



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

SOUČASNÉ PŮSOBENÍ ÚNAVY A CREEPU U NI SUPERSLITIN A SLITINY TiAl

FATIGUE-CREEP INTERACTION IN NI SUPERALLOYS AND TiAl ALLOYS

DIZERTAČNÍ PRÁCE
DOCTORAL THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Ing. MIROSLAV ŠMÍD

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

doc. RNDr. KAREL OBRTLÍK, CSc.

BRNO 2013

Abstrakt: Cílem této doktorské práce bylo studium vlivu 10-ti minutových prodlev na chování a vlastnosti pokročilých vysokoteplotních materiálů při nízkocyklové únavě. Experimentální materiály použité v této práci jsou litá niklová superslitina IN792-5A a litá intermetalická slitina TiAl-7Nb. Únavové zkoušky byly provedeny v řízení deformace s konstantní amplitudou celkové deformace a rychlostí deformace. Superslitina IN792-5A byla podrobena cyklickému zatěžování bez prodlev a cyklickému zatěžování s tahovými nebo tlakovými prodlevami při teplotě 800 °C. Materiál TiAl-7Nb byl cyklicky zatěžován bez prodlev a také s tahovými prodlevami při teplotě 750 °C. Byly naměřeny křivky zpevnění/změkčení, cyklické deformační křivky, Mansonovy-Coffinovy křivky a Basquinovy křivky únavové životnosti. Během prodlev byl zaznamenáván průběh relaxace napětí. Během cyklování s prodlevami byl dokumentován vývoj středního napětí. Mikrostruktura obou slitin byla studována v SEM a TEM před zatěžováním a po cyklickém zatěžování. Pozorování povrchového reliéfu odhalilo lokalizaci cyklické plastické deformace stejně jako místa iniciace únavových trhlin. Šíření únavových trhlin bylo popsáno na základě pozorování lomových ploch a podélných řezů měrné délky. Dislokační struktury vzniklé v průběhu zatěžování byly studovány a popsány.

Klíčová slova: nízkocyklová únava, vysoké teploty, prodlevy, niklové superslitiny, TiAl slitiny, povrchový reliéf, dislokační struktury.

Abstract: The present doctoral thesis is focused on the effect of dwells on the low cycle fatigue behaviour of advanced high temperature materials. 10 minutes strain holds are introduced into the cyclic straining of cast Ni-based superalloy IN792-5A and cast intermetallic alloy TiAl-7Nb which were chosen as experimental material. Fatigue experiments were conducted in strain control mode with constant total strain amplitude and strain rate. IN792-5A was subjected to continuous cyclic loading test as well as fatigue tests either with tensile peak strain holds or compressive peak strain holds at temperature 800 °C. TiAl-7Nb was experimentally examined by continuous cyclic loading tests and also by fatigue test with tensile peak strain hold times at temperature 750 °C. Cyclic hardening/softening curves, cyclic stress-strain curves, Manson-Coffin curves and Basquin curves were obtained. Stress relaxation data were measured during hold times. Mean stress evolution was observed and documented. Microstructure of both alloys was observed in as-received state and also after cyclic loading by means of SEM and TEM. Surface relief investigation revealed cyclic plastic strain localisation as well as fatigue crack initiation sites. Fatigue crack propagation was described using fracture surface and longitudinal gauge section observations. Dislocation structures developed in the course of fatigue tests were studied and documented.

Keywords: low cycle fatigue, high temperatures, hold times, nickel superalloys, TiAl alloy, surface relief, dislocation structure.

Bibliografická citace práce

ŠMÍD, M. Současné spolupůsobení únavy a creepu u Ni superslitiny a slitiny TiAl. Brno: VUT Brno, Fakulta strojního inženýrství, 2012, 140 s. Vedoucí práce: Doc. RNDr. Karel Obrtlík, CSc.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem dizertační práci na téma: „Současné spolupůsobení únavy a creepu u Ni superslitiny a slitiny TiAl“ vypracoval samostatně pod vedením vedoucího práce Doc. RNDr. Karla Obrtlíka, CSc s použitím odborné literatury a pramenů, uvedených v seznamu, který je uveden na konci této práce.

V Brně dne 4.1.2013

.....
(podpis autora)

Rád bych touto cestou poděkoval svému vedoucímu práce Doc. RNDr. Karlu Obrtlíkovi, CSc. za jeho vedení, trpělivost, cenné rady a připomínky během celého doktorského studia. Můj vděk patří také prof. Mgr. Tomáši Krumlovi, CSc., Ing. Martinovi Petrenci, Ph.D., Ing. Jiřímu Manovi, Ph.D., prof. RNDr. Jaroslavu Polákovi, DrCs. a Ing. Ivu Kuběnovi, Ph.D. za četné a přínosné konzultace pro tuto práci.

Dále chci poděkovat svým rodičům za jejich podporu a toleranci během celého období vypracování této práce a to zejména v posledních měsících před odevzdáním.

Dizertační práce byla vypracována s podporou grantu GAČR P107/11/2065.

V Brně dne 4.1.2013

.....
(podpis autora)

OBSAH

OBSAH	7
--------------	----------

1. ÚVOD	13
----------------	-----------

2. SOUČASNÝ STAV ZNALOSTÍ	15
----------------------------------	-----------

2.1 NIKLOVÉ SUPERSLITINY	15
2.1.1. CHEMICKÉ SLOŽENÍ A VLIVY DOPROVODNÝCH PRVKŮ	16
2.1.1.1 Prvky rozpouštějící se v tuhém roztoku	16
2.1.1.2 Prvky tvořící precipitáty	16
2.1.1.3 Karbidotvorné prvky	17
2.1.1.4 Povrchové stabilizátory	17
2.1.1.5 Příměsové prvky	18
2.1.2. MIKROSTRUKTURA	18
2.1.2.1 Fáze γ	18
2.1.2.2 Fáze γ'	19
2.1.2.3 Fáze γ''	21
2.1.2.4 Karbidy	21
2.1.2.5 Boridy	21
2.1.2.6 Nežádoucí fáze	21
2.2 INTERMETALICKÁ SLITINA TiAl	21
2.2.1 CHEMICKÉ SLOŽENÍ A VLIVY TERNÁRNÍCH PRVKŮ	22
2.2.2 MIKROSTRUKTURA	23
2.2.3 DEFORMAČNÍ CHOVÁNÍ	25
2.3 ÚNAVOVÉ POŠKOZENÍ	26
2.3.1 ZMĚNY MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ	28
2.3.2 POPIS ZMĚN CYKlické PLASTICITY	28
2.3.3 VZNIK A VÝVOJ DISLOKAČNÍ STRUKTURY	30
2.3.4 VZNIK POVRCHOVÉHO RELIÉFU	31
2.3.5 INICIACE ÚNAVOVÝCH TRHLIN	31
2.3.6 ŠÍŘENÍ ÚNAVOVÝCH TRHLIN	32
2.3.7 KŘIVKY ÚNAVOVÉHO ŽIVOTA	33
2.3.8 VLIV VYSOKÝCH TEPLOT NA ÚNAVOVÉ ZATĚŽOVÁNÍ	34
2.3.9 ÚNAVA NIKLOVÝCH SUPERSLITIN	35
2.3.9.1 Cyklická odezva materiálu a vývoj dislokační struktury	36
2.3.9.2 Vývoj povrchového reliéfu	36
2.3.9.3 Šíření únavové trhliny	37
2.3.10 ÚNAVA INTERMETALICKÝCH SLITIN TiAl	37
2.3.10.1 Cyklické chování za pokojové teploty	37
2.3.10.2 Cyklické chování za vysokých teplot	38
2.3.10.3 Lokalizace cyklické plastické deformace	39
2.3.10.4 Šíření únavové trhliny	40
2.4 INTERAKCE ÚNAVA-CREEP	40
2.4.1 VLIV PRODLEV	42
2.4.2 DALŠÍ VLIVY	44
2.4.3 INTERAKCE ÚNAVA – CREEP U NIKLOVÝCH SUPERSLITIN	45
2.4.4 INTERAKCE ÚNAVA – CREEP U INTERMETALIKA TiAl	47

3. CÍLE PRÁCE	49
4. EXPERIMENT	51
4.1 MATERIÁL	51
4.1.1 INCONEL 792-5A	51
4.1.2 SLITINA TiAl	51
4.2 EXPERIMENTÁLNÍ ZAŘÍZENÍ A EXPERIMENT	52
4.3 PŘÍPRAVA ORIENTOVANÝCH FÓLIÍ PRO TRANSMISNÍ ELEKTRONOVÝ MIKROSKOP	54
4.4 METODA ORIENTOVANÝCH FÓLIÍ	55
5. VÝSLEDKY	57
5.1 MIKROSTRUKTURA	57
5.1.1 SUPERSLITINA IN792-5A	57
5.1.2 SLITINA TiAl	58
5.2 KŘIVKY CYKlickÉHO ZPEVNĚNÍ/ZMĚKČENÍ	60
5.2.1 MATERIÁL IN 792-5A	60
5.2.2 MATERIÁL TiAl	62
5.3 CYKlickÉ DEFORMAČNÍ KŘIVKY	63
5.4 KŘIVKY ÚNAVOVÉ ŽIVOTNOSTI	64
5.4.1 MATERIÁL IN 792-5A	64
5.4.2 MATERIÁL TiAl	66
5.5 VÝVOJ STŘEDNÍHO NAPĚTÍ BĚHEM CYKlickÝCH ZKOUŠEK	68
5.6 RELAXACE NAPĚTÍ	69
5.7 RASTROVACÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE	72
5.7.1 POZOROVÁNÍ POVRCHOVÉHO RELIÉFU	72
5.7.1.1 Superslitina IN792-5A	72
5.7.1.2 Intermetalická slitina TiAl	76
5.7.2 LOMOVÁ PLOCHA	79
5.7.2.1 Superslitina IN792-5A	79
5.7.2.2 Slitina TiAl	81
5.7.3 PODÉLNÉ ŘEZY MĚRNÝCH DÉLEK	82
5.8 TRANSMISNÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE	85
5.8.1 MIKROSTRUKTURA PO ÚNAVOVÝCH ZKOUŠKÁCH BEZ PRODLEV	85
5.8.2 MIKROSTRUKTURA PO ÚNAVOVÝCH ZKOUŠKÁCH S TAHOVÝMI PRODLEVAMI	90
5.8.3 MIKROSTRUKTURA PO ÚNAVOVÝCH ZKOUŠKÁCH S TLAKOVÝMI PRODLEVAMI	91
6. DISKUZE	95
6.1 NIKLOVÁ SUPERSLITINA IN 792-5A	95
6.1.1 CYKlickÉ NAPĚŤOVĚ-DEFORMAČNÍ CHOVÁNÍ	95
6.1.2 KŘIVKY ÚNAVOVÉ ŽIVOTNOSTI	97
6.1.3 STŘEDNÍ NAPĚTÍ A RELAXACE NAPĚTÍ	99
6.1.4 POVRCHOVÝ RELIÉF, INICIACE A ŠÍŘENÍ ÚNAVOVÝCH TRHLIN	100
6.1.5 INTERNÍ STRUKTURA PO ÚNAVOVÉM ZATĚŽOVÁNÍ	105
6.2 SLITINA TiAl	108
6.2.1 CYKlickÉ CHOVÁNÍ	108
6.2.2 KŘIVKY ÚNAVOVÉ ŽIVOTNOSTI	114
6.2.3 VLIV PRODLEV	115

6.2.4 POVRCHOVÝ RELIÉF, INICIACE A ŠÍŘENÍ ÚNAVOVÝCH TRHLIN	117
<u>7. SHRNUÍ A ZÁVĚRY</u>	<u>121</u>
<u>8. PŘEHLED POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ</u>	<u>125</u>
<u>9. VLASTNÍ PUBLIKACE</u>	<u>126</u>
<u>10. LITERATURA</u>	<u>127</u>

1. ÚVOD

Jednou z hlavních oblastí zájmu materiálového inženýrství je již od 19. století cyklické zatěžování. S rozvojem průmyslu se množily případy kritického porušení nebo selhání různých zařízení a konstrukcí i s tragickými následky. To byl jeden z hnacích motorů výzkumu, aby se v budoucnu podobným situacím předešlo, a také aby byly objasněny příčiny a mechanismy způsobující selhání. Únava materiálu je jednou z nejčastějších příčin porušení. Jejím nebezpečným aspektem je, že k selhání stačí dlouhodobé působení i takových sil, které při jednosměrném zatížení nezpůsobí žádné detekovatelné poškození. Snaha dosáhnout co nejvyšší bezpečnosti, a také životnosti součástek, v následujících desetiletích vedla k úsilí porozumět procesům probíhajícím v materiálu na mikroskopické úrovni během cyklického zatěžování. S technickým rozvojem, a tím i rozšířením experimentálních a pozorovacích možností, bylo dosaženo na tomto poli mnoha významných objevů.

Mezi oblastmi s nejnáročnějšími požadavky na bezpečnost a další vlastnosti materiálu patří například energetika a letecký průmysl. Materiál je při provozu vystaven vysokým teplotám, a proto je nutné uvažovat vliv časově závislých dějů na mechanismy únavového porušování. Ty začínají být významné od teplot přesahující polovinu hodnoty teploty tání, kdy tepelně aktivované jevy začínají hrát důležitou roli. V neposlední řadě se u zatěžovaných součástek za vysokých teplot uplatňují creepové namáhání a oxidace. Spolu s cyklickým zatěžováním může vést jejich kombinace k porušení celistvosti součástky.

Letecké motory i turbíny v elektrárnách jsou během provozu většinu času namáhány konstantním napětím za konstantní teploty a pouze při nájezdu a vypnutí dochází k výrazným změnám napětí a teploty. Z toho důvodu byly pro dokonalejší napodobení provozních podmínek a časově závislých dějů v laboratorním prostředí vytvořeny různé modifikace klasického průběhu cyklického zatěžování. Jedním z nejčastěji používaných způsobů je vložení tzv. prodlev, kdy dochází k udržování konstantní hodnoty napětí nebo deformace. Ty mohou být buď v tahu, v tlaku nebo v obou případech zároveň.

Z důvodů rostoucích cen paliva a většího důrazu na ekologii se konstruktéři snaží zvýšit tepelnou účinnost turbín používaných v letectví. Jedním z mnohých účinných způsobů je snižování hmotnosti těchto zařízení. Proto se hledají alternativní slitiny k náhradě niklových superslitin. Jedním z možných kandidátů je slitina TiAl, která má téměř poloviční měrnou hmotnost a přitom velice dobré vlastnosti za vysokých teplot. Z toho důvodu je ve středu zájmu mnoha vědeckých prací. Doposud však nejsou téměř žádné údaje o odolnosti tohoto materiálu vůči cyklickému zatěžování v interakci s creepem.

Předložená práce se soustřeďuje na studium vlivu tahových a tlakových prodlev v řízení celkové deformace na únavovou životnost a na popis aktivních deformačních mechanismů působících při takovém namáhání. Zkoumanými materiály jsou niklová superslitina Inconel IN792-5A a slitina TiAl-7Nb.

2. SOUČASNÝ STAV ZNALOSTÍ

2.1 Niklové superslitiny

Pojem „superslitina“ se volně užívá pro popsání širokého okruhu materiálů kombinujících vysokou pevnost a korozní odolnost za teplot, při kterých již nelze použít ani martenzitické oceli, tj. nad 650°C. Hlavním rysem této skupiny materiálů je plošně středěná kubická krystalová mřížka (FCC) jejich matrice. Zpevnění může být dosaženo několika způsoby. U kobaltových superslitin se jedná zejména o zpevnění tuhého roztoku pomocí doprovodných chemických prvků a také zpevnění karbidy [1]. U superslitin na bázi niklu či železa se uplatňuje především zpevnění precipitací intermetalické fáze [2]. Novější studie [3,4] však ukazují, že tento druh zpevnění je možný i u zmíněných kobaltových superslitin.

Potřeba nových materiálů pro letecké motory schopných odolávat creepovému zatížení a korozi se objevila již před první světovou válkou. Z počátku se používaly korozivzdorné chrom-niklové oceli. Se zvyšujícími výkony motorů, a tím také nároků kladeným na materiály, bylo nutné hledat slitiny, které by nabídly vyšší pevnostní charakteristiky v kombinaci s dobrou korozní odolností. Nejdříve se využívalo substituční zpevnění tuhého roztoku pomocí wolframu, ale na přelomu 30. let Chevenard objevil možnost precipitačního zpevnění hliníkem a titanem v Fe-Ni-Cr slitinách [5]. To umožnilo vývoj nových slitin na bázi niklu, což na počátku druhé světové války vyústilo v patentování první niklové superslitiny NIMONIC ve Velké Británii.

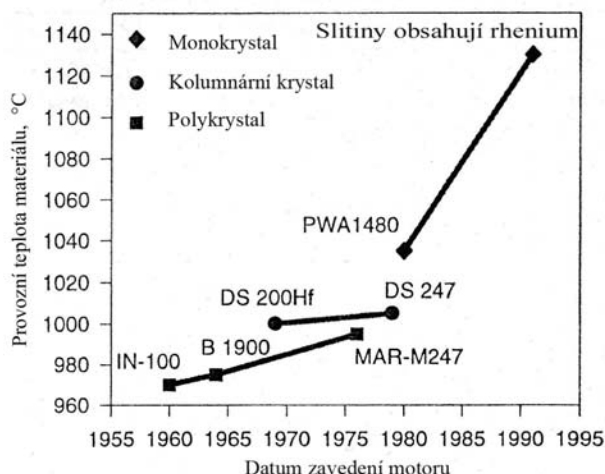
Tato a mnoho dalších skupin a typů niklových superslitin nachází uplatnění v řadě oblastí jako například chemickém průmyslu, kosmické technice, automobilovém průmyslu atd. Nejvýznamnější aplikací ovšem jsou plynové turbíny leteckých motorů a parní turbíny elektráren. Jednou z nejvíce namáhaných součástí těchto zařízení patří lopatky oběžných kol, které jsou vystaveny vysokým teplotám, koroznímu prostředí, ale také kombinaci mechanického namáhání, které se skládá z nízkocyklové únavy (při spouštění a vypínání turbín), vysokocyklové únavy (vibrace během provozu zařízení) a creepového zatěžování (vlivem odstředivých sil). Zvyšování termodynamické účinnosti turbín souvisí se zvýšením provozních teplot, což je hnacím motorem vývoje niklových superslitin a jiných vysokoteplotních materiálů. Výsledkem je nižší spotřeba paliva, menší znečištění a také nižší provozní náklady.

Další snahou bylo proto zvyšování objemového podílu zpevňující fáze $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$, zkráceně označované jako fáze γ' , a snižování obsahu nežádoucích křehkých fází. Tím se získají lepší mechanické vlastnosti za zvýšených teplot. Z těchto důvodů se neustále zvyšoval obsah přísadových prvků a to především titanu, hliníku pro vyšší objemový podíl precipitátů a prvků zpevňujících tuhý roztok γ . Titan a hliník jsou ovšem vysoce reaktivní prvky, a proto bylo nutné změnit technologii výroby. Jedná se především o využívání přetavování ve vakuových pecích s následným přetavením ve studeném kelímku z důvodů kontrolovaného tuhnutí a redukce segregace. S objemovým podílem zpevňující fáze γ' vyšším než 45% se interval teplot mezi solidem a likvidem stává příliš úzkým pro kování, a proto se slitiny s vyšším objemovým podílem vyrábí především odléváním, popř. práškovou metalurgií.

Jednou z možností jak zlepšit mechanické vlastnosti je zdokonalení výrobních procesů při odlévání. Mimo zavedení přetavování ve vakuových pecích a tím i redukci nežádoucích přísadových prvků, se jedná především o techniku samotného odlévání. V současnosti se především využívá technologie přesného lití do skořepinových forem. Zásadní vliv má proces tuhnutí odlitku. V 60. letech byla vyvinuta technika usměrněné krystalizace. Před ní byla struktura odlitků polykrystalická s náhodně orientovanými zrny. Pomocí této nové techniky bylo možné získat strukturu se sloupcovými zrny orientovanými v jednom směru a to nejlépe rovnoběžným s osou lopatky. Eliminováním hranic zrn orientovaných kolmo na osu se

2. SOUČASNÝ STAV ZNALOSTÍ

výrazně zlepšily creepové vlastnosti materiálu. Pozdějším zdokonalením usměrněné krystalizace se začaly vyrábět dokonce monokrystaly, což ještě více zlepšilo odolnost proti creepu, aletaké umožnilo odstranění prvků jako uhlík, zirkon a bór. Tím se zvýšila možná provozní teplota lopatek (viz obr. 2.1-1).



Obr. 2.1-1. Vývoj provozních teplot lopatek leteckých turbín [2].

2.1.1. Chemické složení a vlivy doprovodných prvků

Vlastnosti superslitin jsou úzce spojeny s jejich chemickým složením. Obsahy jednotlivých přísadových prvků určují vlastnosti materiálu. Superslitiny obecně zahrnují velkou skupinu prvků s mnoha jejich kombinacemi dle kladených požadavků. Nejčastěji jsou založené na prvcích: železo, nikl, kobalt, chróm a mezi další patří například molybden, wolfram, tantal, niob, hliník, titan. Vlivy nejdůležitějších prvků jsou shrnuty v tabulce 1.

2.1.1.1 Prvky rozpouštějící se v tuhém roztoku

Prvky rozpouštějící se v tuhém roztoku γ mají především za cíl zpevnění matrice. Převážně mají větší atomový průměr než původní atomy matrice, a proto díky tomu vznikají v mřížce distorze. Ty tvoří účinné překážky pro dislokace a tím zpevňují matici. Druhým vlivem ovšem také je zpomalení difúzních procesů. Zmíněný efekt v superslitinách způsobují Mo, W, Nb, Ta a Re. Jedná se o prvky s omezenou rozpustností a také s vysokou atomovou hmotností, což představuje jednu z nevýhod, především v souvislosti s aplikací těchto slitin v leteckém průmyslu. Proto je jejich obsah omezený a například chróm, jehož rozpustnost je vyšší než ostatních zmiňovaných prvků, má ve výsledku výraznější vliv na zpevnění tuhého roztoku. Na druhou stranu je nutno omezit obsah Cr, Mo a W na bezpečnou úroveň, neboť jejich přítomnost zvyšuje riziko vzniku TCP fází (topologically closed packed, tj. topologicky těsně uspořádaných), jako například σ , μ a dalších. Ty se vyskytují v podobě destiček, které zlepšují oxidační odolnost a creepovou pevnost, ale také zvyšují nebezpečí křehkého porušení, což je pro aplikace do letectví nepřijatelné [2,6].

2.1.1.2 Prvky tvořící precipitáty

Největší vliv na mechanické vlastnosti slitiny mají precipitáty. Jedná se o zpevňující intermetalickou fázi γ' (Ni_3X) s krystalovou strukturou L1_2 . Proto prvky vstupující do těchto fází mají zásadní důležitost, protože ji činí stabilní při zvýšených teplotách. Jsou to především Al a Ti tvořící fázi $\text{Ni}_3(\text{Al,Ti})$. V některých slitinách se využívá zpevnění niobem za precipitace fáze γ'' (Ni_3Nb) a u monokrystalu bývá titan v určitém rozsahu nahrazen tantalem,

který posouvá křivku solidu do vyšších teplot. Opět je ale nutné kontrolovat obsahy této skupiny prvků a také následné tepelné zpracování slitiny, neboť hrozí vznik intermetalických fází η a δ , které nemají stejnou krystalovou mřížku, a proto také postrádají zpevňující účinek.

Tab. 2.1.1.2-1. Vlivy hlavních přísadových prvků v niklových superslitinách [2,6].

Prvek	Zpevnění matrice	Vliv na objemový podíl γ' fáze	Hranice zrn	Ostatní vlivy
Cr	mírné	mírný	$M_{23}C_6$ a M_7C_3	zlepšuje korozní odolnost, podporuje vznik TCP fází
Mo	vysoké	mírný	M_6C a MC	zvyšují hustotu, podporují vznik TCP fází σ a μ
W	vysoké	mírný		
Ta	vysoké	velký		
Nb	vysoké	velký	NbC	podporuje vznik γ' a δ
Ti	mírné	velmi velký	TiC	
Al	mírné	velmi velký		zlepšuje korozní odolnost
Fe		$\gamma' \rightarrow \beta, \eta, \gamma''$ nebo δ		snižuje korozní odolnost, podporuje vznik TCP a lavesových fází
Co	nepatrné	v některých slitinách mírné		zvyšuje solidus, může zvýšit nebo snížit solvus
Re	mírné			zpomaluje hrubnutí γ' , zvětšuje misfit
C	mírné		karbidy	
B, Zr	mírné			zpomalují hrubnutí karbidů, zlepšují pevnost hranic zrn, zlepšují creepovou pevnost a houževnatost

2.1.1.3 Karbidotvorné prvky

Obsah uhlíku se obecně u superslitin potlačuje na co možná nejnížší úroveň i přesto, že karbidy mohou mít i některé pozitivní vlastnosti, ke kterým patří znesnadnění pokluzu po hranicích zrn během creepového namáhání. Obecně se vyskytují v superslitinách karbidy typu MC (do kterých vstupuje W, Ta, Ti, Mo, Nb a Hf), M_7C_3 (vstupuje Cr) a $M_{23}C_6$, M_6C (vstupuje Mo, W, Nb i Cr).

2.1.1.4 Povrchové stabilizátory

Při provozních teplotách kolem 800°C musí být materiál dostatečně žáruvzdorný a odolný proti agresivním prostředím jako například S, O₂, N₂. Úkolem zlepšit povrchovou stabilitu materiálu zastupuje Cr a Al. Při zvýšených teplotách a dostatku kyslíku tvoří oxidické vrstvy Cr₂O₃ a Al₂O₃ s ochranným účinkem. Vrstva Al₂O₃ poskytuje účinnější ochranu, ale kinetika

2. SOUČASNÝ STAV ZNALOSTÍ

jejího vzniku je výrazně pomalejší. Jak už bylo zmíněno, Al se také podílí na vzniku precipitátů γ' . Se zvyšujícím se objemovým podílem této fáze roste také potřebný obsah hliníku a klesá možný obsah chromu. Proto je nutno některé vyspělé superslitiny s vysokým podílem precipitátů chránit pomocí ochranných povrchových povlaků.

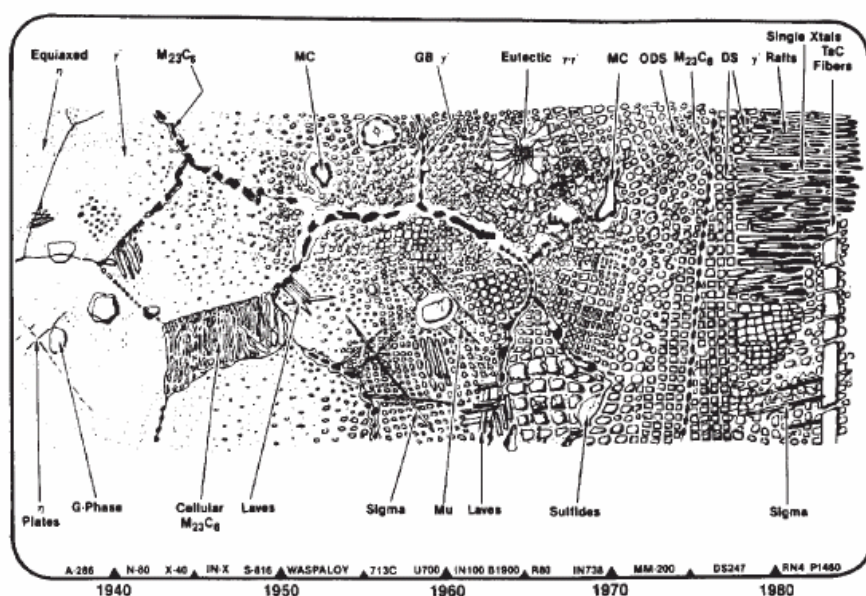
2.1.1.5 Příměsové prvky

Mezi další příměsové prvky patří rhenium, které má příznivý vliv na zpomalení hrubnutí precipitátů při vysokých teplotách. Tím umožňuje zvýšení provozních teplot slitin. Bór, zirkon a hafnium mají pozitivní vliv na posílení hranic zrn. Mezi škodlivé příměsové prvky patří Si, P, Pb, Bi a mnoho dalších.

2.1.2. Mikrostruktura

Díky rozmanitosti chemického složení niklových superslitin se může ve struktuře objevit velké množství rozličných fází. Jejich výskyt závisí také na použitém tepelném zpracování.

Základní složkou, kterou obsahuje každá niklová superslitina, je matrice γ . Mezi sekundární fáze patří vytvrzující fáze γ' , γ'' a také primární a sekundární karbidy. Minoritními fázemi jsou boridy a karbonitridy. Po dlouhodobém provozu za vysokých teplot může dojít k nukleaci některé z TCP fází, čemuž je snaha co nejvíce zabránit. Proto je nutné sledovat chemické složení, tepelné zpracování a provozní teploty k zamezení jejich vzniku. Na obrázku 2.1.2-1 je ukázán historický vývoj struktury superslitin.



Obr. 2.1.2-1. Vývoj niklových superslitin a fází v nich obsažených [6].

2.1.2.1 Fáze γ

Fáze γ , označovaná obecně také jako matrice, je substituční tuhý roztok přísadových prvků a niklu krystalizující v nemagnetické FCC mřížce. Mezi přísadové prvky se řadí Co, Cr, Fe, Mo, W. Jejich rolí je substituční zpevnění tuhého roztoku anebo zvýšení korozní odolnosti. Další důležitou úlohou některých prvků je, že snižují energii vrstevné chyby matrice a tím umožňují pohyb dislokací do nových směrů. Pokud dislokace narazí v matrici s nízkou energií vrstevné chyby na překážku, je pro ni snadnější se ji vyhnout příčným skluzem do jiné roviny.

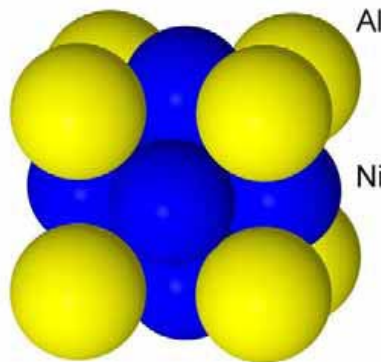
2.1.2.2 Fáze γ'

Jedná se o intermetalickou fázi určenou vzorcem Ni_3X (kde za X vstupují do fáze atomy Al, Ti, Ta nebo Nb). K její krystalizaci dochází v úzkém rozmezí chemického složení z neuspořádaného tuhého roztoku. S klesající teplotou se roztok stává uspořádaným a příměsové atomy vstupují do mřížky. Zabírají uzlové body, zatímco Ni je ve středech stěn elementárních buněk. Výsledkem je uspořádaná FCC struktura typu $L1_2$ (obr. 2.1.2.2-1), díky které vykazují niklové superslitiny mimořádné vlastnosti [2,6].

Pro deformační chování a také stabilitu samotných precipitátů je velmi důležitý tzv. rozdíl (misfit) mřížkových parametrů. Je to míra rozdílnosti mřížkových parametrů mezi matricí a precipitátem a je dána rovnicí

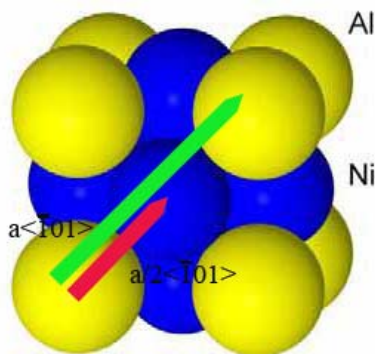
$$\delta = \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma}} \cdot 100, \quad (1)$$

kde $a_{\gamma'}$ je mřížkový parametr precipitátů, a_{γ} je mřížkový parametr matrice. Bylo zjištěno, že při hodnotách v rozmezí $\pm 0,2\%$ mají precipitáty sférickou morfologii, v rozsahu $\pm 0,5$ až $1,0\%$ kubickou a při větší než $\pm 1,25\%$ tyčinkovou (tzv. rafty). Z jednotlivých hodnot je patrné, že rozdíl v mřížkových parametrech matrice a precipitátů je velmi malý, takže rozhraní je koherentní, což je velmi důležité pro zpevnění za zvýšených teplot [7]. Velikost precipitátů se může v jednotlivých komerčních slitinách lišit. U kubické morfologie se nejčastěji velikost jedné z hran pohybuje kolem 600 nm. Některé slitiny vykazují dokonce bimodální morfologii precipitátů jako například Inconel 792-5A, kde byly pozorovány drobné sférické a kubické precipitáty [8-10].

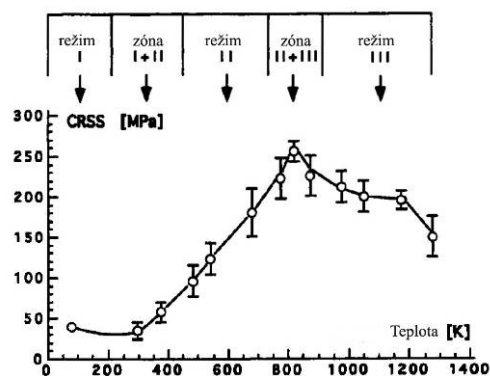


Obr. 2.1.2.2-1. Elementární buňka intermetalické fáze Ni_3Al [11].

Jak už bylo zmíněno výše, je intermetalická fáze γ' nejdůležitější pro celkové mechanické vlastnosti materiálu. Díky její struktuře, uspořádané mřížce FCC typu $L1_2$, kde atomy Ni jsou ve středu každé z ploch a atomy Al, Ti, Ta a Nb jsou v uzlových bodech, získává materiál některé mimořádné vlastnosti. Zatímco průchod úplné dislokace o Burgersovu vektoru $\frac{a}{2} \langle \bar{1}01 \rangle$ v rovině $\{111\}$ normální FCC mřížky zanechá uspořádání atomů neporušené ve struktuře o prostorové konfiguraci struktury $L1_2$ průchod stejné dislokace způsobí vznik antifázového rozhraní. Atomy se sice navrátí do uzlových bodů, ale do vrstvy se dostane atom jiného prvku, tudíž vznikne chemická porucha. Z toho důvodu je v mřížce γ' fáze úplná dislokace o Burgersovu vektoru $\langle \bar{1}01 \rangle$ dvojnásobně větší. (viz obr. 2.1.2.2-2).



Obr. 2.1.2.2-2. Porovnání běžné dislokace a superdislokace v Ni_3Al precipitátech.



Obr. 2.1.2.2-3. Vypočítané kritické skluzové napětí v závislosti na teplotě u monokrystalu Ni_3Al s 1% Ta [12].

Taková dislokace je nazývána superdislokace. Svou elastickou energii spojenou se svým jádrem snižuje pomocí rozštěpení (disociace). Pohyb rozštěpené dislokace uspořádanou fází je náročnější, a proto je potřeba vyšší kritické skluzové napětí. Způsobů rozštěpení je několik typů v závislosti na teplotě. Právě různé způsoby rozštěpení zapříčiňují vznik tzv. anomálního teplotního chování (viz obr. 2.1.2.2-3), které je charakteristické pro precipitačně zpevněné niklové superslitiny. Projevuje se zlepšením některých mechanických vlastností s rostoucí teplotou, což je pro běžné konstrukční materiály neobvyklé. Tento fenomén byl teoreticky popsán mnoha pracemi jako např. [13-16] a dalšími [12,17] pozorován pomocí transmisní elektronové mikroskopie. Superdislokace se může rozštěpit na dvě superparciální dislokace (což jsou v podstatě 2 normální dislokace), mezi kterými je antifázové rozhraní. S rostoucí teplotou se však štěpení neomezuje pouze do roviny původní superdislokace. Může docházet k rozštěpení až na 2 páry Shockleyho parciálních dislokací a díky příčnému skluzu je každý pár v jiné rovině. Tím dojde k zablokování superdislokace a je nutné mnohem větší kritické skluzové napětí k dalšímu pohybu. Hnací silou těchto jevů je energetická výhodnost, neboť ve struktuře L_{12} existuje anizotropie energie antifázového rozhraní. V rovinách kubických je energie nižší než v rovinách oktaedrických. Platí závislost, že čím je energie menší, tím vzniká širší antifázové rozhraní. Podobná závislost platí i pro energii komplexní vrstevné chyby. Niklové superslitiny patří mezi materiály s vysokou energií komplexní vrstevné chyby, tudíž tato porucha má malou šířku. Díky tomu se mohou celkem snadno při tepelné aktivaci spojit dvě Shockleyho parciální dislokace na superparciální a příčným skluzem přejít na některou z kubických rovin. Tím dojde k účinnému zablokování superdislokace.

Díky výrazné rozdílnosti matrice a precipitátů lze o niklových superslitinách hovořit jako o přirozeném kompozitu. Proto závisí mechanické vlastnosti na morfologii, stabilitě, ale především objemovém podílu fáze γ' . První superslitiny měly objemový podíl γ' kolem 20%. Postupným zvyšováním obsahu Al a Ti se tento podíl u současných špičkových slitin zvýšil až na 70%, čímž se dosáhla maximální pevnost. Aby pevnost byla efektivně využita, je nutné zajistit srovnatelnou pevnost hranic zrn, jinak může docházet k předčasným lomům součástí z důvodů obtížné relaxace napětí [2,6].

Fáze γ' může také tvořit nežádoucí strukturní složky. V závislosti na velikosti segregace a způsobu ochlazování se může objevit eutektikum $\gamma - \gamma'$. Během tepelného zpracování anebo provozu může také docházet ke vzniku nežádoucího filmu γ' obalujícího karbidy M_{23}C_6 . Pokud se jedna z těchto struktur vyskytuje příliš často, je nutné provést dodatečné tepelné zpracování složeného z rozpouštěcího žíhání a následného ochlazení optimální rychlostí [6].

2.1.2.3 Fáze γ''

Další zpevňující fází, která se ovšem nevyskytuje příliš často, je γ'' . Také je koheretní intermetalickou fází s prostorově středěnou tetragonální mřížkou. Její stechiometrický vzorec je Ni_3Nb a vyskytuje se v diskovité morfologii. Výrazně zvyšuje pevnost, ale je stabilní pouze do teploty 649°C , kdy se mění mřížka na ortorombickou. Proto jsou provozní teploty takto zpevněných superslitin, např. IN-706 a IN-718, znatelně nižší.

2.1.2.4 Karbidy

Karbidy jsou nedílnou součástí této skupiny materiálů, především kovaných a litých polykrystalických superslitin. Mohou plnit tři základní funkce. Vhodně vyloučené karbidy na hranicích zrn mohou tyto hranice zpevnit. Proto mohou zlepšovat creepovou odolnost materiálu tím, že znesnadňují pokluz po hranicích zrn a umožňují relaxaci napětí. Za druhé mohou zpevňovat matici, pokud v ní precipitují. A za třetí do své struktury vážou prvky, které by jinak mohly způsobovat fázovou nestabilitu během provozu. Primární karbidy MC se vylučují ve formě hrubých jak globulárních, tak i blokových částic s FCC mřížkou. Jejich rozložení bývá heterogenní a to často v mezidendritických oblastech. V průběhu tepelného zpracování nebo provozu se mohou rozpadat na sekundární karbidy. Pokud se vyskytují ve struktuře ve větším množství, jedná se o nežádoucí fázi a mohou způsobit iniciaci trhlin při tepelném a únavovém namáhání. Ve strukturách niklových superslitin se vyskytují také sekundární karbidy. Pokud jsou rozloženy diskrétně v globulárním tvaru na hranicích zrn, mohou mít také pozitivní vliv na creepové vlastnosti, pevnost, ale i houževnatost. V těchto materiálech se objevují sekundární karbidy typu M_{23}C_6 , M_6C a zřídka M_7C_3 .

2.1.2.5 Boridy

Bór výrazně segreguje na hranice zrn, kde tvoří boridové fáze o hranaté morfologii. Jedná se o tvrdé struktury precipitující v tetragonální mřížce. Zpevňují hranice zrn a tím zlepšují creepovou pevnost [2,6].

2.1.2.6 Nežádoucí fáze

Nežádoucími fázemi jsou tzv. TCP fáze. Krystalizují za provozu při vysokých teplotách anebo při nevhodném tepelném zpracování, někdy i v kombinaci s nevhodným chemickým složením. Atomy jsou v těchto fázích těsně uspořádány ve vrstvách, mezi kterými jsou vcelku velké vzdálenosti. Vrstvy jsou posunuté díky vložené vrstvě větších atomů. Přesto že zvyšují creepovou pevnost a odolnost vůči oxidaci, jejich hlavní nevýhodou je, že způsobují křehnutí slitiny, což je pro letecký průmysl nepřijatelné. Vylučují se na hranicích zrn ve tvaru dlouhých, tenkých a křehkých částic. Do této skupiny patří σ , δ , μ , η a Lavesova fáze [11].

2.2 Intermetalická slitina TiAl

Obecné mechanické vlastnosti intermetalik byly známy již od konce 19. století. Tyto materiály mají atraktivní vlastnosti pro vysokoteplotní aplikace díky specifickému uspořádání krystalické mřížky. Atomy rozdílných chemických prvků se nacházejí v pevně daných polohách mřížky spojených silnými chemickými vazbami. Díky tomuto uspořádání atomů v mřížce je degradace mechanických vlastností (především modulu pružnosti a pevnosti v tahu) s rostoucí teplotou relativně malá. Slitiny s hliníkem mají také dobrou odolnost vůči oxidaci za vysokých teplot. Současně ovšem silné chemické vazby v kombinaci s uspořádanou krystalografickou strukturou, která je rozdílná pro atomy jednotlivých prvků, vedou k nižším symetriím mřížky, malé tažnosti a nízké lomové houževnatosti [18].

Během prvních desetiletí 20. století bylo studováno mnoho binárních kombinací kovů, které tvoří intermetalické sloučeniny. Většina z nich byla zkoumána především z teoretických

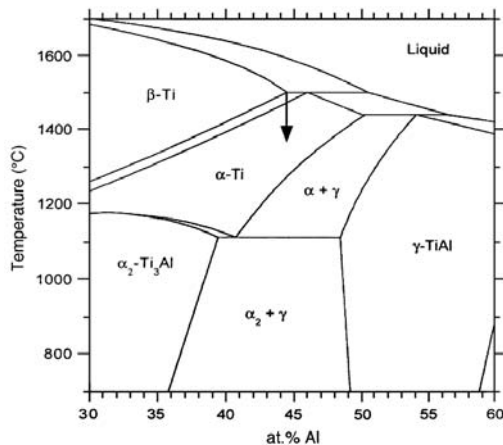
důvodů a ve snaze porozumět mechanickým vlastnostem těchto sloučenin, které se objevovaly jako sekundární fáze v konstrukčních materiálech. V 50. letech díky těmto rozsáhlým studiím bylo nalezeno několik atraktivních intermetalik a byly popsány jejich deformační mechanismy. Mezi nejvýznamnější objevy patřilo popsání pohybu dislokací v párech nebo grupách v uspořádaných mřížkách a anomální růst pevnosti s rostoucí teplotou (např. u Ni_3Al , Fe_3Al), jenž byl dále studován kvůli zásadnímu významu ve slitinách na bázi niklu. Velkou nevýhodou byla křehkost za pokojové teploty a obtížná obrobitelnost. Z těchto důvodů se v 70. letech intermetalika příliš neprosadila v průmyslu a zájem o studium těchto materiálů se zmenšil. V následujících letech však práce z Japonska, např. [20], objevily možnost zlepšit houževnatost intermetalik příměsí bóru, což vedlo k oživení zájmu o tyto slitiny, který pokračuje až dodnes.

Mezi jednu z nejslibnějších slitin z této skupiny materiálů patří TiAl, která je považována za možného nástupce niklových superslitin. Při současné celosvětové snaze snížit hmotnost leteckých turbín kvůli vysokým cenám paliva jsou výrazně ceněnou předností TiAl podstatně nižší hustota a také atraktivní vlastnosti při vysokých teplotách. V dnešní době se již začíná používat v turbodmychadlech automobilů a také jako slitina pro lopatky turbín v sekcích s nižším tlakem. Současný výzkum nadále usiluje o zlepšení vlastností, především zlepšení přirozeně nízké houževnatosti u této skupiny materiálů. Jedním z možných způsobů zvýšení lomové houževnatosti je legování pomocí Nb, B, Mo a C anebo optimalizace mikrostruktury pomocí tepelného zpracování. Obvykle se používá kombinace těchto postupů, čímž vzniká široké spektrum možných výsledných vlastností a struktur.

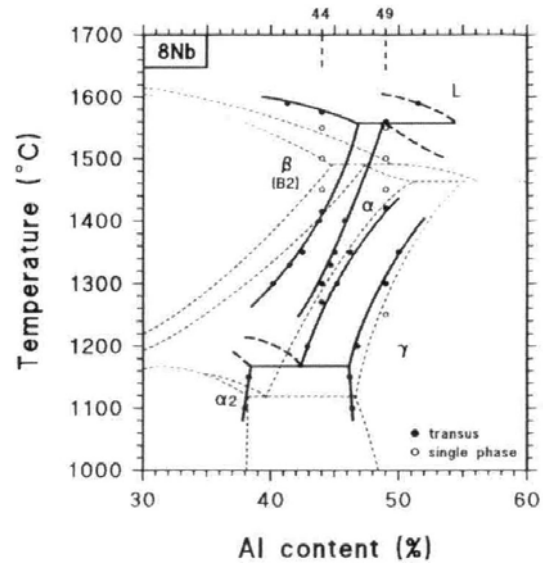
2.2.1 Chemické složení a vlivy ternárních prvků

Chemické složení slitin na bázi TiAl se během několika desetiletí vyvíjelo s ohledem na hledání nejvhodnějších mechanických vlastností a mikrostruktury. V současnosti se ustálil obsah Al v nejčastěji používaných slitinách v rozmezí 45-49 at. %. Na obr. 2.2.1-1 je binární diagram TiAl bez příměsí. V tomto základním stavu ovšem vykazují slitiny a nedostatečnou lomovou houževnatost. Proto se lze u této skupiny materiálů setkat s řadou příměsí zlepšujících nepříznivé vlastnosti.

Další doprovodné prvky významně ovlivňují tvar a polohu jednotlivých oblastí ve fázovém diagramu a mají tak výrazný vliv na výslednou strukturu materiálu. Studie prokázaly, že mechanické vlastnosti dvoufázových slitin jsou na změnu mikrostruktury velmi citlivé [23]. Ke zlepšení houževnatosti se v současnosti do většiny produkovaných slitin přidávají prvky ze skupiny V, Mo, Mn a Cr. Účinek zpevnění tuhého roztoku při pokojové teplotě byl pozorován u Ta, Mo, V, Cr, Nb a Mn. Zpomalení degradace pevnostních charakteristik s rostoucí teplotou lze docílit pomocí Ta, Mo, W, C a B. Dalším významným efektem prvků Mo a Nb je, že výrazně snižují difúzivitu, což má pozitivní vliv na creepovou odolnost a také na jemnost struktury po tepelném zpracování. Jejich další významnou úlohou je stabilizace a rozšíření oblasti výskytu β fáze (viz obr. 2.2.1-2), která je vhodná pro technologické procesy jako například tváření za tepla a kování. Pro creepovou odolnost je vhodné legování C a B, jež precipitují do karbidů či boridů, které brání hrubnutí zrna. Jak je patrné z výše zmiňovaných skutečností, vlivy jednotlivých prvků jsou komplexní a v některých případech různé studie došly k odlišným závěrům [20,24,25]. Tyto rozpory jsou zapříčiněny primárně volbou různého tepelného zpracování, které je u těchto slitin kritické.



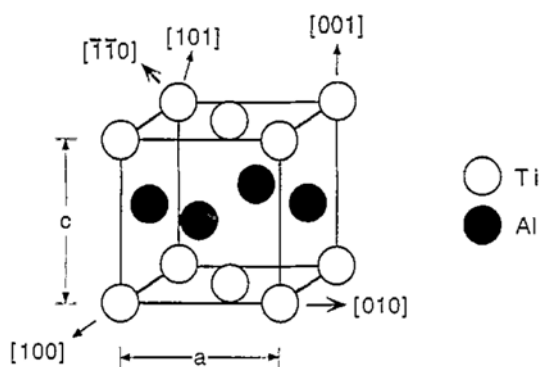
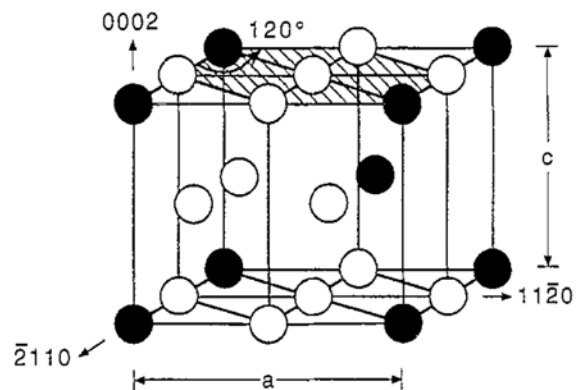
Obr. 2.2.1-1. Výřez z binárního diagramu TiAl [21].



Obr. 2.2.1-2. Výřez z binárního diagramu slitiny TiAl legované 8 at. % Nb [22].

2.2.2 Mikrostruktura

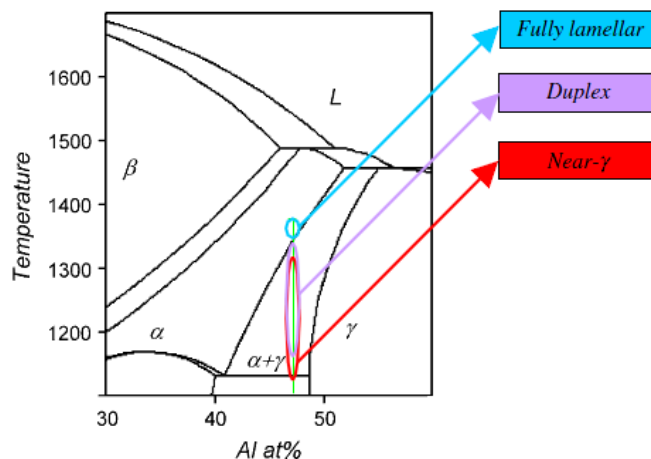
Jak je patrné z binárních diagramů na obr. 2.2.1-1 a 2.2.1-2, jednofázovou γ (TiAl) strukturu lze získat pouze při obsahu hliníku vyšším než přibližně 50 at. %. Jako ostatní intermetalika i tyto materiály se vyznačují křehkým chováním za nízkých teplot způsobeným povahou plošně středěné tetragonální krystalové struktury $L1_0$. Proto se od vývoje této skupiny slitin upustilo. Výrazně lepší vlastnosti byly pozorovány u dvofázových slitin, které lze získat v oblasti binárního diagramu $\gamma + \alpha_2$. Z toho důvodu se vývoj soustředil na materiály obsahující zmíněnou γ fázi (obr. 2.2.2-1) a α_2 (Ti_3Al) s hexagonální DO_{19} strukturu (obr. 2.2.2-2).

Obr. 2.2.2-1. Elementární buňka fáze γ (TiAl) [26].Obr. 2.2.2-2. Elementární buňka fáze α_2 (Ti_3Al) [26].

Cílem je dosažení pomocí vhodného legování a optimalizace mikrostruktury vyváženého poměru vlastností jako jsou pevnost, houževnatost, tuhost a creepová pevnost. Nejčastěji využívané slitiny obsahují Al v rozsahu 45 až 49 at. %. Slitiny z tohoto intervalu chemického složení při chladnutí z taveniny procházejí několika oblastmi fázového diagramu, což dává možnost mnoha postupům tepelného zpracování a tudíž i různým výsledným strukturám.

2. SOUČASNÝ STAV ZNALOSTÍ

Obr. 2.2.2-3 ukazuje intervaly teplot žhání a následným rychlým ochlazením společně s dosaženou finální strukturou. V současnosti se nejčastěji využívá tepelné zpracování, po kterém vzniká téměř lamelární či plně lamelární struktura, která má lepší creepovou pevnost a lomovou houževnatost, ale na druhou stranu horší tažnost než duplexní struktura či ekviaxiální γ zrna [26].



Obr. 2.2.2-3. Výřez binárního diagramu s dosažitelnými strukturami [27].

Tab. 2.2.2-4. Souhrn všech stabilních a metastabilních fází ve slitinách TiAl.

Fáze	Krystalová struktura	Prostorové uspořádání	Mřížkové parametry (nm)	
			a	c
α	A3, hcp	P6 ₃ /mmc	0,29508	0,46885
β	A2, bcc	Im $\bar{3}$ m	0,33132	
α_2	D0 ₁₉ , hcp	P6 ₃ /mmc	0,5782	0,4629
γ	L1 ₀ , fct	P4/mmm	0,4005	0,4070
β_2	B2, bcc	Pm $\bar{3}$ m	0,3220	
O	A ₂ BC, orthorombická	Cmcm	-	-
ω	B8 ₂ , hcp	P6 ₃ /mmc	0,46	0,58
Ti ₃ AlC	E2 ₁ , jako sc	Pm3m	0,4156	
TiB ₂	C32, hcp	P6/mmm	0,303	0,323
Ti ₅ Si ₃	D8 ₈ , hcp	P6 ₃ /mcm	0,744	0,5143

Během ochlazování z oblasti fáze α (neuspořádaná HCP mřížka) dochází k transformaci na $\alpha \rightarrow \gamma$. Morfologie vznikající struktury je lamelární se střídajícími se fázemi $\alpha + \gamma$. Při eutektoidní teplotě dochází k rozpadu $\alpha \rightarrow \alpha_2 + \gamma$. Fáze α získá uspořádanost pomocí změny sekvence vrstvení z ABAB na ABC. Výsledná krystalová struktura je typu DO₁₉ a v rovnovážném diagramu se označuje jako α_2 . Pro vznik fáze γ během eutektoidní transformace jsou hnací silou vrstevné chyby na bazálních rovinách α_2 fáze [28]. Morfologie vznikající struktury je lamelární se střídajícími se fázemi. Fáze γ se ovšem vyskytuje v šest možných vzájemně odlišných orientacích, což je dáno tím, že směry $\langle 110 \rangle$ a $\langle 101 \rangle$ nejsou ekvivalentní kvůli chemické uspořádanosti slitiny. Díky tomu lze pozorovat v rámci jedné lamely až šesti domén s různou krystalovou orientací [18]. Vzhledem k α_2 těchto může šest

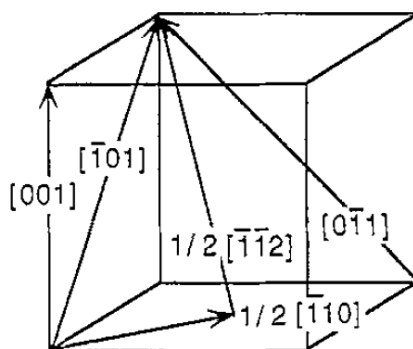
různých domén vytvořit tři druhy vzájemných orientací na rozhraní γ/α_2 . Výsledná struktura sestává z lamelárních zrn γ/α_2 , na jejichž hranicích jsou ekviaxialní zrna γ fáze a u slitin s vysokým obsahem Nb se může také vyskytovat metastabilní fáze β . Při obsahu niobu vyšším jak 18 at. % se začíná objevovat fáze O (Ti_2AlNb). Další minoritní fáze se mohou vyskytnout v závislosti na obsahu dalších příměsových prvků, jako například bóru (fáze TiB_2) nebo uhlíku (fáze Ti_3AlC). Nejčastější stabilní i metastabilní fáze vyskytující se v soustavě Ti-Al jsou přehledně shrnuty v tab. 2.2.2-4.

Na parametrech získané lamelární struktury výrazně závisí mechanické vlastnosti, a proto je důležité sledovat například velikost obou typů zrn a také objemový podíl a distribuci lamelárních zrn v materiálu. K neméně důležitým faktorům patří tloušťka lamel γ fáze, velikost domén v jednotlivých lamelách a také objemový podíl, distribuce a tloušťka lamel α_2 fáze.

2.2.3 Deformační chování

Plastická deformace u slitin TiAl se vyznačuje charakteristikami typickými pro ostatní intermetalické sloučeniny. Patří k nim nedostatek houževnatosti, výrazná závislost meze kluzu na teplotě a krystalové orientaci, anomální teplotní chování meze pevnosti, komplexní skluzová geometrie a neplatnost Schmidova zákona [26].

Deformační chování převládající γ fáze je úzce spojeno s jeho $L1_0$ strukturou. Jedná se o plošně středěnou tetragonální mřížku, jejíž tetragonalita je ovšem velmi malá ($c/a=1,02$). Proto se v podstatě jedná o plošně centrovanou kubickou mřížku, kde ovšem některé směry nejsou vzájemně ekvivalentní, právě díky vrstvení atomů Ti a Al a také zmíněné tetragonalitě. Možné typy Burgersových vektorů pro skluz se nacházejí v rovinách typu $\{111\}$, jak je patrné z obr. 2.2.3-1. Pohyb dislokací ve směru Burgersova vektoru $1/2[\bar{1}10]$ je energeticky méně náročný než pohyb superdislokací ve směrech $[\bar{1}01]$ a nebo také než ve směrech typu $[\bar{1}\bar{1}2]$. Superdislokace se mohou štěpit dvěma způsoby, tj. planárně a neplanárně. Rozštěpení je spojeno se vznikem různých vrstevných chyb. Výrazné rozdíly velikostí energií vrstevné chyby v závislosti na krystalové rovině vedou k přednostnímu směru skluzu superdislokací. Dalším významným deformačním režimem v této fázi je mechanické dvojčatění typu $1/6\langle 11\bar{2} \rangle\{111\}$, které představuje další způsob plastické deformace se smykovou komponentou ve směru $[001]$. Je to také jediný možný směr mechanického dvojčatění v této uspořádané struktuře [18,29].

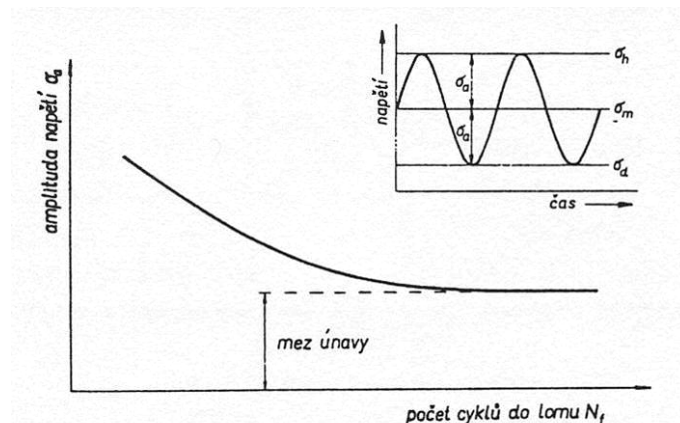


Obr. 2.2.3-1. Možné Burgersovy vektor v krystalové struktuře $L1_0$ [26].

2.3 Únavové poškození

Pod pojmem únava bývá označována posloupnost procesů probíhajících v materiálu v důsledku působení časově proměnných vnějších sil, které následně vedou k iniciaci únavových trhlin, jejich růstu a nakonec až k lomu tělesa. Maximální velikost vnější síly může být přitom tak malá, že prosté zatížení touto silou by nevedlo k lomu součástky. Únavové poškození je nevratný proces, který má kumulativní charakter. Toto poškození začíná nukleací od poruch soudržnosti a v následném šíření únavových trhlin, které vede k oslabování jmenovitého průřezu tělesa a tím k nárůstu napětí. Pokud dosáhne napětí kritické hodnoty, dochází k selhání tělesa. Existuje několik druhů únavy dělicích se dle působícího mechanismu poškození. Proto rozlišujeme například mechanickou únavu, tepelnou únavu, korozní únavu, kontaktní únavu a další. V reálných podmínkách se většinou setkáváme se spolupůsobením více těchto procesů.

Důležitost zkoumání únavových procesů je spojena s rozvojem industrializace a s nárůstem počtu konstrukcí namáhaných cyklickým zatížením. Z toho důvodu sílila snaha laboratorně napodobit podmínky provozu a stanovení určitých mechanických charakteristik pro zpřesnění výpočtů a návrhů konstrukcí a zejména pak zvýšení jejich bezpečnosti. Průkopníkem v této oblasti byl August Wöhler, který zavedl jednu ze základních křivek popisující únavové zatěžování tzv. Wöhlerovu křivku (viz obr. 2.3-1). Ta vyjadřuje závislost amplitudy napětí σ_a na počtu cyklů do lomu N_f . Amplituda napětí, při které nedojde k porušení tělesa ani po aplikaci vysokého počtu cyklů (řádově 10^7), se nazývá mez únavy σ_c .



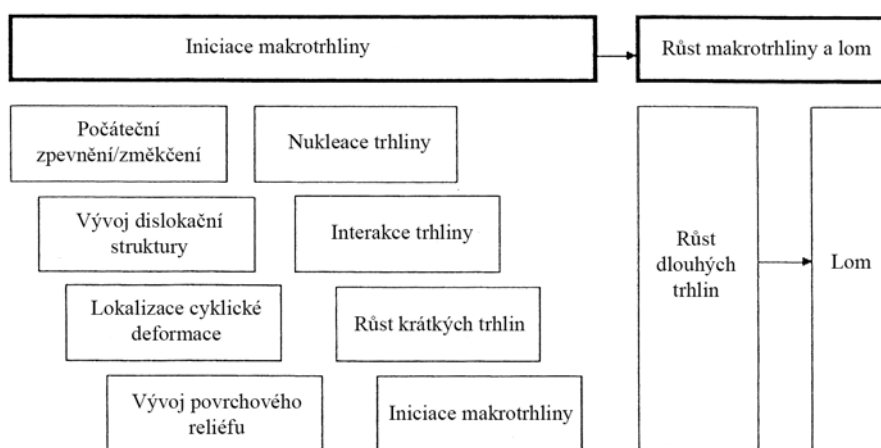
Obr. 2.3-1. Wöhlerova křivka [31].

S neustále se zvyšujícími nároky na nové konstrukce rostlo přesvědčení, že bez bližšího poznání dějů probíhajících přímo ve struktuře materiálu a zjištění jejich zákonitostí nebude možný další pokrok se stávajícími materiály. Proto se fenomén únavy materiálu dostal od počátku 20. století do popředí zájmu materiálového výzkumu. Již na počátku 20. století byly zdokumentovány pásy lokalizované deformace na švédském železe namáhaném opakovaným ohybem, z kterých postupně iniciovaly únavové trhliny. Již ve 30. letech minulého století, v době před zavedením elektronové mikroskopie, byly téměř souběžně publikovány významné práce (Taylor, Orowan, Polanyi [30]) popisující teorii dislokací, které se snažili vysvětlit experimentálně pozorované jevy a mechanismy plastické deformace. Pro studii fundamentálních zákonitostí probíhajících v pevných látkách byly používány od 50. let monokrystaly FCC materiálů s vysokou čistotou, na kterých bylo dosaženo několika zásadních objevů. Mezi pionýry oboru patřili např. Forsyth, Thomson, Mott, Cotrell a Hull, Wood a May. Od 70. let se rozšiřují sofistikované servohydraulické zkušební zařízení schopné elektronicky řídit únavové zkoušky v režimu amplitudy plastické deformace.

Únavu materiálu lze rozdělit [31]:

- **Únava tělesa bez trhliny**, kdy životnost je determinována zejména dobou iniciace únavové trhliny. Tento typ únavy se dělí na:
 - o **Oblast nízkocyklové únavy** – je charakterizována deformačním přístupem, proto životnost určují vztahy odvozené Coffinem a Mansonem (příkladem mohou být součásti občas namáhané přetížením, například různé komponenty turbín). Amplituda napětí nad mezí kluzu vyvolává amplitudu plastické deformace. Výsledná životnost je obecně pod 10^5 cyklů.
 - o **Oblast vysokocyklové únavy** – vyznačuje se napětovým přístupem, kde jsou určující vztahy odvozené Wöhlerem, Goodmanem a Minerem. Amplituda napětí se pohybuje pod mezí kluzu, což vede k počtu cyklů řádově nad 10^5 .
- **Únava tělesa s trhlinou**, kde rozhodujícím faktorem je rychlost šíření únavové trhliny (např. svařované konstrukce). Základem této oblasti je lomová mechanika a vztahy odvozené Parisem a Erdoganem.

Mechanismus únavového porušování je v současnosti dobře zdokumentovaný a lze jej obecně rozdělit na několik základních stádií, která se skládají z dílčích etap (viz obr. 2.3-2).



Obr. 2.3-2. Stádia únavového života [32].

Z inženýrského hlediska se dá tento proces rozdělit na dvě základní části a to iniciaci makrotrhliny a šíření makrotrhliny až do momentu její kritické délky, kdy dochází k finálnímu selhání tělesa. První část je nutno vnímat v úzkém spojení s mikrostrukturou, a proto se rozděluje na několik zřetelně rozlišitelných dějů. V určitých případech může být některé z těchto podstádií potlačeno nebo úplně chybět. Druhou zmiňovanou část lze dostatečně přesně popsat pomocí lomové mechaniky. Není snadné rozdělit tyto dvě základní části a určit délku trhliny, o které by se dalo jasně prohlásit, že se již dále bude šířit v režimu šíření makrotrhliny. Na začátku únavového porušování tělesa bez trhlin působí cyklická plastická deformace v celém objemu měrné délky zkušební tyče. Naopak ke konci únavového života se šíří trhliny s cyklickou plastickou deformací soustředěnou v plastické zóně na jejich čele. Z těchto dvou základních rozdílných situací lze definovat kritickou délku trhliny oddělující dvě základní stádia, a to je taková délka, kdy oba mechanismy přispívají k únavovému porušování stejnou měrou. Hodnota kritické délky závisí také na typu materiálu,

jeho krystalové mřížce, charakteru skluzu, velikosti zrna a textuře, velikosti a rozložení inkluzí atd. [33].

2.3.1 Změny mechanických vlastností

Prvním projevem cyklického zatěžování jsou změny mechanických vlastností. Charakteristické je, že probíhají v celém objemu zatěžovaného materiálu. Při tom se nejedná pouze o změnu mechanických vlastností, ale mění se i vlastnosti elektrické nebo magnetické. Během tohoto procesu dochází v materiálu k vývoji dislokační struktury díky pohybu, generaci a interakcím mezi nimi a jinými mřížkovými poruchami. Probíhající změny mají sytící charakter, tudíž s počtem cyklů klesá jejich intenzita, až dojde k ustálení – saturaci. Obecně se dají materiály rozdělit do dvou skupin a to na materiály, které cyklicky zpevňují a ty, co cyklicky změkčují. To znamená, že u prvně zmiňovaných odpor vůči cyklické plastické deformaci roste a u druhých klesá. Cyklické zpevňování je charakteristické pro materiály, které mají nízkou hustotu mřížkových poruch, např. po žíhání. Naopak cyklické změkčování je typické pro materiály zpevněné některým z možných způsobů (deformačně, precipitačně, zpevnění martenzitickou transformací, disperzní zpevnění cizími částicemi či zpevnění příměsovými atomy). Proces cyklického změkčování je z praktického hlediska nežádoucí jev [33,34].

2.3.2 Popis změn cyklické plasticity

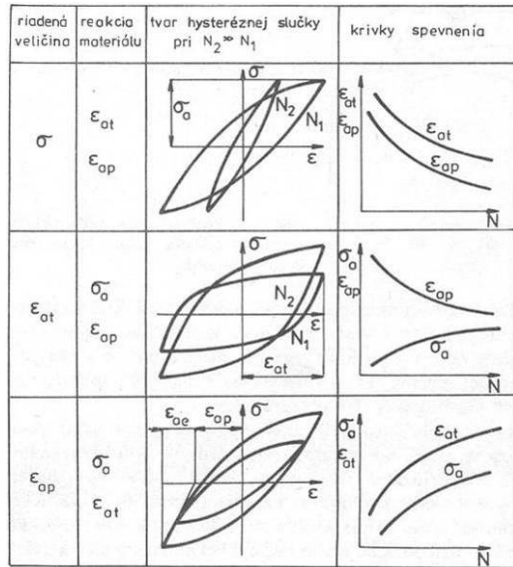
Vhodným způsobem sledování změn během únavového poškozování je přímé měření parametrů hysterezní smyčky. Na obrázku 2.3.2-1 je schéma modelové smyčky s vyznačenými základními parametry. Takto vypadá smyčka po stádiu počátečních změn mechanických vlastností, kdy nastává saturace a smyčka se uzavře. Moderní elektronicky řízené zkušební stroje jsou schopny řídit jeden ze základních parametrů (amplituda napětí σ_a , amplituda celkové deformace ε_a , amplituda plastické deformace ε_{ap}) na konstantní hodnotě. Na obrázku 2.3.2-1 jsou znázorněny případy změny tvaru a tomu odpovídajících parametrů v jednotlivých ze třech možných způsobů řízení zkoušky při cyklickém zpevňování materiálu. Jak je z obrázku patrné, tvar hysterezní smyčky se v průběhu zatěžování mění. Pro popis těchto změn některé ze sledovaných veličin se používají křivky cyklického zpevnění/změkčení, tj. závislost σ_a nebo ε_{ap} na rostoucím počtu cyklů N . Sledování vývoje tvaru hysterezní smyčky poskytuje také cenné informace o počátku a rozvoji lokalizace cyklické plastické deformace do persistentních skluzových pásů. Z toho důvodu byly vytvořeny dvě charakteristiky. První je koeficient zpevnění H [33], jenž je definován jako směrnice $\delta\sigma/\delta\varepsilon$ ve vrcholu tahové pulsmyčky (viz obr. 2.3.2-2). Druhým je součinitel plnosti smyčky V_H , který je dle Mughrabiho určen vztahem:

$$V_H = \frac{W}{4\varepsilon_{ap}\sigma_a}, \quad (2)$$

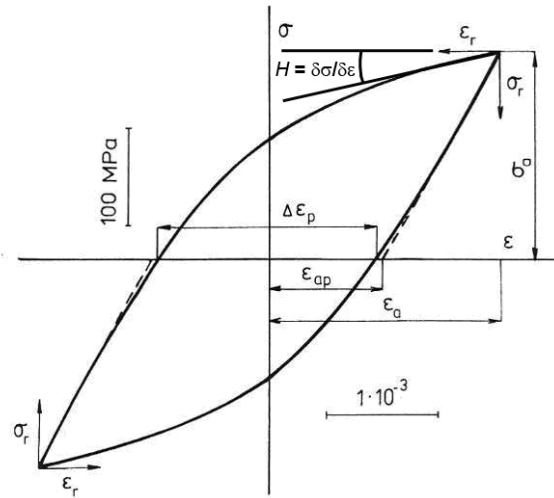
kde W je plocha smyčky a jmenovatel představuje opsaný rovnoběžník se základnou rovnou šířce smyčky a výšce rozkmitu napětí.

Na obrázku 2.3.2-3 je křivka cyklického zpevnění/změkčení a také vývoj parametru V_H spolu s koeficientem zpevnění H . Z jejich průběhů lze únavový život monokrystalu mědi rozdělit na 3 stadia. V_H parametr postupně klesá v oblasti I, což odpovídá cyklickému zpevnění materiálu. Dosažením minima parametru V_H indikuje oblast II, kdy lze na povrchu pozorovat první stopy lokalizace skluzu. V této oblasti dochází k výraznému růstu parametru, což je zapříčiněno zvyšováním objemového podílu persistentních skluzových pásů

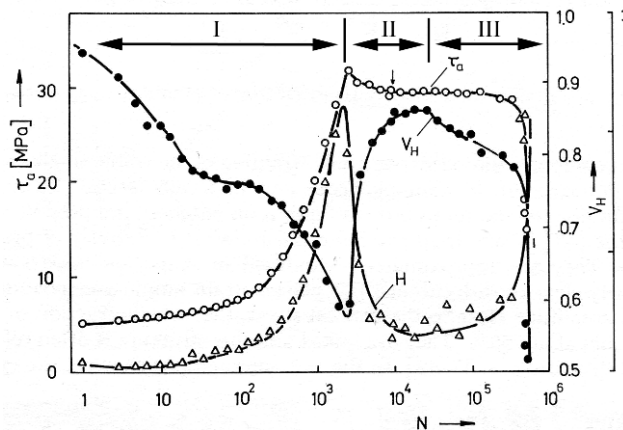
v materiálu. Od okamžiku, kdy V_H parametru dosáhne lokální maxima, začíná oblast III, kde dochází k saturaci a posléze pozvolnému poklesu V_H [36].



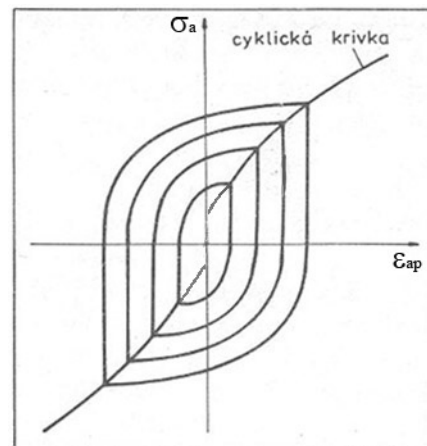
Obr. 2.3.2-1. Průběh cyklického zpevnění při různých řídicích veličinách [34].



Obr. 2.3.2-2. Hysterezní smyčka [33].



Obr. 2.3.2-3. Porovnání průběhu křivky zpevnění/změkčení, V_H parametru a koeficientu zpevnění s vyznačenými třemi významnými stádii únavového života monokrystalu mědi [33].



Obr. 2.3.2-4. Konstrukce cyklické deformační křivky [34].

V saturovaném stavu přísluší různým hodnotám amplitud napětí a deformace různé saturované hysterezní smyčky. Proložení vrcholových bodů lze získat křivku popisující závislost amplitudy napětí na amplitudě celkové či plastické deformace (obr. 2.3.2-4). Tato křivka se nazývá cyklická deformační křivka a charakterizuje cyklickou plastickou odezvu materiálu během převážné části únavového života. Tato závislost je popsána rovnicí:

$$\sigma_a = K' \varepsilon_{ap}^{n'} \quad (3)$$

2. SOUČASNÝ STAV ZNALOSTÍ

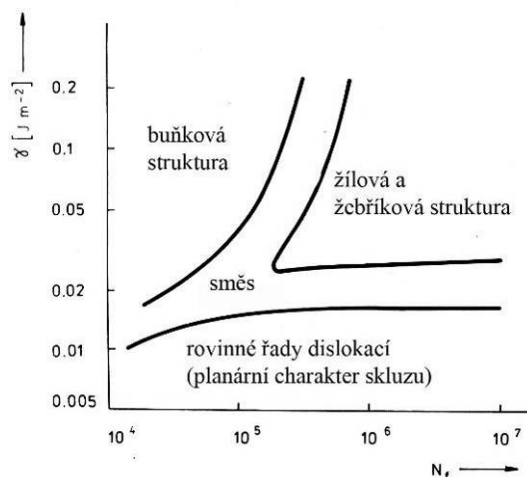
Pro závislost s amplitudou celkové deformace platí rovnice:

$$\varepsilon_a = \left(\frac{\sigma_a}{K'} \right)^{\frac{1}{n'}} + \frac{\sigma_a}{E}, \quad (4)$$

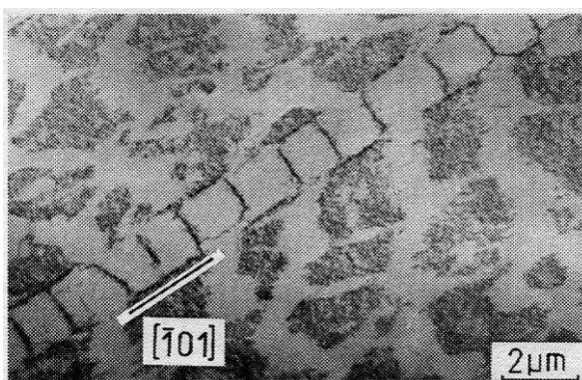
kde K' je koeficient únavového zpevnění a n' je exponent únavového zpevnění. Obě veličiny patří k důležitým charakteristikám popisujícím odezvu materiálu na cyklické zatěžování.

2.3.3 Vznik a vývoj dislokační struktury

Cyklická plastická deformace se uskutečňuje pohybem dislokací. Proto je vývoj dislokační struktury materiálu stěžejní pro napětově-deformační odezvu. Ze začátku probíhají tyto změny v celém objemu a jejich základním rysem je, že vzniká nehomogenní dislokační struktura. Její druh závisí na způsobu a velikosti deformace, typu krystalové mřížky a jejím charakteristikám (u FCC mřížky velikost energie vrstevné chyby a množství příměsových atomů), teplotě a rychlosti zatěžování, orientaci zrna vůči ose zatěžování, předchozí zatěžovací historii a také vzdálenosti od povrchu. Vliv velikosti energie vrstvené chyby materiálu v závislosti na počtu cyklů do lomu je ukázán na obrázku 2.3.3-1. Materiály s malou energií vrstevné chyby, tj. s obtížným příčným skluzem dislokací, mají planární charakter dislokační struktury. S rostoucí energií vrstevné chyby vykazuje dislokační struktura buňkový charakter. S rostoucím počtem cyklů již materiál není schopen přenášet danou úroveň cyklické plastické deformace a dochází ke vzniku žílové struktury s persistentními skluzovými pásy (PSP), viz obr. 2.3.3-2. Tyto pásy jsou schopny přenést až 100x větší deformaci než okolní matrice, což vede k tomu, že doposud homogenní rozložení deformace se výrazně lokalizuje do PSP. Jejich struktura je výrazně odlišná od okolní matrice. V FCC mřížce vznikají paralelně se systémem rovin $\{111\}$. Díky nápadné podobnosti se žebříkem v rovině $(\bar{1}21)$ bývá nazývána žebříkovou strukturou. Charakteristické pro ni je, že obsahuje kolmo na Burgersův vektor dislokační stěny s vysokou dislokační hustotou, které jsou od sebe stejně vzdáleny a jsou složeny z dipólů hranových dislokací vakančního typu. Mezi těmito stěnami jsou prostory obsahující šroubové dislokace s mnohem menší dislokační hustotou [31,36].



Obr. 2.3.3-1. Závislost energie vrstvené chyby na počtu cyklů a možné dislokační struktury u FCC mřížky [34].



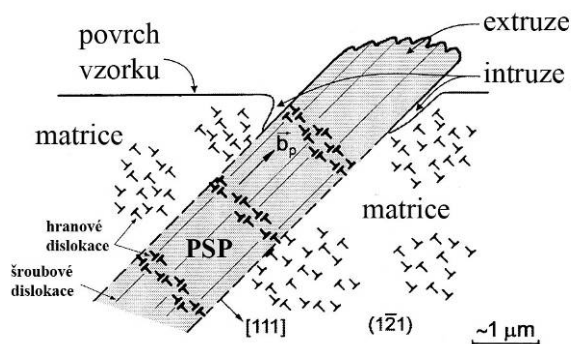
Obr. 2.3.3-2. Struktura PSP v matrici s žílovou strukturou v monokrystalu mědi [32].

2.3.4 Vznik povrchového reliéfu

Jak už bylo zmíněno, PSP jsou místa s vysokou skluzovou aktivitou, což vede ke změnám dislokační struktury a k vytvoření charakteristického povrchového reliéfu v místech, kde PSP protínají povrch materiálu. Tento povrchový reliéf je tvořen tzv. skluzovými stopami, jež se skládají z intruzí a extruzí. Extruze představují místa, kde byl materiál vytlačen nad původní úroveň povrchu a intruze, kde došlo k propadu povrchu materiálu. Opakovaně bylo zjištěno, že při přerušení únavového zatěžování a novém vyleštění povrchu materiálu, se skluzové stopy opět vytvoří na stejných místech. Proto se jim říká persistentní skluzové stopy (PSS) a jsou tak jasným důkazem nevratné skluzové aktivity lokalizované do PSP [37]. Schéma charakteristického povrchového reliéfu je na obrázku 2.3.4-1. Díky koncentraci napětí jsou intruze v další etapě únavového života místem iniciace únavových trhlin.

V průběhu několika posledních desetiletí bylo navrženo mnoho různých teoretických modelů vzniku povrchového reliéfu a iniciace únavové trhliny. Dle základních mechanismů lze rozdělit jednotlivé modely do skupin [38]:

- Modely iniciace trhlin založené primárně na existenci interního napětí v PSP a jeho působení u volného povrchu – uvažují reálnou dislokační strukturu PSP. Iniciace únavové trhliny je přisuzována především přítomnosti interních napětí v PSP a jejich působení u volného povrchu. Touto problematikou se detailněji zabývají práce [39,40].
- Vakanční modely – také uvažují dislokační strukturu PSP, ale jsou založeny na ireversibilním skluzu vycházející z chování PSP v celém jeho objemu. Dále kladou důraz na mikroskopické detaily dislokačních procesů po celém PSP. Rozhodující uloha je v těchto modelech přisuzována bodovým defektům (vakancím anebo jejich shlukům). Jednotlivé modely lze nalézt v [41,42].
- Mikromechanické modely – zanedbávají detaily dislokačních mechanismů v PSP a jsou zcela založeny na úvahách mikromechaniky za specifických předpokladů anebo energiových kritérií [43,44].



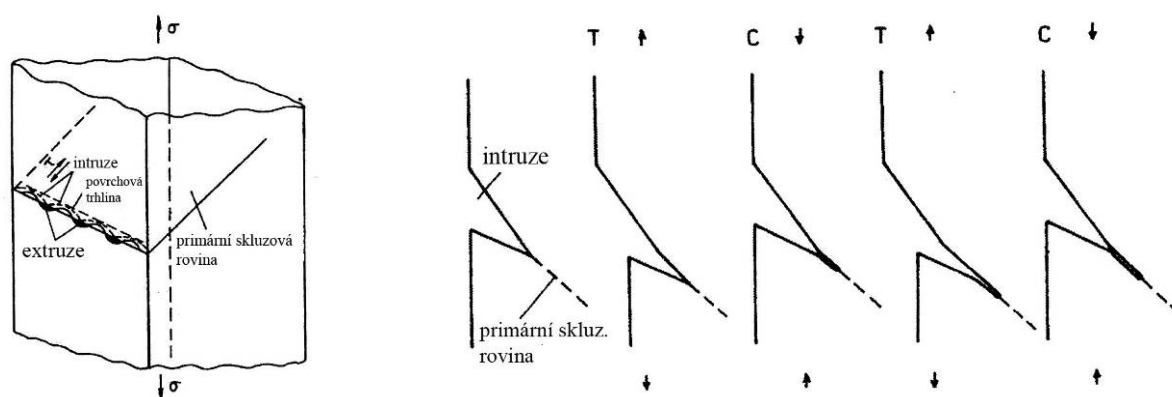
Obr. 2.3.4-1. Řez zrnem ukazující místo vzniku charakteristického povrchového profilu, kde persistentní skluzový pás protíná povrch [38].

2.3.5 Iniciace únavových trhlin

Vznik povrchového reliéfu díky lokalizované cyklické plastické deformaci je prvním krokem k nukleaci únavové trhliny. Intruze představují významné koncentrátoři napětí a deformace, jelikož radius čela intruze je velice malý. Koncentrace napětí a deformace na čele intruze umožňují nedokonalý vratný skluz podél primární skluzové roviny, který jako první popsal Wood [45]. Konkrétnější popis uvažující reálnou strukturu persistentních skluzových stop (dále PSS), které se skládají ze střídajících se extruzí a semi-eliptických intruzí, byl navrhnout Polákem a Liškutínem [46]. Materiál mezi jednotlivými intruzemi je namáhán

2. SOUČASNÝ STAV ZNALOSTÍ

antirovinnou smykovou deformací, což vede ke vzniku nových povrchů. Na čelech intruzí postupně iniciují semi-eliptické trhliny. Jednotlivé trhliny se postupně spojují, až vznikne mělká únavová trhlina podél celé persistentní skluzové stopy, která roste mechanismem popsáným na pravé straně obrázku 2.3.5-1. Růst začíná na čele intruze popřípadě vzniklé mělké trhlince. Během tahových půlcyklů dojde k pokluzu po primární rovině $\{111\}$ a vznikne tak nový povrch. Z důvodu přítomnosti okolní atmosféry se na nově vzniklý povrch naváží cizí atomy a tím nedojde k opětovnému napojení porušených vazeb mezi atomy. Proto se mechanismus vratného skluzu nazývá nedokonalým. Bylo zjištěno, že rychlost iniciace a šíření trhliny výrazně závisí na atmosféře a její korozní agresivitě. Únavové zkoušky na vzorcích ve vakuu vykazovaly i více jak 100 násobně delší životnost [32]. Dalšími významnými místy iniciace trhlín jsou hranice zrn, rozhraní inkluze-matrice a také rozhraní precipitát-matrice.



Obr. 2.3.5-1. Schéma vlevo znázorňuje mechanismus nukleace trhliny v řadě intruzí. Schéma vpravo popisuje mechanismus nedokonale vratného skluzu [32].

2.3.6 Šíření únavových trhlín

Počet mikrotrhlín, které vznikají na povrchu materiálu je velký. V průběhu únavového života se ale snižuje počet těch, které se dále šíří až nastane situace, že převládne jedna z trhlín. Potom se už šíří pouze tato trhlina, a proto se nazývá magistralní. Bývají rozeznávány dvě základní stádia šíření trhliny. Stádium I označuje období, kdy trhlina roste podél primárního skluzového systému, ve kterém se původně nukleovala. Později, ve stádiu II, se trhlina šíří v rovině kolmo na osu zatěžování. V monokrystalech proběhne změna mezi stádii v momentě, kdy je trhlina natolik dlouhá, že se stane aktivní sekundární skluzová rovina. U polykrystalu probíhá změna stadií šíření zpravidla rychleji a je ovlivněna okolním prostředím [32]. Růst iniciovaných trhlín představuje důležitou a často i rozhodující etapu únavového života. Popis růstu únavové trhliny je usnadněn použitím lomové mechaniky. Lineární elastická lomová mechanika poskytuje dobrý popis napětíových a deformačních polí na čele dlouhých trhlín, u nichž je plastická zóna zřetelně menší než velikost trhliny anebo velikost tělesa. Popis krátkých trhlín ve stádiu I pomocí lomové mechaniky je problematický, neboť velikost plastické zóny je nezanedbatelná v porovnání s velikostí trhliny.

Jak již bylo zmíněno, únavové trhliny bývají popsány pomocí lineární lomové mechaniky. Jejím určujícím parametrem je amplituda součinitele intenzity napětí K_a :

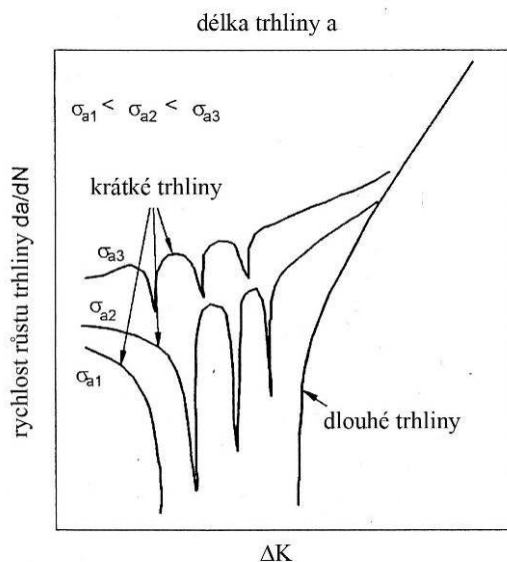
$$K_a = konst. \sigma \sqrt{\pi l}, \quad (5)$$

kde l je délka trhliny a σ je nominální napětí. Hodnota konstanty závisí na tvaru trhliny. Pro povrchovou trhlinu, která vede přes celou šířku tělesa, nabývá hodnoty 1,12. Pro povrchovou

půlkruhovou trhlínu o poloměru l je její hodnota 0,65. Pokud K_a dosáhne prahové hodnoty K_{th} , hovoříme o trhlíně jako o dlouhé. K_{th} je materiálová konstanta pro každý materiál charakteristická a je určena rovnicí

$$K_{th} = (0,65 \text{ až } 1,12) \sigma_c \sqrt{\pi l_c}, \quad (6)$$

kde l_c je kritická délka trhliny a σ_c je mez únavy. Obě veličiny patří mezi významné materiálové charakteristiky. Faktor intenzity napětí pro krátké trhliny se počítá stejně jako pro dlouhé trhliny, ovšem často není splněn předpoklad o velikosti plastické zóny vzhledem k délce trhliny. Proto v diagramu popisujícím lomovou mechaniku (viz obrázek 2.3.6-1), rychlost růstu trhliny v závislosti na amplitudě faktoru intenzity napětí, vykazují krátké trhliny rychlejší růst než trhliny dlouhé. Mají také větší rozptyl a rostou i při intenzitách napětí pod prahovou hodnotou K_{th} . U některých trhlín lze rovněž pozorovat zastavení jejich růstu, například v důsledku dosažení hranice zrna, které představuje účinnou bariérou [32].



Obr. 2.3.6-1. Závislost rychlosti růstu trhlín na velikosti rozkmitu součinitele intenzity napětí [32].

2.3.7 Křivky únavového života

Pro hodnocení únavové životnosti materiálů existuje několik základních přístupů. Prvním, kdo se pokusil charakterizovat únavovou životnost, byl Wöhler pomocí Wöhlerovy křivky (viz obr. 2.3-1) pro hladké vzorky. Hlavní část této závislosti může být pro většinu materiálů velmi dobře aproximována pomocí Basquinova zákona:

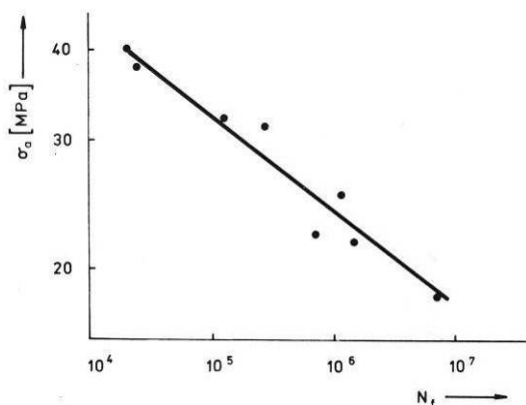
$$\sigma_a = \sigma'_f (2N_f)^b, \quad (7)$$

kde σ'_f je koeficient únavové pevnosti a b je exponent únavové pevnosti. Této závislosti se také říká odvozená Wöhlerova křivka, neboť se jedná o stejnou závislost, ovšem popisující únavové zkoušky provedené v řízení amplitudy deformace. Manson s Coffinem objevili, že únavový život především závisí na velikosti amplitudy plastické deformace, a proto se pro popis elasto-plastického cyklování v řízení amplitudy deformace používá Manson-Coffinův zákon:

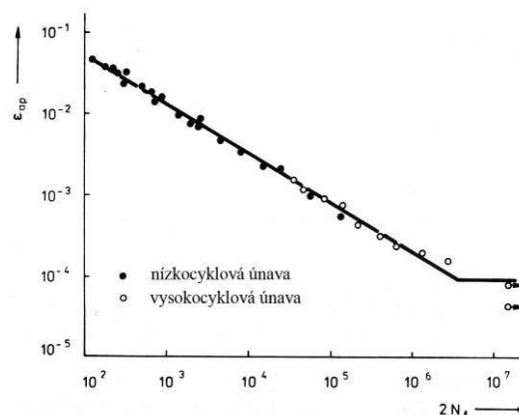
2. SOUČASNÝ STAV ZNALOSTÍ

$$\varepsilon_{ap} = \varepsilon'_f (2N_f)^c, \quad (8)$$

kde ε'_f je koeficient únavové tažnosti a c exponent únavové tažnosti. Manson-Coffinův zákon byl původně určen pro oblast nízkocyklové únavy. Jak ukazují obrázky 2.3.7-1 a 2.3.7-2, je tento zákon možno aplikovat i v oblasti vysokocyklové únavy. Na obrázcích jsou uvedeny příklady zmíněných závislostí.



Obr. 2.3.7-1. Únavová životnost dle Basquinova zákona [34].



Obr. 2.3.7-2. Únavová životnost dle Manson-Coffinova zákona [34].

2.3.8 Vliv vysokých teplot na únavové zatěžování

Únavové chování je ovlivňováno zvýšenou teplotou a tento efekt se stává významným, pokud teplota přesáhne hodnotu poloviny bodu tání daného materiálu. Studium této problematiky je dána skutečnost, že mnoho komponent a konstrukcí pracujících za vysokých teplot jsou zároveň cyklicky namáhány. Z pohledu návrhu nových zařízení se jedná o velice obtížný úkol skloubit požadavky na pevnost, provozní teplotu, odolnost vůči okolnímu agresivnímu prostředí a v neposlední řadě vysokou spolehlivost. Proto se většina studií snaží o charakterizaci cyklické plasticity a základních deformačních mechanismů, které přispívají ke snížení životnosti. Na základně zjištěných údajů lze navrhnout metody pro spolehlivou predikci zbytkového života zařízení či komponenty [33].

Za zvýšených teplot vstupuje do popisu únavového chování časový faktor, což představuje historii zatěžování v řízení deformace i napětí. Pro posouzení těchto efektů se používají různé modifikace základního konstantního cyklování pomocí prodlev v tahu či tlaku jak v řízení deformace, tak v řízení napětí. Kromě samotného únavového zatěžování se na degradaci materiálu začínají podílet jiné mechanismy jako třeba creep a také oxidace, tudíž obecně dochází za zvýšených teplot ke spolupůsobení několika činitelů. Tyto procesy jsou umožněny termálně aktivovanými jevy, které s rostoucí teplotou nabývají na důležitosti. Patří sem především difúzní a relaxační procesy, šplh a příčný skluz dislokací. Vyjmenované jevy mají velký význam na mechanismus deformace materiálu. Teplota má i vliv na jednu z určujících materiálových charakteristik a to na velikost energie vrstevné chyby. S rostoucí teplotou tato veličina narůstá, což také napomáhá změně mechanismu deformace. Od homologické teploty (tj. poměru aktuální teploty k teplotě tání daného materiálu) vyšších než 0,5 se ve většině materiálů začíná uplatňovat deformační mechanismus formou vlnitého skluzu. Na druhou stranu materiály, u kterých probíhá za zvýšených teplot dynamické deformační stárnutí, může dojít k potlačení vlnitého skluzu a k upřednostnění rovinného skluzu. Při těchto úrovních teplot dochází také k výraznému poklesu interního napětí. Termální fluktuace pozitivně přispívá k překonávání překážek v pohybu dislokací a tím snižuje složku efektivního napětí. Na druhou stranu zotavení materiálu může vést ke snížení hustoty pohyblivých dislokací

a tedy i zvýšení efektivního napětí. Během vystavení materiálu vysokým provozním teplotám také dochází ke změně struktury především díky dynamickému deformačnímu stárnutí, zotavení materiálu a precipitaci. Tyto transformace struktury mohou být pozitivního i negativního charakteru [33,47].

Iniciace únavových trhlin v materiálech používaných za zvýšených teplot je ovlivněna několika faktory, které se odvíjí od provozní teploty, velikosti napětí a vlivu okolního prostředí. Mechanismy, které přispívají ke vzniku nespojitostí v materiálu, lze rozdělit do následujících skupin [47]:

- Nukleace trhlin od cyklického skluzu
- Kavitace na hranicích zrn
- Pokluz po hranicích zrn
- Nukleace a vývoj poruch od inkluzí a precipitátů
- Oxidace a koroze

2.3.9 Únava niklových superslitin

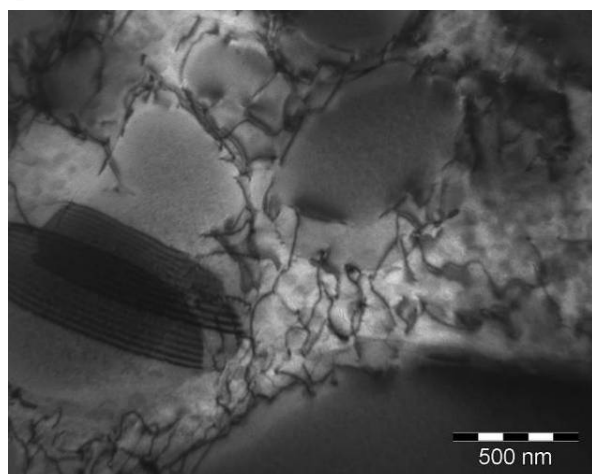
Jak již bylo zmíněno, niklové superslitiny se používají zejména pro kriticky komponenty plynových turbín. Ty obsahují pohyblivé části, jako například lopatky, které jsou namáhány cyklickým zatěžováním. Díky zahřívání a ochlazování během startu a vypínání leteckých motorů dochází k elasticko-plastickým deformacím v důsledku teplotní roztažnosti a jejich opakování vede k nízkocyklové únavě s řízeným rozkmitem deformace. Z toho důvodu se laboratorní zkoušky provádějí v režimech řízení amplitudy celkové anebo plastické deformace.

Únavový proces u této skupiny materiálu se vyznačuje stejnými stádii popsanými v předchozí obecné kapitole o únavě. Základním rozdílem je posun od jednoduché modelové struktury FCC kovu (například mědi) ke struktuře skládající se z matrice γ (mřížka FCC) a precipitátů γ' (struktura $L1_2$) a také amplikace vysokých teplot. Tyto skutečnosti ovlivňují dislokační strukturu a také deformační mechanismy, které jsou úzce spojené s napětově-deformační odezvou. V počátečních fázích se nejdříve tvoří heterogenní dislokační struktura, která se postupně stává nestabilní. Posléze dochází k lokalizaci cyklické plastické deformace do persistentní skluzových pásů. Ty na místech kde dosáhnou povrchu, vytváří persistentní skluzové stopy s typickým povrchovým reliéfem, který je tvořen extruzemi a intruzemi. Při dalším cyklickém zatěžování dochází ke zvýrazňování tohoto reliéfu a uvnitř PSS k iniciaci únavové trhliny. Únava u niklových superslitin se vyznačuje některými důležitými rysy [48]:

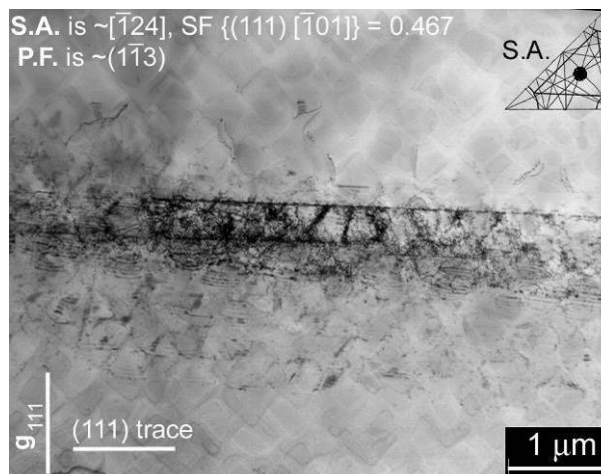
- Deformace při nízkých teplotách nejčastěji probíhá pomocí přeseknutí precipitátů dislokacemi, neboť jsou koherentní.
- Při vysokých teplotách může docházet k hrubnutí precipitátů za působení napětí (tzv. rafting). Charakter pohybu dislokací v materiálu závisí na velikosti precipitátů. Pokud jsou dostatečně malé, může docházet k jejich přeseknutí. V případě hrubších precipitátů, může dislokace kolem nich tvořit smyčky na základě Orowanova modelu. Ve většině případů ovšem dochází k pohybu dislokací přes tyto zpevňující částice, přičemž dochází k jejich rozštěpení na parciální dislokace. Z toho důvodu je jejich další pohyb znesnadněn a pro jejich další pohyb je nutné výrazně větší napětí. To je důvod anomálního teplotního chování niklových superslitin.
- Dalšími mechanismy, které je nutno za vysokých teplot uvažovat je pokluz po hranicích zrn a šplh dislokací.

2.3.9.1 Cyklická odezva materiálu a vývoj dislokační struktury

Při únavovém zatěžování za pokojové teploty v řízení amplitudy deformace lze během počáteční fáze pozorovat cyklické zpevnění. Příčinou je zvyšování dislokační hustoty a vznik komplikovaných dislokačních sítí na rozhraní matrice/precipitát (viz obr 2.3.9.1-1). Volné dislokace pak mají ztížený pohyb. Nejdůležitější změnou dislokační struktury v této fázi je postupná lokalizace cyklické plastické deformace do persistentních skluzových pásů. Díky komplikovanější struktuře materiálu již nemají tak pravidelnou strukturu žebříkovitého typu, ale jedná se o tenké rovinné pásy. V pracích [49] a [50] bylo pozorováno, že tyto skluzové pásy jsou podél rovin skluzového systému $\{111\}$ a prochází jak přes matrici, tak i vytvrzující fázi γ' . Na obrázku 2.3.9.1-2 je příklad pásu v superslitině IN 713LC. Velikost cyklického zpevnění se zvětšuje s velikostí amplitudy celkové nebo plastické deformace. Po vybudování persistentních skluzových pásů ve struktuře nastává saturace, během které dochází k budování povrchového reliéfu. V konečné fázi únavového života začne cyklické změkčování, které souvisí s iniciací únavových trhlin a propagací magistrální trhliny přes průřez. S rostoucí teplotou dochází ke zmiřňování změn mechanických vlastností v průběhu cyklování. Počáteční cyklické zpevnění se téměř vytrácí a celý únavový život se vyznačuje stabilním chováním či mírným cyklickým změkčováním [51]. Tyto změny v chování lze přisuzovat tepelně aktivovaným procesům. Dislokační hustota v persistentních pásích i v okolním prostředí není tak vysoká, neboť díky zvýšené pohyblivosti dislokací je možné plastickou deformaci snadněji přenášet, a proto je také nižší počet persistentních skluzových pásů v materiálu [48]. Významný vliv na únavové chování má také jednodušší příčný skluz a šplh dislokací.



Obr. 2.3.9.1-1. Dislokační struktura po únavovém zatěžování.



Obr. 2.3.9.1-2. Persistentní skluzový pás v niklové superslitině [53].

2.3.9.2 Vývoj povrchového reliéfu

V okamžiku, kdy v objemu materiálu vznikají persistentní skluzové pásy, začne se tvořit povrchový reliéf v místech, kde vystupují na povrch tělesa. Proto persistentní skluzové stopy leží výhradně také na rovinách $\{111\}$. Při pokojových teplotách se jedná o ostré a dobře vyvinuté skluzové stopy jdoucí mnohdy přes celé zrno. Za vysokých teplot již nejsou natolik kompaktní a jejich délka se v některých případech může značně lišit [49]. Jak již bylo zmíněno, mezi důvody těchto změn patří možný vlnitý skluz, šplh dislokací a snadnější difúze při těchto teplotách. Persistentní skluzové stopy se skládají z extruzí, které jsou v některých případech doprovázeny intruzemi. V nedávno provedených studiích [49,52] byla použita technika AFM (tj. Atomic Force Microscopy) pro zmapování povrchového reliéfu po zatěžování. Z prací lze vidět, že povrchový reliéf se stává výraznějším s rostoucím počtem

cyklů. Jednotlivé intruze se prohlubují a stávají se vhodnými místy iniciace únavových trhlin. Se zvyšující se teplotou nabývají na významu jako další místa iniciace hranice zrn.

2.3.9.3 Šíření únavové trhliny

Pro iniciaci únavové trhliny jsou v materiálu příhodná místa s velkými teplotními gradienty nebo koncentrátoři napětí, například intruze povrchového reliéfu a technologické defekty. S rostoucí teplotou nabývá na významu i iniciace únavových trhlin na hranicích zrn [54]. V počáteční etapě šíření se trhlina šíří krystalografickým charakterem. To znamená, že využívá vhodně skluzové roviny ze systému $\{111\}$ s nejvyšším Schmidovým faktorem. Na lomových plochách se tato oblast vyznačuje rovinnými fazetami od povrchu vzorku (iniciace proběhla z persistentní skluzové stopy) anebo defektů jako například inkluze a řediny. Se zvětšující se délkou trhliny se mění sklon šíření na kolmý k působícímu napětí a roste vliv okolní atmosféry. Na čele trhliny v závislosti na tenzoru napětí může docházet k difúzi kyslíku do materiálu, který způsobuje křehkost této oblasti. Příhodnými místy pro tento proces jsou rozhraní mezi matricí a precipitátem, kde díky vyrovnání určitého misfitu mezi mřížkovými parametry existuje síť dislokací. S rostoucí teplotou se zvyšuje pevnost precipitátů, a proto je pro šířící se trhlinu snazší se vyhnout těmto fázím. Dalším obvyklým doprovodným jevem je větvení trhliny, což má za následek členitou lomovou plochu s fazetami na několika rovinách skluzového systému $\{111\}$.

2.3.10 Únava intermetalických slitin TiAl

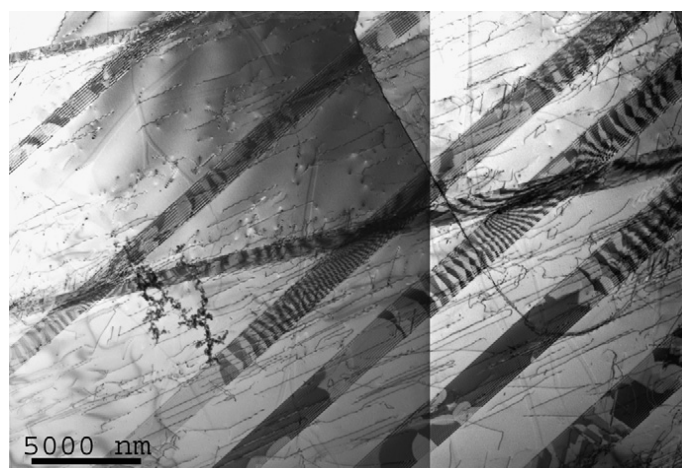
Slitiny TiAl představují potenciální kandidáty na využití v leteckém průmyslu na komponenty vystavené vysokým teplotám. Zatím ale tyto slitiny čelí několika překážkám v jejich rozšíření do provozu. Ačkoliv se vyznačují dobrými mechanickými vlastnostmi za zvýšených teplot, jejich omezením je významný rozptyl v mechanických vlastnostech. Je nutné zdůraznit, že zmíněný fakt se týká především únavových vlastností. Jedny z prvních prací zabývajících se únavou TiAl provedli Sastry a Lipsitt [58]. Prvním zásadním zjištěním bylo, že Wöhlerova křivka je bez ohledu na teplotu extrémně plochá, takže i drobná změna v amplitudě napětí vede k diametrálně rozdílným životnostem. Druhou neméně důležitou skutečností je, že mez únavy σ_c se vzrůstající teplotou příliš nedegraduje a poměr σ_c k mezi pevnosti v tahu R_m pro příslušné teploty je přitom nezvykle vysoký. Pohybuje se v rozmezí 0,5 až 0,8. Tento poměr je srovnatelný anebo i lepší než u jiných vysokoteplotních materiálů např. u niklových superslitin se pohybuje v rozmezí 0,3 až 0,4. Takto vysoká mez únavy u TiAl je pravděpodobně zapříčiněna povahou uspořádanosti struktury na velkou vzdálenost, u které je omezena možnost příčného skluzu. Na únavovou odolnost materiálu má rozhodující vliv dosažená mikrostruktura a chemické složení [59-61]. V tomto ohledu je příznivá lamelární struktura. Se snižujícím se obsahem uhlíku se zjemňují lamely, což má příznivý vliv na únavové vlastnosti, neboť rozhraní jednotlivých lamel působí jako bariéry proti šíření trhlin. V duplexní struktuře se únavová trhlina šíří podstatně rychleji než v lamelární, což snižuje její únavovou odolnost. Recina [59,60] vyvodil, že únavové vlastnosti TiAl slitin závisí především na velikosti meze pevnosti, ale také na houževnatosti.

2.3.10.1 Cyklické chování za pokojové teploty

Cyklické chování při pokojové teplotě je významně ovlivněno orientací lamelární struktury vůči ose zatěžování [62-65]. Tato struktura má silnou anizotropii plastických vlastností. Rovněž dislokační struktura vykazuje závislost na orientaci a také závislost na typu příslušné domény γ fáze. Při úhlu mezi rovinou lamely a osou zatěžování $\theta = 45^\circ$, což představuje tzv. měkký režim orientace, byly pozorovány na rovinách (111), rovnoběžných s lamelou, dislokace a dvojčata. Domény orientované pod úhlem $\theta = 0^\circ$, tzv. tvrdý režim orientace,

2. SOUČASNÝ STAV ZNALOSTÍ

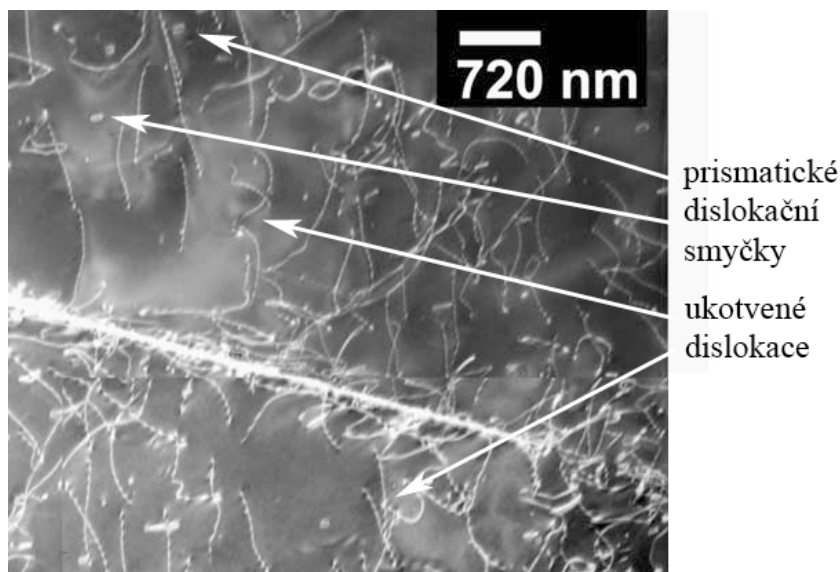
obsahovaly pouze dvojčata. Domény orientované s různými úhly mezi těmito dvěma mezními případy měly dislokační strukturu podobnou žilové, tvořené stěnami s vysokou hustotou dislokací a kanály s nízkou hustotou dislokací. Vedle orientace je dalším významným faktorem také velikost amplitudy celkové deformace ε_a [66]. Při zatěžování vysokou ε_a materiál výrazně cyklicky zpevňoval a hlavním deformačním módem bylo dvojčatění. Při středních hodnotách ε_a bylo cyklické zpevňování mírnější a vzniklé dislokační uspořádání připomíná žilovou strukturu. U nejnižších ε_a cyklické zpevňování téměř vymizelo a materiál měl převážně stabilní cyklickou odezvu. Dislokační struktura se nevyznačuje žádným specifickým uspořádáním a skládá se z dislokací typu $\frac{1}{2}\langle 1\bar{1}0 \rangle$. Na obr. 2.3.10.1-1 je příklad dislokační struktury s dvojčaty po únavovém zatěžování.



Obr. 2.3.10.1-1. Dislokační struktura TiAl s deformačně indukovanými dvojčaty po cyklickém zatěžování za pokojové teploty. [67]

2.3.10.2 Cyklické chování za vysokých teplot

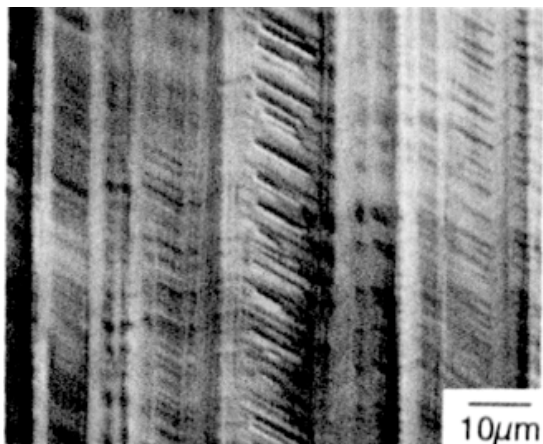
Napětíová odezva u cyklického zatěžování za vysokých teplot je stabilní během celého únavového života a nevykazuje změny v závislosti velikosti aplikované amplitudy celkové deformace ε_a . Dislokační struktura se skládá z dlouhých a bodově zakotvených dislokací (viz obr. 2.3.10.2-1). To nasvědčuje, že díky vysokým teplotám je možný příčný skluz a šplh dislokací [66,68]. Pro přesnější charakterizaci deformačních mechanismů se často využívají modelové monokrystaly TiAl, tzv. PST (polysynthetic twins, tj. polysyntetická dvojčata) slitiny, které se získávají řízenou krystalizací z taveniny takovým způsobem, že všechny lamely jsou rovnoběžné a shodně orientované ve směru růstu krystalu. Bylo prokázáno, že dislokační šplh podpořený difúzí vakancí se může projevovat v cyklicky zatěžovaných strukturách již při teplotách 450°C [69]. Tudíž k pohybu úplných dislokací přibývá další možný proces, který má vliv na napětíově-deformační odezvu, a to je pohyb šplhem a anihilace dislokačních spleť. Při teplotách 800°C bylo pozorováno rozpouštění α_2 fáze a vznik fáze γ poblíž hranic zrn [70]. To obecně vede ke změně způsobu šíření trhlin z transkrystalického na interkrystalický. Vliv této změny módu šíření trhlin se projeví i na křivkách únavové životnosti.



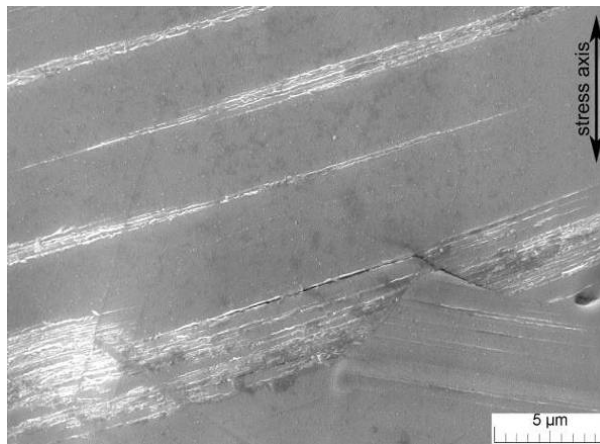
Obr. 2.3.10.2-1. Příklad dislokačního uspořádání TiAl po cyklování při 750°C. Šipky poukazující na charakteristické jevy jsou nesprávně umístěny [66].

2.3.10.3 Lokalizace cyklické plastické deformace

Zatím ne zcela uspokojivě zodpovězenou otázkou je, jestli vzniká u této skupiny materiálů v důsledku únavového zatěžování povrchový reliéf. Obecně lze konstatovat, že jeho vznik je závislý na konkrétní slitině, jejím chemickém složení a mikrostruktuře. Velmi důležitým faktorem je také orientace lamel vůči zátěžné síle. S různou orientací vzniká odlišný povrchový reliéf, jak je možné vidět na obrázcích 2.3.10.3-1 a 2.3.10.3-2. Zatímco při rovnoběžnosti osy zatěžování a lamel dochází ke vzniku reliéfu díky dvojčatění anebo skluzu po krystalografických rovinách (obr. 2.3.10.3-1), při orientaci lamel blíží se 45°C vzniká reliéf podél jednotlivých lamel (obr. 2.3.10.3-2). V několika pracích byl pozorován charakter povrchového reliéfu [60,71]. Ten je tvořen extruzemi o tloušťce pouhých několik desítek nanometrů podél rozhraní lamel γ/γ a γ/α_2 . Reliéf složený z extruzí i intruzí byl také pozorován v ekviaxiálních zrnech γ [60]. Na těchto rozhraních posléze iniciují únavové trhliny. V práci [72] byl pozorován vývoj únavového poškození a již v rané části únavového života byly nalezeny mikrotrhliny na rozhraních jednotlivých lamelárních zrn.



Obr. 2.3.10.3-1. Povrchový reliéf lamel, které jsou rovnoběžné k osou zatěžování [62].



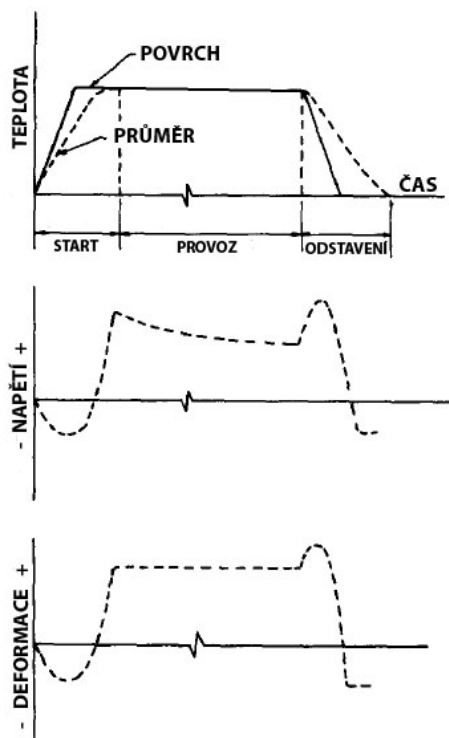
Obr. 2.3.10.3-2. Extruze podél rozhraní jednotlivých lamel [71].

2.3.10.4 Šíření únavové trhliny

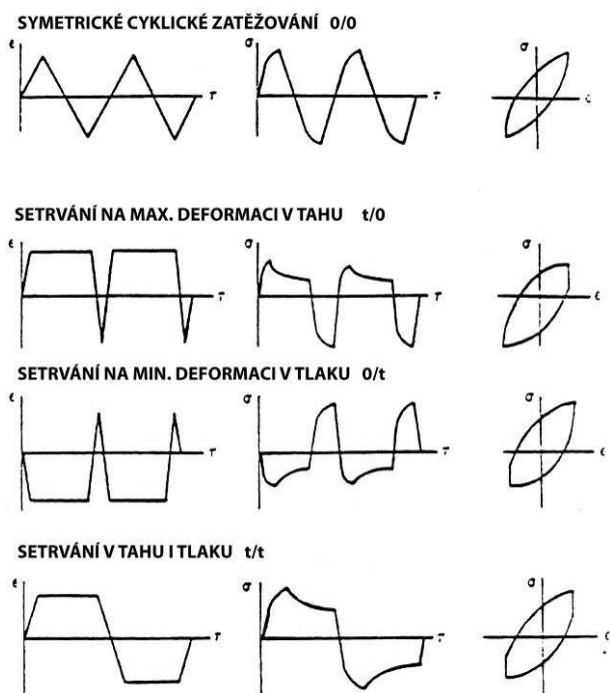
Pro slitiny TiAl je charakteristická jejich nízká tolerance k dlouhým únavovým trhlinám díky nízké lomové houževnatosti. Proto podstatnou část únavového života zabírá šíření krátkých trhlin v rámci jednoho zrna. Růst trhliny se ve většině případů zastaví na hranicích zrn, ale některé pokračují v šíření a jsou příčinou konečného selhání. O tom, zda se bude trhlina dále šířit, nerozhoduje velikost lamelárního zrna, ve kterém se nachází, ale orientace okolních zrn [72].

2.4 Interakce únava-creep

Nízkocyklová únava je důležitým faktorem, který je třeba zohlednit jak v návrhu, tak v podmínkách provozu vysokoteplotních systémů, které jsou vystaveny opakovaným tepelným napětím v důsledku teplotních gradientů. Ty se objevují během startování (zahřívání) a vypínání (ochlazování) nebo jiných přechodových procesů. K systémům, u kterých dochází k těmto jevům, se řadí letecké turbíny, tlakové nádoby v jaderných elektrárnách, parní turbíny anebo například tepelné výměníky. Únava je obecně studována za podmínek řízené deformace, do kterých také vstupují časově závislé vlivy, mezi kterými je nejdůležitější creepové zatížení. Obrázek 2.4-1 znázorňuje průběh napětí a deformace během jednoho provozního cyklu parních kotlů či parních turbín. Podobným cyklem jsou namáhány i turbíny letadel. Existují experimentální zařízení schopná napodobit reálné podmínky zatěžování, ale nevýhodou je jejich vysoká cena. Proto se pro určení chování materiálu za takto specifických podmínek v laboratoři využívá náhrady tepelné složky namáhání, vzniklých tepelnými gradienty, mechanickým namáháním za konstantní teploty. Start a vypínání je nahrazeno symetrickým cyklováním při stejné rychlosti deformaci v tlaku i v tahu. Setrvávání na maximální hodnotě deformace simuluje časové úseky provozu při zatížení. To znamená, že pomocí tohoto mechanického zatěžování lze napodobit interakci únavy a creepu. Možné výsledné průběhy experimentálního zatěžování jsou na obrázku 2.4-2.



Obr. 2.4-1. Časová závislost teploty parních turbín a s tím související napětí a deformace [76].

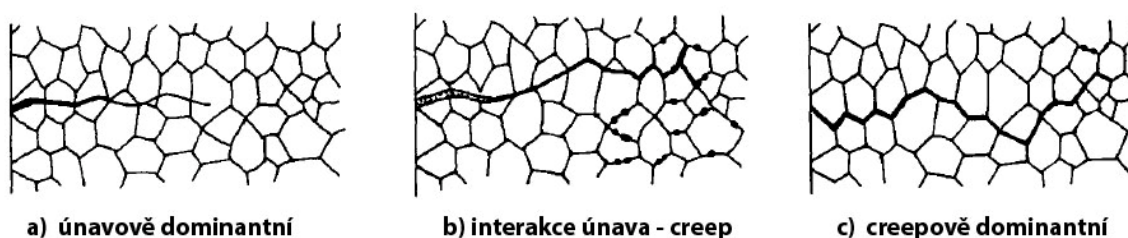


Obr. 2.4-2. Typické tvary pro únavové zkoušky řízené v deformaci [76].

Interakci únava-creep lze rozdělit na dvě skupiny podle toho, jak je zkušební těleso zatěžováno. Prvním způsobem je sekvenční interakce, kdy jednotlivé módy zatěžování následují po sobě, tj. působí odděleně. U simultánní interakce jsou složky obou druhů poškození obsaženy v každém cyklu. Tento způsob je často využíván v podobě testů řízených v režimu deformace. Poněvadž bude také využit v této práci, bude mu věnována v následujícím textu pozornost. Creepové poškození reprezentují tzv. prodlevy (v anglosaské literatuře označované jako „dwells“ nebo „hold-time“), což jsou časové intervaly setrvání na určité hodnotě deformace. Nejčastěji to bývá maximální hodnota v tahu, tlaku anebo v obou současně (viz obr. 2.4-2).

Vliv prodlev na délku únavové životnosti závisí na materiálu [74,75]. Některé materiály jsou citlivé na tahové prodlevy, kdy dochází ke zkracování únavového života. Naopak pro jiné jsou škodlivé tlakové prodlevy. V případě austenitických nerezavějících ocelí obecně platí, že únavová odolnost za zvýšených teplot klesá s vložením jakýchkoliv zátěžných period, ze kterých jsou nejškodlivější prodlevy při maximální deformaci v tahu [74]. Změnu velikosti creepové složky zatěžování lze provést prodloužením času prodlevy, tudíž delším setrváním na zadané hodnotě deformace. Druhou možností je zmenšení rychlosti deformace cyklování. Díky těmto možným modifikacím cyklování se mění také mechanismy porušování materiálu, které můžeme rozdělit následovně:

- Mechanismy s převládající únavou – k porušení tělesa dochází díky růstu únavových trhlin bez viditelné známky creepového poškození (obr. 2.4-3a).
- Interakce únava-creep – v materiálu už jsou pozorovány kavitace od creepového poškození spolu s únavovými trhlinami (obr. 2.4-3b). Oba druhy poškození se ze začátku vyvíjejí nezávisle. Rozsah interakce závisí na velikosti jejich vzájemného poměru. Často se vyskytující případem je počáteční růst trhliny, jejíž rychlost růstu se neliší od běžného cyklického zatěžování. Až v pokročilejším stádiu porušení začne docházet k jejich interakci, především vakancemi. Výsledná lomová plocha sestává z oblastí transkrystalického a také interkrystalického porušení.
- Mechanismy s převládajícím creepem – za těchto podmínek neprobíhá žádná interakce s únavovým porušením a creep hraje zásadní úlohu. K selhání tělesa dojde interkrystalicky v důsledku nahromadění kavit na hranicích zrn (obr. 2.4-3c).



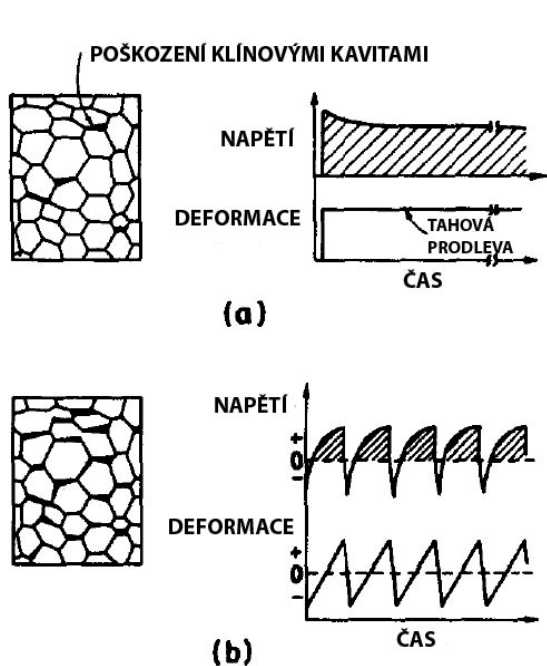
Obr. 2.4-3. Režimy porušování s ohledem na převládající zatěžování [76].

Na interakci únava-creep lze nahlížet ze dvou úhlů pohledu:

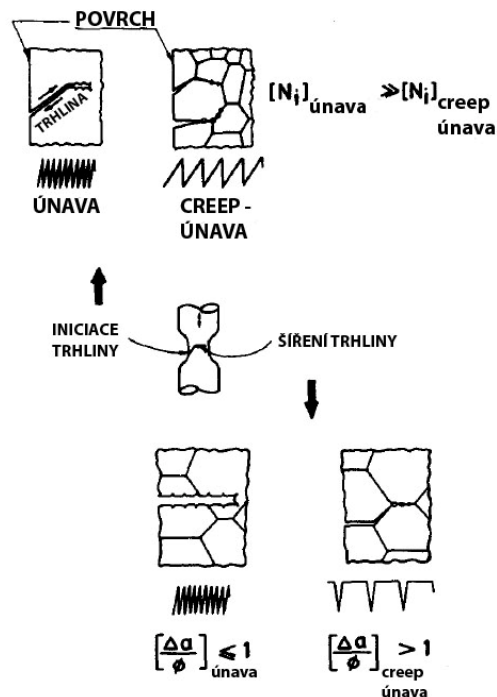
- Vliv cyklického zatěžování na kavitační poškození – v tomto případě, kdy těleso je poškozeno převládajícím creepovým zatěžováním, vede vložení cyklické složky k urychlení degradace. Z obrázku 2.4-4 lze vidět, že plocha pod křivkou závislosti napětí-čas je menší pro cyklické zatěžování než pro creepové, ale i přesto cyklování výrazně urychlí degradační procesy.

2. SOUČASNÝ STAV ZNALOSTÍ

- Vliv vzniku kavit na iniciaci a šíření únavové trhliny – na obrázku 2.4-5 lze vidět vliv kavit na šíření únavové trhliny na tělesech, u kterých převládá cyklické zatěžování. V běžných materiálech vzniká během únavového zatěžování jen několik trhlín. Z nejdelší trhlíny se posléze stane magistrální. Pokud spolupůsobí i creepové zatěžování vzniká podél hranic zrn mnohem více trhlín. Kavity mohou podpořit jak iniciaci trhlíny, tak i její růst. V tom případě trhlina roste výrazně vyšší rychlostí a není omezena pouze na velikost plastické zóny na čele trhlíny, ale zapojuje se i spojování s kavitami, které má trhlina v cestě svého šíření.



Obr. 2.4-4. Schéma popisující urychlující vliv únavového zatěžování na kavitační poškození materiálu creepem [76].

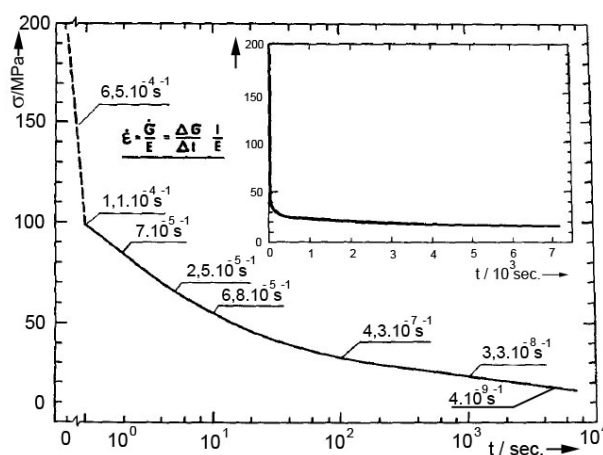


Obr. 2.4-5. Schéma ukazující urychlující vliv kavit na iniciaci a šíření únavových trhlín [76].

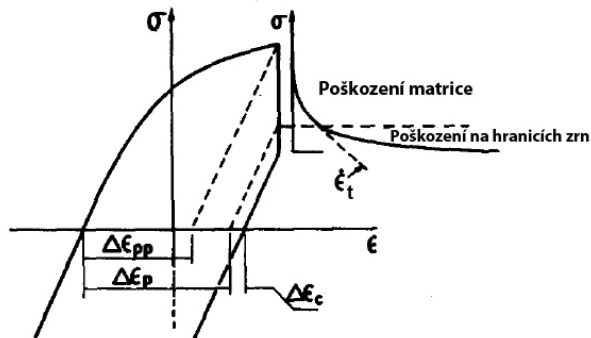
2.4.1 Vliv prodlev

Během posledních desetiletí bylo publikováno několik prací zabývajících se efektem prodlev na určité hodnotě deformace. Mezi často zkoumanými materiály byly austenitické oceli a také superslitiny [76]. Obecně lze konstatovat, že délku únavové životnosti ovlivňuje rychlost náběhu (tj. rychlost deformace), pozice a délka prodlev v hysterezní smyčce, ale také mikrostruktura daného materiálu. Vliv prodlev je také teplotně závislý. Zatímco při vysokých teplotách s rostoucí délkou prodlevy klesá životnost, při teplotách, kdy creepové poškození nemá ještě takový význam (to znamená $T < 0,4.T_m$), délka prodlev nemá výrazný vliv. Z hlediska pozice jsou nejškodlivější tahové prodlevy. Tlakové prodlevy byly méně nepříznivé. Naopak cyklování se setrváním v tahu i tlaku nepřineslo výrazné snížení životnosti. Vyskytují se ovšem materiály, pro které jsou některé z prodlev příznivé a prodlužují jejich únavový život [74]. S délkou prodlev se také mění charakter poškození. U krátkých časů probíhá iniciace trhlíny transkrystalicky a šíření kombinací transkrystalického a interkrystalického mechanismu. U prodlev s časy delšími než 10 minut byl rozdíl především v iniciaci trhlíny, která proběhla v převažující míře interkrystalicky. Roste také vliv oxidace, jež se stává dalším důležitým degradačním faktorem. V případě tlakových prodlev je na lomové ploše pozorována jamková struktura.

Deformační chování během prodlev lze popsat analýzou závislosti relaxace napětí na čase (viz obr. 2.4.1-1). Okamžitě po startu prodlevy proběhne během několika prvních sekund největší část relaxace napětí. Postupně klesá rychlost deformace, takže relaxace probíhá stále pomaleji. Rychlost deformace v této pozvolné fázi relaxace odpovídá minimální rychlosti deformace z creepových testů daného materiálu na stejné teplotě. Z rychlostí deformace bylo odvozeno, že počáteční rychlá část relaxace odpovídá deformaci matrice, jež přispívá k únavovému porušení [76]. Naopak pozvolná část relaxace má rychlosti deformace typické pro creepové porušení. Během tahových prodlev vzniká v materiálu rozsáhlé kavitační poškození. Kavity vznikají nahromaděním vakancí na hranicích zrn. Růst pak může probíhat další difúzí vakancí anebo deformací zrna. Velikost jednotlivých frakcí poškození lze pomocí těchto poznatků schematicky zobrazit na hysterezní smyčce (viz obr. 2.4.1-2). Relaxace napětí během prodlevy je rozdělena na oblast poškození matrice a poškození na hranicích zrn pomocí přechodové rychlosti deformace $\dot{\epsilon}_t$, která se liší v závislosti na materiálu. Na ose x jsou pak vyneseny jednotlivé frakce deformace, kde $\Delta\epsilon_p$ je celková plastická deformace, $\Delta\epsilon_{pp}$ je složka plastické deformace v případě cyklování bez prodlev, $\Delta\epsilon_c$ je deformace náležející creepovému poškození.



Obr. 2.4.1-1. Příklad průběhu relaxace napětí při setrvání na maximální hodnotě deformace v tahu [76].

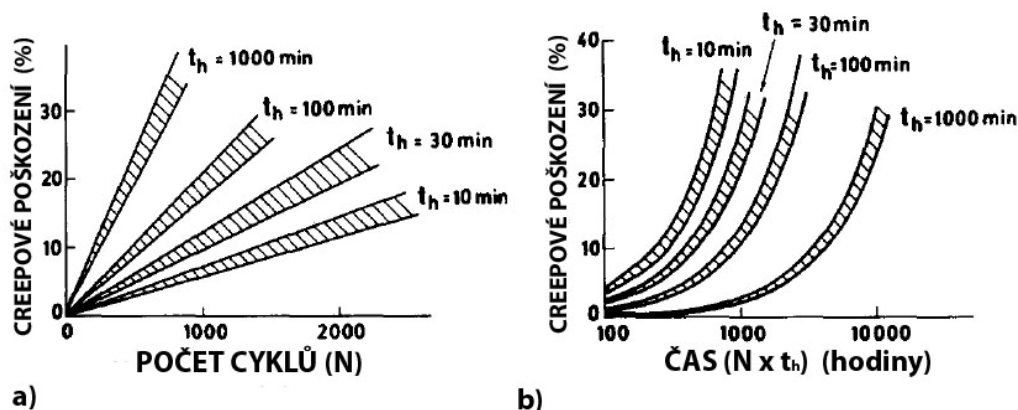


Obr. 2.4.1-2. Grafické rozložení jednotlivých složek deformace na hysterezní smyčce [76].

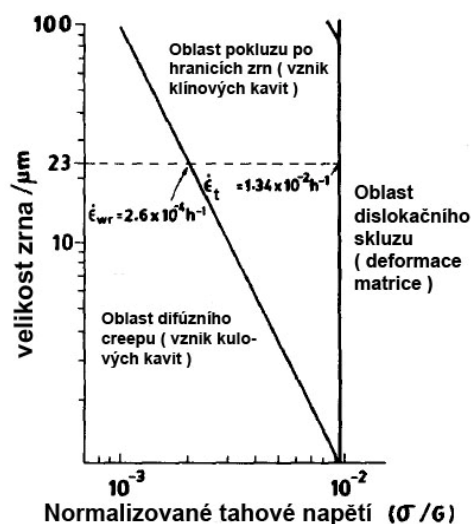
Nahromadění creepového poškození během prodlev lze vypočítat pomocí rovnice [77]:

$$\epsilon = \frac{\sigma_{\max} - \sigma_t}{E} = \frac{1}{E} \left\{ (\sigma_{\max}) - \left[\sigma_{\max}^{1-n} + AE(n-1)(t-1)^m \right]^{1/(1-n)} \right\}, \quad (9)$$

kde E je Youngův modul pružnosti, $\sigma_{\max}$ je napětí na začátku prodlevy a σ_t je napětí na konci. Délka prodlevy je označena t . Materiálové konstanty A , m a n jsou obsaženy v creepové rovnici $\dot{\epsilon} = A\sigma^n t^m$. Obrázky 2.4.1-3a, 2.4.1-3b ukazují podíl creepového zatížení v závislosti na počtu cyklů anebo na celkovém čase stráveném na prodlevách (počet cyklů vynásobený časem jedné prodlevy), kde t_h značí dobu jedné prodlevy. Pro zjištění převládajícího režimu creepového porušení se také využívají mapy deformačních mechanismů, s jejichž pomocí je možné určit přechod od dominantního poškozování matrice k převládajícímu poškozování na hranicích zrn. Na obrázku 2.4.1-4 je mapa deformačních mechanismů v závislosti na velikosti zrna a normalizovaném napětí. S rostoucí velikostí zrna se zužuje rozsah normalizovaného napětí, při kterém probíhá dislokační creep a u velikostí zrna nad $100 \mu m$ již dominuje mechanismus pokluzu po hranicích zrn. Při vysokých normalizovaných napětích se bez ohledu na velikost zrna uplatňuje porušení materiálu běžným dislokačním skluzem.



Obr. 2.4.1-3. Podíl creepového poškození v reprezentaci a) počtu cyklů b) čase stráveného na prodlevách [76].

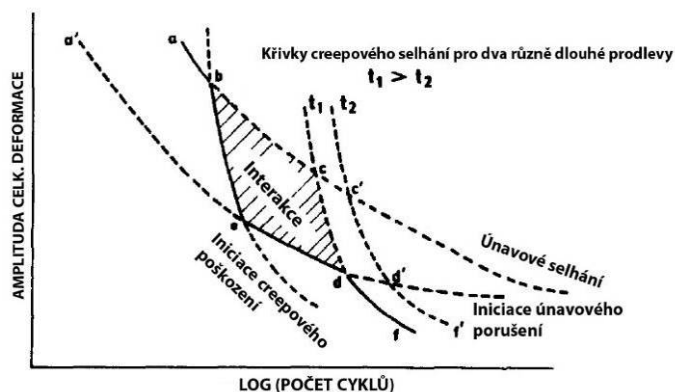


Obr. 2.4.1-4. Příklad mapy deformačních mechanismů pro 1Cr-1Mo-V ocel při teplotě 565 °C [76].

2.4.2 Další vlivy

Mezi nejčastěji ovlivňující faktory životnosti při interakci únava-creep patří velikost zrna, velikost amplitudy deformace a také creepová tažnost. Vliv velikosti zrna hraje velkou roli především za podmínek zatěžování, kdy dochází k interkrystalickému porušení. S rostoucí velikostí zrna se zkracuje životnost a dochází ke změně módu porušování kompletně na interkrystalický. To je přisuzováno jednoduššímu porušování hranic zrn (kavity a klínové trhliny) v hrubozrnné struktuře.

Obrázek 2.4.2-1 zobrazuje závislost amplitudy celkové deformace na počtu cyklů do lomu. Křivky v grafu reprezentují iniciaci únavového porušení, konečné únavové selhání materiálu a počátek creepového poškození. V závislosti na délce prodlev se mění poloha křivky selhání únavového porušování. Při nízké amplitudě deformace je iniciace povrchových trhlin relativně pomalá vzhledem ke creepovému porušení uvnitř materiálu, a proto dominuje creep. Při velmi vysokých amplitudách deformace nebo vysokých rychlostích deformace, dominuje naopak únava, neboť na vznik creepového poškození není dostatek času.



Obr. 2.4.2-1. Jednotlivé oblasti převládajících a spolupůsobících zatížení v závislosti amplitudy celkové deformace na počtu cyklů [76].

2.4.3 Interakce únava – creep u niklových superslitin

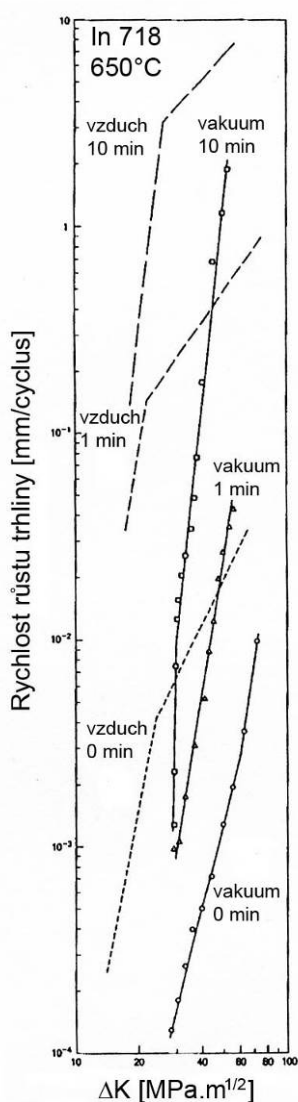
Niklové superslitiny patří k materiálům široce využívaným pro výrobu lopatek a disků turbín. To znamená, že se jedná o typické zástupce komponent vystavených při provozu interakci únavy a creepu, jak bylo zmíněno v kap. 2.4. Souhrnné práce Goswaniho [74,75] naznačují, že jednotlivé superslitiny vykazují velké rozdíly v chování při této kombinaci namáhání. Paradoxně v některých případech může být vložení prodlev do cyklického zatěžování pro životnost materiálu i prospěšné. Lze se setkat s různou citlivostí na prodlevy. Pro některé superslitiny má významně větší degradační charakter tlaková prodleva, zatímco pro jiné tahová prodleva. Příčiny těchto zásadních rozdílů v chování nejsou uspokojivě zmapované a také spolupůsobící deformační mechanismy nejsou zcela popsány. Je zřejmé, že zásadní roli bude mít chemické složení materiálu, struktura, mikrostruktura (tj. tvar precipitátů a jejich objemový podíl), technologie výroby materiálu a tepelné zpracování.

Příkladem materiálu citlivého na jakékoliv prodlevy může být například slitina Inconel 617 [76]. Prodleva na minimální hodnotě deformace způsobovala výrazné zkrácení únavového života, přičemž jako škodlivější se jevíly tahové prodlevy. Naopak zatěžování s oběma typy prodlev v každém zátěžném cyklu nepřineslo výrazné snížení životnosti v porovnání se spojitým cyklickým cyklováním. Při prodlužování délky prodlevy se lineárně snižovala únavová životnost neohledně na typu prodlevy. Další studie [78] zkoumající litou slitinu René 80 prokázala citlivost na tlakové prodlevy, zatímco tahové prodlevy či kombinace obou dvou byla pro životnost příznivá. Naopak litá superslitina GH4169 nevykazovala citlivost na konkrétní typ prodlevy, kdežto slitina FGH95 vyrobená práškovou metalurgií patří k materiálům citlivým na tlakové prodlevy a bez citlivosti na prodlevy tahové [79]. Další zástupce litých superslitin – Inconel 738, široce využívaná slitina i v České republice, patří také do skupiny tlakově citlivých materiálů [80].

Dobře zmapovanou oblastí je mechanismus porušování materiálu při spolupůsobení únavy i creepu v různých poměrech. Na druhou stranu práce zabývající se dislokačními strukturami a možnými interakcemi na úrovni krystalické mřížky jsou sporadické anebo úplně chybí. Tahové prodlevy mají vliv jak na mechanismus iniciace, tak na mechanismus šíření trhliny. Typická transkrystalická iniciace podél příhodné krystalografické roviny je nahrazena interkrystalickou iniciací a s délkou prodlevy roste podíl interkrystalického šíření trhliny. Z těchto skutečností vyplývá, že hranice zrn se stávají snadnějším místem pro iniciaci i pro šíření trhlin. Příčinou je výraznější creepové porušení a tím vznik kavít podél hranic zrn. Ty představují příhodná místa pro šíření únavové trhliny anebo může docházet k vzájemnému

2. SOUČASNÝ STAV ZNALOSTÍ

spojování kavit a tedy vzniku dalších mikrotrhlin. Jak bylo zmíněno, výše u některých materiálů jsou tlakové prodlevy škodlivější. Jedno z možných vysvětlení je založeno na tvaru kavit a energii potřebné k lomu materiálu s těmito kavitami. Bylo pozorováno, že při zatíženích tahovými prodlevami vznikají zakulacené kavity, zatímco při tlakových protáhlé ploché kavity. V případě zakulacených kavit je tak energie potřebná k lomu podél hranice zrna větší. Je tomu tak kvůli menším koncentracím napětí než u ploché kavity a také protože zaplňují menší část délky hranic zrn. Z těchto důvodů se tlakové prodlevy jeví jako více škodlivé. Jiné vysvětlení navrhl Nazmy [80], kdy u tahových prodlev vzniká mnoho trhlin, a proto dochází k jejich vzájemnému stínění vedoucímu ke snížení napětí na jednotlivých čelech trhlin (tj. menšímu součiniteli intenzity napětí). Proto je hnací síla u tohoto režimu menší a růst trhlin je pomalejší. V případě tlakových prodlev vznikají pouze izolované trhliny, na kterých k žádnému stínění napětí nedochází, což má za následek rychlejší šíření. Tento efekt je ještě umocněný skutečností, že tlakové prodlevy zapříčiňují tahové střední napětí [76].



Obr. 2.4.3-1. Vliv tahových prodlev na růst trhliny ve vzduchu i ve vakuu [87].

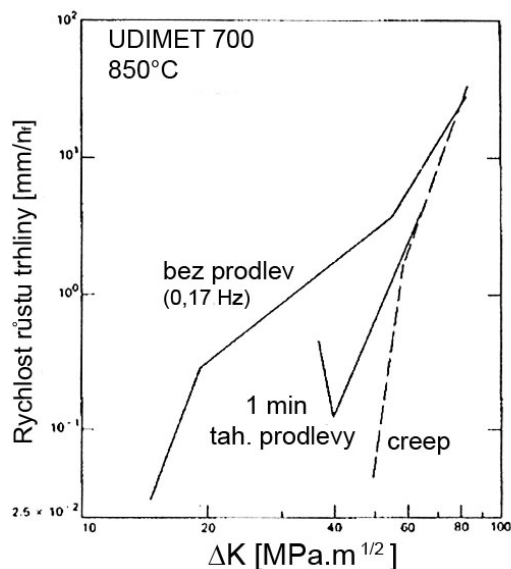
teplotou. U této superslitiny bylo prodlevami může dojít po určitý

Nejobsáhleji popsaným tématem souvisejícím s interakcí únava – creep je u superslitin kinetika šíření únavových trhlin [81-87]. Rychlost růstu únavové trhliny závisí na mnoha faktorech jako například podíl jednotlivých druhů zatěžování, parametry zatěžování, korozní a oxidační agresivita okolního prostředí, struktura a v neposlední řadě teplota.

Vliv prostředí zapříčiňuje oxidaci povrchu tělesa. Obecně lze uvažovat dva základní mechanismy oxidace, a to procesy spojené s difúzí na dlouhou vzdálenost anebo na krátkou vzdálenost. U difúze na krátkou vzdálenost vzniká na povrchu tenká oxidická vrstva, která se může zformovat do klínovitého tvaru. K tomu dochází na příhodných místech, jako jsou třeba hranice zrn a trhliny. Praskání těchto oxidických částic pak může vést k urychlení interkrystalického porušení. V případě difúze na dlouhou vzdálenost dochází k pronikání oxidačního média do míst kolem čela trhliny podél skluzových rovin a hranic zrn. Výsledkem může být vznik zoxidovaných míst, kavit anebo chemická segregace. Tyto změny struktury především podél hranic zrn mohou vést ke zmenšení možnosti jejich pokluzů a tedy k redukci jejich schopností relaxovat místní napětí během zatěžování [81].

Na slitině Inconel 718 bylo pozorováno, že při malých hodnotách rozsahu součinitele intenzity napětí ΔK byl vliv prodlev patrný na vzduchu, ale ve vakuu se neprojevil. Se zvýšením ΔK a prodloužením prodlev byl jejich příspěvek k celkovému porušení patrný. Na obr. 2.4.3-1 je zdokumentován vliv prostředí a délky prodlev na růst délky trhliny. Výrazně negativním činitelem byl vliv okolního prostředí, který razantně zvýšil rychlost šíření trhliny. Naopak například u slitiny UDIMET 700 byl tento vliv zanedbatelný v porovnání s rostoucí zjištěno, že během cyklického zatěžování s tahovými interval únavového života ke zbrzdění šíření trhliny

(viz obr. 2.4.3-2). Tento případ nastává, pokud ΔK je menší než prahová hodnota součinitele intenzity napětí pro creepové zatěžování. Zbrzdění šíření trhliny je zapříčiněno díky relaxaci napětí na čele trhliny. Další, v minulosti intenzivně zkoumanou slitinou, je IN 100. Při teplotách 650°C nebyl pozorován žádný negativní vliv 2 a 5-ti minutových prodlev. Výrazně odlišná situace nastala v případě 20-ti minutových prodlev. To bylo výsledkem interakce kavit s šířící se únavovou trhlinou. Se zvýšením teploty byla podobná interakce pozorována již při 2 min. prodlevách [81,97].

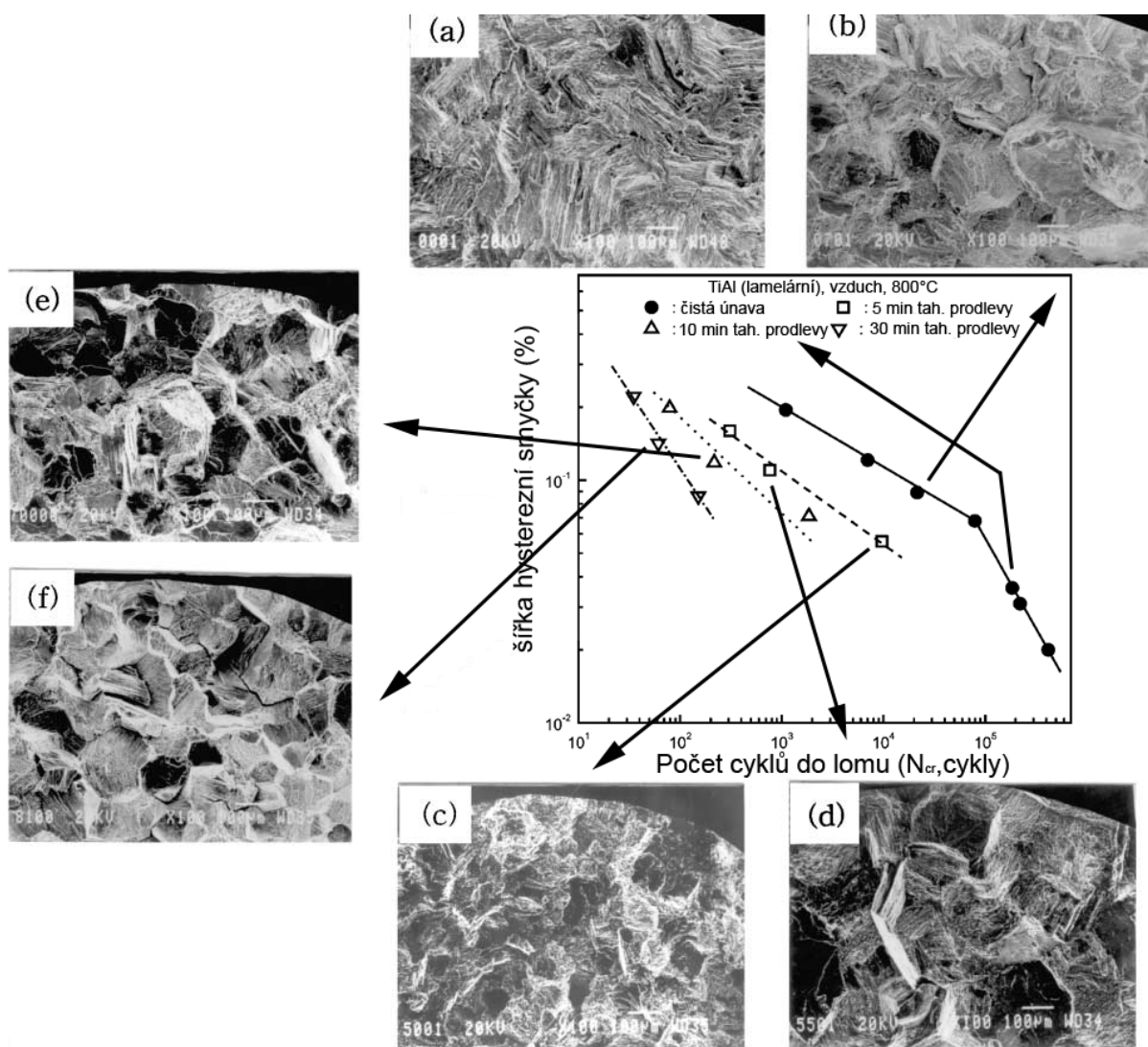


Obr. 2.4.3-2. Počáteční zbrzdění rychlosti růstu únavové trhliny při zatěžování s minutovými prodlevami [87].

2.4.4 Interakce únava – creep u intermetalika TiAl

Únavové zatěžování s vloženými prodlevami je pro tuto skupinu materiálů zatím téměř neprobádanou oblastí a existují pouze ojedinělé práce zabývající se tímto tématem [88,89]. Ty byly provedeny na slitinách vyrobených práškovou metalurgií. O vlastnostech litých slitin nejsou dostupné žádné informace. To samé platí i o slitinách s vysokým obsahem Nb. Z prací provedených do současnosti vyplývá, že důležitým faktorem v průběhu creepového zatěžování jsou probíhající fázové transformace $\alpha_2 \rightarrow \gamma$. Bylo prokázáno, že rozhraní α_2/γ fungují jako účinné bariéry v pohybu dislokací. Jejich mimořádná důležitost je dána jejich vysokou četností ve slitinách TiAl. Průběh této transformace řídí rychlost probíhající

deformace a bylo prokázáno, že má i významný vliv na interakci únava – creep. Cyklické chování bylo u všech velikostí amplitudy celkové deformace stabilní a s rostoucí délkou prodlev klesala amplituda napětí. Příčinou je časově závislá relaxace napětí (creep) během prodlev. Na obr. 2.4.4-1 jsou Mansonovy-Coffinovy křivky únavového života. Kritériem bylo zvoleno snížení saturovaného maximálního tahového napětí o 20% od počáteční hodnoty. Z grafu je patrné výrazné zkracování únavové životnosti díky prodlevám, tudíž díky creepovému porušení. Z lomových ploch k jednotlivým druhům zatěžování je patrné, že u zatěžování čistou únavou byl charakter iniciace a šíření trhliny transkrystalický. S vložením prodlev do cyklování se začíná v materiálu objevovat iniciace trhlín na hranicích zrn a s prodlužováním časů prodlev tento mechanismus převládá. To naznačuje, že při interakci zatěžování únava – creep šíření trhlín probíhá převážně interkrystalicky. Příčinou je zmíněná transformace fáze α_2 na γ . Tím se usnadní pohyb dislokací díky zmizení bariér v podobě rozhraní α_2/γ .



Obr. 2.4.4-1. Křivka životnosti dle Mason – Coffinova zákona. Na lomových plochách a) až f) lze vidět zřetelný přechod od transkrystalického porušování k interkrystalickému s prodlužující prodlevou [88].

3. CÍLE PRÁCE

Disertační práce je zaměřena na studium vlivu creepové deformace na chování pokročilých vysokoteplotních materiálů při únavovém zatěžování v nízkocyklové oblasti. Pro studium byla zvolena litá niklová superslitina Inconel 792-5A a intermetalická slitina TiAl-7Nb na bázi gama TiAl.

I když studiu interakce únavy a creepu u niklových superlitin byla doposud věnována řada prací, většina z nich byla zaměřena na praktické aspekty řešící zejména urgentní otázky lomů kritických komponent. V této disertační práci je důraz položen na studium vlivu prodlev hlavně na mechanismy únavového poškození v důležitých stádiích životnosti superslitiny. U zvoleného materiálu Inconel 792-5A jsou údaje o jeho chování při nízkocyklové únavě velmi sporadické a informace o interakci únavy a creepu chybí zcela.

Intermetalická slitina TiAl-7Nb s obsahem Nb vyšším než 2% je v současné době nejnovější generací intermetalických materiálů s ambicemi konkurovat doposud dominantnímu postavení superslitin zvláště u plynových turbín.

Z hlediska uvedených skutečností a na základě rozboru literárních údajů byly formulovány následující dílčí cíle této disertační práce:

- Provést zkoušky nízkocyklové únavy s konstantní hodnotou amplitudy celkové deformace při teplotě 800 °C u materiálu Inconel 792-5A a jejich vyhodnocením získat charakteristiky napětí-ovně-deformační odezvy a únavové životnosti.
- Na základě literárních údajů navrhnout tepelné zpracování dodaného odlitku slitiny TiAl-7Nb s cílem dosáhnout lamelární strukturu vzorků. Provést únavové zkoušky při teplotě 750 °C a získat charakteristiky nízkocyklové únavy analogicky jako u superslitiny.
- Získat poznatky o lokalizaci deformace u materiálu Inconel 792-5A zatěžovaných v režimu spojitého cyklování pozorováním povrchového reliéfu a vnitřní struktury.
- Provést zkoušky nízkocyklové únavy s prodlevami jednak v tahovém vrcholu (Inconel 792-5A a TiAl-7Nb), jednak v tlakovém vrcholu hysterezní smyčky (Inconel 792-5A) při stejných teplotách jako u spojitého cyklování a stanovit citlivost jednotlivých materiálů k prodlevám.
- Analyzovat vliv creepové komponenty na charakteristiky nízkocyklové únavy u obou studovaných slitin.
- Analyzovat vliv prodlev na mechanismy počátečních stádií únavového poškození u superslitiny Inconel 792-5A.

4. EXPERIMENT

4.1 Materiál

4.1.1 Inconel 792-5A

Niklová superslitina Inconel 792-5A (dále IN792-5A) byla dodána společností PSB Turbo, Velká Bíteš a.s. ve formě odlitých polykrystalických tyčí. Její chemické složení je uvedeno v tabulce 4.1.1-1. Jedná se o superslitinu s vysokým obsahem Ti a Ta a díky tomu také vysokému objemovému podílu precipitátů γ' . Aby byla dosažena optimální struktura, musí být provedeno tepelné zpracování odlitého materiálu. V tomto případě se jednalo o tepelné zpracování se 3 etapami. Prvním bylo homogenizační žihání na 1120 °C po dobu 4 hodin s následným ochlazením proudem vzduchu. Druhá část byla tvořena rozpouštěcím žiháním na teplotě 1080 °C opět po dobu 4 hodin s následným ochlazením na vzduchu. Pro precipitaci vytvrzující fáze slouží vytvrzování, které proběhlo na teplotě 845 °C s prodlevou 24 hodin a ochlazením na vzduchu. Výsledná struktura byla tvořena hrubými dedritickými zrny. V tabulkách 4.1.1-2 a 4.1.1-3 jsou některé zaručené mechanické vlastnosti. Podrobnější popis mikrostruktury je v kapitole 5.1.

Tab. 4.1.1-1. Chemické složení niklové superslitiny IN792-5A (hm. %).

C	Cr	Mo	Al	Ti	Ni
0,06 – 0,10	12,0 – 13,0	1,65 – 2,15	3,15 – 3,60	3,75 – 4,20	zbytek
Zr	Si	Mn	Fe	Ta	W
0,010 – 0,050	< 0,20	< 0,15	< 0,5	3,85 – 4,50	3,85 – 4,50
S	Co	O ₂	N ₂	Nb	B
< 0,015	8,50 – 9,50	< 15 ppm	< 20 ppm	< 0,50	0,010 – 0,020

Tab. 4.1.1-2. Některé zaručené mechanické vlastnosti při pokojové teplotě.

Mez kluzu	Mez pevnosti	Tažnost
$R_{p0,2} \geq 950 \text{ MPa}$	$R_m \geq 1020 \text{ MPa}$	$A_5 \geq 5\%$

Tab. 4.1.1-3. Odolnost proti creepovému zatížení (zaručené hodnoty).

Teplota	Napětí	Min. doba do přetržení	Tažnost
870°C	$R_{mT} = 400 \text{ MPa}$	$t_r \geq 30 \text{ hod.}$	$A_r > 3,5\%$
980°C	$R_{mT} = 185 \text{ MPa}$	$t_r \geq 30 \text{ hod.}$	$A_r > 3,5\%$

4.1.2 Slitina TiAl

Jako druhý experimentální materiál byla zvolena intermetalická slitina TiAl. Její chemické složení je uvedeno v tabulce 4.1.2-1. Jedná se o relativně novou skupinu materiálů s potenciálem možného kandidáta pro nahrazení niklových superslitin v některých vysokoteplotních aplikacích. Materiál byl dodán firmou GfE Metalle und Materialien GmbH

4. EXPERIMENT

(Norimberk, Německo) v podobě ingotu o průměru přibližně 145 mm. Ten byl získán kontinuálním litím. Slitina byla také dvakrát přetavena ve vakuu. Před zhotovením zkušebních tyčí je potřeba materiál dále zpracovat, protože ve stavu po odlití je struktura velice hrubá a obsahuje četné staženiny na hranicích zrn. To je z důvodů nízké lomové houževnatosti, charakteristické pro tyto slitiny, velice nepříznivou skutečností, a proto prvním stupněm zpracování je HIP (tj. hot isostatic pressing). Ten probíhal za teploty 1280°C a tlaku 140 MPa po dobu 4 hodin. Cílem tohoto zpracování bylo zmenšení těchto slévárenských vad. U této skupiny materiálů je velice důležité tepelné zpracování, které má významný vliv na výslednou podobu mikrostruktury. Proto bylo vyzkoušeno několik možných způsobů, z kterých byl nakonec vybrán neoptimálnější postup. Ten sestával z velice pomalého ohřevu až na 1350°C, kde se setrvalo po dobu 25 minut. Na této teplotě se slitina dostala do oblasti výskytu fáze α (viz obr. 2.2.1-2). Poté následovalo rychlé ochlazení v peci na teplotu 1200°C s výdrží 25 minut. Při této fázi dochází ke vzniku γ slitiny s téměř plně lamelární strukturou. Tepelné zpracování bylo ukončeno ochlazením na vzduchu.

Tab. 4.1.2-1. Chemické složení intermetalika TiAl (at. %).

Ti	Al	Nb	Cr	Si	Ni
45,6	46,4	6,9	0,69	0,12	0,27

4.2 Experimentální zařízení a experiment

Experimenty byly provedeny na servohydraulickém pulsátoru MTS 810, který je řízen počítačem. Jako řídicí systém byl použit Teststar IIs. Na obrázku 4.2-1 je znázorněn způsob upnutí zkušební tyče v čelistech pulsátoru, pec i extenzometr. MTS 810 dovoluje zátěžné síly až $\pm 100\text{kN}$ a umožňuje v průběhu zkoušky regulovat amplitudu napětí nebo amplitudu plastické deformace popřípadě amplitudu celkové deformace. Díky nízkošumovému zesilovači a digitální filtrovací technice se do paměti ukládají data s vysokou přesností. Ve velmi krátkých časových periodách se průběžně zaznamenávají jednotlivé body hysterezní smyčky (tj. napětí a deformací), maximální hodnoty napětí a celkové deformace pro každý cyklus. Tato data jsou klíčová pro následné vyhodnocení.

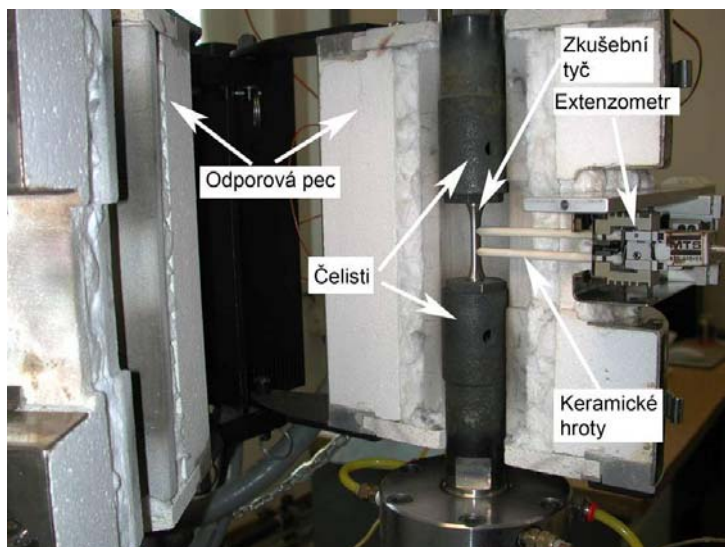
Zkoušky za zvýšených teplot zajišťuje třízónová odporová pec s tříkanálovým regulátorem. Třízónová znamená, že teplota se koriguje podle aktuálních teplot, které jsou měřeny třemi nezávislými termočlánky. Jeden z nich je umístěn přímo na vzorku v blízkosti měrné délky a zbývající dva jsou na horní a dolní čelisti. Pro ověření teploty vzorku je umístěn ještě čtvrtý termočlánek přímo ve vzorku, který má pouze kontrolní funkci. Pec je zkonstruovaná tak, že se uzavře kolem zkušebního vzorku i s čelistmi. V průběhu experimentu je teplota udržována na zadané hodnotě s přesností $\pm 2^\circ\text{C}$.

Podélná deformace byla měřena a řízena extenzometrem upevněným ve střední části vzorku. Měrná délka extenzometru byla 12 mm. Pro zkoušky za zvýšených teplot byl použit extenzometr vybavený prodlouženými hroty z keramiky tak, že jeho elektronická část byla umístěna mimo peci a udržována na konstantní teplotě proudem stlačeného vzduchu.

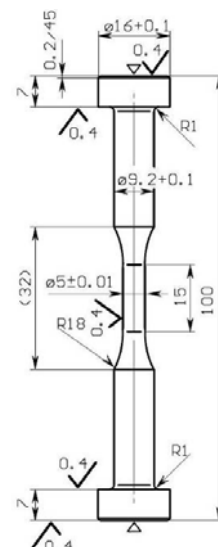
Zkoušky nízkocyklové únavy byly prováděny na válcových zkušebních tělesech se zesílenými konci pro upnutí do čelistí pulsátoru (viz obr. 4.2-2). Vzorky byly vyrobeny z odlitku ve tvaru tyče s podélnou osou rovnoběžnou s původním polotovarem. Měrná délka vzorku byla 15 mm a průměr 6 mm.

Měrná část byla před experimentem řádně vybroušena brusnými papíry se stále nižší drsností a následně vyleštěna diamantovou pastou. Poslední úpravou bylo elektrolytické leštění ve vychlazeném roztoku 10% HClO_4 a 90% CH_3COOH v případě IN 792-5A. Leštění

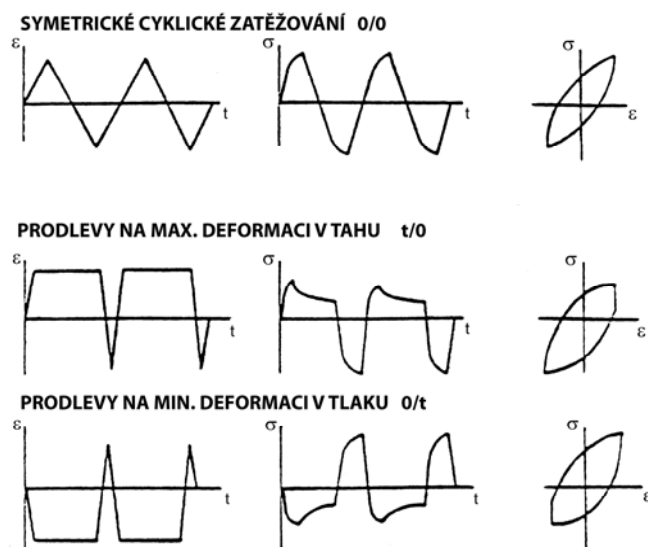
probíhá po dobu 30 až 60s a při napětí 40 až 45 V. V případě slitiny TiAl byl použit elektrolyt roztoku CH_3OH , $\text{C}_2\text{H}_4(\text{OH})_2$ a HClO_4 (poměr 10:6:1) za podmínek -25 až -30 °C, napětí 40 až 45 V a po dobu 25 sec. Tím byl připraven povrch vzorků pro pozorování na skenovacím elektronovém mikroskopu JEOL JMS6460 a TESCAN LYRA 3 XMU, které následovalo po provedení experimentu.



Obr. 4.2-1. Uchycení zkušební tyče do čelistí pulsátoru, otevřená odporová pec a extenzometr.



Obr. 4.2-2. Zkušební tyč.



Obr. 4.2-3. Průběhy deformace a napětí pro zatěžné cykly použité v této práci.

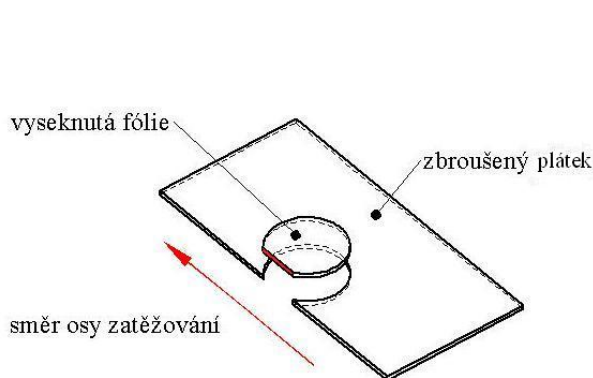
Všechny únavové zkoušky byly provedeny v řízení konstantní amplituda celkové deformace při rychlost deformace $\dot{\epsilon} = 2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Byly zvoleny tři typy zatěžování, jejich průběhy jsou na obrázku 4.2-3. U IN 792-5A byly provedeny všechny tři typy, zatímco u TiAl pouze symetrické cyklické zatěžování a zatěžování s tahovými prodlevami při maximální deformaci. Délka těchto prodlev byla 10 minut. Experimentální teplota, za které byly provedeny únavové zkoušky, byla zvolena z intervalu předpokládaných provozních teplot obou materiálů, tj. 800 °C pro IN792-5A a 750 °C pro TiAl.

4.3 Příprava orientovaných fólií pro transmisní elektronový mikroskop

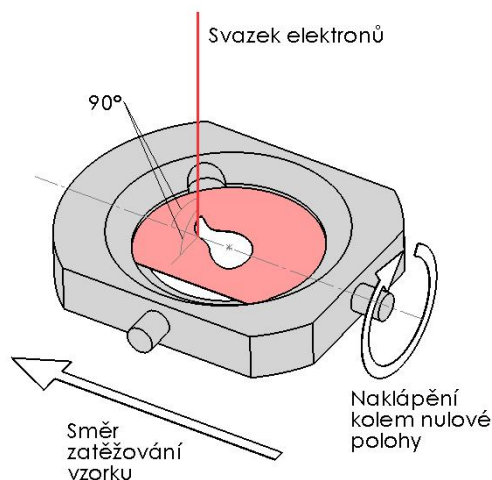
Příprava orientovaných fólií je proces, při kterém je hlavní snahou připravit odebraný plátek materiálu do takové tloušťky, aby ho bylo možno prozářit svazkem elektronů a získat tak kvalitní obraz a přitom zachovat informaci o směru zatěžování. Prozářitelná tloušťka se liší u různých materiálů v závislosti na atomovém čísle atomů mřížky. Samotná výroba orientovaných fólií musí být provedena pečlivě již od úvodního kroku odebrání materiálu z důvodu jednoznačného určení směru osy zatěžování. Výroba se skládá z následujících kroků:

- Řezání plátků ze vzorku – z určených vzorků jsou vyříznuty plátky přibližně o tloušťce 0,7 mm. K řezání se používá elektrojiskrová řezačka, což je jedno z nejšetrnějších zařízení s minimálním ovlivněním struktury materiálu. Jako médium se využívá deionizovaná voda. Plátky je nutné vyřezat tak, aby se dala jednoznačně určit osa zatěžování. Často se používají (i) řezy kolmo na osu vzorku, (ii) řezy rovnoběžně s osou (použito v této práci) a (iii) řezy svírající úhel 45° k ose vzorku.
- Broušení plátků – dalším krokem je mechanické broušení plátků na brusných papírech. Nutností je rovnoměrné a šetrné broušení obou stran. Začíná se na brusných papírech vyšší hrubosti (320) a postupně se přechází na nižší (až 1200). Konečná tloušťka plátku po mechanickém broušení by měla být v závislosti na materiálu kolem 80 μm .
- Vyseknutí kotoučů z plátku – plátek představuje řez měrné délky zkušební tyče. Vyseknutí musí být provedeno tak, aby na kotoučích zůstala viditelná hrana. Ta je důležitá pro nezbytné určení osy zatěžování (viz obr. 4.3-1).
- Elektrolytické ztenčování – finální část ztenčování, kdy se dosáhne tloušťky potřebné k pozorování na transmisním el. mikroskopu, bylo provedeno na přístroji Tenupol za těchto podmínek:
 - elektrolyt: 95% kyselina octová + 5% kyselina chloristá
 - teplota elektrolytu: 12-14°C
 - použité napětí: stejnosměrné 100-110 V

V momentě, kdy se v kotoučku objeví otvor, je nutné ztenčování ukončit. Okraje tohoto otvoru jsou vhodné pro pozorování.



Obr. 4.3-1. Schéma vysekávání kotouče z plátku rovnoběžného s osou zatěžování. Obrázek převzat z [91].



Obr. 4.3-2. Schéma umístění hotové fólie v goniometru. Obrázek převzat z [91].

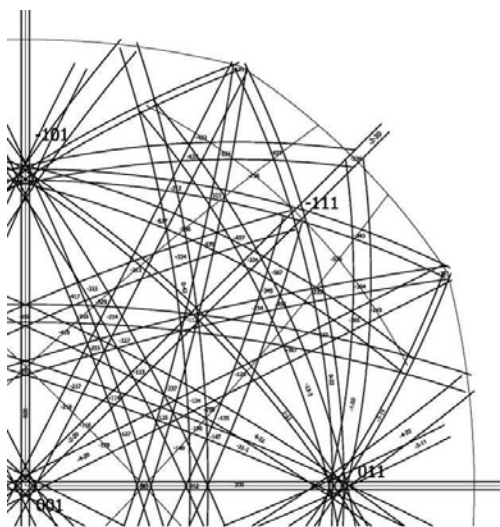
4.4 Metoda orientovaných fólií

Metoda pozorování orientovaných fólií byla již dobře popsána v pracích [90] a [91]. Fólie je umístěna do držáku (goniometru) tak, aby hrana fólie byla rovnoběžná s osou držáku (viz obr. 4.3-2). Tím je zaručeno, že svazek elektronů bude při jakémkoliv natočení goniometru podél jeho osy kolmý na hranu fólie a tedy i na osu zatěžování $\vec{o}_z$. Díky tomu lze dopočítat přesný vektor osy zatěžování pomocí vektorového součinu směrů elektronového paprsku $\vec{B}$ při 2 různých náklonech.

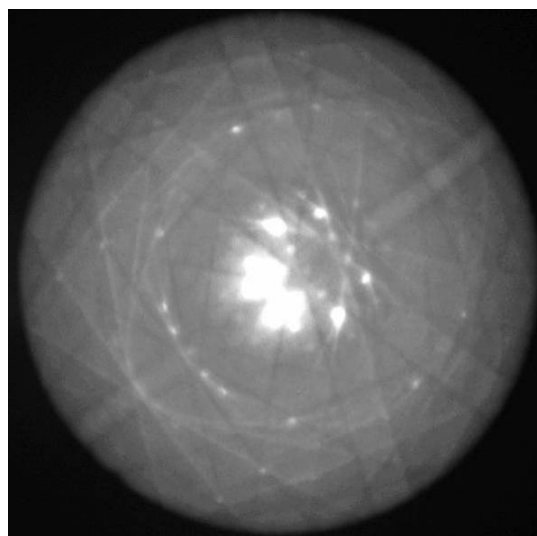
Pro analýzu dislokačních struktur je nutné určit základní 4 orientační parametry:

- Orientaci osy zatěžování vzorku vzhledem k pozorovanému zrnu $\vec{o}_z$.
- Orientaci roviny fólie vzhledem k pozorovanému zrnu $\vec{r}_f$.
- Difrakční vektor $\vec{g}$ při pořizování snímku.
- Příslušný směr elektronového svazku $\vec{B}$.

Z těchto parametrů je možné určit například průměty Burgersových vektorů do roviny snímku, průměty stop skluzových systémů do roviny snímku a dalších. Pozorování na TEM se skládá z několika nezbytných kroků. Fotografie dislokačních struktur se získávají při vhodném náklonu goniometru, kdy je splněna Braggova podmínka pro některou z význačných krystalových rovin. Přesné určení, který náklon je vhodný, se získává v difrakčním módu mikroskopu při zobrazení Kikuchiho linií (obr. 4.4-1 a 4.4-2). Ke snímkům pořízeným při určitém náklonu je zapotřebí si také vyfotit příslušnou bodovou difrakci (pro následné určení difrakčního vektoru $\vec{g}$). V neposlední řadě je důležité si pečlivě zaznamenat polohu elektronového svazku v krystalu v zobrazení Kikuchiho linií, jako například vzdálenost v úhlech od některého z význačných pólů. Cílem pozorování pomocí TEM je získání důležitých informací o charakteru dislokačních struktur vzniklých v materiálu po cyklickém zatěžování. Pro analýzu získaných snímků byl použit program Temsoft. Pomocí tohoto softwaru je možné určit přesné indexy vektoru elektronového svazku při různých podmínkách a také jejich nízkoindexové varianty. Vektorovým součinem dvou vektorů elektronového svazku při různých náklonech se určí vektor osy zatěžování. Z něj je Temsoft schopen určit, zda příslušné zrno je vhodně orientované pro jednoduchý či vícenásobný skluz, vypočítat Schmidovy faktory pro jednotlivé skluzové systémy a určit průměty Burgersových vektorů dislokací a stop skluzových rovin na rovinu snímku. Pomocí těchto zjištěných parametrů lze komplexně analyzovat pořízené snímky.



Obr. 4.4-1. Schéma Kikuchiho linií FCC mřížky ve stereografické projekci [91].



Obr. 4.4-2. Kikuchiho linie v FCC mřížce. Svazek elektronů je v blízkosti pólu [112].

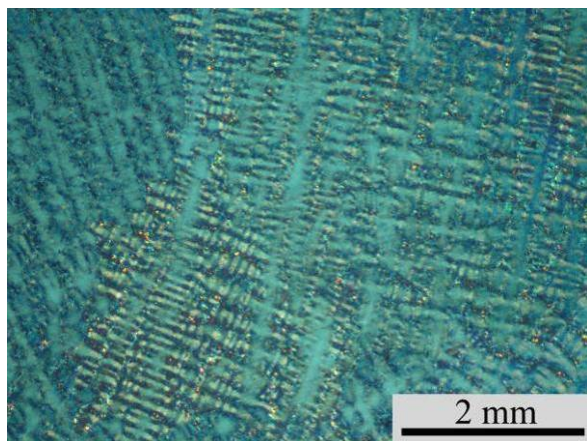
5. VÝSLEDKY

Pro charakterizaci interakce únavového a creepového zatěžování bylo zvoleno provedení čistě únavových zkoušek v dostatečném rozsahu amplitud celkové deformace a posléze série cyklických zkoušek s vloženými 10-ti minutovými prodlevami na hodnotě maximální deformace (tj. v tahu) a další série zkoušek se stejně dlouhým prodlevami na minimální hodnotě deformace (v tlaku). Experimentální teplota byla zvolena s ohledem k provozní teplotě obou materiálů. Pro superslitinu IN792-5A to bylo 800 °C a slitinu TiAl 750 °C. Bylo provedeno pozorování výchozí mikrostruktury pomocí optického, transmisního elektronového mikroskopu (TEM) a rastrovacího elektronového mikroskopu (REM). Z naměřených dat byly získány křivky cyklického zpevnění/změkčení. Dále je prezentováno porovnání křivek únavového života pro jednotlivé druhy zatěžování. Měrné délky zkušebních tyčí po cyklickém zatěžování byly podrobeny pozorování povrchového reliéfu na REM a z některých byly připraveny fólie pro TEM za účelem pozorování dislokačních struktur a jejich interakce s precipitáty.

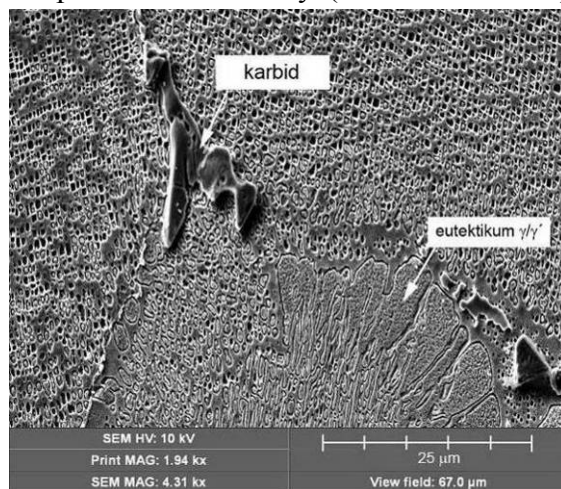
5.1 Mikrostruktura

5.1.1 Superslitina IN792-5A

Na obr. 5.1.1-1 je příklad charakteristické struktury polykrystalické superslitiny IN792-5A. Díky tomu, že materiál byl vyroben odléváním s pomalým chladnutím, je jeho struktura tvořena hrubými dendritickými zrny. Pomocí lineární průsečkové metody byla zjištěna průměrná velikost zrna 3 mm, což znamená, že měrná délka zkušební tyče obsahuje relativně malý počet zrn. Proto byl pozorován velký rozptyl v hodnotách modulu pružnosti jednotlivých zkušebních tyčí při měření deformace extenzometrem a stanovení Youngova modulu pružnosti z Hookova zákona. Modul pružnosti při teplotě 800 °C se pohyboval v rozmezí 144 až 197 GPa. Během ochlazování slitiny do určité míry proběhla segregace některých chemických prvků, což se výrazně projevuje na struktuře materiálu. V oblastech dendritických os, kde tavenina krystalizovala nejdříve, je mikrostruktura pravidelně uspořádaná a výskyt jiných fází je minimální. Naopak v oblastech mimo osy dendritů je v mnoha případech uspořádání precipitátů nedokonalé. Mimo to se zde vyskytuje zvýšené množství karbidů a eutektika γ/γ' (obr. 5.1.1-2). Na snímcích se oblasti dendritických os jeví jako světlejší (viz obr. 5.8.1-1). Podél hranic jednotlivých zrn se také vyskytují řetězce karbidů, ale především slévárenské vady. Jedná se především o řediny (viz obr. 5.1.1-3a),



Obr. 5.1.1-1. Snímek metalografického výbrusu dendritické struktury IN 792-5A.

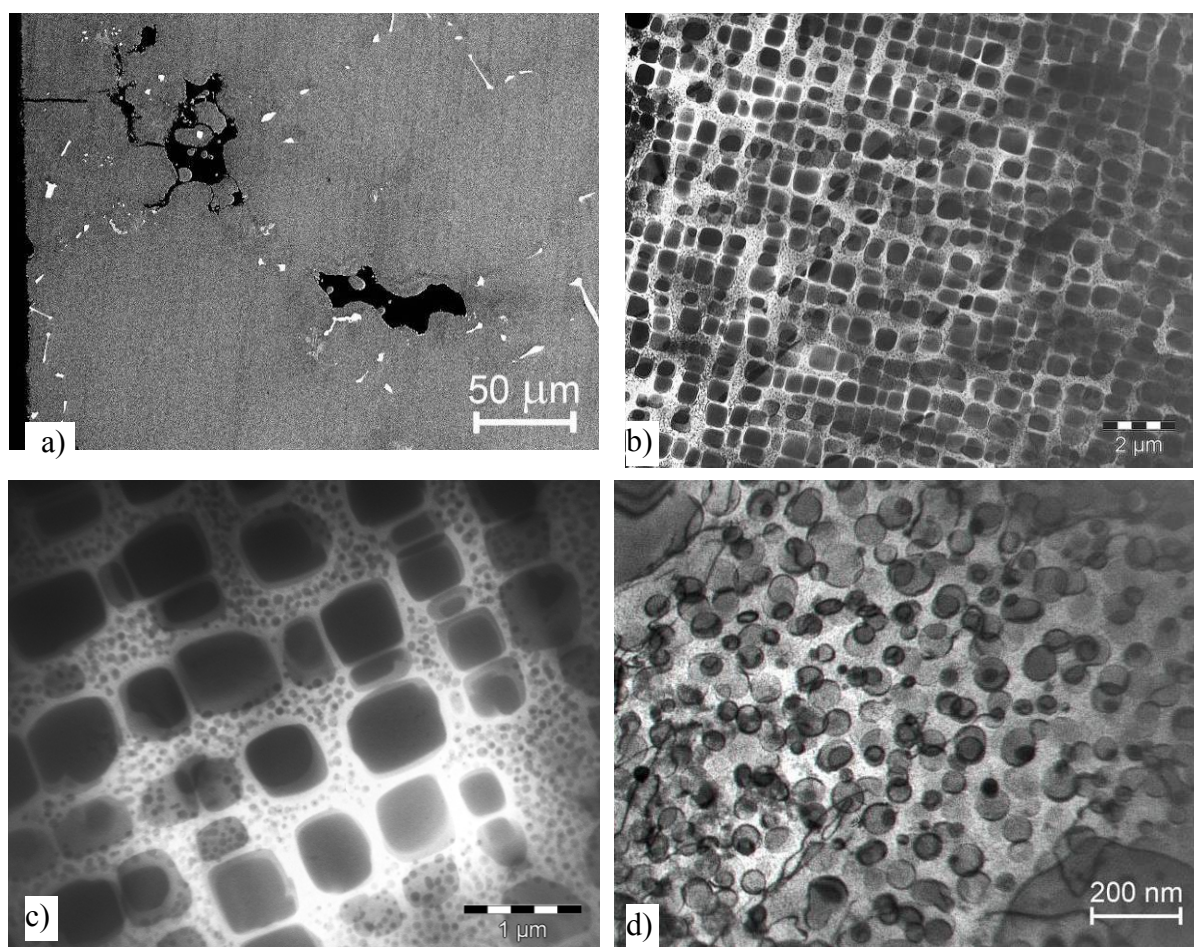


Obr. 5.1.1-2. Oblast hranice zrn s výskytem karbidů a eutektika.

5. VÝSLEDKY

v některých případech i o rozměrech 500 μm . Obrázky 5.1.1-3b a 5.1.1-3c ukazují typickou mikrostrukturu superslitiny IN792-5A. Kubické precipitáty jsou víceméně pravidelně uspořádány v matici γ fáze. Průměrná délka hrany precipitátů byla 0,630 μm . V matici se ve velké četnosti nachází sekundární precipitáty. Tyto částice jsou drobnější a sférické. Střední velikost jejich průměru byla stanovena na 0,190 μm . Zjištěné rozměry těchto precipitátů se shodovaly s jinými pracemi [92]. Detail těchto precipitátů je na obr. 5.1.1-3d. Obrazová analýza snímků z transmisní elektronové mikroskopie určila objemový podíl zpevňující fáze γ' o hodnotě 68 %.

Charakter struktury slitiny se liší podle polohy v odlitku. V mezidendritických oblastech lze nalézt nepravidelnou morfologii precipitátů nebo i morfologii podobnou zhrubnutým precipitátům. Příčinou této heterogenity mikrostruktury je pomalejší rychlost ochlazování v některých místech a již zmíněná segregace některých chemických prvků.

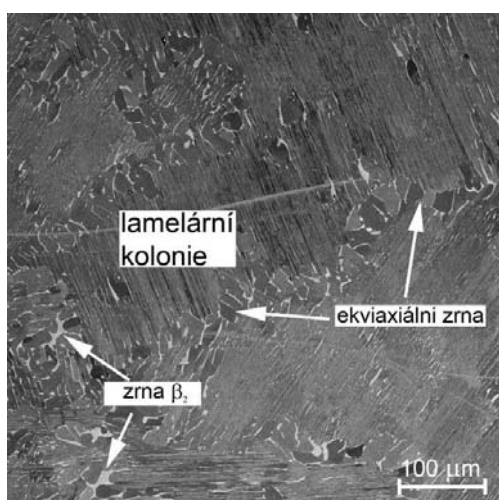


Obr. 5.1.1-3. Snímky mikrostruktury IN792-5A z transmisní elektronové mikroskopie; a) slévárenské vady v materiálu, b) a c) uspořádaná struktura kubických precipitátů γ' v matici, d) drobné sférické precipitáty v matici.

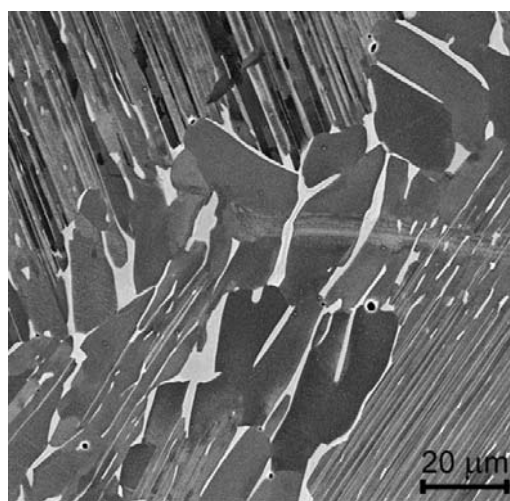
5.1.2 Slitina TiAl

Intermetalická slitina TiAl měla po zvoleném tepelném zpracování téměř plně lamelární strukturu tvořenou fázemi γ , α_2 , β_2 . Velikost zrna, v případě tohoto materiálu určená jako velikost lamelární kolonie, byla stanovena pomocí obrazové analýzy na 320 μm . Hranice mezi lamelárními koloniemi je tvořena pásem ekviaxiálních zrn (viz obr. 5.1.2-1 a 5.1.2-2). Jedná se především o zrna γ doplněná menším podílem zrn fáze β_2 , která se zobrazuje na REM snímcích jako světlá. Ve slitině nebyly nalezeny žádné řediny. Na obrázku 5.1.2-3 je

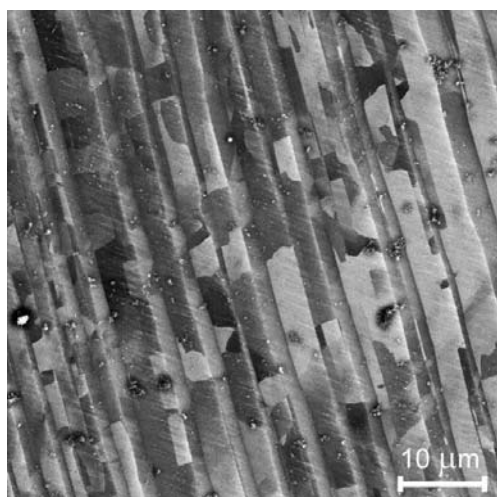
detail lamel uvnitř lamelární kolonie. Zřetelný je rozdíl v kontrastech různých oblastí i v rámci jedné lamely. Příčinou je struktura samotných lamel, jež se skládá z různě orientovaných segmentů fáze γ . Průměrná tloušťka lamel se pohybovala kolem hodnoty 1,9 μm . Fáze α_2 se vyskytuje téměř výhradně v lamelárních koloniích v podobě lamel. Obrázek 5.1.2-4 ukazuje mikrostrukturu pořízenou transmisním elektronovým mikroskopem na fólii připravené pomocí fokusovaného iontového svazku (FIB). Ze snímku je patrné, že tloušťka jednotlivých lamel může být velice rozdílná. Obecně platí, že především lamely α_2 fáze jsou velice tenké. Šipky označují hranici dvou různě orientovaných segmentů lamely fáze γ . K určení procentuálního zastoupení fází slitiny byla použita neutronová difrakce. Na obr. 5.1.2-5 je další FIB fólie pořízená z jiné oblasti. Ta obsahuje oblast s ekvixiálními zrn, které se vyskytují na hranicích lamelárních kolonií. U jednotlivých zrn byla určena jejich krystalová mřížka. Jedním z nich bylo také zrno fáze β_2 , což dokazuje její přítomnost v této slitině. Pro tuto fázi je na obrázku také ukázána její bodová difrakce pořízená při zonální ose [011]. Byly naměřeny následující podíly jednotlivých fází: $\gamma = 94 \%$, $\alpha_2 = 3,5 \%$, $\beta_2 = 2,5 \%$.



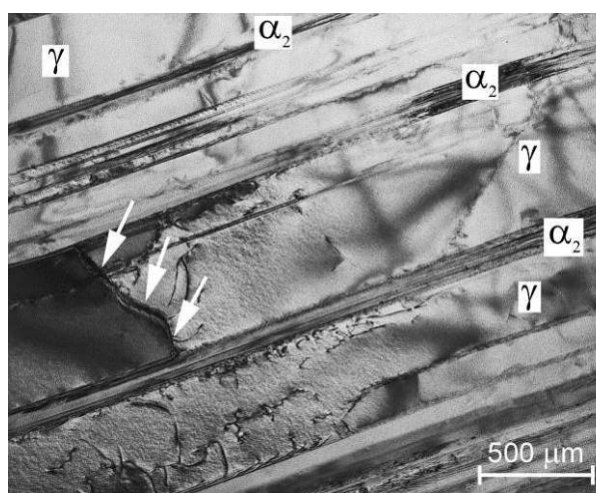
Obr. 5.1.2-1. REM snímek struktury TiAl-7Nb před cyklickým zatěžováním.



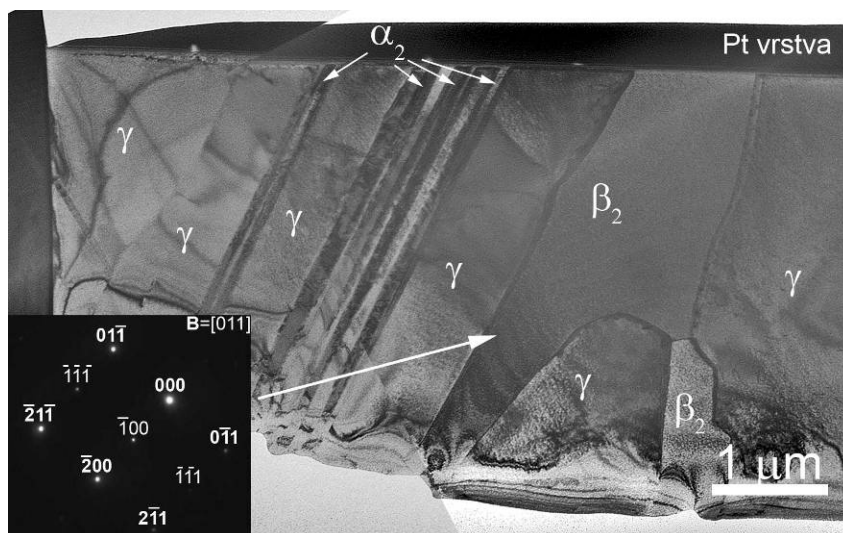
Obr. 5.1.2-2. REM snímek hranice lamelárních kolonií s ekvixiálními zrn.



Obr. 5.1.2-3. Detail lamelární kolonie pořízený pomocí REM.



Obr. 5.1.2-4. TEM snímek několika lamel slitiny TiAl. Šipkami je naznačena hranice mezi dvěma různě orientovanými segmenty fáze γ v rámci jedné lamely.

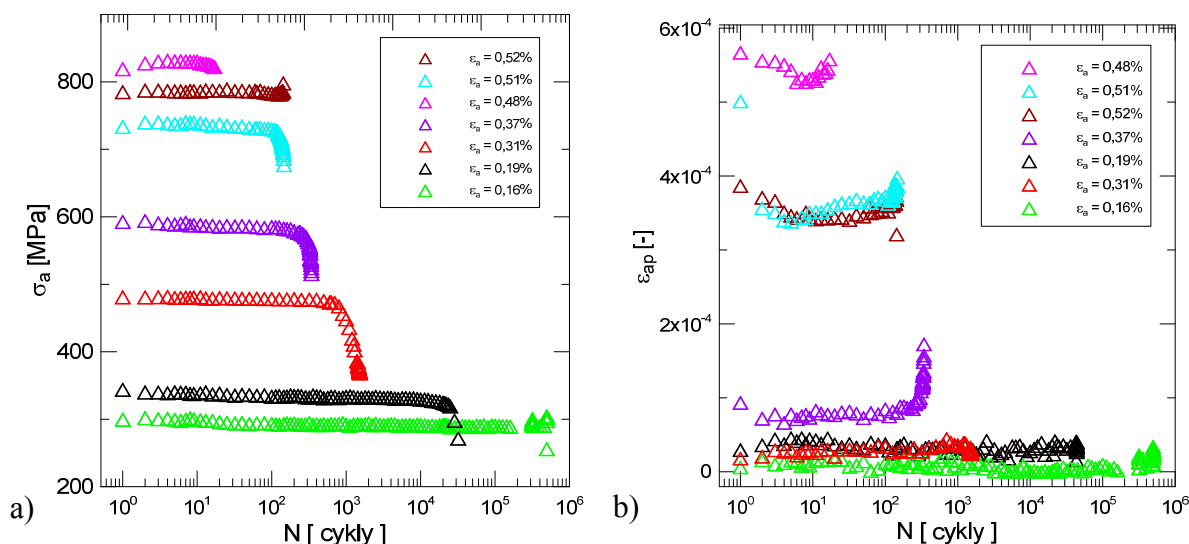


Obr. 5.1.2-5. TEM fólie připravená pomocí FIB zařízení. Ve struktuře je zrna fáze β_2 s příslušnou bodovou difrakcí, zonální osa = $[011]$.

5.2 Křivky cyklického zpevnění/změkčení

5.2.1 Materiál IN 792-5A

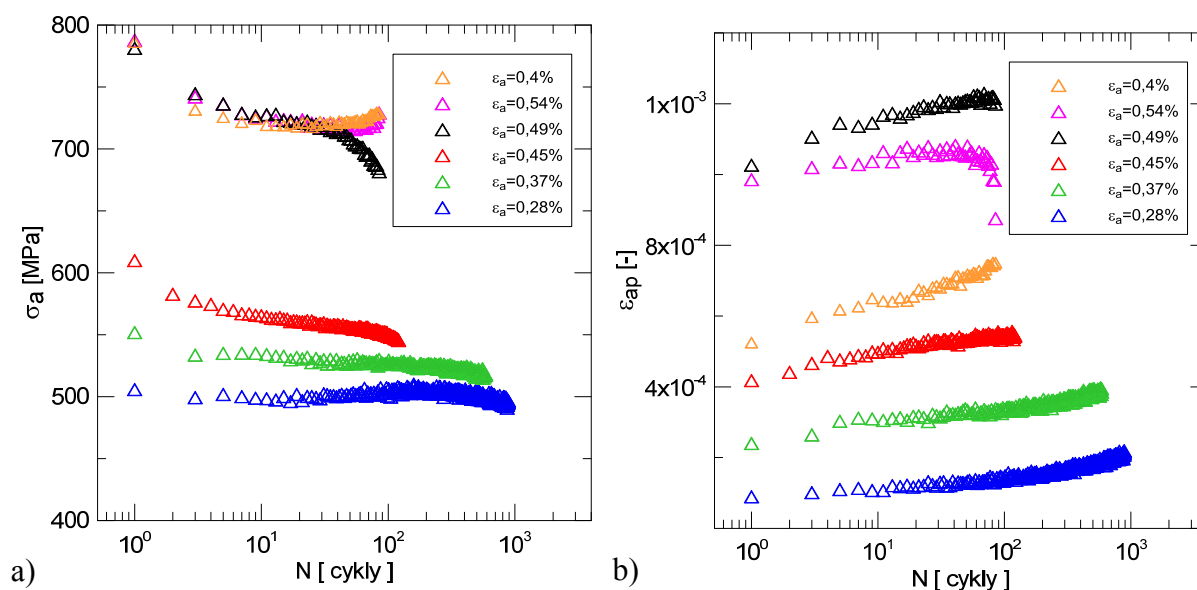
Na obrázcích 5.2.1-1 a) i b) jsou křivky cyklického zpevnění/změkčení vždy v obou reprezentacích (závislost amplitudy napětí a amplitudy plastické deformace na počtu cyklů) při únavovém zatěžování bez prodlev. IN 792-5A vykazoval stabilní cyklické chování, což je v souladu s výsledky jiných prací provedených na teplotě 800 °C. Cyklické změkčování na konci únavového života je důsledkem šíření magistralní trhliny vzorkem. Změna v cyklickém chování nenastává ani při vysokých amplitudách celkové deformace.



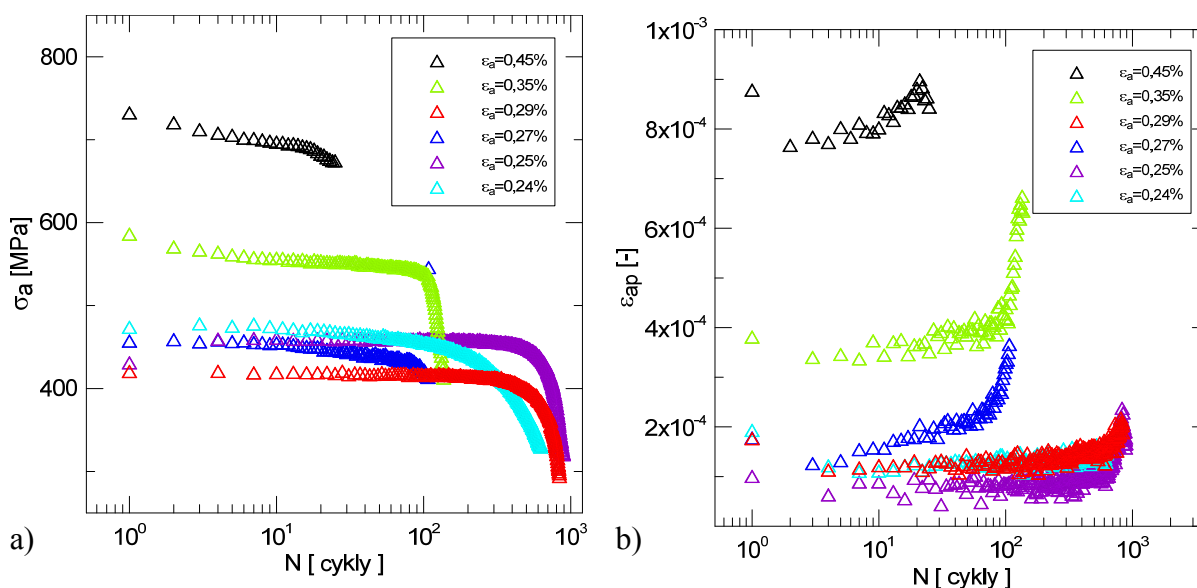
Obr. 5.2.1-1. Křivky cyklického zpevnění/změkčení superslitiny IN792-5A u únavových zkoušek bez prodlev při teplotě 800 °C. Závislost a) amplitudy napětí na počtu cyklů, b) amplitudy plastické deformace na počtu cyklů.

Křivky cyklického zpevnění/změkčení při únavovém zatěžování s 10-ti minutovými prodlevami v tahu jsou na obrázku 5.2.1-2. Při nízkých amplitudách celkové deformace bylo pozorováno téměř stabilní chování s mírným cyklickým změkčováním, které je patrné především v reprezentaci amplitudy plastické deformace (obr. 5.2.1-2b). S rostoucí

amplitudou celkové deformace se zvýrazňuje cyklické změkčování materiálu trvající převážnou část únavového života. Některé zkoušky na vysokých amplitudách vykazovaly saturované chování po výrazném počátečním cyklickém změkčení.



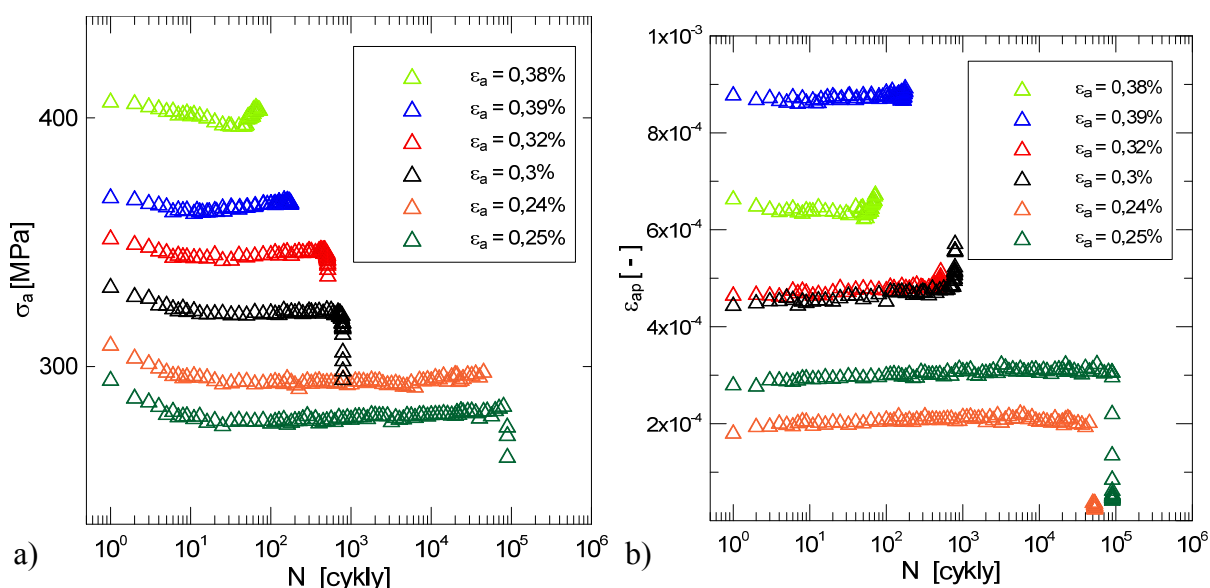
Obr. 5.2.1-2. Křivky cyklického zpevnění/změkčení IN792-5A únavových zkoušek s tahovými prodlevami při teplotě 800 °C. Závislost a) amplitudy napětí na počtu cyklů, b) amplitudy plastické deformace na počtu cyklů.



Obr. 5.2.1-3. Křivky cyklického zpevnění/změkčení IN792-5A únavových zkoušek s tlakovými prodlevami při 800 °C. Závislost a) amplitudy napětí na počtu cyklů, b) amplitudy plastické deformace na počtu cyklů.

Křivky cyklického zpevnění/změkčení po cyklování s 10-ti minutovými prodlevami v tlaku jsou na obrázku 5.2.1-3. Jejich charakter je podobný jako u zkoušek s prodlevami v tahu. Při nízkých amplitudách celkové deformace bylo pozorováno stabilní cyklické chování. Cyklické změkčení na konci únavového života je zapříčiněno růstem magistrální trhliny v měrné délce zkušební tyče. S rostoucí amplitudou celkové deformace se zvýrazňovalo cyklické změkčení, jež bylo charakteristické pro celý únavový život.

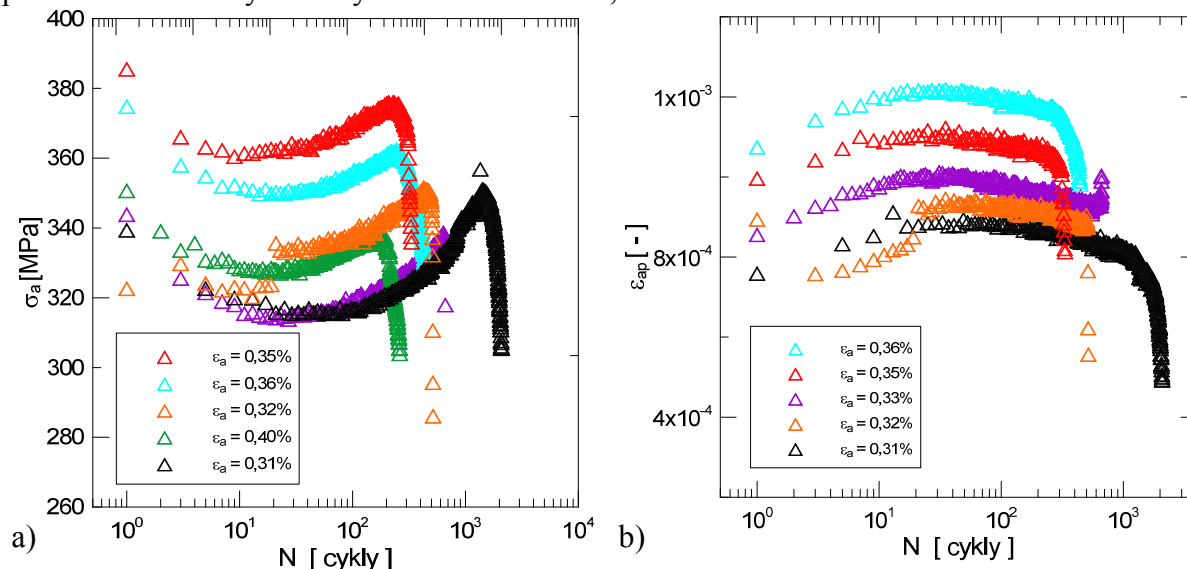
5.2.2 Materiál TiAl



Obr. 5.2.2-1. Křivky cyklického zpevnění/změkčení slitiny TiAl u únavových zkoušek bez prodlev při 750 °C. Závislost a) amplitudy napětí na počtu cyklů, b) amplitudy plastické deformace na počtu cyklů.

Chování slitiny TiAl během únavového zatěžování bez prodlev je charakterizováno křivkami cyklického zpevnění/změkčení na obrázku 5.2.2-1. Tyto křivky naměřené v širokém rozsahu zkušebních amplitud celkové deformace měly podobný průběh. Základním rysem bylo krátké počáteční cyklické změkčení následované saturací, která přetrvávala po většinu únavového života. Cyklické změkčení v úplném závěru únavového života souvisí se šířením magistralní trhliny. Fáze stabilního šíření únavové trhliny je u této skupiny materiálů s nízkou lomovou houževnatostí ojedinělá.

Stabilní cyklické chování se výrazně změnilo s vložením 10-ti minutových tahových prodlev do cyklických zkoušek (viz obr. 5.2.2-2). Počáteční cyklické změkčení bylo výraznější a pozdější saturace byla nahrazena postupným cyklickým zpevněním téměř až na hodnoty amplitudy napětí z počátečních cyklů únavového zatěžování. Poté následovala prudké změna na výrazné cyklické změkčování, které trvalo až do konce únavového života.



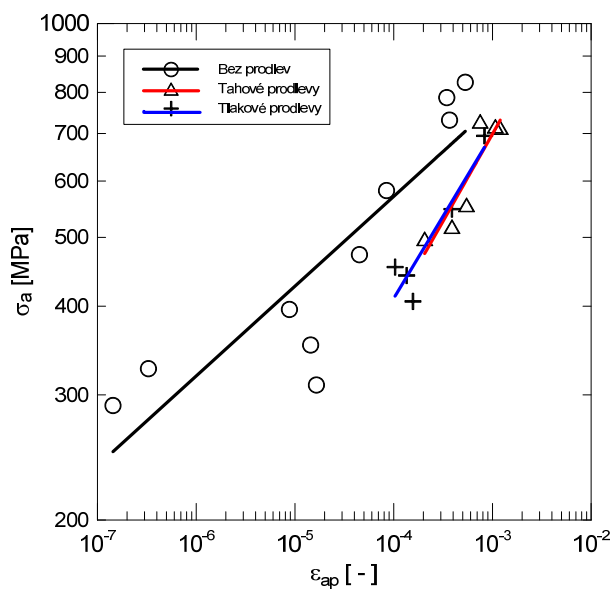
Obr. 5.2.2-2. Křivky cyklického zpevnění/změkčení slitiny TiAl u únavových zkoušek s tahovými prodlevami při 750 °C. Závislost a) amplitudy napětí na počtu cyklů, b) amplitudy plastické deformace na počtu cyklů.

5.3 Cyklické deformační křivky

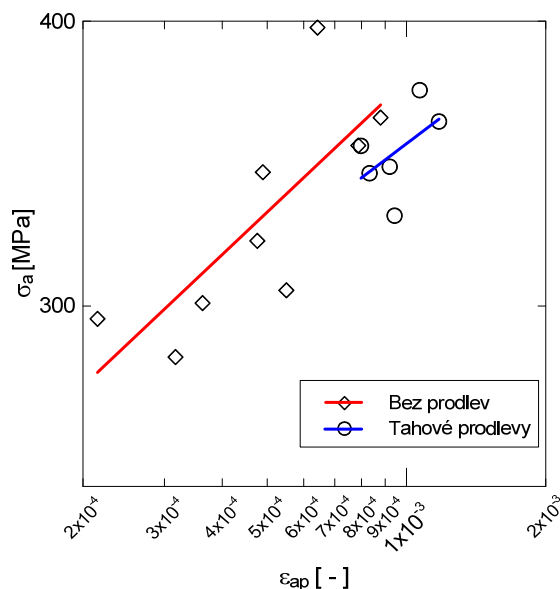
Cyklická plastická odezva na únavové zatěžování byla popsána cyklickými deformačními křivkami. Na obr. 5.3-1 jsou tyto křivky uvedeny pro superslitinu IN 792-5A z cyklických zkoušek při 800°C. Hodnoty amplitudy napětí a amplitudy plastické deformace byly získány v polovině únavového života jednotlivých zkušebních těles. Experimentální data byla aproximována mocninnou závislostí

$$\log \sigma_a = \log K' + n' \log \varepsilon_{ap}, \quad (9)$$

kde K' je koeficient únavového zpevnění a n' exponent únavového zpevnění. Jedná se o materiálové parametry, které byly určeny pomocí lineární regrese a jejich hodnoty jsou uvedeny v tabulce 5.3-3. Z obrázku 5.3-1 je patrné, že pro případ únavových zkoušek s tahovými prodlevami a také tlakovými prodlevami, jsou křivky posunuté od základní křivky stanovené při nepřerušovaném zatěžování (bez prodlev) k nižším hodnotám amplitudy napětí. Zmíněné posunutí se zvětšuje s klesající amplitudou plastické deformace. To je zřejmé i z parametrů v tabulce 5.3-3. Na obrázku 5.3-2 jsou uvedeny cyklické deformační křivky intermetalické slitiny TiAl při 750°C a v tabulce 5.3-4 jsou příslušné materiálové parametry. Cyklická deformační křivka reprezentující zkoušky s tahovými prodlevami je posunuta k nižším hodnotám amplitudy napětí v porovnání s nepřerušovaným zatěžováním (bez prodlev) podobně jako u IN 792-5A. Obě křivky jsou téměř rovnoběžné, což je patrné z exponentu cyklického zpevnění n' v tabulce 5.3-4. Při porovnání cyklické deformační křivky superslitiny IN792-5A a materiálu TiAl je zřejmý rozdíl jak v rozpětí hodnot amplitudy napětí, tak také amplitudy plastické deformace. Zatímco u IN 792-5A je rozpětí amplitudy plastické deformace jednotlivých testů ve 4 řádech, u TiAl je to pouze jeden řád pro přibližně stejný interval životnosti zkušebních těles.



Obr. 5.3-1. Cyklické deformační křivky superslitiny IN792-5A při teplotě 800 °C.



Obr. 5.3-2. Cyklické deformační křivky slitiny TiAl při teplotě 750 °C.

5. VÝSLEDKY

Tab. 5.3-3. Materiálové parametry cyklických deformačních křivek pro IN792-5A při teplotě 800 °C.

Druh zatěžování	K' [MPa]	n'
Bez prodlev	1829	0,126
Tahové prodlevy	3808	0,245
Tlakové prodlevy	3454	0,231

Tab. 5.3-4. Materiálové parametry cyklických deformačních křivek pro TiAl při teplotě 750 °C.

Druh zatěžování	K' [MPa]	n'
Bez prodlev	1416	0,192
Tahové prodlevy	1311	0,190

5.4 Křivky únavové životnosti

5.4.1 Materiál IN 792-5A

Na obr. 5.4.1-1 a 5.4.1-2 jsou křivky únavové životnosti. Každý experimentální bod v grafech představuje zkušební tyč cyklovanou až do lomu. Jako reprezentativní amplitudy napětí a plastické deformace byly u jednotlivých zkoušek zvoleny hodnoty v polovině únavového života. Počet cyklů do lomu byl u únavových zkoušek bez prodlev určen pomocí podmínky $\sigma_m/\sigma_a = -0,3$. Dosažení této podmínky během cyklování indikuje ve většině případů únavovou trhlinu rozšířenou přibližně do poloviny průřezu měrné délky. Tato podmínka ovšem dobře nefunguje u únavových zkoušek s prodlevami, protože již od začátku cyklování dochází k vývoji nenulového středního napětí (viz kapitola 5.6). Proto byla použita podmínka, která tuto skutečnost zohledňuje:

$$\frac{(\sigma_{\max}^i - \sigma_{\min}^i) - \sigma_a^{\text{ref}}}{\sigma_a^{\text{ref}}} \leq 0,7, \quad (10)$$

$\sigma_{\max}^i$ a $\sigma_{\min}^i$ jsou maximální a minimální hodnoty napětí dosažených i-tým cyklu. Referenční hodnotou amplitudy napětí σ_a^{ref} byla stanovena hodnota σ_a dosažená v 10. cyklu. Rozdíl rozkmitu napětí daného cyklu a σ_a^{ref} se pak porovná s referenční hodnotou σ_a^{ref} . Pokud klesne tento poměr na hodnotu 0,7, zkouška se považuje za ukončenou.

Získaná experimentální data amplitudy napětí v polovině života σ_a versus počet cyklů do lomu N_f byla aproximována mocninnou závislostí dle Basquinova zákona (obr. 5.4.1-1):

$$\sigma_a = \sigma'_f (2N_f)^b, \quad (11)$$

kde σ'_f a b je koeficient a exponent únavové pevnosti. V případě experimentálních dat v reprezentaci amplitudy plastické deformace versus v polovině života ε_{ap} počet cyklů do lomu N_f byla použita aproximace podle Manson-Coffinova zákona (obr. 5.4.1-2):

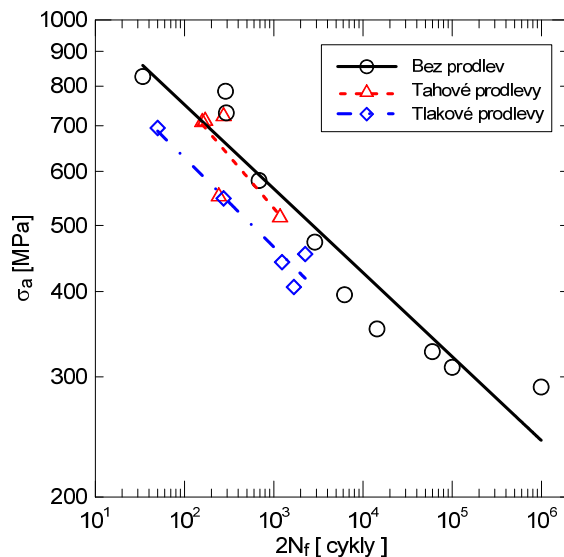
$$\varepsilon_{ap} = \varepsilon'_f (2N_f)^c, \quad (12)$$

kde ε'_f a c je koeficient a exponent únavové tažnosti. Z obou grafů je zřejmé, že cyklování bez prodlev bylo provedeno v podstatně větším rozsahu cyklů do lomu než únavové zkoušky

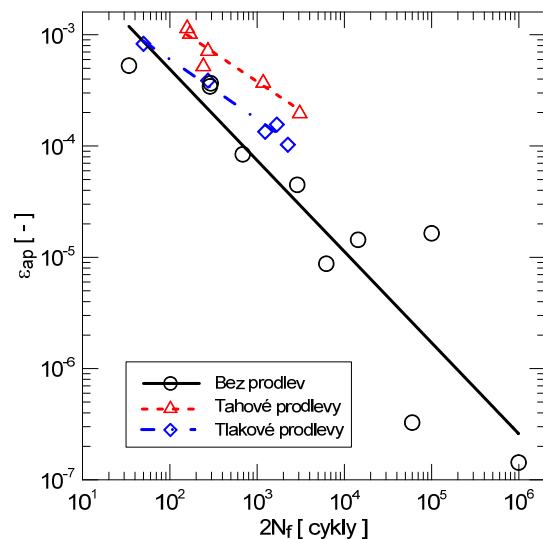
s 10-ti minutovými prodlevami. To je zapříčiněno velkou časovou náročností zkoušek s prodlevami. K rozptylu experimentálních bodů od proložených mocninných závislostí přispívá zejména velký rozdíl modulů pružnosti mezi jednotlivými zkušebními tyčemi a také přítomnost licích defektů.

Obr. 5.4.1-1 zobrazuje křivky únavové životnosti v reprezentaci σ_a versus $2N_f$. Je zřejmé, že Basquinovy křivky životnosti materiálu IN792-5A při spojitém cyklování a při cyklování s tahovými prodlevami jsou při teplotě 800 °C velmi podobné. To je patrné i z hodnot exponentů a koeficientů únavové pevnosti uvedených v tabulce 5.4.1-3. Naopak přítomnost tlakových prodlev výrazně zkrátila životnost. Pro určitou hodnotu amplitudy napětí je počet cyklů do lomu u cyklování s prodlevami v tlaku podstatně menší než u spojitěho cyklování.

Na obrázku 5.4.1-2 jsou uvedeny Mansonovy-Coffinovy křivky životnosti v reprezentaci ε_{ap} versus $2N_f$ materiálu IN792-5A při 800 °C jak při spojitěho cyklování, tak při zkouškách s tahovými a tlakovými prodlevami. V tab. 5.4.1-3 jsou uvedeny příslušné hodnoty koeficientů a exponentů únavové tažnosti. Křivka životnosti při cyklování s tahovými prodlevami je vůči křivce spojitěho cyklování posunuta k vyšším hodnotám amplitudy plastické deformace. Mansonova-Coffinova křivka životnosti u vzorků cyklovaných s tlakovými prodlevami se v měřeném rozsahu životnosti v rámci experimentálních chyb příliš neliší od křivky životnosti dosažené při spojitěho cyklování.



Obr. 5.4.1-1. Basquinovy křivky životnosti materiálu IN792-5A při teplotě 800 °C.

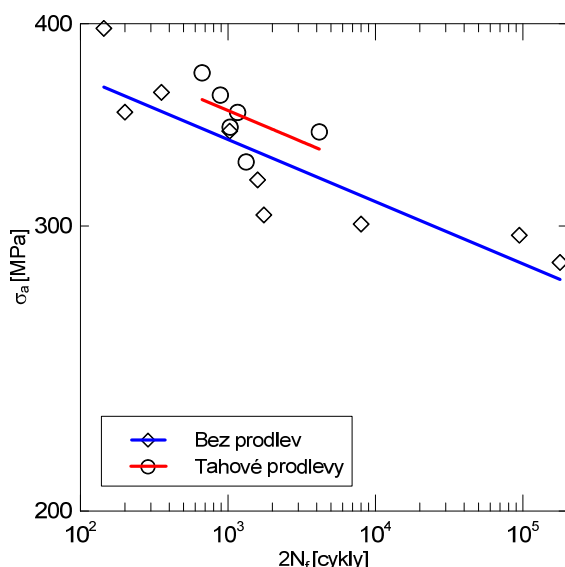


Obr. 5.4.1-2. Manson-Coffinovy křivky životnosti materiálu IN792-5A při teplotě 800 °C.

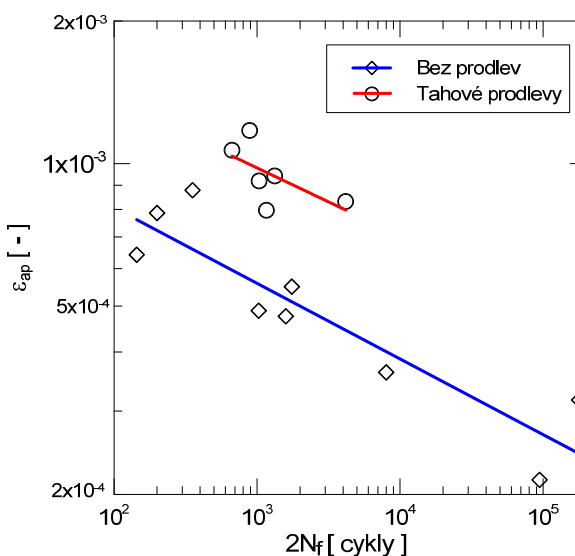
Tab. 5.4.1-3. Materiálové parametry křivek životnosti materiálu IN792-5A při 800 °C.

Druh zatěžování	σ'_f [MPa]	b [-]	ε'_f [-]	c [-]
Bez prodlev	1216	-0,123	0,0214	-0,820
Tahové prodlevy	1192	-0,124	0,0142	-0,524
Tlakové prodlevy	1085	-0,142	0,0072	-0,538

5.4.2 Materiál TiAl



Obr. 5.4.2-1. Basquinovy křivky životnosti slitiny TiAl při teplotě 750 °C.



Obr. 5.4.2-2. Manson-Coffinovy křivky životnosti slitiny TiAl při teplotě 750 °C.

Obrázek 5.4.2-1 ukazuje křivky únavové životnosti v reprezentaci amplitudy napětí σ_a versus počet cyklů do lomu $2N_f$ pro materiál TiAl při teplotě 750 °C. Experimentálními body, které odpovídají jak spojitému cyklování, tak i cyklování s 10-ti minutovými tahovými prodlevami, byla proložena Basquinova závislost (rovnice 11). Koeficienty a exponenty únavové pevnosti byly stanoveny regresní analýzou a jsou uvedeny v tabulce 5.4.2-3. Z obrázku 5.4.2-1 je vidět, že Basquinova závislost u testů s tahovými prodlevami je posunuta v porovnání se zkouškami při spojitém cyklování přibližně o 20 MPa k vyšším hodnotám amplitudy napětí. Sklon obou křivek zůstal stejný, což dokazují hodnoty exponentu únavové pevnosti (viz tab. 5.4.2-3). Díky velké časové náročnosti bylo možné provést experimenty s prodlevami v omezeném rozsahu životnosti.

Závislosti amplitudy plastické deformace na počtu cyklů do lomu slitiny TiAl při teplotě 750 °C jsou uvedeny na obrázku 5.4.2-2. Experimentální body byly aproximovány Mansonovou-Coffinovou křivkou (rovnice 12) a získané parametry jsou uvedeny v tabulce 5.4.2-3 jak pro spojitě cyklování, tak pro data získaná zkouškami s tahovými prodlevami. Mansonova-Coffinova křivka únavové životnosti u zkoušek s tahovými prodlevami je výrazně posunuta k vyšším hodnotám amplitudy plastické deformace. To je opět důsledkem relaxace napětí během prodlev.

Tab. 5.4.2-3. Materiálové parametry křivek životností pro slitinu TiAl při teplotě 750 °C.

Druh zatěžování	σ'_f [MPa]	b [-]	ε'_f [-]	c [-]
Bez prodlev	442	-0,0384	0,00168	-0,160
Tahové prodlevy	461	-0,0385	0,00264	-0,143

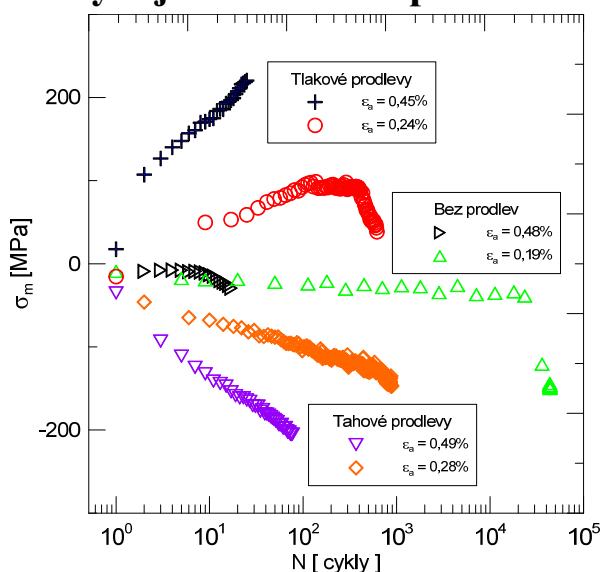
Tab. 5.4.2-4. Přehled provedených zkoušek na IN792-5A na teplotě 800 °C.

Poznámka	ε_a [%]	E [GPa]	σ_a [MPa]	ε_{ap} [-]	N_f [-]
Bez prodlev	0,16	182	290	$1,44 \cdot 10^{-7}$	495700
	0,17	187	310	$1,65 \cdot 10^{-5}$	50000
	0,18	193	353	$1,44 \cdot 10^{-5}$	7170
	0,19	173	327	$3,29 \cdot 10^{-7}$	29900
	0,22	182	396	$8,8 \cdot 10^{-6}$	3102
	0,31	154	473	$4,5 \cdot 10^{-5}$	1440
	0,37	158	582	$8,46 \cdot 10^{-5}$	342
	0,48	172	827	$5,3 \cdot 10^{-4}$	17
	0,51	144	732	$3,68 \cdot 10^{-4}$	147
	0,52	151	787	$3,45 \cdot 10^{-4}$	144
Tah. prodlevy	0,28	185	505	$1,83 \cdot 10^{-4}$	888
	0,37	155	518	$3,89 \cdot 10^{-4}$	587
	0,4	195	729	$7,51 \cdot 10^{-4}$	137
	0,45	136	556	$5,47 \cdot 10^{-4}$	121
	0,49	168	714	$1,2 \cdot 10^{-3}$	79
	0,54	145	717	$1,07 \cdot 10^{-3}$	85
Tlak. prodlevy	0,24	197	417	$1,29 \cdot 10^{-4}$	619
	0,25	167	453	$1,09 \cdot 10^{-4}$	881
	0,29	145	406	$1,57 \cdot 10^{-4}$	840
	0,35	172	547	$4,01 \cdot 10^{-4}$	137
	0,45	166	695	$8,32 \cdot 10^{-4}$	25

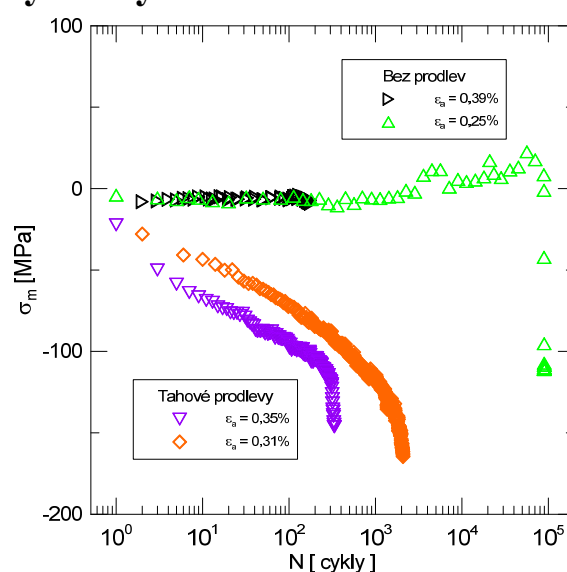
Tab. 5.4.2-5. Přehled provedených zkoušek na slitině TiAl na teplotě 750 °C.

Poznámka	ε_a [%]	E [GPa]	σ_a [MPa]	ε_{ap} [-]	N_f [-]
Bez prodlev	0,24	143	296	$2,15 \cdot 10^{-4}$	47278
	0,25	140	285	$3,17 \cdot 10^{-4}$	89300
	0,27	140	301	$3,63 \cdot 10^{-4}$	4000
	0,30	145	320	$4,76 \cdot 10^{-4}$	794
	0,30	144	305	$5,50 \cdot 10^{-4}$	876
	0,32	145	344	$4,90 \cdot 10^{-4}$	514
	0,36	144	353	$7,87 \cdot 10^{-4}$	100
	0,38	143	397	$6,42 \cdot 10^{-4}$	72
	0,39	139	363	$8,79 \cdot 10^{-4}$	177
Tah. prodlevy	0,31	147	343	$8,32 \cdot 10^{-4}$	2083
	0,31	145	353	$7,98 \cdot 10^{-4}$	334
	0,32	147	345	$9,20 \cdot 10^{-4}$	517
	0,33	147	328	$9,43 \cdot 10^{-4}$	664
	0,35	148	373	$1,07 \cdot 10^{-3}$	334
	0,36	144	361	$1,18 \cdot 10^{-3}$	444

5.5 Vývoj středního napětí během cyklických zkoušek

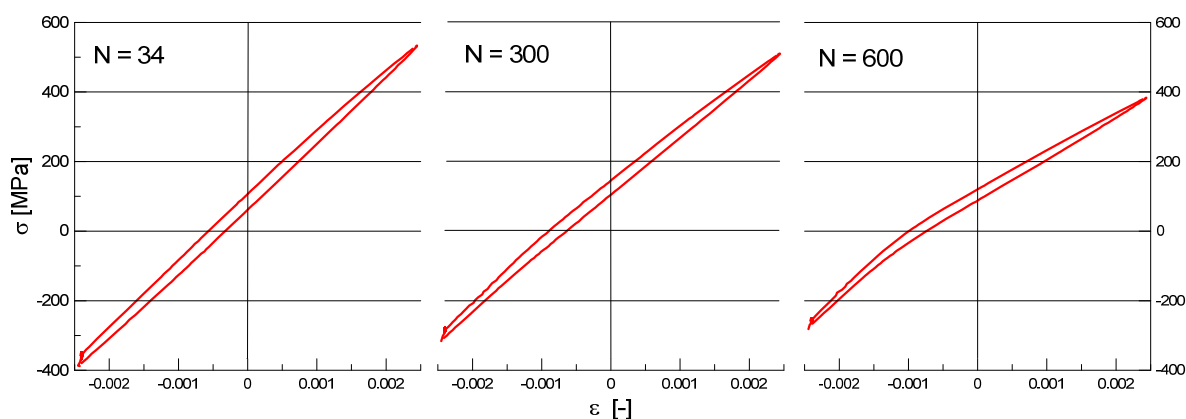


Obr. 5.5-1. Vývoj středního napětí během únavových zkoušek IN792-5A při 800 °C.

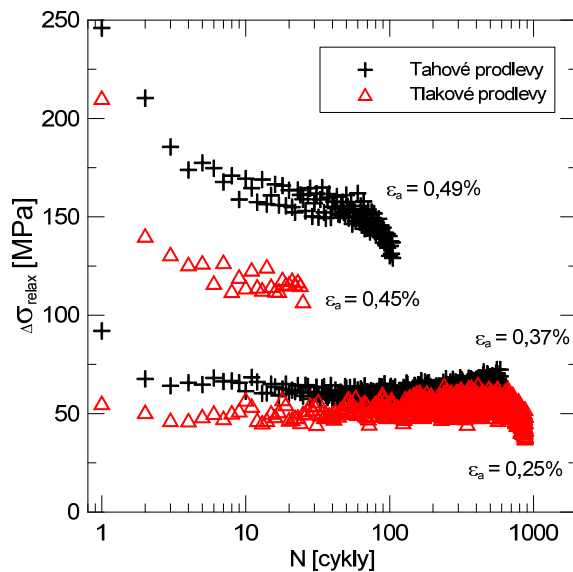


Obr. 5.5-2. Vývoj středního napětí během únavových zkoušek TiAl při 750 °C.

Nezanedbatelným činitelem v průběhu únavových zkoušek je střední napětí. Díky vloženým prodlevám probíhá určitý vývoj středního napětí σ_m během únavového života. Ten je na vybraných experimentech u materiálu IN792-5A znázorněn na obrázku 5.5-1. Pro symetrické cyklické zkoušky s konstantní amplitudou celkové deformace ($R_\varepsilon = -1$) platí, že střední napětí zůstává kolem nulové hodnoty až do konečných fází únavového života, kdy se začne šířit magistralní trhlina a hysterezní smyčka začne měnit svůj tvar (viz obr. 5.5-3). Tento průběh je podobný u všech zkoušek neohledně na velikost amplitudy celkové deformace. V případě zkoušek s tahovými prodlevami střední napětí pozvolna klesá v průběhu celého únavového života. S rostoucí amplitudou celkové deformace je tento pokles středního napětí výraznější. Vývoj středního napětí u experimentů s tlakovými prodlevami je přesně opačný. V průběhu celého testu střední napětí rostlo s výjimkou testů na menších amplitudách celkové deformace, kde v konečné fázi únavového života docházelo k poklesu díky šíření magistralní trhliny. Podobný charakter měl vývoj středního napětí u slitiny TiAl (viz obr. 5.5-2).

Obr. 5.5-3. Vývoj hysterezních smyček únavové zkoušky s tlakovými prodlevami superslitiny IN792-5A. Zkouška byla provedena při $\varepsilon_a = 0,24 \%$ při teplotě 800 °C.

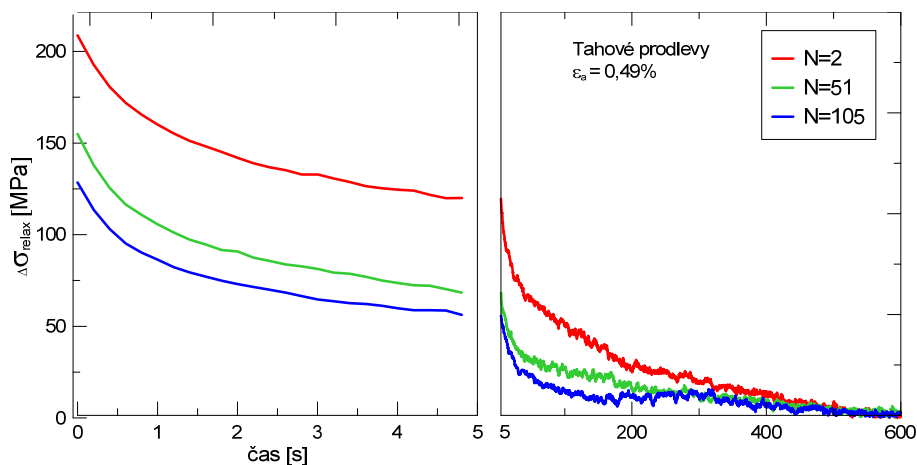
5.6 Relaxace napětí



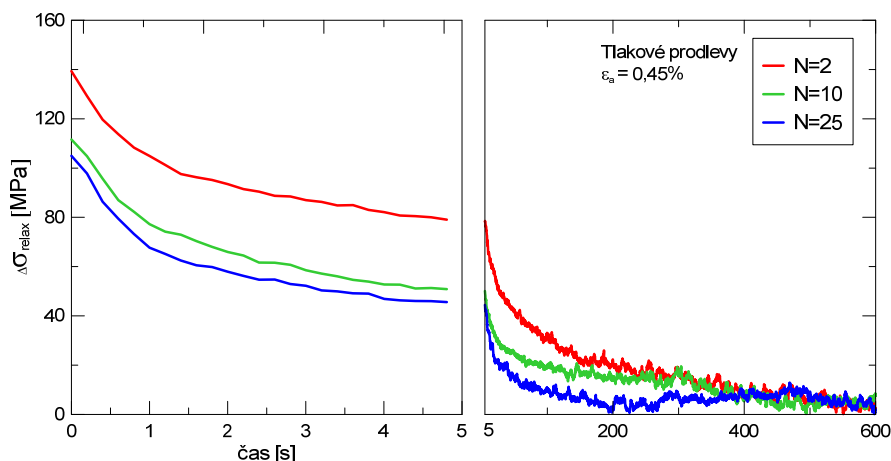
Obr. 5.6-1. Vývoj relaxačního napětí během tahových a tlakových prodlev u IN792-5A při teplotě 800 °C.

zvýrazňuje s rostoucí amplitudou celkové deformace ε_a . Trend vývoje je ovšem u obou typů cyklování s tahovými a tlakovými prodlevami podobný. V počáteční fázi dochází k rychlému poklesu relaxačního napětí, který trvá několik cyklů. Velikost tohoto poklesu je závislá na amplitudě celkové deformace. U vysokých amplitud je tento pokles mnohem výraznější (až o 100 MPa). Poté následuje oblast stabilizovaného relaxačního napětí a to především u zkoušek s nízkou amplitudou celkové deformace. U vysokých amplitud dochází ke stálému mírnému poklesu. V konečných fázích únavového života dochází k zesílení tohoto poklesu díky přítomnosti únavové trhliny v měrné délce.

Významným parametrem únavových zkoušek jsou vložené prodlevy v tahu či tlaku. V tahovém a tlakovém vrcholu hysterezní smyčky je držena konstantní hodnota celkové deformace po dobu 10 minut. Během prodlev dochází k relaxaci napětí, tudíž při konstantní hodnotě celkové deformace probíhá pokles napětí v případě tahových prodlev nebo růst napětí u tlakových prodlev. Velikost změny napětí $\Delta\sigma_{relax}$ od začátku prodlevy až po její konec se během únavového života mění. Tento vývoj je znázorněn na obrázku 5.6-1 pro superslitinu IN792-5A. Obecně lze konstatovat, že velikost relaxačního napětí $\Delta\sigma_{relax}$ je u zkoušek s tahovými prodlevami větší než u zkoušek s tlakovými prodlevami. Rozdíl mezi velikostmi $\Delta\sigma_{relax}$ na začátku únavové zkoušky a na jejím konci se



Obr. 5.6-2. Průběhy relaxačních napětí u vybraných tahových prodlev z únavové zkoušky provedené na IN792-5A při teplotě 800 °C. Počátečních 5 sekund je podrobněji zobrazeno v levém obrázku.

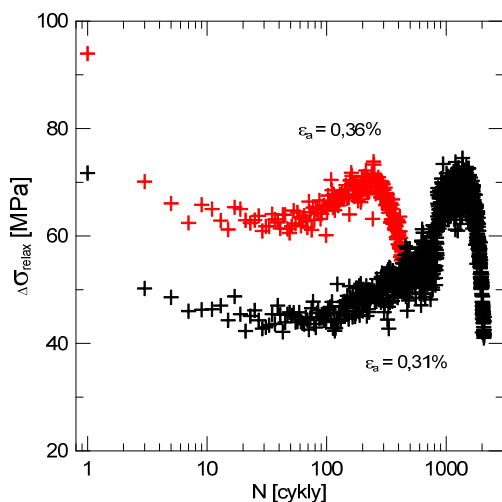


Obr. 5.6-3. Průběhy relaxačního napětí u vybraných tlakových prodlev z únavové zkoušky provedené na IN792-5A při teplotě 800 °C. Počátečních 5 sekund je podrobněji zobrazeno v levém obrázku.

Na obrázcích 5.6-2 a 5.6-3 jsou uvedeny závislosti relaxačního napětí $\Delta\sigma_{relax}$ na čase během jedné prodlevy. Byly vybrány prodlevy na začátku, v polovině únavového života a na konci. Je patrné, že hlavní část relaxace proběhne v několika prvních sekundách. Pak se pokles postupně zmírňuje. S přibývajícím počtem cyklů je počáteční pokles napětí výraznější a následný snížení pozvolnější. Tato skutečnost je podobná u tahových i tlakových prodlev.

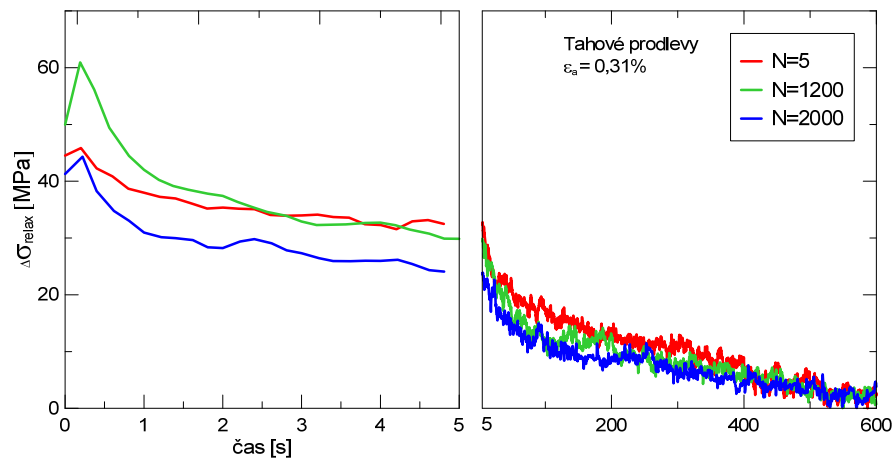
Obrázek 5.6-4 ukazuje závislost relaxačního napětí na počtu cyklů u slitiny TiAl. Průběh $\Delta\sigma_{relax}$ je odlišný v porovnání se superslitinou IN792-5A a také velikost relaxačního napětí je menší. Počátečních několik desítek cyklů se vyznačuje zřetelným poklesem relaxačního napětí. Následně se trend vývoje začne obracet a relaxační napětí začne narůstat. Relaxační napětí se postupně zvyšuje, až dosáhne maxima, po kterém následuje prudký pokles. Tato oblast již odpovídá části únavového života, kdy průřez měrné délky je oslaben šířící se únavovou trhlinou.

Na obrázcích 5.6-5 a 5.6-6 jsou průběhy relaxačního napětí během tahových prodlev dvou únavových zkoušek slitiny TiAl s rozdílnými amplitudami celkové deformace z obr. 5.6-4. Byly vybrány tři průběhy relaxačního napětí a to z počátku, poloviny a konce únavového života. Stejně jako u studované superslitiny během počátečních několika sekund dochází k výraznému poklesu relaxačního napětí, který však není tak velký jako u IN792-5A. Jak naznačuje obrázek 5.6-4, dochází během únavových zkoušek TiAl k růstu relaxačního napětí.

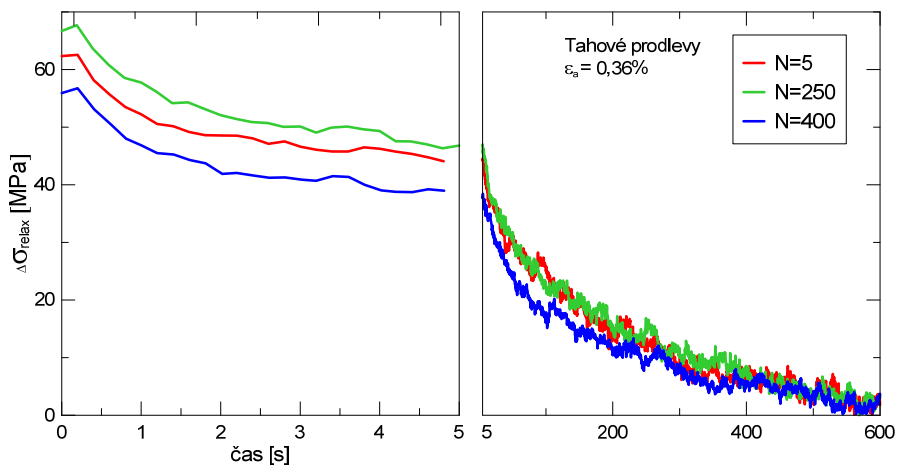


Obr. 5.6-4. Vývoj relaxačního napětí během tahových prodlev u slitiny TiAl.

Na obrázcích 5.6-5 a 5.6-6 jsou průběhy relaxačního napětí během tahových prodlev dvou únavových zkoušek slitiny TiAl s rozdílnými amplitudami celkové deformace z obr. 5.6-4. Byly vybrány tři průběhy relaxačního napětí a to z počátku, poloviny a konce únavového života. Stejně jako u studované superslitiny během počátečních několika sekund dochází k výraznému poklesu relaxačního napětí, který však není tak velký jako u IN792-5A. Jak naznačuje obrázek 5.6-4, dochází během únavových zkoušek TiAl k růstu relaxačního napětí. Tento fakt ukazuje obr. 5.6-5, kde prodleva z 5. cyklu má počáteční hodnotu relaxačního napětí $\Delta\sigma_{relax}$ nižší než u 1200. cyklu. Tento jev se objevuje jak u nízkých amplitud celkové deformace ε_a , tak i u vysokých (viz 5.6-6).



Obr. 5.6-5. Průběhy relaxačních napětí u vybraných tahových prodlev z únavové zkoušky provedené na slitině TiAl při teplotě 750 °C. Počátečních 5 sekund je podrobněji zobrazeno v levém obrázku.

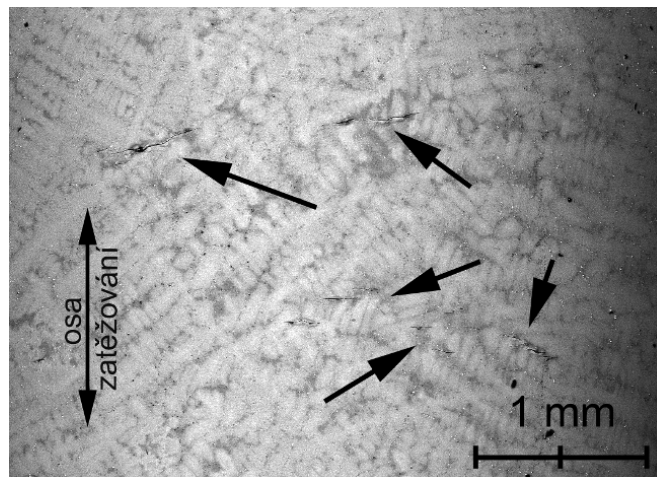


Obr. 5.6-6. Průběhy relaxačních napětí u vybraných tlakových prodlev z únavové zkoušky provedené na slitině TiAl při teplotě 750 °C. Počátečních 5 sekund je podrobněji zobrazeno v levém obrázku.

5.7 Rastrovací elektronová mikroskopie

5.7.1 Pozorování povrchového reliéfu

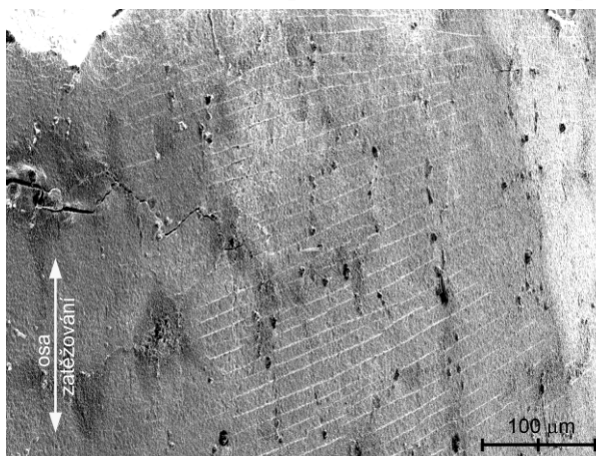
5.7.1.1 Superslitina IN792-5A



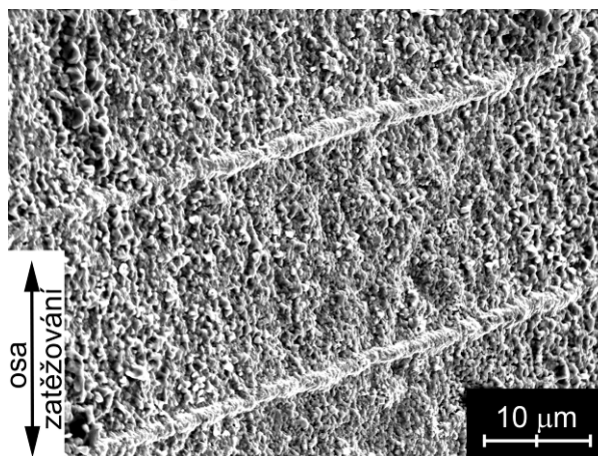
Obr. 5.7.1.1-1. Výskyt sekundárních trhlin v mezidendritických prostorech (REM-BSE, superslitina IN792-5A, 800 °C, $\epsilon_a = 0,16 \%$).

Po únavovém zatěžování bylo provedeno pozorování povrchového reliéfu měrných délek na vybraných zkušebních tyčích. Byly pozorovány především zkušební tyče cyklované na velkých amplitudách celkové deformace. V menším měřítku pak byly pozorovány měrné délky tyčí cyklovaných na malých amplitudách, jako například obrázek 5.7.1.1-1. Na tomto snímku je viditelná hrubá dendritická struktura, kde světlé plochy jsou dendritické osy. Tmavé plochy představují mezidendritické oblasti, v kterých se ve větší míře vyskytují karbidy a eutektika γ/γ' . Právě v těchto oblastech se ve většině případů vyskytovaly i únavové trhliny. Ty jsou na snímku ukázány šipkami.

Na obrázku 5.7.1.1-2 je snímek povrchu zkušebního tělesa v blízkosti magistální trhliny. I přes nízkou amplitudu celkové deformace ($\epsilon_a = 0,16 \%$), se na některých místech vyvinul výrazný povrchový reliéf ve formě dlouhých stop, které jsou tvořeny materiálem extrudovaným nad původní povrch. Jejich orientace je převážně kolmo na osu zatěžování a ze snímku je patrné, že jsou mírně zvlněné. Na obrázku 5.7.1.1-3 je detail takových dvou stop, z kterého je vidět, že i přes silně zoxidovaný povrch jsou stopy dobře vyvinuté.

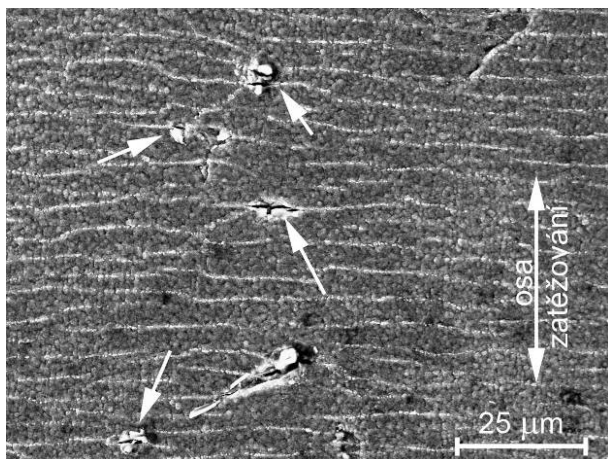


Obr. 5.7.1.1-2. Povrchový reliéf blízko magistální trhliny (REM-SE, IN792-5A, 800 °C, $\epsilon_a = 0,16 \%$).

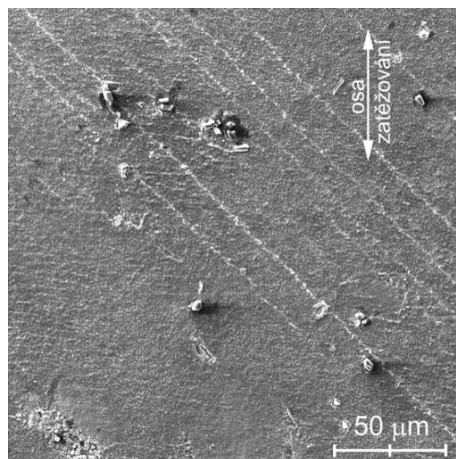


Obr. 5.7.1.1-3. Detail stop z předchozího obrázku.

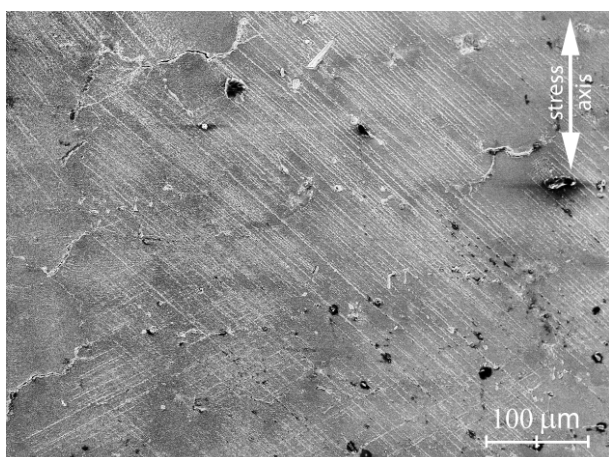
Zkušební tyče cyklované na velkých amplitudách celkové deformace jsou zatěžovány výrazně větší cyklické plastické deformaci. Tato skutečnost se projeví na vzniklém povrchovém reliéfu na povrchu měrné délky. Obrázek 5.7.1.1-4, pořízený ve velké vzdálenosti od magistralní trhliny, ukazuje stopy podobné těm, nalezeným na měrných délkách po cyklování na nízkých amplitudách celkové deformace. Opět lze pozorovat jejich vlnitý charakter. V porovnání s typickými persistentními skluzovými stopami jsou tvořeny krátkými úseky. Bílými šipkami jsou označeny karbidické částice, kterými prochází tyto stopy. Ve většině případů byly tyto karbidy popraskané. Tato místa jsou častými zdroji iniciace únavových trhlin. Obrázek 5.7.1.1-5 zachycuje místo v sousedství magistralní únavové trhliny. Zde již byly pozorovány typické přímé persistentní skluzové stopy, které svíraly úhel 45° s osou zatěžování. Na snímku (levá dolní část) jsou ovšem také patrné jemné stopy kolmé k ose zatěžování, jež jsou stejného charakteru jako stopy na snímku 5.7.1.1-4. Vhodně orientovaná zrna, v kterých docházelo k intenzivní plastické deformaci, obsahují velkou hustotu persistentních skluzových stop a více aktivovaných skluzových systémů jako například na obrázku 5.7.1.1-6. Na několika místech byla nalezena iniciace únavových trhlin podél persistentních skluzových stop (viz obr. 5.7.1.1-7), ovšem z nízké četnosti výskytu je zřejmé, že při cyklickém zatěžování při vysoké teplotě mají větší význam z hlediska iniciace únavových trhlin hranice dendritických zrn a křehké karbidické fáze.



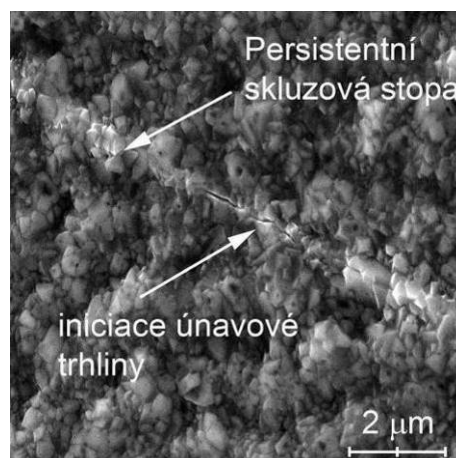
Obr. 5.7.1.1-4. Pole stop. Šipkami jsou označeny iniciace únavových trhlin praskáním karbidů (REM-SE, superslitina IN792-5A, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,52 \%$).



Obr. 5.7.1.1-5. Persistentní skluzové stopy (REM-SE, superslitina IN792-5A, $\varepsilon_a = 0,52 \%$).



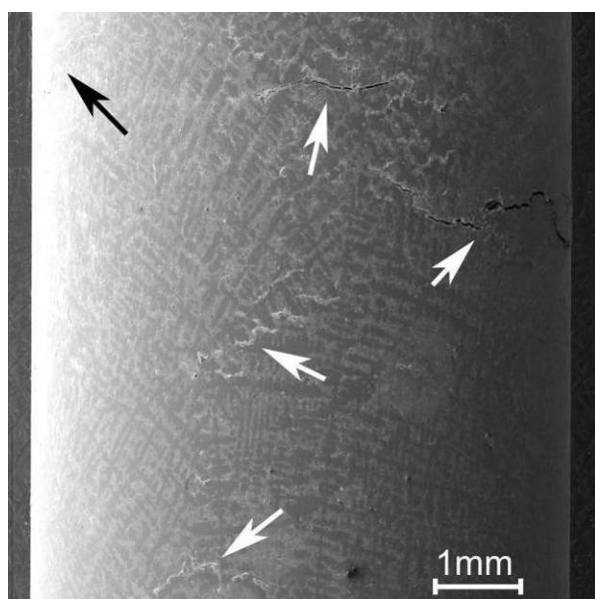
Obr. 5.7.1.1-6. Snímek povrchového reliéfu s vícenásobným skluzem (REM-SE, superslitina IN792-5A, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,51 \%$).



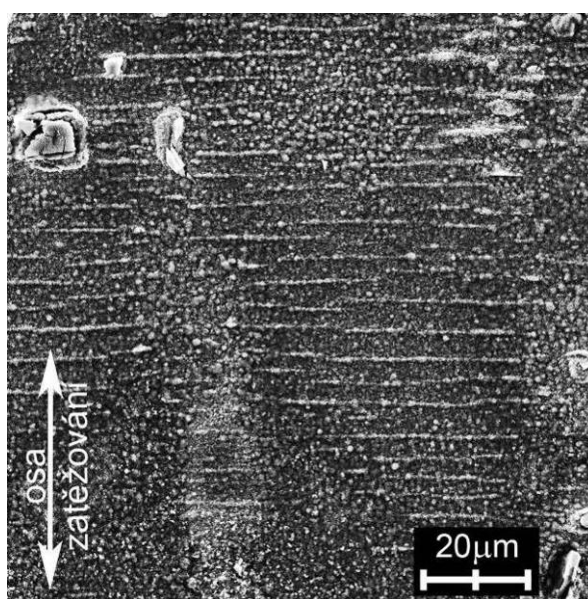
Obr. 5.7.1.1-7. Ukázka iniciace únavové trhliny podél persistentní skluzové stopy (REM-SE, superslitina IN792-5A, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,52 \%$).

5. VÝSLEDKY

Zavedením tahových prodlev do únavového zatěžování se zvýšila hustota únavových trhlin na měrné délce zkušebních tyčí (viz obr. 5.7.1.1-8). Jejich rozložení bylo rovnoměrné. Místa iniciace byly opět mezidendritické oblasti. Následné šíření trhlin probíhalo převážně podél hranic dendritických zrn a mezidendritickými prostory. Na převážné části povrchu se vyskytují oblasti s jemnými stopami (viz obr. 5.7.1.1-9) podobné těm, co byly zmíněny u únavového zatěžování bez prodlev. Jejich hustota se zvyšuje vždy v místech, která odpovídají velké plastické deformaci jako například v blízkosti únavové trhliny. Obvykle bývají orientovány kolmo na osu zatěžování. Tyto stopy byly pozorovány na povrchu všech analyzovaných vzorků neohledně na velikosti amplitudy celkové deformace. Hustota výskytu se ovšem s rostoucí amplitudou zvyšovala. V některých zrnech se objevily stopy, které připomínaly persistentní skluzové stopy (viz obr. 5.7.1.1-10). Jednalo se o výrazněji vyvinuté stopy v délce stovek mikrometrů, které makroskopicky probíhaly bez výraznějšího zvlnění pozorovaného u jemných stop na například na obr. 5.7.1.1-4. V některých vhodně orientovaných zrnech byla jejich hustota výrazně vyšší (viz obr. 5.7.1.1-12). Při detailnějším pohledu (obrázky 5.7.1.1-11 a 5.7.1.1-13) lze ovšem vidět, že na rozdíl od typických persistentních skluzových stop nejsou spojitě, ale jsou složeny z krátkých izolovaných úseků o délce přibližně 5 až 15 μm svírajících s makroskopickým směrem stopy určitý úhel, který je v různých zrnech odlišný. Povrchový reliéf těchto krátkých úseků je tvořen materiálem vytlačeným nad původní povrch. Iniciace únavových trhlin však ve většině případů neprobíhala podél těchto stop, ale podél hranic zrn (viz obr. 5.7.1.1-10, kde jsou trhliny označeny šipkami) a také v místech vyššího výskytu křehkých karbidických fází.



Obr. 5.7.1.1-8. Povrch měrné délky. Šipkami jsou označeny četné únavové trhliny (REM-SE, superslitina IN792-5A, 800°C, $\varepsilon_a = 0,28\%$).

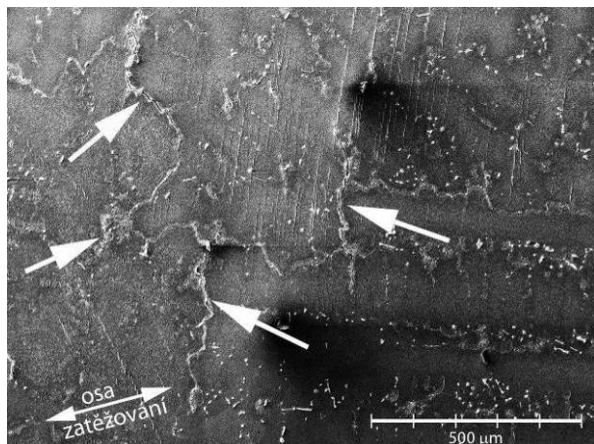


Obr. 5.7.1.1-9. Povrchový reliéf tvořený jemnými stopami (REM-SE, superslitina IN792-5A, 800°C, $\varepsilon_a = 0,40\%$).

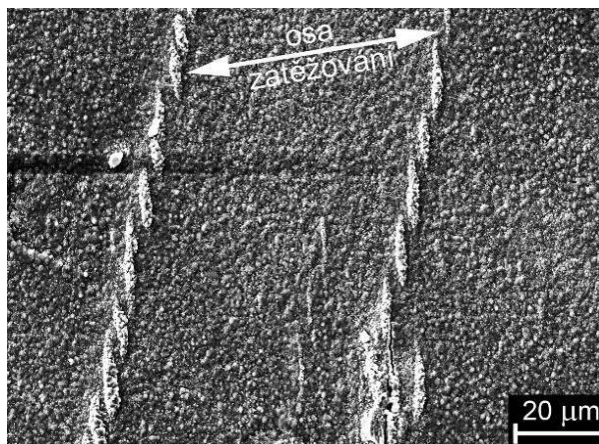
Cyklické zatěžování s tlakovými prodlevami vedlo k výraznému zkrácení únavové životnosti, ale na povrchu zkušebních tyčí nebyl pozorován silněji vyvinutý reliéf. Opět byly nalezeny stopy, které byly krátké a zvlněné. V některých místech byly uskupeny do pásů, jejichž směr je označen na obrázku 5.7.1.1-14 pomocí čerchované linie. Stejně jako s vložením tahových prodlev, tak i se zavedením tlakových prodlev se zvýší hustota únavových trhlin na povrchu měrné délky v porovnání s cyklováním bez prodlev. Obrázek 5.7.1.1-15 ukazuje, že únavové trhliny vznikají také podél jemných stop povrchového reliéfu. Z pozorování lze usoudit, že sami o sobě nejsou místa iniciace hlavních únavových trhlin, ovšem mohou být využívány jako vhodná místa šíření již existujících trhlin.

Na povrchu zkušebních tyčí cyklovaných všemi režimy zatížení použitými v této práci byly nalezeny trhliny, v jejímž okolí nebyly žádné viditelné stopy po lokalizaci cyklické plastické deformaci. Zdánlivě se tedy jevily, jakoby došlo k jejich iniciaci bez zjevných příčin. Charakteristickým rysem byl výrazný reliéf podél okraje trhliny (viz obr. 5.7.1.1-16 a 5.7.1.1-17). Vyskytovaly se podél hranic zrn a také v mezidendritických prostorech. Pravděpodobný mechanismus vzniku bude diskutován v diskuzi kap. 6.1.4.

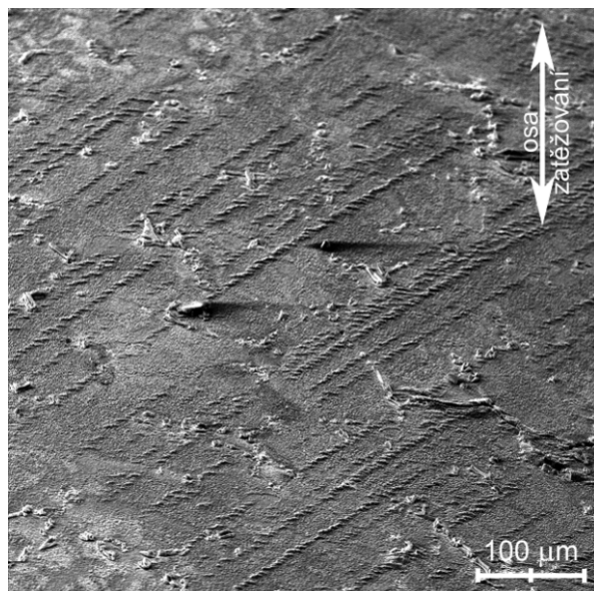
Z těchto poznatků lze usuzovat, že s vložením prodlev do cyklického zatěžování došlo ke změně řídicích mechanismů porušování. Role persistentních skluzových stop jako míst iniciace únavových trhlin je méně důležitá a dominantním se stává iniciace na hranicích zrn či mezidendritických prostorech a karbidech.



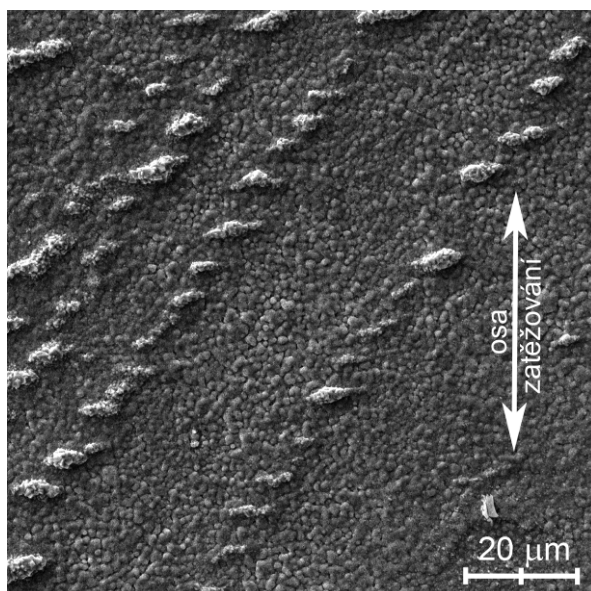
Obr. 5.7.1.1-10. Únavové trhliny na hranicích zrn. V těch jsou viditelné persistentní skluzové stopy (REM-SE, superslitina IN792-5A, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,49 \%$).



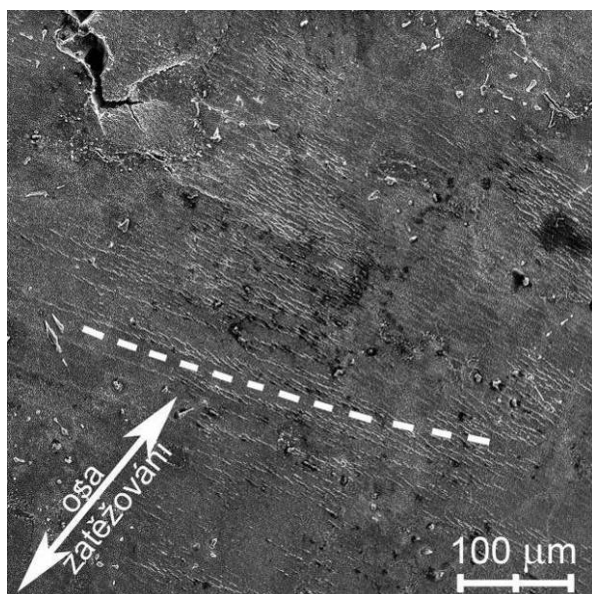
Obr. 5.7.1.1-11. Detail povrchového reliéfu z obrázku 5.7.1-12.



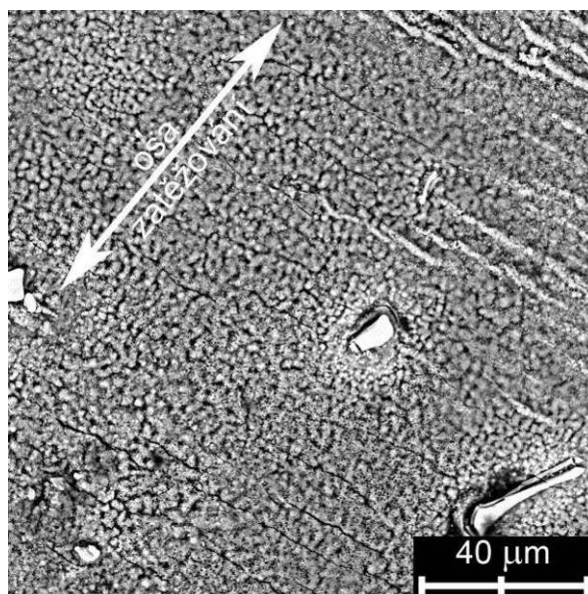
Obr. 5.7.1.1-12. Vhodně orientované zrn s výrazným povrchovým reliéfem (REM-SE, superslitina IN792-5A, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,54 \%$).



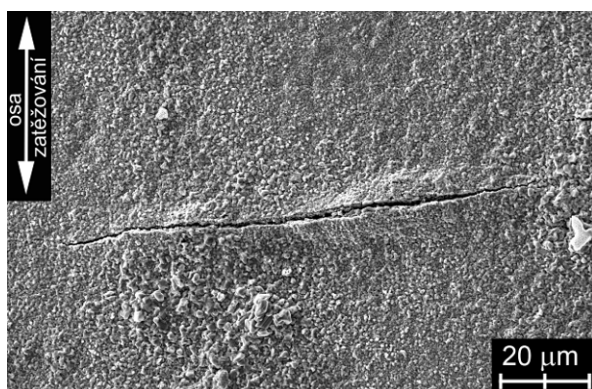
Obr. 5.7.1.1-13. Detail povrchového reliéfu z obrázku 5.7.1-10.



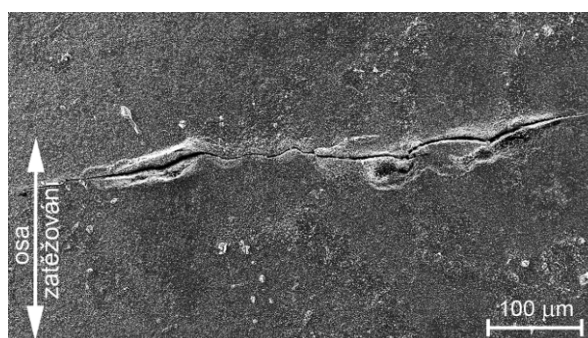
Obr. 5.7.1.1-14. Povrchový reliéf po cyklování s tlakovými prodlevami (REM-SE, superslitina IN792-5A, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,45$ %).



Obr. 5.7.1.1-15. Pole drobných trhlin podél jemných stop povrchového reliéfu (REM-SE, superslitina IN792-5A, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,45$ %).



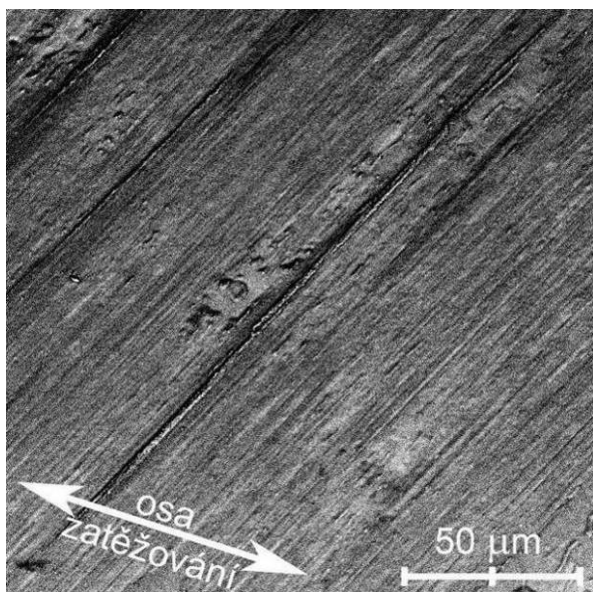
Obr. 5.7.1.1-16. Iniciační trhliny bez viditelné lokalizace deformace (REM-SE, superslitina IN792-5A, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,16$ %).



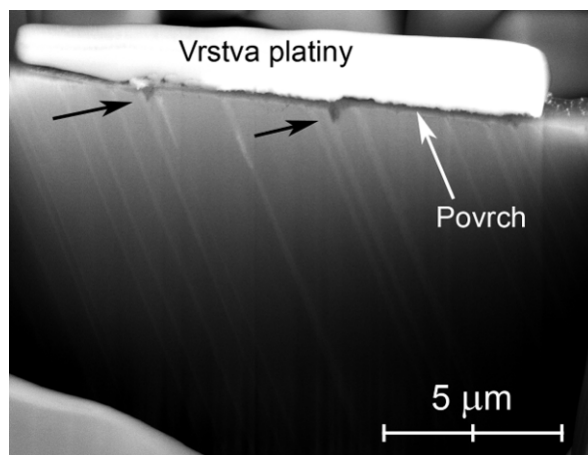
Obr. 5.7.1.1-17. Pokročilejší stádium trhliny s výrazným reliéfem podél trhliny (REM-SE, superslitina IN792-5A, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,16$ %).

5.7.1.2 Intermetalická slitina TiAl

Analýza povrchu měrné délky vybraných zkušebních tyčí slitiny TiAl odhalila, že mechanismus únavového porušování odráží strukturní složitost studované intermetalické slitiny. Jak již bylo popsáno v kapitole 5.1.2 struktura TiAl se skládá z lamelárních kolonií. Prostor mezi těmito koloniemi není jasně definován hranicí, ale je tvořen pásem ekviaxiálních zrn tvořených především fází γ . Na povrchu byly nalezeny jevy poukazující na působící cyklickou plastickou deformaci během únavového zatěžování.

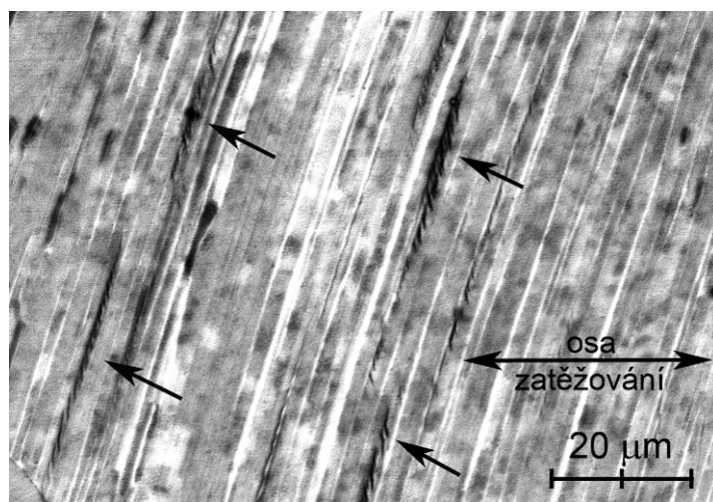


Obr. 5.7.1.2-1. Persistentní skluzové stopy na rozhraní mezi lamelami
(REM-SE, slitina TiAl, 750 °C, $\varepsilon_a = 0,25$ %).



Obr. 5.7.1.2-2. Příčný řez persistentními skluzovými stopami
(REM-BSE, slitina TiAl, 750 °C, $\varepsilon_a = 0,25$ %).

Nejzřetelnějším projevem cyklické plastické deformace jsou persistentní skluzové stopy (PSS), které v této slitině vznikají podél rozhraní sousedících lamel (viz obr. 5.7.1.2-1). Tyto stopy byly pozorovány na všech typech rozhraní (α_2/γ , γ/γ , γ/β). Vyskytovaly se především ve vhodně orientovaných zrnech po celé délce měrné délky. Délka jednotlivých PSS byla řádově stovky mikrometrů. S rostoucí velikostí amplitudy celkové deformace únavové zkoušky byly PSS vyvinutější. Na obr. 5.7.1.2-2 je řez kolmý na povrch vzorku a kolmý na dvě skluzové stopy připravený pomocí fokusovaného iontového svazku. Stopy jsou vyznačené šipkami. Z obrázku jsou patrné intruze, které se šíří do materiálu podél rozhraní α_2/γ , kde světlejší fáze představuje α_2 . Intruze je vyplněna oxidy (tmavá povrchová vrstva), které vznikají při působení okolní atmosféry při teplotě 750 °C. Z řezu je vidět také výraznou oxidaci materiálu extruzí.

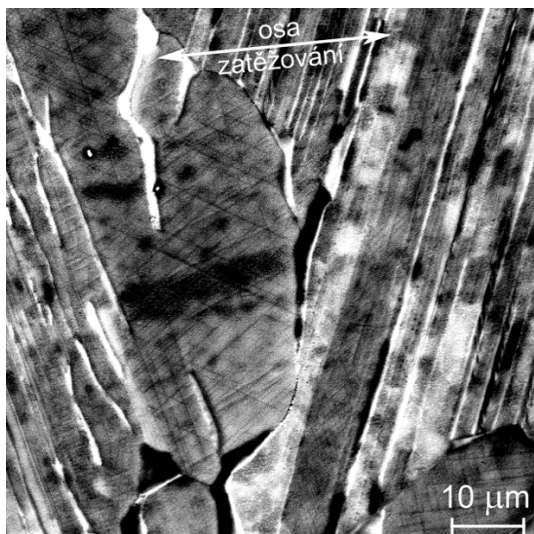


Obr. 5.7.1.2-3. Drobné trhliny napříč lamelami
(REM-BSE, slitina TiAl, 750 °C, $\varepsilon_a = 0,39$ %).

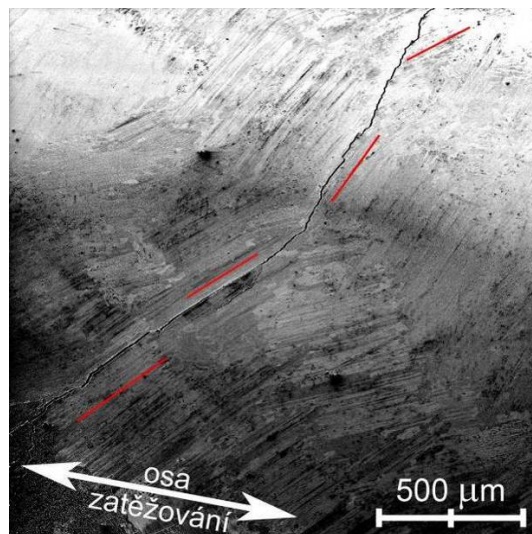
Dalším pozorovaným způsobem lokalizace deformace jsou drobné vzájemně rovnoběžné skluzové stopy v tlustších lamelách fáze γ (viz obr. 5.7.1.2-3). Jejich délka je v řádu několika mikrometrů, neboť procházejí pouze konkrétní lamelou. Podél těchto stop byly nalezeny

5. VÝSLEDKY

drobné trhliny. Vývoj povrchového reliéfu byl pozorován také v ekviaxiálních zrnech na rozhraní lamelárních kolonií. Povrchový reliéf měl podobu velice drobných skluzových stop (viz obr. 5.7.1.2-4). Jejich hustota je vysoká a v rámci jednoho zrna mohou být tyto stopy v několika aktivních skluzových rovinách

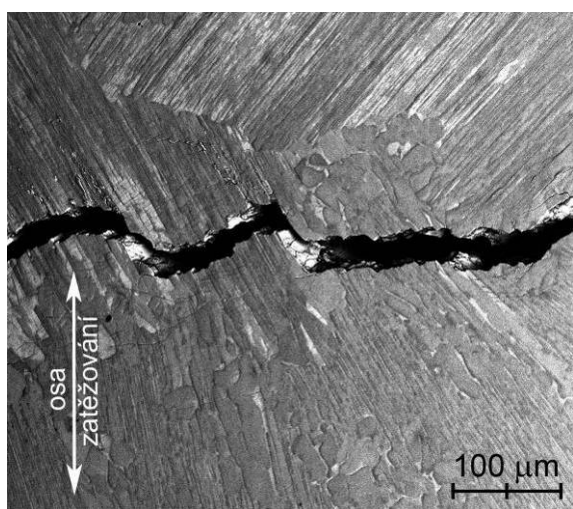


Obr. 5.7.1.2-4. Jemný povrchový reliéf v zrnech podél lamelárních kolonií.
(REM-BSE, slitina TiAl, 750 °C, $\varepsilon_a = 0,39$ %).

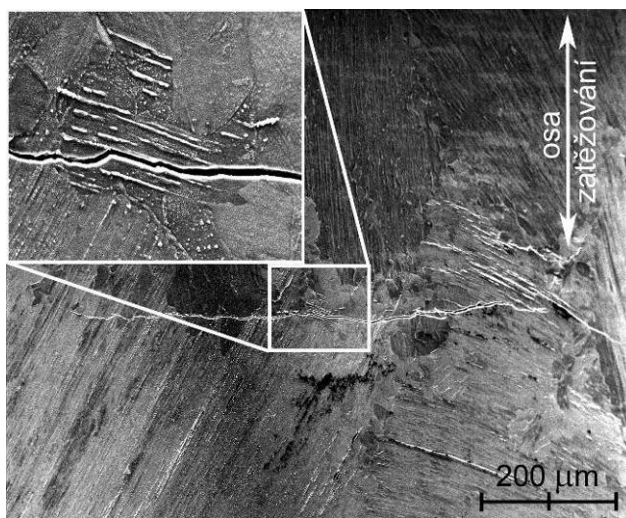


Obr. 5.7.1.2-5. Šíření únavové trhliny podél lamel jednotlivých lamelárních kolonií
(REM-SE, slitina TiAl, 750 °C, $\varepsilon_a = 0,25$ %).

Na pozorovaných zkušebních tyčích byla zaznamenána vysoká četnost únavových trhlín. Mezi místy iniciace únavových trhlín se u spojitého cyklování (bez prodlev) uplatňovaly především PSS podél lamelárních rozhraní. Byla pozorována i iniciace trhlín podél stop v ekviaxiálních zrnech a v menším měřítku podél zmíněných drobných skluzových stop uvnitř některých lamel. Obrázek 5.7.1.2-5 ukazuje způsob šíření magistrální trhliny, která využívala především rozhraní lamel. To je patrné na obrázku, kde lze vidět, že trhlina postupovala podél lamel, jejichž orientace v jednotlivých zrnech je naznačena červenými úsečkami. Na povrchu zkušebních tyčí bylo obvykle několik únavových trhlín. Pokud ovšem jedna z nich překročila určitou kritickou délku, růst ostatních se zastavil.



Obr. 5.7.1.2-6. Šíření únavové trhliny při cyklickém zatěžování s tahovými prodlevami
(REM-SE, slitina TiAl, 750 °C, $\varepsilon_a = 0,40$ %).



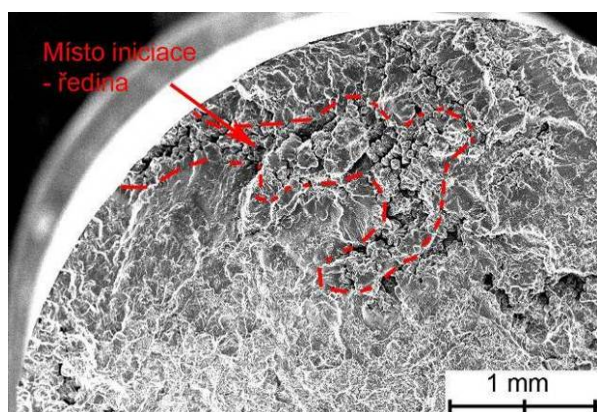
Obr. 5.7.1.2-7. Šíření únavové trhliny při cyklickém zatěžování s tahovými prodlevami a s detailem místa iniciace
(REM-SE, slitina TiAl, 750 °C, $\varepsilon_a = 0,36$ %).

Povrch zkušebních tyčí po únavových zkouškách s tahovými prodlevami vykazoval podobné projevy lokalizace cyklické plastické deformace jako u spojitého cyklování bez prodlev. Rozdíly jsou ale patrné v místech iniciace únavových trhlin. Byl pozorován výrazný nárůst počtu trhlin v oblastech ekviaxiálních zrn na hranicích lamelárních kolonií (viz obr. 5.7.1.2-6). Naopak klesla četnost iniciovaných trhlin podél PSS na lamelárních rozhraních i přes vysokou hustotu PSS v některých lamelárních koloniích. Na obr. 5.7.1.2-7 je část magistralní trhliny zkušební tyče cyklicky zatěžované s tahovými prodlevami. Na rozdíl od situace na obr. 5.7.1.2-5 je šíření trhliny podél lamelárního rozhraní ojedinělé. Dochází spíše k šíření přes ekviaxiální zrna na hranicích lamelárních kolonií, popřípadě napříč lamelami.

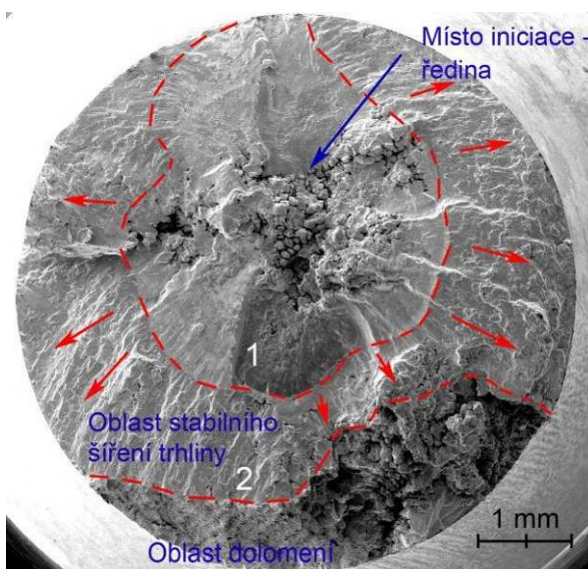
5.7.2 Lomová plocha

5.7.2.1 Superslitina IN792-5A

U vybraných zkušebních tyčí byly studovány lomové plochy s cílem popsat charakteristické rysy únavového porušování u superslitiny IN792-5A a slitiny TiAl při spojitém cyklování a cyklování s prodlevami. Lomové plochy IN792-5A se vyznačovaly velikou členitostí. Tato komplexnost je dána povahou materiálu, který je litý a má hrubou dendritickou strukturu. Únavová trhlina využívala během šíření především místa nehomogenit a slabých míst struktury, mezi které patří řediny, karbidy a hranice dendritických zrn.



Obr. 5.7.2.1-1. Detail lomové plochy slitiny IN792-5A s povrchovým místem iniciace trhliny po spojitém cyklování bez prodlev (REM-SE, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,22 \%$).

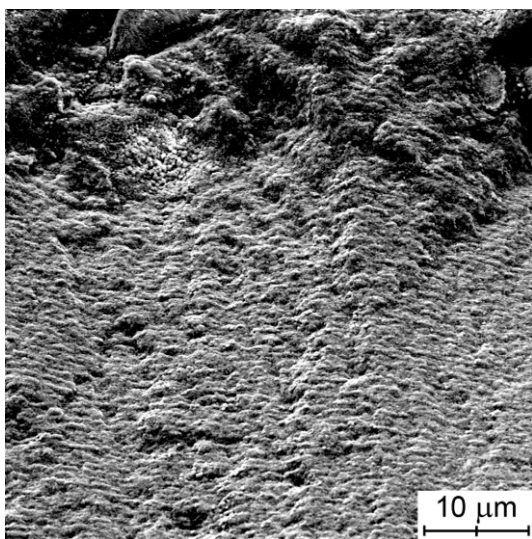


Obr. 5.7.2.1-2. Lomová plocha slitiny IN792-5A s místem iniciace z vnitřní řediny po spojitém cyklování bez prodlev (REM-SE, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,17 \%$).

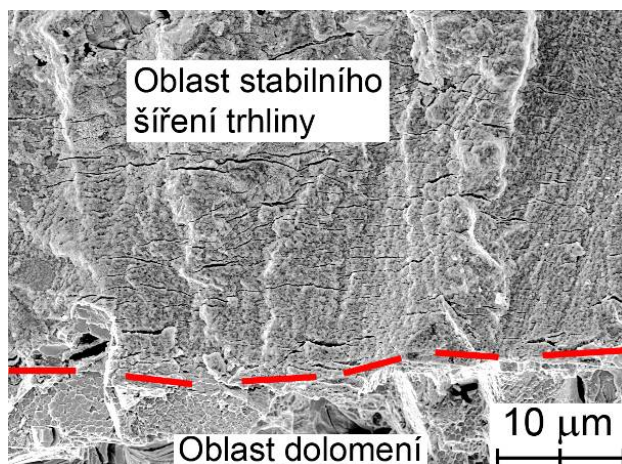
I přes tuto komplexnost však bylo ve většině případů jednoduché rozlišit místa iniciace únavových trhlin a oblasti dolomení. K tomu dopomohlo pozorování pomocí světelného mikroskopu a také stupeň oxidace jednotlivých oblastí lomové plochy. Lomová plocha obsahovala množství ředin. V případě spojitého cyklického zatěžování za vysokých teplot probíhá iniciace únavových trhlin z míst nespojitosti zkušebního materiálu. V tomto případě takovými místy byly zmiňované řediny. Jejich rozměry dosahovaly až řádu stovek mikrometrů. Obrázek 5.7.2.1-1 ukazuje nejčastější případ iniciace únavových trhlin a tím jsou řediny ústící na povrch nebo vyskytující se těsně pod povrchem. Oblast řediny je na snímku zvýrazněna čárkovanou linií. Jelikož ředina zasahuje až na povrch, významným způsobem se na únavovém porušování podílí také oxidace. Iniciace únavových trhlin na povrchu nebo z ředin blízko povrchu se vyskytovala především u cyklických zkoušek při středních a

5. VÝSLEDKY

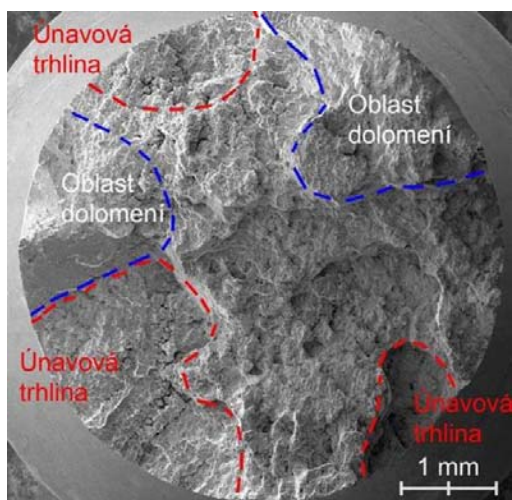
vysokých amplitudách celkové deformace ε_a . V případě únavových zkoušek s nízkými ε_a a velkými životnostmi byla zaznamenána iniciace trhlín z ředin ve vnitřních oblastech měrné délky (viz obr. 5.7.2.1-2). Na snímku je zřetelná členitá struktura řediny. Čárkovanou linií je vyznačena oblast označovaná jako „fish-eye“, která znázorňuje oblast šíření únavové trhliny před dosažením povrchu, tudíž bez přístupu vzduchu z okolního prostředí. Jakmile trhlina dosáhla povrchu v horní části snímku, pokračovala ve svém šíření ve směru dle naznačených šipek. Tato oblast stabilního šíření se vyznačuje lomovou plochou zvrásněnou únavovými stupínky a lemy. Ohraničená oblast v dolní části snímku představuje dolomení zkušební tyče. V těsné blízkosti místa iniciace byla lomová plocha hladká bez jakýchkoliv výrazných rysů. Ve vzdálenějších oblastech před čárkovanou linií byla pozorována rozsáhlá pole striací. Jedno z takových míst je označeno na obrázku číslicí „1“ a obrázek 5.7.2.1-3 je detailem z této oblasti. Průměrná rozteč striací byla asi 1 μm . Obr. 5.7.2.1-4 ukazuje detail oblasti z čela únavové trhliny označené číslicí „2“. Lomová plocha těsně před oblastí dolomení je plná sekundárních trhlín kolmých na směr šíření magistralní trhliny. Oblast dolomení se vyznačuje rozsáhlými rovnými plochami nebo oblastmi připomínajícími štěpné fazety.



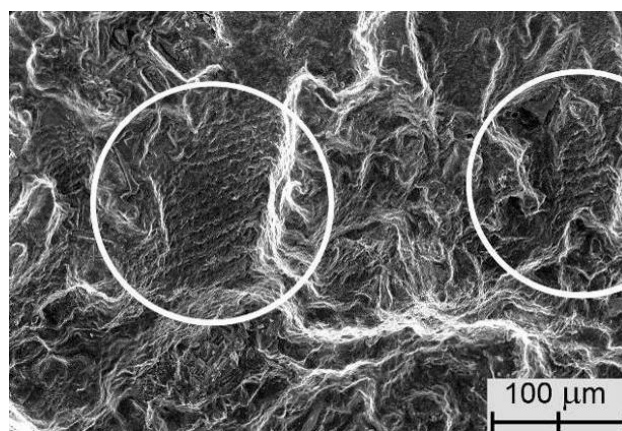
Obr. 5.7.2.1-3. Pole striací z místa 1 na obrázku 5.7.2.1-2.



Obr. 5.7.2.1-4. Lomová plocha z místa 2 obrázku 5.7.2.1-2.

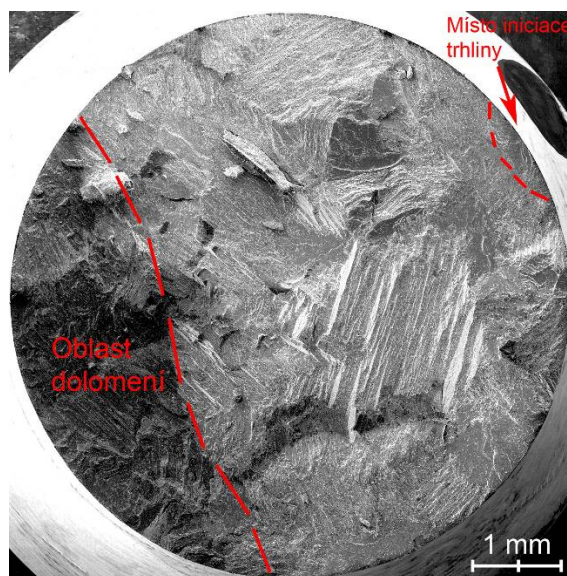


Obr. 5.7.2.1-5. Lomová plocha slitiny IN792-5A s více místy iniciace po cyklickém zatěžování s tahovými prodlevami (REM-SE, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,54 \%$).

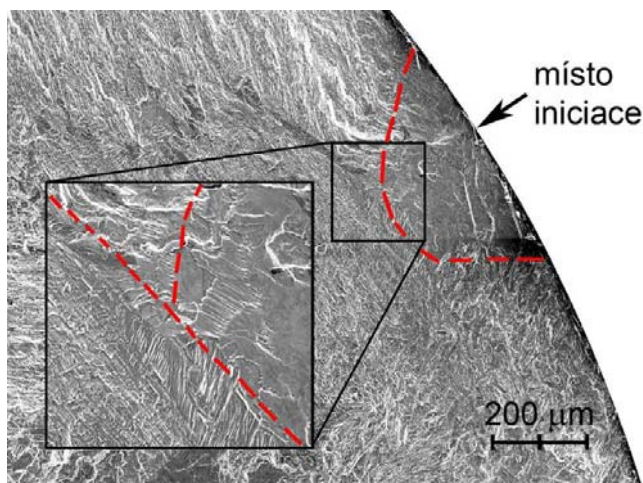


Obr. 5.7.2.1-6. Detail polí striací na lomové ploše slitiny IN792-5A po cyklickém zatěžování s tlakovými prodlevami (REM-SE, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,35 \%$).

Obrázek 5.7.2.1-5 ukazuje lomovou plochu po cyklické zkoušce s tahovými prodlevami. Je patrné, že lomová plocha je členitější než po spojitém cyklování. Ta se skládá z několika oblastí, jež jsou vůči sobě v rozdílných úrovních. Příčinou bylo několik míst iniciace únavových trhlin, které se během únavového života propojily. To je v souladu s experimentálními údaji z předchozí kapitoly, že na měrné délce během cyklování s prodlevami je více míst iniciace únavových trhlin než u spojitěho zatěžování bez prodlev. Iniciace únavových trhlin byla ve většině případů pozorována v oblasti povrchových ředin (oblast vlevo dole na obr. 5.7.2.1-5). I v případě cyklování s tahovými či tlakovými prodlevami byly na lomové ploše nalezeny pole striací, což svědčí o specifickém mechanismu únavového porušování. Jejich výskyt byl při cyklování s prodlevami mnohem menší a jednotlivá pole striací byla méně rozsáhlá. Rozteč jednotlivých striací byla větší než u spojitěho cyklování bez prodlev (přibližně kolem 10 μm). Lomové plochy po zkouškách s tlakovými a tahovými prodlevami se výrazně nelišily.



Obr. 5.7.2.2-1. Lomová plocha slitiny TiAl po spojitém cyklickém zatěžování se zřetelným místem iniciace a oblastí dolomení (REM-SE, 750 °C, $\varepsilon_a = 0,245 \%$).



Obr. 5.7.2.2-2. Místo iniciace s předchozího snímku. Čárkovanou linií v detailu je vyznačena hranice přechodu interlamelárního šíření trhliny na translamelární.

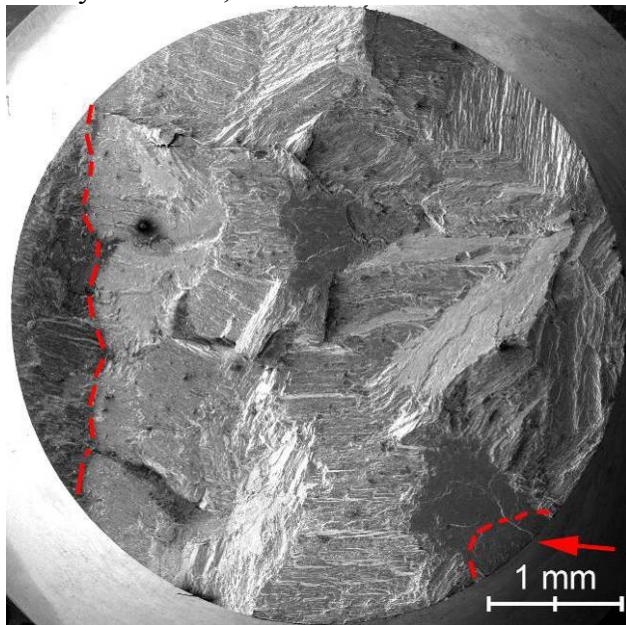
5.7.2.2 Slitina TiAl

Byly také analyzovány lomové plochy slitiny TiAl po spojitém cyklickém zatěžování bez prodlev a s tahovými prodlevami. Při pozorování lomových ploch po spojitém cyklickém zatěžování a cyklickém zatěžování s tahovými prodlevami nebyly nalezeny výrazné charakteristické rozdíly. Díky stupni oxidace povrchu a pozorování pouhým okem bylo možné nalézt místa iniciace únavových trhlin. Ve všech případech únavové trhliny vznikaly na povrchu. Lomová plocha se vyznačovala velikou členitostí, která souvisí s hrubou lamelární strukturou slitiny. Na základě orientace příslušného zrna k ose zatěžování se únavová trhlina šířila podél lamel nebo napříč lamelami. V prvním případě je pak na lomové ploše pozorována relativně hladká fazeta. Pro druhý případ šíření má lomová plocha schodovitý charakter.

Na obr. 5.7.2.2-1 je snímek lomové plochy po cyklickém zatěžování bez prodlev. Z malé plochy oblasti dolomení je zřetelné, že únavová trhlina prorostla více jak polovinou průřezu měrné délky, což je neobvykle hodně na tuto skupinu slitin. Místo iniciace se nachází v pravé horní části snímku.

5. VÝSLEDKY

Na obr. 5.7.2.2-2 je detail tohoto místa. Povrch místa iniciace je plochý a hladký jen s jemnými říčkami. Plocha místa iniciace byla orientována téměř kolmo vůči ose zatěžování. Charakter lomové plochy napovídá, že únavová trhлина iniciovala na rozhraní lamel. Následné šíření probíhalo interlamelárně pouze v rámci příslušné lamelární kolonie. Na obr. 5.7.2.2-2 je čárkovanou linií naznačena hranice lamelární kolonie, na které se změnil způsob šíření trhliny na translamelární, neboť orientace sousedních zrn byla velice rozdílná. Lomová plocha nemá jednotný charakter, ale střídá se na ní několik mechanismů porušování v závislosti na lokální



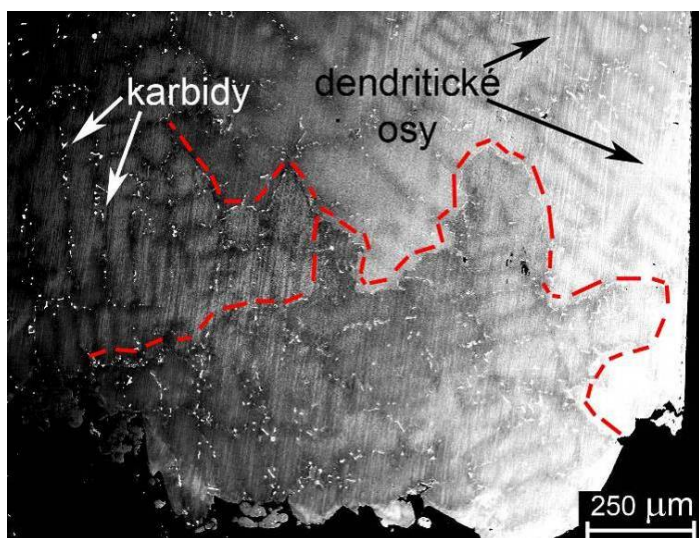
Obr. 5.7.2.2-3. Lomová plocha slitiny TiAl po cyklickém zatěžování s tahovými prodlevami (REM-SE, 750 °C, $\epsilon_a = 0,36 \%$).

struktuře a to především na orientaci lamel v koloniích. V příhodně orientovaných koloniích proběhlo šíření interlamelárně a ve zbylých translamelárně. V některých oblastech měl lom schodovitý charakter, což znamená, že trhлина se opakovaně šířila podél lamel a posléze přeskočila translamelárním lomem skrz několik lamel. V blízkosti oblasti dolomení, kdy únavová trhлина byla již dlouhá, byla nalezena delaminace jednotlivých lamel, což může svědčit o větvení magistralní trhliny.

Na obrázku 5.7.2.2-3 je lomová plocha zkušební tyče po únavové zkoušce s tahovými prodlevami. Místo iniciace je vyznačeno šipkou. Opět se jednalo o kolonii s lamelami orientovanými téměř kolmo k ose zatěžování. V rámci lamelární kolonie,

kde únavová trhлина iniciovala, probíhalo únavové porušování interlamelárně. Charakter lomové plochy se výrazně neliší od lomové plochy po spojitém cyklování bez prodlev.

5.7.3 Podélné řezy měrných délek



Obr. 5.7.3-1 Podélný řez měrné délky vzorku slitiny IN792-5A. Na snímku je dobře viditelná dendritická struktura s hranicemi zrn a velkým množstvím karbidu mezi dendritickými osami (REM-BSE).

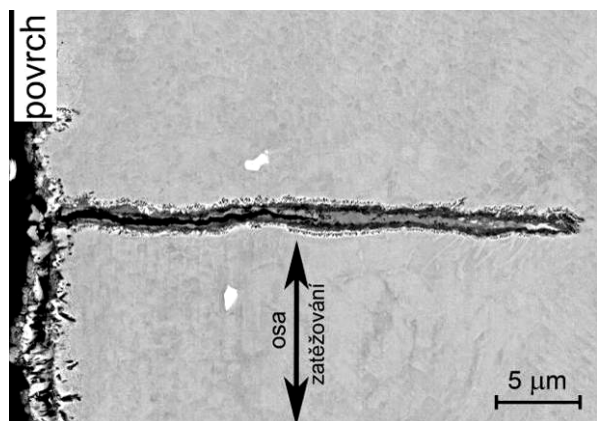
Byly pořízeny podélné řezy měrných délek zkušebních tyčí superslitiny IN792-5A

rovnoběžných s osou zkušebních tyčí. Pozorování bylo provedeno za účelem získání dalších poznatků o způsobu iniciace a šíření únavových trhlin. Byly také získány podrobnější informace o:

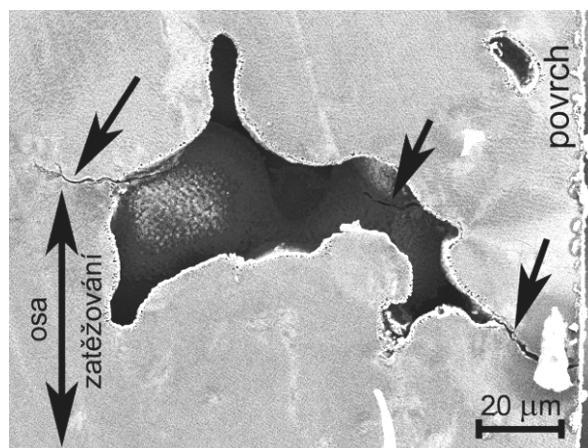
- Dendritické struktury.
- Rozložení a morfologii ředin.
- Četnosti a rozložení karbidů.

Jak již bylo zmíněno, struktura superslitiny IN792-5A je značně hrubozrná. Na obrázku 5.7.3-1 je podélný řez měrné délky v blízkosti magistralní trhliny. Snímek byl

pořízen zpětně odraženými elektrony (tj. režim BSE) a proto jsou na něm rozlišitelné oblasti s odlišným chemickým složením a různě orientovanou krystalovou mřížkou jednotlivých zrn. Čárkovanou linií jsou vyznačeny hranice zrn. Ty jsou velmi členité, což je zapříčiněno litou dendritickou strukturou materiálu. Jednotlivé dendritické osy jsou na snímku viditelné jako světlé oblasti. Jsou to místa, která během tuhnutí slitiny krystalizovala jako první. Díky segregaci některých chemických prvků během tuhnutí do míst mimo dendritické osy, vznikají v materiálu místa (tzv. mezidendritické oblasti) s rozdílným chemickým složením. Zde se obvykle nachází výrazně vyšší množství karbidů, eutektika γ/γ' a také ředin. Tyto oblasti jsou na snímku v tmavších odstínech mezi dendritickými osami. Ze snímku je patrné i nápadně vyšší množství karbidů (výrazné světlé částice) v těchto oblastech, které lze nalézt také na hranicích zrn. Z výše uvedených poznatků vyplývá, že mezidendritické prostory budou preferovanými místy iniciace a šíření únavových trhlin. Tento fakt dokazuje i snímek 5.7.1.1-1 z předchozích kapitol.

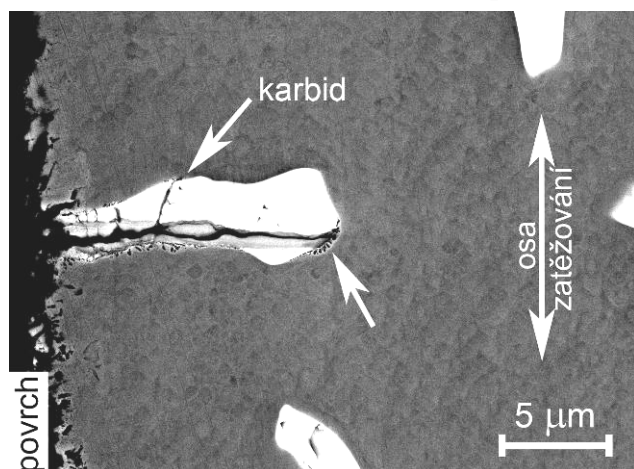


Obr. 5.7.3-2. Iniciace únavové trhliny z povrchu měrné délky.
(REM-BSE, superslitina 792-5A)



Obr. 5.7.3-3. Iniciace únavové trhliny z podpovrchové řediny v materiálu IN792-5A.
(REM-BSE)

Při porovnání jednotlivých řezů z všech tří typů provedených únavových zkoušek bylo zjištěno, že při spojitém cyklování bez prodlev nebyly kromě magistralní trhliny zaznamenány žádné další trhliny. Morfologie lomové plochy naznačovala, že v místě magistralní trhliny se nacházel shluk ředin, který způsoboval zvýšenou koncentraci napětí a deformace a proto byl pro iniciaci a šíření únavové trhliny příhodným místem, do kterého se koncentrovala většina cyklické plastické deformace. Z toho důvodu na zbylé ploše podélného řezu chyběly další výraznější známky po únavovém porušování.

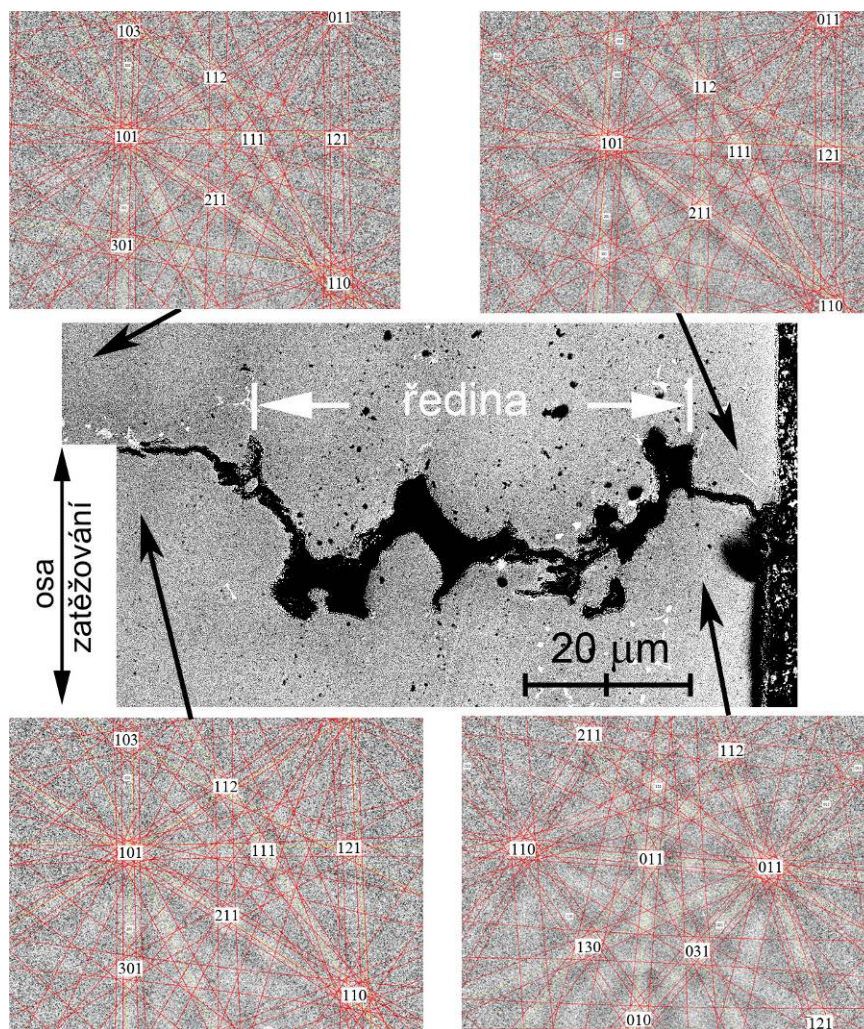


Obr. 5.7.3-4. Iniciace únavové trhliny z povrchové karbidické částice IN792-5A.
(REM-BSE)

Na obrázcích 5.7.3-2 až 4 jsou dokumentovány způsoby iniciace únavových trhlin. Na obrázku 5.7.3-2 je iniciace trhliny přímo z povrchu. Trhlina se hned od počátku šíří kolmo na osu zatěžování. Z obrázku je zřejmé, že při porušování sehrává významnou úlohu také interakce s okolním prostředím, tj. oxidace. Podél celé délky trhliny je výrazná oxidací ovlivněná vrstva. Jeden z častých způsobů iniciace únavových trhlin, zmíněný i v kapitole 5.7.2.1, je iniciace z ředin. Tento případ je znázorněn na obrázku 5.7.3-3, kdy na ředině těsně pod povrchem došlo

5. VÝSLEDKY

k iniciaci trhliny nejdříve směrem k povrchu a posléze na opačném konci trhliny, jak je ukázáno šipkami. Podél trhliny a povrchu řediny je opět viditelná tenká vrstvá oxidů. Frekventovaným místem iniciace byly také křehké karbidické částice na povrchu zkušební tyče (viz obr. 5.7.3-4). Karbid praskl v kolmém směru na osu zatěžování. Na čele trhliny, tj. na rozhraní karbid-matrice je zřetelná oxidací ovlivněná oblast (označena šipkou). Z těchto tří příkladů lze usuzovat, že počáteční únavové porušování materiálu IN792-5A je možné několika mechanismy

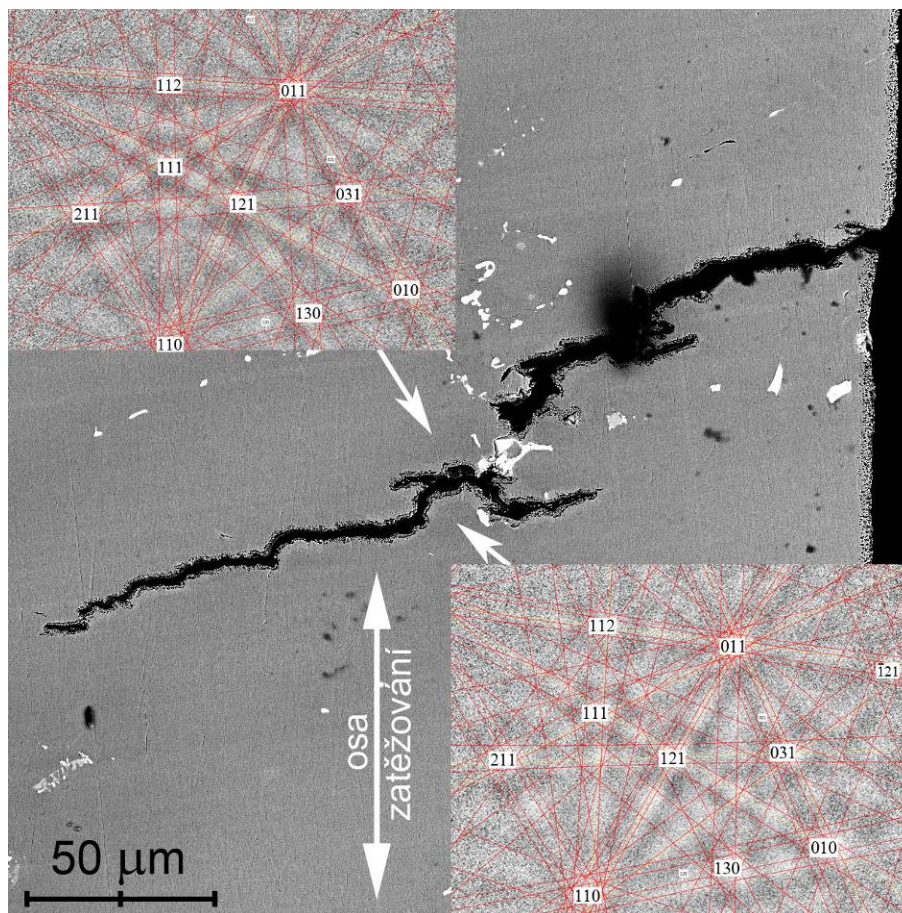


Obr. 5.7.3-5. Únavová trhlina šířící se z místa s ředinou. Podélný řez zkušební tyče cyklované s tahovými prodlevami (REM-BSE, superslitina IN792-5A, $\epsilon_a = 0,49\%$).

Jednou z otázek, kterou měly podélné řezy vysvětlit, bylo, zda se únavové trhliny u cyklických zkoušek s tahovými a tlakovými prodlevami šíří interkrystalicky nebo transkrystalicky. K objasnění otázky byla použita metoda EBSD (popis metody je dostupný v referenci [93]), pomocí které byla zjištěna orientace mřížky ve vybraných místech podél obou stran únavové trhliny. Pokud získané Kikuchiho linie byly identické z obou stran lze konstatovat, že trhlina se šíří ve stejném zrně a jedná se tedy o šíření transkrystalické. Na obrázku 5.7.3-5 je podélný řez zkušební tyče cyklované s tahovými prodlevami ukazující šířící se únavovou trhlinu. Střední část trhliny se zaoblenou morfologií svědčí o podpovrchové ředině. Na pravé straně snímku (u povrchu měrné délky) je analyzována krystalová orientace z míst vyznačených šipkami. Příslušné mapy Kikuchiho linií jsou rozdílné, tudíž po stranách trhliny jsou dvě různá zrna. Naopak v oblasti za ředinou na čele

trhliny probíhalo šíření transkrystalicky, jak dokazují dva vybrané body se stejnou orientací v blízkosti popisované oblasti.

Obrázek 5.7.3-6 zobrazuje trhlinu ze zkušební tyče cyklované s tlakovými prodlevami. Byla analyzována dvě místa ve středové oblasti trhliny. Krystalová orientace podle Kikučihových linií byla identická, takže trhlina se šířila transkrystalicky. Velká četnost karbidických částic v okolí svědčí, že trhlina se nachází ve zmiňovaném mezidendritickém prostoru.



Obr. 5.7.3-6. Únavová trhlina ve zkušební tyči cyklované s tlakovými prodlevami (REM-BSE, superslitina IN 792-5A, $\varepsilon_a = 0,45 \%$).

5.8 Transmisní elektronová mikroskopie

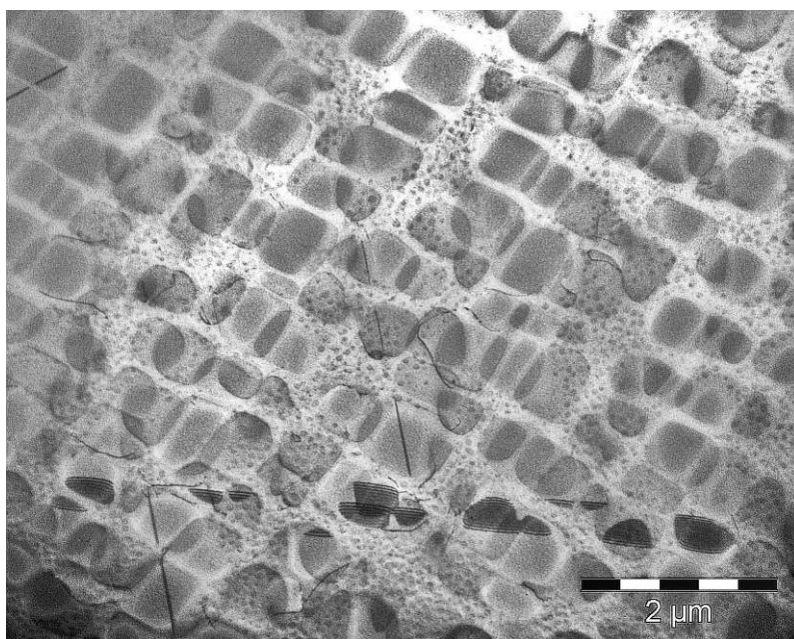
5.8.1 Mikrostruktura po únavových zkouškách bez prodlev

Po provedení pozorování povrchového reliéfu a lomové plochy byly vybrané zkušební tyče použity pro analýzu dislokačních struktur pomocí transmisní elektronové mikroskopie (TEM) na tenkých fóliích. Měrné délky tyčí byly nejdříve elektrojiskrově rozřezány na plátky rovnoběžně s osou zatěžování. Příprava probíhala dále podle postupu popsaného v kapitole 4.3. Jako první byly analyzovány fólie zkušebních tyčí po cyklickém zatěžování bez prodlev. Jak již bylo zmíněno v kapitole 5.1.1, mikrostruktura materiálu není homogenní. Pozorování odhalila převážně oblasti s pravidelně uspořádanou strukturou kubických precipitátů v matici. Na některých místech byly nalezeny také precipitáty značně zhrublé nebo naopak drobné se sférickou morfologií. Karbidy byly na tenkých fóliích nalezeny pouze výjimečně.

5. VÝSLEDKY

Obecně lze říci, že nalezené dislokační struktury mají výrazně heterogenní charakter. K tomu přispívá především orientace daného zrna vůči ose zatěžování a rozdílný charakter struktury v jednotlivých místech materiálu. Obrázek 5.8.1-1 byl pořízen z fólie zkušební tyče cyklované při nízkých amplitudách celkové deformace ($\varepsilon_a = 0,17 \%$, $\sigma_a = 310 \text{ MPa}$, $N_f = 50000$). Na základě pozorování lze konstatovat, že v materiálu byla nízká hustota dislokací. Ty se vyskytovaly především v matici γ a nebo na rozhraní γ / γ' . Překvapivým zjištěním byl relativně velký počet vrstevných chyb i přes nízkou hustotu dislokací. Ze snímku je patrné, že k průchodu dislokací přes precipitáty docházelo po několika vhodných skluzových rovinách typu $\{111\}$.

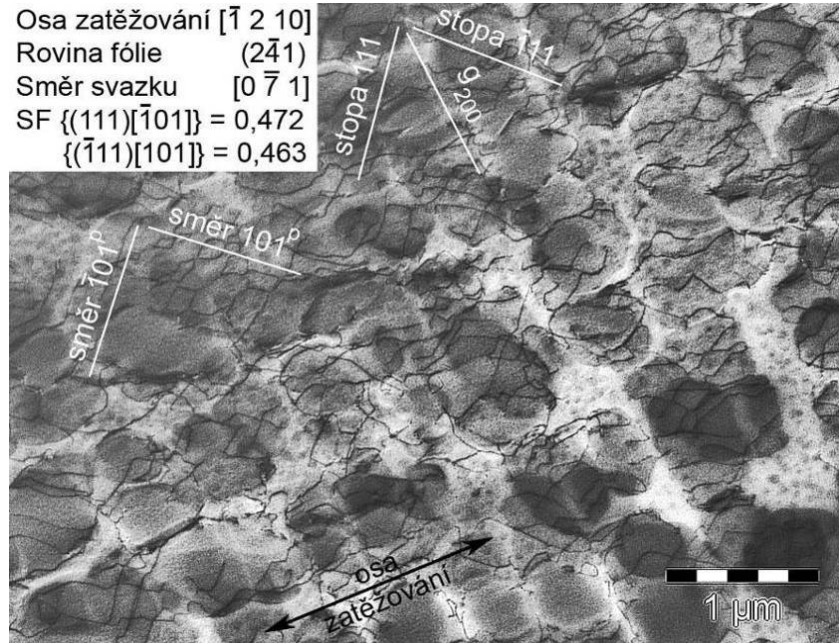
Obrázky 5.8.1-2 až 5.8.1-6 jsou pořízeny ze zkušební tyče materiálu IN792-5A cyklované při vysokých amplitudách celkové deformace a tedy s vysokou amplitudou plastické deformace ($\varepsilon_a = 0,48 \%$, $\varepsilon_{ap} = 0,053 \%$, $\sigma_a = 827 \text{ MPa}$, $N_f = 17$). Díky tomu je ve struktuře relativně vysoká dislokační hustota a v závislosti na orientaci zrna bylo pozorováno několik rozdílných jevů.



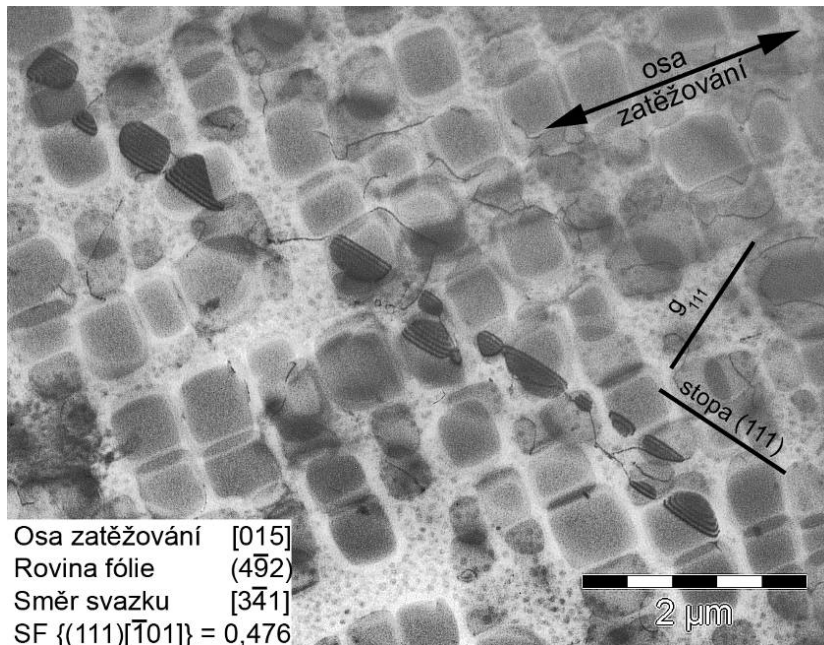
Obr. 5.8.1-1. Vrstevné chyby podél rovin typu $\{111\}$
(IN792-5A, TEM fólie H59, 800°C , $\varepsilon_a = 0,17 \%$, $\sigma_a = 310 \text{ MPa}$, $N_f = 50000$).

Na obrázku 5.8.1-2 je zachycena struktura zrna, které bylo příhodně orientováno pro vícenásobný skluz. Dislokace jsou rovnoměrně rozloženy v kanálech γ matrice a pro svůj pohyb využívají několika vhodných skluzových rovin. Schmidovy faktory dvou nejvhodněji orientovaných rovin jsou v popisovém poli. Na snímku jsou naznačeny příslušné směry Burgersových vektorů. Pro tyto směry je také možný příčný skluz do rovin $(1\bar{1}1)$ nebo $(11\bar{1})$. V této oblasti se vyskytovaly vrstevné chyby pouze ojediněle. Díky vysokému počtu vhodných skluzových rovin a možnému příčnému skluzu byly dislokace přítomny především v kanálech γ matrice a pouze sporadicky v precipitátech γ' . Směry $[\bar{1}01]$ a $[101]$ příslušející k vhodným skluzovým rovinám (111) a $(\bar{1}\bar{1}1)$ nejsou rovnoběžné s rovinou snímku. Vyznačené směry na snímku jsou pouze průměty daného směru do této roviny, a proto jsou označeny indexem „p“. Zmíněné označení směrů indexem bude použito v případě potřeby v průběhu celé kapitoly.

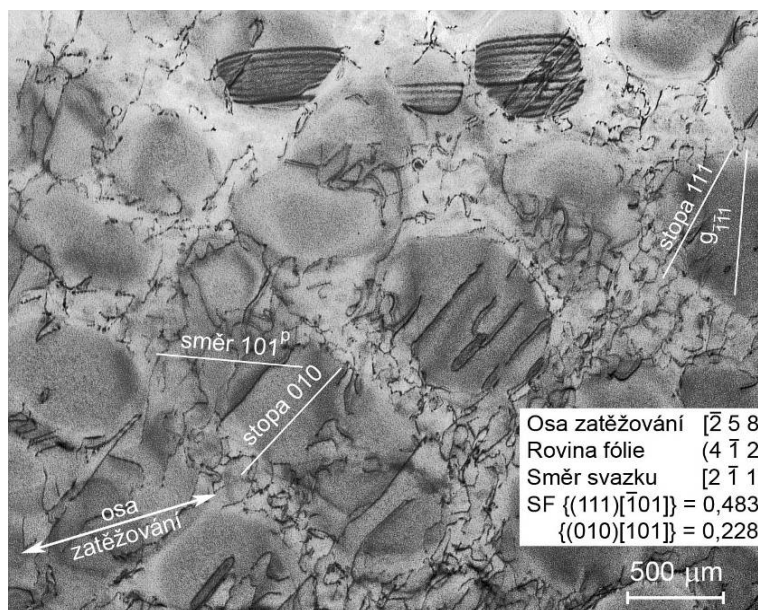
Heterogenní charakter dislokační struktury dokládá obrázek 5.8.1-3, který je ze stejné fólie jako předchozí snímek. Dislokační hustota je velmi nízká. Vrstevná chyba vznikla pravděpodobně skluzem dislokací přes několik precipitátů podél roviny (111).



Obr. 5.8.1-2. Oblast ze zrna orientovaného pro vícenásobný skluz (IN792-5A, TEM fólie H55-1B, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,48\%$, $\sigma_a = 827\text{ MPa}$, $N_f = 17$).



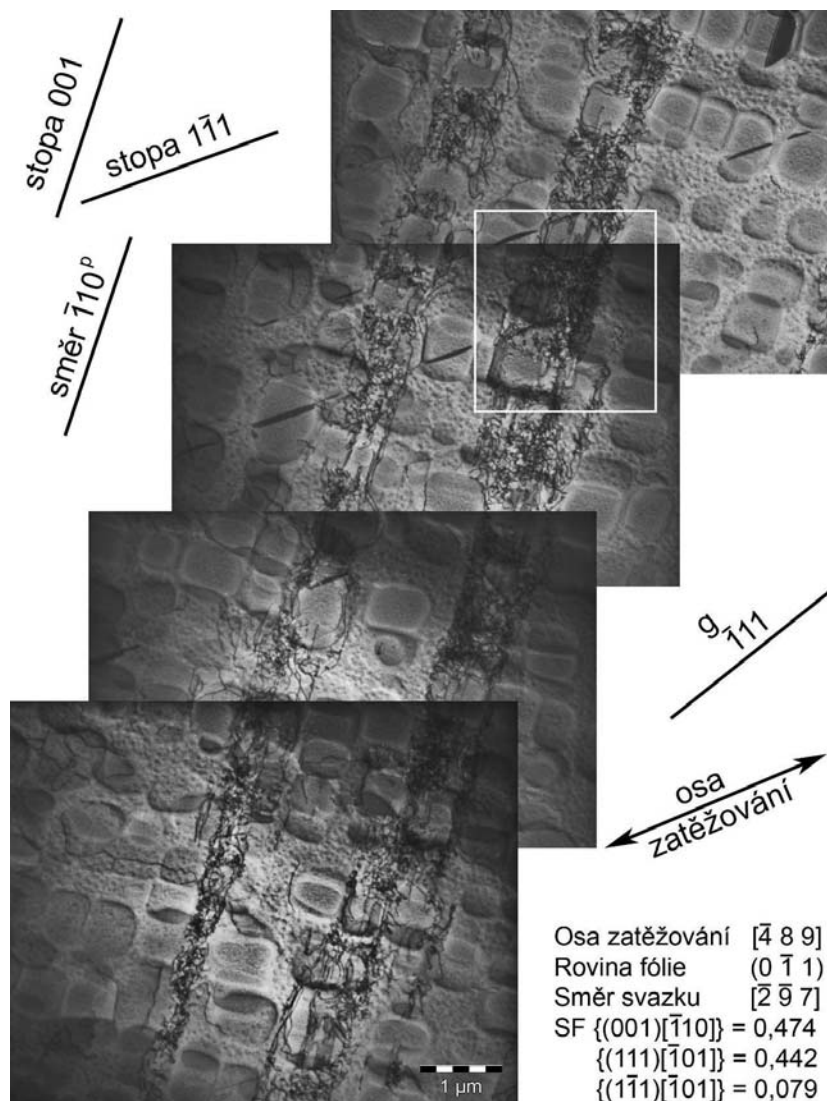
Obr. 5.8.1-3. Vrstevné chyby v oblasti s nízkou dislokační hustotou (IN792-5A, TEM fólie H55-1B, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,48\%$, $\sigma_a = 827\text{ MPa}$, $N_f = 17$).



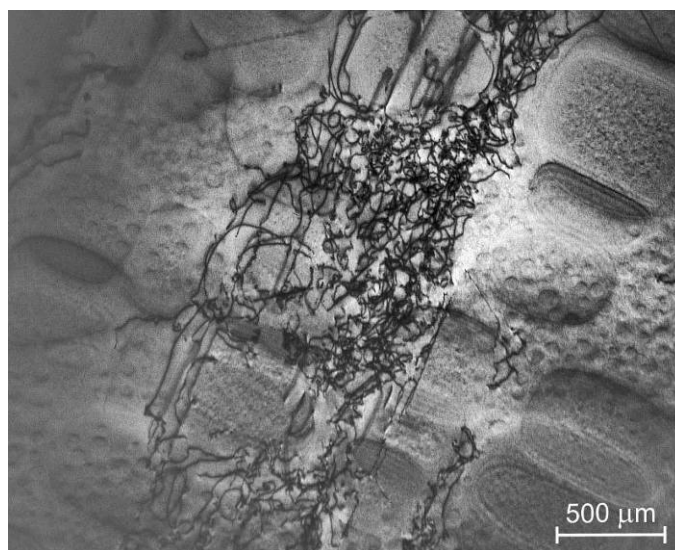
Obr. 5.8.1-4. Oblast s dislokacemi v kubické rovině
(IN792-5A, TEM fólie H55-1D, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,48 \%$, $\sigma_a = 827 \text{ MPa}$, $N_f = 17$).

Obr. 5.8.1-4 ukazuje strukturu zrna orientovaného především pro skluz po systému $(111)[\bar{1}01]$. I přesto byly nalezeny dlouhé přímé dislokace na rovině kubického skluzového systému s výrazně nižším Schmidovým faktorem (viz popisové pole). V kanálech matrice je vyšší hustota navzájem propletených dislokací. Zaznamenány byly také dislokace na rozhraní γ/γ' .

Obrázek 5.8.1-5 ukazuje výraznou lokalizaci cyklické plastické deformace do dlouhých dislokačních pásů. Ty byly v tomto zrně ve velké četnosti a všechny byly rovnoběžné se stopou roviny kubického systému (001) . Tento druh rovin není pro tvorbu skluzových pásů u superslitin typický, ale pro tuto konkrétní orientaci krystalu je Schmidův faktor vyšší než pro roviny typu $\{111\}$. Hustota dislokací je v pásích velmi vysoká a převážná část dislokací se vyskytuje v kanálech matrice. V precipitátech se objevují pouze individuální dislokace s Burgersovým vektorem $[\bar{1}10]$, který byl určen pomocí porovnání snímků pořízených při různých difrakčních podmínkách a využití podmínky neviditelnosti $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$. Oblasti mimo pásy byly téměř bez dislokací. Na snímku jsou také patrné vrstevné chyby, které jsou rovnoběžné s rovinou $(1 \ \bar{1} \ 1)$. Obrázek 5.8.1-6 ukazuje detail pásu z rámečku v předchozím obrázku. Zde je dobře viditelný rozdíl hustoty dislokací mezi matricí a precipitáty. V matrici jsou dislokace složitě propleteny.



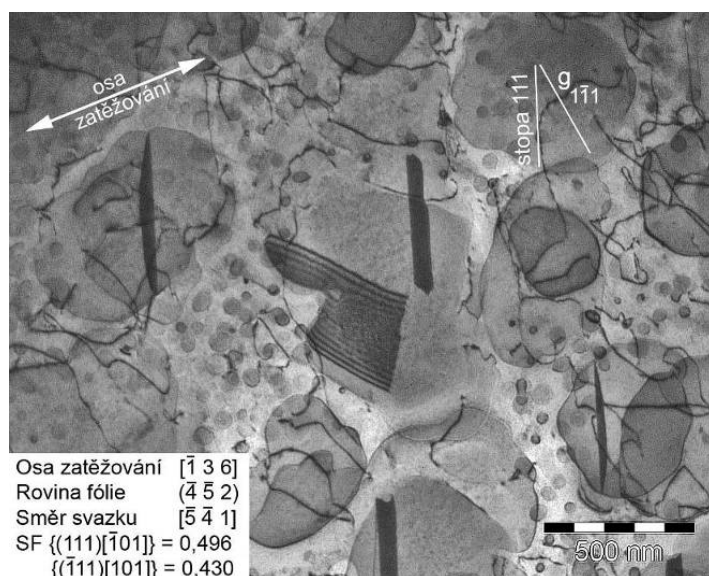
Obr. 5.8.1-5. Lokalizace cyklické plastické deformace do dislokačních pásů podél roviny kubického systému (IN792-5A, TEM fólie H55-2A, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,48 \%$, $\sigma_a = 827 \text{ MPa}$, $N_f = 17$).



Obr. 5.8.1-6. Detail uspořádání dislokačního pásu z rámečku v předchozím snímku.

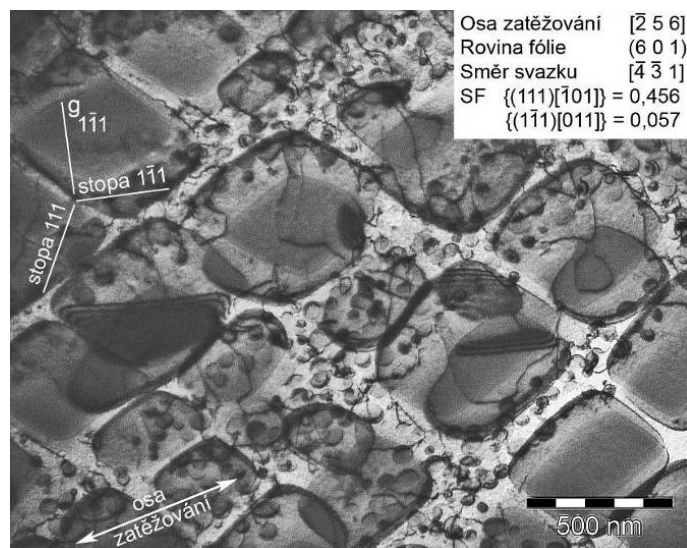
5.8.2 Mikrostruktura po únavových zkouškách s tahovými prodlevami

Obrázky 5.8.2-1 až 5.8.2-3 byly pořízeny z fólií zkušebních tyčí cyklovaných s tahovými prodlevami. Amplituda plastické deformace byla o řád vyšší ($\epsilon_a = 0,49 \%$, $\epsilon_{ap} = 0,12 \%$, $\sigma_a = 708 \text{ MPa}$, $N_f = 105$) než u nejkratších cyklických zkoušek bez prodlev. I přesto nebyla dislokační hustota v materiálu výrazně vyšší. Na druhou stranu zmiňovaná nerovnoměrnost rozložení dislokací se zřetelně snížila. V případě cyklování s tahovými prodlevami nebyla při TEM pozorování nalezena žádná lokalizace plastické deformace do dislokačních pásů. Obrázek 5.8.2-1 ukazuje typickou mikrostrukturu s rovnoměrně rozloženými dislokacemi převážně v kanálech matrice. Díky interakcím se sférickými precipitáty jsou tyto dislokace různě prohnuté. Vrstevné chyby v precipitátech jsou převážně rovnoběžné s rovinou (111), která má vysoký Schmidův faktor. Rovnoměrné rozložení dislokací v matici svědčí o jejich volném pohybu i přes překážky v podobě drobných sférických precipitátů. Těm se pravděpodobně vyhýbají pomocí šplhu.

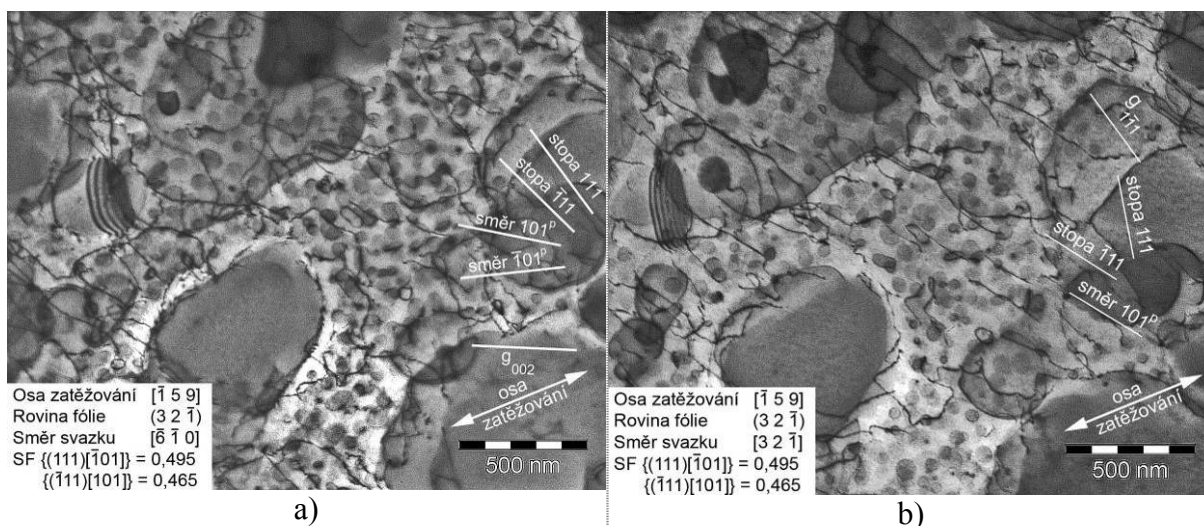


Obr. 5.8.2-1. Oblast s rovnoměrně rozloženými dislokacemi a vrstevnými chybami podél roviny (111) (IN792-5A, TEM fólie H74B, 800°C , $\epsilon_a = 0,49 \%$, $\sigma_a = 708 \text{ MPa}$, $N_f = 105$).

Další obrázek 5.8.2-2 je podobného charakteru. Obsahuje ovšem vrstevné chyby na rovině $(1\ \bar{1}\ 1)$, která má nízký Schmidův faktor. Podobně orientovaných vrstevných chyb bylo pozorováno více. Na obrázku 5.8.2-3 je detail místa tvořeného širokými kanály matrice se sférickými precipitáty. Byla pořízena série snímků v různých difrakčních podmínkách. Na obrázku jsou vybrané dvě podmínky. Na snímku lze vidět homogenní rozložení dislokací v matici. Jednotlivé dislokace jsou různě prohnuté díky vzájemné interakci s přítomnými sférickými precipitáty. V matici lze také vidět dislokační smyčky kolem precipitátů zbylé po průchodu dislokací. V levé části snímku je vrstevná chyba na rovině (111). Na snímku vpravo pořízeném v difrakční podmínce $\vec{g} = (1\ \bar{1}\ 1)$ jsou viditelné segmenty dislokací, které jsou rovnoběžné se stopou roviny $(\bar{1}\ 1\ 1)$. Pomocí podmínky neviditelnosti $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ bylo určeno, že tyto segmenty mají Burgersův vektor $[101]$.



Obr. 5.8.2-2. Dislokační struktura s vrtebnými chybami
(IN792-5A, TEM fólie H74C, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,49$ %, $\sigma_a = 708$ MPa, $N_f = 105$).



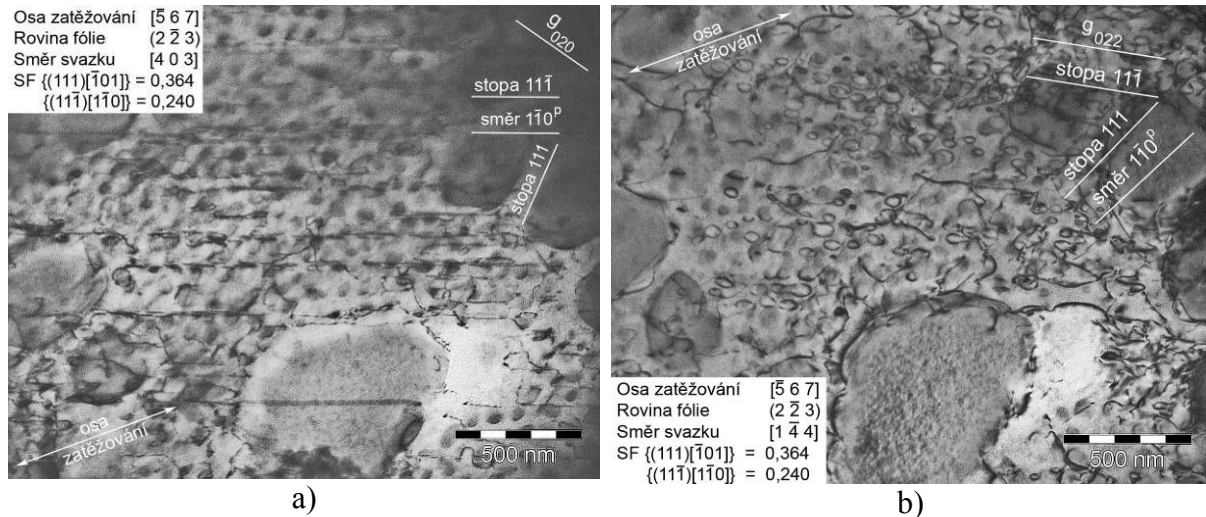
Obr. 5.8.2-3. Oblast s homogenním rozložením dislokací v matici a) difrakční podmínka $\vec{g} = (002)$; viditelné jsou celé dislokace, b) difrakční podmínka $\vec{g} = (1\bar{1}1)$; viditelné zejména šroubové segmenty dislokací
(IN792-5A, 800 °C, TEM fólie H74E, $\varepsilon_a = 0,49$ %, $\sigma_a = 708$ MPa, $N_f = 105$).

5.8.3 Mikrostruktura po únavových zkouškách s tlakovými prodlevami

Obrázky 5.8.3-1 až 5.8.3-3 byly získány z fólií zkušební tyče cyklované s tahovými prodlevami s vysokou amplitudou plastické deformace ($\varepsilon_a = 0,45$ %, $\varepsilon_{ap} = 0,083$ %, $\sigma_a = 695$ MPa, $N_f = 25$). Dislokační hustota byla přibližně stejně vysoká jako u fólií po zkouškách s tahovými prodlevami a také zde nebyla nalezena lokalizace cyklické plastické deformace do skluzových pásů. Obrázky 5.8.3-1 a), b) ukazují stejnou oblast ve dvou odlišných difrakčních podmínkách. Toto místo se vyznačuje nižším obsahem kubických precipitátů. Oblast byla pozorována v několika různých difrakčních podmínkách. Díky tomu bylo možné pomocí podmínky neviditelnosti $\vec{g} \cdot \vec{b} = 0$ určit charakter některých segmentů dislokací. Při difrakční podmínce $\vec{g} = (020)$ je patrný planární charakter pohybu dislokací materiálem jak v matici, tak i přes velké precipitáty (vrstevná chyba dole na levém snímku). Přitom toto dislokační uspořádání se nachází na rovinách $(11\bar{1})$, které nemají nejvyšší

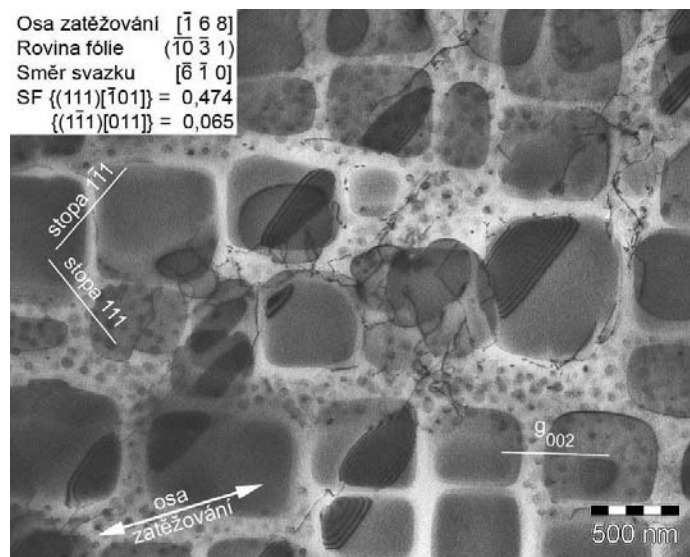
5. VÝSLEDKY

Schmidův faktor. Při difrakční podmínce $\vec{g} = (022)$ lze vidět toto planární dislokační uspořádání z jiného úhlu. To odhalilo, že pásy pozorované v předchozí podmínce byly ve skutečnosti segmenty dislokačních smyček kolem drobných sférických precipitátů, pro které při dané difrakční podmínce platilo $\vec{g} \cdot \vec{b} \neq 0$. Na rozhraní γ / γ' je patrná zvýšená hustota dislokací.



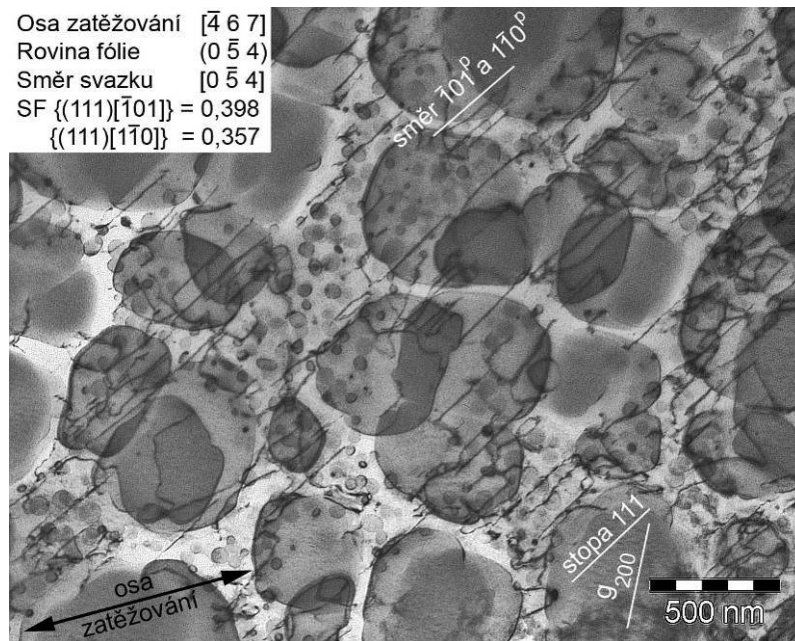
Obr. 5.8.3-1. Oblast matrice se sférickými precipitáty a) difrakční podmínka $\vec{g} = (020)$, viditelné planární uspořádání dislokační struktury; b) difrakční podmínka $\vec{g} = (022)$, pohled z jiného úhlu odhaluje dislokační smyčky kolem sférických precipitátů (IN792-5A, TEM fólie H76B, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,45 \%$, $\sigma_a = 695 \text{ MPa}$, $N_f = 25$).

Na obrázku 5.8.3-2 je další příklad oblasti s relativně nízkou dislokační hustotou. Jsou vidět dva pásy vrstevných chyb, které procházejí přes několik kubických precipitátů. I v tomto případě jsou rovnoběžné s rovinou, která má téměř nulový Schmidův faktor. Obrázek 5.8.3-3 byl pořízen v zrně, kde byla nejvhodněji orientovanou rovinou pro skluz rovina (111). Místo bylo opět pozorováno v několika difrakčních podmínkách a díky tomu bylo možné určit, že Burgerovy vektory dislokací. Převážná část dislokací se nachází ve zmiňované rovině (111) a využitím podmínky neviditelnosti bylo zjištěno, že jejich Burgerovy vektory $[\bar{1}01]$ a $[1\bar{1}0]$. Vyznačené směry na snímku jsou opět pouze průměty do roviny fólie.



Obr. 5.8.3-2. Vrstevné chyby podél roviny s nízkým Schmidovým faktorem

(IN792-5A, TEM fólie H76C, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,45 \%$, $\sigma_a = 695 \text{ MPa}$, $N_f = 25$).



Obr. 5.8.3-3. Oblast s dislokacemi podél roviny (111)
 (IN792-5A, TEM fólie H76D, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,45 \%$, $\sigma_a = 695 \text{ MPa}$, $N_f = 25$).

6. DISKUZE

6.1 Niklová superslitina IN 792-5A

6.1.1 Cyklické napětově-deformační chování

Následující kapitola se zaměří na diskuzi charakteru cyklické odezvy materiálu na základě získaných křivek cyklického zpevnění/změkčení a cyklické deformační křivky. Získané výsledky jsou porovnány s dostupnou literaturou.

Mikrostruktura superslitin má významný vliv na mechanické vlastnosti a s tím související cyklické napětově-deformační chování za vysokých teplot. Nejdůležitější součástí mikrostruktury těchto materiálů je jejich zpevňující fáze γ' , která představuje účinnou překážku pro pohyb dislokací materiálem. Proto se superslitiny řadí mezi precipitačně zpevněné materiály. Stupeň zpevnění závisí na velikosti, morfologii a celkovém objemovém podílu precipitátů fáze γ' . Tyto parametry také výrazně ovlivňují cyklické chování superslitin. Práce Stoltze et al. [94] a Lercha et al. [95] provedené na superslitině Waspaloy se zabývaly vlivem velikosti precipitátů na cyklickou odezvu superslitin při širokém rozpětí teplot. Z publikovaných výsledků vyplývá, že cyklické chování superslitiny při pokojové teplotě s precipitáty do velikosti 25 nm se vyznačuje krátkým počátečním cyklickým zpevněním, po kterém následuje kontinuální cyklické změkčování a to až do konce jejich únavového života. S rostoucí velikostí precipitátů se zeslabuje etapa cyklického změkčování a u precipitátů o velikosti 90 nm již materiál cyklicky zpevňuje a posléze dosáhne saturace na maximální hodnotu amplitudy, na které se napětová odezva drží do konce únavového života. Slitiny s malými precipitáty ze začátku cyklického života zpevňují, dokud jsou tyto částice účinnými překážkami pro pohyb dislokací. Jakmile dojde ke kumulaci dostatečně velké dislokační hustoty v matici a na rozhraní γ/γ' , začne postupně docházet k přesekávání těchto precipitátů. Tím se otevřou možné cesty i pro další dislokace a materiál postupně ztrácí svoji cyklickou pevnost. Větší precipitáty představují účinnější překážku v pohybu mobilních dislokací. Dislokace je obvykle překonávají mechanismem ohýbání kolem nich. Díky tomu u slitin s většími precipitáty není přesekávání precipitátů hlavním deformačním mechanismem a cyklická pevnost tolik nedegraduje.

Při teplotách v rozmezí 500 až 700 °C byla prokázána [95,96] obecná tendence superslitin k cyklickému zpevňování během podstatné části únavového života s následnou saturací. Tento charakter se zvyrazňoval s rostoucí amplitudou celkové deformace zkoušek. TEM mikrostruktury odhalila velmi vysokou dislokační hustotu ve většině zrn. Počet persistentních skluzových pásů byl přímo úměrný velikosti amplitudy celkové deformace zkoušky. Pohyb mobilních dislokací v materiálu, ve kterém během cyklického zatěžování dochází k popsání vývoji dislokační struktury, je značně ztížen. To vede k růstu napětové odezvy a tedy pozorovanému cyklickému zpevňování. S teplotami od 800 °C se díky dostatečné tepelné aktivaci zvyšuje význam příčného skluzu. Díky tomu se dislokace jednodušeji vyhýbají precipitátům a jejich přesekávání se stává méně časté. Slitiny obvykle cyklicky změkčují již od počátku únavového života [97,100]. Persistentní skluzové pásy se ve slitinách stále objevují, ale jejich četnost je nižší a jsou méně kompaktní. Formace persistentních skluzových pásů dokazuje, že stále v určité míře dochází k přesekávání precipitátů γ' . Celkově nižší dislokační hustota naznačuje, že plastická deformace může být přenášena menším počtem dislokací, které jsou při těchto teplotách více mobilní.

V této práci byla prezentována cyklická odezva superslitiny Inconel 792-5A při teplotě 800 °C. Slitinu lze podle cyklických křivek cyklického zpevnění/změkčení pro spojitě cyklické zatěžování (viz obr. 5.1.2-1) charakterizovat jako cyklicky stabilní pro všechny

amplitudy celkové deformace. Cyklické změkčování na konci únavového života lze přisuzovat počátku šíření magistrální trhliny. Pozorované stabilní chování je v dobrém souladu s pracemi provedenými na stejné slitině [49,50,101] nebo příbuzné slitině IN738 LC [102]. Hlavními důvody jsou vysoký objemový podíl zpevňující fáze γ' a také jeho prostorové rozložení v materiálu, tj. dva morfologické druhy precipitátů. V předchozím odstavci bylo zmíněno, že s vysokými experimentálními teplotami vstupují do cyklického zatěžování tepelně aktivované jevy a to především šplh a příčný skluz dislokací. Díky těmto mechanismům se dislokace mohou efektivněji vyhýbat precipitátům γ' a pohybovat se v kanálech matrice. Ve slitině IN792-5A jsou ovšem v matici téměř homogenně rozloženy drobné sférické precipitáty γ' , které představují pro mobilní dislokace doplňkové překážky v pohybu. Díky tomu nedegradují mechanické vlastnosti toho materiálu při teplotách kolem 800 °C. Další možnou příčinou pozorované cyklické stability může být stabilní mikrostruktura, která velice dobře odolává hrubnutím precipitátů při dlouhodobém vystavení vysokým teplotám a působení napětí.

Cyklické chování superslitin mění svůj charakter v případě vložení tahových nebo tlakových prodlev do cyklování. Jelikož prodlevy vnášejí do zatěžování časově závislé porušování, výsledné změny v cyklickém chování jsou výrazně závislé na experimentální teplotě, která je umocňuje. Dalšími důležitými parametry jsou mikrostruktura daného materiálu a velikost amplitud celkové deformace cyklického zatěžování. Závislosti cyklických křivek zpevnění/změkčení na obrázcích 5.2.1-2 a 5.2.1-3 dokazují, že superslitina IN792-5A mírně cyklicky změkčuje při obou typech prodlev. Cyklické změkčování při tahových prodlevách bylo pozorováno i na jiných slitinách [97,99], ale v případě IN792-5A nebylo tak výrazné a bylo zaznamenáno až u středních a vysokých amplitud celkové deformace. Vyznačuje se počátečním výraznějším cyklickým změkčováním, které se postupně zpomaluje na mírné změkčování. To se opět zvyšuje až v poslední části únavového života, kdy se již šíří magistrální trhlina. V literatuře je v několika případech [97,103] cyklické změkčení vysvětleno hrubnutím γ' precipitátů nejdříve na úkor drobných sférických částic rozprostřených v matici a posléze spojováním velkých kubických precipitátů v tzv. rafty. Tímto způsobem se materiál přizpůsobuje působící amplitudě celkové deformace a tím do jisté míry relaxuje napětí. Díky tomu postupem času dochází k cyklickému změkčování. Jelikož TEM pozorování mikrostruktury neodhalilo výrazné změny ve tvaru a rozložení precipitátů, tento způsob se nezdá být příčinou cyklického změkčování u slitiny IN792-5A. Dalším argumentem proti vlivu hrubnutí precipitátů je skutečnost, že tento proces je časově závislý, tudíž vliv by měl být výrazný také u cyklických zkoušek s dlouhou životností. Zde se cyklické změkčení příliš neobjevuje. Naopak je výrazné u zkoušek s krátkou životností, kde není dostatek času na změny v mikrostruktuře materiálu. Z toho důvodu se zdá, že cyklické změkčení je způsobeno příznivým vlivem prodlev, kdy materiál je po dobu 10-ti minut monotónně zatěžován. Toto napětí příznivě pomáhá mobilním dislokacím v jejich pohybu. Jak již bylo zmíněno, při teplotách 800 °C a vyšších se uplatňují tepelně aktivované jevy, jako šplh a příčný skluz. Z toho důvodu se většina dislokací pohybuje v matici, která je zpevněna sférickými precipitáty. Díky monotónnímu zatížení během prodlev by mohl být z energetického hlediska jednodušší šplh i příčný skluz a tím by mohlo dojít ke změně stabilního cyklického chování na cyklické změkčování. Tuto skutečnost dokazuje obr. 5.8.3-1, kde převážná část dislokací je v matici. Při jejich pohybu docházelo k interakci dislokace-precipitát doprovázené vznikem dislokačních smyček kolem precipitátů.

Cyklická deformační křivka je souhrnnou charakteristikou napětí-ově-deformační odezvy materiálu na daný typ cyklického zatěžování. Z tohoto hlediska se vložení obou typů prodlev projevilo posunem křivky do nižších hladin amplitudy napětí (viz obr. 5.3-1). Dále je patrné, že v této charakteristice je vliv obou prodlev na napětí-ově-deformační odezvu materiálu

identický. Tato skutečnost ovšem nic neříká o vlivu tahových a tlakových prodlev na únavovou životnost.

6.1.2 Křivky únavové životnosti

Na základě křivek životnosti prezentovaných ve formě závislostí σ_a versus N_f a ε_{ap} versus N_f jsou vyvozeny závěry o citlivosti materiálu na jednotlivé druhy prodlev. Byl také stanoven Smithův-Watsonův-Topperův parametr za účelem zobecnění popisu cyklického zatěžování s vloženými prodlevami, při nichž se objevuje nezanedbatelná hodnota středního napětí.

V souhrnných pracích Goswamiho [74,75] bylo prokázáno, že cyklické zatěžování s prodlevami je komplexní problematika, kde životnost daného materiálu je výrazně ovlivněna několika podmínkami. V těchto studiích bylo rovněž zdokumentováno, že různé druhy superslitin mají rozdílnou odolnost vůči cyklickému zatěžování s tahovými či tlakovými prodlevami. U některých materiálů, například IN713LC [96], se prokázala citlivost na prodlevy v tahu, což má za následek výrazné zkrácení únavové životnosti při tomto typu zatěžování. Naopak únavová životnost superslitiny René 95 ukázala velkou citlivost na tlakové prodlevy [74]. Z dostupných výsledků se i experimentální materiál této práce, IN792-5A, chová jako slitina s citlivostí na tlakové prodlevy.

Křivky životnosti IN792-5A byly prezentovány v kapitole 5 v reprezentaci amplituda napětí vs. počet cyklů do lomu a amplituda plastické deformace vs. počet cyklů do lomu. Na obr. 5.4.1-2 je vidět, že prodlevy vedou k posunu Mansonovy-Coffinovy křivky životnosti k vyšší životnosti. Tento posun je výrazný pro tahové prodlevy, zatímco prodlevy v tlaku zlepšují životnost jen nevýrazně při relativně nižších amplitudách. Hodnoty exponentů Mansonových-Coffinových křivek jsou v intervalu obvyklých hodnot pro superslitiny publikovaných v literatuře.

Vliv prodlev se projevuje také na Basquinových křivkách únavové životnosti (viz obr. 5.4.1-1). V této reprezentaci je křivka příslušející cyklování s tahovými prodlevami v mezích experimentálních chyb shodná s křivkou pro spojitě cyklování bez prodlev. Tento fakt potvrzují koeficienty a exponenty únavové pevnosti obou křivek, které jsou téměř identické (viz tab. 5.4.1-3). Výrazný nepříznivý vliv na únavovou životnost v reprezentaci σ_a versus N_f mají tlakové prodlevy. To je patrné na posunu Basquinovy křivky pro cyklování s prodlevami v tlaku směrem k nižším hodnotám amplitudy napětí. Redukce únavové životnosti je až 5-ti násobná pro stejnou amplitudu napětí.

Podstatným faktorem, který přispívá k vysvětlení průběhu křivek životnosti, je nenulové střední napětí, které se objevuje u cyklování s oběma druhy prodlev. Tento vliv bude podrobněji zmíněn v následující kapitole.

Na obr. 6.1.2-1 jsou křivky životnosti ve formě závislosti amplitudy celkové deformace na počtu cyklů do lomu. Jednotlivé body reprezentují provedené únavové zkoušky a proložené křivky byly stanoveny dle rovnice (13). Po dosazení rovnic (11) a (12) z kapitoly 5.4.1 je získán konečný vztah (14).

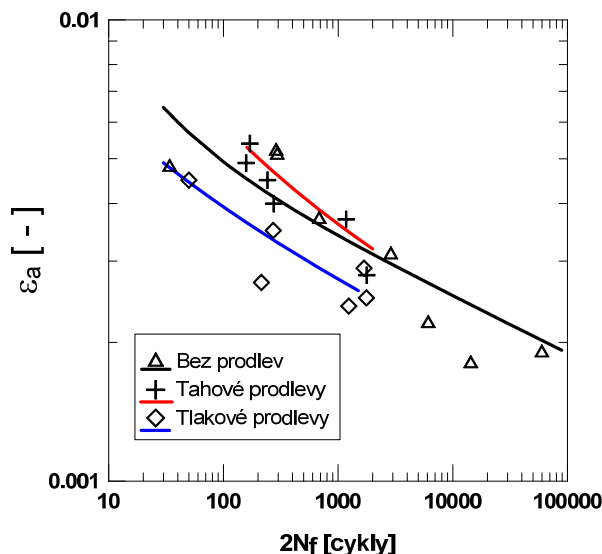
$$\varepsilon_a = \varepsilon_{ae} + \varepsilon_{ap} = \frac{\sigma_a}{E} + \varepsilon_{ap}; \quad (13)$$

$$\varepsilon_a = \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b + \varepsilon'_f (2N_f)^c. \quad (14)$$

Experimentální body příslušející jednotlivým únavovým zkouškám jsou zatíženy velkým rozptylem. Příčinou jsou velké rozdíly ve struktuře a modulu pružnosti jednotlivých zkušebních tyčí. Lze konstatovat, že v této reprezentaci výsledků vedou tlakové prodlevy k

6. DISKUZE

významnému zkrácení únavového života, zatímco tahové prodlevy v rámci rozptylu experimentálních dat nemají na únavovou životnost vliv. Tato závislost potvrzuje nepříznivý vliv cyklického zatěžování s tlakovými prodlevami na únavovou životnost superslitiny IN792-5A.

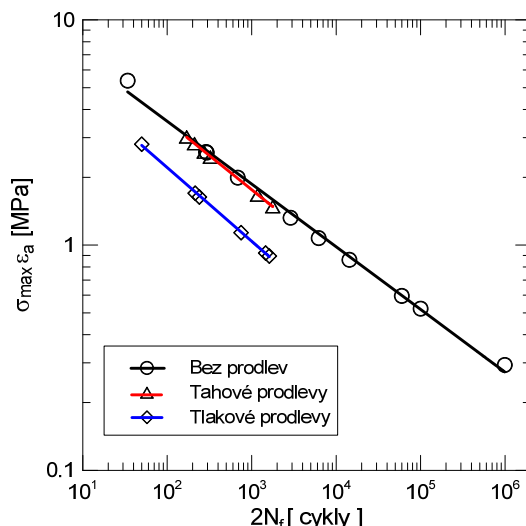


Obr. 6.1.2-1. Křivky únavové životnosti v reprezentaci amplitudy celkové deformace vs. počet cyklů do lomu.

V literatuře [104] lze nalézt několik různých přístupů k odhadu vlivu středního napětí na únavovou životnost. Jejich cílem je nalezení obecného způsobu popisu poškozování materiálu při zatěžování interakcí únava-creep za přítomnosti nenulového středního napětí. Některé přístupy jako Smith-Watson-Topperova (SWT) metoda, Morrowova metoda či Walkerova metoda se dají s velmi dobrými výsledky uplatnit u celé řady materiálů. Pokus o nalezení vhodného parametru ke korelaci s únavovou životností při únavovém zatěžování s různými typy prodlev byla provedena i v rámci této práce. Jako nejvhodnější byla vybrána jedna z variant SWT přístupu charakterizovaná následující rovnicí.

$$\sigma_{\max} \varepsilon_a = \frac{(\sigma'_f)^2}{E} (2N_f)^{2b} + \sigma'_f \varepsilon'_f (2N_f)^{b+c}. \quad (15)$$

Obrázek 6.1.2-2 ukazuje závislost $\sigma_{\max} \varepsilon_{ap}$ na počtu cyklů do lomu pro cyklování s tahovými i tlakovými prodlevami a bez prodlev. Použitelnost SWT přístupu by se projevila v případě, kdyby všechny body ležely na jedné přímce nezávisle na typu použitého cyklického zatěžování. Z grafu je patrné, že v případě cyklování s tlakovými prodlevami je SWT parametr posunut k nižším hodnotám v porovnání s výsledky zkoušek s tlakovými prodlevami a bez prodlev. Lze však konstatovat, že experimentální hodnoty SWT parametru vyhovují velmi dobře rovnici (15) pro jednotlivé typy použitého cyklického zatěžování.



Obr. 6.1.2-2. Závislost $\sigma_{\max} \varepsilon_a$ na počtu cyklů do lomu pro cyklování s prodlevami a bez prodlev.

6.1.3 Střední napětí a relaxace napětí

Neoddělitelnou součástí provedených cyklických zkoušek byly vložené prodlevy. V jejich důsledku se objevuje v cyklování opakovaná relaxace napětí charakterizovaná relaxačním napětím $\Delta\sigma_{\text{relax}}$. Hodnoty této veličiny a hodnoty středního napětí σ_m se v průběhu zkoušky v závislosti na počtu cyklů mění.

Cyklování s prodlevami v tahu či tlaku vnáší do zatěžování asymetrii v napětí, kdy podstatná část únavového života proběhne v cyklu s kladným nebo záporným středním napětím. Tato asymetrie ovlivní polohu celé hysterezní smyčky (viz obr. 5.5-3). Během relaxace napětí v době prodlevy dochází ke vzniku creepové deformace. Obecně platí, že v případě tahových prodlev dochází k vývoji záporného (tj. tlakového) středního napětí, zatímco při tlakových prodlevách k růstu kladného středního napětí. Tato skutečnost byla potvrzena i v jiných pracích [79,97,103,105]. Z grafu na obr. 6.1.2-1 je patrné, že zkrácení únavové životnosti bylo naměřeno u cyklického zatěžování s tlakovými prodlevami, během kterých docházelo k růstu tahového středního napětí (viz obr. 5.5-1). Podobný případ dokumentuje i studie Chena a kol. [106]. Velikost absolutní hodnoty středního napětí se zvyšuje s rostoucí amplitudou plastické deformace dané zkoušky, což ukazuje obr. 6.1.3-1. Hodnoty středního napětí byly získány v polovině únavového života.

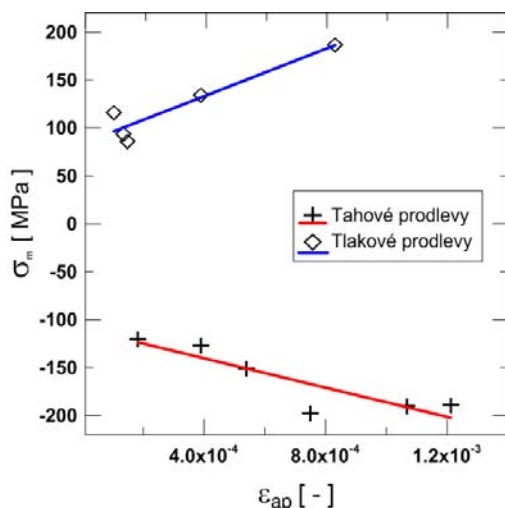
Díky skutečnosti, že vložení prodlev se perioda jednoho zátěžného cyklu únavové zkoušky prodloužila z několika sekund na 10 minut, byl materiál vystaven výrazně vyššímu oxidačnímu působení okolní atmosféry za vysokých teplot. Tento fakt by měl představovat další významný činitel v délce únavové životnosti. Důležitější by měl být v případě tahových prodlev, kdy dochází k otevření existujících únavových trhlin a tím ke snadnější oxidaci na čele trhliny. Důsledkem je rychlejší šíření únavové trhliny [81]. Ovšem v případě slitiny IN792-5A nebyl pozorován negativní vliv tahových prodlev na únavovou životnost a s ohledem na vynikající odolnost materiálu vůči oxidaci lze předpokládat, že interakce s okolní atmosférou nezpůsobila výraznější negativní ovlivnění kinetiky porušování.

Během prodlev dochází k relaxaci napětí. Její velikost se mění v průběhu únavového života (viz obr. 5.6-1). Během prvních přibližně 10-ti cyklů probíhá pokles relaxačního napětí. V této etapě dochází k rychlému vybudování dislokační struktury. V práci [107] bylo prokázáno, že již během prvního půlcyklu a několika následujících dochází k razantním změnám dislokační mikrostruktury, která se snaží přizpůsobit působícímu zatěžování. Změny velikosti relaxačního napětí se postupně zmenšují, až dojde k jejich stabilizaci. V této stabilní

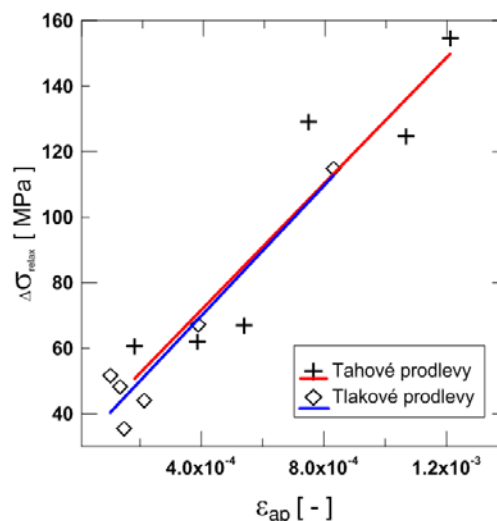
6. DISKUZE

fázi, která trvá podstatnou část únavového života, již prodlevy nepřispívají příliš ke změně mikrostruktury jako na počátku únavového porušování materiálu. Mikrostruktura je již do určité míry přizpůsobená konkrétnímu typu zatěžování a proto prodlevy nemají tak významný efekt. Obr. 6.1.3-2 ukazuje, že velikost relaxačního napětí přímo úměrně závisí na velikosti amplitudy plastické deformace. Podle práce [108] lze obecně prohlásit, že materiály s nízkou creepovou odolností jsou citlivé na vliv prodlev na únavovou životnost. Naopak materiály s velmi dobrými creepovými vlastnostmi jsou odolné vůči vzniku případného creepového poškození během prodlev. Do této druhé skupiny patří i superslitina IN792-5A [8], tudíž lze očekávat, že 10-ti minutové prodlevy nepůsobí významné creepové poškození. V souladu s touto skutečností jsou pozorování lomové plochy a podélných řezů uvedená v kapitolách 5.7.2.1 a 5.7.3, při kterých nebyla zaznamenána žádná známka po nukleaci kavit na hranicích dendritických zrn. Délka použitých prodlev by zřejmě musela být větší, aby způsobila zmiňované poškození.

Nejdůležitějším vlivem vložení prodlev do únavových zkoušek je tedy vývoj nenulového středního napětí. Pokud se jedná o tahové napětí, je nepříznivé pro únavovou životnost.



Obr. 6.1.3-1. Závislost středního napětí na amplitudě plastické deformace v polovině únavového života u IN792-5A.



Obr. 6.1.3-2. Velikost relaxačního napětí v závislosti na amplitudě plastické deformace v polovině únavového života u IN792-5A.

6.1.4 Povrchový reliéf, iniciace a šíření únavových trhlin

Tato kapitola vychází z výsledků pozorování provedených na REM. Charakter povrchového reliéfu se mění s typem zatěžování a s velikostí plastické deformace. Pozorované jevy jsou diskutovány a porovnány s podobnými pracemi z literatury. Pozorování povrchu měrné délky, lomových ploch porušených zkušebních tyčí a podélných řezů měrných délek přispělo k získání představy o charakteru iniciace a šíření únavových trhlin.

Většina měrných délek zkušebních tyčí po cyklickém zatěžování byla podrobena detailnímu pozorování. Povrchový reliéf byl pozorován u všech tří typů cyklického zatěžování (spojité cyklování, prodlevy v tahu a prodlevy v tlaku). Charakteristické útvary pozorované na povrchu měrné délky se lišily v četnosti výskytu v závislosti na typu provedení cyklického zatěžování a také na velikosti amplitudy celkové deformace ε_a . Především na zkušebních tyčích cyklovaných při vysokých ε_a byla nalezena zrna s dobře vyvinutými persistentními skluzovými stopami (PSS), které byly ukázány na obrázcích 5.8.1-5 a 5.8.1-6. Tento typ lokalizace plastické deformace je podobný typickým PSS, které byly

zdokumentovány i v jiných pracích [52,96,109]. Jejich vznik lze spojovat s aktivitou persistentních skluzových pásů po rovinách typu $\{111\}$ v objemu materiálu. Bohužel žádný z pásů nebyl pozorován na foliích připravených pro TEM. To je zapříčiněno tím, že TEM dovoluje analyzovat pouze malé objemy experimentálního materiálu. Druhým důvodem je skutečnost, že PSS se vyvinuly pouze v některých příhodně orientovaných zrnech.

Druhou pozorovanou skupinou povrchových útvarů, které vznikly v přímém důsledku cyklických zkoušek, byly krátké a zvlněné stopy (viz obr. 5.8.1-4). Jejich četnost výskytu na povrchu měrných délek zkušebních tyčí byla vyšší než u PSS. V převážné většině byla jejich orientace přibližně kolmo na osu zatěžování. Objevovaly se i v zrnech s výraznými PSS. Podobný povrchový reliéf byl pozorován po vysokoteplotních únavových zkouškách monokrystalu niklové superslitiny CMSX-4 [109]. Díky znalosti orientace mřížky daného monokrystalu bylo možné určit, že tyto zvlněné stopy leží na rovině (001), která byla orientována kolmo k ose zatěžování. Typické PSS byly rovnoběžné s rovinami $\{111\}$ a procházely přes matici tak i precipitáty. Rovina (001) je rovnoběžná s kanály matrice mezi precipitáty γ' . To znamená, že stopy, jež jsou také rovnoběžné s rovinou (001) se nachází v kanálech matrice γ . Tento případ nápadně připomíná povrchový reliéf polykrystalické superslitiny IN792-5A zkoumané v této práci (viz obr. 5.8.1-4). Vlnitý charakter těchto stop je zapříčiněn tím, že se nenachází po celé své délce pouze v jednom kanálu matrice, ale díky tepelně aktivovaným jevům (především důležité jsou šplh a příčný skluz dislokací) se vyskytují v kanálech v závislosti na rozložení precipitátů. Samotný výskyt těchto stop lze pravděpodobně přisoudit napětovému stavu v materiálu během cyklování. Mughrabi [110] popisuje, že v nezátížené struktuře superslitiny působí na kanály matrice tlakové napětí způsobené drobnými rozdíly v mřížkových parametrech matrice a precipitátů. Při aplikaci externího napětí na tuto strukturu dojde k tomu, že v kanálech matrice kolmých k ose zatěžování začne působit tlakové napětí. To začne způsobovat plastickou deformaci a tedy nukleaci dislokací v těchto horizontálních kanálech, především na rozhraní matrice/precipitát. V průběhu cyklického života se na povrchu vzorku vyvinou horizontální stopy související s tímto napětovým stavem v kanálech matrice. Dislokační pás na obr. 5.8.1-5 procházející maticí rovnoběžně se směrem (001) je možným příkladem tohoto typu lokalizace cyklické plastické deformace.

Třetí typ skluzových stop byl pozorován na zkušebních tyčích po únavových zkouškách s prodlevami (viz obr. 5.8.1-10 až 5.8.1-12). Jejich četnost byla velmi omezená na několik stop v každém zrně a pouze výjimečně tvořily kompaktní povrchový reliéf (viz obr. 5.8.1-11). Tyto stopy nebyly spojitě, ale byly tvořeny krátkými izolovanými extruzemi, které byly orientovány přibližně kolmo na osu zatěžování. Povrchový reliéf s podobným charakterem nebyl zatím v literatuře popsán. I když tyto stopy nejsou spojitě jako typické PSS, na základě pořízených snímků lze konstatovat, že se jedná o lokalizaci cyklické plastické deformace související s krystalovou strukturou daného zrna. Nespojitosť stop může být zapříčiněna kombinací vysokých teplot, zavedenými prodlevami v cyklických zkouškách a strukturou materiálu s velkým objemovým podílem precipitátů. Niklové superslitiny patří mezi materiály s výrazně planárním skluzem dislokací a obtížným příčným skluzem. Pohyb dislokací je proto omezen převážně podél jedné roviny (jednoho skluzového systému). Koherentní precipitáty představují významné překážky v pohybu dislokací. Ty je překonávají přeseknutím, což je doprovázeno různými módy rozštěpení uvnitř precipitátu [12]. Tepelně aktivované jevy jako šplh a příčný skluz mohou usnadnit dislokacím vyhnout se precipitátům a využít k pohybu strukturou materiálu především kanály. V takovém případě by byla většina plastické deformace koncentrována mimo precipitáty. Díky tomu by povrchový reliéf vznikl nespojitě, pouze v některých kanálech matrice tak, jak bylo pozorováno na některých zkušebních tyčích. Toto vysvětlení vzniku pozorovaných stop je pouze hypotézou, kterou bude nutné dále prozkoumat a potvrdit pozorováním. Vynaložené úsilí v rámci této práce nevedla

k uspokojivým výsledkům i přesto, že byla použita moderní technika fokusovaného iontového svazku (FIB) k získání lamely pro TEM z míst pod těmito stopami. Připravené lamely ovšem nebyly příliš kvalitní kvůli relativně velkému poškození způsobenému dopadajícími ionty. To bylo zapříčiněno samotným materiálem, kdy niklová superslitina není ideální pro iontové odprašování.

V předchozích odstavcích byly popsány tři základní typy povrchového reliéfu, který byl nalezen na povrchu měrných délek po cyklických zkouškách na teplotě 800 °C: (i) typické persistentní skluzové stopy; (ii) krátké zvlněné stopy; (iii) nespojité stopy. Typické PSS byly pozorovány na zkušebních tyčích pouze po únavových zkouškách bez prodlev zejména s vysokou amplitudou celkové deformace. Z toho lze usuzovat, že se u superslitiny IN792-5A objevují pouze v případech intenzivní cyklické plastické deformace. Naopak krátké zvlněné stopy se objeví na povrchu materiálu v celém rozsahu užitých amplitud celkové deformace a při spojitém cyklování a také cyklování s prodlevami. Jak bylo zmíněno výše, mohlo by se jednat o přímý důsledek rozložení interních napětí v některých kanálech matrice γ . Nespojité stopy se vyvinuly výlučně na měrných délkách zkušebních tyčí cyklicky zatěžovaných s prodlevami. Jejich četnost nebyla vysoká a převážně omezená na vhodně orientované zrna. Z orientace těchto stop by se dalo usuzovat, že nespojité stopy jsou určitou modifikací typických PSS. Tato změna může být zapříčiněna skutečnostmi zmíněnými v předchozím odstavci.

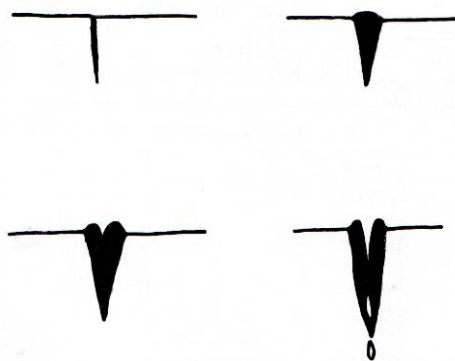
Iniciace únavových trhlin u niklových superslitin je při pokojových teplotách obvykle podmíněna vznikem povrchového reliéfu s dobře vyvinutými PSS, jež obsahují extruze i intruze. Podél těchto PSS dochází v průběhu únavového života materiálu k iniciaci a počátečnímu šíření únavových trhlin [10,52,111]. Při únavovém zatěžování za vysokých teplot má nezanedbatelný vliv na iniciaci únavových trhlin interakce s okolní atmosférou. Oxidace výrazně zasahuje do mechanismu únavového porušování. Iniciace únavových trhlin podél PSS u vysokých teplot již není tak dominantní. Jak už bylo zmíněno v literatuře [96,111], s rostoucí teplotou získávají na významu hranice dendritických zrn, které se stávají spolu s množstvím a velikostí ředin v materiálu hlavními činiteli rozhodujícími o únavové odolnosti materiálu. Iniciace trhlin únavově zatěžované superslitiny IN792-5A probíhala především na povrchu. Analýza zkušebních tyčí provedených během této práce odhalila iniciaci, kterou lze rozdělit do těchto skupin: (i) iniciace trhlin z ředin; (ii) iniciace trhlin v karbidických fázích; (iii) iniciace podél hranic zrn narušených oxidací; (iv) iniciace ze stop povrchového reliéfu vzniklého v průběhu cyklování.

Nejčastějšími místy iniciace byly řediny, které se nacházely těsně pod povrchem anebo na povrchu. Jejich složitá morfologie způsobuje v kritických místech vyšší koncentraci napětí, která může vyústit v iniciaci trhliny. Tento fakt byl zjištěn jak z lomových ploch (obr. 5.7.2.1-1), tak i z podélných řezů měrných délek (obr. 5.7.3.-3). U únavových zkoušek s dlouhou životností byla také pozorována iniciace únavových trhlin z ředin v objemu materiálu (obr. 5.7.2.1-2). Tyto technologické vady o velikosti až stovek mikrometrů jsou obecně jedním z důvodů velkého rozptylu únavové životnosti litých superslitin. To bylo potvrzeno i v jiné studii [112]. Řediny představují v materiálu místa nespojitosti, která se dají považovat za již existující trhlínu materiálu, tudíž tím je urychlena počáteční fáze iniciace únavové trhliny. V případě ředin o velikosti stovek mikrometrů se tedy jedná o významné nespojitosti, které zásadně ovlivňují délku únavového života materiálu.

Jak ukazuje obrázek 5.7.3-1 hranice dendritických zrn a mezidendritické prostory jsou místa, kde díky segregaci některých chemických prvků měla slitina jiné chemické složení. Proto je v těchto oblastech vyšší hustota karbidů, zhrublých precipitátů γ' a eutektika γ/γ' . Iniciace únavových trhlin za vysokých teplot podél hranic zrn či v mezidendritických prostorech byla u superslitiny IN792-5A častým jevem (viz obr. 5.8.1-1). Karbidy představují křehké fáze ve struktuře a pod vlivem únavového zatěžování a vysokých teplot dochází

k jejich praskání. Většina karbidů zaznamenaných na měrných délkách obsahovala trhlinu. Příkladem může být obr. 5.7.3-4. Jak již bylo zmíněno, velké množství karbidů se vyskytuje především podél hranic zrn. V průběhu únavového života dojde k popraskání těchto částic a tím je do určité míry oslabena celá hranice na povrchu materiálu. Tento řetězec krátkých trhlin se začne propojovat díky dalšímu spolupůsobení cyklického zatěžování a vysokoteplotní oxidace a postupně vznikne jedna spojitá trhlina podél hranice zrn.

V kapitole výsledků byly zmíněny trhliny, které měly výrazný reliéf podél svého okraje. Ve většině případů nebyly pozorovány v jejich okolí jakékoliv projevy lokalizace cyklické plastické deformace a oxidická vrstva byla celistvá. Tento typ trhlin byl popsán již ve starších pracích McMahon [113] a Coffina [114] provedených na litych polykrystalických superslitinách Udimet 500 a René 80. Jedná se o přímý důsledek interakce oxidace a napětí na příhodných místech. Těmito místy jsou především hranice zrn a v menší míře mezidendritické oblasti. Hranice zrn poskytují preferované cesty, protože to jsou oblasti s vysokou koncentrací defektů díky dvěma odlišně orientovaným krystalovým mřížkám sousedících zrn. Také to jsou místa s vysokou četností karbidů, která obsahují chemické prvky jako hliník, titan a chrom, které mají vysokou afinitu ke kyslíku. V neposlední řadě mohou hranice zrn sloužit jako koncentrátoři napětí díky plastické anizotropii zrn. To má za příčinu vznik vysokých lokálních elastických napětí, která nepůsobí v objemu zrna, ale pouze na nespojitostech jako například karbidy [113]. Působící napětí může oxidační pochody urychlit například v důsledku vyšší dislokační aktivity a zvýšené pohyblivosti atomů díky vyšší hustotě dislokací. Inicie tohoto typu trhliny je schematicky znázorněna na obrázku 6.1.4-1.



Obr. 6.1.4-1. Mechanismus iniciace trhliny v místech napadených oxidací [113].

V první fázi dochází ke vzniku tzv. oxidických intruzí, kdy především podél hranic zrn probíhá difúze kyslíku do materiálu. Difúze kyslíku postupuje dále do materiálu od intruze a oblast ovlivněná oxidací se stále zvětšuje. Působením napětí dojde k jejímu prasknutí. Vzniklá trhlina se dále šíří po hranicích zrn v rovině zhruba kolmé k ose zatěžování. Lomová plocha trhliny je tvořena vrstvou oxidů, pod kterou je oblast ochuzená o precipitáty γ' .

Posledním pozorovaným druhem iniciace únavových trhlin byla iniciace podél PSS a ostatních stop povrchového reliéfu. Jak již bylo zmíněno, zatímco tento mechanismus je u pokojové teploty dominantní, u vysokých teplot je jeho význam podstatně menší. I přesto byly zdokumentovány případy (viz obr. 5.8.1-7 a 5.8.1-14) iniciovaných trhlin podél vyvinutého povrchového reliéfu. Jejich četnost a rozsah byly ovšem v porovnání s ostatními mechanismy iniciace podružné. Z pozorování lze usoudit, že jejich význam může být spíše v usnadnění šíření již vzniklých únavových trhlin.

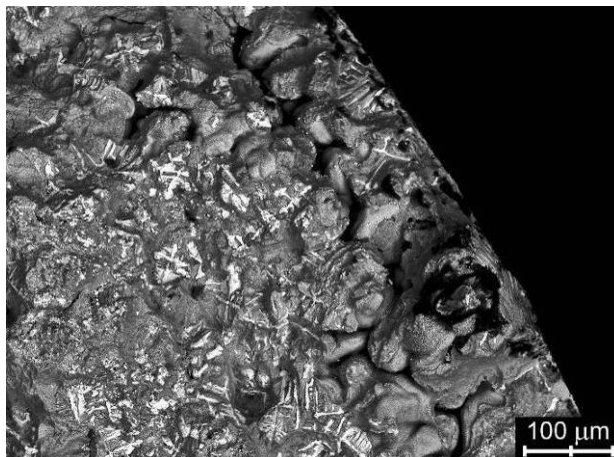
Další podstatnou etapou únavové životnosti materiálu je fáze šíření únavových trhlin až do konečného porušení. Dle literatury dochází u superstitin ke změně mechanismu šíření únavových trhlin s rostoucí teplotou a také s vložením prodlev do zatěžování. Při teplotách přibližně až do 500 °C je dominantní transkrystalické šíření [98]. To znamená, že iniciace trhliny proběhne podél PSS a první stádium šíření probíhá krystalograficky podél skluzové

roviny [49]. U teplot vyšších 500 °C se začíná objevovat podíl interkrystalického šíření únavových trhlin [98]. S rostoucí teplotou začne tento režim šíření převládat a na teplotách 800 °C nebo vyšších je již dominantní [99,102,115]. Hlavním důvodem této změny mechanismu je rostoucí vliv interakce materiálu s okolní atmosférou a tím zapříčiněná oxidace na povrchu a podél hranic zrn, která je s rostoucí teplotou silnější a rychlejší [97,102,103,113].

Na základě pozorování provedených především na lomových plochách a podélných řezech měrných délek lze prohlásit, že nebyly nalezeny významné rozdíly v charakteru šíření únavových trhlin mezi spojitými cyklickými zkouškami a cyklickými zkouškami s prodlevami. I přes silně zoxidovaný povrch byly po všech typech zatěžování nalezeny pole striací, která svědčí o únavovém charakteru porušování. Vliv prodlev spočíval především v tom, že se výrazně zvýšil počet iniciovaných trhlin. Ty souběžně rostly, až došlo k jejich spojení v jednu spojitou hlavní únavovou trhlinou. Tento fakt je potvrzen větší členitostí lomové plochy (viz obr. 5.7.2.1-5) a také byl doložen v literatuře [103]. Prodlevy mohou do cyklického zatěžování vnést také složku creepového poškození, jak bylo například zdokumentováno v pracích [99] a [116], kdy byly objeveny kavity na lomové ploše. V případě superslitiny IN792-5A to nebylo pozorováno. Zdá se tedy, že creepové poškození bylo zanedbatelné. Jedním z důvodů může být, že slitina analyzovaná v rámci této práce měla vysoce hrubozrnnou strukturu, tudíž v porovnání se zmiňovanými studiemi materiál obsahoval minimum hranic zrn, které jsou hlavním místem projevů creepového poškození. Druhou skutečností je velmi dobrá creepová odolnost této slitiny. Prodlevy o délce 10 minut zřejmě nepředstavují významný důvod pro vznik významnějšího creepového porušení. Hlavním vlivem vložených prodlev tedy zůstává výrazně delší doba na experimentální teplotě 800 °C oproti spojitým cyklickým zkouškám se stejným počtem cyklů do lomu. Díky tomu mohou únavové porušování ovlivňovat časově závislé jevy jako je oxidace. Ze snímků podélných řezů měrných délek je zřetelná oxidací ovlivněná vrstva podél celé délky trhliny včetně jejího čela (obr. 5.7.3-2). Oxidace také působí ochuzení o precipitáty γ' do určité hloubky materiálu a tím jeho zkřehnutí, což vede k urychlení rychlosti šíření trhliny. Na druhou stranu některé experimentální měření [103,117], ukazují, že vliv oxidace nemusí být pouze negativní. Otupení čela trhliny oxidací vede ke snížení koncentrace napětí a tudíž možnému zpomalení rychlosti šíření trhliny. Jak velký vliv měla oxidace na kinetiku růstu únavové trhliny nelze přesně určit, neboť potřebná pozorování nejsou k dispozici.

K určení, zda převládá transkrystalické nebo interkrystalické šíření únavové trhliny měla posloužit pozorování podélných řezů měrných délek (viz kap. 5.7.3) doplněná analýzou EBSD na vybraných místech kolem nalezených trhlin. Jak již bylo zmíněno výše a také zdokumentováno na obrázcích (viz obr. 5.8.1-1), k iniciaci únavových trhlin během cyklickém zatěžování při teplotě 800 °C dochází zejména v místech bohatých na nespojitosti a vady materiálu jako jsou hranice zrn, řediny a karbidy. Mezi takové oblasti v superslitinách patří hranice dendritických zrn a mezidendritické prostory. Jelikož průměrná velikost zrna IN792-5A se pohybuje kolem 3 mm, je zřejmé, že materiál obsahuje omezené množství hranic zrn. Naopak mezidendritických oblastí s množstvím karbidů a ředin je v materiálu velké množství (viz obr. 5.7.3-1). Převažující interkrystalické šíření únavové trhliny při cyklickém zatěžování s prodlevami bylo pozorováno především na kovaných superslitinách anebo slitinách získaných práškovou metalurgií [83,106,118]. U těchto materiálů je velikost zrna podstatně menší, proto také hranice zrn jsou mnohem četnější a mají důležitější roli při porušování. Z toho důvodu se u velmi hrubozrnného materiálu, jako je IN792-5A, nebude uplatňovat výhradně interkrystalický režim šíření únavové trhliny. Únavová trhlina se tedy šíří přednostně v místech s vysokým výskytem ředin a karbidů, což jsou ve většině případů mezidendritické oblasti a v omezené míře hranice zrn. Proto je režim šíření převážně transkrystalický, jak také potvrzují podélné řezy a EBSD analýza (viz obr. 5.7.3-5 a 5.7.3-6).

Obrázek 6.1.4-2 je REM snímek lomové plochy pořízený v BSE režimu, který dokazuje, že únavová trhlina využívala ke svému šíření místa s velkou hustotou karbidů (jasně světlé oblasti na obrázku). Tento charakter šíření únavové trhliny nezměnilo vložení prodlev do cyklování. Na závěr lze tedy konstatovat, že rozhodujícím faktorem je tedy experimentální teplota, která determinuje režim šíření únavové trhliny, stejně jako iniciaci únavové trhliny.



Obr. 6.1.4-2. REM snímek lomové plochy pořízený v BSE režimu. Světlé oblasti představují karbidické části. (superslitina IN792-5A, 800 °C, $\varepsilon_a = 0,45 \%$).

6.1.5 Interní struktura po únavovém zatěžování

V následující kapitole budou diskutovány pozorované dislokační struktury vzniklé během všech tří typů zatěžování.

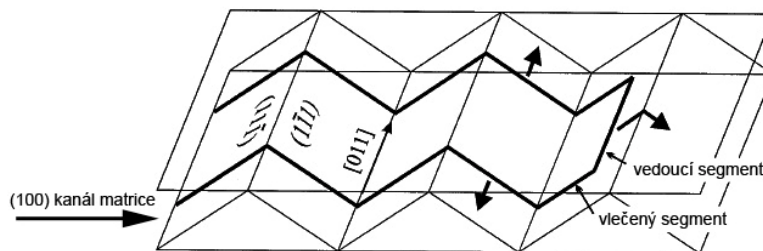
Dislokační struktury superslitin na bázi niklu vzniklé během mechanického či tepelně-mechanického zatěžování představují komplexní problematiku, která je ovlivněna mnoha faktory (typ zatěžování, rychlost a velikost deformace, mikrostruktura materiálu, experimentální teplota a další). Jedná se stále o téma rozsáhlého studia. Jednou z hlavních částí této práce byla také pozorování TEM. Fólie byly připraveny z podélných řezů měrných délek zkušebních tyčí po všech třech typech únavového zatěžování. Díky použití metody orientovaných fólií bylo možné získat přesnější informace o orientaci a poloze pozorovaných dislokačních struktur. V dostupné literatuře není příliš mnoho studií, které by se podrobněji zabývaly dislokační strukturou po tomto typu zatěžování, a proto jsou pozorování provedená v této práci aktuální.

Kapitola 5.8.1 byla zaměřena na popis výsledků pozorování dislokačních struktur po cyklickém zatěžování bez prodlev. Ve struktuře po cyklování na nízké amplitudě celkové deformace ($\varepsilon_a = 0,17 \%$) byla v materiálu nalezena velmi nízká dislokační hustota (viz obr. 5.8.1-1), ale i přesto byly zaznamenány vrstevné chyby na rovinách skluzového systému $\{111\}$, které se táhly přes několik precipitátů. Tyto vrstevné chyby dokazují aktivitu dislokací, ačkoliv v okolní struktuře je dislokační hustota minimální. Možným důvodem mohla být přítomnost koncentrátoru napětí v blízkosti této oblasti, která zapříčinila výraznou lokalizaci dislokací do pár vhodně orientovaných skluzových rovin. Většina plastické deformace pak probíhala podél těchto rovin. Druhou možností vysvětlující především nízkou dislokační hustotu je její zotavení a relaxace lokálních napětí a deformací díky dlouhé únavové životnosti. Zkušební tyč setrvala velice dlouhou dobu na teplotě 800 °C a tepelně aktivované jevy mohly výrazně ovlivnit dislokační strukturu.

Mikrostruktura po zatěžování na vysokých amplitudách celkové deformace byla popsána na obrázcích 5.8.1-2 až 5.8.1-6. Tyto snímky dokazují výraznou heterogenitu dislokační

struktury, která se vyvinula v měrné délce jedné zkušební tyče. To je důsledkem různých orientací jednotlivých dendritických zrn k ose zatěžování a také různých okolních vlivů jako například koncentrace napětí v blízkosti ředin. Proto každé zrnو podléhalo jiné úrovni plastické deformace. Na obr. 5.8.1-2 je zobrazen příklad jednoho z typických příkladů pozorované struktury. Dislokační hustota je vysoká a dislokace se nachází v matici γ . V celé pozorované oblasti se vyskytovalo minimum vrstevných chyb, což dosvědčuje, že převážná většina dislokací se pohybovala strukturou v kanálech matrice. Tato situace je umožněna díky vhodné orientaci zrn, kdy několik skluzových systémů má vysoký Schmidův faktor. Proto mají mobilní dislokace více možností pro jejich pohyb. Přechod do jiného skluzového systému probíhá pomocí příčného skluzu, který je výrazně snazší díky vysoké teplotě. Z těchto důvodů se dislokace pohybují přednostně v kanálech matrice a snaží se vyhnout precipitátům, neboť je to z energetického hlediska výhodnější. Tento způsob mechanismu deformace je v dobrém souladu s výsledky TEM pozorování jiných prací v podobné oblasti teplot [115,119]. Dalším pozorovaným jevem byly dlouhé rovné dislokace rovnoběžné se stopou roviny kubického skluzového systému (viz obr. 5.8.1-4). Ty byly pozorovány pouze v precipitátech. Práce Balucové a Schäublina [12] potvrzuje, že při teplotách kolem 800 °C je v precipitátech superslitin aktivní mód štěpení dislokací podél kubických rovin. V tomto případě dojde k rozštěpení dislokace na dvě superparciální dislokace, mezi kterými se nachází antifázové rozhraní. Pozorované dislokace rovnoběžné s rovinami $\{001\}$ by tedy mohly být v precipitátech v této konfiguraci. Potvrdit ovšem tento předpoklad nebylo možné, neboť rozlišovací schopnost použitého transmisního elektronového mikroskopu nebyla dostatečná k rozlišení rozštěpení dislokací. Naopak práce [120,121] dokazují, že pohyb dislokací v kubickém skluzovém systému je v matici nemožný.

Nejzřetelnějším důkazem lokalizace cyklické plastické deformace jsou dislokační pásy pozorované ve fóliích po cyklickém zatěžování bez prodlev (viz obr. 5.8.1-5 a 5.8.1-6). Tyto pásy jsou rovnoběžné se stopou roviny $\{001\}$ a při detailnějším pohledu lze vidět, že převážná část dislokací se nachází v matici. Ojedinelé dislokace, které se nacházely v precipitátech γ' , měly Burgersův vektor $[\bar{1}10]$, tudíž by opět mohly být rozštěpené na již zmíněný způsob, tj. 2 superparciální dislokace spojené antifázovým rozhraním na rovině kubického systému. Při bližším pohledu na dislokační pás je patrné, že není přímočarý, ale využívá více kanálů matrice podle toho, jak jsou v ní rozmístěny precipitáty. Jednotlivé dislokace se precipitátům snaží vyhnout obcházením (v angličtině „by-pass“) v kanálech matrice. Příklady těchto jevů jsou patrné na obr. 6.1.5-2 a 6.1.5-3, kde jsou dva detaily z pozorovaných dislokačních pásů. Dislokace v kanálech jsou složitě propletené. To je důsledkem interakcí typu dislokace – dislokace a dislokace – precipitát. V kanálech byly pozorovány také dislokační smyčky kolem sférických precipitátů, které vznikly průchodem dislokací pomocí Orowanova mechanismu [122]. Jak již bylo zmíněno skluz dislokací v matici podél rovin typu $\{001\}$ není možný a proto tyto pásy nelze nazývat skluzovými. Jejich vznik vyžaduje další podrobnější studium. Možný způsob pohybu dislokací v kanálech rovnoběžných s rovinou $\{001\}$ byl popsán v pracích [120,121]. Je založen na vzniku tzv. zig-zag dislokací (viz obr. 6.1.5-1), které se šíří v kanálech podél roviny $\{001\}$, ale k pohybu využívá pouze roviny $\{111\}$. Dislokační šroubový segment dislokace s Burgersovým vektorem $1/2[011]$ se pohybuje po rovině typu $\{111\}$ do doby, než narazí na γ/γ' rozhraní. Tím je tento dislokační segment donucen přejít příčným skluzem na jinou vhodnou skluzovou rovinu $\{111\}$, dokud opět nenarazí na další rozhraní γ/γ' . Pohyb do stran probíhá také u vlečených segmentů po rovinách typu $\{111\}$. Díky tomuto mechanismu šíření má dislokace charakteristický zig-zag tvar. Ten však nebyl u dislokací ve skluzovém pásu nalezeném v této práci pozorován, tudíž zig-zag mechanismus nemůže být potvrzen.



Obr. 6.1.5-1. Náčrso způsobu pohybu zig-zag dislokace kanálem matrice podél roviny (001) [120].

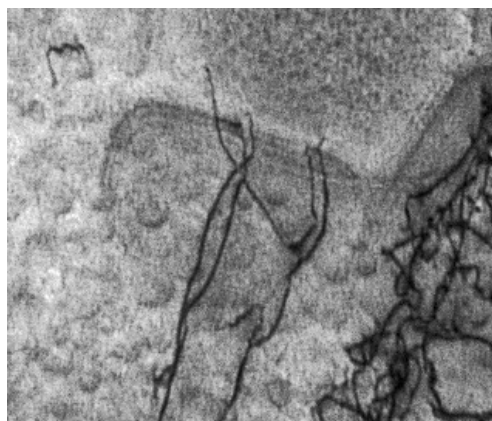
V okolí dislokačních pásů byly pozorovány vrstevné chyby rovnoběžné se stopami rovin $(1\bar{1}1)$, které měly téměř nulový Schmidův faktor. Díky malému smykovému napětí by nemělo docházet ke skluzu dislokací v těchto rovinách. V superslitinách ovšem platí výrazná anizotropie energie vrstevných chyb pro jednotlivé skluzové roviny. Proto mohlo být z hlediska potřebné energie pro dislokaci výhodné přeseknout precipitáty podél těchto rovin navzdory malému smykovému napětí. Tento jev byl pozorován ve více případech, dokonce i ve strukturách po cyklování s prodlevami.

Zatím byly diskutovány pouze dislokační struktury materiálu po cyklickém spojitým zatěžování. Vložení 10-ti minutových prodlev do zatěžování přineslo dvě nápadné změny v mikrostruktuře. První byla, že dislokační struktura se stala výrazně homogennější. Významné rozdíly v dislokační hustotě, podobné těm pozorovaným u zkušebních tyčí cyklovaných bez prodlev, již nebyly nalezeny. Druhou změnou byla nižší dislokační hustota u zkušebních tyčí po zkouškách s prodlevami. Dislokační změti kolem sférických precipitátů v kanálech matrice, pozorované často po cyklických zkouškách bez prodlev, se vyskytovaly pouze ojediněle. Ve skutečnosti byly dislokace v kanálech matrice rovnoměrně rozloženy s relativně stejnými rozestupy mezi sebou. Výše popsané změny v dislokační struktuře jsou přímým důsledkem vložených prodlev do cyklování, tudíž mohou být zapříčiněny působením časově závislého poškození, tj. creepu. Díky relativně dlouhému a monotónnímu působení napětí na zkušební tyč v podobě prodlev jsou tepelně aktivované jevy pravděpodobně účinnější. Proto může za těchto podmínek probíhat rychlejší difúze, snazší příčný skluz a méně energeticky náročný šplh dislokací. Díky tomu jsou dislokace mobilnější, a tudíž k přenosu potřebné plastické deformace již není nutná tak vysoká dislokační hustota. Také precipitáty za těchto podmínek již nepředstavují pro dislokace tak velké překážky a jejich překonávání je jednodušší, což vysvětluje rovnoměrné rozložení dislokací v kanálech. Z těchto důvodů mohla být výrazně potlačena lokalizace cyklické plastické deformace v materiálu. Na druhou stranu je nutné podotknout, že její existenci nelze úplně vyloučit, ale díky omezenému výskytu oblastí lokalizované deformace nebyla pozorováním v TEM zaznamenána.

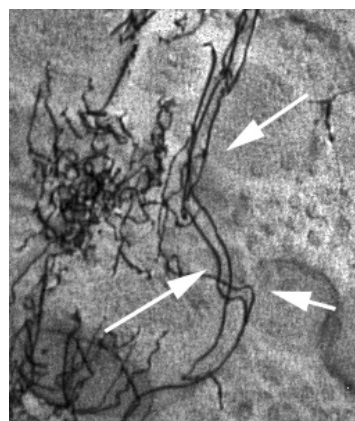
V případě rozsáhlých oblastí pouze se sférickými precipitáty (o velikosti průměrně kolem 190 nm) byla zdokumentována změna uspořádání dislokační struktury. Absence kubických precipitátů, které jsou přibližně 3x až 4x větší než sférické, znamená pro dislokaci významně méně překážek a díky tomu jejich pohyb strukturou má zřetelný rovinný charakter (viz obr. 5.8.3-1a). Tento typ struktury nápadně připomíná historicky jedny z prvních superslitin, u kterých byla také pozorována výrazná rovinnost dislokační struktury [94,95]. Drobné sférické precipitáty nepředstavují pro dislokace výrazné překážky a většinou je zdolávají pomocí Orowanova mechanismu. Po jejich průchodu zůstanou kolem precipitátů dislokační smyčky (viz obr. 5.8.3-1b).

V mnoha studiích [97,115,123] bylo popsáno hrubnutí (tzv. rafting) precipitátů při působení kombinace vysokých teplot a mechanického zatížení a to i při relativně krátkých

expozicích. Tento proces nejdříve předchází vznik dislokační sítě na rozhraní γ/γ' , která vyrovná vnitřní napětí způsobená rozdílností mřížkových parametrů těchto dvou fází. Vznik těchto dislokačních sítí je anizotropní a probíhá nejdříve na rozhraních v kanálech kolmých k ose zatěžování [124]. Ve vertikálních kanálech tento proces není tak silný a proto zde dochází k postupnému spojování sousedních precipitátů. Výsledkem jsou dlouhé protáhlé precipitáty. Hrubnutí je tedy směrově závislé a probíhá kolmo k ose zatěžování. Tento proces je dále umocněn rozpouštěním drobných sférických precipitátů v matici. V superslitině IN792-5A v této práci nebylo pozorováno žádné zřetelné hrubnutí precipitátů a ani rozpouštění sférických precipitátů v matici a to dokonce i při velmi dlouhých zkouškách s prodlevami. To dosvědčuje vynikající creepové vlastnosti této slitiny.



Obr. 6.1.5-2. Příklad obcházení precipitátů dislokacemi.



Obr. 6.1.5-3. Příklad obcházení precipitátů dislokacemi. Přibližné okraje precipitátů jsou označeny šipkami.

6.2 Slitina TiAl

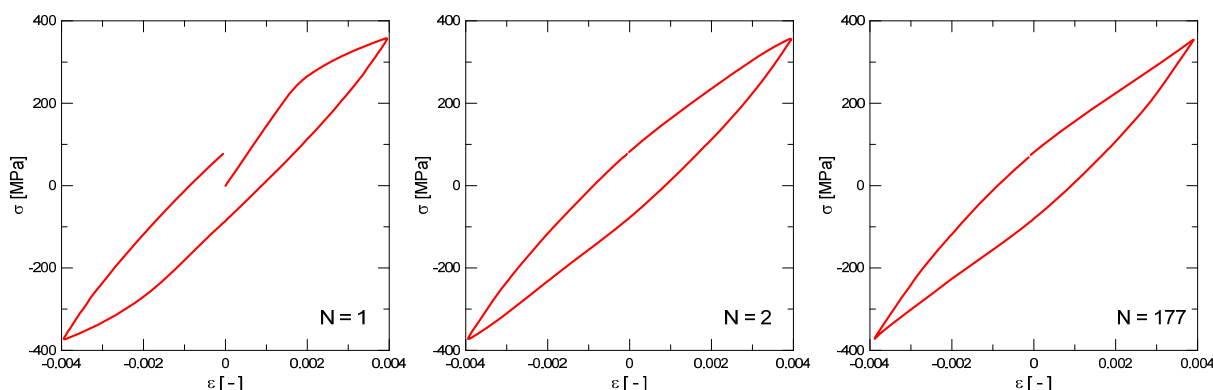
6.2.1 Cyklická napěťově-deformační odezva

V této části práce jsou diskutovány výsledky únavových zkoušek provedené na slitině TiAl a porovnány s jinými pracemi.

Ze série únavových zkoušek provedených při spojitém cyklování bez prodlev byly získány křivky cyklického zpevnění/změkčení, které charakterizují napěťově deformační odezvu materiálu. Počátek únavového života se vyznačoval mírným cyklickým změkčením. Následovalo stabilní cyklické chování po významnou část zkoušky. Cyklické změkčování v konečné fázi únavového života je spojeno se šířením magistralní únavové trhliny. Je nutné zdůraznit, že fáze šíření únavové trhliny u testovaných intermetalických slitin TiAl je omezená díky jejich nízké lomové houževnatosti [125]. Jedním z hlavních důvodů této změny oproti slitinám z předchozích generací by mohl být vysoký obsah Nb v materiálu této práce. Je dokumentováno, že přítomnost Nb v systému Ti-Al vede ke zlepšení plastických vlastností materiálu a také ke zjemnění lamelární struktury. Průměrná tloušťka lamel je tedy v těchto slitinách menší. Kombinací těchto dvou skutečností by materiál měl mít lepší lomovou houževnatost a pomalejší a stabilnější šíření únavové trhliny díky podstatně většímu počtu lamelárních rozhraní.

Počáteční cyklické změkčení pozorované u všech amplitud celkové deformace lze přisoudit rychlému vývoji dislokačních struktur. Obr. 6.2.1-1 ukazují dobře viditelné změny ve tvaru vybraných hysterezních smyček v průběhu cyklování. V literatuře [126] byl dokumentován také Bauschingerův efekt u slitin TiAl, který je patrný na tvaru hysterezní

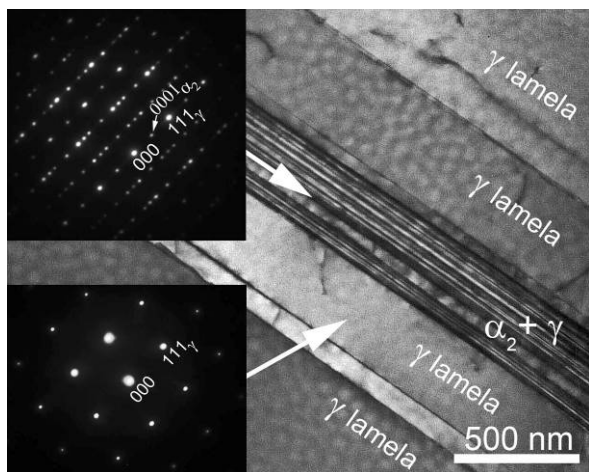
smyčky i u zkoumaného materiálu této práce. Cyklické chování během spojitého cyklického zatěžování téměř plně lamelárních slitin TiAl je výrazně závislé na teplotě a obsahu terciálního chemického prvku. V pracích Gloanec a kol. [66,67,127] a Kruml a kol. [125] bylo zmapováno cyklické chování TiAl s 2 at. % Nb za pokojových teplot. Hlavním rysem bylo cyklické zpevňování během celého únavového života. Tento jev se zvyrazňoval s rostoucí amplitudou celkové deformace. U nízkých amplitud celkové deformace bylo příčinou mírného cyklického zpevňování slabě vybudovaná dislokační struktura s občasnými mechanickým dvojčatěním. Na úrovních středních amplitud celkové deformace byla ve struktuře nalezena hustá dislokační struktura s dislokačním uspořádáním podobným žílové struktuře. Nejsilnější cyklické zpevňování pozorované u cyklických zkoušek s vysokými amplitudami celkové deformace bylo způsobeno intenzivním dvojčatěním pozorovaným v jednotlivých lamelách a zrnech materiálu. Tyto dvojčata představovala nejúčinnější bariéru v pohybu mobilních dislokací, a proto bylo pozorováno rostoucí cyklické zpevňování se zvyšující se četností mechanismu deformace pomocí dvojčatění. Naopak za vysokých teplot vykazovala slitina TiAl s 2 at. % Nb stabilní cyklické chování po celou dobu únavového života nezávisle na velikosti amplitudy celkové deformace. Deformace převážně probíhala skluzem úplných dislokací $\frac{1}{2}$ [110]. U skupiny novějších slitin TiAl s 7 at. % Nb (kam patří i zkušební materiál této práce) bylo cyklické chování stabilní jak za pokojových teplot, tak i za vysokých. Podle [125] je zásadní rozdíl v cyklickém chování za pokojových teplot důsledkem vlivu vyššího obsahu Nb. U slitiny TiAl s 2 at.% Nb je při pokojových teplotách energie vrstevné chyby nízká a proto za vysokých napětí dochází k intenzivnímu dvojčatění. Se zvýšením teplot se zvyšuje i energie vrstevné chyby a proto ke dvojčatění nedochází tak často. Zvýšením obsahu Nb ve slitině se zvýší energie vrstevné chyby na takovou úroveň, kdy i při pokojové teplotě není dvojčatění tak časté. Z toho důvodu slitiny s vysokým obsahem Nb vykazují typické stabilní chování za všech teplot. V literatuře [128,129] lze ovšem najít i opačný názor, podle kterého zvyšující obsah Nb snižuje energii vrstevné chyby a také šplh dislokací je obtížnější. Cyklické zpevňování je pak vysvětleno především vybudováním dislokační struktury, kde dislokační smyčky a složité dislokační konfigurace působí jako překážky a jako místa zakotvení dalších pohyblivých dislokací. Postupně se tak snižuje střední volná dráha pohyblivých dislokací.



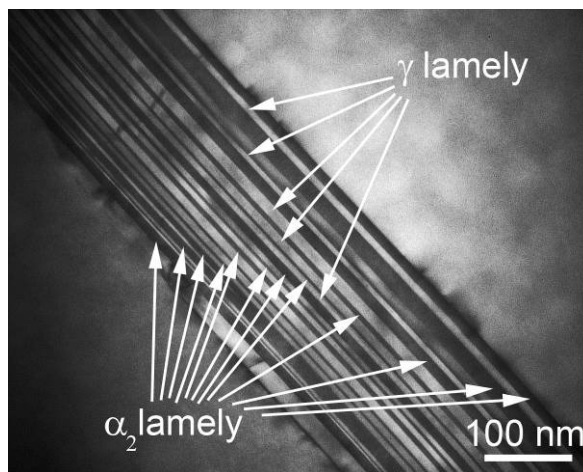
Obr. 6.2.1-1. Vývoj tvaru hysterezních smyček během spojitého cyklického zatížení TiAl.
($\epsilon_a = 0,39$ %, $\sigma_a = 363$ MPa, $N_f = 177$)

I přesto, že TEM analýza mikrostruktury TiAl nebyla jedním z cílů této práce, byla provedena série pozorování materiálu před zatěžováním (viz obr. 5.1-7 a 5.1-8) a také po únavových zkouškách. Tato pozorování došla k několika důležitým poznatkům. Jedním z nich je, že vybudovaná dislokační hustota po zatěžování byla nízká, což je v rozporu s TEM analýzami provedenými v pracích [66,67]. V těch byla nalezena složitá a relativně hustá dislokační struktura složená z dlouhých dislokací, dislokačních smyček a změtí dislokací

(viz obr. 2.3.10.2-1). Ve slitině použité v rámci této práce byly pozorovány dislokační struktury především v tlustých lamelách fáze γ . Dalším činitelem ovlivňujícím cyklické chování byly nalezené strukturní změny ve formě fázových transformací. Hnací silou těchto změn je zřejmě samotný nerovnovážený stav slitiny po tepelném zpracování. Ten je dále umocněn vlivem třetího prvku Nb, který zpomaluje difúzi a funguje také jako stabilizátor fáze β . Proto při přechodu na experimentální teplotu (750 °C) dochází k transformacím, které z části nestihly proběhnout při ochlazování slitiny během tepelného zpracování a které jsou z části vyvolány působením napětí na strukturu materiálu. Některé z těchto přeměn probíhajících při vysokoteplotní únavě byly velice podrobně popsány v pracích Appela a kol. [24,29]. Jsou zde především popsány transformace $\alpha_2 \rightarrow \gamma$, rekrystalizace fáze γ na příhodných místech (především po dlouhých časech na vysokých teplotách) a také rozpad fáze β_2 . Obrázky 6.2.1-2 až 6.2.1-4 ukazují příklady pozorovaných změn struktury proběhlých během spojitého cyklování. U části lamel fáze α_2 proběhla dekompozice na soubor velice tenkých lamel $\gamma + \alpha_2$ (obr. 6.2.1-2). Průměrná tloušťka jednotlivých lamel α_2 po dekompozici byla v průměru 13 nm, zatímco před touto transformací byla kolem 180 nm. Na obrázku jsou také bodové difrakce z lamely γ (levý dolní roh) a z oblasti dekomponované lamely (levý horní roh). Tato difrakce obsahuje jak reflexe fáze γ , tak i α_2 , což dokazuje platnost výše popsaného jevu. Takto dekomponovaná lamela obsahuje vysoký počet fázových rozhraní, a proto představuje novou překážku pro pohyblivé dislokace. Přítomnost tohoto rozpadu může tedy vést ke zpevnění materiálu. Na obr. 6.2.1-3 je detail takto dekomponované lamely. Identické případy této degradace struktury byly popsány v pracích [130,131] zabývajících se termální stabilitou vybraných slitin TiAl. V jejich případě bylo nutno 1000 hodin pro pozorování tohoto jevu. Teplotní expozice materiálu v této práci nebyla zdaleka takto dlouhá, a proto lze předpokládat, že působící napětí od cyklického zatěžování přispělo k urychlení dekompozice.



Obr. 6.2.1-2. TEM snímek lamely α_2 , ve které proběhla podélná dekompozice na tenké lamely α_2 a γ .
($\epsilon_a = 0,36 \%$, $\sigma_a = 353 \text{ MPa}$, $N_f = 100$)

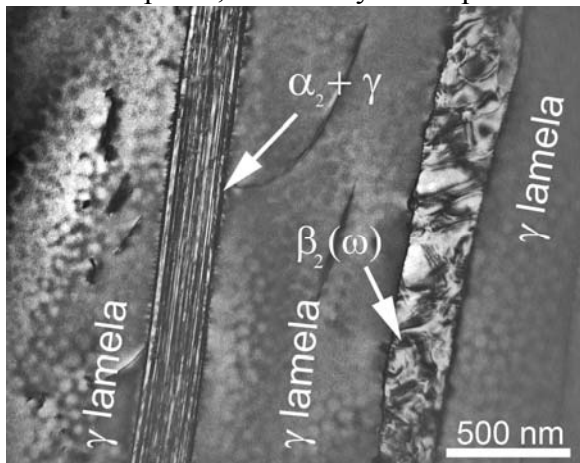


Obr. 6.2.1-3. Detail dekompozice lamely α_2 .

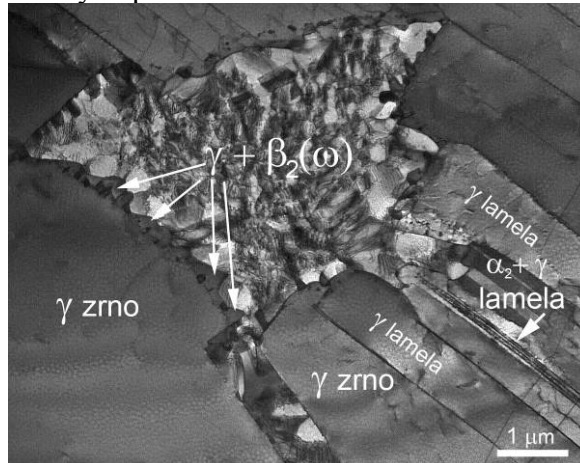
Na obr. 6.2.1-4 je ukázána další transformace, která byla pozorována ve slitinách s vysokým obsahem Nb. Jedná se o precipitaci ω fáze v lamelách anebo zrnech fáze β_2 . Fáze ω (hcp struktura, s prostorovým uspořádáním B8₂) se nachází uvnitř lamel v podobě drobných precipitátů, na jejichž rozhraní se nacházejí dislokace. Ty by mohly sloužit k vyrovnání rozdílů v mřížkových parametrech a ke snížení elastických napětí, ale také jako místa ukotvení či zbrzdění pohyblivých dislokací. Tímto způsobem by mohly lamely fáze β_2 působit jako účinné překážky a ve výsledku zpevnit materiál. Podobná precipitace fáze ω byla

potvrzena také ve zmíněných pracích [130] a [131]. Deformace dvojčatěním byla pozorována pouze výjimečně.

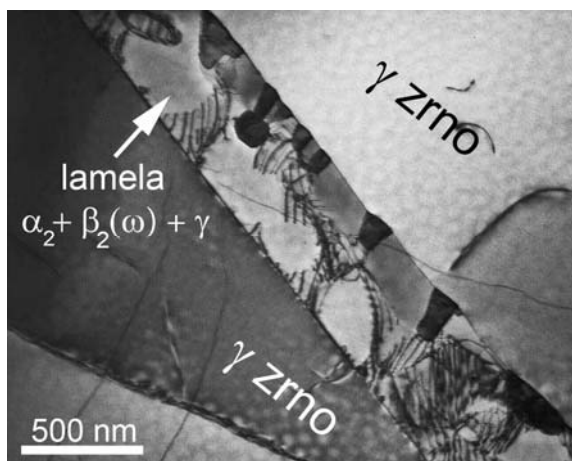
S vložením 10-ti minutových tahových prodlev do únavového zatěžování doznalo cyklické chování slitiny TiAl výrazných změn. Počáteční cyklické změkčení, které trvalo maximálně 20 cyklů, bylo podstatně výraznější než u spojitěho cyklování. Následovalo krátké stádium stabilního chování, které bylo vystřídáno cyklickým zpevňováním, které s počtem cyklů rychle narůstalo. Po dosažení maxima amplitudy napětí, které se téměř vyrovnalo hodnotám napětí z prvního cyklu, následovalo cyklické změkčování zapříčiněné růstem magistrální trhliny. Stádium od počátku změkčování až po finální lom zkušební tyče trvalo poměrně dlouho, což svědčí o dlouhém šíření únavové trhliny. To mohlo být ještě podpořeno tlakovým středním napětím, které se vyvinulo při vložení tahových prodlev.



Obr. 6.2.1-4. TEM snímek dekomponované lamely α_2 a lamely β_2 , v které proběhla precipitace ω fáze. ($\epsilon_a = 0,36 \%$, $\sigma_a = 353 \text{ MPa}$, $N_f = 100$)



Obr. 6.2.1-5. TEM snímek zrna fáze β_2 po precipitaci ω fáze a krystalizaci zrn γ po cyklování s prodlevami. ($\epsilon_a = 0,36 \%$, $\sigma_a = 361 \text{ MPa}$, $N_f = 444$)



Obr. 6.2.1-6. TEM snímek lamely β_2 , ve které proběhla precipitace fáze ω a krystalizace zrn fází γ a α_2 . ($\epsilon_a = 0,36 \%$, $\sigma_a = 361 \text{ MPa}$, $N_f = 444$)

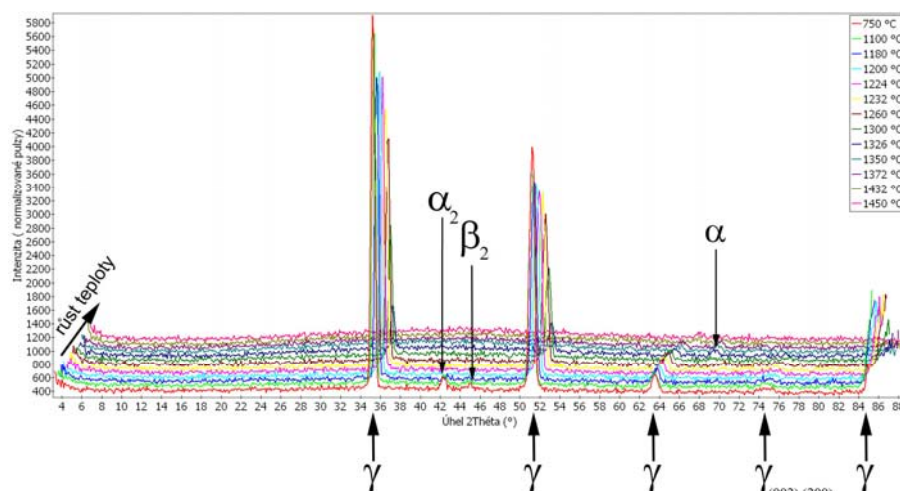
Počáteční cyklické změkčení je opět výsledkem rychlého vývoje dislokační struktury. Oproti spojitěmu cyklování je výraznější zřejmě v důsledku napětového působení během prodlev, které změny ve struktuře urychlí. Tyto procesy jsou postupem času kompenzovány probíhajícími fázovými transformacemi, které mají většinou zpevňující charakter, jak již bylo zmíněno. Tyto změny materiálu v podobě fázových transformací postupem času během únavového života převládnu a slitina začne vykazovat kontinuální cyklické zpevňování. Je nutno zdůraznit, že jednotlivé cykly jsou díky 10-ti minutovým prodlevám mnohokrát časově delší než u spojitěho cyklování a proto fázové transformace začnou probíhat již při relativně nízkém počtu cyklů. Fázové transformace popsané již při TEM analýze struktury po spojitěm cyklickém zatěžování byly nalezeny i po cyklickém zatěžování s prodlevami, ale jejich rozsah byl mnohem větší. Zatímco po únavovém zatěžování bez prodlev proběhla podélná dekompozice pouze některých lamel $\alpha_2 \rightarrow \gamma + \alpha_2$ na soubor velmi tenkých lamel, v materiálu únavově zatěžovaném s tahovými prodlevami proběhl tento rozpad ve všech lamelách. V mnohem větším měřítku došlo také k precipitaci částic ω fáze v lamelách a zrnech fáze β_2 (viz obr.

6.2.1-5 a 6.2.1-6). Vzniklé částice byly větší a jejich četnost byla vyšší. Především na snímku 6.2.1-5 je patrný další pozorovaný jev, kdy v zrnech fáze β_2 podél hranic došlo k překrystalizaci na nová zrna γ a pravděpodobně i α_2 (viz obr. 6.2.1-5 tmavá zrna uvnitř lamely $\alpha_2 + \beta_2(\omega) + \gamma$). Podobné případy překrystalizace byly pozorovány i v pracích Appela a kol. [24]. S výjimkou překrystalizace na zrna fází γ a α_2 byly všechny tyto transformace nalezeny také u vzorků cyklovaných bez prodlev. Jak již bylo zmíněno výše, měly by způsobovat zpevnění materiálu. Jak dokazuje stabilní cyklická odezva, neproběhly tyto fázové transformace u spojitého cyklování bez prodlev v dostatečném rozsahu, aby ovlivnily cyklické chování materiálu. TEM analýza ukázala, že v případě cyklického zatěžování s prodlevami fázové transformace proběhly ve výrazně vyšším měřítku. To vysvětluje cyklické zpevnění v průběhu únavového života zaznamenané u všech zkušebních tyčí cyklovaných s prodlevami. Důvody rozsáhlejších fázových transformací je nutné hledat v délce únavových zkoušek, kdy vložením 10-ti minutových prodlev do každého zátěžného cyklu se významně prodlouží celková doba testování. Zkušební tyče tedy setrvaly déle na experimentální teplotě. Délka expozice na experimentální teplotě se projevuje jasně na křivkách cyklického zpevnění/změkčení. Největší cyklické zpevnění bylo pozorováno u zkoušek s nejdelšími životnostmi, zatímco u zkoušek s krátkou životností a velkými amplitudami napětí bylo cyklické zpevnění zřetelně menší. Na základě těchto skutečností lze konstatovat, že pro průběh fázových transformací má zásadní důležitost doba setrvání na teplotě. Pro ověření výše zmíněného předpokladu byly zhotoveny TEM fólie z hlavy zkušební tyče. Ty reprezentovaly strukturu vystavenou stejně dlouhou dobu experimentální teplotě, ale bez působení zatížení. I na těchto fóliích byly nalezeny popisované fázové transformace, tudíž jsou důsledkem zejména teplotní nestability jednotlivých fází a napěťové působení je pouze urychluje a zesiluje. To dokazují dlouhé časy teplotních expozic potřebných k těmto transformacím na nezatížených vzorcích publikovaných v pracích [130] a [131].

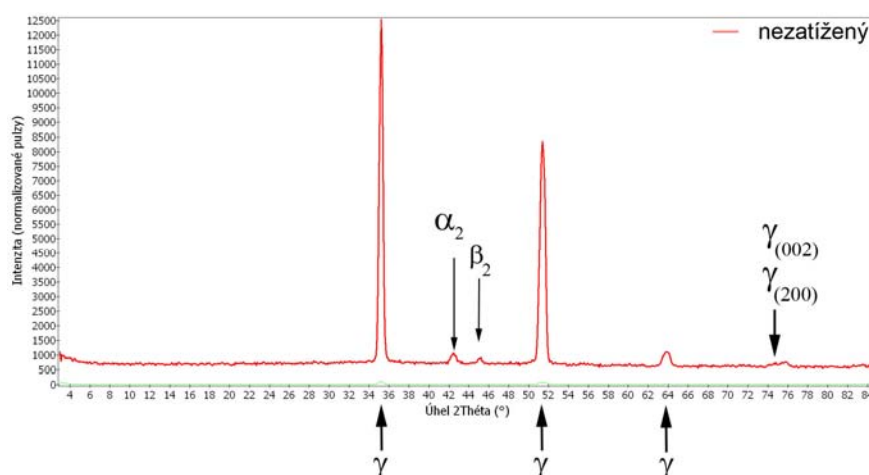
Ve spolupráci s Ústavem jaderné fyziky, AV ČR v Řeži byla provedena měření neutronové difrakce na jednom z předních pracovišť na světě, Paul Scherrer Institute ve Švýcarsku. Neutronová difrakce je experimentální metodou, která nachází uplatnění ve výzkumu krystalové nebo magnetické struktury materiálu a také vnitřních napětí v krystalických strukturách. V rámci této práce byla metoda využita pro ověření a kvantifikaci pozorovaných fázových transformací.

Na obr. 6.2.1-7 je pseudo-trojozměrný difraktogram. Zobrazuje vývoj jednotlivých difrakčních spekter s rostoucí teplotou. Všechna měření byla postupně provedena na jednom vzorku. Vrcholy (tzv. píky) nacházející se ve spektrech představují reflexe významných krystalových rovin přítomných fází v materiálu. Pomocí vyhodnocení těchto spekter lze určit výskyt a zastoupení jednotlivých fází při různých teplotách. Z difraktogramu je patrné, že za teploty 750 °C významně převládá fáze γ . Minoritními fázemi jsou pak α_2 a β_2 . S rostoucí teplotou píky jednotlivých fází klesají. To je zapříčiněno fázovými přeměnami, kdy dochází ke změně uspořádané struktury fáze α_2 na neuspořádanou α . Druhou přeměnou je $\gamma \rightarrow \alpha$. U teplot nad 1400 °C se již nevyskytovaly v difraktogramu téměř žádné píky. To je zapříčiněno tím, že v materiálu začne probíhat fázová transformace $\alpha \rightarrow \beta$. Fáze β má neuspořádanou BCC mřížku s poměrem atomů Al a Ti téměř 1:1. Taková struktura se na neutronové difrakci neprojevuje. Na obrázcích 6.1.2-8 a 6.1.2-9 jsou difraktogramy slitiny TiAl dvou zkušebních tyčí získaných při pokojové teplotě. První nebyla cyklicky zatěžována, zatímco druhá je po cyklické zkoušce s prodlevami. Patrná změna je ve velikosti píků reprezentujících fáze α_2 a β_2 . To je v souladu s TEM pozorováními struktury, konkrétně s dekompozicí lamel α_2 , při které přibývá fáze γ . Fáze β_2 si svůj podíl zachovává, což je v mírném rozporu s ohledem na zmiňovanou precipitaci ω fáze. Ta je ovšem ve slitině nedetekovatelná z důvodů velmi malého podílu výskytu a podobnosti krystalové struktury s fází β_2 . V tabulce 6.1.2-10 jsou objemové podíly jednotlivých fází před a po cyklickém

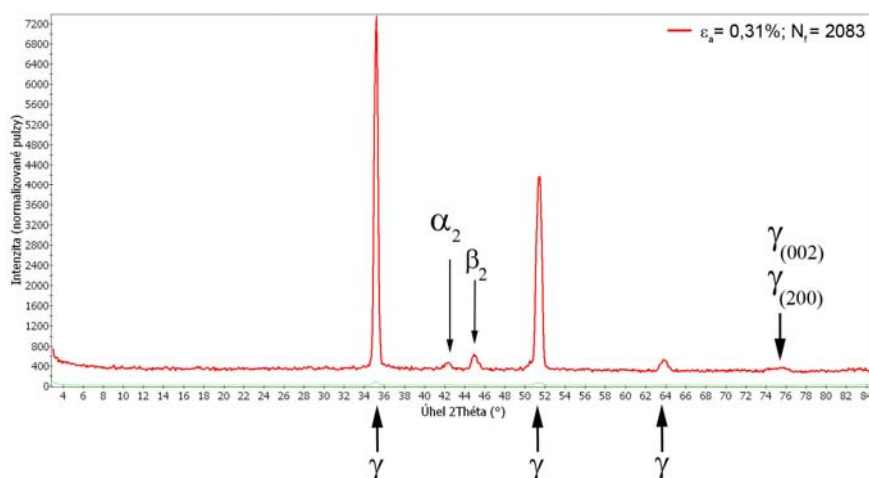
zatěžování s prodlevami. Je zde patrný úbytek metastabilní fáze α_2 , přírůstek fáze γ a téměř stejný podíl β_2 . Tato zjištění jsou v dobrém souladu s literaturou [24,70,132], kde byl dokumentován výrazný úbytek či úplné vymizení fáze α_2 na úkor fáze γ .



Obr. 6.2.1-7. Pseudo-trojměrný difraktogram slitiny TiAl.



Obr. 6.2.1-8. Difraktogram cyklicky nezatížené slitiny TiAl.



Obr. 6.2.1-9. Difraktogram slitiny TiAl po cyklickém zatěžování s vloženými prodlevami.

6. DISKUZE

Tab. 6.2.1-10. Objemové podíly fází ve slitině TiAl před zatížením a po cyklickém zatížení s prodlevami (obj. %).

	γ	α_2	β_2
Před	94	3,5	2,5
Po	97	1	2

Cyklické deformační křivky (viz obr. 5.3-2) prokazují, že s vložením tahových prodlev do únavového zatěžování došlo k posunu křivky k nižším hodnotám amplitudy napětí. Tento posun je ovšem velice závislý na tom, v jaké etapě únavového života byla brána amplituda napětí a amplituda plastické deformace použita pro cyklické deformační křivky. Díky popsanému cyklickému chování na začátku únavového života v etapě cyklického změkčování by byl tento posun cyklické deformační křivky ještě výraznější, zatímco s následným rostoucím počtem cyklů by se významně zmenšoval. V grafu na obrázku 5.3-2 byla použita experimentální data z poloviny únavového života. Tento posun lze také zčásti přisuzovat vlivu nenulového středního napětí. Křivky jsou vzájemně téměř rovnoběžné, jak také ukazuje exponent únavového zpevnění n' .

6.2.2 Křivky únavové životnosti

Na základě získaných experimentálních dat byly získány křivky únavové životnosti v několika různých reprezentacích. V této části práce je diskutována únavová životnost slitiny TiAl a vliv vložených tahových prodlev na životnost i s ohledem na podobně zaměřené studie v dostupné odborné literatuře.

Únavová životnost slitiny TiAl při cyklickém zatěžování na teplotě 750 °C je prezentována ve formě závislosti amplitudy napětí σ_a vs. počet cyklů do lomu $2N_f$ (obr. 5.4.2-1) a také amplitudy plastické deformace ε_{ap} vs. počet cyklů do lomu $2N_f$ (obr. 5.4.2-2). Tyto závislosti bylo možné aproximovat pomocí Basquinova zákona (rovnice 11) a Manson-Coffinova zákona (rovnice 12).

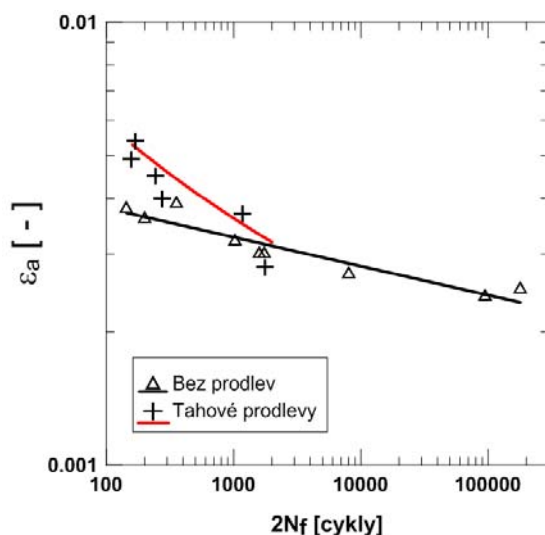
Křivka životnosti podle Basquinova zákona pro cyklické zatěžování s prodlevami je posunuta k vyšším amplitudám napětí v porovnání s křivkou reprezentující spojitě cyklování. Tento posun činil přibližně 20MPa. Příčinami jsou již výše zmiňované skutečnosti, mezi které patří vliv středního napětí a pozorované cyklické zpevňování v důsledku fázových transformací. Obě křivky byly vzájemně rovnoběžné, což dokumentují i identické hodnoty exponentu únavové pevnosti b . Tato zjištění jsou zajímavá i s ohledem na délku cyklických zkoušek s prodlevami. Čas tepelné expozice zkušebních tyčí cyklicky zatěžovaných s prodlevami je pro stejný počet cyklů do lomu několikanásobně delší. Tato skutečnost se mohla projevit na vzájemné poloze křivek životnosti pro spojitě cyklování a cyklování s prodlevami. Dále je obecně známo, že terciární prvek slitiny (Niob) odolnost těchto slitin proti oxidaci zlepšuje. Experimentální data stejně jako u niklových superslitin vykazovala velký rozptyl. Zatímco u IN792-5A byl z velké části přisuzován velkému rozdílu modulů pružnosti E mezi jednotlivými zkušebními tyčemi, v případě slitiny TiAl se modul pružnosti všech vzorků pohyboval pouze v rozmezí 139 až 148 GPa. Hlavní důvod tohoto rozptylu lze hledat v samotné povaze skupiny těchto slitin. Ty se vyznačují především nízkou lomovou houževnatostí. Jelikož materiál má průměrnou velikost zrna (neboli lamelární kolonie) kolem 300 μm , stačí jedno či dvě vhodně orientovaná zrna, v kterých se může iniciovat únavová trhlinka a její velikost během krátké doby dosáhne kritické velikosti. Ta je u těchto slitin velice malá a díky tomu může dojít k rychlému porušení zkušební tyče. Pokud by tento materiál měl výrazně menší průměrnou velikost lamelárních kolonií, rozptyl v experimentálních datech by

byl zřetelně menší. Srovnání vlivu zavedení tahových prodlev na křivky únavové životnosti v této reprezentaci nebylo možné, neboť příslušné údaje v dostupné literatuře chybí.

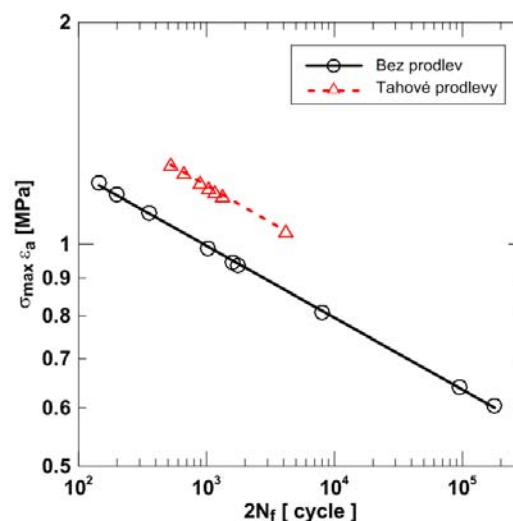
Křivky životnosti v Mansonově-Coffinově reprezentaci (obr. 5.4.2-2) dokumentují významné zvětšení únavové životnosti s vložením tahových prodlev do cyklického zatěžování. Křivka životnosti u zkoušek s prodlevami je výrazně posunuta do vyšších hodnot počtu cyklů do lomu. Křivky životnosti obou typů zatěžování jsou téměř rovnoběžné, což je patrné i z exponentů únavové tažnosti. K podobnému charakteru únavových křivek dle Manson-Coffina dospěla i práce [133] provedená na slitině s menším obsahem Nb. Naopak práce [70] popisuje značný pokles životnosti u tahových prodlev. Ten je přičítán vlivu změny charakterů režimu šíření únavové trhliny z transkrystalického na interkrystalický. Příčinou byly fázové transformace, které proběhly na hranicích lamelárních kolonií. Při analýze lomových ploch slitiny použité v rámci této práce nebyla pozorována žádná výrazná změna v charakteru šíření únavové trhliny. Z toho důvodu lze posun křivky životnosti u zkoušek s prodlevami v porovnání s křivkou životnosti u spojitého cyklování přisuzovat vlivu tlakového středního napětí během tahových prodlev.

Na obr. 6.2.2-1 je graf křivek únavové životnosti v reprezentaci amplitudy celkové deformace vs. počet cyklů do lomu. Experimentální body představují jednotlivé únavové zkoušky a křivky byly vypočítány pomocí rovnice 14 v kapitole 6.1.2. Na základě tohoto grafu lze konstatovat, že vložení tahových prodlev do cyklování vedlo ke zlepšení únavové životnosti, která byla výraznější u zkoušek s krátkou životností. Nebyl také pozorován vliv laboratorní atmosféry na únavovou životnost během delší expozice na teplotě 750 °C.

Stejně jako u superslitiny IN792-5A byla i u slitiny TiAl použita SWT metoda pro zobecnění popisu poškození materiálu při působení středního napětí. Výsledná závislost je na obr. 6.2.2-2. Lze konstatovat, že zobecnění únavového poškození dle dané metody nevede k posunu experimentálních bodů na jedinou křivku ani pro slitiny TiAl.



Obr. 6.2.2-1. Křivky únavové životnosti v reprezentaci celkové amplitudy deformace vs. počet cyklů do lomu.



Obr. 6.2.2-2. Závislost Smith-Watson-Topperova parametru na životnosti.

6.2.3 Vliv prodlev

Tato kapitola se soustředí na vysvětlení některých jevů pozorovaných s vložením tahových nebo tlakových prodlev do cyklování. Bude diskutován vývoj relaxačního napětí během únavového života a také vývoj středního napětí.

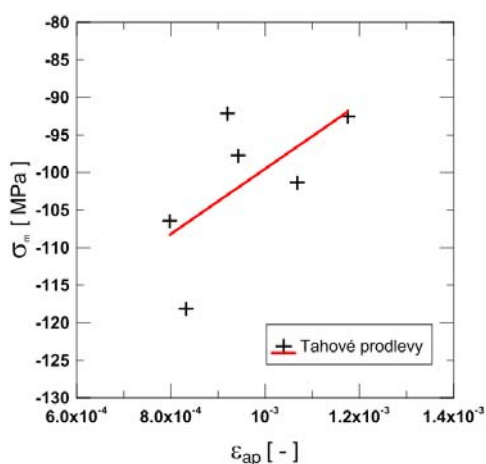
Jak již bylo popsáno, v kapitole 6.1.3 vložení prodlev sebou přináší vznik a vývoj asymetrie únavového cyklu. Obecně platí, že při cyklování s tahovými prodlevami vzniká

6. DISKUZE

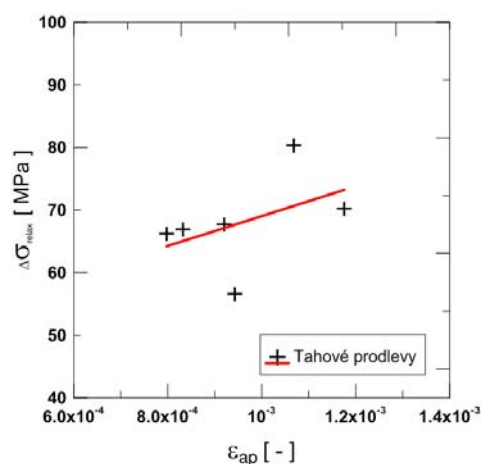
tlakové střední napětí, zatímco u cyklování s tlakovými prodlevami je střední napětí tahové. V rámci této dizertační práce bylo provedeno únavové zatěžování slitin TiAl s tahovými prodlevami. Vývoj středního napětí je prezentován na obr. 5.6-2. Největší změny probíhají v počátečních několika cyklech, kdy i velikost relaxačního napětí je nejvyšší. S rostoucím počtem cyklů se pokles středního napětí zmenšoval. V této etapě únavového života bylo pozorováno cyklické zpevnění v důsledku fázových transformací. Je tedy pravděpodobné, že tyto přeměny probíhající ve struktuře se podepsaly i na vývoji středního napětí. Na obr. 6.2.3-1 je zobrazena závislost středního napětí na velikosti amplitudy plastické deformace u provedených zkoušek s prodlevami. Stejně jako u superslitiny IN792-5A platí přibližně přímá úměrnost mezi amplitudou plastické deformace zkušební tyče a velikostí středního napětí. Jak již bylo zmíněno v kapitole 6.1.3, tlakové střední napětí je pro únavovou životnost příznivé. Také obr. 6.2.2-1 dokazuje, že vložení tahových prodlev vedlo k mírnému prodloužení únavové životnosti. S růstem tlakového středního napětí klesají hodnoty maximálních napětí v tahu, ke kterým jsou slitiny TiAl citlivé.

O slitinách TiAl je obecně známo, že mají vynikající oxidační odolnost. Tuto vlastnost ještě dále zlepšuje terciární prvek Nb, který se v mnoha používaných slitinách vyskytuje ve vysokém podílu kolem 8 at.%. I přes velký nárůst doby strávené na experimentální teplotě při vložení 10-ti minutových prodlev nebyl pozorován během SEM analýz výrazný nárůst stupně oxidace v porovnání se spojitým cyklováním. To ovšem neznamená, že by oxidace byla zanedbatelná a neměla vliv na mechanismus porušování, jak bude ukázáno v následující kapitole.

Vývoj velikosti relaxačního napětí během cyklického zatěžování byl ukázán na obr. 5.7-4 u zkušebních tyčí s nejdelší životností. U všech provedených zkoušek lze říci, že velikost relaxačního napětí roste s amplitudou plastické deformace působícího cyklického zatěžování (viz obr. 6.2.3-2). Vývoj relaxačního napětí během únavového života je v souladu s průběhem křivek cyklického zpevnění/změkčení, kde bylo pozorováno výrazné cyklické zpevnění. Ve stejné etapě zatěžování je pozorován značný nárůst také ve velikosti relaxačního napětí. Jak bylo diskutováno v kapitole 6.2.1, cyklické zpevnění bylo zapříčiněno hlavně fázovými transformacemi, které vedly také k růstu efektivního napětí. Během aplikované relaxace napětí dochází totiž k poklesu a téměř k úplné eliminaci tohoto efektivního napětí, takže z hodnoty relaxačního napětí lze odhadovat jeho velikost.



Obr. 6.2.3-1. Závislost středního napětí na amplitudě plastické deformace v polovině únavového života.



Obr. 6.2.3-2. Velikost relaxačního napětí v závislosti na amplitudě plastické deformace v polovině únavového života

6.2.4 Povrchový reliéf, iniciace a šíření únavových trhlin

V této kapitole budou diskutovány základní mechanismy přispívající k porušování slitin TiAl. Kapitola je založena na REM pozorování povrchových reliéfů a lomových ploch zkušebních tyčí cyklovaných jak bez prodlev, tak i s prodlevami.

Povrchový reliéf zkušebních tyčí slitiny TiAl byl podrobně prohlédnut pomocí REM. Byly pozorovány zkušební tyče cyklované jak při vysokých, tak i při nízkých amplitudách plastické deformace. Nalezené povrchové jevy byly popsány v kapitole 5.8.1. Byly zde popsány tři druhy vyvinutého povrchového reliéfu: (i) dlouhé PSS podél mezilamelárních rozhraní; (ii) vzájemně rovnoběžné extruze uvnitř lamel γ ; (iii) jemný povrchový reliéf v zrnech γ podél lamelárních kolonií.

PSS podél mezilamelárních rozhraní byla nalezena ve velké četnosti na všech zkušebních tyčích. Jejich hustota byla vyšší v těch lamelárních koloniích, které se orientací k ose blížily ke 45° . Vždy se jednalo o dlouhé a spojitě stopy vedoucí podél celé lamely, tudíž v řádu stovek mikrometrů. Povrchový reliéf slitin TiAl je stále aktuální oblast, kde nebyly zodpovězeny všechny otázky ohledně příčin vzniku těchto PSS. Podobný reliéf byl v různých variantách orientace lamela k ose zatěžování popsán v pracích Yasady, Nakana a kolektivu [62,65,134]. V těch byl vznik PSS přisuzován aktivitě dislokací během cyklického pohybu a stopy se vyskytovaly výhradně uvnitř lamel γ . To ovšem nesouhlasí s pozorováními v této práci, kdy se lamely vyskytovaly na mezilamelárních rozhraních γ/γ a γ/α_2 . PSS na rozhraních byla také dokumentována v práci Petrence a kolektivu [71]. Jejich morfologie byla popsána jako velice tenké extruze podél obou typů rozhraní. Ačkoliv tato studie byla provedena na pokojové teplotě, výsledky jsou v dobrém souhlasu s pozorováními této práce (viz obrázek 5.7.1.2-1). Při působení vysokoteplotní oxidace se popisované tenké extruze beze zbytku změní na oxidy. Na obr. 5.8.1-16 je zobrazen řez přes dvě PSS. Ze snímku je patrné, že kromě pozorovaných extruzí je PSS tvořena také intruzí, která vede podél rozhraní jednotlivých lamel. Vznik těchto intruzí byl pravděpodobně zapříčiněn spolupůsobením cyklické deformace a oxidace. Z hlediska iniciace únavových trhlin měly tyto intruze veliký význam především u cyklického zatěžování bez prodlev.

Vzájemně rovnoběžné extruze uvnitř lamel γ byly nalezeny ve výrazně menší četnosti než PSS. Podobný povrchový reliéf byl popsán v práci [62] a označen jako „povrchové schody“. Jedná se o řadu drobných skluzových stop, jejichž délka je omezena šířkou lamely. Vznik byl vysvětlen mechanickým dvojčatěním na rovinách typu $\{111\}$. Předpokládá se, že tyto extruze mohou působit jako koncentrátoři napětí, podél kterých iniciují krátké trhliny. Potvrzení mechanismu vzniku tohoto povrchového reliéfu je cílem budoucích pozorování.

Zastoupení ekvixiálních zrn na hranicích lamelárních kolonií bylo ve slitině použité v této práci relativně vysoké. Proto i reliéf vyvinutý v této minoritní fázi je významný a to především u cyklování s prodlevami. Téměř ve všech zrnech γ byly pozorovány jemné skluzové stopy (viz obr. 5.7.1.2-4), které se obvykle vyvinuly podél více skluzových systémů. Vzhledem ke krystalické mřížce fáze γ lze předpokládat, že se jednalo o roviny typu $\{111\}$. Mohutnost těchto skluzových stop se zvětšila s vložením prodlev do únavového zatěžování. Podobný povrchový reliéf byl zmíněn v práci [60] a jeho vznik byl vysvětlen mechanickým dvojčatěním. Jak již bylo zmíněno slitina této disertační práce má vysoký obsah Nb a dvojčatění nebylo tak časté, což potvrdily i prvotní TEM pozorování. Není tedy možné vyloučit, že vznik stop je spíše zapříčiněn velmi lokalizovanou plastickou deformací probíhající mechanismem skluzu.

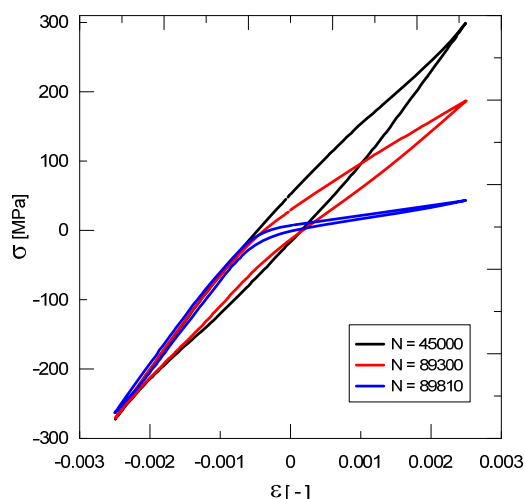
Iniciace únavových trhlin probíhala v blízkosti všech výše zmíněných typů povrchového reliéfu, ale pouze jeden z nich byl místem vzniku delších trhlin, z kterých následně vznikla magistralní trhlina. Jedná se o iniciaci únavových trhlin podél mezilamelárního rozhraní povrchových lamelárních kolonií (viz obr. 5.7.1.2-5). Důvodem je možnost delšího šíření

iniciované trhliny bez dosáhnutí překážky, například hranice zrna. V případě drobných extruzí v jednotlivých lamelách (tzv. povrchových schodů) je potenciální trhlina výrazně omezena samotnou tloušťkou lamely. Po dosažení mezilamelárního rozhraní je růst zbrzděn. Ekviaxiální zrna γ již nejsou tak malá, ale i přesto v porovnání s mezilamelárními rozhraními o délkách stovek mikrometrů představují méně důležitá místa iniciace trhlín. Společnou vlastností nalezených míst iniciace trhlín na zkušebních tyčích po spojitém cyklickém zatěžování byla jejich orientace k ose zatěžování. Jednotlivá mezilamelární rozhraní patrná na povrchu vzorku byla orientována téměř kolmo k ose zatěžování. To je v souladu s pracemi Reciny [59,60], které poukazují na to, že vedle tradičních kritických míst pro únavové porušení jako staženiny a inkluze se u lamelárních slitin TiAl musí počítat také s lamelárními koloniemi orientovanými kolmo k ose zatěžování. Ty v podstatě představují v materiálu slabá místa. Během únavového zatěžování působí na lamelární rozhraní nejvyšší možné tahové napětí a dojde k iniciaci únavové trhliny pomocí delaminace. Druhou příhodnou orientací lamelární kolonie k ose zatěžování je orientace pod úhlem 45° , kdy působí maximální smykové napětí [135]. Při této či podobné konfiguraci byly obvykle pozorovány PSS podél lamelárních rozhraní.

S vložením tahových prodlev do cyklování nenastala výrazná změna ve způsobu iniciace trhlín. Mezilamelární rozhraní (viz obr. 5.7.2.2-3) jsou stále převládajícím místem vzniku únavových trhlín. Jedinou pozorovanou změnou byl silněji vyvinutý povrchový reliéf v ekviaxiálních zrnech γ , podél kterého iniciovaly dlouhé únavové trhliny (viz obr. 5.7.1.2-7). Příčina výraznější lokalizace cyklické plastické deformace s následnou iniciací únavové trhliny v ekviaxiálních zrnech při vložení prodlev do zatěžování nebyla doposud uspokojivě vysvětlena. Mezi možné důvody by mohlo patřit působení oxidace během prodlev.

Údaje o šíření únavových trhlín ve slitinách TiAl byly získány pozorováním lomových ploch a také povrchu měrných délek nedolomených zkušebních tyčí. Obr. 5.8.1-19 ukazuje typickou magistralní trhlínu na vzorku po spojitém cyklickém zatěžování. Jak je na snímku naznačeno, k šíření únavové trhliny nejdříve docházelo především podél mezilamelárních rozhraní. Tento režim šíření se uplatňuje až do situace, kdy sousední lamelární kolonie má lamely orientované výrazně rozdílně než původní kolonie. Poté se teprve uplatňuje translamelární šíření. Lomové plochy slitiny TiAl připomínaly svou morfologií některé charakteristické rysy křehkého porušování. To je typické pro tuto skupinu materiálů s nízkou lomovou houževnatostí. Často pozorovaný způsob šíření byl i kombinace těchto výše zmíněných režimů, při kterém vznikala schodovitá morfologie lomové plochy. V místech blízko od oblasti dolomu byla také pozorována tendence trhliny k větvení. Všechny tyto základní morfologické jevy lomové plochy jsou pro slitiny TiAl typické a v literatuře často zmiňované [126,128,133,135]. Vložení tahových prodlev nepřineslo žádné změny charakteristických rysů lomových ploch. Tento poznatek potvrzuje i studie Mabrua a kolektivu [136], která zdokumentovala teplotní nezávislost mechanismů šíření únavových trhlín v intervalu teplot 23°C až 800°C na vzduchu.

Pro slitiny TiAl je typické, že díky jejich křehké povaze je šíření únavové trhliny rychlé a kritická délka trhliny pro závěrečný lom vzorku je malá. Hlavní část únavového života představuje stádium iniciace únavové trhliny. Potom následuje rychlé šíření trhliny a při dosažení kritické délky dochází k dolomení. V této práci bylo pozorováno nezvykle dlouhé stádium šíření únavových trhlín (viz lomové plochy na obr. 5.8.2-7 a 5.8.2-9). Na obr. 6.2.4-1 jsou vykresleny tři hysterezní smyčky, kdy dvě jsou již ze stádia šíření dlouhé trhliny. Na obr. 6.2.4-1 jsou vykresleny tři hysterezní smyčky, kdy dvě jsou již ze stádia šíření dlouhé trhliny. U typických slitin TiAl by k této pokročilé fázi únavového porušení ani nedošlo. Pravděpodobné důvody, proč materiál použitý v této práci byl schopen tohoto neobvyklého chování, je nutné hledat ve struktuře a to konkrétně v nezvykle vysokém podílu ekviaxiálních



Obr. 6.2.4-1. Vývoj hysterezních smyček zkušební tyče s únavovou trhlinou.

zrn podél hranic lamelárních kolonií. Tato oblast je mohutnější než u převážné většiny materiálů použitých v podobných pracích. Tato oblast je mohutnější než u převážné většiny materiálů použitých v podobných pracích. Tyto zrna fází γ a β_2 mohou představovat účinné překážky pro šířící se trhliny. Jak bylo zmíněno, trhliny se většinou šíří podél mezilamelárních rozhraní. V případě, že trhlina dosáhne hranice lamelární kolonie, odděluje ji od sousední kolonie několik ekvixiálních zrn s náhodnou orientací krystalové mřížky. Z toho důvodu může dojít ke zbrzdění šíření. Další příznivou vlastností tohoto materiálu s vysokým obsahem Nb je jemnost lamelární struktury. Tím se výrazně zvýší počet mezilamelárních rozhraní. To je nepříznivé zejména pro trhliny šířící se translamelárně, jelikož musí překonávat výrazně vyšší počet překážek.

7. SHRNUTÍ A ZÁVĚRY

Studium současného působení únavy a creepu u niklové superslitiny Inconel 792-5A a TiAl slitiny v předložené disertační práci vedlo k závěrům shrnutých v následujících bodech:

Superslitina IN792-5A

- **Struktura** – Materiál byl tvořen hrubou dendritickou strukturou o velikosti zrna 3 mm. Ve struktuře se vyskytovaly karbidy podél hranic dendritických zrn a také v mezidendritických prostorech. Byly také nalezeny licí defekty o velikostech až v řádu stovek mikrometrů. Mikrostruktura materiálu byla tvořena maticí γ a zpevňujícími precipitáty γ' . Objemový podíl γ' byl asi 68 %. Precipitáty se vyskytovaly ve dvou morfologických modifikacích: kubické (velikost hrany 600 nm) a sférické (průměr 190 nm).
- **Cyklické chování** – Během spojitého cyklického zatěžování bylo pozorováno stabilní cyklické chování v celém rozsahu použitých amplitud celkové deformace. S vložením tahových prodlev do zatěžování docházelo k souvislému cyklickému změkčování, které se zvýrazňovalo s rostoucí amplitudou celkové deformace. U cyklických zkoušek s tlakovými prodlevami bylo zaznamenáno ještě výraznější cyklické změkčení.
- **Cyklické deformační křivky** – Souvislé cyklické změkčování charakteristické pro oba druhy zkoušek s prodlevami způsobily posun jejich cyklických deformačních křivek k nižším hodnotám amplitudy napětí vzhledem ke křivce reprezentující spojitě cyklické zatěžování.
- **Křivky únavové životnosti** – Byly získány v několika reprezentacích:
 - i) Basquinovy křivky životnosti – Na únavovou životnost v této reprezentaci mají negativní vliv pouze tlakové prodlevy.
 - ii) Mansonovy-Coffinovy křivky životnosti – Křivky zkoušek s prodlevami jsou posunuté vzhledem ke křivce náležející spojitěmu cyklování k vyšším životnostem.
 - iii) Křivky životnosti ϵ_a vs. $2N_f$ – Byla zjištěna zřetelná redukce únavového života při cyklickém zatěžování s tlakovými prodlevami.
- **Vliv prodlev** – Lze shrnout do těchto bodů:
 - i) Vývoj středního napětí – Tahové prodlevy vedly ke vzniku tlakového středního napětí, které vedlo k pozitivnímu vlivu na životnost. Vložení tlakových prodlev naopak mělo za následek vývoj tahového středního napětí, které vedlo ke zkrácení únavové životnosti.
 - ii) Relaxace napětí – Ve struktuře superslitiny nebylo zjištěno porušování charakteristické pro creep (tj. především kavity).
- **Povrchový reliéf**:
 - i) Spojité cyklování – Zejména u zkušebních tyčí zatěžovaných velkými amplitudami plastické deformace byly nalezeny dlouhé a dobře vyvinuté persistentní skluzové stopy, rovnoběžné se stopami rovin $\{111\}$. Byl pozorován výskyt polí jemných stop kolmých k ose zatěžování. Jejich vznik lze vysvětlit dislokační aktivitou v kanálech matrice kolmých k ose zatěžování.

- ii) Cyklické zatěžování s tahovými prodlevami – Byl nalezen výrazně vyvinutý reliéf složený z nespojitě řady extruzí. Byla zjištěna pole jemných stop kolmých k ose zatěžování.
- iii) Cyklické zatěžování s tlakovými prodlevami – Byl pozorován výskyt jemných stop, které byly uspořádány do masívních pásů. PSP nebyly nalezeny.
- Inicie a šíření únavových trhlin – Oxidace výrazně zasahuje do mechanismu iniciace a porušování při teplotě 800 °C. Inicie únavových trhlin byla zjištěna na hranicích dendritických zrn, z povrchových či podpovrchových ředin a z karbidických fází. S vložením prodlev do zatěžování se zvýšil počet míst iniciace únavových trhlin na povrchu materiálu. Ty se během únavového života spojovaly a vytvořily magistralní trhlínu. Pozorování pomocí EBSD ukázalo, že trhliny se šíří mezidendritickými prostory a podél hranic zrn s vysokou četností karbidů a ředin.
- Pozorování TEM – Lokalizace cyklické plastické deformace do pásů byla nalezena pouze po spojitěm cyklování. Dislokační struktura byla výrazně heterogenní. Vložením prodlev došlo ke snížení této heterogenity. To lze vysvětlit vlivem působení tepelně aktivovaných procesů v průběhu prodlevy. Dislokace byly nalezeny převážně v kanálech matrice γ se zřetelnou snahou vyhýbat se precipitátům. Sférické precipitáty v matici působí jako účinné překážky v pohybu mobilních dislokací.

Slitina TiAl

- Struktura
 - i) Ve výchozím stavu materiálu byly nalezeny fáze γ , α_2 , β_2 . Slitina byla tvořena lamelárními koloniemi o velikost 320 μm a pásy ekviaxiálních zrn γ a β_2 podél hranic kolonií. Průměrná tloušťka lamel γ byla 1,9 μm . Tloušťka lamel α_2 byla 190 nm.
 - ii) Během zatěžování a expozici materiálu na teplotě 750 °C docházelo k fázovým transformacím metastabilních fází α_2 a β_2 . Lamely α_2 se podélně rozpadaly na velmi tenké lamely $\alpha_2 + \gamma$. Ve fázi β_2 probíhala precipitace fáze ω a také překrystalizace na fáze γ a α_2 .
- Cyklické chování – Cyklické zatěžování bez prodlev se vyznačovalo stabilní cyklickou odezvou materiálu v celém rozsahu amplitud celkové deformace. Vložení tahových prodlev vedlo k počátečnímu cyklickému změkčování, které bylo vystřídáno výrazným cyklickým zpevněním. Zpevňování lze vysvětlit fázovými transformacemi. U zkoušek s delší životností bylo cyklické zpevnění výraznější. U spojitěho cyklování fázové transformace nestačí proběhnout v dostatečném rozsahu.
- Cyklická deformační křivka – Křivka reprezentující cyklické zatěžování s tahovými prodlevami je posunuta vůči křivce spojitěho cyklování k nižším amplitudám napětí.
- Křivky únavového života
 - i) Basquinovy křivky – Zavedení prodlev posouvá mírně Basquinovu křivku k vyšším životnostem. K tomuto posunu může přispívat zpevňující vliv probíhajících fázových transformací.
 - ii) Mansonovy-Coffinovy křivky – Křivka životnosti náležející cyklování s prodlevami je výrazně posunuta k vyšším hodnotám amplitudy plastické deformace.

iii) Křivky životnosti ε_a vs. $2N_f$ – Tahové prodlevy mají mírný pozitivní vliv na únavovou životnost, který roste s růstem amplitudy deformace.

- Vliv prodlev

- i) Střední napětí – Během tahových prodlev vznikalo tlakové střední napětí, které je pro únavovou životnost prospěšné.
- ii) Relaxační napětí – Vývoj velikosti relaxačního napětí má podobný průběh jako cyklické křivky zpevnění/změkčení.
- iii) Fázové transformace – Díky několikanásobně delšímu setrvání na teplotě 750 °C proběhly fázové transformace u testů s prodlevami ve výrazně větším rozsahu než při spojitém cyklování.

- Povrchový reliéf – Byly nalezeny následující povrchové útvary:

- i) Persistentní skluzové stopy podél mezilamelárních rozhraní byly nalezeny ve velké četnosti. Byly tvořeny extruzemi a oxidickými intruzemi podél lamelárního rozhraní.
- ii) Vzájemně rovnoběžné extruze uvnitř lamel fáze γ , které vznikaly pravděpodobně mechanickým dvojčatěním, které dosáhlo až na povrch.
- iii) Jemné skluzové stopy v ekviaxiálních zrnech fáze γ byly nalezeny velmi často. Jejich vznik souvisí se skluzovou aktivitou podél vhodných skluzových rovin.

- Inicie a šíření únavových trhlin – Inicie únavových trhlin probíhala ve většině případů podél mezilamelárních rozhraní v koloniích, které měly lamely orientované k ose zatěžování téměř kolmo. S vložením prodlev se iniciovaly trhliny také podél skluzových stop v ekviaxiálních zrnech fáze γ . Šíření únavových trhlin probíhalo kombinací mezilamelárního, translamelárního šíření. Vzhled lomové plochy připomínal křehké porušení.

8. PŘEHLED POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

FCC	kubická plošně centrovaná mřížka
AFM	mikroskopie atomárních sil (atomic force microscopy)
PSP	persistentní skluzové pásy
PST	polysyntetická dvojčata (polysynthetic twins)
TCP	topologicky těsně uspořádaná mřížka
REM	rastrovací elektronová mikroskopie
TEM	transmisní elektronová mikroskopie
SE	sekundární elektrony
BSE	zpětně odražené elektrony
EBSD	difrakce zpětně odražených elektronů
FIB	fokusuovaný iontový svazek

δ	neshoda mřížkových parametrů
ε_a	amplituda celkové deformace
ε_{ap}	amplituda plastické deformace
ε_c	kritická hodnota amplitudy deformace
ε'_f	koeficient únavové tažnosti
$\dot{\varepsilon}$	rychlost deformace
σ	nominální napětí
σ_c	mez únavy
σ_a	amplituda napětí
σ'_f	koeficient únavové pevnosti
a_γ	parametr mřížky fáze γ (matrice)
$a_{\gamma'}$	parametr mřížky fáze γ' (precipitátu)
b	exponent únavové pevnosti
c	exponent únavové tažnosti
E	modul pružnosti
H	koeficient zpevnění
K'	koeficient únavového zpevnění
K_a	amplituda součinitele intenzity napětí
K_{th}	prahová hodnota součinitele intenzity napětí
l	délka trhliny
l_c	kritická délka trhliny
n'	exponent únavového zpevnění
N_f	počet cyklů do lomu
t	délka prodlevy
T_m	teplota tavení
V_H	součinitel plnosti smyčky
W	plocha smyčky
$[101]^p$	průmět směru do roviny snímku TEM fólie

9. VLASTNÍ PUBLIKACE

- [1] ŠMÍD, M., OBRTLÍK, K., PETRENEC, M.: Effect of tensile dwell on low cycle fatigue of cast superalloy Inconel 792-5A at 800 °C. *Key Engineering Materials*, 2012, vol. 488-489, s. 735-738.
- [2] ŠMÍD M., PETRENEC M., POLÁK J., OBRTLÍK K., CHLUPOVÁ A.: Analysis of Effective and Internal Cyclic Stress Components in the Inconel Superalloy Fatigued at Elevated Temperature. *Advanced Materials Research*, 2011, vol. 278, s. 393-398.
- [3] ŠMÍD, M., OBRTLÍK, K., PETRENEC, M., POLÁK, J., HRBÁČEK, K.: Fatigue properties of nickel-base superalloy inconel 792-5A at 800°C. In *Metal 2010 - 19th international conference on metallurgy and materials*. Ostrava: Tanger s.r.o, 2010. s. 1-6. ISBN 978-80-87294-15-4.
- [4] ŠMÍD, M., PETRENEC, M., Polák, J., OBRTLÍK, K.: Analýza tvaru hysterezních smyček lité niklové superslitiny únavově zatěžované při 800 °C. In *Letná škola únavy materiálů 2008*. Žilina: EDIS-Žilinská univerzita v Žilině, 2008. s. 190-194. ISBN 978-80-8070-888-7.
- [5] PETRENEC, M., ŠMÍD, M., KRUML, T., OBRTLÍK, K., POLÁK, J.: Low cycle fatigue of cast γ -TiAl based alloys at high temperature. *Key Engineering Materials*, 2011, vol. 452-453, s. 421-424.
- [6] PETRENEC, M., TESAŘOVÁ, H., BERAN, P., ŠMÍD, M., ROUPCOVÁ, P.: Comparison of low cycle fatigue of ductile cast irons with different matrix alloyed with nickel. *Procedia Engineering*, 2010, vol. 2, s. 2307-2316.
- [7] PETRENEC, M., ŠMÍD, M., POLÁK, J., OBRTLÍK, K.: Effect of elevated temperatures on the shape of hysteresis loop of nickel based superalloy. In *Assessment of reliability of materials and structures: Problems and solutions*. St. Petersburg : St. Petersburg's State Polytechnic University, 2008, s. 278-282. ISBN 978-5-7422-1856-2.
- [8] PETRENEC, M., ŠMÍD, M., OBRTLÍK, K., POLÁK, J.: Effect of Temperature on cyclic stress components of Inconel 738LC superalloy. In *Proceedings of 17th European Conference on Fracture*. Brno: VUT IUM Brno, 2008. s. 1358-1365. ISBN 978-80-214-3692-3.
- [9] PETRENEC, M., ŠMÍD, M., POLÁK, J.: Fatigue Life and Fracture of Cast Gamma TiAl Intermetallic Alloy at Room and Elevated Temperatures. In *Metal 2011 - 20th international conference on metallurgy and materials*, 2011, s. 969-974.

10. LITERATURA

- [1] SUZUKI, A., POLLOCK, T.M.: High-Temperature Strength and Deformation of γ/γ' Two-Phase Co–Al–W-Base Alloys. *Acta Materialia*, 2008, vol. 56, issue 6, s. 1288-1297.
- [2] DURAND-CHARRE, M.: *The Microstructure of Superalloys*. Amsterdam: Gordon & Breach science publisher, 1997.
- [3] SATO, J., OMORI, T., OIKAWA, K., OHNUMA, I., KAINUMA, R., ISHIDA, K.: Cobalt-Base High-Temperature Alloys. *Science*, 2006, vol. 312, s. 90-91.
- [4] SUZUKI, A., DENOLF, G.C., POLLOCK, T.M.: Flow Stress Anomalies in γ/γ' Two-Phase Co–Al–W-Base Alloys. *Scripta Materialia*. 2007, vol. 56, s. 385.
- [5] CHEVENARD, P.: Traitements thermiques des ferronickels complexes à deux constituans. *C.R. Académie des Sciences*, 1929, vol. 189, s. 846-847.
- [6] DONACHIE, M.J., DONACHIE, S.J.: *Superalloys – A Technical Guide, 2nd ed.*, ASM International, 2002, ISBN 0-087170-749-7.
- [7] PINEAU, A., ANTALOVICH, S.D.: High Temperature Fatigue of Nickel-Base Superalloys – A Review with Special Emphasis on Deformation Modes and Oxidation. *Engineering Failure Analysis*, 2009, vol. 16, s. 2668-2697.
- [8] HAKL, J., VLASÁK, T., LAPIN, J.: Creep Behaviour and Microstructural Stability of Cast Nickel Based Superalloy IN 792 – 5A, *Kovove materialy*, 2007, vol. 45, s. 177-188.
- [9] PETRENEC, M., OBRTLÍK, K., POLÁK, J.: High Temperature Low Cycle Fatigue of Superalloys Inconel 713LC and Inconel 792-5A. *Key Engineering Materials*, 2007, vol. 348-349, s. 101-104.
- [10] PETRENEC, M., OBRTLÍK, K., POLÁK, J., MAN, J.: Effect of Temperature on the Low Cycle Fatigue of Cast Inconel 792-5A. *Key Engineering Materials*, 2007, vol. 345-346, s. 383-386.
- [11] NĚMEC, K.: *Vliv podmínek zatěžování na strukturu a vlastnosti litých niklových superslitin. Dizertační práce*, 2005, VUT Brno.
- [12] BALUC, N., SCHÄUBLIN, R.: Weak Beam Transmission Electron Microscopy Imaging of Superdislocations in Ordered Ni_3Al . *Philosophical Magazine A*, 1996, vol. 20, no. 1, s. 113-136.
- [13] TAKEUCHI, S., KURAMOTO, E.: Temperature and Orientation Dependence of the Yield Stress in Ni_3Ga Single Crystals. *Acta Metallurgica*, 1973, vol. 21, s. 415-425.
- [14] PAIDAR, V., POPE, D.P., VITEK, V.: A Theory of the Anomalous Yield Behavior in L_{12} Ordered alloys. *Acta Metallurgica*, 1984, vol. 32, s. 435-448.
- [15] HIRSCH, P.B.: A New Theory of Anomalous Yield Stress in L_{12} Alloys. *Philosophical Magazine A*, 1992, vol. 65, s. 569-612.
- [16] SAADA, G., VEYSSIÈRE, P.: The Dissociation of a Screw Superdislocation in the L_{12} Structure. *Philosophical Magazine A*, 1992, vol. 66, s. 1081-1103.
- [17] KRUMML, T.: *Habitační práce – Habilitation à diriger der recherches*, 2002, Université de Poitiers.

-
- [18] YAMAGUCHI, M., UMAKOSHI, Y.: The Deformation Behaviour of Intermetallic Superlattice Compounds. *Progress in Materials Science*, 1990, vol. 34, s. 1-148.
- [19] MCANDREW, J.B., KESSLER, H.D.: Ti-36 pct Al as a base for high temperature alloys. *Journal of Metals*, 1956, vol. 8, s. 1348-1356.
- [20] AOKI, K., IZUMI, O.: Improvement in Room-Temperature Ductility of the L_{12} Type Intermetallic Compound Ni_3Al by Boron Addition. *Journal of Japan Institute of Metals*, 1979, vol. 43, s. 1190.
- [21] IMAYEV, R.M., IMAYEV, V.M., OEHRING, M., APPEL, F.: Alloy Design Concepts for Refined Gamma Titanium Aluminide Based Alloys. *Intermetallics*, 2007, vol. 15, s. 451-460.
- [22] ZHANG, W.J., CHEN, G.L., APPEL, F.: Effect of Nb Addition on the Phase Transformation of Gamma-TiAl Alloys. In: *Intermetallics and Superalloys: EUROMAT 99*, Weiheim: Wiley-VCH, 2000, Vol.10, s. 362-7.
- [23] KIM, Y.W., DIMIDUK, D.M.: Designing Gamma TiAl Alloys: Fundamentals, Strategy and Production. *Structural Intermetallics*, Warrendale (PA): TMS, 1997, s. 531-543.
- [24] APPEL, F., OEHRING, M., WAGNER, R.: Novel Design Concepts for Gamma-Base Titanium Aluminide Alloys. *Intermetallics*, 2000, vol. 8, s. 1283-1312.
- [25] KAWABATA, T., FUKAI, H., IZUMI, O.: Effect of Ternary Additions on Mechanical Properties of TiAl. *Acta Materialia*. 1998, vol. 46, No. 6, s. 2185-2194.
- [26] APPEL, F., WAGNER, R.: Microstructure and Deformation of Two Phase γ -Titanium Aluminides. *Material Science and Engineering*, 1998, vol. R22, s. 187-268.
- [27] BERTAUX, O., JOUIAD, M., THOMAS, M., HÉNAFF, G.: Microstructure – Low Cycle Fatigue Behaviour Relationships in a PM γ -TiAl Alloy. *Intermetallics*, 2006, vol. 14, s. 1130-1135.
- [28] MCCULLOUGH, C., VALENCIA, J.J., LEVI, C.G., MEHRABIAN, R.: Phase Equilibria and Solidification in Ti-Al Alloys. *Acta metallurgica*, 1989, vol. 37, s. 1321-1336.
- [29] APPEL, F., HECKEL, T.K., CHRIST, H.J.: Electron Microscope Characterization of Low Cycle Fatigue in a High-Strength Multiphase Titanium Aluminide Alloy. *International Journal of Fatigue*, 2010, vol. 32, s. 792-798.
- [30] HIRTH, J.P., LOTHE, J.: *Theory of Dislocations*. New York: Wiley, 1982, s.857. ISBN 0-89464-617-6.
- [31] PETRENEC, M.: Disertační práce – *Cyklická plasticita korozivzdorných ocelí – efektivní a interní napětí a dislokační uspořádání*, 2004, VUT Brno.
- [32] POLÁK, J.: *Cyclic Deformation, Crack Initiation and Low-Cycle Fatigue*. In: *Comprehensive Structural Integrity*, Oxford: Elsevier, 2003, vol. 4, s. 1-39.
- [33] POLÁK, J.: *Cyclic Plasticity and Low Cycle Fatigue Life of Metals*. 1.vyd., Praha/Amsterdam: Academia/Elsevier, 1991, vol.63, s. 316, ISBN 0-444-98839-4.
- [34] KLESNIL, M. LUKÁŠ, P.: *Fatigue of Metallic Materials*. Praha/Amsterdam: Academia/Elsevier, 1992, s. 270, ISBN 0-444-98723-1.
- [35] MUGHRABI, H.: The Cyclic Hardening and Saturation Behaviour of Copper Single Crystals. 1978, *Materials Science and Engineering*., vol. 33, s. 207-223.

-
- [36] MAN, J.: Disertační práce - *Porvrchový reliéf při nukleaci únavových trhlin v krystalických materiálech*. 1999, VUT Brno.
- [37] WATT, D.F., EMBURY, J.D., HAM, R.K.: The Relation between Surface and Interior Structures in Low-Amplitude Fatigue. *Philosophical Magazine*, 1968, vol. 17, s. 199 – 203.
- [38] MAN, J., OBRTLÍK, K., POLÁK, J.: Extrusions and Intrusions in Fatigued Metals. Part 1. State of the art and history. *Philosophical Magazine*, 2009, vol. 89, s. 1295 – 1336.
- [39] ANTONOPOULOS, J.G., BROWN, L.M., WINTER, A.T.: Vacancy Dipoles in Fatigued Copper. *Philosophical Magazine A*, 1976, vol. 34, s. 549 – 563.
- [40] BROWN, L.M., OGIN, S.L.: Role of internal stresses in the nucleation of fatigue cracks. In: *Fundamentals of Deformation and Fracture*, Cambridge University Press, Cambridge, 1985, s. 501.
- [41] ESSMANN, U., GÖSELE, U., MUGHRABI, H.: A Model of Extrusions and Intrusions in Fatigued Metals I. Point-Defect Production and the Growth of Extrusions. *Philosophical Magazine A*, 1981, vol. 44, s. 405 – 426.
- [42] POLÁK, J.: On the Role of Point Defects in Fatigue Crack Initiation. *Material Science and Engineering*, 1987, vol. 92, s. 71 – 80.
- [43] LIN, T.H., LIN, S.R., WU, X.Q.: Micromechanics of an Extrusion in High-Cycle Fatigue. *Philosophical Magazine A*, 1989, vol. 59, s. 1263 – 1276.
- [44] TANAKA, K., MURA, J.: A Dislocation Model for Fatigue Crack Initiation. *Journal of Applied Mechanics*, 1981, vol. 48, s. 97 – 103.
- [45] WOOD, W.A.: Formation of Fatigue Cracks. *Philosophical Magazine*, 1958, vol. 3, s. 692 – 699.
- [46] POLÁK, J., LIŠKUTÍN, P.: Nucleation and Short Crack Growth in Fatigued Polycrystalline Copper. *Fatigue Fracture of Engineering Materials Structure*, 1990, vol. 13, s. 119 – 133.
- [47] SURESH, S.: *Fatigue of Materials*. Cambridge: Cambridge university press, 1998, s. 679, ISBN-13 978-0-521-57847-9.
- [48] PINEAU, A., ANTOLOVICH, S.D.: High Temperature Fatigue of Nickel-Base Superalloys – A Review with Special Emphasis on Deformation Modes and Oxidation. *Engineering Failure Analysis*, 2009, vol. 16, s. 2668-2697.
- [49] OBRTLÍK, K., PETRENEC, M., MAN, J., POLÁK, J., HRBÁČEK, K.: Isothermal Fatigue Behavior of Cast Superalloy Inconel 792-5A at 23 and 900°C. *Journal of Material Science*, 2009, vol. 44, s. 3305-3314.
- [50] OBRTLÍK, K., CHLUPOVÁ, A., PETRENEC, M., POLÁK, J.: Low Cycle Fatigue of Cast Superalloy Inconel 738LC at High Temperature. *Key Engineering Materials*, 2008, vol. 385-387, s. 581-584.
- [51] PETRENEC, M., OBRTLÍK, K., POLÁK, J., MAN, J.: Effect of Temperature on the Low Cycle Fatigue of Cast Inconel 792-5A. *Key Engineering Materials*, 2007, vol. 345-346, s. 383-386.
- [52] OBRTLÍK, K., PETRENEC, M., MAN, J., POLÁK, J., HRBÁČEK, K.: Low Cycle Fatigue of Superalloy Inconel 792-5A at 23 and 900°C. In *Fatigue 2006: 9th International Fatigue Congress*, Elsevier, 2006.

-
- [53] PETRENEC, M., OBRTLÍK, K., POLÁK, J.: *Dislocation Arrangements in Cyclically Strained Inconel IN 713 LC*, In: Proc. of the 16th European Conf. of Fracture (ECF 16), Fracture of Nano and Engineering Materials and Structures, E.E. Gdoutos (ed.). Dordrecht, Springer, 2006, CD ROM, paper No. 525-pet.
- [54] ŠMÍD M., PETRENEC M., POLÁK J., OBRTLÍK K., CHLUPOVÁ A.: Analysis of Effective and Internal Cyclic Stress Components in the Inconel Superalloy Fatigued at Elevated Temperature. *Advanced Material Research*, 2011, vol. 278, s. 393-398.
- [55] OBRTLÍK, K., JULIŠ, M., MAN, J., PODRÁBSKÝ, T., POLÁK, J.: Extrusion and Intrusion Evolution in Cyclically Strained Cast Superalloy Inconel 738LC Using Confocal Laser Scanning Microscopy and AFM. *Journal of Physics: Conference Series*, 2010, vol. 240.
- [56] JULIŠ, M., OBRTLÍK, K., POSPIŠILOVÁ, S., PODRÁBSKÝ, T.: Surface Relief Evolution in Cast Superalloy Inconel 738LC Fatigue at Room Temperature. *Acta Metallurgica Slovaca*, 2007, vol. 13, s. 573-577,
- [57] JULIŠ, M.: Disertační práce - *Nízkocyklová únava vybraných niklových superslitin za vysokých teplot*. 2008, VUT Brno.
- [58] SASTRY, S.M.L., LIPSITT, H. A.: Fatigue Deformation of TiAl Based Alloys. *Metallurgical Transactions A – physical metallurgy and material science*, 1977, vol. 8, s. 299-308.
- [59] RECINA, V., KARLSSON, B.: High Temperature Low Cycle Fatigue Properties of Ti-48Al-2Cr-2Nb Gamma Titanium Aluminides Cast in Different Dimensions. *Scripta Materialia*, 2000, vol. 43, s. 609 – 615.
- [60] RECINA, V., KARLSSON B.: High Temperature Low Cycle Fatigue Properties of Ti-48Al-2W-0,5Si Gamma Titanium Aluminides. *Material Science and Engineering A*, 1999, vol. 262, s. 70 - 81.
- [61] BERTEAUX, O., JOUIAD, M., THOMAS, M., HÉNAFF, G.: Influence of Microstructure on Cyclic Deformation Mechanisms in a PM Ti-48Al-2Cr-2Nb Alloy. *Intermetallics*, 2006, vol. 14, s. 1130 – 1135.
- [62] NAKANO, T., YASUDA, H.Y., HIGASHITANAKA, N., UMAKOSHI, Y.: Anomalous Behavior of Cyclic Deformation and Fatigue Properties of TiAl PST Crystals under Constant Applied Stress. *Acta Materialia*, 1997, vol. 45, no. 11, s. 4807 – 4821.
- [63] UMAKOSHI, Y., YASUDA, H.Y., NAKANO, T.: Plastic Anisotropy and Fracture Behavior of Cyclically Deformed TiAl Polysynthetically Twinned Crystals. *Material Science and Engineering A*, 1995, vol. 192/193, s. 511 – 517.
- [64] UMAKOSHI, Y., YASUDA, H.Y., NAKANO, T., IKEDA, K.: Effect of Deformation Temperature on Fatigue and Fracture Behavior in TiAl Polysynthetically Twinned Crystals. *Metallurgical and Material Transactions A*, 1998, vol. 29A, s. 943 – 950.
- [65] UMAKOSHI, Y., YASUDA, H.Y., NAKANO, T.: The effect of orientation and lamellar structure on fatigue behavior of TiAl PST crystals. In *Strength of Materials*, 1994, ICSMA 10, Sendai, Japan.
- [66] JOUIAD, M., GLOANEC, A.L., GRANGE, M., HÉNAFF, G.: Cyclic Deformation Mechanisms in a Cast Gamma Titanium Aluminide Alloy. *Material Science and Engineering A*, 2005, vol. 400 – 401, s. 409 – 412.
- [67] GLOANEC, A.L., JOUIAD, M., BERTHEAU, D., GRANGE, M., HÉNAFF, G.: Low –Cycle Fatigue and Deformation Substructures in an Engineering TiAl Alloy. *Intermetallics*, 2007, vol. 15, s. 520 – 531.

-
- [68] APPEL, F., LORENZ, U., OEHRING, M., SPARKA, U., WAGNER, R.: Thermally Activated Deformation Mechanisms in Micro-Alloyed Two-Phase Titanium Aluminide Alloy. *Material Science and Engineering A*, 1997, vol. 233, s. 1 – 14.
- [69] YASUDA, H.Y., NAKANO, T., UMAKOSHI, Y.: Thermal Stability of Deformation Substructure of Cyclically Deformed TiAl PST Crystals. *Intermetallics*, 1996, vol. 4, s 289-298.
- [70] PARK, Y.S., NAM, S.W., HWANG, S.K., KIM, N.J.: The Effect of the Applied Strain Range on Fatigue Cracking in Lamellar TiAl Alloy. *Journal of Alloys and Compounds*, 2002, vol. 335, s. 216-223.
- [71] PETRENEC, M., POLÁK, J., BUČEK, P.: Cyclic Plasticity and Strain Localization in Cast γ -TiAl Based Alloy. *Procedia Engineering*, 2011, vol. 10, s. 1390-1395.
- [72] JHA, S.K., LARSEN, J.M., ROSENBERGER, A.H.: The Role of Competing Mechanisms in the Fatigue Life Variability of a Nearly Fully-Lamellar γ -TiAl Based Alloy. *Acta Materialia*, 2005, vol. 53, s. 1293 – 1304.
- [73] RODRIGUEZ, P., BHANU SANKARA RAO, K.: Nucleation and Growth of Cracks and Cavities under Creep-Fatigue Interaction. *Progress in Material Science*, 1993, vol. 37, s. 403 – 480.
- [74] GOSWAMI, T.: Low Cycle Fatigue – Dwell Effects and Damage Mechanisms. *International Journal of Fatigue*, 1999, vol. 21, s. 55 – 76.
- [75] GOSWAMI, T., HÄNNINEN, H.: Dwell Effects on High Temperature Fatigue Behavior Part I. *Materials and Design*, 2001, vol. 22, s. 199 – 215.
- [76] BHANU SANKARA RAO, K., MEURERB, H.P., SCHUSTER, H.: Creep-Fatigue Interaction of Inconel 617 at 950°C in Simulated Nuclear Reactor Helium. *Material Science and Engineering A*, 1988, vol. 104, s. 37 – 51.
- [77] HALES, R.: A Quantitative Metallographic Assessment of Structural Degradation of Type-316 Stainless Steel During Creep-Fatigue. *Fatigue of Engineering Materials and Structures*, 1980, vol. 3.
- [78] LORD, D.C., COFFIN, L.F.: Low-Cycle Fatigue Hold Time Behavior of Cast Rene 80. *Metallurgical Transactions*, 1973, vol.8, s. 1647 - 1654.
- [79] WEI, D.S., YANG, X.G.: Investigation and Modeling of Low Cycle Fatigue Behaviors of Two Ni-Based Superalloys under Dwell Conditions. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, 2009, vol. 86, s. 616 – 621.
- [80] NAZMY, M.Y.: High-Temperature Low-Cycle Fatigue of In 738 and Application of Strain Range Partitioning. *Metallurgical Transactions A – Physical Metallurgy and Material Science*, 1983, vol. 14, s. 449 – 461.
- [81] PINEAU A.: Fatigue and Creep-Fatigue Behavior of Ni-Base Superalloys: Microstructural and Environmental Effects. *In: Mechanical Behaviour of Materials at High Temperature*, 1996, s. 135 – 154.
- [82] KOBAYASHI, D., YOKOBORI, A.T., SUGIURA, R., FUJI, A.: Crack Growth Behavior of IN100 Alloy Using In-Situ Observational Methods under High Temperature Creep and Fatigue Conditions. *Materials Transactions*, 2010, vol. 51, s. 2201 – 2207.
- [83] WINSTONE, M.R., NIKBIN, K.M., WEBSTER, G.A.: Modes of Failure under Creep/Fatigue Loading of a Nickel-Based Superalloy. *Journal of Materials Science*, 1985, vol. 20, s. 2471 – 2476.

-
- [84] OKAZAKI, M., SAKAGUCHI, M., KAMMA, R.: Early Growth of Creep-Fatigue Small Cracks in an Advanced Cast Ni-Based Superalloys. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 2010, vol. 63, s. 259 – 263.
- [85] PRAKASH, D.G.L., WALSH, M.J., MACLACHLAN, D., KORSUNSKY, A.M.: Crack Growth Micro-Mechanisms in the IN718 Alloy under the Combined Influence of Fatigue, Creep and Oxidation. *International journal of fatigue*, 2008, vol. 31, s. 1966 – 1977.
- [86] LEE, S.Y., LU, Y.L., LIAW, P.K., CHOO, H. et al.: High-Temperature Tensile-Hold Crack-Growth Behavior of HASTELLOY X Alloy Compared to HAYNES 188 and HAYNES 230 Alloys. *Mechanics of time-dependent materials*, 2008, vol. 12, s. 31 – 44.
- [87] SADANANDA, K., SHAHINIAN, P.: Creep-Fatigue Crack Growth. In: *Cavities and Cracks in Creep and Fatigue*, 1981, London: Elsevier, s. 109- 195.
- [88] PARK, Y.S., NAM, S.W., HWANG, S.K.: Intergranular Cracking under Creep-Fatigue Deformation in Lamellar TiAl Alloy. *Materials Letters*, 2002, vol. 53, s. 392 – 399.
- [89] PARK, Y.S., AHM, W.S., NAM, S.W., HWANG, S.K.: The Enhancement of Low Cycle Fatigue Life by Carbon Addition in Lamellar TiAl Alloy. *Material Science and Engineering A*, 2002, vol. 336, s. 196 – 201.
- [90] KRUMML, T.: Kandidátská dizertace – *Dislokační struktury cyklicky deformovaných materiálů*. Brno.: Akademie věd České republiky, 1995.
- [91] BUČEK, P.: Diplomová práce – *Využití techniky orientovaných fólií v TEM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2009.
- [92] HAKL, J., VLASÁK, T., LAPIN, J.: Creep Behaviour and Microstructural Stability of Cast Nickel Based Superalloy IN 792-5A. *Metallic materials*, 2007, vol. 45, s. 177 – 188.
- [93] SCHWARTZ, A.J., KUMAR, M., ADAMS, B.L., ed.: *Electron Backscatter Diffraction in Material Science*, New York, Kluwer Academic/Plenum Publisher, 2000, s. 337.
- [94] STOLTZ, R.E., PINEAU, A.G.: Dislocation-Precipitate Interaction and Cyclic Stress-Strain Behavior of a γ' Strengthened Superalloy, *Materials Science and Engineering*, 1978, vol. 34, s. 275-284.
- [95] LERCH, B.A., JAYARAMAN, N., ANTOLOVICH, S.D.: A Study of Fatigue Damage Mechanisms in Waspaloy from 25°C to 800°C, *Materials Science and Engineering*, 1984, vol. 66, s. 151-166.
- [96] OBRTLÍK, K., PETRENEC, M., MAN, J., TOBIÁŠ J., POLÁK J.: Effect of Tensile Dwell on Low Cycle Fatigue of Cast Superalloy Inconel 713LC at 700°C. In *Proceedings of Sixth international conference on low cycle fatigue*. Deutscher Verband für Materialforschung und – prüfung e.V., Berlin, 2008.
- [97] ANTOLOVICH, S.D., LIU, S., BAUR, R.: Low Cycle Fatigue Behavior of René 80 at Elevated Temperature. *Metallurgical Transactions A*, 1981, vol. 12A, s. 473-481.
- [98] ANTOLOVICH, S.D., ROSA, E.: Low Cycle Fatigue of René 77 at Elevated Temperatures. *Materials Science and Engineering*, 1981, vol. 47, s. 47-57.
- [99] SHI, D., LIU, J., YANG, X., QI, H., WANG, J.: Experimental Investigation on Low Cycle Fatigue and Creep-Fatigue Interaction of DZ125 in Different Dwell time at Elevated temperatures. *Materials Science and Engineering A*, 2010, vol. 528, s. 233-238.

-
- [100] YU, J., SUN, X., JIN, T., ZHAO, N., GUAN, H., HU, Z.: High Temperature Creep and Low Cycle Fatigue of a Nickel-Base Superalloy, *Materials Science and Engineering A*, 2010, vol. 527, s. 2379-2389.
- [101] BECK, T., PITZ, G., LANG, K-H., LÖHE, D.: Thermal-Mechanical and Isothermal Fatigue of IN 792 CC, *Materials Science and Engineering A*, 1997, vol. 234-236, s. 719-722.
- [102] WAHI, R.P., AUERSWALD, J., MUKHERJI, D., DUDKA, A., FECHT, H.-J., CHEN, W.: Damage Mechanisms of Single and Polycrystalline Nickel Base Superalloy SC16 and IN738LC under high temperature LCF loading, *International Journal of Fatigue*, 1997, vol. 19, s. 89 – 94.
- [103] YANDT, S., SEO, D., AU, P., TSUNO, N., SATO, A.: Effect of Compressive Dwells on Low Cycle Fatigue Behaviour of Nickel Base Single Crystal Alloy at 1100°C. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 2011, vol. 50, s. 303-310.
- [104] DOWLING, N.E.: Mean Stress Effects in Stress-Life and Strain-Life Fatigue," *Fatigue 2004: Second SAE Brasil International Conference on Fatigue*, São Paulo, Brasil, Society of Automotive Engineers, 2004, Paper No. 2004-01-2227.
- [105] LI, S.X., SMITH, D.J.: Development of an Anisotropic Constitutive Model for Single-Crystal Superalloy for Combined Fatigue and Creep Loading. *International Journal of Mechanical Sciences*, 1998, vol. 40, s. 937-948.
- [106] CHEN, L.J., YAO, G., TIAN, J.F., WANG, Z.G., ZHAO, H.Y.: Fatigue and Creep-Fatigue Behavior of Nickel-Base Superalloy at 850°C, *International Journal of Fatigue*, 1998, vol. 20, s. 543-548.
- [107] ZHANG, J.X., HARADA, H., RO, Y., KOIZUMI, Y., KOBAYASHI, T.: Thermomechanical Fatigue Mechanism in Modern Single Nickel Base Superalloy TMS-82. *Acta materialia*, 2008, vol. 56, p. 2975-2987.
- [108] LEE, D.H., NAM, W.S., CHOE, S.J.: Effect of Microstructure and Relaxation Behavior on the High Temperature Low Cycle Fatigue of Near- α -Ti-1100. *Materials Science and Engineering A*, 2000, vol. 291, s. 60-67.
- [109] LUKÁŠ, P., OBRTLÍK, K., KUNZ, L., ČADEK, J.: Fatigue and Creep of Superalloy Single Crystals CMSX-4. *Kovové Materiály*, 1998, vol. 36, s. 205-212.
- [110] MUGHRABI, H.: Microstructural Aspects of High Temperature Deformation of Monocrystalline Nickel Base Superalloy: Some open problems. *Material Science and Technology*, 2009, vol. 25, s. 191-204.
- [111] ŠMÍD, M., OBRTLÍK, K., PETRENEC, M., POLÁK, J., HRBÁČEK, K.: Fatigue Properties of Nickel-base Superalloy Inconel 792-5A at 800°C. Sborník z konference *Metal 2010 - 19th international conference on metallurgy and materials*. Ostrava: Tanger s.r.o, 2010. s. 1-6.
- [112] KUNZ, L., LUKÁŠ, P., KONEČNÁ, R.: High-cycle Fatigue of Ni-Base Superalloy Inconel 713LC. *International Journal of Fatigue*, 2010, vol. 32, s. 908-913.
- [113] McMAHON, C.J., COFFIN, Jr., L.F.: Mechanisms of Damage and Fracture in High-Temperature, Low-Cycle Fatigue of a Část Nickel-Base Superalloy. *Metallurgical transactions*, 1970, vol. 1, s. 3443-3450.
- [114] COFFIN, Jr., L.F.: The Effect of Frequency on the Cyclic Strain and Fatigue Behavior of Cast René at 1600°F. *Metallurgical transactions*, 1974, vol. 5, s. 1053-1060.

-
- [115] HE, L.Z., ZHENG, Q., SUN, X.F., GUAN, H.R., HU, Z.Q., TIEU, A.K., LU, C., ZHU, H.T.: High Temperature Low Cycle Fatigue Behavior of Ni-base Superalloy M963. *Materials Science and Engineering A*, 2005, vol. 402, s. 33-41.
- [116] CHU, Z., YU, J., SUN, X., GUAN, H., HU, Z.: High Temperature Low Cycle Fatigue Behavior of a Directionally Solidified Ni-base superalloy DZ951. *Materials Science and Engineering A*, 2008, vol. 488, s. 389-397.
- [117] GELL, M., LEVERANT, G.R.: Mechanisms of High-Temperature Fatigue, In *Fatigue at elevated temperatures*, ASTM, West Conshohocken, PA, 1973, s. 37-67.
- [118] WEI, R.P., HUANG, Z.: Influence of Dwell Time on Fatigue Crack Growth in Nickel-base Superalloys. *Materials Science and Engineering A*, 2002, vol. 336, s. 209-214.
- [119] MILLIGAN, W.W., ANTOLOVICH, S.D.: Yielding and Deformation Behavior of Single Crystal Superalloy PWA 1480. *Metallurgical Transactions A*, 1987, vol. 18, s. 85-95.
- [120] BETTGE, D., ÖSTERLE, W.: "Cube Slip" in Near-[111] Oriented Specimens of a Single-crystal Nickel-base Superalloy. *Scripta Materialia*, 1999, vol. 40, s. 389-395.
- [121] PHILLIPS, P.J., UNOCIC, R.R., KOVARIK, L., MOURER, D., WEI, D., MILLS, M.J.: Low Cycle Fatigue of a Ni-based superalloy: Non-planar Deformation. *Scripta Materialia*, 2010, vol. 62, s. 790-793.
- [122] OROWAN, E.: Dislocations and Mechanical Properties. In COHEN, E. (ed.). *Dislocations in Metals*. New York: AIME, 1954, s. 69-197.
- [123] ZHOU, H., RO, Y., HARADA, H., AOKI, Y., ARAI, M.: Deformation Microstructures after Low-Cycle Fatigue in a Forth-Generation Ni-Base SC Superalloy TMS-138. *Materials Science and Engineering A*, 2004, vol. 381, s. 20-27.
- [124] BRIEN, V., DÉCAMPS, B.: Low Cycle Fatigue of a Nickel Based Superalloy at High Temperature: Deformation Microstructures. *Materials Science and Engineering A*, 2001, vol. 316, s. 18-31.
- [125] KRUMML, T., PETRENEC, M., OBRTLÍK, K., POLÁK, J., BUČEK, P.: Influence of Niobium Alloying on the Low Cycle Fatigue of Cast TiAl Alloys at Room and High Temperatures. *Procedia engineering*, 2010, vol. 2, s. 2297-3005.
- [126] RECINA, V.: High Temperature Low Cycle Fatigue Properties of Two Cast Gamma Titanium Aluminide Alloys with Refined Microstructure. *Material Science and Engineering A*, 2000, vol. 16, s. 333-340.
- [127] GLOANEC A.L., HÉNAFF, G., JOUIAD, M., BERTHEAU, D., BELAYGUE, P., GRANGE, M.,: Cyclic Deformation Mechanisms in a Gamma Titanium Aluminium Alloy at Room Temperature. *Scripta Materialia*, 2005, vol. 52, s. 107-111.
- [128] ZHANG, W.J., LIU, Z.C., CHEN, G.L., KIM, Y.W.: Deformation Mechanisms in High-Nb Containing Gamma-TiAl Alloy at 900 °C. *Material Science and Engineering A*, 2000, vol. 271, s. 416-423.
- [129] YAMAGUCHI, M., ZHU, H., SUZUKI, M., MARUYAMA, K., APPEL, F.: Importance of Microstructural Stability in Creep Resistance of Lamellar TiAl Alloys. *Material Science and Engineering A*, 2008, vol. 483-484, s. 517-520.
- [130] HUANG, Z.W., VOICE, W.E., BOWEN, P.: Thermal Stability of Ti-46Al-5Nb-1W Alloy, *Material Science and Engineering A*, 2002, vol. 329-331, s. 435-445.

-
- [131] HUANG, Z.W., ZHU, D.G.: Thermal Stability of Ti-44Al-8Nb-1B Alloy, *Intermetallics*, 2008, vol. 16, s. 156-167.
- [132] HU, D., GODFREY, A.B., LORETTO M.H.: Thermal Stability of a Fully Lamellar Ti-48Al-2Cr-2Nb-1B Alloy. *Intermetallics*, 1998, vol. 6, s. 413-417.
- [133] MALAKONDOIAH, G., NICHOLAS, T.: High Temperatu Low-Cycle Fatigue of a Gamma Titanium Aluminide Alloy Ti-46Al-2Nb-2Cr. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1996, vol. 27, s. 2239-2251.
- [134] YASUDA, H.Y., NAKANO, T., UMAKOSHI, Y.: Cyclic Deformation Behaviour of Ti-Al Alloys Containing Oriented Lamellae. *Philosophical Magazine A*, 1995, vol. 71, s. 127-138.
- [135] ZHOU, Y., WANG, J.Q., ZHANG, B., KE, W., HAN, E.H.: High-Temperature Fatigue Property of Ti46Al8Nb Alloy with the Fully Lamellar Microstructure. *Intermetallics*, 2012, vol. 24, s. 7-14.
- [136] MABRU, C., BERTHEAU, D., PAUTROT, S., PETIT, J., HÉNAFF, G.: Influence of Temperature and Environment on Fatigue Crack Propagation in a TiAl-Based Alloy, *Engineering Fracture Mechanics*, 1999, vol. 64, s. 23-47.