



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

**TERMOMECHANICKÁ A IZOTERMICKÁ ÚNAVA
POVRCHOVĚ UPRAVENÉ NIKLOVÉ
SUPERSLITINY**

TERMO-MECHANICAL AND ISOTHERMICAL FATIGUE OF SURFACE
TREATED NICKEL SUPERALLOY

DISERTAČNÍ PRÁCE

DOCTOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Ing. IVO ŠULÁK

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. RNDr. KAREL OBRTLÍK, CSc.

BRNO 2019

Klíčová slova

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

Key words

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

Obsah

1. Úvod.....	1
1.1. <i>Tepelné a environmentální bariéry</i>	1
2. Cíle disertační práce.....	2
3. Experimentální část.....	3
3.1. <i>Slitina MAR-M247</i>	3
3.2. Depozice tepelné a environmentální bariéry	3
3.3. Únavové zkoušky.....	4
3.3.1. Izotermická únava	4
3.3.2. Termomechanická únava	5
3.4. Pozorovací metody	6
4. Vybrané výsledky	7
4.1. <i>Výchozí mikrostruktura</i>	7
4.2. <i>Izotermická a termomechanická únava nepovlakované superslitiny MAR-M247</i>	9
4.2.1. Křivky zpevnění/změkčení	9
4.2.2. Cyklická deformační křivka.....	10
4.2.3. Křivky životnosti	10
4.2.4. <i>SEM pozorování</i>	11
4.2.5. <i>TEM pozorování</i>	14
4.3. <i>Izotermická a termomechanická únava povlakované superslitiny MAR-M247</i> ..	16
4.3.1. Křivky zpevnění/změkčení	16
4.3.2. Cyklická deformační křivka.....	17
4.3.3. Křivky životnosti	18
4.3.4. SEM pozorování	19
4.3.5. Analýza poškození	22
5. Závěry	23
7. Seznam literatury	25
CURRICULUM VITAE	26
ABSTRAKT.....	28
ABSTRACT	29

1. Úvod

Vysokoteplotní sekce leteckých motorů, plynových turbín a uhelných elektráren jsou tvořeny pohyblivými částmi pracujícími v opakujících se režimech za vysokých teplot limitujících životnost komponent. Součásti jsou vystaveny jak statickému zatížení, tak cyklickému namáhání v důsledku změn silového působení v čase. Objasnění základních pochodů únavového a creepového poškození na mikrostrukturní úrovni v posledních několika dekádách vedlo k výraznému zdokonalení predikce životnosti zatěžovaných součástí. Synergické působení únavy a creepu spolu s agresivním prostředím během provozu zařízení může podstatně ovlivnit spolehlivost zařízení a vést k jeho předčasnému selhání. V posledních letech je rovněž věnována pozornost fenoménu termomechanické únavy, kdy deformace vyvolané v materiálu mají svůj původ jak v mechanickém zatížení, tak v podobě teplotních polí vyvolaných změnou teploty v čase.

Realizace budoucích vysoce efektivních pohonných a energetických jednotek spočívá v ochraně tepelně nejexponovanějších míst součástí. Toho je dosahováno především pomocí vhodně zvolených povrchových úprav. Moderní ochranné povlaky využívají vysoce sofistikovaných metod žárového nanášení plazmatem či svazkem elektronů. V současnosti mezi nejpokrokovější povlaky patří gradientní několikavrstvé kompozity na bázi oxidických keramik s velmi dobrou izolační schopností v kombinaci s metalickým podkladem kompenzujícím rozdílné vlastnosti substrátu a svrchní keramické vrstvy (tzv. thermal barrier coatings – TBC). Znalosti chování TBC systémů v oblasti cyklického zatěžování, interakce únavy a creepu a termomechanické únavy jsou poměrně omezené. Tato práce si klade za cíl shromáždit experimentální údaje z oblasti únavy, interakce únavy a creepu a termomechanické únavy povrchově upravené polykrystalické niklové superslitiny MAR-M247 a následně diskutovat degrační mechanismy povlakovaného a nepovlakovaného materiálu.

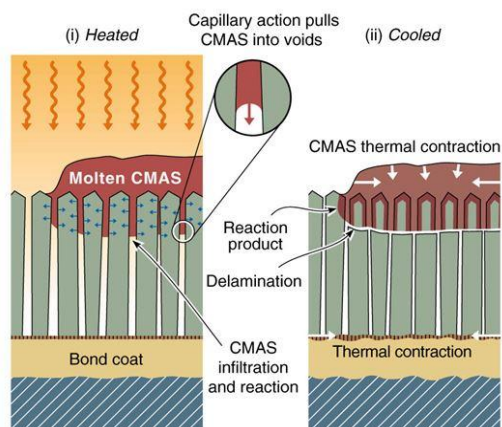
1.1. Tepelné a environmentální bariéry

Tepelné a environmentální bariéry (TEBC) jsou povlaky sloužící k ochraně povrchu lopatek turbín a tepelných štítů vůči působení vysokých teplot a vlivům prostředí. Klíčové požadavky pro TEBC zahrnují stabilitu v environmentálních atmosférách, podobnost koeficientu tepelné roztažnosti s vazebným povlakem a základním materiálem, fázovou stabilitu a nízkou tepelnou vodivost.

Degradace konvenčních TBC povlaků ulpíváním částic písku, prachu a sopečného popílku označovaného jako CMAS (Calcium – Magnesium – Aluminium – Silicate) je v současné době velmi aktuálním tématem [1, 2]. Směs roztavených oxidů proniká do struktury TBC povlaku až do hloubky, kde teplota klesne na úroveň odpovídající teplotě tuhnutí penetrující směsi oxidů (přibližně 1100 °C). Po ztuhnutí je vytvořena skelná fáze s rozdílným koeficientem teplotní roztažnosti. Následně vzniklá vnitřní pnutí vedou k roztržení TBC povlaku v infiltrované oblasti (viz obr. 1.1) [3]. V případě TBC povlaků na bázi YSZ reaguje CMAS depozit často s Y_2O_3 , čímž se zároveň oslabuje stabilita ZrO_2 [4] a může dojít k nežádoucím fázovým transformacím spojeným se změnou objemu a následným roztržením TBC.

Vysoce účinné TEBC odolné vůči CMAS musí silně interagovat s roztavenými oxidy a vést k jejich rychlé krystalizaci nejlépe přímo na povrchu povlaku. V této oblasti bylo navrženo několik materiálových řešení [5-8]. V této práci je pozornost věnována TEBC povlakům na bázi silikátů – BMAS (Barium – Magnesium – Aluminium – Silicate), BAS (Barium – Aluminium – Silicate), které mohou interagovat s oxidačním

prostředím za vzniku ochranné vrstvy oxidu SiO_2 , který se za vysokých teplot pomalu odpařuje a brání pronikání CMAS depozitu do povlaku a jeho degradaci.



Obr. 1.1: Pronikání roztaveného CMAS povrchem povlaku a vznik teplotních [9].

V případě termomechanického namáhání jsou rozdíly v životnosti v režimu cyklování In-Phase (IP) a Out-of-Phase (OP) přisuzovány rozdílnému vývoji středního napětí, zvýšenému vlivu creepu (IP) či oxidace (OP) a vlivu TGO, které generuje tlaková pnutí na rozhraní keramického a vazebného povlaku.

Vliv TBC povlaků na únavovou životnost niklových superslitin je ambivalentní a záleží silně na podmínkách zatěžování. Poškození povlaků při únavě probíhá především delaminací na rozhraní jednotlivých vrstev a je spojován s pevností vrstev, úrovní vnitřních pnutí a velikostí potřebné delaminační energie, která je závislá na způsobu depozice [10]. Nukleace únavových trhlin probíhá přednostně na povrchu povlaku a rozhraních mezi keramickou vrstvou a vazebnou vrstvou, odkud se následně šíří do substrátu [11]. Iniciace na rozhraní substrátu a vazebné vrstvy je spojována s přítomností Al_2O_3 částic [12].

2. Cíle disertační práce

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

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

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

3. Experimentální část

3.1. Slitina MAR-M247

Litá polykrystalická niklová superslitina s komerčním názvem MAR-M247 byla dodána firmou PBS Velká Bíteš, a.s. Svým chemickým složením (viz tabulka 3.1) se řadí do druhé generace niklových superslitin a využití nachází v první řadě pro vysokoteplotní aplikace na integrálních kolech a lopátkách rotorových turbín. Nízký obsah uhlíku vede k zvýšení teplot solidu a liquidu a zároveň k omezené tvorbě množství karbidů, které jsou za vysokých teplot nestabilní a mohou iniciovat únavové trhliny. Vysokotavitelné prvky (W, Co) zajišťují zpevnění substitučního roztoku γ . Zvýšené množství Ta a Hf stabilizuje a zpevňuje fázi γ' .

Tabulka 3.1: Chemické složení slitiny MAR-M247 – tabulka G49 [hm. %] (dodáno výrobcem PBS, Velká Bíteš, a.s.)

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

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

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

3.2. Depozice tepelné a environmentální bariéry

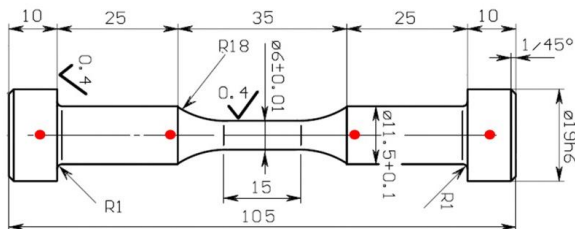
Před samotným procesem depozice byl povrch vybrané skupiny vzorků tryskán za účelem zajištění dobré přilnavosti kovového vazebného povlaku k povrchu superslitiny MAR-M247. Tryskání povrchu bylo provedeno korundovými (Al_2O_3) částicemi, které byly urychleny tlakem vzduchu odpovídajícího 5 atmosférám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

Dvouvrstvý keramický povlak byl vyroben metodou APS na stejném zařízení, jako byl připraven vazebný povlak. Keramická YSZ mezivrstva TEBC povlaku byla vytvořena z komerčně dostupného aglomerovaného a slinutého prášku (H. C. Stark Amperit 827) s velikostí částic (45 ± 10) μm . Byly zvoleny dvě varianty svrchní vrstvy, z nichž jedna byla určena pro izotermické únavové zkoušky a je vytvořena

experimentální směsí mullitu ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) a hexacelsianu ($\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) v poměru 70:30 obj. %, což tento povlak řadí do skupiny BAS povlaků. Z důvodu nestability prvně zmiňovaného prášku při rychlé změně teploty bylo nutné vyvinout stabilnější svrchní povlak. Tento povlak pro zkoušky termomechanické únavy byl tvořen z mullitu ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$), spinelu (MgAl_2O_4) a BaCO_3 v poměru 60:30:10 hm. %, což tento typ povlaku řadí mezi BMAS povlaky.

3.3. Únavové zkoušky

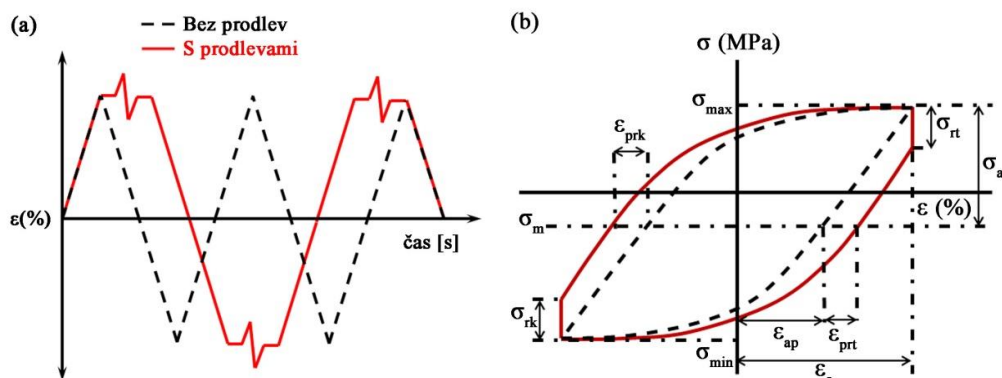
3.3.1. Izotermická únava



Obr. 3.1 Výkres zkušební tyče pro zkoušky nízkocyklové únavy a interakce únavy s creepem za konstantní teploty.

celkové deformace a konstantní rychlostí deformace ($0,002 \text{ s}^{-1}$) na elektrohydraulickém zkušebním zařízení MTS 810 s maximálním zatížením $\pm 100 \text{ kN}$ a řízeném počítačem s programem dodaným firmou MTS. Schematické znázornění zátěžných cyklů při zkouškách nízkocyklové únavy za konstantní teploty je vyobrazeno na obr. 3.2a. Extenzometr upevněný ve střední části vzorku byl použit k řízení a měření podélné deformace. Měrná délka extenzometru odpovídá 12 mm. Pro zkoušky za zvýšených teplot byl použit extenzometr vybavený prodlouženými hroty z keramiky tak, že jeho elektronická část byla umístěna mimo pec a udržována na konstantní teplotě proudem stlačeného vzduchu. Doba trvání zkoušek bez prodlev byla mezi 0,4 až 50 hodinami a 24 až 300 hodinami pro zkoušky s prodlevami.

K ohřevu vzorků na teplotu zkoušek byla použita třízónová elektrická odporová pec. Řízení teploty v peci bylo provedeno za pomoci tříkanálového regulátoru prostřednictvím termočlánků připevněných na vzorku (viz červené tečky na obr. 3.1). V průběhu experimentů byla teplota na těchto místech udržována na zadané teplotě s přesností $\pm 1,5^\circ\text{C}$.



Obr. 3.2: Schéma (a) zátěžného cyklu (b) hysterezní smyčky ϵ_{prk} – přírůstek plastické deformace v tlaku, ϵ_{prt} – přírůstek plastické deformace v tahu, σ_{rk} – relaxace napětí v tlaku, σ_{rt} – relaxace napětí v tahu.

Pro vybrané počty cyklů tvořící přibližně geometrickou posloupnost (20 hodnot na dekádu) byla do elektronické paměti zaznamenávána digitální forma hysterezní smyčky.

Schéma hysterezních smyček ukazuje obr. 3.2b. Kromě toho řídicí program vyhodnocoval zejména amplitudu napětí, amplitudu celkové deformace, maximální a minimální hodnoty napětí a deformace v daném cyklu. Amplituda plastické deformace rovnající se poloviční šířce hysterezní smyčky při průchodu středním napětím byla vyhodnocena separátním programem z digitálních údajů o jednotlivých hysterezních smyčkách. Digitální data (dvojice napětí a deformace) během zkoušek nízkocyklové únavy s prodlevami byla zaznamenávána v časovém intervalu $0,01 \text{ s}^{-1}$. Kritériem ukončení zkoušky bez prodlev byl pokles poměru středního napětí ku amplitudě napětí na hodnotu:

$$\frac{\sigma_m}{\sigma_a} = -0,3 \quad (3.1)$$

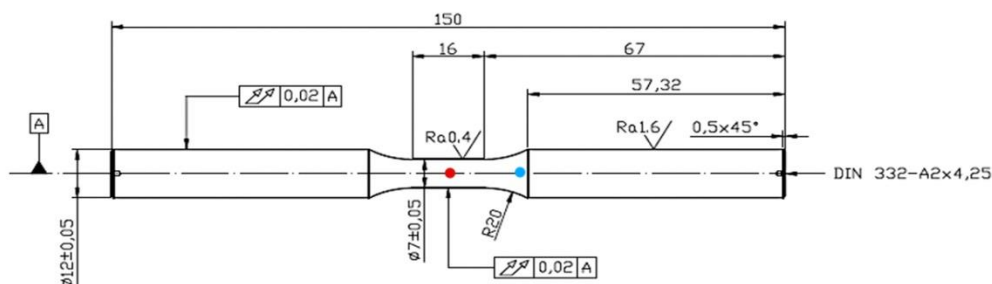
Podmínka ukončení zkoušky s prodlevami byla stanovena jako rozdíl rozkmitu napětí i-tého cyklu ($\sigma_{max}^i - \sigma_{min}^i$) a referenčního cyklu (σ_a^{ref}), který byl podělený hodnotou referenčního cyklu:

$$\frac{(\sigma_{max}^i - \sigma_{min}^i) - \sigma_a^{ref}}{\sigma_a^{ref}} \leq 0,7 \quad (3.2)$$

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

3.3.2. Termomechanická únavy

Pro zkoušky termomechanické únavy materiálu MAR-M247 byly zhotoveny zkušební vzorky válcového tvaru s měrnou délkou $L_0 = 16 \text{ mm}$ a průměrem měrné délky $d_0 = 7 \text{ mm}$. Drsnost povrchu měrné délky byla $R_a = 0,4 \text{ }\mu\text{m}$. Rozměry a tvar vzorku jsou uvedeny na obr. 3.3.



Obr. 3.3 Výkres zkušební tyče pro zkoušky termomechanické únavy.

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

hrotů, aby nedošlo k ovlivnění elektrické části vysokou teplotou. Měrná délka extenzometru byla 12 mm.

Ohřev zkušebních těles byl prováděn vysokofrekvenčním indukčním topným zařízením. Teplota nepovlakovaných zkušebních těles byla měřena s přesností $\pm 0,2$ °C termočlánkem (typ K) umístěným ve středu měrné délky (červená tečka na obr. 3.3). Termočlánek byl navíc obalen izolační textilií, aby nedošlo k jeho ovlivnění během ochlazování proudem vzduchu. Nehomogenita teplotního pole v rámci měrné délky byla v rozsahu ± 5 °C.

Ohřev a měření teploty povlakovaných těles probíhaly analogicky ke zkouškám nepovlakovaných zkušebních těles. Pouze umístění termočlánku pro povlakovanou superslitinu bylo z experimentálních důvodů zvoleno ve výběhu zkušební tělesa, kde byl vyroben vývrt do hloubky 3 mm skrze povlak až do substrátu (modrá tečka na obr. 3.3). Jiné umístění termočlánku bylo vybráno z důvodu, aby nedocházelo k předčasné iniciaci a šíření únavových trhlin. S ohledem na tuto skutečnost byly zkoušky termomechanické únavy provedeny v teplotním intervalu 475 – 875 °C, což odpovídá teplotnímu intervalu 500 – 900 °C na měrné délce.

Digitální záznam dat ze zkoušek TMF byl proveden analogicky k izotermickým zkouškám. Amplituda plastické deformace rovnající se poloviční šířce hysterezní smyčky při průchodu středním napětím byla vyhodnocena separátním programem s využitím digitálních údajů o jednotlivých hysterezních smyčkách. Kritérium ukončení TMF zkoušek bylo stanoveno obdobně jako u zkoušek izotermické únavy s prodlevami, a to dle rovnice 3.2. Zkoušky TMF byly prováděny v souladu s „Validated Code-of-Practice for Strain-Controlled Thermo-Mechanical Fatigue Testing“ [13].

3.4. Pozorovací metody

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

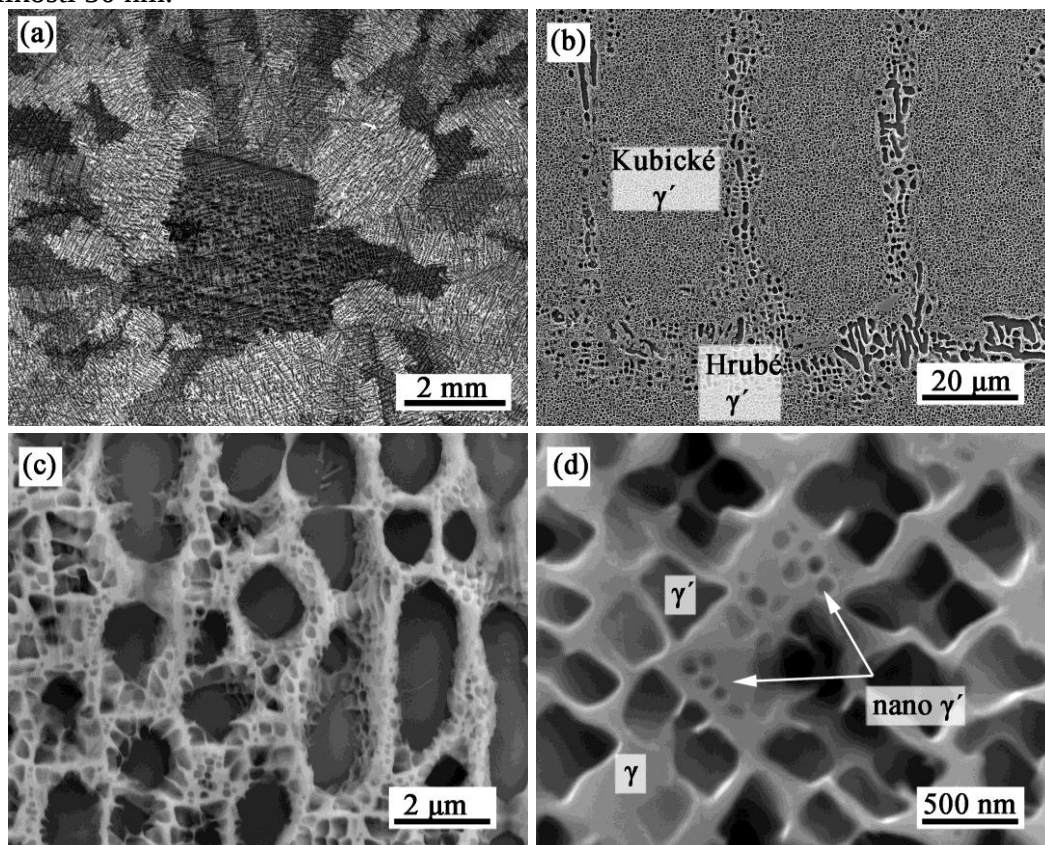
Metalografické výbrusy, lomové plochy a leštěné měrné délky vybraných únavových zkušebních těles byly pozorovány ve skenovacím elektronovém mikroskopu (SEM) TESCAN LYRA 3 XMU s maximálním rozlišením 1,2 nm při 30 kV. Pro lokální chemickou analýzu byl použit EDS detektor Oxford XMAX, který je zabudován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

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

4. Vybrané výsledky

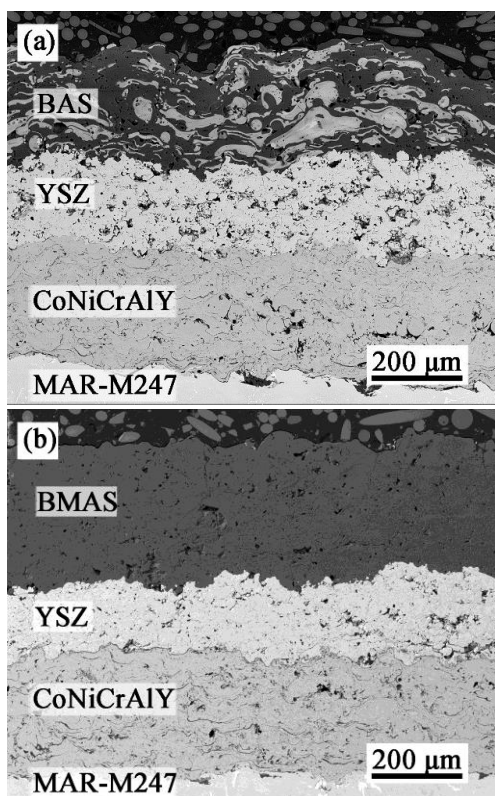
4.1. Výchozí mikrostruktura

Mikrostruktura superslitiny MAR-M247 ve výchozím stavu je tvořena hrubými dendritickými zrny s průměrnou velikostí $2,1 \pm 0,3$ mm (obr. 4.1a). Mikrostruktura superslitiny je tvořena maticí neuspořádaného tuhého roztoku γ s fcc mřížkou a koherentní γ' fází s uspořádanou strukturou ($L1_2$) zajišťující precipitační vytvrzení superslitiny. Obr. 4.1b ukazuje tvarovou různorodost γ' precipitátů, s jakou je možné se u superslitiny MAR-M247 setkat. Morfologie a velikost γ' precipitátů je trojího druhu. Okraje dendritických větví jsou lemovány oblastmi s hrubými γ' precipitáty s velikostí v jednotkách μm a jasně ohraničují oblasti s kubickými γ' precipitáty s průměrnou délkou hrany 460 nm. Na detailu hrubých γ' precipitátů (obr. 4.1c) je možné pozorovat výraznou tvarovou složitost s četnými zálivy. Nezbytné tepelné zpracování ve svém důsledku vede k seskupení několika kubických γ' precipitátů kolem společného jádra (obr. 4.1d). Rovněž dochází k precipitaci jemné disperze nanočástic γ' s průměrnou velikostí 50 nm.



Obr. 4.1: Mikrostruktura superslitiny MAR-M247 (a) dendritická struktura (OM), (b) morfologická rozličnost precipitátů (c) detail morfologie hrubých precipitátů (d) detail uspořádání kubických precipitátů s disperzí nanoprecipitátů; (b-d) – SEM;

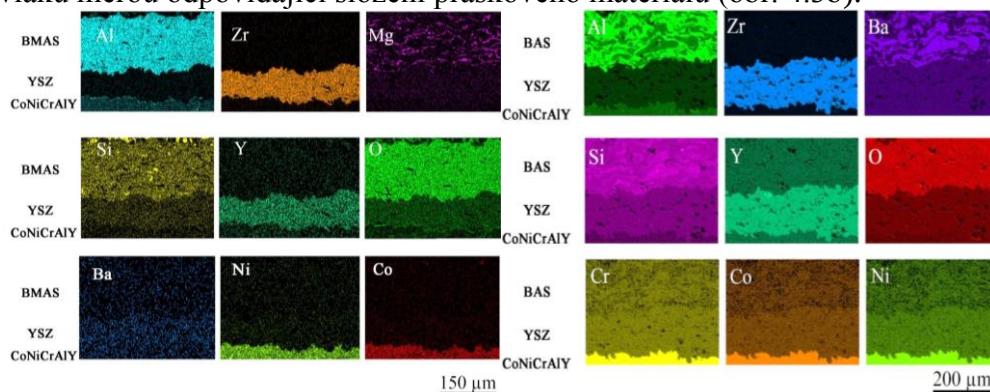
Výchozí mikrostruktura TEBC povlaků pro zkoušky izotermické a termomechanické únavy je ukázána na metalografickém výbrusu na obr. 4.2. Přehledové snímky byly pořízeny v zpětně odražených elektronech (BSE) a ukazují počáteční splatovou mikrostrukturu TEBC povlaků deponovaných na superslitinu MAR-M247. V mikrostruktuře TEBC pro zkoušky za konstantní teploty 900 °C (obr. 4.2a) lze rozpoznat tři rozlišené oblasti. Svrchní keramická vrstva s heterogenní splatovou morfologií, která je typická pro APS deponované povlaky, je tvořena experimentálním systémem sestávajícím z Mullitu – $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$ (tmavě šedé splaty) a Hexacelsianu –



Obr. 4.2: Výchozí mikrostruktura TEBC povlaku pro zkoušky (a) izotermické únavy za teploty 900 °C, (b) termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C.

$\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$ (světle šedé splaty). Splaty hexacelsianu jsou rovnoměrně distribuovány v převládající mullitové fázi. Poměr mullitu a hexacelsianu v povlaku po depozici zůstal stejný jako poměr vstupních prášků a to 70:30 obj. %. Příležitostně jsou v horní vrstvě přítomny tenké horizontální i vertikální kapilární trhliny. Průměrná tloušťka a plošná pórovitost svrchního BAS povlaku je $247 \pm 21 \mu\text{m}$ a 5,45 %. Keramická YSZ mezivrstva TEBC povlaku nacházející se přímo pod BAS povlakem má průměrnou tloušťku a plošnou pórovitost $169 \pm 23 \mu\text{m}$, resp. 9,13 %. Svrchní BAS povlak spolu s YSZ mezivrstvou tvoří tepelně izolační systém. Přímo na substrát superslitiny MAR-M247 navazuje kovový CoNiCrAlY vazebný povlak. Průměrná tloušťka vazebného povlaku a plošná pórovitost odpovídá $268 \pm 19 \mu\text{m}$, respektive 5 %. Rozhraní mezi svrchním BAS povlakem a YSZ povlakem je plně spojitě a bez defektů. Stejně tak je tomu i v případě rozhraní YSZ povlaku a vazebného povlaku. Rozhraní mezi vazebným povlakem a superslitinou MAR-M247 má vysokou drsnost způsobenou tryskáním Al_2O_3 částicemi pro zlepšení nezbytného mechanického spojení vazebného povlaku

k substrátu. EDS mapy zobrazené na obr. 4.3, ukazují distribuci prvků v TEBC. Výchozí mikrostruktura TEBC povlaku pro zkoušky termomechanické únavy je ukázána na obr. 4.2b. Mikrostruktura, tloušťka i pórovitost vazebného CoNiCrAlY povlaku a YSZ mezivrstvy jsou shodné pro oba typy zkušebních těles, neboť parametry nástřiku zůstaly stejné. Průměrná tloušťka a plošná pórovitost svrchního BMAS povlaku tvořeného směsí $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13} + \text{MgAl}_2\text{O}_4 + \text{BaCO}_3$ v poměru 6:3:1 je $233 \pm 35 \mu\text{m}$ a 7,15 %. Na první pohled jsou patrné rozdíly svrchních povlaků. Splatová morfologie BMAS povlaku je zachována, ale vrstva je mnohem homogennější stran chemického složení. EDS analýza odhalila, že během plazmatické depozice svrchní vrstvy došlo k odpaření značné části BaCO_3 , který není přítomen v svrchní vrstvě povlaku měrou odpovídající složení práškového materiálu (obr. 4.3b).

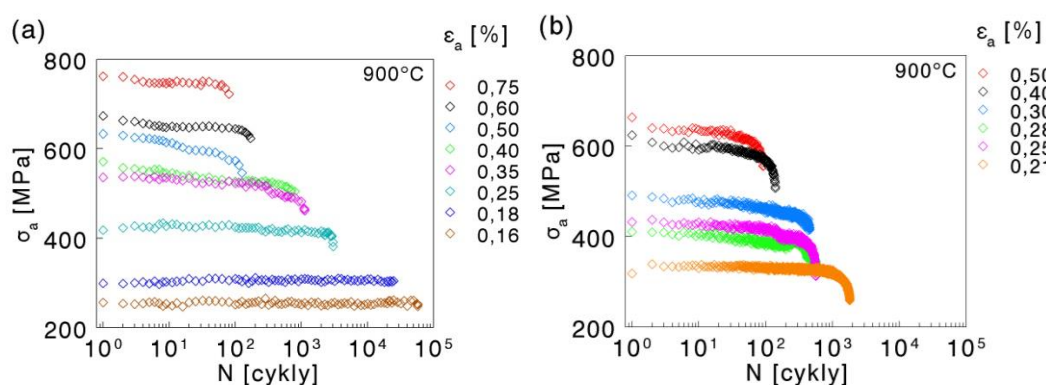


Obr. 4.3: EDS mapy distribuce základních prvků v TEBC povlaku pro zkoušky (a) izotermické únavy za 900 °C (b) termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C.

4.2. Izotermická a termomechanická únava nepovlakované superslitiny MAR-M247

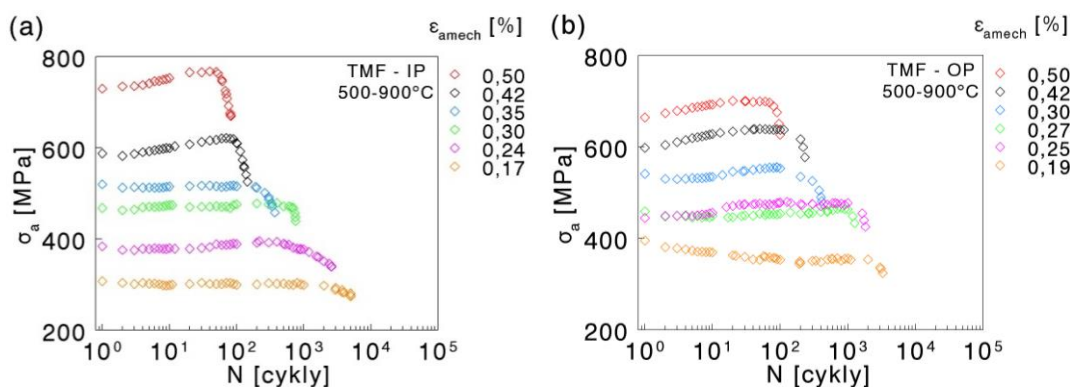
4.2.1. Křivky zpevnění/změkčení

Na obr. 4.4 je uveden graf závislosti amplitudy napětí na počtu cyklů N pro vybrané amplitudy celkové deformace ze zkoušek izotermické únavy s prodlevami a bez prodlev. Pro oba typy zatěžování lze pozorovat obdobný charakter napěťové odezvy na vnější zatížení a průběh křivek zpevnění/změkčení může být rozdělen do tří oblastí. V oblasti vyšších amplitud celkové deformace ($\epsilon_a \geq 0,6$ % pro nízkocyklovou únavu bez prodlev a $\epsilon_a \geq 0,4$ % pro únavu s prodlevami) vykazuje materiál po počátečním mírném změkčení stabilní napěťovou odezvu s opětovným poklesem amplitudy napětí ke konci únavového života. Cyklické změkčení po celou dobu únavového života je typické pro zkoušky provedené pro střední hodnoty deformací. Odezva materiálu na cyklické zatěžování s amplitudou celkové deformace $\epsilon_a \leq 0,25$ % má stabilní průběh a ke změkčení materiálu nedochází ani v počáteční fázi. V závěru únavového života dochází k výraznějšímu poklesu amplitudy napětí, které je spojeno s šířením únavové trhliny. Střední napětí je vzhledem k symetrickému zátěžnému cyklu blízké nulové hodnotě napětí.



Obr. 4.4: Křivky cyklického zpevnění/změkčení nepovlakované superslitiny MAR-M247 při zkouškách izotermické únavy za teploty 900 °C (a) bez prodlev, (b) s prodlevami.

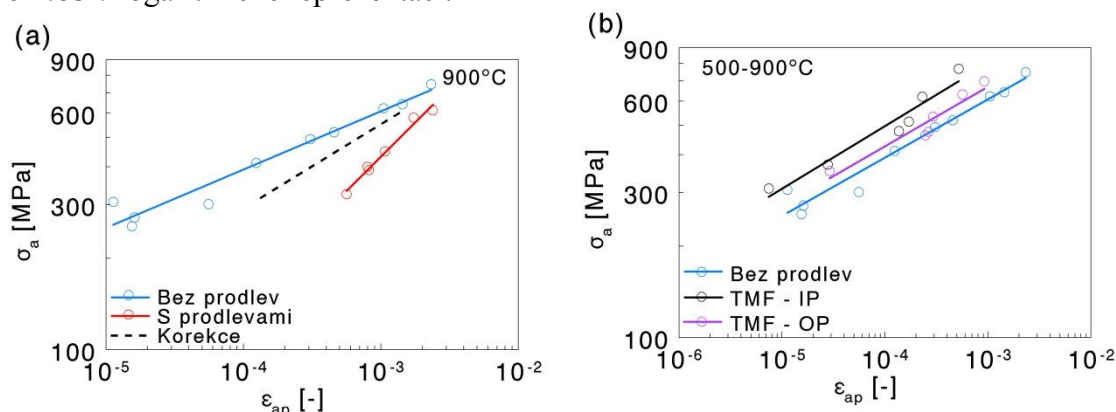
Zkoušky termomechanické únavy nepovlakované superslitiny MAR-M247 byly provedeny v režimu IP (maximální hodnoty tahové deformace korespondují s maximální teplotou cyklu) a OP (maximální hodnoty tahové deformace odpovídají minimální teplotě cyklu). Křivky cyklického zpevnění/změkčení pro IP a OP režim zatěžování jsou demonstrovány na obr. 4.5. Cyklování s amplitudou mechanické deformace $\epsilon_{amech} > 0,35$ % v režimu IP vede k zpevnění superslitiny v celém rozsahu zatěžování. Pokles amplitudy mechanické deformace pod 0,35 % vedl ke stabilní napěťové odezvě materiálu (obr. 4.5a). Cyklické zpevnění superslitiny MAR-M247 je pozorováno rovněž pro zatěžování v režimu OP pro amplitudy mechanické deformace $\epsilon_{amech} > 0,25$ %. Pro zvolené amplitudy celkové deformace v režimu OP nebyla pozorována stabilní odezva materiálu na vnější zatížení. Pro nejnižší hodnotu mechanické deformace je typické cyklické změkčení (obr. 4.6a). V obou případech (IP a OP) je rapidní pokles amplitudy napětí ke konci únavového života spojen s šířením únavové trhliny. Střední napětí je pro OP cyklus tahové a pro IP cyklus tlakové.



Obr. 4.5: křivky cyklického zpevnění/změkčení nepovlakované superslitiny MAR-M247 při zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu (a) IP, (b) OP.

4.2.2. Cyklická deformační křivka

Cyklické deformační křivky sledované superslitiny MAR-M247 zatěžované v nízkocyklové oblasti bez prodlev a s prodlevami při teplotě 900 °C a při zkouškách termomechanické únavy v režimech IP a OP byly určeny ve formě závislosti amplitudy napětí σ_a na amplitudě plastické deformace ϵ_{ap} . Amplituda napětí a amplituda plastické deformace byly stanoveny v polovině života. Cyklické deformační křivky pro zkoušky za konstantní teploty a v teplotním intervalu 500 – 900 °C jsou uvedeny na obr. 4.6a a 4.6b v logaritmické reprezentaci.



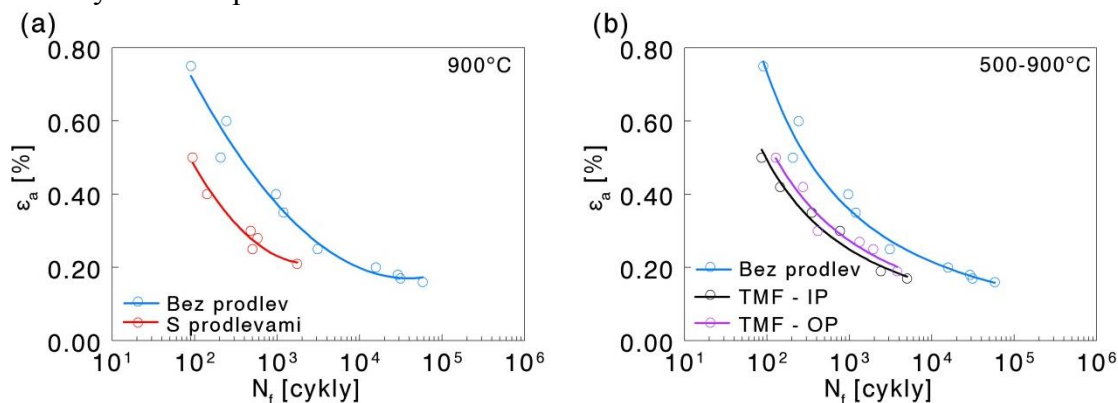
Obr. 4.6: Cyklické deformační křivky nepovlakové superslitiny MAR-M247 (a) zatěžovaného v režimu nízkocyklové únavy bez prodlev a s prodlevami za konstantní teploty (b) zatěžované v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimech IP a OP.

Cyklická deformační křivka superslitiny MAR-M247 zatěžované v režimu s prodlevami je posunuta k vyšším amplitudám plastické deformace v porovnání s materiálem cyklovaným v režimu bez prodlev. Nárůst amplitudy plastické deformace je částečně spojen s relaxací napětí během prodlev v tahovém a tlakovém vrcholu hysterezní smyčky. Čárkovaná křivka na obr. 4.6a uvažuje korekci amplitudy plastické deformace, kde je od celkové hodnoty plastické deformace odečtena hodnota relaxační deformace $\Delta\epsilon_{pr}$ a je tak získána efektivní hodnota plastické deformace. Cyklování v obou režimech TMF vedlo k posunu cyklické deformační křivky k vyšším hodnotám amplitudy napětí v porovnání s cyklickým zatěžováním bez prodlev (modrá křivka).

4.2.3. Křivky životnosti

Křivky nízkocyklové únavy bez prodlev a s prodlevami za konstantní teploty 900 °C a při zkouškách termomechanické únavy v teplotním rozsahu 500 – 900 °C v režimech IP a OP nepovlakované superslitiny MAR-M247 jsou v disertační práci prezentovány v reprezentacích amplitudy napětí σ_a , amplitudy plastické deformace ϵ_{ap} a amplitudy celkové deformace ϵ_a na počtu cyklů do lomu. Pro účely této publikace jsou graficky

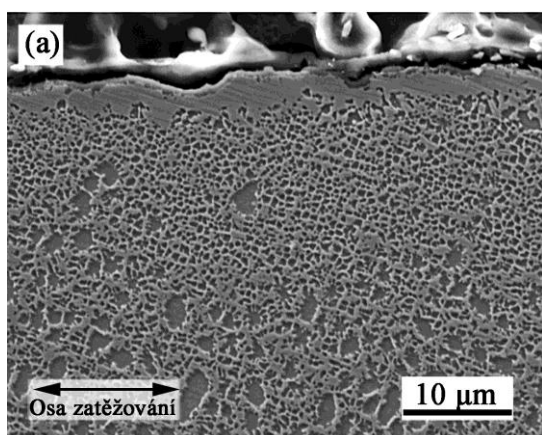
znázorněny pouze křivky životnosti v reprezentaci celkové deformace (obr. 4.7). V této reprezentaci je možné pozorovat negativní vliv jak cyklického zatěžování s prodlevami, tak zatěžování v obou režimech termomechanické únavy na únavovou životnost superslitiny MAR-M247, kdy největší posuv nastal v případě zkoušek nízkocyklové únavy s prodlevami. Tento režim cyklování vedl až k čtyřnásobnému zkrácení únavového života. Nejméně drastické bylo zatěžování v režimu OP těsně následované režimem IP, který vedl, co se týče životnosti, jen k nepatrně lepším výsledkům než režim cyklování s prodlevami.



Obr. 4.7: Křivky únavové životnosti nepovlakované superslitiny MAR-M247 v reprezentaci celkové deformace vs. N_f pro zkoušky provedené (a) za konstantní teploty 900 °C (b) v teplotním intervalu 500 – 900 °C.

4.2.4. SEM pozorování

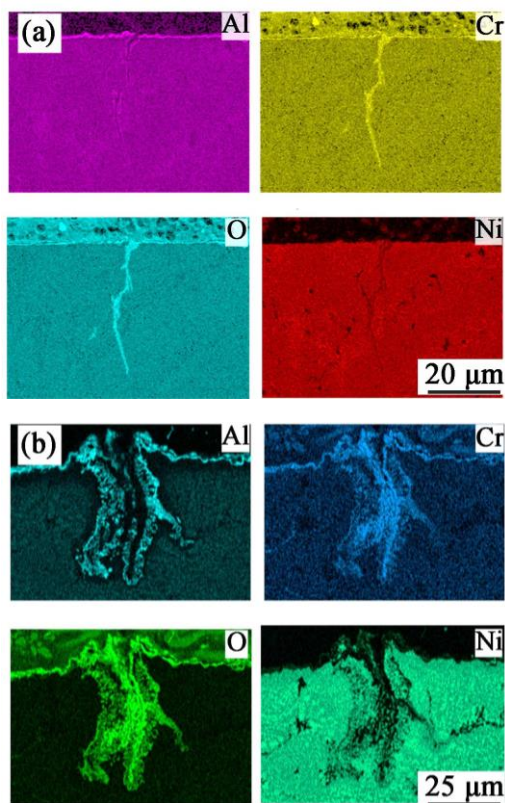
V průběhu vysokoteplotních únavových zkoušek dochází na povrchu k tvorbě tenkého oxidického filmu bohatého na chrom a hliník, tedy prvků s vysokou afinitou ke kyslíku, který následně chrání superslitinu vůči další degradaci. Jako první dojde k vytvoření svrchní vrstvy Cr_2O_3 a jakmile je vyčerpán fond chromu, v blízkosti povrchu, dojde k odčerpávání hliníku z precipitátů a tvorbě Al_2O_3 filmu. Tento proces vede k ochuzení tenké podpovrchové vrstvy o γ' precipitáty (obr. 4.8). Hloubka ochuzené zóny je časově závislá a roste s dobou vysokoteplotní expozice (8 až 12 μm).



Obr. 4.8: Podpovrchová zóna ochuzená o γ' precipitáty po zkouškách nízkocyklové únavy za konstantní teploty 900 °C.

Jakmile dojde k iniciaci únavové trhliny, je ochranný oxidický film narušen a jsou vytvořeny nové povrchy, které rychle oxidují, a v okolí trhliny opětovně dochází k tvorbě o γ' precipitáty ochuzené zóny stejným mechanismem. Obr. 4.9a ukazuje mapy relativní koncentrace prvků (jmenovitě Al, Cr, O a Ni) v blízkosti povrchu vzorku a sekundární trhliny u vzorku zatěžovaného bez prodlev (dobu zkoušky přibližně 15 hodin). V tomto případě nedošlo k vyčerpání chromu v okolí

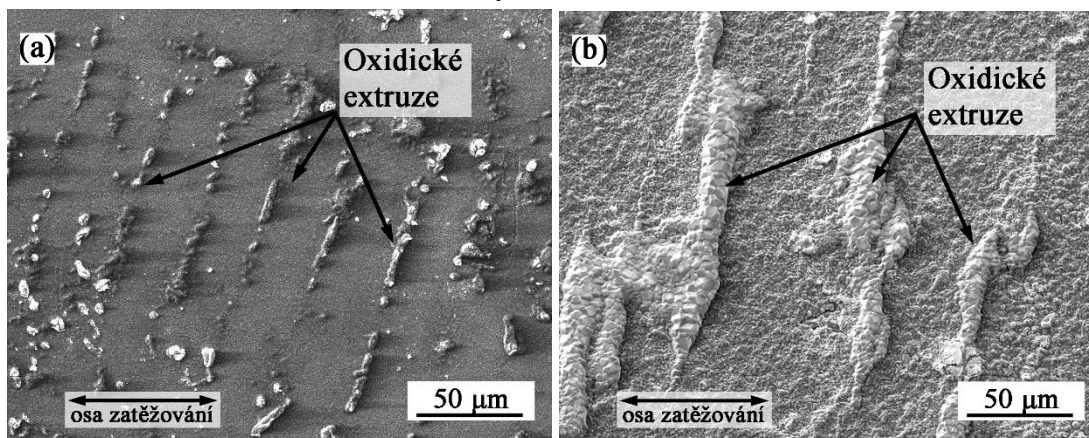
trhliny, jehož následkem by byl zvýšený transport Al k povrchu trhliny a tvorba Al_2O_3 . Zóna ochuzená o precipitáty tak v okolí trhliny a na jejím čele nepřesahuje 1 μm . V případě zkoušky s prodlevami (obr. 4.9b) je míra oxidace v okolí sekundárních trhlín ztlačnější a rovněž i zóna ochuzená o γ' precipitáty dosahuje několika jednotek μm právě v důsledku dlouhodobější expozice na teplotě 900 °C (dobu zkoušky přibližně 120 hodin).



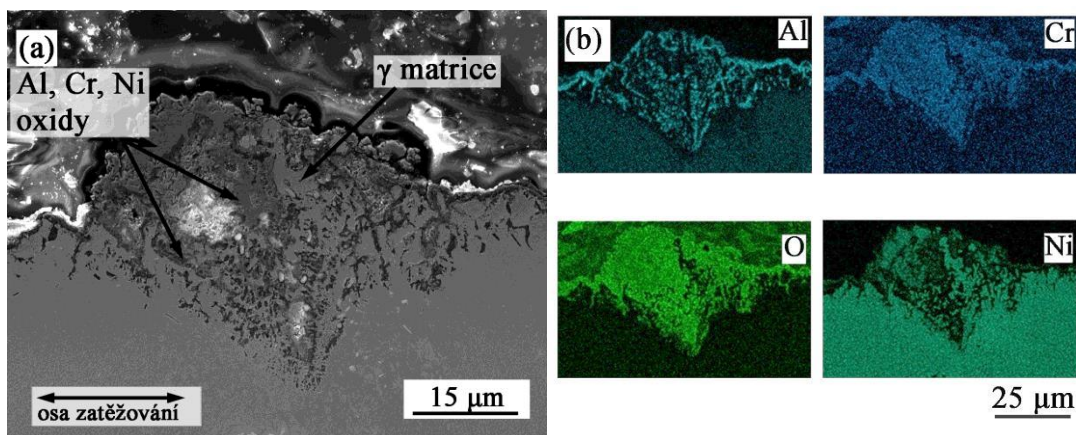
Obr. 4.9: EDS mapy zoxidovaných sekundárních únavových trhlin po zkouškách izotermické únavy za teploty 900 °C (a) bez prodlev, (b) s prodlevami.

a nízkých amplitudách celkové deformace jsou vystaveny výrazně menší cyklické plastické deformaci. Tato skutečnost se projevila na povrchu pozorovaných zkušebních tyčí absencí povrchového reliéfu. Sporadický výskyt povrchových stop naznačuje, že markantnější význam z hlediska iniciace únavových trhlin mají hranice dendritických zrn, křehké karbidické fáze a lící defekty.

Pozorování vývoje povrchového reliéfu a míst iniciace únavových trhlin bylo provedeno na vybraných zkušebních tyčích (jejichž měrné délky byly před únavovým zatěžováním mechanicky a elektrochemicky vyleštěny), na metalografických výbrusech a lomových plochách. Na některých místech, která představují vhodně orientovaná zrna, v nichž docházelo k intenzivní lokalizaci plastické deformace, se ojediněle vyvinul výrazný povrchový reliéf ve formě krátkých přerušovaných stop, jež jsou tvořeny extrudovaným materiálem nad rovinu původního povrchu (obr. 4.10a). Tyto stopy byly pozorovány pouze v oblasti vysokých amplitud celkové deformace. Podobné stopy byly nalezeny na tělesech, která byla zatěžována s prodlevami (obr. 4.10b). Ze snímku je patrné, že tyto stopy jsou poměrně vyvinutější a jsou mírně zvlněné. Na obrázku 4.11 je řez jedné takové stopy, na němž je vidět, že stopy jsou tvořeny převážně oxidy prvků s vysokou afinitou ke kyslíku kolem extrudované matrice. Prorůstání oxidických extruzí do materiálu superslitiny může vést k iniciaci únavových trhlin. Zkušební tyče cyklované na středních

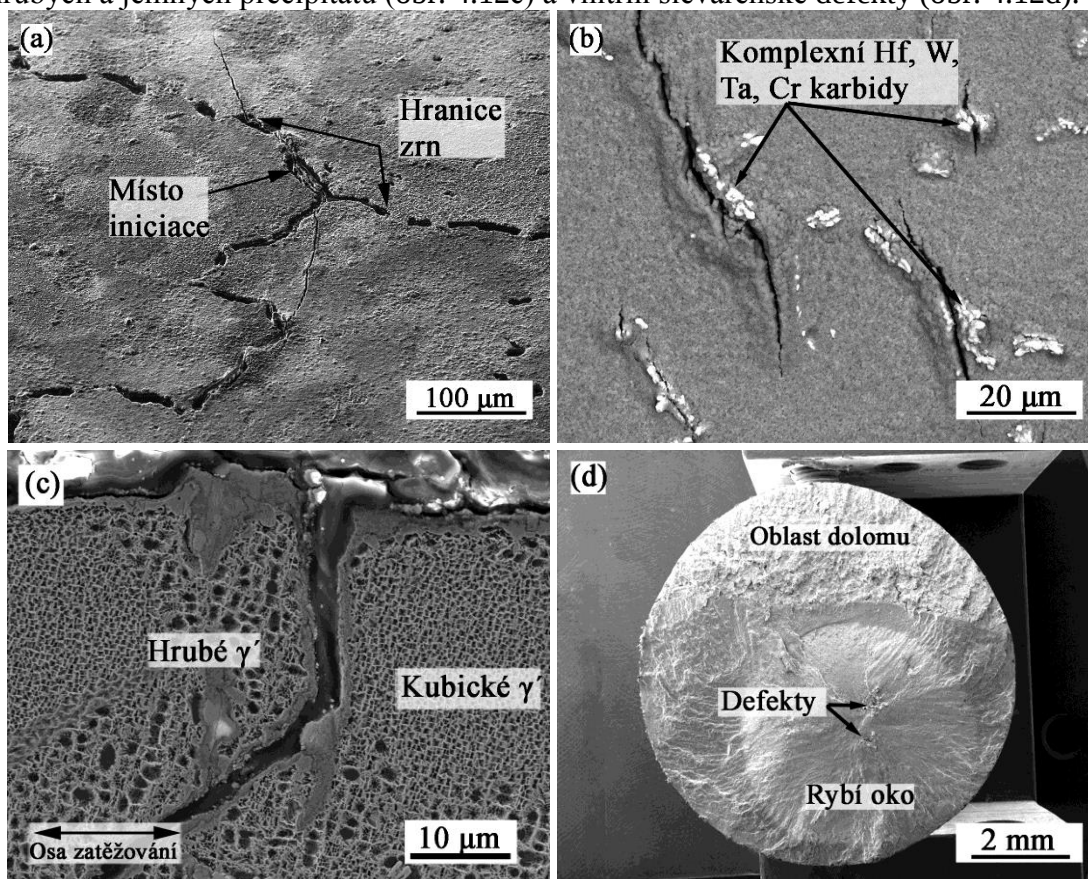


Obr. 4.10: Povrchový reliéf leštěných zkušebních tyčí po zkouškách nízkocyklové únavy (a) bez prodlev, (b) s prodlevami.



Obr. 4.11: Řez oxidickou extruzí zkušební tyče zatěžované v režimu cyklování s prodlevami za teploty 900 °C ($\epsilon_a = 0,5 \%$), (a) SEM snímek (b) EDS mapy chemického složení oxidické extruze.

Na povrchu zkušebních tyčí cyklovaných ve všech režimech zatěžování jsou i místa nukleace únavových trhlin, v jejichž okolí nebyly žádné viditelné stopy po lokalizaci cyklické plastické deformace. Typy míst nukleace jsou pro všechny režimy zatěžování stejné a liší se pouze svou četností. Častými zdroji iniciace únavových trhlin za vysokých teplot jsou hranice zrn (obr. 4.12a), rozpadlé a zoxidované MC a $M_{23}C_6$ karbidy (obr. 4.12b), které jsou výrazně křehčí než okolní matrice, dále rozhraní hrubých a jemných precipitátů (obr. 4.12c) a vnitřní slévárenské defekty (obr. 4.12d).

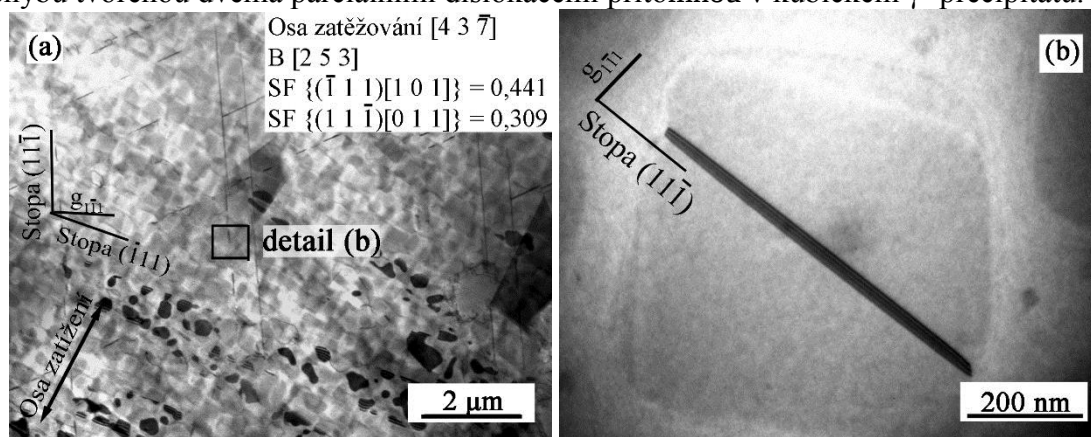


Obr. 4.12: Preferenční místa iniciace únavových trhlin a jejich šíření při zkouškách nízkocyklové únavy (a) hranice zrn, (b) karbidy, (c) rozhraní hrubých a jemných precipitátů, (d) vnitřní slévárenské defekty.

4.2.5. TEM pozorování

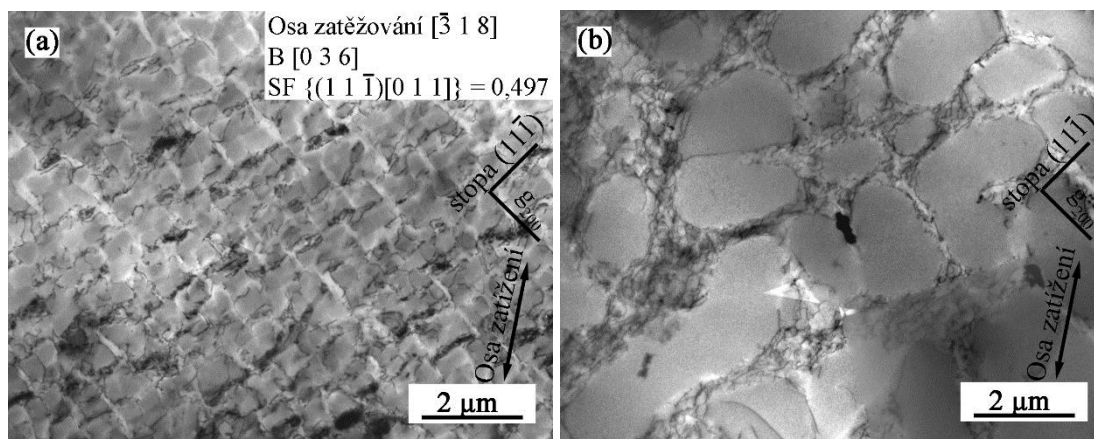
Deformační chování superslitiny MAR-M247 při únavovém zatěžování je charakterizováno pohybem dislokací. Na základě SEM pozorování byly vybrané zkušební tyče po zkouškách izotermické a termomechanické nízkocyklové únavy superslitiny MAR-M247 analyzovány pomocí transmisní elektronové mikroskopie (TEM). Jak již bylo zmíněno v kapitole 4.1, je mikrostruktura materiálu značně heterogenní. Pozorování, jak jsou prezentována v této kapitole, odhalila značné rozdíly v uspořádání dislokací a dislokační hustotě mezi oblastmi s kubickými γ' precipitáty a oblastmi s hrubými γ' precipitáty. K této heterogenitě dislokační struktury nemalou měrou přispívá orientace daného zrna vůči ose zatěžování a stejně tak i velikost amplitudy plastické deformace a teplota. Dislokace byly v případě izotermických zkoušek nízkocyklové únavy homogenně soustředěny uvnitř γ matrice a/nebo na rozhraní γ / γ' .

Na TEM snímku 4.13 pořízeného z fólie nepovlakované zkušební tyče zatěžované v režimu zkoušek izotermické únavy bez prodlev v oblasti nízkých amplitud celkové deformace ($\epsilon_a = 0,19 \%$, $\epsilon_{ap} = 0,0011 \%$) je možné pozorovat oblast kubických precipitátů. Tyto oblasti jsou typické nízkou dislokační hustotou a vysokým počtem vrstevných chyb, které se vyskytovaly hned na několika vhodných skluzových rovinách typu $\{111\}$ s vysokým Schmidovým faktorem. Detail na obr. 4.13b ukazuje vrstevnou chybu tvořenou dvěma parciálními dislokacemi přítomnou v kubickém γ' precipitátu.

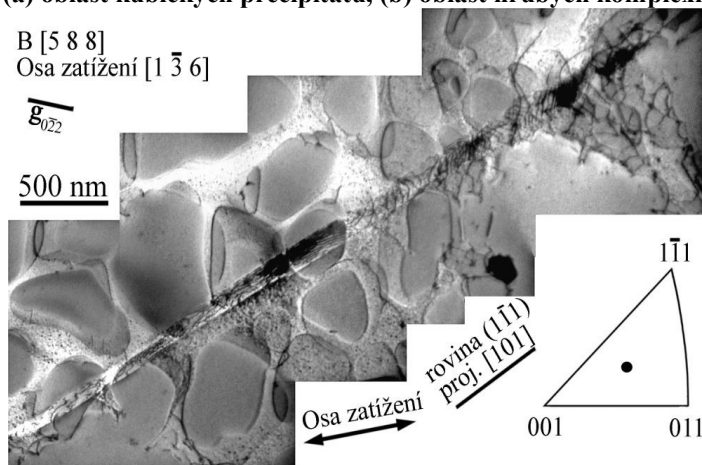


Obr. 4.13: Dislokační struktura po zkouškách izotermické únavy bez prodlev za teploty 900 °C (a) Vrstevné chyby v oblasti s nízkou dislokační hustotou, (b) detail vrstevné chyby.

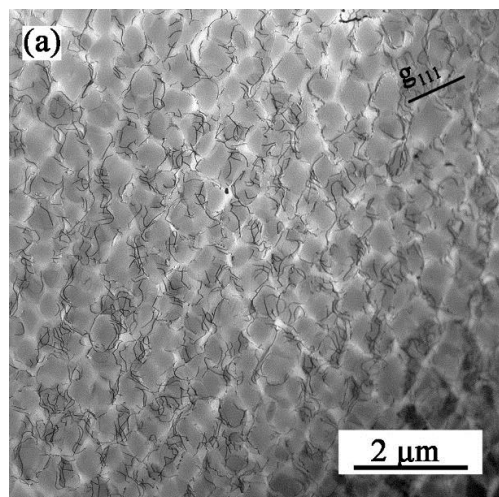
Dislokační struktura nepovlakované superslitiny MAR-M247 po zkouškách izotermické únavy bez prodlev cyklované v oblasti s vysokou amplitudou celkové deformace ($\epsilon_a = 0,5 \%$, $\epsilon_{ap} = 0,104 \%$) je vidět na obr. 4.14. Na snímku 4.14a je ukázána oblast kubických γ' precipitátů s poměrně heterogenním rozložením dislokací, které jsou primárně shlukovány do kanálů matrice γ . Rovněž byly pozorovány dislokace přesekávající γ' precipitáty. Obr. 4.14b dokumentuje dislokační strukturu v oblasti hrubých precipitátů stejného zrna. Dislokační hustota v kanálech matrice je výrazně vyšší, než je tomu v oblasti kubických γ' precipitátů, což je zapříčiněno výraznou povrchovou členitostí hrubých precipitátů. Dislokace jsou v hrubých γ' precipitátech přítomny pouze ojediněle, protože γ' precipitáty byly primárně obcházeny šplhem dislokací.



Obr. 4.14: Dislokační struktura po zkouškách izotermické únavy bez prodlev za teploty 900 °C (a) oblast kubických precipitátů, (b) oblast hrubých komplexně tvarovaných precipitátů.



Obr. 4.15: Lokalizace plastické deformace do PSP (ε_a = 0,5 %, ε_{ap} = 0,104 %); TEM.



Obr. 4.16: Dislokační struktura po zkouškách izotermické únavy s prodlevami za teploty 900 °C - oblast kubických γ' ε_a = 0,25 % ε_{ap} = 0,0797 %.

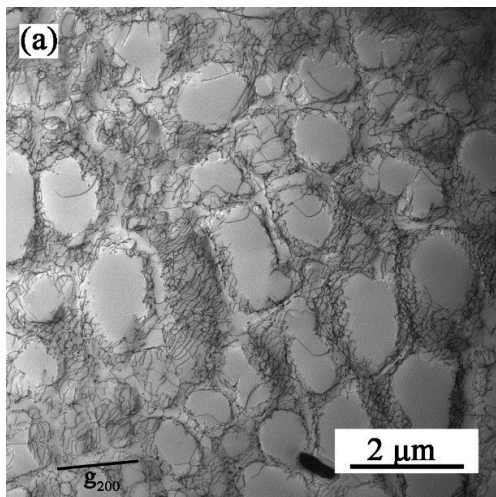
se stávají více komplikovanými. Obr. 4.17 ukazuje výraznou lokalizaci cyklické plastické deformace do kanálů matrice a to i v případě zkušební tyče, která byla zatěžována v oblasti nízkých amplitud celkové deformace (ε_{amech} = 0,17 %, ε_{ap} = 0,0007 %). Cyklování v oblasti vysokých amplitud vedlo k výraznému nárůstu

Po zkouškách izotermické únavy bez prodlev bylo možné výjimečně pozorovat lokalizaci plastické deformace do persistentních skluzových pásů, které protínaly γ matrici i γ' precipitáty (obr. 4.15). Hustota dislokací je v pásech poměrně vysoká a dislokace jsou uspořádány podél skluzové roviny (111).

TEM snímek 4.16 byl pořízen z fólie zkušební tyče cyklované s prodlevami.

Amplituda plastické deformace byla ve srovnání s izotermickými zkouškami bez prodlev při srovnatelné amplitudě celkové deformace několikanásobně vyšší. I tak ale nebyla dislokační hustota v materiálu výrazně vyšší. TEM snímky ukazují relativně homogenní dislokační substrukturu s nízkou dislokační hustotou. Tvorba vrstevných chyb, které jsou typické pro izotermické zkoušky bez prodlev v oblasti nízkých amplitud, je zcela potlačena. Dislokace jsou přítomny výlučně v kanálech γ matrice a při svém pohybu obcházejí γ' precipitáty a v samotných γ' precipitátech jsou přítomny pouze ojediněle.

V případě termomechanické únavy, kdy teplota v čase není konstantní, se mohou uplatňovat jak vysokoteplotní, tak nízkoteplotní mechanismy deformace a dislokační struktury

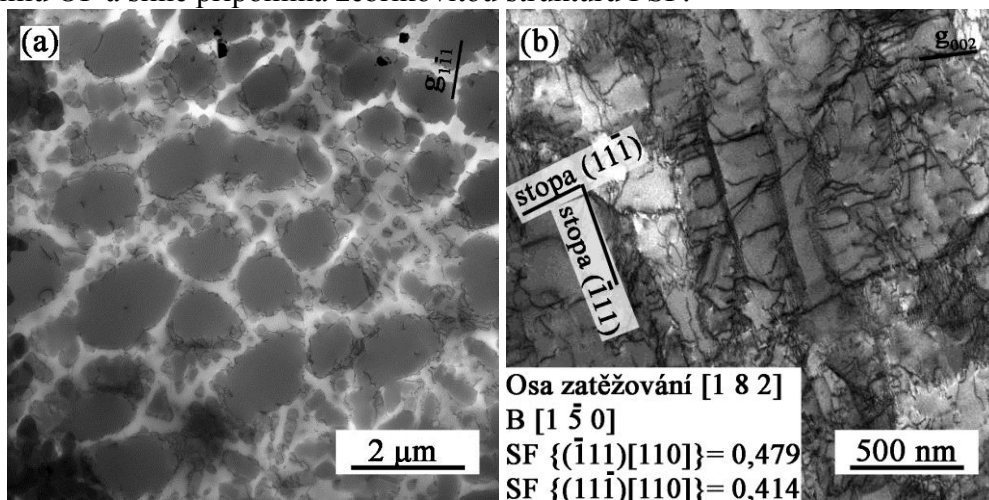


Obr. 4.17: Dislokační struktura po zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu IP

dislokační hustoty. Dislokace se již nesoustřeďují pouze do snadno deformovatelných oblastí γ matrice, ale jsou přítomny i v γ' precipitátech a vytváří složitě propletené struktury.

Obr. 4.18 dokumentuje dislokační strukturu po zkouškách termomechanické únavy v režimu OP. Lze pozorovat výrazné rozdíly v dislokační hustotě v závislosti na zvolené amplitudě mechanické deformace. I přes téměř o řád vyšší hodnotu plastické deformace je dislokační hustota v režimu OP v oblasti nízkých amplitud mechanické deformace výrazně nižší, než je tomu v případě cyklování v režimu IP. Přítomné dislokace jsou ukotveny v zálivech hrubých precipitátů. Zvýšení amplitudy mechanické deformace mělo za následek výrazný nárůst

počtu dislokací. Na obr. 4.18b je možné sledovat lokalizaci cyklické plastické deformace do krátkých dislokačních pásů. Detailní TEM analýzou tohoto místa bylo zjištěno, že lokalizace plastické deformace do pásu je uskutečněna podél roviny $(\bar{1}11)$. Tyto pásy jsou navíc překříženy hranovými dislokacemi s Burgersovým vektorem $\mathbf{b}$ $[110]$ na rovině $(11\bar{1})$. Tato struktura byla pozorována pouze v případě cyklování v režimu OP a silně připomíná žebříkovitou strukturu PSP.



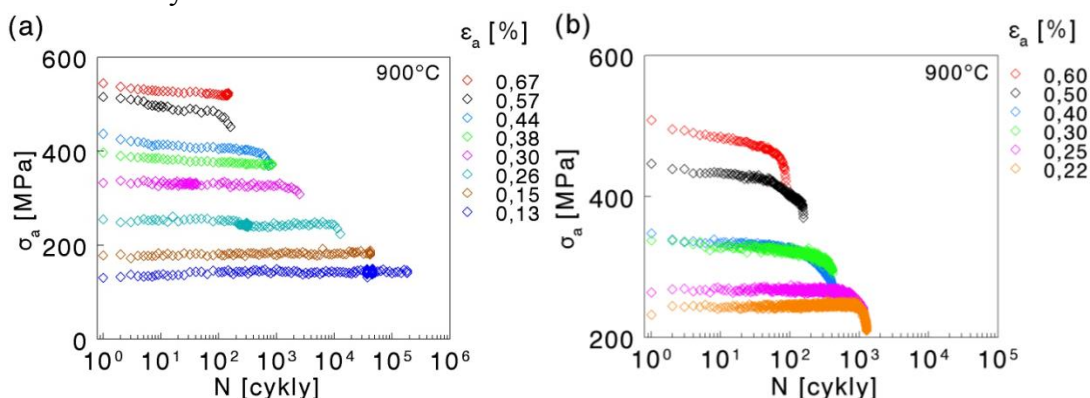
Obr. 4.18: Dislokační struktura po zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu OP (a) oblast hrubých precipitátů ($\epsilon_{amech} = 0,19 \%$, $\epsilon_{ap} = 0,0043 \%$), (b) hustá dislokační síť s náznaky lokalizace ($\epsilon_{amech} = 0,5 \%$, $\epsilon_{ap} = 0,0919 \%$).

4.3. Izotermická a termomechanická únava povlakované superslitiny MAR-M247

4.3.1. Křivky zpevnění/změkčení

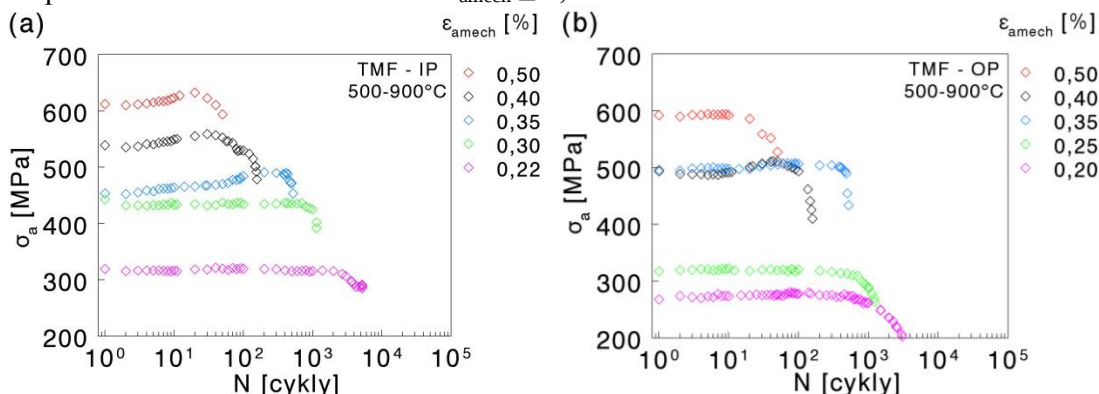
Oba režimy zatěžování za konstantní teploty jsou typické podobným charakterem napětíové odezvy na vnější zatížení (obr. 4.19). U cyklování s amplitudou celkové deformace $\epsilon_a \geq 0,26 \%$ je pozorováno cyklické změkčení materiálu v celém rozsahu únavového života. Výraznější změkčení nastává v případě cyklování s prodlevami, kdy pro amplitudu celkové deformace $\epsilon_a \leq 0,5 \%$ je pokles amplitudy napětí 35 MPa. Stabilní napětíové chování materiálu na cyklické zatěžování je typické pro zkoušky provedené s amplitudou celkové deformace $\epsilon_a \leq 0,25 \%$, kdy nedochází ani v počáteční

fázi ke změkčení či zpevnění superslitiny MAR-M247. Ke konci únavového života je možné sledovat poměrně dramatický pokles amplitudy napětí, který je spojen s šířením únavové trhliny.



Obr. 4.19: Křivky cyklického zpevnění/změkčení nepovlakované superslitiny MAR-M247 při zkouškách izotermické únavy za teploty 900 °C (a) bez prodlev, (b) s prodlevami.

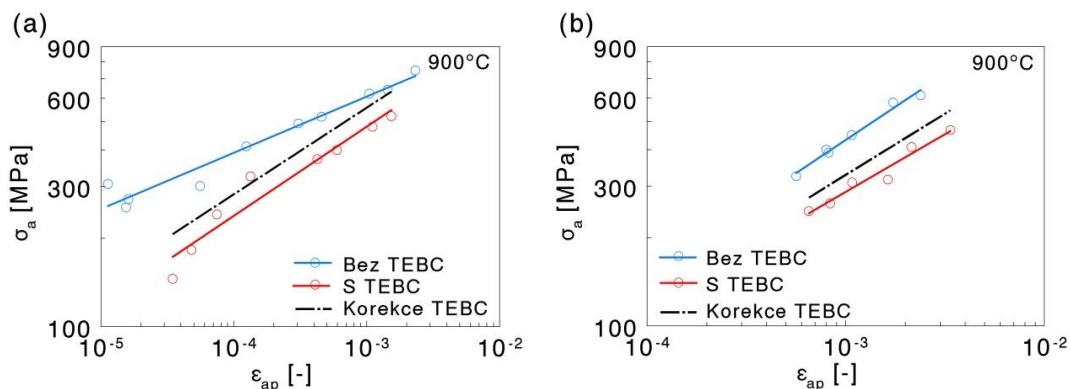
Charakter křivek cyklického zpevnění/změkčení povlakované superslitiny MAR-M247 v režimech IP a OP korespondují s trendem, který je možné sledovat u nepovlakované superslitiny a jsou pro povlakovanou superslitinu prezentovány na obr. 4.20. Zatěžování s amplitudou mechanické deformace $\varepsilon_{amech} \geq 0,35$ % v režimu IP vede k cyklickému zpevnění v majoritní části únavového života a je následně vystřídán cyklickým změkčením, které je v přímé relaci s šířením únavové trhliny. Snížení amplitudy mechanické deformace pod hodnotu 0,35 % vede ke stabilní napěťové odezvě materiálu (obr. 4.20a). Po počáteční stabilní odezvě (přibližně 10 cyklů) je možné pozorovat mírné cyklické zpevnění povlakované superslitiny MAR-M247 i v OP režimu zatěžování (obr. 4.20b). Stabilní napěťovou odezvu materiálu na vnější zatížení je možné sledovat během cyklování s amplitudou mechanické deformace $\varepsilon_{amech} \leq 0,25$ %.



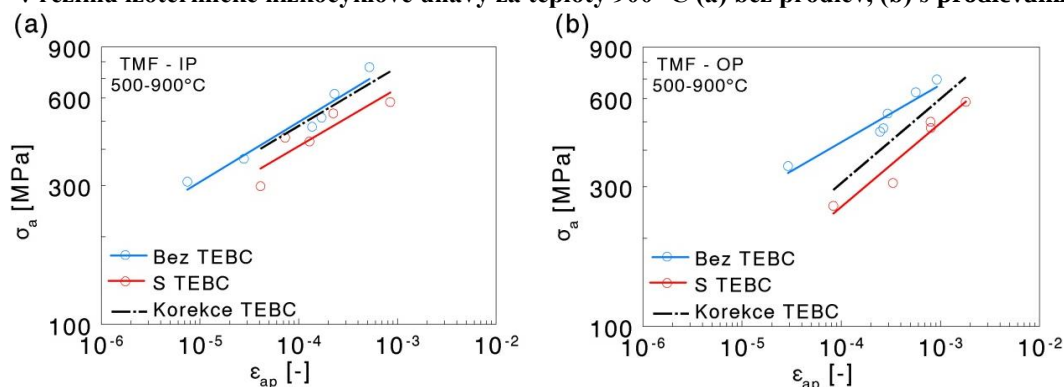
Obr. 4.20: křivky cyklického zpevnění/změkčení povlakované superslitiny MAR-M247 při zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu (a) IP, (b) OP.

4.3.2. Cyklická deformační křivka

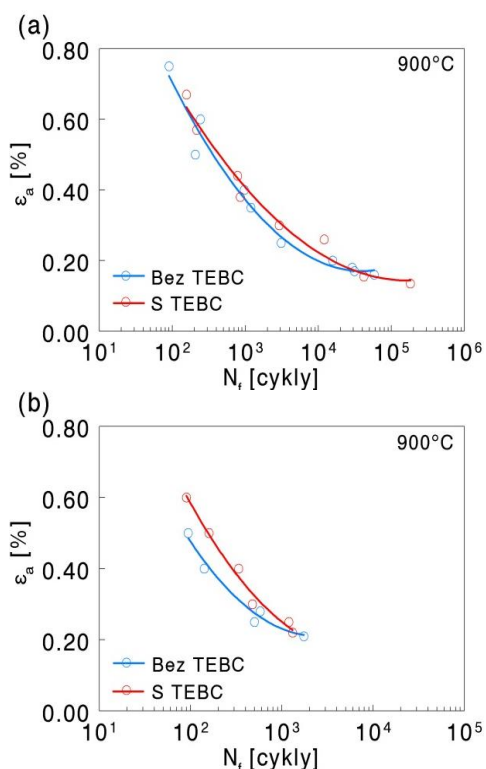
Výsledné křivky pro jednotlivé typy zatěžování jsou z důvodu lepší přehlednosti vyneseny separátně a jsou porovnány s cyklickou deformační křivkou nepovlakovaného materiálu. Ve všech případech měla aplikace TEBC povlaku stejný účinek, a to posunutí cyklické deformační křivky k nižším hodnotám amplitudy napětí v porovnání s nepovlakovaným materiálem. Významný posun k nižším hodnotám amplitudy napětí lze přisuzovat absenci mechanických vlastností keramického povlaku. Z tohoto důvodu byla provedena korekce, kdy za nosný materiál byl považován pouze substrát a vazebný povlak. Korekce je v grafech 4.21 a 4.22 vynesena černou čerchovanou čarou.



Obr. 4.21: Cyklické deformační křivky povlakované superslitiny MAR-M247 zatěžované v režimu izotermické nízkocyklové únavy za teploty 900 °C (a) bez prodlev, (b) s prodlevami.



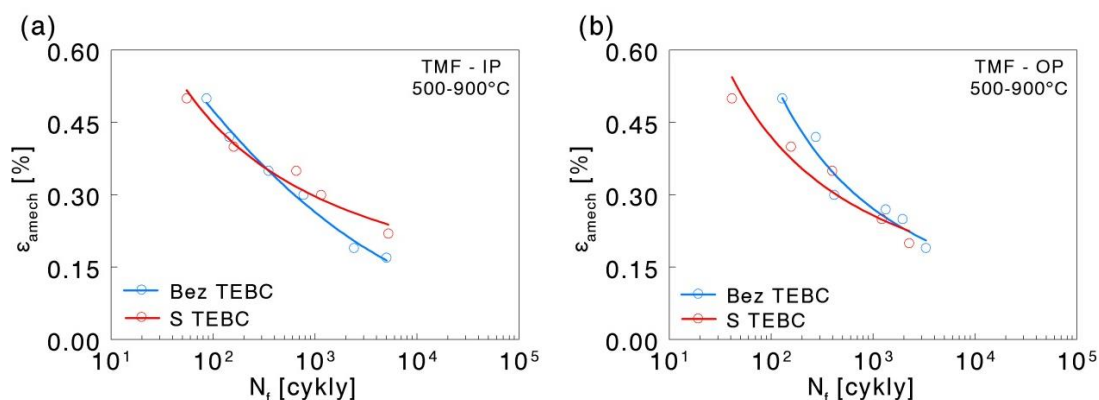
Obr. 4.22: Cyklické deformační křivky povlakované superslitiny MAR-M247 získané ze zkoušek termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu (a) IP, (b) OP.



Obr. 4.23: Křivky únavové životnosti povlakované superslitiny MAR-M247 v reprezentaci celkové deformace vs. N_f pro izotermické únavové zkoušky za teploty 900 °C v režimu (a) bez prodlev (b) s prodlevami.

4.3.3. Křivky životnosti

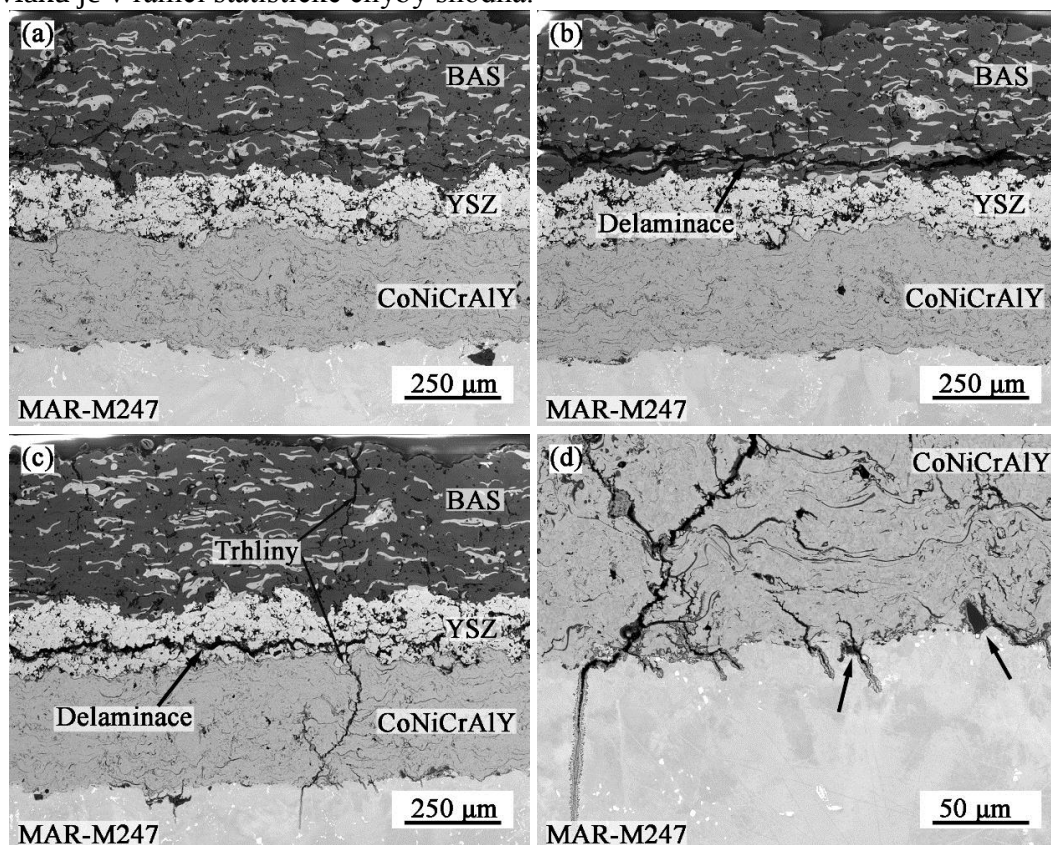
Křivky životnosti materiálu v reprezentaci amplitudy celkové deformace na počtu cyklů do lomu jsou uvedeny na obr. 4.23 a 4.24. Diagram na obr. 4.23a ukazuje mírný nárůst únavového života v případě izotermických zkoušek bez prodlev. Poněkud markantnější pozitivní efekt v celém rozsahu sledovaných amplitud má vrstva v případě cyklování s prodlevami (obr. 4.23b), kdy je únavová životnost pro nejvyšší amplitudy deformace až dvojnásobná, ale s poklesem amplitudy deformace je pozitivní vliv TEBC povlaku postupně redukován. Na základě obr. 4.24b lze konstatovat, že cyklování povlakované slitiny v režimu OP vede k výraznému zkrácení únavového života v oblasti vysokých amplitud mechanické deformace. Křivky nepovlakovaného a povlakovaného materiálu se protínají přibližně v 2100 cyklu. V režimu IP je situace podobná (obr. 4.24a). Mírné zhoršení únavového života je patrné pro oblast vysokých amplitud mechanické deformace. Křížení křivek životnosti ovšem nastává dříve, a to v $N = 386$. Dále již převládá pozitivní efekt TEBC na únavovou životnost.



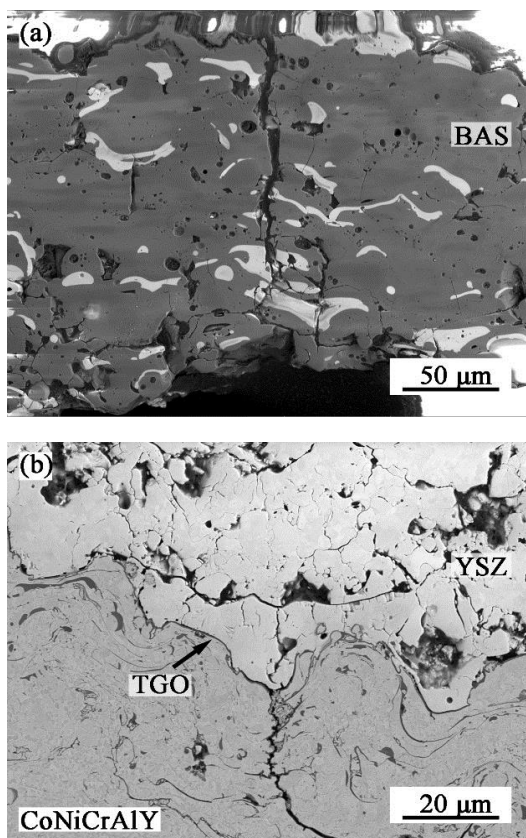
Obr. 4.24: Křivky únavové životnosti povlakované superslitiny MAR-M247 v reprezentaci celkové deformace vs. N_f pro termomechanické únavové zkoušky v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu (a) IP (b) OP.

4.3.4. SEM pozorování

Na obrázcích 4.25 až 4.30 pořízených v BSE zobrazovacím módu je ukázána mikrostruktura obou typů TEBC povlaků v podélných řezech zkušebních tyčí po zkouškách izotermické a termomechanické únavy. Mikrostruktura TEBC po únavových zkouškách se z hlediska chemického a strukturního složení neliší od výchozího stavu povlaku a je tvořena typickou splatovou morfologií. Plošná porozita jednotlivých vrstev povlaku je v rámci statistické chyby shodná.



Obr. 4.25: Mikrostruktura TEBC povlaku po zkouškách izotermické únavy bez prodlev za teploty 900 °C – $\epsilon_a = 0,30$ % (a) kompaktní oblast s kapilárními trhlinami ve svrchní vrstvě povlaku a náznakem delaminace, (b) delaminace svrchní vrstvy povlaku, (c) delaminace YSZ mezivrstvy, (d) detail spojení trhlín v BC a šíření únavových trhlín.



Obr. 4.26: Příklady iniciace únavových trhlin po zkouškách izotermické únavy bez prodlev za teploty 900 °C (a) povrchová nukleace trhlin v TEBC povlaku, (b) podpovrchová nukleace na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY.

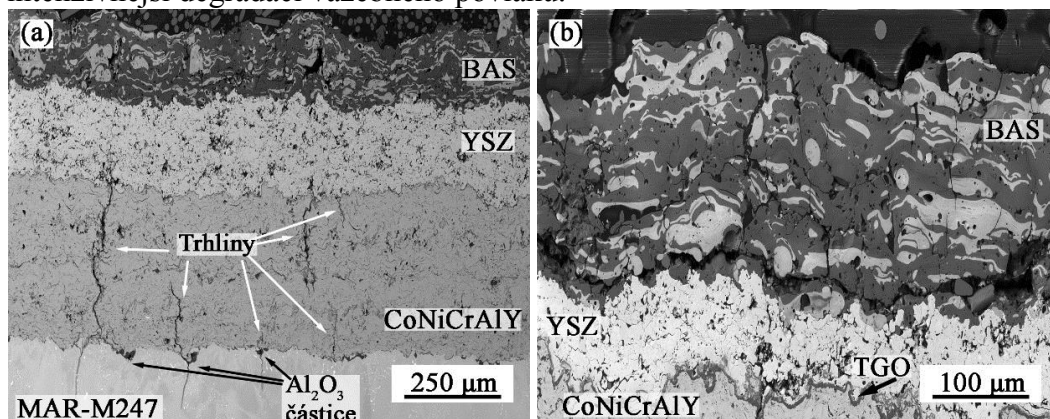
trhliny ve vazebném povlaku a následná penetrace trhliny do substrátu je ukázán na obr. 4.25d. Dvě původně separátní trhliny, které spolu svírají úhel přibližně 60°, se ve vzdálenosti 50 µm od rozhraní se substrátem spojují v jednu. Na rozhraní se substrátem se trhlina šíří necelých 10 µm po rozhraní a následně proniká do substrátu niklové superslitiny MAR-M247, kde se šíří opět kolmo k ose zatěžování. Černé šipky na obr. 4.25d označují možná místa iniciace únavových trhlin na rozhraní vazebného povlaku a superslitiny MAR-M247 v místě, kde jsou ukotveny reliktní Al_2O_3 částice po tryskání.

Četnými místy iniciace únavových trhlin je povrch. Toto tvrzení platí jak pro materiály kovové, tak i pro keramické, jak je možné vidět z obr. 4.26a. Trhlina vzniklá v důsledku cyklického namáhání je orientována kolmo na osu zatěžování a šíří se nezávisle na jednotlivých splatech a jejich hranicích. V případě cyklování za zvýšených teplot dochází k degradaci rozhraní s vazebným povlakem, kde tento podléhá oxidaci a vytváří vrstvu tepelně aktivovaných křehkých oxidů, které vnášejí do materiálu silná pnutí, jež mohou na vhodných místech akcelarovat iniciaci únavových trhlin, jak je vidět z obr. 4.26b.

Proces porušování TEBC povlaku během zkoušek izotermické únavy s prodlevami není nepodobný tomu bez prodlev. Na obr. 4.27a je možné vidět kompaktní oblast TEBC povlaku s řadou únavových trhlin, které byly přítomny ve vazebném povlaku (bílé šipky). Místa označená černými šipkami označují místa iniciace únavových trhlin na rozhraní se superslitinou MAR-M247 opět v blízkosti částic Al_2O_3 nebo přímo na ukotvených Al_2O_3 částicích. Tento způsob iniciace je mnohem častější u zkoušek s prodlevami než u zkoušek provedených bez prodlev. K delaminaci jedné

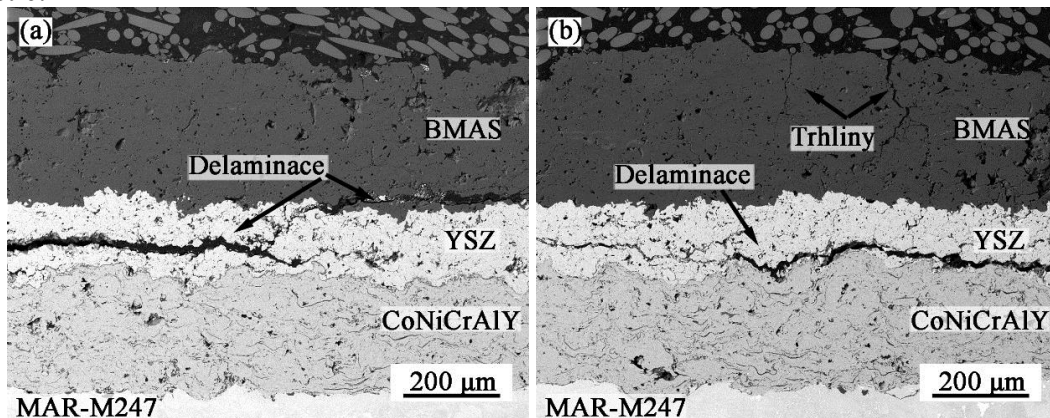
Na obr. 4.25 je ukázána variabilita poškození TEBC povlaku během zkoušek nízkocyklové únavy bez prodlev. Snímek 7.25a dokumentuje relativně kompaktní oblast povlaku, kde CoNiCrAlY vazebný povlak a YSZ mezivrstva TEBC povlaku jsou bez známek porušení. Ve svrchní vrstvě je možné pozorovat poměrně malou četnost trhlin kolmých na osu zatěžování a jisté náznaky počínající delaminace přibližně v třetině tloušťky povlaku. Na obr. 4.25b je ukázáno místo vzdálené přibližně 1 mm od magistrální trhliny. V tomto místě byl povlak porušen delaminací ve svrchní vrstvě povlaku. Ve vzdálenosti přibližně 200 µm od magistrální trhliny docházelo k delaminaci povlaku v YSZ vrstvě blízko rozhraní s vazebným CoNiCrAlY povlakem (obr. 4.25c). Delaminace TEBC povlaku, ať už svrchní BAS vrstvy nebo YSZ vrstvy, se jeví spíše jako důsledek finálního dolomu než únavového poškození. Na snímku 4.25c jsou patrné únavové trhliny, jež iniciovaly z povrchu povlaku a které se v keramické vrstvě povlaku šíří přibližně kolmo na osu zatěžování a v místě rozhraní s metalickým vazebným povlakem se mírně odklánějí od původního směru. Detailní pohled na šíření

z keramických vrstev povlaku opět dochází v blízkosti magistrálních trhlin. Obr. 4.27b ilustruje delaminaci BAS povlaku přibližně 300 μm od únavové trhliny. Blíže magistrální trhlíně došlo k úplné delaminaci a svrchní vrstva TEBC povlaku chyběla úplně. Svrchní vrstva povlaku je poměrně více poškozena, než tomu bylo v případě cyklování bez prodlev (4.26a). Delší doba vysokoteplotní expozice přispívá i k intenzivnější degradaci vazebného povlaku.

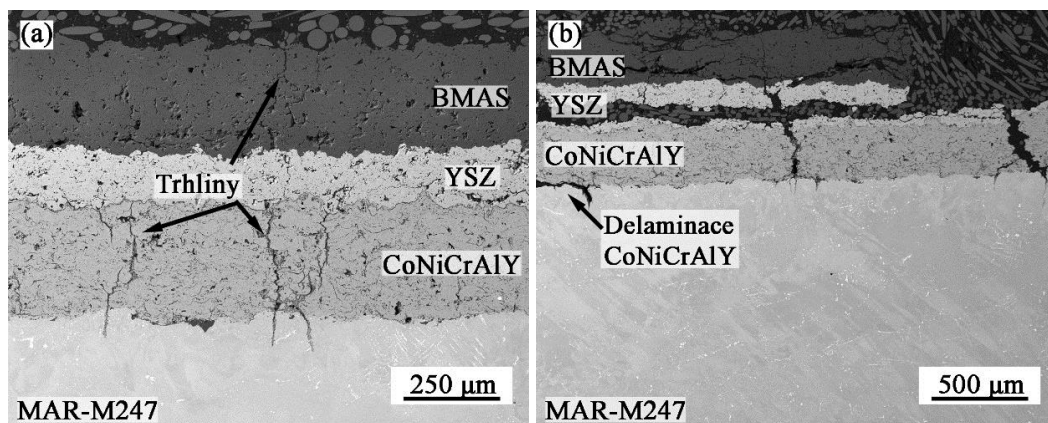


Obr. 4.27: Mikrostruktura TEBC povlaku po zkouškách izotermické únavy s prodlevami za teploty 900 °C – $\varepsilon_a = 0,30 \%$ (a) přehledový snímek s řadou trhlin v CoNiCrAlY vazebném povlaku, (b) detail trhlin v svrchní vrstvě povlaku

Poškození TEBC povlaku během zkoušek termomechanické únavy mělo řadu společných rysů s degradací TEBC povlaku během izotermických únavových zkoušek. Typickou delaminaci v blízkosti rozhraní BMAS/YSZ nebo YSZ/CoNiCrAlY bylo možné pozorovat nezávisle na módu termomechanické únavy (obr. 4.28 a 4.29). Obr. 4.28a ukazuje delaminaci obou keramických vrstev povlaku a jejich šikmé spojení trhlínou napříč YSZ povlakem. Mírně vyšší pórovitost BMAS povlaku umožňuje trhlínám větší volnost ve směru šíření a využívat tak oslabená místa a měnit směr šíření (obr. 4.28b). I přesto je směr šíření většiny trhlin v povlaku převážně kolmý na osu zatěžování. I přes velkou amplitudu mechanické deformace byly trhliny v TEBC povlaku po zkouškách termomechanické únavy v režimu IP poměrně ojedinělou záležitostí. Trhliny, které nukleovaly na povrchu, byly často zastaveny na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY a jen sporadicky pronikaly do vazebného povlaku nebo přímo do substrátu. Toto ovšem neplatí v případě cyklování v režimu OP. Trhliny v TEBC povlaku byly mnohem četnější a rovněž delaminace povlaku se projevila v daleko větším rozsahu (obr. 4.29). Inicie únavových trhlin se odehrávala především na rozhraní YSZ/CoNiCrAlY nebo v samotném substrátu v blízkosti Al_2O_3 tryskacích částic.

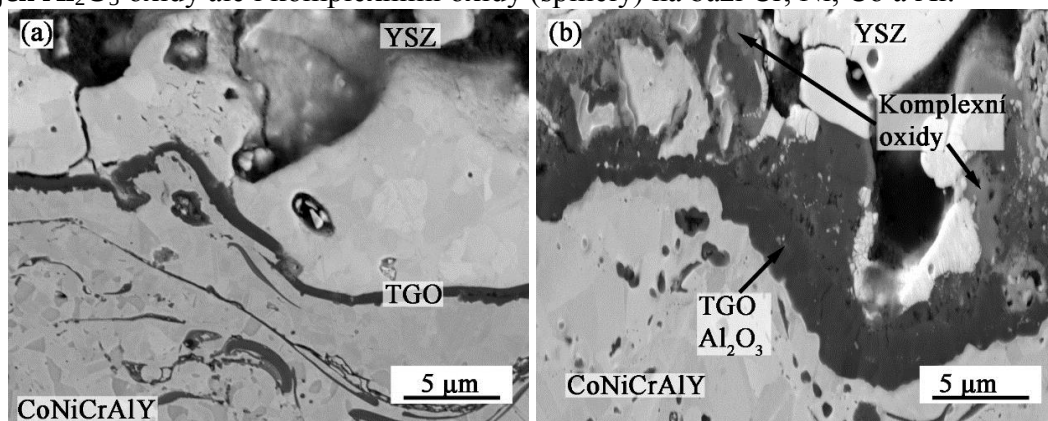


Obr. 4.28: Mikrostruktura TEBC povlaku po zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu IP (a) $\varepsilon_{amech} = 0,22 \%$ (b) $\varepsilon_a = 0,45 \%$.



Obr. 4.29: Mikrostruktura TEBC povlaku po zkouškách termomechanické únavy v teplotním intervalu 500 – 900 °C v režimu OP (a) $\varepsilon_{amech} = 0,20 \%$ (b) $\varepsilon_a = 0,35 \%$.

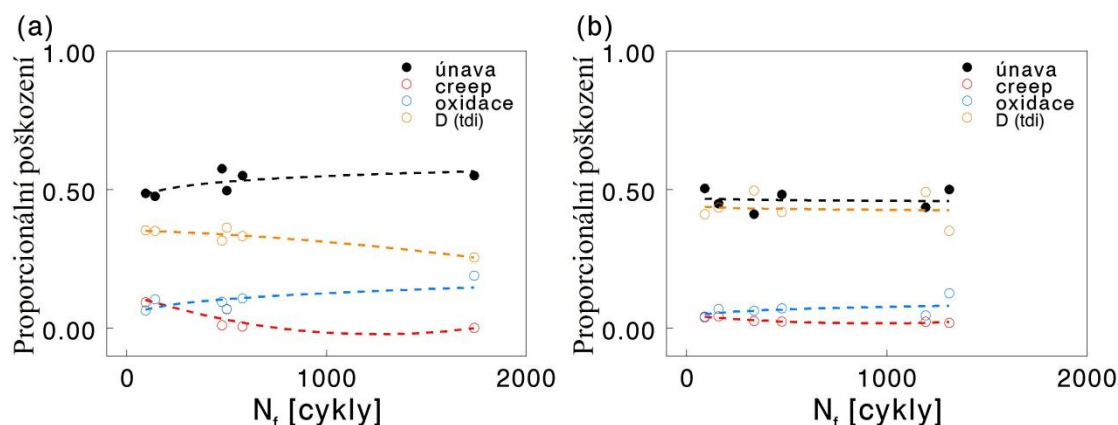
Během vysokoteplotních únavových zkoušek dochází následkem pronikání kyslíku skrze keramický povlak k postupné oxidaci kovového vazebného povlaku. Detail rozhraní vazebného CoNiCrAlY povlaku a YSZ mezivrstvy po izotermických únavových testech s různou dobou vysokoteplotní expozice je ukázán na obr. 4.30. Tloušťka oxidického filmu je úměrná době expozice. Průměrná tloušťka pro nejkratší (přibližně 2 hodiny na teplotě 900 °C) a nejdelší (přibližně 250 hodiny na teplotě 900 °C) izotermické zkoušky byla 0,34 µm respektive 4,61 µm. Tmavá oxidická vrstva na bázi Al_2O_3 (TGO) se nevytváří pouze na rozhraní vazebného povlaku s YSZ keramickou vrstvou, ale také uvnitř samotného vazebného povlaku na rozhraní jednotlivých splatek a/nebo v blízkosti defektů, jako jsou např. póry nebo jiné strukturní nehomogenity. Na metalografickém výbrusu zkušební tyče zatěžované v režimu s prodlevami s $\varepsilon_a = 0,22 \%$ (obr. 4.30b) byla vytvořena souvislá vrstva TGO tvořená nejen Al_2O_3 oxidy ale i komplexními oxidy (spinely) na bázi Cr, Ni, Co a Al.



Obr. 4.30: Vrstva tepelně aktivovaných oxidů po zkouškách izotermické únavy za teploty 900 °C (a) bez prodlev $\varepsilon_a = 0,15 \%$, doba expozice přibližně 35 hodin, (b) s prodlevami $\varepsilon_a = 0,22 \%$, doba expozice přibližně 250 hodin.

4.3.5. Analýza poškození

Synergické působení několika degradačních mechanismů během cyklického namáhání s vloženými prodlevami za zvýšených teplot lze rozdělit na jednotlivé složky poškození, jmenovitě na složku únavovou, creepovou a interakční složku a stanovit jejich podíl na celkovém poškození. Obr. 4.31 ukazuje výsledky analýzy poškození po zkouškách izotermické únavy s prodlevami v reprezentaci proporcionálního poškození na počtu cyklů do lomu N_f . Je uvažováno, že tok vakancí a substitučních atomů je reverzibilní a tvorba kavit může být v případě symetrického zatěžování s prodlevami potlačena a creepová složka je tak téměř zanedbatelná a největší podíl na poškození má únava materiálu, oxidace a jejich interakce.



Obr. 4.31: Analýza poškození po zkouškách izotermické únavy s prodlevami za teploty 900 °C (a) nepovlakovaná superslitina MAR-M247, (b) povlakovaná superslitina MAR-M247.

5. Závěry

• Mikrostruktura

- MAR-M247 – Niklová superslitina byla tvořena hrubými dendritickými zrny s průměrnou velikostí 2,1 mm. Navzdory izostatickému lisování za tepla, kdy bylo dosaženo výrazného snížení licích defektů, byly ve zkušebních tělesech nalezeny licí defekty s velikostí do 200 μm . Podél hranic dendritických zrn a také v mezidendritických prostorech byly přítomny karbidy. Mikrostruktura materiálu byla tvořena maticí γ a zpevňujícími precipitáty γ' . Morfologie a velikost γ' precipitátů je trojího druhu. Okraje dendritických větví jsou lemovány oblastmi s hrubými γ' precipitáty s velikostí v jednotkách μm a jasně ohraničují oblasti s kubickými γ' precipitáty s průměrnou délkou hrany 460 nm. V řečišti γ matrice byly dispergovány jemné sférické γ' precipitáty s velikostí přibližně 50 nm.
- TEBC povlaky – Na zkušební tyče byly deponovány a následně otestovány 2 typy TEBC povlaku. Pro zkoušky izotermické nízkocyklové únavy byl zvolen systém tvořený vazebným CoNiCrAlY povlakem, na který byly následně naneseny dvě vrstvy keramického povlaku. První vrstva povlaku byla YSZ. Svrchní vrstvu keramického povlaku tvořila experimentální směs mullitu ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$) a hexacelsianu ($\text{BaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$). Pro zkoušky termomechanické únavy byl svrchní keramický povlak tvořen směsí mullitu ($\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13}$), spinelu (MgAl_2O_4) a BaCO_3 . Mikrostruktura po APS depozici vykazuje typickou splatovou morfologii.

- **Křivky zpevnění/změkčení** – Zkoušky izotermické únavy s prodlevami povlakovaného i nepovlakovaného materiálu ukazují cyklické změkčení v celém rozsahu testovaných amplitud celkové deformace. U zkoušek bez prodlev bylo cyklické změkčení pozorováno pouze v oblasti vysokých a středních amplitud celkové deformace a v oblasti nízkých amplitud byla pozorována stabilní napěťová odezva superslitiny MAR-M247. Oba režimy termomechanické únavy byly charakteristické cyklickým zpevněním pro vysoké a střední hodnoty amplitud celkové deformace a stabilní napěťovou odezvou pro nízké hodnoty amplitud celkové deformace.
- **Cyklické deformační křivky** – V závislosti na typu zatěžování byla cyklická deformační křivka nepovlakované superslitiny posunuta v relaci ke křivce reprezentující data z izotermických zkoušek bez prodlev k vyšším (zkoušky s prodlevou) případně nižším (termomechanické zkoušky) hodnotám amplitud plastické deformace. Aplikace TEBC povlaku vedla vždy k posunu cyklické deformační křivky k vyšším hodnotám amplitud plastické deformace a nižším hodnotám amplitud napětí.

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

- **Degradační mechanismy**

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

7. Seznam literatury

- [1] KRÄMER, S., J. YANG, C. G. LEVI a C. A. JOHNSON. Thermochemical Interaction of Thermal Barrier Coatings with Molten CaO–MgO–Al₂O₃–SiO₂ (CMAS) Deposits. *Journal of the American Ceramic Society*. 2006, vol. 89, no. 10, pp. 3167–3175. ISSN 1551-2916.
- [2] GRANT, K. M., S. KRÄMER, J. P. A. LÖFVANDER a C. G. LEVI. CMAS degradation of environmental barrier coatings. *Surface and Coatings Technology*. 2007, vol. 202, no. 4, pp. 653–657. ISSN 0257-8972.
- [3] SCHULZ, U. a W. BRAUE. Degradation of La₂Zr₂O₇ and other novel EB-PVD thermal barrier coatings by CMAS (CaO–MgO–Al₂O₃–SiO₂) and volcanic ash deposits. *Surface and Coatings Technology*. 2013, vol. 235, pp. 165–173. ISSN 0257-8972.
- [4] PENG, H., L. WANG, L. GUO, W. MIAO, H. GUO a S. GONG. Degradation of EB-PVD thermal barrier coatings caused by CMAS deposits. *Progress in Natural Science: Materials International*. 2012, vol. 22, no. 5, pp. 461–467. ISSN 1002-0071.
- [5] AYGUN, A., A. L. VASILIEV, N. P. PADTURE a X. MA. Novel thermal barrier coatings that are resistant to high-temperature attack by glassy deposits. *Acta Materialia*. 2007, vol. 55, no. 20, pp. 6734–6745. ISSN 1359-6454.
- [6] SENTURK, B. S., H. F. GARCES, A. L. ORTIZ, G. DWIVEDI, S. SAMPATH a N. P. PADTURE. CMAS-resistant plasma sprayed thermal barrier coatings based on Y₂O₃-Stabilized ZrO₂ with Al₃⁺ and Ti₄⁺ solute additions. *Journal of Thermal Spray Technology*. 2014, vol. 23, no. 4, pp. 708–715. ISSN 1544-1016.
- [7] DREXLER, J. M., K. SHINODA, A. L. ORTIZ, D. LI, A. L. VASILIEV, A. D. GLEDHILL, S. SAMPATH a N. P. PADTURE. Air-plasma-sprayed thermal barrier coatings that are resistant to high-temperature attack by glassy deposits. *Acta Materialia*. 2010, vol. 58, no. 20, pp. 6835–6844. ISSN 1359-6454.
- [8] DREXLER, J. M., CH. CHEN, A. D. GLEDHILL, K. SHINODA, S. SAMPATH a N. P. PADTURE. Plasma sprayed gadolinium zirconate thermal barrier coatings that are resistant to damage by molten Ca–Mg–Al–silicate glass. *Surface and Coatings Technology*. 2012, vol 206, no. 19, pp. 3911–3916. ISSN 0257-8972.
- [9] University of Virginia. *Wadley Research Group - UVA* [online]. 2013 [cit. 15.5.2016]. Dostupné z: <http://www.virginia.edu/ms/research/wadley/high-temp.html>
- [10] WAKI, H. a A. KOBAYASHI. Influence of the mechanical properties of CoNiCrAlY undercoating on the high temperature fatigue life of YSZ thermal-barrier-coating system. *Vacuum*. 2008, vol. 83, no. 1, pp. 171–174. ISSN 0042-207X.
- [11] HUTAŘOVÁ, S., K. OBRTLÍK, M. JULIŠ, L. ČELKO, M. HRČKOVÁ a T. PODRÁBSKÝ. Degradation of TBC coating during low-cycle fatigue tests at high temperature. *Key Engineering Materials*. 2014, vols 592–593, pp. 461–464. ISSN 1013-9826.
- [12] ŠULÁK, I., K. OBRTLÍK a L. ČELKO. High Temperature Low Cycle Fatigue Characteristics of Grit Blasted Polycrystalline Ni-Base Superalloy. *Key Engineering Materials*. 2016, vol. 665, pp. 73–76. ISSN 1662-9795.
- [13] HÄHNER, P., E. AFFELDT, T. BECK, H. KLINGELHÖFFER, M. LOVEDAY a C. RINALDI. Validated Code-of-Practice for Strain-Controlled Thermo-Mechanical Fatigue Testing. Luxembourg: Office for Official Publications of the European Communities, 2006. 43 p. ISBN 92-79-02216-4.

CURRICULUM VITAE

Jméno: Ivo Šulák

e-mail: sulak@ipm.cz

ResearcherID: V-3290-2017

Vzdělání:

- Od 2013 „*Termomechanická a izotermická únava povrchově upravené niklové superslitiny*“
Vysoké učení technické Brno, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství a Ústav fyziky materiálů, Akademie věd České Republiky.
- 2011-2013
Ing. „*Účinek AlCr vrstvy na únavové vlastnosti niklové superslitiny IN 713LC za teploty 800 °C*“
Vysoké učení technické Brno, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství.
- 2008-2011
Bc. „*Vliv Al a Al-Si vrstvy na únavové vlastnosti niklové superslitiny IN713LC za teploty 800 °C*“
Vysoké učení technické Brno, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství.

Pracovní zkušenosti:

- Od 2013 Ústav fyziky materiálu, AVČR, v.v.i., Žitkova 22, 616 62, Brno.
Skupina nízkocyklové únavy

Stáže:

- 2018: 6 měsíční zahraniční stáž na Oxford University, Department of Material Science, Materials for fusion and fission power, Oxford, Velká Británie, Zahraniční školitel prof. T. J. Marrow, Ph.D

Schopnosti a zkušenosti:

- AFM – Accurex IIL (Topometrix)
- CPEM – Tescan LYRA 3 XMU + AFM nenovision;
- SEM/FIB – Tescan LYRA 3 XMU FEG/SEMxFIB; ZEISS Merlin, ZEISS Auriga
- TEM – Philips CM12 STEM; JEOL JEM-2100F;
- Nano-tomografie – ZEISS XRADIA 810 ULTRA XCT
- Synchrotron – Beamline 11 – Diamond lightsource
- Servohydraulické zkušební stroje MTS

Presentace na 19 mezinárodních konferencích z nichž nejvýznamnější jsou:

- ICSMA-17 Brno, Česká republika, 2015
- RIPT 7 Limoges, Francie, 2015
- ICM 12 Karlsruhe, Německo, 2015
- MSMF8 Brno, Česká republika, 2016
- ICMFM 18 Gijon, Španělsko, 2016

- 27th Colloquium on Fatigue Mechanisms Víděň, Rakousko, 2016
- ICF 14 Rhodos, Řecko, 2017
- NT2F 17 Cancun, Mexiko, 2017
- Fatigue_2018 Poitiers, Francie, 2018
- ICMFM19 Porto, Portugalsko, 2018
- 29th Colloquium on Fatigue Mechanisms Brno, Česká republika, 2019
- MSMF9 Brno, Česká republika, 2019

Nejvýznamnější publikace:

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

ABSTRAKT

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

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

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

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

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

ABSTRACT

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

Two newly developed experimental coatings consisting of three successive layers have been developed for this work. The upper two layers are thermal insulating ceramic coatings, where two different uppermost coatings were deposited. The first uppermost layer of the coating is a mixture of mullite and hexacelsian in a ratio of 70/30 wt. %. The second upper most type of coating consists of $\text{Al}_6\text{Si}_2\text{O}_{13} + \text{MgAl}_2\text{O}_4 + \text{BaCO}_3$ in a ratio of 6:3:1 wt. %. The interlayer is made of the commercially utilized yttria-stabilized zirconia. The metallic CoNiCrAlY coating, which is directly deposited on the nickel-based superalloy MAR-M247, fulfils a compensatory function between the mechanical properties of the nickel superalloy and the ceramic coating. The thermal and environmental barrier system was deposited using air plasma spraying (APS) technology.

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

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

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