



**VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ**

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

**FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ**

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

**ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ**

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

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

BASIC MECHANISM OF FATIGUE AND COMBINED FATIGUE-CREEP

DAMAGE OF NI-BASED SUPERALLOYS MAR-M 247 AND IN 713LC

Zkrácená verze Ph.D. Thesis

**AUTOR PRÁCE**

AUTHOR

Ing. Vít Horník

**ŠKOLITEL**

SUPERVISOR

prof. RNDr. Ludvík Kunz, CSc.

BRNO 2020

## Klíčová slova

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

## Keywords

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

## Místo uložení práce

Vysoké učení technické v Brně  
Fakulta strojního inženýrství  
Technická 2896/2  
616 69 Brno

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



© Vít Horník, 2020

Ústav materiálových věd a inženýrství

Fakulta strojního inženýrství

Vysoké učení technické v Brně

a

Ústav fyziky materiálů

Akademie věd České republiky, v. v. i.

Brno

*hornik@ipm.cz*

ISBN 80-214-XXX

ISSN 1213-4198

# OBSAH

1	ÚVOD.....	1
1.1	Mechanismy únavového a creepového poškození superslitin .....	1
1.2	Interakce únava – creep niklových superslitin .....	4
2	CÍLE PRÁCE .....	5
3	METODIKA ŘEŠENÍ.....	6
3.1	Experimentální materiál .....	6
3.1.1	<i>Inconel 713LC</i> .....	6
3.1.2	<i>MAR-M 247</i> .....	7
3.2	Popis experimentálního zařízení a experimentu.....	8
4	VYBRANÉ VÝSLEDKY .....	10
4.1	Únavové chování superslitiny MAR-M 247 .....	10
4.2	Chování superslitiny MAR-M 247 při interakci únava-creep.....	12
4.3	Mechanismus poškození.....	16
4.3.1	<i>Mechanismus poškození během únavového namáhání superslitiny MAR-M 247</i> .....	16
4.3.2	<i>Mechanismus poškození během creepového namáhání superslitiny MAR-M 247</i> .....	19
4.3.3	<i>Mechanismus kombinovaného poškození únava-creep superslitiny MAR-M 247</i> .....	20
5	ZÁVĚRY .....	24
6	SEZNAM LITERATURY .....	27
7	CURRICULUM VITAE .....	28
8	ABSTRACT .....	30



# 1 ÚVOD

Superslitiny jsou materiály vyznačující se dlouhodobou vysokou pevností a korozní odolností za teplot nad 650 °C. Podle majoritních kovů se superslitiny dělí do dvou základních skupin, a to na superslitiny na bázi niklu (příp. niklu a železa) a superslitiny na bázi kobaltu. Superslitiny na bázi niklu a železa se zpevňují precipitací intermetalické fáze a karbidy [1]. Využívají se v mnoha oblastech, například v chemickém průmyslu (korozní odolnost), energetických zařízeních, vesmírné technice a automobilovém průmyslu. Dominantní postavení mají ve výrobě turbodmýchadel a lopatek pro letecké motory a plynové turbíny.

Součásti leteckých motorů a plynových turbín jsou vystaveny různým druhům vzájemně interagujících způsobů namáhání. Při náběhu („start up“ efekt) a vypnutí („shut down“ efekt) leteckých motorů a plynových turbín je charakteristická změna teploty vedoucí ke změně fyzikálních a materiálových vlastností a současně k působení složitého silového namáhání. Během stacionárního provozu jsou lopatky turbín namáhány vysokou teplotou a vysokým středním napětím  $\sigma_m$ , způsobeným odstředivou silou působící na lopatky, a také vysokofrekvenční amplitudou napětí  $\sigma_a$ , která je způsobena vibracemi lopatek (až tisíce Hz, v závislosti na otáčkách, geometrii lopatky aj. [2]). Při provozu leteckých a plynových turbín tedy dochází k interakci vysokocyklové únavy a creepu.

Obecně platí, že životnost materiálu s rostoucí cyklickou složkou  $\sigma_a$  při stejném středním napětí  $\sigma_m$  klesá. U některých niklových superslitin však byla pozorována anomálie, kdy s rostoucí amplitudou napětí životnost při interakci únava-creep roste. V určitém rozmezí má tedy rostoucí amplituda napětí, při stejném středním napětí, pozitivní vliv na životnost materiálu. Je to dáno rozdílným mechanismem poškození při únavě a creepu, které se mohou při vzájemné interakci výrazně ovlivňovat. Vliv kombinovaného namáhání vysokocyklovou únavou a creepem na životnost niklových superslitin není ještě příliš dobře popsán, přestože první experimentální poznatky byly získány již před řadou desetiletí, např. na slitinách Nimonic 80A a Nimonic 90 [3].

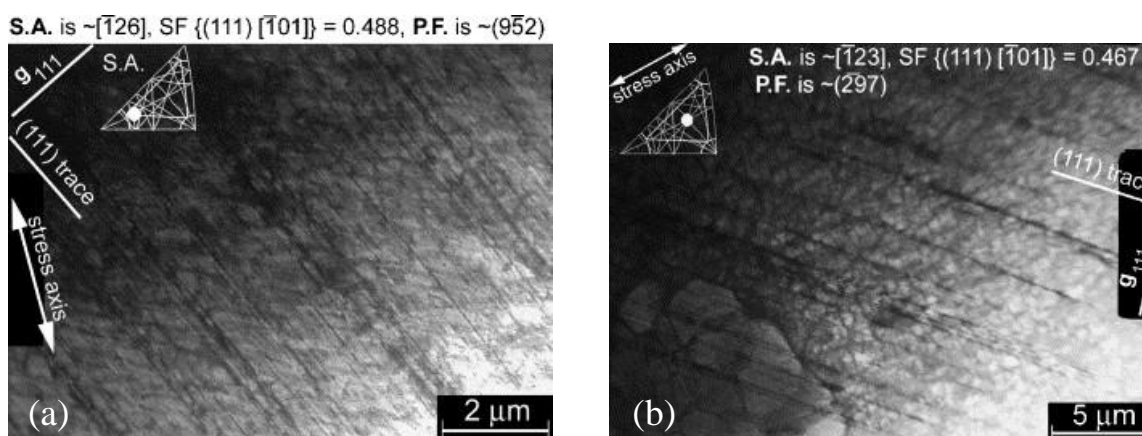
Předložená práce se zabývá odezvou niklových superslitin na únavové namáhání a na namáhání, při kterém se projevuje interakce poškození únava-creep. Cílem práce je charakterizace a porovnání únavového chování superslitin MAR-M 247 a IN 713LC při teplotách 800, 900 a 950 °C, a popis chování těchto superslitin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

## 1.1 MECHANISMY ÚNAVOVÉHO A CREEPOVÉHO POŠKOZENÍ SUPERSLITIN

Ačkoliv jsou niklové superslitiny precipitačně zpevněné, při teplotách v řádu stovek stupňů se v počátcích únavového zatěžování většinou cyklicky zpevňují. To je dáno rozhraním  $\gamma / \gamma'$  (matrice / precipitát), na kterém se zvyšuje hustota dislokací.

Vlivem hustoty dislokací vznikají komplikované dislokační sítě. Důsledkem toho se ve struktuře utvářejí skluzové pásy a persistentní skluzové pásy (PSB). Niklové superslitiny však také obsahují disperzně rozptýlené jemné precipitáty, které zhoršují průchod dislokací materiálem. Proto jsou vzniklé PSB pozorovatelné především ve formě tenkých rovinných pásů jak v materiálu, tak i ve formě vytvořeného reliéfu na povrchu namáhaného tělesa (persistentní skluzové stopy). PSB jsou orientovány v nejhustěji obsazených rovinách (skluzový systém  $\{111\}$ ) a procházejí jak přes matici  $\gamma$ , tak i přes precipitáty  $\gamma'$  [4-6]. Vytvořením velkého množství PSB se dosáhne saturevaného stavu superslitiny (nedochází k dalšímu cyklickému zpevnění / změkčení). S pokračujícím cyklickým zatěžováním se z perzistentních skluzových pásů iniciují únavové mikrotrhliny, které postupně srůstají, a vznikne tak magistrální trhlina, která se dále šíří materiálem.

Za teplot od cca 700 °C se odezva niklových superslitin vůči cyklickému namáhání příliš nemění. Cyklické zpevnění se na počátku únavového zatěžování v porovnání s nízkoteplotním zatěžováním téměř nevyskytuje a v průběhu celé zkoušky se vlastnosti materiálu nemění nebo materiál mírně cyklicky změkčuje. To je zapříčiněno zvýšenou teplotou, která usnadňuje průchod dislokací materiálem (snadnější příčný skluz a šplh dislokací). Důsledkem zvýšené mobility dislokací je v zatěženém materiálu snížena dislokační hustota. Menší množství dislokací ve struktuře má za následek menší počet vytvořených PSB v porovnání s materiálem namáhaným za nižších teplot [7]. Tento jev je viditelný na obr. 1, kde jsou zobrazeny dislokační struktury cyklicky zatěžované superslitiny IN 713LC při teplotách 500 a 800 °C.

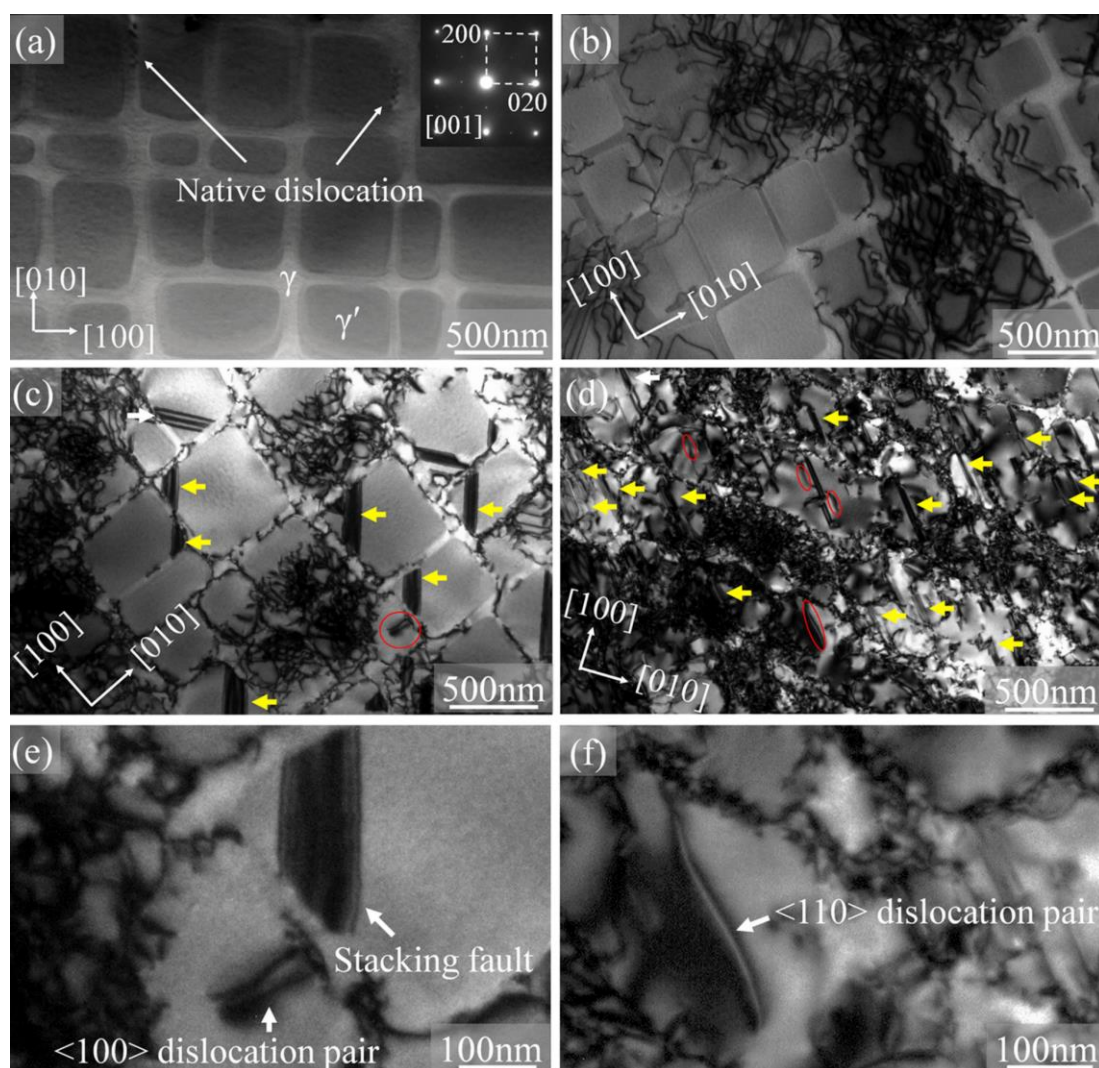


Obr. 1 TEM snímky dislokačních struktur v orientovaných PSB superslitiny IN 713LC při teplotě 500 °C při  $\epsilon_a = 0.7\%$  (a) a 800 °C při  $\epsilon_a = 0.8\%$  (b); S.A. – osa namáhání (stress axis), S.F. – Schmidův faktor (Schmid factor), P.F. – rovina fólie (plane of the foil). Převzato z [5].

Z obrázků je patrné jednak usměrnění PSB do rovin vhodně orientovaných vůči ose namáhání a jednak úbytek skluzových pásů s rostoucí teplotou. Únavové vlastnosti těles zatěžených při vyšší teplotě (zde 800 °C) by tak mohly být lepší (menší počet PSB = menší počet míst vhodných pro iniciaci trhlin) v porovnání s tělesy cyklovanými při nižší teplotě (zde 500 °C), avšak při vyšší teplotě je zde ještě negativní ovlivnění oxidací povrchu. Nerovnost povrchu zapříčiněná jeho oxidací

poskytuje v důsledku koncentrace napětí vhodná místa pro rychlejší iniciaci únavových trhlin [5, 7].

V porovnání s jinými materiály dosahují niklové superslitiny velmi dobré odolnosti vůči creepovému poškození. Tato odolnost je dána strukturou, tvořenou především maticí  $\gamma$  a zpevňujícími koherentními precipitáty  $\gamma'$ . Za účelem zvýšení creepové odolnosti obsahují moderní niklové superslitiny ve struktuře až okolo 70 % precipitátů  $\gamma'$  [8]. Pro zajištění lepších creepových vlastností polykrystalických niklových superslitin je voleno chemické složení tak, aby se po hranicích zrn vyloučily jemné stabilní karbidy a boridy, které budou tyto hranice více stabilizovat. Vysokým obsahem precipitátů a zpevněním hranic zrn bylo dosaženo vysoké creepové odolnosti polykrystalických superslitin.



Obr. 2 TEM snímky rozvoje dislokační struktury monokrystalické niklové superslitiny v orientaci  $[001]$  během creepového namáhání za teploty  $750\text{ }^{\circ}\text{C}$  tahovým napětím  $750\text{ MPa}$ , tvorba dislokací, vrstevných chyb a antifázového rozhraní.

- (a): výchozí stav po tepelném zpracování; (b): po 2 h creepového namáhání;  
(c): po 100 h creepového namáhání; (d): tělesa porušeného po 1450 h creepového namáhání; (e): detail dislokačního páru (dislocation pair) a vrstevné chyby (stacking fault) z obrázku (c) – kroužek; (f): detail dislokačního páru z obrázku (d). Převzato z [9].

Rozvoj dislokační struktury v závislosti na čase v monokrystalické Ni superslitině během creepového namáhání tahovým napětím 750 MPa za teploty 750 °C je zobrazen na obr. 2. Ve výchozím stavu po tepelném zpracování se v mikrostruktuře superslitiny vyskytuje jen velmi malé množství dislokací, obr. 2 a). Už po dvou hodinách creepového namáhání, obr. 2 b), se v mikrostruktuře vyskytuje velké množství nových dislokací, koncentrovaných především v matici  $\gamma$  a na rozhraní  $\gamma/\gamma'$  (matrice / precipitát). Obrázek 2 c) zobrazuje dislokační strukturu po 100 h creepového namáhání. Dislokační hustota opět vzrostla. Ačkoliv se většina dislokací stále vyskytuje v matici  $\gamma$  a na rozhraní  $\gamma/\gamma'$ , v precipitátech  $\gamma'$  se vytvořilo mnoho vrstevných chyb (označeno šipkami). Detail vrstevné chyby a dislokačního páru (v kroužku na obr. 2 c)) je ukázán na obr. 2 e). Dislokační struktura tělesa, porušeného creepovým namáháním při času do lomu 1450 h, je zobrazena na obr. 2 d). Oproti předchozím stavům dislokační hustota a množství vrstevných chyb významně vzrostlo, tím byla umožněna creepová deformace. Mimo zvýšení množství vrstevných chyb (označeno šipkami) se zvýšil také počet dislokačních párů (označeno elipsami), jejichž detail je na obr. 2 f) [9].

## 1.2 INTERAKCE ÚNAVA – CREEP NIKLOVÝCH SUPERSLITIN

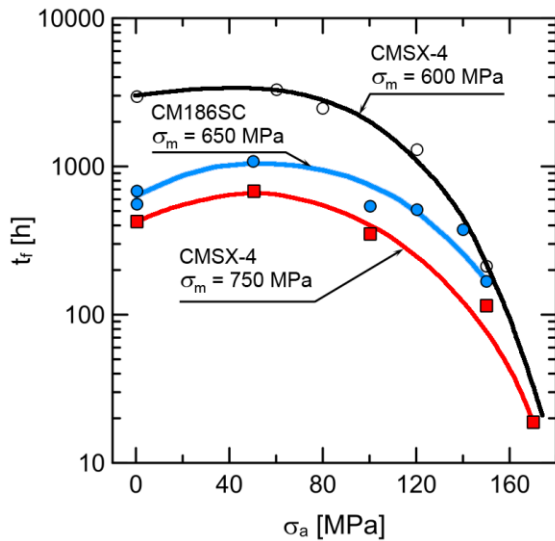
Kombinovaným namáháním interakcí vysokocyklová únava-creep u niklových superslitin se zabývá několik prací [3, 10-15], ve kterých byly pozorovány velké rozdíly v chování a odolnosti různých typů superslitin vůči tomuto druhu namáhání.

Příkladem materiálů, které jsou pozitivně citlivé (zvýšení životnosti) na přidanou malou složku cyklického namáhání, jsou monokrystalické niklové superslitiny CMSX-4 a CM186SC [13] (obr. 3 – do  $\sigma_a = 60$  MPa životnost roste), vysokofrekvenčně (90 – 95 Hz) zatěžované v orientaci  $\langle 001 \rangle$ . V důsledku vysoké frekvence namáhání dochází ke ztíženému pohybu dislokací v materiálu a ke zpomalení creepové deformace. Malá amplituda napětí není dostatečná ke změně mechanismu poškození z creepového na únavový, a tak snížení creepové deformace v důsledku vysoké frekvence namáhání vede k prodloužení životnosti součásti.

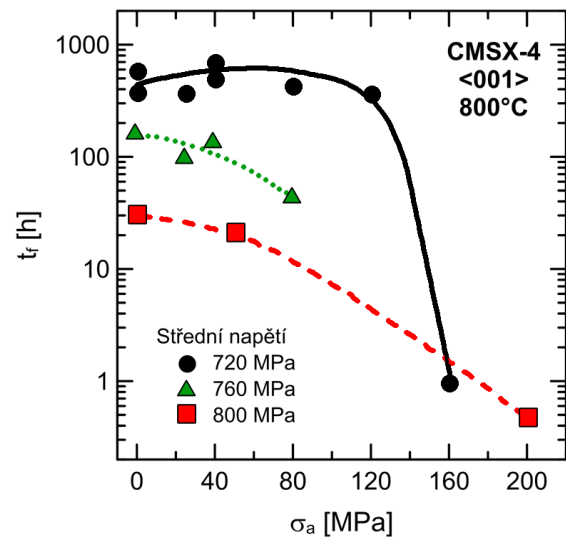
Při velkém středním napětí je efekt bránění pohybu dislokací vysokofrekvenčními vibracemi potlačen a doba do lomu klesá pro všechny amplitudy zatěžování. To je viditelné i na výše zmíněné monokrystalické superslitině CMSX-4, obr. 4, zatěžované v orientaci  $\langle 001 \rangle$ , kde pro střední napětí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

I když byl pozitivní vliv superponované složky cyklického napětí pozorován nejen na monokrystalech superslitin, ale mnohem dříve také na jiných slitinách [3, 14], není to běžný jev. Změna mechanismu poškození z creepového na únavový v důsledku kombinovaného namáhání není ještě příliš popsána. Pro vysvětlení chybí dostatek pozorování a dat. Aby se projevil creepový mechanismus poškození, musejí být v materiálu umožněny dislokační a difuzní procesy, kterých se dosáhne dlouhým časem zatěžování, zvýšenou teplotou nebo vyšším působícím napětím. Tyto zkoušky

jsou tedy velmi časově i finančně náročné. Proto je jedním z cílů této práce právě hlubší popis těchto mechanismů.



Obr. 3 Závislost doby do lomu na amplitudě napětí superponované na středním napětí u těles z CMSX-4 a CM186LC s obvodovým vrubem,  $T = 850^\circ\text{C}$ . Převzato z [13].



Obr. 4 Závislost času do lomu na amplitudě napětí pro 3 různá střední napětí: 720, 760 a 800 MPa, u těles z CMSX-4 s orientací  $\langle 001 \rangle$ ,  $T = 800^\circ\text{C}$ . Převzato z [11].

## 2 CÍLE PRÁCE

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

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

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

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

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

### 3 METODIKA ŘEŠENÍ

#### 3.1 EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL

##### 3.1.1 Inconel 713LC

Experimentální polykrystalická superslitina IN 713LC byla dodána společností PBS Velká Bíteš a.s. ve formě předlitých tyčí. Předlité tyče byly vyrobeny ve třech variantách:

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

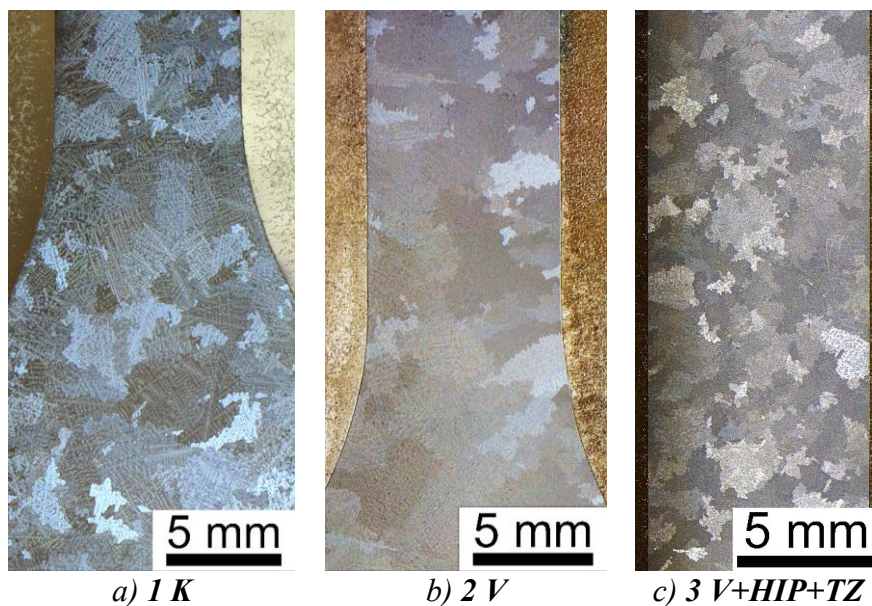
První varianta (**1 K**) byla použita pro únavové a únava-creep zkoušky, druhá (**2 V**) a třetí (**3 V+HIP+TZ**) byla použita pouze pro únavové zkoušky. Chemické složení superslitiny IN 713LC je uvedeno v tabulce 1.

*Tabulka 1. Chemické složení niklových superslitin IN 713LC a MAR-M 247 [hm. %] (dodáno výrobcem PBS Velká Bíteš a.s.).*

	C	Cr	W	Co	Mo	Al	Ti	Ta	Nb	Hf	B	Zr	Ni
IN 713LC	0,06	12,40	-	0,10	4,11	5,52	0,66	<0,02	2,27	-	0,01	0,08	zb.
MAR-M 247	0,15	8,50	9,85	9,77	0,74	5,50	1,02	3,01	0,05	1,31	0,015	0,037	zb.

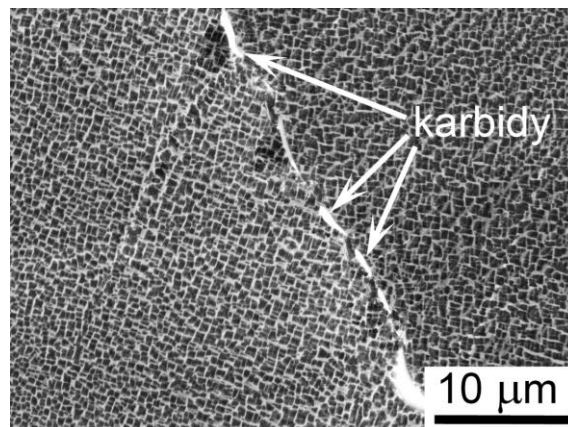
Struktura niklové superslitiny IN 713LC je ve všech třech stavech tvořena hrubými dendritickými zrny. Na obr. 5 je ukázána makrostruktura zkušebních těles jednotlivých variant pro únavové zkoušky (**1 K**, **2 V**, **3 V+HIP+TZ**) a zkoušky s interakcí únava-creep (**1 K**). Průměrná velikost zrna, stanovená pomocí lineární metody, je 1,0 mm pro tělesa z tavby **1 K**, 1,3 mm pro tělesa z tavby **2 V** a 0,7 mm pro tělesa z tavby **3 V+HIP+TZ**. Průměrná velikost SDAS parametru je  $88 \pm 17$  μm pro tělesa z tavby **1 K**,  $82 \pm 19$  μm pro tělesa z tavby **2 V** a  $41 \pm 12$  μm pro tělesa z tavby **3 V+HIP+TZ**. Slévárenské vady, jako například staženiny (řediny), se nejčastěji vyskytují v blízkosti hranic zrn a mezidendritických prostor, a byly

pozorovány na podélných řezech u variant **1 K** a **2 V**. Ve struktuře varianty **3 V+HIP+TZ** nebyly defekty pozorovány.



Obr. 5 Makrostruktury zkušebních těles jednotlivých variant ze superslitiny IN 713LC – řez zkušebními tělesy; SM.

Superslitina ve všech případech obsahuje přibližně 53 % objemového podílu precipitátů  $\gamma'$ . Mikrostruktura je poměrně homogenní, tvořena maticí  $\gamma$ , jemnými kubickými precipitáty  $\gamma'$ , eutektikem  $\gamma/\gamma'$ , a dále pak jemnými karbidy a boridy rozmístěnými v matici, v mezidendritických prostorách a po hranicích zrn, obr. 6.



Obr. 6 Detail mikrostruktury tavby **1 K** superslitiny IN 713LC a přítomnost karbidů po hranici zrn; REM.

### 3.1.2 MAR-M 247

Polykrystalická niklová superslitina MAR-M 247 byla pro výrobu zkušebních těles dodána společností PBS Velká Bíteš a.s. ve formě předlitých tyčí. Chemické složení superslitiny, dodané výrobcem, je uvedeno v tabulce 1. Lící teplota superslitiny do předem rozehrátých skořepinových forem byla  $1360 \pm 10$  °C.

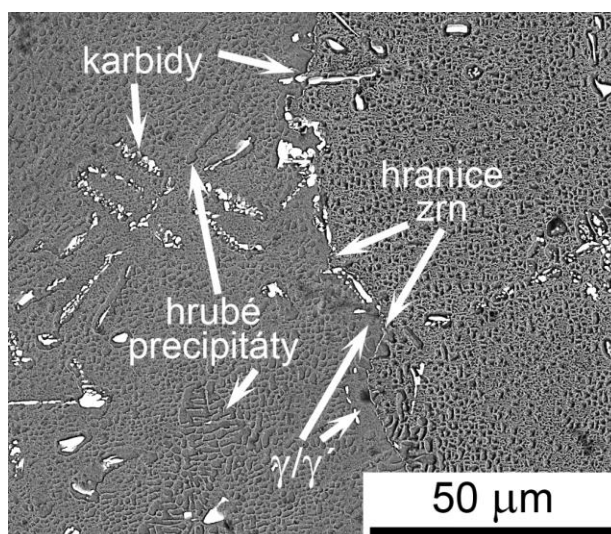
Po odlití byly předlité tyče zpracovány HIPováním, prováděným za teploty 1200 °C a tlaku 100 MPa po dobu 4 h. Poté následovalo dvoustupňové tepelné zpracování

předlitých tyčí, skládající se z rozpouštěcího žíhání při 1200 °C po dobu 2 h s ochlazením na vzduchu a z precipitačního žíhání při 870 °C po dobu 24 h s následným ochlazením na vzduchu. Tepelné zpracování bylo shodné se zpracováním tavby **3 V+HIP+TZ** superslitiny IN 713LC.

Výsledná struktura MAR-M 247 je tvořena hrubými dendritickými zrny, obr. 7 a). Průměrná velikost zrna, stanovená pomocí lineární metody, je 2,49 mm. Průměrná velikost SDAS parametru je  $43 \pm 10 \mu\text{m}$ . Mikrostruktura je heterogenní, tvořena maticí  $\gamma$ , hrubými kulovitými a jemnými kubickými precipitáty  $\gamma'$  s vysokým objemovým podílem ve struktuře, okolo 60 %, a dále pak (kvůli vysokému obsahu uhlíku) hrubými i jemnými karbidy a boridy rozmístěnými v precipitátech, v matici, v mezidendritických prostorech a po hranicích zrn, obr. 7 b).



a) Makrostruktura – řez zkušebním tělesem; SM.



b) Detail mikrostruktury a přítomné mikrostrukturní součásti; REM.

Obr. 7 Struktura superslitiny MAR-M 247.

Pro porovnání únavových vlastností a struktury niklové superslitiny MAR-M 247 byly kromě předlitých tyčí dodány i reálné komponenty – statorové lopatky, používané v plynových turbínách. Lopatky byly odlity a tepelně zpracovány za stejných podmínek, jako předlité tyče.

### 3.2 POPIS EXPERIMENTÁLNÍHO ZAŘÍZENÍ A EXPERIMENTŮ

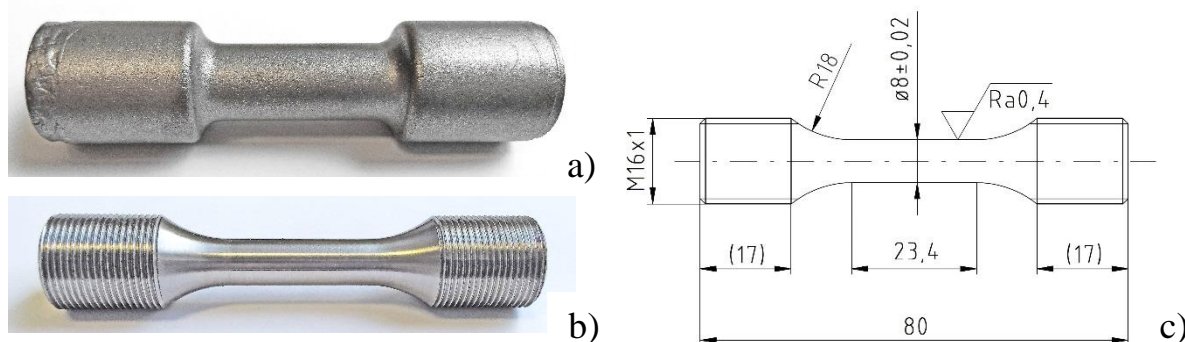
Únavové zkoušky a zkoušky únava-creep byly provedeny na rezonančním pulsátoru Amsler 2 HFP s maximálním silovým rozsahem do 100 kN, vybaveným odporovou pecí. Zatěžování bylo uskutečněno v režimu řízené amplitudy síly při sinusovém průběhu zatěžovacího cyklu. Pro rezonanční stroje je typické zatěžování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

a 3 V+HIP+TZ). Pro stanovení meze únavy byla použita podmínka tří neporušených zkušebních těles testovaných na stejné amplitudě napětí a dosažený počet cyklů vyšší než  $2 \times 10^7$  cyklů (tavba 1 K IN 713LC a MAR-M 247) nebo  $1 \times 10^7$  cyklů (tavby 2 V a 3 V+HIP+TZ).

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

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

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



Obr. 8. Předlitá tyč a), vyrobené zkušební těleso b) a geometrie zkušebních těles c).

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

Pro identifikaci místa iniciace únavových trhlin a mechanismu porušení zkušebních těles byla pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu Tescan LYRA 3 XMH FEG/SEM provedena fraktografická analýza lomových ploch těles porušených během únavových zkoušek a zkoušek únava-creep. Dislokační

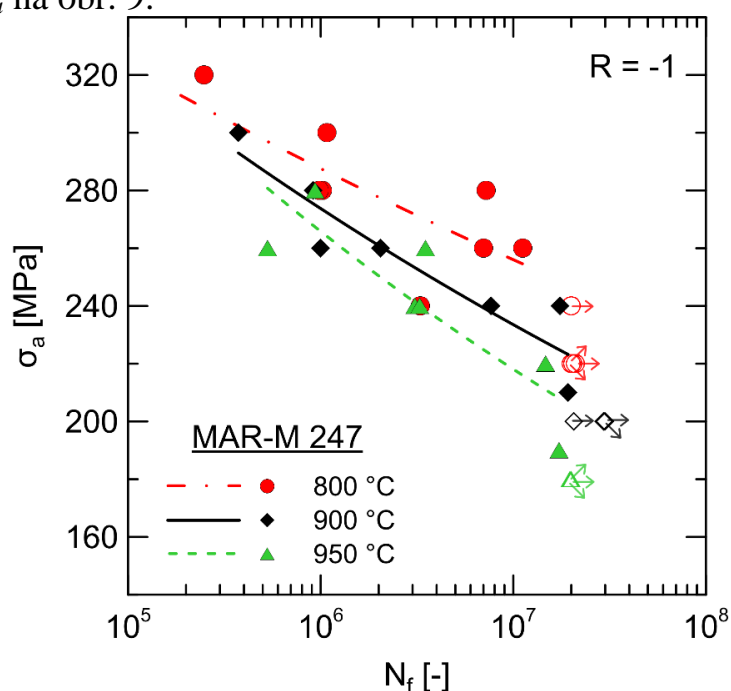
struktury byly pozorovány na orientovaných foliích pomocí transmisního elektronového mikroskopu JEOL JEM-2100F.

## 4 VYBRANÉ VÝSLEDKY

V následujících kapitolách jsou vzhledem k omezenému prostoru tohoto textu uvedeny výsledky pouze pro superslitinu MAR-M 247. Je to z toho důvodu, že mechanické vlastnosti této slitiny jsou méně známé a popsání mechanismy porušení jsou komplikovanější. Nicméně principiálně jsou podobné mechanismům pozorovaným také na superslitině IN 713LC, což je podrobně popsáno v Disertační práci. Je třeba také zdůraznit, že slitina MAR-M 247 je teplotně stabilnější než slitina IN 713LC, a proto se tyto slitiny chovají podobně, nicméně změny vyvolané vysokou teplotou nastupují u superslitiny MAR-M 247 výrazně později (cca při o 100 °C vyšších teplotách než u materiálu IN 713LC).

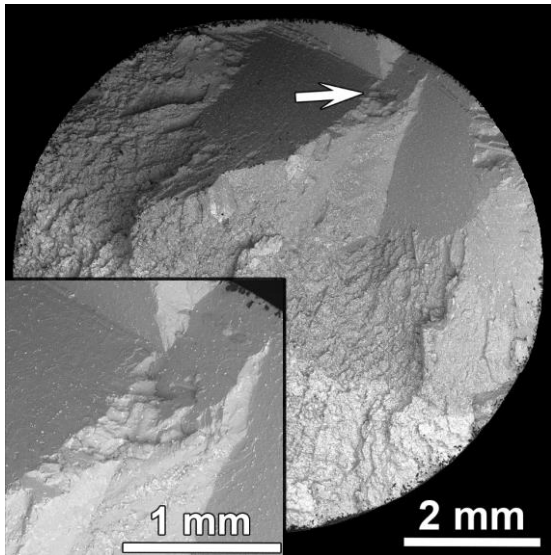
### 4.1 ÚNAVOVÉ CHOVÁNÍ SUPERSLITINY MAR-M 247

Ke stanovení vlivu teploty na únavové chování těles vyrobených z předlitých polotovarů superslitiny MAR-M 247 byly vykonány únavové zkoušky v symetrickém zatěžovacím cyklu při teplotách 800, 900 a 950 °C. Experimentálně naměřené hodnoty únavové životnosti jsou vyneseny v závislosti počtu cyklů do lomu  $N_f$  na amplitudě napětí  $\sigma_a$  na obr. 9.

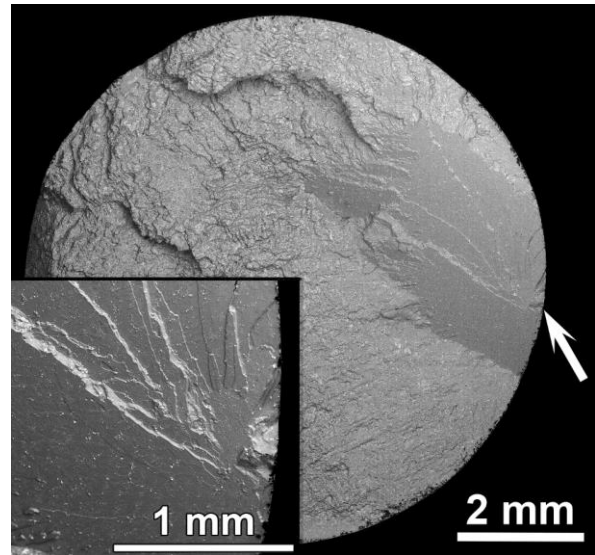


Obr. 9 S-N křivky únavové životnosti vzorků vyrobených z předlitých tyčí ze superslitiny MAR-M 247 pro teploty 800, 900 a 950 °C. Plné symboly reprezentují porušená a prázdné symboly neporušená tělesa.

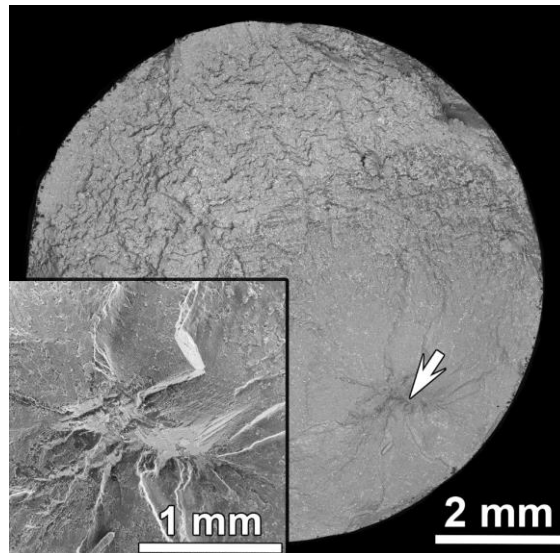
Z výsledků únavových zkoušek je patrné, že únavové vlastnosti při teplotě 800 °C jsou lepší než při teplotách 900 a 950 °C. Při únavových zkouškách provedených na teplotě 800 °C dosahovala mez únavy 220 MPa, kdežto při testovací teplotě 900 °C byla mez únavy 200 MPa a při 950 °C byla mez únavy 180 MPa. S rostoucí teplotou zkoušení tedy únavová životnost klesala.



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



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



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

Obr. 10 Příklady lomových ploch s detailem místa iniciace únavové trhliny u těles ze superslitiny MAR-M 247 po únavovém zatěžování při teplotách 800, 900 a 950 °C; REM.

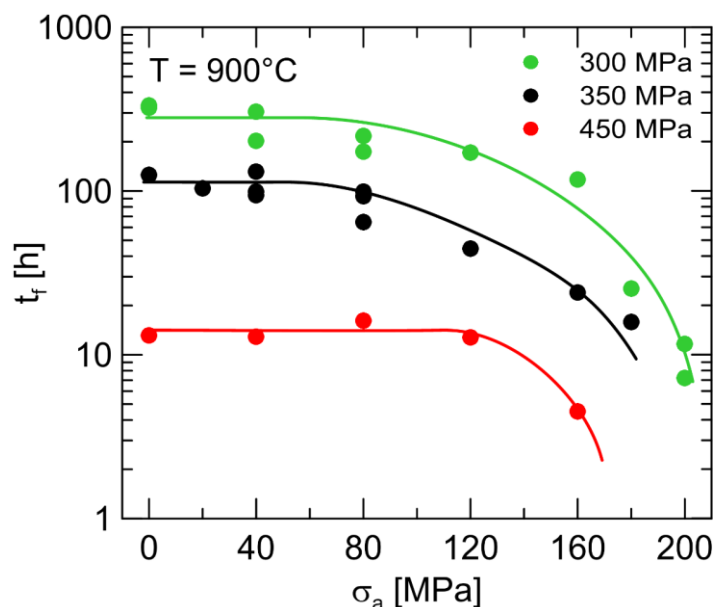
Na obr. 10 jsou typické lomové plochy porušených zkušebních těles ze superslitiny MAR-M 247 zatěžovaných symetrickým cyklováním při teplotách 800, 900 a 950 °C. Místo iniciace únavové trhliny je na obrázcích lomových ploch označeno šipkou a detail místa iniciace je na každém snímku umístěn vlevo dole. Ve všech případech byl pozorován výrazně zoxidovaný povrch zkušebních těles. Únavové trhliny se u těles z předlitých polotovarů iniciovaly převážně na povrchu tělesa, výjimečně pak uvnitř tělesa na hranici zrn, a šířily se přednostně krystalograficky. Fazety se nacházely na velké části únavové oblasti lomové plochy. Následně se mechanismus šíření únavové trhliny změnil z krystalografického na nekystalografický a trhlina se šířila kolmo k ose zatěžování. Plocha dolomu je charakteristická šířením trhliny především mezidendritickými oblastmi.

Porovnáním lomových ploch těles porušených při teplotách 800, 900 a 950 °C, obr. 10 a) až c), je s rostoucí teplotou patrná postupná změna mechanismu šíření únavových trhlin. Při 800 a 900 °C, obr. 10 a) a b), se únavové trhliny iniciovaly silně krystalograficky. Při teplotě 950 °C, obr. 10 c), iniciovaly únavové trhliny sice stále krystalograficky, ale velikost fazet byla oproti nižším testovacím teplotám výrazně menší. Mechanismus iniciace se změnil z povrchové (při teplotách 800 a 900 °C) na interní. Na lomových plochách docházelo vlivem interní iniciace trhlin ke tvorbě tzv. „fish eye“, které se vytváří v důsledku šíření únavové trhliny uvnitř tělesa. Šíření magistrální únavové trhliny bylo při teplotě 950 °C nekystalografické, kolmé k ose zatěžování. U slitiny IN 713LC se při této teplotě únavové trhliny iniciovaly a šířily pouze nekystalograficky, kolmo k ose zatěžování (detaily jsou popsány v Disertační práci).

## 4.2 CHOVÁNÍ SUPERSLITINY MAR-M 247 PŘI INTERAKCI ÚNAVA-CREEP

Na základě dosažených výsledků únavových vlastností, obr. 9, byla pro zkoušky kombinovaného namáhání únava-creep superslitiny MAR-M 247 zvolena teplota 900 °C. Střední napětí  $\sigma_m$  mělo hodnoty 300 MPa, 350 MPa a 450 MPa. Životnost namáhaných těles se určovala z celkového času do lomu  $t_f$  namáhaného tělesa, tj. z času, který se měřil po celý průběh zkoušky. Naměřená data pro tři střední napětí jsou vynesena v závislosti času do lomu na amplitudě napětí na obr. 11 a proložena křivkou. Přidaná cyklická složka napětí ke střednímu napětí zpočátku nemá na životnost vzorků negativní vliv a teprve při překročení určité hodnoty napětí, která je jiná pro jednotlivá střední napětí, se životnost začne snižovat. Například pro nejvyšší testované střední napětí o velikosti 450 MPa se začala životnost snižovat při amplitudě napětí okolo 120 MPa, což tvoří více než 27 % středního napětí. Naopak pokles životnosti pro nejnižší testované střední napětí o velikosti 300 MPa probíhalo oproti předchozímu při téměř poloviční velikosti amplitudy napětí, tj. 60 MPa, což tvoří méně než 20 % středního napětí. V porovnání se superslitinou IN 713LC degraduje únavová životnost superslitiny MAR-M 247 při spoluúčasti středního napětí výrazně pozvolněji. Charakter lomu po čistě creepovém namáhání ( $\sigma_a = 0$  MPa) byl ve všech případech interkrystalický. Lomová plocha porušeného zkušebního tělesa, namáhaného pouze středním napětím  $\sigma_m = 300$  MPa, je zobrazena na obr. 12 a). Vzhled lomové plochy ukazuje dendritickou strukturu superslitiny. Na detailu v levém dolním rohu jsou v mezidendritických prostorách patrné sekundární trhliny.

Příklad lomové plochy porušeného tělesa, namáhaného stejným středním napětím a malou cyklickou složkou  $\sigma_a = 40$  MPa, je zobrazen na obr. 12 b). Mimo charakteristické rysy creepového porušení se na lomové ploše vyskytují malé fazety jakožto důsledek únavového mechanismu porušení. Trhlina se z místa iniciace (viz šipka v makropohledu a detail v levém dolním rohu) šířila na některých místech transkrystalicky. To bylo pozorováno na všech lomových plochách při všech testovaných středních napětích (300, 350 a 450 MPa) s amplitudou napětí 40 MPa.



Obr. 11 Závislost času do lomu na amplitudě napětí pro střední napětí 300, 350 a 450 MPa u superslitiny MAR-M 247 za teploty  $T = 900$  °C.

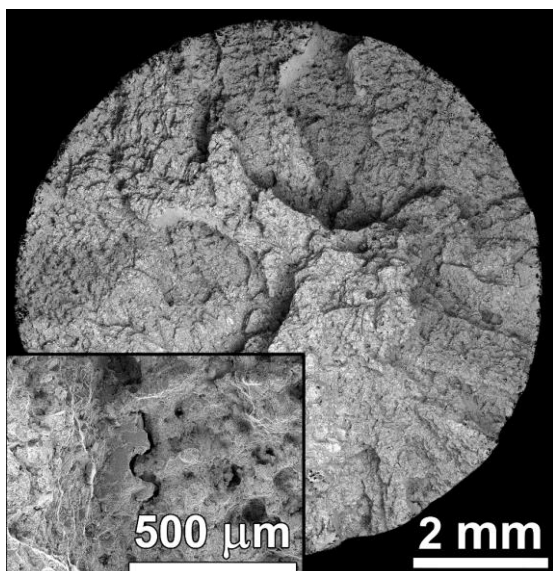
Zvýšením cyklické složky  $\sigma_a$  na 80 MPa, obr. 12 c), se trhlina iniciovala a zpočátku šířila creepovým mechanismem mezidendritickými hranicemi. Jakmile trhlina šířící se creepovým mechanismem dosáhla určité velikosti (v tomto případě elipsa s velikostí úhlopříček 2,1 a 0,8 mm), změnil se mechanismus šíření z interkrystalického (creepovým mechanismem) na transkrystalický (únavovým mechanismem) a trhlina se dále šířila nekystalograficky kolmo k ose zatěžování. Po vytvoření „fish eye“ na lomové ploše se rychlost růstu trhliny únavovým mechanismem oproti internímu šíření výrazně zvýšila a těleso se dolomilo po uplynutí několika tisíců cyklů.

Lomová plocha tělesa porušeného středním napětím a 120 MPa amplitudy napětí je zobrazena na obr. 12 d). Trhlina se stejně jako v předchozím případě iniciovala creepovým mechanismem, oblast šíření creepovým mechanismem je ale v porovnání s předchozím případem (obr. 12 c) výrazně menší. Oblast šíření creepovým mechanismem lze opsat elipsou s úhlopříčkami o velikostech 0,5 a 0,3 mm. Poté se mechanismus porušení změnil z creepového na únavový. V místě počátku šíření únavovým mechanismem se vyskytují 4 malé fazety, z nichž největší má délku 60  $\mu\text{m}$ . Mimo tato ojedinělá místa s krystalografickým šířením se trhlina šířila únavovým mechanismem především nekystalograficky, kolmo k ose zatěžování. Po vytvoření „fish eye“ na lomové ploše se trhlina opět šířila výrazně rychleji (v porovnání s šířením bez přístupu okolní atmosféry) a k dolomu došlo po uplynutí několika tisíců cyklů.

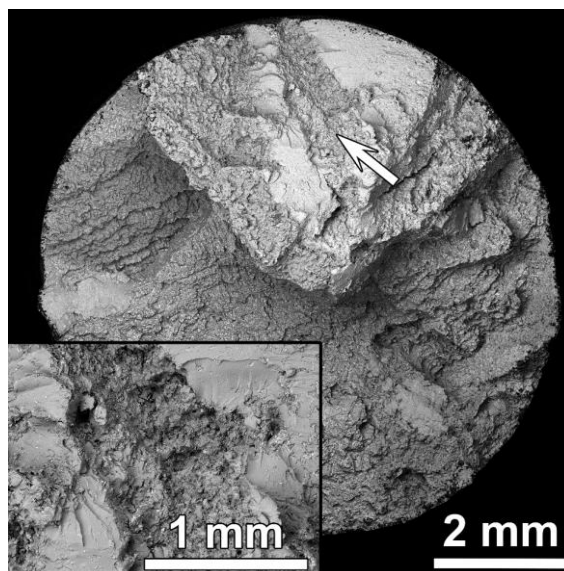
Při zatěžování středním napětím a amplitudou napětí 160 MPa se trhlina iniciovala kombinací únavy a creepu, obr. 12 e). V místě iniciace jsou dvě oblasti o velikosti přibližně 150  $\mu\text{m}$ , ve kterých se trhlina šířila creepovým mechanismem. Tato místa sloužila jako defekty, ve kterých dochází ke koncentraci napětí. Proto se přes místa interkrystalického šíření trhliny vytvořilo několik fazet jakožto důsledek únavového mechanismu šíření únavové trhliny. Následně se mechanismus šíření trhliny změnil

z krystalografického na nekystalografický a trhlina se dále šířila kolmo k ose zatěžování.

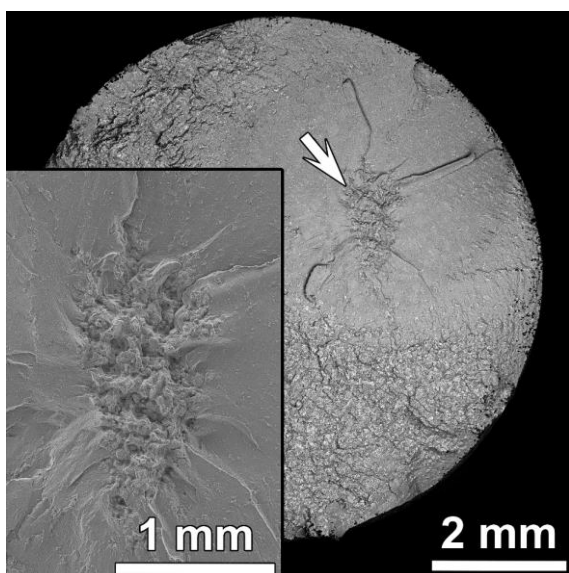
Lomová plocha tělesa porušeného při zatěžování středním napětím 300 MPa a amplitudou napětí 200 MPa je zobrazena na obr. 12 f). Počáteční šíření únavové trhliny probíhalo skrze formování fazety o velikosti 170  $\mu\text{m}$ , ze které se dále únavová trhlina šířila nekystalograficky kolmo k ose zatěžování. Na lomové ploše nebyly identifikovány žádné známky creepového porušení. Pro tyto podmínky namáhání je mechanismus únavového poškození v rámci kombinovaného namáhání únava-creep dominantní a životnost určující.



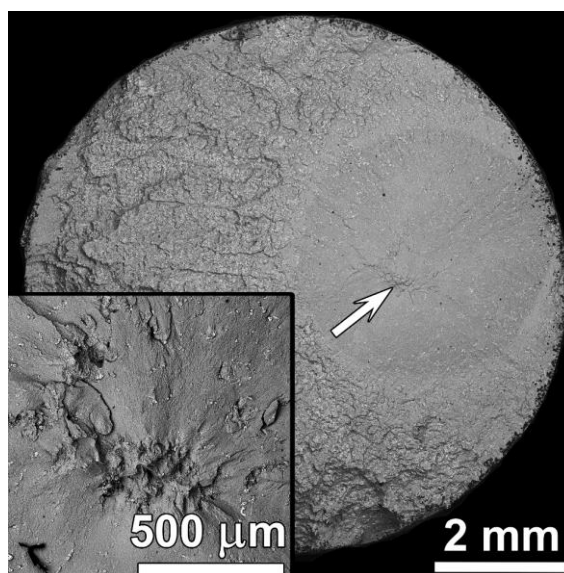
a)  $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 0 \text{ MPa}$   
 $t_f = 322,4 \text{ h}$



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

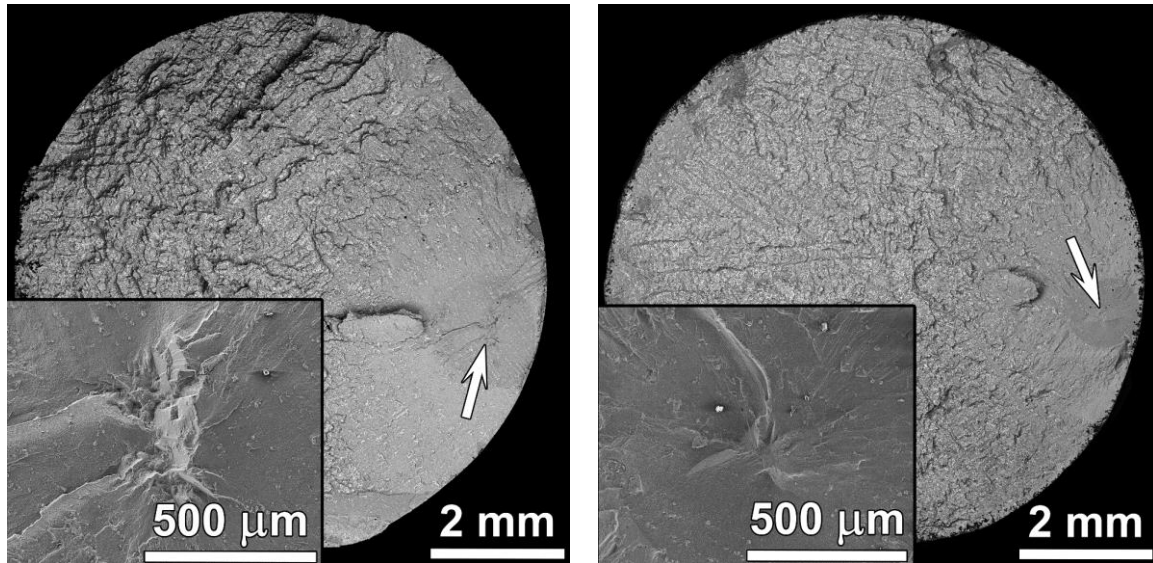


c)  $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 80 \text{ MPa}$   
 $N_f = 78,2 \times 10^6 \text{ cyklů}$ ;  $t_f = 173,9 \text{ h}$



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

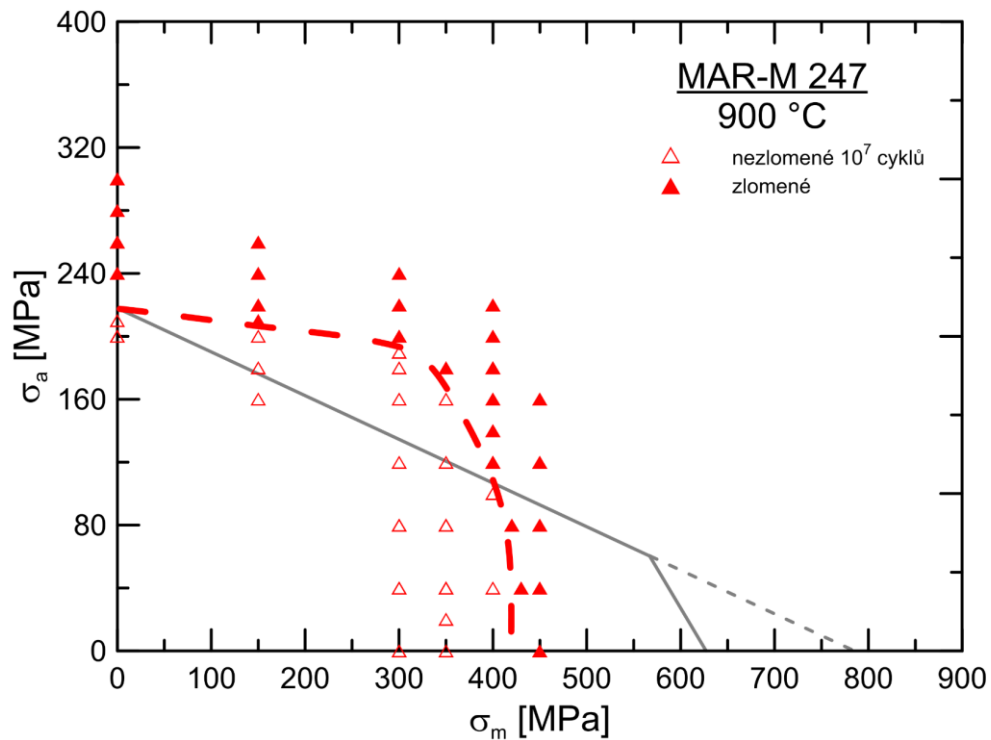
Obr. 12 Lomové plochy porušených těles niklové superslitiny MAR-M 247 zatěžovaných při teplotě 900 °C středním napětím  $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$  a cyklickou složkou napětí  $\sigma_a$ :  
(a) 0 MPa, (b) 40 MPa, (c) 80 MPa, (d) 120 MPa, (e) 160 MPa, (f) 200 MPa; REM



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

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

Obr. 12 Pokračování.



Obr. 13 Haighův diagram životnosti niklové superslitiny MAR-M 247 při teplotě  $T = 900 \text{ °C}$ .

Haighův diagram životnosti superslitiny MAR-M 247 dávající do závislosti střední napětí  $\sigma_m$  na amplitudě napětí  $\sigma_a$  pro životnost  $1 \times 10^7$  cyklů při teplotě  $900 \text{ °C}$  je zobrazen na obr. 13. Plnou čarou je vynesena modifikovaná Goodmanova přímka s omezením na mezi kluzu superslitiny. Hranice oblasti naměřených nezlomených těles pro  $1 \times 10^7$  cyklů je vynesena červenou čárkovanou čarou. Superslitina od

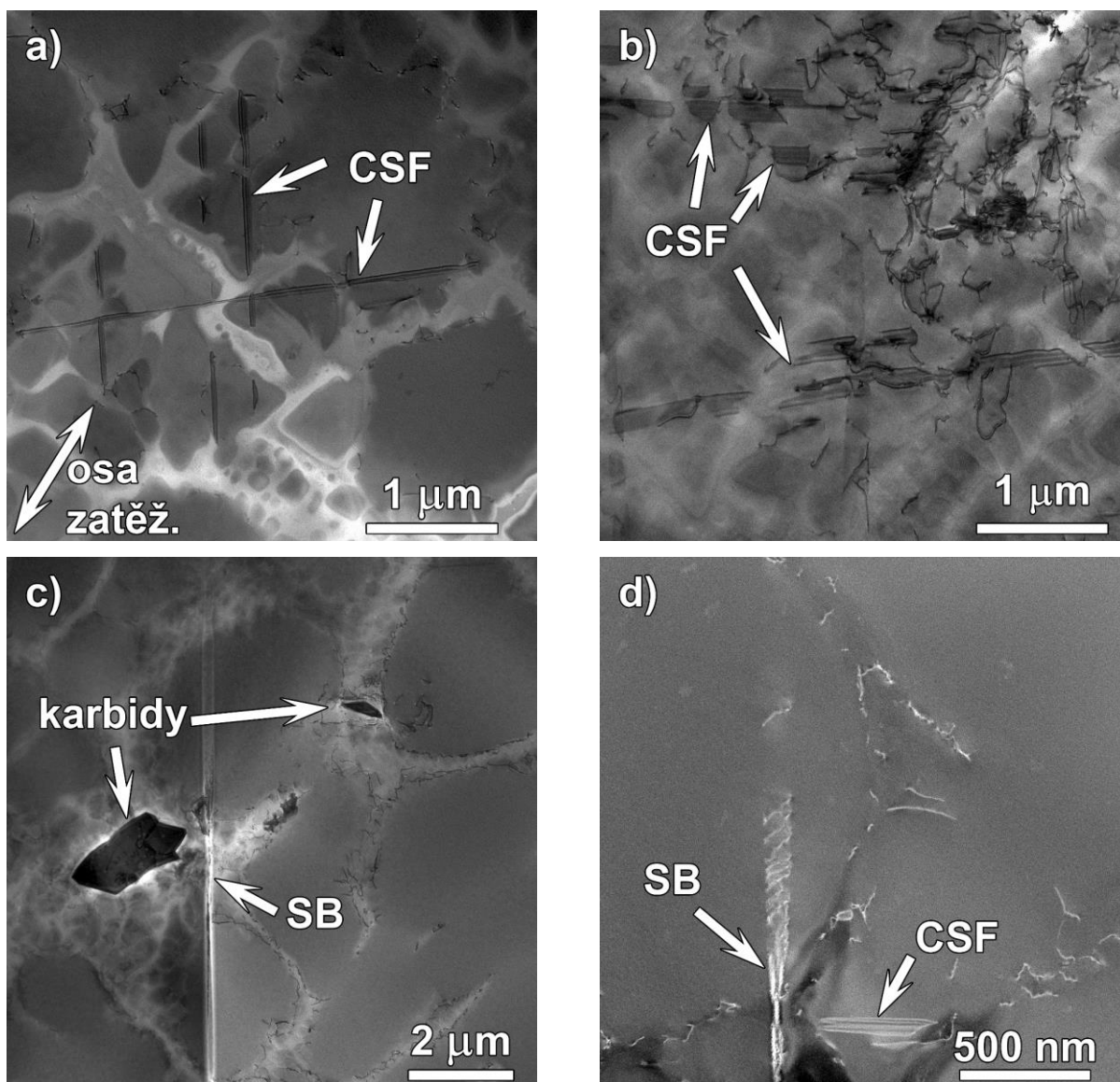
samotného počátku vykazuje sníženou citlivost na střední napětí, životnost se během kombinovaného namáhání až do středního napětí cca 300 MPa snižuje velmi pozvolně. Po překonání středního napětí 300 MPa ale dojde k výrazné změně sklonu křivky a k rapidnímu poklesu životnosti. Přesto ale superslitina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

### **4.3 MECHANISMUS POŠKOZENÍ**

Identifikace mechanismu poškození byla provedena na základě pozorování rozvoje dislokační struktury v materiálu pomocí transmisní elektronové mikroskopie (TEM). Fólie byly vyrobeny z plátků, odřezaných z měrné délky zkušebních těles ve směru osy zatěžování. Dislokační struktury po únavovém zatěžování ( $R = -1$ ) byly pozorovány na tělesech porušených při životnostech okolo  $10^7$  cyklů. Pro jasnější popis aktivních mechanismů poškození během kombinovaného namáhání budou v této kapitole prezentovány pouze pozorování fólií ze zkušebních vzorků zatížených na jedné hodnotě středního napětí a různých amplitudách napětí. Tímto způsobem bude možné popsat vliv rostoucí únavové složky zatížení na dislokační struktury a potažmo deformační mechanismy. Z každého tělesa byly pozorovány nejméně dvě fólie, které byly získány z míst vzdálených minimálně 3 mm od magistralní trhliny.

#### **4.3.1 Mechanismus poškození během únavového namáhání superslitiny MAR-M 247**

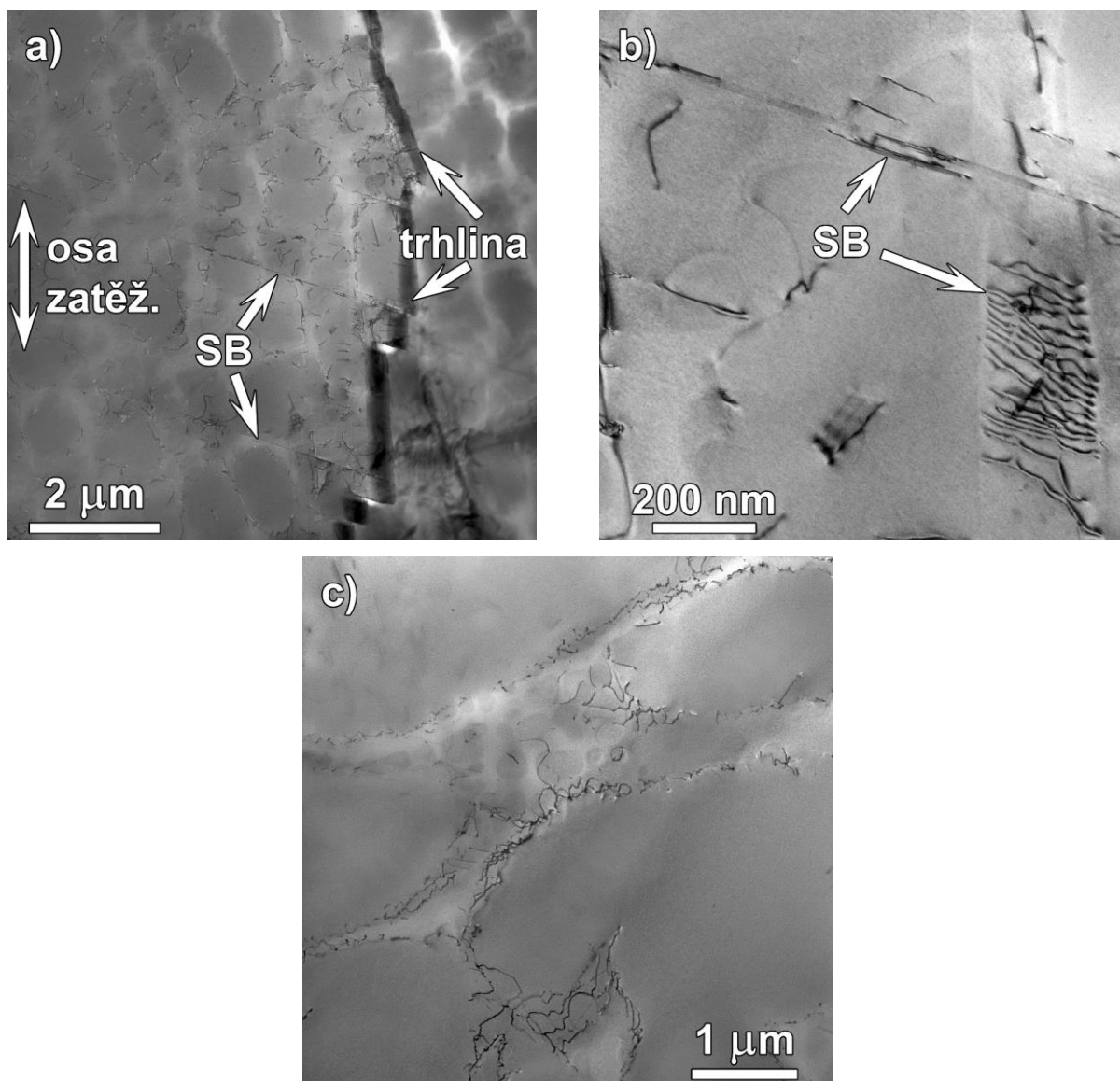
Dislokační struktura superslitiny MAR-M 247 po únavovém namáhání v symetrickém cyklu při teplotě 800 °C je zobrazena na obr. 14. Typickým rysem je velké množství komplexních vrstevných chyb podél aktivních skluzových rovin typu  $\{111\}$ , obr. 14 a). Vysoká dislokační hustota v kanálech matrice  $\gamma$  byla pozorována v blízkosti míst s výraznou lokalizací plastické deformace, jako například oblasti s jemnými precipitáty  $\gamma'$  a v okolí karbidů, obr. 14 b). Mimo komplexních vrstevných chyb se ve struktuře vyskytuje velké množství skluzových pásů. Příklad skluzového pásu je zobrazen na obr. 14 c). Detail počátku jiného skluzového pásu s dislokacemi, usměrněnými do skluzového pásu, je v režimu tmavého pole zobrazen na obr. 14 d).



Obr. 14 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 zatěžované za podmínek  
 $T = 800\text{ °C}$ ;  $\sigma_a = 260\text{ MPa}$ ;  $N_f = 7,0 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 15,7\text{ h}$ .

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

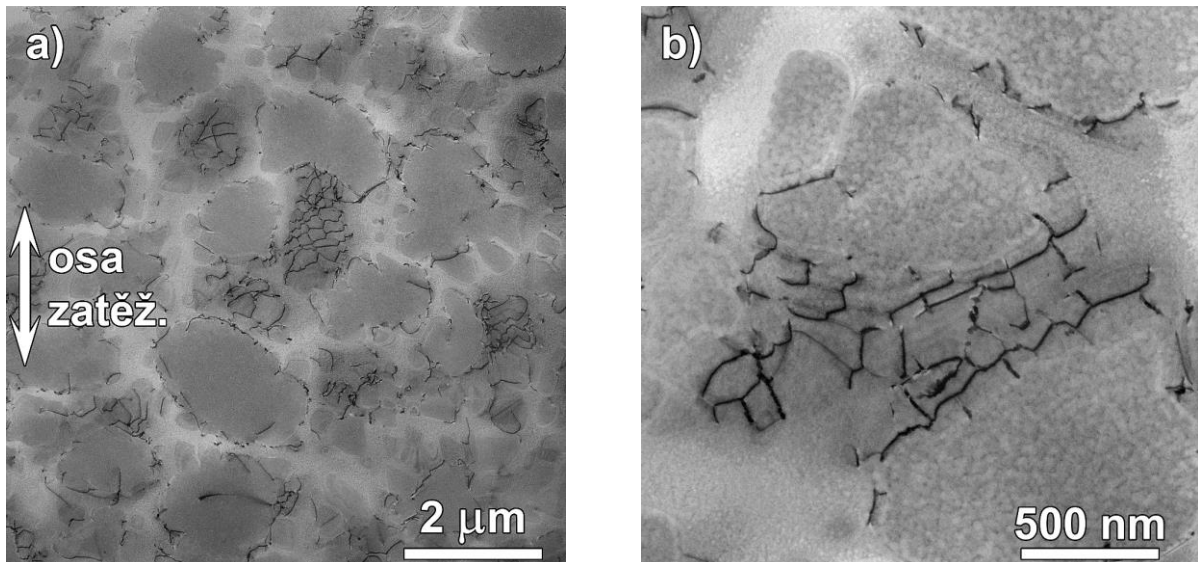
Zvýšení testovací teploty na  $900\text{ °C}$ , obr. 15, nemělo na mechanismus poškození během únavového zatěžování výrazný vliv, ve struktuře se stále vyskytovaly komplexní vrstevné chyby a skluzové pásy. Na obr. 15 a) je dokumentována sekundární trhlina (výrazný kontrast je způsoben náklonem fólie a překryvem okrajů trhliny) a viditelné aktivní skluzové systémy podél rovin typu  $\{111\}$ . Přímé rovné segmenty svědčí o dominantním šíření trhlin podél skluzových rovin typu  $\{111\}$ . Detail skluzových pásů, protínajících precipitát  $\gamma'$ , je zobrazen na obr. 15 b). V oblastech bez lokalizace plastické deformace (viz obr. 15 c) se dislokace vyskytují především v matici  $\gamma$  a pouze ojediněle v precipitátech  $\gamma'$ .



Obr. 15 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 zatěžované za podmínek  
 $T = 900 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ;  $\sigma_a = 240 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 17,5 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 39,7 \text{ h}$ .

- a) sekundární trhlina s planárním charakterem šíření; b) skluzové pásy v rovinách typu  $\{111\}$ ;  
 c) dislokační hustota v matici  $\gamma$  v oblastech bez lokalizace plastické deformace.

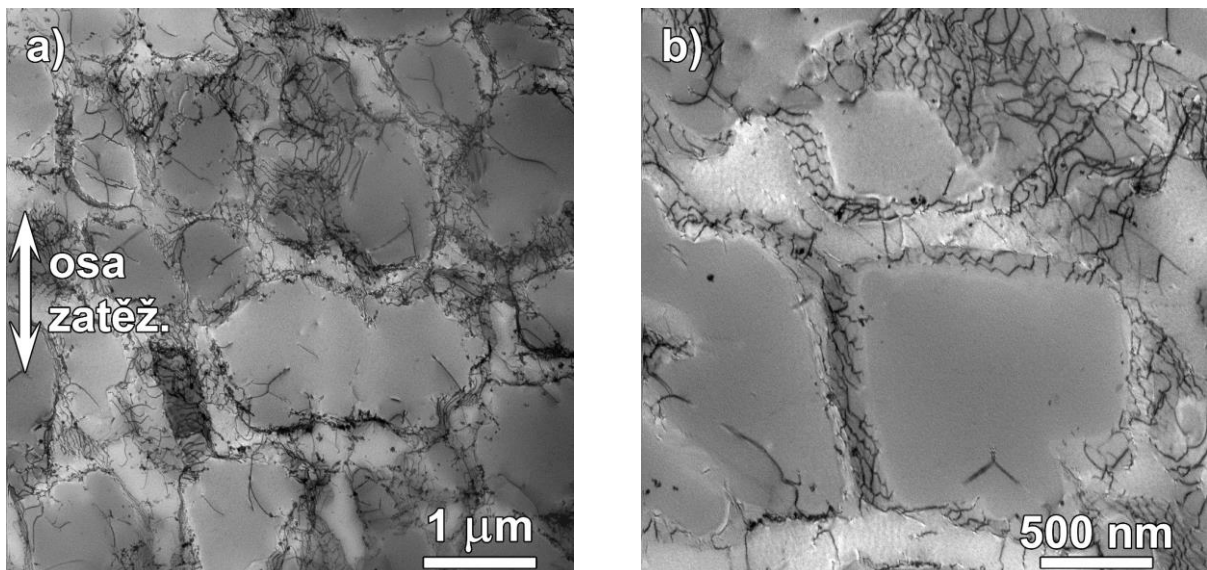
Oproti dislokačním strukturám při předchozích testovaných teplotách se dislokační struktura při teplotě  $950 \text{ }^{\circ}\text{C}$  výrazně změnila. Dislokace se v matici  $\gamma$  uspořádávaly do dislokačních sítí, obr. 16 a). Detail dislokační sítě je zobrazen na obr. 16 b). Dislokační struktury, typické pro deformační mechanismy během cyklického namáhání na nižších teplotách, jako jsou skluzové pásy a komplexní vrstevné chyby v precipitátech  $\gamma'$ , nebyly nalezeny. Na rozdíl od superslitiny IN 713LC nebyl při únavových zkouškách superslitiny MAR-M 247 při teplotě  $950 \text{ }^{\circ}\text{C}$  pozorován rafting precipitátů  $\gamma'$ .



Obr. 16 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 zatěžované za podmínek  $T = 950\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;  $\sigma_a = 220\text{ MPa}$ ;  $N_f = 14,7 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 33,2\text{ h}$ .  
 a) rozložení dislokací v matici  $\gamma$ ; b) detail dislokační sítě.

#### 4.3.2 Mechanismus poškození během creepového namáhání superslitiny MAR-M 247

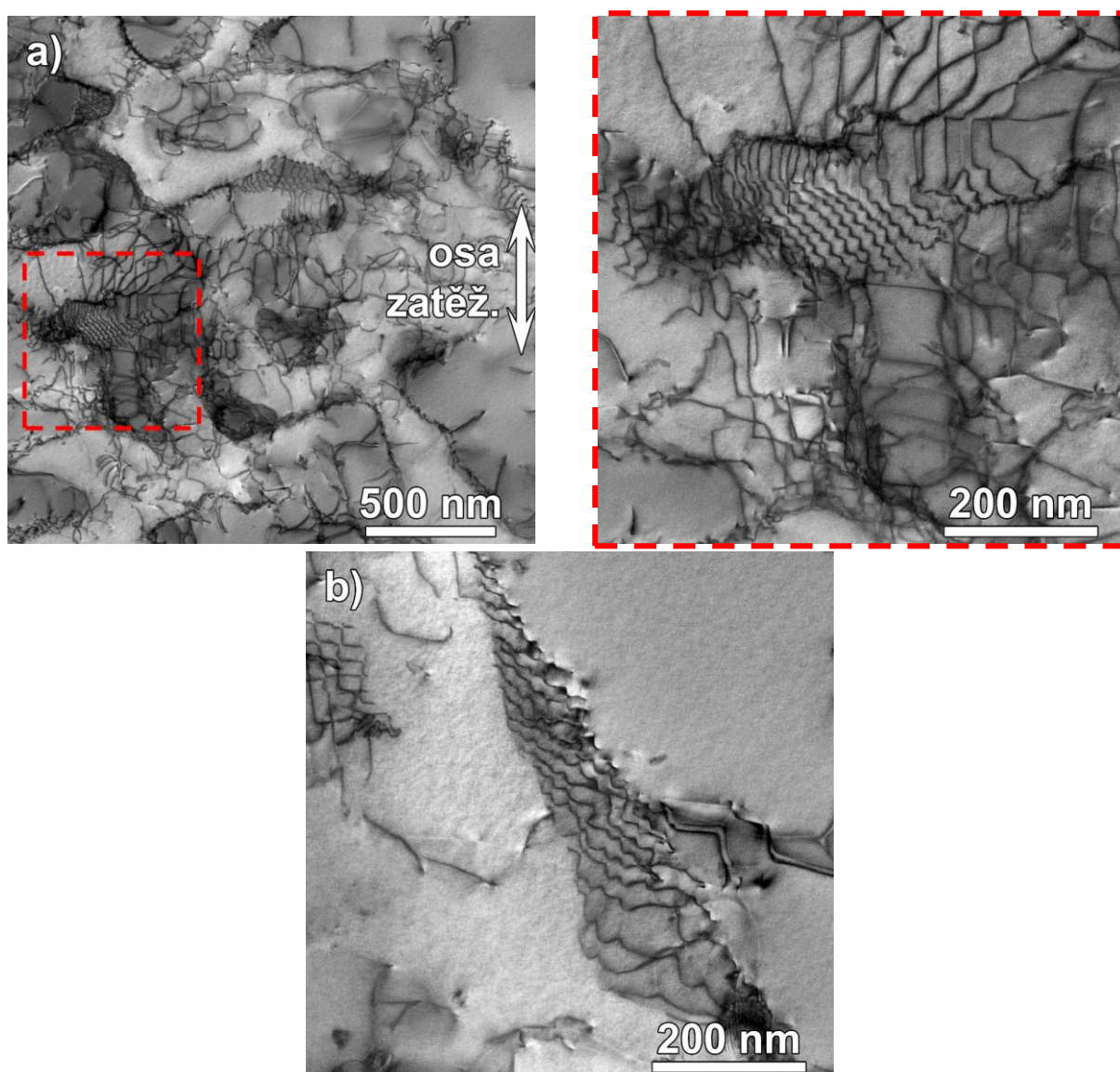
Dislokační struktury superslitiny MAR-M 247 charakteristické pro creepové namáhání napětím 300 MPa při teplotě 900 °C jsou zobrazeny na obrázku 17. Dislokační struktura se po creepovém namáhání výrazně odlišuje od dislokační struktury po únavovém namáhání. Dislokace vytvářely v matici  $\gamma$  uspořádanou dislokační síť a v malém množství dislokace procházely precipitáty  $\gamma'$ . Hustota dislokací je ve struktuře (především v matici  $\gamma$ ) po creepovém namáhání v porovnání s hustotou po únavovém namáhání výrazně vyšší. Komplexní vrstevné chyby nebyly ve struktuře pozorovány.



Obr. 17 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po creepovém namáhání za podmínek  $T = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;  $\sigma_m = 300\text{ MPa}$ ;  $t_f = 322,4\text{ h}$ .  
 a) rozložení dislokací ve struktuře; b) detail dislokační sítě.

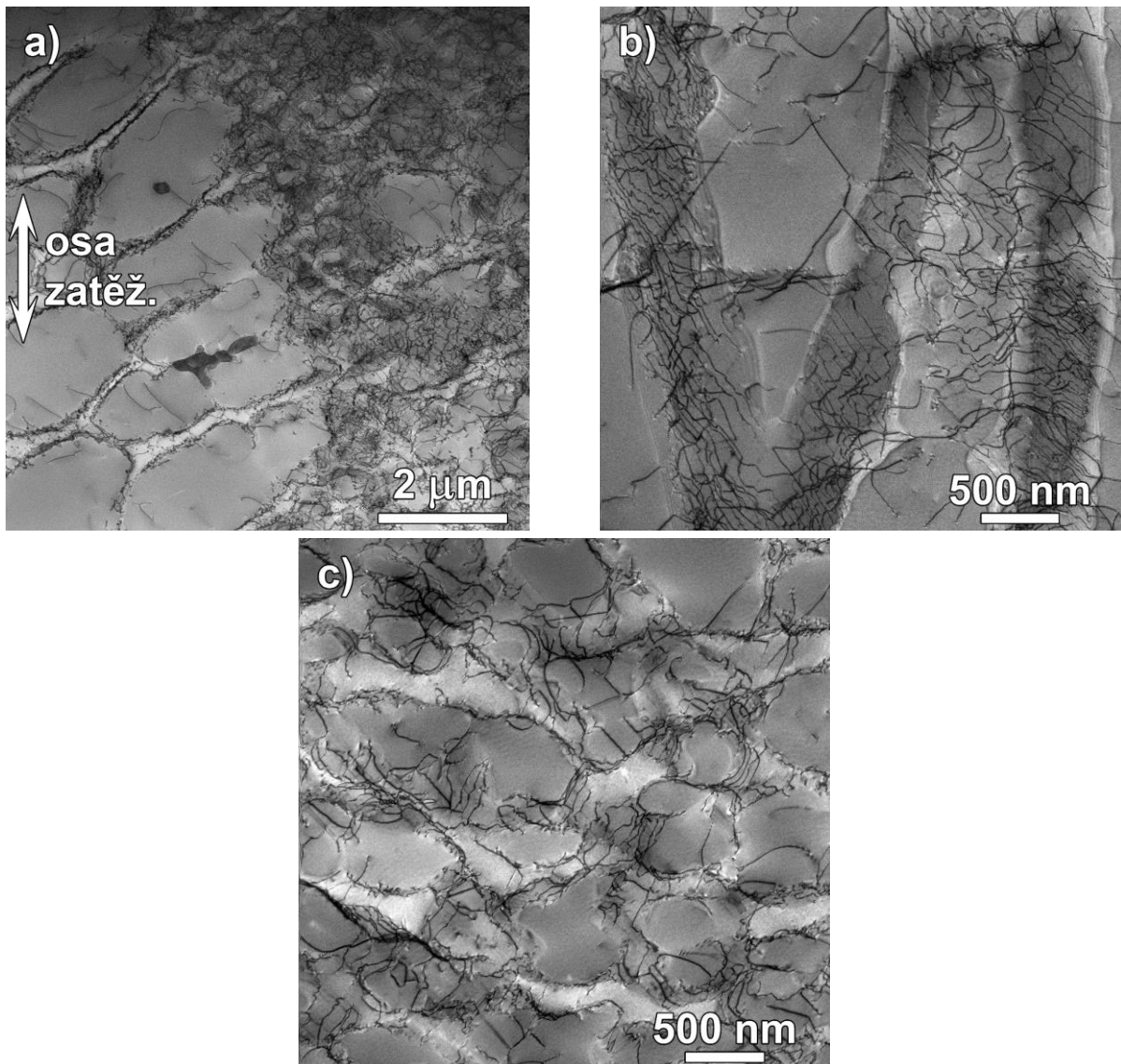
### 4.3.3 Mechanismus kombinovaného poškození únava-creep superslitiny MAR-M 247

Typické dislokační struktury superslitiny MAR-M 247 po namáhání středním napětím 300 MPa a amplitudou napětí 40 MPa při teplotě 900 °C jsou zobrazeny na obrázku 18. V oblasti s malými precipitáty  $\gamma'$  byla v matici  $\gamma$  pozorována pravidelná dislokační síť, obr. 18 a), jejíž detail je zobrazen na obrázku vpravo. V oblasti s hrubými precipitáty  $\gamma'$  vytvářely dislokace v matici  $\gamma$  také uspořádanou síť, viz obr. 18 b). Hustota dislokací v matici  $\gamma$  byla v oblasti s hrubými precipitáty  $\gamma'$  vyšší než v oblasti s jemnými precipitáty. V precipitátech  $\gamma'$  (jemných i hrubých) se oproti čistě creepovému namáhání vyskytovalo větší množství dislokací. Přesto dislokační struktura vytvořená během kombinovaného namáhání za výše uvedených podmínek především odpovídá creepovému mechanismu poškození.



Obr. 18 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 40 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 138,1 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 305,0 \text{ h}$ .  
a) dislokační struktura superslitiny a detail dislokační sítě v matici  $\gamma$  (vpravo);  
b) detail dislokační sítě v matici  $\gamma$  v oblasti hrubých precipitátů  $\gamma'$ .

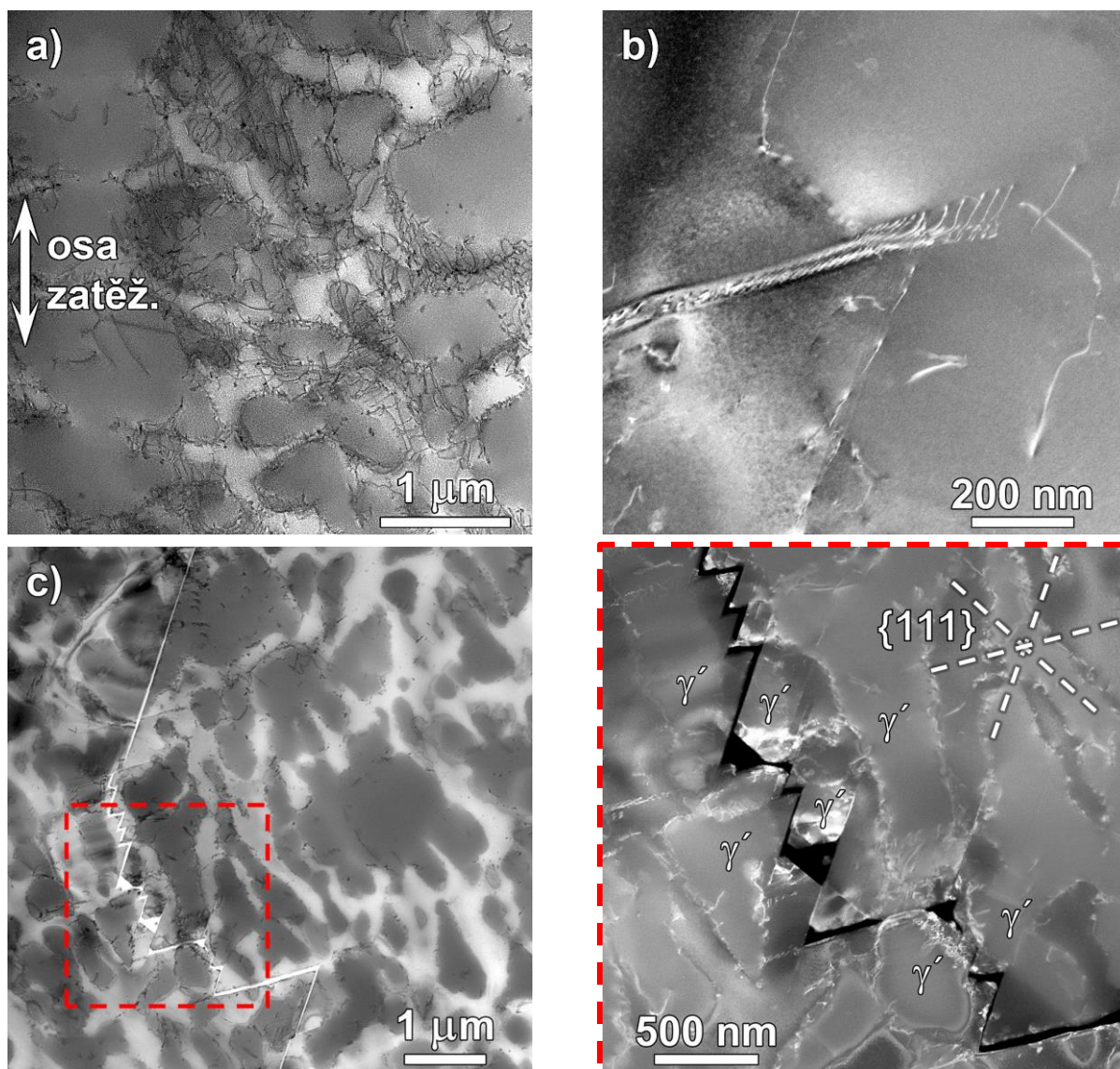
Obrázek 19 zobrazuje dislokační struktury vytvořené po namáhání středním napětím 300 MPa a amplitudou napětí 80 MPa. Hustota dislokací ve struktuře superslitiny je v porovnání s předchozím stavem na obr. 18 stále vysoká, především v oblastech s jemnými precipitáty  $\gamma'$ , viz obr. 19 a). Zde už ale dislokační struktura nebyla tvořena uspořádanou dislokační sítí, ale pouze uspořádaným nakupením dislokací. Ty se nacházely především v matici  $\gamma$ , a to jak v oblasti s hrubými precipitáty  $\gamma'$ , obr. 19 b), tak i v oblastech s jemnými precipitáty  $\gamma'$ , obr. 19 c). Ve struktuře nebyly pozorovány žádné skluzové pásy ani komplexní vrstevné chyby. Při tomto typu namáhání stále převládá creepový mechanismus poškození.



Obr. 19 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 900\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;  $\sigma_m = 300\text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 80\text{ MPa}$ ;  $N_f = 78,2 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 173,9\text{ h}$ .  
a) rozdílná dislokační hustota v oblasti hrubých a jemných precipitátů  $\gamma'$ ; b) detail nakupení dislokací v oblasti hrubých precipitátů  $\gamma'$ ; c) detail nakupení dislokací v oblasti jemných precipitátů  $\gamma'$ .

Typické dislokační struktury po namáhání středním napětím 300 MPa a amplitudou napětí 120 MPa jsou zobrazeny na obrázku 20. Ve struktuře tělesa byla pozorována interakce creepového a únavového mechanismu poškození. Dislokační struktura byla

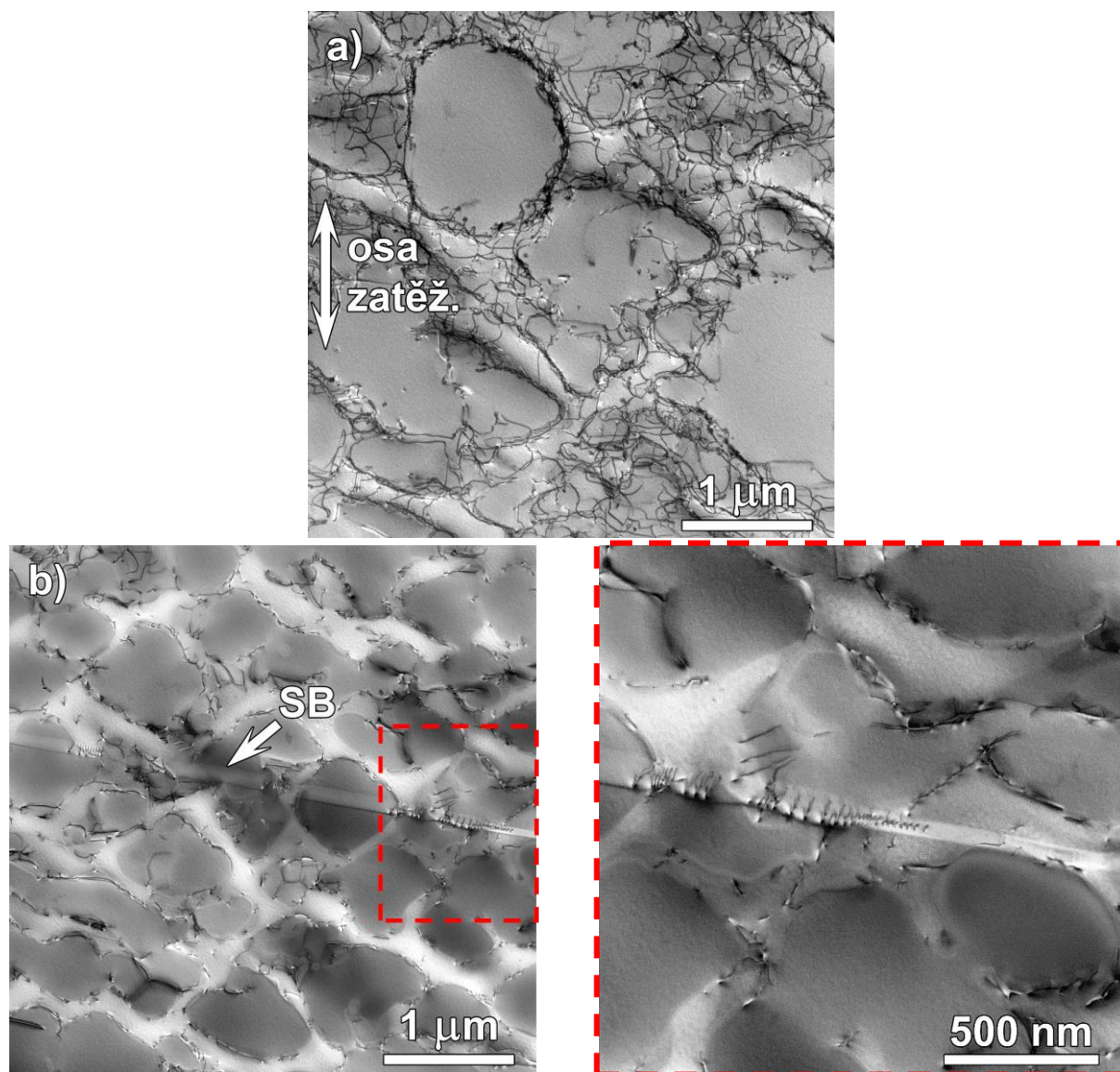
na mnoha místech několika pozorovaných fólií tvořena uspořádaným nakupením dislokací v matici  $\gamma$ , viz obr. 20 a). Lokálně se ve struktuře vyskytovaly oblasti s částečně rozpuštěnými zpevňujícími precipitáty  $\gamma'$ . Oproti předchozím typům namáhání s nižšími amplitudami napětí dislokační hustota ve struktuře poklesla. V jiných částech dislokační struktury byla naopak pozorována lokalizace dislokací do skluzových pásů, viz obr. 20 b). Příklad sekundární trhliny, vytvořené únavovým mechanismem poškození, je zobrazen na obr. 20 c). Trhlina se šířila planárním mechanismem v rovinách typu  $\{111\}$ . V některých místech obcházela únavová trhlina planárním mechanismem zpevňující precipitáty  $\gamma'$ , viz detail trhliny na obrázku vpravo. Zároveň je na detailu patrné vysoké nakupení dislokací do skluzových pásů v různých rovinách. Ve struktuře se mimo skluzové pásy nacházely také komplexní vrstevné chyby svědčící o častém pohybu dislokací přes precipitáty.



Obr. 20 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 120 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 74,0 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 171,8 \text{ h}$ .

a) nakupení dislokací v matici  $\gamma$ ; b) dislokace ve skluzovém pásu; c) sekundární trhlina a detail trhliny s aktivními skluzovými systémy (vpravo).

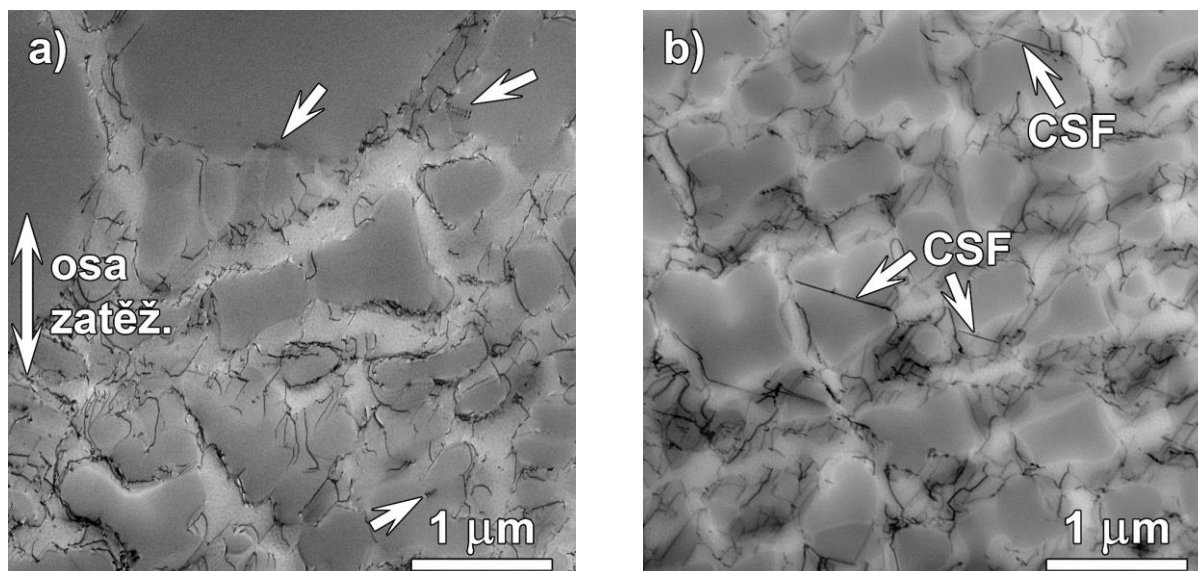
Další navýšení amplitudy napětí na 160 MPa při stejném středním napětí vedlo ke změně uspořádání dislokací v oblastech vzdálených od skluzových pásů, kde byla zvýšena hustota dislokací. V těchto oblastech se dislokace pohybovaly zejména creepovým mechanismem – v matici  $\gamma$  se dislokace uspořádávaly do shluků, obr. 21 a) a jejich hustota oproti výše popsaným zátěžným podmínkám (tj. při nižších amplitudách napětí) opět poklesla. Mimo to se dislokace uspořádávaly do skluzových pásů. Příklad skluzového pásu je zobrazen na obr. 21 b) a detail dislokací uspořádaných do skluzového pásu je na obrázku vpravo. V oblastech se skluzovými pásy je dislokační hustota v kanálech  $\gamma$  velmi malá.



Obr. 21 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 160 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 50,7 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 117,8 \text{ h}$ .  
a) rozložení dislokací v oblastech bez skluzových pásů; b) skluzový pás a detail dislokací ve skluzovém pásu (vpravo).

Zatěžování amplitudou napětí 200 MPa se středním napětím 300 MPa vedlo k rovnoměrnému rozložení dislokací (nevytvářely se heterogenní oblasti s vysokou a nízkou dislokační hustotou) ve struktuře, což je ukázáno na obrázku 22. Celkově

byla hustota dislokací nízká (srovnatelná s hustotou dislokací okolo skluzových pásů při namáhání amplitudami napětí 120 a 160 MPa). V dislokační struktuře několika fólií bylo pozorováno nakupení dislokací „pile up“ mechanismem v precipitátech  $\gamma'$  a vytvářely lokální útvary o délce v rozmezí 250 – 400 nm, viz šipky v obr. 22 a). Dlouhé skluzové pásy ale nebyly ve struktuře nalezeny, byly nalezeny pouze komplexní vrstevné chyby s délkou maximálně přes jeden precipitát  $\gamma'$ , obr. 22 b).



Obr. 22 TEM snímky superslitiny MAR-M 247 po kombinovaném namáhání za podmínek  $T = 900 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  $\sigma_m = 300 \text{ MPa}$ ;  $\sigma_a = 200 \text{ MPa}$ ;  $N_f = 3,0 \times 10^6$  cyklů;  $t_f = 7,2 \text{ h}$ .

a) dislokační struktura s hrubými a jemnými precipitáty  $\gamma'$ , šipky označují místa s lokálním nahromaděním dislokací pile-up mechanismem; b) komplexní vrstevné chyby v precipitátech  $\gamma'$ .

## 5 ZÁVĚRY

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

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

1. Dislokační struktury superslitiny IN 713LC po testování při teplotě 800  $^\circ\text{C}$  a superslitiny MAR-M 247 po testování při teplotě 800 a 900  $^\circ\text{C}$  byly tvořeny skluzovými pásy a komplexními vrstevnými chybami. Ve struktuře obou superslitin byla pozorována nízká hustota dislokací. Při cyklickém namáhání při teplotě 950  $^\circ\text{C}$  vytvářely dislokace v obou superslitinách uspořádanou dislokační síť, což mělo za následek zvýšenou hustotu dislokací ve struktuře.

Po únavovém namáhání při teplotě 950 °C byl v superslitině IN 713LC pozorován rafting precipitátů.

2. Při úplné eliminaci licích defektů probíhala iniciace a počáteční šíření únavových trhlin v superslitinách MAR-M 247 a IN 713LC při všech testovacích teplotách krystalograficky v nejhustěji obsazených rovinách typu {111}, což se projevilo přítomností fazet na lomové ploše. S rostoucí teplotou testování se zmenšovala velikost fazet na lomové ploše. K výraznému zmenšení fazet na lomové ploše došlo u superslitiny IN 713LC zvýšením testovací teploty z 800 na 900 °C, u superslitiny MAR-M 247 zvýšením testovací teploty z 900 na 950 °C. Pokud byly ve struktuře přítomny licí defekty (tavby **1 K** a **2 V** superslitiny IN 713LC), únavová trhlina se při teplotě 950 °C šířila pouze nekrytalograficky.
3. Z obou testovaných superslitin dosahuje obecně lepších únavových vlastností superslitina MAR-M 247. Pokud jsou ale v superslitině IN 713LC eliminovány defekty (HIPování + tepelné zpracování), dosahuje při teplotě 800 °C superslitina IN 713LC lepších únavových vlastností, než MAR-M 247.

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

1. V dislokační struktuře se po creepovém namáhání superslitin IN 713LC a MAR-M 247 vytvářely v matici  $\gamma$  a na rozhraní matrice / precipitát pravidelné dislokační sítě. Hustota dislokací byla ve struktuře po creepovém namáhání vysoká. Během creepového namáhání byla pozorována tvorba kavit v mezidendritických prostorách. Magistrální trhlina se v obou superslitinách šířila propojováním kavit a výsledná lomová plocha byla charakteristická interkrystalickým lomem.
2. S rostoucím středním napětím se zkracovala životnost zkoušených těles obou superslitin namáhaných kombinovaným namáháním únava-creep. S rostoucí superponovanou amplitudou napětí rostl podíl únavového poškození na úkor creepového. Pokud amplituda napětí dosáhla v tavně **1 K** superslitiny IN 713LC hodnoty okolo 20 a více % středního napětí, trhliny se iniciovaly a šířily výhradně únavovým mechanismem. V superslitině MAR-M 247 se tento poměr pohyboval okolo 45 a více %.
3. Do amplitudy napětí 80 MPa byl mechanismus poškození zodpovědný za životnost těles superslitiny IN 713LC creepový a od amplitudy napětí 120 MPa a více byl mechanismus zodpovědný za životnost superslitiny během kombinovaného namáhání únavový. Naproti tomu v superslitině MAR-M 247 určoval creepový mechanismus porušení životnost těles až do amplitudy napětí 160 MPa. Do této amplitudy napětí se v dislokační struktuře superslitiny MAR-M 247 tvořila heterogenní dislokační síť s oblastmi creepového a únavového poškození. Zvýšení amplitudy napětí na 200 MPa vedlo k vytvoření rovnoměrné dislokační struktury. Trhlina se při amplitudě napětí 200 MPa iniciovala a šířila výhradně únavovým mechanismem porušení

4. Tvorba skluzových pásů nebyla ve struktuře vzorků superslitiny IN 713LC po kombinovaném namáhání pozorována. Zvyšování superponované amplitudy napětí mělo za následek postupný pokles dislokační hustoty v matici  $\gamma$  a usměrnění dislokací do skluzových rovin typu  $\{111\}$ . Pouze při nejvyšší testované amplitudě napětí (160 MPa) byly ve struktuře IN 713LC pozorovány také komplexní vrstevné chyby. Také v superslitině MAR-M 247 se s rostoucí superponovanou složkou amplitudy napětí snižovala dislokační hustota v matici  $\gamma$ . Mimo to se od amplitudy napětí 120 MPa nacházely ve struktuře skluzové pásy i komplexní vrstevné chyby. Při kombinovaném namáhání s amplitudou napětí 200 MPa nebyly v dislokační struktuře skluzové pásy nalezeny a byly pozorovány pouze komplexní vrstevné chyby.
5. Porovnáním diagramů únavové pevnosti superslitin IN 713LC a MAR-M 247 bylo zjištěno, že oproti superslitině MAR-M 247 dosahuje superslitina IN 713LC při obou teplotách horší únavové životnosti. Pokles únavové pevnosti je s rostoucím středním napětím u superslitiny IN 713LC lineární; po překročení určité hodnoty středního napětí pak dochází k výraznému poklesu životnosti. Naproti tomu únavová životnost superslitiny MAR-M 247 klesá s rostoucím středním napětím (až do hodnoty okolo 300 MPa) při teplotách 800 a 900 °C pouze minimálně a teprve po překročení středního napětí 300 MPa dochází při teplotě 800 °C k pozvolnému poklesu životnosti a při teplotě 900 °C k rapidnímu poklesu životnosti.
6. Během kombinovaných zkoušek při teplotě 900 °C byl v superslitině IN 713LC pozorován rafting precipitátů  $\gamma'$ . V superslitině MAR-M 247 nedocházelo k raftingu precipitátů při žádné z testovaných podmínek.

## 6 SEZNAM LITERATURY

1. Durand-Charre, M., *The Microstructure of Superalloys*. 1998: Taylor&Francis.
2. Kou, H.J., et al., *Dynamic and fatigue compressor blade characteristics during fluid-structure interaction: Part I-Blade modelling and vibration analysis*. Engineering Failure Analysis, 2017. **76**: p. 80-98.
3. Frost, N.E., K.J. Marsh, and L.P. Pook, *Metal Fatigue*. 1974: Dover Publications.
4. Šmíd, M., et al., *Stage I fatigue cracking in MAR-M 247 superalloy at elevated temperatures*. Procedia Structural Integrity, 2016. **2**: p. 3018-3025.
5. Petrenec, M., K. Obrtlík, and J. Polák, *Inhomogeneous dislocation structure in fatigued INCONEL 713 LC superalloy at room and elevated temperatures*. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 2005. **400**: p. 485-488.
6. Petrenec, M., K. Obrtlík, and J. Polák, *Dislocation Arrangements in Cyclically Strained Inconel 713LC*, in *Fract. of Nano and Eng. Mat. and Struct. Proceedings of the 16th ECF, Alexandroupolis, Greece, July 3–7, 2006*, E.E. Gdoutos, Editor. 2006, Springer Netherlands: Dordrecht. p. 883-884.
7. Pineau, A. and S.D. Antolovich, *High temperature fatigue of nickel-base superalloys – A review with special emphasis on deformation modes and oxidation*. Engineering Failure Analysis, 2009. **16**(8): p. 2668-2697.
8. McLean, M., *Nickel-based alloys: recent developments for the aero-gas turbine*, in *High Performance Materials in Aerospace*, H.M. Flower, Editor. 1995, Springer Netherlands: Dordrecht. p. 135-154.
9. Long, H., et al., *Shearing mechanisms of stacking fault and anti-phase-boundary forming dislocation pairs in the  $\gamma'$  phase in Ni-based single crystal superalloy*. Journal of Alloys and Compounds, 2017. **724**: p. 287-295.
10. Lukáš, P. and L. Kunz, *Effect of vibrations on creep behaviour of CMSX-4 single crystals*. Materials Science and Engineering A, 1996. **214**(1-2): p. 167-169.
11. Kunz, L. and P. Lukáš, *Deformation Behaviour and Fracture of Ni-Based Single Crystals at Simultaneous Action of High-Cycle Fatigue and Creep*. Materials Engineering, 2007. **14**(2): p. 15-20.
12. Lukáš, P., L. Kunz, and M. Svoboda, *High-temperature ultra-high cycle fatigue damage of notched single crystal superalloys at high mean stresses*. International Journal of Fatigue, 2005. **27**(10–12): p. 1535-1540.
13. Lukáš, P., L. Kunz, and M. Svoboda, *High cycle fatigue of superalloy single crystals at high mean stress*. Materials Science and Engineering: A, 2004. **387–389**: p. 505-510.
14. Argon, A.S., *Topics in Fracture and Fatigue*. 2012: Springer New York.
15. Mintách, R., *Únavové vlastnosti Ni superzliatin pri vysokých stredných napätiach*. Dizertační práce, VUT Brno 2007.

## 7 CURRICULUM VITAE

### Vít Horník

nar. 1989 v Chrudimi

[hornik@ipm.cz](mailto:hornik@ipm.cz)

### Vzdělání

- Od 2014* *Doktorské studium* – Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojího inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství, obor *Fyzikální a materiálové inženýrství*  
Téma disertační práce: *Základní mechanismy únavového a kombinovaného poškození únava-creep niklových superslitin MAR-M 247 a IN 713LC*
- 2011–2014* *Magisterské studium* – Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojího inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství, obor *Materiálové inženýrství*  
Téma diplomové práce: *Iniciace a rozvoj cyklického poškození v oceli pro energetický průmysl*
- 2008–2011* *Bakalářské studium* – Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojího inženýrství, obor *Strojní inženýrství*  
Téma bakalářské práce: *Únavové vlastnosti titanových slitin*

### Pracovní zkušenosti

- Od 2014* *Ústav fyziky materiálů, AV ČR, Brno* – Skupina vysokocyklové únavy, zaměření na vysokoteplotní únavu niklových superslitin, ODS ocelí a vysokoentropických slitin, studium mikrostruktury a mechanismu poškození na rastrovacích a transmisních el. mikroskopech

### Pedagogická činnost

- 2014–2017* vedení cvičení předmětu *Úvod do materiálových věd a inženýrství* v bakalářském studijním programu na FSI VUT v Brně
- 2015–2017* vedení cvičení předmětu *Struktura a vlastnosti materiálů* v bakalářském studijním programu na FSI VUT v Brně
- 2017* vedení bakalářské práce *Analýza vlivu teplotních cyklů na eliminaci přetavené vrstvy materiálů používaných v letectví*, autor: Barbora Slavíková
- 2017* vedení bakalářské práce *Termomechanická únava austenitických ocelí*, autor: Ondřej Dobeš

### Nejvýznamnější publikace, vztahující se k DDP:

- HORNÍK, V., FINTOVÁ, S., ŠMÍD, M., HUTAŘ, P., HRBÁČEK, K., KUNZ, L., *Interaction of fatigue and creep in MAR-M 247 superalloy*. Procedia Structural Integrity, 2019, vol. 23, p. 197-202. ISSN: 2452-3216.
- HORNÍK, V., FINTOVÁ, S., ŠMÍD, M., HUTAŘ, P., HRBÁČEK, K., KUNZ, L., *Fatigue properties of B1914 superalloy at high temperatures*. Procedia Structural Integrity, 2019, vol. 23, p. 191-196. ISSN: 2452-3216.
- KUNZ, L., HORNÍK, V., HUTAŘ, P., FINTOVÁ, S., *Initiation of fatigue cracks and lifetime of Ni-base superalloys at high mean stress and temperature*. Procedia Structural Integrity, 2017, vol. 7, p. 44-49. ISSN: 2452-3216.
- HORNÍK, V., ŠMÍD, M., HUTAŘ, P., KUNZ, L., HRBÁČEK, K., *Interaction of Creep and High Cycle Fatigue of IN 713LC Superalloy*. Solid State Phenomena, 2017, vol. 258, p. 595-598. ISSN: 1012-0394.
- ŠMÍD, M., HUTAŘ, P., HORNÍK, V., HRBÁČEK, K., KUNZ, L., *Stage I fatigue cracking in MAR-M 247 superalloy at elevated temperatures*. Procedia Structural Integrity, 2016, vol. 2, p. 3018-3025. ISSN: 2452-3216.
- ŠMÍD, M., HORNÍK, V., HUTAŘ, P., KUNZ, L., HRBÁČEK, K., *High Cycle Fatigue Damage Mechanisms of MAR-M 247 Superalloy at High Temperatures*. TRANSACTIONS OF THE INDIAN INSTITUTE OF METALS, 2016, vol. 69, no. 2, p. 393-397. ISSN: 0972-2815.

Spoluautor 22 odborných článků (z toho 11 impaktovaných)

Články spojené s disertační prací: 10

h-index: 3 (Web of Science); 5 (Scopus)

## 8 ABSTRACT

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

## ABSTRAKT

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