

ČESKÉ VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V PRAZE
FAKULTA STROJNÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÉHO INŽENÝRSTVÍ



BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

VLIV DLOUHODOBÉHO ŽIHÁNÍ PŘI TEPLOTĚ 850°C NA
MIKROSTRUKTURU A MECHANICKÉ VLASTNOSTI NIKLOVÉ
SLITINY IN939

INFLUENCE OF LONG-TERM ANNEALING AT 850°C ON THE
STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF THE NICKEL
BASED ALLOY IN939

AUTOR: Marek Masopust

STUDIJNÍ PROGRAM: Teoretický základ strojního inženýrství

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

KONZULTANT: Ing. Jiří Zýka Ph.D.

PRAHA 2021

I. OSOBNÍ A STUDIJNÍ ÚDAJE

Příjmení: **Masopust** Jméno: **Marek** Osobní číslo: **475029**
Fakulta/ústav: **Fakulta strojní**
Zadávací katedra/ústav: **Ústav materiálového inženýrství**
Studijní program: **Teoretický základ strojního inženýrství**
Studijní obor: **bez oboru**

II. ÚDAJE K BAKALÁŘSKÉ PRÁCI

Název bakalářské práce:

Vliv dlouhodobého žhání při teplotě 850 °C na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti niklové slitiny IN939

Název bakalářské práce anglicky:

Influence of long-term annealing at 850 °C on the microstructure and mechanical properties of nickel alloy IN939

Pokyny pro vypracování:

Rešerše v oblasti slitin Ni se zaměřením na strukturu a vlastnosti slitiny Inconel IN939.
Hodnocení mikrostruktury vzorků se zaměřením na přítomné fáze.
Vyhodnocení, analýza a diskuse výsledků (korelace mikrostruktury a mechanických vlastností, porovnání s výsledky z literatury, případně se slitinou IN738LC). 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: **04.04.2021** Termín odevzdání bakalářské práce: **25.07.2021**

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.

14.6.2021
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 zaměřuje na studium vývoje mikrostruktury niklové slitiny IN939 v čase při dlouhodobém teplotním žíhání při teplotě 850°C. Teoretická část obsahuje obecný přehled a rešerši v oblasti niklových superslitin, jejich mikrostruktury, chemického složení a vlastností, se zvláštním zaměřením na slitinu IN939. V praktické části byly vzorky podrobeny hodnocení na řádkovacím elektronovém mikroskopu a vzniklé snímky byly následně zpracovány pomocí obrazové analýzy a EDS analýzy. Ve studiu mikrostruktury se práce zaměřuje primárně na fázi γ' , která je u superslitin nejzásadnější, neboť zodpovídá za výjimečné vlastnosti superslitiny i při velmi vysokých teplotách. Fáze γ' je hodnocena jak kvantitativně (počty útvarů na snímku, objemový podíl), tak i kvalitativně (chemické složení).

Klíčová slova

IN939, niklové superslitiny, mikrostruktura, fáze γ' , elektronová mikroskopie, obrazová analýza, EDS analýza

Annotation

This work deals with the study of the development of microstructure of nickel based superalloy IN939 over time during long-term annealing at a temperature of 850°C. The theoretical part contains a research and an overview in the field of nickel based superalloys, their microstructure, chemical composition and properties with a special focus on the IN939 alloy. In the practical part the samples were scanned by using a scanning electron microscope and then the images were evaluated by image analysis and EDS analysis. In its microstructure studies the work puts its focus mainly on the γ' phase, because this is the most important phase in superalloys, since it is responsible for its outstanding qualities even at very high temperatures. The γ' phase is evaluated from a quantitative point of view (number of units per image, volume share) and from a qualitative point of view (chemical composition).

Keywords

IN939, nickel based superalloys, microstructure, γ' phases, electron microscopy, image analysis, EDS analysis

Poděkování

Děkuji Ing. Jakubu Horníkovi, Ph.D. a Ing. Jiřímu Zýkovi, Ph.D. za jejich cenné rady při vypracování bakalářské práce. Děkuji rovněž UJP PRAHA a.s. za poskytnutí vzorků a za odbornou pomoc v průběhu experimentální části.

Obsah

1 Úvod.....	9
2 Teoretická část	10
2.1 Nikl.....	10
2.1.1 Základní charakteristiky niklu.....	10
2.1.2 Slitiny niklu.....	10
2.1.2.1 Monely	10
2.1.2.2 Inconely.....	11
2.1.2.3 Incoloy	11
2.2 Superslitiny	11
2.2.1 Základní definice.....	11
2.2.1.1 Železo niklové superslitiny	12
2.2.1.2 Niklové superslitiny	12
2.2.1.3 Kobaltové superslitiny	13
2.3 Niklové superslitiny	13
2.3.1 Chemické složení niklových superslitin.....	13
2.3.2 Mikrostruktura niklových superslitin.....	15
2.3.2.1 Legury	15
2.3.2.2 Fáze γ	17
2.3.2.3 Fáze γ'	17
2.3.2.4 Fáze γ''	18
2.3.2.5 Boridy.....	19
2.3.2.6 Karbidy.....	19
2.3.2.7 TCP fáze (Topologically close packed phases).....	20
σ fáze.....	20
Lavesova fáze.....	20
μ fáze:.....	20
η fáze:.....	21
δ fáze:	21
2.4 Tečení (creep)	21
2.4.1 Mechanismy tečení.....	23
2.4.1.1 Difúzní tečení.....	23
2.4.1.2 Dislokační tečení.....	23
2.5 Odlévání superslitin	24

2.6 Tepelné zpracování	25
2.6.1 Rozpouštěcí žíhání	25
2.6.2 Precipitační vytvrzování.....	26
2.6.3 HIP (Hot Isostatic Pressing).....	26
2.7 Inconel 939.....	27
3 Experimentální část.....	31
3.1 Experimentální metoda SEM	31
3.2 Experimentální metoda EDS.....	34
3.3 Pořizování snímků.....	34
3.4 Úprava a analýza snímků	35
4 Výsledky	37
4.1 Velikost a počet částic.....	38
4.2 Strukturní parametry	42
4.2.1 Střední průměr částic.....	46
4.2.2 Objemový podíl fáze γ'	48
4.2.3 Střední počet částic	50
4.2.4. Střední mezičásticová vzdálenost.....	51
4.3 Chemické složení	53
4.4 Tvrdost	55
4.5 Shrnutí výsledků a diskuze.....	56
5 Závěr	59
6 Použitá literatura	60
7 Seznam zkratk	62
8 Seznam obrázků	63
9 Seznam grafů.....	64
10 Seznam tabulek.....	65

1 Úvod

Konstruktéři a designéři dlouhá léta požadovali pevnější a více korozivzdorný materiál pro využití za vysokých teplot. Korozivzdorná ocel, vyvinutá ve dvacátých a třicátých letech 20. století z počátku sloužila jako odrazový můstek pro uspokojení nároků konstruktérů na materiál schopný odolat vysokým teplotám. Časem ovšem vyšlo najevo, že jsou značně limitováni její pevností. Metalurgický průmysl na to reagoval vytvořením superslitiny. Velký rozmach přišel s druhou světovou válkou, v níž díky potřebě vývoje tryskového motoru byly investovány do vývoje potřebné prostředky. Tím započaly „závody“ ve vývoji stále lepších a tepelně odolnějších superslitin, které vyžadovali designéři pro své návrhy. Tento vývoj stále probíhá a nic nenasvědčuje tomu, že by měl v nejbližší době přestat. [4]

V této práci se budeme věnovat především niklovým superslitinám, konkrétně slitině IN939 a zaměříme se mikrostrukturu fáze γ' v závislosti na délce žíhání při teplotě 850°C.

2 Teoretická část

2.1 Nikl

2.1.1 Základní charakteristiky niklu

Nikl je kov s hustotou $8,9 \text{ g/cm}^3$ a teplotou tání $1455 \text{ }^\circ\text{C}$. Krystalová struktura je kubická plošně centrovaná a to ze všech teplot bez alotropických modifikací (FCC). Nikl má velmi dobré plastické vlastnosti a pomocí tváření za studena jej můžeme výrazně zpevnit. Spolu se železem a kobaltem patří do skupiny feromagnetických kovů. Své feromagnetické vlastnosti ztrácí při 357°C (tzv. Curieho teplota). Je velmi odolný korozi v atmosféře, vodě a v alkalických roztocích. Hlavní využití je pro legování zejména korozivzdorných ocelí. Dále se využívá ve formě galvanických povlaků k povrchové ochraně kovových součástí. Slitiny niklu jsou díky vysoké tepelné a korozní odolnosti hojně využívány v leteckém průmyslu, či chemickém průmyslu. Kvůli jeho feromagnetickým vlastnostem se nikl využívá také v elektrotechnice [1], [3], [4]

2.1.2 Slitiny niklu

Slitiny niklu lze rozdělit například na lité a tvářené, dále dle uplatněného způsobu zpevnění, či podle korozivzdornosti. Rozdělení dle korozivzdornosti je následující: [2]

2.1.2.1 Monely

Slitiny niklu a 30 až 32% mědi (např. Monel 400: slitina 65,1% niklu + 32% mědi + 1,6% železa + 1,1% manganu nebo Monel K-500: 64,7% niklu + 30,2% mědi + 2,7% hliníku + 1% železa + 0,6% titanu). Tyto slitiny vykazují vysokou korozní odolnost na vzduchu, ve vodě (včetně mořské) a v neorganických kyselinách. Mez pevnosti $R_m = 550$ až 1070 MPa , tažnost $A = 25$ až 45% . Používají se při stavbě lodí, v ropných rafinériích a farmaceutickém průmyslu. Jsou také nejčastějším materiálem na kondenzátorové trubky. [2]

2.1.2.2 Inconely

Slitiny niklu, chromu (16 až 39%), případně dalších prvků jako molybden, kobalt, chrom, či titan. Používají se v silně oxidačních prostředích. Odolávají kyselině solné. Pro zvýšení korozivzdornosti jsou dále modifikovány molybdenem, popřípadě mědí. Některé Inconely již lze označit za superslitiny (např. IN713LC nebo IN792), jsou zpevněné fází γ' a obsahují vyšší množství hliníku s titanem. [2]

2.1.2.3 Incoloy

Slitiny niklu (30 až 40%) + cca 5% molybdenu + cca 20% chromu + cca 30% železa. Odolávají vysoce koncentrované kyselině sírové. Jsou náchylné k mezikrystalové korozi, tato vlastnost se snižuje přilegováním titanu, niobu a mědi. Incoloy jsou zpevněné v tuhém roztoku, tudíž jsou tvařitelné. Chrom ve slitině snižuje teplotu stability fáze γ' , tudíž touto fází nelze tyto slitiny vytvrdit [2]

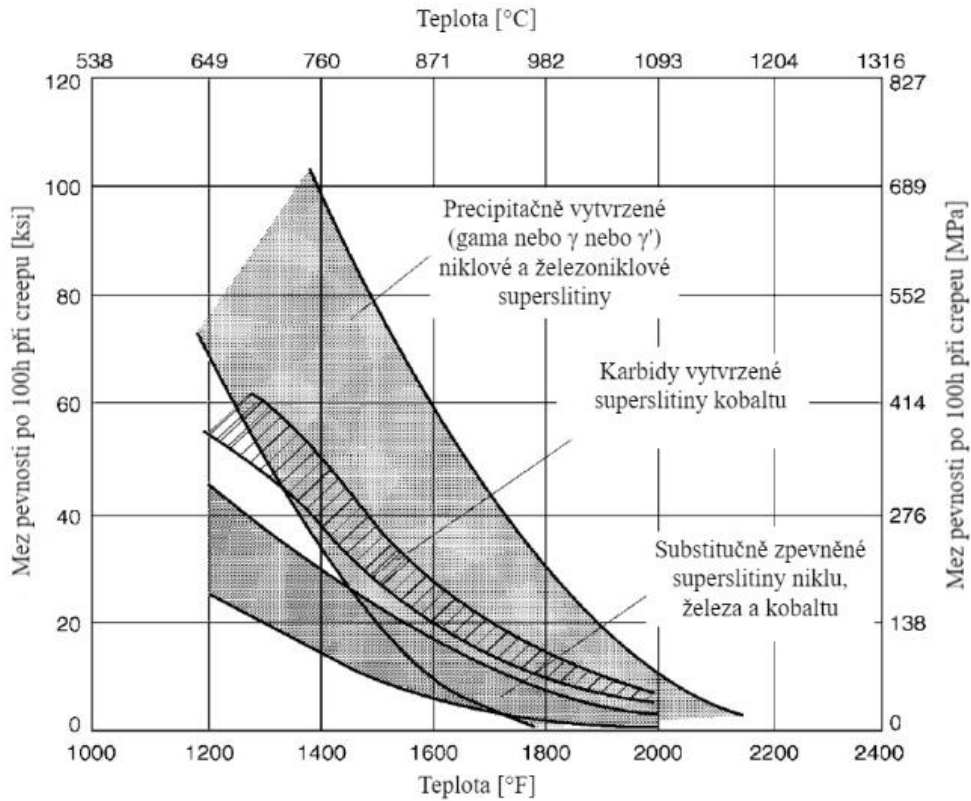
2.2 Superslitiny

2.2.1 Základní definice

Superslitiny jsou neobvyklou skupinou kovových materiálů s výjimečnou kombinací vysoké teplotní odolnosti (pevnosti), houževnatosti a odolnosti proti degradaci v korozním, či oxidujícím prostředí. Tyto materiály jsou hojně využívány v leteckém průmyslu pro výrobu turbín, raketových motorů a v dalších náročných odvětvích, včetně jaderné energetiky a chemického průmyslu. Intenzivní vývoj slitin a jejich zpracování v minulých letech vyústil ve vznik slitin, které jsou schopné vydržet teploty 1050°C, výjimečně dokonce i teploty až 1200°C, což pro představu je cca 90% z teploty tavení materiálu. Nejčastěji jsou tvořeny niklem, železem, kobaltem, wolframem, chromem, titanem, hliníkem nebo molybdenem. Superslitiny obecně můžeme rozdělit do tří skupin:

- Železo niklové superslitiny
- Niklové superslitiny
- Kobaltové superslitiny

Obrázek 1 nabízí porovnání jednotlivých superslitin z hlediska meze pevnosti při creepu v závislosti na teplotě.



Obrázek 1: Závislost meze pevnosti superslitin při creepu na teplotě. [4]

2.2.1.1 Železo niklové superslitiny

Superslitiny na bázi železo-nikl jsou vývojově nejstarší superslitiny. Zpevněny jsou maticí a fází γ' . Železa, které je pochopitelně levnější než nikl, obsahují 18 až 55%. Nikl je zastoupen až 44%. To limituje slitiny pro použití za teplot nižších (650 až 815°C). Pokud je ve slitině velké množství železa, označuje se někdy jako austenitická ocel s legujícími prvky podporující vznik fáze γ' .

2.2.1.2 Niklové superslitiny

Superslitiny na bázi niklu jsou zpevněné především tuhým roztokem, dále intermetalickou fází γ' a také karbidy, které dovolují použití slitin při teplotách 600-1050°C. Náklady na výrobu jsou poměrně vysoké, neboť je zapotřebí využít vakuové

technologie lití. V dalších částech práce se budeme zabývat právě touto skupinou superslitin.

2.2.1.3 Kobaltové superslitiny

Superslitiny na bázi kobaltu jsou zpevněné zejména tuhým roztokem a karbidy. Z tohoto důvodu jsou využívány při teplotách 980 až 1100°C. Při takto vysokých teplotách již nelze většinu niklových slitin použít, neboť by v nich došlo k rozpouštění fáze γ' (815 až 1050°C). Slitiny na bázi Co lze i použít namísto slitin na bázi Ni, neboť se jedná o levnější náhradu. Díky absenci intermetalických fází γ' však mají tyto slitiny při nižších teplotách horší mechanické vlastnosti. [5]

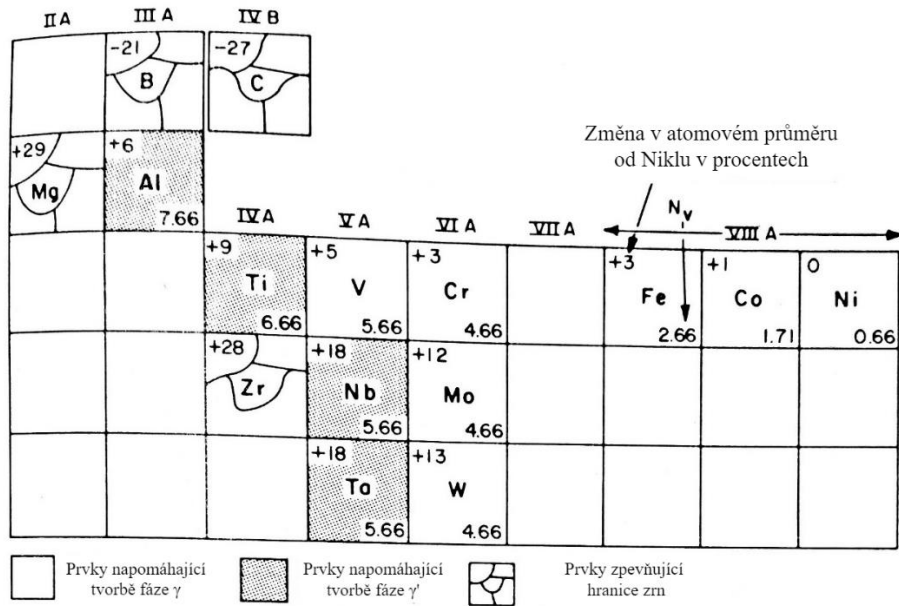
2.3 Niklové superslitiny

Slitina získává své výsledné vlastnosti především na základě mikrostruktury, tedy na základě kombinace chemického složení, odlévání a následného tepelného zpracování.

2.3.1 Chemické složení niklových superslitin

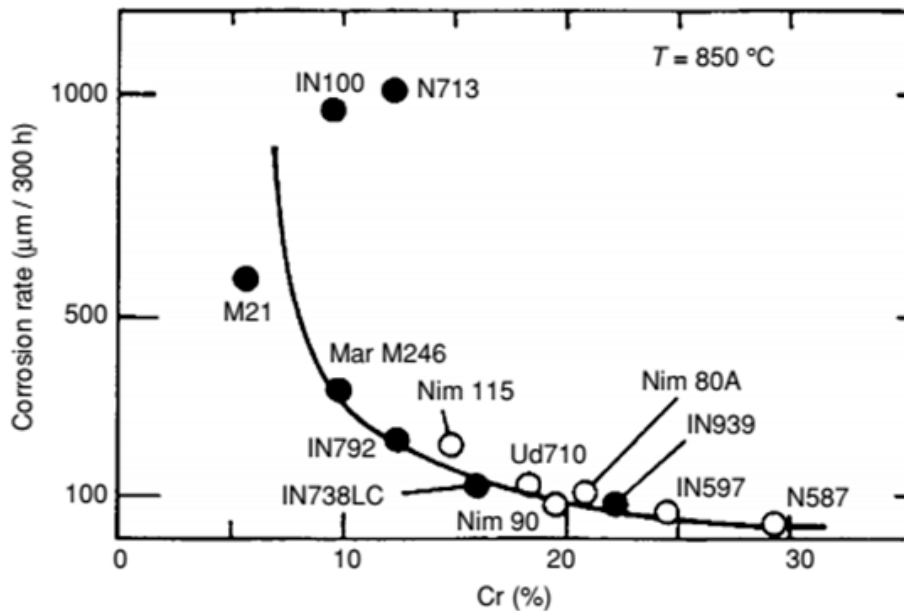
Vlastnosti niklových superslitin lze ovlivnit pomocí změny chemického složení. Niklové superslitiny jsou tvořeny především niklem (30-75%) v kombinaci s dalšími prvky. Těmi jsou nejčastěji chrom (až 30%), kobalt (5-20%), hliník (0,15-6%), wolfram (0,6-10%), niob (1-5,1%), či molybden (1,5-20%). Kromě těchto prvků najdeme v niklových superslitinách i nežádoucí příměsi jako mangan, fosfor, křemík, dusík, síra, či kyslík.

Na obrázku 2 vidíme tabulku výskytu jednotlivých prvků a jejich působení na vlastnosti niklových superslitin, které je rozděleno do tří skupin. První skupinou jsou prvky napomáhající tvorbě fáze γ , druhou prvky napomáhající tvorbě fáze γ' a třetí skupinou jsou prvky zpevňující hranice zrn.



Obrázek 2: Význam prvků v niklových superslitinách. [11]

Velmi důležitou roli v superslitinách hraje chrom, který zodpovídá za vysokou odolnost proti korozi. Na obrázku 3 vidíme závislost rychlosti koroze na obsahu chromu pro několik vybraných superslitin (včetně IN939).[21]



Obrázek 3: Závislost rychlosti koroze na obsahu chromu ve vybraných superslitinách. [21]

2.3.2 Mikrostruktura niklových superslitin

Pevnost slitiny závisí především na mikrostruktuře a obsahu legujících prvků. Důležitou roli hraje vyloučení různých fází v matici, což ovlivňuje i odolnost proti oxidaci. Struktura je tvořena austenitickou maticí γ s kubickou plošně středěnou mřížkou (FCC). Další sekundární fáze γ' , tvořená $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$, má krystalovou mřížkou plošně středěnou (FCC). Fáze γ'' , tvořena Ni_3Nb , má mřížku tetragonální prostorově středěnou. Struktura η , tvořena Ni_3Ti , má hexagonální uspořádanou krystalovou mřížkou (HCP). Fáze δ , tvořena Ni_3Nb a karbidy – MC, M_{23}C_6 , má krystalovou mřížku ortorombickou. [5]

2.3.2.1 Legury

Legury niklových superslitin zahrnují velkou škálu prvků. Niklové slitiny se používají v různých prostředích pro různé aplikace a pouze při správné kombinaci legujících prvků lze dosáhnout požadované struktury s potřebnými vlastnostmi. [5]

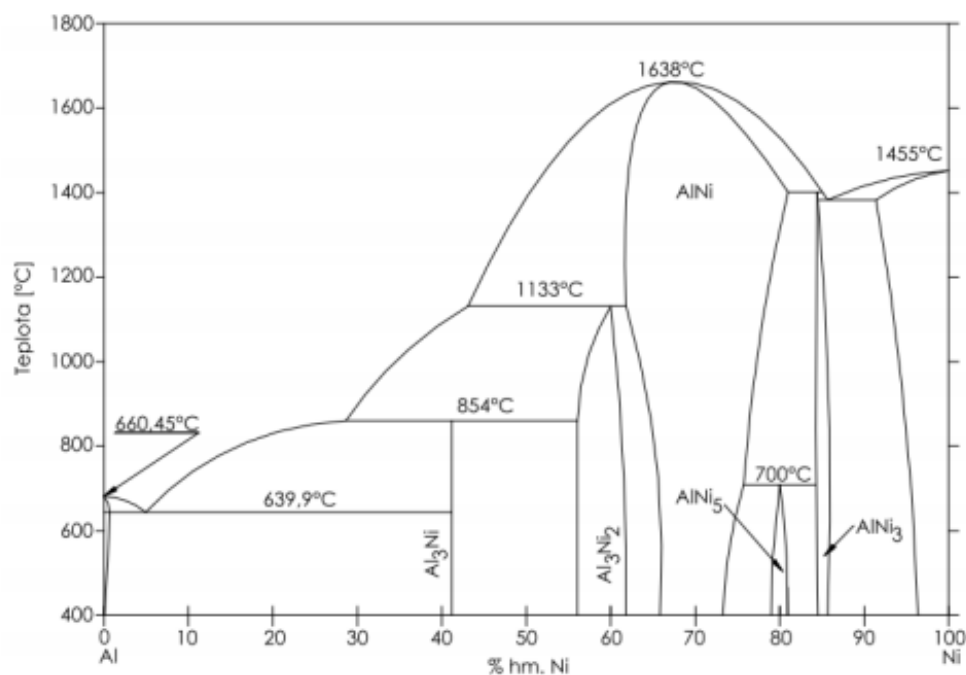
Tabulka 1: Legující prvky niklových superslitin a jejich účinek. [5]

Účinek:	Prvky:
Zpevnění tuhého roztoku	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta, Re
Tvoří γ' $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$	Al, Ti
Zvyšuje rozpouštěcí teplotu γ'	Co
Precipitační vytvrzení	Al, Ti, Nb
Odolnost proti oxidaci	Al, Cr, Y, La, Ce
Zlepšují odolnost proti vysokoteplotní korozi	La, Th
Odolnost proti sulfidaci	Cr, Co, Si
Zlepšení creepových vlastností	B, Ta
Zvyšuje lomové napětí	B
Modifikují hranice zrn	B, C, Zr, Hf
Zpomalují hrubnutí γ'	Re

Tvorba karbidů:	
MC	W, Ta, Ti, Mo, Nb, Hf
M ₇ C ₃	Cr
M ₂₃ C ₆	Cr, Mo, W
M ₆ C	Mo, W, Nb

Z tabulky 1 je zřejmé, že pro vznik intermetalické fáze γ' (která je podstatou žárupevnosti niklových slitin) se neobejdeme bez hliníku a titanu. Prvky zpevňující tuhý roztok jsou kobalt, chrom, železo, molybden, wolfram, tantal a rhenium. Je zde také mnoho prvků pro tvorbu karbidů (wolfram, tantal, titan, molybden, niob, hafnium). Dále pak prvky pro práci v oxidačních podmínkách (hliník, chrom, yttrium, lanthan, cer). Pochopitelně také prvky přispívající k vyšší creepové odolnosti (bor, tantal) a prvky zlepšující mechanické vlastnosti modifikací hranice zrna (bor, uhlík, zirkonium, hafnium). [5]

Pomocí binárního rovnovážného diagramu Al-Ni na obrázku 4 lze popsat složení žárupevných slitin niklu. Základní požadavek pro vysokou žárupevnost je rovnoměrné rozložení fáze γ' a její množství. Stoupá-li množství γ' , roste žárupevnost. Zároveň však klesá tvárnost, proto se většina slitin s množstvím fáze γ' přesahujícím 45% musí odlévat. [8]



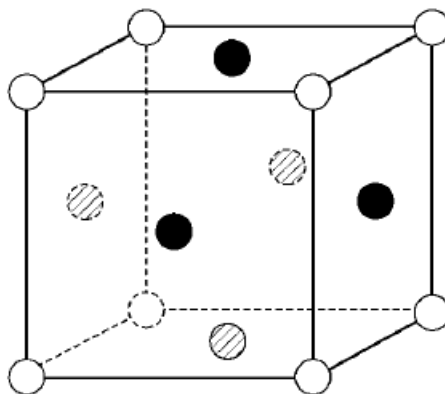
Obrázek 4: Binární rovnovážný diagram Al-Ni. [8]

2.3.2.2 Fáze γ

Základní fáze, která se také označuje jako matrice. Jedná se o substituční tuhý roztok legujících prvků a niklu v plošně středěné krystalické mřížce (FCC mřížce). Mezi legující prvky se řadí kobalt, chrom, železo, molybden a wolfram. Funkcí legujících prvků je zpevnění fáze a zvýšení korozní odolnosti. Jejich atomové rozměry jsou větší asi o 3-13%, proto jsou vhodné jako překážky pro dislokace. Mezi další legující prvky patří například uhlík, bor, hořčík nebo zirkon, které se segregují na hranicích zrn a tím je zpevňují. [8],[9]

2.3.2.3 Fáze γ'

Tato fáze je nejdůležitější, neboť je odpovědná za vysokou tepelnou odolnost. Jedná se o intermetalickou fázi, která je koherentní s matricí, tvořenou niklem, hliníkem a titanem Ni_3 (Al, Ti). Podobně jako fáze γ má také fáze γ' plošně středěnou krystalovou mřížku (FCC), viz obrázek 5.



Obrázek 5: Krystalová mřížka fáze γ'

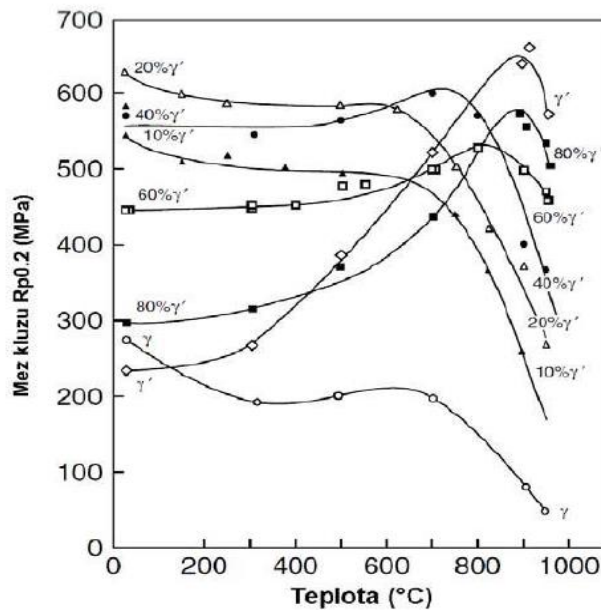
Fáze vzniká během výroby (při chlazení odlitku z vysoké teploty), nebo díky tepelnému zpracování, které se skládá z rozpouštěcího žíhání, rychlého ochlazení a vytvrzování. Tvar precipitátu je vyloučen ve tvaru kuliček (globulární/kulový tvar), tyčinek a krychlí (kubický tvar). Jeho tvar určuje deformační a povrchová energie. Výsledný tvar precipitátu je tvořen určen hodnotou misfitu (mřížková neshoda). Bude-li hodnota tohoto parametru menší než 0,4% budou vznikat převážně částice kulového tvaru, pro hodnotu od 0,4% do 1% budou mít částice nejčastěji tvar kubický a pro hodnotu větší než 1%.

Vztah pro mřížkovou neshodu (misfit) lze vyjádřit vztahem (1):[4]

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

Kde $a_{\gamma'}$ je mřížkový parametr precipitátů a a_{γ} je mřížkový parametr fáze γ . [4],[8],[10]

Obrázek 6 vykresluje závislost meze kluzu slitiny na teplotě. Z grafu je patrné, že při nižších teplotách do cca. 600°C mají vyšší mez kluzu slitiny s nižším obsahem fáze γ' (10 – 40%). Při vyšších teplotách od přibližně 700°C však jejich mez pevnosti prudce klesá a naopak prudce (až po cca. 900°C) výrazně roste mez kluzu pro slitiny s vyšším obsahem fáze γ' (60 - 80%).



Obrázek 6: Závislost meze kluzu na teplotě zkoušení pro různé objemové podíly fáze γ' . [5]

2.3.2.4 Fáze γ''

Fáze γ'' zvyšuje pevnost, ale má nižší teplotní stabilitu než γ' . Je tvořena intermetalickou fází Ni_3Nb s koherentní maticí a hodnota misfitu je 2,9%. Při teplotě nad 649°C začíná být nestabilní a dochází k přeměně na fázi δ s ortorombickou mřížkou a zároveň nedojde ke změně chemického složení. Bude-li materiál dlouhodobě vystavován zvýšeným teplotám, může dojít ke stejné změně i bez

překročení hodnoty 649°C. Při tepelném zpracování je nutné dodržovat maximální povolené teploty, tím nedojde k degradaci fáze γ'' .

2.3.2.5 Boridy

Bor se vyskytuje obvykle v malém množství okolo 0,03%. S legujícími prvky (jako titan, chrom, nikl, kobalt, molybden) tvoří boridy. Boridy jsou tvrdé, žáruvzdorné částice, které se vyskytují pouze na hranicích zrn. Jejich tvary jsou různorodé. Slouží především ke zpevnění hranice zrn, neboť právě na hranicích zrn dochází při creepovém zatížení k lomu. Od karbidů se boridy odlišují tím, že nereagují s karbidickými leptadly. K jejich vylučování dochází během krystalizace namísto karbidů MC, které nahrazují. Jedná se o boridy typu M_3B_2 , $M_{26}B_6$, M_2B a MB_{12} . [11]

2.3.2.6 Karbidy

V superslitinách mají důležitou roli, neboť ovlivňují mechanické vlastnosti na základě jejich morfologie a rozmístění. Nachází se jak uvnitř zrn, tak na hranicích zrn. Na hranicích zrn v nízkém množství mají posilující vliv, zpevňují tyto hranice, což vede ke zvýšení žárupevnosti. Pokud jsou zde však přítomny v nepřerušované vrstvě filmu, mají negativní vliv na tažnost. [12]

Karbidy běžně se nacházející v superslitinách na bázi Ni jsou MC, $M_{23}C_6$, M_6C a Cr_7C_3 .

MC karbidy jsou tvořeny uhlíkem (0,02 až 0,3%) a prvky jako například titan, tantal, molybden, wolfram a niob. Můžeme je nazývat také jako primární karbidy. Ve struktuře se jeví jako větší částice s kubickou morfologií. Jsou velmi stabilní při nižších teplotách, při vyšších však mají sklony k přeměně do sekundárních karbidů ($M_{23}C_6$ nebo M_6C). Pokud zvýšíme množství prvku niob ve slitině, dosáhneme stabilizace až do teplot 1200 až 1260°C. [12],[13]

$M_{23}C_6$ karbidy se vyskytují na hranicích zrna ve slitinách bohatých na chrom jako nepravidelné a nespojitě částice při teplotách 760 až 980°C. Dochází-li k dlouhému vystavení vysokým teplotám, dochází k tvorbě síťoví po hranicích zrn, což má negativní vliv na životnost materiálu. Tvar je ovlivněn množstvím uhlíku a teplotou stárnutí, může být globulární, buňkovitý či deskovitý. [12],[13]

M_6C je termodynamicky více stabilní než $M_{23}C_6$. Tvoří jej především molybden a wolfram při obsahu 8 až 10%. Je však možné je nahradit chromem a železem. Tyto karbidy najdeme jak v zrnech, tak na hranicích zrn. [12],[13]

2.3.2.7 TCP fáze (Topologically close packed phases)

V některých slitinách, u kterých nebylo pečlivě kontrolováno složení, mohou vznikat nežádoucí fáze buď během tepelného zpracování, nebo během provozu. TCP fáze jsou složeny z těsně uspořádaných vrstev atomů tvořící sítě. Tyto škodlivé fáze se v mikrostruktuře jeví jako tenké, dlouhé a ostré částice, což vede ke snížení tvárnosti a snadnějšímu vzniku trhlin. Dále mají nepříznivý vliv na creepové vlastnosti, snižují pevnost a žáruvzdornost. [11],[13]

Mezi nežádoucí TCP fáze patří například fáze σ , Lavesova, μ , η a δ . [19]

σ fáze

Má tetragonální krystalickou mřížku a tvoří sloučeniny FeCr, FeCrMo a CrCo. Nejčastěji se nachází v železo niklových sloučeninách s kobaltem, méně často také právě v niklových superslitinách. Tvoří nepravidelné, často protáhlé kuličky. Vzniká při dlouhém vystavení teplotám mezi 540 a 980°C.

Lavesova fáze

Tato fáze má mřížku hexagonální krystalickou mřížku a tvoří sloučeniny Fe_2Nb , Co_2Ti , Fe_2Ti Ni_2Nb . Nejčastější je v železo niklových a kobaltových superslitinách. Podobně jako σ fáze se vyskytuje v podobě nepravidelných podlouhlých kuliček nebo destiček. Vzniká při dlouhodobém vystavení zvýšeným teplotám.

μ fáze:

Fáze s rhombohedrální krystalickou mřížkou, tvoří sloučeniny $(Fe, Co)_7(Mo, W)_6$. Obvykle se vyskytuje ve slitinách s vysokým podílem molybdenu nebo wolframu. Tvoří nepravidelné hrubé Widmanstättenovy destičky. Vzniká při zvýšených teplotách.

η fáze:

Nachází se v železo-niklových a kobaltových superslitinách s vysokým podílem titanu/hliníku po dlouhé expozici při vysokých teplotách. Má HCP krystalickou mřížku (Hexagonal Close Packed) a může tvořit integranulární buňky nebo intragranulární ostré destičky ve vzoru Widmanstättenovy struktury. Tvoří sloučeniny typu Ni_3Ti .

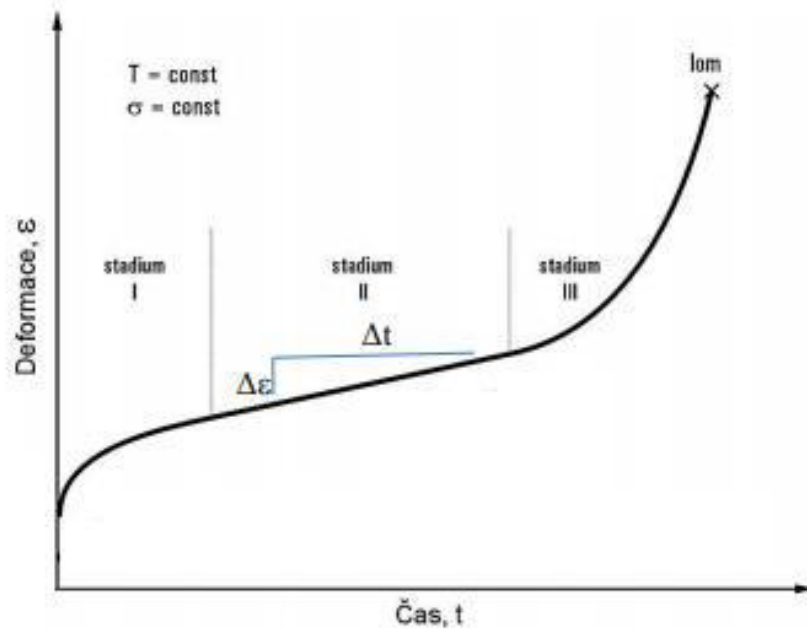
δ fáze:

Ortorombická krystalická mřížka, tvoří sloučeniny typu Ni_3Nb . Pozorována je ve slitině IN718, která byla podrobena příliš dlouhému stárnutí. Při teplotách vzniku mezi 815°C a 980° má jehlicovitý tvar. Běžně při vysokých teplotách stárnutí vzniká intragranulární precipitací. V některých případech může být fáze δ v nižším množství žádoucí, neboť zlepšuje vlastnosti superslitiny, to platí např. pro slitinu IN718. [19]

2.4 Tečení (creep)

Materiály jsou během provozu často vystavovány mechanickému napětí a zvýšeným teplotám. Creep (vysokoteplotní tečení) označuje děj, při kterém konstantním mechanickým zatížením pod mezí kluzu materiálu a zvýšené teplotě dochází k pomalé, spojitě a v čase probíhající plastické deformaci. Zdrojem zatížení může být například odstředivá síla působící na lopatky turbíny během provozu. K samotnému vysokoteplotnímu tečení dochází u superslitin až při teplotách odpovídajících více než 60% teploty tání materiálu (T_t).

Závislost deformace na čase vyjadřuje tzv. křivka tečení. Tvar křivky se může pro různé slitiny odlišovat, nejčastěji však bývá podobný, jako je uveden na obr. 7.



Obrázek 7: Křivka tečení. [6]

Křivka se obvykle rozděluje do 3 částí. První stadium se označuje jako primární. Zde dochází ke snižování rychlosti tečení v závislosti na čase. Z toho vyplývá, že v materiálu dochází ke zvýšení odolnosti proti tečení (zpevňování).

Druhé stadium (sekundární) je charakteristické konstantním růstem deformace v závislosti na čase. Tato část tečení má také nejdelší trvání. Aby se zamezilo zpevňování, unikají dislokace z oblastí shluků nebo nakupení dislokací. U hranové dislokace je takovým únikem šplh, tím dislokace překonají překážky skluzu jako precipitáty nebo zakotvené dislokace. Tento proces vyžaduje vyšší aktivační energii než příčný skluz. Dalším mechanismem je vzájemný skluzový pohyb zrn po jejich hranicích. Čím menší jsou zrna, tím materiál teče rychleji.

K popisu sekundárního stadia používáme Nortonův vztah (2): [7]

$$\frac{d\epsilon}{dt} = A \cdot \sigma^n \quad (2)$$

Kde A , n jsou materiálové parametry.

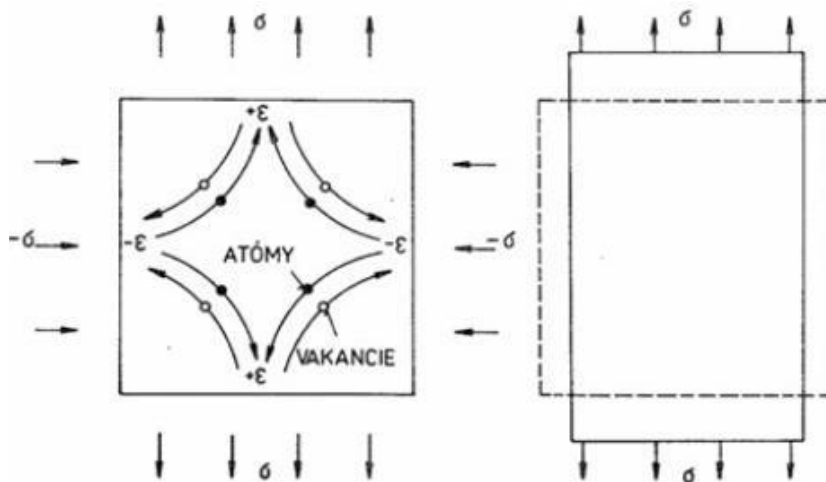
Třetí stadium (terciální) je charakterizované zrychlením tečení v průběhu času. V materiálu začnou vznikat kavity (dutiny na hranicích zrn), které se postupně zvětší a dojde k selhání (lomu) součásti. [4],[7]

2.4.1 Mechanismy tečení

Rozlišujeme dva mechanismy tečení za vyšších teplot:

2.4.1.1 Difúzní tečení

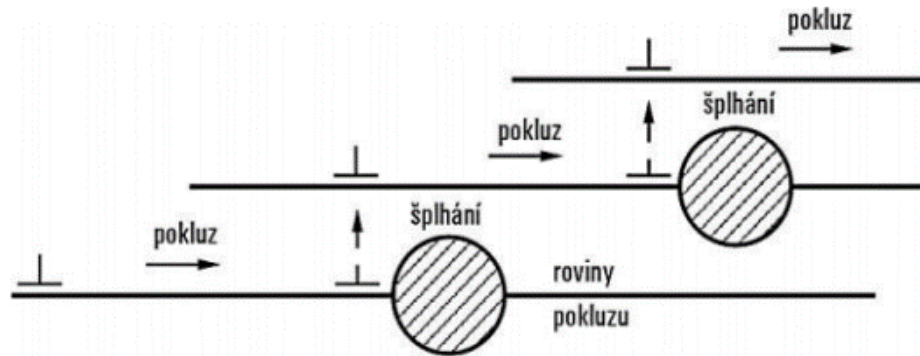
Difúzní tečení může probíhat buď objemem zrn, nebo po jeho hranicích. Při mechanickém zatížení jsou atomy donuceny k pohybu ve směru tahového napětí a vakance opačným směrem. To má za následek prodloužení zrna ve směru tahového napětí. Mechanismus difúzního tečení je patrný z obrázku 8. Pro difúzní tečení je charakteristická lineární závislost rychlosti tečení na napětí. Rychlost difúzního creepu je nepřímo úměrná druhé, respektive třetí mocnině středního průměru zrna. [1],[6]



Obrázek 8: Difúzní creep. [6]

2.4.1.2 Dislokační tečení

Uvolněná dislokace prochází přes krystalovou mřížku a musí překonávat její odpor a také překážky, mezi které patří precipitáty a atomy. Děje se tak pomocí skluzu a šplhání. Mechanismus dislokačního tečení je vyobrazen na obrázku 9. [1],[6]



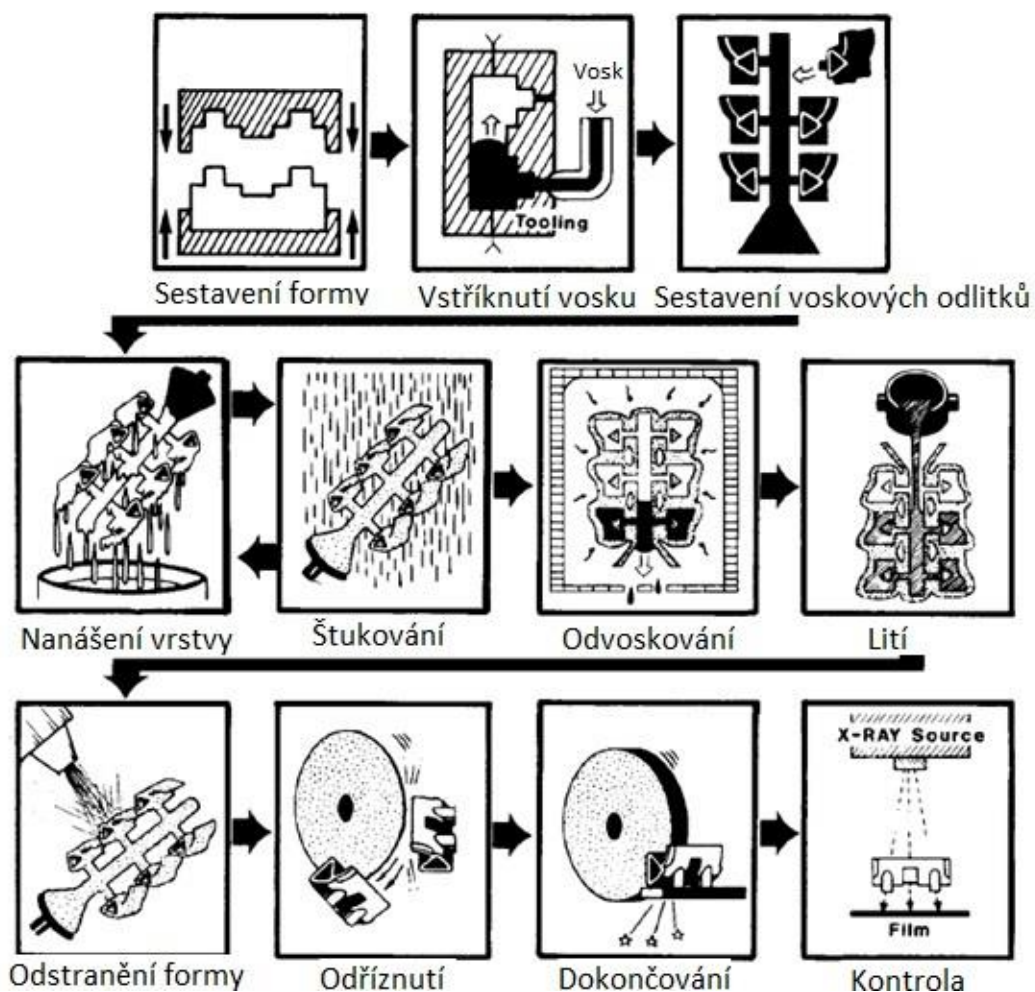
Obrázek 9: Dislokační creep. [6]

2.5 Odlévání superslitin

Z důvodů zajištění optimální mikrostruktury je odlévání nejčastějším způsobem zpracování superslitin (dalším důvodem je špatná tvařitelnost superslitin). Superslitiny vyžadují využití vakuové technologie, aby nedocházelo k oxidaci prvků a dále samozřejmě přesné dodržení technologických postupů (licí teploty a rychlost ochlazování).

Nejčastěji se používá metoda přesného lití na vytavitelný model (viz obrázek 10), ta spočívá ve výrobě kovové formy a následném vstříknutí roztaveného vosku do formy. Tím vznikne voskový model. Modely se poté lepí na vtokovou soustavu, následně se namočí v keramické břečce a posypou žáruvzdorným materiálem. Následně dojde k vypálení skořepiny, čímž získá pevnost. Poté dojde k ohřátí voskové formy s vrstvou, kde se vosk vytaví a do přehřáté skořepiny se odlíje tavenina. Jakmile kov ztuhne, skořepina se odstraní a oddělí se odlitek od vtokové soustavy.

Během tuhnutí dochází ke vzniku polykrystalické struktury. Pokud je kontrolován odvod tepla lze směrově řízenou krystalizací dosáhnout struktury usměrněné (sloupcové). A použije-li se i tzv. grain selector, může být získána struktura monokrystalická. (Ovšem i struktura usměrněná je pro další použití mnohem výhodnější než polykrystalická struktura). Ta je výhodnější z hlediska creepových vlastností, neboť dochází k eliminaci příčných hranic zrn. Princip přípravy monokrystalické struktury spočívá v několikačetném zaškrcení za pomoci šroubovice, která umožní pokračovat v růstu pouze jednomu zrn, které vyplní celou formu. Po ztuhnutí dostaneme požadovanou monokrystalickou strukturu. [4], [14]



Obrázek 10: Odlévání superslitin. [4]

2.6 Tepelné zpracování

Tepelné zpracování je prováděno za účelem modifikace struktury a tím i zlepšení vlastností výsledné slitiny. Obvykle se skládá z rozpouštěcího žhání a následného vytvrzování (stárnutí). Další možností tepelného zpracování je také tzv. hipování (Hot Isostatic Pressing).

2.6.1 Rozpouštěcí žhání

Rozpouštěcí žhání se provádí ve vakuových pecích při teplotách 1080 až 1200°C. V principu se jedná především o rozpuštění fáze γ' a homogenizaci slitiny (vyrovnání jejího chemického složení). Výdrž na teplotě je obvykle v rozmezí 2 až 4 hodin. Následné ochlazení probíhá relativně rychle, optimálně například v proudu

argonu. Při příliš pomalém chlazení by vznikla heterogenní mikrostruktura jako při tuhnutí po odlití a tím pádem by celý proces rozpouštěcího žíhání neměl efekt. [14],[15]

2.6.2 Precipitační vytvrzování

Precipitační vytvrzování (stárnutí) se provádí za účelem vyloučení fáze γ' v požadované velikosti a disperzitě, čímž dojde k celkovému zpevnění slitiny. U karbidů je třeba zabránit vzniku souvislého filmu na hranicích zrn. Vytvrzování probíhá při teplotách 700°C až 1100°C. Výdrž na teplotě je od 16 do 24 hodin a probíhá na vzduchu. Postup stárnutí souvisí s chemickým složením. S rostoucím obsahem legujících prvků (tedy i fáze γ') se uplatňuje vícestupňové vytvrzování. Důvodem jsou různé teploty precipitace fáze γ' a jednotlivých karbidů. Vytvrzování je také možné provádět jako vícestupňové, tím vznikne mikrostruktura s různě velkými částicemi. Při nižších teplotách vytvrzování dochází k vylučování menších částic, ty jsou vhodné pro pevnost. Na druhé straně větší částice jsou vhodné pro odolnost proti creepu (něco s půl mikronem). [14],[15]

2.6.3 HIP (Hot Isostatic Pressing)

Proces HIP (Hot Isostatic Pressing) neboli v překladu izostatické lisování za tepla se případně zařazuje ještě před procesem rozpouštěcího žíhání. Jedná se o metodu odstranění vnitřní pórovitosti. Principem je vložení součásti do tlakové komory, kde dochází k působení současného vysokého tlaku a teploty. Touto metodou lze redukovat pouze vnitřní pórovitost, vnější póry takto redukovat nelze. HIP se provádí za teplot podobných teplotám rozpouštěcímu žíhání, tedy kolem 1200°C, použitý tlak je cca. 1000bar a celý proces trvá okolo 4 hodin.

2.7 Inconel 939

Inconel 939 je korozivzdorná niklová superslitina vyvinutá společností Inco Europe Ltd. pro dlouhodobé při použití v teplotách až okolo 850 °C. Existuje v lité i tvářené podobě. Její přibližné chemické složení je uvedeno v tabulce 2. Tato superslitina byla vyvinuta především na výrobu součástí proudových motorů, jako například lopatky, palivové trysky, kryty a další součásti namáhané na vysokou teplotu. Ještě do nedávna bylo známo málo informací o změnách mikrostruktury slitiny IN939 po dlouhodobém použití při vysokých teplotách. Byly provedeny testy tečení po dobu cca. 500 hodin při teplotách a tlacích: 600 °C/750 MPa, 700 °C/400 MPa, a 800 °C/150 MPa. Výsledky testů ukázaly, že při těchto podmínkách nebyly ve slitině vyzorovány žádné nestabilní fáze. Jiné studie prokázaly morfologické změny a hrubnutí γ' částic při stárnutí po dobu 15,000 hodin při teplotách 870 °C a 930 °C. Další testy také prokázaly formování σ fáze v superslitině IN939, konkrétně při zkoušce tečení po dobu 10,000 hodin při teplotě 816°C. Z výše uvedeného je patrné, že jsou potřebné další nové výzkumy pro zlepšení základního chápání degradace slitiny IN939 při dlouhodobém namáhání za vysokých teplot.

IN939 se používá především na výrobu částí plynových turbín spalujících zemní plyn, proto je důležité, aby slitina obsahovala tak vysoké množství chromu, který brání vysokoteplotní korozi. Vysoký obsah chromu má také vliv na mikrostrukturu, neboť snižuje stabilitu fáze γ' a zároveň zvyšuje nebezpečí vzniku nežádoucích TCP fází. [17],[18]

Tabulka 2: Chemické složení slitiny IN939. [17]

Prvek	C	Cr	Co	W	Nb	Ta	Ti	Al	B	Zr
% hmotnosti	0.13- 0.165	22- 22.8	18.5- 19.5	1.9- 2.2	0.8- 1.1	1- 1.6	3.6- 3.8	1.8- 2.1	0.008- 0.012	0.08- 0.12

Zajímavé údaje o slitině IN939 přinesl výzkum na Iránské univerzitě vědy a technologií v Teheránu. Bylo zde vyzorováno, že rozdíly mezi slitinou připravenou odléváním a slitinou připravenou tvářením za tepla, jsou z hlediska vlivu na hrubnutí částic fáze γ' zcela nevýznamné a zanedbatelné. Naopak následné tepelné zpracování má na fázi γ' zcela zásadní vliv. Růst částic fáze γ' v superslitině IN939 (jak tvářené, tak odlévané) se při rozsahu teplot tepelného zpracování od 790°C do 910°C a čase až

do 1500h řídil takzvanou LSW teorií. To potvrzuje, že objemová difúze legujících prvků řídí tempo růstu částic γ'

Výše zmíněná LSW teorie nese jméno po jejích třech autorech – Lifshitz, Slyosov a Wagner. Tato teorie říká, že je-li růst precipitátů řízen difúzí, pak průměrná velikost částic roste podle následující rovnice (3): [20]

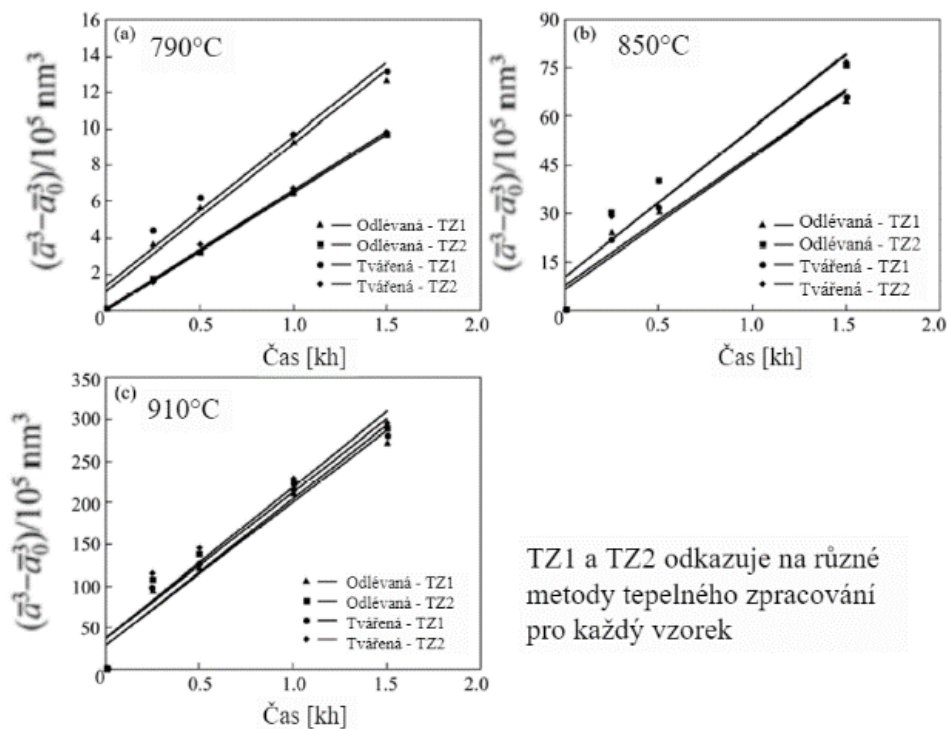
$$\bar{a}^3 - \bar{a}_0^3 = Kt \quad (3)$$

Kde \bar{a}^3 je průměrná velikost částice v čase t , \bar{a}_0^3 je průměrná velikost částice v čase $t=0$ a K je konstanta rychlosti růstu.

Z výzkumu univerzity v Teheránu také vyplývá, že zvýšením teploty stárnutí o 120 °C dojde ke zvýšení konstanty tempa růstu 21 – 27 krát.

Primární MC karbidy v superslitině IN939 (odlévané i tepelně tvářené) se při dlouhodobém stárnutí na teplotě 790°C mění na nežádoucí η fázi (viz kapitola 2.3.2.7) a karbidy $M_{23}C_6$. Naopak, při dlouhodobém stárnutí při teplotách 850 – 910°C se primární karbidy přeměňují na fázi γ' a karbidy $M_{23}C_6$.

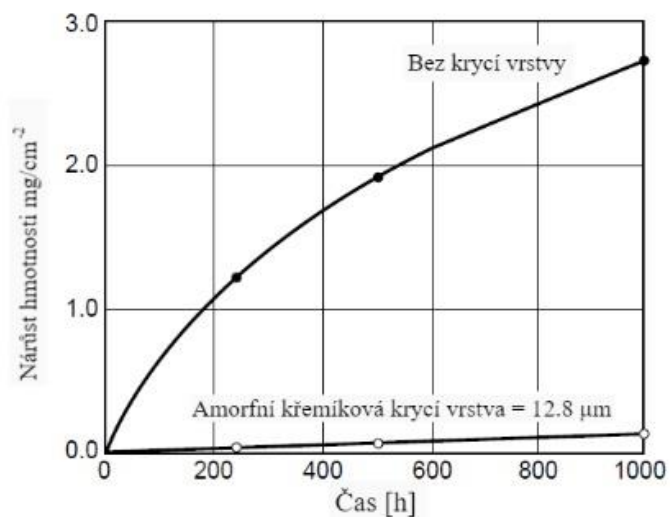
Na obrázku 11 vidíme výsledky změny velikosti částic fáze γ' pro odlévané a tvářené slitiny IN939 v závislosti na čase stárnutí pro teploty 790, 850 a 910°C. Z obrázků je jasně vidět, že závislost je pro všechny varianty téměř lineární. To potvrzuje, že růst fáze γ' se i pro různé metody tepelného zpracování a různé výchozí mikrostruktury řídí výše zmíněnou LSW teorií a že difúze legujících prvků řídí hrubnutí částic fáze γ' . [20]



Obrázek 11: Závislost parametru $\bar{a}^3 - \bar{a}_0^3$ na čase stárnutí pro odlévanou a tvářenou superslitinu IN939 při 790, 850 a 910°C. [20]

Vývoj superslitiny IN939 znamená značný pokrok v teplotní korozivzdornosti superslitin oproti slitině IN738. Tento pokrok je přičítán především vyššímu obsahu chromu (22%) a nižšímu obsahu wolframu (2%) a absenci molybdenu. Vliv vyššího obsahu chromu na lepší protikorozní vlastnosti superslitiny IN939 oproti IN738LC je patrný z dříve vloženého obrázku 3 v kapitole 2.3.1.

Stejně tak krycí vrstvy CoCrAlY s obsahem chromu mezi 27 až 25% výrazně zlepšují protikorozní odolnost při použití v průmyslových a námořních aplikacích. V laboratořích bylo také pomocí testů zjištěno, že krycí vrstvy CoCrAlY vylepšené vnějšími vrstvami obohacenými o křemík byly mnohem odolnější v porovnání s běžnými krycími vrstvami, jak ukazuje obrázek 12. [4]



Obrázek 12: Efekt amorfni křemíkové krycí vrstvy při ochraně niklové superslitiny IN939 při oxidaci při teplotě 899°C po dobu 1000h. [4]

Tabulka 3 shrnuje základní mechanické vlastnosti superslitiny IN939 při různých zkušebních teplotách. [4]

Tabulka 3: Mechanické vlastnosti superslitiny IN939 při různých teplotách. [4]

Pevnost v tahu Rm [MPa]			Smluvní pevnost v tahu Rp0,2 [MPa]			Poměrné prodloužení A [%]		
21°C	760°C	980°C	21°C	760°C	980°C	21°C	760°C	980°C
1050	915	325	800	635	205	5	7	25

3 Experimentální část

Experimentální část je zaměřena, na kvalitativní a kvantitativní hodnocení mikrostruktury, konkrétně fáze γ' , v superslitině IN939 při dlouhodobém žihání při teplotě 850°C v průběhu času. Pro vyhodnocení bylo z UJP PRAHA a.s. dodáno 7 vzorků superslitiny IN939. První ze vzorků prošel pouze standartním tepelným zpracováním pro IN939, jedná se tedy o výchozí stav. Dalších šest vzorků bylo následně podrobena žihání při teplotě 850°C v časech 5, 10, 50, 100, 350 a 500 hodin.

Předepsaní tepelné zpracování slitiny IN939 se skládá z rozpouštěcího žihání při 1200°C po dobu 2h. Následuje ochlazení a dále vytvrzovací žihání při teplotě 845°C po dobu 16h. V procesu bylo rovněž zařazeno HIPování před tepelným zpracováním při teplotě 1200°C a tlaku 103 MPa po dobu 4h. Teplota žihání byla zvolena 850°C, neboť tato teplota byla již dříve použita při dlouhodobém žihání slitiny IN738LC a zároveň odpovídá střední části teplotního zatížení plynových turbín. Žihání bylo provedeno v peci s atmosférou vzduchu a žihány byly válce pro přípravu metalografických výbrusů, které byly získány rozřezáním odlitku ve tvaru komolého kužele.

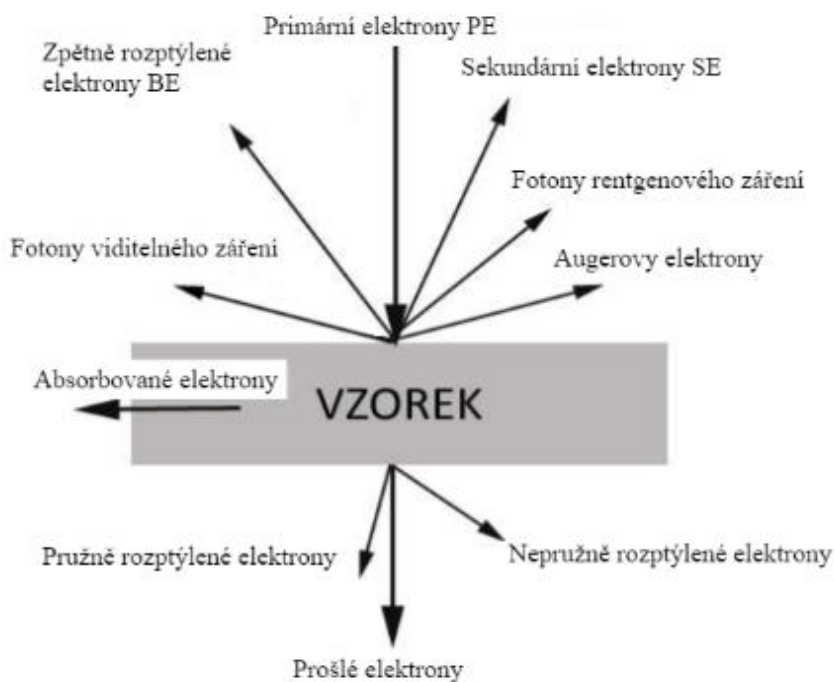
Z poskytnutých vzorků (výbrus, naleptán kyselinou šťavelovou po dobu několika sekund) byly nejprve pořízeny snímky na elektronovém mikroskopu, na Ústavu materiálového inženýrství ČVUT v Praze, pomocí elektronové rastrovací mikroskopie (SEM). Pro každý vzorek bylo pořízeno několik přehledových snímků o různých zvětšeních a následně bylo pro každý vzorek pořízeno 10 snímků fáze γ' při zvětšení 50 000x. Těchto 10 snímků pro každý ze sedmi vzorků (dohromady tedy 70 snímků) bylo následně vyhodnoceno na UJP PRAHA a.s. obrazovou analýzou v programu Nikon NIS elements. Výsledná data byla kvalitativně (chemické složení – EDS) a kvantitativně (strukturní parametry – program STRPAR) vyhodnocena a zpracována do několika tabulek a grafů (viz kapitola 4 Výsledky).

3.1 Experimentální metoda SEM

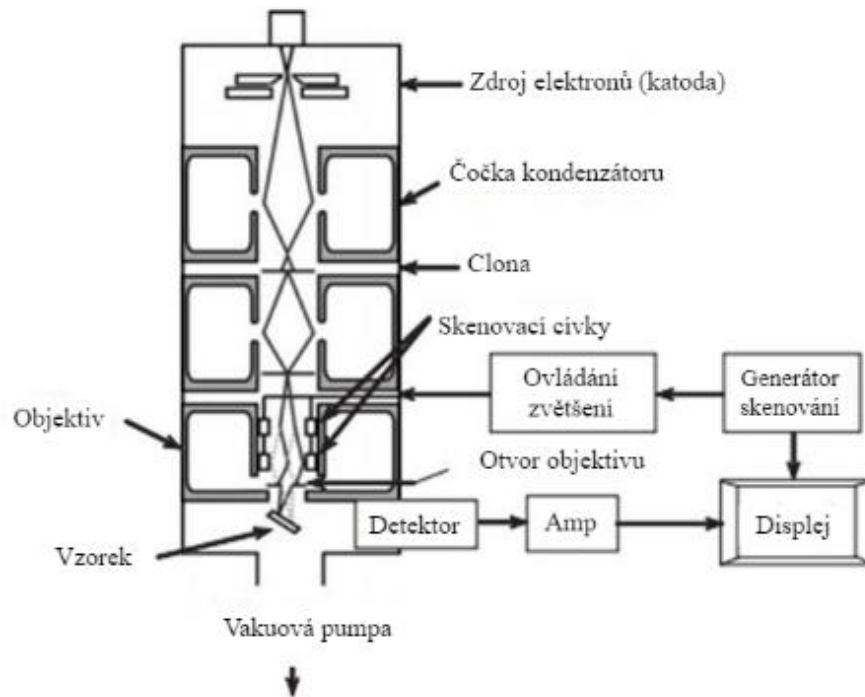
SEM – Scanning Electron Microscope, v překladu rastrovací elektronový mikroskop je zařízení využívající pohyblivý svazek elektronů k zobrazení povrchu

pozorovaného vzorku. Elektronová tryska (katoda) emituje svazek primárních elektronů, urychlovací napětí (anoda) usměrňuje směr jeho šíření. Zaostření je provedeno pomocí elektromagnetických cívek (čočka) na povrch vzorku (viz schéma na obrázku 14). Poté, co paprsek elektronů dopadne na povrch vzorku, dojde k emisi sekundárních elektronů, zpětně odražených elektronů, charakteristického rentgenového záření a dalších emisních signálů (viz obrázek 13). Tyto jednotlivé signály mohou být dále detekovány příslušnými detektory a převedeny na obraz.

Při použití rastrovacího elektronového mikroskopu je důležité, aby pozorovaný vzorek byl vodivý. Díky tomu může dojít k průchodu elektronů a k jejich následnému uzemnění. Nevodivé vzorky musí být upraveny například nalepením vodivé pásky nebo povlakem z vodivého prvku. V operační komoře mikroskopu musí být vytvořeno vakuum, jelikož elektronový paprsek může být rozptýlen čímkoliv, čím projde. Naše měření bylo prováděno v laboratořích Ústavu materiálového inženýrství na ČVUT v Praze na rastrovacím elektronovém mikroskopu JEOL JSM-7600F (viz obrázek 15).



Obrázek 13: Signály vznikající při dopadu primárního elektronového paprsku. [22]



Obrázek 14: Zjednodušené schéma rastrovacího elektronového mikroskopu. [22]



Obrázek 15: Rastrovací elektronový mikroskop JEOL JSM-7600F. [23]

3.2 Experimentální metoda EDS

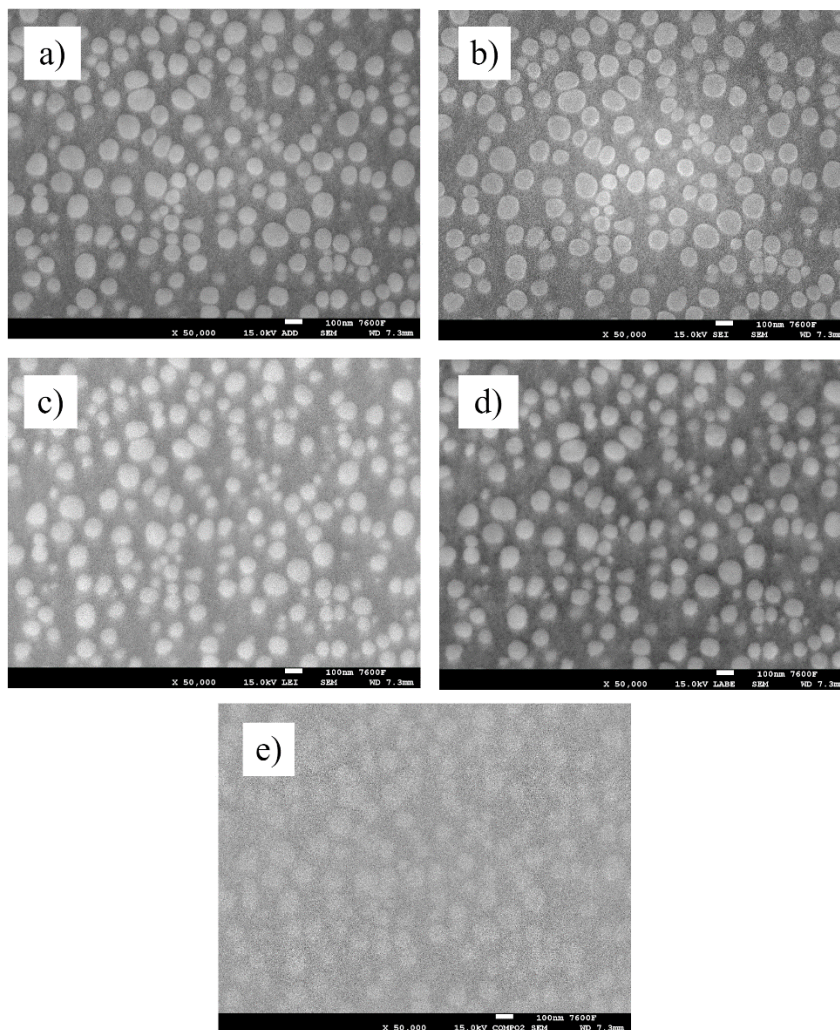
Pro metodu EDS (energieově disperzní spektrometrie) byl využit analyzátor Oxford X-MAX^N SDD na Ústavu materiálového inženýrství FS ČVUT.

Díky emitaci fotonů rentgenového záření vlivem dopadu primárního paprsku elektronů na povrch vzorku lze stanovit chemické složení. Emitované záření nese energii, jejíž hodnota (energetická hladina) je specifická pro každý prvek a proto lze stanovit chemické složení vzorku na konkrétním snímku. [22]

3.3 Pořizování snímků

Konkrétní snímky fáze γ' pro vyhodnocení byly pořizovány při zvětšení 50 000x v dostatečné vzdálenosti od mezidendritických karbidů a hranic zrn, aby byly výsledky co nejméně zkreslené a zároveň bylo nutné vždy další snímek pořídit v dostatečné vzdálenosti od místa předchozího snímku. Tím jsme dosáhli zmapování větší části vzorku, nikoliv pouze malé části, které mohla být lokálně ovlivněna, například přítomností karbidů.

Použitý rastrovací elektronový mikroskop nabízí porovnání až pěti různých režimů zobrazení zároveň, ze kterých je k pozdějšímu vyhodnocování možnost si zvolit snímek nejvhodnější (nejčastěji ten s nejlepším kontrastem). Při našem měření byly snímky pořizovány právě v pěti režimech: ADD, SEI, LEI, LABE a COMPO2 (srovnání viz obrázek 16). Pro další vyhodnocení jsme nejčastěji využívali snímků z režimu SEI, neboť částice γ' vykazovaly v tomto režimu nejvyšší kontrast. [24]



Obrázek 16: Srovnání snímků fáze γ' z rastrovacího elektronového mikroskopu pro režimy a) ADD, b) SEI, c) LEI, d) LBE a e) COMPO2.

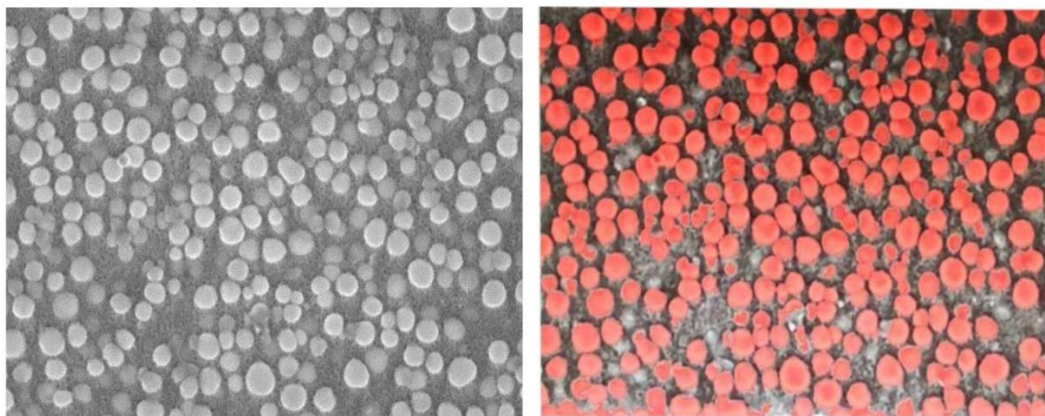
3.4 Úprava a analýza snímků

Každý snímek byl nejprve upraven a následně analyzován programem NIKON NIS Elements. Mezi nejběžnější úpravy patří odstranění šumu, úprava jasu, vyhlazení, či úprava ostrosti. Zde bylo provedeno vyhlazení obrázku a úprava lokálního kontrastu tak, aby co nejvíce vynikly částice fáze γ' .

Částice fáze γ' je následně třeba odlišit od zbytku snímku. K tomu se využívají segmentační metody. Mezi běžné segmentační metody patří prahování, metody založené na hranici a regionální metody. Nejjednodušší metodou je metoda prahování. Práhování je založené na hodnocení jasu každého jednoho pixelu na snímku. Principem metody je nalezení takové hodnoty prahu (histogramu), pro kterou bude

platit, že všechny hodnoty jasů v analyzovaném objektu jsou nižší než práh odpovídající pozadí, nebo když jsou všechny hodnoty vyšší, než je práh odpovídající popředí. Na obrázku 15 lze vidět porovnání snímku z mikroskopu před jeho úpravou a naprahováním se snímkem po naprahování v programu NIKON NIS Elements. [24]

Po ukončení úprav a prahování snímku byla provedena analýza naprahovaných částic fáze γ' . Programem NIKON NIS Elements byly vypočítány plošné charakteristiky jednotlivých snímků, ze kterých byly dále využity velikosti tříd částic a počty částic v jednotlivých velikostních. Programem STRPAR (Výpočet strukturálních parametrů), který byl poskytnut UJP PRAHA a.s., byly z těchto plošných charakteristik vypočítány charakteristiky objemové. Z programu STRPAR byly získány například střední průměr částic D_v , objemový podíl částic V_v , střední počet částic v 1 mm^3 N_v a střední mezičásticovou vzdálenost L_v . Tato data jsme již mohla být použita k matematické a statistické analýze a tvorbě výstupních tabulek a grafů.

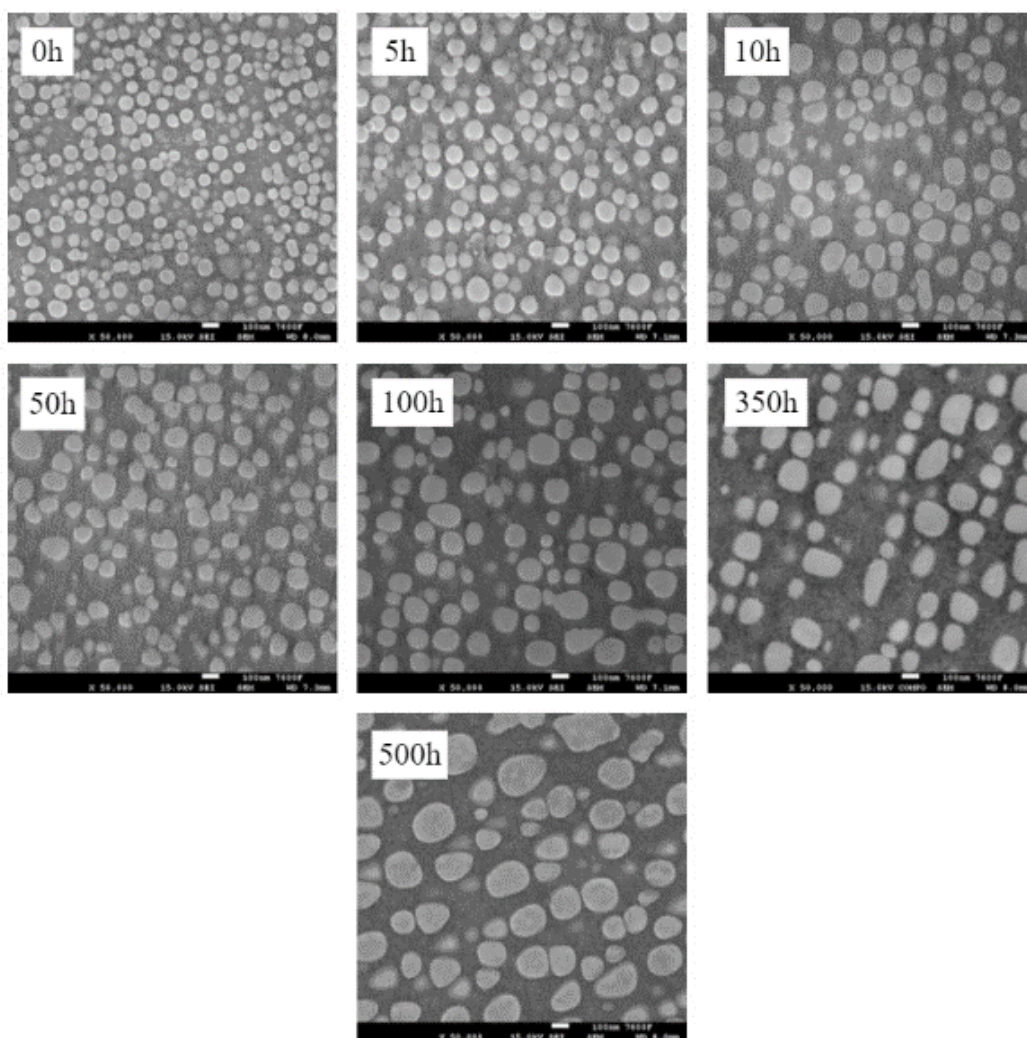


Obrázek 17: Snímek částic fáze γ' před a po naprahování v programu NIKON NIS Elements.

4 Výsledky

Obrázek 18 uvádí srovnání vybraných snímků pro každý ze sedmi vzorků. Na snímcích jsou viditelné rozdíly v částicích fáze γ' . Číselně tyto rozdíly budou interpretovány v následujících podkapitolách.

Vliv dlouhodobého teplotního žíhání při teplotě 850°C na mikrostrukturu superslitiny IN939 byl sledován v závislosti na různých časech žíhání byl. Výchozí stav (bude označováno jako 0h) a vzorky, které byly žíhány na teplotě 850°C po dobu 5, 10, 50, 100, 350 a 500h.



Obrázek 18: Srovnání vybraných snímků částic fáze γ' při zvětšení 50 000x pro každý ze vzorků.

4.1 Velikost a počet částic

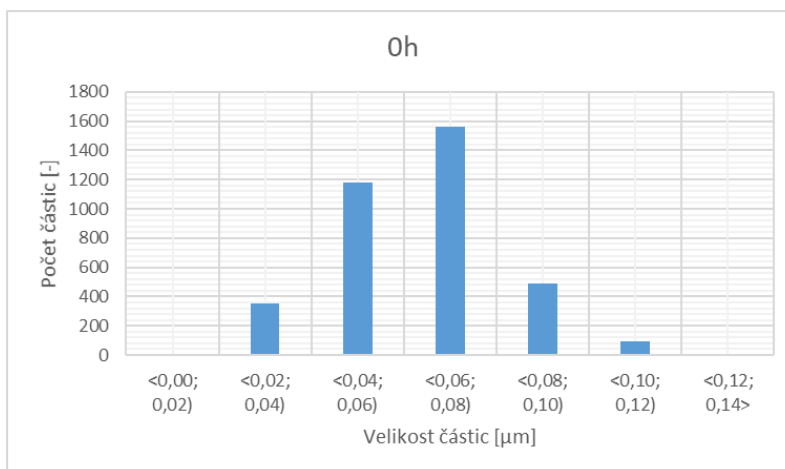
Velikost a počet částic jsou plošné údaje. Již na základě obrázku 18 je patrné, že s rostoucím časem žíhání se částice fáze γ' zvětšují, zároveň klesá jejich počet. V následující tabulce 4 jsou vypsány počty objektů a jejich rozdělení do příslušných rozměrových tříd pro každý žíhací čas v součtu za všech 10 pořízených a zpracovaných snímků.

Tabulka 4: Počty částic fáze γ' a jejich četnost v jednotlivých rozměrových třídách pro všechny měřené vzorky.

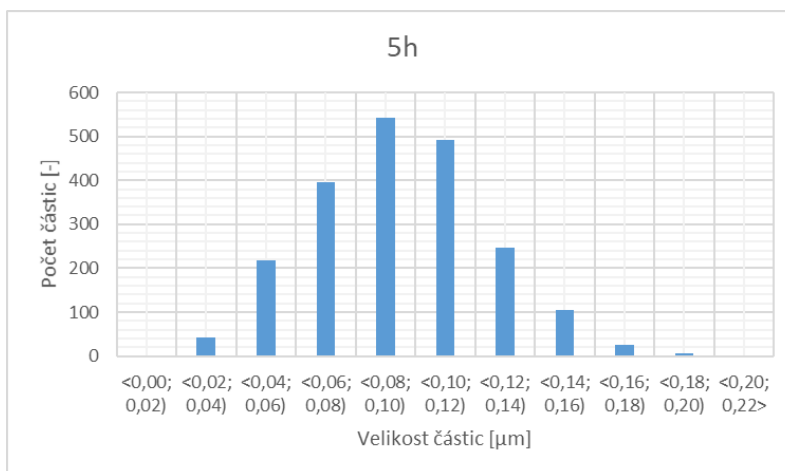
0h		5h		10h		50h	
Třída [μm]	Počet	Třída [μm]	Počet	Třída [μm]	Počet	Třída [μm]	Počet
<0,00; 0,02)	5	<0,00; 0,02)	1	<0,00; 0,02)	1	<0,02; 0,04)	88
<0,02; 0,04)	350	<0,02; 0,04)	43	<0,02; 0,04)	92	<0,04; 0,06)	409
<0,04; 0,06)	1181	<0,04; 0,06)	219	<0,04; 0,06)	431	<0,06; 0,08)	575
<0,06; 0,08)	1559	<0,06; 0,08)	395	<0,06; 0,08)	619	<0,08; 0,10)	516
<0,08; 0,10)	486	<0,08; 0,10)	543	<0,08; 0,10)	552	<0,10; 0,12)	349
<0,10; 0,12)	95	<0,10; 0,12)	492	<0,10; 0,12)	361	<0,12; 0,14)	165
<0,12; 0,14>	9	<0,12; 0,14)	246	<0,12; 0,14)	164	<0,14; 0,16)	43
		<0,14; 0,16)	106	<0,14; 0,16)	45	<0,16; 0,18)	11
		<0,16; 0,18)	26	<0,16; 0,18>	7	<0,18; 0,20>	4
Celkem:	3685	<0,18; 0,20)	6				
		<0,20; 0,22>	2	Celkem:	2272	Celkem:	2160
		Celkem:	2079				

100h		350h		500h	
Třída [μm]	Počet	Třída [μm]	Počet	Třída [μm]	Počet
<0,02; 0,04)	46	<0,02; 0,04)	31	<0,02; 0,04)	13
<0,04; 0,06)	169	<0,04; 0,06)	79	<0,04; 0,06)	50
<0,06; 0,08)	277	<0,06; 0,08)	121	<0,06; 0,08)	101
<0,08; 0,10)	374	<0,08; 0,10)	168	<0,08; 0,10)	108
<0,10; 0,12)	396	<0,10; 0,12)	189	<0,10; 0,12)	112
<0,12; 0,14)	283	<0,12; 0,14)	188	<0,12; 0,14)	124
<0,14; 0,16)	140	<0,14; 0,16)	140	<0,14; 0,16)	121
<0,16; 0,18)	37	<0,16; 0,18)	100	<0,16; 0,18)	102
<0,18; 0,20)	7	<0,18; 0,20)	53	<0,18; 0,20)	78
<0,20; 0,22)	1	<0,20; 0,22>	8	<0,20; 0,22)	51
<0,22; 0,24>	1			<0,22; 0,24)	21
		Celkem:	1077	<0,24; 0,26>	8
Celkem:	1731				
				Celkem:	889

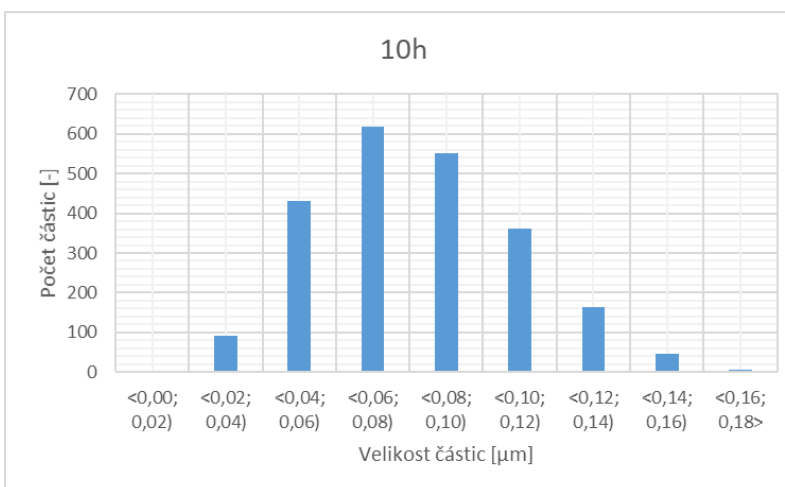
Následující grafy 1 – 7 dále interpretují číselné údaje z tabulky 4.



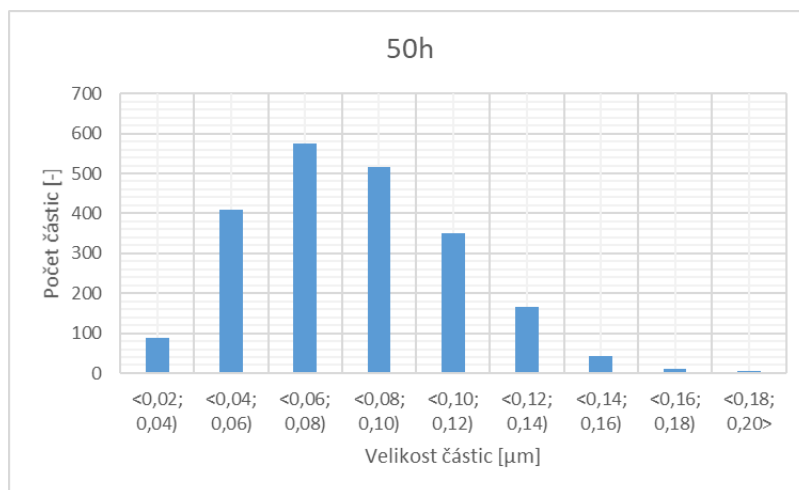
Graf 1: Počet a velikost částic fáze γ' v součtu 10 vzorků superslitiny IN939 s žíhací dobou 0h.



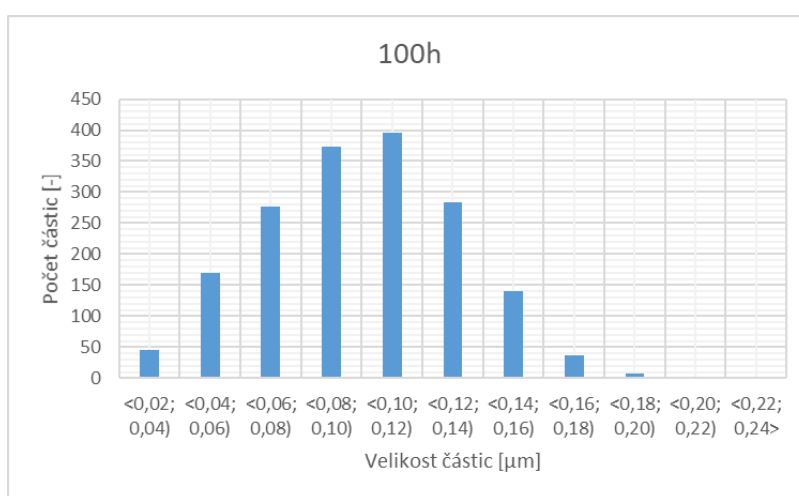
Graf 2: Počet a velikost částic fáze γ' v součtu 10 vzorků superslitiny IN939 s žíhací dobou 5h.



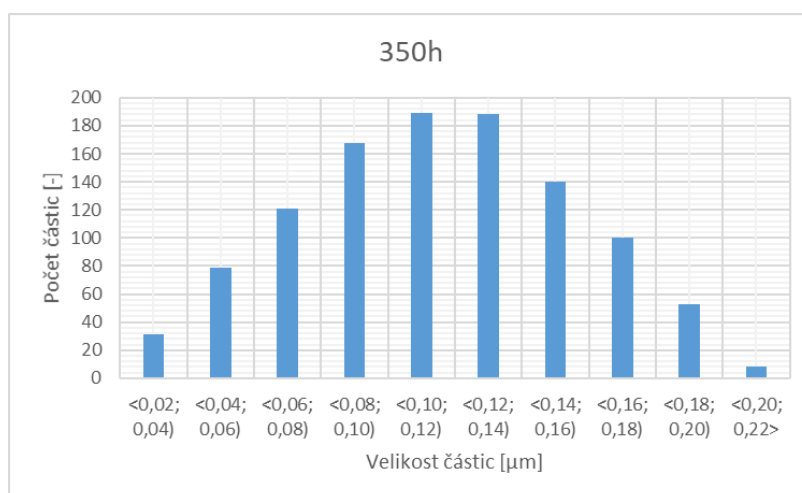
Graf 3: Počet a velikost částic fáze γ' v součtu 10 vzorků superslitiny IN939 s žíhací dobou 10h.



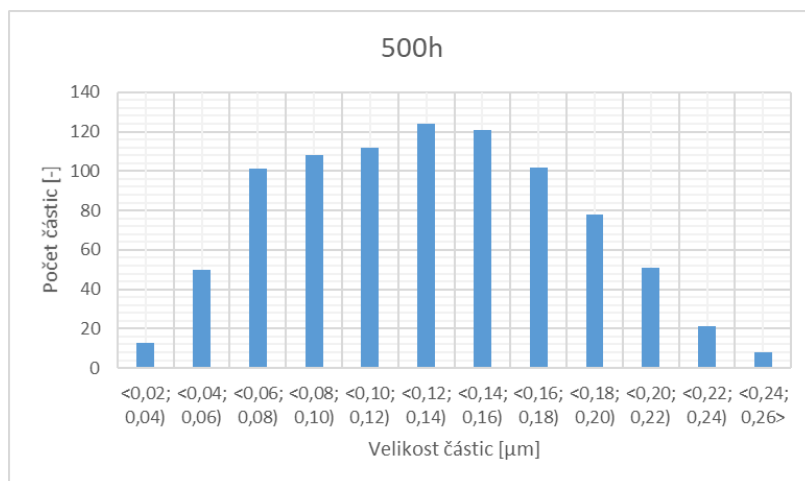
Graf 4: Počet a velikost částic fáze γ' v součtu 10 vzorků superslitiny IN939 s žíhací dobou 50h.



Graf 5: Počet a velikost částic fáze γ' v součtu 10 vzorků superslitiny IN939 s žíhací dobou 100h.

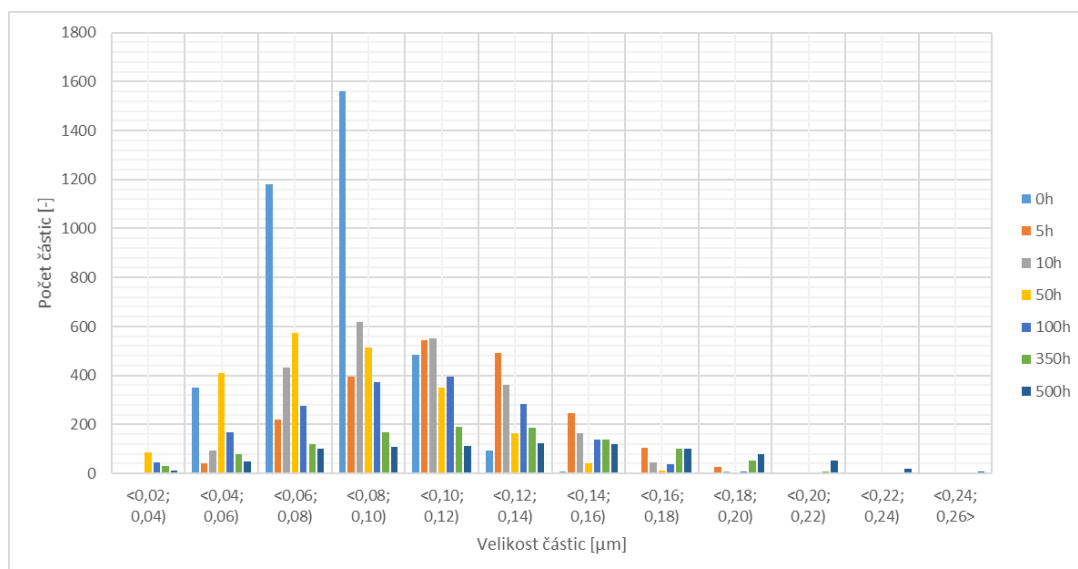


Graf 6: Počet a velikost částic fáze γ' v součtu 10 vzorků superslitiny IN939 s žíhací dobou 350h.



Graf 7: Počet a velikost částic fáze γ' v součtu 10 vzorků superslitiny IN939 s žíhací dobou 500h.

Graf 8 nabízí grafické srovnání počtu částic fáze γ' v jednotlivých velikostních třídách pro všechny měřené vzorky dohromady. Jak je z grafu zřejmé, částice fáze γ' jsou velmi malé, řádově pouze desetiny mikrometru.



Graf 8: Počet a velikost částic fáze γ' pro všechny měřené vzorky superslitiny IN939.

Na základě dat z tabulek a na základě grafických výstupů lze potvrdit předpoklad, že se zvyšujícím se časem žíháním se částice fáze γ' zvětšují a zároveň jejich počet ve slitině klesá.

4.2 Strukturní parametry

Parametry z kapitoly 4.1, tedy počty částic a jejich rozdělení do velikostních tříd (podle jejich plošných průměrů) byly zpracovány výpočetním programem STRPAR, který na základě zadaných údajů dokáže vypočítat objemové (prostorové) údaje jako střední průměr částic, objemový podíl částic ve struktuře a podobně. Vyhodnocení bylo provedeno jednotlivě pro každý ze 70 snímků (7 vzorků, každý s 10 snímků) a zároveň bylo provedeno ještě dalších 7 výpočtů, kdy do programu byly zadány součtové hodnoty všech 10 snímků každého vzorku a program vypočítal i celkové hodnoty pro každý vzorek. Z těchto celkových hodnot budou v následujících podkapitolách vycházet nejdůležitější grafy celé této práce.

Z programu STRPAR byly jako výstup zvoleny 4 údaje, které jsou pro vyhodnocení částic fáze γ' nejzajímavější:

- Střední průměr částic: D_v [nm]
- Objemový podíl fáze γ' : V_v [%]
- Střední počet částic v $1 \mu\text{m}^3$: N_v [μm^{-3}]
- Střední mezičásticová vzdálenost: L_v [nm]

V následujících tabulkách 5 – 11 jsou vypsány výsledky z výpočetního programu STRPAR pro každý vyhodnocený snímek + celkové hodnoty pro každý ze 7 měřených vzorků (v zelených polích).

Tabulka 5: Strukturní parametry částic fáze γ' pro vzorek superslitiny IN939 žíhaný 0h.

Snímek	Střední průměr částic	Objemový podíl sledované fáze	Střední počet částic v $1 \mu\text{m}^3$	Střední mezičásticová vzdálenost
č.	D_v [nm]	V_v [%]	N_v [μm^{-3}]	L_v [nm]
1	84,48	38,19	1358,0	46,67
2	92,57	33,08	1005,0	51,83
3	92,19	30,82	954,9	53,29
4	100,50	27,94	639,9	62,35
5	91,57	33,16	1047,0	51,07
6	88,05	28,30	1023,0	52,69
7	91,56	33,01	1058,0	50,81
8	85,08	32,86	1295,0	47,62
9	80,98	30,54	1399,0	46,98
10	112,70	31,94	559,5	62,97
Celk. 0h	89,89	31,98	1034,0	51,86

Tabulka 6: Strukturální parametry částic fáze γ' pro vzorek superslitiny IN939 žíhaný 5h.

Snímek	Střední průměr částic	Objemový podíl sledované fáze	Střední počet částic v $1 \mu\text{m}^3$	Střední mezičásticová vzdálenost
č.	Dv [nm]	Vv [%]	Nv [mm^{-3}]	Lv [nm]
1	160,8	40,39	241,4	80,27
2	140,5	48,23	418,0	65,26
3	110,3	38,88	669,2	58,19
4	115,4	39,79	655,1	57,51
5	149,7	39,61	297,9	74,87
6	163,2	45,58	247,0	78,75
7	151,1	41,39	246,8	81,88
8	137,7	40,62	345,8	72,46
9	127,3	33,27	395,9	70,44
10	116,4	34,72	508,6	64,98
Celk. 5h	131,4	40,51	398,7	69,08

Tabulka 7: Strukturální parametry částic fáze γ' pro vzorek superslitiny IN939 žíhaný 10h.

Snímek	Střední průměr částic	Objemový podíl sledované fáze	Střední počet částic v $1 \mu\text{m}^3$	Střední mezičásticová vzdálenost
č.	Dv [nm]	Vv [%]	Nv [mm^{-3}]	Lv [nm]
1	133,50	39,20	352,9	72,84
2	119,50	33,52	396,2	72,65
3	118,50	33,40	452,7	68,25
4	112,80	34,38	567,1	62,50
5	98,77	30,20	721,9	59,21
6	119,00	31,30	444,8	68,74
7	91,35	32,42	1051,0	51,03
8	134,70	35,23	336,8	74,25
9	138,60	36,05	310,8	76,17
10	116,80	31,26	442,2	69,57
Celk. 10h	112,80	33,68	507,6	66,08

Tabulka 8: Strukturální parametry částic fáze γ' pro vzorek superslitiny IN939 žíhaný 50h.

Snímek	Střední průměr částic	Objemový podíl sledované fáze	Střední počet částic v $1 \mu\text{m}^3$	Střední mezičásticová vzdálenost
č.	Dv [nm]	Vv [%]	Nv [mm^{-3}]	Lv [nm]
1	139,9	37,42	344,5	72,04
2	153,5	40,23	239,9	82,39
3	132,2	34,66	349,1	73,60
4	127,0	33,66	385,4	71,48
5	101,1	29,03	631,3	62,29
6	103,7	29,94	625,1	62,10
7	91,2	28,48	887,4	55,57
8	112,8	29,42	467,4	68,87
9	119,2	32,11	437,9	69,20
10	114,1	30,35	439,7	70,57
Celk. 50h	113,6	32,77	479,7	67,74

Tabulka 9: Strukturální parametry částic fáze γ' pro vzorek superslitiny IN939 žíhaný 100h.

Snímek	Střední průměr částic	Objemový podíl sledované fáze	Střední počet částic v $1 \mu\text{m}^3$	Střední mezičásticová vzdálenost
č.	Dv [nm]	Vv [%]	Nv [mm^{-3}]	Lv [nm]
1	145,1	34,75	257,2	81,84
2	142,2	37,01	276,6	79,71
3	141,4	37,42	299,7	76,81
4	137,6	36,85	328,2	74,41
5	127,4	38,33	354,4	74,41
6	148,1	38,01	253,8	81,56
7	141,7	39,85	277,7	79,71
8	123,7	36,55	434,3	68,22
9	125,5	37,74	436,0	67,58
10	142,6	39,76	293,6	77,27
Celk. 100h	136,0	37,63	321,1	75,67

Tabulka 10: Strukturální parametry částic fáze γ' pro vzorek superslitiny IN939 žíhaný 350h.

Snímek	Střední průměr částic	Objemový podíl sledované fáze	Střední počet částic v $1 \mu\text{m}^3$	Střední mezičásticová vzdálenost
č.	Dv [nm]	Vv [%]	Nv [mm^{-3}]	Lv [nm]
1	141,9	28,56	184,8	97,62
2	153,0	28,52	168,1	98,58
3	137,6	30,13	196,1	96,25
4	147,1	33,35	186,9	95,36
5	147,2	30,99	188,5	94,92
6	159,7	28,85	159,5	99,06
7	161,6	36,69	179,4	92,84
8	161,6	33,93	163,9	97,16
9	148,8	31,98	188,2	94,50
10	154,2	32,93	184,8	93,66
Celk. 350h	150,9	31,60	180,0	95,93

Tabulka 11: Strukturální parametry částic fáze γ' pro vzorek superslitiny IN939 žíhaný 500h.

Snímek	Střední průměr částic	Objemový podíl sledované fáze	Střední počet částic v $1 \mu\text{m}^3$	Střední mezičásticová vzdálenost
č.	Dv [nm]	Vv [%]	Nv [mm^{-3}]	Lv [nm]
1	184,9	36,79	122,9	104,9
2	184,9	40,87	118,7	106,7
3	181,5	39,12	125,1	104,9
4	166,0	30,10	129,1	108,0
5	156,7	29,08	141,6	106,1
6	175,6	35,64	133,6	103,2
7	150,4	36,87	175,3	96,3
8	172,7	31,63	116,9	111,3
9	161,5	31,25	135,9	106,7
10	168,3	31,43	122,9	109,9
Celk. 500h	169,6	34,28	132,2	105,6

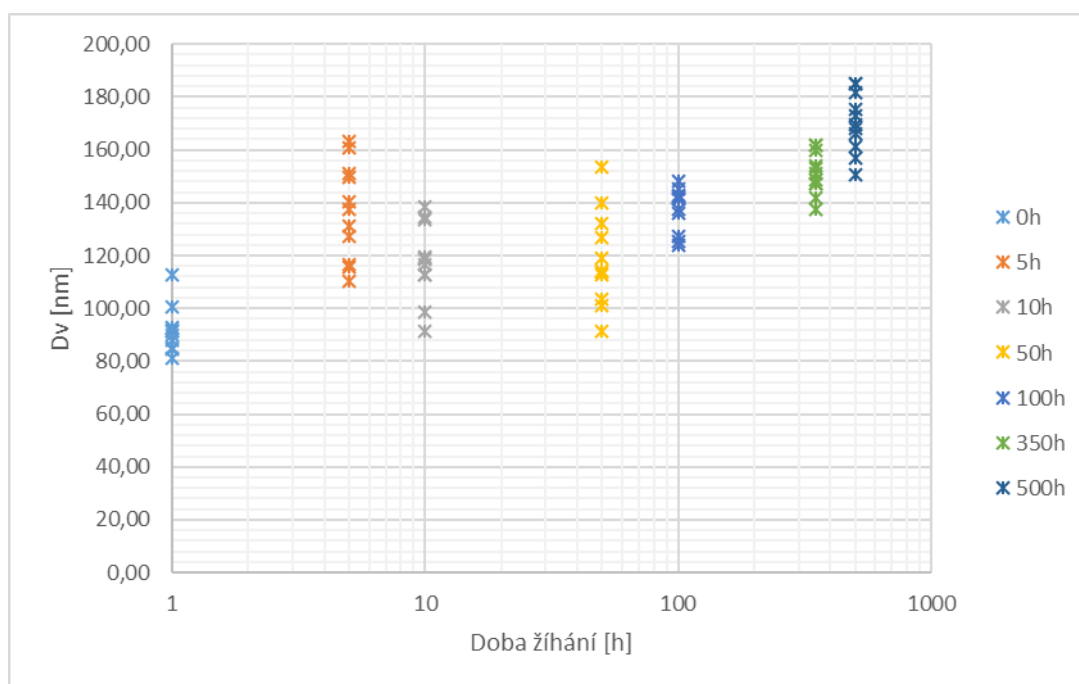
Tabulka 12 obsahuje souhrnné porovnání celkových hodnot pro všech 7 měřených vzorků. Z hodnot v této i v předchozích tabulkách budou v následujících podkapitolách vycházet grafické závislosti jednotlivých kvantitativních údajů na době žíhání.

Tabulka 12: Strukturní parametry částic fáze γ' pro celkové hodnoty vzorků superslitiny IN939 žíhané 0, 5, 10, 50, 100, 350 a 500h.

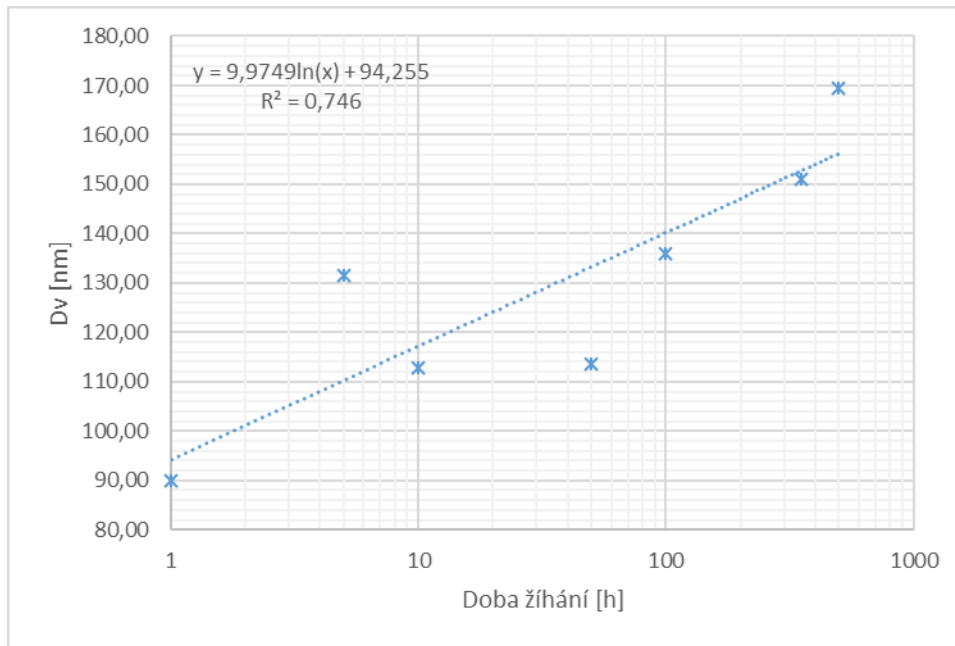
Vzorek	Střední průměr částic	Objemový podíl sledované fáze	Střední počet částic v $1 \mu\text{m}^3$	Střední mezičásticová vzdálenost
[h]	Dv [nm]	Vv [%]	Nv [μm^{-3}]	Lv [nm]
0	89,89	31,98	1034	51,86
5	131,4	40,51	398,7	69,08
10	112,80	33,68	507,6	66,08
50	113,6	32,77	479,7	67,74
100	136,0	37,63	321,1	75,67
350	150,9	31,60	180	95,93
500	169,6	34,28	132,2	105,6

4.2.1 Střední průměr částic

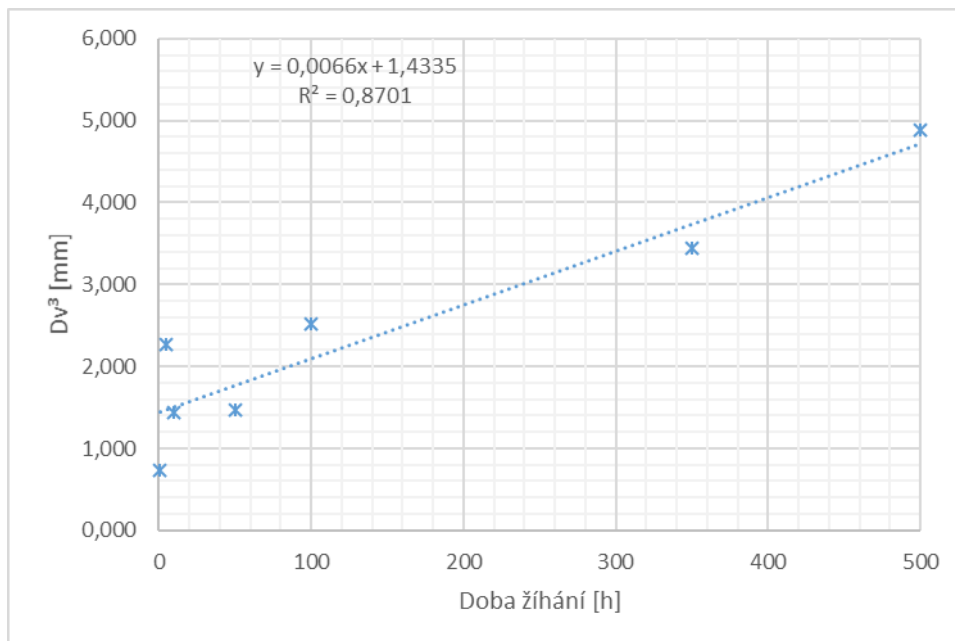
Graf 9 zobrazuje všechny vypočtené hodnoty středních průměrů částic fáze γ' na době žíhání. Graf 10 vyobrazuje pouze statisticky průměrné hodnoty v závislosti na době žíhání a hodnoty jsou proloženy logaritmickou spojnicí trendu, která ukazuje, je-li střední velikost částic fáze γ' v čase neměnná, rostoucí, či klesající.



Graf 9: Závislost středních průměrů částic fáze γ' na době žíhání pro všechny pořízené snímky slitiny IN939.



Graf 10: : Logaritmická závislost statisticky průměrných hodnot středních průměrů částic fáze γ' na době žíhání pro vzorky slitiny IN939 žíhané po dobu 0, 5, 10, 50, 100, 350 a 500h.



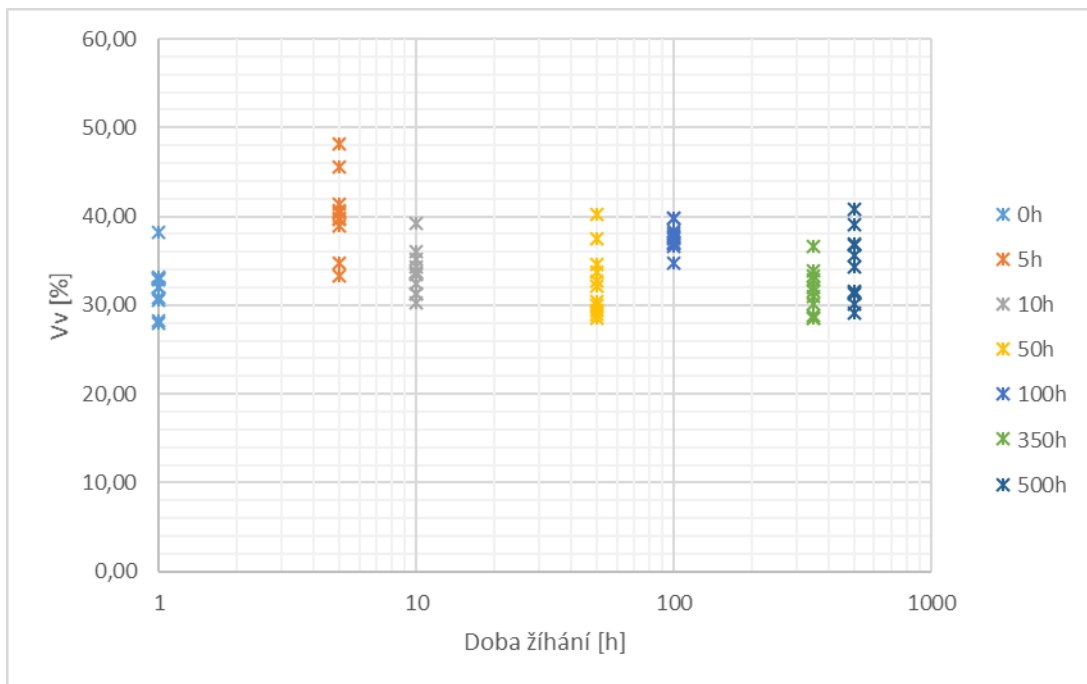
Graf 11: Lineární závislost třetích mocnin statisticky průměrných hodnot středních průměrů částic fáze γ' na době žíhání pro vzorky slitiny IN939 žíhané po dobu 0, 5, 10, 50, 100, 350 a 500h.

Z grafů 10 a 11 jasně vyplývá, že trend vývoje velikosti částic fáze γ' v závislosti na době žíhání je rostoucí. Čím delší čas je tedy slitina IN939 žíhána, tím větší částice fáze γ' jsou v mikrostruktuře přítomné. Tento výsledek mimo jiné také potvrzuje LSW teorii zmíněnou v kapitole 2.7.

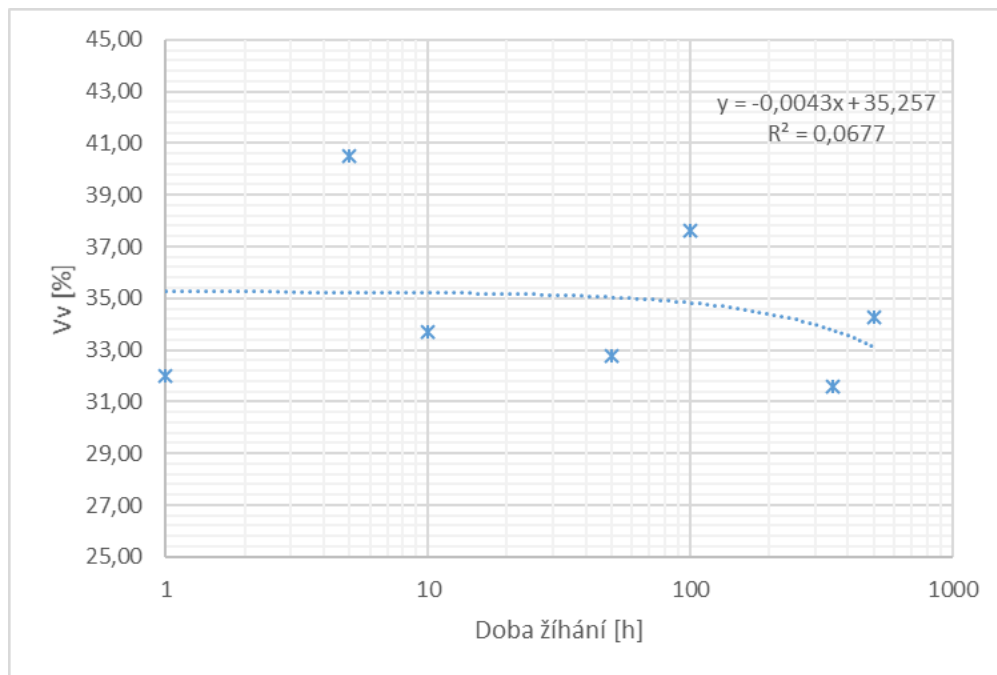
Graf 9 poskytuje pohled na rozptyl hodnot (od nejvyšší hodnoty po nejnižší) pro jednotlivé hodnocené snímky. Je patrné, že pro časy žíhání 5, 10 a 50h je rozptyl hodnot střední velikosti částic poměrně značný. Naopak následně pro časy žíhání 100, 350 a 500h je rozptyl hodnot výrazně menší. Lze tedy konstatovat, že struktura superslitiny IN939 je pro delší časy žíhání více homogenní. Toto tvrzení by měly potvrdit i grafy v následujících podkapitolách.

4.2.2 Objemový podíl fáze γ'

Objemový podíl V_v byl stanoven programem STRPAR na základě plošných charakteristik snímků zpracovaných v programu NIKON NIS Elements. Graf 12 zobrazuje závislost objemového podílu fáze γ' na době žíhání pro všechny hodnocené vzorky. V grafu 13 jsou pro závislost použity pouze statisticky průměrné hodnoty pro každý ze 7 měřených vzorků.



Graf 12: Závislost objemového podílu fáze γ' na době žíhání pro všechny pořízené snímky slitiny IN939.



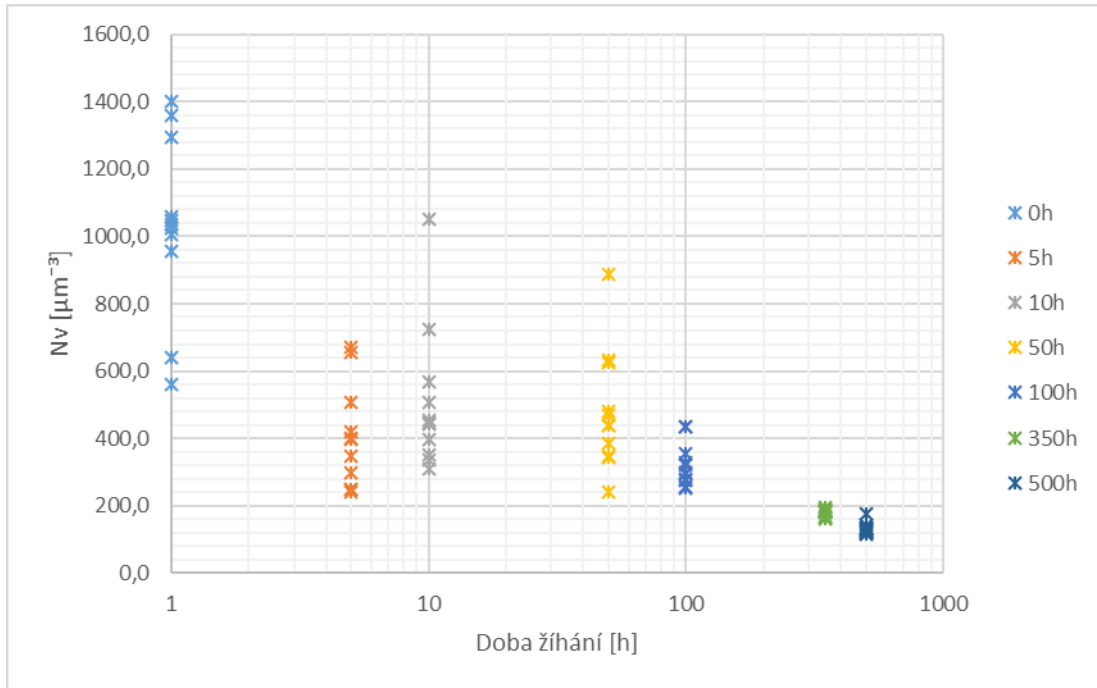
Graf 13: Logaritmičká závislost statisticky průměrných hodnot střední velikosti částic fáze γ' na době žihání pro vzorky slitiny IN939 žíhané po dobu 0, 5, 10, 50, 100, 350 a 500h.

Graf 13 (stejně jako hodnoty v tabulce) dokumentuje, že s rostoucím časem žihání je křivka trendu objemového podílu fáze γ' ve slitině IN939 mírně klesající. Zatímco střední velikost částic s časem poměrně výrazně roste (jak vyplývá z výsledků v podkapitole 4.2.1), tak celkový objemový podíl částic klesá. Tento trend už je i poměrně patrný pouhým okem při pohledu na dříve vložený obrázek 18. Hodnota objemového podílu pro dobu žihání 5h výrazněji vybočuje z trendu klesajícího objemového podílu částic fáze γ' , to může být způsobeno vlivem výchozí struktury.

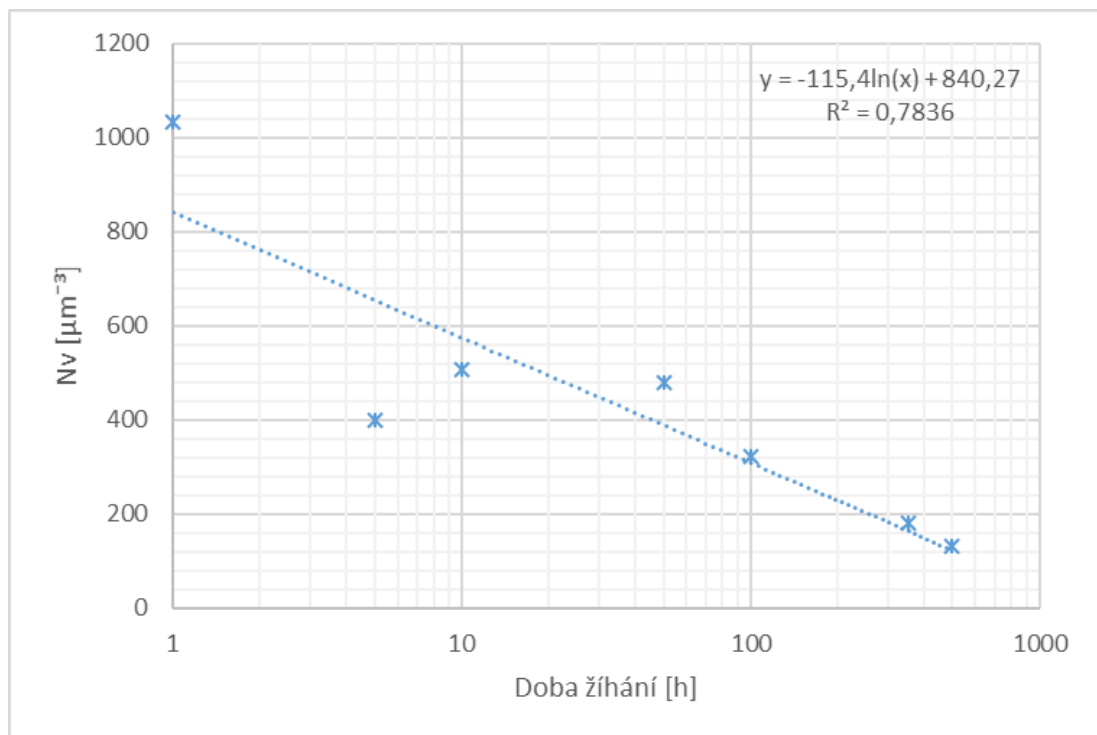
Rozptyl hodnot (od nejvyšší hodnoty po nejnižší) je opět vyšší pro časy žihání 5, 10 a 50h, nižší pro 100, 350 a 500h. To potvrzuje předpoklad z podkapitoly 4.2.1, tedy že s rostoucím časem žihání je mikrostruktura více homogenní.

4.2.3 Střední počet částic

Graf 14 vykresluje závislost středního počtu částic v $1 \mu\text{m}^3$ na době žíhání pro všechny vyhodnocené snímky. Graf 15 zobrazuje tuto závislost pouze pro statisticky průměrné hodnoty pro každý vzorek.



Graf 14: Závislost středního počtu částic fáze γ' na době žíhání pro všechny pořízené snímky slitiny IN939.



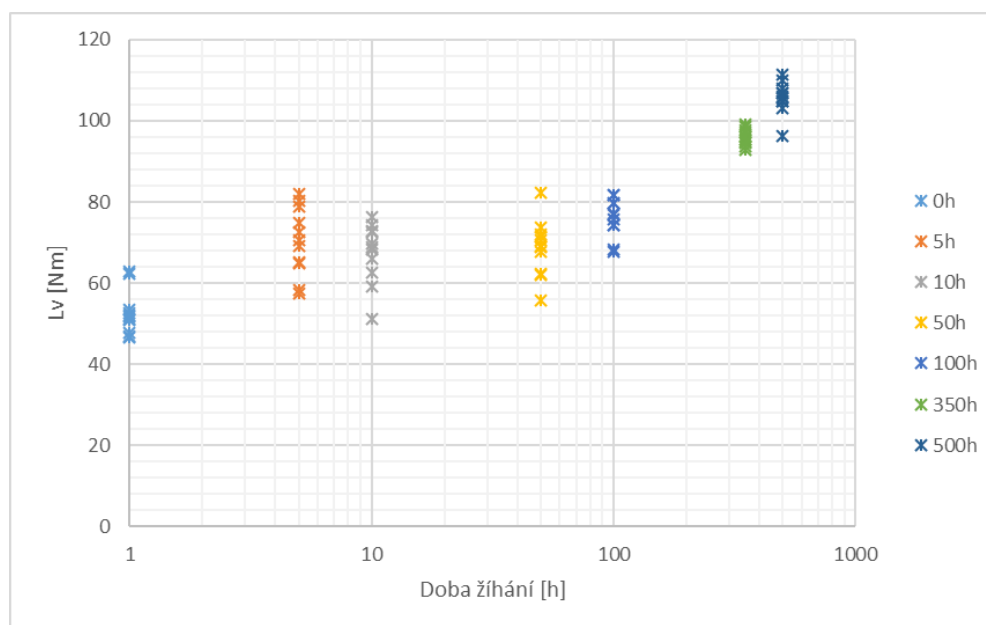
Graf 15: Logaritmičká závislost statisticky průměrných hodnot středního počtu částic fáze γ' na době žíhání pro vzorky slitiny IN939 žíhané po dobu 0, 5, 10, 50, 100, 350 a 500h.

Spojnice trendu v grafu 15 je výrazně klesající. Její průběh by se dal označit za obrácený ke křivce v grafu 10 (závislost střední velikosti částic na době žíhání). Tento průběh je zcela očekávatelný, pohlédneme-li zpětně znovu na grafy 10 a 13. Zatímco střední velikost částic se s časem žíhání zvyšuje, objemový podíl pouze mírně klesá. Logickým vyústěním těchto dvou skutečností je právě graf 15, ve kterém lze zřetelně vidět, že střední počet částic ve slitině IN939 s rostoucím časem žíhání značně klesá (viz také číselné údaje v tabulce 12).

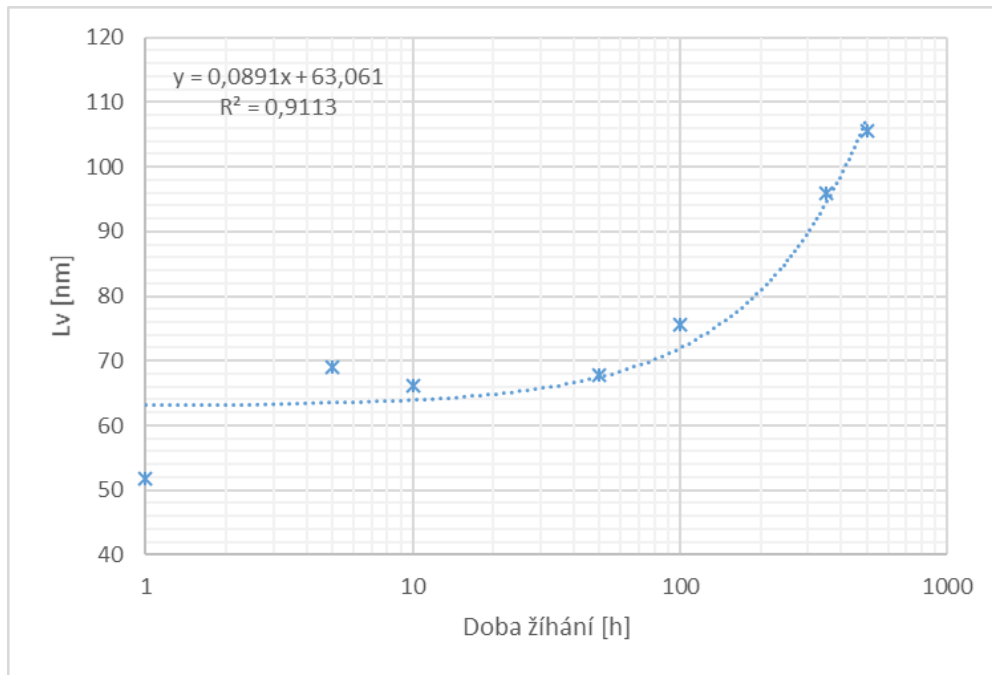
Z grafu 14 stojí za zmínku skutečnost, že i výchozí slitina (0h žíhacího času) má poměrně vysoký rozptyl hodnot (od nejvyšší hodnoty k nejnižší) středního počtu částic (v grafech 9 i 12 byl rozptyl pro slitinu ve výchozím stavu výrazně nižší). Zdaleka největšího rozptylu hodnot dosahují slitiny žíhané 10 a 50h, naopak u slitin žíhaných 100, 350 a 500h je rozptyl hodnot velmi malý, což odpovídá výsledkům z podkapitol 4.2.1 a 4.2.2.

4.2.4. Střední mezičásticová vzdálenost

Graf 16 shrnuje závislost střední mezičásticové vzdálenosti (průměrná vzdálenost od jedné částice ke druhé) pro všechny vyhodnocené snímky v závislosti na době žíhání, graf 17 vykresluje opět pouze celkové hodnoty pro každý měřený vzorek.



Graf 16: Závislost střední mezičásticové vzdálenosti fáze γ' na době žíhání pro všechny pořízené snímky slitiny IN939.



Graf 17: Logaritmičká závislost celkových hodnot mezičásticové vzdálenosti fáze γ' na době žíhání pro vzorky slitiny IN939 žíhané po dobu 0, 5, 10, 50, 100, 350 a 500h.

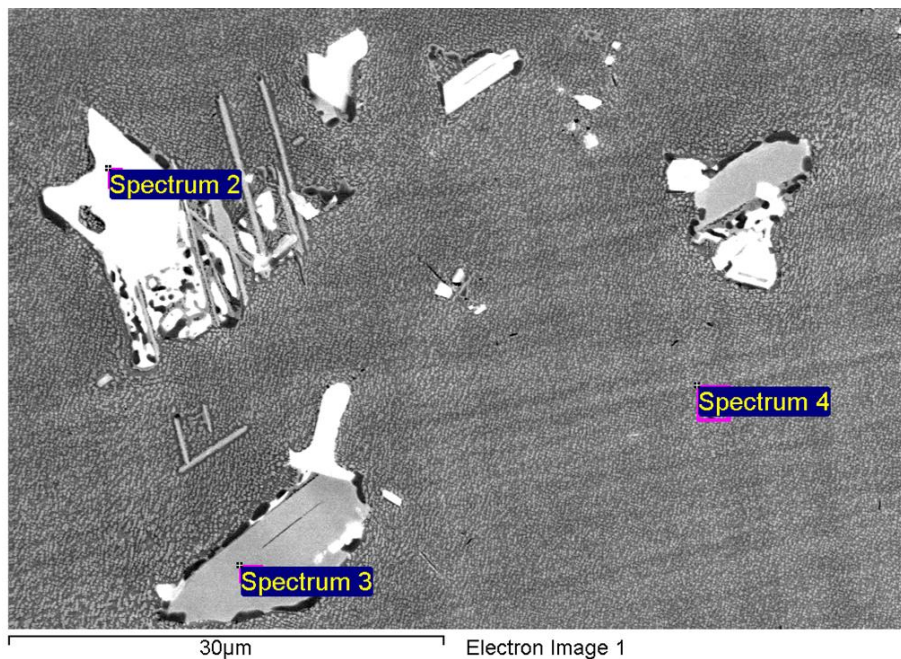
Závislost v grafu 17 dokumentuje, že s rostoucím časem žíhání se v superslitině IN939 zvětšuje mezičásticová vzdálenost fáze γ' . Při zpětném pohledu na obrázek 16 lze tento trend opět zachytit vizuálně.

Graf 16 dále potvrzuje výsledky z podkapitol 4.2.1 - 4.2.3. Rozptyl hodnot (od nejvyšší hodnoty k nejnižší) střední mezičásticové vzdálenosti je větší pro vzorky žíhané 5, 10 a 50h. Menší rozptyl lze pozorovat u časů žíhání 100, 350 a 500h. Výchozí vzorek (žíhaný 0h) má pro střední mezičásticové vzdálenosti rozptyl hodnot také malý.

4.3 Chemické složení

Chemické složení bylo analyzováno pro vzorek žíhaný 500h v oblastech dokumentovaných snímky na obrázcích 19 a 20. Hodnoty chemického složení v hmotnostních procentech jsou vypsány v tabulkách 14 a 15.

Sum Spektrum zahrnuje chemické složení celé oblasti mikroskopu. Uhlík je uváděn informativně, z důvodu identifikace karbidické fáze. Metoda EDS uhlík při kvantitativním vyhodnocení vždy nadhodnocuje.



Obrázek 19: Vzorek žíhaný 500h, EDS 1.

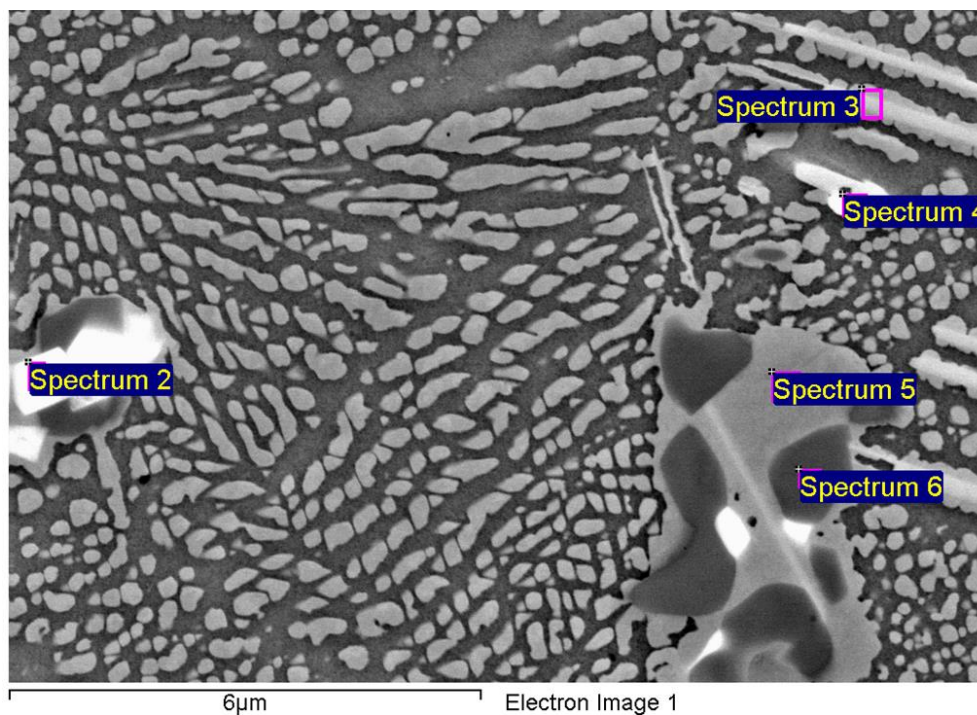
Tabulka 13: Chemické složení vzorku žíhaného 500h, EDS 1, všechny hodnoty uvedeny v %.

Spectrum	In stats.	C	Al	Si	Ti	Cr	Co	Ni	Zr	Nb	Mo	Ta	W	Total
Sum Spectrum	Yes	6.12	1.77	0.14	5.53	18.03	15.81	45.57	0.71	2.39	0.10	2.19	1.63	100.00
Spectrum 2	Yes	22.02			25.41	0.94				27.16		24.48		100.00
Spectrum 3	Yes		1.81	1.13	13.37	3.63	11.46	64.44	1.87	2.29				100.00
Spectrum 4	Yes	4.56	1.93		4.05	20.82	17.89	47.38		0.85		0.89	1.63	100.00

Spektrum 2 – komplexní karbid (Nb, Ti, Ta)C

Spektrum 3 – primární fáze γ'

Spektrum 4 – matrice $\gamma+\gamma'$



Obrázek 20: Vzorek žíhaný 500h, EDS 2.

Tabulka 14: Chemické složení vzorku žíhaného 500h, EDS 2, všechny hodnoty uvedeny v %.

Spectrum	In stats.	C	Al	Ti	Cr	Fe	Co	Ni	Zr	Nb	Mo	Ta	W	Total
Sum Spectrum	Yes	6.67	2.00	4.99	19.30	0.08	14.73	46.83	0.61	1.44	0.07	1.60	1.68	100.00
Spectrum 2	Yes	18.65		15.54	19.84		2.39	7.12	2.58	15.87		18.01		100.00
Spectrum 3	Yes		3.68	8.81	8.66		11.93	62.78		1.77		2.37		100.00
Spectrum 4	Yes	9.14	0.56	5.63	6.89		8.15	54.46	9.16	2.83		0.95	2.23	100.00
Spectrum 5	Yes	6.25	4.16	9.53	2.95		7.23	65.56		1.77		2.56		100.00
Spectrum 6	Yes	7.81		2.14	68.08		5.03	12.59					4.35	100.00

Spektrum 2 – komplexní karbid (Cr, Nb, Ti, Ta)C

Spektrum 3 – primární fáze γ' s intermetalickou jehlicí pravděpodobně (Co-Ti-Ta-Cr)

Spektrum 4 – komplexní karbid (Zr, Nb, Ta)C

Spektrum 5 – primární fáze γ'

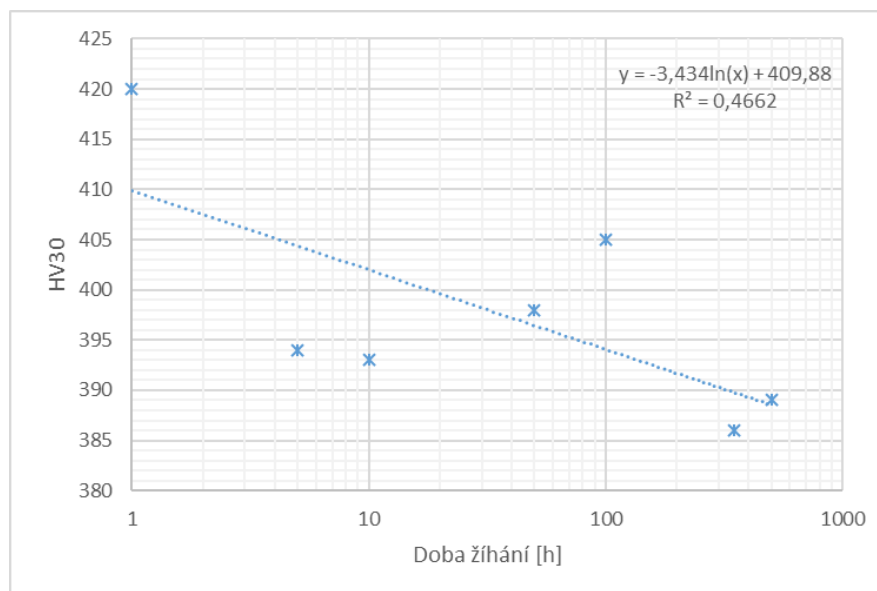
Spektrum 6 – karbid (Cr, W)C

4.4 Tvrdość

V tabulce 15 jsou uvedeny hodnoty tvrdosti HV30 pro všech 7 vzorků. Graf 18 nabízí pohled na logaritmickou závislost tvrdosti HV30 na době žíhání.

Tabulka 15: Hodnoty tvrdosti HV30 pro měřené vzorky.

Vzorek [h]	HV30
0	420
5	394
10	393
50	398
100	405
350	386
500	389



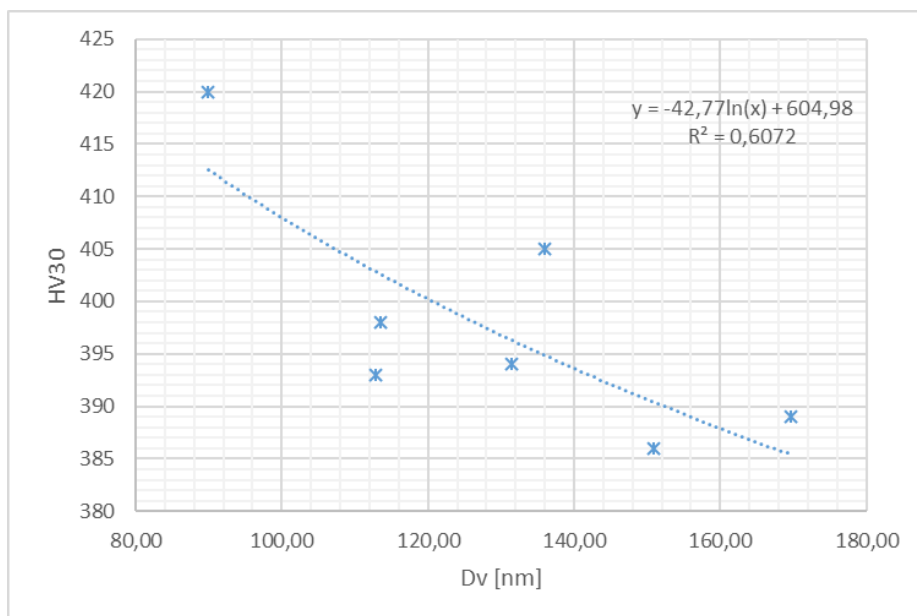
Graf 18: Logaritmická závislost tvrdosti HV30 na době žíhání pro vzorky slitiny IN939 žíhané po dobu 0, 5, 10, 50, 100, 350 a 500h.

4.5 Shrnutí výsledků a diskuze

Na základě vyhodnocení vybraných parametrů fáze γ' na řadě dlouhodobě žíhaných vzorků lze ze všech grafických závislostí a hodnot v tabulkách v podkapitolách 4.1 a 4.2 o slitině IN939 konstatovat následující:

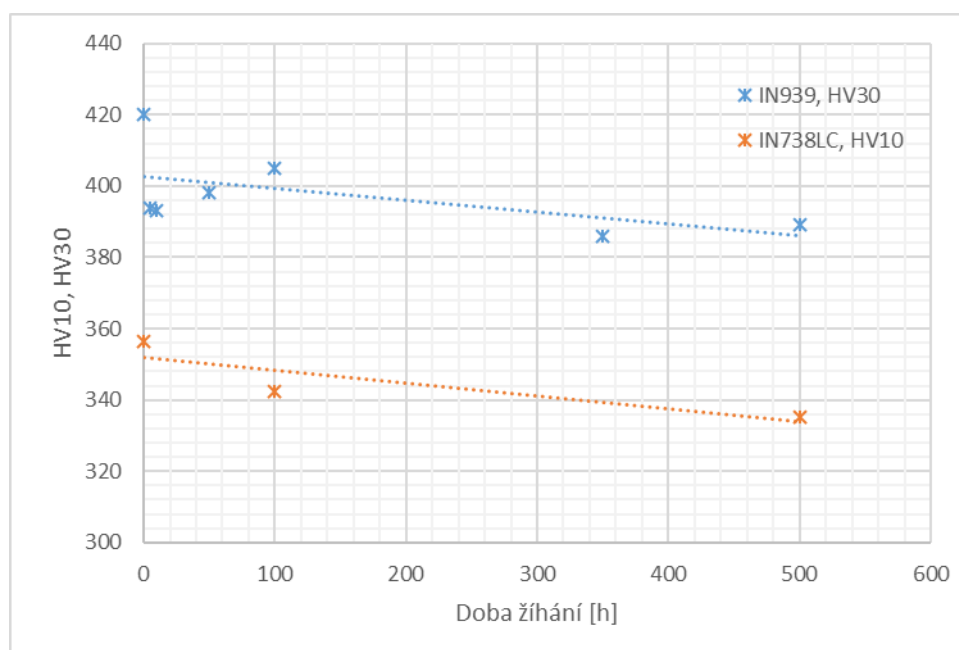
- Závislost velikosti částic fáze γ' na jejich počtu se pro jednotlivé vzorky řídí normálním rozdělením (krajní hodnoty jsou zastoupeny nejméně, střední hodnoty nejvíce), viz grafy 1 – 7.
- Střední průměr částic D_v roste téměř lineárně s rostoucím časem žíhání (viz grafy 10 a 11) a potvrzuje se tím LSW teorie z kapitoly 2.7. Hodnoty D_v se pohybují v desetinách mikrometru.
- Objemový podíl V_v sledované fáze γ' se s časem mění nejméně ze všech sledovaných strukturních parametrů. Trend objemového podílu je pouze mírně klesající (viz graf 13), což poukazuje na fakt, že zvyšující se velikost částic fáze γ' je ve slitině vykompenzována jejich celkovým úbytkem, takže se objemový podíl mění jen pozvolna. Hodnota objemového podílu se pohybuje okolo 33%.
- Střední počet částic N_v fáze γ' v $1 \mu\text{m}^3$ s rostoucím časem žíhání v grafu klesá, opačně vůči střední velikosti částic (viz graf 15). Úbytek počtu částic ve vzorcích je důsledkem jejich větších středních průměrů (menší částice mizí) a pouze malé změny objemového podílu.
- Střední mezičásticová vzdálenost L_v fáze γ' narůstá s delším časem žíhání v důsledku celkového úbytku částic ve slitině (viz graf 17).
- Tvrdost superslitiny IN939 klesá s rostoucím časem žíhání (viz graf 18).

Na grafu 19 je uvedena závislost tvrdosti HV30 na středním průměru částic D_v pro superslitinu IN939.



Graf 19: Závislost tvrdosti HV30 na středním průměru částic D_v pro superslitinu IN939.

Je zřejmé, že s rostoucím středním průměrem částic D_v v superslitině IN939 klesá její tvrdost HV30. Čím déle je superslitina IN939 žihána, tím větší částice fáze γ' se vytváří a zároveň se jejich počet ve slitině snižuje, neboť menší částice mizí (zanikají). Dochází k hrubnutí částic fáze γ' , což přímo ovlivňuje mechanické vlastnosti – pokles tvrdosti.



Graf 20: Srovnání závislosti tvrdosti s rostoucím časem žihání pro slitinu IN939 (HV30) a slitinu IN738LC (HV10). [25]

Graf 20 srovnává vývoj tvrdosti v čase pro slitinu IN939 sledovanou v této práci a pro slitinu IN738LC (dlouhodobě žhána při teplotě 850°C). Z grafu lze vyčíst, že tvrdost slitiny IN939 je již od výchozího stavu vyšší a zůstává vyšší i v průběhu času při dlouhodobém žhání.

Z grafu lze dále vyčíst, že hodnota tvrdosti dle Vickerse HV30 (IN939) i HV10 (IN738LC) se snižuje s delší dobou žhání. Nejvýraznější pokles tvrdosti pro slitinu IN939 nastává mezi žhacími časy 0 a 5h, dále je trend poklesu mírný.

5 Závěr

Cílem této práce bylo sledovat vliv dlouhodobého žíhání při teplotě 850°C na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti superslitiny IN939.

Naměřená data jsou v souladu s úvodními předpoklady a zároveň potvrzují výsledky předchozích prací, které se zabývaly vývojem mikrostruktury litých niklových superslitin v čase za dlouhodobého žíhání při konstantní teplotě.

S vyšším časem žíhání se zvyšuje střední velikost částic fáze γ' , klesá jejich počet ve slitině a zvyšuje se mezičásticová vzdálenost mezi nimi. Objemový podíl klesá pouze mírně. Nejvyšší stupně homogenity struktury byly zaznamenány pro doby žíhání 100 a 350h. Lze tak soudit na základě grafů, ve kterých je patrný rozptyl hodnot (od nejvyšší hodnoty po nejnižší) pro každý strukturní parametr – a tyto dva vzorky měly rozptyl nejmenší.

Vliv změny kvantitativních vlastností s rostoucím časem žíhání se projevil v mechanických vlastnostech superslitiny. S hrubnutím částic fáze γ' došlo k poklesu tvrdosti superslitiny. Tvrdost superslitiny IN939 je v průběhu dlouhodobého teplotního žíhání (při stejné teplotě 850°C) vyšší než tvrdost superslitiny IN738LC.

V případě dalšího výzkumu by bylo vhodné podrobit vzorky ještě mnohem delšímu žíhacímu času, např. 1000 a 1500h. Poté by bylo možno sledovat, zda by pokračoval trend růstu částic fáze γ' a jejich objemový podíl by dále klesal pouze mírně, či zda by došlo k intenzivní změně ve vývoji strukturních parametrů.

6 Použitá literatura

- [1] VOJTĚCH, Dalibor. *Kovové materiály*. Praha: Vydavatelství VŠCHT, 2006. ISBN 80-708-0600-1.]
- [2] JANOVEC, Jiří, Jiří CEJP a Josef STEIDL. *Perspektivní materiály*. Praha: Vydavatelství ČVUT, 1995. ISBN 80-01-01282-4.
- [3] POLLOCK, Tresa M., Sammy TIN. *Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties*. Journal of Propulsion and Power, 2006. ISSN 1533-3876.
- [4] DONACHIE, Matthew J., Stephen J. DONACHIE. *Superalloys A Technical Guide*. Materials Park: ASM International, 2002. ISBN 9781615030644.
- [5] LOSERTOVÁ, Monika. *Progresivní materiály: učební text*. Ostrava: Vysoká škola báňská -Technická univerzita, 2012. ISBN 978-80-248-2575-5.
- [6] LASEK, Stanislav. *Základy degračních procesů*. Ostrava, 2013. ISBN 978-80-248-3373-6.
- [7] Vlastnosti a zkoušení materiálů[online]. [cit. 2020-11-8]. Dostupné z: https://www.fs.vsb.cz/export/sites/fs/330/.content/files/VZM9_creep.pdf
- [8] KEJHA, Richard. VÝROBA, POUŽITÍ A VLASTNOSTI NIKLOVÝCH SLITIN[online]. BRNO, 2017. [cit. 2020-12-05]. Dostupné z: <https://www.vutbr.cz>. Bakalářská práce. VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ.
- [9] SINGH, Simarpreet. Superalloys Report[online]. [cit. 2020-12-5]. Rajasthan, 2016. Dostupné z: <https://www.researchgate.net>. AMITY University.
- [10] ŠMÍD, Miroslav. SOUČASNÉ PŮSOBNÍ ÚNAVY A CREEPU U Ni SUPERSLITIN A SLITINY TIAL[online]. Brno, 2013 [cit. 2020-12-05]. Dostupné z: <https://dspace.vutbr.cz>. Dizertační práce. VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ.
- [11] SIMS, Chester Thomas a William C. HAGEL. *The superalloys*. New York: Wiley-Interscience, [1972]. ISBN 04-717-9207-1.
- [12] Sukhdeep Singh Handa. *Precipitation of Carbides in a Ni-based Superalloy*[online]. Trollhättan, SWEDEN, 2014 [cit. 2020-12-05]. Dostupné z: <http://citeseerx.ist.psu.edu/index>. UNIVERSITY WEST.
- [13] FUKÁTKOVÁ, Pavla. STRUKTURA A VLASTNOSTI LITÝCH NIKLOVÝCH SUPERSLITIN[online]. Brno, 2008 [cit. 2020-12-05]. Dostupné z: <https://www.vutbr.cz>. Bakalářská práce. VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ.
- [14] LOSERTOVÁ, Monika. *TECHNOLOGIE SPECIÁLNÍCH SLITIN*. Ostrava, 2013. ISBN 978-80-248-3379-8.
- [15] PODHORNÁ, Božena, Jiří KUDRMAN a Karel HRBÁČEK. Tepelné zpracování niklových superslitin[online]. Hradec nad Moravicí, 2003 [cit. 2020-12-05]. Dostupné z: <http://konference.tanger.cz/data/metal2003/sbornik/papers/52.pdf>

- [16] VODÁREK, Vlastimil. *Metody studia struktury: učební text*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2012. ISBN 978-80-248-2559-5.
- [17] JAHANGIRI, M.R. Effect of long time service exposure on microstructure and mechanical properties of gas turbine vanes made of IN939 alloy. In: *Materials and Design* [online]. 2014, [cit. 2020-10-12]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0261306914006517?via%3Dihub>
- [18] DELARGY, K.M. Phase Composition and Phase Stability of a High-Chromium Nickel-Based Superalloy, IN939. In: *METALLURGICAL TRANSACTIONS A*. Volume 14A, september 1983, s. 1771-1783
- [19] BELAN, Juraj. GCP and TCP phases presented in nickel-base superalloys. In: *Materials Today: Proceedings* [online]. 2016, s. 936-941 [cit. 2020-10-12]. DOI: 10.1016/j.matpr.2016.03.024. ISSN 22147853. Dostupné z: <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S2214785316002297>
- [20] JAHANGIRI, M.R. Comparison of microstructural stability of IN939 superalloy with two different manufacturing routes during long time aging. In: *Science Direct* [online]. 2014 [cit. 2021-5-5]. Dostupné z: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1003632614632453?via%3Dihub#bibl10>
- [21] REED, Roger C. *The Superalloys Fundamentals and Applications*. The Edinburgh Building, Cambridge CB2 2RU, UK: Cambridge University Press, 2006. ISBN 9780521859042.
- [22] STOKES, J. Debbie. *Principles and Practice of Variable Pressure/Environmental Scanning Electron Microscopy (VP-ESEM)*. 1st Edition. Great Britain: John Wiley & Sons, Ltd., 2008. ISBN 978-0-470-06540-2.
- [23] SM-7600F Schottky Fired Emission Scanning Electron Microscope. In: *Jeol* [online]. Japonsko: JEOL [cit. 2021-7-5]. Dostupné z: <https://www.jeol.co.jp/en/products/detail/JSM-7600F.html>.
- [24] RUSS, John C. *The image processing handbook*. 5th ed. Boca Raton: Taylor & Francis Group 2007. ISBN 08-493-7254-2.
- [25] PECH, R., Hák J., Kudrman J., *Vlastnosti lité žárupevné slitiny IN-738LC*. Zpráva REMS, 028/92, Praha, 1992.

7 Seznam zkratek

SEM – Rastrovací elektronový mikroskop, angl. Scanning Electron Microscope

EDS – Energiově disperzní spektroskopie, angl.. Energy Dispersive Spectroscopy

TCP – Fáze TCP, angl. Topologically Close Packed phases

FCC – Plošně středěná krystalová mřížka, angl. Face Centered Cubic structure

BCC – Prostorově centrovaná krystalová mřížka, angl. Body Centered Cubic structure

HCP – Hexagonálně těsná uspořádaná mřížka, angl. Hexagonal Close Packed structure

HIP – Izostatické stlačování za tepla, angl. Hot Isostatic Pressing

8 Seznam obrázků

Obrázek 1: Závislost meze pevnosti superslitin při creepu na teplotě. [4].....	12
Obrázek 2: Význam prvků v niklových superslitinách. [11]	14
Obrázek 3: Závislost rychlosti koroze na obsahu chromu ve vybraných superslitinách. [21]	14
Obrázek 4: Binární rovnovážný diagram Al-Ni. [8]	16
Obrázek 5: Krystalová mřížka fáze γ'	17
Obrázek 6: Závislost meze kluzu na teplotě zkoušení pro různé objemové podíly fáze γ' . [5]	18
Obrázek 7: Křivka tečení. [6].....	22
Obrázek 8: Difuzní creep. [6].....	23
Obrázek 9: Dislokační creep. [6]	24
Obrázek 10: Odlévání superslitin. [4]	25
Obrázek 11: Závislost parametru $a_3 - a_0$ na čase stárnutí pro odlévanou a tvářenou superslitinu IN939 při 790, 850 a 910°C. [20].....	29
Obrázek 12: Efekt amorfní křemíkové krycí vrstvy při ochraně niklové superslitiny IN939 při oxidaci při teplotě 899°C po dobu 1000h. [4].....	30
Obrázek 13: Signály vznikající při dopadu primárního elektronového paprsku. [22]	32
Obrázek 14: Zjednodušené schéma rastrovacího elektronového mikroskopu. [22].....	33
Obrázek 15: Rastrovací elektronový mikroskop JEOL JSM-7600F. [23]	33
Obrázek 16: Srovnání snímků fáze γ' z rastrovacího elektronového mikroskopu pro režimy a) ADD, b) SEI, c) LEI, d) LABE a e) COMPO2.....	35
Obrázek 17: Snímek částic fáze γ' před a po naprahování v programu NIKON NIS Elements.	36
Obrázek 18: Srovnání vybraných snímků částic fáze γ' při zvětšení 50 000x pro každý ze vzorků.....	37
Obrázek 19: Vzorek žíhaný 500h, EDS 1.	53
Obrázek 20: Vzorek žíhaný 500h, EDS 2.	54

9 Seznam grafů

Graf 1: Počet a velikost částic fáze γ' v součtu 10 vzorků superslitiny IN939 s žíhací dobou 0h.....	39
Graf 2: Počet a velikost částic fáze γ' v součtu 10 vzorků superslitiny IN939 s žíhací dobou 5h.....	39
Graf 3: Počet a velikost částic fáze γ' v součtu 10 vzorků superslitiny IN939 s žíhací dobou 10h.....	39
Graf 4: Počet a velikost částic fáze γ' v součtu 10 vzorků superslitiny IN939 s žíhací dobou 50h.....	40
Graf 5: Počet a velikost částic fáze γ' v součtu 10 vzorků superslitiny IN939 s žíhací dobou 100h.....	40
Graf 6: Počet a velikost částic fáze γ' v součtu 10 vzorků superslitiny IN939 s žíhací dobou 350h.....	40
Graf 7: Počet a velikost částic fáze γ' v součtu 10 vzorků superslitiny IN939 s žíhací dobou 500h.....	41
Graf 8: Počet a velikost částic fáze γ' pro všechny měřené vzorky superslitiny IN939.	41
Graf 9: Závislost středních průměrů částic fáze γ' na době žíhání pro všechny pořízené snímky slitiny IN939.	46
Graf 10: : Logaritmičká závislost statisticky průměrných hodnot středních průměrů částic fáze γ' na době žíhání pro vzorky slitiny IN939 žíhané po dobu 0, 5, 10, 50, 100, 350 a 500h....	47
Graf 11: Lineární závislost třetích mocnin statisticky průměrných hodnot středních průměrů částic fáze γ' na době žíhání pro vzorky slitiny IN939 žíhané po dobu 0, 5, 10, 50, 100, 350 a 500h.....	47
Graf 12: Závislost objemového podílu fáze γ' na době žíhání pro všechny pořízené snímky slitiny IN939.	48
Graf 13: Logaritmičká závislost statisticky průměrných hodnot střední velikosti částic fáze γ' na době žíhání pro vzorky slitiny IN939 žíhané po dobu 0, 5, 10, 50, 100, 350 a 500h.....	49
Graf 14: Závislost středního počtu částic fáze γ' na době žíhání pro všechny pořízené snímky slitiny IN939.	50
Graf 15: Logaritmičká závislost statisticky průměrných hodnot středního počtu částic fáze γ' na době žíhání pro vzorky slitiny IN939 žíhané po dobu 0, 5, 10, 50, 100, 350 a 500h.....	50
Graf 16: Závislost střední mezičásticové vzdálenosti fáze γ' na době žíhání pro všechny pořízené snímky slitiny IN939.	51
Graf 17: Logaritmičká závislost celkových hodnot mezičásticové vzdálenosti fáze γ' na době žíhání pro vzorky slitiny IN939 žíhané po dobu 0, 5, 10, 50, 100, 350 a 500h.	52
Graf 18: Logaritmičká závislost tvrdosti HV30 na době žíhání pro vzorky slitiny IN939 žíhané po dobu 0, 5, 10, 50, 100, 350 a 500h.	55
Graf 19: Závislost tvrdosti HV30 na středním průměru částic D_v pro superslitinu IN939. ..	57
Graf 20: Srovnání závislostí tvrdosti s rostoucím časem žíhání pro slitinu IN939 (HV30) a slitinu IN738LC (HV10). [25]	57

10 Seznam tabulek

Tabulka 1: Legující prvky niklových superslitin a jejich účinek. [5]	15
Tabulka 2: Chemické složení slitiny IN939. [17]	27
Tabulka 3: Mechanické vlastnosti superslitiny IN939 při různých teplotách. [4]	30
Tabulka 4: Počty částic fáze γ' a jejich četnost v jednotlivých rozměrových třídách pro všechny měřené vzorky.....	38
Tabulka 5: Strukturní parametry částic fáze γ' pro vzorek superslitiny IN939 žíhaný 0h.....	42
Tabulka 6: Strukturní parametry částic fáze γ' pro vzorek superslitiny IN939 žíhaný 5h.....	43
Tabulka 7: Strukturní parametry částic fáze γ' pro vzorek superslitiny IN939 žíhaný 10h...	43
Tabulka 8: Strukturní parametry částic fáze γ' pro vzorek superslitiny IN939 žíhaný 50h...	44
Tabulka 9: Strukturní parametry částic fáze γ' pro vzorek superslitiny IN939 žíhaný 100h.	44
Tabulka 10: Strukturní parametry částic fáze γ' pro vzorek superslitiny IN939 žíhaný 350h.	45
Tabulka 11: Strukturní parametry částic fáze γ' pro vzorek superslitiny IN939 žíhaný 500h.	45
Tabulka 12: Strukturní parametry částic fáze γ' pro celkové hodnoty vzorků superslitiny IN939 žíhané 0, 5, 10, 50, 100, 350 a 500h.....	46
Tabulka 13: Chemické složení vzorku žíhaného 500h, EDS 1, všechny hodnoty uvedeny v %.	53
Tabulka 14: Chemické složení vzorku žíhaného 500h, EDS 2, všechny hodnoty uvedeny v %.	54
Tabulka 15: Hodnoty tvrdosti HV30 pro měřené vzorky.	55