

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE  
FAKULTA STROJNÍ

ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

HODNOCENÍ STRUKTURY A VLASTNOSTÍ RECYKLOVA-  
NÝCH TITANOVÝCH SLITIN

EVALUATION OF THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF  
RECYCLED TITANIUM ALLOYS

AUTOR: Štěpán Opitz

STUDIJNÍ PROGRAM: Teoretický základ strojního inženýrství

VEDOUCÍ PRÁCE: Ing. Jan Krčil, Ph.D

PRAHA 2024

## I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Opitz** Jméno: **Štěpán** Osobní číslo: **508993**  
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**  
Zadávací katedra/ústav: **Ústav materiálového inženýrství**  
Studijní program: **Teoretický základ strojního inženýrství**  
Studijní obor: **bez oboru**

## II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

**Hodnocení struktury a vlastností recyklovaných titanových slitin**

Název bakalářské práce anglicky:

**The evaluation of properties and structure of recycled titanium alloys**

Pokyny pro vypracování:

Cílem práce je posouzení recyklace titanového šrotu z hlediska mikrostrukturních změn, které v materiálu probíhají.

- 1) Literární rešerše problematiky recyklace titanových slitin a jejich mikrostruktury.
- 2) Návrh metodiky experimentu a příprava vzorků.
- 3) Realizace experimentu.
- 4) Vyhodnocení a analýza získaných dat.
- 5) Diskuze a závěry.

Seznam doporučené literatury:

- [1] O. Takeda, T. Ouchi a T.H. Okabe. Recent Progress in Titanium Extraction and Recycling. Metallurgical and Materials Transactions B. 2020, 51(4), 1315-1328. ISSN 1073-5615.
- [2] Q. Feng, L.V. Mingrui, L. Mao, B. Duan, Y. Yang, G. CHEN, X. Lu a C. Li. Research Progress of Titanium Sponge Production: A Review. Metals. 2023, 13(2). ISSN 2075-4701.
- [3] G. Lütjering, J.C. Williams a A. Gysler. Microstructure and mechanical properties of titanium alloys. V: Microstructure And Properties Of Materials: (Volume 2). 2000.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

**Ing. Jan Krčil, Ph.D. ústav materiálového inženýrství FS**

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

Datum zadání bakalářské práce: **25.03.2024**

Termín odevzdání bakalářské práce: **21.07.2024**

Platnost zadání bakalářské práce: \_\_\_\_\_

Ing. Jan Krčil, Ph.D.  
podpis vedoucí(ho) práce

doc. Ing. Ladislav Cvrček, Ph.D.  
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry

doc. Ing. Miroslav Španiel, CSc.  
podpis děkana(ky)

## III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

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

\_\_\_\_\_ Datum převzetí zadání

\_\_\_\_\_ Podpis studenta

## Prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma „Hodnocení struktury a vlastností recyklovaných titanových slitin“ vypracoval samostatně, a to výhradně s použitím pramenů a odborné literatury, uvedených v seznamu citovaných zdrojů.

V Praze dne: .....

.....

Podpis

## Anotace

Tato bakalářská práce se zabývá hodnocením struktury a vlastností recyklovaných titanových slitin. Cílem práce je zjistit, zda se mikrostruktura recyklovaného titanu mění ve srovnání s primárně vyráběným titanem a zda tvrdost recyklovaného materiálu odpovídá běžně známým stavům materiálů a je srovnatelná s obvyklými hodnotami. Byla provedena zkouška tvrdosti podle Vickerse, mikrostrukturní a chemická analýza a získané výsledky byly následně diskutovány a porovnávány s teoretickou částí této práce.

## Klíčová slova

Titan, slitiny titanu, recyklace, mikrostruktura, Ti-6Al-4V, vlastnosti

## Annotation

This bachelor thesis deals with the evaluation of the structure and properties of recycled titanium alloys. The aim of the thesis is to determine whether the microstructure of recycled titanium changes compared to primary produced titanium and whether the hardness of the recycled material corresponds to commonly known states of materials and is comparable to conventional values. Vickers hardness test, microstructural and chemical analysis were performed and the obtained results were then discussed and compared with the theoretical part of this thesis.

## Keywords

Titanium, titanium alloys, recycling, microstructure, Ti-6Al-4V, properties

## Poděkování

Rád bych poděkoval panu Ing. Janu Krčilovi, Ph.D. za odborné vedení, cenné rady a trpělivost při tvorbě mé bakalářské práce. Děkuji také panu Ing. Vladimíru Márovi, Ph.D. a paní Ing. Elišce Galčíkové za významnou pomoc při experimentální části. Na závěr také děkuji svým blízkým za neustálou podporu a povzbuzení během celého studia.

# Obsah

1	Úvod.....	9
2	Titan.....	10
2.1	Historie.....	10
2.2	Suroviny pro výrobu titanu.....	10
2.2.1	Ilmenit ( $\text{FeTiO}_3$ ).....	11
2.2.2	Rutil ( $\text{TiO}_2$ ).....	12
2.3	Výroba.....	12
2.3.1	Krollův proces.....	12
2.3.2	Výroba elektrolytickou redukcí (FFC).....	14
2.4	Recyklace.....	15
2.4.1	Tavení elektronovým paprskem (EBM).....	16
2.4.2	Tavení plazmovým obloukem (PAM).....	16
2.4.3	Přetavení vakuovým obloukem (VAR).....	17
3	Vlastnosti titanu.....	18
3.1	Mechanické vlastnosti titanu.....	18
3.1.1	Vliv nečistot na vlastnosti titanu.....	19
3.2	Technologické vlastnosti titanu.....	20
3.3	Chemické vlastnosti titanu.....	21
4	Slitiny titanu a jejich mikrostruktura.....	21
4.1	Slitiny v modifikaci $\alpha$ .....	22
4.2	Slitiny v modifikaci pseudo $\alpha$ .....	25
4.3	Slitiny v modifikaci $\beta$ .....	25
4.4	Slitiny v modifikaci $\alpha + \beta$ .....	29
4.4.1	Žíhané $\alpha + \beta$ slitiny.....	30

4.4.2	Kalené $\alpha + \beta$ slitiny .....	31
5	Vliv zpracování na mikrostrukturu slitin titanu .....	33
5.1	Vliv termomechanického zpracování .....	33
5.1.1	CP titan .....	33
5.1.2	$\alpha + \beta$ slitiny .....	33
5.1.3	$\beta$ slitiny .....	34
5.2	Vliv mikrolegování .....	36
5.3	Vliv mechanického zpracování .....	38
6	Praktická část .....	40
6.1	Popis vzorků .....	40
6.2	Popis experimentu .....	41
6.3	Výsledky .....	42
6.3.1	Světelná mikroskopie .....	42
6.3.2	Elektronová mikroskopie .....	47
6.4	Zkoušky tvrdosti .....	53
6.4.1	Tvářený vzorek .....	53
6.4.2	Netvářený vzorek .....	55
6.5	Diskuze .....	57
7	Závěr .....	59
8	Seznam použité literatury .....	60
9	Seznam použitých zkratk .....	63
10	Seznam tabulek .....	63
11	Seznam obrázků .....	64



# 1 Úvod

Těžba titanové rudy a její následné zpracování jsou energeticky náročné procesy, které mají negativní dopad na životní prostředí. Zároveň je titan cenným kovem s vysokou cenou za kilogram, což činí jeho recyklaci ekonomicky atraktivní. Recyklace titanových slitin může významně snížit potřebu těžby nových surovin a omezit emise skleníkových plynů spojené s výrobou primárního titanu. Recyklace titanových slitin představuje klíčovou oblast v moderním materiálovém inženýrství, nabízející významné ekologické a ekonomické výhody. Titanová slitina Ti-6Al-4V, známá svou vysokou pevností a odolností vůči korozi, nachází široké uplatnění v letectví, medicíně, automobilovém průmyslu a dalších odvětvích. Nicméně recyklační procesy mohou výrazně ovlivnit její mikrostrukturu a mechanické vlastnosti, což vyžaduje podrobné zkoumání a srovnání s dostupnými údaji v literatuře. Motivace ke vzniku této práce vychází z rostoucí potřeby efektivní recyklace titanových materiálů, která je nezbytná pro udržitelný rozvoj průmyslu. Efektivní recyklace může přispět k minimalizaci odpadu a lepšímu využití surovin, což pozitivně ovlivňuje životní prostředí a snižuje náklady. Výzkum v této oblasti rovněž otevírá nové možnosti pro inovace ve zpracování a aplikacích titanových slitin.

Tato bakalářská práce se zaměřuje na důkladné zhodnocení mikrostruktury, chemického složení a mechanických vlastností recyklovaných titanových slitin. Hlavním cílem je provést komplexní rešerši aktuálních poznatků o recyklaci titanových slitin a detailně analyzovat změny mikrostruktury a mechanických vlastností slitiny Ti-6Al-4V po recyklaci. Rešerše je doplněna experimentální částí, kde se hodnotí mikrostruktura, chemické složení a tvrdost slitiny Ti-6Al-4V po procesu recyklace. Tato část zahrnuje podrobnou analýzu jednotlivých vzorků s cílem porozumět vlivu recyklace na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti materiálu, včetně změn v chemickém složení a jejich dopadu na tvrdost slitiny.

## 2 Titan

### 2.1 Historie

V roce 1791 našel reverend a nadšený amatérský mineralog William Gregor (1761-1817) u říčky ve vsi Monaccan v Anglii neobvyklý černý písek. William Gregor byl uchvácen především magnetickými vlastnostmi této zvláštní látky a zdařile vypočítal, že obsahuje takřka polovinu magnetitu (což je jedna z forem železné rudy). Druhý z těchto oxidů se mu však nepodařilo identifikovat. Většinu zbytku vzorku představoval rudohnědý prach. Byl přesvědčený, že se mu podařilo objevit zcela nový nerost, a proto ho pojmenoval menachanit podle okolí Menachanu v Cornwallu, kde v té době pobýval [1].

Roku 1795 titan objevil také německý chemik Martin Heinrich Klaproth, a to v minerálu zvaném rutil – nejběžnějším přírodním zdroji oxidu titaničitého. Aniž by věděl o Gregorově předchozím objevu, pojmenoval kov titan podle Titánů z řecké mytologie. Ačkoliv se Gregor i Klaproth snažili dále identifikovat minerály na bázi titanu a experimentovat s nimi, ani jednomu z nich se nepodařilo izolovat čistý kovový titan.

Průlom v této oblasti přišel až v roce 1910 a povedl se americkému chemikovi jménem Matthew A. Hunter. Hunter ve svém pokusu zahříval tetrachlorid titaničitý s kovovým sodíkem pod velkým tlakem v uzavřené nádobě a výsledkem byl 99,8 % čistý kovový titan. Tento proces se stal známým jako Hunterův proces [2].

### 2.2 Suroviny pro výrobu titanu

Titan je značně zastoupen v zemské kůře, je totiž sedmým nejrozšířenějším kovem s předpokládaným obsahem mezi 5,7 a 6,3 g/kg. Jeho množství lze přirovnat k množství fosforu a síry. V přírodě je známo asi 70 minerálů s výrazným obsahem titanu, z nichž nejvýznamnější jsou rutil, anatas a ilmenit, další jsou uvedeny v tabulce 1 [3].

Existuje rozsáhlé množství lokalit, kde se těží titanové rudy. Většinou se dobývají z primárních nalezišť, ale i z náplavů, kde se mohou vyskytovat čisté ilmenity. Hlavními světovými producenty jsou Indie, USA, Norsko, Austrálie, Rusko, Kanada a Malajsie. Česká republika nemá významná těžitelná ložiska titanových rud, a proto se k nám musí veškeré suroviny dovážet ze zahraničí (především ilmenit) [3].

Tabulka 1: genetický přehled nejdůležitějších nerostů titanu [3]

Složení	Jméno	Parageneze
TiO <sub>2</sub>	Rutil Anatas Brookit	Část vyvřelin pegmatitů, kontaktních hornin a mi- nerálních žil
FeTiO <sub>3</sub>	Ilmenit	Magmatický nerost vysky- tující se zejména v alkalic- kých horninách
CaTiO <sub>3</sub>	Perovskit	V bazických alkalických horninách
CaTiSiO <sub>5</sub>	Titanit	Magmatický nerost
BaTiSi <sub>3</sub> O <sub>9</sub>	Benitoit	Minerální žíly v krystalic- kých břidlicích

### 2.2.1 Ilmenit (FeTiO<sub>3</sub>)

Ilmenitová ruda (Obrázek 1) je pro výrobu titanu hlavní surovinou. Skládá se především ze železa, titanu a kyslíku. Teoretický obsah čistého titanu v této rudě je 31,56 %, má hustotu 4,72 g.cm<sup>-3</sup> a je velmi slabě magnetický [4].

Mezi nejdůležitější charakteristiky a způsoby využití ilmenitu patří rozhodně to, že se používá jako výchozí surovina při výrobě titanových slitin, jako je Ti-6Al-4V, které se používají v částech letadel, umělých kloubech a sportovním vybavení. Dále se ilmenit může použít jako zdroj oxidu titaničitého, který je důležitý jako pigment, bělidlo a leštící brusivo [5].



Obrázek 1: Ilmenit [5]

### 2.2.2 Rutil ( $\text{TiO}_2$ )

Rutil (Obrázek 2) je hned po ilmenitu druhým nejdůležitějším nerostem. Má teoretický obsah titanu 59,94 %, jeho hustota je  $4,25 \text{ g.cm}^{-3}$  a je nemagnetický [4].

Rutil má díky svému vysokému indexu lomu a silné odolnosti vůči teplu a chemické korozi využití v mnoha průmyslových aplikacích [6].

Celkové světové zásoby rutilu jsou odhadovány na 45 milionů tun a zásoby ilmenitu asi 680 milionů tun. Rutil je jedním z oblíbených minerálů pro výrobu bílého pigmentu oxidu titaničitého [7].



Obrázek 2: Rutil [6]

## 2.3 Výroba

Proces produkce titanu má své nevýhody - poměrně vysoké náklady, finanční a energetickou náročnost. Tyto aspekty jsou dány skutečností, že titan má při zvýšených teplotách vysokou afinitu k většině nekovů. Právě tato afinita je překážkou pro použití tradičních pyrometalurgických metod [4].

### 2.3.1 Krollův proces

V dnešní době se titan vyrábí nejčastěji pomocí Krollovy metody, která vznikla zdokonalením Hunterovy metody. Krollův proces, viz Obrázek 3, se skládá ze čtyř dílčích kroků: 1. proces chlorace, při němž se vstupní oxid titaničitý chloruje za přítomnosti uhlíku za vzniku  $\text{TiCl}_4$ . 2. proces redukce a separace, při němž se  $\text{TiCl}_4$  redukuje kovovým hořčíkem, z něhož se získává titanová houba. 3. proces drcení a tavení, při němž se drčená titanová houba taví ve vakuovém oblouku nebo peci s elektronovým paprskem. 4. proces elektrolýzy, při němž se chlorid hořečnatý ( $\text{MgCl}_2$ ), oddělený v redukčním a separačním procesu, elektrolyzuje na plynný  $\text{Cl}_2$  a kovový hořčík [8,9].

V případě, že je primární surovinou rutil ( $\text{TiO}_2$ ), je potřeba rudu smíchat s uhlím v jasném poměru 3:1, dále je nutností briketovat a kalcinovat v redukční atmosféře, která se pohybuje okolo 700 °C. Při teplotách 800 – 1200 °C v elektricky vytápěných šachtových pecích je prováděna samotná chlorace chloridu titaničitého. Průběh této chlorace znázorňují následující rovnice: [8]



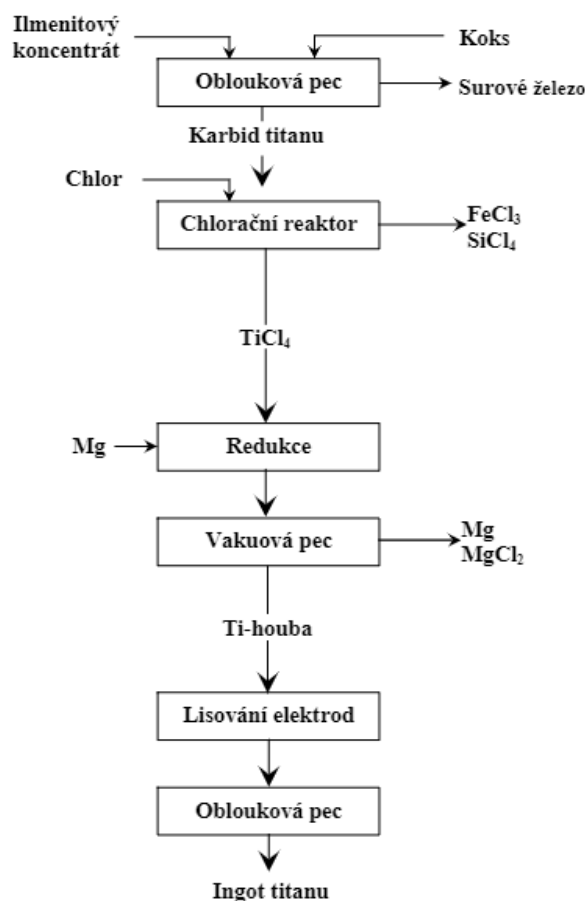
Avšak v případě, že je surovinou ilmenit nebo obohacená ilmenitová ruda ( $\text{Fe-TiO}_3$ ), musí se v první řadě provést jeho selektivní redukce v obloukové peci pro surové železo, protože titan tvoří chlorovatelný karbid, který přejde do strusky. Průběh chlorace ilmenitové rudy popisují tyto rovnice: [8]



V průběhu redukce se na vnitřní stěně nádoby vytváří porézní usazenina titanu, tedy produktem Krollova procesu je titanová houba. Titanové houby obsahují  $\text{MgCl}_2$  a nezreagovaný kovový hořčík uvnitř pórů. Po ukončení redukční reakce se  $\text{MgCl}_2$  a nadbytečný kovový hořčík, který zbyl v titanové houbě, odstraňují vakuovou destilací. Tato destilace z titanové houby v dávce 10 tun vyžaduje přibližně 90 hodin [9].

Po vakuové separaci následuje dlouhý proces chlazení. Titanové houby získané z redukční nádoby se mechanicky oddělí pomocí lisu a rozmělní na malé kousky. Po kontrole kvality se titanová houba předá k tavení pro výrobu titanových ingotů [9].

Nedávno byla vybudována rozsáhlá zařízení schopná vyrábět 13 tun titanu na kontejner. Nicméně rychlost výroby titanu je však stále nízká a doba trvání jednoho cyklu trvá více než 10 dní, tj. rychlost produkce na jeden kontejner je přibližně 1 tuna titanu za den [9].



Obrázek 3: Schéma výroby titanu podle Krollova procesu za použití ilmenitu [4]

### 2.3.2 Výroba elektrolytickou redukcí (FFC)

Použití elektrolytického procesu k výrobě titanu je považováno za ekonomičtější a ekologičtější než proces tepelné redukce, jako tomu je u Krollova procesu. Ve stávajících elektrolytických procesech lze materiály, které obsahují titan, použít jako katodu i anodu, ale zároveň je lze použít i v elektrolytech [10].

Proces FFC (Fray-Farthing-Chen) byl vyvinut v roce 2000 a spočívá ve výrobě titanu za pomoci elektrolýzy  $\text{TiO}_2$ . Jako elektrolyt slouží roztavený  $\text{CaCl}_2$ , jako anoda grafit a jako katoda předspékaný blok  $\text{TiO}_2$ . Po připojení vnějšího elektrického pole se na katodě ionizuje kyslík z  $\text{TiO}_2$ , čímž vzniká kovový titan. Reakce je ukončena po přeměně veškerého  $\text{TiO}_2$ . Prokázalo se, že lze jako surovinu použít také práškový oxid nebo umělý rutil. Smícháním příslušných oxidů s  $\text{TiO}_2$  lze tímto procesem vyrobit i některé slitiny, jako například Ti-Mo, Ti-Nb a nebo Ti-Ni. Tento postup je dnes považován za komerčně životaschopný především díky krátkému procesu, možnosti kontinuální výroby

a výsledné kvalitě titanu. Přestože byl tento postup navržen již před více než 20 lety, neexistuje žádná průmyslová výroba založená na tomto postupu [10].

## 2.4 Recyklace

Vzhledem k tomu, že titan se primárně uplatňuje při výrobě produktů s dlouhou životností, která často převyšuje 10 let, jako jsou konstrukční materiály pro rámy letounů, implantáty a výměníky tepla, lze usuzovat, že objem titanového šrotu je v současné době stále malý a není tak možné získat podstatný podíl na spotřebitelském trhu. Nominální míra recyklace, která je definována jako poměr statistického objemu šrotu z titanových výrobků k objemu výroby primárního kovu (titanové houby), je poměrně nízká a činí méně než 1 %. Právě kvůli této situaci není recyklace titanu v současnosti příliš rozšířená [11].

S ohledem na zvýšenou cenu titanu a rostoucí poptávku po něm se recyklace tohoto kovu úspěšně integruje do procesu tavení primárního kovu a do průmyslu zpracování součástek. Recyklace titanu dosahuje významných hodnot ve srovnání s jinými kovy, odhaduje se, že až 90 % titanového šrotu je úspěšně zpracováno. [11].

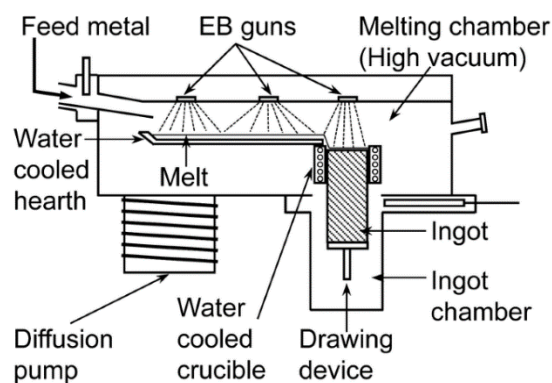
Titanový šrot a jeho slitiny lze poměrně efektivně recyklovat pomocí přetavení s vysoce čistou titanovou houbou, avšak za předpokladu, že koncentrace nečistot setrvá v přijatelných mezích. Tato recyklace tedy funguje tak, že se šrot ředí vysoce čistou titanovou houbou anebo jinými materiály. Například u slitiny Ti 6-4 se odhaduje, že poměr příměsí šrotu se pohybuje v rozmezí 50 – 70 %. K přetavení titanového šrotu se běžně používají metody, jako je tavení elektronovým paprskem (electron beam melting - EBM), tavení plazmovým obloukem (plasma arc melting - PAM) a přetavení vakuovým obloukem (vacuum arc remelting - VAR), protože dokážou udržet kontaminaci kyslíkem na minimu. Kontaminaci je zabráněno, protože se titan taví ve vodou chlazeném měděném kelímku v inertní atmosféře. Tavení elektronovým paprskem je vhodné pro odstranění těkavých nečistot, jako je Mg a Na, avšak Fe nelze odstranit, protože tlak jeho par v roz-taveném titanu je nízký. Horní meze kyslíku a železa jsou stanoveny normou pro čistý titan, ale v mnoha případech jsou tyto meze přísnější a to zužuje použití šrotu [11].

Titan s neznámým obsahem nečistot se nejobvykleji recykluje jako ferotitan pro ocelářský průmysl, stejně tak i šrot s nízkou kvalitou. V tomto případě se obvykle používá levnější metoda přetavení, například indukční tavení [11].

#### 2.4.1 Tavení elektronovým paprskem (EBM)

Elektronový paprskový proces tavení se uplatňuje při zpracování reaktivních kovů, včetně titanu a jeho slitin. Výhody EBM jsou zřejmé v jeho flexibilní a snadné regulaci teploty, schopnosti pracovat s rozsáhlým spektrem materiálů a vyšší produktivitě oproti tradičním metodám jako VAR a PAM [12].

Proces tavení, viz Obrázek 4, se odehrává v chlazených měděných formách ve vakuu, čímž je zaručeno pečlivé odstranění plynů z taveniny a dosažení vysokého stupně čistoty konečného produktu. Nevýhodou EBM je obtížnost kontroly legujících prvků, jako je Al, Sn a Cr, z důvodu jejich odpařování při vysokých tlacích. EBM má klíčovou roli při produkci materiálů s extrémně vysokou čistotou slitin pro elektroniku a při recyklaci titanového šrotu. Elektronový paprsek je vysokoteplotní zdroj vyzařování, který je schopen překonat teploty tání, a dokonce i vypařování při vysokých teplotách všech materiálů. Vzhledem k tomu, že EBM je povrchová metoda, produkuje pouze tenkou taveninu při akceptovatelné intenzitě tavení, což pozitivně přispívá k výsledné struktuře [12].



Obrázek 4: Schéma přetavování titanového šrotu metodou EBM [9]

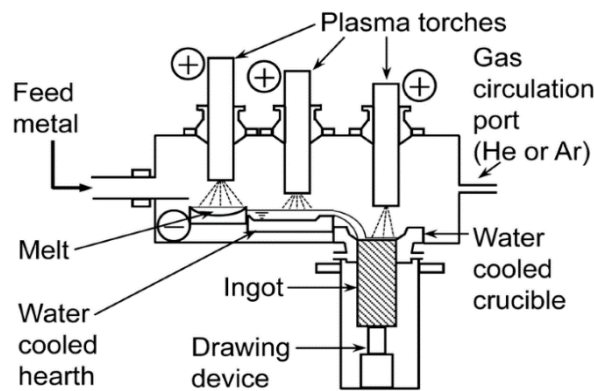
#### 2.4.2 Tavení plazmovým obloukem (PAM)

Plazmové tavení představuje metodu zpracování materiálu, kde je k tavení využíváno teplo plazmy, viz Obrázek 5. Tento proces je zvláště užitečný pro recyklaci kovů



s vysokou hodnotou, jako je titan a slitiny na bázi niklu. Kvůli své vysoké účinnosti a minimálním tepelným ztrátám do okolí je PAM efektivní při výrobě vysoce kvalitních, homogenních slitin s nízkým obsahem nečistot. PAM pece obvykle operují při pozitivním tlaku inertní atmosféry, což brání možné atmosférické kontaminaci kyslíkem a jinými prvky. Vysoký tlak je také nezbytný pro zabránění selektivního odpařování legujících prvků, jako jsou nejčastěji Al, Cr a Mg v titanových slitinách [12].

PAM se používá jako alternativní metoda tavení ve srovnání s procesy EBM a VAR, kde je schopna překonat některé z jejich nedostatků. Oproti procesu VAR má výhodu v možnosti využití nezpracovaného recyklovaného materiálu namísto drahých elektrod, avšak jako značná nevýhoda je vnímán fakt, že technologie PAM není schopna zaručit rovnoměrné ohřívání taveniny [12,13].

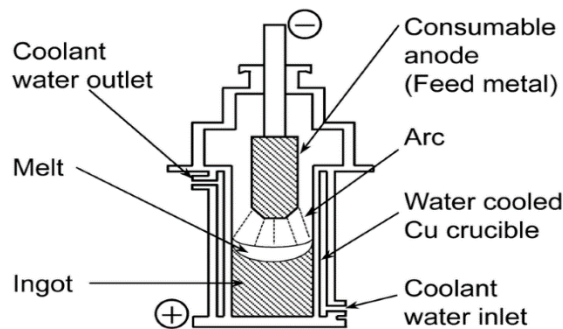


Obrázek 5: Schéma přetavování titanového šrotu metodou PAM [9]

### 2.4.3 Přetavení vakuovým obloukem (VAR)

Proces vakuového obloukového přetavování je často využíván k rafinaci různých slitin, včetně těch titanových. Energie stejnosměrného proudu je používána na vytvoření oblouku mezi elektrodou a základovou deskou chlazenou vodou. Špička elektrody se taví, viz Obrázek 6, což vede k tvorbě kapiček, které následně odkapávají vakuem a dostávají se do roztavené lázně. Tato roztavená lázeň tuhne díky chlazení vodou a je schopna tak vytvořit vysoce kvalitní ultračisté slitiny. Dále se ve vakuu odpařují nepříznivé prvky s vysokým tlakem par jako je Pb, Sn a nebo Cu. Tato technologie však přináší i některé nevýhody v podobě bezpečnostních rizik, jelikož tavení slitiny probíhá ve vodou chlazených měděných nádobách. Při práci s titanovými slitinami se pracovní teplota pohybuje okolo 1868 °C, avšak měděné nádoby se roztavují již při teplotě 1100 °C, proto

musí být konstantně chlazeny. Pokud by nastala situace, kdy by se voda dostala k tavenině, způsobilo by to dvoustupňovou explozi v důsledku afinity titanu ke kyslíku, který je obsažen ve vodě [14,15].



Obrázek 6: Schéma přetavování titanového šrotu metodou VAR [9]

### 3 Vlastnosti titanu

#### 3.1 Mechanické vlastnosti titanu

V kontextu dosahovaných hodnot pevnosti by byl čistý titan považován za kov střední pevnosti. Jeho vlastnosti jsou však výrazně ovlivněny jeho stupněm čistoty, především obsahem kyslíku, uhlíku, dusíku a železa. Mechanické vlastnosti lze značně zlepšit tvářením za studena. Na rozdíl od oceli, hliníku a dalších konstrukčních materiálů jsou vlastnosti titanu mnohem více dány rychlostí zatížení. Tabulka 2 uvádí vybrané mechanické vlastnosti CP titanu [22].

Tabulka 2: Druhy a mechanické vlastnosti chemicky čistého titanu [23]

Druh titanu	Mez pevnosti $R_m$ [MPa]	Tažnost A [%]	Tvrдость HB
Ti 99,5	290	30	120
Ti 99,2	390	28	200
Ti 99,1	490	25	225
Ti 99,0	610	20	265

Z tabulky nám vyplývá, že mez pevnosti a tvrdost podle Brinella s klesající chemickou čistotou titanu vzrůstají, a naopak tažnost klesá.

**Mez kluzu** – titan lze efektivně srovnávat s hodnotami středně nebo málo legovaných konstrukčních ocelí vzhledem k této vlastnosti. Meze pevnosti titanu rovněž vykazují podobné hodnoty jako meze pevnosti konstrukčních ocelí [22].

**Mez únavy** – u vzorků s hladkým povrchem bývá mez únavy v ohybu často vyšší než 50 % meze pevnosti v tahu, avšak tato hodnota je výrazně ovlivněna kvalitou povrchu. Broušením povrchu je možno snížit hodnotu meze únavy o 25 až 30 %. Výhodou titanu je, že v korozních prostředích nedochází k poklesu meze únavy [22].

**Změna vlastností při vyšších teplotách** – přestože má titan vysoký bod tání, nejedná se o optimální materiál pro vysoké teploty, neboť rychle ztrácí svou pevnost. Ve srovnání s ostatními kovy je tento pokles mnohem markantnější a při teplotách nad 300 °C je pevnost titanu nižší než u běžných nízkouhlíkových ocelí a niklu. Spolu s tím dochází také k poklesu hodnoty modulu pružnosti [22].

**Vrubová houževnatost** – tento parametr je významným ukazatelem kvality titanu. Jeho hodnotu nebo změnu nelze vyvodit ze změn ostatních mechanických vlastností, protože je především ovlivněn zastoupením vodíku v titanu. Za nejnižší hodnotu lze považovat 50 J/cm<sup>2</sup>, ale u dostatečně čistého titanu může tato hodnota přesahovat 100 J/cm<sup>2</sup> [22].

**Tažnost a kontrakce** – silně závisí na obsahu příměsí, titan má však na rozdíl od legovaných ocelí stejné pevnosti vyšší hodnoty tažnosti [22].

### 3.1.1 Vliv nečistot na vlastnosti titanu

I malé nečistoty mají zásadní vliv na vlastnosti titanu. Nečistoty, které s titanem vytvářejí intersticiální tuhé roztoky, jako jsou kyslík, dusík, uhlík a vodík, mají na jeho charakteristiky mnohem významnější vliv než nečistoty, které s titanem vytvářejí substituční tuhé roztoky [24].

**Kyslík a dusík** – přídavky těchto prvků se efektivně rozpouštějí v obou krystalových modifikacích titanu. I při nízkých koncentracích významně zvyšují pevnost a tvrdost, avšak nepříznivě ovlivňují tažnost a houževnatost. Omezují také plastické vlastnosti titanu při tváření za studena a přispívají k jeho křehkosti [24,25].

**Uhlík** – za normální teploty je titan schopen rozpustit zhruba 0,25 % uhlíku. Pokud se tato hranice překročí, dojde ke zvýšení mechanických vlastností, avšak při výrazně

vyšších koncentracích uhlíku vytváří karbid titanu (TiC), který má negativní vliv na svařitelnost [24,25].

**Vodík** – tento prvek nemá významný vliv na pevnost a tvrdost titanu, pokud jeho obsah nepřesahuje 0,03 %. Nejvýznamnější dopad má však na vrubovou houževnatost. U titanu obsahujícího vodík dochází vlivem stárnutí ke snížení vrubové houževnatosti. Vodík lze z titanu odstranit vakuovým žiháním při teplotách 800 až 900 °C po dobu 6 až 10 hodin [22,24].

**Železo** – železo je poměrně běžnou nečistotou, která se do titanu dostává během procesu redukce. Pokud koncentrace železa nepřesahuje 0,1 %, nemá významný vliv na konečné vlastnosti titanu [24].

**Křemík** – dostává se do titanu obdobně jako železo během výrobního procesu. Nemá výrazný vliv na vlastnosti a spíše ovlivňuje snižování houževnatosti [24].

### 3.2 Technologické vlastnosti titanu

Kromě mechanických charakteristik jsou technologické vlastnosti titanových polotovarů klíčové pro jejich využití a zpracování [22].

**Obrobitelnost** – obrábění titanu je složitější než obrábění jiných kovů kvůli jeho relativně vysoké pevnosti, nízké tepelné vodivosti a vysoké afinitě k absorpci kyslíku a dusíku při zahřívání v místě vzniku třísky. Během obrábění titanu a jeho slitin dochází k rapidnímu zpevnění povrchu, což má za následek značné otupení nástroje. Díky malé kontaktní ploše mezi nástrojem a obrobkem, nízkou teplotní vodivostí a vysokým součinitelem tření může docházet k silnému přehřátí slabé povrchové vrstvy, a to do teplot až nad 1000 °C. Částice titanu tak mohou být nevhodně navařeny na hranu nástroje [22,24].

**Svařitelnost** – při dokonalém pokrytí svaru ochrannou atmosférou je svařitelnost titanu dobrá. Nicméně z důvodu vysoké reaktivity s plyny není možné titan svařovat plamenem. Svařování obalenými elektrodami a svařování pod tavidlem rovněž není možné, pokud tavidlo obsahuje sloučeniny kyslíku. Pro svařování titanu se nejběžněji používá svařování argonem s wolframovou netavící se elektrodou [22,24].

**Pájení titanu** – zpravidla je nutné pracovat v ochranné atmosféře. Pomocí vhodné pájky, jako je stříbro, hliník nebo jejich slitiny, lze titan úspěšně spojovat s různými

ocelimi a širokou škálou neželezných kovů. Tento proces se také hojně používá při plátování titanem [24].

**Tvařitelnost** – tvařitelnost titanu je podmíněna jeho chemickým složením, strukturou a deformačními podmínkami. Čistý titan je dobře tvárný za tepla i za studena, ale pro většinu jeho slitin je tvárnost za studena omezená. Tvárnost při pokojové teplotě je obecně nižší než u běžných konstrukčních materiálů, ale doplňkové prvky, jako je kyslík a dusík, mohou tuto vlastnost zvýšit [22,24].

### 3.3 Chemické vlastnosti titanu

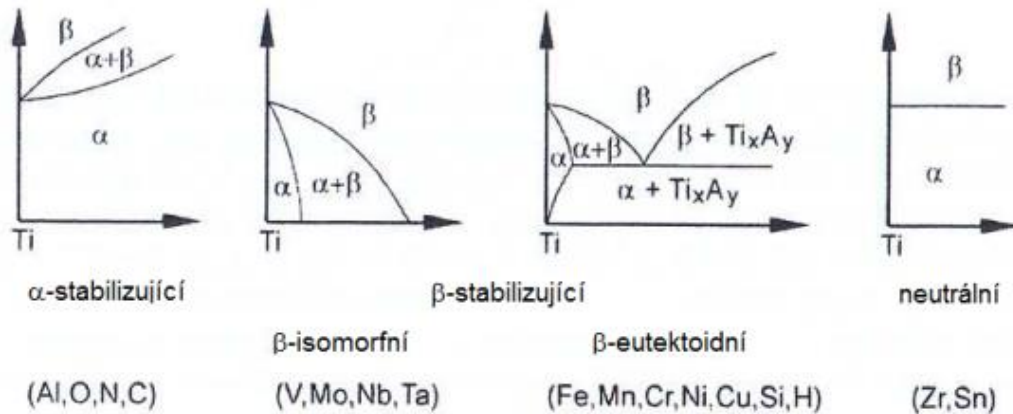
I přes svou chemickou reaktivitu, která jej zařazuje mezi prvky jako je hořčík a beryllium, se titan vyznačuje výjimečnou odolností vůči korozi. Tato odolnost předčí v některých prostředích dokonce i schopnost speciálních korozivzdorných ocelí a slitin. Díky takto vynikající odolnosti vůči korozi je titan ideální pro použití v lékařství (jako biokompatibilní materiál) a v náročných prostředích, například v mořské vodě nebo v chemickém průmyslu. Jeho obrovskou výhodou je také schopnost odolávat elektrochemické korozi [22].

## 4 Slitiny titanu a jejich mikrostruktura

Podnětem pro vývoj a výrobu titanových slitin v uplynulých 40 letech byl původně letecký průmysl, kdy vznikla naléhavá potřeba nových materiálů s vyšší pevností ve srovnání s hmotností při zvýšených teplotách. Vysoká teplota tání titanu (1678 °C) byla jasně brána jako předpoklad, že slitiny budou vykazovat dobré pevnostní vlastnosti v širokém rozsahu teplot. I když následné průzkumy ukázaly, že rozsah teplot je užší, než se předpokládalo, stejně je až 50 % titanových slitin využíváno právě v leteckém průmyslu. Zbytek titanových slitin se především kvůli svým korozivzdorným vlastnostem používá v chemickém a lékařském průmyslu [16].

Čistý titan prochází alotropní transformací z hexagonální těsně uspořádané mřížky na kubickou prostorově centrovanou mřížku, jakmile teplota překoná hranici 882,5 °C. Prvky, viz Obrázek 7, které když jsou rozpuštěny v titanu, málo ovlivňují teplotu transformace anebo ji zvyšují, jsou nazývány jako  $\alpha$  stabilizátory, jedná se většinou o jednoduché kovy (hliník a cín) nebo mezilátkové prvky (kyslík, uhlík nebo dusík), které jsou

rozpuštěné v hexagonální fázi. Legující přísady, které snižují teplotu fázové transformace, se nazývají  $\beta$  stabilizátory, obvykle jde o přechodné kovy (Mo a V) a vzácné kovy. Ve slitinách jsou jednofázové oblasti  $\alpha$  a  $\beta$  odděleny dvofázovou oblastí  $\alpha + \beta$ , jejíž šířka roste s rostoucí koncentrací rozpuštěné látky [17,18].



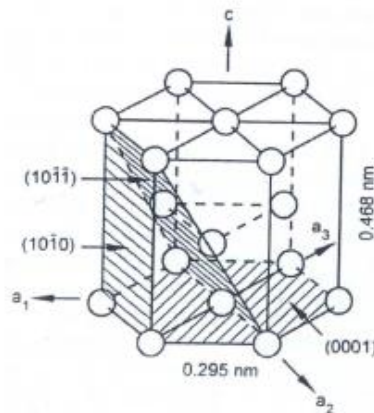
Obrázek 7: Nejpoužívanější legující prvky a jejich vliv na fázový diagram titanu [17]

#### 4.1 Slitiny v modifikaci $\alpha$

Hlavními substitučními slitinovými prvky, které se rozpouštějí ve fázi  $\alpha$ , jsou stabilizační prvky hliník a kyslík a neutrální prvky cín a zirkonium. Všechny způsobují zesílení tuhého roztoku a zvyšují pevnost v tahu o 35 až 70 MPa pro každé jedno procento přidaného prvku. Kyslík a dusík, které jsou obvykle přítomny jako nečistoty, přispívají k mezioatomovému zpevnění, a řízené množství kyslíku se používá k dosažení specifického rozsahu úrovně pevnosti ve více stupních (tříd) tzv. komerčně čistého (CP) titanu. Tyto slitiny jsou charakterizovány uspokojivou pevností, houževnatostí, odolností vůči creepu a svařitelností [16,18].

Jediné běžně používané slitiny v této skupině jsou několik stupňů (tříd) CP titanu, což jsou v podstatě slitiny Ti-O a terciální složení Ti-5Al-2,5Sn. Jelikož to jsou slitiny jednofázové, tahové pevnosti jsou relativně nízké. Protože je obvykle nutné slitiny zpracovávat při nižších teplotách, aby se zabránilo nadměrnému růstu zrn, formovatelnost je především omezena kvůli jejich hexagonální krystalové mřížce, viz Obrázek 8, a skutečnosti, že vykazují vysokou míru deformačního zpevnění. Z tohoto důvodu je tendence

nahrazovat slitiny Ti-5Al-2,5Sn za slitiny Ti-Cu, protože je lze snáze zpracovávat po tepelném zpracování, ale před stárnutím, kdy je relativně měkká [16].



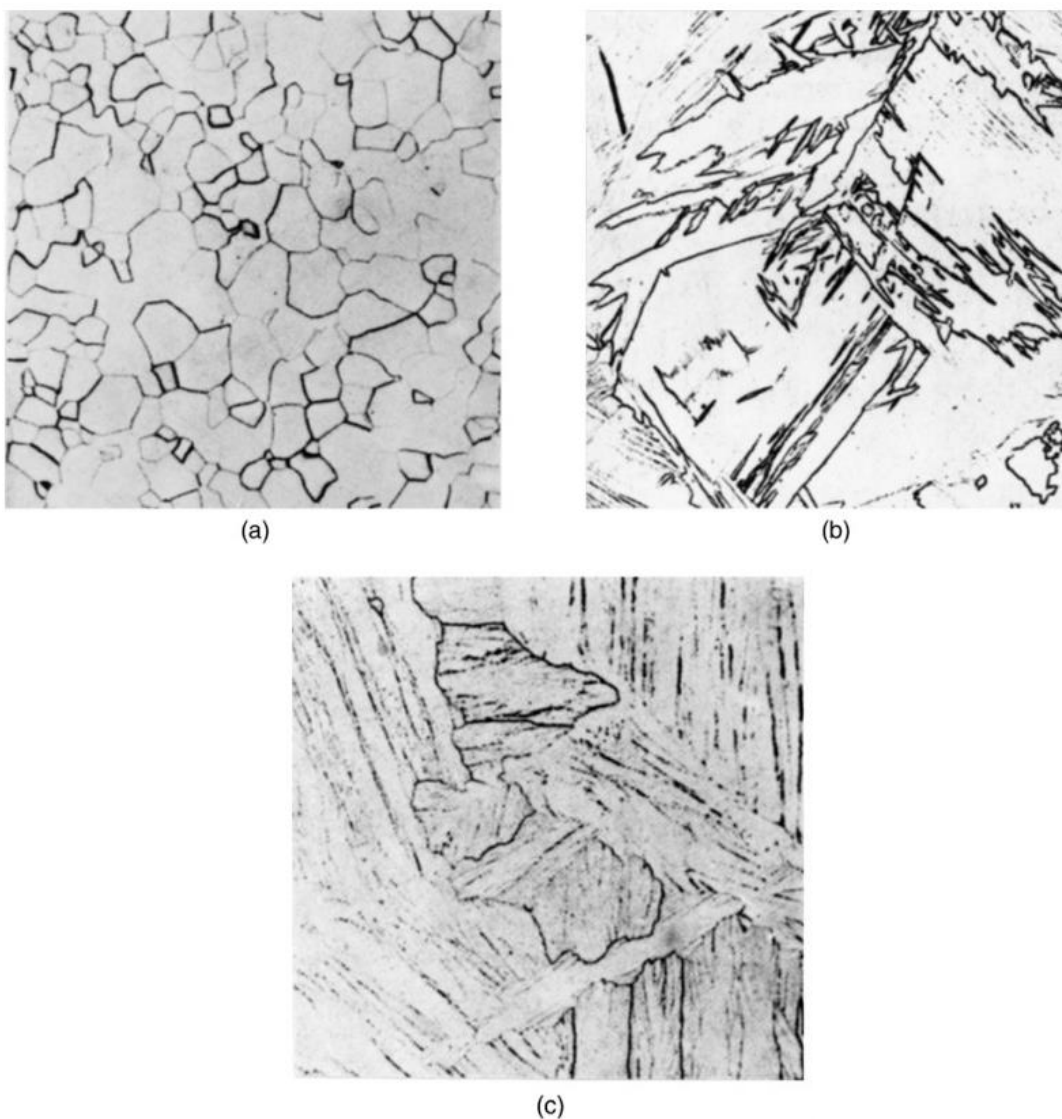
Obrázek 8: Hexagonální těsně uspořádaná mřížka titanu [17]

Mechanické vlastnosti  $\alpha$  slitin jsou poměrně málo citlivé na mikrostrukturu, i když je možné získat  $\alpha$  slitiny ve třech různých formách [16]:

1. Rovnoosá zrna, která vznikají při zpracování a žhání slitin. Velikost zrn bývá relativně malá, viz Obrázek 9a, protože růst zrn je potlačen kvůli relativně nízkým teplotám a kvůli nečistotám, které uzavírají hranice zrn [16].
2. Rychlým ochlazováním z  $\beta$  fázového pole vzniká hexagonální martenzitická fáze  $\alpha'$ , ve které ale zůstávají původní  $\beta$  zrna jasně ohraničená. Fáze  $\alpha'$  se tvoří masivní transformací, tj. martenzit obsahuje vysokou hustotu dislokací, ale má jen málo nebo žádná dvojčata a skládá se z kolonií desek nebo lamel oddělených nízkoúhlovými hranicemi. S tvorbou martenzitu není spojeno podstatné zpevnění, protože velikost zrna je velká a není zde přesycení náhradních atomů rozpouštědla, viz Obrázek 9b [16].
3. Pomalým ochlazováním z  $\beta$  fázového pole způsobuje vytváření Widmanstättenevých desek. V slitinách s vysokou čistotou je tato struktura označována jako zubatá, zatímco pokud jsou přítomny prvky stabilizující fázi  $\beta$  nebo nečistoty, jako je vodík, mohou být  $\alpha$  desky ohraničeny, což vytváří efekt „košíkové vazby“, viz Obrázek 9c [16].

Slitiny  $\alpha$ , které jsou ochlazeny z fázového pole  $\beta$ , vykazují nižší hodnoty pevnosti v tahu, únavové pevnosti při pokojové teplotě a tažnosti než slitiny s rovnoosou strukturou zrn [16].

CP titan je druhou nejvíce používanou slitinou titanu, která má široké využití v mnoha odvětvích. Běžně jsou k dispozici čtyři jakosti, které mají se zvyšujícím se obsahem kyslíku pevnost v tahu při pokojové teplotě od 240 do 720 MPa. Třída 1 (0,18 O – 0,2 Fe) má nejnižší pevnost, avšak vykazuje vynikající tvárnost za studena, takže ji lze hluboce tažit. Třída 2 má pevnost v tahu mezi 390 a 540 MPa a je nejpožívanější CP titanovou slitinou. Třída 3 (0,4 O – 0,5 Fe) je používána především na tlakové nádoby. Kromě toho bylo vyvinuto složení obsahující 0,2 % palladia, které má obzvláště vysokou odolnost proti korozi [16].



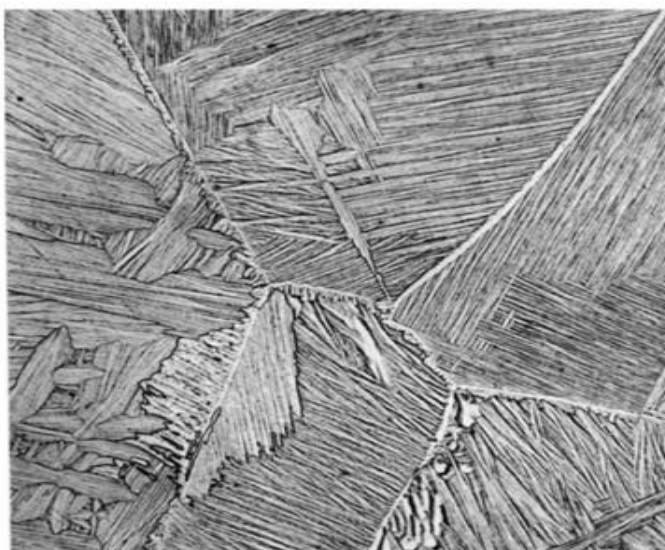
Obrázek 9: Mikrostruktura CP titanu: (a) žíhaná 1 hodinu při 700 °C s rovnoosými zrny; (b) kalená z fázového pole  $\beta$  ukazující martenzitickou  $\alpha'$  strukturu; (c) chlazená vzduchem z fázového pole s Widmanstattenovými destičkami [16]



## 4.2 Slitiny v modifikaci pseudo $\alpha$

Tento typ kovacích slitin byl vytvořen s cílem splnit požadavky na zvýšení provozních teplot v kompresorové části letadlových plynových turbínových motorů v rámci neustálého snažení o zvýšení výkonu a efektivity. Pseudo  $\alpha$  slitiny se vyznačují největší odolností proti creepu při teplotách nad 400 °C ze všech titanových slitin a mají tak příznivé charakteristiky pro použití coby slitina pro kompresorové disky v plynových turbínách [16,19].

V praxi obsahují pseudo  $\alpha$  slitiny od 2 do 8 %  $\beta$  stabilizačních prvků, které jednak vnášejí do mikrostruktury nepatrné množství  $\beta$  fáze, viz Obrázek 10, a jednak přispívají k lepší kujnosti. Tyto přídavky jsou však zpravidla natolik malé, že nezajistí podstatné zpevnění rozkladem zadržené  $\beta$  fáze a zlepšení mechanických vlastností plyne především z tvorby martenzitické  $\alpha'$  fáze a z manipulace s  $\alpha/\alpha'$  mikrostrukturou. Valná většina pseudo  $\alpha$  slitin je kována a tepelně zpracována ve fázovém poli  $\alpha + \beta$ , takže v mikrostruktuře jsou vždy zastoupena primárně  $\alpha$  zrna [16].

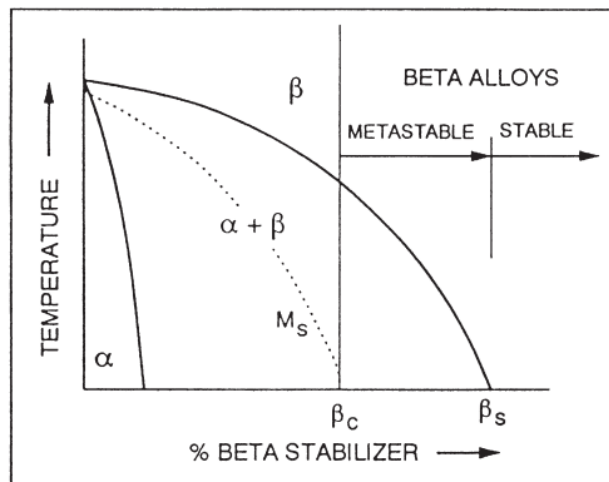


Obrázek 10: Mikrostruktura pseudo  $\alpha$  slitiny IMI 685 chlazená vzduchem z fázového pole, která ukazuje "košíkovou" vazbu Widmanstattenových destiček  $\alpha$  fáze ohraničenou malým množstvím  $\beta$  fáze [16]

## 4.3 Slitiny v modifikaci $\beta$

Titanové slitiny v modifikaci  $\beta$  jsou definovány jako slitiny obsahující dostatečné množství legujících prvků, které udržují  $\beta$  fázi v metastabilním nebo stabilním stavu po ochlazení na pokojovou teplotu během tepelného zpracování. To znamená, že množství

těchto prvků je dostatečné k tomu, aby se zabránilo průchodu startovací čarou martenzitu ( $M_s$ ) viz Obrázek 11. Složení slitin, které se nacházejí mezi kritickou minimální hladinou ( $\beta_c$ ) těchto stabilizujících prvků (tj. tam, kde linie  $M_s$  protíná osu pokojové teploty) a podobným průsečíkem linie  $\beta$  transu ( $\beta_s$ ), se běžně označují jako metastabilní  $\beta$  slitiny titanu, protože se u nich při stárnutí vytvoří druhá fáze (obvykle  $\alpha$ ). Vysoce legované složení napravo od  $\beta_s$  se považuje za stabilní  $\beta$  slitiny a neměly by být schopny kalení tepelným zpracováním. Takové slitiny jsou používány méně často [16].

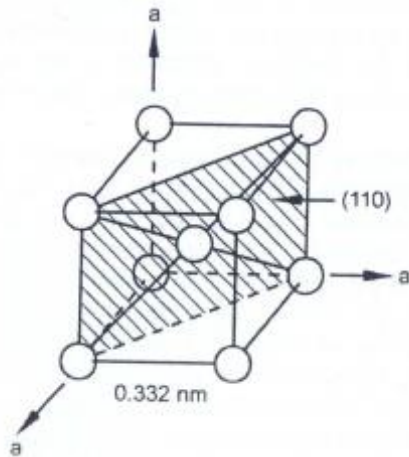


Obrázek 11: Pseudobinární  $\beta$  izomorfní fázový diagram znázorňující umístění metastabilních a stabilních fází  $\beta$  slitin titanu [16]

Tyto slitiny si získaly velkou pozornost již v počátcích díky výborným tvářecím vlastnostem, které se očekávaly od kubické prostorově centrované mřížky, viz Obrázek 12. Kromě toho nabízely možnost tváření za studena v relativně měkkém stavu doprovázeném následným zpevněním díky stárnutí. Takové vysoké obsahy  $\beta$  stabilizujících prvků však způsobovaly problémy se segregací ingotů a měly tendenci zvyšovat hustotu. První komerčně používanou slitinou bylo složení Ti-13V-11Cr-3Al, která může být kalena, tvářena za studena a vytvrzena stárnutím při teplotě 480 °C, čímž se dosáhne pevnosti v tahu až 1300 MPa [16,18].

Až do nedávné doby se  $\beta$  titanové slitiny využívaly jen minimálně a v roce 1993 tvořily pouze jedno procento celkového trhu s titanem ve Spojených státech. Nyní se však ukazuje, že tyto slitiny jsou mimořádně univerzální a poskytují velmi vysokou pevnost

v kombinaci s dobrou houževnatostí a odolností proti únavě. Kromě toho vykazují vysokou kalitelnost, takže lze tepelně zpracovávat součásti s velkými průřezy [16].



Obrázek 12: Kubická prostorově centrovaná mřížka titanu [17]

V současnosti vznikla druhá generace metastabilních  $\beta$  titanových slitin, jejichž složení se řídí zejména podle těchto pokynů: [16]

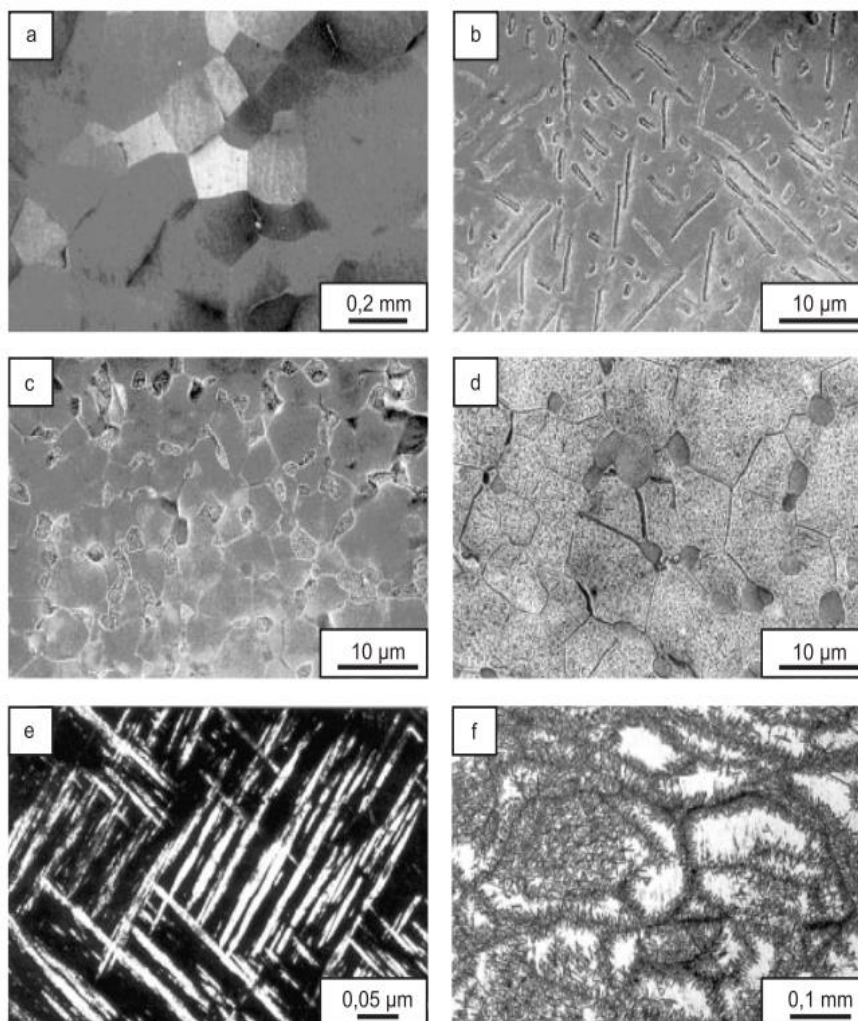
1. Přídavek prvků, např. hliníku, zirkonia a cínu, které mají tendenci potlačovat nebo omezovat tvorbu fáze  $\omega$  během tepelného zpracování nebo svařování tím, že podporují nukleaci fáze  $\alpha$ .
2. Omezení množství prvků, např. chromu, které mají tendenci stabilizovat eutektoidní přeměnu  $\beta$  a způsobovat křehnutí v důsledku tvorby  $\text{TiCr}_2$  nebo jejich sloučenin. Je třeba také poznamenat, že nadměrná eutektoidní stabilizace vede k pomalé reakci na stárnutí, což je nežádoucí.
3. Podpora plastické deformace skluzem spíše než mechanismem zahrnující deformačně indukovanou přeměnu na martenzit.

V každé slitině je možné dosáhnout vysokého stupně zpevnění. Některé deformace za studena u slitin, jako je Beta III, lze před stárnutím provádět při pokojové teplotě, což může dále zvýšit pevnostní vlastnosti v důsledku vzniku jemně dispergovaných  $\alpha$  precipitátů na dislokacích. Objemový podíl a morfologie precipitátů ovlivňují pevnost, zatímco velikost zrn má zásadní vliv na tažnost [16].

Příklady novějších  $\beta$  titanových slitin jsou uvedeny v tabulce 3.

Tabulka 3: Složení a použití  $\beta$  titanových slitin [16]

Slitina	Země původu	Použití
Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn (Beta III)	USA	Letecký průmysl, nýty, pružiny
Ti-8V-6Cr-4Mo-4Zr-3Al (Beta C)	USA	Trubková pouzdra pro ropu a plyn
Ti-10V-2Fe-3Al (Ti 10-2-3)	USA	Vysokopevnostní výkovky pro rámy letadel
Ti-5Mo-5V-8Cr-3Al (TB2)	Čína	Vysokorychlostní rotory
Ti-5Al-5V-5Mo-1Cr-1Fe (VT22)	Společenství národů	Podvozky letadel



Obrázek 13: Různé mikrostruktury  $\beta$  slitin: (a) Hrubá  $\beta$  zrna; (b) 10% prodloužená  $\alpha_p$ ; (c) 10% globulární  $\alpha_p$ ; (d) 10%  $\alpha_p$  (rekrytalizovaná) s globulární  $\alpha$ ; (e) sekundární  $\alpha$ ; (f) Nehomogenní srážení sekundárních  $\alpha$  sloučenin [21]

Závěrečný krok zpracování za tepla se obvykle provádí v poli  $\alpha + \beta$  u chudšího obsahu legur  $\beta$  slitin a přednostně v poli  $\beta$  u bohatšího obsahu legur  $\beta$  slitin. Tepelné zpracování roztoku nad teplotou  $\beta$  transu vede ke vzniku hrubých  $\beta$  zrn (viz Obrázek 13a). Zpracování roztoku mírně pod teplotou  $\beta$  transu vede k vysrážení primárních  $\alpha$  ( $\alpha_p$ ) zrn (viz Obrázek 13 b, c). Teplota tepelného zpracování řídí objemový podíl  $\alpha_p$ , zatímco kování a deformace válcováním ovlivňuje tvar  $\alpha_p$ . Je-li požadována malá velikost zrn, je možné provést několik cyklů deformace a rekrytalizace. V případě velkých průřezů může následné zpracování  $\alpha/\beta$  rozbít film hranice zrn, což znázorňuje Obrázek 13d. Při nižších teplotách, obvykle 400 až 600 °C, se sekundární  $\alpha$  ( $\alpha_s$ ) sráží v jemné distribuci, viz Obrázek 13e,f. Toto srážení může být homogenní, nebo nehomogenní [21].

#### 4.4 Slitiny v modifikaci $\alpha + \beta$

Pevnostní omezení  $\alpha$  slitin vedla k počátečnímu výzkumu složení obsahující jak  $\alpha$ , tak  $\beta$  fázi. Ačkoliv mnoho binárních  $\beta$  – stabilizovaných slitin v termodynamické rovnováze je dvoufázových, v praxi  $\alpha + \beta$  slitiny obvykle obsahují směsi  $\alpha$  i  $\beta$  stabilizátorů. Tyto  $\alpha + \beta$  slitiny mají nyní největší obchodní význam, přičemž jedna konkrétní slitina Ti-6Al-4V tvoří více než polovinu prodeje titanových slitin v Evropě i ve Spojených státech. Přestože je tato konkrétní slitina obtížně tvářitelná, a to i ve vyžáhaném stavu, slitiny  $\alpha + \beta$  obecně vykazují dobrou tvářitelnost a vysokou pevnost v tahu při pokojové teplotě. Avšak při teplotách nad 400 °C dochází k určitému snížení pevnosti při tečení, a pokud slitina obsahuje více než 20 %  $\beta$  fáze, dochází také ke snížení svařitelnosti. Vlastnosti slitin  $\alpha + \beta$  lze kontrolovat tepelným zpracováním, které se uplatňuje při úpravě mikrostrukturních a precipitačních stavů  $\beta$  složky. Primární využití těchto slitin je v kovaných součástech, např. v lopatkách ventilátorů proudových motorů [16,18].

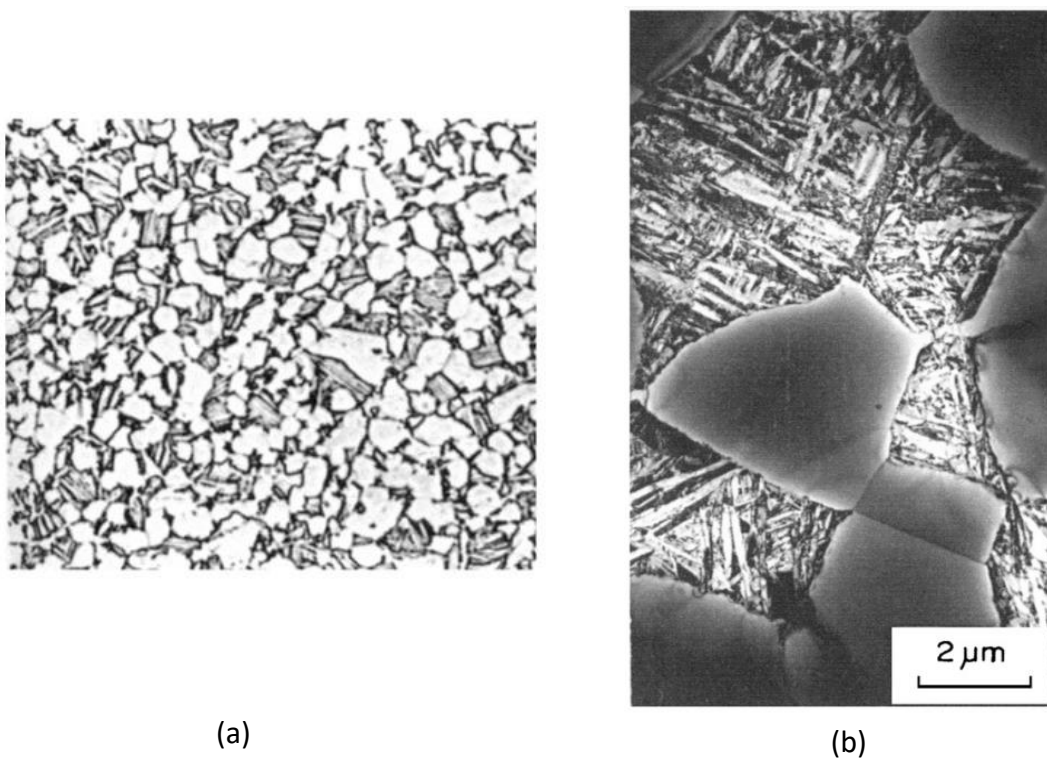
Většina těchto slitin zahrnuje prvky, které stabilizují a zpevňují  $\alpha$  fázi, spolu se 4-6 %  $\beta$  stabilizačních prvků, které umožňují, aby se při ochlazování z fázových polí zachovalo značné množství této fáze. Běžné  $\beta$  stabilizační prvky posilují  $\beta$  fázi v pevném roztoku, i když tyto účinky jsou relativně malé. Pevnostní vlastnosti  $\alpha + \beta$  slitin lze zlepšit následným popouštěním nebo stárnutím a lze tak dosáhnout pevnosti v tahu při pokojové teplotě přesahující 1400 MPa. Nicméně jen málo složení dokáže udržet tyto úrovně pevnosti v tlustých průřezech kvůli účinkům kalitelnosti při kalení, které jsou zhoršeny nízkou

tepelnou vodivostí titanu. Nyní se nabízí zvážit vztahy mezi strukturou a vlastnostmi slitin  $\alpha + \beta$ , které se vyvíjejí tepelným zpracováním [16].

#### 4.4.1 Žíhané $\alpha + \beta$ slitiny

Ve slitinách, které vykazují fázové diagramy  $\beta$  izomorfního typu, lze dosáhnout rovnoměrných vlastností v tlustých průřezích pomalým ochlazováním z fázových polí  $\beta$  nebo  $\alpha + \beta$ , známým jako  $\beta$  žíhání, resp. žíhání ve válcovně. V prvním případě je obvyklé, že se  $\alpha$  fáze tvoří jako Widmanstättenovy lamely v  $\beta$  matici, ačkoliv se  $\beta$  může sama transformovat na martenzitickou  $\alpha'$  [16].

Žíhání ve fázovém poli  $\alpha + \beta$  se obvykle provádí při teplotě přibližně 700 °C a kromě uvolnění napětí vede toto zpracování ke vzniku rovnoosé struktury složené ze zrn  $\alpha$  (bílá) a zrn transformované  $\beta$  (Widmanstättenova  $\alpha$ ) viz Obrázek 14 [16].



Obrázek 14: (a) Slitina IMI 318 žíhaná při 700 °C ve fázovém poli  $\alpha + \beta$ ; (b) Zvětšený elektronový mikrofotografický snímek (a) zobrazující strukturu transformované  $\beta$  (Widmanstättenova  $\alpha$ ) [16]

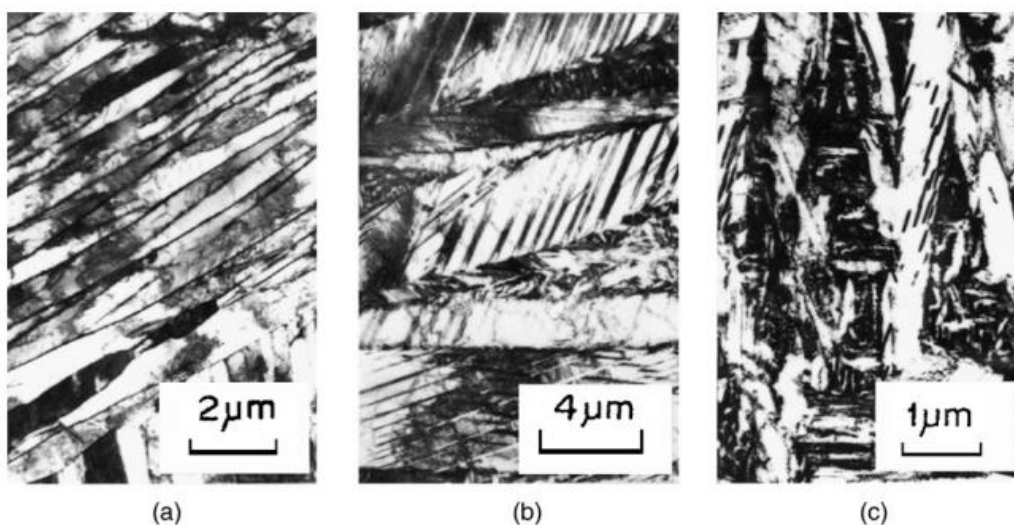
Velikost zrn lze upravit vhodným nastavením pracovních a žíhacích cyklů. Často se provádí druhé nebo duplexní žíhání, které způsobí další rozdělení legujících prvků mezi  $\alpha$  a  $\beta$  fázi, a hlavním cílem této úpravy je obohacování  $\beta$  fáze, což vede ke zlepšení

stability slitin pro provoz při zvýšených teplotách. Slitiny titanu  $\alpha + \beta$  se nejčastěji využívají v žíhaném stavu a je potřeba podotknout, že mikrostruktura i některé mechanické vlastnosti se mohou odlišovat v souvislosti s tím, zda bylo předchozí tváření provedeno nad nebo pod  $\beta$  transem [16].

#### 4.4.2 Kalené $\alpha + \beta$ slitiny

Spektrum vlastností  $\alpha + \beta$  slitin lze dále rozšířit kalením z pole  $\beta$  fáze a následným popouštěním nebo stárnutím při zvýšených teplotách, aby se rozložily kalené struktury. Lze přitom rozlišovat mezi relativně zředěnými  $\alpha + \beta$  slitinami, které při kalení tvoří hexagonální  $\alpha'$  martenzit, nebo dva ortorombické martenzity  $\alpha''$  a  $\alpha'''$ , a koncentrovanějšími slitinami, v nichž může být  $\beta$  fáze částečně nebo zcela zachována v metastabilním stavu. Pokud slitiny obsahují dostatečný obsah  $\beta$  stabilizujících prvků, aby se  $M_s$  (Martenzit start) teplota snížila pod pokojovou teplotu, může se zachovat plně metastabilní  $\beta$  struktura [16].

Nejrozšířenějším martenzitem je hexagonální typ  $\alpha'$ . Ve zředěnějších slitinách se formuje jako kolonie rovnoběžných desek nebo lamel, viz Obrázek 15a, jejichž hranice tvoří stěny dislokací. Vnitřní oblasti jsou rovněž silně dislokované. Tato struktura je podobná struktuře, která se získá při kalení  $\alpha$  slitin z pole  $\beta$  fáze, s tím rozdílem, že ve slitinách  $\alpha + \beta$  jsou lamely odděleny tenkými vrstvami zadržené  $\beta$  fáze, která je obohacena o  $\beta$  stabilizující rozpouštěcí prvky [16].



Obrázek 15: Transmisní elektronové mikrofotografie ukazující strukturu martenzitů titanových slitin: (a) hexagonální  $\alpha'$  (lamelový) martenzit ve zředěné slitině (Ti-1.8Cu) kalený při 900°C; (b) hexagonální  $\alpha'$  (čočkovitý) martenzit obsahující dvojčata v koncentrované slitině (Ti-12V) kalený při 900°C; (c) ortorombický  $\alpha''$  martenzit ve slitině Ti-8.5Mo-0.5Si kalený při 950°C [16]



Se vzrůstajícím množstvím rozpuštěných látek a nižšími teplotami  $M_s$  se tyto kolonie zmenšují a řada z nich degeneruje do jednotlivých nahodile orientovaných destiček. Tyto destičky mají čočkovitou nebo acikulární morfologii, viz Obrázek 15b, a jsou vnitřně zdvojené na rovinách. Druhý typ titanového martenzitu ( $\alpha''$ ) má ortorombickou strukturu a podobnou mřížkovou shodu s fází  $\beta$ . Z tohoto důvodu je pravděpodobně čelně centrovaný a jeho mřížkové rozměry jsou  $a = 0,298$  nm,  $b = 0,494$  nm,  $c = 0,464$  nm. Je také vnitřně zdvojená, jak lze vidět na Obrázku 15c, přičemž dvojčata se tvoří v rovinách  $\{111\}$ . Ačkoliv se dříve martenzit  $\alpha''$  zanedbával, nyní je jeho význam doceněn. Jeho přítomnost snižuje tažnost slitin v tahu, avšak jeho výhodou je, že je příznivým prekurzorem při vytváření velmi rovnoměrného rozložení fáze  $\alpha$  po následném tepelném zpracování. Martenzit  $\alpha''$  může být vytvořen následujícími třemi způsoby: [16]

1. Rozkladem metastabilní  $\beta$  fáze při kalení
2. Rozkladem zadrženého materiálu přechodnou (bainitickou) transformací během izotermického stárnutí
3. Přeměnou vyvolanou napětím

Slitiny, které se v praxi používají nejčastěji, jsou uvedené v tabulce 4.

Tabulka 4: Přehled nejčastěji používaných titanových slitin [20]

Typ slitiny	Chemické složení	Obsah $\beta$ -fáze v %	Označení Rusko	Označení USA	Označení Francie
$\alpha$ - slitiny	nelegovaný Ti Ti - (0,2-0,5)Pd Ti - 5Al - 2,5Sn	0	VT1-00 VT1-0 4200 VT5-1		UT 40  UT 3502
Pseudo - $\alpha$ - slitiny	Ti-11Sn-2,25Al-5Zr-1Mo-0,22Si Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0,1Si	2 - 6		IMI 679  Ti 6242	
(a + b) slitiny martenzitického typu	Ti-(5-7)Al-4V Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo Ti-11Mo-6Sn-4Zr	5 -25	VT6 VT33 VT30	Ti(6)4 Ti6246	UTA6V
Pseudo $\beta$ - slitiny	Ti-13V-11Cr-3Al Ti-11,5Mo-6Zr-4,5Sn Ti-3Al-7Mo-11Cr	100 % nestabilní	VT15	B120VCA BETA III	
$\beta$ -slitiny	Ti-33Mo	100 % stabilní	4201		



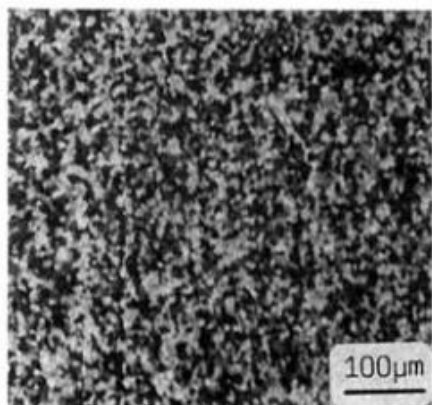
## 5 Vliv zpracování na mikrostrukturu slitin titanu

### 5.1 Vliv termomechanického zpracování

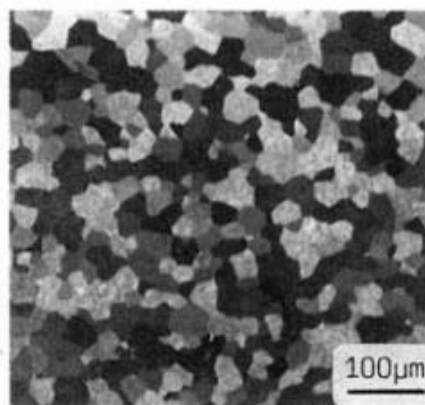
Mikrostrukturu slitin titanu je možné měnit a řídit termomechanickým zpracováním. Charakter a stupeň řízení mikrostruktury, kterého lze docílit, závisí na třídě a typu slitiny. V této části budou popsány účinky termomechanického zpracování na mikrostrukturu jednotlivých slitin titanu [17].

#### 5.1.1 CP titan

Termomechanické zpracování CP titanu se obvykle provádí zcela v oblasti  $\alpha$  fáze a hlavním cílem z mikrostrukturního hlediska je úprava velikosti  $\alpha$  zrn na požadovanou úroveň. Například malé velikosti  $\alpha$  zrn ( $10\ \mu\text{m}$ ) lze dosáhnout rekrytalizací při teplotách kolem  $700\text{--}750\ ^\circ\text{C}$ , zatímco větší velikosti  $\alpha$  zrn ( $50\ \mu\text{m}$ ) lze dosáhnout rekrytalizací při teplotách kolem  $900\ ^\circ\text{C}$ , viz Obrázek 16 [17].



a) Grain size  $\sim 10\ \mu\text{m}$



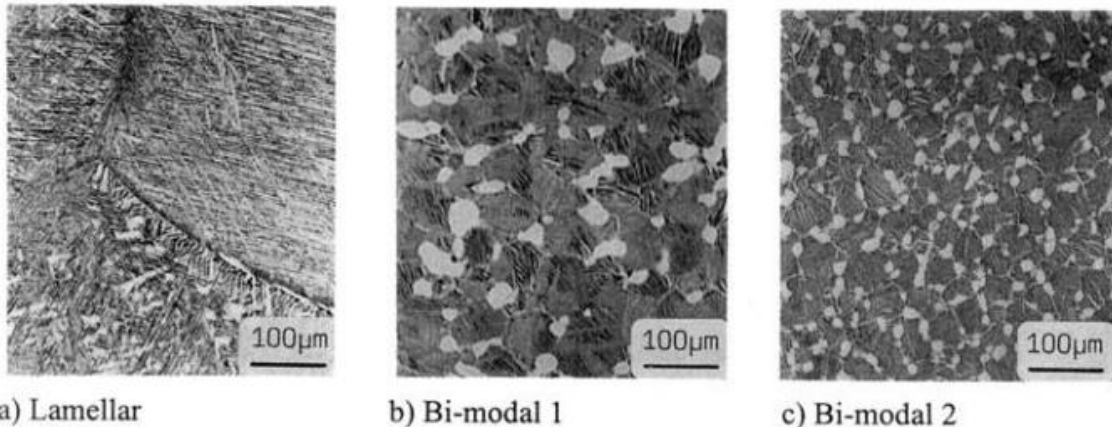
b) Grain size  $\sim 50\ \mu\text{m}$

Obrázek 16: Struktura zrn CP titanu [17]

#### 5.1.2 $\alpha + \beta$ slitiny

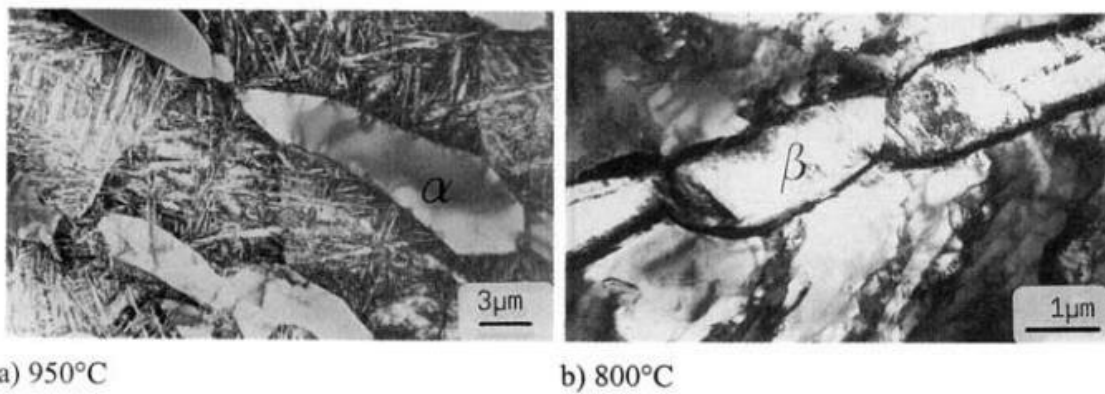
U dvoufázových  $\alpha + \beta$  titanových slitin lze změnou způsobu termomechanického zpracování získat tři výrazně odlišné typy mikrostruktur: plně lamelární strukturu, plně rovnoosou strukturu a tzv. duplexní nebo bimodální mikrostrukturu obsahující rovnoosou primární  $\alpha$  v lamelární  $\alpha + \beta$  matrici. Typický způsob zpracování pro získání bimodální mikrostruktury je: homogenizační žíhání ve fázovém poli  $\beta$  (I), deformace ve fázovém poli  $\alpha + \beta$  (II), rekrytalizace ve fázovém poli  $\alpha + \beta$  (III) a stárnutí při nižších teplotách (IV).

Na obrázku 17a je zobrazena typická lamelární mikrostruktura, kdežto obrázek 17b zobrazuje typickou výslednou bimodální strukturu [17].



Obrázek 17: Mikrostruktury  $\alpha + \beta$  slitin : (a) lamelární; (b) bimodální [17]

Mechanismus, kterým se lamelární „výchozí“ struktura (krok I) deformovaná (krok II) mění během rekrytalizace na rovnoosá  $\alpha + \beta$  zrna, je znázorněn na obrázku 18a [17].

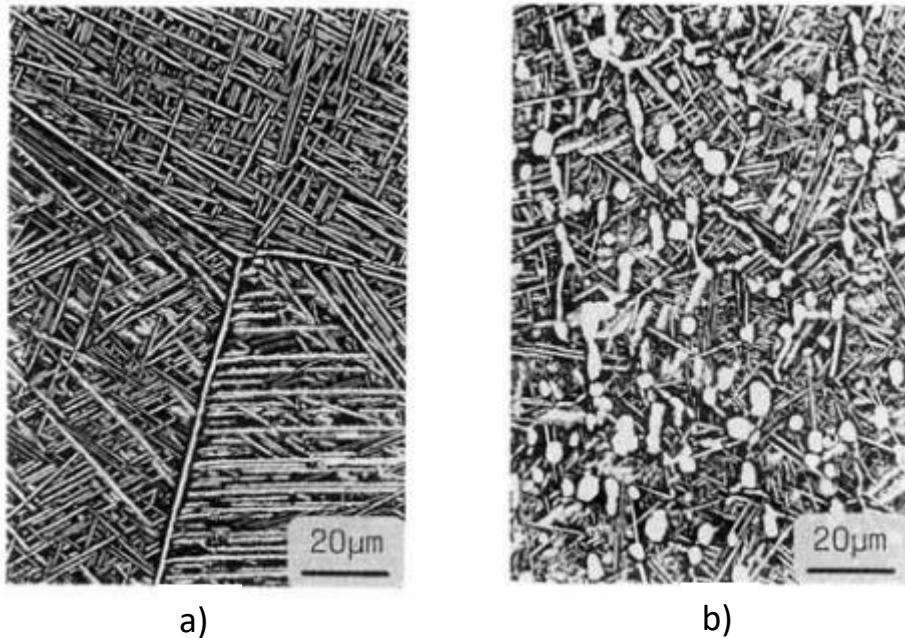


Obrázek 18: Rekrytalizace na bimodální strukturu (950 °C) a na plně rovnoosou strukturu (800 °C), slitina Ti-6Al-4V [17]

### 5.1.3 $\beta$ slitiny

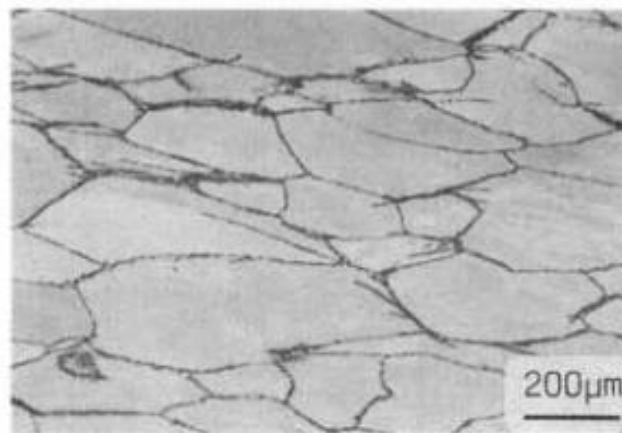
V závislosti na množství  $\beta$  stabilizačních prvků mohou být tyto  $\beta$  slitiny při ochlazení na pokojovou teplotu při středních až vysokých rychlostech ochlazování zachovány v metastabilní formě, což znamená, že během ochlazování nedochází k významnému vysrážení  $\alpha$  fáze.  $\beta$  slitiny po různém termomechanickém zpracování mohou vykazovat různé struktury (lamelární, bimodální a tzv. „necklace“ (angl. náhrdelníková) mikrostruktura). Pro získání lamelární struktury je zpracování následující: homogenizační žíhání ve fázovém poli  $\beta$  (I), deformace ve fázovém poli  $\alpha + \beta$  (II), rekrytalizace ve fázovém poli  $\beta$  (III) a v poslední řadě dvojí stárnutí při nižších teplotách (IV). Pro získání bimodální

struktury je zpracování podobné, avšak s tím rozdílem, že rekrytalizace probíhá ve fázovém poli  $\alpha + \beta$ . Lamelární strukturu  $\beta$  slitin znázorňuje obrázek 19a a bimodální strukturu  $\beta$  slitin ukazuje obrázek 19b [17].



Obrázek 19: Lamelární a bimodální mikrostruktura  $\beta$  slitin: (a) lamelární; (b) bimodální [17]

Pro vytvoření mikrostruktury typu necklace (obrázek 20) je třeba použít takzvaný proces deformace „skrz transus“. Tento proces spočívá v tom, že se po homogenizačním žíhání materiál nechladí na pokojovou teplotu, ale přímo se deformuje počínaje fázovým polem  $\beta$  a pokračuje do fázového pole  $\alpha + \beta$ , dokud se na hranicích deformovaných zrn  $\beta$  nevytvoří  $\alpha$  (tvar „palačinky“ nebo protáhlého zrna  $\beta$ ) jako kulaté částice [17].



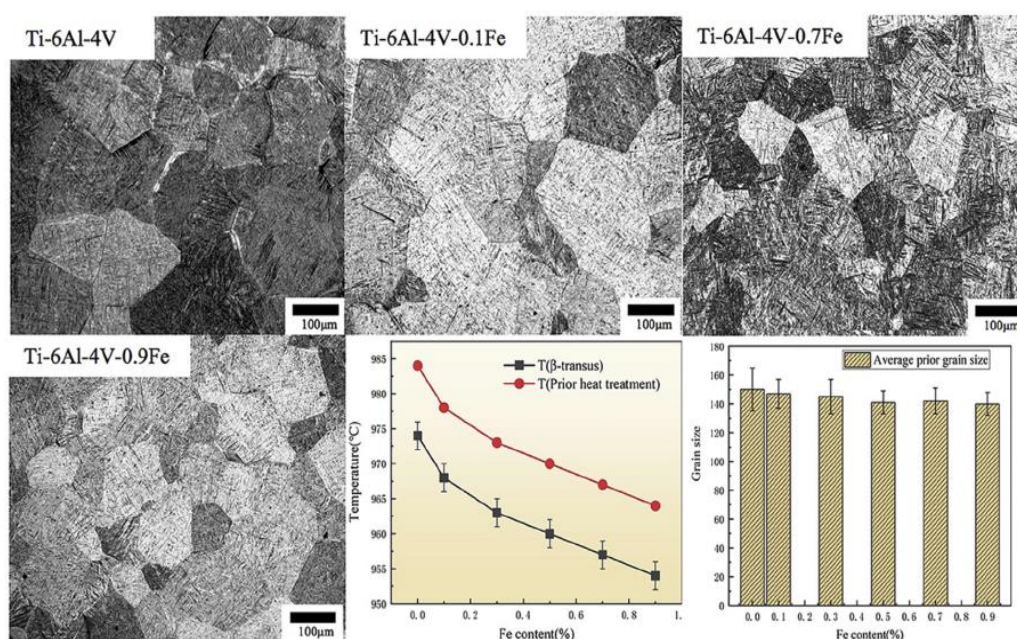
Obrázek 20: Necklace mikrostruktura po deformaci "skrz transus" [17]

## 5.2 Vliv mikrolegování

Substituční prvky, jako jsou Ta, V, Mo a Nb, jsou klíčové pro kontrolu mikrostruktury a vlastností titanových slitin. Tyto prvky patří do kategorie  $\beta$  izomorfních prvků a nereagují s titanem za vzniku intermetalických sloučenin, což z nich činí preferovanou volbu pro legování. Naopak prvky jako Cr, Fe, Cu, Ni, Pd, Co, Mn a další přechodové kovy tvoří s titanem eutektoidní systém, mají omezenou rozpustnost v  $\alpha$  titanu, snižují teplotu přeměny a stabilizují  $\beta$  fázi. Jejich přidání v kombinaci s  $\beta$  izomorfními prvky je zaměřeno na stabilizaci  $\beta$  fáze a prevenci nebo omezení vzniku intermetalických sloučenin během termomechanického nebo tepelného zpracování [26].

Jak bylo zmíněno v kapitole 5.1, jednou z možností, jak upravit mikrostrukturu, je termomechanické zpracování, avšak jako jednoduchá a účinná úprava pro zlepšení vlastností a mikrostruktury se osvědčilo také mikrolegování. V této kapitole bude jako příklad uveden vliv mikrolegování železem u nejpoužívanější slitiny dneška Ti-6Al-4V na zjemňování zrn během tváření za tepla [27].

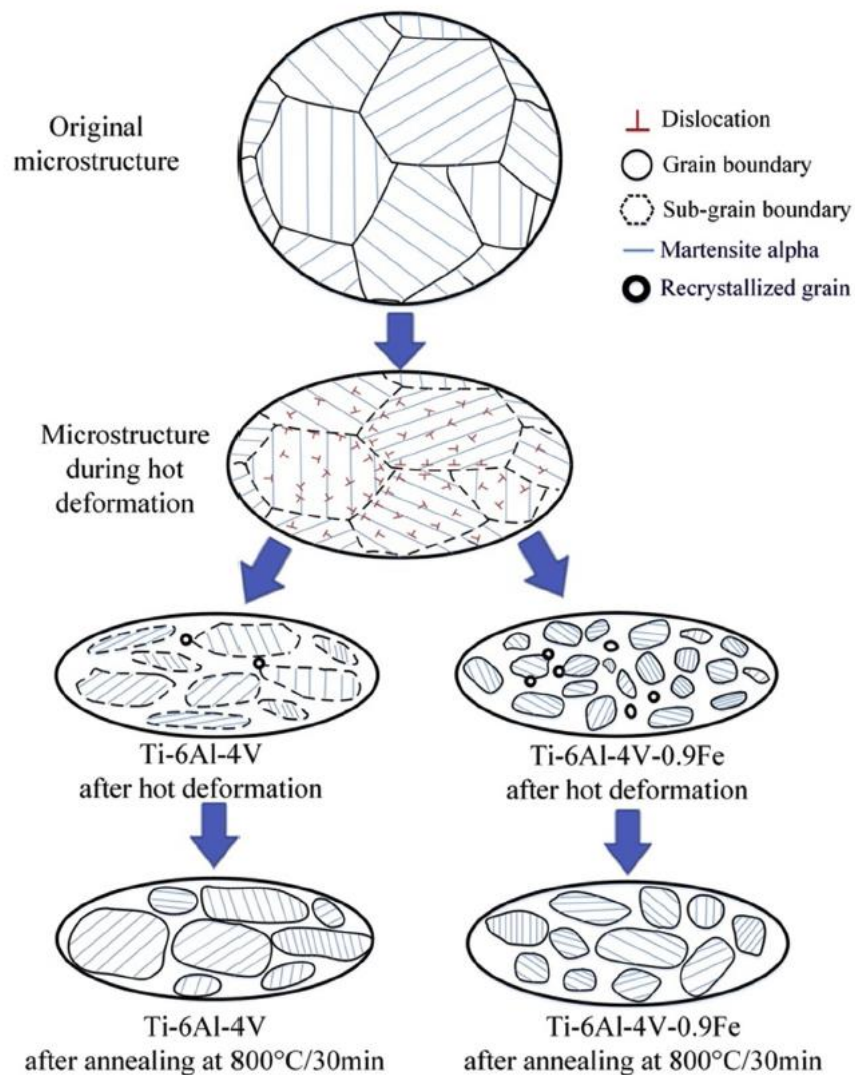
Vývoj mikrostruktury a mechanických vlastností slitin Ti-1Fe a Ti-3Fe byl v článku [27] sledován prostřednictvím různých tepelných úprav, přičemž přídavek Fe vedl ke zvýšení tažnosti a houževnatosti. Zjemnění mikrostruktury rovněž vedlo ke zvýšení tvrdosti a pevnosti.



Obrázek 21: Originální mikrostruktura slitiny Ti-6Al-4V a rozložení velikosti beta zrn Ti-6Al-4V-xFe ( $x = 0 - 0,9\%$ ) [27]

U zesíleného čistého titanu válcovaného za tepla bylo zjištěno, že zjemnění zrn během deformace za tepla je výhodné, protože poskytuje homogenní mikrostrukturu s lepším tokovým chováním. Na obrázku 21 lze pozorovat postupné zjemňování zrn se zvyšujícím se obsahem železa ve slitině Ti-6Al-4V [27].

Obvykle jsou hlavními mechanismy při deformaci za tepla dynamické zotavení (angl. dynamic recovery - DRV) a dynamická rekrystalizace (angl. dynamic recrystallization – DRX). Mechanismus dynamického zotavení je založen na výstupu hranových dislokací a příčném skluzu šroubových dislokací a vede k přeskupení a anihilaci dislokací. Ve slitinách s přídavkem Fe se mikrostruktura skládá ze zrn s vroubkovanými hranicemi zrn a subzrny, což jsou typické znaky dynamického zotavení [27].



Obrázek 22: Schéma vlivu přídavku Fe na mechanismus DRX [27]

V článku [27] se ukázalo, že velikost deformovaných zrn se s přidavkem Fe zmenšuje, viz Obrázek 22. Kromě toho se zjevně zvyšoval obsah dílčích zrn, což znamená, že vyšší obsah Fe způsobuje větší DRV. S přidavkem 0,5 % Fe je mikrostruktura deformovaných vzorků jemnější a s deformovanými zrny se objevují i dílčí hranice zrn. Zvýšení obsahu Fe na 0,9 % mělo za následek zmenšení velikosti zrn na 10 – 20  $\mu\text{m}$ , což svědčí o tom, že prvek Fe významně ovlivňuje zjemnění velikosti zrn. Při nárůstu obsahu Fe na 0,9 % byly výrobky téměř zcela rekrystalizovány, byla pozorována výrazně homogenní jemná zrna a žádná hrubá zrna. To znamená, že zbytková protáhlá zrna byla zcela stlačena do jemných zrn. U Ti-6Al-4V-0,9Fe byla zjištěna náhrdelníková (angl. necklace) mikrostruktura a nová rekrystalizovaná zrna uvnitř deformovaných zrn. Objem DRX se tedy zvyšoval s rostoucím Fe z 0 % na 0,9 %, což odpovídá poklesu vrcholového napětí a dokazuje to, že proudění měknutí dominuje DRX [27].

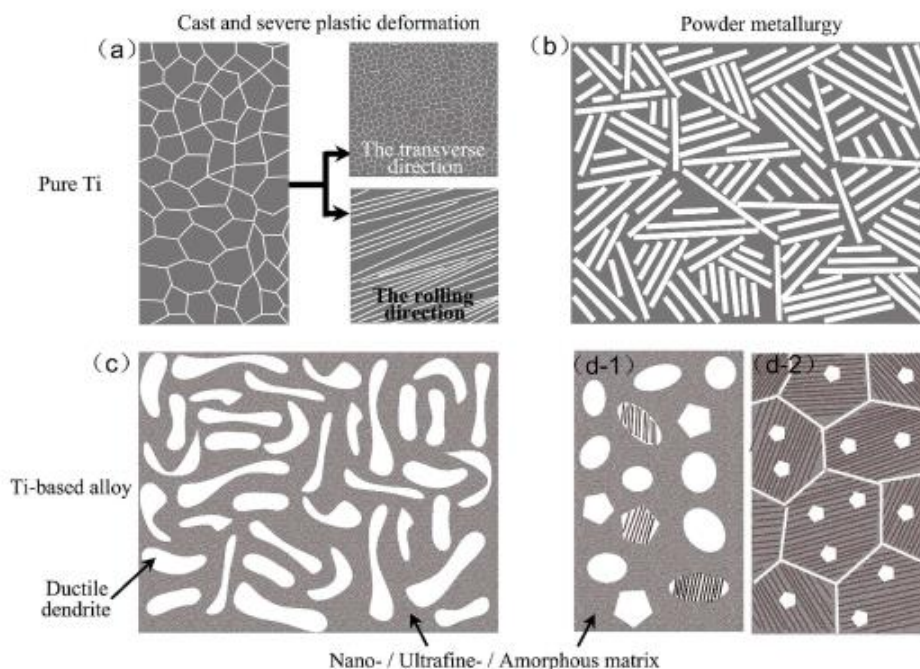
### 5.3 Vliv mechanického zpracování

Přechodné struktury jsou obecně tvořeny směsí lamelárních, rovnoosých a jiných struktur. Ve srovnání s hrubozrnnými ( $\geq 1 \mu\text{m}$ ) kovovými materiály přitahují nanokrystalické ( $< 100 \text{ nm}$ ) a ultrajemnozrnné (100 – 1000 nm) kovy v posledních několika desetiletích zvýšenou pozornost díky efektu zpevnění hranic zrn, který vede ke zvýšení pevnosti a tvrdosti titanových slitin, jež je několikanásobně vyšší než u jejich hrubozrnných protějšků. Bez ohledu na metody zpracování však jemnozrnné kovové materiály obvykle trpí slabou plastickou deformací při teplotě okolí. To se obvykle přičítá omezené kapacitě dislokací uvnitř jemných zrn. Pro optimalizaci rovnováhy mezi pevností a tažností je široce používaným přístupem přizpůsobení mikrostruktury zavedením více délkových stupnic a vytvoření bimodálního/multimodálního rozložení velikosti zrn, tj. kombinace nanokrystalických, ultrajemných a mikrometrických zrn. Doposud byla realizována řada strategií pro zpracování bimodálních nebo multimodálních mikrostruktur, jako je například polotuhé zpracování založené na rychlém tuhnutí odlitků, rekrystalizace vyvolaná silnou plastickou deformací s následným tepelným zpracováním, konsolidace prášků slitin různých velikostí a rekrystalizace během spékání prášku slitiny a další. Například mechanické vlastnosti a mikrostruktura CP titanu obsahující hrubou fází  $\alpha$  se obecně zlepšují pomocí zjemnění zrn složitým způsobem silné plastické deformace. Konkrétně se



techniky silné plastické deformace CP titanu provádějí pomocí rovnokanálového úhlového lisování, kování, válcování, vysokotlakého kroucení a vytlačování za tepla při zvýšených teplotách [28].

Výsledkem kryoválcování a následného nízkoteplotního žíhání je multimodální struktura zrn (viz Obrázek 23a), která vykazuje mez kluzu až 926 MPa a velké lomové prodloužení 23 %. Výsledky ukazují, že zlepšení pevnosti je důsledkem ultrajemných rovnoměrně uspořádaných zrn, zatímco dobrá tažnost se připisuje kombinovanému účinku velkého počtu velkoúhlých hranic zrn a multiškálové struktury zrn. Také dvoustupňové spékání prášku  $TiH_2$  metodou spark plasma sintering – SPS (jiskrovým plazmatem) je mimořádně účinné pro výrobu objemově čistého titanu. Mikrostruktura tohoto materiálu je znázorněna na obrázku 23b. Kromě regulace morfologie mikrostruktury v titanových slitinách lze pevnost navýšit regulací velikosti zrn fáze  $\alpha$  a houževnatost lze vylepšit regulací velikosti zrn fáze  $\beta$ , aby se dosáhlo vysoké pevnosti a vysoké houževnatosti současně. Mikrostruktura vysoce výkonných slitin titanu obecně vykazuje nanokrystalickou, ultrajemně krystalickou nebo amorfni matici obklopující tvárné fáze, jak je znázorněno na obrázku 23c,d [28].



Obrázek 23: Schématické nákresy několika typů typických bimodálních titanových slitin s vysokou pevností a vysokou tažností: (a) ultrajemná rovnoosá struktura vyrobená plastickou deformací; (b) košiková mikrostruktura vyrobená práškovou metalurgií; kompozitní struktury s (c) nano/ultrajemnou krystalickou nebo amorfni maticí obklopující dendritickou tvárnou fází vyrobenou rychlým tuhnutím nebo (d-1) částicové tvárné fáze a (d-2) ultrajemná lamelární eutektická matrice obklopující mikronovou tvrdou fází fcc vyrobenou práškovou metalurgií [28]

## 6 Praktická část

### 6.1 Popis vzorků

Pro experimentální část práce byly zvoleny dva vzorky materiálu Ti-6Al-4V ELI, nebo také známé jako Ti 6-4 ELI, kde jeden vzorek byl tvářený za tepla a druhý netvářený. Oba vzorky byly recyklovány pomocí metody PAM, viz str. 16. Na obrázku 24 lze vidět vzorky v dodaném stavu, kde vzorek nahoře je tvářený a vzorek dole je netvářený.



Obrázek 24: Vzorky v dodaném stavu

Chemické složení těchto vzorků je popsáno v tabulce 5.

Tabulka 5: Chemické složení slitiny Ti-6Al-4V ELI [29]

	Ti	Al	V	N	C	O	Fe	H
Min./Max.	zůstatek	5,85-	3,8-4,1	0,006-	0,003-	0,08-	0,10-	0,001-
%		6,13		0,02	0,11	0,13	0,22	0,003

Fyzikální a mechanické vlastnosti vzorků popisuje tabulka 6.

Tabulka 6: Fyzikální a mechanické vlastnosti slitiny Ti-6Al-4V ELI [29]

Hustota	Tvrdość HV 30	Mez pevnosti v tahu	Mez kluzu v tahu	Tažnost	Modul pruž- nosti	Poissonův koeficient
4,43 g/cm <sup>3</sup>	330 - 380	860 MPa	790 MPa	15%	133,5 GPa	0,342



## 6.2 Popis experimentu

Vzorky byly běžným způsobem připraveny k metalografické analýze. Nejdříve byly oba vzorky podélně a příčně rozřezány na pile Secotom 60 od společnosti Struers. Jako řezný kotouč byl využit kotouč určený na slitiny Ti z karbidu křemíku, neboť při řezání běžným kotoučem z oxidu hlinitého by hrozilo tepelné ovlivnění vzorků, aby se tomu předešlo, byla použita také chladicí kapalina. Po nařezání byly vzorky za tepla zalisovány do bakelitového fixačního materiálu na stroji MX400 od společnosti LECO. Po zalisování byly vzorky broušeny a leštěny na poloautomatickém broušicím a leštícím stroji GPX 300 rovněž od společnosti LECO. Broušení bylo prováděno postupně na brusných papírech o zrnitosti 800, 1200, 2400, až po zrnitost 4000. Dále byly vzorky leštěny na leštícím plátně (na směsi OPS a peroxidu vodíku). Leštění se provádělo do doby, než bylo dosaženo požadovaného zrcadlového lesku vzorků. Ke zvýraznění mikrostruktury bylo použito Krollovo leptadlo (1 % HF, 2 % HNO<sub>3</sub>, 95 % destilovaná H<sub>2</sub>O).

Po úspěšném naleptání byly mikrostruktury nejprve pozorovány pomocí digitálního optického mikroskopu Olympus DSX1000, kde byly vyfotografovány řezy vzorků a jejich makrostruktura. Po světelné mikroskopii byly vzorky zkoumány na metalografickém mikroskopu Neophot 32 vybaveném CCD kamerou, kde bylo možné detailněji zkoumat mikrostrukturu. Prostřednictvím mikroskopu Neophot 32 byla zdokumentována mikrostruktura obou vzorků při zvětšeních od 3,2x8 do 50x8, a to jak na okraji vzorku, tak ve středu vzorku.

Elektronová mikroskopie byla provedena pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu JEOL JSM-7600F, který je vybaven EDXS detektorem Oxford X-Max 80 mm<sup>2</sup> a EBSD detektorem HKL Nordlys. Vzorky byly upevněny do mikroskopu a umístěny do komory s vysokým vakuem, aby se minimalizovalo rušení elektronového svazku. Elektronový svazek byl zaostřen na povrch vzorku a skenoval jej bod po bodu. Pomocí EDXS detektoru Oxford X-Max bylo provedeno chemické složení vzorku, což umožnilo identifikaci prvků a jejich rozložení v mikrostruktuře. Získaná data byla následně analyzována a vizualizována pomocí specializovaného softwaru.

Zkouška tvrdosti byla provedena podle Vickerse pomocí automatického tvrdoměru Struers Duramin 40AC3. Při měření byly nastaveny potřebné parametry pro tvrdost HV-30, což znamená, že na každý vtisk byla aplikována síla 30 kg po dobu deseti sekund.

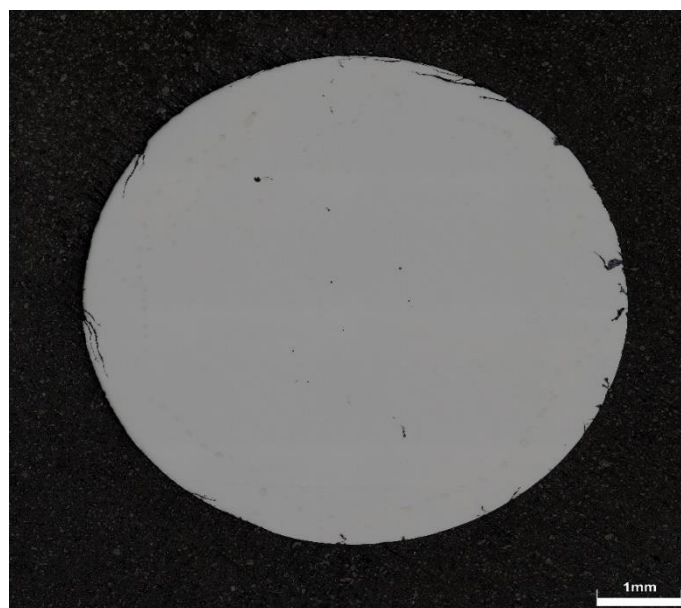
Před samotným měřením byly vzorky pečlivě připraveny, aby byl zajištěn rovný a čistý povrch, vhodný pro přesné měření tvrdosti. Následně byly vzorky umístěny do tvrdoměru. Každé měření tvrdosti bylo prováděno vytvořením vtisku pomocí diamantového jehlanu, který vytváří otisk ve tvaru pyramidy na povrchu vzorku. Pro získání reprezentativních výsledků bylo u každého řezu tvářeného i netvářeného vzorku provedeno náhodně 5 vtisků na různých místech. Tato náhodnost zajišťuje, že naměřené hodnoty jsou průměrem tvrdosti celého vzorku a minimalizuje vliv lokálních nepravidlostí v materiálu. Po provedení všech vtisků byly otisky analyzovány pomocí optického systému tvrdoměru, který přesně změřil délky diagonál otisků. Tyto hodnoty byly následně použity pro výpočet tvrdosti podle Vickerse v příslušném softwaru.

## 6.3 Výsledky

### 6.3.1 Světelná mikroskopie

#### **Tvářený vzorek – příčný řez**

Na obrázku 25 lze vidět celý průřez tvářeného vzorku v příčném řezu, ze kterého jsou pořízeny detailnější fotografie mikrostruktur, které je možné vidět na obrázku 26, 27 a 28. Na okrajích je možné vidět přeložky které jsou důsledkem tvářením, které ovšem nezasahují do větší hloubky, viz obrázek 26. Z hlediska vnitřních vad jsou viditelné 2 nehomogenity.



Obrázek 25: Příčný řez tvářeného vzorku zachycený pomocí mikroskopu Olympus DSX1000



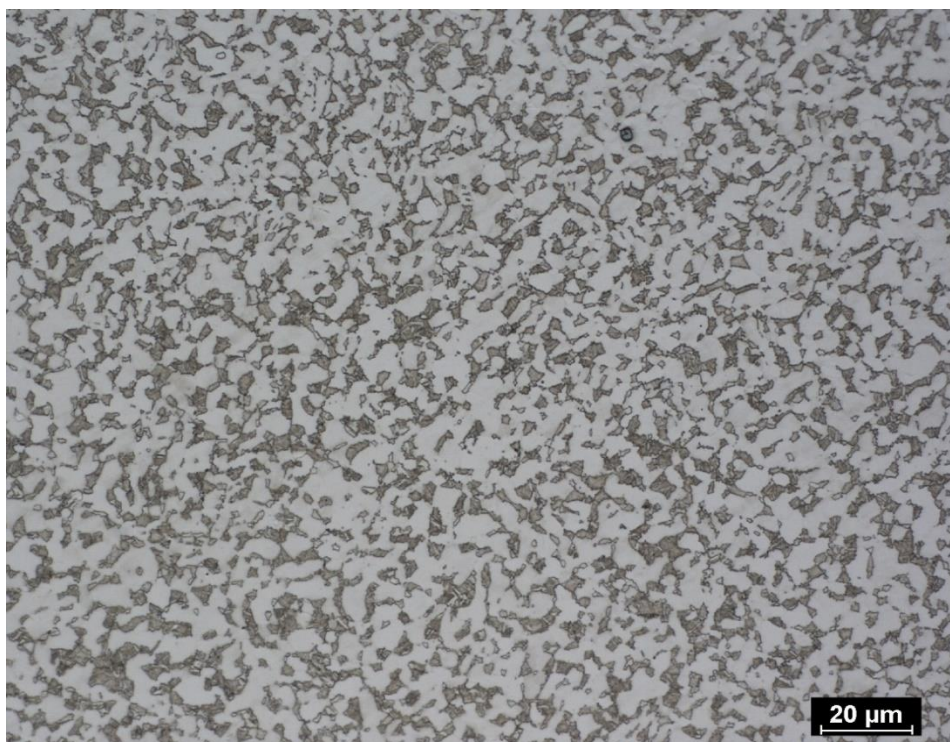
a)



b)

Obrázek 26: Mikrostruktura příčného řezu tvářeného vzorku s menším zvětšením

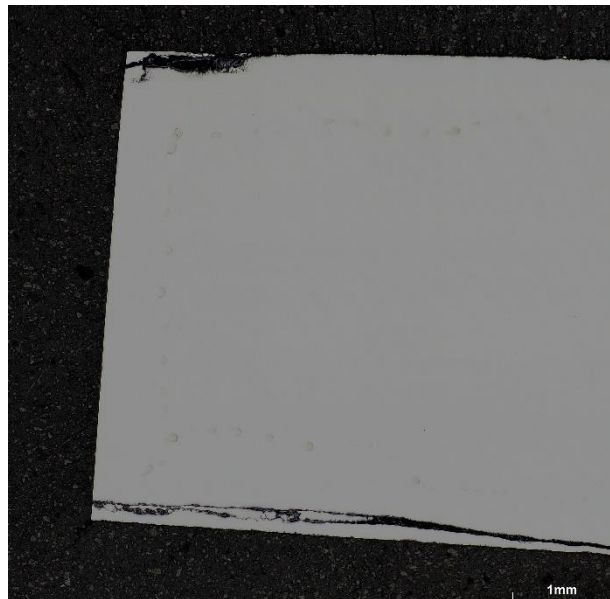
Pro detailnější popis mikrostruktury je vhodnější použít zvětšení 50x8. Na obrázku 27 lze vidět typická bimodální  $\alpha + \beta$  struktura, kde  $\alpha$  je ta světlejší část a  $\beta$  ta tmavší. Při porovnání s obrázkem 17c lze vidět, že mikrostruktura je téměř identická jako ta u primárně vyráběného materiálu (vliv tepelného zpracování při tváření).



Obrázek 27: Mikrostruktura příčného řezu tvářeného vzorku ve zvětšení 50x8

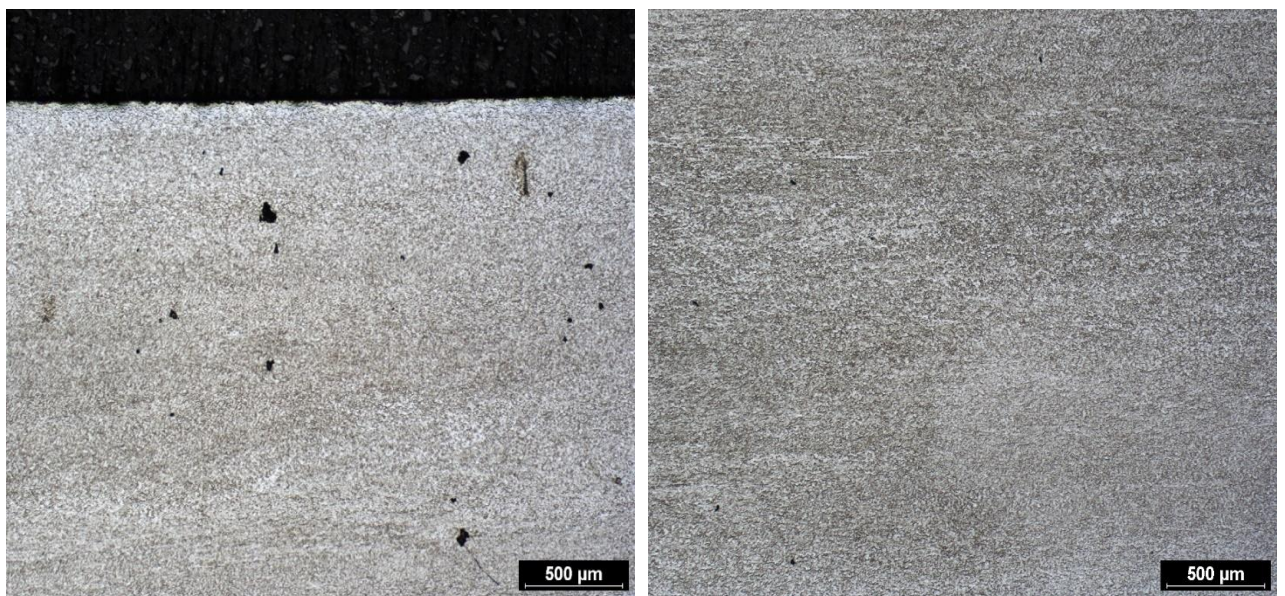


## Tvářený vzorek – podélný řez



Obrázek 28: podélný řez tvářeného vzorku zachycený pomocí mikroskopu Olympus DSX1000

Na obrázku 28 je možné vidět část průřezu tvářeného vzorku v podélném řezu, na kterém jsou opět přeložky, které rovněž nezasahují do větší hloubky.

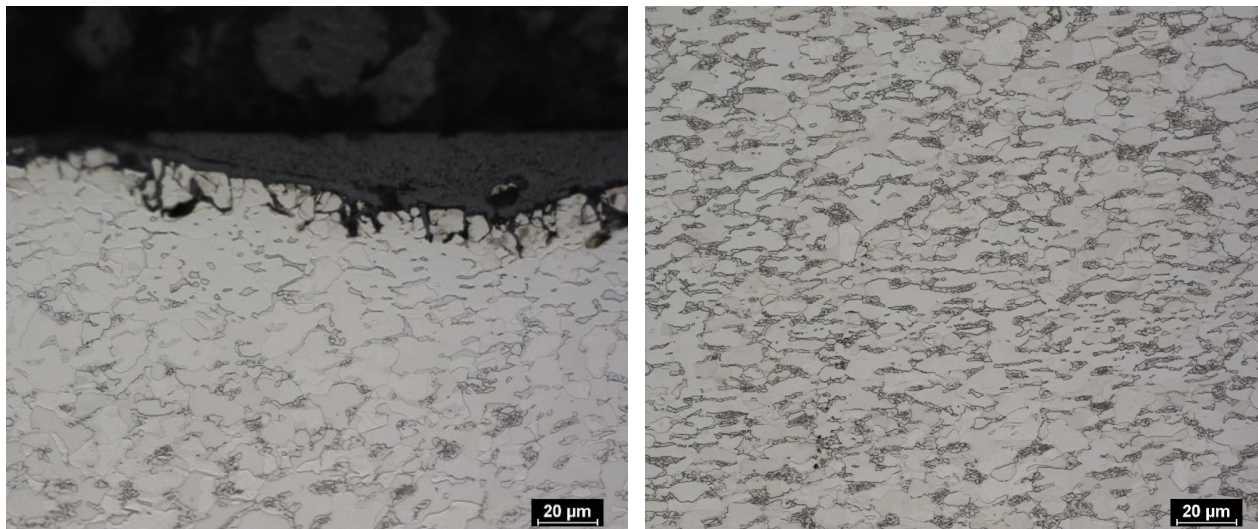


a)

b)

Obrázek 29: Tvářený vzorek – podélný řez ve zvětšení 3,2x8: a) okraj vzorku; b) střed vzorku

Na obrázku 29a a 29b je možné spatřit několik pórů.



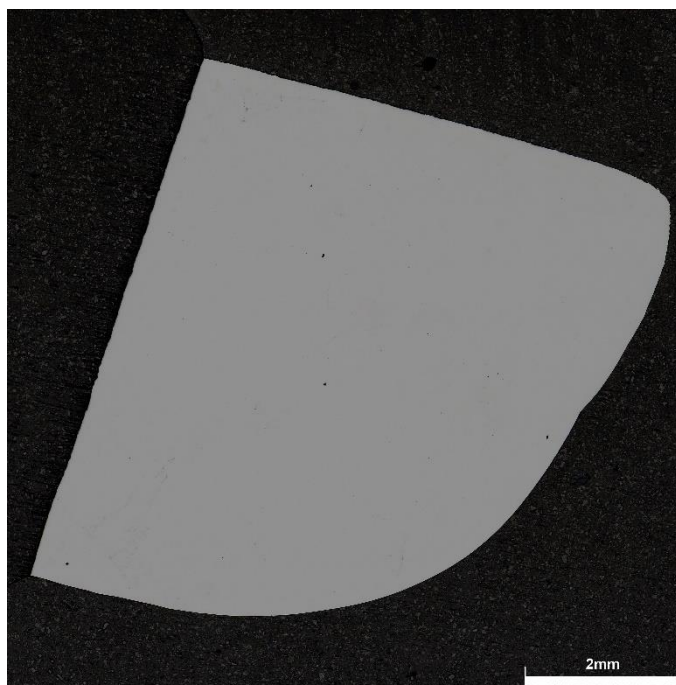
a)

b)

Obrázek 30: Tvářený vzorek – podélný řez ve zvětšení 50x8: a) okraj vzorku; b) střed vzorku

Při porovnání obrázku 30b s obrázkem 27 lze vidět, že se mikrostruktura liší, přestože se jedná o stejný vzorek. V podélném řezu jsou zrna protáhlejší, což je způsobeno tvářecím procesem.

#### Netvářený vzorek – příčný řez



Obrázek 31: Příčný řez netvářeného vzorku zachycený pomocí mikroskopu Olympus DSX1000





a)

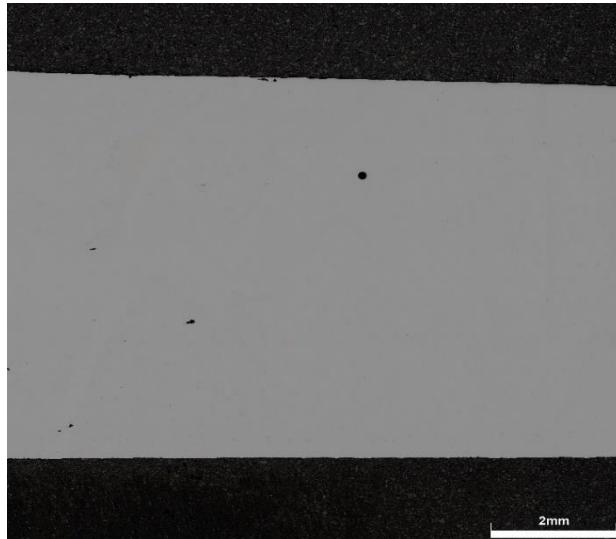


b)

Obrázek 32: Netvářený vzorek – příčný řez ve zvětšení 50x8: a) s hranicí zrna; b) bez hranice zrna

Při porovnání obrázku 32a a obrázku 10 je patrné, že se jedná o „košíkovou“ vazbu Widmanstättenových destiček  $\alpha$  fáze ohraničenou malým množstvím  $\beta$  fáze, a tudíž je tato slitina v modifikaci  $\alpha + \beta$ .

#### Netvářený vzorek – podélný řez

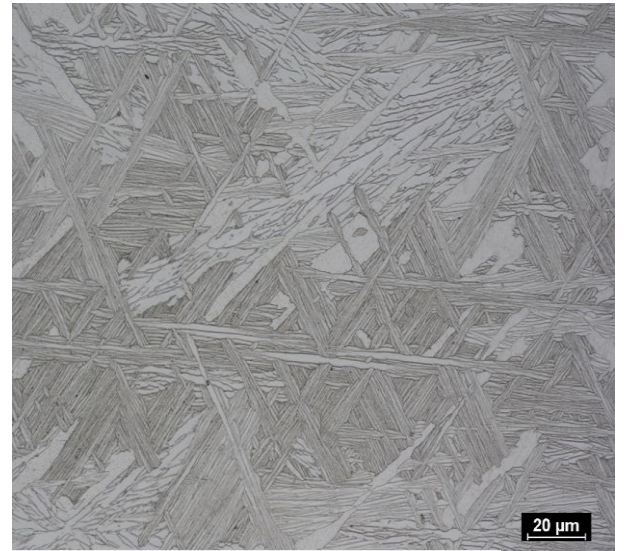


Obrázek 33: Podélný řez netvářeného vzorku zachycený pomocí mikroskopu Olympus DSX1000

Na obrázku 33 je možné vidět část netvářeného vzorku v podélném řezu, dále je možné vidět poměrně velký pór.



a)



b)

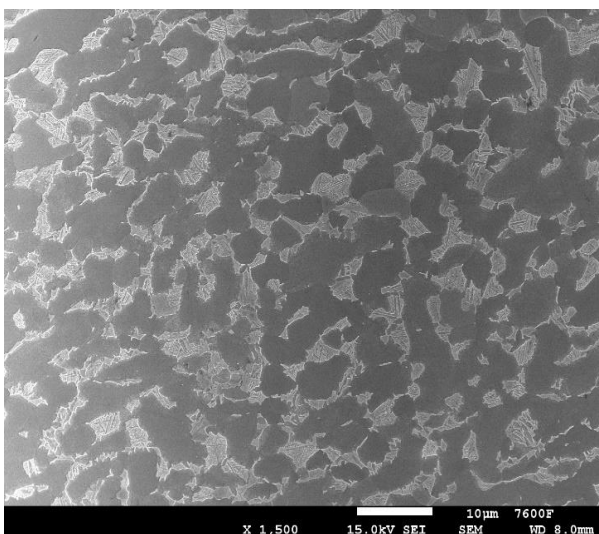
Obrázek 34: Netvářený vzorek – podélný řez ve zvětšení 50x8: a) s hranicí zrna; b) bez hranice zrna

Mikrostruktura na obrázku 34 je oproti obrázku 32 lépe viditelná, což je způsobeno druhem řezu. Stejně jako na obrázku 32 je na obrázku 34 „košíková“ vazba Widmanstättenových destiček. Mikrostruktura netvářeného vzorku je v obou řezech stejná díky vlivu přetavování, jelikož materiál tuhne v celém průřezu stejně.

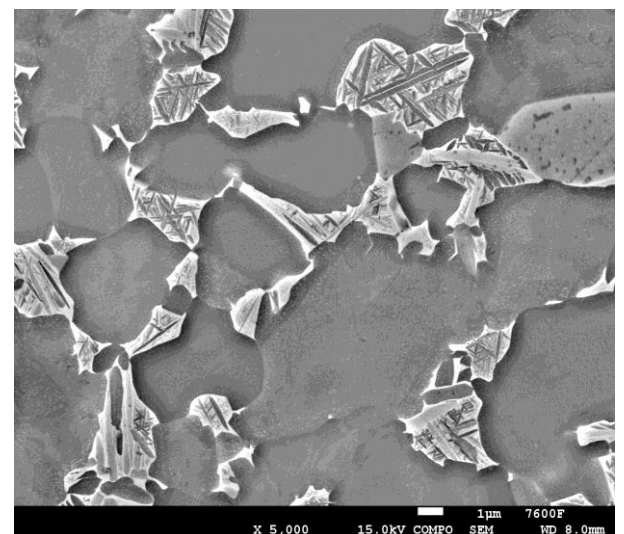
### 6.3.2 Elektronová mikroskopie

#### Tvářený vzorek – příčný řez

Díky elektronové mikroskopii jsme schopni danou mikrostrukturu vidět s přiblížením v řádech tisíců, viz obrázek 35 a 40.



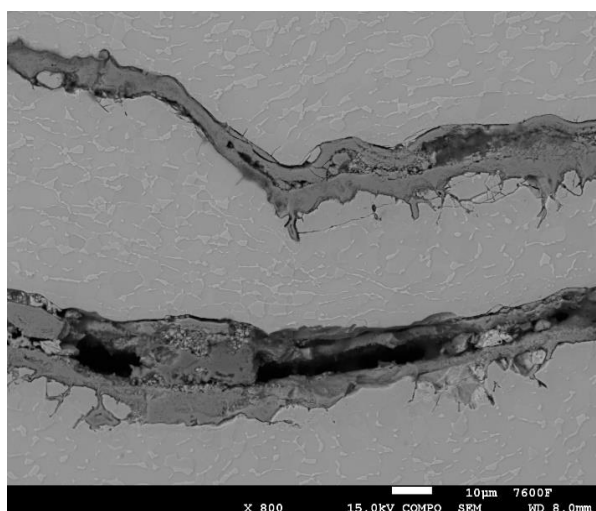
a)



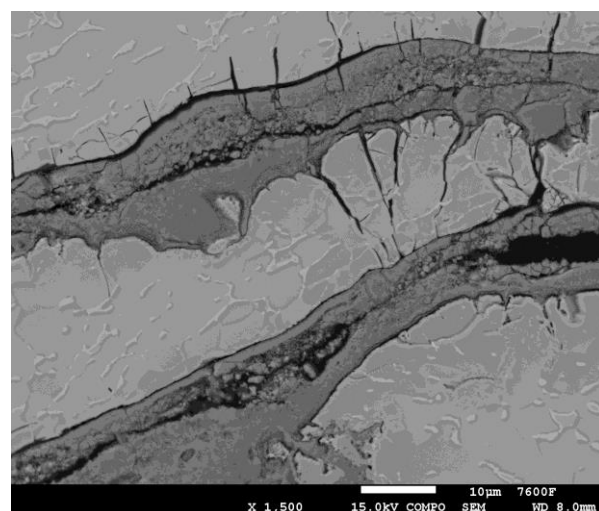
b)

Obrázek 35: Tvářený vzorek – příčný řez: a) zvětšení 1 500; b) zvětšení 5 000

Jelikož z kapitoly na straně 42 je známo, že se jedná o typickou bimodální  $\alpha + \beta$  strukturu, je vhodné zde zobrazit detailnější pohledy přeložek, viz obrázek 36, které vznikly při tváření. Na obrázku 36 je také možné vidět mikrotrhliny, které jsou důsledkem přeložek. Jejich detail lze vidět na obrázku 37.

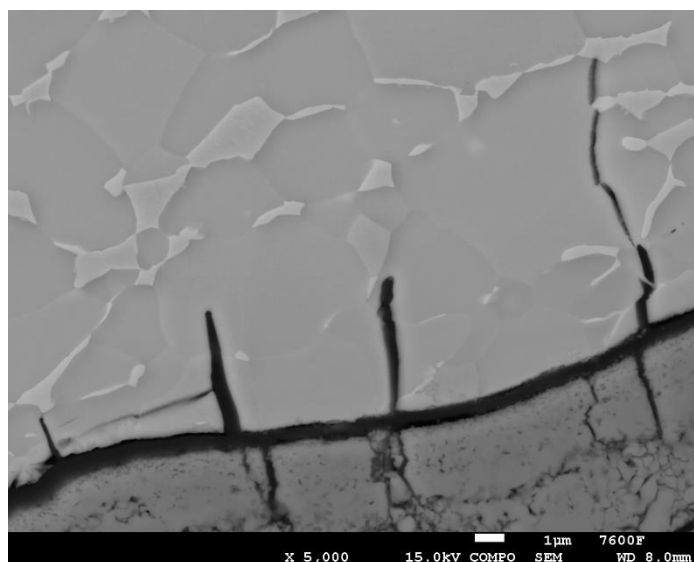


a)



b)

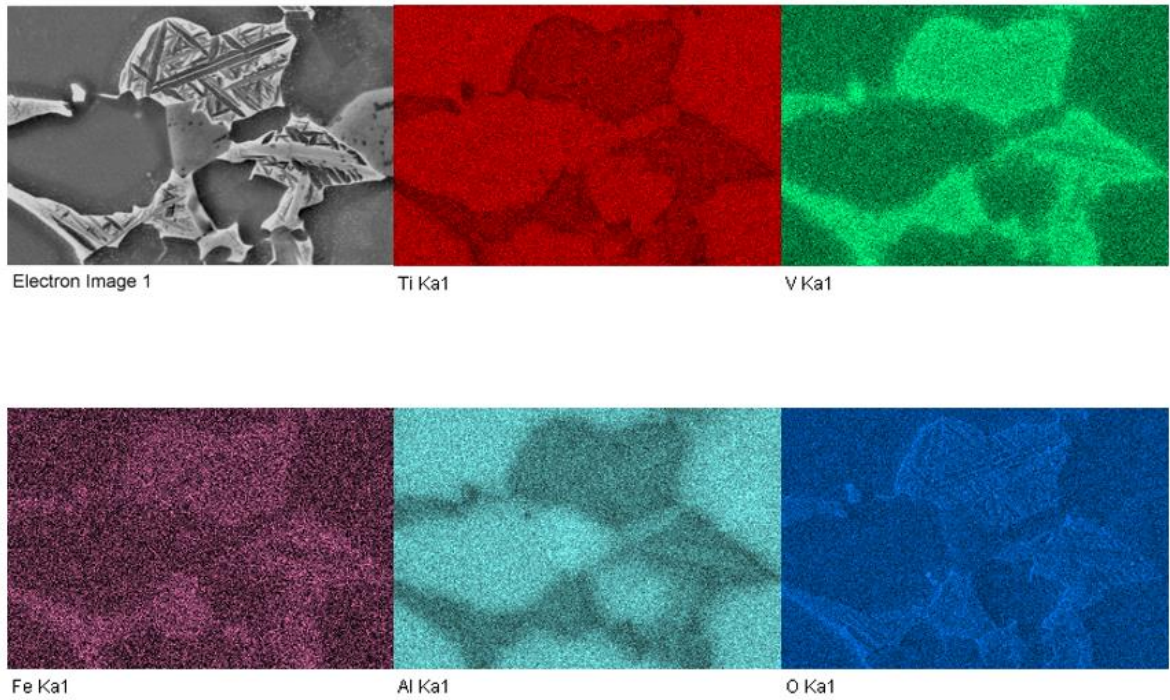
Obrázek 36: Detailní pohled na přeložky: a) zvětšení 800; b) zvětšení 1 500



Obrázek 37: Detailní pohled na mikrotrhliny

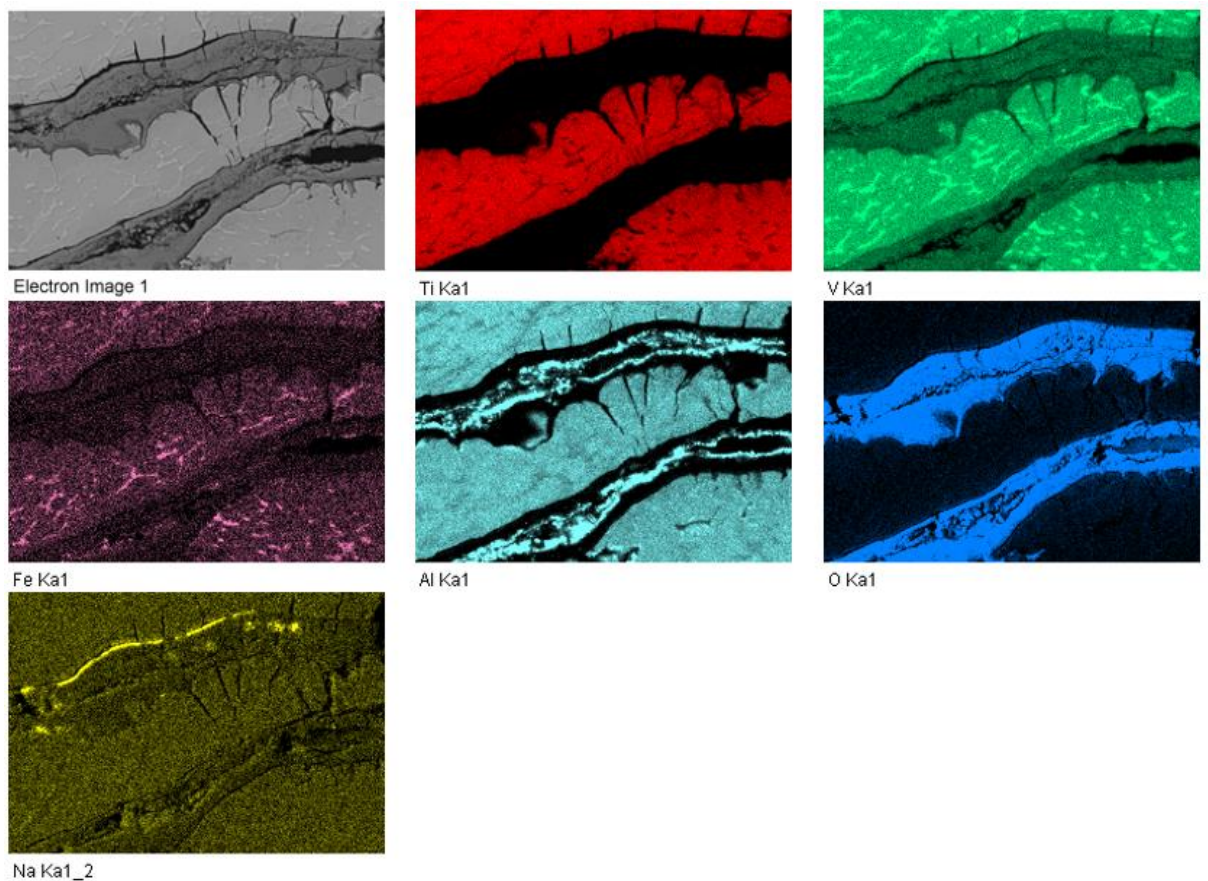
Na elektronovém mikroskopu byla dále provedena chemická analýza vzorku a přeložek tak, aby bylo možno rozlišit, kde jaký prvek převládá. Chemické analýzy zobrazují obrázky 38 a 39.





*Obrázek 38: Chemická analýza mikrostruktury tvářeného vzorku*

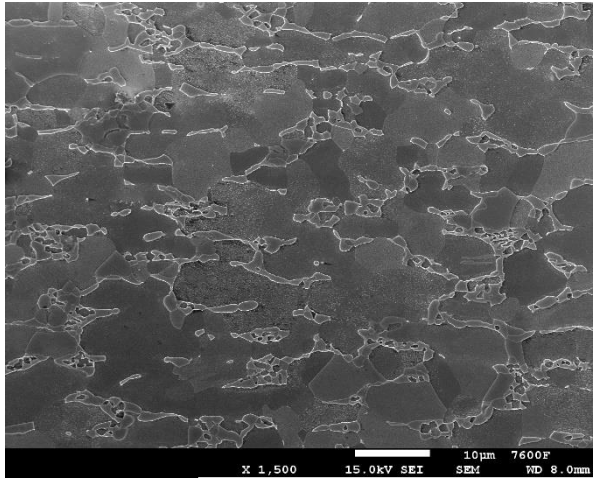
Z obrázku 38 lze potvrdit, že se jedná o slitinu Ti-6Al-4V ELI, jelikož zde dominují prvky titanu, vanadu a hliníku. Jako nečistoty zde můžeme vidět prvky železa a kyslíku.



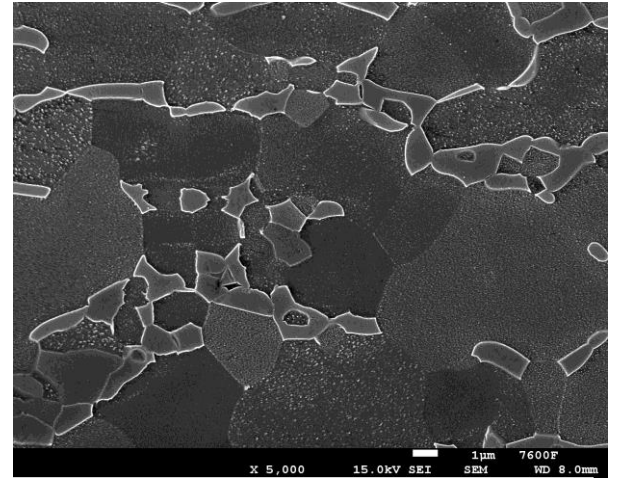
*Obrázek 39: Chemická analýza přeložky*

Z chemické analýzy přeložky lze vidět, že zde jsou primárně nečistoty jako kyslík a sodík. Naopak se zde vůbec nevyskytuje titan a železo.

### Tvářený vzorek – podélný řez

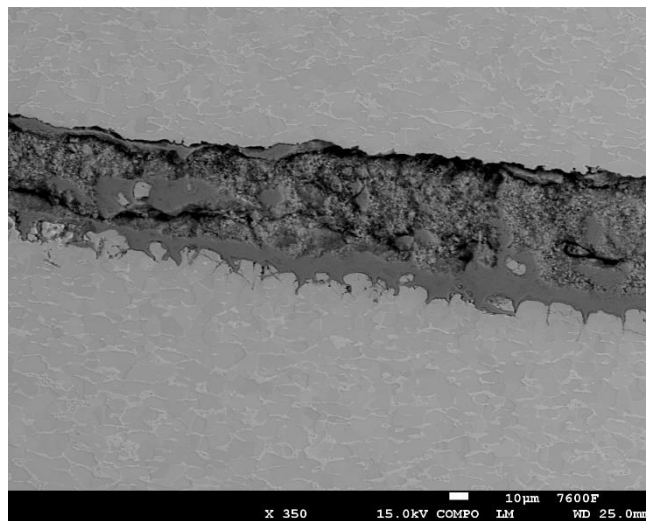


a)



b)

Obrázek 40: Tvářený vzorek – podélný řez: a) zvětšení 1 500; b) zvětšení 5 000

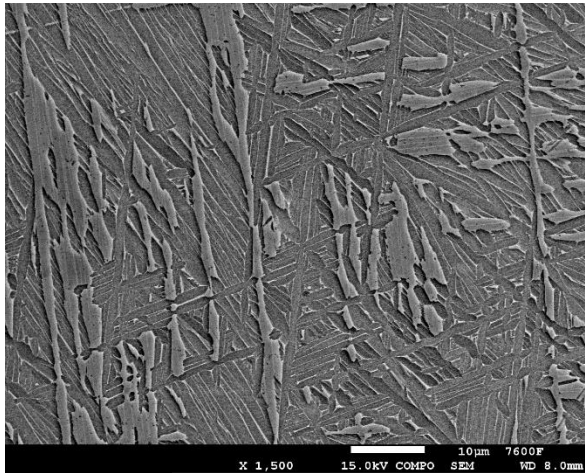


Obrázek 41: Detailní pohled na přeložku v podélném řezu

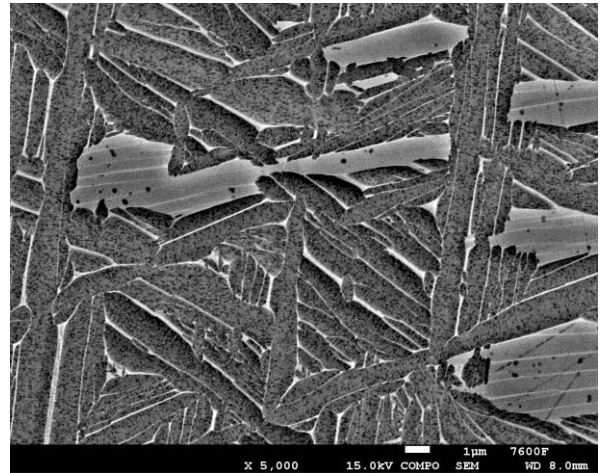
Stejně jako v příčném řezu tvářeného vzorku jsou přeložky i v podélném řezu, detailní pohled na jednu z nich zobrazuje obrázek 41.



## Netvářený vzorek – příčný řez



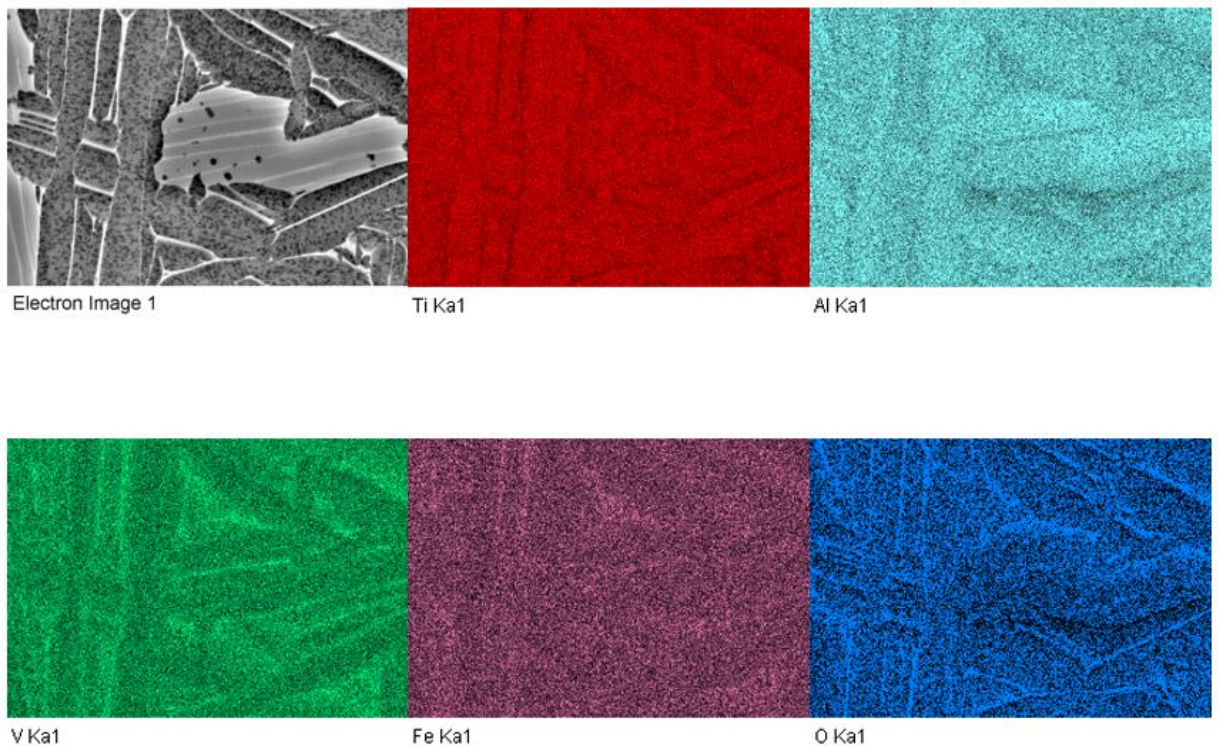
a)



b)

Obrázek 42: Netvářený vzorek – příčný řez: a) zvětšení 1 500; b) zvětšení 5 000

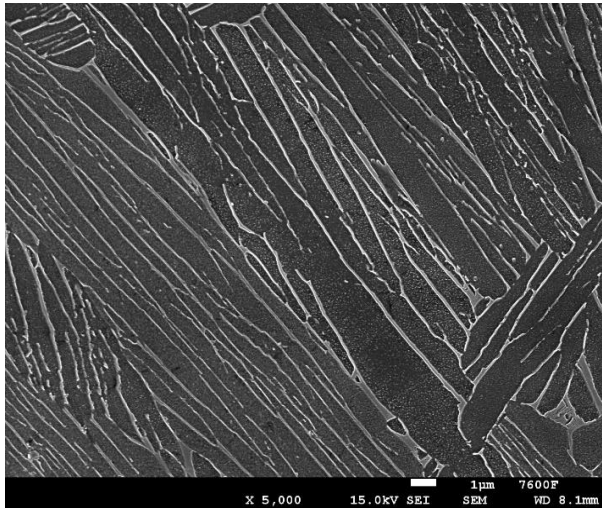
Na obrázku 42 je stejně jak na obrázku 32 „košíková“ vazba Widmanstättenových destiček  $\alpha$  fáze ohraničenou malým množstvím  $\beta$  fáze. Z obrázku 42b byla následně vyvolána chemická analýza, viz obrázek 43.



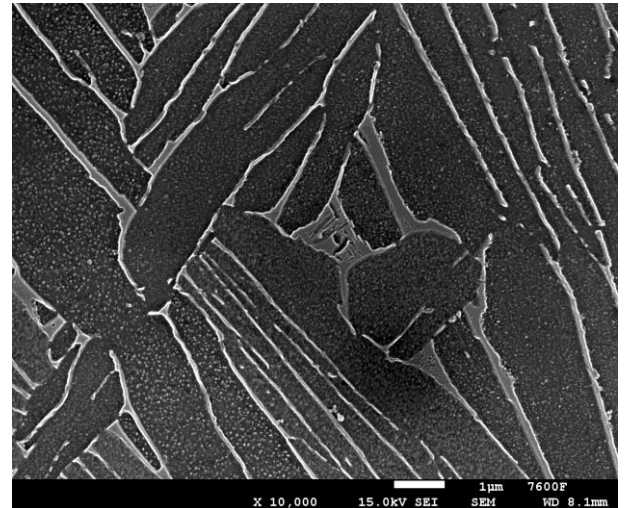
Obrázek 43: Chemická analýza mikrostruktury netvářeného vzorku

I zde na obrázku 43 chemická analýza potvrzuje dominanci prvků titanu, hliníku a vanadu a stejně jako na obrázku 38 a 39 se jedná o slitinu Ti-6Al-4V ELI.

#### Netvářený vzorek – podélný řez



a)



b)

Obrázek 44: Netvářený vzorek – podélný řez: a) zvětšení 5000; b) zvětšení 10 000

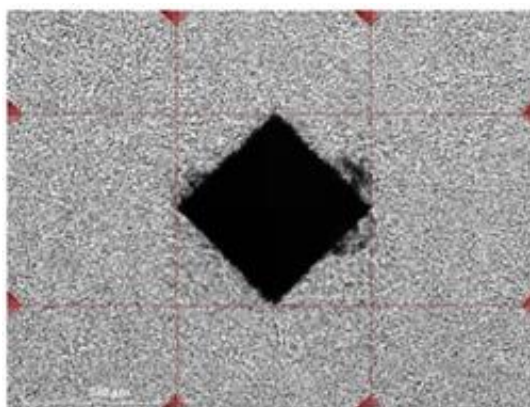
Obrázek 44 zobrazuje ve větším detailu „košíkovou“ vazbu Widmanstättenových destiček.

## 6.4 Zkoušky tvrdosti

Na obrázcích 45, 46, 47 a 48 lze vidět detailní přiblížení vtisku a následné vyhodnocení tvrdosti tvrdoměrem.

### 6.4.1 Tvářený vzorek

#### a) Příčný řez



Obrázek 45: Detailní pohled vtisku při měření tvrdosti podle Vickerse u příčného řezu tvářeného vzorku

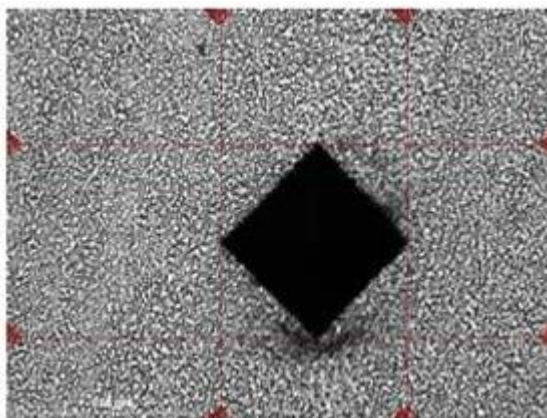
Stejným způsobem byly vyhodnoceny další čtyři měření u tohoto řezu, která jsou zaznamenána v tabulce 7.

Tabulka 7: Naměřené tvrdosti příčného řezu tvářeného vzorku

Vzorek	Měření 1 [HV]	Měření 2 [HV]	Měření 3 [HV]	Měření 4 [HV]	Měření 5 [HV]	Ø [HV]
Tvářený, příčný řez	335	331	334	327	327	331

Z naměřených hodnot pěti vtisků byla pomocí aritmetického průměru určena průměrná tvrdost 331 HV30. S vypočtenou směrodatnou odchylkou je tvrdost příčného řezu tvářeného vzorku  $331 \pm 3$  HV30.

## b) Podélný řez



Obrázek 46: Detailní pohled vtisku při měření tvrdosti podle Vickerse u podélného řezu tvářeného vzorku

V tabulce 8 je zaznamenaných všech pět provedených měření a následné vyhodnocení průměrné tvrdosti.

Tabulka 8: Naměřené tvrdosti podélného řezu tvářeného vzorku

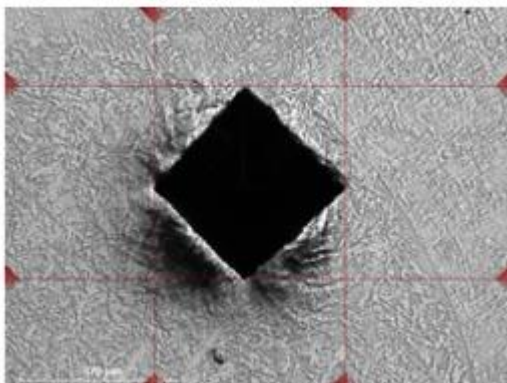
Vzorek	Měření 1 [HV]	Měření 2 [HV]	Měření 3 [HV]	Měření 4 [HV]	Měření 5 [HV]	Ø [HV]
Tvářený, podélný řez	369	356	380	366	345	363

V podélném řezu vyšla průměrná tvrdost 363 HV30. Se směrodatnou odchylkou je tvrdost podélného řezu tvářeného vzorku  $363 \pm 12$  HV30. Lze podotknout, že ačkoliv se stále jedná o tvářený vzorek, vyšší hodnoty tvrdosti byly naměřeny právě u podélného řezu, což je způsobeno vlivem tváření a následného protažení zrn.



## 6.4.2 Netvářený vzorek

### a) Příčný řez



Obrázek 47: Detailní pohled vtisku při měření tvrdosti podle Vickerse u příčného řezu netvářeného vzorku

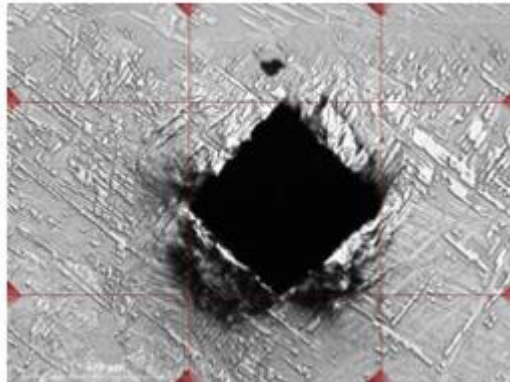
Stejně jako u tvářeného vzorku bylo provedeno celkem pět náhodných vtisků, hodnoty tvrdosti všech pěti měření je zaznamenáno v tabulce 9.

Tabulka 9: Naměřené tvrdosti příčného řezu netvářeného vzorku

Vzorek	Měření 1 [HV]	Měření 2 [HV]	Měření 3 [HV]	Měření 4 [HV]	Měření 5 [HV]	Ø [HV]
Netvá- řený, příčný řez	309	311	317	324	312	315

Průměrná tvrdost po pěti měřeních vychází 315 HV30. S vypočtenou směrodatnou odchylkou je tvrdost příčného řezu netvářeného vzorku  $315 \pm 5$  HV30.

## b) Podélný řez



Obrázek 48: Detailní pohled vtisku při měření tvrdosti podle Vickerse u podélného řezu netvářeného vzorku

Hodnoty tvrdosti všech měření jsou zaznamenány v tabulce 10.

Tabulka 10: Naměřené tvrdosti příčného řezu netvářeného vzorku

Vzorek	Měření 1 [HV]	Měření 2 [HV]	Měření 3 [HV]	Měření 4 [HV]	Měření 5 [HV]	Ø [HV]
Netvářený, podélný řez	311	330	315	321	318	319

Průměrná hodnota tvrdosti vyšla 319 HV30, se směrodatnou odchylkou je tvrdost podélného řezu netvářeného vzorku  $319 \pm 6$  HV30, což je téměř identické jako u příčného řezu netvářeného vzorku. Tím jsme schopni říct, že tvrdost u netvářeného vzorku je v celém průřezu téměř neměnná.



## 6.5 Diskuze

### **Mikrostruktura**

Mikrostruktura recyklovaných titanových slitin byla analyzována a porovnávána s literaturou, konkrétně se článkem [17], zaměřeným na primárně vyráběné titanové slitiny. Zjištění ukázala, že mikrostruktura recyklovaného materiálu je téměř identická s primárně vyráběným titanem, což potvrzuje, že recyklace nevede k významným změnám v mikrostruktuře slitiny Ti-6Al-4V. Výjimkou je tvářený vzorek a jeho podélný řez, kde byla pozorována protáhlá zrna, což je způsobeno procesem tváření. Tato zjištění jsou v souladu s literaturou, která uvádí, že tváření materiálu vede k elongaci zrn ve směru tváření.

Mikrostruktura netvářeného vzorku byla homogenní a odpovídala standardním stavům materiálu bez významných odlišností. Tento stav byl srovnatelný s hodnotami v literatuře a naznačuje, že proces recyklace neovlivnil homogenitu a integritu mikrostruktury materiálu.

### **Tvrдость**

Tvrдость recyklovaných vzorků byla měřena podle Vickerse s aplikací zatížení 30 kg po dobu 10 sekund (HV30). U tvářeného vzorku byla zjištěna tvrдость  $331 \pm 3$  HV30 v příčném řezu a  $363 \pm 12$  HV30 v podélném řezu. Vyšší tvrдость v podélném řezu je přičítána vlivu tváření, což odpovídá literatuře, která popisuje zvýšení tvrlosti v důsledku zhutnění a usměrnění zrn během tváření. Tyto hodnoty jsou srovnatelné s běžně známými hodnotami tvrlosti pro slitinu Ti-6Al-4V, které se pohybují v rozmezí od 330 do 380 HV30, viz článek [29].

U netvářeného vzorku byla tvrдость v příčném řezu  $315 \pm 5$  HV30 a v podélném řezu  $319 \pm 6$  HV30. Téměř identické hodnoty tvrlosti indikují, že tvrдость je rovnoměrná napříč celým průřezem materiálu, což je v souladu s literaturou pro netvářené stavy slitiny Ti-6Al-4V. Tato rovnoměrnost tvrlosti potvrzuje, že recyklace neměla negativní dopad na mechanické vlastnosti materiálu.

## Chemické složení

Chemická analýza tvářeného vzorku potvrdila, že se jedná o slitinu Ti-6Al-4V, přičemž dominantními prvky byly titan, hliník a vanad. Byly také zjištěny určité nečistoty, jako je železo a kyslík, které pravděpodobně pocházejí z procesu recyklace. Tyto nečistoty jsou běžné a jejich přítomnost je popsána v literatuře (článek [11]), která uvádí, že během recyklace může dojít ke kontaminaci slitiny.

Zvláštní pozornost byla věnována analýze přeložek, které vznikly během tváření. Chemická analýza přeložek odhalila, že obsahují menší množství hliníku a vanadu, a minimální množství titanu, přičemž dominujícími prvky byly kyslík a sodík. Přítomnost těchto prvků naznačuje, že přeložky mohou vznikat kvůli nedostatečnému homogenizování materiálu během tváření. Tyto nehomogenní zóny mohou mít odlišné mechanické vlastnosti než zbytek materiálu, což může vést k nekonzistentnímu výkonu a snížení celkové pevnosti a odolnosti proti korozi, jelikož obsahují vyšší koncentrace nečistot, jako je právě kyslík a sodík, které mohou interagovat s okolním prostředím a způsobit lokální korozi. Pokud jde o další zpracování, přeložky mohou významně ovlivnit kvalitu finálních výrobků. V průmyslových aplikacích, kde je vyžadována vysoká přesnost a spolehlivost, mohou přeložky způsobit vady, jako jsou například trhliny, které vedou k selhání komponentů. Při dalším zpracování, jako je tváření nebo obrábění, mohou přeložky způsobit nejednotné mechanické chování materiálu, což může vést k deformacím nebo křehnutí. Proto je důležité identifikovat a minimalizovat přeložky během recyklace a zpracování titanových slitin, aby byla zajištěna jejich kvalita a spolehlivost v konečných aplikacích.

Chemická analýza netvářeného vzorku neodhalila žádné významné odchylky od očekávaného složení. Opět byly potvrzeny dominující prvky titan, hliník a vanad, což potvrzuje, že proces recyklace nevedl k nežádoucím změnám v chemickém složení slitiny.

## 7 Závěr

Tato bakalářská práce se zaměřila na hodnocení struktury a vlastností recyklovaných titanových slitin. Cílem bylo zjistit, jak recyklace ovlivňuje mikrostrukturu, tvrdost a chemické složení těchto slitin. Výsledky analýzy potvrdily, že recyklace titanových slitin zachovává většinu klíčových vlastností materiálu.

Mikrostruktura recyklovaných titanových slitin zůstává podobná původnímu materiálu. Mohou však nastat patrné změny, které se objevují vlivem opakovaného tavení a tuhnutí. Po recyklaci se získává hrubozrnný materiál, který je posléze nutno zpracovávat a strukturu homogenizovat.

Následné zpracování, jako je tváření, má významný vliv na mikrostrukturu a tvrdost recyklovaných slitin. Tváření způsobuje, že se mikrostruktura mění a dochází ke zpevnění materiálu. Výsledky ukazují, že tváření zvyšuje tvrdost recyklovaných titanových slitin. Tento proces však také může způsobit vznik přeložek.

Přeložky jsou nechtěným jevem, který se může objevit během tváření anebo samotné recyklace. Představují potenciální problém pro celkovou integritu materiálu. Přítomnost přeložek může vést k oslabení mechanických vlastností slitin a snížení jejich životnosti. Proto je důležité optimalizovat proces recyklace a tváření, aby se minimalizoval vznik těchto defektů.

Analýza chemického složení recyklovaných titanových slitin ukazuje, že recyklace nezpůsobuje významné změny v chemickém složení materiálu. Složení zůstává stabilní a odpovídá normám.

Tvrdost recyklovaných slitin se může mírně zvýšit po procesu recyklace a následného zpracování. Tento jev je způsoben změnami v mikrostruktuře, které nastávají během těchto procesů. Zvýšená tvrdost může být výhodná pro určité aplikace, ale je důležité zajistit, aby materiál neztratil své ostatní klíčové vlastnosti.

Výsledky této práce potvrzují, že recyklace titanových slitin je účinným způsobem, jak znovu využít tento materiál bez významných ztrát jeho původních vlastností. Mikrostruktura a chemické složení zůstávají stabilní, přičemž tvrdost se mírně zvyšuje. Přítomnost přeložek a nečistot je potenciálním problémem, který vyžaduje další výzkum a optimalizaci recyklačního procesu. Výsledky jsou srovnatelné s literaturou a potvrzují, že recyklace titanových slitin je perspektivní metodou pro udržitelnou výrobu.

## 8 Seznam použité literatury

- [1] KREBS, Robert E. *The History and Use of Our Earth's Chemical Elements: A reference guide*. 2nd edition. Bloomsbury Academic, 2006. ISBN 978-0313334382.
- [2] ROZA, Greg. *Titanium*. 1. Rosen Publishing Group, 2008. ISBN 9781404214125.
- [3] KAŠPAR, Jan Václav a Vladislav PŘISTOUPIL. *Surovinové zdroje průmyslu*. Praha: Nakladatelství technické literatury, 1970.
- [4] ŘEPKA, Vlastimil. *Sborník vědeckých prací Vysoké školy báňské – Technické univerzity Ostrava: Možnosti úpravy titanových rud*. LII. Ostrava, 2006. ISSN 0474-8476. Dostupné také z: <https://docplayer.cz/6006023-Moznosti-upravy-titanovych-rud.html>
- [5] KING, Hobart M. Ilmenite. *Geology.com* [online]. [cit. 2023-11-25]. Dostupné z: <https://geology.com/minerals/ilmenite.shtml>
- [6] MAT, Mahmut. Rutile. *Geologyscience* [online]. 2023 [cit. 2023-11-25]. Dostupné z: <https://geologyscience.com/minerals/rutile/>
- [7] MEINHOLD, Guido. Rutile and its applications in earth sciences. *Earth-Science Reviews* [online]. 2010, 102(1-2), 1-28 [cit. 2023-11-25]. ISSN 00128252. Dostupné z: doi:10.1016/j.earscirev.2010.06.001
- [8] Titan. *Prvky*. [online]. Praha, 2009 [cit. 2023-11-11]. Dostupné z: <http://www.prvky.com/22.html>
- [9] TAKEDA, Osamu, Takanari OUCHI a Toru H, OKABE. Recent Progress in Titanium Extraction and Recycling. *Metallurgical and Materials Transactions B* [online]. 2020, 51(4), 1315-1328 [cit. 2023-11-25]. ISSN 1073-5615. Dostupné z: doi:10.1007/s11663-020-01898-6
- [10] FENG, Qisheng, Mingrui LV, Lu MAO, Baohua DUAN, YUCHEN YANG, Guangyao CHEN, Xionggang LU a Chonghe LI. Research Progress of Titanium Sponge Production: A Review. *Metals* [online]. 2023, 13(2) [cit. 2023-11-11]. ISSN 2075-4701. Dostupné z: doi:10.3390/met13020408
- [11] TAKEDA, Osamu a TORU H. OKABE. Current Status of Titanium Recycling and Related Technologies. *JOM* [online]. 2019, 71(6), 1981-1990 [cit. 2023-11-11]. ISSN 1047-4838. Dostupné z: doi:10.1007/s11837-018-3278-1

- [12] SUNG, Si Young a Young Jig KIM. Melting and Casting of Titanium Alloys. *Materials Science Forum* [online]. 2007, 539-543, 3601-3606 [cit. 2023-11-25]. ISSN 1662-9752. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.539-543.3601
- [13] MCQUAY, P.A, V.K SIKKA, Y.E KHALFALLA a K.Y. BENYOUNIS. Casting of Intermetallics. In: *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering* [online]. Elsevier, 2016 [cit. 2023-11-25]. ISBN 9780128035818. Dostupné z: doi:10.1016/B978-0-12-803581-8.03554-2
- [14] KARIMI-SIBAKE, E., A. KHARICHA, M. WU, A. LUDWIG a J. BOHACEK. A parametric Study of the Vacuum Arc Remelting (VAR) Process: Effects of Arc Radius, Side-Arcing, and Gas Cooling. *Metallurgical and Materials Transactions B* [online]. 2020, 51(1), 222-235 [cit. 2023-11-25]. ISSN 1073-5615. Dostupné z: doi:10.1007/s11663-019-01719-5
- [15] Safety-Related Problems in the Titanium Industry in the Last 50 years. *The minerals, metals and materials society* [online]. 2000 [cit. 2023-11-25]. Dostupné z: <https://www.tms.org/pubs/journals/JOM/0005/Poulsen-0005.html>
- [16] POLMEAR, Ian, David St. JOHN a RAVI. *Light Alloys: From Traditional Alloys to Nanocrystals* [online]. 4. Elsevier Science & Technology, 2005, 437 s. [cit. 2023-11-25]. ISBN 9780080496108. Dostupné z: <https://ebookcentral.proquest.com/lib/cvut/detail.action?docID=297139#>
- [17] LÜTJERING, G.; WILLIAMS, J. C.; GYSLER, A. Microstructure and mechanical properties of titanium alloys. V: *Microstructure And Properties Of Materials: (Volume 2)*. 2000. p. 1-77
- [18] BOYAR, Rodney, Gerhard WELSCH a E.W COLLINS. *Materials Properties Handbook - Titanium Alloys* [online]. 1. ASM International, 1994, 1169 s. [cit. 2023-11-26]. ISBN 9781615031443. Dostupné z: <https://app.knovel.com/hotlink/pdf/id:kt007TGG41/materials-properties/beta-alloys>
- [19] MARTIN, J.W. Metals and alloys. In: *Materials for Engineering* [online]. Elsevier, 2006, s. 71-132 [cit. 2023-11-26]. ISBN 9781845691578. Dostupné z: doi:10.1533/9781845691608.2.71
- [20] MICHNA, Š. *Štefanmichna: Katedra technologií a materiálového inženýrství university J.E. Purkyně v Ústí nad Labem* [online]. 2007 [cit. 2023-12-01]. Titan – vlastnosti, použití, slitiny. Dostupné z WWW:

<[http://www.stefanmichna.com/download/technicke-materialy\\_II/titan\\_vlastnosti\\_poziti\\_slitiny.pdf](http://www.stefanmichna.com/download/technicke-materialy_II/titan_vlastnosti_poziti_slitiny.pdf)>

- [21] CHRISTOP, L., MANFRÉD, P. *Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications* [online]. [cit. 2023-12-01]. Dostupné z: [https://www-eng.lbl.gov/~shuman/NEXT/MATERIALS&COMPONENTS/Pressure\\_vessels/edited\\_by\\_C.\\_Leyens\\_and\\_M.\\_Peters.-Titanium\\_and\\_Titanium\\_Alloys-Wiley-VCH\(2001\).pdf](https://www-eng.lbl.gov/~shuman/NEXT/MATERIALS&COMPONENTS/Pressure_vessels/edited_by_C._Leyens_and_M._Peters.-Titanium_and_Titanium_Alloys-Wiley-VCH(2001).pdf)
- [22] SEDLÁČEK, V. *Titan a jeho slitiny: výroba, zpracování a použití*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1963, 205 s.
- [23] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2003, 516 s. ISBN 80-720-4283-1.
- [24] PÍŠEK, F.; JENÍČEK, L.; RYŠ, P. *Nauka o materiálu I: Neželezné kovy*. 3. Praha: Academia, 1973. 596 s.
- [25] KMM: *katedra materiálů a strojírenské metalurgie* [online]. 2005, [cit. 2023-12-08]. Strojírenské materiály. Dostupné z WWW: [http://www.ateam.zcu.cz/Nikl\\_titan.pdf](http://www.ateam.zcu.cz/Nikl_titan.pdf).
- [26] LOSERTO VÁ, Monika. *Progresivní materiály: učební text*. Ostrava: Vysoká škola báňská – Technická univerzita, 2012. ISBN 978-80-248-2575-5.
- [27] DAI, Guoqing, Jingzhe NIU, Yanhua GUO, Zhonggang SUN, Zhenhua DAN, Hui CHANG a Lian ZHOU. Microstructure evolution and grain refinement behavior during hot deformation of Fe micro-alloyed Ti-6Al-4V. *Journal of Materials Research and Technology* [online]. 2021, 15, 1881/1895 [cit. 2023-12-09]. ISSN 22387854. Dostupné z: doi:10.1016/j.jmrt.2021.09.009
- [28] KANG, LiMei a Chao YANG. A Review on High-Strength Titanium Alloys: Microstructure, Strengthening, and Properties. *Advanced Engineering Materials* [online]. 2019, 21(8) [cit. 2023-12-09]. ISSN 1438-1656. Dostupné z doi:10.1002/adem.201801359
- [29] ANURAG, R KUMAR, S ROZ, K K JOSHI, A K SAHOO a R K DAS. Machining of Ti-6Al-4V ELI Alloy: A brief review. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* [online]. 2018, 2018-07-01, 390 [cit. 2024-03-24]. ISSN 1757-899X. Dostupné z: doi:10.1088/1757-899X/390/1/012112

## 9 Seznam použitých zkratek

**EBM** – tavení elektronovým paprskem (electron beam melting)

**PAM** – tavení plazmovým obloukem (plasma arc melting)

**VAR** – vakuové obloukové přetavení (vakuum arc remelting)

**FFC** – proces výroby elektrolytickou redukcí (Fray-Farthing-Chen)

**CP** – komerčně čistý (commercial pure)

**TiCl<sub>4</sub>** – chlorid titaničitý

**TiO<sub>2</sub>** – oxid titaničitý

**MgCl<sub>2</sub>** – chlorid hořečnatý

**CaCl<sub>2</sub>** – chlorid vápenatý

**α'** – hexagonální martenzitická fáze

**M<sub>s</sub>** – martenzit start (počáteční teplota vzniku martenzitu)

**β<sub>c</sub>** – kritická minimální hladina β stabilizujících prvků

**β<sub>s</sub>** – linie β transu

**α<sub>p</sub>** – primární α zrna

**α<sub>s</sub>** – sekundární α zrna

**α''** a **α'''** – ortorombické fáze martenzitu

**DRV** – dynamické zotavení (dynamic recovery)

**DRX** – dynamická rekrytalizace (dynamic recrystallization)

**SPS** – spékání jiskrovým plasmatem (spark plasma sintering)

## 10 Seznam tabulek

Tabulka 1: Genetický přehled nejdůležitějších nerostů titanu [3] .....	10
Tabulka 2: Druhy a mechanické vlastnosti chemicky čistého titanu [26] .....	18
Tabulka 3: Složení a použití β titanových slitin [16] .....	28
Tabulka 4: Přehled nejčastěji používaných titanových slitin [20] .....	32
Tabulka 5: Chemické složení slitiny Ti-6Al-4V ELI [29] .....	40
Tabulka 6: Fyzikální a mechanické vlastnosti slitiny Ti-6Al-4V ELI [29] .....	40
Tabulka 7: Naměřené tvrdosti příčného řezu tvářeného vzorku .....	52
Tabulka 8: Naměřené tvrdosti podélného řezu tvářeného vzorku .....	53
Tabulka 9: Naměřené tvrdosti příčného řezu netvářeného vzorku .....	54

Tabulka 10: Naměřené tvrdosti podélného řezu netvářeného vzorku .....	55
---	----

## 11 Seznam obrázků

Obrázek 1: Ilmenit [5] .....	11
Obrázek 2: Rutil [6] .....	12
Obrázek 3: Schéma výroby titanu podle Krollova procesu za použití ilmenitu [4] .....	14
Obrázek 4: Schéma přetavování titanového šrotu metodou EBM [9] .....	16
Obrázek 5: Schéma přetavování titanového šrotu metodou PAM [9] .....	17
Obrázek 6: Schéma přetavování titanového šrotu metodou VAR [9] .....	18
Obrázek 7: Nejpoužívanější legující prvky a jejich vliv na fázový diagram titanu [17] ...	22
Obrázek 8: Hexagonální těsně uspořádaná mřížka titanu [17] .....	23
Obrázek 9: Mikrostruktura CP titanu [16].....	24
Obrázek 10: Mikrostruktura pseudo $\alpha$ slitiny IMI 685 [16] .....	25
Obrázek 11: Pseudobinární $\beta$ izomorfní fázový diagram [16] .....	26
Obrázek 12: Kubická prostorově centrovaná mřížka titanu [17] .....	27
Obrázek 13: Různé mikrostruktury $\beta$ slitin [21] .....	28
Obrázek 14: Slitina IMI 318 žíhaná při 700 °C ve fázovém poli $\alpha + \beta$ [16] .....	30
Obrázek 15: Transmisní elektronové mikrofotografie ukazující strukturu martenzitů titanových slitin [16] .....	31
Obrázek 16: Struktura zrn CP titanu [17] .....	33
Obrázek 17: Mikrostruktury $\alpha + \beta$ slitin [17] .....	34
Obrázek 18: Rekrytalizace na bimodální a plně rovnoosou strukturu [17] .....	34
Obrázek 19: Lamelární a bimodální mikrostruktura $\beta$ slitin [17] .....	35
Obrázek 20: Necklace mikrostruktura po deformaci „skrz transus“ [17] .....	35
Obrázek 21: Mikrostruktura slitiny Ti-6Al-4V a rozložení velikosti $\beta$ zrn [27] .....	36
Obrázek 22: Schéma vlivu přídavku Fe na mechanismus DRX [27] .....	37
Obrázek 23: Schématické nákresy několika typů typických bimodálních slitin [28] .....	39
Obrázek 24: Vzorky v dodaném stavu .....	40
Obrázek 25: Příčný řez tvářeného vzorku zachycený pomocí mikroskopu Olympus DSX1000 .....	42
Obrázek 26: Mikrostruktura příčného řezu tvářeného vzorku s menším zvětšením ....	42
Obrázek 27: Mikrostruktura příčného řezu tvářeného vzorku ve zvětšení 50x8 .....	43



Obrázek 28: Podélný řez tvářeného vzorku zachycený pomocí mikroskopu Olympus DSX1000 .....	43
Obrázek 29: Tvářený vzorek – podélný řez ve zvětšení 3,2x8 .....	44
Obrázek 30: Tvářený vzorek – podélný řez ve zvětšení 50x8 .....	44
Obrázek 31: Příčný řez netvářeného vzorku zachycený pomocí mikroskopu Olympus DSX1000 .....	45
Obrázek 32: Netvářený vzorek – příčný řez ve zvětšení 50x8 .....	45
Obrázek 33: Podélný řez netvářeného vzorku zachycený pomocí mikroskopu Olympus DSX1000 .....	46
Obrázek 34: Netvářený vzorek – podélný řez ve zvětšení 50x8 .....	46
Obrázek 35: Tvářený vzorek – příčný řez .....	47
Obrázek 36: Detailní pohled na přeložky .....	47
Obrázek 37: Detailní pohled na mikrotrhliny .....	48
Obrázek 38: Chemická analýza mikrostruktury tvářeného vzorku .....	48
Obrázek 39: Chemická analýza přeložky .....	49
Obrázek 40: Tvářený vzorek – podélný řez .....	49
Obrázek 41: Detailní pohled na přeložku v podélném řezu .....	50
Obrázek 42: Netvářený vzorek – příčný řez .....	50
Obrázek 43: Chemická analýza mikrostruktury netvářeného vzorku .....	51
Obrázek 44: Netvářený vzorek – podélný řez .....	51
Obrázek 45: Detailní pohled vtisku při měření tvrdosti podle Vickerse u příčného řezu tvářeného vzorku .....	52
Obrázek 46: Detailní pohled vtisku při měření tvrdosti podle Vickerse u podélného řezu tvářeného vzorku .....	53
Obrázek 47: Detailní pohled vtisku při měření tvrdosti podle Vickerse u příčného řezu netvářeného vzorku .....	54
Obrázek 48: Detailní pohled vtisku při měření tvrdosti podle Vickerse u podélného řezu netvářeného vzorku .....	55