

Vliv stárnutí na plně lamelární slitinu Ti-45Al-5Nb-0.2B-0.75C

Effect of Ageing on the Fully Lamellar Ti-45Al-5Nb-0.2B-0.75C Alloy

Ing. Tomáš Čegan, Ph.D.; Ing. Jan Juřica; Ing. Ivo Szurman, Ph.D.

VŠB – Technická univerzita Ostrava, Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství, Regionální materiálově technologické výzkumné centrum, 17. listopadu 15/2172, 708 33 Ostrava-Poruba, Česká republika

Slitina o chemickém složení Ti-45Al-5Nb-0.2B-0.75C (at. %) byla připravena indukčním tavením a odstředivým odléváním. Plně lamelární mikrostruktura slitiny bez karbidů byla vytvořena tepelným zpracováním sestávajícím z izostatického lisování za tepla (HIP) a žháním s následným ochlazením na pokojovou teplotu. Stabilita plně lamelární mikrostruktury $\gamma(\text{TiAl}) + \alpha_2(\text{Ti}_3\text{Al})$ byla studována při teplotách 750, 850 a 950 °C po dobu 3400 hodin. Analýza mikrostruktury po tepelné expozici ukázala, že nejvíce dominantní změna v mikrostruktuře bylo tenčení α_2 lamel, které bylo výraznější při vyšší teplotě a delší době stárnutí. Tvorba rekrytalizovaných γ -zrn a karbidů Ti_2AlC byla rovněž pozorována během stárnutí při teplotách 850 a 950 °C. Mikrostrukturní změny ovlivnily mikrotvrdost při pokojové teplotě. Dlouhá doba tepelné expozice tedy způsobila změkčení slitiny. Změkčení je poměrně pomalé a pravděpodobně nemůže výrazně ovlivnit mez kluzu studované slitiny.

Klíčová slova: γ -TiAl slitiny; tepelná stabilita; mikrostruktura; karbidy; mikrotvrdost

The alloy with a composition Ti-45Al-5Nb-0.2B-0.75C (at. %) was prepared by induction melting and centrifugal casting. The fully lamellar microstructure of the alloy without carbides was produced by heat treatments consisting of hot isostatic pressing (HIP) and solution annealing followed by cooling to room temperature (HT). The stability of fully lamellar $\gamma(\text{TiAl}) + \alpha_2(\text{Ti}_3\text{Al})$ microstructure was studied at temperatures of 750, 850 and 950 °C up to 3,400 h by optical microscopy (OM), scanning electron microscopy in backscattered electron mode (BSEM) and by transmission electron microscopy (TEM). The microstructure analysis shows that the most dominant change in the microstructure was the α_2 lamellae thinning, which was more pronounced at higher temperature and longer ageing time. In addition to the parallel decomposition of α_2 lamellae, nucleation and growth of equiaxed grains of γ -phase along the boundaries of lamellar grains and within the lamellar grains were observed at the temperatures of 850 and 950 °C. Two types of carbides are formed during ageing. P-type carbides observable only by TEM are formed during short ageing times at dislocations and grain boundaries, and H-types of carbides clearly observable by SEM are formed during longer ageing times in recrystallized γ grains, lamellar interfaces and within α_2 lamellae. Needle H-types of carbides with a size up to 10 μm at higher ageing temperatures of 850 and 950 °C and longer ageing times were observed. After ageing at 750 °C no precipitates of the H type were observed. The microstructural changes affected the microhardness at room temperature. Thermal exposure caused a small increase in microhardness during short ageing times with the highest hardening rate at 950 °C reaching the maximum values after 8 h of ageing. The highest values of microhardness at 850 °C were detected after 10-12 h of ageing and after 14 h of ageing at 750 °C. Longer exposure times caused the softening of alloy, but softening was slow and probably could not affect significantly the yield strength.

Key words: γ -TiAl Alloys; thermal stability; microstructure; carbides; microhardness

Intermetalické slitiny na bázi γ -TiAl patří k velice perspektivním materiálům v automobilovém, leteckém a energetickém průmyslu, a to především z důvodu nízké hustoty a dobrých mechanických vlastností za teplot 700 – 800 °C [1, 2]. V závislosti na složení slitiny a parametrech zpracování mohou být získány různé typy mikrostruktury a jejich vysokoteplotní pevnost je výrazně ovlivněna typem mikrostruktury a velikostí zrna s teplotou přechodu z křehkého do tvárného stavu (BDT) od 600 °C pro jemnozrnný duplexní materiál až po 800 °C pro hrubozrnný plně lamelární materiál [3]. Zvýšení odolnosti proti creepu u plně lamelárních materiálů lze vysvětlit velkými zrny a vysoce anizotropní strukturou uvnitř zrna [3]. Nedostatečná tažnost slitin na

bázi γ -TiAl při pokojové teplotě a nedostatečná pevnost při vysokých teplotách (nad 800 °C) omezují jejich aplikace v širokém měřítku. Další možnost zvýšení odolnosti proti creepu lze dosáhnout optimalizací jejich chemického složení zpevněním tuhého roztoku, nebo precipitačním vytvrzením. V posledních letech byla věnována vysoká pozornost vlivu uhlíku na slitiny γ -TiAl. Několik studií bylo zaměřeno na zlepšení mechanických vlastností a odolnosti proti creepu v γ -TiAl slitinách legovaných uhlíkem a bylo prokázáno, že zlepšení mechanických vlastností souvisí se zpevněním tuhého roztoku a precipitací, avšak minimální hodnoty obsahu C potřebné k precipitaci karbidu silně závisí na chemickém složení slitiny,

tepelném zpracování a na mikrostruktuře [4, 5]. Koherentní částice Ti_3AlC (P-typ) se většinou vytvářejí při nižších obsahích uhlíku při teplotách okolo 750 – 950 °C a nekoherentní karbidy typu Ti_2AlC (H-typ) u vyšších obsahů uhlíku při vyšších teplotách nebo delších časech stárnutí. Většina γ -TiAl slitin legovaných uhlíkem však zpravidla obsahuje oba typy karbidů [5 – 7]. Hnací silou pro precipitaci karbidů je omezená rozpustnost uhlíku v γ a α_2 fázích a stejně, jak bývá u jiných typů slitin, hlavními faktory určujícími mechanické vlastnosti jsou tvar, velikost a distribuce precipitátů. Navzdory předchozím studiím, které se zabývaly precipitací karbidů ve slitinách γ -TiAl [4 – 7], informace o mikrostrukturní stabilitě γ -TiAl slitin legovaných uhlíkem při vyšších teplotách a delších časech stále chybí v dostupné literatuře. Cílem tohoto článku je tedy studium dlouhodobé mikrostrukturní stability slitiny Ti-45Al-5Nb-0.2B-0.75C (at. %) a stanovení účinku mikrostrukturních změn na mechanické vlastnosti při dlouhodobém stárnutí.

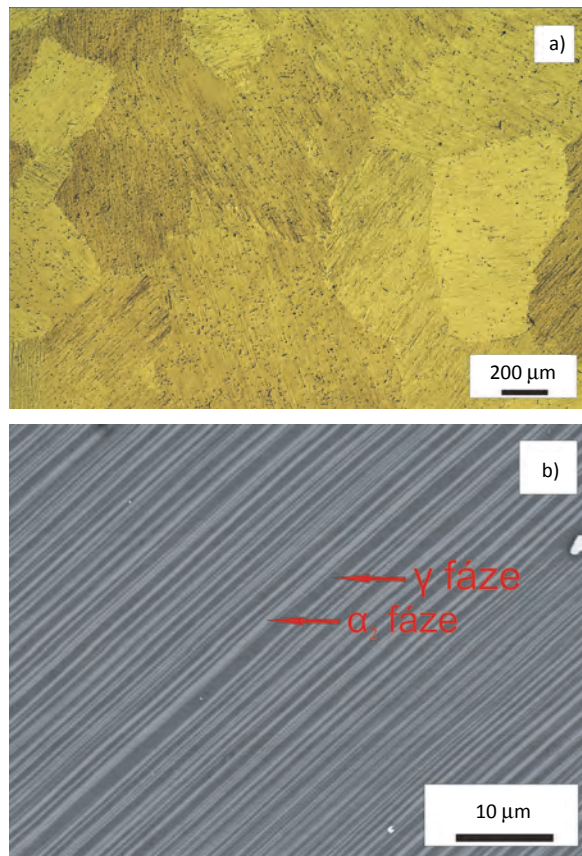
1. Experiment

Slitina Ti-45Al-5Nb-0.2B-0.75C (at. %) byla vyrobena za použití středofrekvenční vakuové indukční tavicí pece Supercast-titan. Jako vsázka byly použity čisté kovy (4N) a Nb-Al předslitina. Naměřený obsah kyslíku v připravené slitině činil přibližně 500 hm. ppm (0,13 at. %). Odlité válcové tyče o průměru 20 mm a délce 225 mm byly podrobeny izostatickému lisování za tepla (HIP) při aplikovaném tlaku 180 MPa a teplotě 1270 °C po dobu 4 hodin, aby se odstranila vnitřní pórovitost odlitku. Plně lamelární $\gamma + \alpha_2$ mikrostruktura byla vytvořena tepelným zpracováním (TZ) sestávajícím z žhánání při teplotě 1360 °C po dobu 1 hodiny, s následným chlazením při konstantní rychlosti ochlazování 20 °C·min⁻¹ do teploty 850 °C pod Ar atmosférou. Následovalo chlazení na pokojovou teplotu na vzduchu. Po tepelném zpracování byl odlitek rozřezán pomocí elektrojiskrového obrábění na malé kousky o průměru 20 mm a délce 12 mm. Stárnutí bylo prováděno při třech různých teplotách 750, 850 a 950 °C po dobu až do 3400 h v odporových pecích se statickou Ar atmosférou. Vzorby byly pozorovány pomocí optické mikroskopie (OM) na mikroskopu Olympus GX51 vybaveném digitálním fotoaparátem Olympus DP12, skenovací elektronové mikroskopie v režimu zpětně odražených elektronů (BSEM) pomocí mikroskopů QUANTA FEG 450 a JSM-7600F vybavených energetickým disperzním spektrometrem (EDS) a rentgenovou difrakcí (XRD). Transmisní elektronová mikroskopie (TEM) byla provedena pomocí mikroskopu JEM-2100 při napětí 200 kV. Vzorby pro TEM s počáteční tloušťkou 0,3 mm byly mechanicky ztenčeny broušením do tloušťky 100 μm a nakonec elektrolyticky ztenčeny v elektrolytu A3 Struers s použitím zařízení TenuPol-3 pracujícího při napětí 20 V a teplotě roztoku -20 °C. Obsahy kyslíku a uhlíku byly měřeny termo-evoluční metodou pomocí

analýzátorů ELTRA ONH-2000 a ELTRA CS-2000. Kvantitativní metalografická analýza byla provedena na digitalizovaných fotografiích pomocí počítačového analyzátoru obrazu Sigma-ScanPro. Pro stanovení průměrné tloušťky lamel a mezilamelární vzdálenosti bylo pro každý vzorek měřeno minimálně 1000 jednotlivých lamel v alespoň 20 různých zrnech za použití BSEM snímků. Pro stanovení obsahu α_2 fáze bylo naměřeno nejméně 20 digitalizovaných obrazů. Měření mikrotvrdosti dle Vickerse bylo prováděno při konstantním zatížení 1 N pro dobu 10 s na leštěných a mírně leptaných vzorcích. Pro určení mikrotvrdosti bylo provedeno alespoň 60 individuálních měření pro každý vzorek.

2. Mikrostruktura slitiny před stárnutím

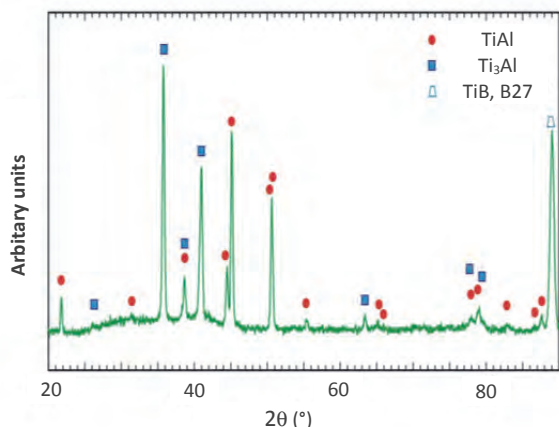
Obr. 1 znázorňuje mikrostrukturu slitiny po TZ a následném chlazení při konstantní rychlosti ochlazování 20 °C·min⁻¹ do teploty 850 °C a chlazení vzduchem na pokojovou teplotu. Slitina sestává z rovnoosých zrn s průměrnou velikostí okolo 380 μm . Mikrostruktura zrn je plně lamelární, skládající se střídajících se lamel γ a α_2 fází. Lamelární mikrostruktura $\alpha_2 + \gamma$ je výsledkem transformace primární β -fáze na α fázi (tuhý roztok s hexagonální krystalovou strukturou) a precipitací lamel γ fáze ve fázi α , která následně transformuje na fázi α_2 při nižších teplotách. V BSEM režimu je γ fáze zobrazena s tmavým kontrastem a fáze α_2 se světlým kontrastem (viz obr. 1b). U TEM je tomu naopak.



Obr. 1 Mikrostruktura slitiny po TZ (a) OM (b) BSEM

Fig. 1 Microstructure of the alloy after HT (a) OM (b) BSEM

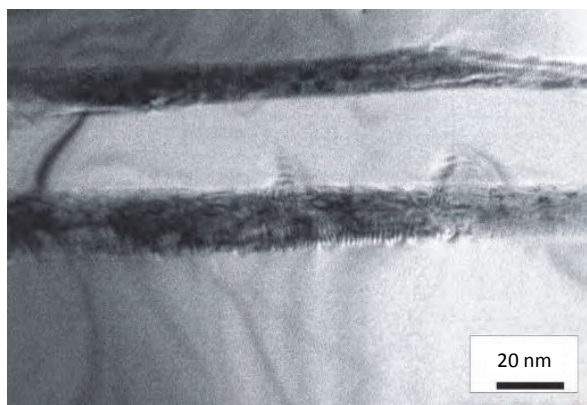
Na obr. 2 je znázorněn XRD difraktogram slitiny po TZ a shrnuty koexistující fáze. Světlé částice (v BSEM zobrazení) byly identifikovány jako boridy (Ti,Nb)B v souladu s pozorováním podobného typu slitin [8]. Průměrná šířka lamel γ byla 0,42 μm a lamel α_2 byla 0,31 μm . Kvantitativní metalografická analýza ukázala, že lamelární zrna obsahují okolo 37 obj. % α_2 fáze a 63 obj. % fáze γ . Tyto výsledky jsou v dobré shodě s výsledky, které publikoval Schwaighofer a kol. [9], který uvádí obsah α_2 fáze těsně pod 40 obj. % pro TNM slitinu (Ti-43.5Al-4Nb-1Mo-0.1B) legovanou 0,75 at. % C po HIP při 1200°C/4h/200 MPa. Relativně vysoký objemový podíl α_2 fáze lze vysvětlit vysokým stabilizačním účinkem uhlíku na fázi α_2 a poměrně vysokou rychlostí chlazení [9, 10].



Obr. 2 Difraktogram slitiny po TZ

Fig. 2 Diffraction pattern of the alloy after HT

Na obr. 3 je znázorněn TEM snímek slitiny po TZ. Na tomto obrázku lamely jasně neobsahují žádné karbidy, což ukazuje, že uhlík je úplně rozpuštěn ve fázích γ a α_2 po aplikovaném tepelném zpracování. Absence karbidů byla rovněž potvrzena výsledky rentgenové difrakce (obráz. 2).



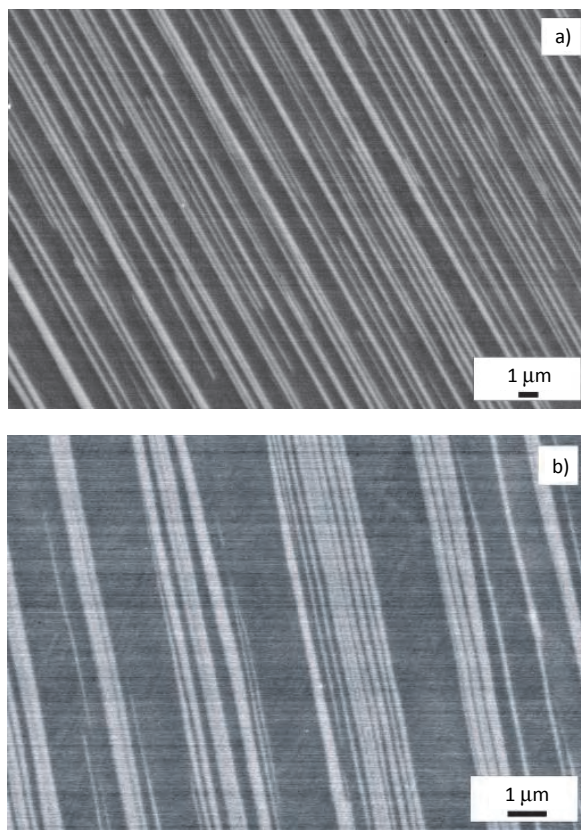
Obr. 3 Mikrostruktura slitiny po TZ (TEM)

Fig. 3 Microstructure of the alloy after HT (TEM)

3. Mikrostruktura slitiny po stárnutí

Obr. 4 zobrazuje mikrostrukturu po expozici při teplotě 750 °C po dobu 3400 h (obráz. 4a) a při teplotě 850 °C po

dobu 960 h (obráz. 4b). Mikrostruktura slitiny stále vykazuje plně lamelární typ mikrostruktury při všech teplotách stárnutí až do doby 3400 h. Ve srovnání s obr. 1(b) lze zjistit, že dominantní změnou v lamelárních zrnech je postupné tenčení α_2 lamel, které se stávají diskontinuálními. První vyšší množství diskontinuálních a ztenčených lamel bylo pozorováno po 4 hodinách při 950 °C a jejich rozsah se zvyšuje s rostoucím časem a teplotou. Výrazný rozklad α_2 lamel se tedy začal vyskytovat, ale nikoliv v tak dramatickém rozsahu, jaký byl zaznamenán u plně lamelární slitiny Ti-48Al-2Cr-2Nb-1B (at. %), kde expozice dokonce i při teplotě 700 °C po dobu 3000 h vedla k téměř úplnému odstranění α_2 fáze [11]. Během stárnutí nebyl pozorován žádný rozklad α_2 lamel na $\alpha_2 + \beta$ oblasti a také žádná rekrystalizace β -fáze. Pouze u některých hrubších α_2 lamel byl pozorován jejich rozklad na jemné $\alpha_2 + \gamma$ lamely při všech teplotách (obráz. 4b).



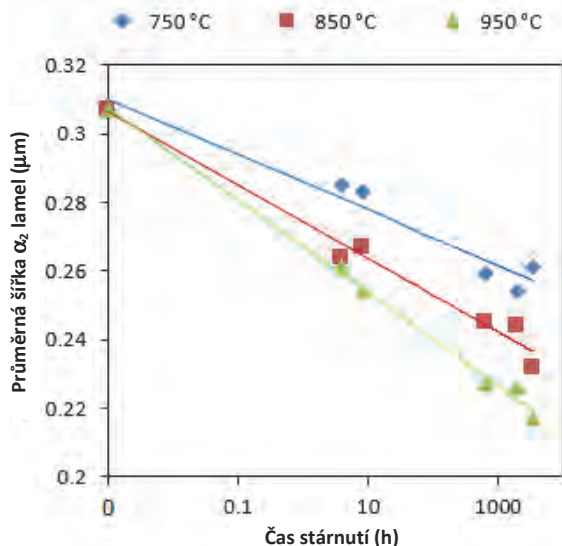
Obr. 4 Mikrostruktura slitiny po stárnutí (a) při teplotě 750 °C po dobu 3400 h (b) při teplotě 850 °C po dobu 960 h

Fig. 4 Microstructure of the alloy after ageing (a) at the temperature 750 °C during 3,400 h (b) at the temperature 850 °C during 960 h

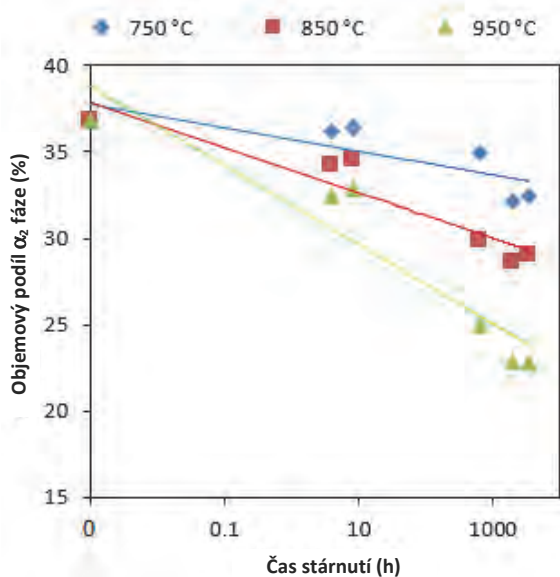
Obr. 5 a 6 ukazují průměrnou šířku α_2 lamel a objemovou frakci α_2 lamel po TZ a po stárnutí při teplotě 750, 850 a 950 °C po dobu 3400 h. Průměrná šířka lamel α_2 se snižuje o 15, 24 a 29 % během stárnutí za teplot 750, 850 a 950 °C po dobu 3400 h. Tyto výsledky jsou v dobré shodě s výsledky objemového podílu α_2 lamel, který se snížil o 12, 21 a 38 %. Snížení objemové frakce α_2 fáze (D) bylo vypočteno podle vztahu:

$$D = \frac{(X_{HT} - X_A)}{X_{HT}} * 100, \quad (1)$$

kde X_{HT} je objemový podíl α_2 fáze před stárnutím a X_A je objemový podíl α_2 fáze po stárnutí. Stejný vztah byl použit také pro výpočet změny průměrné tloušťky α_2 lamel (D) za použití hodnot průměrné šířky α_2 lamel před stárnutím (X_{HT}) a průměrné šířky po stárnutí (X_A).



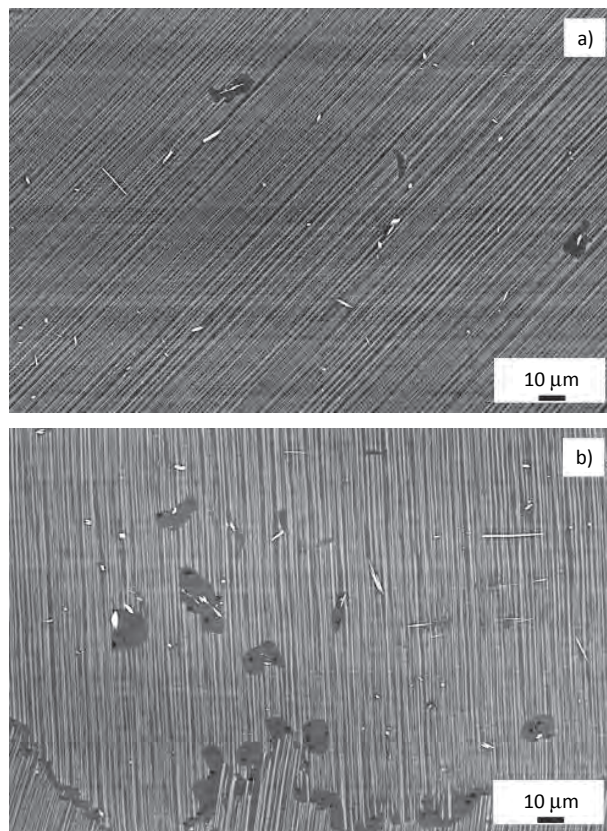
Obr. 5 Závislost průměrné šířky α_2 lamel na čase stárnutí
Fig. 5 Dependence of the α_2 lamellae thickness on the ageing time



Obr. 6 Závislost obsahu α_2 fáze na čase stárnutí
Fig. 6 Dependence of the volume fraction of the α_2 phase on the ageing time

Pokles objemového podílu α_2 fáze během stárnutí plně lamelární slitin TiAl je dobře zdokumentován [12, 13] a může být snadno vysvětlen skutečností, že jemná lamelární struktura s velkým objemovým podílem α_2 fáze není stechiometricky v rovnováze, a proto není během tepelné expozice stabilní. Pokles obsahu α_2 fáze u zkoumané slitiny je však mnohem nižší než u Karthikeyana a Millse [12], kteří zaznamenali pokles obsahu

α_2 fáze v plně lamelární slitině K5 (Ti-46Al-2Cr-3Nb-0,2W) a K5SC (Ti-46Al-2Cr-3Nb-0,2W-0,1C-0,1Si) (at. %) z 22 a 29 obj. % před expozicí na 7,2 a 8 obj. % po expozici při teplotě 900 °C po dobu 24 h. Nízký pokles obsahu α_2 fáze pro zkoumanou slitinu může souviset s vyšším obsahem uhlíku, protože uhlík je známý jako typický alfa stabilizátor v systému Ti-Al, ale také vyšším obsahem Nb a rozdílem v aplikovaném tepelném zpracování před stárnutím. Průměrné mezilamelární vzdálenosti u jednotlivých vzorků před a po expozici při teplotě 750, 850 a 950 °C po dobu 3400 h byly identifikovány jako 0,73; 0,71; 0,83 a 0,90 μm , což znamená, že průměrná mezilamelární vzdálenost nevykazuje výraznou změnu během stárnutí při teplotě 750 °C, ale výrazně se zvyšuje s rostoucí teplotou. Kromě rozkladu α_2 lamel byla během stárnutí pozorována nukleace a růst jemných rovnoosých γ -zrn na hranicích lamelárních zrn a také uvnitř lamelárních zrn.

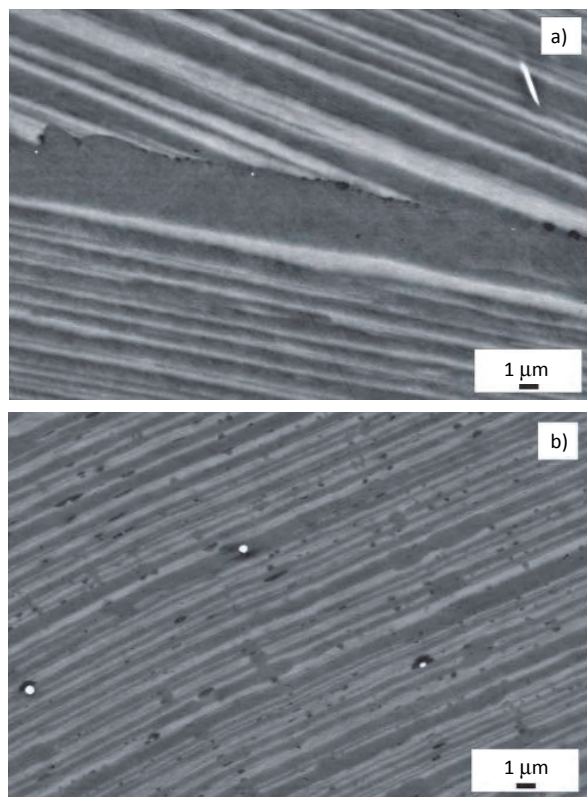


Obr. 7 BSE snímky mikrostruktury slitiny po TZ a stárnutí (a) při teplotě 850 °C po dobu 2000 h (b) při teplotě 950 °C po dobu 3400 h

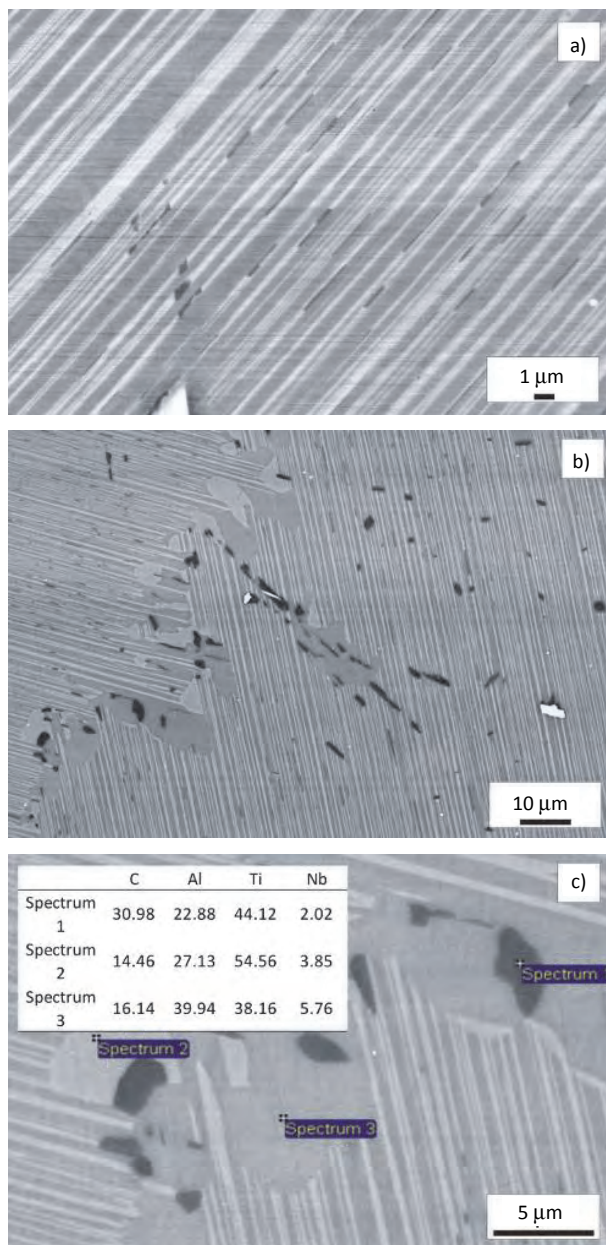
Fig. 7 BSE micrographs showing microstructure of the alloy after HT and ageing (a) at the temperature 850 °C for time 2,000 h; (b) at the temperature 950 °C for time 3,400 h

Obr. 7 znázorňuje mikrostrukturu po stárnutí při teplotě 850 °C po dobu 2000 h (obr. 7a) a při teplotě 950 °C po dobu 3400 hodin (obr. 7b). Několik rekrystalizovaných rovnoosých γ zrn může být pozorováno zejména kolem světlých boridových částic v lamelárních zrnech a na hranicích zrn. První větší podíl malých rekrystalizovaných γ zrn o velikosti do 5 μm byl pozorován po stárnutí při teplotě 850 °C po dobu 960 h a při teplotě

950 °C po dobu 8 h, ale obvykle pouze na hranicích zrna a výjimečně uvnitř zrna. Pro kratší časy stárnutí a pro stárnutí při teplotě 750 °C byla rovnoosá γ zrna pozorována jen výjimečně a zpravidla na hranicích lamelárních zrn. Vysoké množství rekrystalovaných γ zrn uvnitř lamelárních zrn se objevuje až po expozici při teplotě 850 °C po dobu 2000 h (ne za kratší dobu při této teplotě) a po expozici při teplotě 950 °C po dobu 960 h nebo po delší době stárnutí. Množství rekrystalizovaných γ zrn bylo stále velmi nízké po stárnutí při teplotě 750 °C i po 3400 hodinách. Tvorba γ fáze v lamelach $\gamma + \alpha_2$ totiž vyžaduje změnu krystalové struktury i koncentrace legujících prvků. Tvorba vyššího množství rovnoosých γ zrn tedy vykazuje nestabilitu plně lamelární mikrostruktury při teplotě 850 a 950 °C. Jak je zřejmé z obr. 7b, v rekrystalizovaných γ zrnech byly pozorovány tmavé precipitáty (snadno viditelné pomocí SEM). Přítomnost jemných tmavých precipitátů byla detekována i v lamelární $\gamma + \alpha_2$ matici. Precipitáty byly pozorovány po stárnutí při teplotě 850 °C po dobu 650 h (obr. 8a) hlavně na hranicích zrna a při teplotě 950 °C po kratší době (první precipitáty po 8 hodinách na hranicích zrna, ale také v lamelárních zrnech, viz obr. 8b). Bodová analýza těchto precipitátů metodou EDS sice potvrdila zvýšený obsah uhlíku v precipitátech, ale neumožnila přesné stanovení typu karbidu kvůli malé velikosti karbidu a také problematickému stanovení přesného obsahu uhlíku metodou EDS.



Obr. 8 BSE snímky mikrostruktury slitiny po TZ a stárnutí (a) při teplotě 850 °C po dobu 650 h; (b) při teplotě 950 °C po dobu 8 h
Fig. 8 BSE micrographs showing microstructure of the alloy after HT and ageing (a) at the temperature 850 °C during 650 h; (b) at the temperature 950 °C during 8 h

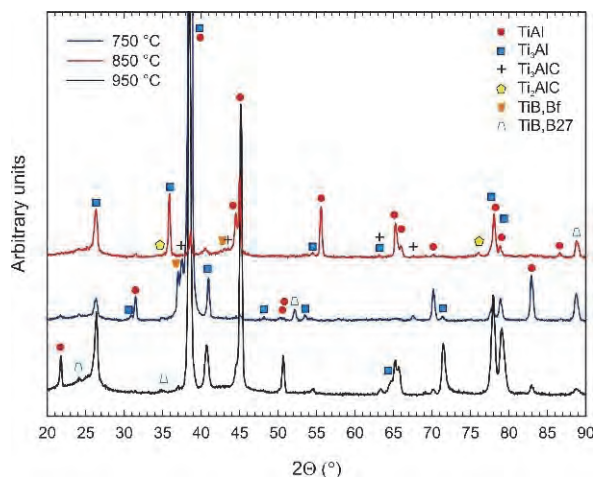


Obr. 9 BSE snímky mikrostruktury slitiny po TZ a stárnutí (a) při teplotě 850 °C po dobu 3400 h; (b) při teplotě 950 °C po dobu 3400 h; (c) EDS analýza po stárnutí při teplotě 950 °C po dobu 3400 h
Fig. 9 BSE micrographs showing microstructure of the alloy after HT and ageing (a) at the temperature 850 °C during 3,400 h; (b) at the temperature 950 °C during 3,400 h; (c) EDS spot analysis after ageing at the temperature 950 °C during 3,400 h

Obr. 9a ukazuje karbidy v lamelárním zrně po stárnutí při 850 °C po dobu 3400 h. Tyto precipitáty mají jehlicovitý tvar a délku až 5 µm a byly pozorovány převážně na lamelárních rozhraních a uvnitř lamel α_2 . Obr. 9b ukazuje mikrostrukturu po stárnutí při teplotě 950 °C po dobu 3400 h. Jak je patrné z tohoto obrázku, karbidy mají větší rozměry až do 10 µm a širší tvar, ale také výrazné rozdíly ve velikosti i tvaru u jednotlivých zrn, což ukazuje na nerovnoměrné rozložení uhlíku. EDS analýza těchto větších karbidů (obr. 9c) odhaluje zvýšený obsah C v precipitátech. Obsah Ti a Al

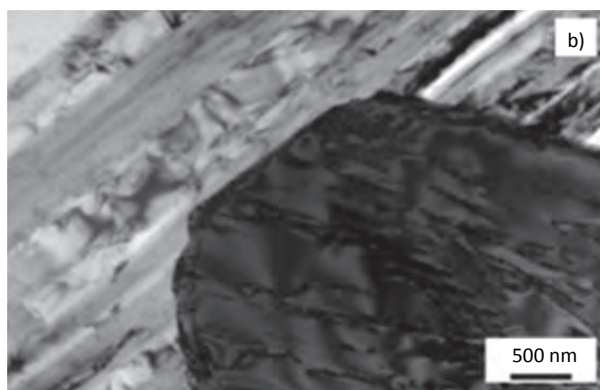
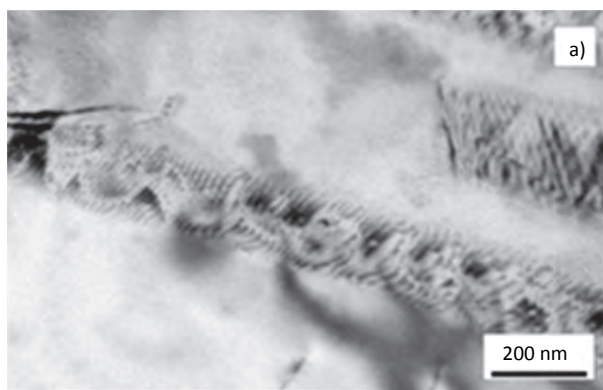
v precipitátech byl přibližně 2:1, což naznačuje, že tyto částice pravděpodobně jsou fáze Ti_2AlC , jak uvádí Kim [14] při pozorování slitiny K5SC po stárnutí při teplotě 900 °C, při které identifikoval podobné precipitáty (pozorovatelné pomocí SEM) pomocí TEM jako Ti_2AlC . Podobné výsledky během stárnutí plně lamelární slitiny K5SC byly také publikovány Karadgem a kol. [15].

SEM pozorování tedy odhalilo pouze velmi malé množství karbidů Ti_2AlC po stárnutí při teplotě 850 °C a prakticky žádné karbidy při teplotě 750 °C. XRD analýza stárnutých vzorků po dobu 3400 h, znázorněná na obr. 10 potvrzuje výskyt karbidů Ti_2AlC v mikrostruktuře. Ukazuje však také přítomnost karbidů Ti_3AlC (typ P), které jsou charakterizovány menšími rozměry a jejich pozorování lze většinou provádět pouze pomocí TEM.



Obr. 10 Difraktogramy slitiny po TZ a stárnutí při teplotě 750, 850 a 950 °C po dobu 3400 h

Fig. 10 Diffraction pattern of the alloy after HT and ageing at the temperatures 750, 850 and 950 °C during 3,400 h



Obr. 11 TEM snímky ve světlém poli zobrazující mikrostrukturu slitiny po TZ a stárnutí (a) při teplotě 950 °C po dobu 8 h; (b) při teplotě 750 °C po dobu 14 h

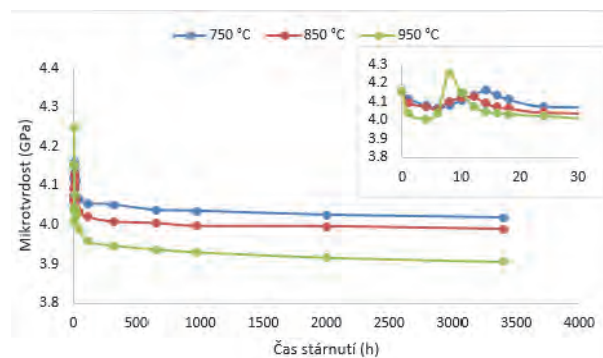
Fig. 11 TEM bright field micrographs showing microstructure of the alloy after HT and ageing (a) at the temperature 950 °C during 8 h; (b) at the temperature 750 °C during 14 h

Obr. 11 zobrazuje TEM snímky mikrostruktury vzorku po stárnutí při teplotě 950 °C po dobu 8 h a při teplotě 750 °C po dobu 14 h. Malé jemné karbidy (menší než 500 nm) pozorované v mikrostruktuře byly identifikovány jako karbidy typu Ti_3AlC , stejně jako ve slitinách s podobným chemickým složením [4, 5]. Tyto karbidy precipitovaly výhradně na krystalografických defektech, jako jsou hranice zrn a dislokace, což je způsobeno heterogenním typem nukleace. TEM a SEM pozorování tedy odhalilo přítomnost obou typů karbidů.

4. Vliv stárnutí na mikrotvrdost

Na obr. 12 je znázorněna závislost mikrotvrdosti dle Vickerse na době stárnutí. Typické vytvrzování (pro krátké doby stárnutí) a změkčení bylo pozorováno při všech třech teplotách. Během krátké tepelné expozice se mikrotvrdost zvyšuje s dobou stárnutí. Nejvyšší rychlost vytvrzování byla pozorována při teplotě 950 °C

a dosáhla maximálních hodnot po 8 h stárnutí. Nejvyšší hodnoty mikrotvrdosti při teplotě 850 °C byly detekovány po 10 – 12 h stárnutí a po 14 h stárnutí při teplotě 750 °C.



Obr. 12 Závislost mikrotvrdosti dle Vickerse na čase stárnutí
Fig. 12 Dependence of Vickers microhardness on the ageing time

Podobný nárůst tvrdosti a meze kluzu slitin na bázi γ -TiAl legovaných uhlíkem během stárnutí také pozoroval Tian, a Nemoto [16] a Wu a kol. [17], kteří uvádějí, že vytvrzení slitiny způsobuje precipitace jemných karbidů v matici. Hodnoty mikrotvrdosti se tedy nejprve zvýší a po dosažení maximálních hodnot se s rostoucí teplotou snižují, ale pokles je pouze malý, a to o 0,14, 0,17 a 0,25 GPa při teplotě 750, 850, 950 °C po dobu 3400 h. Pozorovaný pokles mikrotvrdosti byl tedy mnohem nižší než pokles 0,54 – 0,56 GPa, který uvádí Lapin a Pelachová [18] pro lamelární oblasti ve slitině Ti-45.2Al-2W-0.6Si-0.7B (at. %) po expozici při teplotě 800 °C po dobu 3300 h, nebo 1,3 GPa, které uvádí Gil a kol. [19] pro lamelární oblasti ve slitině Ti-46.5Al-2W-0.5Si (at. %) po expozici za teploty 975 °C po dobu 100 h. Dosažené výsledky tedy ukazují, že změkčení plně lamelární slitiny Ti-45Al-5Nb-0.2B-0.75C je pomalejší a nemůže významně ovlivnit mez kluzu slitiny, protože jak již bylo dříve popsáno Lapinem a kol. [20] mikrotvrdost dle Vickerse má obvykle lineární závislost na mezi kluzu v lamelárních TiAl slitinách, a mikrotvrdost proto může být jednoduchým způsobem, jak určit přibližnou mez kluzu nebo změny meze kluzu. Nicméně hrubnutí a růst karbidů při vyšších teplotách stárnutí jsou problematické, protože velké karbidy ve slitinách na bázi γ -TiAl zpravidla snižují tažnost a mají špatný vliv na mechanické vlastnosti při pokojové teplotě, jak uvádí publikace [7, 21]. Proto bude vyhodnocení mechanických vlastností a především vliv větších karbidů na tažnost stárnutých vzorků předmětem dalšího studia.

Závěr

Byla charakterizována tepelná stabilita plně lamelární slitiny Ti-45Al-5Nb-0.2B-0.75C. Získané závěry jsou následující:

- Žíhání při teplotě 1360 °C po dobu 1 h a následné chlazení při konstantní rychlosti ochlazování 20 °C·min⁻¹ do teploty 850 °C a chlazení vzduchem na pokojovou teplotu umožňuje přípravu plně lamelárního typu mikrostruktury, v které je C rozpuštěn ve formě tuhého roztoku ve fázích α_2 a γ .
- Dominantní změnou mikrostruktury během stárnutí bylo postupné ztenčení α_2 lamel a tvorba nespojitých segmentů α_2 fáze, které byly výraznější při vyšších teplotách stárnutí a během delší doby stárnutí.
- Vedle paralelního rozkladu α_2 lamel byly pozorovány nukleace a růst rovnoosých zrn γ podél hranic lamelárních zrn a uvnitř lamelárních zrn.
- Během stárnutí se tvoří dva typy karbidů. Karbidy typu P se vytvářejí během krátkých časů stárnutí na dislokacích a na hranicích zrn a H-typy karbidů se vytvářejí během delších časů stárnutí v rekrystalizovaných zrnech γ , na lamelárních rozhraních a uvnitř α_2 lamel. Po stárnutí při teplotě 750 °C nebyly pozorovány žádné precipitáty typu H.

- Byly pozorovány jehlicovité H-typy karbidů s velikostí až do 10 μ m při vyšších teplotách stárnutí 850 a 950 °C a po delších dobách stárnutí.
- Měření mikrotvrdosti ukázalo, že tepelná expozice způsobila malý nárůst mikrotvrdosti během krátkých časů stárnutí. Dlouhá doba expozice způsobila změkčení slitiny, ale změkčení je pomalé a pravděpodobně nemůže výrazně ovlivnit mez kluzu. Zdá se však, že hrubnutí karbidů při vyšších teplotách je problematické, protože velké karbidy zpravidla snižují tažnost a mechanické vlastnosti.

Poděkování

Tato práce vznikla při řešení projektu č. LO1203 „Regionální materiálově technologické výzkumné centrum - program udržitelnosti“ financovaného z Ministerstva školství, mládeže a tělovýchovy.

Literatura

- APPEL, F. *Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology*, Wiley-VCH, 2011. ISBN 978-3-527-31525-3.
- CLEMENS, H. *Adv. Eng. Mater.*, 15, 2013, p. 191. <http://dx.doi.org/10.1002/adem.201200231>
- APPEL, F. *Materials Science and Engineering: R*, 22 (1998) 5, 187. [https://doi.org/10.1016/S0927-796X\(97\)00018-1](https://doi.org/10.1016/S0927-796X(97)00018-1)
- WANG, L. *Intermetallics*, 89 (2017) 32. <http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2017.05.006>
- WANG, L. *Acta Mater.*, 137 (2017) 36. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2017.07.018>
- SCHWEIGHOFER, E. *Acta Mater.*, 77 (2014) 360. <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2014.06.017>
- LAPIN, J. *Mater. Des.*, 133 (2017) 404. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2017.08.012>
- KLÍMOVÁ, A. *Kovové mater.*, 51 (2013) 2, 89. <http://dx.doi.org/10.4149/km.2013.2.89>
- SCHWEIGHOFER, E. *Intermetallics*, 46 (2014) 173–184. <http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2013.11.011>
- CHLUPOVÁ, A. *Mater. Des.*, 99 (2016) 284. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2016.03.079>
- HU, D. *Intermetallics*, 6 (1998) 413. [https://doi.org/10.1016/S0966-9795\(98\)80019-8](https://doi.org/10.1016/S0966-9795(98)80019-8)
- KARTHIKEYAN, S. *Intermetallics*, 13 (2005) 9, 985. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2004.12.020>
- HUANG, Z. W. *Intermetallics*, 54 (2014) 49. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2014.05.015>
- KIM, Y. W. *Intermetallics*, 53 (2014) 92. <http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2014.04.006>
- KARADGE, M. *Metall. and Mater. Trans. A*, 34 (2003) 10, 2129.
- TIAN, W. H. *Intermetallics*, 5 (1997) 3, 237. [http://dx.doi.org/10.1016/S0966-9795\(96\)00086-6](http://dx.doi.org/10.1016/S0966-9795(96)00086-6)
- WU, Y. *Mater. Sci. and Eng. A*, 347 (2003) 1-2, 171. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00598-1](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00598-1)
- LAPIN, J. *Intermetallics*, 14 (2006) 10-11, 1175. <http://dx.doi.org/10.1016/j.intermet.2005.12.013>
- GIL, I. *Intermetallics*, 9 (2001) 5, 373. [http://dx.doi.org/10.1016/S0966-9795\(01\)00014-0](http://dx.doi.org/10.1016/S0966-9795(01)00014-0)
- LAPIN, J. *Mater. Sci. and Eng. A*, 360 (2003) 1-2, 85. [http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00445-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00445-3)
- CEGAN, T. *Mater. Tehnol.*, 48 (2014) 3, 831.