



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ
ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING
INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

VLIV CYKLICKÉHO TEPELNÉHO ZPRACOVÁNÍ NA STRUKTURU SLITINY TIAL

EFFECT CYCLIC HEAT TREATMENT ON STRUCTURE OF TIAL ALLOY

DIPLOMOVÁ PRÁCE

MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Bc. EVA VRASPÍROVÁ

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

Ing. MARTIN PETRENEC, Ph.D.

BRNO 2012

Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství

Ústav materiálových věd a inženýrství

Akademický rok: 2011/2012

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

student(ka): Bc. Eva Vraspírová

který/která studuje v **magisterském navazujícím studijním programu**

obor: **Materiálové inženýrství (3911T011)**

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma diplomové práce:

Vliv cyklického tepelného zpracování na strukturu slitiny TiAl

v anglickém jazyce:

Effect cyclic heat treatment on structure of TiAl alloy

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Podstatou navrhovaného tématu je přispět k pochopení vztahů mezi strukturou a mechanickými vlastnostmi u nových moderních vícefázových litych slitin gama TiAl pomocí vhodného tepelného zpracování. Požadovaná struktura tvořená plně lamelární morfologií fází alfa2 a gama tvořící členité hranice zrn „zamknutých“ lamel společně s vhodně vyprecipitovanou plastickou fází beta by měla zaručovat potřebné mechanické vlastnosti. Komplexní tepelné zpracování, sestávající se z cyklického a lomeného procesu pro dosažení jemnozrné struktury bude optimalizováno s ohledem na aplikace těchto materiálů při vysokých teplotách, mezi něž patří lopatky plynových turbín či rotor turbodmychadla a u nichž se jako rozhodující poškozující mechanismus za reálných podmínek namáhání uplatňuje interakce creepu a únavy.

Cíle diplomové práce:

Analyzovat danou problematiku studiem příslušné literatury zabývající se tepelným zpracováním a strukturou TiAl slitin a aplikovat je na řešení úkolů:

- i) Podrobně popsat a zdokumentovat současné druhy tepelných zpracování.
- ii) Uskutečnit a optimalizovat vlastní cyklické a lomené tepelné zpracování na vzorcích ze slitiny TiAl-7Nb s cílem dosažení požadované jemnozrné struktury.
- iii) V průběhu prováděného tepelného zpracování připravit metalografické výbrusy, pozorovat, identifikovat a kvantifikovat získané struktury pomocí světelné a elektronové mikroskopie.
- iv) Naučit se ovládat skenovací elektronový mikroskopu LYRA 3 Tescan pro detailnější popis mikrostruktury.
- v) Získané výsledky diskutovat s použitou literaturou s ohledem na přínos optimalizovaných nalezených tepelných zpracování v inženýrské praxi.

Seznam odborné literatury:

- [1] Appel F, Oehring M, Wagner R. Intermetallics 8 (2000) 1283–312
- [2] Holt DJ. Aerospace Eng 8 (1988) 1
- [3] Beddoes J, Zhao L, Chen WR, Du X. Mater. Res. Soc. Symp. Proc. 552 (1999) KK1.1.1–KK1.1.1.12.
- [4] Yang J, Wang JN, Wang Y et al. Intermetallics 11 (2003) 971–2.
- [5] Cha L, Scheu Ch, Clemens H, Chladil HF, Dehm G, Gerling R, Bartels A. Intermetallics 16 (2008) 868–75
- [6] Bartels A, Bystrzanowski S, Chladil HF, Leitner H, Clemens H, Gerling R, Schimansky FP. Materials Research Society Symposium Proceedings 842 (2005) pp. 193–8.
- [7] Petrenec M, Zemanová A, Krahula K, Kruml T, Man J. Mater Eng 16 (3a/2009) 13–18.
- [8] Schafrik RE. In: Structural intermetallics 2001, Hemker KJ et al, eds. Warrendale, PA: TMS; 2001. pp. 13–7.
- [9] Smarsly W, Baur H, Glitz G, Clemens H, Khan T, Thomas M. In: Structural intermetallics 2001, Hemker KJ,
- [10] Dimiduk DM, Clemens H, Darolia R, Inui H, Larsen JM et al, eds. Warrendale, PA: TMS; 2001. pp. 25–34.

Vedoucí diplomové práce: Ing. Martin Petrenec, Ph.D.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2011/2012.

V Brně, dne 22.3.2012

L.S.

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
Ředitel ústavu

prof. RNDr. Miroslav Doupovec, CSc., dr. h. c.
Děkan fakulty

ABSTRAKT

Diplomová práce se zabývá zjemněním lité struktury slitiny γ -TiAl–2Nb pomocí cyklického tepelného zpracování a analýzou mechanismu zjemnění. Vývoj struktury po aplikovaných teplotních cyklech byl sledován světelnou, laserovou a elektronovou mikroskopií a pomocí zkoušky mikrotvrdosti. Aplikací pěti teplotních cyklů, během nichž opakovaně probíhaly dvě fázové transformace (eutektoidní a α -překrystalizační reakce), byla zjemněna původní hrubá kolumnární litá struktura o středním průměru zrna 512 μm na jemnozrnnou plně lamelární strukturu fází γ a α_2 se středním průměrem zrna 229 μm . Tloušťka lamel fáze γ se nezměnila, zatímco tloušťka lamel fáze α_2 zaznamenala výrazný pokles, až na 78 nm. Zjemnění lamel fáze α_2 mělo za následek zvýšení mikrotvrdosti zrn o 20 %. Překrystalizovaná litá struktura v důsledku cyklického tepelného zpracování i mechanismus vedoucí ke zjemnění struktury byly srovnány s literárními údaji a diskutovány s cílem navrhnout ještě vhodnější postup zjemňujícího tepelného zpracování litých slitin TiAl.

ABSTRACT

The subject of this master thesis is focused to the refining of the cast structure of γ -TiAl–2Nb alloy using cyclic heat treatment and to the analysis of the grain refining mechanism. Structure evolution after applied cycles of heat treatment was characterized using light, laser and electron microscopy and using microhardness tests. Application of five heat treatment cycles during which two phase transformations (eutectoid and α -recrystallization reactions) repeatedly took place resulted in refining of the cast columnar structure having the mean grain size 512 μm to fully lamellar structure containing γ and α_2 phases having the mean grain size 229 μm . Lamellae thickness of γ was not changed while the thickness of α_2 phase decreased, up to 78 nm. Refining of α_2 phase resulted in the increase of the microhardness by 20 %. The recrystallized cast structure obtained by cyclic heat treatment and the knowledge on the mechanisms of the refining the structure were compared with the literature data and were discussed in order to propose more efficient procedure for refining thermal treatment of cast TiAl alloys.

KLÍČOVÁ SLOVA

Slitina TiAl-2Nb, plně lamelární struktura, cyklické tepelné zpracování, zjemnění lité struktury, diskontinuální zhrubnutí, mikrotvrdost

KEY WORDS

TiAl-2Nb alloy, fully lamellar structure, cyclic heat treatment, refining cast structure, discontinuous coarsening, microhardness

VRASPIROVÁ, E. *Vliv cyklického tepelného zpracování na strukturu slitiny TiAl*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2012. 60 s. Vedoucí diplomové práce Ing. Martin Petrenec, Ph.D..

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci vypracovala samostatně a že všechny použité literární zdroje jsem správně a úplně citovala. Diplomová práce je z hlediska obsahu majetkem Fakulty strojního inženýrství VUT v Brně a může být využita ke komerčním účelům jen se souhlasem vedoucího diplomové práce a děkana FSI VUT v Brně.

V Brně 25. 5. 2012

Eva Vraspírová

PODĚKOVÁNÍ

Chtěla bych poděkovat všem, kteří mi pomáhali s tvorbou diplomové práce, hlavně mému vedoucímu Ing. Martinu Petrencovi, Ph.D. za jeho ochotu a odbornou pomoc, trpělivé vedení a množství cenných rad a připomínek.

Dále děkuji p. Ivě Davidové, Ing. Pavle Roupcové, Ph.D. a Ing. Pavlu Gejdošovi, kteří mi vždy ochotně pomohli cennými informacemi při tvorbě experimentální části.

OBSAH

1. ÚVOD	1
2. CÍLE PRÁCE	2
3. LITERÁRNÍ PŘEHLED PROBLEMATIKY	3
3.1 TITAN A JEHO SLITINY	3
3.2 CHARAKTERISTIKA SLITIN γ-TiAl	5
3.2.1 Základní popis, fyzikální vlastnosti a deformační mechanismy	5
3.2.2 Fázové rovnováhy a struktura	5
3.3 VLIV PRVKŮ NA STRUKTURU A VLASTNOSTI SLITINY γ-TiAl	14
3.3.1 Vliv niobu	15
3.4 TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ SLITIN γ-TiAl	17
3.4.1 Cyklické tepelné zpracování	18
3.4.2 Lomené tepelné zpracování	21
3.4.3 Konvenční dvoustupňové tepelné zpracování	26
4. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST	27
4.1 EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL	27
4.2 CYKICKÉ TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ	29
4.3 POSTUPY A EXPERIMENTÁLNÍ ZAŘÍZENÍ	30
4.3.1 Světelná mikroskopie a obrazová analýza	30
4.3.2 Laserová konfokální mikroskopie	31
4.3.3 Rastrovací elektronová mikroskopie	31
4.3.4 Mikrotvrdomost	32
5. VÝSLEDKY	33
5.1 STRUKTURA A VELIKOST ZRNA	33
5.2 MIKROSTRUKTURA A TLOUŠŤKA LAMEL	40
5.3 MIKROTVRDOMOST STRUKTURY	45
6. DISKUZE VÝSLEDKŮ	46
7. ZÁVĚRY	49
8. PŘEHLED POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ	50
9. POUŽITÁ LITERATURA	51
10. TABULKOVÉ PŘÍLOHY	55

1. ÚVOD

Technické slitiny titanu jsou nezastupitelným materiálem v praxi pro své specifické vlastnosti v oblasti kosmických technologií a aplikací leteckého průmyslu. Mezi jednu z nejslibnějších slitin skupiny intermetalických materiálů a v poslední době nejvíce studovaných patří γ -TiAl, která je považována za možného nástupce niklových superslitin. Při současné celosvětové snaze snížit hmotnost leteckých turbín kvůli vysokým cenám paliva jsou přednosti TiAl, např. výrazně nižší hustota ($\sim 4,0 \text{ g/cm}^3$) a také atraktivní vlastnosti při vysokých teplotách, velice ceněné.

V dnešní době se již začíná používat pro turbodmychadla automobilů a také jako slitina pro lopatky turbín v sekcích s nižším tlakem. Současný výzkum nadále usiluje o zlepšení vlastností, především zlepšení přirozeně nízké houževnatosti u této skupiny materiálů. Tím by se slitiny TiAl staly ještě více atraktivní náhradou niklových superslitin. Jejich použití při teplotách nad $700 \text{ }^\circ\text{C}$ je však omezené v důsledku počátku vysokoteplotní koroze. Jedním z možných způsobů snížení křehkosti je legování pomocí Nb, B, Mo a C, anebo optimalizace mikrostruktury pomocí tepelného zpracování. Obvykle se používá kombinace těchto postupů, čímž vzniká velká variabilita možných výsledných vlastností a struktur [1, 4].

Lehké slitiny γ -TiAl a vedlejší podíly intermetalických fází α_2 -Ti₃Al (dále jen slitiny $\gamma + \alpha_2$) představují unikátní třídu materiálů. Nicméně, lité slitiny $\gamma + \alpha_2$ obecně vykazují nízkou tažnost a toleranci poškození při pokojové teplotě, stejně jako nízkou funkčnost při zvýšených teplotách, které omezují jejich použití. Tyto nedostatky jsou spojeny nejen s vnitřní křehkostí fází γ a α_2 , ale také s mikrostrukturou, která se utváří v odlitcích během ochlazování [5, 9, 10].

Jednou z efektivních metod pro zlepšení vlastností litých slitin γ -TiAl je možnost použití i nekonvenčních postupů tepelného zpracování, které vede k výraznějšímu zjemnění jak velikosti zrn, tak i mezilamelární vzdálenosti obou fází. Tato práce se zabývá technologií cyklického tepelného zpracování, které pomocí opakovaných fázových transformací překrystalizuje původní litou strukturu na jemnozrnnou plně lamelární strukturu s malou tloušťkou lamel vzájemně zaklenutých do sebe na hranicích zrn.

2. CÍLE PRÁCE

Cílem této práce je podpořit snahu o zlepšení mechanických vlastností nekonvenčním postupem cyklického tepelného zpracování používané lité slitiny Ti-48Al-2Nb-2Cr-0,82B at. %, jejíž struktura se bude hodnotit metalografickými postupy, světelnou, laserovou a elektronovou mikroskopií a pomocí zkoušky mikrotvrdomosti. Jednotlivé úkoly lze shrnout do následujících bodů:

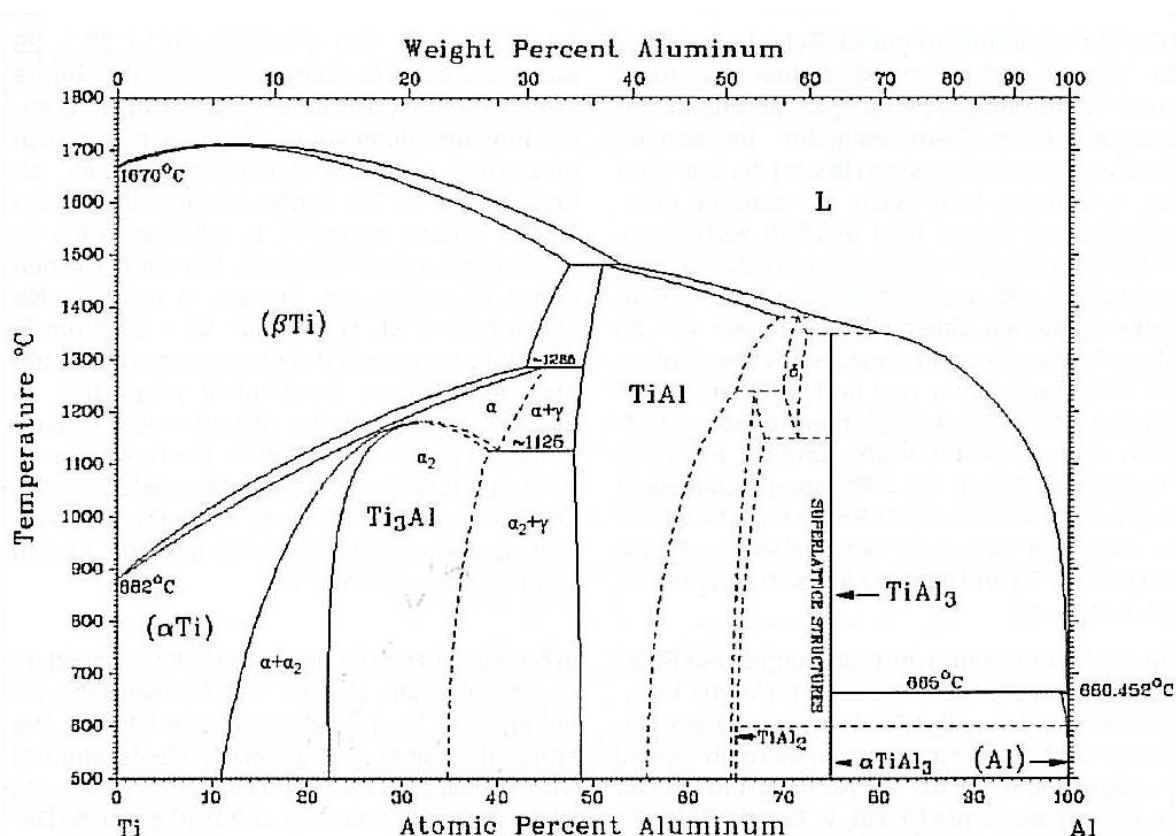
1. Na základě studia literatury zabývající se současnými druhy tepelných zpracování slitin γ -TiAl navrhnout a uskutečnit vlastní postup cyklického tepelného zpracování k dosažení požadované jemnozrnné struktury.
2. V průběhu prováděného tepelného zpracování popsat a zdokumentovat vývoj struktury a po každém teplotním cyklu a vysvětlit mechanismus zjemnění.
3. Identifikovat a kvantifikovat získané struktury pomocí světelné, laserové a elektronové mikroskopie s využitím obrazové analýzy a pomocí zkoušky mikrotvrdomosti.
4. Na základě získaných výsledků a použité literatury diskutovat a případně navrhnout další možné způsoby zlepšení struktury a mechanických vlastností.

3. LITERÁRNÍ PŘEHED PROBLEMATIKY

3.1 TITAN A JEHO SLITINY

V závislosti na jejich mikrostruktuře jsou technické slitiny titanu charakterizovány buď jako α , „téměř α “, $\alpha + \beta$ nebo β metastabilní slitiny. Legující prvky, jako Al, O, N a C mají tendenci stabilizovat oblast α zvýšením přechodové teploty β (822 °C, resp. 1095 K). V případě prvků stabilizujících fázi β , které snižují přechodovou teplotu β (tzn., které rozšiřují oblast β), rozlišujeme isomorfní prvky β (Mo, V, Ta a Nb), které posouvají diagram v určitém směru a eutektickými prvky β (Fe, Mn, Cr, Co, Ni, Cu, Si a H), které mění eutektickou teplotu [1].

Isomorfní prvky β jsou mnohem důležitější vzhledem k jejich větší rozpustnosti v titanu. Na druhou stranu, i ty nejmenší přírůstky z eutektických prvků β vedou k tvorbě intermetalických sloučenin. Sn a Zr jsou považovány za neutrální v rámci jejich vlivu na rozhraní fází α/β , ale mají zpevňující účinek na fázi α [2]. Pokud je tzv. Mo ekvivalent ke stabilizujícím prvkům β vyšší než 8 a menší než 30 hmot. %, mohou být metastabilní slitiny β s vysokou pevností a dobrými vysokoteplotními vlastnostmi vyráběny tvářením za tepla a následným tepelným zpracováním, např. v podobě kovaných lopatek rotoru pro vrtulníky [1].



Obr. 3.1 Binární fázový diagram TiAl [3].

Mimo dvou mřížkových forem čistého titanu α (hcp, A3; viz tab. 3.1, mechanické vlastnosti vykazují výraznou anizotropii) a β (bcc, A2), které jsou stabilní pouze v rámci určitých teplotních rozsahů, jsou v binárním systému Ti-Al (obr. 3.1) s rostoucím obsahem hliníku pozorovány čtyři intermetalické fáze (α_2 -Ti₃Al, γ -TiAl, TiAl₂ a TiAl₃). Vzhledem k jejich dobrým termofyzikálním vlastnostem (vysoká teplota tání, nízká hustota, vysoký

modul pružnosti, nízký koeficient difuze, vysoká pevnost, dobrá odolnost vůči oxidaci a korozi a nízká hořlavost v porovnání s konvenčními slitinami Ti), jsou slitiny $\alpha_2 + \gamma$ technicky velmi důležité pro vysokoteplotní použití, zatímco intermetalické fáze TiAl_2 a TiAl_3 tvořené v úzké oblasti fázového diagramu v části bohaté na hliník nemají žádné technické použití kvůli jejich extrémní křehkosti [1].

Slitiny Ti-Al-Nb s obsahem Al 22-25 at. % a obsahem Nb 10-12 at. % jsou charakterizovány jako slitiny „téměř α_2 “ (orthorhombické titanové aluminidy). Vzhledem k vysokému podílu Nb se tažnost těchto „slitin α_2 “ na bázi křehké intermetalické fáze Ti_3Al výrazně zlepšila. Kromě fáze α_2 (hcp, D0_{19} , viz tab. 3.1) a fáze β (bcc, A2) se také vyskytují kubické fáze β_0 bohaté na Nb. Ve slitinách Ti-Al-Nb s obsahem Nb 13-20 at. %, které lépe využívají mechanické vlastnosti při pokojové teplotě a vysokoteplotní mechanické vlastnosti, se kromě α_2 - Ti_3Al také vyskytuje orthorhombická terciární fáze O (Ti_2AlNb). Tyto tři fáze existují v rovnováze mezi fází O s obsahem Nb 41,4 at. %, fází β_0 bohatou na Nb (30,5 at. %) a fází α_2 bohatou na Al (21,4 at. %) [1].

Tab. 3.1 Souhrn strukturních parametrů stabilních a metastabilních fází ve slitinách TiAl [4].

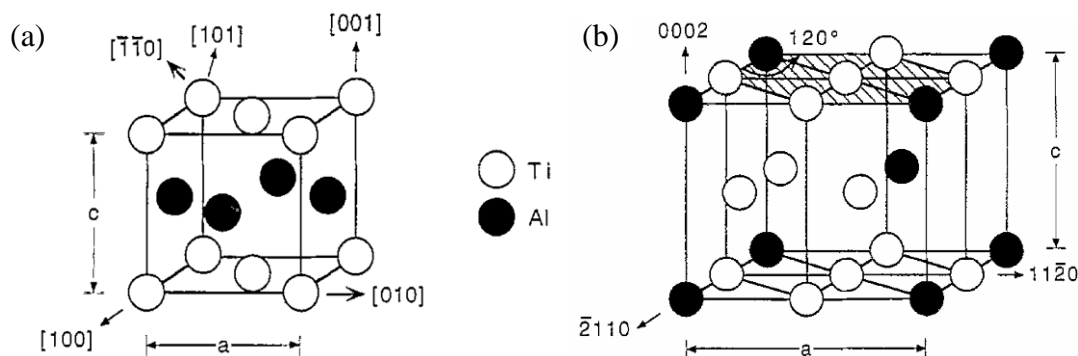
Fáze	Krystalová struktura	Mřížkové parametry (nm)	
		a	c
α	A3, hcp	0,29508	0,46885
β	A2, bcc	0,33132	
α_2	D0_{19} , hcp	0,5782	0,4629
γ	L1 ₀ , fct	0,4005	0,4070

V případě technických slitin TiAl na bázi intermetalické fáze γ (TiAl) s tetragonální mřížkou a α_2 (Ti_3Al) s hexagonální mřížkou je koncentrace Al obvykle 45-48 at. % s kombinací legujících prvků Cr, Nb, V, Ta, Mo, Zr, W, Si, C a B pohybujících se v rozsahu 0,1-10 at. %. V závislosti na výrobních podmínkách a složení, změně rychlosti ochlazování a následného tepelného zpracování, mohou být produkovány buď zcela lamelární, equiaxiální (překrystalizované = protažená zrna) nebo duplexní mikrostruktury. Podle současných znalostí nejlepší kombinace mechanických vlastností je dosahováno u materiálů s jemnou lamelární mikrostrukturou γ/α_2 s roztečí lamel menší než 200 nm a velikostí zrna do 100 μm [1].

3.2 CHARAKTERISTIKA SLITIN γ -TiAl

3.2.1 Základní popis, fyzikální vlastnosti a deformační mechanismy

γ -TiAl je uspořádaná, sloučenina lehkých prvků Ti a Al se stejnými atomy. Hlavní fáze těchto slitin jsou γ -(TiAl) s tetragonální strukturou $L1_0$ (obr. 3.2(a)) a α_2 -(Ti₃Al) s hexagonální strukturou $D0_{19}$ (obr. 3.2(b)). γ -TiAl slitiny mají nízkou hustotu, o polovinu menší než u niklových superslitin. Kromě toho vysoký obsah hliníku této sloučeniny zvyšuje odolnost vůči oxidaci materiálů na bázi titanu [7].



Obr. 3.2 (a) Elementární buňka fáze γ -(TiAl), (b) Elementární buňka fáze α_2 -(Ti₃Al) [5].

Slitina γ -TiAl zůstává uspořádaná do bodu tání ~ 1440 °C. Silná vazba Ti-Al vede k vysoké aktivační energii pro difuzi. Tyto vysokoenergetické bariéry pomáhají zachovat pevnost a odolnost vůči creepu při vysokých teplotách, kdy se difuze stává řídicí rychlostí procesu. To také vede k vysoké tuhosti v širokém rozsahu teplot, což umožňuje jejich použití pro staticky zatěžované součásti, které potřebují pouze udržet elastické deformace [7]. Nicméně, pevná vazebná struktura omezuje schopnost přenášet plastickou deformaci. Stejně jako u většiny ostatních intermetalických sloučenin γ bez modifikace postrádá tažnost a houževnatost, které jsou nutné pro konstrukční aplikace. Jeho vysoká tepelná vodivost umožňuje snadnější ochlazování horkých částí [6].

Křehké chování (tažnost při pokojové teplotě je ~ 1 %) γ -TiAl neodmyslitelně souvisí s její krystalovou strukturou, která je tetragonální plošně centrovaná (fct) $L1_0$ se střídajícími se rovinami (002) titanu a atomy Al. Tetragonalita je velmi malá ($c/a = 1,02$), ale uspořádaná struktura $L1_0$ vytváří neekvivalentní skluzové vektory typu $\langle 110 \rangle$. Stejně jako v kubických strukturách, obvykle dochází ke skluzu na rovinách typu $\{111\}$ v těsně uspořádaných směrech, kterým odpovídají nízkoenergetické Burgersovy vektory [8]. Dislokace typu $1/2 [110]$ mají nejnižší energii a jsou ekvivalentní normálnímu skluzovému módu v plošně centrovaných kubických (fcc) materiálech. Jsou označovány jako dislokace „snadného skluzu“. Dislokace $[101]$, které jsou ekvivalentní se směrem $[001]$ ale ne s $[110]$, jsou vysokoenergetické dislokace příslušející superdislokacím. Dislokace typu $1/2 [112]$ jsou také superdislokace na těsně uspořádaných rovinách. Skluzové systémy na rovinách, které nejsou těsně uspořádané (směry typu $\langle 100 \rangle$ a roviny typu $\{110\}$), mají ještě vyšší energii a jsou aktivní pouze při vyšších teplotách [6].

3.2.2 Fázové rovnováhy a struktura

Hrubozrnná mikrostruktura, výrazná litá textura a významné chemické nehomogenity jsou typické charakteristiky ingotů slitiny $\gamma + \alpha_2$ [5, 9-14]. Výroba řádného odlitku s homogenní jemnozrnnou mikrostrukturou, bez výrazné textury je proto velmi důležitá

pro aplikaci slitin $\gamma + \alpha_2$. Za prvé by to umožnilo vyrábět širokou škálu řádných litých výrobků s reprodukovatelnými mechanickými vlastnostmi zajišťující minimální hodnoty pro návrh komponent. Za druhé může být značně usnadněno zhotovení komponent používající různé tepelné pracovní postupy vzhledem ke zvýšené funkčnosti těchto slitin. Nicméně, až do teď neexistoval žádný zpracovaný koncept návrhu slitin $\gamma + \alpha_2$ za účelem výroby řádných hutních materiálů. Kromě toho není ještě zcela znám vliv různých legujících prvků a jejich obsah na vývoj mikrostruktury slitin $\gamma + \alpha_2$ během tuhnutí a následné transformace v pevné fázi [15].

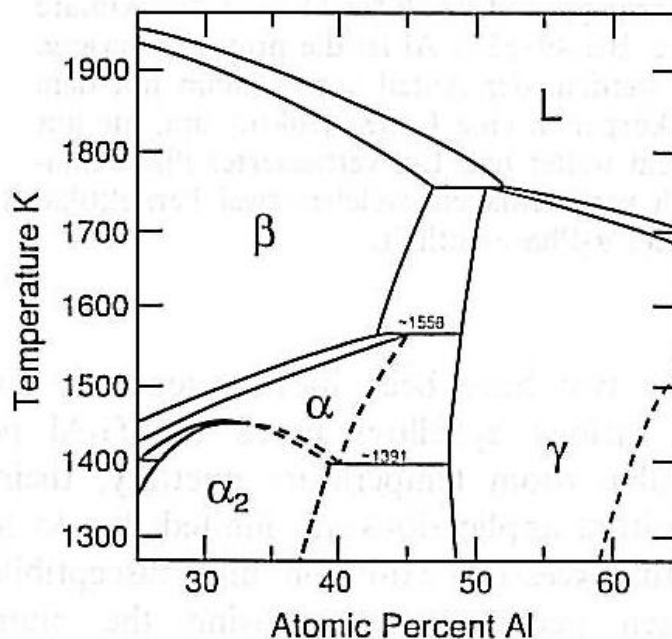
Nedávný důraz na rozvoj lehkých slitin pro vysokoteplotní letecké či kosmické aplikace, např. hypersonická vozidla, vyvolal nový zájem v oblasti intermetalik s uspořádanými fázemi, především u slitin γ -TiAl. Zatímco různé slitiny α_2 -Ti₃Al disponují přiměřenou tažností za pokojové teploty, jejich vysokoteplotní aplikace jsou omezeny kvůli ztrátě pevnosti, nadměrné oxidaci a náchylnosti ke zvýšené difuzivitě vodíku. Zvyšování obsahu hliníku pro výrobu slitiny γ -TiAl zlepšuje všechny tyto vlastnosti, ale na úkor snížení tažnosti za pokojové teploty na méně než 2% a lomové houževnatosti pod 10 MPa m^{1/2} [16].

Zatímco dřívější práce [16] věnovaly pozornost binárnímu fázovému diagramu TiAl (zejména při teplotách nad ~1027°C a složení v rozmezí 40-55 at. % Al) s použitím vysokoteplotních rentgenových technik a rovněž podmínkám tuhnutí, novější práce se zabývají výzkumem složení tří a vícerozložkových slitin s maticí γ s využitím nových technik jejich zpracování a výroby (atomizace a mletí prášků).

Obr. 3.3 ukazuje část binárního rovnovážného fázového diagramu TiAl podle Murraye [3, 17], ve kterém se nachází fáze α_2 -Ti₃Al (hcp, D0₁₉) a γ -TiAl (fct, L1₀) v rozmezí 35 až 65 at. % Al a současně vysokoteplotní fáze; kubická fáze β (bcc, A2) a hexagonální fáze α (hcp, A3). Fáze α_2 představuje uspořádaný tuhý roztok, zatímco fáze α je neuspořádaná. Dřívější výzkumy provedené na slitině Ti-50 at. % Al [16, 18, 19], byly zpochybněny kvůli výskytu vysokoteplotních fází v tomto diagramu. Konkrétně při posuzování tuhnutí této slitiny, předpokládá diagram na obr. 3.3 vznik dendritů kubické fáze β obklopenou vysegregovanou fází γ vzniklou z peritektické reakce $L + \beta \rightarrow \gamma$. Fáze β pak podstoupí transformaci v tuhém stavu, případně se tvoří ($\alpha_2 + \gamma$) při pokojové teplotě. Experimentální výzkumy provedené na Ti-50 at. % Al [16, 18, 19] poskytují jasný důkaz, že se primárně formují hexagonální dendrity, a že tento fakt není v souladu s tímto fázovým diagramem.

Bylo provedeno několik experimentů [16] na tepelně zpracovaných vzorcích nad 1200 °C (1473 K), a to podle Bumpse a kol. [20] (1673 K, resp. 1400 °C) a Colingse [21] (1588 K, resp. 1315 °C). Žádné experimenty však nebyly prováděny „na teplotě“, všechna data byla vlastně převzata z kalených vzorků při pokojové teplotě. Implicitně je ve všech těchto experimentech předpoklad, že vysokoteplotní struktura je nějakým způsobem po kalení zachována, a to buď stabilizací aktuálních vysokoteplotních fází a jejich relativním podílem, nebo proto, že jsou jejich produkty transformace snadno odlišitelné.

Vysokoteplotní fáze β zachovaná po kalení nebyla pozorována, ale transformovala se na hexagonální fázi α , buď konvenční nukleací a růstem, masivní reakcí nebo reakcí martezitickou. Nad 25 at. % Al se martenzitická transformace (do α') nejeví jako funkční [23]. Ve všech výše uvedených případech struktura následně po ochlazení směřuje k fázi α_2 [23, 24], transformací, která není na kalení závislá. V rozmezí složení 35-50 at. % Al, se může α_2 dále rozkládat do lamelární struktury sestávající z desek α_2 a γ [23]. Bohužel, kalení z oblasti jedné fáze α v tomto rozmezí složení, má rovněž za následek stejný sled událostí, tj. $\alpha \rightarrow \alpha_2 \rightarrow (\alpha_2 + \gamma)$. Proto stanovení počátečních vysokoteplotních fází, např. α , β nebo $\alpha + \beta$ není možné metalograficky pozorovat struktury vzniklé kalením. Proto jsou nutné více sofistikované experimenty k objasnění fázových oblastí vyskytujících se při vysoké teplotě provedené v [16].

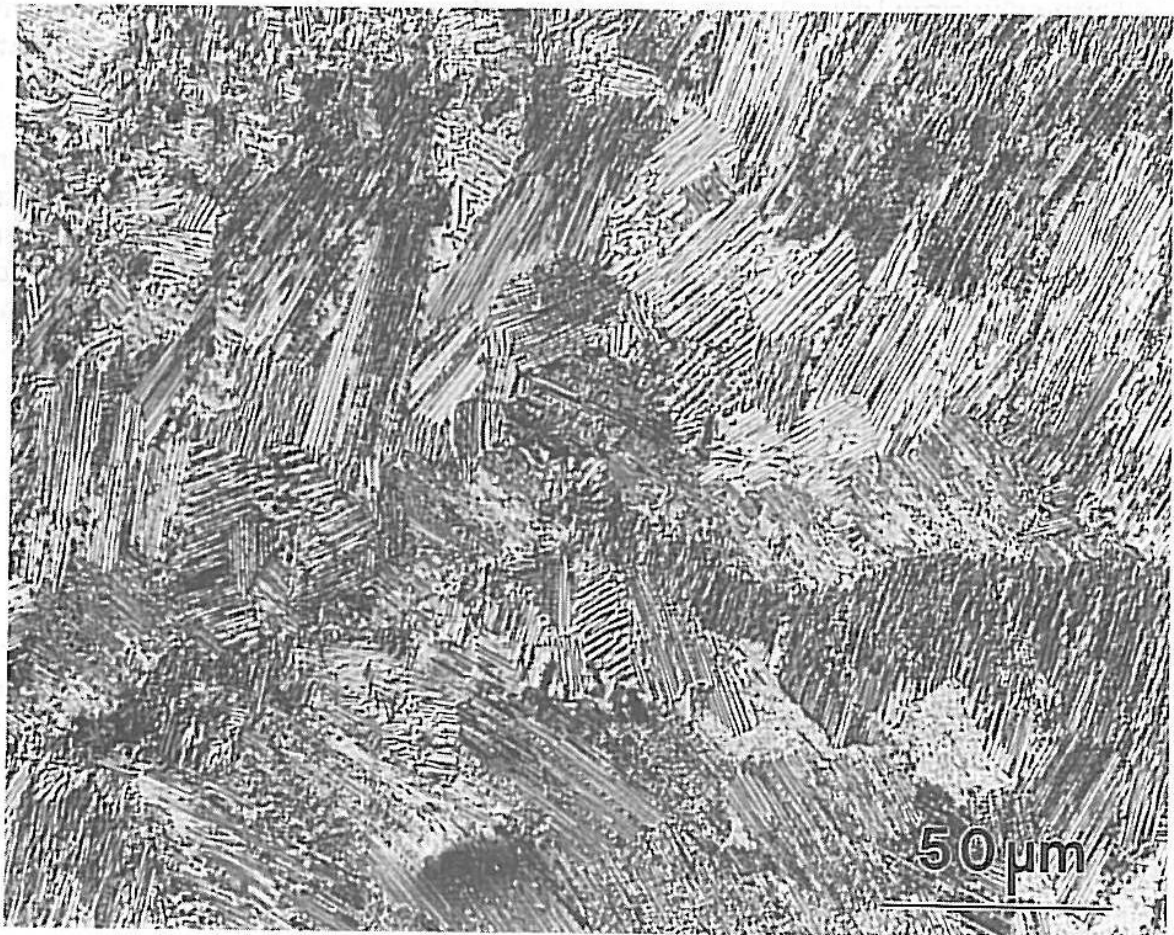


Obr. 3.3 Část fázového diagramu TiAl podle Murraye [3, 17]

V práci [16] byly prezentovány výsledky dvou měření vysokoteplotní rentgenovou diffrakcí. Nejdříve byly diskutovány výsledky pro slitinu Ti-44 at. % Al, kde byla detekována vysokoteplotní kubická fáze β , např. ≤ 44 at. % Al. Ve druhém souboru dat pro slitinu Ti-50 at. % Al se na rozdíl od prve zmíněné slitiny objevuje vysokoteplotní hexagonální fáze α typická pro slitiny obsahující 40-50 at. % Al. Při teplotě 1118 °C (1391 K) se předpokládá reakce neuspořádaných-uspořádaných hexagonálních fází α/α_2 [22], proto při indexaci difraktogramu nebylo možné kvůli slabému signálu a obtížným experimentálním podmínkám rozlišit uspořádanost a neuspořádanost fází [16].

Vysokoteplotní fáze β

Původní mikrostruktura homogenizovaného vzorku Ti-44 at. % Al, obr. 3.4, je tvořena zrny o průměru 25-50 μm obsahující lamely fází ($\alpha_2 + \gamma$). Toto bylo dále potvrzeno v získaném difrakčním spektru při pokojové teplotě (298 K, resp. 25 °C), obr. 3.5(a), které obsahuje difrakční maxima fází α_2 a γ se zřetelnou dominancí maxim od rovin typu $\{111\}_\gamma$ blízko 39° a $\{112\}_\gamma$ na 56°. Teplotní cyklus, kterému byl tento vzorek podroben, je na obr. 3.5(b), ukazující vysokou teplotu 1470 °C (1743 K) dosaženou postupným ohřevem. Difrakční spektra získaná při každé teplotě jsou uvedena na obr. 3.5(a) [16].



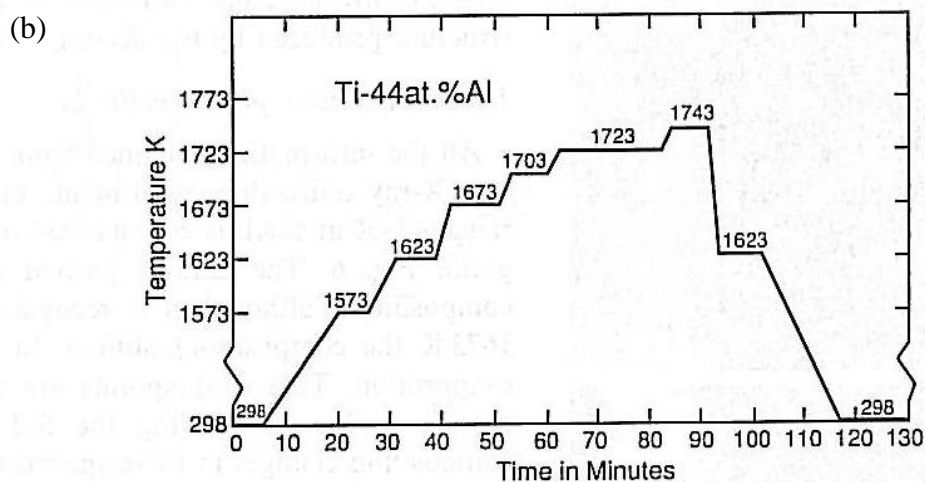
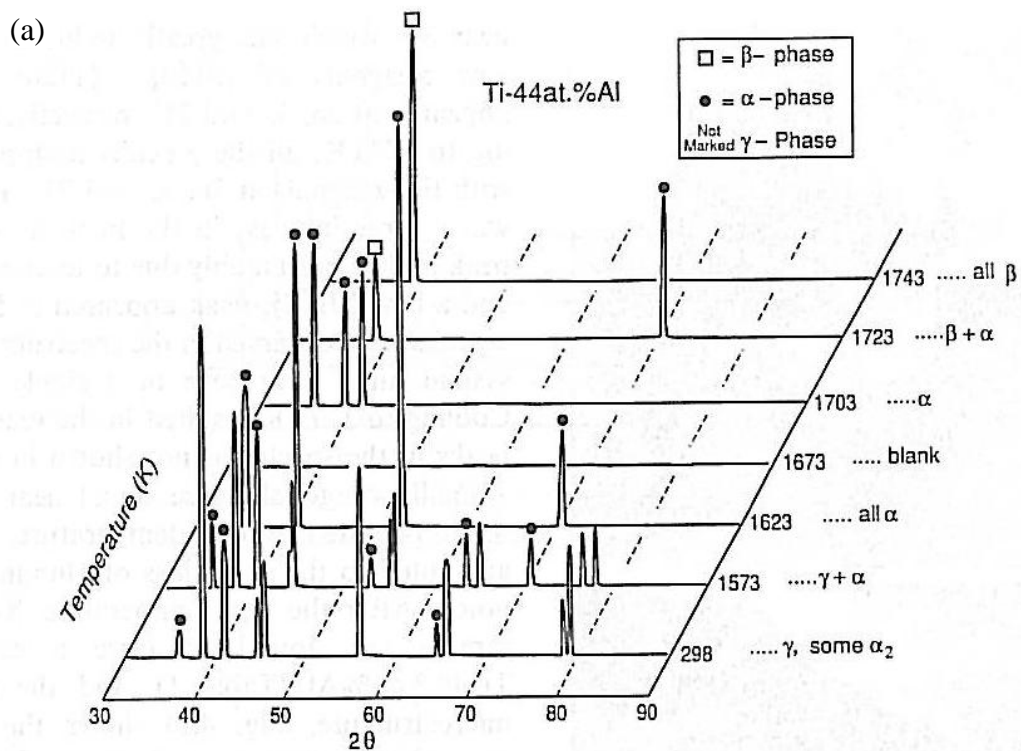
Obr. 3.4 Lamelární mikrostruktura ($\alpha_2 + \gamma$) slitiny Ti-44 at. % Al homogenizované při 1000 °C (1273 K) po dobu 24 hod. [16].

Při ohřevu na 1300 °C (1573 K), tj. na teplotu, při které se objevila první větší změna, je zachována dvoufázová struktura. Obě difrakční maxima fází α a γ jsou přítomny ve spektru, nicméně intenzita maxim odpovídajících fázi γ je snížena. Intenzity původních maxim α vzrůstají, zejména od rovin typu $\{01\bar{1}0\}\alpha$ a $\{01\bar{1}1\}\alpha$ na 36° a 40° a objevují se nová maxima od rovin $\{01\bar{1}2\}\alpha$ a $\{10\bar{1}3\}\alpha$ na 53° a 71°. Tudíž při 1300 °C (1573 K) je struktura dvoufázová ($\alpha + \gamma$), viz obr. 3.3, avšak oproti struktuře při teplotě při 25°C (298 K) s větším podílem hexagonální fáze. Se vzrůstající teplotou na 1350 °C (1623 K) dochází k vymizení difrakčních maxim od fáze γ a zůstávají pouze výrazná maxima od fáze α . Zvýšení teploty na 1430 °C (1703 K) má za následek výskyt nových maxim od fáze α se silným signálem na 36°, 39° a 40°, odpovídající rovinám typu $\{01\bar{1}0\}\alpha$, $\{0002\}\alpha$ a $\{01\bar{1}1\}\alpha$. Tedy od 1623 do 1703 K, resp. od 1350 do 1430 °C zůstává struktura vzorku tvořena jedinou fází α [16].

Při ohřevu na 1450 °C (1723 K) dochází k vymizení všech výše zmíněných difrakčních maxim, avšak v difraktogramu se objevují další nová maxima. Jedno od rovin typu $\{10\bar{1}3\}\alpha$ na 71° a druhé od rovin $\{200\}\beta$ blízko 39°. To ukazuje, že systém bude tvořen dvěma fázemi ($\alpha + \beta$). Zjištěné rozšíření maxim β (často přes 3–4 stupně) pravděpodobně způsobuje deformace mřížky spojená s transformací $\beta \leftrightarrow \alpha$, což představuje užitečný směr pro identifikaci izolovaných maxim fáze β . Při dosažení maximální teploty 1200 °C (1743 K)

je v difraktogramu patrné jen maximum od rovin typu $\{200\}_\beta$, ale o větší intenzitě, což naznačuje, že systém vstoupil při této teplotě do jednofázové oblasti β [16].

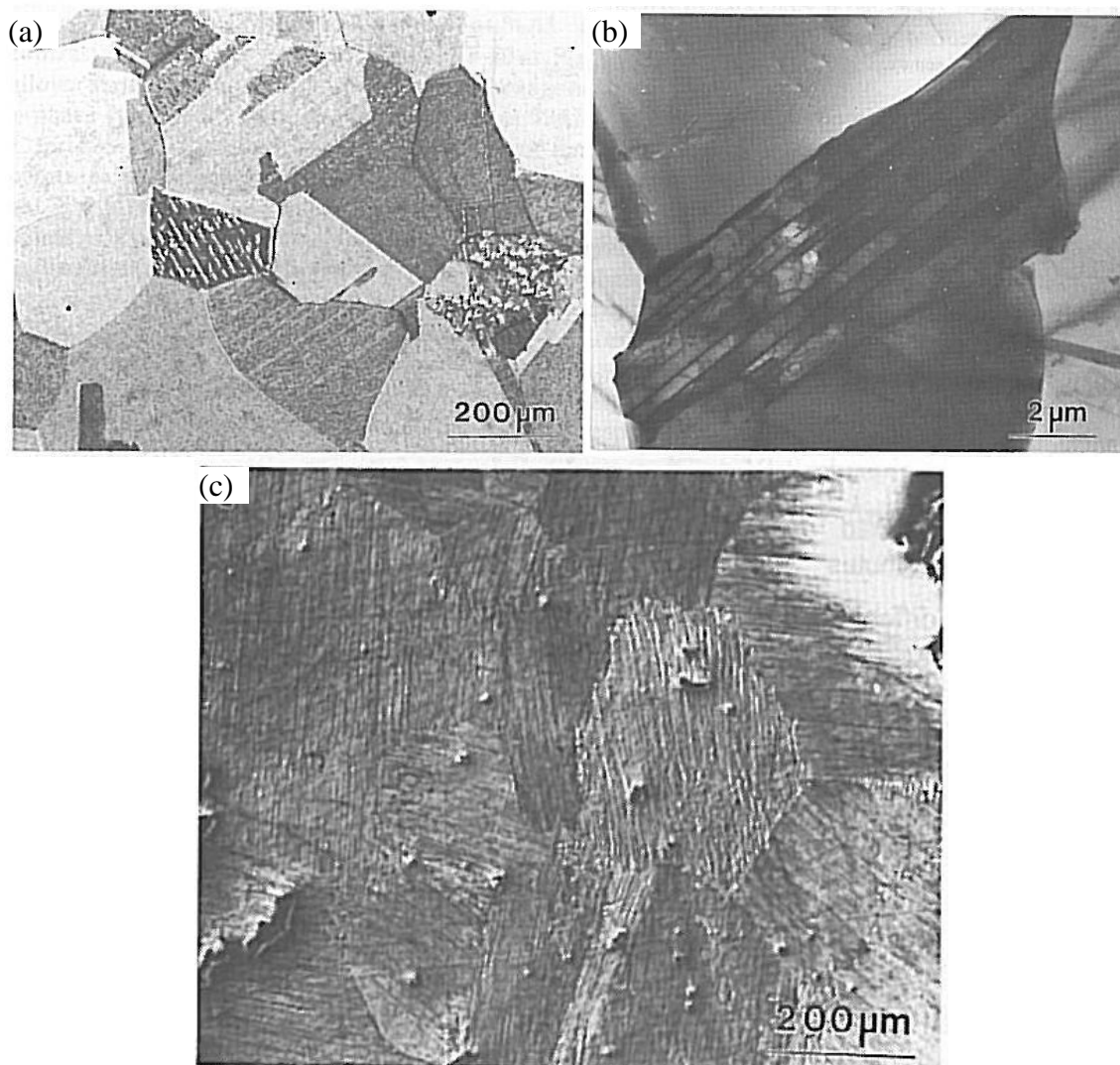
Ochlazování vzorku (není vidět na obr. 3.5(a)) na teplotu 1350 °C (1623 K) vedlo ke spektru, které obsahuje pouze difrakční maxima α , což svědčí, podobně jako u tepelného cyklu, o výskytu jediné fáze α . Po ochlazení na pokojovou teplotu 25 °C (298 K) spektrum obsahuje maxima od obou fází α_2 a γ , což odpovídá dvoufázové struktuře pozorované na počátku experimentu. Chemické složení analyzované pomocí metody EDS ukázalo, že vzorek obsahuje 43,2 at. % Al, což svědčí o menší ztrátě hliníku během experimentu. Mikrostruktura po experimentu má charakteristickou lamelární strukturu ($\alpha_2 + \gamma$), i když s velkou velikostí zrna $\sim 500 \mu\text{m}$ [16].



Obr. 3.5 (a) Rentgenové difrakční spektrum pro Ti-44 at. % Al při různých teplotách. Slitina transformuje z ($\alpha_2 + \gamma$) na jedinou fázi α v rozmezí teplot 1300-1350 °C (1573-1623 K) a z fáze α na β v rozmezí 1430-1470 °C (1703-1743 K). (b) Teplotně-časový cyklus pro slitinu Ti-44 at. % Al během rentgenové difrakce. [16].

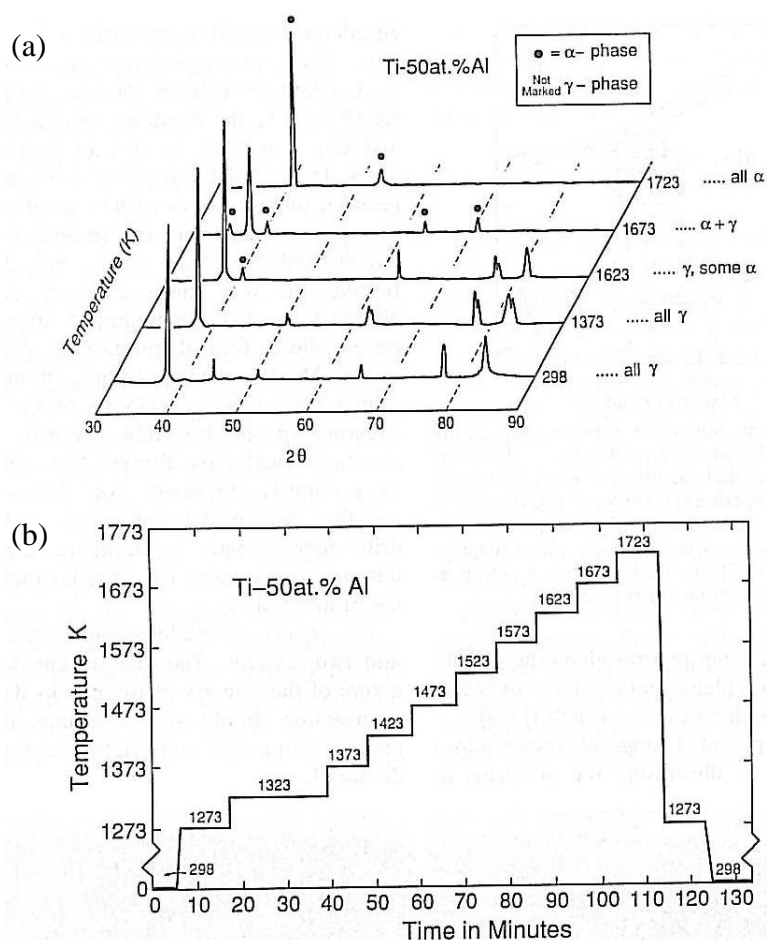
Vysokoteplotní fáze α

Metalografické pozorování homogenizovaného vzorku o složení Ti-50 at. % Al, obr. 3.6(a) ukázal pouze obrovská zrna fáze γ s průměrnou velikostí 200-300 μm , s občasným výskytem dvojčat. Nicméně, detailnější zkoumání struktury pomocí TEM (obr. 3.6(b)) ukázalo ojedinělé pakety lamelární struktury ($\alpha_2 + \gamma$), ačkoliv odhadnuté množství této struktury bylo méně než 2 %. Lamely mohou vznikat dvěma způsoby. Prvně může slitina ležet mezi dvěma oblastmi fází při 1000 °C (1273 K) – viz navrhované hranice fází ($\alpha + \gamma$)/ γ a ($\alpha_2 + \gamma$)/ γ vyznačené na obr. 3.3, které mohou být posunuty k vyšším množstvím hliníku. Druhou alternativou je, že lamely mohou být pozůstatkem tuhnutí struktury vznikající díky nehomogennímu složení vzorku. Počáteční data z rentgenových měření, obr. 3.7(a), ze slitiny Ti-50 at. % Al při pokojové teplotě ukazují, že materiál byl tvořen pouze jedinou fází γ , protože přítomnost fáze α_2 nelze prokázat kvůli nízkému detekčnímu limitu. Ohřev na maximální teplotu 1450 °C (1723 K) byl stupňovitý, jak dokumentuje obr. 3.7(b) [16].



Obr. 3.6 Mikrostrukturní charakteristiky slitiny Ti-50 at. % Al homogenizované 24 h při teplotě 1000 °C (1273 K). (a) Velká zrna γ , světelná mikroskopie (SM); (b) malá paketa lamelové struktury ($\alpha_2 + \gamma$), TEM; (c) lamelová struktura ($\alpha_2 + \gamma$) po vysokoteplotní rentgenové difrakci v důsledku změny chemického složení na Ti-48,3 at. % Al, SM [16].

V rozsahu teplot 25-1100 °C (298-1373 K) byla ve spektru detekována pouze fáze γ , obr. 3.7(a). Při teplotě 1350 °C (1623 K) se vyskytla první změna, na 40° objevilo se malé maximum od rovin typu $\{01\bar{1}1\}\alpha$, což svědčí o tom, že se nacházíme ve dvoufázové oblasti ($\alpha + \gamma$), obr. 3.3. Následný ohřev na 1400 °C (1673 K) zapříčinil eliminaci všech maxim fáze γ s výjimkou maxima od rovin typu $\{111\}\gamma$ blízko 39°, které bylo značně redukováno. Současně pozorujeme vznik nových maxim fáze α od rovin typu $\{01\bar{1}0\}\alpha$ na 36°, $\{11\bar{2}0\}\alpha$ na 63° a $\{10\bar{1}3\}\alpha$ na 71°. Po ohřevu na 1450 °C (1723 K) vymizí všechna maxima od fáze γ společně s maximy fáze α na 36°, 63° a 71°. Dochází však ke značnému nárůstu intenzity maxima od rovin $\{01\bar{1}1\}\alpha$ na 40°, což je s největší pravděpodobností způsobeno vzniklou texturou, a objevilo nové maximum od rovin $\{01\bar{1}2\}\alpha$ na 53°. Vzhledem k tomu, že ve spektru byly pozorovány pouze difrakční maxima fáze α při 1450 °C (1723 K), musí být tento systém v oblasti jediné fáze α – viz obr. 3.3. Ochlazení na teplotu 1000 °C (1273 K) má za následek znovuobjevení maxim fáze γ (není ukázáno na obr. 3.7(a)) a malé maximum hexagonální fáze blízko 36°, od rovin typu $\{02\bar{2}0\}\alpha_2$, který zůstává až do pokojové teploty. Po provedených vysokoteplotních rentgenových měřeních měl vzorek chemické složení Ti-48,3 at. % Al s charakteristickou dvoufázovou lamelární mikrostrukturou ($\alpha + \gamma$), obr. 3.6(c), vytvořenou eutektoidním rozpadem fáze α [16].

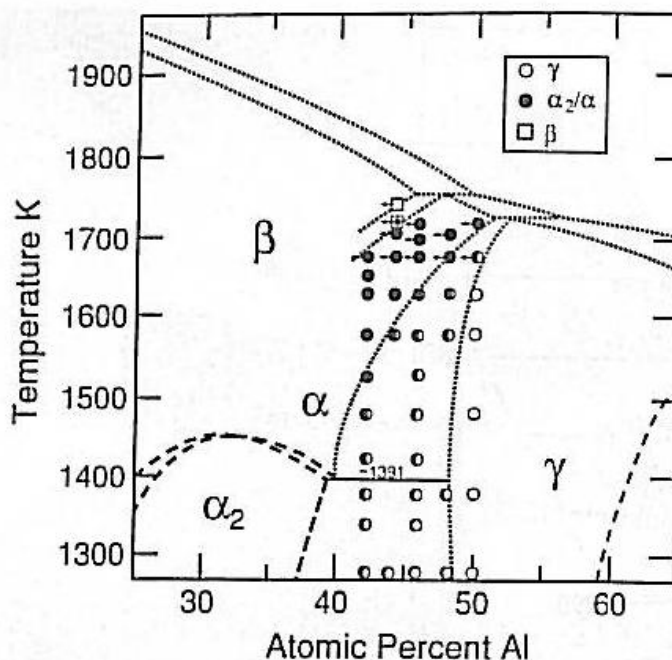


Obr. 3.7 (a) Rentgenové difrakční spektrum pro Ti-50 at. % Al při různých teplotách. Slitina transformuje z fáze γ na ($\alpha + \gamma$) blízko 1350 °C (1623 K) a na jednu fázi α v rozmezí 1400 a 1450 °C (1673 a 1723 K). (b) Teplotní cyklus a spektra získaná pro Ti-50 at. % Al během experimentů rentgenové difrakce [16].

Vysokoteplotní rovnovážná fáze

Všechny informace získané z experimentů vysokoteplotní rentgenové difrakce na slitinách v rozsahu 42-50 at. % Al, jsou shrnuty ve fázovém diagramu, obr. 3.8. Data jsou vykreslena pomocí nominálních složení, i když je známo, že nad 1400 °C (1673 K) je složení posunulo díky odpařování hliníku. Tyto datové body na obr. 3.8 jsou označeny šípkami, které ukazují celou řadu změn ve složení na těchto vzorcích. Tečkované čáry znázorňující hranice pevná-pevná fáze jsou zakresleny na základě informací získaných z rentgenových experimentů. Linie zastupující hranice kapalina-tuhá fáze jsou odhadnuty pomocí morfologických pozorování z experimentů tuhnutí. Čárkované linie hranice α/α_2 jsou převzaty z fázového diagramu hodnoceného Murrayem [3, 17] a rozhraní $(\alpha + \gamma) / (\alpha_2 + \gamma)$ okolo ~1118 °C (~1391 K) je z novější publikace Jonese a kol. [22].

Fázové změny zjištěné vysokoteplotní rentgenovou difrakční analýzou byly diskutovány s ohledem na obr. 3.8. Slitina Ti-44 at. % Al obsahuje dvoufázovou strukturu ($\alpha_2 + \gamma$) od 25 °C do 1118 °C (od 298 K do 1391 K), kde $(\alpha + \gamma)$ nabývá s relativním množstvím hexagonální fáze a postupně se zvyšuje až na 1300 °C (1573 K). Slitina je jednofázová (α) při 1350 °C (1623 K), ale přesunuje se do dvoufázové oblasti ($\alpha + \beta$) při 1450 °C (1723 K), a jednofázové oblasti β při 1450 °C (1723 K). Slitina Ti-42 at. % Al se chová podobně v tom, že obsahuje stejnou dvoufázovou strukturu při nižších teplotách, ale stane se jednofázovou α nad ~1250 °C (~1523 K). Rentgenové spektrum při 1300 °C (1573 K) ukázalo přítomnost maxim fází α i γ ve slitině 44 at. % Al, ale pouze maxim fáze α při složení 42 at. % Al. Slitina byla v jednofázové oblasti α až do teploty 1400 °C (1673 K), což je nejvyšší teplota, na kterou byla ohřátá. Pravděpodobně by se však s dalším ohřevem transformovala do fáze β , jak se očekávalo od posloupnosti pozorované ve slitině 44 at. % Al [16].



Obr. 3.8 Fázový diagram obsahující rentgenová data [16]. Fázové hranice (.....) jsou konstruovány na základě rentgenových dat a linií likvidu a solidu z experimentů tuhnutí [16].

Šípky nad 1402 °C (1675 K) naznačují posuny složení díky provedeným vysokoteplotním experimentům. Přerušované čáry (----) jsou z fázového diagramu hodnoceného Murrayem [3, 17] a rozhraní $(\alpha + \gamma) / (\alpha_2 + \gamma)$ při ~1118 °C (~1391 K) je z Jonese a kol. [22].

Slitiny nad 46 at. % Al vykazovaly jedinou fázi α jako stabilní konfiguraci při vysoké teplotě. Slitina Ti-50 at. % Al obsahuje jedinou fázi γ v rozmezí od pokojové teploty až do 1350 °C (1623 K) a jedinou fázi α při 1450 °C (1723 K), s dvoufázovou oblastí ($\alpha + \gamma$) mezi uvedenými teplotami, jak je znázorněno na obr. 3.7(a) a 3.8. Obě slitiny Ti-46 at. % Al a Ti-48 at. % Al začínají dvoufázovou oblastí ($\alpha_2 + \gamma$) při pokojové teplotě a zřejmě transformují na ($\alpha + \gamma$) při 1118 °C (1391 K). Počátek jednofázové oblasti α byl zjištěn při 1350 °C (1623 K) na slitině 46 at. % Al a při 1400 °C (1673 K) na slitině 48 at. % Al [16].

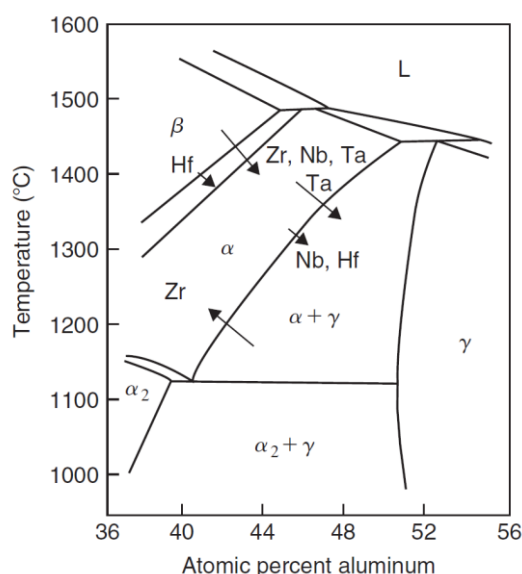
Shrneme-li stručně výše uvedené, experimentální údaje nedokládají existenci vysokoteplotního pole ($\beta + \gamma$) nebo peritektickou reakci ($\beta + \gamma$) $\rightarrow \alpha$, jak se předpokládá z fázového diagramu na obr. 3.3. Místo toho výsledky naznačují, že oblasti α a následně ($\alpha + \beta$) a ($\alpha + \gamma$) na obr. 3.3 by měly být rozšířeny až na teplotu solidu [16].

Během ochlazování krystalizuje fáze β pravděpodobně obklopená fází α , tato fáze β se stává nestabilní, transformuje na fázi α a tvoří se mikrostruktura obsahující pouze zrna fáze α . S dalším ochlazováním slitiny v tuhém stavu se stává fáze α nestabilní a transformuje na uspořádaný tuhý roztok fáze α_2 . Tato transformace vytváří vrstevné chyby na bazálních rovinách fáze α_2 s mnoha antifázovými doménami. Při změně vrstvení sekvencí bazálních rovin z obvyklého modelu ABAB na ABC vznikají vrstevné chyby v mřížce $D0_{19}$, které jsou ekvivalentní monovrstvám mřížky $L1_0$ fáze γ . Blackburn [23] navrhl, že tento nukleační mechanismus vzniku fáze γ z fáze α_2 a její růst by mohl být uskutečněn pohybem parciálních dislokací, které ohraničují vrstevné chyby. To vytvoří střídavě desky fází α_2 a γ nalezené v lamelové oblasti ($\alpha_2 + \gamma$). Mikrochemie lamel jasně ukazuje rozdíl ve složení mezi komponentami lamel, což naznačuje, že redistribuce rozpuštěných látek se musí uskutečnit difuzí, aby tato transformace pokračovala. Proto se konečné mikrostruktury uvnitř dendritů fáze β skládají z velkých oblastí lamelové morfologie ($\alpha_2 + \gamma$) [16].

3.3 VLIV PRVKŮ NA STRUKTURU A VLASTNOSTI SLITIN γ -TiAl

Základní složení slitin na bázi TiAl, které jsou komerčně zajímavé, leží v rozmezí asi Ti-45 až 48 at. % Al. Pro zlepšení vlastností jsou však do binární slitiny přidávány další prvky. Přidávky Nb mezi cca 5 a 8 at. % jsou důležité pro zlepšení oxidační odolnosti a také při zpevnění tuhého roztoku [25].

Příslušná část binárního fázového diagramu mezi Ti a Al je zobrazena na obr. 3.9, který rovněž schematicky uvádí vliv některých legujících prvků na fázové hranice [25].



Obr. 3.9 Část fázového diagramu TiAl s vyznačením vlivu ternárních prvků na pozici hranic vymežujících výskyt různých fází (podle M. H. Loretta) [25]

Různé fázové transformace v systému TiAl nabízejí možnost kontroly mikrostruktury jak pro tváření, tak pro odlévání. Tedy u chladnoucích vzorků obsahujících méně než cca 44 at. % Al se krystalizace uskuteční prostřednictvím vzniku fáze β , která může anebo nemusí být odstraněna přes peritektickou reakci. Následné ochlazování fáze α vede k precipitaci γ , která se při standardních rychlostech ochlazování vyskytuje při odlévání, což vede k vytváření lamelární struktury. Tato plně lamelární struktura se skládá z paralelních lamel γ a α a dvojčat γ . Tyto lamely jsou tvořeny na rovině (0001) fáze α , a tak je jejich délka definována již stávající velikostí zrn α . Poněkud pomalejší ochlazování vede ke zhrubnutí některých lamel γ v oblasti hranic, k tvorbě zrn γ prostřednictvím lokálního růstu lamel a k vytvoření téměř plně lamelární struktury. Zpracování za tepla ve dvoufázové oblasti vede k tvorbě rovnoosých zrn γ a α , kde je podíl fází definován průměrným složením slitiny a pracovní teplotou. Následné ochlazování vede k rovnoosým (ekviaxiálním) zrnům α tvořených z lamel za účelem vytvoření duplexní mikrostruktury, nebo pokud se používá rozsáhlé zpracování za tepla, je vytvořená struktura sestávající ze zrn γ a α omezena fází „téměř γ “ [25].

Jestliže se rychlost ochlazování zvyšuje, stejně jako při kalení do oleje nebo do vody, fáze α masivně transformuje na γ v případě, že je obsah Al vyšší než 44 at. % (pod tento obsah Al, je fáze α zachována) a tato transformace nabízí další možnost pro kontrolu mikrostruktury na litých vzorcích tepelně zpracovaných ve dvoufázové oblasti tak, aby α mohla precipitovat přes zrna γ na všech čtyřech rovinách typu {111}. Tendence k masivní transformaci je silně závislý na složení, které má zásadní důsledky při volbě složení slitiny litých vzorků [25].

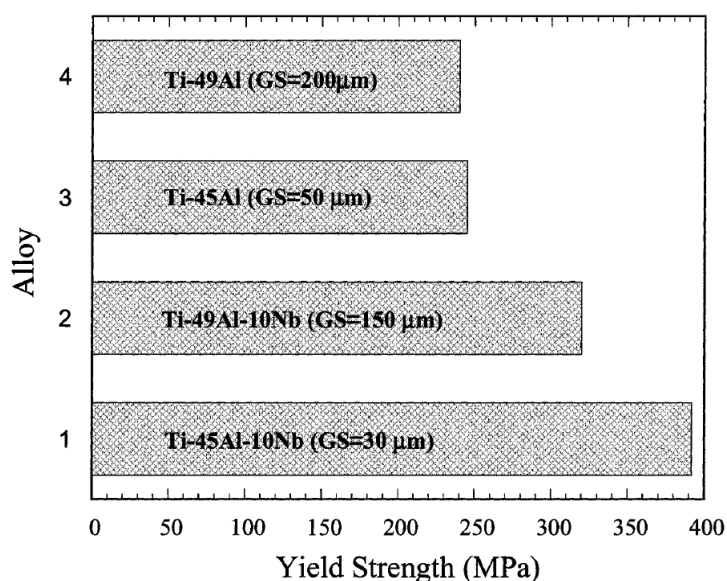
3.3.1 Vliv niobu

Nedávno bylo zjištěno, že přidavek 5-10 at. % Nb může výrazně zlepšit pevnost slitin na bázi TiAl [26-29]. Původ tohoto zpevňujícího účinku není zcela jasný. Může vzniknout z tuhého roztoku, jak již navrhl Zhang a kol. [27]. Legování Nb často vede ke zdokonalení mikrostruktury, jak bylo zjištěno v [29]. Proto může být efekt zpevnění z hlediska Hallova-Petchova mechanismu vysvětlen interakcemi dislokací s vnitřními hranicemi [29].

Další hypotézou je, že přírůstky Nb vedou ke snížení energie vrstevné chyby. Tato hypotéza je podporována pozorováním, že u deformovaných slitin s vysokým obsahem Nb se zvyšuje aktivace mechanismu dvojčatění [26, 28, 29]. Tím by se zvýšila disociační šířka těchto dislokací, což má zase významné dopady na jejich odolnost proti skluzu a šplhu. Přezkoumání této hypotézy na energii vrstevné chyby ve slitinách Ti-(45, 49)Al s přísadou a bez přísady Nb byly naměřeny ve studii [26] za použití techniky slabého svazku v transmisní elektronové mikroskopii (TEM). Po žíhání při 1100 °C po dobu 30 hodin vykazovaly všechny studované materiály téměř rovnoosou mikrostrukturu γ s objemovým podílem zrn α_2 v rozsahu od 2 do 20 obj. % v různých slitinách [26].

Vliv obsahu Al a Nb na mez kluzu TiAl

Obr. 3.10 srovnává meze kluzu čtyř studovaných slitin při 900 °C. Velikosti zrn γ studovaných materiálů jsou uvedeny v legendě. Meze kluzu ternárních slitin jsou výrazně vyšší než u binárních slitin, které jsou téměř shodné s výsledky při pokojové teplotě [26]. Přidání Nb vede k mírnému zlepšení mikrostruktury, jak je dáno velikostí zrn na obr. 3.10. Pomocí těchto dat se může vysvětlit pozorovaný rozdíl meze kluzu o 12-26 % mezi binárními a ternárními slitinami se stejným obsahem Al za předpokladu, že se používá Hallova-Petchova konstanta $1 \text{ MPa}^{1/2}$. Zbývající rozdíl v mezích kluzu může být obecně spojen s precipitačním zpevněním vlivem oxidů, karbidů nebo nitridů. Nicméně, v žádné z těchto slitin nebyly pozorovány precipitáty v rámci rozlišovací schopnosti techniky slabého svazku, ačkoli nelze vyloučit existenci velmi malých precipitátů. Efekt zvýšení pevnosti by tak mohl být spojený se substitučním zpevněním tuhého roztoku, ale problém vyžaduje další zkoumání [26].

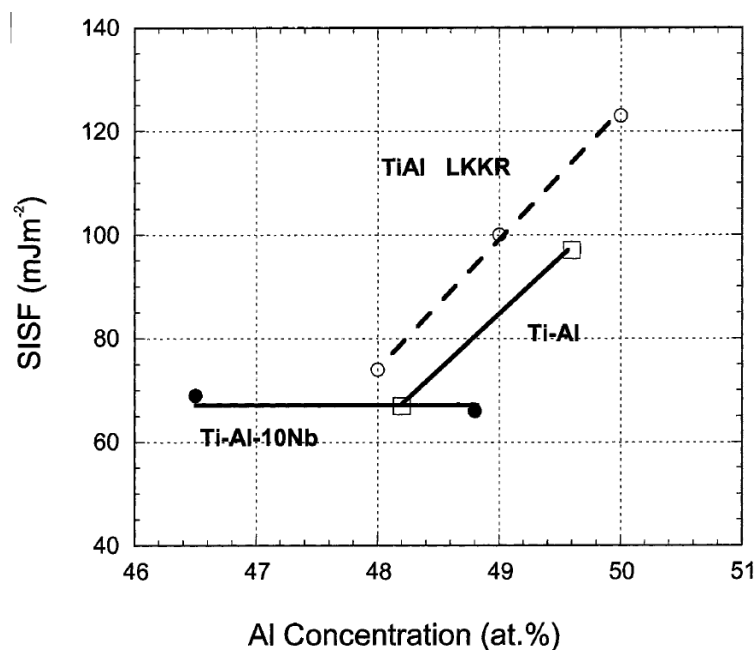


Obr. 3.10 Porovnání meze kluzu v tlaku binárních a ternárních slitin při 900 °C. Velikosti zrn jsou uvedeny v legendě [26].

Vliv obsahu Al a Nb na energii vrstevné chyby

Energie vnitřních vrstevných chyb (ISF) byly odhadnuty ve studovaných slitinách na základě analýzy disociační konfigurace $1/2[112]$ superdislokací pozorované pomocí techniky slabého svazku v TEM [26].

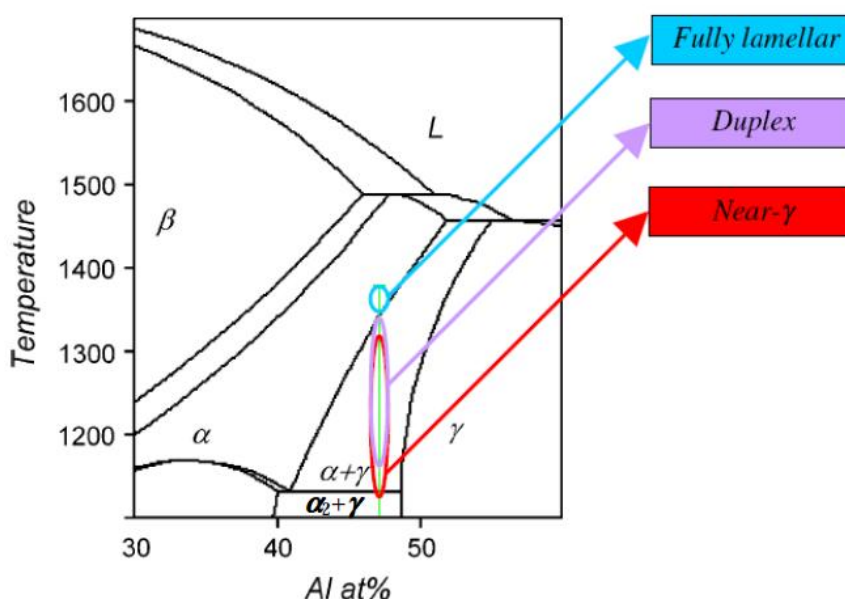
Pomocí disociační separace, byly odhadnuty SIFS (superlattice intrinsic stacking fault) energie vrstevných chyb [4_7]. Údaje jsou vyneseny na obr. 3.11, v závislosti na obsahu Al ve fázi γ . Jak je vidět, v binárních slitinách se SIFS energie významně snižuje se snižujícím se obsahem Al, od $97 \text{ mJ}\cdot\text{m}^{-2}$ pro 49,6 at. % Al až $67 \text{ mJ}\cdot\text{m}^{-2}$ pro 48 at. % Al. Tento trend je v dobré shodě s teoretickou predikcí metody LKKR [30]. V ternárních slitinách jsou SIFS energie relativně nízké ($68 \text{ mJ}\cdot\text{m}^{-2}$) a téměř nezávislé na koncentraci Al. Porovnání závislostí mezi kluzu a energií vrstevných chyb na obsahu Al a Nb (obr. 3.10 a 3.11) vede k závěru, že snížení energie chyb ve slitinách obsahujících Nb není hlavní příčinou jeho dobré meze kluzu při $900 \text{ }^\circ\text{C}$. Energie chyby binárních slitin Ti-45 at. % Al je srovnatelná s ternárními slitinami, ale jejich mez kluzu je mnohem nižší. Proto vzhledem k současným údajům je možno usuzovat, že existuje více omezení při šplhu dislokací u obou slitin, a to jak u binárních slitin ochuzených o Al a slitin bohatých na Nb. Ve slitinách obsahujících Nb může šplh dále bránit, protože tyto materiály vykazují relativně nízkou difuzivitu ve srovnání s binárními slitinami ochuzenými o Al. Jiné přijatelné vysvětlení zpevnění niobem je zvýšené třecí napětí v důsledku iontů Nb, jak potvrdil odhad zakřivení dislokací v práci [26-28].



Obr. 3.11 Naměřené energie vrstevných chyb SIFS při $900 \text{ }^\circ\text{C}$ v závislosti na obsahu Al ve fázi γ dvousložkových a tříložkových slitin. Vypočítané energie při pokojové teplotě pomocí LKKR teorie jsou uvedeny jen pro úplnost [26].

3.4 TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ SLITIN γ -TiAl

Jedním z účinných způsobů, jak zlepšit plasticitu slitin γ -TiAl je prostřednictvím kontroly mikrostruktury. Jak je demonstrováno na obr. 3.12, tuhnutí a rovnováha fází v tuhém stavu představuje u γ slitin složitý proces se značnou citlivostí na koncentraci Al. Většina technicky přínosných slitin γ obsahuje 45-50 at. % Al a tuhnou do fáze β -Ti (A3) jako primární fáze. Fázový diagram pro 2 at. % Nb ukazuje eutektoidní reakci, která transformuje fázi α na $(\alpha_2+\gamma)$ asi při 1125 °C a 40 at. % Al (α_2 -Ti₃Al je D0₁₉). Transformované struktury jsou lamelární s typicky jemnou tloušťkou jen 0,1-1 μ m. V případě slitiny s 48 at. % Al, mohou být struktury získány tepelným zpracováním (žihání) se třemi zřetelně odlišnými typy mikrostruktur: jednofázová γ , duplexní (zrna γ + lamelární zrna) a plně lamelární [6].



Obr. 3.12 Centrální část fázového diagramu TiAl-2Nb [31] s vyznačeným rozsahem dostupných mikrostruktur.

Mechanické chování, tedy tažnost, je citlivé na mikrostrukturu a přidavek dalších prvků, intersticiální příměsi C, O, N, B nebo substituční V, Mn, Cr, W, Nb [32] a tepelné zpracování [6, 33-35]. Bylo také prokázáno, že tyto slitiny obsahující jemnou plně lamelární mikrostrukturu mají lepší tažnost a houževnatost. Proto byla provedena řada studií o tepelném zpracování, a to především pro slitiny TiAl-2Nb [6, 33-35], pro kontrolu mikrostruktury s využitím příslušné fázové transformace, jako je masivní transformace, γ transformace a nespojitě zhrubnutí. Experimentální údaje o cyklickém tepelném zpracování těchto slitin vedoucí ke zjemnění a homogenizaci lité struktury jsou málo dostupné [36].

Vývoj plně lamelární mikrostruktury obvykle vyžaduje ochlazování z jednofázové oblasti α , nicméně nejvhodnější rychlost ochlazování pro vývoj mikrostruktury s optimalizovanými mechanickými vlastnostmi (creep, únava při vyšších teplotách a jejich interakce) je nejasná. Je známo, že zmenšení tloušťky lamel zlepšuje creepovou odolnost [6, 37]. Jednoduchou metodou pro minimalizaci tloušťky lamel je poměrně rychlé ochlazování z jednofázové oblasti α , např. ochlazování na vzduchu. Nicméně, pro mnohá složení u slitin γ -TiAl může prudké ochlazování vést ke vzniku masivně transformované fáze γ_M , která může být škodlivá pro creepovou odolnost [37]. Naopak zaklesnuté lamely podél hranic zrn mohou creepové vlastnosti zlepšit [6, 37]. Zaklesnuté hranice zrn struktury jsou následkem relativně pomalého ochlazování, (tj. ochlazování v peci) z jednofázové oblasti α .

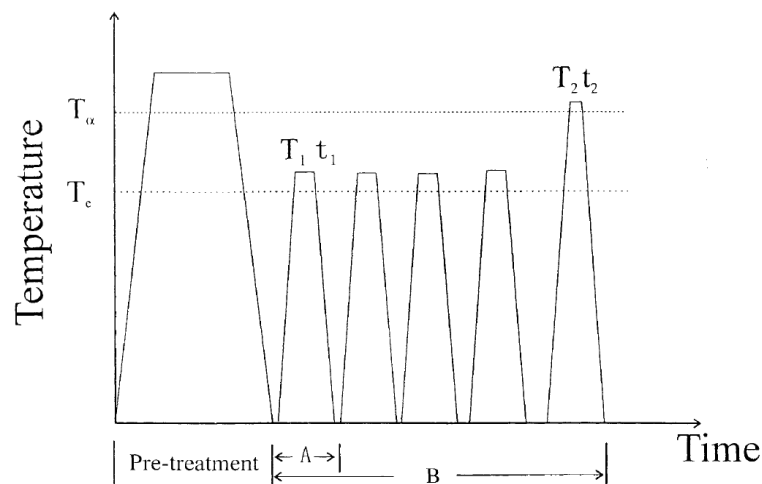
Rozklad fáze α při ochlazování u γ -TiAl intermetalik byl široce studován [6, 36-39]. Se zvyšující se rychlostí ochlazování se α rozkládá na lamelární morfologii, lamelární strukturu s Widmanstättenovými nebo sekundárními lamelami a „pírkovou“ γ morfologii, γ_M nebo zbylou fází α . Kalení do vody z fáze α způsobuje obvykle vznik rozsáhlé γ_M , zatímco ochlazování v peci, nebo ochlazování na vzduchu z fáze α způsobuje převážně lamelární strukturu. Užší interlamelární vzdálenost plyne z ochlazování na vzduchu, protože k transformaci $\alpha \rightarrow L$ dochází v rámci většího ochlazování [6].

3.4.1 Cyklické tepelné zpracování

Pro zlepšení mechanických vlastností byly provedeny četné studie pro kontrolu mikrostruktury prostřednictvím manipulace příslušné fázové transformace, jako je masivní transformace, transformace na strukturu „téměř γ “ a nespojitě zhrubnutí [36, 40]. Masivní transformace je druh přechodu, k němuž dochází během velmi rychlého ochlazování z oblasti fáze α na pokojovou teplotu. Jedná se o změnu v krystalové struktuře bez změny složení z výchozí fáze α na fázi γ [36, 41, 42]. Transformace na strukturu „téměř γ “ probíhá, když je plně lamelární struktura vystavena vysoké teplotě a podstoupí dlouhodobé žíhání. Diskontinuální zhrubnutí je proces nukleace a růstu malých zrn s větší lamelární roztečí uvnitř primárních lamelárních zrn. To je řízeno difúzí na hranicích zrn [36, 43].

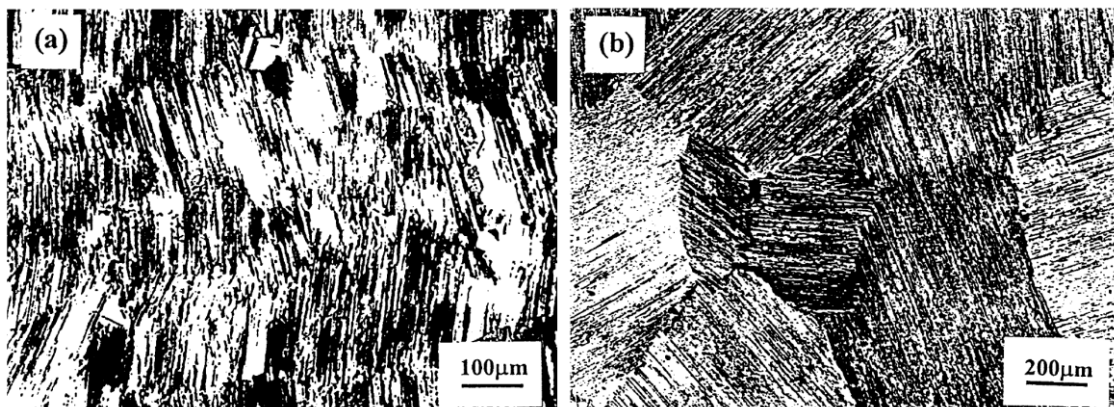
Nedávno byly popsány nové metody pro zjemnění zrna slitin TiAl pomocí masivní transformace [44] a transformace na strukturu „téměř γ “ [45]. Ukázalo se, že hrubá plně lamelární struktura s velikostí zrna $\sim 1000 \mu\text{m}$ může být zjemněna na velikost zrna $\sim 10 \mu\text{m}$ pouze pomocí tepelného cyklického zpracování a bylo to použito na slitině s nominálním složením Ti-46Al-2Cr-2Nb (at. %) [36].

Způsob tepelného zpracování je znázorněn na obr. 3.13. Všechny vzorky byly předzpracovány v oblasti fáze α po určitou dobu. A pak byly cyklicky zpracovány při teplotě T_1 v oblasti $(\alpha + \gamma)$ po dobu t_1 ($t_1 = 0,5 - 2 \text{ h}$). Jeden cyklus zpracování při T_1 je označen jako CHT-A. Po čtyřech cyklech CHT-A byly vzorky zahřáty na teplotu T_2 v oblasti fáze α po dobu t_2 (ne více než 0,5 h). Čtyři cykly CHT-A a konečné zpracování při T_2 jsou označeny jako jeden cyklus CHT-B. Po každém zpracování následovalo ochlazení na vzduchu.



Obr. 3.13 Schéma postupu tepelného zpracování. Po celém zpracování následovalo ochlazování na vzduchu [36].

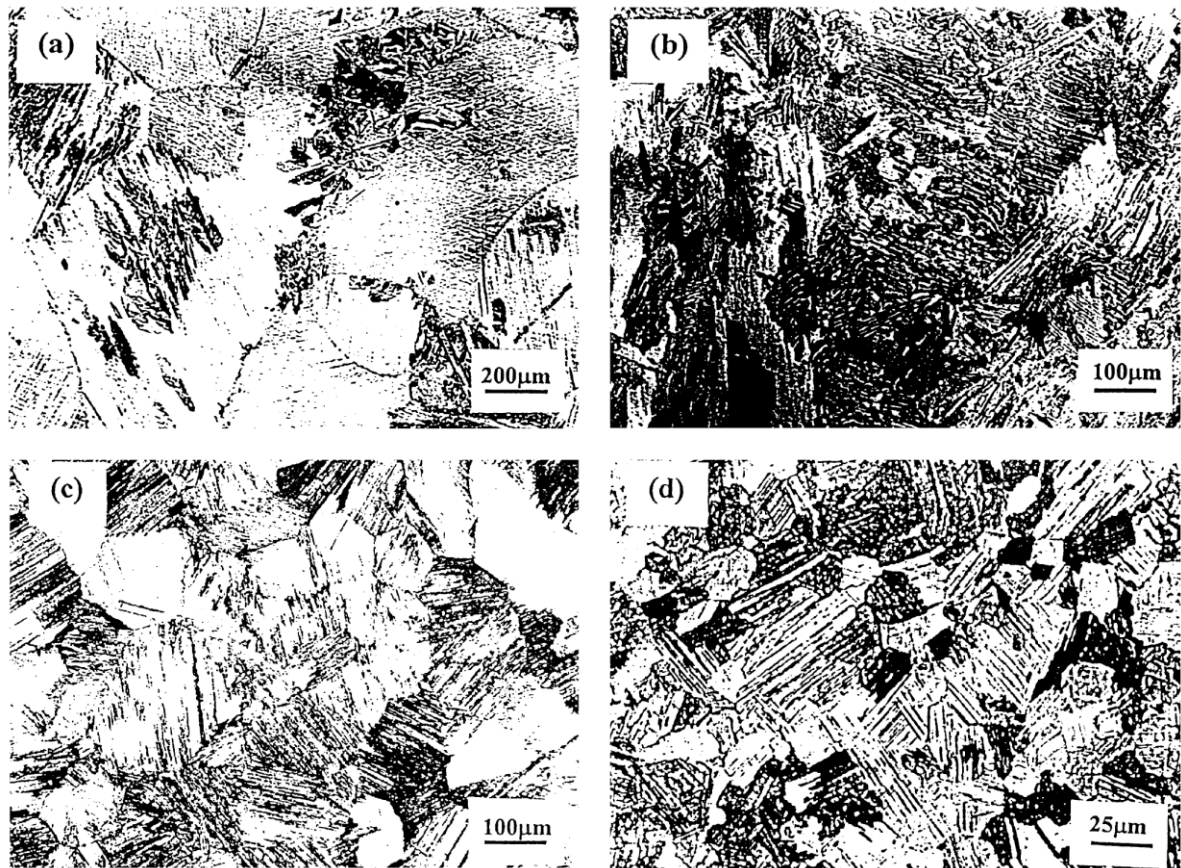
Mikrostruktura izostaticky lisovaného ingotu a předzpracovaných vzorků je znázorněna na obr. 3.14. Mikrostruktura izostaticky lisovaného ingotu se skládá z kolumnárních zrn o šířce $\sim 0,4$ mm a délce asi ~ 5 mm. Tato sloupcovitá zrna obsahují opakující se lamely γ a α_2 – viz lamelární struktura na obr. 3.14(a). První teplotní cyklus (předzpracování) transformoval tuto litou strukturu do plně lamelární struktury s rovnoosými zrny o velikosti asi ~ 500 μm (obr. 3.14(b)) [36].



Obr. 3.14 Mikrostruktura (a) v litém stavu a (b) předzpracovaného vzorku [36].

Obr. 3.15(a) znázorňuje vývoj mikrostruktury vzorků během cyklického tepelného zpracování. Část této primární lamelární struktury přítomné v předzpracovaných vzorcích byla hrubá při žihání na T_1 po dobu t_1 , tj. první cyklus CHT-A. Je vidět, že k reakci nespojitě zhrubnutí došlo jak v oblastech původních hranic, tak i uvnitř původních oblastí zrn. V následujícím cyklu CHT-A nukleovaly další zárodky nespojitě hrubých zrn v rámci primárních lamel a na rozhraní mezi nespojitě hrubými zrny a primárními lamelami. V druhém případě orientace lamel nových nespojitě hrubých zárodků zrn se liší od nespojitě hrubých zrn vytvořených v předchozím cyklu. Pokračováním CHT-A se zvyšuje objemový podíl nespojitě hrubé struktury. Experimenty ukázaly, že po čtyřech cyklech CHT-A byla původní struktura zcela nahrazena nespojitě hrubou strukturou obsahující především oblasti zrn s menší velikostí, ale velkou lamelární vzdáleností, a několika zrny γ (obr. 3.15(b)) [36].

Pro změnu nespojitě hrubé struktury na plně lamelární bylo provedeno tepelné zpracování při T_2 po dobu t_2 . Výsledkem je nová plně lamelární struktura o velikosti zrna (100-150 μm) mnohem menší než původní velikost (500 μm), (obr. 3.15(c)). S cílem dále zlepšit strukturu, byl navržen druhý cyklus CHT-B. Jak bylo pozorováno v prvním cyklu, byla plně lamelární struktura postupně nahrazena jemnými nespojitě zhrubými zrny a nespojitě hrubá struktura byla transformována do nové plně lamelární struktury s jemnější velikostí zrna ~ 30 μm (obr. 3.15(d)). V případě ochlazování na vzduchu byla konečná lamelární vzdálenost přibližně 0,5 μm [36].



Obr. 3.15 Vývoj mikrostruktury během cyklického tepelného zpracování: (a) 1 cyklus CHT-A, (b) 4 cykly CHT-A, (c) 1 cyklus CHT-B, (d) 2 cykly CHT-B [36].

Studie [7] ukazuje, že plně lamelární mikrostruktura s oblastí o velikosti zrna ~ 1 mm může být zušlechťena pro zjemnění plně lamelární struktury s velikostí zrna ~ 30 μm . Ještě důležitější je, že současného zdokonalení bylo dosaženo pouze tepelným zpracováním a žádným mechanickým zpracováním, například postupné protlačování za tepla a zápusťového kování. Kromě toho je důležité, že všechny vzorky byly ochlazované pomalejší rychlostí (ochlazování na vzduchu), ve srovnání s předchozím rychlým ochlazováním (kalení do oleje). Pomalé ochlazování použité při tomto tepelném zpracování může být prospěšné pro kontrolu mikrostruktury cyklicky tepelně zpracovaných komponent velkých a členitých rozměrů [36].

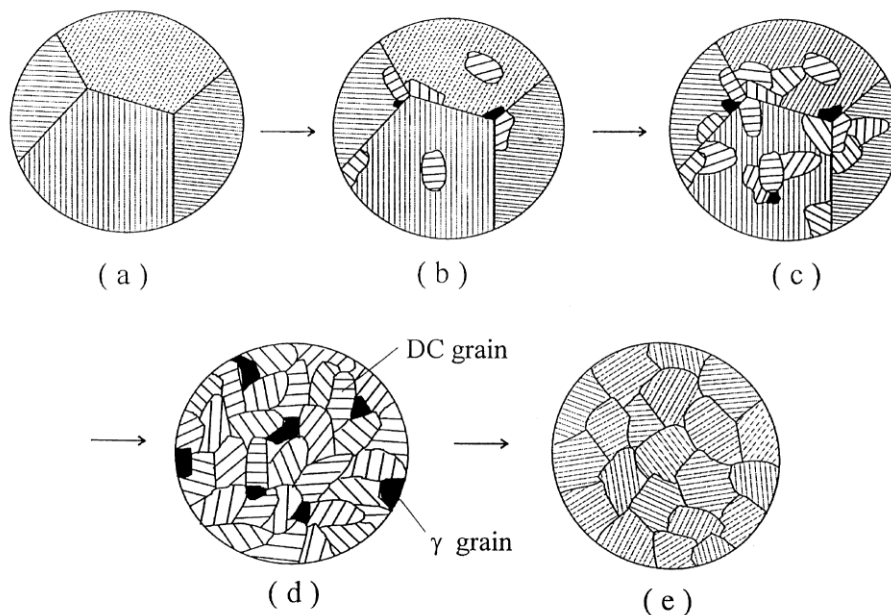
Termodynamická hnací síla reakce nespojitého zhrubnutí je snížení energie mezifázového rozhraní α_2/γ . Je definována jako [46]:

$$\Delta F_v = 2\sigma_{\alpha_2\gamma} \left(\frac{1}{\lambda_2} - \frac{1}{\lambda_1} \right) V_m$$

kde $\sigma_{\alpha_2\gamma}$ je energie mezifázového rozhraní α_2/γ na jednotku plochy, λ_1 a λ_2 představují mezilamelární vzdálenost před a po reakci a V_m je molární objem. Je zřejmé, že primární jemná interlamelární vzdálenost λ podporuje výskyt reakce nespojitého zhrubnutí [36].

Postup zjemnění je schematicky znázorněn na obr. 3.16. V průběhu cyklu CHT-A reakce nespojitého zhrubnutí nastala v původních oblastech hranic a uvnitř původních oblastí zrn. Orientace lamel v zrnech jsou odlišné od sousedních zrn. V dalším teplotním cyklu CHT-A nastaly současně reakce nespojitého zhrubnutí obou nespojitě hrubých zrn a přehrublých primárních lamel. Nicméně, tento případ je dominantní pravděpodobně proto, že jemnější vzdálenost primárních lamel může vést k vyšší hnací síle. S pokračujícím

cyklováním (CHT-A) vzrůstá objemový podíl nespojitě hrubé struktury. Když byla původní plně lamelární struktura zcela nahrazena nespojitě hrubou strukturou, lamelární vzdálenost se zvětšila. Proto se další nespojitě zhrubnutí objevovalo obtížně. S možností tepelného zpracování na T_2 byla nespojitě hrubá struktura převedena na plně lamelární strukturu s malou velikostí zrn a jemnou mezilamelární vzdáleností. Proto hnací síla pro nespojitě zhrubnutí byla obnovena a reakce nespojitěho zhrubnutí by se mohla uskutečnit znovu v druhém cyklu CHT-B. V důsledku toho se tvoří menší nespojitě hrubá zrna a lamelární oblasti. Teoreticky by reakce nespojitěho zhrubnutí pokračovala i po druhém cyklu CHT-B, ale experimenty ukázaly, že bylo obtížné získat plně lamelární strukturu s rozměrem menším než $30\ \mu\text{m}$ bez růstu zrn při homogenizačním žihání v oblasti jediné fáze α [36].



Obr. 3.16 Schematické znázornění dějů zušlechťovacího procesu v jednom cyklu CHT-B: (a) předzpracování, (b) 1 cyklus CHT-A, (c) 2 cykly CHT-A, (d) 4 cykly CHT-A, (e) 1 cyklus CHT-B [36].

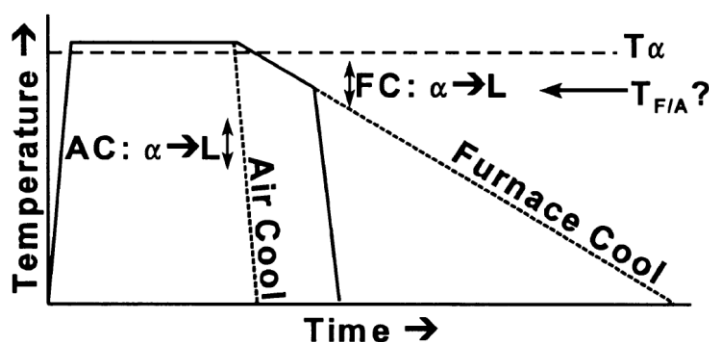
Pro efektivitu této metody cyklického tepelného zpracování musí být přísně kontrolováno několik parametrů. V CHT-A je důležitá časová výdrž t_1 . Pokud je doba příliš dlouhá, tak nespojitě hrubá zrna rostou do značné velikosti. Pokud je však tato doba příliš krátká, je potřeba více cyklů k úplnému rozvoji plně lamelární struktury na strukturu nespojitě hrubou. Časová výdrž na teplotě T_2 je také důležitý parametr. Měla by být dostatečně dlouhá pro kompletní transformaci nespojitě hrubé struktury na jedinou fázi α , ale dostatečně krátká, aby se zabránilo extrémnímu růstu zrna. Pokud je časová výdrž příliš krátká, výsledná mikrostruktura není plně lamelární. Ale pokud by časová výdrž byla příliš dlouhá, dochází k velmi rychlému růstu zrna a konečná velikost zrn by byla velká [36].

3.4.2 Lomené tepelné zpracování

Mikrostrukturu slitiny TiAl je těžké zlepšit konvenčním tepelným zpracováním, které sestává z ohřevu deformovaných vzorků na konstantní teplotu do fázových oblastí α nebo $(\alpha + \gamma)$ s určitou výdrží a následným řízeným ochlazováním [47, 48]. Další možností jak

zlepšit mikrostrukturu slitiny γ -TiAl a její vlastnosti je pomocí procesu lomeného tepelného zpracování [38].

Kombinací informací uvedených v úvodu kapitoly 3.4 týkající se rozkladu fáze α a mikrostrukturních parametrů potřebných pro zlepšení mechanických vlastností (jako creep a únavová pevnost) vede k návrhu tepelného zpracování s lomeným ochlazováním uvedeného na obr. 3.17. Pro aplikaci na složení γ -TiAl začíná tepelné zpracování, s lomeným ochlazováním zahrnující ochlazování v peci z oblasti nad teplotou α (T_α) s transformací $\alpha \rightarrow L$, po určitém podchlazení pod rovnovážnou T_α . Zavedení ochlazování na vzduchu ještě před ukončením transformace $\alpha \rightarrow L$ způsobí přeměnu na lamelární morfologii zbylé α při větším podchlazení ve srovnání s ochlazováním v peci. Proto by mělo lomené ochlazování tvořit strukturu obsahující lamely vytvořené v průběhu jak ochlazování v peci, tak ochlazování na vzduchu. Lamely vytvořené během ochlazování v peci by měly vést k zaklesnutí (interlocked) hranic zrn, které se v kombinaci s úzkou vzdáleností mezi lamelami tvoří během ochlazování na vzduchu, a poskytují lepší mechanické vlastnosti, zejména creepovou stabilitu [37]. Klíčovým parametrem pro tento typ tepelného zpracování je teplota $T_{F/A}$, při které se rychlost ochlazování změnila z ochlazování v peci na ochlazování na vzduchu (viz obr. 3.17). Detailní studium vlivu lomeného tepelného zpracování na deformovanou slitinu γ -TiAl o složení Ti-47Al-2Cr (at. %) bylo navrženo v práci [38], jejíž výsledky jsou popsány níže.



Obr. 3.17 Schéma postupu tepelného zpracování s lomeným ochlazováním [6].

Vliv tepelného zpracování na tahové vlastnosti při pokojové teplotě

Tab. 3.2 uvádí tahové vlastnosti při pokojové teplotě TiAl vzorků po různých tepelných zpracováních. Po tepelném zpracování při $1290\text{ }^\circ\text{C}/4\text{ hod.} \xrightarrow{\text{FC}} 1240\text{ }^\circ\text{C}/4\text{ hod.}$ ochlazování v peci (FC) + $900\text{ }^\circ\text{C}/24\text{ hod.}$ je tažnost slitiny TiAl při pokojové teplotě 6,7 %, mez pevnosti 597 MPa a pevnost v tahu 677 MPa. Ve srovnání se vzorkem 1, který byl tepelně zpracován konvenčním tepelným zpracováním, mají vzorky TiAl tepelně zpracované lomeným tepelným zpracováním vynikající tahové vlastnosti při pokojové teplotě. Při druhém kroku tepelného zpracování, kdy je teplota $1240\text{ }^\circ\text{C}$, se tahové vlastnosti při pokojové teplotě zvyšují s rostoucí teplotou prvního kroku tepelného zpracování od 1280 do $1290\text{ }^\circ\text{C}$ a klesají s jejím dalším zvýšením. Pokud je teplota prvního kroku tepelného zpracování $1290\text{ }^\circ\text{C}$, tahové vlastnosti při pokojové teplotě se pomalu zvyšují s klesající teplotou druhého tepelného zpracování od 1250 do $1240\text{ }^\circ\text{C}$ a zřetelně se snižuje s poklesem z 1240 na $1220\text{ }^\circ\text{C}$. Po tepelném zpracování při $1290\text{ }^\circ\text{C}/4\text{ hod.} \xrightarrow{\text{FC}} 1220\text{ }^\circ\text{C}/4\text{ hod.}$ ochlazování v peci (FC) + $900\text{ }^\circ\text{C}/24\text{ hod.}$ je tažnost TiAl slitiny při pokojové teplotě 3,8 %, mez pevnosti 520 MPa a pevnost v tahu 597 MPa [38].

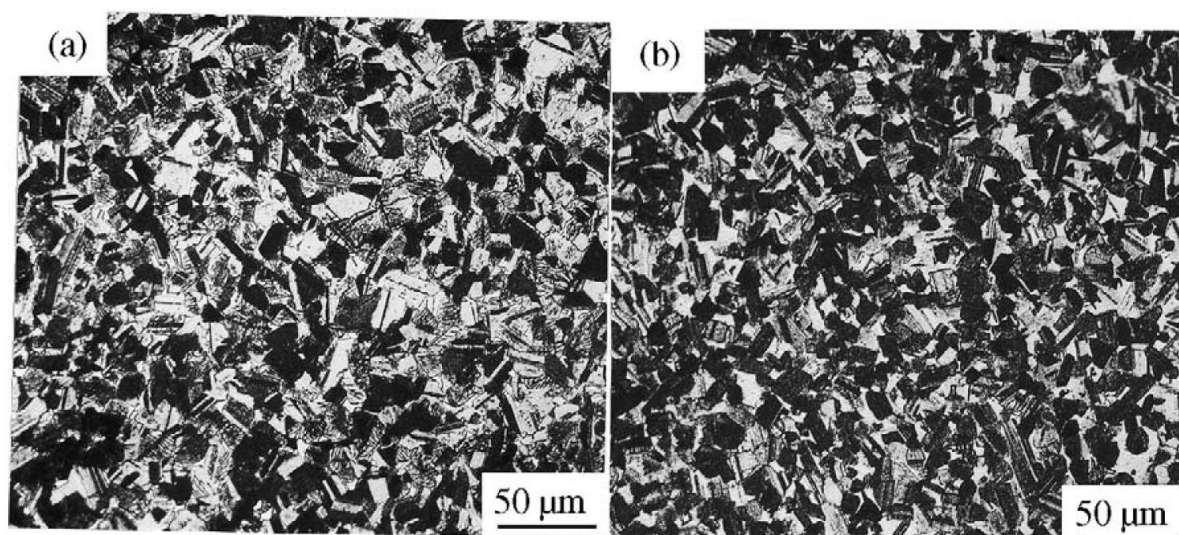
Tab. 3.2 Tepelné zpracování a tahové vlastnosti slitiny TiAl při pokojové teplotě [38].

Specimen	Heat treatment	Yield strength (MPa)	Ultimate tensile strength (MPa)	Tensile elongation (%)
1	1250 °C, 4 h, FC + 900 °C, 24 h	478	554	3.2
2	1280 °C, 4 h ^{FC} →1240 °C, 4 h, FC + 900 °C, 24 h	553	643	6.3
3	1290 °C, 4 h ^{FC} →1240 °C, 4h, FC + 900 °C, 24 h	597	677	6.7
4	1300 °C, 4 h ^{FC} →1240 °C, 4 h, FC + 900 °C, 24 h	577	665	6.1
5	1310 °C, 4 h ^{FC} →1240 °C, 4 h, FC + 900 °C, 24 h	568	653	5.4
6	1290 °C, 4 h ^{FC} →1220 °C, 4 h, FC + 900 °C, 24 h	520	597	3.8
7	1290 °C, 4 h ^{FC} →1230 °C, 4 h, FC + 900 °C, 24 h	547	632	4.9
8	1290 °C, 4 h ^{FC} →1250 °C, 4 h, FC + 900 °C, 24 h	576	653	6.2

FC: furnace cooling.

Vliv tepelného zpracování na mikrostrukturu

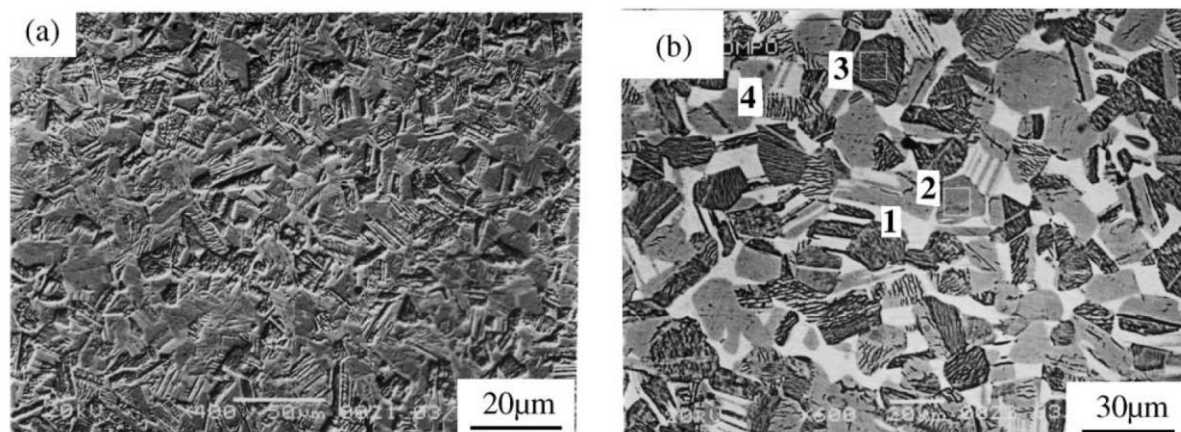
Obr. 3.18 obsahuje mikrostrukturu vzorku 1 (obr. 3.18(a)) a vzorku 3 (obr. 3.18(b)). Z obr. 3.18 je vidět, že duplexní mikrostruktury byly získány z TiAl vzorků po obou konvenčních tepelných zpracováních a lomeném tepelném zpracování. Ale existují mezi nimi určité rozdíly. Za prvé, velikost zrna vzorku 3 je jemnější než u vzorku 1. Vzdálenost lamel (D_L) je 24 μm , velikost fáze γ (d_γ) 11 μm a objemový podíl fáze γ (ϕ_γ) je 41 %. Ale D_L vzorku 3 je 12 μm , d_γ je 10 μm a ϕ_γ je 48 %. Za druhé, hranice zrn vzorku 3 jsou zřetelné, ale vzorku 1 zřetelné nejsou. Za třetí, lamely ve vzorku 3 se vytváří dokonale, ale lamelární oblasti ve vzorku 1 jsou vláknité [38].



Obr 3.18 Mikrostruktura (a)vzorku 1 (b) a vzorku 6 [38].

Obr. 3.19 ukazuje SEM mikrostrukturu vzorku 3 (obr. 3.19(a)) a vzorku 6 (obr. 3.19(b)). Je vidět, že existují rozdíly mezi SEM mikrostrukturami obou vzorků. Vzorek 3 obsahuje oblasti lamel a zrna γ . Ale vzorek 6 obsahuje vedle lamelárních oblastí a zrn γ ještě částice α_2 . Tab. 3.3 uvádí rozbor složení vzorku 6. Z tabulky je patrné, že obsah Al v jednotlivých zónách vzorku 6 je různý. Obsah Al v zóně 3 a zóně 4 je vyšší než u zóny 1,

ale nižší než v zóně 2. Zóna 3 a 4 jsou zóny lamelárních oblastí. Zóna 1 a zóna 2 jsou oblasti zrn γ a částic α_2 [38].



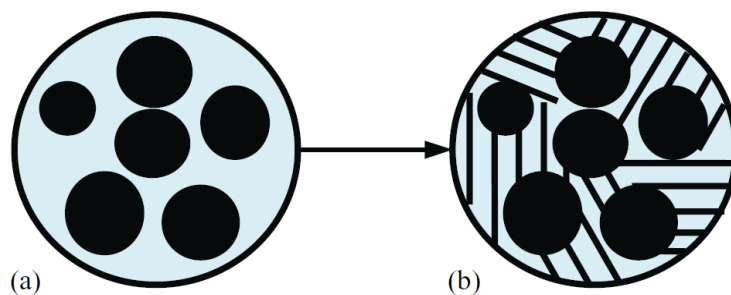
Obr. 3.19 SEM mikrostruktura (a)vzorku 3 (b) a vzorku 6 [38].

Tab. 3.2 Rozbor složení vzorku 6 (at. %) [38].

Zone	Ti	Al	Cr
1	55.88	41.39	2.73
2	48.40	49.20	2.40
3	51.10	46.68	2.22
4	51.47	45.98	2.55

Mezi mikrostrukturami TiAl vzorků po lomeném tepelném zpracování a u vzorků po konvenčním tepelném zpracování existují rozdíly. Tyto rozdíly mohou vyplývat z nového mechanismu fázové transformace způsobené lomeným tepelným zpracováním [38].

Na obr. 3.20 je uvedeno schéma vývoje mikrostruktury vzorku TiAl během konvenčního tepelného zpracování. Po výdrži na 1250 °C po dobu 4 hodin obsahuje vzorek TiAl zrna γ a α (obr. 3.20(a)). Když je ochlazen v peci na pokojovou teplotu, probíhá v zrnech α fázová transformace $\alpha \rightarrow L (\alpha/\gamma) \rightarrow L (\alpha_2/\gamma)$. Takže vzorek TiAl obsahuje zrna γ a lamelární oblasti (obr. 3.20(b)) [38].

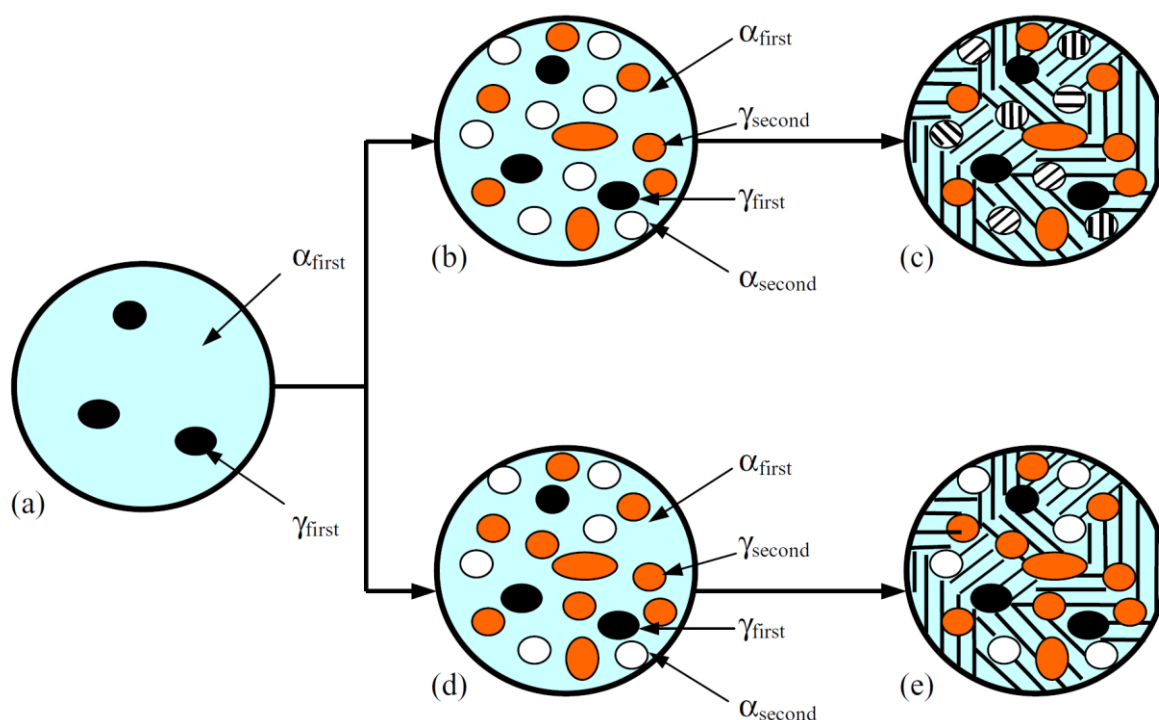


Obr. 3.20 Schéma vývoje mikrostruktury vzorku 1 (a) po 1250 °C/4 hod.; (b) při pokojové teplotě [38].

Obr. 3.21 uvádí schéma vývoje mikrostruktury vzorku TiAl během lomeného tepelného zpracování. Po výdrži na 1290 °C po dobu 4 hodin obsahuje vzorek TiAl zrna γ a α (obr. 3.21(a)). Aby bylo možné rozlišit γ a α zrna vytvořené během prvního kroku tepelného zpracování a druhého kroku tepelného zpracování, jsou γ a α zrna vytvořené v prvním kroku tepelného zpracování označena jako γ_{first} a α_{first} , a γ a α zrna vytvořené během druhého kroku

tepelného zpracování jako γ_{second} a α_{second} . Při výdrží na 1240 °C probíhá fázová transformace $\alpha_{first} \rightarrow \gamma_{second} + \alpha_{second}$. Po výdrží na 1240 °C po dobu 4 hodin obsahuje vzorek TiAl γ_{first} , α_{first} , γ_{second} a α_{second} (obr. 3.21(b)). Když je ochlazen v peci na pokojovou teplotu, proběhne fázová transformace $\alpha \rightarrow L (\alpha/\gamma) \rightarrow L (\alpha_2/\gamma)$ v zrnech α_{first} a α_{second} . Takže jsou tvořeny duplexní mikrostruktury obsahující jak lamelární oblasti, tak zrna γ (obr. 3.21(c)) [38].

Po tepelném zpracování 1290 °C/4 hod. \rightarrow FC 1220 °C/4 hod. obsahuje vzorek TiAl γ_{first} , α_{first} , γ_{second} a α_{second} (obr. 3.21(d)). Ale obr. 3.21(d) se liší od obr. 3.21(b). Tyto rozdíly zahrnují objemové podíly a obsah Al v γ_{second} a α_{second} . V porovnání s obr. 3.21(b) má obr. 3.21(d) menší objemový podíl fáze α_{second} , větší objemový podíl fáze γ_{second} a menší obsah Al ve fázích γ_{second} a α_{second} . Tyto odlišnosti mohou vést k rozdílu mezi obr. 3.21(c) a 3.21(e). Fázová transformace $\alpha \rightarrow L (\alpha/\gamma) \rightarrow L (\alpha_2/\gamma)$ v zrnech α závisí na obsahu hliníku [38]. Když je obsah Al v zrně α vyšší, probíhající fázová transformace $\alpha \rightarrow L (\alpha/\gamma) \rightarrow L (\alpha_2/\gamma)$ způsobuje tvorbu lamelárních oblastí, jinak fázová transformace $\alpha \rightarrow \alpha_2$ způsobuje vznik částic fáze α_2 . Vzhledem k vyššímu obsahu Al ve fázi α_{first} , viz obr. 4d, jsou lamelární oblasti tvořeny v zrnech α_{first} vyplývající z fázové transformace $\alpha \rightarrow L (\alpha/\gamma) \rightarrow L (\alpha_2/\gamma)$. Vzhledem k nižšímu obsahu Al v α_{second} , viz obr. 3.21(d), jsou částice fáze α_2 tvořeny v zrnech α_{second} způsobenou fázovou transformací $\alpha \rightarrow \alpha_2$. Po ochlazení vzorku TiAl v peci na pokojovou teplotu obsahuje lamelární oblasti, zrna γ , a částice α_2 (obr. 3.21(e)) [38].



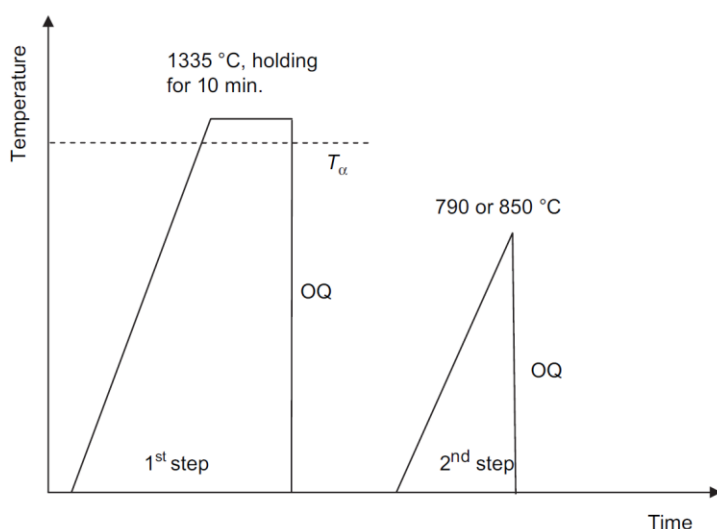
Obr. 3.21 Schéma vývoje mikrostruktury vzorku 3 a vzorku 6. (a) Vzorek 3 a vzorek 6 po výdrží na 1290 °C/4 hod.; (b) vzorek 3 po výdrží na 1240 °C/4 hod.; (c) vzorek 3 po ochlazení na pokojovou teplotu; (d) vzorek 6 po výdrží na 1220 °C/4 hod.; (e) vzorek 6 po ochlazení na pokojovou teplotu [38].

Z výše uvedené analýzy je patrné, že během lomeného tepelného zpracování probíhá v TiAl vzorcích složitá fázová transformace, tudíž je možno konstatovat, že lomené tepelné zpracování je lepší než konvenční tepelné zpracování. Během lomeného tepelného zpracování lze u slitin TiAl získat homogenní jemnozrnnou mikrostrukturu, což vede ke zlepšení jejich mechanických vlastností, zejména tažnosti. V technologii tohoto typu tepelného zpracování je

důležité kontrolovat zejména teplotu druhého kroku. Pokud je teplota druhého kroku tepelného zpracování nižší, je tvorba lamelárních oblastí pro zrna α_{second} obtížná. Křehké částice α_2 vytvořené podél hranic lamelárních oblastí a v zrnech γ vedou k výraznému snížení tahových vlastností při pokojové teplotě [38].

3.4.3 Konvenční dvoustupňové tepelné zpracování

Za účelem vytvoření ultrajemné lamelární mikrostruktury ($\alpha_2 + \gamma$) z uspořádané fáze α_2 bylo dvoustupňové tepelné zpracování v praxi použito na slitiny Ti-45Al-7,5Nb-(0, 0,5)C [37]. Schéma na obr. 3.22 ukazuje, že vzorky jsou nejprve zahřáty nad teplotu α (T_α), což je pro zkoumané materiály 1295 °C, na této teplotě drženy po dobu 10 min v jednofázové oblasti α a následně zakaleny do oleje na pokojovou teplotu. V důsledku vysoké rychlosti ochlazování je vysokoteplotní transformace ($\alpha \rightarrow \alpha + \gamma \rightarrow \alpha_2 + \gamma$) potlačena a dochází pouze k přeměně uspořádání $\alpha \rightarrow \alpha_2$. Ve druhém kroku se vzorky plynule zahřívají na určitou teplotu (790 nebo 850 °C) při rychlosti 20 °C min⁻¹ a okamžitě následovalo kalení do oleje. Tímto krokem se může tvořit ultrajemná lamelární struktura i při teplotách mnohem nižších než eutektoidní teplota T_{eu} ($T_{eu} = 1125$ °C [6]). Bylo zjištěno, že tvrdost slitiny je silně závislá na šířce tvořících se lamel a objemovém množství fází, které jsou ovlivněny výškou vytvrzovací teploty v druhém kroku tepelného zpracování a chemickým složením. Čím vyšší je teplota stárnutí, stejně jako přídavek uhlíku, zvyšuje se tvrdost zušlechťením lamelární struktury ($\alpha_2 + \gamma$) a zvyšuje se objemové množství nanofází γ [6].

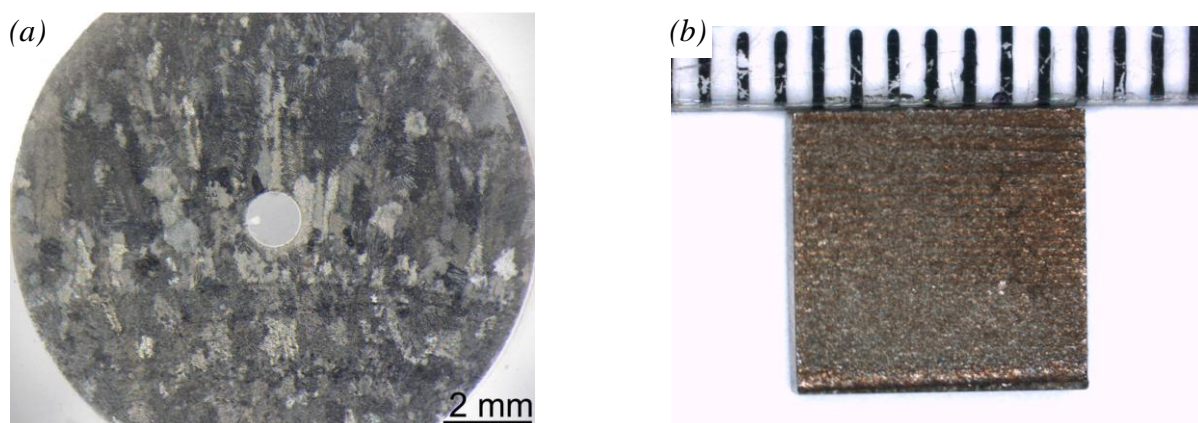


Obr. 3.22 Schéma postupu konvenčního dvoustupňového tepelného zpracování [51].

4. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

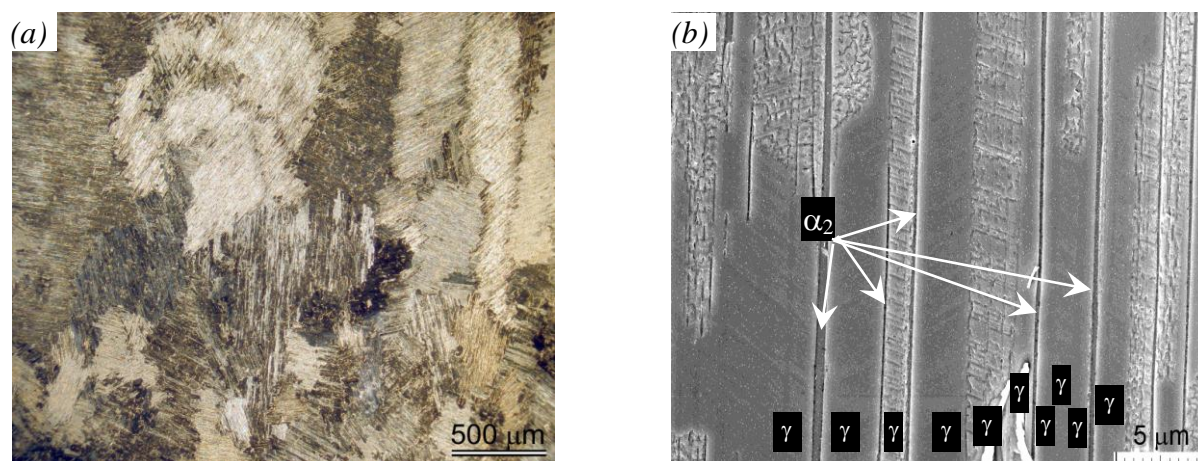
4.1 EXPERIMENTÁLNÍ MATERIÁL

Experimentální materiál o chemickém složení Ti-48Al-2Nb-2Cr-0,82B at. % (dále v textu označováno TiAl-2Nb) byl dodán v litém stavu ve formě válcového ingotu o průměru 90 mm a délky 220 mm firmou GfE Metalle und Materialien GmbH z Nürnbergu. Tento ingot byl podroben izostatickému lisování za tepla (HIP) při teplotě 1280 °C a tlaku 140 MPa po dobu 4 hodin. Pro experimenty bylo použito 6 vzorků ve tvaru kvádrů (viz obr. 4.1) o rozměrech 8 x 8 x 3,5 mm³ vyřezané z ingotu v podélném směru blízko povrchu. Povrch ovlivněný elektrojskrovým řezáním byl mechanicky obroušen.



Obr. 4.1 Experimentální materiál: (a) makrostruktura oblasti odebraných vzorků [49]; (b) tvar vzorku použitého pro experimenty.

Litá struktura je tvořena zrny s lamelní morfologií $\gamma + \alpha_2$ (s průměrnou tloušťkou lamel 1,95 μm), přičemž velikost zrna byla velmi různorodá a pohybovala se v rozsahu 0,08–2 mm, viz obr. 4.2 [49]. Součástí struktury jsou i malé tyčinky boridů.



Obr. 4.2 Struktura lité slitiny TiAl-2Nb: (a) makrostrukturní pohled ukazující heterogenní velikost zrna (světelná mikroskopie, leptáno); (b) detail lamelní mikrostruktury (SEM, elektrolyticky leptáno) [49].

Tahové vlastnosti slitiny TiAl-2Nb při pokojové teplotě a teplotě 750 °C jsou uvedeny v tab. 4.1. Z toho je zřejmé, že materiál má celkem dostatečnou pevnost, ale nízkou tažnost a maximální deformaci. Mikrotvrdoost se pohybuje kolem 287,5 HV 0,3.

Tab. 4.1 Tahové charakteristiky lité slitiny TiAl-2Nb [49].

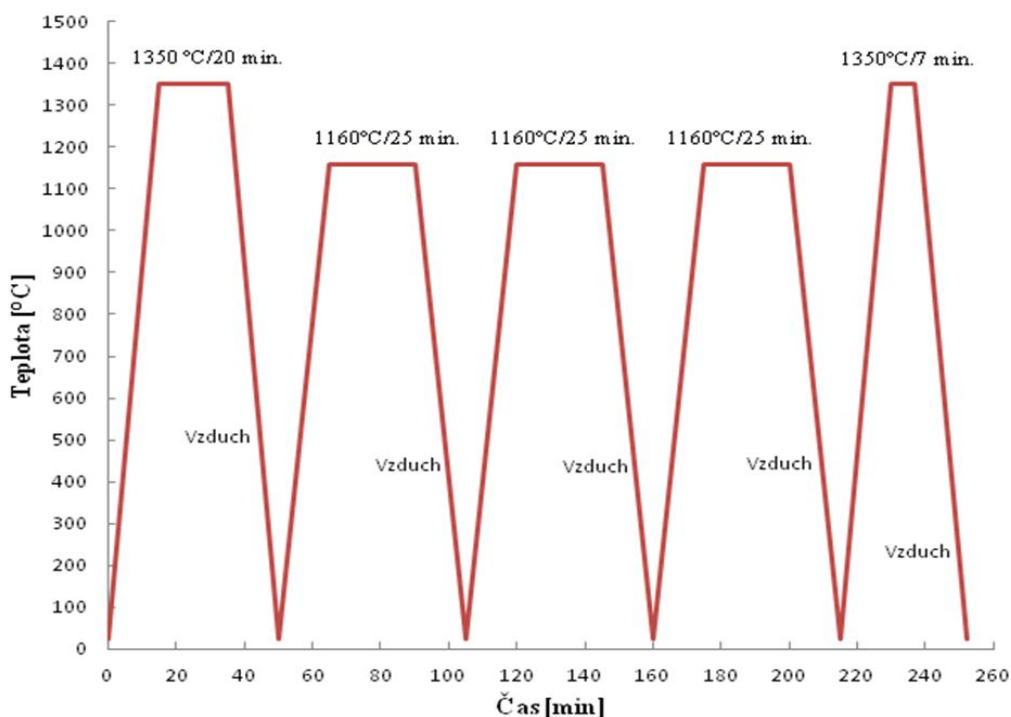
Teplota [°C]	E [GPa]	$R_{p0,1}$ [MPa]	R_m [MPa]	A [%]	ϵ_{max} [%]
23	180 ± 2	398	415	0,13	0,364
750	161 ± 3	357	–	–	–

4.2 CYKlickÉ TEPELNÉ ZPRACOVÁNÍ

Základní schéma cyklického tepelného zpracování pro zjemnění a homogenizaci licí lamelární struktury je uvedeno na obr. 4.3, které se skládá z 5 teplotních cyklů. Tepelné zpracování bylo provedeno v pecích LAC LVT 1600 bez ochranné atmosféry s pracovní teplotou do 1600 °C na ÚFM AV ČR a LAC L09V s ochrannou atmosférou tvořenou 99,999 % Ar a pracovní teplotou do 1200 °C na FVT UO.

Připravených 5 vzorků bylo vloženo do vyhřáté pece na 1350 °C s výdrží 20 minut na teplotě. Po následném ochlazení na vzduchu byl odebrán vzorek č. 1 pro posouzení struktury a mikrotvrdosti po tomto cyklu tepelného zpracování. Zbylé 4 vzorky byly poté vloženy do předehřáté pece s ochrannou atmosférou na teplotu 1160 °C po dobu 25 minut a po výdrži opět ochlazeny na vzduchu. Tento teplotní cyklus byl proveden třikrát, kde po každém ochlazení byl opět odebrán vždy jeden vzorek pro další pozorování, tedy postupně vzorek č. 2, č. 3 a č. 4. Vzorek č. 5 byl použit pro poslední cyklus. Byl vloženo do vyhřáté pece bez ochranné atmosféry na 1350 °C s výdrží 7 minut na této teplotě a poté následně ochlazen na vzduchu na pokojovou teplotu.

Teplota prvního cyklu 1350 °C se nachází v jednofázové oblasti α a byla zvolena pro homogenizaci struktury. Současně by mělo při ohřevu na tuto teplotu dojít k překrystalizaci původní lamelární struktury ($\alpha_2 + \gamma$) [16]. A při ochlazení by se měla tvořit plně lamelární struktura [50]. Pro opakované teplotní cykly byla zvolena nadeutektoidní teplota 1160 °C z důvodu opakované překrystalizace, která vede ke zjemnění zrna, ale nerovnoměrné velikosti zrna. Popis eutektoidní reakce podle [16] je $\alpha \rightarrow \alpha_2 + \gamma$, kdy dochází k tvorbě nových hrubých lamelárních zrn na rozhraní lamel a hranicích původních lamelárních zrn. Poslední cyklus na teplotu 1350 °C byl zvolen z důvodu zrovnomnění předcházející struktury a získání jemné plně lamelární mikrostruktury zaklesnutých zrn. Aby nedošlo ke zhrubnutí zrna, byla zvolena krátká časová výdrž 7 minut kvůli velké difuzivitě, tedy náchylnosti ke zhrubnutí zrna, na této vysoké teplotě.



Obr. 4.3 Schéma cyklického tepelného zpracování použité pro experiment.

4.3 POSTUPY A EXPERIMENTÁLNÍ ZAŘÍZENÍ

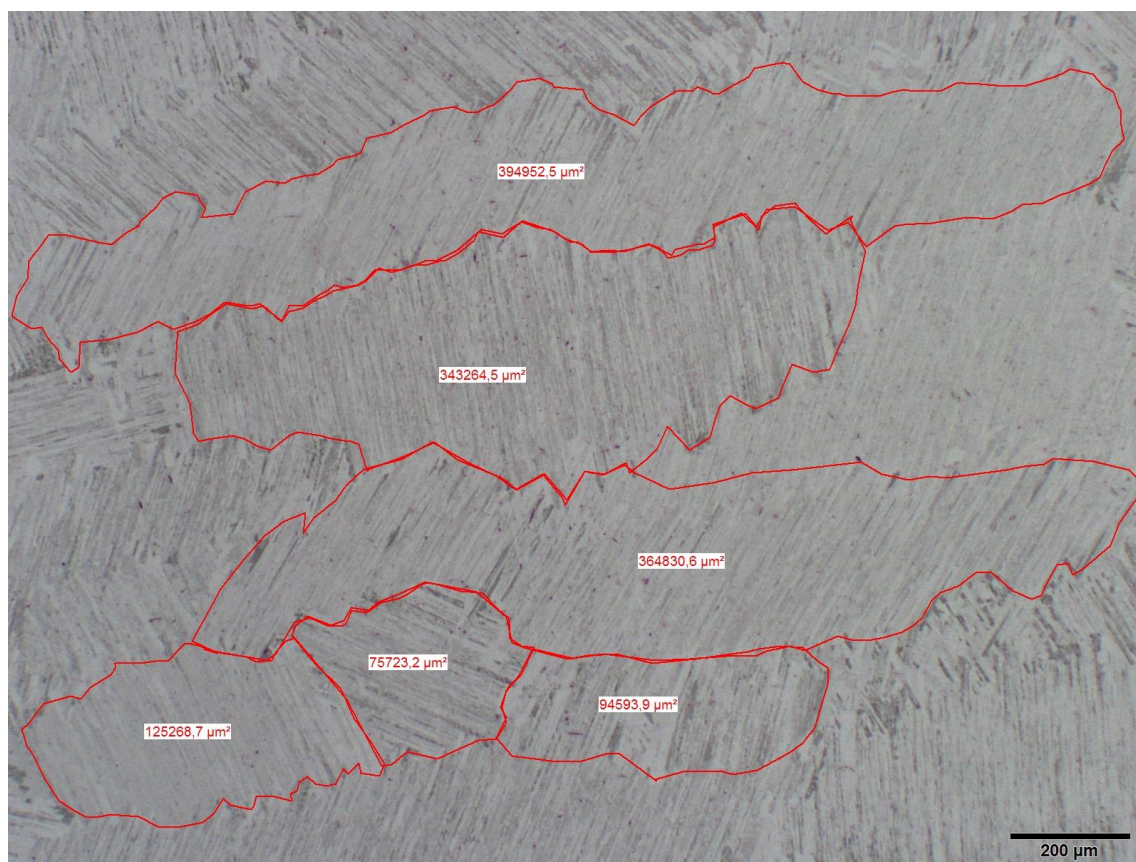
Pro studium struktury vzorků jak výchozího stavu, tak po každém teplotním cyklu, byla použita světelná mikroskopie s obrazovou analýzou, laserová konfokální mikroskopie, rastrovací elektronová mikroskopie, měření mikrotvrdosti a rentgenová strukturní analýza. Všechny tyto metody sloužily pro kvantifikaci velikosti zrna, tloušťky lamel a jejich kvalitativní analýzu a pro zjištění pevnostních vlastností.

Metalografické výbrusy byly zpracovány standardními technikami – broušením a leštěním diamantovými pastami na přístrojovém vybavení firmy LECO s následným oxidickým leštěním pomocí aktivní lidické suspenze na bázi SiO_2 (Struers OP-S). Poté byly vzorky naleptány leptadlem o složení 25 ml HNO_3 , 2 ml HF 50 ml glycerinu a 25 ml destilované vody.

4.3.1 Světelná mikroskopie a obrazová analýza

Metalografické výbrusy byly pozorovány na metalografickém mikroskopu Olympus PMG3 a dokumentovány digitální kamerou Olympus DP20 při zvětšení objektivu 5x. Vybrané zvětšení objektivu bylo vybráno s ohledem na velikost zrna, která se pohybovala okolo ~ 1 mm. Následně byla provedena obrazová analýza pomocí softwaru Stream Motion od firmy Olympus s cílem vyhodnotit velikost zrna. Postup byl následující:

- a) Ruční vyznačení hranic celých zrn pomocí funkce polygon, viz obr. 4.4, na třech snímcích od každého vzorku.



Obr. 4.4 Ukázka vyznačených hranic zrn pomocí funkce polygonu použitého pro stanovení velikosti zrna.

- b) Software kvantifikoval plochu každého polygonu představující zrna, jeho obvod, střední průměr (průměr kruhu odpovídající naměřené ploše).
- c) Následně bylo provedeno statistické vyhodnocení spočívající ve stanovení aritmetického průměru a směrodatné odchylky naměřené plochy a středního průměru s následným grafickým zpracováním.

S ohledem na charakter tvaru a velikosti zrn nebylo možné použít běžné metody obrazové analýzy (např. průsečíková, porovnávací, pomocí naprahování).

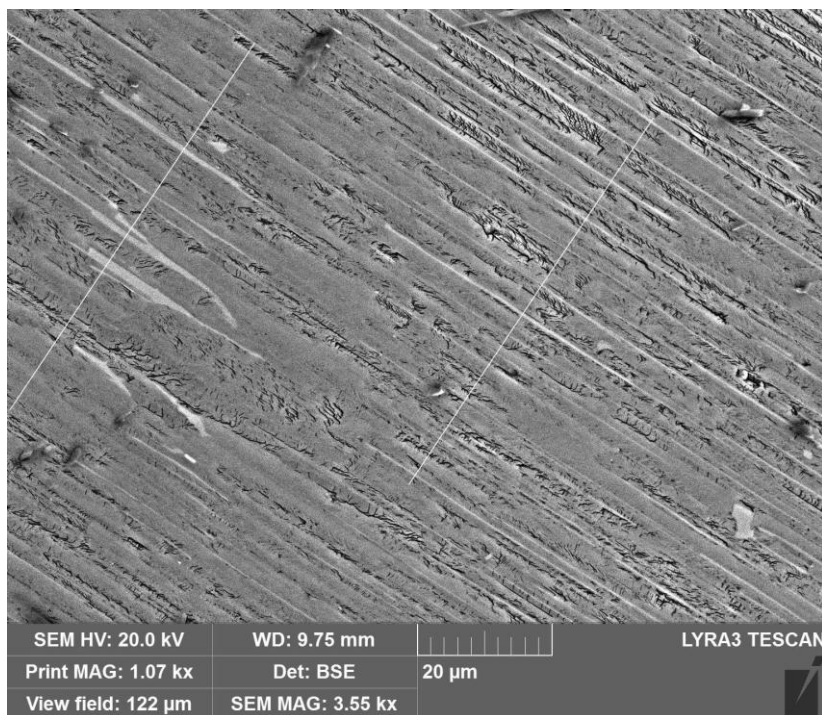
4.3.2 Laserová konfokální mikroskopie

Struktura všech vzorků byla dále pozorována pomocí laserového konfokálního mikroskopu Olympus LEXT OLS3100 a dokumentována při zvětšení objektivu 5x a 50x. Tím byly získány detailnější a kontrastnější snímky lamelární mikrostruktury a hranic zrn. Snímky byly pořízeny ve 2D módu pomocí laseru.

4.3.3 Rastrovací elektronová mikroskopie

Tloušťka lamel a rozlišení fází byly dále pozorovány na rastrovacím elektronovém mikroskopu Tescan LYRA 3 XMU vybavený autoemisním zdrojem typu FEG vybaven kvalitním mikroanalyzátozem EDS X-max Oxford Instruments, který byl využit k určení změny chemického složení ve výchozím a konečném stavu. Pomocí BSE detektoru, který je velmi citlivý na materiálový kontrast bylo možno rozeznat jednotlivé lamelární fáze α_2 -(Ti₃Al) a γ -(TiAl), viz obr. 4.5. Následně byla provedena obrazová analýza pomocí softwaru Adobe Photoshop CS3 pro vyhodnocení tloušťky lamel obou fází. Postup byl následující:

- a) Byly nakresleny dvě úsečky kolmé na lamely a v průsečíku těchto úseček byla odečítána tloušťka jednotlivých fází, viz obr. 4.5.
- b) Naměřené tloušťky lamel byly následně statisticky zpracovány v Excelu a vypočítány jejich průměrné hodnoty a směrodatné odchylky včetně následného grafického zpracování.



Obr. 4.5 Detailní snímek lamelární mikrostruktury fází α_2 (světlé lamely) a γ (tmavé lamely) získaných pomocí BSE detektoru v SEM s vyznačením úseček pro obrazovou analýzu stanovení tloušťky lamel.

4.3.4 Mikrotvrdoost

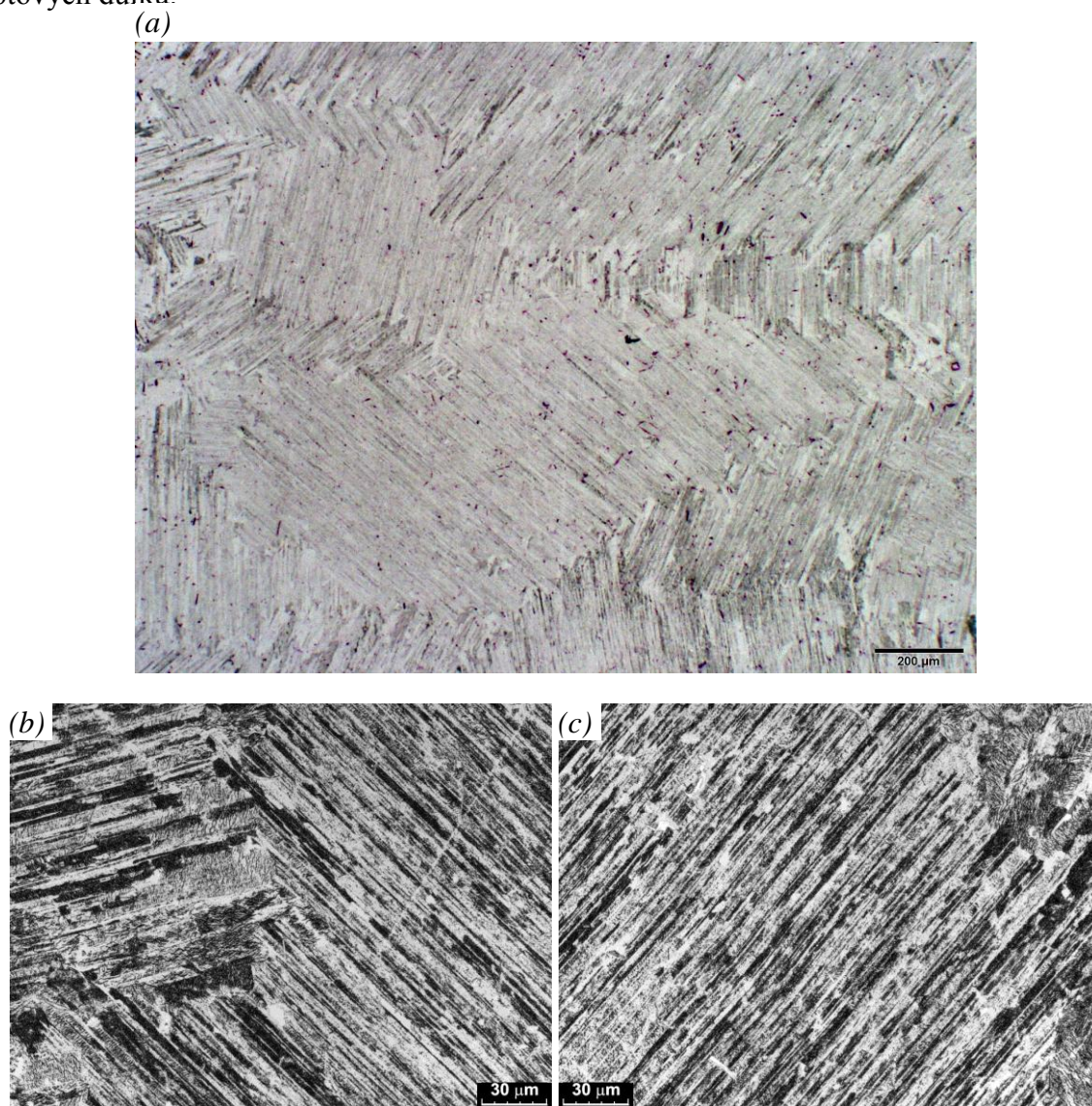
Mikrotvrdoost jednotlivých vzorků jak ve výchozím stavu, tak po tepelném zpracování byla měřena metodou dle Vickerse na automatickém mikrotvrdoměru firmy LECO LM 247AT a pomocí automatického softwaru na vyhodnocování vtisků AMH 2000. Vpichy byly provedeny do středu větších zrn, tak aby nedošlo k ovlivnění naměřených výsledků hranicemi okolních zrn. Na každém vzorku bylo provedeno 10 vtisků rovnoměrně po celé ploše výbrusu. Získané hodnoty mikrotvrdoosti byly statisticky zpracovány, vypočteny průměrné hodnoty a směrodatné odchylky a graficky znázorněny.

5. VÝSLEDKY

5.1 Struktura a velikost zrna

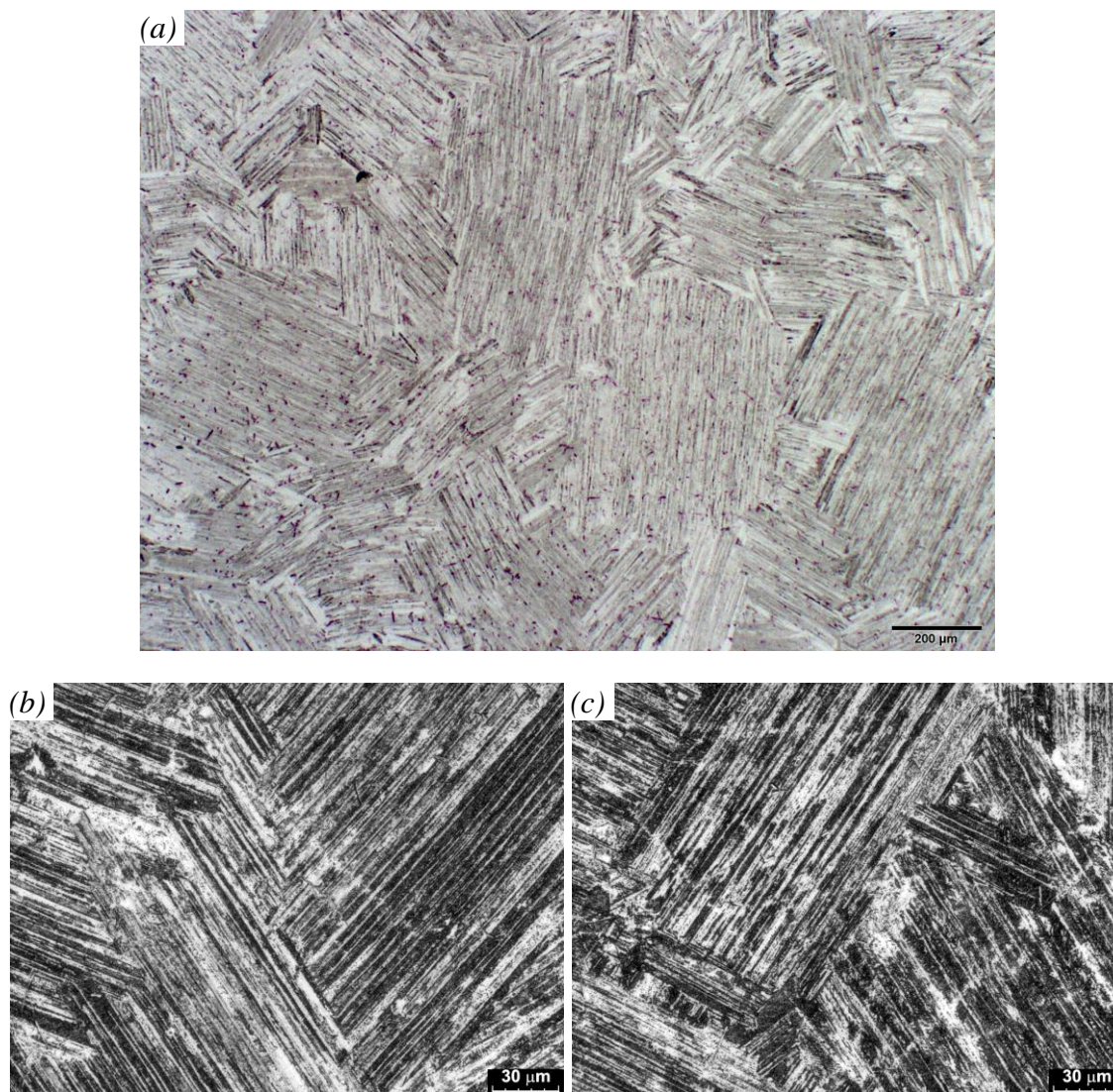
Hodnocení struktury a velikosti zrna slitiny TiAl-2Nb bylo provedeno jak ve výchozím stavu, tak po všech teplotních cyklech uprostřed každého vzorku. Statisticky zpracované velikosti zrna jsou uvedeny v tabulkové příloze 1 v tabulce P1.1 a tabulce P1.2 a jejich grafické zpracování je ukázáno na obr. 5.7 a 5.8.

Charakteristická struktura ve výchozím litém stavu je zobrazena na obr. 5.1(a), ze kterého je zřejmé, že se jedná o téměř plně lamelární hrubou heterogenní strukturu tvořenou převážně fází γ a fází α_2 . Toto je vidět i na stanovené průměrné velikosti zrna, která je $512 \pm 202 \mu\text{m}$ a průměrné ploše zrna dosahující $283\,502 \pm 212\,831 \mu\text{m}^2$. Z detailních snímků (obr. 5.1(b), (c)) z laserového konfokálního mikroskopu je vidět zaklesnutí jednotlivých lamel vůči sobě na hranicích zrn a také občasné samostatné fáze γ . Při přípravě vzorků došlo k deformaci povrchu výbrusu a po následném naleptání, se objevily stopy leptových důlků.



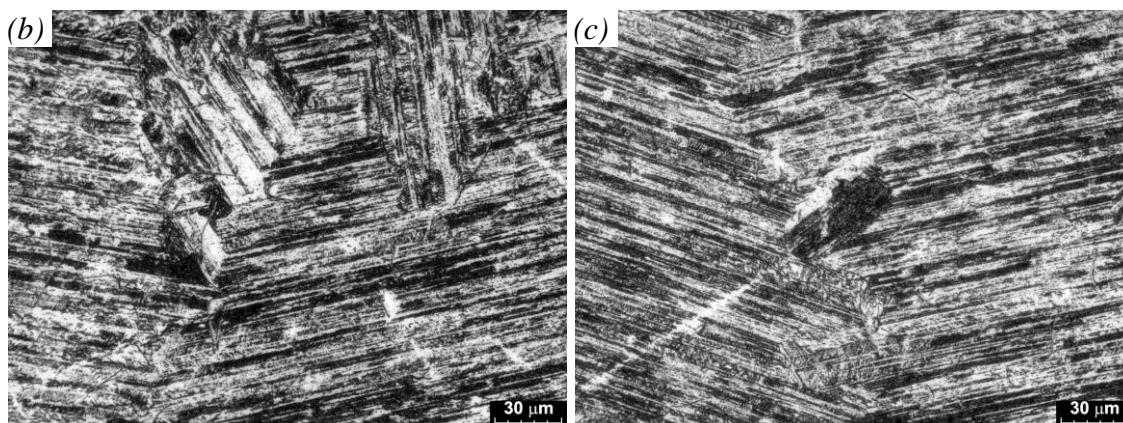
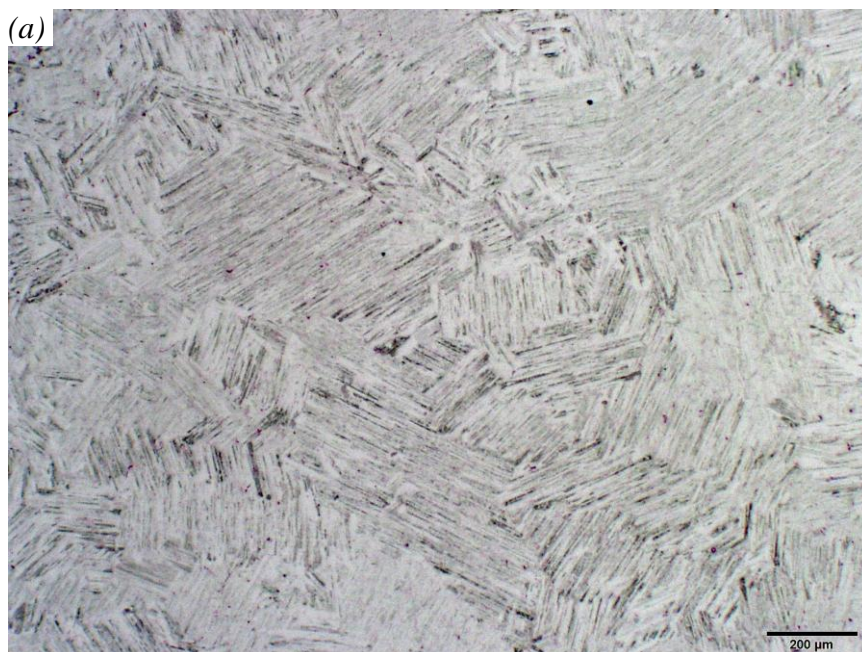
Obr. 5.1 Struktura tepelně nezpracovaného vzorku č. 0 (výchozí materiál), leptáno: (a) přehledový snímek ze světelného mikroskopu; (b) a (c) detaily z laserového konfokálního mikroskopu.

Po prvním teplotním cyklu tepelného zpracování byla struktura opět plně lamelární, viz obr. 5.2(a), přičemž na hranicích zrn jsou lamely stále zaklesnuté do sebe, a již nebyly viděny samostatné fáze γ , jak je zřejmé z obr. 5.2(b) a (c). Vůči výchozímu stavu došlo ke zjemnění zrn o 30 % a snížení směrodatné odchylky na polovinu, což charakterizuje homogenizaci struktury.



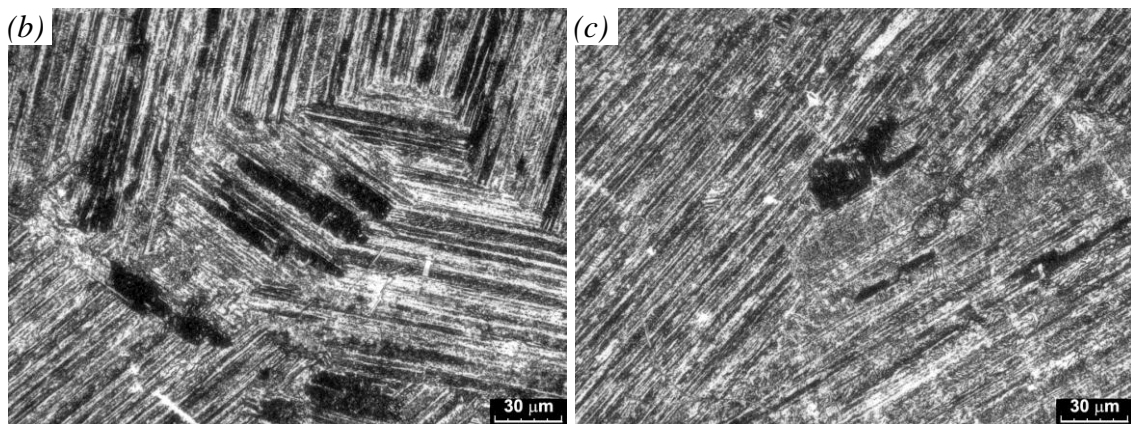
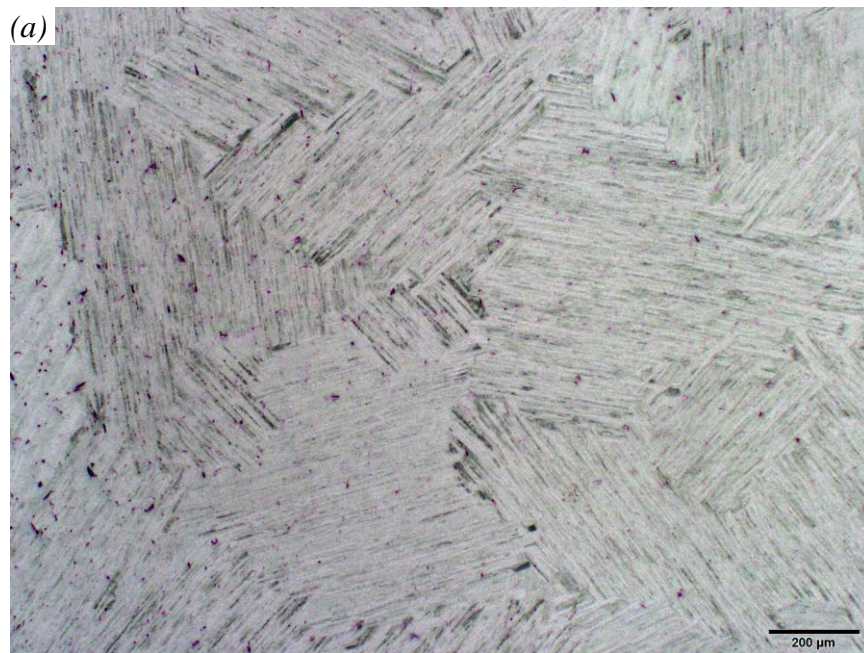
Obr. 5.2 Struktura vzorku č. 1 po prvním cyklu tepelného zpracování (1350 °C/20min), leptáno: (a) přehledový snímek ze světelného mikroskopu; (b) a (c) detaily z laserového konfokálního mikroskopu.

Po druhém teplotním cyklu se struktura vzorku č. 2 vůči předcházejícímu cyklu výrazně nezměnila, viz obr. 5.3(a). Pouze byly na hranicích původních zrn a mezi lamelami pozorovány nové zárodky zrn tvořených hrubými lamelami, viz obr. 5.3(b) a (c). To vysvětluje zvýšení směrodatné odchylky velikosti a plochy zrna a nepatrné zhrubnutí struktury.



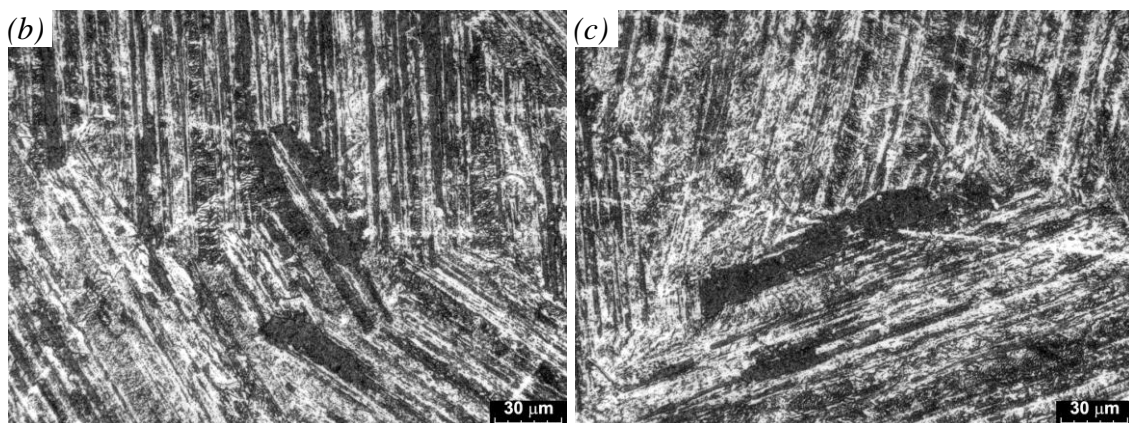
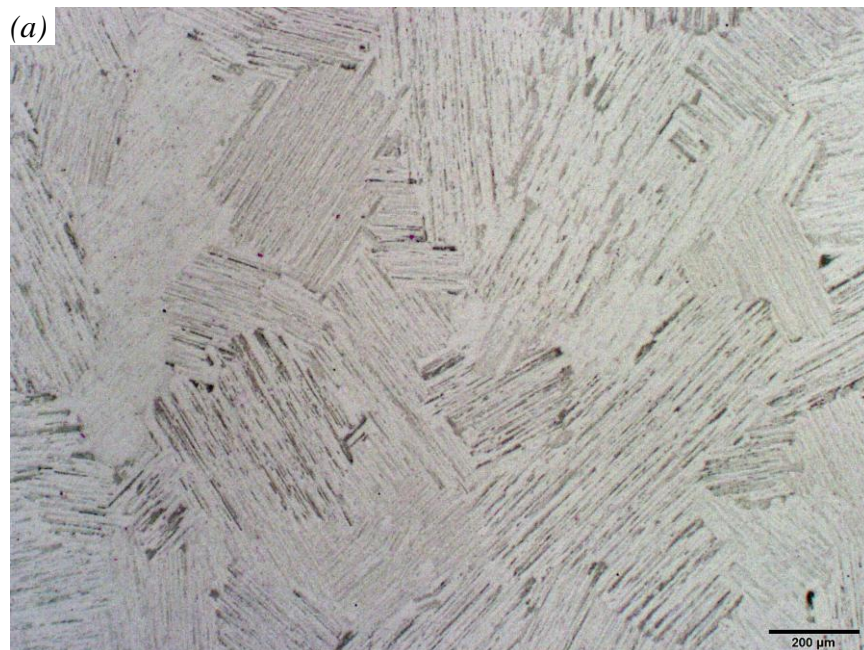
Obr. 5.3 Struktura vzorku č. 2 po druhém cyklu tepelného zpracování (1160 °C/25min), leptáno: (a) přehledový snímek ze světelného mikroskopu; (b) a (c) detaily z laserového konfokálního mikroskopu.

Po třetím teplotním cyklu se struktura vzorku č. 3 vůči předcházejícímu cyklu opět nezměnila, viz obr. 5.4(a). Pouze na hranicích původních zrn a mezi lamelami přibyly další nové zárodky hrubě lamelárních zrn, obr 5.4(b), a také nové zárodky zrn fáze γ , obr 5.4(c). Nedošlo ani k velké změně velikosti a plochy zrna včetně jejich směřodatných odchylek.



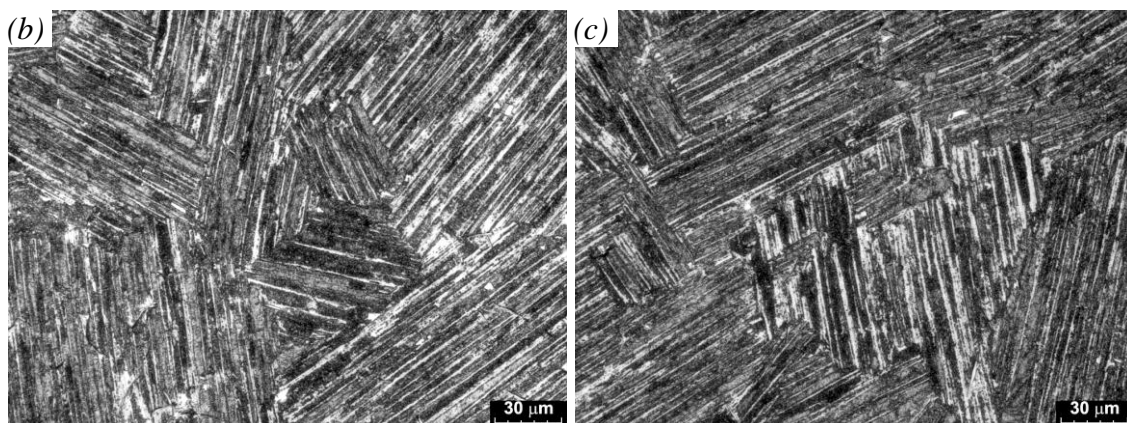
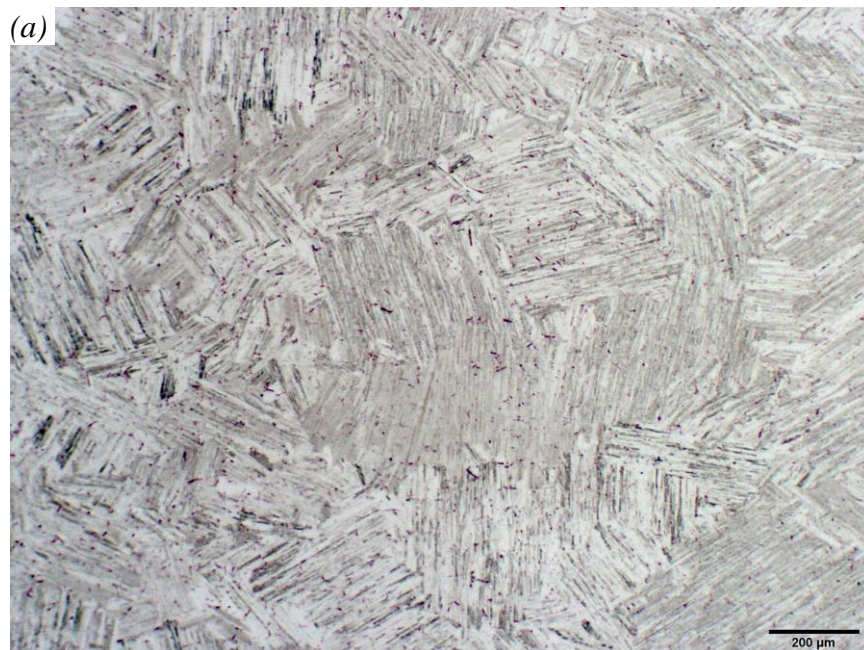
Obr. 5.4 Struktura vzorku č. 3 po třetím cyklu tepelného zpracování (1160 °C/25min), leptáno: (a) přehledový snímek ze světelného mikroskopu; (b) a (c) detaily z laserového konfokálního mikroskopu.

Po čtvrtém teplotním cyklu se struktura vzorku č. 4 vůči předcházejícímu cyklu stále zásadně nezměnila, viz obr. 5.5(a). Pouze na hranicích původních zrn a mezi lamelami přibyly další nové zárodky hrubě lamelárních zrn, obr 5.5(b), a také nové zárodky zrn fáze γ , obr 5.5(c). A dále došlo k růstu, tj. zhrubnutí, zárodků vzniklých v předchozích cyklech tepelného zpracování. Opět nedošlo k výrazné změně velikosti a plochy zrna včetně jejich směrodatných odchylek.



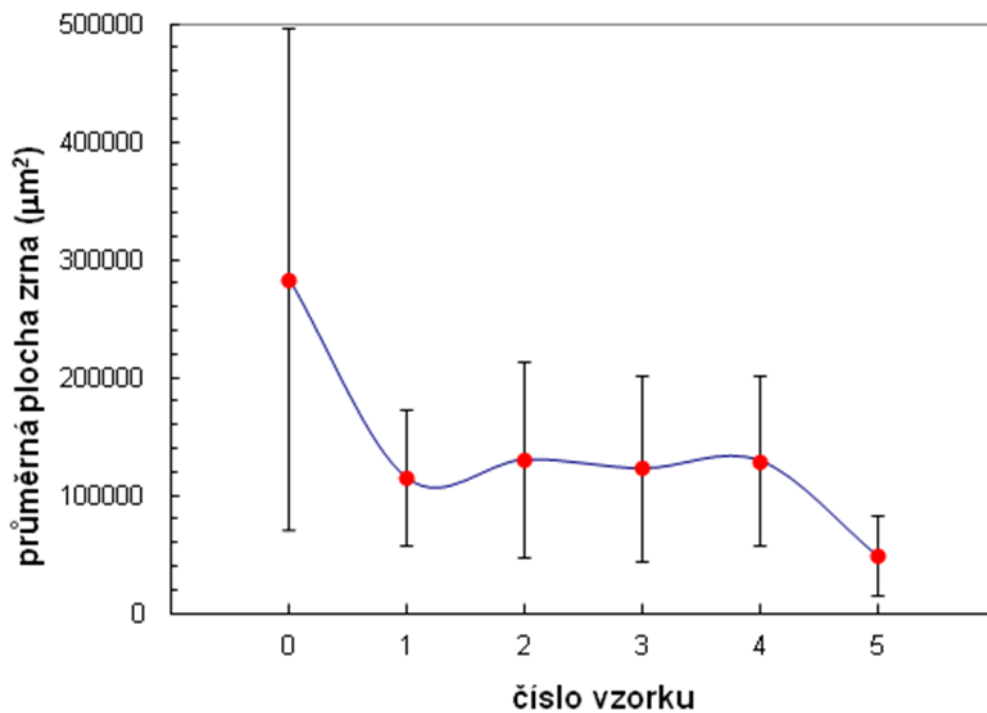
Obr. 5.5 Struktura vzorku č. 4 po čtvrtém cyklu tepelného zpracování (1160 °C/25min), leptáno: (a) přehledový snímek ze světelného mikroskopu; (b) a (c) detaily z laserového konfokálního mikroskopu.

Finální struktura vzorku č. 5 po všech pěti teplotních cyklech tepelného zpracování je zobrazena na obr. 5.6(a), ze které je zřejmé, že se jedná o plně lamelární jemnou homogenní strukturu tvořenou fází γ a fází α_2 . Bylo dosaženo velikosti zrna $229 \pm 76 \mu\text{m}$ a plochy zrna $48\,860 \pm 33\,859 \mu\text{m}^2$. Při srovnání velikosti a plochy zrna s předchozím cyklem je vidět, že došlo ke snížení velikosti zrna o $\sim 40\%$ a plochy zrna o $\sim 60\%$, i jejich směrodatných odchylek. Porovnáním velikosti zrna oproti výchozímu stavu (vzorek č. 0) je patrné, že došlo ke zjemnění zrna o 55% a snížení směrodatné odchylky o $\sim 60\%$. Z detailních snímků (obr. 5.6(b), (c)) z laserového konfokálního mikroskopu je vidět členitá zaklesnutí jednotlivých lamel vůči sobě na hranicích zrn. Dále se zjemnily hrubě lamelární zárodky včetně vzdálenosti lamel uvnitř těchto zárodků. Původní lící struktura tvořená kolumnárními zrny se překrystalizovala, což mělo za následek celkové zjemnění lamelární struktury.

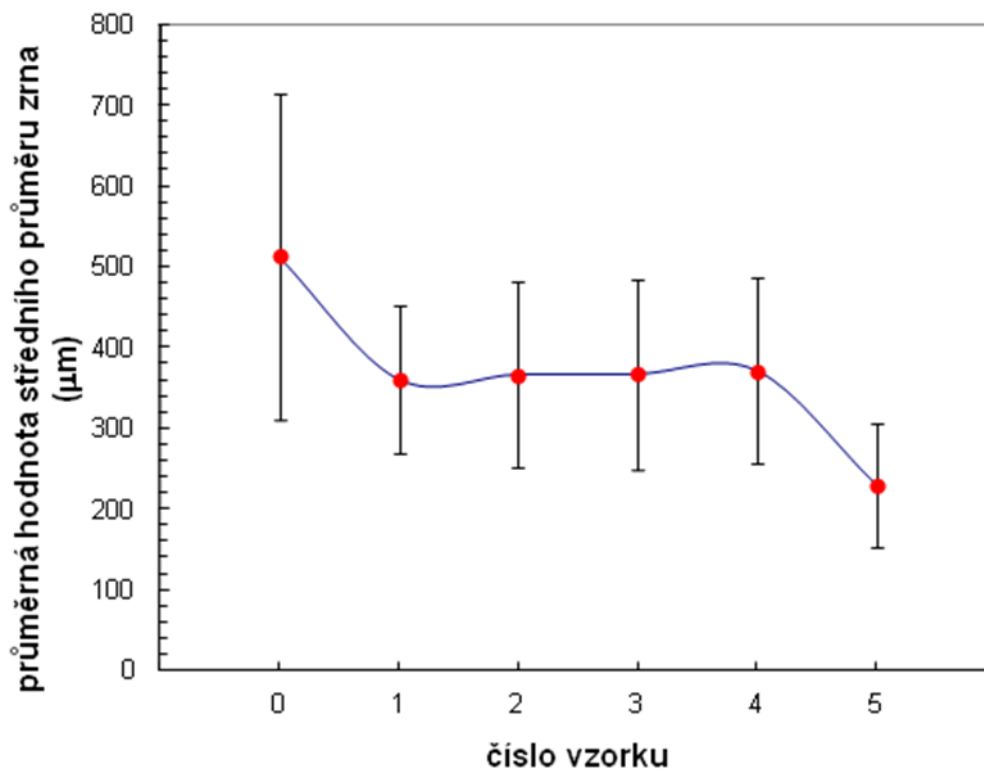


Obr. 5.6 Struktura vzorku č. 5 po posledním cyklu tepelného zpracování (1350 °C/7min), leptáno: (a) přehledový snímek ze světelného mikroskopu; (b) a (c) detaily z laserového konfokálního mikroskopu.

Vývoj průměrné velikosti zrna a průměrné plochy je zobrazen na obr. 5.7 a 5.8, z nichž je patrné, že po pěti teplotních cyklech došlo ke zjemnění zrna o téměř 50 % a homogenizaci původní lící struktury se zachováním zaklesnutých lamel vůči sobě na hranicích zrn. Po prvním teplotním cyklu došlo k výraznému zjemnění zrna díky překrytí reakcí $(\alpha_2 + \gamma) \rightarrow (\alpha + \gamma) \rightarrow \alpha$. Struktura je celkem homogenní a rozptyl velikosti zrn se zmenšil o polovinu. V průběhu opakovaných tří teplotních cyklů, kdy se vzorky po ohřátí na nadeutektoidní teplotu nachází v oblasti $(\alpha + \gamma)$, dochází k tvorbě nových lamelárních zrn obsahující hrubé lamely po hranicích původních lamelárních zrn. Z toho plyne, že celková velikost zrn se vůči prvnímu teplotnímu cyklu nemění, ale pouze dochází k většímu rozptylu měření v důsledku přibývání nových hrubě lamelárních zrn. Po zopakování ohřátí vzorku do oblasti α v posledním teplotním cyklu dojde k nepatrnému nárůstu nově vzniklých menších zrn, a tím ke zmenšení velikosti původních zrn. Zároveň dojde ke zjemnění hrubé lamelární struktury nově vzniklých zrn. Výsledkem je jemná homogenní plně lamelární struktura $(\alpha_2 + \gamma)$ s průměrnou velikostí zrna 229 μm a nejmenším rozptylem.



Obr. 5.7 Průběh změny průměrné plochy zrna, chybové úsečky odpovídají směrodatným odchylkám.

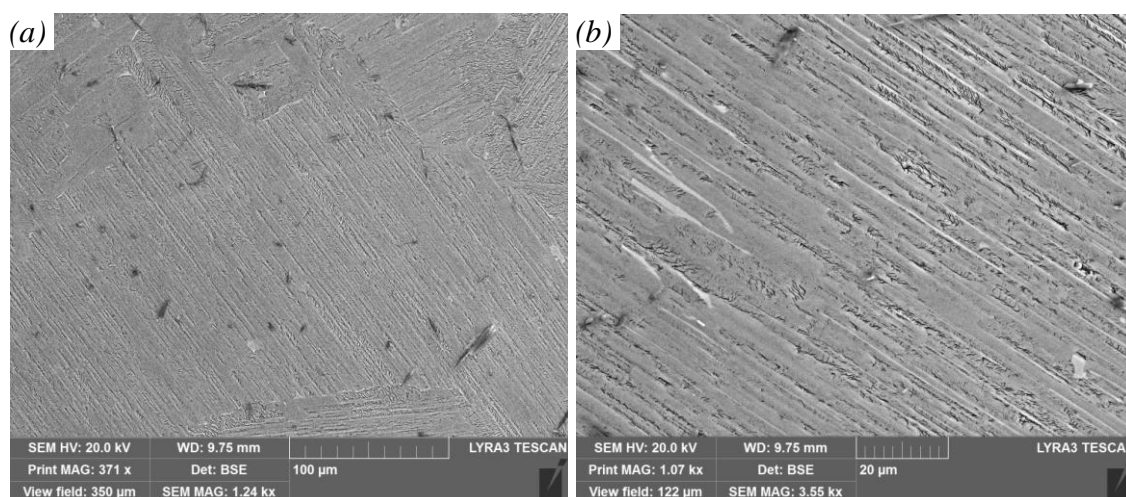


Obr. 5.8 Průběh změny průměrné hodnoty středního průměru zrna, chybové úsečky odpovídají směrodatným odchylkám.

5.2 Mikrostruktura a tloušťka lamel

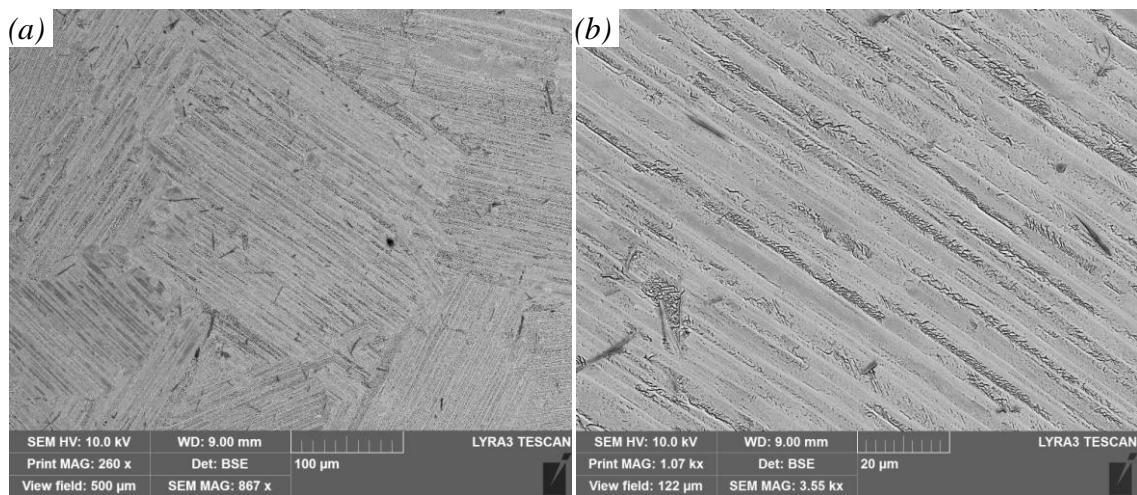
Hodnocení naleptané mikrostruktury a tloušťky lamel slitiny TiAl-2Nb bylo provedeno jak ve výchozím stavu, tak po všech teplotních cyklech uprostřed každého vzorku ve vybraném větším charakteristickém zrně s nejčastěji vyskytující se tloušťkou lamel. Statisticky zpracované tloušťky lamel jsou uvedeny v tabulkové příloze 2 v tabulce P2.1 a jejich grafické zpracování je ukázáno na obr. 5.15 a 5.16.

Lamelární morfologie mikrostruktury výchozího stavu je zobrazena na obr. 5.9(a), z něhož lze vidět velmi rozdílnou tloušťku lamel, která se u každého zrna liší. Dále lze pozorovat celkovou mikrostrukturu tvořenou fázemi γ a α_2 , která byla podrobněji popsána již v kapitole 5.1. Na detailnějších snímcích, obr. 5.9(b), je možné lépe rozeznat jednotlivé fáze γ a α_2 díky BSE detektoru citlivému na atomové číslo. Lamely fáze α_2 -(Ti₃Al) mají světlejší kontrast, protože obsahuje více atomů Ti, který je ~2 krát těžší než Al, proto dávají silnější signál do detektoru, zatímco kontrast fáze γ -TiAl je tmavší. Průměrná tloušťka lamel fáze γ byla $1,19 \pm 0,17 \mu\text{m}$, zatímco lamely fáze α_2 byly jemnější $0,29 \pm 0,27$, ale s velkou směrodatnou odchylkou.



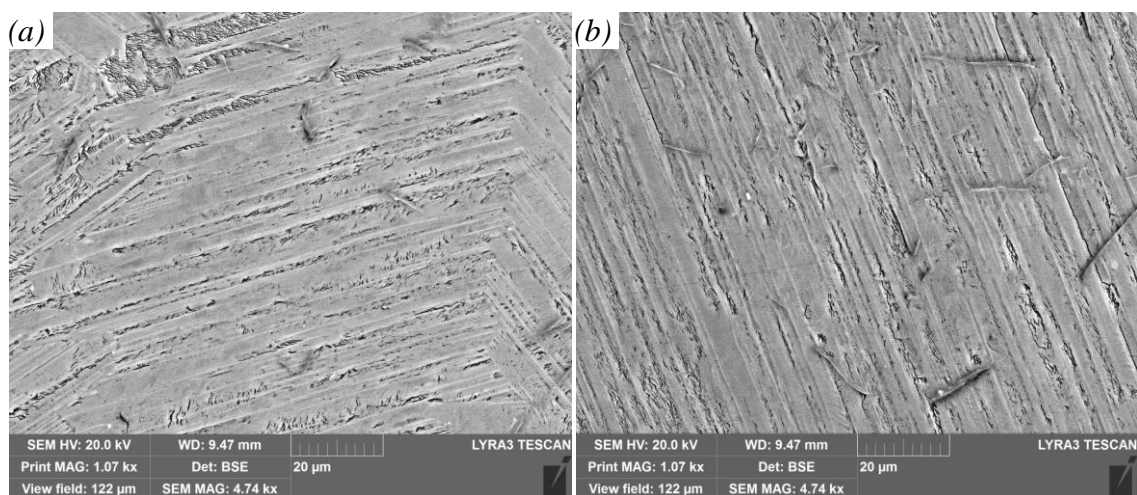
Obr. 5.9 Mikrostruktura tepelně nezpracovaného vzorku č. 0 (výchozí materiál) z rastrovacího elektronového mikroskopu: (a) přehledový snímek; (b) detail lamel.

Po prvním teplotním cyklu jsou patrné menší rozdíly v tloušťkách jednotlivých lamel a hranice zrn jsou lépe čitelné, viz obr. 5.10(a). V detailnějším pohledu, obr. 5.10(b), se tloušťka lamel výrazně zjemnila v obou fázích, přičemž bylo dosaženo nejmenší tloušťky lamel fáze γ oproti ostatním cyklům tepelného zpracování. Pokles tloušťky fáze γ oproti předcházejícímu teplotnímu cyklu (vzorek č. 0) byl o ~25 % a fáze α_2 o 67 %.



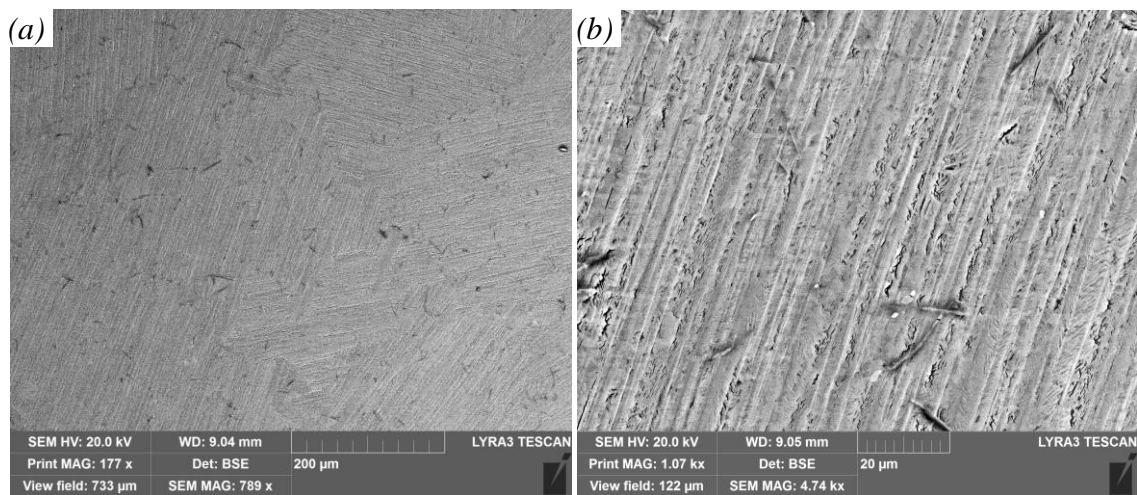
Obr. 5.10 Mikrostruktura vzorku č. 1 z rastrovacího elektronového mikroskopu po prvém teplotním cyklu: (a) přehledový snímek; (b) detail lamel.

Po druhém teplotním cyklu je patrné, že průměrná tloušťka lamel fáze γ dvojnásobně vzrostla jak ve velkých zrnech, tak v malých zrnech, viz obr. 5.11(a). Naproti tomu fáze α_2 zůstává beze změny vůči předchozímu teplotnímu cyklu, obr. 5.11(b).

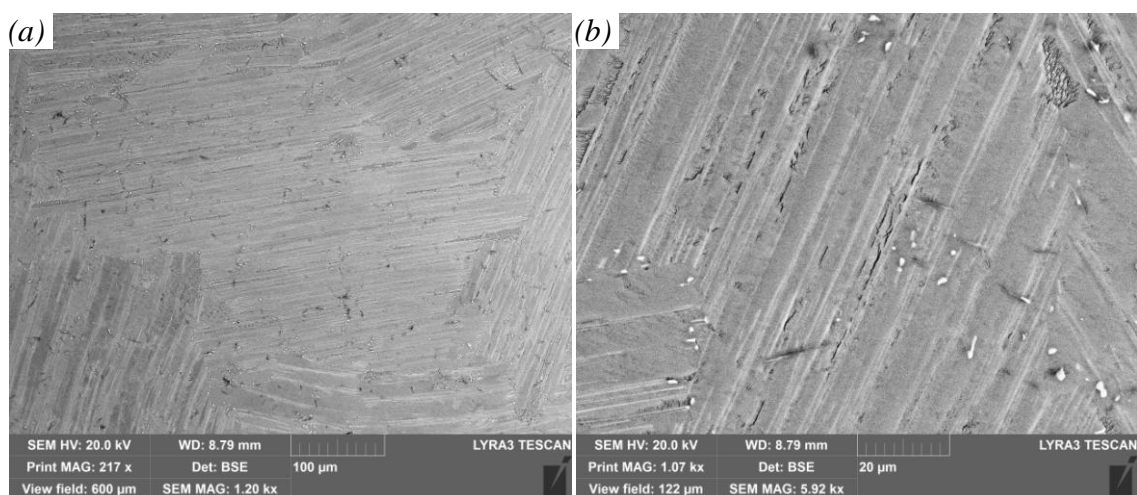


Obr. 5.11 Mikrostruktura vzorku č. 2 z rastrovacího elektronového mikroskopu po druhém teplotním cyklu: (a) přehledový snímek; (b) detail lamel.

Po následujících dvou cyklech tepelného zpracování (vzorky č. 3 a 4) dochází ke zvětšení tloušťky lamel obou fází, především fáze α_2 (celkem o $\sim 70\%$), což je patrné na obr. 5.12 a 5.13. Nukleace a růst nových hrubě lamelárních zárodků vede ke zvětšení směrodatné odchylky u fáze α_2 .

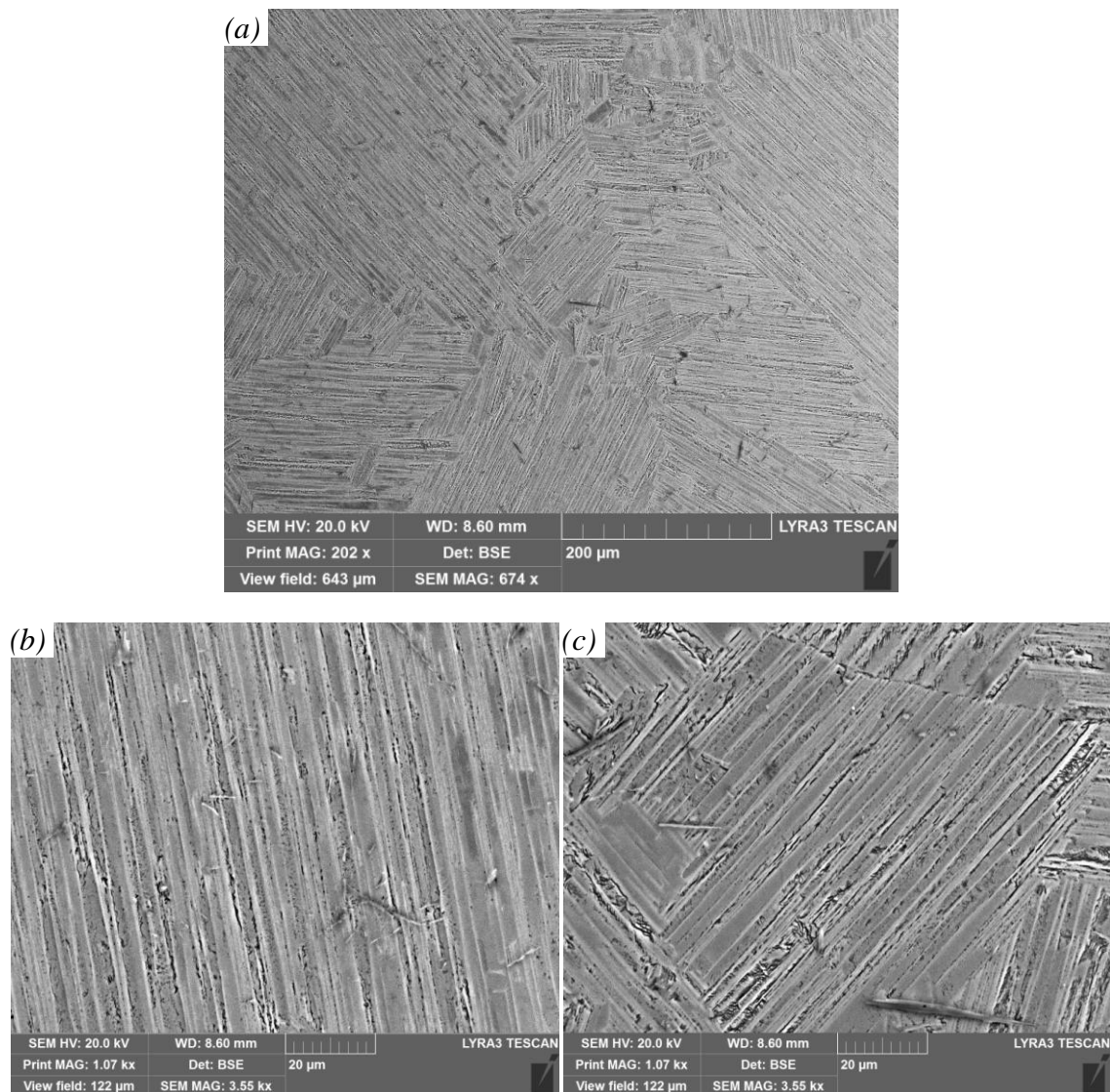


Obr. 5.12 Mikrostruktura vzorku č. 3 z rastrovacího elektronového mikroskopu po třetím teplotním cyklu: (a) přehledový snímek; (b) detail lamel.



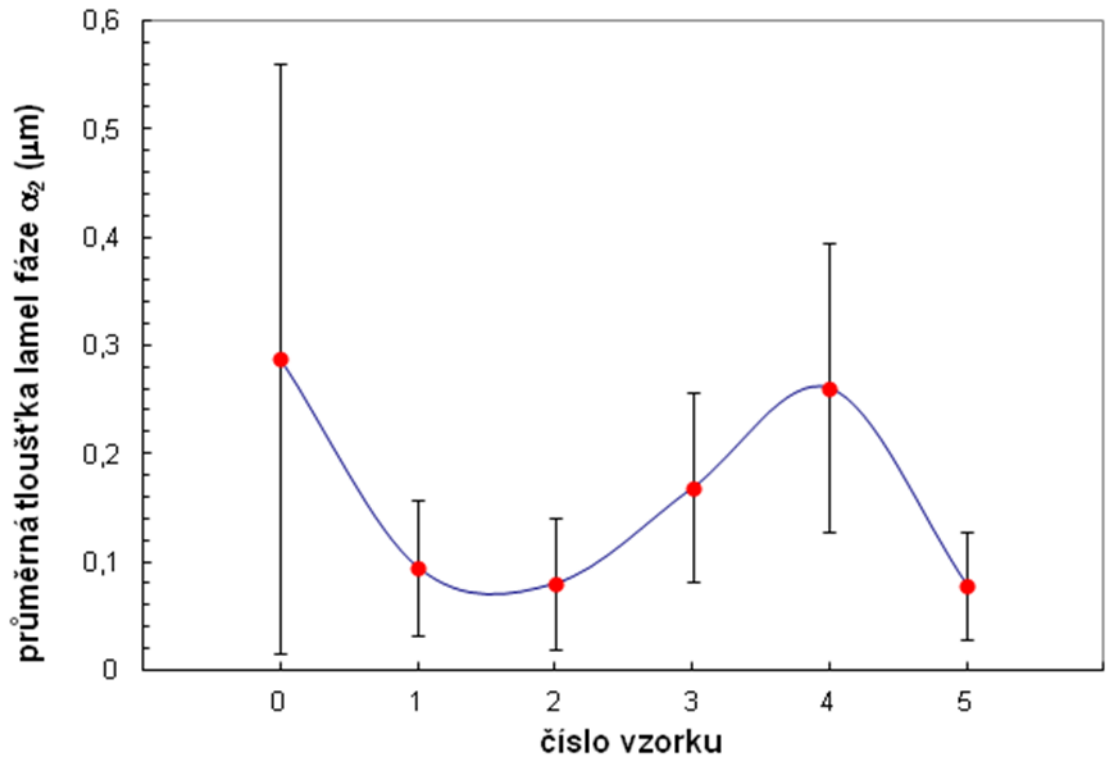
Obr. 5.13 Mikrostruktura vzorku č. 4 z rastrovacího elektronového mikroskopu po čtvrtém teplotním cyklu: (a) přehledový snímek; (b) detail lamel.

Lamelární morfologie mikrostruktury vzorku č. 5 po posledním cyklu tepelného zpracování z oblasti fáze α je zobrazena na obr. 5.14(a), z něhož lze vidět velké množství zrn s různou orientací a velmi odlišnou tloušťkou jednotlivých lamel. Naměřená průměrná tloušťka lamel fáze γ je $1,26 \pm 1 \mu\text{m}$, což lze pozorovat z detailnějších snímků, obr. 5.14(b) a (c), které zároveň odráží velkou směrodatnou odchylku. Tloušťka lamel fáze γ se oproti výchozímu stavu téměř neliší. Naproti tomu tloušťka lamel fáze α_2 byla $0,08 \pm 0,05 \mu\text{m}$, tedy vůči výchozímu stavu se zmenšila až o 72 % i se směrodatnou odchylkou.

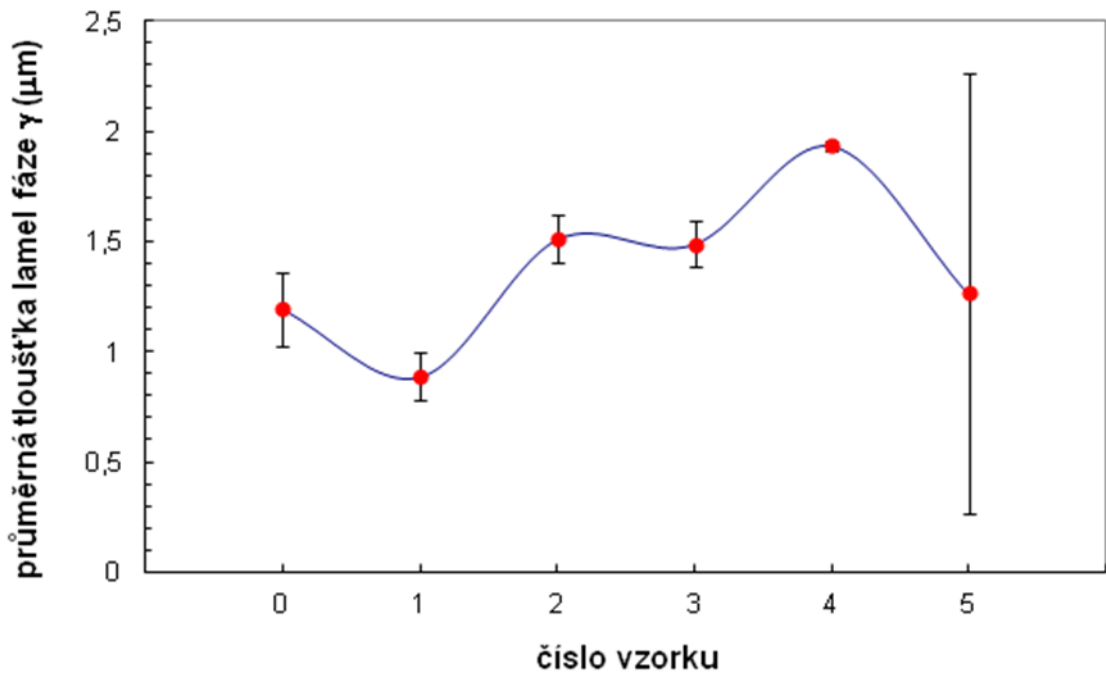


Obr. 5.14 Mikrostruktura vzorku č. 5 z rastrovacího elektronového mikroskopu po posledním teplotním cyklu: (a) přehledový snímek; (b) a (c) detail lamel.

Vývoj průměrné tloušťky lamel fází γ a α_2 je zobrazen na obr. 5.15 a 5.16, z nichž je patrné, že po pěti teplotních cyklech došlo k výraznému zmenšení průměrné tloušťky fáze α_2 z 287 nm na 78 nm včetně rozptylu. Naproti tomu u fáze γ nedošlo k výrazné změně průměrné tloušťky lamel (pohybující se okolo ~ 1200 nm), ale došlo pouze ke zvětšení rozptylu oproti výchozímu stavu. Po prvním teplotním cyklu došlo k výraznému zjemnění tloušťky lamel obou fází a jejich homogenizaci díky opakované překrystalizaci pomocí reakcí $(\alpha_2 + \gamma) \rightarrow (\alpha + \gamma) \rightarrow \alpha$. Rozptyl tloušťky lamel u obou fází se zmenšil, nejvýrazněji však u fáze α_2 , a to o více jak polovinu. Obdobný mechanismus je zřetelný i u posledního teplotního cyklu. Je to dáno relativně velkou rychlostí ochlazování (vzduch) z oblasti α , kdy dojde k potlačení růstu vzniklých zárodků. V průběhu opakovaných tří teplotních cyklů, kdy se vzorky po ohřátí na nadeutektoidní teplotu nachází v oblasti $\alpha + \gamma$, dochází k tvorbě nových lamelárních zrn obsahující hrubé lamely po hranicích původních lamelárních zrn. Z toho plyne, že dochází k postupnému hrubnutí obou fází. Po zopakování ohřátí vzorku do oblasti α v posledním teplotním cyklu dojde k velkému rozptylu tloušťek lamel fáze gama díky různorodé předchozí struktuře.



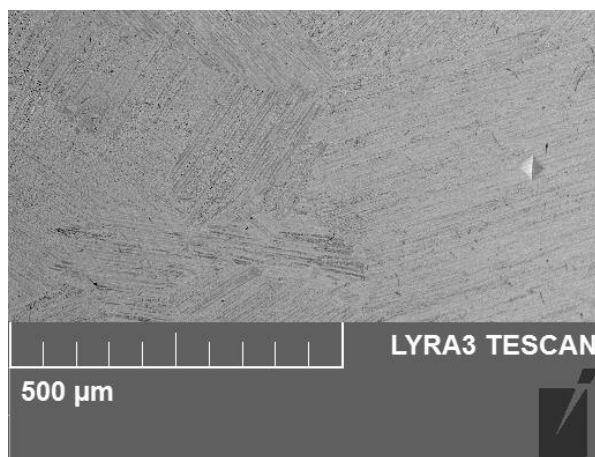
Obr. 5.15 Průběh změny průměrné tloušťky lamel fáze α_2 , chybové úsečky odpovídají směrodatným odchylkám.



Obr. 5.16 Průběh změny průměrné tloušťky lamel fáze γ , chybové úsečky odpovídají směrodatným odchylkám.

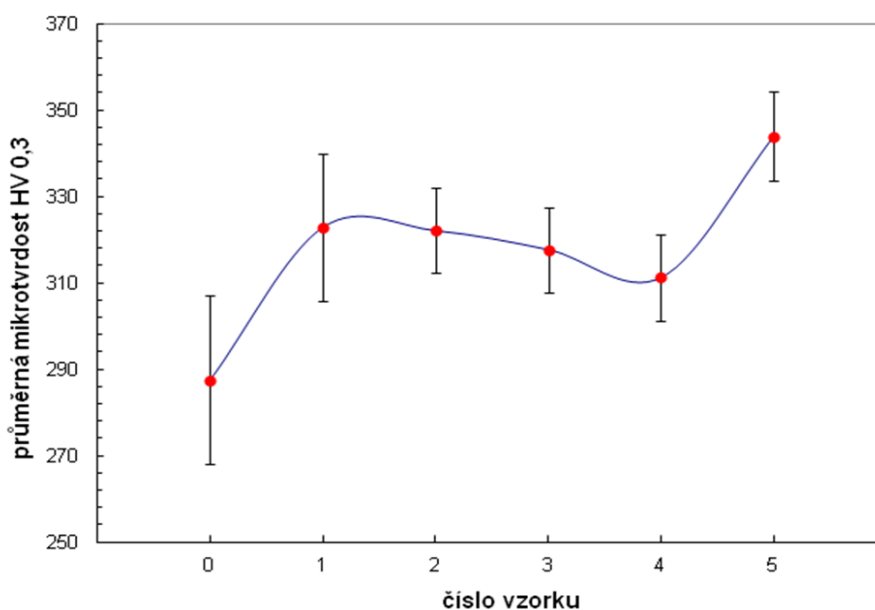
5.3 Mikrotvrdość struktury

Vyhodnocení mikrotvrdości slitiny TiAl-2Nb bylo provedeno ve výchozím stavu i po všech teplotních cyklech rovnoměrně nahodile po celé ploše výbrusu, příklad je na obr. 5.17. Statistické zpracování mikrotvrdości je uvedeno v tabulkové příloze 3 v tabulce P3.1 a tabulce P3.2 a její grafické zpracování je ukázáno na obr. 5.18.



Obr. 5.17 Ukázka provedeného vpichu po zkoušce mikrotvrdości dle Vickerse.

Průměrná mikrotvrdość výchozího stavu (vzorek č. 0) byla $287,5 \pm 19$ HV 0,3 a po posledním teplotním cyklu došlo k nárůstu mikrotvrdości až na $343,9 \pm 10$ HV 0,3, tedy o 20 %, což je spojeno s jemnější strukturou lamel vzniklou ochlazením z oblasti α , viz obr 5.15 a 5.16. Nárůst mikrotvrdości lze pozorovat i po prvním teplotním cyklu, díky obdobnému mechanismu transformace z oblasti α . Kvůli nižší teplotě (1160 °C) u následujících třech opakujících se cyklů došlo k mírnému poklesu mikrotvrdości o ~4 % z důvodu zhrubnutí lamel, viz obr 5.15 a 5.16.



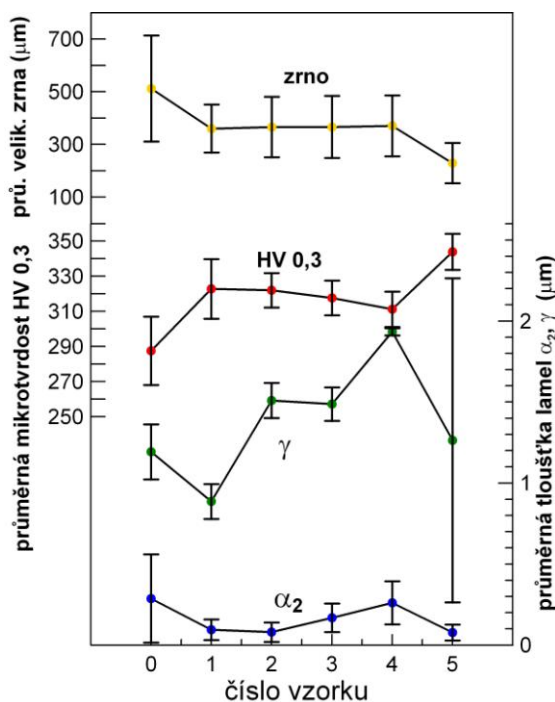
Obr. 5.18 Závislost mikrotvrdości vzorků po jednotlivých teplotních cyklech, chybové úsečky odpovídají směrodatným odchylkám.

6. DISKUZE VÝSLEDKŮ

V rámci této práce bylo úspěšně aplikováno cyklické tepelné zpracování pro zjemnění heterogenní hrubě lamelární lité struktury slitiny Ti-48Al-2Nb-2Cr-0,82B at. %, kterým bylo dosaženo zjemnění zrna o 55 %, zmenšení tloušťky lamel fáze α_2 na 77 ± 49 nm a zvýšení mikrotvrdosti struktury o 20 %. Podobným cyklickým tepelným zpracováním vedoucím ke zjemnění lité struktury slitiny Ti-46Al-2Cr-2Nb se zabývala pouze jedna studie [36]. Díky podobnosti chemického složení můžeme porovnat výsledky a postupy s výsledky a postupy dosaženými v této práci. Základním mechanismem při zjemnění struktury je opakovaná eutektoidní reakce $(\alpha_2 + \gamma) \rightarrow (\alpha + \gamma)$ spojená s hrubnutím nově vzniklých zárodků. Na základě této studie [36] bylo navrženo modifikované schéma cyklického tepelného zpracování uvedeného na obr. 4.3. Z naměřených DTA analýz provedených na ÚFM AV ČR byly zvoleny teploty vyšší než $T_\alpha = 1315$ °C a $T_e = 1120$ °C, a porovnány s příslušným fázovým diagramem z [31].

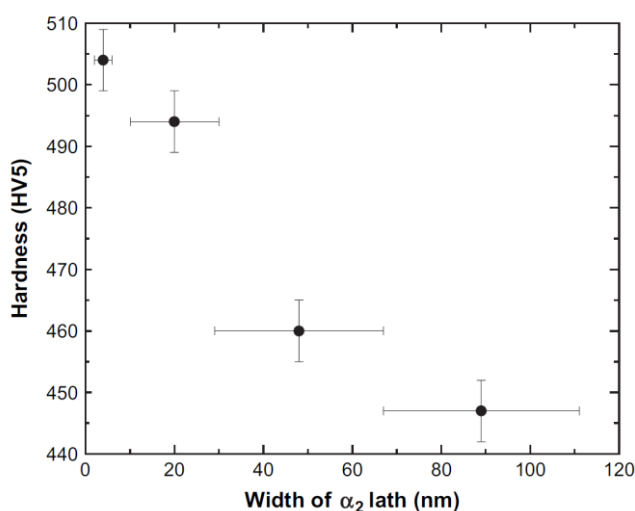
Po aplikaci všech 5 teplotních cyklů bylo dosaženo zjemnění zrna z ~ 500 μm na ~ 229 μm , což je v dobrém souladu s [36], kde bylo dosaženo průměrné velikosti zrna ~ 150 μm . Po zopakování teplotních cyklů 2-5 by mohlo být dosaženo velikosti zrna až ~ 30 μm , ale vzhledem k časové náročnosti to nebylo v této práci provedeno.

Jednotlivé průběhy dosažené průměrné velikosti zrn, tloušťky lamel a mikrotvrdosti jsou sumárně znázorněny na obr. 6.1. Původní licí téměř lamelární heterogenní struktura s velkými kolumnárními zrny a velkou vzdáleností lamel byla po prvním teplotním cyklu překrytalizována na homogenní plně lamelární strukturu s menšími ekviaxiálními zrny a malou tloušťkou lamel zaklesnutých do sebe na hranicích zrn. Díky této překrytalizaci $(\alpha_2 + \gamma) \rightarrow (\alpha + \gamma) \rightarrow \alpha$, mírně vzrostla i mikrotvrdost, což právě souvisí se zjemněním zrna i tloušťky lamel. Z důvodu volby krátké výdrže na teplotě 1350 °C zároveň dochází k homogenizaci chemického složení. Tento teplotní cyklus se liší kratší dobou výdrže na teplotě, která vede ke zjemnění zrna oproti [36], kde došlo ke zhrubnutí zrna způsobeného dlouhou výdrží na teplotě.



Obr. 6.1 Průběhy velikosti zrn, mikrotvrdosti a tloušťky lamel fází α_2 a γ .

V následujících třech opakujících se teplotních cyklech, kde probíhá opakovaná eutektoidní reakce $(\alpha_2 + \gamma) \rightarrow (\alpha + \gamma)$, nedošlo ke zhrubnutí zrna, ale pouze ke zvětšení tloušťky lamel v důsledku nukleace a následného růstu zárodků na hranicích zrn a na rozhraní lamel fází α_2/γ i γ/γ (obr 5.4). Růstem zárodků na rozhraní lamel tak dochází ke zvětšení mezilamelární vzdálenosti, pravděpodobně kvůli zániku rozhraní lamel. Tento mechanismus nespojitého zhrubnutí je v souladu se schématem v [36], viz obr. 3.16, jehož termodynamická hnací síla je dána minimalizací energie fázového rozhraní α_2/γ a je definována v [46]. Na základě výše popsaných skutečností týkajících se hrubnutí lamel dochází rovněž k poklesu mikrotvrdoti, jak je patrné z obr. 6.1. Pozvolný pokles mikrotvrdoti je dán především mírným nárůstem tloušťky lamel fáze α_2 . Toto tvrzení je doloženo prací [51] zabývající se vlivem šířky fáze α_2 na mikrotvrdot, viz obr. 6.2, na kterém je vidět, že mikrotvrdot klesá s přibývajícím tloušťkou fáze α_2 .



Obr. 6.2 Vliv tloušťky lamel fáze α_2 na mikrotvrdot [51].

Poslední teplotní cyklus stejně jako první způsobil opět překrystalizaci celé struktury pomocí reakcí $(\alpha_2 + \gamma) \rightarrow (\alpha + \gamma) \rightarrow \alpha$ na homogenní jemnou plně lamelární strukturu s malou tloušťkou lamel zaklesnutých do sebe na hranicích zrn. Ze závislosti na obr. 6.1 je zřejmé, že právě pokles velikosti zrna a zmenšení tloušťky lamel jak fáze γ tak hlavně α_2 (viz obr. 6.2) mělo za následek náhlý vzrůst mikrotvrdoti. Hodnota průměrné mikrotvrdoti výsledné struktury tak je 344 ± 10 HV 0,3. Tento cyklus je opět v souladu s [36], proto byla zvolena kratší časová výdrž na teplotě 1350 °C, která by měla být dostatečně dlouhá pro kompletní transformaci nespojitě hrubé struktury na fázi α , ale zároveň dostatečně krátká, aby se zabránilo extrémnímu růstu zrna. Cyklické tepelné zpracování nevyžaduje velkou rychlost ochlazování (do oleje), proto je možné ho použít na rozměrné a členité součásti.

Pro dosažení ještě lepší výsledné homogenní plně lamelární mikrostruktury s ještě menší velikostí zrna a mezilamelární vzdáleností by mohlo být vhodné použití cyklického tepelného zpracování v kombinaci s lomeným tepelným zpracováním. Lomené ochlazování [6] totiž ještě navíc obsahuje ochlazování v peci z oblasti nad teplotou T_α s transformací $\alpha \rightarrow L_m$. Ochlazování na vzduchu probíhá ještě před ukončením transformace $\alpha \rightarrow L_m$ a způsobí přeměnu zbylé α na lamelární morfologii. Lamely vytvořené během ochlazování v peci by měly vést k zaklesnutí hranic zrn, které se v kombinaci s úzkou mezilamelární vzdáleností tvoří během ochlazování na vzduchu, a poskytují ještě lepší mechanické vlastnosti, zejména creepovou stabilitu [37] a tažnost [38]. Vše je závislé na jediném klíčovém parametru, kterým je teplota $T_{F/A}$, při níž se rychlost ochlazování mění

z ochlazování v peci na ochlazování na vzduchu. Tato hypotéza však nebyla dosud potvrzena žádným experimentem.

7. ZÁVĚRY

Tato práce se zabývala návrhem modifikované technologie cyklického tepelného zpracování pro zjemnění lité struktury slitiny Ti-48Al-2Nb-2Cr-0,82B at. % doprovázeným jeho experimentální verifikací prostřednictvím podrobné strukturní analýzy. Strukturní stavy dosažené během jednotlivých kroků cyklického tepelného zpracování byly identifikovány a kvantifikovány s použitím metalografických postupů, světelné, konfokální laserové a elektronové mikroskopie a zkoušek mikrotvrdosti a získané údaje byly statisticky zpracovány. Výsledky tohoto studia lze zahrnout do následujících bodů:

1. Na základě studia literatury zabývající se současnými druhy tepelných zpracování založených na fázových transformacích byl navržený modifikovaný postup cyklického tepelného zpracování, který se sestával z pěti teplotních cyklů.
2. Vývoj struktury a mechanismus zjemnění byl popsán a zdokumentován po každém cyklu tepelného zpracování. První teplotní cyklus, sestávající z ohřevu do oblasti fáze α a ochlazení na vzduchu, vedl k překrytí hrubé kolumnární lité struktury. Následující tři cykly spočívaly v ohřátí do oblasti $\alpha + \gamma$, kde bylo využito transformace nespojitého zhrubnutí. V posledním cyklu došlo opět k překrytí vzniklé hrubě lamelární struktury díky ohřevu do oblasti α a tím ke zjemnění zrn i mezilamelární vzdálenosti.
3. Na základě získané výsledné plně lamelární struktury tvořené fází α_2 a γ bylo dosaženo zjemnění zrna na $229 \pm 76 \mu\text{m}$ a zmenšení tloušťky lamel fáze α_2 na $78 \pm 49 \text{ nm}$, což výrazně přispělo k nárůstu mikrotvrdosti o 20 % oproti výchozí struktuře na hodnotu $344 \pm 10 \text{ HV } 0,3$, přičemž tloušťka lamel fáze γ se oproti výchozímu stavu výrazně nezměnila.
4. Dalšího zlepšení struktury a tím i mechanických vlastností je možné dosáhnout opakováním posledních čtyř cyklů cyklického tepelného zpracování v kombinaci s lomeným ochlazením.

8. PŘEHLED POUŽITÝCH ZKRATEK A SYMBOLŮ

AC	air cooling – ochlazování na vzduchu
BSE	back scattered electrons – zpětně odražené elektrony
CHT	cyclic heat treatment – cyklické tepelné zpracování
DC	discontinuous coarsening – nespojitě zhrubnutí
FC	fonace cooling – ochlazování v peci
HIP	hot isostatic pressing – izostatické lisování za tepla
L_m	lamelární mikrostruktura
SEM	scanning electron microscopy – rastrovací elektronová mikroskopie
TEM	transmission electron microscopy – transmisní elektronová mikroskopie

9. POUŽITÁ LITERATURA

- [1] BERGHOF-HASSELBÄCHER, E., DILIBERTO, S., GAWENDA, P., MASSET, P. J., SCHMIDT, G., SCHÜTZE, M. The metallographic investigation of TiAl technical alloy microstructures. *Praktische Metallographie*, 2010, vol. 47, no 2, s. 65-83.
- [2] LEYENS, C., PETERS, M. *Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications*. 1st printing, 2003. Weinheim: Wiley-VCH, s. 9. ISBN 3-527-30534-3.
- [3] MURRAY, J. L., MASSALSKI, T. B., BENNET, K. H., BAKER, J. *Binary alloy phase diagrams*. 1st printing, ASM; Ohio: Metals Park, 1986. s. 175.
- [4] ŠMÍD, M. *Současné působení únavy a creepu u Ni superslitiny a slitiny TiAl*. Brno, 2011. s. 37. Písemné pojednání ke státní doktorské zkoušce na Vysokém učení technickém v Brně fakultě strojího inženýrství. Vedoucí práce Doc. RNDr. Karel Obrtlík, CSc.
- [5] APPEL, F., WAGNER, R.: Microstructure and deformation of two phase γ -titanium aluminides. *Material science and engineering*, 1998, vol. R22, no. 5, s. 187-268.
- [6] PETRENEC, M. *Optimalization of structure and properties of advanced high-temperature cast materials alloyed with carbon by complex heat treatment*. Praha: Czech Science Foundation, 2011, 11 s. appendix, No. P107/11/0704.
- [7] LIPSITT, H. A. High temperature ordered intermetallic alloys. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 1985, vol. 39, s. 351.
- [8] MARCINKOWSKI, M. J. et al Dislocation configurations in AuCu₃ and AuCu type superlattices. *Acta Metall.* 1961, vol. 9, s. 129.
- [9] KIM, Y.-W., DIMIDUK, D. M. *Designing gamma alloys: fundamentals, strategy and production*. In: Nathal, M. V., Darolia, R., Liu, C. T., Martin, P. L., Miracle, D. B., Wagner, R., et al., editors. *Structural intermetallics 1997*. Warrendale, PA: The Minerals, Metals and Materials Society, 1997. s. 531-543.
- [10] DIMIDUK, D. M., MARTIN, P. L., KIM, Y.-W. Microstructure development in gamma alloy mill products by thermomechanical processing. *Mater Sci Eng.* 1998, vol. A243, s. 66-67.
- [11] MARTIN, P. L., HARDWICK, D. A., CLEMENS, D. R., KONKEL, W. A., STUCKE, M. A. *Scale-up of ingot metallurgy wrought γ -TiAl*. In: Nathal, M. V., Darolia, R., Liu, C. T., Martin, P. L., Miracle, D. B., Wagner, R., et al., editors. *Structural intermetallics 1997*. Warrendale, PA: The Minerals, Metals and Materials Society, 1997, s. 387-394.
- [12] SEMIATIN, S. L., CHESNUTT, J. C., AUSTIN, C., SEETHARAMAN, V. *Processing of intermetallic alloys*. In: Nathal, M. V., Darolia, R., Liu, C. T., Martin, P. L., Miracle, D. B., Wagner, R., et al., editors. *Structural intermetallics 1997*. Warrendale, PA: The Minerals, Metals and Materials Society, 1997, s. 263-276.
- [13] NAKA, S., THOMAS, M., SANCHEZ C., KHAN, T. *Development of third generation castable gamma titanium aluminides: role of solidification paths*. In: Nathal, M. V., Darolia, R., Liu, C. T., Martin, P. L., Miracle, D. B., Wagner, R., et al., editors. *Structural intermetallics 1997*. Warrendale, PA: The Minerals, Metals and Materials Society, 1997, s. 313-322.
- [14] BROSSMANN, U., OEHRING, M., APPEL, F. *Microstructure and chemical homogeneity of high Nb gamma based TiAl alloys in different conditions of processing*.

- In: Hemker, K. J., Dimiduk, D. M., Clemens, H., Darolia, R., Inui, H., Larsen, J. M., et al., editors. Structural intermetallics 2001. Warrendale, PA: The Minerals, Metals and Materials Society, 2001, s. 191-201.
- [15] IMAYYEV, R.M, IMAYYEV, V.M., OEHRING, M., APPEL, P. Alloy design concepts for refined gamma titanium aluminide based alloys. *Intermetallics*. 2007, vol. 15, s. 451-460.
- [16] McCULLOUGH, C., VALENCIA, J. J., LEVI, C. G., MEHRABIAN, R. Phase equilibria and solidification in Ti-Al alloys. *Acta metall*. 1989, vol. 37, no. 5, s. 1321-1336.
- [17] MURRAY, J. L., MASSALSKI, T. B., BENNET, K. H., BAKER, J. Calculation of the Titanium – Aluminum Phase Diagram. *Mettal. Trans*. 1988, vol. 19A, s. 243.
- [18] McCULLOUGH, C., VALENCIA, J. J., MATEOS, H., LEVI, C. G., MEHRABIAN, R. The high temperature α field in the titanium-aluminum phase diagram. *Scripta metall*. 1989, vol. 22, s. 1331.
- [19] LEVI, C. G., VALENCIA, J. J., MEHRABIAN, R. *Solidification of supercooled intermetallic powders*. In: Froes, F. H., Savage, S. J. editors. Processing of structural metals by rapid solidification: Am. Soc. Metals Int., s. 1-12.
- [20] BUMPS, E. S., KESSLER, H. D., HANSEN, M. Titanium-aluminum system. *Trans. Am. Inst. Min. Engrs*. 1952, vol. 194, s. 609.
- [21] COOLINGS, E. W. Magnetic studies of phase equilibria in Ti-Al(30 to 57 At. Pct) Alloys. *Mettal. Trans*. 1979, vol. 10A, s. 463.
- [22] JONES, S. A., SCHULL, R. D, McALISTER, A. J., KAUFMAN, M. J. Microstructural studies of Ti-Al alloys in the vicinity of the “eutectoid” reaction ($\alpha \rightarrow \alpha_2 + \gamma$). *Scripta metall*. 1988, vol. 22, s. 1235.
- [23] BLACKBURN, M. J. *Some aspect of phase transformations in titanium alloys*. In: Jaffee, R. I., Promisel, N. E. editors. The science, technology, and application of titanium 1970. Oxford, Pergamon Press: 1970, s. 633.
- [24] BLACKBURN, M. J. The phasal equilibria in Ti-Al alloys has been studied by transmission. *Trans. Am. Inst. Min. Engrs*. 1967, vol. 239, s. 1200.
- [25] SMALLMAN, R. E., NGAN, A. H. V. *Physical matallurgy and advanced materials*. 7th printing, 2007. Oxford: Elsevier, s. 470-473.
- [26] ZHANG, W. J., APPEL, F. Effect of Al content and Nb addition on the strength and fault energy of TiAl alloys. *Materials Science and Engineering*. 2002, vol. A329-331, s. 649-562.
- [27] ZHANG, W. J., LIU, Z.C., CHEN, G. L., KIM, Y. W. Deformation mechanisms in a high-Nb containing γ -TiAl alloy at 900 °C. *Materials Science and Engineering*. 1999, vol. A271, s. 416.
- [28] ZHANG, W. J., LIU, Z.C., CHEN, G. L., KIM, Y. W. Dislocation structure in a Ti-45 at.% Al-10 at.% Nb alloy deformed at room temperature. *Philosophic magazine*. 1999, vol. A5, s. 1073.
- [29] PAUL, J. D. H., APPEL, F., WAGNER, R. Microstructure and chemical homogeneity of high Nb gamma based TiAl alloys in different conditions of processing. *Acta Mater* 1998, vol. 46, s. 1075.

- [30] WOODWARD, C., MacLAREN, F., WAGNER, R. Planar fault energies and sessile dislocation configurations in substitutionally disordered Ti-Al with Nb and Cr ternary additions. *Philosophic magazine*. 1996, vol. A74, s. 337.
- [31] BERTEAUX, O., JOUIAD, M., THOMAS, M., HÉNAFF G. Microstructure – low cycle fatigue behaviour relationships in a PM γ -TiAl alloy. *Intermetallics*. 2006, vol. 14, s. 1130-1135.
- [32] HUANG, S. C., CHESNUTT, J.C. *Gamma Ti Al and its alloys*. In: Westbrook, J. H., editor. Practice. 1994, s. 73-90.
- [33] SHAFRIK, R. E., CHESNUTT, J.C. *Gamma Ti Al and its alloys*. In: Hemker, K. J., et al., editors. Structural intermetallics 2001. Warrendale, PA: The Minerals, Metals and Materials Society, 2001, s. 13-17.
- [34] SMARSLY, W., BAUR, H., GLITZ G., CLEMENS, H., KHAN, T., THOMAS, M. *Titanium aluminides for automotive and gas turbine applications*. In: Hemker, K. J., Clemens, H., V., Darolia, R., Inui, H., Larsen, J. M., et al., editors. Structural intermetallics 2001. Warrendale, PA: The Minerals, Metals and Materials Society, 2001, s. 25-34.
- [35] RECINA, V., RÉMY, L., MARCHIONI, M., GUARDAMAGNA, C. *Low cycle fatigue of the γ -based alloy Ti – 48-Al -2W-0,5 Si*. In: Lecomte-Beckers, J., Schubert, F., V., Ennis, P. J., editors. Proc. 6th Liège Conference. 1998, vol. 5, part 3, s. 1259-1268.
- [36] YANG, J., WANG, J. N., WANG, Y., XIA, Q. Refining grain size of a TiAl alloy by cyclic heat treatment through discontinuous coarsening. *Intermetallics*. 2003, vol. 11, s. 971-972.
- [37] BEDDOES, J., ZHAO, L., CHEN, W.R., DU, X. Creep of fully lamellar near γ -TiAl intermetallics. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 1999, vol. 552, s. KK1.1.1-KK1.1.1.12.
- [38] TANG, J., HUANG, B., LIU, W., et al. A high ductility TiAl alloy made by two-step heat treatment. *Materials Research Bulletin*. 2003, vol. 38, s. 2019-2024.
- [39] PENG, CH., HUANG, B., HE, Y. A high ductility TiAl alloy made by two-step heat treatment. *J. Cent. South Univ. Technol.* 2002, vol. 9, s. 5-10.
- [40] DENQUIN, A., NAKA, S. Phase transformation mechanisms involved in two - phase TiAl - Based alloys II. discontinuous coarsening and massive-type transformation. *Acta metall.* 1996, vol. 44, s. 353.
- [41] WANG, P., VISWANATHAN, G. B., VASUDEVAN, V. K. Observation of a massive transformation from alpha to gamma in quenched Ti-48 At. Pct Al alloys. *Metall. Trans.* 1992, vol. A23, s. 690.
- [42] WANG, P., VASUDEVAN, V. K. Composition dependence of the massive transformation from alpha to gamma in quenched TiAl alloys. *Scr. Metall. Mater.* 1992, vol. 27, s. 89.
- [43] SHONG, D. S., KIM, Y.-W. Discontinuous coarsening of high perfection lamellae in titanium aluminides. *Scr. Metall. Mater.* 1989, vol. 23, s. 257.
- [44] WANG, J. N., XIE, K. Refining of coarse lamellar microstructure of TiAl alloys by rapid heat treatment. *Intermetallics*. 2000, vol. 8, s. 545.
- [45] WANG, Y., WANG, J. N., XIA, Q., YANG, J. Microstructure refinement of a TiAl alloy by heat treatment. *Material Science and Engineering*. 2000, vol. A293, s. 102.

- [46] LIVINGSTON, J. D., CAHN, J. W. Discontinuous coarsening of aligned eutectoids. *Acta metall.* 1974, vol. 22, s. 495.
- [47] DENQUIN, A., NAKA, S. Phase transformation mechanisms involved in two-phase TiAl-based alloys –I. Lamellar structure formation. *Acta metall. Mater.* 1996, vol. 44, s. 343.
- [48] JONES, S. A. Phase equilibria and transformations in intermediate titanium-aluminium alloys. *Acta metall. Mater.* 1993, vol. 41, s. 387.
- [49] KRUML, T., PETRENEC, M., OBRTLÍK, K., POLÁK, J., BUČEK, P. Influence of niobium alloying on the low cycle fatigue of cast TiAl alloys at room and high temperatures. *Procedia engineering.* 2009, s. 1-9.
- [50] BERTEAUX, O., JOUIAD, M., THOMAS, M., HÉNAFF, G. Microstructure-low cycle fatigue behaviour relationships in a PM γ -TiAl alloy. *Intermetallics.* 2006, vol. 14, s. 1130-1135.
- [51] CHA, L., JOUIAD, M., SCHEU, CH., CLEMENS H., CHLADIL, H. F., DEHM, G., GERLING, R., BARTELS, A. Nanometer-scaled lamellar microstructures in Ti–45Al–7.5Nb–(0; 0.5)C alloys and their influence on hardness. *Intermetallics.* 2008, vol. 16, s. 868-875.

10. TABULKOVÉ PŘÍLOHY

Příloha 1 Velikost zrna

Tabulka P1.1

	plocha (μm^2)	obvod (μm)	střední průměr (μm)	Min průměr (μm)	Max průměr (μm)
vzorek 0					
min	35931,25391	858,2325439	200,0551147	125,415657	315,697998
max	725656,375	4761,145996	884,513916	597,1115723	1860,804077
průměr	283502,2215	2817,276367	512,2921542	301,9096686	1009,304979
směr. odch.	212831,7988	1316,597127	201,6746329	124,2125067	530,0757728
součet	3685528,879	36624,59277			
vzorek 1					
min	44670,83203	1140,880493	235,3805389	157,6920624	282,633728
max	255387,9531	3216,736572	563,7190552	437,7514954	865,1118164
průměr	115080,9292	1822,185257	359,9403801	257,7715022	509,6592573
směr. odch.	57363,38204	524,892335	91,23842614	88,06559597	143,0937003
součet	2761942,301	43732,44617			
vzorek 2					
min	37662,19922	1004,517273	211,5166779	121,5318985	307,6594849
max	294277,6563	3772,589111	594,8099976	443,2269592	1309,166016
průměr	130558,5094	2006,370619	365,8455589	230,8375664	603,0459359
směr. odch.	83130,67829	790,488276	114,8391456	85,77368824	250,8864802
součet	2872287,207	44140,15363			
vzorek 3					
min	40824,28516	939,1759033	225,0850372	147,8864288	278,3240967
max	306211,8438	3223,347656	614,682373	468,5609436	776,6733398
průměr	123035,7002	1773,736322	366,4250877	258,6076408	497,0068527
směr. odch.	79335,74204	690,8107673	117,580003	92,2789882	164,0768671
součet	2460714,004	35474,72644			
vzorek 4					
min	13409,16895	533,4413452	125,086441	70,20386505	160,5451508
max	296343,75	3143,208496	605,3369141	442,9328613	892,1352539
průměr	129433,3368	1864,440451	370,6824608	252,3032379	562,9007744
směr. odch.	71832,16128	700,2236563	115,4012101	87,66917661	207,8332996
součet	2588666,735	37288,80902			
vzorek 5					
min	15801,94629	529,3607178	140,1381989	82,93656921	176,9300079
max	175043,25	2234,461426	461,3434143	321,3748169	649,5114746
průměr	48640,21265	1062,569912	229,0153283	156,8402381	327,0445879
směr. odch.	33859,46371	362,1073387	76,24709386	64,55560452	104,24803
součet	1751047,655	38252,51685			

Tabulka P1.2

vzorek	počet měření	plocha (μm^2)		střední průměr (μm)	
		průměr	směr.odch.	průměr	směr.odch.
0	13	283502,2215	212831,7988	512,2921542	201,6746329
1	24	115080,9292	57363,38204	359,9403801	91,23842614
2	22	130558,5094	83130,67829	365,8455589	114,8391456
3	20	123035,7002	79335,74204	366,4250877	117,580003
4	20	129433,3368	71832,16128	370,6824608	115,4012101
5	36	48640,21265	33859,46371	229,0153283	76,24709386

Příloha 2 Tloušťka lamel

Tabulka P2.1

vzorek	počet lamel	γ		α_2	
		průměr	sm. odch.	průměr	sm. odch.
0	25	1,192562	0,170366	0,287297	0,272683
1	82	0,886194	0,107378	0,094571	0,063262
2	29	1,509705	0,107836	0,079751	0,060266
3	27	1,487668	0,103106	0,168558	0,087724
4	56	1,933868	0,022228	0,260698	0,133021
5	37	1,264142	1,000328	0,077882	0,049257

Příloha 3 Mikrotvrдость

Tabulka P3.1

vzorek 0		
Bod	Tvrдость	Tvrдость Rockwell
1	309 HV 0,3	65,7 HRA
2	306 HV 0,3	65,6 HRA
3	274 HV 0,3	63,4 HRA
4	279 HV 0,3	63,8 HRA
5	275 HV 0,3	63,5 HRA
6	297 HV 0,3	64,9 HRA
7	297 HV 0,3	64,9 HRA
8	299 HV 0,3	65,0 HRA
9	241 HV 0,3	61,0 HRA
10	298 HV 0,3	65,0 HRA
vzorek 1		
Bod	Tvrдость	Tvrдость Rockwell
1	320 HV 0,3	66,4 HRA
2	290 HV 0,3	64,5 HRA
3	328 HV 0,3	66,9 HRA
4	322 HV 0,3	66,5 HRA
5	330 HV 0,3	67,0 HRA
6	363 HV 0,3	68,9 HRA
7	325 HV 0,3	66,7 HRA
8	317 HV 0,3	66,2 HRA
9	315 HV 0,3	66,1 HRA
10	318 HV 0,3	66,3 HRA
vzorek 2		
Bod	Tvrдость	Tvrдость Rockwell
1	318 HV 0,3	66,3 HRA
2	311 HV 0,3	65,9 HRA
3	317 HV 0,3	66,2 HRA
4	310 HV 0,3	65,8 HRA
5	326 HV 0,3	66,7 HRA
6	320 HV 0,3	66,4 HRA
7	329 HV 0,3	66,9 HRA
8	330 HV 0,3	67,0 HRA
9	315 HV 0,3	66,1 HRA
10	344 HV 0,3	67,8 HRA

vzorek 3		
Bod	Tvrdest	Tvrdest Rockwell
1	317 HV 0,3	66,2 HRA
2	320 HV 0,3	66,4 HRA
3	325 HV 0,3	66,7 HRA
4	318 HV 0,3	66,3 HRA
5	312 HV 0,3	65,9 HRA
6	301 HV 0,3	65,2 HRA
7	332 HV 0,3	67,1 HRA
8	304 HV 0,3	65,4 HRA
9	315 HV 0,3	66,1 HRA
10	332 HV 0,3	67,1 HRA
vzorek 4		
Bod	Tvrdest	Tvrdest Rockwell
1	298 HV 0,3	65,0 HRA
2	332 HV 0,3	67,1 HRA
3	310 HV 0,3	65,8 HRA
4	304 HV 0,3	65,4 HRA
5	310 HV 0,3	65,8 HRA
6	306 HV 0,3	65,6 HRA
7	326 HV 0,3	66,7 HRA
8	305 HV 0,3	65,5 HRA
9	305 HV 0,3	65,5 HRA
10	316 HV 0,3	66,2 HRA
vzorek 5		
Bod	Tvrdest	Tvrdest Rockwell
1	328 HV 0,3	66,9 HRA
2	341 HV 0,3	67,7 HRA
3	354 HV 0,3	68,4 HRA
4	345 HV 0,3	67,9 HRA
5	341 HV 0,3	67,7 HRA
6	351 HV 0,3	68,2 HRA
7	345 HV 0,3	67,9 HRA
8	337 HV 0,3	67,5 HRA
9	332 HV 0,3	67,1 HRA
10	365 HV 0,3	69,0 HRA

Tabulka P3.2

bod	0	1	2	3	4	5
1	309	320	318	317	298	328
2	306	290	311	320	332	341
3	274	328	317	325	310	354
4	279	322	310	318	304	345
5	275	330	326	312	310	341
6	297	363	320	301	306	351
7	297	325	329	332	326	345
8	299	317	330	304	305	337
9	241	315	315	315	305	332
10	298	318	344	332	316	365
průměr	287,5	322,8	322	317,6	311,2	343,9
sm. odch.	19,49487	17,03408	9,859006	9,87117	10,03793	10,29029
min	241	290	310	301	298	328
max	309	363	344	332	332	365