

VYSOKÁ ŠKOLA BÁŇSKÁ - TECHNICKÁ UNIVERZITA OSTRAVA

Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství

Katedra materiálového inženýrství

Obor: Technické materiály

Michal Smahel

Superslitiny niklu v leteckém průmyslu

Nickel superalloys in the aerospace industry

Zadání bakalářské práce

Student: **Michal Smahel**

Studijní program: B3923 Materiálové inženýrství

Studijní obor: 3911R030 Technické materiály

Téma: **Superslitiny niklu v leteckém průmyslu**
Nickel superalloys in the aerospace industry

Zásady pro vypracování:

Rozbor Ni superslitin, vlastnosti, složení, zpevnění
Degradční procesy pro Ni slitiny v leteckém průmyslu
Strukturně fázový rozbor slitiny IN 625
Diskuze a závěr

Seznam doporučené odborné literatury:

- (1) Hernas, A., Jonšta Z., et.al. Žárupevné oceli a slitiny. 2.vyd. ES VŠB-TU Ostrava, 2009
- (2) Donachie, M. J., Donachie, S. J. Superalloys : a technical guide, 2.vyd. USA, 2002
- (3) Bhadeshia, H. K. D. H., Superalloys. Materials Science & Metallurgy, University of Cambridge [online], 2003
- (4) Jonšta, Z., Mazanec, K., Vodárek, V., Strukturně materiálový rozbor Ni – superslitiny INCONEL 792-5A. Výzkumná zpráva, VŠB-TU Ostrava, Březen 2008

Formální náležitosti a rozsah bakalářské práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

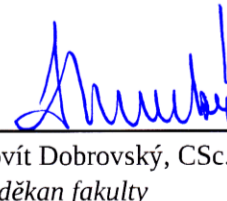
Vedoucí bakalářské práce: **Ing. Kateřina Konečná**

Datum zadání: 30.11.2012

Datum odevzdání: 23.05.2014



prof. Ing. Vlastimil Vodárek, CSc.
vedoucí katedry



prof. Ing. Ludovít Dobrovský, CSc., Dr.h.c.
děkan fakulty

Zásady pro vypracování bakalářské práce

I.

Bakalářskou prací (dále jen BP) se ověřují vědomosti a dovednosti, které student získal během studia, a jeho schopnosti využívat je při řešení teoretických i praktických problémů.

II.

Uspořádání bakalářské práce:

- | | |
|--|------------------------------|
| 1. Titulní list | 6. Obsah BP |
| 2. Originál zadání BP | 7. Textová část BP |
| 3. Zásady pro vypracování BP | 8. Seznam použité literatury |
| 4. Prohlášení + místopřísežné prohlášení | 9. Přílohy |
| 5. Abstrakt + klíčová slova česky a anglicky | |

ad 1) Titulní list je koncipován podle požadavků příslušné oborové katedry. Měl by korespondovat s podobou vnějších desek (viz část III) doplněnou o název práce, umístěný nad spojením *BAKALÁŘSKÁ PRÁCE*.

ad 2) Originál zadání BP obdrží student na oborové katedře.

ad 3) Tyto „Zásady pro vypracování bakalářské práce“ následují za originálem zadání BP. („Zásady pro vypracování bakalářské práce“ jsou ke stažení na webových stránkách fakulty).

ad 4) Prohlášení + místopřísežné prohlášení je napsané na zvláštním listu (ke stažení na webových stránkách fakulty) a je vlastnoručně podepsané studentem s uvedením data odevzdání BP. V případě, že BP vychází ze spolupráce s jinými právníckými a fyzickými osobami a obsahuje citlivé údaje, je na zvláštním listu vloženo prohlášení spolupracující právnícké nebo fyzické osoby o souhlasu se zveřejněním BP.

ad 5) Abstrakt a klíčová slova jsou uvedena na zvláštním listu česky a anglicky v rozsahu max. jedné strany pro obě jazykové verze.

ad 6) Obsah BP se uvádí na zvláštním listu. Zahrnuje názvy všech číslovaných kapitol, podkapitol a statí textové části BP, odkaz na seznam příloh a seznam použité literatury, s uvedením příslušné stránky. Předpokládá se desetinné číslování.

ad 7) Textová část BP obvykle zahrnuje:

- Úvod, obsahující charakteristiku řešeného problému a cíle jeho řešení v souladu se zadáním BP;
- Vlastní rozpracování BP (včetně obrázků, tabulek, výpočtů) s dílčími závěry, vhodně členěné do kapitol a podkapitol podle povahy problému;
- Závěr, obsahující celkové hodnocení výsledků BP z hlediska stanoveného zadání.

BP nemusí obsahovat experimentální (aplikační) část.

BP bude zpracována v rozsahu min. 25 stran (včetně obsahu a seznamu použité literatury).

Text musí být napsán vhodným textovým editorem počítače po jedné straně bílého nelesklého papíru formátu A4 při respektování následující doporučené úpravy - písmo Times New Roman (nebo podobné) 12b; řádkování 1,5; okraje – horní, dolní – 2,5 cm, levý

– 3 cm, pravý 2 cm. Fotografie, schémata, obrázky, tabulky musí být očíslovány a musí na ně být v textu poukázáno. Budou zařazeny průběžně v textu, pouze je-li to nezbytně nutné, jako přílohy (viz ad 9).

Odborná terminologie práce musí odpovídat platným normám. Všechny výpočty musí být přehledně uspořádány tak, aby každý odborník byl schopen přezkoušet jejich správnost.

U vzorců, údajů a hodnot převzatých z odborné literatury nebo z praxe musí být uveden jejich pramen - u literatury citován číselným odkazem (v hranatých závorkách) na seznam použité literatury.

Nedostatky ve způsobu vyjadřování, nedostatky gramatické, neopravené chyby v textu mohou snížit klasifikaci práce.

ad 8) BP bude obsahovat alespoň 10 literárních odkazů, z toho nejméně 3 v některém ze světových jazyků.

Seznam použité literatury se píše na zvláštním listu. Citaci literatury je nutno uvádět důsledně v souladu s ČSN ISO 690. Na práce uvedené v seznamu použité literatury musí být uveden odkaz v textu BP.

ad 9) Přílohy budou obsahovat jen ty části (speciální výpočty, zdrojové texty programů aj.), které nelze vhodně včlenit do vlastní textové části, např. z důvodu ztráty srozumitelnosti.

III.

Bakalářskou práci student odevzdá ve dvou knihařsky svázaných vyhotoveních, pokud katedra garantující studijní obor neurčí jiný počet. Vnější desky budou označeny takto:

nahoře: *Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava*
Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství
Katedra

uprostřed: *BAKALÁŘSKÁ PRÁCE*

dole: *Rok* *Jméno a příjmení*

Kromě těchto dvou knihařsky svázaných výtisků odevzdá student kompletní práci také v elektronické formě do IS EDISON. Práce vložená v elektronické formě do IS EDISON se musí zcela shodovat s prací odevzdanou v tištěné formě.

IV.

Tyto zásady jsou závazné pro studenty všech studijních programů a forem bakalářského studia fakulty metalurgie a materiálového inženýrství Vysoké školy báňské – Technické univerzity Ostrava od akademického roku 2013/2014. Nesplnění výše uvedených zásad pro vypracování bakalářské práce může být důvodem nepřijetí práce k obhajobě. O nepřijetí práce k obhajobě rozhoduje v tomto případě garant příslušného studijního oboru.

Ostrava 22. 11. 2013

Prof. Ing. Ludvík Dobrovský, CSc., Dr.h.c.
děkan fakulty metalurgie a materiálového inženýrství
VŠB-TU Ostrava

PROHLÁŠENÍ

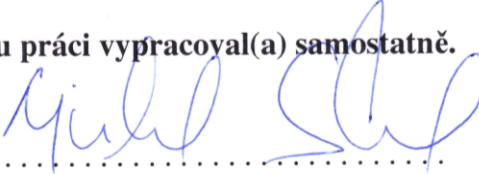
Prohlašuji, že

- jsem byl(a) seznámen(a) s tím, že na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. – autorský zákon, zejména §35 – užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního (§60 – školní dílo);
- beru na vědomí, že Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB – TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě bakalářskou práci užít (§35 odst. 3);
- souhlasím s tím, že bakalářská práce bude archivována v elektronické formě v databázi Ústřední knihovny VŠB – TUO a jeden výtisk bude uložen u vedoucího bakalářské práce. Souhlasím s tím, že údaje o bakalářské práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO;
- bylo sjednáno, že s VŠB – TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu §12 odst. 4 autorského zákona;
- bylo sjednáno, že užít své dílo – bakalářskou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB – TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB – TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že odevzdáním své bakalářské práce souhlasím s jejím zveřejněním podle zákona č. 111/1998Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (Zákon o vysokých školách) bez ohledu na výsledek její obhajoby.

MÍSTOPŘÍSEŽNÉ PROHLÁŠENÍ

Místopřísežně prohlašuji, že jsem celou bakalářskou práci vypracoval(a) samostatně.

V Ostravě 10. 5. 2014


.....
podpis (jméno a příjmení studenta)

ABSTRAKT

Tato bakalářská práce pojednává o vysoce legovaných materiálech na bázi niklu tzv. superslitinách. Jejím cílem bylo popsat chemické složení, typ přítomných fází, zpevňující mechanismy a procesy ovlivňující jejich životnost.

V experimentální části se zabývá studiem superslitiny Inconel 625. U slitiny byla po naleptání kovu v základním stavu zkoumána struktura. Mikrostrukturní analýza byla provedena s využitím světelného mikroskopu.

ABSTRACT

This bachelor's thesis discusses high-alloy materials for nickel-based superalloys called. Its aim was to describe the chemical composition, type of phases present, strengthening mechanisms and processes that affect their life.

In the experimental part deals with the study of superalloy Inconel 625. The alloy was after etching metal in the ground state structure studied. Microstructural analysis was performed using a light microscope.

KLÍČOVÁ SLOVA

Niklové superslitiny, Inconel 625, creep, světelná mikroskopie.

KEY WORDS

Nickel superalloys, Inconel 625, creep, light microscopy.

Obsah

1. Úvod	1
2. Charakteristika superslitiny	2
2.1. Rozdělení superslitin.....	2
2.1.1. Žárupevné superslitiny	2
2.1.2. Žáruvzdorné superslitiny.....	3
3. Superslitiny niklu.....	4
3.1. Nikl a jeho vlastnosti	4
3.2. Rozdělení niklových superslitin.....	5
3.2.1. Slitiny s usměrněnou krystalizací.....	5
3.2.2. Slitiny vytvrzované disperzně oxidy	6
3.2.3. Slitiny tvářené	7
3.2.4. Slitiny určené k lití	7
3.2.5. Slitiny získané práškovou metalurgií	9
3.3. Chemické složení niklových superslitin	9
3.4. Struktura niklových superslitin	10
3.4.1. Matrice	11
3.4.2. Vytvrzující fáze	11
3.4.3. Karbidické fáze	12
3.4.4. Nežádoucí fáze (TCP fáze)	12
4. Mechanizmy zpevnění superslitin	14
5. Degradální procesy u superslitin.....	14
5.1. Odolnost proti tečení – CREEP	14
5.2. Eroze	18
5.3. Koroze a oxidace	18
5.4. Únava	20
6. Niklové slitiny v Honeywell Aerospace Olomouc s.r.o.	21
7. Experimentální část	24
7.1. Postup vzniku metalografických vzorků, výbrusů.....	25
7.2. Sledování mikrostruktury	27
7.2.1. Hodnocení mikrostruktury základního materiálu.....	27
8. Závěr.....	31
9. Literatura	32

1. Úvod

Niklové superslitiny mají nezastupitelnou roli v leteckém, raketovém a energetickém průmyslu, tedy v odvětvích, kde jsou na materiály kladeny velmi vysoké nároky. Tento typ slitin vyniká značnou schopností zachovávat si výbornou pevnost a chemickou odolnost i za velmi vysokých teplot.

První niklové superslitiny vznikali ve 40. letech 20. století v Anglii pod obchodním názvem Nimonic. Jednalo se o slitinu, která byla využívána pro konstrukci součástí prvních proudových motorů.

Výroba dnešních vysoce legovaných materiálů – superslitin vyžaduje ty nejmodernější technologie, mezi které můžeme zařadit např. vakuové odlévání a tepelné zpracování, plazmatické nanášení či elektronový paprsek využívaný pro svařování jednotlivých komponent daných součástí. Špičkové technologie sebou nesou i jedno negativum a to je cena součástí či materiálů vyrobených těmito speciálními procesy.

Cílem této bakalářské práce je charakterizovat superslitiny na bázi niklu a popsat jejich vlastnosti v závislosti na struktuře. Experimentální část je zaměřena na strukturní analýzu vzorku kovu v základním stavu.

2. Charakteristika superslitiny

Pod pojmem superslitina si můžeme představit velmi jakostní skupinu materiálů s vysokou pevností, korozivzdorností a fázovou stabilitou pracujících za teplot vyšších než 650°C. Jedná se o slitiny na bázi niklu, kobaltu či železa s austenitickou strukturou a FCC mřížkou, kde z větší či menší části vystupují další prvky jako je zejména Cr, Ti, Al, Mo, Nb, Fe, Ta, B a W a to v závislosti na požadovaných vlastnostech. Mechanické vlastnosti superslitin jsou na vysoké úrovni, jak ukazuje tab. 1.

Tabulka 1. Mechanické vlastnosti vybraných superslitin [11]

Slitina	Mez pevnosti (MPa)		Mez kluzu (MPa)		Prodloužení v tahu (%)	
	21°C	760°C	21°C	760°C	21°C	760°C
Na bázi Ni						
Astroloy	1415	1160	1050	910	16	21
Inconel 600	660	260	285	180	45	70
Nimonic 75	745	310	285	160	40	67
Na bázi Fe-Ni						
Alloy 901	1205	725	895	635	14	19
Na bázi Co						
Haynes 188	960	635	485	290	56	43

2.1. Rozdělení superslitin

2.1.1. Žárupevné superslitiny

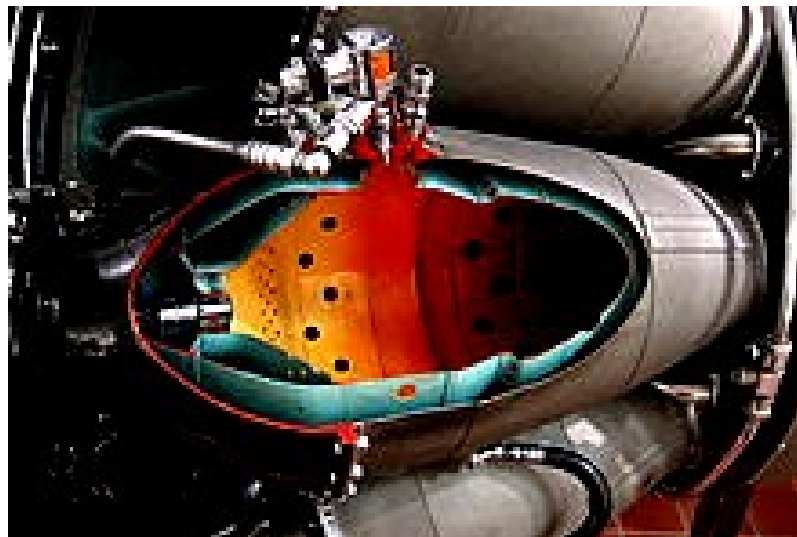
Žárupevnost můžeme definovat jako odolnost materiálu proti tečení za vysokých teplot. Tyto slitiny jsou na bázi Ni-Cr, kde žárupevnost zaručuje chrom, dále pak Ti a Al, které tvoří hlavní vytvrzující fázi $Ni_3(Ti,Al)$ nazývaní se γ' . Dalším důležitým dějem, který podporuje žárupevnost je disperze karbidů podél hranic zrn vytvářejících účinnou překážku proti pohybu dislokací, což vyvolá nárůst zpevnění. Ze žárupevných slitin se vyrábí lopatky turbín do leteckých motorů, turbíny do turbodmychadel (obr. 1) atd.



Obr. 1 Lopatka turbíny leteckého motoru [6] a turbína turbodmyhadla [22] (zleva)

2.1.2. Žáruvzdorné superslitiny

Pod pojmem žáruvzdornost si můžeme představit odolnost materiálu proti koroznímu působení za zvýšených teplot. Tyto materiály mají základní matici typu Ni-Cr nebo Ni-Cr-Fe. Struktura žáruvzdorných slitin je tvořena tuhým roztokem, který je zpevněn pouze substitučně. Za vyšších teplot je tedy zatížení nepřijatelné a to z důvodů nebezpečí vzniku velké rychlosti tečení [15]. Tento typ slitiny se používá v leteckém průmyslu k výrobě statorových částí (např. plamenec-combustor, obr. 2), dále pak v energetice na topné odpory apod.



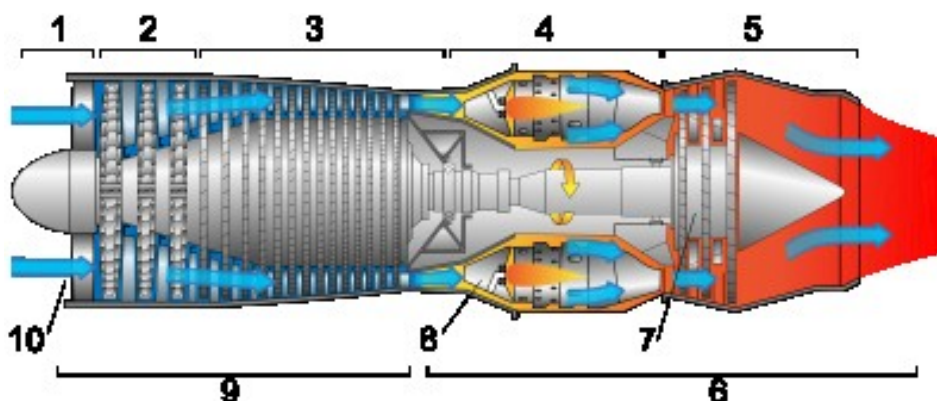
Obr. 2 Plamenec (combustor chamber) motoru Rolls-Royce Nene [25]

3. Superslitiny niklu

Jedná se o značně legované materiály na bázi Ni-Cr, ze kterých se vyrábějí velmi namáhané součásti, u kterých dosahuje pracovní teplota až 1100°C. Různou kombinací a množstvím prvků jako je Cr, W, Ti, Nb, Fe, Co, Al, Mo, Ru, Ta, B, Zr získáme vlastnosti typické pro superslitiny:

- vysoká korozní odolnost
- vysoká pevnost za zvýšených teplot
- fázová stabilita
- odolnost proti creepu

V leteckém průmyslu se tento typ slitin využívá pro výrobu součástí proudového motoru. Ten z hlediska dosahovaných teplot můžeme rozdělit na dvě hlavní části a to na studenou a horkou. Ve studené sekci jsou používány slitiny titanu a hliníku zatímco horká část je vyrobena z niklových superslitin (obr. 3).



Obr. 3 Schéma proudového motoru: 1, 10 – přívod vzduchu, 2, 3 – stlačení, 4 – spalování, 5 – výfuk, 6 – horká část, 7- turbíny, 8 – spalovací komory, 9 – studená část [21]

3.1. Nikl a jeho vlastnosti

Nikl je dobře tažný a kujný kov s feromagnetickými vlastnostmi, který krystalizuje ve struktuře FCC. Teplota tavení niklu je 1453°C. Za normálních podmínek dobře odolává vzduchu i vodě. V přírodě se nikl vyskytuje jako ryzí kov či v rudách. Praktické využití nachází nikl zejména jako složka celé řady různých slitin. Nikl a jeho sloučeniny vykazují toxické účinky. Patří mezi významné kožní alergeny, řada jeho sloučenin je zařazena mezi

karcinogeny kategorie 1. Akutní otrava niklem se projevuje zejména poškozením zažívacího traktu a centrální nervové soustavy.

3.2. Rozdělení niklových superslitin

3.2.1. Slitiny s usměrněnou krystalizací

Jestliže jsme schopni odvádět teplo jedním směrem a dosahuje-li teplotní gradient vysokých hodnot, můžeme získat usměrněné rozložení fází [1]. Získáme tím sloupcovitou strukturu s řízenou velikostí zrna, což vede k velkému nárůstu pevnosti při tečení, nárůstu tažnosti a odolnosti proti tepelné únavě v důsledku omezení vzniku příčných hranic zrn.



Obr. 3 Sloupcovitá (kolumnární) struktura [24]

Monokrystaly

Jedná se o skupinu hi-tech materiálů, které se používají pro výrobu kritických částí turbín. Při výrobě monokrystalů je dosahováno jak vysokých tak i nízkých teplotních gradientů. Pórovitost těchto slitin je nízká, velikost pórů dosahuje průměrně 20 μm [1]. Důležitým jevem při tečení je využití anizotropie monokrystalu tzn. často značně se lišících vlastností v různých směrech (např. modul pružnosti apod.). Rozlišujeme tři generace monokrystalických slitin, kde s rostoucím číslem generace roste i zdokonalení chemického

složení a s tím i růst mechanicko-metalurgických vlastností. V tab. 2. můžeme vidět přehled prvků vystupujících v jednotlivých generacích.

Tabulka 2. Chemické složení monokrystalických slitin (% hm.) [1]

Slitina	Cr	Co	Mo	W	Al	Ti	Ta	Hf	Re	Nb	Ir
I. generace											
CMSX-2	8	5	0,6	8	5,6	1	6	-	-	-	-
TMS-1	5,5	7,5	-	16,6	5,2	-	5,1	-	-	-	-
II. generace											
Rene N5	7	8	2	5	6,2	-	7	0,2	3	-	-
CMSX-4	6,5	9	0,6	6	5,6	1	6,5	0,1	3	-	-
III. generace											
CMSX-10	2	3	0,4	5	5,7	0,2	8	0,03	6	0,1	-
TMS-80	2,9	11	1,9	5,8	5,8	-	5,8	0,1	4,9	-	3

3.2.2. Slitiny vytvrzované disperzně oxidy

Jedná se o materiály ODS (Oxyde Dispersion Strengthening), do jejichž mikrostruktury jsou zavedeny jemně rozptýlené částice termodynamicky stabilního oxidu. Tyto částice jsou stabilní i za současného vlivu vysoké teploty a zatížení. Využívá se oxidů Al_2O_3 , ZrO_2 , Y_2O_3 či ThO_2 . Pro výrobu slitin disperzně zpevněných oxidy se využívá technologie mechanického legování se zásadami práškové metalurgie. Mezi slitiny na bázi niklu pro zpevněné oxidy patří např. Inconel MA 784 a MA 6000, jejichž chemické složení ukazuje tab. 3.

Základní kritéria při návrhu slitin ODS [1]:

- oxid má být stabilní
- rozměry částic oxidu do 10 - 50 nm
- objemové množství oxidu do 0,4 - 4%
- střední vzdálenost mezi částicemi 50 - 300 nm
- teplota tavení by měla převyšovat 1300°C

Tabulka 3. ODS materiály na bázi Ni (% hm.) [1, 23]

Slitina	Ni	Mo	W	Fe	Cr	Ta	Ti	Al	Y ₂ O ₃	C	Zr	B
Inconel MA 754	78	-	-	1	20	-	2,5	0,8	0,9	0,05	-	-
Inconel MA 6000	69	2	4	1	15	2	2,5	4,5	1,1	0,05	0,15	0,05

3.2.3. Slitiny tvářené

Slitiny obsahují 15-20% Cr, dále pak množství kobaltu společně s příměsí molybdenu a wolframu, které zpevňují matici tvořenou fází γ . Titan a hliník tvoří fází γ' . Zvýšení objemového podílu fáze γ' je zajištěno vhodným tepelným zpracováním [5]. Tvářené superslitiny vykazují jemnozrnější strukturu a lepší tahové a únavové vlastnosti. Tvářením se vyrábí např. superslitina Inconel 750 nebo Nimonic 80A (tab. 2).

Tabulka 2. Tvářené superslitiny (% hm.) [23]

Slitina	Ni	Mn	Si	Fe	Cr	Co	Ti	Al	Nb	C
Inconel 750	73	0,7	0,3	6,8	15	-	2,5	0,8	0,9	0,04
Nimonic 80A	74,7	0,1	0,7	-	19,5	1,1	2,5	1,3	-	0,06

3.2.4. Slitiny určené k lití

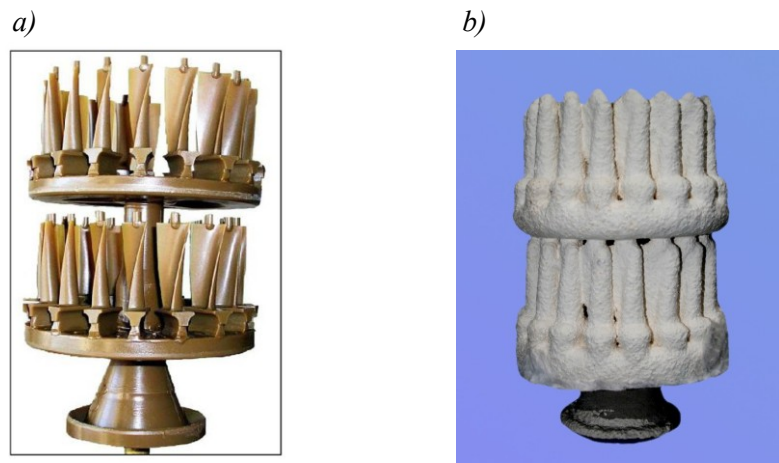
Odléváním lze získat strukturu s vyšším objemovým podílem fáze γ' což může vést k dalšímu navýšení provozních teplot. Slitina má hrubozrnější strukturu, vyšší odolnost proti creepu a porušení lomem. Pevnost litých slitin bývá na vyšší úrovni než u slitin tvářených [4]. Zástupce odlévaných slitin prezentuje tab. 3.

Tabulka 3. Odlévané superslitiny (% hm.) [5]

Slitina	Ni	Cr	Co	Mo	Al	Ti	V	B	Zr	C
Inconel 713LC	76,8	12	-	4,5	5,9	0,6	-	0,01	0,1	0,05
Inconel 100	60,5	10	15	3	5,5	4,7	1	0,014	0,06	0,18

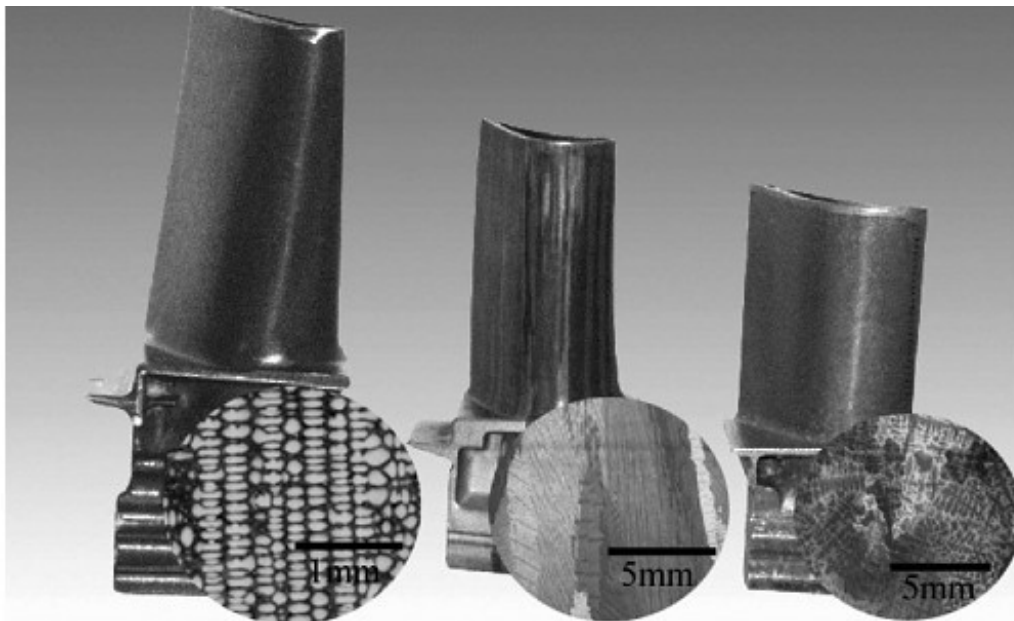
Přesné lití

Touto metodou jsme schopni vyrábět odlitky tvarově velmi složité s malými rozměrovými tolerancemi a s výbornou jakostí povrchu. Při tomto způsobu odlévání se používá skořepinová lící forma, která se získá nanesením keramické hmoty na voskový model (obr. 4). Po vytvrzení keramické hmoty se vosk z lící formy odstraní nahřátím a následuje samotné odlévání, po kterém kov ve formě tuhne. Řízením procesu tuhnutí lze získat buď to polykrystalickou, sloupcovitou nebo monokrystalickou strukturu a s tím spojené výsledné vlastnosti (obr. 5). Po ztuhnutí odlitku následuje jeho vyjmutí a to rozbitím této formy.



Obr. 4. a) voskový model [17]

b) voskový model s nanesenou keramickou složkou [17]



Obr. 5 Ukázka monokrystalické, sloupcovité a polykrystalické struktury (zleva) [17]

3.2.5. Slitiny získané práškovou metalurgií

S využitím práškové metalurgie jsme schopni vyrábět materiály se speciálními vlastnostmi o vysoké čistotě a homogenním chemickém složení. Výroba zahrnuje jak přípravu prášků, tak i jejich zhutňování a to obvykle lisováním a slinováním. V případě niklových superslitin jsme schopni pomocí práškové metalurgie vyrábět části systému spalování plynových turbín, leteckých motorů atd. Touto metodou se připravují slitiny typu Rene 95 či Astroloy (tab. 4).

Tabulka 4. Superslitiny získané práškovou metalurgií (% hm.) [6]

Slitina	Ni	Cr	Co	Mo	Al	Ti	Nb	B	Zr	C	W
Rene 95	61	14	8	3,5	3,5	2,54	3,5	0,01	0,05	0,16	3,5
Astroloy	56,5	15	15	5,25	4,4	3,5	-	0,03	0,06	0,06	-

3.3. Chemické složení niklových superslitin

Jak již bylo řečeno, jedná se o značně legované materiály. Dnes vyráběné superslitiny obsahují deset až osmnáct přísadových prvků, které ovlivňují mikrostrukturu daného materiálu. Mimo prvků, které jsou ve slitině žádoucí, však existují i prvky u nichž se snažíme jejich množství minimalizovat na co nejnižší míru. Mezi tyto prvky patří jednoznačně síra, kdy její přítomnost výrazně ovlivňuje tvárnost a pevnost za zvýšených teplot.

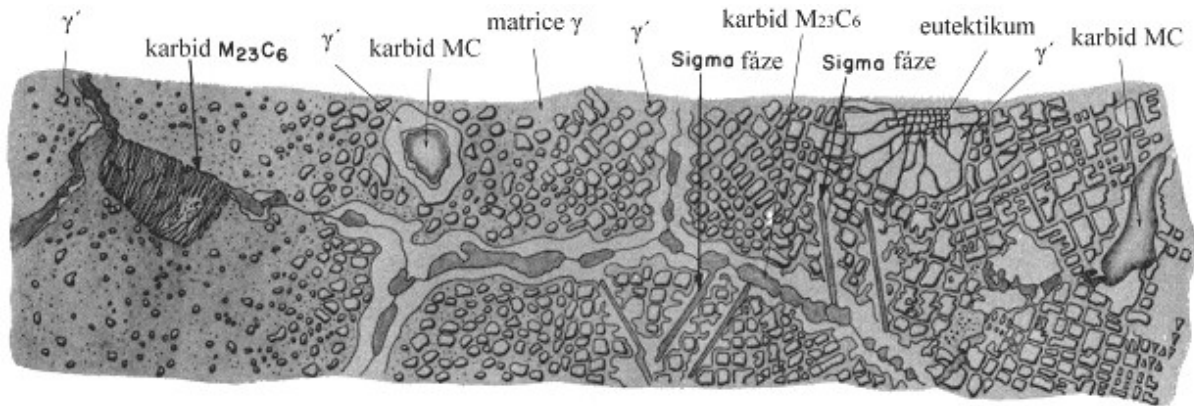
3.3.1. Přísadové prvky niklových superslitin

- **Chrom** zvyšuje odolnost proti korozi za vysokých teplot a navíc zpevňuje matici. Obsah chromu bývá v rozmezí 5-30% hm. Chrom patří mezi hlavní karbidotvorné prvky [5]. Tvoří karbid $M_{23}C_6$ což má velký vliv na odolnost proti tečení. V niklových slitinách se tento karbid vylučuje hlavně na hranicích zrn a defektech krystalové struktury.
- **Železo** může do určité míry zastoupit drahý nikl. Se zvýšeným obsahem železa však klesá žáruvzdornost, protože oxidy obsahující železo mají sníženou přilnavost k základu. Kromě snížené žáruvzdornosti zvýšený obsah železa navíc způsobuje vznik nežádoucí fáze σ .

- **Molybden a wolfram** mají větší atomární poloměry než Fe, což se využívá pro zpevnění tuhého roztoku [9]. Je-li obsah těchto dvou prvků vyšší než 6%, podílí se na tvorbě karbidu M_6C , navíc navyšují objem fáze γ' .
- **Tantal a niob** se podílí na vzniku karbidu MC. Způsobují velké navýšení objemového podílu fáze γ' . Předpokládá se, že tantal snižuje energii vrstevných chyb fáze γ' , a tím přispívá ke zpevnění i při vysokých teplotách.
- **Titan a hliník** způsobují velmi velké navýšení objemu hlavní vytvrzující fáze γ' . Hliník navíc zvyšuje odolnost proti oxidaci. Oba tyto prvky snižují hustotu slitiny.
- **Bór a zirkon** zvyšují odolnost proti tečení. Pozitivně působí na morfologii hranic zrn. Jejich přítomnost zajišťuje zvýšenou odolnost proti křehkému porušení za vysoké teploty. Množství těchto dvou prvků ve slitině je v řádu setin.
- **Kobalt** navyšuje především žárupevnost, snižuje energii vrstevné chyby a stabilizuje tuhý roztok γ . Dále pak zlepšuje svařitelnost a zvyšuje rozpustnost Al a Ti i za vyšších teplot.
- **Cer** přidaný v malém množství zvyšuje odolnost proti vysoko-teplotní oxidaci.
- **Ruthenium** zlepšuje fázovou stabilitu a zamezuje vzniku nežádoucích (TCP) fází.

3.4. Struktura niklových superslitin

Mikrostruktura niklových superslitin obsahuje mnoho fází (obr. 5), které buď negativně, nebo pozitivně ovlivňují vlastnosti dané slitiny. Jednotlivé složky struktury jsou výsledkem mnohaletého výzkumu, kdy docházelo k hledání optimálního chemického složení, přičemž se současně zaváděly i nové způsoby technologie výroby. V zásadě, byly žárupevné niklové superslitiny vypracovány na základě binárního systému Ni-Al.



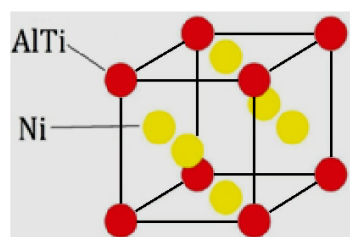
Obr. 5 Jednotlivé fáze přítomné v niklových superslitinách [24]

3.4.1. Matrice

Jedná se o základní tuhý roztok γ tvořený niklem, ve kterém jsou přítomny další prvky, jako jsou Co, Fe, Cr, Mo a W. Přísadové prvky výrazně zpevňují matici. Nikl je schopen tvorby tuhých roztoků o vysoké stabilitě, což je spojeno s vyšším stupněm zaplnění elektronové podslupky 3d. S přítomností hliníku je spojena i možnost precipitačního vytvrzování pomocí tepelného zpracování, protože rozpustnost Al v tuhém roztoku γ je závislá na teplotě. Z krystalografického hlediska má matrice kubickou plošně centrovanou mřížku (fcc).

3.4.2. Vytvrzující fáze

V případě niklových superslitin se jedná o fázi γ' - Ni_3X , kde X prezentuje nejčastěji Al a Ti [8]. Tato fáze má zásadní vliv na žárupevnost. Intermetalikum γ' vzniká za stálého vylučování z neuspořádaného tuhého roztoku γ , kdy s poklesem teploty, přechází soustava z neuspořádaného rozložení atomů v mřížce na uspořádané, což vede ke vzniku nadmřížky označované jako L12 (obr. 4). Fáze $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ je účinnou překážkou pro pohyb dislokací čímž jsou příznivě ovlivněny creepové vlastnosti.



Obr. 4 FCC mřížka intermetalické fáze γ'

3.4.3. Karbidické fáze

V žárovevných slitinách na bázi niklu se obecně setkáváme s karbidy typu MC, M_7C_3 , $M_{23}C_6$, M_6C . Písmeno M představuje zástupce kovu. Karbidy v zásadě přispívají ke zpevnění matrice superslitin. Výjimkou je, pokud se při hranicích zrn tvoří souvislý povlak těchto karbidů. Poté může dojít ke snížení lomové houževnatosti, tažnosti a pevnosti do lomu [10].

- *MC karbidy* – vykazují relativně rovnoměrné rozmístění v základní matici γ . Na jejich tvorbě se především podílí kovy jako je Ti, Ta, Nb a V (VC, TiC). Jejich vznik je spojen s procesem tuhnutí při tvorbě eutektika.
- *M_7C_3 karbidy* – jsou součástí slitin s nízkým množstvím chromu, neobsahujících prvky silně karbidotvorné jako jsou Mo a W. Při teplotě vyšší než 1100°C dochází k jeho přeměně na karbid $M_{23}C_6$.
- *$M_{23}C_6$ karbidy* – u nich je naopak vznik podporován vyšším obsahem Cr. Vylučují se interkrystalicky a to buď:
 - za nižších teplot (760-870°C) – kontinuální destičkový precipitát
 - za vyšších teplot (950-980°C) – hrubší bloky, méně kontinuální
- *M_6C karbidy* – vznikají v rozmezí teplot 800-1000°C především na hranicích zrn, vykazují určitou podobnost s karbidem $M_{23}C_6$.

Při precipitaci karbidických částic se můžeme setkat i s pojmem **sekundární vytvrzování**. Jedná se o proces, u kterého při dlouhodobé expozici materiálu legovaného Cr, Mo, W a V může nastat za zvýšených teplot (okolo 600°C) zvýšení jeho pevnosti i tvrdosti. Příčinou je difúze substitučně rozpuštěných prvků v procesu dlouhodobé expozice a jejich následná precipitace ve formě velmi jemných disperzních částic. Precipitáty o nano velikosti (okolo 40 nm) tak vytvářejí účinné překážky proti pohybu dislokací, čímž zpevňují matici a zabraňují rozvoji plastické deformace [9]. Tento typ částic je velice stabilní.

3.4.4. Nežádoucí fáze (TCP fáze)

V niklových superslitinách jsou přítomny i intermetalické fáze vznikající při dlouhodobém provozu za zvýšených teplot, které způsobují degradaci vlastností. Především se jedná o snížení žáruvzdornosti v důsledku vázání chromu a kobaltu a pokles zpevnění

z důvodu snížení koncentrace wolframu a molybdenu v matici slitiny. Mezi zástupce těchto intermetalik patří fáze σ , η , μ a Lavesovy fáze.

σ fáze

Přítomnost této křehké fáze s tetragonální prostorově centrovanou mřížkou vede ke snížení creepových vlastností a ke snížení tažnosti již při pokojové teplotě [8]. Ukazuje se, že výskyt této fáze je spjat s obsahem uhlíku. Čím je koncentrace C nižší tím snadněji se σ fáze vylučuje.

η – fáze

Tato fáze vzniká při dlouhodobé výdrži za vysokých teplot. Její nukleace probíhá na vrstevných poruchách vytvrzující fáze γ' . Vznik η – fáze podporuje vysoký obsah Ti, Ta či Nb.

μ – fáze

S výskytem tohoto typu fáze se můžeme setkat u slitin bohatých na kobalt a železo. Vykazuje podobné vlastnosti jako fáze σ , tedy křehkost.

Lavesovy fáze

Lavesovy fáze patří do skupiny elektronových sloučenin, pro které je typické, že rozdíl poloměrů atomů je 30 %. Vylučování této fáze je spojeno s přítomností železa ve slitině. Dalším parametrem ovlivňujícím vznik této fáze je počet elektronových vakancí N_V . K jejich precipitaci dochází, jestliže je $N_V \geq 2,3$ a obsah Mo, resp. W (resp. společný obsah) je větší než 3 % [11].

4. Mechanizmy zpevnění superslitin

Niklové superslitiny mohou být zpevněny několika způsoby. V zásadě jde o vytvoření překážek pro pohyb dislokací, což vyvolá nárůst mechanicko-metalurgických vlastností. Jedná se o tyto procesy [10]:

- Zpevnění karbidy vyloučenými na hranicích zrn – dochází k ukotvení hranic zrn, přičemž se zvyšuje odolnost proti jejich pokluzu a migraci při difuzním creepu.
- Zpevnění tuhého roztoku γ (základní matrice) rozpuštěnými atomy legur - příměsi ovlivňují pevnostní úroveň (rozdílnost atomárních poloměrů Ni a přísad) a úroveň energie vrstevné chyby [8]. S klesající hodnotou energie vrstevné chyby dojde k omezení příčných skluzů v matici γ , a tím roste odolnost vůči creepu [11].
- Precipitace fáze γ' spojená se vznikem vrstevných poruch, která je podmíněna vysokým obsahem Ni v matici.

5. Degradční procesy u superslitin

Jako všechny materiály, tak i superslitiny podléhají degradačním procesům, tedy snižování užitečných vlastností a s tím spojené životnosti dané součásti. Mezi přední činitele ovlivňující životnost konstrukčních prvků patří teplota, působící napětí, čas, agresivita prostředí, dále pak konstrukční a technologické řešení [2]. Různou kombinací těchto faktorů získáme procesy ovlivňující životnost materiálů, mezi které patří tečení, eroze, koroze s oxidací a únava.

5.1. Odolnost proti tečení – CREEP

Pod pojmem tečení si můžeme představit pomalý nárůst plastické deformace při dlouhodobém působení zvýšené teploty a napětí. Creep u kovových materiálů probíhá za homologických teplot (tato teplota je dána podílem teploty provozní a teploty tavení) větších než 0,3 - 0,5 T_m , u niklových superslitin až 0,8 T_m .

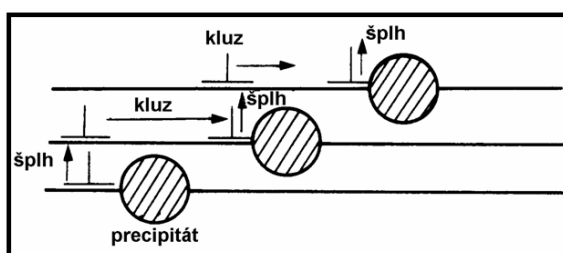
V případě žárovečných superslitin se jedná o nejdůležitější charakteristiku, kde schopnost odolávat creepu závisí na snížení rychlosti pohybu dislokací uvnitř krystalové

mřížky. V niklových superslitinách účinkuje jako koherentní překážka pro pohyb dislokací fáze γ' - $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$, která umožňuje precipitační zpevnění [10].

Charakter závislosti creepové deformace na čase je ovlivněn chemickým složením, mikrostrukturou daného materiálu, teplotou a působícím napětím [3]. S ohledem na tyto parametry jsem schopni určit jakým mikromechanismem ke creepové deformaci dojde. V zásadě se tedy setkáváme s creepem dislokačním a creepem difuzním.

Dislokační creep

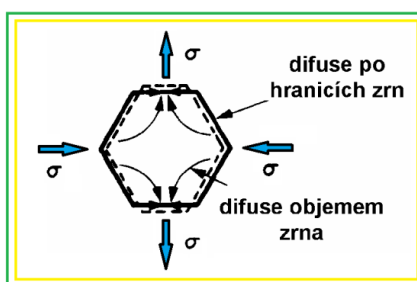
Dislokační creep je spojen s pohybem dislokací (obr. 5). Změny v uspořádání dislokací jsou silně ovlivněny interakcemi mezi dislokacemi a precipitáty. Z tohoto důvodu je termodynamická a rozměrová stabilita precipitátů velmi důležitá. K dislokačnímu creepu dochází při vyšších hodnotách napětí.



Obr. 5 Šplh dislokací [16]

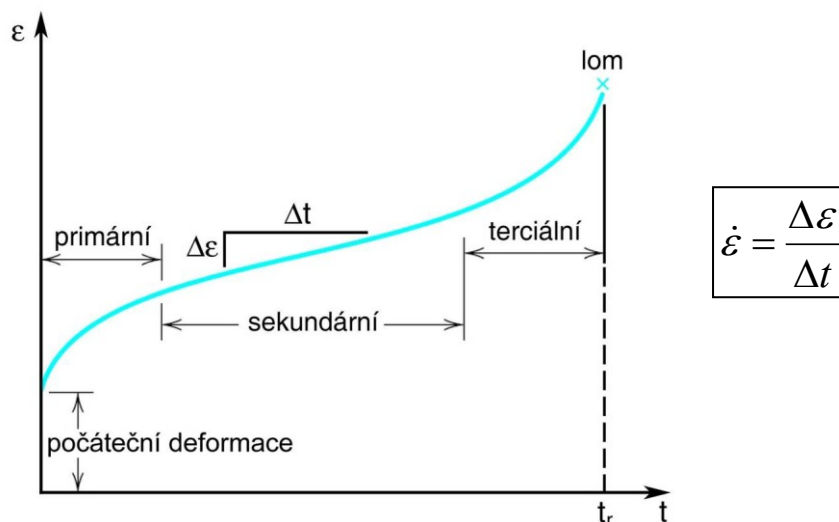
Difuzní creep

Difuzní creep je způsoben difuzí atomů a vakancí a to buď po hranicích zrn, nebo objemem zrna (obr. 6). Pokud je dosahováno nižších napětí a vysokých teplot probíhá difuze objemem zrn (Nabarrův – Herringův creep). Jestliže je nižší jak napětí, tak i teplota, probíhá difuze po hranicích zrn (Cobleho creep).



Obr. 6 Mechanismus difuze při difuzním creepu [16]

Mezi základní charakteristiky popisující odolnost materiálu proti tečení je tzv. **křivka tečení** (obr. 7), která udává závislost poměrného prodloužení ε na čase τ a je výsledkem série creepových zkoušek pro konkrétní napět'ové a teplotní podmínky.



Obr. 7 Křivka tečení [16]

Na křivce tečení rozlišujeme tři stádia tečení materiálu:

- **I. primární creep**

V této oblasti je deformační zpevnování výraznější než odpevnování. Dochází k poklesu rychlosti tečení.

- **II. sekundární creep**

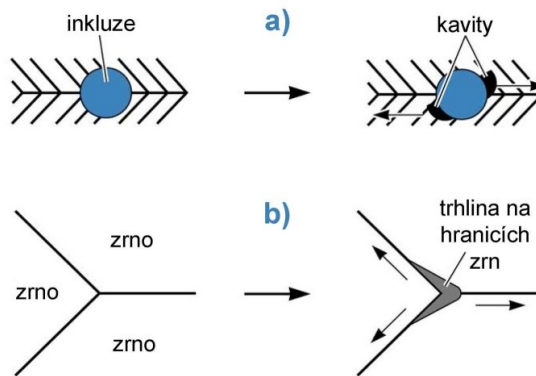
Nazývaný též ustálený creep. V tomto stadiu se určuje rychlost creepu $\dot{\varepsilon}$.

- **III. terciální creep**

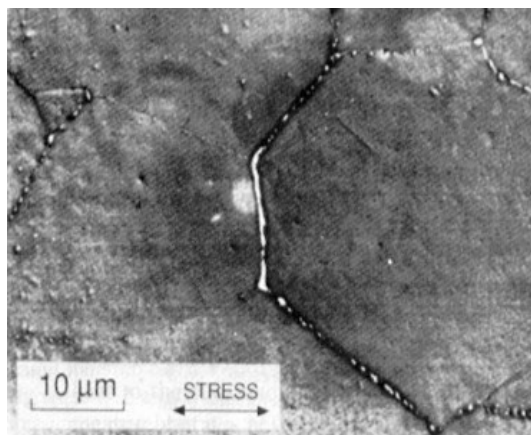
Rychlost creepu s časem vzrůstá. Pro tuto etapu je typický vznik lokálních poruch soudržnosti, mezi které patří kavity a trhliny (obr. 8 a 9). Výsledkem těchto poruch je lom při creepu, který se může uskutečnit dvojím způsobem:

- **transkrystalický lom** – vzniká při vysokých napětích a teplotách minimálně nad $0,3 T_m$, tedy za podmínek, kdy je rychlost stacionárního creepu vysoká [3]. K transkrystalickému porušení dochází nejčastěji na částicích sekundární fáze mechanismem dekoheze částice a matrice.

- **interkrystalický lom** – uskutečňuje se při nízkých rychlostech deformace a to buď jako porušení kavitační (nukleace, růst a koalescence kavit) nebo z důvodu iniciace trhlin v místě styku tří zrn.



Obr. 8 Vznik kavit a trhlin během creepu [20]



Obr. 9 Creepové kavity vzniklé na hranici zrna [16]

Základní charakteristiky creepového chování

- **mez pevnosti při tečení R_{mT}** - je napětí, které při dané teplotě způsobí po určité předem stanovené době lom.

$$R_{mT}/\text{čas [h]} / \text{teplota [}^\circ\text{C]} = \text{napětí [MPa]}$$

- **mez tečení R_T** - je napětí, které při dané teplotě vyvolá za určitou předem stanovenou dobu deformaci určité velikosti.

$$R_T/\text{čas [h]} / \text{deformace [%]} / \text{teplota [}^\circ\text{C]} = \text{napětí [MPa]}$$

5.2. Eroze

Za erozním poškozením stojí postupná ztráta povrchových vrstev materiálu z důvodů styku s rychle proudící kapalinou nebo plynem, navíc poškození bude o to intenzivnější, pokud proudící médium bude obsahovat částice (v plynu pevné nebo kapalné, v kapalině pevné nebo plynové bubliny).

Negativní účinky eroze se projevují na zařízeních v chemickém průmyslu, energetice a v leteckém průmyslu, kde eroze může mít katastrofální následky. Účinky eroze jsou v případě niklových superslitin bržděny schopností tvorby pasivační vrstvy a možností dodatečného povlakování.

5.3. Koroze a oxidace

U superslitin dochází obecně k reakci mezi atomy kyslíku a kovu a oxidace tak patří k hlavním procesům probíhajícím u těchto slitin. Oxidace materiálu je řízena difuzí iontů nebo průchodem elektronů přes oxidický film přičemž platí, že čím vyšší je teplota tím rychleji oxidace probíhá.

Ukazuje se, že niklové superslitiny jsou schopny odolávat jak korozi, tak i oxidaci tím, že se na povrchu materiálu obsahujícího dostatečné množství hliníku a chromu tvoří ochranná pasivační vrstva Cr_2O_3 nebo Al_2O_3 , která snižuje rychlost tvorby dalších oxidů a tím i odčerpání většího množství kovu ze slitiny. Tento mechanismus podstatně zamezuje případnému selhání dané komponenty. K výhodě této ochrany patří samo-obnovení povlaku při jeho poškození, navíc lze stabilitu této vrstvy navýšit přidávkem malého množství prvků, jako je yttrium nebo cer.

Slitiny obsahující kysličník Al_2O_3 vykazují vyšší odolnost vůči oxidaci za vyšších teplot (více jak 980°C) než Cr_2O_3 . Důvodem je vyšší energie oxidace viz tab. 5. Je-li tato energie kladná, pak je materiál stabilní. Naopak v případě záporné hodnoty energie bude docházet k samovolné oxidaci [12].

Tabulka 5. Energie oxidace [12]

Materiál	Oxid	Energie (kJ.mol ⁻¹ kyslíku)
Berylium	BeO	-1 182
Hliník	Al ₂ O ₃	- 1 045
Titan	TiO	- 848
Křemík	SiO ₂	- 836
Niob	Nb ₂ O ₅	- 757
Chrom	Cr ₂ O ₃	- 701
Molybden	MoO ₂	- 534
Železo	Fe ₃ O ₄	- 508
Nikl	NiO	- 439

U slitin s velkým množstvím Cr (20 % hm.) dochází ke snížení creepových vlastností a tak materiály odolné vůči creepovému poškození mají obsah chromu podstatně snížen (méně jak 10 % hm.), což vede ke zhoršení vlastností oxidické vrstvy [12]. Pro zvýšení odolnosti proti korozi a oxidaci využíváme dodatečného povlakování ochrannou vrstvou tzv. difuzní bariérou (např. Al-Si bariéra).

Co se týče koroze, tak v souvislosti se superslitinami se setkáváme s pojmem vysokoteplotní koroze (*angl. hot corrosion*), která představuje rychlou formu oxidace spojenou s účinky alkalických kovů [7]. Tento typ koroze můžeme rozdělit na dva typy:

- **nízkoteplotní** – probíhá za teplot 650-700°C což je výrazně pod teplotou tání Na₂SO₄ (884°C). Ve spalinách se tak tvoří SO₃, kde rozhodujícím faktorem pro uskutečnění reakce mezi povrchem materiálu a SO₃ je parciální tlak SO₃.
- **vysokoteplotní** – vyskytuje se za teplot 850-950°C. Je spojena s tvorbou kondenzovaných solí, které jsou při pracovní teplotě turbíny roztaveny. Hlavními složkami těchto solí jsou Na₂SO₄ a K₂SO₄ vznikající během procesu spalování paliva obsahujícího síru, sodík a kyslík.

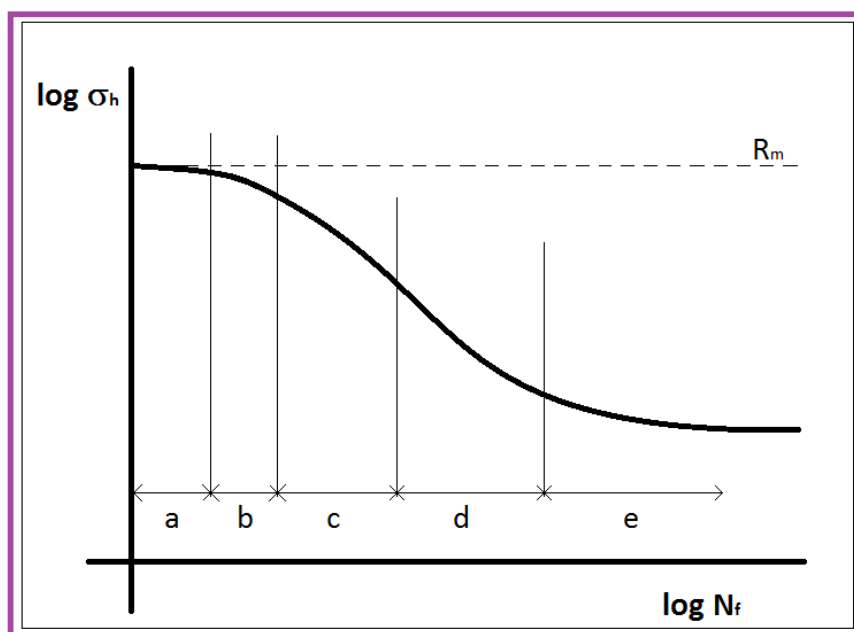
Tak jako u oxidace, tak i v případě vysokoteplotní koroze má zásadní vliv na zvýšení odolnosti materiálu použití vysokého obsahu Cr (více než 20% hm.) v základní slitině nebo dodatečné povlakování.

5.4. Únava

Většina konstrukčních prvků není namáhána konstantním napětím (staticky) ale napětím v čase proměnlivým [3]. Za únavou materiálu tedy stojí proměnlivé síly působící po dostatečně dlouhou dobu, jejichž velikost může být v některých případech velmi malá a které způsobí poškození iniciované z pravidla na volném povrchu – vznikají únavové trhliny.

Vlivem nukleace poruch a jejich šíření dochází k postupné degradaci materiálu, aniž by bylo vznikající poškození detekovatelné. Velikost poškození je závislá na periodických změnách napětí (změna napětí může být pravidelná nebo nepravidelná), které je působícími silami vyvoláno a počtu zatěžovacích cyklů.

Základní únavovou charakteristiku představuje Wöhlerova křivka neboli křivka životnosti, která je uvedena na obr. 10. Wöhlerova křivka udává závislost amplitudy napětí σ_a na počtu cyklů do lomu N_f a slouží k určení provozního napětí σ pro daný počet cyklů N nebo naopak.



Obr. 10 Wöhlerova křivka

Jak je vidět na obr. 10 můžeme křivku životnosti rozdělit do pěti oblastí:

- a) **oblast kvazistického lomu** – k lomu dojde během prvního cyklu či v desítkách cyklů.

- b) **oblast cyklického tečení** – dochází k růstu celkové deformace v závislosti na počtu cyklů
- c) **oblast nízkocyklové únavy** - spadá do životnosti v rozmezí 10^2 - 10^5 cyklů, únavový lom má hrubší morfologii, rozhodující je makroplastická deformace
- d) **oblast vysokocyklové únavy** - zahrnuje životnost vyšší než 10^5 cyklů, únavový lom má hladkou morfologii, dochází k mikroplastické deformaci ve struktuře (na hranicích zrn). Jak nízkocyklová tak i vysokocyklová únava patří do oblasti časované únavové pevnosti.
- e) **oblast bezpečného namáhání** – k porušení materiálu nedojde ani po 10^7 cyklů – mez únavy

Pro niklové superslitiny používané v turbínách leteckých motorů je typická vysoká odolnost proti tečení, korozi, oxidaci a dobrá lomová houževnatost. Avšak mezi kritické vlastnosti těchto slitin, patří odolnost proti šíření únavových trhlin a to zejména za zvýšených teplot. V tomto procesu pak tedy rozlišujeme:

- **nízkocyklovou únavu** – ta souvisí s poměrně velkými cykly vznikajícími při zastavování a rozjíždění turbíny
- **vysokocyklovou únavu** – která je spojena s vibracemi během provozu

6. Niklové slitiny v Honeywell Aerospace Olomouc s.r.o.

Firma Honeywell Aerospace Olomouc s.r.o. (dále jen HAO) se zabývá výrobou a opravou statických plechových a žárových dílců leteckých turbínových motorů. Výroba leteckých komponent byla v Mariánském Údolí započata již v 60. letech dvacátého století. Jednalo se o výrobu součástí pro proudové motory letounů MIG 15 a MIG 17.

Samotný vznik HAO se datuje do roku 2000, kdy došlo k osamostatnění letecké divize a byla vytvořena samostatná akciová společnost Mora Aerospace, a.s. V únoru roku 2002 se majitelem společnosti Mora Aerospace, a.s. stává americká společnost Honeywell International Inc..

Produkty firmy HAO využívá celá řada jak světových tak tuzemských výrobců letadel či leteckých turbínových motorů např. GE Aviation Czech, The Boeing Company, Bombardier Inc., Airbus S.A.S..

Pro výrobu těchto vysoce namáhaných součástí se ve firmě HAO kromě niklových superslitin, o kterých pojednává tato práce, využívá také slitin titanu, hliníku, železa či kobaltu.

Niklové slitiny využívané firmou HAO můžeme rozdělit na materiály třídy Inconel (tab. 6), materiály třídy Hastelloy (tab. 7) a několik dalších typů uvedených v tab. 8.

Tabulka 6. Materiály třídy Inconel v HAO [5,14, 23]

Slitina	Inconel 600	Inconel 617	Inconel 625	Inconel 718	Inconel 738 LC	Inconel 713	Inconel 738	Inconel X 750
Ni	72,0	44,5	61,0	52,5	61,0	67,0	61,0	71,0
Cr	15,0	22,0	21,5	19,0	16,0	13,0	16,0	15,5
Co	-	12,0	-		8,5	-	8,5	-
Mo	-	9,0	9,0	3,0	1,75	4,5	1,75	-
Al	-	1,2	0,2	0,5	3,4	6,0	3,5	0,7
Ti	-	max. 0,6	0,2	0,9	3,4	0,75	3,5	2,5
B	-	max. 0,006	-	0,02	0,01	-	0,01	-
Zr	-	-	-	-	0,05	-	0,1	-
C	max. 0,15	0,1	0,06	0,04	0,11	0,2	0,17	max. 0,08
Fe	8,0	max. 3,0	2,5	18,5	-	max. 5,0	max. 0,5	7,0
Nb	-	-	3,6	5,1	0,9	1,0	0,85	1,0
Si	max. 0,50	max. 1,0	0,25	-	-	max. 1,0	max. 0,3	max. 0,50
W	-	-	-	-	2,6	-	2,6	-
Ta	-	-	-	-	1,75	1,0	1,75	-
Mn	max. 1,0	max. 1,0	-	-	-	max. 1,0	max. 0,20	max. 1,0
S	max. 0,015	max. 0,015	-	-	-	max. 0,015	max. 0,015	0,01
Cu	max. 0,50	max. 0,50	-	-	-	-	-	max. 0,5

Tabulka 7 Materiály třídy Hastelloy v HAO [5,14]

Slitina	Hastelloy S	Hastelloy X	Hastelloy W	Hastelloy 230
Ni	67	47	63	57
Cr	16	22	5	22
Co	2	1,5	max. 2,5	5
Mo	15,5	9	24	2
Al	0,3	-	-	0,3
B	0,015	max. 0,008	-	max. 0,015
C	max. 0,2	0,1	max. 0,12	0,1
Fe	3	18	6	max. 3,0
Si	0,5	max. 1,0	max. 1,0	0,4
W	max. 1,0	0,6	-	14
La	0,06	-	-	0,02
Mn	0,65	max. 1,0	max. 1,0	0,5
S	max. 0,015	-	-	-
Cu	max. 0,35	-	-	-
P	max. 0,02	-	-	-
V	-	-	max. 0,6	-

Tabulka 8 Přehled dalších typů niklových slitin v HAO [5,14]

Slitina	Waspalloy	Mar-M 247	Rene 41
Ni	53	59	47
Cr	20	8,25	20
Co	14	10	12
Mo	4,5	0,7	10
Al	1,25	5,5	1,8
Ti	3	1	3
B	-	0,015	0,007
Ta	-	3	-
C	max. 1,0	0,075	max. 0,12
Fe	max. 2,0	0,5	5
Si	max. 0,75	0,25	0,5
W	max. 0,08	10	-
Mn	max. 0,5	0,1	0,1
S	max. 0,02	-	max. 0,015
Cu	max. 0,1	-	max. 0,5
V	0,006	-	-

7. Experimentální část

Ve spolupráci s firmou HAO jsem si pro svůj experiment zvolil materiál Inconel 625. Vzorek v základním stavu byl naleptán, načež byla sledována jeho mikrostruktura pomocí světelného mikroskopu.

Inconel 625

Niklová superslitina Inconel 625 je nemagnetická, využívá se pro její vysokou pevnost a oxidační a korozní odolnost až do teplot 1000°C [11]. Vysoká pevnost souvisí jednak s vytvrzujícím účinkem molybdenu a niobu na základní nikl-chromovou matici – tvoří tuhý roztok, dále pak s precipitací intermetalické fáze typu $\text{Ni}_3(\text{Nb,Al,Ti})$ - (gamma prime – γ') při delší výdrži na teplotě 650°C. Svůj díl k příspěvku zpevnění přidávají i karbidy typu MC, M_6C bohaté na nikl, niob, molybden, uhlík a M_{23}C_6 bohaté na chrom.

Má vynikající únavovou pevnost a odolnost proti koroznímu praskání pod napětím v prostředí chloridových iontů a větší odolnost vůči prostředí sirovodíku s rostoucí teplotou.

Využití nachází v chemickém a lodním průmyslu, dále pak v jaderné energetice. Pro vysokou pevnost, odolnost proti tečení, vynikající únavovou a tepelně-únavovou pevnost, odolnost vůči oxidaci a vynikající svařitelnost je tato slitina hojně využívána i v oblasti letectví.

Chemické složení je pestré. Základní nikl-chromová matrice obsahuje velké množství legur jak je vidět v tab. 6.

Tabulka 6. Chemické složení slitiny Inconel 625[13]

Prvek	Množství [% hm.]
Nikl	min. 58
Chrom	20-23
Železo	max. 5,0
Molybden	8-10
Niob a Tantal	3,15-4,15
Uhlík	max. 0,10
Mangan	max. 0,50
Křemík	max. 0,50
Fosfor	max. 0,015
Síra	max. 0,015
Hliník	max. 0,40
Titan	max. 0,40
Kobalt	max. 1,0

7.1. Postup vzniku metalografických vzorků, výbrusů

Příprava vzorku

Vzorek byl vyroben z válcovaného plechu Inconel 625, tloušťky 1 mm a vznikl nařezáním na rozměr cca 3x1 cm. Při řezání vzorků je důležité, aby jeho teplota nedosáhla teploty případných fázových transformací.

Broušení vzorků

Cílem broušení je minimalizovat povrchové nerovnosti vzorku. Lze jej provádět ručně nebo mechanizovaně. V našem případě byl využit způsob ručního broušení. Při ručním broušení pohybujeme vzorkem stále jedním směrem. Při přechodu na jemnější brusný papír vzorek opláchneme vodou a brousíme jej ve směru kolmém k předcházejícímu směru. Brousíme tak dlouho, dokud zcela nezmizí drážky reprezentující předchozí směr broušení. Poté opět opláchneme, přejdeme na jemnější papír, tj. papír s vyšší zrnitostí a proces opakujeme, dokud nevyčerpáme nejjemnější brusivo. K broušení byly použity brusné papíry zrnitosti 60, 120, 320, 600, 800, 1200 a 2500.

Leštění vzorku

Při leštění nedochází k úbytku materiál z povrchu ale pouze k deformaci vrcholů povrchové drsnosti, příp. jen minimálním úbytkům. V metalografii se leštění provádí mechanicky nebo elektrolyticky. Dané vzorky byly leštěny způsobem mechanickým.

Mechanické leštění se provádí přtlakem vzorku na rotující leštící kotouč za pomoci leštícího média a pohybem vzorku do proti směru otáčení kotouče. Požadavkem je zrcadlový lesk. Potahovým materiálem leštícího kotouče může být flanel, kord nebo jiná textilie. Jako brusivo byla použita suspenze Al_2O_3 . Konečnou fází je opláchnutí vzorku a osušení.

Leptání vzorku

Naleptání vzorku se provádí chemicky nebo elektrochemicky. Dle druhu materiálu a konkrétních požadavků pro následné pozorování je třeba zvolit vhodnou techniku leptání a správné leptadlo. Vyvolání struktury v případě Inconel 625 patřilo mezi složitější procesy z důvodů zvýšené odolnosti proti různým druhům kyselin.

Elektrolytické leptání na strukturu proběhlo v kyselině šťavelové při napětí 6V a době působení 10 – 15 s. Jelikož byl výsledek neuspokojující, došlo k navýšení času působení na 40 s. V tomto případě však došlo k pře leptání. Z praktického hlediska bylo využito i leptání chemického, po kterém následovalo nafocení struktury. Byla použita kombinace 10 ml HNO_3 , 40 ml HCl a 30 ml glycerinu. I v tomto případě, jsme byli nuceni experimentovat s dobou po kterou leptadlo působilo na vzorek. Jako vyhovující se ukázal následný postup:

- leptání po dobu 5 min
- pře leštění
- leptání po dobu 6 min

Velmi důležité je zahájit leptání ihned po pře leštění a to z důvodu rychlého vzniku ochranného oxidického filmu na vzorku, který proces leptání značně komplikuje.

7.2. Sledování mikrostruktury

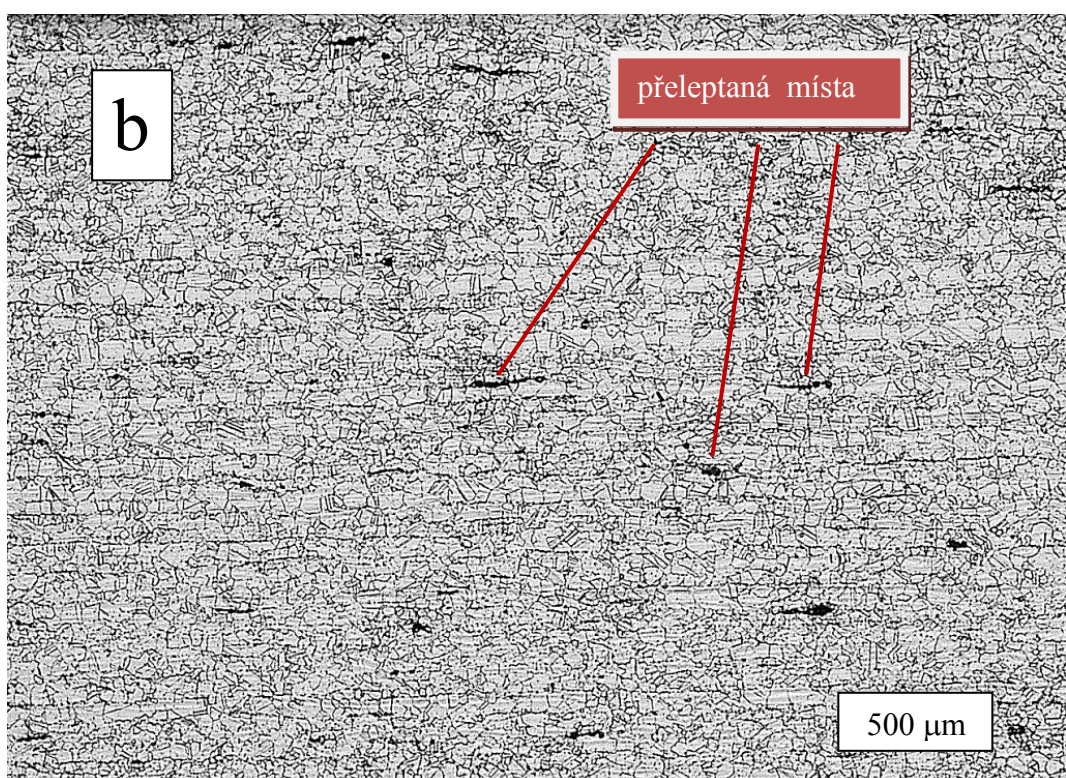
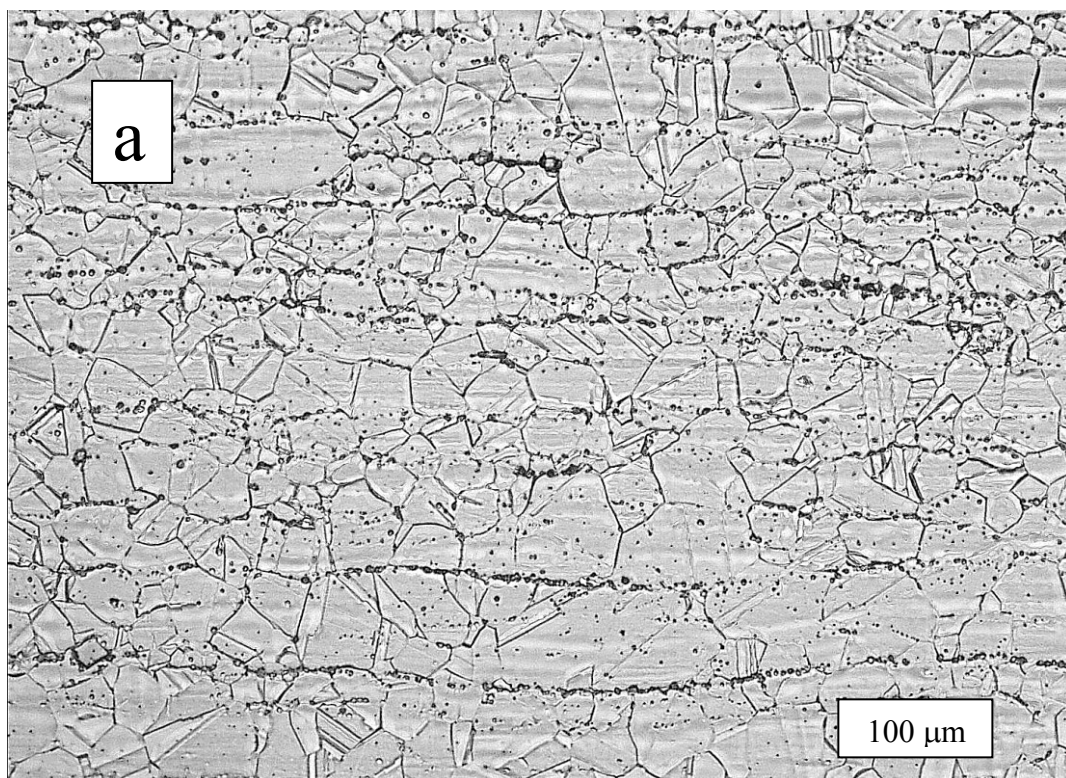
Výsledná struktura byla sledována pod světleným mikroskopem Olympus GX 51 (obr. 12) při zvětšeních 25, 50, 100, 200, 500 a 1000. Záznamové zařízení bylo typu Olympus DP 20.



Obr. 12 Světelný mikroskop Olympus GX 51 [19]

7.2.1. Hodnocení mikrostruktury základního materiálu

Základní materiál po naleštění a naleptání vykazuje pravidelnou austenitickou jemnozrnnou strukturu s dvojčaty a tvářecími pásy, ve kterých se jeví segregace nejspíše karbidických částic viz obr. 14a. Na obr. 14b pak můžeme detekovat přeleptaná místa (tmavé oblasti), která vznikla nejspíše v důsledku zeslabení struktury v místech nahromaděných karbidických částic. S největší pravděpodobností se jedná o karbidy uspořádané do řádku a to v důsledku tváření.

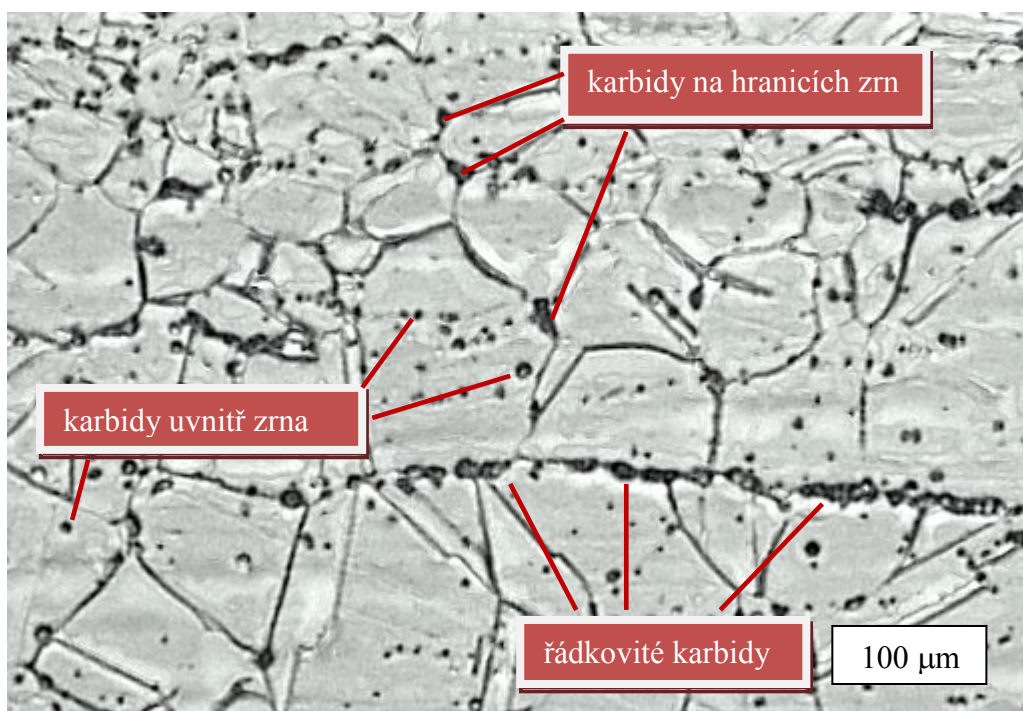


Obr. 14 Mikrostruktura vzorku Inco 625

a) zvětšeno 500x

b) zvětšeno 100x

Dále lze pozorovat kontinuální film karbidů podél hranic zrn a nerozpuštěné částice náhodně rozmístěny uvnitř zrn viz obr. 15.

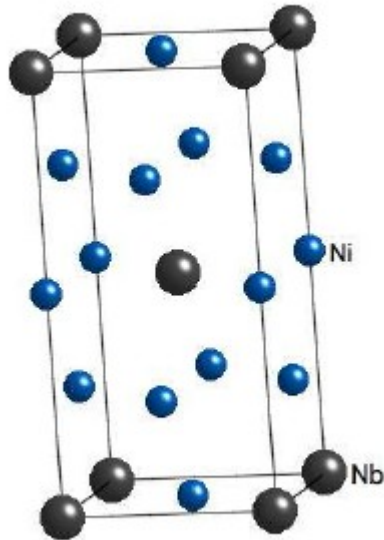


Obr. 15 Mikrostruktura vzorku Inco 625-přehled
rozmístění karbidických částic (zvětšeno 500x - detail)

Z literatury vyplývá, že karbidy rozmístěné podél hranic zrn jsou bohaté na Nb a C, proto je můžeme označit jako primární karbidy niobu. Tyto karbidy, též označované jako MC, se při delší expozici za zvýšené teploty rozloží na karbidy typu $M_{23}C_6$ a M_6C [18].

Jak již bylo napsáno, ve slitině můžeme kromě karbidických částic detekovat i intermetalické fáze, jež z pořízených snímků nejsou patrné. Obě tyto fáze vznikají při provozu součásti ze zkoumaného materiálu. Jedná se o fázi Ni_3 (Nb,Al,Ti) s tetragonální strukturou DO22 (obr. 16) a fází Ni_2 (Cr,Mo), která vykazuje vysokou pevnost a odolnost proti korozi [18]. Uspořádaná metastabilní fáze Ni_3 (Nb,Al,Ti) – γ'' vzniká až po delší výdrž na teplotě okolo 650°C. Jestliže výdrž na této teplotě bude dostatečně dlouhá, dochází k hrubnutí fáze γ'' a současně k přeměně na křehkou fázi δ (Ni_3 (Nb,Mo)), čímž se zvyšuje pevnost ale dochází ke ztrátě tažnosti. Ortorombická δ -fáze se také může tvořit přímo z přesyceného tuhého roztoku. Podmínkou je výdrž na teplotách vyšších než 750°C [18].

Vznik těchto fází a vzájemná interakce s karbidy vede ke zvýšení pevnostních vlastností slitiny, avšak nevhodná morfologie a rozložení těchto fází způsobuje snížení pevnosti v tahu, creepových vlastností a houževnatosti.



Obr. 16 Uspořádaná fáze Ni_3 (Nb,Al,Ti) s mřížkou DO22 [6]

8. Závěr

Tato práce je rozdělena na část rešeršní, která popisuje niklové superslitiny, a část experimentální, kde za použití světelné mikroskopie došlo ke zviditelnění mikrostruktury zkoumaného materiálu Inconel 625.

Niklové superslitiny vynikají vlastnostmi jako je zvýšená odolnost proti tepelné a mechanické únavě, mají velmi dobrou pevnost při tečení, dosahují vysokých hodnot meze kluzu a pevnosti v tahu a v neposlední řadě rovněž vynikající korozivzdornosti.

Výsledné vlastnosti materiálů úzce souvisí s jejich mikrostrukturou. Z práce vyplývá, že u niklových superslitin je pro dosažení výše popsaných rysů podstatné zpevnění tuhého roztoku matrice přísadovými prvky (rozdílnost atomových poloměrů přísad Ni), precipitace fáze γ' (podobné mřížkové parametry niklu a fáze γ' - zdroj výborných vysokoteplotních vlastností) a vznik karbidických fází typu MC (stabilní do vysokých teplot), M_7C_3 , $M_{23}C_6$ (nejméně stabilní), M_6C .

Výsledky experimentální části potvrzují jemnozrnnou austenitickou strukturu zkoumaného materiálu s precipitací karbidických částic v celém objemu slitiny. Jemnozrnnost slitiny bude mít pozitivní vliv proti vzniku křehkého porušení, jelikož je generováno velké množství hranic zrn. Karbidické částice vyloučené ve formě jemného precipitátu mají zase rozhodující význam na dosahování vysoké meze pevnosti při tečení. Důvodem je účinné omezení pohyblivosti dislokací. S těmito procesy je však spojeno i jedno negativum, což je zhoršená tvařitelnost.

9. Literatura

- [1] JONŠTA, Zdeněk et al. *Žárupevné oceli a slitiny*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2009, 392 s. ISBN 978-80-248-2187-0.
- [2] STRNADEL, Bohumír. *Nauka o materiálu: Konstrukční materiály a jejich degradační procesy*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2007, 187 s. ISBN 978-80-248-0689-1.
- [3] STRNADEL, Bohumír. *Nauka o materiálu II: Degradací procesy a design konstrukčních materiálů*. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2008, 280 s. ISBN 978-80-248-1842-9.
- [4] JANOVEC, Jiří, Jiří CEJP a Josef STEIDL. *Perspektivní materiály*. Praha: Vydavatelství ČVUT, 2001, 135 s. ISBN 80-01-02341-9.
- [5] DONACHIE, Matthew J a Stephen James DONACHIE. *Superalloys: a technical guide*. 2nd ed. Materials Park: ASM International, 2002, x, 439 s. ISBN 08-717-0749-7.
- [6] *Superalloys* [online]. 2003 [cit. 2012-12-28]. Dostupné z: <http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2003/nickel.html>
- [7] *Coatings for high temperature applications* [online]. 2009 [cit. 2012-11-15]. Dostupné z: <http://thomas-sourmail.net/coatings/index.html>
- [8] MAZANCOVÁ, Eva. *Materiály pro náročné technické aplikace* [online]. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2008 [cit. 2013-01-17]. Dostupné z: <http://www.fmfi.vsb.cz/miranda2/export/sites-root/fmfi/cs/okruhy/urceno-pro/studenty/podklady-ke-studiu/studijni-opory/636-Mazancova-Materialy-pro-narocne-TA.pdf>
- [9] MAZANCOVÁ, Eva. *Technické materiály I: Kovové materiály*. Vyd. 1. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2012, 151 s. ISBN 978-80-248-2577-9.
- [10] DURAND-CHARRE, Madeleine, *The Microstructure of Superalloys*. Gordon & Breach Publishers, Amsterdam. 1997. 121 s. ISBN 978-90-569-9097-8.
- [11] LOSERTO VÁ, Monika. *Progresivní materiály*. Vyd. 1. Ostrava: Vysoká škola báňská - Technická univerzita, 2012, 268 s. ISBN 978-80-248-2575-5.

- [12] FORET, Rudolf. Oxidace a koroze. [online]. 2001 [cit. 2012-12-18]. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/files/vyuka/GS0/11%20-%20koroze.doc>
- [13] Inconel alloy 625. [online]. 2006, s. 20 [cit. 2012-12-29]. Dostupné z: <http://www.specialmetals.com/documents/Inconel%20alloy%20625.pdf>
- [14] *ASM speciality handbook: Nickel, cobalt, and their alloys*. Materials Park: ASM International, 2000, 442 s. ISBN 978-0-87170-685-0.
- [15] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu*. 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002, 392 s. ISBN 80-7204-248-32.
- [16] VLACH, Bohumil. *Creep* [online]. [cit. 2013-03-30]. Dostupné z: www.ipm.cz/group/fracture/vyuka/doc/P11.ppt
- [17] ZÝKA, Jiří. Využití niklových superslitin: příklady výzkumu a výroby v ČR. In: [online]. Praha: UJP Praha, 2011 [cit. 2013-04-01]. Dostupné z: <http://147.32.10.3/JUVEMATTER/Prezentace/Zyka.pdf>
- [18] SHANKAR, Vani, K Bhanu Sankara RAO a S.L MANNAN. Microstructure and mechanical properties of Inconel 625 superalloy. 2000, s. 11. Dostupné z: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022311500007236>
- [19] OLYMPUS CORPORATION. [online]. 2013 [cit. 2013-06-11]. Dostupné z: <http://www.olympus-ims.com/cs/microscope/gx51/>
- [20] Creep (tečení materiálu). In: [online]. Vysoká škola chemicko-technologická v Praze [cit. 2013-11-07]. Dostupné z: <http://www.primat.cz/vscht-vscht/predmety/fyzika-kovu/creep-unava/170264>
- [21] PUCHAR, Vladimír. Je sopečný popel nebezpečný?. [online]. 2011 [cit. 2013-11-07]. Dostupné z: <http://www.flymag.cz/article.php?id=5479>
- [22] Why Garret. In: *Garret by Honeywell* [online]. 2012 [cit. 2013-12-16]. Dostupné z: http://www.turbobygarrett.com/turbobygarrett/why_garrett
- [23] SPECIAL METALS CORPORATION. *Special metals* [online]. Huntington, West Virginia, USA, 2008 [cit. 2013-08-19]. Dostupné z: <http://www.specialmetals.com/products/index.php>

- [24] ŠULÁK, Ivo. *ÚČINEK AlCr VRSTVY NA ÚNAVOVÉ VLASTNOSTI NIKLOVÉ SUPERSLITINY IN713LC ZA TEPLoty 800°C* [online]. Brno, 2013 [cit. 2014-01-24]. Diplomová práce. VUT Brno. Dostupné z: <https://dspace.vutbr.cz/handle/11012/25174>.
- [25] Combustor on Rolls-Royce Nene turbojet. In: CLEYNEN, Olivier. *Wikipedia: the free encyclopedia* [online]. San Francisco (CA): Wikimedia Foundation, 2012 [cit. 2014-03-15]. Dostupné z: [http://en.wikipedia.org/wiki/File:Combustor_on_RollsRoyce_Nene_turbojet_\(2\).jpg](http://en.wikipedia.org/wiki/File:Combustor_on_RollsRoyce_Nene_turbojet_(2).jpg)