



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

**VLIV TEPELNÉHO ZPRACOVÁNÍ NA MIKROSTRUKTURU
SLITINY TIAL6V4**

INFLUENCE OF HEAT TREATMENT ON THE MICROSTRUCTURE OF ALLOY TIAL6V4

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Šimon Fišara

VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

prof. Ing. Rudolf Foret, CSc.

BRNO 2016

Zadání bakalářské práce

Ústav:	Ústav materiálových věd a inženýrství
Student:	Šimon Fišara
Studijní program:	Aplikované vědy v inženýrství
Studijní obor:	Materiálové inženýrství
Vedoucí práce:	prof. Ing. Rudolf Foret, CSc.
Akademický rok:	2015/16

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 bakalářské práce:

Vliv tepelného zpracování na mikrostrukturu slitiny TiAl6V4

Stručná charakteristika problematiky úkolu:

Literární rozbor uvedené tematiky a poté experimentální ověření získaných poznatků na konkrétní slitině TiAl6V4. Experimentální ověření se bude opírat o tyto metody: laboratorní tepelné zpracování, světelná mikroskopie, rastrovací elektronová mikroskopie, rtg. fázová analýza a měření tvrdosti.

Cíle bakalářské práce:

Spolehlivá interpretace mikrostruktur dané slitiny nejen pro základní postupy tepelného zpracování, ale i pro tepelně ovlivněnou oblast svarových spojů.

Seznam literatury:

Luther M. Gammon, Robert D. Briggs, John M. Packard, Kurt W. Batson, Rodney Boyer, Charles W. Domby, Metallography and Microstructures of Titanium and Its Alloys

Vander Voort, George F. (2004). ASM Handbook, Volume 09 - Metallography and Microstructures. ASM International. Online version available at:

<http://app.knovel.com/hotlink/toc/id:kpASMHVMM1/asm-handbook-volume-09>

Paul Danielson, Rick Wilson, and David Alman, Microstructure of titanium welds, Struers Journal of Materialography 3/ 2004

Termín odevzdání bakalářské práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2015/16.

V Brně, dne 27. 11. 2015



prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.
ředitel ústavu

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.
děkan

Abstrakt

Hlavním cílem této bakalářské práce je zkoumání vlivu tepelného zpracování na mikrostrukturu a mechanické vlastnosti titanové slitiny Ti6Al4V. V první části teoretické rešerše jsou shrnuty základní poznatky o titanu a jeho slitinách. Druhá část je zaměřena především na popis fázových přeměn, vlastností mikrostruktur a tepelného zpracování Ti6Al4V. V experimentální části bylo provedeno několik druhů tepelného zpracování, po kterém byla provedena metalografická analýza a vyhodnocení mikrostruktur.

Abstract

The main goal of this bachelor thesis is to summarize influence of heat treatment on microstructures and mechanical properties of titanium alloy Ti6Al4V. There are summarized basic facts about titanium and its alloys in the first section of theoretical part. The second section is focused on description of phase transformation, mechanical properties, microstructures and heat treatment of Ti6Al4V. There were made several types of heat treatment in the experimental part and after that there were made metallographic analysis and evaluation of microstructures.

Klíčová slova

titan, titanové slitiny, tepelné zpracování, mikrostruktury, mechanické vlastnosti, Ti6Al4V

Keywords

titanium, titanium alloys, heat treatment, microstructures, mechanical properties, Ti6Al4V

Bibliografická citace

Fišara, Š. Vliv tepelného zpracování na mikrostrukturu Ti6Al4V. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016. 43 s. Vedoucí bakalářské práce prof. Ing. Rudolf Foret, CSc.

Prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma „Vliv tepelného zpracování na mikrostrukturu Ti6Al4V“ vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů uvedených na seznamu použité literatury.

V Brně dne:

Šimon Fišara

Poděkování

Tímto bych rád poděkoval prof. Ing. Rudolfu Foretovi, CSc. za odborné vedení a rady, které mi při tvorbě této bakalářské práce poskytoval. Dále bych rád poděkoval své rodině, díky které mi bylo studium umožněno, a která mě vždy v průběhu studia podporovala. V poslední řadě bych taky rád poděkoval všem svým kamarádům, kteří mi během mého studia pomáhali a podporovali mě.

Obsah

1	Úvod	4
Teoretická část		5
2	Titan.....	5
2.1	Vlastnosti.....	5
2.2	Výskyt	6
2.3	Výroba.....	6
3	Titanové slitiny.....	9
3.1	Rozdělení Ti slitin	10
3.1.1	Slitiny α a pseudo α	10
3.1.2	Slitiny β a pseudo β	10
3.1.3	Slitiny $\alpha + \beta$	10
4	Slitiny $\alpha + \beta$	12
4.1	Fázové přeměny	12
4.1.1	Martenzitická transformace	12
4.2	Slitina Ti6Al4V	13
4.2.1	Mikrostruktury a proces zpracování	13
4.2.2	Vliv mikrostruktury na mechanické vlastnosti $\alpha+\beta$ Ti-slitin.....	15
4.2.3	Tepelné zpracování	17
4.2.4	Použití	18
Experimentální část		20
5	Experimentální materiál	20
5.1	Tepelné zpracování vzorků	21
5.2	Metalografie	21
6	Popis výsledků.....	23
7	Diskuze	36
8	Závěr.....	38
9	Seznam použité literatury	39
Seznam obrázků.....		41
Seznam tabulek.....		43

1 Úvod

První zmínky o titanu se datují do roku 1791, kdy byl titan objeven ve formě minerálu ilmenitu v Anglii chemikem Gregorem. Ačkoliv byl titan objeven koncem 18. století, jako čistý kov byl izolován až o téměř sto let později v roce 1900. Výroba dobré jakosti čistého titanu byla dlouhou dobu nepropracována a obtížná z důvodu velké reaktivity kovu s kyslíkem a dusíkem za vysokých teplot. První propracovanější proces výroby čistého titanu byl navržen až v roce 1937 lucemburským vědcem Krollem. Pro praktické využití se začal titan a jeho slitiny vyrábět v roce 1948 v USA a o dva roky později také v bývalém SSSR, především pro vojenské a letecké aplikace.

Z důvodu vysoké pořizovací ceny je v současnosti použití titanu a jeho slitin omezeno jen na určitá odvětví, kde nelze použít jiné cenově dostupnější zdroje. Za nejpoužívanější titanovou slitinu je označována slitina Ti6Al4V. Díky svým výborným vlastnostem jako je vysoká pevnost, nízká měrná hmotnost, odolnost proti creepu, odolnost proti šíření trhlin či odolnost proti korozi je této slitiny hojně využíváno v leteckém, kosmickém, námořním či energetickém průmyslu a díky své biokompatibilitě také v lékařství. Některé z výše uvedených vlastností mohou být výrazně ovlivněny volbou mikrostruktury a s tím spojeným tepelným zpracováním.[1][2][3]

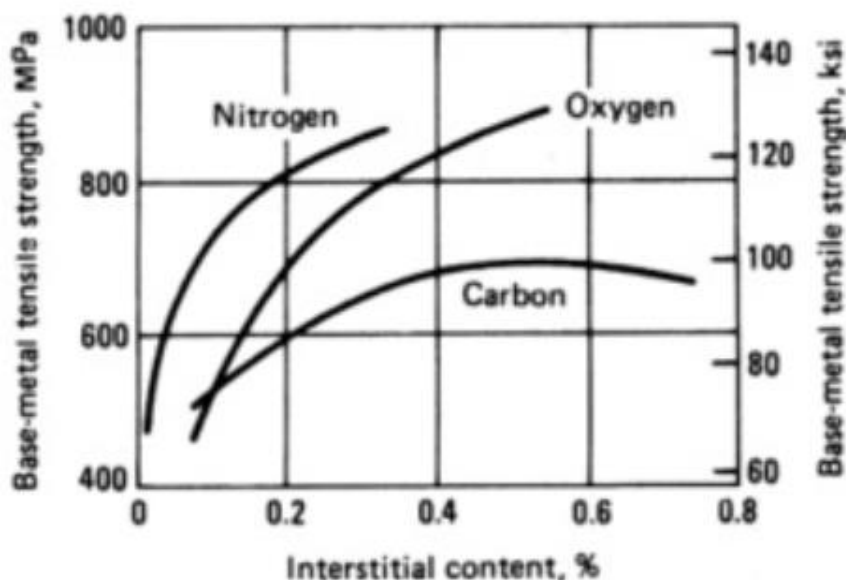
Cílem této bakalářské práce je shrnutí základních údajů o titanu a jeho slitinách a také o vlivu tepelného zpracování na mikrostruktury a mechanické vlastnosti, přičemž důraz je kladen především na slitinu Ti6Al4V. Experimentální část je věnována vlivu rozdílného tepelného zpracování na vlastnosti a mikrostruktury Ti6Al4V.

Teoretická část

2 Titan

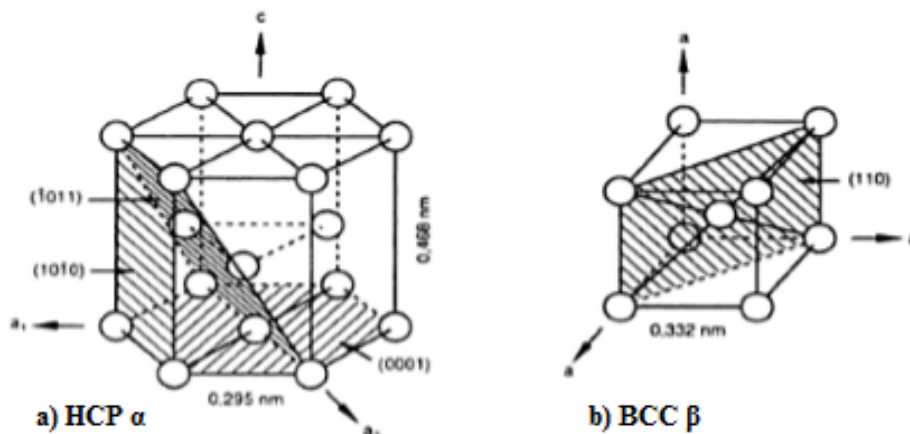
2.1 Vlastnosti

Titan je nemagnetický, lehký polymorfní kov šedé až stříbřitě bílé barvy. Hlavní předností titanu je vysoká hodnota poměru jeho pevnosti k hustotě (tzv. specifická pevnost), která značně převyšuje tyto hodnoty u oceli a dále také jeho nízká tepelná vodivost a roztažnost. Čistý titan je tvárný a poměrně měkký kov, avšak se snižující se čistotou dochází ke snižování plasticity a nárůstu pevnosti a tvrdosti. Za normálních teplot je titan velmi chemicky stálý a vysoce odolný proti korozi. Tyto vlastnosti jsou zapříčiněny tvorbou tenké kompaktní ochranné vrstvy na jeho povrchu. Vrstva je tvořena převážně oxidem titaničitým (TiO_2). Tento oxid zajišťuje titanu a jeho slitinám ochranu proti korozi. Titan dobře odolává korozi v silně oxidujících kyselinách a solných prostředích. Na druhou stranu v silně redukujících anorganických kyselinách, je odolnost titanu proti korozi omezená. Jedná se především o kyseliny, u kterých dochází při reakci s kovem k uvolnění vodíku. S rostoucí teplotou se titan stává vysoce reaktivním a dochází ke kontaminaci některými prvky (O, N, C, H). Těmito prvky je snižována čistota titanu, což souvisí se změnami mechanických vlastností a to především pevnosti a tvárnosti (obr. 2.1). Největší problémy jsou způsobeny vodíkem, který snadno difunduje do materiálu a bývá příčinou zkřehnutí a předčasného porušení materiálu.[1][2][3]



Obr. 2.1: Vliv nečistot na mechanické vlastnosti titanu.[1]

U titanu jsou rozlišovány dvě základní krystalografické modifikace (obr. 2.2). Do 882°C se titan vyskytuje v modifikaci α s šesterečnou krystalickou mřížkou (HCP). Nad teplotou 882°C se titan vyskytuje v modifikaci β s kubickou prostorově centrovanou mřížkou (BCC).[1]



Obr. 2.2: Základní krystalografické modifikace titanu.[3]

Tab. 2.1 Porovnání vybraných vlastností čistého titanu a železa.[4][5]

	Ti	Fe
teplota tání	1667 °C	1538 °C
teplota varu	3286 °C	2861 °C
hustota	4,506 g/cm ³	7,860 g/cm ³
pevnost	250 MPa	260 MPa
Youngův modul pružnosti	116 GPa	211 GPa

2.2 Výskyt

Titan je řazen mezi hojně rozšířené prvky. Svým obsahem 0,63% je devátým nejrozšířenějším kovem v zemské kůře. V malém množství je titan obsažen v řadě minerálů. Mezi nejvýznamnější rudy titanu patří ilmenit (FeTiO_3) a rutil (TiO_2).

Největší naleziště titanu se nacházejí v Austrálii, Severní Americe, Skandinávii a Malajsii.[1][5]

2.3 Výroba

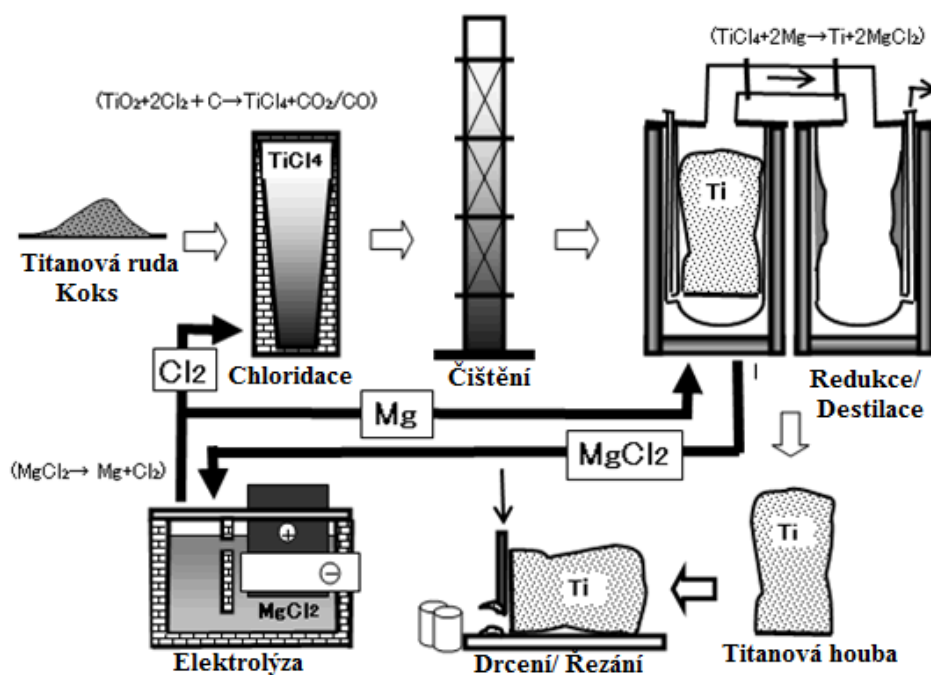
Titan nelze vyrobit tradiční hutní metodou, kterou se připravuje většina kovů a to především kvůli vysoké reaktivitě za vyšších teplot. Aby se předešlo těmto reakcím, musí být titan vyráběn ve vakuu, anebo v ochranné atmosféře. Náročný proces výroby se výrazně projevuje na konečné ceně titanu a jeho slitin. Mezi nejpoužívanější postupy výroby patří tzv. Krollův proces, avšak titan může být vyroben také pomocí jiných metod, například elektrolýzou. [1][5][6]

Krollův proces

Tato metoda byla vypracována lucemburským vědcem Wiliamem Justinem Krollem. Poprvé byla tato metoda použita v USA.[1]

Krollův proces se skládá z těchto čtyř základních kroků:

1. příprava materiálu pro chloridaci
2. výroba chloridu titaničitého
3. redukce chloridu titaničitého
4. přetavení titanové houby na kujný materiál



Obr. 2.3: Schéma výroby titanu Krollovým procesem.[7]

výroba chloridu titaničitého (chloridace):

Jako suroviny pro výrobu chloridu titaničitého jsou nejčastěji používány rutilové rudy a ilmenitová struska. Chloridace je prováděna za teplot 900-950°C, a hlavním produktem této reakce je chlorid titaničitý.[5][6]

reakce výroby chloridu titaničitého z rutilu

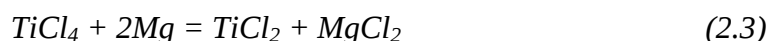


Páry chloridu titaničitého jsou jímány v kondenzátorech v podobě nažloutlé kapaliny. Před redukcí, musí být chlorid titaničitý chemicky vyčištěn od průvodních kovů (Fe, Si, V), a poté je opět destilován.[5][6]

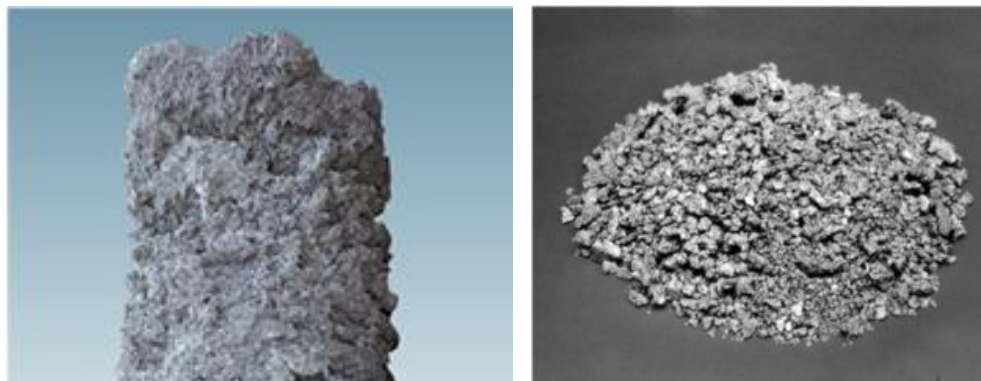
redukce chloridu titaničitého:

K redukcí chloridu titaničitého na titan je používán zejména hořčík nebo sodík. Nejčastěji je chlorid titaničitý hořčíkem redukován v kelímcích, kdy celý proces je prováděn pod ochrannou atmosférou helia nebo argonu. Chlorid titaničitý je pozvolna připouštěn do roztaveného hořčíku za teplot 850-920°C.

reakce redukce titanové houby



Po ukončení reakce vyredukovaný kov vytváří na stěnách kelímků vrstvu tzv. titanové houby (obr. 2.4). Při redukcí musí být vzniklý chlorid hořečnatý společně se zbytky hořčíku odstraněn, a to buď vakuovou destilací anebo loužením zředěnou kyselinou solnou. Téměř totožný proces je redukce chloridu titaničitého sodíkem (Hunterův proces). Nevýhoda tohoto procesu je, že sodík musí být před redukcí destilován. Na druhou stranu redukce může probíhat za nižších teplot a vznikající titan se tolik nepřivaruje na stěny nádoby, čímž je usnadněno jeho vyjímání.[5][6]



Obr. 2.4: Titanová houba.[8][3]

Elektrolýza (elektrochemická redukce TiO₂)

Z důvodu nákladného procesu výroby titanu Krollovým procesem jsou v současnosti zkoumány nové postupy, které by výrobu titanu značně usnadnily. Mezi takové procesy patří např. elektrochemická redukce TiO₂ v roztavených solích (např. CaCl₂). Žádný z těchto postupů nebyl dosud natolik propracován, aby mohl konkurovat výrobě Krollovým procesem. Jedinou výhodou určitých druhů elektrochemické redukce je dosažení velmi vysoké jakosti titanu.[1][9]

3 Titanové slitiny

V běžné praxi jsou převážně používány slitiny titanu, které se vyznačují výborným poměrem mezi pevností a hmotností, dobrou houževnatostí, dobrými únavovými vlastnostmi, vysoké odolnosti proti korozi a tepelné odolnosti za vysokých teplot. Z důvodu drahé vstupní suroviny a náročného procesu výroby je využití těchto slitin omezeno jen na určitá odvětví, kde není možné použít jiné alternativní zdroje.

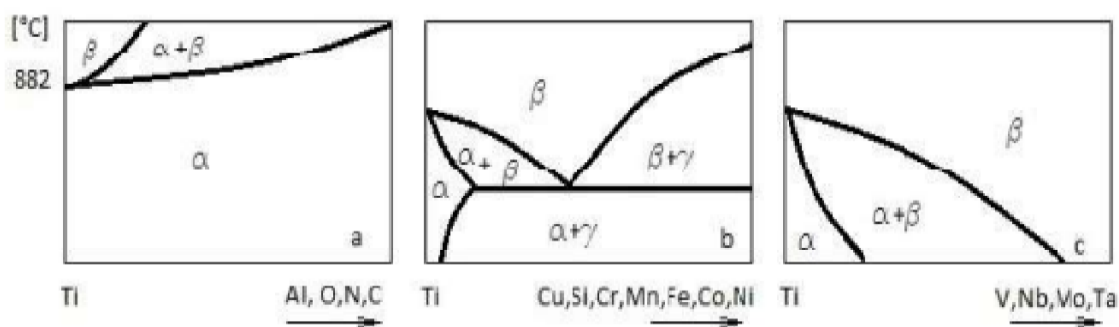
Titan tvoří slitiny s mnoha prvky, s kterými tvoří substituční tuhé roztoky. V obou modifikacích jsou přísadové prvky rozpuštěny úplně nebo částečně. U některých prvků může docházet k slučování s titanem a vzniku tzv. intermetalické sloučeniny. Přísadové prvky mají veliký vliv na teplotu alotropické přeměny. Prvky, které zvyšují transformační teplotu a tím rozšiřují oblast α jsou nazývány α stabilizátory a naopak prvky, které snižují transformační teplotu a tím rozšiřují oblast β jsou β stabilizátory.[10][11][12]

- **α stabilizátory (Al,N,O,C)**

Jediný praktický význam u α stabilizátoru má hliník (Al), který se vyskytuje v naprosté většině titanových slitin. Hliník také dobře rozpouští vodík, čímž potlačuje vodíkovou korozi. Obsah hliníku se obvykle udržuje v rozmezí 7-9 hm.%. Při vyšším obsahu hliníku dochází k nárůstu křehkosti. Nekovy O, N, C jsou považovány za nečistoty a je nutné udržet jejich obsah na minimu, protože i jejich velmi malá množství mohou značně zvyšovat křehkost.[2][10]

- **β stabilizátory**

Při dostatečném množství β stabilizátorů (V, Nb, Mo, Ta) je tuhý roztok β zachován až do normálních teplot anebo při nízkých teplotách dochází k jeho eutektoidnímu rozpadu (Cu, Cr, Si, Ni, Fe, Co, Mn). Nejpoužívanějším β stabilizátorem je vanad (V). Vanad se dobře rozpouští ve fázi β a u titanových slitin zvyšuje pevnost a tvárnost.[2][10]



Obr. 3.1: Vliv přísadových prvků na tvar binárních diagramů Ti-X.[2]

3.1 Rozdělení Ti slitin

U titanových slitin jsou rozlišovány tři základní typy, které se liší jak svým fázovým složením za pokojové teploty tak i svými mechanickými, chemickými a technologickými vlastnostmi.

Z tohoto hlediska titanové slitiny dělíme na tyto základní typy:

- slitiny α a pseudo α
- slitiny β a pseudo β
- slitiny $\alpha + \beta$

3.1.1 Slitiny α a pseudo α

Jedná se o jednofázové slitiny obsahující pouze fázi α . Jejich legujícími prvky jsou α stabilizátory. Hlavními přednostmi α slitin jsou dobrá tvářitelnost, svařitelnost, výborná odolnost proti korozi a teplotní stálost. Komerčně čisté titanové slitiny α se tepelně nezpracovávají. Díky svým mechanickým vlastnostem a vysoké odolnosti proti tečení (creep) jsou vhodné především pro součásti pracujících za zvýšených teplot. Používají se např. pro plechy, skříně kompresorů, anebo pro lopatky plynových turbín.[1][2][10]

3.1.2 Slitiny β a pseudo β

Jedná se o metastabilní slitiny tvořené pouze fází β . Mezi hlavní přednosti β slitin patří odolnost proti korozi, tvářitelnost za studena a vysoká pevnost, která po teplem zpracování může nabývat hodnot až 1380MPa. Stárnutí těchto slitin (precipitace jemných α částic) vede k většímu zvýšení lomové houževnatosti než u stárnutí dvojfázových $\alpha + \beta$ slitin při zachování téměř totožné meze kluzu. Oproti dvojfázovým slitinám mají tyto slitiny vyšší hustotu a také pořizovací cenu. β slitiny se používají pro lopatky a disky kompresorů a ve velké míře jsou také využívány na silně namáhané díly letadel.[1][2][10]

3.1.3 Slitiny $\alpha + \beta$

Za normální teploty je jejich mikrostruktura tvořena α i β fází. Nejpoužívanějšími přísadovými prvky těchto slitin jsou vanad (β stabilizátor) a hliník (α stabilizátor). Mezi hlavní přednosti těchto slitin patří vyšší pevnost, odolnost proti únavě, odolnost proti korozi. Za nevýhodu těchto slitin se považuje horší svařitelnost a výraznější pokles pevnosti s narůstající teplotou. Oproti β slitinám jsou $\alpha + \beta$ slitiny více náchylné na vodíkovou křehkost. Některé mechanické vlastnosti mohou být ovlivněny teplem zpracováním. Nejvýznamnější dvojfázovou slitinou je slitina Ti6Al4V. Tyto slitiny jsou hojně používány pro disky kompresorů leteckých motorů, lopatky kompresorů, chirurgické implantáty, tlakové nádoby, lodní šrouby a pro mnoho dalších aplikací.[1][2][10]

Na obrázku 3.2 je schematicky znázorněn vliv legujících prvků na strukturu a na vybrané mechanické vlastnosti titanových slitin.

slitiny α	pseudo- α	slitiny $\alpha + \beta$	pseudo- β	slitiny β
• čistý Ti	• Ti-5Al-6Sn-2Zr-1Mo-0,2Si	• Ti-6Al-4V	• Ti-8Mn	• Ti-11,5Mo-6Zr-4,5Sn
• Ti-5Al-2,5Sn	• Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo	• Ti-6Al-6V-2Sn		• Ti-13V-11Cr-3Al
	• Ti-8Al-1Mo-1V	• Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo		

Množství α stabilizátorů např. (Al, N, O) ←←←←←

→→→→→ Množství β stabilizátorů např. (Mo, Fe, V, Cr)

hustota →

← odolnost proti creepu

← svařitelnost

odezva na TZ →

zpracovatelnost →

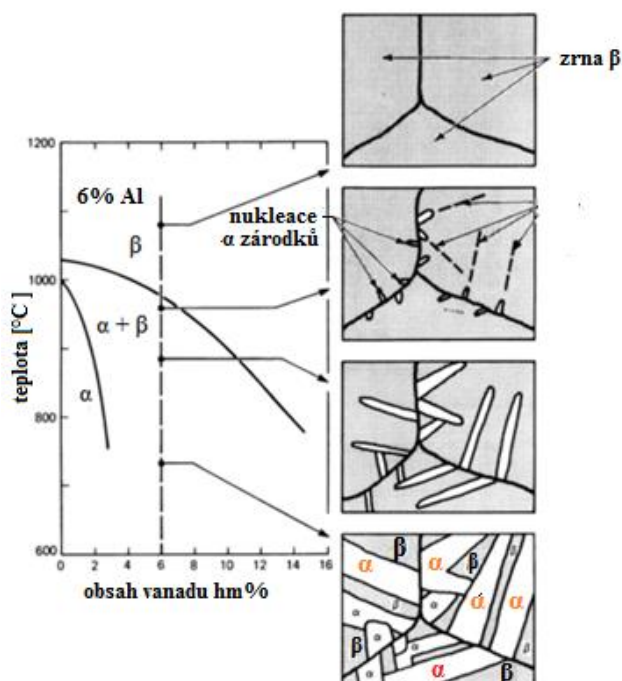
citlivost na rychlost zatěžování →

Obr. 3.2: Schématické znázornění vlivu legujících prvků na strukturu a vybrané mechanické vlastnosti Ti-slitin.[1]

4 Slitiny $\alpha + \beta$

4.1 Fázové přeměny

U $\alpha + \beta$ slitin jsou rozlišovány 4 fáze a to fáze α , β , martenzit a tavenina. Během ohřevu nad teplotu fázové přeměny je α fáze transformována na fázi β podle příslušného fázového diagramu. Při následném pomalém ochlazování dochází k přeměně fáze β a v závislosti na rychlosti ochlazování dochází k nukleaci a růstu rovnoosé globulární fáze α (α primární) anebo k nukleaci a růstu α lamel na hranicích zrn β (obr. 4.1). Tyto přeměny jsou přeměnami difuzními. Při dosažení teploty M_s a vysoké rychlosti ochlazování dochází ke vzniku martenzitu.[3][13]



Obr. 4.1: Nukleace a růst α lamel na hranicích zrn β , při ochlazování z fázové oblasti β . [1]

4.1.1 Martenzitická transformace

Při velmi rychlém ochlazování z fázové oblasti β nebo oblasti mírně pod teplotou fázové přeměny je difuze potlačena a nedochází k difuzní přeměně fáze β na fázi α , ale k bezdifuzní přeměně fáze β na martenzit. U titanových slitin jsou pozorovány dva typy martenzitu, a to martenzit α' s hexagonální krystalovou mřížkou a martenzit α'' s mřížkou ortorombickou. Martenzit α' je tvořen latkami nebo jehlicemi. Krystalová struktura martenzitu α'' často připomíná pokrivenou hexagonální strukturu. Typ martenzitu se odvíjí především od výšky kalící teploty a od chemického složení fáze β před kalením. Při obsahu vanadu ≥ 15 hm.% je fáze β stabilizována a po kalení je u fáze β zachována bcc mřížka. V případě, že je obsah vanadu 10 ± 2 hm.% a kalící teplota je volena do teplot v rozmezí 750-900°C, je u fáze β zčásti zachována bcc mřížka a zčásti

je fáze β transformována na martenzit α' . Při kalení z teplot vyšších než 900°C není fáze β tolik obohacena o vanad a po kalení je struktura tvořena převážně martenzitem α' . Z důvodu zvýšené hustoty dislokací jsou po kalení zvýšeny především vlastnosti jako je pevnost a tvrdost (avšak ne tolik jako u oceli). Při zahřátí na určité teploty je martenzit rozložen a dochází k precipitaci jemných β částic, což vede k dalšímu zpevnění. U objemnějších dílců z titanových slitin je složité docílit martenzitické přeměny, a to především kvůli nízké tepelné vodivosti titanu. [3][13][14]

4.2 Slitina Ti6Al4V

Slitina Ti6Al4V, řadící se mezi dvoufázové $\alpha+\beta$ slitiny, je nejpoužívanější titanovou slitinou. Z veškeré produkce titanových slitin, je této slitiny vyrobeno více jak 60%. Ti6Al4V poskytuje kombinaci vysoké pevnosti, nízké hmotnosti, tvárnosti a odolnosti proti korozi. Tato slitina také vykazuje dobré mechanické vlastnosti za nízkých teplot a velmi dobrou odolnost proti iniciaci a šíření trhlin (únava). Díky ochranné oxidační vrstvě na povrchu je Ti6Al4V odolná proti korozi i v agresivních prostředích. Za další pozitivní vlastnost je považována biokompatibilita s lidskou tkání. Teplota fázové přeměny (beta transus) je 980-1011°C. Ti6Al4V je vhodná pro tváření za tepla v oblasti $\alpha+\beta$ v rozmezí teplot 870-980°C. Při tváření za tepla v atmosféře obsahující dusík nebo kyslík, dochází k difuzi těchto prvků do povrchové vrstvy materiálu, což má za příčinu její vytvrzení. Tato vrstva ("alpha case") je tvrdá a křehká a po tváření musí být odstraněna. K odstranění této vrstvy je používáno moření nebo obrábění. Pro tváření za studena je používáno tažení a protlačování, avšak opracovatelnost slitiny je omezená.[2][3][11]

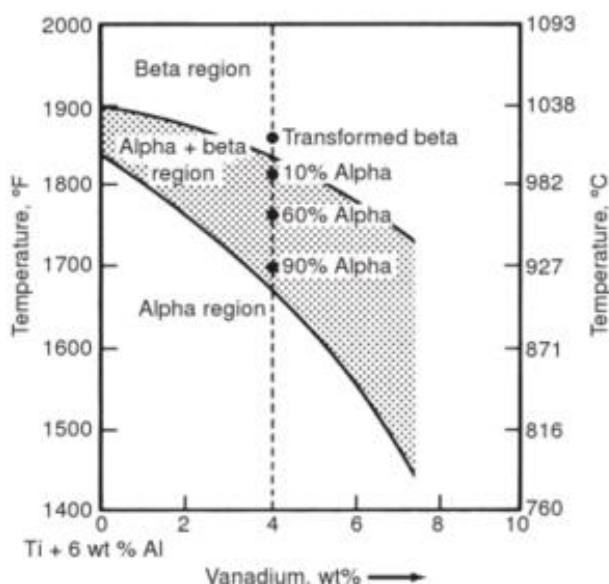
4.2.1 Mikrostruktury a proces zpracování

U titanových $\alpha+\beta$ slitin je výsledná mikrostruktura závislá především na konečném tepleném zpracování, kterému však předchází několik různých procesů zpracování, které mají také vliv na konečnou mikrostrukturu a vlastnosti slitin. Mezi primární proces zpracování je řazeno kování ingotů. Během kování ingotů se jejich teplota během procesu pohybuje nad i pod teplotou fázové přeměny. Výsledkem těchto variací teplot během kování je nejednotná mikrostruktura ingotu tvořena zčásti lamelární strukturou, a zčásti globulární α fází. Z tohoto důvodu je po kování zařazeno tzv. β žíhání. Ohřev je volen asi 50-75°C nad teplotu fázové přeměny a výdrž na těchto teplotách je co nejkratší, aby se předešlo nežádoucímu nadměrnému hrubnutí zrna. Z důvodu potlačení nukleace a růstu kontinuální fáze α na hranicích zrn (α obálka) je volena vyšší rychlost ochlazování, při které je zastoupení kontinuální fáze α na hranicích zrn menší. Fáze α na hranicích zrn může negativně ovlivňovat další pochody zpracování. Po β žíhání dochází zpravidla ještě ke tváření za tepla v oblasti $\alpha+\beta$ (870-980°C). Po tváření je prováděno finální teplené zpracování.

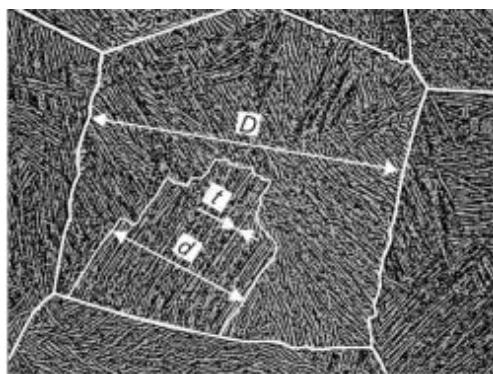
Za pokojové teploty ve stabilním stavu je mikrostruktura $\alpha+\beta$ slitin tvořena z převážné míry fází α společně s malým množstvím zachovalé fáze β . U slitiny Ti6Al4V jsou

rozlišovány mikrostruktury globulární, bi-modální (duplexní), lamelární (Widmanstattenova struktura), košíkové a martenzitické. Typ mikrostruktury rozhoduje o mechanických vlastnostech slitiny.

Při velmi pomalém ochlazování z oblasti mírně pod nebo nad teplotou fázové přeměny dochází k transformaci fáze β na globulární typ mikrostruktury. Globulární mikrostruktura je tvořena rovnoosou fází α a malým množstvím zachovalé fáze β . Mikrostruktura duplexní vzniká při rychlém ochlazování z fázové oblasti $\alpha+\beta$ a je tvořena globulární fází α , která je obklopena lamelární strukturou. Objemový podíl globulární fáze α ve výsledné mikrostruktuře je závislý na teplotě ohřevu (obr. 4.2). Další vyskytující se mikrostruktura je mikrostruktura lamelární. Ke vzniku lamelární mikrostruktury dochází při ochlazování (rychlost ochlazování vyšší než rychlost nutná pro vznik globulární struktury) z fázové oblasti β , kdy na hranicích zrn β dochází k nukleaci a růstu stejně orientovaných lamel α , které v rámci jednoho zrna tvoří vícero kolonií (obr. 4.3). Při rychlejším ochlazování z fázové oblasti β nebude docházet k nukleaci a růstu lamel α pouze na hranicích zrn β , ale také uvnitř zrn. Tato struktura se nazývá košíková. U plně lamelární mikrostruktury mohou být lamely fáze β vytvrzeny jemnou deskovitou fází α , což má za následek zvýšení pevnosti a struktura se nazývá bi-lamelární. Při velmi vysokých rychlostech ochlazování vzniká již zmiňovaný martenzit.[3][13][15]



Obr. 4.2: Fázový diagram zobrazující závislost podílu fáze α na teplotě.[1]



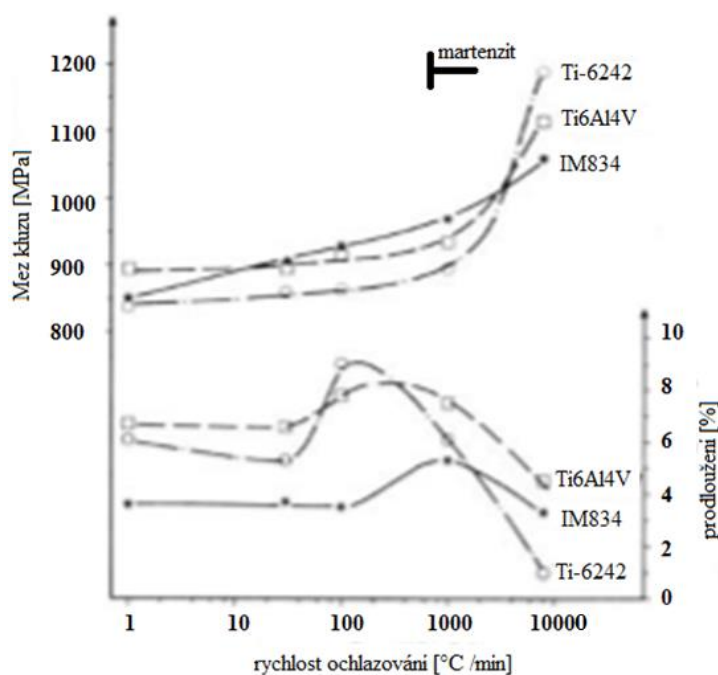
Obr. 4.3: Hlavní parametry lamelární mikrostruktury:
 D - velikost primárního zrna β , d - velikost kolonie α ,
 t – šířka lamel α . [16]

4.2.2 Vliv mikrostruktury na mechanické vlastnosti $\alpha+\beta$ Ti-slitin

Z výrazné míry jsou mechanické vlastnosti $\alpha+\beta$ slitin určeny především velikostí kolonií α a s tím také související šířkou α lamel. Velikost kolonií je určena rychlostí ochlazování z fázové oblasti β . V zásadě platí, že velikost kolonií α a šířka α lamel se s rostoucí rychlostí ochlazování zmenšuje. Velikost kolonií α je také limitována velikostí zrn β . S rostoucí velikostí rychlosti ochlazování (zmenšování kolonií α) jsou zvyšovány především pevnostní vlastnosti jako je např. mez kluzu (obr. 4.4). K největšímu nárůstu meze kluzu dochází při rychlostech ochlazování tak velkých, že vzniká martenzit. Houževnatost vykazuje nárůst do určitého maxima velikosti rychlosti ochlazování, ve kterém dochází ke změně lomového mechanismu, kdy se lom transkrystalický mění na lom interkrystalický. V tomto maximu houževnatost výrazně klesá (obr. 4.4). Trhlina interkrystalického lomu se šíří podél kontinuální α fáze na hranicích zrn β . Rozsah tohoto jevu, kdy se šíří trhlina podél kontinuálních α fází závisí především na rozdílné pevnosti mezi matricí a fází α na hranicích zrn a také na velikosti zrn β . Mezi další vlastnosti, které jsou se zvyšující rychlostí ochlazování zvyšovány, patří nízkocyklová únava (LCF). Četné hranice α lamel, popřípadě desek martenzitu, představují pro mikrotrhliny silné překážky a tím je omezeno jejich šíření. Naopak vlastnosti jako je odolnost proti šíření makrotrhlin (vysokocyklová únava) anebo velikost lomové houževnatosti jsou se zvyšující se rychlostí ochlazování zhoršeny.

Další důležitý parametr ovlivňující mechanické vlastnosti je efekt přerozdělování legujících prvků do jednotlivých fází. Tento efekt je nejvýraznější u duplexní mikrostruktury, ve které je za pokojových teplot struktura tvořena směsí α a β fáze. α stabilizátor (hliník) je lépe rozpouštěn v α fázi a β stabilizátor vanad je naopak více rozpouštěn ve fázi β . Fáze β obsahuje menší koncentraci prvků (především kyslíku), které podporují stárnutí tvorbou koherentních precipitátů Ti_3Al . Následkem přerozdělování budou mít lamely α , které vznikly ochlazováním z fáze β menší vliv na stárnutí a s tím spojené vytvrzení než globulární fáze α . Teplota rozpustnosti

precipitátu Ti_3Al je přibližně $550^{\circ}C$, a tudíž pro jejich precipitaci nesmí být tato teplota během ohřevu při stárnutí překročena. Překročení hranice $550^{\circ}C$ má za následek žíhání na odstranění pnutí, ne však precipitaci. Pro precipitaci je zpravidla volena teplota ohřevu při stárnutí $500^{\circ}C$. Přerozdělovací efekt narůstá se zvyšováním objemového podílu globulární fáze α . Rostoucí objemový podíl globulární fáze α v duplexní struktuře vede ke snížení pevnosti v lamelární části struktury. Příliš velký podíl globulární fáze α , vedoucí k výraznému oslabení lamelární části duplexních mikrostruktur, má za následek snažší tvorbu únavových trhlin v lamelárních částech struktury. Přerozdělovací efekt má při správném objemovém podílu globulární fáze α pouze zanedbatelný vliv na houževnatost, šíření mikro a makro trhlin a na lomovou houževnatost. Tyto vlastnosti určuje především velikostí α kolonií. Mez kluzu závisí jak na přerozdělovacím efektu, tak na velikosti kolonií α . Nejvyšších hodnot meze kluzu se dosahuje při objemovém podílu 10-20% globulární fáze α (tab. 4.1). Při velmi malém objemovém podílu globulární fáze α má primární vliv na vlastnosti pouze velikost kolonií α a naopak při velkém objemovém podílu globulární fáze α má primární vliv na vlastnosti přerozdělovací efekt. [3][13][15]



Obr. 4.4: Vliv rychlosti ochlazování z fázové oblasti β na mez kluzu a houževnatost plně lamelární struktury.[15]

Tab. 4.1 Vliv rozdílné mikrostruktury na mez kluzu.[15]

mikrostruktura	zkušební teplota	Re [MPa]
lamelární	$20^{\circ}C$	925
duplexní (20% α glob.)	$20^{\circ}C$	995
duplexní (30% α glob.)	$20^{\circ}C$	955

4.2.3 Tepelné zpracování

Tepelným zpracováním je výrazně ovlivněna mikrostruktura a tím také výsledné mechanické vlastnosti slitiny. Slitina Ti6Al4V bývá tepelně zpracována pomocí žíhání a vytvrzování.[17]

Žíhání

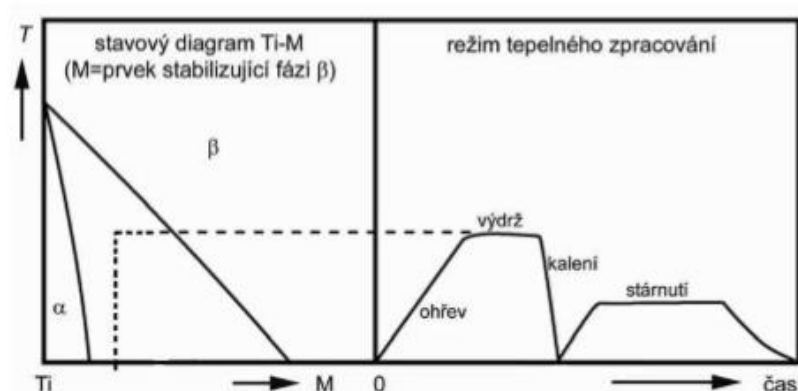
Žíhání je používáno především pro optimalizaci mechanických vlastností jako je houževnatost, creepová odolnost, obrobitelnost a také k strukturní a rozměrové stabilitě. U slitiny Ti6Al4V je nejčastěji využito těchto typů žíhání.

- **Žíhání na odstranění pnutí** - tento typ žíhání je používán na odstraňování pnutí především po svařování a po třískovém obrábění. Ohřev je zpravidla volen do teplot 480 - 650°C a poté následuje ochlazování na vzduchu.[1][11]
- **Rekrystalizační žíhání** - je prováděno za teplot v rozmezí 750 - 800°C pod teplotu fázové přeměny. Tento typ žíhání je používán především pro odstranění deformačního zpevnění vzniklého při tváření za studena. Po rekrystalizačním žíhání dochází k mírnému snížení pevnosti a únavových vlastností. Na druhou stranu dochází ke zlepšení lomové houževnatosti. Ti6Al4V je po rekrystalizačním žíhání zejména používána v součástech, u kterých je požadovaná vysoká hodnota nárazové práce.[11][17][18]
- **Duplexní žíhání** – ohřev je u duplexního žíhání volen do oblastí těsně pod teplotu fázové přeměny. Po ochlazování na vzduchu může následovat další ohřev na teplotu zhruba 500°C, kdy dochází k precipitaci nové fáze α . Duplexním žíháním a následnou precipitací může být dosaženo meze kluzu až 1000MPa.[17][18]
- **Žíhání ke vzniku globulární β fáze** – teplota ohřevu během žíhání je 705 - 790°C. Po tomto typu žíhání dochází k nárůstu houževnatosti a také ke zlepšení únavových vlastností.[11][18]
- **Beta žíhání** - ohřev je prováděn do oblasti těsně nad teplotu fázové přeměny. Ohřev na mnohem vyšší teploty než je teplota přeměny a dlouhá výdrž na nich by mohl zapříčinit nadměrné hrubnutí zrna, což je nežádoucí. Slitina Ti6Al4V po β žíhání vykazuje dobrou lomovou houževnatost avšak na úkor poklesu pevnosti a únavových vlastností.[17][18]

Vytvrzování

Vytvrzování Ti6Al4V je složeno z rozpouštěcího ohřevu, kalení a stárnutí (obr. 4.5). Ohřev je nejčastěji volen do teplot mírně nižších, než je teplota fázové přeměny. Po rychlém ochlazení je fáze β transformována na martenzit. Pro dosažení co největšího podílu martenzitu ve struktuře musí být zajištěna vysoká rychlost ochlazování. Z tohoto důvodu je kalení prováděno převážně do vody. Po kalení dochází k opětovnému ohřevu (stárnutí) do teplot v rozmezí 480–595°C, kdy dochází k rozpadu martenzitu a precipitaci jemným β částic. Precipitace má za následek nárůst pevnosti. Vytvrzením

této slitiny může být výsledná pevnost zvýšena o 30-50%. Výsledná pevnost může po vytvrzení nabývat hodnot až 1200MPa.[1][18]



Obr. 4.5: Schéma vytvrzování Ti6Al4V.[19]

Tab. 4.2 Vliv TZ na výslednou mikrostrukturu.[12]

	Tepelné zpracování	Parametry TZ	mikrostruktura
1	Vytvrzování	940-970°C/10min/voda 480-650°C/2-8h/vzduch	prim. α + martenzit anebo směs α + β
2	Beta žíhání	1035°C/30min/vzduch	lamelární
3	Duplexní žíhání	955°C/10min/vzduch 500°C/4h/vzduch	duplexní
4	Žíhání ke vzniku globulární β fáze	705-790°C/1-4h/pec	globulární β v α matrici

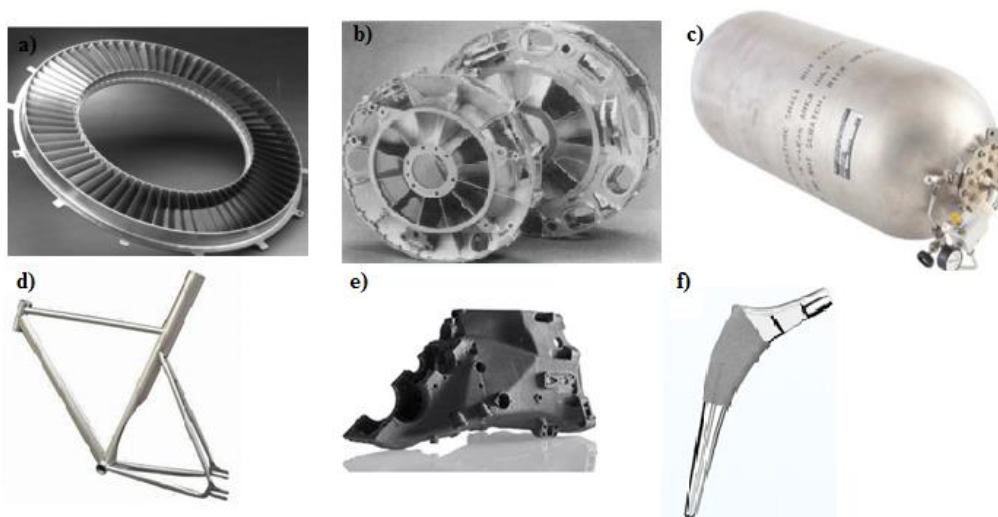
4.2.4 Použití

Ti6Al4V je využívána zejména v oblastech, kde se klade důraz na úsporu hmotnosti a na výborné mechanické vlastnosti jako je vysoká pevnost a odolnost proti korozi. Slitina Ti6Al4V je schopna pracovat za vyšších teplot, při nichž nereaguje s okolím. Doporučená maximální provozní teplota této slitiny je 400°C.[11][20][21]

Přehled oblastí použití

1. **Letecký průmysl:** V letectví se Ti6Al4V používá pro svou vysokou specifickou pevnost. Využití nachází téměř ve všech částech letadla (trup, podvozek, křídla, motor nebo ocas letadla).[11][21]

2. **Kosmický průmysl:** Ti6Al4V nachází uplatnění rovněž v kosmickém průmyslu pro konstrukci raket a raketoplánů (motory, trup). Výhodou použití této slitiny je stejně jako u letadel především vysoká specifická pevnost, se kterou souvisí úspora hmotnosti raketoplánu a tím i paliva spotřebovaného pro start raketoplánu a dochází také ke zvýšení užité nosnosti.[11][21]
3. **Energetika:** V energetice jsou z Ti6Al4V vyráběny lopatky proudových nebo plynových turbín pracujících za vysokých teplot.[3]
4. **Chemický průmysl:** V chemickém průmyslu je využito vynikající odolnosti slitiny vůči korozi v agresivních prostředích. Používá se např. pro výstelky nádrží, čerpadla, tlakové nádoby.[21]
5. **Námořní průmysl:** V lodní dopravě má slitina Ti6Al4V velké využití zejména u součástí, které přichází do kontaktu s mořskou vodou. Jako materiál se Ti6Al4V používá na povrchy trupů lodí a ponorek nebo pro výrobu lodních šroubů.[21]
6. **Sportovní průmysl:** Slitina Ti6Al4V se také využívá pro sportovní potřeby, i když kvůli vysoké ceně je spektrum použití velice omezené (golfové hole, rámy závodních kol).[3][21]
7. **Automobilový průmysl:** Pro úsporu hmotnosti se Ti6Al4V využívá také pro konstrukci některých součástí převážně v závodních autech (převodovka, pružinové ventily).[12][21]
8. **Lékařství:** Díky vysoké biokompatibilitě je tato slitina předurčena pro použití v mnoha medicínských aplikacích. Z Ti6Al4V jsou vyráběny kloubní komponenty, endoprotézy, kostní šrouby, anebo pro dentální implantáty.[3][21]



Obr. 4.6: **Součásti vyrobené z Ti6Al4V:** a) lopatky plynové turbíny, b) odlitek rámu ventilátoru c) nádoba pro skladování chemikálií d) rám kola e) převodovka závodního automobilu f) kyčelní endoprotéza.[1][3][22][23][24]

Experimentální část

5 Experimentální materiál

Pro experimentální část byla zvolena titanová slitina Ti6Al4V (GRADE 5). Vzorky pro experiment byly odebrány z plechu o tloušťce 8mm. Dodaný stav slitiny byl v tzv. “milll annealed“ (705-790°C/1-4h/pec). Výchozí mikrostruktura byla tvořena rovnoosou fází α a malým množstvím fáze β (obr. 6.1). Chemické složení materiálu je uvedeno v tabulce 5.1 a v tabulce 5.2 jsou uvedeny základní vlastnosti dodané slitiny. Tyto hodnoty byly získány od dodavatele.

Tab. 5.1 Chemické složení [hm. %].

Al	V	Fe	O	C	N	H	Ti
6,46	4,11	0,21	0,166	0,007	0,004	0,0055	zůstatek

Tab. 5.2 Mechanické vlastnosti.

orientace	mez kluzu $R_{p0,2}$ [MPa]	mez pevnosti R_m [MPa]	tažnost A [%]
podélná	970-980	1000-1011	14,4-16
příčná	985-1010	1020-1040	14,6-16

5.1 Tepelné zpracování vzorků

Pro experiment bylo zvoleno devatenáct rozdílných variant tepelného zpracování (tab. 5.3). Ohřev vzorků byl prováděn v komorové peci typu MF5 bez inertní atmosféry od firmy Elsklo.

Tab. 5.3 Použité druhy tepelného zpracování.

označení vzorku	Cyklus	Tvrdost HV 10
A1	1035°C/10'/voda	390
A2	1035°C/10'/olej	362
A3	1035°C/10'/vzduch	331
B1	940°C/30'/voda	374
B2	940°C/30'/olej	362
B3	940°C/30'/vzduch	329
C1	B1 + 480°C/3h/vzduch	383
C2	B1 + 585°C/3h/vzduch	355
C3	B3 + 480°C/3h/vzduch	346
C4	B3 + 585°C/3h/vzduch	337
D1	1035°C/30'/voda	391
D2	1035°C/30'/vzduch	337
D3	1035°C/30'/pec	327
E1	D2 + 900°C/2h/vzduch	338
E2	D2 + 800°C/2h/vzduch	356
E3	D2 + 730°C/2h/vzduch	344
F1	D3 + 900°C/2h/vzduch	341
F2	D3 + 800°C/2h/vzduch	357
F3	D3 + 730°C/2h/vzduch	308

5.2 Metalografie

Příprava vzorku

Tepelně zpracované vzorky byly pro metalografickou analýzu připraveny obvyklým způsobem. Po TZ byly vzorky rozřezány na „rozbrušovače“ Discotom-2 od firmy Struers. Jako řezací kotouč byl použit speciální kotouč z karbidu křemíku. Při řezání klasickým kotoučem z oxidu hlinitého by mohlo dojít z důvodu zanechávání dlouhé třísky titanu k tepelnému ovlivnění vzorků. Po řezání byly vzorky zalisovány za tepla do pryskyřice (IsoFast + ClaroFast) na zařízení LaboPress-3 rovněž od firmy Struers. Po zalisování byly vzorky broušeny a leštěny na poloautomatickém brousícím a leštícím zařízení GPX 300 od firmy LECO. Broušení bylo postupně prováděno na brusných

papírech od zrnitosti 500, 800, 1200, 2400 až do zrnitosti 4000. Dále byly vzorky leštěny na leštícím plátně za pomoci diamantové pasty o zrnitosti 0,7 μ m. Leštění probíhalo tak dlouho, dokud nebylo docíleno požadovaného zrcadlového lesku. K vyvolání mikrostruktury bylo použito Krollovo leptadlo (1% HF, 2% HNO₃, 95% destilovaná H₂O).[27]

Metalografická analýza

Po úspěšném naleptání byly mikrostruktury nejprve pozorovány pomocí světelného mikroskopu Olympus GX51 a dokumentovány i digitální kamerou Nikon DS-Fi 1. Po světelné mikroskopii, byla mikrostruktura některých vzorků ("Mill annealed", B1) studována pomocí obrazů sekundárně odražených elektronů rastrovacího elektronového mikroskopu (REM) XL 30 Philips. Na vzorcích bylo ověřováno přerozdělení Al a V mezi α a β fáze studované slitiny. Analýzy byly provedeny metodou EDS, kterou je vybaven výše uvedený REM.

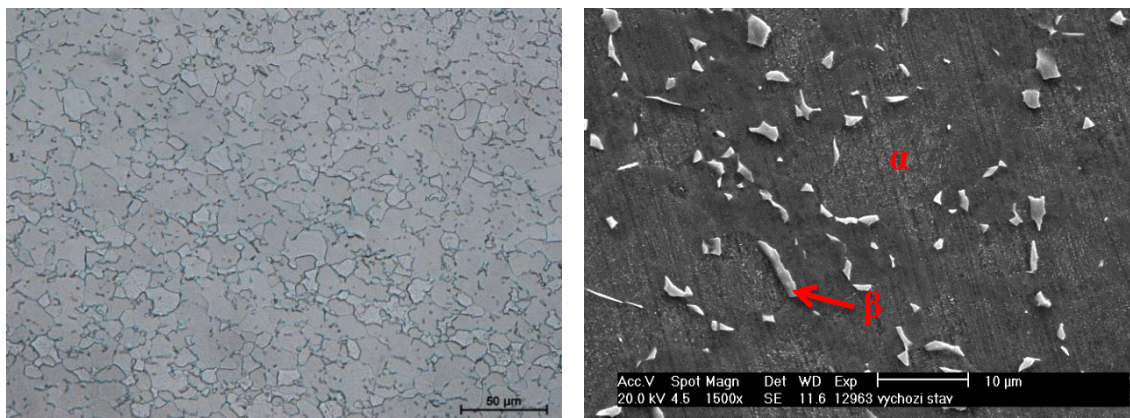
Měření tvrdosti

V poslední řadě byla měřena tvrdost na všech vzorcích metodou dle Vickerse - HV 10. Tvrdost byla naměřena na tvrdoměru LV-700 firmy LECO. Na každém vzorku bylo provedeno nejméně 8 měření. Z naměřených hodnot byla určena střední hodnota a také směrodatná odchylka.

6 Popis výsledků

Světelná mikroskopie

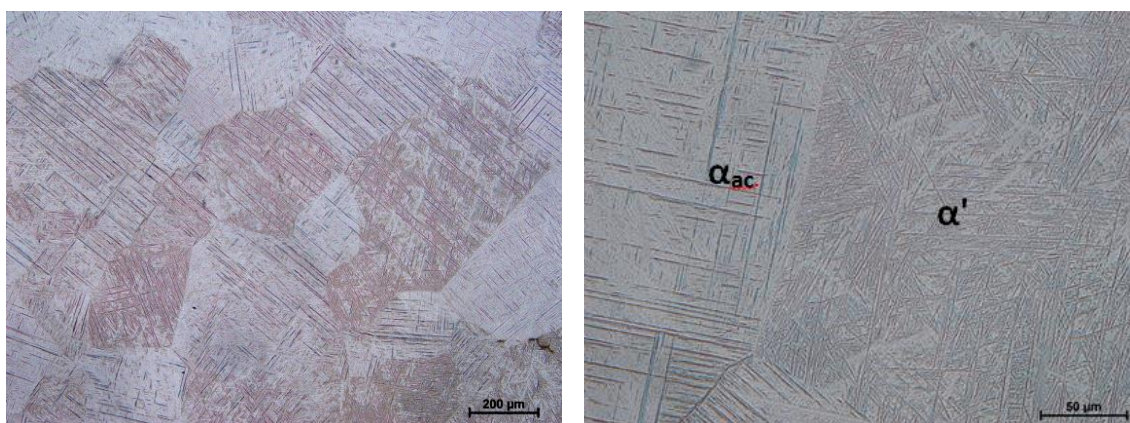
Výchozí stav (“mill annealed“)



Obr. 6.1: Výchozí stav struktury (500x a 1500x).

Mikrostruktura výchozího stavu je tvořena z převážné části rovnoosou fází α a malým množstvím fáze β nepravidelného tvaru po hranicích zrn fáze α .

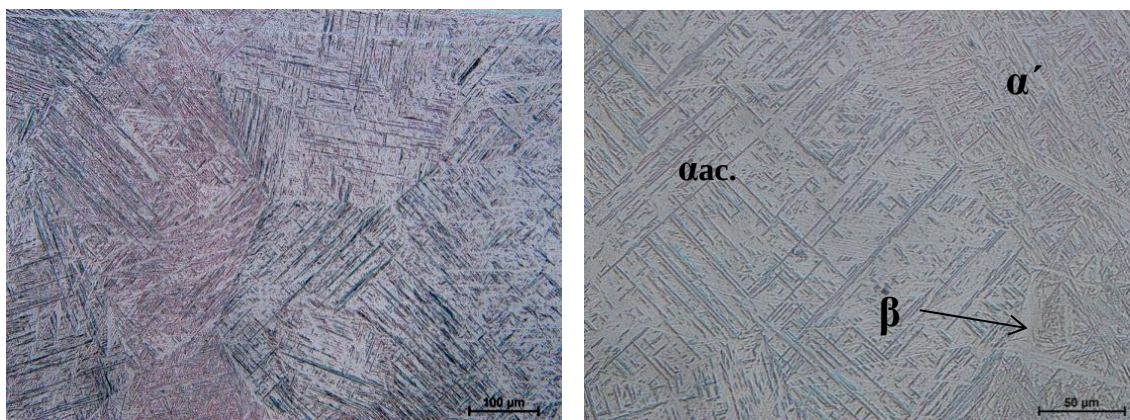
A1 1035°C/10'/voda



Obr. 6.2: Struktura A1 (100x a 500x).

Mikrostruktura je po rychlém ochlazení do vody z fázové oblasti β tvořena výhradně martenzitem deskovým a jehlicovým α_{ac} . Výsledné zrnno β je relativně zhrublé.

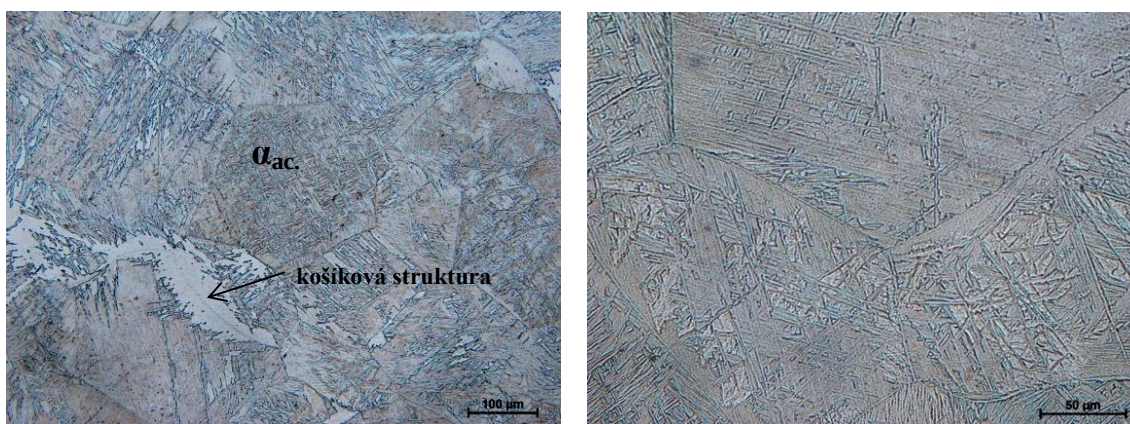
A2 1035°C/10'/olej



Obr. 6.3: Struktura A2 (200x a 500x).

Po kalení do oleje, je mikrostruktura tvořena stejně jako u kalení do vody oběma typy martenzitu (deskový a jehlicový). Pozorováno také malé množství zachovalé fáze β , patrně po hranicích zrn.

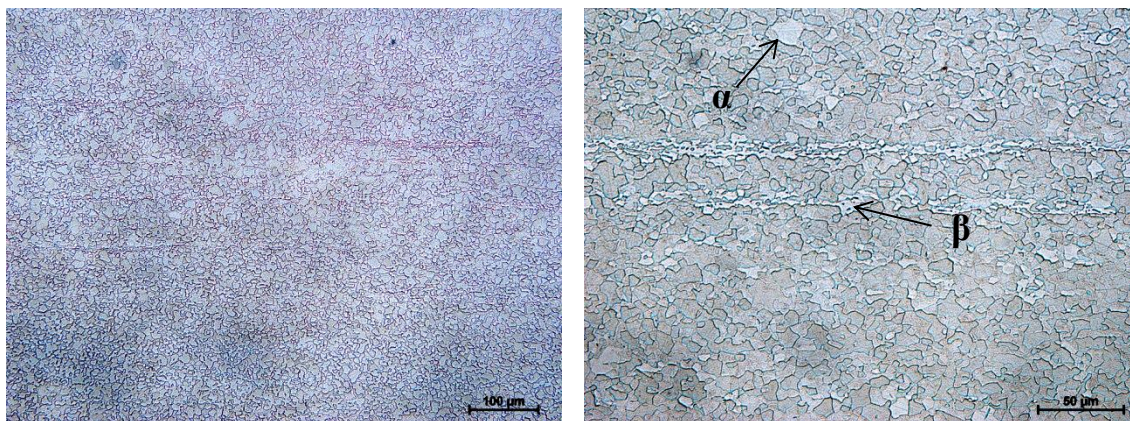
A3 1035°C/10'/vzduch



Obr. 6.4: Struktura A3 (200x a 500x).

Mikrostruktura tvořena z převážné míry jehlicovitým martenzitem α_{ac} , malým množstvím zachovalé fáze β po hranicích původních zrn a transformovanou β (košíková morfologie).

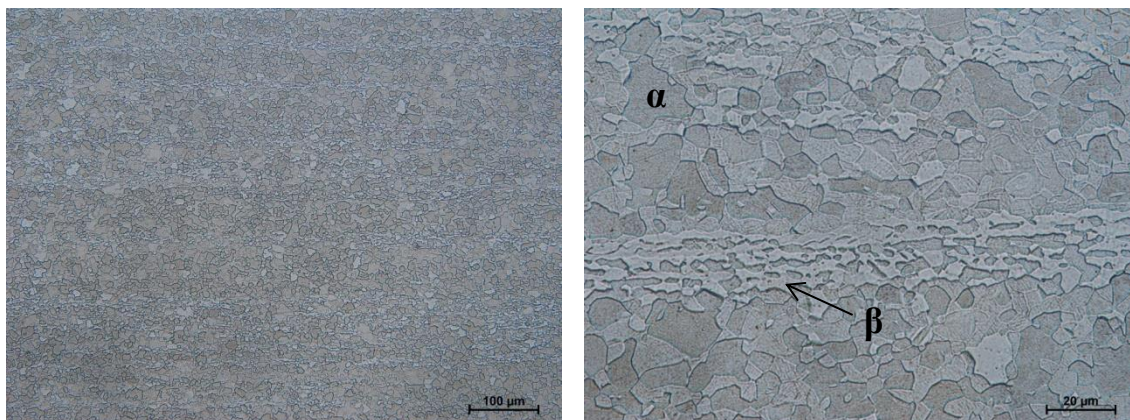
B1 940°C/30'/voda



Obr. 6.5: Struktura B1 (200x a 500x).

Mikrostruktura je tvořena globulární α fází, do řádku usměrněnou netransformovanou fází β a martenzitem. Morfologie martenzitu je nenaleptaná, lze ji pozorovat na REM.

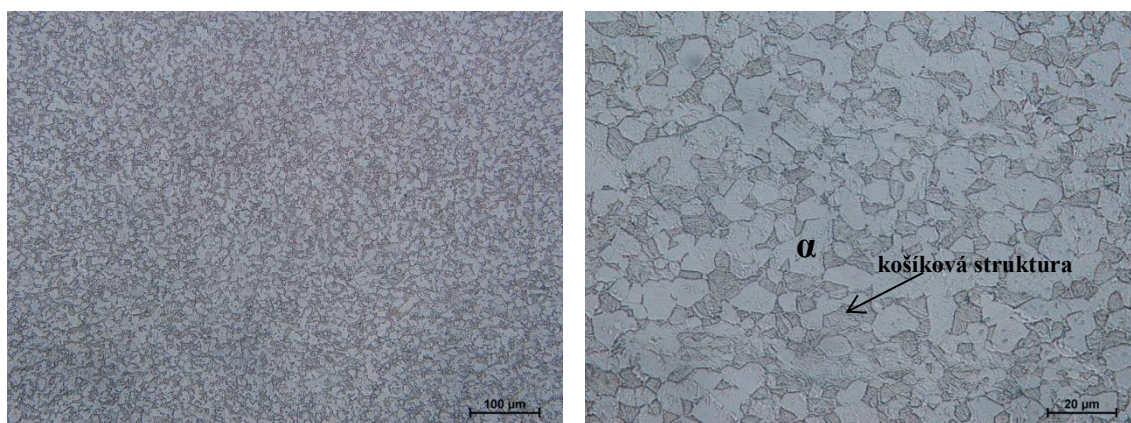
B2 940°C/30'/olej



Obr. 6.6: Struktura B2 (200x a 1000x).

Mikrostruktura téměř totožná jako v případě vzorku B1, výraznější řádkovitost netransformované β fáze a větší podíl α fáze.

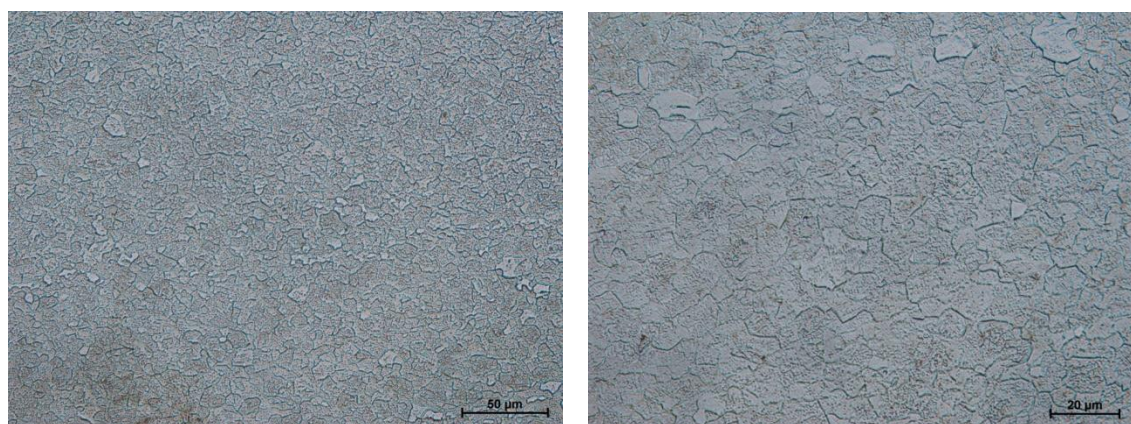
B3 940°C/30'/vzduch



Obr. 6.7: Struktura B3(200x a 1000x).

Po ochlazování na vzduchu z oblasti mírně pod teplotou fázové přeměny vzniká duplexní mikrostruktura tvořena primární fází α a košíkovou strukturou transformované β fáze.

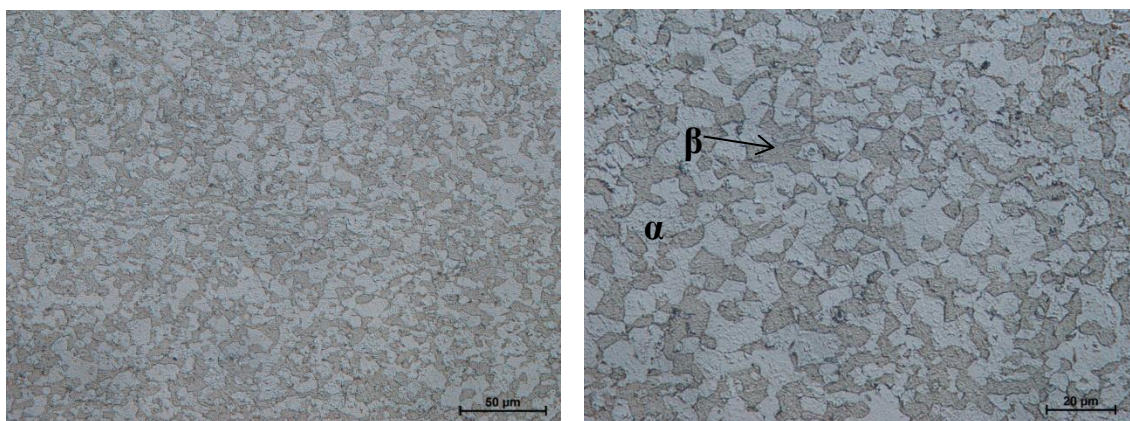
C1 940°C/30'/voda + 480°C/3h/vzduch



Obr. 6.8: Struktura C1 (200x a 1000x).

Mikrostruktura tvořena částečně rekrystalizovanou fází α , netransformovanou fází β a martenzitem. V mikrostruktuře se vyskytují také precipitáty nepozorovatelné světelnou mikroskopií, ale potvrzeny RTG difrakcí (95% α , 3% β , 2% Ti_3Al -[26] Foret, R. Ústní sdělení).

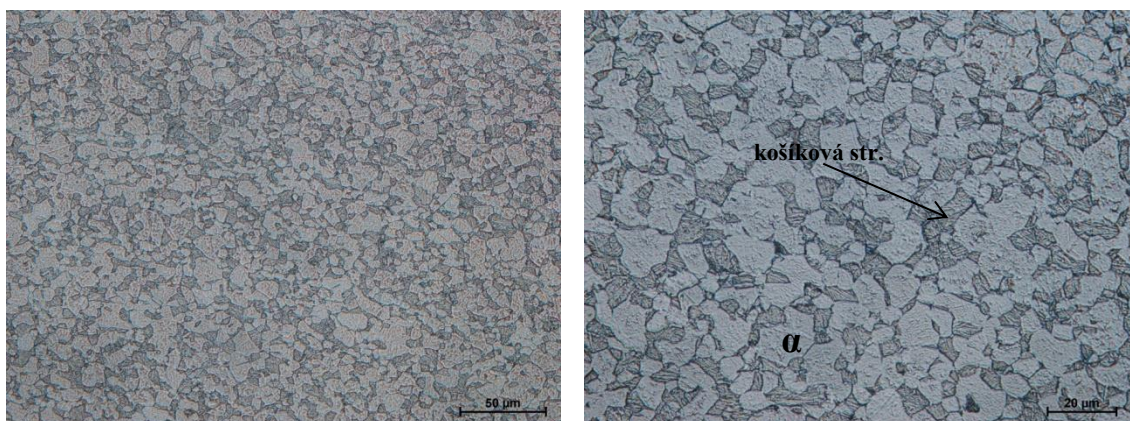
C2 940°C/30'/voda + 585°C/3h/vzduch



Obr. 6.9: Struktura C2 (500x a 1000x).

Mikrostruktura tvořena rekrystalizovanou fází α , netransformovanou fází β a martenzitem.

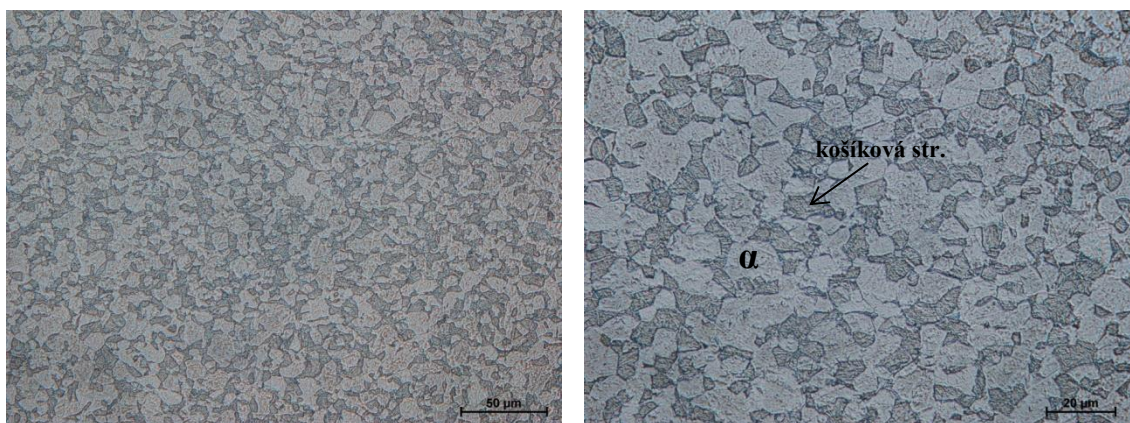
C3 940°C/30'/vzduch + 480°C/3h/vzduch



Obr. 6.10: Struktura C3 (500x a 1000x).

V mikrostruktuře se po žíhání vyskytuje primární fáze α , která je obklopena transformovanou fází β (košíková struktura). Vliv žíhání na mikrostrukturu nebyl pozorován. Při porovnání se strukturou B3 nepozorovatelné kvalitativní změny.

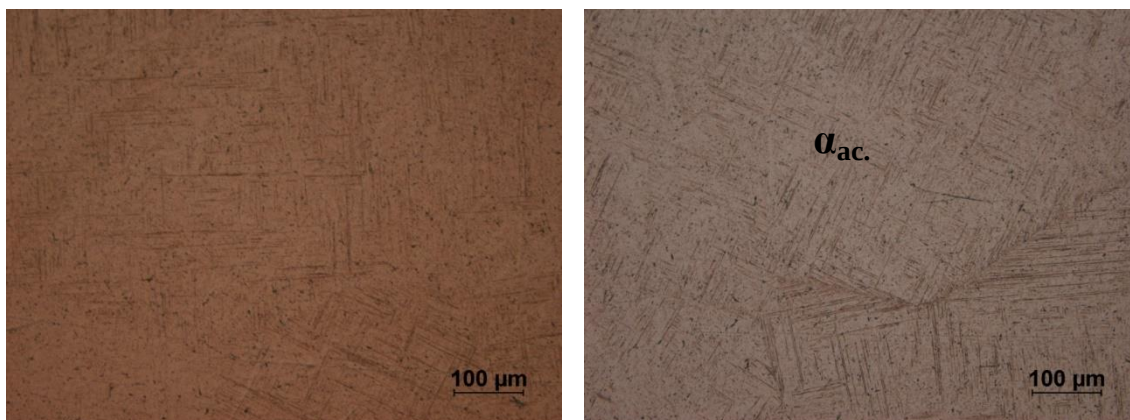
C4 940°C/30'/vzduch + 585°C/3h/vzduch



Obr. 6.11: Struktura C4 (500x a 1000x).

Obdobně jako u vzorku C4 je mikrostruktura tvořena primární fází α a transformovanou fází β (vyžíhaná košíková struktura).

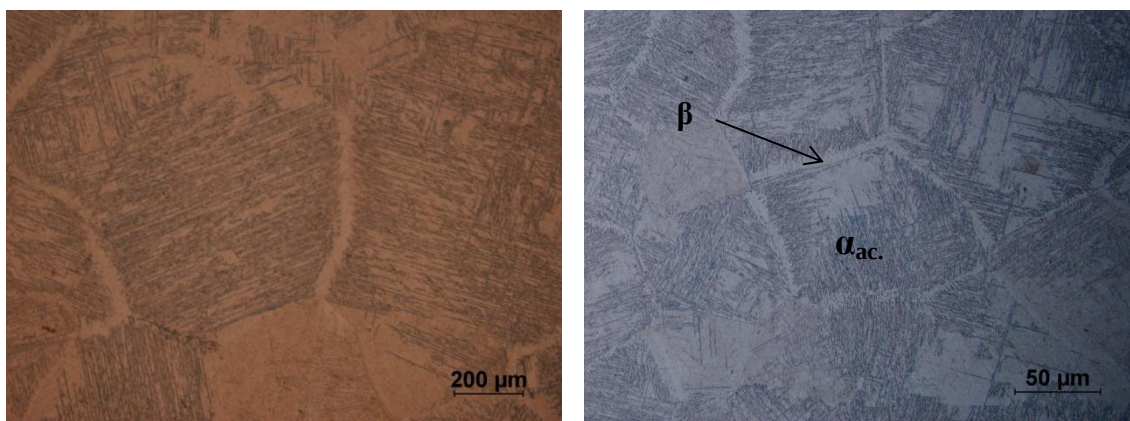
D1 1035°C/30'/voda



Obr. 6.12: Struktura D1 (200x a 200x).

Mikrostruktura po kalení z fázové oblasti β tvořena výhradně jehlicovitým (acikulárním) martenzitem.

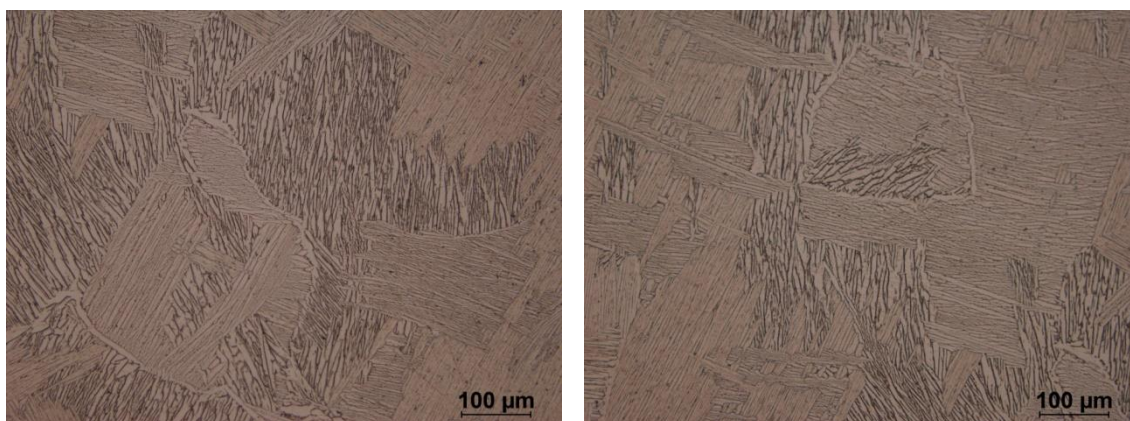
D2 1035°C/30'/vzduch



Obr. 6.13: Struktura D2 (100x a 200x).

Po ochlazování na vzduchu mikrostruktura tvořena jehlicovitým martenzitem α_{ac} a zachovalou fází β po hranicích zrn.

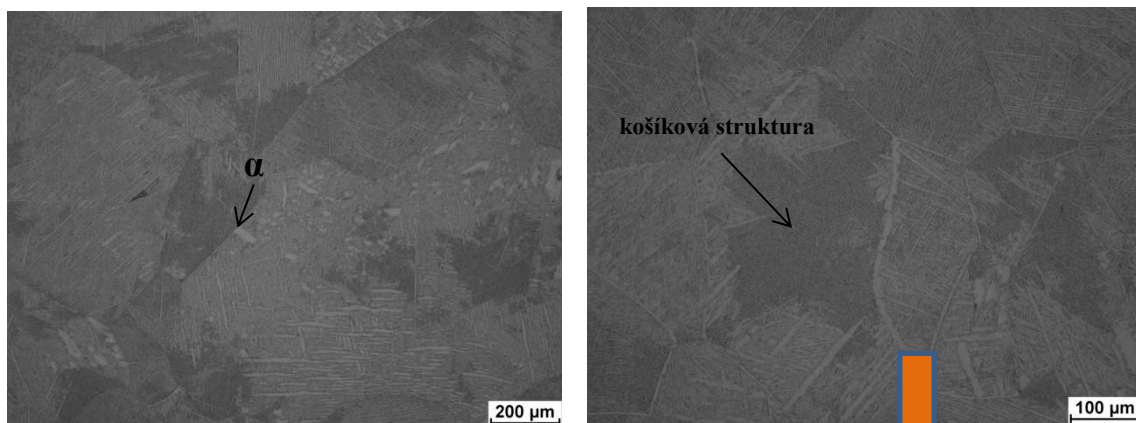
D3 1035°C/30'/pec



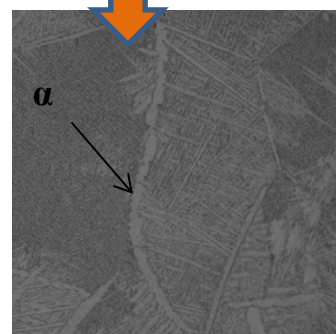
Obr. 6.14: Struktura D3 (200x a 200x).

Při pomalém ochlazování v peci z oblasti nad teplotou fázové přeměny dochází k transformaci fáze β na plně lamelární strukturu. Po hranicích zrn se vyskytuje minoritní podíl α fáze.

E1 1035°C/30'/vzduch + 900°C/2h/vzduch

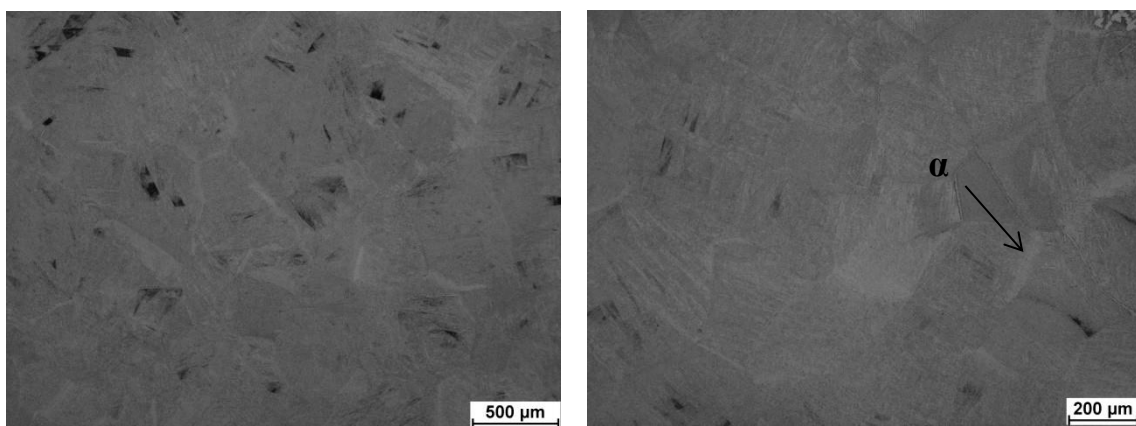


Obr. 6. 15: Struktura E1 (100x a 200x).



V mikrostruktuře pozorována převážně transformovaná β (košíková morfologie), zhrublá fáze α po hranicích zrn (α obálka) a také malé množství globulární fáze α uvnitř původního martenzitu.

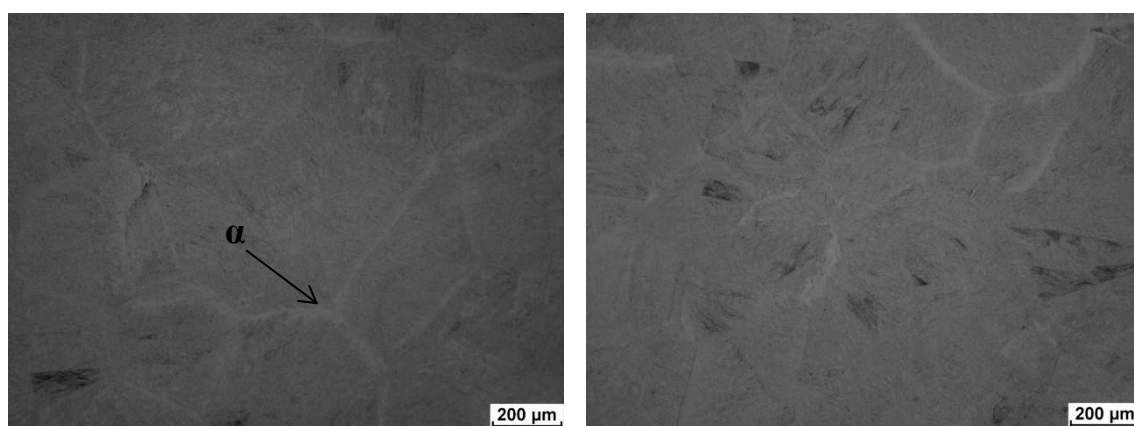
E2 1035°C/30'/vzduch + 800°C/2h/vzduch



Obr. 6. 16: Struktura E2 (50x a 100x).

Mikrostruktura tvořena převážně transformovanou β (košíková morfologie) a α obálkami po hranicích zrn.

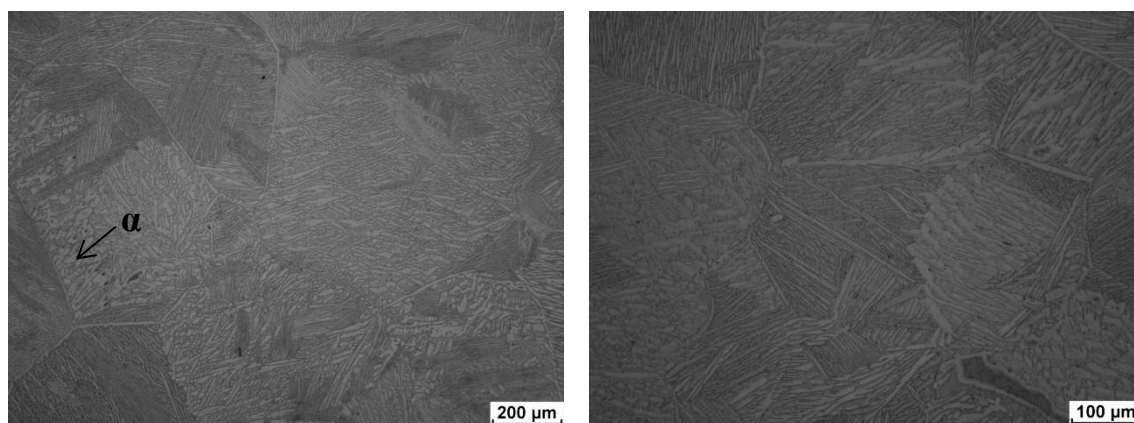
E3 1035°C/30'/vzduch + 730°C/2h/vzduch



Obr. 6. 17: Struktura E3 (100x a 100x).

Obdobně jako u E2 je mikrostruktura tvořena převážně transformovanou fází β (košíková morfologie) a po hranicích zrn tvořící se α obálkou.

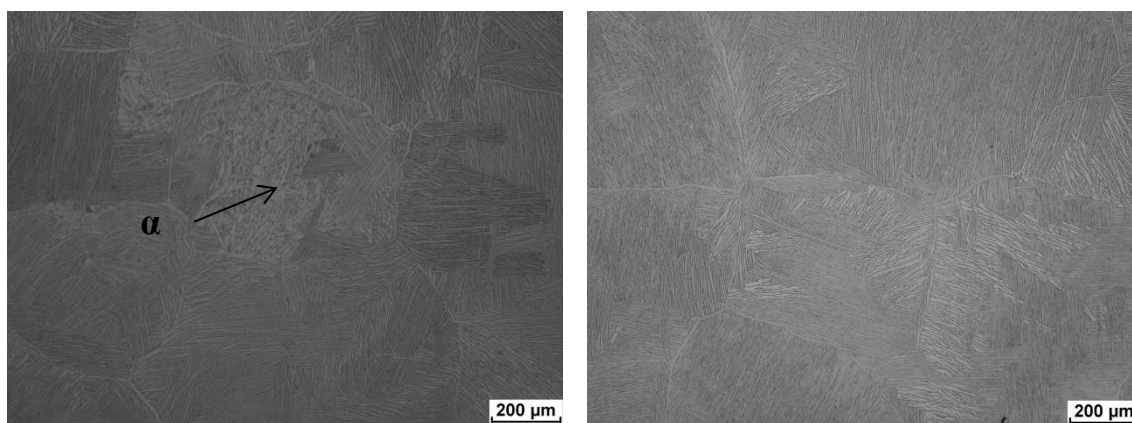
F1 1035°C/30'/pec + 900°C/2h/vzduch



Obr. 6. 18: Struktura F1 (100x a 200x).

Mikrostruktura tvořena převážně transformovanou fází β (lamelární struktura) a malým množstvím globulární fáze α vzniklé uvnitř lamelární struktury.

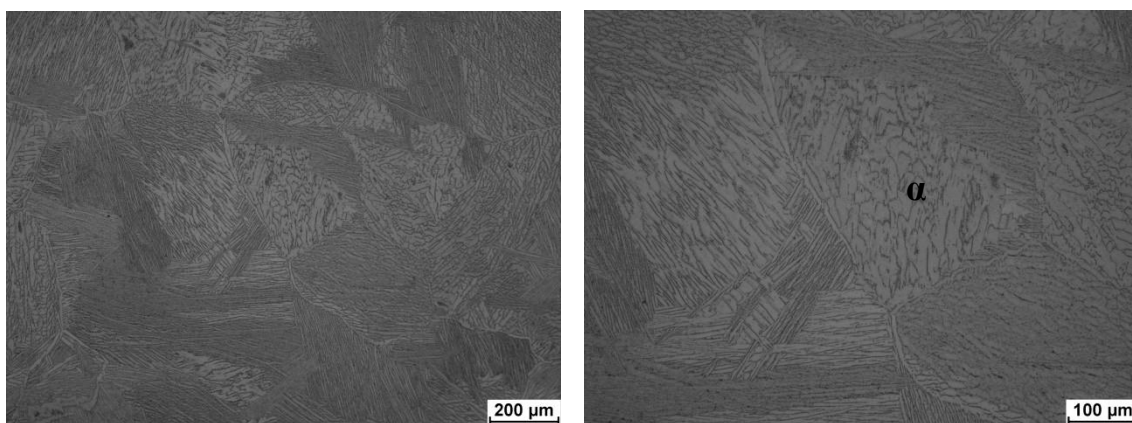
F2 1035°C/30'/pec + 800°C/2h/vzduch



Obr. 6.19 Struktura F2 (100x a 100x).

Obdobně jako u vzorku F1 je struktura převážně lamelární s malým množstvím globulární fáze α vzniklé uvnitř lamel.

F3 1035°C/30'/pec + 730°C/2h/vzduch

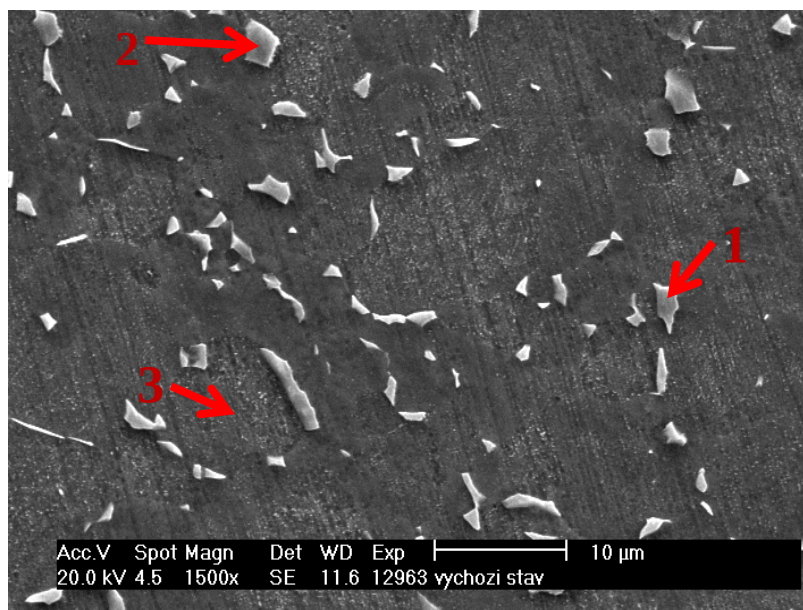


Obr. 6.20 Struktura F3 (100x a 200x).

V mikrostruktuře je stejně jako u vzorku F1 a F2 pozorována lamelární struktura a globulární fáze α , přičemž zastoupení fáze α je oproti předešlým vzorkům F1 a F2 nepatrně vyšší.

Výsledky EDS

Výchozí stav ("Mill annealed")



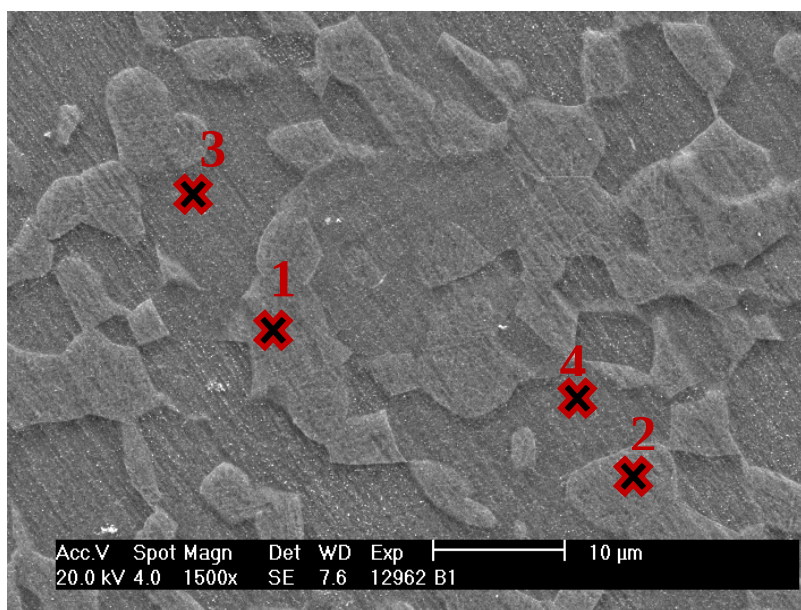
Obr. 6.21: "Mill annealed" (1500x).

Tab. 6.1 Výsledky chemické analýzy "Mill annealed".

bod	Ti [hm. %]	Al [hm. %]	V [hm. %]
1 (β)	81,44	4,40	14,16
2 (β)	86,31	5,76	7,93
3 (α)	90,40	7,18	2,42
<u>plošná analýza</u>	<u>88,37</u>	<u>7,59</u>	<u>4,05</u>

Na výsledcích analýzy můžeme sledovat již zmíněný přerozdělovací efekt legujících prvků do jednotlivých fází. Tento efekt je nejvýraznější v bodě 1, kdy je fáze β značně obohacena o vanad (14 hm. %). V bodě 2 nebyl pozorován tak výrazný přerozdělovací efekt vanadu do fáze β jako u 1 a to patrně z důvodu, že při analýze byla zčásti detekována také matrice. V matrici α (bod 3) je naopak z důvodu horší rozpustnosti vanadu v α fázi obsah toho prvku menší.

B1



Obr. 6.22: B1 (1500x).

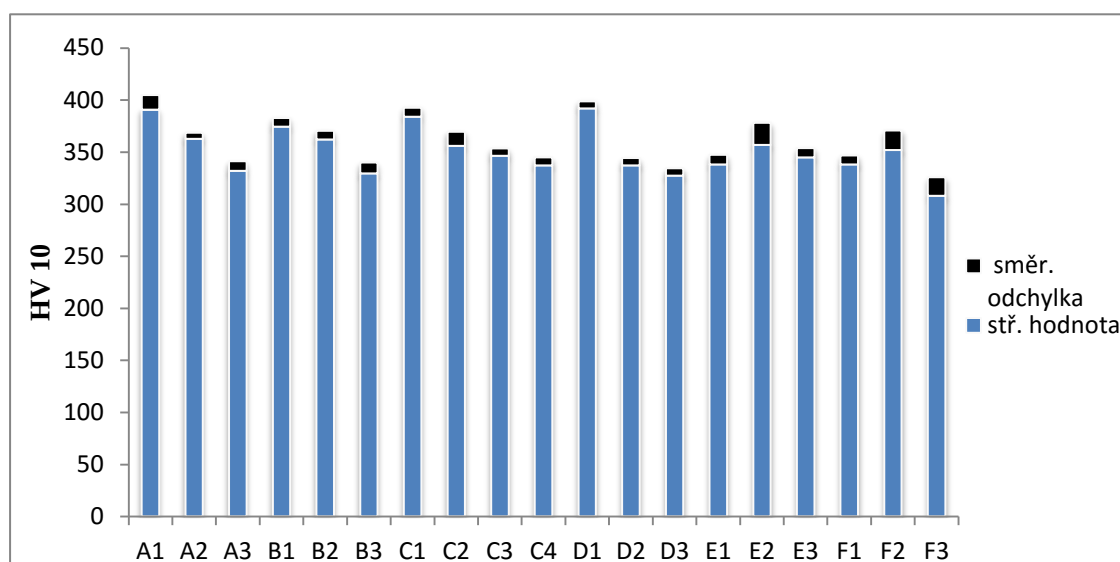
Tab. 6.2 Výsledky chemické analýzy B1.

bod	Ti [hm. %]	[Al hm. %]	[V hm. %]
1	88,76	6,18	5,06
2	88,85	6,50	4,65
3 (α)	90,41	7,57	2,02
4 (α)	90,11	7,55	2,34
plošná analýza	89,20	6,98	3,82

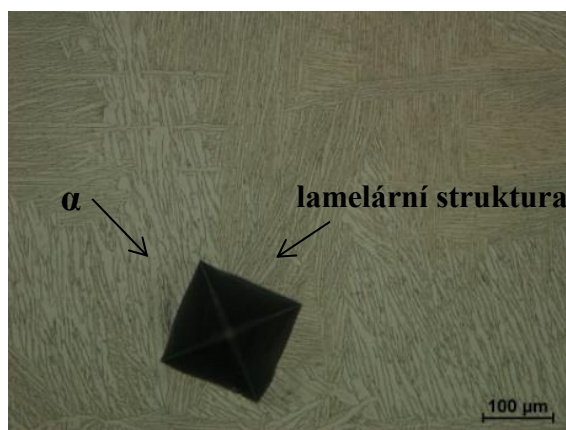
Vzorek B1 byl kalen z teploty 940°C, kde podstatně převládá podíl fáze β nad fází α . Rozložení hliníku a vanadu mezi jednotlivé fáze odpovídá podílu jednotlivých fází, které se za této teploty vyskytují. Z důvodu podstatně vyššího podílu fáze β bude přerozdělovací efekt výraznější v α fázi. Po zakalení, během něhož už k přerozdělování prvků nedochází, je původní fáze β (martenzit) pouze mírně obohacena o vanad (body 1 a 2). Naopak v α fázi (body 3 a 4) lze pozorovat relativně výrazný pokles obsahu vanadu a mírný nárůst obsahu hliníku oproti průměrnému chemickému složení.

Hodnocení výsledků naměřené tvrdosti

Na grafu na obrázku 6.23 jsou vyneseny střední hodnoty tvrdosti jednotlivých vzorků a také směrodatné odchylky od těchto středních hodnot. Na některých vzorcích byly zaznamenány výraznější odchylky hodnot tvrdosti, což bylo pravděpodobně zapříčiněno heterogenitou struktury. Na obrázku 7.24 je vidět, že vpich při měření tvrdosti zasahuje z větší míry do oblasti výskytu fáze α , která se od lamelární struktury liší svou tvrdostí.



Obr. 6.23: Grafické znázornění naměřených hodnot tvrdosti.



Obr 6.24: Příčina velkého rozptylu tvrdosti. (200x).

7 Diskuze

Metalografickou analýzou a měřením tvrdosti bylo potvrzeno, že tepelné zpracování slitiny Ti6Al4V má významný vliv na její mikrostrukturu a hodnoty tvrdosti.

Po rychlém ochlazení do vody z fázové oblasti β je výsledná mikrostruktura tvořena výhradně martenzitem. Typ martenzitu je určen především teplotou a výdrží na rozpouštěcí teplotě [13]. Dlouhá výdrž na rozpouštěcí teplotě vede k homogenizaci v rozložení vanadu. V takovém případě ve struktuře převládá jehlicovitý martenzit. V případě, že je výdrž na rozpouštěcí teplotě kratší, je struktura tvořena směsí jehlicovitého a deskového martenzitu. Při kalení do oleje je ve struktuře zachováno také malé množství fáze β , popř. po ochlazení na vzduchu část fáze β může transformovat na košíkovou strukturu. Při pomalejších rychlostech ochlazení je fáze β transformována na košíkovou anebo při velmi pomalém ochlazení na lamelární strukturu, což je ve shodě s literaturou [1, 3, 13]. S rostoucí rychlostí ochlazení, tedy se změnou morfologie struktury od struktury lamelární ke struktuře martenzitické, roste výsledná tvrdost až o 60 HV 10. Analogické změny tvrdosti v případě oceli by byly podstatně větší.

Po rychlém ochlazení z fázové oblasti $\alpha+\beta$ je výsledná mikrostruktura tvořena martenzitem, malým množstvím globulární fáze α a zachovalé fáze β . Množství globulární fáze α roste s klesající rychlostí ochlazení. Při pomalejší rychlosti ochlazení vzniká duplexní typ mikrostruktury tvořený globulární α fází a transformovanou fází β (košíková struktura). Tento poznatek je v souladu s literaturou [1]. Obdobně jako při ochlazení z fázové oblasti β , i zde s rostoucí rychlostí ochlazení roste výsledná tvrdost.

Po kalení a následném stárnutí na teplotách 480°C a 580°C byl pozorován po stárnutí na teplotě 480°C mírný nárůst tvrdosti (vzorek C1) zapříčiněný pravděpodobně rozpadem martenzitu a tvorbou precipitátu. Podle literatury [1] dochází k vytvrzení v rozmezí teplot 480-595°C, avšak v našem případě při stárnutí na teplotě 580°C nebyl efekt vytvrzení pozorován, naopak výsledná tvrdost po stárnutí byla nepatrně nižší. Při stárnutí duplexní mikrostruktury (vzorky C3 a C4) na 480°C byl opět pozorován vytvrzovací efekt, pravděpodobně zapříčiněný tvorbou precipitátu Ti_3Al . Tento efekt byl pozorován také při stárnutí na 580°C, avšak při těchto teplotách by k tvorbě precipitátu dle literatury [15] docházet nemělo. Patrně nehomogenní struktura vedla k vysokým rozptylům hodnot tvrdosti.

Rychlé ochlazení na vzduchu z fázové oblasti β , kdy je struktura tvořena převážně martenzitem a následné žíhání v oblasti $\alpha+\beta$, vede ke tvorbě košíkové struktury s obálkami α fáze po hranicích zrn. V původním martenzitu může při vyšších žíhacích teplotách docházet k tvorbě globulární fáze α . Výskyt globulární fáze α v původním martenzitu se při nižších žíhacích teplotách nepodařilo potvrdit. Se snižující se žíhací

teplotou množství fáze α ve struktuře narůstá. Podle literatury [15] by v takovém případě měla tvrdost klesat, avšak toto tvrzení nebylo našim měřením potvrzeno.

Pomalé ochlazování v peci z fázové oblasti β a následné žihání v oblasti $\alpha + \beta$ vede jednak ke tvorbě globulární fáze α ve struktuře a při žihání na teplotách 900°C a 800°C také ke zvyšování tvrdosti. Zvýšená tvrdost je patrně zapříčiněna vytvrzením lamel β jemnou deskovitou fází α (bi-lamelární struktura). Při žihání na teplotě 730°C nebyl tento vytvrzovací efekt pozorován, z čehož plyne, že za těchto teplot k precipitaci deskovité fáze α nedochází. Tato tvrzení jsou ve shodě s literaturou [15]. Nižší žihací teploty vedou ke zvyšování objemového podílu fáze α ve struktuře. Tvrzení se shoduje s literaturou [1].

Metodou EDS byl potvrzen přerozdělovací efekt legujících prvků mezi jednotlivé fáze, kdy se α stabilizátor hliník více koncentruje ve fázi α a naopak β stabilizátor vanad se více koncentruje ve fázi β , přičemž koncentrace jednotlivých prvků v obou fázích závisí i na jejich obsahu. Největší přerozdělovací efekt byl pozorován u vanadu, jehož koncentrace ve fázi β dosahovala až 14 hm. %. Porovnáno a potvrzeno s prací [13].

8 Závěr

Ze slitiny Ti6Al4V bylo připraveno několik vzorků, které byly následně tepelně zpracovány a poté byla hodnocena jejich mikrostruktura a tvrdost. Z následného vyhodnocení výsledků jsme došli k následujícím závěrům.

- Nejvýznamnější vliv na konečnou mikrostrukturu má především rychlost ochlazování, výška ohřevu a výdrž na rozpouštěcích teplotách, popřípadě předchozí tepelné zpracování.
- S rostoucí rychlostí ochlazování z fázové oblasti β dochází ke změně morfologie od lamelární až po martenzitickou, přičemž výsledná tvrdost je přímo úměrná rychlosti ochlazování. Výdrž na rozpouštěcích teplotách určuje typ martenzitu.
- S klesající rychlosti ochlazování z fázové oblasti $\alpha+\beta$ se morfologie mění od martenzitické až po duplexní. I zde je výsledná tvrdost přímo úměrná rychlosti ochlazování.
- Stárnutí martenzitu za teplot 480°C způsobuje mírné vytvrzení. U stárnutí na vyšších teplotách nebyl vytvrzovací efekt pozorován.
- U duplexních mikrostruktur dochází vlivem stárnutí k mírnému nárůstu tvrdosti zapříčiněné tvorbou precipitátu Ti_3Al .
- Žíhání struktury tvořené z převážné míry jehlicovitým martenzitem vede ke tvorbě košíkové struktury s α obálkami po hranicích zrn.
- Žíhání lamelární struktury za teplot nad 800°C vede k vytvrzení v důsledku vzniku sekundární deskovité α fáze. Při nižších teplotách k vytvrzení nedochází, avšak roste objemový podíl globulární α fáze ve struktuře.
- Analýzou chemického složení byl potvrzen přerozdělovací efekt legujících prvků do jednotlivých fází, přičemž nejvíce se tento efekt projevil koncentrací vanadu ve fázi β po pomalém ochlazování v peci z teplot 700-790°C.

9 Seznam použité literatury

- [1] DONACHIE, Matthew J. *Titanium: a technical guide*. 2nd ed. Materials Park, OH: ASM International, c2000. ISBN 08-717-0686-5.
- [2] PTÁČEK, Luděk, et. al. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002. ISBN 80-7204-248-3.
- [3] LÜTJERING, G. a J. C. WILLIAMS. *Titanium*. New York: Springer, c2003. Engineering materials. ISBN 3540429905.
- [4] Periodic table. *Royal society of chemistry* c2016 [online]. [cit. 2016-05-22]. Dostupné z: <<http://www.rsc.org/periodic-table>>
- [5] Výskyt prvků v zemské kůře. *Periodická tabulka* [online]. c2009-2016 [cit. 2016-05-25]. Dostupné z: <<http://www.prvky.com/zemska-kura.html>>
- [6] ZHANG, Wensheng, Zhaowu ZHU a Chu Yong CHENG. A literature review of titanium metallurgical processes. *Hydrometallurgy*. 2011, vol. 108, 3-4, s. 177-188. DOI: 10.1016/j.hydromet.2011.04.005.
- [7] Titanium industries. *Titanium exposed*. ©2009-2013 [online]. [cit. 2016-05-22]. Dostupné z: <<http://www.titaniumexposed.com/titanium-industries.html>>
- [8] Products. *Osaka Titanium Technologies*. [online].[cit. 2016-05-22]. Dostupné z: <<http://www.titaniumresourcecenter.org/48405/OSAKA-Titanium-Technologies-Co-Ltd>>
- [9] LIU, Songli. A Study of Preparation of Titanium Metal by the Electrochemical Reduction of Titanium Dioxide in Molten Salt. *Procedia Earth and Planetary Science* [online]. Elsevier B.V, 2011, vol. 2, s. 1-6 [cit. 2016-05-20]. DOI: 10.1016/j.proeps.2011.09.001. ISSN 1878-5220.
- [10] *Handbook of Advanced Materials*. Hoboken, NJ, USA: John Wiley, 2004. DOI: 10.1002/0471465186. ISBN 9780471454755
- [11] BOYER, R.R. An overview on the use of titanium in the aerospace industry. *Materials Science & Engineering A*[online]. Elsevier B.V, 1996, vol. 213(1), s. 103-114 [cit. 2016-05-14]. ISSN 0921-5093.
- [12] LOSERTO VÁ, Monika. *Progresivní materiály: učební text*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2012. ISBN 978-80-248-2575-5.
- [13] PEDERSON, Robert. *Microstructure and Phase Transformation of Ti-6Al-4V*. Luleå, 2002. Licentiate thesis. Luleå University of Technology, Division of Engineering Materials. Vedoucí práce Prof. Richard Warren.

- [14] AHMED, T. a H.J. RACK. Phase transformations during cooling in $\alpha + \beta$ titanium alloys. *Materials Science & Engineering A* [online]. Elsevier B.V, 1998, vol. 243(1), s. 206-211 [cit. 2016-05-20]. DOI: 10.1016/S0921-5093(97)00802-2. ISSN 0921-5093
- [15] LÜTJERING, G. Influence of processing on microstructure and mechanical properties of ($\alpha + \beta$) titanium alloys. *Materials Science & Engineering A* [online]. Elsevier B.V, 1998, vol. 243(1), s. 32-45 [cit. 2016-05-17]. DOI: 10.1016/S0921-5093(97)00778-8. ISSN 0921-5093
- [16] SIENIAWSKI, J., et al. Microstructure and mechanical properties of high strength two-phase titanium alloys. *Titanium Alloys-Advances in Properties Control*, 2013, s. 69-80.
- [17] T.V. RAJAN, C.P. SHARMA AND ASHOK SHARMA., T.V. Rajan, C.P. Sharma and Ashok Sharma. *Heat treatment: principles and techniques*. 2nd ed. New Delhi: PHI Learning, 2012. ISBN 978-812-0340-954.
- [18] HERRING, Daniel. Heat Treatment of Titanium Alloys. *Industrial Heating* [online]. Troy: BNP Media, 2013, vol. 81(2), 18 [cit. 2016-05-20]. ISSN 00198374.
- [19] VOJTĚCH, Dalibor. *Kovové materiály*. 1. vyd. Praha: VŠCHT, 2006. ISBN 80-7080-600-1.
- [20] Technical Datasheet. *Carpenter. 2000* [online]. [cit. 2016-05-22]. Dostupné z: <<http://cartech.ides.com/datasheet.aspx?i=101&E=269>>
- [21] Titan Specifications. *Titan Engineering*. [online]. [cit. 2016-05-22]. Dostupné z: <http://www.titanium.com.sg/titanium_materials.html>
- [22] Titanium Road Frame. *Titanium Bike Frame*. [online]. [cit. 2016-05-22]. Dostupné z: <<http://www.titanium-bike-frame.com/titanium-road-frame.html>>
- [23] Arcam AB. *Ti6Al4V Titanium alloy*. [online]. [cit. 2016-05-22]. Dostupné z: <<http://www.arcam.com/wp-content/uploads/Arcam-Ti6Al4V-Titanium-Alloy.pdf>>
- [24] Kyčel. *Zimmer* [online]. ©2014-2015 [cit. 2016-05-22]. Dostupné z: <<http://www.zimmerczech.cz/cs-CZ/hcp/hip/product/ml-taper.jsp>>
- [25] Metalografická preparace titanu. *Struers*. [online]. ©2016 [cit. 2016-05-22]. Dostupné z: <http://www.struers.com/default.asp?top_id=5&main_id=24&sub_id=185&doc_id=855>
- [26] Foret, R. Ústní sdělení. [2016-05-19]

Seznam obrázků

Obr. 2.1: Vliv nečistot na mechanické vlastnosti titanu.[1].....	5
Obr. 2.2: Základní krystalografické modifikace.[3].	6
Obr. 2.3: Schéma výroby titanu Krollovým procesem.[6]	7
Obr. 2.4: Titanová houba.[7].	8
Obr. 3.1: Vliv přísadových prvků na tvar binárních diagramů Ti-X.[2].	9
Obr. 3.2: Schématické znázornění vlivu legujících prvků na strukturu a mechanické vlastnosti.[1]	11
Obr. 4.1: Nukleace a růst α lamel na hranicích zrn β , při ochlazování z fázové oblasti β . [1].....	12
Obr. 4.2: Fázový diagram zobrazující závislost podílu fáze α na teplotě.[1]	14
Obr. 4.3: Hlavní parametry lamelární mikrostruktury: D - velikost primárního zrna β , d - velikost kolonie α , t – šířka lamel α . [16].....	15
Obr. 4.4: Vliv rychlosti ochlazování z fázové oblasti β na mez kluzu a houževnatost plně lamelární struktury.[15]	16
Obr. 4.5: Schéma vytvrzování Ti6Al4V.[19]	18
Obr. 4.6: Součásti vyrobené z Ti6Al4V: a) lopatky plynové turbíny, b) odlitek rámu ventilátoru c) nádoba pro skladování chemikálií d) rám kola e) převodovka závodního automobilu f) kyčelní endoprotéza.[1][3][22][23][24]	19
Obr. 6.1: Výchozí stav struktury (500x a 1500x)	23
Obr. 6.2: Struktura A1 (100x a 500x).....	23
Obr. 6.3: Struktura A2 (200x a 500x).....	24
Obr. 6.4: Struktura A3 (200x a 500x).....	24
Obr. 6.5: Struktura B1 (200x a 500x).....	25
Obr. 6.6: Struktura B2 (200x a 1000x)	25
Obr. 6.7: Struktura B3 (200x a 500x)	26
Obr. 6.8: Struktura C1 (200x a 500x)	26
Obr. 6.9: Struktura C2 (500x a 1000x)	27

Obr. 6.10:Struktura C3 (500x a 1000x)	27
Obr. 6.11:Struktura C4 (500x a 1000x)	28
Obr. 6.12:Struktura D1 (200x a 200x)	28
Obr. 6.13: Struktura D2 (100x a 200x)	29
Obr. 6.14:Struktura D3 (200x a 200x)	29
Obr. 6.15:Struktura E1 (100x a 200x)	30
Obr. 6.16: Struktura E2 (50x a 100x)	30
Obr. 6.17:Struktura E3 (100x a 100x)	31
Obr. 6.18: Struktura F1 (100x a 200x).....	31
Obr. 6.19:Struktura F2 (100x a 100x).....	32
Obr. 6.20: Struktura F3 (100x a 200x).....	32
Obr. 6.21: "Mill annealed" (1500x).	33
Obr. 6.22: : B1 (1500x).....	34
Obr. 6.23: : Grafické znázornění naměřených hodnot tvrdosti.....	35
Obr. 6.24: Příčina velkého rozptylu tvrdosti. (200x).....	35

Seznam tabulek

Tab. 2.1: Porovnání vybraných vlastností čistého titanu a železa.[4][5].....	6
Tab. 4.1: Tab. 4.1 Vliv rozdílné mikrostruktury na mez kluzu.[15].....	16
Tab. 4.2. Vliv TZ na výslednou mikrostrukturu.[12]	18
Tab. 5.1: Chemické složení [hm%].	20
Tab. 5.2 Mechanické vlastnosti	20
Tab. 5.3: Použité druhy tepelného zpracování.....	21
Tab. 6.1 Výsledky chemické analýzy “Mill annealed“.	33
Tab. 6.2 Výsledky chemické analýzy B1.	34