ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
FAKULTA STROJNÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Rozbor mikrostruktury se zaměřením na porozitu slitiny Inconel 713LC ve vazbě na změřené mechanické vlastnosti

Microstructure analysis with focus on porosity of Inconel 713LC alloy in relation to measured mechanical properties

AUTOR: Bc. Lukáš Jeníček

STUDIJNÍ PROGRAM: Výrobní Inženýrství

VEDOUCÍ PRÁCE: Ing. Jakub Horváth, Ph.D., IWE

PRAHA 2022

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Jeníček** Jméno: **Lukáš** Osobní číslo: **474074**

Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**

Zadávající katedra/ústav: **Ústav materiálového inženýrství**

Studijní program: **Výrobní inženýrství**

Specializace: **Bez specializace**

II. ÚDAJE K DIPLOMOVÉ PRÁCI

Název diplomové práce:

Provedení rozboru mikrostruktury se zaměřením na porozitu slitiny Inconel 713LC ve vazbě na změřené mechanické vlastnosti

Název diplomové práce anglicky:

Microstructure analysis with a focus on the porosity of Inconel 713LC alloy in relation to the measured mechanical properties

Pokyny pro vypracování:

Literární část: 1) Vlastnosti Inconelu 713LC 2) Druhy slévárenských vad 3) Plošné metody hodnocení obsahu porozity 4) Aplikace výpočtové tomografie na identifikaci vad odlitku
Praktická část: Vyhodnocení obsahu porozity a staženin ve zkušebních vzorcích (CT), Rozdělení těles do skupin a provedení zkoušek tahem a rázem v ohybu, Vyhodnocení lomových ploch a plošného obsahu porozity a staženin, Interpretace závislostí mezi porozitou staženinami a změnou mechanických vlastností.
Zhodnocení výsledků a doporučení pro praxi

Seznam doporučené literatury:

ASM Handbook. Materials Park: ASM International, [2008]. ISBN 978-0-87170-711-6.
KUNZ, Ludvík, et al. Casting defects and high temperature fatigue life of IN 713LC superalloy. International journal of fatigue, 2012, 41: 47-51.
JONŠTA, P., et al. Nickel super alloy INCONEL 13LC–structural characteristics after heat treatment. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 2007, 22.2: 7-14.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) diplomové práce:

Ing. Jakub Horváth, Ph.D. ústav materiálového inženýrství FS

Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) diplomové práce:

Datum zadání diplomové práce: **30.03.2022** Termín odevzdání diplomové práce: **31.07.2022**

Platnost zadání diplomové práce: _____

Ing. Jakub Horváth, Ph.D. podpis vedoucí(ho) práce	prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc. podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry	prof. Ing. Michael Valášek, DrSc. podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

Diplomant bere na vědomí, že je povinen vypracovat diplomovou práci samostatně, bez cizí pomoci, s výjimkou poskytnutých konzultací. Seznam použité literatury, jiných pramenů a jmen konzultantů je třeba uvést v diplomové práci.

. _____ Datum převzetí zadání

_____ Podpis studenta

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

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem tuto práci vypracoval samostatně, a to výhradně s použitím pramenů a literatury, uvedených v seznamu citovaných zdrojů.

V Praze dne: ....

Podpis

Anotace

Práce se zabývá studiem porozity a jejího vlivu na mechanické vlastnosti niklové superslitiny INCONEL 713LC. Jejím cílem bylo zjištění korelace mezi porozitou a mechanickými vlastnostmi dané slitiny. U vzorků byla změřena porozita pomocí počítačové tomografie a plošné analýzy. Byly provedeny tahové a rázové zkoušky. Po mechanických zkouškách byla provedena obrazová analýza, kde se hodnotily póry v lomu, celkové ploše a objemu. Dále pak byla hodnocena mikrostruktura a velikost zrna. Zjištěná porozita byla porovnána se zjištěnými mechanickými vlastnostmi. Bylo zjištěno že porozita v takto nízkých hodnotách nemá vliv na mechanické vlastnosti pro konkrétní slitinu.

Klíčová slova

nikl, niklové superslitiny, INCONEL 713LC, mikrostruktura, porozita, vady slévání, tahové zkoušky, rázové zkoušky, obrazová analýza, počítačová tomografie, CT, SEM

Annotation

The thesis deals with the study of porosity and its influence on the mechanical properties of nickel superalloy INCONEL 713LC. The aim was to establish the correlation between porosity and mechanical properties of the alloy. The porosity of the samples was measured by computed tomography and area analysis. Tensile and impact tests were carried out. After mechanical testing, image analysis was performed to evaluate the fracture pores, total area and volume. Furthermore, the microstructure and grain size were evaluated as well. The observed porosity was compared with the observed mechanical properties. It was found that porosity at such low values does not affect the mechanical properties for a particular alloy.

Keywords

nickel, nickel superalloys, INCONEL 713LC, microstructure, porosity, casting defects, tensile tests, impact tests, image analysis, computed tomography, CT, SEM

Poděkování

Děkuji tímto vedoucímu Ing. Jakubovi Horváthovi, Ph.D., IWE za cenné rady a připomínky, které mi poskytoval při vypracování Diplomové práce, a za čas který mi věnoval. Současně bych chtěl poděkovat laboratoři UJP PRAHA a.s. a laboratoři SVÚM a.s. za poskytnutí zařízení pro zpracování experimentů. Dále bych pak chtěl poděkovat konzultantům, kteří mi poskytli potřebné informace k vypracování práce a na závěr bych chtěl poděkovat mé rodině a přátelům, kteří mě při vytváření této práce podpořili.

Obsah

1 Úvod 1
1.1 Motivace 1
1.2 Cíle práce 2
2 Teoretická část 2
2.1 Nikl 2
2.1.1 Fyzikální vlastnosti 3
2.1.2 Mechanické vlastnosti 4
2.1.3 Chemické vlastnosti 4
2.2 INCONEL 713LC 5
2.2.1 Legující prvky slitiny INCONEL 713LC 6
2.2.2 Mechanické vlastnosti slitiny IN713LC 8
2.3 Strukturní fáze 9
2.3.1 Matrice γ 9
2.3.2 Fáze γ' 9
2.3.4 Karbidy 11
2.3.5 Boridy 12
2.3.6 TCP fáze – Topologically close packed phases 12
2.4 Vady slévání 14
2.4.1 Třída vad 600: Vady mikrostruktury 14
2.4.2 Porozita v superslitinách 16
3 Metodika 17
3.1 Rentgenová počítačová tomografie 17
3.1.1 Analýza tomografických dat 17
3.2 Zkouška tahem za pokojové teploty 18
3.2.1 Princip 18
3.2.2 Zkušební tělesa 18
3.2.3 Termíny a definice 19
3.3 Zkouška rázem v ohybu 19
3.3.1 Princip 19
3.3.2 Zkušební tělesa 20
3.3.3 Termíny a definice 20
3.4 Metalografická příprava vzorků 21
3.5 Obrazová analýza 22

3.5.2 Záznam obrazových dat ... 23
3.5.3 Archivace obrazových dat ... 24
3.5.4 Analýza obrazových dat ... 24
3.6 Prahování ... 29
3.7 NIS Elements – Funkce měření ... 30
3.8 Měření velikosti zrna ... 33
3.8.1 Metoda lineární (průsečíková) ... 33
4 Experimentální metody a výsledky ... 34
4.1 Stanovení porozity ... 35
4.2 Zkouška tahem ... 39
4.3 Zkouška rázem v ohybu ... 41
4.4 Metalografie vzorků ... 43
4.5 Měření velikosti zrna vzorků ... 44
4.6 SEM ... 46
4.7 Obrazová analýza staženin z výbrusů ... 49
4.7.1 Data z prahování výbrusu vzorků pro tahové zkoušky ... 50
4.7.2 Data z prahování výbrusu vzorků pro rázové zkoušky ... 51
4.8 Statistické vyhodnocení ... 52
4.8.1 Porovnání tahových zkoušek ... 52
4.8.1.3 Porovnání mechanických zkoušek ... 56
4.8.1.4 Porovnání mechanických zkoušek ... 58
4.8.2 Porovnání rázových zkoušek s podílem objemové porozity ... 60
4.8.3 Porovnání výsledků metod CT a prahování z výbrusů ... 61
5 Shrnutí výsledků ... 63
5.1 Objemová porozita ... 63
5.2 Mechanické zkoušky ... 63
5.2.1 Tahová zkouška ... 63
5.2.2 Rázové zkoušky ... 64
5.3 Obrazová analýza a plošná porozita ... 64
5.3.1 Podíl plošné porozity u vzorků z tahových zkoušek ... 64
5.3.2 Podíl plošné porozity u vzorků z rázových zkoušek ... 64
5.3.3 SEM ... 64
5.4 Výsledky z grafů ... 65
6 Diskuse ... 66

7 Závěr 69
7.1 Dosažení cílů 69
7.2 Doporučení pro budoucí práce 70
Citovaná literatura 71
Seznam zkratek 74
Seznam obrázků 75
Seznam tabulek 76
Seznam grafů 77

1 Úvod

Vývoj niklových superslitin začal v meziválečné období. Spouštěčem výzkumu bylo nalezení vhodného materiálu, který by vydržel extrémní podmínky ve vysokých teplotách. Zpočátku byla snaha pokročit ve vývoji korozivzdorných ocelí. Bohužel korozivzdorné oceli vydržely maximálně 650 °C, tudíž jejich vlastnosti nebyly dostačující pro cílové podmínky. Proto se zaměřili na vývoj niklových superslitin.

Aby superslitiny niklu vydržely extrémní podmínky v motorech, musely být odolné proti creepu, vysokému žáru a korozi. Pro dosažení těchto vlastností musejí mít niklové superslitiny dané chemické složení a mikrostrukturu, která se liší v závislosti na jejich aplikaci. Nejdůležitějším procesem, kde superslitiny niklu získávají dané vlastnosti je technologie slévání. V procesu slévání totiž může vzniknout nejvíce negativních jevů, které pak mají za následek to, jak bude daná mikrostruktura vypadat a jak se bude materiál chovat při mechanickém nebo jiném zatížení. V důsledku procesu tuhnutí může tavenina obsahovat různé plyny, které pak mají za následek vznik bublin ve struktuře. Bubliny neboli v našem případě mikrobubliny mají negativní vliv na mechanické vlastnosti slitiny.

1.1 Motivace

Při slévání slitin, ať už konkrétní nebo jiných, dochází k procesům, které velmi často vyústí ve vady v odlitcích, v konkrétním případě se jedná o porozitu. Porozita má na mechanické vlastnosti značný vliv a v odlitcích se objevuje běžně. Proto aby byla zajištěna kvalita odlitků se provádějí kontrolní mechanické zkoušky, které jsou pro odlitek destruktivní. Příprava vzorku, pak dále jeho zkoušení a vyhodnocení je velmi zdlouhavý a někdy i nákladný proces. Odhad mechanických vlastností na podílu porozity v dílu, odlitku či vzorku by mohl značně urychlit, anebo zredukovat kontrolní mechanické zkoušky.

1.2 Cíle práce

Diplomová práce se zabývá zjištěním vlivu porozity na mechanických vlastnostech slitiny INCONEL713LC, a to z hlediska možnosti predikce dalšího chování konkrétní slitiny.

Cílem práce je: zjištění množství porozity pomocí dvou metod CT a plošné obrazové analýzy. Porovnání obou metod. Dále porovnání zjištěné porozity se změřenými mechanickými vlastnostmi konkrétní slitiny. Zhodnocení výsledků a doporučení pro budoucí práce.

2 Teoretická část

2.1 Nikl

Nikl je jedním z nejuniverzálnějších a nejdůležitějších průmyslových kovů. Je důležitým legujícím prvkem v litinách, ocelích (zejména v austenitických nerezových ocelích s obsahem 8-35 % niklu) a slitinách neželezných kovů. Slitiny na bázi niklu se používají v nejnáročnějších korozivzdorných aplikacích. Slitiny niklu a železa byly vyvinuty pro aplikace vyžadující řízenou tepelnou roztažnost nebo měkké magnetické vlastnosti. Technologicky významné jsou také niklové povlaky a niklové výrobky vyráběné galvanoplastikou. Nikl, jeho slitiny a sloučeniny se využívají také v mincovnictví, katalyzátorech, letectví, energetice, bateriích a magnetických supravodičích.

Nikl lze vyrábět až do čistoty 99,99 %, některá literatura uvádí 99,95 %. Důvod pro tento stupeň čistoty je důležitý pro mnoho vlastností, například pro elektrický odpor je čistota kovu velmi důležitá.

Obr. 1 Nikl [27]

2.1.1 Fyzikální vlastnosti

Nikl (symbol Ni) má v periodické tabulce prvků číslo 28. Tyto tři kovy železo, nikl a kobalt tvoří přechodnou skupinu ve čtvrté řadě periodické tabulky. Relativní atomová hmotnost niklu je 58,6934, což představuje směs pěti stabilních izotopů (^{58}Ni, ^{60}Ni, ^{61}Ni, ^{62}Ni, ^{64}Ni).

Struktura niklu v celém rozsahu teplot až do bodu tání je kubická plošně středěná mřížka (fcc). Konstanta kubické plošně středěné mřížky je 0,35167 nm při 20°C.

Hustota niklu při 25 °C je 8,902 g/cm^3 při teplotě tání má hodnotu 7,9 g/cm^3. S rostoucí teplotou lineárně klesá skoro až na 7,0 g/cm^3 při 2227 °C.

Teplota tání niklu je 1453 °C a teplota varu přibližně 2730 °C. Mezi další důležité tepelné vlastnosti patří:

- Součinitel lineární tepelné roztažnosti: 13,3 [$\mu m \cdot m^{-1}K^{-1}$] při teplotách 0 až 100 °C
- Měrné teplo: 0,471 [$kJ \cdot kg^{-1}K^{-1}$] při 100 °C
- Teplota rekrystalizace: 370 °C
- Tepelná vodivost: 82,9 [$W \cdot m^{-1}K^{-1}$] při 100 °C

Elektrický odpor čistého niklu je při extrémně nízkých teplotách zanedbatelný, ale s rostoucí teplotou a zvyšujícím se množstvím příměsí se zvyšuje. Elektrický odpor niklu při 20 °C je 68,44 nΩm a elektrická vodivost je 25,2 % IACS.

Nikl je jedním ze tří prvků (dalšími jsou železo a kobalt), které jsou při okolní teplotě silně feromagnetické. Samotný čistý nikl se jako magnetický materiál používá zřídka. S výjimkou některých speciálních účelů, jako jsou magnetostrikční aplikace. Mnoho typů slitin obsahujících nikl však využívá feromagnetických vlastností niklu. Příkladem mohou být materiály od měkkých magnetických slitin s vysokou propustností až po slitiny s vysokou koercivitou a permanentními magnety. Ačkoli jsou tyto slitiny obecně na bázi železa, často obsahují 10 až 20 % Ni nebo více. Níže jsou uvedeny příklady magnetických vlastností niklu:

- Magnetická permeabilita: μmax = 1240 při B =1900 G
- Koercitivní síla: 167 Am^{-1} z H = 4 kAm^{-1}
- Nasycení magnetizace: 0,616 T při 20 °C

- Zbytková indukce: 0,3 T
- Hysterezní ztráta: 685 J/m^3 při B = 0,6 T
- Curieova teplota: 358 °C

Curieova teplota, stejně jako ostatní vlastnosti, které jsou citlivé na strukturu, závisí na čistotě a na předchozí historii vzorku, ale obecně leží mezi 350 a 360 °C pro vysoce čistý nikl (358 °C). [1]

2.1.2 Mechanické vlastnosti

Tahové vlastnosti vysoce čistého žíhaného niklu jsou:

- Pevnost v tahu: 317 MPa
- Mez kluzu: 59 MPa
- Absolutní prodloužení: 30 %

Vhodnou volbou válcování za tepla, žíhání a tažení za studena nebo válcování za studena lze dosáhnout pevnosti v tahu od 448 do 793 MPa u tyčí a prutů, až 896 MPa v pásech a 1103 MPa v drátu.

Tvrdost pro vysoce čistý nikl je až 64 HV. Tvrdost zvyšuje deformační zpevnění a přítomnost příměsí.

Průměrné hodnoty Youngova modulu pružnosti jsou 207 GPa pro 99,95 % Ni. Modul pružnosti ve smyku je 76 GPa. Poissonův poměr, tj. poměr příčného smrštění k podélnému roztažení při namáhání tahem, je pro nikl 0,31. [1]

2.1.3 Chemické vlastnosti

Nikl není chemicky aktivní prvek a v kyselých roztocích nevylučuje vodík. Pro jeho korozi je obvykle nutná přítomnost oxidačního činidla. Obecně platí, že redukční podmínky korozi zpomalují, zatímco oxidační podmínky korozi niklu v chemických roztocích urychlují. Nikl však může při vystavení některým oxidačním podmínkám vytvářet ochranný korozně odolný nebo pasivní oxidový film. [1]

2.2 INCONEL 713LC

Čistý nikl má velmi vhodné vlastnosti. Ačkoliv z praxe je již známé že mechanické vlastnosti slitin kovů mnohonásobně převyšují vlastnosti těch čistých. Slitiny jsou navrhované tak aby vyhovovaly potřebám v různých aplikacích. Jednou z nejpoužívanějších superslitin je INCONEL713LC (ve zkratce IN713LC), kterou se diplomová práce zabývá.

Superslitina IN713LC je nízkouhlíkovou variantou slitiny IN713, která se již dlouhou dobu používá pro vysokoteplotní aplikace, jako jsou například integrální kola turbínových motorů nebo turbodmychadel. Vyznačuje se velmi dobrými slévárenskými vlastnostmi, také nevyžaduje tepelné zpracování a má relativně nízkou cenu. Na druhou stranu má často velkou zrnitost a odlitky obsahují pórovitost, mikrosraženiny a další nehomogenity. Existuje několik metod, jak minimalizovat vady odlitků. Žádná z nich však nedokáže vady zcela odstranit. [2]

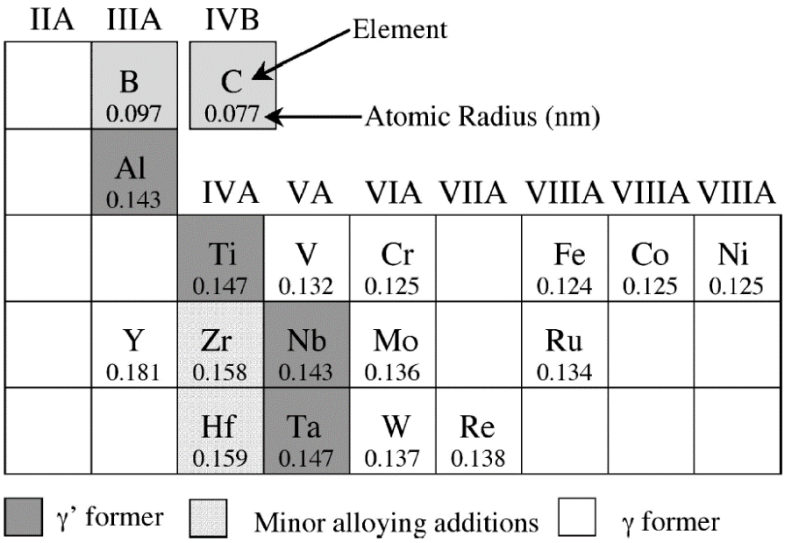
Jedna z metod je technologie izostatického lisování za tepla (HIP – Hot isostatic pressing). Princip metody spočívá v eliminaci téměř 100 % vnitřních pórů za vysokého tlaku a teploty. Otevřené póry, které se vyskytují na povrchu, nelze odstranit. [3]

Metoda HIP má primárně velmi příznivý vliv na creepové a sekundárně na únavové vlastnosti slitiny. Pevnost v tahu a pevnost v ohybu slitiny je rovněž pozitivně ovlivněna. Má také příznivý účinek na únavovou životnosti jak v oblasti nízkocyklové únavy (LCF – low cycle fatigue), tak i ve vysokocyklové únavě (HCF – high cycle fatigue).

Dále procesy jemnozrnného lití, které vedou ke zlepšení mechanických vlastností, rovněž nezaručují bezdefektní výrobky. Mikroporozita pozorovaná po odstředivém lití u IN713LC způsobuje předčasný lom a vede k poklesu tahového napětí.

Lomová mechanika umožňuje přístup k návrhu únavy s tolerancí k defektům, avšak základním předpokladem je, že je známa velikost, tvar a rozložení již existujících defektů. Ačkoliv jsou k dispozici různé nedestruktivní metody detekce vad, jako jsou vizuální, rentgenová, ultrazvuková magnetická nebo akustická metoda, tak spolehlivá předpověď únavové pevnosti nebo životnosti součástí s vadami zůstává pro inženýrskou praxi vážným problémem. [2]

2.2.1 Legující prvky slitiny INCONEL 713LC



Obr. 2 Legující prvky [10]

Legování niklu se provádí z důvodu zlepšení jeho vlastností, ať už mechanických, chemických či fyzikálních. Každý z jednotlivých prvků ovlivňuje slitinu niklu jinak, a to i z hlediska přidaného procentuálního množství. Velmi důležité prvky uvedené na obr. 2. ovlivňují slitinu z hlediska vlastností pozitivně. Dále se do slitiny niklu mohou dostat i stopové a nežádoucí prvky, které se do slitiny dostaly během procesu metalurgie a slévání.

Jsou to prvky mangan, fosfor, křemík, síra, dusík a kyslík. Množství těchto prvků lze ovlivnit skrze dodržení správných postupů během metalurgického procesu a kvality slévání. V tab. 1 je uvedeno složení slitiny INCONEL 713LC.

Tab. 1 Chemické složení slitiny IN713LC [5]

	Cr	Ti	Al	Mo	Ta	Nb	Fe	Si	Mn	C	Cu	Zr	B	Ni
Min.	11,0	0,4	5,5	3,8	0,75	0,75	0	0	0	0,03	0	0,05	0,005	Bal.
Max.	13,0	1,0	6,5	5,2	1,10	1,10	0,5	0,5	0,25	0,07	0,5	0,1	0,015	Bal.

Dále pak v tab. 2 jsou sepsány vlivy jednotlivých prvků v niklových slitinách.

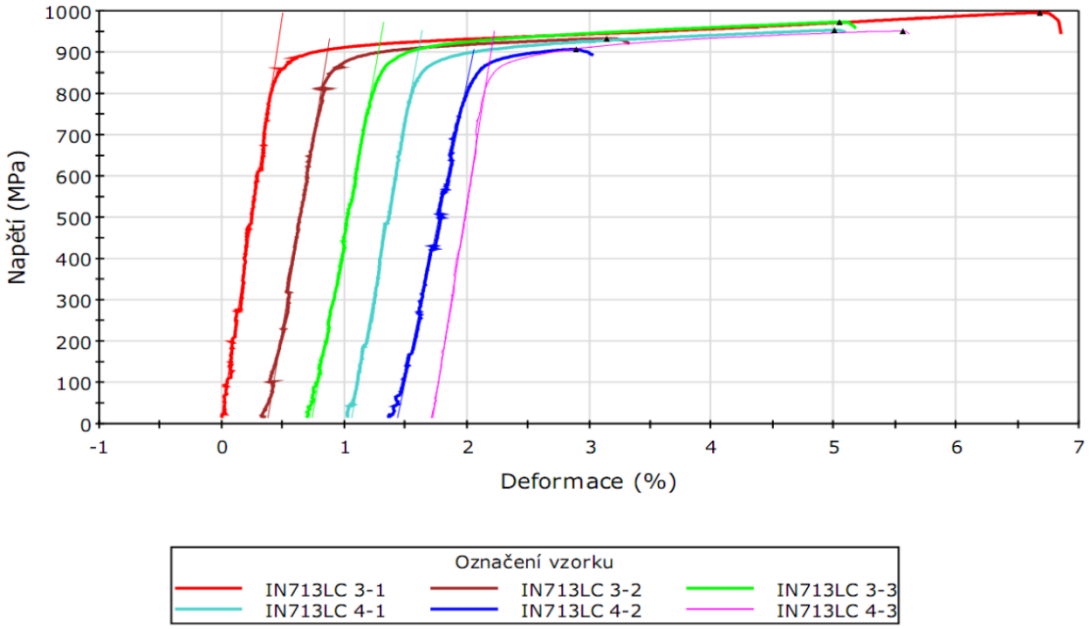
Tab. 2 Vliv jednotlivých prvků v niklových slitinách [4]

Prvek	Zpevnění mřížky	Zvýšení objemového podílu γ'	Vznik na hranicích zrn	Další vlivy
Cr	Mírné	Mírné	$M_{23}C_6$ M7C3	Zvyšuje korozivzdornost Podporuje TCP fáze
Mo	Vysoké	Mírné	M_6C MC	Zvyšuje hustotu
W	Vysoké	Mírné		Podporuje TCP fáze σ a μ (Mo, W)
Ta	Vysoké	Velké		
Nb	Vysoké	Velké	NbC	Podporuje fáze γ' a δ
Ti	Mírné	Velmi velké	TiC	
Al	Mírné	Velmi velké		Zlepšuje odolnost proti oxidaci
Fe		γ'-> β, η, γ'' nebo δ		Snižuje odolnost proti oxidaci Podporuje TCP fáze σ, Lavesovi
Co	Lehké	Mírné v některých slitinách		Zvyšuje teplotu solidu Může zvyšovat nebo snižovat solvu
Re	Mírné			Zpomaluje hrubnutí
C	Mírné		karbidy	
B, Zr	Mírné			Zabraňuje hrubnutí karbidů Zlepšuje pevnost na hranicích zrn Zvyšuje pevnost při tečení a tažnost

2.2.2 Mechanické vlastnosti slitiny IN713LC

Tab. 3 Vlastnosti slitiny IN713LC [5]

Odlitky		Rp0,2 [MPa]	Rm [MPa]	A [%]	Velikost zrna [mm]	Podíl dutin na lomu [%]	Podíl dutin v řezu [%]	Podíl karbidů v řezu [%]
Těžký	Průměr	718,5	762,8	1,6	1,78	0	0,0125	0,8
	odchylka	9,88	10,81	0,41	0,24	0	0,0077	0,05
Lehký	Průměr	885	952	4,47	1,91	4,1	0,27	0,47
	odchylka	6	30,59	1,75	0,14	1,07	0,12	0,07



Graf 1 Křivka napětí a deformace lehkých odlitků IN713LC [5]

Jak je vidět v tab. 3 lehké odlitky dosahují lepších mechanických vlastností než odlitky těžké, ačkoliv je zde zvýšený podíl dutin ve struktuře. Dále na graf 1 je znázorněna křivka závislosti napětí a deformace lehkých odlitků slitiny IN713LC.

Další vlastnosti slitiny jsou uvedeny v tab. 4.

Tab. 4 Mechanické a fyzikální vlastnosti slitiny INCONEL713LC [6] [7]

Měrná hmotnost ρ	8010 kg/m^3
Rozmezí teplot L a S	1288 ÷ 1321 ℃
Licí teplota	1420 ℃
Absorbovaná energie KV	23 J

2.3 Strukturní fáze

Vlastnosti, niklových slitin jsou určeny několika faktory. Chemické složení, morfologie mikrostruktury, velikost, množství, rozložení a tvar precipitátů fáze γ', velikost a tvar zrn matrice γ, morfologie, velikost a rozložení karbidické fáze, přítomnosti nežádoucích fází a vady, které mohli vzniknou při výrobě. Další vliv na vlastnosti slitin má tepelné zpracování.

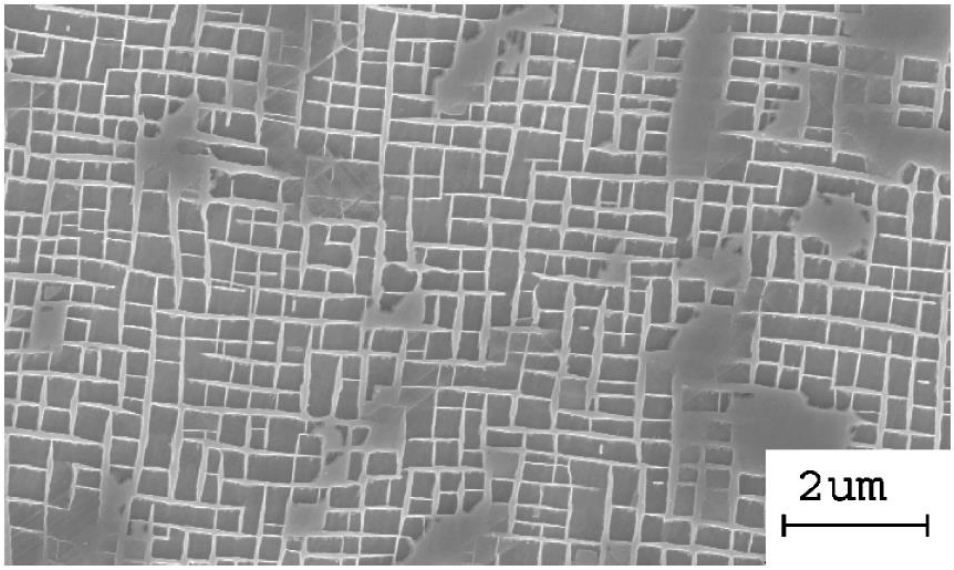
2.3.1 Matrice γ

Matrice niklové superslitiny je tvořena substitučním tuhým roztokem niklu a dalších prvků. Legující prvky jsou vybírány dle velikosti poloměru atomu a musí být větší o 3-13 % než poloměr atomu niklu, aby došlo ke zpevnění struktury. Větší atomový poloměr vytváří v krystalické mřížce distorze, které mají za následek vytvoření překážek pro pohyb dislokací. Prvky, které zpevňují matrici jsou kobalt, železo, chrom, molybden, wolfram a vanad. Další prvky, které se přidávají za účelem segregace na hranicích zrn jsou hořčík, bor, uhlík, zirkonium. [1] [3] [8] [9]

2.3.2 Fáze γ'

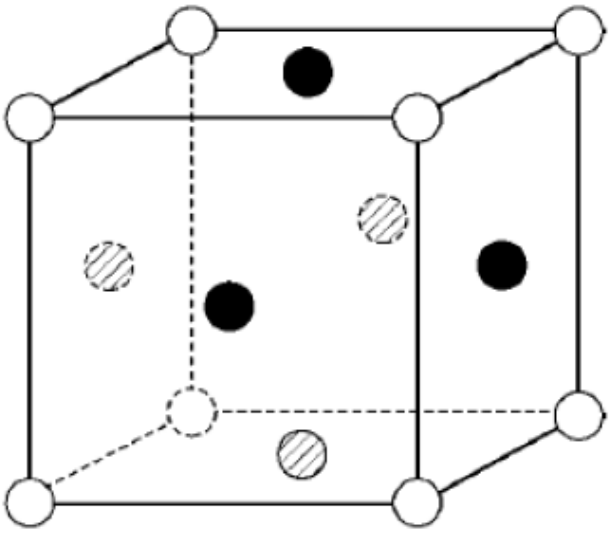
Intermetalickou fázi γ' spolu s niklem tvoří prvky hliník, titan, tantal a niob. Nejpoužívanějšími jsou hliník a titan a ostatní prvky jsou substituční.

Principiálně se jedná o zpevňovací fázi v mnoha niklových a nikloželezných superslitinách. Velikost krystalové mřížky se liší od austenitické o zhruba 0 až 0,5 %. Tvar ve struktuře je sférický až kubický, který je vidět na obr. 3. Velikost se mění v závislosti na době expozice a teplotě. Sférický tvar se vyskytuje u starších typů slitin, jedná se například o Nimonic 80A a Waspaloy. V novějších slitinách na bázi niklu je zpravidla kubický. Experimenty ukázaly, že změna obsahu molybdenu v poměru hliníku/titanu s rostoucím nesouladem mění tvar v následujícím pořadí: kulovité, blokovité, kubické. Když je mřížkový nesoulad vysoký, delší teplotní expozice nad 700 °C způsobuje nežádoucí Ni_3Ti nebo Ni_3Nb fáze.



Obr. 3 Mikrostruktura monokrystalu superslitiny na bázi niklu odhalující vysoký objemový podíl precipitátů γ', které mají kubický tvar [10]

Fáze je koherentní s matricí. Tvoří ji substituční tuhý roztok niklu s hliníkem a titanem $Ni_3(Al, Ti)$. V mřížce γ' hliník nebo titan nahrazuje atom niklu na rozích mřížky. Atom niklu zůstává v plochách mřížky, viz. obr. 4. [1] [3] [8] [9]



Obr. 4 Krystalová mřížka intermetalické fáze γ' [8]
-černé a šrafované pozice atomů jsou nikl
-bílé pozice atomů jsou hliníku nebo titanu

Tvar precipitátu lze určit hodnotou misfitu (mřížková nehoda). Misfit lze vypočítat pomocí rovnice (1)

$$\delta = 2.\left[\frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma'} + a_{\gamma}}\right].100\ [\%] \qquad (1)$$

Pro misfit menší než 0,4 % bude tvar globulární, 0,4÷1 % kubický a pro větší než 1 % blokovitý. [3] [11]

2.3.4 Karbidy

Ve slitinách obsahující uhlík se ve struktuře vždy tvoří karbidické fáze. Karbidy ovlivňují mechanicko-metalurgické vlastnosti superslitin. Pomocí tepelného zpracování a optimálního složení lze dosáhnout vhodné struktury, která bude mít pozitivní vlastnosti. Základní typy karbidů, které se nachází ve struktuře jsou MC, $M_{23}C_6$, M_6C a M_7C_3. Dále se dělí na primární a sekundární skupiny.

Primární karbidy typu MC tvoří sloučeniny uhlíku s molybdenem, vanadem, niobem, wolframem, tantalem, hafniem a titanem. Prvky, které tvoří sloučeniny s uhlíkem, se běžně ve slitinách vyskytují od 0,02 % do 0,3 %. V karbidech se můžou wolfram a molybden rozpouštět a, tak narušovat meziatomové vazby, což vede k rozpadu karbidů MC na $M_{23}C_6$ a M_6C. Rozpouštění lze předejít zvýšením obsahu niobu za účelem posunutí stability karbidů až na teplotu 1260°C. Primární karbidy vznikají už při krystalizaci a z hlediska morfologie mají tvar nepravidelných globulí. Jsou náhodně rozloženy v matrici, v zrnu a také na hranicích zrn. Přítomnost primárních karbidů vede ke zpevnění materiálu a zabraňuje pokluzům po hranicích zrn při creepu. Pokud jich je ve struktuře vysoké množství, snižují odolnost proti lomu a snižují korozivzdornost ochuzením matrice o chrom. V tomto případě se již jedná o nežádané částice.

Sekundární karbidy jsou typu $M_{23}C_6$ a M_6C. Tvoří je chrom a mají FCC (front centered cubic) mřížku. Vznikají v rozsahu teplot 700–980 °C a při dalším zahřátí se rozpouštějí až do 1040 °C. Karbidy typu M_6C vznikají při obsahu více než 8 % wolframu a molybdenu. Rozpouštějí se při teplotě vyšší než 1200 °C. Morfologie je globulární a deskovitá a obvykle se tvoří na hranicích zrn.

Typ karbidu M_7C_3 vzniká jen ve slitinách, kde je velmi nízký obsah karbidotvorných prvků. Jedná se například o slitinu Nimonic 80A. Rozpadají se při teplotách nad 1100 °C na karbidy typu $M_{23}C_6$. Karbidy typu M_7C_3 tvoří deskovitý tvar a vyskytují se na hranicích zrn. [1] [3] [8] [9] [10]

2.3.5 Boridy

Bór se do slitin přidává za účelem zabránění zhrubnutí karbidu po hranicích zrn, čímž je zpevní. Pokud je ve slitině vyšší obsah bóru než 0,03 %, může během krystalizace tvořit boridy typu M_3B_2, $M_{23}B_6$, M_2B, MB_{12} a tím částečně nahradit karbidy. Bór tvoří sloučeniny s prvky jako jsou chrom, vanad, tantal, niob a molybden. Boridy jsou vzhledem velmi podobné karbidům, avšak chemicky nereagují na karbidická leptadla. [3] [8] [9]

2.3.6 TCP fáze – Topologically close packed phases

TCP fáze mají nepříznivý vliv na vlastnosti slitin, a to z hlediska mechanických a creepových vlastností. Tvoří fáze, které ochuzují matrici o kobalt a chrom, snižují tím žáruvzdornost a pevnost z důvodu vazby na wolfram a molybden. Také snižují tvárnost a zvyšují iniciaci trhlin. TCP fáze z hlediska morfologie tvoří protáhlé, tenké a dlouhé částice, které jsou zároveň velmi křehké a tvrdé. Vznikají pouze ve slitinách, kde nebyla dodržena přísná kontrola chemického složení, zejména při tepelném zpracování nebo za vlivu vysokých teplot v provozních podmínkách. [3] [8] [12]

- **σ fáze**

  Ve slitinách niklu se vyskytuje jen zřídka. Nachází se spíše ve slitinách Fe-Ni a kobaltu a ve struktuře tvoří protáhlé částice a globule. Fáze má tetragonální krystalickou mřížku. Příčinou vzniku je vysoká teplota v rozmezí mezi 540 °C a 980 °C. Ve struktuře vytváří sloučeniny typu FeCr, FeCrMo, CrCo.

- **μ fáze**

  Příčinou vzniku μ fáze ve slitinách je vysoký obsah wolframu nebo molybdenu. Ve struktuře se jeví jako hrubé a nepravidelné destičky ve vzoru Widmanstättenovy struktury. Fáze μ má romboedrickou krystalovou mřížku. Vzniká za vysokých teplot a tvoří sloučeniny typu $(Fe, Co)_7$ a $(Mo, W)_6$.

- **Lavesova fáze**

  Vzniká nejčastěji ve slitinách kobaltu a Fe-Ni. Ve struktuře tvoří nepravidelné globule, protáhlé částice a destičky a její krystalická mřížka je hexagonální. Vzniká při velmi dlouhé expozici za vysokých teplot a tvoří sloučeniny typu Fe_2Nb, Co_2Ti, Fe_2Ti.

- **η fáze**

  Vyskytuje se nejčastěji ve slitinách Fe-Ni, Co a Ni s vysokým obsahem Ti/Al. Tvoří mezikrystalické buňky nebo mezikrystalické ostré destičky ve vzoru Widmanstättenovy struktury. Její krystalická mřížka je HCP (Hexagonal close packed). Tvoří sloučeniny typu Ni_3Ti.

2.4 Vady slévání

Odlitek musí mít co nejméně vad, tedy pokud je to technicky možné, a musí vyhovovat všem technickým dodacím podmínkám. Nesmí mít odchylku vzhledu, tvaru, rozměru, hmotnosti a struktury. Příčinou vad jsou zejména nevhodná konstrukce odlitku, nevhodný formovací materiál, nesprávně provedená vtoková soustava, neodborné tepelné zpracování aj. Nejčastější vady mohou být např. bubliny (veliké množství plynů v tavenině, vlhká forma, špatně provedená vtoková soustava), staženiny (příčinou je špatné nálitkování), trhliny za tepla (nestejnoměrná tloušťka stěn), praskliny (nevhodná konstrukce odlitku způsobující různý průběh smrštění, nesprávné tepelné zpracování), nezaběhnutí (malá tloušťka stěn), či přesazení (špatně složená forma, opotřebované rámy).

Vady se zjišťují vizuálně, měřením, vážením, laboratorními zkouškami a nedestruktivními metodami. [13]

V této kapitole budou uvedeny jen ty třídy vad, které jsou potřebné k vypracování praktické části diplomové práce. Jedná se o třídu vad 600: Vady mikrostruktury, konkrétně skupinu vad 610 Mikroskopické dutiny.

2.4.1 Třída vad 600: Vady mikrostruktury

Třída vad 600 obsahuje 8 skupin vad. V této třídě se ale budeme zabývat pouze skupinou vad 610: Mikroskopické dutiny, která se dále dělí na další 3 podskupiny.

Skupina vad 610: Mikroskopické dutiny

Jedná se o vady, které nejsou pouhým okem viditelné. Mohou být jak interkrystalické tak i transkrystalické. Jde o dutiny a porušení souvislosti, jejichž velikost (0,2 mm) je pod rozlišovací schopností lidského oka. Tyto vady však mohou způsobovat negativní vlastnosti odlitků.

Skupinu vad 610 spojuje do značné míry stejný mechanismus vzniku, který spočívá v nukleaci a růst vady až po jistý mezní rozměr (0,2 mm).

Mikroskopické dutiny se dále dělí na:

- 611 mikrostaženiny
- 612 mikrobubliny
- 613 mikrotrhliny

Navzájem se liší svojí morfologií, tzn. tvarem a fyzikální podstatou vzniku. Základní příčiny mikroskopických vad jsou obdobné jako u stejných druhů vad makroskopických rozměrů a to staženin, bublin a trhlin. V praxi se pro tyto vady často využívá termín „pórovitost odlitku". [14]

Podskupina vad 611: Mikrostaženiny (smršťovací mikropórovist)

Jedná se o pouhým okem neviditelné dutiny, které mají mezikrystalický chararakter. Vznikají při tuhnutí v místech odlitku s omezeným dosazováním kovu, u slitin s velkým intervalem tuhnutí a velkým součinitelem smrštění. Do zbylé mezidendritické taveniny, která se soustřeďuje v místech dendritů, se během tuhnutí současně vytěsňuje většina doprovodných přísadových prvků a nečistot. Vytěsněné doprovodné přísadové prvky a nečistoty mají za následek snížení teploty solidu tuhnoucí slitiny a jsou častou příčinou tvorby křehkých fází a tím i zdrojem mikrotrhlin. [14]

Podskupina vad 612: Mikrobubliny (plynová pórovitost)

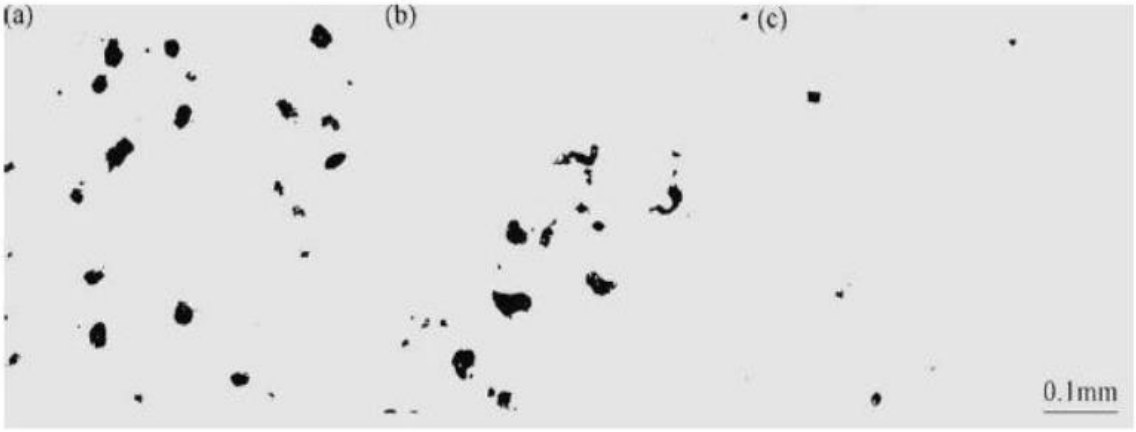
Vznikají v patách již ztuhlých dendritů při tuhnutí slitiny. Paty ztuhlých dendritů jsou nejpříznivějším místem jejich heterogenní nukleace. Z následku přesycení taveniny rozpuštěnými plyny stejným mechanismem jako endogenní bubliny, akorát s rozdílem omezeného růstového stádia následkem podstatně nižších koncentrací plynů rozpuštěných ve slitině, než je k tomu např. u rozměrných bublin (Třída vad 400). Mikrobubliny mohou vznikat i též při krystalizaci ve zbylé mezidendritické tavenině a doprovázet tak tvorbu oxidických a sulfidových vměstků. Mikrobubliny lze pozorovat i v doprovodu bublin makroskopických rozměrů, často v kombinaci s mikrostaženinami. [14]

Podskupina vad 613: Mikrotrhliny

Mikrotrhliny představují porušení souvislosti (spojitosti slitiny). Vznikají převážně po hranicích dendritů nebo zrn. Mohou však vznikat i uvnitř dendritů nebo zrn. První z důvodů vzniku mikrotrhlin je za vysokých teplot, také se jedná o ten nejčastější. V druhém případě vznikají mikrotrhliny uvnitř dendritů a zrn. Nastává nejčastěji při nižších teplotách a bývá spojen s fázovými transformacemi ve slitině. Často se mikrotrhliny vyskytují v kombinaci s mikrostaženinami, přičemž spojitě přechází jedna v druhou a obtížně se odlišují. [14]

2.4.2 Porozita v superslitinách

Mikroporozita se v superslitinách obecně vyskytuje na hranicích zrn a v mezidendritických oblastech. S velikostí podélného průřezu odlitku se mění podíl a velikost porozity. Tuhnutí je endogenní (kašovité), což má za následek vznik mikroporozity v posledním stádiu tuhnutí odlitku. Faktory, které ovlivňují vznik porozity, jsou licí teplota, přítomnost očkovadel pro zjemnění zrna a předehřívací teplota formy odlitku. Dále se zvyšující teplotou klesá podíl mikroporozity. Používají se očkovadla, která zjemňují zrna a s jeho zvyšujícím se obsahem ve vsázce klesá i podíl mikroporozity. Obsah mikroporozity je závislý na teplotě ochlazování a mezidendridické vzdálenosti větví sekundárních dendritů. Na obr. 5 je vidět mikroporozita při různých teplotách. [15]



Obr. 5 Mikroporozita při různých licích teplotách: a) Licí teplota 1360 °C, b) Licí teplota 1400 °C, c) Licí teplota 1400 °C se zjemňujícím přípravkem [15]

3 Metodika

3.1 Rentgenová počítačová tomografie

Jedná se o jednu z moderních zobrazovacích metod, která slouží k nedestruktivní vizualizaci a analýze předmětů. Slovo tomografie pochází z řeckých slov *tomos* (řez) a *grafó* (kreslím). Tomografie je tedy technika, která je schopná zobrazovat předmět v řezech, tedy vnitřní strukturu bez destruktivního narušení předmětu.

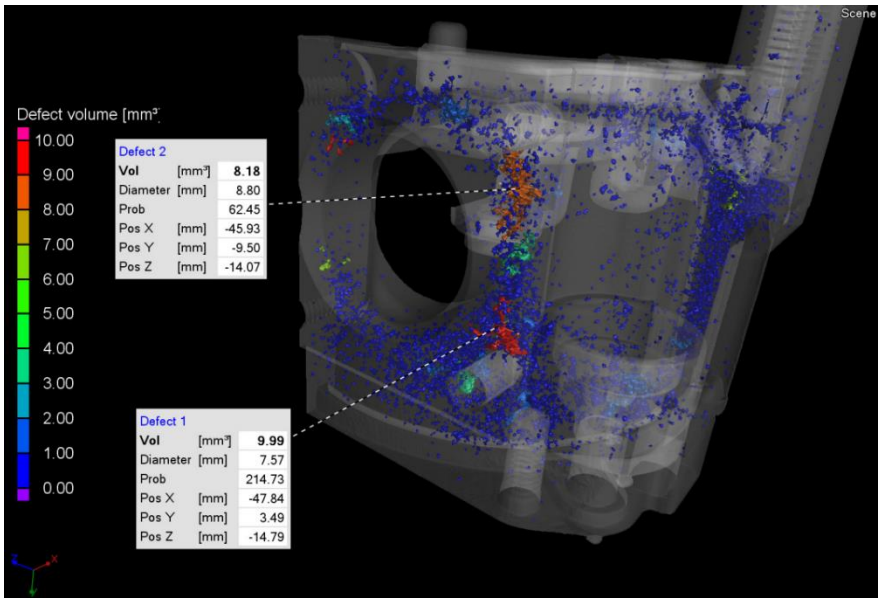
Výstupem jsou virtuální řezy vzorkem, které se sestavují ze série 16bitových obrazů. Tomografická rekonstrukce je matematicky vypočítána z rentgenových snímků během otáčení vzorku okolo své osy.

Další z metod je mikrotomografie (μCT). Jde o počítačovou tomografii s voxelovým rozlišením na úrovni jednotek až desítek mikrometrů. Přesnost metody dovoluje snímání vnitřní struktury 3D předmětů s vysokým prostorovým rozlišením, což dělá z mikrotomografie vhodný nástroj ke zjišťování vnitřních a vnějších struktur, nehomogenit, prasklin a v našem případě i porozity materiálu. [16]

3.1.1 Analýza tomografických dat

Ze záznamu vnitřní struktury materiálu vzorku je třeba vyhodnotit vnitřní vady. Tomografická data jsou reprezentování sérií 16bitových obrázků, které představují virtuální řezy vzorkem.

Pro náš případ má software zabudovanou funkci analýzy pro póry a další defekty. Analýza je schopná automaticky detekovat a vizualizovat póry a inkluze ve vzorku. Pro každý individuální detekovaný defekt je určen jeho objem, pozice, velikost a povrch. Defekty jsou barevně kódovány dle objemu. Dále je k výstupů přidána statistika velikosti defektů, celkové procento porozity a histogram objemu defektů. Vizualizace je na obr. 6. [16]



Obr. 6 3D vizualizace transparentního povrchu odlitku a distribuce detekovaných defektů [16]

3.2 Zkouška tahem za pokojové teploty

Pro zjištění mechanických vlastností se provádí tahová zkouška.

3.2.1 Princip

Zkouška spočívá v zatížení zkušebního tělesa tahovým zatížením, obvykle až do lomu, za účelem stanovení jedné nebo více mechanických vlastností.

Zkouška se musí provádět při pokojové teplotě 10 °C až 35 °C, pokud není stanoveno jinak. Pokud teplota prostředí bude vybočovat z rámce doporučeného požadavku, tak daná laboratoř odpovídá za posouzení teplotního vlivu. Pokud během zkoušení dochází k výrazným teplotním gradientům, může vzrůstat nejistota měření.

Zkoušky v řízených podmínkách se musí provádět při teplotě 23 °C ± 5°C. [17]

3.2.2 Zkušební tělesa

Tvar a rozměry zkušebních těles mohou být podmíněny tvarem a rozměry kovového výrobku, ze kterého jsou zkušební tělesa odebírána. Tělesa mohou být kruhového průřezu a plochá. [17]

3.2.3 Termíny a definice

$R_{p0,2}$ – Smluvní mez kluzu, plastické prodloužení měřené průtahoměrem

Napětí, při kterém je plastické prodloužení měřené průtahoměrem rovno předepsanému procentu měřené délky průtahoměru.

R_m – Mez pevnosti v tahu

Napětí odpovídající maximálnímu zatížení

A – Tažnost

Trvalé prodloužení měřené délky polomu, (L_u – L_o) vyjádřené v procentech počátečních měřené délky.

E – Modul pružnosti (Youngův modul)

Podíl změny napětí ΔR a změny prodloužení v procentech Δe měřeného průtahu směrem v oblasti ohodnocení násobený 100 %. [17]

3.3 Zkouška rázem v ohybu

3.3.1 Princip

Zkouška rázem v ohybu spočívá v přeražení zkušební tyče s vrubem jedním rázem kyvadlového kladiva za definovaných podmínek. Geometrie vrubu zkušební tyče je daná a nachází se uprostřed mezi dvěma podpěrami na protilehlé straně k místu úderu při zkoušce. Obvykle při zkoušce jsou určovány absorbovaná energie při rázové zkoušce, příčné rozšíření tyče pod vrubem a vzhled smykového lomu.

Protože hodnoty při rázu se u mnoha kovových materiálů mění s teplotou, musí být zkoušky prováděny při zadané teplotě. Jedná-li se o jinou teplotu než teplotu okolí, musí být zkušební tyč ohřáta nebo ochlazena na danou teplotu za řízených podmínek.

Zkouška rázem v ohybu (Charpyho) je nejčastěji používána v rutinních výrobních přejímacích zkouškách v průmyslovém prostředí. Za těchto zkoušek nemusí být důležité, zda je zkušební tyč zcela přeražena, částečně přeražená, nebo jen plasticky zdeformována a pokud prošla skrze obě podpěry. Hodnoty naměřené energie jsou podrobněji studovány ve výzkumu, konstrukci nebo akademických

podmínkách a v takovém případě, může být velmi důležité, zda došlo k úplnému přeražení tyče či nikoliv.

Pokud není stanoveno jinak, zkoušky musí být provedeny při teplotě 23 °C ± 5°C. Pokud je stanovena jiná teplota, musí být zkušební tyč temperovaná při této teplotě s přesností do ±2 °C.

Pro temperování (zahřívání nebo chlazení) při použití kapalného média, musí být zkušební tyč umístěna v nádobě na mřížce nejméně 25 mm nad dnem nádoby a pokryta nejméně 25 milimetrů kapaliny a musí ležet nejméně 10 mm od stěny nádoby. Médium musí být stále mícháno a udržováno na dané teplotě jakýmkoliv vhodným způsobem. Doporučuje se, aby přístroj použitý k měření teploty média byl umístěn ve středu skupiny zkušebních tyčí. Teplota média musí být udržována na dané teplotě v rozsahu ± 1 °C nejméně 5 minut. [18]

3.3.2 Zkušební tělesa

Obecně musí mít standardní zkušební tyč délku 55 mm a čtvercový průřez o stranách 10 mm. Ve středu délky musí být buď vrub ve tvaru V, nebo U.

Jestliže není možné z materiálu vyrobit standardní zkušební tyč, musí být použit jeden ze vzorků menších rozměrů o tloušťce 7,5 mm, 5 milimetrů nebo 2,5 mm, pokud není stanoveno jinak.

Přímé porovnání výsledků má význam pouze v případě, je-li provedeno mezi zkušebními tyčemi stejného tvaru a stejných rozměrů. [18]

3.3.3 Termíny a definice

K – Absorbovaná energie [J]

Energie potřebná k přeražení zkušební tyče kyvadlovým rázovým zkušebním strojem po korekci vlivu tření. [18]

3.4 Metalografická příprava vzorků

Předtím než budeme moci u vzorků vyhodnotit porozitu pomocí obrazové analýzy musí být vzorky vhodně upraveny, a to následujícím postupem:

Volba místa odběru

Cílem vybrání vhodného místa je získání reprezentativního vzorku, který bude odpovídat charakteru struktury zkoumané součásti.

Odběr vzorků

Vzorky jsou odebírány základními metodami, mezi které patří dělení, řezání, stříhání a abrazivní rozbrušování za mokra. Při odebírání vzorků se musí zajistit, aby struktura materiálu nebyla tepelně a mechanicky ovlivněna. Vzorek musí být dostatečně chlazen a dělen optimální řeznou rychlostí.

Zalití vzorku

Vzorek musí být řádně očištěn od olejů a jiných nečistot.

Pro snadnější manipulaci s malým vzorkem je nutné zalít ho do umělé hmoty a označit tak aby byl poznat. Možnost zalití vzorků je za studena nebo za tepla. Za studena se nejčastěji využívá dvousložková pryskyřice, která se skládá z prášku a kapaliny (tvrdidla). Jejich smícháním v určitém poměru vznikne tekutá zalévací hmota, která se vlévá do předpřipravených forem se vzorkem. Po určité době pryskyřice ztvrdne a následně zalitý vzorek lze z formy vytáhnout. Za tepla se využívá pryskyřice s aditivem nebo bez. Aditiva určují další možné vlastnosti pryskyřice. Zalévání za tepla je poněkud náročnější, jelikož je potřeba zalévacího stroje. Je vhodné pryskyřici zvolit tak, aby vyhovovala potřebným vlastnostem pro další analýzu např. vodivost nebo přilnavost ke vzorku.

Broušení

Účelem broušení je dosažený rovinného povrchu vzorku s jeho minimálním poškozením. Pro broušení se využívají leštičky vzorků. Broušení probíhá od nejhrubších po nejjemnější brusné papíry.

Leštění

Účelem leštění je snížení drsnosti po broušení. Leští se pomocí tvrdých brousících zrn (Al2O3, diamant) pevně uchycených na leštícím nástroji nebo volně pohybujících se mezi nástrojem a vzorkem v emulzi nebo pastě. Zrnitost brusiva je 0,7 až 9 μm. Cílem je dosažení kovově lesklého až zrcadlového povrchu bez škrábanců a rýh.

Leptání

Pomocí leptadel lze na povrchu vzorku pozorovat strukturu materiálu. Nejčastěji používaná je 3% kyselina dusičná s názvem NITAL 3 pro oceli a litiny. Slitiny hliníku a křemíku (siluminy) se mohou například leptat 10 % roztokem kyseliny fosforečné. Pro pozorování porozity ve struktuře není leptání potřebné. [19]

3.5 Obrazová analýza

K vyhodnocení porozity je třeba obrazová analýza. Obrazovou analýzou se rozumí získání digitálního záznamu obrazové informace a její následnou analýzou.

Existují dvě techlogie pomocí kterých se dá získat digitální obraz, a to CMOS (Complementary Metal Oxide semiconductors) a CCD (Charged Coupled Devices). Technologie sdílí stejný proces získání obrazu. Proces získání obrazu je rozdělen do šesti kroků, jimž odpovídají individuální elementy systému.

- Vytvoření a transformace obrazu pomocí čoček, zrcadel a svazků optických vláken.
- Rozdělení barevných složek pomocí vhodných optických filtrů (RGB, CMY).
- Zaznamenání barevných složek obrazu pomocí světlocitlivých senzorů (CCD nebo CMOS)
- Generace elektrických signálů pro jednotlivé obrazové body (pixely) a barevné složky.
- Transformace elektrických signálů na digitální data kvantováním na definovaný počet úrovní (A/D převodníky).
- Uložení digitálních dat na paměťovém mediu (Paměťové karty, pevné kompaktní disky apod.)

Všechny uvedené kroky mohou negativně ovlivňovat kvalitu pořízeného digitálního obrazu například zkreslení způsobené vlastnostmi optické soustavy a transformačního procesu ale i pozitivně ovlivnit kvalitu pořízeného digitálního obrazu například zvýrazněním některých vlastností obrazů, které chceme analyzovat. V těchto krocích je třeba si uvědomit, že se musí najít kompromis mezi kvalitou obrazu, rychlosti jeho pořízení a velikostí paměťového prostoru potřebného k jeho uložení, což je hlediska dnešních kapacit harddisků zanedbatelné.

Zpracování pořízených obrazových dat pomocí počítače může spočívat např.:

- Ve zjištění vlivu optické soustavy, konverze a digitalizace na zkreslení obrazových dat a v jejich následné korekci.
- V úpravách obrazu před vlastní analýzou. Například jeho rozklad na barevné složky, konverze do jiných barevných prostorů, filtrace apod.
- V základní analýze obrazových dat. Například měření délek a ploch, určování histogramů barevných složek v jednotlivých barevných prostorech.
- V komplexní analýze obrazových dat. Například harmonická, waveletová a fraktální analýza.

Výsledná obrazová analýza dat by měla obsahovat základní informace o struktuře obrazu a jeho atributech, a to v závislosti v použití k popisu zjištěného fyzikálního objektu nebo děje. [20] [21]

3.5.2 Záznam obrazových dat

Jak již bylo zmíněno výše digitální snímky se mohou získat pomocí CCD – charge-coupled device nebo CMOS – complemetary metal oxide čipů. Oba tyto čipy fungují na principu fotoefektu. Částice světla, foton při nárazu do atomu předá svojí energii jednomu z elektronů v atomu a tím ho převede ze základního stavu do stavu excitovaného. Jelikož jsou tyto čipy polovodičové, uvolněný elektron se odvede pomocí přiložené elektrody. Rozdíl mezi CCD a CMOS je, že CCD má analog/digitál (A/D) převodník a fotodetektory rozdělené od sebe. Díky tomuto rozdělení mohou být fotodetektory blíže u sebe a mít celkový výstup jako analogový signál. CMOS má jak A/D převodník, tak fotodetektory vedle sebe a z tohoto důvodu jsou detektory dál od sebe. [20] [21]

3.5.3 Archivace obrazových dat

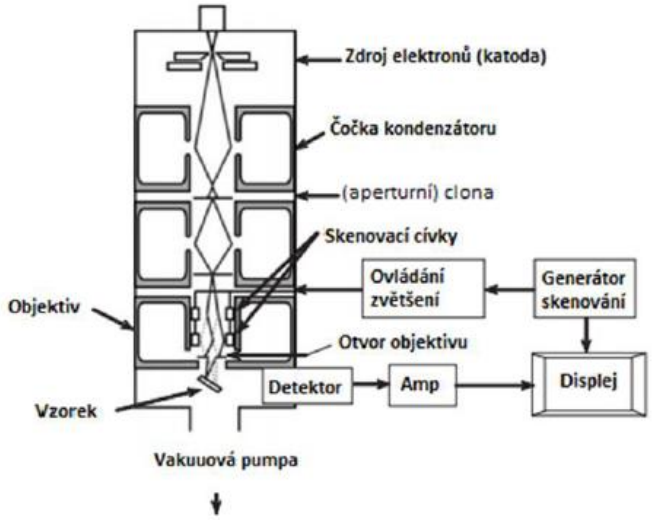
Získaná digitalizovaná data jsou ukládána na paměťových médiích (např. pevné kompaktní disky, paměti typu flash) odkud jsou sběrnicí přesouvána do počítače k dalšímu zpracování. Stacionární zařízení (skenery, digitální fotoaparáty a kamery na mikroskopu) mohou být připojena k počítači přímo a data mohou být ukládána na jeho interní paměťová média (pevné disky a odtud např. na flashdisk). Z hlediska potřeb obrazové analýzy je třeba zaznamenat obraz v co nejvyšší kvalitě, z čehož vyplývá ukládání velkého objemu dat. Například obraz o velikosti 3000 × 2000 pixelů ve 24bitové hloubce má velikost přibližně 18 MB. Proto není vhodné používat standardní formáty (např. BMP), které jsou náročné jak z hlediska kapacity paměťových médií, tak i rychlosti přenosu dat. Mnohem vhodnější je formát TIFF, který umožňuje ukládat data v komprimované podobě (využívá bezztrátovou kompresi LZW) a není tedy tolik náročný na velikost paměťových médií a na rychlost přenosu. Další formát využívaný pro ukládání statických obrazů je formát JPEG. Lze u něj volit míru komprese, proto může zaujímat v porovnání s formátem BMP mnohem menší objem, ovšem na úkor kvality komprimovaného obrazu, neboť využívá ztrátové kompresní algoritmy. Pro obrazovou analýzu je proto tedy nevhodný. [20] [21]

3.5.4 Analýza obrazových dat

3.5.4.1 Korekce vlivu pořizovací soustavy

Pro příklad pro pořizovací soustavu snímků byl vybrán rastrovací elektronový mikroskop (SEM). SEM používá pohyblivý svazek elektronů k zobrazení povrchu pozorovaného vzorku. Svazek primárních elektronů je emitován elektronovou tryskou (katodou), jeho směr šíření je usměrněn urychlovacím napětím (anoda) a zaostřován elektromagnetickými cívkami na povrch vzorku viz. obr. 7. Po dopadu paprsku elektronů na povrch vzorku dochází k emisi sekundárních elektronů, zpětně odražených elektronů, charakteristického

rentgenového záření a dalších emisních signálů. Každý z jednotlivých signálů může být detekováno příslušným detektorem a dále převeden na obraz.



Obr. 7 Zjednodušené schéma SEM [3] [22]

Vzorky musejí být vodivé z důvodu užití elektronového paprsku, aby bylo umožněno průchodu elektronů a jejich uzemnění. Pokud jsou vzorky nevodivé, tak jsou upraveny tak, aby vodivé byly ať už nalepením vodivé pásky nebo povlakováním vodivým prvkem. Elektronový paprsek může být rozptýlený čímkoliv, čím projde a z tohoto důvodu musí být v operační komoře vakuum. [3]

Každá soustava má na pořízení snímků jiné vlivy, u této soustavy jde například o velikost urychlovacího napětí (typicky 0,1 - 30kV), zaostření elektromagnetickými čočkami a volby užitého detektoru. [22]

Gamma korekce

Korekce intenzity obrazu nebo jeho složek je možné z důvodů zvýraznění některých efektů zavádět záměrně. Proto jsou v některých programech určených k obrazové analýze kromě mocninné gamma korekce zaváděny i jiné (např. lineární, logaritmická, exponenciální). [20] [21]

Teplotní šum

Vzniká jednak jako důsledek šumu temnotního proudu, ale také při transportu elektrického náboje z pixelů senzoru. *Temnotní šum* (Dark Noise, DN) je způsobem tepelnými kmity krystalické mřížky senzoru. *Čtecí šum* (Reading Noise, RN) vzniká vlivem fluktuací způsobených při čtení dat (při generaci páruelektron/díra a při přenosu dat senzorem). Šum je závislý na teplotě (má opět

Poissonovo rozložení) a nafrekvenci čtení dat, ale nezávisí na době expozice. *Celkový šum* (Total Noise) je pro krátké expoziční časy ovlivněn především čtecím šumem, pro dlouhé expoziční časy je dominantní temnotní šum. [20] [21]

3.5.4.2 Úpravy snímků před analýzou

Rozklad na barevné složky

Umožňuje provádět separace jednotlivých barevných složek v různých barevných prostorech (např. RGB, HSB, HLS)

Odstíny šedé – Obrázky jsou v souboru zpravidla uloženy pomocí RGB složek. Při zpracování dat ve 24bitové barevné hloubce lze tedy maskovat více než 16,7 milionů barevných odstínů. K interpretaci výsledků však mnohdy postačuje podstatně menší počet údajů.

Toho lze dosáhnout například převodem barevných obrázků na šedou škálu. Tento převod se s ohledem na citlivost lidského oka (nejcitlivější je na zelenou) provádí podle vztahu:

$$I = 0{,}299\,R + 0{,}587\,G + 0{,}114\,B \qquad (2)$$

Tímto způsobem se sníží barevná hloubka na 8 bitů (ve všech třech barevných kanálech je stejný odstín barvy) a počet maskovaných barev bude 256. [20] [21]

Bitové operace

Většina programů zabývajících se obrazovou analýzou dat umožňuje provádět tzv. bitové operace. Jedná se o jednoduché aritmetické, logické a podmíněné operace mezi barevnými složkami jednotlivých pixelů obrazu.

Algebraické operace mohou sloužit např. ke zjišťování rozdílů mezi obrázky (nebo jejich složkami), k odstranění nebo zavedení šumů, (operátory +, −), k odstranění nehomogenity osvětlení nebo ke zvýšení/snížení kvantovacího kroku (operátory *, /).

Logické operace (and, or, xor) lze použít např. k maskování barevných složek RGB nebo jejich odstínů.

Podmíněné operace lze s výhodou využít k prahování složek barevného obrázku (minimum, maximum, diference), tj. k výběru tmavých, světlých odstínů barev, resp. pásma barev. Bitové operace mohou být realizovány mezi jednotlivými obrázky (podmínkou je jejich stejná velikost) nebo mezi obrázkem a zadanou konstantou. [20] [21]

Filtry

Vyhlazovací filtry jsou určeny ke zjemnění hran analyzovaných struktur. Používají se např. binomiální, box, mediánové, Kuwahara filtry, které využívají k vyhlazení odlišné algoritmy.

Hranové filtry jsou určeny k vyhledávání hran v obraze. Většina z nich je izotropní, tj. že vyhledávají hrany nezávisle na jejich orientaci. Mezi hranové filtry patří např. gradientní, Laplaceovy či Sobelovy filtry.

Derivační filtry umožňují vyhledávání diskontinuit v obraze. Mohou být aplikovány zleva doprava, zprava doleva či oběma směry, a to jak ve svislém, tak i horizontálním směru.

Integračně derivační filtry (např. Sobelovy) výrazné hrany zdůrazňují, jemné naopak potlačují. Lze je proto využít např. k odstranění šumů a současně ke zvýraznění hran. [20] [21]

3.5.4.3 Základní analýza obrazových dat

Základní analýza obrázku spočívá v měření délek a ploch studovaných objektů na obrázku a určování histogramů v jednotlivých barevných prostorech. Výběr detailů je možné provádět ručně (např. označením nebo ohraničením pomocí myši), ke zvýraznění sledovaných objektů lze použít barevné separace do různých barevných prostorů, bitové operace s jednotlivými pixely obrázku nebo různé metody filtrace. Někdy je vhodné aplikovat na obrázek před vlastní analýzou i více definovaných úprav.

Při rutinním zpracování je možné posloupnost jednotlivých úprav naprogramovat a provádět je autonomně. Také vlastní měření je možné provádět ručně nebo autonomně na základě algoritmů umožňujících registrovat spojité oblasti stejných barevných odstínů. Tyto programy mohou být pak použity k měření délek, vzdáleností, úhlů, trajektorií, k měření velikosti a počtu

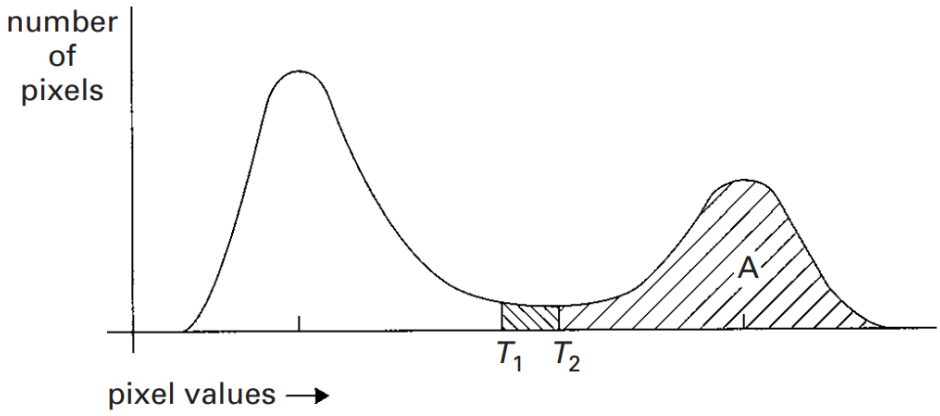
ohraničených ploch, příp. jejich plošné distribuce. Do této oblasti použití patří také zjišťování histogramů barev obrázků, resp. barevného profilu barvových složek v definovaném směru. [20] [21]

3.5.4.4 Komplexní analýza obrazových dat

Výhoda komplexní analýzy obrazových dat spočívá především v tom, že nepracuje s jednotlivými pixely (složek) obrázků, ale s celým obrázkem najednou. Hodnotí obrázek jako celek z pohledu opakujících se motivů, jejich zmenšených, příp. pootočených kopií. Je založena na lineární (integrální) transformaci obrazu, kterému přiřazuje pomocí definované báze jiný obraz, ve kterém jednotlivé pixely odrážejí různé vlastnosti (definované bází) celého původního obrázku. Pokud je transformace ortogonální, lze pomocí inverzní báze získat lineární (integrální) transformací původních dat. Důvody pro použití lineárních ortogonálních transformací spočívají v jednodušší analýze spekter, v jednodušší provádění některých operací (např. konvoluce), k snadnějšímu vyloučení redundantních složek a ke zvýšení odolnosti při přenosu dat. Bitovými operacemi takto získaného obrazu lze pak například odfiltrovat šum (vysoké frekvence) nebo naopak základní motiv obrazu (nízké frekvence), čímž lze snížit množství dat popisujících daný obraz. Na tomto principu jsou založeny ztrátové komprese dat. Význačnou roli hrají v komplexní analýze obrazu transformace pomocí diskrétních periodických funkcí (např. Fourierova transformace, kosinová nebo Walsh – Hadamardova transformace) nebo pomocí prostorově omezených funkcí, tzv. waveletových (např. Haarova transformace nebo transformace využívaná při fraktální analýze metodou box counting). Z obrazů koeficientů těchto transformací lze získat charakteristické údaje o analyzované struktuře. [20] [21]

3.6 Prahování

Prahování podle intenzity/jasu je nejjednodušší metodou segmentace. Používá se pro snímky, které na pozadí obsahují objekty s různým, ale rovnoměrným jasem. Každý pixel je porovnán s prahovou hodnotou: pokud je jeho hodnota vyšší než prahová hodnota, je pixel považován za "popředí" a je nastaven například na bílou barvu, a pokud je nižší nebo rovna prahové hodnotě, je považován za "pozadí" a je nastaven například na černou barvu. Úspěch prahování závisí v rozhodující míře na výběru vhodného prahového rozmezí.



Obr. 8 Bimodální histogram ukazující minimální citlivost na umístění prahu (mezi T1 a T2) v údolí mezi vrcholy. Pixely v bodě A nad prahovou hodnotou (buď T1 a T2) tvoří "popředí". [23]

V ideálním případě se histogram úrovně šedi skládá ze dvou samostatných rozdělení, reprezentující objekty „popředí“ a „pozadí“, které se nepřekrývají, a jediný globální práh T lze použít kdekoli na dně „údolí“, které je odděluje. Skutečné snímky však mají obvykle bimodální histogram úrovně šedi obr. 8, který je výsledkem překrytí dvou základních rozdělení. Přijetí hodnoty prahu na nejnižší hodnotě histogramu mezi vrcholy nebo mody (mezi T1 a T2) je „konvenčním“ prahem, který minimalizuje citlivost malých chyb při výběru prahu.

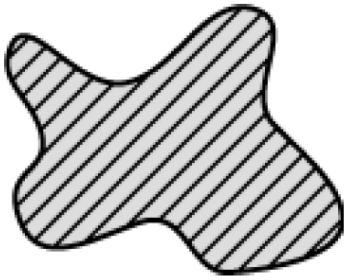
Globální prahování může ztížit řada podmínek. Nízký kontrast obrazu může ztížit rozlišení popředí od pozadí, což vede k překrývání vrcholů. Pozadí s různou intenzitou může ztížit nebo znemožnit výběr prahu, který by dobře fungoval pro celý obraz. Slabé prostorové rozlišení, proměnlivé osvětlení a objekty s různou úrovní jasu mohou rozlišení ještě zhoršit. Různorodost podmínek, za nichž má být segmentace provedena, vyžaduje různé přístupy. Jaký přístup je nejlepší, se velmi často zjistí až pouze při experimentováním s konkrétním obrazem. [23]

3.7 NIS Elements – Funkce měření

Následující nástroje popisují jednotlivé měřící funkce softwaru NIS Elements.

AREA – Plocha

Hlavním kritériem velikosti je plocha. V nekalibrovaném systému vyjadřuje počet pixelů, v kalibrovaném systému vyjadřuje skutečnou plochu. Pro ilustraci obr. 9. [24]



Obr. 9 Plocha [24]

BinaryArea – Binární oblast

Součet ploch všech binárních objektů. [24]

BinaryAreaFraction – Binární plošný zlomek

Binární plošný zlomek je popsán v rovnici 3. [24]

$$BinaryAreaFraction = \frac{BinaryArea}{MeasuredArea} \tag{3}$$

Circularity – Kruhovitost

Kruhovitost je rovna 1 pouze pro kružnice; všechny ostatní tvary se vyznačují kruhovitostí menší než 1. Jedná se o odvozenou míru tvaru, která se počítá z plochy a obvodu. Tato funkce je užitečná pro zkoumání charakteristik tvaru. Kruhovitost je popsána v rovnici 4. [24]

$$Cicularity = \frac{4.\pi.Area}{Perimeter^2} \tag{4}$$

MinFeret – Minimální feret

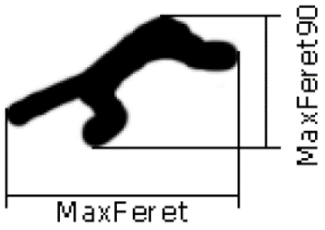
Hodnota Minferet je minimální hodnota množiny Feretových průměrů obecně pro konvexní objekty. Feretův průměr pod úhlem α se rovná promítnuté délce objektu pod úhlem α, α (0, 180); NIS – Elements AR vypočítá Feretův průměr pro α = 0, 10, 20, 30, ..., 180. [24]

MaxFeret, MaxFeret90 – Maximální feret

Hodnota maxferet je maximální hodnota souboru Feretových průměrů obecně pro konvexní objekty. Feretův průměr pod úhlem a se rovná promítnuté délce objektu pod úhlem a, a (0, 180); NIS – Elements AR vypočítá Feretův průměr pro a = 0, 10, 20, 30, ..., 180.

MaxFeret90 je délka promítnutá přes průměr MaxFeret viz. obr. 10. [24]

SurfVolumeRatio – Poměr objemu



Obr. 10 Maximální feret [24]

SurfVolumeRatio je funkce se silnou stereologickou interpretací: pokud je měřeno na oblastech, které jsou vzorkovány systematicky a nezávisle na obsahu řezů, pak je tato funkce nezkresleným odhadem plochy povrchu objektů (vnitřní struktury) na objem celého vzorku. Poměr oběmu je popsán v rovnici 5. [24]

$$SurfVolumeRatio = \frac{\frac{4}{\pi}.Perimeter}{MeasuredArea} \quad (5)$$

Perimeter – Obvod

Obvod je celková délka hranice. Zahrnuje vnější i vnitřní hranici (pokud jsou uvnitř objektu otvory). Obvod se vypočítá ze čtyř průmětů ve směrech 0, 45, 90 a 135 stupňů podle Croftonova vzorce. Obvod je popsán v rovnici 6. Pro ilustraci obr. 11. [24]

Obr. 11 Perimetr [24]

$$Perimeter = \frac{\pi.(P_{r_0}.P_{r_{45}}.P_{r_{90}}.P_{r_{135}})}{4} \quad (6)$$

Elongation – Prodloužení

Charakterizuje tvar objektu. Vypočítá se z poměru maximálního a minimálního feretu. Prodloužení je popsáno v rovnici 7. [24]

$$Elongation = \frac{MaxFeret}{MinFeret} \quad (7)$$

3.8 Měření velikosti zrna

Velikost zrna je vyjádřena středním průměrem zrna anebo jako množství zrn na ploše 1mm^2 výbrusu. Dále hranice zrn musí být viditelné, což se dosahuje leptáním pomocí kyselin, které zvýrazňují hranice zrn. Metod pro určení velikosti zrna je mnoho. Pro naše využití bude stačit metoda lineární (průsečíková). [25]

3.8.1 Metoda lineární (průsečíková)

Je třeba volit takové zvětšení a osvětlení, aby byla jednotlivá zrna dobře vidět. Dle normy lze využít měřící rastr (protáhlá zrna) anebo libovolný počet přímek o známé délce (rovnoosá zrna) a známém zvětšení g. Pro určení počtu zachycených úseků zrn existují pravidla, která je třeba dodržovat:

- Kde zrno, v němž měřící přímka začíná, nebo končí se počítá jako N = 0,5.
- Kde zrno, jímž přímka prochází skrz se počítá jako N = 1.
- Kde přímka je tečnou na hranici zrna se zrno počítá jako N= 0,5.

Po sečtení zachycených úseků zrn N na daných přímkách se průměrná velikost zrna vypočte jako:

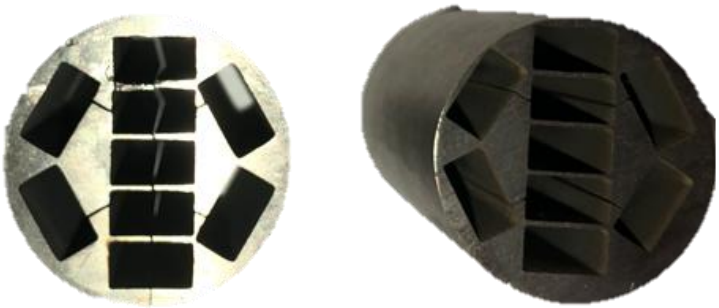
$$\bar{d} = \frac{L}{g * N} \tag{8}$$

Kde $\bar{d}$ je průměrná velikost zrna, g je zvětšení, L je celková známá délka přímek a N je celkový počet zachycených úseků zrn. [25]

4 Experimentální metody a výsledky

Byly připraveny vzorky pro rázové a tahové zkoušky z předem odlitých tyčí viz. obr. 12. Lité tyče poskytla firma PBS Velká Bíteš. Vzorky pro tah a ráz byly z tyče vyříznuty pomocí drátořezu viz. obr. 13. Vzorky pro tahové zkoušky byly obrobené na průměr 5 mm a značené v pořadí VZ1-VZ8 a vzorky pro rázové zkoušky s vrubem V byly značené v pořadí Raz 6 – Raz 24. Vzorků pro tahovou zkoušku bylo dohromady 8 a pro zkoušku rázem v ohybu bylo 19. Souvislost značení vzorků a pozicí v tyči je náhodná.

Obr. 12 Odlitá tyč INCONEL 713LC



Obr. 13 Tyč po vyříznutí vzorků

V praktické části diplomové práce se zaměříme na postup a metodiku experimentu, jeho interpretaci a vyhodnocení dat, která jsme při experimentu získali.

4.1 Stanovení porozity

U vzorků před mechanickými zkouškami byla změřena objemová porozita v počítačovém tomografu. K zjištění porozity byl použit CT Zeiss METROTOM 1500 viz. obr. 14.

Obr. 14 CT Zeiss METROTOM 1500 [28]

Objemová porozita

Tab. 5 a tab. 6 obsahují data z CT ohledně změřené objemové porozity ve vzorcích. U vzorků pro ráz byl vyhodnocen celý objem 5x10x55 mm. U vzorků pro tah se hodnotil objem v oblasti mezi dříky ⌀5x40mm.

Tab. 5 Změřená objemová porozita ve vzorcích pro tahové zkoušky

Vzorek	Objem vzorku [mm^3]	Objemová porozita [mm^3]	Podíl objemové porozity [%]
VZ1	588,946	0,590	0,10018
VZ2	584,439	0,045	0,00762
VZ3	589,143	0	0,00000
VZ4	593,272	0,005	0,00090
VZ5	588,358	0,333	0,05655
VZ6	593,469	0	0,00000
VZ7	588,750	0,014	0,00243
VZ8	593,667	0,234	0,03948

Tab. 6 Změřená objemová porozita ve vzorcích pro zkoušky rázem v ohybu

Vzorek	Objem vzorku [mm³]	Objemová porozita [mm³]	Podíl objemové porozity [%]
Raz 6	2747,07	0,42	0,015
Raz 7	2724,99	0,35	0,013
Raz 8	2718,57	2,19	0,081
Raz 9	2751,26	1,01	0,037
Raz 10	2746,59	0,14	0,005
Raz 11	2725,1	8,34	0,306
Raz 12	2725,14	13,33	0,489
Raz 13	2733,7	4,75	0,174
Raz 14	2732,68	0,03	0,001
Raz 15	2753,44	0,03	0,001
Raz 16	2738,56	0,05	0,002
Raz 17	2749,75	0,46	0,017
Raz 18	2731,1	0,13	0,005
Raz 19	2738,2	0,18	0,007
Raz 20	2733,74	6,26	0,229
Raz 21	2732,17	6,42	0,235
Raz 22	2759,98	0,92	0,033
Raz 23	2714,99	1,75	0,064
Raz 24	2730,93	0,05	0,002

Tab. 7 Změřená objemová porozita ve vzorcích pro tahové zkoušky v lomu

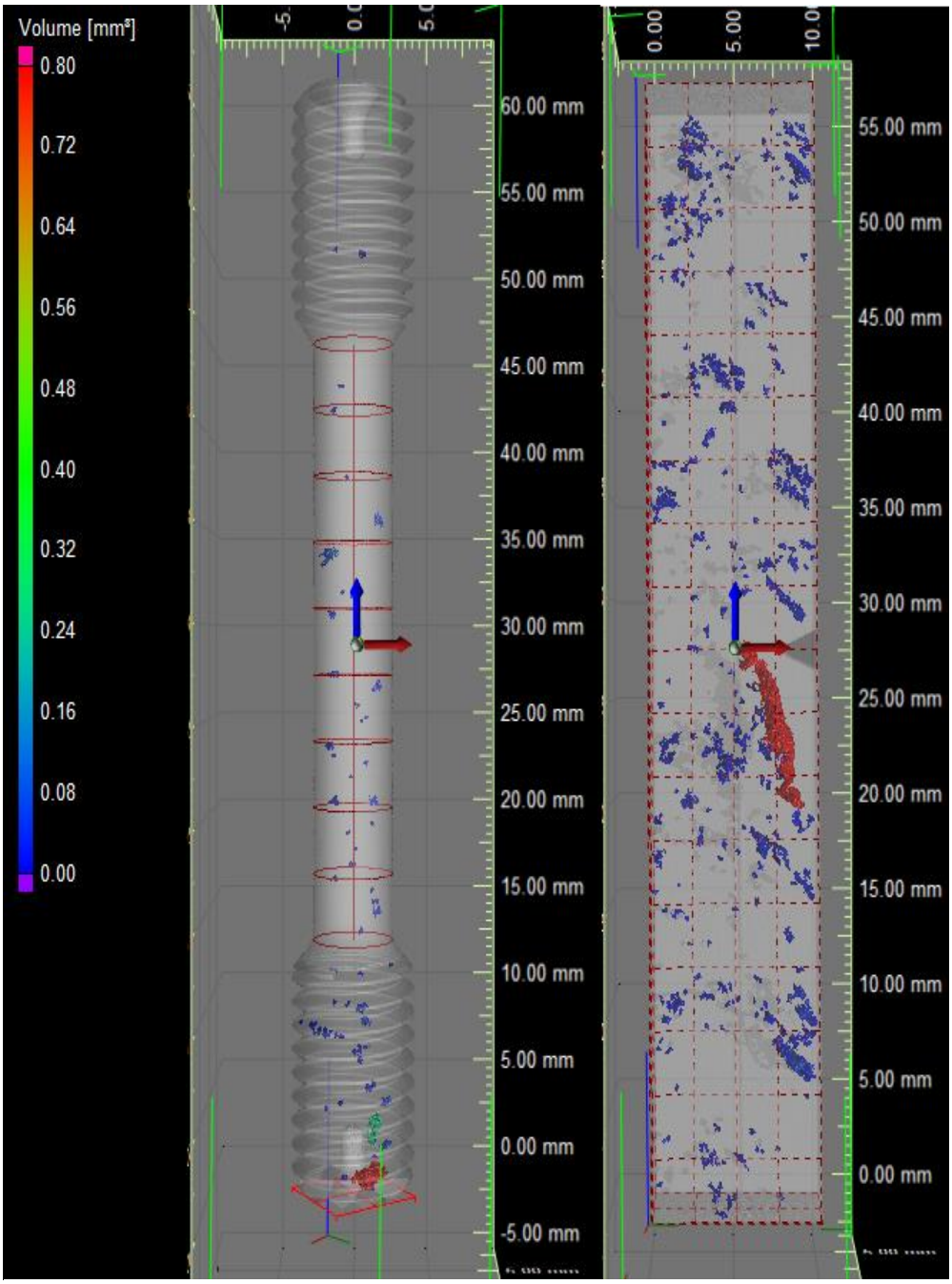
Vzorek	Vzdálenost k lomové ploše (od části s korunkou) [mm]	Objem vzorku v okolí lomu [mm³]	V oblasti lomu [mm³]	Podíl objemové porozity v oblasti lomu [%]
VZ1	32,59	39,250	0,099	0,253
VZ2	32,26	38,937	0,004	0,009
VZ3	24,56	39,250	0,000	0,000
VZ4	21,8	39,565	0,000	0,000
VZ5	33,05	39,250	0,046	0,116
VZ6	24,32	39,565	0,000	0,000
VZ7	37,27	39,250	0,000	0,000
VZ8	27,1	39,565	0,024	0,060

Tab. 8 Změřená objemová porozita ve vzorcích pro zkoušky rázem v ohybu v lomu

Vzorek	Objem vzorku [mm³]	V oblasti lomu [mm³]	Podíl objemové porozity v oblasti lomu [%]
Raz 6	80	0	0
Raz 7	80	0,05	0,0625
Raz 8	80	0,05	0,0625
Raz 9	80	0,14	0,175
Raz 10	80	0	0
Raz 11	80	0,31	0,3875
Raz 12	80	0,08	0,1
Raz 13	80	0,68	0,85
Raz 14	80	0,01	0,0125
Raz 15	80	0	0
Raz 16	80	0	0
Raz 17	80	0,01	0,0125
Raz 18	80	0,03	0,0375
Raz 19	80	0	0
Raz 20	80	0,16	0,2
Raz 21	80	0,06	0,075
Raz 22	80	0,2	0,25
Raz 23	80	0,11	0,1375
Raz 24	80	0,01	0,0125

Oblast lomu pro tahové zkoušky se hodnotila po mechanických zkouškách v rozměrech ⌀5x2 viz. tab. 7 a pro rázové zkoušky se hodnotil objem 2x8x5 mm, a to okolo lomové plochy pod vrubem viz. tab. 8.

Na obr. 15 jsou vidět vzorky VZ1 a Raz 12. V obou vzorcích je vidět značná porozita. Snímek a data byla pořízen a vyhodnocena v softwaru myVGL.



Obr. 15 Vizualizace porozity u vzorku VZ1 a Raz 12 zleva

Z praktického hlediska nastavení stroje, softwaru, lidské chyby a charakteristik materiálu se lze domnívat že objemová porozita může být o 0,05-0,2% vyšší. [26]

4.2 Zkouška tahem

Zkoušky byly provedeny v souladu s normou ČSN EN ISO 6892-1 za pokojové teploty pomocí trhacího zařízení Instron 1185R5900 viz. obr. 16. Měřený průměr tyče byl ⌀5 mm a délka měrné časti byla 25 mm. Rychlost zatěžování byla 0,5 mm/min pro vzorky VZ3, VZ6, VZ7 a VZ8. A pro vzorky VZ1, VZ2, VZ4 a VZ5 byla rychlost zatěžování 0,05 mm/min.

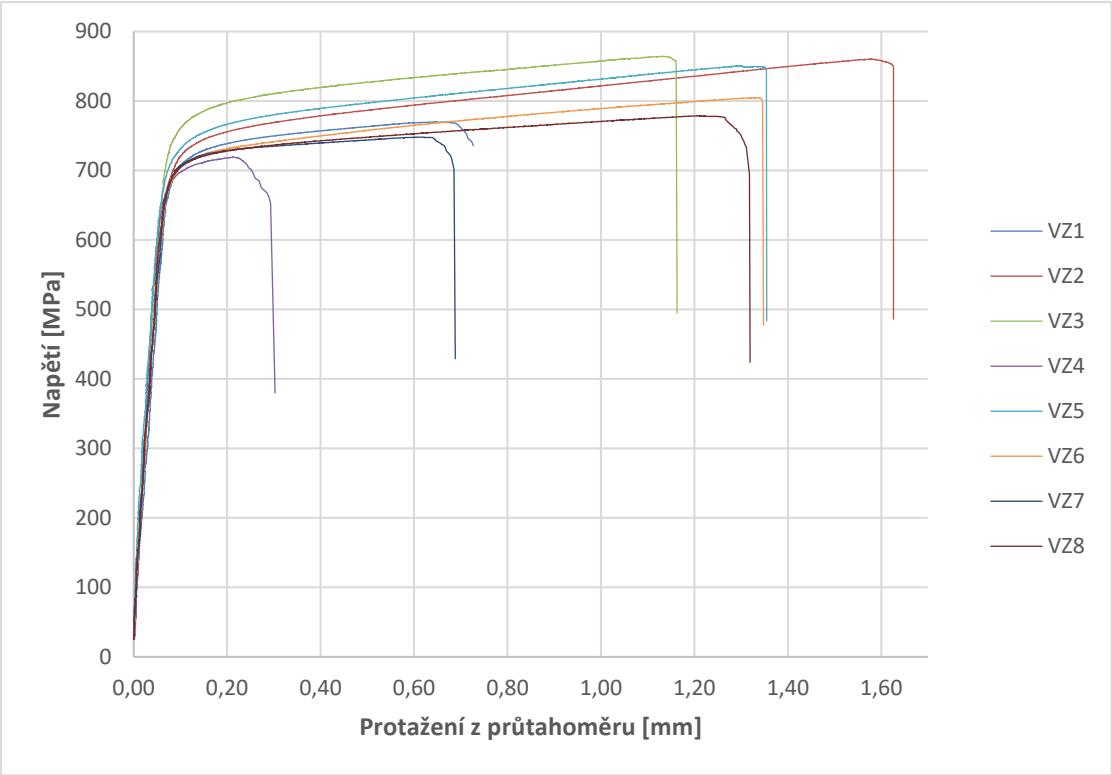
Obr. 16 Trhací zařízení Instron ze série 5900 [29]

Graf 2 zobrazuje průběh tahových zkoušek. Je zde vidět, že vzorky VZ1, VZ4 a VZ7 vykazují horší mechanické vlastnosti, zejména tažnost.

Byly měřeny konkrétně hodnoty meze kluzu $R_{p0,2}$, meze pevnosti R_m, tažnost A a Youngův modul pružnosti E. Obě skupiny byly sloučeny do jedné tabulky, jelikož nebyl zjištěn vliv rychlosti zatěžování na mechanických vlastnostech. V tab. 9 jsou výsledky tahových zkoušek.

Tab. 9 Výsledky z tahových zkoušek

Vzorek	Rychlost zatěžování [mm/min]	Rp0,2 [MPa]	Rm [MPa]	A [%]	E – Young Modul [GPa]
VZ1	0,05	717	770	2,8	227,92
VZ2	0,05	727	860	6,5	265,87
VZ3	0,5	767	864	4,5	295,53
VZ4	0,05	699	719	1	300,32
VZ5	0,05	731	850	5,2	327,52
VZ6	0,5	711	804	5,2	262,22
VZ7	0,5	712	748	2,5	255,06
VZ8	0,5	710	779	5	266,59



Graf 2 Tahový diagram

Elastická část křivky je u všech vzorků podobná. Mez kluzu se pohybuje od 699 MPa do 767 MPa. Hodnoty pevnosti v tahu jsou v rozmezí 719 MPa až 864 MPa. Tažnost od 1 % do 6,5 % a Youngův modul od 227,92 GPa do 327,52 GPa. Nejvyšších hodnot meze kluzu a pevnosti v tahu dosahoval vzorek VZ3 a nejnižších vzorek VZ4.

Obr. 17 Přetržený vzorek VZ3 pro tahovou zkoušku

4.3 Zkouška rázem v ohybu

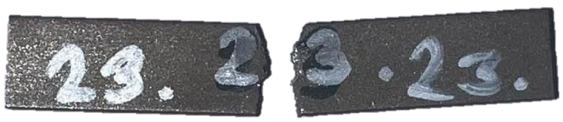
Zkouška byla provedena v souladu s normou ČSN EN ISO 148-1.

Rozměry vzorku byly 5x10x55 mm a vrub byl typu V. Vzorky byly rozděleny na dvě skupiny. Na skupinu, která byla přeražena za pokojové teploty a na skupinu, která byla přeražena za teploty 70 °C. Rozdělení vzorků a výsledky absorbovaných energií viz. tab. 10. Dále pak graf 3, který ukazuje hodnoty absorbovaná energie na posunutí a graf 4 který ukazuje zatížení na posunutí.

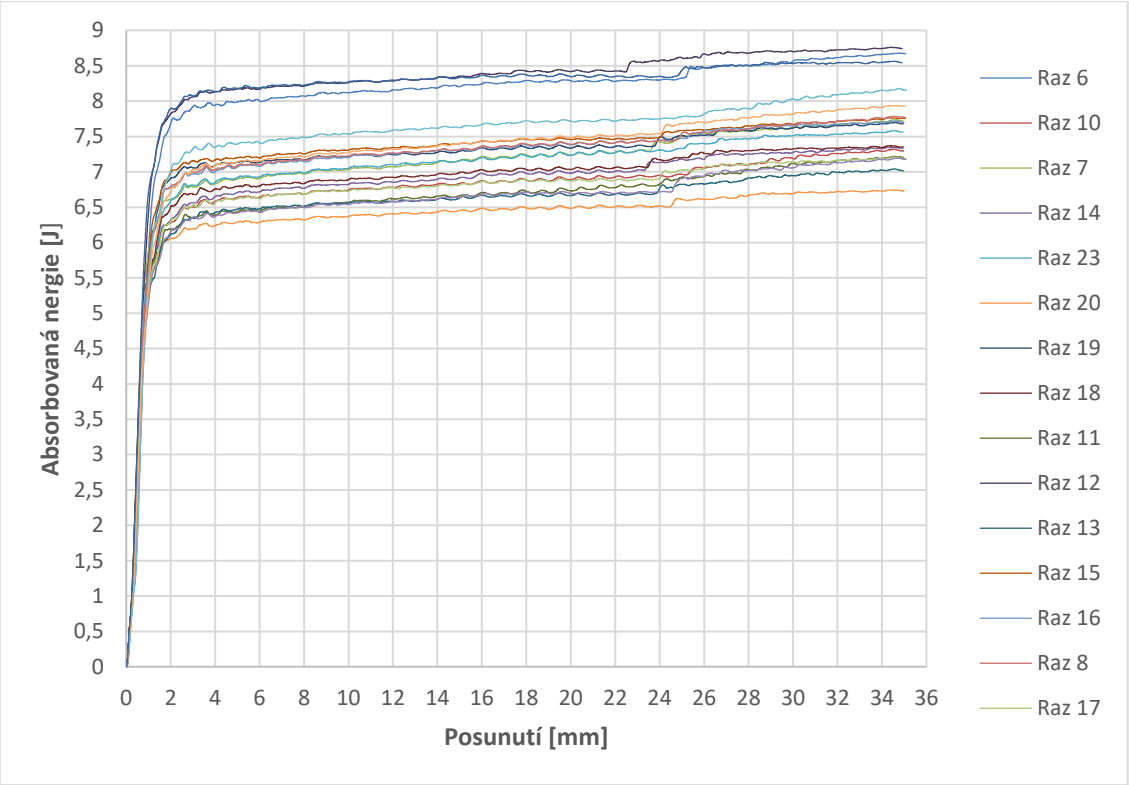
Na obr. 18 je vidět přeražený vzorek. Všechny vzorky se chovaly křehce.

Tab. 10 Rozdělení vzorků do skupin a jejich spotřebovaná energie

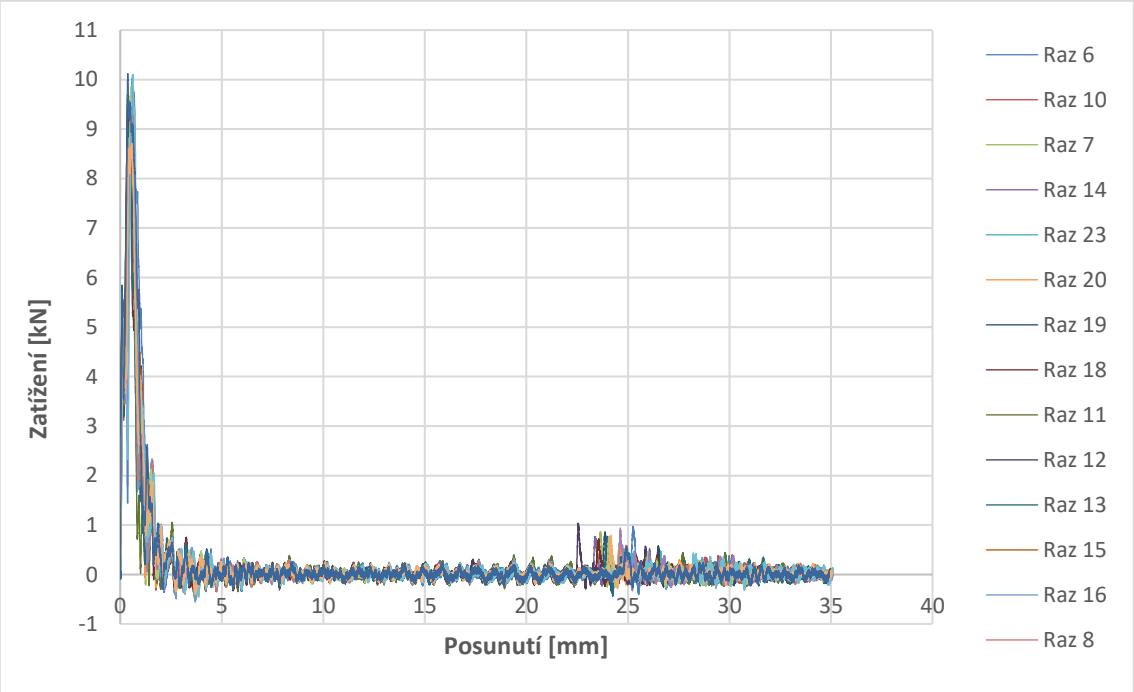
Sk.1 Teplota 23 ± 5 °C	Absorbovaná energie [J]	Sk.2 Teplota 70 ± 2 °C	Absorbovaná energie [J]
Raz 6	7,7628	**Raz 8**	6,7646
Raz 7	6,1697	**Raz 9**	6,2018
Raz 10	6,2534	**Raz 15**	7,03
Raz 11	5,8588	**Raz 16**	6,7577
Raz 12	7,8458	**Raz 17**	6,2536
Raz 13	6,1266	**Raz 21**	7,9034
Raz 14	6,7634	**Raz 22**	7,119
Raz 18	6,3636	**Raz 24**	6,7815
Raz 19	6,906		
Raz 20	5,624		
Raz 23	6,8339		



Obr. 18 Vzorek Raz 23 z rázové zkoušky



Graf 3 Spotřebovaná energie na posunutí



Graf 4 Zatížení na posunutí

4.4 Metalografie vzorků

U všech přetržených těles byla u jedné z polovin provedena metalografie. Vzorky z tahových zkoušek byly již využity v jiném projektu, byly již zalisované a elektrolyticky naleptané. Metodicky byly podélně rozbroušeny na půl a jedna z polovin byla zalisována za tepla do fenolové pryskyřice viz. obr. 19. a poté broušeny do stavu leštění a elektrolyticky naleptány. Vzorky po elektrolytickém leptání nebyly ve stavu vhodném pro prahování pórů z výbrusu a z tohoto důvodu se musely znovu přebrousit a naleštit.

Obr. 19 Štítek z krabice pro fenylovou pryskyřici

Výbrusy u rázových zkoušek byly provedeny pouze u vzorků 6, 7, 8, 9, 11, 12, 15, 17, 20. Vzhledem k omezenému času byly vybrány reprezentativní vzorky, které pokrývají měřený rozsah absorbovaných energií. Vzorky byly zalisovány za tepla do pryskyřice s uhlíkovým práškem viz. obr. 20. za účelem možnosti pořízení snímků z lomové plochy v elektronovém mikroskopu. Po zalisování byly vzorky broušeny až do stavu vyleštění.

Obr. 20 Struers PolyFast pryskyřice

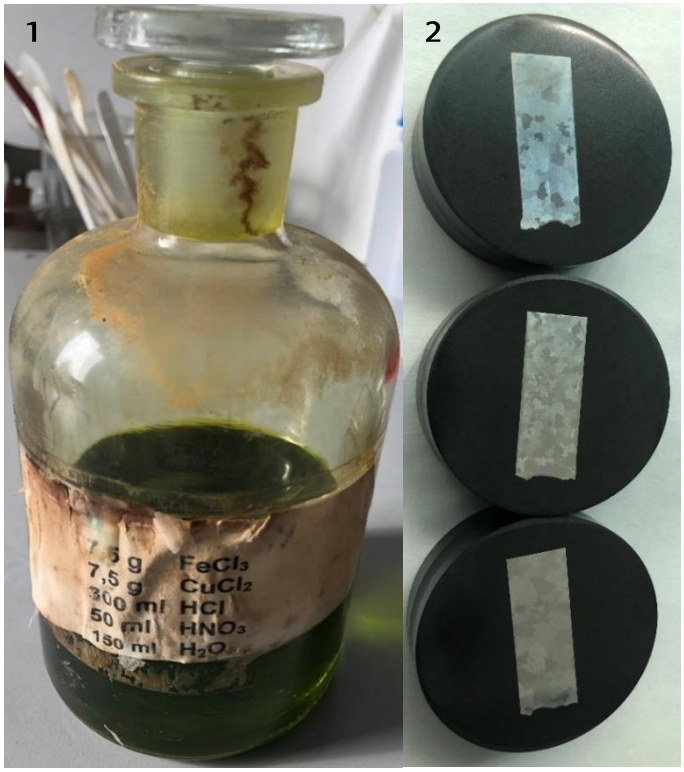
4.5 Měření velikosti zrna vzorků

Náhodně vybrané vzorky z rázových zkoušek 6, 7, 15 byly naleptány roztokem kyselin značený N za účelem zvýraznění hranic zrn. Složení roztoku a naleptané vzorky jsou na obr. 21. Vzorek byl před leptáním očištěn denaturovaným lihem, pak na 3 sekundy ponořen do kyseliny a poté rychle opláchnutý pod tekoucí vodou, aby nedošlo k přeleptání. Vzorky byly v naleptaném stavu vyfoceny na stereomikroskopu (makro + průsečíková metoda) a mikroskopu Zeiss Neophot 32 (mikrostruktura). Složení roztoku kyseliny je 7,5g $FeCl_3$, 7,5 g $CuCl_2$, 300 ml HCl, 50ml HNO_3, 150 ml H_2O.

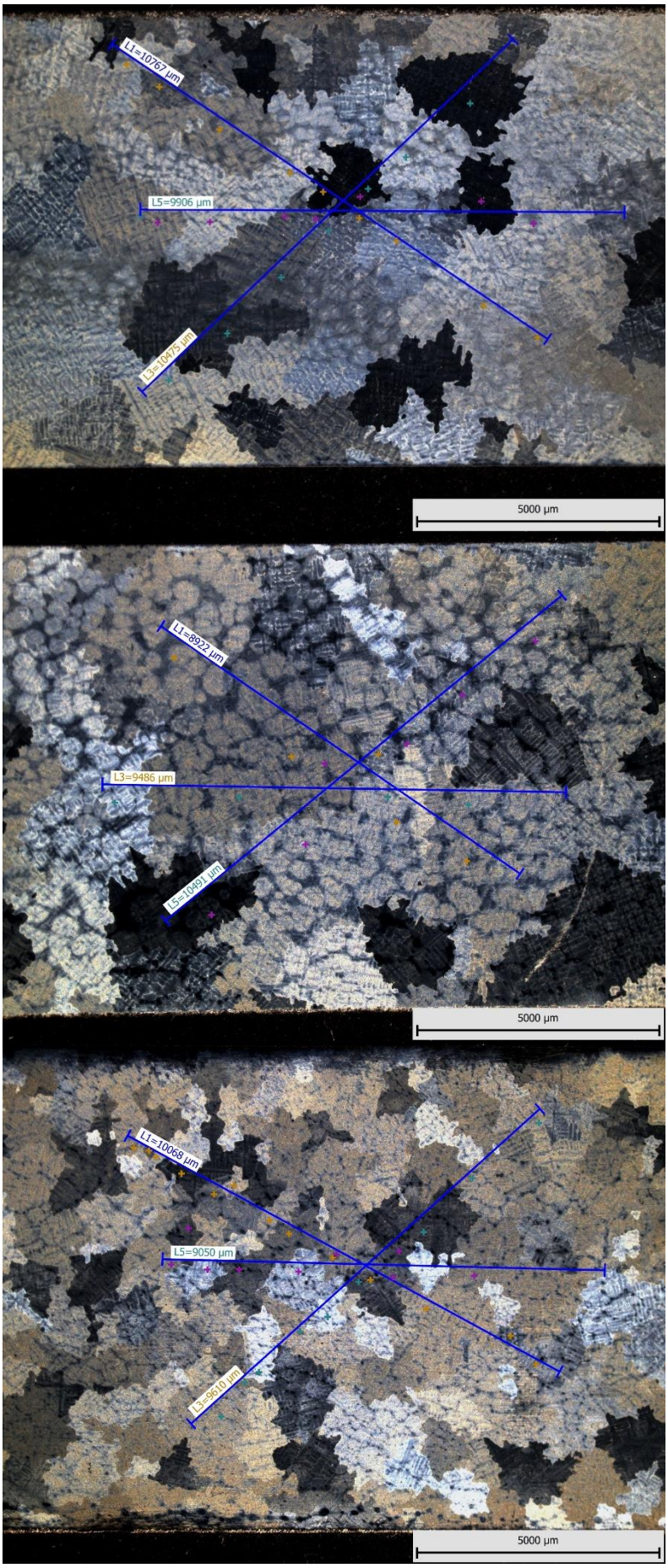
Měření velikosti zrna bylo provedeno průsečíkovou metodou viz. obr. 22 v souladu s normou ČSN EN ISO 643. V tab. 13 je znázorněna velikost zrna vzorků s průměrem 1,324 mm.

Tab. 11 Zrnitost mikrostruktury

Vzorek	Velikost zrna [mm]
6	1,31
7	1,678
15	0,983
Průměrná velikost zrna	**1,324**



Obr. 21 1) Roztok kyselin pro zvýraznění hranic zrn 2) Naleptané vzorky



Obr. 22 Průsečíková metoda vzorků 6, 7, 15

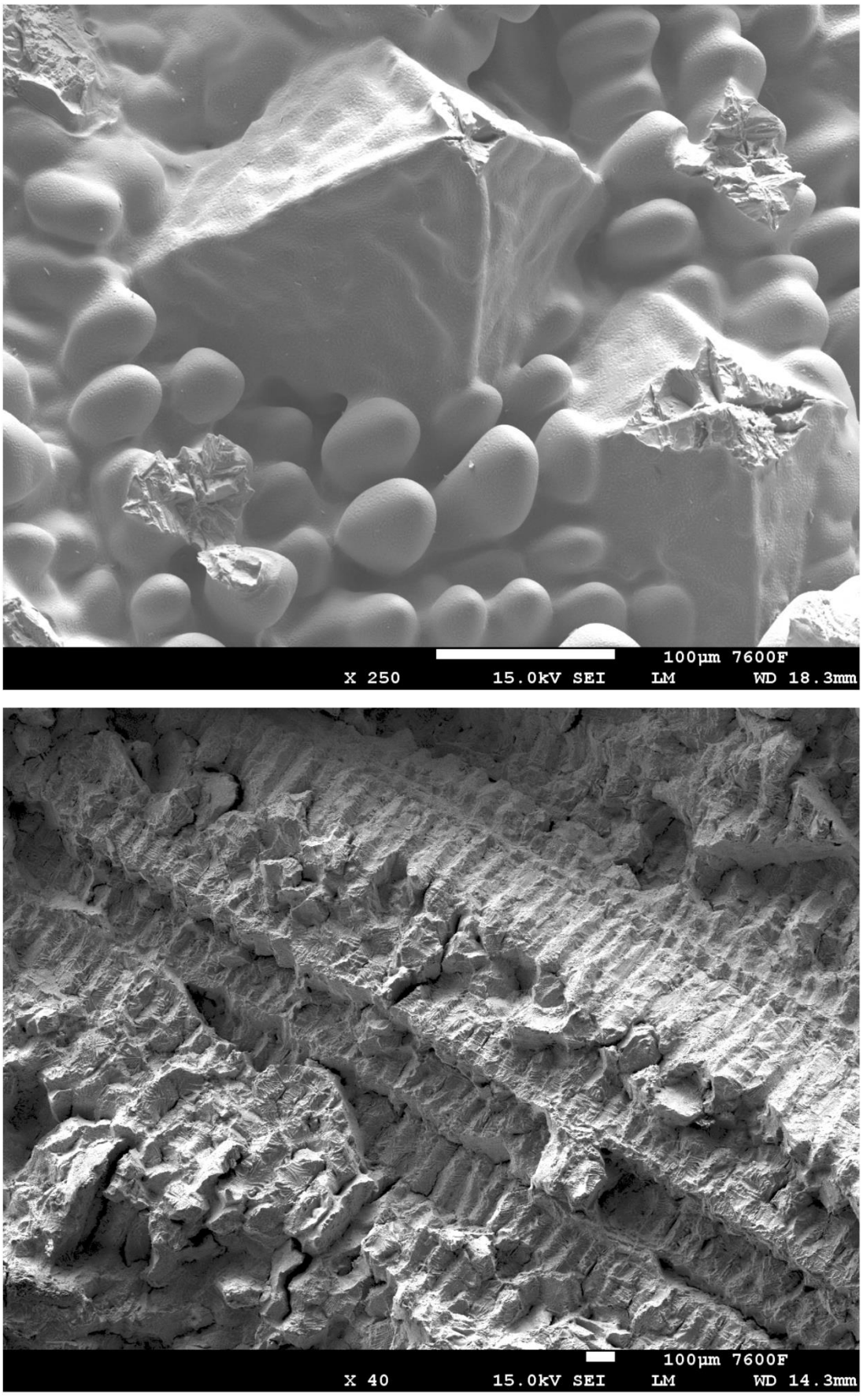
4.6 SEM

Dále bylo pořízeno několik snímků z lomové plochy za pomocí elektronového mikroskopu JEOL JSM-7600F viz. obr. 23.

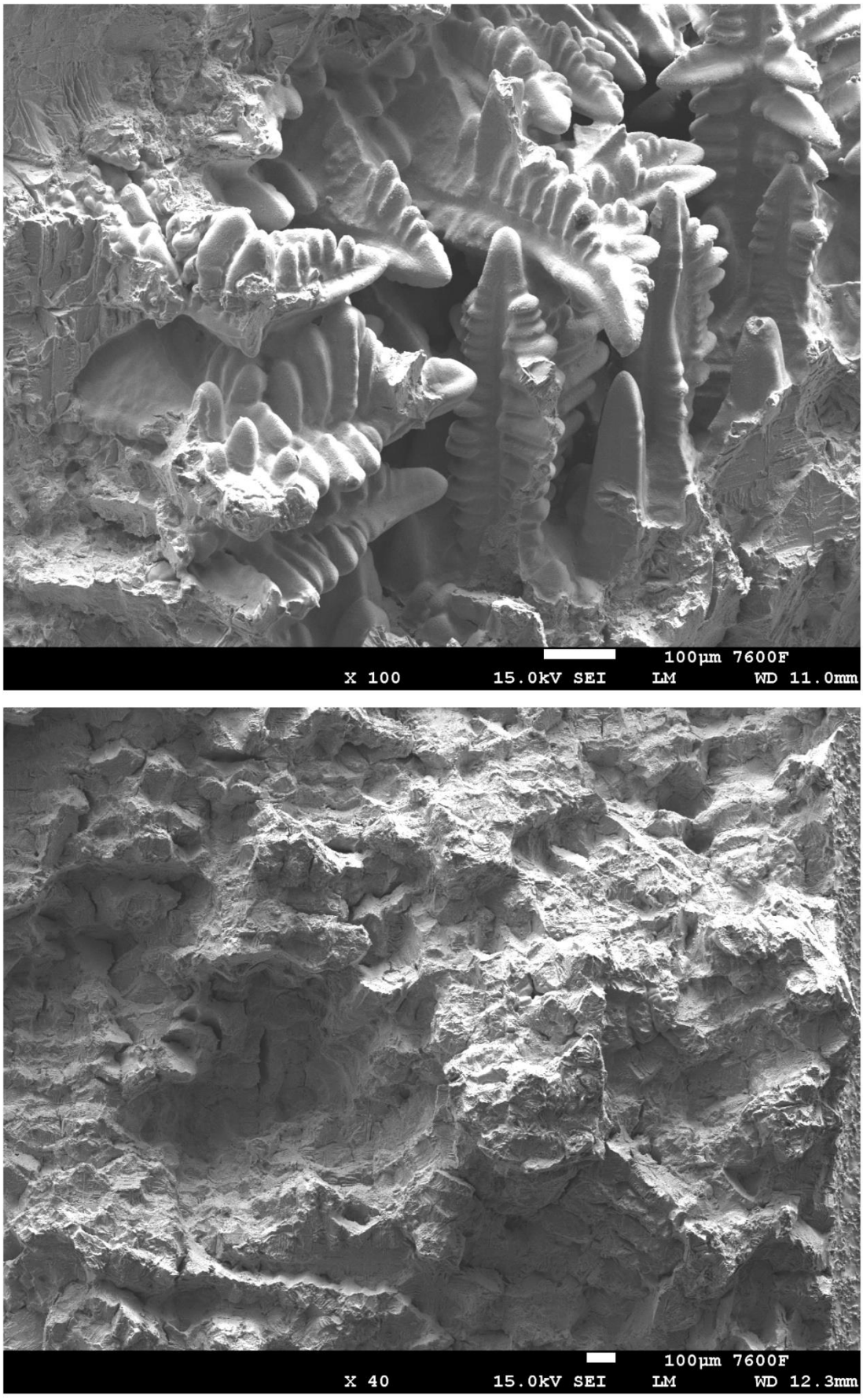
Obr. 23 Elektronový mikroskop JEOL JSM-7600F

Snímky byly pořízeny v módu SEI (Secondary electron images) metodou LM (Lagrangeův multiplikátor). Na obr. 24 sestupně ve tvaru pyramidy je vidět primární dendrit. Hladkost povrchu ukazuje, že jde o dutinu z taveniny. Hrubé části na špičkách jsou důsledkem přetržení tyče. Na dalším snímku je jasně vidět lomová plocha, která se štěpila podél růstu dendritů. Tmavé části jsou trhliny pravděpodobně způsobené mechanickou deformací.

Na obr. 25 sestupně jsou vidět rostlé dendrity. V tomto případě se zase jedná o dutinu, tudíž by se pravděpodobně mohlo jednat o staženinu na hranici zrna. Hrubé části jsou způsobené lomem při rázové zkoušce. Na dalším snímku je vidět dolomená plocha až k V vrubu. Lom šel skrze dendrity.



Obr. 24 SEM Lomová plocha ze vzorku pro tahovou zkoušku



Obr. 25 SEM Lomová plocha ze vzorku pro rázovou zkoušku

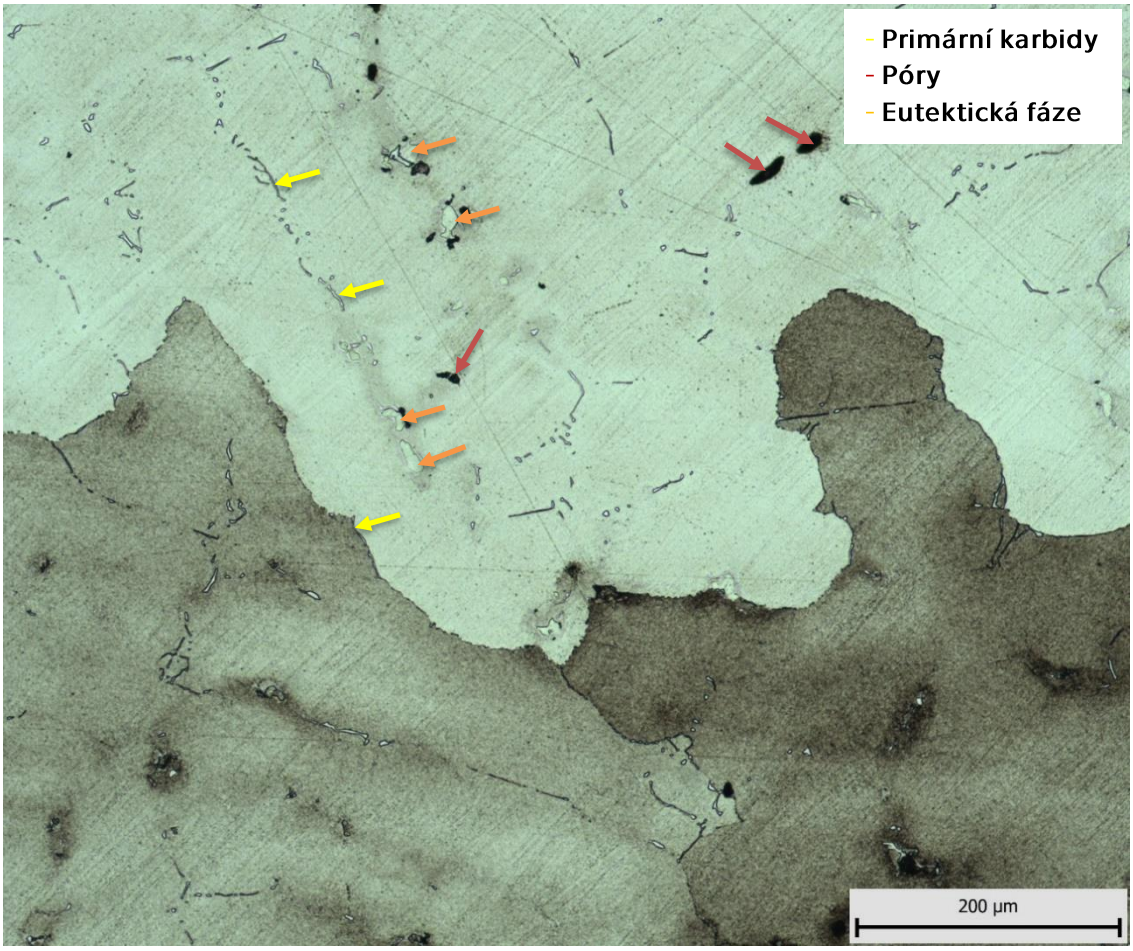
4.7 Obrazová analýza staženin z výbrusů

Snímky byly pořízené na světelném metalografickém mikroskopu ZEISS Neophot 32 viz. obr. 26, který je vybavený CCD kamerou. Rozpětí zvětšení je od 25x až 1000x a pomocí imerzních objektivů až 1200x. Pozorování je možné jak ve světlém, tak i tmavém poli pomocí polarizovaného světla. K zařízení je přistaven počítač se softwarem NIS Elements Advanced Research.

Obr. 26 Světelný metalografický mikroskop Zeiss Neophot 32

Pro každý vzorek bylo vyfoceno celkem 6 snímků z nichž byl jeden z části výbrusu pod lomovou plochou a zbytek z celkové plochy výbrusu vzorku. Vyfocené snímky byly uložené ve formátu .TIFF a byly manuálně naprahovány z důvodu přesnějšího vyhodnocení a vyvarování se chybě zaměnění s jiným objektem. Výsledná data byla exportována do softwaru Microsoft Excel.

Dále byla pořízena fotografie mikrostruktury vzorku, který byl naleptaný pro zvýraznění hranic zrn. Na obr. 27 jsou zvýrazněny primární karbidy, póry a eutektická fáze γ-γ′. Póry se ve struktuře tvoří spíše na hranici sekundárních dendritů a hranic zrn.



Obr. 27 Mikrostruktura hranice zrn

4.7.1 Data z prahování výbrusu vzorků pro tahové zkoušky

Tab. 12 Vyhodnocení obrazové analýzy pórů v oblasti pod lomem

Vzorek lom	ROI snímků pro lom	Počet póru	% podíl pórů
VZ1	6010721,544	10	0,096
VZ2	7667876,51	19	0,096
VZ3	6785859,433	11	0,096
VZ4	4913068,198	10	0,100
VZ5	7438949,858	73	0,462
VZ6	7411729,24	23	0,066
VZ7	8383168,805	37	0,116
VZ8	11541396,06	35	0,182

Tab. 13 Vyhodnocení prahování z výbrusu vzorků v oblasti mezi závitovou částí a oblastí lomu

Vzorek plocha	ROI snímků	Průměrný počet póru	Průměrný % podíl
VZ1	4201641,6	17,6	0,267
VZ2	4201641,6	23,6	0,172
VZ3	4201641,6	27,6	0,165
VZ4	4201641,6	40,2	0,259
VZ5	4201641,6	27,5	0,436
VZ6	4201641,6	17,2	0,144
VZ7	4201641,6	31,6	0,239
VZ8	4201641,6	23	0,181

Z porovnání tabulek je zřejmé, že v oblasti lomu je menší podíl porozity a menší počet pórů, což by mohlo být důsledkem deformací.

4.7.2 Data z prahování výbrusu vzorků pro rázové zkoušky

Z hlediska nízkých a velmi podobných hodnot spotřebované energie nemělo význam zpracovávat vzorky z rázových zkoušek z výbrusů viz. tab. 10. V rámci experimentu bylo úsilí soustředěno na tahové zkoušky.

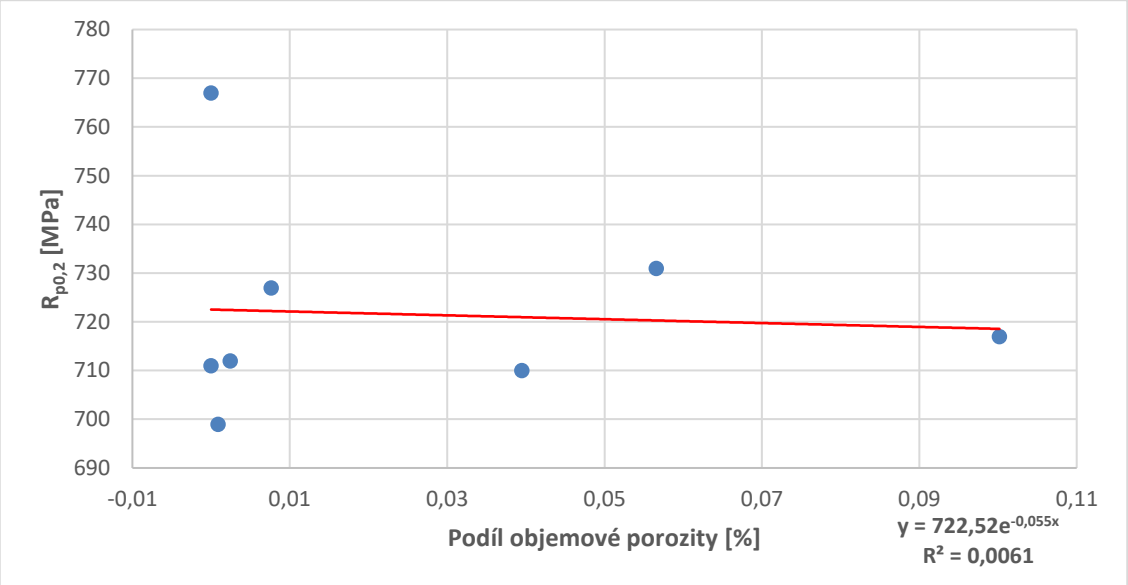
4.8 Statistické vyhodnocení

Ve statistickém vyhodnocení byly porovnány výsledky ze zkoušek s výsledky z CT a výsledky naprahování pórů z výbrusů. Bylo provedeno porovnání metod vyhodnocení porozity a porovnání největší vady ve vzorcích z tahových zkoušek.

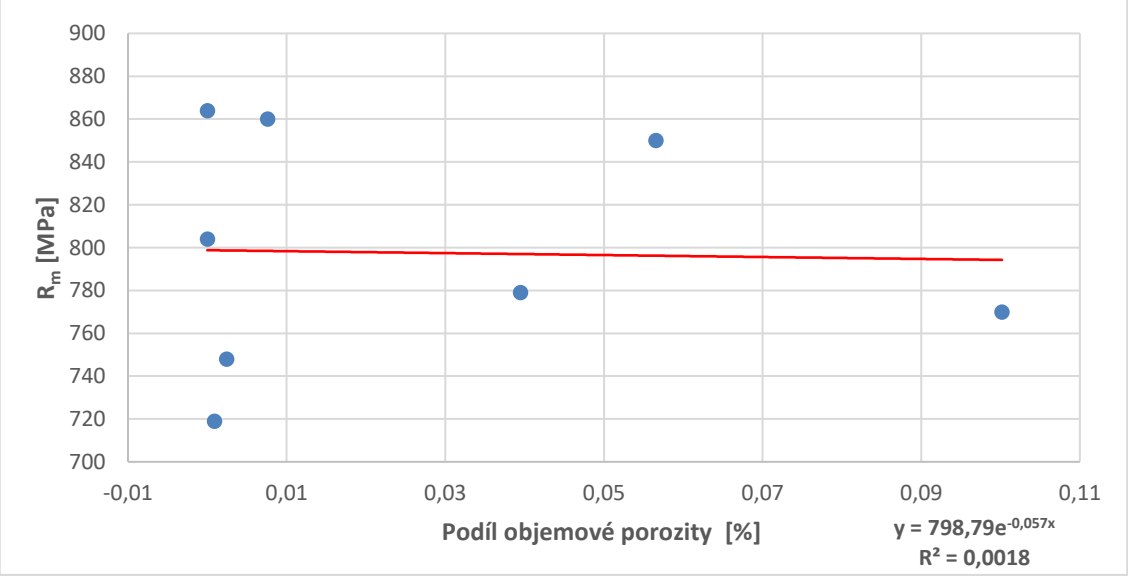
4.8.1 Porovnání tahových zkoušek

4.8.1.1 Mechanické vlastnosti na podílu objemové porozity

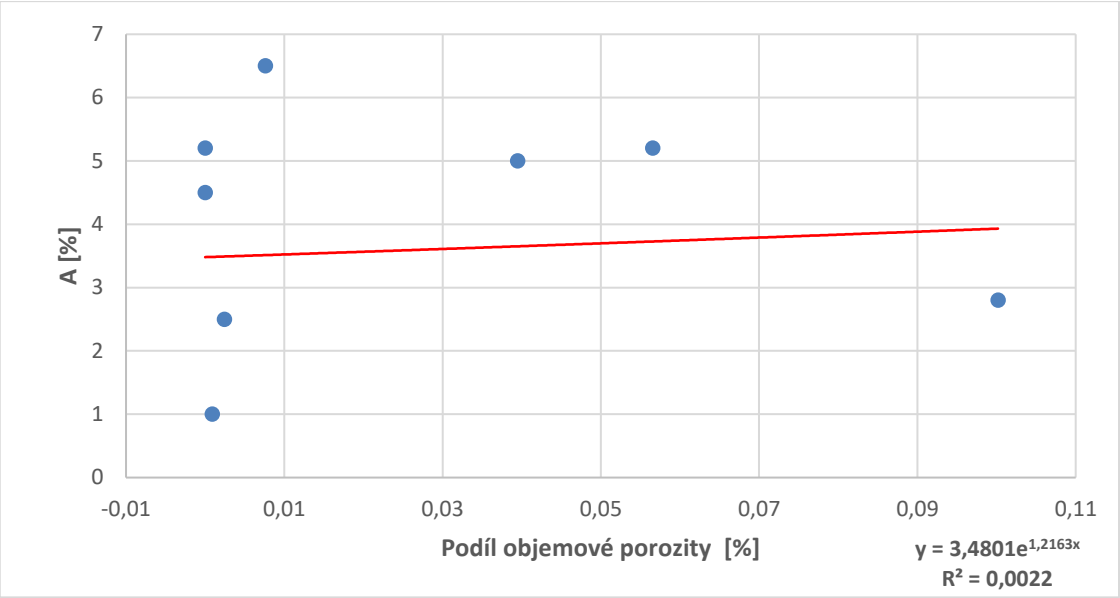
Z výsledků CT a tahových zkoušek byly sestrojeny grafy závislosti $R_{p0,2}$, R_m, A, E na podílu objemové porozity.



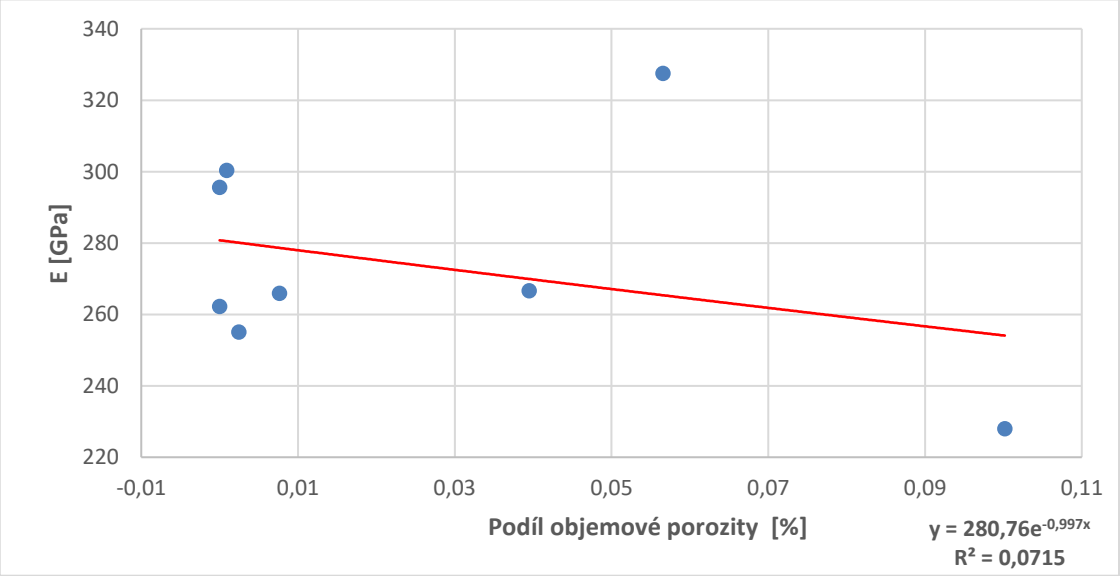
Graf 5 Mez kluzu na podílu objemové porozity



Graf 6 Pevnost v tahu na podílu objemové porozity



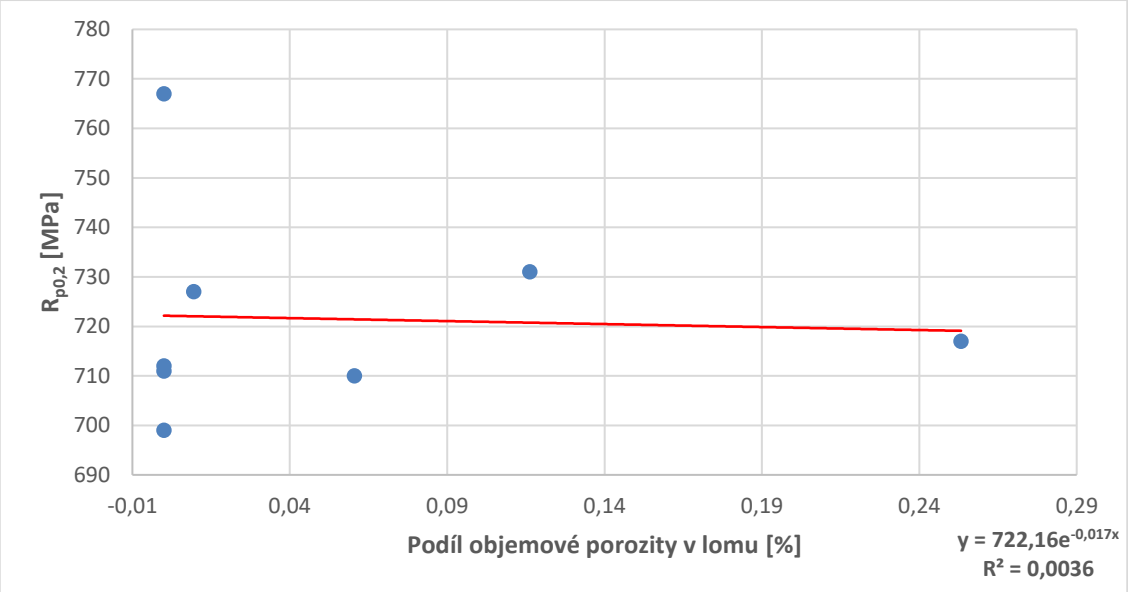
Graf 7 Tažnost na podílu objemové porozity



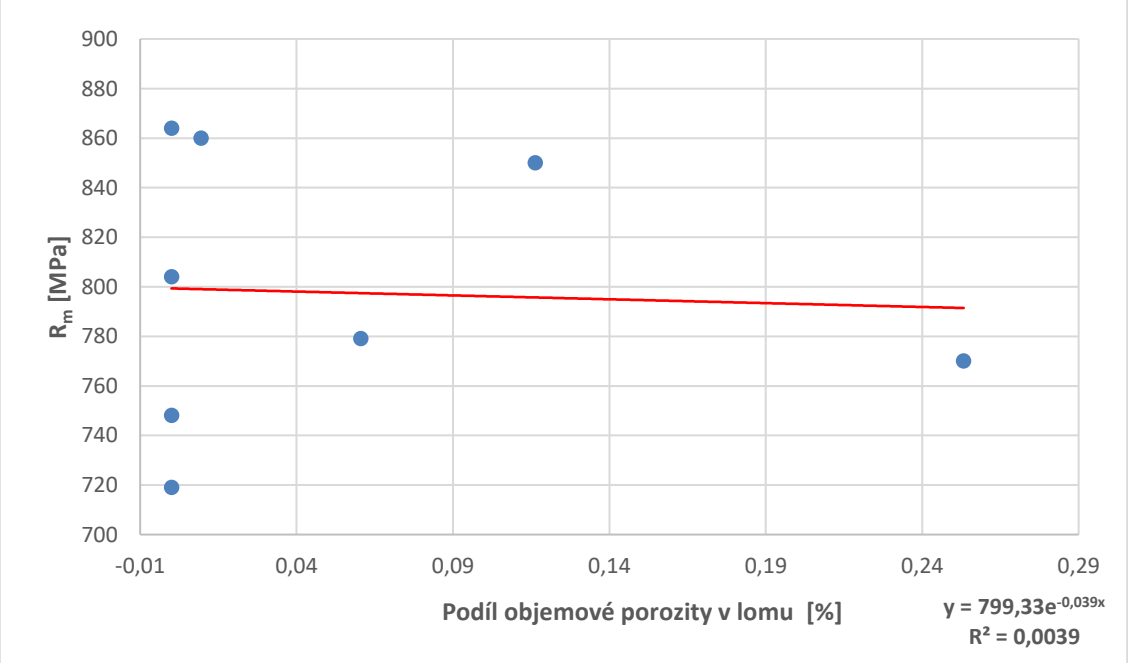
Graf 8 Modul pružnosti na podílu objemové porozity

4.8.1.2 Mechanické vlastnosti na podílu objemové porozity v lomu

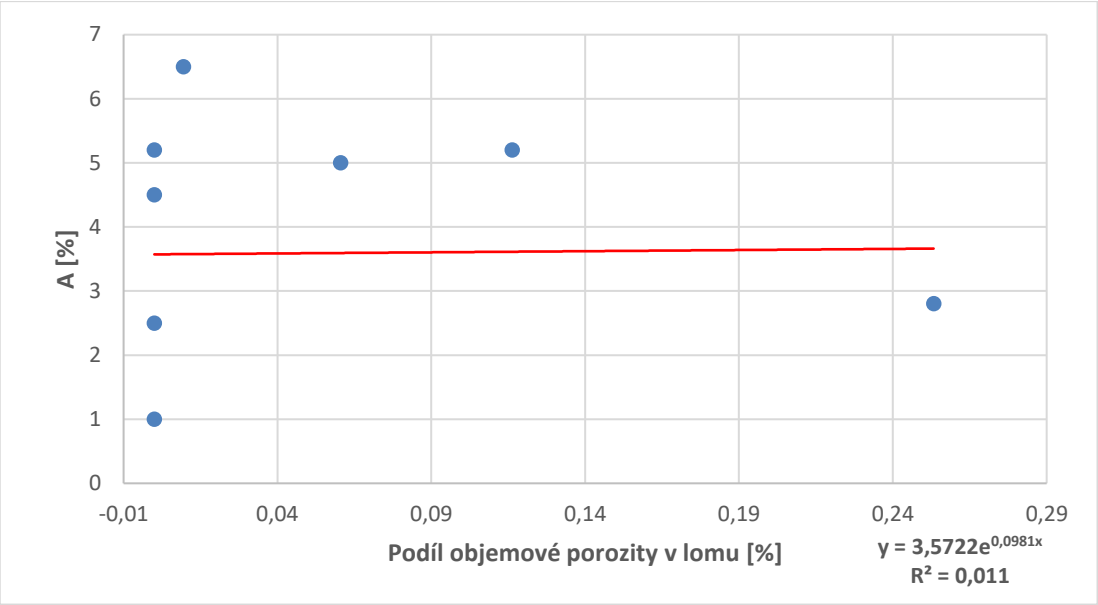
Z výsledků CT a tahových zkoušek byly sestrojeny grafy závislosti $R_{p0,2}$, R_m, A, E na podílu objemové porozity v lomu.



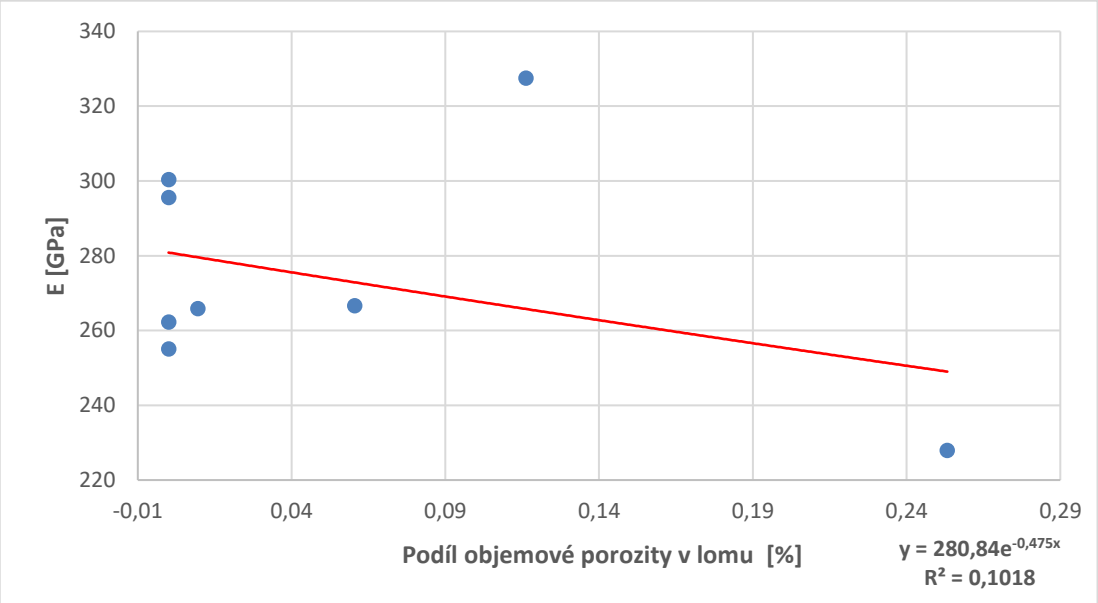
Graf 9 Mez kluzu na podílu objemové porozity v oblasti lomové plochy



Graf 10 Pevnost v tahu na podílu objemové porozity v oblasti lomové plochy



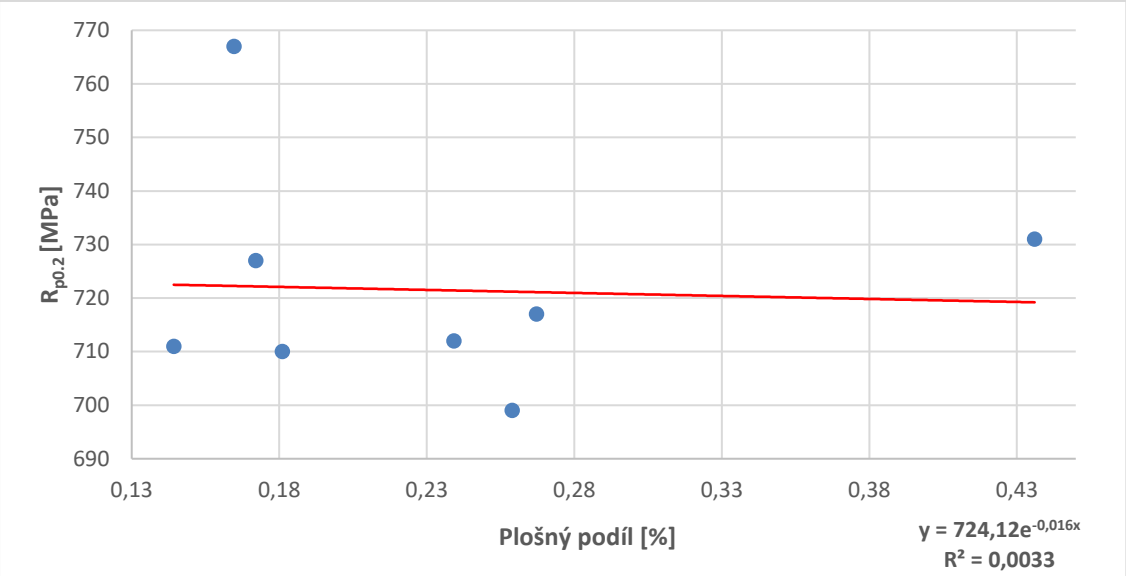
Graf 11 Tažnost na podílu objemové porozity v oblasti lomové plochy



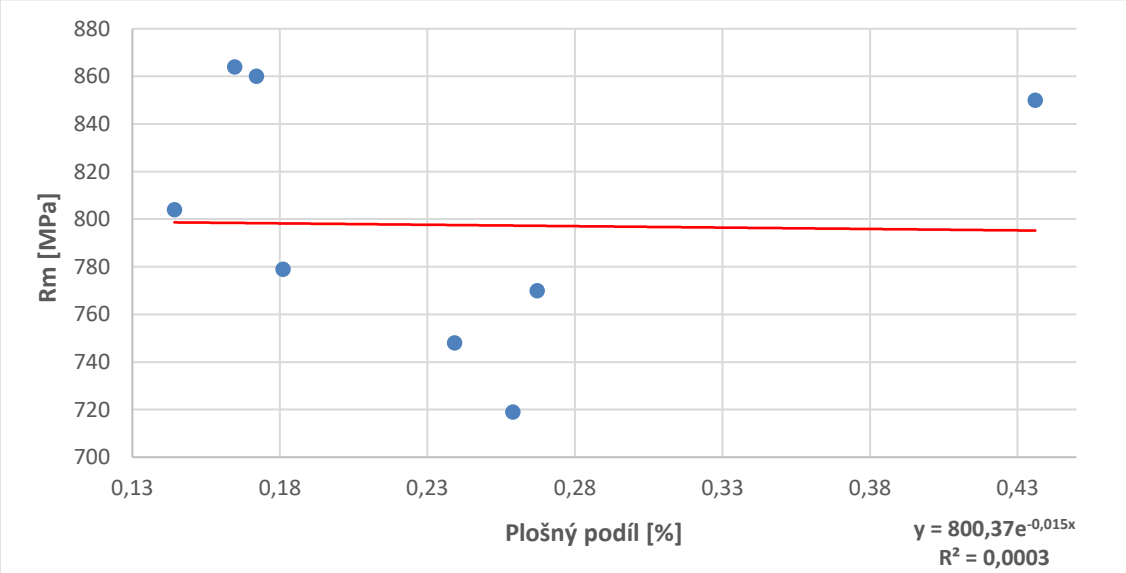
Graf 12 Modul pružnosti na podílu objemové porozity v oblasti lomové plochy

4.8.1.3 Porovnání mechanických zkoušek na podílu plošné porozity

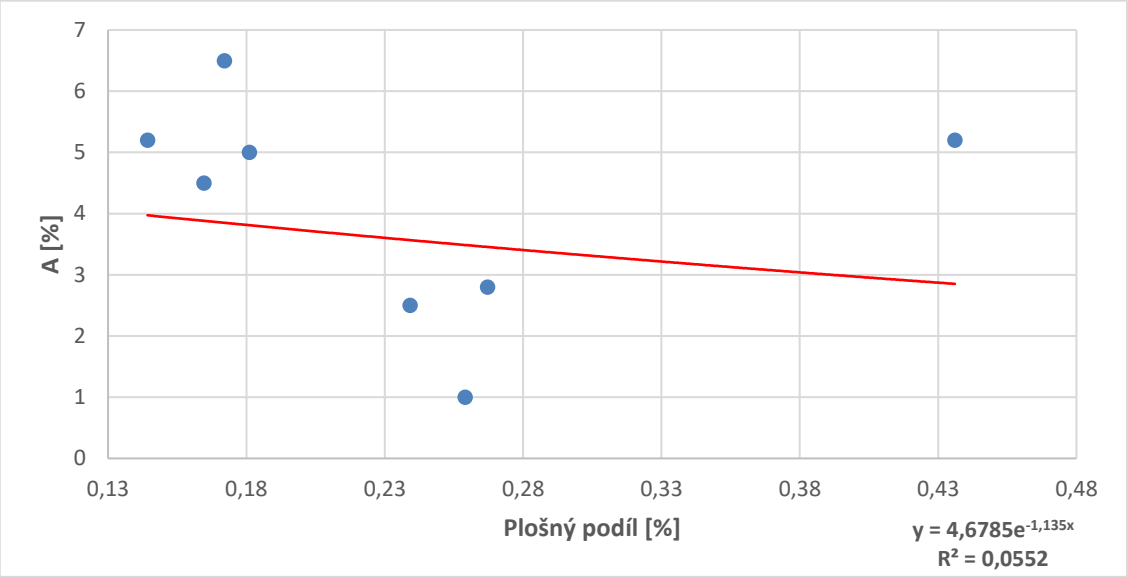
Z výsledků obrazové analýzy a tahových zkoušek byly sestrojeny grafy závislosti $R_{p0,2}$, R_m, A, E na podílu plošné porozity z výbrusu.



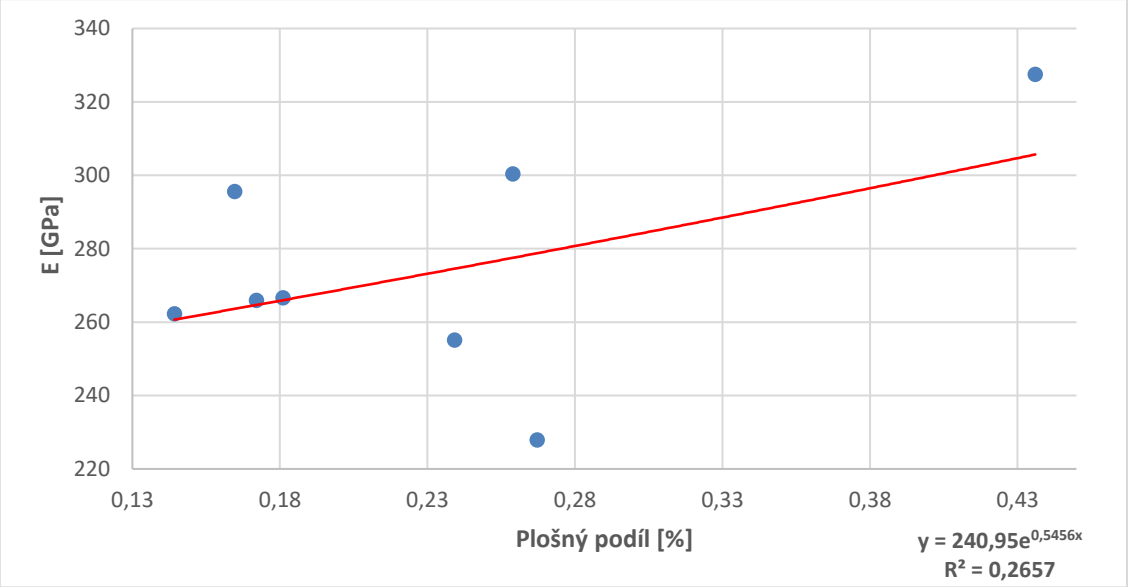
Graf 13 Mez kluzu v závislosti na plošném podílu porozity z výbrusu



Graf 14 Mez pevnosti v závislosti na plošném podílu porozity z výbrusu



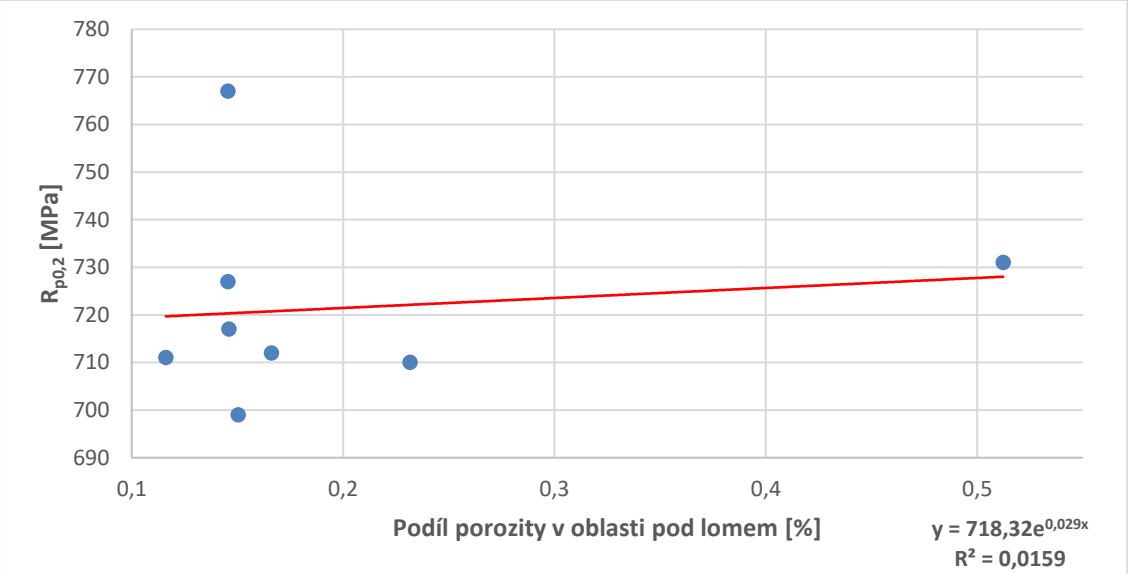
Graf 15 Tažnost v závislosti na plošném podílu porozity z výbrusu



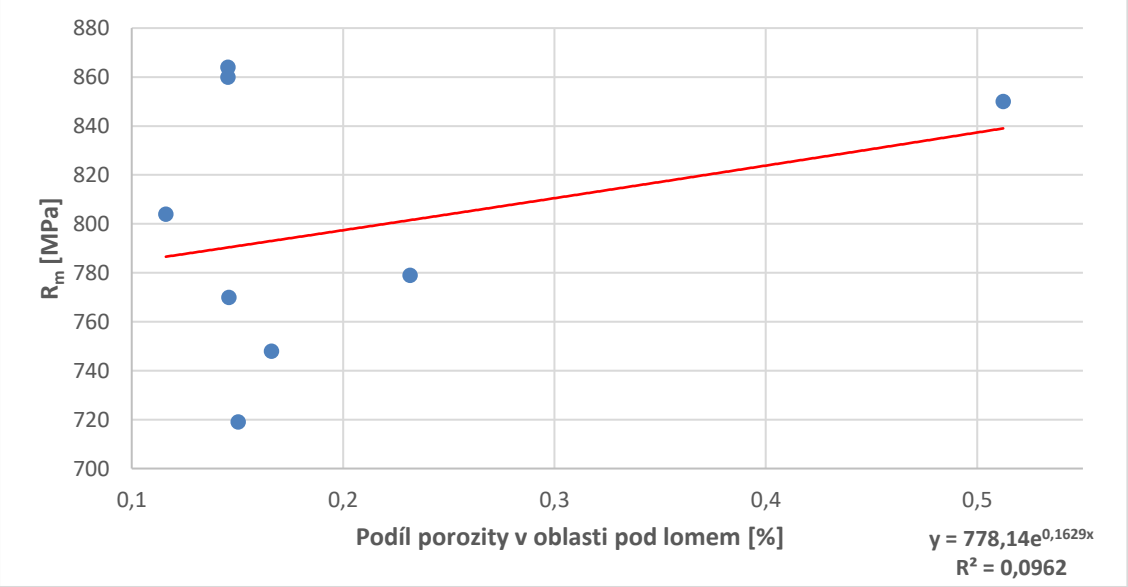
Graf 16 Modul pružnosti v závislosti na plošném podílu porozity z výbrusu

4.8.1.4 Porovnání mechanických zkoušek na podílu plošné porozity v oblasti pod lomem

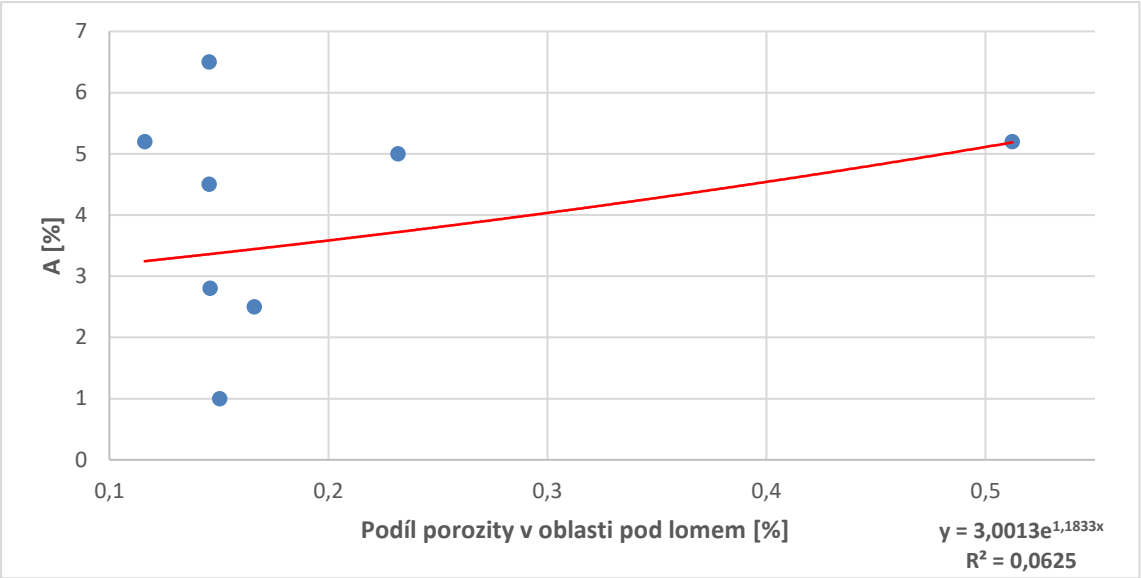
Z výsledků obrazové analýzy a tahových zkoušek byly sestrojeny grafy závislosti $R_{p0,2}$, R_m, A, E na podílu plošné porozity v lomu.



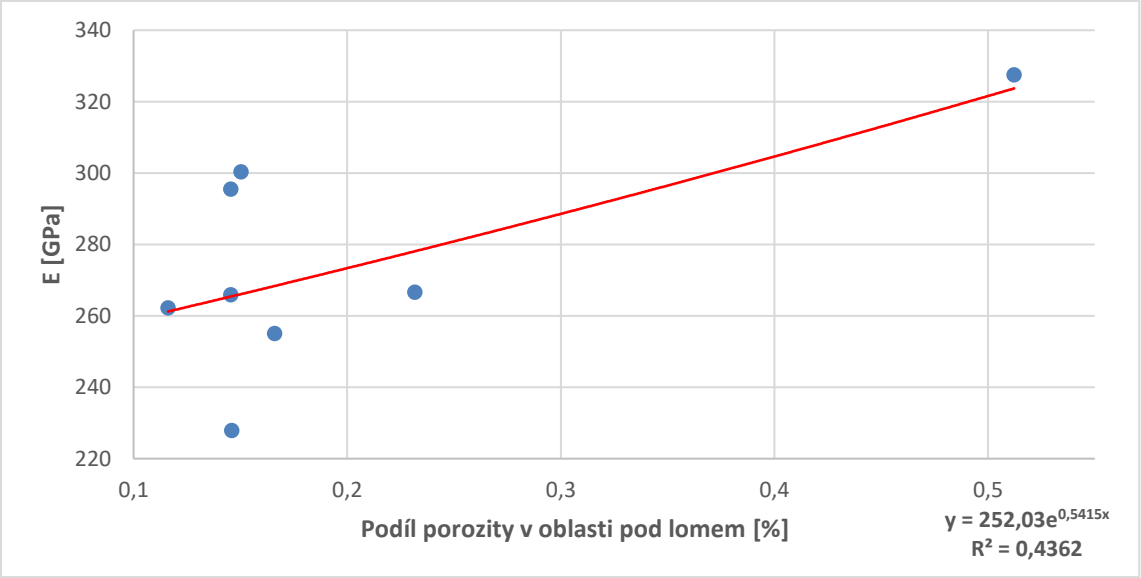
Graf 17 Mez kluzu v závislosti na plošném podílu porozity v oblasti pod lomem z výbrusu



Graf 18 Mez pevnosti v závislosti na plošném podílu porozity v oblasti pod lomem z výbrusu



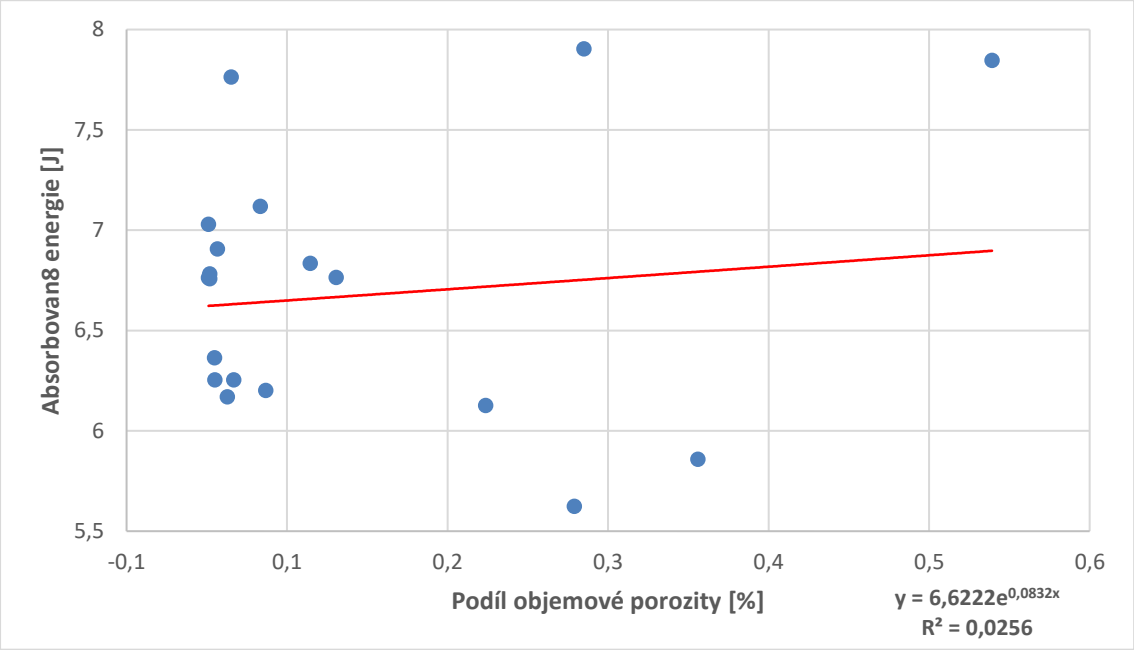
Graf 19 Tažnost v závislosti na plošném podílu porozity v oblasti pod lomem z výbrusu



Graf 20 Modul pružnosti v závislosti na plošném podílu porozity v oblasti pod lomem z výbrusu

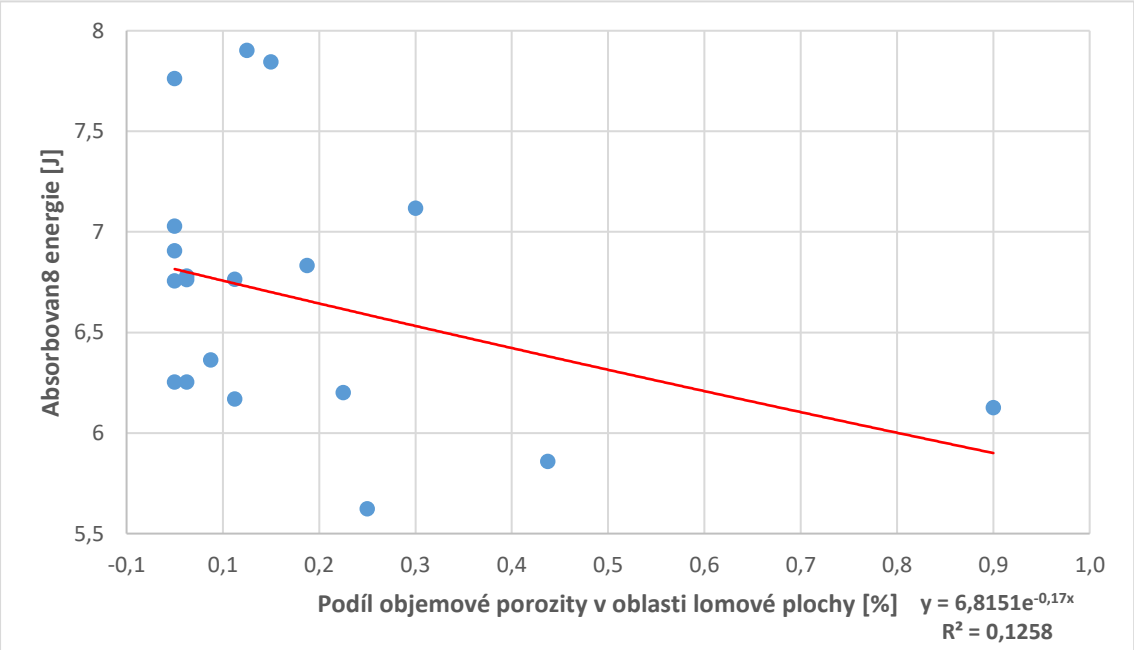
4.8.2 Porovnání rázových zkoušek s podílem objemové porozity

Vzhledem k výsledkům z rázových zkoušek byly skupiny vzorků sloučeny do jednoho grafu. Výsledky absorbované energie byly rozdílem teplot zanedbatelně ovlivněny.



Graf 21 Absorbovaná energie na podílu objemové porozity

Dále byl vytvořen graf závislosti spotřebované energie na podílu objemové porozity v okolí lomu.



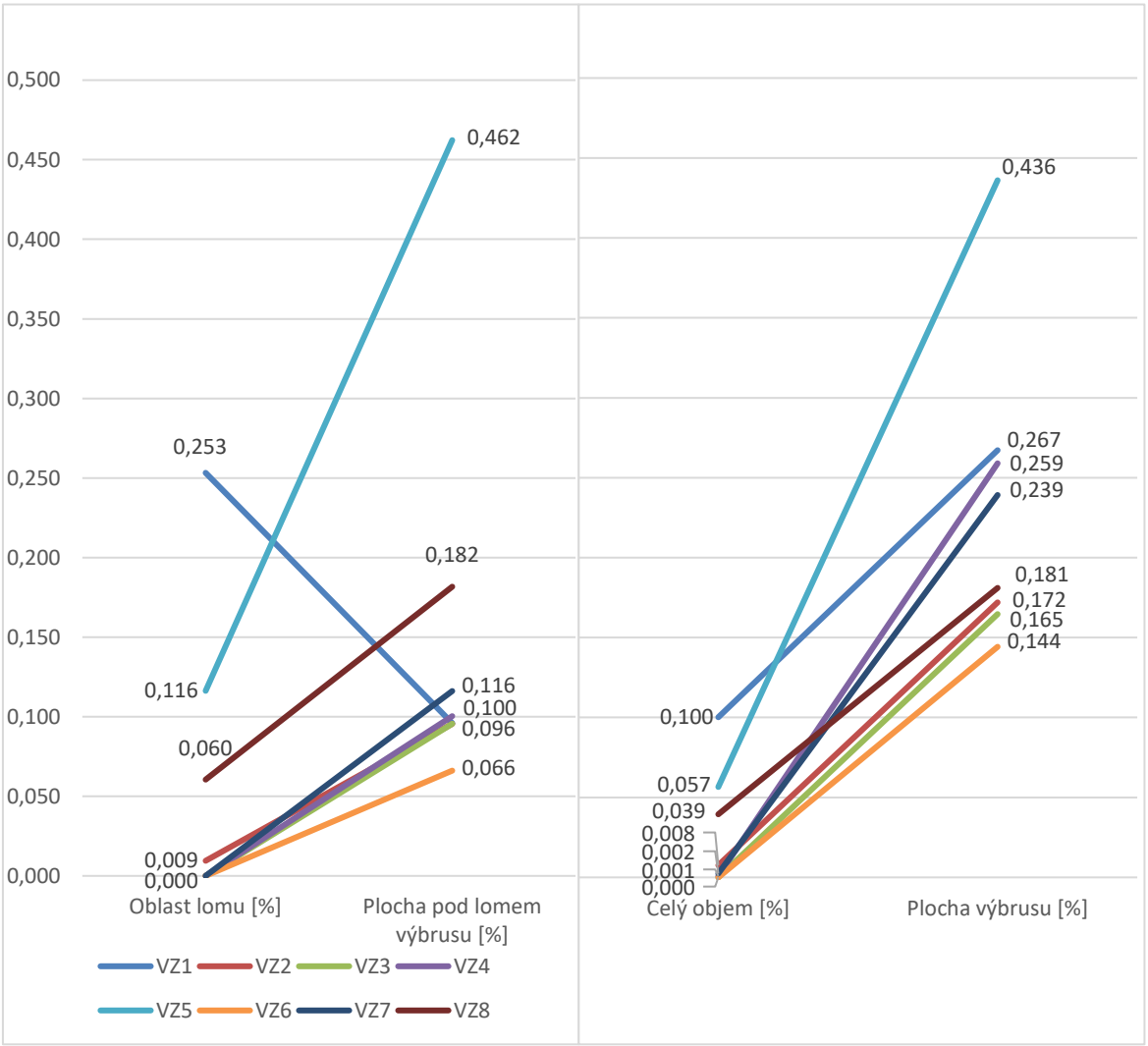
Graf 22 Absorbovaná energie na podílu objemové porozity v oblasti lomové plochy

4.8.3 Porovnání výsledků metod CT a prahování z výbrusů

Zde byly porovnány metody zjišťování podílu pórů ve struktuře.

Tab. 14 Porovnání metod analýzy porozity

Vzorky	CT – Oblast lomu [%]	Plocha pod lomem výbrusu [%]	CT – Celý objem [%]	Plocha výbrusu [%]
VZ1	0,253	0,096	0,100	0,267
VZ2	0,009	0,096	0,008	0,172
VZ3	0,000	0,096	0,000	0,165
VZ4	0,000	0,100	0,001	0,259
VZ5	0,116	0,462	0,057	0,436
VZ6	0,000	0,066	0,000	0,144
VZ7	0,000	0,116	0,002	0,239
VZ8	0,060	0,182	0,039	0,181
Průměr	**0,055**	**0,152**	**0,026**	**0,233**
Rozdíl	**0,1 %**		**0,2 %**	



Graf 23 Porovnání metod

Tab. 15 Porovnání místa výskytu největší vady

Vzorek	Největší pór v oblasti lomu [mm^3]	Největší pór v objemu [mm^3]	Největší pór v oblasti pod lomem [mm^2]	Největší por v ploše výbrusu [mm^2]
VZ1	0,094	0,094	0,001	0,005
VZ2	0,007	0,003	0,001	0,004
VZ3	0	0	0,001	0,005
VZ4	0	0,005	0,001	0,003
VZ5	0,016	0,035	0,004	0,023
VZ6	0	0	0,001	0,003
VZ7	0	0,007	0,001	0,003
VZ8	0,007	0,041	0,003	0,002

Z tab. 15 je vidět že vzorek VZ1 jako jediný má shodu největší vady v lomu z celého objemu. Vada ve vzorku VZ1 je největší nalezenou vadou u tahových vzorků.

5 Shrnutí výsledků

5.1 Objemová porozita

Objemová porozita byla změřena na vzorcích pro rázové a tahové zkoušky před mechanickými zkouškami. Porozita vzorků pro tahové zkoušky byla hodnocena v namáhané části vzorku ø5x40 mm a u vzorků pro rázové zkoušky v celém objemu 5x10x55 mm. U vzorků pro tahové zkoušky nejvyšších hodnot objemového podílu porozity nabýval vzorek VZ1 a to 0,1 % i včetně v oblasti lomové plochy 0,25 %. Vzorky VZ3 a VZ6 měli nejnižší hodnoty podílu v objemu 0 % a v lomové oblasti nejnižší podíl porozity 0% měli vzorky VZ3, VZ4, VZ6 a VZ7

U vzorků pro rázové zkoušky nejvyšších hodnot objemového podílu porozity nabýval vzorek Raz 12 0,489 % a nejnižších vzorky Raz 14 a Raz 15 ty měli hodnoty kolem 0,001 %. V objemové oblasti lomové plochy nejvyšších hodnot nabýval vzorek Raz 13 0,85 % a nejnižších hodnot 0 % měli vzorky Raz 6, Raz 10, Raz 15, Raz 16 a Raz 19. Porozita v objemové oblasti lomové plochy byla zpětně zjišťována až po mechanických zkouškách.

Měření, nastavení filtru, nastavení stroje a hustota měřeného materiálu může výrazně ovlivnit detekci vnitřních vad. Lze proto předpokládat že se ve vzorcích může nacházet o 0,05 % až 0,2 % více porozity, než bylo změřeno. [26]

5.2 Mechanické zkoušky

5.2.1 Tahová zkouška

Tahové zkoušky byly provedeny v souladu s normou ČSN EN ISO 6892−1 za pokojové teploty. Vzorky VZ2, VZ3, VZ5 vykazují nejvyšší mechanické vlastnosti. Mez kluzu se pohybuje od 699MPa do 767MPa. Pevnost v tahu se pohybuje od 719MPa do 864MPa. Tažnost od 1 % do 6,5 % a Youngův modul od 228GPa do 328GPa.

5.2.2 Rázové zkoušky

Rázové zkoušky byly provedeny v souladu s normou ČSN EN ISO 148-1.

Vzorky byly rozděleny do dvou skupin, první skupina byla testována za pokojové teploty a druhá skupina za teploty 70°C. Vzhledem v porovnání průměrné absorbované energie u obou skupin nebyl žádný markantní rozdíl 0,46 J a rozdílu nejvyšších hodnot 0,05 J u vzorků Raz12 a Raz21. Proto byly obě skupiny následně řešeny jako jedna skupina. Nejvyšších hodnot nabýval vzorek Raz21 7,9 J a nejnižších hodnot nabýval vzorek Raz20 5,62J.

5.3 Obrazová analýza a plošná porozita

Vzhledem ke stavu vzorků na začátku práce mohou být výsledky zkreslené, a to z důvodů přeleptání mikrostruktury. Následky elektrolytického leptání nešlo zcela odstranit, a proto je možné že některé staženiny mohli být zaměněny s karbidy.

5.3.1 Podíl plošné porozity u vzorků z tahových zkoušek

Nejvyšší průměrný plošný podíl byl u vzorku VZ5 0,436 % a také v jeho lomové oblasti 0,462 %. Také se jedná o jediný vzorek, který má vyšší podíl pórů na lomové ploše než v celé ploše. Ostatní vzorky mají nižší podíl pórů v lomové ploše než v celkové ploše.

5.3.2 Podíl plošné porozity u vzorků z rázových zkoušek

Prahování pórů z výbrusu vzorků z rázových zkoušek nebylo provedeno z důvodu nízké prokazatelnosti vlivu staženin na absorbované energii.

5.3.3 SEM

Ze získaných snímků elektronového mikroskopu bylo zjištěno, že dutiny vzniklé na hranicích zrn a v mezi dendritických oblastech jsou spíše staženiny a tmavé protáhlé části jsou trhliny vzniklé vlivem deformace při mechanických zkouškách.

5.4 Výsledky z grafů

Z výsledků CT a tahových zkoušek byly sestrojeny grafy závislosti meze kluzu pevnosti, tažnosti a modulu pružnosti na podílu objemové porozity a podílu objemové porozity v oblasti lomové plochy. Dále byly popstány grafy závislosti výsledků z CT na absorbované energii.

Z výsledků trendu exponenciální funkce všechny grafy vykazují nízký koeficient korelace. Byly provedeny i pokusy o proložení různými typy křivek a všechny vedly k nízkému koeficientu korelace. Proto byla pro znázornění použita exponenciální funkce, jelikož je nejvíce rozšířená a dá se nejlépe popsat.

6 Diskuse

V práci byly využity dvě metody zjišťování porozity, a to objemová metoda CT a plošná metoda prahování.

Objemová metoda CT dokáže zjistit póry v celém objemu dílů bez jeho destrukce. Nevýhoda této metody spočívá v útlumu Roentgenova záření ve zkoušeném vzorku, který je závislý na hustotě dílu a tloušťce. Dále je důležité nastavení parametrů stroje a nastavení analýzy softwaru.

Plošná metoda dokáže zjistit póry a staženiny pouze z dobře předpřipravených výbrusů. To znamená vyleštěných, bez leptání a vyfocených v tmavém poli. Je zde vyšší náročnost na znalosti mikrostruktury a přípravy vzorků. Výhodou plošné metody je, že se jedná o přesnější vyhodnocení plošné porozity vzorku. Nevýhodou je že jde pouze o vyhodnocení lokálního místa vzorku, tedy plochy výbrusu, nikoliv v celém objemu vzorku. Samozřejmě je zde i vyšší výskyt lidské chyby, jelikož prahování je závislé na čistotě vzorků, pořízených snímků povrchu vzorku a manuální práci.

Obě metody mají své výhody i nevýhody. Naměřená data byla porovnána mezi sebou a bylo zjištěno, že podíl porozity je v průměru vyšší o 0,1 % z oblasti lomové plochy a o 0,2 % z oblasti celé plochy u metody prahování z výbrusu. Tímto lze potvrdit, že metoda CT nerozliší až 0,2 % porozity z celého objemu při konkrétní slitině niklu a zařízení/softwaru. Samozřejmě se rozlišení CT může změnit v závislosti vlastností a parametrů analyzovaného vzorku. Při vhodném vzorku a parametrech se jedná o velmi přesnou objemovou nedestruktivní metodu vyhodnocení porozity.

Dále bylo provedeno porovnání velikosti největší vady v lomu a velikosti největší vady v celé struktuře vzorků s cílem zhodnotit prokázání potenciální vazby mezi lokalizací lomu a pozice největší objemové vady. Porovnání ukázalo, že jediný vzorek VZ1 vykázal shodu největší vady ve struktuře s největší vadou v lomu. Z toho lze usuzovat, že rozvoj lomu není závislý na pozici největší vady a mohl by zde být předpoklad, že porozita má s největší pravděpodobností kumulativní vliv případně až od určitého objemového procenta porozity ve struktuře.

Všechny vzorky vykazovaly v rámci elastické části deformace velmi podobné hodnoty meze kluzu. Při překročení meze kluzu se začal projevovat vliv mikrostruktury materiálu, která může mít vliv na výsledné mechanické vlastnosti. Ve srovnání měřených mechanických vlastností s měřenou porozitou lze říct, že naměřená porozita v takto nízkých hodnotách nemá s dalšími faktory prokazatelný vliv na mechanické vlastnosti. Rozptyl mechanických vlastností by mohl být způsoben velikostí zrna, jelikož vzorky byly vyřezávané z různých částí tyče. Dále pak karbidy a eutektickou fází γ-γ′, které byly v mikrostruktuře nalezeny. Je pravděpodobné že kdyby výsledná porozita byla vyšší, mohl by se zde více projevit její vliv na sledované mechanické vlastnosti. Desetinásobné zvýšení rychlosti zatěžování nevedlo ke zdokumentování rozdílů v rámci měřených mechanických vlastností.

Všechny vzorky vykazovaly velmi podobné hodnoty absorbovaných energií,napříč dvěma skupinami testovaných za jiných zkoušených teplot. Na základě měřených hodnot absorbovaných energií lze konstatovat, že v takto nízkých hodnotách námi naměřená porozita nemá významný vliv. Spíše zde může jít o vliv primárních karbidů v mikrostruktuře, jelikož se vzorky chovají velmi křehce.

Ze zjištěných výsledků vyplývá že námi zjištěné hodnoty porozity nemají vliv na sledované mechanické vlastnosti materiálu. Námi naměřené mechanické vlastnosti byly spíše ovlivněny dalšími různými faktory mikrostruktury materiálu.

Mikrostruktura je nejvíce ovlivněna během procesu slévání a chladnutí a má největší vliv na mechanické vlastnosti materiálu. To, jak bude mikrostruktura vypadat ovlivňuje spousta parametrů, jako například rychlost lití, teplotní gradient, doba tuhnutí, technologie slévání, typ formy, odvzdušnění formy, typ prostředí. Z hlediska vzniku staženin má největší vliv rychlost chladnutí, která ovlivňuje velikost zrna, tedy čím větší zrno tím nižší výskyt staženin. Velikost zrna má také samozřejmě vliv na mechanické vlastnosti, kde menší zrno zvyšuje pevnost, a to z důvodu většího množství hranic zrn. Vzorky, na kterých se měřila velikost zrna, byly vyřezané drátořezem z té samé tyče. Velikost zrna se měřila pomocí průsečíkové metody. Vzorky Raz 6, Raz 7, Raz 15 měly velikost zrna 1,31mm; 0,983mm; 1,678mm, což vykazuje, že tyč je z hlediska velikosti zrna nehomogenní. To by mohlo být způsobeno rychlostí chladnutí odlitku, kde vnější část odlitku by měla mít menší zrno, než je uvnitř odlitku, což by mohlo mít za následek pozorování různých mechanických vlastností. Dále jsou zde přítomny primární karbidy na

hranicích zrn a mezi dendrity. Ty mají pozitivní vliv na mechanické vlastnosti, jelikož zpevňují strukturu, ale pokud jich je vyšší množství, tak snižují odolnost proti lomu a materiál se pak může chovat křehce. Dále se pak zjištěné staženiny ve struktuře nejvíce vyskytovaly mezi sekundárními dendrity a na hranicích zrn.

7 Závěr

7.1 Dosažení cílů

Porozita byla zjišťována pomocí dvou metod. Metodou CT a plošnou analýzou. Porovnáním těchto dvou metod bylo zjištěno, že metoda CT zjistila o 0,2 % méně porozity ve struktuře než plošná metoda. Na výsledky CT měla hlavní vliv hustota materiálu a jeho parametry. Musí se zde brát i v potaz to, že analýza niklových slitin o těchto parametrech byla v rámci možností na hranici kapacity zařízení. Bylo hodnoceno i porovnání velikosti vad. Ze všech vzorků byl zde pouze jeden vzorek VZ1, který měl shodnou největší vadu 0,09 mm^3 z celého objemu v oblasti lomu. Rozvoj lomu tedy není závislý na pozici největší vady a mohl by zde být předpoklad, že porozita má případně s největší pravděpodobností kumulativní vliv až od určitého procenta.

Z hlediska mikrostruktury byla hodnocena i velikost zrna. U vzorků velikost zrna nebyla stejná. Z tohoto hlediska byla tyč, ze které byly vzorky vyřezávány, nehomogenní. V rámci rešerše bylo zjištěno, že rychlost chladnutí ovlivňuje velikost zrna, a množství porozity. Dále je známo, že velikost zrna výrazně ovlivňuje mechanické vlastnosti, zejména pevnost v tahu, která má v rámci našich výsledků značný rozptyl.

Z analýzy snímků bylo zjištěno, že vady vzniklé mezi sekundárními dendrity a na hranicích zrn jsou staženiny. Dále ve struktuře bylo nalezeno i velké množství karbidů a byla zde nalezena i eutektická fáze γ-γ′.

Z výsledků práce vyplývá, že námi naměřená porozita v takto nízkých hodnotách nemá prokazatelný vliv na zjištěné změny mechanických vlastností, a že značný rozptyl mechanických vlastností je spíše ovlivněný mikrostrukturou a dalšími faktory z hlediska orientace a velikosti zrn.

7.2 Doporučení pro budoucí práce

Bylo by vhodné řešit vliv porozity na mechanické vlastnosti při vyšším podílu porozity ve struktuře případně i s ohledem na další mikrostrukturní parametry jako např. velikost zrna a orientace.

Doporučení pro plošnou analýzu pórů:

- Vybrání vhodné pryskyřice, která má dobrou přilnavost k povrchu vzorku a je vodivá z důvodu možnosti focení v elektronovém mikroskopu (např.: Struers PolyFast).
- Během broušení zalitých vzorků využít ultrazvukový čistič. Vhodné je dosáhnout dokonale čistého vyleštěného povrchu, bez leptání.
- Focení vad v režimu tmavého pole.

Citovaná literatura

[1] DAVIS, J. R. *Nickel, cobalt, and their alloys*. Materials Park, OH: ASM International, 2000. ISBN 978-0-87170-685-0.

[2] KUNZ, Ludvík, Petr LUKÁŠ, Radomila KONEČNÁ a Stanislava FINTOVÁ. Casting defects and high temperature fatigue life of IN 713LC superalloy. *International Journal of Fatigue* [online]. 2012, **41**, 47-51 [cit. 2022-02-28]. ISSN 01421123. Dostupné z: doi:10.1016/j.ijfatigue.2011.12.002

[3] JENÍČEK, Lukáš. *VLIV DLOUHODOBÉHO ŽÍHÁNÍ PŘI TEPLOTĚ 950 °C NA STRUKTURU A VLASTNOSTI SLITINY MAR-M-247* [online]. Praha, 2020 [cit. 2022-02-27]. Dostupné z: http://hdl.handle.net/10467/89473. Bakalářská Práce. České vysoké učení technické v Praze. Vedoucí práce Ing. Jakub Horník, Ph.D.

[4] DURAND-CHARRE, Madeleine. *The Microstructure of Superalloys*. 1st. Boca Raton, Florida: CRC Press LLC, 1997. ISBN 978-9056990978.

[5] ZÝKA, Jiří, Jaroslav MÁLEK, Karel HRBÁČEK, J.Y. GUÉDOU a J. CHONÉ. Mechanical properties and microstructure of large IN713LC nickel superalloy castings. *MATEC Web of Conferences* [online]. 2014, **14** [cit. 2022-03-06]. ISSN 2261-236X. Dostupné z: doi:10.1051/matecconf/20141421004

[6] Steel GradesAlloy 713LC Chemical information, Mechanical properties. In: *Steel grades* [online]. [cit. 2022-03-28]. Dostupné z: https://www.steel-grades.com/Steel-Grades/Special-Alloy/68/9557/ASTM-Alloy-713LC.pdf

[7] PODRÁBSKÝ, Tomáš. *Vliv podmínek zatěžování na strukturu a porušování lité niklové superslitiny: Influence of the loading factors' conditions on the structure and failure of the cast nickel superalloy : teze přednášky k profesorskému jmenovacímu řízení v oboru Materiálové vědy a inženýrství*. Brno: VUTIUM, 2005. ISBN 80-214-3018-4.

[8] DONACHIE, Matthew a Stephen DONACHIE. *Superalloys: a technical guide*. 2nd ed. Materials Park: ASM International, 2002. ISBN 0-87170-749-7.

[9] SIMS, Chester a William HAGEL. *The superalloys*. First publish. New York: Wiley-Interscience, 1972. ISBN 0471792071.

[10] POLLOCK, Tresa a Sammy TIN. Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties. *Journal of Propulsion and Power* [online]. 2006, **22**(2), 361-374 [cit. 25.02.2022]. ISSN 0748-4658. Dostupné z: doi:10.2514/1.18239

[11] REED, Roger C. *The Superalloys Fundamentals and Applications*. The Edinburgh Building, Cambridge cb2 2ru, UK: Cambridge University Press, 2006. ISBN 9780521859042.

[12] BELAN, Juraj. GCP and TCP Phases Presented in Nickel-base Superalloys. In: *Materials Today: Proceedings* [online]. 2016, , s. 936-941 [cit. 2022-02-27]. ISSN 22147853. Dostupné z: doi:10.1016/j.matpr.2016.03.024

[13] HLUCHÝ, Miroslav, Jan KOLOUCH a Rudolf PAŇÁK. *Strojírenská technologie 2*. 2., upr. vyd. Praha: Scientia, 2001. ISBN 80-718-3244-8.

[14] PROF. ING. TOMÁŠ ELBEL, CSC. *Diagnostika a řízení kvality odlitků*. První. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2013. ISBN 978-80-248-3356-9.

[15] LIU, Lin, Taiwen HUANG, Yuhua XIONG, Aimin YANG, Zhilong ZHAO, Rong ZHANG a Jinshan LI. Grain refinement of superalloy K4169 by addition of refiners: cast structure and refinement mechanisms. In: *Materials Science and Engineering: A* [online]. 2005, , s. 1-8 [cit. 2022-03-28]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/j.msea.2004.10.005

[16] ZIKMUND, T., M. PETRILAK a J. KAISER. *RENTGENOVÁ POČÍTAČOVÁ TOMOGRAFIE PRO ANALÝZU ODLITKŮ, DEFEKTOSKOPII A KONTROLU ROZMĚRŮ* [online]. In: . s. 10 [cit. 2022-03-20]. Dostupné z: https://docplayer.cz/6164527-Rentgenova-pocitacova-tomografie-pro-analyzu-odlitku-defektoskopii-a-kontrolu-rozmeru.html

[17] ČSN EN ISO 6892-1. *Kovové materiály - Zkoušení tahem - Část 1: Zkušební metoda za pokojové teploty*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2021.

[18] ČSN EN ISO 148-1. *Kovové materiály - Zkouška rázem v ohybu metodou Charpy - Část 1: Zkušební metoda*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2017.

[19] ING. MICHNOVÁ, Lenka. *Úvod do metalografie: Metalografická příručka*. V.v.i. Praha: Centrum pro studium vysokého školství, 2015. ISBN 978-80-86302-71-3.

[20] *O. Zmeškal, O. Sedlák, M. Nežádal: Metody obrazové analýzy dat (5/2002)* [online]. 10 [cit. 2022-07-03]. Dostupné z: https://docplayer.cz/17358582-O-zmeskal-o-sedlak-m-nezadal-metody-obrazove-analyzy-dat-5-2002.html

[21] RUSS, John C. *The image processing handbook*. 5th ed. Boca Raton: Taylor & Francis Group, 2007. ISBN 08-493-7254-2.

[22] STOKES, J. Debbie. *Principles and Practice of Variable Pressure/Environmental Scanning Electron Microscopy (VP-ESEM)*. 1st Edition. Great Britain: John Wiley & Sons,Ltd., 2008. ISBN 978-0-470-06540-2.

[23] DOUGHERTY, GEOFF. *Digital Image Processing for Medical Applications* [online]. California State University, Channel Islands: CAMBRIDGE UNIVERSITY PRESS, 2009 [cit. 2022-03-28]. ISBN 9780511530371.

[24] *NIS Elements User Guide (Advanced Research)*. Ver. 4.50. LABORATORY IMAGING, spol. s.r.o., Czech Republic, 2015.

[25] ČSN EN ISO 643. *Ocel - Mikrografické stanovení velikosti zrn*. Praha: Úřad pro technickou normalizaci, metrologii a státní zkušebnictví, 2021.

[26] *Konference o kovovém 3D tisku a HIP 23.06.2022*.

[27] Nickel (Ni) – part of a series on metals commonly alloyed with stainless steel to form varying grades of material. In: *Double Stone Steel* [online]. [cit. 2022-03-29]. Dostupné z: https://www.doublestonesteel.com/blog/metal-blog/nickel-ni-part-of-a-series-on-metals-commonly-alloyed-with-stainless-steel-to-form-varying-grades-of-material/

[28] CT Zeiss METROTOM 1500. In: *MCAE* [online]. [cit. 2022-07-10]. Dostupné z: https://www.mcae.cz/wp-content/uploads/2021/05/Zeiss-Metrotom-1500-2.jpg

[29] Instron 1185R5900. In: *Instron* [online]. [cit. 2022-07-20]. Dostupné z: https://www.instron.com/en-gb/products/testing-systems/universal-testing-systems/low-force-universal-testing-systems/5900-series

Seznam zkratek

A/D – Analog/Digital

BMP – Device-independent bitmap

CCD – Charged Coupled Devices

CD – Compact Disc

CMOS – Complementary Metal Oxide semiconductors

CMY – CyanMagentaYellow

DN – Dark noise

DVD – Digital Video Disc

FCC – front centered cube (Plošně středěná krychlová)

HLS – Hue, saturation, lightness

HSB – Hue, Saturation, Brightness

IACS – international annealed cuprum standard (mezinárodní norma žíhané mědi)

JPEG – Joint Photographic Experts Group

LZW – Lempel-Ziv-Welch

RGB – RedGreenBlue

RN – Reading noise

SEM – Scanning electron microscope

TIFF – Tagged Image File Format

Seznam obrázků

Obr. 1 Nikl [27] 2
Obr. 2 Legující prvky [10] 6
Obr. 3 Mikrostruktura monokrystalu superslitiny na bázi niklu odhalující vysoký objemový podíl precipitátů γ', které mají kubický tvar [10] 10
Obr. 4 Krystalová mřížka intermetalické fáze γ' [8] 10
Obr. 5 Mikroporozita při různých licích teplotách: a) Licí teplota 1360 °C, b) Licí teplota 1400 °C, c) Licí teplota 1400 °C se zjemňujícím přípravkem [15] 16
Obr. 6 3D vizualizace transparentního povrchu odlitku a distribuce detekovaných defektů [16] 18
Obr. 7 Zjednodušené schéma SEM [3] [22] 25
Obr. 8 Bimodální histogram ukazující minimální citlivost na umístění prahu (mezi T1 a T2) v údolí mezi vrcholy. Pixely v bodě A nad prahovou hodnotou (buď T1 a T2) tvoří "popředí". [23] 29
Obr. 9 Plocha [24] 30
Obr. 10 Maximální feret [24] 31
Obr. 11 Perimetr [24] 32
Obr. 12 Odlitá tyč INCONEL 713LC 34
Obr. 13 Tyč po vyříznutí vzorků 34
Obr. 14 CT Zeiss METROTOM 1500 [28] 35
Obr. 15 Vizualizace porozity u vzorku VZ1 a Raz 12 zleva 38
Obr. 16 Trhací zařízení Instron ze série 5900 [29] 39
Obr. 17 Přetržený vzorek VZ3 pro tahovou zkoušku 40
Obr. 18 Vzorek Raz 23 z rázové zkoušky 41
Obr. 19 Štítek z krabice pro fenylovou pryskyřici 43
Obr. 20 Struers PolyFast pryskyřice 43
Obr. 21 1) Roztok kyselin pro zvýraznění hranic zrn 2) Naleptané vzorky 44
Obr. 22 Průsečíková metoda vzorků 6, 7, 15 sestupně 45
Obr. 23 Elektronový mikroskop JEOL JSM-7600F 46
Obr. 24 SEM Lomová plocha ze vzorku pro tahovou zkoušku 47
Obr. 25 SEM Lomová plocha ze vzorku pro rázovou zkoušku 48
Obr. 26 Světelný metalografický mikroskop Zeiss Neophot 32 49
Obr. 27 Mikrostruktura hranice zrn 50

Seznam tabulek

Tab. 1 Chemické složení slitiny IN713LC [5] 6
Tab. 2 Vliv jednotlivých prvků v niklových slitinách [4] 7
Tab. 3 Vlastnosti slitiny IN713LC [5] 8
Tab. 4 Mechanické a fyzikální vlastnosti slitiny INCONEL713LC [6] [7] 8
Tab. 5 Změřená objemová porozita ve vzorcích pro tahové zkoušky 35
Tab. 6 Změřená objemová porozita ve vzorcích pro zkoušky rázem v ohybu 36
Tab. 7 Změřená objemová porozita ve vzorcích pro tahové zkoušky v lomu 36
Tab. 8 Změřená objemová porozita ve vzorcích pro zkoušky rázem v ohybu v lomu 37
Tab. 9 Výsledky z tahových zkoušek 39
Tab. 10 Rozdělení vzorků do skupin a jejich spotřebovaná energie 41
Tab. 11 Zrnitost mikrostruktury 44
Tab. 12 Vyhodnocení obrazové analýzy pórů v oblasti pod lomem 50
Tab. 13 Vyhodnocení prahování z výbrusu vzorků v oblasti mezi závitovou částí a oblastí lomu 51
Tab. 14 Porovnání metod analýzy porozity 61
Tab. 15 Porovnání místa výskytu největší vady 62

Seznam grafů

Graf 1 Křivka napětí a deformace lehkých odlitků IN713LC [5] 8
Graf 2 Tahový diagram 40
Graf 3 Spotřebovaná energie na posunutí 42
Graf 4 Zatížení na posunutí 42
Graf 5 Mez kluzu na podílu objemové porozity 52
Graf 6 Pevnost v tahu na podílu objemové porozity 52
Graf 7 Tažnost na podílu objemové porozity 53
Graf 8 Modul pružnosti na podílu objemové porozity 53
Graf 9 Mez kluzu na podílu objemové porozity v oblasti lomové plochy 54
Graf 10 Pevnost v tahu na podílu objemové porozity v oblasti lomové plochy 54
Graf 11 Tažnost na podílu objemové porozity v oblasti lomové plochy 55
Graf 12 Modul pružnosti na podílu objemové porozity v oblasti lomové plochy 55
Graf 13 Mez kluzu v závislosti na plošném podílu porozity z výbrusu 56
Graf 14 Mez pevnosti v závislosti na plošném podílu porozity z výbrusu 56
Graf 15 Tažnost v závislosti na plošném podílu porozity z výbrusu 57
Graf 16 Modul pružnosti v závislosti na plošném podílu porozity z výbrusu 57
Graf 17 Mez kluzu v závislosti na plošném podílu porozity v oblasti pod lomem z výbrusu 58
Graf 18 Mez pevnosti v závislosti na plošném podílu porozity v oblasti pod lomem z výbrusu 58
Graf 19 Tažnost v závislosti na plošném podílu porozity v oblasti pod lomem z výbrusu 59
Graf 20 Modul pružnosti v závislosti na plošném podílu porozity v oblasti pod lomem z výbrusu 59
Graf 21 Absorbovaná energie na podílu objemové porozity 60
Graf 22 Absorbovaná energie na podílu objemové porozity v oblasti lomové plochy 60
Graf 23 Porovnání metod 61