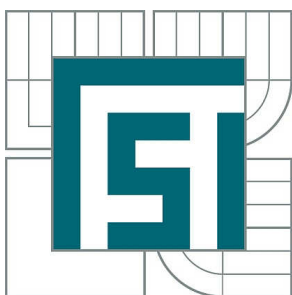


VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

MECHANISMUS ÚNAVOVÉHO POŠKOZENÍ SUPERSLITINY MAR-M 247

FATIGUE DAMAGE MECHANISM OF MAR-M 247 SUPERALLOY

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Bc. JAKUB JÍŠA

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

doc. Ing. LIBOR PANTĚLEJEV, Ph.D.

BRNO 2014

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství

Akademický rok: 2013/14

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Bc. Jakub Jíša

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

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

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

Mechanismus únavového poškození superslitiny MAR-M 247

v anglickém jazyce:

Fatigue damage mechanism of MAR-M 247 superalloy

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Superslitiny se používají zejména u turbínových lopatek, které jsou vystaveny mechanickému namáhání a vysokým teplotám. Náplní práce bude zejména experimentální stanovení únavových vlastností (vysokoteplotní S-N křivky) niklové superslitiny MAR-M 247 na několika experimentálních teplotách. Cílem práce bude zpracování a vyhodnocení experimentálních dat s popisem mechanismu únavového poškození. Mechanismus únavového poškození je determinován zejména existencí defektů, charakterem mikrostruktury lité superslitiny a teplotou. Pro porovnání budou použity data naměřená na superslitině IN713LC s cílem zobecnit některé výsledky získané na materiálu MAR-M 247. Ke splnění těchto cílů si student osvojí práci s rezonančními pulzátory, optickým mikroskopem a rastrovacím elektronovým mikroskopem.

Cíle diplomové práce:

- měření, zpracování a vyhodnocení únavových zkoušek
- popis mechanismu poškození a stanovení vlivu defektů na únavové vlastnosti

Seznam odborné literatury:

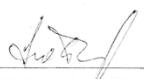
- [1] S. Suresh: Fatigue of Materials, Second edition. Cambridge Univ. Press 1998.
- [2] M.J. Donachie, S.J. Donachie: Superalloys, A technical guide. ASM 2002.
- [3] Kunz et al.: Initiation and Propagation of Fatigue Cracks in Cast Superalloy IN 713LC Superalloy. Eng. Fract. Mech. 77(2010).
- [4] M. Durand-Charre: The Microstructure of Superalloys. Amsterdam: Gordon & Breach science publisher. 1997.
- [5] A. Pineau, S.D. Antolovich: High Temperature Fatigue of Nickel-Base Superalloys – A Review with Special Emphasis on Deformation Modes and Oxidation. Eng. Fail. Anal. 2009.

Vedoucí diplomové práce: doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2013/14.

V Brně, dne 22.11.2013





prof. Ing. Ivů Dlouhý, CSc.
Ředitel ústavu

vz. 

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
Děkan

ABSTRAKT

V diplomové práci byla zkoumána únavová odolnost materiálu MAR-M 247 při teplotách 650 °C, 800 °C a 900 °C. Na základě dosažených výsledků byly zkonstruovány křivky životnosti (S/N křivky) a posuzován vliv teploty na únavové chování niklových superslitin MAR-M 247 a IN713 LC. Fraktografickou analýzou byl zjišťován mechanismus porušování a vliv licích defektů na iniciaci únavové trhliny.

ABSTRACT

The thesis deals with the fatigue resistance of material MAR-M 247 at temperatures of 650 °C, 800 °C and 900 °C. Based on the results obtained, curves of durability ("S/N curves") were drawn and the effect of temperature on the fatigue behaviour of nickel-based superalloys MAR-M 247 and IN713 LC was evaluated. Fractographic analysis was used to examine the failure mechanism and the effect of casting defects on the fatigue crack initiation.

KLÍČOVÁ SLOVA

Vysoko-cyklová únava, únavová životnost, licí defekty

KEYWORDS:

High-cycle fatigue, fatigue life, casting defects

JÍŠA, J. *Mechanismus únavového poškození superslitiny MAR-M 247*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2014. 69 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Libor Pantělejev, Ph.D.

PROHLÁŠENÍ

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

V Brně 25.5 2014

Bc. Jakub Jíša

PODĚKOVÁNÍ

Rád bych chtěl poděkovat všem, kteří mi pomáhali s tvorbou mé práce. Zejména vedoucímu diplomové práce doc. Ing. Liboru Pantělejevovi, Ph.D., členům skupiny doc. Ing. Pavla Hutaře, Ph.D. dále pak Ing. Miroslavovi Šmídovi, Ph.D. a dalším.

OBSAH

1. ÚVOD	1
2. STRUČNÝ PŘEHLED PROBLEMATIKY	2
2.1 Historie	2
2.2 Rozdělení superslitin	4
2.3 Chemické složení	6
2.4 Mikrostruktura	9
2.5 Superslitiny IN713 LC a MAR-M 247	14
2.6 Únava materiálů	17
2.6.1 Základní pojmy	18
2.6.2 Vliv středního napětí	22
2.6.3 Stádia únavového porušení	25
3. CÍLE PRÁCE	33
4. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	34
4.1 Experimentální materiál superslitiny IN713 LC a MAR-M 247	34
4.2 Experimentální zařízení	39
4.3 Pozorovací technika	39
5. VÝSLEDKY	40
5.1 Mikrostruktura MAR-M 247	40
5.2 Chemická analýza	41
5.3 Únavová životnost	42
5.4 Fraktografická analýza	49
6. DISKUZE	56
7. ZÁVĚRY	59
8. POUŽITÁ LITERATURA	60
9. PŘEHLED POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ	63
10. PŘÍLOHY	64
Příloha 1	66
Příloha 2	67
Příloha 3	68

1. ÚVOD

Superslitiny jsou zvláštní třídou kovových slitin, které byly vyvinuty pro použití při velmi vysokých provozních teplotách při zachování si vysoké povrchové, fyzikální a chemické stálosti.

Superslitiny na bázi niklu obsahují nikl jako matriční kov spolu dalšími přísadami (Al, Ti popřípadě Mo, W, Nb). Vyznačují se vysokou odolností proti creepu, únavě a degradaci prostředím. Použití niklu u těchto materiálů vychází z jeho krystalové struktury (fcc), cenové dostupnosti a nízké míry teplotně aktivovaných procesů [1].

Technologický vývoj těchto superslitin byl těsně spjat s výrobou tryskového motoru, pro který byly prvotně navrženy, ačkoliv se nyní rozšířily i do dalších vysokoteplotních aplikací, jako např. v energetickém průmyslu při výrobě energetických soustrojí (turbíny), v petrochemickém průmyslu či loďařství.

Technologickým podnětem pro další zlepšování schopností superslitin byly požadavky na zvýšení energetické účinnosti turbín na základě termodynamických zákonů, při současné redukci emisí. Riziko selhání strojních dílců prasknutím anebo únavou, vyžaduje důkladnou prověrku před jejich dlouhodobým použitím. Posouzení výkonů dosahovaných těmito strojními materiály potvrzuje nadřazenost superslitin při vysokoteplotních aplikacích ve srovnání s ostatními konvenčními materiály.

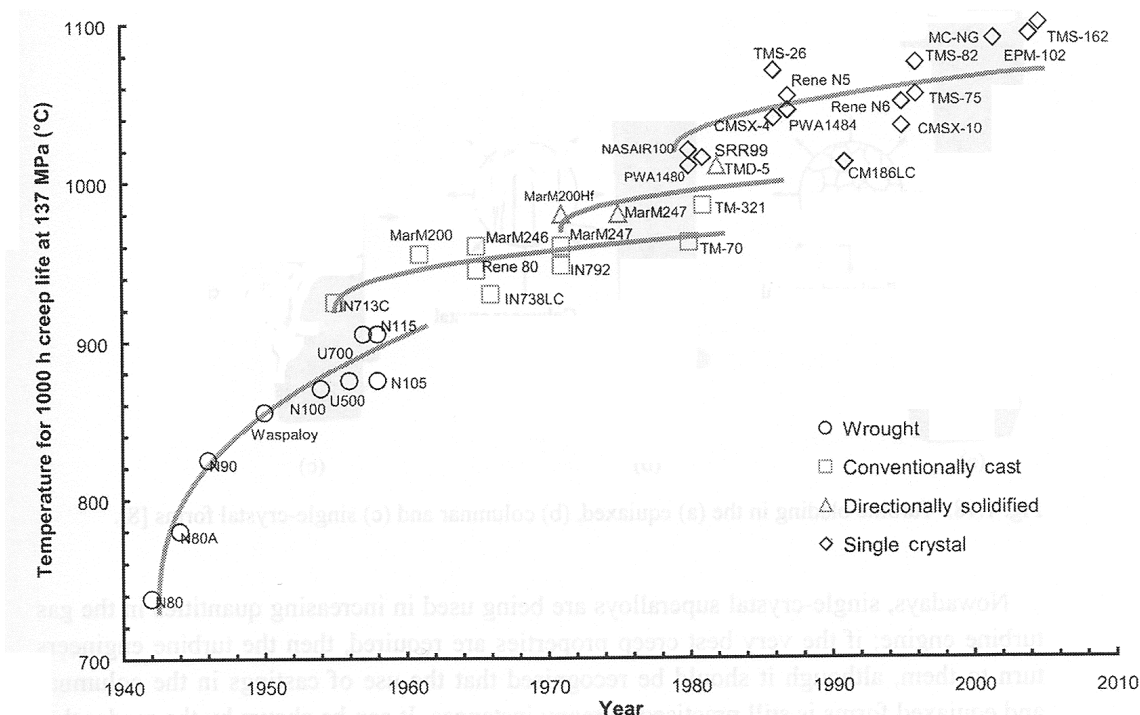
2. STRUČNÝ PŘEHLED PROBLEMATIKY

Lité superslitiny na bázi niklu poskytují vynikající kombinaci vysokoteplotní pevnosti, odolnosti vůči únavě a odolnosti vůči oxidaci (ta se dá navíc zvýšit povlakováním hotových odlitků). Lité výrobky ze superslitiny se odlévají na hotovo s velmi vysokou přesností, a to dokonce i do velmi složitých tvarů, jakou jsou axiální a radiální integrální osazení turbínových kol. Superslitiny se primárně používají v těch nejnáročnějších leteckých aplikacích a v energetickém průmyslu zejména u plynových turbín. Uplatnění ale stále více nacházejí také na menších turbínách, turbodmychadlech nebo v aplikacích pro raketové motory [2].

2.1 Historie

Díky pokroku ve vědě a technice lidé stvořili první parní stroje a začátkem 20. století plynovou turbínu. Turbíny se začaly hojně využívat hlavně v energetickém průmyslu a následně jako pohon v letadlech. Se zlepšováním kvality těchto zařízení, jejich spolehlivosti a vyšší účinnosti, rostou nároky na vyšší kvalitu, tepelnou odolnost a mechanické vlastnosti konstrukčních materiálů. Jedním z nejpoužívanějších materiálů pro tyto aplikace jsou superslitiny na bázi niklu [3].

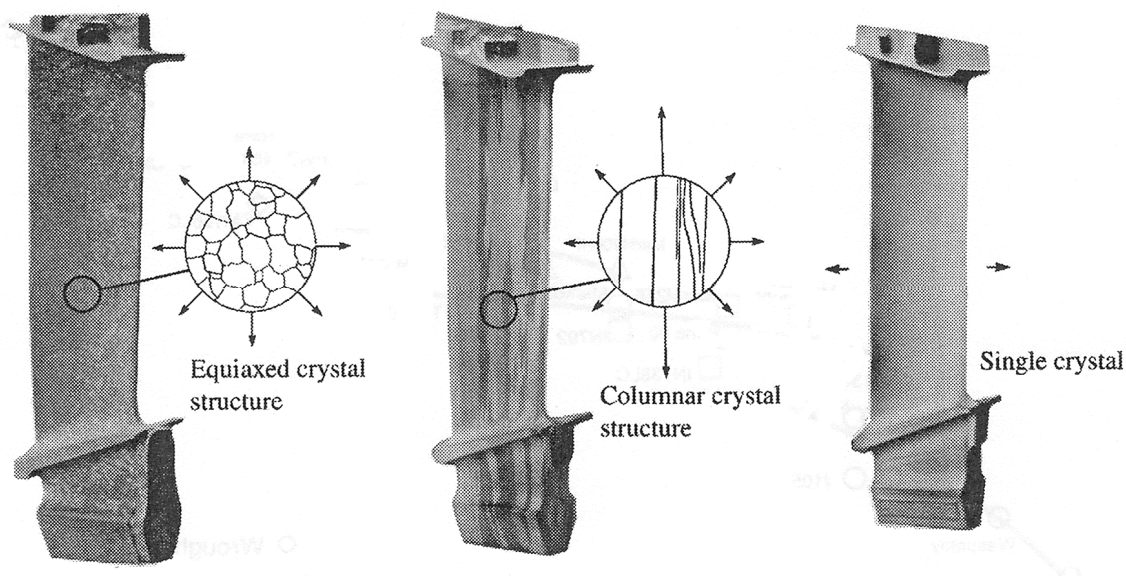
Na obr. 2.1 je znázorněna evoluce vysokoteplotních schopností superslitin (turbínové lopatky) od prvního použití v roce 1940 až do současnosti.



Obr. 2.1. Evoluční graf superslitin [1].

wrought – kovaný, conventionally cast – konvečně litý, directionally solidified – usměrněné tuhnutí, single crystal – monokrystal, temperature for – teplota po dobu, creep life – creepový život, year – rok

Z grafu na obr. 2.1 je na první pohled zřejmé, že v současné době se používá především litý materiál. Je to díky vakuovému lití, které bylo poprvé představeno v roce 1950 a znamenalo výrazný posun vpřed. Vakuovým litím se značně zlepšila čistota a kvalita odlitků. Dalším krokem vpřed byla možnost řízeného tuhnutí. Řízené tuhnutí přispělo k zvýšení kvality a čistoty mikrostruktury slitiny. Na obrázku 2.2 je vidět názorně technologický pokrok při řízení tuhnutí slitin.



Obr. 2.2. Změna mikrostruktury v průběhu evoluce [1] equiaxed crystal structure – rovnoosá krystalová struktura (polykrystalická), columnar – sloupcovitá, single crystal – monokrystal.

Nejprve došlo k odstranění hranic zrn kolmých k ose tuhnutí a také zamýšlenému směru namáhání, čímž se výrazně zlepšily mechanické vlastnosti. Dalším vývojovým stupněm byly slitiny monokrystalické, tudíž bez jakýchkoliv hranic zrn. Z toho důvodu již nebylo nutné do slitin přidávat bor a uhlík na zpevnění hranic zrn. To v důsledku zlepšilo tepelné zpracování těchto materiálů neboť mirkosegragace byla zredukována. Proto se již nemusely používat slitiny především s eutektickým složením a tím bylo zamezeno natavení eutektika v průběhu tepelného zpracování. Monokrystalické superslitiny mají lepší únavové vlastnosti a používají se ve stále rostoucí míře u pohonů s plynovou turbínou. Masivnímu rozšíření, ale stále brání jejich vysoká cena. Proto nacházejí uplatnění v průmyslu hojně i starší typy superslitin – s rovnoosými nebo kolumnárními zrny [1].

Praktické použití různých druhů superslitin

Pro výběr vhodného druhu superslitiny jsou určujícími kritérii její mechanické vlastnosti, náročnost technologického zpracování a v neposlední řadě i její cena. Graf na obr. 2.1 nám ukazuje seřazení superslitin (uvedené jsou pod jejich obchodními názvy) do skupin dle způsobu jejich výroby a jejich historický vývoj. Skoková nespojitost křivky vývoje je daná různými technologiemi výroby superslitiny.

Například superslitina Waspaloy, patří k vývojově starším superslitinám (kovaným), ale je stále používána díky svým dostačujícím parametrům a příznivé ceně. Používá se na méně namáhané části turbín jako disky pro nízkotlaké lopatky [4] nebo u leteckých motorů (až do 800 °C) [5]. Dalším příkladem polykrystalické superslitiny je Rene 80, která se v současné době využívá na lopatky turbín do teplot 1010 °C [6]. Z oblasti superslitin vyrobených pomocí technologie usměrněného tuhnutí lze zmínit superslitinu CM247LC. Jedná se o modifikovanou verzi superslitiny MAR-M 247, ale s tím rozdílem že má nízký obsah uhlíku. Tato superslitina se používá při ještě vyšších provozních teplotách u turbínových soustrojí [7]. Poslední skupinou superslitin určených pro ty nejnáročnější aplikace jsou monokrystalové superslitiny, které se používají na ty nejvíce teplotně namáhané součásti, jako jsou lopatky tryskových letadel nebo části raketových motorů [8]. Samotný výčet aplikací superslitin je široký a tabulka 2.1 ukazuje některé z nich [9].

Tabulka 2.1. Některé aplikace superslitin [9].

letecké nebo průmyslové části plynových turbín:	disky (kotouče), šrouby (svorníky), hřídele, skříňe, lopatky, spalovací komory, přídavné hořáky, obraceče tahu
soustrojí energetických parních turbín	šrouby (svorníky), lopatky, ohřívače zásobníku plynu
vybrané automobilové komponenty	turbodmychadla, výfukové ventily
nástroje pro zpracování kovů	nástroje pro vysoké teploty anebo matrice, formy na lití
medicína	stomatologie, protetická zařízení
součásti vesmírného vozidla	aerodynamicky vyhřívaný plášť, části raketového motoru (pohonu)
vybavení pro tepelné zpracování	zásobníky, dopravní pásy, jiné příslušenství
systémy jaderné elektrárny	mechanismy na ovládání tyčí, závěrné klapky, pružiny, potrubí
chemický a petrochemický průmysl	šrouby (svorníky), ventily, reakční nádoby, potrubí, čerpadla

2.2 Rozdělení superslitin

V této kapitole je uvedeno rozdělení a stručná charakteristika skupin superslitin a následně jsou podrobněji popsány superslitiny na bázi niklu, které jsou hlavním tématem této diplomové práce.

Superslitiny se v zásadě dělí do tří velkých skupin: superslitiny na bázi **železa-niklu**, na bázi **niklu** a na bázi **kobaltu**. Tyto skupiny se dále dělí dle technologie výroby na lité a tvářené superslitiny (do tvářených slitin se řadí i prášková metalurgie) [9].

Superslitiny na bázi niklu

Tato skupina superslitin je určena zejména pro teploty 600 až 1100°C a mechanicky namáhané aplikace jako jsou například letecké nebo průmyslové turbíny [8]. Vyznačují se především dobrou kombinací odolnosti proti oxidické nebo sulfidické korozi a pevnosti při vyšších teplotách (žárupevnost) [4]. Povrch superslitin se často povlakuje. Superslitiny niklu vděčí za svoje mechanické vlastnosti

především fázové a tepelné stabilitě matrice γ , několika typům zpevnění a povrchové stabilitě při vysokých teplotách [9].

Nejdůležitější aplikací superslitiny na bázi niklu je výroba turbínových lopatek. Výroba probíhá nejčastěji odléváním ve vakuu pomocí metody přesného lití do keramických skořepin. Výsledná struktura je závislá na způsobu ochlazování a technologii výroby. Při rychlém ochlazování se získá polykrystalický odlitek s dendritickou strukturou. S využitím usměrněné krystalizace je možno získat strukturu s kolumnárními zrny a při ještě pomalejší usměrněné krystalizaci se získá monokrystalický materiál [8].

Tvářené slitiny

Tvářené superslitiny jsou více chemicky a strukturně homogenní než lité, protože nedochází k segregaci prvků během tuhnutí, což výrazně ovlivňuje pozitivně mechanické vlastnosti. Kované superslitiny jsou všeobecně považovány za houževnatější než lité. Mezi tvářené slitiny patří výkovky, jež se používají na disky plynových turbín. Speciální technologií tváření je prášková metalurgie, která je vhodná pro středně-teplotní aplikace plynových turbín. Práškovou metalurgií se vyrábí takové součásti, které jsou jinou metodou vyrobitelné jen s obtížemi. Výsledkem je polotovár, který se kove a obrábí. Použití práškové metalurgie u superslitin je využíváno jen zřídka [9].

Tvářené superslitiny typicky obsahují 15 – 20 % Cr, s výrazným zastoupením Co a Mo ke zpevnění matrice. Za tímto účelem se v některých slitinách objevuje i W. Fáze γ' je tvořena kombinací Ti a Al. Pro zpevňování hranic zrn se většinou přidávají prvky jako je B, Zr a C. Odolnost vůči vysokým teplotám je přímo úměrná objemovému podílu fáze γ' . Maximální zastoupení fáze γ' ve slitinách je kolem 45 % [10].

Lité slitiny

Lité superslitiny se nejčastěji používají v „horkých částech“ turbín, typicky na lopatky, nosné profily a první řadu lopatek nízkotlaké sekce. Většina litých superslitin má strukturu polykrystalických (PC - polycrystalline) rovnoosých zrn nebo zrn s usměrněným tuhnutím (DS – directionally solidified) anebo se sloupcovými zrny (CGDS – columnar grain directionally solidified) a v neposlední řadě monokrystalickou (SCDS – single-crystal directionally solidified) [9].

Odlitky jsou strukturně odolnější při vyšších teplotách, protože hrubozrnná struktura u PC slitin lépe podporuje pevnost ve srovnání s jemnozrnnou strukturou výkovků. Lité superslitiny mají především vyšší creepovou pevnost, zatímco kované superslitiny mají vyšší mez kluzu, lepší nízkocyklickou únavovou pevnost při nízkých až středně vysokých teplotách (výkovky se používají na výrobu disků) [9].

V důsledku vzniku segregace během tuhnutí byla v roce 1960 vyvinuta metoda k potlačení tohoto nepříznivého děje a to izostatické lisování za tepla (HIP – Hot Isostatic Pressing). Při izostatickém lisování se vnitřní slévárenské vady uzavřou a tím se dosáhne zlepšení pevnosti, houževnatosti a únavových vlastností odlitků.

Této technologii se široce využívá ve slévárenství k odstranění vnitřní pórovitosti vzniklých během lících procesů [11].

2.3 Chemické složení

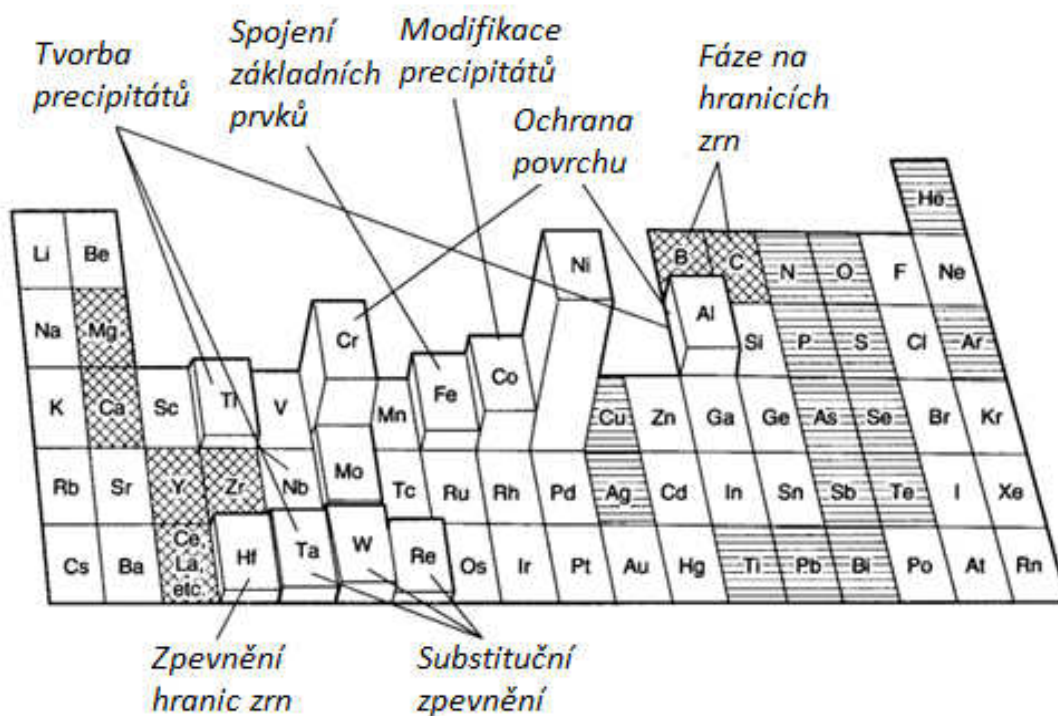
Chemické složení superslitin je zásadní, protože ovlivňuje mechanické vlastnosti a určuje další materiálové charakteristiky. Nejdůležitější je technologie výroby, během které jsou kontrolovány koncentrace hlavních ale i nežádoucích prvků jako jsou křemík, fosfor, kyslík a dusík, jejichž obsah ve slitině nesmí překročit povolené meze. Ostatní stopové prvky jako je selen, talium, telurium, olovo a bismut se drží v obsazích ppm (parts per milion – jedna miliontina), čehož je dosaženo pečlivým výběrem surových materiálů spojeným s vhodnými postupy tavení [3].

Superslitiny obsahují vysoký počet prvků v mnoha různých kombinacích. Tabulka 2.2 ukazuje běžné intervaly obsahů hlavních prvků, které se v těchto slitinách vyskytují.

Tabulka 2.2. Obsahy hlavních prvků [9].

Prvek	Intervaly v obsahu v %	
	na bázi Fe-Ni a Ni	na bázi Co
Cr	5 – 25	19 – 30
Mo, W	0 – 12	0 – 11
Al	0 – 6	0 – 4,5
Ti	0 – 6	0 – 4
Co	0 – 20	...
Ni	...	0 – 22
Nb	0 – 5	0 – 4
Ta	0 – 12	0 – 9
Re	0 – 6	0 – 2

Na obrázku 2.3 je graficky znázorněn přibližný obsah jednotlivých prvků v superslitině a jsou zde zmíněny základní vlivy na vlastnosti superslitiny. Tabulka 2.3 podrobněji ukazuje, efekty prvků ve slitinách na bázi niklu [9].



Obr. 2.3. Prospěšný vliv přísadových prvků v superslitinách na bázi niklu [9].

Některé prvky jsou rozpuštěny v tuhém roztoku, aby poskytly jednu nebo více z následujících vlastností: pevnost (molybden, tantal, wolfram a rhenium), odolnost vůči oxidaci – chrom a hliník (i odolnost vůči korozi za vysokých teplot), fázovou stability (nikl) a zvýšení objemového podílu sekundárních precipitátů (u kobaltových superslitin - kobalt). Některé prvky jsou přidávány za účelem precipitace zpevňující fáze γ' (hliník a titan) nebo γ'' (niob). Funkcí rhenia je také zpomalení míry hrubnutí precipitátů γ' . Díky tomu je možné zvýšit pracovních teploty monokrystalických slitin anebo slitin se sloupcovými zrny [9].

Prospěšné vedlejší prvky jako uhlík a bor jsou přidávány z důvodu vzniku karbidů a boridů, které zesilují hranice zrn. Podobný účinek má také zirkonium a hafnium. Lanthan se obecně přidává ke zvýšení odolnosti vůči oxidaci a yttrium k vytvoření povlakové vrstvy [9].

Tab. 2.3. Role chemických prvků v superslitinách [9].

Superslitiny na bázi			Vliv*
Fe	Co	Ni	
Cr, Mo	Nb, Cr, Mo, Ni, W, Ta	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta, Re	zesílení tuhého roztoku
C, W, Ni	Ni	...	stabilizace fcc matrice
Ti	Ti	W, Ta, Ti, Mo, Nb, Hf	tvorba karbidů: MC
...	Cr	Cr	M_7C_3
Cr	Cr	Cr, Mo, W	$M_{23}C_6$
Mo	Mo, W	Mo, W, Nb	M_6C
C, N	C, N	C, N	karbonitridy: M(CN)
P	...	...	všeobecná podpora precipitace karbidů
Al, Ni, Ti	...	Al, Ti	tvorba γ' $Ni_3(Al, Ti)$
Al, Zr	...	...	zpomaluje tvorbu hexagonálního η (Ni_3Ti)
...	...	Co	zvyšuje teplotu γ' solidu
Al, Ti, Nb	Al, Mo, Ti**, W, Ta	Al, Ti, Nb	zpevňování precipitátů a/nebo intermetalik
Cr	Al, Cr	Al, Cr, Y, La, Ce	odolnost vůči korozi
La, Y	La, Y, Th	La, Th	zlepšení proti korozi za zvýšené teploty
Cr	Cr	Cr, Co, Si	odpor proti sulfitaci
B	...	B, Ta	zlepšení creepových vlastností
B	B, Zr	B***	zvýšení pevnosti
...	...	B, C, Zr, Hf	zpevnění hranic zrn
...	Ni_3Ti	...	usnadňuje tváření
...	...	Re	zabraňuje zhrubnutí γ'

* ne všechny tyto účinky se nutně vyskytují v každé slitině

** také dojde ke zpevnění precipitací Ni_3Ti , pokud je Ni v dostatečně množství

***boridy se tvoří, pokud jsou obsaženy ve slitině v dostatečné koncentraci

Při nedodržení limitů chemického složení některých prvků jako jsou kobalt, rhenium, molybden, wolfram a chrom může dojít ke vzniku nežádoucích TCP fází. TCP fáze (σ , μ , Lavesovy fáze a jiné) jsou křehké a způsobují snížení mechanických

vlastností (někdy i odolnost vůči korozi), pokud jsou přítomny ve větších koncentracích [9].

Křemík, fosfor, síra, olovo, bismut, telur, selen a stříbro patří v superslitinách na bázi niklu ke škodlivým prvkům, a proto se jejich koncentrace pohybuje v jednotkách ppm, jinak by výrazně zhoršili vlastnosti superslitin [3]. Kontrola těchto škodlivých prvků je možná pouze pomocí chemické analýzy mikrosondou nebo spektroskopickou analýzou. K zabránění působení těchto prvků se přidávají prvky jako je např. hořčík, který se sloučí se sírou za vzniku jednoduché sloučeniny. Naopak titan má tendenci se vázat s dusíkem za vzniku TiN. Tyto jednoduché sloučeniny jsou už detekovatelné pomocí elektronové mikroskopie [9].

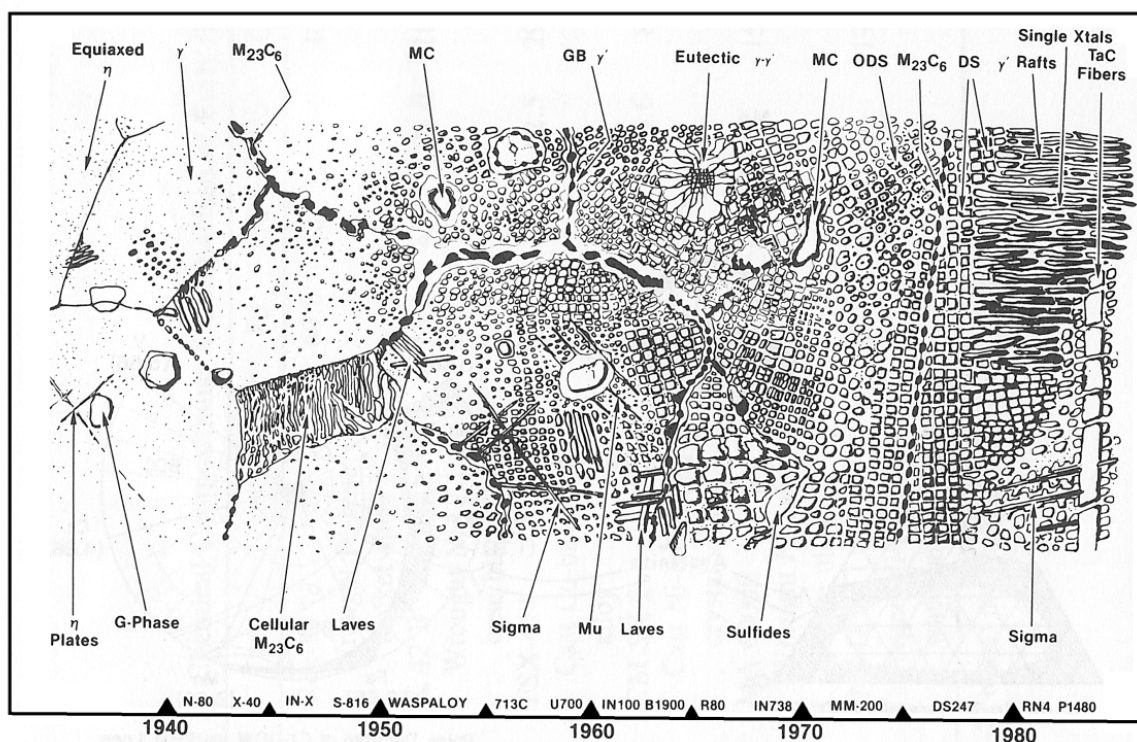
Hlavním prvek způsobující odolnost vůči oxidaci (vysoko teplotní korozi) je Cr, který vytváří na povrchu tenkou vrstvou Cr_2O_3 . Dalším prvkem zajišťující ochranu před korozí je Al, vytvářející vrstvu Al_2O_3 . Obsah Cr v niklových super slitinách se všeobecně pohybuje v rozmezí od 6 do 22 hm %, 20 až 30 hm % v kobaltových superslitinách 15 až 25 hm % v superslitinách na bázi železa a niklu. Množství hliníku se v superslitinách niklu pohybuje až do 6 hm %. Jak bylo zmíněno, chrom je hlavním prvkem odolávající vysoko teplotní korozi, zatímco Ti a snad i další prvky doplňují efekt chromu [9].

2.4 Mikrostruktura

V předchozí kapitole bylo popsáno, jak jednotlivé prvky působí v superslitinách. Chemické složení superslitin má za následek vznik určitých fází, které vzniknou během výroby, nebo při tepelném zpracování.

Během historického vývoje superslitin docházelo k vývoji chemického složení a tím i samotné mikrostruktury, což je názorně zachyceno na obr. 2.4. Tato diplomová práce je především zaměřena na superslitiny na bázi niklu, a proto se budeme v této kapitole zabývat jejich charakteristickou mikrostrukturou.

Základní strukturní složkou každé niklové superslitiny, kované nebo i lité je matrice γ , což je tuhý roztok hlavních legujících prvků: Ni, Cr, Co, Mo atd. Mezi sekundární složky patří vytvrzující fáze γ' , fáze γ'' , primární karbidy MC či sekundární karbidy M_{23}C_6 , M_6C a M_7C_3 . Mezi dalšími fázemi vyskytujícími se v superslitinách patří M_3B_2 , $\text{M}(\text{C},\text{N})$, $\text{M}_{23}(\text{C},\text{N})_6$ a škodlivé fáze: η , μ , σ a Lavesovy fáze. Tyto nežádoucí fáze způsobují hlavně zkřehnutí materiálu, a proto se bedlivě dodržují výrobní postupy k zamezení jejich výskytu. Tabulka 2.4 poskytuje názorný přehled fází u superslitin niklu [3].



Obr. 2.4. Zjednodušený schematický vývoj mikrostruktury superslitin od počátku jejich používání až po 90. léta minulého století [3].

Fáze γ – matrice

Jedná se o tuhý nemagnetický substituční roztok s fcc mřížkou na bázi niklu, obsahující vysoké procento prvků z V., VI. a VII. skupiny periodické soustavy prvků. Ty do tuhého roztoku vstupují substitučně. Jedná se především o Co, Cr, Fe, Mo a W. Jejich obsah v tuhém roztoku je dán velikostním poměrem jejich atomů vůči atomům niklu. Díky specifickým vlastnostem matrice, obsahu zmíněných prvků a vazbám mezi atomy je dosaženo strukturní stability za vysokých teplot [3].

Tab. 2.4. Přehled vyskytujících se fází v superslitinách na bázi niklu [9].

Fáze	Mřížka	Vzorec	Popis
γ'	fcc	Ni_3Al $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$	Základní zpevňující fáze v niklových (a železo-niklových) superslitinách, rozdíl velikosti krystalové mřížky od matrice je 0-0,5%, tvarová různorodost od kulového ke krychlovému tvaru, velikost se mění s teplotou a dobou.
η	hcp	Ni_3Ti	Nachází se u superslitin niklu, kobaltu a železato-niklových s vysokým obsahem Al a Ti po dlouhodobém vystavení, může tvořit mezikrystalové útvary: buněčné nebo jehlicovité (ve Widmanstättenově struktuře).
γ''	bct	Ni_3Nb	Základní zpevňující fáze ve slitině IN718, precipituje ve formě koherentních diskových částic, metastabilní fáze.
δ	ortorombická	Ni_3Nb	Pozorováno v přestárnuté slitině IN718, má jehlicovitý tvar a vzniká mezi 815 a 980°C, při nižších teplotě stárnutí vytváří buněčnou formu a při vyšších teplotách precipituje mezikrystalově.
MC	fcc	TiC NbC HfC	Karbid titanu je částečně rozpuštěný v N, Zr nebo Mo, různorodé složení – M: Ti, Ta, Nb, Hf, Th nebo Zr, tvoří nepravidelné kulovité částice.
M_{23}C_6	fcc	Cr_{23}C_6 Fe_{23}C_6 W_{23}C_6 Mo_{23}C_6	Důležitá je forma precipitace, může precipitovat jako povlak, kulovité částice, desky, lamely a buňky, většinou vznikají na hranici zrn.
M_6C	fcc	$\text{Fe}_3\text{Mo}_3\text{C}$ $\text{Fe}_3\text{W}_3\text{C}-\text{Fe}_4\text{W}_2\text{C}$ $\text{Fe}_3\text{Nb}_3\text{C}$ $\text{Nb}_3\text{Co}_3\text{C}$ $\text{Ta}_3\text{Co}_3\text{C}$	Náhodně rozptýlené karbidy.
M_7C_3	hexagonální	Cr_7C_3	Vyskytují se jako hranaté mezikrystalové formy, pozorovány u slitiny Nimonic 80A po vystavení teplotám nad 1000°C a v některých kobaltových superslitinách.
M_3B_2	tetragonální	Ta_3B_2 , V_3B_2 , Nb_3B_2 (Mo, Ti, Cr, Ni, Fe) $_3\text{B}_2$ Mo_2FeB_2	Vyskytuje se u superslitin niklu a superslitin železa-niklu s obsahem B nad 0,03%, vypadají podobně jako karbidy, ale nereagují s karbidickými leptadly.
MN	kubická	TiN ZrN NbN	Nitridy se vyskytující ve slitinách obsahující Ti, Nb nebo Zr, jsou nerozpustitelné pod teplotou tavení, mají čtvercový až obdélníkový tvar
μ	romboedrická	Co_2W_6 (Fe, Co) $_7$ (Mo, W) $_6$	Objevují se ve slitinách s vysokým obsahem Mo nebo Ti, vytvářejí se jako hrubé nepravidelné Widmanstättenovy desky při vysokých teplotách.
Laves	hexagonální	Fe_2Nb , Fe_2Ti Fe_2Mo , Co_2Ta , Co_2Ti	Nejběžněji se objevují u superslitin železa a kobaltu, mají nepravidelný kulovitý tvar, často prodloužený nebo deskovitý po vysokoteplotní expozici.
σ	tetragonální	FeCr, FeCrMo, CrFeMoNi, CrCo, CrNiMo	Většinou se objevují u superslitin železa-niklu a kobaltu než u niklových, objevují se jako nepravidelné koule (většinou protažené) při teplotě 540 – 980°C

Fáze γ'

Jedná se o intermetalickou strukturní složku jmenovitého chemického složení Ni_3Al . V dané γ' fázi (A_3B) se mohou vyskytovat i další prvky. Na pozici B se kromě typických prvků Al a Ti mohou objevit i Ta, Cr nebo Nb. Fáze γ' vzniká z neuspořádaného tuhého roztoku γ při ochlazování a vytváří vysoce pevnou a teplotně odolnou fázi [3]. Tato strukturní složka výrazně zpevňuje matici γ , se kterou je téměř koherentní. Z toho důvodu mohou pohyblivé dislokace snadno do fáze γ' vstupovat. Díky anizotropii mechanických vlastností fáze γ' , se tyto dislokace zablokují nebo rozštěpí na parciální. Tím je k jejich následnému pohybu potřeba výrazně větší napětí [1].

Z rozdílností mřížkových parametrů mezi maticí γ a precipitátem γ' se dá vypočítat míra rozdílnosti mřížkových parametrů (**mismatch**). Bylo zjištěno, že při rozdílnosti v rozmezí od 0 do $\pm 0,2$ % vznikají kulové typy precipitátů (morfologie), při $\pm 0,5$ až $1,0$ % kvádrové a nad $\pm 1,25$ % tyčinkovité (tzv. rafty) [9].

Výsledné mechanické vlastnosti jsou přímo závislé na morfologii (tudíž na rozdílnosti parametru mřížek), objemovém podílu a stabilitě γ' fáze za vysokých teplot. První generace superslitin měly precipitáty kulovitého tvaru s objemovým podílem kolem 20 %. Dnešní superslitiny obsahují vhodnější kvádrový tvar s objemovým podílem okolo 70 %. Zvyšování objemového podílu fáze γ' se provádí zvyšováním koncentrace Al a Ti. Tím také roste pevnost a tvrdost materiálu. Bylo shledáno, že optimální objemový podíl je kolem 70 %, kdy je dosaženo maximální pevnosti. Aby nedocházelo k předčasným lomům z důvodů obtížné relaxace napětí, je nutné také zajistit srovnatelnou pevnost hranic zrn například pomocí boridů a karbidů [3].

U litých superslitin se mohou z důvodu chemické segregace během ochlazování vyskytnout nežádoucí formy fáze γ' jako například eutektikum γ/γ' . Navíc během tepelného zpracování nebo provozu se mohou vytvářet vrstvičky nebo povlaky γ' na karbidech typu M_{23}C_6 vyskytujících se na hranicích zrn. Tyto nežádoucí fáze se odstraňují rozpouštěcím žíháním a správnou rychlostí ochlazování [9].

Fáze γ''

Je koherentní precipitát s chemickým složením Ni_3Nb a krystalovou mřížkou bct, precipituje v superslitinách na bázi niklu (resp. niklu a železa). Rozdílnost krystalové mřížky s maticí činí kolem 2,9 %.

Fáze γ'' se často objevuje ve struktuře spolu s fází γ' . Výrazně zvyšuje pevnost při nízkých až středních teplotách, ale při překročení teploty 649°C je nestabilní a dochází ke změně krystalové mřížky na ortorombickou, nekoherentní fázi δ , která má stejné chemické složení jako fáze γ'' . Tento typ precipitátů není příliš častý, vyskytuje se u superslitin IN-706 a IN-718, jako zpevňující fáze. Malé množství fáze δ může zjemňovat zrno a má příznivé vlastnosti na mechanické vlastnosti, únavové odolnosti a creepové tažnosti. Proto, aby precipitovala fáze γ'' místo fáze δ , je nutné kontrolovat tepelné zpracování a dodržování provozních teplot (degradace) [9].

Primární karbidy

Jestliže slitina obsahuje od 0,02 do 0,2 hm % C, dochází ke vzniku primárních karbidů MC, kam se vážou legující přísady Ti, Ta, Hf a Nb. Často jsou hrubé, nepravidelné a jejich morfologie je globulární nebo hranatá. Vznikají během tuhnutí a jejich rozložení ve struktuře je heterogenní. Vyskytují se často v mezidendritických oblastech nebo na hranicích zrn. Jejich krystalická mřížka je typu fcc, ale většinou je jejich mřížková orientace jiná než u matrice [3]. MC karbidy jsou hlavním zdrojem uhlíku během tepelného zpracování a provozních procesů [9].

Primární karbidy jsou tvrdé, těsně uspořádané částice patřící v přírodě mezi jedny z nejstabilnějších sloučenin. Při vysokých teplotách během tepelného zpracování anebo provozu se rozpadají na karbidy typu $M_{23}C_6$ nebo M_6C . Vyskytují-li se ve slitině prvky Mo nebo W, pak mohou tyto prvky díky své vysoké afinitě k uhlíku vytěsnit ostatní prvky. Tím dochází k degradaci mechanických vlastností a k poklesu mezivazebních sil [9]. Naopak jsou-li ve slitině přítomné prvky jako je Ta nebo Nb, pak tyto prvky stabilizují karbidy až do teplot 1200 až 1260 °C [3].

Význam primárních karbidů v superslitnách je složitý. Vyskytují-li se karbidy na hranicích zrn ve vhodném kulovitém tvaru, mají pozitivní vliv na mechanické vlastnosti. Díky tomu, že zesilují hranice zrn a brání jim v pokluzu, umožňují relaxaci napětí. Pokud jsou karbidy dostatečně jemné a vyskytují se v matrici, mohou mít i výrazný zesilující efekt. Ten je důležitý především u superslitin na bázi kobaltu, ale v omezené míře se může objevit u niklových superslitin. Karbidy mají také pozitivní vliv na fázovou stabilitu slitiny, jelikož na sebe vážou některé proto stabilitu nepříznivé prvky [3].

Jsou-li ve struktuře obsaženy karbidy ve velké míře, pak mají negativní dopad na únavové vlastnosti, kdy při tepelném namáhání mohou být místem iniciace vzniku únavové trhliny a tím příčinou předčasných lomů [9].

Sekundární karbidy

Mezi sekundární karbidy patří karbidy typu $M_{23}C_6$, M_6C , M_7C_3 . První ze zmíněných karbidů vzniká během tepelného zpracování za nižších teplot (760 až 816° C) a provozu z rozpadu primárních karbidů a ze zbytkového uhlíku v matrici. Jeho výskyt je obvykle na hranicích zrn, nebo občas podél vrstevných chyb a dvojčat [9]. Příkladem tohoto typu karbidů je $Cr_{23}C_6$, jehož výskyt je spjatý se středním až vysokým obsahem Cr.

Karbid M_6C má složitou kubickou strukturu. Jeho vznik je podmíněn s vyšším obsahem Mo a/nebo W, jenž se pohybuje v rozmezí 6 až 8 hm %. Vzniká při teplotách 815 – 980 °C, což je nepatrně výše než v případě karbidu $M_{23}C_6$. Z toho vyplývá, že je stabilnější a využívá se ke kontrole velikosti zrna. Jeho morfologie je hranatá [3].

Karbid M_7C_3 je v niklových superslitinách nestabilní a při ohřevu transformuje na karbid $M_{23}C_6$. Nalézá se spíše u superslitin kobaltu a na bázi železa-niklu [9].

Nežádoucí morfologií karbidů je buněčná struktura (například u karbidů $M_{23}C_6$), která se převážně objevuje na hranicích zrn ve formě desek nebo pravidelných geometrických tvarů, ale může se také vyskytovat ve formě Widmanstättenovy struktury. Tím dojde k poklesu únavové životnosti a k předčasným lomům [9].

Boridy

Bór se vyskytuje v superslitinách ve velmi malých koncentracích (50 – 500 ppm). Vytváří boridové fáze, jež jsou tvrdé, přičemž vytváří malé částice, segregující na hranicích zrn. Jejich morfologie je různorodá od hranatých až k srpkovitým tvarům. Existují dvě modifikace: M_3B_2 (tetragonální mřížka) a MB_{12} (neprozkoumaná) [3].

Hlavním účinkem boridů je, že tvoří žáruvzdorné částice stabilizující hranice zrna a tím zlepšuje creepové vlastnosti superslitin. Podobný účinek má i Zr, jenž vytváří sloučeninu M_xZr_y [9].

Nežádoucí fáze

Pokud nebylo chemické složení dostatečně kontrolováno během procesu výroby, mohou se vytvářet nežádoucí fáze buď během tepelného zpracování anebo během provozu. Vznikající nežádoucí fáze se všeobecně nazývají TCP fáze (topologically close-packed) [3]. Jsou charakterizovány jako sloučeniny s těsným uspořádáním vrstev (atomů), ale mezi jednotlivými vrstvami jsou velké mezery. Struktura těchto fází je deskovitá nebo jehlicovitá. TCP fáze se vylučují na hranicích zrn v tenkých, dlouhých a křehkých částicích, mezi TCP fáze patří: σ , δ , μ , η a Lavesovy fáze [9].

Ačkoliv jsou TCP fáze považovány za nežádoucí, mají některé příznivé účinky např. odolnost vůči oxidaci zvýšení creepové pevnosti atd., jejich hlavní nevýhodou je že způsobují zkrěhnutí slitin [3].

2.5 Superslitiny IN713 LC a MAR-M 247

Superslitiny IN713 LC (Inconel 713LC) a MAR-M 247 patří mezi lité polykrystalové slitiny na bázi niklu. Slitina IN713 LC se využívá od 50. let minulého století a MAR-M 247 od 70. let, ale přesto se obě dvě slitiny stále používají díky svým dobrým mechanickým vlastnostem a cenové dostupnosti, protože obsahují méně vzácných prvků než jiné superslitiny s podobnými vlastnostmi. Superslitina MAR-M 247 je vývojově pokročilejší a na výrobu náročnější slitina, také vykazuje výrazně lepší mechanické vlastnosti než superslitina IN713 LC.

Cílem této diplomové práce je experimentálně získat únavové vlastnosti superslitiny MAR-M 247 a porovnat je s daty dostupnými pro slitinu IN713 LC, která může být chápána jako typický představitel předchozí generace.

Superslitina IN713 LC (low carbon) je nízkouhlíková modifikace slitiny IN 713, její použití je do 926 °C. Její chemické složení je uvedeno v tabulce 2.5.

Tab. 2.5. Přípustné rozmezí chemického složení IN 713LC (hm %) [12].

C	B	Zr	Cr	Mo	Ti	Al	Nb a Ta	Si	Mn	Cu	S	Fe	Ni
0,03 až 0,07	0,005 až 0,015	0,05 až 0,15	11,0 až 13,0	3,8 až 5,2	0,4 až 1,0	5,5 až 6,5	1,5 až 2,5	0,50 max	0,25 max	0,50 max	0,015 max	0,50 max	zbytek

Byla vyvinuta v polovině 50 let předními evropskými podniky především pro integrálně litá rotorová kola plynových turbín a lopatek [13]. Obsah uhlíku je snížen proto, aby nedocházelo ke vzniku karbidů. I přesto se však v omezené míře vyskytují na hranicích zrn a příznivě působí proti creepu. Vlivem vysokých teplot se malé množství primárních karbidů MC rozpadá na karbidy typu $M_{23}C_6$. Tento typ karbidů vytváří film a tím výrazně snižuje creepové vlastnosti, což je důvod, proč se u slitiny IN713 LC snižuje obsah uhlíku. Ke zpevnění hranice zrn se na místo uhlíku používá bór. Zvyšování obsahu železa ve slitině má za následek snižování pevnosti za vysokých teplot, proto je jeho obsah omezen na maximálně 0,50 hm %. Objemový podíl zpevňující fáze γ' u slitiny IN713 LC je 55 %. [14].

Fyzikální vlastnosti slitiny IN713 LC, tj. měrná hmotnost slitiny je 8010 kg/m³ a předpokládané rozmezí likvidu a solidu je 1288 až 1321 °C a modul pružnosti při pokojové teplotě je asi 197 GPa [14].

Minimální hodnoty mechanických vlastností za pokojové teploty stanovené normou ASTM jsou $R_m = 895$ MPa, $R_{p0,2} = 750$ MPa a $A = 15\%$ [14]. Tabulka 2.6 ukazuje vývoj meze pevnosti při teplotách nad 800 °C. Obecně lze říci, že po překročení teploty 700 °C již pevnost klesá a při výdrži na dané teplotě je pokles ještě výraznější.

Tab. 2.6. Vliv teploty na mez pevnosti [9].

Teplota [°C]	815		870		980	
Doba výdrže [hod]	100	1000	100	1000	100	1000
Mez pevnosti [MPa]	430	315	295	215	140	90

Jak je z tabulky 2.6 patrné, patří mechanické vlastnosti slitiny mezi nadprůměrné v porovnání s ostatními polykrystalickými superslitinami [9].

Pro zajištění dobré zabíhavosti, optimálních mechanických vlastností a kvalitě odlitku, se líčí teplota superslitiny IN713 LC pohybuje okolo 1420 °C. Vzhledem

k tomu, že slitina má nízký obsah uhlíku, který výrazně ovlivňuje vlastnosti slitiny, je vyžadovaná přísnější kontrola než je obvyklé [15]. Nespornou výhodou této slitiny je, že se dále nemusí již tepelně zpracovávat [16].

Vzhledem k obtížné obrobiteľnosti se superslitina IN 713LC odlévá na hotovo bez minimálních přídavků na obrábění (broušení a leštění) v požadované přesnosti. Typickou technologií pro výrobu odlitku je přesné lití metodou vytavitelného modelu. Vzhledem k vysoké afinitě prvků obsažených v superslitině ke kyslíku, dusíku a vodíku je celý tavicí a následně licí proces vakuován. Výsledná typická struktura slitiny je polykrystalická, s hrubými dendritickými zrny [17].

Superslitina MAR-M 247 byla vyvinuta a poprvé použita v USA v sedmdesátých letech minulého století. Slitina brzy získala uznání díky teplotním možnostem oproti jiným superslitinám na bázi niklu, protože se používá na teplotní aplikace nad 871 °C [18]. Chemické složení je uvedeno v tabulce 2.7.

Tab. 2.5. Přípustné rozmezí chemického složení MAR-M 247 (hm %) [14].

C	B	Zr	Cr	Mo	W	Al	Ta	Hf	Ti	S	Co	Ni
0,13 až 0,17	0,005 až 0,015	0,05 až 0,15	8,0 až 8,8	0,5 až 0,8	9,5 až 10,5	5,3 až 5,7	2,9 až 3,3	1,2 až 1,6	0,9 až 1,2	0,015 max	9,0 až 11,0	zbytek

Superslitina MAR-M 247 poskytuje excelentní kombinaci mechanických a creepových vlastností a to díky vytvrzující fázi γ' tuhého roztoku. Objemový podíl vytvrzující fáze je v porovnání s IN713 LC výrazně vyšší, a to 63 %. Přidáním hafnia do slitiny se optimalizují mechanické vlastnosti při vysokých teplotách. Hafnium především vstupuje do precipitátů γ' a zvyšuje jejich možné provozní teploty. Superslitina se používá na lopatky, disky a radiální integrální turbíny [19].

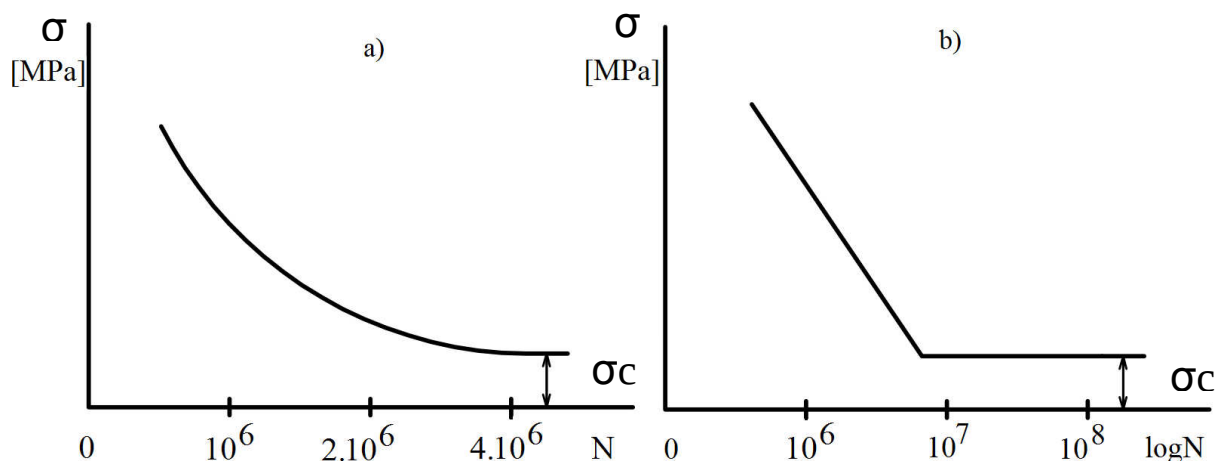
Data o mechanických vlastnostech slitiny MAR-M 247 v dostupné literatuře jsou sporadické nebo úplně chybí. Nedostatečně zmapovány jsou především únavové vlastnosti při vysokých teplotách. V článku [20] jsou uvedeny tahové zkoušky vzorků odebraných z turbinových kol za pokojové teploty. Z takto odebraných vzorků byla při pokojové teplotě zjištěna mez pevnosti $R_m = 827$ MPa, mez kluzu $R_{p0,2} = 793$ MPa a tažnost $A = 6,5$ %.

Parametry této superslitiny lze výrazně ovlivnit tepelným zpracováním při využití technologie izostatického lisování za tepla (HIP) anebo metody Grainex, která spočívá v kmitání formy během odlévání a tuhnutí slitiny. Tím dochází k tvorbě jemné a homogenní struktury. Jemnost struktury je dosažena roztržštěním dendritické struktury na menší částice a jejich rovnoměrným rozmístěním v tavenině. Navíc dochází k potlačení tepelného gradientu [18].

2.6 Únava materiálů

Slovo únava pochází z latinského výrazu *fatigare*, které znamená „unavit se“. Ačkoliv je v běžném životě obvykle spojeno s fyzickou a mentální únavou lidí, v technické praxi popisuje jev, kdy postupně dochází ke snižování pevnosti nebo selhání materiálu, vlivem opakujícího se napětí a je nad nebo pod mezí kluzu [21]. S tímto nežádoucím, ale nevyhnutelným procesem se setkáváme například u nosných prvků aut, letadel, lopatek turbín apod. [22]. Konečnému lomu předchází komplexní submikroskopické a mikroskopické změny, které jsou kumulativního a nevratného typu [23].

Závažnou vlastností únavového procesu je průběh poškozování, který je řízen velikostí cyklické plastické deformace. Cyklická plastická deformace během únavového zatěžování je relativně malá a nezpůsobuje viditelné změny ve struktuře materiálu, ale až více-násobné opakování vede ke kumulativnímu poškození, způsobujícímu porušení struktury materiálu. Z toho důvodu neexistuje žádná jednoduchá metoda pro zjištění vznikajícího poškození, protože primární únavové trhliny jsou velmi jemné a tím i těžko detekovatelné. Pokud však trhliny dosáhnou makroskopických rozměrů, šíří se velice rychle a po velice krátké době dochází k porušení celého tělesa [23].

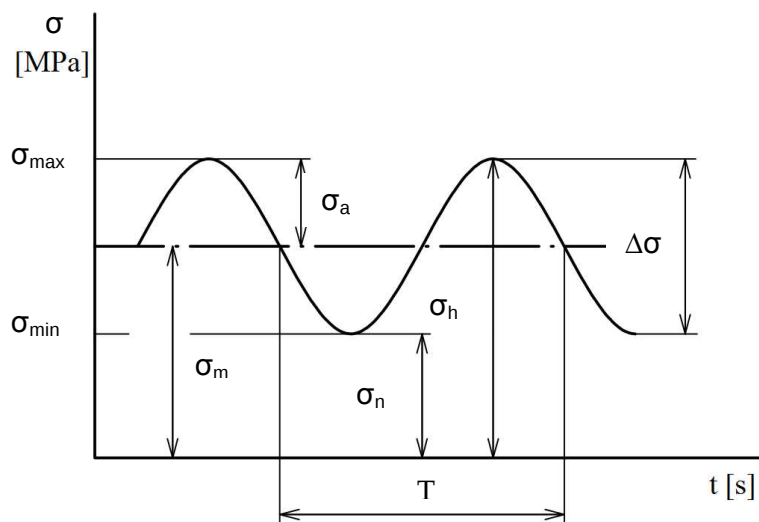


Obr. 2.5. Wöhlerova diagram a) lineární stupnice b) logaritmická stupnice [26].

První systematické měření prováděl železniční inženýr August Wöhler v letech 1852 až 1869 v souvislosti s praskání železničních os vagonů a součástí parních strojů [24]. Dodnes je základní únavovou charakteristikou tzv. Wöhlerova křivka. Na obr. 2.5 je Wöhlerův diagram, který udává závislost počtu cyklů do lomu N na amplitudě napětí σ_a . Jeho průběh vyjadřuje, že při zmenšování amplitudy napětí vzrůstá počet cyklů do lomu. Amplituda napětí, při kterém nedochází k lomu ani po vysokém počtu cyklů (v řádu $10^7 - 10^8$) při symetrickém zatěžování se nazývá mez únavy a značí se σ_c [25].

2.6.1 Základní pojmy

Amplituda napětí je jeden z nejdůležitějších parametrů únavového zatěžování, není ovšem jediným. Parametry charakterizující únavový cyklus jsou zobrazeny na obr. 2.6 [26]:



Obr. 2.6. Únavový cyklus [26].

T – doba jednoho cyklu (perioda)

f – frekvence zatěžování, tj. počet cyklů za jednotku času

σ_h – horní amplituda napětí

σ_d – dolní amplituda napětí

σ_m – střední hodnota napětí

σ_a – amplituda (výkmit) napětí

$\Delta\sigma$ – rozkmit napětí

R – parametr asymetrie.

$$\sigma_a = \frac{\sigma_{\max} - \sigma_{\min}}{2} \quad (1)$$

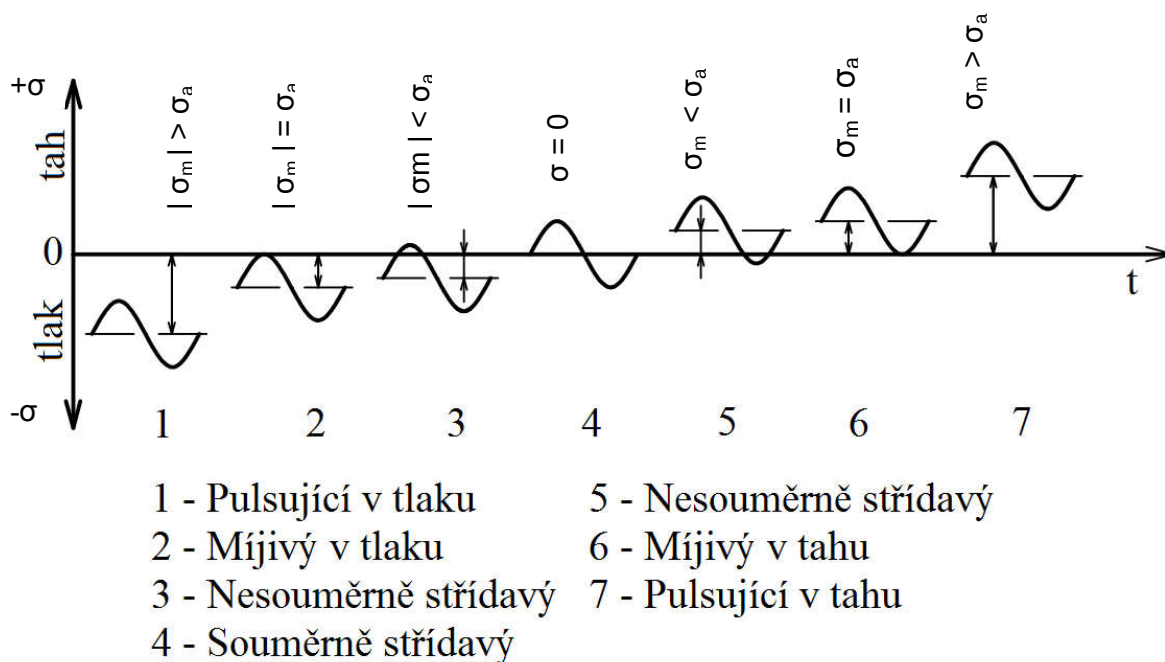
$$\sigma_m = \frac{\sigma_{\max} + \sigma_{\min}}{2} \quad (2)$$

$$\Delta\sigma = \sigma_{\max} - \sigma_{\min} \quad (3)$$

$$R = \sigma_{\min} / \sigma_{\max} \quad (4)$$

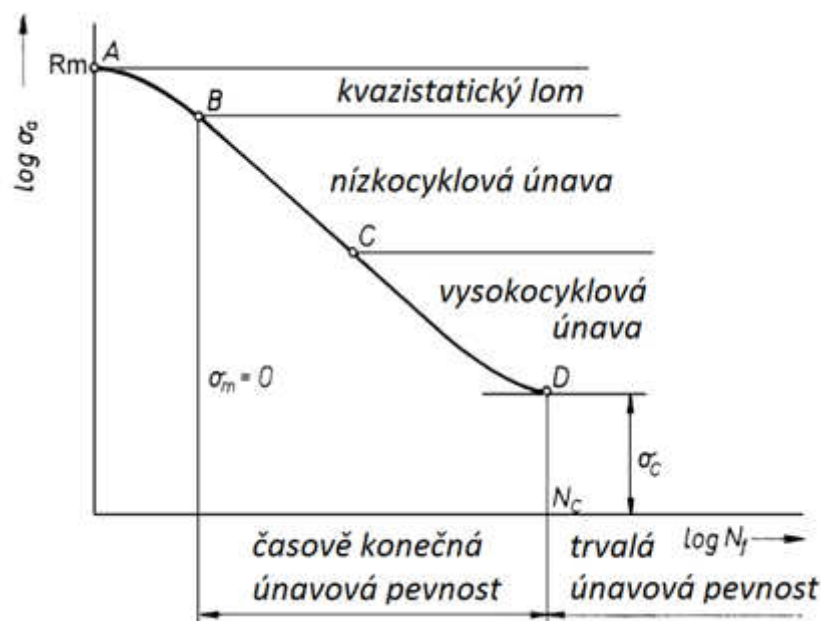
Průběh zatěžujícího cyklu může být pravidelný nebo nepravidelný. Nepravidelný kmit může být opakovatelným nebo působí náhodně, stochasticky. V běžné praxi je nejčastější náhodné působení. Podle typu nesouměrnosti kmitu má

tvár namáhání charakter střídavý (souměrně či nesouměrně), pulsující (v tahu nebo tlaku) viz obr. 2.7. Podle sil a momentů působících na součást jde o namáhání v tahu, tlaku, tah-tlak, ohybu, krutu nebo o jejich kombinaci [26].



Obr. 2.7. Typy kmitů [26].

Jak už bylo zmíněno, Wöhlerova neboli S/N křivka je nejdéle používaná charakteristika únavového zatěžování materiálů. Křivka může být konstruována pro různá střední napětí σ_m , která ovlivňují její průběh. Nejčastěji se experimentálně zjišťují pouze dvě S/N křivky a to při symetrickém zátěžném cyklu ($\sigma_m = 0$) a při míjivém cyklu ($\sigma_m = \sigma_a$) [21]. Pro obě křivky je společný pokles cyklů do lomu s rostoucím napětím. Na obr. 2.8 je schéma S/N křivky pro symetrický cyklus ($\sigma_m = 0$) tah-tlak, kde je vyznačeno několik oblastí. Oblast, v níž dochází k poklesu amplitudy napětí se vzrůstajícím počtem cyklů do lomu (ohraničena počtem cyklů N_c) se označuje jako časově konečná únavová pevnost, oblast s vyšším počtem cyklů ($N_f > N_c$) se nazývá trvalá únavová pevnost [23].



Obr. 2.8. Schéma křivky životnosti pro symetrický cyklus tah-tlak [27].

Na křivce jsou dvě místa nespojitosti a vyznačeny jako body B a C. Ne všechny experimenty je však odhalí. Horní nespojitost v bodě B koresponduje s přechodem různých typů mechanismu porušení – kvazistatické / únavové. Při vyšších stupních napětí je porušení kontrolováno většinou ztrátou plastické stability. Při amplitudách napětí v oblasti nízko-cyklové únavy je porušení kontrolováno zejména velikostí amplitudy plastické deformace. Bodě C, reprezentuje přechod mezi nízko a vysoko-cyklovou oblastí. Zde může dojít ke změně mechanismu iniciace únavového poškození [23].

V oblasti kvazistatického lomu dochází k lomu tělesa již po několika cyklech. Vzhled únavové plochy neodpovídá únavovému porušení [28]. Lom má charakter statického lomu a u tvárných materiálů se tvoří krček. Lomový mechanismus je zpravidla provázen postupným narůstáním délky vzorku až do lomu – tzv. cyklickým creepem [25].

V části časově omezené únavové pevnosti může být (i při symetrickém cyklu) překročena mez kluzu, kdy v materiálu dochází k plastické deformaci rozdílného rozsahu. Proto je tato oblast obvykle označena za nízkocyklovou, pro kterou se počet cyklů do lomu pohybuje obvykle v rozmezí od 10^2 do 10^5 a nebo vysokocyklovou, kde počet cyklů do lomu je zpravidla větší než 10^5 .

Oblast nízko-cyklové únavy se obvykle popisuje Manson-Coffinovou křivkou životnosti, jako závislost amplitudy plastické deformace ε_{ap} na počtu cyklů N_f do lomu. Tato závislost je možné vyjádřit vztahem:

$$\varepsilon_{ap} = \varepsilon'_f \cdot (2N_f)^c \quad (5)$$

Kde ε'_f je součinitel únavové tažnosti, c je součinitel únavové životnosti. Oba parametry lze považovat za únavové charakteristiky materiálu. Čím bude hodnota ε'_f

vyšší a hodnota c nižší, tím bude konstrukční materiál odolnější únavovému zatížení ε_{ap} při daném počtu cyklů [23].

Oblast únavového zatěžování nad 10^5 cyklů, tj. vysokocyklové únavy, je příhodné popsat Basquinovým vztahem:

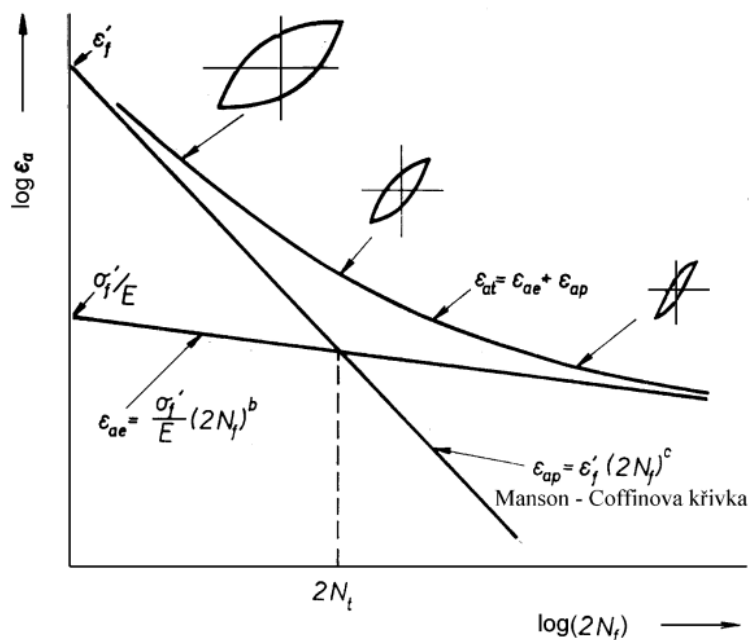
$$\sigma_a = \sigma'_f \cdot (2Nf)^b \quad (6)$$

kde σ'_f je součinitel únavové pevnosti, b je součinitel únavového života a je parametrem mocninné funkce. Obě konstanty charakterizují odpor materiálu proti únavovému poškození [28]. Pro životnost součásti je důležité, aby byl časový úsek, potřebný k iniciaci únavové trhliny, co nejdelší. V okamžiku, kdy trhlina dosáhne kritické velikosti, dojde k náhlému únavovému lomu [26].

Mnoho skutečných strojních zařízení pracuje v zátěžném režimu amplitudy celkové deformace, která v sobě zahrnuje složku plastickou a elastickou. Elastickou složku popisuje Hookův zákon ($\varepsilon_{ap} = \sigma_a / E$). Křivka únavové životnosti může být popsána rovnicí:

$$\varepsilon_{at} = \varepsilon_{ae} + \varepsilon_{ap} = \frac{\sigma'_f}{E} \cdot (2Nf)^b + \varepsilon'_f \cdot (2Nf)^c \quad (7)$$

Superpozice S/N křivky s Manson-Coffinovou a Basquinovou křivkou je znázorněna na obr. 2.9.



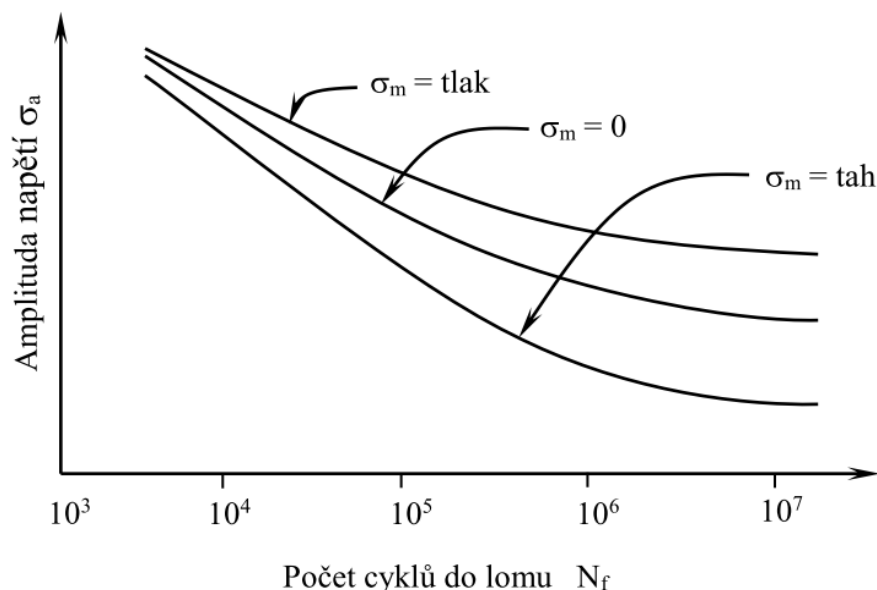
Obr. 2.9. Schematicky křivky životnosti [29].

Z obrázku 2.9 vyplývá, že při malých počtech cyklů do lomu N_f , tzn. při velkých hodnotách amplitudy deformace, převládá plastická složka ε_{ap} , tím se zdůrazňuje význam součinitele únavové tažnosti ε'_f . Při vysokých počtech cyklů do lomu N_f , tzn. při malých hodnot amplitudy deformace, převládá elastická složka ε_{ae} , podtrhávající

význam součinitele únavové pevnosti σ_f' . Bod $2N_t$ odpovídá stejným rozsahům elastické i plastické složky [21].

2.6.2 Vliv středního napětí

Výše uvedený popis únavového života se týká únavového namáhání se specifickou hodnotou středního napětí ($\sigma_m = 0$) [21]. Velikost středního napětí při cyklickém zatěžování silně ovlivňuje délku životnosti, viz obr. 2.10. Tahové střední napětí má tendenci snižovat hodnotu meze únavy pro daný počet cyklů do porušení, zatímco tlakové střední napětí může být prospěšné pro únavovou životnost tělesa. Vliv různých středních napětí je nejvíce patrný ve vysokocyklové oblasti [23].

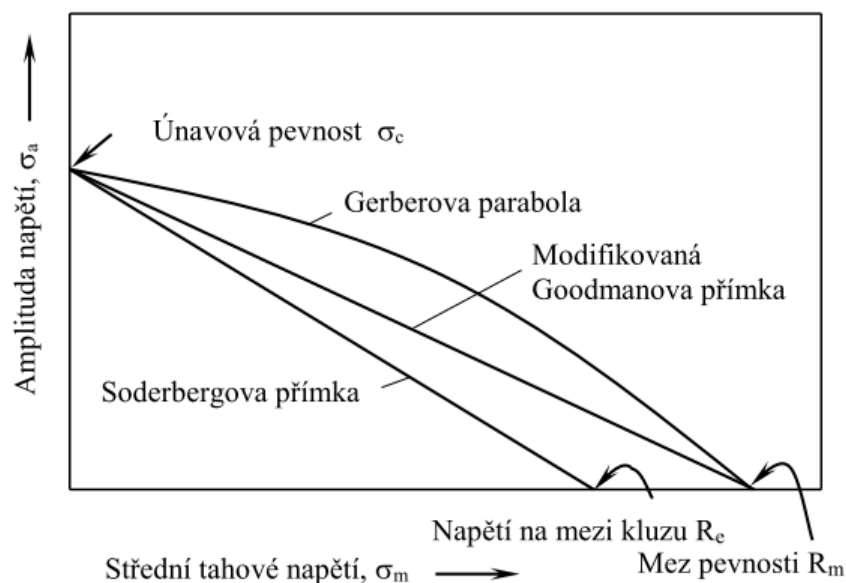


Obr. 2.10. Vliv středního napětí na S/N diagram [30].

Pro vyjádření asymetrie cyklu se používá parametr asymetrie cyklu R , který se může vyjádřit ve tvaru rovnice (4) anebo rovnicí:

$$R = \frac{\sigma_d}{\sigma_h} = \frac{\sigma_m}{\sigma_h} \cdot 1 \quad (8)$$

Vliv středního napětí σ_m při únavovém zatěžování se vyjadřuje pomocí diagramu konstantní životnosti, jak je ukázáno na obr. 2.11.



Obr. 2.11. Diagram konstantní životnosti s modifikovanou Goodmanovou přímkou, Gerberovou parabolou a Soderbergovou přímkou charakterizující vliv středního napětí [21].

Graf představuje závislost meze únavy na amplitudě a středním napětí zatěžujícího cyklu. Tento typ modelu vešel ve známost ve spojení se jmény Gerber, Goodman a Soderberg. Rovnice popisující diagram konstantní životnosti pro tahové středné napětí jsou ve tvaru:

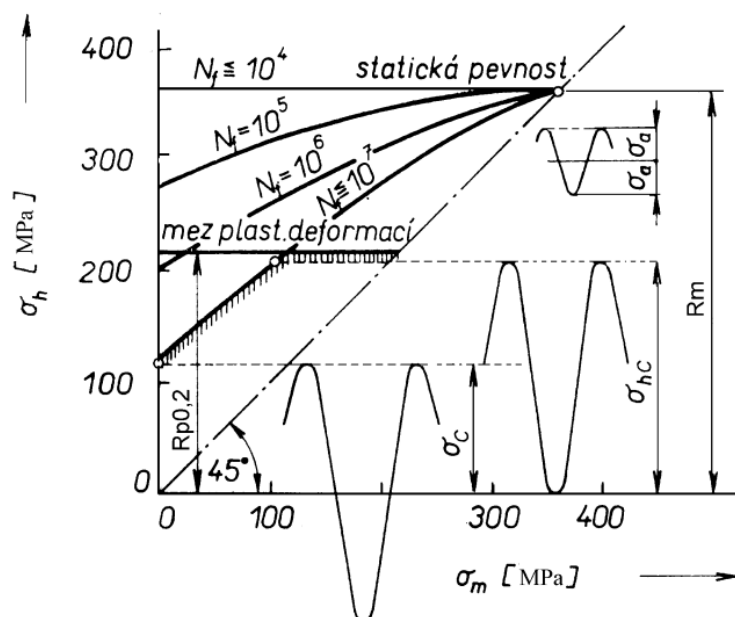
$$\frac{\sigma_a}{\sigma_c} + \frac{\sigma_m}{R_m} = 1 \quad \text{modifikovaná Goodmanova rovnice (9)}$$

$$\frac{\sigma_a}{\sigma_c} + \left(\frac{\sigma_m}{R_m} \right)^2 = 1 \quad \text{Gerberova rovnice (10)}$$

$$\frac{\sigma_a}{\sigma_c} + \frac{\sigma_m}{R_e} = 1 \quad \text{Soderbergova rovnice (11)}$$

Rovnice (9) odpovídá experimentálním datům křehkých materiálů z únavových křivek životnosti. Rovnice (10) se používá pro houževnaté materiály a rovnice (11) se používá pro většinu strojírenských materiálů, kdy σ_c značí mez únavy a R_e napětí na mezi kluzu [21].

Křivky únavové životnosti jsou základním předpokladem pro konstrukci úplného Smithova diagramu $\sigma_h = f(\sigma_m)$ viz obr. 2.12, který spočívá v systému parametrických křivek pro daný počet cyklů do lomu N_f [23].



Experimentální stanovení úplného Smithova diagramu je časově náročné a proto se činily pokusy o snazší odhad únavové pevnosti. Postupem času se nahromadila spousta experimentálně zjištěných faktorů, umožňujících konstruovat přibližný Smithův diagram, bez přímého měření S/N křivek. Nutná data postačující k sestrojení diagramu, jsou naměřené hodnoty z meze únavy při symetrickém cyklu namáhání a z mechanické charakteristiky, získané při statické zkoušce v tahu. Obrázek 2.13 schematicky znázorňuje proceduru při sestrovování Smithova diagramu [23].

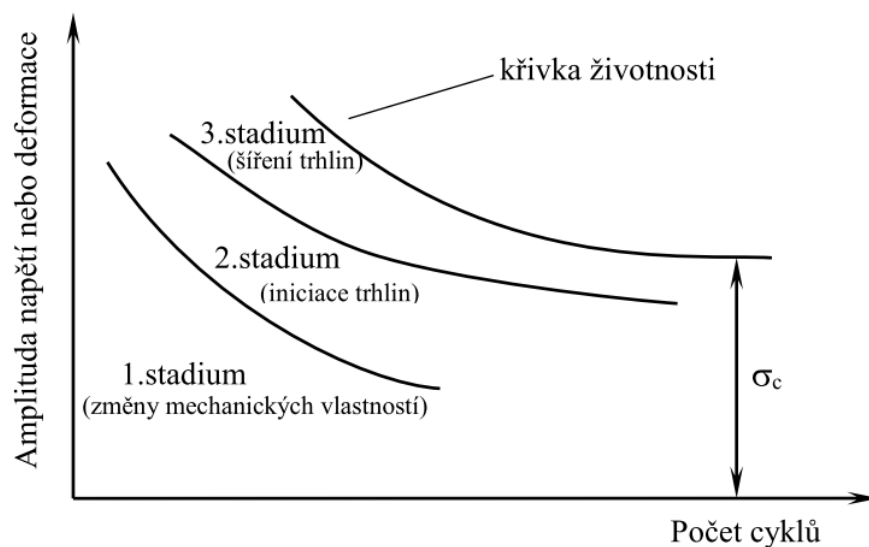
Smithův diagram je omezen jen na případ trvalé pevnosti, kde nedojde k šíření únavové trhliny. Časově omezená únavová pevnost se skládá ze složek nukleace a šíření trhliny, které závisí na podmínkách namáhání, mezi které patří i poměr amplitudy napětí a asymetrie cyklu. Pro oblast časované únavové pevnosti však lze nalézt empirické relace, umožňující posoudit vliv středního napětí na počet cyklů do lomu. U těchto relací je však nutné upozornit na to, že nebyly dostatečně ověřeny na širokém počtu materiálů, takže jejich použití nelze považovat za spolehlivé [23].

2.6.3 Stádia únavového porušení

Proces únavového porušení je podmíněn cyklickou plastickou deformací, která způsobuje nevratné změny ve struktuře materiálu. Dle typů nevratných změn lze celý únavový proces rozdělit na tři časově následující a do jisté míry se překrývající stádia [23]:

- I. Stadium – změny mechanických vlastností. Toto stadium je charakterizováno změnami v hustotě a konfiguraci poruch v krystalové mřížce a následkem toho i změnami mechanických vlastností, a to v celém objemu zatěžovaného materiálu [28]. Změny mechanických vlastností mohou být dvojího druhu [23]:
 - cyklické změkčení
 - cyklické zpevnění
- II. Stadium - nukleace (iniciace) trhlin – týká se jen malých oblastí celkového objemu [28]. Zahrnuje i hranice zrn nebo místa se zvýšenou dislokační hustotou, včetně povrchových defektů jakou jsou škrábance, póry, ostré hrany a vruby vznikající díky špatnému návrhu nebo nevhodné výrobě [22].
- III. Stadium – šíření trhlin. Stejně jako v předchozím stadiu jsou procesy stadia šíření trhlin lokalizována pouze v malém objemu. Pro šíření únavových trhlin jsou rozhodující podmínky na špici trhliny, tedy proces šíření je předurčen vlastnostmi plastické zóny před špicí trhliny, kde je vysoká koncentrace cyklické plastické deformace během zatěžování [23]. Šíření trhliny je ukončeno dolomením zbývajících částí nosného průřezu. Konec tohoto stadia určuje Wöhlerova křivka, udávající při dané amplitudě napětí σ_a počet cyklů do lomu N_f [28].

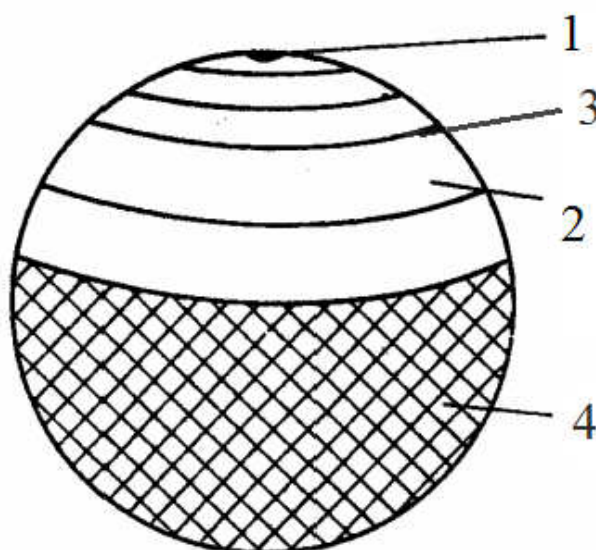
Schematické rozdělení únavového procesu na jednotlivá stádia je ukázané na obr. 2.14. Je nutno zdůraznit, že neexistují žádná přesná definice rozhraní mezi jednotlivými stadii [23].



Obr. 2.14. Stadia únavového procesu (schematicky) [23].

Únavový lom má typický vzhled. Během makroskopického pozorování je možné rozlišit tři charakteristické oblasti (viz obr. 2.15) [22]:

- Iniciace trhlin (oblast 1) – leží obvykle při povrchu, vzniká vlivem vrubů nebo nehomogenit, sloužících jako koncentrátoři napětí. Lomová plocha je matná, iniciace je špatně zjistitelná.
- Oblast postupného rozvoje únavové trhliny (oblast 2) – jsou patrné více či méně růstové čáry (pozice 3), které souvisí se změnou směru nebo rychlosti rozvoje lomu. Jejich tvar závisí na konfiguraci součásti, druhu a velikosti zatížení atd. Reliéf lomové plochy je jemnější.
- Pásmo statického lomu (pozice 4, statický lom) – má zpravidla charakter křehkého (kvazikřehký lom) nebo tvárného porušení. Lomová plocha je výrazně hrubší.



Obr. 2.15. Schéma únavového lomu [28].

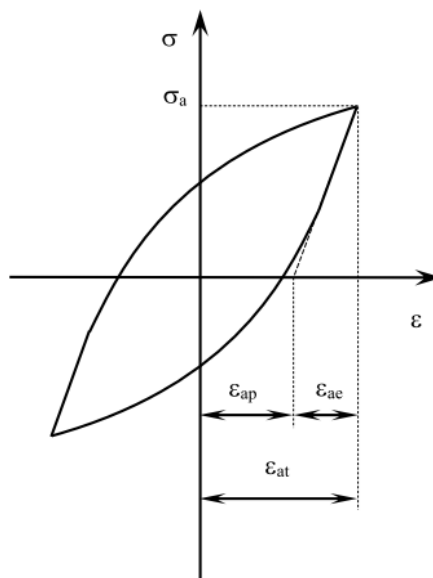
Délka jednotlivých stádií únavového života závisí na typu materiálu, geometrii součásti, druhu zatěžování, přítomnosti vnitřních vad atd. Například u součástí s ostrými konstrukčními vruby jsou první dvě stadia výrazně potlačena nebo u součástí s již existujícími mikrotrhlinami první dvě stadia zcela chybí. Naopak u součástí bez vrubu, se zatěžováním těsně nad mez únavy, mohou první stadia činit až 80 % životnosti součásti [28].

Stadium změny mechanických vlastností

V počátečním stadiu cyklického zatěžování dochází v důsledku mikrostrukturních změn rovněž ke změně napětově-deformační odezvy i fyzikálních vlastností. Tyto změny mají zpravidla sytící charakter – s počtem cyklů jejich intenzita klesá, až dojde v podstatě k saturovanému stavu. Odpor materiálu vůči cyklické plastické deformaci může růst – cyklické zpevňování, nebo klesat – cyklické změkčování nebo může dojít k superpozici obou procesů (charakter napětové odezvy se může měnit) [25].

Nejlepší a nejadekvátnější způsob detekce změn mechanických vlastností je přímé měření parametrů hysterezních smyček za chodu zkušebního stroje. Na obr. 2.16 je schematicky zakreslena hysterezní smyčka, kde σ_a je amplituda napětí, ε_{at} je amplituda celkové deformace, ε_{ae} je amplituda elastické deformace a ε_{ap} je amplituda plastické deformace. Moderní elektroservohydraulická zkušební zařízení umožňují udržovat v průběhu zatěžování, buď konstantní amplitudu napětí, nebo amplitudu celkové respektive plastické deformace. Pokud amplituda deformace s počtem cyklů klesá, jde o případ cyklického zpevnění, naopak projevuje-li se růstem amplitudy deformace, pak se jedná o cyklické změkčení [25].

Plocha a tvar hysterezních smyček se v průběhu zpevnění či změkčení mění. Například cyklické zpevnění při režimu zatěžování $\sigma_a = \text{konst.}$ se projevuje poklesem amplitudy deformace a „zúžením“ smyčky. Při režimu $\varepsilon_{ap} = \text{konst.}$ se projevuje zvětšením amplitudy napětí a tím „rozšířením“ smyčky [25].



Obr. 2.16. Schéma hysterezní smyčky [28].

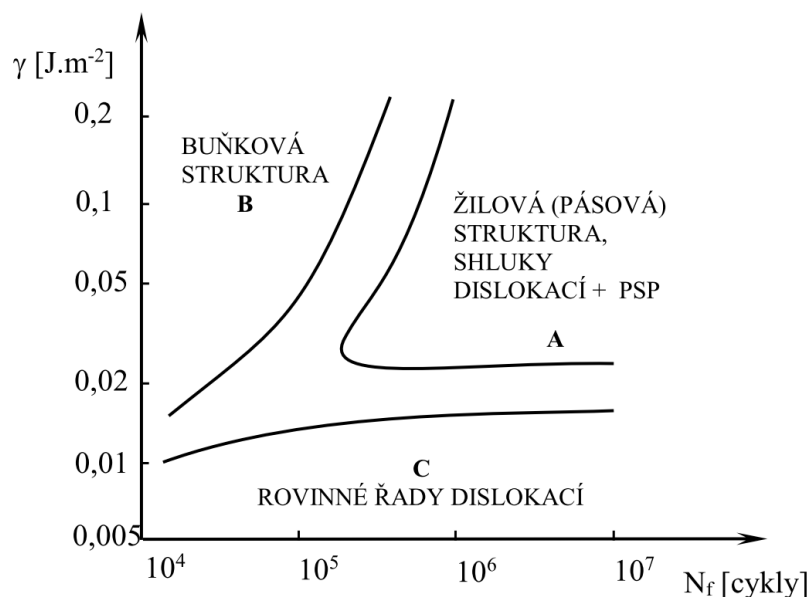
Plocha hysterezní smyčky je důležitá pro výpočet únavového života, zejména při nízkocyklové únavě [28].

Změny mechanických vlastností jsou dány střídáním plastické deformace v celém objemu cyklicky zatěžovaného kovu. Plastická deformace je všeobecně uskutečňována pohybem dislokací. Procesy cyklického zpevnění či změkčení, i v saturovaném stavu, jsou dány pohybem, vytvářením a interakcí dislokací v dané krystalové mřížce nebo s poruchami krystalové mřížky. Pohyb dislokací je ovlivněn přítomností precipitátů, cizích částic, hranicemi zrn, atd. Z toho lze vyvodit, že v průběhu cyklické deformace bude docházet nejen ke změnám konfigurace krystalové mřížky, ale i ke změnám v rozložení mřížkových poruch jako například dislokací [28].

Výsledné dislokační struktury (i v saturovaném stavu) závisí nejenom na amplitudě zatěžování, ale i na typu materiálu. Z materiálových parametrů je rozhodující pro dislokační struktury skluz zrna, dále pak stupeň obtížnosti či jednoduchosti příčného skluzu po hranicích zrn [23].

Z předcházejících experimentálních dat bylo možno ve formě názorného grafického provedení vyjádřit různé typy dislokačních struktur, kdy jednotlivé oblasti spojují typy struktur s energií vrstevné chyby a celkovým počtem cyklů do lomu. Energie vrstevné chyby je přímo úměrná jednoduchosti příčného skluzu. Na obr. 2.17 jsou znázorněny tři oblasti s výrazně se lišícím typem struktur dislokací [23].

Tento diagram platí pouze pro případ homogenní napjatosti jednofázových kovů s fcc krystalovou mřížkou. Lze jej uplatnit i jako základní schéma pro nehomogenní napjatosti jiných kovů [25].



Obr. 2.17. Typy dislokačních struktur v závislosti energii vrstevné chyby γ na počtu cyklu do lomu N_f [23].

Oblasti s vyšší energií vrstevné chyby a vyšších životností jsou typické pro shluky, pásy dislokací či persistentní skluzové pásy (PSP). Shluky dislokací nejsou mezi sebou propojeny. Mezi dislokačními shluky lze pozorovat ojedinělé dislokace. Shluky jsou typické i tím, že kromě komplikovaně propletených dislokačních segmentů obsahují také velké množství dislokačních dipólů a dislokačních smyček. Povrchová vrstva je pak složena z měkkých a tvrdých oblastí [25].

Oblast s vyšší energií vrstevné chyby a nízké životnosti je charakterizována buňkovou strukturou. Dislokace vytvářejí stěny prostorově uzavřených buněk. Hustota dislokací ve stěnách buněk je značně vysoká. I v tomto případě obsahuje jak buňka, tak i prostor mimo buňku značné množství dislokačních dipólů a dislokačních smyček [25].

Oblast nízkých energií vrstevné chyby je v celém rozsahu životnosti charakterizována rovinnými řadami dislokací. Dislokace se v důsledku téměř nemožného příčného skluzu drží svých skluzových rovin a nemohou tedy vytvářet prostorové shluky ani buňky. Dislokační smyčky nejsou v této oblasti velmi početné [25].

Stadium nukleace (iniciace) trhlin

Z velkého množství pozorování prováděných pomocí optické a elektronové mikroskopie bylo prokázáno, že k nukleaci trhlin homogenním materiálům dochází na volném povrchu, v místech koncentrace napětí a tím i koncentrace cyklické plastické deformace [28]. Nukleace u nehomogenních materiálů není vždy svázaná s povrchem, ale i s vnitřními strukturními defekty dostatečného rozměru. V podstatě existují čtyři typy iniciačních míst:

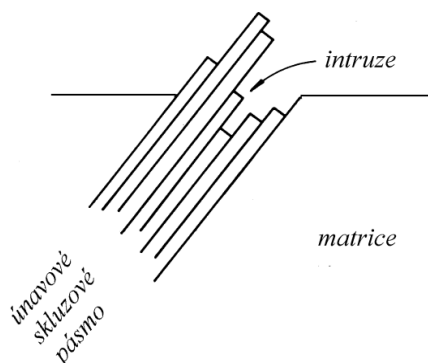
- Persistentní skluzová pásma (PSP).
- Hranice zrn.

- Rozhraní vměstek – matrice.
- Rozhraní precipitát – matrice.

První dva typy jsou charakteristické pro monokrystaly a polykrystaly jednofázových kovů. Zbýlé mechanismy se uplatňují přednostně u vícefázových kovů a slitin [25].

Například u materiálu s výrazně zpevněnou povrchovou vrstvou, k jejíž plastické deformaci je zapotřebí mnohem vyšších napětí, než je tomu při deformaci matrice, dochází k nukleaci na rozhraní této tvrdé povrchové vrstvy a matrice [31]. U litých superslitin může být častým důvodem iniciace trhlin na rozhraní matrice a karbidu v objemu materiálu. Trhlina se posléze šíří bez kontaktu s atmosférou a lomová plocha má tvar elipsy (používá se termín rybí oko tj. fish eye) [32].

Nukleace je nevratný děj, který předchází nevratné dislokační procesy v kritickém objemu. Dislokační procesy jsou výsledkem cyklické plastické deformace probíhající opakovaným skluzem. S rostoucím počtem cyklů vzrůstá intenzita a četnost skluzových pásem a vzniká povrchový reliéf (obr. 2.18), který je tvořen extruzemi (části vystupující na původní povrch) a intruzemi (části pod původním povrchem) [28].



Obr. 2.18. Schéma únavového skluzového pásma [28].

Pro vlastní nukleaci mikrotrhlin bylo navrženo značné množství modelů. Příkladem jednoho z předpokládaných mechanismů může být schéma na obr. 2.18. Vznik mikrotrhliny je chápán jako spojitě prorůstání intruze do hloubky. Vytvořená intruze působí jako koncentrátor napětí a tím indikuje další skluz právě v kořeni intruze. Spojitě rostoucí intruze je vlastně mikrotrhlinou [28].

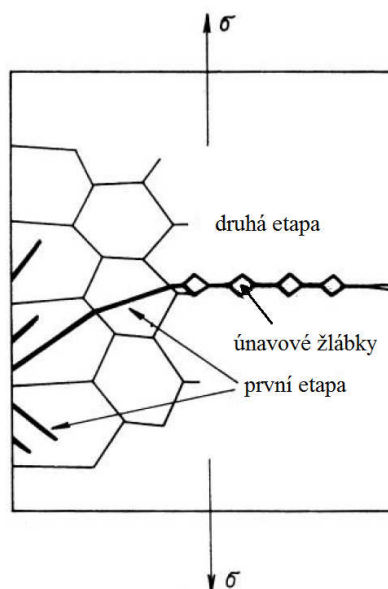
Iniciace trhlin může být podstatně zbrzděna změnou chemického nebo fázového složení povrchové vrstvy, mající za následek zvýšení smykového modulu, meze kluzu nebo vznik vnitřních pnutí ve vrstvě, např. iontová nitridace nebo martenzitická transformace [21]. Uvedené změny na povrchu odpovídají postupně omezení výstupu PSP na povrch (dislokace jsou hnány od povrchu), omezení dislokační aktivity a pozitivnímu účinku principu superpozice napětí [25].

Relativní délka iniciačního stádia je tedy silně ovlivněna povrchovou strukturou. Obecně se dá říci, že je zanedbatelná v případě apriorních povrchových defektů (mikrovrubů, vměstků) větších než desítky μm [25]. Nukleační stádium končí vytvořením povrchových mikrotrhlin. Tyto trhliny leží podél aktivních skluzových rovin, tzn. skluzových rovin s maximálním smykovým napětím. Rovina mikrotrhlin tedy svírá přibližný úhel 45° se směrem vnějšího napětí [28].

U superslitin na bázi Ni byly často pozorovány na lomové ploše hladké krystalografické fazety, šířící se krystalograficky pod úhlem 45° k ose hlavního zatěžování (první fáze) a to jak při pokojových tak i při zvýšených teplotách [33]. Z únavového života zabírá první fáze jen malou část. Porušení nastává v důsledku skluzu rovin (111) s krystalografickým směrem $\langle 011 \rangle$. Fazety se často štěpí a říká se jim štěpné, následně primární skluzové roviny. Na některých fazetách byly pozorované únavové striace, což naznačuje na místní plastické deformace během únavového procesu [28].

Stadium šíření trhlin

V průběhu dalšího cyklického zatěžování rostou trhliny nejprve podél aktivních skluzových rovin a vzájemně se propojují. Většina trhlin se však brzy zastavuje a jen menší počet z nich proniká do hloubky větší než desítky μm [28]. S narůstající délkou (směrem od povrchu) se trhliny vychylují z aktivních skluzových rovin a stáčí se do směru kolmého ke směru působícího vnějšího napětí viz obr. 2.19.

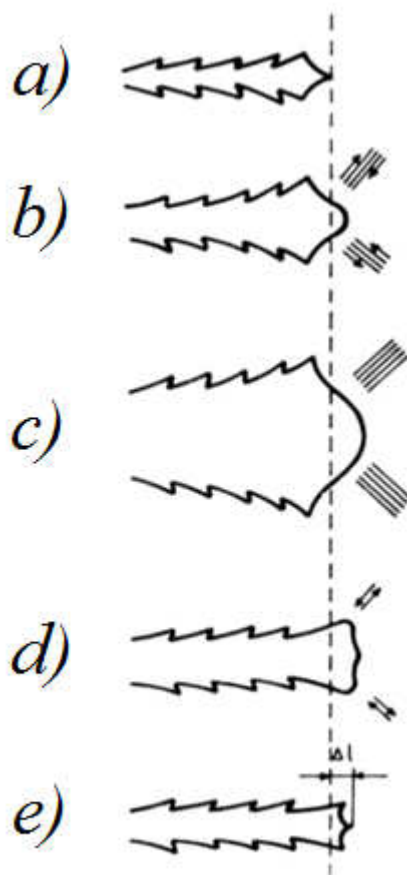


Obr. 2.19. Etapy šíření trhliny [23].

Na čele těchto trhlin se vytváří plastická zóna, vznikající účinkem vysoké koncentrace napětí [23]. Tento přechod roviny trhliny z aktivní skluzové roviny do roviny kolmé na směr působícího vnějšího napětí se často označuje jako přechod z krystalografického šíření (první etapa šíření) na nekystalografické šíření trhliny (druhá etapa šíření). V této etapě se šíří zpravidla již jen jediná trhlina, někdy označovaná jako magistralní [21]. Délka trhliny, při které dochází k přechodu z první fáze do druhé, závisí především na druhu materiálu a na amplitudě zatěžování. Čím menší bývá amplituda, tím bývá delší první stádium a naopak. Výjimku tvoří tělesa s vrubem nebo různými typy slévárenských vad. V tomto případě se šíření začíná hned druhým stádiem. Pro krystalografickou část je rozhodující smyková složka, zatímco u nekystalografického šíření je to normálové napětí. Druhá etapa končí náhlým lomem zbývajících části nosného průřezu [23].

Nejvýznamnějším mikrofraktografickým znakem únavového porušení tvárných materiálů jsou únavové žlábký (striace). Obecně se předpokládá, že v intervalu 1 až 10 cyklů, dojde ke vzniku striace [28].

K popisu mechanismu šíření transkrystalických únavových rovin byla navržena řada modelů. Nejznámějším a nejvíce používanějším je mechanismus šíření trhliny podle Lairda, znázorněn viz obr. 2.20, který popisuje šíření trhlín jako proces opakovaného otupování a zостřování čela trhliny v tahové a tlakové části cyklu [21].



Obr. 2.20. Lairdův model růstu únavové trhliny [21].

3. CÍLE PRÁCE

Superslitiny se používají zejména u turbínových lopatek, které jsou vystaveny mechanickému namáhání a vysokým teplotám. Náplní práce bude experimentální stanovení únavových vlastností (vysokoteplotní S/N křivky) niklové superslitiny MAR-M 247 na několika experimentálních teplotách. Cílem práce bude zpracování a vyhodnocení experimentálních dat s popisem mechanismu únavového poškození. Mechanismus únavového poškození je determinován zejména existencí defektů, charakterem mikrostruktury lité superslitiny a teplotou. Pro porovnání budou použita data naměřená na superslitině IN713 LC s cílem zobecnit některé výsledky získané na materiálu MAR-M 247. Ke splnění těchto cílů si student osvojí práci s rezonančními pulzátory, světelným mikroskopem a rastrovacím elektronovým mikroskopem.

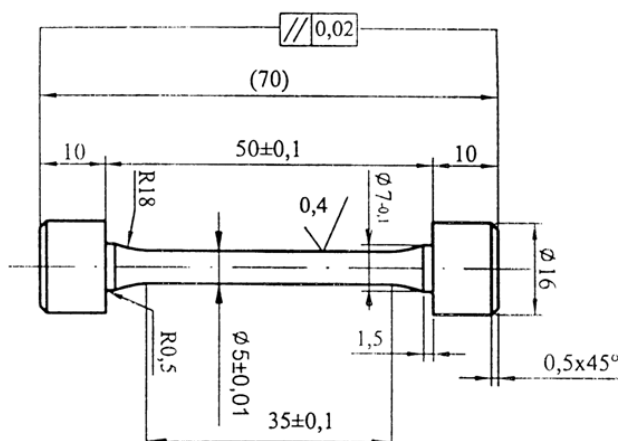
4. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

4.1 Experimentální materiál superslitiny IN713 LC a MAR-M 247

V této diplomové práci byly použity pro porovnání dva typy materiálů a to superslitiny IN713 LC a MAR-M 247, které byly dodány společností PBS Velká Bíteš a.s. Data pro superslitinu IN713 LC byla naměřená z větší části již před započítím diplomové práce a čerpáme tedy z výzkumných zpráv se svolením jejich autorů, kdy parciální data byla získána v průběhu řešení této diplomové práce [13, 32]. Výsledky uvedené pro materiál MAR-M 247 jsou originální výsledky získané v průběhu řešení diplomové práce.

a) **IN713 LC** patří ke druhé generace superslitin a zkratka LC znamená, že superslitina má snížený obsah uhlíku.

Zkušební materiál byl odlit ve vakuu do polotovaru ve tvaru tyče o průměr 20 mm a délce 100 mm, viz obrázek 10.1 Přílohy. Tato slitina se tepelně nezpracovává. Pro účely únavových zkoušek byl polotovar obroben na požadovaný tvar zkušební tělesa, viz obrázek 4.1.



Obr. 4.1. Výkres zkušební tělesa IN713 LC.

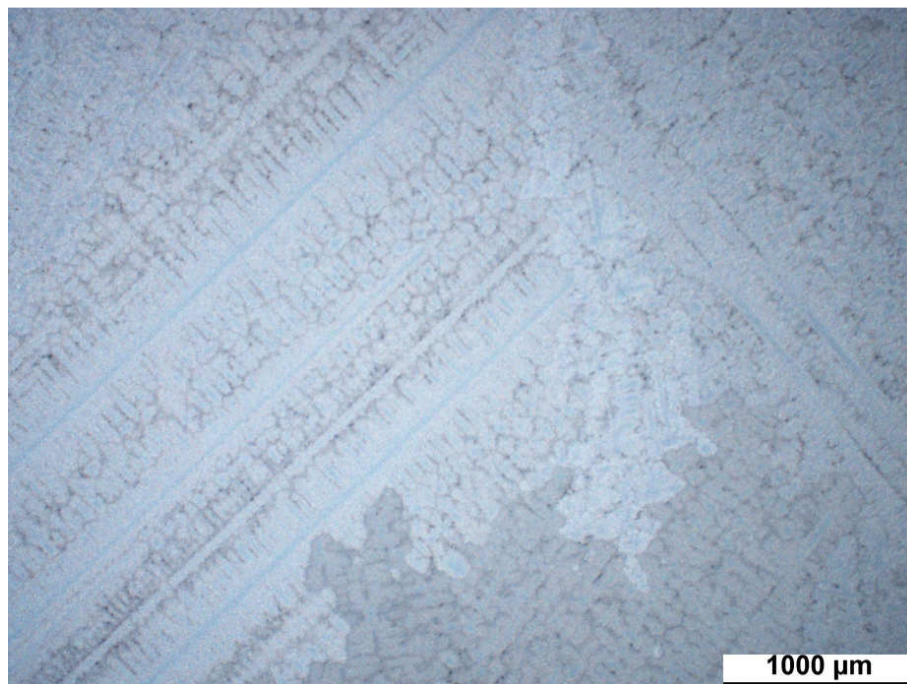
Chemické složení použité superslitiny IN713 LC je uvedeno v tabulce 4.1.

Tab. 4.1. Chemické složení superslitiny IN713 LC (hm. %).

C	Mn	Si	Cr	Ti	Al	Fe	B	Zr	Nb
0,007	<0,05	0,06	11,63	0,77	5,91	0,18	0,12	0,12	2,36
Ta	Mo	Co	Cu	P	S	Ni			
0,09	4,66	0,30	<0,05	0,007	0,004	zbytek			

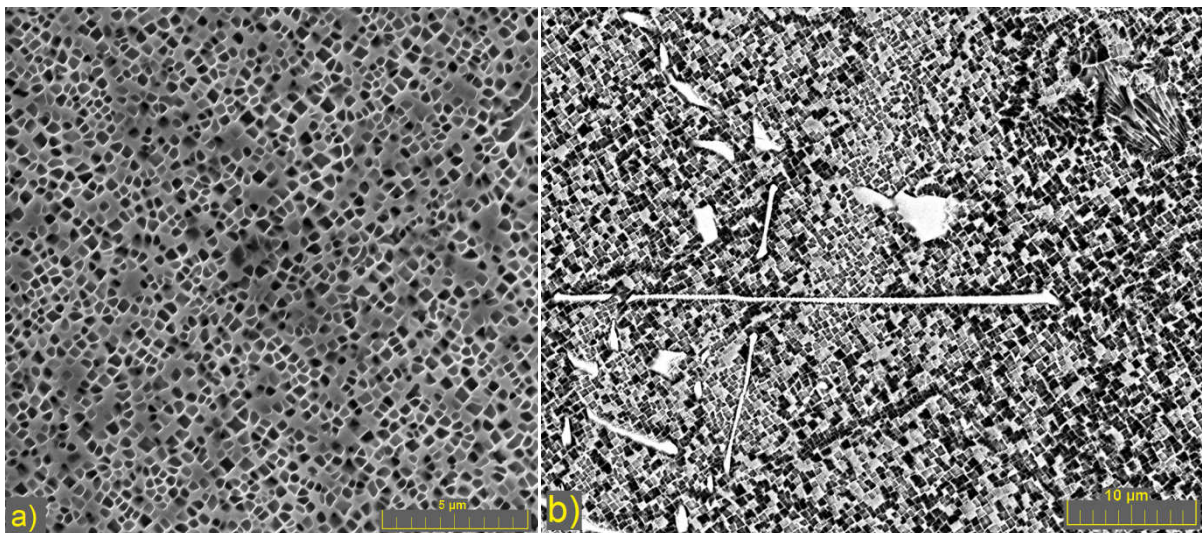
Struktura litého materiál IN713 LC byla pozorovaná na metalografickém vzorku příčného řezu měrné délky zkušební tyče. Metalografický vzorek byl připraven standardním způsobem – broušení pomocí brusných papírů a posléze leštění

diamantovou pastou o zrnitosti 1 μm . Pro zviditelnění struktury bylo následně použito chemické leptadlo, kdy leptadlem byl roztok (40 ml HNO_3 s 30 ml HF). Struktura má výrazný hrubozrnný dendritický charakter. Na obr 4.2 jsou dobře viditelné primární a sekundární dendritické osy litého materiálu. Patrné jsou i hranice zrn. Velikost zrn byla stanovena lineární průsečíkovou metodou v příčném řezu na osu tyče polotovaru. Zjištěná hodnota byla $d = 3,24 \text{ mm}$.



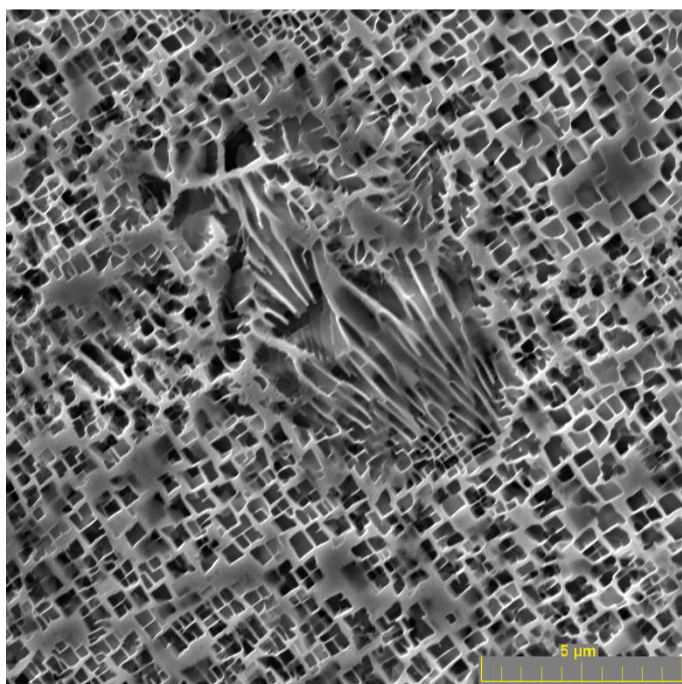
Obr. 4.2. Dendritická struktura IN713 LC v příčném směru řezu (SM).

Na obr. 4.3a) (SE) je ukázaná mikrostruktura IN713 LC, kde je možné vidět rovnoměrné rozložení strukturních složek γ a γ' . Fáze γ' má kubický charakter, kdy tvar i velikost precipitátů je homogenní v celé struktuře slitiny. Průměrná velikost precipitátů byla změřena v příčném řezu a její hodnota činila 400 nm. Na obr. 4.3b) (BSE) jsou ukázány mezidendritické oblasti slitiny, kde je možné vidět různé typy karbidů (primární a sekundární), co se týká velikosti a jejich morfologie.



Obr. 4.3. Mikrostruktura IN713 LC
při 800 °C, $\sigma_a = 200$ MPa, $N_f = 9,84 \times 10^5$ (REM, SE a BSE).

V mezidendritických oblastech se také vyskytovaly kolonie eutektika γ/γ' (viz obr. 4.4) Jsou to oblasti zhrubělých precipitátů a matrice zasazené do obvykle jemné a pravidelné mikrostruktury dané superslitiny.



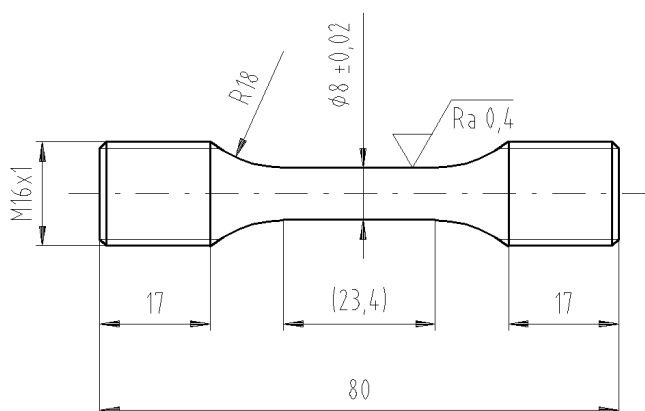
Obr. 4.4. Detail eutektika ve slitině IN713 LC
při 800 °C, $\sigma_a = 200$ MPa, $N_f = 9,84 \times 10^5$ (REM, SE a BSE).

b) **MAR-M 247** se řadí ke generačně pokročilejší superslitinám než v případě předchozí superlitina IN713 LC.

V rámci diplomové práce byly porovnány experimentální hodnoty s hodnotami dostupnými v literatuře. Použitý literární zdroj pro porovnání únavových zkoušek na 650 °C byl od Gelmedina a Langa [34].

Vlastní experimentální materiál použitý v diplomové práci byl podobně jako IN713 LC odlit ve vakuu do forem předlitků. Následně byly vytvořeny dvě sady

vzorků. První sada vzorků prošla izostatickým lisováním za tepla (Hot Isostatic Pressing - HIP) a poté byla tepelně zpracována. Izostatické lisování za tepla se používá z důvodu částečné minimalizace rozsahu slévárenských vad po odlití, tj. řediny. Druhá sada vzorků byla pouze tepelně zpracována. Lící teplota byla 1400 °C. Tepelné zpracování se skládalo z rozpouštěcího žíhání při teplotě 1200 °C, výdrži 2 h a následným precipitačním žíháním při teplotě 870 °C s výdrží 24 hodin. Parametry izostatického lisování za tepla (HIP) byly teplota 1200 °C, výdrž 2 h a tlak 100 MPa. Tyč byla obrobena do požadovaného tvaru zkušebního tělesa, viz obrázek 4.5.



Obr. 4.5. Výkres zkušebního tělesa MAR-M 247.

Během vypracování diplomové práce se objevila možnost získat a experimentálně vyzkoušet stejnou tavbu ovšem odlišně odlitou. Tyto vzorky byly odlity do forem komolých tyčí, obrázek 10.2 viz Seznam příloh. Následně byly izostaticky lisovány za tepla. Tato sada vzorků byla odlita pro pracoviště UJP Praha za účelem zjištění vlivu tepelného zpracování na mechanické vlastnosti této slitiny [35], kdy v rámci spolupráce byl materiál poskytnut pro tuto diplomovou práci. Struktura byla polykrystalická s mírně hrubší strukturou než tavba odlitá do předlitků.

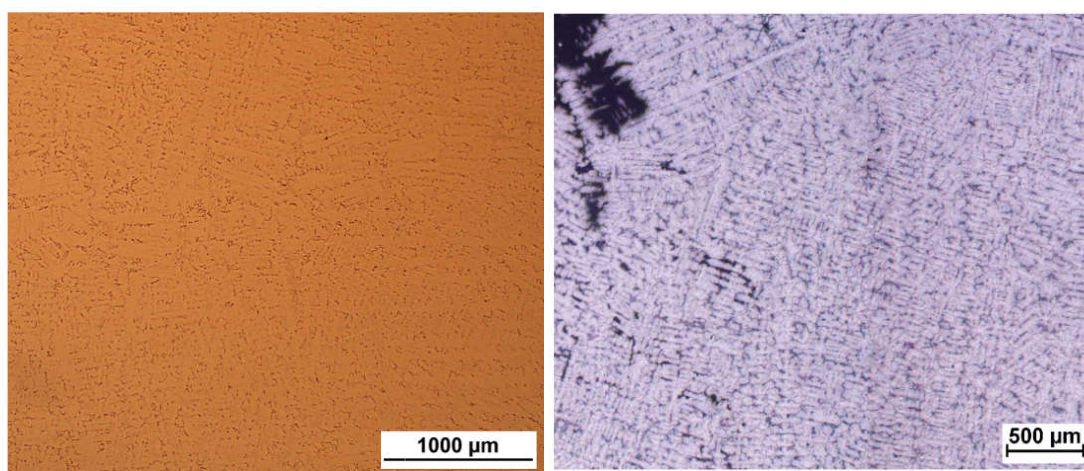
V práci [34] použité pro porovnání byl materiál následující specifikace nízkouhlíková varianta slitiny MAR-M 247 přičemž odlité tyče byly následně izostaticky lisovány za tepla. Popsaná struktura byla polykrystalická s dendritickým charakterem.

Chemické složení zkoumané superslitiny MAR-M 247 je uvedeno v tabulce 4.2.

Tab. 4.2. Chemické složení superslitiny MAR-M 247 (hm %).

C	Si	Mn	P	S	Ag	Al	B	Bi	Co
0,15	<0,01	<0,02	0,002	<5ppm	<0,1ppm	5,42	0,015	<0,1ppm	9,91
Cr	Cu	Fe	Ga	Hf	Mg	Mo	N	Nb	Ni
8,37	0,01	0,04	<10ppm	1,37	<10ppm	0,67	6ppm	0,04	zbytek
O	Pb	Se	Ta	Ti	W	Zr			
5ppm	0,1ppm	<1ppm	3,05	1,01	9,92	0,0040			

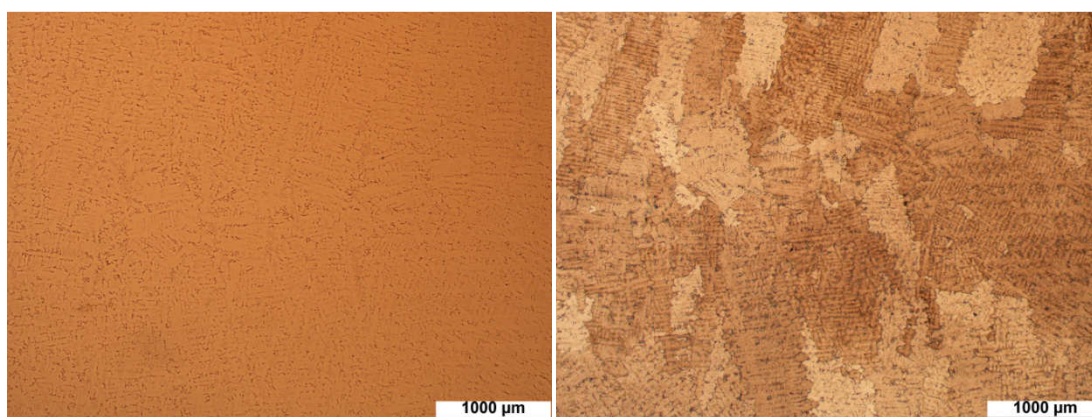
Struktura litého materiálu MAR-M 247 byla pozorována na metalografických vzorcích v příčných i podélných řezech ve vztahu k ose zkušební tyče. Povrch metalografických vzorků byly pečlivě vybroušeny brusnými papíry a vyleštěny 1 μ m diamantovou pastou. Pro zviditelnění struktury slitiny bylo použito leptání pomocí roztoku 40 ml HNO₃ s 30 ml HF. Dendritická struktura je výrazně jemnější než u slitiny IN713 LC. Na obr. 4.6 a 4.7 jsou znázorněny struktury po různých typech příprav povrchu. Na obou nenaleptaných površích jsou pouze vidět hlavní a zčásti vedlejší dendritické osy a slévárenské vady ve struktuře. U leptaných povrchů jsou dobře viditelné i hranice zrn. Velikost zrn byla stanovena pomocí lineární průsečíkové metody a pohybovala se okolo $d = 0,96 \mu\text{m}$ v příčném řezu. Analýzou mikrostruktury byla pozorována jistá rozdílnost ve velikosti zrn u slitiny připravené pomocí HIP ve srovnání se slitinou připravenou bez užití HIP.



a) neleptaný povrch

b) leptaný povrch

Obr. 4.6. Struktura MAR-M 247 v příčném řezu.



a) neleptaný povrch

b) leptaný povrch

Obr. 4.7 Struktura MAR-M 247 po HIP procesu v příčném řezu.

4.2 Experimentální zařízení

Zkušební únavové zkoušky za vysokých teplot byly provedeny na rezonančním pulsátoru firmy Amsler 10 HFP 1478 s maximálním rozsahem sil 100 kN v režimu tah-tlak a na zmodernizovaném zkušebním stroji Fractronic 7801. Schéma obou pulsátorů je v Příloze pod obr. 10.3 a 10.4.

Zatěžování bylo realizováno v režimu řízené amplitudy síly. Parametr asymetrie zatěžování byl $R = -1$. Zátěžný cyklus byl sinusový s frekvencí cca 120 Hz. Pro rezonanční stroje je typické zatěžování s postupně rostoucí amplitudou síly – náběžnou rampou. Předepsaná amplituda napětí byla dosažena v průběhu cca 500 cyklů. Při symetrických únavových zkouškách nedocházelo k podstatným změnám průřezu zkušebních těles.

Zkoušky byly provedeny do lomu zkušebních těles, případně se zkoušky ukončily při překročení či poklesu frekvence o více než 5 Hz, což odpovídá rozvoji magistralní trhliny ve zkušební tyči. U zkoušek, jejichž cílem bylo určit mez únavy, byla nastavena hodnota pro ukončení zkoušky na 2×10^7 cyklů.

V průběhu testování byla zkušební tělesa umístěna v elektricky vyhřívané peci Kanthal Super, viz obr. 10.5 v kapitole Přílohy, umožňující dosažení teploty až 1200 °C. Experimentální zkoušky realizované v setu před zahájením diplomové práce [36] probíhaly při teplotách 700 °C, 800 °C a 900 °C u IN713 LC a pro slitinu MAR-M 247, provedené v rámci této diplomové práce při teplotách 650 °C, 800 °C a 900 °C. Řízení teploty pece zajišťovala regulační jednotka, která udržovala teplotu pece v rozmezí ± 1 °C od nastavené teploty. Celé zkušební zařízení bylo umístěné v klimatizované laboratoři se stabilitou teploty ± 1 °C. Teplota zatěžovaného zkušebního tělesa byla měřená platinovým termočlánkem PtRh10-Pt.

Únavové zkoušky byly spuštěny až po ustálení teploty pece, což odpovídá zhruba 1,5 hodiny po dosažení požadované experimentální teploty dané zkoušky.

4.3 Pozorovací technika

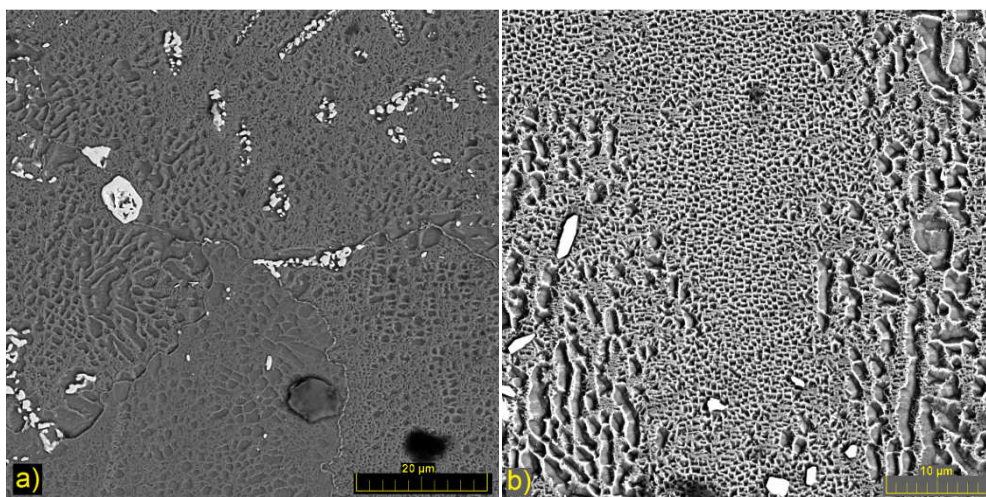
Povrch příčných a podélných řezů materiálu a také lomové plochy zkušebních tyčí po únavových testech byl zkoumán především pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu Lyra 3 FEG firmy Tescan. Zmíněné řezy vzorku byly metalograficky připraveny broušením a leštěním a posléze byly buď leptány anebo ponechány v nenaleptaném stavu. V obou stavech byl povrch vzorků analyzován také pomocí světelného mikroskopu Neophot 32.

Světelný mikroskop, který byl použit v rámci diplomové práce, byl vybaven CCD čipem firmy Nikon.

5. VÝSLEDKY

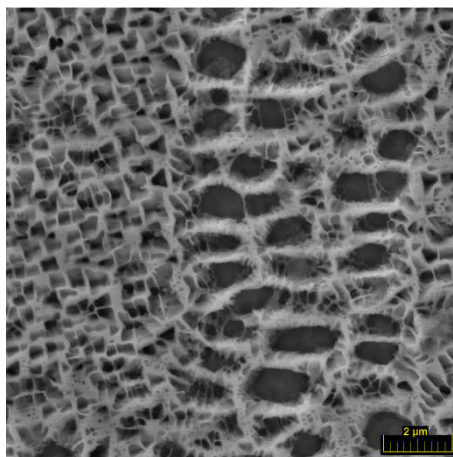
5.1 Mikrostruktura MAR-M 247

Mikrostruktura litého materiálu MAR-M 247 byla pozorována pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu na vyleštěném a naleptaném řezu lomové plochy z měrné délky tyče. Na obr. 5.1 a) je ukázána mikrostruktura slitiny, kde jsou vidět jednotlivá zrna, různé typy karbidů a heterogenita struktury. Zřetelnější příklad heterogenity slitiny je vidět na obr. 5.1 b), kde jsou zobrazeny oblasti s různými velikostmi a tvary precipitátů γ' . Objemový podíl zpevňující fáze byl odhadnut na hodnotu přibližně 60 %. Jak už bylo zmíněno, ve slitině se vyskytují oblasti s precipitáty s různou morfologií. Jemné kubické precipitáty měli velikost okolo 0,4 μm (délka hrany) a hrubé precipitáty, jejichž morfologie byla nepravidelná, měly kolem průměr cca 1,6 μm .



Obr. 5.1. Mikrostruktura slitiny MAR-M 247 s HIP procesem při 650 °C, $\sigma_a = 340 \text{ MPa}$, $N_f = 2,54 \times 10^5$ (REM, BSE).

Na obr. 5.2 je vidět detailnější zvětšení struktury slitiny. Je zde vidět heterogenita slitiny, precipitáty s rozdílnou velikostí a morfologií.

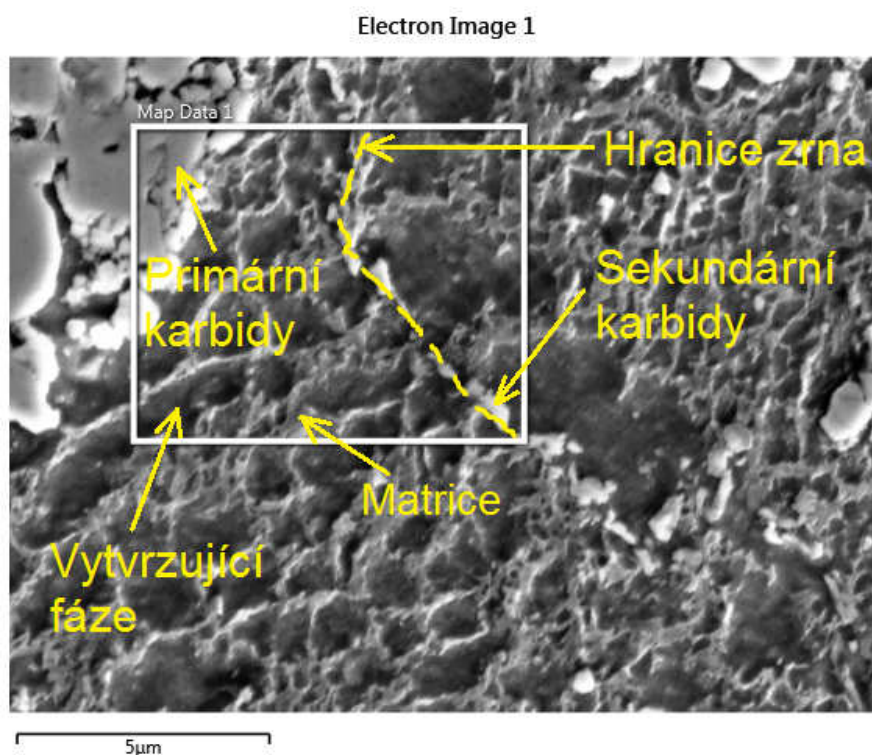


Obr. 5.2. Detail mikrostruktury MAR-M 247 s HIP procesem při 800 °C, $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$, $\sigma_a = 140 \text{ MPa}$, $N_f = 6,06 \times 10^5$ cyklů (REM, SE).

5.2 Chemická analýza

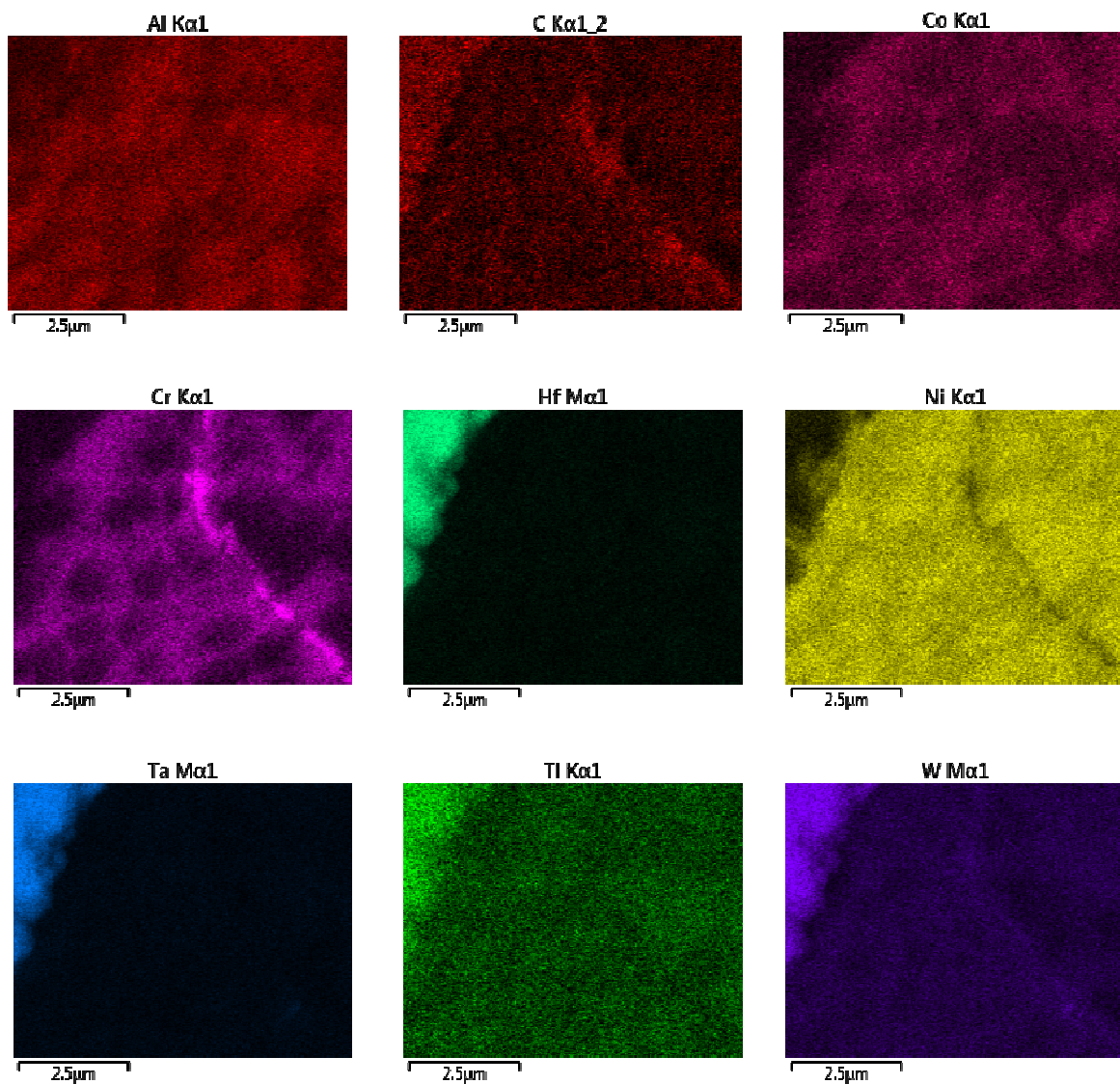
Chemická analýza byla prováděna na rastrovacím elektronovém mikroskopu Lyra 3 FEG vybaveném sondou EDS. V rámci chemické analýzy slitiny MAR-M 247 byly analyzovány vybrané prvky: Al, C, Co, Cr, Hf, Ni, Ta, Ti a W. Vliv jednotlivých prvků na vlastnosti slitiny byly vysvětleny v kapitole 2.3.

Na obr. 5.3 je označena bílým obdélníkem oblast, ve které byla provedena chemická analýza. Toto místo bylo vybráno z toho důvodu, že na relativně malé oblasti jsou zastoupeny hlavní strukturní složky superslitiny MAR-M 247. Ve vyznačené oblasti je vidět matrice γ , zesilující γ' fáze, hranice zrn a typy karbidů.



Obr. 5.3. Oblast hodnocení chemické analýzy u slitiny MAR-M 247 s HIP procesem (REM, SE).

Na obr. 5.4 je vidět samotné rozdělení vybraných prvků v analyzovaném vzorku. Do primárních karbidů vstupují především prvky Hf a Ta. Také se zde vyskytuje zvýšený obsah Ti, W. Z analýzy je dále patrné, že sekundární karbidy obsahují zvýšený obsah Cr a v omezené míře W. Matrice obsahuje Ni, Cr, Co, W a Ti, což odpovídá typickému chemickému složení této fáze. V oblastech kde se nacházely precipitáty γ' byly zjištěny pro tuto fázi charakteristické prvky Al, Ti a Ni.



Obr. 5.4. Výskyt jednotlivých prvků ve struktuře MAR-M 247 s HIP procesem.

5.3 Únavová životnost

Výsledky experimentálních únavových zkoušek jsou uvedeny v tabulkách 5.2 až 5.4. Hodnoty z dostupných literárních zdrojů jsou uvedené v tabulce 5.1. Hodnoty v tabulkách jsou seřazeny vzestupně podle výšky amplitudy napětí. Sloupec poznámka ukazuje, jestli daná zkušební tyč byla dolomena nebo byla zkouška ukončena bez finálního lomu na smluvené hodnotě počtu cyklů.

Tab. 5.1. Parametry únavových zkoušek pro MAR-M 247 LC získaných z [34].

teplota	amplituda napětí [MPa]	frekvence [Hz]	počet cyklů	poznámka
650°C	300	60	$1,00 \times 10^7$	lom
	320	60	$7,00 \times 10^6$	lom
	320	60	$1,17 \times 10^6$	lom
	340	60	$1,10 \times 10^6$	lom
	360	60	$3,50 \times 10^5$	lom
	360	60	$1,00 \times 10^4$	lom

Mez únavy se byla stanovena na základě tří neporušených zkušebních těles po uběhnutí alespoň $2 \cdot 10^7$ zátěžných cyklů.

Tab. 5.2. Únavová životnost pro tavbu slitiny MAR-M 247 získanou od UJP Praha [35].

MAR-M 247 + HIP, UJP					
teplota	vzorek	amplituda napětí [MPa]	frekvence [Hz]	počet cyklů	poznámka
650°C	M1-19	220	126	$2,38 \times 10^7$	lom
	M1-14	240	125,8	$2,18 \times 10^6$	lom
	M1-11	260	125	$1,21 \times 10^6$	lom
	M1-12	280	125	$1,34 \times 10^6$	lom
	M1-13	300	125,8	$8,05 \times 10^5$	lom
	M1-16	200	122	$5,18 \times 10^7$	nezlomen
800°C	M1-3	220	124	$1,15 \times 10^7$	lom
	M1-10	240	123	$1,27 \times 10^7$	lom
	M1-4	240	118,6	$5,00 \times 10^7$	lom
	M1-5	260	118,6	$2,00 \times 10^6$	lom
	M1-6	280	122,3	$1,47 \times 10^6$	lom
	M1-7	300	121,2	$1,67 \times 10^6$	lom
	M1-9	320	123,06	$7,51 \times 10^5$	lom
	M1-8	340	122,4	$5,93 \times 10^5$	lom
	M1-18	230	119	$2,00 \times 10^7$	nezlomen
	M1-17	230	121,6	$3,00 \times 10^7$	nezlomen

Tab. 5.3. Únavová životnost pro experimentální materiál MAR-M 247 s HIP procesem.

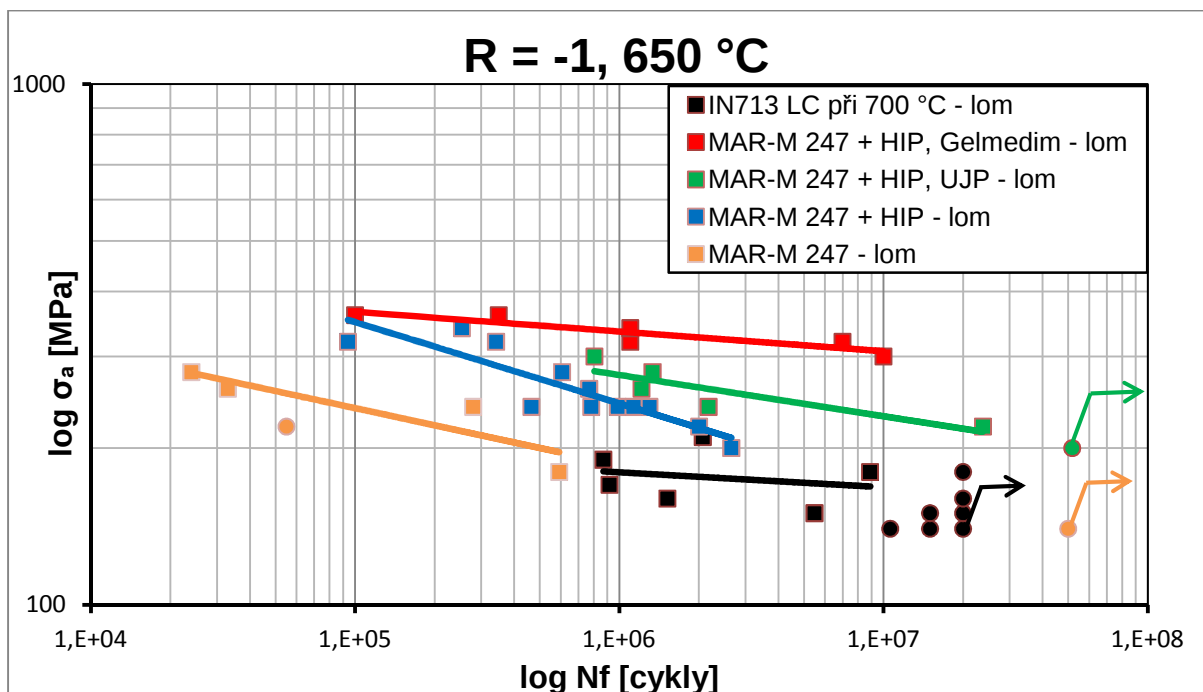
MAR-M 247 + HIP					
teplota	vzorek	amplituda napětí [MPa]	frekvence [Hz]	počet cyklů	poznámka
650°C	NH15	200	139,5	$2,65 \times 10^6$	lom
	NH14	220	140	$2,00 \times 10^6$	lom
	NH30	240	125	$9,87 \times 10^5$	lom
	NH31	240	122	$1,30 \times 10^6$	lom
	NH32	240	123	$7,83 \times 10^5$	lom
	NH33	240	122,4	$1,13 \times 10^6$	lom
	NH34	240	122,6	$4,65 \times 10^5$	lom
	NH13	260	138,8	$7,69 \times 10^5$	lom
	NH12	280	130,8	$6,07 \times 10^5$	lom
	NH9	320	131,4	$3,41 \times 10^5$	lom
	NH10	320	134	$9,40 \times 10^4$	lom
	NH11	340	131,9	$2,54 \times 10^5$	lom
800°C	NH23	200	122,2	$1,67 \times 10^7$	lom
	NH22	220	122,7	$2,61 \times 10^6$	lom
	NH26	220	122,2	$8,81 \times 10^6$	lom
	NH24	240	123,3	$8,31 \times 10^6$	lom
	NH27	240	122,9	$1,99 \times 10^6$	lom
	NH28	240	122,4	$1,08 \times 10^6$	lom
	NH29	240	122,2	$1,10 \times 10^6$	lom
	NH25	250	122,4	$6,80 \times 10^6$	lom
	NH20	260	122,6	$1,11 \times 10^6$	lom
	NH21	280	122,6	$7,52 \times 10^5$	lom
	NH44	190	121,6	$4,31 \times 10^7$	nezlomen
	NH45	190	120	$2,00 \times 10^7$	nezlomen
	NH46	190	122	$2,00 \times 10^7$	nezlomen
900°C	NH18	220	117,9	$6,51 \times 10^5$	lom
	NH17	240	134	$2,47 \times 10^6$	lom
	NH19	220	118,5	$3,11 \times 10^6$	nezlomen
	NH16	200	134,8	$3,43 \times 10^7$	nezlomen

Hodnoty únavových experimentů byly vyneseny do grafů 5.1 až 5.3. Jednotlivé grafy byly vytvořené pro jednu teplotu a daný zátěžný stupeň $R = -1$ (symetrický zátěžný cyklus). Body daných materiálů byly proloženy mocninnou funkcí (metoda nejmenších čtverců) ukázané plnou čarou. Mocninná funkce byla vyjádřena vztahem $\sigma_a = k \cdot N_f^c$, kde parametry k a c jsou materiálové konstanty. Parametr c popisuje sklon příslušné závislosti. Parametr k odpovídá za míru posunutí funkce na ose y. Matematickou funkcí byly prokládány pouze ty experimentální body, kdy únavová zkouška skončila lomem zkušebního vzorku.

Tab. 5.4. Únavová životnost experimentálních dat pro MAR-M 247.

MAR-M 247					
teplota	vzorek	amplituda napětí [MPa]	frekvence [Hz]	počet cyklů	poznámka
650 °C	N13	180	139,6	$5,92 \times 10^5$	lom
	N10	240	139	$2,80 \times 10^5$	lom
	N11	260	137	$3,30 \times 10^4$	lom
	N9	280	134,8	$2,40 \times 10^4$	lom
	N14	140	141	$5,00 \times 10^7$	nezlomen
	N12	220	137	$5,50 \times 10^4$	nezlomen
800 °C	N19	150	121	$1,15 \times 10^6$	lom
	N16	160	121,7	$7,19 \times 10^6$	lom
	N18	170	122,2	$1,10 \times 10^6$	lom
	N17	180	119,5	$6,20 \times 10^4$	lom
	N20	200	122	$6,00 \times 10^4$	lom
	N8	280		$3,70 \times 10^4$	lom

Pro teploty 650 °C, 700 °C a 900 °C byl stanoven referenční bod, při kterém byly porovnávány výsledky z únavových testů. Na tomto základě byly seřazeny a stanoveny jednotlivé únavové životnosti materiálů. Referenční bod byl vybrán pro amplitudu napětí 300 MPa a 10^6 cyklů.



Graf 5.1. Závislost amplitudy napětí na počtu cyklů do lomu při teplotách 650 °C a 700 °C.

Graf 5.1 znázorňuje výsledky cyklických zkoušek při teplotě 650 °C. Je nutné podotknout, že slitina IN713 LC byla zatěžována při vyšší teplotě 700 °C. Obě tyto teploty patří do teplotního intervalu, kde studované niklové superslitiny vykazují podobné mechanické vlastnosti, proto lze výsledky z těchto dvou experimentálních teplot porovnat. Experimentální body vykazují velký rozptyl. Naměřené body v oblasti časované únavové životnosti byly proloženy zmiňovanou metodou nejmenších čtverců. Proložení této oblasti je problematické a zatížené rozptylem získaných dat, který je charakterizován koeficientem R^2 .

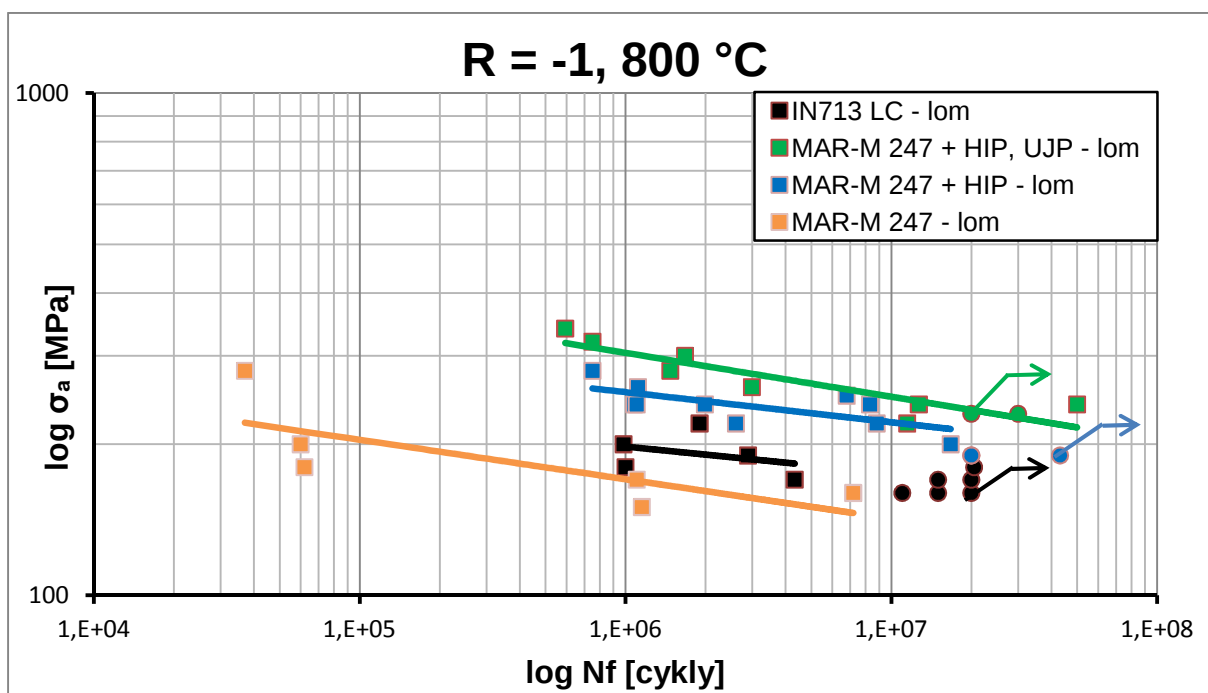
Odpovídající rovnice pro graf 5.1 jsou uvedené v tab. 5.5.

Tab. 5.5. Výsledné rovnice křivek prokládající experimentální body z grafu 5.1 pro teplotu 650 °C.

Typ materiálu	Mocninné funkce	Míra spolehlivosti
IN713 LC (700°C)	$\sigma_a = 267 \cdot N_f^{-0,029}$	$R^2 = 0,05$
MAR-M 247 + HIP, Gelmedin	$\sigma_a = 564 \cdot N_f^{-0,038}$	$R^2 = 0,82$
MAR-M 247 + HIP, UJP	$\sigma_a = 826 \cdot N_f^{-0,079}$	$R^2 = 0,76$
MAR-M 247 + HIP	$\sigma_a = 2107 \cdot N_f^{-0,156}$	$R^2 = 0,78$
MAR-M 247	$\sigma_a = 840 \cdot N_f^{-0,109}$	$R^2 = 0,80$

Z výsledných rovnic a z grafu 5.1 vyplývá, že nejvyšší únavovou životnost v celém únavovém rozsahu měl materiál *MAR-M 247 (Gelmedin)* následovaným materiálem *MAR-M 247 (UJP Praha)*. Za povšimnutí stojí, že křivka u materiálu *MAR-M 247 + HIP* vykazovala nejvyšší sklon, zatímco u ostatních nebyl tak výrazný. Na druhou stranu křivka u *IN713 LC* byla téměř rovnoběžná s osou X. Mez únavy byla pro *IN713 LC* na úrovni amplitudy napětí 140 MPa. U slitiny *MAR-M 247* z důvodu nedostatku zkušebních těles nebyla mez únavy na této teplotě stanovena v potřebném rozsahu 3 únavových zkoušek. Přesto lze alespoň odhadnout, že slitina *MAR-M 247* bez HIP procesu by měla mez únavy přibližně na stejné úrovni jako *IN713 LC*, zatímco slitina po HIP zpracování by měla mez únavy přibližně 200 MPa.

Slitiny *IN713 LC* byla naměřena extrémně nízká hodnota koeficient determinace R^2 .



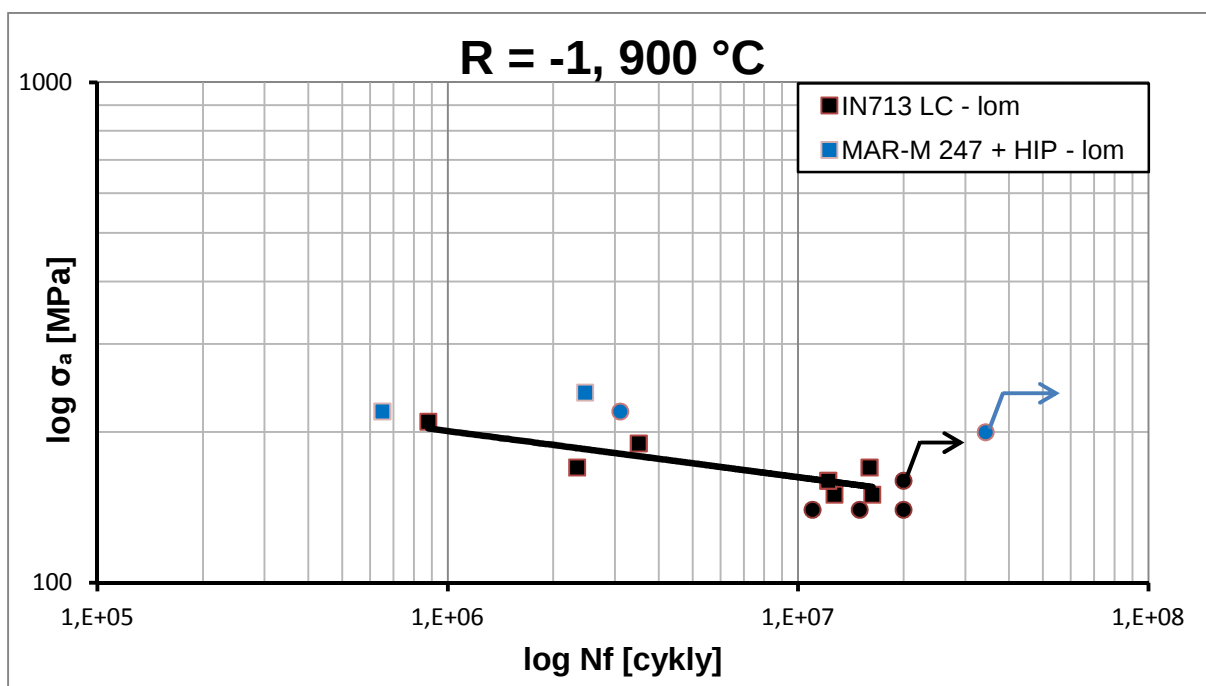
Graf 5.2. Závislost amplitudy napětí na počtu cyklů do lomu při teplotě 800 °C.

Graf 5.2 znázorňuje výsledky cyklických zkoušek při teplotě 800 °C. Experimentální body vykazují opět velký rozptyl, zejména pro supeslitinu IN713 LC. Odpovídající rovnice pro graf 5.2 jsou uvedeny v tab. 5.6.

Tab. 5.6. Výsledné rovnice křivek prokládající experimentální body z grafu 5.2 pro teplotu 800 °C.

Typ materiálu	Mocninné funkce	Míra spolehlivosti
IN713 LC	$\sigma_a = 412 \cdot N_f^{-0,053}$	$R^2 = 0,12$
MAR-M 247 + HIP, UJP	$\sigma_a = 1015 \cdot N_f^{-0,087}$	$R^2 = 0,78$
MAR-M 247 + HIP	$\sigma_a = 581 \cdot N_f^{-0,060}$	$R^2 = 0,78$
MAR-M 247	$\sigma_a = 503 \cdot N_f^{-0,078}$	$R^2 = 0,57$

Nejvyšší únavová životnost v referenčním bodě byla zjištěna u MAR-M 247 z UJP Praha. Významně nižší únavová životnost byla naměřena u slitiny MAR-M 247 bez HIP procesu přičemž tato varianta slitiny prokázala nejhorší únavové vlastnosti z měřených slitin a to i při zahrnutí výsledků IN713 LC. Sklon křivek jednotlivých slitin je rozdílný, což lze vidět i na exponentech rovnic v tab. 5.6. Mez únavy 190 MPa byla určena pro slitiny MAR-M 247 po HIP procesu a i přes jednu chybějící zkoušku lze usuzovat, že slitina z UJP Praha měla tento parametr únavové životnosti vyšší (230 MPa). Obě hodnoty mezí únavy jsou významně vyšší než u porovnávané slitiny IN713 LC (160 MPa). Koeficient determinace R^2 pro IN713 LC je i při této teplotě extrémně nízký zatímco u slitiny MAR-M 247 nebyly pozorovány velké změny v rozptýlení naměřených hodnot.



Graf 5.3. Závislost amplitudy napětí na počtu cyklů do lomu při teplotě 900°C. Modře jsou vyznačeny body pro slitinu MAR-M 247 s HIP procesem.

Grafu 5.3 znázorňuje výsledky cyklických zkoušek při teplotě 900 °C. Vzhledem k omezenému množství dat u experimentálního materiálu MAR-M 247 s HIP procesem nebyly dané hodnoty proloženy mocninou funkcí. I přes tuto skutečnost lze z grafu usuzovat, že únavové vlastnosti této slitiny budou při 900 °C lepší než u IN713 LC v porovnání s experimentální teplotou 800 °C. I u této teploty vykazují experimentální body relativně velký rozptyl.

Odpovídající rovnice pro slitinu IN713 LC je uvedeny v tab. 5.7.

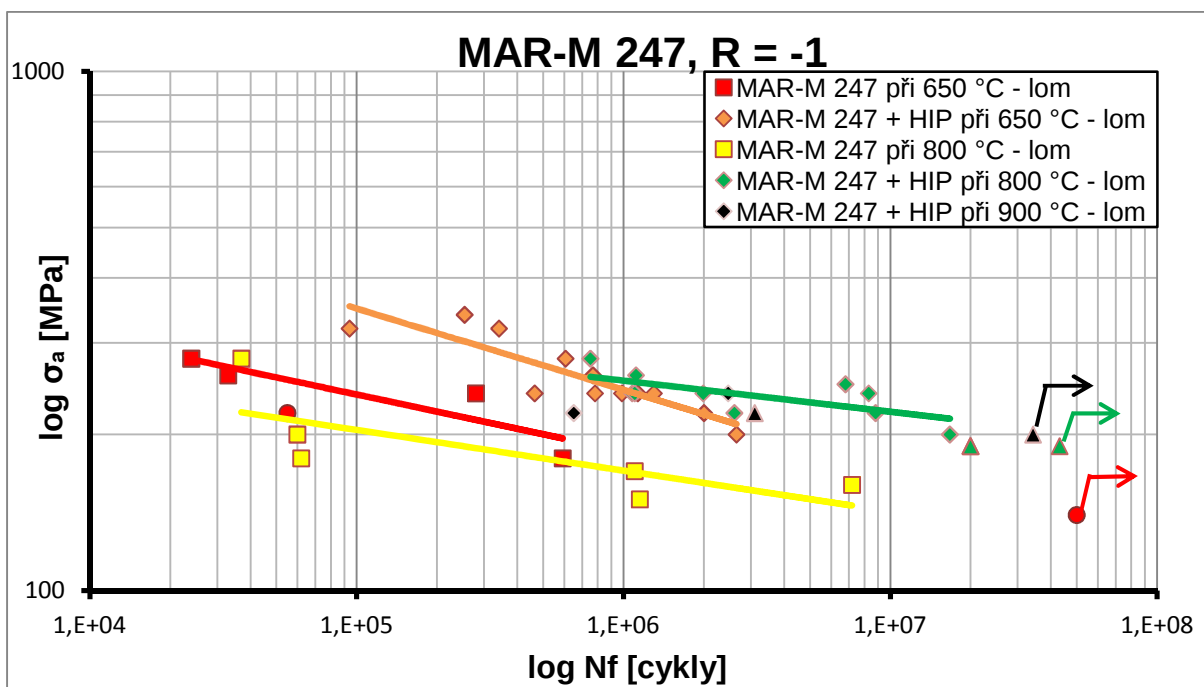
Tab. 5.7. Výsledné rovnice křivek prokládající experimentální body z grafu 5.3 pro teplotu 900 °C.

Typ materiálu	Mocninné funkce	Míra spolehlivosti
IN713 LC	$\sigma_a = 718 \cdot N_f^{-0,092}$	$R^2 = 0,73$
MAR-M 247 + HIP	—	—

Mez únavy se byl určen u IN713 LC a stanoven na 140 MPa.

Vývoj únavových vlastností slitiny MAR-M 247 v závislosti na teplotě je zobrazen v grafu 5.4. Jsou zde vyneseny experimentální body slitiny po i bez HIP procesu. Slitina získaná z UJP Praha není do srovnání zahrnuta. Zcela zřetelně lze vidět pozitivní vliv HIP procesu na únavovou odolnost slitiny. Rozdíly v životnostech mezi těmito dvěma variantami jsou více jak desetinásobné pro teplotu 650 °C i 800 °C. I přesto, že lze pozorovat mírný pokles únavové odolnosti s rostoucí teplotou, má především slitina po HIP procesu velmi dobrou teplotní odolnost a materiál vykazuje vynikající únavové vlastnosti i při 900°C. Mezi touto teplotou a

teplotou 800 °C je pouze mírný pokles příslušných experimentálních bodů v S-N interpretaci. Slitina bez HIP procesu vykazuje na obou měřených teplotách výrazně horší únavové vlastnosti. U obou variant slitiny MAR-M 247 s HIP procesem byl při teplotách 650 °C a 800 °C pozorován výrazně odlišný sklon S/N křivek.



Graf 5.4. Závislost amplitudy napětí na počtu cyklů do lomu při různých teplotách.

5.4 Fraktografická analýza

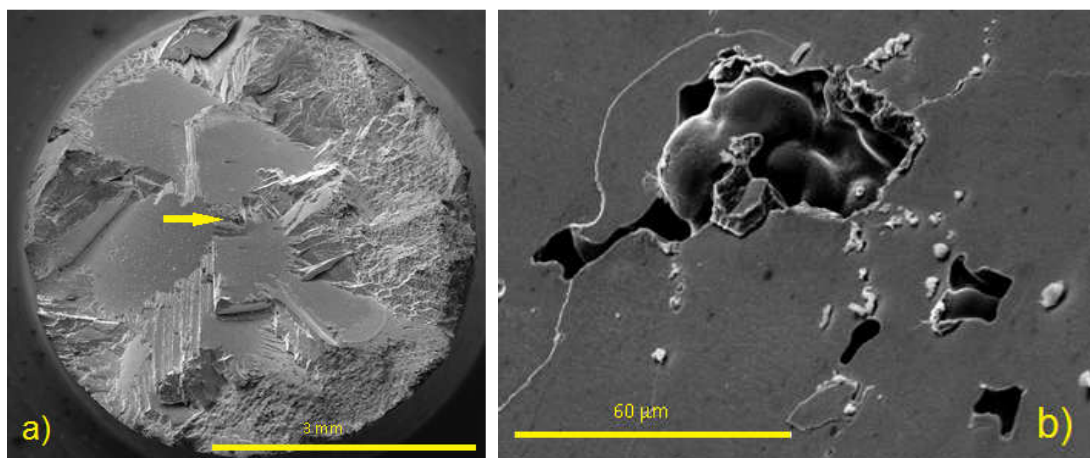
Pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu (REM) byly po únavových zkouškách pozorovány lomové plochy zkušebních tyčí v oblasti měrné délky u slitin IN713 LC a u MAR-M 247.

IN713 LC

Typická morfologie u slitiny IN713 LC po únavovém zatížení a při teplotě 700 °C se vyznačuje lomovou plochu z převážné části pokrytou fazetami, které představují jednotlivá zrna s různou krystalovou orientací. Proto je tento typ lomové plochy tak členitý. Únavové trhliny se iniciovaly především v těsné blízkosti ředin, jejíž velikost se pohybovala od desítek po stovky μm . Při této teplotě se trhliny až téměř do konce únavového života šíří transkrystalicky, což je doprovázeno vznikem zmiňovaných fazet. Dolom zkušebních těles probíhal interkrystalicky přes oblasti s vyšším výskytem karbidů.

Na obr. 5.5a) je ukázaný příklad lomové plochy zkušebního tělesa, porušeného při amplitudě zatěžování 180 MPa a při teplotě 700 °C. Několik hladkých fazet pokrývá téměř celou lomovou plochu. Relativně krátká únavová životnost ($1,52 \cdot 10^6$ cyklů) byla zapříčiněna přítomností licích defektů, které představovaly

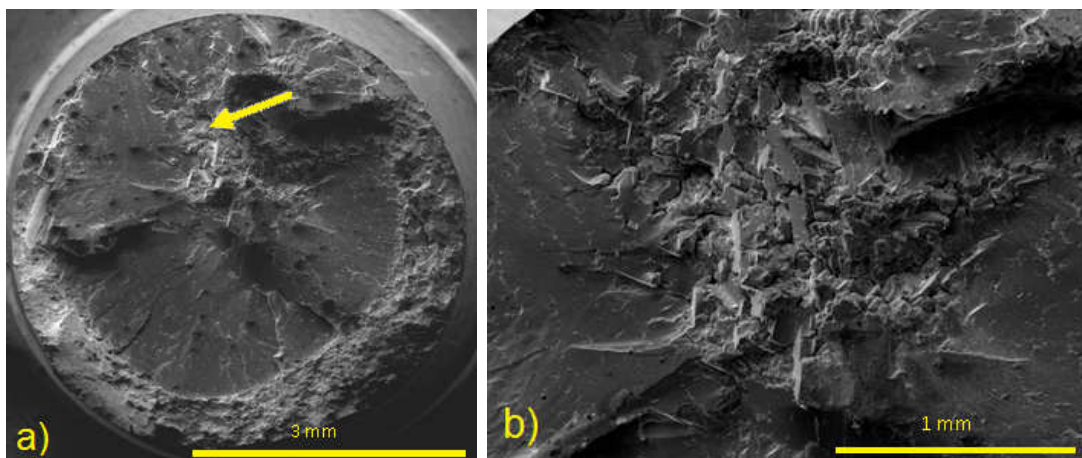
místo iniciace únavové trhliny. Oblast se zmiňovanými defekty je ukázána na obr. 5.5b). Velikost tohoto shluku defektů byla přibližně 120 μm .



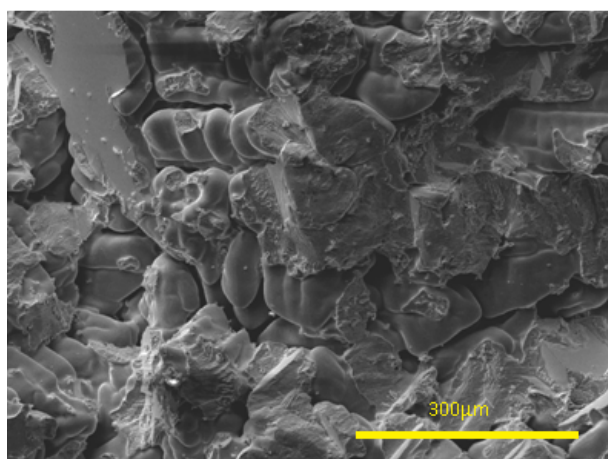
Obr. 5.5. Lomová plocha IN713 LC a detail fazety protínající lící defekt trhliny při 700 °C, $\sigma_a = 180 \text{ MPa}$, $N_f = 1,52 \times 10^6$ cyklů. (REM, SE) [35].

Charakter lomové plochy slitiny IN713 LC se při experimentální teplotě 800 °C významně změní. Transkrystalické šíření s nápadnými fazetami je výrazně omezeno a samotná členitost lomové plochy je mnohem menší. Její převážná část je orientována kolmo k ose zatěžování a svědčí o pro únavu více typickém šíření trhliny (fáze 2). Na lomové ploše bylo nalezeno poškození typu rybí oko (anglicky „fish eye”). Uprostřed tohoto útvaru lze ve většině případů nalézt místo iniciace únavové trhliny, kterým byly opět řediny ve struktuře. Délky trhlín dosahovali až několika milimetrů, tudíž ve fázích pokročilejšího únavového života lze na lomové ploše nalézt pole striací.

Na obr. 5.6a) je ukázán příklad lomové plochy zkušebního tělesa, porušeného při amplitudě zatěžování 180 MPa a při teplotě 800 °C. Na lomové ploše se vyskytuje rybí oko, které je pro únavové porušení typické. U většiny zkoušek byla lomová plocha kolmá na osu zatěžování. Ze snímku je patrné, že došlo k iniciaci únavové trhliny uvnitř materiálu na tvarově složité ředině o velikosti kolem 1 mm, která je ukázána šipkou na obr. 5.6a). Obrázek 5.6b) ukazuje tuto oblast, ve které lze vidět i omezené množství malých fazet. Detail samotného lícího defektu je na obr. 5.7. Rybího oko na lomové ploše názorně ukazuje postup šíření únavové trhliny. Šíření probíhalo transkrystalicky. Dolomová oblast má interkrystalický charakter. Rozsáhlá ředina nalezená na lomové ploše vysvětluje, proč se zkušební těleso porušilo po 1×10^6 cyklů, zatímco zkušební těleso s výrazně menším lícím defektem dosáhlo vyšší únavové životnosti ($2,05 \times 10^7$ cyklů).



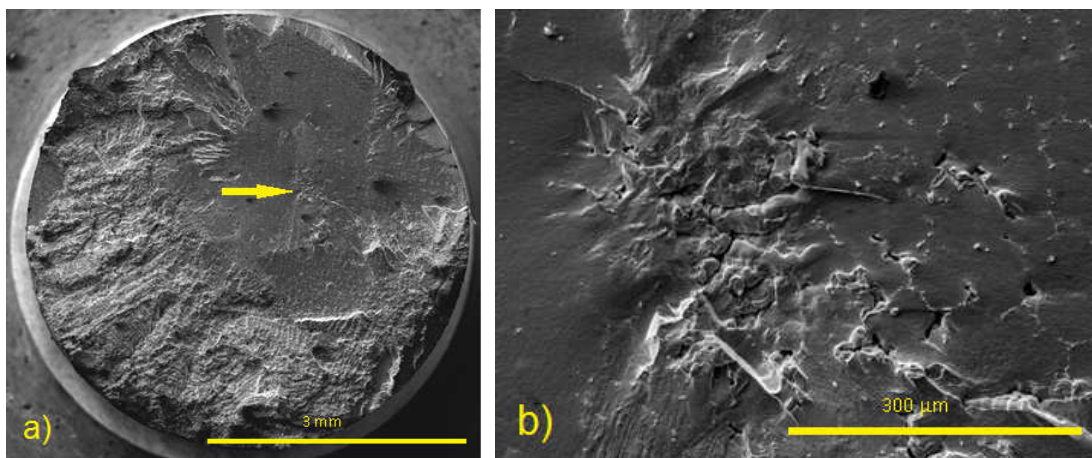
Obr. 5.6. Lomová plocha IN713 LC a místo iniciace při 800 °C, $\sigma_a = 180$ MPa, $N_f = 1,10 \times 10^6$ cyklů (REM, SE) [35].



Obr. 5.7. Licí defekt v místě iniciace trhliny slitina IN713 LC při 800 °C, $\sigma_a = 180$ MPa, $N_f = 1,10 \times 10^6$ cyklů (REM, SE) [35].

Lomové plochy porušených zkušebních tyčí po únavových testech při teplotě 900 °C se vyznačují pouze mírně členitým povrchem, který byl převážně kolmý k ose zatěžování. Kolem míst iniciace, kterým byly opět řediny, se nachází charakteristická rybí oka. S rostoucí délkou trhliny se charakter lomové plochy stává členitější a dolomová oblast se vyznačuje členitým interkrystalickým porušením. Vzhled povrchu lomové plochy indikuje, že při této teplotě již docházelo ke spolupůsobení okolní atmosféry na mechanismus porušování.

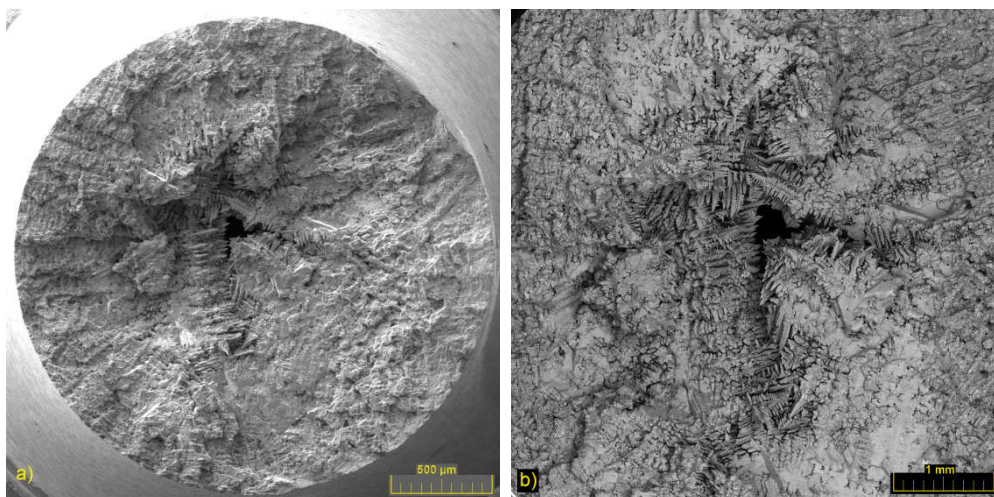
Příklad lomové plochy zkušebního tělesa cyklicky namáhaného při 900 °C je na obr. 5.8 a). Na lomové ploše je viditelné rybí oko, které je kolmé na směr působení hlavního napětí. Zkušební tyč byla zatěžována amplitudou napětí 170 MPa a jeho únavová životnost byla pouze $2,34 \times 10^6$ cyklů. Únavová trhlina byla iniciována lícím defektem, který je ukázán na obr. 5.8 b). Defekt se nachází přibližně ve středu tělesa a jeho velikost byla přibližně 300 μm. Trhlina se šířila transkrystalicky v oblasti rybího oka a s postupem narůstající délky trhliny interkrystalicky. Povrch lomové plochy je silně zoxidovaný, což svědčí o zmiňovaném výraznějším efektu okolní atmosféry při této teplotě.



Obr. 5.8. Lomová plocha IN713 LC a detail fazety procházejícím lícím defektem při 900 °C, $\sigma_a = 170$ MPa, $N_f = 2,34 \times 10^6$ cyklů (REM, SE) [35].

MAR-M 247

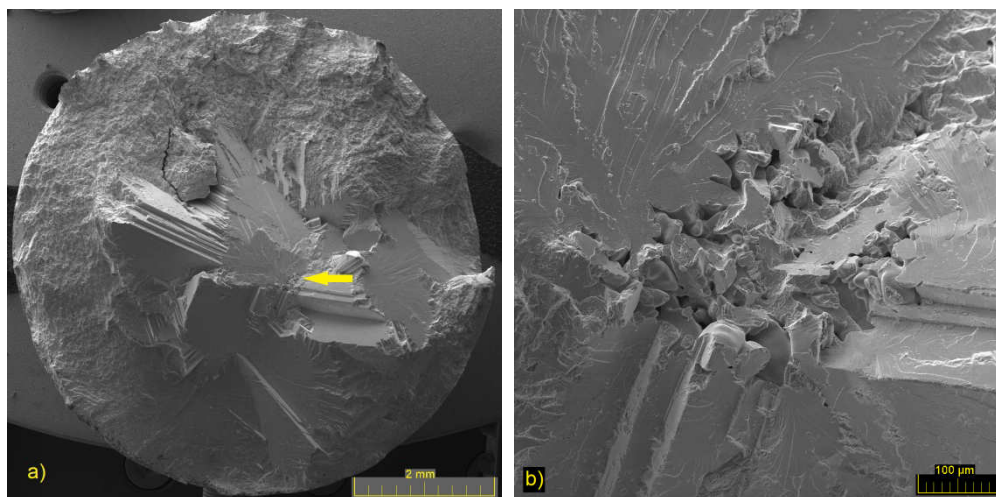
Lomová plocha slitiny MAR-M 247 ve variantě bez HIP procesu je zobrazena na obr. 5.9a) (SE). Na snímku je vidět velký lící defekt, který je detailněji zobrazen na obr. 5.9b) (BSE). Iniciace únavové trhliny proběhla na této velké a tvarově složité ředině. Proto byla únavová životnost velice krátká a trhlina se šířila interkrystalicky. Podobné rysy lomové plochy se vyskytovaly i při ostatních teplotách, v celém rozsahu použitých amplitud napětí.



Obr. 5.9. Lomová plocha MAR-M 247 a detail řediny při 650 °C, $\sigma_a = 280$ MPa, $N_f = 2,4 \times 10^4$ cyklů (REM, SE a BSE).

Morfologie lomové plochy u slitiny MAR-M 247 s HIP procesem po únavovém zatěžování při teplotě 650 °C se vyznačuje rozsáhlou oblastí s výskytem fazet a schodovitých útvarů. Ty opět svědčí o transkrystalickém režimu šíření únavových trhlin na této teplotě. Díky značné velikosti některých zrn jsou fazety o velikostech v řádech milimetrů. Až ke konci únavového života dochází ke změně režimu šíření trhlin, kdy se trhlina začíná šířit transkrystalicky kolmo k ose zatěžování.

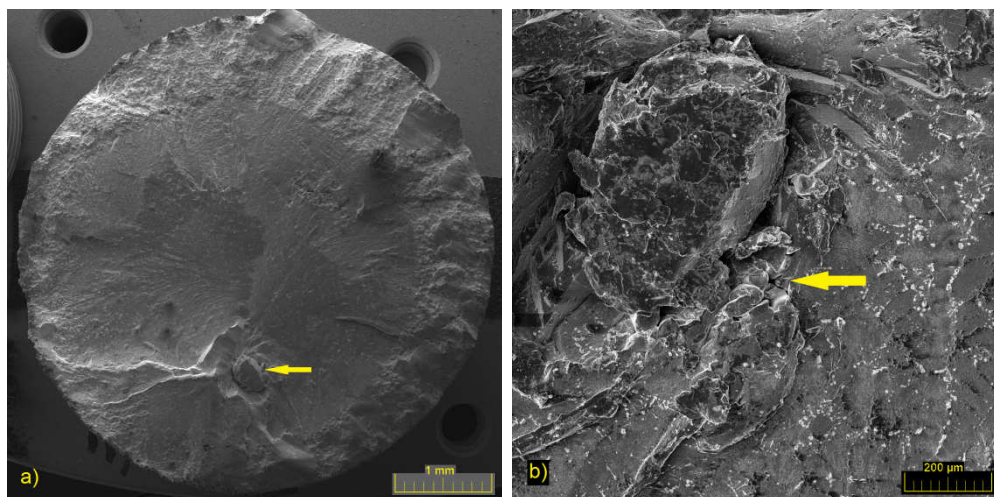
Na obr. 5.10a) je příklad lomu zkušebního tělesa, namáhaného amplitudou napětí 220 MPa při teplotě 650 °C. Na lomové ploše je patrná rozsáhlá oblast transkrystalického šíření únavové trhliny se zřetelným krystalografickým charakterem. Pro tuto oblast je typický výskyt fazet. Zmíněný režim šíření únavové trhliny probíhal přes několik zrn od místa iniciace. Na obrázku je pomocí šipky označena relativně velká ředina (350 μm v průměru), z které iniciovala trhlina. Detail místa iniciace je vidět na obr 5.10b). Únavová životnost tělesa byla vzhledem k velikosti řediny dlouhá a to $2,0 \times 10^6$ cyklů.



Obr. 5.10. Lomová plocha HIPovaného MAR-M 247 a detail řediny při 650°C, $\sigma_a = 220 \text{ MPa}$, $N_f = 2,00 \times 10^6$ cyklů (REM, SE).

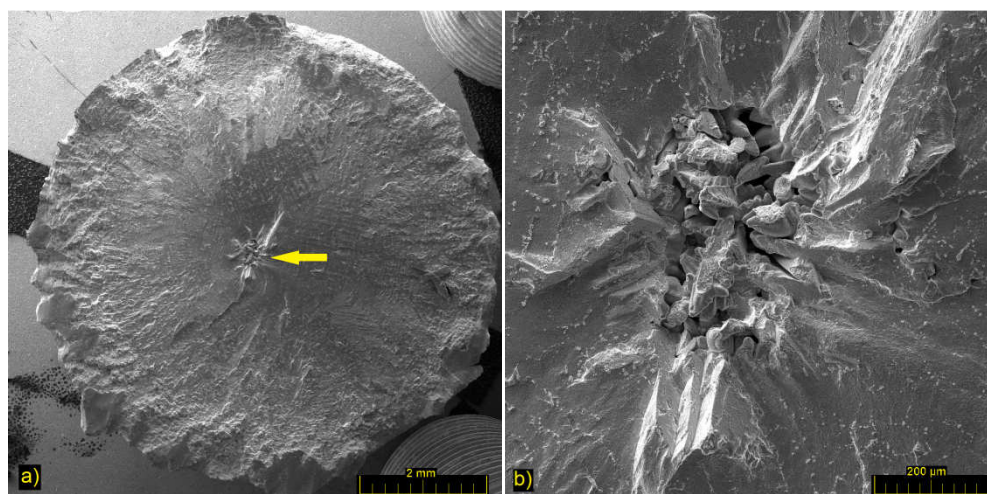
Slitina MAR-M 247 zpracovaná HIP procesem má po únavovém zatěžování při teplotě 800 °C obdobné rysy jako IN713 LC při stejné teplotě. To znamená, že došlo k výrazné redukci transkrystalického šíření trhlin podél výhodných krystalografických rovin. Ve většině případů byly nalezeny lomové plochy s charakteristickým rybím okem.

Na obr. 5.11a) je uveden příklad zkušebního tělesa zatěžovaného amplitudou napětí 240 MPa při teplotě 800 °C. Místo iniciace únavové trhliny je označeno pomocí šipky na obr. 5.11 a). Detailněji je označeno šipkou a ukázáno na obr. 5.11b), kde je vidět velmi malá ředina (200 μm). Díky tomu byla únavová životnost poměrně dlouhá a to $8,31 \times 10^6$ cyklů. Na lomové ploše je typické rybí oko, které je kolmé na směr působení hlavního napětí. Trhlina se šířila v oblasti rybího oka transkrystaliticky a s postupujícím narůstáním počtu cyklů přešla do interkrystalitického šíření.



Obr. 5.11. Lomová plocha HIPovaného MAR-M 247 a detail řediny při 800 °C, $\sigma_a = 240$ MPa, $N_f = 8,31 \times 10^6$ cyklů (REM, SE).

Zatímco u předchozího případu byla zjištěna poměrně dlouhá únavová životnost, kdy byl testovací materiál zatěžován amplitudou napětí 240 MPa při teplotě 800 °C, obrázek 5.12a) ukazuje příklad zkušebního tělesa, které bylo vystaveno stejným podmínkám, ale mělo významně kratší délku únavového života. Únavová životnost byla pouze $1,08 \times 10^6$ cyklů. Příčinou byl výrazně větší licí defekt (viz obr. 5.12a)), který přispěl k rychlejší iniciaci únavové trhliny. Tato ředina měla rozměr kolem 400 μm. Detail řediny je vidět na obr. 5.12b). Na lomové ploše je typické rybí oko, které je kolmé na směr působení hlavního napětí. Trhlina se šířila v oblasti rybího oka transkrystalicky a s rostoucím počtem cyklů získává interkrystalický charakter.

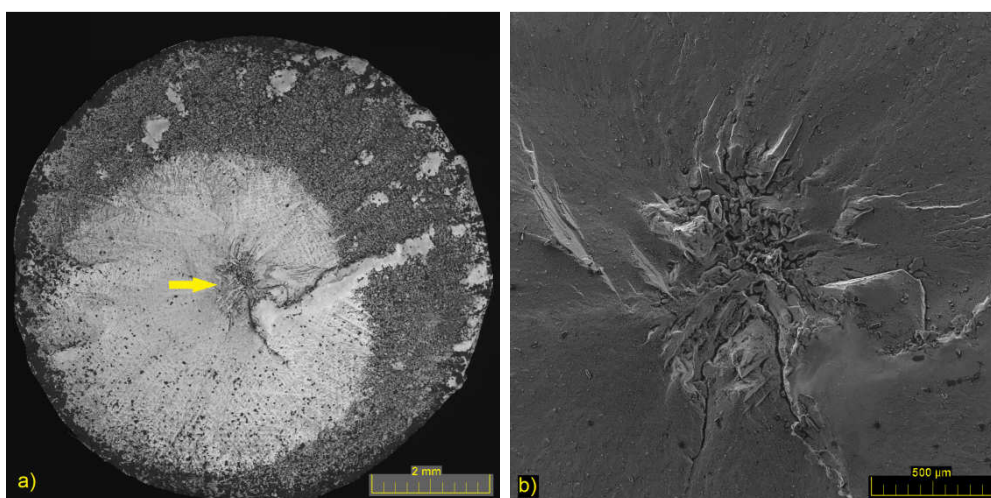


Obr. 5.12. Lomová plocha HIPovaného MAR-M 247 a detail řediny při 800 °C, $\sigma_a = 240$ MPa, $N_f = 1,08 \times 10^6$ cyklů (REM, SE).

Podobná závislost doby únavového života na velikosti ředin a jejich výskytu se objevila i při teplotě 650 °C. U teploty 900 °C, kvůli nízkému počtu zkoušek, nelze tento fakt potvrdit.

Morfologie lomové plochy po únavových zkouškách při teplotě 900 °C se vyznačuje kompletním vymizením fazet. Trhlina se šíří pouze klasicky ve fázi 2 od počátku iniciace až po konečné porušení zkušební tyče. Na lomových plochách bylo možno pozorovat jejich výrazný dendritický charakter.

Příklad lomové plochy u vzorku zatěžovaného při teplotě 900 °C s amplitudou zatížení 240 MPa je uveden na obr. 5.13a) (BSE). Šipka poukazuje na místo iniciace únavové trhliny. Při větším zvětšení je vidět na obr. 5.13b) ředinu o velikosti 500 μm. Únavová životnost v tomhle případě byla $2,47 \times 10^6$ cyklů. Trhlina se šířila transkrystalicky v oblasti rybího oka a s postupem narůstající délky trhliny interkrystalicky. Mechanismus únavového porušení byl silně ovlivněn okolní atmosférou, což dokazuje vysoký stupeň oxidace povrchu obr. 5.13a) (SE).



Obr. 5.13. Lomová plocha HIPovaného MAR-M 247 a detail řediny při 900 °C, $\sigma_a = 240$ MPa, $N_f = 2,47 \times 10^6$ cyklů (REM, BSE a SE).

6. DISKUZE

Chemická analýza

Pomocí chemické analýzy bylo zjištěno a následně prokázáno v souladu s [3] a [9], že hlavní legující prvky, vstupují jak do matrice, tak do precipitátů. U karbidů bylo prokázáno, že prvky jako Hf a Ta vstupují do primárních karbidů typu MC, zatímco prvek Cr vstupuje jen do sekundárních karbidů typu $M_{23}C_6$. Tyto výsledky jsou podloženy studiemi, které byly v minulosti provedené na dané téma [37, 38, 39]. Z mikrostruktury slitiny je patrné, že sekundární karbidy, se vyskytují na hranicích zrn, zatímco primární karbidy jsou rozmístěné především uvnitř zrn v mezidendritický prostorech.

Únavové zatěžování při 650 °C

Z pohledu únavové životnosti se prokázal pozitivní vliv HIP procesu na slitinu MAR-M 247. Při nižších počtech cyklů a teplotě 650 °C vykazovala slitina MAR-M 247 s HIP procesem dobré únavové vlastnosti, ale s narůstajícím počtem cyklů se únavové vlastnosti zhoršovaly v porovnání s ostatními slitinami (MAR-M 247 s HIP od Gelmedin a MAR-M 247 + HIP od UJP Praha), jak je vidět na S/N křivce (viz graf 5.1). Jeden z hlavních důvodů by se mohl přičíst transkrystalickému šíření únavových trhlin podél krystalografických rovin, které bylo ve značné míře pozorováno na lomových plochách zkušebních tyčí (viz kap. 5.3). Rychlost šíření, a potažmo i samotná únavová životnost zkušební tyče, tedy závisí i na orientaci zrn k ose zatěžování v blízkosti materiálových nespojitostí, kterými jsou v případě této skupiny materiálů slévárenské vady. V zrnech v blízkosti vad dochází ke koncentraci napětí, a pokud mají příhodnou orientaci krystalové mřížky, nastane v nich při cyklické plastické deformaci pokluz podél vhodných skluzových rovin. Únavové trhliny se pak dále šíří podél těchto skluzových rovin s vysokým smykovým napětím, jak bylo prokázáno v [40]. Tento mechanismus je typický pro materiály s nízkou energií vrstvené chyby, mezi které patří právě niklové superslitiny a díky jejich fcc mřížce je aktivní systém rovin (111). Tímto jevem se již zabývalo více prací [41, 42, 43], ale doposud tento režim šíření únavových trhlin nebyl uspokojivě vysvětlen. V konečných fázích únavového života, kdy trhlina je již dlouhá, postupně dochází ke změně šíření, kdy vyhledává nejméně energeticky náročný postup přes karbidy, jak je vidět na obr. 10.8 viz Přílohy.

Významně lepší únavovou odolnost pozorovanou v práci Gelmedina a Langa [34] je pravděpodobně možné vysvětlit tím, že byla použita nízkouhlíková varianta slitiny MAR-M 247. To znamená, že ve struktuře se nacházelo menší množství křehkých karbidů, podél kterých by docházelo k růstu trhlin. Proto by zde mohl být viditelný možný velký vliv množství karbidů na únavovou životnost. Dalším faktorem mohla být jemnozrnější struktura použité superslitiny.

Na únavovou životnost měl vliv také typ polotovaru zkušební tyče. V případě robustnějšího komolého kužele s hrubozrnější strukturou (viz Příloha obr. 10.2) byla

únavová životnost zřetelně lepší (viz graf 5.1 a 5.2) než při použití předlitků (viz Příloha obr. 10.1) s jemnějším zrnem. Při samotné výrobě polotovaru odlitku se projevil vliv rychlosti ochlazování taveniny na velikosti zrna, které ovlivňuje únavovou životnost zkušebního tělesa. U objemných těles byla nižší rychlost ochlazování, a proto zde docházelo k vytváření hrubých zrn a naopak u tenkých těles s rychlejším ochlazováním vznikala jemnozrná struktura.

Slitina bez provedení HIP procesu, je z hlediska únavové spolehlivosti téměř nepoužitelná, protože daný materiál vykazuje velký rozptyl experimentálních dat a predikce únavové životnosti je velmi obtížná. To je dáno vysokou pórovitostí materiálů s defekty o velikostech větších než 1 mm.

Experimentální data slitiny IN713 LC z uvedené v [36] byla získána především pro oblast vyšších počtů cyklů do lomu ve srovnání s únavovými daty získanými během řešení této práce. I přesto lze ale s dostupných výsledků pozorovat, že v oblastech kolem 10^7 cyklů by se S/N křivky slitin MAR-M 247 a IN713 LC přiblížily na téměř shodné hodnoty. To je důkazem známé výrazné citlivosti vysokocyklové únavy na defekty v materiálu, která je významnější i když slitina MAR-M 247 vykazuje lepší mechanické vlastnosti. Tento jev zmizí se zvýšením experimentální teploty cyklických zkoušek.

Pozorování lomové plochy referenční slitiny IN713 LC prokázalo totožné rysy jako u slitiny MAR-M 247.

Únavové zatěžování při 800 a 900 °C

I při vyšších teplotách (800 °C) se projevily lepší únavové vlastnosti slitiny MAR-M 247 s HIP procesem než u slitiny IN713 LC. To je z velké části důsledkem výrazně pozitivního vlivu zmiňovaného HIP procesu, neboť varianta slitiny MAR-M 247 bez zpracování pomocí HIP měla nižší únavovou životnost než vývojově starší IN713 LC.

Při zvýšení teploty na 800 °C došlo ke změně sklonu S/N křivek v porovnání s teplotou 650 °C. Z toho se dá usuzovat na změny mechanismů porušování materiálu, protože se zvýšením teploty jsou usnadněny tepelně aktivovaným procesy, jako je difúze, skluz anebo šplh dislokací. Díky tomu jsou dislokace pohyblivější a mohou se snadněji vyhýbat překážkám než při teplotě 650 °C, kdy je jejich pohyb čistě omezen na skluzové roviny typu (111). Tyto vlivy teploty byly v literatuře popsány, například v [44, 45]. Zmíněná skutečnost by mohla být jednou z možných příčin menšího sklonu S/N křivek, neboť tím dojde v blízkosti ředin k lokalizaci cyklické plastické deformace pouze do příhodných krystalografických rovin. Díky tomu se citlivost únavových vlastností materiálu na defekty sníží. Pozorování únavových ploch potvrzuje výše popsané jevy. Na lomových plochách po cyklickém zatěžování při 800 °C výrazně ubylo fazet, které jsou důkazem krystalograficky závislého šíření únavových trhlin. Převládajícím způsobem šíření únavové trhliny byla fáze 2 ve směru téměř kolmém k ose zatěžování, kdy na lomových plochách vzorků zatěžovaných při teplotě 800 °C bylo pozorováno poškození ve formě rybích ok (Fish eye).

Únavové zkoušky pro teplotu 900 °C byly provedeny pouze v omezené míře, nicméně z naměřených únavových dat lze usuzovat, že slitina MAR-M 247 s provedeným HIP procesem má velmi dobré únavové vlastnosti za zvýšených teplot. To je způsobeno vhodným (komplexním) legováním prvky jakou jsou Ta, Ti, B a Hf, které napomáhají k zvýšené odolnosti materiálu při vysokých teplotách.

Z výsledků fraktografický dat lze usoudit, že charakter šíření trhliny probíhal výhradně ve fázi 2 (kolmo na směr osy zatěžování) a krystalografické šíření trhliny bylo kompletně eliminováno, což způsobují již zmíněné teplotně aktivované procesy. Ty jsou při této teplotě natolik významné, že planární charakter cyklické deformace zcela vymizel. Při teplotě 900 °C má již okolní atmosféra výrazný vliv na průběh únavového poškození materiálu. Dokládá to silně zoxidovaný povrch lomové plochy zjištěný při fraktografické analýze.

Lomové plochy referenční slitiny IN713 LC ukazovaly podobné změny morfologie a členitosti jako u slitiny MAR-M 247.

7. ZÁVĚRY

Diplomová práce vedla k těmto závěrům.

1) Chemická analýza MAR-M 247.

Hlavní legující prvky vstupují do matrice anebo do precipitátů. Prvky jako jsou Hf a Ta vstupují do primárních karbidů MC, které se vyskytují uvnitř hranic zrn. Naopak prvek Cr vstupuje do sekundárních karbidů $M_{23}C_6$, které se vytvářejí na hranicích zrn.

2) Únavové zkoušky při 650 °C.

Slitina MAR-M 247 s HIP procesem od Gelmedina vykazovala v celém rozsahu únavové životnosti nejlepší vlastnosti, naopak nejhorší únavové životnosti vykazovaly slitiny IN713 LC, ze skupiny slitin typu MAR-M 247, vykazovala nejnižší únavovou odolnost slitina MAR-M 247 bez izostatického lisování za tepla. Slitina MAR-M 247 s HIP procesem vykazuje oproti MAR-M 247 bez HIP procesu výrazně lepší únavové vlastnosti, zejména v oblastech s nižším počtem cyklů do lomu. Byl zjištěn vliv velikosti zrna na únavové vlastnosti u slitiny MAR-M 247 s HIP procesem a u slitiny MAR-M 247 s HIP procesem od UJP Praha. Lomové plochy testovaných vzorků obsahovaly velké fazety, přičemž únavová trhlinka startovala z ředin.

3) Únavové zkoušky při 800 °C.

Nejlepší únavové vlastnosti vykazovala slitina MAR-M 247 s HIP procesem od UJP Praha, nejhorší slitina MAR-M 247 bez HIP procesu. Vlivem tepelně aktivovaným dějům došlo k úbytku fazet na lomové ploše. Projevil se vliv velikosti zrna na únavovou životnost tělesa. Na lomové ploše byl zjištěn výskyt poškození ve formě rybích ok. Únavové porušení startovalo z licích defektů – ředin.

4) Únavové zkoušky při 900 °C.

Slitina MAR-M 247 s HIP procesem má lepší únavové vlastnosti než slitina IN713 LC. Na lomové ploše dochází k úplnému vymizení fazet a dochází výskytu k poškození ve formě rybích ok. Mechanismus únavového porušení byl silně ovlivněn korozivním účinkem atmosféry. Únavové trhlinky startovaly s ředin.

8. POUŽITÁ LITERATURA

- [1] REED, R. C. *The Superalloys: Fundamentals and Applications*. Cambridge: Cambridge University Press, 2006, xv, 372 p. ISBN 978-0-521-85904-2.
- [2] WAHL, J. B. and K. HARRIS. *Advanced Ni base superalloys for small gas turbines*. Canadian Metallurgical Quarterly. 2011, vol. 50, issue 3, p. 207-214.
- [3] SIMS, Ch. T., N. STOLOFF and W. C. HAGEL. *Superalloys II*. New York: Wiley, c1987, xx, 615 p. ISBN 04-710-1147-9.
- [4] HOLT, R. T. a W. WALLACE. *International metals reviews*. 1976, vol. 21, issue 1, p. 1-24. ISBN 0308-4590.
- [5] LERCH, B. A. and N. JAYARAMAN. *Materials Science and Engineering: A study of fatigue damage mechanisms in Waspaloy from 25 to 800°C*. 1984, vol. 66, issue 2, p. 151–166.
- [6] ANTOLOVICH, S. D., P. DOMAS and J. L. STRUDEL. *Metallurgical and Materials Transactions A: Low cycle fatigue of René 80 as affected by prior exposure*. 1979, vol. 10, issue 12, p. 1859-1868.
- [7] HUANG, H.-E. and Ch.-H. KOO. *Materials Transactions: Effect of Solution-Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Cast Fine-Grain CM 247 LC Superalloy*. 2004, vol. 45, No. 4, p. 1360-1366.
- [8] WAHL, J. B. and K. HARRIS. *An Overview of Advanced Ni-Base Superalloys for Small Turbines and Missile Engine Applications*. Volume 5: Industrial and Cogeneration; Microturbines and Small Turbomachinery; Oil and Gas Applications; Wind Turbine Technology. ASME, 2010, p. 403-411. DOI: 10.1115/GT2010-22683.
- [9] DONACHIE, M. J. and S. J. DONACHIE. *Superalloys: A technical guide*. 2nd ed. Materials Park: ASM International, 2002, x, 439 s. ISBN 08-717-0749-7.
- [10] DURAND-CHARRE, M.: *The Microstructure of Superalloys*. Gordon & Breach science publisher, Amsterdam, 1997.
- [11] LEE, Sh.-Ch., Sh.-Hs. CHANG, T.-P. TANG, H.-H. HO a J.-K. CHEN. *Materials Transactions: Improvement in the Microstructure and Tensile Properties of Inconel 718 Superalloy by HIP Treatment*. 2006, vol. 47, No 11, p. 2877 - 2881.
- [12] ALLOY DIGEST. *ASM International: Nickel Collection 1952-2010*. 2002, p.1.
- [13] KUNZ, L., P. LUKÁŠ a R. KONEČNÁ. *MATERIALS SCIENCE: Fatigue Properties of Superalloy IN 713LC and Relation to Microstructure*. 2008, vol 14, No 3.

- [14] ALLOY DIGEST. *ASM International: Nickel Collection 1952-2010*. 2002, p.8.
- [15] PODRÁBSKÝ, T. *Vliv podmínek zatěžování na strukturu a porušování lité niklové superslitiny: Influence of the loading factors' conditions on the structure and failure of the cast nickel superalloy: teze přednášky k profesorskému jmenovacímu řízení v oboru Materiálové vědy a inženýrství*. Brno: VUTUM, 2005, 26 s. ISBN 80-214-3018-4.
- [16] US Patent 6902633 - *Nickel-base-alloy* [online], 2005 [cit. 2014-05-15], dostupný z WWW: <http://www.patentstorm.us/patents/6902633-description.html>
- [17] KUNZ, L., P. LUKÁŠ a R. KONEČNÁ. *International Conference on Crack: Initiation and propagation of fatigue cracks in cast IN 713LC superalloy*. ELSEVIER, 2010, vol. 77, issue 11, p. 2008–20015.
- [18] MACINTYRE, Cal A. and P. Neil AGARWAL. *Development of Fine Grain cast MAR-M 247 Axial and Radial Turbine Wheels*. 1984.
- [19] KATTUS, J. R. *Aerospace Structural Metals Handbook*. Indiana: West Lafayette, 1999, Code 4218, p.
- [20] MACINTYRE, C.A., P. Neil Agarwal. *Development of Fine Grain Cast MAR-M 247 Axial and Radial Turbine Wheels*, In: *Aerospace Congress and Exposition*, Long Beach, California, 1984, paper 841515, p. 35-45.
- [21] SURESH, S. *Fatigue of Materials*, Second edition. Cambridge Univ. Press 1998.
- [22] ASKELAND, D. R. *The Science and engineering of materials: sixth edition*. International Ed. Mason, OH: Cengage Learning, 2010, p. cm. ISBN 04-956-6802-8.
- [23] KLESNIL, M. a P. LUKÁŠ. *Fatigue of metallic materials*. 2nd rev. ed. New York: Elsevier, 1992, 270 p. ISBN 04-449-8723-1.
- [24] [Wöhler] citace dle [Suresh, S. *Fatigue of Materials*, Second edition. Cambridge Univ. Press 1998.]
- [25] POKLUDA, J., F. KROUPA a L. OBDRŽÁLEK. *Mechanické vlastnosti a struktura pevných látek: (kovy, keramika, plasty)*. Vyd. 1. Brno: PC-DIR, 1994, 385 s. Učební texty vysokých škol (Vysoké učení technické v Brně). ISBN 80-214-0575-9.
- [26] SKÁLOVÁ, J., R. KOVAŘÍK a V. BENEDIKT. *Základní zkoušky kovových materiálů*. 4. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 2005, 175 s. ISBN 80-704-3417-1.

- [27] VELES, P. *Mechanickém vlastnosti a skúšanie kovov* , Alfa, Bratislava, 1985.
- [28] DORAZIL, E. *Nauka o materiálu* 2. vyd. Brno: Vysoké učení technické, 1990, 266 s.
- [29] PLUHAŘ, J., PUŠKÁR, A., KOUTSKÝ, J., MACEK, K., BENEŠ, V.: *Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu*, SNTL, Praha, 1987.
- [30] STEPHEN, R. I.: *Fatigue Design Handbook*, Iowa, 1977.
- [31] LUKÁŠ, P. and KUNZ, L.: *Fatigue Crack Initiation in FCC Single Crystals*, Proc. of the 3 rd Int.Conf. On Material Structure & Micromechanics of Fracture, VUT Brno, 2001, CD p. 263 – 271.
- [32] KUNZ, L., P. LUKÁŠ a R. KONEČNÁ. *International Journal of Fatigue: High-cycle fatigue of Ni-base superalloy Inconel 713LC*. ELSEVIER, 2010, vol. 32, issue 6, p. 908–913.
- [33] Duquette D. J., Gell M. Pietenzo J. W.: *Met. Trans. 1* (1970), p. 2169
- [34] GELMEDIN, D., K.-H. LANG and J. C. NEWMAN. *Advanced Engineering Materials: Prediction of Fatigue Lives of MAR-M247 LC Based on the Crack Closure Concept*. 2012, vol. 14, issue 10, p. 848-852. DOI: 10.1002/adem.201100194.
- [35] ZÝKA, J., B. PODHRSKÁ a K. HRABÁČEK. *METAL 2011: Heat Treatment and Properties of Nickel Superalloy MAR-M 247*. Brno, 2011.
- [36] KUNZ, L. a P. LUKÁŠ. *Vysokocyklová únavová životnost materiálu IN713LC: Technická zpráva*. Brno, 2004.
- [37] SZCZOTOK, A. *Quantitative Evaluation of Carbides in Nickel-base Superalloy MAR-M247*. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2011-04-01, vol. 22, p. 012007-. DOI: 10.1088/1757-899X/22/1/012007.
- [38] SZCZOTOK, A and K RODAK. *Microstructural Studies of Carbides in MAR-M 247 Nickel-based Superalloy*. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 2012-05-02, vol. 35, p. 012006-. DOI: 10.1088/1757-899X/35/1/012006.
- [39] LIAO, J.-H., H.-Y. BOR, Ch.-G. CHAO and T.-F. LIU. *Effects of Rhenium on Microstructure and Phase Stability of MAR-M247 Ni-Base Fine-Grain Superalloy*. *MATERIALS TRANSACTIONS*. 2010, vol. 51, issue 4, p. 810-817. DOI: 10.2320/matertrans.M2009331.
- [40] DUQUETTE, D. J., M. GELL a J. W. PITEO. *A Fractographic Study of Stage I Fatigue Cracking in a Nickel-base Superalloy Single Crystal: Metallurgical Transactions*. November 1970, vol. 1, issue 11, p. 3107-3115

- [41] KUNZ, L., P. LUKÁŠ a R. KONEČNÁ. *Initiation and Propagation of Fatigue Cracks in Cast IN713LC Superalloy. Engineering Fracture Mechanics*. 2010, vol. 77, issue 11, p. 2008-2015. DOI: 10.1016/j.engfracmech.2010.02.002.
- [42] WEICHENG, Y., Y. JINCAI and W. ZHONGGUANG. *A Study of Fatigue Fracture Surfaces of a Cast Nickel-Base Superalloy. Fatigue*. 1987, vol. 9, issue 6, p. 425-434. DOI: 10.1111/j.1460-2695.1987.tb00469.x.
- [43] LIU, L., N. S. HUSSEINI, Ch. J. TORBET, D. P. KUMAH, R. CLARKE, T. M. POLLOCK and J. W. JONES. *In Situ Imaging of High Cycle Fatigue Crack Growth in Single Crystal Nickel-Base Superalloys by Synchrotron X-Radiation. Journal of Engineering Materials and Technology*. 2008, vol. 130, issue 2, p. 021008-. DOI: 10.1115/1.2840966.
- [44] YU, J., X. SUN, T. JIN, N. ZHAO, H. GUAN and Z. HU. *High Temperature Creep and Low Cycle Fatigue of a Nickel-base Superalloy. Materials Science and Engineering: A*. 2010, vol. 527, issue 9, p. 2379-2389. DOI: 10.1016/j.msea.2010.01.001.
- [45] WAHI, R. *Damage Mechanisms of Single and Polycrystalline Nickel Base Superalloys SC16 and IN738LC under High Temperature LCF loading. International Journal of Fatigue*. 1997, vol. 19, issue 93, p. 89-94. DOI: 10.1016/S0142-1123(97)00038-8.

9. SEZNAM POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

PC (polycrystalline) – polykrystalická struktura
DS (directionally solidified) – usměrněné tuhnutím
GDS (columnar grain directionally solidified) – struktura se kolumnárními zrny
SCDS (single-crystal directionally solidified) – monokrystalická struktura
ppm (parts per million) – jedna miliontina
fcc (face-centered cubic) – kubická prostorově středěná
bct (body-centered tetragonal) – tetragonální prostorově středěná
hcp (hexagonal close packing) – šesterečně těsně uspořádána
PSP – persistentní skluzová pásma
REM – rastrovací elektronový mikroskop
EDS – energiově disperzní spektroskopie
SE – sekundární elektrony
BSE – odražené elektrony
SM – světelná mikroskopie

R_m – napětí na mezi pevnosti v tahu
 $R_{P0,2}$ – smluvní mez kluzu
 R_m – napětí na mezi kluzu
 A – tažnost
 $\sigma_h(\sigma_{max})$ – horní amplituda napětí
 $\sigma_d(\sigma_{min})$ – dolní amplituda napětí
 σ_m – střední amplituda napětí
 σ_a – amplituda (výkmit) napětí
 $\Delta\sigma$ – rozkmit amplitud napětí
 R – poměr zatížení, často charakterizující střední napětí
 N, N_c, N_f – počet cyklů, počet cyklů do lomu, počet cyklů odpovídající časované mezi únavy
 $\varepsilon_{at}, \varepsilon_{ap}, \varepsilon_{ae}$ – amplituda celkové deformace, plastické deformace, elastické deformace
 ε'_f – součinitel únavové tažnosti
 c – součinitel únavové životnosti
 σ'_f – součinitel únavové pevnosti
 b – součinitel únavové životnosti
 σ_c – mez únavy

10. PŘÍLOHY

Obrázky

Příloha 1:

Obr. 10.1 Zkušební tyče a polotovar odlitku u superslitny IN713 LC a MAR-M 247

Obr. 10.2 Polotovar odlitku superslitiny MAR-M 247 použit u vzorků z UJP Praha

Příloha 2:

Obr. 10.3 Rezonanční pulsátoru od firmy Amsler 10 HFP 1478

Obr. 10.4 Modernizovaný zkušební stroj Rumul Fractronic 7801

Obr. 10.5 Detail pece s uchycením vzorků (Rumul Fractronic)

Příloha 3:

Obr. 10.6 Detail fazety MAR-M 247 s HIP procesem při 650 °C, $\sigma_a = 320$ MPa,
 $N_f = 9,40 \times 10^4$ (REM, SE)

Obr. 10.7 Hranice mezi transkrystalickým a interkrystalickým šířením únavové trhliny
u slitiny MAR-M 247 s HIP procesem při 900 °C, $\sigma_a = 220$ MPa,
 $N_f = 6,51 \times 10^5$ (REM, BSE)

Obr. 10.8 Říčková morfologie MAR-M 247 s HIP procesem při 800 °C,
 $\sigma_a = 240$ MPa, $N_f = 1,08 \times 10^6$ (REM, SE)

Příloha 1



Obr. 10.1. Zkušební tyče a polotovar odlitku u superslitny IN713 LC a MAR-M 247.



Obr. 10.2. Polotovar odlitku superslitiny MAR-M 247 použit u vzorků z UJP Praha.

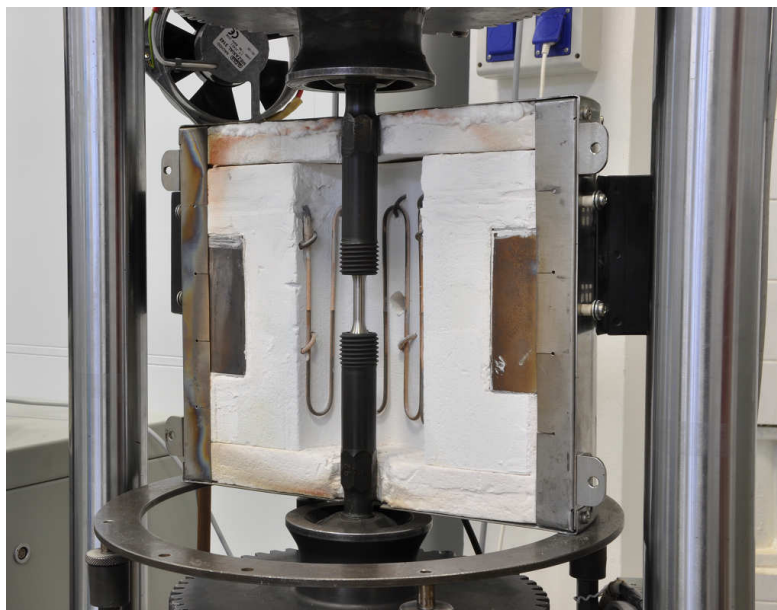
Příloha 2



Obr. 10.3. Rezonanční pulsátoru od firmy Amsler 10 HFP 1478.

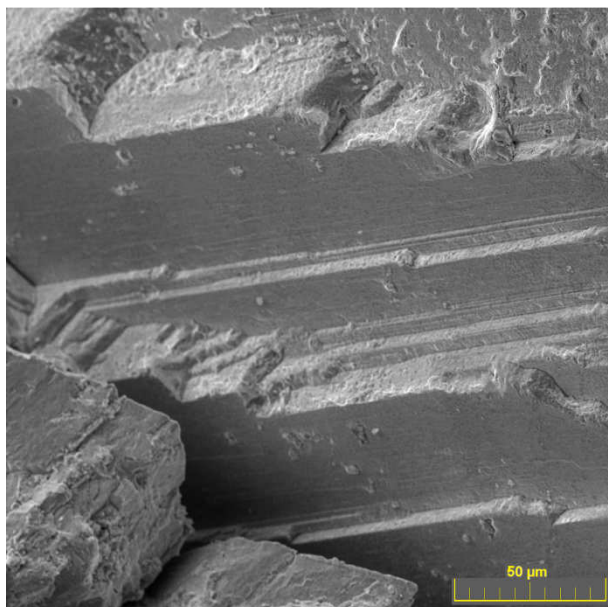


Obr. 10.4. Modernizovaný zkušební stroj Rumul Fractronic 7801.

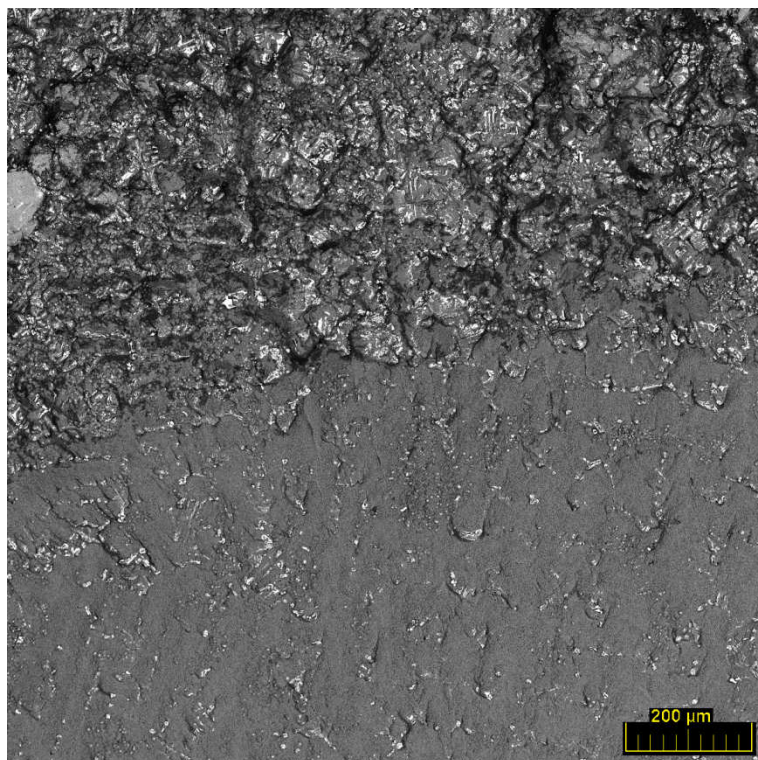


Obr. 10.5. Detail pece s uchycením vzorků (Rumul Fractronic).

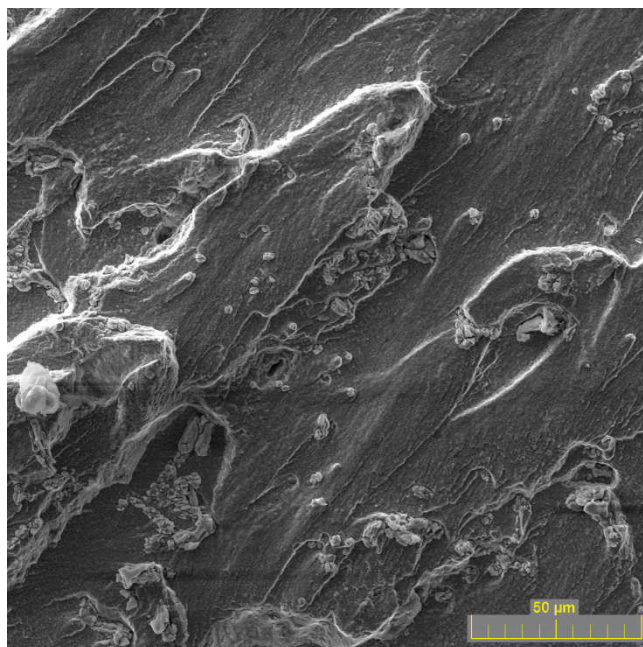
Příloha 3



Obr. 10.6. Detail fazety MAR-M 247 s HIP procesem při 650 °C, $\sigma_a = 320$ MPa, $N_f = 9,40 \times 10^4$ (REM, SE).



Obr. 10.7. Hranice mezi transkrystalickým a interkrystalickým šířením únavové trhliny u slitiny MAR-M 247 s HIP procesem při 900 °C, $\sigma_a = 220$ MPa, $N_f = 6,51 \times 10^5$ (REM, BSE).



Obr. 10.8. Říčková morfologie MAR-M 247 s HIP procesem při 800 °C, $\sigma_a = 240$ MPa, $N_f = 1,08 \times 10^6$ (REM, SE).