

MECCANISMI DI FRATTURA PER CREEP IN SUPERLEGHE MONOCRISTALLINE

V. LUPINC, M. MALDINI, A. BIANCHESSI

CNR-ITM  
Via Induno 10  
20092 Cinisello Balsamo (Mi)

**SOMMARIO** E' stato analizzato il comportamento a frattura delle tre superleghe a base di nichel monocristalline CMSX-2, SRR 99 e RR 2000 nell'intervallo di temperatura 750 - 1000°C ed a tensioni applicate fra 140 e 790 MPa. L'analisi al SEM delle superfici di frattura e di sezioni longitudinali dei campioni ha mostrato che le cricche da creep iniziano quasi sempre in corrispondenza dei pori da ritiro e quindi si propagano lentamente in modo anisotropo lungo i piani (001) perpendicolari alla tensione applicata fino alla rottura veloce finale. Nelle leghe contenenti più carbonio le cricche possono nucleare anche in corrispondenza di carburi fratturati o all'interfaccia fra carburi e matrice.

Questo meccanismo di frattura non sembra variare nell'intervallo di tensioni e temperature esplorate.

## 1. INTRODUZIONE

Fra i materiali innovativi per le palette rotanti delle turbine a gas per usi aeronautici, le leghe monocristalline a base di nichel mostrano qualità ottimali grazie alla eccellente resistenza al creep ed alla fatica oligociclica che queste leghe presentano nelle direzioni cristalline [001]. Sforzi vengono ora compiuti per estendere il loro uso anche per turbine a gas di tipo industriale.

Molti sono i parametri microstrutturali che possono influenzare le proprietà meccaniche di tali materiali, quali per esempio la dimensione, distribuzione e frazione volumetrica della fase indurente  $\gamma'$ , la distanza fra i rami dendritici, la presenza di pori da ritiro, ecc. (1). In particolare i pori da ritiro sono di estrema importanza nella fatica ad elevati numeri di cicli, ma possono anche influenzare la fatica oligociclica e sono direttamente legati ai meccanismi di frattura che avvengono verso la fine della vita a creep del materiale.

Mentre la nucleazione, crescita e coalescenza delle cavità ai bordi di grano sono state argomento di molte indagini (2-6), poca

attenzione è stata posta ai meccanismi di frattura nelle superleghe monocristalline, oggetto della presente ricerca.

## 2. MATERIALE E PROCEDURA SPERIMENTALE

La composizione chimica delle leghe CMSX-2, SRR 99 e RR 2000, esaminate in questo lavoro, sono date in Tab. 1 mentre in Tab. 2 sono riportati i trattamenti termici a cui sono state sottoposte.

Tab. 1 Composizione chimica in peso (%)

| Lega    | Cr  | Mo   | Ti  | Ta  | W   | Co  | Al  | C       | Ni  |
|---------|-----|------|-----|-----|-----|-----|-----|---------|-----|
| CMSX-2  | 8   | 0.6  | 1   | 6   | 8   | 4.6 | 5.6 | 15 ppm  | Bal |
| SRR 99  | 8.5 | 0.25 | 2.2 | 2.8 | 9.5 | 5.0 | 5.5 | 150 ppm | Bal |
| RR 2000 | 10  | 3    | 4.0 | —   | —   | 15  | 5.6 | 150 ppm | Bal |

Tab. 2 Trattamento termico

|         |                 |   |                         |
|---------|-----------------|---|-------------------------|
| CMSX-2  | 1315°C/3 h      | + | 1080°C/4 h + 870°C/20 h |
| SRR 99  | 1280-1305°C/4 h | + | 870°C/16 h              |
| RR 2000 | 1260°C/4 h      | + | 1100°C/1 h + 850°C/16 h |

Le prove di creep a carico costante sono state eseguite in aria su campioni monocristallini orientati entro 12° dalla direzione cristallografica <001>. Le provette avevano un tratto utile di 28 mm ed un diametro di 5,64 mm. Le temperature di prova sono state fra 750 e 1000°C mentre il range delle tensioni esplorate si è esteso fra 140 e 790 MPa. La deformazione da creep è stata continuamente rilevata mediante due trasduttori di spostamento capacitivi posti al di fuori del forno. Il provino veniva riscaldato da un forno a tre zone di regolazione e comandato da una termocoppia a contatto con il campione, altre due termocoppie, tutte di Pt/Pt(Rh), permettevano di controllare l'omogeneità del campo termico. La stabilità della temperatura è risultata migliore di ± 1°C.

La maggior parte delle prove sono state portate alla frattura, altre sono state interrotte dopo differenti porzioni di vita a creep con lo scopo di osservare l'andamento del danno accumulato.

Le provette, dopo la prova, sono state sezionate parallelamente alla tensione applicata ed esaminate al SEM con il proposito di esaminare le cavità e le cricche interne al materiale e compararle alla porosità del materiale vergine.

### 3. RISULTATI E DISCUSSIONE

#### 3.1 Deformazione da creep e nucleazione di cricche

Tipiche fotografie del materiale vergine e dopo prova di creep sono mostrate in Fig.1. Le cavità da ritiro che si trovano fra i rami dendritici, da inizialmente sferiche si allungano nella direzione della tensione in misura notevolmente maggiore alla deformazione da creep raggiunta (15% nel campione esaminato) e presentano inoltre piccole cricche che si estendono perpendicolarmente alla tensione applicata, come mostrato in Fig. 1b.

Il numero di cavità presenti nel materiale nel terziario avanzato, poco prima della frattura finale, è equivalente al numero dei pori da ritiro presenti nel materiale vergine, mostrando quindi che non si ha la nucleazione di ulteriori cavità durante il creep.

Nelle leghe SRR 99 e RR 2000, a più alto tenore di carbonio rispetto la lega CMSX-2, possono agire come siti di iniziazione delle cricche anche i carburi e le interfacce fra i carburi e la matrice.

#### 3.2 Propagazione di cricche per creep e frattura

La fig.2 mostra la morfologia delle cricche dopo frattura nella lega SRR 99 (2317 h a 750°C/520 MPa) e nella lega CMSX-2, dopo 44 h a 850°C/520 MPa (pari al 95% della vita a creep). Quest'ultima lega è stata assoggettata precedentemente ad un trattamento termomeccanico in grado di indurre nel materiale la formazione di piastre della fase indurente  $\gamma'$  perpendicolari alla tensione applicata.

Si può osservare che per le condizioni tensione/temperatura analizzate, le cricche nucleano in corrispondenza dei pori di ritiro e quindi si propagano lungo l'interfaccia  $\gamma/\gamma'$ , Fig.2b. Con il crescere della deformazione da creep, e quindi della tensione, le cricche si propagano e coalescono fino alla frattura duttile (Fig.3).

Due tipiche superfici di frattura per creep sono mostrate in Fig.4. Si notano alcune faccette cristallografiche orientate sui piani (001), {111} e (110) o ( $\bar{1}\bar{1}0$ ).

Misure metallografiche hanno mostrato che i quattro spigoli delle faccette poste sui piani (001) sono disposte nelle direzioni  $\langle 110 \rangle$  e  $\langle \bar{1}\bar{1}0 \rangle$ . Risultati comparabili a questi sono stati ottenuti con una lega monocristallina a base di nichel ad alto tenore di molibdeno (7).

La frattura avviene per la riduzione della sezione esterna, causata dall'allungamento omogeneo e dal necking, e per la perdita di sezione interna dovuta alla propagazione delle cricche. Durante la frattura finale, le faccette quadrate poste sui piani (001) si congiungono tramite taglio lungo i piani {111} e, principalmente alle più alte temperature, sui piani (110) e ( $\bar{1}\bar{1}0$ ).

La morfologia delle superfici di frattura e probabilmente anche i meccanismi di frattura, non cambiano sostanzialmente con le temperature e le tensioni esaminate per le tre leghe considerate, benché alle più alte temperature, 1000°C, le faccette cri-

stallografiche sulle superfici di frattura appaiono nascoste dall'ossido, Fig.5.

L'istogramma in Fig.6 riporta la misura delle faccette disposte sui piani (001) misurate sulla superficie di frattura dopo creep a 950°C e con differenti tensioni applicate. E' evidente dall'istogramma che in media le faccette più grandi sono presenti nei provini fratturati alle tensioni più basse, confermando in questo modo che sono state prodotte durante la deformazione da creep e non durante la frattura finale.

La fig.7 mostra la frazione percentuale,  $F$ , dell'area delle faccette (001) rispetto alla sezione esterna delle provette, per diverse tensioni applicate nelle tre leghe esaminate. E' evidente che in generale le leghe SRR 99 e RR 2000, contenenti più elevati tenori di carbonio, riescono a tollerare valori più elevati del parametro  $F$  prima di fratturarsi rispetto alla lega CMSX-2. Il valore del parametro  $F$  alla frattura è più elevato a 950°C rispetto a 850°C perché i valori delle tensioni di prova a questa temperatura sono inferiori.

In una analisi del tipo Continuum Damage Mechanics, il parametro  $F$  rappresenta, come prima approssimazione, il danno dovuto alla perdita di sezione interna dovuta alla propagazione di cricche: la misura di  $F$ , ottenuta dopo la frattura, può quindi darci informazioni riguardo al valore critico raggiunto da questo parametro alla rottura.

In analogia con la misura del danno da creep utilizzata da Matera (8) su un acciaio policristallino al Mn-Cr, si è adottata la seguente semplice relazione che dà la misura della reale sezione resistente,  $A$ , durante il creep:

$$A = A^{\circ}(1-Z)(1-w) \quad (1)$$

dove  $A^{\circ}$  è la sezione resistente originale, prima della prova di creep,  $Z$  è la riduzione di sezione esterna dovuta alla deformazione omogenea ed al necking e  $w$  è il danno da creep dovuto alla presenza delle cricche interne.

Se le proprietà tensili del materiale non cambiano durante il processo di creep, allora la tensione massima,  $\sigma_{uts}$ , come misurato in una prova tensile alla temperatura della prova di creep, corrisponde alla tensione per rompere i legamenti residui nel campione di creep. Deve quindi valere la seguente relazione:

$$\sigma_{uts} = P/A \quad (2)$$

dove  $P$  è il carico nella prova di creep ed  $A$  è la sezione resistente effettiva alla frattura.

Quando l'instabilità plastica avviene, i legamenti residui collassano congelando il valore accumulato del danno  $w$  all'inizio della frattura veloce.

Dall'eqq. 1 e 2 e supponendo inoltre che la riduzione di sezione esterna del provino durante la frattura veloce è trascurabile (questa assunzione è ragionevole perché le molte cricche interne presenti possono distribuire il necking tra i molti legamenti esistenti fra le cricche adiacenti) si può ottenere la seguente relazione per il danno dovuto alla presenza di cricche da creep alla frattura:

$$w_C = 1 - \frac{\sigma_0}{\sigma_{uts}(1 - Z_r)} \quad (3)$$

dove  $\sigma_0$  è la tensione iniziale applicata nella prova di creep e  $Z_r$  è il valore di  $Z$  misurato dopo frattura.

Adottando l'eq. 3, che è simile a quella proposta da Matera (8) per la cavitazione al bordo di grano in un acciaio austenitico, il valore del danno da creep può essere stimato usando dati di trazione ad alta temperatura (9) e la riduzione dell'area alla frattura nei provini di creep.

In Tabella 3 sono riportati, oltre ai parametri di prova, i valori calcolati del parametro di danno  $w_C$  e i valori misurati del parametro  $F$  di una delle leghe monocristalline esaminate.

Come risulta evidente dalla Fig. 8, i valori calcolati di  $w_C$  risultano coerenti con i valori misurati di  $F$  e questo risulta in accordo con l'ipotesi che le faccette sui piani (001) rappresentano il danno da creep che direttamente porta la frattura nel materiale monocristallino.

Tab. 3 Parametri di prova della lega CMSX-2

| T(°C) | $\sigma$ (MPa) | $t_r$ (h) | $\epsilon_r$ | $Z_r$ | F    | $w_C$ |
|-------|----------------|-----------|--------------|-------|------|-------|
| 850   | 520            | 273       | 0.24         | 0.29  | 0.30 | 0.33  |
| 850   | 460            | 385       | 0.26         | 0.39  | 0.35 | 0.31  |
| 850   | 380            | 1638      | 0.33         | 0.44  | 0.31 | 0.38  |
| 950   | 270            | 170       | 0.35         | 0.39  | 0.34 | 0.40  |
| 950   | 230            | 333       | 0.36         | 0.48  | 0.44 | 0.40  |
| 950   | 190            | 1036      | 0.35         | 0.50  | 0.43 | 0.48  |

#### 4. CONCLUSIONI

L'analisi del comportamento a frattura nelle tre superleghe monocristalline esaminate ha portato alle seguenti conclusioni:

- Le cricche da creep iniziano sempre dai pori da ritiro ed anche dai carburi nelle leghe a più alto tenore di carbonio.
- La propagazione delle cricche avviene anisotropicamente lungo i piani cristallografici (001) perpendicolari alla tensione applicata e preferibilmente lungo le interfacce  $\gamma/\gamma'$ .
- La frazione di area delle faccette (001) sulla superficie di frattura sembra essere un buon parametro per rappresentare il danno dovuto alle cricche da creep.
- I meccanismi di danno dovuti alla presenza delle cricche sono risultati indipendenti dalla temperatura e tensione di prova.

## Ringraziamenti

I campioni utilizzati in questo lavoro sono stati gentilmente forniti dalla Alfa Romeo Avio nell'ambito del Progetto Finalizzato Energetica II, CNR/ENEA e dalla FIAT Aviazione, Torino.

Gli autori desiderano ringraziare la Dr. S.H. Ai, Institute of Metal Research, Academia Sinica, Shenyang, per aver eseguito parte del lavoro sperimentale e teorico.

## 5. BIBLIOGRAFIA

- 1) Fritzemeier, L.G., in S. Reichman et al. (eds.), *Superalloys 1988*, The Metallurgical Society, (1988) pp. 265-274.
- 2) Cocks, A.C.F. e Ashby, M.F., *Prog. Mat. Sci.*, 27 (1982) 189.
- 3) Anderson, P.M. e Rice, J.R., *Acta Metall.*, 33 (1985) 409.
- 4) Wilkinson, D.S., *Acta Metall.*, 35 (1987) 1251.
- 5) Tvergaard, V., *Acta Metall.*, 35 (1987) 923.
- 6) Chokshi, A.H., *Mater. Sci. Technol.*, 3 (1987) 656.
- 7) Anton, D.L., *Acta Metall.*, 32 (1984) 1669.
- 8) Matera, R., *Scripta Metall.*, 23 (1989) 65.
- 9) Caron, P. e Khan, T. in T. Khan e A. Lasalmonie (eds.), *Advanced Materials and Processing Techniques for Structural Applications*, Proc. ASM Europe Conf., Paris, (1987) pp. 59-70.

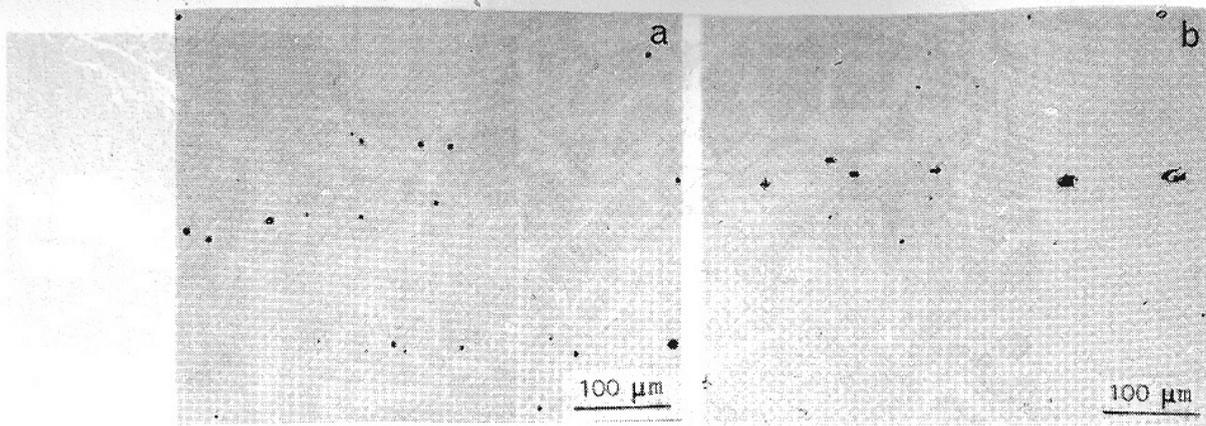


Fig. 1. Tipiche porosità da ritiro presenti nella superlega CMSX-2 dopo trattamento termico (a) e dopo 15% di deformazione a creep (b).

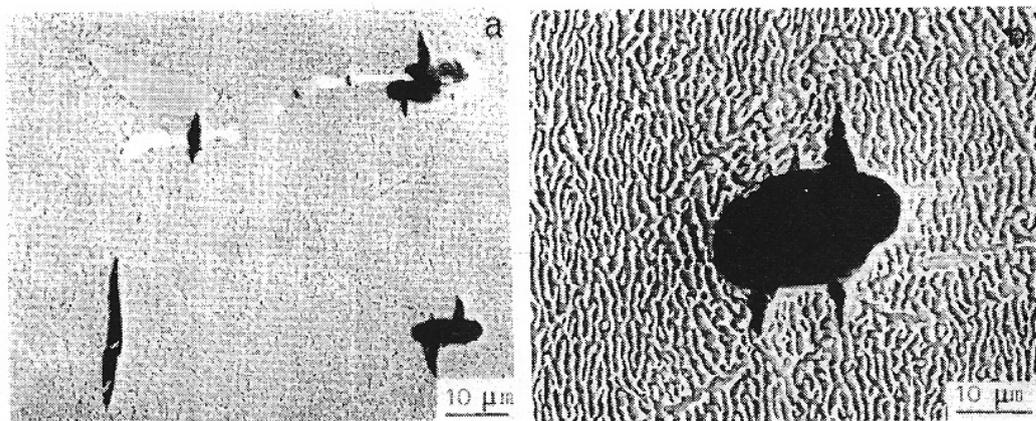


Fig. 2. Nucleazione di cricche dopo creep in corrispondenza di cavità di ritiro e carburi nella superlega SRR 99 (a) e di un poro da ritiro nella superlega CMSX-2.

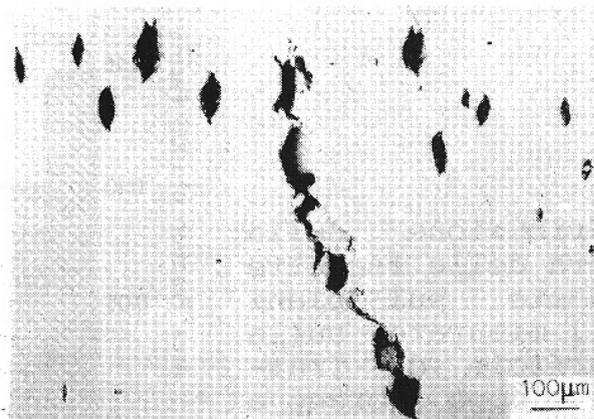


Fig. 3. Coalescenza di cricche da creep in un campione di CMSX-2 fratturato dopo 540 h a 1000°C/150 MPa.

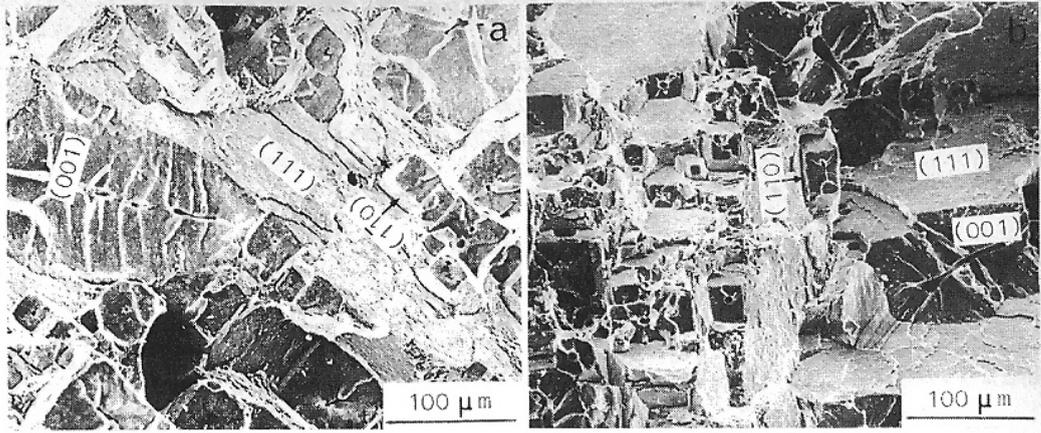


Fig. 4. Superficie di frattura nella superlega CMSX-2 dopo 273 h a 850°C/520 MPa e nella superlega SRR 99 dopo 2317 h a 750°C/680 MPa (b).

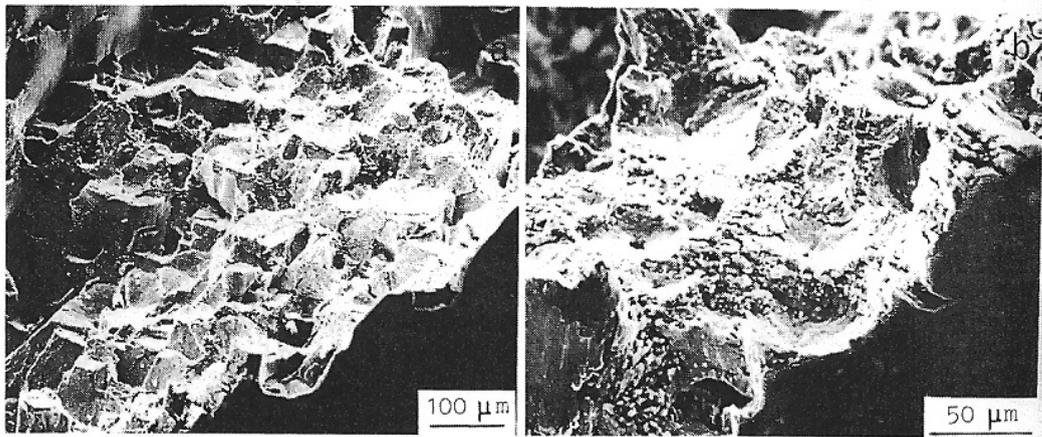
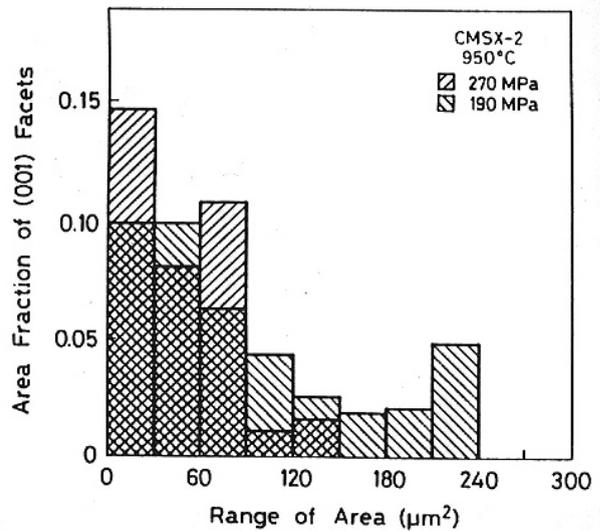


Fig. 5. Superficie di frattura nel CMSX-2 dopo 273 h a 850°C/520 MPa (a) e dopo 136 h a 1000°C/190 MPa (b).

Fig. 6. Distribuzione della misura delle faccette disposte sui piani (001) misurate sulla superficie di frattura dopo creep a 950°C e con due tensioni applicate.



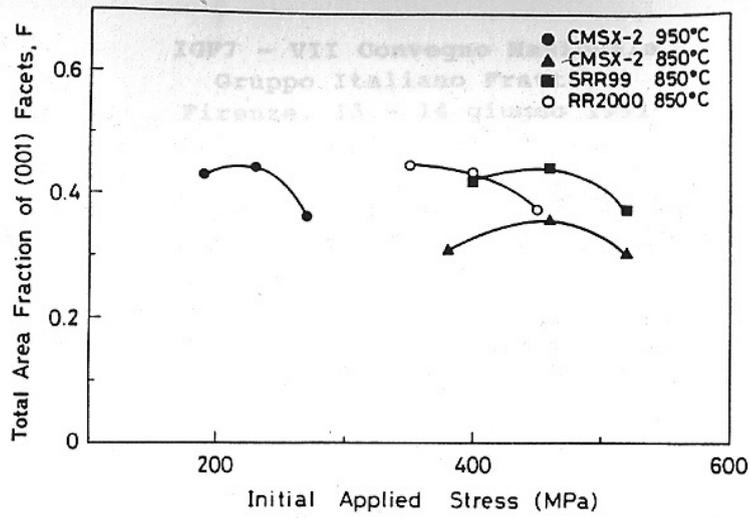


Fig. 7. Area totale delle faccette (001) presenti sulla superficie di frattura in funzione della tensione applicata.

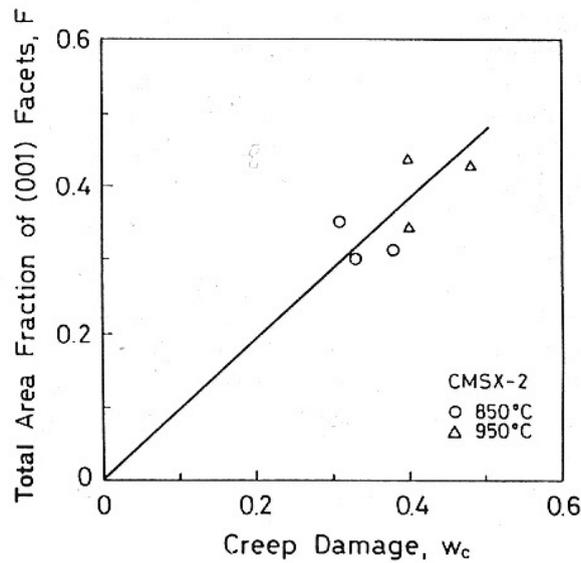


Fig. 8. Correlazione fra la frazione di superficie di frattura costituita da faccette (001) ed il parametro di danno da cricche per creep.