



**MATEMATICKO-FYZIKÁLNÍ
FAKULTA**
Univerzita Karlova

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Adrián Majoros

**Využití metody sintrování elektrickým proudem pro
přípravu metastabilní beta slitiny Ti-15Mo ve formě tyčky**

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: RNDr. Anna Veverková

Studijní program: Fyzika

Studijní obor: Obecná fyzika

Praha 2021

Moje veľké ďakujem patrí RNDr. Anne Veverkovej, vedúcej mojej bakalárskej práce, za jej nespočetné množstvo rád, a predaných znalostí a skúseností v oblasti experimentálnych metód výskumu materiálov, ktoré som získal v priebehu merania a vypracovania práce. Okrem vysoko profesionálneho prístupu pri práci som jej veľmi vďačný aj za jej ľudský prístup a nesmiernu trpezlivosť. Chcel by som sa tiež poďakovať PhDr. RNDr. Josefovi Stráskému, Ph.D., za jeho dobré rady, tipy a postrehy pri písaní a finalizovaní bakalárskej práce. Rád by som sa poďakoval aj technikom a všetkým ostatným členom katedry fyziky materiálov, ktorí mi v priebehu merania pomáhali. Nakoniec chcem poďakovať svojim rodičom a priateľom, ktorí ma podporovali v priebehu celého štúdia.

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů, literatury a dalších odborných zdrojů.

Beru na vědomí, že se na moji práci vztahují práva a povinnosti vyplývající ze zákona č. 121/2000 Sb., autorského zákona v platném znění, zejména skutečnost, že Univerzita Karlova má právo na uzavření licenční smlouvy o užití této práce jako školního díla podle § 60 odst. 1 autorského zákona.

V Praze dne 22. 07. 2021

Adrián Majoros

Název práce: Využití metody sintrování elektrickým proudem pro přípravu metastabilní beta slitiny Ti-15Mo ve formě tyčky

Autor: Adrián Majoros

Katedra: Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: RNDr. Anna Veverková, Katedra fyziky materiálů

Abstrakt: V této bakalářské práci jsme pracovali s metastabilní β slitinou titanu Ti-15Mo ve formě tyčky vyrobené metodou sintrování elektrickým proudem (field assisted sintering technique – FAST), kterou jsme podrobili klasickým metodám termomechanického zpracování, konkrétně kování a rozpouštěcímu žíhání. Zjišťovali jsme vliv zpracování na její mikrostrukturu a mechanické vlastnosti a porovnávali je s tyčkou vyrobenou komerčním způsobem. Charakterizace byla provedená pomocí skenovací elektronové mikroskopie, Vickersovy metody měření mikrotvrdomosti, měření porozity Archimedovou metodou a tahových zkoušek. Na základě Archimedovy metody měření porozity jsme získali kvantitativní popis porozity, který se dále kvalitativně potvrdil při analýze mikrostruktury pomocí skenovací elektronové mikroskopie. Zjistili jsme, že abychom dosáhli mikrostruktury srovnatelné s mikrostrukturou komerčně vyrobené tyčky, je nutné sintrovanou tyčku překovat. Překovaná sintrovaná tyčka a komerčně vyrobená tyčka měly po rozpouštěcím žíhání porovnatelné hodnoty mikrotvrdomosti (cca 290 HV), meze kluzu (cca 800 MPa) i tažnosti (cca 20 %). Dospěli jsme k závěru, že pomocí metody FAST dokážeme vyrobit tyčku s podobnou mikrostrukturou a mechanickými vlastnostmi, jakou má tyčka vyrobená komerčním způsobem.

Klíčová slova: Slitiny titanu, sintrování elektrickým proudem, Archimedova metoda měření porozity, Vickersova metoda, skenovací elektronová mikroskopie.

Title: Utilization of field-assisted sintering technique for fabrication of metastable beta titanium alloy in a rod shape

Author: Adrián Majoros

Department: Department of Physics of Materials

Supervisor: RNDr. Anna Veverková, Department of Physics of Materials

Abstract: We worked with a metastable β titanium alloy Ti-15Mo in the form of a rod produced by field-assisted sintering method (FAST) in this bachelor's thesis. The samples were subjected to classical methods of thermomechanical processing, namely forging and solution treatment. We have investigated the effect of the alloy processing on its microstructure and mechanical properties and compared them with an alloy produced commercially. The characterization was performed by scanning electron microscopy, Vickers microhardness measurement, Archimedes method of porosity measurement and tensile testing. Using Archimedes method, we obtained a quantitative description of porosity of produced rods, which was further qualitatively confirmed by microstructure analysis using scanning electron microscopy. We have found out that in order to achieve a microstructure similar to the microstructure of a commercially produced rod, it is necessary to subject the sintered rod to further processing particularly to forging. After solution treatment, the forged sintered rod and the commercially produced rod had comparable values of microhardness (approx. 290 HV), yield strength (approx. 800 MPa) and elongation (approx. 20 %). We have come to a conclusion that we can produce a Ti-15Mo rod with a similar microstructure and mechanical properties as a rod produced commercially by FAST method.

Keywords: Titanium alloys, field-assisted sintering technique, Archimedes method of porosity measurement, Vickers microhardness testing, scanning electron microscopy

Názov práce: Využitie metódy sintrovania elektrickým prúdom na prípravu metastabilnej beta zliatiny Ti-15Mo vo forme tyčky

Autor: Adrián Majoros

Katedra: Katedra fyziky materiálov

Vedúci bakalárskej práce: RNDr. Anna Veverková, Katedra fyziky materiálov

Abstrakt: V tejto bakalárskej práci sme pracovali s metastabilnou β zliatinou titánu Ti-15Mo vo forme tyčky vyrobenej metódou sintrovania elektrickým prúdom (filed assisted sintering technique – FAST), ktorú sme podrobili klasickým metódam termomechanického spracovania, konkrétne kovaniu a rozpúšťaciemu žihaniu. Zisťovali sme vplyv spracovania na jej mikroštruktúru a mechanické vlastnosti a porovnávali ich s tyčkou vyrobenou komerčným spôsobom. Charakterizácia bola uskutočnená pomocou skenovacej elektrónovej mikroskopie, Vickersovou metódou merania mikrotvrdości, merania porozity Archimedovou metódou a ťahovými skúškami. Na základe Archimedovej metódy merania porozity sme získali kvantitatívny popis porozity, ktorý sa ďalej kvalitatívne potvrdil pri analýze mikroštruktúry pomocou skenovacej elektrónovej mikroskopie. Zistili sme, že k dosiahnutiu mikroštruktúry porovnateľné s mikroštruktúrou komerčne vyrobenej tyčky, je nutné sintrovanú tyčku prekovať. Prekovaná sintrovaná tyčka a komerčne vyrobená tyčka mali po rozpúšťacom žíhaní porovnateľné hodnoty mikrotvrdości (cca 290 HV), medzu klzu (cca 800 MPa) i ťažnosti (cca 20 %). Dospeli sme k záveru, že pomocou metódy FAST dokážeme vyrobiť tyčku s podobnou mikroštruktúrou a mechanickými vlastnosťami, akú má tyčka vyrobená komerčným spôsobom.

Kľúčové slová: Zliatiny titánu, sintrovanie elektrickým prúdom, Archimedova metóda merania porozity, Vickersova metóda, skenovací elektrónová mikroskopia.

Obsah

1 Teoretický úvod	3
1.1. Titán ako prvok	3
1.1.1 Objavenie titánu	3
1.1.2 Priemyselná výroba titánu	3
1.1.3 Vlastnosti titánu	4
1.2 Zliatiny titánu	5
1.2.1 Prímesové prvky titánu	5
1.2.2 Klasifikácia zliatin titánu	5
1.2.3 Metastabilné β zliatiny titánu.....	7
1.3 Prášková metalurgia	8
1.4 Sintrovanie elektrickým prúdom (FAST).....	9
2 Ciele práce	10
3 Experimentálne metódy	11
3.1 Zliatina Ti-15Mo	11
3.2 Popis použitých experimentálnych metód.....	12
3.2.1 Sintrovanie elektrickým prúdom (FAST).....	12
3.2.2 Prekovanie tyčiek sintrovaných pri teplote 950 °C	13
3.2.3 Meranie porozity Archimedovou metódou.....	13
3.2.4 Skenovacia elektrónová mikroskopia	15
3.2.5 Mikrotvrdosť.....	17
3.2.6 Ťahové skúšky	19
3.2.7 Príprava vzoriek na meranie a ich značenie.....	20
4 Výsledky a diskusia	22
4.1. Porozita.....	22
4.2 Mikroštruktúra.....	22

4.2.1 Mikroštruktúra prášku Ti-15Mo	22
4.2.2 Mikroštruktúra tyčky sintrovanej pri teplote 850 °C	23
4.2.3 Mikroštruktúra tyčky sintrovanej pri teplote 950 °C	27
4.2.4 Mikroštruktúra prekovanej tyčky	30
4.2.5 Mikroštruktúra komerčne pripravenej tyčky	30
4.2.6 Porovnanie mikroštruktúr jednotlivých vzoriek	31
4.3 Mikrotvrdosť	32
4.4 Štúdium pozdĺžneho profilu tyčky sintrovanej pri teplote 950 °C	34
4.5 Ťahové skúšky	39
5 Záver.....	41
Literatúra.....	43
Zoznam tabuliek.....	47
Zoznam obrázkov.....	47
Zoznam grafov.....	49
Zoznam použitých skratiek	49

1 Teoretický úvod

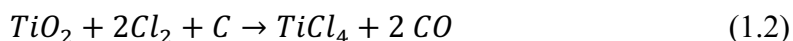
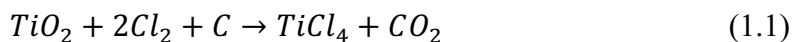
1.1. Titán ako prvok

1.1.1 Objavenie titánu

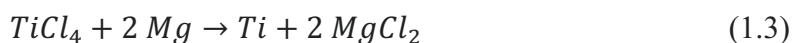
Objavenie titánu sa pripisuje amatérskemu geológovi Williamovi Gregorimu na konci 18. storočia. Skúmal čierny plážový piesok (dnes známy ako ilmenit FeTiO_3). Jeho analýzou zistil, že je tvorený oxidmi železa a iného dovtedy neznámeho prvku, ktorý nazval menachanit. O päť rokov neskôr nemecký chemik Klaproth skúmal zloženie rutilu (TiO_2), kde zistil prítomnosť dovtedy neznámeho prvku. Nový prvok, inšpirujúci sa z gréckej mytológie, nazval titanium. Klaproth v roku 1797 pri skúmaní ilmenitu zistil, že titanium a menachanit sú jeden a ten istý prvok. Nasledovala snaha izolovať čistý titán z jeho rúd. Až roku 1887 získal Nilson a Peterson titán s 94,7 % čistotou a napokon roku 1910 izoloval Matthew Hunter titán s takmer 100 % čistotou [1].

1.1.2 Priemyselná výroba titánu

Titán je štvrtým najviac zastúpeným prvkom v zemskej kôre, kde tvorí odhadom 0,6 % jej hmotnosti. Napriek tomu je industriálna výroba titánu pomerne drahá a náročná a to v dôsledku jeho silnej reaktívnosti s kyslíkom a dusíkom. Až v 20. storočí bol objavený priemyselne atraktívny proces jeho výroby tzv. Krollov proces. Priemyselne čistý titán sa získava z ilmenitu alebo rutilu. Najprv dochádza k chlorácii daných rúd, čím vzniká chlorid titaničitý. Proces chlorácie popisujú nasledujúce rovnice:



Potom prebieha destilácia, ktorej výsledkom je čistejší chlorid titaničitý (TiCl_4). Napokon nasleduje samotný Krollov proces. Ide o redukciu TiCl_4 horčíkom v inertnej atmosfére pri teplote 800-850 °C. Celý proces možno popísať pomocou nasledujúcej rovnice:



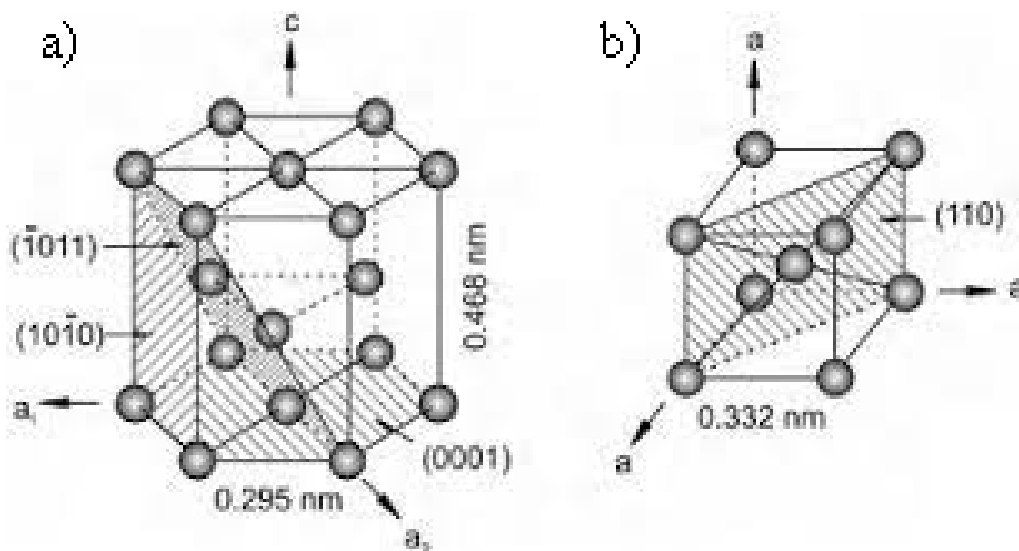
Výsledný produkt sa nazýva „*titanium sponge*“ kvôli jeho pórovitému a hubovitému vzhľadu [2].

Titán a jeho zliatiny sa využívajú v leteckom a kozmickom priemysle vďaka ich vysokému pomeru pevnosti k hmotnosti a výbornej odolnosti voči korózii [3]. Výborné uplatnenie majú aj pre biomedicínske a zdravotnícke aplikácie a to kvôli ich mechanickým vlastnostiam a biokompatibilite [4].

1.1.3 Vlastnosti titánu

Titán je striebristo-sivý kov s dvakrát nižšou hustotou akú má železo, je odolný korózii, duktilný a vyznačuje sa vysokým pomerom pevnosti k hmotnosti. Má protónové číslo 22 a hustotu $4,507 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ [5].

Titán je polymorfný kov, čo znamená, že sa vyskytuje vo viacerých kryštálových štruktúrach, ktoré sú stabilné len v určitej oblasti teplôt. Za štandardných teplôt a tlaku kryštalizuje titán v hexagonálnej tesne usporiadanej kryštálovej štruktúre označovanej ako α -Ti vid'. Obr. 1.1 a). Pri vyšších teplotách nad tzv. teplotou β prechodu je stabilná kubická priestorovo centrovaná štruktúra mriežky, nazývaná tiež ako β -Ti, ktorá je znázornená na Obr. 1.1 b). Teplota β prechodu pre titán je $(882 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$ [6].



Obrázok 1.1: Kryštálová štruktúra atómu čistého titánu: a) hexagonálna tesne usporiadaná a b) kubická priestorovo centrovaná [6].

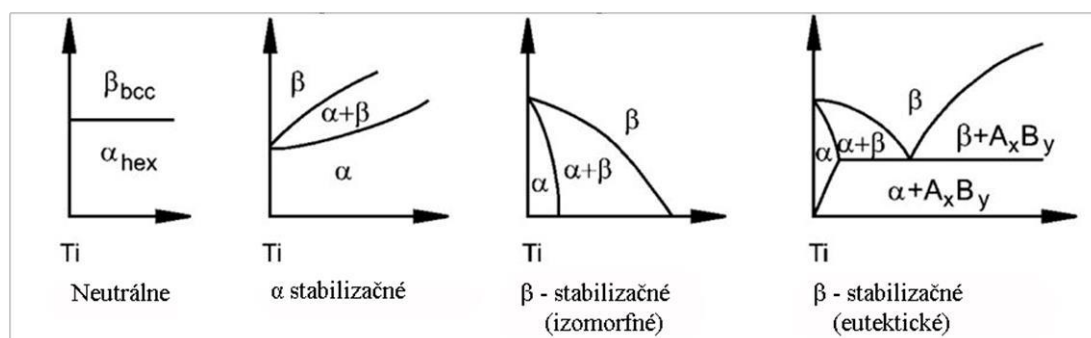
1.2 Zliatiny titánu

1.2.1 Prímesové prvky titánu

Pridaním prímesových prvkov do titánu dochádza k zmene teploty β prechodu, čím sa prímesové prvky zliatin titánu delia do troch základných skupín (vid' Obr. 1.2):

- α -stabilizačné: zvyšujú teplotu β prechodu, čím stabilizujú α fázu (napr. Al, O, N)
- β -stabilizačné: znižujú teplotu β prechodu, čím stabilizujú β fázu (napr. Mo, V, Ta)
- neutrálne: nemajú veľký vplyv na teplotu β prechodu (napr. Sn, Zr)

β -stabilizačné prvky sa ďalej delia na tie, ktoré sú v titáne rozpustné (β -izomorfné) a tie, ktoré v titáne rozpustné nie sú (β -eutektické). Obe skupiny prvkov znižujú teplotu β prechodu, ale v eutektickom systéme dochádza k rozpadu β fázy pri dosiahnutí eutektickej teploty. Vzniká koexistujúca α fáza a môže dôjsť k vytvoreniu intermetalických zlúčenín [7].



Obrázok 1.2: Fázové diagramy zliatin titánu pre jednotlivé skupiny prímesových prvkov [6].

1.2.2 Klasifikácia zliatin titánu

Na Obr. 1.3 je znázornený pseudobinárny fázový diagram. Na jeho osi x je koncentrácia β -stabilizačných prvkov v čistom titáne a na jeho osi y je teplota s izbovou teplotou v počiatku. Ako je vidieť na tomto diagrame, zliatiny titánu možno rozdeliť do troch skupín na α , $\alpha+\beta$ a β zliatiny s ďalším rozdelením na blízko α a metastabilné β zliatiny [6].

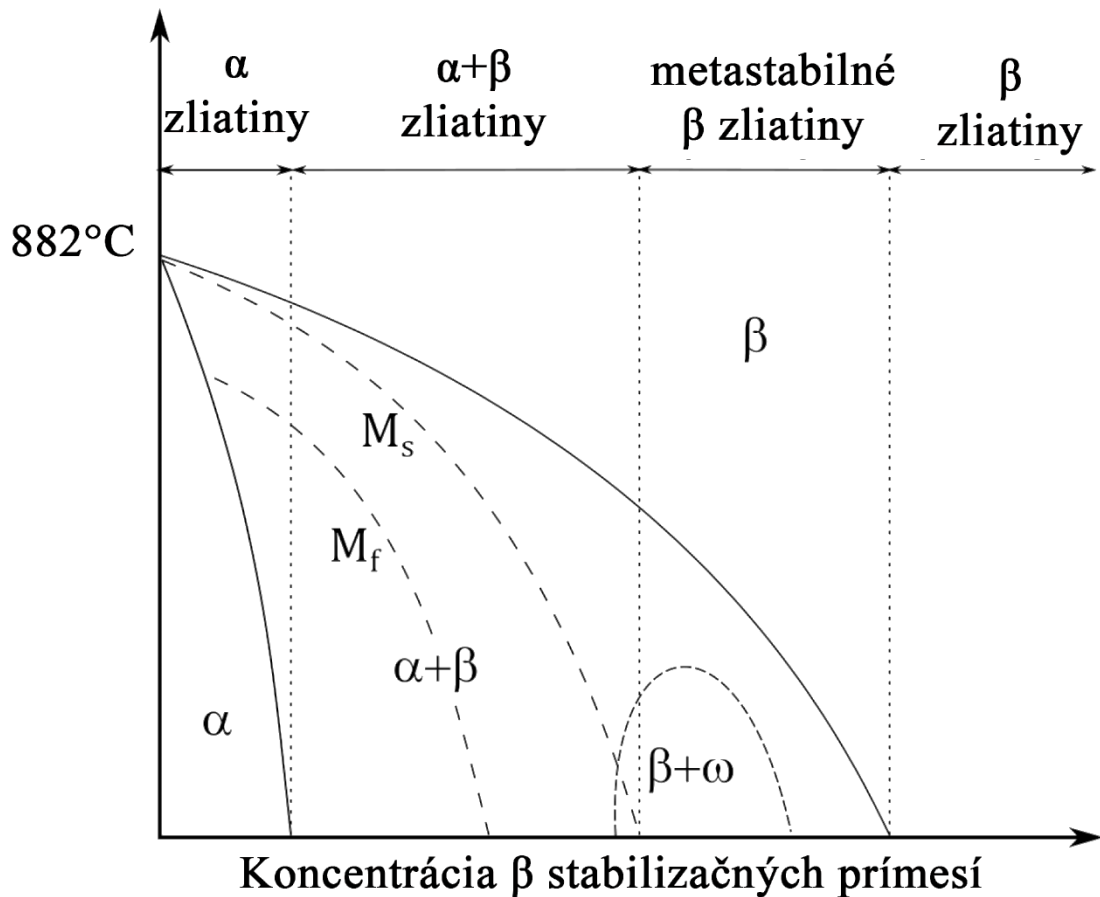
α zliatiny titánu sú jednofázové zliatiny obsahujúce len α fázu. Vznikajú pridaním α stabilizačných alebo neutrálnych prímiesí. Sú stabilné, majú dobré vlastnosti pri vysokých teplotách, ale tepelným spracovaním je úprava mikroštruktúrálnej vlastností takmer nemožná. Medzi α zliatiny titánu patrí napr. Ti-5Al-2.5Sn využívaná pri výrobe v prúdových motoroch [8].

Pridaním malého množstva β stabilizačných prvkov (1-2 hm.%) sa zvyšuje pevnosť a opracovateľnosť zliatin titánu. Túto kategóriu zaraďuje literatúra medzi blízko α zliatiny a predstavujú dobrý kompromis medzi pevnosťou $\alpha+\beta$ zliatin a odolnosťou proti tečeniu α zliatin. Väčšinou sa využívajú pre vysokoteplotné aplikácie v kozmickom a leteckom priemysle. Známa je zliatina Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo, ktorá sa nachádza v prúdových motoroch alebo plynových turbínach [8].

$\alpha+\beta$ zliatiny titánu obsahujú väčšie množstvo β stabilizačných prvkov (4-6 hm.%), sú viacfázové, dajú sa tepelne spracovať, čím vzniká veľká rozmanitosť mikroštruktúrálnej a mechanických vlastností. Do tejto kategórie patrí aj Ti-6Al-4V, najviac využívaná zliatina titánu. Objavuje sa u nich martenzitická transformácia (bezdifúzna fázová transformácia, posun atómov na kratšiu než medziatomárnu vzdialenosť) pri rýchlom chladení z β fázy do oblastí s normálnou teplotou a tlakom. Objavujú sa u nich martenzitické fázy α' a α'' v priebehu kalenia [8].

Zliatiny s dostatočným množstvom β stabilizačných prímiesí (10-15 hm%), vďaka ktorým dôjde k potlačeniu martenzitickej transformácie pri rýchlom chladení z oblasti β fázy, sa nazývajú metastabilné β zliatiny. Metastabilným β zliatinám titánu sa budeme podrobnejšie venovať v ďalšej časti [8].

Veľké množstvo β stabilizačných prvkov (30 hm.%) zapríčiní stabilitu β fázy pri izbových teplotách. Sú tvorené len jednou fázou (β fázou). Medzi β zliatiny titánu patria napr. Ti-10V-2Fe-3Al, Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn používané v rôznych komerčných výrobkoch, potrubiach alebo pružinách [8].



Obrázok 1.3: Pseudobinárny fázový diagram β zliatiny titánu [9].

1.2.3 Metastabilné β zliatiny titánu

Metastabilné β zliatiny titánu sa využívajú v leteckom priemysle a patria medzi perspektívne materiály pre využitie v biomedicíne a to predovšetkým vďaka ich nízkej hustote oproti oceli, dobrej biokompatibilite, vysokej pevnosti, excelentnej odolnosti voči únave a korózii [10]. Tieto zliatiny môžu vykazovať vysokú pevnosť a to aj viac než 1400 MPa, ale zvyčajne sú málo duktilné [6].

Mikroštruktúrne vlastnosti metastabilných β zliatin titánu sa v priebehu ich spracovania menia a to aj kvôli priebehu fázových transformácií [11].

Ako bolo zmienené už vyššie, metastabilné β zliatiny titánu sa vyznačujú tým, že obsahujú dostatok β -stabilizačných prvkov k potlačeniu martenzitickej transformácie pod izbovú teplotu. Vďaka tomu tieto zliatiny po zakalení z teploty nad β prechodom

(tzv. rozpúšťacie žíhanie, angl. solution treatment - ST) neobsahujú α fázu a ani fázy α' a α'' .

Okrem stabilných fáz α a β môžu metastabilné β zliatiny titánu obsahovať aj metastabilnú fázu ω , ktorá sa v nich vyskytuje v dvoch formách. Pri rýchlom kalení z vysokých teplôt (napríklad rozpúšťacím žíhaním) vznikajú martenzitickou transformáciou malé častice ω_{ath} (atermálna fáza), z ktorej v priebehu žíhania pri teplotách v rozmedzí 250 °C – 450 °C (viď. Obr. 1.3) rastie difúznou transformáciou ω_{izo} (izotermálna). Častice omega fázy zvyšujú tvrdosť materiálu, ale zároveň spôsobujú jeho krehnutie. Zvyšovaním teploty žíhania (500 °C – 750 °C), precipituje v metastabilných β zliatinách α fáza [12].

1.3 Prášková metalurgia

Prášková metalurgia je metóda prípravy pevných kovových predmetov pri použití prášku ako východzieho materiálu. Dnes patrí medzi jednu z najflexibilnejších a najpoužívanejších technológií výroby. Navyše umožňuje pracovať so širokým spektrom materiálov a to od konvenčných zliatin, nemiešateľných systémov (prvky sa nemôžu ľubovoľne zlievať, ale ich prášky sa môžu ľubovoľne zmiešať), keramik až po kompozitné materiály, ktoré sa náročne vyrábajú klasickými metódami.

Prášková metalurgia poskytuje množstvo výrobných a metalurgických výhod. Medzi najvýznamnejšie výrobné výhody patrí eliminácia alebo obmedzenie odpadu, (využíva sa viac než 95 % materiálu), možnosť tzv. near-net shape processing (výroba takmer konečného tvaru v jednom kroku), poskytuje dobrú povrchovú úpravu a výrobu predmetov rôznych tvarov, ktorých produkcia by mohla byť klasickými metódami náročná, čím sa získava energeticky a ekonomicky efektívny spôsob výroby rôznych konečných produktov [13]. Oplýva aj množstvom metalurgických výhod ako možnosť produkcie predmetov s najrôznejšou mikroštruktúrou (kryštalická, nanokryštalická, amorfná), vznik zmesí ktoré sa v kvapalnom skupenstve nerozpúšťajú, finálne objekty s kontrolovateľnou porozitou. Taktiež umožňuje spracovanie materiálov s vysokou hodnotou teploty tavenia ako napr. molybdén.

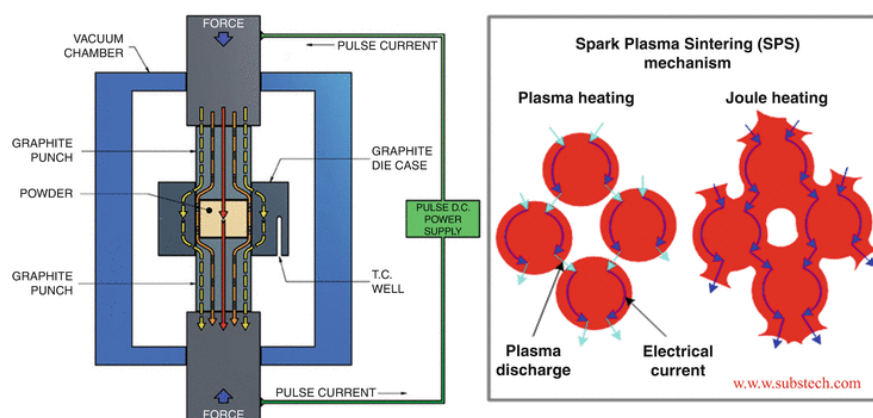
Existujú aj jej určité nevýhody ako obmedzenie veľkosti výsledného produktu (ekonomicky výhodná je len pre malé časti s hmotnosťou 20 – 100 g), nemožnosť dizajnu určitých tvarov a najmä zhoršené mechanické vlastnosti ako konečná pevnosť v ťahu či ťažnosť, ktoré sú ovplyvnené porozitou alebo nečistotami v prášku [13]. V súčasnosti sú populárne metódy 3D tlače (*angl. additive manufacturing*). V našej práci sme sa venovali odlišnej metóde, ktorá je popísane v ďalšej časti.

1.4 Sintrovanie elektrickým prúdom (FAST)

Sintrovanie elektrickým prúdom *angl. field assisted sintering technique – FAST* alebo tiež *angl. spark plasma sintering (SPS)* je nízkonapäťová, jednosmerným pulzným prúdom a tlakom aktivovaná sintrovacia metóda [14].

Najčastejšia teoretická predstava je, že počas FAST procesu sa aplikuje veľký pulzný prúd na elektródy a v medzerách medzi časticami prášku, ako to je vidieť na Obr. 1.4, môžu vznikať mikroskopické elektrické výboje, ktoré generujú vznik plazmy, čím dochádza k lokálnemu prudkému nárastu teploty, dôsledkom ktorého nastáva vyparovanie a roztavenie povrchu častíc. Následne sa zväčšujú kontaktné plochy medzi časticami a ďalšie efekty ako Joulovo teplo a plastická deformácia prispievajú k denzifikácii materiálu. Každopádne, prítomnosť plazmy v sintrovacom procese zatiaľ nebola potvrdená [15].

Proces sintrovania FAST začína vsypaním prášku do grafitovej formy uloženej v lise a pozostáva zo štyroch krokov a to odstránenie plynov a vzniku vákua vo vákuovej komore, aplikovanie tlaku, odporový ohrev a ochladzovanie [16].



Obrázok 1.4: Schematický náčrt FAST a zhutňovania práškoveho kompaktu [17].

2 Ciele práce

Cieľom bakalárskej práce je výroba zliatiny Ti-15Mo vo forme tyčky pomocou práškovej metalurgie (metóda sintrovania elektrickým prúdom), jej termomechanické spracovanie a porovnanie mechanických vlastností takto získaného materiálu s vlastnosťami konvenčne pripravenej zliatiny. Charakterizácia vyrobenej tyčky bola prevedená pomocou nasledujúcich experimentov:

- Určenie porozity pomocou Archimedovej metódy
- Meranie mikrotvrdości Vickersovou metódou
- Mikroštruktúrne pozorovanie pomocou skenovacej elektrónovej mikroskopie
- Ťahové skúšky

3 Experimentálne metódy

3.1 Zliatina Ti-15Mo

Ti-15Mo obsahuje 15 hm.% molybdénu, čo ho radí medzi metastabilné β zliatiny titánu. V systéme zliatin Ti-Mo vyniká okrem vynikajúcej odolnosti voči korózii aj radou mechanických vlastností ako tvrdosť a odolnosť voči opotrebovaniu, navyše má vysokú biokompatibilitu, čím má ideálne vlastnosti na využívanie v biomedicíne [18]. V Tabuľke nižšie uvádzame jej typické mechanické vlastnosti

Tabuľka 3.1: Základné mechanické vlastnosti Ti-15Mo [18].

Hustota [$\text{gm} \cdot \text{cm}^{-3}$]	4,95
Teplota tavenia [$^{\circ}\text{C}$]	1704 – 1760
Teplota β prechodu [$^{\circ}\text{C}$]	774 \pm 14
Modul pružnosti v ťahu [GPa]	80 – 120
Medza pevnosti v ťahu [GPa]	690
Predĺženie [%]	10 – 20

Zliatina Ti-15Mo bola vyrobená vo forme tyčí firmou Carpenter Co., USA. V Tabuľke 3.2 uvádzame jej chemické zloženie podľa údajov výrobcu.

Tabuľka 3.2: Chemické zloženie tyčky, údaje podľa výrobcu Carpenter Co.:

Prvok	Obsah (hm.%)
Ti	84,473
Mo	15,200
O	0,185
Si	0,090
Fe	0,030
N	0,014
C	0,007
H	0,001

Následne firma TLS Technik GmbH & Co. Spezialpulver, Nemecko pre ďalší výskum vyrobila z dodanej tyčky plynovou atomizáciou prášok.

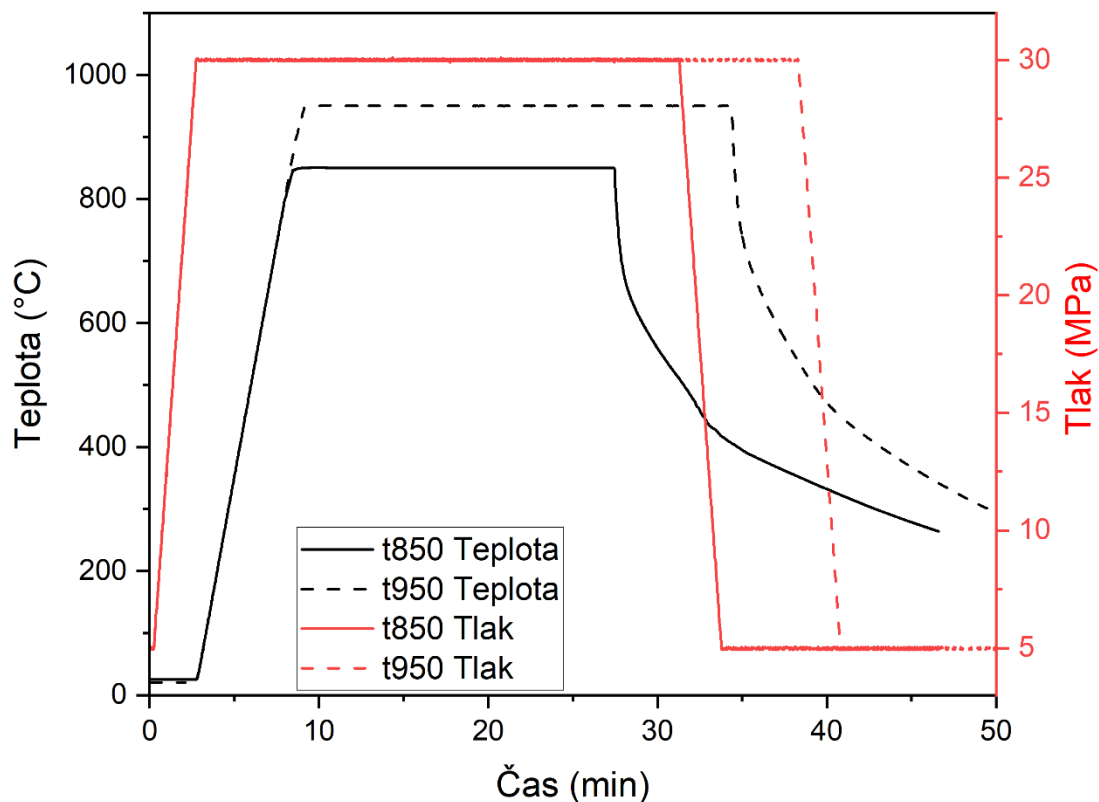
3.2 Popis použitých experimentálnych metód

3.2.1 Sintrovanie elektrickým prúdom (FAST)

Sintrovanie sa uskutočnilo na Ústave fyziky plazmy Akadémie vied Českej republiky v peci SPS 10-4 vyrobenej spoločnosťou Thermal Technology LLC, USA. Prášok bol sintrovaný v grafitovej forme a kompaktné vzorky mali tvar valca s priemerom 15 mm a výškou asi 75 mm, ako je vidieť na Obr. 3.1. Celkovo sa vyrobili štyri tyčky prvá (skúšobná) a ďalšie tri boli vyrobené rovnakým priebehom sintrovania. Najprv bola sintrovaná skúšobná tyčka (označená ako t850) pri teplote 850 °C po dobu 20 minút. Táto teplota a čas sintrovania sa ukázali byť nedostatočné a preto sa ďalšie tri tyčky (označené ako t950) sintrovali pri teplote 950 °C po dobu 25 minút. Oba priebehy sintrovania sú znázornené na Obr. 3.2. Prášok bol najprv stlačený tlakom 30 MPa a následne ohriaty na teplotu 50 °C pod požadovanú teplotu (teda na 800 °C resp. 900 °C) rýchlosťou $150 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$. Posledných 50 °C bola vzorka ohrievaná rýchlosťou $100 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$, aby nedošlo k prekročeniu požadovanej teploty. Konečná teplota 850 °C, respektíve 950 °C bola udržiavaná ešte 20 minút, respektíve 25 minút. Následne vzorka voľne chladla v peci.



Obrázok 3.1: Výsledná podoba tyčky po sintrovaní.



Obrázok 3.2: Priebeh sintrovania tyčiek.

3.2.2 Prekovanie tyčiek sintrovaných pri teplote 950 °C

Jedna z tyčiek sintrovaných pri teplote 950 °C (t950) bola prekovaná. Kovanie vykonala spoločnosť COMTES FHT a.s., Plzeň. Kovanie je technologický proces objemového tvárnenia, pri ktorom v dôsledku pôsobeniu vonkajších síl dochádza k zmene štruktúry a tvaru materiálu, pričom sa nemení jeho objem. Kovanie prebiehalo za teploty 900 °C a pôvodný priemer tyčky 15 mm sa zmenil na 8 mm, došlo teda k jeho redukcii o 47%.

3.2.3 Meranie porozity Archimedovou metódou

K určeniu porozity sintrovaných tyčí, sme využili tzv. *Archimedovu metódu*. Jedná sa o jednoduchú metódu využívajúcu *Archimedov zákon* na určenie otvorenej, uzatvorenej ale aj celkovej porozity. Vzorky sú zvážené najprv suché, potom sú ponorené do kvapaliny o známej hustote a nechajú sa v podtlaku nasiaknuť tekutinou. Následne sú nasiaknuté vzorky zvážené ponorené v tekutine (určí sa len hmotnosť vzoriek nadnášaných v tekutine – vzorka bola zavesená zhora) a na vzduchu. Na

základe nameraných hmotností, menovite hmotnosť suchej vzorky m_d , hmotnosť nasiaknutej vzorky na vzduchu m_w , a hmotnosti nasiaknutej vzorky ponorenej v tekutine m_i a za predpokladu, že poznáme hustotu materiálu a kvapaliny, v ktorej sme merali hmotnosti zavesených vzoriek určíme otvorenú porozitu p_o , uzatvorenú porozitu p_c a celkovú porozitu p_t podľa vzťahov z [19] ako:

$$p_o = \frac{m_w - m_d}{m_w - m_i}, \quad (3.1)$$

$$p_c = \frac{m_d - m_i}{m_w - m_i} - \frac{\rho_l}{\rho_s} \frac{m_d}{m_w - m_i}, \quad (3.2)$$

kde ρ_l je hustota použitej tekutiny ρ_s je hustota tuhej vzorky.

Celková porozita p_t je rovná súčtu otvorenej a zatvorenej porozity, t. j.

$$p_t = p_o + p_c. \quad (3.3)$$

Konkrétne sme určili otvorenú, uzatvorenú a celkovú porozitu troch sintrovaných tyčiek (1x t850 a 2x t950), ktoré boli v stave ako na Obr. 3.1, t. j. po sintrovaní. Porozitu štvrtej tyčky (t950), ktorá bola dodaná neskôr, sme už nemerali, pretože priebeh jej sintrovania bol rovnaký ako u prechádzajúcich dvoch (t950) a predpokladáme aj rovnakú hodnotu jej porozity.

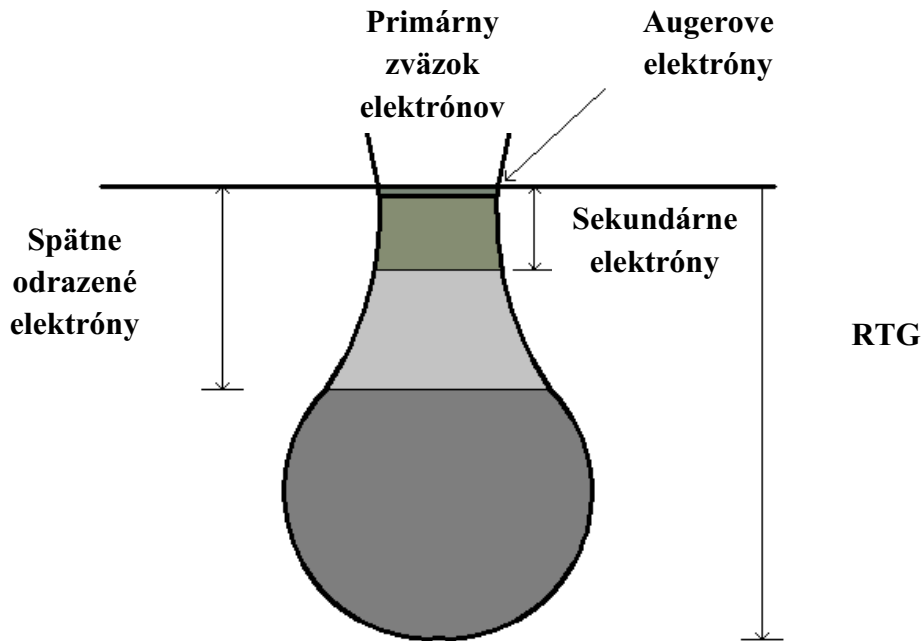
Najprv sme nechali tyčky sušiť v peci na teplote 140 °C približne 8 hodín, po vyňatí z pece sme zvážili ich hmotnosti m_d . Vzorky sme úplne ponorili do xylénu a držali sme ich 24 hodín v podtlaku (-80 kPa pod atmosférickým tlakom), aby došlo k nasiaknutiu xylénom do ich otvorených pórov. Potom sme namerali ich hmotnosti v ponorenom stave (v xyléne) m_i (jedná sa o rozdiel gravitačnej a vztlakovej sily pôsobiacich na vzorku ponorenú v xyléne) a napokon po ich vyňatí z xylénu a rýchlym osušení ich povrchu sme určili hmotnosť nasiaknutých tyčiek m_w . Všetky hmotnosti sme merali klasickou laboratórnou váhou. Pri výpočtoch sme použili hustotu xylénu $\rho_{xyl} = 0,8625 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ a za hustotu zliatiny Ti-15Mo sme dosadili $\rho_{Ti-15Mo} = 4,953 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ z [19].

3.2.4 Skenovacia elektrónová mikroskopia

Skenovacia elektrónová mikroskopia je metóda vytvárania zväčšeného obrazu vzoriek využitím ostro fokusovaného zväzku elektrónov. Tento dopadajúci (primárny) zväzok vysoko energetických elektrónov (urýchlených napätím typicky 5 – 20 keV) dopadá na povrch vzorky, kde reaguje s jej atómovou štruktúrou v danom mieste, čo vyvoláva fyzikálny signál, ktorý je zachytený a spracovaný v detektore mikroskopu. V závislosti od druhu spracovaného signálu možno získať informácie o povrchovej topografii, chemickom zložení ale aj iných fyzikálnych vlastnostiach sledovanej vzorky [20].

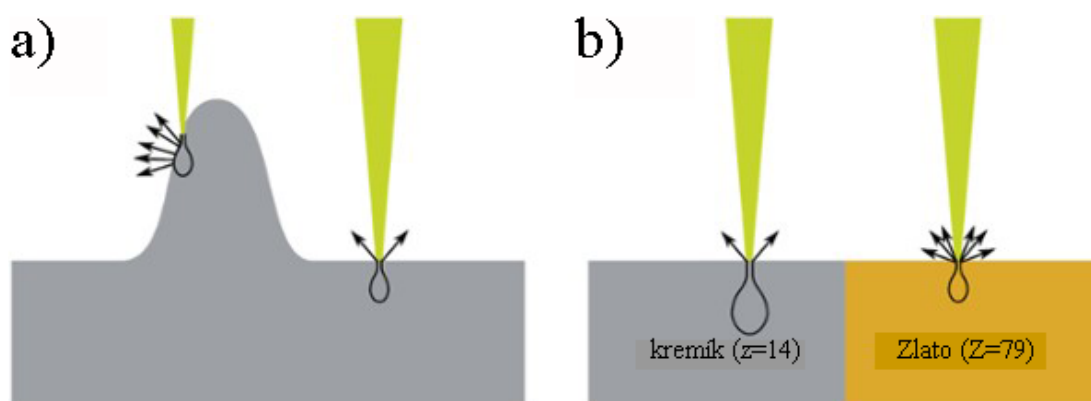
V našej práci sme využívali iba informácie získané zo signálu tzv. sekundárnych elektrónov (*angl. secondary electrons – SE*) a spätne odrazených elektrónov (*angl. back scattered electrons – BSE*). Sekundárne aj spätne odrazené elektróny pochádzajú z inej hĺbky pod povrchom vzorky a majú aj iný pôvod, rádovo inú energiu a samozrejme nesú aj inú informáciu o vzorke.

Sekundárne elektróny vznikajú v dôsledku neelastických zrážok medzi elektrónmi primárneho zväzku a vzorkou, kedy elektróny zväzku vyrazia sekundárne elektróny z elektrónového obalu vzorky. Sekundárne elektróny majú omnoho menšiu energiu a preto sú detekované len tie, ktoré pochádzajú z povrchu alebo oblasti blízko povrchu vzorky ako to je znázornené na Obr. 3.3 a preto nesú informáciu o topografii vzorky. Detekcia sekundárnych elektrónov závisí od uhlu elektrónov dopadajúceho primárneho zväzku [21]. S rastúcim uhlom zväzku sa všeobecne detekuje väčšie množstvo SE. Pri ich detekcii dochádza k vzniku topografického kontrastu ako to je znázornené na Obr. 3.4 a), ktorého dôsledkom je napríklad aj to, že póry (diery v materiáli) budú na snímkach čierne, zatiaľ čo nečistoty (kopčeky na materiáli) budú na snímkach výrazne biele.

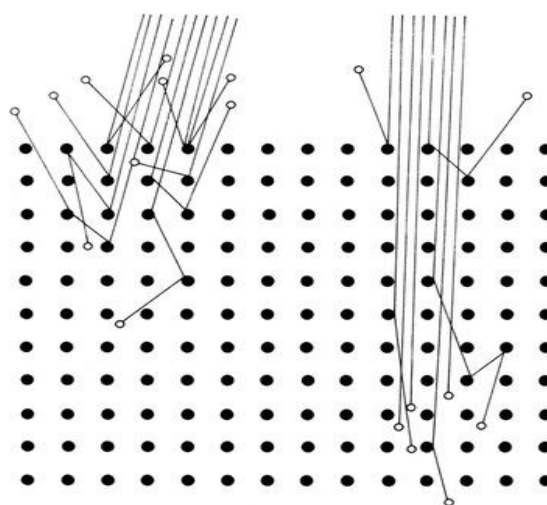


Obrázok 3.3: Interakčný objem pre jednotlivé signály SEM, prevzaté z [22].

Spätne odrazené elektróny (BSE) majú energiu zrovnateľnú s energiou primárnych elektrónov a pochádzajú preto z väčšej hĺbky vzorky, než sekundárne elektróny, čo je vidieť na Obr. 3.3. Ide o elektróny z primárneho zväzku, ktoré interagovali s atómami materiálu vzorky, čo spôsobuje zmenu ich trajektórie. Vďaka spätne odrazeným elektrónom môžeme pozorovať niekoľko typov kontrastov. Atómy s väčším protónovým číslom sú oveľa silnejšími rozptyľovačmi elektrónov v porovnaní s menšími atómami a preto vytvárajú silnejší signál v detektore, teda miesta vzorky, kde sú zastúpené látky s vyšším protónovým číslom sa javia svetlejšie (tzv. kompozičný alebo tiež chemický kontrast vid'. Obr. 3.4 b)). Množstvo BSE dopadajúcich na detektor je úmerný protónovému číslu atómov tvoriacich vzorku [23]. Pomocou BSE vieme získať aj informáciu o mikroštruktúre vzorky. Rôzne orientované zrná vzhľadom k primárnemu zväzku spôsobia prienik a rozptyl primárneho zväzku v rôznej hĺbke pod povrchom vzorky. Zrná s význačným kryštalografickým smerom orientovaných rovnobežne s primárnym zväzkom sa preto javia tmavšie a jednotlivé zrná sú preto viditeľné na snímkach získaných z BSE pod rôznymi odtieňmi sivej (orientačný kontrast). Ilustráciu pre vysvetlenie orientačného kontrastu vidíme na Obr. 3.5.



Obrázok 3.4: Schematický nákras: a) vzniku kontrastu na snímke zo SEM vzniknutý detekciou SE b) vzniku kompozičného kontrastu [24].



Obrázok 3.5: Ilustračný obrázok pre znázornenie orientačného kontrastu [25].

Dopadom primárneho zväzku elektrónov sa získavajú aj ďalšie informácie ako napr. charakteristické röntgenové žiarenie (RTG). Zvláštnymi prípadmi signálov sú katoluminiscencia a Augerove elektróny.

3.2.5 Mikrotvrdosť

Meranie mikrotvrdoosti je metóda slúžiaca k určeniu jednej z mechanických vlastností materiálu a to tvrdosti. Tvrdosť je schopnosť pevného materiálu klásť odpor proti vnikaniu cudzieho telesa.

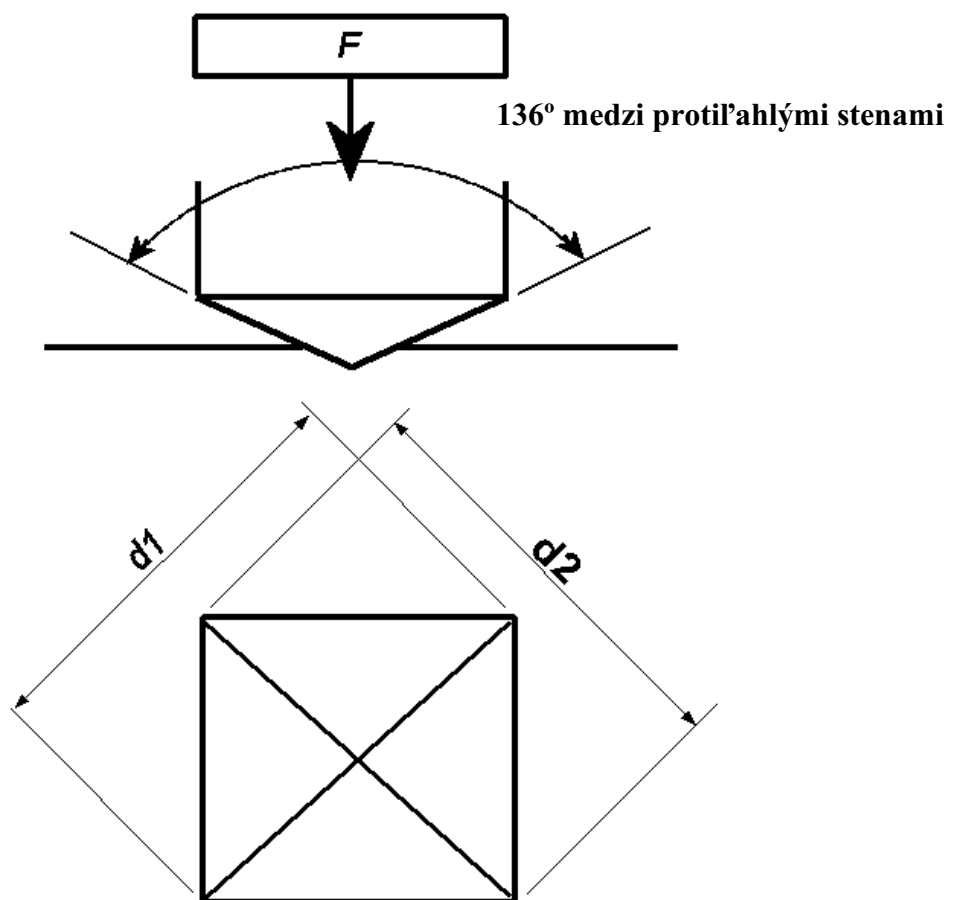
Pre meranie sme použili metódu podľa Vickersa. Pri tejto metóde sa vtláča diamantový ihlan s vrcholovým uhlom medzi protíahlými stenami 136° kolmo do obrobku

konštantnou silou F po určitú dobu tak, ako to je znázornené na Obr. 3.6. Potom sa zmerajú veľkosti uhlopriečok vpichu d_1 a d_2 (viď. Obr. 3.6), z ktorých sa vypočíta plocha vpichu A podľa rovnice

$$A = \frac{d^2}{2 \sin(136^\circ/2)} \approx \frac{d^2}{1,8544}, \quad (3.4)$$

kde d predstavuje aritmetický priemer dĺžok uhlopriečok vpichu. Napokon je určená mikrotvrdosť pomocou vzťahu

$$HV = \frac{F}{A} \approx \frac{1,8544F}{d^2}. \quad (3.5)$$



Obrázok 3.6: Zjednodušený nákres merania mikrotvrdosti Vickersovou metódou [26]

Pre meranie mikrotvrdosti tyčiek t850, t850+ST, t950, t950+ST, t950_Prekovaná a t950_Prekovaná+ST sme vždy namerali 25 vpichov so silou odpovedajúcej tiaži 0,5 kg. Indentor bol touto silou vťahovaný do vzorky vždy po dobu 10 s. Výnimku tvorí meranie tvrdosti pozdĺž tyčky t950, kde sme vyhodnotili takmer 950 vpichov s rovnako definovanou silou ako vyššie pre získanie mapy mikrotvrdosti.

Mikrotvrdosť sme určili pomocou automatického mikrotvrdomeru Qness 10A a vyhodnotili programom Qpix.

3.2.6 Ťahové skúšky

Vzorky sú v priebehu ťahových skúšok deformované konštantnou rýchlosťou deformácie, pričom sa zaznamenáva zmena dĺžky vzorky Δl a pôsobiaca sila F . Výsledkom je závislosť napätia σ na deformácii ε .

Napätie je definované ako

$$\sigma = \frac{F}{S_0}, \quad (3.6)$$

kde S_0 predstavuje počiatočný prierez vzorky a F pôsobiacu silu.

Deformáciu určíme podľa vzťahu

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0}, \quad (3.7)$$

kde l_0 je pôvodná dĺžka vzorky.

Plastická deformácia nastáva, keď závislosť napätia σ na predĺžení prestáva byť lineárna. Parameter odpovedajúci tejto zmene sa nazýva medza klzu $\sigma_{0.2}$ a je stanovená ako napätie potrebné k plastickej deformácii o veľkosti 0,2 %.

Rovnice pre určenie zmluvného napätia a predĺženia (3.6) a (3.7) nie sú vhodné pri veľkých deformáciách, pretože nepredpokladajú zmenu dĺžky a prierezu vzorky v priebehu deformácie. Nasledujúci vzorec pre tzv. skutočné predĺženie ε_t už dané zmeny rozmerov zahrňuje a platí v priebehu celej deformácie

$$d\varepsilon = \frac{dl}{l} \rightarrow \varepsilon_t = \int_{l_0}^l \frac{1}{l} dl = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right). \quad (3.8)$$

Uvážením rovnice (3.7) môžeme napísať vzťah medzi predĺžením ε a skutočným predĺžením ε_t ako

$$\varepsilon_t = \ln(1 + \varepsilon). \quad (3.9)$$

Ak uvážime zákon zachovania objemu v priebehu celej deformácie, potom

$$S_0 \cdot l_0 = S \cdot l \rightarrow \frac{S}{S_0} = \frac{l}{l_0}. \quad (3.10)$$

Z rovníc (3.6) a (3.10) môžeme odvodiť vzťah medzi napätím σ a skutočným napätím σ_t ako

$$\sigma_t = \ln(1 + \sigma). \quad (3.11)$$

Ďalším významným parametrom, ktorý vieme získať z deformačnej krivky je tzv. medza pevnosti σ_m , ktorá nadobúda maximálnu hodnotu napätia v priebehu celej deformácie.

Ťahové skúšky boli vykonané pomocou prístroja Instron 5882. Deformácia bola prevádzaná konštantnou rýchlosťou deformácie 10^{-4} s^{-1} , pričom sa zaznamenávala zmena dĺžky Δl a pôsobiaca sila F . Výsledkom je graf závislosti zmluvného napätia σ na pomernom predĺžení ε a graf závislosti skutočného napätia σ_t na skutočnej deformácii ε_t .

3.2.7 Príprava vzoriek na meranie a ich značenie

Porozitu sme merali pre tri tyčky, konkrétne šlo o tyčku sintrovanú pri teplote $850 \text{ }^\circ\text{C}$ (t850) a ďalšie dve tyčky vyrobené sintrovaním pri teplote $950 \text{ }^\circ\text{C}$ (t950). Vzorky boli merané v stave, v akom boli dodané, t. j. ako je vidieť na Obr. 3.1.

Za účelom štúdia mikroštruktúry pomocou skenovacej elektrónovej mikroskopie (SEM) a merania mikrotvrdoti v priechom smere sme zo sintrovaného materiálu pripravili celkom šesť vzoriek. Okrem vzoriek z oboch tyčiek t850 a t950 a vzoriek z prekovanej tyčky sme tieto tri stavy podrobili rozpúšťaciemu žihaniu pri teplote $900 \text{ }^\circ\text{C}$ po dobu 2 hod s následným zakalením do vody. Navyiac, sme pre porovnanie pripravili jednu vzorku z komerčne vyrobenej zliatiny Ti-15Mo. Zoznam vzoriek a ich označenie je uvedené v Tabuľke 3.3.

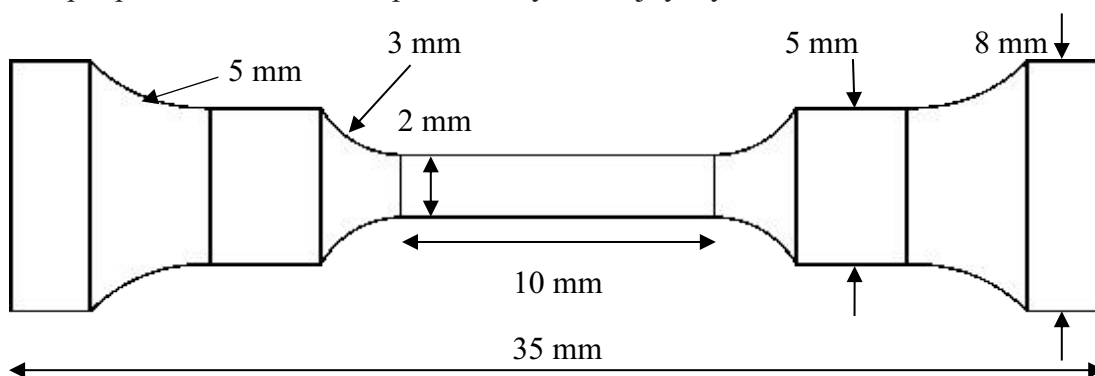
Tabuľka 3.3 Skratky zavedené pre jednotlivé tyčky a vzorky z daných tyčiek.

Tyčka	Skratka
Sintrovaná pri teplote 850°C	t850
Sintrovaná pri teplote 850°C podrobená rozpúšť. žihaniu	t850 + ST
Sintrovaná pri teplote 950°C	t950
Sintrovaná pri teplote 950°C podrobená rozpúšť. žihaniu	t950 + ST
Prekovaná	t950 Prekovaná
Prekovaná podrobená rozpúšťaciemu žihaniu	t950 Prekovaná + ST
Komerčne vyrobená	Komerčná

Aby sme mali prehľad aj o pozdĺžnej štruktúre materiálu, tak sme z tyčky sintrovanej pri teplote 950 °C (t950) vytvorili vzorku pozdĺžnym rezom približne do polovice jej dĺžky. Všetky tieto vzorky boli leštené SiC brúsnyimi papiermi až do zrnitosti 4 000 nasledované trojstupňovým vibračným leštením pri použití suspenzií Alumina o zrnitostiach 0,3 μm a 0,05 μm a Silica so zrnitosťou 0,04 μm.

Po leštení sme vzorky čistili acetónom a následne etanolom. Pri vzorkách t850 + ST a t950 + ST sa nám nečistoty z leštenia nepodarilo uspokojujúco odstrániť, tak sme zvolili iónové leštenie v prístroji Leica EM TIC 3X.

Ťahové skúšky sme vykonali na piatich tyčkách, ktoré boli technikom upravené do tvaru „psej kosti“ ako to je znázornené na Obr. 3.7. Konkrétne šlo o tyčku sintrovanú pri teplote 950 °C (t950), tyčku sintrovanú pri teplote 950 °C podrobenú rozpúšťaciemu žihaniu (t950 + ST), tyčku sintrovanú pri teplote 950 °C, ktorá bola prekovaná (t950_Prekovaná) a tyčku sintrovanú pri teplote 950 °C, ktorá bola prekovaná a podrobená rozpúšťaciemu žihaniu (t950_Prekovaná + ST). Všetky vzorky mali rovnaký priemer a dĺžku aktívnej časti a rádiusy. Ostatné rozmery vzoriek boli prispôsobené celkovému priemeru východzej tyčky.



Obrázok 3.7: Schematický náčrt vzoriek t950_Prekovaná a t950_Prekovaná + ST pripravených na ťahové skúšky.

4 Výsledky a diskusia

4.1. Porozita

Porozitu sme určili pre tri tyčky vyrobené sintrovaním. Súhrnné výsledky otvorenej p_o , uzatvorenej p_c a celkovej porozity p_t uvádzame v tabelárnom spracovaní nižšie.

Tabuľka 4.1: Určenie porozít jednotlivých tyčiek.

	p_o [%]	p_c [%]	p_t [%]
t850	0,64	4,21	4,85
t950	$0,09 \pm 0,08$	$2,42 \pm 0,15$	$2,51 \pm 0,25$

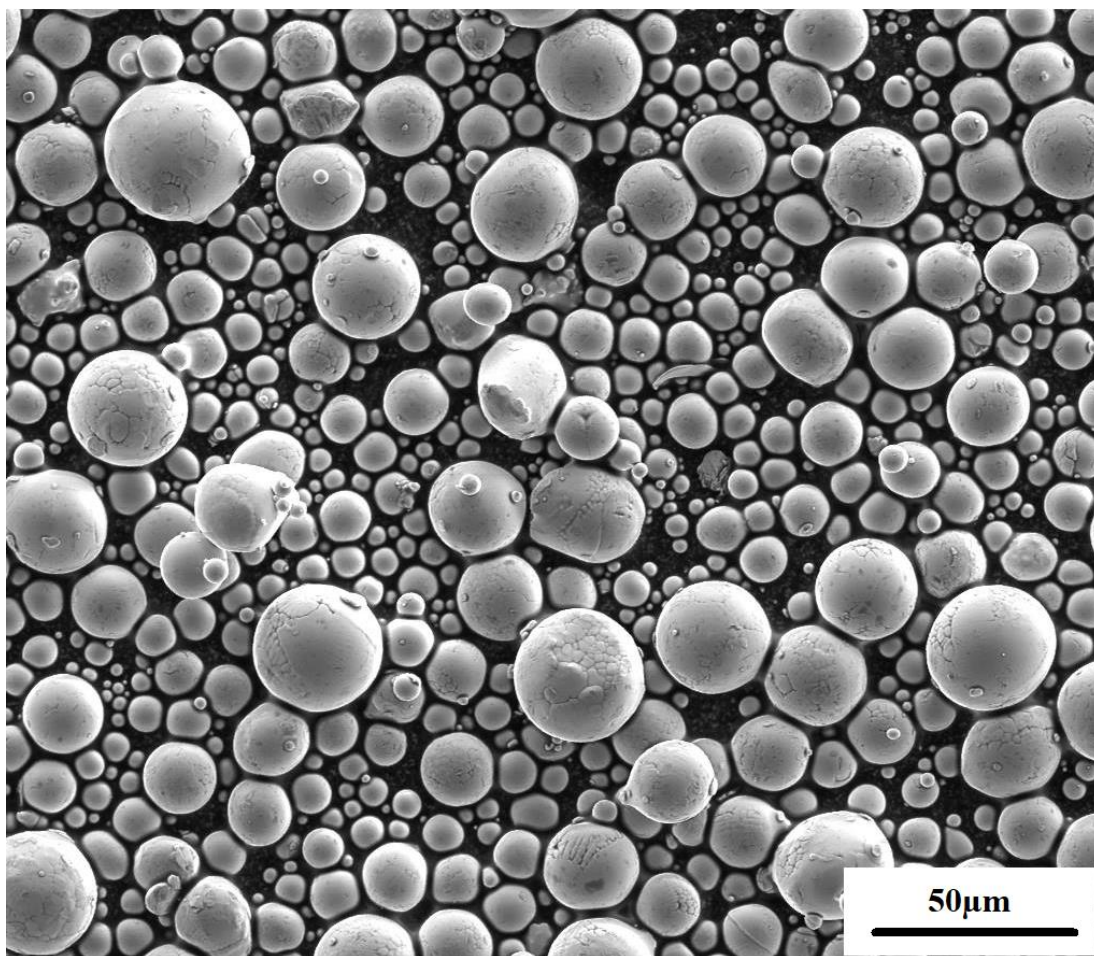
Meranie sme previedli pre dve tyčky t950 a v tabuľke uvádzame ich priemerné hodnoty porozít. Aby bola štatistika kompletná, uvádzame aj smerodajnú odchýlku určenia celkovej porozity t950 z dvoch meraní. Vidíme, že zmena teploty pri sintrovaní viedla k výrobe tyčky s oveľa nižšou porozitou, čím sa zvyšuje aj jej možné využitie.

4.2 Mikroštruktúra

Skenovacia elektrónová mikroskopia (SEM) bola použitá na pozorovanie, analyzovanie a porovnávanie mikroštruktúry vzoriek popísaných v 3.2.7.

4.2.1 Mikroštruktúra prášku Ti-15Mo

Štruktúra prášku bola skúmaná prostredníctvom SEM. Analýzou záberu SE na Obr. 4.1 dospejeme k záverom, že rozmery jednotlivých častíc sú od jednotiek mikrometrov až do desiatok mikrometrov, väčšinou sú ich rozmery okolo 20 μm . Častice majú guľovitý tvar.

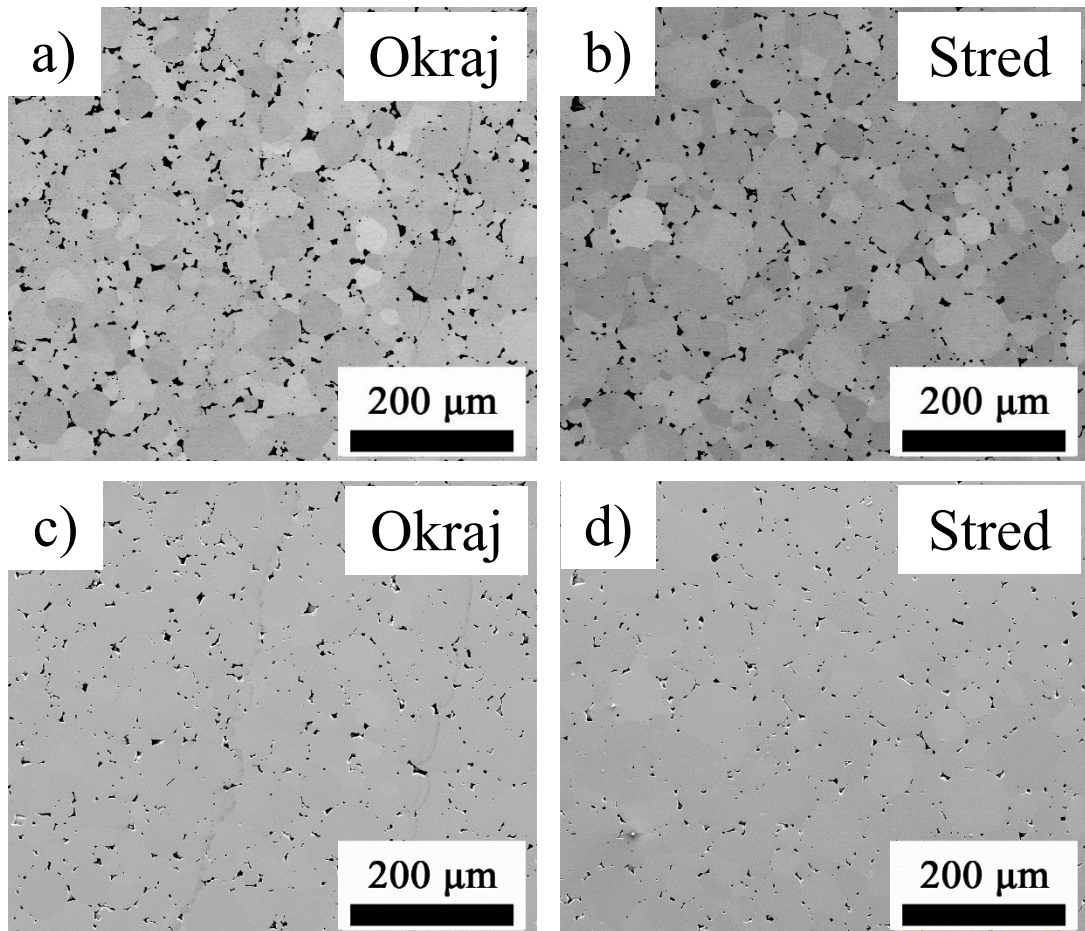


Obrázok 4.1: SE snímok mikroštruktúry prášku.

4.2.2 Mikroštruktúra tyčky sintrovanej pri teplote 850 °C

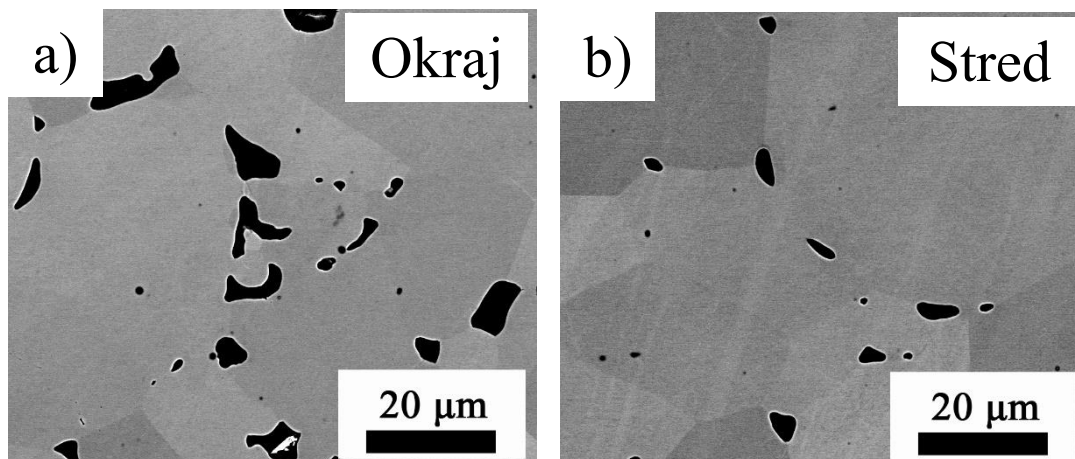
Na Obr. 4.2 vidíme prehľadové snímky zobrazujúce tyčku sintrovanú pri teplote 850 °C (t_{850}). Na Obr. 4.2 a) a b) je zobrazený signál spätne odrazených elektrónov z okraja, respektíve stredu tyčky. Vďaka orientačnému kontrastu vidíme rôzne orientované zrná v odtieňoch sivej. Čierne miesta sú póry a nečistoty z leštenia. Aby sme tieto dva artefakty rozlíšili, musíme obrázky porovnať s Obr. 4.2 c) a d), ktoré zobrazujú rovnaké miesta vzorky pomocou signálu sekundárnych elektrónov. V SE sa kvôli topografickému kontrastu nečistoty zobrazujú výrazne bielo, zatiaľ čo póry sú stále čierne. Porovnaním signálov spätne odrazených elektrónov a sekundárnych elektrónov možno ľahko rozlíšiť pôvodné práškové častice a to kvôli faktu, že sú obklopené pórmí. Môžeme tiež konštatovať, že niektoré práškové častice a predovšetkým tie väčšie s veľkosťou okolo 20 μm obsahujú viac zrn.

Porovnaním oboch fotiek okraju (Obr. 4.2 a) a c)) a stredu (Obr. 4.2 c) a d)) vzorky môžeme konštatovať, že porozita na okraji aj uprostred tyčky sa výrazne nelíši, takže t850 má homogénnu štruktúru naprieč prierezom.



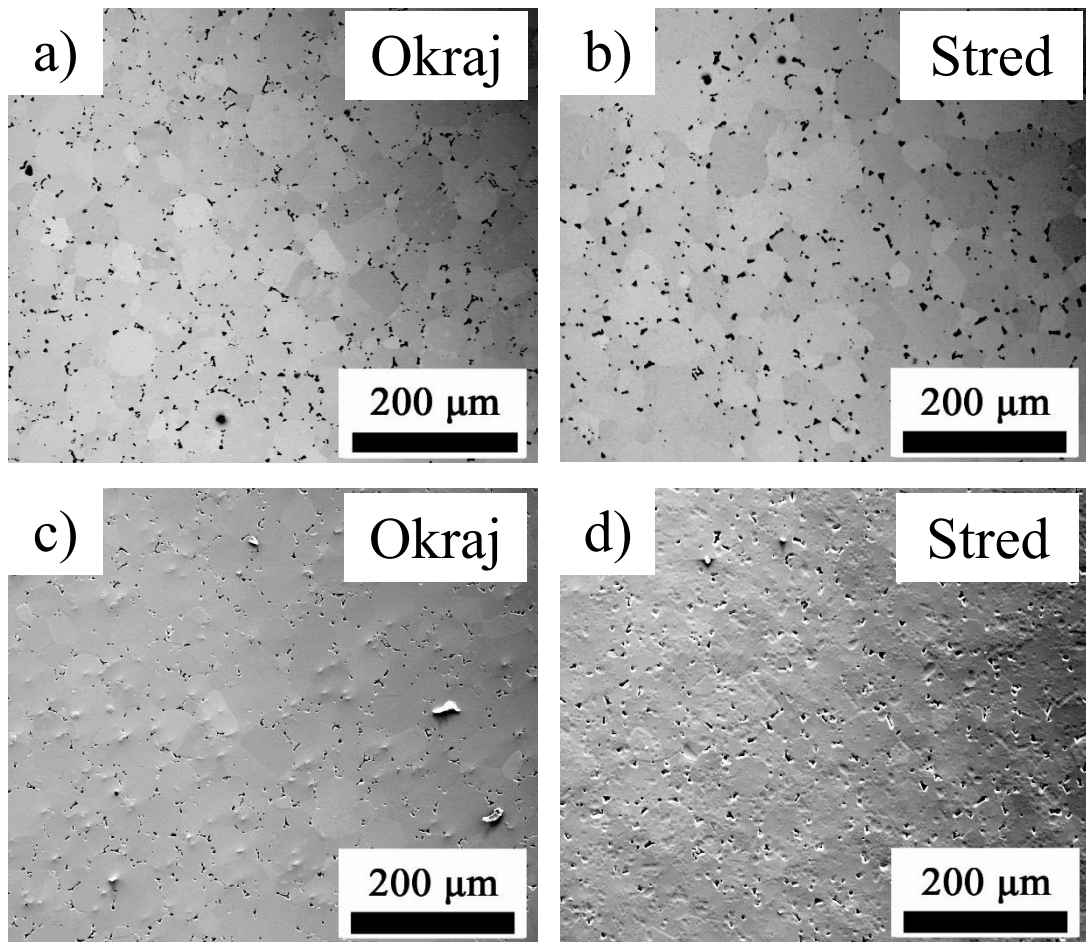
Obrázok 4.2: Prehľadové snímky SEM tyčky t850 a) okraj – BSE signál, b) stred – BSE signál, c) okraj – SE signál a d) stred – SE signál

Na Obr. 4.3 sa nachádzajú detailné zábery z okraja (a)) a stredu (b)) t850. V odtieňoch sivej opäť vidíme jednotlivé zrná a čierne miesta väčšinou odpovedajú pórom. Na Obr. 4.3 b) sa navyše nachádzajú nevýrazné čiary, ktoré sú artefakty z leštenia. Dôležitým záverom získaným z Obr. 4.3 je, že sme vo vzorke nenašli α fázu.



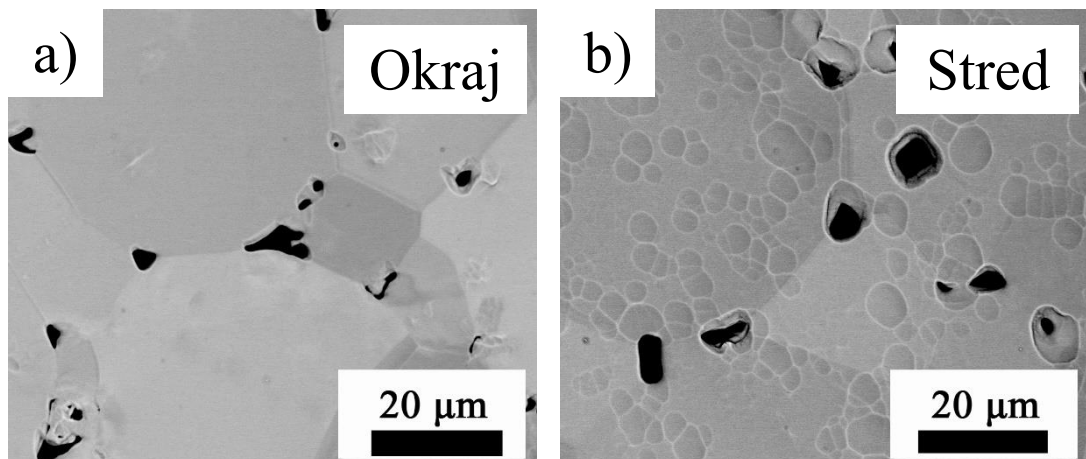
Obrázok 4.3: Detailný snímok tyčky t850 – BSE signál: a) okraj, b) stred

Obr. 4.4 obsahuje prehľadové snímky vzorky t850 podrobenej rozpúšťaciemu žihaniu (ďalej len t850 + ST). Na Obr. 4.4 a) a b) vidíme signál spätne odrazených elektrónov z okraja, respektíve stredu vzorky t850 + ST. Jeho mikroštruktúra je veľmi podobná nežihanej vzorke. V odtieňoch šedej vidíme jednotlivé zrná, ktoré sú zrovnateľne veľké ako vo vzorke t850, behom žihania sa teda nezväčšili. Čierne miesta sú póry a nečistoty z leštenia. Porovnaním signálu BSE elektrónov so SE elektrónmi (Obr. 4.4 c) a d)) z rovnakého miesta, dokážeme rozlíšiť tieto dva artefakty. Vidíme, že sa väčšinou jedná o póry s malým množstvom nečistôt. Znovu dokážeme rozlíšiť zrná pôvodného prášku jednoduchým porovnaním oboch signálov, pretože sú obklopené pórmi. Porovnaním okraja (Obr. 4.4 a) a c)) a stredu (Obr. 4.4 b) a d)) vzorky môžeme konštatovať, že porozita je približne rovnaká naprieč priemerom. Porovnaním Obr. 4.3 a 4.4 dospejeme k záveru, že počet pórov je približne rovnaký, čo svedčí o fakte, že žihanie neovplyvňuje ani porozitu materiálu.



Obrázok 4.4: Prehľadové snímky SEM tyčky t850 + ST a) okraj – BSE signál, b) stred – BSE signál, c) okraj – SE signál a d) stred – SE signál

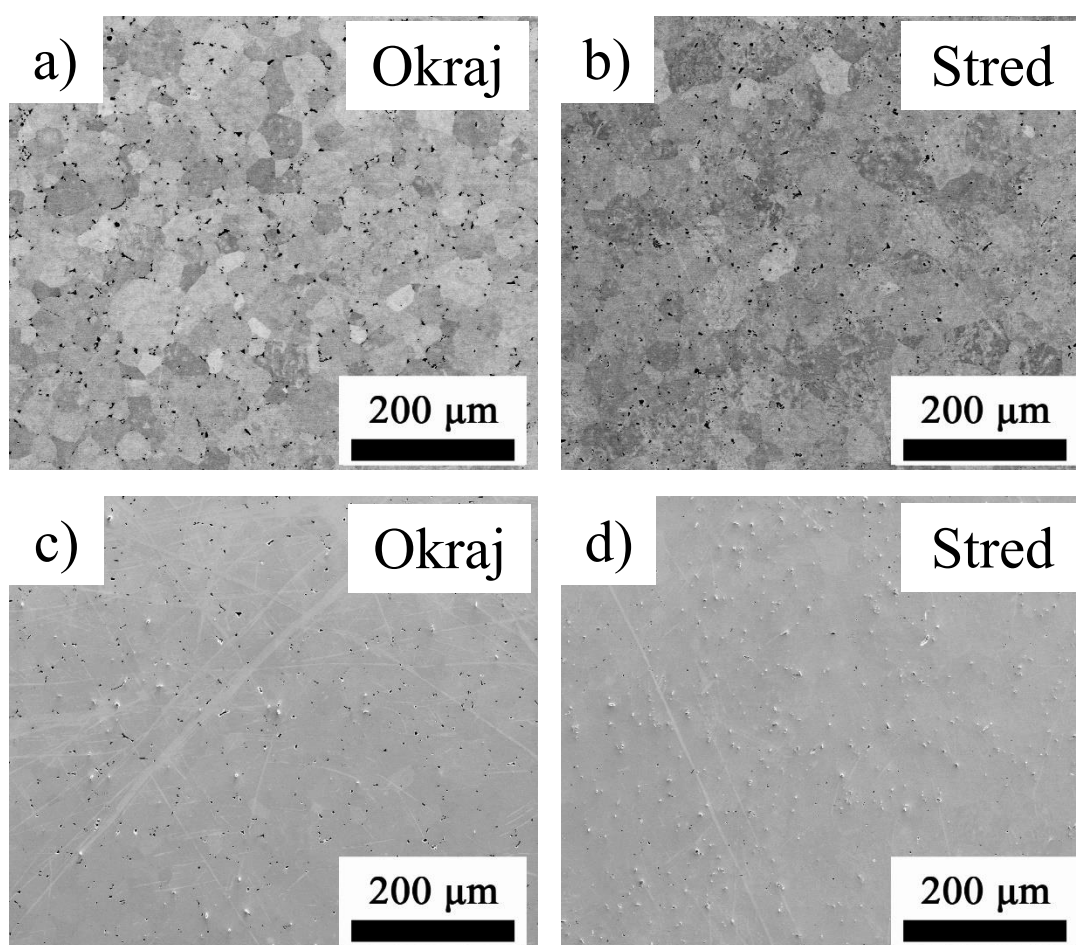
Obr. 4.5 obsahuje detailné snímky okraja (a)) a stredu (b)) vzorky t850 + ST. Okrem zrn v odtieňoch šedej a pórov vidíme na oboch obrázkoch, ale predovšetkým na Obr. 4.5 b) množstvo jamiek, ktoré vznikli pri iónovom leštení, a ide teda o artefakt z prípravy vzorky. Ani v tomto prípade sme nenašli žiadnu α fázu.



Obrázok 4.5: Detailné snímky tyčky t850 + ST – BSE signál: a) okraj, b) stred.

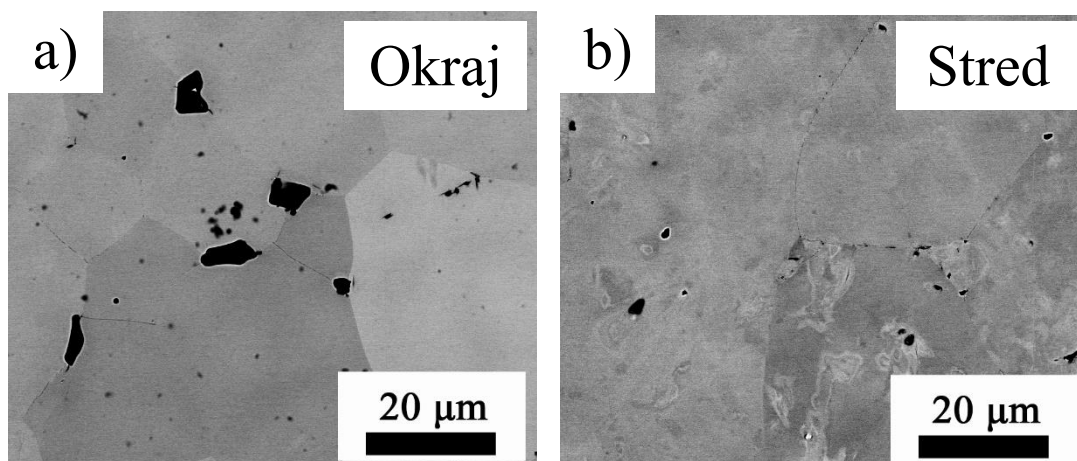
4.2.3 Mikroštruktúra tyčky sintrovanej pri teplote 950 °C

Na Obr. 4.6 vidíme prehľadové snímky tyčky t950. V signáli BSE elektrónov okraja (Obr. 4.6 a)) a stredu (Obr. 4.6 b)) vzorky opäť vidíme v odtieňoch šedej jednotlivé zrná. Čierne miesta odpovedajú pórom respektíve nečistotám z leštenia. Pre rozlíšenie uvádzame znovu aj signál sekundárnych elektrónov z rovnakých miest (Obr. 4.6 c) a d)). V sekundárnych elektrónoch sa póry javia čierne, kdežto nečistoty z leštenia ako biele (topografický kontrast). V sekundárnych elektrónoch navyše vidíme množstvo čiar, ktoré sú pozostatkom z leštenia.



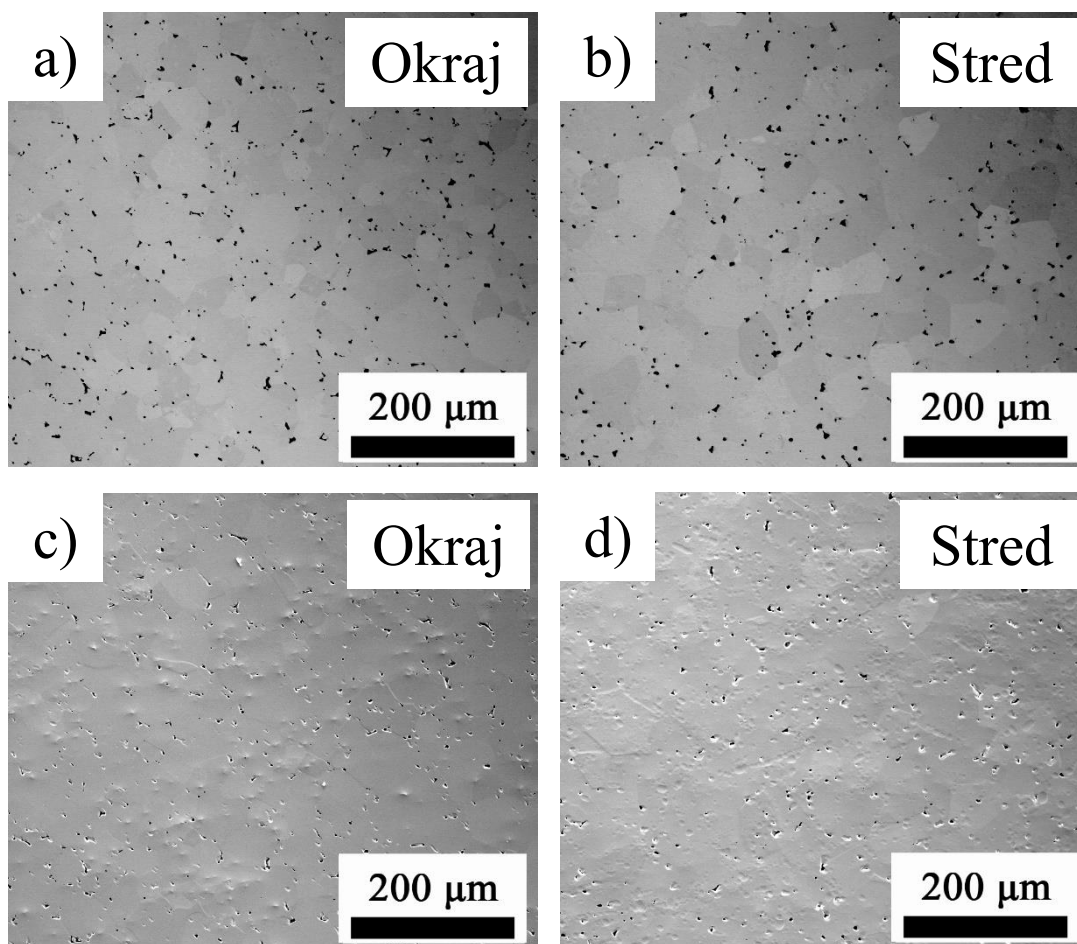
Obrázok 4.6: Prehľadové snímky tyčky t950 a) okraj – BSE signál, b) stred – BSE signál, c) okraj – SE signál a d) stred – SE signál

Zaujímavý je pohľad na Obr. 4.7 a) a b), kde okrem orientačného kontrastu a niekoľko sporadicky sa vyskytujúcich pórov vidíme čierne podlhovasté oblasti na hraniciach zrn. Ide o α fázu, ktorá sa nám javí tmavá kvôli kompozičnému (chemickému) kontrastu. α fáza zo svojho objemu v priebehu rastu vytlačuje β -stabilizačný molybdén a má tak iné zloženie než β -matrica v okolí.



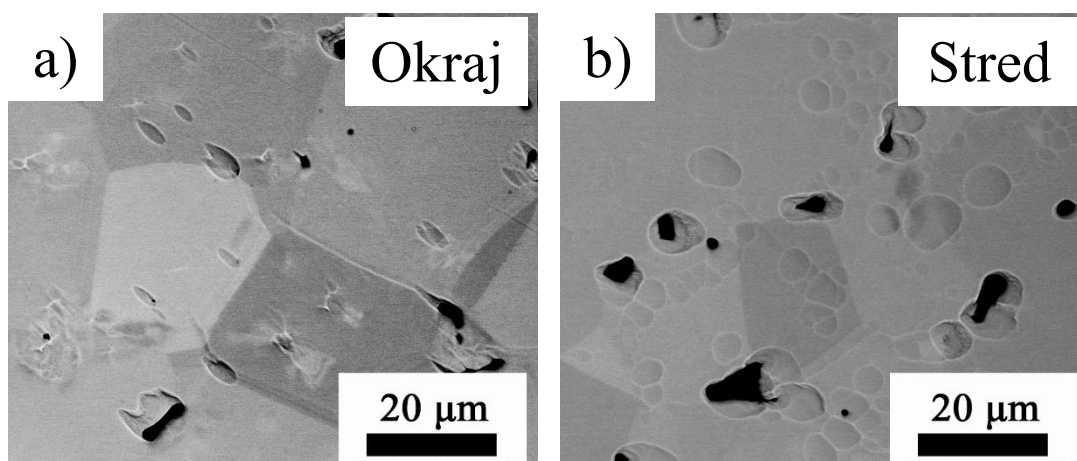
Obrázok 4.7: Detailné snímky tyčky t950 – BSE signál: a) okraj, b) stred.

Na Obr. 4.8 a 4.9 je zobrazená tyčka vytvorená sintrovaním pri teplote 950 °C, ktorá podstúpila rozpúšťacie žíhanie (t950 + ST). Z Obr. 4.8 je zreteľné, že žíhaná tyčka má veľmi podobnú mikroštruktúru ako nežíhaná. V signáli spätne odrazených elektrónov Obr. 4.7 a) a b) rozlišujeme jednotlivé zrná, ktoré majú približne rovnaké rozmery ako pri nežíhanej tyčke (vid'. 4.6 a) a b)), takže v priebehu žíhania nedošlo k ich rastu. Z Obr. 4.7 a) okraja a b) stredu tyčky vidíme, že zrná majú približne rovnakú veľkosť aj naprieč celým prierezom vzorky. Porovnaním Obr. 4.7 a) a b) s Obr. 4.7 c) a d) dospejeme k záveru, že všetky tmavé miesta na snímkach odpovedajú pórom. Porozita tyčky t950 a t950 + ST je podľa predpokladov rovnaká.



Obrázok 4.8: Prehľadové snímky tyčky t950 + ST a) okraj – BSE signál, b) stred – BSE signál, c) okraj – SE signál a d) stred – SE signál

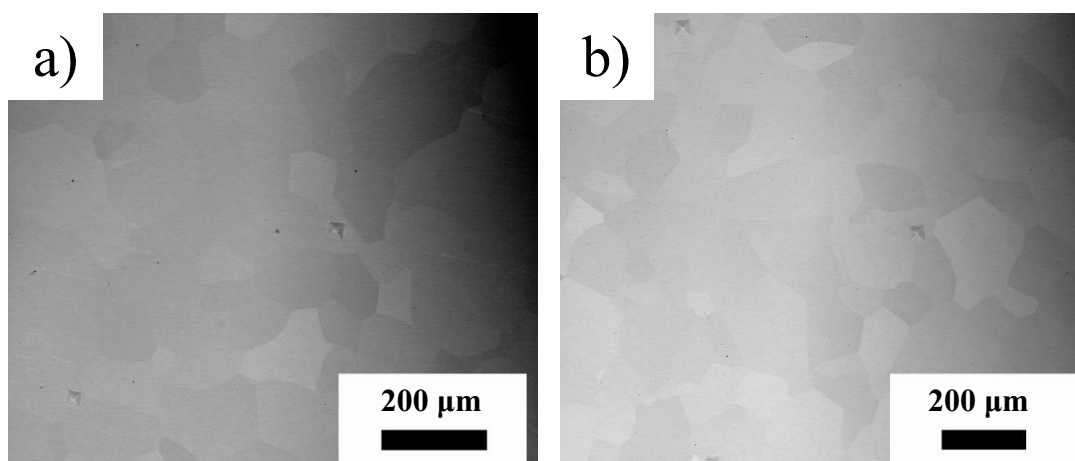
Z detailného Obr. 4.9 je zrejmé, že rozpúšťacie žihanie bolo úspešné, pretože u vzorky t950 + ST oproti vzorke t950 výskyt α fázy nepozorujeme a to ani na okraji (Obr. 4.9 a)) ani v strede (Obr. 4.9 b)) vzorky. Obr. 4.9 nám okrem zŕn a rozložení pórov vďaka jamkám hneď poskytne informáciu o jej iónovom leštení.



Obrázok 4.9: Detailné snímky tyčky t950 + ST – BSE signál: a) okraj, b) stred.

4.2.4 Mikroštruktúra prekovanej tyčky

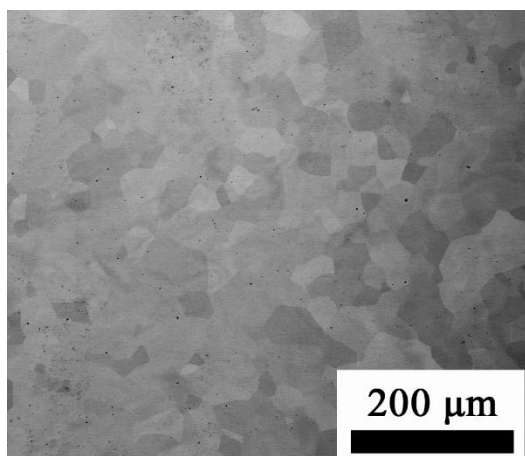
V ďalšej časti práce sme skúmali prekovanú tyčku (t950_Prekovaná), ktorej mikroštruktúra je zobrazená na Obr. 4.10 a). Mikroštruktúra prekovanej tyčky podrobenej rozpúšťaciemu žihaniu (t950_Prekovaná + ST) je zobrazená na Obr. 4.10 b). Orientačný kontrast nám dovoľuje rozlíšiť jednotlivé zrná, ktorých veľkosť sa pohybuje rádovo v stovkách mikrometrov. Zrná vzoriek t950_Prekovaná a t950_Prekovaná + ST sú porovnateľne veľké ako po rozpúšťacom žihaní, čo svedčí o ich minimálnom raste v priebehu procesu kovania. V oboch obrázkoch vidíme miesto po vpichu hlavičky mikrotvrdomeru. Ani na jednej vzorke nevidíme prítomnosť α fázy. Prekovaním došlo k odstráneniu porozít v pôvodne sintrovanej tyčky.



Obrázok 4.10: BSE snímky: a) t950_Prekovaná b) t950_Prekovaná + ST.

4.2.5 Mikroštruktúra komerčne pripravenej tyčky

Na Obr. 4.11 vidíme mikroštruktúru komerčne pripravenej tyčky. Môžeme pozorovať orientačný kontrast vďaka ktorému vidíme jednotlivé zrná, ktorých veľkosť je okolo 50 – 100 μm . Na obrázku sa prejavuje aj chemický kontrast, ktorý vidíme v podobe kontrastu vlnky, ide o miesta s rôznym zložením. Materiál nie je úplne chemicky homogénny.



Obrázok 4.11: BSE snímok mikroštruktúry komerčne pripravenej tyčky.

4.2.6 Porovnanie mikroštruktúr jednotlivých vzoriek

Po dôkladnej analýze mikroštruktúr vzoriek popísaných v statiach 4.2.2 až 4.2.5 môžeme ich porovnaním dospieť k súhrnným záverom o ich podobných a rozdielnych črtách mikroštruktúry.

Porovnaním prehľadových obrázkov vzoriek t850 teda Obr. 4.2 a Obr. 4.4 s prehľadovými obrázkami vzorky t950 (Obr. 4.6 a Obr. 4.8) vidíme, že obe sintrovacie procesy vytvorili tyčky s homogénnou štruktúrou naprieč ich priemerom. V [27] mala zliatina Ti-15Mo pripravená metódou FAST výrazne viac pórov na okraji vzorky. Rozmer pripravenej vzorky bol však väčší. Zo zmienovaných obrázkov je jasne zreteľné, že u tyčky t850 pozorujeme oveľa viac pórov ako to je u t950, čím sa nám potvrdila správnosť výsledkov merania porozity zo state 4.1. Pokles porozity si vysvetľujeme zvýšením teploty a času sintrovacieho procesu pri výrobe tyčky t950. Podobné výsledky boli na rovnakej zliatine pripravenej metódou FAST dosiahnuté tiež v [28] a [29]. Z vyššie zmienovaných obrázkov tiež vidíme, že pôvodné práškové častice sú dobre rozlíšiteľné u t850, u t950 sú menej rozlíšiteľné, ale po dôkladnej analýze snímky, môžeme konštatovať, že rozmery častíc sú približne rovnako veľké teda pri rozpúšťacom žíhaní nedošlo k významnému rastu jednotlivých zŕn. Rozpúšťacie žíhanie samozrejme nemalo vplyv ani na celkovú porozitu vzoriek.

Významný rozdiel vidíme pri porovnaní detailných snímok BSE u nežíhaných vzorkách t850 a t950 z Obr. 4.3 a Obr. 4.7 odkiaľ je zrejmé, že výskyt α -fázy pozorujeme len pri vzorke t950. Jedná sa o tzv. alfu na hraniciach zŕn *angl. Grain*

boundray alpha, ktorá v materiáli vždy precipituje a rastie prvá, pretože na hraniciach zrn je najmenšia nukleačná energia [30].

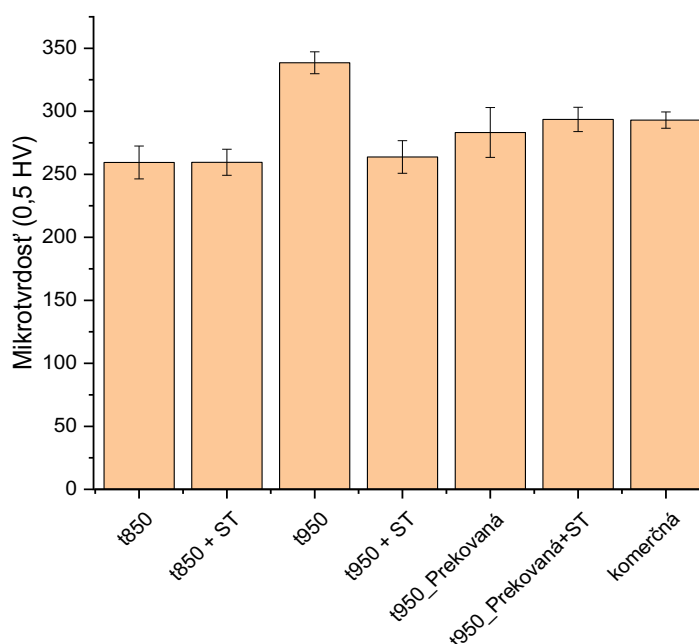
Porovnaním detailných snímok BSE u nežihanej a žihanej tyčky t950 t. j. Obr. 4.7 a Obr. 4.9 je zrejmé, že po žihaní už prítomnosť α fázy nepozorujeme, čo svedčí o úspešnom procese rozpúšťacieho žihania.

Snímky z BSE z okraja aj stredu tyčiek t850 a t950 z Obr. 4.2 a) a b) a Obr. 4.4 a) a b) pri porovnaní so snímkou BSE komerčne pripravenej tyčky Obr. 4.11 a snímok prekovaných vzoriek z Obr. 4.10 sa významne líšia, pretože komerčne pripravená tyčka neobsahovala žiadnu porozitu.

Z BSE snímok prekovanej tyčky Obr. 4.10 a tyčky vyrobenej klasickým komerčným procesom Obr. 4.11 je zrejmé, že dokážeme vyrobiť tyčku sintrovacím procesom, ktorá po prekovaní vykazuje veľmi podobnú mikroštruktúru ako tyčka vyrobená klasickým odliatím a to z hľadiska porozity aj veľkosti zrn. K odstráneniu porozity došlo práve prekovaním tyčky t950.

4.3 Mikrotvrdosť

Meranie mikrotvrdoosti sme previedli pre vzorky, ktoré sú presne popísané v stati 3.2.7. Získané výsledky uvádzame pre prehľadnosť v podobe stĺpcového grafu nižšie:



Graf 4.1: Mikrotvrdoosti jednotlivých vzoriek.

Mikrotvrdosť vzoriek t850 a t850 + ST je takmer identická. Jedná sa o vzorky, ktoré majú rovnakú porozitu a veľkosť zŕn a ani v jednej z nich sa nevyskytuje α fáza. Jediný rozdiel môže byť v obsahu ω fázy, ktorú ale pomocou skenovacej elektrónovej mikroskopie nemožno určiť, pretože jej častice sú príliš malé a pomocou SE a BSE sú nepozorovateľné. Malé častice ω fázy výrazne vytvrdzujú materiál a preto na základe nameraných mikrotvrdostí súdime, že jej množstvo sa v materiálu v priebehu rozpúšťacieho žihania výrazne nemení. Pomerne nízka mikrotvrdosť týchto stavov svedčí o tom, že podiel omega fázy je veľmi nízky.

Tyčka t950 má výrazne väčšiu mikrotvrdosť, než t950 + ST, čo je spôsobené prítomnosťou α fázy v mikroštruktúre t950. Vieme, že vzorky t950 a t950 + ST sa vyznačujú takmer rovnakou porozitou aj veľkosťou zŕn, preto musí byť tento rozdiel mikrotvrdostí spôsobený rozdielnym fázovým zložením jednotlivých vzoriek. Vzorka t950 + ST na rozdiel od vzorky t950 neobsahuje α fázu, ktorá materiál spevňuje. Prítomnosť ω fázy a jej množstvo zo získaných výsledkov určiť nevieme. Naopak, mikrotvrdosť vzorky t950 + ST, v ktorej došlo pri rozpúšťacom žihaní k rozpusteniu α fázy, je porovnateľná s mikrotvrdosťou vzoriek t850 a t850 + ST. Ich porozity sú približne rovnaké, čo znamená, že porozita, ktorá je výrazne vyššia vo vzorke t850, nemá výrazný vplyv na mikrotvrdosť.

Mikrotvrdosť prekovanej tyčky sa v priebehu rozpúšťacieho žihania nemení, inými slovami sa v rámci chyby zhoduje s mikrotvrdosťou prekovanej tyčky. Celkovo je mierne vyššia než mikrotvrdosť tyčiek po sintrovaní, môže to byť spôsobené vloženou deformáciou pri ich prekovaní.

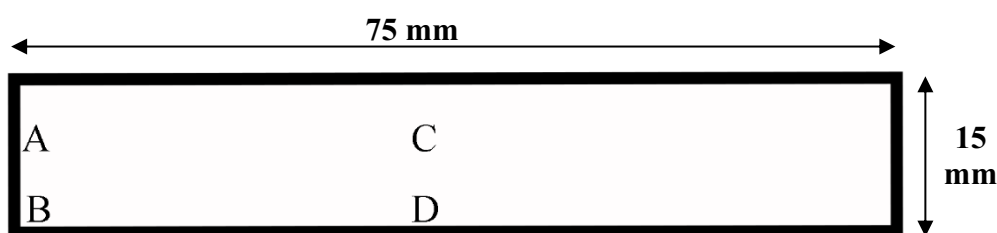
Komerčne vyrobená tyčka má mikrotvrdosť asi 290 HV, čo je o niečo viac, ako mikrotvrdosť sintrovaných tyčiek, môže to byť spôsobené chemickými nehomogenitami, ktoré sa nám potvrdili pri skúmaní jej mikroštruktúry pomocou SEM.

Ďalším termomechanickým spracovaním môže byť v zliatine Ti-15Mo dosiahnutá mikrotvrdosť cez 500 HV [30], [31].

4.4 Štúdium pozdĺžneho profilu tyčky sintrovanej pri teplote 950 °C

V stati 4.2.3 sme podrobne diskutovali mikroštruktúru tyčky t950 a získali sme prehľad o mikroštruktúre v rámci jedného prierezu. Zaujímalo nás, či tyčka po sintrovaní bude v celom svojom profile homogénna a preto sme vyšetřovali jej mikroštruktúru aj pozdĺžne.

Nižšie na Obr. 4.12 ukazujeme schematický náčrt podoby vzorky vyrezanej pozdĺžne zo stredu tyčky t950. Taktiež sme na nej schematicky vyznačili body, v ktorých sme vyhotovovali zábery pomocou SEM. Ide o miesta na okraji dĺžky tyčky v strede jej priemeru (bod A) a na okraji dĺžky tyčky a jej priemeru (bod B) a o miesta uprostred dĺžky tyčky v strede jej priemeru (bod C) a na okraji dĺžky tyčky v strede jej priemeru (bod D).

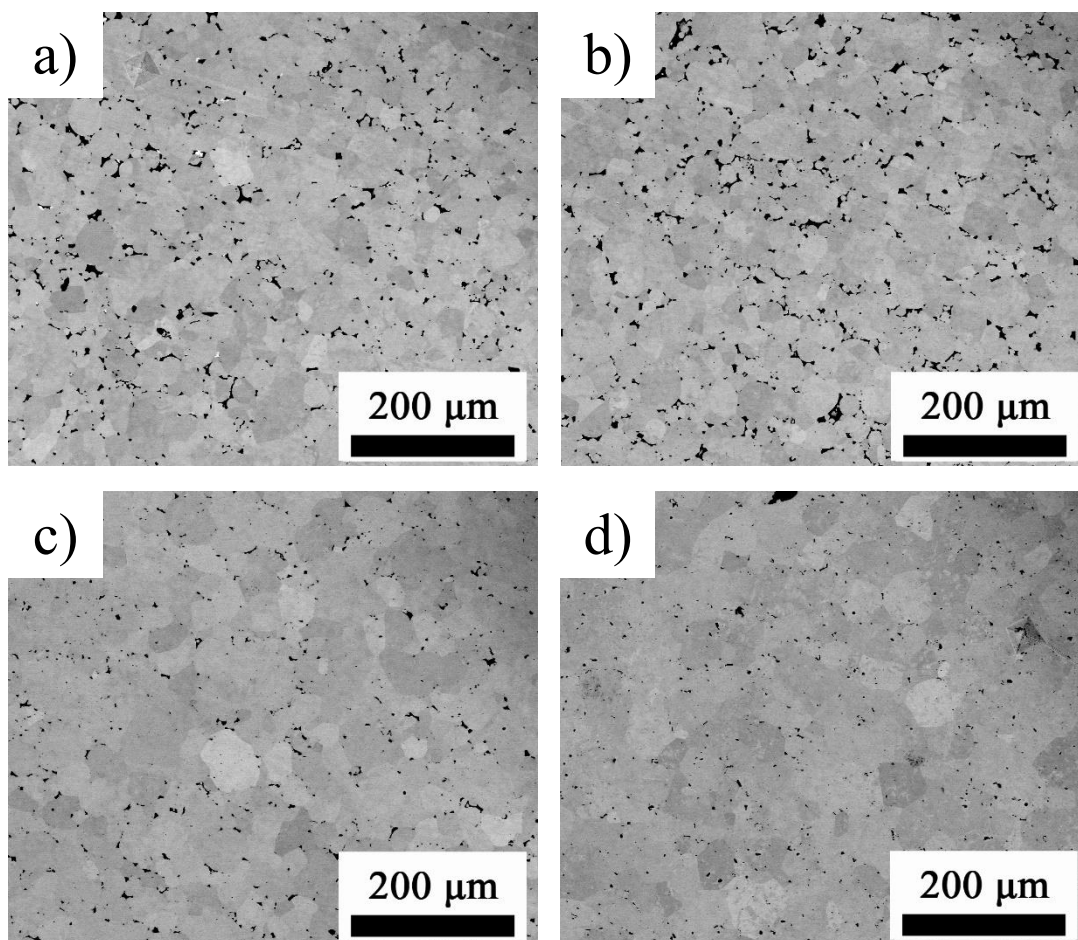


Obrázok 4.12: Pozdĺžna vzorka tyčky sintrovanej pri teplote 950 °C so schematickým náčrtom pozorovaných bodov.

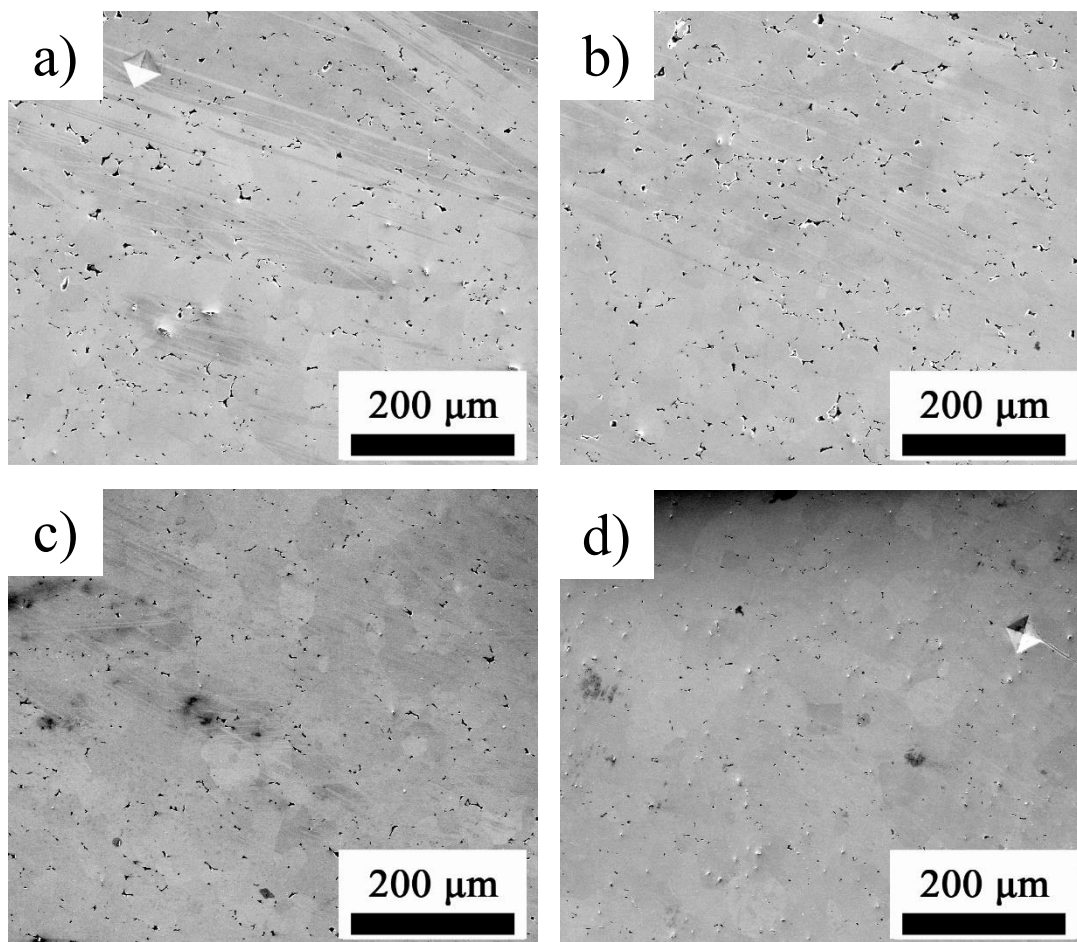
Obr. 4.13 nám poskytuje prehľadové snímky z BSE signálu vo všetkých štyroch sledovaných bodoch pozdĺž tyčky t950. Orientačný kontrast, nám podáva informácie o rozložení jednotlivých zrn v materiáli, čo sa na obrázku prejavuje rôznymi odtieňmi sivej. Vidíme, že zrná majú približne rovnaké rozmery vo všetkých bodoch.

Ďalšími artefaktmi sú čierne miesta vo vzorkách, ktoré po porovnaní s Obr. 4.14, obsahujúce snímky zo SE, dokážeme klasifikovať väčšinou ako póry. Porovnaním Obr. 4.13 a) a b) (body z okraja dĺžky) s Obr. 4.13 c) a d) (body zo stredu dĺžky) môžeme konštatovať, že na okraji dĺžky tyčky sa nachádza väčšia koncentrácia pórov ako uprostred jej dĺžky. Predpokladáme, že ide o dôsledok procesu sintrovania, kedy je stred vzorky menej porézny, pretože je po dlhšiu dobu zahriaty na vyššiu teplotu.

Naopak, porozita sa nemení pozdĺž priemeru tyčky, čo potvrdzujú výsledky získané v statiach 4.2.2 a 4.2.3. Na Obr. 4.13 a) a d) respektíve 4.14 a) a d) vidíme miesto po vpichu indentoru.

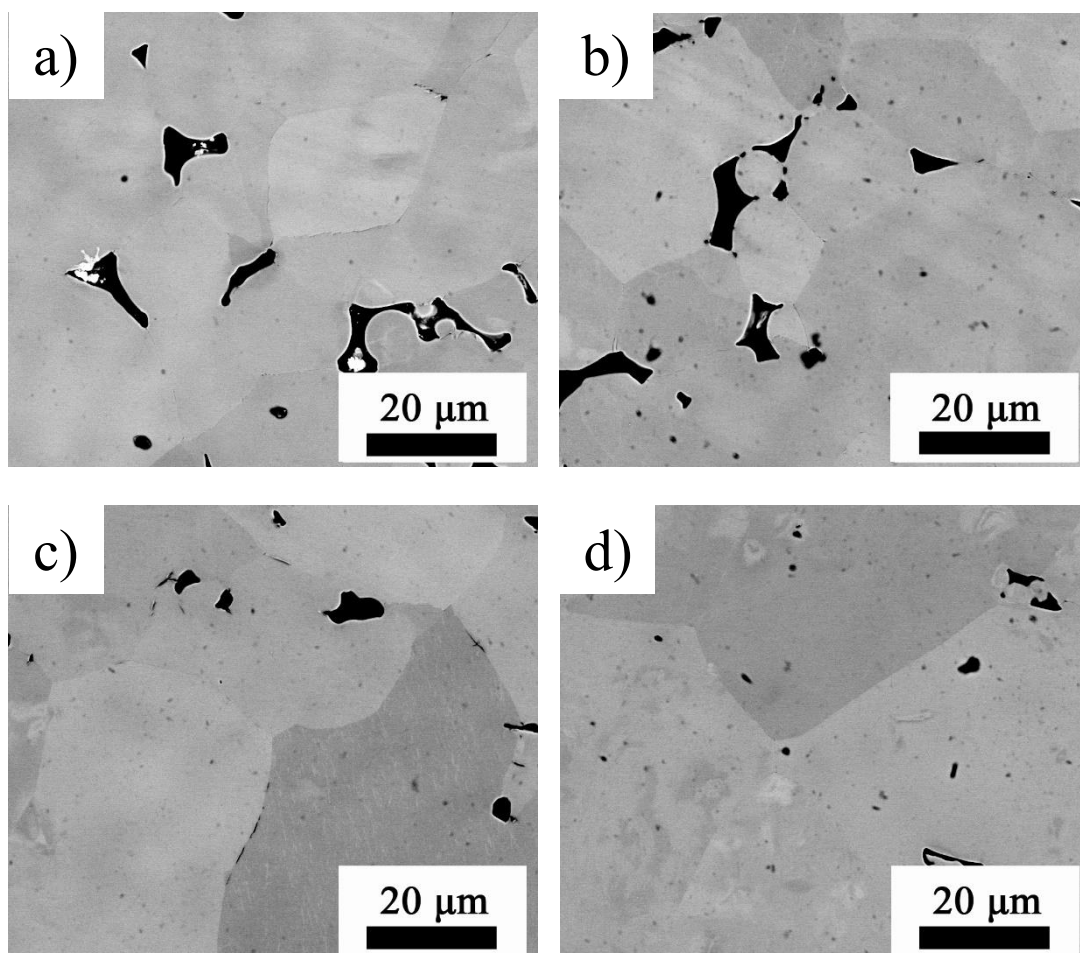


Obrázok 4.13: Snímky BSE pozdĺžnej vzorky tyčky t950 v jednotlivých bodoch: a) okraj dĺžky tyčky v strede jej priemeru, b) okraj dĺžky tyčky a jej priemeru, c) uprostred dĺžky tyčky v strede jej priemeru, d) okraj dĺžky tyčky v strede jej priemeru



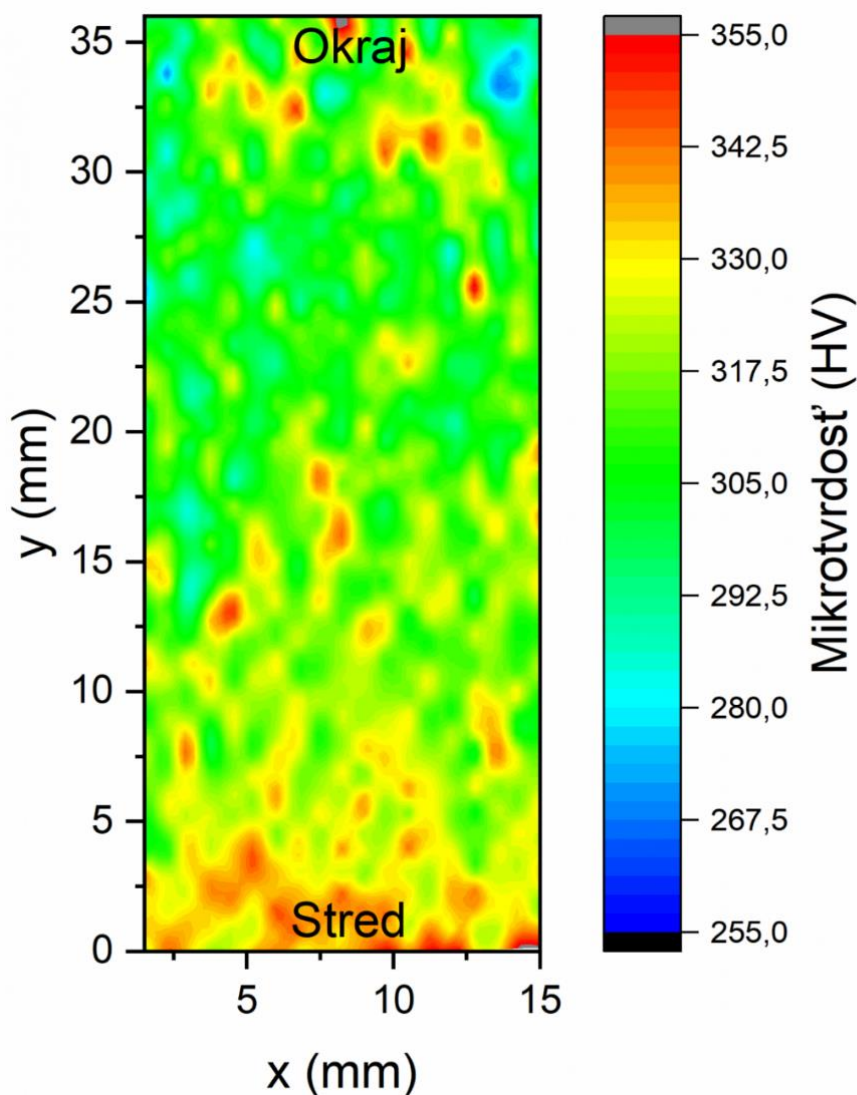
Obrázok 4.14: SE snímky pozdĺžnej vzorky tyčky t950 v jednotlivých bodoch: a) okraj dĺžky tyčky v strede jej priemeru, b) okraj dĺžky tyčky a jej priemeru, c) uprostred dĺžky tyčky v strede jej priemeru, d) okraj dĺžky tyčky v strede jej priemeru

Na Obr. 4.15 sú detailné snímky z BSE vo vyznačených bodoch, ktoré sme vytvorili, aby bolo možné potvrdiť alebo vylúčiť prítomnosť α fázy v celom pozdĺžnom profile vzorky t950. Na Obr. 4.15 a) a c) (v stredoch priemeru) vidíme hojný výskyt α -fázy, ale na Obr. 4.15 b) resp. 4.15 d) (okraj dĺžky t950) vidíme menej resp. žiadnu α -fázu, čo svedčí o tom, že množstvo α fázy je väčšie uprostred priemeru tyčky, pretože tam materiál chladol pomalšie. Výskyt je teda potvrdený pozdĺž celej dĺžky vzorky a nielen v priečnom smere, ako sa to zistilo v stati 4.2.3. Podobne ako v Obr. 4.13 a 4.14 vidíme tiež na Obr. 4.15 a) a b) (okraj dĺžky tyčky) väčší počet pórov ako je na Obr. 4.15 c) a d) (stred dĺžky tyčky).



Obrázok 4.15: Detailný záber BSE snímok pozdĺžnej tyčky t950 v jednotlivých bodoch: a) okraj dĺžky tyčky v strede jej priemeru, b) okraj dĺžky tyčky a jej priemeru, c) uprostred dĺžky tyčky v strede jej priemeru, d) okraj dĺžky tyčky v strede jej priemeru

Ďalej sme vytvorili mapu mikrotvrdości pozdĺž vzorky t950, ktorú zobrazujeme nižšie.

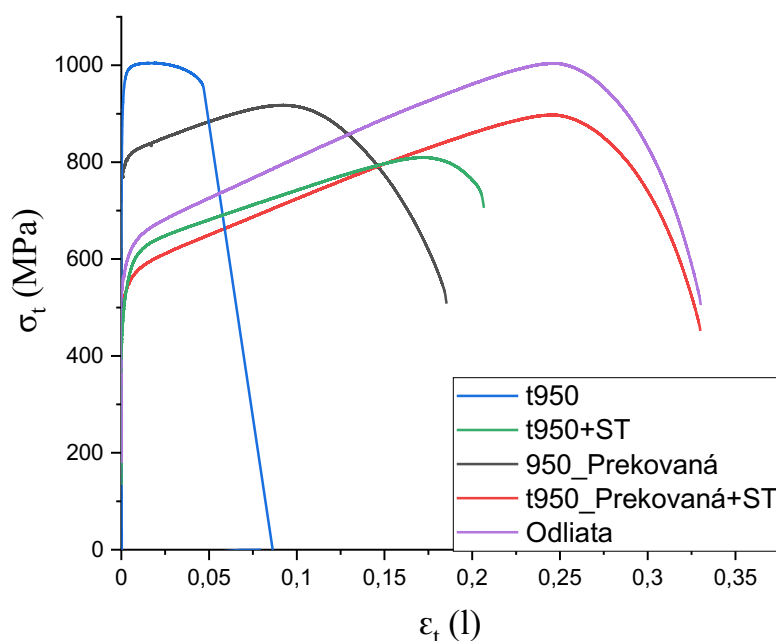


Obrázok 4.16: Mapa mikrotvrdości pozdĺžnej vzorky tyčky t950.

Mikrotvrdosť je vyššia na okraji dĺžky vzorky, čo zrejme súvisí s jej nižšou porozitou v týchto miestach. Mikrotvrdosť nie je úplne homogénna, čo môže byť spôsobené nerovnomerným rozložením molybdénu v materiáli. V miestach, kde je koncentrácia molybdénu nižšia, precipituje α fáza, ktorá spevňuje materiál a zvyšuje mikrotvrdosť. Inými slovami miesta s výrazne vyššou mikrotvrdosťou (320 HV a viac) predstavujú oblasti, kde je prítomná α fáza. Stred priemeru vzorky má väčšiu mikrotvrdosť ako okraj, čo potvrdzuje naše závery z analýzy mikroštruktúry pozdĺžnej vzorky. Výskyt α fázy je oveľa častejší v strede vzorky, pravdepodobne kvôli jej pomalšiemu chladnutiu.

4.5 Ťahové skúšky

Ťahové skúšky boli vykonané na piatich rôznych vzorkách, ako je uvedené v 3.2.7. Pre každú vzorku sme vykonali dve ťahové skúšky, zistili sme, že ich priebeh je podobný a do výsledného grafu na Obr. 4.17 sme vykreslili z každej dvojice len jednu závislosť.



Obrázok 4.17: Tlakové deformačné krivky – závislosť skutočného napätia na skutočnom predĺžení.

Z kvalitatívneho popisu Obr. 4.17 môžeme dôjsť k všeobecnému záveru, že pri každej príslušnej dvojici vzoriek (t. j. žihanej a nežihanej) vidíme vždy nižšiu medzu klzu a väčšie predĺženie pri žihanej vzorke. Dôvodom tohto javu môže byť rozpúšťanie ω fázy počas žihania, ktorá zliatinu spevňuje, ale je krehká.

Najpevnejšia vzorka je t950 s medzou klzu okolo 900 MPa, ale ťažnosťou menšou než 10 %. Jej veľká pevnosť a malá ťažnosť môže byť okrem prítomnosti ω fázy, ktorú nedokážeme zo získaných výsledkov preukázať, spôsobená tiež prítomnosťou α fázy, ktorú sme preukázali pomocou SEM. Po rozpúšťacom žíhaní sa jej pevnosť zníži zhruba na 500 MPa, ale jej ťažnosť sa naopak zvýši na dvojnásobok. Pri rozpúšťacom žíhaní sa α fáza rozpustila. Prekovaná tyčka má medzu klzu asi 800 MPa a ťažnosť

približne 20 %. Po rozpúšťacom žíhaní sa medza klzu zvýši na hodnotu cca 35 %.
Zhruba rovnaké hodnoty medze klzu a ťažnosti má aj odliata tyčka.

5 Záver

V bakalárskej práci boli študované mechanické vlastnosti a mikroštruktúra zliatiny Ti-15Mo vo forme tyčky pripravenej sintrovaním elektrickým prúdom (FAST). Tyčka sintrovaná pri teplote 950 °C bola následne prekovaná. Pripravené stavy boli porovnané s tyčkou vyrobenou komerčným spôsobom. Pre experimentálnu charakterizáciu bola použitá skenovacia elektrónová mikroskopia, Vickersova metóda merania mikrotvrdości, ťahové skúšky a Archimedova metóda merania porozity.

Archimedovou metódou merania porozity sme zistili, že vzorky vykazovali menšiu porozitu pri vyšších sintrovacích teplotách a dlhšej dobe sintrovania, čo je očakávaný výsledok.

Pozorovanie mikroštruktúry skenovacou elektrónovou mikroskopiou potvrdilo pokles porozity u tyčiek sintrovaných pri vyšších hodnotách teploty a dlhšom čase sintrovania a taktiež fakt, že sintrovaním vzniká homogénny materiál naprieč jeho priemerom. Naopak pozdĺž dĺžky sintrovanej tyčky sa porozita výrazne líši, čo spolu s odlišným fázovým zložením spôsobuje odlišnú mikrotvrdość materiálu v rôznych miestach objemu. Každopádne, mikroštruktúra tyčiek pripravených metódou FAST s následným žíhaním sa výrazne líši od mikroštruktúry komerčne pripravenej tyčky. Prekovaním tyčky vyrobenej sintrovaním je možno dosiahnuť rovnakej mikroštruktúry ako v prípade komerčne pripraveného materiálu.

Z merania mikrotvrdości sme zistili, že hodnoty mikrotvrdości skúmaných vzoriek po rozpúšťacom žíhaní sú porovnateľné. Vyššia mikrotvrdość nežíhanej sintrovanej tyčky pri teplote 950 °C môže byť spôsobená prítomnosťou α fázy, ktorú sme pozorovali pomocou SEM a prípadne aj ω fázy, ktorú sme neskúmali kvôli nanometrovej veľkosti jej častíc.

Ťahové skúšky odhalili efekt rozpúšťacieho žíhania, ktorý spočíval v náraste predĺženia a poklesu medze klzu. Prekovaná tyčka podrobená rozpúšťaciemu žíhaniu vykazovala podobnú hodnotu predĺženia aj medze klzu ako tyčka vyrobená komerčne.

Najpodstatnejším záverom našej práce je, že dokážeme vyrobiť tyčku pomocou FAST s podobnou mikroštruktúrou a mechanickými vlastnosťami akú má tyčka vyrobená

komerčným spracovaním, ak nastavíme vhodné parametre sintrovania a podrobíme ju prekovaniu a rozpúšťaciemu žihaniu.

Literatúra

- [1] J. J. Forbes, United States Bureau of Mines. *Facts about Titanium*. U.S. Department of the Interior, 1954.
- [2] Gerd Lütjering, James C. Williams. *Titanium*. Springer Science & Business Media, 2013.
- [3] Boyer, R. R. “An Overview on the Use of Titanium in the Aerospace Industry”. *Materials Science and Engineering: A*, International Symposium on Metallurgy and Technology of Titanium Alloys, 213, č. 1 (1996): 103–14.
[https://doi.org/10.1016/0921-5093\(96\)10233-1](https://doi.org/10.1016/0921-5093(96)10233-1).
- [4] Gunawarman, B., Mitsuo Niinomi, Toshikazu Akahori, Takayuki Souma, Masahiko Ikeda, a Hiroyuki Toda. “Mechanical Properties and Microstructures of Low Cost β Titanium Alloys for Healthcare Applications”. *Materials Science and Engineering*: 25, č.3(2005): 304–11.
<https://doi.org/10.1016/j.msec.2004.12.015>.
- [5] Miller, Jesse A. *Titanium: A Materials Survey*. U.S. Government Printing Office, 1957.
- [6] Leyens, Christoph, a Manfred Peters. *Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications*. John Wiley & Sons, 2006.
- [7] Froes, F. H. *Titanium: Physical Metallurgy, Processing, and Applications*. ASM International, 2015.
- [8] Joshi, Vydehi Arun. *Titanium Alloys: An Atlas of Structures and Fracture Features*. CRC Press, 2006.
- [9] Lütjering G and Williams J C 2007 *Titanium* (Berlin Heidelberg: Springer – Verlag)
- [10] Bartha, K.; Anna Terynková, Josef Stráský, Irina Semenova, Svetlana Gatina, Miloš Janeček. „Microstructure and Microhardness of the Ti15Mo Alloy Subjected to Severe Plastic Deformation in Alpha + Beta Condition“. *Materials Science and Engineering: 461*, (december 2018) 012004, doi:10.1088/1757-899X/461/1/012004.

- [11] Sachdev, Anil K., Kaustubh Kulkarni, Zhigang Zak Fang, Rui Yang, a Vladimir Girshov. “Titanium for Automotive Applications: Challenges and Opportunities in Materials and Processing”. *JOM* 64, č. 5 (01. 05. 2012): 553–65. <https://doi.org/10.1007/s11837-012-0310-8>.
- [12] Williams, J. C., B. S. Hickman, a H. L. Marcus. “The Effect of Omega Phase on the Mechanical Properties of Titanium Alloys”. *Metallurgical Transactions* 2, č. 7 (01. júl 1971): 1913–19. <https://doi.org/10.1007/BF02913423>.
- [13] Angelo, P. C., a R. Subramanian. *powder metallurgy: Science, technology and applications*. PHI Learning Pvt. Ltd., 2008.
- [14] Guillon, Olivier, Jesus Gonzalez-Julian, Benjamin Dargatz, Tobias Kessel, Gabi Schierning, Jan Räthel, a Mathias Herrmann. “Field-Assisted Sintering Technology/Spark Plasma Sintering: Mechanisms, Materials, and Technology Developments”. *Advanced Engineering Materials* 16, č. 7 (2014): 830–49. <https://doi.org/10.1002/adem.201300409>.
- [15] “The Sintering Mechanism in Spark Plasma Sintering – Proof of the Occurrence of Spark Discharge | Elsevier Enhanced Reader” <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2014.03.011>
- [16] Cavaliere, Pasquale. *Spark Plasma Sintering of Materials: Advances in Processing and Applications*. Springer, 2019.
- [17] Yang, Keqin, Dale Hitchcock, Jian He, a Apparao M. Rao. “Tuning Electrical Properties of Carbon Nanotubes via Spark Plasma Sintering”. V *Encyclopedia of Nanotechnology*, zostavil Bharat Bhushan, 2780–88. Dordrecht: Springer Netherlands, 2012. https://doi.org/10.1007/978-90-481-9751-4_169.
- [18] “Technical sheet for Ti-15Mo alloy“ (cit. 20. 07. 2021) https://www.atimetals.com/Products/Documents/datasheets/titanium/alloyed/ati_15Mo_Titanium_Alloy_en_v4%20final.pdf
- [19] Kozlík, Jiří, Hanka Becker, Josef Stráský, Petr Harcuba, a Miloš Janeček. “Manufacturing of Fine-Grained Titanium by Cryogenic Milling and Spark Plasma Sintering”. *Materials Science and Engineering: A* 772 (20. 01. 2020): 138783. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138783>.

- [20] “(A18) Určení strukturních parametrů krystalických látek metodami skenovací elektronové mikroskopie (SEM) [Základní fyzikální praktikum]”. (Cit 22. 07. 2021).
<https://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/zadani/418>.
- [21] Inagaki, Michio, a Feiyu Kang. *Materials Science and Engineering of Carbon: Characterization*. Butterworth-Heinemann, 2016.
- [22] Alonso Frank, Micael. “Functionalization of Steels and other Metallic Materials with Hydrophobic Layers - Influence on Wetting and Corrosion Resistance”, 2017.
- [23] AZoM.com. “Different Types of SEM Imaging – BSE and Secondary Electron Imaging”, (04. august 2017).
<https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=14309>.
- [24] “How to Mix Backscattered and Secondary Electron Images”. (Cit 22. júl 2021).
<https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=16390>.
- [25] Giannuzzi, L. A., a J. R. Michael. “Comparison of Channeling Contrast between Ion and Electron Images”. *Microscopy and Microanalysis* 19, č. 2 (apríl 2013): 344–49. <https://doi.org/10.1017/S1431927612014286>.
- [26] “Vickers Hardness Test”. Cit 22. júl 2021.
<https://www.gordonengland.co.uk/hardness/vickers.htm>.
- [27] Terynková, A., Jiří Kozlík, Kristína Bartha, Tomáš Chráska, Zdeněk Dlabáček, Josef Stráský, „The effect of spark plasma sintering on the porosity and mechanical properties of Ti-15Mo alloy“. *METAL 2018 - 27th International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings* (2018): 1765-1770
- [28] Veverková, A., Jiří Kozlík, Kristína Bartha, Tereza Košutová, Cinthia Antunes Correa, Hanka Becker, Tomáš Chráska, Miloš Janeček, a Josef Stráský. “Preparation of Bulk Ti15Mo Alloy Using Cryogenic Milling and Spark Plasma Sintering”. *Materials Characterization* 171 (01. január 2021): 110762.
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2020.110762>

- [29] Veverková, A., Jiří Kozlík, Kristína Bartha, Tomáš Chráska, a Josef Stráský. “Ultra-Fine Grained Ti-15Mo Alloy Prepared by Powder Metallurgy”. *Materials Science Forum* 941 (2018): 1276–81.
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.941.1276>.
- [30] Ivasishin, O. M., P. E. Markovsky, S. L. Semiatin, a C. H. Ward. “Aging Response of Coarse- and Fine-Grained β Titanium Alloys”. *Materials Science and Engineering: A* 405, č. 1 (25. 09. 2005): 296–305.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.06.027>.
- [31] Bartha, Kristína, Josef Stráský, Anna Veverková, Pere Barriobero-Vila, František Lukáč, Petr Doležal, Petr Sedlák, Veronika Polyakova, Irina Semenova, a Miloš Janeček. “Effect of the High-Pressure Torsion (HPT) and Subsequent Isothermal Annealing on the Phase Transformation in Biomedical Ti15Mo Alloy”. *Metals* 9, č. 11 (november 2019): 1194.
<https://doi.org/10.3390/met9111194>.
- [32] Terynková, A., K. Bartha, J. Stráský, M. Janeček, M. Landa, V. Polyakova, a I. Semenova. “Microstructure and Mechanical Properties of Ti-15Mo Alloy Prepared by ECAP”. *Acta Physica Polonica A* 134, č. 3 (september 2018): 787–89. <https://doi.org/10.12693/APhysPolA.134.787>.

Zoznam tabuliek

- Tabuľka 3.1: Základné mechanické vlastnosti Ti-15Mo [18]. (str. 11)
- Tabuľka 3.2: Chemické zloženie tyčky, údaje podľa výrobcu Carpenter Co. (str. 11)
- Tabuľka 3.3: Skratky zavedené pre jednotlivé tyčky a vzorky z daných tyčiek.(str. 20)
- Tabuľka 4.1: Určenie porozít jednotlivých tyčiek. (str. 22)

Zoznam obrázkov

- Obrázok 1.1: Kryštálová štruktúra atómu čistého titánu: a) hexagonálna tesne usporiadaná a b) kubická priestorovo centrovaná [6]. (str. 4)
- Obrázok 1.2: Fázové diagramy zliatin titánu pre jednotlivé skupiny prímiesových prvkov [6]. (str. 5)
- Obrázok 1.3: Pseudobinárny fázový diagram β zliatiny titánu [9]. (str. 7)
- Obrázok 1.4: Schematický nákras FAST a zhust'ovania práškoveho kompaktu [17]. (str. 9)
- Obrázok 3.1: Výsledná podoba tyčky po sintrovaní. (str. 12)
- Obrázok 3.2: Priebeh sintrovania tyčiek. (str. 13)
- Obrázok 3.3: Interakčný objem pre jednotlivé signály SEM, prevzaté z [22] (str. 16)
- Obrázok 3.4: Schematický nákras: a) vzniku kontrastu na snímke zo SEM vzniknutý detekciou SE b) vzniku kompozičného kontrastu [24] (str. 17)
- Obrázok 3.5: Ilustračný obrázok pre znázornenie orientačného kontrastu [25]. (str. 17)
- Obrázok 3.6: Zjednodušený nákras merania mikrotvrdości Vickersovou metódou [26] (str. 18)
- Obrázok 3.7: Schematický nákras vzoriek t950_Prekovaná a t950_Prekovaná + ST pripravených na ťahové skúšky. (str. 21)

- Obrázok 4.1: SE snímok mikroštruktúry prášku. (str. 23)
- Obrázok 4.2: Prehľadové snímky SEM tyčky t850 a) okraj – BSE signál, b) stred – BSE signál, c) okraj – SE signál a d) stred – SE signál (str. 24)
- Obrázok 4.3: Detailný snímok tyčky t850 – BSE signál: a) okraj, b) stred (str. 25)
- Obrázok 4.4: Prehľadové snímky SEM tyčky t850 + ST a) okraj – BSE signál, b) stred – BSE signál, c) okraj – SE signál a d) stred – SE signál (str. 26)
- Obrázok 4.5: Detailné snímky tyčky t850 + ST – BSE signál: a) okraj, b) stred. (str. 26)
- Obrázok 4.6: Prehľadové snímky tyčky t950 a) okraj – BSE signál, b) stred – BSE signál, c) okraj – SE signál a d) stred – SE signál (str. 27)
- Obrázok 4.7: Detailné snímky tyčky t950 – BSE signál: a) okraj, b) stred. (str. 28)
- Obrázok 4.8: Prehľadové snímky tyčky t950 + ST a) okraj – BSE signál, b) stred – BSE signál, c) okraj – SE signál a d) stred – SE signál (str. 29)
- Obrázok 4.9: Detailné snímky tyčky t950 + ST – BSE signál: a) okraj, b) stred. (str. 29)
- Obrázok 4.10: BSE snímky: a) t950_Prekovaná b) t950_Prekovaná + ST. (str. 30)
- Obrázok 4.11: BSE snímok mikroštruktúry komerčne pripravenej tyčky. (str. 31)
- Obrázok 4.12: Pozdĺžna vzorka tyčky sintrovanej pri teplote 950 °C so schematickým nákresom pozorovaných bodov. (str. 34)
- Obrázok 4.13: Snímky BSE pozdĺžnej vzorky tyčky t950 v jednotlivých bodoch: a) okraj dĺžky tyčky v strede jej priemeru, b) okraj dĺžky tyčky a jej priemeru, c) uprostred dĺžky tyčky v strede jej priemeru, d) okraj dĺžky tyčky v strede jej priemeru (str. 35)
- Obrázok 4.14: SE snímky pozdĺžnej vzorky tyčky t950 v jednotlivých bodoch: a) okraj dĺžky tyčky v strede jej priemeru, b) okraj dĺžky tyčky a jej priemeru, c) uprostred dĺžky tyčky v strede jej priemeru, d) okraj dĺžky tyčky v strede jej priemeru (str. 36)

Obrázok 4.15: Detailný záber BSE snímok pozdĺžnej tyčky t950 v jednotlivých bodoch: a) okraj dĺžky tyčky v strede jej priemeru, b) okraj dĺžky tyčky a jej priemeru, c) uprostred dĺžky tyčky v strede jej priemeru, d) okraj dĺžky tyčky v strede jej priemeru (str. 37)

Obrázok 4.16: Mapa mikrotvrlosti pozdĺžnej vzorky tyčky t950. (str. 38)

Obrázok 4.17: Tlakové deformačné krivky – závislosť skutočného napätia na skutočnom predĺžení. (str. 39)

Zoznam grafov

Graf 4.1: Mikrotvrlosti jednotlivých vzoriek. (str. 32)

Zoznam použitých skratiek

ST rozpúšťacie žíhanie

FAST sintrovanie elektrickým prúdom

SPS sintrovanie elektrickým prúdom

SE sekundárne elektróny

BSE spätne odrazené elektróny

RTG Röntgenové žiarenie

SEM skenovacia elektrónová mikroskopia

HV jednotky mikrotvrlosti podľa Vickersa (z angl. hardness Vickers)