ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE FAKULTA STROJNÍ ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Vliv mikrostruktury na mechanické vlastnosti různých typů odlitků ze slitiny IN738LC

AUTOR:	Petr Šárek
STUDIJNÍ PROGRAM:	Teoretický základ strojního inženýrství
VEDOUCÍ PRÁCE:	Ing. Jakub Horník, Ph. D.



ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení:	Šárek	Jméno: Petr	Osobní číslo: 491510
Fakulta/ústav:	Fakulta strojní		
Zadávající katedra	a/ústav: Ústav mate	riálového inženýrství	
Studijní program:	Teoretický základ st	trojního inženýrství	
Studijní obor:	bez oboru		
ÚDAJE K BAKA	LÁŘSKÉ PRÁCI		
Název bakalářské pr	áce:		
Vliv mikrostruktury	y na mechanické vla	stnosti různých typů odlitků	ze slitiny IN738LC
Název bakalářské pr	áce anglicky:		
Influence of micros	structure on mechar	nical properties of different ty	pes of IN738LC alloy castings
Pokyny pro vypracov	ání:		
 Rešerše v oblasti sl Hodnocení mikrostr Fraktografická analy Vyhodnocení, analý Závěry. 	itin Ni se zaměřením na ruktury vzorků s využitín ýza za a diskuse výsledků (k	i strukturu a vlastnosti slitiny IN738 n světelné a řádkovací elektronové corelace mikrostruktury a mech. vla:	BLC. r mikroskopie. stností, porovnání s výsledky z literatury).
Seznam doporučené	literatury:		
 [1] Madeleine Durand- [2] Donachie, M. J. Do [3] Reed, R. The Superdoi:10.1017/CBO9780 [4] Gas Turbine Blade 1004652. 	Charre: The Microstruc inachie, S. J.: Superallo aralloys: Fundamentals a 1511541285. Superalloy Material Pro	ture of Superalloys, Taylor & Franc ys: A Technical Guide, ASM Intern and Applications. Cambridge: Cam operty Handbook, EPRI, Palo Alto,	cis Ltd, 1997. ISBN: 9789056990978. ational, 2002. ISBN: 0-87170-749-7. abridge University Press (2006). CA: 2001.
Jméno a pracoviště v	/edoucí(ho) bakalářsk	(é práce:	
Ing. Jakub Horník,	Ph.D. ústav mate	riálového inženýrství FS	
Jméno a pracoviště o	druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) bakalář:	ské práce:
Ing. Jiří Zýka, Ph.D	. UJP PRAHA a.s.		
Datum zadání bakal	ářské práce: 31.03.2	2022 Termín odevzdán	í bakalářské práce: 31.07.2022
Platnost zadání bak	alářské práce:		
Ing. Jakub Horník, podpis vedoucí(ho) pr	Ph.D. race	prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc. podpis vedouci(ho) ústavu/katedry	prof. Ing. Michael Valášek, DrSc. podpis děkana(ky)
. PŘEVZETÍ ZAD	ÁNÍ		
Student bere na vědomí, že Seznam použité literatury, j	a je povinen vypracovat bakal iných pramenů a jmen konzul	ářskou práci samostatně, bez cizí pomoci, tantů je třeba uvést v bakalářské práci.	s výjimkou poskytnutých konzultací.

Datum převzetí zadání

Podpis studenta

CVUT-CZ-ZBP-2015.1

© ČVUT v Praze, Design: ČVUT v Praze, VIC

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů, které uvádím v seznamu použité literatury.

V Praze dne

.....

Petr Šárek

Poděkování

Rád bych poděkoval panu Ing. Jakubovi Horníkovi, Ph.D. za jeho vedení této bakalářské práce a cenné připomínky a rady. Rovněž děkuji společnosti UJP PRAHA a.s. a především panu Ing. Jiřímu Zýkovi, Ph.D. za jeho iniciativu, trpělivost, podnětné rady a čas, který mi při řešení práce věnoval.

Abstrakt

Tématem této bakalářské práce je vyhodnocení a korelace mikrostruktury a mechanických vlastností odlitků různých rozměrů z niklové superslitiny Inconel 738 LC. V teoretické části práce jsou popsány základní vlastnosti niklu, jeho slitin a superslitin, vliv chemického složení a mikrostruktury na vlastnosti niklových superslitin a konkrétní charakteristické vlastnosti hodnocené slitiny. Experimentální část práce zahrnuje tahové zkoušky, fraktografické analýzy lomových ploch, charakteristiky a dokumentaci mikrostruktury vzorků zhotovených ze třech různých typů odlitků slitiny Inconel 738 LC. V poslední části práce je vyhodnocena tvrdost a makrostruktura vzorků.

S rostoucími rozměry odlitku výrazně klesá mez pevnosti, mez kluzu a tažnost materiálu za pokojové teploty. Tvrdost materiálu za pokojové teploty s rostoucími rozměry rovněž mírně klesá. Za zvýšených teplot jsou rozdíly ve zkoumaných mechanických vlastnostech jednotlivých vzorků méně výrazné.

Klíčová slova

Inconel 738 LC, niklové superslitiny, intermetalická fáze, mikrostruktura, precipitace

Abstract

The subject of this thesis is the evaluation and corelation of the microstructure and mechanical properties of different sized Inconel 738 LC castings. The theoretical part describes the basic properties of nickel, its alloys and superalloys, the effects of chemical composition as well as microstructure on the properties of nickel superalloys and the specific properties of Inconel 738 LC. The experimental part consists of a tensile test, fractographic analyses of fracture surfaces and the characterisation and documentation of the microstructure of tensile specimens manufactured from three different kinds of Inconel 738 LC castings. At the end, hardness testing and macrostructural analysis is conducted.

Tensile strength, yield strength and ductility of the material at room temperature significantly drops with each increment in casting size. Hardness of the material at room temperature also drops moderately. Differences in mechanical properties of individual test specimens is less pronounced when measured at higher temperatures.

Keywords

Inconel 738 LC, nickel superalloys, intermetallic phase, microstructure, precipitation

Seznam použitých zkratek a značek

FCC	Face-centered cubic
Ε	Modul pružnosti v tahu [GPa]
R _m	Smluvní mez pevnosti [MPa]
R _{p0,2}	Smluvní mez kluzu [MPa]
v	Poissonovo číslo [-]
τ	Homologická teplota [-]
ВСТ	Body-centered tetragonal
ТСР	Topologically close packed
НІР	Hot isostatic pressing
A	Tažnost [%]
Z	Kontrakce [%]
EDS	Energy-dispersive X-ray spectroscopy

Obsah

Úvo	od			.10
Тес	oreti	cká č	ást	.11
1.	Vla	stno	sti niklu	.11
1	.1.	Děl	ení slitin niklu	.13
	1.1	.1.	Slitiny niklu a mědi	.13
	1.1	.2.	Slitiny niklu a molybdenu	.13
	1.1	.3.	Slitiny niklu a chromu	.13
2.	Nik	lové	superslitiny	.14
2	.1.	Hist	torie a vývoj superslitin	.15
2	.2.	Che	mické složení a vliv prvků	.17
	2.2	.1.	Prvky rozpustné v tuhém roztoku	.17
	2.2	.2.	Karbidotvorné prvky	.18
	2.2	.3.	Prvky tvořící precipitáty	.19
	2.2	.4.	Příměsi	.19
2	.3.	Meo	chanismy zpevnění	.20
2	.4.	Mik	rostruktura superslitin	.22
	2.4	.1.	Fáze γ	.23
	2.4	.2.	Fáze γ' a γ''	.23
	2.4	.3.	TCP Fáze	.26
	2.4	.4.	Karbidy	.27
	2.4	.5.	Oxidy	.27
3.	Slit	ina l	nconel 738 LC	.28
3	.1.	Che	mické složení slitiny IN738LC	.28
3	.2.	Meo	chanické a fyzikální vlastnosti	.29
3	.3.	Тер	elné zpracování	.29
Exp	berin	nent	ální část	.31
4.	Mat	teriá	l a zkušební vzorky	.32
5.	Ροι	ıžité	metody	.34
6.	Výs	ledk	y provedených zkoušek	.35
6	.1.	Tah	ové zkoušky	.35
	6.1	.1.	Za pokojové teploty	.35
	6.1	.2.	Za zvýšených teplot	.36

6.2.	Fra	ktografie	40
6.2	.1.	Výsledky analýzy	41
6.3.	Ana	alýza mikrostruktury	48
6.3	.1.	Příprava metalografických výbrusů	49
6.3	.2.	Licí vady a karbidy	50
6.3	.3.	Fáze γ'	52
6.4.	Měì	ření tvrdosti	58
6.4	.1.	Výsledky měření	58
6.5.	Měì	ření velikosti zrna	60
6.5	.1.	Výsledky měření	60
7. Dis	kuze	výsledků	62
7.1.	Tah	ové zkoušky	62
7.2.	Fra	ktografie	63
7.3.	Mik	rostruktura	63
7.4.	Vliv	v struktury na vlastnosti za pokojové teploty	64
7.5.	Vliv	v struktury na vlastnosti za zvýšených teplot	68
Závěr…			70
Použitá	liter	atura	71
Seznam	n obr	ázků	73
Seznam	n tab	ulek	75

Úvod

Niklové superslitiny patří dnes mezi nepostradatelné materiály užívané v letectví, kosmickém průmyslu a energetice pro jejich výborné mechanické a chemické vlastnosti při teplotách, za kterých jsou obvykle užívané materiály nepoužitelné. Nejčastější využití nacházejí v dynamicky a teplotně namáhaných částech (např. lopatky turbín). Z těchto důvodů jsou na superslitiny kladeny velmi vysoké požadavky, jež jsou splněny velmi precizní kontrolou chemického složení a tepelného zpracování.

Důležitost vysokoteplotních materiálů vychází z potřeby zvyšovat účinnost termodynamických strojů a dějů. Za zrod moderních superslitin se považuje počátek 30. let 20. století a objev fáze γ', jež se stala nejdůležitější součástí moderních niklových slitin.

Práce se zabývá popisem a charakteristikou niklových slitin a superslitin a vlivem mikrostruktury a makrostruktury na mechanické vlastnosti niklové superslitiny Inconel 738 LC.

Teoretická část

1. Vlastnosti niklu

Nikl je neželezný kov stříbrolesklé barvy. Bod tání čistého niklu je 1455 °C. Atomy niklu tvoří kubickou plošně středěnou mřížku FCC (obrázek 1) a při změně teploty nedochází k alotropické přeměně. Vlivem mřížky FCC je nikl houževnatý, má dobré plastické vlastnosti a lze jej zpevňovat a vytvrzovat tvářením za studena. [1], [2]



Obrázek 1 - Mřížka FCC [3]

Je členem 4. skupiny přechodných kovů (spolu s Fe a Co) a patří mezi feromagnetické prvky za pokojové teploty. Čistý nikl má Curieho teplotu 353 °C, která s příměsí paramagnetických a diamagnetických kovů prudce klesá. Virtuálně všechny jeho slitiny mají zanedbatelné magnetické vlastnosti za pokojové teploty. Závislost magnetických vlastností niklu na teplotě je zachycena na obrázku 2. [1], [2]



Obrázek 2 - Závislost magnetických vlastností niklu na teplotě [4]

Čistý nikl je za pokojové teploty vysoce pevný, houževnatý a tažný. Některé hodnoty mechanických vlastností jsou velmi blízko železa. Zejména Youngův modul pružnosti, Poissonovo číslo, pevnost a houževnatost. Fyzikální a mechanické vlastnosti niklu uvádí tabulka 1. Na rozdíl od železa lépe odolává korozi v redukčních a slabě oxidačních prostředích. Korozivzdornost niklu (obzvláště za zvýšených teplot) lze výrazně ovlivnit legováním (to je podrobněji rozebráno v kapitole 2.2). Pevnost a tvrdost lze (i několika násobně) zvýšit tvářením za studena za značné redukce tažnosti a houževnatosti. Při tváření za studena roste poměr meze kluzu k mezi pevnosti. [1], [2], [5]

S klesající teplotou rychle roste pevnost a tvrdost niklu se zanedbatelnou redukcí houževnatosti a tažnosti, a to i při teplotách blízkých absolutní nule. Nikl nemá přechodovou teplotu a láme se vždy houževnatě. Za zvýšených teplot jeho pevnost a mez kluzu klesá pomalu, a to až do teploty rekrystalizace (~350–400 °C). Nad teplotou rekrystalizace klesá pevnost a mez kluzu prudce a čistý nikl není vhodný pro vysokoteplotní aplikace. Nikl se však stejně jako většina kovů v čisté podobě využívá pouze zřídka a jeho nejčastější průmyslové užití je pro výrobu austenitických korozivzdorných ocelí (cca 60 %) a ve slitinách (cca 25 %). Často pak nikl nachází využití jako materiál pro povlaky. [1], [5]

Shrnutí fyzikálních a mechanických vlast	tností niklu			
Fyzikální vlastnosti				
Teplota tání [°C]	1453			
Hustota při 20 °C [g/cm ³]	8,9			
Curieho teplota [°C]	353			
Mechanické vlastnosti				
Youngův modul pružnosti E [GPa]	210			
Mez pevnosti R _m při 20 °C [MPa]	450			
Mez kluzu R _{p0,2} při 20 °C [MPa]	150			
Poissonovo číslo v [-]	~0,3			
Tažnost [%]	47 %			
Tvrdost HRB	45-70			

Tabulka 1 - Souhrn fyzikálních	h a mechanických v	vlastností niklu [2], [6]
--------------------------------	--------------------	---------------------------

1.1. Dělení slitin niklu

Pro zlepšení mechanických a chemických vlastností se nikl leguje v různých množstvích dalšími kovy. Jedná se zejména o měď (Cu), chrom (Cr), molybden (Mb), železo (Fe), mangan (Mn), kobalt (Co), hliník (Al) a titan (Ti). Vliv legujících prvků na vlastnosti niklových slitin je do hloubky rozebrán v kapitole 2.2. [1], [2]

1.1.1. Slitiny niklu a mědi

Významné jsou slitiny niklu a mědi. Rozpustnost mědi v niklu (a naopak) je neomezená, budeme však uvažovat pouze slitiny s většinovým obsahem niklu. Nejčastěji používané slitiny obsahují ~67 % niklu a ~33 % mědi s názvem "Monel". Mechanické vlastnosti Monelů jsou vyšší než pro chemicky čistý nikl a dají se zvýšit tvářením za studena. Některé slitiny niklu a mědi legované hliníkem či titanem lze vytvrzovat precipitačně (více v kapitolách 2.2 a 2.3) na hodnoty R_m>1300 MPa. Monely mají velmi dobrou odolnost vůči korozi v solných roztocích, silně redukčních a slabě až středně oxidačních prostředích. [1], [5]

1.1.2. Slitiny niklu a molybdenu

Pro vysokou odolnost proti korozi byly vyvinuty slitiny niklu a molybdenu, jejichž nejčastějším zástupcem jsou slitiny zvané "Hastelloy". Tyto slitiny mají vynikající odolnost proti korozi chlorem a jeho sloučeninami. Hodnoty mechanických vlastností těchto slitin jsou vyšší než pro čistý nikl a mohou dosahovat hodnot R_m>1100 MPa ve stavu po tváření za studena. [1], [5]

1.1.3. Slitiny niklu a chromu

Dnes prakticky nejčastěji používané jsou slitiny niklu s chromem (mnohdy i železem) často zvané "Inconel". Rozpustnost chromu v niklu je omezena na zhruba 30 %. Inconely mají výbornou odolnost proti korozi i v oxidujících prostředích a hojně se užívají ve vysokoteplotních aplikacích, kde je vyžadována žáruvzdornost i žárupevnost. Po stárnutí a tváření za studena lze dosáhnout pevnosti více než 1500 MPa. [1], [5], [7]

2. Niklové superslitiny

Superslitiny jsou žáruvzdorné a žárupevné vysokoteplotní materiály. Niklové superslitiny jsou všeobecně modifikace korozivzdorných a vysokopevnostních slitin zmíněných v předchozí kapitole. Mezi důležité vlastnosti vysokoteplotních materiálů se řadí schopnost pracovat při vysokých teplotách, a to i v blízkosti teploty tání. Často se pak zavádí homologická teplota τ , což je poměr mezi maximální pracovní termodynamickou teplotou a termodynamickou teplotou tání. Vysokoteplotní materiály by měly vykazovat homologickou teplotu vyšší než 0,6 a některé niklové slitiny mohou pracovat v okolí homologické teploty 0,9.¹ [1], [2], [8], [9]

Další podstatnou vlastností je odolnost vůči deformaci při vysokých teplotách po dlouhé časové intervaly. Pro vysokoteplotní materiály je vhodné vyhodnocovat tzv. creepové vlastnosti. Creep je časově závislá plastická deformace vznikající při zvýšených teplotách za konstantního napětí. Protože je creep závislý na čase, dochází k akumulaci plastické deformace (nebo tzv. relaxaci) vedoucí až k lomu a vhodné jsou tedy materiály, které creepu při dané teplotě nepodléhají vůbec nebo jen velice pomalu. [2], [8]

Statické vlastnosti jako je pevnost, mez kluzu, modul pružnosti, tvrdost a houževnatost, hrají podstatnou roli. Nikl a jeho slitiny mají navíc velmi dobré únavové vlastnosti, které lze výrazně zvýšit vhodným tepelným zpracováním. Vysoká tvrdost a pevnost niklových superslitin tvoří problém pro tváření a mechanické zpracování těchto materiálu. Často se tedy používají na výrobu odlitků nebo polotovarů určených k obrábění. [1], [8]

¹ Podle této definice se i led v ledovcích dá považovat za vysokoteplotní materiál, jelikož se jeho homologická teplota pohybuje v okolí 0,95. [8]

2.1. Historie a vývoj superslitin

V historii lidstva s postupně rostoucí znalostí fyziky, chemie a přírodních věd vyšel najevo fakt, že pro zvyšování účinnosti termodynamických procesů je zapotřebí zvyšovat pracovní teploty termodynamických strojů. Nutnost vývoje nových materiálů pro práci za extrémních teplot byla dále zvýrazněna vynálezem tryskových motorů v první polovině 20. století. Historie nejvýznamnějších superslitin je zachycena na obrázku 3. [10], [11]



Obrázek 3 - Přelomové osobnosti a místa v historii superslitin [10]

Mezi lety 1910 a 1915 došlo k vynalezení austenitických korozivzdorných ocelí (právě austenit - fáze γ je se stala vzorem pro většinu moderních superslitin). V počátcích vývoje superslitin se tyto slitiny skládaly pouze z ocelové či niklové báze s nízkým obsahem chromu. Oblast vysokoteplotních slitin procházela až do konce 20. let velmi pomalým vývojem. V roce 1929 zjistili prakticky současně Bedford, Pilling a Merica, že přidáním malého množství hliníku a titanu do nikl-chromové slitiny dojde k významnému nárůstu pevnosti a creepových vlastností. Tento objev lze považovat za zrod moderních superslitin. [11] V 30. letech probíhal pozvolný vývoj austenitických niklových superslitin s jemnými precipitáty a disperzními karbidy po celém světě. Současně došlo ke zrodu karbidických kobaltových slitin (s austenitickou matricí) mnohdy preferovaných pro jejich lepší slévárenské vlastnosti. K identifikaci fáze v došlo až o mnoho let později se zrozením elektronové mikroskopie. Postupně došlo k eliminaci nebo ke značnému snížení obsahu železa z vysokoteplotních slitin ve prospěch niklu, který je schopen tvořit koherentní fázi v [11]

Období druhé světové války se stalo hnací silou pro vývoj superslitin, vznikly zcela nové slitiny a výrobní procesy. V 60. letech převládala snaha snižovat obsah chromu, jelikož byl drahý, nedostupný a měl zanedbatelný až negativní vliv na mechanické vlastnosti slitin. Přílišné snižování obsahu chromu vedlo až ke korozi za zvýšených teplot. [11]

Snaha zlepšovat pevnost a creepové vlastnosti vedla k postupné redukci tažnosti a houževnatosti prakticky k nule (obrázek 4). Termomechanická únava se stala hlavní příčinou selhání superslitin. Bylo potřeba zlepšit výrobní procesy a eliminovat přítomnost křehkých fází. [10]



Obrázek 4 - Vývoj tažnosti superslitin [10]

Vývoj superslitin vedl k vynálezu směrového chlazení odlitků z taveniny, optimalizaci struktury zrn a postupné eliminaci hranic zrn v některých aplikacích za vzniku monokrystalických superslitin (SX superalloys). Dnes je vývoj zaměřen na optimalizace struktury za provozních teplot a povlakování dílů pro ještě lepší třecí vlastnosti a odolnost proti oxidaci.

2.2. Chemické složení a vliv prvků

Legující prvky mají spolu s tepelným a mechanickým zpracováním imperativní vliv na vlastnosti superslitin. Různé prvky mají vliv na složení a vlastnosti matrice (fáze γ), jiné zase tvoří precipitáty a intermetalické fáze, které mají rozhodující vliv na vysokoteplotní vlastnosti slitiny. Prvky vyskytující se v niklových slitinách lze tedy dělit následujícím způsobem. [2], [5],

Prvky rozpustné v tuhém roztoku

Karbidotvorné prvky

Prvky tvořící precipitáty

Příměsi

2.2.1. Prvky rozpustné v tuhém roztoku

Prvky rozpustné ve fázi γ mají vliv na vlastnosti matrice a na chemickou a povrchovou stabilitu a odolnost slitiny. Vliv chromu na pevnost matrice je méně významný než jeho vliv na korozivzdornost. Chrom zvyšuje odolnost proti oxidujícím prostředím za vysokých teplot. Rozpustnost chromu ve fázi γ (binární diagram Ni-Cr je zachycen na obrázku 5) je omezena na zhruba 30 %. Chrom má však vysokou afinitu k uhlíku a má tendenci při zvýšených teplotách tvořit křehké karbidy po hranicích zrn, je tedy třeba omezit obsah chromu nebo uhlíku pro zamezení tvorby karbidů. [12]



Obrázek 5 - Binární digram Ni-Cr [13]

Molybden a wolfram mají výrazný vliv na pevnost matrice za zvýšených teplot a zvyšuje odolnost proti neoxidujícím kyselinám (například HCl, H₃PO₄, HF). Molybden také zvyšuje povrchovou tvrdost a odolnost proti bodové korozi (pitting). [12]

Železo může mít kladný vliv na pevnost matrice. Hlavní funkce železa v niklových slitinách je snížení ceny a zlepšení obrobitelnosti nebo svařitelnosti. Stejně tak kobalt je ve slitinách niklu spíše doprovodný prvek. Mechanické a fyzikální vlastnosti kobaltu jsou niklu velmi podobné a je tedy obtížné je úplně odseparovat. Kobalt zvyšuje rozpustnost uhlíku v tuhém roztoku. [12]

2.2.2. Karbidotvorné prvky

Karbidotvorné prvky se slučují s uhlíkem za vzniku pevných karbidů ve struktuře. Ty mohou značně zvyšovat tvrdost a creepovou odolnost tvorbou pevných shluků, které se chovají jako překážky proti prostupu dislokací a trhlin. Karbidy se často vylučují na hranicích zrn za značného zlepšení creepových vlastností, jejich přítomností však může docházet k intergranulární korozi (lokální koroze po hranicích zrn). [1], [2]

Ke tvorbě karbidů je nutná přítomnost uhlíku v dostatečném množství. Obsah uhlíku se většinou pohybuje v setinách až desetinách procenta. V niklových slitinách vznikají 3 hlavní typy karbidů: M_7C_3 , $M_{23}C_6$, M_6C (kde M je legující prvek, jelikož nikl karbidy netvoří). V niklu mohou vznikat karbidy MC, které se v průběhu života materiálu (nebo při tepelném zpracování) přetvářejí podle reakce $MC + \gamma \rightarrow M_{23}C_6 + \gamma'$. [9], [10], [14] W, Ta, Ti, Mo a Nb tvoří karbidy MC, které se shlukují do velkých částic a jejich přítomnost je tedy nevhodná. Mo a W tvoří karbidy M₆C, které tvoří šupinky na hranicích zrn. Cr tvoří karbidy M₇C₃ které mohou být užitečné, pokud jsou ve formě diskrétních částic. Cr, Mo a W tvoří karbidy M₂₃C₆ jež značně posilují creepové vlastnosti materiálu. [14]

2.2.3. Prvky tvořící precipitáty

Precipitační zpevňování je jeden z primárních mechanismů zpevnění niklových superslitin. Precipitáty jsou zpravidla intermetalické fáze a tvoří ve slitinách fázi γ ' se vzorcem Ni₃(Al, Ti).² Precipitáty tvoří shluky, destičky, kostky či jiné struktury v materiálu, které brání posuvu dislokací, šíření únavových trhlin a zvyšují pevnost a tvrdost. Pokud se ve slitině vyskytuje niob či vanad, může vznikat fáze γ '' s předpisem Ni₃(Nb, V). [1], [9], [10]

Hliník (Al) navíc přispívá k odolnosti proti oxidaci, a to obzvláště za vysokých teplot. Při snaze snížit obsah chromu ve slitinách niklu došlo k nahrazení části chromu hliníkem. Rozpustnost hliníku v niklu je značně omezená (ve většině slitin je jeho obsah méně než 3 %). [14], [9]

Titan (Ti) má vyšší rozpustnost v niklu než hliník (v některých slitinách se lze setkat s obsahem titanu vyšším než 5 %), na rozdíl od hliníku však pouze zvyšuje tvrdost, pevnost a únavové vlastnosti za zvýšených teplot. [12]

2.2.4. Příměsi

Kromě již zmíněných prvků s výraznými vlivy na vlastnosti niklových slitin existuje i velká řada dalších prvků, které mohou vlastnosti těchto slitin ovlivňovat, a to i ve velmi malých množstvích. Jakákoliv přítomnost plynů a nekovů (s výjimkou uhlíku) má skoro vždy detrimentální vliv na vlastnosti kovových slitin. Zejména se jedná o vodík, vzdušný dusík a kyslík, které se do materiálu dostávají převážně během zpracování, dále síru a fosfor. [2]

² Tantal také tvoří fázi γ', častěji se však setkáváme s užitím hliníku a titanu. [14]

Některé kovy mohou mít negativní vliv na mechanické vlastnosti niklových slitin. Je to převážně olovo, křemík, stříbro atd. Značné množství příměsových kovů však mechanické či jiné vlastnosti ovlivňuje pozitivně. Mohou to být buď mikrolegury jako bor a hafnium, nebo prvky, které zlepšují slévárenské či obráběcí vlastnosti, jako například hořčík nebo cer.

2.3. Mechanismy zpevnění

Mechanismy zpevnění niklových superslitin byly stručně zmíněny v předchozích kapitolách. Superslitiny musí vykazovat velmi dobré mechanické vlastnosti, a to i při značně zvýšených teplotách. Pro dosažení požadovaných zpevnění se užívá zpevňovacích mechanismů, kterými lze ovlivnit složení a strukturu materiálu. Protože v niklu nedochází k alotropické přeměně, nelze jej zpevňovat zušlechťováním (ve slitinách železa lze vhodným tepelným zpracováním vytvářet specifické struktury jako např. martenzit či bainit).

Zpevnění tuhým roztokem lze dosáhnout dvěma základními způsoby. V obou případech dochází přítomností cizího atomu ke změně tvaru krystalické mřížky a tím vzniká v mřížce napětí. Rozpouštění prvků v tuhém roztoku může navíc značně napomáhat zvyšovat odolnost vůči oxidaci a korozi (legování niklu chromem).

Intersticiální tuhé roztoky (obrázek 6, vpravo) vznikají, když se atom se značně menším poloměrem "vzpříčí" uvnitř krystalické mřížky. Aby k tomu mohlo dojít, musí mít základní materiál dostatečně velké meziatomové vzdálenosti a musí mezi základním atomem a intersticiálem existovat dostatečně velký rozdíl v atomových poloměrech. Rozpustnost intersticiálních tuhých roztoků je vždy omezená. Substituční tuhé roztoky (obrázek 6, vlevo) vznikají nahrazením základního atomu v krystalické mřížce atomem jiným (typicky větším). Intersticiály obvykle zvyšují pevnost více než substituenty kvůli jejich tendenci tvořit nesférické deformace krystalické mřížky. [2], [14]



Obrázek 6 - Substituční a intersticiální tuhý roztok [15]

Precipitační zpevnění spočívá ve vylučování částic intermetalických fází v materiálu (mechanismy podrobněji popsány v kapitole 2.3). Při průchodu dislokací těmito částicemi (v niklu typicky malé kuličky či větší krychle) dochází ke vzniku antifázového rozhraní s vysokou měrnou energií. Tvorba precipitátů je nejdůležitější mechanismus zpevnění pro práci při vysokých teplotách. [1], [14], [9]

Vylučování velmi tvrdých karbidů na hranicích zrn může vést k výraznému zvýšení tvrdosti, pevnosti a creepové odolnosti materiálu. Jestliže jsou karbidy vyloučeny na hranici zrna ve vhodném množství a morfologii (jako diskrétní částice), dochází ke značnému zpevnění hranice zrna. Tvorba karbidů po hranicích zrn však může mít negativní vliv na odolnost vůči oxidaci (může dojít k čerpání chromu z tuhého roztoku v okolí karbidické částice) a houževnatost materiálu. [1], [2]

2.4. Mikrostruktura superslitin

Superslitiny niklu mají extrémně rozmanitou mikrostrukturu s vysokou diverzitou fází a útvarů popsaných v tabulce 2, jejichž popis a vývoj probíhá již více než sto let. Je tedy nerealistické v této kapitole pokrýt celou problematiku detailně. Pro superslitiny je důležitá mřížka FCC pro její dobré únavové a creepové vlastnosti. Nikl mřížkou FCC disponuje po celém intervalu pracovních teplot, železo a kobalt ale mřížku FCC za pokojové teploty netvoří. Mřížku FCC lze však ve slitinách železa a kobaltu stabilizovat vysokým obsahem niklu (či jiných prvků tvořící mřížku FCC). [1]

Faze	MITZKA	vzorec	Popis
γ́	fcc	Ni ₃ Al Ni ₃ (Al,Ti)	Základní zpevňující fáze v mnoha niklových superslitinách; tvar se mění od kulového ke kubickému; velikost se mění s teplotou a dobou namáhání; rozdíl velikosti krystalové mřížky od matrice 0-0,5 %.
η	hcp	Ni ₃ Ti	Vyskytuje se v kobaltových i niklových superslitinách s vysokým obsahem hliniku a titanu po dlouhodobém namáhání; může tvořiti buňkovité útvary na hranicich zrna nebo jehlice uvnitř zrn ve Widmanstättenově struktuře.
γ´´	bct	Ni ₃ Nb	Základní zpevňující fáze ve slitině Inconel 718; metastabilní fáze; γ'' precipituje jako koherentní diskovité částice.
δ	ortorombická	Ni ₃ Nb	Vyskytuje se v přestárnuté slitině Inconel 718; má jehlicovitý tvar, když se utváří mezi teplotami 815-980 °C a tvoří precipitáty uvniti zm při vysokoteplotním stárnutí.
MC	kubická	TiC NbC HfC	Karbid titanu je částečně rozpustný v dusíku, zirkonu a molybdenu; složení je různé; tvoří nepravidelné globule; M může být Ti, Ta, Nb, Hf, Th nebo Zr.
M ₂₃ C ₆	fcc	$Cr_{23}C_6$ Fe ₂₃ C ₆ W ₂₃ C ₆ Mo ₂₃ C ₆	Důležitá je forma precipitace; může precipitovat jako film, globule, desky, lamely a buňky; obvykle precipituje na hranicích zrna.
M ₆ C	fcc	Fe3M03C Fe3W3C-Fe4W2C Fe3Nb3C Nb3C03C Ta3C03C	Náhodně distribuované karbidy.
M ₇ C ₃	hexagonální	Cr ₇ C ₃	Vyskytují se pouze ve slitinách typu Nimonic 80A po vystavení teplotám nad 1000 °C a v některých kobaltových slitinách; nejčastěji tvoří deskovité částice na hranicích zrn.
M ₃ B ₂	tetragonální	Ta ₃ B ₂ , V ₃ B ₂ Nb ₃ B ₂ (Mo,Ti,Cr) ₃ B ₂ (Ni,Fe) ₃ B ₂ Mo ₂ FeB ₂	Vyskytuje se v niklových slitinách s obsahem bóru nad 0,03 %; vypadají stejně jako karbidy, ale nereagují s karbidickými leptadly.
MN	kubická	TiN, ZrN, NbN	Nitridy se vyskytují ve slitinách obsahujících titan, niob a zirkon; jsou nerozpustné pod teplotou tavení; mají kruhovité nebo obdělníkovité tvary.
μ	romboedrická	Co ₇ W ₆ (Fe,Co) ₇ (Mo,W) ₆	Vyskytují se ve slitinách s vysokým obsahem molybdenu a wolframu; tvoří se za vysokých teplot; hrubozrnná Widmanstätte- nova struktura.
Laves	hexagonální	Fe ₂ Nb, Fe ₂ Ti Fe ₂ Mo, Co ₂ Ta Co ₂ Ti	Často se vyskytují v superslitinách kobaltu; nejčastěji vypadají jako nepravidelné protažené globule.
σ	tetragonální	FeCr, FeCrMo CrFeMoNi, CrCo CrNiMo	Vyskytují se častěji ve slitinách kobaltu než ve slitinách niklu; nejčastěji vypadají jako nepravidelné protažené globule.

Tabulka 2 - Přehled fází v niklových superslitinách [16]

Superslitiny lze dělit podle různých kritérií na tvářené a odlévané a na monokrystalické a polykrystalické. Tyto slitiny se budou lišit vlastnostmi i složením prvků. Odlévané slitiny budou mít vyšší obsah prvků zlepšující slévárenské vlastnosti (značně zvýšený obsah křemíku) a mohou mít složení blíže eutektickému. Odlévané slitiny mají obecně lepší creepové vlastnosti, jelikož mají hrubší zrno a vyšší podíl fáze γ'. [1]

Monokrystalických odlitků a odlitků s usměrněnou strukturou lze dosáhnout kontrolovaným směrovým chlazením z taveniny. Monokrystalické slitiny vykazují výborné mechanické vlastnosti, jsou však vysoce anizotropické a jsou tedy praktické jen v určitých situacích (např. lopatky turbíny). Polykrystalické slitiny budou obecně mít vyšší obsah prvků stabilizující a posilující hranice zrna a uhlíku. [10]

2.4.1. Fáze γ

Fáze γ , také zvaná matrice, je tuhý roztok niklu a legujících prvků, které krystalizují v mřížce FCC. Mnohdy je nazývaná austenit (ačkoli se o austenit nejedná) kvůli její podobnosti s fází γ v železe a jeho slitinách. Jedná se o tuhý roztok niklu a legujících prvků popsaných v kapitole 2.2. Významnými legujícími prvky fáze γ jsou kobalt, železo či měď s neomezenou rozpustností, chrom s rozpustností cca 30 % a wolfram či molybden s rozpustnostmi do 10 %. [1], [2], [14]

2.4.2. Fáze γ' a γ''

Fáze γ' (anglicky γ prime) je nejvýznamnější fáze vyskytující se v niklových superslitinách. Jedná se o intermetalickou fázi s předpisem Ni₃(Al, Ti) a při správných podmínkách dochází k vylučování této fáze z tuhého roztoku. Mřížka fáze γ' je zobrazena na obrázku 7. Fáze γ' se v niklových slitinách vylučuje v podobě kuliček nebo krychlí. Extrémně malé precipitáty vždy zaujímají tvar koule, jelikož má koule pro daný objem 1,24násobně nižší povrch než krychle a má tedy nižší povrchovou energii. Ve větším množství precipitátu převládá formace do krychlí s nerušenou kontinuální krystalickou mřížkou (obrázek 8). [9]



Obrázek 7 – Krystalická mřížka intermetalické fáze Ni₃Al [15]



Obrázek 8 - Snímek niklové slitiny s vyznačenými fázemi [14]

Fáze γ' je obecně koherentní s matricí (má s matricí nízký rozdíl mřížkových parametrů), zvyšuje tedy velmi významně mechanické vlastnosti slitiny za vysokých teplot. Má prakticky nejvýznamnější vliv na mechanické vlastnosti superslitin a je důvodem proč jsou schopny niklové slitiny pracovat do teplot mnohem vyšších než superslitiny železa či kobaltu, které fázi γ' netvoří. Při vhodném tepelném zpracování a chemickém složení může zaujímat až 70 % objemového podílu. Závislost mechanických vlastností na teplotě je zachycena na obrázku 9. [9], [14]



Obrázek 9 - Závislost meze kluzu na teplotě pro různé podíly faze γ' [8]

Na obrázku 10 je zachycen binární diagram Ni-Al s vyznačenou oblastí vzniku intermetalika AlNi₃.



Obrázek 10 - Binární diagram Ni-Al [17]

Fáze γ'' (anglicky γ double prime) může vznikat při přidání niobu či vanadu za vzniku intermetalika Ni₃(Nb, V). Stejně jako fáze γ' je koherentní s matricí (oproti fázi γ'

však méně, rozdíl mřížkových parametrů typicky <3 %). Fáze γ" zaujímá mřížku BCT (Tetragonální tělesně středěná, obrázek 11) a tvoří ve struktuře disky. [9], [16]



Obrázek 11 - Krystalická mřížka fáze γ'' [18]

Je stabilní zhruba do teploty 650 °C, při které dochází k rozpadu na fázi δ s ortorombickou mřížkou, která má detrimentální efekt na mechanické vlastnosti. Pro slitiny, ve kterých se γ " objevuje, jsou tedy užitné teploty obvykle nižší než 650 °C. Pro aplikace do 650 °C však lze fází γ " dosáhnout značného zvýšení pevnosti. Dnes stále jedna z nejpoužívanějších superslitin Inconel 718 obsahuje asi 3 % fáze γ ' a 20 % fáze γ ". [19]

2.4.3. TCP Fáze

Ve vysokolegovaných slitinách niklu mohou za provozu, či při nevhodném tepelném zpracování vznikat tzv. topologicky těsně uspořádané fáze (TCP). Jsou křehké a jejich přítomnost je obecně nevhodná, jelikož zhoršuje žárupevnost, plasticitu a odolnost vůči oxidaci za zvýšených teplot. Mřížka těchto fází má vrstvy těsně uspořádaných atomů odděleny relativně velkými meziatomovými vzdálenostmi. [9], [10], [20]

Jedná se zejména o fáze σ , μ a Lavesovy fáze. Fáze σ a μ tvoří tenké křehké destičky a Lavesovy fáze mají podobu křehkých jehlic. Kromě snížení mechanických vlastností se chovají jako iniciátory trhlin a jsou tedy detrimentální pro únavové vlastnosti. Nejhorší vliv na pevnost a únavové vlastnosti má přítomnost fáze σ . Ke vzniku

těchto fází dochází pouze při některých kombinacích obsahu legujících prvků a optimalizací složení lze tvorbě TCP fází zabránit. [9], [10], [20]

2.4.4. Karbidy

Vliv karbidů na mechanické vlastnosti niklových slitin byl již popsán v kapitole 2.2.2. Karbidy lze dělit podle způsobu vzniku dělit na primární a sekundární. Primární karbidy vznikají během tuhnutí/krystalizace slitiny. Sekundární karbidy vznikají vyloučením z pevné fáze. V polykrystalických slitinách mohou karbidy posilovat hranice zrn, což vede k výraznému zlepšení creepových vlastností, a zvyšovat tvrdost nebo snižovat únavové vlastnosti za zvýšených teplot. [2], [9], [10], [14]

2.4.5. Oxidy

V průběhu 60. let minulého století došlo k objevu zpevnění disperzemi oxidů (ODS) yttria (Y₂O₃) a thoria (ThO₂). Slitiny s disperzemi se obvykle vyrábí mechanickým legováním z prášku a následnou práškovou metalurgií nebo aditivní výrobou. Oxidy yttria a thoria jsou velmi chemicky i teplotně stabilní a mohou významně přispívat ke zlepšení creepových vlastností. [10], [18]

3. Slitina Inconel 738 LC

Doposud byly rozebírány charakteristiky niklu a jeho slitin obecně. Experimentální část práce je však zaměřena na superslitinu Inconel 738 LC (také IN738LC).

IN738LC je materiál typický pro výrobu tepelně namáhaných částí plynových turbín a turbodmychadel (např. lopatky). Jedná se o slitinu určenou primárně pro lití (nejčastěji metodou vytavitelného modelu). Materiál po odlití prochází tepelným zpracováním pro optimalizaci struktury a zvýšení podílu fáze γ'. Na niklové slitiny jsou kladeny následující požadavky:

Dobré creepové vlastnosti i za velmi vysokých teplot (až 1100 °C)

Vysoká pevnost

Odolnost vůči oxidačním a korozním účinkům pracovního média

Vhodné technologické vlastnosti (např. licí vlastnosti)

3.1. Chemické složení slitiny IN738LC

Inconel 738 LC je modifikací niklové superslitiny Inconel 738 se sníženým obsahem uhlíku. Označení LC značí snížený obsah uhlíku ve slitině (low carbon). Snížený obsah uhlíku má kladný vliv na některé mechanické vlastnosti (např. plasticita a únavová pevnost) a negativní na některé jiné (např. creepová odolnost). Snížení obsahu uhlíku navíc vede k omezení tvorby karbidů s chromem, které mohou negativně ovlivňovat odolnost proti korozi a oxidaci. Chemické složení Inconelu 738 LC je uvedeno v tabulce 3. [8], [9], [10]

Tabulka 3 - Chemické složení slitiny IN738LC [Hm %] [21]

Prvek	Cr	Co	Ti	Al	W	Мо	Ta	Nb	Fe	Si	Mn	С	Cu	Zr	В	Ni
Min.	15,7	8,0	3,2	3,2	2,4	1,5	1,5	0,6	0,00	0	0	0,09	0	0,03	0,007	Zb.
Max.	16,3	9,0	3,7	3,7	2,8	2,0	2,0	1,1	0,35	0,3	0,2	0,13	0,1	0,08	0,012	Zb.

Důležitým prvkem ve slitině je chrom. Chrom má vysokou rozpustnost v tuhém roztoku (až cca 30 % za pokojové teploty) a tvoří s niklem fázi γ s mřížkou FCC. Přítomnost chromu je doprovázena mírným zvýšením pevnosti tuhého roztoku (matrice)

a výrazně zvyšuje odolnost vůči oxidaci za vysokých teplot a vysokoteplotní korozi. Uhlík má vysokou afinitu ke chromu a může tedy vznikem karbidů docházet k ochuzení tuhého roztoku o jeho přítomnost, což vede k poklesu odolnosti vůči korozi a oxidaci za vysokých teplot. [12]

Velmi významná je přítomnost hliníku a titanu, které s niklem tvoří intermetalickou fázi γ' Ni₃(Al, Ti). Fáze γ' odlišuje niklové slitiny svou vysokou pevností a odolnosti proti creepu za velmi vysokých teplot. Intermetalické precipitáty hliníku a titanu s niklem jsou koherentní s matricí a jsou chemicky i teplotně vysoce stabilní. [8], [9]

Snížený obsah uhlíku vede ke zeslabení hranic zrn, a tedy ke zhoršení creepových vlastností slitiny. Toto lze částečně kompenzovat legováním borem v malých množstvích (mikrolegování).

3.2. Mechanické a fyzikální vlastnosti

Hustota slitiny je za pokojové teploty 8170 kg/m³. Použitá licí teplota je 1380 °C do předehřáté skořepiny (v tomto případě 1130 °C). Inconel 738LC vykazuje vysoké hodnoty mechanických vlastností, které si zachovává i za vysokých teplot. Princip žárupevnosti niklových superslitin a vliv fáze γ' byl popsán v kapitolách 2.3 a 2.4. Minimální mechanické vlastnosti slitiny za teploty 25 °C a 650 °C jsou uvedeny v tabulce 4. [22]

Teplota [°C]	Rp0,2 [MPa]	Rm [MPa]	A [%]	Z [%]
25	792	895	4	5
650	690	895	4	5

3.3. Tepelné zpracování

Slitina Inconel 738LC se ve stavu po odlití nepoužívá. Lití je obvykle následováno několika kroky tepelného zpracování. Po odlití lze pro snížení porózity materiál izostaticky lisovat při zvýšené teplotě (HIP). V tomto konkrétním případě při teplotě 1200 °C a tlaku 1000 bar po dobu 4 hodin. Tepelné zpracování slitiny IN738LC je složeno ze dvou kroků: rozpouštěcí žíhání při teplotě 1120 °C po dobu 2 hodin v proudu argonu (pro zamezení nežádoucí precipitace a vzniku heterogenní struktury) a umělé stárnutí při teplotě 845 °C po dobu 24 hodin v proudu argonu pro optimalizaci morfologie a objemového podílu fáze γ'.

Experimentální část

Cílem experimentální časti práce bylo vyhodnotit vliv mikrostruktury na mechanické vlastnosti niklové superslitiny Inconel 738LC v závislosti na velikosti odlitku. Posuzován byl vliv tloušťky stěny mez kluzu, mez pevnosti, tažnost a tvrdost.

V teoretické části byla popsána struktura a charakter niklových slitin a superslitin spolu s vlivem chemického složení na mechanické a technologické vlastnosti. Na tyto materiály jsou kladeny požadavky pro práci i za velmi vysokých teplot. Vyhodnocené vlastnosti byly rozšířeny o výsledky tahových zkoušek za zvýšených teplot v rozmezí 700–1000 °C.

4. Materiál a zkušební vzorky

Vzorky byly dodány firmou UJP PRAHA a.s. ve formě standardních krátkých zkušebních těles pro tahovou zkoušku. Odlitky byly zhotoveny z běžně používané niklové slitiny Inconel 738 LC firmou První brněnská strojírna Velká Bíteš a.s. ve třech provedeních, zachycených na obrázku 12:

Předlité (tvar odlitku odpovídá vzorku pro tahovou zkoušku, dále P)

Komolý kužel (dále KK)

Čtyřlístek (přibližně křížový půdorys, dále CT)



Obrázek 12 – Typy užitých odlitků – předlité (nahoře), komolý kužel (střed) a čtyřlístek (dole)

Firmou První brněnská strojírna Bíteš a.s. byla rovněž poskytnuta i chemická analýza hutního materiálu užitého na odlitky jejíž výsledky jsou uvedeny v tabulce 5.

		Předepsané hodnoty	C10443 krycí T67
С	%	0,09 + 0,13	0,09
Mn	%	max. 0,20	0,03
Si	%	max. 0,30	0,01
Cr	%	15,70 + 16,30	15,89
Ti	%	3,20 + 3,70	3,36
AI	%	3,20 + 3,70	3,33
Fe	%	max. 0,35	0,15
В	%	0,007 + 0,012	0,007
Zr	%	0,03 + 0,08	0,03
Nb	%	0,60 + 1,10	0,81
Та	%	1,50 + 2,00	1,65
Mo	%	1,50 + 2,00	1,72
W	%	2,40 + 2,80	2,44
Co	%	8,00 + 9,00	8,82
Cu	%	max. 0,50	0,01
P	%	max. 0,015	0,004
S	%	max. 0,015	<0,001
Ni	%	zbytek	zb.
NVTS	L	max. 2,36	2,27

Tabulka 5 - Chemické složení hutního materiálu

5. Použité metody

Vyhodnocení mechanických vlastností proběhlo formou tahové zkoušky. Po vyhodnocení mechanických vlastností vzorků z odlitků různých velikostí byly vybrány 3 vzorky (P-20-3, KK-20-2, CT-20-2) a byla provedena dokumentace a zhodnocení lomových ploch řádkovací elektronovou mikroskopií. Fraktografie byla především zaměřena na charakter lomu, strukturu karbidických částic a dokumentaci licích vad.

Následně byly ze vzorků připraveny podélné (či axiální) a příčné (či radiální) výbrusy. Z výbrusů byl pomocí světelné mikroskopie určen podíl licích vad a karbidů. Po naleptání vzorků byla pomocí řádkovací elektronové mikroskopie hodnocena velikost, geometrie a morfologické uspořádání intermetalické fáze γ'. Poslední částí experimentu bylo měření tvrdosti dle Vickerse a po druhotném naleptání měření velikosti zrna za využití stereomikroskopie.

6. Výsledky provedených zkoušek

6.1. Tahové zkoušky

6.1.1. Za pokojové teploty

Pro experiment bylo použito celkem 9 standardních těles (obrázek 13) (3 pro každý typ odlitku) o pracovním průměru 6 mm a délce 30 mm. Výsledky tahových zkoušek jsou uvedeny v tabulce 6 a smluvní diagram vybraných vzorků v obrázku 14.



Obrázek 13 – Geometrie standardního tělesa pro tahovou zkoušku [2]

Tabulka 6 - Výsledky tahové zkoušky jednotlivých vzorků za pokojové teploty

Vzorek	Rp0,2 [MPa]	Rm [MPa]	A [%]	Youngův modul [GPa]	
P-20-1	955	1103	3,9	209,54	
P-20-2	922	1110	4,3	189,79	
P-20-3	950	1138	4,5	181,92	
KK-20-1	820	901	2,7	201,6	
KK-20-2	856	950	2,7	245,35	
KK-20-3	842	922	2,1	171,71	
CT-20-1	752	805	1,8	156,13	
CT-20-2	750	801	1,5	195,36	
CT-20-3	800	912	3,8	269,89	



Obrázek 14 - Smluvní diagram vybraných vzorků

Z naměřených hodnot (tabulka 7) a průběhu tahové zkoušky (obrázek 14) je evidentní, že s rostoucí velikostí odlitku (tedy klesající rychlostí chladnutí) klesá mez kluzu, mez pevnosti a tažnost materiálu za pokojové teploty.

6.1.2. Za zvýšených teplot

Pro zkoušky za zvýšených teplot bylo použito 7 standardních těles (viz. kapitola 6.1) pro každý typ vzorku. Zkoušky byly provedeny v rozmezí teplot 700-1000 °C. Pro jednotlivé typy vzorků (P, KK a CT) jsou výsledky uvedeny postupně dále (tabulka 7, tabulka 8, tabulka 9).

Vzorky P

Vzorky P	Teplota [°C]	Rp0,2 [MPa]	Rm [MPa]	A [%]
1	700	849	1093	4
2	750	821	938	8,5
3	800	691	829	14,5
4	850	532	666	15
5	900	436	541	8,5
6	950	315	398	12,5
7	1000	242	292	15

Tabulka 7 - Výsledky tahové zkoušky předlitých vzorků za zvýšených teplot


Obrázek 15 - Závislost meze kluzu a pevnosti vzorků typu P na teplotě

Z naměřených hodnot (tabulka 6 a tabulka 7) graficky vynesených na obrázku 15 je patrné, že dochází k prudkému poklesu hodnoty meze kluzu a meze pevnosti při teplotách vyšších než zhruba 750 °C.

Vzorky KK

Vzorky KK	Teplota [°C]	Rp0,2 [MPa]	Rm [MPa]	A [%]
1	700	731	988	4
2	750	768	914	4,5
3	800	657	778	9
4	850	537	651	9
5	900	400	510	12,5
6	950	296	391	15
7	1000	217	287	17,5

Tabulka 8 - Výsledky tahové zkoušky vzorků typu KK za zvýšených teplot



Obrázek 16 - Závislost meze kluzu a pevnosti vzorků typu KK na teplotě

Z naměřených hodnot (tabulka 6 a tabulka 8) graficky vynesených na obrázku 16 je patrné, že dochází k prudkému poklesu hodnoty meze kluzu a meze pevnosti při teplotách vyšších než 750 °C. Tažnost materiálu roste až do teploty 1000 °C, při které nabývá hodnoty 17,5 %.

Vzorky CT

Vzorky CT	Teplota [°C]	Rp0,2 [MPa]	Rm [MPa]	A [%]
1	700	725	1012	12
2	750	768	911	7
3	800	661	785	10,5
4	850	512	630	12,5
5	900	394	503	15
6	950	286	388	16,5
7	1000	212	285	19

Tabulka 9 - Výsledky tahové zkoušky vzorků typu CT za zvýšených teplot



Obrázek 17 - Závislost meze kluzu a pevnosti vzorků typu CT na teplotě

Z naměřených hodnot (tabulka 6 a tabulka 9) graficky vynesených na obrázku 17 je patrné, že dochází k prudkému poklesu hodnoty meze kluzu a meze pevnosti při teplotách vyšších než 750 °C. Tažnost materiálu roste až do teploty 1000 °C, při které nabývá hodnoty 19 %. Minimální tažnost materiál vykazuje při teplotě 750 °C, kdy nabývá nejvyšší meze kluzu.

6.2. Fraktografie

Fraktografická analýza lomových ploch byla provedena za užití řádkovacího elektronového mikroskopu JEOL JSM-5500 (Katedra materiálů FJFI ČVUT v Praze, obrázek 18) v módech detekce sekundárních elektronů a zpětně odražených elektronů. Důraz byl kladen na charakter a morfologii lomové plochy, tvar a lokaci karbidických částic a dokumentaci licích vad.



Obrázek 18- Řádkovaci elektronový mikroskop JEOL JSM-5500 [24]

Fraktografie byla v konkrétních místech analyzované lomové plochy rozšířena o lokální analýzu chemického složení metodou EDS (Energiově disperzní rentgenová spektroskopie).

6.2.1. Výsledky analýzy

Vzorek P-20-3

Na obrázku 19 je zachycena celá lomová plochu vzorku P-20-3, kde je patrná velmi výrazná dendritická struktura usměrněná od povrchu do středu lomové plochy.



Obrázek 19 - Lomová plocha vzorku P-20-3

Orientace a geometrie dendritů je konzistentní s relativně vysokou rychlostí chladnutí předlitých vzorků. Ve středu lomové plochy se nachází výrazná licí vada, která je v různých zvětšeních zachycena na následujících snímcích (obrázek 20).



Obrázek 20 - P-20-3 - Osová licí vada: A) při 100x zvětšení, B) při 300x zvětšení, C) při 1000x zvětšení

Následující snímky (obrázek 21 a obrázek 22) zachycují vybrané oblastí lomové plochy při různých zvětšeních. Tmavé hladké útvary jsou karbidické částice, typicky přítomné v mezidendritických prostorech. Hladký povrch karbidických částic odpovídá štěpnému lomu. Světlejší členité plochy vykazují porušení tvárným lomem, což odpovídá vlastnostem tuhého roztoku – matrice.



Obrázek 21 - P-20-3 - Detaily lomové plochy: A) při 300x zvětšení, B) při 1000x zvětšení



Obrázek 22 - P-20-3 - C) karbidické částice při 3000x zvětšení, D) tvárný lom matrice při 3000x zvětšení

Vzorek KK-20-2

Na obrázku 23 je zachycena celá lomová plochu vzorku KK-20-2, která vykazuje členitý dendritický charakter. Oproti vzorku P-20-3 jsou dendrity v radiálním směru méně usměrněné.



Obrázek 23 - Lomová plocha vzorku KK-20-2

Vyšší členitost lomové plochy odpovídá nižší rychlosti tuhnutí odlitku typu KK oproti odlitkům typu P. Lomová plocha vykazuje oproti vzorku P nižší podíl licích vad, jež mají obecně menší velikost (obrázek 24).



Obrázek 24 - KK-20-2 - Licí vada: A) při 100x zvětšení, B) při 300x zvětšení

Následující snímky (obrázek 25) zachycují karbidické částice v módech detekce sekundárních elektronů a zpětně odražených elektronů. Karbidické částice v mezidendritických prostorech mají oproti vzorku P větší rozměry.



Obrázek 25 - KK-20-2 - Karbidické destičky při 1000x zvětšení: A) v módu detekce sekundárních elektronů, B) v módu detekce zpětně odražených elektronů

Vzorek CT-20-2

Na obrázku 26 je zachycena celá lomová plochu vzorku CT-20-2, která vykazuje výrazně členitý dendritický charakter bez výraznější orientace dendritů.



Obrázek 26 - Lomová plocha vzorku CT-20-2

Lomová plocha je velmi výrazně členitá a hrubší. To je konzistentní s nízkou rychlostí tuhnutí (a tedy i velkými rozměry) odlitku. V "horní" části lomové plochy se nachází poměrně rozlehlá licí vada, která je dále zachycena na následujícím snímku (obrázek 27).



Obrázek 27 - CT-20-2 - Rozlehlá licí vada při 100x zvětšení

Následující snímky (obrázek 28) zachycují karbidické částice v módech detekce sekundárních elektronů a zpětně odražených elektronů. Karbidické částice v mezidendritických prostorech mají oproti vzorku P a KK větší rozměry.



Obrázek 28 - CT-20-2 - Karbidické destičky: A) při 300x zvětšení, B) při 300x zvětšení v módu detekce zpětně odraženýchh elektronů, C) při 1000x zvětšení, D) při 1000x zvětšení v módu detekce zpětně odražených elektronů

Fraktografická analýza byla rozšířena o analýzu chemického složení metodou EDS v okolí karbidické destičky (obrázek 29). Výsledky analýzy (tabulka 10) potvrzují, že části porušené štěpným lomem jsou karbidické částice.



Obrázek 29 - Analýza chemického složení vzorku CT-20-2 v okolí karbidické částice (zvětšení 1000x)

Spectrum	С	Al	Ti	Cr	Fe	Со	Ni	Nb	Mo	Та	W
1	3,95	0,05	21,37	2,42	0,08	1,14	10,29	13,27	4,29	37,44	5,7
2	1,97	0,21	16,96	4,31	0,16	2,17	20,44	12,06	3,68	33,2	4,83
3	5,58	0,29	17,62	3,35	0,18	1,76	16,69	12,54	3,66	33,78	4,56
4	2,12	0,32	19,1	4,8	0,31	2,2	19,47	10,21	3,91	33,37	4,18
5	0,96	1,31	3,52	17,03	0,14	8,65	60,79	1,1	1,59	2,79	2,11
6	0,72	2,04	3,98	17,81	0,21	7,4	58,98	0,94	3,1	4,02	0,79

Tabulka 10 - Změřené hodnoty chemického složení [hm. %]

Metoda EDS není vhodná pro kvantitativní vyhodnocení přítomnosti lehkých prvků (jako je uhlík). Zvýšený obsah uhlíku tedy není jednoznačný indikátor typu karbidů. Spektra 1-4 vykazují vysoký obsah prvků s vysokou afinitou k uhlíku (těžké kovy jako Ta, Nb, W a Mo spolu s Ti) a nízký obsah niklu a kobaltu, které karbidy netvoří. Porovnatelné hodnoty koncentrací těchto prvků ve všech čtyřech spektrech naznačují na jeden typ karbidu (Ta, Ti, Nb, Mo, W)C. Spektra 5 a 6 vykazují očekáváný obsah prvků odpovídající matrici (vysoký obsah Ni, Cr a Co).

6.3. Analýza mikrostruktury

Vyhodnocení struktury bylo provedeno na příčných a osových výbrusech každého vzorku. Před naleptáním výbrusů byl vyhodnocen plošný podíl karbidů a licích vad na ploše výbrusu za užití světelného mikroskopu Nikon Eclipse MA200 (UJP PRAHA a.s., obrázek 30).

Po prvotním naleptání byla formou řádkovací elektronové mikroskopie za užití mikroskopu JEOL JSM-7600 F (UMI FS ČVUT v Praze) vyhodnocena velikost a morfologie intermetalické fáze γ' na radiálních výbrusech. Na základě dřívějších prací lze předpokládat, že se tyto charakteristiky významně neliší mezi axiálními a radiálními výbrusy.



Obrázek 30 - Mikroskop Nikon Eclipse MA200

K vyhodnocení měřených hodnot byl využit software NIS-Elements (Nikon Imaging Software, obrázek 31) určený pro analýzu obrazu v laboratorních prostředích.



Obrázek 31 - Prahování v pogramu NIS-Elements

6.3.1. Příprava metalografických výbrusů

Metalografické výbrusy byly zhotoveny v UJP PRAHA a.s. Proces výroby a zpracování výbrusů (obrázek 32) je složen z odběru vzorku (řezání), uložení vzorku v polymeru, broušení a leštění plochy. Vzorky byly následně naleptány. Pro vyhodnocení morfologie fáze γ' bylo užito elektrolytické leptání vzorku v 10% roztoku kyseliny šťavelové pod napětím 2 V po dobu 4 až 6 sekund. Pro vyhodnocení morfologie zrna byly vzorky chemicky leptány ve vodném roztoku peroxidu vodíku a kyseliny chlorovodíkové. Po naleptání byl povrch očištěn vodou a lihem (popř. metanolem).



Obrázek 32 - Proces výroby metalografického výbrusu [25]

6.3.2. Licí vady a karbidy

Plošný podíl licích vad byl vyhodnocen v oblastech výbrusu s jejich největším výskytem (tedy jako nejhorší případ). Změřené hodnoty plošného podílu karbidů odpovídají průměrné hodnotě z deseti náhodně vybraných oblastí v různých místech vzorku.

Vzorek P-20-3

Na následujícím snímku (obrázek 33) jsou zachyceny licí vady a karbidy nalezeny ve struktuře vzorku P-20-3.



Obrázek 33 - P-20-3a: A) licí vady, B) karbidy

Plošný podíl licích vad (tabulka 12) je s ohledem na zvolenou metodiku nízký. Zjištěný plošný podíl karbidů (tabulka 12) odpovídá nízkému obsahu uhlíku v hutním materiálu

	Plošný podíl licích vad	Směrodatná odchylka	Plošný podíl karbidů	Směrodatná odchylka
Vzorek	[%]		[%]	
P-20-3a	0,44	0,11	1,08	0,22
P-20-3r	0,14	0,04	1,04	0,22
Celek	0,29	0,17	1,06	0,22

Tabulka 11 - Plošné podíly licích vad a karbidů vzorku P-20-3

Vzorek KK-20-2

Na následujícím snímku (obrázek 34) jsou zachyceny licí vady a karbidy nalezeny ve struktuře vzorku KK-20-2.



Obrázek 34 – KK-20-2r: A) licí vady, B) karbidy

Oproti vzorku P je plošný podíl licích vad vysoký (tabulka 12). Licí vady však nejsou rozmístěny rovnoměrně a jejich podíl se může výrazně lišit v závislosti na lokaci výbrusu. Zjištěný plošný podíl karbidů (tabulka 12) se oproti vzorku P-20-3 téměř neliší.

Tabulka 12 - Plošné podíly licích vad a karbidů vzorku KK-20-2

	Plošný podíl licích vad	Směrodatná odchylka	Plošný podíl karbidů	Směrodatná odchylka
Vzorek	[%]		[%]	
KK-20-2a	1,03	0,66	0,99	0,29
KK-20-2r	0,3	0,1	1,11	0,37
Celek	0,66	0,6	1,05	0,34

Vzorek CT-20-2

Na následujícím snímku (obrázek 35) jsou zachyceny licí vady a karbidy nalezeny ve struktuře vzorku CT-20-2.



Obrázek 35 - CT-20-2a: A) licí vady, B) karbidy

Vyšší plošný podíl licích vad oproti vzorku P-20-3 (tabulka 13) lze vysvětlit stejně jako u vzorku KK-20-2. Zjištěný podíl karbidů (tabulka 13) je vyšší než u vzorků s vyšší rychlostí chladnutí, což odpovídá předpokladu.

	Plošný podíl licích vad	Směrodatná odchylka	Plošný podíl karbidů	Směrodatná odchylka
Vzorek	[%]		[%]	
CT-20-2a	0,28	0,23	1,45	0,51
CT-20-2r	0,65	0,66	1,66	0,69
Celek	0,36	0,4	1,555	0,62

Tabulka 13 - Plošné podíly licích vad a karbidů vzorku CT-20-2

6.3.3. Fáze γ'

Vzorek P-20-3

Následující snímky (obrázek 36 a obrázek 37) z řádkovacího elektronového mikroskopu zachycují mikrostrukturu radiálního výbrusu vzorku P-20-3. Na snímcích lze pozorovat charakteristickou kubickou strukturu větších precipitátů pozorované fáze (obrázek 37). Ve struktuře se vlivem cíleného tepelného zpracování vyskytují malé kuličky.



Obrázek 36 - Mikrostruktura vzorku P-20-3 v módu detekce zpětně odražených elektronů



Obrázek 37 - P-20-3 – Bimodální roložení fáze γ'

Střední velikost částic byla vyhodnocena v software NIS-Elements ze snímků pořízených na řádkovacím elektronovém mikroskopu. Vyhodnoceny byly ale pouze kubické precipitáty středních a větších rozměrů, jež mají nejvýznamnější vliv na vysokoteplotní vlastnosti slitiny (tabulka 14).

	Ekvivalentní průměr	Směrodatná odchylka
Vzorek	[µm]	[µm]
P-20-3	0,39	0,11

Tabulka 14 - Velikost částic γ' vzorku P-20-3

Vzorek KK-20-2

Na následujícím snímku (obrázek 38) je zachycena mikrostrukturu vzorku KK s charakteristickou morfologií karbidických částic. Na obrázku 39 je zachycen detail struktury fáze γ' v mezidendritické oblasti.



Obrázek 38 – Mikrostruktura vzorku KK-20-2 v módu detekce zpětně odražených elektronů



Obrázek 39 – KK-20-2 – faze γ' ν mezidendritickém prostoru

V tabulce 15 je uveden ekvivalentní průměr částic faze γ'. Oproti vzorku P vykazuje vzorek KK větší rozměry intermetalických částic.

	Ekvivalentní průměr	Směrodatná odchylka
Vzorek	[µm]	[µm]
KK-20-2	0,46	0,18

Tabulka 15 - Velikost částic γ' vzorku KK-20-2

Vzorek CT-20-2

Na následujícím snímku (obrázek 40) je zachycena mikrostruktura vzorku CT-20-2. Uprostřed snímku jsou viditelné velmi hrubé precipitáty fáze γ ' (obrázek 41) sousedící s karbidickými částicemi. V jejich okolí se nachází oblast velmi jemných kulovitých precipitátů. Oblasti velmi jemných kulovitých precipitátů se u tohoto vzorku nacházejí také v dendritické oblasti (obrázek 42). Fáze γ ' má v mezidendritických oblastech méně pravidelný tvar (obrázek 43).



Obrázek 40 - Mikrostruktura vzorku CT-20-2



Obrázek 41 - Vzorek CT-20-2 - Velmi hrubé precipitáty



Obrázek 42 - CT-20-2 - Dendritická oblast



Obrázek 43 - CT-20-2 - Mezidendritická oblast

Vzorek oproti vzorkům KK a P vykazuje vyšší míru nehomogenity ve struktuře. Velikost částic a podíl fáze γ' se v různých oblastech značně liší. V tabulce 16 je uveden změřený ekvivalentní průměr částic fáze γ'.

Т	abulka	16 -	Velikost	částic	v	vzorku	СТ-20-2
				00.00.00	r	1201110	0. 20 2

	Ekvivalentní průměr	Směrodatná odchylka
Vzorek	[µm]	[µm]
CT-20-2	0,47	0,13

6.4. Měření tvrdosti

Po vyhodnocení mikrostruktury bylo provedeno měření tvrdosti vzorků standardním zatížením (HV 30). Měření bylo provedeno na tvrdoměru ZWICK ZHU 250 topLine (UJP PRAHA a.s., obrázek 44).



Obrázek 44 - Tvrdoměr ZWICK ZHU 250 topLine [26]

6.4.1. Výsledky měření

Bylo provedeno 5 vtisků v upínací části osových (axiálních) výbrusů a 5 vtisků po celé ploše příčných (radiálních) výbrusů. Výsledky měření jsou uvedeny v tabulce 17.

Vzorek	Vtisk	Tvrdost	Vzorek	Vtisk	Tvrdost	Vzorek	Vtisk	Tvrdost
CT-20-2a	1	375	KK-20-2a	1	401	P-20-3a	1	410
	2	363		2	386		2	410
	3	371		3	383		3	413
	4	373		4	382		4	396
	5	348		5	386		5	407
Průměr		366	Průměr		388	Průměr		407
CT-20-2r	1	381	KK-20-2r	1	385	P-20-3r	1	399
	2	381		2	383		2	410
	3	377		3	376		3	402
	4	371		4	390		4	408
	5	379		5	400		5	404
Průměr		378	Průměr		387	Průměr		405
Celkový průměr		372	Celkový průr	něr	387	Celkový průměr		406
Směrodatná od	lchylka	10	Směrodatná od	chylka	7	Směrodatná odchylka		5

Tabulka 17 - Změřené hodnoty tvrdosti (HV 30)

Z naměřených hodnot (tabulka 17) je patrné, že s rostoucí velikostí odlitku klesá tvrdost materiálu za pokojové teploty. Vzorek CT-20-2 vykazoval nejnižší průměrnou tvrdost (372 ± 10) HV. Vzorek KK-20-2 vykazoval průměrnou tvrdost (387 ± 7) HV. Vzorek P-20-3 dosahoval nejvyšší hodnoty průměrné tvrdosti (406 ± 5) HV. Výsledky se shodují s výsledky dle [21]. Pozorujeme tedy stejný vliv struktury na tvrdost, jako na mechanické vlastnosti (viz. kapitola 6.1), které vykazoval za pokojové teploty vzorek P-20-3 nejlepší a vzorek CT-20-2 nejhorší.

6.5. Měření velikosti zrna

Pro vyhodnocení makrostruktury byly vzorky přebroušeny a naleptány podruhé pro zvýraznění struktury hranic zrn a následně byla vyhodnocena morfologie zrna dle normy ČSN 42 0463. Analýza je rozšířena o snímky makrostruktury zachycené světelným stereomikroskopem LEICA M205 C (UJP PRAHA a.s.).

6.5.1. Výsledky měření

Vzorek P-20-3

Střední průměr zrna vyhodnocen dle normy ČSN 42 0463 odpovídá hodnotě (0,3 ± 0,18) mm. Vzorek P má zrna vlivem vysoké rychlosti chladnutí usměrněná radiálně ve směru odvodu tepla (obrázek 45) a výsledek měření tento fakt neuvažuje. Je tedy vhodné popsat makrostrukturu vzorku také způsobem, který respektuje reálný tvar zrn.



Obrázek 45 - Makrostruktura vzorku P-20-3

Po okrajích vzorku (obrázek 45) se vyskytuje pásmo úzkých radiálně usměrněných zrn o šířce přibližně 0,3 mm (což odpovídá výsledkům dle normy) a délce zhruba 2,5 mm. V ose vzorku se nachází středové pásmo zrn větších rozměrů (až 4 mm).

Vzorek KK-20-2

Střední průměr zrna vyhodnocen dle normy ČSN 42 0463 odpovídá hodnotě (1,97 ± 0,69) mm. Tato hodnota přibližně odpovídá visuální inspekci makrostruktury (obrázek 46), ve které se objevují zrna jak větších rozměrů (zhruba 4 mm), tak rozměrů malých.



Obrázek 46 - Makrostruktura vzorku KK-20-2

Vzorek CT-20-2

Vzorek CT-20-2 má výrazně hrubozrnnou makrostrukturu, která znemožnila hodnocení velikosti zrna radiálního vzorku. V radiálním řezu se nachází velmi dominantní zrno, jež zaujímá téměř celou plochu výbrusu. Ze snímků (obrázek 47) je však zřejmé, že má vzorek vlivem nízké rychlosti tuhnutí zrna daleko větších rozměrů, než vzorky KK a P. Střední průměr zrna dle normy ČSN 420463 pro axiální výbrus odpovídá hodnotě (4,86 ± 0,69) mm.



Obrázek 47 - Makrostruktura vzorku CT-20-2

7. Diskuze výsledků

7.1. Tahové zkoušky

Z porovnání výsledků tahových zkoušek provedených za pokojové teploty (tabulka 18, obrázek 14) je evidentní, že nejvyšších hodnot mechanických vlastností dosahují vzorky typu P a nejnižší hodnoty mechanických vykazují vzorky typu CT.

Vzorky	Rp0,2 [MPa]	Rm [MPa]	A [%]	Youngův modul [GPa]
Р	942,3	1117,0	4,2	193,8
КК	839,3	924,3	2,5	206,2
СТ	767,3	839,3	2,4	207,1

Tabulka 18 - Průměrné hodnoty mechanických vlastností změřených za pokojové teploty

Změřené hodnoty (tabulka 18) se přibližně shodují s výsledky dle [21]. Tento výsledek lze odůvodnit vlivem rychlosti (spojenou s rozměry odlitku) chladnutí na velikost zrna, rozměry a podíl karbidických částic v materiálu a velikost částic fáze γ' . Jemné zrno má kladný vliv na mechanické vlastnosti materiálu za pokojových teplot. Karbidické částice za pokojových teplot vykazují porušení štěpně a mají tedy detrimentální vliv na mechanické vlastnosti materiálu. Fáze γ' dosahuje za pokojové teploty horších mechanických vlastností než tuhý roztok (obrázek 9).

Mezi měřenými hodnotami mechanických vlastností s rostoucí teplotou (kapitola 6.1.2) klesají rozdíly mezi vzorky. Za teploty 800 °C (tabulka 19) se hodnoty meze pevnosti a meze kluzu mezi vzorky KK a CT prakticky neliší. Vzorek P vykazuje hodnoty o 5-6 % vyšší.

Vzorky	Rp0,2 [MPa]	Rm [MPa]	A [%]
Р	691	829	14,5
КК	657	778	9
СТ	661	785	10,5

Tabulka 19 - Hodnoty mechanických vlastností změřené za teploty 800 °C

7.2. Fraktografie

V lomových plochách vzorků byly zaznamenány lesklé plochy odpovídající štěpnému lomu, který je specifický pro karbidické částice za pokojových teplot. Tento fakt potvrdila chemická mikroanalýza metodou EDS provedena na vzorku CT-20-2 (obrázek 29, tabulka 10), která odhalila významný podíl karbidotvorných prvků v křehce porušených částicích. Z pořízených snímků je patrné, že s rostoucí velikostí odlitku roste velikost i podíl karbidických částic v lomové ploše.

S rostoucími rozměry odlitku také roste členitost lomové plochy a klesá míra radiálního usměrnění dendritů. Fraktografie odhalila přítomnost licích vad v lomových plochách všech vzorků. V ose vzorku P-20-3 se dle očekávání nachází výrazná licí vada (obrázek 20).

7.3. Mikrostruktura

Vyhodnocený plošný podíl licích vad (tabulka 20) se mírně liší od očekávaných výsledků. Odlitek typu P je svými rozměry nejmenší, zatímco odlitek typu CT je největší. Malé rozměry vzorku P vedly ke vzniku rozsáhlé staženiny v ose nalezené při fraktografickém hodnocení lomové plochy. Vzorky CT byly odebrány z "laloků" čtyřlístku za snahy eliminovat osovou staženinu.

	Plošný podíl licích vad	Směrodatná odchylka	Plošný podíl karbidů	Směrodatná odchylka
Vzorek	[%]		[%]	
P-20-3	0,29	0,17	1,06	0,22
KK-20-2	0,66	0,6	1,05	0,34
CT-20-2	0,36	0,4	1,555	0,62

Tabulka 20 - Plošné podíly licích vad a karbidů měřených vzorků

Zvolená metodika uvažuje nejhorší plošný podíl licích vad. Rozměry a rozmístění licích vad není ve výbrusech homogenní a může se výrazně lišit v závislosti na umístění výbrusu. Velký rozptyl měřených hodnot se odráží ve směrodatné odchylce měřených hodnot. Plošný podíl karbidů (tabulka 20) s rostoucími rozměry odlitku roste. Tento výsledek potvrzuje fraktografická analýza lomových ploch v kapitole 6.2.

Rozdíly morfologie fáze γ' odpovídají rozdílům v rychlosti chladnutí vzorků. Střední velikost částic roste s rozměry odlitku (tabulka 21). Hodnocení plošného a objemového podílu je mimo rozsah této práce, překvapivý je ale u vzorků CT výskyt oblastí jen s jemnými precipitáty fáze γ' (obrázek 42). Dle [27] lze však předpokládat, že se plošný podíl nebude v závislosti na rychlosti tuhnutí výrazně lišit.

Vzorek	Ekv. průměř částic [µm]	Směrodatná odchylka	Střední průměr zrna [mm]	Směrodatná odchylka
P-20-3	0,39	0,11	0,3	0,18
KK-20-2	0,46	0,18	1,97	0,69
CT-20-2	0,47	0,13	4,86	0,69

Tabulka 21 - Střední rozměry faze γ' a zrna měřených vzorků

Z výsledků v kapitole 6.5 je patrné, že s rostoucími rozměry odlitku roste velikost zrna. Vzorek P-20-3 je charakteristický jemnozrnnou radiálně usměrněnou strukturou (obrázek 45). Nižší rychlosti chladnutí odpovídá nižší míra radiálního usměrnění struktury (tabulka 21).

7.4. Vliv struktury na vlastnosti za pokojové teploty

Výsledky experimentů potvrzují, že za pokojové teploty jsou měřené mechanické vlastnosti superslitiny Inconel 738 LC velmi výrazně ovlivněny mikrostrukturou i makrostrukturou materiálu. Na strukturu materiálu má nejvýznamnější vliv rychlost chladnutí spojená s rozměry odlitku. Měřením bylo v kapitole 6.3 dokázáno, že se ekvivalentní průměr precipitátů mění v závislosti na rozměrech odlitku (tabulka 22) i když bylo u všech odlitků provedeno stejné tepelné zpracování.

Největší ekvivalentní průměr precipitátů vykazoval vzorek CT-20-2, čemuž odpovídá nejnižší rychlost chladnutí. Nejmenší ekvivalentní průměr fáze γ' odpovídá vzorku P-20-3. Z výsledků tahové zkoušky při pokojové teplotě v kapitole 6.1 je patrné, že vzorky CT dosahovaly nejnižších pevnostních charakteristik a vzorky P naopak nejvyšších.

Vzorek	Plošný podíl licích vad [%]	Plošný podíl karbidů [%]	Ekv. průměr částic [µm]	Velikost zrna [mm]
P-20-3	0,29	1,06	0,39	0,3
KK-20-2	0,66	1,05	0,46	1,97
CT-20-2	0,36	1,555	0,47	4,86



Obrázek 48 - Korelace mechanických vlastností na velikosti faze γ'

Tažnost vzorků je podobně ovlivněna mikrostrukturou vzorků. Na tažnost vzorku má výrazný vliv morfologie fáze γ' a podíl karbidů ve struktuře. Z výsledků v kapitolách 6.1 a 6.3 je patrné, že s rostoucími rozměry fáze γ' (obrázek 49) a podílem karbidů (obrázek 50) klesá tažnost materiálu za pokojové teploty.



Obrázek 49 - Korelace tažnosti na velikosti γ'



Obrázek 50 - Korelace tažnosti na plošném podílu karbidů

Mechanické vlastnosti slitiny jsou ovlivněny i makrostrukturou materiálu. Velikost zrna má významný vliv na pevnostní (obrázek 51) a plastické charakteristiky vzorku. Dle výsledků experimentu v kapitole 6.5 výrazně roste velikost zrna s rozměry odlitku. Obrázky 51 a 52 využívají proložení ve tvaru Hall-Petchova vztahu s vysokým koeficientem R².



Obrázek 51 - Vliv velikosti zrna na pevnostní charakteristiku materiálu

Tvrdost materiálu není strukturou ovlivněna tak výrazně (charakter je však podobný) jako pevnostní a plastické vlastnosti slitiny. Dle výsledků v kapitole 6.4 tvrdost s rozměry odlitku mírně klesá (obrázek 52).



Obrázek 52 - Vliv velikosti zrna na tvrdost materiálu

7.5. Vliv struktury na vlastnosti za

zvýšených teplot



Obrázek 53 - Závislost meze kluzu vybraných vzorků na teplotě

Za zvýšených teplot jsou rozdíly mechanických vlastností mezi vzorky KK a CT zanedbatelné (obrázek 53). Vzorek P vykazuje do teploty 800 °C vyšší mez kluzu. Mechanické vlastnosti fáze γ ' rostou do teploty ~850 °C (obrázek 9). Významnou vlastností superslitin je jejich creepová odolnost. Měření creepových vlastností však nebylo předmětem této práce.

Z výsledků tahových zkoušek za vysokých teplot v kapitole 6.1 je patrné, že s rostoucí teplotou výrazně roste tažnost slitiny. Vliv přítomnosti karbidů na tažnost materiálu za vysokých teplot je zanedbatelný. Při vysokých teplotách se mění mechanismus porušení. Transkrystalické štěpení karbidů přechází k jejich tvárnému oddělování od matrice (dle [27]).

Při porovnání obrázků 48 a 54 lze konstatovat, že za vysokých teplot je vliv velikosti intermetalických precipitátů na mechanické vlastnosti spíše kladný, jelikož s rostoucí teplotou klesají rozdíly v mechanických vlastnostech mezi jednotlivými vzorky.



Obrázek 54 - Korelace mechanických vlastností na velikosti fáze γ' za teploty 850 °C

Závěr

Práce byla zaměřena na vyhodnocení mechanických vlastností slitiny IN738LC formou tahové zkoušky a korelace těchto vlastností s mikrostrukturou zkoumaného materiálu. Lomové plochy vybraných vzorků byly fraktograficky zkoumány za využití řádkovací elektronové mikroskopie. Z metalografických výbrusů byly za pomoci světelné mikroskopie vyhodnoceny podíly karbidů a licích vad. Dále byla popsána mikrostruktura vzorků a vyla vyhodnocena morfologie fáze γ ^c. Následně byla provedena analýza makrostruktury materiálu. Poslední částí experimentu bylo stanovení tvrdosti jednotlivých vzorků metodou dle Vickerse v upínací části vzorků. Z výsledků analýz

- Vzorky, jež byly vystaveny rychlému chladnutí (vzorky P) vykazují vlivem jemného zrna, nižšího podílu karbidů a menších velikostí intermetalických precipitátů γ' nejlepší mechanické vlastnosti za pokojové teploty.
- Vzorky, jež byly vystaveny pomalému chladnutí (vzorky CT) vykazují vlivem velmi hrubého zrna, vyššího podílu karbidů a větších velikostí intermetalických precipitátů γ' nejhorší mechanické vlastnosti.
- Za vysokých teplot vykazují všechny vzorky téměř identické pevnostní charakteristiky – pravděpodobně kompenzací velikosti zrna optimálnější morfologií fáze γ' a změnou mechanismu porušení karbidických částic.

Je patrné, že má na mechanické vlastnosti velmi významný vliv mikrostruktura i makrostruktura materiálu. Současně lze dojít k závěru, že vliv struktury na mechanické vlastnosti slitiny je při nízkých a vysokých teplotách odlišný.

Velmi významnou vlastností niklových superslitin je jejich schopnost odolávat vysokoteplotnímu creepu. Bylo by vhodné rozšířit dosažené výsledky o analýzu vlivu rychlosti chladnutí a struktury materiálu na creepové vlastnosti různě velkých odlitků.

Použitá literatura

- [1] EVERHART, John L. *Engineering properties of nickel and nickel alloys*. New York: Plenum Press, 1971. ISBN 0306305135.
- [2] PTÁČEK, Luděk. Nauka o materiálu II. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-720-4248-3.
- [3] Face centered cubic structure. In: *Britannica* [online]. Chicago, USA, 2021 [cit. 2021-11-14]. Dostupné z: https://www.britannica.com/science/face-centred-cubic-structure
- [4] Curie-Weiss law. In: University of Cambridge: Dissemination of IT for the Promotion of Materials Science (DoITPoMS) [online]. Cambridge, UK: University of Cambridge, 2021 [cit. 2021-11-14]. Dostupné z: https://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/ferromagnetic/curieweiss.php
- [5] WIGGIN, Henry. *Nickel: properties and applications*. Birmingham: Wiggin & Company, 1956.
- [6] Properties, Fabrication and Applications of Commercially Pure Nickel. In: Nickel alloys [online]. [cit. 2021-11-16]. Dostupné z: https://www.nickelalloys.net/article/commercially-pure-properties.html
- [7] *Inconel: properties and applications*. Birmingham: Henry Wiggin & Company, 1960.
- [8] REED, Roger C. *The superalloys: fundamentals and applications*. Cambridge: Cambridge University Press, 2006. ISBN 978-0-521-85904-2.
- [9] BOWMAN, Randy. Superalloys: A Primer and History. In: TMS [online]. Pittsburg, US, 2021 [cit. 2021-11-27]. Dostupné z: https://www.tms.org/meetings/specialty/superalloys2000/superalloyshistory.html
- [10] SIMS, Chester. A History of Superalloy Metallurgy for Superalloy Metallurgists [online]. Schenectady, US: General Electric Company, 1984 [cit. 2021-11-15]. Dostupné z: https://www.tms.org/superalloys/10.7449/1984/Superalloys_1984_399_419.pdf
- [11] SIMS, Chester, Norman STOLOFF a William HAGEL. *Superalloys II: High-Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power*. 1987. ISBN 978-0-471-01147-7.
- [12] Effects of Alloying Elements in Nickel-Base Alloys. In: Corrosion Materials [online]. 2021 [cit. 2021-11-17]. Dostupné z: https://corrosionmaterials.com/effects-of-alloyingelements-in-nickel-base-alloys/
- [13] Calculated Ni-Cr phase diagram as obtained in the present work. In: ResearchGate [online]. 2021 [cit. 2021-11-17]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/figure/Calculated-Ni-Cr-phase-diagram-as-obtained-inthe-present-work-Note-the-existence-of-the_fig4_223328912

- [14] GANJI, Dileep a G. RAJYALAKSHMI. Influence of Alloying Compositions on the Properties of Nickel-Based Superalloys: A Review. In: KUMAR, Harish a Prashant K. JAIN, ed., Harish KUMAR, Prashant JAIN. *Recent Advances in Mechanical Engineering* [online]. Singapore: Springer Singapore, 2020, s. 537-555 [cit. 2021-11-24]. Lecture Notes in Mechanical Engineering. ISBN 978-981-15-1070-0. Dostupné z: doi:10.1007/978-981-15-1071-7_44
- [15] Solids and Modern Materials. In: University of North Florida [online]. [cit. 2021-11-30]. Dostupné z: https://www.unf.edu/~michael.lufaso/chem2046H/2046chapter12.pdf
- [16] ŠMÍD, M. Stanovení zkrácených cyklických deformačních křivek superslitiny Inconel 738LC při zvýšených teplotách. Brno, 2008. Diplomová práce. Vysoké učení technické.
- [17] KECSKES, Laszlo, Xiaotun QIU, Ranran LIN, Jesse GRAETER, S. GUO a Jiaping WANG. *Combustion Synthesis Reaction Behavior of Cold-Rolled Ni/Al and Ti/Al Multilayers* [online]. 2011 [cit. 2021-11-28]. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/235125568_Combustion_Synthesis_Reactio n_Behavior_of_Cold-Rolled_NiAl_and_TiAl_Multilayers
- [18] BHADESHIA, H. K. D. H. Nickel Based Superalloys. In: University of Cambridge [online]. Cambridge, UK: University of Cambridge, 2021 [cit. 2021-11-26]. Dostupné z: http://www.phase-trans.msm.cam.ac.uk/2003/Superalloys/superalloys.html
- [19] MIGNANELLI, P., N. JONES a E. PICKERING. Gamma-gamma prime-gamma double prime dual-superlattice superalloys. *Scripta Materialia* [online]. 2017, 2017(136), 136-140 [cit. 2021-12-01]. ISSN 1359-6462. Dostupné z: https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.04.029
- [20] VLASÁK, Tomáš, Jan HAKL, Pavel KOVAŘÍK, Pavel NOVÁK a Radovan PECH. Příspěvek k optimalizaci materiálu pro lopatky leteckých turbin. In: *Metal: mezinárodní konference metalurgie a materiálů* [online]. Brno [cit. 2021-12-14]. Dostupné z: http://metal2013.tanger.cz/files/proceedings/metal_01/papers/80.pdf
- [21] ZÝKA, Jiří, Irena ANDRŠOVÁ, Božena PODHORNÁ a Karel HRBÁČEK. "Mechanical Properties and Microstructure of IN738LC Nickel Superalloy Castings". *Materials Science Forum: 782 (April 2014)* [online]. : 437-40. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/msf.782.437 [cit. 2022-07-26].
- [22] Material Datasheet: Nickel Alloy Inconel® 738LC [online]. In: . Siemens Energy [cit. 2022-07-24]. Dostupné z: https://assets.siemensenergy.com/siemens/assets/api/uuid:11a1c271-4c29-4d3a-a525-4d553f44aa93/material-datasheet-in738lc-mp-2020-11-29.pdf
- [23] HY 738LC/ Inconel 738LC. In: *Hyindustry* [online]. Shanghai, Čína [cit. 2022-07-26].
 Dostupné z: https://www.hysuperalloy.com/hy-738lc-inconel-738lc.html
- [24] Jeol JSM-5500 Scanning Electron Microscope SEM with Manuals, Software, Computer. In: *Picclick* [online]. [cit. 2022-07-26]. Dostupné z: https://picclick.com/Jeol-JSM-5500-Scanning-Electron-Microscope-SEM-with-Manuals-263161532091.html
- [25] Metalografie příprava vzorku pro pozorování mikroskopem. Projekt: Inovace oboru Mechatronik pro Zlínský kraj Registrační číslo: CZ.1.07/1.1.08/03.0009 [online]. Zlínský kraj [cit. 2022-07-26]. Dostupné z: https://docplayer.cz/115109133-Metalografiepriprava-vzorku-pro-pozorovani-mikroskopem.html
- [26] Universal Hardness Testing Machine ZHU topLine from Zwick. In: AZO MATERIALS [online]. Manchester, UK: AZOM [cit. 2022-07-26]. Dostupné z: https://www.azom.com/equipment-details.aspx?EquipID=194
- [27] HORKÁ, Eva. Souvislost mikrostruktury a mechanických vlastností slitiny INconel 713LC v různých místech odlitku turbodmychadel. Praha, 2020. Diplomová práce. České vysoké učení technické v Praze. Vedoucí práce Ing. Jakub Horník, Ph. D.

Seznam obrázků

Obrázek 1 - Mřížka FCC [3] 11
Obrázek 2 - Závislost magnetických vlastností niklu na teplotě [4] 11
Obrázek 3 - Přelomové osobnosti a místa v historii superslitin [10] 15
Obrázek 4 - Vývoj tažnosti superslitin [10]16
Obrázek 5 - Binární digram Ni-Cr [13]18
Obrázek 6 - Substituční a intersticiální tuhý roztok [15] 21
Obrázek 7 – Krystalická mřížka intermetalické fáze Ni₃Al [15]24
Obrázek 8 - Snímek niklové slitiny s vyznačenými fázemi [14] 24
Obrázek 9 - Závislost meze kluzu na teplotě pro různé podíly faze γ' [8] 25
Obrázek 10 - Binární diagram Ni-Al [17] 25
Obrázek 11 - Krystalická mřížka fáze γ" [18] 26
Obrázek 12 – Typy užitých odlitků – předlité (nahoře), komolý kužel (střed) a čtyřlístek (dole) 32
Obrázek 13 – Geometrie standardního tělesa pro tahovou zkoušku [2] 35
Obrázek 14 - Smluvní diagram vybraných vzorků
Obrázek 15 - Závislost meze kluzu a pevnosti vzorků typu P na teplotě
Obrázek 16 - Závislost meze kluzu a pevnosti vzorků typu KK na teplotě
Obrázek 17 - Závislost meze kluzu a pevnosti vzorků typu CT na teplotě
Obrázek 18- Řádkovaci elektronový mikroskop JEOL JSM-5500 [24] 40
Obrázek 19 - Lomová plocha vzorku P-20-3 41
Obrázek 20 - P-20-3 - Osová licí vada: A) při 100x zvětšení, B) při 300x zvětšení, C) při 1000x
zvětšení

Obrázek 21 - P-20-3 - Detaily lomové plochy: A) při 300x zvětšení, B) při 1000x zvětšení	42
Obrázek 22 - P-20-3 - C) karbidické částice při 3000x zvětšení, D) tvárný lom matrice při 3000	x
zvětšení	43
Obrázek 23 - Lomová plocha vzorku KK-20-2	43
Obrázek 24 - KK-20-2 - Licí vada: A) při 100x zvětšení, B) při 300x zvětšení	44
Obrázek 25 - KK-20-2 - Karbidické destičky při 1000x zvětšení: A) v módu detekce sekundární	ch
elektronů, B) v módu detekce zpětně odražených elektronů	44
Obrázek 26 - Lomová plocha vzorku CT-20-2	45
Obrázek 27 - CT-20-2 - Rozlehlá licí vada při 100x zvětšení	46
Obrázek 28 - CT-20-2 - Karbidické destičky: A) při 300x zvětšení, B) při 300x zvětšení v módu	
detekce zpětně odraženýchh elektronů, C) při 1000x zvětšení, D) při 1000x zvětšení v módu	
detekce zpětně odražených elektronů	46
Obrázek 29 - Analýza chemického složení vzorku CT-20-2 v okolí karbidické částice (zvětšení	
1000x)	47
Obrázek 30 - Mikroskop Nikon Eclipse MA200	48
Obrázek 31 - Prahování v pogramu NIS-Elements	48
Obrázek 32 - Proces výroby metalografického výbrusu [25]	49
Obrázek 33 - P-20-3a: A) licí vady, B) karbidy	50
Obrázek 34 – KK-20-2r: A) licí vady, B) karbidy	51
Obrázek 35 - CT-20-2a: A) licí vady, B) karbidy	51
Obrázek 36 - Mikrostruktura vzorku P-20-3 v módu detekce zpětně odražených elektronů	52
Obrázek 37 - P-20-3 – Bimodální roložení fáze γ'	53
Obrázek 38 – Mikrostruktura vzorku KK-20-2 v módu detekce zpětně odražených elektronů	54
Obrázek 39 – KK-20-2 – faze γ' v mezidendritickém prostoru	54
Obrázek 40 - Mikrostruktura vzorku CT-20-2	55
Obrázek 41 - Vzorek CT-20-2 - Velmi hrubé precipitáty	56
Obrázek 42 - CT-20-2 - Dendritická oblast	56
Obrázek 43 - CT-20-2 - Mezidendritická oblast	57
Obrázek 44 - Tvrdoměr ZWICK ZHU 250 topLine [26]	58
Obrázek 45 - Makrostruktura vzorku P-20-3	60
Obrázek 46 - Makrostruktura vzorku KK-20-2	61
Obrázek 47 - Makrostruktura vzorku CT-20-2	61
Obrázek 48 - Korelace mechanických vlastností na velikosti faze γ'	65
Obrázek 49 - Korelace tažnosti na velikosti γ'	65
Obrázek 50 - Korelace tažnosti na plošném podílu karbidů	66

Obrázek 51 - Vliv velikosti zrna na pevnostní charakteristiku materiálu	66
Obrázek 52 - Vliv velikosti zrna na tvrdost materiálu	67
Obrázek 53 - Závislost meze kluzu vybraných vzorků na teplotě	68
Obrázek 54 - Korelace mechanických vlastností na velikosti fáze γ' za teploty 850 °C	69

Seznam tabulek

Tabulka 1 – Souhrn fyzikálních a mechanických vlastností niklu [2], [6]	12
Tabulka 2 - Přehled fází v niklových superslitinách [16]	22
Tabulka 3 - Chemické složení slitiny IN738LC [Hm %] [21]	28
Tabulka 4 - Mechanické vlastnosti slitiny IN738LC [23]	29
Tabulka 5 - Chemické složení hutního materiálu	33
Tabulka 6 - Výsledky tahové zkoušky jednotlivých vzorků za pokojové teploty	35
Tabulka 7 - Výsledky tahové zkoušky předlitých vzorků za zvýšených teplot	36
Tabulka 8 - Výsledky tahové zkoušky vzorků typu KK za zvýšených teplot	37
Tabulka 9 - Výsledky tahové zkoušky vzorků typu CT za zvýšených teplot	38
Tabulka 10 - Změřené hodnoty chemického složení [hm. %]	47
Tabulka 11 - Plošné podíly licích vad a karbidů vzorku P-20-3	50
Tabulka 12 - Plošné podíly licích vad a karbidů vzorku KK-20-2	51
Tabulka 13 - Plošné podíly licích vad a karbidů vzorku CT-20-2	52
Tabulka 14 - Velikost částic γ' vzorku P-20-3	53
Tabulka 15 - Velikost částic γ' vzorku KK-20-2	55
Tabulka 16 - Velikost částic γ' vzorku CT-20-2	57
Tabulka 17 - Změřené hodnoty tvrdosti (HV 30)	58
Tabulka 18 - Průměrné hodnoty mechanických vlastností změřených za pokojové teploty	62
Tabulka 19 - Hodnoty mechanických vlastností změřené za teploty 800 °C	62
Tabulka 20 - Plošné podíly licích vad a karbidů měřených vzorků	63
Tabulka 21 - Střední rozměry faze γ' a zrna měřených vzorků	64
Tabulka 22 - Změřené mikrostrukturní parametry	65