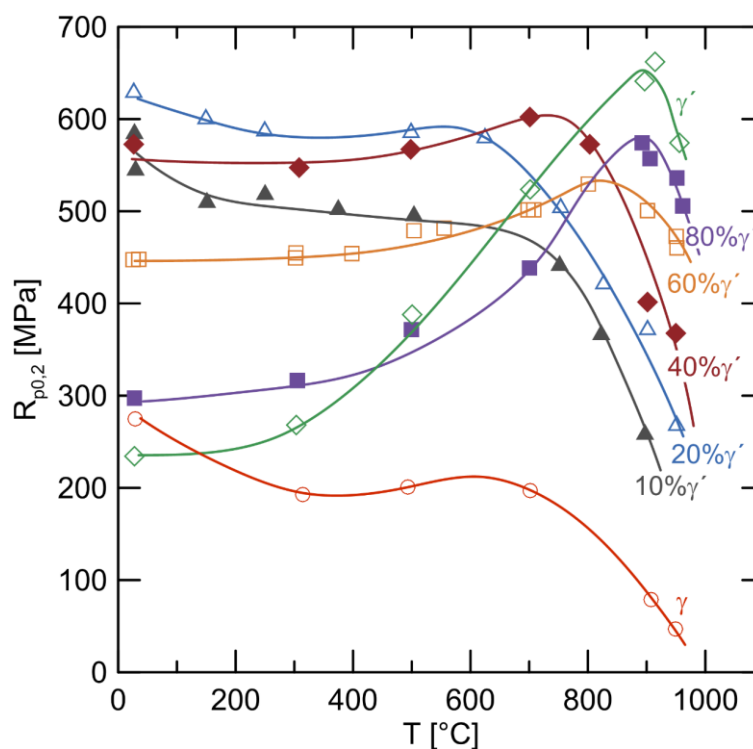
Další podstatné vlivy některých prvků: např. Cr zvyšuje korozní odolnost matrice a Re snižuje energii vrstevné chyby v matici, čímž zhoršují podmínky pro příčný skluz dislokací. Pokud procházející dislokace narazí na překážku v matici s nízkou energií vrstevné chyby, je pro ně obtížnější (energeticky náročnější) se překážce vyhnout příčným skluzem pomocí jiné vhodné orientované roviny. Tím se matrice zpevní, a proto je pro následný pohyb dislokace nutné vyšší napětí [1, 18, 19].

#### 2.1.1.b) Fáze $\gamma'$

Zásadní vliv na mechanické vlastnosti niklových superslitin za vysokých teplot má fáze  $\gamma'$ , vyloučená v matici  $\gamma$ . Je to intermetalická fáze typu  $Ni_3X$ , kde za X vstupují do reakce příměšové atomy Al, Ta a Ti. Fáze  $\gamma'$  vznikne za vysoké teploty z neuspořádaného tuhého roztoku v úzkém rozmezí chemického složení. S klesající teplotou příměšové atomy Al, Ta a Ti vstupují do mřížky a zabírají uzlové body, zatímco atomy Ni zůstávají ve středech stěn elementárních buněk. Vzniká tak uspořádaná krystalografická FCC struktura typu  $L1_2$ , jejíž rozhraní je s maticí koherentní. To má pozitivní vliv na precipitační zpevnění matrice

za zvýšených teplot, kdy je materiál odolnější vůči kavitačnímu poškození v porovnání s materiály se semikoherentními a nekoherentními precipitáty [1, 10, 16].

Změnou objemového obsahu fáze  $\gamma'$  v matici  $\gamma$  se mohou mechanické vlastnosti materiálu „připravit na míru“ pro konečnou aplikaci. Na obr. 2 je zobrazen diagram závislosti teploty na velikosti smluvní meze kluzu  $R_{p0,2}$  při různých objemových procentech obsahů (od 0 do 100 %) fáze  $\gamma'$ . Z diagramu je patrné, že již zvýšením objemového podílu fáze  $\gamma'$  v matici  $\gamma$  z 0 na 10 % se dvojnásobně zvýší mez kluzu v rozmezí teplot 20 až 900 °C. S rostoucím objemovým obsahem fáze  $\gamma'$  v matici  $\gamma$  až do 40 % se mechanické vlastnosti za teplot do 400 °C příliš nemění, ale zvyšuje se především možná provozní teplota a mez kluzu při vyšších teplotách (600 až 800 °C). S dalším rostoucím podílem fáze  $\gamma'$  v matici  $\gamma$  (60, 80 a 100 %) se mez kluzu při nižších teplotách (do 400 °C) snižuje a naopak při teplotách 700 až 1000 °C se dosahuje nejlepších pevnostních charakteristik slitiny. V inženýrské praxi moderní niklové superslitiny obsahují mezi 50 a 70 % objemového obsahu fáze  $\gamma'$  v matici  $\gamma$ . Niklové superslitiny s nižším obsahem fáze  $\gamma'$  (do cca 30 %) dnes vytlačují levnější, strukturně složitější oceli s vysokou creepovou pevností (až do 750 °C) a tento typ niklových superslitin se používá zejména v aplikacích, kde se vyskytuje silné korozní prostředí (chemický průmysl). Naproti tomu niklové superslitiny s vyšším obsahem fáze  $\gamma'$  (nad 75 %) trpí v důsledku špatných mechanických vlastností za nízkých teplot vysokou poruchovostí během náběhu po odstávkách zařízení a vlivem sníženého obsahu chromu v matici  $\gamma$  horší korozní odolností za vysokých teplot.



Obr. 2 Vliv teploty na změnu meze kluzu  $R_{p0,2}$  pro různé obsahy zpevňující fáze  $\gamma'$  v ternární slitině Ni-Cr-Al. Převzato z [20].

### 2.1.1.c) Fáze $\gamma'$

Mimo zpevnění pomocí fáze  $\gamma'$  má v niklových superslitinách velký význam také zpevňující fáze  $\gamma''$ . Je to intermetalická fáze o jmenovitém chemickém složení  $Ni_3Nb$ . Má tetragonální

prostorově centrovanou mřížku, také koherentní s maticí  $\gamma$  (mřížkový parametr  $a_{\gamma''}$  je velmi blízký  $a_{\gamma'}$ , ale parametr  $c_{\gamma''}$  je přibližně dvojnásobný) [6, 10].

Ačkoli má výrazný zpevňující účinek, provozní teploty u niklových superslitin zpevněných také fází  $\gamma''$  musí být výrazně nižší než v případě slitin zpevněných pouze fází  $\gamma'$ , protože  $\gamma''$  precipitáty jsou stabilní pouze do teploty 650 °C a při expozici nad touto teplotou se mřížka fáze  $\gamma''$  změní na ortorombickou [10]. Na druhou stranu takto zpevněné superslitiny (kombinované zpevnění fázemi  $\gamma'$  a  $\gamma''$ ), jako např. IN 625, IN 706 a IN 718, bývají mnohem levnější, protože u většiny je značná část objemového podílu legur tvořena železem [19, 21, 22].

#### 2.1.1.d) Karbidy

Karbidy mohou zlepšovat nebo naopak zhoršovat vlastnosti superslitiny v závislosti na jejich množství, tvaru a rozložení. Vhodně vyloučené karbidy po hranicích zrn mohou tyto hranice zpevnit. Precipitace jemných karbidů uvnitř matrice ji také zpevní a mimo jiné uhlík váže do karbidů nežádoucí prvky. Při nevhodném rozložení karbidů v mikrostruktuře (ve shlucích) dochází k poklesu houževnatosti a celkové provozní životnosti niklové superslitiny. Větší výskyt částic karbidů v jednom místě může během únavového nebo creepového namáhání způsobit iniciaci trhlin [23-26].

Primární karbidy typu MC se během tuhnutí z taveniny vylučují jako samostatné částice nebo jako eutektické fáze se společnou FCC mřížkou. Rozložení těchto částic bývá v superslitině heterogenní, a to po hranicích licích zrn a v mezidendritických oblastech. Během tepelného zpracování nebo provozu se mohou primární karbidy rozpadat na sekundární [27].

Sekundární karbidy typu  $M_{23}C_6$  a  $M_7C_3$ , obohacené především o Cr, se vyskytují v niklových superslitinách, především po hranicích zrn. Také karbidy typu  $M_6C$ , obohacené především o Mo a W, se nacházejí po hranicích zrn [6, 10, 15].

#### 2.1.1.e) Boridy

Boridy jsou obtížně tavitelné hranaté částice precipitující v tetragonální mřížce. Ve struktuře superslitin se vyskytují po hranicích licích zrn a v mezidendritických oblastech, čímž dochází ke zpevnění materiálu [28]. Malé množství boru se přidává do niklových superslitin, protože boridy výrazně zpevňují hranice zrn, a tím zlepšují creepové vlastnosti superslitiny [29-31]. Vyskytují se ve dvou základních modifikacích – primární boridy typu  $MM'_2B_2$  a sekundární boridy typu  $M_2M'B_2$ , kde M jsou prvky s velkým atomovým poloměrem (Mo, Ti) a  $M'$  jsou prvky s menším poloměrem atomu (Cr, Co, Ni) [6].

#### 2.1.1.f) Ostatní fáze

V superslitinách se nacházejí také nitridy (nejčastěji TiN, dále pak HfN, NbN aj.), které vznikají během tavení a odlévání. Jejich množství je ale vzhledem k výrobní technologii (lití ve vakuu) tak malé, že na mechanické vlastnosti nemají vliv.

Nežádoucím produktem špatného tepelného zpracování superslitiny nebo provozu za vysokých teplot (v kombinaci s nevhodným chemickým složením) jsou topologicky těsně uspořádané TCP fáze. Jsou to křehké fáze, vylučují se na hranicích zrn ve formě dlouhých, tenkých a křehkých částic a při zatížení představují místa iniciace trhlin. Do této skupiny patří  $\sigma$ ,  $\delta$ ,  $\mu$ ,  $\eta$  a Lavesova fáze [15-17].

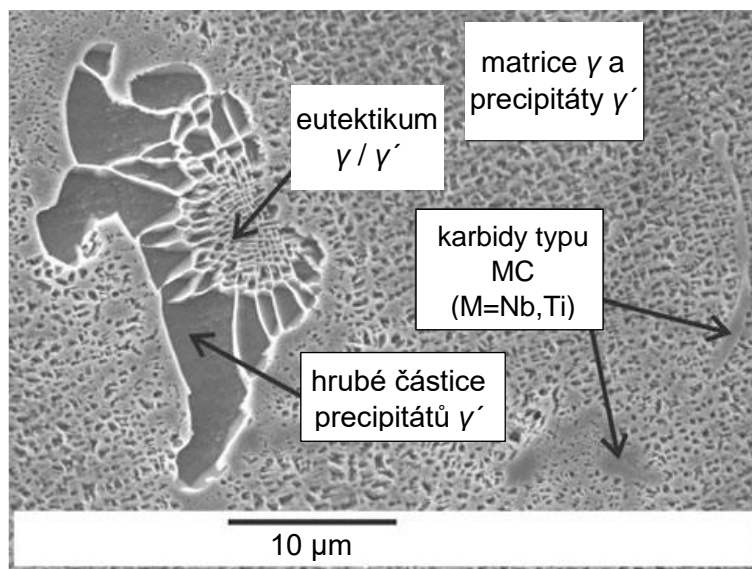


U superslitin zpevněných disperzí oxidických částic (ODS superalloys), vyrobených práškovou metalurgií, se pro zpevnění začaly používat částice  $\text{ThO}_2$  a později také  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (kde do reakce vstupuje hliník za vzniku  $\text{AlYO}_3$  a  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ). Výrobní náklady takových slitin jsou v porovnání se získanými užitnými vlastnostmi nevýhodné [6].

### 2.1.2 Superslitina Inconel 713LC

Niklová superslitina Inconel 713LC (IN 713LC) je klasickým představitelem žárupevných polykrystalických litých materiálů vhodných pro výrobní technologii přesného lití. IN 713LC je nízkouhlíková (low carbon) varianta superslitiny IN 713. Je legována Al (5,5 – 6,5 hm. %) a Ti (0,4 – 1,0 hm. %), díky čemuž má poměrně vysoký objemový podíl precipitátů  $\gamma'$ , v rozmezí 51 – 54 %.

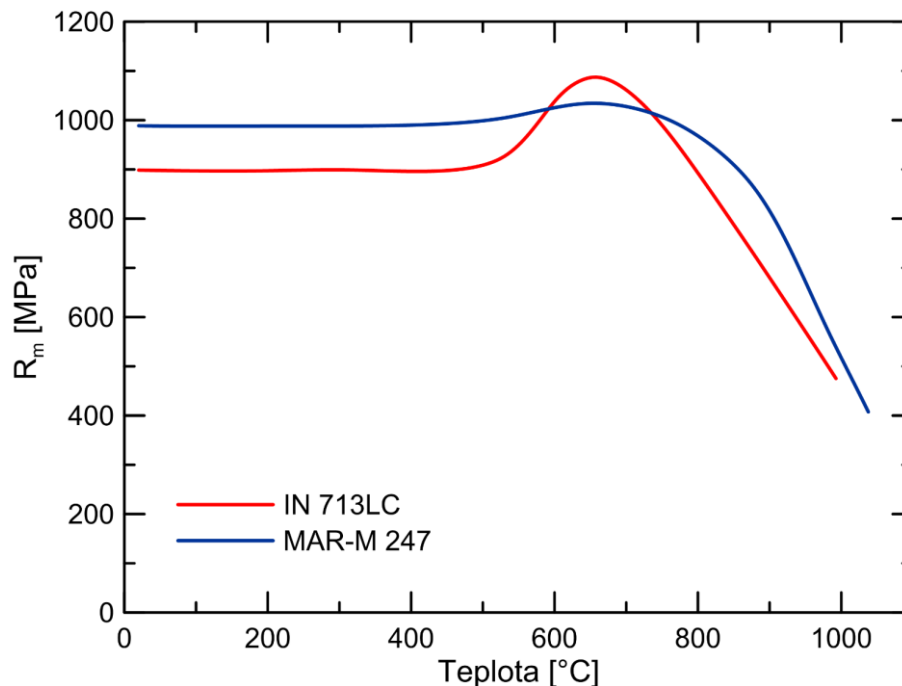
Teplota tavení superslitiny IN 713LC je 1290 – 1320 °C a odlévá se při teplotě 1370 – 1420 °C. Výsledná struktura po odlití je tvořena hrubými dendritickými zrny. Mikrostruktura je poměrně homogenní (ve struktuře se lokálně vyskytují hrubé částice precipitátů  $\gamma'$ , viz obr. 3 z rastrovací elektronové mikroskopie (REM)) a je tvořena maticí  $\gamma$ , precipitáty  $\gamma'$ , eutektikem  $\gamma/\gamma'$ , a dále pak karbidy a boridy rozmístěnými v matici  $\gamma$  a po hranicích zrn, ojediněle v precipitátech  $\gamma'$  [16]. Nespornou výhodou tohoto materiálu je, že se odlitky nemusí po odlití tepelně zpracovávat. Struktura výrobků ze superslitiny IN 713LC běžně obsahuje ličí defekty o velikosti i několika desetin milimetrů [32, 33] a tyto defekty jsou v celé struktuře heterogenně rozmístěny, tvoří shluky a vytváří potenciální místa pro iniciaci únavových trhlin.



Obr. 3 Mikrostruktura superslitiny IN 713LC; REM. Převzato z [34].

Tato superslitina vykazuje „klasický průběh anomálie“ statických mechanických vlastností. Na obr. 4 je vynesena závislost meze pevnosti  $R_m$  na teplotě, ze které je změna mechanických vlastností IN 713LC (modrá křivka) jasně patrná. Zhruba do teploty 450 °C jsou statické vlastnosti superslitiny na stejné úrovni. Mezi teplotami 450 – 600 °C dochází se zvyšující se teplotou ke zvýšení pevnosti (i meze kluzu). Po překročení teploty 650 – 700 °C [16, 35] začnou mechanické vlastnosti klesat. Maximální teplota použití superslitiny IN 713LC je okolo 950 – 970 °C, kdy má superslitina ještě přijatelné pevnostní a únavové vlastnosti [36].

Nad touto teplotou dochází k výraznému poklesu mechanických vlastností a značné oxidaci povrchu součásti.



Obr. 4 Vliv teploty na změnu meze pevnosti  $R_m$  pro superslitiny IN 713LC a MAR-M 247. Převzato z [37, 38].

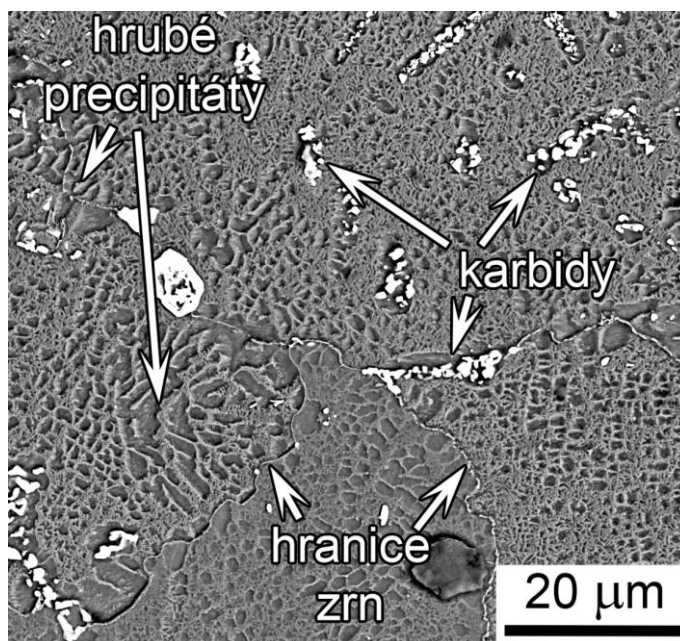
### 2.1.3 Superslitina MAR-M 247

Tato superslitina byla vyvinutá společností Martin-Marietta Corporation pro aplikace vyžadující vysokou pevnost za vysokých teplot, maximálně až 1038 °C. Jedná se o nástupce superslitiny MAR-M 246 s přidavkem hafnia a dalších prvků. Chemické složení zajišťuje výbornou kombinaci únavových a creepových vlastností jako důsledek zpevnění matrice  $\gamma$  fází  $\gamma'$ , vylepšeného zpevnění tuhého roztoku  $\gamma$  a zpevnění hranic zrn (karbidy, boridy). Studie zároveň ukazují výbornou stabilitu mikrostruktury a mechanických vlastností po dlouhodobé provozní expozici slitiny za vysokých teplot [18, 39-41].

Teplota tavení superslitiny MAR-M 247 je 1305 – 1365 °C a odlévá se při teplotě 1370 – 1420 °C. Po odlití je často nutné zpracovat odlitky metodou HIP (Hot Isostatic Pressing) neboli izostatickým lisováním za tepla. Superslitina má sice velmi dobrou slévateľnost, ale při následném ochlazení se ve struktuře vytvoří velké množství staženin, které zhoršují její mechanické vlastnosti. HIP se provádí za vysokých teplot a tlaků tak, aby došlo k bezpečnému odstranění staženin. U niklových superslitin se HIP provádí v rozmezí teplot 1093 – 1204 °C a tlaků okolo 103 MPa, v závislosti na konkrétní slitině a tvaru odlitku. HIP se provádí před tepelným zpracováním superslitiny. Předepsané tepelné zpracování superslitiny MAR-M 247 se skládá z rozpouštěcího žhánání a precipitačního vytvrzování s následným ochlazením na vzduchu [16].

Výsledná struktura superslitiny po zpracování HIP a tepelném zpracování je tvořena hrubými dendritickými zrny s vysokým objemovým podílem precipitátů  $\gamma'$  okolo 60 %. Mikrostruktura, obr. 5, je heterogenní, je tvořena maticí  $\gamma$ , hrubými kulovitými a jemnými kubickými

precipitáty  $\gamma'$ , eutektikem  $\gamma/\gamma'$ , a dále pak (z důvodu vysokého obsahu uhlíku) hrubými i jemnými karbidy a boridy rozmístěnými buď v precipitátech, v matici nebo po hranicích zrn [42]. Ze závislosti meze pevnosti  $R_m$  superslitiny MAR-M 247 na teplotě, obr. 4, je patrná v porovnání s IN 713LC vyšší pevnost při nižších teplotách a naopak v rozmezí teplot 600 – 800 °C méně výrazné zpevnění. K celkovému poklesu mechanických vlastností při teplotách nad 750 °C dochází v porovnání s IN 713LC pozvolněji.



Obr. 5 Mikrostruktura superslitiny MAR-M 247; REM. Převzato z [39].

## 2.2 Mechanismy únavového a creepového poškození

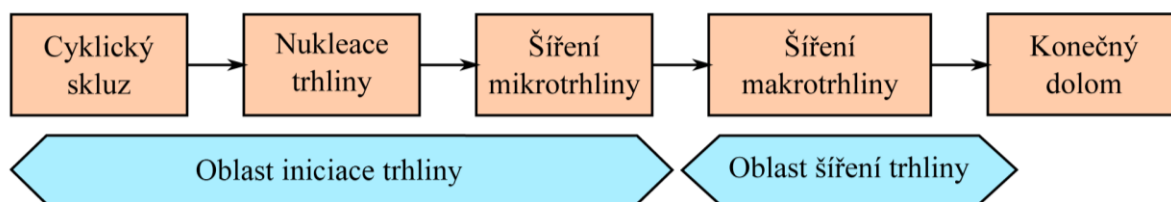
### 2.2.1 Únavové poškození

Únavovým poškozením je komplexně nazývána posloupnost dějů, které probíhají v objemu materiálu za působení časově proměnných vnějších sil. To má za následek nejprve změnu mechanických vlastností (vlivem změny dislokační struktury), následně vznik (iniciaci) a růst únavové trhliny, až nakonec dojde k lomu tělesa. Pokud je těleso zatíženo statickým napětím v oblasti elastické deformace, vrátí se po odlehčení do původního stavu. Při pozorování celého tělesa (makropohled) tedy nedojde k měřitelné plastické deformaci. Z hlediska mikropohledu jsou ale ve struktuře místa (rozhraní precipitát-matrice, strukturní vady aj.), ve kterých díky lokální koncentraci napětí dojde k lokální plastické deformaci. Při cyklickém opakování tohoto děje se vytvořená lokální plastická deformace začne v tělese kumulovat a iniciuje se únavové poškození. Při dalším cyklickém namáhání začne docházet k nukleaci (iniciaci) mikroskopických a později také makroskopických trhlin. Růst makroskopické magistralní trhliny (vzniklé spojením několika mikrotrhlin nebo růstem konkrétní mikrotrhliny) způsobuje zmenšování nosného průřezu namáhaného tělesa. V důsledku toho dojde k lomu tělesa [43, 44].

Únavová životnost materiálu se charakterizuje počtem cyklů do lomu při normalizované únavové zkoušce. Při počtu cyklů do lomu menším než  $10^5$  se jedná o oblast nízkocyklové únavy, při  $10^5$  až  $10^9$  cyklů o oblast vysokocyklové únavy a po překročení  $10^9$  cyklů se jedná

o oblast gigacyklové únavy [45]. Oblast nízkocyklové únavy se obvykle charakterizuje deformačním přístupem; vztahy pro určení životnosti byly odvozeny Mansonem a Coffinem [46]. K tomuto typu namáhání dochází, když je amplituda působícího napětí blízko meze kluzu daného materiálu. Oblast vysokocyklové únavy je charakterizována malými plastickými deformacemi a napěťovým přístupem. V praxi se namáhaná tělesa porušují nejčastěji v této oblasti (amplituda napětí je výrazně pod mezí kluzu daného materiálu). Vztahy pro popis únavového chování materiálů ve vysokocyklové oblasti byly odvozeny Wöhlerem, Basquinem, Stromejerem, Palmgrenem, Goodmanem, Minerem atd. [47].

*Mechanismus únavového porušování* je v současnosti dobře zdokumentovaný a lze jej obecně rozdělit na dvě základní stádia, jenž se skládají z dílčích etap (viz obr. 6).



Obr. 6 Stádia únavové životnosti. Převzato z [45].

Stádium I – oblast iniciace únavové trhliny – je silně závislé na mikrostruktuře. Během cyklického zatěžování tělesa dochází v celém objemu materiálu k nevratné změně v mikrostruktuře, která mění fyzikální vlastnosti materiálu. V celém objemu materiálu se generují dislokace, které utváří dislokační strukturu. Ta potom charakterizuje, jaký má daný materiál odpor vůči únavovému zatěžování (cyklické zpevňování a změkčování). Některé materiály mohou během zatěžování cyklicky zpevňovat i změkčovat [45].

Nukleace únavových trhlin (mikrotrhlin) nejčastěji probíhá na volném povrchu zatěžovaných těles nebo v místech s vysokou koncentrací napětí, jako jsou například vruby různého původu (drsnot povrchu v důsledku obrábění, defekty aj.), ale také skluzové pásy. Skluzové pásy (SB – slip bands) vznikají na povrchu cyklicky namáhaných těles ve vhodně orientovaných rovinách s maximálním skluzovým napětím v důsledku cyklického skluzu [48].

U těles, jejichž struktura je nehomogenní (např. se zpevněným povrchem) nebo s potenciálními defekty, vzniklými v důsledku použité technologie výroby a zpracování (např. odlitky se staženinami, vměstky aj.), iniciují trhliny přednostně uvnitř zkušebních těles [49].

Iniciované mikrotrhliny se vlivem cyklického zatížení dále šíří a spojují, až vznikne tzv. dlouhá (magistrální) trhlina, která již není příliš ovlivněna mikrostrukturou materiálu a k jejímu popisu lze použít mechaniku kontinua [50].

Stádium II – šíření magistrální únavové makrotrhliny – tuto oblast dobře popisuje lomová mechanika. Šíření magistrální trhliny lze popsat pomocí závislosti rychlosti šíření únavové trhliny a faktoru intenzity napětí. Pomocí numerických metod lze pak poměrně

spolehlivě odhadnout zbytkovou životnost tělesa obsahujícího trhlinu [51]. Definice makrotrhliny je pak závislá zejména na:

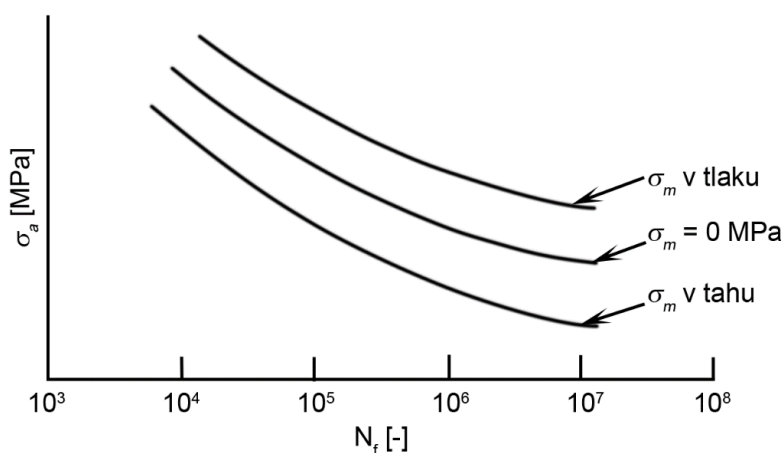
- typu materiálu,
- velikosti zrn,
- velikosti a rozložení inkluzí atd. [48].

Významný faktor ovlivňující únavové vlastnosti materiálů je *teplota*. Teplota, která bude ovlivňovat mechanismus únavového porušení aktivací jiných mechanismů, je pro každý materiál jiná. Vliv teploty na aktivaci nových mechanismů porušení lze určit pomocí tzv. homologické teploty. Homologická teplota je definována jako poměr provozní teploty součásti vůči teplotě tavení použitého materiálu (obě teploty jsou ve stupních Kelvina). Při homologických teplotách přibližně 0,5 a nižších, je možné popsat mechanismus únavového porušení pomocí popsanych dvou stádií, tj. iniciací a šířením únavové trhliny. Zvýšením homologické teploty nad 0,5 se aktivují během zatěžování nové mechanismy porušení, jako jsou např. relaxační a difuzní procesy, příčný skluz a šplh dislokací. Mimo to, zvýšená teplota ovlivňuje také různé základní materiálové charakteristiky. Důležitou charakteristikou je velikost energie vrstevné chyby, která se s rostoucí teplotou zvyšuje. Následkem toho se mění mechanismus deformace; u většiny materiálů se při homologické teplotě vyšší než 0,5 dislokace místo planárního skluzu pohybují pomocí vlnitého skluzu, čímž dochází k urychlení plastické deformace při cyklickém namáhání [48, 52].

Významný vliv na rychlost únavového poškození materiálu má i *střední napětí*  $\sigma_m$ . Na obr. 7 jsou zobrazeny tři S-N křivky únavové životnosti, naměřené při různé hodnotě středního napětí ( $\sigma_m$  v tahu,  $\sigma_m = 0$  MPa a  $\sigma_m$  v tlaku). Z porovnání těchto křivek je viditelný nepříznivý vliv tahově orientovaného středního napětí na únavovou životnost materiálu. Během cyklického zatěžování zkracuje tahově orientované střední napětí čas do iniciace, zvyšuje rychlost šíření trhlin a také zkracuje kritickou délku trhliny vedoucí k náhlému lomu tělesa. Naopak tlakově orientované střední napětí může únavovou životnost zlepšit. Pro kvantifikaci středního napětí při cyklickém namáhání se nejčastěji používá parametr  $R$ , který je dán rovnicí (1):

$$R = \frac{\sigma_n}{\sigma_h} \quad (1)$$

kde  $\sigma_n$  je dolní napětí a  $\sigma_h$  je horní napětí.



Obr. 7 Vliv tahového a tlakového středního napětí na únavovou životnost. Převzato z [53].

### 2.2.2 Mechanismus únavového poškození niklových superslitin

Pohyblivé i stacionární součásti leteckých motorů a plynových turbín jsou namáhány cyklickým zatěžováním. Lopatky během provozu vibrují vysokou frekvencí (až tisíce Hz, v závislosti na otáčkách, geometrii lopatky aj. [54, 55]) a jsou zatěžovány proměnlivou velikostí amplitudy napětí. To způsobuje namáhání v oblasti vysokocyklové únavy. Při náběhu během spouštění do provozu a při vypínání leteckých a plynových turbín jsou tytéž lopatky vystaveny elasticko-plastickým deformacím, ke kterým dochází vlivem teplotní roztažnosti. Cyklické opakování tohoto děje (náběh a vypínání motoru) vede k nízkocyklové únavě s řízeným rozkmitem deformace. Proto se laboratorní zkoušky pro výzkum únavového chování niklových superslitin běžně realizují jak v režimu řízené amplitudy napětí, tak i v režimu řízené amplitudy celkové (popř. pouze plastické) deformace. Vzhledem k tomu, že letecké a plynové turbíny jsou po většinu své životnosti vystaveny maximálnímu provoznímu výkonu, je namáhání lopatek vysokocyklovou únavou o to významnější [56].

Matrice niklových superslitin  $\gamma$  má FCC mřížku a zpevňující fáze  $\gamma'$  má  $L1_2$  mřížku. Působení vysoké provozní teploty na strukturu niklové superslitiny ovlivňuje její dislokační strukturu a z toho plynoucí deformační mechanismy. Při cyklickém únavovém zatěžování se nejprve vytvoří heterogenní dislokační struktura, která s rostoucím počtem zatěžujících cyklů v důsledku lokalizace cyklické plastické deformace začne utvářet persistentní skluzové pásy (PSB – persistent slip bands). Stejně jako u jiných materiálů i zde platí, že v případě styku PSB s povrchem tělesa dojde k vytvoření persistentních skluzových stop (PSM – persistent slip markings). Během rostoucího počtu proběhlých cyklů se povrchový reliéf zvýrazní a na PSM se začnou iniciovat únavové mikrotrhliny. Po stádiu iniciace únavových mikrotrhlin dojde k jejich růstu a případnému spojování a vytvoření magistrální trhliny. Další životnost je limitovaná rychlostí růstu magistrální trhliny.

Niklové superslitiny vykazují během únavového zatěžování několik typických znaků [57]:

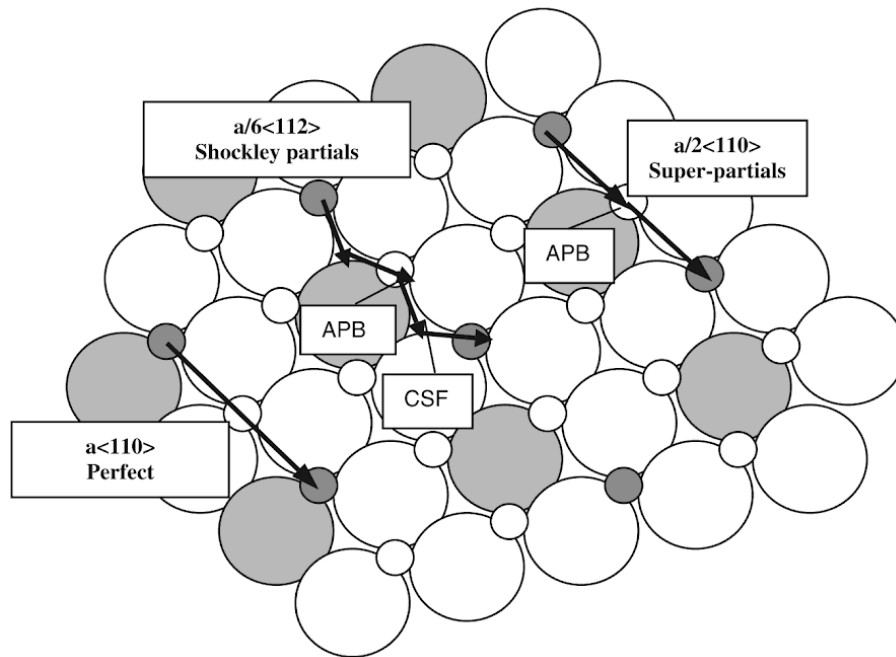
- Při únavovém zatěžování (pro Ni superslitiny) za nízkých teplot (do cca 750 °C) projdou pohybující se dislokace precipitáty  $\gamma'$ , protože jsou s maticí  $\gamma$  koherentní.
- Při únavovém zatěžování za vysokých teplot (od cca 800 – 1000 °C, v závislosti na chemickém složení) mohou precipitáty  $\gamma'$  vlivem aplikovaného napětí hrubnout (koagulovat) [58-60]. Protože průchod dislokací materiálem závisí na velikosti precipitátů  $\gamma'$  – malé precipitáty bývají dislokacemi překonány, zatímco u velkých precipitátů nemají dislokace k jejich přeseknutí dostatečnou energii – obejdou je a kolem precipitátů se vytvoří tzv. Orowanovy smyčky. Při přechodu precipitátů se dislokace štěpí, čímž se zhorší podmínky pro jejich pohyb v mikrostruktuře. Výsledkem toho je typické teplotně závislé anomální chování niklových superslitin.
- Za vysokých teplot přispívají k výsledné deformaci také další mechanismy, jako jsou např. šplh dislokací nebo pokluz zrn po hranicích.

Pohyb dislokací v uspořádané mřížce  $L1_2$  zpevňujících precipitátů  $\gamma'$  je vysvětlen na obr. 8. Velké šedé kroužky představují atomy Al, velké prázdné kroužky představují atomy Ni. Stejně jako u jiných kovů s FCC mřížkou je také u zpevňujících precipitátů  $\gamma'$  nejsnazší skluz v rovinách  $\{111\}$ . Skluz podél rovin  $\{100\}$  je obtížnější, protože skluzové roviny jsou méně kompaktní. V důsledku tepelné aktivace k němu ale docházet může. Úplná dislokace,

označovaná jako superdislokace, s Burgersovým vektorem  $b = a \langle 110 \rangle$ , je dvakrát větší než hodnota odpovídající dislokaci jednotky v neuspořádaném stavu. Tyto superdislokace disociují do „superparciálních“ dislokací s Burgersovým vektorem  $b = a/2 \langle 110 \rangle$  a následně mohou disociovat do Shockleyho parciálních dislokací s Burgersovým vektorem  $b = a/6 \langle 110 \rangle$ . Z toho vyplývá, že jádro superdislokace je rovinné a obsahuje čtyři parciální dislokace, které jsou spojeny antifázovým rozhraním (APB) a dvěma komplexními vrstevnými chybami (CSF). Efekt štěpení superdislokace na čtyři Shockleyho parciální dislokace je s rostoucí teplotou potlačován [61-65].

Ačkoliv jsou niklové superslitiny precipitačně zpevněné, za pokojové teploty v počátcích únavového zatěžování většinou cyklicky zpevňují. To je dáno rozhraním  $\gamma/\gamma'$  (matrice / precipitát), na kterém se zvyšuje hustota dislokací. Vlivem hustoty dislokací vznikají komplikované dislokační sítě. Důsledkem toho se ve struktuře utvářejí SB a PSB. Niklové superslitiny obsahují disperzně rozptýlené jemné precipitáty, které zhoršují průchod dislokací materiálem. Proto jsou vzniklé PSB pozorovatelné především ve formě tenkých rovinných pásů jak v materiálu, tak i ve formě vytvořeného reliéfu na povrchu namáhaného tělesa (PSM). PSB jsou orientovány v nejhustěji obsazených rovinách (skluzový systém  $\{111\}$ ) a procházejí jak přes matici  $\gamma$ , tak i přes precipitáty  $\gamma'$  [42, 66-69]. Vytvořením velkého množství PSB se dosáhne saturevaného stavu superslitiny (nedochází k dalšímu cyklickému zpevnění / změkčení). S pokračujícím cyklickým zatěžováním se iniciují z perzistentních skluzových pásů únavové mikrotrhliny, které postupně srůstají, a vznikne magistralní trhlinka, která se dále šíří materiálem.

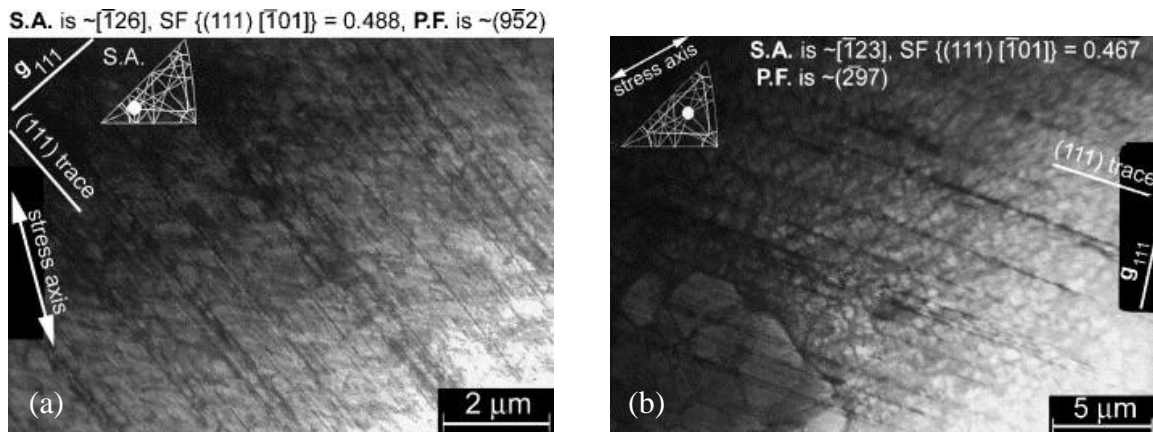
Za teplot od cca 700 °C se odezva niklových superslitin vůči cyklickému namáhání příliš nemění. Cyklické zpevnění se na počátku únavového zatěžování v porovnání s nízkoteplotním zatěžováním téměř nevyskytuje a v průběhu celé zkoušky se vlastnosti materiálu nemění nebo materiál mírně cyklicky změkčuje. To je zapříčiněno zvýšenou teplotou, která usnadňuje průchod dislokací materiálem (snadnější příčný skluz a šplh dislokací). Důsledkem zvýšené mobility dislokací je v zatěžovaném materiálu snížena dislokační hustota. Menší množství dislokací ve struktuře má za následek menší počet vytvořených PSB v porovnání s materiálem namáhaným za nízkých teplot [57]. Tento jev je viditelný na obr. 9, kde jsou zobrazeny dislokační struktury cyklicky zatěžované superslitiny IN 713LC při teplotách 500 a 800 °C. Z nich je patrné jednak usměrnění PSB do rovin vhodně orientovaných vůči ose namáhání a jednak úbytek skluzových pásů s rostoucí teplotou. Únavové vlastnosti těles zatěžovaných za tepla (zde 800 °C) by tak mohly dosahovat v porovnání s tělesy cyklovanými za studena (zde 500 °C) lepších hodnot (menší počet PSB = menší počet míst vhodných pro iniciaci trhlín), avšak jsou negativně ovlivněny oxidací povrchu. Nerovnost povrchu zapříčiněná jeho oxidací poskytuje v důsledku koncentrace napětí vhodná místa pro iniciaci únavových trhlín [57, 67].



Obr. 8 Oktaedrické  $\{111\}$  roviny krystalové struktury  $L1_2$ . Malé kružnice jsou atomy jedné vrstvy. Jednotka úplné dislokace (Perfect),  $b = a \langle 110 \rangle$ , může disociovat do dvou superparciálních dislokací (Super-partials) s Burgersovým vektorem  $b = a/2 \langle 110 \rangle$ . Superparciální dislokace pozmění okolní mřížku, vytvoří se zde antifázové rozhraní (APB – anti-phase boundary). Superparciální dislokace mohou také disociovat do Shockleyho parciálních dislokací (Shockley partials) s Burgersovým vektorem  $b = a/6 \langle 112 \rangle$ , v mřížce se poté budou nacházet mimo antifázového rozhraní (APB) také komplexní vrstevné chyby (CSF – complex stacking fault). Převzato z [63].

Pro únavovou životnost obecně platí, že se zmenšující se velikostí zrna roste únavová životnost. Tento efekt je patrný také u niklových superslitin, přičemž tento jev je významnější u typů superslitin s menším obsahem zpevňujících precipitátů  $\gamma'$  (především u kovaných superslitin a superslitin s vysokým obsahem železa), přitom se mění pouze velikost zrna (velikost samotných zpevňujících precipitátů  $\gamma'$  se vlivem zjemnění zrn nemění). S rostoucím obsahem zpevňujících precipitátů  $\gamma'$  (od 40 – 50 % více) se únavové vlastnosti sice v menší míře stále zlepšují, ale na úkor výrazného poklesu creepové pevnosti (při životnostech 10 a více hodin). Proto je nutné najít optimální velikost zrna tak, aby výrobek ze superslitiny vykazoval výborné creepové i únavové vlastnosti [70-74].





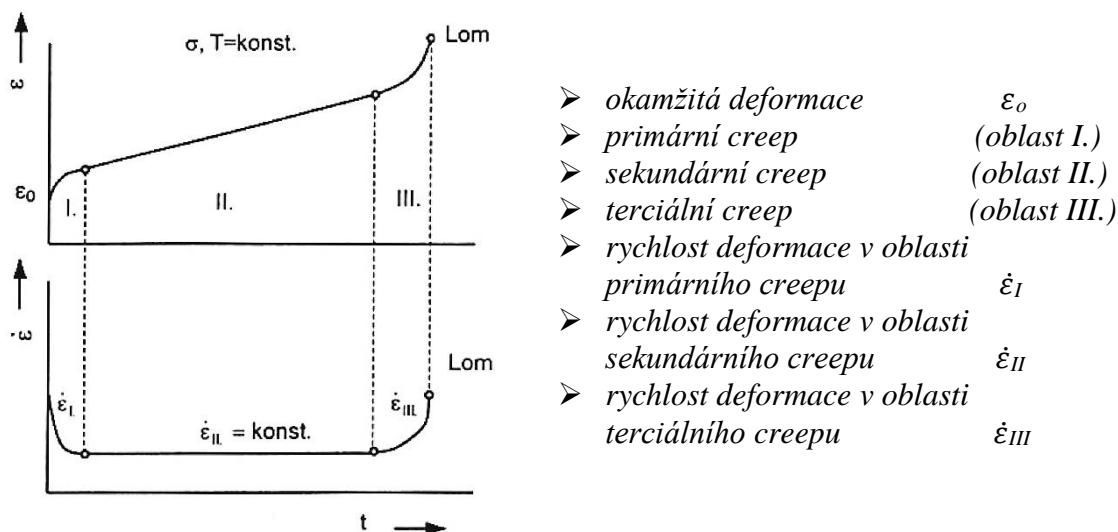
Obr. 9 TEM snímky dislokačních struktur v orientovaných PSB superslitiny IN 713LC při teplotě 500 °C při  $\epsilon_a = 0.7\%$  (a) a 800 °C při  $\epsilon_a = 0.8\%$  (b); S.A. – osa namáhání (stress axis), S.F. – Schmidův faktor (Schmid factor), P.F. – rovina fólie (plane of the foil). Převzato z [67].

Výrazný vliv na únavové vlastnosti má také přítomnost licích defektů [75]. Protože většina výrobků z niklových superslitin se vyrábí metodou přesného lití, nachází se v důsledku tuhnutí taveniny ve struktuře velké množství staženin (ředin). Proto je většina výrobků z niklových superslitin po odlití vystavena HIPování, aby bylo množství licích defektů eliminováno. Jednou ze superslitin, kde se HIPování neprovádí, je slitina IN 713LC. V její struktuře se proto běžně nacházejí licí defekty o velikosti až několika desetín milimetrů a tyto defekty jsou v celé struktuře rozmístěny heterogenně, tvoří shluky a vytváří potenciální místa pro iniciaci únavových trhlin [32, 33, 76]. Typickým znakem pro lomové plochy u vzorků s licími defekty je vytvoření tzv. „fish eye“ (rybího oka) na lomové ploše [77], které se vytvoří, jakmile vnitřní únavová trhlinka proroste na povrch [78]. Kunz a kol. [79] při testování superslitiny IN 713LC experimentálně zjišťovali vliv velikosti licího defektu na únavové vlastnosti materiálu při testovací teplotě 800 °C. Pomocí HIP procesu částečně eliminovali porozitu ve struktuře, následkem čehož se mez únavy zvýšila z původních 167 MPa na 216 MPa. Mimo únavovou životnost ovlivňuje HIPování i deformační vlastnosti. Wei a kol. [80] při testování superslitiny CM-681LC na teplotách 21, 427, 760 a 982 °C pozorovali, že redukcí porozity z 0,20 % na 0,06 % lze zvýšit nejen mechanické vlastnosti o 9 %, ale také tažnost o 10 % oproti neHIPovanému stavu.

### 2.2.3 Creepové poškození

Při dlouhodobém působení napětí a teploty na těleso dochází k jeho postupné nevratné deformaci, označované jako creepová deformace. Creepová deformace je obecně funkcí napětí, teploty a času a nejčastěji se vyjadřuje pomocí tzv. creepové křivky (křivky tečení), viz obr. 10. Creepová křivka vyjadřuje závislost plastické deformace na čase, případně rychlosti creepu na čase při konstantní teplotě ( $T = konst.$ ) a konstantním napětí ( $\sigma = konst.$ ). Na základě tvaru creepové křivky je možné identifikovat jedno, dvě, případně tři stádia creepu. Výskyt a délka jednotlivých stádií jsou dány materiálovými vlastnostmi zkoušeného tělesa spolu se zkušebním napětím a teplotou.

Po zatížení konstantním napětím (menším, než je mez kluzu pro daný materiál) a konstantní teplotou (homologická teplota je větší než 0,5) dochází v průběhu času k primárnímu (tranzitnímu) creepu. Po počáteční velké deformaci a rychlosti creepu materiálu, charakteristickým pro první stádium creepu, rychlost creepu s časem klesá a materiál se zpevňuje. Druhým stádiem je sekundární (stacionární) creep, kde rychlost creepu,  $\dot{\epsilon}_s$ , zůstává konstantní, tzn. zpevňovací a odpevňovací procesy jsou v rovnováze. Převážná část creepové životnosti materiálu je dána druhým stádiem creepu. Posledním stádiem je terciální creep, kdy creepová deformace a rychlost s časem výrazně vzrůstá a končí lomem tělesa [81].

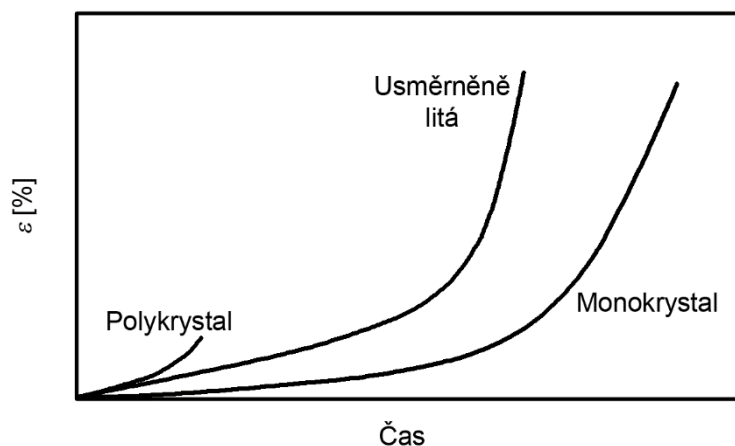


Obr. 10 Creepová křivka při konstantním napětí  $\sigma$  a konstantní teplotě  $T$ . Převzato z [81].

#### 2.2.4 Creepové chování niklových superslitin

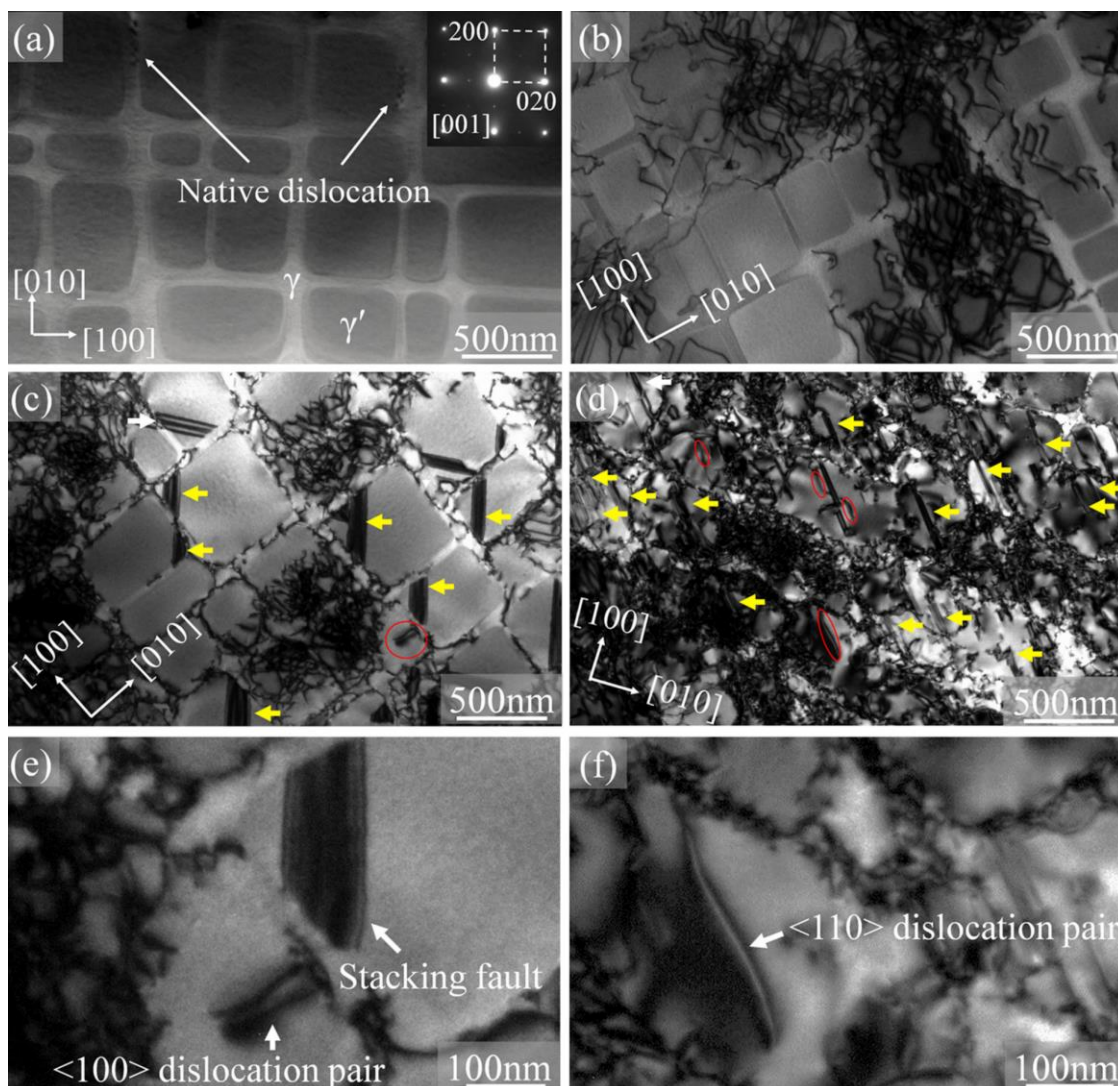
V porovnání s jinými materiály dosahují niklové superslitiny velmi dobré odolnosti vůči creepovému poškození. Tato odolnost je dána strukturou, tvořenou především maticí  $\gamma$  a zpevňujícími koherentními precipitáty  $\gamma'$ . Za účelem zvýšení creepové odolnosti obsahují moderní niklové superslitiny ve struktuře až okolo 70 % precipitátů  $\gamma'$  [82]. Pro zajištění lepších creepových vlastností polykrystalických niklových superslitin je voleno chemické složení tak, aby se po hranicích zrn vyloučily jemné stabilní karbidy a boridy, které budou tyto hranice více stabilizovat. Vysokým obsahem precipitátů a zpevněním hranic zrn bylo dosaženo maximální creepové odolnosti polykrystalických superslitin.

Další vývoj niklových superslitin s cílem zvýšit creepovou odolnost byl zaměřený na snížení obsahu hranic zrn změnou výrobní technologie. Byly vyvinuty niklové superslitiny s kolumnárními zrny, kde zrna v tělese rostla díky usměrněnému tuhnutí ve směru největšího budoucího působícího napětí. To mělo za následek výrazné prodloužení doby creepové životnosti součástí. Pozdějším zdokonalením usměrněné krystalizace se začaly vyrábět dokonce monokrystalické součásti. Tím došlo nejen k potlačení negativního vlivu hranic zrn, ale také k možnosti dosáhnout v tělese vhodnou orientaci krystalu vzhledem k působícímu napětí, což má další pozitivní vliv na mechanickou odolnost součástky [83]. Vliv typu struktury niklových superslitin na creepovou životnost je uvedený na obr. 11.



*Obr. 11 Schématické zobrazení relativní creepové deformace polykrystalické, usměrněně krystalické a monokrystalické lité niklové superslitiny. Převzato z [84].*

Rozvoj dislokační struktury v závislosti na čase v monokrystalické Ni superslitině během creepového namáhání tahovým napětím 750 MPa za teploty 750 °C je zobrazen na obr. 12. Ve výchozím stavu po tepelném zpracování se v mikrostruktuře superslitiny vyskytuje jen velmi malé množství dislokací, obr. 12 a). Už po dvou hodinách creepového namáhání, obr. 12 b), se v mikrostruktuře vyskytuje velké množství nových dislokací, koncentrovaných především v matici  $\gamma$  a na rozhraní  $\gamma/\gamma'$  (matrice / precipitát). Obrázek 12 c) zobrazuje dislokační strukturu po 100 h creepového namáhání. Dislokační hustota opět vzrostla. Ačkoliv se většina dislokací stále vyskytuje v matici  $\gamma$  a na rozhraní  $\gamma/\gamma'$ , v precipitátech  $\gamma'$  se vytvořilo mnoho vrstevných chyb (označeno šipkami). Detail vrstevné chyby a dislokačního páru (v kroužku na obr. 12 c)) je ukázán na obr. 12 e). Dislokační struktura tělesa, porušeného creepovým namáháním při čase do lomu 1450 h, je zobrazena na obr. 12 d). Oproti předchozím stavům dislokační hustota a množství vrstevných chyb významně vzrostlo, tím byla umožněna creepová deformace. Mimo zvýšení množství vrstevných chyb (označeno šipkami) se zvýšil také počet dislokačních párů (označeno elipsami), jejichž detail je na obr. 12 f) [85].



Obr. 12 TEM snímky rozvoje dislokační struktury monokrystalické niklové superslitiny v orientaci [001] během creepového namáhání za teploty 750 °C tahovým napětím 750 MPa, tvorba dislokací, vrstevných chyb a antifázového rozhraní. (a): výchozí stav po tepelném zpracování; (b): po 2 h creepového namáhání; (c): po 100 h creepového namáhání; (d): tělesa porušeného po 1450 h creepového namáhání; (e): detail dislokačního páru (dislocation pair) a vrstevné chyby (stacking fault) z obrázku (c) – kroužek; (f): detail dislokačního páru z obrázku (d). Převzato z [85].

### 2.2.5 Interakce namáhání únava – creep

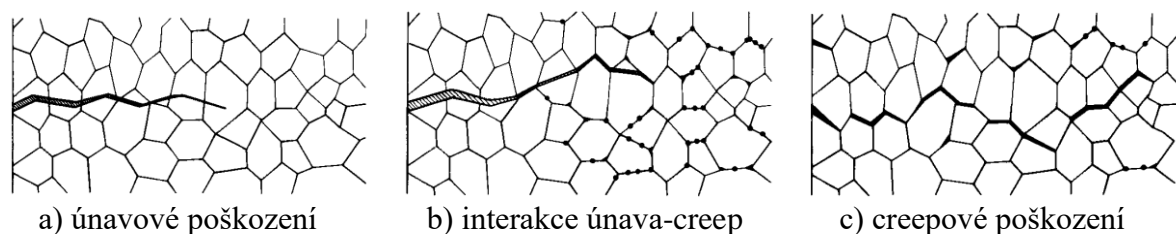
V případě únavového namáhání s vysokými středními napětími a za vysokých teplot může dojít ke kombinovanému poškození únava-creep.

Zásadní vliv na životnost součástí namáhaných únava a creepem má poměr velikosti cyklické složky napětí  $\sigma_a$  a středního napětí  $\sigma_m$  [86]. Důvodem je změna poškozujícího mechanismu. Při konstantním středním napětí  $\sigma_m$  se s rostoucí amplitudou napětí  $\sigma_a$  začne měnit mechanismus poškození z creepového na únavový. To je ovlivněno nejen vlastnostmi struktury (především zpevněním mikrostruktury a hranic zrn), ale také asymetrií cyklu, které působí na zatěžované těleso. S rostoucím podílem únavového mechanismu poškození klesá životnost

součástí. Amplituda napětí superponovaná na střední napětí snižuje creepovou deformaci a podporuje tvorbu dislokační struktury vhodné pro únavový mechanismus porušení [87].

U některých materiálů (některé oceli a niklové superslitiny [88-90]) byl ale pozorován pozitivní vliv malých vibrací (malá hodnota amplitudy napětí  $\sigma_a$ ) na celkovou životnost při kombinovaném namáhání únava-creep v porovnání s čistě creepovým namáháním. Tento pozitivní vliv malých vibrací je obvykle spojený s jejich vysokou frekvencí. Při superponování amplitudy napětí na střední napětí dochází k přetváření dislokační struktury, kdy se v důsledku působícího únavového namáhání dislokace uspořádávají do nejhustěji obsazených rovin a vytvářejí se SB a PSB. Dislokacím, které se pohybují materiálem za působení středního napětí, brání superponované vibrace v pohybu. Creepová deformace se sníží a pokud jsou vibrace tak nízké, aby nevyvolaly iniciaci únavových trhlin, zvýší se životnost komponenty. Prodloužení doby do lomu u těles namáhaných středním napětím s malou amplitudou napětí (únava-creep) oproti době do lomu za působení čistě středního napětí (creep) bylo pozorováno jak u hladkých zkušebních těles, tak i u těles s vrubem [86, 91]. Velikost amplitudy napětí ovlivňuje mechanismus poškození materiálu namáhaného interakcí únava-creep následovně [87, 92]:

- Převládající únavové poškození – těleso nevykazuje žádné viditelné stopy creepového poškození. Dochází k němu při krátkých životnostech (zatěžování většími amplitudami napětí). Výsledná lomová plocha je v oblasti iniciace a šíření magistrální trhliny charakteristická transkrystalickým porušením – viz obr. 13 a).
- Poškození interakcí únava-creep – na lomové ploše tělesa už jsou pozorovány kavity vzniklé v důsledku creepového poškození spolu s poškozením únavovými trhlínami. Mechanismy iniciace únavových trhlin a creepových kavit jsou na sobě nezávislé [87]. S pokračujícím namáháním interakcí únava-creep dochází k šíření únavových trhlin a k růstu kavit, až dojde k interakci obou mechanismů (únavové trhliny prorůstají creepovými kavítami), obr. 13 b). Výsledná lomová plocha je tvořena oblastmi transkrystalického (únava) a interkrystalického (interakcí únava-creep) porušení. Kavity mohou v důsledku koncentrace napětí a lokalizace cyklické plastické deformace působit rovněž jako místa iniciace únavových trhlin.
- Převládající creepové poškození – creep je dominantním poškozujícím mechanismem namáhaného tělesa (tvorba a růst kavit). Za zvolených podmínek nedochází k interakci s únavovým poškozením. Výsledná lomová plocha je charakteristická interkrystalickým porušením – viz obr. 13 c). K tomuto mechanismu poškození dochází při velmi nízkých hodnotách amplitudy napětí.



Obr. 13 Mechanismy poškození materiálu. Převzato z [92].

Výrazný vliv na interakci únava-creep má rovněž frekvence zatěžování, kdy se s rostoucí frekvencí zvyšuje životnost namáhaných součástí [93-96].

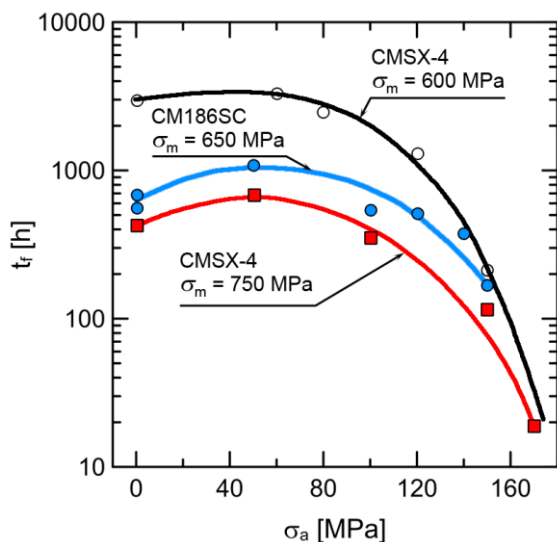
## 2.2.6 Interakce únava – creep u niklových superslitin

Kombinovaným namáháním interakcí vysokocyklová únava-creep u niklových superslitin se zabývá několik prací [7, 37, 86, 91, 97-99], ve kterých byly pozorovány velké rozdíly v chování a odolnosti různých typů superslitin vůči tomuto druhu namáhání.

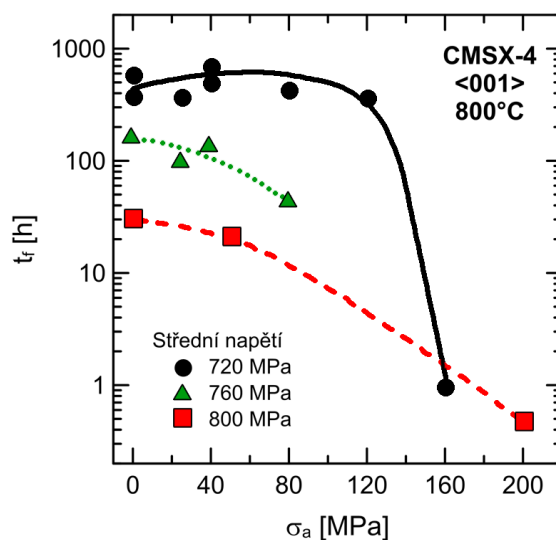
Příkladem materiálů, které jsou pozitivně citlivé (zvýšení životnosti) na přidanou malou složku cyklického namáhání, jsou monokrystalické niklové superslitiny CMSX-4 a CM186SC [86] (obr. 14 – do  $\sigma_a = 60$  MPa životnost roste), vysokofrekvenčně (90 – 95 Hz) zatěžované v orientaci  $\langle 001 \rangle$ . V důsledku vysoké frekvence namáhání dochází ke ztíženému pohybu dislokací v materiálu a ke zpomalení creepové deformace. Malá amplituda napětí není dostatečná ke změně mechanismu poškození z creepového na únavový, a tak snížení creepové deformace v důsledku vysoké frekvence namáhání vede k prodloužení životnosti součásti.

Při velkém středním napětí je efekt bránění pohybu dislokací vysokofrekvenčními vibracemi potlačen a doba do lomu klesá pro všechny amplitudy zatěžování. To je viditelné i na výše zmíněné monokrystalické superslitině CMSX-4, obr. 15, zatěžované v orientaci  $\langle 001 \rangle$ , kde pro střední napětí 720 MPa je viditelný pozitivní vliv cyklování a pro měřené střední napětí 760 a 800 MPa má přidaná cyklická složka na životnost superslitiny pouze negativní vliv.

I když byl pozitivní vliv superponované složky cyklického napětí pozorován nejen na monokrystalech superslitin, ale mnohem dříve také na jiných slitinách [7, 99], není to běžný jev. Změna mechanismu poškození z creepového na únavový v důsledku kombinovaného namáhání není ještě příliš popsána. Pro vysvětlení chybí dostatek pozorování a dat. Aby se projevil creepový mechanismus poškození, musejí být v materiálu umožněny dislokační a difuzní procesy, kterých se dosáhne dlouhým časem zatěžování, zvýšenou teplotou nebo vyšším působícím napětím. Tyto zkoušky jsou tedy velmi časově i finančně náročné. Proto je jedním z cílů této práce právě hlubší popis těchto mechanismů.



Obr. 14 Závislost doby do lomu na amplitudě napětí superponované na středním napětí u těles z CMSX-4 a CM186LC s obvodovým vrubem,  $T = 850$  °C. Převzato z [86].



Obr. 15 Závislost času do lomu na amplitudě napětí pro 3 různá střední napětí: 720, 760 a 800 MPa, u těles z CMSX-4 s orientací  $\langle 001 \rangle$ ,  $T = 800$  °C. Převzato z [98].

### 3 CÍLE PRÁCE

Hlavním cílem disertační práce je popis únavového chování niklových superslitin a jejich chování během kombinovaného namáhání únava-creep. Pro objasnění této problematiky byly ke studiu použity dvě polykrystalické niklové superslitiny – MAR-M 247 a IN 713LC. Dílčí cíle práce jsou chronologicky uspořádány následovně:

#### *Únavové namáhání niklových superslitin MAR-M 247 a IN 713LC*

- Stanovení únavového chování jednotlivých superslitin při třech testovacích teplotách – 800, 900 a 950 °C a jejich vzájemné porovnání.
- Identifikace mechanismu iniciace únavových trhlin ve studovaných superslitinách.
- Popis vlivu mechanismu iniciace a šíření únavových trhlin na celkovou životnost.
- Stanovení vlivu teploty na mechanismus únavového porušování superslitin.

#### *Chování niklových superslitin MAR-M 247 a IN 713LC během kombinovaného namáhání únava-creep*

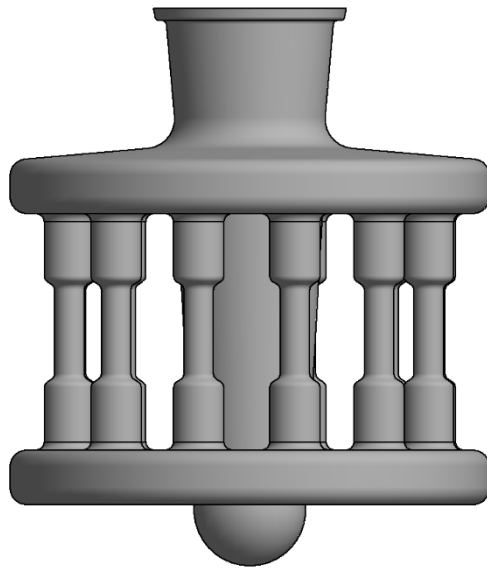
- Stanovení odezvy jednotlivých superslitin na kombinované namáhání únava-creep.
- Identifikace mechanismu porušování superslitin při kombinovaném namáhání únava-creep.
- Určení vhodných podmínek namáhání (střední napětí vs. amplituda napětí) pro dlouhodobý a bezpečný provoz komponent vyrobených ze studovaných superslitin.

## 4 METODIKA ŘEŠENÍ

### 4.1 Experimentální materiál

#### 4.1.1 Inconel 713LC

Experimentální polykrystalická superslitina IN 713LC byla dodána společností PBS Velká Bíteš a.s. ve formě předlitých tyčí pro výrobu zkušebních těles. Z každého odlitku bylo získáno 10 předlitých tyčí podle modelu na obr. 16. Tato superslitina je nízkouhlíkovou variantou superslitiny IN 713 a její chemické složení, dodané výrobcem, je uvedeno v tabulce 1.



Obr. 16 Model vtokové soustavy pro výrobu předlitých tyčí.

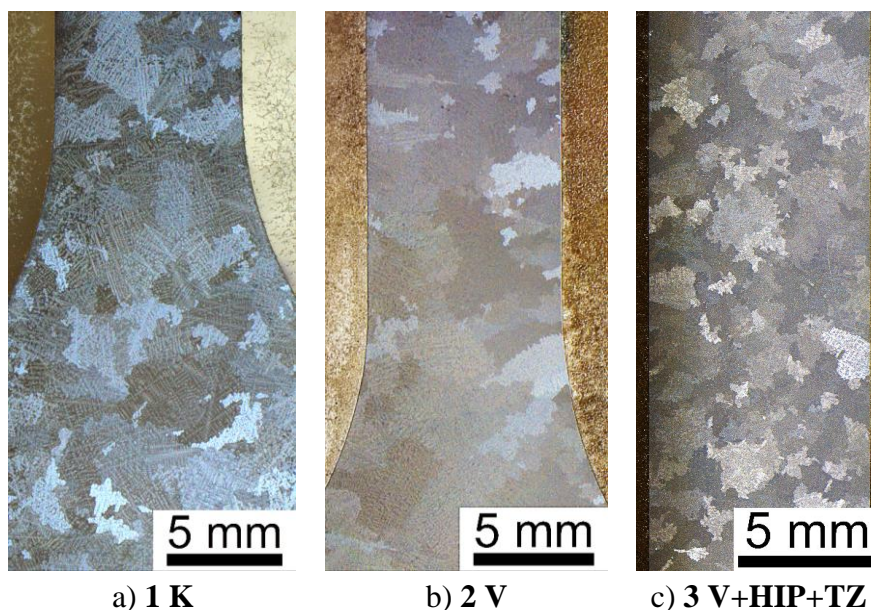
Předlité tyče byly vyrobeny ve třech variantách:

- První, označena jako „**1 K**“ (konvenčně litá), byla odlita do předem rozeřtých skořepinových forem při teplotě  $1360 \pm 10$  °C a předlité tyče nebyly po odlití dále zpracovány (označení stavu „as cast“).
- Druhá varianta byla odlita do vibrovaných předem rozeřtých skořepinových forem při teplotě  $1385 \pm 10$  °C. Vibrování bylo prováděno pomocí střídavě otočného rotování v ose nálitku formy s frekvencí 0,5 Hz a úhlem pootočení  $\pm 30$  °. Předlité tyče nebyly dále zpracovány („as cast“) a je označena jako „**2 V**“ (vibrovaná).
- Třetí varianta předlitých tyčí byla odlita za stejných podmínek jako druhá varianta ( $1385 \pm 10$  °C s vibrováním o frekvenci 0,5 Hz a úhlem pootočení  $\pm 30$  °). Předlité tyče byly poté HIPovány za teploty 1200 °C a tlaku 100 MPa po dobu 4 h, a následně dvoustupňově tepelně zpracovány za teploty 1200 °C po dobu 2 h s ochlazením na vzduchu a 870 °C po dobu 24 h s následným ochlazením na vzduchu. Označení HIPované a tepelně zpracované varianty je „**3 V+HIP+TZ**“.

První varianta (**1 K**) byla použita pro únavové a únava-creep zkoušky, druhá (**2 V**) a třetí (**3 V+HIP+TZ**) byla použita pouze pro únavové zkoušky.

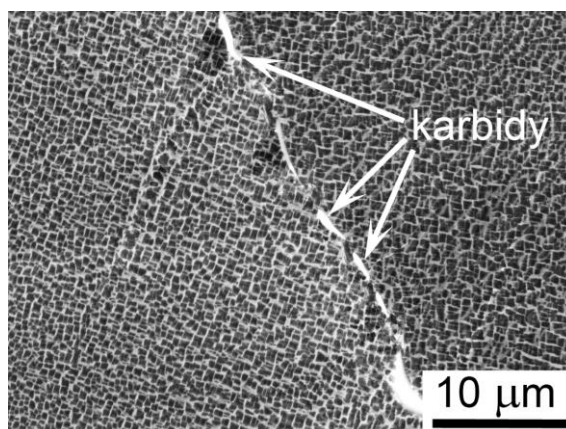


Struktura niklové superslitiny IN 713LC je ve všech třech stavech tvořena hrubými dendritickými zrny. Na obr. 17 je ukázána makrostruktura zkušebních těles jednotlivých variant pro únavové zkoušky (**1 K**, **2 V**, **3 V+HIP+TZ**) a zkoušky s interakcí únava-creep (**1 K**). Průměrná velikost zrna, stanovená pomocí lineární metody, je 1,0 mm pro tělesa z tavby **1 K**, 1,3 mm pro tělesa z tavby **2 V** a 0,7 mm pro tělesa z tavby **3 V+HIP+TZ**. Průměrná velikost SDAS parametru je  $88 \pm 17 \mu\text{m}$  pro tělesa z tavby **1 K**,  $82 \pm 19 \mu\text{m}$  pro tělesa z tavby **2 V** a  $41 \pm 12 \mu\text{m}$  pro tělesa z tavby **3 V+HIP+TZ**. Slévárenské vady, jako například staženiny (řediny), se nejčastěji vyskytují v blízkosti hranic zrn a mezidendritických prostor a byly pozorovány na podélných řezech u variant **1 K** a **2 V**. Ve struktuře varianty **3 V+HIP+TZ** nebyly defekty pozorovány.



Obr. 17 Makrostruktury zkušebních těles jednotlivých variant ze superslitiny IN 713LC – řez zkušebními tělesy; SM.

Superslitina ve všech případech obsahuje přibližně 53 % objemového podílu precipitátů  $\gamma'$ . Mikrostruktura je poměrně homogenní, tvořena maticí  $\gamma$ , jemnými kubickými precipitáty  $\gamma'$ , eutektikem  $\gamma/\gamma'$ , a dále pak jemnými karbidy a boridy rozmístěnými v matici, v mezidendritických prostorech a po hranicích zrn, obr. 18.



Obr. 18 Detail mikrostruktury tavby **1 K** superslitiny IN 713LC a přítomnost karbidů po hranici zrn; REM.

Tabulka 1. Chemické složení niklové superslitiny IN 713LC [hm. %].

|           | C             | Cr            | Mo          | Al          | Ti          | Ta                 | Nb   | B               | Zr            | Co          | Mn           | Si          | Fe          | Cu          | P             | S             | Ni  |
|-----------|---------------|---------------|-------------|-------------|-------------|--------------------|------|-----------------|---------------|-------------|--------------|-------------|-------------|-------------|---------------|---------------|-----|
| dle normy | 0,03<br>÷0,07 | 11,0<br>÷13,0 | 3,8<br>÷5,2 | 5,5<br>÷6,5 | 0,4<br>÷1,0 | 1,5÷2,5<br>(Nb+Ta) |      | 0,005<br>÷0,015 | 0,05<br>÷0,15 | max.<br>1,0 | max.<br>0,25 | max.<br>0,5 | max.<br>0,5 | max.<br>0,5 | max.<br>0,015 | max.<br>0,015 | zb. |
| naměřené  | 0,06          | 12,40         | 4,11        | 5,52        | 0,66        | <0,02              | 2,27 | 0,01            | 0,08          | 0,10        | 0,03         | 0,08        | 0,19        | 0,01        | <0,001        | <0,001        | zb. |

Tabulka 2. Chemické složení niklové superslitiny MAR-M 247 [hm. %].

|           | C             | Cr            | Mo            | Al            | Ti            | Ta        | Nb   | W              | Co             | B               | Hf            | Zr              | Mn           | Si           |
|-----------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|-----------|------|----------------|----------------|-----------------|---------------|-----------------|--------------|--------------|
| dle normy | 0,14<br>÷0,16 | 8,20<br>÷8,60 | 0,60<br>÷0,80 | 5,40<br>÷5,60 | 0,80<br>÷1,20 | 2,90÷3,10 |      | 9,80÷<br>10,20 | 9,70÷<br>10,30 | 0,010÷<br>0,020 | 1,20÷<br>1,60 | 0,030÷<br>0,060 | max.<br>0,05 | max.<br>0,10 |
| naměřené  | 0,15          | 8,50          | 0,74          | 5,50          | 1,02          | 3,01      | 0,05 | 9,85           | 9,77           | 0,015           | 1,31          | 0,037           | <0,01        | 0,02         |

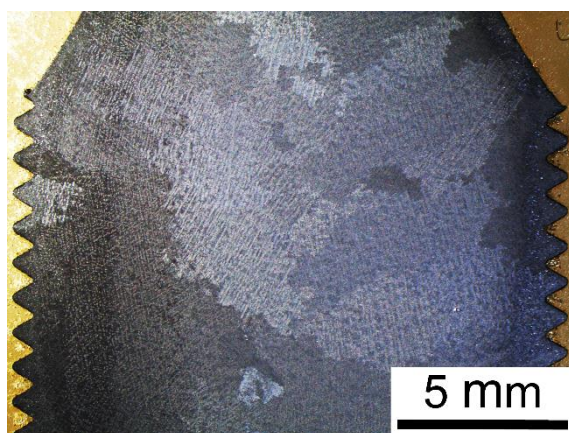
|           | Fe           | Cu           | P             | S             | N              | O              | Pb            | Bi              | Ag            | Mg             | Ga             | Se            | Ni  |
|-----------|--------------|--------------|---------------|---------------|----------------|----------------|---------------|-----------------|---------------|----------------|----------------|---------------|-----|
| dle normy | max.<br>0,20 | max.<br>0,05 | max.<br>0,005 | max.<br>5 ppm | max.<br>12 ppm | max.<br>10 ppm | max.<br>2 ppm | max.<br>0,1 ppm | max.<br>5 ppm | max.<br>70 ppm | max.<br>25 ppm | max.<br>1 ppm | zb. |
| naměřené  | 0,11         | 0,01         | <10 ppm       | 10 ppm        | <10 ppm        | <10 ppm        | <0,5 ppm      | 0,07 ppm        | 1,4 ppm       | 6,2 ppm        | 14 ppm         | <1 ppm        | zb. |

#### 4.1.2 MAR-M 247

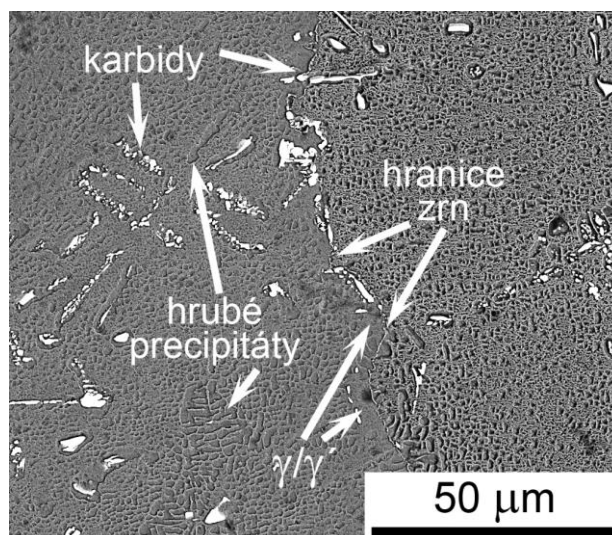
Polykrystalická niklová superslitina MAR-M 247 byla pro výrobu zkušebních těles dodána společností PBS Velká Bíteš a.s. ve formě předlitých tyčí. Model vtokové soustavy byl použit stejný jako v případě superslitiny IN 713LC, viz obr. 16. Chemické složení superslitiny, dodané výrobcem, je uvedeno v tabulce 2. Lící teplota superslitiny do předem rozeřtých skořepinových forem byla  $1360 \pm 10$  °C.

Po odlití byly předlité tyče zpracovány HIPováním, prováděným za teploty 1200 °C a tlaku 100 MPa po dobu 4 h. Poté následovalo dvoustupňové tepelné zpracování předlitých tyčí, skládající se z rozpouštěcího žíhání při 1200 °C po dobu 2 h s ochlazením na vzduchu a z precipitačního žíhání při 870 °C po dobu 24 h s následným ochlazením na vzduchu. Tepelné zpracování bylo shodné se zpracováním tavby **3 V+HIP+TZ** superslitiny IN 713LC.

Výsledná struktura MAR-M 247 je tvořena hrubými dendritickými zrny, obr. 19 a). Průměrná velikost zrna, stanovená pomocí lineární metody, je 2,49 mm. Průměrná velikost SDAS parametru je  $43 \pm 10$  μm. Mikrostruktura je heterogenní, tvořena maticí  $\gamma$ , hrubými kulovitými a jemnými kubickými precipitáty  $\gamma'$  s vysokým objemovým podílem ve struktuře, okolo 60 %, a dále pak (kvůli vysokému obsahu uhlíku) hrubými i jemnými karbidy a boridy rozmístěnými v precipitátech, v matici, v mezidendritických prostorách a po hranicích zrn, obr. 19 b).



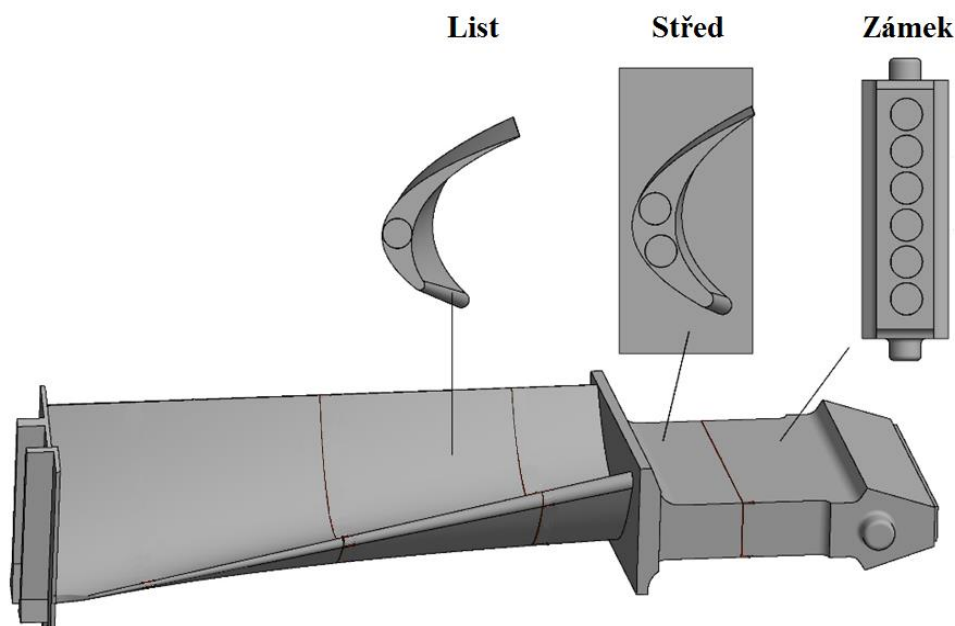
a) Makrostruktura – řez zkušebním tělesem; SM.



b) Detail mikrostruktury a přítomné mikrostrukturní součásti; REM.

Obr. 19 Struktura superslitiny MAR-M 247.

Pro porovnání únavových vlastností a struktury niklové superslitiny MAR-M 247 byly kromě předlitých tyčí dodány i reálné komponenty – statorové lopatky, používané v plynových turbínách. Lopatka byla odlita a tepelně zpracována za stejných podmínek jako předlité tyče. Na obr. 20 je zobrazen model lopatky s vyznačenými místy odběru válcových polotovarů, z nichž byla vyrobena zkušební tělesa. Z jedné lopatky bylo vyrobeno 9 zkušebních těles. Celkem bylo společností PBS Velká Bíteš a.s. dodáno 7 statorových lopatek.

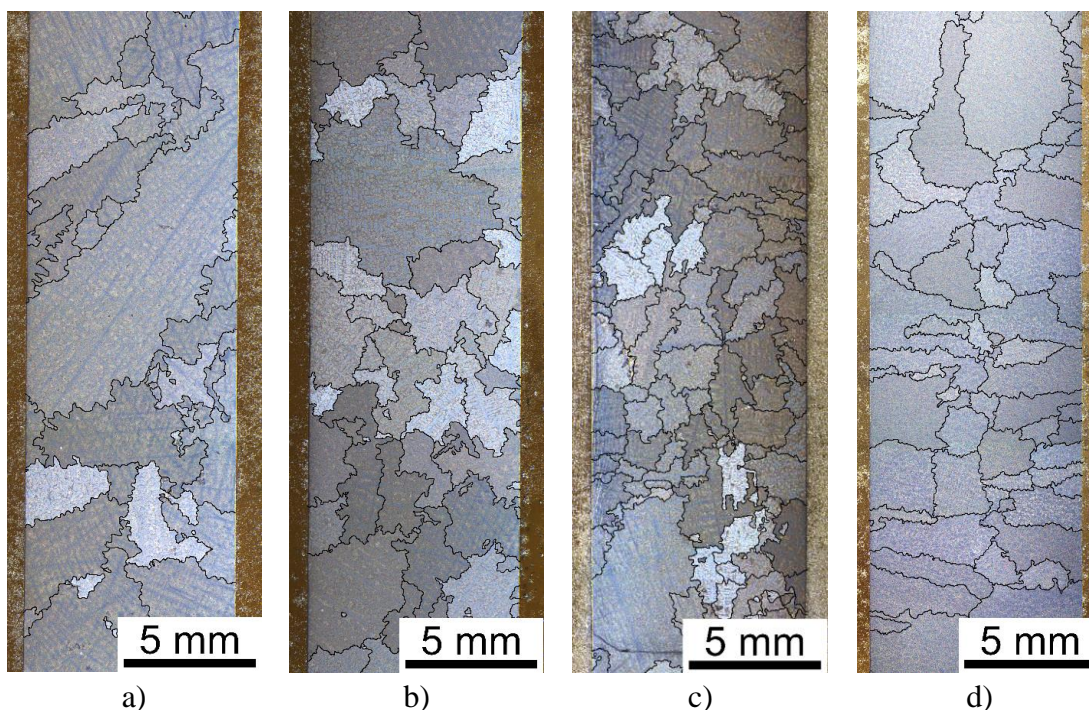


Obr. 20 Místa odběru a značení zkušebních těles z lopatky.

Na obr. 21 je zobrazena makrostruktura zkušebních těles ze superslitiny MAR-M 247 vyrobených z lopatky a z předlité tyče. Průměrná velikost zrna a SDAS parametr těles vyrobených z lopatky a z předlitých tyčí je uvedena v tabulce 3. Z porovnání makrostruktury zkušebních těles vyrobených z předlitků a lopatky je patrné, že distribuce velikosti licích zrn je v tělesech vyrobených z lopatky velká, velikost zrn u těles z předlitků je porovnatelná s oblastí ve středu (v přechodové části) lopatky. Rozdíl ve velikosti zrna u vzorků vyrobených ze statorové lopatky je způsoben různými podmínkami tuhnutí taveniny vlivem geometrie lopatky. Největší licí zrna byla pozorována v případě těles odebraných ze zámku lopatky. SDAS parametr je ale ve všech částech lopatky výrazně větší než v tělesech vyrobených z předlitých polotovarů.

Tabulka 3. Průměrná velikost zrna a SDAS parametr těles odebraných z lopatky a z předlitých polotovarů.

|                                 | Statorová lopatka |              |             | Předlitý polotovar |
|---------------------------------|-------------------|--------------|-------------|--------------------|
|                                 | zámek             | střed        | list        |                    |
| Průměrná velikost zrna [mm]     | 4,72              | 2,94         | 1,85        | 2,49               |
| SDAS parametr [ $\mu\text{m}$ ] | $125 \pm 14$      | $113 \pm 25$ | $95 \pm 40$ | $43 \pm 10$        |



Obr. 21 Struktury zkušebních těles ze superslitiny MAR-M 247 vyrobených z různých polotovary: a) těleso odebrané ze zámku lopatky; b) těleso odebrané ze středu lopatky; c) těleso odebrané z listu lopatky; d) těleso vyrobené z předlitého polotovaru; SM.

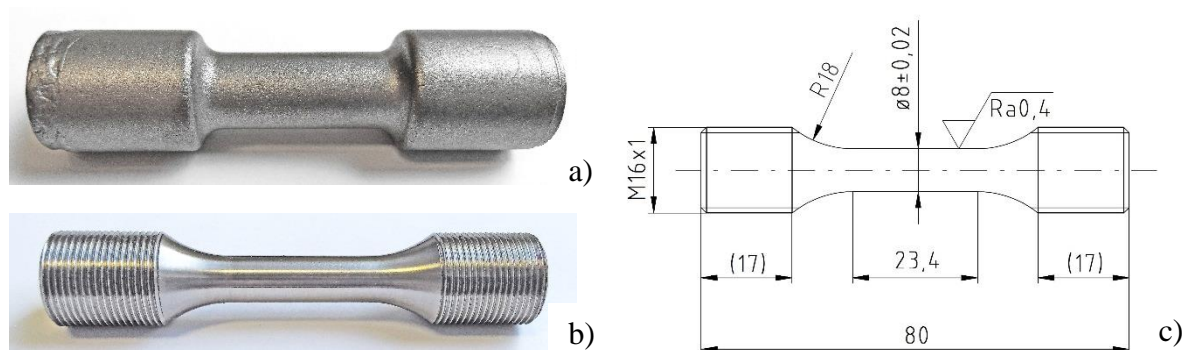
#### 4.2 Popis experimentálního zařízení a experimentů

Únavové zkoušky a zkoušky únava-creep byly provedeny na rezonančním pulsátoru Amsler 2 HFP s maximálním silovým rozsahem do 100 kN, vybaveným odporovou pecí. Zatěžování bylo uskutečněno v režimu řízené amplitudy síly při sinusovém průběhu zatěžovacího cyklu. Pro rezonanční stroje je typické zatěžování s postupně rostoucí amplitudou síly – silovou rampou. Předepsaná amplituda síly byla dosažena nelineárně během asi 500 cyklů. Frekvence zatěžování byla v rozsahu 115 – 124 Hz. Zkoušky byly provedeny do lomu zkušebních těles, anebo do  $2 \times 10^7$  cyklů (pro tělesa z tavby **1 K** superslitiny IN 713LC a pro tělesa ze superslitiny MAR-M 247) nebo do  $1 \times 10^7$  cyklů (pro tělesa z taveb **2 V** a **3 V+HIP+TZ**). Pro stanovení meze únavy byla použita podmínka tří neporušených zkušebních těles testovaných na stejné amplitudě napětí a dosažený počet cyklů vyšší než  $2 \times 10^7$  cyklů (tavba **1 K** IN 713LC a MAR-M 247) nebo  $1 \times 10^7$  cyklů (tavby **2 V** a **3 V+HIP+TZ**).

Po upnutí zkušebních těles byla na zatěžovací stroj umístěna elektrická pec s topnými elementy Kanthal Super umožňující dosažení teploty až 1200 °C. Řízení pece obstarávala regulační jednotka TPS 4,8 s regulátory Eurotherm 94 a 92. Teplota zatěžovaného zkušebního tělesa byla měřena dvěma opláštěvanými termočlánky (termočlánek – NiCr-NiAl, materiál pláště – Inconel 600) o průměru 3 mm. Dlouhodobá stabilita teploty na vzorku byla  $\pm 1$  °C. Celé zkušební zařízení bylo umístěno v klimatizované laboratoři s teplotou  $23 \pm 2$  °C. Zkoušky byly započaty po ustálení teploty zkušebního tělesa, což představovalo nejméně 1 hodinu. Po dobu ohřevu byla regulována střední hodnota síly a udržována na nulové hodnotě.

Experimentální teplota byla zvolena s ohledem na zamýšlenou provozní teplotu komponent vyráběných z obou materiálů. Pro únavové zkoušky bylo u obou materiálů zvoleno 800, 900 a 950 °C. Pro zkoušky únava-creep byla pro superslitinu IN 713LC zvolena teplota 800 °C a pro superslitinu MAR-M 247 teplota 900 °C.

Předlitá tyče, obr. 22 a), byly vyráběny s přídávkem na průměru 6,5 mm a na délce 8 mm. Z lopatky byly elektrojiskrově odebrány válcovité polotovary s přídávkem na průměru 1 mm a na délce 2 mm. Následně byla z polotovarů obráběním a broušením vyrobena zkušební tělesa, obr. 22 b), dle geometrie na obrázku 22 c).



Obr. 22. Předlitá tyč a), vyrobené zkušební těleso b) a geometrie zkušebních těles c).

Při symetrických únavových zkouškách nedocházelo k podstatným změnám průřezu zkušebních těles. Zkoušky v řízené síle lze tedy považovat za zkoušky s konstantní amplitudou napětí. Ta byla určována z působící síly a počátečního průřezu vzorku. Při zkouškách únava-creep docházelo ke změnám v průřezu zkušebních těles a celková hodnota napětí zatěžující zkušební těleso se zvyšovala. Prodloužení namáhaného zkušebního tělesa bylo zaznamenáváno snímačem z posuvu příčnicku. Během zatěžování v režimu řízené síly docházelo k superponování cyklické složky napětí ke statickému napětí.

Pro identifikaci místa iniciace únavových trhlin a mechanismu porušení zkušebních těles byla pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu Tescan LYRA 3 XMH FEG/SEM provedena fraktografická analýza lomových ploch těles porušených během únavových zkoušek a zkoušek únava-creep. Dislokační struktury byly pozorovány na orientovaných foliích pomocí transmisního elektronového mikroskopu JEOL JEM-2100F.

## 5 VÝSLEDKY

### 5.1 Únavové zkoušky

#### 5.1.1 Únavové chování superslitiny IN 713LC

Pro únavové zkoušky niklové superslitiny IN 713LC byla použita tělesa vyrobená z předlitých polotovaru ve třech variantách taveb: **1 K** byla konvenčně litá tavba do skořepinové formy a vyrobené předlitky nebyly dále tepelně zpracovány, tavba **2 V** byla odlita do vibrované skořepinové formy s frekvencí vibrování 0,5 Hz a vyrobené předlitky nebyly dále tepelně zpracovány a tavba **3 V+HIP+TZ** byla odlita do vibrované skořepinové formy s frekvencí vibrování 0,5 Hz (stejně podmínky jako u tavby **2 V**) a vyrobené předlitky byly následně HIPovány a tepelně zpracovány (**1 K**, **2 V** a **3 V+HIP+TZ**).

Zkoušky byly vykonány v symetrickém zatěžovacím cyklu při teplotách 800, 900 a 950 °C. Meze únavy jednotlivých variant superslitiny a regresní parametry S-N křivek jsou uvedeny v tabulce 4. Mez únavy byla pro tavby **2 V** a **3 V+HIP+TZ** stanovena na základě 3 těles neporušených po dosažení  $1 \times 10^7$  cyklů. Pro tavbu **1 K** byla mez únavy stanovena na základě 3 těles neporušených až po dosažení  $2 \times 10^7$  cyklů na žádost průmyslového partnera.

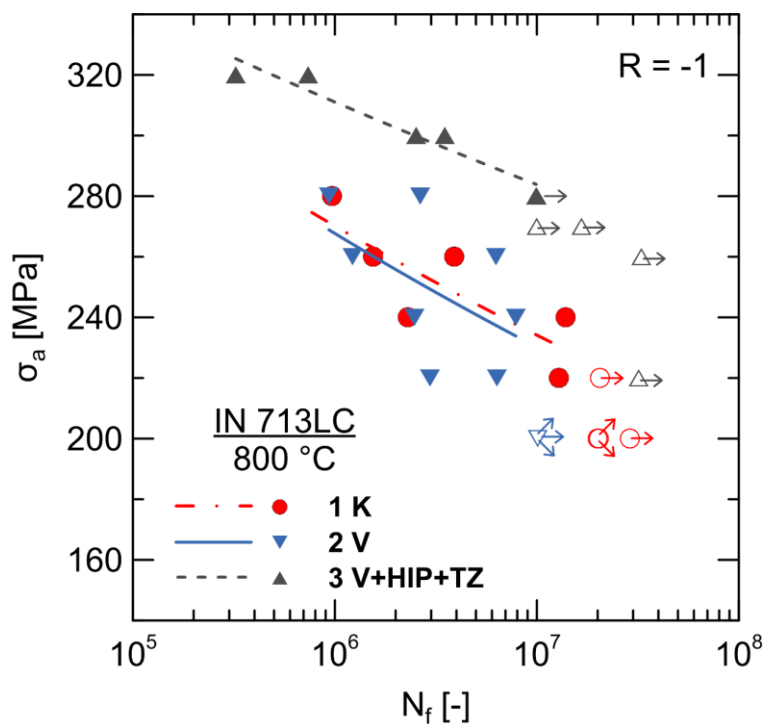
Experimentálně naměřené hodnoty únavové životnosti superslitiny IN 713LC při teplotě 800 °C jsou vyneseny v závislosti počtu cyklů do lomu  $N_f$  na amplitudě napětí  $\sigma_a$  na obr. 23. Data byla proložena mocninnou funkcí dle rovnice:

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

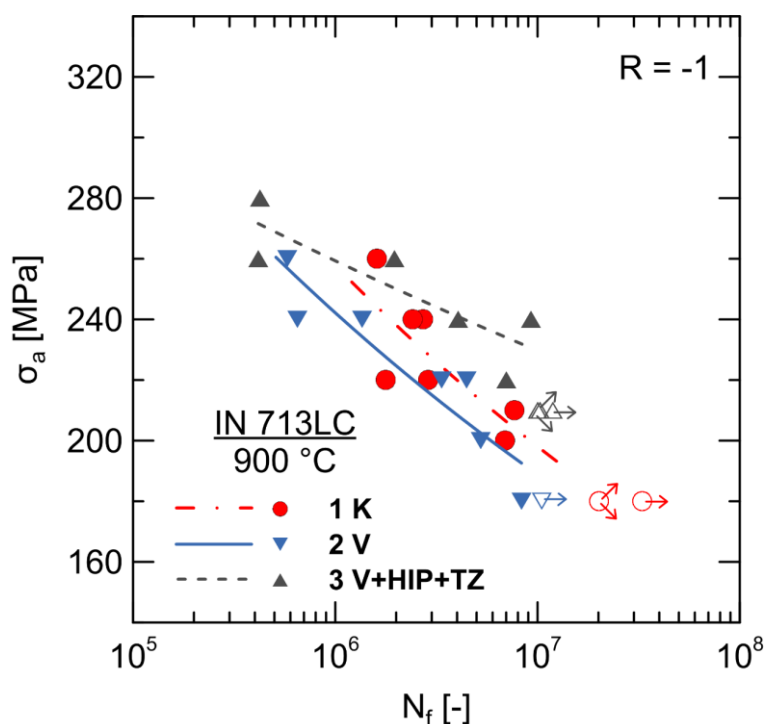
kde:  $\sigma_f'$  – součinitel únavové pevnosti,  
 $b$  – exponent únavové životnosti.

Z výsledků únavových zkoušek byla stanovena mez únavy 200 MPa pro první variantu **1 K**, mez únavy pro druhou variantu **2 V** byla 200 MPa a pro třetí variantu **3 V+HIP+TZ** byla mez únavy 270 MPa. Z grafu, uvedeném na obr. 23, je u variant **1 K** a především **2 V** patrný rozptyl životností zkušebních těles. Naproti tomu rozptyl životnosti je u varianty **3 V+HIP+TZ** malý, což je pravděpodobně způsobeno absencí vnitřních defektů v důsledku zpracování pomocí HIP+TZ. S-N křivky taveb **1 K** a **2 V** jsou velice podobné a S-N křivka tavby **3 V+HIP+TZ** je posunuta do vyšších životností. Také sklon S-N křivky tavby **3 V+HIP+TZ** je mírnější.

S-N křivky tří variant superslitiny IN 713LC naměřené při teplotě 900 °C jsou vyneseny na obr. 24. Pro variantu **1 K** je mez únavy 180 MPa, pro variantu **3 V+HIP+TZ** je mez únavy 210 MPa a u varianty **2 V** nebyla mez únavy z důvodu nedostatku zkušebních těles stanovena, lze ji ale z naměřených dat aproximovat na 170 MPa. V porovnání s teplotou 800 °C je viditelný pokles únavových vlastností pro všechny varianty, především pak pro **3 V+HIP+TZ**. Ta sice stále dosahuje vyšší meze únavy než varianty bez HIP+TZ, ale benefit získaný HIPováním a tepelným zpracováním je už výrazně menší. Sklon S-N křivek varianty **1 K** a **2 V** je výrazně strmější než při 800 °C. Oproti variantě **2 V** je S-N křivka varianty **1 K** mírně posunuta k vyšším životnostem.



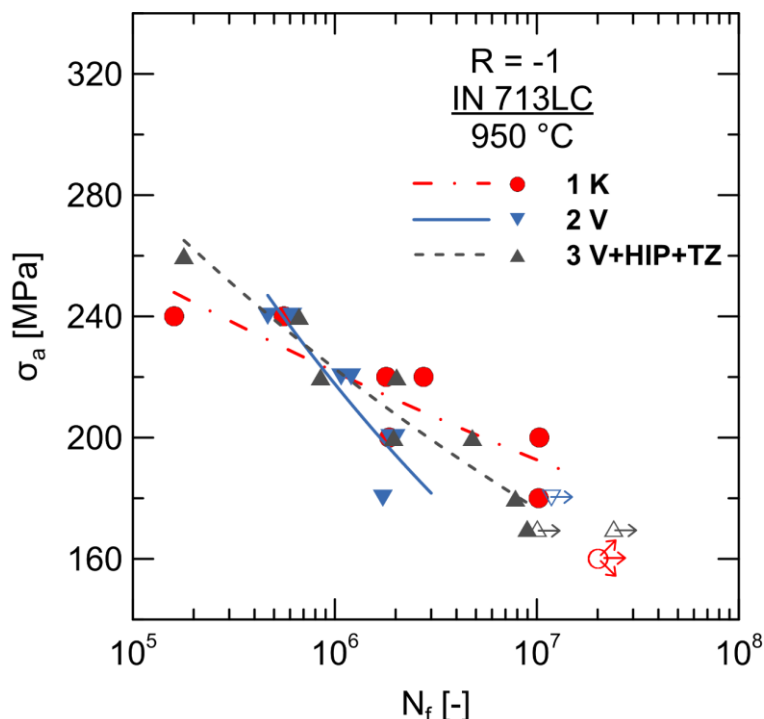
Obr. 23 S-N křivky únavové životnosti tří variant předlitých tyčí ze superslitiny IN 713LC pro teplotu 800 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa.



Obr. 24 S-N křivky únavové životnosti tří variant předlitých tyčí ze superslitiny IN 713LC pro teplotu 900 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa.

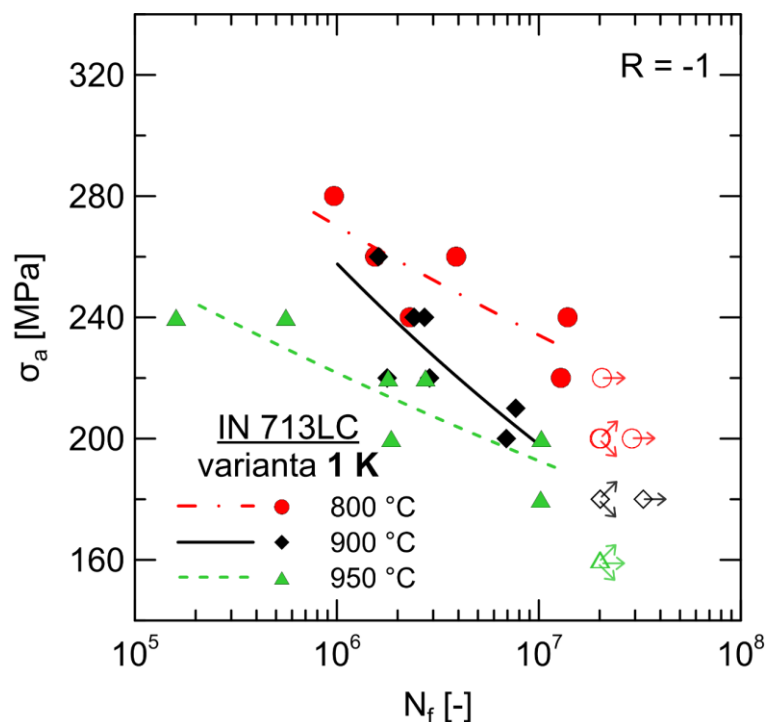


Zvýšení testovací teploty na 950 °C, obr. 25, vedlo k dalšímu poklesu únavových vlastností superslitiny. Mez únavy poklesla pro variantu **1 K** na 160 MPa, mez únavy varianty **3 V+HIP+TZ** je 170 MPa a mez únavy u **2 V** nebyla pro nedostatek zkušebních těles stanovena. S-N křivky se vzájemně prolínají. Mírně klesá rozptyl hodnot a smazal se rozdíl mezi tavbou po HIPu a tavnými **1 K** a **2 V**.



Obr. 25 S-N křivky únavové životnosti tří variant předlitých tyčí ze superslitiny IN 713LC pro teplotu 950 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa.

Pro porovnání únavových vlastností varianty **1 K**, která dále bude použita pro zkoušky při kombinovaném namáhání únava-creep, jsou data naměřená při teplotách 800, 900 a 950 °C vynesena do grafu na obr. 26. Z porovnání S-N křivek je patrné, že zatímco sklony křivek při teplotách 800 a 950 °C jsou podobné, křivka na teplotě 900 °C vykazuje strmější sklon. Důvodem je pravděpodobně vliv změny mechanismu šíření únavové trhliny z krystalografického při 800 °C na nekrystalografické při 900-950 °C, a hlavně vliv heterogenního rozmístění přítomných vnitřních defektů, což zapříčiňuje významný rozptyl výsledků při všech testovaných teplotách.



Obr. 26 S-N křivky pro vzorky vyrobené z předlitých tyčí varianty **1 K** superslitiny IN 713LC pro teploty 800, 900 a 950 °C.  
Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa.

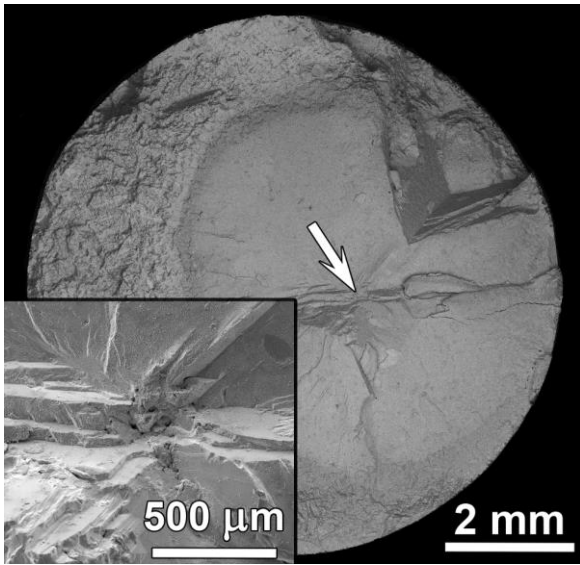
Tabulka 4. Hodnoty koeficientu, exponentu cyklického zpevnění a meze únavy získaných z únavových zkoušek jednotlivých variant taveb superslitiny IN 713LC při  $R = -1$ .

|  | Teplota | S-N křivka        |         | Mez únavy        |
|--|---------|-------------------|---------|------------------|
|  | [°C]    | $\sigma_f'$ [MPa] | b [-]   | $\sigma_c$ [MPa] |
| 1. varianta<br><b>1 K</b><br>( $2 \times 10^7$ cyklů)        | 800     | 637,21            | -0,0621 | 200              |
|  | 900     | 1253,16           | -0,1145 | 180              |
|  | 950     | 438,29            | -0,0489 | 160              |
| 2. varianta<br><b>2 V</b><br>( $1 \times 10^7$ cyklů)        | 800     | 661,17            | -0,0654 | 200              |
|  | 900     | 1077,01           | -0,1080 | -                |
|  | 950     | 2117,09           | -0,1646 | -                |
| 3. varianta<br><b>3 V+HIP+TZ</b><br>( $1 \times 10^7$ cyklů) | 800     | 539,24            | -0,0398 | 270              |
|  | 900     | 537,13            | -0,0527 | 210              |
|  | 950     | 899,75            | -0,1010 | 170              |

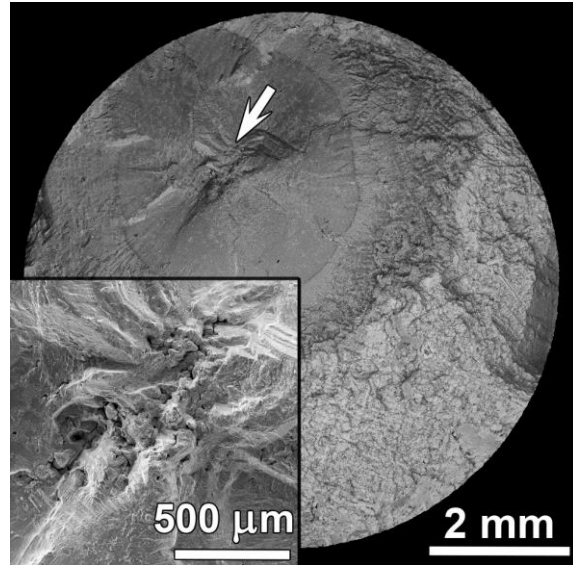
Na obr. 27-29 jsou příklady lomových ploch porušených zkušebních těles superslitiny IN 713LC ve variantách **1 K**, **2 V** a **3 V+HIP+TZ** zatěžovaných symetrickým cyklem při teplotách 800, 900 a 950 °C. Místo iniciace únavové trhliny je na obrázcích lomových ploch označeno šipkou a detail místa iniciace je na každém snímku umístěn vlevo dole. Povrch zkušebních těles i lomová plocha byly v důsledku vysoké teploty a reaktivity materiálu pokryty vrstvou oxidů.

V případě těles varianty **1 K** docházelo k iniciaci únavových trhlin vždy uvnitř zkušebních těles na přítomných licích defektech. Typickým znakem pro lomové plochy u těchto vzorků bylo vytvoření „fish eye“ na lomové ploše. Velikost defektů, ze kterých iniciovaly únavové trhliny, se pohybovala v rozpětí 0,3 až 0,8 mm, výjimečně i 1,3 mm. Superslitina IN 713LC vykazuje v rozmezí testovaných teplot změnu mechanismu šíření únavových trhlin. Únavové zkoušky při teplotě 800 °C, obr. 27 a), vedou ke vzniku členitých lomových ploch s výskytem velkého množství fazet o velikosti až 3 mm. Zvýšením zkušební teploty na 900 °C, obr. 27 b), se množství fazet na lomové ploše značně zredukovalo, ale nedošlo k jejich úplnému vymizení. U této zkušební teploty je tedy krystalografické šíření únavových trhlin stále částečně aktivní, velikost fazet se pohybovala v rozmezí 0,5 – 1 mm. Ke kompletnímu vymizení fazet na lomových plochách došlo až při teplotě 950 °C, obr. 27 c), kdy se únavové trhliny, iniciované na přítomných licích defektech, šířily pouze nekystalograficky, kolmo k ose zatěžování. Dolomení těles probíhalo při všech testovaných teplotách převážně interdendriticky.

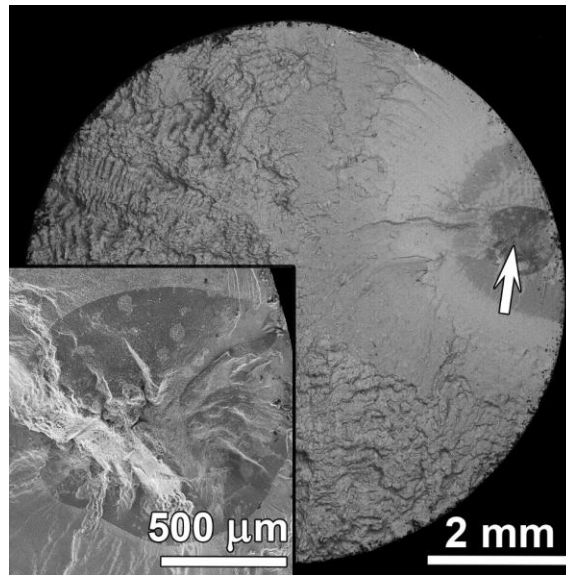
V případě těles varianty **2 V** docházelo při všech teplotách k iniciaci únavových trhlin také na přítomných licích defektech uvnitř těles, obr. 28. Oproti předchozí variantě se ve variantě **2 V** nacházely výrazně větší defekty. Jejich velikost byla v rozmezí 0,6 až 3,1 mm. Proto varianta **2 V** superslitiny IN 713LC vykazuje největší rozptyl naměřených dat únavové živostnosti. Přítomnost velkých licích defektů také významně ovlivnila změnu mechanismu šíření únavových trhlin. Pro větší přehlednost jsou hranice licích defektů zvýrazněny čárkovanou černou čarou. Oproti předchozí variantě se na lomových plochách těles porušených při teplotě 800 °C nenacházely tak velké fazety, což je dáno větší velikostí iniciačních defektů, obr. 28 a). Obdobný vzhled lomových ploch byl pozorován u těles porušených při 900 °C, obr. 28 b), kde bylo množství fazet zredukováno, ale stále se nacházely v okolí licího defektu, ze kterého se únavová trhlina iniciovala. Stejně jako u tavby **1 K**, krystalografické šíření únavové trhliny (fazety) nebylo pozorováno na lomových plochách porušených těles při teplotě 950 °C, obr. 28 c). Únavové trhliny se iniciovaly a šířily pouze nekystalograficky, kolmo k ose zatěžování.



a)  $\sigma_a = 240 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 13,869 \times 10^6$  cyklů

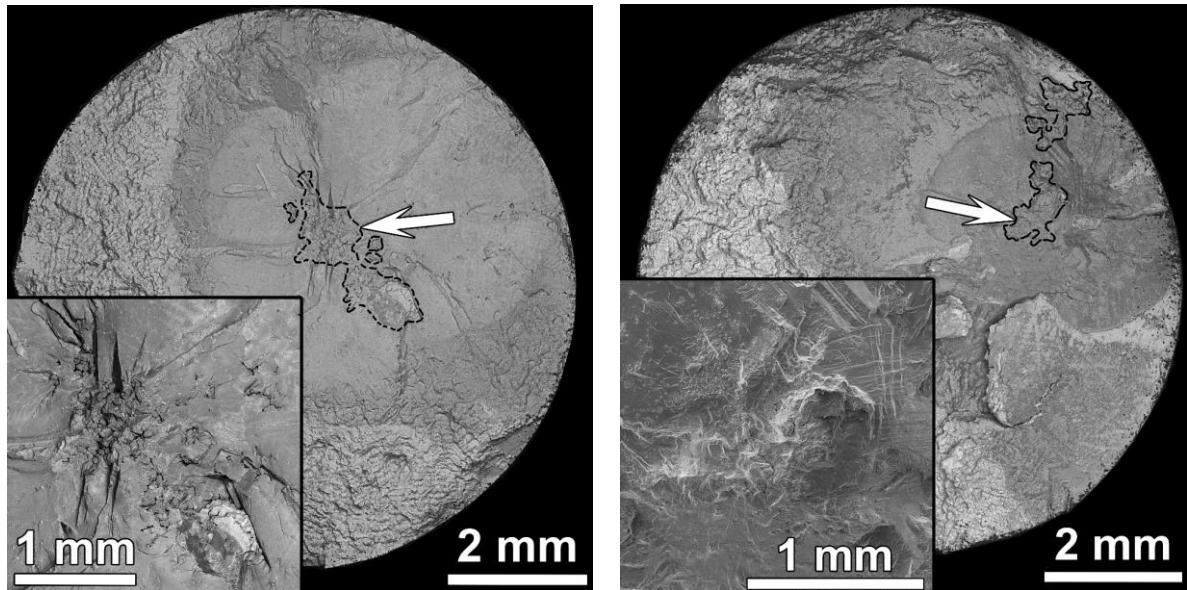


b)  $\sigma_a = 200 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 6,896 \times 10^6$  cyklů



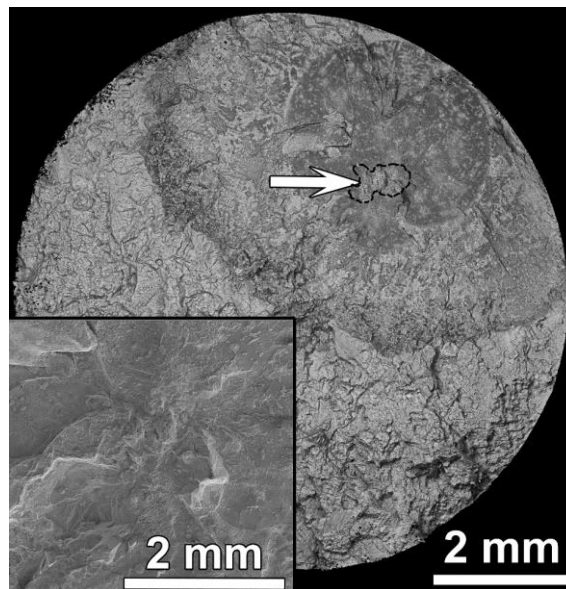
c)  $\sigma_a = 180 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 10,233 \times 10^6$  cyklů

Obr. 27 Příklady lomových ploch s detailem místa iniciace únavové trhliny u těles varianty **1 K** ze superslitiny IN 713LC po únavovém zatěžování při teplotách: a) 800, b) 900 a c) 950 °C; REM.



a)  $\sigma_a = 220 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 2,958 \times 10^6$  cyklů

b)  $\sigma_a = 200 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 5,240 \times 10^6$  cyklů

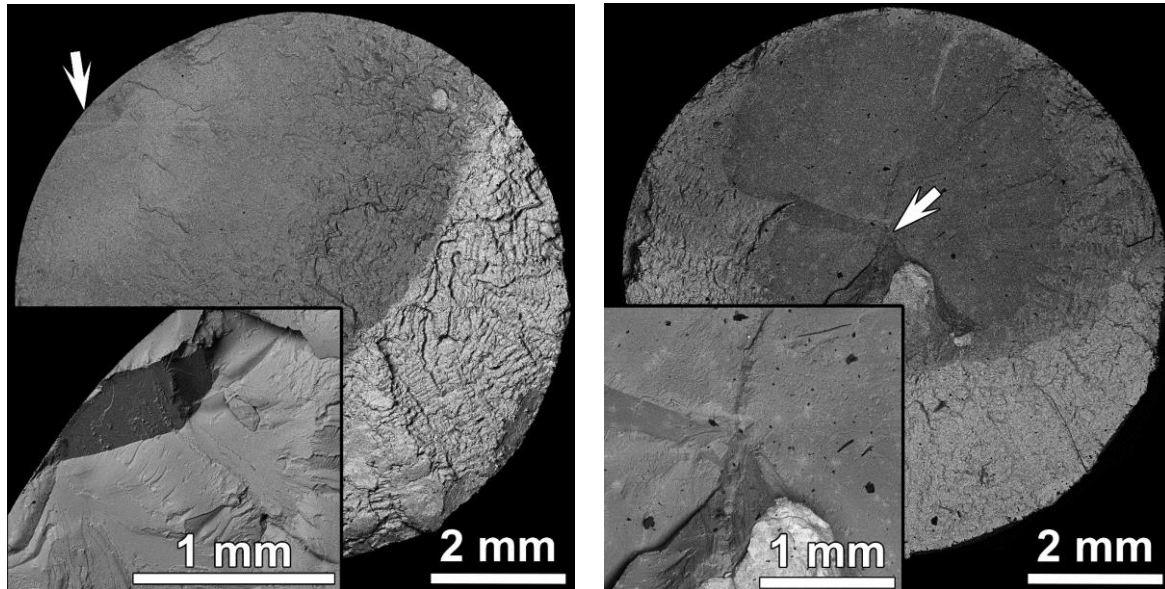


c)  $\sigma_a = 200 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 1,999 \times 10^6$  cyklů

Obr. 28 Příklady lomových ploch s detailem místa iniciace únavové trhliny u těles varianty 2 V ze superslitiny IN 713LC po únavovém zatěžování při teplotách: a) 800, b) 900 a c) 950 °C; REM.

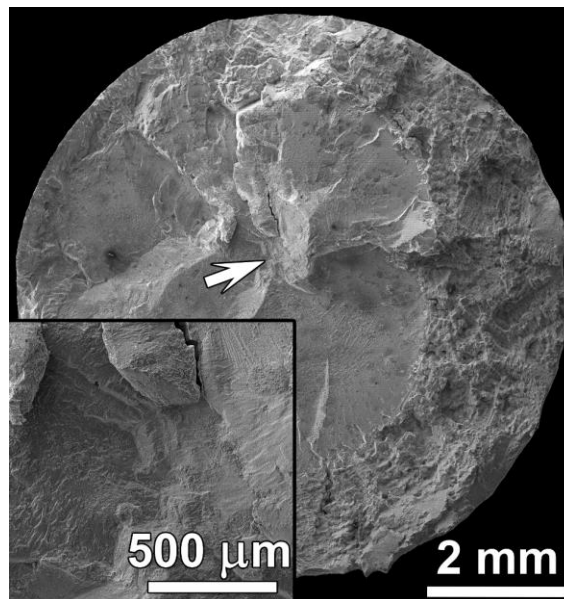
Předlitky varianty 3 V+HIP+TZ byly po odlití HIPovány a tepelně zpracovány a dle výsledků metalografické analýzy se v jejich struktuře licí defekty nenacházely. K iniciaci únavových trhlin při teplotě 800 °C docházelo vždy na povrchu testovaných těles, obr. 29 a). V okolí místa iniciace se důsledkem krystalografického šíření únavové trhliny vytvořily fazety. Po dosažení určité délky únavové trhliny docházelo ke změně režimu šíření trhlin na nekrystalografický, kolmého k ose zatížení. Fazety na lomové ploše byly ale v porovnání s variantou 1 K menší a dosahovaly velikostí v rozmezí 0,6 – 1,5 mm. Při teplotách 900 a 950 °C se únavová trhlina iniciovala z povrchu pouze při životnostech pod  $10^6$  cyklů. Pokud tělesa dosahovala delších

životností, mechanismus iniciace se změnil z povrchového na interní a únavové trhliny iniciovaly uvnitř těles, viz obr. 29 b) a c). Fazety se v místě iniciace vyskytovaly na lomových plochách i při teplotách 900 a 950 °C, přičemž jejich velikost se s rostoucí teplotou zmenšovala. Pro teplotu 900 °C se velikost fazet na lomových plochách pohybovala v rozmezí 200 – 470 μm a pro teplotu 950 °C se velikost fazet pohybovala v rozmezí 120 – 310 μm.



a)  $\sigma_a = 300 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 3,506 \times 10^6$  cyklů

b)  $\sigma_a = 240 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 4,047 \times 10^6$  cyklů

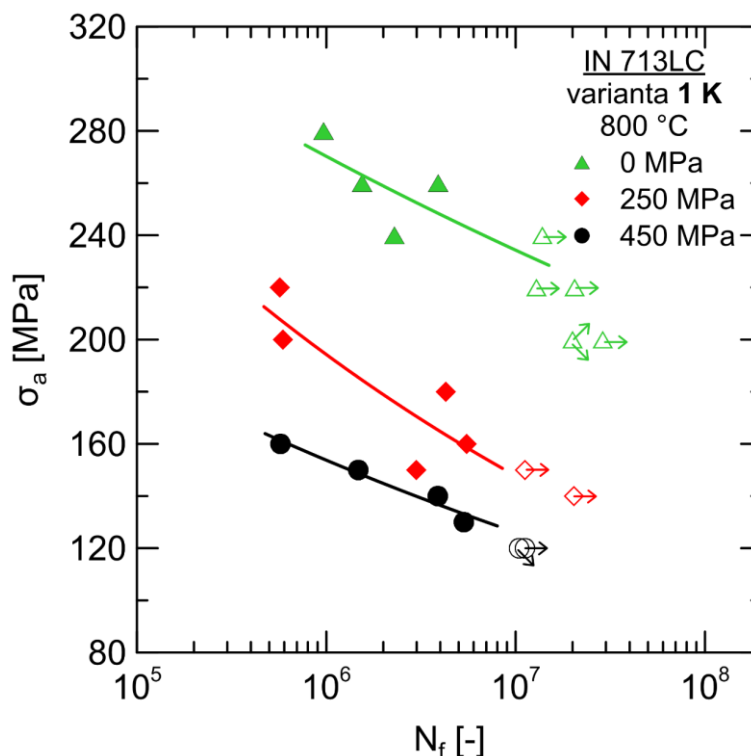


c)  $\sigma_a = 220 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 2,021 \times 10^6$  cyklů

Obr. 29 Příklady lomových ploch s detailem místa iniciace únavové trhliny u těles varianty 3 V+HIP+TZ ze superslitiny IN 713LC po únavovém zatěžování při teplotách: a) 800, b) 900 a c) 950 °C; REM.

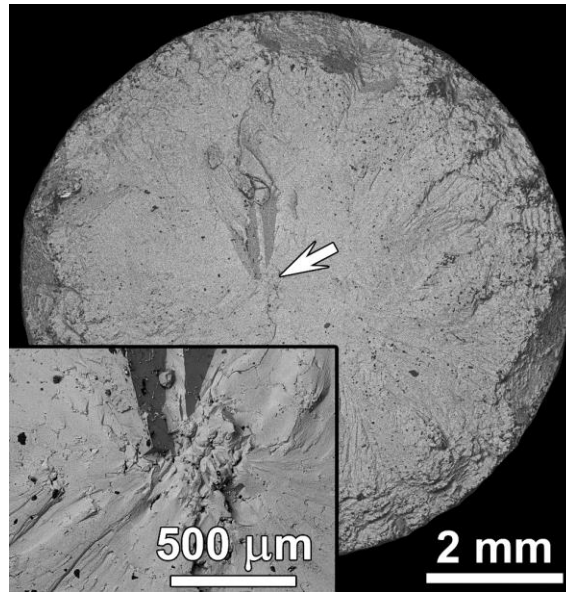
Vzhledem k zamýšlené dlouhodobé teplotní expozici během kombinovaných zkoušek únava-creep byla zvolena testovací teplota 800 °C, neboť zde superslitina IN 713LC dosahuje dobrých únavových vlastností a teplota odpovídá provozním teplotám přesně litých komponent.

Před zkouškami kombinovaným namáháním únava-creep bylo nutné zjistit únavové vlastnosti tavby 1 K superslitiny IN 713LC při různých tahových středních napětích. Na obrázku 30 jsou naměřená data únavové životnosti pro střední napětí o velikostech 0 (symetricky střídavé), 250 a 450 MPa při teplotě testování 800 °C. Data jsou prezentována ve formě S-N křivek. V porovnání s nulovým středním napětím je patrný výrazný pokles životnosti s rostoucím středním napětím.



Obr. 30 S-N křivky pro vzorky vyrobené z předlitých tyčí ze superslitiny IN 713LC po únavovém zatěžování při středním napětí o hodnotách 0, 250 a 450 MPa při teplotě 800 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa.

Fraktografickou analýzou nebyla u testovaných těles pro různá střední napětí při životnostech do  $1 \times 10^7$  cyklů pozorována změna mechanismu iniciace a šíření únavové trhliny. Pouze velikost plochy šíření únavové trhliny se na úkor velikosti plochy dolomu úměrně zmenšovala (s rostoucím středním napětím a amplitudou napětí se zvyšovala hodnota maximálního napětí). Příklad lomové plochy tělesa porušeného při únavové zkoušce se středním napětím 250 MPa a amplitudou napětí 160 MPa je na obr. 31. Lomové plochy pro střední napětí o velikostech 0 a 450 MPa jsou na obr. 27 a) a obr. 39 g) a h). Trhlina se ve všech případech iniciovala uvnitř tělesa na přítomných licích defektech. S rostoucím středním napětím se zmenšovala velikost fazet na lomové ploše. Největší fazety se vyskytovaly u těles porušených středním napětím o velikosti 0 MPa.



$$\sigma_m = 250 \text{ MPa}, \sigma_a = 160 \text{ MPa}, N_f = 5,514 \times 10^6 \text{ cyklů}$$

*Obr. 31 Příklad lomové plochy s detailem místa iniciace únavové trhliny u tělesa varianty 1 K ze superslitiny IN 713LC po únavovém zatěžování při středním napětí 250 MPa a teplotě 800 °C; REM.*

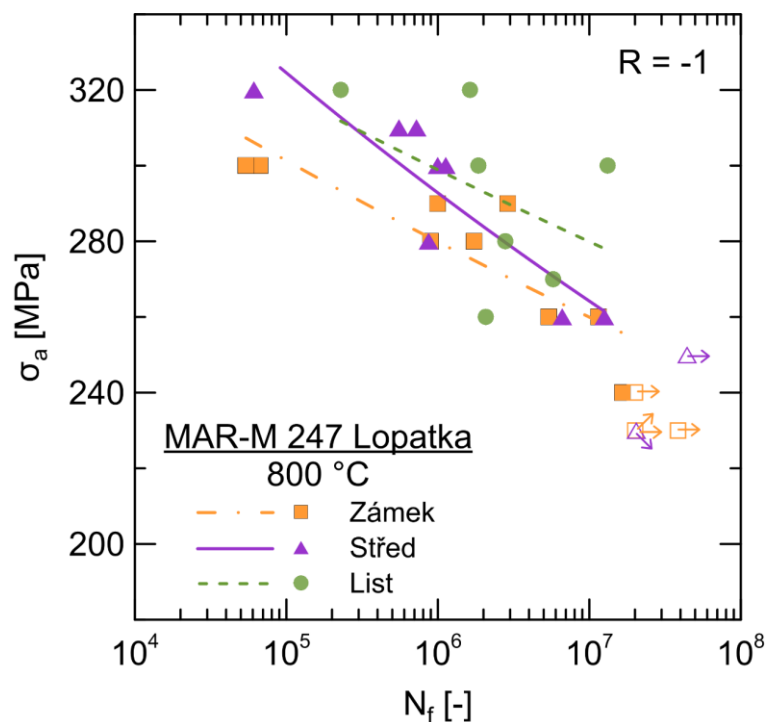
### 5.1.2 Únavové chování superslitiny MAR-M 247

Série únavových zkoušek niklové superslitiny MAR-M 247 při symetrickém zatěžovacím cyklu byla provedena na zkušebních tělesech odebraných z reálných součástí – ze statorových lopatek plynové turbíny, viz řezný plán na obr. 20. K těmto zkouškám se přistoupilo za účelem zjištění únavových vlastností lopatky a jejich porovnání s únavovými vlastnostmi těles vyrobených z předlitých tyčí. Teplota testování pro porovnání únavových vlastností byla zvolena na základě požadavků průmyslového partnera na 800 °C.

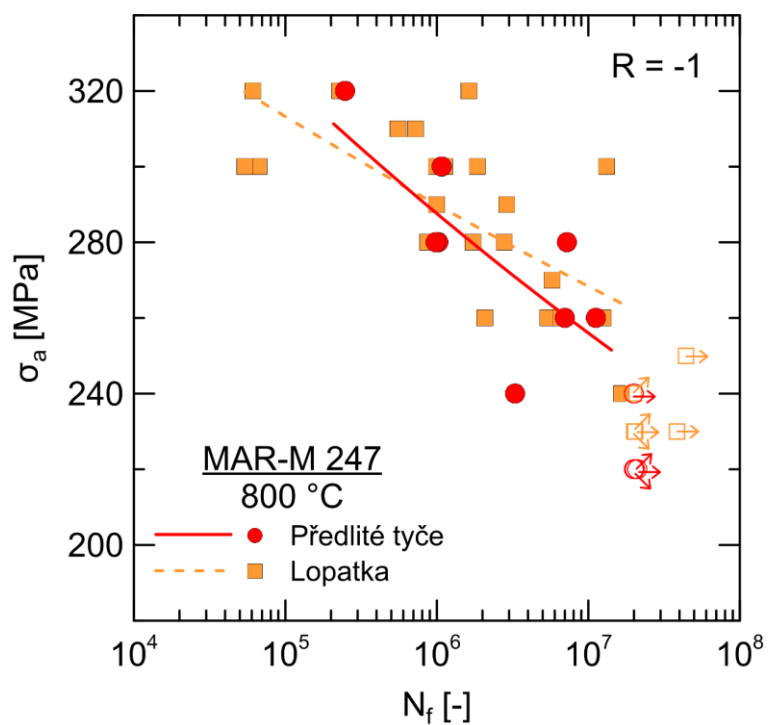
Experimentálně naměřené hodnoty únavové životnosti jsou vyneseny v závislosti počtu cyklů do lomu  $N_f$  na amplitudě napětí  $\sigma_a$  na obrázku 32, naměřená data byla proložena mocninnou funkcí (2). Mez únavy materiálu a regresní parametry jednotlivých S-N křivek jsou uvedeny v tabulce 5. Z výsledků únavových zkoušek byla stanovena mez únavy 230 MPa. Z grafu je patrný poměrně velký rozptyl životností těles odebraných z různých míst lopatky. Důvodem je značný rozptyl ve velikosti dendritických zrn v závislosti na místě v lopatce, jenž je dán výrazně rozdílnými rychlostmi tuhnutí a lokálními orientacemi teplotních gradientů. Tato heterogenita je přirozeně přenesena i do zkušebních těles odebraných z těchto lopatek. Významná heterogenita licí struktury je zdokumentována na obrázku 21.

Na obrázku 33 je souhrnné porovnání únavové životnosti všech zkušebních těles odebraných z lopatky a z předlitých tyčí. Z grafu je zřejmé, že únavová životnost vzorků vyrobených z předlitých tyčí leží v rozptylovém pásu experimentálních dat vzorků odebraných z lopatky. I přes významnou heterogenitu struktury v jednotlivých vzorcích odebraných z lopatky, životnosti těles vyrobených z předlitých tyčí poměrně dobře korelují s životnostmi těles odebraných přímo z lopatky.



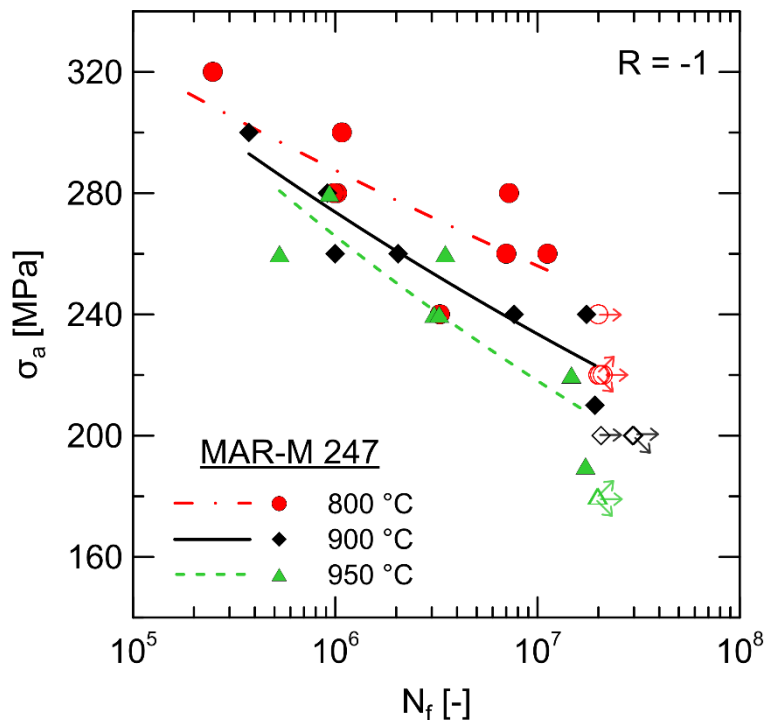


Obr. 32 S-N křivky únavové životnosti vzorků odebraných ze tří odlišných míst lopatky. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa.



Obr. 33 Srovnání S-N křivek únavové životnosti vzorků vyrobených z lopatky a z předlitých tyčí ze super slitiny MAR-M 247 pro teplotu 800 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa.

Ke stanovení vlivu teploty na únavové chování těles vyrobených z předlitých polotovarů superslitiny MAR-M 247 byly mimo teploty 800 °C vykonány únavové zkoušky také při vyšších teplotách – 900 a 950 °C. Výsledné S-N křivky jsou na obr. 34. Z výsledků je patrné, že únavové vlastnosti při teplotě 800 °C jsou lepší než při teplotách 900 a 950 °C. Při teplotách 900 a 950 °C vykazují vzorky v rámci rozptylu na jednotlivých amplitudách napětí podobné životnosti. Zatímco při únavových zkouškách provedených na teplotě 800 °C dosahovala mez únavy 220 MPa, tak při testovací teplotě 900 °C byla mez únavy 200 MPa a při 950 °C byla mez únavy 180 MPa. S rostoucí teplotou zkoušky klesala únavová životnost. Nicméně při porovnání superslitin MAR-M 247 a IN 713LC je pokles únavových vlastností s teplotou u MAR-M 247 výrazně menší.



Obr. 34 S-N křivky únavové životnosti vzorků vyrobených z předlitých tyčí ze superslitiny MAR-M 247 pro teploty 800, 900 a 950 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa.

Na obr. 35 jsou typické lomové plochy porušených zkušebních těles ze superslitiny MAR-M 247 zatěžovaných symetrickým cyklováním při teplotách 800, 900 a 950 °C. Místo iniciace únavové trhliny je na obrázcích lomových ploch označeno šipkou a detail místa iniciace je na každém snímku umístěn vlevo dole. Ve všech případech byl pozorován zoxidovaný povrch zkušebních těles.

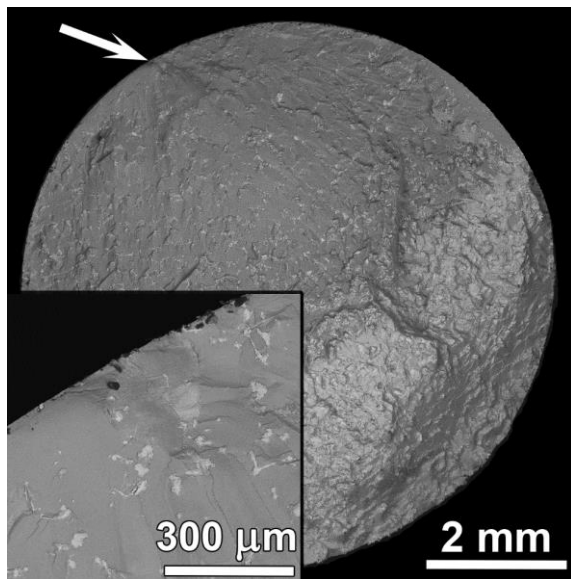
Lomová plocha porušeného zkušební tělesa vyrobeného ze zámku statorové lopatky je zobrazena na obr. 35 a). Únavové trhliny se iniciovaly nejčastěji (stejně jako v zobrazeném případě) z povrchu tělesa, a to buď krystalograficky (délka fazet dosahovala maximálně 0,5 mm) nebo ojediněle nekrystalograficky. Pouze ve dvou případech došlo k interní iniciaci únavové trhliny na rozhraní licích zrn a v obou případech dosáhla tělesa v porovnání s povrchovou iniciací vyšší únavové životnosti. Šíření únavové trhliny vždy probíhalo nekrystalograficky, kolmo k ose zatížení.

Tabulka 5. Hodnoty koeficientu, exponentu cyklického zpevnění a meze únavy získaných z únavových zkoušek superslitiny MAR-M 247 při  $R = -1$ .

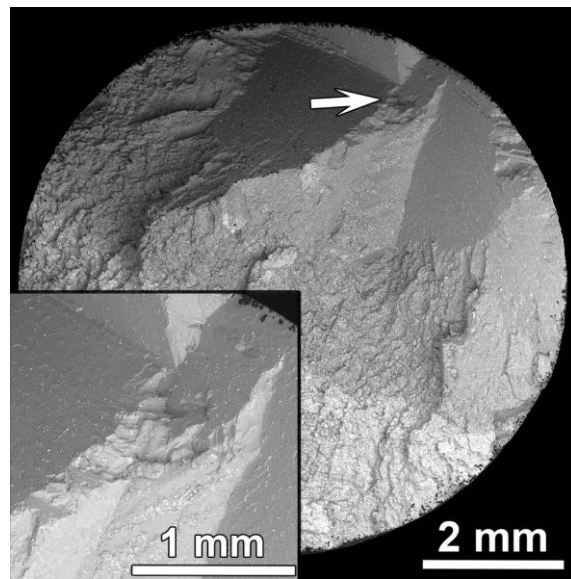
|                    |                 | Teplota | S-N křivka        |         | Mez únavy        |
|--------------------|-----------------|---------|-------------------|---------|------------------|
|                    |                 | [°C]    | $\sigma_f'$ [MPa] | b [-]   | $\sigma_c$ [MPa] |
| Statorová lopatka  | Zámek           | 800     | 435,73            | -0,0320 | 230              |
|                    | Přechodová část |         | 542,58            | -0,0446 | -                |
|                    | List            |         | 443,25            | -0,0285 | -                |
| Předlitý polotovar |                 | 800     | 577,74            | -0,0505 | 220              |
|                    |                 | 900     | 710,33            | -0,0690 | 200              |
|                    |                 | 950     | 871,95            | -0,0860 | 180              |

Lomové plochy porušených těles vyrobených z předlitých polotovarů jsou zobrazeny na obr. 35 b) až d). Porovnáním lomových ploch porušených těles z lopatky a z předlitého polotovaru, obr. 35 a) a b), lze při stejné teplotě 800 °C pozorovat značný rozdíl ve vzhledu lomových ploch. Únavové trhliny se u těles z předlitých polotovarů iniciovaly převážně na povrchu tělesa, výjimečně pak uvnitř tělesa na hranici zrn, a šířily se přednostně krystalograficky. Fazety se nacházely na velké části únavové oblasti lomové plochy. Následně se mechanismus šíření únavové trhliny změnil z krystalografického na nekrystalografický a trhlina se šířila kolmo k ose zatěžování. Plocha dolomu je charakteristická šířením trhliny především mezidendritickými oblastmi.

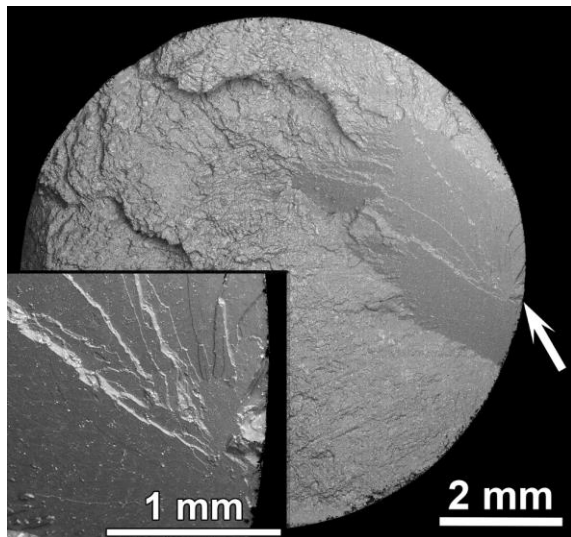
Porovnáním lomových ploch těles porušených při teplotách 800, 900 a 950 °C, obr. 35 b) až d), je s rostoucí teplotou patrná změna mechanismu šíření únavových trhlin. Při 800 a 900 °C, obr. 35 b) a c), se únavové trhliny iniciovaly krystalograficky. Zvýšení teploty na 900 °C nemělo vliv na změnu mechanismu iniciace a šíření únavových trhlin. Při teplotě 950 °C, obr. 35 d), iniciovaly únavové trhliny stále krystalograficky, ale velikost fazet byla oproti nižším testovacím teplotám zřetelně menší. Mechanismus iniciace se změnil z povrchové (při teplotách 800 a 900 °C) na interní. Na lomových plochách docházelo vlivem interní iniciace trhlin ke tvorbě tzv. „fish eye“, které se vytváří v důsledku šíření únavové trhliny uvnitř tělesa. Šíření magistrální únavové trhliny bylo při teplotě 950 °C nekrystalografické, kolmé k ose zatěžování.



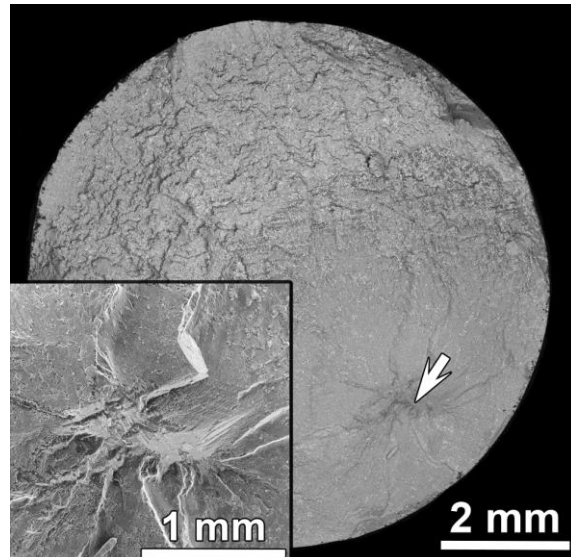
a) lopátka - zámek; 800 °C  
 $\sigma_a = 260 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 5,392 \times 10^6$  cyklů



b) předlitý polotovar; 800 °C  
 $\sigma_a = 240 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 3,292 \times 10^6$  cyklů



c) předlitý polotovar; 900 °C  
 $\sigma_a = 280 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 0,915 \times 10^6$  cyklů

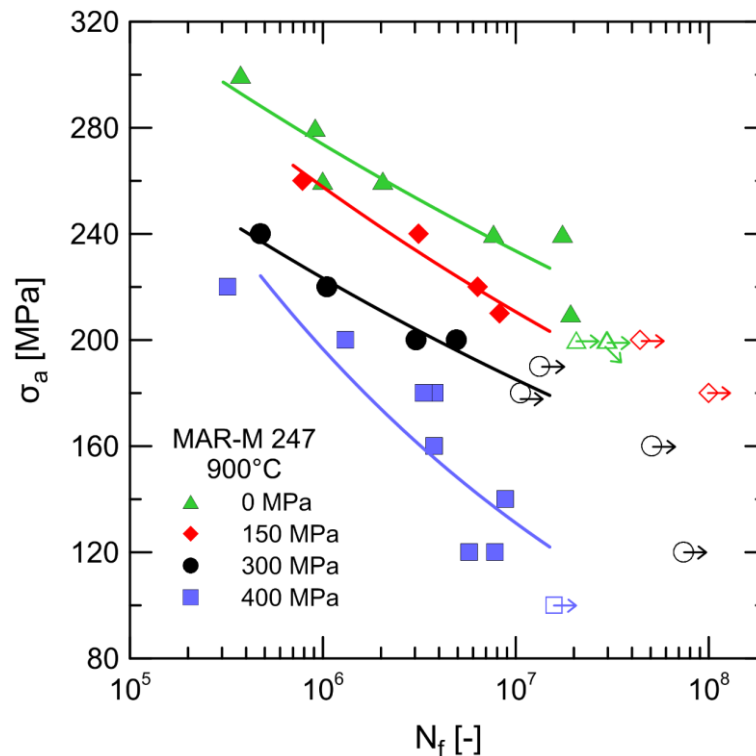


d) předlitý polotovar; 950 °C  
 $\sigma_a = 240 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 3,264 \times 10^6$  cyklů

Obr. 35 Příklady lomových ploch s detailem místa iniciace únavové trhliny u těles ze superslitiny MAR-M 247 po únavovém zatěžování při teplotách 800, 900 a 950 °C; REM.

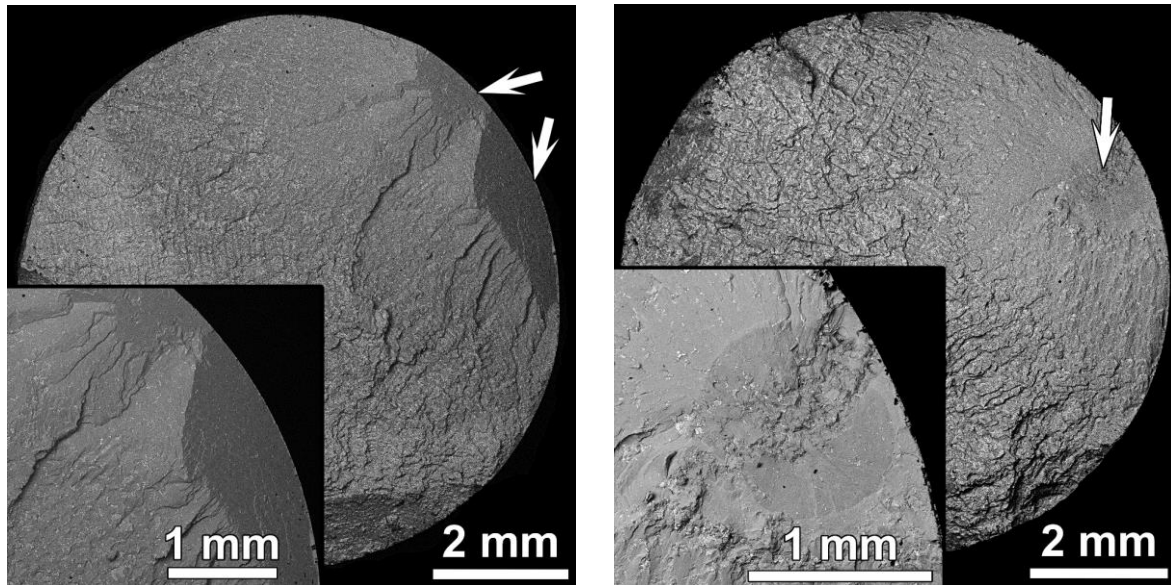
Porovnání vlivu tahových středních napětí na únavovou životnost superslitiny MAR-M 247 při teplotě 900 °C je prezentováno na obrázku 36. S rostoucím středním napětím je z křivek patrný pokles únavových vlastností. Při cyklickém zatěžování bez středního napětí a únavovými zkouškami se středním napětím 150 a 300 MPa mají křivky podobný sklon. Při středním napětí 400 MPa má křivka sklon strmější a únavové vlastnosti těles klesají výrazně rychleji. Vliv středního napětí na únavovou životnost je následující: při středním napětí 150 MPa se v celém rozsahu životnost sníží o 10 % oproti výchozímu stavu a střední napětí 300 MPa sníží oproti výchozímu stavu životnost v celém rozsahu o 20 %. Únavové chování

je při středním napětí 400 MPa odlišné, při amplitudách napětí 180 MPa a více je únavové chování podobné nižším středním napětím a životnost oproti výchozímu stavu poklesla o 30 %. Pro amplitudy napětí pod 180 MPa ale dochází k propadu životností o více jak 50 %.



Obr. 36 S-N křivky únavové životnosti vzorků vyrobených z předlitých tyčí superslitiny MAR-M 247 po únavovém zatěžování při středním napětí o hodnotách 0, 150, 300 a 400 MPa při teplotě 900 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa.

Příklad typických lomových ploch těles porušených při zkouškách se středním napětím 150 a 400 MPa jsou na obr. 37 a) a b). Lomové plochy pro střední napětí o velikosti 0 a 300 MPa jsou na obr. 35 c) a 46 e) a f). Během zkoušek se středním napětím došlo ke změně mechanismu iniciace únavové trhliny a charakteru lomu. Zvýšení středního napětí z 0 na 150 MPa nemělo vliv na charakter mechanismu iniciace únavových trhlin. Na lomových plochách se stále nacházely fazety o velikosti několika milimetrů a trhliny iniciovaly z povrchu, viz obr. 37 a). Při středních napětích 300 a 400 MPa se únavové trhliny iniciovaly uvnitř těles, obr. 46 f) a obr. 37 b) a krystalografická iniciace a šíření únavové trhliny nebyla pro životnosti do  $1 \times 10^7$  cyklů pozorována. Únavová trhлина se iniciovala a šířila ze shluků karbidických částic nebo z defektů (kavit) vytvořených středním napětím (viz detail místa iniciace na obr. 37 b) nekystalograficky, kolmo k ose zatěžování. S rostoucím středním napětím se zmenšovala oblast šíření únavové trhliny na úkor plochy dolomu.



a)  $\sigma_m = 150 \text{ MPa}$

$\sigma_a = 210 \text{ MPa}; N_f = 8,229 \times 10^6 \text{ cyklů}$

b)  $\sigma_m = 400 \text{ MPa}$

$\sigma_a = 100 \text{ MPa}; N_f = 15,777 \times 10^6 \text{ cyklů}$

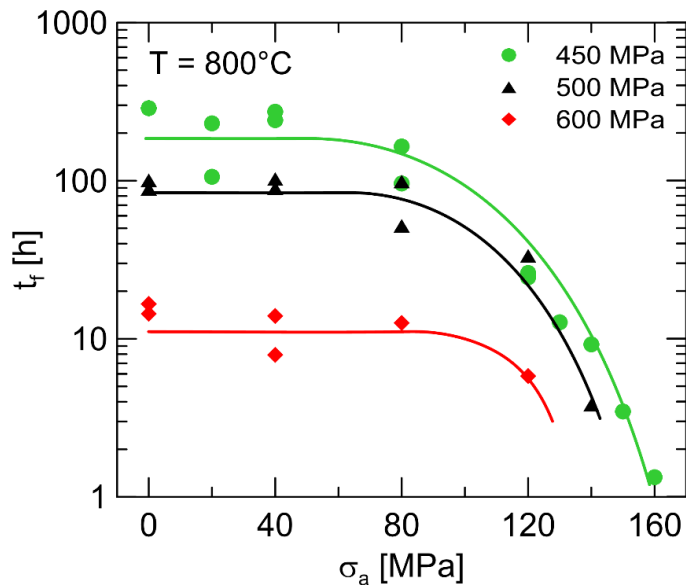
Obr. 37 Příklady lomových ploch s detailem místa iniciace únavové trhliny u těles ze superslitiny MAR-M 247 po únavovém zatěžování při středních napětích: a) 150 MPa, b) 400 MPa a teplotě 900 °C; REM.

## 5.2 Zkoušky s interakcí únava-creep

### 5.2.1 Chování superslitiny IN 713LC při interakci únava-creep

Protože zkoušky, při kterých byla zkušební tělesa vystavena interakci namáhání únava-creep, jsou časově velmi náročné, byla pro každou superslitinu vybrána pouze jedna testovací teplota. Na základě dosažených výsledků únavových zkoušek – viz kapitola 5.1.1, obr. 26, byla pro zkoušky kombinovaného namáhání únava-creep tavby **1 K** superslitiny IN 713LC zvolena teplota 800 °C.

Aplikované střední napětí,  $\sigma_m$ , mělo hodnoty 450 MPa, 500 MPa a 600 MPa. Životnost namáhaných těles se určovala z celkového času do lomu,  $t_f$ , namáhaného tělesa, tj. z času, který se měřil po celý průběh zkoušky. Naměřená data pro tři střední napětí jsou vynesena v závislosti času do lomu na amplitudě napětí na obr. 38 a proložena křivkami. Srovnáním těchto křivek lze vyvodit závěr, že přidaná cyklická složka napětí ke střednímu napětí zpočátku nemá na životnost vzorků negativní vliv a teprve při překročení určité hodnoty amplitudy napětí se životnost začne snižovat. Například pro nejvyšší testované střední napětí o velikosti 600 MPa se začala životnost vzorků superslitiny snižovat při amplitudě napětí okolo 80 MPa, což představuje více než 13 % středního napětí. Naopak pokles životnosti pro nejnižší testované střední napětí o velikosti 450 MPa probíhalo oproti předchozímu při téměř poloviční velikosti amplitudy napětí, tj. 40 MPa, což představuje méně než 9 % hodnoty daného středního napětí.



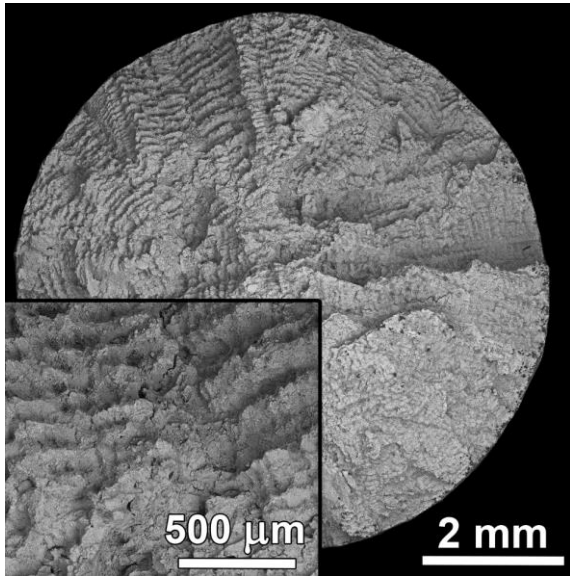
Obr. 38 Závislost času do lomu na amplitudě napětí pro střední napětí 450, 500 a 600 MPa u superslitiny IN 713LC za teploty  $T = 800\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Podrobná fraktografická analýza byla provedena na všech porušených zkušebních tělesech. Příklady typických lomových ploch porušených těles superslitiny IN 713LC pro střední napětí 450, 500 a 600 MPa a různé amplitudy napětí jsou zobrazeny na obr. 39, 40 a 42.

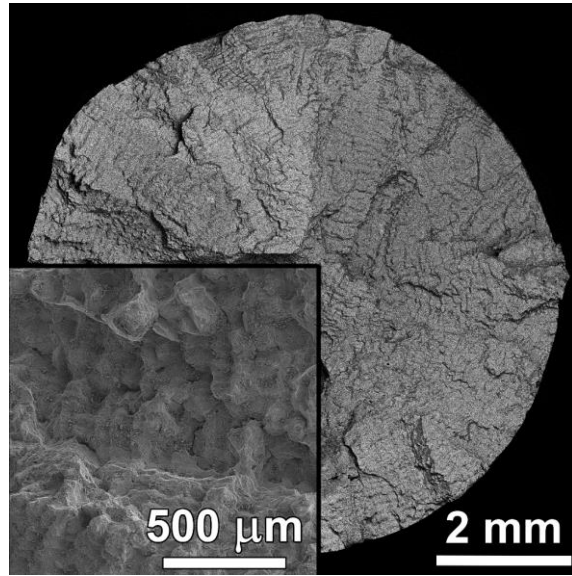
#### **Střední napětí 450 MPa**

Lomové plochy těles porušených při zkouškách se středním napětím  $\sigma_m = 450\text{ MPa}$  a amplitudami napětí o velikostech 0, 20, 40, 80, 120 a 160 MPa jsou zobrazeny na obr. 39. Charakter lomu po čistém creepovém namáhání ( $\sigma_a = 0\text{ MPa}$ ) byl ve všech případech (450, 500 a 600 MPa středního napětí) interkrytalický. Příklad lomové plochy porušeného zkušebního tělesa, namáhaného pouze středním napětím  $\sigma_m = 450\text{ MPa}$ , je zobrazen na obr. 39 a). Vzhled lomové plochy ukazuje dendritickou strukturu superslitiny, trhlina se šířila creepovým mechanismem mezidendritickými prostory, viz detail v levém dolním rohu. Charakter lomové plochy se nezměnil superponováním 20 MPa amplitudy napětí, obr. 39 b), kdy iniciace a šíření trhlin probíhalo opět creepovým mechanismem.

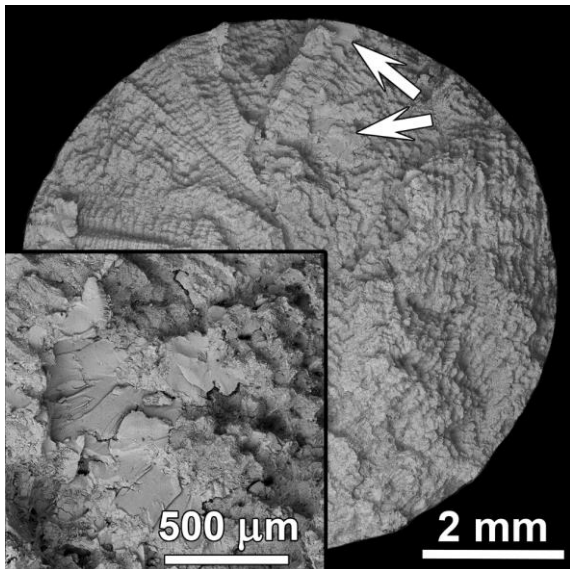
Příklady lomových ploch těles, porušených středním napětím 450 MPa a amplitudou napětí 40 MPa, jsou zobrazeny na obr. 39 c) a d). Trhlina se u obou porušených těles iniciovala creepovým mechanismem. U tělesa s vyšší životností, obr. 39 c), se trhlina šířila především creepovým mechanismem mezidendritickými prostory, na lomové ploše se vyskytovalo pouze několik dendritických zrn porušených únavovým mechanismem (označeno šipkami). Naproti tomu u tělesa s nižší životností, obr. 39 d), se mechanismus šíření změnil s creepového na únavový a trhlina se poté šířila transkrytalicky kolmo k ose zatížení.



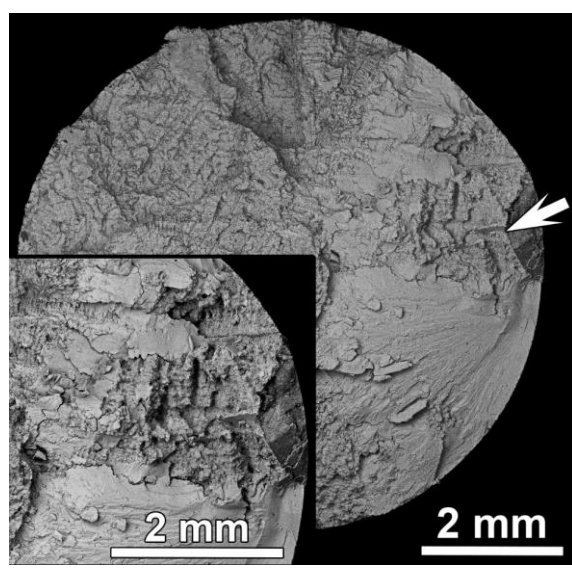
a)  $\sigma_m = 450 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 0 \text{ MPa}$   
 $t_f = 286,7 \text{ h}$



b)  $\sigma_m = 450 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 20 \text{ MPa}$   
 $N_f = 98,4 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 230,2 \text{ h}$



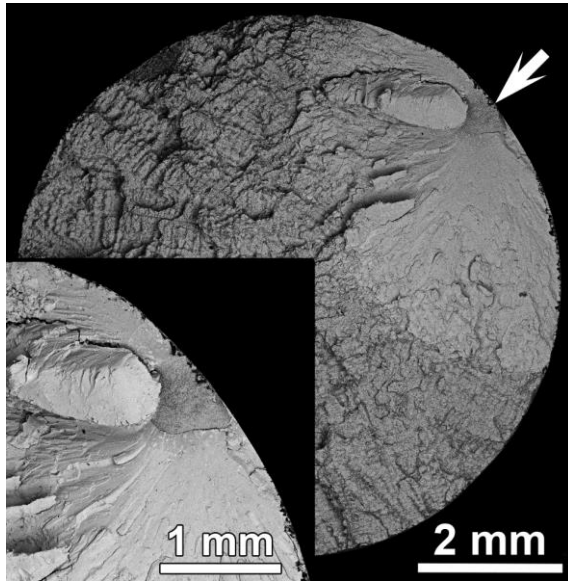
c)  $\sigma_m = 450 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 40 \text{ MPa}$   
 $N_f = 115,9 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 273,5 \text{ h}$



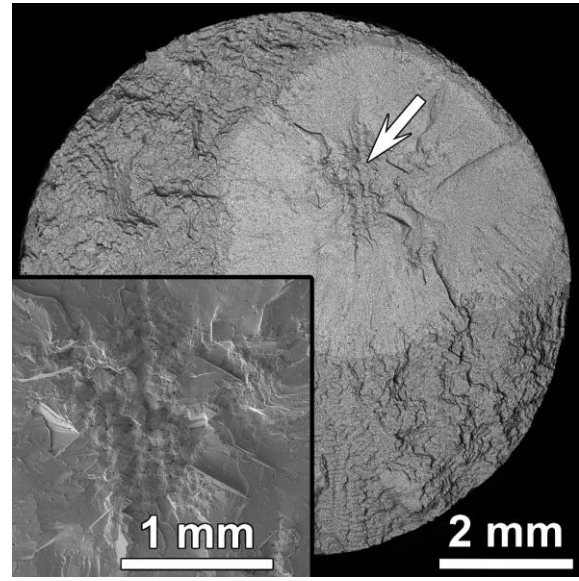
d)  $\sigma_m = 450 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 40 \text{ MPa}$   
 $N_f = 104,4 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 241,6 \text{ h}$

Obr. 39 Lomové plochy porušených těles niklové superslitiny IN 713LC zatěžovaných středním napětím  $\sigma_m = 450 \text{ MPa}$  a cyklickou složkou napětí  $\sigma_a$  o velikosti a) 0 MPa, b) 20 MPa, c) a d) 40 MPa, e) a f) 80 MPa, g) 120 MPa a h) 160 MPa; REM.

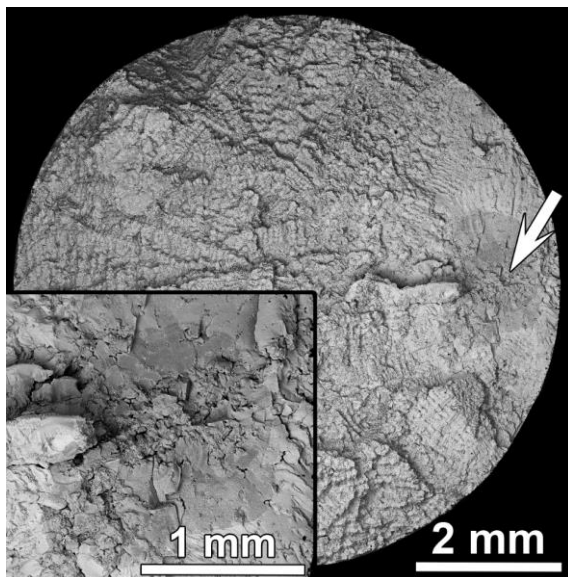




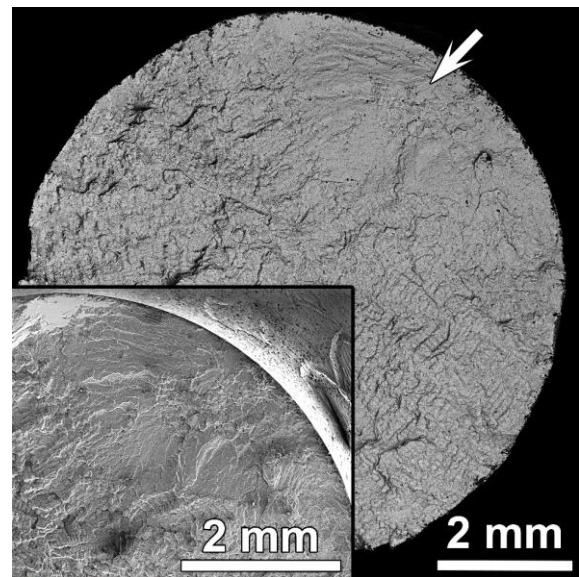
e)  $\sigma_m = 450 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 80 \text{ MPa}$   
 $N_f = 40,3 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 96,0 \text{ h}$



f)  $\sigma_m = 450 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 80 \text{ MPa}$   
 $N_f = 61,2 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 164,6 \text{ h}$



g)  $\sigma_m = 450 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 120 \text{ MPa}$   
 $N_f = 10,4 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 24,5 \text{ h}$



h)  $\sigma_m = 450 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 160 \text{ MPa}$   
 $N_f = 0,6 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 1,3 \text{ h}$

Obr. 39 Pokračování.

Zvýšením amplitudy napětí na 80 MPa se u jednoho tělesa trhlina iniciovala a šířila z povrchu únavovým mechanismem, obr. 39 e). U druhého zkušebního tělesa se trhlina iniciovala a šířila nejprve creepovým mechanismem, obr. 39 f), a teprve po překročení kritické délky trhliny se mechanismus šíření trhliny změnil na únavový. V místě iniciace (označeno šipkou) se u tělesa na obr. 39 e) vytvořila fazeta dlouhá 0,8 mm.

Příklad lomové plochy tělesa porušeného středním napětím 450 MPa a 120 MPa amplitudy napětí je zobrazena na obr. 39 g). Trhlina se iniciovala a šířila z lícího defektu únavovým mechanismem. V okolí řediny se nacházejí malé fazety (50 – 80  $\mu\text{m}$  dlouhé) vytvořené

v důsledku krystalografického primárního šíření únavové trhliny. Únavové deformační mechanismy jsou hlavními mechanismy porušení při tomto typu namáhání.

Zvýšením amplitudy napětí na 160 MPa, obr. 39 h), se výrazně zkrátí doba do iniciace únavové trhliny. Únavová trhlina iniciovala z licího defektu (šipka) a velkou rychlostí prorostla tělesem (velká vzdálenost striací). Šíření únavové trhliny probíhalo místy krystalograficky, na lomové ploše se vyskytovaly fazety. Plocha dolomu byla v důsledku působení velkého maximálního napětí největší ze všech těles porušených při 450 MPa středního napětí.

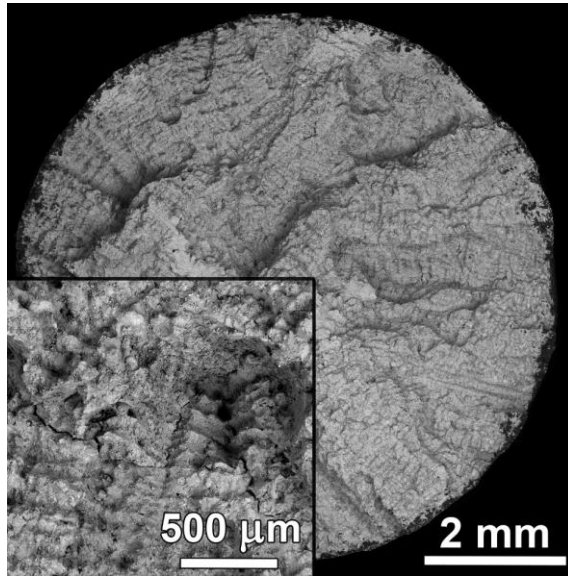
### **Střední napětí 500 MPa**

Charakteristická lomová plocha porušeného zkušební tělesa, namáhaného pouze tahově orientovaným konstantním napětím  $\sigma_m = 500$  MPa, je zobrazena na obr. 40 a). Trhlina se iniciovala a šířila mezidendritickými prostory creepovým mechanismem, viz detail v levém dolním rohu. Obr. 41 ukazuje podélný řez měrnou délkou tělesa porušeného pouze napětím  $\sigma_m = 500$  MPa, kde je patrné šíření creepových trhlín po karbidických částicích mezidendritickými prostory.

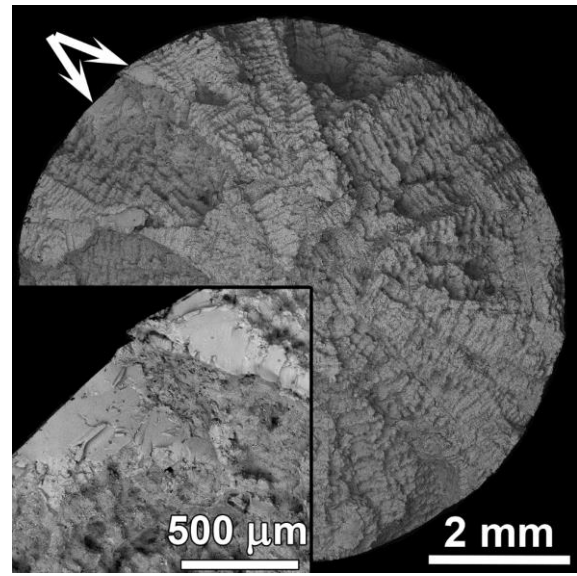
Lomová plocha porušeného tělesa, namáhaného středním napětím  $\sigma_m = 500$  MPa a amplitudou napětí  $\sigma_a = 40$  MPa, je zobrazena na obr. 40 b). Mimo charakteristické rysy creepového poškození se na lomové ploše vyskytují jako důsledek únavového mechanismu poškození malé fazety a trhlina se na některých místech šířila transkrystalicky – viz šipky v makropohledu a detail v levém dolním rohu.

Zvyšováním amplitudy napětí rostl procentuální podíl únavového poškození na lomové ploše. Lomová plocha porušená středním napětím  $\sigma_m = 500$  MPa a amplitudou napětí  $\sigma_a = 80$  MPa je zobrazena na obr. 40 c). Trhlina iniciovala creepovým mechanismem (tvorba kavit) interkrystalicky a následně se šířila především únavovým mechanismem transkrystalicky, kolmo k ose zatížení, a během šíření prorůstala defekty vytvořenými creepovým mechanismem. Místo iniciace trhliny je označeno šipkou.

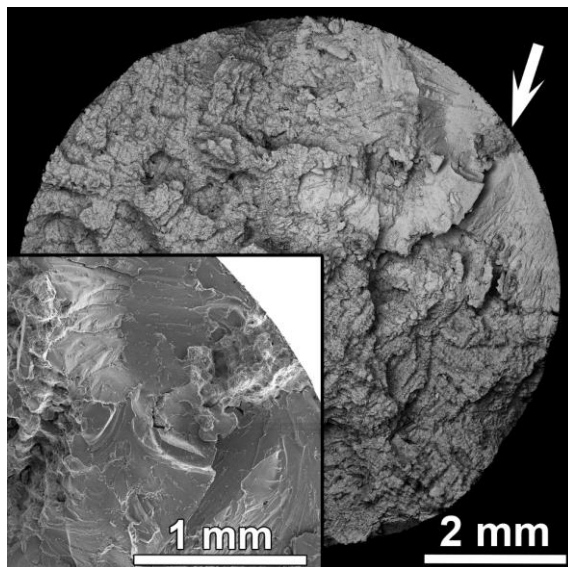
Dalším navýšením amplitudy napětí na  $\sigma_a = 120$  MPa se trhlina šířily výhradně únavovým mechanismem. To je patrné na lomové ploše, obr. 40 d), kde jsou pozorovány typické znaky únavového mechanismu iniciace trhlín (z defektu, označeno šipkou) a transkrystalického šíření trhlín namáhaným tělesem. V blízkosti místa iniciace se nacházejí malé krystalograficky orientované fazety, což zdůrazňuje dominanci únavového mechanismu nad creepovým.



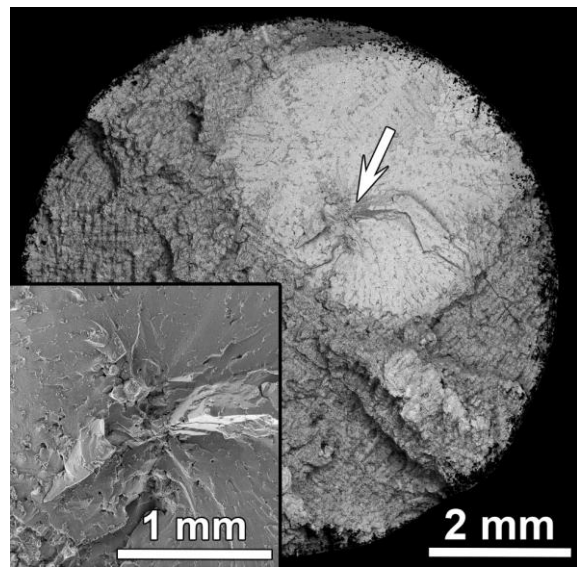
a)  $\sigma_m = 500 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 0 \text{ MPa}$   
 $t_f = 88,8 \text{ h}$



b)  $\sigma_m = 500 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 40 \text{ MPa}$   
 $N_f = 39,8 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 102,4 \text{ h}$

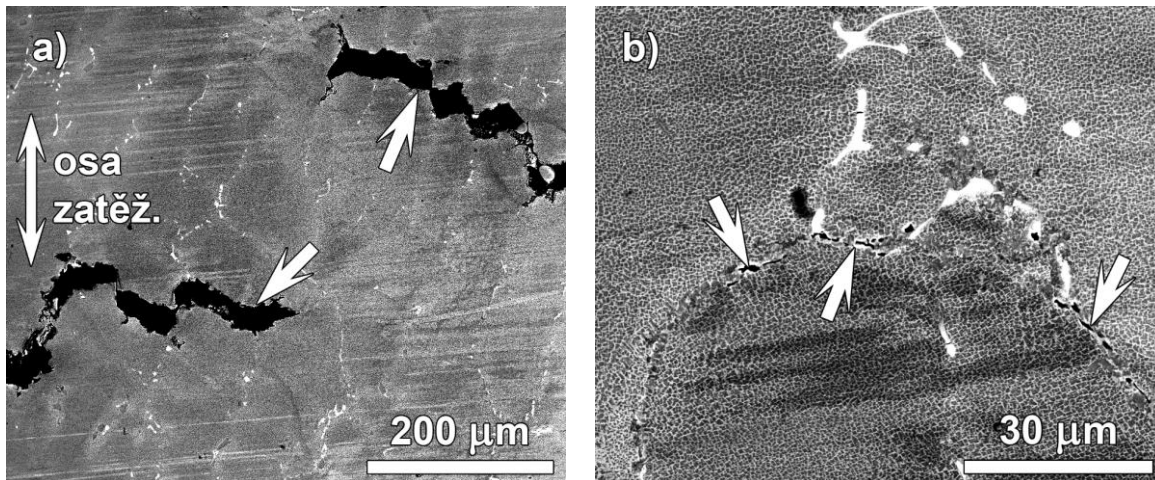


c)  $\sigma_m = 500 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 80 \text{ MPa}$   
 $N_f = 41,8 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 98,8 \text{ h}$



d)  $\sigma_m = 500 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 120 \text{ MPa}$   
 $N_f = 13,9 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 33,5 \text{ h}$

Obr. 40 Lomové plochy porušených těles niklové superslitiny IN 713LC zatěžovaných středním napětím  $\sigma_m = 500 \text{ MPa}$  a cyklickou složkou napětí  $\sigma_a$  o velikosti a) 0 MPa, b) 40 MPa, c) 80 MPa a d) 120 MPa; REM.



$$\sigma_m = 500 \text{ MPa}; \sigma_a = 0 \text{ MPa}$$

$$t_f = 88,8 \text{ h}$$

Obr. 41 Podélný řez tělesem superslitiny IN 713LC; REM.  
 a) sekundární trhliny v mezidendritických prostorech (šipky);  
 b) detail creepových kavit (šipky).

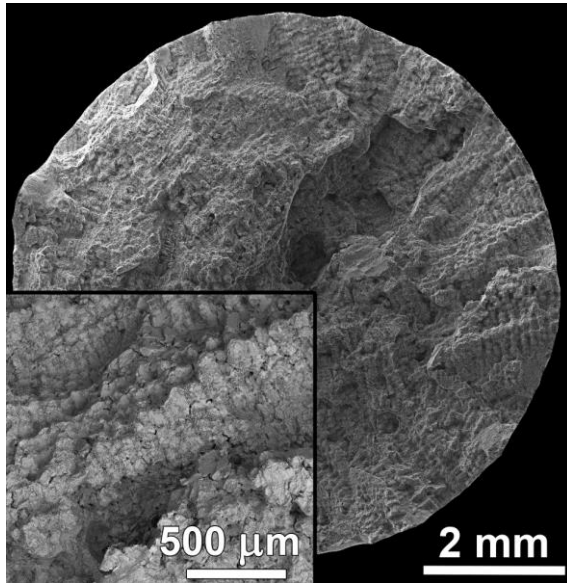
### Střední napětí 600 MPa

Charakteristické lomové plochy těles porušených středním napětím  $\sigma_m = 600 \text{ MPa}$  a amplitudami napětí o velikostech 0, 40, 80 a 120 MPa jsou zobrazeny na obr. 42 a) až d). Při porušení pouze tahově orientovaným napětím  $\sigma_m$  se trhlina šířila interkrystalicky mezidendritickými oblastmi, což odpovídá creepovému mechanismu porušení, obr. 42 a).

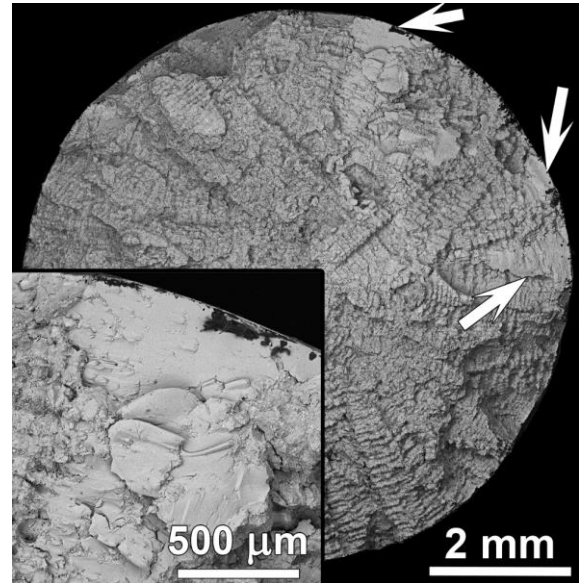
Přidáním amplitudy napětí o velikosti 40 MPa se na lomové ploše vyskytovaly oblasti, kde se trhlina šířila únavovým mechanismem (šipky). Dominantním mechanismem porušení ale stále bylo creepové poškození, obr. 42 b).

Amplitudou napětí o velikosti 80 MPa se rozšířila oblast, kde se trhlina šířila únavovým mechanismem, přesto iniciace trhliny byla v důsledku creepového poškození, obr. 42 c). Čas do lomu se pro amplitudy napětí 0, 40 a 80 MPa příliš nelišil.

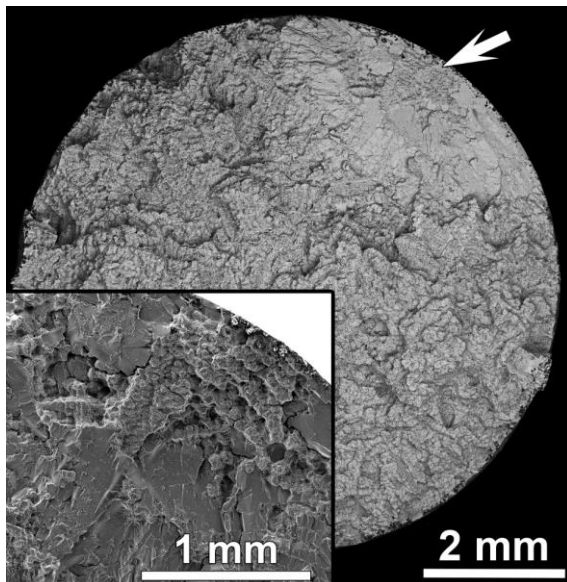
Zvýšením amplitudy napětí na 120 MPa se celkové maximální napětí blíží mezi kluzu superslitiny ( $R_{p0,2} = 744 \text{ MPa}$ ) a tomu odpovídá i lomová plocha, obr. 42 d). Trhlina se šířila z několika míst (označeno šipkami) creepovým a únavovým mechanismem chaoticky, hranice mezi oblastí šíření trhliny a oblastí dolomu nebylo možné přesně identifikovat.



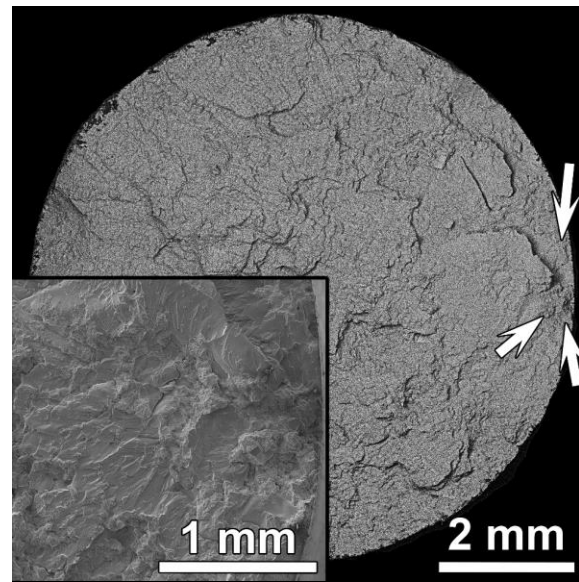
a)  $\sigma_m = 600 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 0 \text{ MPa}$   
 $t_f = 14,4 \text{ h}$



b)  $\sigma_m = 600 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 40 \text{ MPa}$   
 $N_f = 5,2 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 13,9 \text{ h}$



c)  $\sigma_m = 600 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 80 \text{ MPa}$   
 $N_f = 4,8 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 12,6 \text{ h}$

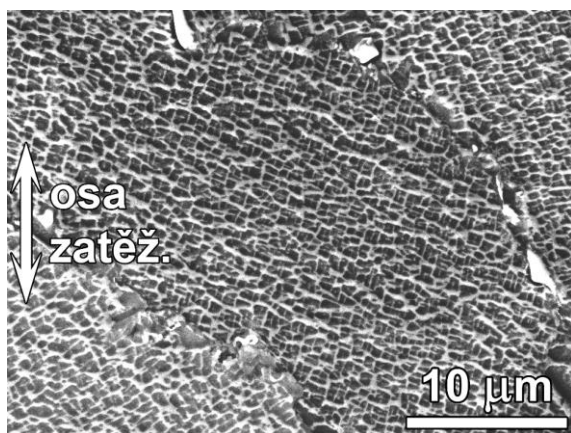


d)  $\sigma_m = 600 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 120 \text{ MPa}$   
 $N_f = 2,5 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 5,8 \text{ h}$

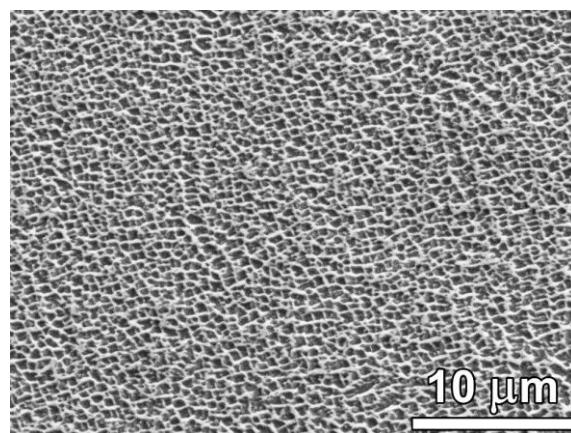
*Obr. 42 Lomové plochy porušených těles niklové superslitiny IN 713LC zatěžovaných středním napětím  $\sigma_m = 600 \text{ MPa}$  a cyklickou složkou napětí  $\sigma_a$  o velikosti a) 0 MPa, b) 40 MPa, c) 80 MPa a d) 120 MPa; REM.*

Po fraktografické analýze byla jedna polovina z každého tělesa (s delší měrnou délkou) podélně rozříznuta, přičemž řez byl veden přes místo iniciace (u těles s identifikovaným místem iniciace trhliny), nebo osou vzorku. Jedna polovina rozříznutého tělesa byla použita pro pozorování pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu, druhá polovina byla dále nařezána na plátky, ze kterých se vyráběly fólie pro pozorování na transmisním elektronovém mikroskopu.

Mimo studium růstu sekundárních trhlin byla na podélných řezech studována také stabilita mikrostruktury. Ta je dána mimo jiné zachováním velikosti a morfologie precipitátů  $\gamma'$  během tepelného nebo tepelně/mechanického namáhání. Na obr. 43 jsou zobrazeny podélné řezy měrnou délkou (oblast zatížená tepelně a mechanicky) a hlavou (oblast zatížená tepelně) zkušebních těles testovaných při teplotách 800 °C (obr. 43 a) a b) a 900 °C (obr. 43 c) a d). Při teplotě 800 °C se velikost a morfologie precipitátů  $\gamma'$  všech zkušebních těles vlivem dlouhodobé teplotní a mechanické expozice nezměnily a precipitáty si stále zachovávaly stejnou velikost i kubický tvar, viz obr. 43 a) a b). Naproti tomu při teplotě 900 °C stačilo již dlouhodobé působení teploty, aby precipitáty  $\gamma'$  zhrubly a jejich morfologie se změnila z původně kubických precipitátů na oválné, příp. kulovité, viz obr. 43 d). V oblasti měrné délky, kde na těleso působilo mimo teplotu 900 °C také napětí (střední i cyklické), docházelo k výraznému raftingu precipitátů  $\gamma'$  pod úhlem 50 až 70 stupňů od osy rovnoběžné s osou zatěžování, viz obr. 43 c).

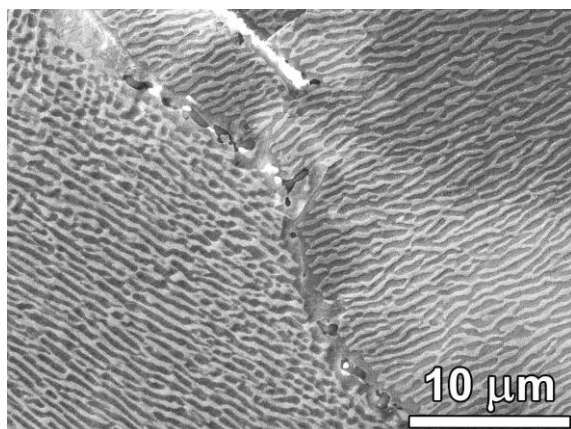


a) Měrná délka tělesa

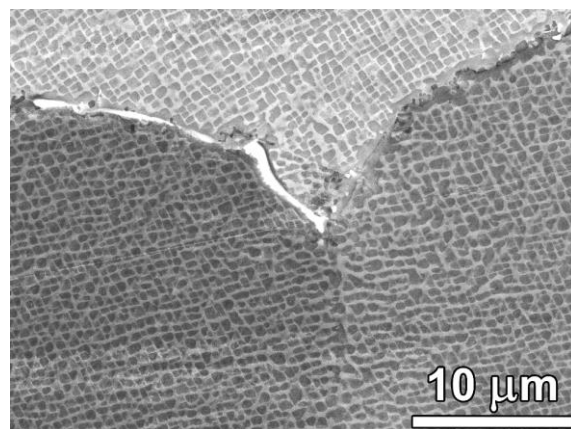


b) Hlava tělesa

$T = 800 \text{ °C}; \sigma_m = 450 \text{ MPa}; \sigma_a = 40 \text{ MPa}$   
 $N_f = 115,9 \times 10^6 \text{ cyklů}; t_f = 273,5 \text{ h}$



c) Měrná délka tělesa

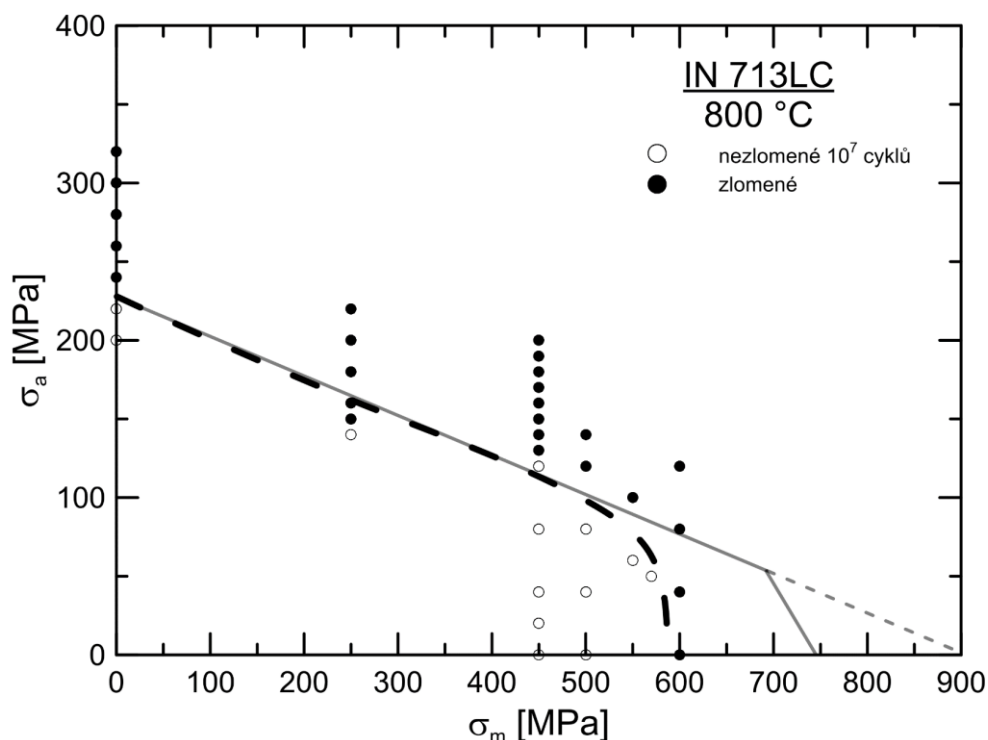


d) Hlava tělesa

$T = 900 \text{ °C}; \sigma_m = 200 \text{ MPa}; \sigma_a = 40 \text{ MPa}$   
 $N_f = 135,5 \times 10^6 \text{ cyklů}; t_f = 368,2 \text{ h}$

Obr. 43 Podélný řez porušeným tělesem ze superslitiny IN 713LC při teplotě 800 °C (a, b) a 900 °C (c, d); rafting zpevňující fáze  $\gamma'$ , REM.

Haighův diagram životnosti superslitiny IN 713LC, dávající do závislosti střední napětí  $\sigma_m$  na amplitudě napětí  $\sigma_a$  pro životnost  $1 \times 10^7$  cyklů při teplotě 800 °C, je zobrazen na obr. 44. Plnou čarou je vynesena modifikovaná Goodmanova přímka s omezením na mezi kluzu. Hranice oblasti naměřených nezlomených těles pro  $10^7$  cyklů je znázorněna černou čárkovanou čarou. Během kombinovaného namáhání vykazuje superslitina standardní chování, navýšením středního napětí z 0 na 250 a 450 MPa úměrně klesá životnost. K výraznému poklesu životnosti ale dochází mezi 550 a 600 MPa středního napětí v důsledku creepové pevnosti superslitiny.



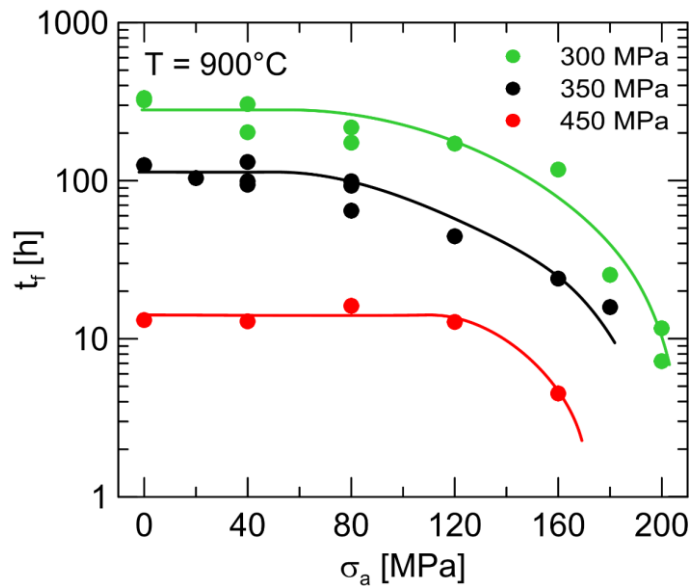
Obr. 44 Haighův diagram životnosti niklové superslitiny IN 713LC při teplotě 800 °C.

### 5.2.2 Chování superslitiny MAR-M 247 při interakci únava-creep

Na základě dosažených výsledků únavových vlastností – viz kapitola 5.1.2, obr. 34, byla pro zkoušky kombinovaného namáhání únava-creep superslitiny MAR-M 247 zvolena teplota 900 °C.

Střední napětí  $\sigma_m$  mělo hodnoty 300 MPa, 350 MPa a 450 MPa. Životnost namáhaných těles se určovala z celkového času do lomu  $t_f$  namáhaného tělesa, tj. z času, který se měřil po celý průběh zkoušky. Naměřená data pro tři střední napětí jsou vynesena v závislosti času do lomu na amplitudě napětí na obr. 45 a proložena křivkou. Přidaná cyklická složka napětí ke střednímu napětí zpočátku nemá na životnost vzorků negativní vliv a teprve při překročení určité hodnoty napětí, která je jiná pro jednotlivá střední napětí, se životnost začne snižovat. Například pro nejvyšší testované střední napětí o velikosti 450 MPa se začala životnost snižovat při amplitudě napětí okolo 120 MPa, což tvoří více než 27 % středního napětí. Naopak pokles životnosti pro nejnižší testované střední napětí o velikosti 300 MPa probíhalo oproti předchozímu při téměř poloviční velikosti amplitudy napětí, tj. 60 MPa, což tvoří méně

než 20 % středního napětí. V porovnání se superslitinou IN 713LC degraduje únavová životnost superslitiny MAR-M 247 při spoluúčasti středního napětí pozvolněji.



Obr. 45 Závislost času do lomu na amplitudě napětí pro střední napětí 300, 350 a 450 MPa u superslitiny MAR-M 247 za teploty  $T = 900$  °C.

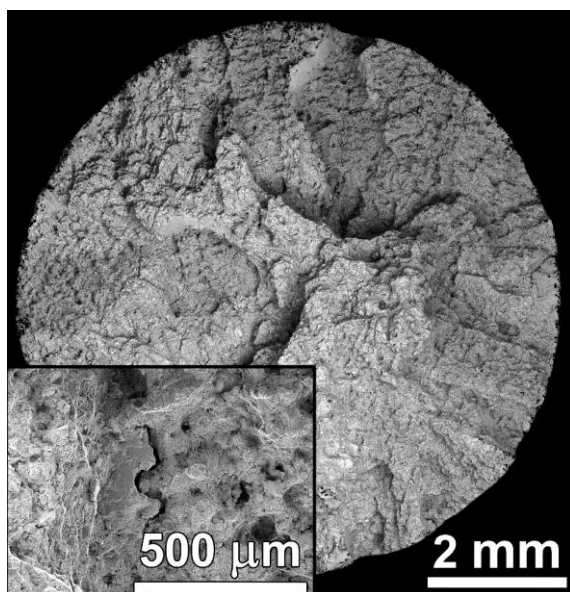
Analogická fraktografická analýza jako u superslitiny IN 713LC byla provedena i na všech porušených zkušebních tělesech superslitiny MAR-M 247. Protože ale změna mechanismu vlivem středního napětí byla obdobná jako u IN 713LC, jsou v práci pro fraktografickou analýzu a popis změny mechanismu ukázány pouze lomové plochy z únavového zatěžování se středním napětím  $\sigma_m = 300$  MPa.

Charakter lomu po čistě creepovém namáhání ( $\sigma_a = 0$  MPa) byl ve všech případech interkystalický. Lomová plocha porušeného zkušebního tělesa, namáhaného pouze středním napětím  $\sigma_m = 300$  MPa, je zobrazena na obr. 46 a). Vzhled lomové plochy ukazuje dendritickou strukturu superslitiny. Na detailu v levém dolním rohu jsou v mezidendritických prostorech patrné sekundární trhliny.

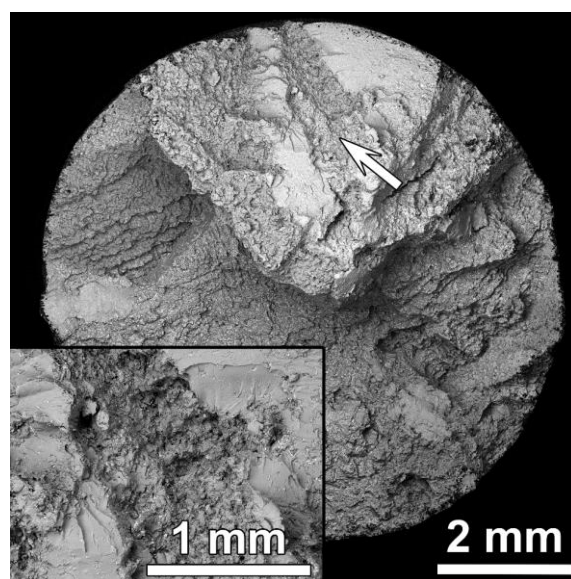
Příklad lomové plochy porušeného tělesa, namáhaného stejným středním napětím a malou cyklickou složkou  $\sigma_a = 40$  MPa, je zobrazen na obr. 46 b). Mimo charakteristické rysy creepového porušení se na lomové ploše vyskytují malé fazety jakožto důsledek únavového mechanismu porušení. Trhlinka se z místa iniciace (viz šipka v makropohledu a detail v levém dolním rohu) šířila na některých místech transkystalicky. To bylo pozorováno na všech lomových plochách při všech testovaných středních napětích (300, 350 a 450 MPa) s amplitudou napětí 40 MPa.

Zvýšením cyklické složky  $\sigma_a$  na 80 MPa, obr. 46 c), se trhlinka iniciovala a zpočátku šířila creepovým mechanismem mezidendritickými hranicemi. Jakmile trhlinka šířící se creepovým mechanismem dosáhla určité velikosti (v tomto případě elipsa s velikostí úhlopříček 2,1 a 0,8 mm), změnil se mechanismus šíření z interkystalického (creepovým mechanismem) na transkystalický (únavovým mechanismem) a trhlinka se dále šířila nekystalograficky kolmo k ose zatěžování. Po vytvoření „fish eye“ na lomové ploše se rychlost růstu trhliny únavovým mechanismem oproti internímu šíření výrazně zvýšila a těleso se dolomilo po uplynutí několika tisíců cyklů.

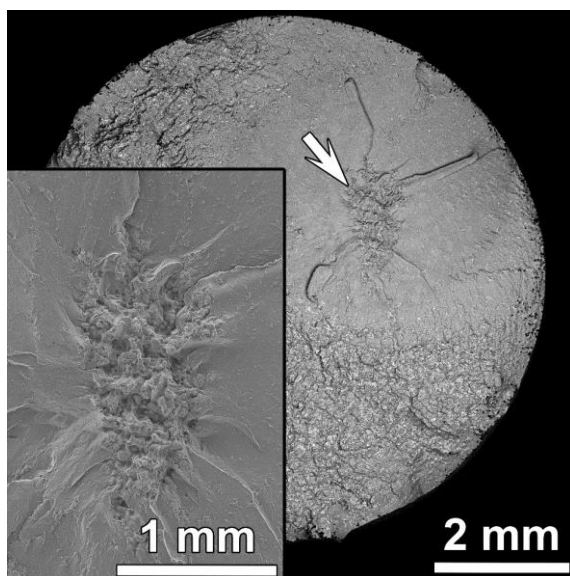




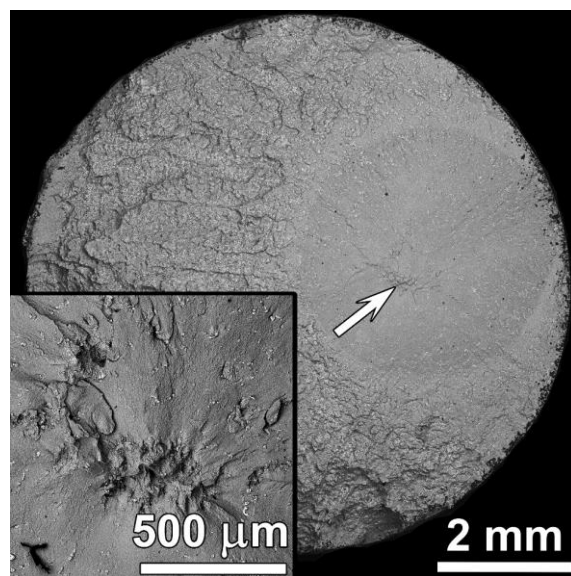
a)  $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 0 \text{ MPa}$   
 $t_f = 322,4 \text{ h}$



b)  $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 40 \text{ MPa}$ ;  
 $N_f = 138,1 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 305,0 \text{ h}$



c)  $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 80 \text{ MPa}$   
 $N_f = 78,2 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 173,9 \text{ h}$



d)  $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 120 \text{ MPa}$   
 $N_f = 74,0 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 171,8 \text{ h}$

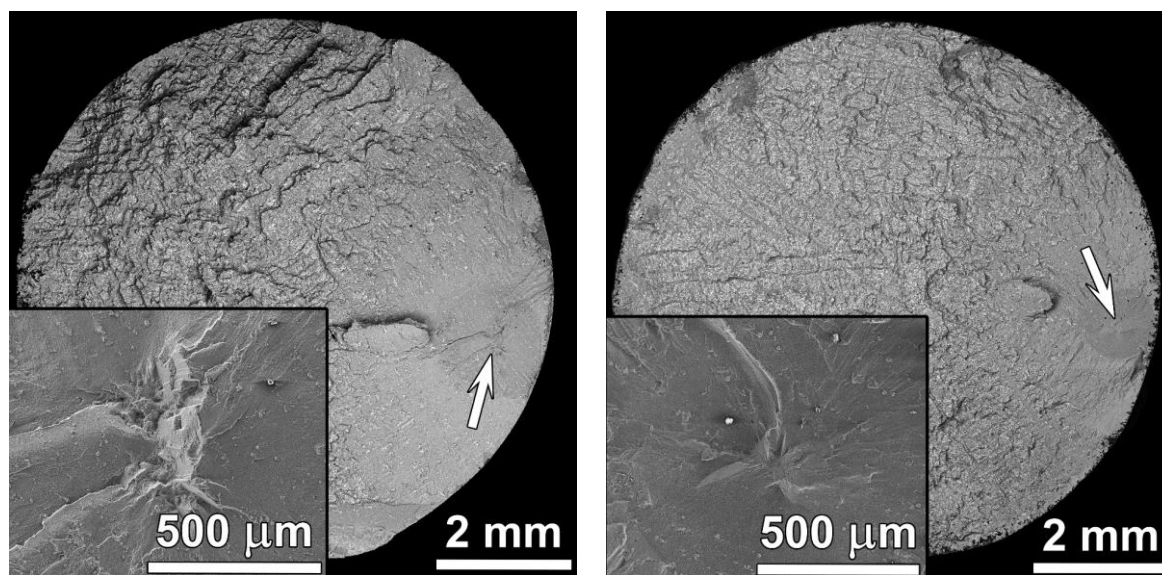
Obr. 46 Lomové plochy porušených těles niklové superslitiny MAR-M 247 zatěžovaných při teplotě 900 °C středním napětím  $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$  a cyklickou složkou napětí  $\sigma_a$ :  
a) 0 MPa, b) 40 MPa, c) 80 MPa, d) 120 MPa, e) 160 MPa, f) 200 MPa; REM.

Lomová plocha tělesa porušeného středním napětím a 120 MPa amplitudy napětí je zobrazena na obr. 46 d). Trhлина se stejně jako v předchozím případě iniciovala creepovým mechanismem, oblast šíření creepovým mechanismem je ale v porovnání s předchozím případem (obr. 46 c) výrazně menší. Oblast šíření creepovým mechanismem lze opsat elipsou s uhloupříčkami

o velikostech 0,5 a 0,3 mm. Poté se mechanismus porušení změnil z creepového na únavový. V místě počátku šíření únavovým mechanismem se vyskytují 4 malé fazety, z nichž největší má délku 60  $\mu\text{m}$ . Mimo tato ojedinělá místa s krystalografickým šířením se trhlina šířila únavovým mechanismem především nekystalograficky, kolmo k ose zatěžování. Po vytvoření „fish eye“ na lomové ploše se trhlina opět šířila výrazně rychleji (v porovnání s šířením bez přístupu okolní atmosféry) a k dolomu došlo po uplynutí několika tisíců cyklů.

Při zatěžování středním napětím a amplitudou napětí 160 MPa se trhlina iniciovala kombinací únavy a creepu, obr. 46 e). V místě iniciace jsou dvě oblasti o velikosti přibližně 150  $\mu\text{m}$ , ve kterých se trhlina šířila creepovým mechanismem. Tato místa sloužila jako defekty, ve kterých dochází ke koncentraci napětí. Proto se přes místa interkrystalického šíření trhliny vytvořilo několik fazet jakožto důsledek únavového mechanismu šíření únavové trhliny. Následně se mechanismus šíření trhliny změnil z krystalografického na nekystalografický a trhlina se dále šířila kolmo k ose zatěžování.

Lomová plocha tělesa porušeného při zatěžování středním napětím 300 MPa a amplitudou napětí 200 MPa je zobrazena na obr. 46 f). Počáteční šíření únavové trhliny probíhalo skrze formování fazety o velikosti 170  $\mu\text{m}$ , ze které se dále únavová trhlina šířila nekystalograficky kolmo k ose zatěžování. Na lomové ploše nebyly identifikovány žádné známky creepového porušení. Pro tyto podmínky namáhání je mechanismus únavového poškození v rámci kombinovaného namáhání únava-creep dominantní a životnost určující.



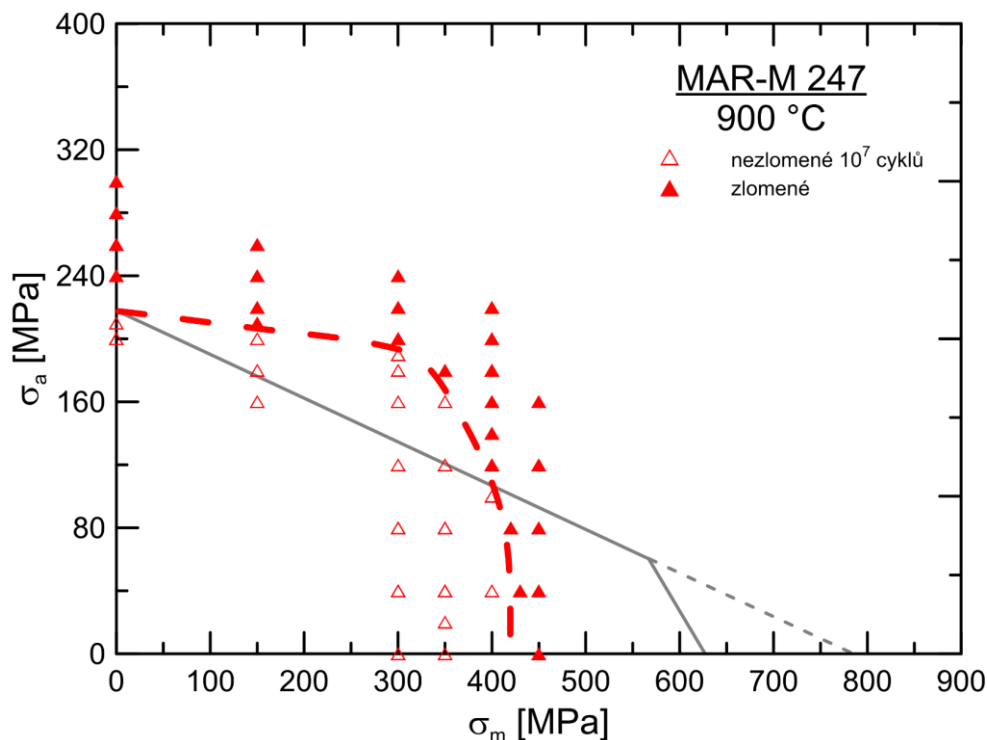
e)  $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 160 \text{ MPa}$   
 $N_f = 50,7 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 117,8 \text{ h}$

f)  $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 200 \text{ MPa}$   
 $N_f = 3,0 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 7,2 \text{ h}$

Obr. 46 Pokračování.

Haighův diagram životnosti superslitiny MAR-M 247, dávající do závislosti střední napětí  $\sigma_m$  na amplitudě napětí  $\sigma_a$  pro životnost  $1 \times 10^7$  cyklů při teplotě 900  $^\circ\text{C}$ , je zobrazen na obr. 47. Plnou čarou je vynesena modifikovaná Goodmanova přímka s omezením na mezi kluzu superslitiny. Hranice oblasti naměřených nezlomených těles pro  $1 \times 10^7$  cyklů je vynesena červenou čárkovanou čarou. Superslitina od samotného počátku vykazuje sníženou citlivost

na střední napětí, životnost se během kombinovaného namáhání až do středního napětí 300 MPa snižuje velmi pozvolně. Po překonání středního napětí cca 300 MPa ale dojde k výrazné změně sklonu křivky a k rapidnímu poklesu životnosti. Přesto ale superslitina vykazuje výborné únavové vlastnosti až do středního napětí 400 MPa. Dalším navýšením středního napětí životnost superslitiny v důsledku dosažení creepové pevnosti prudce klesá.



Obr. 47 Haighův diagram životnosti niklové superslitiny MAR-M 247 při teplotě  $T = 900 \text{ }^{\circ}\text{C}$ .

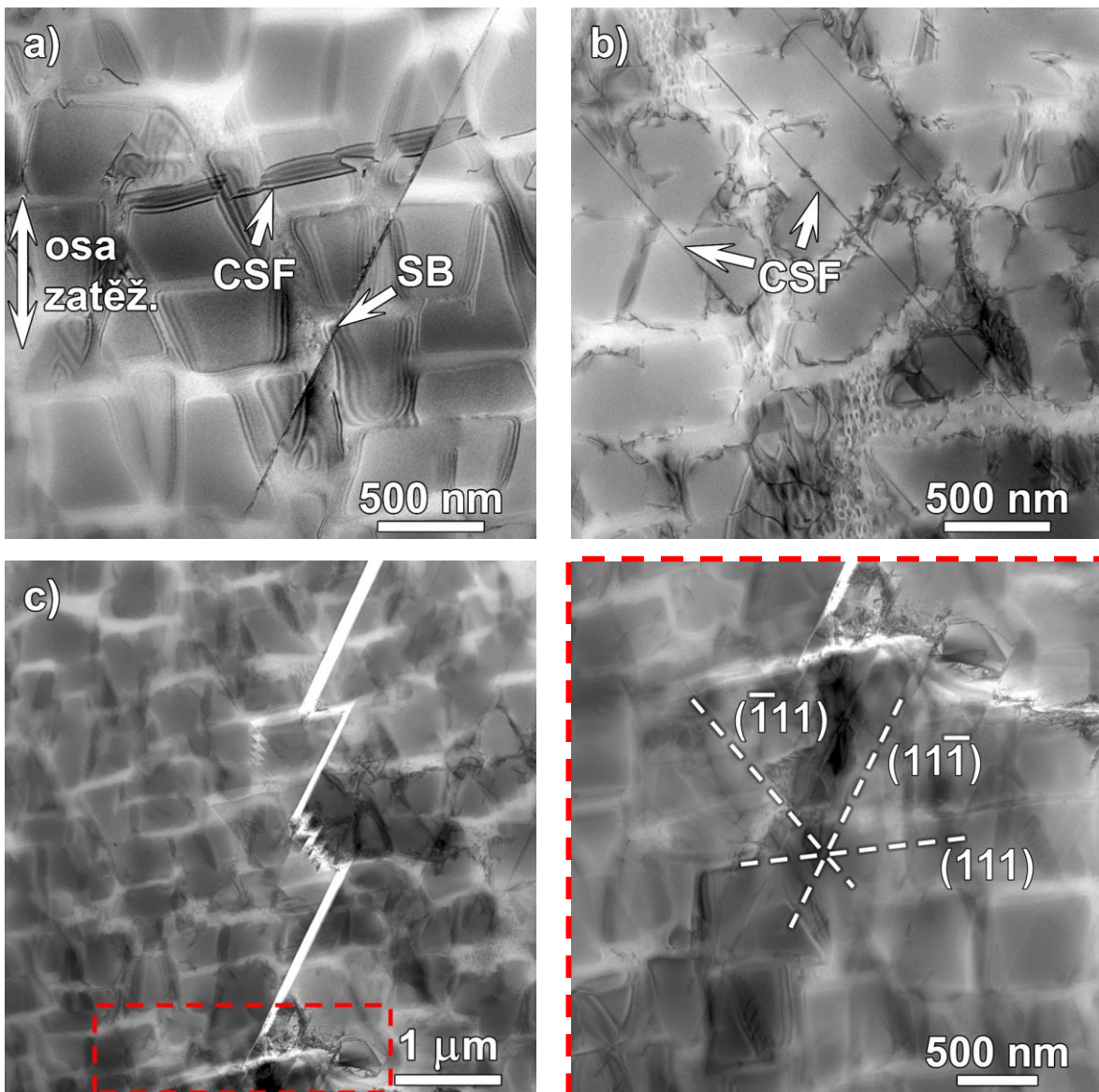
### 5.3 Mechanismus poškození

Identifikace mechanismu poškození byla provedena na základě pozorování rozvoje dislokační struktury v materiálu pomocí transmisní elektronové mikroskopie (TEM). Fólie byly vyrobeny z plátků, odřezaných z měrné délky zkušebních těles ve směru osy zatěžování. Dislokační struktury po únavovém zatěžování ( $R = -1$ ) byly pozorovány na tělesech porušených při životnostech okolo  $10^7$  cyklů. Pro jasnější popis aktivních mechanismů poškození během kombinovaného namáhání budou v této kapitole prezentovány pouze pozorování fólií ze zkušebních vzorků zatížených na jedné hodnotě středního napětí a různých amplitudách napětí. Tímto způsobem bude možné popsat vliv rostoucí únavové složky zatížení na dislokační struktury a potažmo deformační mechanismy. Pro IN 713LC jsou v následující kapitole zobrazeny dislokační struktury pro střední napětí 450 MPa při teplotě  $800 \text{ }^{\circ}\text{C}$  a pro MAR-M 247 jsou zobrazeny dislokační struktury pro střední napětí 300 MPa při teplotě  $900 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , neboť při těchto podmínkách dosahovala tělesa podobné životnosti. Z každého tělesa byly pozorovány nejméně dvě fólie, které byly získány z míst vzdálených minimálně 3 mm od magistrální trhliny.

### 5.3.1 Mechanismus poškození během únavového namáhání

#### a) IN 713LC

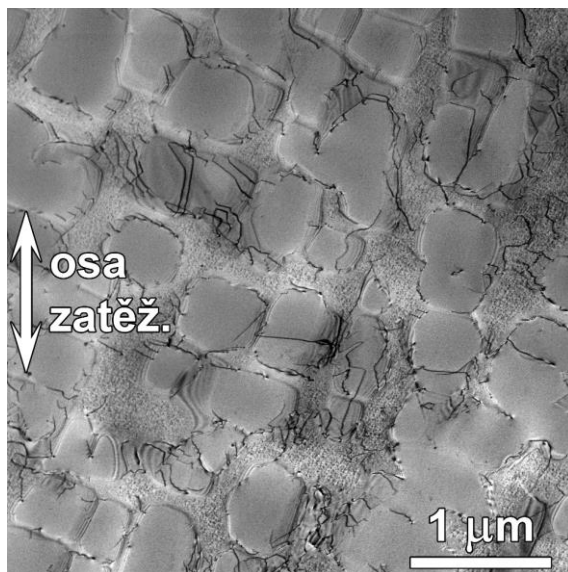
Typické dislokační struktury po únavovém namáhání v symetrickém cyklu při teplotě 800 °C jsou na obrázku 48. Ve struktuře se vyskytuje velké množství skluzových pásů (SB – slip bands), orientovaných v rovinách typu {111} a komplexních vrstevných chyb (CSF – complex stacking faults), obr. 48 a). Dislokace se mimo skluzové pásy nacházejí v malé hustotě také v kanálech matrice  $\gamma$ , ojediněle v precipitátech  $\gamma'$  (viz obr. 48 b). Šíření trhlin probíhá při teplotě 800 °C převážně ve skluzových páslech podle krystalografické orientace zrna. Příklad sekundární únavové trhliny je zobrazen na obr. 48 c). Trhlina se planárně šířila po dvou



Obr. 48 TEM snímky superslitiny IN 713LC zatěžované za podmínek  $T = 800\text{ °C}$ ;  $\sigma_a = 240\text{ MPa}$ ;  $N_f = 13,9 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 32,2\text{ h}$ .  
a) komplexní vrstevná chyba (CSF – complex stacking fault) a skluzový pás (SB – slip band); b) dislokace v kanálech matrice  $\gamma$ ;  
c) sekundární trhlina a detail jejího čela (vpravo).

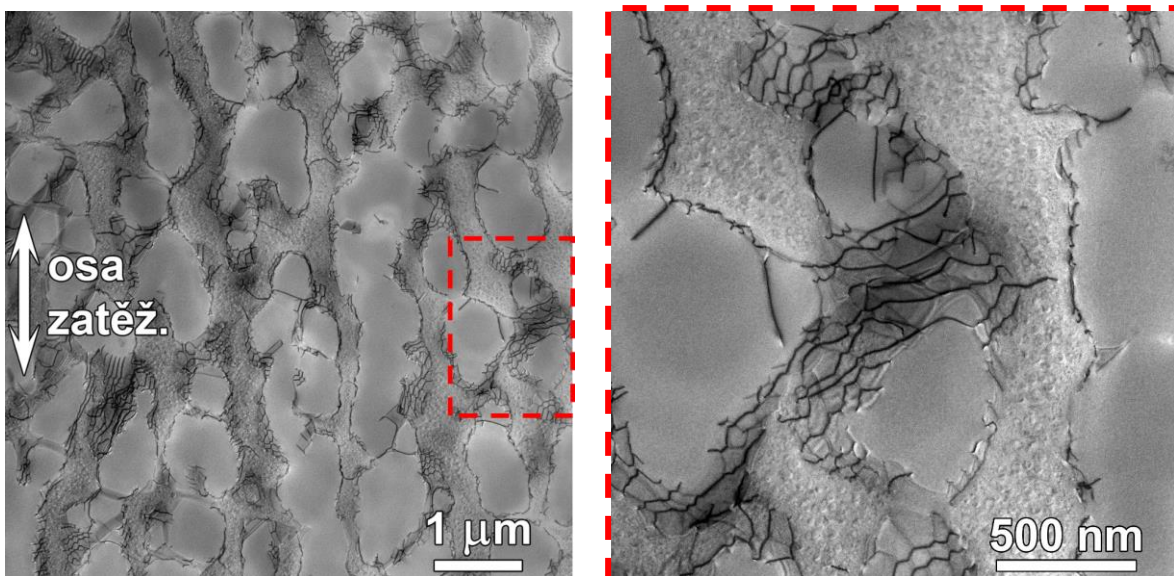
skluzových rovinách  $(1\ 1\ \bar{1})$  a  $(1\ 1\ 1)$ . Ve třetí skluzové rovině  $(\bar{1}\ 1\ 1)$  docházelo k lokalizaci plastické deformace, ale kvůli méně vhodné orientaci vůči ose zatěžování se v ní únavová trhlinka nešířila. Na detailu čela trhliny na obrázku vpravo je zobrazena lokalizace plastické deformace do všech tří skluzových rovin.

Zvýšením testovací teploty z 800 na 900 °C se výrazně změnil charakter uspořádání dislokací ze silně planárního s častými skluzovými pásy na neplanární. Obrázek 49 ukazuje dislokace rovnoměrně rozložené v kanálech matrice  $\gamma$ . Absence komplexních vrstevných chyb, jakožto typického průvodního jevu průchodu dislokace přes precipitát  $\gamma'$ , naznačuje, že dislokace se pohybují výlučně maticí  $\gamma$ .



*Obr. 49 TEM snímek superslitiny IN 713LC zatěžované za podmínek  
 $T = 900\text{ °C}$ ;  $\sigma_a = 210\text{ MPa}$ ;  $N_f = 7,7 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 18,5\text{ h}$ .  
Pohyb dislokací maticí  $\gamma$ , absence vrstevných chyb.*

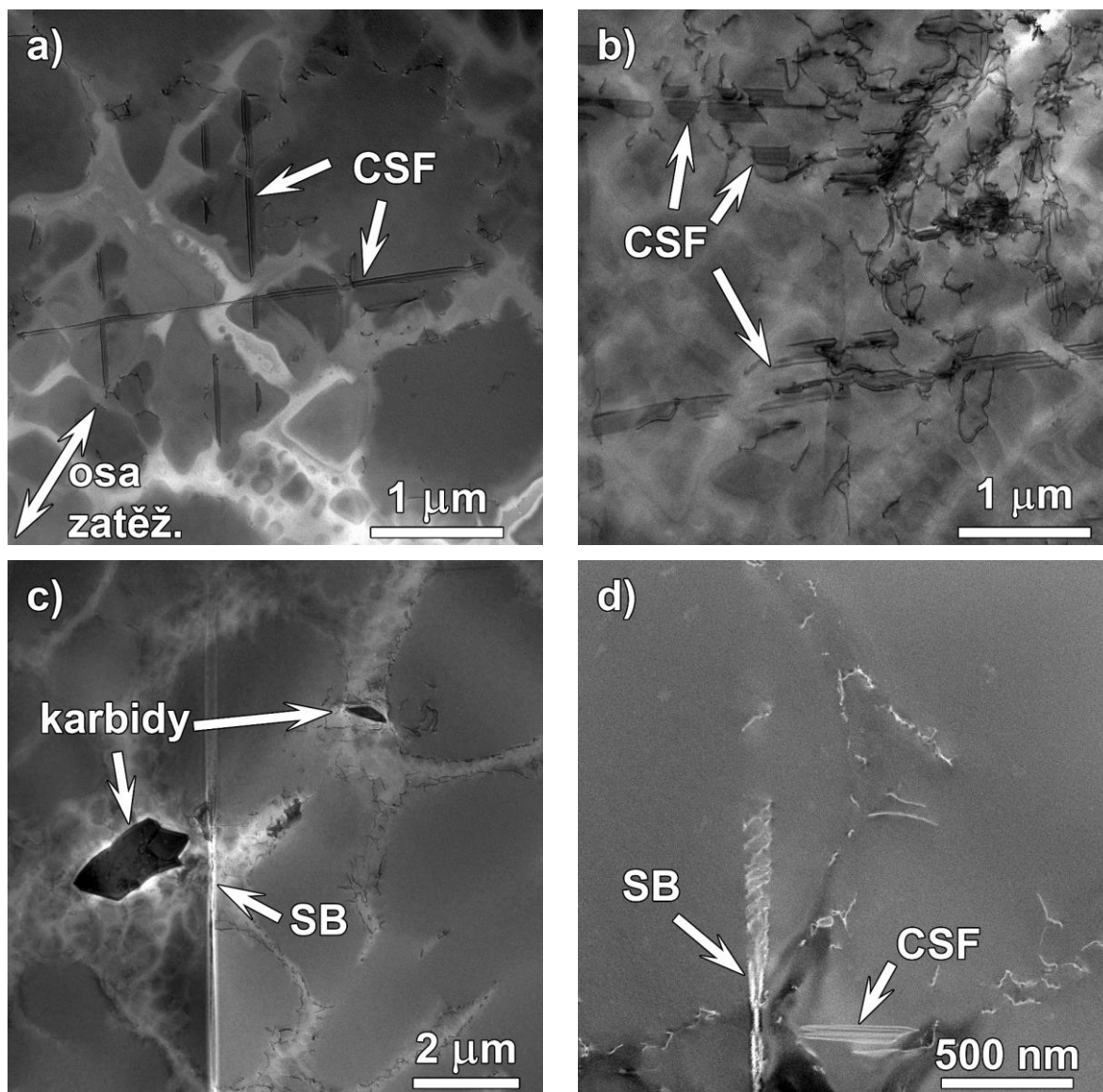
Charakteristické dislokační struktury po únavovém namáhání při teplotě 950 °C jsou na obr. 50. Dislokační struktura se výrazně změnila při porovnání se strukturami po cyklickém zatěžování na teplotách 800 a 900 °C. Dislokace se v matici  $\gamma$  uspořádávají do dislokačních sítí. Množství dislokací v precipitátech  $\gamma'$  se v porovnání s předchozími testovacími teplotami výrazně snížilo. Mimo změnu ve vzhledu dislokační struktury je také patrný rafting precipitátů  $\gamma'$  v ose zatěžování (což je typické pro zatěžování v tlaku), způsobený mechanickým zatížením za vysoké teploty.



Obr. 50 TEM snímky superslitiny IN 713LC zatěžované za podmínek  
 $T = 950\text{ °C}$ ;  $\sigma_a = 180\text{ MPa}$ ;  $N_f = 10,2 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 24,5\text{ h}$ .  
 Rafting precipitátů  $\gamma'$  a detail dislokační sítě v matici  $\gamma$  (vpravo).

#### b) MAR-M 247

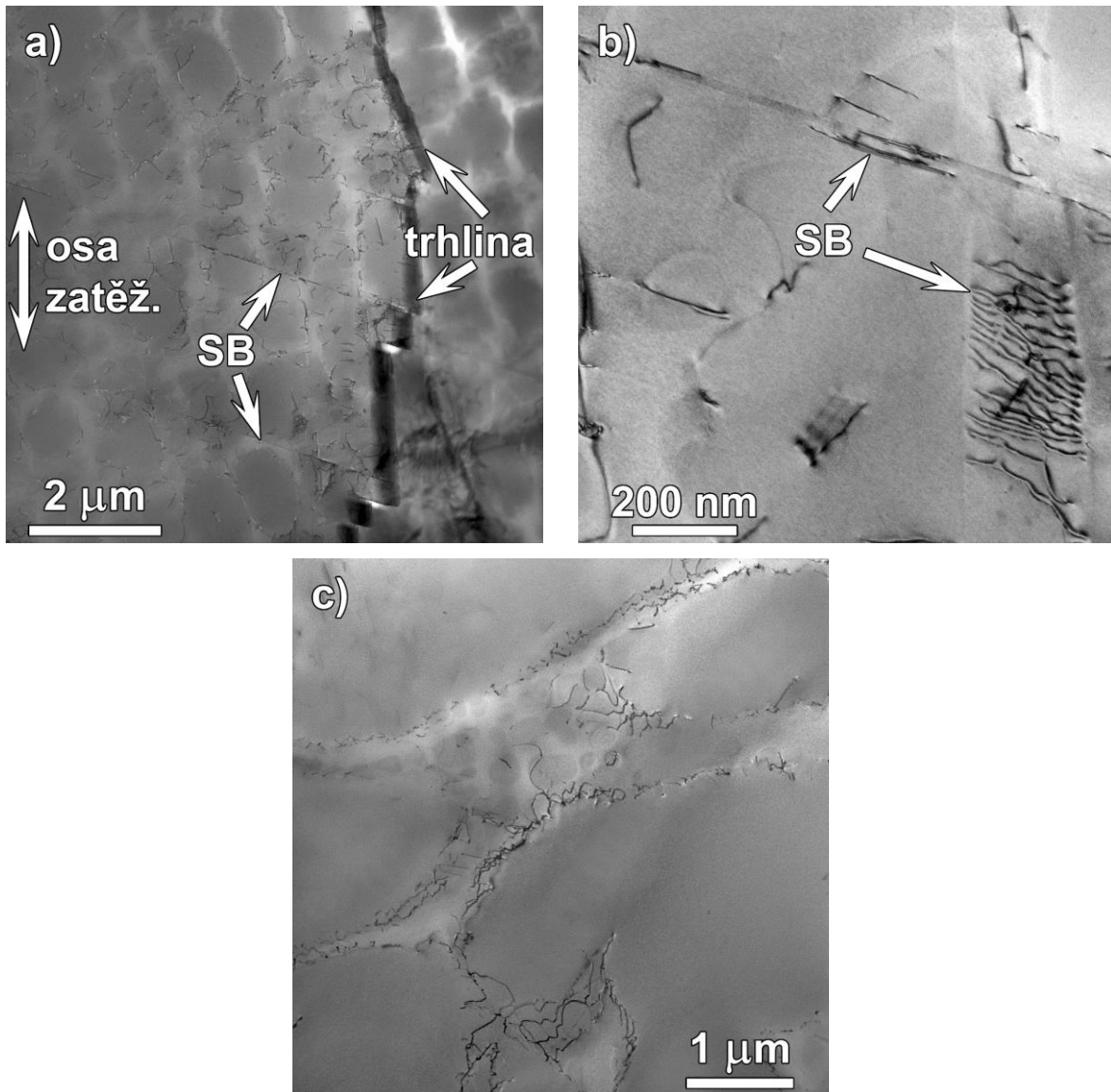
Dislokační struktura superslitiny MAR-M 247 po únavovém namáhání v symetrickém cyklu při teplotě  $800\text{ °C}$  je zobrazena na obr. 51. Typickým rysem je velké množství komplexních vrstevných chyb podél aktivních skluzových rovin typu  $\{111\}$ , obr. 51 a). Vysoká dislokační hustota v kanálech matrice  $\gamma$  byla pozorována v blízkosti míst s výraznou lokalizací plastické deformace, jako například oblasti s jemnými precipitáty  $\gamma'$  a v okolí karbidů, obr. 51 b). Mimo komplexních vrstevných chyb se ve struktuře vyskytuje velké množství skluzových pásů. Příklad skluzového pásu je zobrazen na obr. 51 c). Detail počátku jiného skluzového pásu s dislokacemi, usměrněnými do skluzového pásu, je v režimu tmavého pole zobrazen na obr. 51 d).



Obr. 51 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 zatěžované za podmínek  
 $T = 800 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ;  $\sigma_a = 260 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 7,0 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 15,7 \text{ h}$ .

a) komplexní vrstevné chyby ve dvou rovinách typu  $\{111\}$ ; b) lokalizace plastické deformace v okolí karbidu; c) příklad skluzového pásu; d) detail dislokací usměrněných do skluzového pásu.

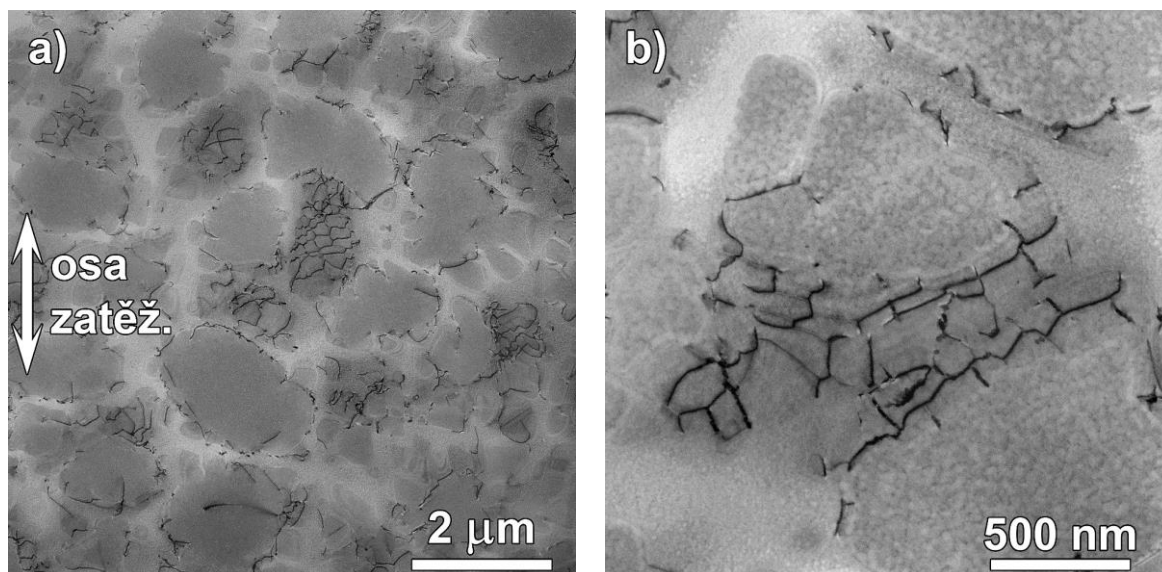
Zvýšení testovací teploty na  $900 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , obr. 52, nemělo na mechanismus poškození během únavového zatěžování výrazný vliv, ve struktuře se stále vyskytovaly komplexní vrstevné chyby a skluzové pásy. Na obr. 52 a) je dokumentována sekundární trhlina (výrazný kontrast je způsoben náklonem fólie a překryvem okrajů trhliny) a viditelné aktivní skluzové systémy podél rovin typu  $\{111\}$ . Přímé rovné segmenty svědčí o dominantním šíření trhlin podél skluzových rovin typu  $\{111\}$ . Detail skluzových pásů, protínajících precipitát  $\gamma'$ , je zobrazen na obr. 52 b). V oblastech bez lokalizace plastické deformace (viz obr. 52 c) se dislokace vyskytují především v matici  $\gamma$  a pouze ojediněle v precipitátech  $\gamma'$ .



Obr. 52 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 zatěžované za podmínek  $T = 900\text{ °C}$ ;  $\sigma_a = 240\text{ MPa}$ ;  $N_f = 17,5 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 39,7\text{ h}$ .  
 a) sekundární trhlina s planárním charakterem šíření; b) skluzové pásy v rovinách typu {111}; c) dislokační hustota v matici  $\gamma$  v oblastech bez lokalizace plastické deformace.

Oproti dislokačním strukturám při předchozích testovaných teplotách se dislokační struktura při teplotě 950 °C výrazně změnila. Dislokace se v matici  $\gamma$  uspořádávaly do dislokačních sítí, obr. 53 a). Detail dislokační sítě je zobrazen na obr. 53 b). Dislokační struktury, typické pro deformační mechanismy během cyklického namáhání na nižších teplotách, jako jsou skluzové pásy a komplexní vrstevné chyby v precipitátech  $\gamma'$ , nebyly nalezeny. Na rozdíl od superslitiny IN 713LC nebyl při únavových zkouškách superslitiny MAR-M 247 při teplotě 950 °C pozorován rafting precipitátů  $\gamma'$ .





Obr. 53 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 zatěžované za podmínek  $T = 950\text{ °C}$ ;  $\sigma_a = 220\text{ MPa}$ ;  $N_f = 14,7 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 33,2\text{ h}$ .  
 a) rozložení dislokací v matici  $\gamma$ ; b) detail dislokační sítě.

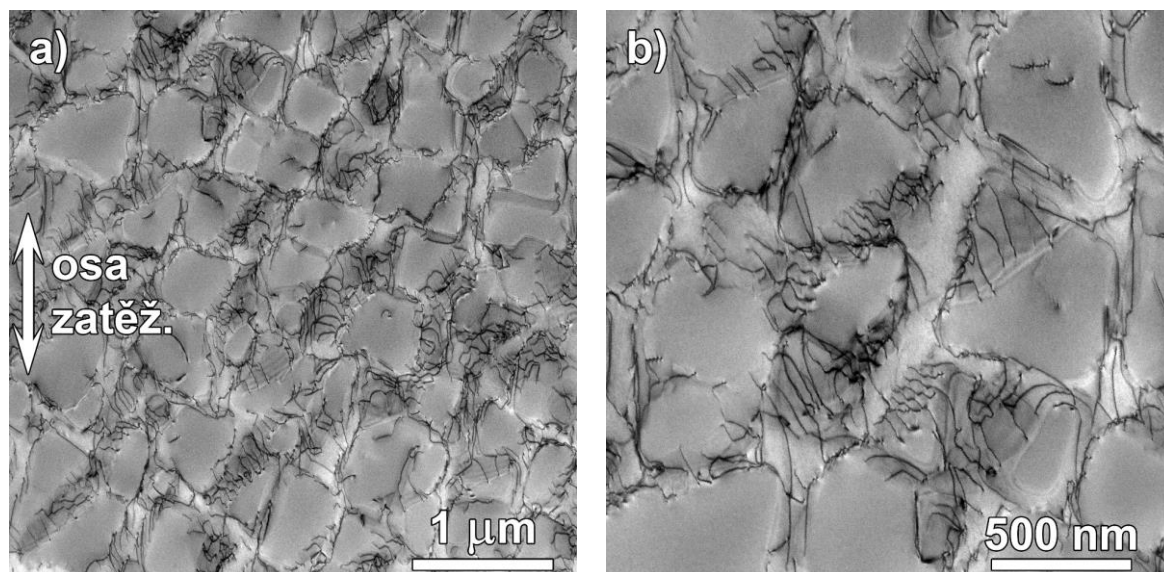
### 5.3.2 Mechanismus poškození během creepového namáhání

#### a) IN 713LC

Dislokační struktury superslitiny IN 713LC po creepovém namáhání napětím 450 MPa při teplotě 800 °C se výrazně odlišují od dislokačních struktur po únavovém namáhání (viz obr. 54). Obecně lze konstatovat, že dislokační hustota je výrazně vyšší po čistě creepovém namáhání než po čistě únavovém. Dislokace vytvářely v matici  $\gamma$  uspořádanou dislokační síť. Dislokace byly pozorovány také v precipitátech  $\gamma'$ , avšak jejich hustota byla velmi nízká a nedocházelo k jejich štěpení na parciální dislokace s komplexní vrstvenou chybou.

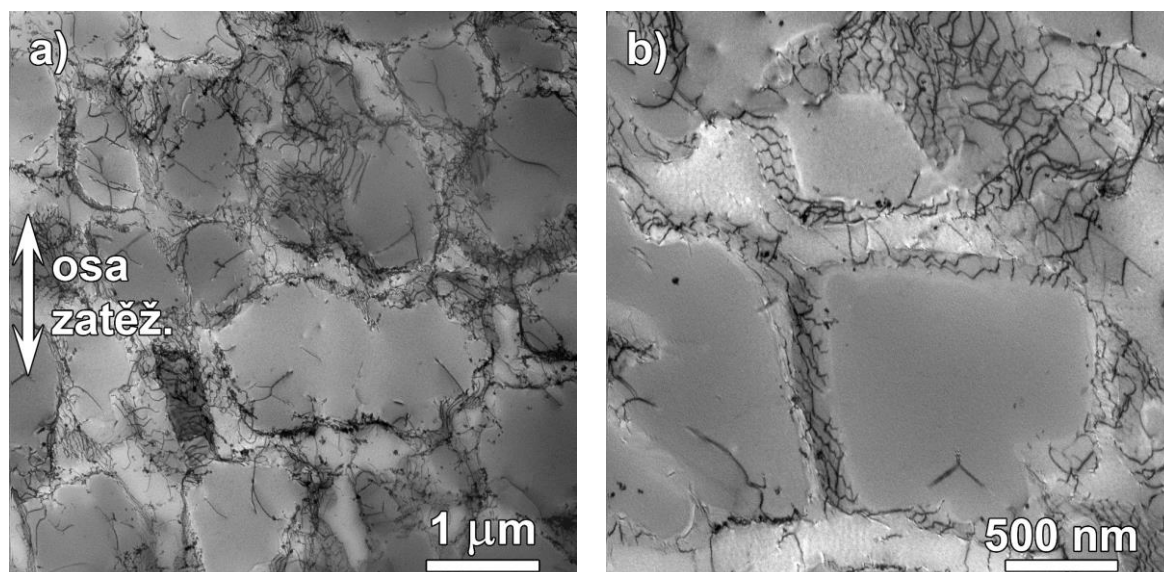
#### b) MAR-M 247

Dislokační struktury superslitiny MAR-M 247 charakteristické pro creepové namáhání napětím 300 MPa při teplotě 900 °C jsou zobrazeny na obrázku 55. Také u této superslitiny se dislokační struktura po creepovém namáhání výrazně odlišuje od dislokační struktury po únavovém namáhání. Dislokace vytvářely v matici  $\gamma$  uspořádanou dislokační síť a v malém množství dislokace procházely precipitáty  $\gamma'$ . Hustota dislokací je ve struktuře (především v matici  $\gamma$ ) po creepovém namáhání v porovnání s hustotou po únavovém namáhání výrazně vyšší. Komplexní vrstvené chyby nebyly ve struktuře pozorovány.



Obr. 54 TEM snímky superslitiny IN 713LC po creepovém namáhání za podmínek  $T = 800\text{ °C}$ ;  $\sigma_m = 450\text{ MPa}$ ;  $t_f = 286,7\text{ h}$ .

a) rozložení dislokací v matici  $\gamma$ ; b) detail dislokační sítě.



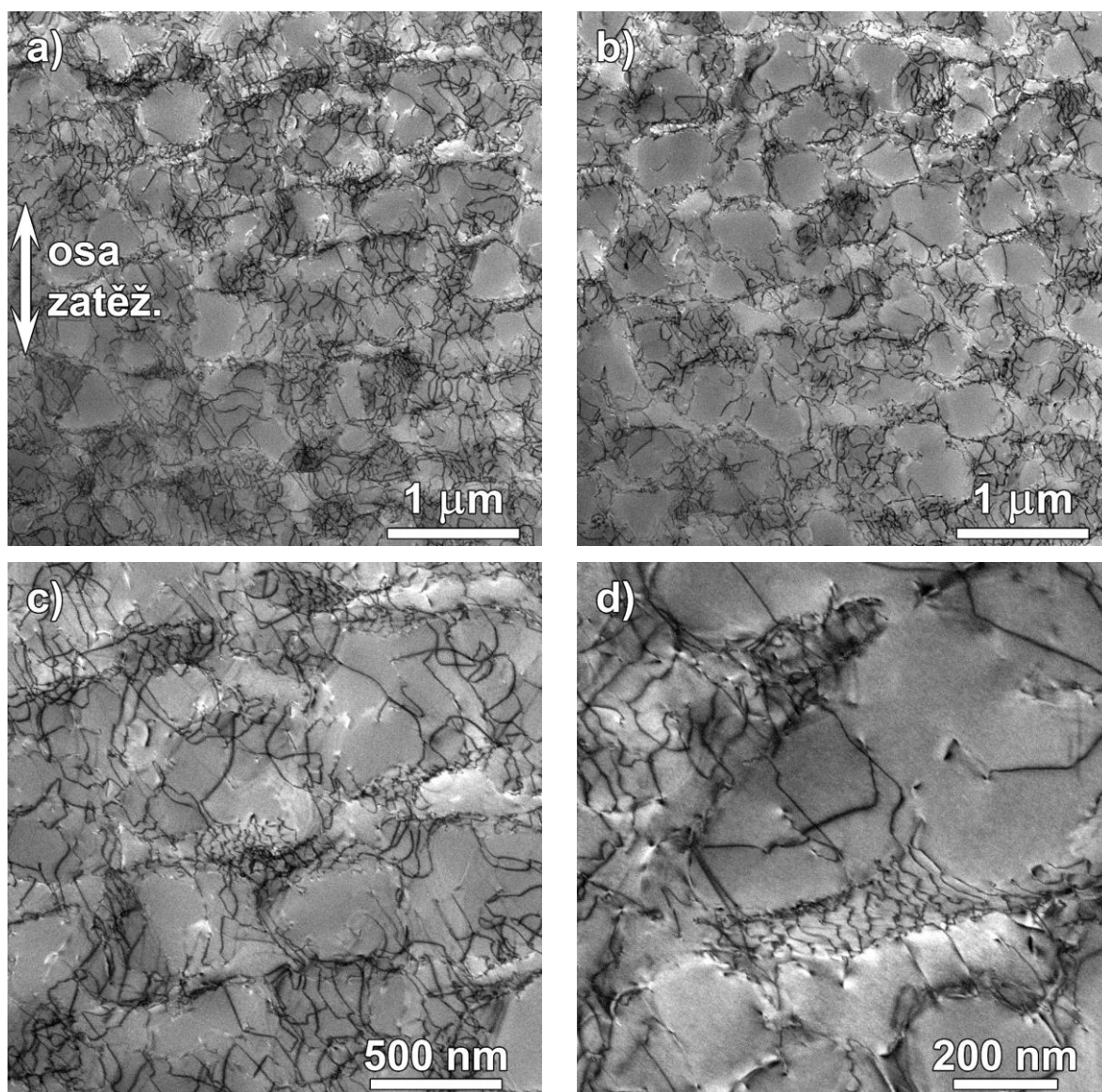
Obr. 55 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po creepovém namáhání za podmínek  $T = 900\text{ °C}$ ;  $\sigma_m = 300\text{ MPa}$ ;  $t_f = 322,4\text{ h}$ .

a) rozložení dislokací ve struktuře; b) detail dislokační sítě.

### 5.3.3 Mechanismus kombinovaného poškození únava-creep

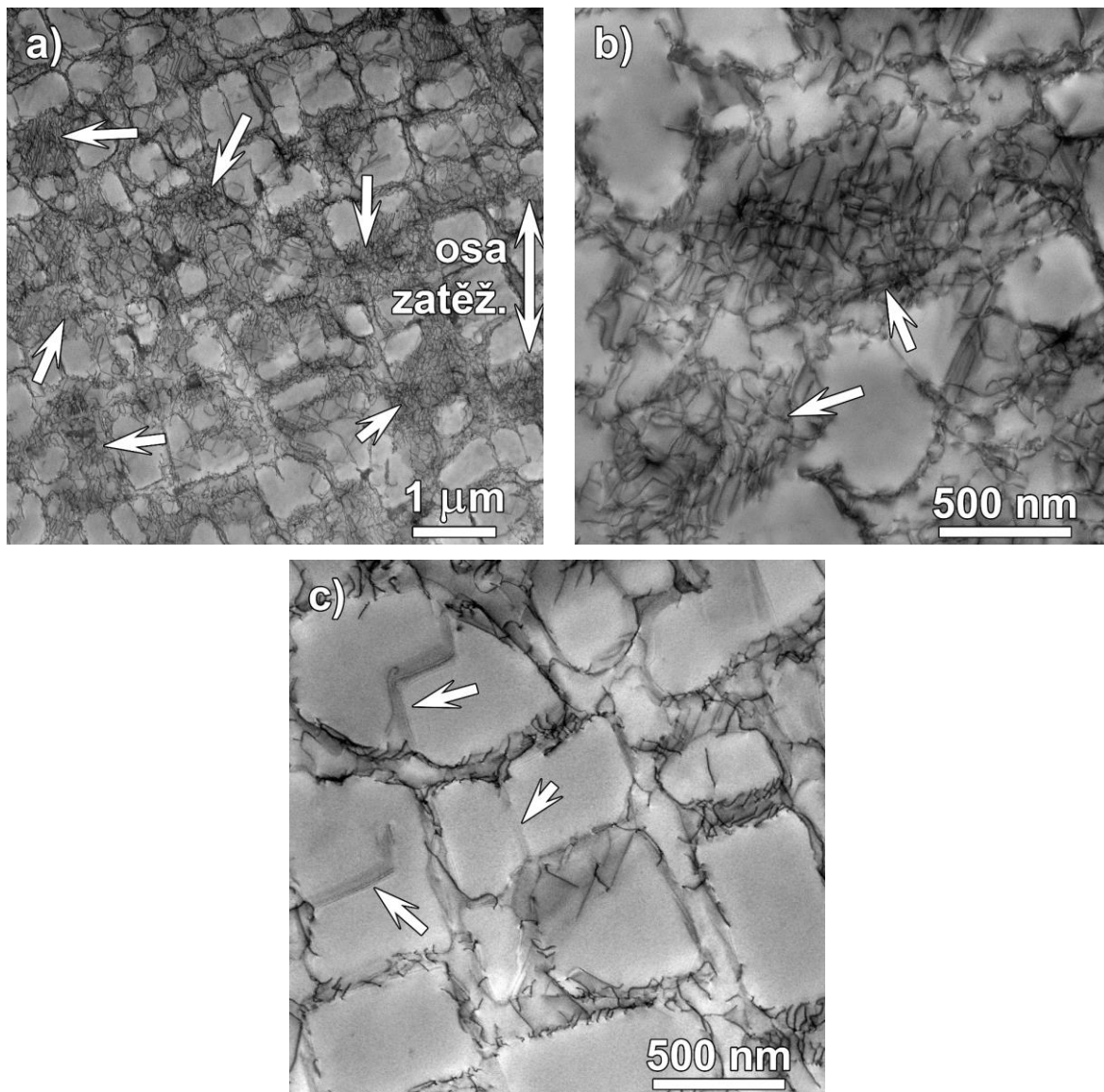
#### a) IN 713LC

Obrázek 56 ukazuje TEM snímky dislokačních struktur typických pro superslitinu IN 713LC namáhanou středním napětím 450 MPa a amplitudou napětí 40 MPa při teplotě 800 °C. V porovnání s čistě creepovým namáháním se při kombinovaném namáhání za výše uvedených podmínek hustota dislokací významně zvýšila, obr. 56 a) a b). Dislokace se stále nacházely především v matici  $\gamma$ , avšak výrazně větší množství dislokací se nacházelo také v precipitátech  $\gamma'$ , obr. 56 c). I když byly v některých místech pozorovány neuspořádané shluky dislokací, většinou se v matici  $\gamma$  vyskytovaly pravidelné dislokační sítě, obr. 56 d). Při těchto podmínkách namáhání převládá creepový mechanismus poškození.



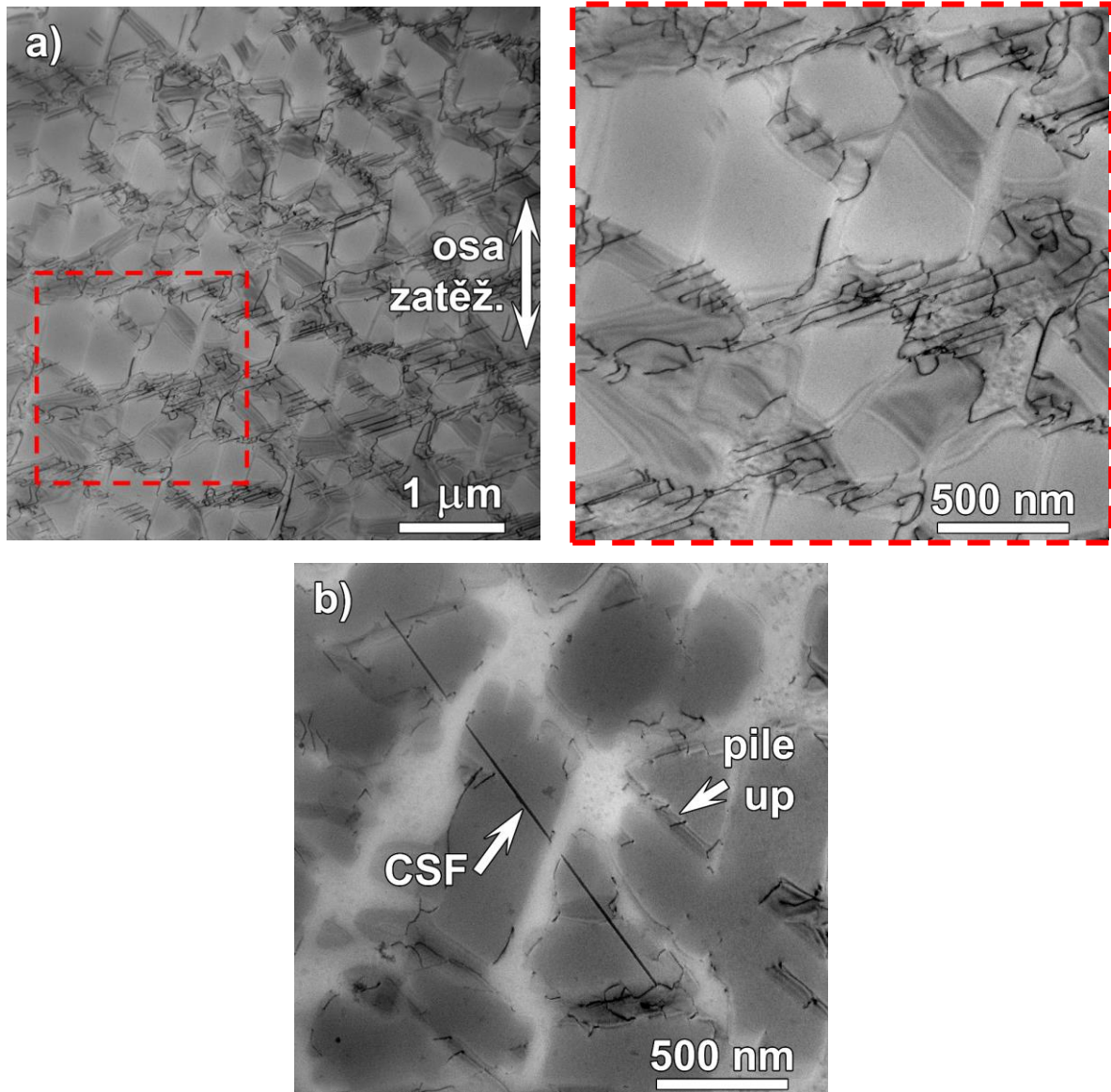
Obr. 56 TEM snímky superslitiny IN 713LC po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 800 \text{ °C}$ ;  $\sigma_m = 450 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 40 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 104,4 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 241,6 \text{ h}$ .  
a) a b) rozložení dislokací ve struktuře; c) výskyt dislokací v matici  $\gamma$  i precipitátech  $\gamma'$ ; d) detail dislokační sítě.

Příklady dislokačních struktur vytvořených namáháním středním napětím 450 MPa a amplitudou napětí 120 MPa jsou zobrazeny na obr. 57. V matici  $\gamma$  byla pozorována vysoká hustota dislokací, v některých místech došlo vlivem opakovaného průchodu dislokací precipitáty  $\gamma'$  k jejich rozpuštění do matrice  $\gamma$ , viz šipky v obr. 57 a) a detaily na obr. 57 b). Ve struktuře se nacházely jak neuspořádané shluky dislokací (creepové poškození), tak i dislokace krystalograficky orientované (únavové poškození). Ve struktuře několika fólií ale nebyly pozorovány žádné skluzové pásy a komplexní vrstevné chyby. Při tomto typu namáhání dochází k interakci creepového a únavového mechanismu poškození a s přispěním lokalizace cyklické plastické deformace na přítomných defektech je upřednostněn únavový mechanismus poškození pro iniciaci a šíření finální trhliny.



Obr. 57 TEM snímky superslitiny IN 713LC po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 800\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;  $\sigma_m = 450\text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 120\text{ MPa}$ ;  $N_f = 10,4 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 24,5\text{ h}$ .  
a) rozložení dislokací ve struktuře, šipky označují místa s chybějícími precipitáty  $\gamma'$ ;  
b) detail míst s rozpuštěnými precipitáty; c) planární průchod dislokací precipitáty  $\gamma'$ .

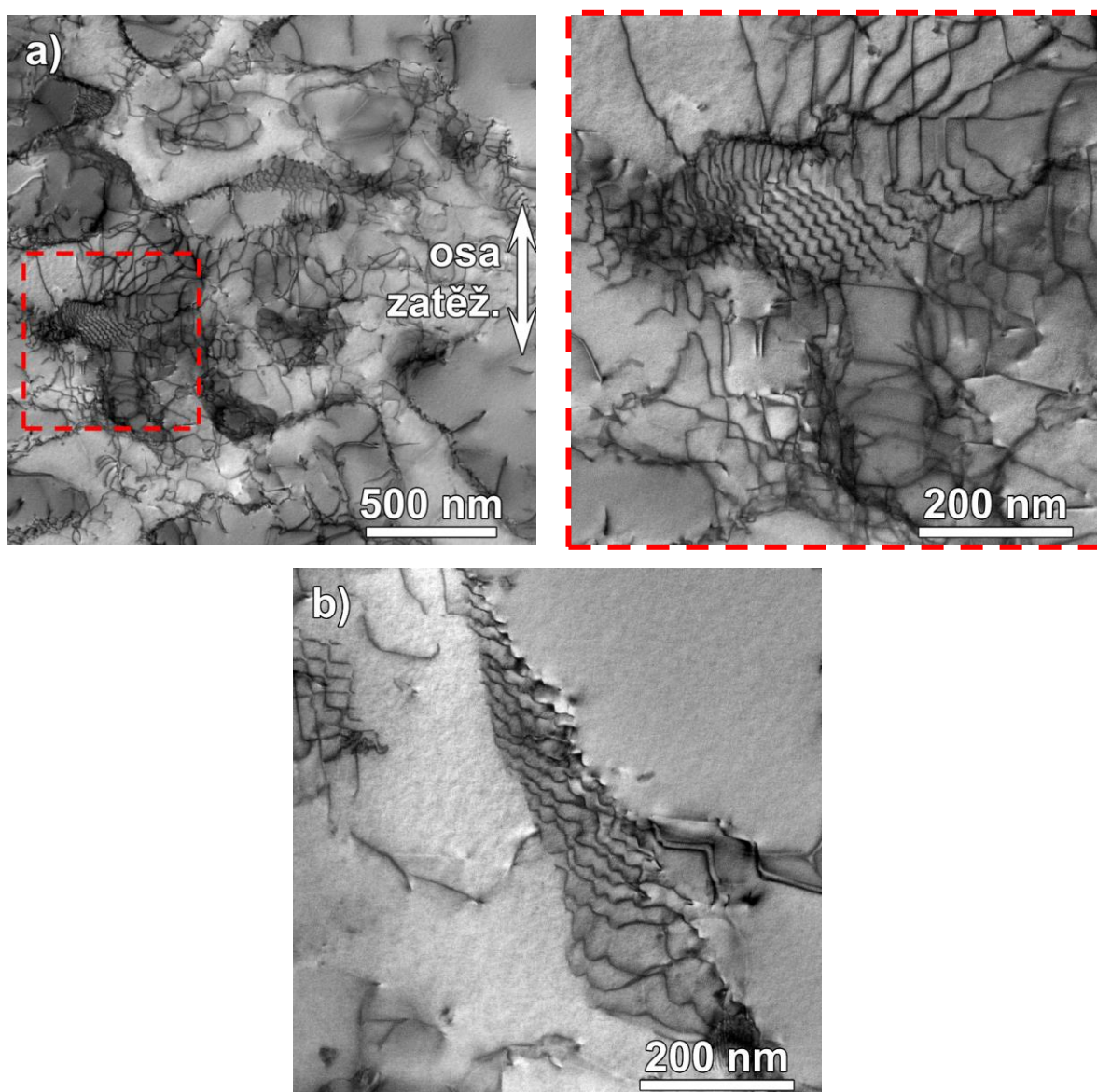
Zvýšení amplitudy napětí na 160 MPa při středním napětí, 450 MPa, vedlo k usměrnění dislokací do krystalografické orientace vůči ose zatěžování, viz obr. 58 a) a detail na obrázku vpravo. Dislokace se nacházely především v matici  $\gamma$ , ojediněle v precipitátech  $\gamma'$ . Ve struktuře byly také pozorovány komplexní vrstevné chyby i lokálně uspořádané dislokace „pile up“ mechanismem v precipitátech  $\gamma'$ , viz obr. 58 b). Konečné vytvoření skluzových pásů ale nebylo v připravených fóliích pozorováno. Pro tento typ zatěžování je únavový mechanismus poškození řídicím mechanismem, na němž bude záviset výsledná životnost materiálu.



Obr. 58 TEM snímky superslitiny IN 713LC po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 800 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  $\sigma_m = 450 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 160 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 0,6 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 1,3 \text{ h}$ .  
 a) dislokační struktura dislokací a detail usměrnění dislokací (vpravo);  
 b) komplexní vrstevné chyby a uspořádané dislokace v precipitátech  $\gamma'$ .

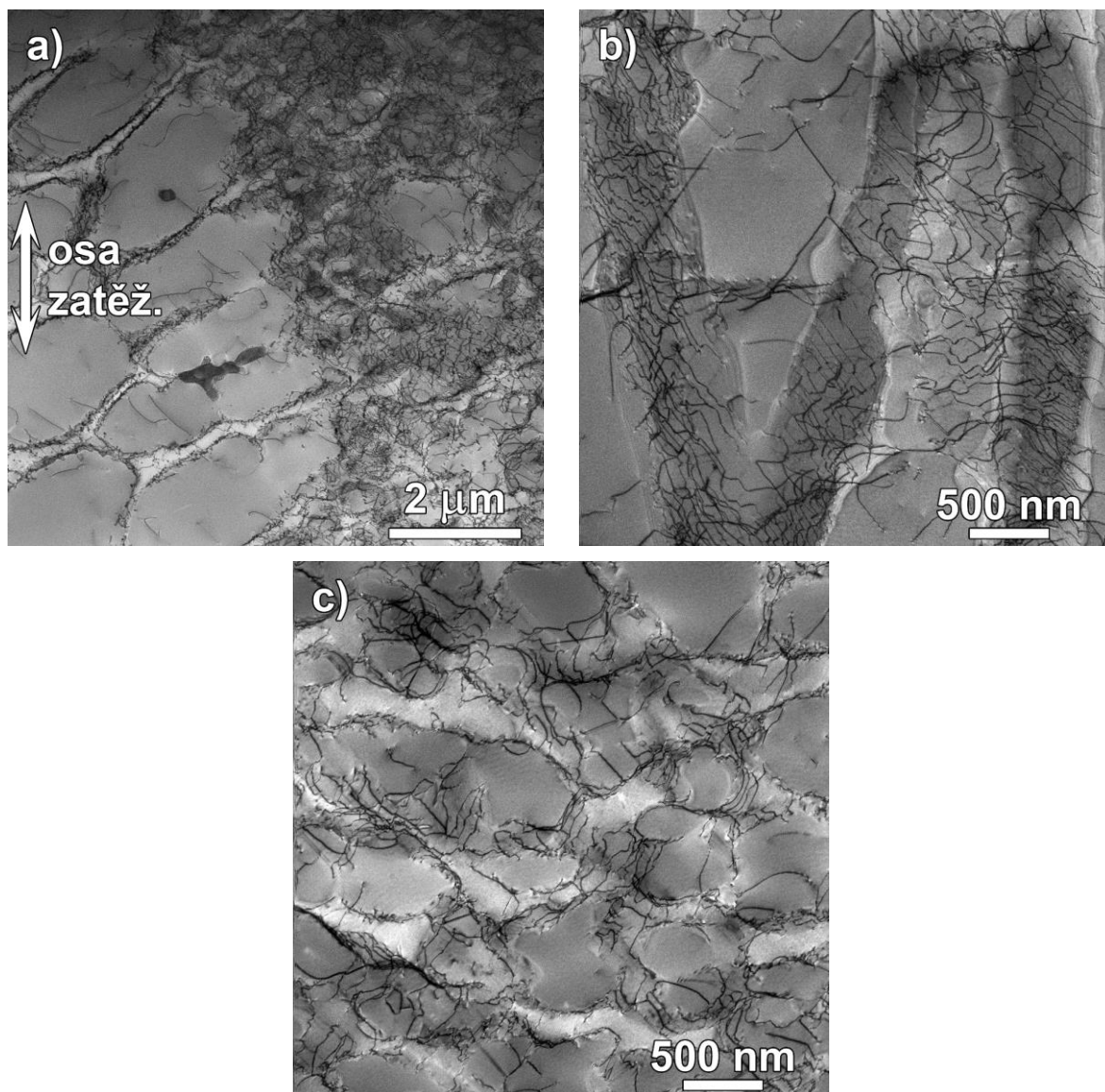
*b) MAR-M 247*

Typické dislokační struktury superslitiny MAR-M 247 po namáhání středním napětím 300 MPa a amplitudou napětí 40 MPa při teplotě 900 °C jsou zobrazeny na obrázku 59. V oblasti s malými precipitáty  $\gamma'$  byla v matici  $\gamma$  pozorována pravidelná dislokační síť, obr. 59 a), jejíž detail je zobrazen na obrázku vpravo. V oblasti s hrubými precipitáty  $\gamma'$  vytvářely dislokace v matici  $\gamma$  také uspořádanou síť, viz obr. 59 b). Hustota dislokací v matici  $\gamma$  byla v oblasti s hrubými precipitáty  $\gamma'$  vyšší než v oblasti s jemnými precipitáty. V precipitátech  $\gamma'$  (jemných i hrubých) se oproti čistě creepovému namáhání vyskytovalo větší množství dislokací. Přesto dislokační struktura vytvořená během kombinovaného namáhání za výše uvedených podmínek především odpovídá creepovému mechanismu poškození.



*Obr. 59 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 900\text{ °C}$ ;  $\sigma_m = 300\text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 40\text{ MPa}$ ;  $N_f = 138,1 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 305,0\text{ h}$ .  
a) dislokační struktura superslitiny a detail dislokační sítě v matici  $\gamma$  (vpravo);  
b) detail dislokační sítě v matici  $\gamma$  v oblasti hrubých precipitátů  $\gamma'$ .*

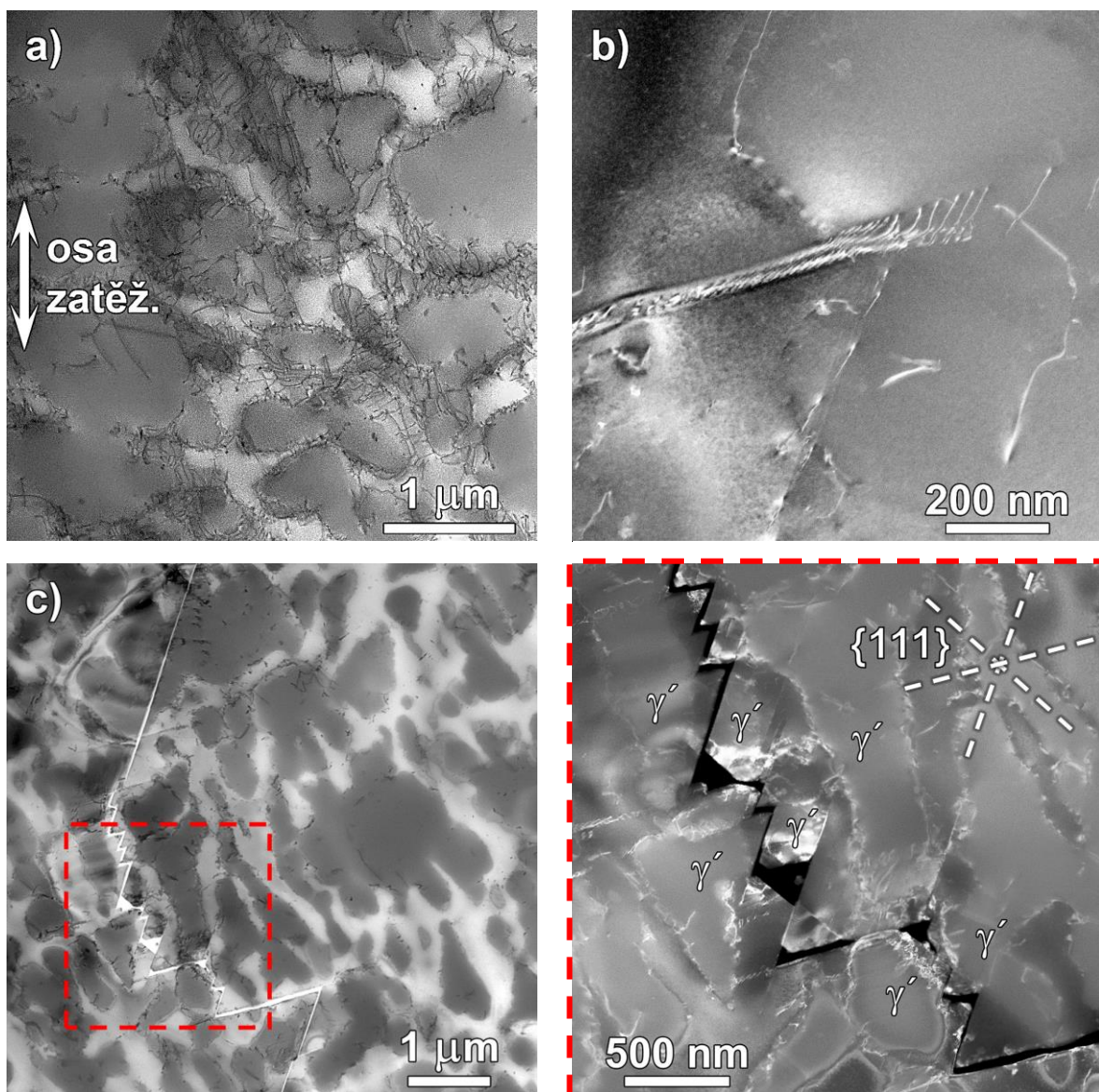
Obrázek 60 zobrazuje dislokační struktury vytvořené po namáhání středním napětím 300 MPa a amplitudou napětí 80 MPa. Hustota dislokací ve struktuře superslitiny je v porovnání s předchozím stavem na obr. 59 stále vysoká, především v oblastech s jemnými precipitáty  $\gamma'$ , viz obr. 60 a). Zde už ale dislokační struktura nebyla tvořena uspořádanou dislokační sítí, ale pouze uspořádaným nakupením dislokací. Ty se nacházely především v matici  $\gamma$ , a to jak v oblasti s hrubými precipitáty  $\gamma'$ , obr. 60 b), tak i v oblastech s jemnými precipitáty  $\gamma'$ , obr. 60 c). Ve struktuře nebyly pozorovány žádné skluzové pásy ani komplexní vrstevné chyby. Při tomto typu namáhání stále převládá creepový mechanismus poškození.



Obr. 60 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;  $\sigma_m = 300\text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 80\text{ MPa}$ ;  $N_f = 78,2 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 173,9\text{ h}$ .  
a) rozdílná dislokační hustota v oblasti hrubých a jemných precipitátů  $\gamma'$ ; b) detail nakupení dislokací v oblasti hrubých precipitátů  $\gamma'$ ; c) detail nakupení dislokací v oblasti jemných precipitátů  $\gamma'$ .

Typické dislokační struktury po namáhání středním napětím 300 MPa a amplitudou napětí 120 MPa jsou zobrazeny na obrázku 61. Ve struktuře tělesa byla pozorována interakce

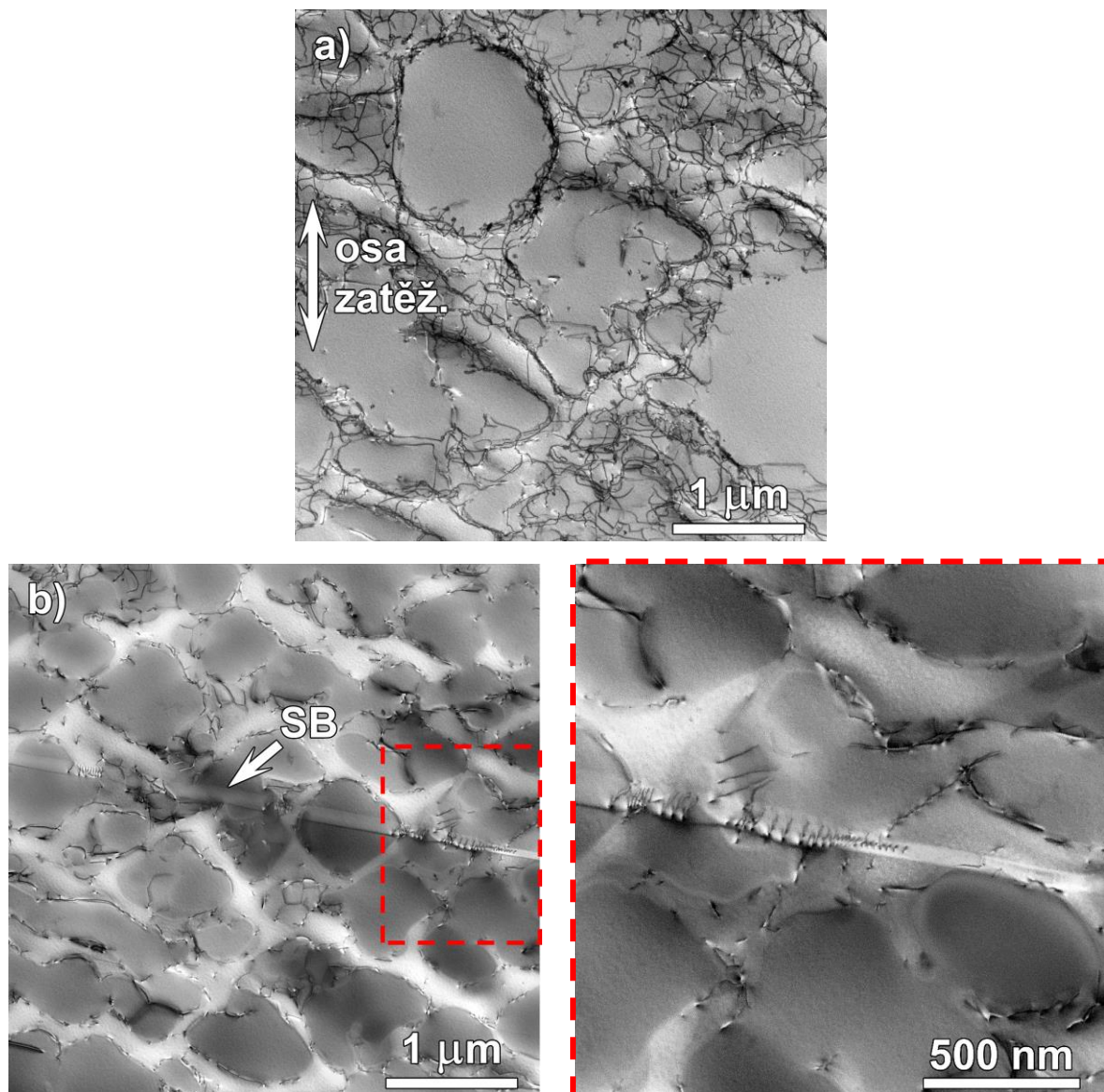
creepového a únavového mechanismu poškození. Dislokační struktura byla na mnoha místech několika pozorovaných fólií tvořena uspořádaným nakupením dislokací v matici  $\gamma$ , viz obr. 61 a). Lokálně se ve struktuře vyskytovaly oblasti s částečně rozpuštěnými zpevňujícími precipitáty  $\gamma'$ . Oproti předchozím typům namáhání s nižšími amplitudami napětí dislokační hustota ve struktuře poklesla. V jiných částech dislokační struktury byla naopak pozorována lokalizace dislokací do skluzových pásů, viz obr. 61 b). Příklad sekundární trhliny, vytvořené únavovým mechanismem poškození, je zobrazen na obr. 61 c). Trhlina se šířila planárním mechanismem v rovinách typu  $\{111\}$ . V některých místech obcházela únavová trhlina planárním mechanismem zpevňující precipitáty  $\gamma'$ , viz detail trhliny na obrázku vpravo. Zároveň je na detailu patrné vysoké nakupení dislokací do skluzových pásů v různých rovinách. Ve struktuře se mimo skluzové pásy nacházely také komplexní vrstevné chyby svědčící o častém pohybu dislokací přes precipitáty.



Obr. 61 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 120 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 74,0 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 171,8 \text{ h}$ .  
a) nakupení dislokací v matici  $\gamma$ ; b) dislokace ve skluzovém pásu; c) sekundární trhlina a detail trhliny s aktivními skluzovými systémy (vpravo).

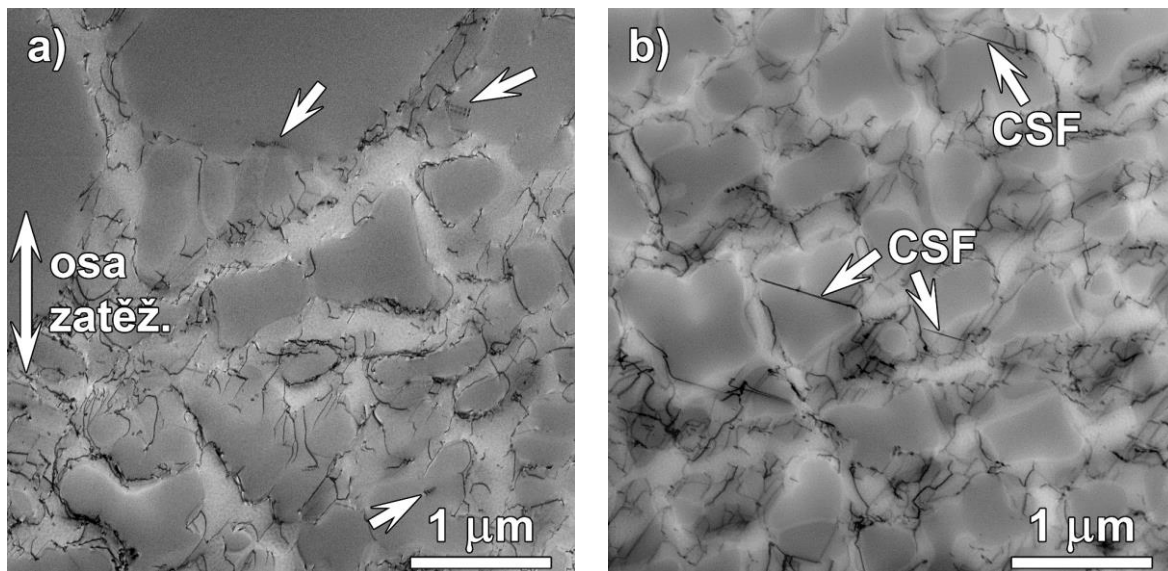


Další navýšení amplitudy napětí na 160 MPa při stejném středním napětí vedlo ke změně uspořádání dislokací v oblastech vzdálených od skluzových pásů, kde byla zvýšena hustota dislokací. V těchto oblastech se dislokace pohybovaly zejména creepovým mechanismem – v matici  $\gamma$  se dislokace uspořádávaly do shluků, obr. 62 a) a jejich hustota oproti výše popsaným zátěžným podmínkám (tj. při nižších amplitudách napětí) opět poklesla. Mimo to se dislokace uspořádávaly do skluzových pásů. Příklad skluzového pásu je zobrazen na obr. 62 b) a detail dislokací uspořádaných do skluzového pásu je na obrázku vpravo. V oblastech se skluzovými pásy je dislokační hustota v kanálech  $\gamma$  velmi malá.



Obr. 62 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;  $\sigma_m = 300\text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 160\text{ MPa}$ ;  $N_f = 50,7 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 117,8\text{ h}$ .  
a) rozložení dislokací v oblastech bez skluzových pásů; b) skluzový pás a detail dislokací ve skluzovém pásu (vpravo).

Zatěžování amplitudou napětí 200 MPa se středním napětím 300 MPa vedlo k rovnoměrnému rozložení dislokací (nevytvářely se heterogenní oblasti s vysokou a nízkou dislokační hustotou) ve struktuře, což je ukázáno na obrázku 63. Celkově byla hustota dislokací nízká (srovnatelná s hustotou dislokací okolo skluzových pásů při namáhání amplitudami napětí 120 a 160 MPa). V dislokační struktuře několika fólií bylo pozorováno nakupení dislokací „pile up“ mechanismem v precipitátech  $\gamma'$  a vytvářely lokální útvary o délce v rozmezí 250 – 400 nm, viz šipky v obr. 63 a). Dlouhé skluzové pásy ale nebyly ve struktuře nalezeny, byly nalezeny pouze komplexní vrstevné chyby s délkou maximálně přes jeden precipitát  $\gamma'$ , obr. 63 b).



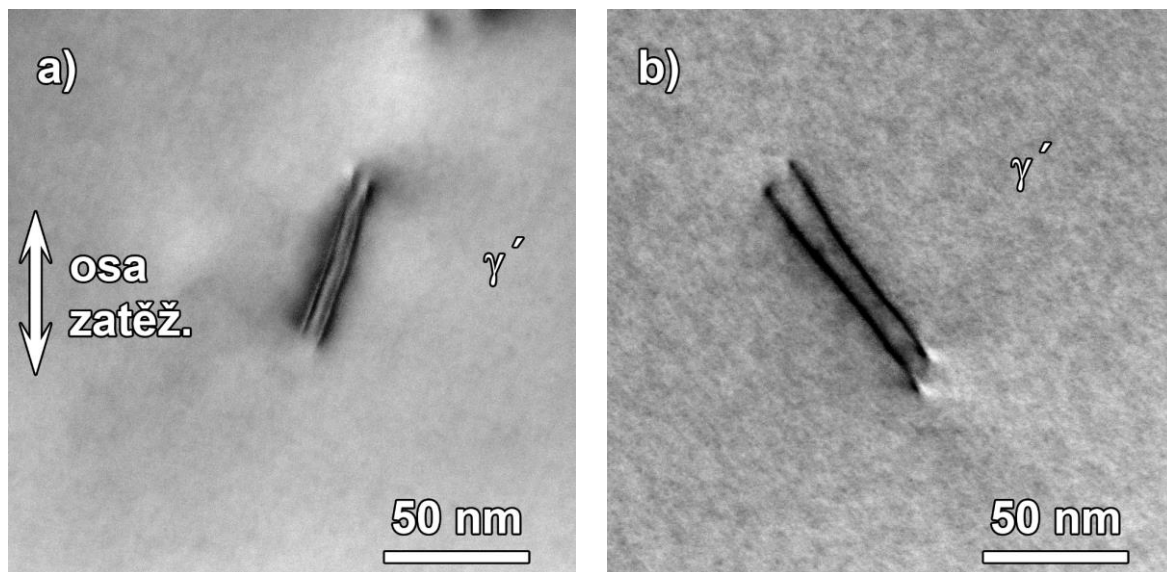
Obr. 63 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;  $\sigma_m = 300\text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 200\text{ MPa}$ ;  $N_f = 3,0 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 7,2\text{ h}$ .  
a) dislokační struktura s hrubými a jemnými precipitáty  $\gamma'$ , šipky označují místa s lokálním nahromaděním dislokací pile-up mechanismem; b) komplexní vrstevné chyby v precipitátech  $\gamma'$ .

## 6 DISKUSE ZÍSKANÝCH VÝSLEDKŮ

### 6.1 Únavové poškození niklových superslitin

Pro únavový mechanismus poškození je typické uspořádání dislokací v důsledku lokalizace plastické deformace do skluzových rovin typu  $\{111\}$ , ve kterých se vytvářejí skluzové pásy i komplexní vrstevné chyby. S rostoucí teplotou dochází k poklesu množství skluzových pásů ve struktuře [67, 69]. To bylo také pozorováno v dislokačních strukturách superslitin IN 713LC a MAR-M 247 po únavovém zatěžování. V obou superslitinách při teplotě 800 °C byly dislokační struktury tvořeny zejména skluzovými pásy, které se nacházely ve vhodně orientovaných skluzových rovinách typu  $\{111\}$ , a komplexními vrstevnými chybami. V precipitátech  $\gamma'$  i matrici  $\gamma$  byla mimo skluzové pásy pozorována nízká hustota dislokací. Zvýšení teploty na 900 °C nemělo na vzhled dislokační struktury superslitiny MAR-M 247 výrazný vliv a ve struktuře se stále nacházelo velké množství skluzových pásů. Naproti tomu v superslitině IN 713LC nebyly při teplotě 900 °C skluzové pásy pozorovány. Přesto byla hustota dislokací v IN 713LC nízká. K výrazné změně vzhledu dislokační struktury obou superslitin došlo při teplotě 950 °C. V dislokačních strukturách nebyly pozorovány skluzové pásy ani komplexní vrstevné chyby a dislokace se v obou superslitinách lokalizovaly v matrici  $\gamma$  a vytvářely pravidelné dislokační sítě.

Pokles únavových vlastností s rostoucí teplotou je zapříčiněn zvýšenou mobilitou dislokací v materiálu. Mobilita dislokací je závislá nejen na působícím napětí, ale také na množství aktivních skluzových rovin a energii vrstevné chyby. Ty jsou ovlivněny zejména chemickým složením superslitiny. Problematika průchodu dislokací zpevňujícími precipitáty  $\gamma'$  byla studována v několika publikacích [61, 64, 65]. Baluc a Schäublin [65] provedli detailní analýzu superdislokací v precipitátech  $\gamma'$  v rozsahu teplot 77 – 1280 K (-196 – 1007 °C) a v závislosti na teplotě stanovili tři režimy a dvě přechodové oblasti odlišného uspořádání dislokací v precipitátech  $\gamma'$ . Ve třetím režimu uspořádání dislokací, který probíhá v rozmezí teplot 900 – 1280 K (627 – 1007 °C), se mohou superdislokace při průchodu precipitáty  $\gamma'$  štěpit na tři (nebo čtyři) parciální dislokace nebo mohou procházet precipitáty  $\gamma'$  jako dvě nerozštěpené dislokace. To odpovídá pozorování uspořádání dislokací v precipitátech  $\gamma'$  superslitin IN 713LC a MAR-M 247. Příklady superdislokací v precipitátech  $\gamma'$  superslitiny IN 713LC při teplotách 800 a 950 °C jsou zobrazeny na obr. 64. Při nižší teplotě (800 °C) bylo pozorováno rozštěpení superdislokací na čtyři parciální dislokace, viz obr. 64 a). Tím dislokace dosáhly energeticky výhodného průchodu zpevňujícími precipitáty  $\gamma'$ . Vyšší teplota (950 °C) ale poskytuje tak vysokou energii k mobilitě dislokací, že pokud se dislokace dostanou do precipitátu, nemusejí se během průchodu zpevňujícími precipitáty  $\gamma'$  superdislokace štěpit na čtyři (nebo tři) parciální dislokace, ale mohou precipitáty  $\gamma'$  procházet pouze v páru dvou dislokací, viz obr. 64 b). Důsledkem je pokles životnosti testovaných superslitin, který je ukázán na obrázcích 26 a 34.



Obr. 64 TEM snímek superdislokací v precipitátech  $\gamma'$  superslitiny IN 713LC cyklované při  
 a) 800 °C, superdislokace je rozštěpená na čtyři parciální dislokace;  
 b) 950 °C, superdislokace je tvořena dvěma dislokacemi.

Superslitina MAR-M 247 obsahuje oproti IN 713LC zvýšené množství hafnia, které zlepšuje stabilitu precipitátů  $\gamma'$ . Heredia a Pope [100] a Kruml a kol. [62] studovali vliv hafnia na zpevnění precipitátů  $\gamma'$ . Pozorovali, že přidáním 1 až 3 hm. % hafnia vzrostla energie vrstevné chyby v precipitátech  $\gamma'$  a došlo k navýšení mechanických vlastností při zvýšených teplotách. Kotval a kol. [101] zase pozorovali změnu struktury superslitiny IN 713LC přidáním 1,5 hm. % hafnia, kdy se změnila morfologie precipitátů  $\gamma'$  z původně kubických precipitátů  $\gamma'$ , které byly ve struktuře homogenně rozloženy, na směs hrubých oválných a jemných kubických heterogenně rozmístěných precipitátů  $\gamma'$ . Ty se vzhledem velice blíží morfologii precipitátů  $\gamma'$  v superslitině MAR-M 247. Z toho lze vyvodit závěr, že za heterogenní morfologii precipitátů  $\gamma'$  v superslitině MAR-M 247 je zodpovědná přítomnost hafnia. Mimo jiné legury obsahuje superslitina MAR-M 247 i přibližně 10 hm. % wolframu a kobaltu, které pomáhají stabilizovat matici  $\gamma$  při vyšších teplotách. V důsledku lépe stabilizované struktury (precipitáty  $\gamma'$  i matrice  $\gamma$ ) superslitiny MAR-M 247 oproti IN 713LC se ve struktuře vyskytují skluzové pásy i při teplotě 900 °C a při všech testovaných podmínkách (únarové zkoušky za 800, 900 a 950 °C a kombinované únava-creep zkoušky při 900 °C) nebyl ve struktuře pozorován rafting precipitátů  $\gamma'$ . Naproti tomu v superslitině IN 713LC byly ve struktuře pozorovány skluzové pásy pouze při teplotě 800 °C a struktura byla za testovaných podmínek méně odolná vůči raftingu precipitátů  $\gamma'$ . Ten byl pozorován při únarových zkouškách v symetrickém cyklu při teplotě 950 °C (viz obr. 50). Pokud je materiál namáhán v tahu, usměrňují se precipitáty kolmo k ose zatěžování [102]. Při tlakovém namáhání se naopak precipitáty usměrňují rovnoběžně s osou zatěžování [103]. Z orientace precipitátů  $\gamma'$  po únarových zkouškách superslitiny IN 713LC v symetrickém cyklu při teplotě 950 °C je patrné, že superslitina daleko výrazněji reaguje na tlakové namáhání, neboť precipitáty  $\gamma'$  jsou orientovány rovnoběžně s osou zatěžování.

Formování únarové trhliny ovlivňuje mnoho faktorů, jako např. planární skluzové pásy, hranice zrn, porozita a inkluze, teplota, aplikované napětí (nebo deformace), zatěžovací

frekvence, okolní prostředí aj. [104]. Během únavového zatěžování usměrněně lité superslitiny MAR-M 200 autoři Gell and Leverant [105] pozorovali, že „nekovové“ inkluze, jako jsou karbidy a licí defekty, ovlivňovaly iniciaci i počáteční šíření únavové trhliny. Bathias a Paris [106] během únavových testů superslitiny N17 pozorovali vliv asymetrie cyklu na přítomnost defektů, jako jsou inkluze (karbidy) a licí defekty, a stanovili, že zejména licí defekty (pokud jsou přítomny) hrají významnou roli při únavovém porušení, avšak pouze v rozmezí asymetrie cyklu  $R = -1$  až  $0$ . Při vyšších asymetriích cyklu význam licích defektů ve smyslu iniciace únavových trhlin klesá. Při určité kombinaci parametrů, jako jsou podmínky zatěžování (frekvence zatěžování, asymetrie cyklu, teplota), orientace zrn a velikost inkluze / defektu, může dojít k počátečnímu šíření únavové trhliny krystalografickým mechanismem v důsledku lokalizace plastické deformace na dané inkluzi / defektu. To bylo pozorováno u superslitin IN 713LC a MAR-M 247, kde například u IN 713LC nebyly při teplotách  $900$  a  $950$  °C ve struktuře pozorovány skluzové pásy (pomocí TEM), ale na lomových plochách se vyskytovaly malé fazety.

K iniciaci únavových trhlin docházelo v tavných **1 K** a **2 V** superslitiny IN 713LC vždy uvnitř zkušebních těles na přítomných licích defektech. U těchto vzorků bylo typickým znakem vytvoření tzv. fish eye (rybího oka) na lomové ploše, které se vytvořilo, jakmile únavová trhlina prorostla na povrch namáhaného tělesa a umožnil se přístup atmosféry pece do materiálu. V tavně **3 V+HIP+TZ** superslitiny IN 713LC a tavně superslitiny MAR-M 247 nebyly defekty ve struktuře pozorovány a únavové trhliny se iniciovaly zejména na povrchu těles. Obě superslitiny vykazují v rozmezí testovacích teplot  $800 - 950$  °C změnu mechanismu šíření únavových trhlin z krystalografického při nižších teplotách na majoritně nekystalografické při vyšších teplotách. Superslitiny se ale liší ve velikosti přechodové teploty mezi mechanismy šíření trhlin. Při  $800$  °C byly lomové plochy superslitin IN 713LC a MAR-M 247 členité a tvořilo je velké množství fazet. To je v souladu s pozorováním dostupným v [57, 107-109]. Zvýšením teploty na  $900$  °C se množství fazet na lomových plochách všech taveb superslitiny IN 713LC značně zmenšilo, přesto nedošlo k úplnému potlačení krystalografického šíření únavových trhlin. Naproti tomu vzhled lomových ploch superslitiny MAR-M 247 se při testovací teplotě  $900$  °C nezměnil a na lomových plochách se stále nacházely velké fazety. Při teplotě testování  $950$  °C došlo k potlačení krystalografického šíření únavových trhlin u taveb s licími defekty **1 K** a **2 V**. Únavové trhliny se v těchto tavnách iniciovaly a šířily pouze nekystalograficky kolmo k ose zatěžování. Naproti tomu v tavně **3 V+HIP+TZ** se v místě iniciace a počátečního šíření nacházely ještě malé fazety (o velikosti do  $0,3$  mm). V superslitině MAR-M 247 došlo zvýšením teploty na  $950$  °C k redukci velikosti fazet na lomové ploše, přesto se na lomové ploše nacházely fazety s délkou okolo  $1$  milimetru. Vliv testovací teploty na změnu mechanismu šíření trhliny z krystalografického na nekystalografický pozorovali na superslitině MAR-M 247 také Šmíd a kol. [42, 110]. Autoři zjistili, že s rostoucí teplotou rapidně roste mobilita dislokací (difuze v materiálu, usnadnění šplhu dislokací) a lokalizace dostatečného množství dislokací v nejhustěji obsazených rovinách typu  $\{111\}$  je obtížná. Důsledkem toho je upřednostnění nekystalografického šíření únavových trhlin. Z dalších výsledků na superslitině MAR-M 247 je patrné, že tavná použitá autory Šmíd a kol. v článcích [39, 42, 110] obsahovala licí defekty a v důsledku jejich přítomnosti měla tavná posunutou teplotu přechodu z krystalografického na nekystalografické šíření trhliny k nižším hodnotám. Licí defekt urychluje mechanismus iniciace únavové trhliny, neboť na něm dochází ke koncentraci napětí a k lokalizaci plastické deformace. V důsledku

přítomnosti licích defektů a zvýšené mobility dislokací v okolí koncentrátoru napětí přejde únavová trhlinka rovnou do nekystalografického šíření, kolmého k ose zatěžování. Proto také nebyly pozorovány fazety na lomových plochách taveb **1 K** a **2 V**, zatímco na lomových plochách tavy **3 V+HIP+TZ** se malé fazety stále vyskytovaly.

Přestože superslitina MAR-M 247 obecně dosahuje výborných únavových vlastností, HIPovaná a tepelně zpracovaná tavnice **3 V+HIP+TZ** superslitiny IN 713LC dosahuje při teplotě 800 °C vyšší únavové životnosti. Vliv množství karbidů (důsledek obsahu uhlíku) na únavové vlastnosti byl pozorován např. na superslitině MAR-M 247 testované při 650 °C. Autoři Šmíd a kol. [39] v práci použili MAR-M 247 a Gelmedin a Lang [111] použili nízkouhlíkovou variantu MAR-M 247LC (low carbon). Při životnostech okolo  $10^5$  cyklů se dosažená amplituda napětí k porušení těles příliš neliší. S nárůstem životnosti ale rapidně vzrůstá rozdíl v amplitudách napětí, kterého jednotlivé tavnice dosahují, a tak pro nízkouhlíkovou variantu MAR-M 247LC byl počet cyklů  $2 \times 10^6$  dosažený v amplitudě napětí o 38 % vyšší oproti superslitině MAR-M 247. Důvodem k tomuto chování je fakt, že s rostoucím obsahem uhlíku roste množství karbidů, vyloučených po hranicích zrn a v mezidendritických prostorách. Tím se sice zlepšují creepové vlastnosti superslitiny [81, 112, 113], ale na druhou stranu působí karbidy jako lokální koncentrátoři napětí a jejich shluky potenciálně slouží jako místa pro iniciaci únavových trhlin [23-25, 114]. Vliv defektů a strukturních nehomogenit s rostoucí teplotou klesá. Proto byl rozdíl životností při testovací teplotě 800 °C největší a s rostoucí teplotou (900 a 950 °C) se vliv HIPování superslitiny snižoval.

## 6.2 Creepové poškození niklových superslitin

Na rozdíl od únavového poškození, které je kriticky lokalizované, probíhá creepové poškození v celém objemu namáhaného materiálu. Během creepového namáhání dochází v polykrystalických niklových superslitinách k migraci mřížkových poruch na rozhraní zrn či nekoherentních (semikoherentních) fází. Pohyb mřížkových poruch probíhá dislokačním nebo difuzním mechanismem a jejich koalescencí se vytvářejí kavity [81, 87]. V případech studovaných superslitin IN 713LC a MAR-M 247 se časy do lomu pohybovaly okolo 300 hodin a lze tedy usuzovat, že tvorba kavit ve struktuře superslitin probíhala dislokačním creepem materiálu.

Při creepovém namáhání za nižších teplot (nebo při vyšších rychlostech deformace) se v dislokačních strukturách niklových superslitin vytváří velké množství komplexních vrstevných chyb [115], případně mikrovojčat [116] a dislokace nejsou uspořádány do dislokačních sítí [117]. S rostoucí testovací teplotou (od cca 800 °C, v závislosti na struktuře a chemickém složení) klesá množství komplexních vrstevných chyb (i mikrovojčat) ve struktuře. Dislokace se poté uspořádávají do dislokačních sítí v kanálech matrice  $\gamma$  a na rozhraní matrice / precipitát [102, 118-121]. To odpovídá pozorovaným dislokačním strukturám po creepovém namáhání superslitin IN 713LC při teplotě 800 °C a MAR-M 247 při teplotě 900 °C. Dislokační struktury obou superslitin byly tvořeny dislokační sítí v kanálech matrice  $\gamma$  a na rozhraní matrice / precipitát. Velmi malé množství dislokací se nacházelo také uvnitř precipitátů. Z absence komplexních vrstevných chyb ve struktuře lze usuzovat, že dislokace precipitátů  $\gamma'$  majoritně obcházejí dislokačním skluzem. Hustota dislokací byla ve struktuře po creepovém namáhání výrazně vyšší než po únavovém namáhání.

To je v souladu s dostupnou literaturou [117, 120, 122], kde autoři pozorovali v tělesech po creepovém namáhání vysokou hustotu dislokací.

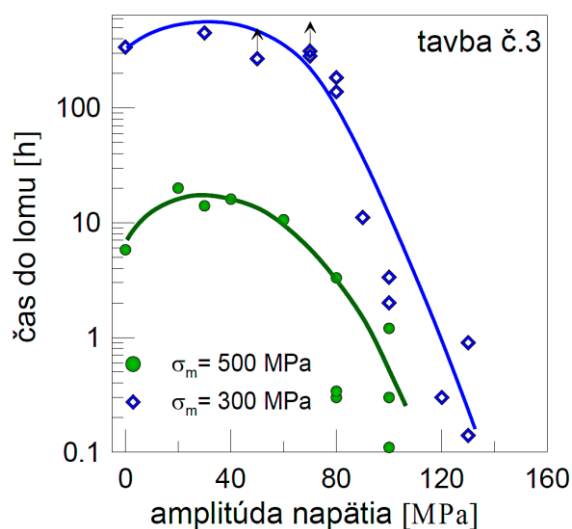
Creepová trhlina se v polykrystalických niklových superslitinách šíří postupným prorůstáním kavit. Takto vytvořená lomová plocha má charakter interkrystalického lomu [31, 57, 81, 96]. Mechanismus šíření creepové trhliny ovlivňuje zejména přítomnost stabilních částic po hranicích zrn. Například Lu a kol. v článku [123] na superslitině GH4169 pozorovali, že i při vyloučení většího množství částic  $\delta$ -fáze po hranicích zrn byl charakter lomových ploch po čistém creepovém namáhání interkrystalický. V praxi se výskyt  $\delta$ -fáze ve struktuře potlačuje, neboť je tato fáze sice pevná a poměrně stabilní, ale je také velmi křehká. Naproti tomu zvýšení obsahu uhlíku ve struktuře vede k vytvoření převážně stabilních karbidů, které stabilizují hranice zrn. To experimentálně prokázali např. Azadi a kol. [124] na IN 713C (superslitina IN 713 se zvýšeným obsahem uhlíku), kdy se zvýšením obsahu karbidických částic ve struktuře změnil mechanismus creepového porušení z interkrystalického na transkrystalický. V obou studovaných superslitinách IN 713LC i MAR-M 247 se trhliny při creepovém namáhání za teplot 800 a 900 °C šířily výhradně interkrystalicky mezidendritickými prostory.

Sekundárním jevem creepového namáhání superslitin je rafting precipitátů  $\gamma'$ . Rafting precipitátů je teplotně i časově závislý proces přesunu atomů na malou vzdálenost vůči působícímu napětí [125]. Proto je rafting precipitátů významný především během creepového namáhání superslitin, neboť jsou to zkoušky časově velmi náročné. K raftingu precipitátů  $\gamma'$  docházelo v superslitině IN 713LC při creepových zkouškách při teplotě 900 °C u těles, jejichž čas do lomu dosahoval více jak 100 hodin. Naproti tomu nebyl v superslitině MAR-M 247 rafting precipitátů během creepových zkoušek pozorován, a to ani u životností přesahujících 300 hodin při teplotě 900 °C. Zvýšená odolnost struktury superslitiny MAR-M 247 vůči raftingu precipitátů je dána především chemickým složením superslitiny. Stabilitu precipitátů  $\gamma'$  významně podporuje hafnium, matrice  $\gamma$  je naopak substitučně zpevněna především kobaltem a wolframem [1, 10, 17].

### 6.3 Poškození niklových superslitin v důsledku kombinovaného namáhání únava-creep

Vliv kombinovaného namáhání na mechanismus poškození byl studován na tavně 1 K superslitiny IN 713LC při testovací teplotě 800 °C a na superslitině MAR-M 247 při testovací teplotě 900 °C. Amplituda napětí byla superponovaná ke střednímu napětí s frekvencí  $120 \pm 5$  Hz. Nikbin v článku [96] pozoroval vliv frekvence zatěžování na změnu mechanismu šíření trhliny v superslitině AP1 při asymetrii cyklu  $R = 0,7$  a testovací teplotě 700 °C. Při frekvenci 0,001 Hz pozoroval pouze interkrystalické šíření trhliny mezidendritickými prostory (dominantní creepové poškození). S rostoucí frekvencí (od 0,01 až do 1 Hz) přibývalo na lomových plochách míst s transkrystalickým šířením trhliny. Při zatěžování frekvencí 10 Hz se trhlina šířila pouze transkrystalicky (dominantní únavové poškození). Ve většině dostupných prací, zabývajících se interakcí únava-creep, se frekvence zatěžování pohybuje maximálně v jednotkách hertzů [11, 87, 126-128] a výsledky z nich naznačují, že při frekvencích do jednotek hertzů snižuje životnost i superponovaná amplituda napětí malé velikosti. Naproti tomu Lukáš a Kunz v několika člancích [86, 97, 98] na monokrystalických superslitinách pozorovali, že vysokofrekvenčním superponováním malé amplitudy napětí

ke střednímu napětí došlo k výraznému zvýšení životnosti. Podobné výsledky na superslitině IN 713LC publikoval v dizertační práci Mintách [37]. Z převzatého diagramu, uvedeného na obrázku 65, je patrné, že superponováním malé amplitudy napětí 40 MPa ke střednímu napětí 500 MPa se životnost superslitiny zvýšila třikrát. U tavby **1 K** superslitiny IN 713LC ale nebylo zvýšení životnosti při kombinovaném namáhání za shodných podmínek testování pozorováno. Výrazný rozdíl byl ale pozorován v časech do lomu. Zatímco čas do lomu po creepovém namáhání vzorků z tavby **1 K** se pohyboval až okolo 100 hodin, vzorky tavby publikované v práci [37] dosahovaly času do lomu pouze 5,8 hodiny. Z toho vyplývá, že tavba **1 K** dosahuje výrazně lepší odolnosti vůči creepovému namáhání. Během kombinovaného zatěžování bylo pozorováno, že malá amplituda napětí superponovaná ke střednímu napětí nemá na životnost obou superslitin negativní vliv a k poklesu životnosti dojde teprve po překročení určité hodnoty napětí. To je přínosné v řadě aplikací, kde během provozu jednotlivé součástky vibrují, jako jsou například lopatky leteckých motorů a plynových turbín.



Obr. 65 Závislost času do lomu na amplitudě napětí superslitiny IN 713LC při 800 °C. Převzato z [37].

Při kombinovaném namáhání se s rostoucí amplitudou napětí zvětšovala na lomové ploše plocha, kde se trhlina šířila únavovým mechanismem. Pro obě superslitiny byla typickým znakem interní iniciace trhliny. Během kombinovaného namáhání se uvnitř objemu těles nejprve vytvářely malé kavitace (jakožto důsledek creepového poškození). To bylo pozorováno na řezech rovnoběžných s osou zatěžování. Tvorbu kavitací během kombinovaného namáhání publikovali také např. Rodriguez a Rao v [87]. Trhlina se v superslitinách IN 713LC i MAR-M 247 nejprve šířila spojováním jednotlivých kavitací (creepový mechanismus porušení) a jakmile dosáhla trhlina určité velikosti, přešel mechanismus šíření z creepového na únavový a trhlina se dále šířila transkrystalicky (únavový mechanismus porušení). S rostoucí amplitudou napětí se zmenšovala velikost oblastí, kde se trhlina šířila creepovým mechanismem, a od určité velikosti amplitudy napětí se trhlina iniciovala a šířila výhradně únavovým mechanismem. V důsledku dominance únavového mechanismu poškození se na lomových plochách umocňoval výskyt fazet.

Kombinovaným namáháním obou superslitin, které bylo vyvoláno superponováním 40 MPa amplitudy napětí ke střednímu napětí, sice (v porovnání se strukturou po čistě



creepovém namáhání) vzrostla ve strukturách superslitin hustota dislokací, zároveň se ale dislokace nadále uspořádávaly do dislokačních sítí (creepový mechanismus). V superslitině MAR-M 247, kde je heterogenní uspořádání precipitátů, byla v kanálech matrice  $\gamma$  vyšší hustota dislokací v oblastech s hrubými precipitáty  $\gamma'$  než v oblastech s jemnými precipitáty  $\gamma'$ . To je očekávatelné, neboť větší precipitáty představují větší překážky, které dislokace musejí překonávat. Výsledná dislokační struktura byla vzhledem podobná struktuře po creepovém namáhání (dislokační síť). Žádné znaky únavového poškození (skluzové pásy) nebyly v dislokační struktuře obou superslitin nalezeny. Přesto se na lomových plochách všech těles, porušených superponovanou amplitudou napětí 40 MPa, nacházely první oblasti šíření únavové trhliny (transkrystalické). Se snižujícím se středním napětím rostla plocha, kde se trhlina šířila únavovým mechanismem.

Zvýšení amplitudy napětí na 80 MPa vedlo k potlačení tvorby dislokační sítě v obou superslitinách. Přidaná cyklická složka napomáhala mobilitě dislokací, takže dislokace už nemusejí vytvářet dislokační síť a vytvářely pouze shluky dislokací. Hustota dislokací byla ve všech pozorovaných fóliích vysoká, srovnatelná s předchozím stavem. Skluzové pásy a komplexní vrstevné chyby ale nebyly ve strukturách obou superslitin nalezeny. Výsledná dislokační struktura stále odpovídá převládajícímu creepovému mechanismu poškození. Během fraktografické analýzy bylo v jednom tělese vhodně orientované zrno, ze kterého se iniciovala trhlina v superslitině IN 713LC krystalograficky. Ačkoliv krystalografická iniciace únavové trhliny vede podle [104, 129] k vyšším životnostem, při tomto typu zatěžování bylo následné šíření trhliny urychleno kombinací vysoké teploty a okolní atmosféry [57]. V porovnání s interní iniciací trhliny je iniciace trhliny únavovým mechanismem z povrchu silně nežádoucí, neboť během kombinovaného namáhání s vysokým tahovým středním napětím při vysokých teplotách je šíření trhliny ovlivněno reakcí čela trhliny s okolní atmosférou, v důsledku čehož dochází k výraznému urychlení šíření trhliny, a tím ke zkrácení životnosti tělesa.

Významný rozdíl v uspořádání dislokační struktury byl pozorován u obou superslitin při kombinovaném namáhání amplitudou napětí 120 MPa. V dislokační struktuře superslitiny MAR-M 247 se po testování při středním napětí 300 MPa nacházely oblasti dvojího typu – oblasti s vysokou hustotou dislokací v matrici  $\gamma$ , kde jsou dislokace uspořádány do shluků (creepové poškození) a oblasti s výrazně nižší hustotou dislokací. Zde probíhala lokalizace plastické deformace do skluzových rovin typu  $\{111\}$ , v důsledku čehož se v dislokační struktuře vytvářely skluzové pásy i komplexních vrstevné chyby (únavové poškození). Trhlina se v některých místech šířila planárním mechanismem. V oblastech poškozených dominantně creepovým mechanismem byla hustota dislokací v porovnání s předchozími stavy ( $\sigma_a \leq 80$  MPa) nižší. Přesto se magistralní trhlina v superslitině MAR-M 247 stále iniciovala a zpočátku šířila creepovým mechanismem, a teprve po dosažení určité délky trhliny se mechanismus jejího šíření změnil z creepového na únavový. V oblasti přechodu z creepového na únavové šíření trhliny se v počátku únavového šíření trhliny nacházely malé fazety, jakožto důsledek lokalizace plastické deformace do skluzových rovin na okraji trhliny vytvořené creepovým mechanismem. Ve struktuře superslitiny IN 713LC jsou naopak dislokace při středním napětí 450 MPa a amplitudě napětí 120 MPa současně uspořádány jak do shluků (creepové poškození), tak do krystalografické orientace (únavové poškození). Ve struktuře nebyly pozorovány heterogenní oblasti rozmístění dislokací, jako tomu bylo u superslitiny MAR-M 247. I když nebyly skluzové pásy nebo komplexní vrstevné chyby ve struktuře nalezeny, procházely dislokace skrze precipitáty  $\gamma'$ .

V důsledku opakovaného průchodu dislokací precipitátů  $\gamma'$  se ve struktuře nacházela místa, kde se vyskytovaly jen malé pozůstatky zpevňujících precipitátů  $\gamma'$ , případně tam precipitáty úplně chyběly. Stejně jako při porušení superslitiny MAR-M 247 se na lomových plochách těles ze superslitiny IN 713LC nacházela malá fazeta, která se ale vytvořila jako důsledek lokalizace plastické deformace do skluzové roviny typu  $\{111\}$  s počátkem na přítomném licím defektu. Zatímco životnost je při amplitudě napětí 120 MPa dána u superslitiny MAR-M 247 creepovým mechanismem poškození, v superslitině IN 713LC se řídicím mechanismem životnosti stal únavový mechanismus poškození.

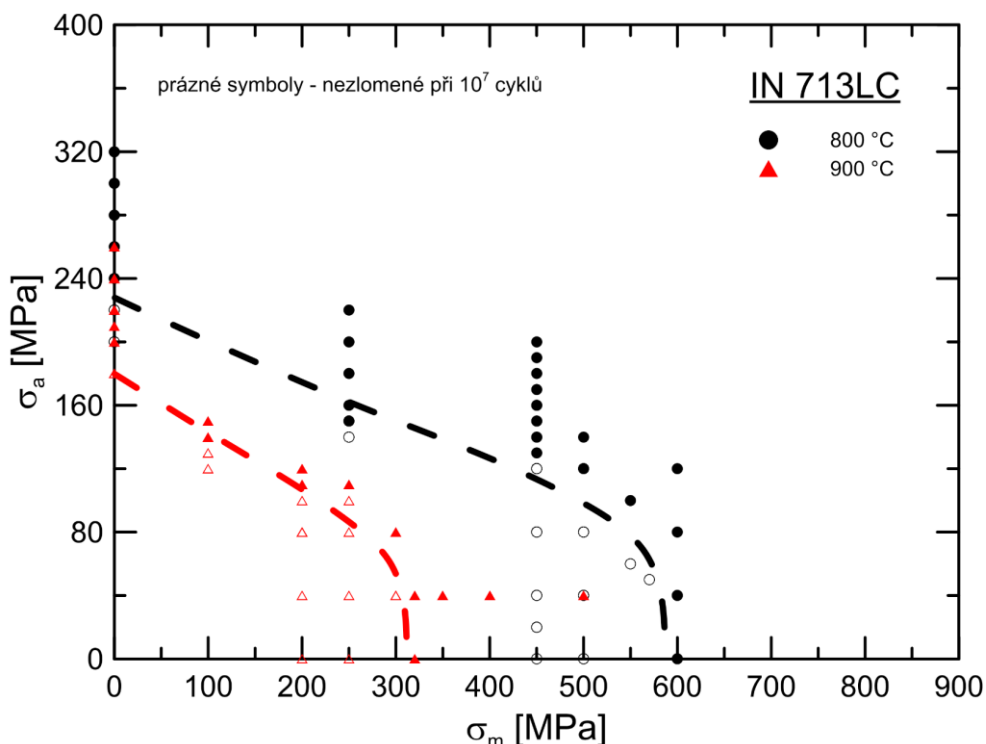
Při namáhání amplitudou napětí 160 MPa se oproti 120 MPa dislokační struktura superslitiny MAR-M 247 příliš nezměnila. Oproti hustotám dislokací, pozorovaným při menších amplitudách napětí, se v oblastech vykazujících creepový mechanismus poškození hustota dislokací v matici  $\gamma$  opět snížila. To je předvídatelné, neboť s rostoucí amplitudou napětí se zkrátil čas do lomu těles, a tím se také zmenšil vliv creepového poškození. Mimo tyto oblasti se v dislokační struktuře vyskytovaly také oblasti s velmi nízkou hustotou dislokací a s množstvím skluzových pásů a vrstevných chyb. Magistrální trhlinka se iniciovala kombinací creepu (tvorba kavit) a únavy (lokalizace plastické deformace na již vytvořených kavitách). V okolí místa iniciace trhlinky se vytvořilo několik fazet, ze kterých se trhlinka dále šířila únavovým mechanismem. Životnost superslitiny MAR-M 247 je při těchto podmínkách namáhání dána především odolností superslitiny vůči creepovému mechanismu porušení. V dislokačních strukturách superslitiny IN 713LC bylo patrné usměrnění dislokací v krystalografické orientaci zrn. Toto usměrnění dislokací bylo ověřeno na několika fóliích. Mimo usměrnění dislokací byly ve struktuře pozorovány komplexní vrstevné chyby, avšak skluzové pásy nebyly nalezeny (pouze lokální nakupení dislokací). Magistrální trhlinka se iniciovala z licího defektu a fazety se vytvořily až v oblasti šíření trhlinky. V superslitině IN 713LC je únavový mechanismus poškození zodpovědný za životnost superslitiny během kombinovaného namáhání za těchto podmínek.

Zvýšení amplitudy napětí na 200 MPa vedlo v superslitině MAR-M 247 k potlačení heterogenního rozmístění dislokací do oblastí s nízkou a vysokou hustotou dislokací. Hustota dislokací byla ze všech struktur pozorovaných po kombinovaném namáhání nejmenší. V dislokační struktuře nebyly pozorovány skluzové pásy, ale pouze komplexní vrstevné chyby a malá nakupení dislokací. Na lomových plochách se ale vyskytují fazety jakožto důsledek krystalografické iniciace a šíření trhlinky únavovým mechanismem. I když nebyly skluzové pásy ve struktuře nalezeny, není důvod k tomu, aby se v tělese nenacházely. Jejich nenalezení ve struktuře je pravděpodobně dáno pozorovací technikou, neboť transmisní mikroskopie poskytuje informace z velice lokální oblasti materiálu. V každém případě je životnost superslitiny řízena únavovým mechanismem poškození.

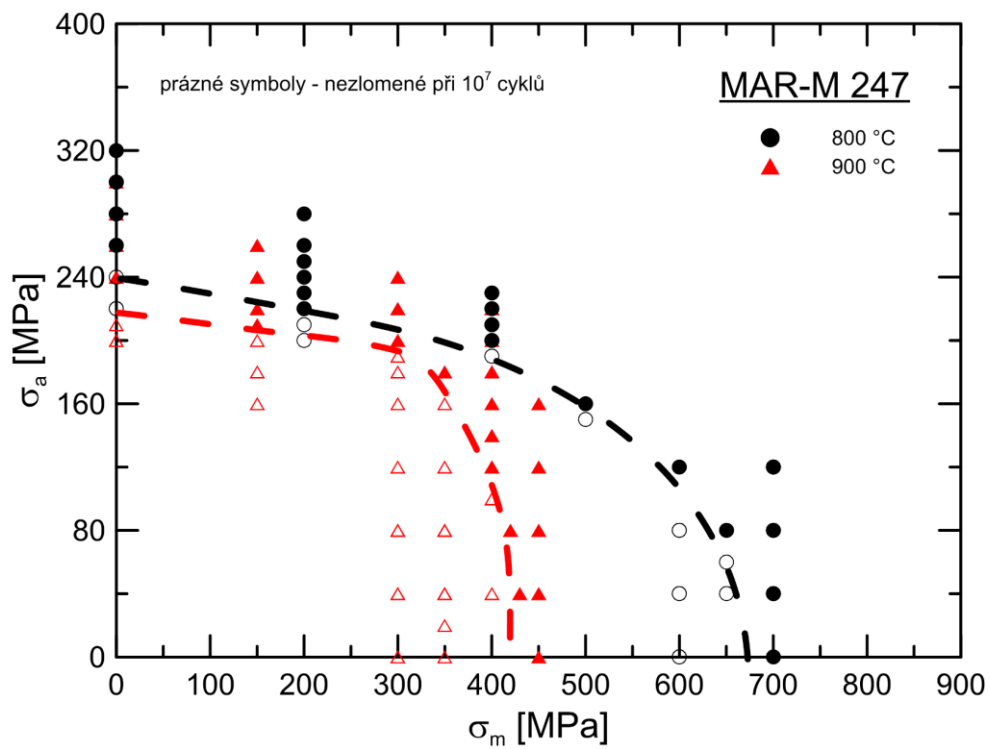
Rafting precipitátů  $\gamma'$  nebyl ve struktuře superslitiny IN 713LC po únavových ani kombinovaných zkouškách při teplotě 800 °C pozorován a rovněž ani při všech provedených zkouškách superslitiny MAR-M 247 při teplotách 800, 900 a 950 °C. Naproti tomu byl rafting precipitátů  $\gamma'$  pozorován v superslitině IN 713LC při kombinovaných zkouškách při teplotě 900 °C a při únavových zkouškách v symetrickém cyklu při teplotě 950 °C. Orientace raftingu ale byla při únavovém namáhání symetrickým cyklem čistě náhodná, v závislosti na orientaci zrna a lokálně působícím napětím. Výsledkem tak byl rafting precipitátů nejen kolmo k ose zatěžování (typické pro tahové namáhání) [102, 125],

ale také rovnoběžný s osou namáhání (typické pro tlakové namáhání) [103]. Při kombinovaném namáhání pak rafting precipitátů  $\gamma'$  probíhal nejčastěji v rozmezí 50 až 70 stupňů vůči ose zatěžování.

Pro stanovení odolnosti superslitin vůči kombinovanému namáhání a jejich vzájemnému porovnání byly naměřeny Haighovy diagramy obou superslitin při teplotách 800 a 900 °C. Diagram konstantní životnosti superslitiny IN 713LC je na obrázku 66 a superslitiny MAR-M 247 na obrázku 67. Z diagramu na obr. 66 je patrné, že zvýšením teploty z 800 na 900 °C dojde k výraznému poklesu životnosti. Přesto je tento pokles poměrně lineární. Naproti tomu životnost superslitiny MAR-M 247 zpočátku klesá pro obě teploty velmi pozvolně a teprve při překročení středního napětí ~ 300 MPa dochází při teplotě 800 °C k většímu poklesu amplitudy napětí s rostoucím středním napětím, při teplotě 900 °C je tento pokles rapidní. Porovnáním chování obou superslitin je patrné, že superslitina MAR-M 247 vykazuje oproti superslitině IN 713LC výraznou odolnost vůči střednímu napětí. Superslitina IN 713LC dosahovala při teplotě 800 °C při středním napětí 600 MPa a amplitudě napětí 40 MPa času do lomu maximálně 13,9 h, zatímco superslitina MAR-M 247 dosahovala za stejných podmínek životností 101,5 h. Při teplotě 900 °C dosahovala superslitina IN 713LC při středním napětí 300 MPa a amplitudě napětí 40 MPa času do lomu až 38,8 h, zatímco superslitina MAR-M 247 dosahovala za stejných podmínek životností až 305 h. Do hraniční hodnoty 300 MPa středního napětí dosahuje superslitina MAR-M 247 při teplotě 900 °C dokonce lepších vlastností, než superslitina IN 713LC při teplotě 800 °C. Stabilita struktury i hranic zrn tak díky chemickému složení (Hf, W...) přispívá k výrazně lepší odolnosti superslitiny MAR-M 247 vůči kombinovanému namáhání únava-creep. To je důležité zejména pro inženýrskou praxi, neboť většina součástí z niklových superslitin je během provozu zatěžována právě kombinovaným namáháním únava-creep a superslitina MAR-M 247 dovoluje oproti IN 713LC zvýšit provozní mechanické namáhání i provozní teploty.



Obr. 66 Haighův diagram životnosti IN 713LC pro 800 a 900 °C.



Obr. 67 Haighův diagram životnosti MAR-M 247 pro 800 a 900 °C.

## 7 ZÁVĚRY

Předložená práce rozšiřuje poznatky o mechanismech únavového a kombinovaného poškození únava-creep polykrystalických niklových superslitin MAR-M 247 a IN 713LC. Pro měření únavových vlastností při symetrickém zatěžovacím cyklu byly zvoleny tři teploty testování – 800, 900 a 950 °C. Superslitina IN 713LC byla dodána ve třech variantách taveb – **1 K** (konvenčně litá tavba, bez dalšího tepelného zpracování), **2 V** (odlévaná s vibrováním skořepinové formy, po odlití dále tepelně nezpracovaná) a **3 V+HIP+HT** (odlévaná s vibrováním skořepinové formy, po odlití HIPovaná a tepelně zpracovaná). Tavba superslitiny MAR-M 247 byla po odlití HIPována a tepelně zpracována.

Na základě provedených únavových experimentů ( $R = -1$ ) je možné vyslovit následující závěry:

1. Dislokační struktury superslitiny IN 713LC po testování při teplotě 800 °C a superslitiny MAR-M 247 po testování při teplotě 800 a 900 °C byly tvořeny skluzovými pásy a komplexními vrstevnými chybami. Ve struktuře obou superslitin byla pozorována nízká hustota dislokací. Při cyklickém namáhání při teplotě 950 °C vytvářely dislokace v obou superslitinách uspořádanou dislokační síť, což mělo za následek zvýšenou hustotu dislokací ve struktuře. Po únavovém namáhání při teplotě 950 °C byl v superslitině IN 713LC pozorován rafting precipitátů.
2. Při úplné eliminaci licích defektů probíhala iniciace a počáteční šíření únavových trhlin v superslitinách MAR-M 247 a IN 713LC při všech testovacích teplotách krystalograficky v nejhustěji obsazených rovinách typu  $\{111\}$ , což se projevilo přítomností fazet na lomové ploše. S rostoucí teplotou testování se zmenšovala velikost fazet na lomové ploše. K výraznému zmenšení fazet na lomové ploše došlo u superslitiny IN 713LC zvýšením testovací teploty z 800 na 900 °C, u superslitiny MAR-M 247 zvýšením testovací teploty z 900 na 950 °C. Pokud byly ve struktuře přítomny licí defekty (tavby **1 K** a **2 V** superslitiny IN 713LC), únavová trhlina se při teplotě 950 °C šířila pouze nekystalograficky.
3. Z obou testovaných superslitin dosahuje obecně lepších únavových vlastností superslitina MAR-M 247. Pokud jsou ale v superslitině IN 713LC eliminovány defekty (HIPování + tepelné zpracování), dosahuje při teplotě 800 °C superslitina IN 713LC lepších únavových vlastností, než MAR-M 247.

Na základě experimentů provedených kombinovaným namáháním únava-creep je možné vyslovit následující závěry:

1. V dislokační struktuře se po creepovém namáhání superslitin IN 713LC a MAR-M 247 vytvářely v matici  $\gamma$  a na rozhraní matrice / precipitát pravidelné dislokační sítě. Hustota dislokací byla ve struktuře po creepovém namáhání vysoká. Během creepového namáhání byla pozorována tvorba kavit v mezidendritických prostorech. Magistrální trhlina se v obou superslitinách šířila propojováním kavit a výsledná lomová plocha byla charakteristická interkrystalickým lomem.

2. S rostoucím středním napětím se zkracovala životnost zkoušených těles obou superslitin namáhaných kombinovaným namáháním únava-creep. S rostoucí superponovanou amplitudou napětí rostl podíl únavového poškození na úkor creepového. Pokud amplituda napětí dosáhla v tavbě **1 K** superslitiny IN 713LC hodnoty okolo 20 a více % středního napětí, trhliny se iniciovaly a šířily výhradně únavovým mechanismem. V superslitině MAR-M 247 se tento poměr pohyboval okolo 45 a více %.
3. Do amplitudy napětí 80 MPa byl mechanismus poškození zodpovědný za životnost těles superslitiny IN 713LC creepový a od amplitudy napětí 120 MPa a více byl mechanismus zodpovědný za životnost superslitiny během kombinovaného namáhání únavový. Naproti tomu v superslitině MAR-M 247 určoval creepový mechanismus porušení životnost těles až do amplitudy napětí 160 MPa. Do této amplitudy napětí se v dislokační struktuře superslitiny MAR-M 247 tvořila heterogenní dislokační síť s oblastmi creepového a únavového poškození. Zvýšení amplitudy napětí na 200 MPa vedlo k vytvoření rovnoměrné dislokační struktury. Trhlina se při amplitudě napětí 200 MPa iniciovala a šířila výhradně únavovým mechanismem porušení
4. Tvorba skluzových pásů nebyla ve struktuře vzorků superslitiny IN 713LC po kombinovaném namáhání pozorována. Zvyšování superponované amplitudy napětí mělo za následek postupný pokles dislokační hustoty v matici  $\gamma$  a usměrnění dislokací do skluzových rovin typu {111}. Pouze při nejvyšší testované amplitudě napětí (160 MPa) byly ve struktuře IN 713LC pozorovány také komplexní vrstevné chyby. Také v superslitině MAR-M 247 se s rostoucí superponovanou složkou amplitudy napětí snižovala dislokační hustota v matici  $\gamma$ . Mimo to se od amplitudy napětí 120 MPa nacházely ve struktuře skluzové pásy i komplexní vrstevné chyby. Při kombinovaném namáhání s amplitudou napětí 200 MPa nebyly v dislokační struktuře skluzové pásy nalezeny a byly pozorovány pouze komplexní vrstevné chyby.
5. Porovnáním diagramů únavové pevnosti superslitin IN 713LC a MAR-M 247 bylo zjištěno, že oproti superslitině MAR-M 247 dosahuje superslitina IN 713LC při obou teplotách horší únavové životnosti. Pokles únavové pevnosti je s rostoucím středním napětím u superslitiny IN 713LC lineární; po překročení určité hodnoty středního napětí pak dochází k výraznému poklesu životnosti. Naproti tomu únavová životnost superslitiny MAR-M 247 klesá s rostoucím středním napětím (až do hodnoty okolo 300 MPa) při teplotách 800 a 900 °C pouze minimálně a teprve po překročení středního napětí 300 MPa dochází při teplotě 800 °C k pozvolnému poklesu životnosti a při teplotě 900 °C k rapidnímu poklesu životnosti.
6. Během kombinovaných zkoušek při teplotě 900 °C byl v superslitině IN 713LC pozorován rafting precipitátů  $\gamma'$ . V superslitině MAR-M 247 nedocházelo k raftingu precipitátů při žádné z testovaných podmínek.

## 8 PŘEHLED POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

|      |                                     |
|------|-------------------------------------|
| BSE  | zpětně odražené elektrony           |
| CSF  | komplexní vrstevná chyba            |
| FCC  | kubická plošně centrovaná mřížka    |
| P.F. | rovina fólie (plane of the foil)    |
| PSB  | persistentní skluzový pás           |
| PSM  | persistentní skluzová stopa         |
| REM  | rastrovací elektronová mikroskopie  |
| S.A. | osa namáhání (stress axis)          |
| SB   | skluzový pás                        |
| SE   | sekundární elektrony                |
| S.F. | Schmid faktor                       |
| SM   | světelná mikroskopie                |
| TCP  | topologicky těsně uspořádaná mřížka |
| TEM  | transmisní elektronová mikroskopie  |

|                        |   |
|------------------------|---|
| $a_\gamma$             | parametr mřížky fáze $\gamma$ (matrice)   |
| $a_{\gamma'}$          | parametr mřížky fáze $\gamma'$ (precipitátu)                                    |
| $a_{\gamma''}$         | parametr mřížky fáze $\gamma''$ (precipitátu)                                   |
| $b$                    | exponent únavové životnosti   |
| $\gamma$               | matrice niklové superslitiny  |
| $\gamma'$              | zpevňující precipitáty, intermetalická fáze $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ |
| $\gamma''$             | zpevňující precipitáty, intermetalická fáze $\text{Ni}_3\text{Nb}$              |
| $c_{\gamma''}$         | parametr mřížky fáze $\gamma''$ (precipitátu)                                   |
| $\epsilon_o$           | okamžitá deformace  |
| $\dot{\epsilon}_s$     | rychlost deformace  |
| $\dot{\epsilon}_I$     | rychlost deformace v oblasti primárního creepu                                  |
| $\dot{\epsilon}_{II}$  | rychlost deformace v oblasti sekundárního creepu                                |
| $\dot{\epsilon}_{III}$ | rychlost deformace v oblasti terciálního creepu                                 |
| $K$                    | součinitel intenzity napětí   |
| $N_f$                  | počet cyklů do lomu   |
| $R$                    | parametr asymetrie cyklu  |
| $R_m$                  | mez pevnosti materiálu  |

*Přehled použitých zkratk a symbolů – pokračování*

|             |                             |
|-------------|-----------------------------|
| $R_{p0,2}$  | smluvní mez kluzu           |
| $t_f$       | čas do lomu                 |
| $\sigma_a$  | amplituda napětí            |
| $\sigma_c$  | mez únavy                   |
| $\sigma_f'$ | součinitel únavové pevnosti |
| $\sigma_m$  | střední napětí              |



## 9 TABULKY VÝSLEDKŮ VŠECH TESTOVANÝCH TĚLES

Tabulka 6. Výsledky únavového a kombinovaného namáhání tavby I K superslitiny IN 713LC.

| Teplota<br>$T$ [°C] | Číslo<br>vzorku | Střední<br>napětí<br>$\sigma_m$ [MPa] | Amplituda<br>napětí<br>$\sigma_a$ [MPa] | Počet cyklů<br>do lomu $N_f$ [-] | Čas do<br>lomu<br>$t_f$ [h] | Poznámka |
|---------------------|-----------------|---------------------------------------|---|----------------------------------|-----------------------------|----------|
| 800                 | 1               | 0                                     | 280                                     | $0,969 \times 10^6$              | 2,26                        | lom      |
|                     | 2               | 0                                     | 260                                     | $1,546 \times 10^6$              | 3,55                        | lom      |
|                     | 3               | 0                                     | 260                                     | $3,896 \times 10^6$              | 9,02                        | lom      |
|                     | 4               | 0                                     | 240                                     | $2,295 \times 10^6$              | 5,38                        | lom      |
|                     | 5               | 0                                     | 240                                     | $13,869 \times 10^6$             | 32,18                       | lom      |
|                     | 6               | 0                                     | 220                                     | $12,882 \times 10^6$             | 29,33                       | lom      |
|                     | 7               | 0                                     | 220                                     | $20,500 \times 10^6$             | 47,85                       | lom      |
|                     | 8               | 0                                     | 200                                     | $20,000 \times 10^6$             | -                           | nezlomen |
|                     | 9               | 0                                     | 200                                     | $20,316 \times 10^6$             | -                           | nezlomen |
|                     | 10              | 0                                     | 200                                     | $28,919 \times 10^6$             | -                           | nezlomen |
| 900                 | 11              | 0                                     | 260                                     | $1,607 \times 10^6$              | 3,75                        | lom      |
|                     | 12              | 0                                     | 240                                     | $2,409 \times 10^6$              | 5,70                        | lom      |
|                     | 13              | 0                                     | 240                                     | $2,721 \times 10^6$              | 6,66                        | lom      |
|                     | 14              | 0                                     | 220                                     | $1,777 \times 10^6$              | 4,12                        | lom      |
|                     | 15              | 0                                     | 220                                     | $2,875 \times 10^6$              | 6,89                        | lom      |
|                     | 16              | 0                                     | 210                                     | $7,703 \times 10^6$              | 18,48                       | lom      |
|                     | 17              | 0                                     | 200                                     | $6,896 \times 10^6$              | 15,94                       | lom      |
|                     | 18              | 0                                     | 180                                     | $20,105 \times 10^6$             | -                           | nezlomen |
|                     | 19              | 0                                     | 180                                     | $20,105 \times 10^6$             | -                           | nezlomen |
|                     | 20              | 0                                     | 180                                     | $32,905 \times 10^6$             | 80,60                       | lom      |
| 950                 | 21              | 0                                     | 240                                     | $0,160 \times 10^6$              | 0,38                        | lom      |
|                     | 22              | 0                                     | 240                                     | $0,559 \times 10^6$              | 1,34                        | lom      |
|                     | 23              | 0                                     | 220                                     | $1,795 \times 10^6$              | 4,17                        | lom      |
|                     | 24              | 0                                     | 220                                     | $2,752 \times 10^6$              | 6,56                        | lom      |
|                     | 25              | 0                                     | 200                                     | $1,856 \times 10^6$              | 4,48                        | lom      |

Tabulka 6. Pokračování

|     |     |     |                      |                       |        |          |
|-----|-----|-----|----------------------|-----------------------|--------|----------|
| 950 | 26  | 0   | 200                  | $10,277 \times 10^6$  | 23,95  | lom      |
|     | 27  | 0   | 180                  | $10,233 \times 10^6$  | 24,46  | lom      |
|     | 28  | 0   | 160                  | $20,000 \times 10^6$  | -      | nezlomen |
|     | 29  | 0   | 160                  | $20,055 \times 10^6$  | -      | nezlomen |
|     | 30  | 0   | 160                  | $20,243 \times 10^6$  | -      | nezlomen |
| 800 | 31  | 250 | 220                  | $0,568 \times 10^6$   | 1,38   | lom      |
|     | 32  | 250 | 200                  | $0,590 \times 10^6$   | 1,43   | lom      |
|     | 33  | 250 | 180                  | $4,280 \times 10^6$   | 10,34  | lom      |
|     | 34  | 250 | 160                  | $5,514 \times 10^6$   | 13,55  | lom      |
|     | 35  | 250 | 150                  | $2,984 \times 10^6$   | 6,72   | lom      |
|     | 36  | 250 | 150                  | $11,208 \times 10^6$  | 25,11  | lom      |
|     | 37  | 250 | 140                  | $20,322 \times 10^6$  | 45,16  | lom      |
|     | 38  | 450 | 160                  | $0,572 \times 10^6$   | 1,33   | lom      |
|     | 39  | 450 | 150                  | $1,476 \times 10^6$   | 3,47   | lom      |
|     | 40  | 450 | 140                  | $3,883 \times 10^6$   | 9,20   | lom      |
|     | 41  | 450 | 130                  | $5,341 \times 10^6$   | 12,73  | lom      |
|     | 42  | 450 | 120                  | $10,448 \times 10^6$  | 24,48  | lom      |
|     | 43  | 450 | 120                  | $11,190 \times 10^6$  | 26,02  | lom      |
|     | 44  | 450 | 80                   | $40,266 \times 10^6$  | 95,97  | lom      |
|     | 45  | 450 | 80                   | $61,231 \times 10^6$  | 164,60 | lom      |
|     | 46  | 450 | 40                   | $104,385 \times 10^6$ | 241,60 | lom      |
|     | 47  | 450 | 40                   | $115,864 \times 10^6$ | 273,53 | lom      |
|     | 48  | 450 | 20                   | $45,569 \times 10^6$  | 105,77 | lom      |
|     | 49  | 450 | 20                   | $98,391 \times 10^6$  | 230,23 | lom      |
|     | 50  | 450 | 0                    | -                     | 286,68 | lom      |
| 51  | 500 | 140 | $1,606 \times 10^6$  | 3,82                  | lom    |          |
| 52  | 500 | 120 | $13,875 \times 10^6$ | 33,48                 | lom    |          |
| 53  | 500 | 80  | $21,278 \times 10^6$ | 51,80                 | lom    |          |

Tabulka 6. Pokračování

|     |    |     |     |                      |        |     |
|-----|----|-----|-----|----------------------|--------|-----|
| 800 | 54 | 500 | 80  | $41,766 \times 10^6$ | 98,77  | lom |
|     | 55 | 500 | 40  | $37,730 \times 10^6$ | 89,48  | lom |
|     | 56 | 500 | 40  | $39,785 \times 10^6$ | 102,37 | lom |
|     | 57 | 500 | 0   | -                    | 88,75  | lom |
|     | 58 | 500 | 0   | -                    | 100,50 | lom |
|     | 59 | 550 | 100 | $7,894 \times 10^6$  | 17,86  | lom |
|     | 60 | 550 | 60  | $11,500 \times 10^6$ | 26,25  | lom |
|     | 61 | 570 | 50  | $10,546 \times 10^6$ | 23,95  | lom |
|     | 62 | 600 | 120 | $2,453 \times 10^6$  | 5,80   | lom |
|     | 63 | 600 | 80  | $4,826 \times 10^6$  | 12,57  | lom |
|     | 64 | 600 | 40  | $3,312 \times 10^6$  | 7,90   | lom |
|     | 65 | 600 | 40  | $5,206 \times 10^6$  | 13,92  | lom |
|     | 66 | 600 | 0   | -                    | 14,39  | lom |
|     | 67 | 600 | 0   | -                    | 16,59  | lom |

Tabulka 7. Výsledky únavového namáhání tavby 2 V superslitiny IN 713LC.

| Teplota<br>$T$ [°C] | Číslo<br>vzorku | Střední<br>napětí<br>$\sigma_m$ [MPa] | Amplituda<br>napětí<br>$\sigma_a$ [MPa] | Počet cyklů<br>do lomu $N_f$ [-] | Čas do<br>lomu<br>$t_f$ [h] | Poznámka |
|---------------------|-----------------|---------------------------------------|---|----------------------------------|-----------------------------|----------|
| 800                 | 1               | 0                                     | 280                                     | $0,935 \times 10^6$              | 2,07                        | lom      |
|                     | 2               | 0                                     | 280                                     | $2,645 \times 10^6$              | 5,83                        | lom      |
|                     | 3               | 0                                     | 260                                     | $1,225 \times 10^6$              | 2,72                        | lom      |
|                     | 4               | 0                                     | 260                                     | $6,275 \times 10^6$              | 14,09                       | lom      |
|                     | 5               | 0                                     | 240                                     | $2,484 \times 10^6$              | 5,56                        | lom      |
|                     | 6               | 0                                     | 240                                     | $7,866 \times 10^6$              | 17,65                       | lom      |
|                     | 7               | 0                                     | 220                                     | $2,958 \times 10^6$              | 6,65                        | lom      |
|                     | 8               | 0                                     | 220                                     | $6,356 \times 10^6$              | 14,38                       | lom      |
|                     | 9               | 0                                     | 200                                     | $10,000 \times 10^6$             | -                           | nezlomen |
|                     | 10              | 0                                     | 200                                     | $10,000 \times 10^6$             | -                           | nezlomen |

Tabulka 7. Pokračování

|     |    |   |     |                      |       |          |
|-----|----|---|-----|----------------------|-------|----------|
| 800 | 11 | 0 | 200 | $10,100 \times 10^6$ | -     | nezlomen |
| 900 | 12 | 0 | 260 | $0,579 \times 10^6$  | 1,30  | lom      |
|     | 13 | 0 | 240 | $0,650 \times 10^6$  | 1,49  | lom      |
|     | 14 | 0 | 240 | $1,355 \times 10^6$  | 3,09  | lom      |
|     | 15 | 0 | 220 | $3,354 \times 10^6$  | 7,76  | lom      |
|     | 16 | 0 | 220 | $4,457 \times 10^6$  | 10,23 | lom      |
|     | 17 | 0 | 200 | $5,240 \times 10^6$  | 11,93 | lom      |
|     | 18 | 0 | 180 | $8,330 \times 10^6$  | 19,49 | lom      |
|     | 19 | 0 | 180 | $10,500 \times 10^6$ | -     | nezlomen |
| 950 | 20 | 0 | 240 | $0,465 \times 10^6$  | 1,06  | lom      |
|     | 21 | 0 | 240 | $0,615 \times 10^6$  | 1,41  | lom      |
|     | 22 | 0 | 220 | $1,073 \times 10^6$  | 2,45  | lom      |
|     | 23 | 0 | 220 | $1,204 \times 10^6$  | 2,76  | lom      |
|     | 24 | 0 | 200 | $1,879 \times 10^6$  | 4,31  | lom      |
|     | 25 | 0 | 200 | $1,999 \times 10^6$  | 4,55  | lom      |
|     | 26 | 0 | 180 | $1,729 \times 10^6$  | 3,90  | lom      |
|     | 27 | 0 | 180 | $11,800 \times 10^6$ | -     | nezlomen |

Tabulka 8. Výsledky únavového namáhání tavby 3 V+HIP+TZ superslitiny IN 713LC.

| Teplota<br>$T$ [°C] | Číslo<br>vzorku | Střední<br>napětí<br>$\sigma_m$ [MPa] | Amplituda<br>napětí<br>$\sigma_a$ [MPa] | Počet cyklů<br>do lomu $N_f$ [-] | Čas do<br>lomu<br>$t_f$ [h] | Poznámka |
|---------------------|-----------------|---------------------------------------|---|----------------------------------|-----------------------------|----------|
| 800                 | 1               | 0                                     | 320                                     | $0,323 \times 10^6$              | 0,74                        | lom      |
|                     | 2               | 0                                     | 320                                     | $0,736 \times 10^6$              | 1,65                        | lom      |
|                     | 3               | 0                                     | 300                                     | $2,527 \times 10^6$              | 5,67                        | lom      |
|                     | 4               | 0                                     | 300                                     | $3,506 \times 10^6$              | 7,79                        | lom      |
|                     | 5               | 0                                     | 280                                     | $9,916 \times 10^6$              | 22,14                       | lom      |
|                     | 6               | 0                                     | 280                                     | $10,000 \times 10^6$             | -                           | nezlomen |
|                     | 7               | 0                                     | 270                                     | $10,000 \times 10^6$             | -                           | nezlomen |

Tabulka 8. Pokračování

|     |    |   |     |                      |       |          |
|-----|----|---|-----|----------------------|-------|----------|
| 800 | 8  | 0 | 270 | $16,659 \times 10^6$ | 37,04 | lom      |
|     | 9  | 0 | 260 | $32,878 \times 10^6$ | -     | nezlomen |
|     | 10 | 0 | 220 | $32,000 \times 10^6$ | -     | nezlomen |
| 900 | 11 | 0 | 280 | $0,424 \times 10^6$  | 0,96  | lom      |
|     | 12 | 0 | 260 | $0,416 \times 10^6$  | 0,97  | lom      |
|     | 13 | 0 | 260 | $1,963 \times 10^6$  | 4,43  | lom      |
|     | 14 | 0 | 240 | $4,047 \times 10^6$  | 9,37  | lom      |
|     | 15 | 0 | 240 | $9,276 \times 10^6$  | 20,86 | lom      |
|     | 16 | 0 | 220 | $7,018 \times 10^6$  | 16,11 | lom      |
|     | 17 | 0 | 210 | $10,021 \times 10^6$ | -     | nezlomen |
|     | 18 | 0 | 210 | $10,300 \times 10^6$ | -     | nezlomen |
|     | 19 | 0 | 210 | $11,900 \times 10^6$ | -     | nezlomen |
| 950 | 20 | 0 | 260 | $0,179 \times 10^6$  | 0,42  | lom      |
|     | 21 | 0 | 240 | $0,664 \times 10^6$  | 1,55  | lom      |
|     | 22 | 0 | 220 | $0,851 \times 10^6$  | 1,99  | lom      |
|     | 23 | 0 | 220 | $2,021 \times 10^6$  | 4,62  | lom      |
|     | 24 | 0 | 200 | $1,956 \times 10^6$  | 4,51  | lom      |
|     | 25 | 0 | 200 | $4,798 \times 10^6$  | 11,11 | lom      |
|     | 26 | 0 | 180 | $7,827 \times 10^6$  | 17,97 | lom      |
|     | 27 | 0 | 170 | $8,949 \times 10^6$  | 20,72 | lom      |
|     | 28 | 0 | 160 | $10,070 \times 10^6$ | -     | nezlomen |
|     | 29 | 0 | 160 | $24,044 \times 10^6$ | -     | nezlomen |

Tabulka 9. Výsledky únavového a kombinovaného namáhání superslitiny MAR-M 247.

| Teplota<br>$T$ [°C] | Číslo<br>vzorku | Střední<br>napětí<br>$\sigma_m$ [MPa] | Amplituda<br>napětí<br>$\sigma_a$ [MPa] | Počet cyklů<br>do lomu $N_f$ [-] | Čas do<br>lomu<br>$t_f$ [h] | Poznámka |
|---------------------|-----------------|---------------------------------------|---|----------------------------------|-----------------------------|----------|
| 800                 | 1               | 0                                     | 320                                     | $0,248 \times 10^6$              | 0,55                        | lom      |
|                     | 2               | 0                                     | 300                                     | $1,078 \times 10^6$              | 2,48                        | lom      |

Tabulka 9. Pokračování

|     |    |   |     |                      |       |          |
|-----|----|---|-----|----------------------|-------|----------|
| 800 | 3  | 0 | 280 | $0,982 \times 10^6$  | 2,22  | lom      |
|     | 4  | 0 | 280 | $1,021 \times 10^6$  | 2,35  | lom      |
|     | 5  | 0 | 280 | $7,244 \times 10^6$  | 16,24 | lom      |
|     | 6  | 0 | 260 | $7,020 \times 10^6$  | 15,73 | lom      |
|     | 7  | 0 | 260 | $11,208 \times 10^6$ | 24,91 | lom      |
|     | 8  | 0 | 240 | $3,292 \times 10^6$  | 7,56  | lom      |
|     | 9  | 0 | 240 | $20,004 \times 10^6$ | -     | nezlomen |
|     | 10 | 0 | 220 | $20,027 \times 10^6$ | -     | nezlomen |
|     | 11 | 0 | 220 | $20,365 \times 10^6$ | -     | nezlomen |
|     | 12 | 0 | 220 | $21,041 \times 10^6$ | -     | nezlomen |
| 900 | 13 | 0 | 300 | $0,374 \times 10^6$  | 0,86  | lom      |
|     | 14 | 0 | 280 | $0,915 \times 10^6$  | 2,09  | lom      |
|     | 15 | 0 | 260 | $0,998 \times 10^6$  | 2,30  | lom      |
|     | 16 | 0 | 260 | $2,045 \times 10^6$  | 4,74  | lom      |
|     | 17 | 0 | 240 | $7,662 \times 10^6$  | 17,52 | lom      |
|     | 18 | 0 | 240 | $17,477 \times 10^6$ | 39,73 | lom      |
|     | 19 | 0 | 210 | $19,262 \times 10^6$ | 45,61 | lom      |
|     | 20 | 0 | 200 | $20,600 \times 10^6$ | -     | nezlomen |
|     | 21 | 0 | 200 | $29,500 \times 10^6$ | -     | nezlomen |
|     | 22 | 0 | 200 | $29,874 \times 10^6$ | -     | nezlomen |
| 950 | 23 | 0 | 280 | $0,936 \times 10^6$  | 2,18  | lom      |
|     | 24 | 0 | 260 | $0,530 \times 10^6$  | 1,21  | lom      |
|     | 25 | 0 | 260 | $3,496 \times 10^6$  | 8,00  | lom      |
|     | 26 | 0 | 240 | $3,078 \times 10^6$  | 6,99  | lom      |
|     | 27 | 0 | 240 | $3,264 \times 10^6$  | 7,67  | lom      |
|     | 28 | 0 | 220 | $14,728 \times 10^6$ | 33,18 | lom      |
|     | 29 | 0 | 190 | $17,306 \times 10^6$ | 39,99 | lom      |
|     | 30 | 0 | 180 | $20,000 \times 10^6$ | -     | nezlomen |

Tabulka 9. Pokračování

|     |    |     |     |                       |        |          |
|-----|----|-----|-----|-----------------------|--------|----------|
| 950 | 31 | 0   | 180 | $20,000 \times 10^6$  | -      | nezlomen |
|     | 32 | 0   | 180 | $20,000 \times 10^6$  | -      | nezlomen |
| 900 | 33 | 150 | 260 | $0,785 \times 10^6$   | 1,80   | lom      |
|     | 34 | 150 | 240 | $3,128 \times 10^6$   | 7,18   | lom      |
|     | 35 | 150 | 220 | $6,325 \times 10^6$   | 14,79  | lom      |
|     | 36 | 150 | 210 | $8,229 \times 10^6$   | 19,08  | lom      |
|     | 37 | 150 | 200 | $44,026 \times 10^6$  | 101,91 | lom      |
|     | 38 | 150 | 180 | $100,000 \times 10^6$ | -      | nezlomen |
|     | 39 | 150 | 160 | $59,375 \times 10^6$  | -      | nezlomen |
|     | 40 | 300 | 240 | $0,475 \times 10^6$   | 0,77   | lom      |
|     | 41 | 300 | 220 | $1,050 \times 10^6$   | 2,54   | lom      |
|     | 42 | 300 | 200 | $3,034 \times 10^6$   | 7,22   | lom      |
|     | 43 | 300 | 200 | $4,924 \times 10^6$   | 11,64  | lom      |
|     | 44 | 300 | 190 | $13,265 \times 10^6$  | 32,04  | lom      |
|     | 45 | 300 | 180 | $10,583 \times 10^6$  | 25,36  | lom      |
|     | 46 | 300 | 160 | $50,701 \times 10^6$  | 117,82 | lom      |
|     | 47 | 300 | 120 | $74,026 \times 10^6$  | 171,75 | lom      |
|     | 48 | 300 | 80  | $78,201 \times 10^6$  | 173,93 | lom      |
|     | 49 | 300 | 80  | $94,966 \times 10^6$  | 216,40 | lom      |
|     | 50 | 300 | 40  | $85,953 \times 10^6$  | 202,63 | lom      |
|     | 51 | 300 | 40  | $138,060 \times 10^6$ | 305,03 | lom      |
|     | 52 | 300 | 0   | -                     | 322,37 | lom      |
|     | 53 | 300 | 0   | -                     | 333,20 | lom      |
|     | 54 | 350 | 180 | $6,556 \times 10^6$   | 15,84  | lom      |
|     | 55 | 350 | 160 | $10,142 \times 10^6$  | 24,05  | lom      |
|     | 56 | 350 | 120 | $19,866 \times 10^6$  | 44,53  | lom      |
|     | 57 | 350 | 80  | $29,294 \times 10^6$  | 64,53  | lom      |
|     | 58 | 350 | 80  | $40,937 \times 10^6$  | 92,90  | lom      |

Tabulka 9. Pokračování

|     |     |     |                     |                      |        |     |
|-----|-----|-----|---------------------|----------------------|--------|-----|
| 900 | 59  | 350 | 80                  | $44,102 \times 10^6$ | 99,33  | lom |
|     | 60  | 350 | 40                  | $40,364 \times 10^6$ | 94,23  | lom |
|     | 61  | 350 | 40                  | $43,883 \times 10^6$ | 99,27  | lom |
|     | 62  | 350 | 40                  | $59,103 \times 10^6$ | 131,23 | lom |
|     | 63  | 350 | 20                  | $44,221 \times 10^6$ | 103,58 | lom |
|     | 64  | 350 | 0                   | -                    | 125,47 | lom |
|     | 65  | 400 | 220                 | $0,320 \times 10^6$  | 0,76   | lom |
|     | 66  | 400 | 200                 | $1,306 \times 10^6$  | 3,15   | lom |
|     | 67  | 400 | 180                 | $3,323 \times 10^6$  | 8,03   | lom |
|     | 68  | 400 | 180                 | $3,799 \times 10^6$  | 9,02   | lom |
|     | 69  | 400 | 160                 | $3,777 \times 10^6$  | 9,20   | lom |
|     | 70  | 400 | 140                 | $8,816 \times 10^6$  | 20,84  | lom |
|     | 71  | 400 | 120                 | $5,718 \times 10^6$  | 13,82  | lom |
|     | 72  | 400 | 120                 | $7,793 \times 10^6$  | 18,82  | lom |
|     | 73  | 400 | 100                 | $15,777 \times 10^6$ | 37,78  | lom |
|     | 74  | 400 | 40                  | $14,480 \times 10^6$ | 38,68  | lom |
|     | 75  | 420 | 80                  | $8,131 \times 10^6$  | 19,64  | lom |
|     | 76  | 430 | 40                  | $8,652 \times 10^6$  | 20,63  | lom |
|     | 77  | 450 | 160                 | $1,880 \times 10^6$  | 4,52   | lom |
|     | 78  | 450 | 120                 | $5,460 \times 10^6$  | 12,79  | lom |
|     | 79  | 450 | 80                  | $6,746 \times 10^6$  | 16,15  | lom |
| 80  | 450 | 40  | $5,356 \times 10^6$ | 12,87                | lom    |     |
| 81  | 450 | 0   | -                   | 13,10                | lom    |     |



Tabulka 10. Výsledky únavového namáhání těles z lopatky superslitiny MAR-M 247 při teplotě 800 °C.

| Pozice | Číslo vzorku | Střední napětí $\sigma_m$ [MPa] | Amplituda napětí $\sigma_a$ [MPa] | Počet cyklů do lomu $N_f$ [-] | Čas do lomu $t_f$ [h] | Poznámka |
|--------|--------------|---------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|-----------------------|----------|
| Zámek  | 1            | 0                               | 300                               | $0,054 \times 10^6$           | 0,12                  | lom      |
|        | 2            | 0                               | 300                               | $0,067 \times 10^6$           | 0,16                  | lom      |
|        | 3            | 0                               | 290                               | $0,998 \times 10^6$           | 2,29                  | lom      |
|        | 4            | 0                               | 290                               | $2,891 \times 10^6$           | 6,60                  | lom      |
|        | 5            | 0                               | 280                               | $0,895 \times 10^6$           | 2,07                  | lom      |
|        | 6            | 0                               | 280                               | $1,737 \times 10^6$           | 4,02                  | lom      |
|        | 7            | 0                               | 260                               | $5,392 \times 10^6$           | 12,63                 | lom      |
|        | 8            | 0                               | 260                               | $11,511 \times 10^6$          | 26,25                 | lom      |
|        | 9            | 0                               | 240                               | $16,521 \times 10^6$          | 38,44                 | lom      |
|        | 10           | 0                               | 240                               | $20,000 \times 10^6$          | -                     | nezlomen |
|        | 11           | 0                               | 230                               | $20,101 \times 10^6$          | -                     | nezlomen |
|        | 12           | 0                               | 230                               | $20,142 \times 10^6$          | -                     | nezlomen |
|        | 13           | 0                               | 230                               | $38,425 \times 10^6$          | 89,92                 | lom      |
| Střed  | 1            | 0                               | 320                               | $0,061 \times 10^6$           | 0,14                  | lom      |
|        | 2            | 0                               | 310                               | $0,555 \times 10^6$           | 1,26                  | lom      |
|        | 3            | 0                               | 310                               | $0,724 \times 10^6$           | 1,65                  | lom      |
|        | 4            | 0                               | 300                               | $0,998 \times 10^6$           | 2,24                  | lom      |
|        | 5            | 0                               | 300                               | $1,129 \times 10^6$           | 2,55                  | lom      |
|        | 6            | 0                               | 280                               | $0,870 \times 10^6$           | 1,97                  | lom      |
|        | 7            | 0                               | 260                               | $6,639 \times 10^6$           | 15,04                 | lom      |
|        | 8            | 0                               | 260                               | $12,581 \times 10^6$          | 28,74                 | lom      |
|        | 9            | 0                               | 250                               | $44,212 \times 10^6$          | -                     | nezlomen |
|        | 10           | 0                               | 230                               | $20,402 \times 10^6$          | -                     | nezlomen |
| List   | 1            | 0                               | 320                               | $0,228 \times 10^6$           | 0,51                  | lom      |
|        | 2            | 0                               | 320                               | $1,626 \times 10^6$           | 3,58                  | lom      |

Tabulka 10. Pokračování

|      |   |   |     |                      |       |     |
|------|---|---|-----|----------------------|-------|-----|
| List | 3 | 0 | 300 | $1,852 \times 10^6$  | 4,60  | lom |
|      | 4 | 0 | 300 | $13,240 \times 10^6$ | 30,65 | lom |
|      | 5 | 0 | 280 | $2,785 \times 10^6$  | 6,29  | lom |
|      | 6 | 0 | 270 | $5,776 \times 10^6$  | 13,16 | lom |
|      | 7 | 0 | 260 | $2,072 \times 10^6$  | 4,78  | lom |

## 10 SEZNAM OBRÁZKŮ

|   |    |
|---|----|
| <i>Obr. 1 Vývoj provozních teplot lopatek leteckých turbín. Převzato z [1].</i>   | 14 |
| <i>Obr. 2 Vliv teploty na změnu meze kluzu <math>R_{p0,2}</math> pro různé obsahy zpevňující fáze <math>\gamma'</math> v ternární slitině Ni-Cr-Al. Převzato z [20].</i>  | 15 |
| <i>Obr. 3 Mikrostruktura superslitiny IN 713LC; REM [34].</i>   | 17 |
| <i>Obr. 4 Vliv teploty na změnu meze pevnosti <math>R_m</math> pro superslitiny IN 713LC a MAR-M 247. Převzato z [37, 38].</i>  | 18 |
| <i>Obr. 5 Mikrostruktura superslitiny MAR-M 247; REM [39].</i>  | 19 |
| <i>Obr. 6 Stádia únavové životnosti. Převzato z [45].</i>   | 20 |
| <i>Obr. 7 Vliv tahového a tlakového středního napětí na únavovou životnost. Převzato z [53].</i>  | 21 |
| <i>Obr. 8 Oktaedrické <math>\{111\}</math> roviny krystalové struktury <math>L1_2</math>. Malé kružnice jsou atomy jedné vrstvy. Jednotka úplné dislokace (Perfect), <math>b = a \langle 110 \rangle</math>, může disociovat do dvou superparciálních dislokací (Super-partials) s Burgersovým vektorem <math>b = a/2 \langle 110 \rangle</math>. Superparciální dislokace pozmění okolní mřížku, vytvoří se zde antifázové rozhraní (APB – anti-phase boundary). Superparciální dislokace mohou také disociovat do Shockleyho parciálních dislokací (Shockley partials) s Burgersovým vektorem <math>b = a/6 \langle 112 \rangle</math>, v mřížce se poté budou nacházet mimo antifázového rozhraní (APB) také komplexní vrstevné chyby (CSF – complex stacking fault). Převzato z [63].</i> | 24 |
| <i>Obr. 9 TEM snímky dislokačních struktur v orientovaných PSB superslitiny IN 713LC při teplotě 500 °C při <math>\epsilon_a = 0.7\%</math> (a) a 800 °C při <math>\epsilon_a = 0.8\%</math> (b); S.A. – osa namáhání (stress axis), S.F. – Schmidův faktor (Schmid factor), P.F. – rovina fólie (plane of the foil). Převzato z [67].</i>  | 25 |
| <i>Obr. 10 Creepová křivka při konstantním napětí <math>\sigma</math> a konstantní teplotě <math>T</math>. Převzato z [81].</i>   | 26 |
| <i>Obr. 11 Schématické zobrazení relativní creepové deformace polykrystalické, usměrněně krystalické a monokrystalické lité niklové superslitiny. Převzato z [84].</i>  | 27 |
| <i>Obr. 12 TEM snímky rozvoje dislokační struktury monokrystalické niklové superslitiny v orientaci <math>[001]</math> během creepového namáhání za teploty 750 °C tahovým napětím 750 MPa, tvorba dislokací, vrstevných chyb a antifázového rozhraní. (a): výchozí stav po tepelném zpracování; (b): po 2 h creepového namáhání; (c): po 100 h creepového namáhání; (d): tělesa porušeného po 1450 h creepového namáhání; (e): detail dislokačního páru (dislocation pair) a vrstevné chyby (stacking fault) z obrázku (c) – kroužek; (f): detail dislokačního páru z obrázku (d). Převzato z [85].</i>  | 28 |
| <i>Obr. 13 Mechanismy poškození materiálu. Převzato z [92].</i>   | 29 |
| <i>Obr. 14 Závislost doby do lomu na amplitudě napětí superponované na středním napětí u těles z CMSX-4 a CM186LC s obvodovým vrubem, <math>T = 850</math> °C. Převzato z [86].</i>   | 30 |
| <i>Obr. 15 Závislost času do lomu na amplitudě napětí pro 3 různá střední napětí: 720, 760 a 800 MPa, u těles z CMSX-4 s orientací <math>\langle 001 \rangle</math>, <math>T = 800</math> °C. Převzato z [98].</i>  | 30 |

|  |    |
|--|----|
| <i>Obr. 16 Model vtokové soustavy pro výrobu předlitých tyčí. ....</i>   | 32 |
| <i>Obr. 17 Makrostruktury zkušebních těles jednotlivých variant ze superslitiny IN 713LC – řez zkušebními tělesy; SM. ....</i>   | 33 |
| <i>Obr. 18 Detail mikrostruktury tavby <b>1 K</b> superslitiny IN 713LC a přítomnost karbidů po hranici zrn; REM. ....</i>   | 33 |
| <i>Obr. 19 Struktura superslitiny MAR-M 247. ....</i>  | 35 |
| <i>Obr. 20 Místa odběru a značení zkušebních těles z lopatky. ....</i>   | 36 |
| <i>Obr. 21 Struktury zkušebních těles ze superslitiny MAR-M 247 vyrobených z různých polotovarů: a) těleso odebrané ze zámku lopatky; b) těleso odebrané ze středu lopatky; c) těleso odebrané z listu lopatky; d) těleso vyrobené z předlitého polotovaru; SM. ....</i> | 37 |
| <i>Obr. 22. Předlitá tyč a), vyrobené zkušební těleso b) a geometrie zkušebních těles c). ....</i>   | 38 |
| <i>Obr. 23 S-N křivky únavové životnosti tří variant předlitých tyčí ze superslitiny IN 713LC pro teplotu 800 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa. .</i>  | 40 |
| <i>Obr. 24 S-N křivky únavové životnosti tří variant předlitých tyčí ze superslitiny IN 713LC pro teplotu 900 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa. .</i>  | 40 |
| <i>Obr. 25 S-N křivky únavové životnosti tří variant předlitých tyčí ze superslitiny IN 713LC pro teplotu 950 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa. .</i>  | 41 |
| <i>Obr. 26 S-N křivky pro vzorky vyrobené z předlitých tyčí varianty <b>1 K</b> superslitiny IN 713LC pro teploty 800, 900 a 950 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa. ....</i>  | 42 |
| <i>Obr. 27 Příklady lomových ploch s detailem místa iniciace únavové trhliny u těles varianty <b>1 K</b> ze superslitiny IN 713LC po únavovém zatěžování při teplotách: a) 800, b) 900 a c) 950 °C; REM. ....</i>  | 44 |
| <i>Obr. 28 Příklady lomových ploch s detailem místa iniciace únavové trhliny u těles varianty <b>2 V</b> ze superslitiny IN 713LC po únavovém zatěžování při teplotách: a) 800, b) 900 a c) 950 °C; REM. ....</i>  | 45 |
| <i>Obr. 29 Příklady lomových ploch s detailem místa iniciace únavové trhliny u těles varianty <b>3 V+HIP+TZ</b> ze superslitiny IN 713LC po únavovém zatěžování při teplotách: a) 800, b) 900 a c) 950 °C; REM. ....</i>   | 46 |
| <i>Obr. 30 S-N křivky pro vzorky vyrobené z předlitých tyčí ze superslitiny IN 713LC po únavovém zatěžování při středním napětí o hodnotách 0, 250 a 450 MPa při teplotě 800 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa. ....</i>        | 47 |
| <i>Obr. 31 Příklad lomové plochy s detailem místa iniciace únavové trhliny u tělesa varianty <b>1 K</b> ze superslitiny IN 713LC po únavovém zatěžování při středním napětí 250 MPa a teplotě 800 °C; REM. ....</i>  | 48 |
| <i>Obr. 32 S-N křivky únavové životnosti vzorků odebraných ze tří odlišných míst lopatky. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa. ....</i>   | 49 |

|  |    |
|--|----|
| <i>Obr. 33 Srovnání S-N křivek únavové životnosti vzorků vyrobených z lopatky a z předlitých tyčí ze superslitiny MAR-M 247 pro teplotu 800 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa. ....</i>   | 49 |
| <i>Obr. 34 S-N křivky únavové životnosti vzorků vyrobených z předlitých tyčí ze superslitiny MAR-M 247 pro teploty 800, 900 a 950 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa. ....</i>   | 50 |
| <i>Obr. 35 Příklady lomových ploch s detailem místa iniciace únavové trhliny u těles ze superslitiny MAR-M 247 po únavovém zatěžování při teplotách 800, 900 a 950 °C; REM. ....</i>   | 52 |
| <i>Obr. 36 S-N křivky únavové životnosti vzorků vyrobených z předlitých tyčí superslitiny MAR-M 247 po únavovém zatěžování při středním napětí o hodnotách 0, 150, 300 a 400 MPa při teplotě 900 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa. ....</i>          | 53 |
| <i>Obr. 37 Příklady lomových ploch s detailem místa iniciace únavové trhliny u těles ze superslitiny MAR-M 247 po únavovém zatěžování při středních napětích: a) 150 MPa, b) 400 MPa a teplotě 900 °C; REM. ....</i>   | 54 |
| <i>Obr. 38 Závislost času do lomu na amplitudě napětí pro střední napětí 450, 500 a 600 MPa u superslitiny IN 713LC za teploty <math>T = 800</math> °C. ....</i>   | 55 |
| <i>Obr. 39 Lomové plochy porušených těles niklové superslitiny IN 713LC zatěžovaných středním napětím <math>\sigma_m = 450</math> MPa a cyklickou složkou napětí <math>\sigma_a</math> o velikosti a) 0 MPa, b) 20 MPa, c) a d) 40 MPa, e) a f) 80 MPa, g) 120 MPa a h) 160 MPa; REM. ....</i> | 56 |
| <i>Obr. 40 Lomové plochy porušených těles niklové superslitiny IN 713LC zatěžovaných středním napětím <math>\sigma_m = 500</math> MPa a cyklickou složkou napětí <math>\sigma_a</math> o velikosti a) 0 MPa, b) 40 MPa, c) 80 MPa a d) 120 MPa; REM. ....</i>                                  | 59 |
| <i>Obr. 41 Podélný řez tělesem superslitiny IN 713LC; REM. a) sekundární trhliny v mezidendritických prostorách (šipky); b) detail creepových kavit (šipky). ....</i>  | 60 |
| <i>Obr. 42 Lomové plochy porušených těles niklové superslitiny IN 713LC zatěžovaných středním napětím <math>\sigma_m = 600</math> MPa a cyklickou složkou napětí <math>\sigma_a</math> o velikosti a) 0 MPa, b) 40 MPa, c) 80 MPa a d) 120 MPa; REM. ....</i>                                  | 61 |
| <i>Obr. 43 Podélný řez porušeným tělesem ze superslitiny IN 713LC při teplotě 800 °C (a, b) a 900 °C (c, d); rafting zpevňující fáze <math>\gamma'</math>, REM. ....</i>   | 62 |
| <i>Obr. 44 Haighův diagram životnosti niklové superslitiny IN 713LC při teplotě 800 °C. ....</i>   | 63 |
| <i>Obr. 45 Závislost času do lomu na amplitudě napětí pro střední napětí 300, 350 a 450 MPa u superslitiny MAR-M 247 za teploty <math>T = 900</math> °C. ....</i>  | 64 |
| <i>Obr. 46 Lomové plochy porušených těles niklové superslitiny MAR-M 247 zatěžovaných při teplotě 900 °C středním napětím <math>\sigma_m = 300</math> MPa a cyklickou složkou napětí <math>\sigma_a</math>: a) 0 MPa, b) 40 MPa, c) 80 MPa, d) 120 MPa, e) 160 MPa, f) 200 MPa; REM. ....</i>  | 65 |
| <i>Obr. 47 Haighův diagram životnosti niklové superslitiny MAR-M 247 při teplotě <math>T = 900</math> °C. ....</i>   | 67 |

- Obr. 48 TEM snímky superslitiny IN 713LC zatěžované za podmínek  $T = 800\text{ °C}$ ;  $\sigma_a = 240\text{ MPa}$ ;  $N_f = 13,9 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 32,2\text{ h}$ . a) komplexní vrstevná chyba (CSF – complex stacking fault) a skluzový pás (SB – slip band); b) dislokace v kanálech matrice  $\gamma$ ; c) sekundární trhlina a detail jejího čela (vpravo). ..... 68
- Obr. 49 TEM snímek superslitiny IN 713LC zatěžované za podmínek  $T = 900\text{ °C}$ ;  $\sigma_a = 210\text{ MPa}$ ;  $N_f = 7,7 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 18,5\text{ h}$ . Pohyb dislokací matricí  $\gamma$ , absence vrstevných chyb. .... 69
- Obr. 50 TEM snímky superslitiny IN 713LC zatěžované za podmínek  $T = 950\text{ °C}$ ;  $\sigma_a = 180\text{ MPa}$ ;  $N_f = 10,2 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 24,5\text{ h}$ . Rafting precipitátů  $\gamma'$  a detail dislokační sítě v matrici  $\gamma$  (vpravo). ..... 70
- Obr. 51 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 zatěžované za podmínek  $T = 800\text{ °C}$ ;  $\sigma_a = 260\text{ MPa}$ ;  $N_f = 7,0 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 15,7\text{ h}$ . a) komplexní vrstevné chyby ve dvou rovinách typu  $\{111\}$ ; b) lokalizace plastické deformace v okolí karbidu; c) příklad skluzového pásu; d) detail dislokací usměrněných do skluzového pásu. .... 71
- Obr. 52 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 zatěžované za podmínek  $T = 900\text{ °C}$ ;  $\sigma_a = 240\text{ MPa}$ ;  $N_f = 17,5 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 39,7\text{ h}$ . a) sekundární trhlina s planárním charakterem šíření; b) skluzové pásy v rovinách typu  $\{111\}$ ; c) dislokační hustota v matrici  $\gamma$  v oblastech bez lokalizace plastické deformace. .... 72
- Obr. 53 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 zatěžované za podmínek  $T = 950\text{ °C}$ ;  $\sigma_a = 220\text{ MPa}$ ;  $N_f = 14,7 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 33,2\text{ h}$ . a) rozložení dislokací v matrici  $\gamma$ ; b) detail dislokační sítě. .... 73
- Obr. 54 TEM snímky superslitiny IN 713LC po creepovém namáhání za podmínek  $T = 800\text{ °C}$ ;  $\sigma_m = 450\text{ MPa}$ ;  $t_f = 286,7\text{ h}$ . a) rozložení dislokací v matrici  $\gamma$ ; b) detail dislokační sítě. .... 74
- Obr. 55 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po creepovém namáhání za podmínek  $T = 900\text{ °C}$ ;  $\sigma_m = 300\text{ MPa}$ ;  $t_f = 322,4\text{ h}$ . a) rozložení dislokací ve struktuře; b) detail dislokační sítě. .... 74
- Obr. 56 TEM snímky superslitiny IN 713LC po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 800\text{ °C}$ ;  $\sigma_m = 450\text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 40\text{ MPa}$ ;  $N_f = 104,4 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 241,6\text{ h}$ . a) a b) rozložení dislokací ve struktuře; c) výskyt dislokací v matrici  $\gamma$  i precipitátech  $\gamma'$ ; d) detail dislokační sítě. .... 75
- Obr. 57 TEM snímky superslitiny IN 713LC po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 800\text{ °C}$ ;  $\sigma_m = 450\text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 120\text{ MPa}$ ;  $N_f = 10,4 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 24,5\text{ h}$ . a) rozložení dislokací ve struktuře, šipky označují místa s chybějícími precipitáty  $\gamma'$ ; b) detail míst s rozpuštěnými precipitáty; c) planární průchod dislokací precipitáty  $\gamma'$ . .... 76
- Obr. 58 TEM snímky superslitiny IN 713LC po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 800\text{ °C}$ ;  $\sigma_m = 450\text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 160\text{ MPa}$ ;  $N_f = 0,6 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 1,3\text{ h}$ . a) dislokační struktura dislokací a detail usměrnění dislokací (vpravo); b) komplexní vrstevné chyby a uspořádané dislokace v precipitátech  $\gamma'$ . .... 77

- Obr. 59 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 900\text{ °C}$ ;  $\sigma_m = 300\text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 40\text{ MPa}$ ;  $N_f = 138,1 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 305,0\text{ h}$ . a) dislokační struktura superslitiny a detail dislokační sítě v matici  $\gamma$  (vpravo); b) detail dislokační sítě v matici  $\gamma$  v oblasti hrubých precipitátů  $\gamma'$ . ..... 78
- Obr. 60 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 900\text{ °C}$ ;  $\sigma_m = 300\text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 80\text{ MPa}$ ;  $N_f = 78,2 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 173,9\text{ h}$ . a) rozdílná dislokační hustota v oblasti hrubých a jemných precipitátů  $\gamma'$ ; b) detail nakupení dislokací v oblasti hrubých precipitátů  $\gamma'$ ; c) detail nakupení dislokací v oblasti jemných precipitátů  $\gamma'$ . ..... 79
- Obr. 61 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 900\text{ °C}$ ;  $\sigma_m = 300\text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 120\text{ MPa}$ ;  $N_f = 74,0 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 171,8\text{ h}$ . a) nakupení dislokací v matici  $\gamma'$ ; b) dislokace ve skluzovém pásu; c) sekundární trhlina a detail trhliny s aktivními skluzovými systémy (vpravo). ..... 80
- Obr. 62 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 900\text{ °C}$ ;  $\sigma_m = 300\text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 160\text{ MPa}$ ;  $N_f = 50,7 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 117,8\text{ h}$ . a) rozložení dislokací v oblastech bez skluzových pásů; b) skluzový pás a detail dislokací ve skluzovém pásu (vpravo). ..... 81
- Obr. 63 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 900\text{ °C}$ ;  $\sigma_m = 300\text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 200\text{ MPa}$ ;  $N_f = 3,0 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 7,2\text{ h}$ . a) dislokační struktura s hrubými a jemnými precipitáty  $\gamma'$ , šipky označují místa s lokálním nahromaděním dislokací pile-up mechanismem; b) komplexní vrstevné chyby v precipitátech  $\gamma'$ . ..... 82
- Obr. 64 TEM snímek superdislokací v precipitátech  $\gamma'$  superslitiny IN 713LC cyklované při a)  $800\text{ °C}$ , superdislokace je rozštěpená na čtyři parciální dislokace; b)  $950\text{ °C}$ , superdislokace je tvořena dvěma dislokacemi. ..... 84
- Obr. 65 Závislost času do lomu na amplitudě napětí superslitiny IN 713LC při  $800\text{ °C}$ . Převzato z [37]. ..... 88
- Obr. 66 Haighův diagram životnosti IN 713LC pro  $800$  a  $900\text{ °C}$ . ..... 91
- Obr. 67 Haighův diagram životnosti MAR-M 247 pro  $800$  a  $900\text{ °C}$ . ..... 92

## 11 VLASTNÍ PUBLIKACE

### Publikace vztahující se k tématu DDP

#### Seznam publikací v impaktovaných časopisech:

- ŠMÍD, M., HORNÍK, V., KUNZ, L., HRBÁČEK, K., HUTAŘ, P., *High cycle fatigue data transferability of MAR-M 247 superalloy from separately cast specimens to real gas turbine blade*. Engineering Failure Analysis, v květnu 2020 zaslán manuscript.
- ŠMÍD, M., HORNÍK, V., HUTAŘ, P., KUNZ, L., HRBÁČEK, K., *High Cycle Fatigue Damage Mechanisms of MAR-M 247 Superalloy at High Temperatures*. TRANSACTIONS OF THE INDIAN INSTITUTE OF METALS, 2016, vol. 69, no. 2, p. 393-397. ISSN: 0972-2815.

#### Seznam publikací v recenzovaných časopisech a sbornících:

- HORNÍK, V., FINTOVÁ, S., ŠMÍD, M., HUTAŘ, P., HRBÁČEK, K., KUNZ, L., *Interaction of fatigue and creep in MAR-M 247 superalloy*. Procedia Structural Integrity, 2019, vol. 23, p. 197-202. ISSN: 2452-3216.
- HORNÍK, V., FINTOVÁ, S., ŠMÍD, M., HUTAŘ, P., HRBÁČEK, K., KUNZ, L., *Fatigue properties of B1914 superalloy at high temperatures*. Procedia Structural Integrity, 2019, vol. 23, p. 191-196. ISSN: 2452-3216.
- KUNZ, L., HORNÍK, V., HUTAŘ, P., FINTOVÁ, S., *Initiation of fatigue cracks and lifetime of Ni-base superalloys at high mean stress and temperature*. Procedia Structural Integrity, 2017, vol. 7, p. 44-49. ISSN: 2452-3216.
- HORNÍK, V., ŠMÍD, M., FINTOVÁ, S., HUTAŘ, P., KUNZ, L., HRBÁČEK, K., *Effect of Ni-based superalloy structure on fatigue crack propagation mode*. 19<sup>th</sup> Conference APPLIED MECHANICS 2017 – Conference Proceedings, 2017, p. 41-44. ISBN: 978-80-87434-08-6.
- HORNÍK, V., ŠMÍD, M., HUTAŘ, P., KUNZ, L., HRBÁČEK, K., *Interaction of Creep and High Cycle Fatigue of IN 713LC Superalloy*. Solid State Phenomena, 2017, vol. 258, p. 595-598. ISSN: 1012-0394.
- ŠMÍD, M., HUTAŘ, P., HORNÍK, V., HRBÁČEK, K., KUNZ, L., *Stage I fatigue cracking in MAR-M 247 superalloy at elevated temperatures*. Procedia Structural Integrity, 2016, vol. 2, p. 3018-3025. ISSN: 2452-3216.
- ŠMÍD, M., HORNÍK, V., HUTAŘ, P., KUNZ, L., HRBÁČEK, K., JOCH, A., *Vliv rozdílných podmínek přesného lití na vysokocyklovou únavu superslitiny MAR-M 247 při vysokých teplotách*. Slévárenství, 2015, no. 9- 10, p. 340-344. ISSN: 0037-6825.
- HORNÍK V., ŠMÍD M., HUTAŘ P., KUNZ L., HRBÁČEK K., *Effect of different Investment Casting Conditions on High Cycle Fatigue of MAR-M 247 Superalloy at Elevated Temperatures*. Přednáška na konferenci „METAL 2015“ (Brno, 2015).



## Ostatní publikace

### Seznam publikací v impaktovaných časopisech:

- SVOBODA, J., HORNÍK, V., RIEDEL, H., *Modelling of processing steps of new generation ODS alloys*. Metallurgical and Materials Transactions A, v březnu 2020 zaslán manuscript.
- MORAVČÍK, I., HORNÍK, V., MINÁRIK, P., LI, L., DLOUHÝ, I., JANOVSÁ, M., RAABE, D., LI, Z., *Interstitial doping enhances the strength-ductility synergy in a CoCrNi medium entropy alloy*. Materials Science and Engineering A, 2020, vol. 781, ISSN: 0921-5093.
- FINTOVÁ, S., KUBĚNA, I., TRŠKO, L., HORNÍK, V., KUNZ, L., *Fatigue behavior of AW7075 aluminum alloy in ultra-high cycle fatigue region*. Materials Science and Engineering A, 2020, vol. 774, ISSN: 0921-5093.
- ŠEBESTOVÁ, H., HORNÍK, P., MRŇA, L., JAMBOR, M., HORNÍK, V., POKORNÝ, P., HUTAŘ, P., AMBROŽ, O., DOLEŽAL, P., *Fatigue properties of laser and hybrid laser-TIG welds of thermo-mechanically rolled steels*. Materials Science and Engineering A, 2020, vol. 772, ISSN: 0921-5093.
- SVOBODA, J., HORNÍK, V., STRATIL, L., HADRABA, H., MAŠEK, B., KHALAJ, O., JIRKOVÁ, H., *Microstructure Evolution in ODS Alloys with a High-Volume Fraction of Nano Oxides*. Metals, 2018, vol. 8, 1079. ISSN: 2075-4701.
- MORAVČÍK, I., DE ALMEIDA GOUVÊA, L., HORNÍK, V., KOVACOVA, Z., KITZMANTEL, E., NEUBAUER, E., DLOUHÝ, I., *Synergic strengthening by oxide and coherent precipitate dispersions in high-entropy alloy prepared by powder metallurgy*. Scripta Materialia, 2018, vol. 157(1), p. 24-29. ISSN: 1359-6462.
- ZÁLEŽÁK, T., ŠIŠKA, F., STRATIL, L., FINTOVÁ, S., HORNÍK, V., BÁRTKOVÁ, D., HUSÁK, R., SVOBODA, J., DLOUHÝ, A., *An Integration of 3D Discrete Dislocation Dynamics with Numerical Tensile Testing*. Acta Physica Polonica A, 2018, vol. 134, p. 777-780. ISSN: 0587-4246
- ŠIŠKA, F., STRATIL, L., HADRABA, H., FINTOVÁ, S., KUBĚNA, I., HORNÍK, V., HUSÁK, R., BÁRTKOVÁ, D., ZÁLEŽÁK, T., *Strengthening mechanisms of different oxide particles in 9Cr ODS steel at high temperatures*. Materials Science and Engineering A, 2018, vol. 732, p. 112-119. ISSN: 0921-5093.
- MORAVČÍK, I., ČÍŽEK, J., KOVACOVA, Z., NEJEZCHLEBOVÁ, J., KITZMANTEL, E., NEUBAUER, E., KUBĚNA, I., HORNÍK, V., DLOUHÝ, I., *Mechanical and Microstructural Characterization of Powder Metallurgy CoCrNi Medium Entropy Alloy*. Materials Science and Engineering A, 2017, vol. 701, p. 370-380. ISSN: 0921-5093.

Seznam publikací v recenzovaných časopisech a sbornících:

- DYMÁČEK, P., SVOBODA, J., JIRKOVÁ, H., STRATIL, L., HORNÍK, V., *Microstructure evolution and creep strength of new-generation oxide dispersion strengthened alloys with high volume fraction of nano-oxides*. Procedia Structural Integrity, 2019, vol. 17, p. 427-433. ISSN: 2452-3216.
- DYMÁČEK, P., BÁRTKOVÁ, D., HORNÍK, V., STRATIL, L., MAŠEK, B., SVOBODA, J., *New Generation of ODS Alloys*. Key Engineering Materials, 2019, vol. 810, p. 113-118. ISSN: 1662-9795.
- ŠEBESTOVÁ, H., HORNÍK, P., MRŇA, L., HORNÍK, V., HUTAŘ, P., JAMBOR, M., DOLEŽAL, P., *Fatigue behavior of laser and hybrid laser-TIG welds of high-strength low-alloy steels*. Lasers in Manufacturing Conference 2019

## 12 POUŽITÁ LITERATURA

1. Durand-Charre, M., *The Microstructure of Superalloys*. 1998: Taylor & Francis.
2. Suzuki, A. and T.M. Pollock, *High-temperature strength and deformation of  $\gamma/\gamma'$  two-phase Co–Al–W-base alloys*. *Acta Materialia*, 2008. **56**(6): p. 1288-1297.
3. Suzuki, A., G.C. DeNolf, and T.M. Pollock, *Flow stress anomalies in  $\gamma/\gamma'$  two-phase Co–Al–W-base alloys*. *Scripta Materialia*, 2007. **56**(5): p. 385-388.
4. Sato, J., et al., *Cobalt-Base High-Temperature Alloys*. *Science*, 2006. **312**(5770): p. 90-91.
5. Pöttgen, R. and D. Jöhrendt, *Intermetallics: Synthesis, Structure, Function*. 2014: De Gruyter.
6. Geddes, B., H. Leon, and X. Huang, *Superalloys - Alloying and Performance*. 2010, ASM International. p. 176.
7. Frost, N.E., K.J. Marsh, and L.P. Pook, *Metal Fatigue*. 1974: Dover Publications.
8. Schubert, F., *Temperature- and Time-Dependent Transformation: Application to Heat Treatment of High-Temperature Alloys*. Applied Science Publishers Ltd., Phase Stability in High Temperature Alloys, 1981: p. 119-150.
9. American Society for, M. and A.S.M. International, *ASM Handbook Volume 15: Casting*. 1988, Metals Park, OH: Metals Park, OH : ASM International, 1988.
10. Reed, R.C., *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. 2008: Cambridge University Press.
11. Billot, T., et al., *Creep-fatigue behavior at high temperature of a UDIMET 720 nickel-base superalloy*. *International Journal of Fatigue*, 2010. **32**(5): p. 824-829.
12. Ren, W. and T. Nicholas, *Effects and mechanisms of low cycle fatigue and plastic deformation on subsequent high cycle fatigue limit in nickel-base superalloy Udimet 720*. *Materials Science and Engineering: A*, 2002. **332**(1–2): p. 236-248.
13. Sims, C.T., *A history of superalloy metallurgy for superalloy metallurgists*. *Superalloys 1984*, 1984: p. 399-419.
14. International, A.S.M. and M. American Society for, *ASM Handbook, Volume 7: Powder Metallurgy*. 1986, Metals Park, OH: Metals Park, OH : ASM, 1984 (1986 reprint).
15. Nicoletto, G., et al., *32nd DANUBIA ADRIA SYMPOSIUM on Advanced in Experimental Mechanics: GCP and TCP Phases Presented in Nickel-base Superalloys*. *Materials Today: Proceedings*, 2016. **3**(4): p. 936-941.
16. Donachie, M.J. and S.J. Donachie, *Superalloys - A Technical Guide (2nd Edition)*. 2002, ASM International.

17. Sims, C., N. Stoloff, and W.C. Hagel, *Superalloys II: High Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power*. NY: John Wiley & Sons. 1987.
18. Liao, J.-H., et al., *Effects of Rhenium on Microstructure and Phase Stability of MAR-M 247 Ni-Base Fine-Grain Superalloy*. MATERIALS TRANSACTIONS, 2010. **51**(4): p. 810-817.
19. Kindrachuk, V., et al., *Effect of rhenium addition on the microstructure of the superalloy Inconel 706*. Acta Materialia, 2008. **56**(7): p. 1609-1618.
20. Neu, R.W. and D.J. Smith, *Modeling Creep-Fatigue Deformation of Ni-Base Superalloys Using Crystal Viscoplasticity*. Journal of ASTM International, 2011. **8**(5): p. 1-17.
21. Devaux, A., et al., *Gamma double prime precipitation kinetic in Alloy 718*. Materials Science and Engineering: A, 2008. **486**(1–2): p. 117-122.
22. Prakash, D.G.L., et al., *Crack growth micro-mechanisms in the IN 718 alloy under the combined influence of fatigue, creep and oxidation*. International Journal of Fatigue, 2009. **31**(11-12): p. 1966-1977.
23. Kontis, P., et al., *The Role of Oxidized Carbides on Thermal-Mechanical Performance of Polycrystalline Superalloys*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2018. **49**(9): p. 4236-4245.
24. Reed, P.A.S., *Fatigue crack growth mechanisms in superalloys: an overview*. Materials Science and Technology, 2009. **25**(2): p. 258-270.
25. Jiang, R., et al., *Strain accumulation and fatigue crack initiation at pores and carbides in a SX superalloy at room temperature*. International Journal of Fatigue, 2018. **114**: p. 22-33.
26. Li, Z., et al., *In-situ observation of crack initiation and propagation in Ni-based superalloy with film cooling holes during tensile test*. Journal of Alloys and Compounds, 2019. **793**: p. 65-76.
27. Li, Q.Y., et al., *Effects of carbides and its evolution on creep properties of a directionally solidified nickel-based superalloy*. Materials Science and Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 2015. **633**: p. 20-27.
28. Kontis, P., et al., *On the effect of boron on grain boundary character in a new polycrystalline superalloy*. Acta Materialia, 2016. **103**: p. 688-699.
29. Chen, Q.Z., N. Jones, and D.M. Knowles, *The microstructures of base/modified RR2072 SX superalloys and their effects on creep properties at elevated temperatures*. Acta Materialia, 2002. **50**(5): p. 1095-1112.
30. Xiao, L., D.L. Chen, and M.C. Chaturvedi, *Effect of boron and carbon on the fracture toughness of IN 718 superalloy at room temperature and 650 degrees C*. Journal of Materials Engineering and Performance, 2005. **14**(4): p. 528-538.

31. Kontis, P., et al. *On the effect of boron on the mechanical properties of a new polycrystalline superalloy*. in *2nd European Symposium on Superalloys and their Applications*. 2014. Giens, FRANCE: E D P Sciences.
32. Chang, S.-H., *Optimization of Pressure and Soaking Time of HIP Treatment on 713LC Cast Superalloy*. MATERIALS TRANSACTIONS, 2009. **50**(4): p. 909-916.
33. Gelmedin, D. and K.-H. Lang, *Fatigue behaviour of the superalloy IN 713C under LCF-, HCF- and superimposed LCF/HCF-loading*. Procedia Engineering, 2010. **2**(1): p. 1343-1352.
34. Zlá, S., et al., *Determination of thermophysical properties of high temperature alloy IN713LC by thermal analysis*. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 2012. **110**(1): p. 211-219.
35. Wei, C.N., et al., *A study of IN-713LC superalloy grain refinement effects on microstructure and tensile properties*. Materials Chemistry and Physics, 2003. **80**(1): p. 89-93.
36. Chang, S.H., K.T. Huang, and C.M. Liu, *Effect of HIP temperature on microstructure and tensile properties of 713LC cast superalloy*. International Journal of Cast Metals Research, 2011. **24**(2): p. 113-118.
37. Mintách, R., *Únavové vlastnosti Ni superzliatin pri vysokých stredných napätiach*. Dizertační práce, VUT Brno 2007.
38. Kaufman, M., *Properties of cast MAR-M-247 for turbine blisk applications*. Superalloys 1984, 1984: p. 43-52.
39. Šmíd, M., et al. *High cycle fatigue of nickel-based superalloy MAR-M 247 at high temperatures*. in *Procedia Engineering*. 2014.
40. Brindley, K.A., et al., *Thermomechanical Fatigue of Mar-M247: Extension of a Unified Constitutive and Life Model to Higher Temperatures*. Journal of Engineering Materials and Technology, 2015. **137**(3): p. 031001-031001-14.
41. Maggiani, G., et al., *High temperature low cycle fatigue characterization of equiaxed MAR-M-247*. International Journal of Fatigue, 2019. **123**: p. 225-237.
42. Šmíd, M., et al., *Stage I fatigue cracking in MAR-M 247 superalloy at elevated temperatures*. Procedia Structural Integrity, 2016. **2**: p. 3018-3025.
43. Klesnil, M. and P. Lukáš, *Fatigue of Metallic Materials*. 1992: Academia.
44. Věchet, S., Kohout, J., Bokůvka, O., *Únavové vlastnosti tvárné litiny*. 2001: Žilinská univerzita.
45. Schijve, J., *Fatigue of Structures and Materials*. 2008: Springer Netherlands.
46. Polák, J., *Cyclic Deformation, Crack Initiation, and Low-Cycle Fatigue*, in *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*. 2016, Elsevier.

47. Bathias, C. and A. Pineau, *Fatigue of Materials and Structures*. 2010: Wiley Online Library. 511.
48. Polák, J., *Cyclic plasticity and low cycle fatigue life of metals*. 1991: Elsevier.
49. Klesnil, M., *Cyklická deformácia a únava kovov*. 1987, Bratislava: Veda.
50. Ellyin, F., *Fatigue Damage, Crack Growth and Life Prediction*. 1997: Springer Netherlands.
51. Anderson, T.L., *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*. 3rd ed. 2005, Boca Raton, FL: Taylor & Francis. 621 p.
52. Suresh, S., *Fatigue of Materials*. 1998: Cambridge University Press.
53. Stephens, R.I., et al., *Metal Fatigue in Engineering*. 2001: John Wiley & Sons.
54. Kou, H.J., et al., *Dynamic and fatigue compressor blade characteristics during fluid-structure interaction: Part I-Blade modelling and vibration analysis*. Engineering Failure Analysis, 2017. **76**: p. 80-98.
55. Hou, J.F., B.J. Wicks, and R.A. Antoniou, *An investigation of fatigue failures of turbine blades in a gas turbine engine by mechanical analysis*. Engineering Failure Analysis, 2002. **9**(2): p. 201-211.
56. Cowles, B.A., *High cycle fatigue in aircraft gas turbines - An industry perspective*. International Journal of Fracture, 1996. **80**(2-3): p. 147-163.
57. Pineau, A. and S.D. Antolovich, *High temperature fatigue of nickel-base superalloys – A review with special emphasis on deformation modes and oxidation*. Engineering Failure Analysis, 2009. **16**(8): p. 2668-2697.
58. Kamaraj, M., *Rafting in single crystal nickel-base superalloys — An overview*. Sadhana, 2003. **28**(1): p. 115-128.
59. Nguyen, L., et al., *Quantification of rafting of  $\gamma'$  precipitates in Ni-based superalloys*. Acta Materialia, 2016. **103**: p. 322-333.
60. Matan, N., et al., *On the kinetics of rafting in CMSX-4 superalloy single crystals*. Acta Materialia, 1999. **47**(7): p. 2031-2045.
61. Hemker, K.J., M.J. Mills, and W.D. Nix, *An investigation of the mechanisms that control intermediate temperature creep of Ni<sub>3</sub>Al*. Acta Metallurgica et Materialia, 1991. **39**(8): p. 1901-1913.
62. Kruml, T., J.L. Martin, and J. Bonneville, *On the strengthening of Ni<sub>3</sub>Al by hafnium additions*. Philosophical Magazine a-Physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties, 2000. **80**(7): p. 1545-1566.

63. Kassner, M.E. and M.-T. Pérez-Prado, *Chapter 9 - Creep of Intermetallics*, in *Fundamentals of Creep in Metals and Alloys*. 2004, Elsevier Science Ltd: Oxford. p. 173-211.
64. Kruml, T., et al., *From dislocation cores to strength and work-hardening: a study of binary Ni<sub>3</sub>Al*. *Acta Materialia*, 2002. **50**(20): p. 5091-5101.
65. Baluc, N. and R. Schäublin, *Weak beam transmission electron microscopy imaging of superdislocations in ordered Ni<sub>3</sub>Al*. *Philosophical Magazine A*, 1996. **74**(1): p. 113-136.
66. Obrtlík, K., et al., *Isothermal fatigue behavior of cast superalloy Inconel 792-5A at 23 and 900 °C*. *Journal of Materials Science*, 2009. **44**(12): p. 3305-3314.
67. Petreñec, M., K. Obrtlík, and J. Polak, *Inhomogeneous dislocation structure in fatigued INCONEL 713 LC superalloy at room and elevated temperatures*. *Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing*, 2005. **400**: p. 485-488.
68. Petreñec, M., K. Obrtlík, and J. Polak, *Dislocation Arrangements in Cyclically Strained Inconel 713LC*, in *Fracture of Nano and Engineering Materials and Structures: Proceedings of the 16th European Conference of Fracture, Alexandroupolis, Greece, July 3–7, 2006*, E.E. Gdoutos, Editor. 2006, Springer Netherlands: Dordrecht. p. 883-884.
69. Petreñec, M., K. Obrtlík, and J. Polak, *High temperature low cycle fatigue of superalloys inconel 713LC and inconel 792-5A*. *Advances in Fracture and Damage Mechanics VI*, 2007. **348-349**: p. 101-104.
70. Du, B., et al., *Effects of grain size on the high-cycle fatigue behavior of IN792 superalloy*. *Materials & Design (1980-2015)*, 2015. **65**: p. 57-64.
71. Kobayashi, K., et al., *Grain size effect on high-temperature fatigue properties of alloy718*. *Materials Letters*, 2005. **59**(2): p. 383-386.
72. Vincent, M., et al., *Interaction between a surface defect and grain size under high cycle fatigue loading: Experimental approach for Armco iron*. *International Journal of Fatigue*, 2016. **87**: p. 81-90.
73. Thébaud, L., et al., *Is there an optimal grain size for creep resistance in Ni-based disk superalloys?* *Materials Science and Engineering: A*, 2018. **716**: p. 274-283.
74. Torster, F., et al., *Influence of grain size and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of the nickel-base superalloy U 720 LI*. *Materials Science and Engineering: A*, 1997. **234-236**: p. 189-192.
75. Razumovskii, I.M., et al., *Hot Isostatic Pressing Improves the Quality of the Blades from Nickel Base Superalloys for Turbine Engines*. *Advanced Materials Research*, 2011. **278**: p. 295-300.

76. Zhang, C., et al., *Influence of hot isostatic pressing on fatigue performance of K403 nickel-based superalloy*. Journal of Alloys and Compounds, 2016. **655**: p. 114-123.
77. Miao, G., X. Yang, and D. Shi, *Competing fatigue failure behaviors of Ni-based superalloy FGH96 at elevated temperature*. Materials Science and Engineering: A, 2016. **668**: p. 66-72.
78. Kobayashi, K., et al., *High-temperature fatigue properties of austenitic superalloys 718, A286 and 304L*. International Journal of Fatigue, 2008. **30**(10): p. 1978-1984.
79. Kunz, L., et al., *Casting defects and high temperature fatigue life of in 713LC superalloy*. International Journal of Fatigue, 2012. **41**: p. 47-51.
80. Wei, C.-N., H.-Y. Bor, and L. Chang, *Effect of Hot Isostatic Pressing on Microstructure and Mechanical Properties of CM-681LC Nickel-Base Superalloy Using Microcast*. MATERIALS TRANSACTIONS, 2008. **49**(1): p. 193-201.
81. Čadek, J., *Creep kovových materiálů*. 1984: Academia.
82. McLean, M., *Nickel-based alloys: recent developments for the aero-gas turbine*, in *High Performance Materials in Aerospace*, H.M. Flower, Editor. 1995, Springer Netherlands: Dordrecht. p. 135-154.
83. McLean, M., *Investment casting – developments in microstructural control and mechanical performance*. Materials Science and Technology, 1988. **4**(3): p. 205-217.
84. Benini, E., *Advances in Gas Turbine Technology*. 2011: InTech.
85. Long, H., et al., *Shearing mechanisms of stacking fault and anti-phase-boundary forming dislocation pairs in the  $\gamma'$  phase in Ni-based single crystal superalloy*. Journal of Alloys and Compounds, 2017. **724**: p. 287-295.
86. Lukáš, P., L. Kunz, and M. Svoboda, *High cycle fatigue of superalloy single crystals at high mean stress*. Materials Science and Engineering: A, 2004. **387–389**: p. 505-510.
87. Rodriguez, P. and K.B.S. Rao, *Nucleation and growth of cracks and cavities under creep-fatigue interaction*. Progress in Materials Science, 1993. **37**(5): p. 403-480.
88. Susmel, L., R. Tovo, and P. Lazzarin, *The mean stress effect on the high-cycle fatigue strength from a multiaxial fatigue point of view*. International Journal of Fatigue, 2005. **27**(8): p. 928-943.
89. Lukáš, P., L. Kunz, and M. Svoboda, *Interaction of high-cycle fatigue with high-temperature creep in superalloy single crystals*. Zeitschrift fuer Metallkunde/Materials Research and Advanced Techniques, 2002. **93**(7): p. 661-665.
90. Kunz, L., P. Lukáš, and R. Konečná, *Fatigue properties of superalloy IN 713LC and relation to microstructure*. Materials Science, 2008. **14**(3): p. 221-225.



91. Lukáš, P., L. Kunz, and M. Svoboda, *High-temperature ultra-high cycle fatigue damage of notched single crystal superalloys at high mean stresses*. International Journal of Fatigue, 2005. **27**(10–12): p. 1535-1540.
92. HALES, R., *A QUANTITATIVE METALLOGRAPHIC ASSESSMENT OF STRUCTURAL DEGRADATION OF TYPE 316 STAINLESS STEEL DURING CREEP-FATIGUE*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 1980. **3**(4): p. 339-356.
93. Nikbin, K. and J. Radon, *Prediction of fatigue interaction from static creep and high frequency fatigue crack growth data*. Advances in Fracture Research, Vols 1-6, 1997: p. 423-429.
94. Chaboche, J.-L. and F. Gallerneau, *An overview of the damage approach of durability modelling at elevated temperature*. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2001. **24**(6): p. 405-418.
95. Gu, Y., et al., *The effect of frequency and sample shape on fatigue behaviors of DZ125 superalloy*. Theoretical and Applied Mechanics Letters, 2012. **2**(3): p. 031009.
96. Nikbin, K.M. *The Fracture Mechanics Concepts of Creep and Creep/Fatigue Crack Growth*. 1998. Vienna: Springer Vienna.
97. Lukáš, P. and L. Kunz, *Effect of vibrations on creep behaviour of CMSX-4 single crystals*. Materials Science and Engineering A, 1996. **214**(1-2): p. 167-169.
98. Kunz, L. and P. Lukáš, *Deformation Behaviour and Fracture of Ni-Based Single Crystals at Simultaneous Action of High-Cycle Fatigue and Creep*. Materials Engineering, 2007. **14**(2): p. 15-20.
99. Argon, A.S., *Topics in Fracture and Fatigue*. 2012: Springer New York.
100. Heredia, F.E. and D.P. Pope, *Solid solution strengthening of Ni<sub>3</sub>Al by B and Hf additions*. J. Phys. III France, 1991. **1**(6): p. 1055-1064.
101. Kotval, P.S., J.D. Venables, and R.W. Calder, *The role of hafnium in modifying the microstructure of cast nickel-base superalloys*. Metallurgical and Materials Transactions B, 1972. **3**(2): p. 457-462.
102. Rai, R.K., et al., *Creep deformation micro-mechanisms of CM 247 DS LC Ni-base superalloy under relevant service condition*. Materials Characterization, 2019. **150**: p. 155-165.
103. Altincekic, A. and E. Balikci, *Precipitate Rafting in a Polycrystalline Superalloy During Compression Creep*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2014. **45**(13): p. 5923-5936.
104. Chan, K.S., *Roles of microstructure in fatigue crack initiation*. International Journal of Fatigue, 2010. **32**(9): p. 1428-1447.

105. Gell, M. and G.R. Leverant, *Mechanisms of High-Temperature Fatigue*, in *Fatigue at Elevated Temperatures*. 1973, ASTM International: West Conshohocken, PA. p. 37-67.
106. Bathias, C. and P.C. Paris, *Gigacycle fatigue of metallic aircraft components*. *International Journal of Fatigue*, 2010. **32**(6): p. 894-897.
107. Kunz, L., P. Lukáš, and R. Konečná, *Initiation and propagation of fatigue cracks in cast IN713LC superalloy*. *Engineering Fracture Mechanics*, 2010. **77**(11): p. 2008-2015.
108. Sonsino, C.M., U. Brandt, and J. Bergmann, *Fatigue and Short Crack Propagation Behaviour of Cast Nickel Base Alloys in 713 C and Mar-M-247 LC at High Temperatures*, in *Low Cycle Fatigue and Elasto-Plastic Behaviour of Materials—3*, K.T. Rie, et al., Editors. 1992, Springer Netherlands: Dordrecht. p. 262-268.
109. MacLachlan, D.W. and D.M. Knowles, *Fatigue behaviour and lifing of two single crystal superalloys*. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 2001. **24**(8): p. 503-521.
110. Šmíd, M., et al., *High Cycle Fatigue Damage Mechanisms of MAR-M 247 Superalloy at High Temperatures*. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 2016. **69**(2): p. 393-397.
111. Gelmedin, D. and K.H. Lang, *Failure behaviour of the superalloy MAR-M 247 LC under LCF, HCF and combined LCF/HCF loading*. *International Journal of Materials Research*, 2012. **103**(1): p. 97-105.
112. Gobbi, V.J., et al., *Creep Behaviour and Microstructural Characterization of VAT 36 and VAT 32 Superalloys*. *Metals*, 2018. **8**(11): p. 877.
113. Xu, Y., et al., *Strengthening mechanisms of carbon in modified nickel-based superalloy Nimonic 80A*. *Materials Science and Engineering: A*, 2011. **528**(13): p. 4600-4607.
114. Tsuno, N., et al., *The Effect of Carbon Content on High Cycle Fatigue Behavior of Metal Injection Molded 718 Superalloys*. *8th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives 2014*, 2014: p. 751-755.
115. Rae, C.M.F. and R.C. Reed, *Primary creep in single crystal superalloys: Origins, mechanisms and effects*. *Acta Materialia*, 2007. **55**(3): p. 1067-1081.
116. Kovarik, L., et al., *Microtwinning and other shearing mechanisms at intermediate temperatures in Ni-based superalloys*. *Progress in Materials Science*, 2009. **54**(6): p. 839-873.
117. Smith, T.M., et al., *Creep deformation mechanism mapping in nickel base disk superalloys*. *Materials at High Temperatures*, 2016. **33**(4-5): p. 372-383.
118. Nategh, S. and S.A. Sajjadi, *Dislocation network formation during creep in Ni-base superalloy GTD-111*. *Materials Science and Engineering: A*, 2003. **339**(1): p. 103-108.

119. Zhao, Y.S., et al., *Effects of Hf and B on high temperature low stress creep behavior of a second generation Ni-based single crystal superalloy DD11*. Materials Science and Engineering: A, 2016. **672**: p. 143-152.
120. Reed, R.C., et al., *Creep of CMSX-4 superalloy single crystals: effects of rafting at high temperature*. Acta Materialia, 1999. **47**(12): p. 3367-3381.
121. Epishin, A. and T. Link, *Mechanisms of high-temperature creep of nickel-based superalloys under low applied stresses*. Philosophical Magazine, 2004. **84**(19): p. 1979-2000.
122. Li, Y., et al., *Creep deformation related to  $\gamma'$  phase cutting at high temperature of a [111] oriented nickel-base single crystal superalloy*. Materials Science and Engineering: A, 2019. **763**: p. 138162.
123. Lu, X., et al., *Stress rupture properties of GH4169 superalloy*. Journal of Materials Research and Technology, 2014. **3**(2): p. 107-113.
124. Azadi, M. and M. Azadi, *Evaluation of high-temperature creep behavior in Inconel-713C nickel-based superalloy considering effects of stress levels*. Materials Science and Engineering: A, 2017. **689**: p. 298-305.
125. Nabarro, F.R.N., *Rafting in Superalloys*. Metallurgical and Materials Transactions A, 1996. **27**(3): p. 513-530.
126. Beck, T., et al., *Lifetime, cyclic deformation and damage behaviour of MAR-M-247 CC Under in-Phase, out-of-Phase and phase-Shift TMF-Loadings*, in *European Structural Integrity Society*. 2002, Elsevier. p. 115-124.
127. Smid, M., et al., *Effect of tensile dwell on low cycle fatigue of cast superalloy Inconel 792-5A at 800 degrees C*, in *Advances in Fracture and Damage Mechanics X*. 2012, Trans Tech Publications Ltd: Stafa-Zurich. p. 735-738.
128. Ginzhtler, J. and R.P. Skelton, *Component reliability under creep-fatigue conditions*. 1998: Springer.
129. Caton, M., et al., *Divergence of mechanisms and the effect on the fatigue life variability of Rene '88DT*. Superalloys, 2004. **2004**: p. 305-312.