

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
FAKULTA STROJNÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

VLIV DLOUHODOBÉHO ŽÍHÁNÍ PŘI TEPLOTĚ 950 °C NA STRUKTURU
A VLASTNOSTI SLITINY MAR-M-247

INFLUENCE OF LONG-TERM ANNEALING AT 950 °C ON THE
STRUCTURE AND PROPERTIES OF THE MAR-M-247 ALLOY

AUTOR: Lukáš Jeníček

STUDIJNÍ PROGRAM: Výroba a ekonomika ve strojírenství

VEDOUCÍ PRÁCE: Ing. Jakub Horník, Ph.D.

PRAHA 2020

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Jeníček** Jméno: **Lukáš** Osobní číslo: **474074**
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**
Zadávací katedra/ústav: **Ústav materiálového inženýrství**
Studijní program: **Výroba a ekonomika ve strojírenství**
Studijní obor: **Technologie, materiály a ekonomika strojírenství**

II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

Vliv dlouhodobého žhání při teplotě 950 °C na strukturu a vlastnosti slitiny MAR-M-247

Název bakalářské práce anglicky:

Influence of long-term annealing at 950 °C on the structure and properties of the MAR-M-247 alloy

Pokyny pro vypracování:

Rešerše v oblasti slitin Ni se zaměřením na strukturu a vlastnosti slitiny MAR-M-247.
Hodnocení mikrostruktury vzorků s využitím světelné a řádkovací elektronové mikroskopie.
Vyhodnocení, analýza a diskuse výsledků (korelace mikrostruktury a mech. vlastností, porovnání s výsledky z literatury).
Závěry.

Seznam doporučené literatury:

- [1] Madeleine Durand-Charre: The Microstructure of Superalloys, Taylor & Francis Ltd, 1997. ISBN: 9789056990978.
- [2] Donachie, M. J. Donachie, S. J.: Superalloys: A Technical Guide, ASM International, 2002. ISBN: 0-87170-749-7.
- [3] Reed, R. The Superalloys: Fundamentals and Applications. Cambridge: Cambridge University Press (2006). doi:10.1017/CBO9780511541285.

Jméno a pracoviště vedoucí(ho) bakalářské práce:

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

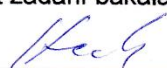
Jméno a pracoviště druhé(ho) vedoucí(ho) nebo konzultanta(ky) bakalářské práce:

Ing. Jiří Zýka, Ph.D., UJP PRAHA a.s.


Datum zadání bakalářské práce: **30.04.2020**

Termín odevzdání bakalářské práce: **31.07.2020**

Platnost zadání bakalářské práce: _____


Ing. Jakub Horník, Ph.D.
podpis vedoucí(ho) práce

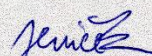

prof. RNDr. Petr Špatenka, CSc.
podpis vedoucí(ho) ústavu/katedry


prof. Ing. Michael Valášek, DrSc.
podpis děkana(ky)

III. PŘEVZETÍ ZADÁNÍ

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.

8.7.2020
Datum převzetí zadání


Podpis studenta

Prohlášení

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

V Praze dne:

.....

Podpis

Anotace

Práce se zabývá studiem vývoje mikrostruktury v čase, zejména karbidů lité superslitiny MAR-M-247, podrobené dlouhodobému žíhání při teplotě 950 °C. Teoretická část obsahuje přehled a rešerši v oblasti mikrostruktur, chemického složení a vlastností niklových superslitin se zaměřením na slitinu MAR-M-247. V praktické části byly hodnoceny strukturní změny (velikost a tvar) karbidů, z kvalitativního a kvantitativního hlediska. Karbidy při napěťovém a teplotním zatěžování významně ovlivňují vlastnosti slitiny, zejména mechanické. Vzorky byly hodnoceny pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu. Byla provedena analýza EDS karbidických částic. Ke kvantitativnímu vyhodnocení snímků byla použita obrazová analýza.

Po dlouhých dobách žíhání byly ve struktuře pozorovány i jehlice a drobné částice s vysokým obsahem wolframu.

Klíčová slova

niklové superslitiny, MAR-M-247, mikrostruktura, karbidy typu MC, elektronová mikroskopie, mikroanalýza EDS, obrazová analýza

Annotation

The work deals with the study of the development of microstructure over time, especially carbides of cast superalloy MAR-M-247, subjected to long-term annealing at a temperature of 950 ° C. The theoretical part contains an overview and research in the field of microstructures, chemical composition and properties of nickel superalloys with a focus on the alloy MAR-M-247. In the practical part, the structural changes (size and shape) of carbides were evaluated, from a qualitative and quantitative point of view. Carbides under stress and temperature loading significantly affect the properties of alloy, especially mechanical. The samples were evaluated using a scanning electron microscope. EDS analysis of carbide particles was performed. Image analysis was used to quantitatively evaluate the images.

After long annealing times, needles and small particles with a high tungsten content were also observed in the structure.

Keywords

nickel superalloys, MAR-M-247, microstructure, MC type carbides, electron microscopy, EDS microanalysis, image analysis

Poděkování

Děkuji tímto Ing. Jakubovi Horníkovi, Ph.D. a Ing. Jiřímu Zýkovi, Ph. D. za cenné rady a připomínky při vypracování bakalářské práce. Za poskytnutí vzorků z laboratoře UJP PRAHA a.s. a odbornou pomocí v průběhu experimentální části.

Obsah

1 Úvod.....	8
2 Teoretická část	9
2.1 Superslitiny.....	9
2.2 Niklové superslitiny.....	10
2.2.1 Historie	10
2.2.2 Chemické složení	11
2.2.3 Mikrostruktura a vlastnosti niklových superslitin	12
2.2.4 Strukturní změny niklových superslitin za vysokých teplot	16
2.2.5 Creep (Tečení).....	16
2.4 Výroba litých niklových slitin.....	18
2.4.1 Technologie přesného lití.....	18
2.4.2 Usměrněné tuhnutí a růst jednoho zrna.....	19
2.5 Tepelné zpracování.....	20
2.5.1 Rozpouštěcí žíhání	21
2.5.2 Precipitační vytvrzování (stárnutí).....	21
2.5.3 HIP – Hot Isostatic Pressing	21
3 Experimentální část	22
3.1 Superslitina MAR-M-247.....	22
3.1.1 Obecný popis	22
3.1.2 Mikrostruktura.....	23
3.1.3 Mechanické vlastnosti.....	24
3.2 Experimentální metody.....	24
3.2.1 SEM – Rastrovací elektronový mikroskop.....	24
3.2.2 EDS – Energiově disperzní rentgenová mikroanalýza.....	26
3.2.3 Obrazová analýza	27
4 Výsledky a diskuze.....	30
4.1 Rastrovací elektronová mikroskopie	30
4.2 Obrazová analýza.....	33
4.3 Částice dalších fází.....	41
4.4 Shrnutí výsledků	45
5 Závěr	46
6 Použitá literatura.....	47
7 Seznam zkratk	49
8 Seznam obrázků	50
9 Seznam grafů.....	51
10 Seznam tabulek	51

1 Úvod

Konstruktéři leteckých motorů dlouho hledali materiál, který by byl pevnější a měl vysokou korozní odolnost při vysokých teplotách než dříve dostupné materiály. Snažili se uspět ve vývoji korozivzdorných ocelí pro použití v extrémních teplotách. Došli k závěru, že pevnost korozivzdorných ocelí je pro jejich potřeby nedostačující. Byl zahájen výzkum korozivzdorných superslitin. Superslitiny pro letecké motory prošly největším vývojem v období 2. světové války. V té době již existovaly materiály s názvem superslitiny jako například upravené slitiny na bázi železa.

Superslitiny na bázi niklu jsou superslitiny navrženy tak, aby vydržely v extrémních podmínkách, kdy je vyžadována vysoká žáruvzdornost, odolnost proti creepu a vysoká korozivzdornost. Tyto vynikající vlastnosti jsou zajištěny chemickým složením, mikrostrukturou a speciální technologií výroby. Z ekonomického hlediska je výhodné jejich užití při vyšších teplotách než 650 °C. Superslitiny na bázi niklu se používají především pro extrémně namáhané strojní součásti ve vysokoteplotních zařízeních. Pro teploty nižší než 650 °C se používají slitiny na bázi niklu a železa, které jsou levnější.

Teoretická část práce je tvořena literární rešerší, obecným popisem zahrnujícím složení, mikrostrukturu a mechanismus zpevnění niklových superslitin. Práce obsahuje informace o vybrané slitině MAR-M-247, jejich vazbách mezi parametry lití, tepelného zpracování, dlouhodobého žíhání či provozu, mikrostruktury a mechanických vlastností.

Experimentální část práce klade důraz na metalografii, zejména měření rozměrů karbidů včetně doplnění o studium jejich chemického složení pomocí metody EDS.

Cílem práce je zjištění rozměrových změn karbidických fází ve slitině MAR-M-247, tedy jejich velikost v závislosti na době žíhání při teplotě 950 °C a diskuze nad experimentální částí.

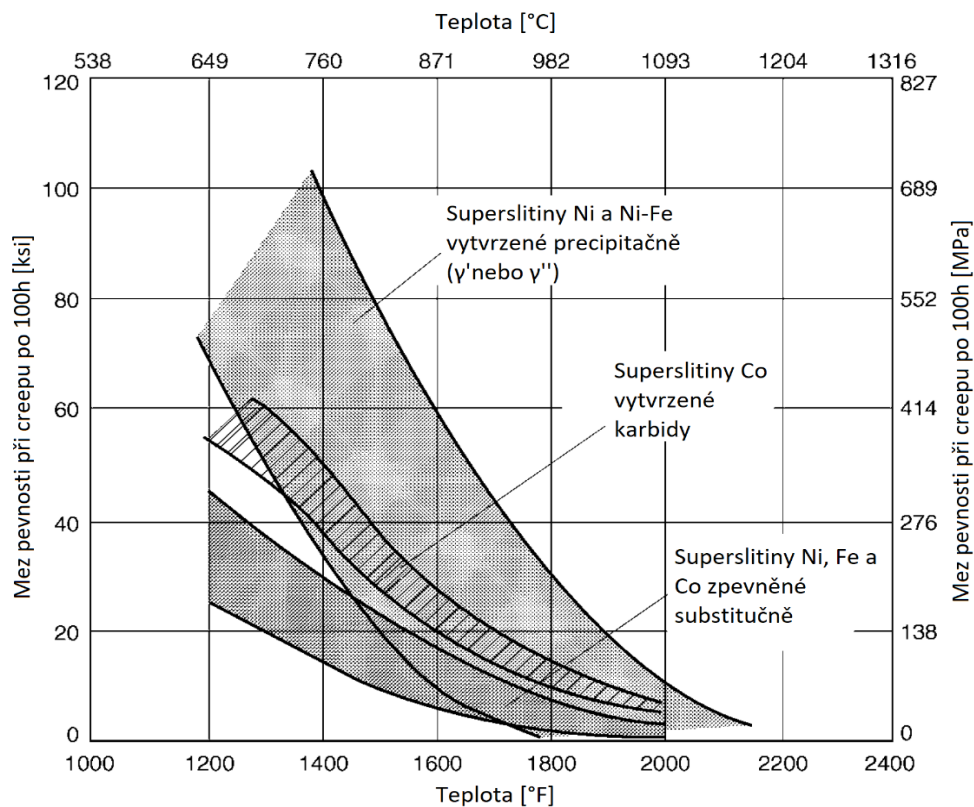
2 Teoretická část

2.1 Superslitiny

Superslitiny jsou kovové materiály s výjimečnou kombinací vlastností jako je vysoká pevnost při vysokých teplotách, odolnost vůči degradaci v korozivním a oxidačním prostředí a odolnost vůči creepu. Tyto materiály jsou často využívány v leteckých motorech, raketových motorech, parních generátorech a v dalších aplikacích, které vyžadují vlastnosti těchto materiálů, jako například v jaderných elektrárnách či v chemickém průmyslu. Prvky, které tvoří jejich základ jsou nikl, železo, kobalt, chrom, wolfram, titan, hliník, niob a molybden. Superslitiny dělíme do tří skupin:

- Železo niklové superslitiny
- Niklové superslitiny
- Kobaltové superslitiny [1]

Na obr. 1 je vidět porovnání niklové superslitiny zpevněné vytvrzujícími koherentními částicemi s ostatními slitinami.



Obr. 1 Meze pevnosti superslitin při creepu [1]

2.2 Niklové superslitiny

Niklové superslitiny se dají definovat jako vysoko legované materiály na bázi niklu, které mají výjimečnou kombinaci vlastností, jako je vysoká pevnost, korozní oxidační a odolnost při vysokých teplotách nad 650 °C. Nejdůležitějším aspektem niklových superslitin je jejich odolnost vůči creepu. Niklové superslitiny se dělí dle způsobu zpracování na tvářené a lité. Lité superslitiny mohou mít monokrystalickou či polykrystalickou strukturu. Dále se mohou dělit i podle způsobu použití, a to na slitiny žáruvzdorné a žárupevné. V této práci se budeme zabývat strukturou litých niklových žárupevných superslitin. [1] [2]

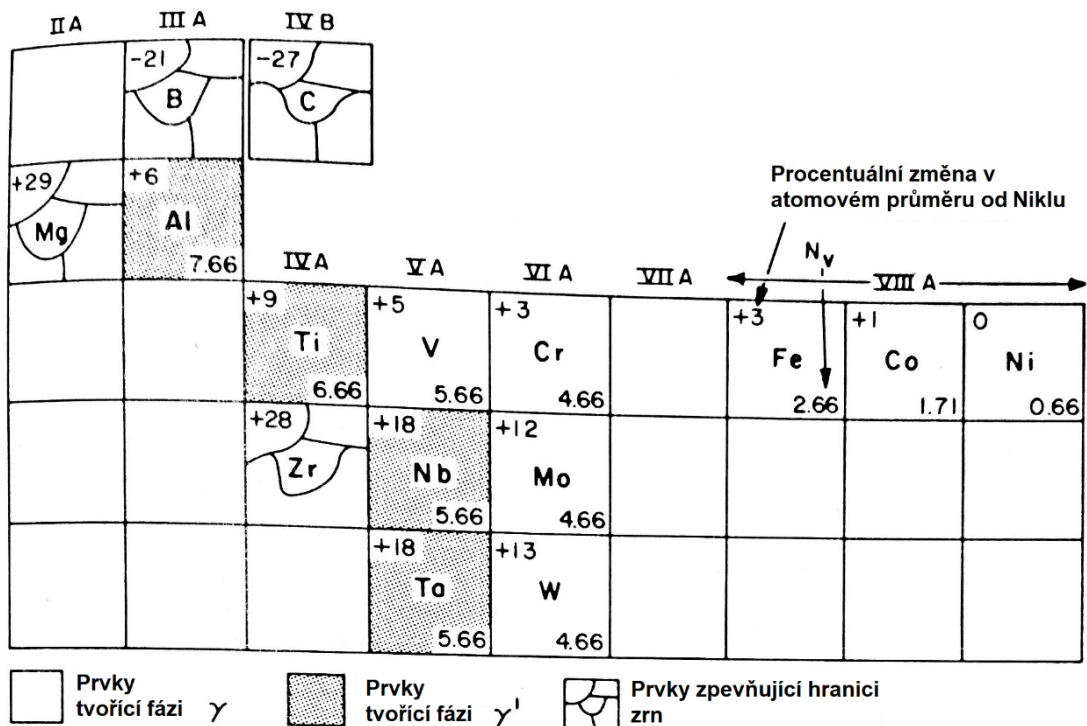
2.2.1 Historie

Vývoj niklových superslitin začal v průběhu 30. let 20. století. V tu dobu se používaly žáruvzdorné slitiny typu Ni-20Cr. Důležitým krokem ve vývoji bylo pochopení mechanismu precipitačního vytvrzování s použitím hliníku a titanu do těchto slitin. Tímto krokem vznikla první vytvrditelná superslitina Nimonic 80, která byla pak následně v roce 1940 patentována. V tomto zlomu začal vývoj a výzkum, jelikož niklové superslitiny se zdály být klíčovým materiálem pro strategii leteckého průmyslu.

Během vývoje se od 40. let se podařilo superslitiny upravit tak, aby snášely teploty až okolo 1050 °C, oproti původním 700 °C. U některých slitin je oblast použití až do teploty 1200 °C, což je 90 % teploty tání daného materiálu. [1] [2]

2.2.2 Chemické složení

Složení niklových slitin je různé. Za prvé, musí obsahovat alespoň 12-13 důležitých elementárních složek, které jsou pečlivě kontrolovány. Dále se může objevit dalších 10-12 „stopových“ a „nežádoucích“ prvků, jako jsou např. mangan, fosfor, křemík, síra, dusík a kyslík. Množství těchto stopových prvků lze omezit skrze metalurgii a kvalitu slévání. Za druhé, musí obsahovat 10-20 % chromu, 6 % hliníku a 4 % titanu, a malé množství bóru, zirkonia a uhlíku. Dále se mohou přidat další prvky jako jsou kobalt, molybden, niob, wolfram či tantal. Záleží, jaké charakteristické vlastnosti niklové slitiny jsou požadovány. [2] Preferenční výskyt jednotlivých prvků a jejich působení v niklových slitinách je uveden v tabulce na obr. 2.



Obr. 2 Důležitost prvků v niklových slitinách [2]

2.2.3 Mikrostruktura a vlastnosti niklových superslitin

To, jaké vlastnosti bude mít niklová superslitina, určuje zejména její chemické složení, morfologie mikrostruktury, velikost, množství, rozložení a tvar precipitátů fáze γ' , velikost a tvar zrn matrice γ , morfologie, velikost a rozložení karbidické fáze a přítomnost nežádoucích fází. Další vliv na vlastnosti superslitiny má tepelné zpracování. Lité superslitiny mají lepší creepové vlastnosti z důvodu hrubšího zrna. [1] [2]

2.2.3.1 Matrice γ

Matrice niklové slitiny je označována jako γ . Je tvořena substitučním tuhým roztokem niklu s přísadami. Jedná se o fázi s plošně středěnou krystalickou mřížkou (FCC). Legující prvky se vybírají podle velikosti poloměru atomu, které musí být větší o 3-13 % než poloměr atomu niklu. Z důvodu zpevnění tuhého roztoku. Jelikož větší atomy vytváří v krystalové mřížce distorze, dochází k vytvoření překážek pro pohyb dislokací a tím se matrice zpevňuje. Legující prvky, které zpevňují matici, se berou ze skupin V, VI, VII periodické tabulky prvků. Jde o kobalt, železo, chrom, molybden, wolfram a vanad.

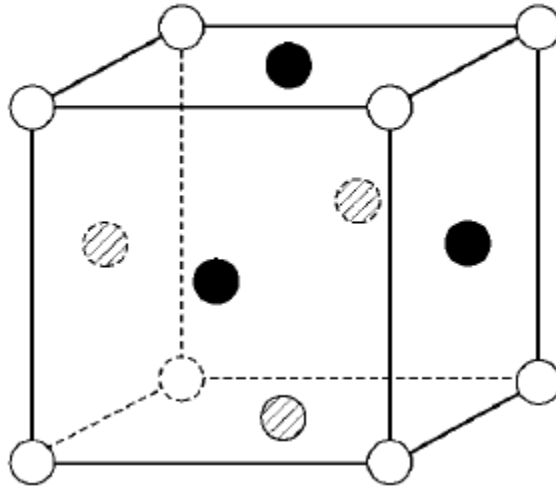
Další legující prvky se uvádí jako prvky skupin II, III, IV periodické tabulky. Tyto prvky segregují na hranicích zrn. Jedná se o prvky hořčík, bor, uhlík a zirkonium. [1] [2] [3]

2.2.3.2 Fáze γ'

Intermetalickou fázi γ' tvoří prvky ze skupin III, IV, V periodické tabulky, jako jsou hliník, titan, tantal a niob, spolu s niklem. Nejčastěji se používá hliník a titan. Ostatní prvky jsou označovány jako substituční.

Fáze γ' je vytvrzující intermetalická fáze koherentní s maticí. Tvoří ji uspořádaný substituční tuhý roztok niklu a hliníku nebo titanu $Ni_3(Al, Ti)$. Znovu se jedná o fázi s plošně středěnou krystalovou mřížkou (FCC). V mřížce γ' nahrazuje hliník nebo titan atom niklu tak, že atom niklu zůstává jen ve středu ploch krystalové mřížky viz obr. 3.

Co se týče morfologie precipitátů, fáze γ' precipituje do kulového, kubického až tyčinkového tvaru v matici tvořené fází gama. To, jak bude precipitát vypadat, určuje hodnota misfitu (mřížková neshoda). Pro misfit menší než 0,4 % dochází ke vzniku částic kulového tvaru (globulárního). Pro misfit 0,4÷1 % bude preferenční tvar kubický a pro misfit větší než 1 %, dochází přednostně ke tvorbě tyčinkového tvaru precipitátu. [1] [2] [3] [4]



Obr. 3 Krystalová mřížka intermetalické fáze γ' [1]

– černé pozice jsou odpovídající umístění atomu niklu

– bílé pozice jsou odpovídající umístění atomu hliníku nebo titanu

Koherenci rozhraní můžeme určit pomocí tzv. parametru misfit (mřížková neshoda) podle rovnice (1) [4]:

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

2.2.3.3 Fáze γ''

Jde o sekundární metastabilní fázi $\text{Ni}_3(\text{Nb}, \text{Ta})$. Tato fáze nebývá ve všech slitinách, vyskytuje se pouze ve slitině IN718 a jí podobných. Jedná se o slitinu s tetragonální prostorově středěnou mřížku. Vzniká ve slitinách, které obsahují více jak 4 % niobu, nebo více než 10 % tantalu. Tvoří destičkovitou strukturu a její vliv má stejný charakter jako fáze γ' . Není stabilní za teplot vyšších než 650 °C, kde ztrácí svoje vlastnosti, mění se v ortorombickou mřížku a tvoří velké deskovité precipitáty fáze delta, které nežádáně ovlivňují strukturu. [1] [2] [3] [5]

2.2.3.4 Karbidy

V niklových superslitinách obsahující uhlík se vždy ve struktuře tvoří karbidické fáze. Karbidy jako takové mají vliv na mechanicko-metalurgické vlastnosti superslitin. Pomocí tepelného zpracování a optimálního složení superslitin lze dosáhnout vhodné struktury. Základní typy karbidů, které se objevují ve struktuře, jsou: MC, $M_{23}C_6$, M_6C a M_7C_3 . Karbidy se dělí na dvě skupiny, a to na primární a sekundární

Mezi primární karbidy typu MC považujeme sloučeniny prvků s uhlíkem, který se běžně v těchto slitinách vyskytuje od 0,02 % do 0,3 %. Mezi tyto prvky patří molybden, vanad, wolfram, niob, tantal, titan a hafnium. Molybden a wolfram se mohou v karbidech rozpouštět a tím narušovat mezi atomové vazby. To vede k rozpadu karbidů MC na $M_{23}C_6$ a M_6C . K zamezení tohoto stavu lze předejít zvýšením obsahu niobu. Niob posune stabilitu karbidů až na teplotu 1260 °C. Primární karbidy vznikají během krystalizace, a mají nepravidelný tvar. Jsou náhodně rozmístěny v matici, v zrně a také na hranicích zrn. Zlepšují zpevnění materiálu a zabraňují pokluzům po hranicích zrn při creepu. Problém u primárních karbidů nastává při jejich vysokém množství. Pak se jedná o nežádané částice, které snižují odolnost proti lomu, ochuzují materiál o chrom a tím i snižují korozivzdornost materiálu. Mají tvar nepravidelných globulí.

Sekundární karbidy $M_{23}C_6$. Tyto karbidy tvoří především chrom s FCC mřížkou. Vznikají při zahřátí primárních karbidů v rozsahu teplot 700–980 °C, rozpouštějí se až do 1040 °C. Sekundární karbidy typu M_6C nejčastěji tvoří prvky wolfram a molybden, když je jejich množství vyšší než 8 %. Ty se rozpouštějí při teplotě vyšší než 1200 °C. Obvykle se tvoří na hranicích zrn ve tvaru globulí, desek aj.

Další z karbidů, který se objevuje ve strukturách jen výjimečně je M_7C_3 . Vzniká ve slitinách, kde je nízký obsah karbidotvorných prvků, např. Nimonic 80A. Při teplotách nad 1100 °C se rozpadá na karbid $M_{23}C_6$. Nejčastěji tvoří deskovité částice na hranicích zrn. [1] [2] [3] [5]

2.2.3.5 Boridy

Bór se do superslitin niklu přidává proto, jelikož jeho přítomnost brání karbidům na hranicích zrn zhrubnout a tím ji i zpevní. Když je ve slitině více jak 0,03 % bóru, tvoří boridy s prvky jako jsou tantal, vanad, chrom, molybden a niob. Boridy vypadají podobně

jako karbidy až na to, že nereagují s karbidickými leptadly. Vylučují se během krystalizace místo karbidů MC jako boridy typu M_3B_2 , $M_{23}B_6$, M_2B a MB_{12} a nahrazují je. [1] [2]

2.2.3.6 TCP fáze – Topologically close pack phases

Jedná se o fáze, které mají nepříznivý vliv na mechanické a creepové vlastnosti. Snižují žáruvzdornost, jelikož ochuzují matici o chrom a kobalt, a zároveň snižují pevnost z důvodu vazby molybden a wolfram. Jsou velmi tvrdé a křehké. Tvoří dlouhé, protáhlé, tenké a ostré částice. Vlivem toho snižují i tvárnost a způsobují i snadnější iniciaci trhlin. TCP fáze vznikají jen při určitých podmínkách, a to ve slitinách, kde byla nedostatečná kontrola chemického složení. Především během tepelného zpracování nebo vlivem provozních podmínek, zejména dlouhodobého působení vysoké teploty. [1] [6]

- **σ fáze**

Nejvíce se nachází ve slitinách Fe-Ni a Co. Ve slitinách niklu se nachází méně často. Tvoří nesymetricky tvarované globule a protáhlé částice. Vzniká při teplotách mezi 540 °C a 980 °C. Tvoří sloučeniny typu FeCr, FeCrMo, CrCo. Krystalická mřížka je tetragonální.

- **μ fáze**

Normálně se objevuje ve slitinách s vysokým obsahem molybdenu nebo wolframu. Vyskytují se jako hrubé, nepravidelné destičky ve vzoru Widmanstättenovy struktury. Produkují se při vysokých teplotách. Tvoří sloučeniny typu $(Fe, Co)_7(Mo, W)_6$. Krystalická mřížka je romboedrická.

- **Lavesova fáze**

Nejčastější výskyt této fáze je ve slitinách Fe-Ni a Co. Často se vyskytuje jako nepravidelně tvarované globule, protáhlé částice nebo jako destičky. Vznikají při dlouhé expozici ve vysokých teplotách. Tvoří sloučeniny typu Fe_2Nb , Co_2Ti , Fe_2Ti . Krystalická mřížka je hexagonální.

- **η fáze**

η fáze se povětšinou nachází ve slitinách Fe-Ni, Co a Ni s vysokým obsahem Ti/Al po dlouhé expozici ve vysokých teplotách. Může tvořit intergranulární buňky nebo intergranulární ostré destičky ve vzoru Widmanstättenovy struktury. Tvoří sloučeniny typu Ni_3Ti . Krystalická mřížka je HCP (Hexagonal close packed).

- **δ fáze**

Vyskytuje se jen ve slitině Inconel 718. Má ostrý tvar, když vzniká při teplotách mezi 815 °C a 980 °C. Normálně vzniká při precipitaci z fáze γ'' . Tvoří sloučeniny typu Ni_3Nb . Krystalická mřížka je ortorombická. [6]

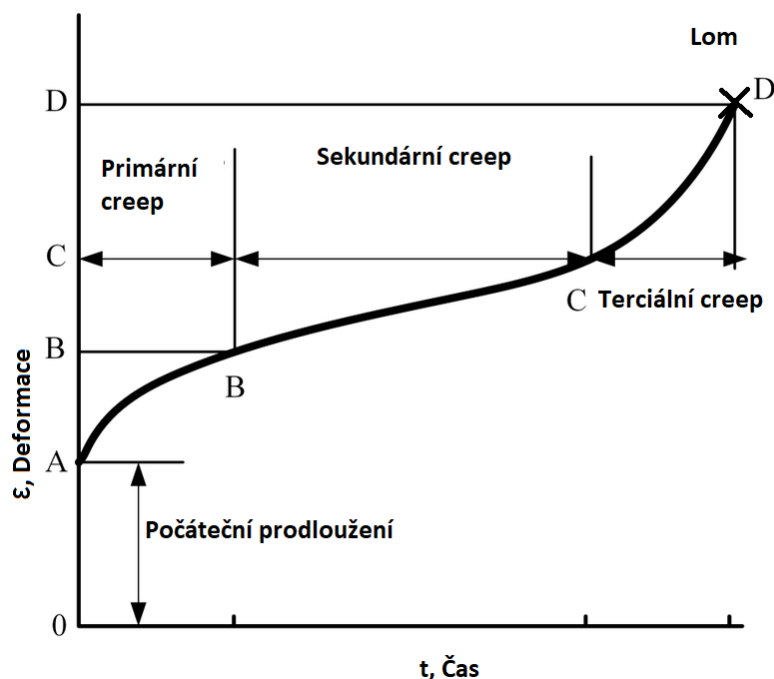
2.2.4 Strukturní změny niklových superslitin za vysokých teplot

Vlivem vysoké teploty se v materiálu začínají odehrávat strukturní změny. Precipitát fáze γ' začíná měnit svůj tvar a hrubne. Z kubického tvaru má tendenci se spojovat do krátkých řetízku až bloků. Tento proces je náhodný, je dán poměrem elastické a povrchové energie koherentního rozhraní. Příčinnou je chemická nesourodost prvků vlivem segregace během tuhnutí. [1] [2]

Přidá-li se ke vlivu teploty i mechanické namáhání může dojít ke vzniku tzv. raftů. Což je uspořádaná struktura rovnoběžných řádků fáze γ' a matrice.

2.2.5 Creep (Tečení)

Creep (tečení) je časově-závislá trvalá deformace při konstantním zatížení. Ke creepu dochází v důsledku dlouhodobého vystavení vysokým úrovním konstantního napětí, které jsou stále pod mezí kluzu materiálu. U materiálů, které jsou vystaveny po dlouhou dobu vysoké teplotě, která se postupně přibližuje k teplotě tání, je creep závažnější. Creep ovlivňuje vlastnosti materiálu při teplotách v rozmezí 0,3 - 0,6 teploty tání. Creep se dá rozlišit na dva druhy tečení, na nízkoteplotní a vysokoteplotní tečení. K nízkoteplotnímu tečení dochází do 0,5 teploty tání a nízkém napětí. Creepová křivka má jen jednu oblast, kde nastává přechodové tečení a pak následně zaniká. V praxi k tomuto typu tečení dochází jen velmi ojediněle. K vysokoteplotnímu tečení, které se v praxi děje při vysokých teplotách úplně běžně, dochází u superslitin až nad 0,6 teploty tání. Vysokoteplotní tečení má tři stádia. viz obr. 4. [1]



Obr. 4 Stádia creepu [18]

První stádium se nazývá primární přechodové. Zde rychlost tečení s časem klesá, protože dochází k přechodům vedoucí až k deformačnímu zpevnění. [1]

Druhé stádium se nazývá sekundární ustálené. Zde se rychlost tečení nemění a deformace zůstává konstantní. Zpevňující a odpevňovací procesy jsou v rovnováze. Během toho je nutné, aby šroubové a hranové složky skluzových dislokačních smyček mohly volně přecházet ze shluků nebo nakupení a aby nedocházelo ke zpevňujícím procesům. Hranové dislokace překonávají překážky šplhem, jako jsou např. precipitáty nebo ukotvené dislokace. Šplh vyžaduje vyšší aktivační energii než skluz. Dále během sekundárního ustáleného tečení dochází i ke vzájemnému skluzovému pohybu zrn po jejich hranicích – pokluzům. To znamená, že rychlost tečení stoupá se zmenšujícím se zrnem. Během druhého stádia tečení dochází k dalšímu mechanismu, a to k difuznímu creepu. Zde jsou hranice zrn zdrojem a pastí pro vakance. Difuzní creep je závislý na pohybu vakancí a intersticiálů napříč zrnem. [1]

Třetí stádium se nazývá terciální nestabilní. Zde rychlost tečení s časem roste tak dlouho dokud nedojde k lomu. Lom vede ke vzniku klínových trhlin nebo kavit (dutin) v materiálu, které se postupem času spojitě zvětšují (koalescence), než překročí kritickou mez snížení nosného průřezu. Pak dochází k porušení materiálu končící lomem. Velmi vysoké teploty vedou až ke stavu, kdy může primární přechodové stádium plynule

navázat na terciální nestabilní stádium, a tím může sekundární ustálené stádium vymizet. Pro provoz součástí to znamená nevyhovující stav. [1]

2.4 Výroba litých niklových slitin

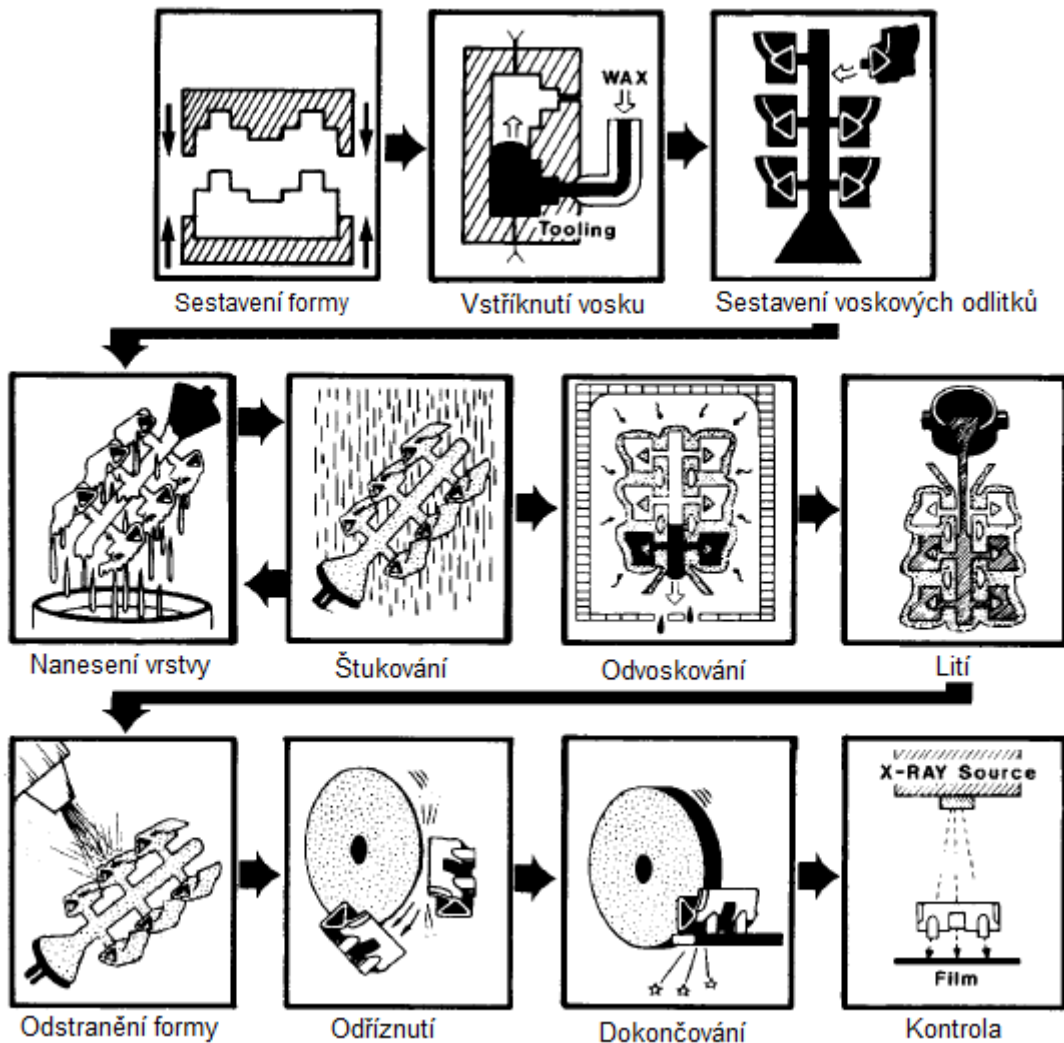
Žáropevné slitiny jsou většinou tak pevné, že je nelze tvářet, obtížně se obrábí a je tedy nutné slitiny odlévat na požadovaný tvar. Slévání je technikou metalurgického procesu. Sléváním lze získat jak polykrystalickou, tak i monokrystalickou strukturu odlitku.

2.4.1 Technologie přesného lití

Superslitiny niklu se běžně odlévají do formy, která byla vytvořena metodou ztraceného vosku. Vytvoří se speciální kovová forma na výrobu voskového modelu a následně se naplní voskem. Na výsledný voskový model se nanese vrstva keramiky, která se nechá zaschnout. Poté proběhne ohřátí voskové formy s vrstvou, kde se vosk vytaví z formy. Následně je forma vyžhána na vysokou teplotu a pak je forma připravená k odlévání. Po odlití se keramická skořepina mechanicky odstraní. Výsledný odlitek se dále tepelně zpracovává pro zlepšení vlastností a dokončuje pomocí dokončovacích operací. [1] Postup metody ztraceného vosku lze vidět na *obr. 5*.

Je velmi důležité, aby forma byla natolik silná, aby odolávala deformacím, ale zase natolik slabá, aby dokázala odvádět teplo. Jak se bude materiál smršťovat při chladnutí se odvíjí od hmotnosti odlitku. [1]

Na vlastnosti odlitku má největší vliv rychlost ochlazování. V případě metody odlévání Microcast-X lze docílit struktury s malými zrny. Kontrolované velikosti zrn se dosáhne tak, že se udržuje teplota slévání těsně nad teplotou křivky liquidus (cca 11 °C). Při teplotách vyšších než 17 °C nad teplotou liquidu se přechází k běžnějším dendritickým mikrostrukturám. Dalším zvyšováním teploty by docházelo k tvorbě větších zrn. Metodou technologie přesného lití se může zaručit struktura s malými zrny.



Obr. 5 Metoda ztraceného vosku [1]

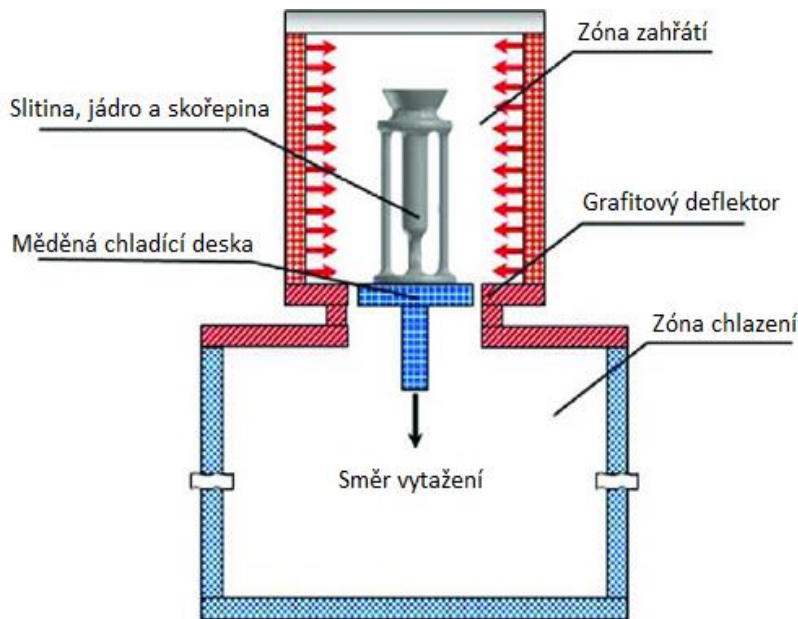
[1] [7]

2.4.2 Usměrněné tuhnutí a růst jednoho zrna

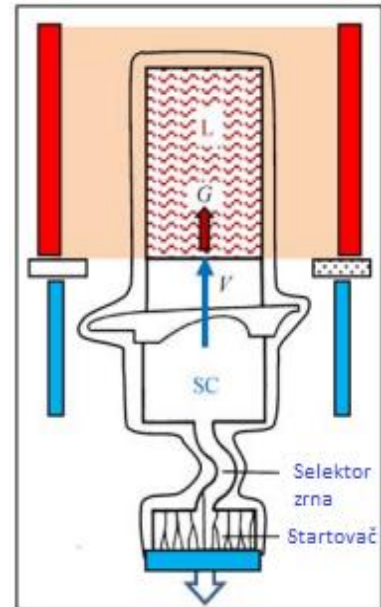
Při tuhnutí odlitku ze superslitiny se může využívat teplotního gradientu k růstu zrn na povrchu s nižší teplotou a následně k podpoře růstu zrn ve směru teplotního

gradientu vedoucí k prodloužení zrn. Tímto dochází k významně větší odolnosti proti tečení rovnoběžně se směrem zrn viz obr. 6.

Metoda usměrněné krystalizace se běžně využívá při výrobě turbínových lopatek, aby zrna byla rovnoběžná s odstředivou silou. Výsledná struktura je polykrystalická s protáhlými rovnoběžnými zrny. [8]



Obr. 7 Pec využívající metodu usměrněného tuhnutí [16]



Obr. 6 Selektor zrna [9]

Pro strukturu monokrystalickou se do formy odlitku přidává selektor zrna. Selektor zrna při tuhnutí funguje jako selektor jednotného zrna, které pak následně tvoří celý odlitek. viz obr. 7. [9]

2.5 Tepelné zpracování

Tepelné zpracování se u odlévaných niklových superslitin provádí z důvodu modifikace mikrostruktury a tím pro zlepšení pevnostních, creepových, únavových a chemických vlastností. Typy tepelných zpracování, které se obvykle používají jsou:

- Homogenizační žíhání
- Precipitační vytvrzování (stárnutí)

Účelem žíhání litých niklových superslitin je snížení pnutí v materiálu, které vzniklo vlivem chlazení odlitku. Dále difúze legujících prvků do tuhého roztoku,

rozpuštěním fáze γ' , karbidů a dalších fází. Tvorba nových fází a precipitace z tuhého roztoku. [1] [3]

2.5.1 Rozpouštěcí žíhání

Úkolem rozpouštěcího žíhání je homogenizovat strukturu a rozpustit ji tak, aby všechny fáze ve slitině byly homogenní, zejména fáze γ' . Teploty pro homogenizační žíhání se pohybují v rozsahu 982–1232 °C případně až 1316 °C. Teploty rozpouštěcího žíhání jsou pro každou slitinu jiné, volí se podle stability fáze γ' . Doba žíhání bývá přibližně 2 hodiny. [1]

2.5.2 Precipitační vytvrzování (stárnutí)

Niklové superslitiny se zpevňují pomocí precipitačního vytvrzování. Ve složení niklové slitiny jsou legury hliníku a titanu, které dovolují precipitaci fáze γ' z matrice. Fáze γ' je koherentní intermetalická fáze FCC mřížky $Ni_3(Al, Ti)$. [2] Dále dochází i precipitaci jiných fází, jako jsou karbidy, nitridy a Lavesovy fáze. [1]

Velikost a distribuci precipitátů určuje teplota a doba žíhání, která se pohybuje v rozmezí teplot 595-1038 °C. Také záleží na typu slitiny, pro každou je vytvrzovací teplota jiná. Doba žíhání se obvykle pohybuje v řádu 16–24 hodin. Může být i více stupňové, např. dvoustupňové. [1]

2.5.3 HIP – Hot Isostatic Pressing

Důležitou součástí zpracování superslitin po slévání je tepelně mechanické zpracování metodou HIP – Hot Isostatic Pressing – Isostatické lisování za tepla. Jde o metodu, kdy se součást vloží do tlakové komory, kde se za vysokého tlaku a teploty dosáhne téměř 100% eliminace vnitřních pórů. Otevřené póry, které se vyskytují na povrchu, nelze odstranit. Provádí se za teplot rozpouštěcího žíhání, např. 1200 °C po dobu 4 h a tlaku 1000bar. [7]

3 Experimentální část

Experimentální část je zaměřena na hodnocení změn morfologie karbidické fáze niklové superslitiny MAR-M-247 vlivem žíhání při 950 °C v čase. Ke studiu bylo dodáno 8 vzorků z této slitiny ve stavu po HIP + TZ. Sedm z těchto vzorků bylo podrobena žíhání v různých dobách - 50, 100, 200, 500, 1000, 2000, 5000 hodin. Osmý vzorek je ve stavu po TZ bez dlouhodobého žíhání a je brán jako výchozí. Předepsané tepelné zpracování slitiny MAR-M-247 se skládá z rozpouštěcího žíhání 1200 °C po dobu 2 hodin, následného ochlazení a následného vytvrzovacího žíhání 870 °C po dobu 24 hodin. Bylo zařazeno i HIPování, před tepelným zpracováním za teploty 1200 °C po dobu 4 hodin a při tlaku 103 MPa.

Mikrostrukturní změny byly hodnoceny za využití rastrovací elektronové mikroskopie (SEM). Dále vzorky po 50 hodin, 1000 hodin a 5000 hodin žíhání byly podrobeny mikroanalýze energiově-disperzní rentgenovou spektroskopií (EDS) pro zjištění chemického složení karbidických fází. Na vyhodnocení pořízených snímků byla použita obrazová analýza (program Nikon NIS elements). Výsledná data z naprahování snímků byla kvantitativně vyhodnocena.

3.1 Superslitina MAR-M-247

3.1.1 Obecný popis

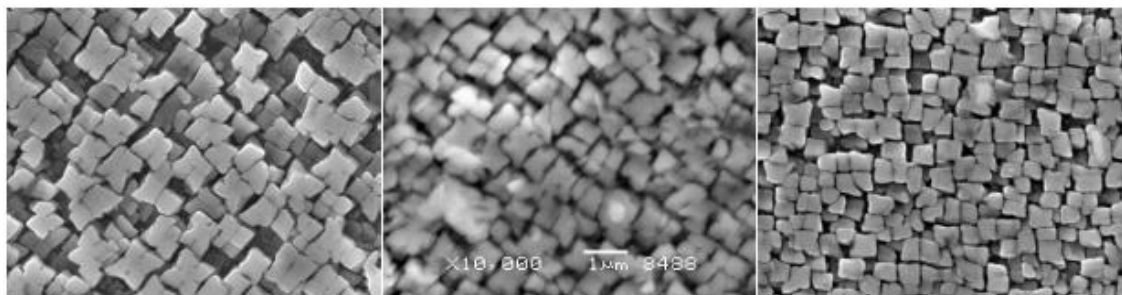
Superslitina MAR-M-247 je slitina na bázi niklu, která byla speciálně vyvinutá tak, aby snášela teploty až do 1000 °C a udržela si svou vysokou pevnost. Byla vyvinuta společností Martin Marietta. Její složení a kombinace prvků z ní dělá slitinu, která má výborné vlastnosti v tahu, odolnosti vůči creepu, povrchové stálosti a korozní, oxidační odolnosti. Toto zajišťuje zpevnění matrice γ , precipitační zpevnění fází γ' a zpevnění hranic zrn. Slitina MAR-M-247 se velmi dobře slévá. Díky tomu je velmi využívána pro díly pracující při vysokých teplotách a tlacích, jako jsou díly pro letecké motory, plynové turbíny a odlitky oběžných kol turbodmychadel. Použití této slitiny je vždy až po tepelném zpracování. Při tepelném zpracování této slitiny se většinou používá i operace HIP – Hot Isostatic Pressing (Izostatické stlačování za tepla). [10] [11] [12]

3.1.2 Mikrostruktura

Chemické složení slitiny MAR-M-247 je dáno podle tabulky 1.

Tab. 1 Chemické složení MAR-M-247 (hm. %) [11]

C	Cr	Mo	Al	Ti	W	Co	Ta	Zr	B	Hf
0.14 - 0.16	8.2 - 8.6	0.6 - 0.8	5.4 - 5.6	0.8 - 1.2	9.8 - 10.3	9.7 - 10.3	2.9 - 3.1	0.03 - 0.06	max. 0.02	1.2 - 1.6



Obr. 8 Morfologie částic fáze γ' z těžkého, středního a lehkého odlitku [12]

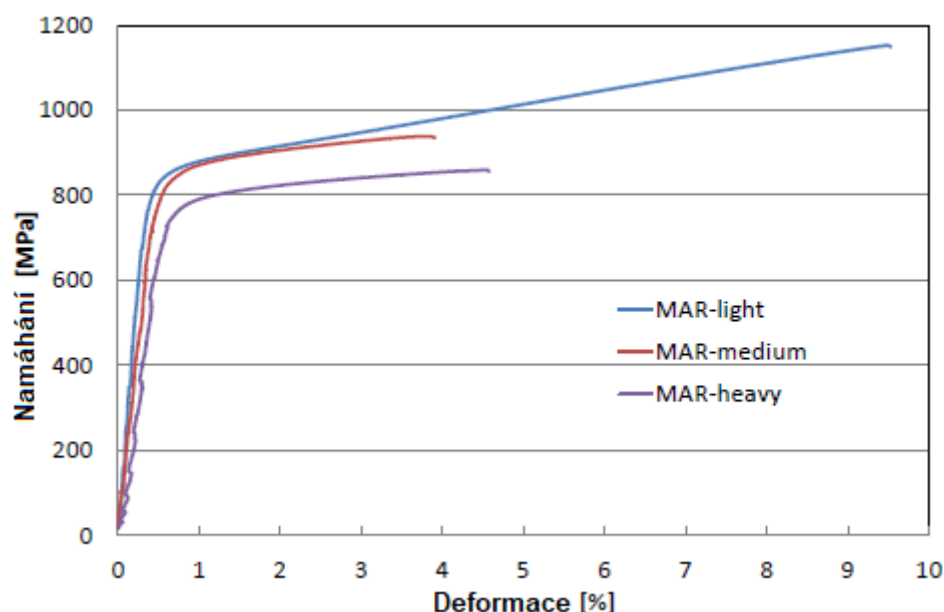
Obr. 8 zobrazuje morfologii částic fáze γ' těžkého, středního a lehkého odlitku.

Výslednou mikrostrukturu velmi ovlivňuje tepelné zpracování. Ovlivňuje zejména velikost a rozložení precipitátů fáze γ' , čím větší precipitáty fáze γ' , tím horší jsou pevnostní vlastnosti výsledné struktury. Významnou roli hrají také karbidy. Karbidy mají negativní dopad na plastické vlastnosti slitiny, jelikož karbidy jsou křehké. Mají i pozitivní vlastnosti. Zpevňují strukturu, pokud se nachází rovnoměrně rozložené uvnitř zrn, kdy efektivně brání pokluzům po hranicích zrn při vysokých teplotách při creepu. Nejčastějšími karbidy ve struktuře slitiny MAR-M-247 jsou karbidy typu MC. [11] [13]

3.1.3 Mechanické vlastnosti

Tab. 2 Mechanické vlastnosti a mikrostrukturní parametry odlitků ze slitiny MAR-M-247 [12]

Odlitek	R_{p02} [MPa]	R_m [MPa]	A [%]	velikost zrna [mm]	podíl vad na řezu [%]	podíl vad na lomu [%]	Dv –střední velikost γ' [μm]
lehký	838	1202	11,0	0,298	0,004	0	0,537
střední	844	975	4,1	0,652	0,056	0,082	0,368
těžký	777	867	3,7	0,714	0,012	0,038	0,596



Obr. 9 Tahový diagram zkušebních těles z různých odlitků ze slitiny MAR-M-247 [12]

Mechanické vlastnosti slitiny MAR-M-247 jsou uvedeny v tab. 2. Na tahovém diagramu na obr. 9 lze vidět, že struktura s jemnějšími zrny má lepší mechanické vlastnosti.

3.2 Experimentální metody

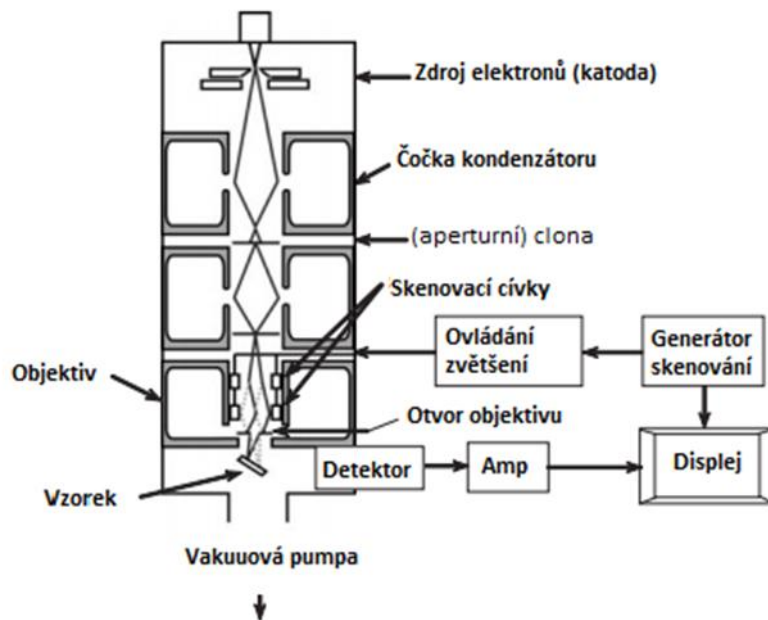
3.2.1 SEM – Rastrovací elektronový mikroskop

Rastrovací elektronový mikroskop – Scanning Electron Microscope – SEM je elektronový mikroskop, který používá pohyblivý svazek elektronů k zobrazení povrchu pozorovaného vzorku. Svazek primárních elektronů emituje elektronová tryska (katoda), jeho směr šíření usměrňuje urychlovací napětí (anoda) a je zaostřován elektromagnetickými cívkami (čochky) na povrch vzorku viz obr. 10. Po dopadu paprsku elektronů na povrch vzorku způsobí emisi sekundárních elektronů, zpětně odražených

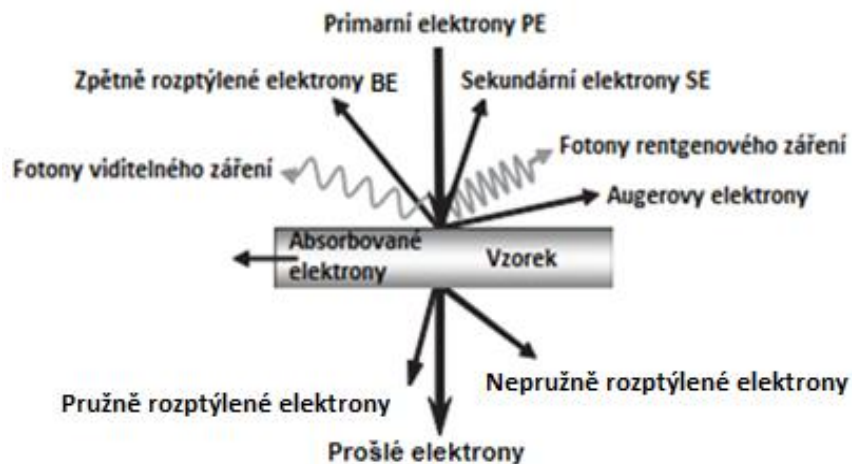
elektronů, charakteristického rentgenového záření a dalších emisních signálů viz obr.11. Jednotlivé signály mohou být detekovány příslušnými detektory a převedeny na obraz.

Z důvodu užití elektronového paprsku musí být vzorky vodivé, aby bylo umožněno průchodu elektronů a jejich uzemnění. Nevodivé vzorky jsou upraveny tak, aby byly vodivé ať už nalepením vodivé pásky nebo povlakováním vodivým prvkem. Elektronový paprsek může být rozptýlený čímkoliv čím projde a z tohoto důvodu musí být v operační komoře vakuum. [14]

Pro pořizování snímků karbidických částic ve strukturách hodnocených vzorků byl použit rastrovací elektronový mikroskop JEOL JSM-7600F. viz obr. 12.



Obr. 11 Zjednodušené schéma SEM [14]



Obr. 10 Signály vznikající při dopadu primárního elektronového paprsku [14]



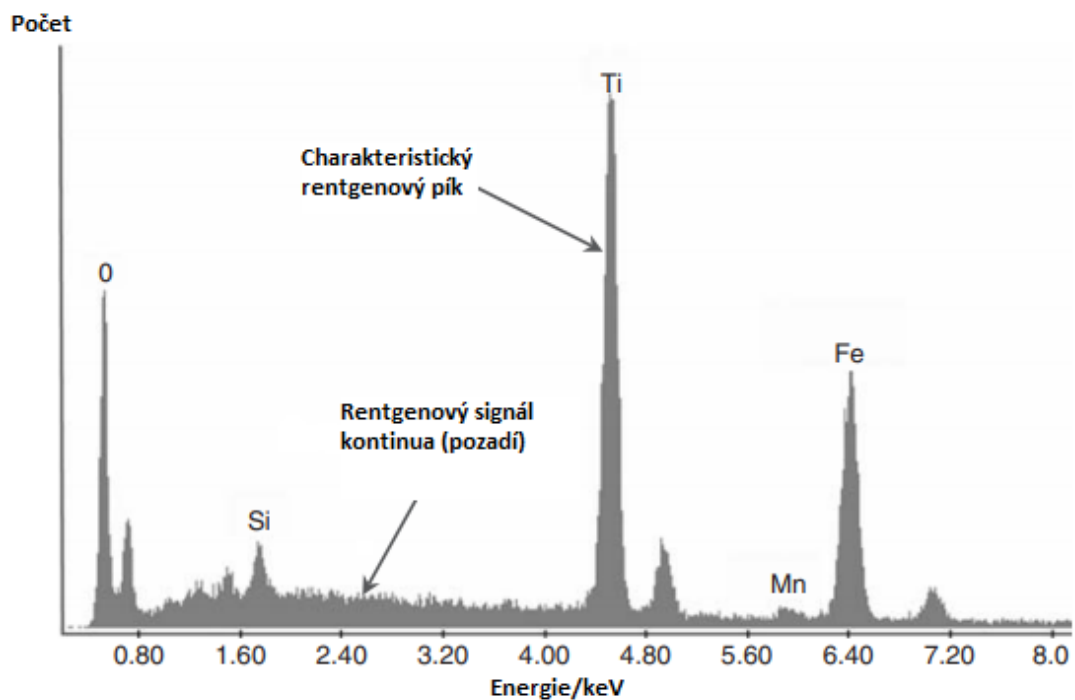
Obr. 12 Rastrovací Elektronový Mikroskop JEOL JSM-7600F [17]

3.2.2 EDS – Energiově disperzní rentgenová mikroanalýza

Při dopadu primárního paprsku elektronů na povrch vzorku jsou emitovány i fotony rentgenového záření, které lze využít ke zjištění chemického složení materiálu. Běžnou formou lokální chemické analýzy je energiově disperzní rentgenová spektroskopie známá jako EDS nebo EDX.

Emitované rentgenové záření nese energii, respektive vlnovou délku, která reprezentuje rozdíl mezi dvěma energetickými hladinami – atomovými slupkami. Energetické rozdíly jsou velmi specifické pro každý typ atomu a lze je přiřadit dle energie emitovaného rentgenového fotonu k danému prvku. Na obr. 13. můžeme vidět typické EDS spektrum obsahující jak charakteristické rentgenové píky, tak i kontinuum pozadí. [14]

Pro měření chemického složení karbidů byla použita energiově disperzní mikroanalýza s analyzátozem Oxford X-MAX^N SDD viz obr. 14.



Obr. 13 EDS spektrum [14]



Obr. 14 Analyzátor X-MAX^N SDD (Silicon Drift Detector)

3.2.3 Obrazová analýza

Nejprve byly pořízeny snímky studovaných karbidických částic. Pro získání výsledků ze snímků vzorku byla provedena kvantitativní obrazová analýza. Skládá se z několika částí.

3.2.3.1 Získání snímků

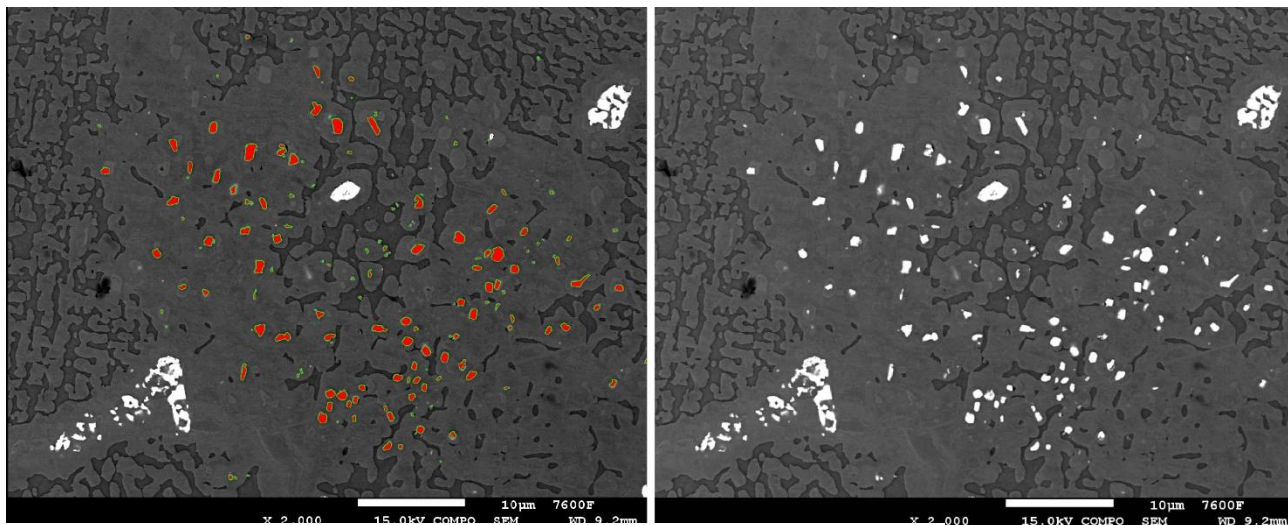
Digitální snímky vzorku můžeme získat pomocí CCD – charge-coupled device nebo CMOS – complementary metal oxide čipu. Oba tyto čipy fungují na principu fotoefektu. Částice světla – foton při nárazu do atomu předá svojí energii jednomu z elektronů v atomu a tím ho převede ze základního stavu do stavu excitovaného. Jelikož jsou tyto čipy polovodičové, uvolněný elektron se odvede pomocí přiložené elektrody. Rozdíl mezi CCD a CMOS je, že CCD má analog/digitál A/D převodník a fotodetektory rozdělené od sebe. Díky tomuto rozdělení mohou být fotodetektory blíže u sebe a mít celkový výstup jako analogový signál. CMOS má jak převodník A/D tak i fotodetektory vedle sebe a z tohoto důvodu jsou detektory dál od sebe. [15]

Studované karbidické částice vykazují velký kontrast v módu zpětně odražených elektronů v režimu COMPO. Snímky byly pořizovány při zvětšení 2000×. Pro každý vzorek bylo pořizeno 5 snímků pro každý typ sledovaných částic.

3.2.3.2 Úprava snímků

Snímky se upravují za účelem zvýšení kvality snímku a přizpůsobení pro následnou analýzu. Pro zvýšení kvality a vysokého kontrastu obrazu se nejčastěji odstraňuje šum, zvýrazňují detaily, upravuje jas a případně ostrost.

Dále pak je nutné sledované částice ve snímku odlišit od zbytku snímku. To se provádí segmentačními metodami. Mezi základní segmentační metody patří prahování, regionální metody a metody založené na hranici. Prahování je nejjednodušší metodou segmentace. Je založená na hodnocení jasu každého pixelu ve snímku. Princip této metody spočívá v nalezení takové hodnoty v histogramu – prahu, pro kterou bude platit, že všechny hodnoty jasu jsou nižší, než práh odpovídající pozadí anebo když jsou všechny hodnoty vyšší, než je práh odpovídající popředí. viz obr. 15. Tato metoda segmentace bude použita pro vyhodnocování mikrosnímků. [15]



Obr. 15 Příklad snímku naprahovaného (vlevo) a před naprahováním (v pravo)

3.2.3.3 Analýza částic

Pro analýzu částic ve snímku se určuje, o jaké částice se může jednat. Hodnotí se jejich charakteristiky jako četnost, tvar, velikost, délka, šířka, plocha. Po analýze naprahovaných částic se provádí matematická a statistická analýza. [15]

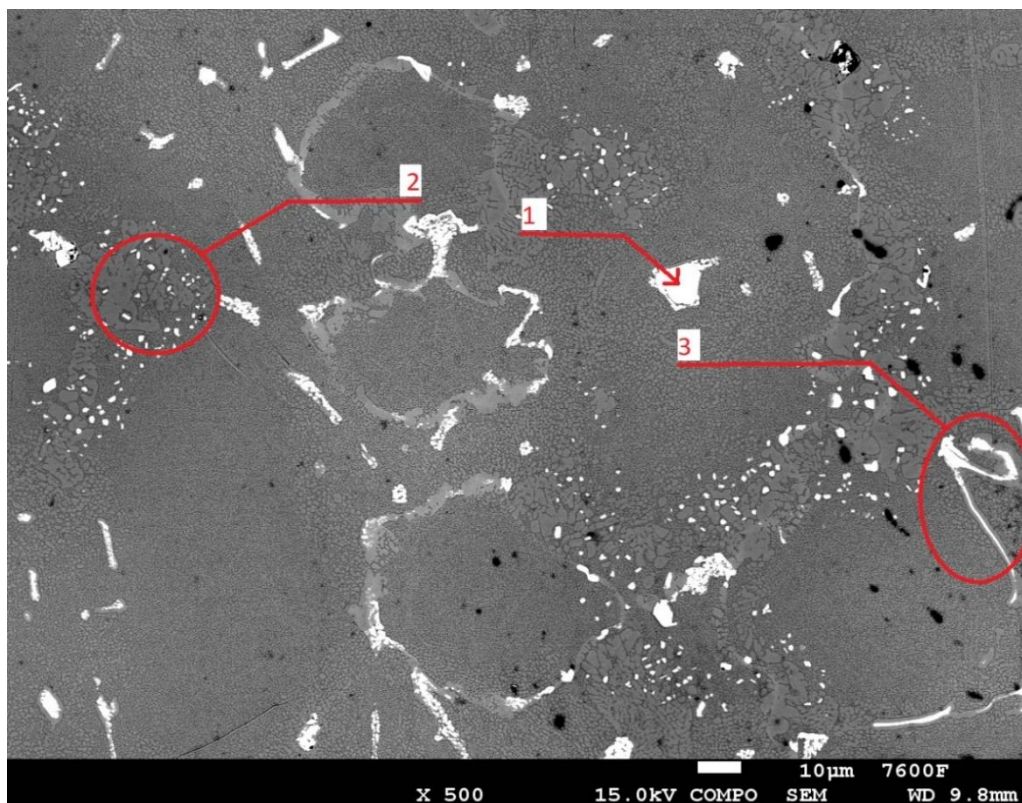
Pro úpravu snímků i analýzu částic karbidů ve snímku byl použit program NIKON NIS Elements.

4 Výsledky a diskuze

V této práci byly hodnoceny především rozměrové charakteristiky karbidů – tedy tvar, velikost, plocha – v závislosti na délce žhání při teplotě 950 °C u materiálu MAR-M-247 pomocí rastrovací elektronové mikroskopie a obrazové analýzy v programu NIKON NIS Elements. Chemické složení vybraných reprezentativních částic bylo analyzováno pomocí EDS.

4.1 Rastrovací elektronová mikroskopie

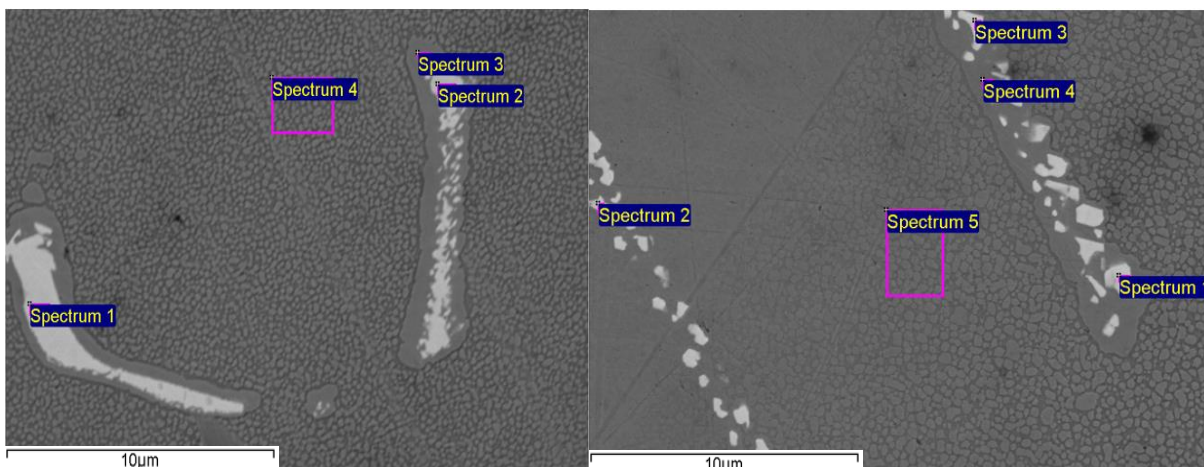
Využitím rastrovací elektronové mikroskopie byla sledována morfologie karbidů v mikrostruktuře superslitiny MAR-M-247. Na obr. 16 je přehled licí mikrostruktury, která je poměrně heterogenní jak z pohledu fáze γ' , tak z pohledu karbidů. Na snímku jsou vyznačeny tři morfologicky odlišné kategorie karbidů, které budou dále detailněji analyzovány. Částice karbidů byly rozděleny dle morfologie a velikosti na tři typy: hrubé (1), drobné (2) a dlouhé (3). Číslo přiřazená k jednotlivým typům částic jsou uvedena na obr. 16.



Obr. 16 Vzorek 950C_200h přehled_03 1) Hrubé karbidické částice 2) Drobné karbidické částice 3) Dlouhé karbidické částice

Chemická analýza EDS byla provedena na vzorku 950C_50h pro každý typ částice.

Pro dlouhý typ částic viz tab. 3, 4. a obr. 17, 18.



Obr. 17 Vzorek 950C_50h EDS Dlouhé 1

Obr. 18 Vzorek 950C_50h EDS Dlouhé 2

Tab. 3 Vzorek 950C_50h EDS Dlouhé 1

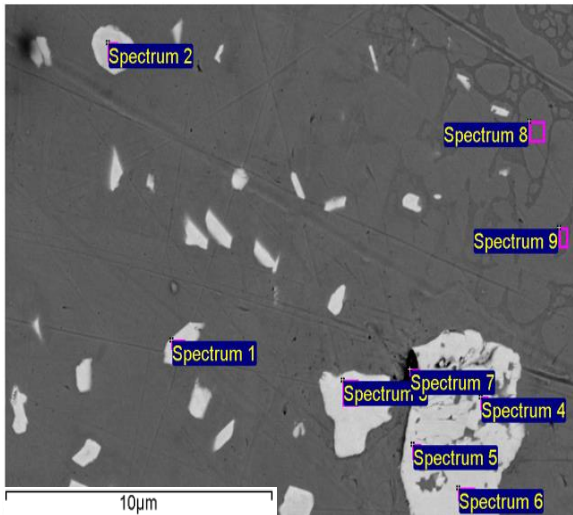
Prvek	Ni	C	Cr	Mo	Al	Ti	W	Co	Ta	Zr	B	Hf	Celkem [%]
Spectrum 1	0,85	13,86	7,80	0,99		9,31	11,15	0,67	55,40				100
Spectrum 2	0,83	12,97	8,45	1,11		8,91	17,59	0,52	49,65				100
Spectrum 3	62,99	7,22	6,91	0,22	4,14	0,97	6,79	4,94	5,82				100
Spectrum 4	56,28	6,18	14,20	0,48	3,01	0,57	8,31	8,39	2,58				100

Tab. 4 Vzorek 950C_50h EDS Dlouhé 2

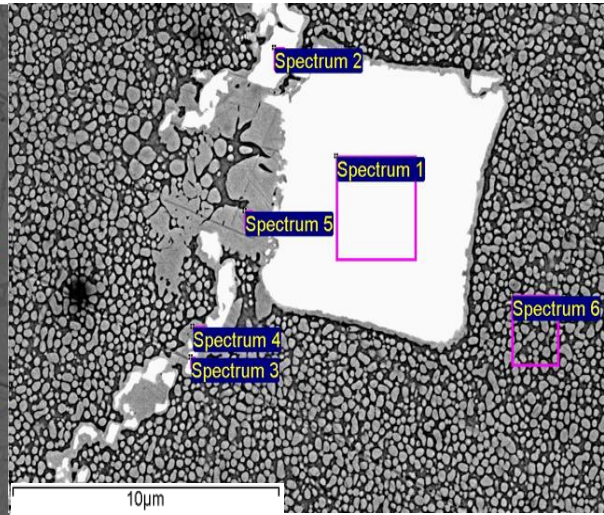
Prvek	Ni	C	Cr	Mo	Al	Ti	W	Co	Ta	Zr	B	Hf	Celkem [%]
Spectrum 1	3,80	10,80				8,32	3,53		59,94			13,61	100
Spectrum 2	15,73	9,10			0,69	7,08	4,14		50,73			12,53	100
Spectrum 3	5,52	10,51			0,05	7,40	3,63		56,98			15,91	100
Spectrum 4	61,90	9,06	4,19		4,26	1,83	7,81		8,96			1,99	100
Spectrum 5	62,66	6,14	13,08		3,61	0,66	10,96		2,05			0,84	100

Z chemické analýzy je patrné, že dlouhé karbidické částice na obr. 17 a 18 tvoří z největší části tantal (tab. 3 spectrum 1,2 a tab. 4 spectrum 1, 2, 3). Přítomné jsou i hafnium a titan.

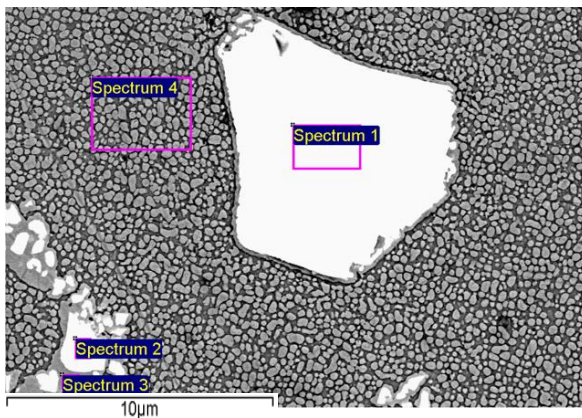
Pro drobný a hrubý typ částic viz tab. 5, 6, 7 a obr. 19, 20, 21.



Obr. 19 Vzorek 950C_50h EDS Drobné 1



Obr. 20 Vzorek 950C_50h EDS Hrubé 1



Obr. 21 Vzorek 950C_50h EDS Hrubé 2

Tab. 5 Vzorek 950C_50h EDS Drobné 1

Prvek	Ni	C	Cr	Mo	Al	Ti	W	Co	Ta	Zr	B	Hf	Celkem [%]
Spectrum 1	1,33	10,72					1,77		10,91	1,02		74,25	100
Spectrum 2		14,05				1,23	6,34		12,28	5,71		60,39	100
Spectrum 3		10,64			0,19	1,06	5,68		13,08	0,82		68,53	100
Spectrum 4	1,25	10,92			0,06	2,99	1,55		35,14			48,09	100
Spectrum 5		10,31				2,30	5,63		20,84			60,92	100
Spectrum 6	0,67	10,33			0,08	3,29	7,18		26,31			52,14	100
Spectrum 7	11,28	13,92	9,95			2,27	1,73		14,90			45,95	100
Spectrum 8	71,08	6,74	6,61		5,21	1,36	4,85		4,15				100
Spectrum 9	56,72	5,70	17,73		2,34	0,50	4,26	11,42	1,33				100

Tab. 6 Vzorek 950C_50h EDS Hrubé 2

Prvek	Ni	C	Cr	Mo	Al	Ti	W	Co	Ta	Zr	B	Hf	Celkem [%]
Spectrum 1		11,62		1,67		9,61	21,09		49,45			6,55	100
Spectrum 2	1,19	12,38		0,47		8,17	2,57		59,29			15,91	100
Spectrum 3	5,64	10,40			0,19	7,98	2,69		54,56			18,51	100
Spectrum 4	61,18	5,22	8,84	0,43	3,36	0,89	8,43	6,06	5,05			0,54	100
Spectrum 5	68,84	4,68			4,32		7,64	5,00	9,52				100
Spectrum 6	57,47	5,77	13,23	0,52	2,98	0,66	8,52	8,60	2,25				100

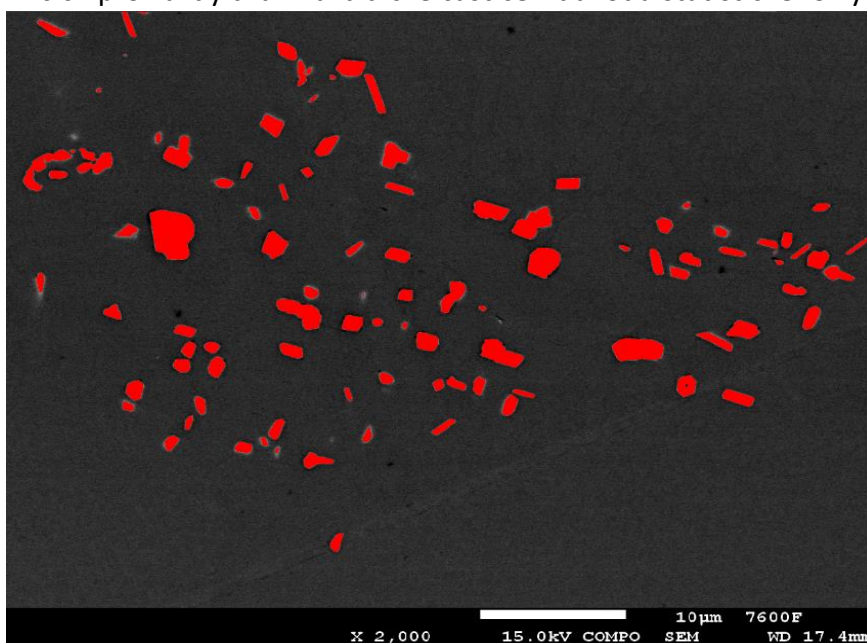
Tab. 7 Vzorek 950C_50h EDS Hrubé 3

Prvek	Ni	C	Cr	Mo	Al	Ti	W	Co	Ta	Zr	B	Hf	Celkem [%]
Spectrum 1	0,55	10,83	4,20	1,29		9,13	22,36		45,44			6,20	100
Spectrum 2	0,68	10,53	3,91	1,61		9,06	23,32		44,81			6,08	100
Spectrum 3	64,15	4,00	5,92	0,27	4,33	1,20	8,08	5,23	5,96			0,86	100
Spectrum 4	57,04	4,99	13,35	0,39	3,02	0,62	9,13	8,76	2,07	0,05		0,58	100

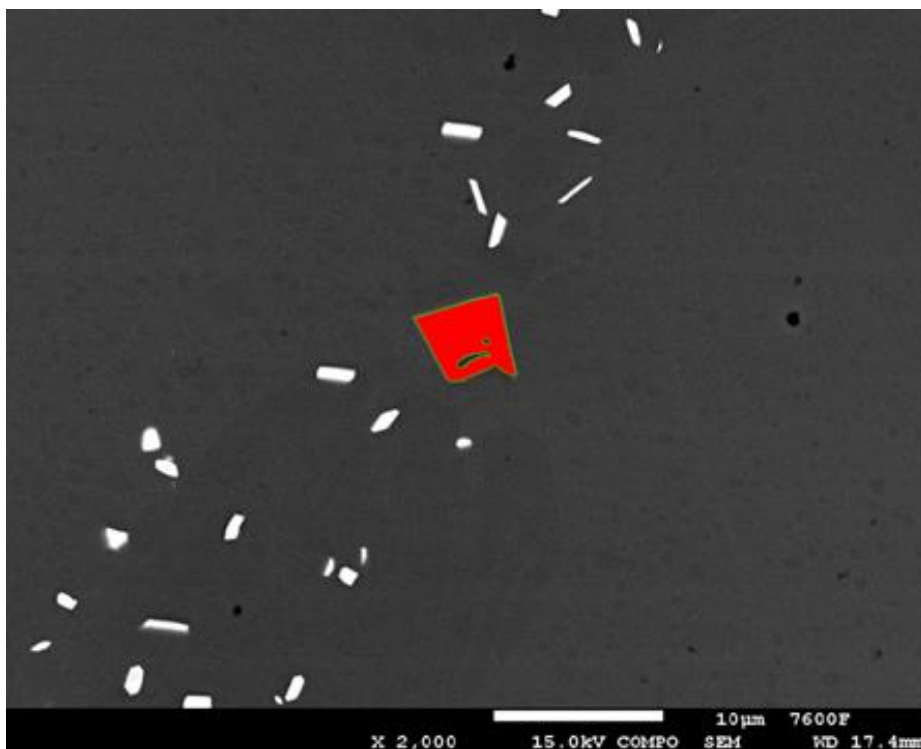
Z chemické analýzy je patrné, že drobné karbidické částice viz obr. 19 obsahují vysoký podíl hafnia (tab. 5 spectrum 1-3) s příměsí tantalu. Hrubé karbidické částice na obr. 20 a 21 tvoří zejména tantal a wolfram (tab. 6 spectrum 1-4 a tab. 7 spectrum 1, 2) s podílem hafnia a titanu.

4.2 Obrazová analýza

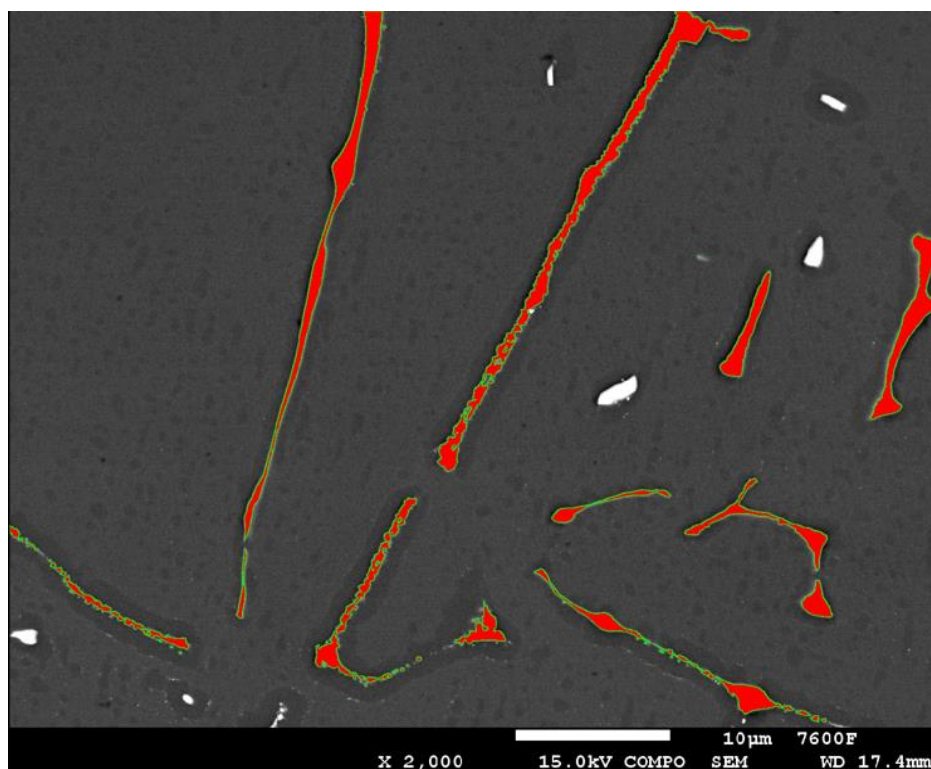
Snímky pořízené elektronovým mikroskopem byly naprahovány v programu NIKON NIS Elements. Snímky částic byly pořízeny ve zvětšení 2000× v režimu BE – COMPO pro získání vysokého kontrastu obrazu. Každý vzorek byl zdokumentován 15× - po pěti snímcích pro každý druh karbidické částice z důvodu statistického vyhodnocení.



Obr. 22 Vzorek 950C_0h Drobné 1 Prahování



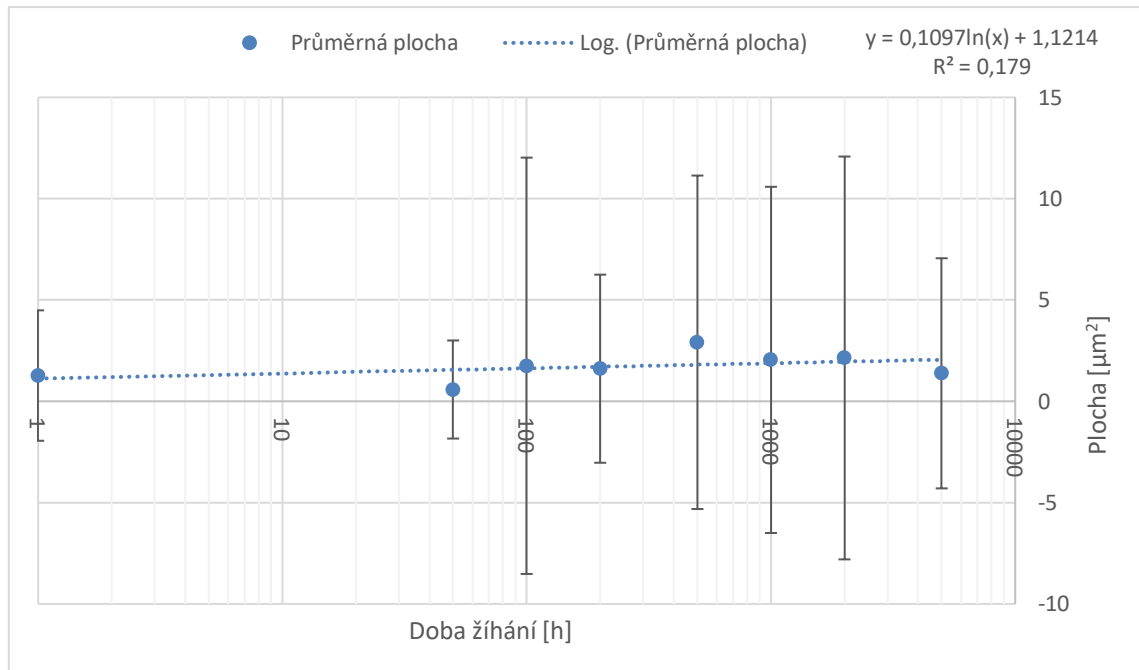
Obr. 23 Vzorek 950C_0h Hrubé 1 Prahování



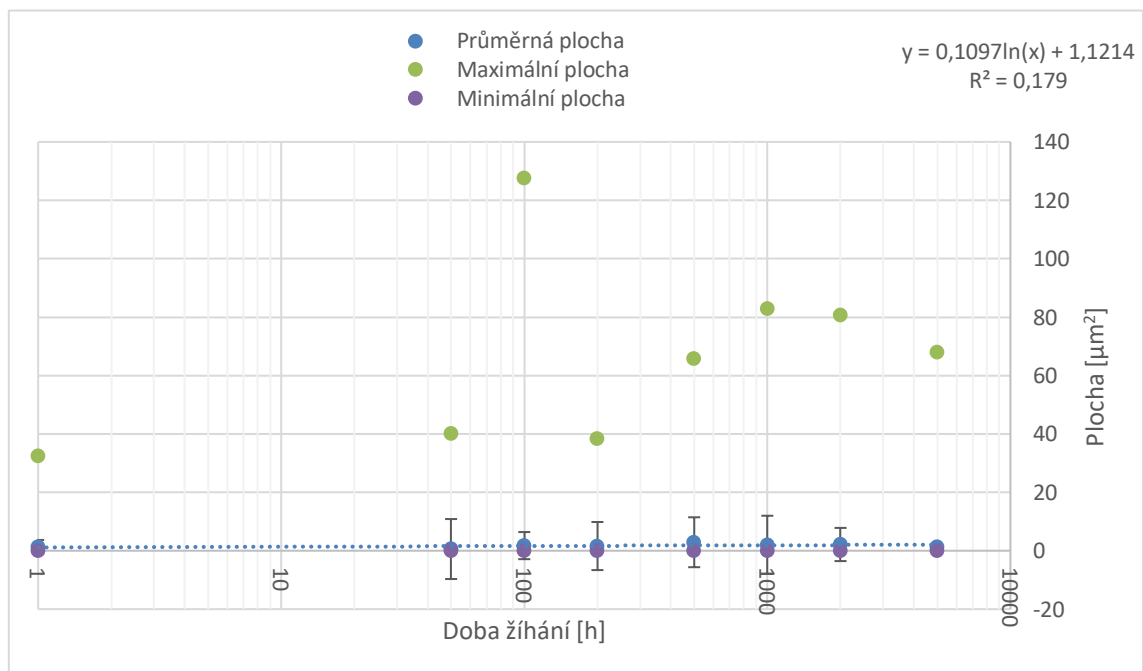
Obr. 24 Vzorek 950C_0h Dlouhé 2 Prahování

Z pozorovaných snímků, obr. 22, 23, 24 byla naprahováním získána data týkající se plochy, délky, šířky a ekvivalentního průměru jednotlivých typů karbidických částic v závislosti na době žíhání. Data byla zprůměrována a vizuálně zobrazena v grafu v závislosti na době žíhání. Data vykazují u všech charakteristik značný rozptyl.

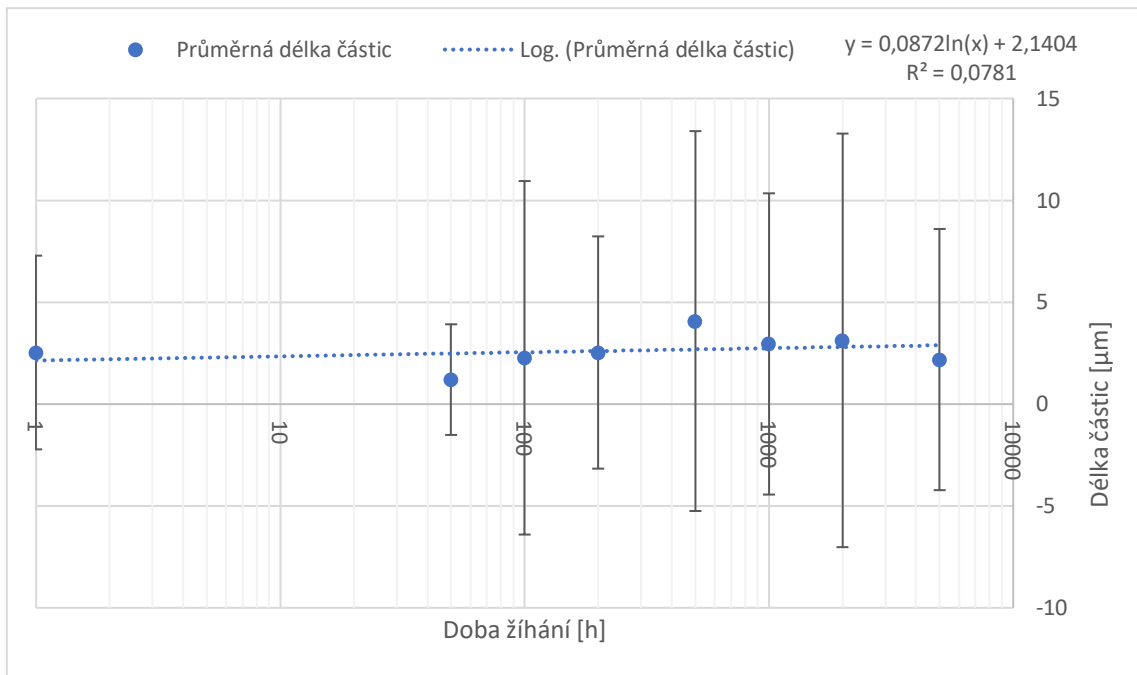
Dlouhé částice



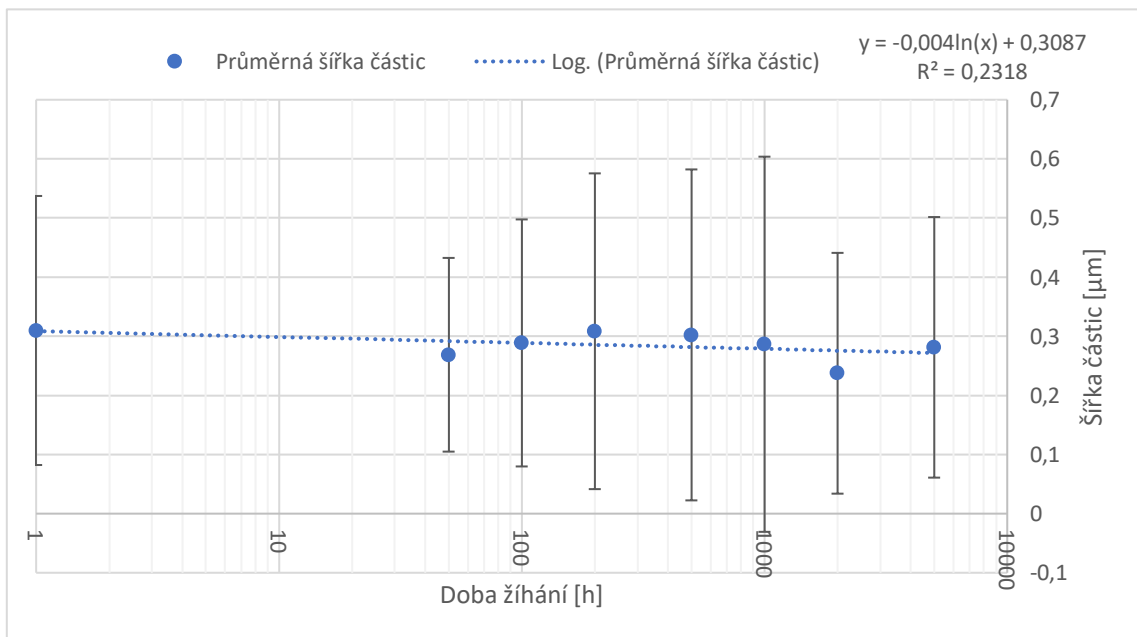
Graf 1 Průměrná plocha dlouhých částic v závislosti na době žíhání



Graf 2 Kombinace grafů průměrné, maximální a minimální plochy dlouhých částic v závislosti na době žíhání



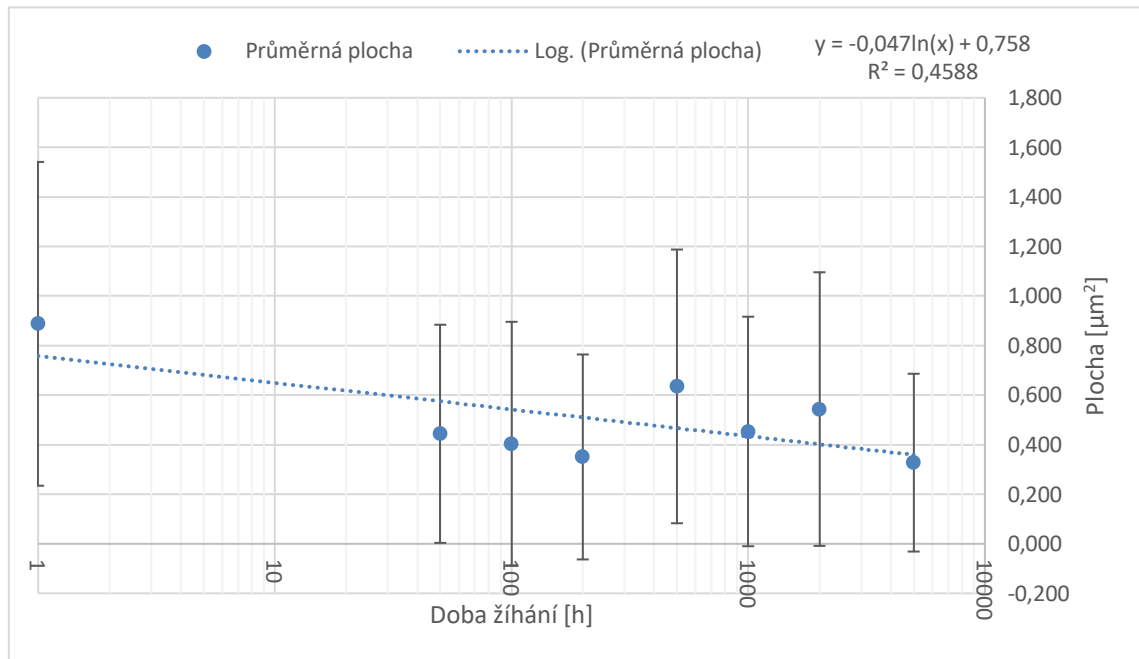
Graf 3 Průměrná délka dlouhých částic v závislosti na době žihání



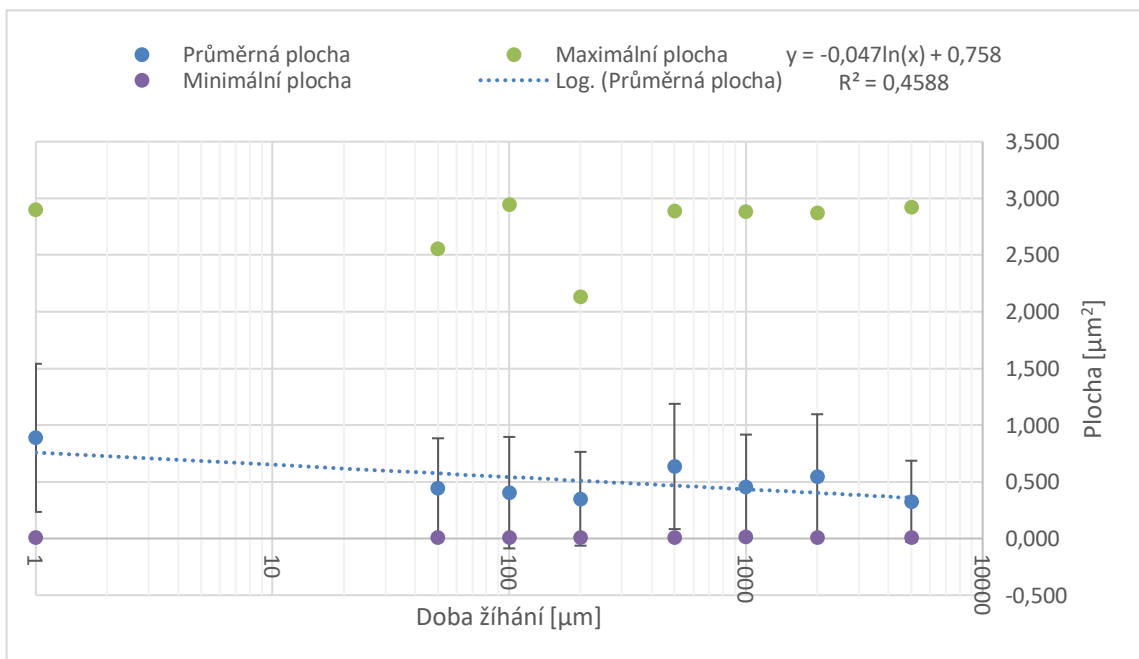
Graf 4 Průměrná šířka dlouhých částic v závislosti na době žihání

Z grafu 1 je patrné, že se průběhem žihání průměrná velikost dlouhých karbidických částic prakticky nemění. Graf 2 zobrazuje kombinaci grafů průměrné, maximální a minimální plochy dlouhých částic v závislosti na době žihání. Z grafu 3 je patrné, že se délka částic mírně zvětšuje a na grafu 4 je patrné, že se šířka dlouhých částic mírně zmenšuje. Největší délka nalezených částic byla 112,13 μm a šířka 3,781 μm.

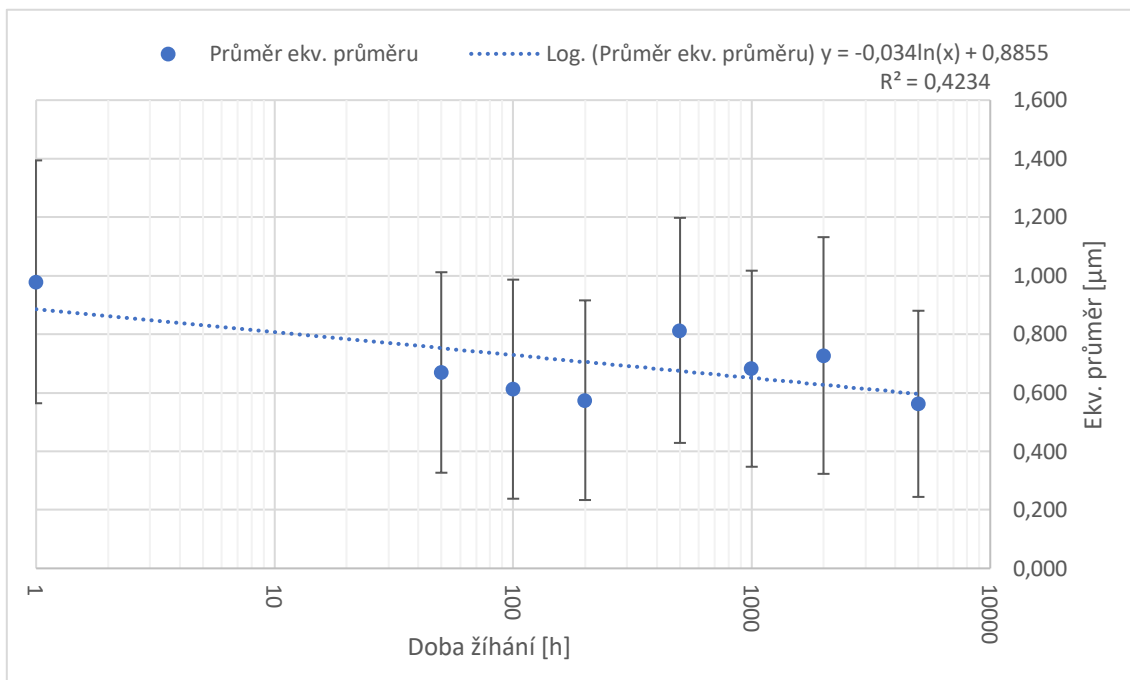
Drobné částice



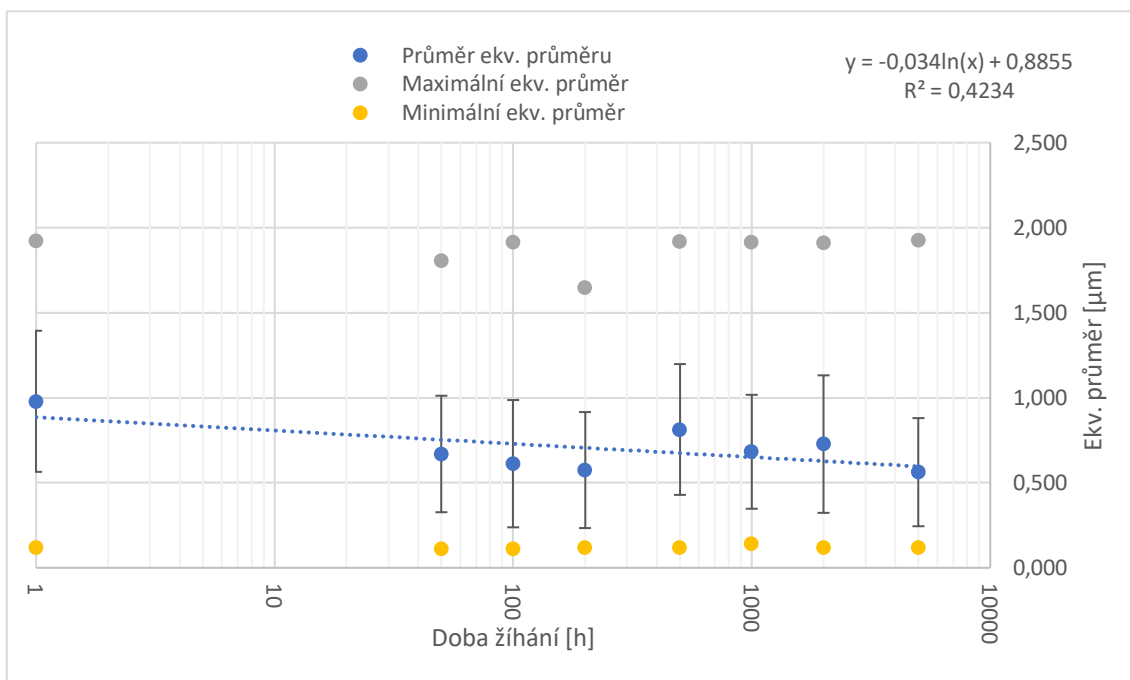
Graf 5 Průměrná plocha drobných částic v závislosti na době žíhání



Graf 6 Kombinace grafů průměrné, maximální a minimální plochy drobných částic v závislosti na době žíhání



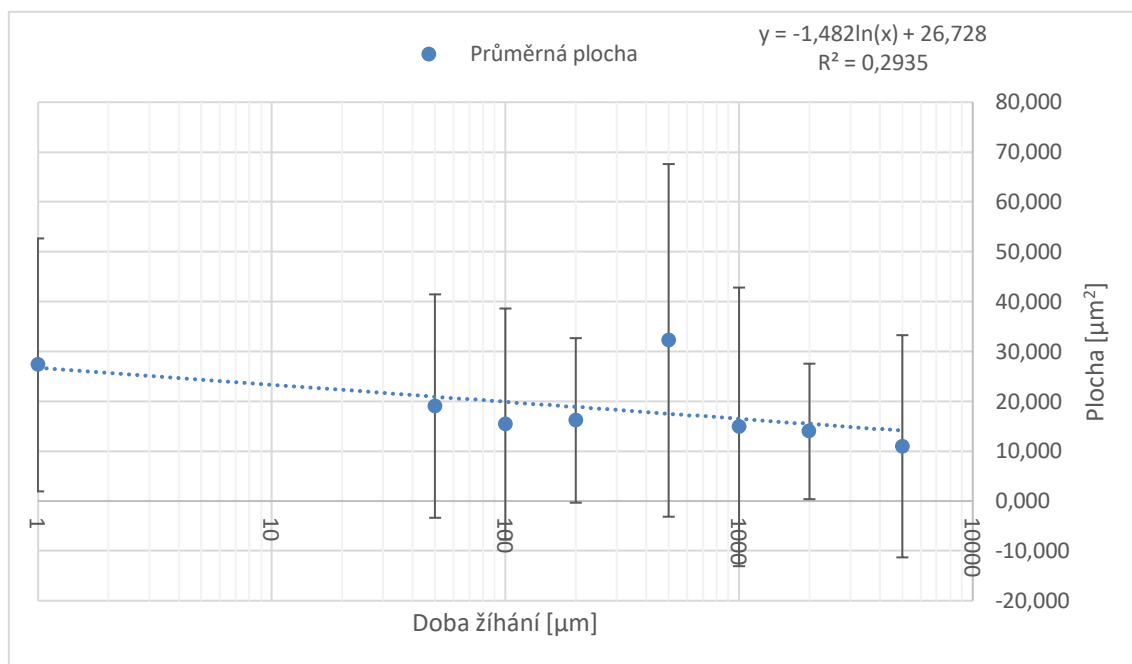
Graf 7 Průměrný ekv. průměr drobných částic v závislosti na době žíhání



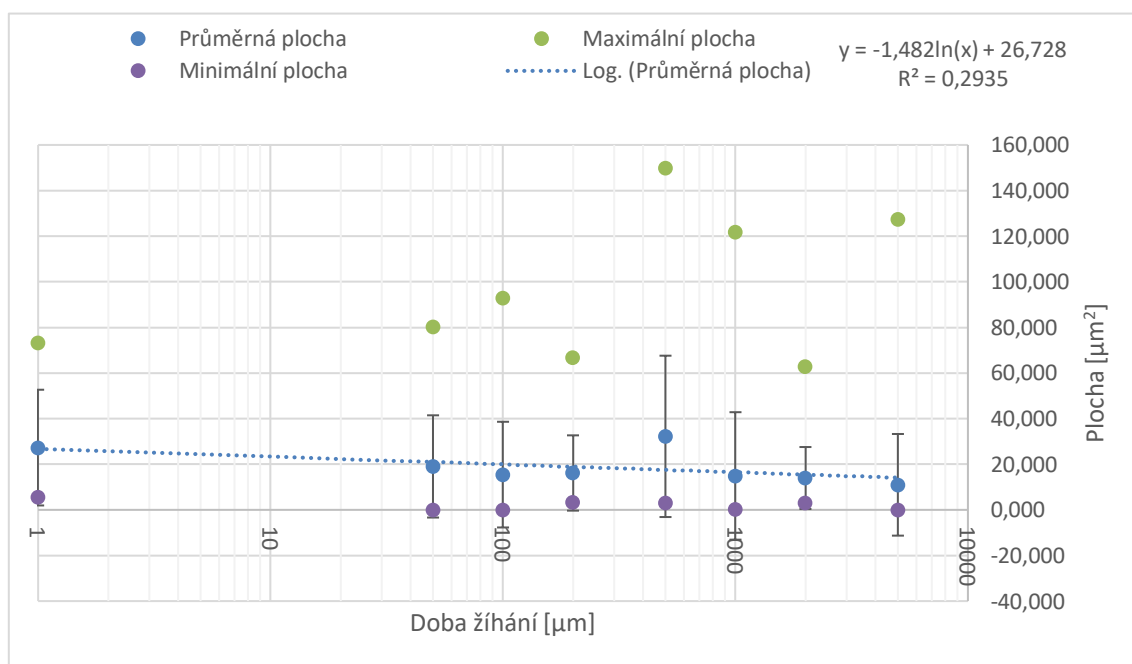
Graf 8 Kombinace grafů průměrného, maximálního a minimálního ekv. průměru drobných částic v závislosti na době žíhání

Z grafu 5 je vidět že se vlivem teploty a s narůstající dobou se drobné karbidické částice mírně zmenšují, což by naznačovalo jejich postupné rozpouštění s narůstajícím časem expozice. Graf 6 a 8 zobrazuje kombinaci grafů průměrné, maximální a minimální plochy (graf 6) a ekvivalentního průměru (graf 8) drobných částic v závislosti na době žíhání. Dále se zmenšuje i jejich ekvivalentní průměr viz graf 7. Největší ekvivalentní průměr nalezených drobných částic byl 1,93 μm.

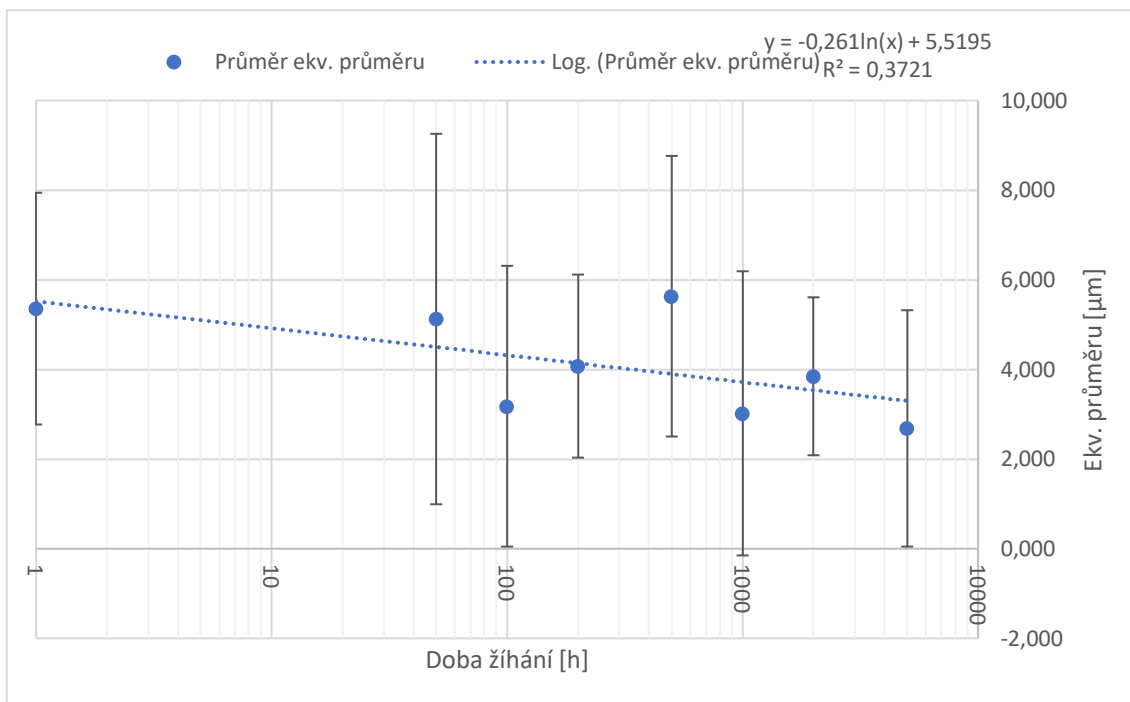
Hrubé částice



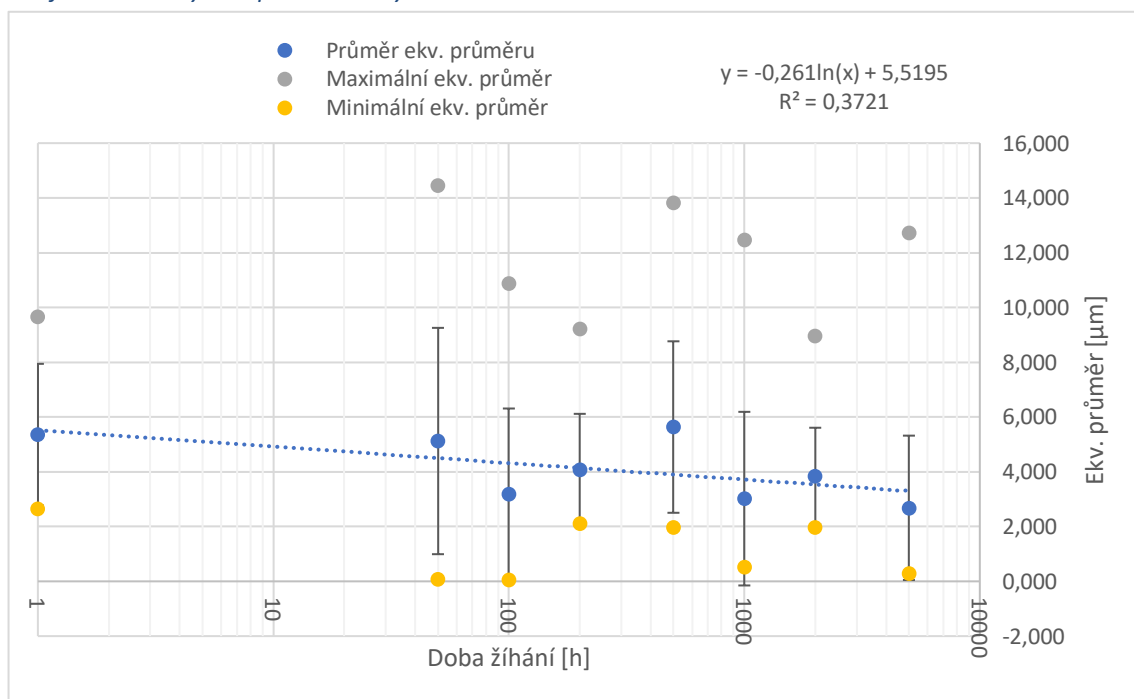
Graf 9 Průměrná plocha hrubých částic v závislosti na době žihání



Graf 10 Kombinace grafů průměrné, maximální a minimální plochy hrubých částic v závislosti na době žihání



Graf 11 Průměrný ekv. průměr hrubých částic v závislosti na době žíhání



Graf 12 Kombinace grafů průměrného, maximálního a minimálního ekv. průměru hrubých částic v závislosti na době žíhání

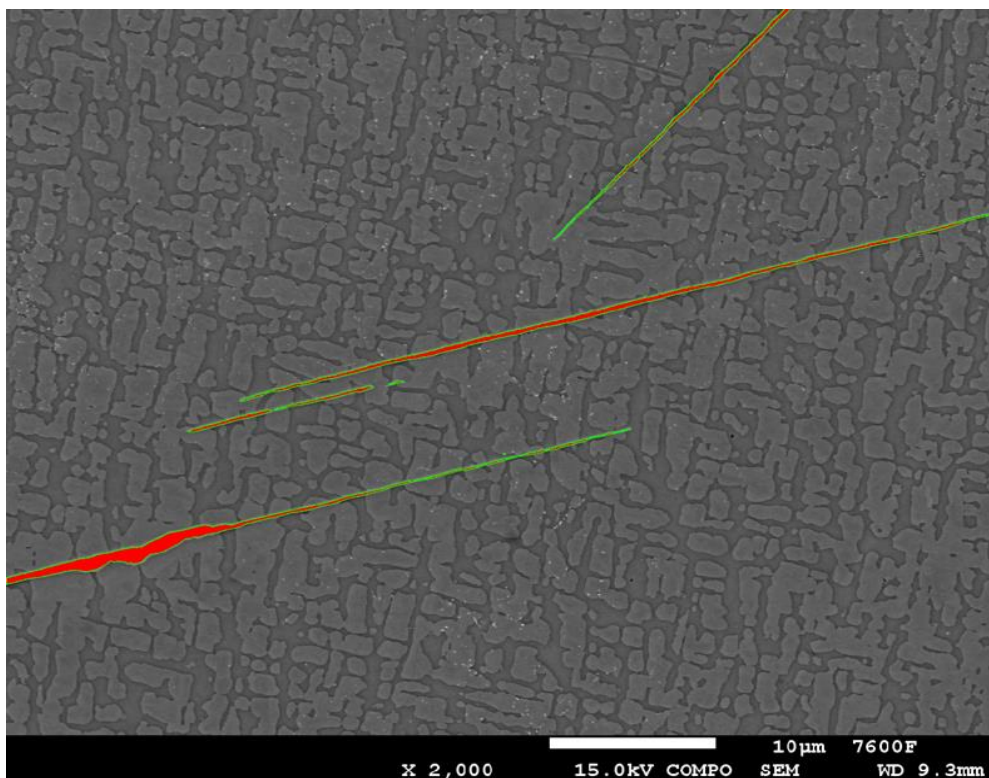
Z grafu 9 je vidět, že se vlivem teploty a s narůstající dobou se hrubé karbidické částice mírně zmenšují. Graf 10 a 12 zobrazuje kombinaci grafů průměrné, maximální a minimální plochy (graf 10) a ekvivalentního průměru (graf 12) hrubých částic v závislosti na době žíhání. Dále se zmenšuje i jejich ekvivalentní průměr viz graf 11. Největší ekvivalentní průměr nalezených hrubých částic byl 14,46 μm.

4.3 Částice dalších fází

Mikrostruktura slitiny po žíhání 5000 hodin se liší od kratších dob žíhání výskytem značně dlouhých jehlicovitých částic. V mikrostruktuře byl současně pozorován i výskyt velmi jemného precipitátu. Oba typy přítomných částic vykazují podobně vysoký kontrast jako hodnocené karbidické částice. To nasvědčuje předpokladu, že budou tvořeny prvky s vysokým atomovým číslem.

Jehlice

Na snímky jehlic byla aplikována stejná metodika obrazové analýzy viz obr. 25 jako na karbidické částice. Částice byly naprahovány a jejich rozměrové charakteristiky jsou uvedeny v tabulce 8.

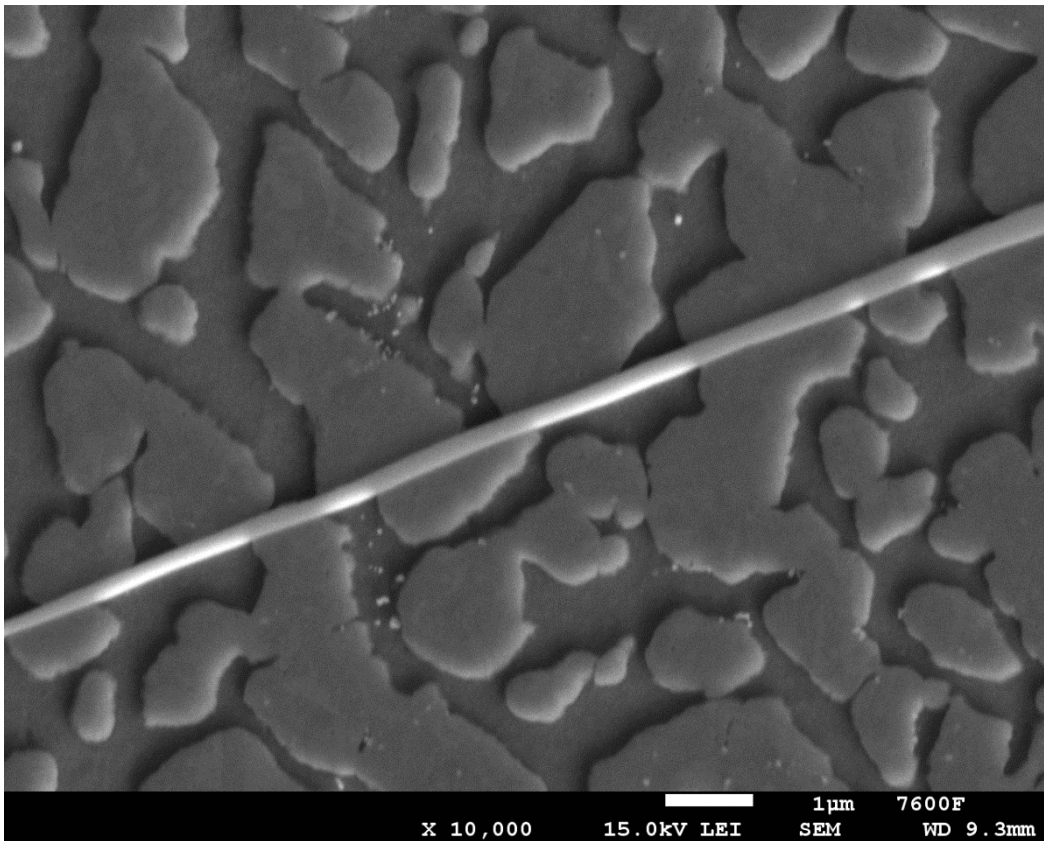


Obr. 25 Vzorek 950C_5000h Jehlice naprahováno

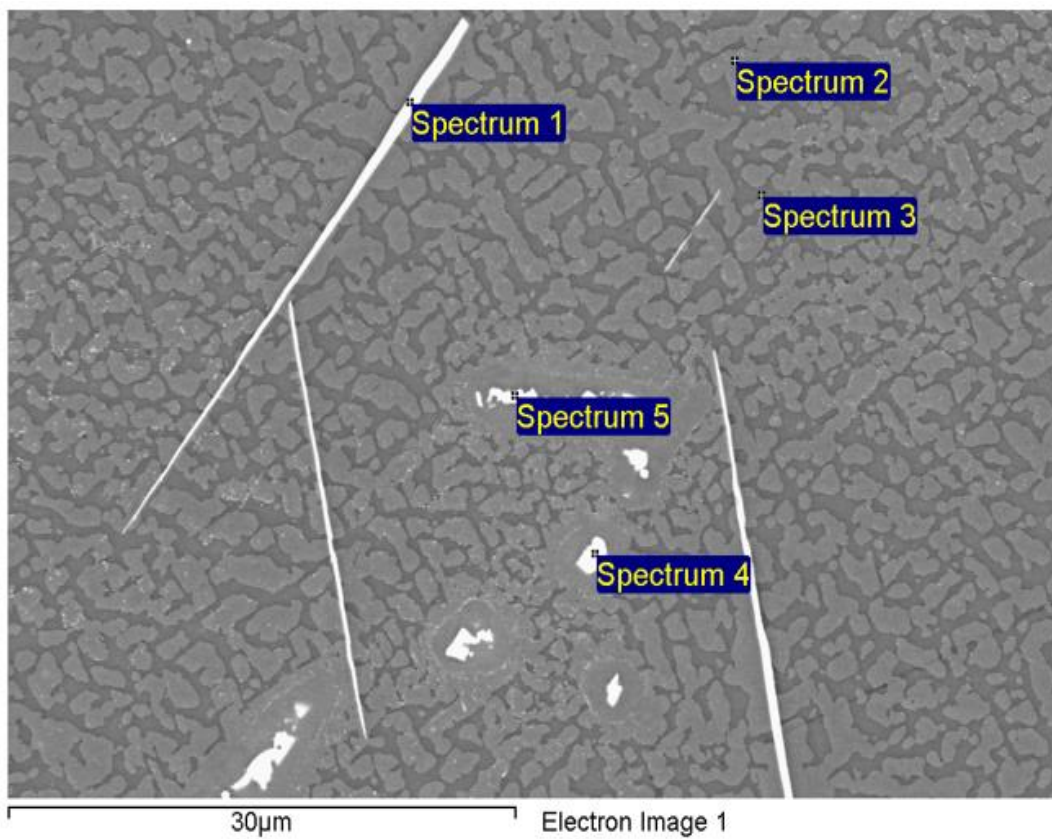
Tab. 8 Rozměrové charakteristiky jehlic

	Ø Plocha [μm^2]	Ø Ekv. Průměr [μm]	Ø Délka [μm]	Ø Šířka [μm]
Maximální	2,7	1,385	9,986	0,196
Minimální	13,64	4,168	47,84	0,441
Smodch.P	0,01	0,119	0,151	0,051
Smodch.Výběr	4,048	1,231	13,736	0,104
	4,12	1,253	13,979	0,105

Detailnější pohled na jehlici při 10000× zvětšení viz obr. 26.



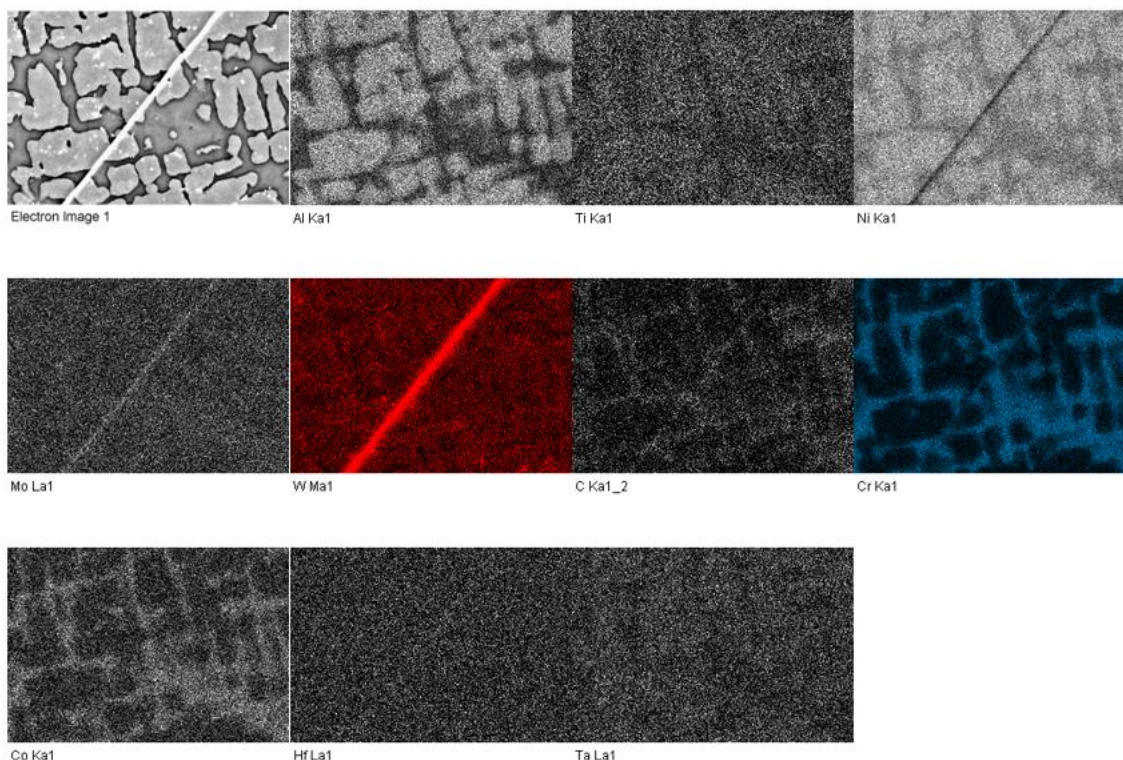
Obr. 26 Vzorek 950C_5000h detailnější pohled na jehlici



Obr. 27 Analýza EDS Jehlice

Tab. 9 Analýza EDS jehlic

Prvek	Ni	C	Cr	Mo	Al	Ti	W	Co	Ta	Zr	B	Hf	Celkem [%]
Spectrum 1	16,63	8,66	8,95	4,24	0,81	0,33	50,69	7,16	2,53				100
Spectrum 2	59,26	6,57	4,22	0,57	6,09	1,23	10,25	7,84	3,82	0,11			100
Spectrum 3	49,28	8,83	13,13	0,97	2,47	0,51	10,79	13,16	0,82				100
Spectrum 4	8,40	10,56	3,60	1,66	0,34	5,69	23,80	2,79	37,17			5,99	100
Spectrum 5	17,01	9,40	8,00	4,00	0,93	0,74	42,72	6,55	9,99			0,62	100

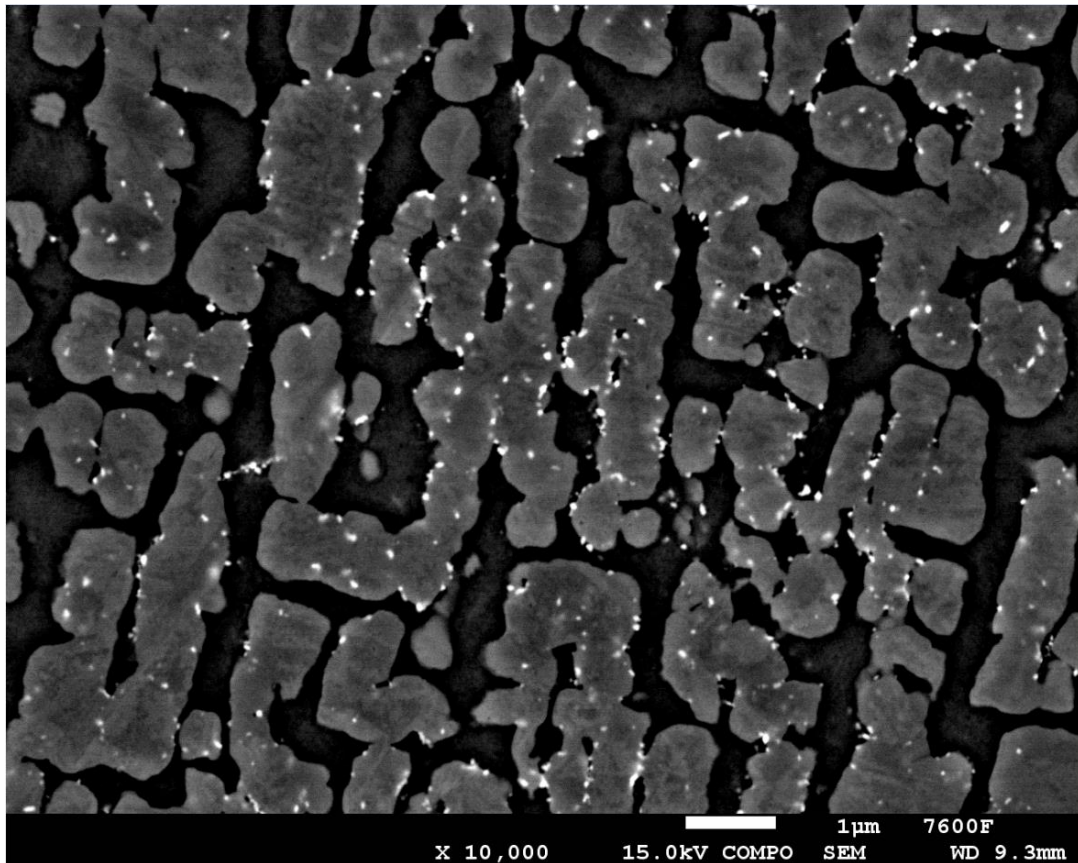


Obr. 28 Vizuální zobrazení rozložení vybraných prvků

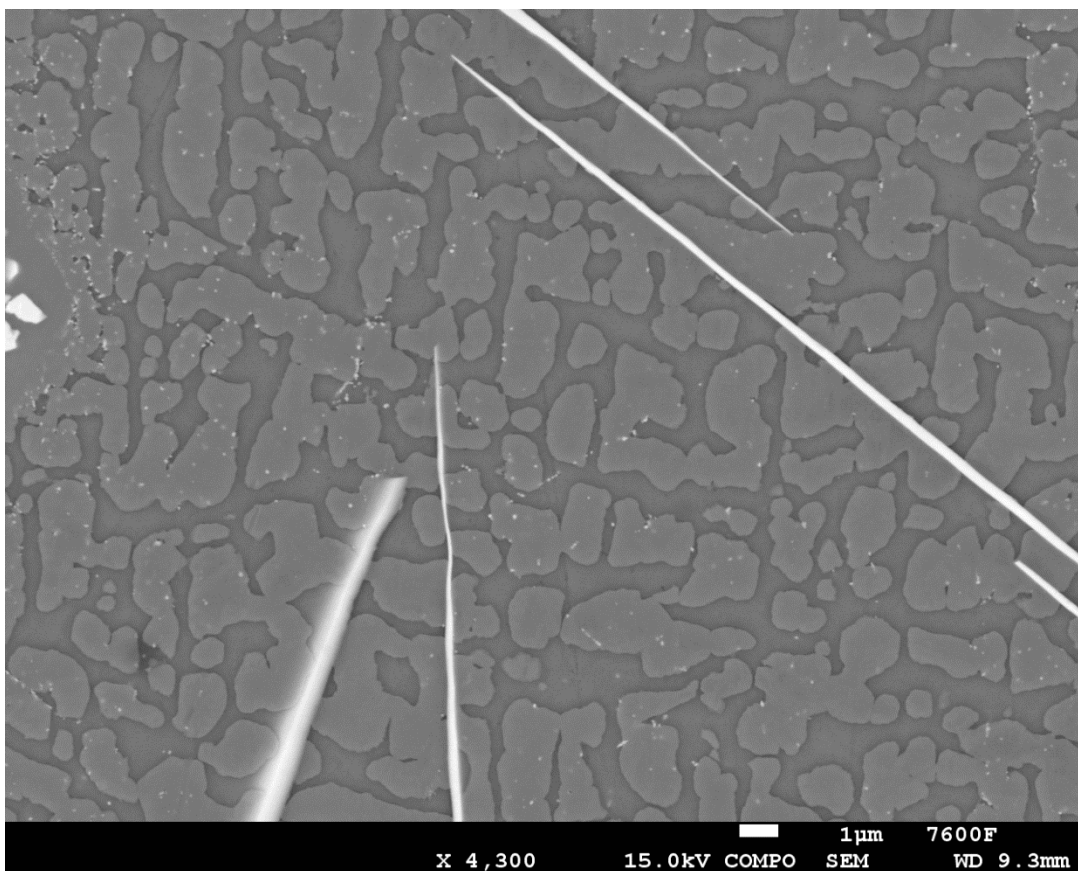
Dále byla provedena analýza EDS viz tab. 9 a obr. 27. Z tabulky 9 lze vidět prvky, které částice obsahuje (Spectrum 1). Z obr. 28 je vidět, že částice je složena převážně wolframu a menšího podílu molybdenu.

Jemný precipitát

Velikost těchto částic se pohybuje okolo 50–100 nm. Obrázek 29 a 30 zobrazují částice jemného precipitátu. Analýza tohoto precipitátu není předmětem zadání práce a je nad možnostmi použitých laboratorních technik.



Obr. 29 Jemný precipitát v matrici slitiny



Obr. 30 Jemný precipitát a jehlicovitá fáze

4.4 Shrnutí výsledků

Z výsledků pozorování karbidické fáze MC, z obrazové analýzy, analýzy EDS a následně zpracovaných grafů lze konstatovat:

- Dlouhé částice karbidické fáze se během doby žíhání velikostně téměř nemění. Jsou tvořeny zejména z tantalu. Jsou přítomny i hafnium a titan. Jde většinou o dlouhý útvar, který precipituje ve fázi γ' a na její hranici.
- Drobné karbidické částice se během doby žíhání rozpouštějí a tím se zmenšuje jejich velikost. Jsou tvořeny vysokým podílem hafnia s příměsí tantalu.
- Hrubé karbidické částice se během doby žíhání chovají obdobně jako drobné částice. Zmenšují se a rozpadají se. Tvoří je zejména tantal a wolfram s podílem hafnia a titanu.
- Ve struktuře existují dále další fáze, které na snímcích z elektronového mikroskopu v módu BE – COMPO vykazují podobně vysoký kontrast jako karbidické fáze. Je to dáno tím, že je tvoří těžké prvky jako je např. wolfram.
- Nalezená fáze, která má částice ve tvaru jehlic je tvořena zejména z wolframu s menším podílem molybdenu. Byla zpozorována ve vzorku po 5000 hodin žíhání. Na jiných vzorcích tato fáze zpozorována nebyla. Dle vysokého obsahu wolframu by se mohlo jednat o částice fáze μ , viz kap. 2.2.3.6.
- Další nalezená fáze, kterou tvoří jemný precipitát má částice o velikosti pohybující se okolo 50-100 nm.

5 Závěr

Hlavním úkolem práce bylo vyhodnocení změn karbidických fází ve slitině MAR-M-247, tedy jejich velikost v závislosti na době žíhání při teplotě 950 °C.

Přesto že naměřená data vykazují značný rozptyl je patrné, že karbidické částice se mění mírně s dobou žíhání, a tudíž jsou za daných podmínek značně stabilní.

Částice karbidické fáze byly rozděleny do tří skupin: drobné částice karbidické fáze, hrubé částice karbidické fáze a dlouhé částice karbidické fáze. Drobné a hrubé částice karbidické fáze se během žíhacího procesu mírně zmenšují a rozpouští se. Dlouhé částice karbidické fáze se během žíhacího procesu velikostně a tvarem výrazně nemění. Dlouhé částice karbidické fáze a hrubé částice karbidické fáze jsou tvořeny zejména z tantalu. Drobné částice karbidické fáze jsou tvořeny zejména z hafnia. Významné množství hafnia je obsaženo i v hrubých částicích karbidické fáze.

Po nejdelší expozici 5000 hodin žíhání byly v mikrostrukturu vzorku pozorovány další dvě fáze: fáze tvaru dlouhých jehlic a fáze kterou tvoří velmi jemný precipitát. Obě fáze svým kontrastem naznačují, že jsou tvořeny převážně z prvků s vysokým atomovým číslem. Fáze tvaru dlouhých jehlic tvoří zejména wolfram. Na základě výsledků analýzy EDS částic fáze tvaru dlouhých jehlic je zřejmé, že se nejedná o karbidy. Důvodem je nízké množství uhlíku v jejich složení v porovnání s matricí. Fáze, kterou tvoří velmi jemný precipitát, má velikosti 50–100 nm.

V případě dalšího výzkumu by bylo vhodné popsat chemické složení částic nalezených fází v závislosti na době žíhání pomocí difrakčních metod.

6 Použitá literatura

- [1] DONACHIE, Matthew a Stephen DONACHIE. *Superalloys: a technical guide*. 2nd ed. Materials Park: ASM International, 2002. ISBN 0-87170-749-7.
- [2] SIMS, Chester a William HAGEL. *The superalloys*. New York: Wiley-Interscience, 1972. ISBN 0471792071.
- [3] DAVIS, J. *Nickel, cobalt, and their alloys*. Materials Park, OH: ASM International, 2000. ISBN 978-0-87170-685-0.
- [4] REED, Roger C. *The Superalloys Fundamentals and Applications*. The Edinburgh Building, Cambridge cb2 2ru, UK: Cambridge University Press, 2006. ISBN 9780521859042.
- [5] POLLOCK, Tresa a Sammy TIN. Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties. *Journal of Propulsion and Power* [online]. 2006, **22**(2), 361-374 [cit. 2019-11-26]. DOI: 10.2514/1.18239. ISSN 0748-4658. Dostupné z: <https://arc.aiaa.org/doi/10.2514/1.18239>
- [6] BELAN, Juraj. GCP and TCP Phases Presented in Nickel-base Superalloys. In: *Materials Today: Proceedings* [online]. 2016, , s. 936-941 [cit. 2020-07-17]. DOI: 10.1016/j.matpr.2016.03.024. ISSN 22147853. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2214785316002297>
- [7] MICROCAST-X® MAR-M-247 (High temperature nickel-base superalloy). *Alloy Digest - Data on World Wide Metals and Alloys* [online]. Ohio: ASM International, 2010, s. 2 [cit. 2019-12-18]. ISBN 978-1-61344-474-0.
- [8] D'SOUZA, N., M. G. ARDAKANI, M. MCLEAN a B. A. SHOLLOCK. Directional and single-crystal solidification of Ni-base superalloys: Part I. The role of curved isotherms on grain selection. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* [online]. 2000, , s. 2877-2886 [cit. 2020-07-16]. DOI: 10.1007/BF02830351. ISSN 1073-5623. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/BF02830351>
- [9] MA, Dexin. Novel casting processes for single-crystal turbine blades of superalloys. In: *Frontiers of Mechanical Engineering* [online]. 2018, , s. 3-16 [cit. 2020-07-16]. DOI: 10.1007/s11465-018-0475-0. ISSN 2095-0233. Dostupné z: <http://link.springer.com/10.1007/s11465-018-0475-0>
- [10] ŠULÁK, Ivo, Viktor ŠKOLÍK, Karel OBRTLÍK a Karel HRBÁČEK. Effect of HIP on low cycle fatigue of MAR-M247 at 900°C. In: *METAL 2014 - 23rd International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings* [online]. Brno, 2014, s. 6 [cit. 2019-12-17].

- [11] ZÝKA, Jiří, Irena ANDRŠOVÁ, Jaroslav MÁLEK, Božena PODHORNÁ, Antonín JOCH a Karel HRBÁČEK. MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF MAR-M-247 NICKEL SUPERALLOY. *METAL 2016* [online]. Brno, 2016, **2016**, 6 [cit. 2019-12-17].
- [12] ZÝKA, Jiří, Andršová IRENA, Jaroslav MÁLEK, Božena PODHORNÁ, Antonín JOCH a Karel HRBÁČEK. Vliv mikrostruktury na mechanické vlastnosti niklové superslitiny MAR-M-247. *Slévárenství* [online]. 2016, **2016**(), 7 [cit. 2019-12-17].
- [13] RAHIMIYAN, Mehdi, Srdjan MILENKOVIC a Ilchat SABIROV. Microstructure and hardness evolution in MAR-M247 Ni-based superalloy processed by controlled cooling and double heat treatment. *Journal of Alloys and Compounds* [online]. 2013, **2013**(550), 339-344 [cit. 2019-12-18]. ISSN 0925-8388. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0925838812019081>
- [14] STOKES, J. Debbie. *Principles and Practice of Variable Pressure/Environmental Scanning Electron Microscopy (VP-ESEM)*. 1st Edition. Great Britain: John Wiley & Sons, Ltd., 2008. ISBN 978-0-470-06540-2.
- [15] RUSS, John C. *The image processing handbook*. 5th ed. Boca Raton: Taylor & Francis Group, 2007. ISBN 08-493-7254-2.
- [16] XU, Zilin, Jiangwei ZHONG, Xianglin SU, Qingyan XU a Baicheng LIU. Microstructure evolution and mechanical behaviors of alumina-based ceramic shell for directional solidification of turbine blades. In: *Journal of Materials Research and Technology* [online]. 2019, , s. 876-886 [cit. 2020-07-16]. DOI: 10.1016/j.jmrt.2018.05.023. ISSN 22387854. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2238785418301029>
- [17] SM-7600F Schottky Field Emission Scanning Electron Microscope. In: *Jeol* [online]. Japonsko: JEOL [cit. 2020-07-20]. Dostupné z: <https://www.jeol.co.jp/en/products/detail/JSM-7600F.html>
- [18] HUANG, Ke, Knut MARTHINSEN, Qinglong ZHAO a Roland E. LOGÉ. The double-edge effect of second-phase particles on the recrystallization behaviour and associated mechanical properties of metallic materials. In: *Progress in Materials Science* [online]. 2018, , s. 284-359 [cit. 2020-07-22]. DOI: 10.1016/j.pmatsci.2017.10.004. ISSN 00796425. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0079642517301287>

7 Seznam zkratk

EDS/EDX – Energiově disperzní spektroskopie, angl. Energy-dispersive X-ray spectroscopy

SEM – Rastrovací elektronový mikroskop, angl. Scanning electron microscope

TCP – fáze TCP (Frank-Kasperovi), angl. Topologically close-pack

HIP – Izostatické stlačování za tepla, angl. Hot isostatic pressing

FCC – Plošně středěná krystalová mřížka, angl. Face centered cubic structure

HCP – Hexagonálně těsné uspořádaná mřížka, angl. Hexagonal close-pack structure

CCD – Elektronická součástka pro snímání obrazové informace, angl. Charge-coupled device

CMOS – Komplementární polovodič na základě oxidu kovu, angl. Complementary metal–oxide–semiconductor

8 Seznam obrázků

Obr. 1 Meze pevnosti superslitin při creepu [1]	9
Obr. 2 Důležitost prvků v niklových slitinách [2]	11
Obr. 3 Krystalová mřížka intermetalické fáze γ' [1].....	13
Obr. 4 Stádia creepu [18].....	17
Obr. 5 Metoda ztraceného vosku [1].....	19
Obr. 7 Selektor zrna [9]	20
Obr. 6 Pec využívající metodu usměrněného tuhnutí [16].....	20
Obr. 8 Morfologie částic fáze γ' z těžkého, středního a lehkého odlitku [12].....	23
Obr. 9 Tahový diagram zkušebních těles z různých odlitků ze slitiny MAR-M-247 [12]..	24
Obr. 10 Zjednodušené schéma SEM [14]	25
Obr. 11 Signály vznikající při dopadu primárního elektronového paprsku [14]	25
Obr. 12 Rastrovací Elektronový Mikroskop JEOL JSM-7600F [17]	26
Obr. 13 EDS spektrum [14]	27
Obr. 14 Analyzátor X-MAX ^N SDD (Silicon Drift Detector)	27
Obr. 15 Příklad snímku naprahovaného (vlevo) a před naprahováním (v pravo)	29
Obr. 16 Vzorek 950C_200h přehled_03 1) Hrubé karbidické částice 2) Drobné karbidické částice 3) Dlouhé karbidické částice.....	30
Obr. 17 Vzorek 950C_50h EDS Dlouhé 1	31
Obr. 18 Vzorek 950C_50h EDS Dlouhé 2	31
Obr. 19 Vzorek 950C_50h EDS Drobné 1.....	32
Obr. 20 Vzorek 950C_50h EDS Hrubé 1.....	32
Obr. 21 Vzorek 950C_50h EDS Hrubé 2.....	32
Obr. 22 Vzorek 950C_0h Drobné 1 Prahování	33
Obr. 23 Vzorek 950C_0h Hrubé 1 Prahování	34
Obr. 24 Vzorek 950C_0h Dlouhé 2 Prahování	34
Obr. 25 Vzorek 950C_5000h Jehlice naprahováno	41
Obr. 26 Vzorek 950C_5000h detailnější pohled na jehlici	42
Obr. 27 Analýza EDS Jehlice	42
Obr. 28 Vizualní zobrazení rozložení vybraných prvků	43
Obr. 29 Jemný precipitát v matici slitiny	44
Obr. 30 Jemný precipitát a jehlicovitá fáze	44

9 Seznam grafů

Graf 1 Průměrná plocha dlouhých částic v závislosti na době žíhání	35
Graf 2 Kombinace grafů průměrné, maximální a minimální plochy dlouhých částic v závislosti na době žíhání	35
Graf 3 Průměrná délka dlouhých částic v závislosti na době žíhání	36
Graf 4 Průměrná šířka dlouhých částic v závislosti na době žíhání	36
Graf 5 Průměrná plocha drobných částic v závislosti na době žíhání	37
Graf 6 Kombinace grafů průměrné, maximální a minimální plochy drobných částic v závislosti na době žíhání	37
Graf 7 Průměrný ekv. průměr drobných částic v závislosti na době žíhání.....	38
Graf 8 Kombinace grafů průměrného, maximálního a minimálního ekv. průměru drobných částic v závislosti na době žíhání	38
Graf 9 Průměrná plocha hrubých částic v závislosti na době žíhání	39
Graf 10 Kombinace grafů průměrné, maximální a minimální plochy hrubých částic v závislosti na době žíhání	39
Graf 11 Průměrný ekv. průměr hrubých částic v závislosti na době žíhání.....	40
Graf 12 Kombinace grafů průměrného, maximálního a minimálního ekv. průměru hrubých částic v závislosti na době žíhání	40

10 Seznam tabulek

Tab. 1 Chemické složení MAR-M-247 (hm. %) [11]	23
Tab. 2 Mechanické vlastnosti a mikrostrukturní parametry odlitků ze slitiny MAR-M-247 [12].....	24
Tab. 3 Vzorek 950C_50h EDS Dlouhé 1	31
Tab. 4 Vzorek 950C_50h EDS Dlouhé 2	31
Tab. 5 Vzorek 950C_50h EDS Drobné 1.....	32
Tab. 6 Vzorek 950C_50h EDS Hrubé 2.....	33
Tab. 7 Vzorek 950C_50h EDS Hrubé 3.....	33
Tab. 8 Rozměrové charakteristiky jehlic.....	41
Tab. 9 Analýza EDS jehlic	43

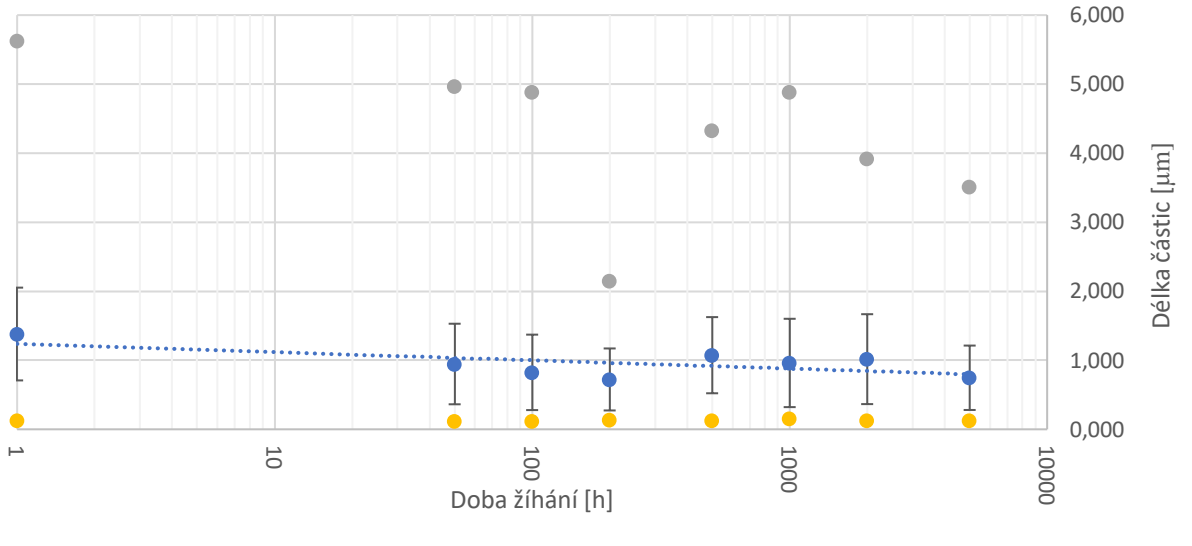
Drobné					
0 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	0,888	0,979	1,380	0,569	0,715
max	2,903	1,923	5,624	1,344	1,000
min	0,011	0,118	0,130	0,067	0,241
Smodch.P	0,652	0,414	0,671	0,272	0,165
Smodch.Výběr	0,653	0,415	0,672	0,272	0,165
50 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	0,444	0,669	0,946	0,391	0,673
max	2,559	1,805	4,971	1,345	0,919
min	0,010	0,113	0,121	0,045	0,210
Smodch.P	0,440	0,342	0,583	0,220	0,134
Smodch.Výběr	0,440	0,343	0,584	0,220	0,134
100 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	0,404	0,612	0,825	0,369	0,720
max	2,945	1,916	4,887	1,433	1,000
min	0,010	0,113	0,121	0,053	0,216
Smodch.P	0,491	0,374	0,546	0,239	0,134
Smodch.Výběr	0,492	0,374	0,546	0,239	0,134
200 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	0,350	0,575	0,722	0,368	0,764
max	2,132	1,648	2,146	1,131	1,000
min	0,011	0,118	0,136	0,070	0,328
Smodch.P	0,413	0,341	0,448	0,230	0,110
Smodch.Výběr	0,414	0,341	0,449	0,230	0,110
500 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	0,635	0,813	1,074	0,500	0,741
max	2,892	1,919	4,331	1,350	1,000
min	0,011	0,118	0,130	0,061	0,229
Smodch.P	0,539	0,334	0,500	0,236	0,132
Smodch.Výběr	0,552	0,385	0,552	0,260	0,139
1000 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	0,453	0,682	0,961	0,410	0,804
max	2,883	1,916	4,887	1,433	1,000
min	0,015	0,140	0,152	0,079	0,092
Smodch.P	0,462	0,335	0,639	0,219	0,193
Smodch.Výběr	0,463	0,335	0,640	0,219	0,193
2000 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	0,544	0,727	1,016	0,427	0,727
max	2,875	1,913	3,917	1,587	1,000
min	0,011	0,118	0,130	0,060	0,239
Smodch.P	0,552	0,404	0,650	0,254	0,160
Smodch.Výběr	0,552	0,404	0,651	0,254	0,160
5000 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	0,328	0,562	0,747	0,342	0,791
max	2,921	1,928	3,513	1,484	1,000
min	0,011	0,118	0,130	0,061	0,299
Smodch.P	0,358	0,318	0,466	0,202	0,147
Smodch.Výběr	0,359	0,318	0,466	0,202	0,147
Max nalezená	2,945	1,928	5,624	1,587	1,000

Kombi průměrná délka částic/Počet hodin žihání

- Průměrná délka částic
- Maximální délka částic
- Minimální délka částic

$$y = -0,052\ln(x) + 1,2377$$

$$R^2 = 0,424$$

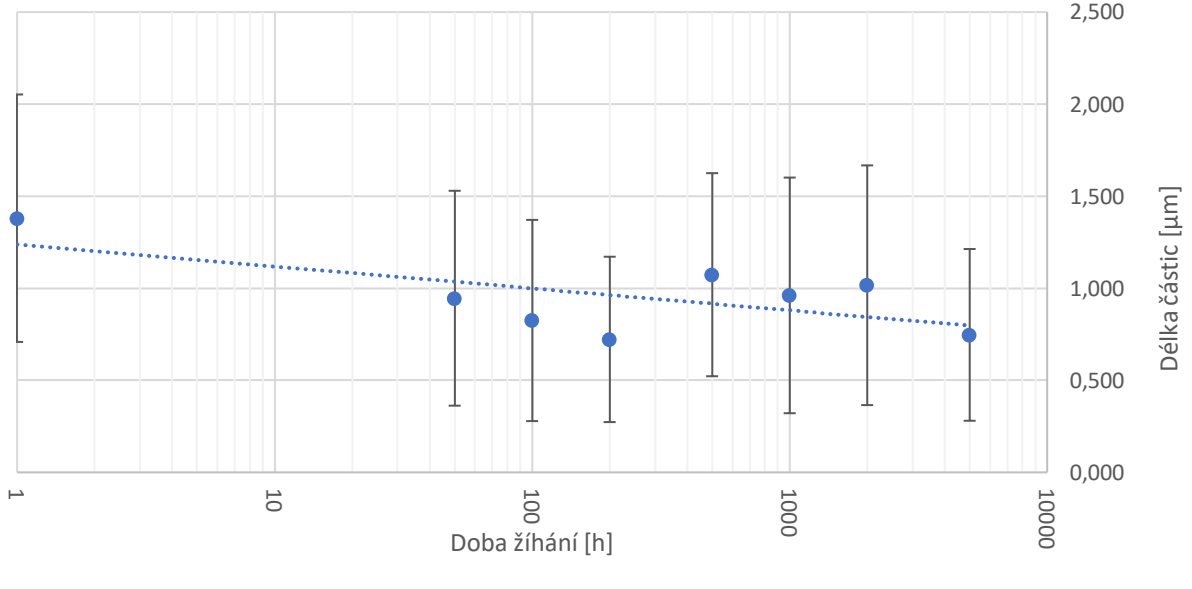


Průměrná délka částic/Počet hodin žihání

- Průměrná délka částic

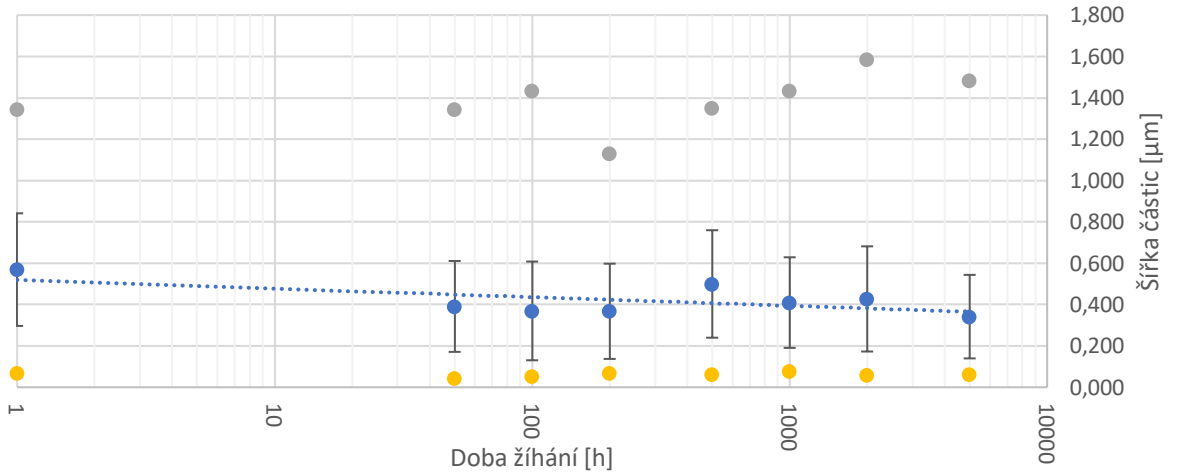
$$y = -0,052\ln(x) + 1,2377$$

$$R^2 = 0,424$$



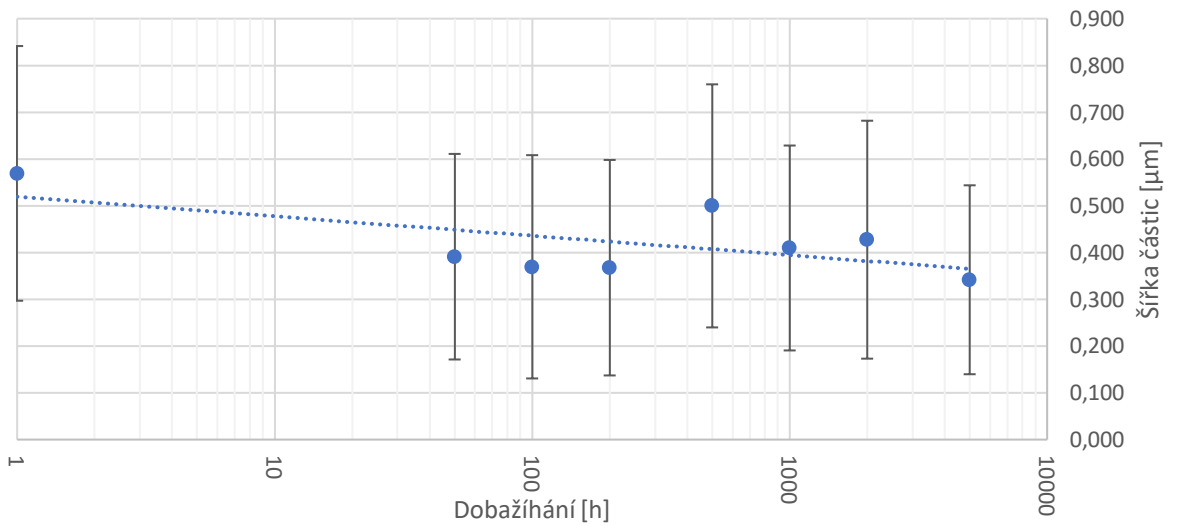
Kombi Průměrná šířka částic/Počet hodin žihání

- Průměrná šířka částic
 - Maximální šířka částic
 - Minimální šířka částic
 - Log. (Průměrná šířka částic)
- $y = -0,018\ln(x) + 0,5193$
 $R^2 = 0,3945$



Průměrná šířka částic/Počet hodin žihání

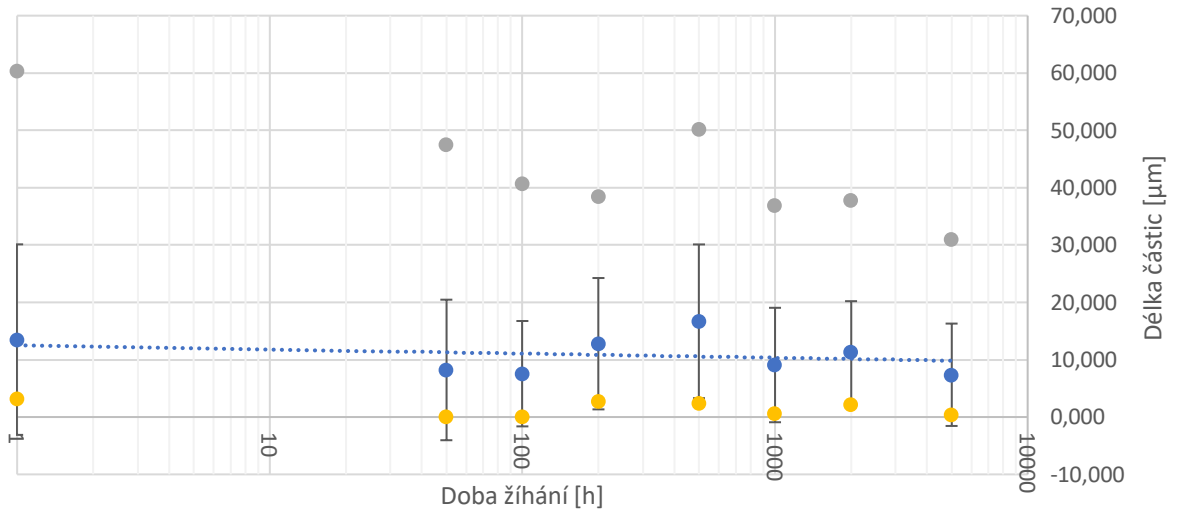
- Průměrná šířka částic
 - Log. (Průměrná šířka částic)
- $y = -0,018\ln(x) + 0,5193$
 $R^2 = 0,3945$



Hrubé					
0 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	27,306	5,357	13,502	2,221	0,506
max	73,313	9,662	60,360	4,589	0,738
min	5,509	2,648	3,209	1,126	0,056
Smodch.P	24,188	2,465	15,840	1,086	0,208
Smodch.Výběr	25,369	2,585	16,613	1,152	0,218
50 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	19,047	5,124	8,211	1,494	0,566
max	80,235	14,463	47,534	5,953	0,801
min	0,005	0,080	0,120	0,042	0,057
Smodch.P	21,697	4,001	11,865	1,486	0,205
Smodch.Výběr	22,409	4,132	12,255	1,535	0,212
100 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	15,450	3,179	7,559	1,266	0,564
max	92,795	10,870	40,750	4,869	0,896
min	0,003	0,056	0,050	0,050	0,149
Smodch.P	22,880	3,092	9,073	1,306	0,255
Smodch.Výběr	23,171	3,132	9,189	1,322	0,259
200 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	16,170	4,074	12,790	1,188	0,359
max	66,800	9,222	38,436	2,251	0,806
min	3,493	2,109	2,761	0,566	0,064
Smodch.P	16,140	1,997	11,202	0,500	0,229
Smodch.Výběr	16,503	2,042	11,454	0,512	0,234
500 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	32,221	5,634	16,698	1,739	0,380
max	149,889	13,815	50,249	2,983	0,837
min	3,041	1,968	2,416	0,731	0,073
Smodch.P	34,427	3,047	13,048	0,701	0,228
Smodch.Výběr	35,371	3,130	13,405	0,720	0,234
1000 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	14,875	3,020	9,071	0,982	0,329
max	121,934	12,460	36,908	5,479	0,909
min	0,210	0,517	0,642	0,108	0,037
Smodch.P	27,623	3,134	9,865	1,211	0,225
Smodch.Výběr	27,943	3,170	9,979	1,225	0,227
2000 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	13,961	3,847	11,384	1,219	0,356
max	62,927	8,951	37,848	2,558	0,889
min	3,047	1,970	2,229	0,514	0,076
Smodch.P	13,303	1,725	8,636	0,516	0,219
Smodch.Výběr	13,589	1,762	8,822	0,528	0,223
5000 hodin	∅ Plocha [μm²]	∅ Ekv. Průměr [μm]	∅ Délka [μm]	∅ Šířka [μm]	∅ Kruhovitost [μm]
	10,983	2,685	7,371	0,913	0,475
max	127,380	12,735	31,005	4,108	0,904
min	0,068	0,294	0,384	0,177	0,063
Smodch.P	22,004	2,603	8,812	0,805	0,238
Smodch.Výběr	22,284	2,636	8,924	0,815	0,241
Max nalezená	149,889	14,463	60,360	5,953	0,909

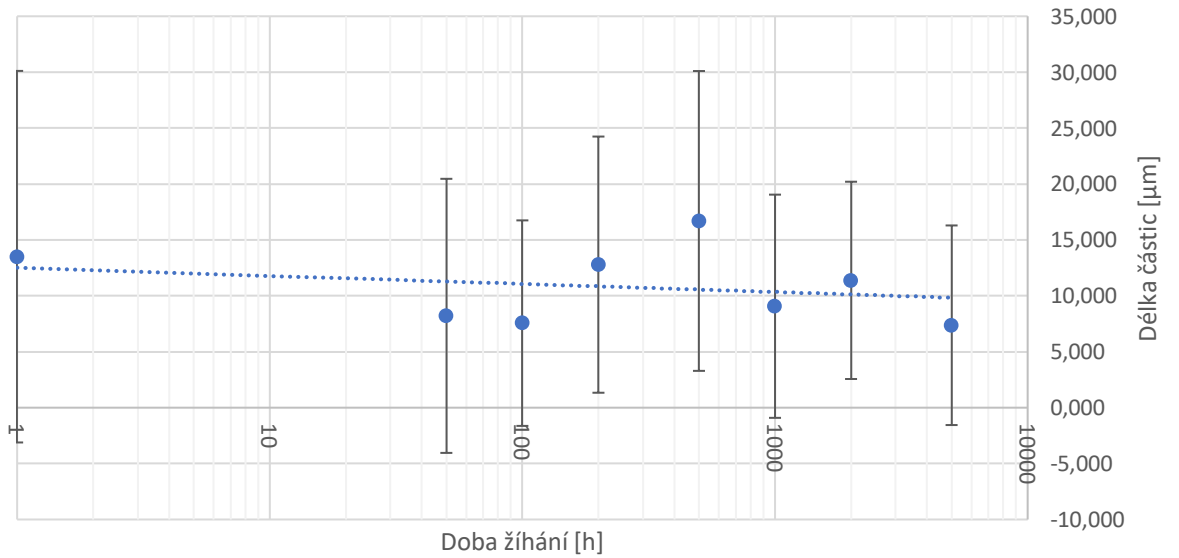
Kombi průměrná délka částic/Počet hodin žihání

- Průměrná délka částic
 - Maximální délka částic
 - Minimální délka částic
 - ⋯ Log. (Průměrná délka částic)
- $y = -0,314\ln(x) + 12,515$
 $R^2 = 0,0625$



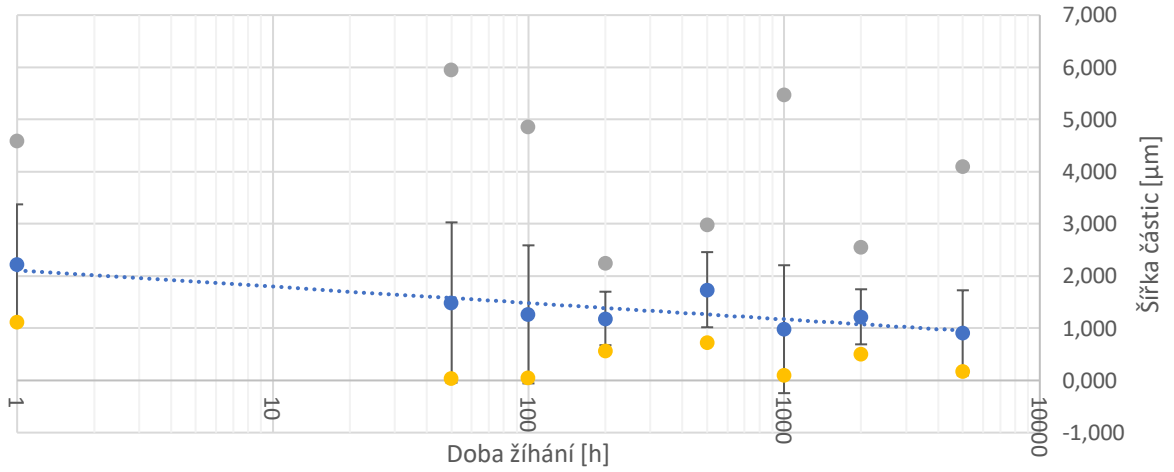
Průměrná délka částic/Počet hodin žihání

- Průměrná délka částic
 - ⋯ Log. (Průměrná délka částic)
- $y = -0,314\ln(x) + 12,515$
 $R^2 = 0,0625$



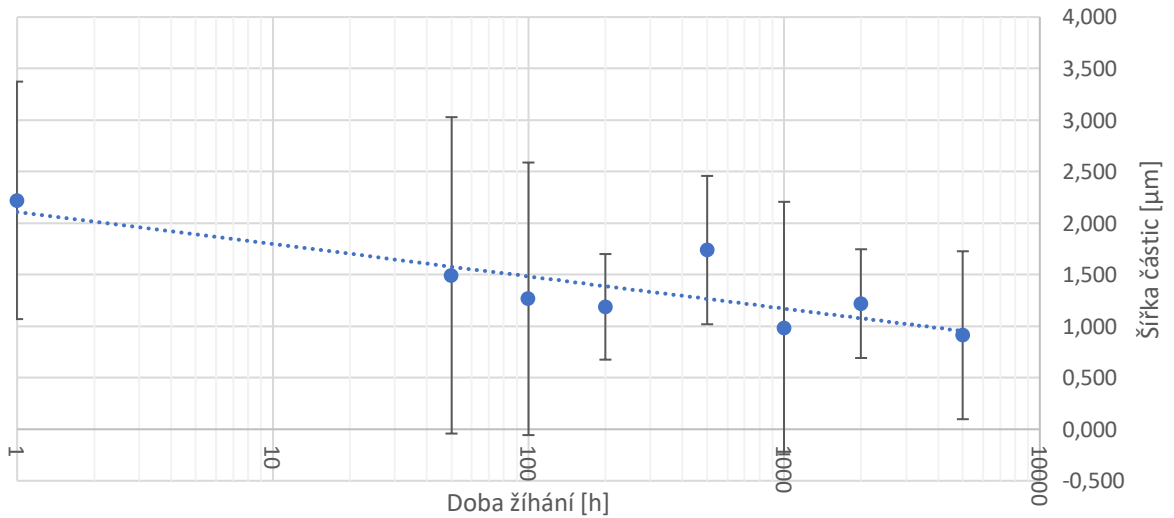
Kombi Průměrná šířka částic/Počet hodin žihání

- Průměrná šířka částic
 - Maximální šířka částic
 - Minimální šířka částic
 - Log. (Průměrná šířka částic)
- $y = -0,136\ln(x) + 2,1083$
 $R^2 = 0,7008$



Průměrná šířka částic/Počet hodin žihání

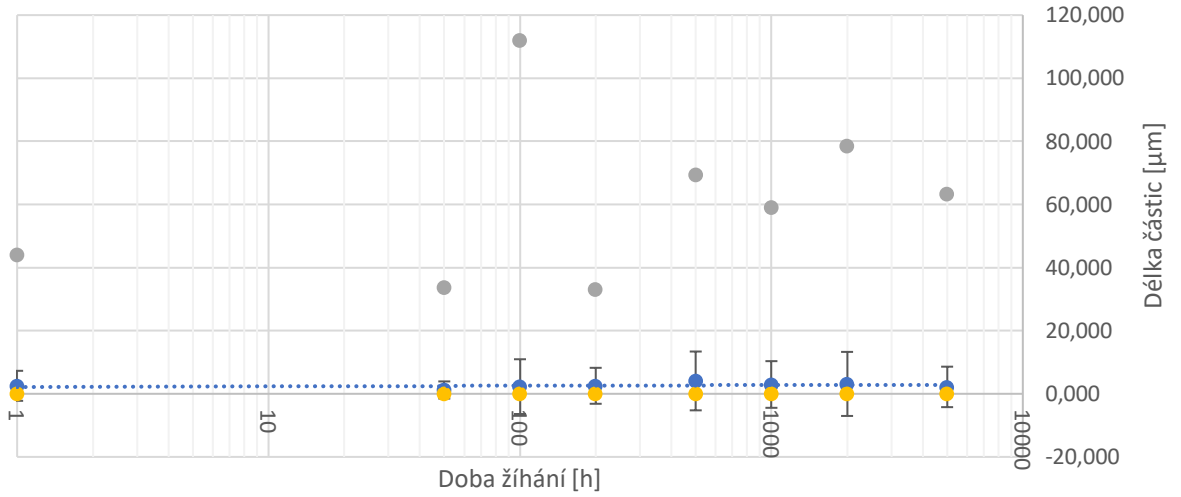
- Průměrná šířka částic
 - Log. (Průměrná šířka částic)
- $y = -0,136\ln(x) + 2,1083$
 $R^2 = 0,7008$



Dlouhe					
0 hodin	Ø Plocha [µm ²]	Ø Ekv. Průměr [µm]	Ø Délka [µm]	Ø Šířka [µm]	Ø Kruhovitost [µm]
	1,271	0,861	2,532	0,310	0,621
max	32,391	6,422	44,112	1,604	1,000
min	0,011	0,118	0,136	0,050	0,037
Smodch.P	3,215	0,936	4,748	0,227	0,300
Smodch.Výběr	3,219	0,938	4,755	0,228	0,300
50 hodin	Ø Plocha [µm ²]	Ø Ekv. Průměr [µm]	Ø Délka [µm]	Ø Šířka [µm]	Ø Kruhovitost [µm]
	0,583	0,576	1,202	0,269	0,641
max	40,185	7,153	33,714	1,192	0,924
min	0,010	0,113	0,121	0,051	0,075
Smodch.P	2,419	0,640	2,714	0,164	0,187
Smodch.Výběr	2,421	0,641	2,716	0,164	0,187
100 hodin	Ø Plocha [µm ²]	Ø Ekv. Průměr [µm]	Ø Délka [µm]	Ø Šířka [µm]	Ø Kruhovitost [µm]
	1,753	0,753	2,272	0,289	0,644
max	127,553	12,744	112,126	1,513	0,916
min	0,010	0,113	0,121	0,062	0,029
Smodch.P	10,258	1,290	8,662	0,209	0,208
Smodch.Výběr	10,274	1,292	8,676	0,209	0,209
200 hodin	Ø Plocha [µm ²]	Ø Ekv. Průměr [µm]	Ø Délka [µm]	Ø Šířka [µm]	Ø Kruhovitost [µm]
	1,609	0,844	2,532	0,308	0,663
max	38,438	6,996	33,131	1,850	1,000
min	0,011	0,117	0,129	0,050	0,042
Smodch.P	4,633	1,156	5,689	0,266	0,274
Smodch.Výběr	4,642	1,159	5,700	0,267	0,275
500 hodin	Ø Plocha [µm ²]	Ø Ekv. Průměr [µm]	Ø Délka [µm]	Ø Šířka [µm]	Ø Kruhovitost [µm]
	2,913	1,052	4,075	0,302	0,663
max	65,848	9,156	69,354	2,579	1,000
min	0,011	0,118	0,144	0,055	0,033
Smodch.P	8,209	1,613	9,299	0,279	0,320
Smodch.Výběr	8,229	1,617	9,322	0,280	0,321
1000 hodin	Ø Plocha [µm ²]	Ø Ekv. Průměr [µm]	Ø Délka [µm]	Ø Šířka [µm]	Ø Kruhovitost [µm]
	2,044	0,892	2,952	0,286	0,570
max	82,944	10,277	59,094	3,781	1,000
min	0,011	0,117	0,139	0,077	0,044
Smodch.P	8,526	1,344	7,378	0,317	0,330
Smodch.Výběr	8,544	1,347	7,394	0,317	0,330
2000 hodin	Ø Plocha [µm ²]	Ø Ekv. Průměr [µm]	Ø Délka [µm]	Ø Šířka [µm]	Ø Kruhovitost [µm]
	2,140	0,786	3,129	0,237	0,578
max	80,678	10,135	78,513	1,068	1,000
min	0,011	0,118	0,136	0,050	0,040
Smodch.P	9,914	1,451	10,122	0,203	0,308
Smodch.Výběr	9,942	1,455	10,150	0,204	0,309
5000 hodin	Ø Plocha [µm ²]	Ø Ekv. Průměr [µm]	Ø Délka [µm]	Ø Šířka [µm]	Ø Kruhovitost [µm]
	1,382	0,743	2,186	0,281	0,687
max	67,853	9,295	63,387	1,657	1,000
min	0,011	0,118	0,136	0,052	0,027
Smodch.P	5,668	1,099	6,398	0,220	0,261
Smodch.Výběr	5,679	1,101	6,411	0,220	0,261
Max nalezená	127,553	12,744	112,126	3,781	1,000

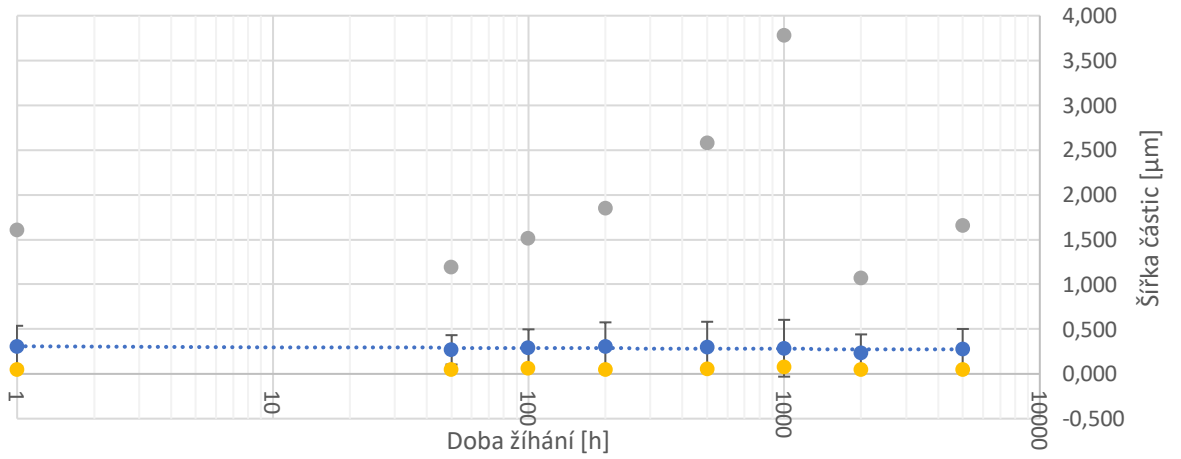
Kombi průměrná délka částic/Počet hodin žihání

- Průměrná délka částic
 - Maximální délka částic
 - Minimální délka částic
 - Log. (Průměrná délka částic)
- $y = 0,0872\ln(x) + 2,1404$
 $R^2 = 0,0781$



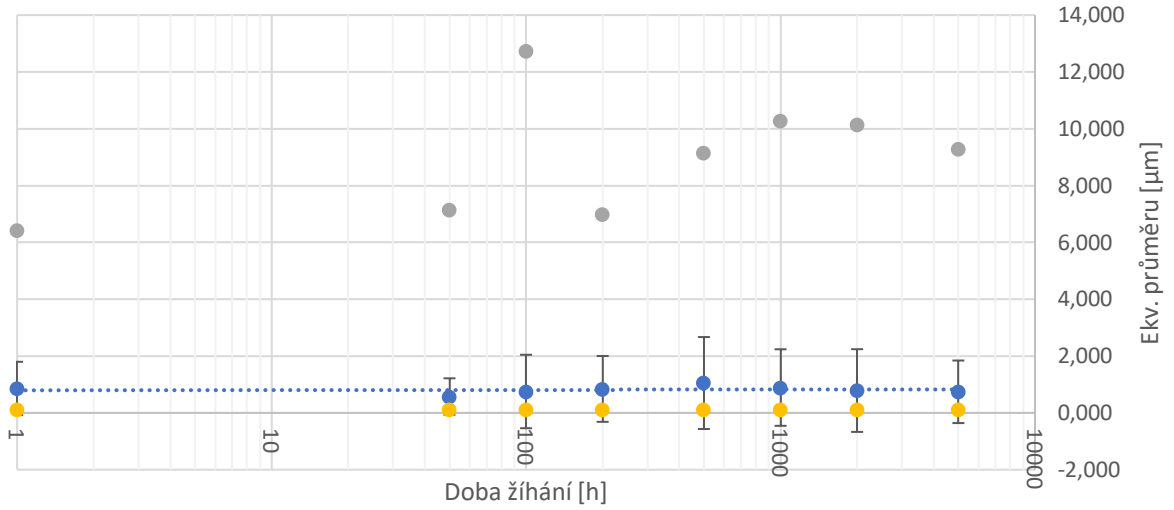
Kombi Průměrná šířka částic/Počet hodin žihání

- Průměrná šířka částic
 - Maximální šířka částic
 - Minimální šířka částic
 - Log. (Průměrná šířka částic)
- $y = -0,004\ln(x) + 0,3087$
 $R^2 = 0,2318$



Kombi Průměr ekv. průměru/Počet hodin žíhání

- Průměr ekv. průměru
- Maximální ekv. průměr $y = 0,0035\ln(x) + 0,7946$
- Minimální ekv. průměr
- Log. (Průměr ekv. průměru) $R^2 = 0,0045$



Průměr ekv. průměru/Počet hodin žíhání

- Průměr ekv. průměru
- Log. (Průměr ekv. průměru) $y = 0,0035\ln(x) + 0,7946$
- $R^2 = 0,0045$

