

VĚDECKÉ SPISY VYSOKÉHO UČENÍ TECHNICKÉHO V BRNĚ

Edice Habilitační a inaugurační spisy, sv. 181

ISSN 1213-418X

Tomáš Podrábský

**VLIV PODMÍNEK ZATĚŽOVÁNÍ
NA STRUKTURU A PORUŠOVÁNÍ
LITÉ NIKLOVÉ SUPERSLITINY**

VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
Fakulta strojního inženýrství
Ústav materiálových věd a inženýrství

Doc. Ing. Tomáš Podrábský, CSc.

**VLIV PODMÍNEK ZATĚŽOVÁNÍ NA STRUKTURU A
PORUŠOVÁNÍ LITÉ NIKLOVÉ SUPERSLITINY**

**INFLUENCE OF THE LOADING FACTORS'
CONDITIONS ON THE STRUCTURE AND FAILURE
OF THE CAST NICKEL SUPERALLOY**

TEZE PŘEDNÁŠKY K PROFESORSKÉMU JMENOVACÍMU ŘÍZENÍ
V OBORU
MATERIÁLOVÉ VĚDY A INŽENÝRSTVÍ



BRNO 2005

KLÍČOVÁ SLOVA

Niklové superslitiny, creep, nízkocyklová únava, struktura

KEY WORDS

Nickel-base superalloys, creep, low cycle fatigue, structure

© Tomáš Podrábský, 2005

ISBN 80-214-3018-4

ISSN 1213-418X

OBSAH:

PŘEDSTAVENÍ AUTORA	4
1. ÚVOD	6
2. CHARAKTERISTIKA SUPERSLITINY INCONEL 713 LC	7
3. METODIKA EXPERIMENTU	8
4. VLIV PODMÍNEK CREEPOVÉHO ZATĚŽOVÁNÍ NA STRUKTURU A PORUŠOVÁNÍ	10
5. FRAKTOGRAFICKÉ STUDIUM ÚNAVOVÉHO CHOVÁNÍ	16
6. PORUŠOVÁNÍ TURBÍNOVÉHO KOLA ZKUŠEBNÍM PROVOZEM	19
7. CELKOVÉ SHRnutí	23
8. POUŽITÁ LITERATURA	24
9. ABSTRACT	26

PŘEDSTAVENÍ AUTORA

Narozen 11. 11. 1948 v Brně, působí na Ústavu materiálových věd a inženýrství, Fakulta strojního inženýrství, Vysoké učení technické v Brně.

Kvalifikace

Ing., 1973 – absolvoval VUT – FS Brno, obor slévárenská technologie.

CSc., 1984 – obhájil na VUT – FS Brno, kandidátská disertační práce v oboru Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu na téma: „Stabilita bainitické strukturní směsi na bázi Fe-C-Si“. Vědeckou radou VUT udělena vědecká hodnost CSc.

Doc., 1990 – jmenován ministrem školství docentem pro obor „Nauka o materiálech“.

Soudní znalec, 1993 – ministrem vnitra jmenován soudním znalcem v oboru: „Strojírenství, metalurgie a ekonomika“.

Doc., 2000 – habilitace na VŠB Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálové inženýrství pro obor „Materiálové vědy a inženýrství“. Habilitační práce na téma: „Strukturně mechanické charakteristiky ADI a bainitické křemíkové oceli“. Jmenován docentem 1. ledna 2001 rektorem VŠB Ostrava.

Průběh praxe

celkem **32 roků** pedagogické a vědecko-výzkumné praxe (od roku 1973) na VUT-FSI V Brně

1973-1976 - asistent VUT-FS Brno, katedra nauky o materiálu

1976-1990 - odborný asistent (výuka, výzkum) VUT-FS Brno, katedra nauky o materiálu

1990- dosud - docent VUT-FSI Brno, ÚMVI, odbor kovových materiálů

Zaměření vědecké práce:

Studium vztahů mezi strukturou, mechanickými a užitnými vlastnostmi kovových litých materiálů na bázi železa a niklu. Řešení cca 20 vědecko výzkumných úkolů (státní, resortní a grantové), např. „*Studium mechanicko-metalurgických charakteristik ADI litin a litých rychlořezných ocelí*“ vyústilo v udělení **4 autorských osvědčení** a publikování **3 monografií** (spoluautor **monografie** „*Grafitické litiny*“) **a odborných knih**. Od roku 2000 se zaměřuje v rámci vědecko-výzkumných projektů na optimalizaci chemického složení, heterogenity, struktury, vlastností a užití litých niklových slitin k výrobě spalovacích turbín (*hlavní navrhovatel projektu GAČR 106/02/1088 a mezinárodního projektu Kontakt 6/2004-2005*).

Rozvoj experimentálních metodik především v oblasti světelné a elektronové mikroskopie strukturních fází (spoluautor **monografie** „*Colour Metallography of Ferrous Alloys*“).

Publikační činnost :

V odborné literatuře publikoval jako autor, resp. spoluautor **109 vědeckých prací**, z toho: 2 monografie, 3 odborné knihy a příručku, 20 prací ve vědeckých časopisech, 27 prací ve sbornících zahraničních konferencí, 16 prací v národních časopisech, 41 prací na konferencích v ČR (*viz webová stránka*). Práce, jichž je autorem, případně spoluautorem, byly citovány v českých i zahraničních časopisech a ve sbornících zahraničních konferencí (39 citací, např. Giesserei-Praxis, Cast Metals Journal, Kovové materiály, Materials Science Forum, Acta Metallurgica atd.).

Pedagogická činnost

Od roku 1973 působí v pedagogické činnosti formou cvičení a seminářů, od roku 1988 je garantem předmětů a přednáší v denním, kombinovaném a doktorském studiu v oboru „**Materiálové vědy a inženýrství**“:

Magisterské 5-leté studium (5 předmětů v 1. až 5. ročníku)

Bakalářské 3-leté studium (3 předměty v 1. až 3. ročníku).

Doktorské 3-leté studium (1předmět)

Od roku 1997 je školitelem doktorského studia ve vědním oboru „*Materiálové vědy a inženýrství*“. Ukončené doktorské studium: 1 doktor v r. 2005 (školitel), 1 doktor v r. 2004 (školitel-specialista). V současné době je školitelem 2 doktorandů v interním studiu.

Člen komise státních závěrečných zkoušek v oborech Strojírenská technologie a Materiálové inženýrství. Člen komise pro přijímací řízení a obhajoby doktorandů v oboru Materiálové inženýrství, předseda komise pro přijímání studentů na VUT – FSI Brno.

Od roku 1985 je vedoucí více než 30 diplomových a bakalářských prací. Od roku 1992 recenzent 14 diplomových a bakalářských prací a 9 recenzí doktorských prací z toho 7 v zahraničí a 2 v ČR.

V roce 1992 byl iniciátorem a zakládajícím garantem mezinárodních seminářů celoživotního vzdělávání "*Nové směry v metalografii*". Těchto seminářů, které mají za cíl doplnění specializovaného vzdělání resp. rekvalifikace, se dosud zúčastnilo více než 180 pracovníků z výrobní praxe z ČR, Polska a Slovenska.

Je spoluautorem 2 pedagogických skript : *Nauka o materiálu II. a Fyzikální metalurgie*. Uvedené publikace (monografie, odborné knihy a skripta) jsou zároveň doporučenou literaturou pro studium v bakalářském, magisterském i doktorském studiu na VUT-FSI v Brně (viz webové stránky).

Zaměření odborné práce:

Rozsáhlá spolupráce s výrobními podniky strojírenského a metalurgického zaměření jako např. HONEYWELL a.s. Mariánské údolí, ŽĐAS a.s. Žďár n/S., ŠKODA-AUTO a.s. Mladá Boleslav, PBS a.s. Velká Bíteš atd. při vývoji nových materiálů a technologií, resp. objasňování příčin výrobních vad a selhání zařízení za provozu. V rámci HČ vypracoval od roku 1990 více jak 157 technických zpráv a protokolů. Pro arbitrážní řízení (policie a krajské soudy) jako soudní znalec vypracoval 9 znaleckých posudků.

Členství v profesních organizacích

V letech 1976–1999 byl členem České společnosti sekce "Elektronová mikroskopie" při ČSAV. Od roku 1990 je členem AV ČR pro nauku o kovech, od roku 1996 členem České slévárenské společnosti a od roku 1997 členem České společnosti pro nové materiály a technologie.

Přehled řídicí a organizační činnosti

Od roku 2002 je pedagogickým poradcem ředitele ÚMVI, od roku 2004 je zástupcem vedení odboru kovových materiálů.

V roce 1992 (v rámci projektu VUT) se podílel na vybudování špičkové metalografické laboratoře pro přípravu a pozorování metalografických preparátů a na získání certifikace ČSN ISO 9003/EN 29003 v metalografickém zkoušení materiálů (rok 1997).

V roce 2002 podal (navrhovatel) a realizoval projekt FRVŠ „Inovace výukové metalografické laboratoře“. S přispěním fakulty a MŠMT vybuďoval výukovou metalografickou laboratoř pro výuku a experimentální činnost diplomantů, bakalářů a studentů doktorského studia.

1. ÚVOD

Vývoj superslitin na bázi niklu se nadále prohlubuje a význam této třídy materiálů, díky jejich speciálnímu použití v dopravě a energetice stále roste. V trvalé soutěži mezi cenou a užitnými vlastnostmi se vývoj těchto materiálů pro letecké i stacionární spalovací turbíny ubírá dvěma směry. První směr vede k vývoji dalších variant chemického složení [1,2,3] a tepelného zpracování [4,5], (v tomto případě se jedná o postupnou optimalizaci struktury a vlastností základního materiálu). Druhý směr vede k výzkumu a vývoji ochranných povrchových vrstev tak, aby se zamezilo degradaci postupující od povrchu součástí, který je nejčastějším zdrojem poruch. Ve spalovacích turbínách určených pro letecký provoz je namáhání materiálu součástí velmi složité, jak co do úrovně a změn mechanického napětí, například při kombinaci creepu [6,7] a nízkocyklové, resp. vysokocyklové únavy [8] u rotujících částí, tak co do působení vlivu okolí, ke kterým počítáme změny teploty, vysokoteplotní korozi, oxidaci a erozi u stacionárních součástí. Soustředíme-li se z širokého spektra Ni superslitin na ty, které jsou vyráběny a používány na území naší republiky, jsou to například varianty slitiny INCONEL 713, pak i u těchto relativně cenově přístupných slitin dochází k výraznému vývoji v jejich chemickém složení.

V současnosti se v celosvětovém měřítku věnuje problematice životnosti lopatek a strukturní stability superslitin zvýšená pozornost. Je to vyvoláno poměrně značným počtem selhání motorů proudových letadel v posledních letech. V provozních podmínkách spalovacích turbín proudových motorů jsou lopatky oběžných kol namáhány časově, teplotně a napětově proměnnými cykly zatěžování. Během provozu jsou lopatky vystaveny řadě degradačních vlivů, zejména vysokoteplotní korozi, únavovým procesům a creepu [9,10,11]. V důsledku krátkodobého přetížení, např. během startů, přistávání, příp. i dalších nepravidelností chodu proudového motoru, dochází v souvislosti s maximy teplot a napětí k nevratným změnám v mikrostruktuře materiálu kol a jejich vlastností. Urychlením difúzních procesů dochází k lokálnímu rozpouštění a následně ke zpětnému vylučování zpevňujících fází, přičemž se postupně eliminuje dendritické odmišení prvků, které je pro odlévané lopatky charakteristickým znakem jejich výchozí mikrostruktury a ovlivňuje jejich vlastnosti [9].

Dosavadní poznatky získané na podkladě strukturních analýz provozovaných kol až na výjimky neumožňují kvalifikovaně odhadnout jejich zbytkovou životnost, neboť chybí srovnání jejich struktur s výchozím stavem a tím i možnost alespoň semikvantitativně posoudit stupeň degradace vlastností lopatek pro příslušný teplotní režim v závislosti na čase. Rovněž chybí dostatečně podrobný rozbor strukturní a chemické nehomogenity mající původ v lící struktuře lopatek z uvedeného typu materiálu a jejího stavu po exploataci, který je pro stanovení zbytkové životnosti lopatek nezbytně nutný.

Výsledky studia vlivu podmínek zatěžování na strukturu a porušování lité niklové superslitiny INCONEL 713 LC mají velký význam při odhadech chování této slitiny při provozních podmínkách, tj. při namáhání časově, teplotně a napětově proměnnými cykly zatěžování, které nelze ověřovat v běžných laboratorních podmínkách. Tyto výsledky lze využít jak z hlediska stanovení zbytkové životnosti tak i při volbě dalších variant chemického složení, tepelného zpracování, resp. úpravy povrchu.

Přednáška obsahuje výběr nových poznatků, získaných autorem a jím vedeným týmem v oblasti degradačních procesů při creepu a nízkocyklové únavy za vysokých teplot a strukturní stability litých, integrálních kol spalovací turbíny leteckého motoru ze superslitiny Inconel 713 LC.

Základním záměrem přednášky je v ucelené formě prezentovat závěry a jejich následná konfrontace se současnými poznatky vědního oboru „Materiálové vědy a inženýrství“ mezi strukturními parametry, creepovými a únavovými charakteristikami žárupevné niklové slitiny INCONEL 713 LC na zkušebních vzorcích. Tyto závěry pak srovnat s výsledky chování a vlastností odlitků reálných kol turbíny při podmínkách dlouhodobého zkušebního provozu. Soubor získaných informací je v současné době využíván: a) ke zpřesnění výrobní technologie odlitků kol

turbíny z této slitiny, b) jako soubor původních podkladů k předpokládané a na výzkum navazující materiálově technologické inovace nové generace kol spalovací turbíny, c) jako součást podkladů k predikci zbytkové životnosti kol spalovací turbíny.

2. CHARAKTERISTIKA SUPERSLITINY INCONEL 713 LC

Superslitiny na bázi niklu jsou polykomponentní, žárovevné a žáruvzdorné slitiny pro aplikaci při provozních teplotách, při kterých jsou již zcela nepoužitelné žárovevné ocele. Jsou obvykle tvořeny několika fázemi různého složení a stupně uspořádání atomů do krystalové mřížky. Klasickým příkladem jsou "superslitiny" s kuboidální morfologií uspořádané fáze γ' (Ni_3Al) oddělenými kanálky tuhého roztoku γ (Ni-Cr). Průmyslově používané superslitiny jsou ve skutečnosti slitinami více než deseti prvků, příměsi některých z nich jsou velmi malé, a vhodné složení bylo určeno empiricky [6,7,10,11].

Slitina Inconel 713 LC (low carbon) je nízkouhlíkovou modifikací slitiny Inconel 713C, její chemické složení je uvedeno v **tab.1**. Byla vyvinuta C. G. Bieberem v Bayonne Research Laboratory společnosti The International Nickel Company Inc. především pro integrálně litá rotorová kola plynových turbín. Obsah uhlíku je u této slitiny snížen jednak proto, aby teploty likvidu a solidu byly co nejvyšší a jednak proto, aby nedocházelo k tvorbě karbidů. Ty sice mohou na hranicích zrn v omezené míře působit příznivě proti creepu, ale vlivem působení vysoké teploty se typ karbidů mění a namísto malého množství karbidů typu MC s vysokým obsahem uhlíku se vytváří velké množství nízkouhlíkových karbidů typu M_{23}C_6 , které mohou tvořit na hranicích zrn spojitý film a tím dochází k výrazné degradaci creepových vlastností. U tohoto typu slitiny tedy není žádoucí vyšší obsah uhlíku, ke zlepšení vlastností hranic zrn je používán bór a jako hlavní zpevňující mechanismus je zde využito zpevnění koherentní, vytvrzující intermediární fází γ' . Zvyšováním obsahu železa ve slitině 713LC klesá její pevnost za vysokých teplot, což je způsobeno snižováním teploty rozpouštění hlavní zpevňující fáze γ' vlivem Fe [8].

Tab. 1 Přípustné rozmezí chemického složení Inconel 713LC (hm. %):

Cr	Mo	C	Si	S	Zr	Nb+Ta	Al	B	Ti	Ni
11,00	3,80	0,04	max.	max.	0,05	1,50	5,50	0,005	0,40	základ
13,00	5,20	0,07	0,05	0,015	0,15	2,50	6,50	0,015	1,00	

Fyzikální vlastnosti slitiny 713LC, tj. měrná hmotnost slitiny je 8010 kg/m^3 a předpokládané rozmezí teplot likvidu a solidu je 1288 až 1321°C.

Minimální hodnoty mechanických vlastností za teploty okolí stanovené normou ASTM jsou: $R_m = 895 \text{ MPa}$, $R_{p0,2} = 750 \text{ MPa}$, $A = 15\%$, $Z = 10\%$. S růstem teploty do oblasti až 700°C dochází k nárůstu pevnostních a poklesu deformačních charakteristik. Po překročení této teploty již pevnost klesá. Pro konstrukční návrhy reálných součástí pracující nad touto teplotou jsou nezbytné creepové charakteristiky a únavové (nízko a vysokocyklové) zkoušky za vysokých teplot.

Pro zajištění dobré zabíhavosti, optimálních mechanických vlastností a jakosti odlitku je lící teplota slitiny 713LC obvykle 1420°C. Vzhledem k nízkému obsahu uhlíku a jeho výraznému vlivu na vlastnosti slitiny je nutná přesnější kontrola lící teploty, než běžně prováděná [12].

Vzhledem k obtížné obrobitelnosti se dílce ze slitiny Inconel 713 LC odlévají s minimálními přísadkami na opracování a požadované přesnosti se nejčastěji dosahuje broušením a leštěním. Typickou technologií pro výrobu odlitků je přesné lití metodou vytavitelného modelu. Vzhledem k vysokému obsahu reaktivních prvků a jejich vysokou afinitou ke kyslíku, dusíku a vodíku je nezbytná aplikace vakuové technologie při tavení i při odlévání.

3. METODIKA EXPERIMENTU

Mateřská tavba polykrystalické superslitiny INCONEL 713LC byla zhotovena vakuovou metalurgií v tzv. kvalitě „master“ (50% slévárenského vratného odpadu, 50% čistých komponent) ve společnosti Ross & Catherall se sídlem v Sheffieldu a dodána ve tvaru ingotů o průměru 100mm. Vlastní materiál pro výrobu zkušebních vzorků pro creepové zkoušky a pro zkoušky nízkocyklové únavy byly dodány PBS, a.s. Velká Bíteš. Chemické složení těchto polotovarů je uvedeno v **tab. 2** spolu s chemickým složením integrálních kol spalovací turbíny.

Tab. 2 Chemické složení zkoumaných vzorků (hmotnostní %)

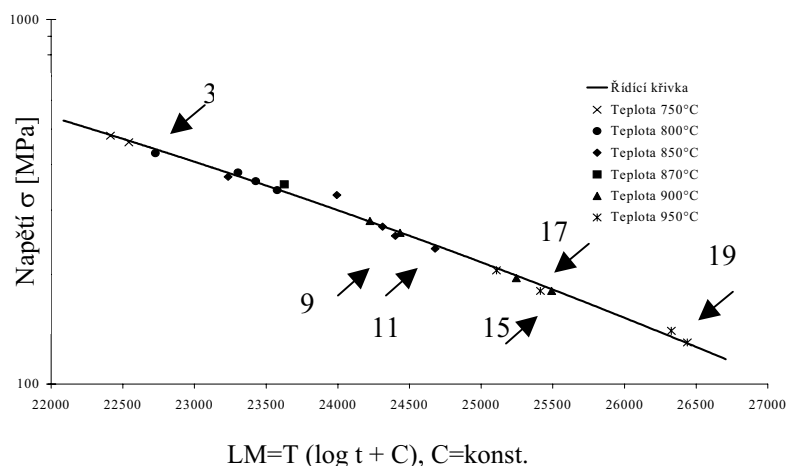
Prvek	Vzorek		
	creep	nízkocyklová únava	turbínové kolo
C	0,04	0,047	0,04
Cr	11,52	12,64	11,94
Mo	4,43	4,43	4,59
Nb+Ta	2,13	2,08	2,73
Al	5,88	6,12	5,90
Ti	0,83	0,67	0,78
B	0,012	0,010	0,010
Zr	0,09	0,08	0,11
Si	< 0,05	< 0,05	< 0,05
Mn	< 0,05	< 0,01	< 0,05
Fe	0,10	0,10	0,24
Co	< 0,05	0,06	0,15
Cu	< 0,05	0,047	< 0,05
S	0,005	0,004	< 0,005
P	0,005	0,003	< 0,005
N	7 ppm	8 ppm	-
O	9 ppm	7 ppm	-
Ni	základ	základ	základ

Zkušebním tělesem pro creepové zkoušky byla krátká poměrná zkušební tyč o průměru $d_0 = 5$ mm a $l_0 = 25$ mm. Zkušební tyče nebyly tepelně zpracovány a byly zkoušeny v litém stavu. Dlouhodobé creepové zkoušky byly provedeny v rozsahu teplot 750 – 950°C a napětí $\sigma = 130 – 480$ MPa. Zkoušky byla prováděny na vzduchu za dané teploty a při stálém tahovém zatížení. Při creepových zkouškách byla stanovena doba do lomu pro jednotlivé předem definované zatěžující podmínky a následně vyhodnocena závislost doby do lomu na teplotě a napětí. K hodnocení této závislosti bylo použito Larson – Millerova parametru [11]. Na základě výsledků těchto zkoušek byly vybrány reprezentativní vzorky (viz šedé označení v **tab. 3, obr. 1**) pro stanovení chemické mikroheterogenity, strukturních [14] a substrukturních [15] změn probíhající v materiálu vlivem creepového zatěžování a k určení mikromechanismů porušování. K únavovým zkouškám bylo použito celkem 37 těles. Výsledky byly pro jednotlivé teploty zkoušky vyjádřeny pomocí křivek životnosti, parametry těchto křivek byly určeny regresní analýzou (podrobněji viz např. [30] a [32]). Zkoušky byly realizovány při teplotách 23 °C a 800 °C a pro každou teplotu zkoušky bylo odzkoušeno několik těles při různých úrovních plastické deformace v rozsahu od 0,25 % do 1,2 % [32]. Zatěžování probíhalo při konstantní hodnotě rychlosti deformace v symetrickém deformačním cyklu $\dot{\epsilon} = 0,002$ s⁻¹ ($R_\epsilon = -1$). Ohřev vzorků na požadovanou teplotu byl zajištěn odporovou pecí řízenou regulátorem. Požadovaná teplota byla v průběhu zkoušek udržována pomocí termočlánků s přesností ± 2 °C.

Fraktografická analýza lomových ploch po creepu, nízkocyklové únavě (teploty 23 a 800°C, různé úrovně amplitudy plastické deformace) a porušených integrálně litých kol po provozu byla provedena na rastrovacím elektronovém mikroskopu (dále jen REM). Pozornost byla zaměřena na určení příčin iniciace a k popisu mechanismů creepového a únavového porušování.

Tab. 3 Výsledky creepových zkoušek

Vzorek	T [°C]	t [hod]	σ [MPa]
1	750	1048	480
2	750	1398	460
3	800	196	430
4	800	675	380
5	800	880	360
6	800	1216	340
7	850	63	370
8	850	300	330
9	850	576	270
10	850	693	255
11	850	1220	235
12	900	58	280
13	900	87	260
14	900	430	195
15	900	697	180
16	950	43	205
17	950	78	180
18	950	435	140
19	950	535	130



Obr. 1 Souvislost napětí a L-M parametru

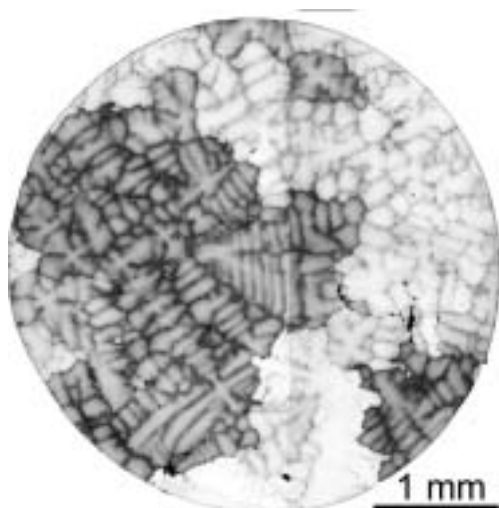
Mikrostruktura vzorků v základním stavu, po creepových a únavových zkouškách i na zkušebních kolech byla zkoumána metodami světelné mikroskopie, rastrovací elektronové mikroskopie s ED a transmisní elektronové mikroskopie (dále jen TEM).

K posouzení dendritické chemické mikroheterogenity a stanovení efektivních rozdělovacích koeficientů byly nezbytné dostatečně velké koncentrační soubory sledovaných prvků (Al, Ti, Cr, Ni, Zr, Nb, Mo) [12,13]. V tomto případě bylo rozhodnuto změřit energiově disperzní mikroanalýzou (dále jen ED) u každého vzorku jeden koncentrační soubor prvků, a to podél úsečky orientované tak, aby u každého z analyzovaných vzorků (5 vzorků) protínala přibližně srovnatelný počet (cca 8 až 9) strukturně podobných dendritických buněk a jejich hranic. Měření bylo provedeno na každém vzorku, a to ve 101 bodech ležících na úsečce dlouhé $L=500\mu\text{m}$ (vzájemná vzdálenost jednotlivých bodů $\Delta L=5\mu\text{m}$). V **tab. 4** jsou obsažena základní statistická data chemické mikroheterogenity analyzovaných vzorků. Základní symboly uvedené v této tabulce mají následující význam: \bar{X} – aritmetický průměr koncentrace příslušného prvku v úseku $500\mu\text{m}$ (celkem 101 bodů), S_x – směrodatná odchylka koncentrace příslušného prvku stanovená za předpokladu normálního (Gaussova) statistického rozdělení vyjádřená pomocí indexu segregace $I_s = \text{Max}/\bar{X}$ definovaný pro každý analyzovaný prvek poměrem maximální koncentrace k aritmetickému průměru koncentrace v daném úseku. Data v **tab. 4** platí pro poloviční vzdálenost střední vzdálenost dendritických větví $L_d = 28,16 \pm 3,50\mu\text{m}$.

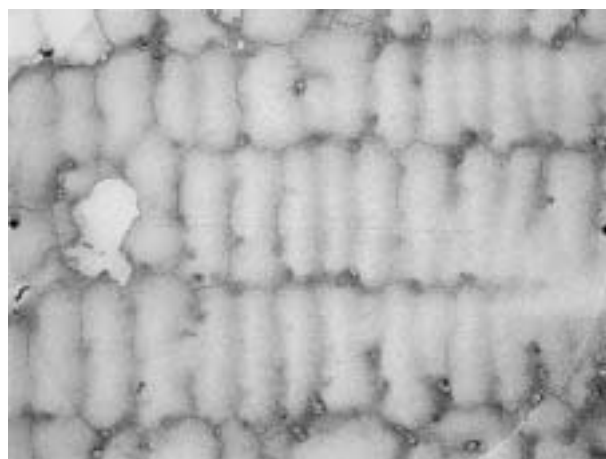
4. VLIV PPODMÍNEK CREEPOVÉHO ZATĚŽOVÁNÍ NA STRUKTURU A PORUŠOVÁNÍ

Změny v dendritické heterogenitě chemického složení

Cílem bylo zjistit změny chemického složení na dendritické úrovni následkem tepelné expozice (v hlavách zkušebních vzorků) a creepového zatěžování (v měrných částech zkušebních tyčí). K tomuto účelu byly změřeny koncentrační soubory vybraných prvků u vzorku ve výchozím stavu a u dvou vzorků po creepových zkouškách včetně metalografické dokumentace měřených míst přes dendritické buňky (obr. 2 a 3).



Obr. 2 Dendritická struktura



Obr. 3 Měření dendritické heterogenity

Z výsledků analýz chemické heterogenity vyplynulo, že střední vzdálenost dendritických větví se pro změřenou sérii vzorků niklové slitiny měnila jen velmi málo, v podstatě v relativním rozmezí daném variačním koeficientem pro L_d v předchozím odstavci 12,43 %.

V následující souhrnné tab. 4 je uvedena průměrná koncentrace X – měřených prvků, směrodatná odchylka – S_x a index heterogenity $I_{Het} = S_x/X$ obsahu měřených prvků v analyzovaných oblastech pěti vzorků niklové slitiny INCONEL 713 LC. Dále je v této tabulce uvedeno jmenovité chemické složení této slitiny.

Z porovnání průměrného obsahu prvků zjištěného mikroanalýzou v pěti vzorcích dle tab. 4 s předepsaným chemickým složením materiálu INCONEL 713 LC je zřejmé, že kromě zirkonia (Zr) a niobu (Nb) se všechny zbývající analyzované prvky, tj. hliník (Al), titan (Ti), chróm (Cr) a molybden (Mo), nacházejí v rámci předepsaného složení, což je v souladu s prací [12].

Tab.4 Souhrn výsledků měření a analýz (hm.%)

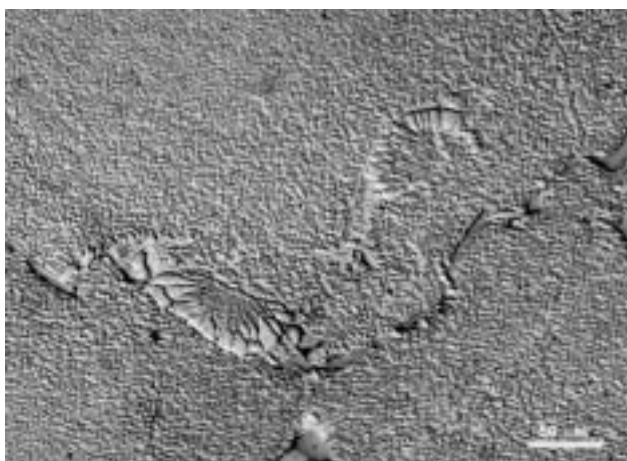
Vzorek	Al	Ti	Cr	Ni	Zr	Nb	Mo
Výchozí stav	5,954	0,585	11,737	76,648	0,000	1,194	3,750
11 – hlava	6,159	0,576	11,309	77,060	0,000	1,146	3,750
11 – dřík	6,102	0,513	11,821	76,553	0,002	1,055	3,954
19 – hlava	5,981	0,547	11,754	76,868	0,000	1,032	3,817
19 – dřík	6,025	0,538	11,468	77,085	0,000	1,037	3,847
X (hm.%)	6,044	0,552	11,618	76,843	0,0004	1,200	3,824
S_x (hm.%)	0,0852	0,0292	0,2190	0,2390	0,0009	0,2187	0,0843
$I_{Het}=S_x/X$	0,0114	0,0529	0,0069	0,0028	2,2500	0,1823	0,0220
(hm.%)	5,90	0,78	11,94	-	0,11	2,24	4,59

Změny chemického složení mezi jednotlivými vzorky niklové superslitiny byly v prvním přiblížení věnovány pochodům, které probíhají při přerozdělování jednotlivých konstitutivních prvků a charakterizovány prostřednictvím indexu heterogenity, který je definován jako poměr maximální koncentrace uvažovaného prvku v měřeném úseku o délce 500 μm k jeho průměrné koncentraci v tomtéž úseku. Hodnoty indexu heterogenity měřených prvků jsou odděleně pro každý proměřovaný vzorek uspořádány v **tab. 4**. Změny indexu segregace molybdenu jsou ve srovnání s indexy segregace zbývajících měřených prvků odlišné [13].

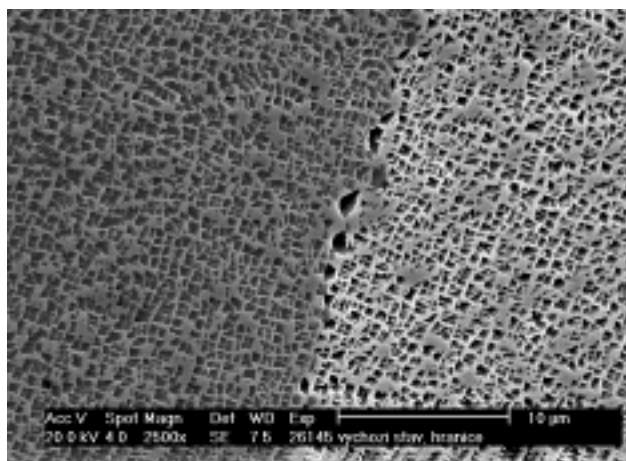
Změny mikrostruktury po creepových zkouškách

Na základě závislosti napětí na L-M parametru (**obr. 1**) byly vybrány reprezentativní zkušební vzorky (v **tab. 3** jsou vyznačeny šedě) pro stanovení strukturálních změn probíhajících v materiálu vlivem creepového zatěžování.

Hodnocení struktury vzorků, které byly vystaveny působení creepového zatěžování, bylo provedeno porovnáním jejich struktury se strukturou vzorků ve výchozím stavu. Struktura vzorků ve výchozím stavu je dendritická s výrazným odmíšením (**obr. 2**). Ve struktuře byly zjištěny slévárenské vady řediny a mikrostaženiny. Na snímcích ze světelného i rastrovacího elektronového mikroskopu bylo zjištěno, že struktura materiálu ve výchozím stavu je tvořena tuhým roztokem γ , ve kterém je rozptýlena jemná disperze vytvrzující fáze γ' o velikosti 0,3 až 0,6 μm . Dále byly ve struktuře pozorovány nepravidelně vyloučené primární, případně sekundární karbidy typu MC a malé množství eutektika γ'/γ (do 5%), kde fáze γ' byla o velikosti až 10 μm (**obr. 4**). Pro výchozí



Obr. 4 Struktura ve výchozím stavu (SM)

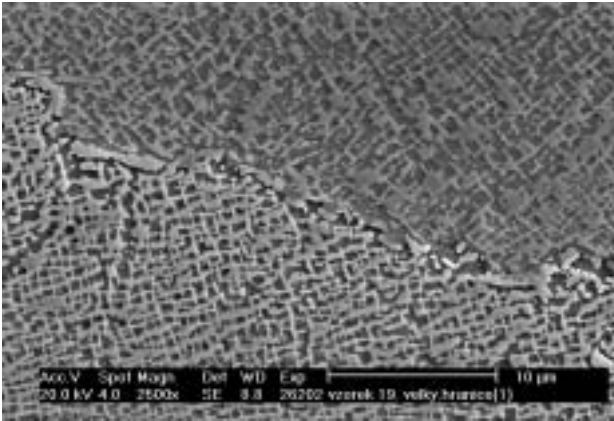


Obr. 5 Morfologie fáze γ' (REM)

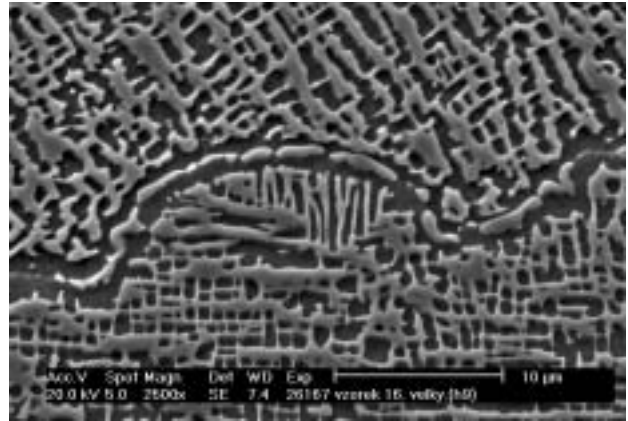
stav je charakteristická kuboidální morfologie fáze γ' (**obr. 5**). Že se skutečně jedná o jmenované fáze bylo potvrzeno nejen podle jejich morfologie, ale následně i chemickou mikroanalýzou pomocí ED [14].

Změny mikrostruktury vlivem tepelné expozice.

Z provedených pozorování jednotlivých vzorků je zřejmé, že se zvyšující se teplotou působící na materiál postupně dochází ke změně morfologie fáze γ' . Původně jemné částice γ' se shlukují a vytvářejí větší útvary. Spojování do bloků – hrubnutí je nejvýraznější morfologická změna, kterou vytvrzující fáze γ' vlivem působící vysoké teploty prodělávají. Tento jev je tím intenzivnější, čím vyšší je teplota zkoušky. Snímky z elektronového mikroskopu (REM na **obr. 6**) ukazují morfologické změny mikrostruktury po absolvované dlouhodobé tepelné zátěži [16,17,18]. Pro lepší názornost jsou snímky seřazeny od nízké teploty zkoušky k nejvyšší (**obr. 6a, 6b**). Je vidět, že s rostoucí teplotou se fáze γ' shlukují do větších útvarů a hrubnou. Navíc se na hranicích zrn vytváří souvislá vrstva karbidů, zhoršující creepovou odolnost (**obr. 6b**).



a) Vzorek č.11 (850°C/1220h)



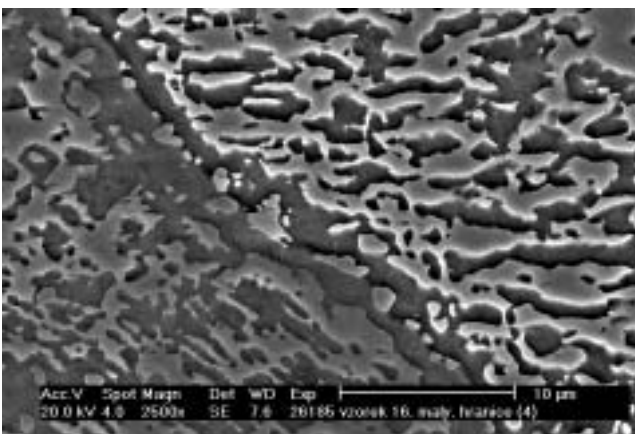
b) Vzorek č.19 (950°C/535h)

Obr. 6 Mikrostruktura vybraných vzorků po tepelné expozici (REM)

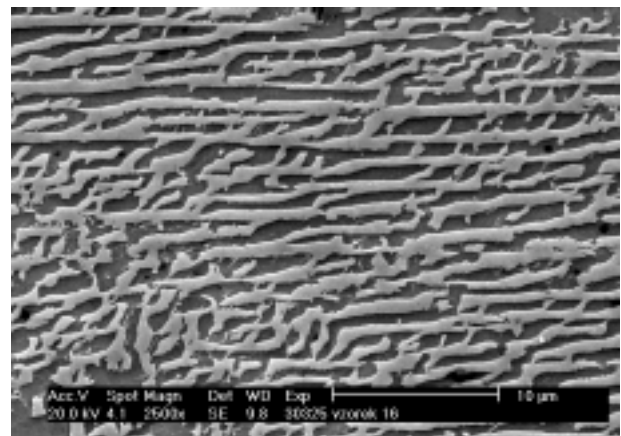
Vliv tepelně-napět'ové expozice (měrné části dříců zkušebních tyčí)

U vzorků po creepových zkouškách je mnohem více pozorovatelný proces spojování vytvrzující fáze γ' do větších bloků a navíc jejich deformace (ve smyslu změny tvaru vlivem difuze pod napětím), tzv. rafting [19,20,21]. Se zvyšující se teplotou a zatížením nabývá otázka raftingu na důležitosti. Tento jev je plně anizotropní a je podstatným faktorem ovlivňujícím creepové vlastnosti za vysokých teplot. Rozsah deformace precipitátů je závislý na krystalografické orientaci jednotlivých zrn matrice vůči působícímu vnějšímu napětí, na vzdálenosti od kritické oblasti průběhu nerovnoměrné deformace a na mřížkové neshodě (misfitu) mezi fázemi γ a γ' . I v případě spolupůsobícího teplotního a napět'ového namáhání (tepelně-napět'ové expozice) dochází k vyloučení velkého množství sekundárních karbidů. Intenzita tohoto procesu se zvyšuje jak s rostoucí teplotou zkoušky, tak s rostoucím působícím napětím. I zde platí, že tvorba méně či více souvislého síťoví karbidů má za následek degradaci vlastností zkoumaného materiálu.

Snímky pořízené na dřících vzorků (v příčném a podélném směru) podrobených creepovému zatížení, postihují vliv současného působení teploty a napětí (**obr. 7a, 7b**). Je zde opět pozorováno spojování precipitátů do větších útvarů, ale v mnohem větší míře, navíc se precipitáty nejen spojují, ale rovněž mění tvar vlivem difuze za vysokých teplot. Na hranicích zrn je opět možné pozorovat karbidickou síť degradující creepové vlastnosti.



a) vzorek č. 19- příčný řez



b) vzorek č. 19- podélný řez

Obr. 7 Mikrostruktura vzorku č. 19 po creepové zkoušce (950°C/130MPa), (REM)

Z výsledků měření částic γ' pomocí obrazové a rtg fázové analýzy [23] a konfrontací s literaturou [24] vyplývá, že se nemění celkový objemový podíl částic fáze γ' (54%). Zvyšující se teplota creepové zkoušky (od 850°C) měla však za následek snížení počtu částic fáze γ' (16000 částic u výchozího stavu) v hodnocené jednotkové ploše u vzorku 19 na 30% (4800 částic). Tedy že dochází ke spojování částic a k jejich hrubnutí. Velikost částic se zvýšila 10x, t.j. z původní velikosti 0,4 μ m na 4 μ m u vzorku č. 19 v místě dřívku. Dále je zřejmé, že vliv spolupůsobící teploty a napětí je výrazně větší než vliv teploty samotné. Stejně trendy lze vysledovat i na **obr. 7a, 7b**.

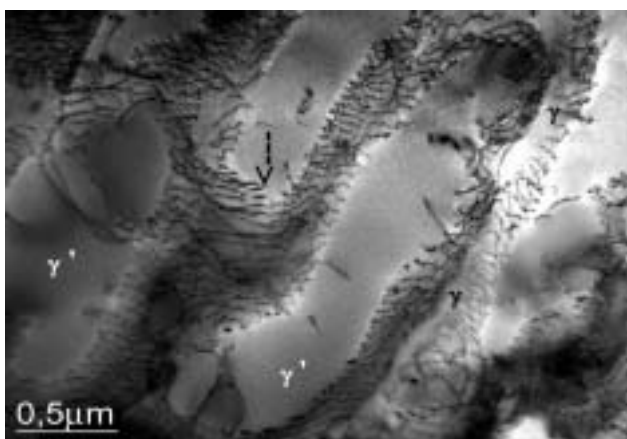
Rovněž byl hodnocen vliv teploty za současného spolupůsobení napětí na tvar částic fáze γ' . I v tomto případě je zřejmé, že zvyšující se teplota creepové zkoušky měla větší vliv na tvar částic. Částice jsou protáhlejší v poměru 1:5. Je zde také vidět, že vliv spolupůsobící teploty a napětí je výrazně větší než vliv teploty samotné. Tyto závěry jsou v souladu s pracemi [24] a jsou dokumentovány na **obr. 7b**.

Změny substrukтуры

Pozorování vybraného vzorku po creepovém zatěžování pomocí transmisní elektronové mikroskopie ukazuje detaily deformované struktury niklové superslitiny INCONEL 713LC zpevněné fází γ' . Na základě předchozích experimentů byl pro pozorování na TEM vybrán vzorek (č. 15), který byl vystaven creepovému zatížení při teplotě 900°C, napětí 180 MPa po dobu 697 h.

Poměrně složité vlastnosti dislokací ve struktuře niklových superslitin zpevněných fází γ' nevedou zpravidla k jejich nakupení před překážkou (pile-up), jakou je například koherentní rozhraní, ale pronikání (ve tvaru protaženého oblouku) do kanálku, které neuspořádaná fáze γ tvoří mezi částicemi uspořádané fáze Ni_3Al (γ'). Kromě toho tvoří dislokace vznikající při deformaci za vysoké teploty dislokační síť (zpravidla hexagonální), které „obalují“ částice γ' . Následující snímek (**obr. 8**) pořízený na fólii v transmisním elektronovém mikroskopu ilustruje typickou strukturu slitiny INCONEL 713 LC po creepovém zatěžování [22,29].

Na **obr. 8** je také řada protáhlých částic γ' (raftovaných [26]) a mezi nimi kanálky neuspořádané fáze γ . Jedna z mnoha částic fáze γ' je na snímku pro lepší orientaci označena. Pomocí elektronové difrakce bylo prokázáno, že částice γ' je uspořádaná fáze, tj. difraktují zakázané difrakční roviny typu (011). Vzhledem k difrakčním podmínkám pro vznik kontrastu na dislokaci, nejsou v hexagonální síti obvykle viditelné všechny tři typy dislokací, které se na její stavbě podílí.



Obr. 8 Dislokační substruktura vz. 15 z TEM

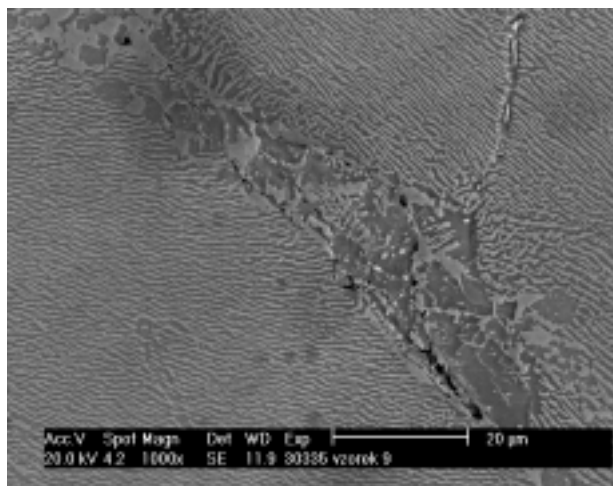
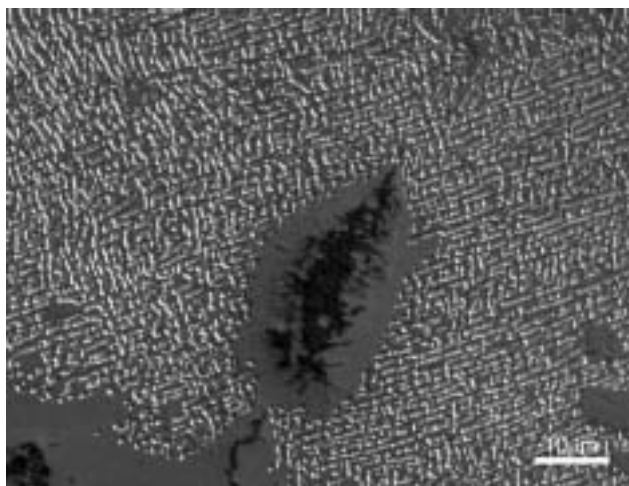


Obr. 9 Magistrální trhlina a kavity vz. 15 (SM)

Mechanismus porušování

Strukturu dřívků zkušebních tyčí (podélný řez) po creepových zkouškách v oblasti lomu-magistrální trhliny je uvedena na **obr. 9 a 10a**. Na snímku jsou zřetelná zrna protažená ve směru

působícího napětí a kavity. Změněný tvar (rafting) a velké útvary nekoherentní fáze γ' s karbidy po hranicích zrn jsou pravděpodobně místy iniciace porušení materiálu (**obr. 10**). Toto je v souladu s prací Lukáše a Changa [39,40].



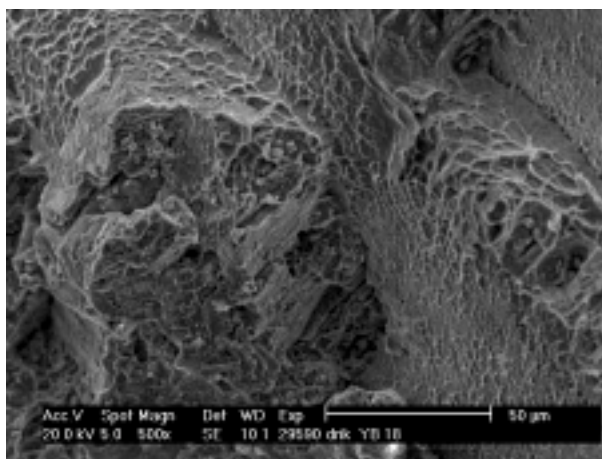
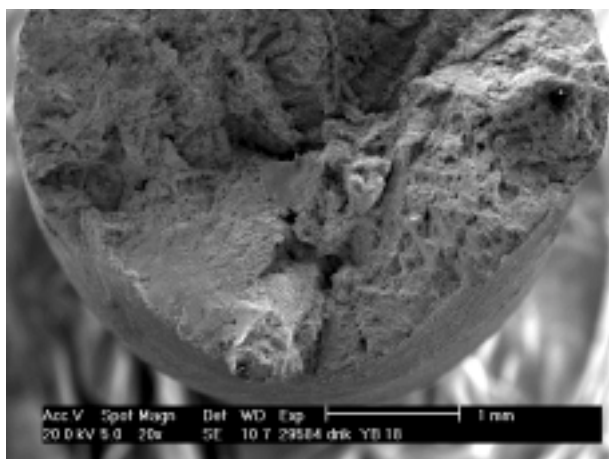
a) nukleace kavity

b) detail nekoherentní fáze γ' s karbidy (REM)

Obr. 10 Mikrostruktura vzorku č. 9 po creepové zkoušce (850°C/270MPa/576h), (REM)

Na lomových plochách vzorku č. 9 se vyskytovaly tři základní morfologie porušení: interkrystalické porušení, transkrystalické štěpení a tvárné transkrystalické dutinové porušení.

Iniciační oblast porušení je na povrchu vz. č. 18 tvořená interkrystalickým lomem a její charakter je uveden na **obr. 11a**. Finální stádium lomu se realizovalo mechanismem tvárného transkrystalického porušení. Důležitým faktorem při tvorbě lomové plochy, hlavně v procesu šíření trhliny, jsou přítomné hrubší sekundární karbidy lokálně se vyskytující v rádcích a hrubá nekoherentní fáze γ' . Tyto fáze jsou zřejmě nejpravděpodobnější příčinou snížení kohezní pevnosti matrice a tedy místem iniciace [25] tvárného dutinového poškození, jak to dokumentuje **obr.11b**.



a) Iniciační oblast porušení

b) Dutinové porušení v místě šíření

Obr. 11 Mikromorfologie lomových ploch vzorku č.18 po creepu (REM)

Závěry

Creepové zkoušky umožnily stanovit závislost doby do lomu na teplotě a aplikovaném napětí. Na základě výsledků creepových testů byly vybrány vzorky pro strukturní analýzu a sledování souvislosti mezi změnami v chemické mikroheterogenitě, struktury a v mikromechanismech porušování. Porovnání s literárními údaji pak ukazuje, že získané výsledky jsou v souladu s daty získanými z literatury.

Pro odlitky ze superslitin niklu je charakteristická dendritická segregace, která ovlivňuje strukturu a vlastnosti. Výsledky měření heterogenity chemického složení nasvědčují, že během creepového zatěžování uvedených niklových superslitin probíhají jak precipitační, tak homogenizační pochody. Precipitační pochody mikroheterogenitu systému zvyšují, homogenizační pochody ji snižují. Přitom se ukazuje, že intenzitu precipitačních pochodů zvyšuje napětí působící v dřívku, které je vyšší než ve vlastní hlavě zkoušky. Za nižších teplot daného typu dlouhodobého creepu velmi pravděpodobně dominují pochody precipitační, za zvýšených teplot creepu se začínají uplatňovat též pochody vedoucí k celkové homogenizaci slitiny. Na precipitačních pochodech se uplatňují vytvrzující reakce (Al, Ti, Ni a pravděpodobně i Nb), kterých se jen v malé míře zúčastňuje molybden.

Ze strukturní analýzy vyplývá :

- se zvyšující se teplotou expozice bez mechanického zatížení (hlavy creepových vzorků) má změna morfologie částic fáze γ' rozhodující vliv na žárupevnost, tzn. částice γ' hrubnou a dochází k jejich koagulaci,
- v mechanicky zatížených částech vzorků je tento trend ještě výraznější, což potvrdily i výsledky z obrazové analýzy,
- spolupůsobení teploty a mechanického zatížení vede k výraznému zhrubnutí fáze γ' , současně částice γ' mění orientaci, tj. rafting částic je kolmý vzhledem k lokálnímu směru maximálního tahového napětí,
- při vysokých teplotách a napětí dochází také k další precipitaci sekundárních karbidů na hranicích zrn a postupně se vytváří karbidické síťoví, současně se některé původní karbidy rozpouští, mění se nejen velikost ale složení atd.
- studium substruktury pomocí transmisní elektronové mikroskopie prokázalo, že v průběhu creepu dochází k výrazné změně původně krychlových částic zpevňující fáze γ' na nepravidelné protáhlé a zaoblené útvary, tzv. *rafty*, výsledná dislokační struktura s vysokou hustotou dislokací v matici γ svědčí o značné intenzitě deformačních pochodů probíhajících v průběhu tepelně-napěťové expozice,
- fraktografická analýza ukázala, že creepové trhliny vznikají na rozhraních mezi zhrublou nekoherentní fází γ' s karbidy a maticí γ a šíří se cca kolmo k přiloženému napětí,
- mechanismus porušování creepem je možno charakterizovat následovně: interkrystalická iniciace a rozvoj trhliny po hranicích zrn, přechod na transkrystalické štěpení a dotvoření lomu mechanismem tvárného porušování,
- z creepových zkoušek vyplývá pro inženýrskou praxi, že základním procesem, který způsobuje degradaci užitečných vlastností této Ni superslitiny jsou změny velikosti a morfologie částic zpevňující fáze γ' současně se změnou karbidických fází a změnou v chemickém složení a změny morfologie a rozložení (hranice zrna).

5. FRAKTOGRAFICKÉ STUDIUM ÚNAVOVÉHO CHOVÁNÍ

Ve fraktografickém rozboru byly popsány mechanismy únavového porušování superslitiny Inconel 713 LC. Dále byl sledován vliv licích vad a dalších strukturních nehomogenit na iniciaci a rozvoj únavového porušování, [30,31,32]. Prezentované výsledky [32] dokumentují, že fraktografická analýza může poskytnout velmi cenné poznatky o únavovém chování lité niklové superslitiny Inconel 713 LC. Fraktografické informace významným způsobem rozšiřují interpretační možnosti výsledků únavových zkoušek a lze je účinně využít k případným zásahům do technologických procesů konstrukčních dílců a součástí. Získané informace spolu s dokumentací hlavních fraktografických znaků jsou nezbytným vstupem pro posuzování příčin provozních poruch a havárií. Pozornost byla zaměřena na určení příčin iniciace a popis mechanismu únavového porušování. Metodika experimentu zkoušek byla popsána v kapitole 3.

Strukturní analýza

Strukturní analýza prokázala, že sledovaná slitina vykazuje licí strukturu s výrazným dendritickým odmíšením. Středové oblasti dendritů jsou tvořeny maticí γ a vytvrzující fází γ' s výskytem tyčinkovitých primárních karbidů typu na bázi, Mo, Nb. Na hranicích dendritů byly nalezeny oblasti přesycené karbidotvornými prvky (Cr, Mo, Nb, Ti). Ve struktuře byly nalezeny slévárenské vady (mikrořediny), které se vyskytují v mezidendritických prostorech. Transmisní elektronovou mikroskopií bylo prokázáno, že v základní matici γ došlo k precipitaci částic fáze γ' ve tvaru krychlí. Ve středních oblastech zrn se vyskytují kromě primárních tyčinkovitých karbidů typu (NbC a TiC) také vytvrzující fáze γ' , které jsou vzhledem k mezidendritickým prostorům jemnější. Pozorování tenkých folií, odebraných z těles cyklovaných při pokojové teplotě a teplotě 800 °C ukázalo, že ve struktuře nedochází k teplotní degradaci. Bylo však zjištěno, že v důsledku cyklického zatěžování při teplotě 800 °C jsou skluzové pásy mnohem více lokalizované a hustota dislokací je podstatně vyšší, než při pokojové teplotě.

Fraktografická analýza

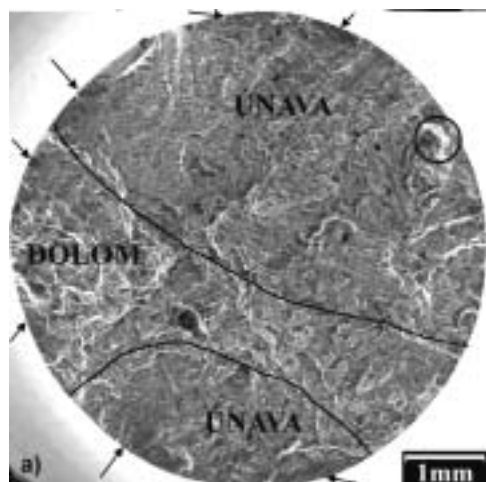
Fraktografická analýza byla provedena na zkušebních tělesech, porušených při nízkocyklové únavě při teplotách 23 a 800 °C. Hlavní výsledky fraktografické analýzy jsou dokumentovány snímky pořízenými na tělesech, která byla zkoušena při zhruba stejné amplitudě plastické deformace $\varepsilon_a \approx 0,4\%$. Licí struktura materiálu Inconel 713 LC významně ovlivnila morfologii všech sledovaných lomových ploch. Prakticky všechny lomy vykazují výraznou dendritickou strukturu, snadno pozorovatelnou i při malých zvětšeních (**obr. 12**). Na lomových plochách všech sledovaných těles byly nalezeny licí vady typu mikroředin (**obr. 13 a 14**). Licí vady tvoří potenciální centra pro iniciaci únavových trhlin a to i v případě, že neprostupují na povrch zkušebních těles. V případě sledovaných zkušebních těles byly mikrořediny nejčastější příčinou iniciace únavových trhlin ve sledovaných tělesech.

Na **obr. 12** jsou vyznačeny přibližné polohy rozhraní „únava-dolom“, šipky označují polohu iniciačních center a kroužky oblasti výskytu licích vad a defektů. (Upraveno dle [32]).

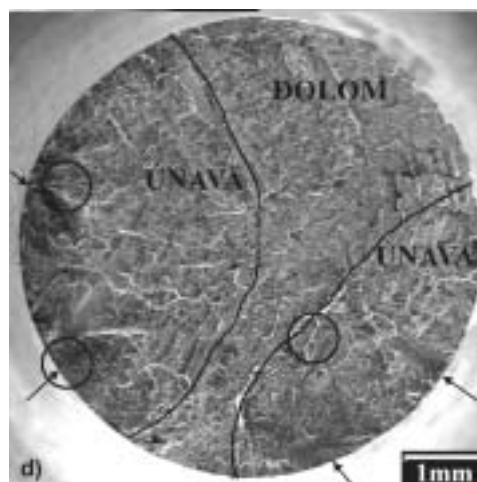
Základní mikromorfologickou charakteristikou všech lomů byl výskyt strukturního lomu (**obr.14**). Znaky strukturního lomu byly nalezeny jak v oblastech porušených v průběhu únavových zkoušek, tak i v oblastech závěrečného dolomení zbytku nosného průřezu. Analogická mikromorfologie lomu byla nalezena i v případě těles, porušených při zkoušce pevnosti v tahu, či při zkoušce vrubové houževnatosti. Podrobnější popis tohoto typu mikromorfologie by vyžadoval detailní popis mikrostruktury sledované slitiny a přiřazení strukturních složek k jednotlivým mikromorfologickým útvarům lomových ploch.

V průběhu analýz bylo prokázáno, že výskyt polí striací je vázán na úroveň zatížení při zkoušce (**obr. 15**). V případě sledovaných těles se vliv rostoucí amplitudy deformace na charakter mikromorfologie lomových ploch projevil pouze při teplotách zkoušky 23°C. Na lomových

plochách těles zkoušených při vysokých amplitudách deformace ($\geq 0,60\%$) nebyla nalezena pole striací. Při vysoké teplotě zkoušky 800°C byla pole striací nalezena i při amplitudě $0,70\%$, [9].

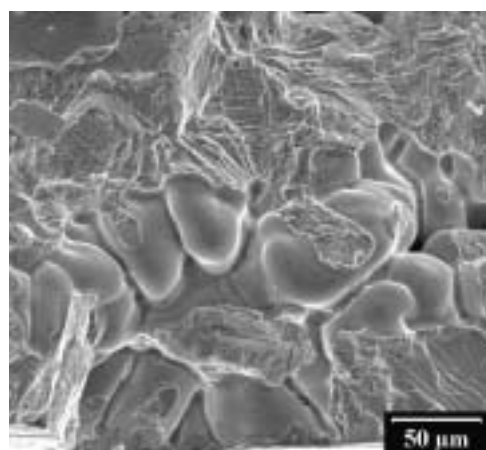


$T = 23^\circ\text{C}$, $\varepsilon_a = 0,37\%$, $N_f = 5\,955$ cyklů

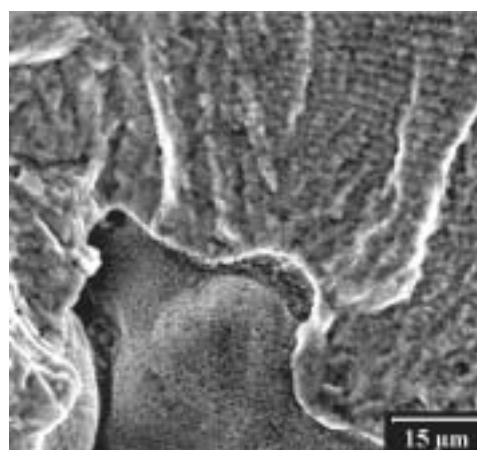


$T = 800^\circ\text{C}$, $\varepsilon_a = 0,36\%$, $N_f = 2\,466$ cyklů

Obr. 12 Morfologie lomových ploch těles porušených při různých teplotách (REM)



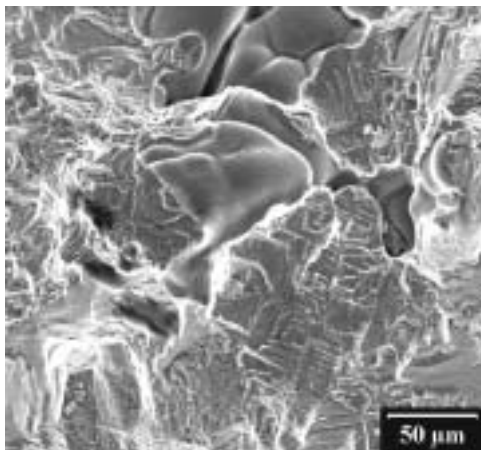
$T = 23^\circ\text{C}$, $\varepsilon_a = 0,37\%$, $N_f = 5\,955$ cyklů



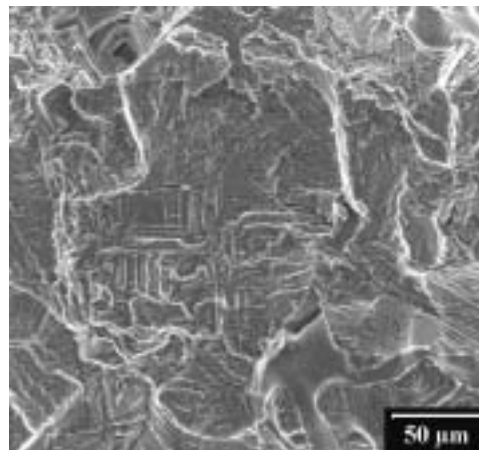
$T = 800^\circ\text{C}$, $\varepsilon_a = 0,36\%$, $N_f = 2\,466$ cyklů

Obr. 13 Mikromorfologie lomových ploch v oblastech iniciace (REM)

Fraktografická analýza prokázala, že se změnou teploty zkoušky se nemění základní mikromorfologické charakteristiky lomů těles ze slitiny Inconel 713 LC. Při zvýšené teplotě sice dochází ke vzniku oxidické vrstvy, ta však pouze více či méně ztěžuje identifikaci jednotlivých znaků. Z toho vyplývá, že z *kvalitativního* hlediska nevede změna teploty ke změnám mechanismu únavového porušování. Ve všech sledovaných případech probíhal růst únavových trhlin kombinací mechanismu tvorby striací, strukturního lomu a propojováním s licími vadami (mikroředinami). Bylo však prokázáno, že růst teploty zkoušky vede ke *kvantitativním* změnám mikromorfologie lomu a tedy i mechanismu porušování. Jednak se mění podíl jednotlivých mechanismů porušování při šíření únavových trhlin, jednak se mění rozteč striací. Při stejné hodnotě amplitudy deformace mají striace při vyšší teplotě větší rozteč (trhlina se šíří rychleji a počet cyklů do lomu klesá).

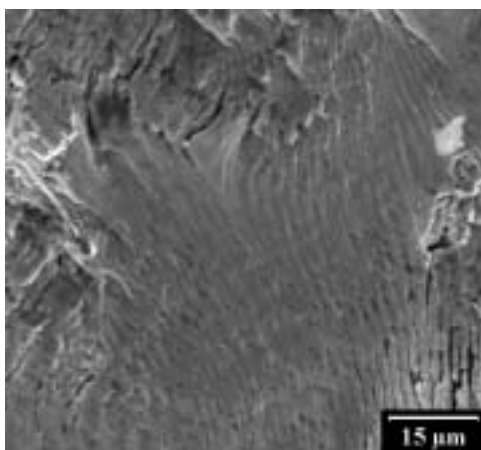


$T = 23 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $\varepsilon_a = 0,37 \%$, $N_f = 5\,955$ cyklů

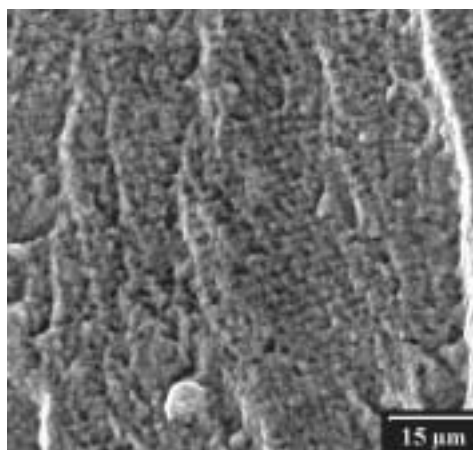


$T = 800 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $\varepsilon_a = 0,36 \%$, $N_f = 2\,466$ cyklů

Obr. 14 Vliv strukturních charakteristik na mikromorfologii lomových ploch (REM)



$T = 23 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $\varepsilon_a = 0,37 \%$, $N_f = 5\,955$ cyklů



$T = 800 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $\varepsilon_a = 0,36 \%$, $N_f = 2\,466$ cyklů

Obr. 15 Striace je charakteristický mikrofraktografický znak únavového lomu (REM)

Závěry

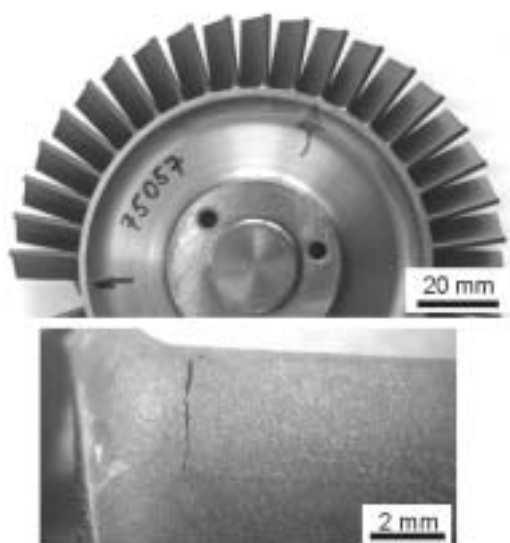
V průběhu podrobného makro i mikroskopického pozorování porušených tyčí z materiálu Inconel 713 LC nízkocyklovou únavou byly popsány základní mikromorfologické znaky sledovaných lomových ploch. Na základě fraktografického studia byly určeny následující příčiny iniciace a mechanismy růstu únavových trhlin:

- licí vady typu mikroředin, které se vyskytovaly v povrchových vrstvách sledovaných zkušebních těles, byly hlavní příčinou iniciace únavových trhlin,
- některé únavové trhliny iniciovaly přímo na povrchu zkušebních těles,
- šíření únavových trhlin při nízkocyklové únavě probíhá kombinací mechanismu tvorby striací, strukturního lomu a propojováním s mikroředinami,
- změny zkušební teploty nevedou ke kvalitativním změnám mechanismů porušování, mění se však podíly jednotlivých mechanismů na procesu šíření únavových trhlin, s rostoucí teplotou rostou i rozteče striací.

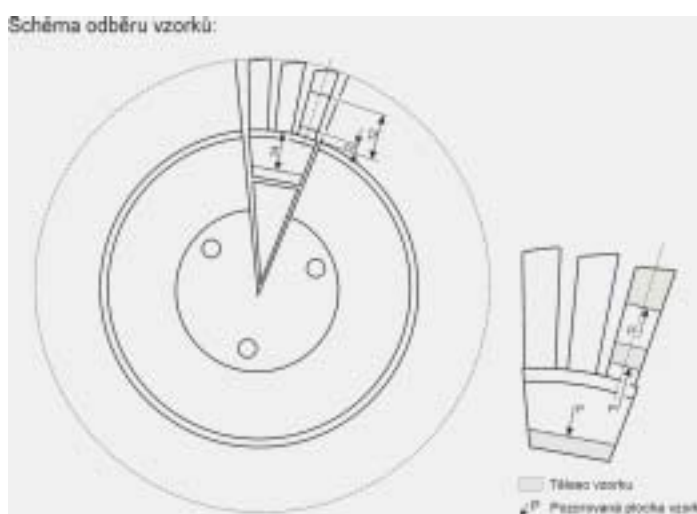
6. PORUŠOVÁNÍ TURBÍNOVÉHO KOLA V PROVOZNÍCH PODMÍNKÁCH

Pro posouzení možných příčin havárie oběžných kol po zkušebním letovém provozu a jejich fraktografický rozbor byla analyzována integrální oběžná kola 2. stupně turbíny energetické jednotky SAFÍR 5 L ze superslitiny Inconel 713 LC. Bylo provedeno studium struktury a lomových ploch jednoho neporušeného (v provozu nepoužitého) kola a dvou kol porušených během provozu. Byl také vyhodnocen a popsán vliv chemické a strukturní dendritické nehomogenity na iniciaci a šíření únavového porušování. Analýzy strukturní a chemické mikroheterogenity byly konfrontovány se strukturní stabilitou nových a porušených litých oběžných kol spalovacích turbín leteckého motoru po letovém provozu.

Turbínová kola absolvovala během zkušebního provozu od roku 2002 přes 900 startů (cca 3216min.), přičemž při posledních zkouškách v laboratoři PBS a následnému přechodu na kritické otáčky cca 55 000 ot/min, došlo k ulomení dvou lopatek a k nalomení jedné lopatky. Metodika experimentu včetně chemického složení kol je uvedeno v kap. 3 (**tab. 2**).



Obr. 16 Havarované turbínové kolo



Obr. 17 místa pro měření chemické heterogenity

Fraktografická analýza lomových ploch

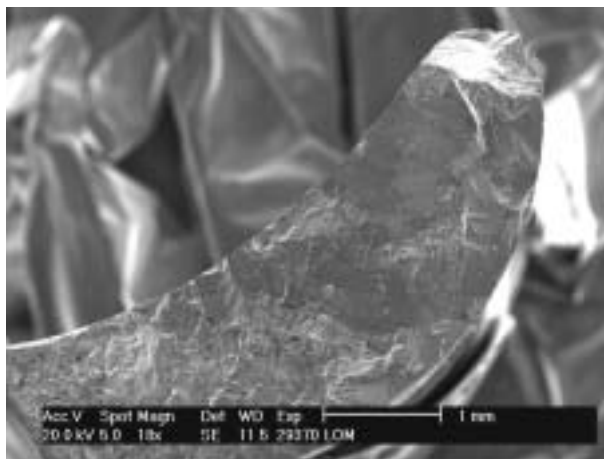
Při fraktografickém studiu poškozených turbínových kol pomocí stereomikroskopu bylo zjištěno, že lomové plochy u všech porušených lopatek mají únavový charakter (**obr. 15 a 17**). Iniciační místa únavového porušení se nacházely u všech lopatek vždy na náběžné hraně cca ve vzdálenosti 2mm od náboje kola (**obr. 16 a 17**). Mikromorfologie lomové plochy lopatek je zřejmá z **obr. 19 až 21** z REM. Na **obr. 21** je uvedena oblast únavového šíření, která je tvořená únavovými striacemi. Všechny poškozené lopatky vykazovaly únavový mikromechanismus porušení [35,36]. U dolomené lopatky kola turbíny byla zjištěna v místě iniciace únavového poškození oxidická plena na bázi hliníku.

Lokální mikroanalýzou chemického složení pomocí ED byly analyzovány na lomové ploše vyskytující se fáze v místě iniciace únavového porušení. Bylo zjištěno, že tyto fáze – částice jsou na bázi oxidu hlinitého. Plošná analýza matrice odpovídala chemickému složení základního materiálu.

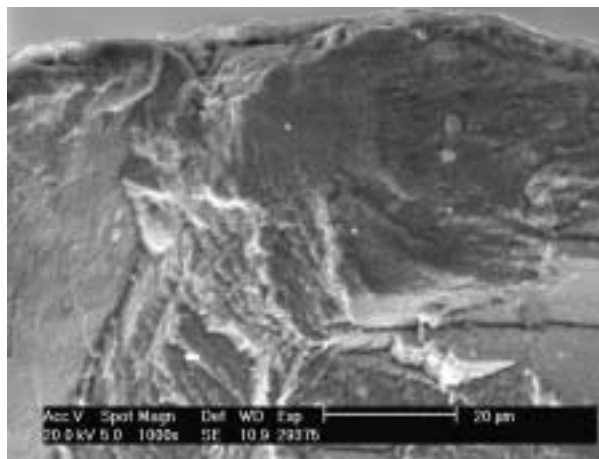
Strukturní rozbor

Struktura nových (nepoužitých) a porušených turbínových kol byla hodnocena na světelném mikroskopu a REM (**obr. 17**). Bylo zjištěno, že mikrostruktura v náboji obou kol je tvořena nerovnoměrnými (hrubými) licími zrny o velikosti 5 až 20mm (příčný řez na **obr. 22**).

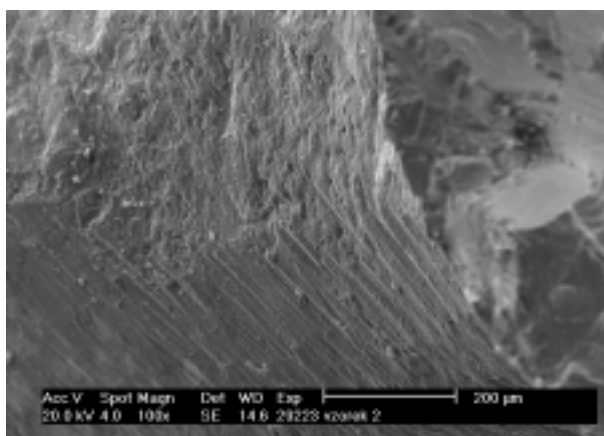
Mikrostruktura na konci lopatek (**obr. 21**) se skládá z nerovnoměrných polyedrických zrn (jemnější než v místě náboje) o velikosti cca 1mm s vyloučenými karbidy MC uvnitř i na hranicích zrn. Na snímcích z REM je zřejmé, že velikost vytvrzující fáze γ' zůstává stejná (cca 0,5 μ m) ve všech analyzovaných místech.



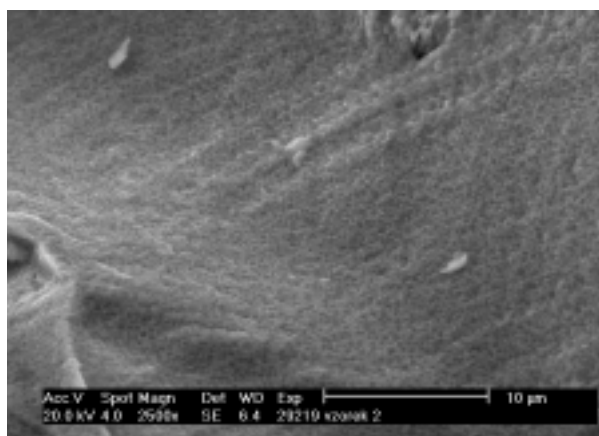
Obr.18 Makrofraktografie lomové plochy



Obr.19 Detail morfologie lomové plochy(REM)



Obr. 20 Iniciační místa – náběhová hrana



Obr. 21 Oblast šíření – únavové striace

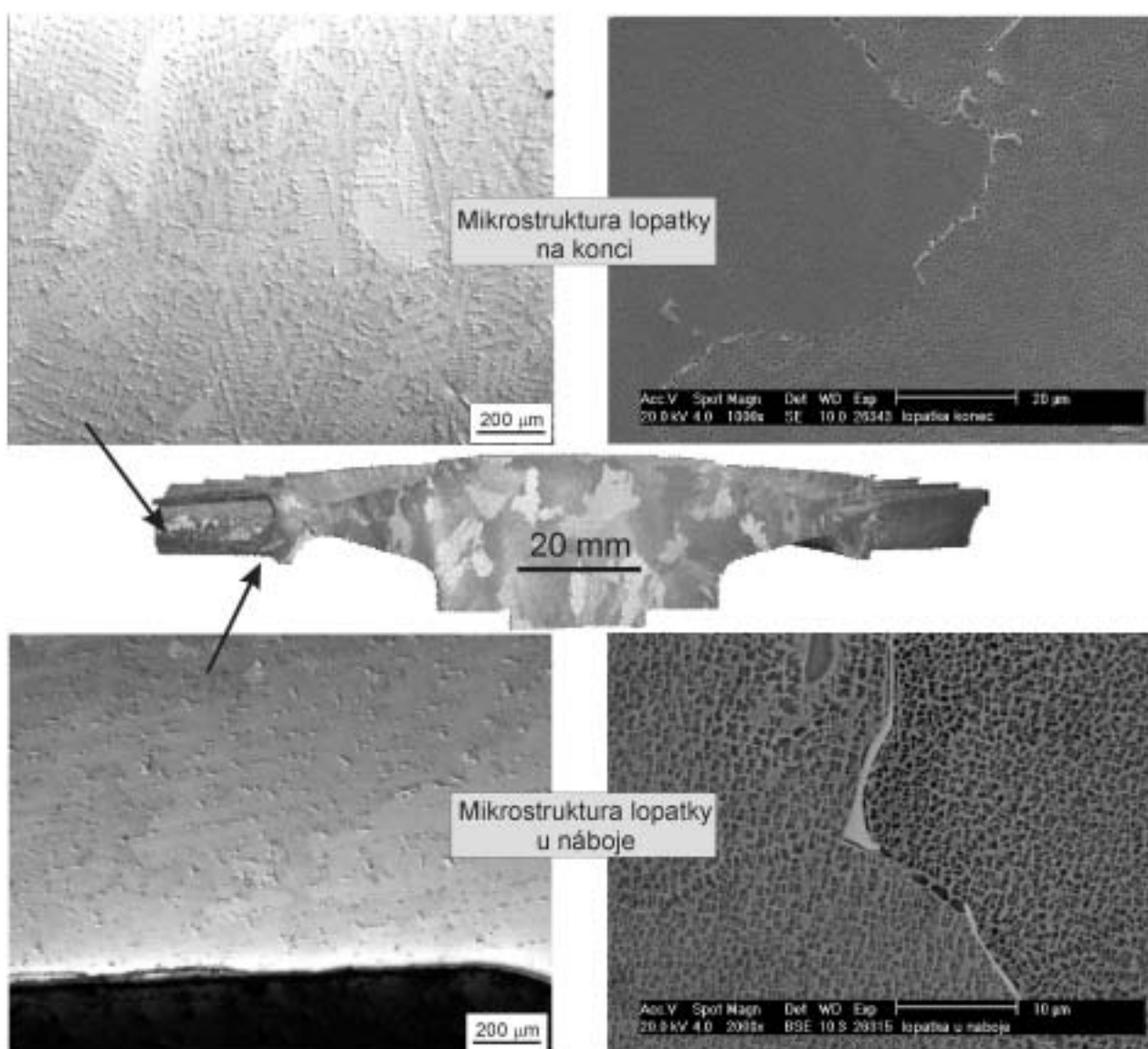
Měření chemické dendritické heterogenity

Chemická heterogenita prvků niklové superslitiny INCONEL 713 LC byla stanovena porovnávacím způsobem ve struktuře lopatek a náboje turbínového kola v litém stavu, tj. bezprostředně po odlití a po porušení (**tab. 6**).

Metodika měření dendritické heterogenity byla stejná jako u creepových zkoušek (viz kap. 4) Vzorky byly odebrány z předem určených míst kol (**obr. 16**), chemická analýza je v **tab. 7**. Měřením koncentrace konstitutivních a doprovodných prvků (Al, Ti, Cr, Ni, Zr, Nb, Mo) a vyhodnocením změřených dat bylo zjištěno, že střední vzdálenost dendritických větví niklové slitiny INCONEL 713 LC se pro vybranou sérii vzorků turbínového kola niklové slitiny výrazně mění ve vztahu ke způsobu odběru vzorku. Čím blíže se nachází poloha odebraného vzorku a měřeného místa k náboji turbínového kola, tím větší je vzdálenost dendritických větví (**obr. 22**).

V lopatkách je ve vzdálenosti 12 mm od náboje turbínového kola střední poloviční vzdálenost dendritických větví $9,1\mu\text{m}$. U vzorků odebraných z místa 2 mm od náboje kola, pak pozorujeme, že se v této oblasti zvýší střední poloviční vzdálenost větví v lopatkách na $25\mu\text{m}$. V samotném náboji kola se tato strukturní veličina ještě zvyšuje na $30\mu\text{m}$.

Tato relace se odráží ve zvýšení chemické heterogenity měřených prvků, především ve zvýšení hodnoty maximální koncentrace prvků zaznamenané v měřené oblasti lopatek, která se přibližuje k náboji kola. Zvýšení hodnoty této veličiny se vzdáleností dendritických větví lopatek turbínového kola je výrazné [37].



Obr. 22 Mikrostruktura lopatky a náboje kola

Největší rozdíly v chemické heterogenitě prvků byly zaznamenány ve vzorku v místě 12 mm od náboje, kde se velmi výrazně zvyšují hodnoty maximální změřené koncentrace (C_{max}) jednotlivých prvků. Pro všechny měřené prvky (zejména Nb a Mo) byla zjištěna nejvyšší koncentrace v místech ležících v blízkosti náboje kola. V samotném náboji kola tak výrazné koncentrační rozdíly prvků nebyly pozorovány. Maximální změřené koncentrace analyzovaných prvků v hm.% uvádí **tab. 6**.

Tab. 6 Maximální změřené koncentrace analyzovaných prvků v určených místech

Vzorky	Al	Ti	Cr	Ni	Zr	Nb	Mo
12 mm od náboje	7,015	1,555	13,470	77,225	0,455	7,565	6,745
2 mm od náboje	7,900	5,740	17,510	78,890	3,385	31,295	12,300
14 mm od vnějšího průměru	7,935	1,005	17,575	79,290	0,141	2,525	6,125
Jmen. obsah	5,90	0,78	11,94	-	0,11	2,24	4,59

Podobnou tendenci k růstu chemické mikroheterogenity, jako je tomu u maximální změřené koncentrace, lze pozorovat taktéž v růstu indexu heterogenity a indexu segregace měřených prvků. Jakmile se blížíme s místem měření chemické mikroheterogenity prvků ze směru od středních částí lopatky k náboji, potom indexy heterogenity i indexy segregace rostou.

Je zároveň pozoruhodné, že největší chemická mikroheterogenita turbínových lopatek v místech u náboje zároveň koresponduje s frekventovaným výskytem míst iniciace únavových lomů, které podle zkušenosti tyto spodní části lopatek pronásledují. Tatáž oblast je také při provozu charakterizována vysokým tahovým napětím pocházejícím od odstředivých sil působících na lopatku rotujícího turbínového kola a též vrubovým účinkem v přechodu lopatky z listu do zámku. Na podkladě provedených měření lze odůvodněně předpokládat, že rozdíly v chemické mikroheterogenitě prvků slitiny turbínového kola ve značné míře souvisejí s parametry dendritické struktury. Čím větší je střední vzdálenost dendritických větví, tím větší chemickou mikroheterogenitu prvků v lopatkách lze očekávat. Výsledky byly zveřejněny v práci [26].

Závěry

Výsledky provedené studie poškozených turbínových kol provozem, můžeme rozdělit do dvou skupin:

- poškození lopatek je ve všech případech jednoznačně únavové, bez zjištěných změn struktury v celém objemu,
- mikromechanismy porušování lopatek byly stejné jako v případě vzorků namáhaných nízkocyklovou únavou,
- na podkladě provedených měření lze odůvodněně předpokládat, že rozdíly v chemické heterogenitě prvků slitiny turbínového kola ve značné míře souvisejí s parametry dendritické struktury, tj. čím větší je střední vzdálenost dendritických větví, tím větší chemickou heterogenitu prvků v lopatkách lze očekávat,
- jednoznačně lze konstatovat, že místo iniciace únavového porušení je u všech lopatek stejné (povrch náběhové hrany cca 2 mm od náboje) a lze proto předpokládat, že při zkušebním provozu došlo v těchto místech lopatek k teplotnímu a napěťovému přetížení, zejména po překročení kritických otáček $55\ 000\ \text{ot. min}^{-1}$,
- napěťové přetížení souvisí s konstrukcí kola (možné poddimenzování tloušťky), protože v místě iniciace jde o přechod lopatky do náboje,
- z fraktografického a materiálového rozboru dodaných turbínových kol vyplývá, že s největší pravděpodobností se na iniciaci podílely i další faktory a to: a) rozhraní hrubých a jemných licích zrn, nerovnosti povrchu po obrábění a vyskytující se fáze na bázi oxidu hlinitého, b) největší chemická mikroheterogenita turbínových lopatek v místech u náboje zároveň koresponduje s frekventovaným výskytem míst iniciace únavových lomů.

7. CELKOVÉ SHRnutí

Výsledky předložených tezí jsou v současné době aktuální a řeší jednu z priorit vládního usnesení v materiálových vědách a inženýrství a současně mají rozhodující dopad na aplikaci studovaných materiálů v energetice a letecké technice.

V předkládané práci byl popsán vliv podmínek zatěžování na strukturu a porušování lité niklové superslitiny INCONEL 713 LC. Práce je zaměřena na nové poznatky z oblasti strukturní stability superslitiny při degračních procesech creepu a nízkocyklové únavy za vysokých teplot. Analýzy strukturní a chemické mikroheterogenity při těchto procesech na zkušebních vzorcích byly konfrontovány se strukturní stabilitou reálných litých oběžných kol spalovacích turbín leteckého motoru po letovém provozu.

Základním záměrem této práce je v ucelené formě prezentovat závěry vyplývající z vlastních výsledků, a jejich konfrontace se současnými poznatky vědního oboru, o vztazích mezi strukturními parametry, běžnými mechanickými vlastnostmi a creepovými charakteristikami žárupevné niklové slitiny INCONEL 713 LC. K získání souboru experimentálních výsledků byla použita moderní experimentální technika světelných (Nomarski, polarizované světlo) a elektronových mikroskopů (REM, TEM, EDS).

Publikované vědecké a odborné články i tato práce jsou příspěvkem k poznání mikromechanismů při creepu a nízkocyklové únavě za podmínek, s nimiž se setkává inženýrská praxe u reálných kol spalovací turbíny a mají proto nejen teoretický, ale i značný praktický význam. Výsledky prací představují prohloubení znalostí a přinášejí řadu zcela nových poznatků o změnách v mikrostruktuře, v mikroheterogenitě a v mikromechanismech porušování.

Byly charakterizovány podmínky za kterých dochází nejen ke změnám v mikrostruktuře a mikroheterogenitě zkušebních vzorků, ale zejména jsou tyto změny popsány u reálných kol spalovacích turbín. Bylo zjištěno, že na procesy porušování reálných kol turbíny za provozu se nejvíce podílí nízká a vysokocyklová únava zejména při překročení kritických otáček. Změny v mikrostruktuře, v chemické mikroheterogenitě a v mikromechanismech porušování mají velký význam při odhadech chování této slitiny při provozních podmínkách, tj. při namáhání časově, teplotně a napětově proměnnými cykly zatěžování, které nelze ověřovat v běžných laboratorních podmínkách. Tyto výsledky lze využít jak z hlediska stanovení zbytkové životnosti reálných kol spalovací turbíny tak i při volbě dalších variant chemického složení, tepelného zpracování, resp. úpravy povrchu.

Soubor získaných poznatků je v současné době využíván nejen ke zpřesnění výrobní technologie odlitků kol turbíny z této slitiny a také jako soubor původních podkladů k předpokládané a na výzkum navazující materiálově technologické inovace nové generace kol spalovací turbíny.

8. POUŽITÁ LITERATURA

- [1] WAHL, J.B., HARRIS, K.: *Superalloys in Industria Gas Turbinek – an Overview*. In 9th World Conference on Investment Casting. Paper No 12, 1996.
- [2] BRADLEY, E.F.: *Superalloys-technical guide*, ASM International, 1988.
- [3] HARADA, H., et al, *Alloy design for nickel-base superalloys*. In Conf."High Temperature Alloys for Gas Turbines 1982", Liege, D.Reidel Publishing Co. 1982, s. 1-6.
- [4] MANONUKUL A., et al, Physically-based model for creep in nickel-base superalloy C263 both above and below the gamma solvus, *Acta Materialia* 50 (2002) s. 2917-2931.
- [5] LUKÁŠ, P.: Creep/High-Cycle-Fatigue Interaction in Nickel-Based Alloys at High Temperatures. Zpráva o řešení grantového projektu, ÚFM AV ČR Brno, 1994.
- [6] DONACHIE, M.J., DONACHIE, S.J.: *Superalloys – A Technical Guide*, second edition. ASM International, 2002.
- [7] BETTERIDGE, W., SHAW, S.W.K.: *Development of Superalloys*. In Mechanical behaviour of Superalloys, The Royal Society, London, June 1986.
- [8] WHITE, G.: *Superalloys base: Nickel, Cobalt, Iron, Chromium*. Research and development of high temperature materials for industry, London, 1989.
- [9] DURAND-CHARE, M.: *The Microstructure of Superalloys*. Gordon & Breach Science Publisher, Amsterdam, 1997.
- [10] HERNAS, A., JONŠTA, Z., TVRDÝ, M., ČÍŽEK, L., PURMENSKÝ, J.: *Žárupevné oceli a slitiny*. ZUSI, Žilina, 2002.
- [11] HAKL, J., et al, *Zkouška pevnosti při tečení jako kritérium jakosti odlitků pro vysokoteplotní aplikace*, Slévárnství, 2004, č. 11-12, s. 461-464.
- [12] DOBROVSKÁ, V., et al, *The diffusivity determination from the distribution curves of dendritic segregation of elements*. *Kovové materiály*, 1998, č.3, s. 23-28.
- [13] PODRÁBSKÝ, T., et al. *Heterogeneity alloy of Inconel 713 LC*. *Acta Metallurgica Slovaca*, 2005, roč. 11, č. 1, p.68-73. ISSN-1335-1532
- [14] PODRÁBSKÝ, T., et al, *Struktura a vlastnosti lité niklové superslitiny*. 10-th International Metallurgical and Materials conference METAL 2002, 2002, paper No. 70
- [15] PODRÁBSKÝ, T., SKOČOVSKÝ, P. *Colour Contrast in Practical Metallography*. *Acta Metallurgica Slovaca*, 2002, roč. 8, č. 2, s. 444. ISSN-1335-1532
- [16] MACKAY, R.A., NATHAL, M.V.: γ' coarsening in high volume fraction nickel-base superalloys. *Acta Metallurgica Materialica*, 38, No.6 (1990), 993-1005.
- [17] PODRÁBSKÝ, T., et al. *The structure changes of cast nickel superalloy at the loading process*. Barcelona (E): 7th International Research/Expert Conference TMT. 2003. pp. 253. ISBN 9958-617-11-0.
- [18] PODRÁBSKÝ, T., et al. *Vliv podmínek zatěžování na strukturu lité slitiny Inconel 713 LC*. 12th International Metallurgical and Materials Conference METAL 2003, Hradec nad Moravicí, Czech Republic, May 2003, paper No. 189 (CD-ROM)
- [19] MUGHRABI, H.: γ/γ' rafting and its effect on the creep and fatigue behavior of monocrystalline superalloy. *Tme minerals, metals & material society*, 1996, 267-278.
- [20] ICHITSUBO, T., et al, *Rafting mechanism for Ni-base superalloy under external stress: elastic or elastic-plastic phenomena?*. *Acta Materialia* 51 (2003), 4033-4044.
- [21] HAZOTTE, A., LACAZE, J.: *Chemically oriented γ' plate development in a nickel-base superalloy*. *Skripta Met.*, 23/1989, 1877-1882.
- [22] PODRÁBSKÝ, T., et al. *Vliv chemického složení na parametry meze pevnosti při tečení slitiny In 713 LC*. In *Mechanika*. Nr. 290, z.76, 2003, s. 195-204. ISSN 1429-6055.
- [23] PYCZAK, F., et al, *The influence of different alloying elements on the development of the γ/γ' microstructure of nickel-base superalloys during high-temperature annealing and deformation*. *Acta Materialia* Vol. 53, Issue 14/2005, pp. 3879-3891

- [24] NĚMEC, K., PODRÁBSKÝ, T., et al. *Kvantitativní hodnocení vlivu creepového zatěžování na strukturu niklové superslitiny Inconel 713 LC*. Žilina (SK), Materiálové inženýrstvo, Vol. XII, Nr. 3/2003. pp. 80-83. ISSN 1335-0803.
- [25] PODRÁBSKÝ, T., et al. *Deformation and fracture micromechanism in creep of nickel-based superalloy*. MATERIALS SCIENCE FORUM 2005, (přijato k publikaci).
- [26] BALIKCI E., et al, *Characteristics of the γ' precipitates at high temperatures in the Ni-base polycrystalline superalloy IN738LC*, JMScience (2000) 35, pp 3593-3597
- [27] LUKÁŠ, P. et al. *Creep Resistance of single Crystal Superalloys CMSX-4 and CM186LC*. Kovové materiály 2005, č. 43, s. 5-19
- [28] PODRÁBSKÝ, T., et al. *Závěrečná zpráva o řešení grantového projektu reg. č. 106/02/1088*, FSI VUT v Brně, 2005, 22s.
- [29] PANDEY M.C., et al, *Effect of γ' depletion on creep behaviour of a nickel base superalloy (Inconel alloy X-750)* Bulletin of Materials Science (1996) 19 No. 6, pp 1009-1015
- [30] MEYER-OLBERSLEBEN F., et al, *The Thermal Fatigue Behavior of the Combustor Alloys IN 617 and HAYNES 230 PM* and Materials Science (1999) 30A No. 4, pp 981
- [31] REED P.A.S., et al, *Fatigue Crack Path Prediction in UDIMET 720 Nickel-Based Alkous Single Crystals*. Metallurgical and Materials Transactions A (2000) 31A No.1, pp 109-123
- [32] SIEGL, J., PODRÁBSKÝ, T., HRBÁČEK, K., OBRTLÍK, K.: *Fractography of fatigue behaviour of casted superalloy Inconel 713 LC*. Proceedings of the conference FRACTOGRAPHY 2003 in Slovak Republic, November 9-12, 2003, p. 139-147
- [33] PODRÁBSKÝ, T., et al. *The microstructural analysis of turbine blade from alloy Inconel 713 LC*. Acta Metallurgica Slovaca, 2003, roč. 9, č. 3, s. 198-202. ISSN-1335-1532
- [34] PODRÁBSKÝ, T., et al. *Changes in microstructure of turbine wheel made of Inconel 713LC*. Acta Metallurgica Slovaca, 2005, roč. 11, č.1, p. 62-67. ISSN-1335-1532
- [35] PODRÁBSKÝ, T., et al. *Mikrostrukturní analýza turbínových lopatek ze slitiny Inconel 713 LC*. Žilina (SK), Materiálové inženýrstvo, Vol.III, Nr.3/2003. pp. 355-360. ISSN 1335-0803.
- [36] PODRÁBSKÝ, T., et al. *The microstructural analysis of turbine blade from alloy Inconel 713 LC*. Acta Metallurgica Slovaca, 2003, roč. 9, č. 3, s. 198-202. ISSN-1335-1532.
- [37] POSPÍŠILOVÁ, S., PODRÁBSKÝ, T., et al. *Chemická mikroheterogenita reálného kola po exploataci a creepových zkouškách*. 14th International Metallurgical and Materials Conference METAL 2005, Czech Republic, 24.-26.5.2005, paper No. 233 (CD-ROM)
- [38] ČADEK J., *Creep of Metallic Materials*, Academia, Prague, Czechoslovakia, 1984.
- [39] LUKÁŠ P. et al., *Mater. Sci. Forum*, vol. **482**, 267-70, 2005.
- [40] CHANG J. C., ALLEN S. M., *J. Mater. Res.*, vol. **6**, 1843-57, 1996.

9. ABSTRACT

The basic aim of this study is to present conclusions in a compact form. Conclusions arising from results and its confrontation with contemporary findings in the scientific field to depict the relations among structural parameters, usual mechanical properties and creep characteristics of heat-resisting nickel alloy Inconel 713 LC on one side and behaviour and properties of made cast of the real turbine wheel under conditions of long-term testing operation on the other side.

The file of such obtained information will be subsequently used for improving the production technology of turbine wheels' casts from this alloy and also serves as a set of original bases to the anticipated and material technological innovation of new turbine wheels generation following general research.

The aim of this work is the study of structural changes of the material Inconel 713 LC. It is focused on short-time creep tests at $\sigma = 480 - 130$ MPa and temperature $750 - 950^{\circ}\text{C}$. Nickel-base super alloys, strengthened by the γ' phase dispersion, present the typical precipitation strengthened alloys. In creep testing conditions, particles of secondary phase can be effectively blocks of dislocations movement at high temperatures as well. However, particles must be sufficiently stable with respect to coalescence, it means the average distance between them increases very slowly during creep.

When these super alloys are exposed to high temperature, precipitates of γ' phase coarse, and partly spheroidiziate. The cuboidal precipitates are uniformly distributed and come to sequent coalescence. The slightest internal anisotropy tends to orient the coalescence. For example, this can be caused by residual chemical gradients as a result of segregation during solidification. This morphology corresponds with the "rafted" structures which are generated under an applied load. Zones affected in this way correspond to the secondary branches of the former dendritic network. When a stress is applied during the high temperature exposure, the rafting phenomenon becomes more pronounced and is fully anisotropic. This phenomenon is one of the factors influencing high temperature creep strength. The raft orientation depends on directions of the applied stress with respect to the crystal structure and on the sign of the particle misfit between γ and γ' .

The results of the fracture study of cast Ni-based super alloy Inconel 713 used for manufacture of the circulating wheels of small gas turbines and subjected to cyclic loading are presented. Crack initiation and failure mechanism of the super alloy after low cycle fatigue at 23°C and 800°C are described. The description is based on micro-fracture analysis. Influence of casting defects and other structural inhomogeneities on the initiation of fatigue damage was also evaluated.

The location of the greatest micro heterogeneity found in the turbine blades, i.e. next to the hub, corresponds with the place where the fatigue cracking typically starts. The conducted measurements lead us to believe that differences observed in the chemical heterogeneity of the turbine wheel are to a considerable degree related to the dendritic structure parameters. The larger mean distance of the dendritic branches, the greater chemical heterogeneity of elements in the blades can be expected.