Fakulta strojní ČVUT v Praze



STRUKTURNÍ ANALÝZA ODLITKŮ Z NIKLOVÉ SLITINY B1914

AUTOR: Vojtěch Princ STUDIJNÍ PROGRAM: Výroba a ekonomika ve strojírenství VEDOUCÍ PRÁCE: Ing. Jakub Horník, Ph.D. KONZULTANT: Ing. Jiří Zýka, PhD.

Prohlášení

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

Anotace

Předmětem této práce je strukturní analýza odlitků ze slitiny niklu B1914. Teoretická část je z počátku zaměřena na vlastnosti niklu a jeho slitiny. V další části práce je rešerše orientována na niklové superslitiny, převážně na jejich mikrostrukturu a mechanismy zpevnění. V závěru teoretické části je popsána samotná niklová slitina B1914. Konkrétně její chemické složení, mikrostruktura a mechanické vlastnosti.

Experimentální část se v úvodu zaměřuje na strukturu vzorku, jehož analýza se provádí na světelném a elektronovém mikroskopu. Při hodnocení je pozornost věnována objemovému zastoupení eutektik, licích vad a boridů. Další část experimentu je věnována vyhodnocení velikosti a tvaru fáze gama s čárkou uvnitř dendritických buněk a tvrdosti materiálu. Poslední část experimentu se zabývá porovnáním výsledků tahových zkoušek různých odlitků ze slitiny B1914 a jejich korelací s mikrostrukturou.

Klíčová slova

Slitina B1914, kubická plošně středěná krystalická mřížka, mikrostruktura niklových superslitin

Annotation

The subject of this work is structural analysis of cast nickel superalloys B1914. The theoretical part is first focused on the properties of nickel and its alloy. In the next part of the work contains a bibliography research dealing with nickel superalloys, especially their chemical composition, microstructure and strengthening mechanisms. The end of theoretical part describes the nickel alloy B1914 itself. Specifically, its chemical composion, microstructure and mechanical properties.

The experimental part is focused in the introduction on the structure of the sample, which has been analysed on a light and electron microscope. Analysis were focuseed on the volume representation of eutectics, casting defects and borides presence. Another part of the experiment evaluated the shape of the gamma prime phase in the center of the dendritic cells and the hardness of the material. The last part of the experiment evaluates test result of tensile tests and their correlation to microstructure.

Keywords

Alloy B1914, face centered cubic, microstructure of nickel superalloys

Poděkování

Tímto bych chtěl poděkovat panu Ing. Jakubovi Horníkovi, Ph.D. za jeho vedení bakalářské práce. Velké díky patří rovněž panu Ing. Jiřímu Zýkovi Ph.D. za rady, ochotu, trpělivost a vstřícnost v průběhu zpracování experimentální části práce.

Obsah

| Úvo | od | | |
|-----|---------------|-------|---|
| 1. | Тес | oreti | cká část10 |
| 1 | l. 1 . | Vla | stnosti niklu10 |
| 1 | l. 2 . | Nik | lové superslitiny13 |
| | 1.2 | .1. | Vývoj superslitin13 |
| | 1.2 | .2. | Mikrostruktura superslitin |
| | 1.2 | .3. | Chemické složení a vlivy prvků28 |
| | 1.2 | .4. | Způsoby zpevnění niklových superslitin |
| | 1.2 | .5. | Slitina niklu B191431 |
| 2. | Exp | oerin | 1entální část: |
| 2 | 2.1. | Cíl . | |
| 2 | 2.2. | Prů | běh experimentu36 |
| | 2.2 | .1. | Plošný podíl licích vad37 |
| | 2.2 | .2. | Plošný podíl eutektika |
| | 2.2 | .3. | Plošný podíl boridů |
| | 2.2 | .4. | Tvar částic gama s čárkou40 |
| | 2.2 | .5. | Tvrdost slitiny dle Vickerse |
| | 2.2 | .6. | Porovnání zkoušky tahem různých tvarů odlitků ze slitiny B191445 |
| | 2.2 | .7. | EDS analýza47 |
| 3. | Dis | kuze | výsledků48 |
| 3 | 8.1. | Vliv | v velikosti částic gama s čárkou na pevnost materiálu B191448 |
| 3 | 8.2. | Vliv | v množství mezidendritických prostor na pevnost materiálu B191449 |
| 4. | Záv | /ěr | 51 |
| 5. | Zdı | oje:. | 53 |
| 6. | Sez | nam | Tabulek |
| 7. | Sez | nam | obrázků57 |

Seznam použitých zkratek a symbolů

- FCC Kubická plošně centrovaná mřížka
- BCC Kubická prostorově středěná mřížka
- E Modul pružnosti v tahu [GPa]
- *R_m* Mez pevnosti [MPa]
- *R*_p– Mez kluzu [MPa]
- R_{p0,2} Smluvní mez kluzu Rm [MPa]
- TCP Topologically Close Packed (Topologicky těsně uspořádaná)
- EBSD Difrakce zpětně odražených elektronů
- EDS Energiově disperzní analýza
- I Rozdíl mřížkových parametrů (misfit)
- $a_{\gamma'}$ Mřížkový parametr základní kovové hmoty
- a_{γ} Mřížkový parametr precipitující fáze
- γ' fáze gama s čárkou

Úvod

Niklové superslitiny nachází v dnešní době uplatnění jako vysoce výkonné materiály, které jsou schopné pracovat i v extrémních prostředích. Převážně se využívají na vysokoteplotní aplikace, konkrétně na součásti, u kterých je potřeba zajistit odolnosti vůči náročným provozním podmínkám. Ty jsou charakteristické oxidačně a chemicky agresivním prostředím či tahovým namáháním za vysokých pracovních teplot.

Název superslitiny získaly materiály na bázi Fe, Ni a Co. Tyto slitiny se využívaly od půlky dvacátého století převážně k výrobě částí plynových turbín, turbodmychadel a proudových motorů. V průběhu let byl stále vetší důraz kladen na funkčnost materiálu za extrémních podmínek, a to vedlo k urychlení vývoje těchto slitin. Čemuž také dost přispívala druhá světová válka.

Vlastnosti slitin lze ovlivnit výrobou a způsobem zpracování. Nejvýhodnější metoda výroby odlitků z niklových superslitin je technologie přesného lití metodou vytavitelného modelu. Jelikož je materiál těžce obrobitelný. Výrazný vliv na vlastnosti slitiny má její mikrostruktura, která se dá ovlivnit správným tepelným zpracováním nebo dodržením podmínek chladnutí.

1. Teoretická část

1.1. Vlastnosti niklu

Nikl je kujný kov, odolný vůči korozi. Má stříbrno-bílou barvu. Jeho teplota tání je 1455°C. Nepodléhá fázovým transformacím vlivem teploty. Při běžném výskytu má kubickou plošně středěnou krystalickou mřížku (obr.1), což napomáhá ke lepším plastickým vlastnostem. [1]



Obr. 1: Kubická plošně středěná kristalická mřížka [2]

Podobně jako prvky kobalt a železo patří mezi feromagnetické materiály. Curieho bod čistého niklu je 357°C. Ale s rostoucím obsahem přimíšenin jako je železo a kobalt se tento bod zvyšuje až přes hodnoty 500°C (obr.2). Nikl má atomové číslo 28. [1,2,5,6]



Obr. 2: Vliv přísad na posuv Curieho teploty [6]

Mechanické a jiné vlastnosti je možné upravovat legujícími prvky a tepelným zpracováním. Vlivy různých přidaných prvků jsou popsány níže. Za normálních podmínek se vyznačuje velkou pevností a dobrou tažností. V litém stavu se pevnost čistého niklu v tahu pohybuje okolo 320MPa a tažnost činí 30 %, proto se často využívá na výrobu plechů, drátů a trubek. Tvářením za tepla i za studena lze pevnost niklu zvýšit, avšak na úkor jeho tažnosti. [1,5,6]

Při pohledu na mechanické vlastnosti můžeme přirovnat nikl k austenitické oceli, převážně pro svou pevnost a houževnatost. Naopak chemické vlastnosti, jako je korozivzdornost, přirovnáváme k mědi. Tyto rysy materiálu jsou v průmyslu žádané, takže slitiny niklu mají stále větší škálu uplatnění. Využívají se na součásti, u kterých je potřeba zajistit, aby nebyly náchylné na korozi a byly pevné i za vysokých teplot. Kombinuje se s prvky jako je měď (Cu), molybden (Mo), hliník (Al), Chrom (Cr), kobalt (Co), berilium (Be). Vše závisí na využití dané slitiny. [5,6,]

Mechanické vlastnosti niklu se mění s klesající teplotou, konkrétně roste jeho pevnost. Nikl dosahuje pevnosti 790 MPa při teplotách - 253°C. Za běžných teplot a až do 400°C se jeho pevnostní vlastnosti nemění, ale při překročení této teploty pevnost klesá. Smluvní mez kluz klesá také, ale pomaleji než mez pevnosti. [1,2] V následující tabulce jsou zahrnuty všechny charakteristické vlastnosti Niklu (Fyzikální, Chemické a Mechanické)

Vlastnosti niklu

Tab. 1: Fyzikální, chemické a mechanické vlastnosti niklu [9]

| Fyzikální vlastnosti | Fyzikální vlastnosti | | | | |
|--|----------------------|--|--|--|--|
| Rekrystalizační teplota [°C] | 370 | | | | |
| Teplota tání [°C] | 1453 | | | | |
| Tepelná vodivost [$W m^{-1}K^{-1}$] | 90,7 | | | | |
| Měrná tepelná kapacita $[kj \ kg^{-1}K^{-1}]$ | 0,471 | | | | |
| Hustota [g/cm3] | 8.89 | | | | |
| Chemické vlastnosti | | | | | |
| Při vyšších teplotách je pokryt vrstvou oxidu. Dochází k pasivaci a ochraně materiálu před korozí za tepla se vytváří tuhý roztok s prvky Cr, Mo, W | | | | | |
| Mechanické vlastnosti | | | | | |
| E [GPa] | 210 | | | | |
| 2 [<i>MPa</i>] | 450 | | | | |
| 2 20,2 [MPa] | 200-240 | | | | |
| Tažnost A [%] | 47 | | | | |
| Tvrdost HV | 638 | | | | |

Vyráběný nikl se z 60 % využívá pouze jako legující prvek k výrobě slitinových ocelí na korozivzdorné a vysokoteplotní využití, k povrchové úpravě ostatních kovů, výrobě neželezných slitin a prášků. Aktuálně se nikl využívá stále více v žárupevných a korozivzdorných niklových superslitin, které jsou významné hlavně v leteckém průmyslu pro své korozivzdorné, creepové a únavové vlastnosti. [1,2]

1.2. Niklové superslitiny

Niklové superslitiny jsou materiály, které se vyznačují vysokou pevností za vysokých teplot, odolností vůči creepovým a únavovým procesům a také odolností vůči oxidaci a korozi v agresivních prostředích. Tyto vlastnosti nachází uplatnění v průmyslu jako je letecký, raketový a energetický. Velké pevnosti při vyšších teplotách se dosahuje pomocí vytvrzování základní matrice slitiny.

Mezi primární skupiny těchto materiálů patří sitiny železo-niklové, jako je například Pyromet. Dále slitiny niklové a kobaltové, jejichž rozdíly jsou znatelné na chemickém složení a mikrostruktuře. Všechny tyto slitiny jsou určeny pro vysokoteplotní využití, kde je potřeba výborné rozměrové stálosti. [1-4]

1.2.1. Vývoj superslitin

S rozvojem stále více náročných zařízení na teplotu a tlak, jako jsou například plynové turbíny a raketové motory, bylo potřeba začít s vývojem žáruvzdorných a žárupevných materiálů. Tyto součásti budou odolné i v nepříznivých prostředí, kde není možné aplikovat austenitické oceli. [6-8,21]

Dříve než byly vyvinuté niklové superslitiny, používaly se za první světové války slitiny typu Fe-Ni-Cr, které nacházely své uplatnění ve výrobě kompresorů a výfukových ventilů do leteckých motorů. Posléze se při pokusu zlepšit průběh syntézy amoniaku vynalezla slitina Fe 60 % Ni 11 % Cr. Tyto slitiny se substitučně zpevňovaly wolframem a uhlíkem. Za přítomnosti těchto prvků docházelo ke zpevnění za vyšších teplot. Později byly ale objeveny nežádoucí účinky, a to konkrétně problém s uhlíkem ve struktuře, který při větším obsahu vytváří karbidy chromu, čímž nepříznivě ovlivňuje korozivzdorné vlastnosti litiny. Zjištění vedlo k vývoji zaměřeném na snížení podílu uhlíku. Následné pokusy byly za objevem zpevňujících účinků hliníku a titanu. V roce 1929 byl vydán patent panem

Chevenardem na mechanismus precipitačního zpevnění titanem a hliníkem u slitin typu Fe-Ni-Cr. Vytvrzující fáze $Ni_3(\square \square, \square \square)$ označovaná také jako γ' . Vlastnosti tohoto zpevnění pomohly ke zvýšení pevnosti materiálu za vysokých teplot, a to konkrétně až nad 650 °C, kdy při této teplotě dochází k ukončení použitelnosti ocelí. Toto zjištění vedlo k dalšímu bádání v oblasti niklových slitin, které na počátku druhé světové války vyústilo k vynalezení první superlitiny zvaná Nimonic. [6-8,21]

Na obrázku 3 je možné vidět vývoj mikrostruktury a množství vytvrzujících fází v niklových superslitinách od roku 1930 do roku 1990. [6-8,21]



Obr. 3: Vývoj superslitin od začátku druhé světové války do devadesátých let dvacátého století [14]

V průběhu technologického vývoje na poli proudových motorů během druhé světové války, kde bylo potřeba zajistit co nejlepší odolnost materiálu za extrémních podmínek, se vývoj ubíral směrem zvyšování množství hliníku a titanu. Similárně rostlo i množství prvků zpevňující tuhý roztok, s cílem získat větší podílové množství vytvrzující fáze a zkombinovat tyto podíly za účelem nejlepších mechanických a chemických vlastností při vysokých teplotách. A také omezení nežádoucích fází, které jsou křehké, a tak ovlivňují negativně pevnost slitiny. [6-8,21]

Na počátku, než se zjistili nepříznivé reakce kyslíku s titanem a hliníkem, se superslitiny vyráběli tavením na vzduchu. Tato technika se využívala až do 50. let. Výroba se usměrnila na tavení ve vakuových pecích a odlévání do vytavitelného modelu. Mohlo se proto zajistit kontrolovatelné tuhnutí. Nejdůležitější důvod využití přesného lití je snížení přídavku na obrábění. A v neposlední řadě byl problém se zvýšeným množstvím fáze γ' , které zmenšuje interval mezi teplotou solvu a likvidu, tudíž téměř není možné tyto litiny kovat. Kromě lití se může využít i práškové metalurgie. [6-8,21]

Nejčastější využití niklových superslitin bylo ve výrobě lopatek do turbín. Po testování se ale ukázalo, že slitiny vykazují slabá místa, a to konkrétně na hranicích zrn. Následný vývoj se proto soustředil na redukci těchto nepříznivých segmentů. Při řízeném chlazení, kde teplo odchází po ose vzorku, vzniká sloupcovitá struktura s orientovanými zrny ve směru rovnoběžném s osou čepele. Tato struktura zlepšila creepové a pevnostní vlastnosti. [6-8,21]

Postupem se ale vědci víc zabývali zbavením hranic zrn úplně. Byla vyvinuta technologie a vznikli první monokrystalické lopatky (obr. 4). Za pomoci této technologie byl redukován nepřízniví vliv hranic zrn úplně, což vedlo k lepší creepové odolnosti a k snížení precipitace karbidů s nevlídnou morfologií. [6-8,21]



Obr. 4: Odlitek monokrystalické lopatky turbín [21]

Monokrystalické lopatky (obr. 5) ale neměly ty vlastnosti, které se očekávaly, tudíž následoval další výzkum, při kterém došlo k redukci dalších příměsí jako je uhlík, zirkon a bor. Postupem času se superlitiny stále vyvíjely, a to až do konce devadesátých let dvacátého století, kdy se posunuly počáteční pracovní teploty ze 700 °C na nynějších 1130°C. Spodní hranice použitelnosti těchto materiálů je pak 650 °C. O této hodnotě uvažujeme pouze z finančního hlediska. Jelikož se vyplatí použít levější materiál na tyto pracovní podmínky. [6-8,21]

1.2.2. Mikrostruktura superslitin

Mikrostruktura slitin niklu je tvořena matricí γ s FCC. S ní jsou koherentně spojeny další fáze, konkrétně vytvrzující fáze γ ' (Ni_3 (Al, Ti)), nebo také fáze γ " Ni_3 (Ti, Nb). Mikrostruktura superslitin obsahuje více nežli jednu fázi, jelikož mají velkou škálu chemického složení a různé druhy tepelného zpracování. Z toho důvodu se vylučují i primární (MC) a sekundární karbidy ($M_{23}C_6, M_7C_3, M_6C$) nebo boridy. [9,11,21]

Nikl ve struktuře dokáže stabilizovat uspořádání krystalické mřížky na FCC i přesto, že jsou hlavními přídavnými prvky železo a kobalt. Kdy železo má za pokojové teploty krystalickou mřížku prostorově středěnou (BCC) a kobalt hexagonální. Tato fáze se nazývá právě matrice, označující se řeckým písmenem γ. [9,11,21]

Při dlouhodobém zatížení součásti za vysokých teplot může docházet k tvorbě pro slitinu nepříznivých fázi. Které mají za následek křehnutí materiálu a zhoršení celkově jeho vlastností. Tyto fáze se dají redukovat při přesném dodržení chemického složení. [9,11,21]

Přehled fází je znázorněn na obrázku 4. Vidět je historický vývoj a také změny tvaru fáze γ' v průběhu let. V neposlední řadě změna procentuálního zastoupení vytvrzující fáze, kde došlo k navýšení celkového objemového zastoupení až o 50 %. [9,11,21]

Všechny strukturní fáze, jejich krystalické mřížky, chemické složení a stručný popis nalezneme v tabulce souhrnu fází mikrostruktury superslitin. Tabulka 2 zahrnuje fáze základní, nežádoucí, ale také karbidy a nitridy. [9,11,21]

| Fáze | Mřížka | Vzorec | Popis |
|--------------------------------|---|--|---|
| Základní | fáze | | • |
| Y | FCC kubická plošně středěná | | Substituční tuhý roztok, matrice |
| ۲ | FCC | Ni ₃ AI, Ni ₃ (AI, Ti) | Základní zpevňující fáze v mnoha niklových superslitinách. Tvar se mění od kulového ke kubickému. Velikost se mění s teplotou a dobou namáhání. |
| ۲. | BCT tetragonální prostorově centrovaná | Ni ₃ Nb | Základní zpevňující fáze ve speciálních slitinách (Inconel 718). Metastabilní fáze precipituje jako koherentní diskovité částice. |
| Karbidy | | | |
| MC | SCC kubická prostá | TiC, Nb,C, HfC | Složení je různé, tvoří nepravidelné globule. Muže být Ti, Ta, Nb, Hf, Th nebo Zr. |
| M ₂₃ C ₆ | FCC | $Cr_{23}C_6$, $Fe_{23}C_6$, $W_{23}C_6$, $Mo_{23}C_6$ | Může být ve tvaru globulí, desek aj., obvykle se vyskytuje na hranicích zrna. |
| M ₆ C | FCC | Fe ₃ Mo ₃ C, Fe ₃ W ₃ C, Fe ₄ W ₂ C, Fe ₃ Nb ₃ C, Nb ₃ Co ₃ C, Ta ₃ Co ₃ C | Náhodně distribuované karbidy. |
| M ₇ C ₃ | HCP hexagonální | Cr ₇ C ₃ | Vyskytují se pouze v některých slitinách po vystavení teplot nad 1000°C. Nejčastěji tvoří deskovité částice na hranicích zrn. |
| Nitridy a | boridy | | |
| M_3B_2 | SCT tetragonální prostá | Ta ₃ B ₂ , V ₃ B ₂ , Cr ₃ B ₂ , Fe ₃ B ₂ , Mo ₃ FeB ₂ , Nb ₃ B ₂ | Vyskytují se v niklových slitinách s obsahem bóru nad 0,03. Vypadají obdobně jako karbidy |
| MN | SCC kubická prostá | TiN, ZrN, NbN | Nitridy se vyskytují ve slitinách obsahujících Ti, Ni a Zr. Jsou nerozpustné pod teplotou tavení. Mají kruhové nebo obdélníkové tvary. |
| Nežádouo | cí fáze | | · · · |
| μ | Romboedrická | Co ₇ W ₆ , Fe ₇ Cr ₆ , Ni ₇ Mo ₆ , Co ₇ Mo ₆ | Vyskytují se ve slitinách s vysokým obsahem Mo a W. Tvoří se za vysokých teplot jako hrubozrnná Widmanstättenova struktura. |
| Lavesovy | HCP | Fe ₂ Nb, Fe ₂ Ti, Fe ₂ Mo, Ni ₂ Nb | Často se vyskytují v superslitinách Co. Nejčastěji vypadají jako nepravidelné |
| laze | FCC | Co ₂ Ta, Co ₂ Ti | protažené globule. |
| σ | ВСТ | (CrMo) _x (NiCo) _y | Vyskytují se častěji ve slitinách na bázi Co. Nejčastěji vypadají jako nepravidelné protažené globule. |
| η | HCP | Ni ₃ Ti | Vyskytuje se ve slitinách s vysokým obsahem Al a Ti po dlouhodobé namáhání. Tvoří kulaté útvary na hranicích zrn nebo jehlice uvnitř zrn ve Widmanstättenové struktuře |

Tab. 2: Souhrn fází mikrostruktury superslitin [21]

1.2.2.1. Fáze γ

Fáze γ je matrice niklových superslitin, jedná se o substituční tuhý roztok niklu a legujících prvků (Co, Fe, Cr, W, Mo), který krystalizují v plošně středěnou krystalickou mřížku (FCC). Přidáním těchto prvků se zlepší korozivzdornost, přičemž dojde k substitučnímu zpevnění tuhého roztoku, a to má za následek zvýšení pevnosti materiálu. Velikosti atomů přísadových prvků se musí lišit v průměru o 1-13 % od základního atomu matrice. Je potřeba také přidávat prvky, které změní energii vrstevné chyby matrice. Když je tato energie malá, dislokace mají možnost pohybu do více směrů a je pro ně jednodušší obejít překážku pomocí skluzu do jiné roviny. To má za následek zlepšení tvářitelnosti. Když je energie vrstvené chyby vysoká, zlepšují se creepové vlastnosti slitiny. Prvky jako titan nebo hliník mají také vliv na zpevnění matrice, avšak ty se vylučují z matrice v průběhu precipitačních proces, kdy vzniká fáze γ', která má mít nejvyšší hodnoty vrstvené chyby. [10,21]

1.2.2.2. Fáze γ'

Jedná se o nejvýznamnější intermetalickou fázi pro zpevňování niklových superslitin. Její chemické složení je Ni_3 (Ti,Al). Při dostatečném množství těchto prvků dojde v průběhu ochlazovaní tuhého neuspořádaného roztoku fáze γ k vylučování γ' . Dochází ke vstupu atomů příměsových prvků do uzlových bodů kubické plošně středěné krystalické mřížky, kde je nikl na pozici ve středu stěn a přídavné prvky nahrazují uzlové body mřížky (viz obr. 5.) Tímto procesem se stává tuhý roztok uspořádaný. Fáze γ' precipituje při ochlazování tuhého roztoku γ ve tvaru globulí, krychlí nebo tyčinek. [10,21]



*Obr. 5: Struktura uspořádané intermetalické fáze Ni*₃*Al (černé tečky – Ni, bílé tečky Al*) [15]

Z následujícího rovnovážného diagramu lze vyčíst, že vytvrzující fáze γ ' má velice úzký interval výskytu (je značena červenou barvou). Její vliv na strukturu, a hlavně mechanické vlastnosti superslitin, z hlediska zpevňování, je největší. Velikost objemového podílu vytvrzující fáze ve slitině by mělo být okolo 60 %, proto je potřeba dodržovat přesné chemické složení. [10,21]



Obr. 6: Rovnovážný binární diagram Ni – Al [12]

Bodový graf demonstruje změnu meze kluzu za vstupu teploty a objemového podílu fáze γ' (obr.7). Při dodržení správného množství legujících prvků může slitina dosahovat až 80 % objemového podílu zpevňující fáze. [10,21]

Základní matrice a γ' mají velice nízký rozdíl velikosti mřížkových parametrů. Tato vlastnost vede k tomu, že prostředí mezi těmito dvěma fázemi je koherentní, což podporuje zpevňování za vyšších teplot. Graf poukazuje na vlastnost zvyšování meze kluzu za vyšších teplot v závislosti na objemovém množství zpevňující fáze. [10,21]



Obr. 7: Vliv teploty a podíl objemové fáze γ' na mez kluzu [16]

Nízký poměr mezi mřížkovým parametrem obou fází je důležitý údaj z hlediska morfologie precipitátů. Tento údaj se formuluje jako *misfit*, pokud je rozdíl v mřížkovém parametru mezi základní matricí a vytvrzující fází nízký (-0,2 % až 0,4 %) (viz obr. 9), vylučuje se precipitát v kulovitém tvaru. V kubické formě je hodnota δ vyšší (-0,6 % – 0 %, 0,4 % - 1 %). Poslední podoba, při nejvyšších hodnotách údaje je tyčinkovitá (nad ± 1 %). Je-li výsledek vyšší než jedno procento, nevzniká koherentní rozhraní mezi oběma fázemi. Konkrétní vzorec pro výpočet, kdy za $a_{\gamma'}$ dosazuji hodnotu mřížkového parametru zpevňující fáze a za a_{γ} velikost parametru matrice. Z výsledné hodnoty se následně určuje morfologie vylučované vytvrzující fáze (obr.8) [10,21]

$$\delta = \frac{a_{\gamma'} - a_{\gamma}}{a_{\gamma}} \times 100 \, [\%]$$



Obr. 8: Jednotlivé morfologie fáze γ [14]

V závislosti na způsobu ochlazení, tepelném zpracování nebo segregaci, dochází ke vzniku nepříznivých fázi pro výslednou strukturu. Například při tuhnutí se objevuje eutektikum γ - γ ^{\prime} nebo nežádoucí film karbidů $M_{23}C_6$. Pro korekci mikrostruktury a odstranění nežádoucích fází se využívá rozpouštěcí žíhání a následné vytvrzovací žíhání. [10,21]

Odlišnostmi ve struktuře se superslitiny dají přirovnat ke kompozitům, ale fáze superslitin jsou koherentní a v kompozitních materiálech nikoli. Význam koherence je, že dislokace nemohou v nekoherentním procházet z jedné fáze do druhé, takže mechanismus zpevňování u kompozitů je odlišný od niklových slitin. Pro pohyb dislokací je potřeba dodávat energii. Teplotní anomálie (Obr.11) říká, že ke největšímu zpevnění dochází pouze v určitém intervalu teplot, a to konkrétně okolo 600 až 800°C. Po překročení této teploty pevnost prudce klesá. [10,21]

Koherentní rozhraní mezi základní matricí a vytvrzující fází způsobuje zpomalení pohybu dislokací a tím se stává materiál pevnější. Dislokace se ale úplně nezastaví, jelikož by docházelo k postupnému zkřehnutí materiálu. Dislokace se pohybují ve směsi $\gamma + \gamma'$ a nevytváří tzv. dislokační smyčky (obr. 9), ale projdou koherentním rozhraním částice a matrice.

Vlastnosti uspořádaného tuhého roztoku vedou k rozštěpení této dislokace a následnému zpomalení. (obr.10). Průchodem dislokace uspořádanou fázi vzniká vrstevná chyba, k jejímuž vytvoření je třeba velká energie [10,21]



Obr.9: Tvorba dislokační smyčky [12]



Obr.10: Rozštěpení dislokace [12]

S rostoucí teplotou se zvyšuje pohyb dislokací a tím klesá deformační napětí, ale u superdislokací dojde růstu šířky rozštěpení, z toho vyplívá že deformační napětí s rostoucí teplotou roste místo aby klesalo (obr.11). [10,22]



Obr.11: Závislost teploty na mezi kluzu [11]

1.2.2.2.1. Rafty

Při dlouhodobé expozici za vysokých teplot a napětí dochází ve struktuře niklových superslitin ke zhrubnutí jednotlivých precipitátů fáze γ'. Čím vyšší teplota je, tím intenzivnější je tento jev. Precipitáty ve tvaru krychlí mají tendenci se spojovat do tvaru řetízků nebo bloků s úplnou ztrátou koherence (viz obr. 12). [10-12]

Řetězovitá morfologie vzniká propojováním precipitátů (obr.12) v paralelních rovinách. Tato morfologie je silně anizotropická a výrazně ovlivňuje creepové vlastnosti materiálu za zvýšených teplot. Podle způsobu zatěžování slitiny a hodnoty misfitu je orientace raftové morfologie buď ve směru hlavního zatěžujícího napětí nebo naopak kolmo na ně. [21]



Obr. 12: Napojování segmentů fáze γ' za působení zvýšené teploty, rozšiřují se prostory v matrici, které usnadní pohyb dislokací (a), postupné slučování částic fáze γ' (b). konečné spojení ztráta koherence (c) [21]

1.2.2.2.2. Creep

Creep nebo také česky tečení je proces, při kterém dochází k plastické deformaci vlivem dlouhodobého teplotního zatížení. Jedná se o pomalou, spojitou deformaci s průběhy vztaženými k době zatížení. Creep je tedy funkce napětí, času a teploty. Má vliv na mechanické vlastnosti materiálu při teplotách 0,3 – 0,5 T_t a urychluje únavový proces. [29]

Creepová křivka se skládá ze tří částí. V prvním stádiu rychlost tečení postupně klesá a převládají zde pochody vedoucí k deformačnímu zpevnění. V sekundárním nebo také ustáleném stádiu je rychlost tečení konstantní, dochází k rovnovážnému poměru mezi zpevňujícími a odpevňujícími pochody. Velký vliv na tečení má energie vrstvené chyby. U fáze gama s čárkou je potřeba dosáhnout velké hodnoty energie vrstvené chyby, pro zlepšení odolnosti vůči creepu. V terciální fázi nastává zrychlené tečení a následný lom po hranicích zrn znázorněno na obrázku 13. [29]

Přidáním bóru se zlepšuje odolnost vůči tečení, protože vytváří boridy na hranicích zrn a ty brání prokluzu po hranici zrn. [29]



1.2.2.3. Fáze γ"

Jedná se o zpevňující fázi s tetragonální prostorově středěnou mřížkou, kde nikl tvoří s niobem diskovité částice Ni_3 Nb. Podobně jako fáze γ' je koherentní s matricí, čímž napomáhá k vytvrzování. Do 649 °C je stabilní ale po překročení této teploty se mění na fázi δ s ortorombickou mřížkou. U některých slitin je fáze γ'' vytvrzující, a proto musí být provozní teploty těchto superslitin nižší. Pro předcházení nežádoucích změn je nutné správně volit teploty tepelného zpracování a nepřekračovat dovolené pracovní teploty. [10,21]

1.2.2.4. Primární karbidy

Se svým heterogenním rozložením se převážně vyskytují na hranicích zrn, ale i uprostřed zrn v mezidendritických prostorech. Vznikají v průběhu krystalizace a mají sklon po dlouhodobém tepelném zatížení se transformovat na sekundární karbidy. Pro některé superslitiny, s nízkým obsahem uhlíku, může být tvorba MC nežádoucí, proto se přidává Nb. V malém množství na hranicích zrn tyto karbidy mohou zlepšovat tvrdost a houževnatost (viz obr. 14). [10,21]



Obr.14: Struktura superslitiny s názorným zastoupením Zpevňující fáze a Primárních karbidů [17]

1.2.2.5. Sekundární karbidy

Vznikají při provozu nebo při tepelném zpracování. U sekundárních karbidů záleží na formě, ve které vznikají. Jako nepříznivé se označují ty karbidy, které se objevují ve tvaru souvislého pásu, degradují materiál a snižují jeho tažnost. Naopak mohou být žádoucí karbidy, které vznikají na hranicích zrn v globulárním tvaru. Pomocí těchto karbidů se zvyšuje creepová odolnost, protože zabraňují prokluzu po hranici zrn. [10,21]

Karbidy $M_{23}C_6$ vznikají při tepelném zpracování v intervalu teplot 760–980 °C, při vyšším obsahu chromu nebo při dlouhodobém používání za zvýšených teplot. Vytváří se buď transformací primárních karbidů nebo precipitací ze zbytkového uhlíku. [10,21]

Karbidy M_6C vznikají za vysokých teplot a při obsahu prvků Mo nebo W vyšším než 8 %. V porovnání s karbidy $M_{23}C_6$ mají vyšší stabilitu. Nejmenší stabilitu mají karbidy typu M_7C_3 , které se za vyšších teplot transformují na karbidy $M_{23}C_6$.

1.2.2.6. Boridy

Bor vytváří chemické sloučeniny (boridy) za pomoci legujících prvků Ti, Mo, Cr, Ni. U niklových superslitin se vyskytují boridy typu M_2B , M_3B_2 , $M_{23}B_6$, MB_{12} , které segregují pouze na hranicích zrn ve tvaru hranatých bloků a půlměsíců. Jejich vysoká tvrdost má za následek zpevnění hranic zrn a nárust creepové odolnosti materiálu. [22-24]

U boridů je dokázáno, že vznikají hlavně v závěrečných fázích tuhnutí. Je také známo, že boridy vykazují mikrostrukturální stabilitu. [19]

Přidáním bóru se markantně snižuje u niklových superslitin teplota solidu, likvidu a teplota tavení. Přidáním pouze 0,02 % bóru se zvyšuje plošný podíl eutektik, což není příznivé pro mechanické vlastnosti. [28]

1.2.2.7. Nežádoucí TCP fáze

Topologicky těsně uspořádané fáze (TCP-Topologically Close Packed) mají tvar protáhlých částic a vyznačují se vysokou tvrdostí a křehkostí. Morfologie a umístění má nepříznivý dopad na creepové a mechanické vlastnosti. To vede ke zvýšení možnosti vzniku trhliny. [10,17,21]

TCP fáze také obírají matrici o žáruvzdorné prvky, takže dochází k nepříznivému snížení žárupevnosti slitiny. Tyto fáze vznikají při nevhodném zpracování a za dlouhodobého provozu ve zvýšených teplotách. Je možné omezit jejich tvorbu vhodným chemickým složením. Pod TCP fáze se řadí σ , δ , μ , η a Lavesovy fáze. (viz tabulka 2.) [10,17,21]

1.2.3. Chemické složení a vlivy prvků

Finální vlastnosti superslitin podmiňuje množství a typ legujících prvků ve slitině. Základní jsou prvky na zvýšení pevnosti matrice, podporující vznik precipitátů nebo karbidů. Nejdůležitější prvky patří železo, nikl, chróm, hliník, titan, kobalt, molybden, wolfram, tantal a niob. Podle jejich účinku ve slitině rozlišujeme chemické prvky do následujících skupin. [21]

| Prvek | Zpevnění matrice | Vliv na objemový podíl γ' fáze | Hranice zrn | Ostatní vlivy |
|-------|---------------------|--|--|---|
| Cr | mírné | mírný | M ₂₃ C ₆ a M ₇ C ₃ | zlepšuje korozní odolnost, podporuje vznik TCP fází |
| Mo | vysoké | mírný | M ₆ C a MC | zvyšují hustotu, podporují vznik |
| w | vysoké | mírný | | TCP fází σ a μ |
| Та | vysoké | velký | | |
| Nb | vysoké | velký | NbC | podporuje vznik γ´a δ |
| Ti | mírné | velmi velký | TiC | |
| Al | mírné | velmi velký | | zlepšuje korozní odolnost |
| Fe | | $\gamma' \rightarrow \beta, \eta, \gamma''$ nebo δ | | snižuje korozní odolnost, podporuje vznik TCP a lavesových fází |
| Co | nepatrné | v některých slitinách mírné | | zvyšuje solidus, může zvýšit nebo snížit solvus |
| Re | mírné | | | zpomaluje hrubnutí γ', zvětšuje misfit |
| С | mírné | | karbidy | |
| B, Zr | mírné | | | zpomalují hrubnutí karbidů, zlepšují pevnost hranic zrn, zlepšují creepovou pevnost a houževnatost |

Tab. 3: Souhrn prvků a jejich vliv na strukturu superslitin [10]

1.2.4. Způsoby zpevnění niklových superslitin

Již víme, že žárupevné slitiny niklu se používají pro vysokoteplotní aplikace. Konkrétně například na výrobu lopatek u proudových motorů, kde jsou pracovní teploty nad 600°C.

Po niklových slitinách je vyžadována odolnost proti tečení, agresivnímu prostředí a zaručení vysoké pevnosti za zvýšených teplot. Těchto vlastností dosahují superslitiny pomocí zpevňování. Nejčastějším a nejdůležitějším zpevnění je pomocí fáze gama s čárkou, jak již bylo popsáno v kapitole o mikrostruktuře niklových slitin. Další způsoby jsou zpevnění tuhého roztoku nebo pomocí karbidů či boridů. [2,12-14]

1.2.4.1. Zpevnění tuhým roztokem

Legující prvky zvyšují pevnost tuhého roztoku. Při substitučním zpevnění tuhého roztoku dojde k výměně atomu ze stávající krystalické mřížky, za atom legujícího prvku. To vyvolá deformace uvnitř krystalické mřížky, které poté fungují jako překážky pro dislokace. Velikost substitučního atomu nesmí být rozdílná víc než o 15 %. Například měď a nikl tvoří substituční roztok, jelikož rozdíl velikosti atomu jsou 3 %. [2,12-14]

Druhým způsobem je intersticiální zpevnění, kde se krystalická mřížka kombinuje naopak s atomy o menší velikosti. Nedochází tedy k substituci daného atomu, ale k intersticiálnímu umístění menšího atomu do krystalické mřížky. Dojde k zvýšení hustoty atomů v mřížce a tím je omezen pohyb dislokací. Čímž dochází ke zpevnění. U niklových superslitin se využívá atom bóru jako intersticiální prvek. Nejčastěji se v praxi potom jedná o železo s uhlíkem, kdy je velikost atomů rozdílná o téměř 200 %. [2,12-14]

Zpevnění karbidy a boridy

Chemické sloučeniny zvané karbidy nebo boridy primárně zpevňují hranice zrn. Podle tvaru jejich segregace a morfologii zlepšovat u niklových slitin creepové a mechanické vlastnosti. Pro dislokace se jeví boridy a karbidy jako nekoherentní fáze, což představuje překážku pro jejich pohyb (viz obr. 15). [22,10]



Obr.15 pohyb dislokací přes nekoherentní překážky [18]

1.2.5. Slitina niklu B1914

1.2.5.1. Úvod

V předchozím textu byl popis charakteristiky niklových superslitin. Vzhledem k experimentální části se zaměří následný text na konkrétní niklovou slitinu s názvem B1914.

Slitina se pro své vlastnosti využívá na výrobu tepelně namáhaných součástí, kdy jejich nejčastější způsob výroby je za pomoci přesného lití. Příprava pokračuje tepelným zpracováním, které začíná HIP technologií pro redukci licích vad. Následuje rozpouštěcí žíhání, při teplotě 1200 °C po dobu dvou hodin. Potřeba homogenizace struktury, rozpouštění fáze gama s čárkou a dalších fází. Konečná operace je vytvrzovací žíhání. Při teplotě 870 °C po dobu 24hodin dojde k optimálnímu rozložení a velikosti částic vytvrzující fáze [7,13,19]

1.2.5.2. Chemické složení

Jedná se o superslitinu boru a uhlíku, kdy se snažíme redukovat množství uhlíku a zvyšovat množství bóru za účelem zpevňování hranic zrn pomocí boridů a ne karbidů. Jelikož karbidy mají tendenci se v průběhu tepelného namáhání rozpadat z primárního karbidu na sekundární typu $M_{23}C_6$, které vytváří souvislý film na hranicích zrn a tím nepříznivě ovlivňuje creepové vlastnosti materiálu. [7,19]

Slitiny jako B1914 byly vynalezeny za účelem snížení obsahu uhlíku ve slitinách na méně než 0,02 % a zvýšení obsahu boru na 0,1 %. Snížením zastoupení uhlíku se například zvyšuje plasticita. [19]

Obecně platí že množství C potřebné na vytvoření karbidů ve slitinách na bázi Ni je přibližně 0,02 – 0,2 % a je vyšší než 0,03 % boru pro boridy. Je potřeba poznamenat, že množství karbidů a boridů závisí na množství C a B a na karbido/borido formačních prvcích, jakož i poměr C/B. Je též známo, že primární karbid se může při středních teplotách rozkládat, vytvářet karbid $M_{23}C_6$ a uvolňovat prvky jako je titan, wolfram, niob, molybden, chrom a rhenium, které okamžitě vytvářejí nežádoucí fáze TCP. Naopak boridy vykazují mikrostrukturální stabilitu. [19,15]

V následující tabulce je chemické složení slitiny B1914 v porovnání s ostatními slitinami [19]

Tab. 4: Konkrétní chemické složení vybraných BC slitin [19]

| BC alloys | Ni | Cr | Со | Al | Ti | Ta | Nb | Мо | W | С | В | Zr |
|-----------|------|------|------|-----|------|------|-----|------|-----|-------|-------|------|
| B1900 | Bal. | 8.0 | 10.0 | 6.0 | 1.0 | 4.3 | - | 6.0 | - | 0.10 | 0.015 | 0.08 |
| B1914 | Bal. | 10.0 | 10.0 | 5.5 | 5.25 | - | - | 3.0 | - | 0.01 | 0.10 | 0.02 |
| B1925 | Bal. | 12.0 | 8.5 | 3.5 | 4.0 | 4.0 | - | 1.75 | 4.5 | 0.015 | 0.10 | 0.01 |
| B1964 | Bal. | 8.85 | 10.5 | 3.5 | 5.3 | 2.65 | - | 1.0 | 8.5 | 0.02 | 0.11 | 0.02 |
| B1981 | Bal. | 16.0 | 8.75 | 3.6 | 3.7 | 1.8 | 1.0 | 1.75 | 2.7 | 0.015 | 0.10 | 0.01 |

1.2.5.3. Struktura

Mikrostruktura niklové superslitiny B1914 je po odlití tvořena neuspořádaným substitučním tuhým roztokem (matrice), kde jsou vyloučené jemné částice fáze γ' , vyskytující se ve formě krychliček a hranolů. Dále eutektikem γ/γ' a boridy, které se vyskytují na hranicích zrn nebo dendritických buněk. Slitina B1419 má tzv. *dendritickou strukturu*. [7,19]

Na obrázku 16 je zobrazena struktura superslitiny před galvanickým leptáním povrchu. Je zde možné pozorovat licí vady vznikající v průběhu přípravy vzorku. Při bližším pohledu je k vidění i dendritická struktura. [7,19]



Obr.16: Licí vady slitiny B1914 [31]

V průběhu tuhnutí mohou segregovat chemické prvky mimo dendritické útvary, to má za následek vznik tzv. mezidendritických prostor, kde se nejčastěji vyskytují eutektika γ / γ' [7,19,15]



Obr.17: Dendritická struktura slitiny B1914 [31]

Tmavé části na obrázku 17 představují matrici s částicemi fáze gama s čárkou. Jedná se o dendritické buňky. Bílé prostory jsou eutektika γ / γ' , kde se mohou vyskytovat boridy. Mezidendritické prostory představují pro tyto slitiny místa k iniciaci a šíření trhlin v důsledku působení vnějšího napětí. [7,15,19]

Slitina B1914 je vytvrzována převážně fází γ´ (obr.18), která je koherentně navázána na matrici. Čím více se vyskytuje precipitátu ve struktuře slitiny, tím je vyšší hodnota meze kluzu.



Obr.18: Fáze gama s čárkou na středu dendritických buněk. [31]

1.2.5.4. Mechanické vlastnosti

Kombinací mechanických vlastností při středně teplotních režimech našla slitina uplatnění v konvenčně litých součástech motoru, jako jsou lopatky a rotory. Tato slitina má vysoký obsah Ti a Al, což přispívá k velkému objemu fáze gama s čárkou. Niklová slitina B1914 má v poměru s ostatními superslitinami nízké teploty použití. Při teplotě 875 °C se výrazně snižuje mez pevnosti a materiál se stává nepoužitelným v provozu. [25]

Při porovnání creepových zkoušek vybraných niklových superslitin (viz obr. 19). Má slitina B1914 lepší odolnost proti creepu při teplotě 800 °C než Inconel 713 LC. Ale slitina MAR-M247 naopak odolává creepu lépe než slitina B1914



Obr.19 Závislost deformace na čase při teplotě 800 °C [27]

Pro superslitinu B1914 je teplota likvidu a solidu 1335 °C a 1305 °C. Molární zastoupení γ' dosahuje 77 mol% při teplotě 600 °C a 60 mol% při 1000 °C. Na to poukazuje obrázek číslo 20, kde je můžeme pozorovat závislost množství vytvrzující fáze γ' na teplotě. Borid M_3B_2 je stabilní při teplotě do 1166 °C a při nižších teplotách se nerozkládá. Tento borid by měl být zodpovědný hlavně za soudržnost hranic zrn v tomto materiálu a měl by zlepšit jeho creepové vlastnosti [19]



Obr.20: Závislost procentuálního zastoupení fází na teplotě [19]

2. Experimentální část:

2.1. Cíl

Cílem experimentální části je vyhodnotit strukturu a mechanické vlastnosti niklové slitiny B1914. V první části se soustředí práce na zjištění objemového množství licích vad, eutektik a boridů ve struktuře slitiny. V následné fázi experimentu se zaměřuje na tvar, rozměr a další vlastnosti fáze gama s čárkou. V poslední části jsou hodnoceny zkoušky tahem a tvrdosti.

2.2. Průběh experimentu

Vzorky byly spolu s výsledky provedených zkoušek tahem dodány firmou UJP PRAHA a.s. ve formě přetržených zkušebních těles, komolého kužele a činky které se od sebe liší průměrem v místě měrné části. Tahová tělesa jsou zhotovena z niklové superslitiny B1914 (viz. obr. 30). Pro experimentální část byl použit světelný metalografický mikroskop a elektronový řádkovací mikroskop JEOL JSM – 7600 F a software pro obrazovou analýzu NIS. Na získání snímků z elektronového mikroskopu bylo využito režimu zpětně odražených elektronů mód Compo a režimu sekundárních elektronů (SE). Hodnocení mikrostruktury bylo prováděno na odlitcích typu P. Zkušební tělesa byla připravena technologií HIP-teplota-1155°C±10°C, tlak - 1000 bar -0/+50bar, čas - 180 min 0/+30 min. Následovalo rozpouštěcí žíhání (RŽ) - na teplotě 1080±10°C/ výdrž na teplotě 4 hod a následovalo ochlazení na teplotu okolí ofukováním inertním plynem. Poslední část tepelného zpracování bylo vytvrzování při teplotě 900±10°C, výdrž na teplotě 10 hod a následné ochlazení na vzduchu na teplotu okolí.

2.2.1. Plošný podíl licích vad

U vzorku byly zdokumentovány licí vady (Obr.16). pomocí světelného mikroskopu na pracovišti UJP Praha a.s. Licí vady mají velký vliv na mechanické vlastnosti vzorku a únavu materiálu. Přítomné vady byly měřeny v různých částech zkušebního vzorku.

Průměrná hodnota plošného podílu licích vad je 0,28 % (tabulka 5.) Měření pomocí obrazové analýzy bylo zaměřeno na místa s největší koncentrací vad, proto se bude jejich zastoupení při měření celého vzorku pravděpodobně pohybovat v nižších hodnotách. Z výsledků je zřejmé, že rozložení licích vad je heterogenní

| Veličina | Průměr | St. Odchylka | Minimum | Maximum |
|----------------------|---------|--------------|---------|---------|
| Počet Objektů | 33 | 0,3 | 2 | 82 |
| Plošný podíl [%] | 0,28 | 0,26 | 0,02 | 0,76 |
| Binární plocha [µm²] | 3153 | 2964 | 174 | 8694 |
| Měřená plocha [µm²] | 1146662 | 0 | 1146662 | 1146662 |

Tabulka: 5 Výsledky měření množství licích vad

2.2.2. Plošný podíl eutektika

V měření se hodnotí množství binárního eutektika v poměru k dendritickým buňkám obsahující vytvrzující fázi (obr.20). K vyhodnocení byl použit stejný světelný mikroskop jako u měření množství licích vad viz obr.19).

Eutektika představují pro dislokace nekoherentní prostředí, jsou pro finální mechanické vlastnosti slitiny nepříznivé. Množství eutektika se dá redukovat po přesném odlití dílu pomocí správného tepelného zpracování. Nejčastěji se používá rozpouštěcí žíhání hned po technologii HIP.



Obr.:21 Zobrazení množství eutektik (bílé plochy) v poměru s dendritickými buňkami

Z obrázku 21 je patrné, že eutektika zastávají ve struktuře menší podílové množství a také specifický tvar protáhlých buněk s téměř rovnoběžným rozložením. V tabulce 6 jsou poté zahrnuty výsledky z deseti měřených částí vzorku.

| abantar o pomorove mnozstvi eatentik ve sneme D1911 | | | | | | | |
|---|--------|--------------|---------|---------|--|--|--|
| Veličina | Průměr | St. Odchylka | Minimum | Maximum | | | |
| Počet objektů | 15,9 | 5,1 | 4 | 23 | | | |
| Plošný podíl [%] | 33 | 2,6 | 29,5 | 37 | | | |
| Binární plocha [µm²] | 15270 | 1205 | 13656 | 17112 | | | |
| Měřená plocha [µm ²] | 46247 | 0 | 46247 | 46247 | | | |

Tabulka: 6 poměrové množství eutektik ve slitině B1914

Konkrétně se poté binární plošný podíl eutektik vzhledem k dendritickým buňkám rovná 33 % z měřené plochy. Průměrný počet měřených objektů na každém snímku je 16.

2.2.3. Plošný podíl boridů

Pro hodnocení plošného podílu boridů ve struktuře slitiny B1914 bylo využito řádkovacího elektronového mikroskopu typu JEOL JSM – 7600 F (Obr.22).



Obr.22: Řádkovací elektronový mikroskop JEOL JSM – 7600 F [26]

V režimu zpětně odražených elektronů, mód Compo bylo pořízeno 10 snímků boridů při zvětšení 1000× (viz obr. 23).



Obr.23: Snímek boridů na hranicích dendritických buněk. (1000×)

Na snímku z řádkovacího elektronového mikroskopu je zřejmé, že se boridy (bíle plochy) vyskytují převážně v oblastech eutektika nebo na hranici eutektika a dendritických buněk.

Boridy, vytvořeny v posledních fázích tuhnutí, mohou segregovat na hranicích zrn nebo po obvodu dendritických buněk. Jejich vysoká tvrdost má za následek zpevnění hranic zrn a nárust creepové odolnosti materiálu. Boridy oproti karbidům vykazují při pracovních teplotách slitiny mikrostrukturální stabilitu. [19] V tabulce číslo 7 jsou zaznamenány výsledky měření plošného podílu boridů. Z deseti pořízených snímků o zvětšení 1000× je průměrné množství zastoupení boridů ve slitině B1914 0,57 %. Snímky obsahují 42 až 128 objektů.

| Veličina | Průměr | St. Odchylka | Minimum | Maximum |
|----------------------|--------|--------------|---------|---------|
| Počet objektů | 76,2 | 22,48 | 43 | 128 |
| Plošný podíl [%] | 0,57 | 0,15 | 0,028 | 0,85 |
| Binární plocha [µm²] | 57,4 | 15,4 | 28 | 81,4 |
| Měřená plocha [µm²] | 9983 | 225 | 9911 | 10697 |

Tabulka: 7 poměrové množství boridů ve slitině B1914

2.2.4. Rozměry a tvar částic gama s čárkou

Při větším zvětšení pomocí řádkovacího elektronového mikroskopu je patrná charakteristická kubická morfologie fáze γ', která má na snímcích světlejší barvu (Obr.24). Tmavší oblasti snímku odpovídají matrici slitiny (γ). Tento snímek byl pořízen z oblasti uvnitř dendritu odlitku P. Je patrné, že měření bylo namáhavé z důvodu propojování částic.



Obr.24: Částice fáze γ' na středu dendritických buněk (10 000×)

Pro vyhodnocení tvaru částic vytvrzující fáze bylo použito 10 snímků. Každý snímek byl zaměřen na centrální oblast dendritických buněk, kde jsou částice nejméně ovlivněny okolím.

Zpevňující fáze vyloučená na kraji dendritické oblasti nemá tak pravidelný tvar a uspořádání jednotlivých částic, jako je tomu v oblasti uvnitř dendritu. Proto nebyly tyto oblasti zařazeny do hodnocení.

Vyhodnocení fotografií z elektronového mikroskopu při zvětšení 10 000× poukazuje na průměrnou šířku částic γ' která je rovna 0,46 µm. Maximální délka je potom 0,53 µm. Minimum není možné určit kvůli vzhledem k rozsahu a přesnosti systému měření. Další hodnoty jsou zaneseny do tabulky 8.

| Veličina | Průměr | Maximum |
|---------------------------|--------|---------|
| Plocha [µm ²] | 0,73 | 5,75 |
| Ekv. Průměr [µm] | 0,85 | 0,98 |
| Délka [µm] | 1,36 | 1,60 |
| Šířka [µm] | 0,46 | 0,53 |
| Kruhovitost[µm] | 0,66 | 0,72 |

Tabulka: 8 Rozměry a tvar částic fáze gama s čárkou

2.2.5. Tvrdost slitiny dle Vickerse

Popis zkoušky

Tvrdost slitiny byla měřena metodou dle Vickerse. Indentor je vtlačován do zkoušeného tělesa zvoleným zatížením. Indentor je diamantový jehlan o čtvercové podstavě s vrcholovým úhlem 136°. Doba působení zatížení 10 s až 15 s. Při vyhodnocování zkoušky se měří pomocí mikroskopu délky obou úhlopříček vtisku a z naměřených hodnot se vypočte aritmetický průměr u.

Výpočet tvrdosti podle Vickerse: HV =
$$\frac{F \cdot 0,1891}{u^2}$$

Průběh zkoušky

Další část experimentu tedy spočívala ve vyhodnocení tvrdosti zkušebního vzorku ze slitiny B1914. Měření bylo provedeno na tvrdoměru Struers Duramin-40 (Obr.25). V první fázi bylo využito zatížení 294,2N v druhé 9,8N a v poslední 0,049N. Doba zatížení byla 10 vteřin



Obr.25: tvrdoměr Struers Duramin-40

1. HV30

Pro výpočet tvrdosti podle Vickerse proběhlo měření pěti vtisků v různých místech odlitku viz obrázek 26. Zatížení o síle 294,2N po dobu deseti vteřin při pokojové teplotě.



Obr.26: Snímek z měření tvrdosti HV30

Tabulka číslo 9 obsahuje výsledky měření tvrdosti. Průměrná tvrdost je 340 HV30/10. Minimální hodnota 325HV30/10 a maximální 354HV30/10. Tvrdost HV30 nejpřesněji popisuje tvrdost niklové slitiny B1914. Protože je zaměřena na velkou plochu a není ne pouze na určitou fázi, jako je tomu u hodnot při zatížení 0,049N

| Tabulka 9: vysledky mereni tvrdosti podle | e vickerse se zauzenim 294,2N |
|---|-------------------------------|
| Číslo měření | HV30 |
| 1 | 355 |
| 2 | 341 |
| 3 | 325 |
| 4 | 342 |
| 5 | 342 |
| Průměr | 340 |

deer dia Vi 204 21

2. HV1

Pro druhé měření tvrdosti bylo využit zatížení o síle 9,8N po dobu deseti vteřin. Při menším zatížení vzniká menší vtisk (Obr.27). To může vést k většímu rozptylu výsledků měření.



Obr.27: Snímek z měření tvrdosti HV1

Minimální tvrdost (viz Tabulka 10) je 312 HV1 a maximální 366 HV1. Průměrná tvrdost při měření zatížením 9,8N nabývá hodnoty 333 HV1. Jednotlivé měření mají rozdíly ve výsledcích 15 %.

| Číslo měření | HV1 |
|--------------|-----|
| 2 | 343 |
| 3 | 319 |
| 4 | 326 |
| 5 | 312 |
| 6 | 366 |
| Průměr | 340 |

..

3. HV 0,005

V posledním měření na tvrdoměru Struers Duramin-40 (obr.25) bylo využito velmi nízké zatížení pro zjištění tvrdosti v dendritických buňkách a mezidendritických prostorech. (obr. 27,28)



Obr.28 Vtisk v mezidendritickém prostoru HV 0,005

Obr.29 Vtisk na středu dendritické buňky HV 0,005

| Tahulka 11. W | úcladby měřaní | tyrdosti podla | Vickorso so | zatížoním | 0.04.9 N |
|----------------|----------------|----------------|--------------|-----------|----------|
| I abulka 11. V | vsieuky merem | tviuosu poule | VICKEI SE SE | Zatizemin | 0,0471 |

| Místo vtisku | HV0,005 |
|-------------------------|---------|
| Střed dendritické buňky | 163 |
| Eutektikum γ'/ γ | 247 |

Přestože se jedná o vytvrzující intermetalické fáze γ , tak je tvrdost eutektik γ'/γ o 35 % vyšší než tvrdost fáze gama´ s matricí,

2.2.6. Porovnání zkoušky tahem různých tvarů odlitků

Pro vyhodnocení meze pevnosti, meze kluzu a tažnosti byly testovány mechanické vlastnosti slitiny B1914 ve stavu HIP + TZ pomocí zkoušky tahem na zkušebních tělesech předlitých (P) vyrobených z odlitků typu "komolý kužel" (KK) a "činka" (UFM) (Obr.30). Průměr měrné části 6 mm Byl u vzorku P vyroben odlitím. [31,32]



Obr.30: Snímek odlitku předlitých tahových zkoušek a z něj vyrobeného zkušebního tělesa (nahoře). Pro porovnání jsou uvedeny i odlitky typu komolý kužel (ve středu) dále označovaný jako KK a činka (dole) dále označovaný jako UFM)

Z porovnání výsledků zkoušek tahem při teplotě 20 °C těles z různých odlitků ze slitiny B1914 ve stavu po HIP + TZ vyplývá, že i po provedeném zpracování HIP a následném tepelném zpracování vykazují předlitá tělesa vyšší mez kluzu a zejména mez pevnosti a tažnost než tělesa vyrobená z odlitků ve tvaru komolého kužele a činky, viz tabulka 12. [31,32]

| Vzorek | Teplota zkoušky [°C] | $R_{p0,2}$ [MPa] | <i>R_m</i> [MPa] | A [%] |
|--------|----------------------|------------------|----------------------------|-------|
| Р | 20 | 731,5 | 1073 | 12,95 |
| KK | 20 | 711,5 | 871,5 | 6,25 |
| UFM | 20 | 675 | 804 | 4,1 |

Tabulka 12: Porovnání výsledků zkoušek tahem za pokojové teploty těles ze slitiny B1914 vyrobených z různých typů odlitků [30-32]

2.2.7. EDS analýza

V zajímavých místech (Obr. 33) bylo zkušební těleso podrobeno chemické mikroanalýze pomocí energiově disperzní spektrometrie (EDS) na elektronovém rastrovacím mikroskopu JEOL JSM – 7600 F (Obr.22).



Obr.33: Vybraná oblast pro analýzu EDS

| Spectrum | In state | R | C | AL | ті | Cr | Co | Ni | 7r | Mo | Ta | W | Total |
|------------|-----------|------|-------|------|------|-------|------|-------|------|-------|------|------|--------|
| spectrum | in stats. | U | c | ~ | | CI . | 0 | TNI . | 21 | NIO | 10 | ** | Total |
| | | | | | | | | | | | | | |
| Spectrum 1 | Yes | 3.11 | 12.70 | 0.34 | 2.94 | 22.43 | 1.83 | 5.95 | 0.92 | 47.28 | 0.54 | 1.97 | 100.00 |
| Spectrum 2 | Yes | | 11.73 | 1.49 | 3.41 | 17.83 | 2.65 | 17.32 | 0.89 | 42.33 | | 2.36 | 100.00 |
| Spectrum 3 | Yes | | 3.90 | 7.14 | 6.98 | 3.15 | 6.08 | 70.67 | | 1.40 | 0.41 | 0.26 | 100.00 |
| Spectrum 4 | Yes | | 4.39 | 6.73 | 7.27 | 3.58 | 6.87 | 69.46 | | 1.16 | 0.25 | 0.29 | 100.00 |
| Spectrum 5 | Yes | | 3.35 | 4.98 | 6.47 | 3.23 | 6.35 | 73.91 | | 1.35 | | 0.36 | 100.00 |
| | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | |
| Max. | | 3.11 | 12.70 | 7.14 | 7.27 | 22.43 | 6.87 | 73.91 | 0.92 | 47.28 | 0.54 | 2.36 | |
| Min. | | 3.11 | 3.35 | 0.34 | 2.94 | 3.15 | 1.83 | 5.95 | 0.89 | 1.16 | 0.25 | 0.26 | |
| | | | | | | | | | | | | | |

Pro spektrum 1 a 2 jsou dominantní prvky molybden a chrom. V případě oblasti spektra 1 se vyskytuje bor. V případě spektra 2 se jedná pravdě podobně o karbidy $M_{23}C_6$ nebo M_6C . Zbylá měření jsou zaměřena na vytvrzující fázi. Zde je dominantní nikl (±70 %). Také je u spektra 3-5 zvýšený podíl titanu a hliníku, které jsou signifikantní pro fázi gama s čárkou.

3. Diskuze výsledků

V Diskuzi výsledků jsou zahrnuty převzaté výsledky o odlitcích KK a UFM. Z experimentální části jsou všechny naměřené hodnoty vyneseny do tabulky 14 a 15. Z výsledků je patrné, že odlitek zkušebního tělesa má nejlepší pevnostní vlastnosti, největší podíl eutektik a licích vad. Z vybraných odlitků má poté největší šířku částic těleso typu UFM. Další diskuze je věnována vlivu rychlosti ochlazování na pevnostní charakteristiky materiálu B1914

Tabulka 14: Výsledky z experimentální části

| VZOREK | Licí vady [%] | Podíl eutek. [%] | Boridy [%] | R _m [MPa] | R _{p0,2} [MPa] |
|--------|---------------|------------------|------------|----------------------|-------------------------|
| Р | 0,28 | 33 | 0,57 | 1073 | 731 |
| KK | 0,15 | 25,72 | 1,03 | 871 | 711 |
| UFM | 0,035 | 25 | 0,9 | 804 | 675 |

Tabulka 15: Výsledky z experimentální části

| VZOREK | Šířka částic [µm] | HV30 | HV1 | HV0,005 |
|--------|-------------------|------|-----|---------|
| Р | 0,46 | 340 | 333 | 205 |
| KK | 0,53 | 350 | | |
| UFM | 0,63 | 338 | | |

3.1. Vliv velikosti částic gama s čárkou na pevnost materiálu B1914

Z výsledků tahové zkoušky poskytnuté firmou UJP PRAHA a.s. bylo prokázáno, že při pokojové teplotě má vliv na průběh zkoušky mikrostruktura materiálu, která se odvíjí především od průběhu chladnutí vzorku. Při pomalém chladnutí se šířka částic fáze γ' zvětšuje a tím se zhoršují pevnostní vlastnosti slitiny (viz. obr. 34). [33] Z hodnocení mikrostruktury bylo zjištěno, že se velikost částic γ ' pohybuje v rozsahu od 0,46 až 0,662µm. Výsledky se shodují s předpokladem toho, že nejsilnější vzorky (s největší tloušťkou stěny) mají největší šířku precipitátů, protože se ochlazují pomaleji než vzorky užší. U zkušebního vzorku je šířka precipitátu (0,46µm) menší, než u vzorku UFM (0,662µm).



Obr.34: Závislost meze kluzu $R_{p0,2}$ a meze pevnosti R_m na velikosti částic γ' [31,32]

3.2. Vliv množství mezidendritických prostor na pevnost materiálu B1914

Z předchozí diskuze vyplívá, že rychlost ochlazování má přímý vliv na velikost částice gama s čárkou, a to má následný dopad na pevnostní charakteristiky materiálu. Rychlost ochlazování má také vliv na hodnotu SDAS (secondary dendrite arm spacing), tato veličina charakterizuje hustotu sekundárních os dendritů. Vyšší rychlost ochlazování snižuje hodnotu DAS, což zvyšuje množství eutektik [34]. Nejrychleji chladne předlité zkušební těleso, protože má v radiálním řezu nejmenší průměr. S rostoucí rychlostí chladnutí roste objemový podíl eutektika, ale zároveň klesá velikost jednotlivých eutektických oblastí, které podle výsledků, zvyšují mez kluzu a mez pevnosti materiálu (viz obr. 35). [35] Zkušební těleso má ve struktuře oproti UFM více mezidendritických prostor.



Obr.35: Vliv plošného podílu eutektik na pevnostní vlastnosti materiálu B1914 [31,32]

4. Závěr

V teoretické části této bakalářské práce byla popsána charakteristika niklu a niklových superslitin. Poté byla pozornost věnována jejich vývoji, mikrostruktuře, chemickému složení, základním mechanickým vlastnostem a způsobu zpevňování. V závěru teoretické části se práce zaměřuje na konkrétní niklovou superslitinu B1914, rysům její struktury a chemickému složení.

Experimentální část práce se zaměřuje na mikrostrukturu slitiny B1914. Vyhodnocují se strukturní parametry vytvrzující fáze γ ', plošné zastoupení licích vad, boridů a eutektik. Práce analyzuje vliv strukturních parametrů na hodnoty mechanických vlastností zjištěných zkouškou tahem a tvrdosti podle Vickerse. K analýze struktury bylo využito světelné a řádkovací elektronové mikroskopie.

Z dosažených výsledků lze konstatovat, že nejvýznamnější vliv na mechanické vlastnosti slitiny B1914 v závislosti na teplotě, má vytvrzující fáze γ'. Její tvar, velikost a množství se odvíjí od podmínek chladnutí a následného tepelného zpracování, jako je například technologie HIP, následné rozpouštěcí žíhání a precipitační žíhání.

Velký vliv na zpevnění hranic zrn u slitiny B1914 mají boridy, které vznikají v poslední fázi tuhnutí. Vykazují mikrostrukturální stabilitu a vylučují se ve tvaru hranatých bloků a půlměsíců. Jejich vysoká tvrdost má za následek zpevnění hranic zrn a nárust creepové odolnosti materiálu

Lokálně se licí vady vyskytují v plošném zastoupení až 0,26 % a plošný podíl eutektik vůči celé mikrostruktuře je 33 %.

Při měření procentuálního zastoupení boridů vyloučených v poslední fázi tuhnutí se hodnoty pohybovaly okolo 0,5 %. Je to velké množství v porovnání s ostatními niklovými slitinami. Zastoupení bóru ve slitině B1914 je totiž až 10× větší než množství uhlíku.

Ve vnitřních oblastech dendritických buněk, kde je fáze gama s čárkou nejméně ovlivněna přítomností hranic zrn a dalších fází, byla zjištěna u zkušebního vzorku průměrná šířka těchto částic 0,46 µm. U vzorku z UFM je průměrná šířka 0,635µm. Měřením tvrdosti metodou dle Vickerse, které se vyhodnocovalo v různých místech odlitku byla zjištěna hodnota 340 HV. Mikrotvrdost eutektických fází a dendritických buněk se liší a je nižší u fáze gama s čárkou.

Předlitá tělesa, ze slitiny B1914 + podrobená procesu HIP a tepelnému zpracování, vykazují zvýšenou mez kluzu a zejména mez pevnosti a tažnost. Nejhorší vlastnosti za pokojové teploty vykazuje odlitek ve tvaru činky.

Zvyšující se rychlost chlazení vzorku zmenšuje šířku částic vytvrzující fáze, které mají vliv na zlepšení pevnostních charakteristik materiálu. Nejhorší pevnost proto také vykazoval odlitek UFM, který chladnul nejpomaleji.[…]

5. Zdroje:

[1] STIMOLA, A. *Nickel: Understanding the Elements of the Periodic Table*. New York:The Rosen Publishing Group, Inc, 2007. 48 s.

[2] PÍŠEK, F., JENÍČEK, L., RYŠ, P., CENEK, M. Nauka o materiálu I: Nauka o kovech3. svazek, Neželezné kovy. ACADEMIA, Praha, 1973, 595 s.

[3] SHARMA, C. P. *Engineering materials: Properties and Applications of Metals and Alloys*, New Delhi: Prentice-Hall of India, 2004. 285 s.

[4] HEUBNER, U. *Nickel alloys and high-alloy special stainless steels.* Sindelfingen:Expert-Verlag, 1987, 258 s.

[5] DURAND-CHARRE, M.: The Microstructure of Superalloys. Amsterdam: Gordon & Breach science publisher, 1997.

[6] Nickel -Properties, Fabrication and Applications of CommerciallyPure Nickel. In:Nickel Alloys.net[online]. [cit. 2020-07-04]. Dostupné z: <u>https://www.nickel-alloys.net/commercially_pure_nickel.html</u>

[7] LOSERTOVÁ, Monika. *Progresivní materiály* [online]. In: . 2012 [cit. 2020-03-05]. ISBN 978-80-248-2575-5.

[8] CHOTĚBORSKÝ, Rostislav. *Nauka o materiálu* [online]. Česká zemědělská univerzita v Praze, 2011 [cit. 2021-04-20]. ISBN 978-80-213-2236-3.

[9] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. 1999. Akademické nakladatelství CERM. ISBN 80-7204-130-4.

[10] PODHORNÁ, Božena, Jiří KUDRMAN a Karel HRBÁČEK.Tepelné zpracování, mechanické vlastnosti a strukturní stabilita perspektivních litých niklových superslitin, UJP Praha a.s., 2004.

[11] ZÝKA, J.: Využití niklových superslitin –příklady výzkumu a výroby v ČR., Konference JuveMatter 2011, UJP Praha.

[12] PODRÁBSKÝ, T., Přednášky z předmětu Struktura a vlastnosti inženýrských materiálů 2008 – 2009.

[13] ALEX MOTOTSDA Thermodynamic Evaluation of the Phase Stability and Microstructural Characterization of a Cast B1914

[14] R. Schafrik and R. Sprague, *The saga of gas turbine materials, Parts I, II, III Advanced Materials and Processes*

[15] PODRÁBSKÝ, T.: Přednášky z předmětu Strojírenské materiály I., 2006 – 2007.

[16] ORAMUS, P., Massobrio, C., Kozłowski, M., Kozubski, R., Pierron-Bohnes, V., Cadeville, M. C., & Pfeiler, W. (2003). Ordering kinetics in Ni 3 Al by molecular dynamics. Computational Materials Science, 27(1-2), 186–190. doi:10.1016/s0927-0256(02)00444-5

[17] JONŠTA, Zdeněk, Adam HERNAS, Miroslav TVRDÝ, Lubomír ČĺŽEK a Jaroslav PURMENSKÝ. *Žárupevné oceli a slitiny*. V Žiline: ZUSI, 2002. ISBN 80-968605-6-9.

[18] SKÝBA, Pavel. STRUKTURA ŽÁRUPEVNÝCH OCELÍ [online]. Brno, 2008 [cit. 2018- 01-04]. Dostupné z: https://www.vutbr.cz. Bakalářská práce. VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ.

[19] da SILVA COSTA, A.M., Nunes, C.A., Baldan, R. *et al.* Thermodynamic Evaluation of the Phase Stability and Microstructural Characterization of a Cast B1914 Superalloy. *J. of Materi Eng and Perform* 23, 819–825 (2014). https://doi.org/10.1007/s11665-013-0814-6

[21] NĚMEC, K. Vliv podmínek zatěžování na strukturu a porušování lité niklové superslitiny. Brno, 2005. 83 s. Vysoké učení technické, fakulta strojní. Dizertační práce

[22] JONŠTA, Zdeněk, Adam HERNAS, Miroslav TVRDÝ, Lubomír ČÍŽEK a Jaroslav PURMENSKÝ. *Žárupevné oceli a slitiny*. V Žiline: ZUSI, 2002. ISBN 80-968605-6-9.

[23] DONACHIE, Matthew J. a Stephen James DONACHIE. *Superalloys: a technical guide.* 2nd ed. Materials Park: ASM International, 2002. ISBN 08-717-0749-7.

[24] SIMS, Chester Thomas a William C. HAGEL. The superalloys. New York: WileyInterscience, [1972] [cit. 2021-07-05]. ISBN 04-717-9207-1.

[25] COSTA, A. M. S., Oliveira, J. P., Salgado, M. V., Nunes, C. A., Lopes, E. S. N., Mogili, N. V. V., ... Tschiptschin, A. P. (2018). *Effect of Ta and Nb additions in arc-melted Co-Ni-based superalloys: Microstructural and mechanical properties. Materials Science and Engineering: A, 730, 66–72.* doi:10.1016/j.msea.2018.05.078

[26] Ústav materiálového inženýrství. [Online] [Citace: 1. Červenec 2017.] http://umi.fs.cvut.cz/veda-a-vyzkum/laboratore/.

[27] KVAPILOVÁ M, Král P, Dvořák J, Sklenička V. High Temperature Creep Behaviour of Cast Nickel-Based Superalloys INC 713 LC, B1914 and MAR-M247. *Metals*. 2021; 11(1):152. <u>https://doi.org/10.3390/met11010152</u>

[28] ZHAO, Y., Liu, C., Guo, Y., Liu, Y., Zhang, J., Luo, Y., & Tang, D. (2018). *Influence of* minor boron on the microstructures of a second generation Ni-based single crystal superalloy. Progress in Natural Science: Materials International. doi:10.1016/j.pnsc.2018.06.001

[29] DONACHIE, M.J., DONACHIE, S.J.: Superalloys – A Technical Guide, second edition. ASM International, 2002.

[30] ZÝKA, Jiří a další, Výzkum a vývoj pokročilých technologií přesného lití nových typů odlitků tepelně exponovaných částí turbodmychadel ze superslitin na bázi niklu - Výsledky prací na řešení projektu v rámci 3. etapy ,

Zpráva UJP 1865, UJP PRAHA a.s., Praha, 2019, 204s

[31] ZÝKA, Jiří a další, Výzkum a vývoj pokročilých technologií přesného lití nových typů odlitků tepelně exponovaných částí turbodmychadel ze superslitin na bázi niklu-Výsledky prací na řešení projektu v rámci 2. etapy, Zpráva UJP 1814, UJP PRAHA a.s., Praha, 2018, 135s

[32] ZÝKA, Jiří a další, Výzkum a vývoj technologií přesného lití žárových částí leteckých motorů a vysoce náročných odlitků turbodmychadel nové generace -Výsledky prací na řešení projektu v rámci 1. etapy, Zpráva UJP 1871, UJP PRAHA a.s., Praha, 2020, 52s [33] – ZÝKA, Jiří, Irena ANDRŠOVÁ, Božena PODHORNÁ a Karel HRBÁČEK. *Mechanical properties and microstructure of IN713LC nickel superalloys castings* [online]. UJP PRAHA a.s., 2013 [cit. 2020-07-29].

[34] ROUČKA, Jaromír. Metalurgie neželezných slitin. Brno: Akademické nakladatelství CERM, 2004, 148 s. ISBN 80-214-2790-6 online

[35] SEO S. M., Lee, J. H., Yoo, Y. S., Jo, C. Y., Miyahara, H., & Ogi, K. (2011). A Comparative Study of the γ/γ' Eutectic Evolution During the Solidification of Ni-Base Superalloys. Metallurgical and Materials Transactions A, 42(10), 3150–3159. doi:10.1007/s11661-011-0738-4

6. Seznam Tabulek

| Tabulka 1 - Fyzikální, chemické a mechanické vlastnosti niklu [9]12 |
|--|
| Tabulka 2 - Souhrn fází mikrostruktury superslitin [21]17 |
| Tabulka 3 - Souhrn prvků a jejich vliv na strukturu superslitin [10] |
| Tabulka 4 - Tab. 4: Konkrétní chemické složení vybraných BC slitin [19] 32 |
| Tabulka 5 - Výsledky měření množství licích vad |
| Tabulka 6 - poměrové množství eutektik ve slitině B1914 |
| Tabulka 7 - poměrové množství boridů ve slitině B1914 40 |
| Tabulka 8 - Tvar částic fáze gama s čárkou 42 |
| Tabulka 9 - Výsledky měření tvrdosti podle Vickerse se zatížením 294,2N |
| Tabulka 10 - Výsledky měření tvrdosti podle Vickerse se zatížením 9,8N |
| Tabulka 11 - Výsledky měření tvrdosti podle Vickerse se zatížením 0,049N45 |
| Tabulka 12 - Porovnání výsledků zkoušek tahem za pokojové teploty těles ze slitiny |
| B1914 vyrobených z různých typů odlitků [30-32]46 |
| Tabulka 13 - Výsledky EDS analýzy 47 |
| Tabulka 14 – Výsledky z experimentální části 50 |
| Tabulka 15 – Výsledky z experimentální části50 |

7. Seznam obrázků

| Obrázek 1 - Kubická plošně středěná kristalická mřížka [8]10 |
|---|
| Obrázek 2 - Vliv přísad na posuv Curieho teploty [13]12 |
| Obrázek 3 - Vývoj superslitin od začátku druhé světové války do devadesátých let |
| dvacátého století [14] 14 |
| Obrázek 4 - Odlitek monokrystalické lopatky turbín [21]15 |
| Obrázek 5 - Struktura uspořádané intermetalické fáze Ni3Al (černé tečky – Ni, bílé |
| tečky Al) |
| Obrázek 6 - Rovnovážný binární diagram Ni – Al [12]19 |
| Obrázek 7 - Vliv teploty a podíl objemové fáze γ' na mez kluzu [16]20 |
| Obrázek 8 - jednotlivé morfologie fáze γ' [14]21 |
| Obrázek 9 - Tvorba dislokační smyčky [12]22 |
| Obrázek 10 - Rozštěpení dislokace [1222 |
| Obrázek 11 - Závislost teploty na mechanických vlastnostech [11] |
| Obrázek 12 - Napojování segmentů fáze $\gamma angle$ za působení zvýšené teploty, rozšiřují se |
| prostory v matrici, které usnadní pohyb dislokací (a), postupné slučování částic fáze |
| γ´ (b). konečné spojení ztráta koherence (c) [21]24 |
| Obrázek 13 - Obr.13: Křivka tečení a její stádia [29] |
| Obrázek 14 - Struktura superslitiny s názorným zastoupením Zpevňující fáze a |
| Primárních karbidů [17]26 |
| Obrázek 15 - pohyb dislokací přes nekoherentní překážky [18] |
| 0brázek 16 - 0br.16: Licí vady slitiny B1914 |
| Obrázek 17 - Dendritická struktura slitiny B1914 [31]33 |
| Obrázek 18 - fáze gama s čárkou na středu dendritických buněk. [31] |
| Obrázek 19 - Závislost deformace na čase při teplotě 800 °C [27] |
| Obrázek 20 - Závislost procentuálního zastoupení fází na teplotě [19] |
| Obrázek 21 - Zobrazení množství eutektik (bílé plochy) v poměru s dendritickými |
| buňkami |
| Obrázek 22 - Řádkovací elektronový mikroskop JEOL JSM – 7600 F [26] |
| Obrázek 23 - Snímek boridů na hranicích dendritických buněk. (1000x) |
| Obrázek 24 - Částice fáze γ' na středu dendritických buněk (10 000x)41 |
| Obrázek 25 - tvrdoměr Struers Duramin-4043 |

| Obrázek 26 - Snímek z měření tvrdosti HV30 43 |
|--|
| Obrázek 27 - Snímek z měření tvrdosti HV144 |
| Obrázek 28 - Vtisk v mezidendritickém prostoru HV 0,00545 |
| Obrázek 29 - Vtisk na středu dendritické buňky HV 0,00545 |
| Obrázek 30 - Snímek odlitku předlitých tahových zkoušek a z něj vyrobeného |
| zkušebního tělesa (nahoře). Pro porovnání jsou uvedeny i odlitky typu komolý kužel |
| (ve středu) dále označovaný jako KK a činka (dole) dále označovaný jako UFM |
| |
| Obrázek 31 - Obr.33: Vybraná oblast pro analýzu EDS47 |
| Obrázek 32 - Závislost meze kluzu Rp02 a meze pevnosti Rm na velikosti částic γ |
| [31,32] |
| Obrázek 33 - Vliv plošného podílu eutektik na pevnost materiálu B1914 [31,32] |
| |