



**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

**PŘÍPRAVA A ANALÝZA EXPERIMENTÁLNÍ  
ŽÁRUPEVNÉ SLITINY**

PREPARATION AND ANALYSIS OF EXPERIMENTAL REFRACTORY ALLOY

**DIPLOMOVÁ PRÁCE**

MASTER'S THESIS

**AUTOR PRÁCE**

AUTHOR

Bc. Roman Krupica

**VEDOUCÍ PRÁCE**

SUPERVISOR

doc. Ing. Vít Jan, Ph.D.

BRNO 2022



# Zadání diplomové práce

Ústav:	Ústav materiálových věd a inženýrství
Student:	<b>Bc. Roman Krupica</b>
Studijní program:	Materiálové inženýrství
Studijní obor:	bez specializace
Vedoucí práce:	<b>doc. Ing. Vít Jan, Ph.D.</b>
Akademický rok:	2021/22

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:

## **Příprava a analýza experimentální žárupevné slitiny**

### **Stručná charakteristika problematiky úkolu:**

Významnou skupinu žárupevných slitin tvoří slitiny na bázi niklu, které jsou zpevněné mnoha specifickými mechanismy od atomární úrovně až po koherentní a nekoherentní fáze a jejich rozhraní. Zadaný úkol představuje detailní analýzu experimentálně vyrobené slitiny na bázi Ni-Fe-Cr-Al-W systému.

### **Cíle diplomové práce:**

Na základě dříve provedených experimentů připravte a analyzujte slitinu na bázi Fe-Cr-Al-Ni-W. Proveďte mikrostrukturní analýzu litého stavu materiálu a zhodnoťte praktickou možnost perspektivního vývoje takového materiálu.

Navrhněte vhodné tepelné zpracování s cílem optimalizovat mikrostrukturu nebo určit teplotní stabilitu struktury.

### **Seznam doporučené literatury:**

- CALLISTER, W.D., 2000. Fundamentals of materials science and engineering (Vol. 471660817). London: Wiley.
- REED, R. C. The superalloys: fundamentals and applications. Cambridge university press; 2008 Jul 31.
- GEDDES, B.; Leon, H.; Huang, X. Superalloys: alloying and performance. Asm International; 2010.
- STEFANESCU, D. M. Science and engineering of casting solidification. Springer, 2015.

Termín odevzdání diplomové práce je stanoven časovým plánem akademického roku 2021/22

V Brně, dne

L. S.

---

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
ředitel ústavu

---

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

## ABSTRAKT

Tato diplomová práce je zaměřená na přípravu a primárně na analýzu experimentální žárupevné slitiny se složením Fe, Cr, W, Ni, Al, Ti. První, teoretická, část práce se zabývá problematikou žárupevných materiálů obecně. Druhá část práce, experimentální, je zaměřena na postup přípravy materiálu a jeho dílčí analýzy z hlediska tvrdosti, ale hlavně z hlediska struktury. Pro tyto analýzy byla použita světelná mikroskopie a rastrovací elektronový mikroskop, k analýze chemického složení byla využita energiově disperzní spektrometrie.

Dospělo se k výsledkům, že ve všech stavech v materiálu se ve struktuře náhodně vyskytují nitridy titanu v důsledku kontaminace dusíkem. V litém stavu se materiál jeví jako prakticky homogenní bez výrazných slévárenských vad. Na hranici zrn se vyskytuje rovnoměrná struktura populace Lavesovy fáze na bázi wolframu. Ve stavu po žíhání na 800 °C/1h se vytvořily ve struktuře malé, jemné a rovnoměrně rozmístěné precipitáty Lavesovy fáze společně s ještě menšími precipitáty intermetalické fáze pravděpodobně na bázi niklu a hliníku a zvýšilo se množství wolframu u Lavesovy fáze na hranicích zrn. Při žíhání na 1000 °C/5h došlo k výraznému zhrubnutí vyprecipitovaných částic Lavesovy fáze a ke znerovnoměrnění výskytu intermetalických precipitátů. Zároveň bylo v Lavesově fázi na hranicích zrn opět změřeno, oproti žíhání při nižší teplotě, větší množství wolframu.

### Klíčová slova

žárupevná slitina, experimentální slitina, strukturní analýza

## ABSTRACT

This thesis is focused on a preparation and especially on an analysis of an experimental Fe, Cr, W, Ni, Al, Ti refractory alloy. The first, theoretical, part of the work deals with refractory materials problematics in general. The second part of the work, experimental, is focused on the process of material preparation and its partial analyses in terms of hardness, but mainly in terms of structure. Light microscopy and scanning electron microscopy were used for these analyses, and energy dispersive spectrometry was used to analyze the chemical composition.

The achieved results in all material states indicate that titanium nitrides randomly occur in the structure due to the nitrogen contamination. In the cast state, the material appears to be almost completely homogeneous without any significant casting defects. At grain boundaries, there is a uniform structured Laves phase population based on tungsten. After annealing at 800 °C/1h small fine and evenly distributed precipitates of the Laves phase occur together with even smaller precipitates of an intermetallic phase probably based on nickel and aluminum. Also, the amount of tungsten in the Laves phase at the grain boundaries was increased. During annealing at 1000 °C/5h, the precipitation particles of the Laves phase significantly coarsened and the occurrence of the intermetallic precipitates became uneven. At the same time, the Laves phase at the grain boundaries was again found to have more tungsten in it.

### Key words

refractory alloy, experimental alloy, structural analysis



## **BIBLIOGRAFICKÁ CITACE**

KRUPICA, Roman. *Příprava a analýza experimentální žárupevné slitiny* [online]. Brno, 2022 [cit. 2022-05-20].

Dostupné z: <https://www.vutbr.cz/studenti/zav-prace/detail/141448>. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálových věd a inženýrství. Vedoucí práce doc. Ing. Vít Jan, Ph.D.

## PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že jsem tuto diplomovou práci na téma **Příprava a analýza experimentální žárupevné slitiny** vypracoval samostatně s použitím odborné literatury a pramenů uvedených v seznamu, který tvoří přílohu této práce.

V Brně dne 20. května 2022

.....  
Datum

\_\_\_\_\_  
Roman Krupica

## **PODĚKOVÁNÍ**

Tímto bych chtěl poděkovat panu doc. Ing. Vítu Janovi, Ph.D. za pomoc a vedení při mé diplomové práci. Dále bych chtěl také poděkovat Ing. Dině Kičmerové, Ph.D. a Mgr. Janu Čuperovi za fotografie z REM a analýzy EDS.

## OBSAH

ÚVOD .....	1
1 Obecná charakteristika žárupevných materiálů .....	2
1.1 Žárupevnost .....	2
1.2 Mechanismy zpevnění .....	3
1.2.1 Zpevnění tuhého roztoku .....	3
1.2.2 Precipitační zpevnění .....	4
1.2.3 Dislokační zpevnění .....	5
1.2.4 Zpevnění disperzí vnesených částic: .....	5
1.2.5 Zkoušení žárupevnosti .....	5
1.3 Požadavky kladené na žárupevné materiály .....	5
1.3.1 Obecně kladené požadavky na žárupevné materiály .....	6
1.3.2 Požadavky na odolnost proti creepu .....	6
1.4 Fázové složení žárupevných slitin .....	10
1.4.1 Karbidy .....	10
1.4.2 Karbonitridy .....	10
1.4.3 Lavesova fáze .....	11
1.4.4 Z-fáze .....	11
1.5 Strukturní stabilita .....	11
1.6 Přísadové prvky .....	13
1.7 Současné žárupevné materiály .....	14
1.8 Korozní odolnost .....	15
1.9 Modelování fázového složení .....	16
1.9.1 ThermoCalc .....	16
1.9.2 Metoda CALPHAD (Calculation of Phase Diagrams) .....	17
1.9.3 Podmřížkový fázový model .....	17
2 Experimentální část .....	19
2.1 Experimentální materiál .....	19
2.1.1 Slitina MA956 .....	19
2.1.2 Materiál WL10 .....	20
2.2 Finální materiál .....	20
3 Modelování fázového složení .....	21
3.1.1 Původní předpoklady .....	21
4 Metody analýzy .....	22
4.1 Metalografická analýza – tvorba vzorku .....	22
4.1.1 Dílčí kroky tvorby vzorku .....	22
○ Odebrání vzorku .....	22
○ Preparace vzorku .....	22
○ Broušení vzorku .....	23
○ Leštění .....	23
○ Leptání .....	23

---

4.2	Světelná mikroskopie .....	23
4.3	Rastrovací elektronová mikroskopie - REM.....	23
4.4	Měření tvrdosti.....	25
5	Průběh experimentu .....	26
5.1.1	Vzorky 1 a 2.....	26
5.1.2	Vzorky 3 a 4.....	26
6	Výsledky experimentu .....	27
6.1	Analýza chemického složení .....	27
6.1.1	Nežíhané vzorky 1 a 2.....	27
6.1.2	Žíhané vzorky 3 a 4 .....	27
6.2	Analýza světelným mikroskopem .....	28
6.2.1	Vzorek 1 .....	28
6.2.2	Vzorek 2 .....	29
6.2.3	Vzorek 3 .....	30
6.2.4	Vzorek 4 .....	31
6.3	Analýza tvrdosti .....	32
6.4	Analýza rastrovacím elektronovým mikroskopem .....	33
6.4.1	Vzorek 1 .....	33
6.4.2	Vzorek 2 .....	36
6.4.3	Vzorek 3 .....	37
6.4.4	Vzorek 4 .....	40
7	Diskuse .....	44
7.1	Dodatečné modelování vzhledem z analýze chemického složení.....	44
7.2	Základní odlitý stav.....	45
7.3	Stav po žíhání .....	45
7.4	Zhodnocení tvrdosti.....	46
7.5	Možnosti úpravy .....	46
	ZÁVĚR .....	48
	POUŽITÉ ZDROJE .....	50
	SEZNAM OBRÁZKŮ .....	53



## ÚVOD

Žárupevnost materiálu je schopnost materiálu dlouhodobě přenášet vnější namáhání za podmínek creepu bez vzniku deformací nebo lomu. Žárupevné slitiny jsou konstrukční materiály, které běžně pracují za teplot vyšších než 500 °C, právě v oblasti creepu. S tím jsou také spojeny požadavky kladené na tyto materiály.

Požadavků na tento typ materiálů je mnoho, ať už se jedná o dlouhodobou pevnost při tečení a o odolnost proti křehkému porušení nebo obecně korozní odolnost či odolnost proti agresivním vlivům prostředí. Základním požadavkem kladeným na úplně všechny žárupevné materiály je však zachování mechanických vlastností při vyšší teplotě. Celkově musí tyto materiály splňovat i určitá zdánlivě protichůdná kritéria.

Při vhodně zvoleném tepelném zpracování a legujících prvcích lze dostat materiál s možným využitím při vyšších teplotách s kombinací výše uvedených vlastností. Využití těchto materiálů je mnoho, například v energetických zařízeních jsou to kotle, parní a plynové turbíny, armatury. Další použití je v letectví pro letecké motory, v petro a karbochemii nebo v průmyslu přetváření surovin.

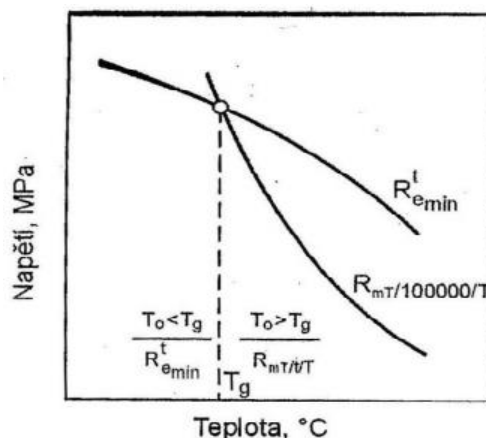
Technologický vývoj těchto materiálů je zaměřen hlavně na jejich využívání při vyšších až extra vysokých teplotách, což je spojeno například s vyšší účinností, nižší spotřebou paliva a s možným snižováním emisí. Výhodou je, že v dnešní době je možné u materiálů modelovat termodynamické struktury. To je oproti fyzickým experimentům velká úspora z hlediska času i financí. [1]

## 1 Obecná charakteristika žárupevných materiálů

Pro žárupevné materiály je důležitý pojem mezní teplota  $T_g$  (obr. 1). Touto teplotou se charakterizuje průsečík pevnostních charakteristik za zvýšené teploty, mez kluzu  $R_e$  a časová pevnost při tečení  $R_{mT}/t$ . [1, 2]

Žárupevnými oceli a slitinami jsou nazývány materiály používané při teplotách vyšších, než je mezní teplota  $T_g$ . Tyto materiály pracují v podmínkách creepu a charakterizuje je mez tečení nebo časová pevnost při tečení. Vysokou teplotou je pak nazývána mez, když už nejsou oceli schopny plnit kritéria žárupevnosti. Pro konstrukční prvky zatížené mechanicky i tepelně při teplotách kolem  $650\text{ }^\circ\text{C}$  je nutné používat slitiny niklu, superslitiny Fe, Co, Ni apod. namísto žárupevných ocelí. I když se momentálně uvažuje tato mez okolo  $650\text{ }^\circ\text{C}$ , v budoucnu ještě existuje možné navýšení těchto teplot vzhledem k technologickému pokroku. Například v letectví jsou při vývoji turbínových motorů žárupevné materiály velmi žádané a obecně platí stále vyšší požadavky na vývoj nových materiálů s vyšší životností a spolehlivostí. [1, 2, 3]

Žárupevné materiály mají celou škálu využití, včetně letectví, například v energetických zařízeních, petrochemickém průmyslu, vesmírných aplikacích. Některé z kladených požadavků těchto oborů umí plnit také keramiky a kompozity. Při aplikování materiálu s odolností vysokým teplotám materiál zaznamenává kombinaci působení napětí, vliv korozního prostředí a působení vysoké teploty. Proto jsou nutné také speciální vlastnosti jako je odolnost proti creepu či odolnost proti vysokoteplotní korozi, a zároveň schopnost tyto vlastnosti neztrácet i při dlouhodobém vystavení vysoké teplotě. [1, 3]



Obr. 1: Stanovení teploty  $T_g$  [1]

### 1.1 Žárupevnost

Žárupevností se obecně myslí soubor mechanických vlastností a materiálových charakteristik, jako jsou dlouhodobá pevnost při creepu, pevnost při tepelné i tepelně mechanické únavě, odolnost proti křehkému porušení za vyšší a vysoké teploty, plasticita. Vzhledem k možným odstávkám zařízení může být namáhání žárupevných materiálů nestacionární, k čemuž je nutné, aby měl materiál odpovídající vlastnosti i za pokojové teploty. To se týká zejména odolnosti proti křehkému porušení. [1, 3]

Rozhodnutí o vhodnosti materiálu pro vysokoteplotní aplikace však nenáleží pouze žárupevnosti, o životnosti materiálu rozhodují rovněž žáruvzdornost či odolnost proti korozi. Zcela zásadní vliv na žárupevnost mají zpevnění mřížky tuhého roztoku, neboť se tím způsobuje omezení difuzních pohybů a dislokačního skluzu. [1, 4]

## 1.2 Mechanismy zpevnění

Prodloužení creepové životnosti lze dosáhnout pomocí omezení pohybu hranic zrn a dislokací, čímž se prodlouží sekundární stádium creepu. Toto omezení je realizováno pomocí zpevnění materiálu. [3]

Obecně můžeme říct, že existuje hned několik hlavních mechanismů zpevnění. Jedná se o zpevnění tuhého roztoku substitučními atomy  $R_s$ , precipitační zpevnění  $R_p$ , dislokační zpevnění  $R_d$ . Dále existují další zpevňující mechanismy jako třecí napětí mřížky  $R_{p-n}$  či zpevnění disperzí vnesených částic  $R_{dp}$ . Zpevňující mechanismy rovněž musí vykazovat odolnost zvýšeným teplotám. [5]

$$R_p = f(\ell^{-1}) \quad (1)$$

$$R_s = f(x_\alpha) \quad (2)$$

$$R_d = f(\rho^{1/2}) \quad (3)$$

kde  $\ell$  ..... střední vzájemná vzdálenost částic vytvrzujících fází,  
 $x_\alpha$  ..... obsah legujících prvků rozpuštěných v tuhém roztoku,  
 $\rho$  ..... střední hustota dislokací.

### 1.2.1 Zpevnění tuhého roztoku

Tuhý roztok lze zpevnit pomocí dvou typů atomů, a to pomocí substitučních a intersticiálních atomů. Po jejich přidání se zvyšuje Pierls-Nabarrovo napětí, které je nutné k tomu, aby se dislokace mřížkou mohla pohybovat. Zásadní je pro zpevnění tuhého roztoku především to pomocí substitučních atomů, neboť intersticiální atomy mohou mít nízkou rozpustnost. S tím se pojí také role meze rozpustnosti. [6]

#### ○ Substituční zpevnění

Toto zpevnění způsobují prvky tvořící substituční tuhý roztok. Rozdílné atomové poloměry prvků v mřížce a substituentu způsobují zpevnění. Substituční atom v mřížce vyvolá její deformaci společně s deformací okolí, čímž se vytvoří překážka proti pohybu dislokace během creepu, navíc při pohybu dislokace mřížkou může docházet u substitučních atomů i k přiblížení. Vliv všech substitučních prvků na zpevnění je obecně považován za aditivní. Zpevnění také může být lokálně ovlivněno, například u svarů se substituční zpevnění mění v závislosti na chemickém složení, s tím také souvisí rovnoměrnost zpevnění, které souvisí s rovnoměrným rozložením substitučních prvků. Celkové substituční zpevnění není tak velké, protože substituční prvky bývají cíleně spotřebovány k tvorbě precipitátů. [6, 7]

Zpevnění materiálu je realizováno při dostatečném množství provedených substitucí, ačkoliv obsah substitučních atomů nesmí překročit mez rozpustnosti, jinak bude při pracovní teplotě docházet k vylučování fází s těmito prvky, což je pak spojeno s nižším zpevněním. Vhodnými prvky pro tento typ zpevnění jsou například wolfram nebo molybden. [3, 4, 8]

- Intersticiální zpevnění

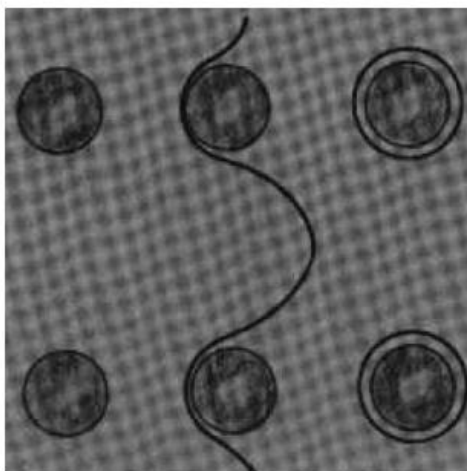
Jde o typ zpevnění podobný substitučnímu. Toto zpevnění vzniká, když se atomy s malými atomovými poloměry dostanou do meziuzlových poloh a v okolí intersticiálního atomu nastává distorze mřížky. [6, 7]

### 1.2.2 Precipitační zpevnění

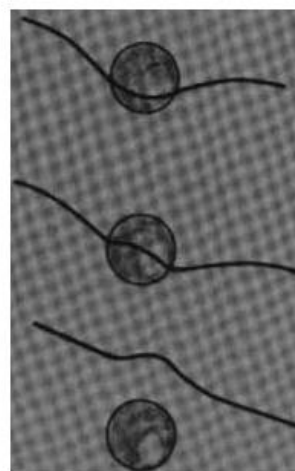
Tento typ zpevnění je naprosto zásadní ke zvýšení creepové odolnosti materiálu, neboť precipitáty mohou zamezovat creepu za vysokých teplot. Když se rozpadá přesycený tuhý roztok, tak dochází k precipitaci fází. Tyto fáze ve formě malých částic následně reagují s procházejícími dislokacemi. Částice dispergované v matici mají významný vliv na zpevnění, neboť je dislokace překonávají jen těžko, pokud vůbec. Dislokace jsou tak výrazně omezeny v pohybu. U částic záleží na jejich velikosti, tvaru a koherenci, podle toho se vzhledem k vnějšímu napětí uplatňuje jeden z níže popsaných mechanismů. [9, 10]

Pokud se jedná o precipitáty koherentní (obr. 3), tak je dislokace brzděna, ale částicí projde (Friedelův mechanismus). Pokud se jedná o nekoherentní precipitáty (obr. 2), tak existuje více způsobů interakce s dislokací. Buď je dislokace zachycena, nebo může šplhovým mechanismem obejít částici, nebo může dojít k tomu, že částice neprojde a vytvoří se dislokační smyčka okolo (Orowanův mechanismus). [3, 7]

Nejlepší zpevnění způsobují homogenně dispergované jemné precipitáty, naopak pokud jsou částice hrubší, tak je efekt zpevnění menší, což je způsobeno větší vzdáleností mezi jednotlivými částicemi. Pokud je materiál vystaven vysoké teplotě, tak kromě hrubnutí větších částic dochází u malých částic k rozpouštění, což opět způsobuje nižší zpevnění. V matici kromě precipitátů běžně zůstávají i rozpuštěné přísadové atomy, které mohou fungovat jako intersticiální, a substituční mohou připojit ke zpevnění. Dislokace navíc mohou být v pohybu omezeny i deformačními poli. [3, 6, 8]



Obr. 2: Průchod dislokace nekoherentní částicí [11]



Obr. 3: Průchod dislokace koherentním precipitátem [11]

### 1.2.3 Dislokační zpevnění

Zpevnění vzniká jako důsledek vzájemného působení volných dislokací a dislokačních sítí či shluků. Jednotlivé dislokace kolem sebe vyvolávají napětí, které následně brzdí pohybující se dislokace. S vyšší dislokační hustotou pak roste i úroveň zpevnění. [6, 7, 8]

### 1.2.4 Zpevnění disperzí vnesených částic:

Za jednu z výraznější mřížkových poruch lze označit rozhraní matrice-dispergovaná částice. Toto rozhraní k sobě přitahuje dislokace. Pokud dojde ke spojení rozhraní a dislokační čáry, tak klesá celková hodnota energie systému. Dislokace jsou potom v podstatě přichyceny a není snadné je oddělit od dispergovaných částic. Na podobném principu mohou v krystalu působit i kavity vnesené uměle. [3]

### 1.2.5 Zkoušení žárupevnosti

Jedná se o dlouhodobý proces, který se vyhodnocuje na základě velkého množství zkoušek tečení. Je však třeba brát ohled na chemické složení, způsob tepelného zpracování a varianty struktury. K predikování žárupevnosti se běžně používají dva typy zkoušek. [4]

- Zkouška tečení s měrnou deformací

Průběhy creepových křivek se měří pomocí speciálních extenzometrů a na osy se vynáší čas a deformace. Na základě měření se určí, vzhledem k času, tři pásma primárního, sekundárního a terciálního creepu. Tím se následně dá určit rychlost stacionárního creepu, což je pro žárupevnost zcela klíčové kritérium, a s využitím korelačních vztahů lze stanovit dobu do lomu, což nachází využití u určování zbývající životnosti komponent. Tento typ zkoušky je však oproti druhému typu mnohem dražší. [4]

- Zkouška tečení do lomu

V tomto případě se sleduje celková deformace a doba v okamžiku creepového lomu. Zkouška není příliš náročná, nicméně také neumožňuje sestavení křivky tečení. Pro vynesení výsledků jsou pak použity logaritmické souřadnice. Často se pro vyhodnocení výsledků používá extrapolace, neboť pro součásti s vysokou mezí pevnosti při tečení by se v reálném čase získávaly velmi obtížně. [4]

## 1.3 Požadavky kladené na žárupevné materiály

Obecně mohou strukturní činitele zásadně ovlivňovat průběh plastické deformace a zpevnění během zvýšené teploty. Teplota je v tomto případě tím nejdůležitějším faktorem, ačkoliv je u konečného poškození a deformace materiálu nutno brát do úvahy spolu s ní ještě další faktory.

Tím úplně nejzákladnějším požadavkem kladeným na všechny žárupevné oceli a slitiny je zachování mechanických vlastností při vyšší teplotě. Materiály využitelné pro zvýšené a vysoké teploty jsou často při práci vystaveny vysoce agresivním podmínkám. Jedním z příkladů může být spalovací plynová turbína, kde při hoření vznikají spaliny a teplota prostředí v prostoru lopatek je vyšší než 1600 °C. Navíc jsou v atmosféře v turbíně přítomny prvky jako fosfor a síra a ve spalinách se pak vyskytuje kyslík, prach a soli ve formě roztavených částic. Použitý materiál tedy musí být takový, aby dokázal splnit kritéria odolnosti creepovému a únavovému porušení, a zároveň musí dobře odolávat korozi, oxidaci i erozi. Dalším problémem je kromě vlastní odolnosti materiálů také odolnost svarů při zvýšené teplotě, neboť musí v daném stavu vydržet i několik let. [1, 3, 12]

### 1.3.1 Obecně kladené požadavky na žárupevné materiály

- vysoká dlouhodobá pevnosti při tečení
- vysoká mez kluzu a pevnost v tahu
- dobrá tvárnost, tažnost, odolnost proti křehkému porušení
- vysoká odolnost proti tepelné a tepelně-mechanické únavě
- stabilita struktury a vlastností
- nízká náchylnost k poklesu zpevnění a provozní křehkosti
- dobrá žáruvzdornost a korozní odolnost (v prostředí spalin a vodní páry)
- odolnost proti cyklickým změnám teploty a napětí

Nejvýhodnějšími žárupevnými vlastnostmi disponují materiály s kovalentními vazbami a kovy s mřížkou BCC. Kromě toho však o žárupevných vlastnostech rozhodují fyzikální, chemické, strukturní a provozní faktory. [1, 12, 13]

### 1.3.2 Požadavky na odolnost proti creepu

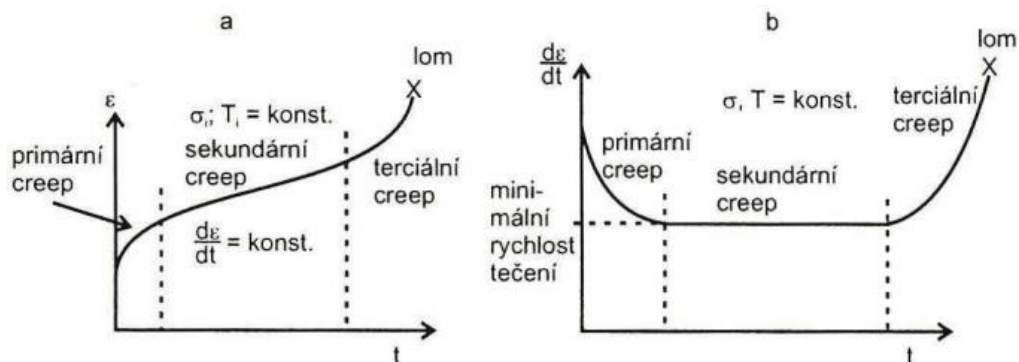
Deformace při creepu vzniká na základě pohybu hranic zrn a dislokací. Při creepu s rostoucím napětím klesá hustota dislokací a dochází k růstu hranic zrn. Hranice zrn jsou tvořeny sítí dislokací a fungují jako tvrdší oblasti. Čím menší je velikost zrna, tím větší podíl budou tvořit tyto tvrdší oblasti, a díky tomu bude creepová pevnost vysoká. Aby byla při zvýšené teplotě během zatížení vysoká creepová pevnost zajištěna, je nezbytné, aby velikost zrna byla malá a dislokační hustota vysoká. Vyšší hodnoty žárupevnosti mohou být dále dosaženy vhodným tepelným zpracováním či změnou chemického složení. [8, 13]

- Creep

Creepem se označuje deformace za vysokých teplot. Tento pojem je také spojený s poměrem provozní teploty a teploty tavení, který se nazývá homologická teplota. Když je materiál vystaven stálému napětí při homologické teplotě vyšší než 0,3, dochází u něj k nárůstu deformace v čase, i když se napětí nezvyšuje. Napětí, které za zvýšené teploty způsobuje deformaci, má hodnotu výrazně nižší, než je mez kluzu materiálu. Mimo niklových superslitin, kde hodnota homologické teploty může dosahovat až 0,75, se běžně nepoužívají materiály s hodnotou vyšší než 0,5. [2, 3]

▪ Creepová křivka

Tato křivka (obr. 4 (a)) vyjadřuje chování materiálu při creepu. Je rozdělena do čtyř oblastí, které jsou popsány níže. S ní také souvisí závislost creepové rychlosti na čase (b).



Obr. 4: Creepová křivka (a), rychlost creepu v závislosti na čase (b) [6]

❖ úsek elastické deformace

Počáteční elastická deformace  $\epsilon_{el}$  s napětím nižším, než je mez kluzu, je nezávislá na čase. V průběhu celkové deformace zůstává velikost elastické deformace konstantní. Její velikost lze získat z Hookova zákona (rovnice 4). [3, 10, 14]

$$\sigma = E_T \cdot \epsilon_{el} \rightarrow \epsilon_{el} = \frac{\sigma}{E_T} \quad (4)$$

kde  $\sigma$  ..... působící zatížení,  
 $E_T$  ..... modul pružnosti v tahu při dané teplotě T.

❖ úsek primárního creepu

Na první úsek navazuje úsek primárního creepu, nebo také přechodové stádium, které se vyznačuje poklesem rychlosti tečení. Tento pokles je způsoben deformačním zpevněním. V materiálu dochází k nárůstu počtu dislokací, které si však navzájem brání v pohybu. Deformace v tomto stádiu je na úrovni zhruba 1 %. S nárůstem množství dislokací také roste množství zotavených dislokací pomocí mechanismů anihilace nebo šplhání. Celková deformace v primárním stádiu je vyjádřena rovnicí 5. [3, 10, 14]

$$\epsilon = \epsilon_{el} + B \cdot t_1^n \quad (5)$$

kde  $B, n$  ..... materiálové konstanty,  
 $t_1$  ..... doba průběhu deformace během primárního creepu.

❖ úsek sekundárního creepu

Druhé stádium, sekundární creep, se vyznačuje tím, že se postupně vyrovná počet vznikajících a zanikajících dislokací, čímž teoreticky dojde k rovnováze mezi zpevňováním a zotavováním a jedná se o tzv. ustálený creep. Jedná se o nejdelší časové stádium a představuje většinu životnosti součásti. V tomto stádiu většinou dochází ke strukturním změnám. Rovnice 6 vyjadřuje závislost rychlosti sekundárního creepu a působícího napětí při dané teplotě. [3, 10, 14]

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = C \cdot \sigma^m, \quad (6)$$

kde  $C, m$  ..... materiálové konstanty,

❖ úsek terciárního creepu

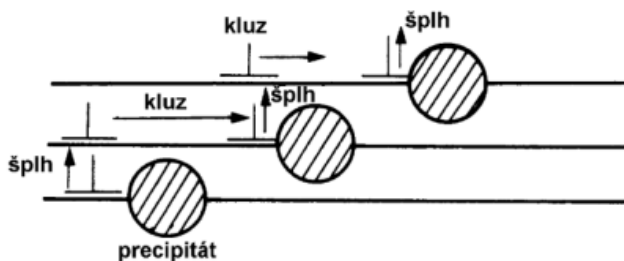
Třetí stádium, terciární creep, se vyznačuje tím, že dochází uvnitř materiálu k velké deformaci, což vede ke zúžení součásti a velkému skoku v rychlosti deformace. Toto stádium končí lomem. Deformace v tomto stádiu je popsána rovnicí 7. [3, 10, 14]

$$\varepsilon_{III} = K(\sigma, T) \cdot (t_{III} - t_{II})^{4/3} \quad (7)$$

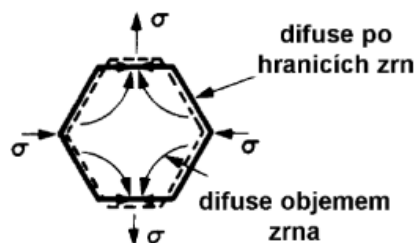
kde  $K(\sigma, T)$  ..... empirická funkce,  
 $t_{III}$  ..... doba do lomu

▪ Creepové mechanismy

Nejvýznamnějšími mechanismy jsou difuzní creep a dislokační creep. Oba tyto mechanismy závisí na difuzi, teplotě a velikosti vnějšího napětí.



Obr. 5: Dislokační creep [15]



Obr. 6: Difuzní creep [15]

V případě dislokačního creepu (obr. 5) záleží hlavně na napětí. Aby u dislokací došlo ke skluzu, napětí musí být dostatečně velké pro překonání třecího napětí mřížky a napětí vyvolané překážkami. Dislokace mohou být uvolněny difuzí atomů, což umožní šplh a snazší plastickou deformaci. [15, 16] Difuzní creep (obr. 6) funguje tak, že difuzí dochází k přemístění vakancí z oblastí, ve kterých působí tlakové napětí do oblastí, kde působí tahové napětí, a tím nastává přesun materiálu. Zrna se natahují ve směru tahového napětí, což má za následek trvalou creepovou deformaci. [15, 16]

Při Nabarro-Herringově creepu probíhá skrz krystalovou mřížku difuze vakancí. Tento typ creepu je popsán rovnicí 8, která určuje jeho rychlost. [15]

$$\dot{\epsilon} = \frac{\sigma}{d^2} \quad (8)$$

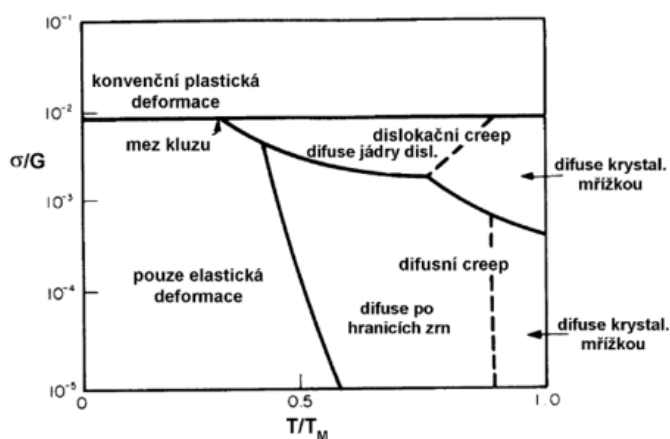
kde  $\sigma$  ..... působící zatížení,  
 $d$  ..... průměr zrna.

Při Cobbleově creepu probíhá podél hranic zrn difuze atomů. Tento typ creepu je popsán rovnicí 9, která určuje jeho rychlost. [15]

$$\dot{\epsilon} = \frac{\sigma}{d^3} \quad (9)$$

kde  $\sigma$  ..... působící zatížení,  
 $d$  ..... průměr zrna.

Deformační mapy (obr. 7) fungují jako přehled mechanismů v různých podmínkách, konstruovány jsou však pro každý materiál a stav zvlášť. Pro jeden materiál tedy může existovat vícero deformačních map. Ty se od sebe budou lišit rychlostí deformace, velikostí zrna apod. Jelikož byly tyto mapy experimentálně změřeny pro řadu technických materiálů, tak mohou posloužit jako podklad pro výběr materiálu pro součásti pracující za zvýšených teplot.



Obr. 7: Deformační mapa [15]

Konstruování těchto map funguje za předpokladu, že deformační mechanismy jsou na sobě nezávislé. Lze tak říci, že každé pole reprezentuje rozhodující mechanismus deformace. [14] [15]

## 1.4 Fázové složení žárupevných slitin

Fáze s největším procentuálním obsahem se nazývá matrice. Mimo matrice se ve struktuře mohou vyskytovat také další minoritní fáze.

Tyto fáze mohou být buď prospěšné nebo nežádoucí. Prospěšné fáze, například karbidy a karbonitridy, zvyšují u materiálu žárupevnost díky vzniklému precipitačnímu zpevnění a díky zabraňování růstu zrn. Za nežádoucí fáze lze považovat ty, které mohou relativně snadno působit hrubnutí, čímž žárupevnost materiálu naopak poklesne. Jedná se třeba o Lavesovy fáze nebo Z-fáze. Provozní zatížení navíc může hrubnutí ještě umocnit. [17, 18, 19]

### 1.4.1 Karbidy

Karbidy představují v žárupevných materiálech jednu z nejvýznamnějších minoritních fází a vyskytují se v rozličných typech. Důvod, proč jsou v materiálu chtěné, je ten, že zabraňují v pohybu hranic zrn a dislokací. Disperzní zpevnění materiálu pomocí karbidů funguje jako základní kámen creepové pevnosti. Karbidů rozlišujeme více typů. [20]

- Primární

Tento typ karbidů mohou tvořit prvky jako W, Mo, Ti, Nb uvnitř zrn i na jejich hranici. Částice mají obvykle nepravidelnou kubickou morfologii. Při větším množství rozpuštěných Cr, Mo, W v karbidu MC se oslabují síly meziatomových vazeb a může dojít k rozpadu MC na  $M_{23}C_6$  a  $M_6C$ . [11, 18, 19, 21]

- Sekundární

Hexagonální, často na chrom bohatý, karbid  $M_7C_3$  nukleuje na hranicích zrn. Při vysokých teplotách u něj dochází k hrubnutí či přeměně na  $M_{23}C_6$ . Tento nový karbid je rovněž bohatý na chrom, je velmi stabilní a nukleuje přednostně na hranicích zrn. Kromě  $M_{23}C_6$  se mohou objevovat i, při vyšší teplotách stabilnější, karbidy  $M_6C$ . Tento typ karbidů je nežádoucí. Při precipitaci způsobuje ochuzování matrice a během růstu rozpouští karbidy MX, čímž snižuje zpevnění. [11, 18, 19, 21]

### 1.4.2 Karbonitridy

Karbonitridy MX jsou vysoce odolné proti hrubnutí a precipitují ve formě malých, jemných a hustě rozprostřených částic. Pokud je dodrženo správné chemické složení, tak díky těmto efektům dochází ke zlepšení creepové pevnosti. Naopak pokud předepsané složení dodrženo není, mohou na úkor karbonitridů vznikat nežádoucí fáze. Příkladem takové nežádoucí fáze je Z-fáze, při jejíž precipitaci může docházet k rozpouštění karbonitridů. [8, 18, 19]

### 1.4.3 Lavesova fáze

Tato fáze,  $\text{Fe}_2\text{W}$  či  $\text{Fe}_2\text{Mo}$ , je nežádoucí zejména proto, protože její precipitací dochází k ochuzení tuhého roztoku o wolfram nebo molybden a dochází ke snížení substitučního zpevnění. Navíc u této fáze dochází k rychlému hrubnutí, což také negativně ovlivňuje precipitační zpevnění. Fáze je navíc s maticí nekoherentní. Na druhou stranu i Lavesova fáze může precipitovat ve formě malých a rovnoměrně rozložených částic, což může samo o sobě podpořit creepovou pevnost. To také zamezí rychlému hrubnutí.

Samotná fáze jako taková může způsobit zpevnění, nicméně její hlavní nevýhodou je značné snížení houževnatosti a plasticity, obzvlášť pokud má tvar jehlic. Lavesovy fáze mají obecně různou velikost. Snížením obsahu wolframu a molybdenu lze růstu Lavesovy fáze částečně zabránit. [8, 18, 19]

### 1.4.4 Z-fáze

Jedná se o nitridickou fázi, která vzniká při vyšší míře obsaženého dusíku. Tato fáze působí převážně negativně a způsobuje výraznou degradaci. K degradaci dochází při její precipitaci tak, že se ve velké míře rozpouští částice MX. Při vzniku částice Z-fáze zaniká zhruba tisíc částic MX. Velké částice Z-fáze pak nepřispívají k disperznímu zpevnění, což má za důsledek snížení creepové pevnosti. Přídavkem 10 % chromu lze precipitaci této fáze urychlit, oproti tomu může být precipitace i zpomalena, a to až do takové míry, že nedojde k poklesu creepové pevnosti po celou dobu životnosti. Zcela precipitaci zastavit však není možné. [8, 18, 19]

## 1.5 Strukturní stabilita

Procesy charakterizující vysokoteplotní pevnost: [1, 22]

- teplota (a její změny v čase)
- napětí (a jeho změny v čase)
- čas
- agresivita prostředí
- konstrukční faktory, zvolený materiál, technologie, jakost provedení

V souvislosti s působením procesů a jejich vzájemných kombinací dostáváme jednotlivá poškození: [1, 22]

- creep (způsobuje trvalé deformace, vnitřní poškození, lom při tečení)
- únava (hlavně nízkocyklová, tepelná, tepelně–mechanická)
- koroze (všechny druhy)
- eroze

Strukturní stabilitou se u materiálů rozumí schopnost odolávat vlivům vnějšího prostředí bez změn struktury a fázového složení. Mezi tyto vlivy patří zatížení, teplota, okolní atmosféra apod. U materiálů k vysokoteplotním aplikacím je myšleno hlavně zachování odolnosti proti porušení v creepových podmínkách a únavovému porušení s možným působením koroze. [10, 23]

Pro dosažení stavu s optimální strukturou se využívá řízené tepelné zpracování. Materiál tak dostává i optimální vlastnosti. Zároveň by se zpracování mělo přiblížit co nejbliž stavu rovnováhy, i když přímo tento stav dosažen nebývá. Během expozice provozním podmínkám vždy v materiálech probíhají ještě další dílčí změny. Společně se změnou struktury se také mění mechanické vlastnosti a snižuje se energie systému. Například při dlouhodobé teplotní expozici lze v materiálu pozorovat komplexní změny mikrostruktury, které mají za následek snížení zpevnění tuhého roztoku i precipitačního zpevnění, a tím tedy snížení žárupevnosti. Běžně se však součásti navrhují tak, aby se v během životnosti hrubnutí neobjevilo. [23, 24]

Míra precipitačního zpevnění se snižuje s postupným hrubnutím částic a rozpouštěním precipitátů. Právě kvůli hrubnutí klesá počet částic v jednotce objemu, i když je zachován podíl vytvrzujících fází a roste střední vzájemná vzdálenost mezi částicemi. [24] Při zahřátí navíc dochází v mikrostruktuře ke zjednodušování struktury vakancí, intersticiál a dislokací v materiálu, a tím se příspěvek od zpevnění tuhého roztoku a dislokačního zpevnění k pevnosti materiálu značně snižuje. [5, 8, 23]

Zpevnění materiálu je však během tepelné expozice nejvíce ovlivněno precipitačním zpevněním. Pro materiál je důležité, aby byly precipitáty stabilní, neboť to je jednou z hlavních podmínek creepové odolnosti materiálu. V průběhu tepelné expozice dochází ke komplexním strukturním změnám, jejichž významnou součástí jsou karbidické reakce. Všechny tyto efekty působí na žárupevnost negativně. Řídící mechanismus je ve formě přísadových prvků, které difundují roztokem, a termodynamických poměrů. [5, 8, 22, 24]

Dále dochází k rozpouštění vytvrzujících částic, převážně karbidů a karbonitridů, při kterém zároveň precipitují nové, termodynamicky stabilnější fáze, které jsou extrémně náchylné k hrubnutí. Kromě rozpouštění můžou u karbidů nastat změny morfologie. Zároveň se snižuje obsah substitučních prvků a vznikají intermetalické fáze, jako například Lavesova fáze typu  $Fe_2M$ .

Místa velmi náchylnými ke strukturní degradaci při vysoké teplotě jsou potom svarové spoje materiálů, které mají rozdílné chemické složení. Proto jsou svary u konstrukcí obecně považovány za kritická místa. [5, 8, 22, 23]

Zkoumat strukturní změny experimentálně je drahé a časově náročné, proto se pro získání dat o daném materiálu a strukturních změnách v něm během tepelné expozice používá modelování a extrapolace výsledků. Počítačové simulace v dnešní době umožňují relativně snadno namodelovat a měřit případy, které nebyly nikdy experimentálně vyzkoušeny. Velkou výhodou tohoto přístupu je to, že není nutné experimenty reálně realizovat. [8, 22]

## 1.6 Přísadové prvky

Změny chemického složení mají významný vliv na rychlost hrubnutí, na mikrostrukturní stabilitu a na mechanismy zpevnění creepových materiálů. Právě hrubnutí je jedním z nejvýznamnějších degradačních procesů. I malý rozdíl v chemickém složení tedy může mít za následek různou finální úroveň žárupevnosti. Většina přísadových prvků pro creepové materiály patří mezi vysokotavitelné. [2, 10, 13]

- Karbidotvorné prvky

Karbidem se nazývá sloučenina uhlíku a elektro pozitivnějšího prvku (mimo vodíku). Jedná se o tvrdou fázi, která může modifikovat mechanické vlastnosti. Obecně karbidy zlepšují tvrdost, houževnatost, odolnost proti opotřebení, pevnost a s tím také spojenou žárupevnost. Prvky tvořící karbidy se nazývají karbidotvorné a jedná se především o chrom, titan, wolfram, molybden, vanad, niob, mangan. Oproti tomu vystupují v žárupevných slitinách i ostatní prvky netvořící karbidy, jako nikl, kobalt nebo křemík. [20]

- Chrom

Vysoký obsah chromu výrazně zlepšuje korozní odolnost. Při dostatečném množství dokáže na povrchu součásti vytvořit oxidickou vrstvu, která funguje jako bariéra proti koroznímu prostředí. Spolu s uhlíkem chrom může tvořit karbidy typu  $M_7C_3$  a  $M_{23}C_6$ . [6, 8, 19]

- Titan

Titan napomáhá zpevnění materiálu ve formě vyprecipitovaných karbidů a zjemňuje zrno. Tím se podílí na zlepšení žárupevných vlastností. [6, 8, 19]

- Wolfram, molybden

Tyto prvky slouží ke zpevnění tuhého roztoku, avšak úroveň zpevnění je omezena jejich rozpustností v matici. Pokud je překročena mez rozpustnosti, dojde k precipitaci Lavesovy fáze na bázi těchto prvků a snížení úrovně zpevnění. Jelikož tyto prvky působí podobně, tak se jejich celkový obsah vyjadřuje zaštitujícím ekvivalentem  $Mo_{ekv}$ . [6, 8, 19] Jeho optimální hodnota je 1. [25]

$$Mo_{ekv} = hm. \%Mo + 0,5(hm. \%W) \quad (10)$$

- Niob, Vanad

Oba tyto prvky tvoří jemné MX precipitáty. Díky tomu dochází k precipitačnímu zpevnění. Intenzita precipitace může být ovlivněna množstvím dusíku. [6, 8, 19]

- Ostatní prvky

- Dusík

Dusík sám o sobě může tvořit nitridy a nikoliv karbidy, ve spojení s uhlíkem však může tvořit karbonitridy. Ty jsou pak oproti karbidům jemnější a stabilnější. Dusík může být prospěšný jen ve velmi nízkých koncentracích a do materiálu se dostává spíše jako nečistota ze vzduchu. [6, 8, 19]

- Nikl

Nikl slouží hlavně jako stabilizátor FCC mřížky. Zároveň také může v žárupevných slitinách tvořit intermetalické fáze, například ve spojení s hliníkem, a ovlivňovat tak pevnost či stabilitu za vysokých teplot. [6, 8, 19]

- Kobalt

Tento prvek zpomaluje difuzní pochody, čímž zpomaluje hrubnutí precipitátů. [6, 8, 19]

- Křemík

Tento prvek působí ve formě substitučního zpevnění tuhého roztoku, i když atomy křemíku jsou menší než atomy železa. Obsah křemíku závisí na konkrétní aplikaci. Působí pozitivně na odolnost proti oxidaci, ale negativně na chemickou heterogenitu a strukturní stabilitu. [6, 8, 19]

## 1.7 Současné žárupevné materiály

Pro energetický a petrochemický průmysl, kde jsou materiály běžně vystaveny zvýšeným teplotám, se nejčastěji používají jako konstrukční materiál žárupevné oceli a slitiny. Například u energetických zařízení se s vyššími pracovními teplotami pojí vyšší účinnost. Kromě toho je však také nutné brát do úvahy i moderní požadavky na snižování emisí prachu a oxidů uhlíku, síry i dusíku. Vývoj probíhá dále i u intermetalických a nekovových materiálů. Pro splnění požadavků na zvýšení provozních teplot mohou být uvažovány i keramické materiály. Problémem těchto materiálů je však nízká lomová houževnatost, a proto se jeví jako lepší varianta používat keramické kompozity. [3, 13]

Žárupevné materiály se dělí do několika hlavních skupin: [1]

- slitiny neželezných kovů, slitiny Al a Ti pro 200–600 °C
- uhlíkové oceli feriticko-perlitické a nízkolegované feriticko-bainitické s Cr, Mo, Ni, Ti v normalizovaném stavu
- žárupevné nízkolegované oceli s Cr, Mo, Ti, Nb, W v normalizovaném nebo tepelně zušlechťeném stavu a střednělegované oceli se středním obsahem C
- martenzitické oceli 9–12 % Cr v tepelně zušlechťeném stavu, legované s Mo, V, W, Nb, N pro práce za standardních podmínek provozu do 620 °C při tlaku do 30 MPa
- austenitické Cr-Ni oceli legované Mo, Ti, Nb, V, W, pro práci do 650 °C
- vysokolegované žárupevné oceli pro speciální účely
- žárupevné vícesložkové slitiny na bázi Ni a Co, včetně ochranných vrstev
- materiály na bázi intermetalických fází Ni–Al
- slitiny obtížně tavitelných kovů, hlavně W, Ta, Nb

Výčet těchto materiálů by měl splňovat rozsah použití až pro teploty do 1150 °C. Pro aplikace při 1200 °C a více je nutné použití jiných materiálů, zejména keramických, které jsou na bázi karbidu křemíku a nitridu křemíku, kovo–keramické materiály a případně kompozity.

## 1.8 Korozní odolnost

Žáruvzdornost je schopností materiálu vytvořit si v plynech na povrchu oxidickou vrstvu při teplotách okolo 600 °C. Tato schopnost je velmi žádoucí, neboť tato vrstva materiál chrání jako bariéra před korozním prostředím. Pokud slitina obsahuje chrom nebo hliník, tak se vrstva vytvoří přednostně z nich. Musí však být zajištěna dostatečná difuze reagujícího prvku v povrchu. Pokud zajištěna není, může naopak kyslík difundovat do matrice a způsobit vnitřní oxidaci. [26, 27]

Vznik ochranné vrstvy mimo jiné závisí kromě na tvaru součásti. Ve vrstvách mohou mimo jiné vznikat napětí vlivem rozdílné tepelné roztažnosti oxidů nebo rozdílu v objemu oxidů vzhledem k substrátu, což může vyústit až v porušení vrstvy. Aby mohla oxidická vrstva materiál chránit proti korozi, musí být souvislá a splňovat určité požadavky. Musí mít dobrou adhezi, vysokou teplotu tavení oxidů, musí být plastická za vysokých teplot, být málo elektricky vodivá a musí odolávat vypařování. [3, 27]

Na druhou stranu oxidická vrstva nemusí vždy sloužit jako ochrana. Pojem katastrofická koroze se užívá, když vrstva roste, ale proti korozi nechrání. Vzniklé oxidy se vypařují, mají nízkou teplotu tání nebo padají pryč z kovového povrchu. Tento typ koroze probíhá silnou exotermickou reakcí, přičemž teplo z reakce ohřívá povrch kovu a také zvyšuje rychlost reakce. Takto mohou korodovat například Mo, W, V. Při vysoké teplotě také probíhají reakce přímo mezi povrchem materiálu a z atmosféry disociovanými molekulami plynů. Za základní mechanismus tvorby koroze a korozních produktů jsou považovány elektrochemické reakce. [3, 26, 27]

- Korozní odolnost superslitin

Pokud jsou superslitiny vystaveny působení korozního prostředí, tak vzhledem k jejich složení vzniká skupina oxidů. Mezi ty nejlepší ochranné vrstvy patří ty  $\text{Al}_2\text{O}_3$  a  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  díky svému pomalému růstu. Vznik takových vrstev je však podmíněn přítomností kyslíku v atmosféře a dostatečným zastoupením hliníku a chromu v materiálu. Lepší korozní ochranu při vysoké teplotě zajišťuje  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , který ochranu poskytuje až do teploty natavení kovu. Pokud jsou termodynamické podmínky vhodné, tak by vrstva měla mít schopnost se při porušení během provozu sama zacelit. [3, 27]

Obecně zvýšení odolnosti proti vysokoteplotní korozi má dopad na mechanické vlastnosti. Je proto lepší využít nějaký druh ochranného povlaku. Toto řešení je dobré v tom, že v materiálu se lze zaměřit na optimalizaci mechanických vlastností a korozní odolnost zůstane na ochranném povlaku. Moderní povlaky navíc umožňují zvýšení provozních teplot součásti a lze je snadno opravovat. [3, 27]

## 1.9 Modelování fázového složení

Co možná nejdetailnější popis rovnovážných stavů a kinetiky precipitačních procesů je naprosto nezbytný ke zhodnocení a také predikci degradačních procesů struktury. Pro volbu správného materiálu i případný vývoj jsou tyto znalosti klíčové.

Experimenty, i když jsou dobrým zdrojem dat o tom, jak se mění struktura materiálu během tepelné expozice, tak bývají drahé, a především časově náročné. Existuje tedy velký tlak a snaha o rozšíření dřívějších výsledků pomocí simulací. Simulace se umožňují zaměřit na určité případy, které vyzkoušeny nebyly. Obrovskou výhodou je fakt, že není nutné tyto experimenty reálně provádět.

### 1.9.1 ThermoCalc

Tento program umožňuje modelování fázových diagramů založené na termodynamických datech, výpočtech fází a chemických rovnováhách. Počty složek a fází jsou takřka neomezené, nicméně veškeré modelování je závislé na dílčích použitých databázích. Tyto databáze pracují na bázi čistých sloučenin a roztoků a termodynamických funkcí a jsou vytvářeny systematickým vyhodnocováním teoretických i experimentálních dat podle metody CALPHAD. [22, 28]

Jmenovitě program umožňuje získání poznatků o množství a složení fází, transformačních teplotách, mezích rozpustnosti, hnacích silách pro tvorbu fází, aktivitě a chemických potenciálech, fázových diagramech, Pourbaix diagramech apod. Dále lze také předvídat široký rozsah dat vlastností materiálu dle funkce složení, tlaku, teploty. Jedná se například o termofyzikální, kinetické, mechanické vlastnosti, vlastnosti související s tuhnutím atd. [22, 28]

Díky použití simulací lze také získat informace k optimálnímu zpracování, jako jsou např. optimalizace strusky, výpočet chemie pecního plynu, předpovědi mikrosegregace, identifikace optimálních teplot pro zpracování, simulace doby růstu

a rozpouštění precipitátů apod. Pro termodynamické výpočty software obsahuje vestavěné kalkulačky pro rovnováhy, Scheilovy simulace tuhnutí, Pourbaix diagramy, optimalizace dat atd. [29]

### 1.9.2 Metoda CALPHAD (Calculation of Phase Diagrams)

Jedná se o semiempirickou metodu výpočtu fázových rovnováh soustav s více složkami. Výstupem jsou rovněž fázové diagramy. Výpočty vyžadují srovnání s experimentálními výsledky. Pro řešení fázových rovnováh je zpravidla použita buď diferenciální nebo integrální podmínka rovnováhy, avšak integrální podmínka se jednodušeji aplikuje a používá se častěji. Řešení musí vyhovovat podmínkám zákona zachování hmotnosti, náboje, stechiometrie. [22]

Tento přístup se běžně označuje jako „CALPHAD approach“ a znamená využití některého obecného termodynamického modelu a některé z podmínek fázové rovnováhy. Výpočty touto metodou musí splňovat požadavek na omezení stupňů volnosti. Rovnovážné stavy se určují pomocí algoritmů, které hledají numericky globální minimum Gibbsovy energie. Při hledání se vzhledem k zadaným podmínkám mění složení a kombinace fází. K získání parametrů, které nejsou experimentálně přípustné se využívá tzv. assesment. Jedná se spojení experimentální změřených hodnot a termodynamických parametrů. [22, 28, 30]

### 1.9.3 Podmřížkový fázový model

Tento model se využívá k vyjádření Gibbsovy energie fází. Metoda počítá zejména s přidaným magnetickým příspěvkem a poskytuje výborné výsledky. Tento model nepotřebuje vazbu na geometrické vlastnosti mřížky fáze. Představa je taková, že fáze v krystalové struktuře se vyskytují v různých polohách, které nejsou krystalograficky ekvivalentní. Zároveň je vytvořena „podmřížka“ ze souboru ekvivalentních poloh jednoho typu. Díky tomu lze považovat krystalickou mřížku za superpozici podmřížek. Při rozdílné velikosti složek a rozdílné interakci se podmřížky obsazují složkami zjednodušeně tak, že je složkami preferován jen některý typ podmřížky. Tento model lze aplikovat na širokou škálu fází, které se nemusejí chovat ideálně kvůli vysokému počtu složek. [22, 28]

- Diferenciální podmínka

Tato podmínka je založena na řešení fázové rovnováhy z chemických potenciálů. Jedná se pak o řešení soustavy nelineárních rovnic s nutným předpokladem znalosti závislosti molární Gibbsovy energie fáze na tlaku, teplotě a složení. [24, 28]

- Integrální podmínka

Molární Gibbsova energie fáze je závislá na tlaku, teplotě, složení a pomocí termodynamických modelů fáze ji modelujeme. V rovnovážném stavu je tato energie nejnížší, řešení fázové rovnováhy tedy lze získat hledáním podmíněného minima celkové molární Gibbsovy energie soustavy. [24, 28]

Pro metodu CALPHAD jsou důležité možnosti predikce. Z termodynamického popisu podsoustav lze získat fázový diagram, nicméně jeho kvalita je ovlivněna mírou zjednodušení dílčích podsoustav oproti predikované soustavě. Predikce se může zlepšit, pokud je jedna ze složek majoritní. V takovém případě můžou být zanedbány vzájemné interakce minoritních složek.

## 2 Experimentální část

Experimentální část práce se zabývá především analýzou materiálu vzniklého ze spojení ODS oceli MA956 s W a Ni. Tento finální materiál byl nejdříve analyzován ve stavu po odlití pomocí standardní světelné mikroskopie, pomocí elektronové mikroskopie (REM, EDS) a byla změřena jeho tvrdost. Dále bylo provedeno tepelné zpracování, žíhání na 800 °C/1h a 1000 °C/5h, a byly provedeny stejné analýzy jako u litého stavu.

### 2.1 Experimentální materiál

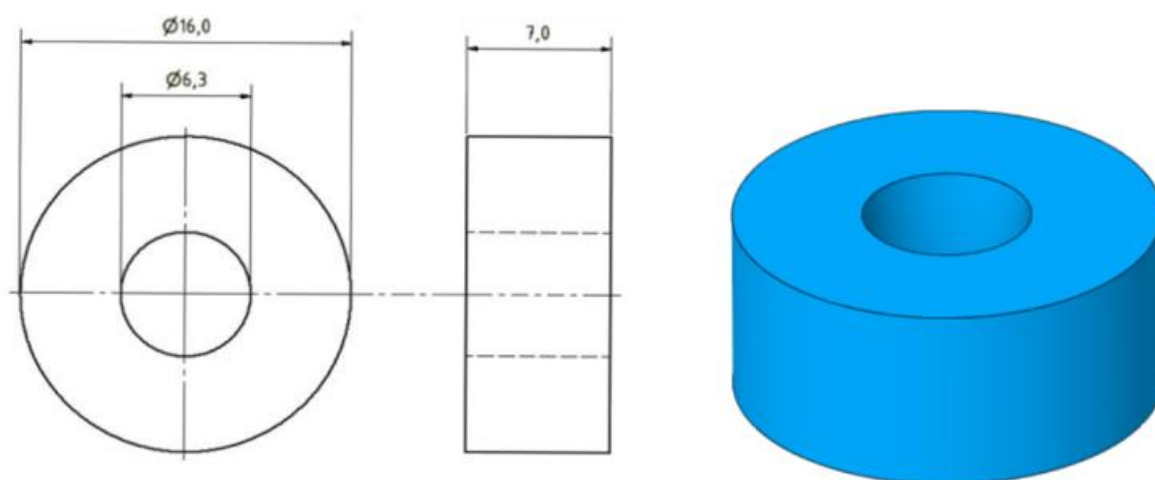
#### 2.1.1 Slitina MA956

Jde o feritickou Fe-Cr-Al slitinu disperzně zpevněnou oxidy yttria ( $Y_2O_3$ ) a vyrobenou pomocí práškové metalurgie. Chemické složení této slitiny je uvedeno v tabulce 1. dle výrobních parametrů i skutečného měření chemického složení pomocí metody EDS.

Tab. 1: Složení slitiny MA956

prvek	Fe	Cr	Al	Ti	C	$Y_2O_3$
obsah dle INCOLOY [hm. %]	báze	18,5-21,5	3,8-5,8	0,2-0,6	max. 0,1	0,3-0,7
obsah dle EDS [hm. %]	74,5	20,0	4,5	0,5	-	-

Níže přiložený obrázek 8 značí původní tvar vzorku materiálu MA956 před vložením dalšího materiálu do vnitřního otvoru, svařením a dalším zpracováním.

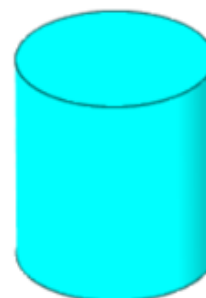


Obr. 8: Původní tvar materiálu MA956

### 2.1.2 Materiál WL10

V tomto případě jde o disperzně zpevněný wolfram vyráběný práškovou metalurgií. Toto zpevnění je realizováno pomocí oxidů lanthanu ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ), které jsou zastoupeny v matici v obsahu 1 hm. %.

Tento materiál byl využit k vytvoření válečku, který byl následně vložen do otvoru ve vzorku materiálu MA956 a dále svařen po celém obvodu.



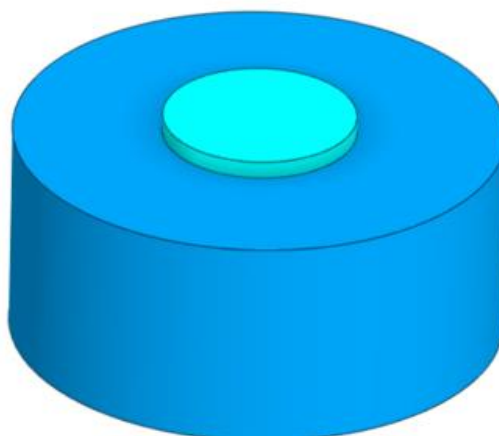
Obr. 9: tvar WL10 před svařením

## 2.2 Finální materiál

Nejprve byl váleček z materiálu WL10 vložen do otvoru v materiálu MA956. Následně byly vzorky svařeny pomocí elektronového paprsku (obr. 10)

Ještě před svařením došlo k předehřevu na 400 °C a 1000 °C pomocí fokusace elektronového paprsku na wolframový váleček. Následně, po dosažení předehřívací teploty, nastalo svaření po celém obvodu wolframového válečku. Obecně panovala snaha o co největší provaření, aby došlo k co největšímu promíchání.

K obvodovému svaření byla využita fokusace elektronového paprsku na rozhraní spojovaných materiálů. Následně byl celý svařenec, nyní už jako jeden kus, roztaven a do taveniny byla přidána kostka niklu. Po roztavení byl dále materiál odlit do bronzové kokily a rychle ochlazen.



Obr. 10: MA956 a WL10 po svaření

### 3 Modelování fázového složení

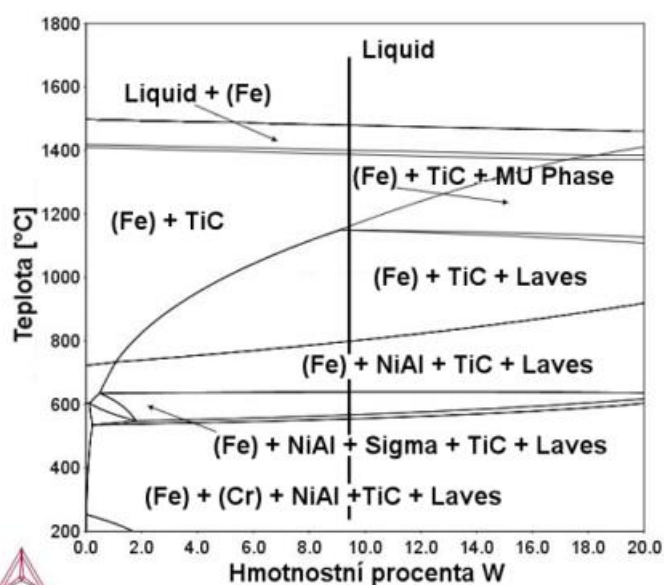
#### 3.1.1 Původní předpoklady

K modelování fázového složení byl použit systém ThermoCalc. Ve výpočtech byl zohledněn i uhlík v koncentraci 0,1 %, neboť by se měl vyskytovat ve svarových spojích při prvotním spojení prstence z materiálu MA956 a válečku z materiálu WL10. Analýzou EDS jej nelze spolehlivě kvantifikovat, při modelování však není problém jej do výpočtů zahrnout.

Vypočtený diagram (obr. 11) zobrazuje model struktury pro finální materiál. Dle provedených výpočtů by strukturu měly tvořit tyto fáze:

- tuhý roztok na bázi železa
- tuhý roztok na bázi chromu
- NiAl
- TiC
- Lavesova fáze

Diagram dále říká, že s rostoucím množstvím W by se měl zvětšovat podíl Lavesovy fáze ve struktuře. Ideální předpoklad je ten, že vzhledem k rychlosti ochlazování a teplotě vzniku tuhého roztoku chromu by ke vzniku této fáze nemuselo dojít. Tento předpoklad však nekoresponduje s modeláží.



Obr. 11: modelování finálního materiálu

Reálně hrozí, že díky zvýšenému obsahu wolframu dojde ke zkrácení difuzní vzdálenosti, a tedy bude naopak podpořen vznik Lavesovy fáze. Ta navíc může precipitovat i na ostrohranných částicích, které by fungovaly jako nukleační zárodky. Obzvláště ohrožené tímto fenoménem jsou vzorky 3 a 4 po tepelném zpracování typu žíhání, neboť se zvyšující se teplotou a delší dobou expozice je podpořen vznik Lavesovy fáze i mimo nukleační místa.

## 4 Metody analýzy

### 4.1 Metalografická analýza – tvorba vzorku

Pro analýzu litého i žíhaného stavu materiálu byly vytvořeny preparáty ze všech vzorků, litého stavu, žíhaného stavu na 800 °C/1h, žíhaného stavu na 1000 °C/5h, na nichž proběhla analýza v základním stavu i po naleptání. Tyto preparáty byly následně v naleptaném stavu také použity pro analýzu elektronovým mikroskopem.

Preparáty ze sledovaného materiálu mají charakter metalografického výbrusu, analýza je tedy možná pouze z jedné strany. Aby pozorovaná struktura nebyla ovlivněna, je zcela nezbytné se při vytváření metalografického výbrusu držet daného postupu. [31]

Aby bylo docíleno reprezentativnosti, je pro vytvoření preparátu důležité vybrat vhodná místa řezu, aby byla reprezentována celá struktura. Navíc je při odběru vzorku nutné se vyvarovat tepelnému i mechanickému poškození materiálu. V materiálu při odběru nesmí nastat plastická deformace a teplota nesmí způsobit fázové transformace. Je tedy vhodné využít emulzní kapalinu. Postup metalografické analýzy se dá shrnout do šesti po sobě jdoucích kroků. [31]

#### 4.1.1 Dílčí kroky tvorby vzorku

- Odebrání vzorku

Pro odebrání vzorku bylo použito abrazivního řezání za mokra, řezání metalografickou kotoučovou pilou s využitím chladícího média.

Jedním kusem materiálu byly provedeny nejdříve řez příčný, a následně byl na jedné i druhé polovině proveden řez podélný zbylého kusu materiálu. Celkově tedy vznikly z jednoho kusu materiálu čtyři části, z toho dvě části určené k dalšímu postupu analýzy v litém stavu a dvě části určené pro následné tepelné zpracování, žíhání na 800 °C/1h a žíhání na 1000 °C/1h.

- Preparace vzorku

Ze dvou částí materiálu byly ihned po odřezání vytvořeny preparáty. Z dalších dvou částí byly precipitáty vytvořeny až následně po provedení daných žíhání. Před samotnou preparací byly vzorky důkladně umyty, očištěny a usušeny od procesní kapaliny. Tento postup je nezbytný pro dobré přilnutí k pryskyřici.

Vzorky byly zalisovány za tepla, k čemuž byla využita směs dentakrylu a MultiFastGreen montážního prášku, z čehož vznikly kruhové preparáty velikosti kolem 25 mm v průměru.

- Broušení vzorku

Pro broušení vzorků byly využity brusné papíry na bázi Si-C a voda jako chladicí médium. Vyvážení hlavy u stroje určeného k broušení bylo dodrženo umístěním vzorků proti sobě.

Mezi výměnami jednotlivých brusných papírů byl prováděn oplach pro odstranění hrubších částic a tím pádem eliminaci možného poškození při používání brusného papíru s jemnější zrnitostí.

- Leštění

K leštění všech vzorků bylo užito leštící plátno a diamantová pasta se zrnitostí nejdříve 3 a 1  $\mu\text{m}$ . Jako chladicí médium byl použit ethanol v takové míře, aby nedošlo ke smytí pasty. Ethanol byl také použit pro konečné opláchnutí po leštění, aby se smyly zbylé částice.

- Leptání

Poslední operací, kterou vzorky podstoupily po analýze v nenaleptaném stavu, bylo leptání. Jednalo se o závěrečnou část přípravy metalografického vzorku.

Leptační činidlo se prvotně zaměřuje na místa s vyšší energií, jako jsou hranice zrn nebo fázová rozhraní. Pro vyvolání mikrostruktury bylo provedeno leptání za pomoci leptadla typu MARBLE se složením 48,6 % kyseliny chlorovodíkové (35%), 47,3 % ethanolu a 4,1 % pentahydrátu síranu měďnatého. Vzorky byly do leptadla ponořeny na dvě sekundy, načež následovalo opláchnutí, neutralizace ethanolem a rychlé osušení proudem vzduchu z fénu pod úhlem.

## 4.2 Světelná mikroskopie

Pro prvotní analýzu preparátů ve formě metalografických výbrusů byl využit světelný metalografický mikroskop. Jelikož jsou vzorky neprůhledné, tak byly pozorovány světelné paprsky vyslané světelnou soustavou mikroskopu odražené z povrchu vzorku, a to ve formě metody pozorování ve světlém poli. Ke snímání fotek ze světelného mikroskopu byl využit program NIS-Elements.

## 4.3 Rastrovací elektronová mikroskopie - REM

Elektronový mikroskop nabízí výrazné zvětšení, až 100 000 $\times$  společně s vysokou hloubkou ostrosti a rozlišovací schopností v řádu  $1 \times 10^{-9}$ . Pro zobrazení povrchu vzorku tento typ mikroskopu využívá svazek elektronů zaostřený přímo na malou plošku vzorku. Zdrojem elektronů je rozžhavený wolframový drát, který funguje jako katoda. Při dopadání elektronů ze svazku na povrch nastává interakce s atomy

vzorku za vzniku detekovatelných signálů nesoucích informace o chemickém složení a topografii. [9, 32]

Nejčastěji detekovanými signály jsou:

- charakteristické rentgenové záření
  - informace pouze o chemickém složení
- zpětně odražené elektrony
  - informace převážně o chemickém složení
- sekundární elektrony
  - informace převážně o topografii povrchu

Po zachycení signálu detektorem dojde k vyhodnocení a přiřazení jasů. Následně pomocí cívek dochází k vychylování elektronového svazku, a ten postupně zobrazuje pozorovanou oblast formou rastrování, obrázek vzniká bod po bodu až do vytvoření požadované části vzorku. Kromě klasického pozorování povrchu je tedy tento typ mikroskopu například schopen určovat krystalovou stavbu vzorku nebo chemické složení. Signály jsou po zachycení detektorem zpracovány a převedeny na vykreslení bodů na obrazovce. [9, 32]

- EDS – energiově disperzní spektrometr

Během interakce mezi vzorkem a dopadajícím svazkem dochází ke srážkám mezi vázanými elektrony atomů v krystalické mřížce a primárními elektrony. Při srážkách dochází k vyrazení elektronů z elektronových obalů atomů. Po jejich vyrazení zaplňují volná místa elektrony z vyšších energetických hladin a dochází k vyzáření fotonu charakteristického rentgenového záření o energii rozdílu potenciálních energií hladin přechodu. Jelikož jsou tyto energie různé pro různé prvky, tak je na základě nich možné určit chemické složení. Polovodičový detektor, křemíkový monokrystal dopovaný lithiem, snímá buzené rentgenové záření. Na základě snímání spektra detektor třídí fotony dle jejich energie. Kromě toho metoda nabízí i možnost bodových, liniových i plošných analýz. [9, 32]

Pro účely této práce byla k mikrostrukturní analýze využita rastrovací elektronová mikroskopie na zařízení typu ZEISS Ultra Plus. První provedenou analýzou byla analýza chemického složení následovaná komplexním pozorováním mikrostruktury zrn a jejich hranic. Dále byly provedeny dílčí bodové a liniové analýzy pro zjištění rozdílů mezi jednotlivými fázemi.

- FIB – Focused Ion Beam

Jedná se o rozšíření rastrovacího elektronového mikroskopu (REM). Tato technika je vysoce vhodná pro úpravu nebo přípravu vzorků pro transmisní elektronovou mikroskopii (TEM). Ta vyžaduje velmi tenké vzorky, které jsou tenčí než 100 nm.

Dochází k zaostřování a skenování urychleného iontového paprsku na vzorek ve vakuové komoře. To způsobuje kontrolované odstraňování materiálu v důsledku

bombardování povrchu ionty. Je to tedy již ze své podstaty destruktivní proces. V principu jde o lokální naprašování a vytváření nanostruktur, nebo sbírání sekundárních elektronů generovaných interakcí povrchu s dopadajícími ionty a vytváření obrazu. V této práci byl FIB využit pro vytvoření lamely, která byla dále pozorována. [33, 34]

- STEM – Skenovací transmisní elektronová mikroskopie

Jedná se o zobrazovací mód, kdy obraz vzniká podobně jako v REM. Elektronový svazek je zaostřen do co nejmenšího místa, kterému si říká sonda. Dále dochází k rastrování sondou pro vymezené části preparátu bod po bodu.

Interakce elektronu a látky probíhá v každém bodě s tím, že na detektor jsou následně přeneseny elektrony vycházející ven z preparátu. Informace z bodu na preparátu dostává přiřazený pixel na obrazovce a postupně vzniká obraz. Jeden pixel by měl přibližně odpovídat velikosti rastrovací sondy. [35]

#### 4.4 Měření tvrdosti

Toto měření proběhlo za použití metody měření tvrdosti podle Vickerse. Tato metoda je velmi přesná. Indentorem je při této metodě diamantové těleso tvaru jehlanu se čtvercovou základnou a vrcholovým úhlem  $136^\circ$ . Vyhodnocení tvrdosti probíhá skrz určení velikosti uhlopříček vtisku. [36]

Měření probíhalo pomocí automatizovaného zařízení Qness Q10A s použitou zátěžnou silou o velikosti 0,3 N. Toto zařízení je spojené s počítačem, a i když umožňuje automatické měření, je přesto nutné zařízení kontrolovat a případně manuálně zkorigovat místa měření uhlopříček, neboť při průběhu analýzy zcela automaticky přístroj nemusí správně zaměřit a tedy i vyhodnotit vtisk.

V případě nesprávného automatického zaměření místa vtisku je nutné provést manuální korekci přesunutím zaměřování přímo na místo vtisku. Následné změření uhlopříček z již správně zaměřeného vtisku a výpočet tvrdosti z něj udělá už přístroj sám.

## 5 Průběh experimentu

### 5.1.1 Vzorky 1 a 2

Vzorky 1 a 2 označují finální materiál ve stavu po odlití. Na vzorku z finálního materiálu byly provedeny příčný a podélný řez abrazivním řezáním za mokra v takových místech, aby byla zajištěna reprezentace celého materiálu. Z těchto částí materiálu byly následně vytvořeny dva standardní metalografické preparáty pomocí běžných technik broušení, leštění, a ve finální fázi leptání, popsanych dříve.

Na vytvořených výbrusech těchto vzorků proběhla metalografická analýza a byla naměřena hodnota tvrdosti. Vzorky byly nejprve analyzovány a hodnoceny v nenaleptaném stavu a dále následovala analýza v naleptaném stavu pomocí světelného mikroskopu.

Kromě klasického světelného mikroskopu byly vzorky analyzovány pomocí elektronového mikroskopu metodou REM a dílčími metodami dle naměřených signálů s tím spojených. Ke zkoumání nejmenších precipitátů bylo využito FIB a následně STEM.

### 5.1.2 Vzorky 3 a 4

Vzorky 3 a 4 označují stav materiálu po tepelném zpracování. Vzorek číslo 3 byl žhán na 800 °C po dobu jedné hodiny a vzorek číslo 4 na 1000 °C po dobu pěti hodin. Pro oba vzorky byly na pobyt v pecích využity ochranné kelímky z austenitické oceli, přičemž místo spojení obou částí kelímku bylo navíc zatřeno vodným roztokem křemičitanu sodného, vodním sklem.

Po provedení žhání byly následně provedeny totožné postupy jako u předchozích vzorků. Byly vytvořeny metalografické preparáty, byla změřena tvrdost a na metalografických výbrusech byly provedeny analýzy světelným mikroskopem v nenaleptaném i naleptaném stavu následované analýzou REM. Ke zkoumání nejmenších precipitátů bylo využito FIB a následně STEM.

Při přípravě metalografických výbrusů ze vzorků 3 a 4 bylo nutné broušením odebrat alespoň 0,5 mm materiálu z povrchové vrstvy, aby se eliminovalo riziko zkoumání oxidačně ovlivněné vrstvy po žhání.

## 6 Výsledky experimentu

### 6.1 Analýza chemického složení

Pro měření chemického složení finálního materiálu byla využita metoda EDS. Hodnoty v tabulce jsou uvedeny v atomových procentech, neboť nás zajímá primárně atomární poměr mezi jednotlivými složkami, a nikoliv poměr jejich hmotností.

Při použití hmotnostních procent, která však dále práce neuvádí, a tedy zohlednění atomové hmotnosti každého prvku, se složení mění jen velmi málo s maximální změnou oproti atomárním procentům snížení zhruba o 1 % u lehkých prvků typu Al a Si a o 2 % v případě Cr. Výjimkou je těžký prvek W, který při využití hmotnostních procent zaujímá o 7-9 % více.

#### 6.1.1 Nežíhané vzorky 1 a 2

V tabulce 2 níže jsou uvedena atomová procenta pro odlité nežíhané vzorky 1 a 2. Jelikož byly oba vzorky odřezány z jednoho kusu materiálu, předpokladem je výrazná podobnost chemického složení.

Tab. 2: chemické složení vzorků 1 a 2

obsah dle EDS [at. %]	Fe	Cr	W	Ni	Al	Ti	Si
vzorek 1	66,7	19,4	3,2	4,8	2,3	0,5	1,9
vzorek 2	67,0	19,2	3,2	5,0	1,9	0,5	1,6

#### 6.1.2 Žíhané vzorky 3 a 4

Vzorek 3 byl žíhán na 800 °C po dobu jedné hodiny. Vzorek číslo 4 byl žíhán na 1000 °C po dobu pěti hodin. V tabulce XY níže jsou uvedeny hodnoty chemického složení těchto dvou vzorků.

Tab. 3: chemické složení vzorků 3 a 4

obsah dle EDS [at. %]	Fe	Cr	W	Ni	Al	Ti	Si
vzorek 3	66,7	19,8	3,5	5,0	2,4	0,4	1,2
vzorek 4	67,0	19,4	3,0	4,9	2,2	0,4	2,1

## 6.2 Analýza světelným mikroskopem

### 6.2.1 Vzorek 1

V nenaleptaném stavu lze u vzorku 1 (obr. 12) vidět pomocí světelné mikroskopie ostrohranné, čtvercové částice zlatavého zbarvení. Tyto částice jsou rozmístěny nepravidelně po celé ploše vzorku. Jak už toto zlatavé zbarvení napovídá, tak se jedná o sloučeniny titanu, konkrétně jde o nitridy titanu, což však bylo potvrzeno až následnou analýzou pomocí REM a zjištěním chemického složení.

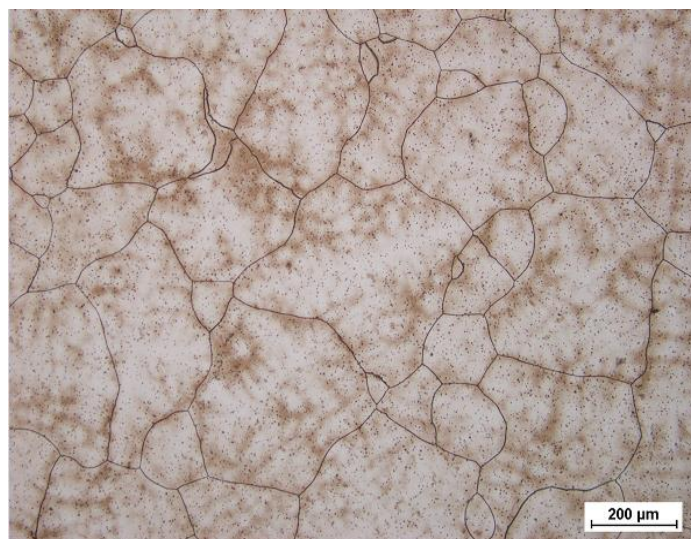
Vzorek 1 jinak opticky nevykazuje žádné vady, avšak ojediněle se ve struktuře mohou objevovat vměstky.

Naleptaný stav vzorku 1 (obr. 13) umožňuje zkoumání struktury a hranic zrn. Z přiloženého obrázku lze vidět, že průměrná velikost zrna se pohybuje zhruba okolo 200  $\mu\text{m}$ . Při detailnějším pohledu lze vidět ve všech zrnech dendritické struktury, typického tvaru stromečku, vyobrazené světlou barvou. Osy jak primárních dendritů, tak i sekundární větví a větví vyššího řádu, jsou v tomto případě masivní. Tato dendritická segregace ukazuje na chemickou heterogenitu, i když chemické rozdíly by neměly být velké.

K dalšímu zkoumání této struktury byl využit REM.



Obr. 12: nenaleptaný stav vzorku 1



Obr. 13: naleptaný stav vzorku 1

### 6.2.2 Vzorek 2

Vzorek 2 nepřekvapivě vykazuje se vzorkem 1 velkou míru podobnosti.

Rovněž jako na vzorku 1 jsou u vzorku 2 v nenaleptaném stavu (obr. 14) vidět pomocí světelné mikroskopie čtvercové částice zlatavého zbarvení s ostrými hranami, nitridy titanu. Stejně jako u předchozího vzorku jsou částice rozmístěny po celé ploše vzorku náhodně.

Vzorek 2, dle obrázku, rovněž nevykazuje žádné vážnější vady, občas se však ve struktuře může objevit vměstek.

Při zkoumání struktury vzorku 2 (obr. 15) lze opět vidět licí, dendritickou, strukturu a osy dendritů.

Stejně jako u vzorku 1 jsou osy dendritů, primární, sekundární, i vyššího řádu, masivní a lze je na obrázku snadno identifikovat díky jejich světlejší barvě a nezaměnitelnému tvaru „stroměčku“. Z obrázku lze také zhruba určit průměrnou velikost zrna, která se pohybuje okolo 225  $\mu\text{m}$ .

Ani tento vzorek v naleptaném stavu nemá nijak zřetelně viditelné poruchy typu trhlin nebo staženin. Jedinou výraznou poruchou je ona segregace. V tomto případě je vidět rozdílná reakce na leptání koncových a okrajových částech dendritů, což by mohlo znamenat určité chemické rozdíly. Pro potvrzení této hypotézy je však nutné provést další analýzy.

K dalšímu zkoumání této struktury byl opět využit REM.



Obr. 14: nenaleptaný stav vzorku 2



Obr. 15: naleptaný stav vzorku 2

### 6.2.3 Vzorek 3

Analýza nenaleptaného stavu u vzorku 3 (obr. 16) poskytuje informace o tom, že rovněž jako u předchozích vzorků jsou ve struktuře náhodně rozmístěny zlatavé, čtvercové, ostrohranné nitridy titanu. Lze tedy tvrdit, že na nenaleptaném vzorku se ani po žíhání na 800 °C/1h nic nezměnilo. Stejně jako v předchozích případech mohou být přítomny ojedinělé vměstky.

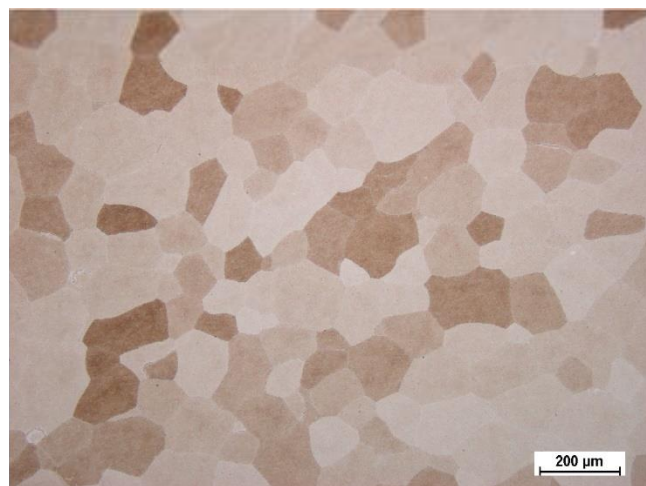
Při zkoumání struktury vzorku 3 menším zvětšením 100× (obr. 17) lze pozorovat, že licí, dendritická struktura již není přítomná, čehož bylo dosaženo tepelným zpracováním. Zároveň jsou vidět rovnoosá zrna. Z obrázku lze zhruba určit průměrnou velikost zrna, která se pohybuje okolo 100 μm. Došlo tedy ke zjemnění. Leptání odhalilo různé orientace jednotlivých zrn. Rozdílná orientace je primárně charakterizovaná odlišnou barvou každého zrna po reakci s leptadlem.

U zvětšení 500× (obr. 18) lze u tohoto vzorku v naleptaném stavu pozorovat velmi výraznou populaci jemných částic homogenně rozprostřených v zrnech mimo oblasti v bezprostřední blízkosti hranic zrn. Dále je také možno pozorovat malé částice nitridů titanu. Pro pozorování a analýzu těchto jemných částí je však nutné výrazně větší zvětšení, které však již světelný mikroskop není schopen poskytnout.

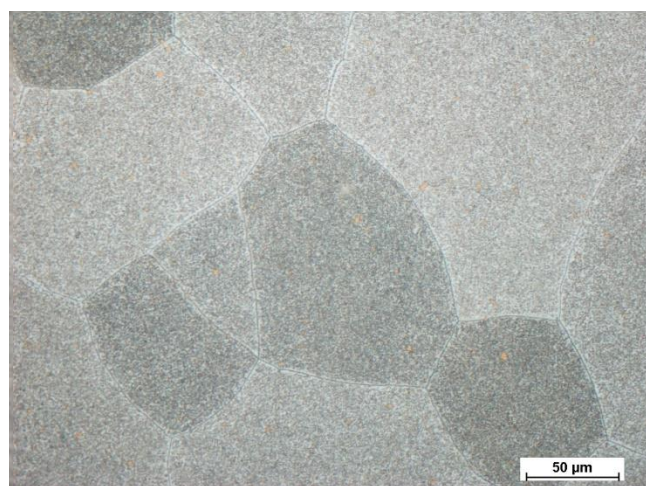
K dalšímu zkoumání struktury byl tedy využit REM.



Obr. 16: nenaleptaný stav vzorku 3



Obr. 17: naleptaný stav vzorku 3 - celek



Obr. 18: naleptaný stav vzorku 3 - detail

#### 6.2.4 Vzorek 4

Vzorek 4 při analýze v nenaleptaném stavu ve světlém poli (obr. 19) vykazuje stejné znaky jako všechny ostatní vzorky.

Analýza nenaleptaného stavu opět ukazuje ostrohranné, zlaté, čtvercové částice, nitridy titanu. Stejně jako u všech předchozích vzorků jsou ve struktuře rozmístěny náhodně. Lze tedy tvrdit, že při analýze ve světelném poli se na nenaleptaném vzorku ani po žihání na 1000 °C/5, vzhledem k ostatním vzorkům, nic nezměnilo.

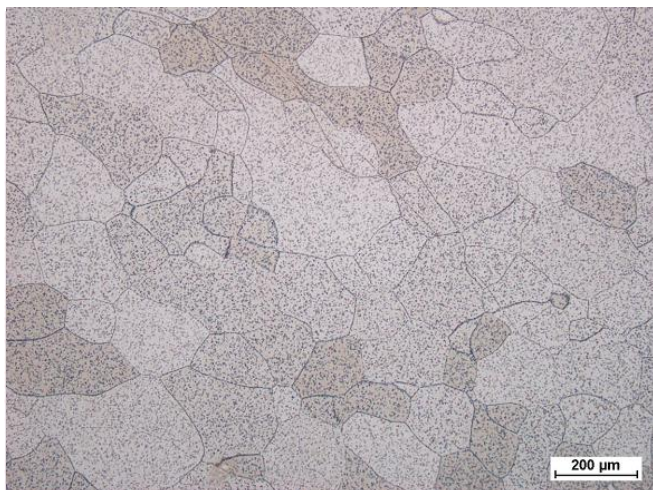
Při zkoumání struktury vzorku 4 menším zvětšením 100× (obr. 20) lze vidět, že uvnitř zrn se vyskytují drobné černé tečky či kuličky. Tyto tečky mohou být považovány za částice odlišné fáze. Pravděpodobně se jedná o stejné fáze, které se vyskytovaly u vzorku 3, jen v mnohem menším množství a větší velikosti. Z obrázku 20 lze určit průměrnou velikost zrna, která se pohybuje přibližně okolo 200 μm. Došlo tedy zpět ke zhrubnutí.

U zvětšení 500× (obr. 21) vzorek 4 kromě nitridů titanu vykazuje dobře viditelné útvary odlišné barvy v každém zrně. Tyto útvary vypadají při tomto zvětšení tak, že nemají nijak zvlášť ustálený tvar a jsou v každém zrně rozloženy zcela náhodně. Jedná se o odlišnou fázi, která se hodí k další analýze.

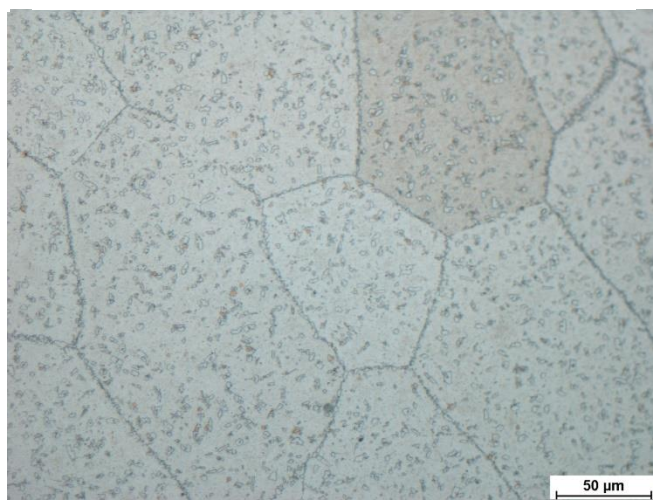
K dalšímu zkoumání této struktury byl použit REM, který poskytuje výrazně větší zvětšení a také byla provedena analýza chemického složení.



Obr. 19: nenaleptaný stav vzorku 4



Obr. 20: naleptaný stav vzorku 4 - celek



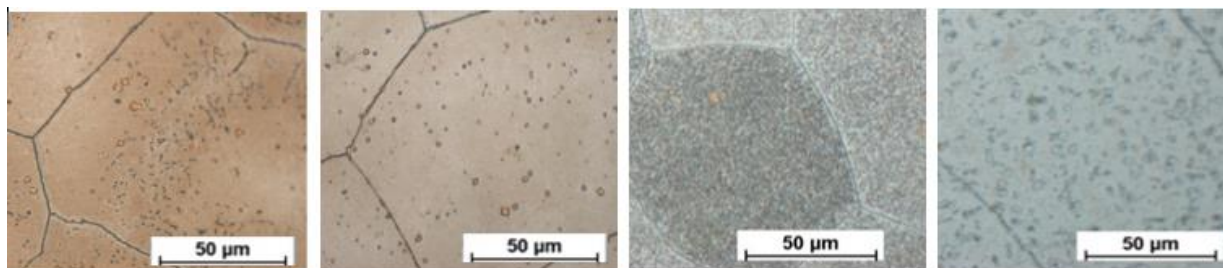
Obr. 21: naleptaný stav vzorku 4 - detail

### 6.3 Analýza tvrdosti

Měření tvrdosti proběhlo metodou Vickers, HV 0,3, klasicky vytvořením a analýzou tří vtisků náhodně rozmístěných po struktuře. Automatizovaný stroj sám změřil souřadnice vtisků a jejich uhlopříčky, na základě kterých jím byla vypočítána hodnota tvrdosti (tab. 4). Zařízení bylo po celou dobu vystaveno kontrole, aby bylo eliminováno riziko chyby a bylo zajištěno, že vtisk bude správně zaměřen. Při špatném automatickém zaměření vtisku bylo manuálně iniciováno vytvoření nového vtisku. Hodnoty tvrdosti změřené na základě špatného automatického zaměření nebyly do výsledků zahrnuty.

Tab. 4: tvrdost jednotlivých vzorků

-	vzorek 1	vzorek 2	vzorek 3	vzorek 4
měření 1	435	396	454	385
měření 2	399	405	432	413
měření 3	368	375	452	388
průměrná tvrdost	401	392	446	395



Obr. 22: velikost zrn jednotlivých vzorků - detail

Vzorek 3 ve stavu po žihání na 800 °C/1h vykazuje lepší hodnoty tvrdosti než vzorky v litém stavu 1 a 2. S ohledem na přiložený obrázek 22 je jasně patrné, že po tomto tepelném zpracování došlo u vzorku 3 ke zjemnění zrna, a tím pádem také ke zlepšení z hlediska pevnosti. Navíc jsou ve vzorku vidět velmi jemné a homogenně rozmístěné částice, které tomu rovněž napomáhají.

Po žihání vzorku 4 na 1000 °C/5h došlo zpět ke zhrubnutí zrna a zhrubnuly také precipitáty. Vytvořil se menší počet rozměrově větších náhodně rozmístěných částic bez charakteristického tvaru, což mělo dopad na tvrdost, která se snížila zpět k hodnotám původní tvrdosti naměřeným u vzorků 1 a 2.

## 6.4 Analýza rastrovacím elektronovým mikroskopem

### 6.4.1 Vzorek 1

- Liniové analýzy zrnem

Pro základní zjištění, zda je materiál homogenní, byla použita liniová analýza jedním ze zrn (obr. 23).

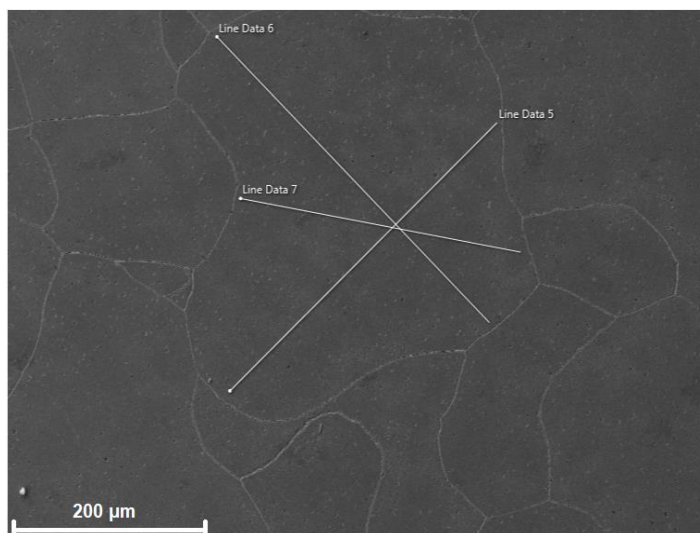
Jelikož při analýze světelným mikroskopem byly vidět rozměrné struktury dendritů, bylo provedeno více liniových analýz pro potvrzení či vyvrácení homogenity nebo případně ke zjištění velikosti heterogenity.

Jak je z přiloženého obrázku 24 vidět, tak se u všech tří liniových analýz složení v zrně takřka nemění a skrz celé zrno nejsou patrné vyšší koncentrace vměstků či vad. Více analýz bylo provedeno zejména kvůli snaze vyhnout se měření v dendritických osách.

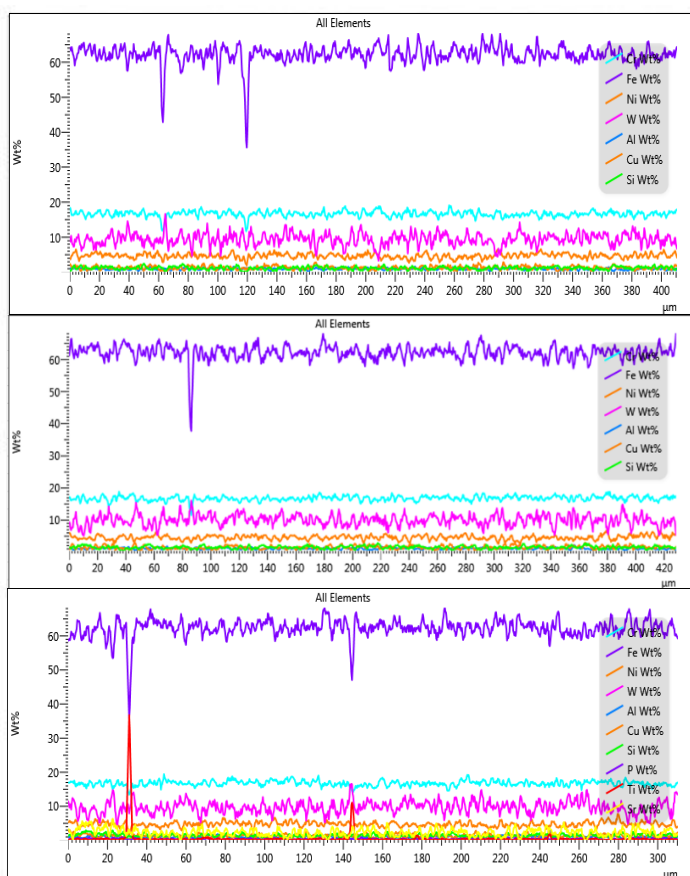
Obrázek byl vybrán reprezentativně, neboť i další měření vykazovala velmi podobné výsledky.

Jak je dobře vidět, tak se wolfram i nikl ve struktuře dobře rozpustily, což potvrzují i dílčí liniové analýzy.

Jednou z výchylek u analýzy 7 mohlo být zasažení části jiné fáze bohaté na titan, pravděpodobně nitridu titanu. Tato titanová fáze bude dále zkoumána separátně na dalších stranách práce.



Obr. 23: Liniové analýzy vzorku 1



Obr. 24: liniové analýzy 5, 6, 7 (shora)

- Chemické složení vzorku 1

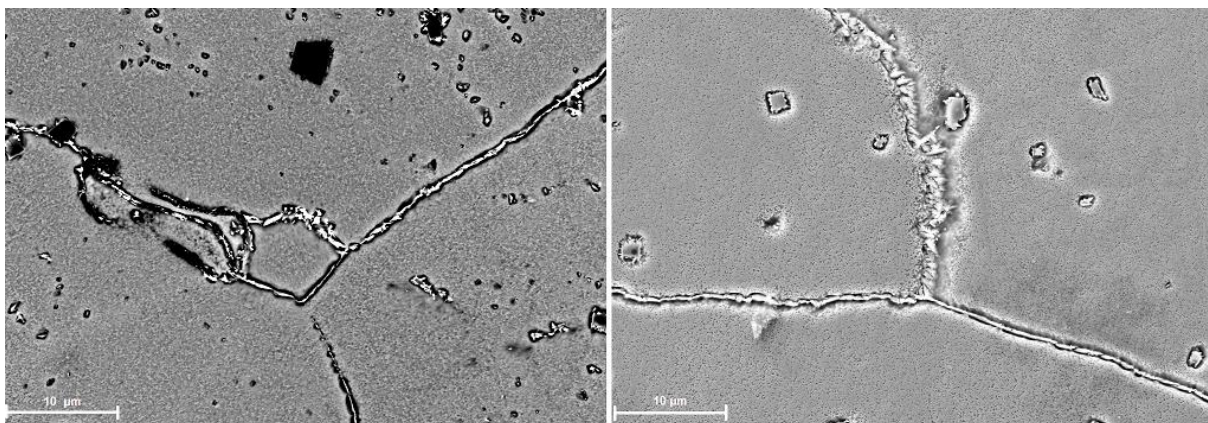
Tab. 5: chemické složení vzorku 1

obsah dle EDS [at. %]	Fe	Cr	W	Ni	Al	Ti	Si
vzorek 1	66,7	19,4	3,2	4,8	2,3	0,5	1,9

- Analýza zrn a hranice zrna

Tato analýza je zaměřena na přiblížení hranic zrn. Na obrázku 25 jsou vidět jasně svítící hranice zrna. To by mohlo signalizovat přítomnost významné strukturní složky či součásti. V tomto případě by se mohlo jednat o Lavesovy fáze na hranicích zrn.

Takto vypadající zrno se vyskytuje všude napříč materiálem. Malé ostrohranné, čtvercové, částice poblíž pravděpodobně představují fázi nitridu titanu.

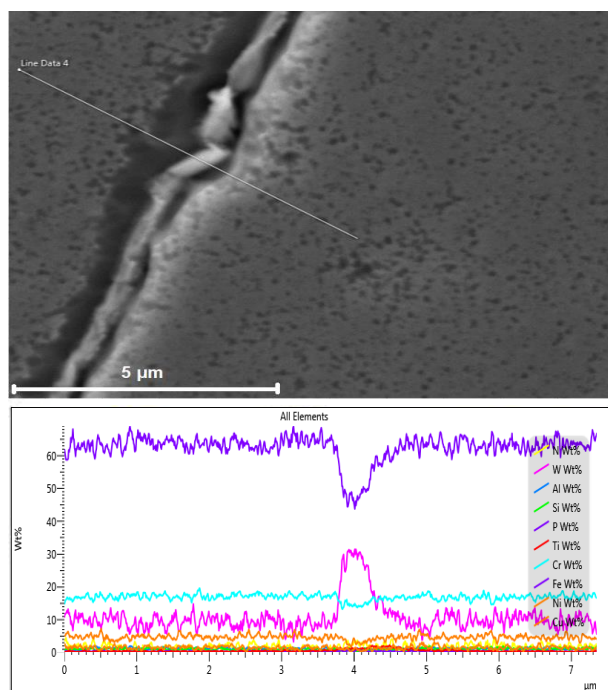


Obr. 25: hranice zrna vzorku 1

- Liniová analýza hranice zrna

Při zaostření na hranici zrn a liniové analýze přes hranici lze konstatovat, že hranice hrna jsou plné částic na bázi wolframu, neboť jeho koncentrace je zde několikanásobně vyšší než v materiálu okolo. To může být způsobeno právě vznikem Lavesovy fáze, která do sebe wolfram absorbovala. V tomto případě je tedy nejpravděpodobnější typ Lavesovy fáze  $Fe_2W$ .

Mimo hranici zrna není vykazována žádná výraznější změna složení. Pro přímé hodnoty množství wolframu na hranicích zrn a obecného složení hranic zrn byla provedena bodová, spektrální, analýza (obr. 27) níže.



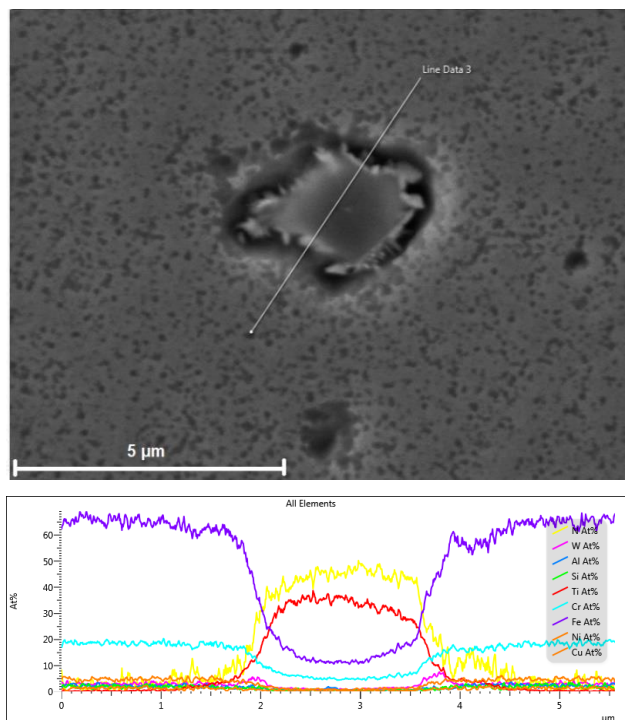
Obr. 26: liniová analýza hranic zrna, vzorek 1

- Liniová analýza částice nitridu titanu

Obrázek 27 představuje liniovou analýzu přes fázi nitridu titanu.

Jelikož by tato fáze měla být ostrohranná, tak z obrázku plyne, že se u ní nachází ještě jiná fáze. Tou je pravděpodobně Lavesova fáze viditelná po okrajích. Pravděpodobně došlo k tomu, že vysokotavitelný nitrid titanu vznikl dřív a na rozhraní se vytvořily vhodné podmínky pro vznik Lavesovy fáze.

Jak lze vidět z přiloženého průběhu chemického složení (obr. 27), tak se zcela jistě jedná o nitrid titanu. Předpoklad o vzniku Lavesovy fáze na okrajích se díky tomuto průběhu potvrzuje, neboť v místech okolo nitridu titanu také mírně roste obsah wolframu.

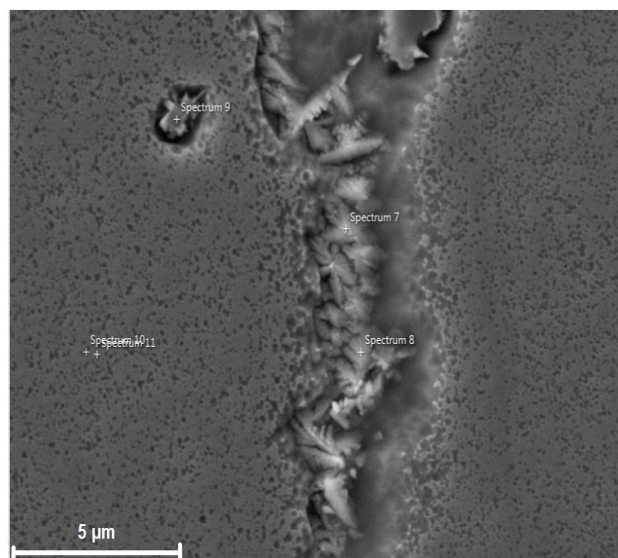


Obr. 27: Liniová analýza nitridem titanu, vzorek 1

- Bodová analýza vzorku 1

Pro lepší představu o jednotlivých fázích byly provedeny bodové analýzy v dílčích bodech struktury.

- Spektra 7 a 8 jsou zaměřena na hranici zrn, kde je zkoumáno její složení. Byla zvolena dvě různá místa pro lepší porovnání.
- Spektrum 9 je zaměřeno na fázi vyskytující se podblíž hranice zrna. Jedná se o nitrid titanu.
- Spektra 10 a 11 jsou potom zaměřena na složení matrice poblíž hranice zrn.



Obr. 28: Bodová analýza vzorku 1

Na základě bodových analýz chemického složení z jednotlivých spekter z obrázku 28 byla vytvořena tabulka 6.

Tab. 6: chemické složení z bodových analýz vzorku 1

spektrum	Fe	Cr	W	Ni	Al	Ti	Si
7	61,7	19,3	7,9	4,6	2,2	0,7	2,2
8	62,6	19,8	8,3	4,2	1,8	0,6	1,9
9	64	18,5	2,9	4,7	2,7	1,6	1,5
10	66,8	19,3	3,2	4,9	2,4	-	1,9
11	66,8	19,3	3,1	4,8	2,5	-	2,0

Bodové analýzy jasně prokázaly výskyt vyššího množství wolframu na hranici zrna. Tento obsah je více než dvojnásobný oproti obsahu wolframu rozpuštěného v materiálu a lze tedy považovat jeho vylučování na hranice zrn za přednostní. Jak už bylo dříve uvedeno, nejpravděpodobnější je na hranici zrna vznik Lavesovy fáze ve formě  $Fe_2W$ . Dále je na hranicích zrn koncentrováno méně železa.

Z hlediska chemického složení fáze nitridu titanu nijak nevyčnívá. Jediným rozdílem je v podstatě zvýšená koncentrace titanu. Jednou z liniových analýz se podařilo prokázat, že se jedná o nitrid titanu, ačkoliv se v materiálu nepodařilo detekovat množství dusíku. Matrice poblíž hranice zrna a nitridu titanu se jeví ochuzená o titan, to lze vysvětlit relativně blízkou polohou právě k nitridu titanu, který do sebe titan z okolí absorboval.

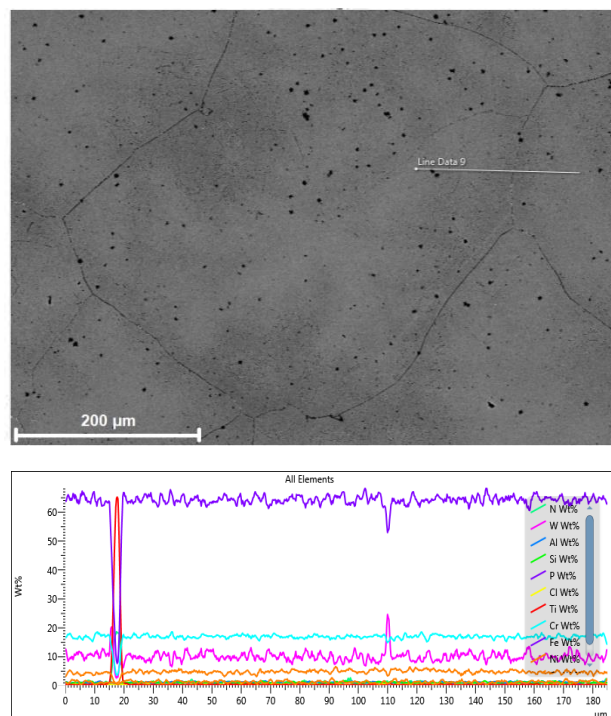
#### 6.4.2 Vzorek 2

- Liniová analýza u vzorku 2

Vzorek 2 obecně vykazuje velkou míru podobnosti se vzorkem 1. Většina provedených analýz byla rovněž takřka totožná.

Zajímavou se však stala přiložená liniová analýza (obr 29), neboť jediné v ní byla naměřena, ač velmi malá, hodnota dusíku v materiálu. I když je měření dusíku velmi nepřesné, tak ve všech ostatních analýzách mimo této nebyl naměřen.

Jinak liniová analýza materiálu opět ukazuje homogennost vzorku, mimo přechodu přes nitrid titanu a hranici zrna, kde jsou lokální změny.



Obr. 29: Liniová analýza vzorku 2

- Chemické složení vzorku 2

Tab. 7: chemické složení vzorku 2

obsah dle EDS [at. %]	Fe	Cr	W	Ni	Al	Ti	Si
vzorek 2	67,0	19,2	3,2	5,0	1,9	0,5	1,6

### 6.4.3 Vzorek 3

- Chemické složení

Tab. 8: chemické složení vzorku 3

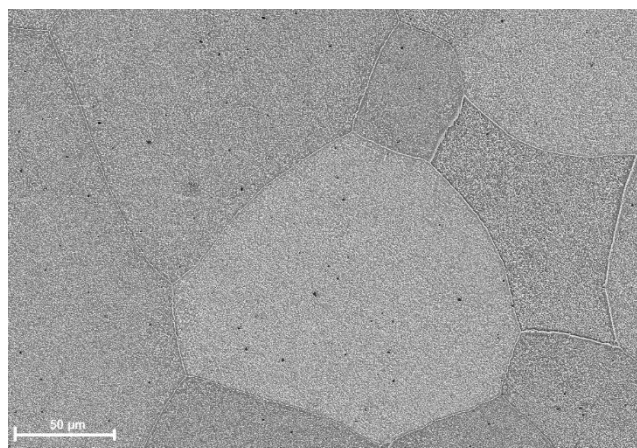
obsah dle EDS [at. %]	Fe	Cr	W	Ni	Al	Ti	Si
vzorek 3	67,7	19,8	3,5	5,0	2,4	0,4	-

- Analýza zrn a hranice zrna

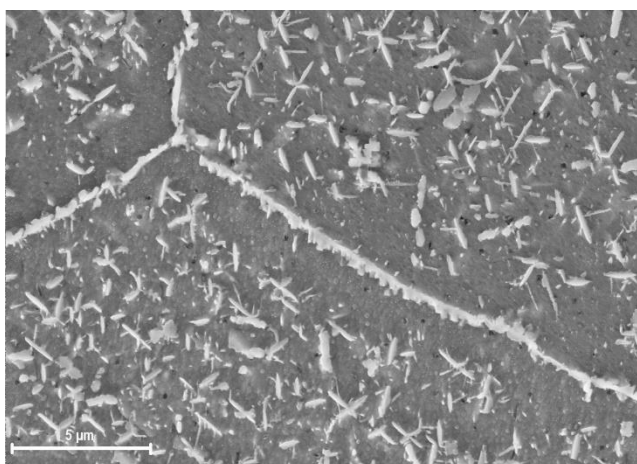
Na obrázku 30 je vidět struktura vzorku 3 při menším zvětšení. V zrnech jsou jasně vidět velmi jemně rozmístěné malé částice světlé barvy napříč celým materiálem. Kromě nich se v několika místech v každém zrně rovněž napříč celým materiálem vyskytují také nitridy titanu ve formě černých čtverců.

Při větším zvětšení, na obrázku 31, je dobře vidět struktura zrn i hranic zrn samotných.

Vzorek 3 vykazuje velmi malé, jemné a rovnoměrně rozmístěné fáze v zrně i na hranici zrna. Hranice zrna je touto fází zcela zaplněna. Jedná se pravděpodobně o Lavesovu fázi jehlicovitého tvaru. Efekt této fáze bude dvojitý, a to ve smyslu zpevnění a zkřehnutí materiálu. Dále se také na obrázku 31 ukazuje růst Lavesovy fáze v každém zrně jiným směrem.



Obr. 30: struktura vzorku 3 - celek



Obr. 31: struktura vzorku 3 - detail

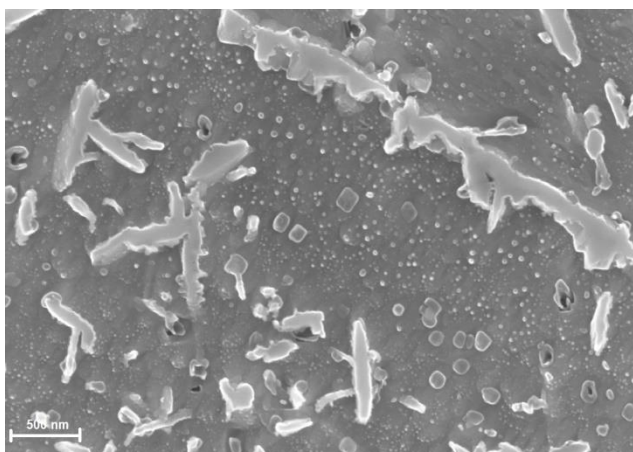
○ Analýza mikrostruktury

Při použití většího zvětšení lze na obrázcích 32 a 33 přímo vidět tvar a natočení jednotlivých částí Lavesovy fáze. Každá z částí je orientovaná jiným směrem a velikostně vidíme jak malé, tak velký kusy a různou úroveň rozvětvení.

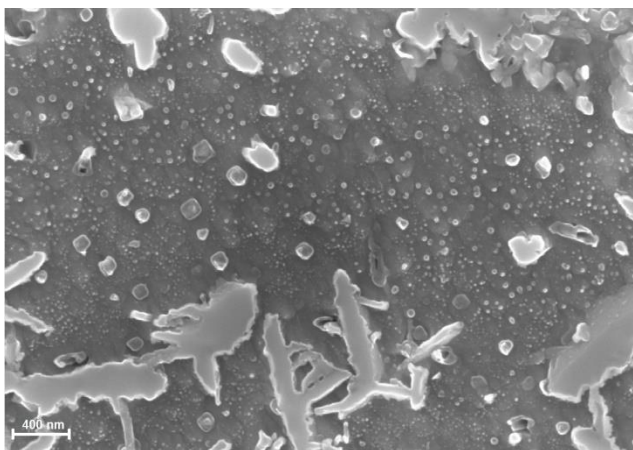
V meziprostorech lze vidět v obou obrázcích malé kulaté či čtvercové útvary. Pravděpodobně se jedná precipitáty. Rozložení těchto precipitátů vypadá rovnoměrně napříč zrna, a zároveň jsou malé velikosti zhruba od 60 do 150 nm. Vzhledem k rozmístění pravidelně a malé velikosti by tyto precipitáty měly mít výrazně pozitivní vliv na vlastnosti. Problémem je samotná analýza těchto precipitátů pomocí EDS. Jsou tak malé, že je touto metodou již nelze analyzovat a musí se přistoupit k jiným metodám strukturní analýzy.

Pro tyto účely byla provedena výroba lamely metodou FIB a následná analýza pomocí STEM. Doplňkový obrázek 34, právě z metody STEM, ukazuje několik precipitátů o velikosti do 100 nm. Jedná se o elipsoidní či mírně čtvercové precipitáty pravděpodobně na bázi niklu a hliníku.

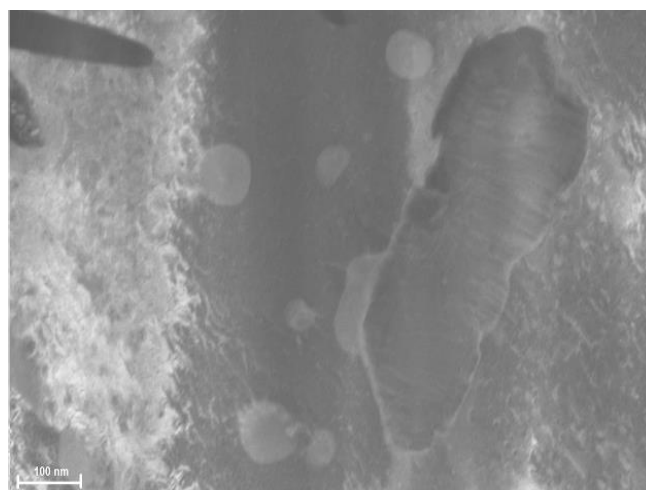
Pro analýzu chemického složení Lavesovy fáze v zrně, zrna samotného a hranice zrn byla použita bodová, spektrální, analýza vzorku 3 níže.



Obr. 32: struktura vzorku 3 - detail



Obr. 33: struktura vzorku 3 – detail 2

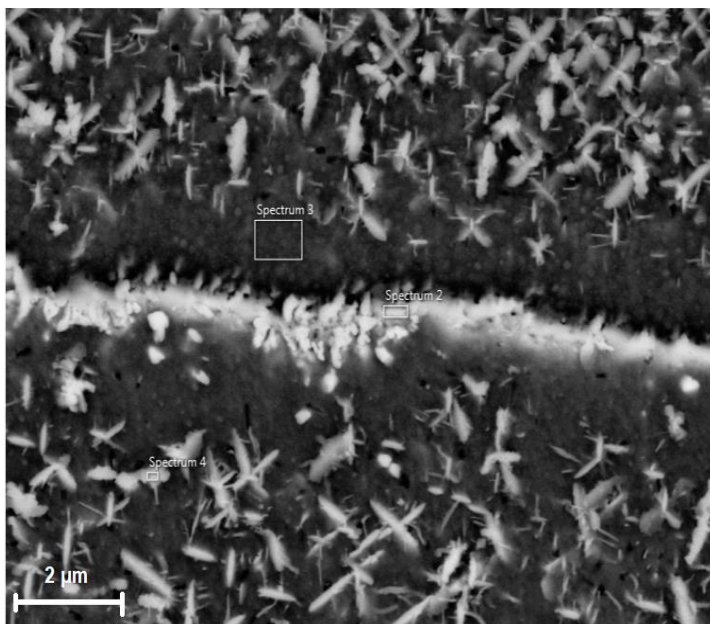


Obr. 34: STEM detail precipitátů – vzorek 3

○ **Bodová analýza**

Bodová, spektrální, analýza u vzorku 3 byla provedena k lepší představě o jednotlivých fázích.

- Spektrum 2 je zaměřeno na hranici zrna, kde se očekává vysoký výskyt wolframu a Lavesovy fáze na něm založené.
- Spektrum 3 je zaměřené na samotné zrno tohoto vzorku v blízkosti hranice zrna a Lavesových fází v zrně.
- Spektrum 4 pak zkoumá přímo Lavesovu fázi v zrně.



Obr. 35: Bodová analýza vzorku 3

Na základě bodových analýz chemického složení z jednotlivých spekter byla vytvořena tabulka 9.

Tab. 9: chemické složení z bodových analýz vzorku 3

spektrum	Fe	Cr	W	Ni	Al	Ti	Si
2	57,7	18,8	12,1	4,5	2,1	0,5	2,2
3	69,2	19,3	1,0	5,2	2,3	-	2,0
4	59,5	20,9	10,6	4,2	1,9	-	1,8

Jak lze vidět dle přiložené tabulky 9, analýza spektra 2 jasně prokázala daleko vyšší výskyt wolframu na hranici zrna. Tento obsah na hranici zrna se navíc projevuje tak, že k ní přilehlé oblasti jsou o wolfram ochuzeny a je tedy možno považovat vylučování wolframu na hranice zrn za přednostní. Na hranicích tak pravděpodobně vzniká Lavesova fáze ve formě  $Fe_2W$ , která je ochuzena o určité množství železa.

Z bodových analýz spekter 3 a 4 vyplývá, že kromě hranice zrna nebyl detekován titan. Možné vysvětlení je opět přítomnost nitridů titanu, které však nejsou dobře vidět, neboť jsou překryté hustě rozprostřenou Lavesovou fází. Dle bodové analýzy místo zkoumané spektrem 2 vykazuje velmi podobné složení jako místo zkoumané spektrem 4. Lze tedy tvrdit, že hranice zrna je takřka plně obsazena Lavesovou fází a jediný rozdíl je ten, že na hranici je tato fáze v určitém uspořádání blízko sebe oproti rozložení v matici.

#### 6.4.4 Vzorek 4

- Chemické složení

Tab. 10: chemické složení vzorku 4

obsah dle EDS [at. %]	Fe	Cr	W	Ni	Al	Ti	Si
vzorek 3	66,8	19,4	3,0	4,9	2,2	0,4	2,1

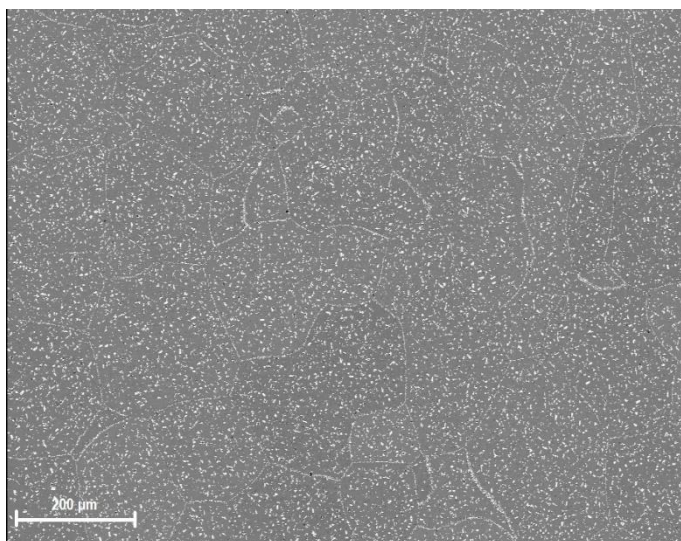
- Analýza zrn a hranice zrna

V tomto případě, po žihání na 1000 °C/5h, je vidět výrazné zhrubnutí Lavesovy fáze v ploše zrn (obr. 36) oproti předchozímu vzorku.

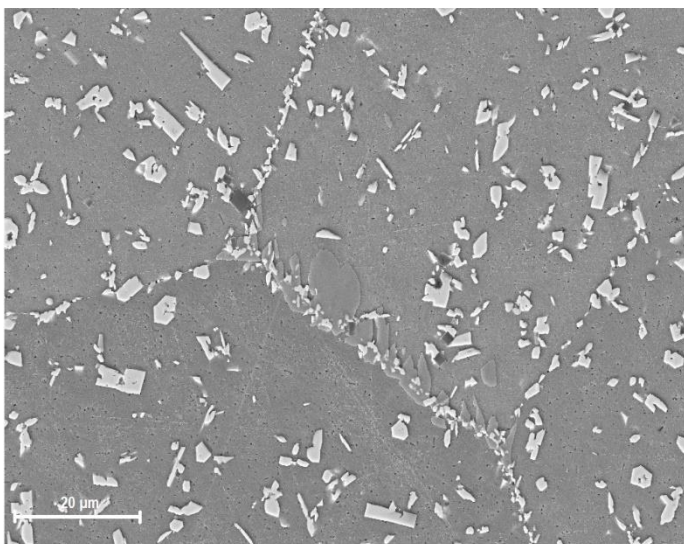
Z hustě rozprostřených a malých jehlicovitých útvarů se staly čtvercové, hrubší obdélníkové nebo pravoúhlé až ostrohranné částice, které mohou být i ve tvaru jehlic, ale spíše jsou zastoupeny ve formě jiných útvarů.

Rovněž na hranici zrna došlo ke zhrubnutí, což symbolizuje velikost a ostrohrannost jednotlivých částic Lavesovy fáze. Obrázek 37 ukazuje bližší pohled do zrna v místě mezi Lavesovými fázemi. Mimo čtvercových nitridů titanu jsou místy vidět velmi malé a nepravidelně rozmístěné částice. Pravděpodobně se opět jedná o částice na bázi niklu a hliníku, čtvercového či kulatého tvaru, ale k detailní analýze je zapotřebí jiných metod (FIB, STEM).

Na obrázku 37 lze uprostřed vidět také vytvoření nové fáze podél hranice zrna.

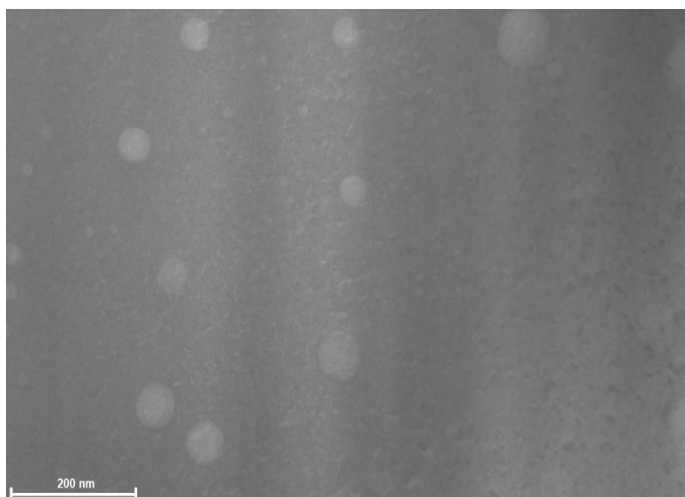


Obr. 36: struktura vzorku 4 - celek



Obr. 37: struktura vzorku 4 - detail

Ačkoliv precipitáty na obrázcích 36 a 37 nebyly dobře vidět, tak se ve struktuře dále vyskytují. Důvodem je jejich velmi malá velikost asi od 30 do 50 nm. Jelikož je tato velikost moc malá na měření pomocí EDS, tak bylo nezbytné použití technik FIB a STEM (obr. 38). Oproti vzorku 3 došlo ke zmenšení velikosti precipitátů. V tomto případě už jsou precipitáty kulaté či elipsoidní.

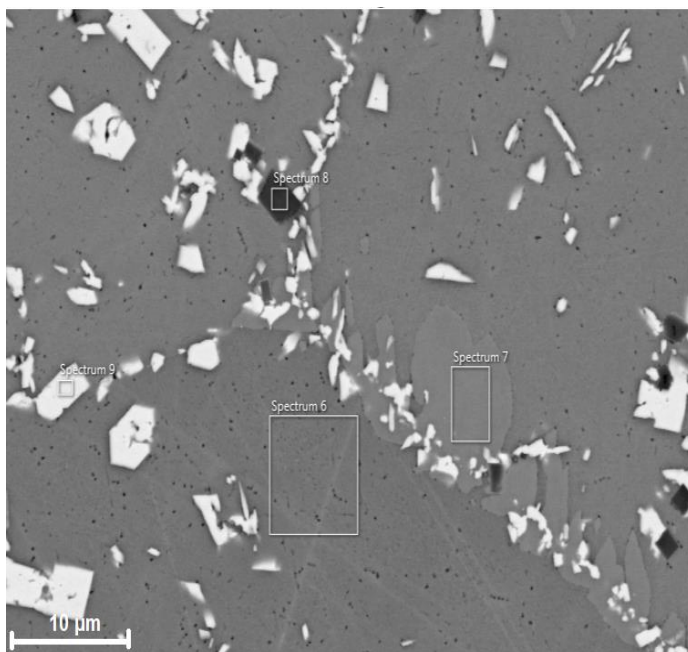


Obr. 38: STEM detail precipitátů – vzorek 4

○ Bodová analýza

Tato analýza slouží k lepší představě o jednotlivých fázích. Při žíhání na 1000 °C/5h nastaly ve vzorku výraznější změny. Oproti předchozímu vzorku zde přibyla nová fáze, která je pravděpodobně intermetalická.

- Spektrum 6 zobrazuje složení zrna v blízkosti hranice.
- Spektrum 7 je zaměřeno na nově vzniklou fázi.
- Spektrum 8 je zaměřeno na ostrohrannou černou částici, pravděpodobně na nitrid titanu.
- Spektrum 9 pak zkoumá hranici zrna a Lavesovu fázi v něm.



Obr. 39: bodová analýza vzorku 4

Na základě bodových analýz chemického složení z jednotlivých spekter byla vytvořena tabulka 11.

Tab. 11: chemické složení z bodových analýz vzorku 4

spektrum	Fe	Cr	W	Ni	Al	Ti	Si
6	68,4	20,0	1,1	4,8	2,4	-	2,0
7	69,3	15,9	1,2	7,9	2,0	-	1,7
8	2,6	2,5	10,6	0,1	0,6	47,6	0,3
9	48,5	16,3	29,4	2,0	-	0,5	3,2

Bodovou analýzou matrice spektrem 6 bylo zjištěné velmi podobné složení jako u vzorku 3. Titan tímto spektrem nebyl detekován, stejně jako u vzorku 3, což je přisuzováno fázím nitridu titanu poblíž, které jej absorbovaly.

Spektrum 7 bylo zaměřeno na nově vzniklou fázi. Z výsledků analýzy lze vidět, že je tato fáze primárně obsahuje více niklu a méně chromu. V tomto případě by se dalo říct, že je tato fáze na hranici zrn navázána, to však nemusí být pravidlem.

Dle předpokladu zobrazuje spektrum 8 nitrid titanu. V chemickém složení prvků uvedených v tabulce 11 v tomto případě chybí ještě dusík. Jeho množství at. %, by mělo odpovídat množství at. % Ti. V tomto případě se předpokládá podobné složení, jaké ukázala liniová analýza na obrázku 27. Takto zvýšený obsah wolframu v tomto případě může znamenat buď to, že nitrid titanu leží na hranici zrna, případně to, že nějak došlo k interakci mezi ním a nitridem titanu a byl absorbován. Na rozdíl od liniové analýzy (obr. 27) je tentokrát struktura čistě ostrohranná, obdélníková, a nevypadá, že by Lavesova fáze byla umístěna po krajích.

Analýza hranice zrna pomocí spektra 9 říká, že přítomná Lavesova fáze obsahuje extrémně velké množství wolframu. Vzhledem ke koncentraci wolframu v matrici a nově vzniklé fázi lze předpokládat, že Lavesova fáze jej absorbovala z okolí.

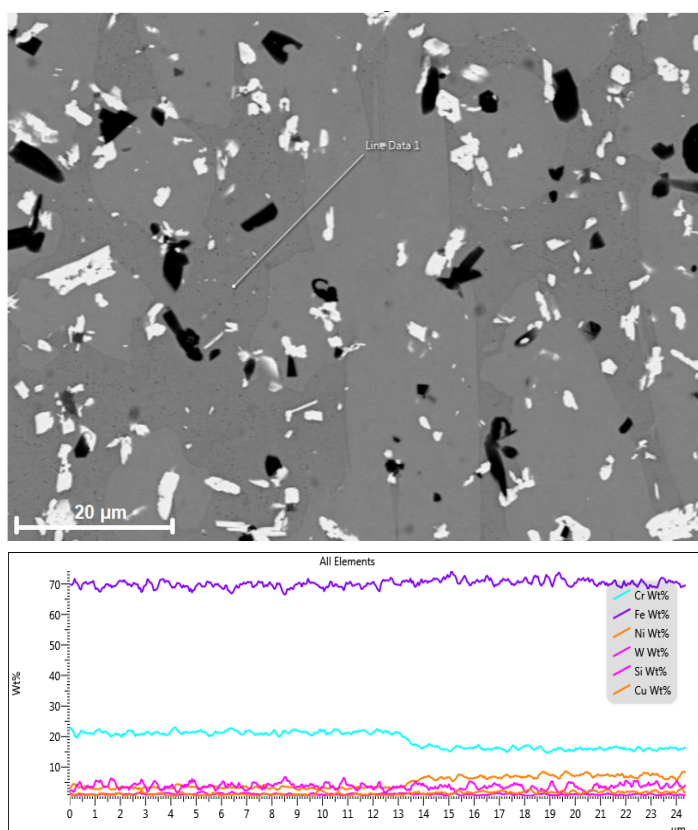
#### ○ Liniová analýza z přechodu matrice a nové fáze

Na obrázku 40 je vidět liniová analýza skrz matrici a v tomto stavu po žihání na 1000 °C/5h nově vzniklou fázi.

Na tomto obrázku je také vidět, že nově vzniklá fáze je přítomná v materiálu v rozličných tvarech a skrz celou matrici, nejenom u hranic zrn.

Z průběhu chemického složení je patrná změna v chemickém složení nové, pravděpodobně intermetalické, fáze oproti matrici. Je vidět pokles obsahu chromu a nárůst obsahu niklu.

Pro potvrzení rozdílu mezi matricí a novou fází byla rovněž vytvořena tabulka 12 z bodových analýz. Těmito analýzami byly potvrzeny změny v chemickém složení mezi matricí a novou fází, a navíc došlo ke kvantifikaci.



Obr. 40: Liniová analýza přechodu matrice a nové fáze

Tab. 12: bodové analýzy matrice a nové fáze ve vzorku 4

-	Fe	Cr	W	Ni	Al	Ti	Si
nová fáze	70,9	17,2	1,2	6,8	0,5	0,2	1,9
matrice	69,2	22,18	1,3	3,8	0,5	0,2	2,0

## 7 Diskuse

### 7.1 Dodatečné modelování vzhledem z analýze chemického složení

Vzhledem k provedeným analýzám byla zjištěna neplatnost původních předpokladů vycházejících z modelování systémem ThermoCalc. Na základě metalografické analýzy pomocí světelného mikroskopu byla zjištěna přítomnost ostrohranných částic ve tvaru čtverců či obdélníků zlaté barvy napříč celým materiálem. Následně pomocí REM a liniové analýzy bylo potvrzeno, že se jedná o nitridy titanu. Oproti tomu karbidy titanu při analýzách nebyly nalezeny a velmi pravděpodobně vůbec nevznikly.

Nitridy titanu vznikly na základě kontaminace materiálu dusíkem, není však jisté, kdy se dusík do materiálu dostal, neboť u přípravy byly dodrženy postupy pod ochrannou atmosférou. Nejpravděpodobněji se do finálního materiálu mohl dostat ze vzduchu kvůli nějaké nezaznamenané nepřesnosti.

Měření obsahu dusíku metodou EDS je značně nepřesné, u jedné z analýz se povedlo detekovat hodnotu 0,2 hm. %, což bylo zvoleno pro nové modelování jako záchytná hodnota. Ač je to hodnota nepřesná, tak cílem bylo namodelování diagramu pro představu s alespoň přibližným zohledněním dusíku, neboť ve vzorcích se vyskytuje hustá síť nitridů titanu. Pro zjištění přesnějšího množství dusíku by bylo třeba provést obrazovou analýzu na vzorcích, zhodnotit plošné rozložení nitridů, a z něj potom hodnotu spočítat. Dalším prvkem, který je nutné do výpočtů zahrnout je křemík. Tím je materiál taky kontaminován. Pravděpodobně se do materiálu dostal při tavení ze silikátového kelímku.

Vzhledem k těmto zjištěním bylo v programu ThermoCalc provedeno opětovné modelování se snahou zahrnout dříve popsané skutečnosti do výpočtu. Pro analýzu byl zvolen takový přístup, že po vložení všech prvků, které jsou ve struktuře oproti původnímu modelování navíc, byly zakázány fáze, které při experimentálních analýzách nebyly pozorovány. Modelováním bylo také zjištěno, že i při přítomnosti stejného množství uhlíku jako v prvním výpočtu kvůli kontaminaci materiálu dusíkem, i v tak nízké koncentraci, nitridy titanu vzniknou dle modelování namísto karbidů. Výpočty bylo dále zjištěno, že v modelovaných systémech vliv karbidu titanu na fázové pole odpovídá nitridu titanu.

I když byly tedy prohlášeny původní předpoklady za neplatné, tak bylo dokázáno, že prvotně spočítaný fázový diagram odpovídá i případu s tvořením nitridu titanu namísto karbidu titanu.

## 7.2 Základní odlitý stav

Ve stavu po odlití byly v neleptaném stavu materiálu nalezeny ostrohranné zlaté částice nitridu titanu, které jsou náhodně rozprostřeny po celé struktuře. Naleptaný stav navíc ukázal přítomnost nitridů titanu i na hranicích zrn. Při analýze fáze nitridu titanu byl zjištěn poměr titanu a dusíku takřka 1 ku 1, což odpovídá teorii.

V naleptaném stavu byla také odhalena licí struktura s dendrity, jejichž všechny osy jsou masivní. Ačkoliv materiál pod světelným mikroskopem vypadal jako heterogenní, tak by čistě na základě analýz z REM mohl být hodnocen jako homogenní, neboť tomu nasvědčovalo vícero analýz pomocí REM, kdy ani jedna z liniových analýz heterogenitu nepotvrdila. Spíše se však jedná o variantu zdánlivé homogenity. Při porovnání výsledků z REM s výsledky ze světelného mikroskopu byl u litých vzorků 1 a 2 zjištěn jednoznačný rozdíl v kontrastu struktury zrn, tedy se nemůže jednat o homogenitu.

Je pravděpodobné, že z důvodu velmi masivních dendritických os se však stejně s REM i přes vícero liniových analýz nepodařilo dendritickou segregaci a nehomogenitu prokázat. Jedním z možných důvodů je nízká míra heterogenity a rozdíly pouze v orientacích zrn.

## 7.3 Stav po žihání

Po provedení analýz litého stavu bylo na materiálu provedeno tepelné zpracování. Konkrétně na vzorku 3 se jednalo o žihání na 800 °C/1h, u vzorku 4 se pak jednalo o 1000 °C/5h. U obou vzorků se po tepelném zpracování vyskytovaly nitridy titanu náhodně rozmístěné po struktuře a velmi malé precipitáty, pravděpodobně na bázi niklu a hliníku, které jsou rovnoměrně rozmístěné po struktuře. Tyto precipitáty u vzorku 3 nabývaly kulatého až mírně čtvercového tvaru s průměrnou velikostí od 60 do 150 nm. V případě vzorku 4 došlo ke zmenšení precipitátů na velikost 30 až 50 nm společně se změnou tvaru, kdy byly v tomto vzorku pozorovány už pouze jako kulaté či elipsoidní.

U vzorku 3 došlo k výrazné precipitaci Lavesovy fáze na bázi wolframu. V blízkosti hranice zrn je matrice o wolfram výrazně ochuzená, lze tedy předpokládat přesun wolframu z těchto poloh na hranice. Lavesova fáze je přítomná jak v zrnech, tak na hranicích zrn. Její precipitace je ve formě velmi malých a jehlicovitých částic, které jsou v zrnech rozprostřeny rovnoměrně. Tím, že jsou částice malé a rovnoměrně rozmístěné, lze očekávat zlepšení pevnostních charakteristik. Jehlicovitý tvar oproti tomu ukazuje na sníženou houževnatost. Co může dále přispět ke křehkosti je to, že Lavesova fáze roste v každém zrně jiným směrem. Vliv na zvýšení pevnosti mají pak určitě i vyprecipitované částice intermetalické fáze, pravděpodobně na bázi niklu a hliníku, díky malé velikosti a rovnoměrnému rozložení.

Vzorek 4 vykazuje také precipitaci Lavesovy fáze, která v tomto případě obsahuje ještě násobně více wolframu. V tomto případě již není Lavesova fáze ve formě rovnoměrně rozprostřených malých jehlicovitých částic, nýbrž ve formě různých ostrohranných útvarů větší velikosti, které jsou rozmístěny po hranicích zrn i ve struktuře. Všude ve struktuře, mimo hranice zrn, je Lavesova fáze rozmístěna zcela náhodně. Navíc v tomto vzorku vznikla zcela nová fáze. Ta dosahuje všech různých velikostí a tvarů a vyskytuje se rovněž zcela náhodně. Oproti matici tato nová fáze vykazuje pokles obsahu chromu a nárůst obsahu niklu v jednotkách procent.

Jak moc který vzorek zkřehnul vlivem Lavesovy fáze by bylo dobré dále prozkoumat. Nesmí být opomenut fakt tvaru Lavesovy fáze, neboť ten se u vzorků 3 a 4 výrazně liší. Předpoklad je takový, že u vzorku 3 by byla snížená houževnatost oproti litému stavu a u vzorku 4 by byl pokles houževnatosti ještě vyšší než u vzorku 3.

Lavesova fáze mění primárně svou velikost. Nárůst koncentrace wolframu může být způsoben tím, že při zhrubnutí částic je měření přesnější a vliv okolí a matrice je stále menší, případně může docházet k postupné změně chemického složení, kdy drobné částice mohou být metastabilní a velké stabilní se správným chemickým složením. Případně mohou být i malé částice stabilní, jen do měření výrazně zasáhla matrice.

## 7.4 Zhodnocení tvrdosti

Průměrná tvrdost vzorků 1 a 2 v litém stavu je 401 a 392 HV 0,3. Po žíhání na 800 °C/1h u vzorku 3 došlo ke zjemnění zrna a k precipitaci velmi malých jemných a rovnoměrně rozložených částic Lavesovy fáze a taktéž velmi malých jemných a rovnoměrně rozložených částic na bázi nikl-hliník. Obě tyto precipitace měly vliv na hodnotu tvrdosti, vzorek 3 vykazuje v průměru vyšší tvrdost o více než 10 % oproti litým vzorkům 1 a 2. U vzorku 4 vlivem žíhání na 1000 °C/5h došlo ke zhrubnutí zrna i precipitujících částic Lavesovy fáze. Tyto vlivy způsobily ve výsledku podobnou tvrdost, jakou disponují lité vzorky.

Tab. 13: zhodnocení průměrné tvrdosti

-	vzorek 1	vzorek 2	vzorek 3	vzorek 4
průměrná tvrdost	401	392	446	395

## 7.5 Možnosti úpravy

- Kontaminace

Vzhledem k předpokládanému stavu materiálu měly vznikat karbidy titanu, ale nakonec namísto nich vznikly nitridy. Bylo by proto dobré se pokusit zamezit kontaminaci dusíkem.

- Tepelné zpracování

Pro tepelné zpracování, žíhání, vyvstává otázka, jaká je ta správná kombinace teploty a času pro dosažení těch nejlepších vlastností slitiny. Z provedených žíhání vzorků 3 a 4 v této práci lze říci, že žíhání na 800 °C/1h je výrazně lepší než žíhání na 1000 °C/5h. V této práci byla použita nižší teplota a krátká doba expozice a vyšší teplota a delší doba expozice, což dává o ideálním zpracování pouze okrajovější informace. Bylo by proto vhodné provést další analýzy a prozkoumat strukturu zejména po kombinacích nižší teplota s delším časem a vyšší teplota s kratším časem.

- Množství wolframu a niklu

Na základě analýz bylo zjištěno, že wolfram se sice v matici nachází, ale velká část z něj byla absorbována do Lavesovy fáze. Největší koncentrace wolframu vznikla na hranici zrn, neboť to je místo koncentrace Lavesovy fáze, a dále kdekoli jinde, kde se Lavesova fáze nachází. Nabízí se více možností, jak tuto situaci řešit.

Jednou z možností při přípravě materiálu použít menší množství wolframu. Opět však vyvstává otázka, zda by toto samotné opatření nevedlo ke stejnému výsledku pouze s tím, že by o daný poměr byly ochuzeny jak Lavesovy fáze, tak matrice. Obecně by pro materiál bylo nejvhodnější, kdyby wolfram tvořil precipitáty místo toho, aby byl absorbován Lavesovou fází. Další možností je pak přidání většího množství niklu do materiálu. S jeho větším množstvím by mohla být podpořena tvorba většího množství precipitátů s pozitivním dopadem na vlastnosti materiálu či obecně tvorba většího množství intermetalických fází. V těchto případech by tak mohlo být nutné přidat do materiálu i určité množství hliníku, aby byla tvorba těchto částic či fází dobře podpořena.

## ZÁVĚR

Cílem práce byl návrh experimentální slitiny s použitím pro vyšší teploty. Jelikož v jedné ze dřívějších prací vznikla při svařování zajímavá struktura, tak vzniknul nápad materiál s touto strukturou připravit znovu, zanalyzovat jej a podat náměty o perspektivnosti materiálu a případně o možnostech jeho zlepšení. Práce byla zaměřena primárně na provedení analýz finálního materiálu vzniklého ze spojení materiálů MA956 a WL10 s přídavkem Ni. Postup přípravy by se mohl zdát poněkud komplikovaný, neboť byl nejdříve vytvořen prsteneček MA956, následně váleček WL10 a ten pak byl vložen do otvoru v prstenci. Po vložení byl wolframový váleček vystaven předehřevu na 400 °C a 1000 °C a následně pomocí fokusovaného elektronového paprsku po celém obvodu svařen s prstencem. Po svaření byl celý svařenec, už jako jeden kus, roztaven a do taveniny byl dodán nikl, což bylo následováno odlitím do bronzové formy.

Tento finální materiál byl porovnán s předpokládaným modelem a následně byla změřena tvrdost a byly provedeny analýzy světelným mikroskopem a REM. Po těchto analýzách litého stavu byl materiál vystaven tepelnému zpracování, žíhání, na 800 °C/1h a 1000 °C/5h. Stav materiálu po tepelném zpracování byl dále zkoumán stejně jako litý stav, tedy byla opět změřena tvrdost, byla provedena analýza světelným mikroskopem a REM.

Ve stavu po odlití i po dílčích žíháních je v materiálu přítomen nitrid titanu ve formě ostrohranných, čtvercových částic zlatavého zbarvení. Materiál v litém stavu se jeví jako zdánlivě homogenní. Nepatrné heterogenity, zjištěné pouze díky kontrastu při pozorování světelným mikroskopem, mohou mít za důvod pouze rozdíly v orientacích zrn. Jinak materiál vykazuje dendritickou strukturu s masivními osami a Lavesovu fázi obohacenou wolframem na hranicích zrn. Hodnota tvrdosti toho stavu je v průměru 397 HV 0,3.

Materiál ve stavu po žíhání na 800 °C/1h vykazuje velmi malé a jemně rovnoměrně rozmístěné částice Lavesovy fáze ve struktuře. Tato fáze je jehlicovitého tvaru, v každém zrně roste jiným směrem a má efekt na pevnost a houževnatost materiálu. Lavesova fáze je rovněž koncentrovaná na hranicích zrn a ve všech případech je na bázi wolframu, který do sebe absorbuje z okolí. Mimo tuto fázi materiál obsahuje ještě velmi jemné precipitáty pravděpodobně na bázi niklu a hliníku, které by měly mít pozitivní vliv na vlastnosti. Vliv těchto precipitátů společně s malými, jemnými a rovnoměrně rozmístěnými částicemi Lavesovy fáze se projevuje už na tvrdosti, kdy materiál v tomto stavu dosahuje průměrné hodnoty 446 HV 0,3.

Stav materiálu po žíhání na 1000 °C/5h vykazuje zhrubnutí částic Lavesovy fáze společně s ještě větším obsahem wolframu v ní. Z původně malých, jemných a rovnoměrně rozprostřených částic se staly hrubé ostrohranné částice, na mnoha místech i s výběžky, které jsou přítomné na hranicích zrn a ve struktuře jsou rozmístěny zcela náhodně. Precipitáty ve struktuře zůstaly zachovány, ačkoliv se změnil jejich tvar na čistě kulaté či elipsoidní, snížila se jejich velikost, snížilo se jejich množství, a už nejsou rozloženy rovnoměrně po struktuře. Navíc došlo ke vzniku nové intermetalické fáze podobného složení jako matrice, jen se sníženým obsahem

chromu a zvýšeným obsahem niklu. Vliv zhrubnutí a dalších změn lze vidět na průměrné tvrdosti. Její hodnota pro tento stav dosahuje 395 HV 0,3.

Tento experimentální materiál se jeví jako zajímavý. Bylo by však vhodné provést další analýzy, ať už se jedná o hodnocení mechanických vlastností a dopadu Lavesovy fáze na pevnost a houževnatost, nebo o creepové zkoušky a s tím zhodnocení vlastností, pro které byl původně navrhován. Ohledně možných následných vylepšení existuje velké množství úprav, z nichž některé byly výše uvedeny, které lze relativně snadno provést a měly by mít také určitý vliv na vlastnosti. Jedním z hlavních vlivů by mohlo být tepelné zpracování a nalezení vhodné teploty a času pro tu nejlepší kombinaci pevnosti a houževnatosti. Mimo toho, že možné změny v koncentraci prvků by měly přímý vliv na vlastnosti materiálu, lze změny v koncentraci nasimulovat. Materiál už při žíhání na vyšší teplotu s delší dobou expozice ukázal, že je možný vznik nových intermetalických fází, které by mohly mít dopad na celkové vlastnosti. Existuje tedy velký počet různých dalších úprav a kombinací úprav, jak strukturu a vlastnosti materiálu relativně snadno měnit. Všechny tyto možné analýzy však daleko přesahují rozsah této práce a jsou pouze navrhovány jako předmět dalšího výzkumu.

## POUŽITÉ ZDROJE

- [1] HERNAS, Adam. *Žárupevné oceli a slitiny*. Ostrava: Vysoká škola báňská – Technická univerzita, 2009. ISBN 978-80-248-2187-0,
- [2] REED, R. C. *The superalloys: fundamentals and applications*. Cambridge university press; 2008 Jul 31.
- [3] JAN, Vít. *Analýza a simulace chování materiálu pro vysoké teploty*. Brno: VUTIUM, 2009. *Vědecké spisy Vysokého učení technického v Brně. Habilitační a inaugurační práce.*
- [4] ZÁŠKODA, David. *Parametrické zkoušky plazmového svařování kořene svaru*. Brno, 2010. Diplomová práce. VUT Brno. Vedoucí práce ING. JAROSLAV KUBÍČEK.
- [5] PURMENSKÝ, Jaroslav; FOLDYNA, Václav. *Žárupevnost a její vliv na životnost energetických zařízení*. In SBORNÍK KONFERENCE - Hrotovice 2008. [s.l.] : TDS Brno-SMS,s.r.o., 2008. s. 9. ISBN 978-80-87102-00-8.
- [6] DVORÁČEK, Ondřej. *Modelování fázového složení žárupevných ocelí a jejich spojů*. Brno, 2009. Diplomová práce. VUT Brno. Vedoucí práce Ing. VÍT JAN, Ph.D.
- [7] PLUHAŘ, J., PUŠKÁR, A., MACEK, K. *Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu*. 1. vyd. Praha: SNTL, 1987.
- [8] ŠOHAJ, Pavel. *Strukturní stabilita žárupevných ocelí a jejich svarů*. Brno, 2009. Diplomová práce. VUT Brno. Vedoucí práce prof. Ing. RUDOLF FORET, CSc
- [9] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, s.r.o, 2003. ISBN 80-7204-283-1.
- [10] CALLISTER, W.D., 2016. *Fundamentals of materials science and engineering*, Singapore: Wiley & Sons. ISBN 978-1-119-24925-2
- [11] SMÉKALOVÁ, Jana. *Vztah mezi strukturou a vlastnostmi litých niklových slitin*. Brno, 2008. Bakalářská práce. VUT Brno. Vedoucí práce prof. Ing. Tomáš Podrábský, CSc
- [12] GEDDES, B.; Leon, H.; Huang, X. *Superalloys: alloying and performance*. Asm International; 2010.
- [13] BAR-COHEN, Yoseph. *High temperature materials and mechanics*. Boca Raton: Taylor & Francis Group, 2014. ISBN 978-1-4665-6645-3

- [14] KOŘÍNEK, Tomáš. *Analýza napjatosti a pevnostní kontrola tělesa ventilu parní turbíny*. Brno, 2018. Diplomová práce. VUT Brno. Vedoucí práce prof. Ing. Jindřich Petruška, CSc.
- [15] VLACH, Bohumil. Creep a lom při creepu. In: ÚMVI [online]. [cit. 2022-05-20]. Dostupné z: [http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/vyuka/mezni\\_stavy/podklady/09%20-%20Creep.pdf](http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/vyuka/mezni_stavy/podklady/09%20-%20Creep.pdf)
- [16] ČADEK, Josef. *Creep kovových materiálů*. 1. vyd. Praha: Academia, 1984. Fyzikálně metalurgická řada.
- [17] VOJTĚCH, D. *Kovové materiály*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2006. ISBN 80-7080-601.
- [18] MAZANCOVÁ, Eva. *Technické materiály I., Kovové materiály: učební text* [online]. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava, 2012 [cit. 2022-05-20]. ISBN 978-80-248-2577-9. Dostupné z: <http://www.person.vsb.cz/archivcd/FMMI/TM1/Technicke%20materialy%20I.pdf>
- [19] MAZANCOVÁ, Eva. *Materiály pro náročné technické aplikace: studijní opora*. Ostrava: VŠB - Technická univerzita Ostrava-Poruba, 2013 [cit. 2022-05-20].
- [20] JURSIK, František. *Anorganická chemie kovů*. Praha: Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2002. ISBN 80-7080-504-8.
- [21] DONACHIE, M.J., DONACHIE, S.J.: *Superalloys - A Technical Guide*, second edition. ASM International, 2002
- [22] JAN, Vít. *Kinetika precipitace karbidů v žárupevných ocelích*. V Brně: České vysoké učení technické, Fakulta strojního inženýrství, Ústav materiálového inženýrství, 2004. Vědecké spisy Vysokého učení technického v Brně. PhD Thesis. ISBN 80-214-2595-4.
- [23] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu II*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, s.r.o, 2002. ISBN 80-7204-248-3
- [24] ADAM, Ondřej. *Mikrostrukturní stabilita heterogenních svarů wolfram – ODS.*, Brno, 2018. Diplomová práce. VUT Brno. Vedoucí práce doc. Ing. VÍT JAN, Ph.D
- [25] FREMUNT, P., PODRÁBSKÝ, T. *Konstrukční oceli*. Brno: Cerm, 1996. 267 s. ISBN 80-85867-95-8.
- [26] TULKA, Jaromír. *Ochrana materiálů proti vlivům prostředí*. Brno: Vutium, 2021. ISBN 978-80-214-5879-6.

- [27] ROBERGE, Pierre. *Corrosion Engineering*. McGrawHill Education Europe, 2008. ISBN 9780071482431.
- [28] SOPOUŠEK, J. Fázové rovnováhy a difúzí řízené procesy ve vybraných soustavách kovů a slitin. Brno: Masarykova univerzita, Přírodovědecká fakulta, 2002. Habilitační práce
- [29] Thermo-Calc. *Thermo-Calc* [online]. 2020 [cit. 2022-05-20]. Dostupné z: <https://thermocalc.com/products/thermo-calc/>
- [30] How to Do a CALPHAD Assessment. *Thermo-Calc* [online]. 2020 [cit. 2022-05-20]. Dostupné z: <https://thermocalc.com/blog/how-to-do-a-calphad-assessment/>
- [31] DOLEŽAL, Pavel, Petra PAVLÍKOVÁ a Simona HUTAŘOVÁ. *Příprava a hodnocení materiálografických vzorků: studijní opora* [online]. Vysoké učení technické v Brně [cit. 2022-05-20]. Dostupné z: <http://imse.fme.vutbr.cz/images/umvi/opory/phmv/index.php>
- [32] R. F. Egerton, *Physical Principles of Electron Microscopy: an introduction to TEM, SEM, and AEM*. New York, N.Y.: Springer, 2006
- [33] W. Zhou, Z. L. Wang: *Scanning Microscopy for Nanotechnology – Techniques and Application*, Springer Science, ISBN-10: 0-387-33325-8, 2007
- [34] J. Orloff, M. Utlaut, L. Swanson, *High Resolution Focused Ion Beams: FIB and its Applications*, New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers (2003), ISBN 978-0-306-47350-0.
- [35] KACHTÍK, Lukáš. *Aplikace transmisní elektronové mikroskopie s vysokým rozlišením pro strukturní analýzu nanovláken*. Brno, 2016. Diplomová práce. VUT Brno. Vedoucí práce Ing. Miroslav Kolíbal, Ph.D.
- [36] ČSN EN ISO 6507-1 (420374). *Kovové materiály – Zkouška tvrdosti podle Vickerse – část 1: Zkušební metoda*. Praha: Český normalizační institut, 2018.

## SEZNAM OBRÁZKŮ

Obr. 1: Stanovení teploty $T_g$ [1].....	2
Obr. 2: Průchod dislokace nekoherentní částicí [11].....	4
Obr. 3: Průchod dislokace koherentním precipitátem [11] .....	4
Obr. 4: Creepová křivka (a), rychlost creepu v závislosti na čase (b) [6] .....	7
Obr. 5: Dislokační creep [15].....	8
Obr. 6: Difuzní creep [15] .....	8
Obr. 7: Deformační mapa [15].....	9
Obr. 8: Původní tvar materiálu MA956 .....	19
Obr. 9: tvar WL10 před svařením.....	20
Obr. 10: MA956 a WL10 po svaření.....	20
Obr. 11: modelování finálního materiálu .....	21
Obr. 12: nenaleptaný stav vzorku 1 .....	28
Obr. 13: naleptaný stav vzorku 1 .....	28
Obr. 14: nenaleptaný stav vzorku 2 .....	29
Obr. 15: naleptaný stav vzorku 2 .....	29
Obr. 16: nenaleptaný stav vzorku 3 .....	30
Obr. 17: naleptaný stav vzorku 3 - celek.....	30
Obr. 18: naleptaný stav vzorku 3 - detail.....	30
Obr. 19: nenaleptaný stav vzorku 4 .....	31
Obr. 20: naleptaný stav vzorku 4 - celek.....	31
Obr. 21: naleptaný stav vzorku 4 - detail.....	31
Obr. 22: velikost zrn jednotlivých vzorků - detail .....	32
Obr. 23: Liniové analýzy vzorku 1 .....	33
Obr. 24: liniové analýzy 5, 6, 7 (shora) .....	33
Obr. 25: hranice zrna vzorku 1 .....	34
Obr. 26: liniová analýza hranic zrna, vzorek 1 .....	34
Obr. 27: Liniová analýzy nitridem titanu, vzorek 1.....	35
Obr. 28: Bodová analýza vzorku 1 .....	35
Obr. 29: Liniová analýza vzorku 2.....	36
Obr. 30: struktura vzorku 3 - celek.....	37
Obr. 31: struktura vzorku 3 - detail.....	37
Obr. 32: struktura vzorku 3 - detail.....	38
Obr. 33: struktura vzorku 3 – detail 2 .....	38
Obr. 34: STEM detail precipitátů – vzorek 3 .....	38
Obr. 35: Bodová analýza vzorku 3 .....	39
Obr. 36: struktura vzorku 4 - celek.....	40
Obr. 37: struktura vzorku 4 - detail.....	40
Obr. 38: STEM detail precipitátů – vzorek 4 .....	41
Obr. 39: bodová analýza vzorku 4 .....	41
Obr. 40: Liniová analýza přechodu matrice a nové fáze .....	42