



**MATEMATICKO-FYZIKÁLNÍ
FAKULTA**
Univerzita Karlova

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Rostislav Králík

Studium tepelné stability materiálů pomocí elektronové mikroskopie

Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: doc. RNDr. Miroslav Cieslar, CSc.

Studijní program: Fyzika

Studijní obor: Obecná fyzika

Praha 2018

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval(a) 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 dne

Podpis autora

Poděkování patří především doc. RNDr. Miroslavu Cieslarovi, CSc. za pomoc při vedení práce, obeznámení s transmisním elektrovým mikroskopem, měřícími metodami, poskytnutí potřebné literatury a trpělivost při finálních úpravách práce. Dále také firmě AIB Břidličná, a. s. za poskytnutí studovaných materiálů a výsledků analýzy chemického složení.

Název práce: Studium tepelné stability materiálů pomocí elektronové mikroskopie

Autor: Rostislav Králík

Katedra: Katedra fyziky materiálů

Vedoucí bakalářské práce: doc. RNDr. Miroslav Cieslar, CSc., Katedra fyziky materiálů

Abstrakt: Předkládaná práce se zabývá studiem tepelné stability slitin Al-Fe-Mn-Si systémů vyrobených plynulým odléváním mezi válce, při němž dochází k intenzivnímu ochlazení a plastické deformaci slitin. Cílem je zmapovat procesy probíhající během homogenizačního žhání jednotlivých slitin lišících se vzájemným poměrem přítomných příměsí. K identifikaci těchto procesů byla použita modelová in-situ žhání v transmisním elektronovém mikroskopu a rezistometrická měření při lineárním ohřevu. Dalším cílem je určení krystalografické struktury primárních a sekundárních fází v těchto slitinách. Z výsledků je patrné, že množství a vzájemný poměr příměsí má výrazný vliv na teploty, při nichž dochází k transformaci primárních fází, a strukturu primárních a sekundárních fází.

Klíčová slova: Hliníkové slitiny, TEM, rezistometrie, difrakce, Al-Fe-Mn-Si, fázové transformace

Title: Electron microscopy studies of materials thermal stability

Author: Rostislav Králík

Department: Department of physics of materials

Supervisor: doc. RNDr. Miroslav Cieslar, CSc., Department of Physics of Materials

Abstract: Thermal stability of Al-Fe-Mn-Si alloys prepared by twin roll casting accompanied by intensive cooling and plastic deformation was studied. The goal of the study is to map processes occurring during a model homogenization annealing of individual alloys which differ by the ratio of alloying elements. Model in-situ annealing in the transmission electron microscope and resistometry measurements with linear heating were used for identification of occurring processes. Another goal is to determine the crystallographic structures of primary and secondary phases present in the alloys. Results show that the concentration of alloying elements has a significant influence on transformation temperatures of primary phases as well as the structure of primary and secondary phases.

Keywords: Aluminium alloys, TEM, resistometry, diffraction, Al-Fe-Mn-Si, phase transformations

Obsah

1	Motivace	3
2	Teoretický úvod a přehled literárních údajů	5
2.1	Binární fázové diagramy	5
2.1.1	Konstrukce binárních fázových diagramů	5
2.1.2	Binární eutektické diagramy	7
2.1.3	Al-Fe-Mn-Si systémy	9
2.1.4	Fáze v systémech Al-Fe-Mn-Si	10
2.2	Krystalografická struktura a TEM	11
2.2.1	Krystalová mřížka	11
2.2.2	Krystalové roviny	11
2.2.3	Poruchy krystalové mříže	11
2.2.4	Reciproká mřížka	12
2.2.5	Difrakce rychlých elektronů	12
2.2.6	Rozptylový kontrast	13
2.2.7	Difrakční kontrast	13
2.2.8	Difraktogram	13
2.3	Plynulé odlévání mezi válce	13
2.4	Rezistometrie	14
3	Experimentální metody	16
3.1	Zkoumané materiály	16
3.2	Rezistometrie	16
3.3	Transmisní elektronová mikroskopie	17
4	Výsledky měření a jejich diskuze	18
4.1	Mapování výchozích stavů litých slitin	18
4.1.1	Slitina A315	18
4.1.2	Slitina A325	19
4.1.3	Slitina C340	20
4.1.4	Slitina E256	21
4.2	Výsledky elektrické rezistometrie	22
4.3	In-situ žíhání litých materiálů v TEM	24
4.3.1	Slitina A315	25
4.3.2	Slitina A325	27
4.3.3	Slitina C340	30
4.3.4	Slitina E256	32
4.4	Studium válcovaných materiálů	34
4.4.1	Slitina A315	34
4.4.2	Slitina A325	37
4.5	Analýza fází pomocí TEM	40
4.5.1	Slitina C340 - výchozí stav	41
4.5.2	Slitina C340 - vyžíhaný stav	43
4.5.3	Slitina E256 - vyžíhaný stav	44
4.5.4	Slitina E256 - výchozí stav	46

4.5.5	Slitina A315 - vyžíhaný stav	48
4.5.6	Slitina A315 - nevyžíhaný stav	49
4.5.7	Slitina A325 - nevyžíhaný stav	51
4.5.8	Slitina A325 - vyžíhaný stav	52
5	Shrnutí diskuzí	54
5.1	Počáteční stav	54
5.2	Transformace částic	54
5.3	Válcované slitiny	55
5.4	Krystalografická analýza částic	55
	Závěr	57
	Literatura	58
	Seznam obrázků	60
	Seznam tabulek	63

1. Motivace

Hliník je kovem s nízkým atomovým číslem 13, je zároveň nejčastěji se vyskytujícím kovem v zemské kůře a třetím nejčastěji se vyskytujícím prvkem na zemi. Vlastnosti hliníku, jak v čistém stavu, tak ve slitinách, jej činí vhodným prvkem pro výrobu tenkých balících fólií s řadou využití. Za kovovou fólii považujeme vrstvu plechu o tloušťce 6 – 150 μm . Mezi pozitivní vlastnosti hliníkových fólií patří například lehkost materiálu, vysoká tvárnost, odolnost vůči korozi, vysoká reflektivita, dobrá elektrická a tepelná vodivost, nepropustnost vody a vodních par, odolnost vůči teplotám do 150 °C a malé množství chemikálií se kterými reaguje [1].

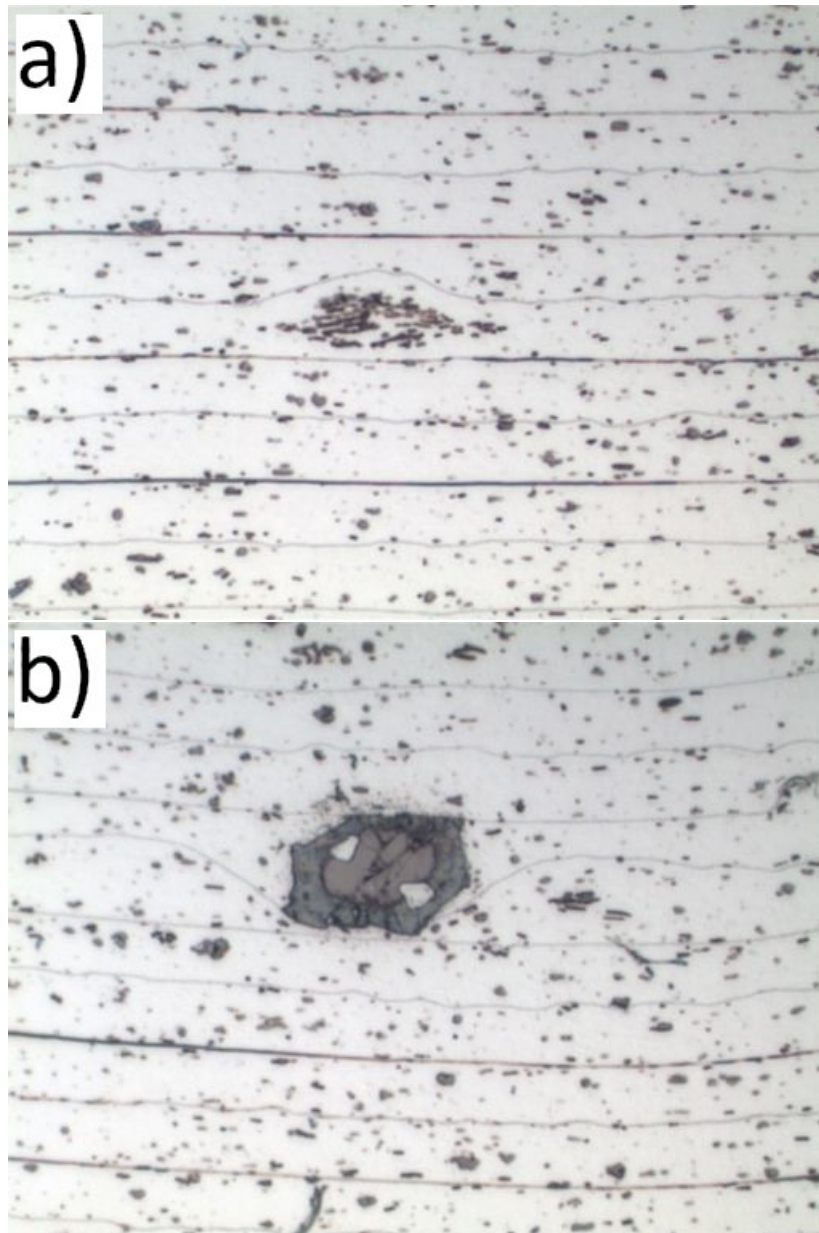
Řada těchto vlastností činí hliník vhodným materiálem pro výrobu potravinářských fólií s použitím pro uchování chlazených nápojů či jídel. Problém nastává při kontaktu hliníku se silnými solemi či žíravými nebo alkalickými látkami, které mohou naleptávat její povrch. Stejně tak není hliníková fólie v surovém stavu vhodná pro práci v prostředí s vysokými teplotami. Tenká hliníková fólie je také náchylná k praskání při ohybu či natažení a při tloušťkách pod 17 μm , které jsou v potravinářství běžně používány, může obsahovat mikroskopické póry způsobené částicemi nečistot či primárních fází [1].

Hliníkové fólie se tradičně vyrábí dvěma způsoby. Prvním je válcování předem odlitých ingotů za zvýšené teploty, druhým je přímé válcování ihned po lití - takzvané plynulé odlévání do pásu. Přestože je druhý z těchto způsobů ekonomicky výhodnější, zaužívaným a více rozšířeným způsobem je stále způsob první, a to z důvodu snadnějšího dodržení technologického postupu a vyšší kapacity při odlévání [1].

Při válcování ingotů dochází ke ztenčení a prodloužení materiálu při zachování jeho šířky. Při výrobě fólií o tloušťce menší nežli 25 μm se provádí takzvané zdvojení fólií, tedy provádí se válcování dvou vrstev zároveň, což napomáhá stabilitě procesu a redukuje možnost trhání fólie. Při výrobě tímto způsobem však může dojít ke vzniku pórů vlivem přítomnosti primárních fází, jejichž rozměry mohou být srovnatelné s tloušťkou fólie (Obrázek 1.1 a), b)). Při finálním nánosu ochranného polymeru pak dochází k proniknutí polymeru těmito póry skrze materiál na druhou stranu fólie, což může vést ke slepení vrstev fólie po jejím navinutí na cívku, a tedy i znehodnocení celé role.

Problematické fáze vznikají často již při lití materiálu. Tyto fáze jsou často nerovnovážné, a při homogenizaci, která probíhá při dostatečně vysoké teplotě dochází k jejich rozpouštění, transformaci, růstu nových fází a případně jejich nahrubnutí [2, 3].

Cílem předkládané práce je analýza krystalografické struktury primárních fází a jejich rozložení ve zkoumaných materiálech po odlití, transformace těchto fází při žíhání, a popis rozložení a struktury transformovaných částic ve vyžíhaném materiálu. Zkoumanými materiály jsou slitiny hliníku a dalších příměsí vyrobené metodou plynulého odlévání mezi válce (TRC - twin roll casting), jejichž strukturu budeme analyzovat použitím dvou experimentálních metod, a to elektrické rezistometrie a transmisní elektronové mikroskopie (TEM).



Obrázek 1.1: Snímek zdvojené fólie za přítomnosti: a) kolonie eutektických fází;
b) částice primární fáze o velikosti srovnatelné s tloušťkou dvou vrstev fólie [4]

2. Teoretický úvod a přehled literárních údajů

V předkládané práci se zabýváme kovovými slitinami, ve kterých dochází k fázovým transformacím, a dále mikrostrukturou fází a jejich krystalografií. Proto v této části textu uvedeme některé základní pojmy nezbytné k pochopení popisovaných skutečností.

2.1 Binární fázové diagramy

Vícesložkové systémy se ve stavu termodynamické rovnováhy řídí takzvanými stavovými diagramy. V případě studia fázových transformací dvousložkového systému mluvíme o takzvaných binárních fázových diagramech. V rámci práce se setkáváme s kvaternárními systémy, jejichž problematiku lze pro jednoduchost do značné míry zredukovat na problematiku dvousložkového systému při nízké koncentraci zbývajících dvou složek. Proto se v následující části zaměřujeme na konstrukci binárních fázových diagramů a termodynamiku nutnou k jejich pochopení.

2.1.1 Konstrukce binárních fázových diagramů

Konstrukce fázového diagramu libovolného systému souvisí s úlohou hledání minimální celkové volné energie systému. Uvažujeme-li ve zjednodušeném modelu párových vazeb [5, 6], že je celková volná energie systému tvořeného dvěma složkami A a B rovna

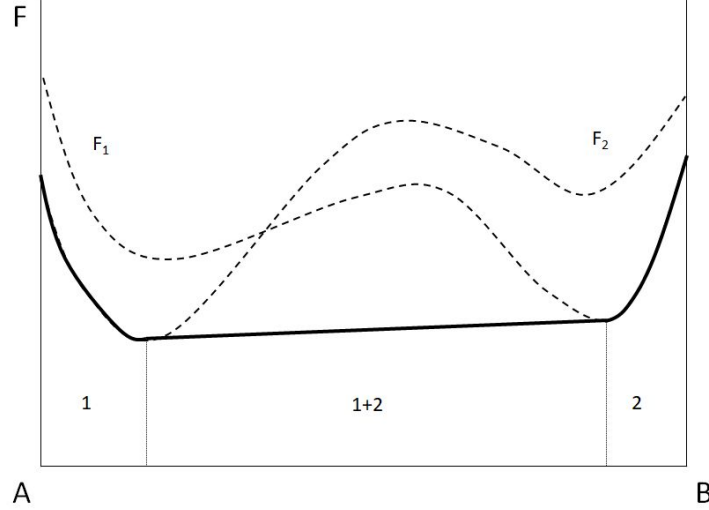
$$F = x_A F_A + x_B F_B + \Delta F_{smes}, \quad (2.1)$$

kde x_A, x_B jsou molární zlomky složek A a B, F_A, F_B jsou konfigurační části volných energií čistých složek A a B a ΔF_{smes} je směšovací volná energie systému. Směšovací volná energie závisí na složkách A a B, volná energie se pak liší pro jednotlivé fáze, přičemž pro všechny fáze je funkcí teploty. V jaké fázi se systém ustálí v závislosti na koncentraci složek A a B v pozorovaném systému o pevné teplotě lze určit takzvanou tečnovou konstrukcí v grafu závislosti celkové volné energie na koncentraci složek. Vycházíme přitom z požadavku na minimální volnou energii systému, a předpokladu, že výsledná funkce je obálkou svých vnějších tečen. Při koncentracích, při nichž je druhý z předpokladů splněn doplněním funkce o přímkou, je systém ve stavu koexistence fází spojovaných touto přímkou (Obrázek 2.1) [5].

Z grafu jasně plyne odpovídající fáze v níž se systém nachází pro každou koncentraci při dané teplotě. Analýzou těchto grafů pro širokou škálu teplot lze sestavit binární fázový diagram.

Člen ΔF_{smes} vystupující v rovnici (2.1) je za konstantní teploty dán vztahem:

$$\Delta F_{smes} = \Delta U_{smes} - T \Delta S_{smes}, \quad (2.2)$$



Obrázek 2.1: Ukázka tečnové konstrukce pro systém složek A a B s fázemi 1 a 2 [5]. F_1 a F_2 jsou volné energie systému 1 a 2 při dané teplotě.

kde ΔS_{smes} je směšovací entropie, která je dána vztahem:

$$\Delta S_{smes} = -k_B N (x_A \ln x_A + x_B \ln x_B), \quad (2.3)$$

a ΔU_{smes} je směšovací část vnitřní energie dána vztahem:

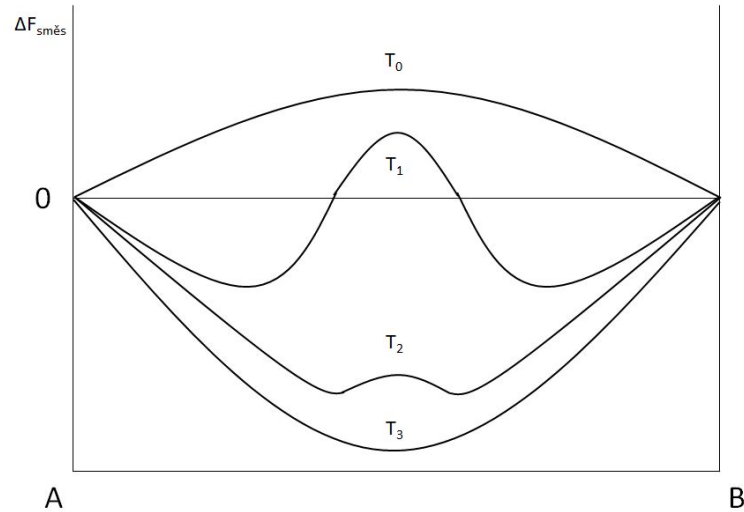
$$\Delta U_{smes} = -\frac{zN}{2} x_A x_B \epsilon, \quad (2.4)$$

kde N je počet částic v systému, z je kladná konstanta. Navíc ϵ vystupující v rovnici (2.4) je celková hodnota disociační energie dána vzhledem:

$$\epsilon = 2\epsilon_{AB} - \epsilon_{AA} - \epsilon_{BB}. \quad (2.5)$$

Jednotlivé členy v rovnici (2.5) jsou hodnoty disociačních energií pro vazby mezi částicemi složek A a B, A a A či B a B. Je-li hodnota $\epsilon > 0$, mají atomy tendenci obklopovat se atomy stejné složky. Pro hodnotu $\epsilon < 0$ je tomu naopak [5].

Termodynamická teplota T je veličina, která je vždy nezáporná. Stejně tak je nezáporná i směšovací entropie dle její definice (2.3). Člen $-T\Delta S_{smes}$ je tedy vždy záporný. Vzhledem ke tvaru členu $x_A x_B$ nabývá závislost obou členů směšovací volné energie v diagramu parabolického tvaru. Je-li $\epsilon > 0$, je výsledná parabolická závislost směšovací volné energie vždy záporná. Pro $\epsilon < 0$ nabývá tato veličina závislostí vyobrazených na Obrázku 2.2, kde T_0 je nejnižší teplota při níž se dle vztahu (2.2) uplatňuje v tomto případě jen kladná směšovací vnitřní energie, a T_3 je nejvyšší teplota [5]. Tvar výsledných křivek je dán sčítáním kladné a záporné kvadratické funkce.



Obrázek 2.2: Tvar závislosti směšovací volné energie binárního systému v závislosti na poměru složek systému A a B, kde $T_3 > T_2 > T_1 > T_0$ [5].

Součtem této závislosti s lineární funkcí (prvními dvěma členy rovnice (2.1)) dostáváme hledanou závislost celkové volné energie systému jak vystupují v Obrázku 2.1.

2.1.2 Binární eutektické diagramy

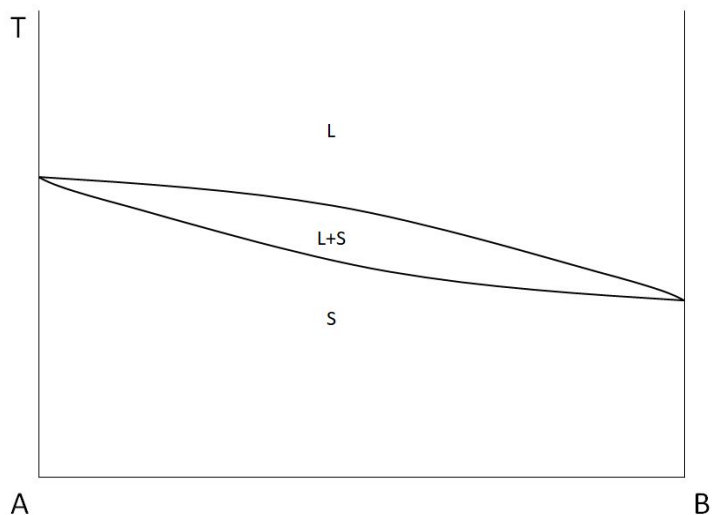
Binární fázový diagram systému o složkách A,B je grafem závislostí teplot tání a tuhnutí na poměrné molární koncentraci obou složek, přičemž tyto křivky (nazýváme solidus a likvidus) obecně nejsou totožné. V prostoru mezi křivkami je v termodynamické rovnováze systém tvořen směsí kapalného a tuhého roztoku. V nejjednodušším případě je možná úplná vzájemná rozpustnost složek A a B jak v kapalném tak pevném stavu. Pro takový systém se fázový diagram sestává ze tří částí, a to pevné fáze (značené S), kapalná fáze (značené L) a koexistence těchto fází (L+S) (Obrázek 2.3).

Klesne-li teplota kapalného systému o určité koncentraci pod odpovídající teplotu tání, ne však pod teplotu tuhnutí, ustálí se systém ve stavu koexistence pevné a kapalná fáze. Koncentrace jednotlivých složek v těchto fázích je dána průsečíkem křivek likvidus a solidus (Obrázek 2.4) s horizontální přímkou odpovídající teplotě systému.

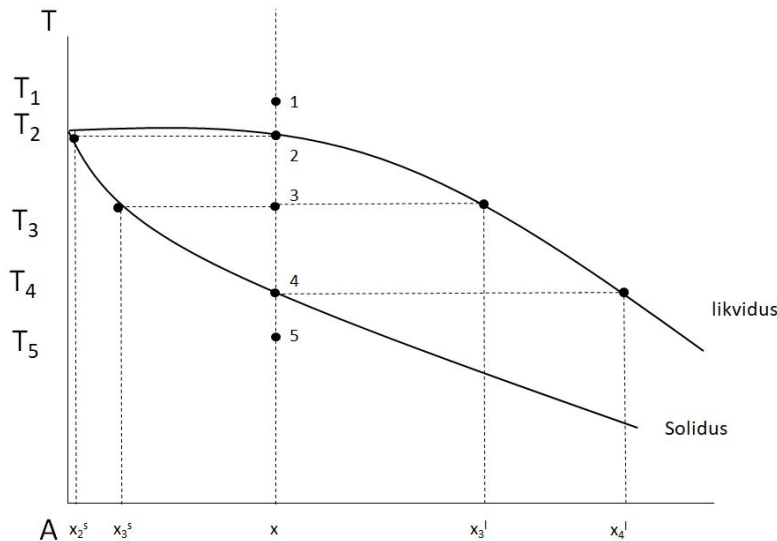
Je-li systém v každém okamžiku procesu ochlazování ve stavu termodynamické rovnováhy, mění se plynule také koncentrace složek v pevné a kapalná fázi. V případě nerovnovážného procesu se koncentrace ve složkách nemění plynule, ale v každém kroku procesu pevná fáze již napevno ztuhne do určité nerovnovážné fáze a další fáze již tuhne z taveniny o vyšší koncentraci příměsí.

V našem studiu se zabýváme případem, kdy jsou v sobě obě složky úplně rozpustné v kapalném stavu, v pevném stavu je však již vzájemná rozpustnost omezená. V takovém případě se ve fázovém diagramu kromě křivek solidus a likvidus objevují také křivky solvus udávající teplotní závislosti meze rozpustnosti B v A, respektive A v B. Mluvíme pak, vzhledem ke složení našich slitin, o takzvaném eutektickém fázovém diagramu (Obrázek 2.5) [5]. Eutektický fázový diagram se skládá z kapalná fáze (L), primárních tuhých roztoků B v A respektive

A v B (α a β), koexistence těchto roztoků s kapalinou ($\alpha + L$ resp. $\beta + L$) a vzájemné koexistence primárních tuhých roztoků ($\alpha + \beta$). Body x_{Bm} a x_{Am} udávají hraniční koncentrace rozpustnosti B v A respektive A v B, bod x_E je takzvanou eutektickou koncentrací, při které je systém o teplotě T_E v rovnováze mezi třemi fázemi.

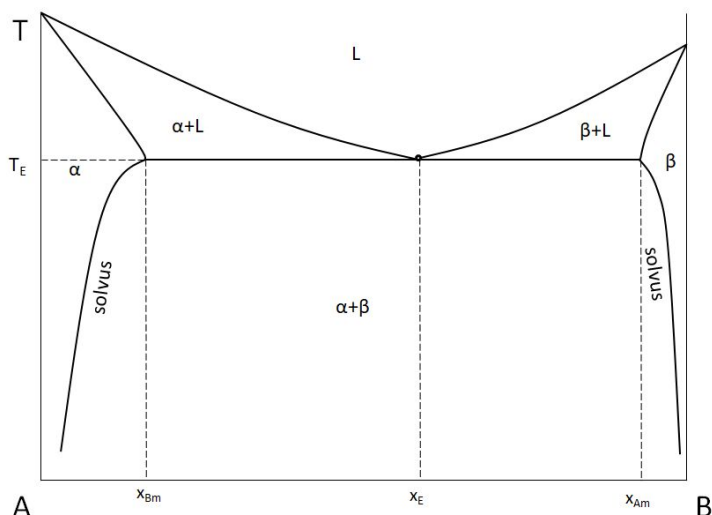


Obrázek 2.3: Ukázka binárního fázového diagramu pro systém s úplnou vzájemnou rozpustností v pevném i kapalném stavu [5].



Obrázek 2.4: Teplotní závislost složení kapalné a pevné fáze při rovnovážném tuhnutí v systému s binárním fázovým diagramem [5].

Rovnovážné a nerovnovážné tuhnutí eutektické taveniny podléhá stejným pravidlům jako tuhnutí jednoduché binární taveniny s dokonalou rozpustností. Nerovnovážné fáze jsou však pro systém energeticky nevýhodné, ať už vznikly nerovnovážným tuhnutím jakékoliv taveniny. Dodáme-li systému dostatečnou energii, transformují se tyto fáze ve fáze rovnovážné a dojde k přerozdělení příměsí v rámci slitiny [2, 3, 7].



Obrázek 2.5: Eutektický fázový diagram [5].

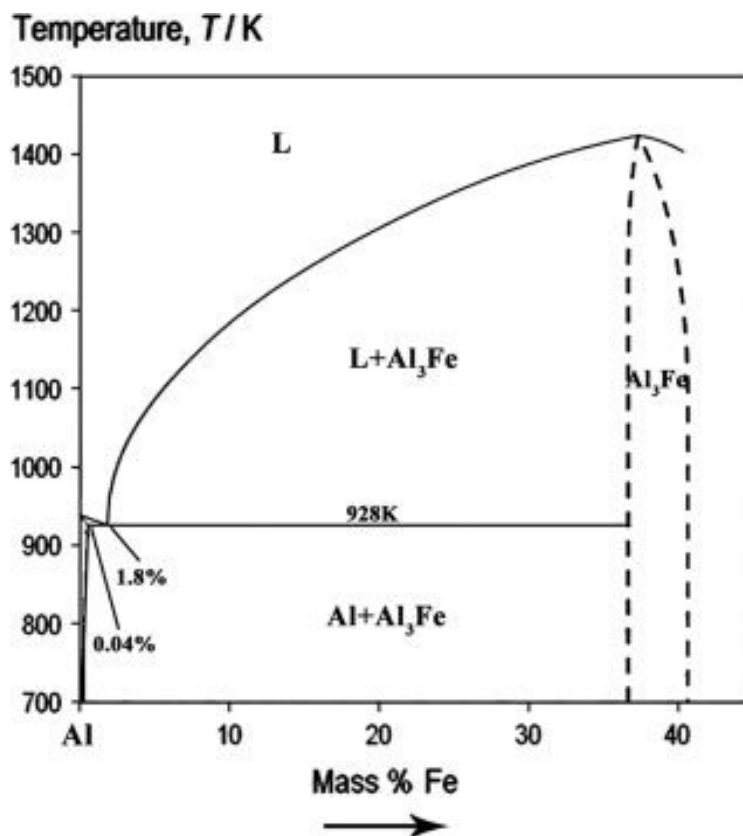
2.1.3 Al-Fe-Mn-Si systémy

Železo, křemík a mangan jsou nejčastějšími příměsemi či nečistotami přítomnými v hliníkových slitinách. Tyto příměsi a jejich koncentrace mají zásadní význam pro tvorbu eutektických příměsových fází a tedy i na výsledné mechanické vlastnosti hliníkových slitin v litém stavu [2, 3, 7]. V případě přítomnosti těchto příměsí ve slitině hliníku mluvíme o takzvaném kvaternárním systému. V tomto systému v závislosti na koncentraci jednotlivých příměsí mohou vznikat binární, terciární či kvaternární fáze obsahující hliník a jednu, dvě, či všechny tři příměsi.

Zobrazení vícedimenzionálního diagramu takového systému může být složité. Často se uvádí binární fázové diagramy jako řezy při jedné či dvou konstantních složkách. Jako příklad uvádíme fázový diagram systému Al-Fe (Obrázek 2.6).

Při nerovnovážném tuhnutí taveniny s koncentrací příměsí nad hranicí maximální rozpustnosti v pevném stavu vznikají v celém objemu taveniny jádra pevné látky, od nichž se proces tuhnutí šíří celým objemem, přičemž každá další utuhnutá vrstva je bohatší na příměsi nežli předchozí. Při styku dvou utuhlých oblastí pak vznikají eutektické částice s řádově vyšší koncentrací příměsí nežli v původní tavenině. Zároveň může dojít k přesycení hliníkové matrice příměsemi nad hranici rozpustnosti. Tvorba nerovnovážných částic i přesycení matrice je pro systém jevem energeticky nevýhodným.

Při postupném žíhání takto utuhlé slitiny dochází k odžihání přebytečných atomů rozpuštěných v matrici a přerozdělení a tvorbě nových částic, tentokrát již rovnovážných fází, které mají zpravidla zcela jinou morfologii, krystalografickou strukturu a stechiometrii [2, 7]. Velkou roli v tomto přerozdělení hraje vzájemný poměr koncentrace příměsových atomů. Eutektické fáze jsou obecně bohaté na železo vzhledem k jeho malé rozpustnosti v hliníkové matrici. Rozpustnost křemíku a manganu je o dva řády vyšší [9] a v závislosti na konkrétní slitině se v eutektických částicích nemusí vůbec vyskytovat, a to jak v litém tak ani vyžíhaném stavu.



Obrázek 2.6: Binární fázový diagram systému Al-Fe s nízkými koncentracemi Fe (převzato z [8]).

2.1.4 Fáze v systémech Al-Fe-Mn-Si

Fáze v systémech Al-Fe-Mn-Si jsou v současnosti intenzivně studovány. Dosa-
vadní výsledky udávají možné fáze, které se v námi zkoumaných slitinách mohou
s největší pravděpodobností vyskytovat.

Mezi tyto fáze patří například kubická a hexagonální fáze označovaná jako α – Al(Fe,Mn)Si ve slitinách s větším obsahem křemíku. Dále monoklinická fáze Al₃(Fe,Mn) či ortorombická Al₆(Fe,Mn) v systémech s vysokou koncentrací man-
ganu a železa. Monoklinická a ortorombická fáze se také často transformují na
hexagonální α – Al(Fe,Mn)Si [2, 7, 10–12]. Mřížové parametry těchto fází jsou v
Tabulce 2.1.

Fáze	a[nm]	b[nm]	c[nm]	α [°]	β [°]	γ [°]
kub. α – Al(Fe,Mn)Si	1.255	1.255	1.255	90	90	90
hex. α – Al(Fe,Mn)Si	1.241	1.241	2.624	90	90	120
Al ₃ (Fe,Mn)	1.549	0.808	1.248	90	107.72	90
Al ₆ (Fe,Mn)	0.744	0.646	0.878	90	90	90

Tabulka 2.1: Mřížové parametry očekávaných fází [13–16]

2.2 Krystalografická struktura a TEM

Vzhledem k charakteru práce má pro nás zásadní význam transmisní elektronová mikroskopie jakožto nástroj pro zobrazení mikrostruktury a analýzu fází. V následující části je uveden stručný úvod do krystalografie potřebný pro popis analyzovaných fází a metod zobrazení v TEM.

2.2.1 Krystalová mřížka

Krystal je obecně charakterizován pravidelným periodickým uspořádáním atomů v prostoru. K popisu využíváme trojrozměrné krystalové mřížky, jejíž uzlové body jsou popsány vektory r_m , pro něž platí:

$$r_m = u\vec{a} + v\vec{b} + w\vec{c}, \quad (2.6)$$

kde u, v, w jsou libovolná celá čísla a $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ jsou základní vektory krystalové mřížky. V prostoru existuje celkem 14 takzvaných Bravaisových mřížek. Kombinací báze a krystalové mřížky dostáváme krystalovou strukturu (prostorovou grupu). Báze je identické seskupení atomů, iontů či molekul v každém z mřížových bodů krystalové mřížky [17].

2.2.2 Krystalové roviny

Indexy rovin v obecném krystalovém systému získáme jako převrácené hodnoty délek úseků, které rovina vytíná na osách definovaných základními vektory mřížky. Výsledné převrácené hodnoty nazýváme Millerovými indexy, které značíme (hkl) . Je-li rovina rovnoběžná s některou z os, je výsledná převrácená hodnota rovna 0. Indexy $\{hkl\}$ ve složených závorkách značí všechny ekvivalentní roviny [17].

2.2.3 Poruchy krystalové mříže

Poruchy krystalové mříže dělíme dle charakteru na bodové, čárové, plošné a objemové podle toho, v kolika dimenzích jsou jejich rozměry větší než rozměry atomární. V naší práci jsou důležité atomy v substitučních polohách (bodové) a částice jiných fází (objemové) [5]. Ve vzorcích jsou také pozorovány dislokace (čárové) vznikající během plastické deformace vzorku, které však pro výsledky naší práce nemají podstatnější význam.

Přítomnost atomu příměsí v hliníkové matici je bodovou poruchou. Atom příměsí může být přítomen v substituční poloze namísto atomu hliníku či v intersticiální poloze mimo mřížové body matrice [5]. Existuje však hranice maximální rozpustnosti těchto příměsí (Tabulka 2.2). Při koncentraci příměsí v tavenině vyšší než je tato hraniční koncentrace považujeme slitiny z našeho systému za eutektické.

Prvek	Maximální rozpustnost v Al matrici [hm. %]
Fe	0.052
Mn	1.82
Si	1.65

Tabulka 2.2: Maximální rozpustnosti vybraných prvků v Al matrici v hmotnostních procentech [9]

2.2.4 Reciproká mřížka

Mezi Millerovými indexy a základními vektory $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ krystalové mřížky obecně neexistuje použitelný vztah. Definujeme-li vektory reciproké mřížky $\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*$ jako

$$\begin{aligned} \vec{a} \cdot \vec{a}^* &= 1 & \vec{a} \cdot \vec{b}^* &= 0 & \vec{a} \cdot \vec{c}^* &= 0 \\ \vec{b} \cdot \vec{a}^* &= 0 & \vec{b} \cdot \vec{b}^* &= 1 & \vec{b} \cdot \vec{c}^* &= 0 \\ \vec{c} \cdot \vec{a}^* &= 0 & \vec{c} \cdot \vec{b}^* &= 0 & \vec{c} \cdot \vec{c}^* &= 1, \end{aligned} \quad (2.7)$$

pak pro libovolnou krystalovou soustavu platí, že vektor reciproké mřížky

$$g_{hkl}^{\vec{}} = h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^* \quad (2.8)$$

je kolmý k rovině s Millerovými indexy (hkl) . Navíc, velikost tohoto vektoru je rovna převrácené hodnotě vzdálenosti d_{hkl} mezi dvěma sousedními krystalovými rovinami s těmito indexy

$$|g_{hkl}^{\vec{}}| = \frac{1}{d_{hkl}} \quad (2.9)$$

a úhel φ mezi rovinami s indexy (hkl) a $(h'k'l')$ je roven úhlu mezi odpovídajícími vektory reciproké mřížky [17].

2.2.5 Difrakce rychlých elektronů

V kvantové teorii platí, že s pohybující se částicí je spojena vlna o vlnové délce dané DeBroglieho vztahem [18]. Nás zajímá hlavně úhlová závislost vlny spojené s difraktovanými elektrony a její intenzita po rozptylu na skupině atomů tvořících vzorek.

Jelikož se rozptýlené vlny šíří od jednotlivých rozptylových center, tedy atomů vzorku, jako kulové, dochází v závislosti na fázovém posunu $\delta\vec{r}$ ke konstruktivní či destruktivní interferenci. Ke konstruktivní interferenci dochází, je-li fázový posun roven celočíselnému násobku vlnové délky. Tato podmínka se často píše pomocí takzvaného Braggova zákona

$$2d_{hkl} \sin \theta = n\lambda, \quad (2.10)$$

kde θ je úhel rozptylu, n je přirozené číslo a λ je vlnová délka dopadající vlny. Výsledný difrakční obrazec při pozorování je pak fourierovou transformací nábojových hustot všech atomů vzorku [19].

Při rozptylu vysokoenergetických elektronů dochází k takzvanému dopřednému rozptylu. Při dopředném rozptylu elektronů na vzorku převažuje výrazně

rozptyl do malých úhlů velikosti řádově jednotek mrad. Při takovém rozptylu je elastický rozptyl koherentní. Rozptylu elektronů se využívá v transmisní elektronové mikroskopii k zobrazení vzorku. Různé typy interakcí se vzorkem a konstrukce transmisního elektronového mikroskopu nám umožňuje různé módy zobrazení. Jelikož obraz v mikroskopu vzniká na fluorescenčním stínítku, CCD kaměře atd., mluvíme o různých zobrazeních jako o takzvaných kontrastech [17].

2.2.6 Rozptylový kontrast

Rozptylový kontrast vzniká částečnou eliminací pružně rozptýlených elektronů pomocí objektivové clony. Při elastickém rozptylu interagují dopadající elektrony s elektrostatickým potenciálem atomů, které je odklání od původní trajektorie. Při stejné tloušťce určité části vzorku je do větších úhlů nežli je aperturní úhel clony rozptýleno více elektronů, které prošly částí vzorku s větším atomovým číslem Z . Na stínítku pak vzniká kontrast tmavých a světlých míst, která odpovídají částem vzorku, která jsou tvořena těžšími či lehčími prvky. [17].

2.2.7 Difrakční kontrast

Difrakční kontrast je způsoben lokálními změnami amplitud vln spojených s elektrony, které jsou vzorkem difraktovány. Vzorek je natáčen do blízkosti Braggovy polohy. V důsledku symetrie však může být Braggova podmínka (2.10) splněna pro více difraktovaných svazků, například v blízkosti osy krystalové zóny. V takové orientaci je intenzita přímého svazku významně snížena a roste intenzita svazku difraktovaného. V obrazu pak vzniká kontrast tmavých a světlých míst odpovídajících částem vzorku, na jejichž struktuře dochází k difrakci větší či menší části dopadajících elektronů. Mezi částí vzorku, na nichž dochází k difrakci nepatří jen krystaly přítomných fází, ale také poruchy krystalové mříže, jako například dislokace, které v rozptylovém kontrastu pozorovatelné nejsou [17].

2.2.8 Difraktogram

Pro analýzu fází je třeba nalezení takzvaných difraktogramů. Difraktogram je zjednodušeně řečeno obrazem rozložení intenzit fourierovy transformace nábojové hustoty zkoumaného vzorku. V difraktogramu odpovídá každý bod reflexi od soustavy rovin. Vzdálenost této reflexe od primárního svazku je velikostí odpovídajícího vektoru v reciproké mříži, která je s mezirovinnou vzdáleností spojena vztahem (2.9) [17]. Při správně zvolené délce kamery je zaznamenaný obraz kalibrován měřítkem umožňujícím měření délek těchto vektorů.

2.3 Plynulé odlévání mezi válce

V následujících odstavcích uvádíme základní informace o metodě výroby kovových pásů metodou TRC, kterou byly vyrobeny všechny nám poskytnuté vzorky slitin.

TRC je metoda výroby kovových pásů, při níž je tavenina nanášena na vodou chlazené válce, na nichž tuhne a je následně válcována. V komerčním sektoru jsou touto metodou vyráběny pásy o tloušťce řádově jednotek milimetrů. Výhodou je

relativně tenký pás, nevýhodou je však nižší licí produktivita a omezená škála použitelných slitin [20].

Ochlazení taveniny probíhá na válcích velmi rychle, a proces tedy není rovnovážný. V tavenině tak vznikají částice nerovnovážných fází. Tyto částice jsou většinou rozloženy mezi jednotlivými oblastmi (zrny) utuhlé hliníkové matrice, jejichž velikost se výrazně liší v průřezu litého pásu. Obecně jemnější oblasti vznikají u povrchu pásu, kde byla tavenina v kontaktu s válci, a hrubší zrna vznikají uprostřed válcovaného pásu. Stejně tak uprostřed pásu vzniká větší počet kolonií eutektických částic. Nezbytným krokem výroby hliníkových fólií z TRC slitin je žíhání litých pásů při vysokých teplotách v průmyslových pecích s ochrannou atmosférou. Cílem tohoto žíhání je homogenizace struktury a složení pásu v rámci celého objemu (tomuto žíhání se také říká homogenizační žíhání) [21, 22].

2.4 Rezistometrie

Druhou metodou využitou při zkoumání našich materiálů je elektrická rezistometrie. V následující části proto uvádíme některé základní pojmy týkající se rezistivity v pevných látkách.

Rezistivita (též měrný elektrický odpor) ρ je fyzikální veličina charakterizovaná jako převrácená hodnota měrné elektrické vodivosti σ vystupující v Ohmově zákoně [23]:

$$\vec{j} = \sigma \vec{E} = \frac{1}{\rho} \vec{E}. \quad (2.11)$$

Rezistivita kovů je při pokojové teplotě určena převážně srážkami vodivostních elektronů s kmity krystalové mřížky kovu. Při teplotě kapalného helia (~ 4 K) jsou kmity mřížky zanedbatelné a rezistivita je určena převážně srážkami s poruchami krystalové mřížky. Četnosti srážek s kmity mřížky a srážek s poruchami krystalové mřížky a odlišnými fázemi jsou v prvním přiblížení navzájem nezávislé. Výslednou teplotně závislou rezistivitu pak lze napsat jako funkci termodynamické teploty T

$$\rho(T) = \rho_L(T) + \rho_i, \quad (2.12)$$

kde ρ_L je rezistivita způsobená srážkami s fonony a ρ_i je takzvaná zbytková rezistivita. Vztah (2.12) nazýváme Matthiessenovým pravidlem [23].

Uvažujeme-li, že se poruchy v systému vyskytují s nízkou koncentrací, lze opět v prvním přiblížení rozepsat člen $\rho_L(T)$ jako

$$\rho_L(T) = \sum_k \rho_k = \sum_k \beta_k c_k, \quad (2.13)$$

kde c_k je koncentrace poruch typu k a β_k je obecně teplotně nezávislý koeficient poruchy typu k . Při měření rezistivity reálných slitin se projeví změny mikrostruktury a fázové přechody jako odchylky od Matthiessenova pravidla [24].

V případě studia hliníkových slitin dochází vlivem přerozdělování příměsí k růstu či poklesu rezistivity v případě, že jsou tyto příměši rozpuštěné v hliníkové matici (Tabulka 2.3). K menším změnám rezistivity vzorku jako celku dochází v případě, že jsou příměši vázány v různých fázích.

Prvek	V matici [$\mu\Omega\cdot\text{cm}$]	Mimo matici [$\mu\Omega\cdot\text{cm}$]
Fe	2.56	0.058
Mn	2.94	0.34
Si	1.02	0.088

Tabulka 2.3: Průměrný nárůstu rezistivity pro příměši nacházející se ve zkoumaných slitinách připadající na jedno hmotnostní procento [9].

3. Experimentální metody

Při studiu jednotlivých slitin a fázových přechodů v nich nás zajímá především za jakých podmínek — v našem případě při jaké teplotě — tato transformace probíhá, jaká byla původní fáze, a jaká je koncová fáze. Tomu jsou přizpůsobeny použité experimentální metody.

3.1 Zkoumané materiály

Ke studiu byly použity hliníkové slitiny lišící se koncentrací příměsí. Všechny slitiny byly odlity metodou TRC na tloušťku 8 mm. Některé experimenty byly provedeny na TRC slitinách vyválcovaných na finální tloušťku 3 mm pro ověření, zdali má toto válcování vliv na transformaci přítomných primárních fází.

Vzorky slitin a chemické složení byly dodány firmou AIB Břidličná, a.s. Názvy slitin, názvy použitých pásů a obsah prvků ve slitinách jsou uvedeny v Tabulce 3.1. V tabulce uvádíme koncentrace dodané výrobcem pouze pro hlavní příměsí.

Slitina	Pás	Al[hm.%]	Fe[hm.%]	Mn[hm.%]	Si[hm.%]	Ti[hm.%]
8079	A315	bal.	1.0568	0.0031	0.0580	0.0270
8006	A325	bal.	1.2885	0.3907	0.0341	0.0255
1200	C340	bal.	0.3503	0.0016	0.3689	0.0193
MIX	E256	bal.	0.7731	0.0023	0.0321	0.0265

Tabulka 3.1: Tabulka zastoupení hlavních příměsí ve zkoumaných slitinách

Slitina A315 se vyznačuje vysokým poměrem železa k dalším příměsem. Slitina A325 se vyznačuje nejvyšším procentem manganu v tavenině, stejně jako nejvyšším množstvím železa. Slitina C340 se vyznačuje nejvyšším procentem křemíku v tavenině, přičemž poměr železa ku křemíku je v případě této slitiny řádově nižší nežli u ostatních zkoumaných slitin. Nově vyvinutá slitina MIX, označena jako E256, je co se vzájemného poměru příměsí týče nejblíže slitině A315, přičemž slitina MIX má celkově nižší procento příměsových atomů. Všechny slitiny zároveň obsahují malé množství titanu, který však nemá vliv na procesy studované při homogenizaci.

Následně se budeme v textu na jednotlivé materiály odkazovat pro přehlednost pomocí názvů pásů, který se nejčastěji užívá i u průmyslového partnera.

3.2 Rezistometrie

In-situ měření elektrického odporu v průběhu lineárního ohřevu nám umožňuje určit závislosti teplotní oblasti, ve které dochází k výrazným přeskupením příměsových atomů (a tím i změnám rezistivity). Pro zvýraznění se používá normovaná derivace této závislosti. Lokální maxima a minima v této závislosti jsou odchylkou od Matthiessenova pravidla a reflektují změnu koncentrace poruch v krystalové mřížce či fázové transformace uvnitř vzorku [23].

Pro rezistometrická měření byly vyrobeny vzorky o velikosti přibližně 100x10x0,2 mm³. Vzorky byly žíhány od pokojové teploty až po teplotu 600 °C.

Žíhání probíhá ve speciální peci, kterou lze napustit argonovou atmosférou, která zabraňuje oxidaci při vyšších teplotách [25]. Měření odporu čtyřbodovou metodou s komutováním proudu bylo realizováno na aparatuře osazené přístroji firmy Keithley, přičemž napětí na vzorku bylo měřeno nanovoltmetrem Keithley 2182 s rozlišením 1 nV. Nastavená hodnota proudu během měření byla $I=(500\pm 5)$ mA.

3.3 Transmisní elektronová mikroskopie

Studium materiálů pomocí transmisní elektronové mikroskopie bylo provedeno na mikroskopu JEOL JEM 2000FX při urychlovacím napětí 200 kV. Vzorky ve tvaru kruhových disků o průměru 3mm byly vyraženy z plíšků o tloušťce 0,1 mm. Tyto plíšky byly vyrobeny z původních pásů broušením na metalografických bruskách. Disky byly elektrolyticky leštěny v 30 % roztoku HNO_3 v metanolu o teplotě -20°C při napětí na elektrodách 16,5 V. Ve střední části byly disky ztenčeny natolik, že je možný průchod svazku elektronů skrz vzorek. Elektrolytické leštění bylo provedeno na přístroji Tenupol 5.

V transmisním elektronovém mikroskopu byl obraz zaznamenán pomocí vestavěné kamery Veleta, která umožňuje záznam obrazu i difraktogramů. Během in-situ experimentů lze také zaznamenat film o nízkém počtu snímků za sekundu. In-situ TEM pozorování bylo většinou prováděno při teplotách nad 300°C až po teplotu, při které došlo k transformaci primárních fází, nejvýše však 600°C . Ohřev probíhal v ohřívacím držáku s regulací teploty pomocí regulátoru s kalibrovaným termočlánkem s krokem o velikosti $25^\circ\text{C}/5$ min. Analýza fází (získání difraktogramů) byla provedena pomocí držáku s dvojným náklonem s beryliovou matkou, který umožňuje náklon vzorku ve dvou navzájem kolmých osách.

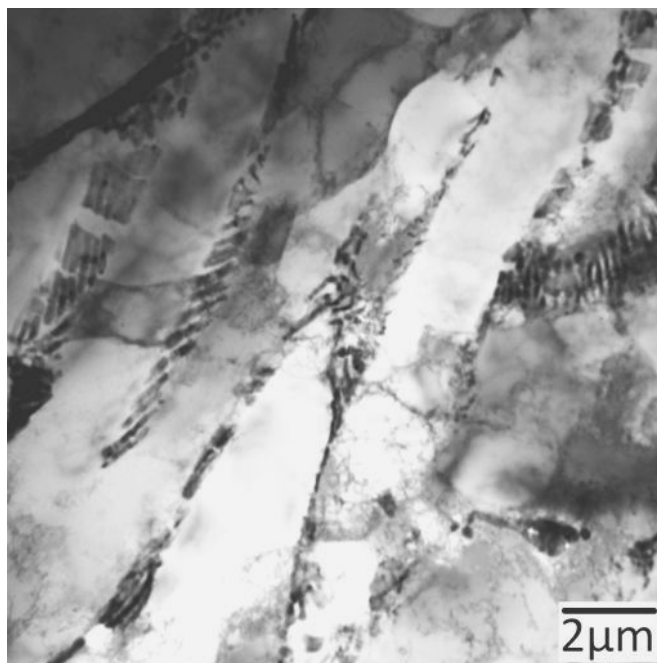
4. Výsledky měření a jejich diskuze

4.1 Mapování výchozích stavů litých slitin

Na makroskopické úrovni jsou jednotlivé slitiny navzájem nerozeznatelné, jelikož jsou tvořeny převážně hliníkem, a liší se od sebe mikrostrukturou. Cílem našich pozorování je zjistit rozložení a koncentraci primárních fází. V této části se zabýváme pouze mapováním slitin, které budeme dále nazývat litými - tedy jsou ve stavu po TRC.

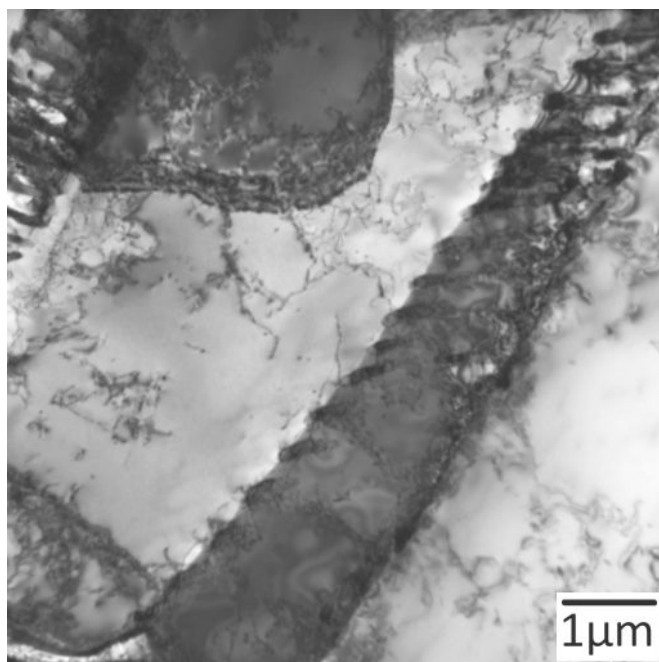
4.1.1 Slitina A315

Ve slitině A315 pozorujeme eutektické kolonie částic primárních fází tvaru tyčinek o délkách řádově jeden μm . Samotné kolonie se nachází na hranicích podlouhlých buněk o délce řádově až desítek μm a šířce jednotek μm . V místech styku několika buněk se tvoří kolonie s větší objemovou frakcí. Ve správně nakloněných zrnech jsou také pozorovatelné dislokace, které mohou vzniknout vlivem pnutí při chladnutí pásu nebo při průchodu pásu mezi válci (Obrázek 4.1, 4.2). Při větším přiblížení lze rozlišit i jednotlivé částice, které v menším přiblížení splývají v jednu delší částici (Obrázek 4.3).

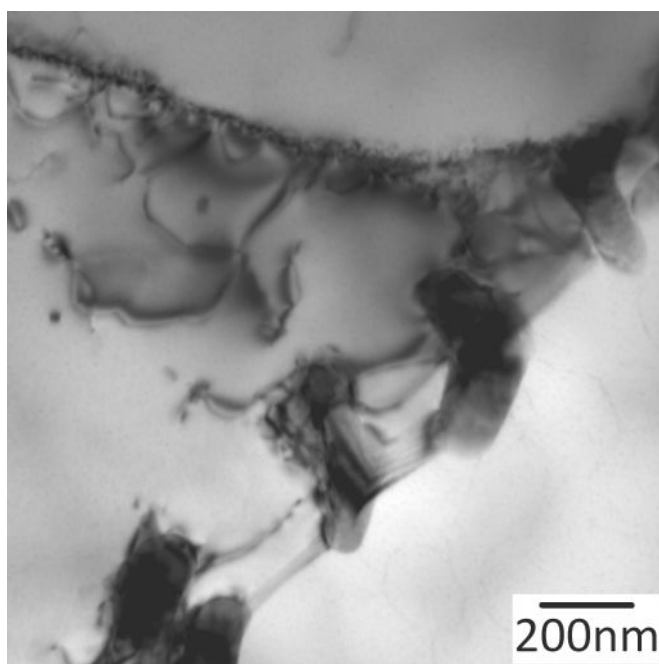


Obrázek 4.1: Výchozí stav slitiny A315 v místě vybraném pro in-situ TEM pozorování.

Přestože jednotlivé částice v koloniích nejsou orientovány do jednoho preferovaného směru, vytváří buňky, které jsou protaženy ve směru TRC odlévání.



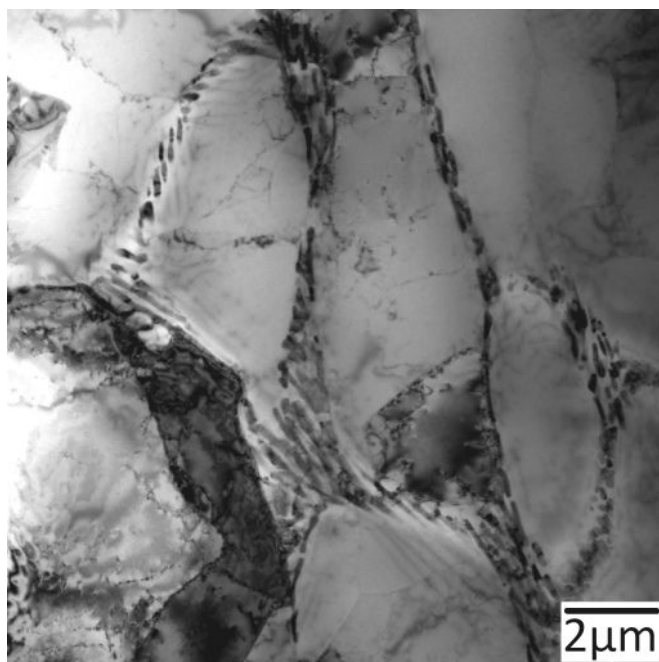
Obrázek 4.2: Distribuce primárních fází na hranicích zrn ve slitině A315.



Obrázek 4.3: Detail distribuce částic ve slitině A315.

4.1.2 Slitina A325

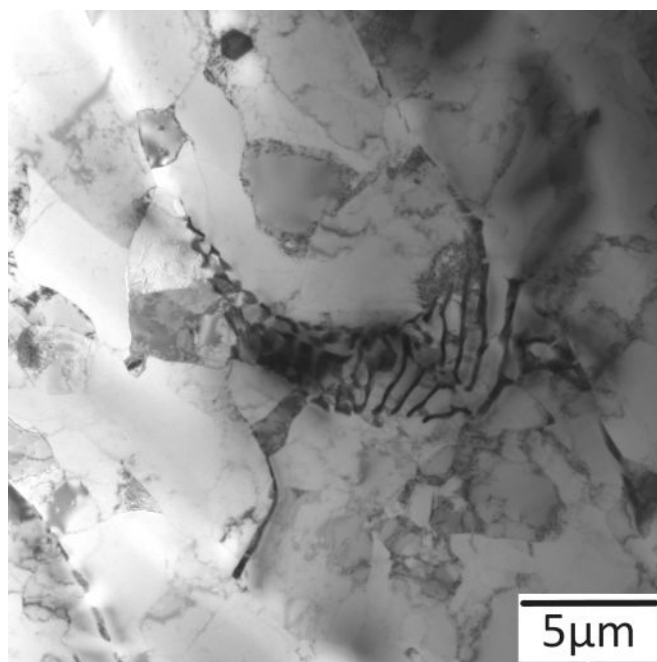
Struktura slitiny A325 se od slitiny A315 v nevyžíhaném stavu téměř neliší. Vyšší procento manganu (Tabulka 3.1), který je však dobrým substituentem železa v Al-Mn-Fe strukturách, a který má navíc vysokou rozpustnost v hliníku, tvorbu částic tvořící kolonie výrazně neovlivní. Nepozorujeme tedy znatelné rozdíly mezi těmito strukturami v rozměru částic, jejich hustotě či tvaru buněk (Obrázek 4.4).



Obrázek 4.4: Výchozí stav slitiny A325 v místě vybraném pro in-situ TEM pozorování.

4.1.3 Slitina C340

Řádově vyšší procento křemíku v tavenině slitiny C340 má za následek tvorbu hrubších částic podobného tvaru, ale větších rozměrů nežli v případě slitin A315 a A325 (Obrázek 4.5). Částice jsou znatelně delší, stále však tvoří kolonie, jejichž frakční objem je na první pohled zřetelně nižší než u předchozích slitin.

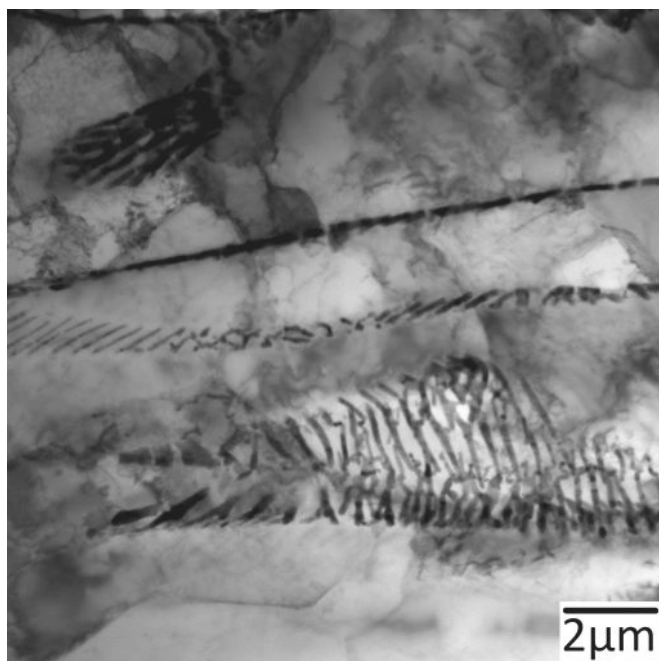


Obrázek 4.5: Výchozí stav slitiny C340 v místě vybraném pro in-situ TEM pozorování.

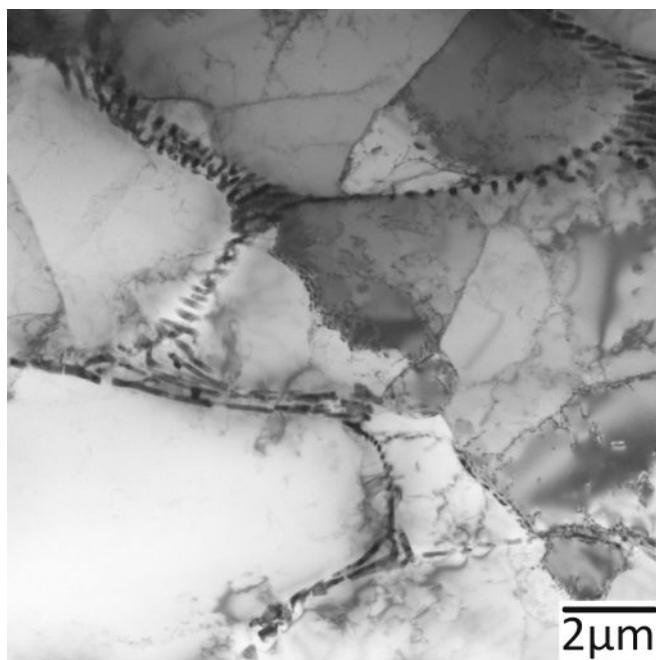
Tyto kolonie se také na rozdíl od předchozích slitin vyskytují v matrici spíše izolovaně a netvoří spojitou síť buněk. S největší pravděpodobností je to důsledek nízké koncentrace železa a relativně vysoké rozpustnosti křemíku v matrici.

4.1.4 Slitina E256

Slitina E256 je slitinou s podobným poměrem železa k ostatním příměsem, podobně jako tomu bylo v případě slitiny A315. Nízký obsah křemíku vede ke tvorbě podlouhlých částic rozměrově a tvarově srovnatelných s částicemi vzniklými ve slitinách A315 a A325. Stejně znaky vykazují i kolonie a jejich orientace (Obrázek 4.6). Vysoký obsah železa, vede k hustotě kolonií vyšší nežli v případě slitiny C340, avšak vzhledem k celkovému množství příměsí (Tabulka 3.1) je tato hustota menší a nehomogennější než v případě A315 a A325 (Obrázek 4.7).



Obrázek 4.6: Výchozí stav slitiny E256 v místě vybraném pro in-situ TEM pozorování.



Obrázek 4.7: Výchozí stav slitiny E256 v místě s nízkou hustotou eutektických kolonií v objemu.

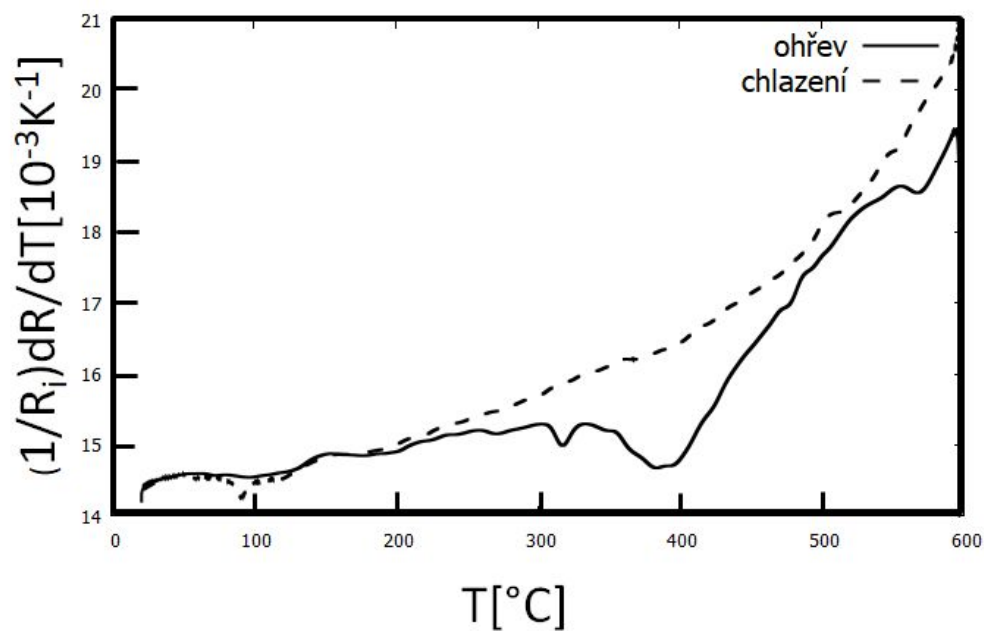
4.2 Výsledky elektrické rezistometrie

Elektrická rezistometrie a její výsledky nám slouží jako orientační měření, v němž odchylky od Mathiessenova pravidla indikují oblasti ve kterých dochází k výraznějším změnám v rozložení příměsí ve slitině. Vyhodnocením výsledků rezistometrie lze určit vhodný rozsah teplot pro následná in-situ pozorování v elektronovém mikroskopu.

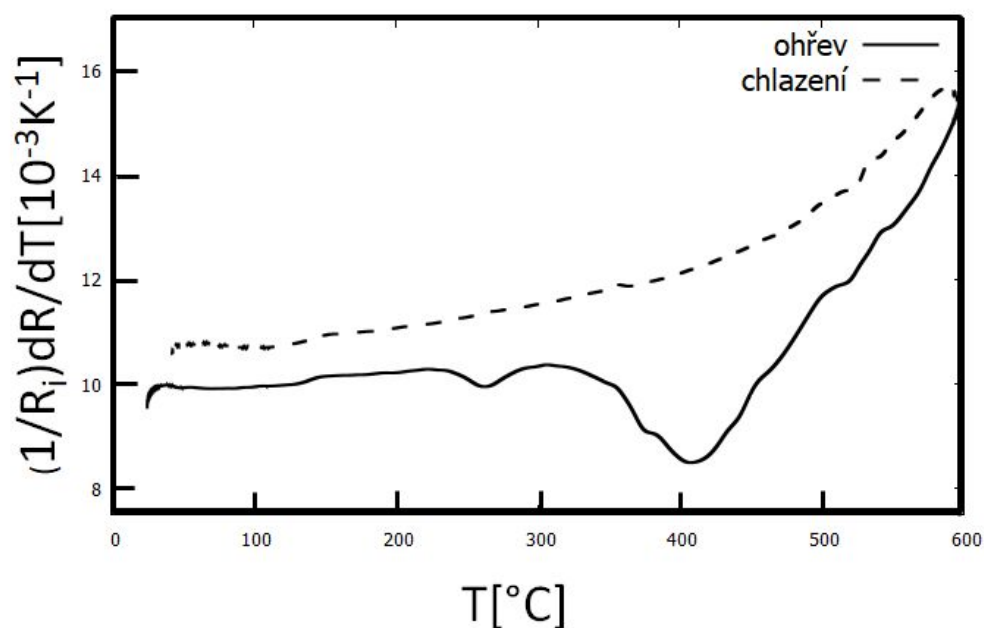
Měření obsahují dvě křivky, a to křivky výsledků naměřených při ohřevu a následném ochlazení vzorku. Křivka naměřená při ochlazení slouží k ověření, zdali změny mikrostruktury vzorku byly vratné či nevratné, přičemž proběhnuté nevratné změny se při ochlazení již neprojeví odchylkou od Mathiessenova pravidla.

Z grafů je zřejmé, že slitiny A315, A325 a E256 (Obrázky 4.8, 4.9, 4.10) reagují na žíhání podobně. Výrazně odlišné chování vykazuje slitina C340 (Obrázek 4.11), což je zřejmě zapříčiněno velkým procentem křemíku, který je ve slitině přítomen. V případě všech slitin pozorujeme největší odchylky od Mathiessenova pravidla až při teplotách v okolí 300 °C a výše. Vzhledem k zaměření práce na homogenizační procesy volíme tuto teplotu jako počáteční teplotu pro in-situ TEM žíhání vzorků. Nicméně, pro ověření procesů probíhajících při nižších teplotách byla provedena měření na slitině A315 již od 100 °C.

Průběhy křivek při ochlazování ukazují, že všechny procesy probíhající při ohřevu vzorku jsou nevratné.

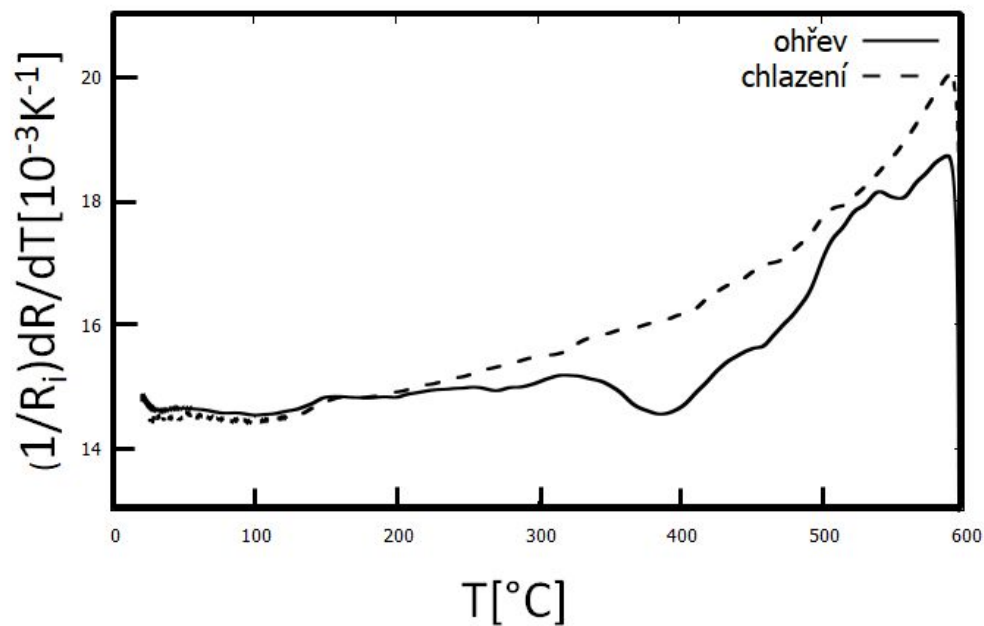


Obrázek 4.8: Derivovaná křivka rezistivity slitiny A315 při jejím ohřevu na 600 °C a následném ochlazení na pokojovou teplotu.

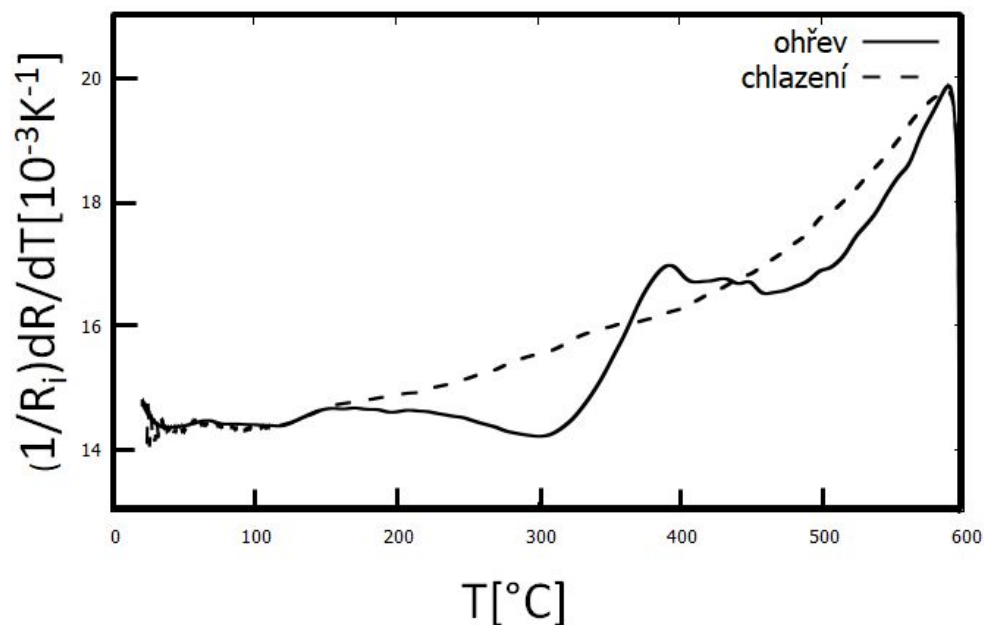


Obrázek 4.9: Derivovaná křivka rezistivity slitiny A325 při jejím ohřevu na 600 °C a následném ochlazení na pokojovou teplotu.

Křivky derivací rezistivit (Obrázek 4.8-4.11) jsou určeny výpočtem z hodnot derivací odporu vydělených hodnotou R_i odporu na počátku měření.



Obrázek 4.10: Derivovaná křivka rezistivity slitiny E256 při jejím ohřevu na 600 °C a následném ochlazení na pokojovou teplotu.



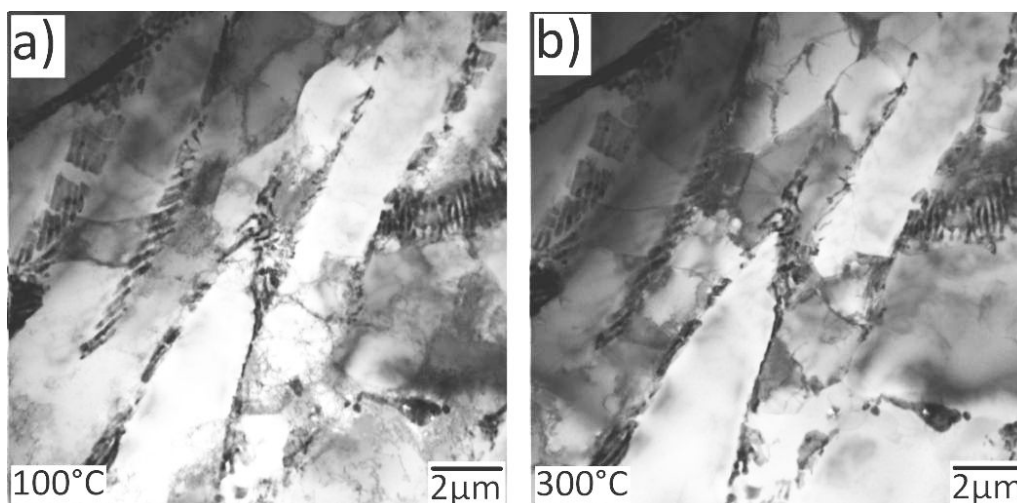
Obrázek 4.11: Derivovaná křivka rezistivity slitiny C340 při jejím ohřevu na 600 °C a následném ochlazení na pokojovou teplotu.

4.3 In-situ žhání litých materiálů v TEM

Stejně jako v části 4.1 se zabýváme nejprve studiem litých materiálů bez další deformace. Cílem je ověření teplotního intervalu, ve kterém dochází k transformaci částic, a určení dynamiky a charakteru probíhajících změn.

4.3.1 Slitina A315

Žíhání provádíme pro první vzorek již od teploty 100 °C (Obrázek 4.12 a)). Až po teplotu 300 °C však nepozorujeme žádné významné změny mikrostruktury s výjimkou zotavení dislokační substruktury (Obrázek 4.12 b)). Toto zotavení je nejlépe pozorovatelné ve velkých zrnech hliníkové matrice.

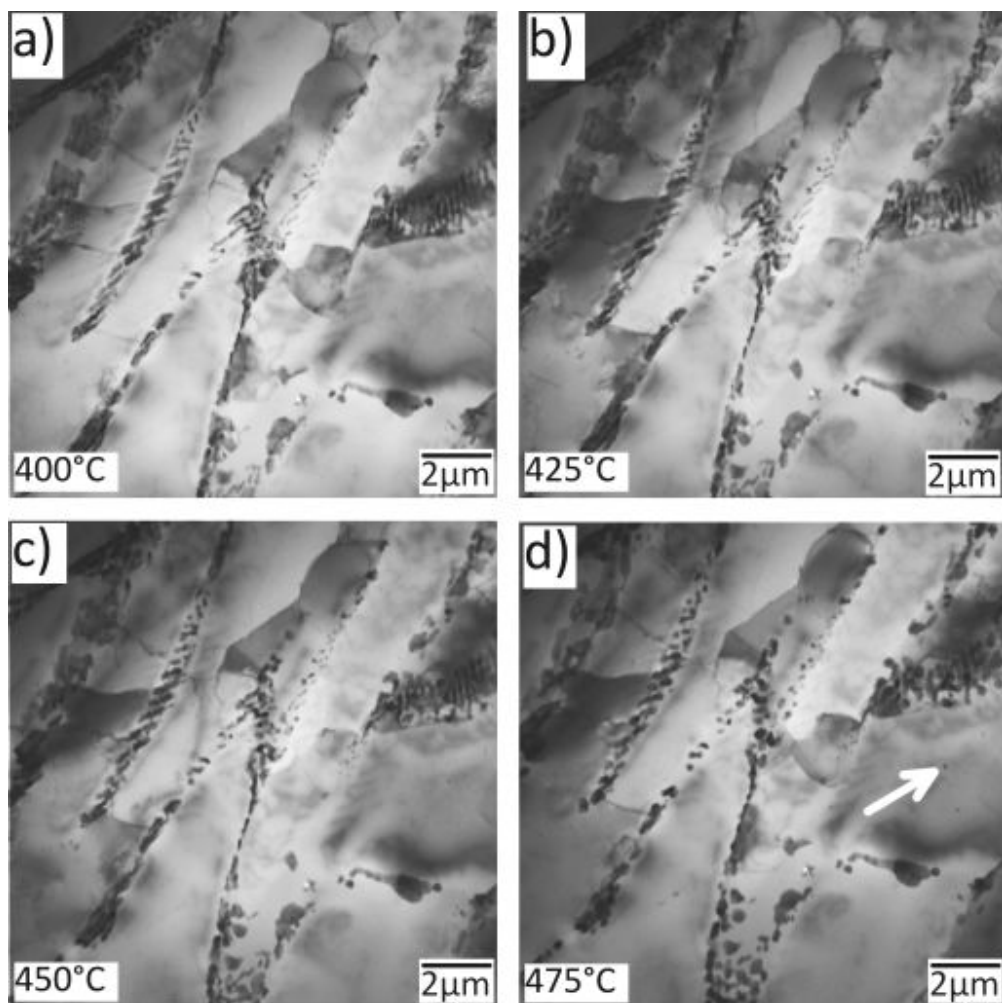


Obrázek 4.12: Mikrostruktura slitiny A315 během žíhání při teplotách 100 °C a 300 °C.

Podle výsledků rezistometrie očekáváme nejvýraznější změny mikrostruktury mezi teplotami 300 °C a 400 °C. Kromě doběhu zotavování dislokační substruktury však žádné výrazné změny pozorovány nebyly. Může se tedy jednat o změny mikrostruktury jednotlivých částic a změnu nasycení hliníkové matrice. Vzhledem k tomu, že na změny rezistivity má největší vliv koncentrace příměsí v matrici (Tabulka 2.3) a pozorované poklesy v derivacích rezistometrických křivek jsou většinou spojeny s úbytkem příměsí v matrici, lze předpokládat, že nejspíše dochází k difuzi příměsových atomů k již existujícím částicím a snížení jejich koncentrace v matrici. Podobné děje byly pozorovány např. ve slitinách typu 3003 [26]. Při žíhání vzorku na teploty v okolí 400 °C a výše však začne docházet k rozpadu a transformaci tyčinkovitých částic na částice kulovitého tvaru, které nadále zůstávají rozmístěny v původních koloniích (Obrázek 4.13 a) - c)). Tento proces vrcholí při teplotě 475 °C při níž došlo k transformaci původních částic na částice nové, přičemž se výrazně změnil jejich tvar, ne však frakční podíl. Uspořádání částic v koloniích na hranicích buněk se výrazně nezměnilo oproti původnímu uspořádání (Obrázek 4.13 d)). Avšak při teplotě 450 °C pozorujeme tvorbu nových sekundárních částic mimo původní kolonie, jejichž objemová frakce postupně narůstá (jedna je označena šipkou při teplotě 475 °C).

Při dalším žíhání dochází k nárůstu částic mimo původní kolonie (Obrázek 4.14 a)). Tento nárůst pokračuje, spolu se spojováním částic v koloniích v nové větší částice až po teplotu 550 °C (Obrázek 4.14 b)). Při žíhání nad tuto teplotu pak dojde k velmi prudkému přerostnutí a nahrubnutí sekundárních částic na hrubé částice (Obrázek 4.14 c)) s velikostí řádově jednotek μm (Obrázek 4.14 d)).

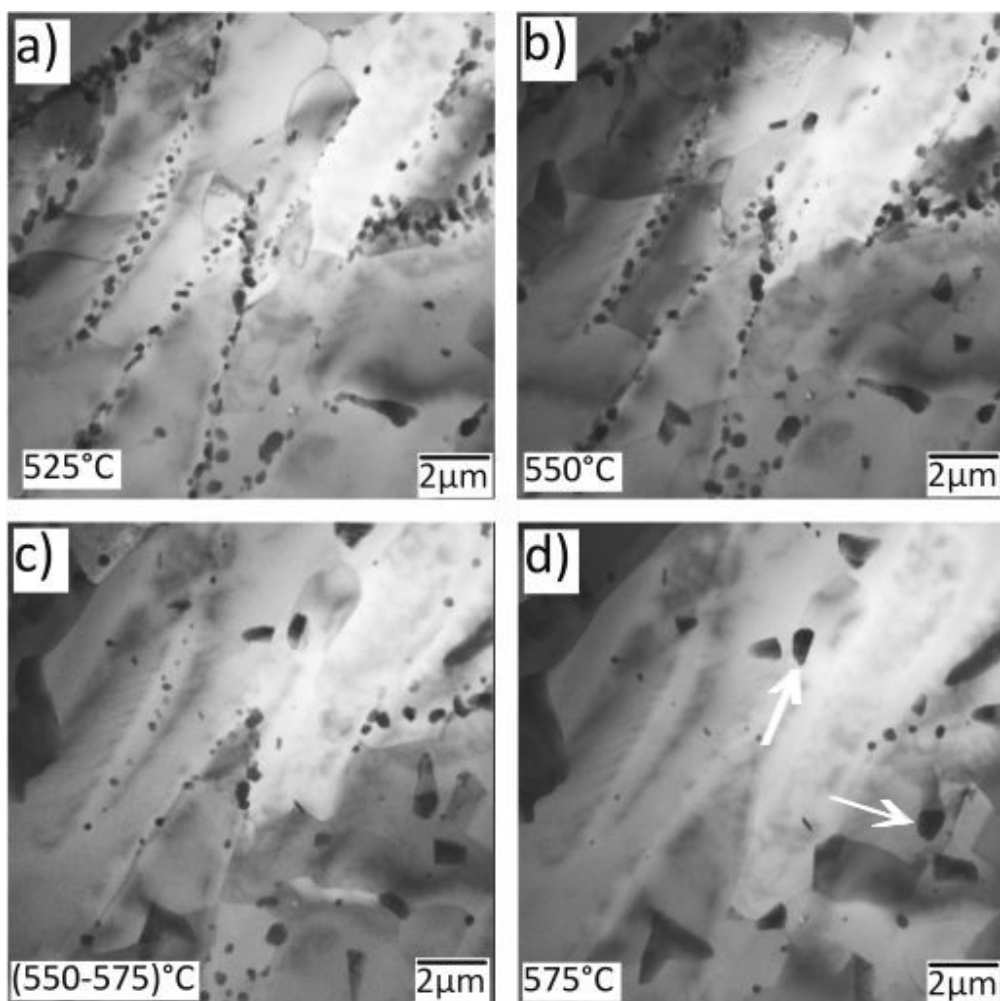
Obrázek 4.14 d) je snímkem z filmu točeného během zvyšování teploty z 550 °C na 575 °C. Proto uvádíme teplotu jako interval při němž byl snímek pořízen. Tato notace bude případně dále použita i u ostatních slitin.



Obrázek 4.13: Průběh transformace částic primárních fází slitiny A315. Šipkou je označena nově narůstající částice sekundární fáze.

Žíhání bylo na teplotě 575 °C zastaveno, aby nedošlo k destrukci vzorku a mohly být později analyzovány částice sekundárních fází.

Porovnání s výsledky elektrické rezistometrie (Obrázek 4.8) ukazuje, že lokální minima (inflexní body) v grafu derivací při teplotě nad 470 °C odpovídají rozpadu primárních tyčinkovitých částic a jejich transformaci na částice kulovité. Výraznější pokles nad 550 °C odpovídá nahrubnutí a téměř úplnému rozpouštění primárních fází a tvorbě fází sekundárních.

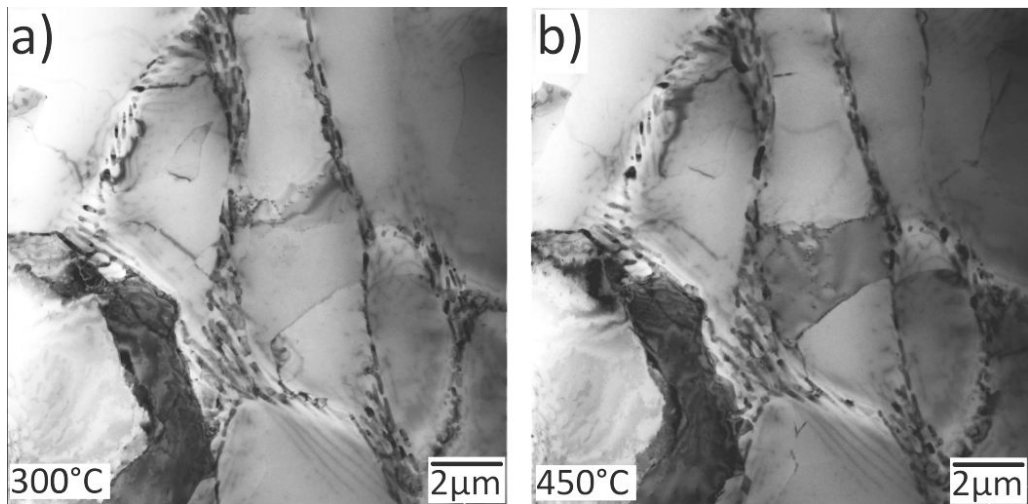


Obrázek 4.14: Průběh rozpouštění částic primárních fází a nahrubnutí částic sekundárních fází ve slitině A315. Šipkami jsou označeny některé nahrubnuté částice sekundárních fází.

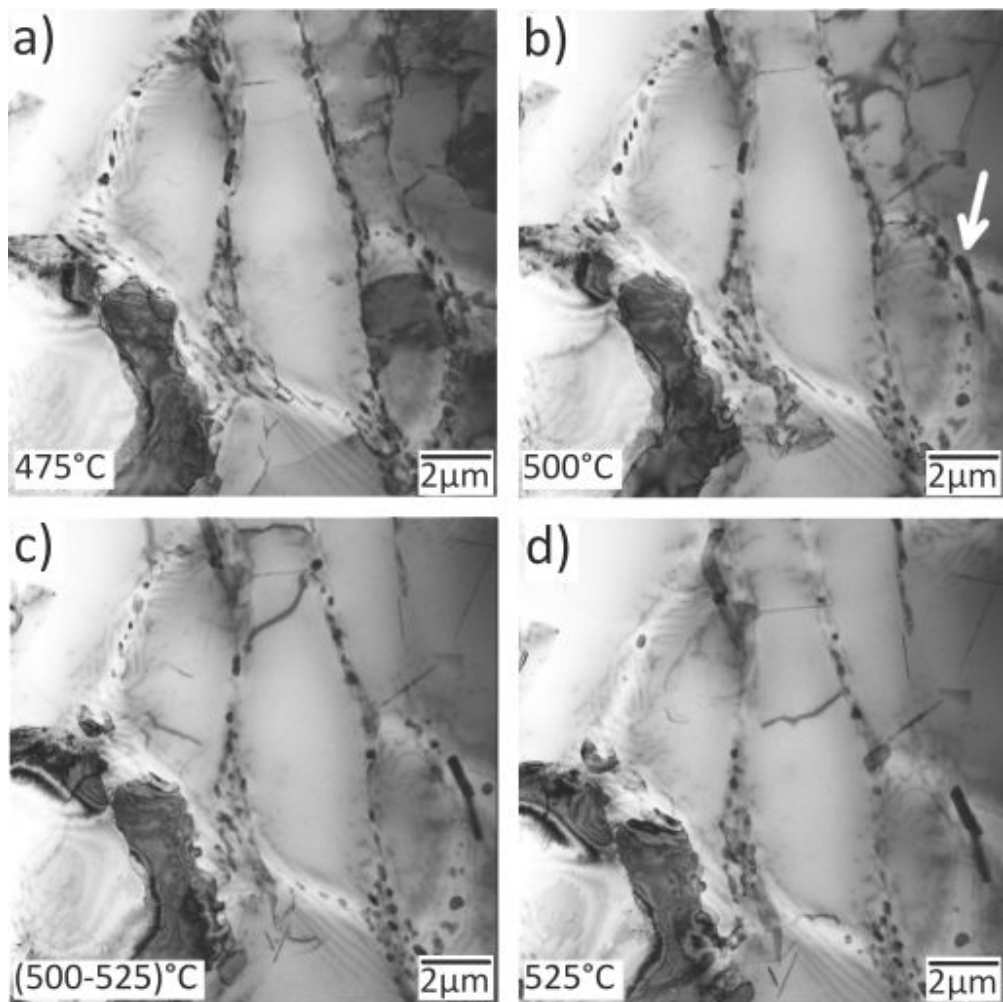
4.3.2 Slitina A325

V případě slitiny A325 a ostatních zbývajících slitin již předpokládáme, že při vyžhání na teplotu nižší nežli $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ dochází jen k zotavení dislokační substruktury a podrobné sledování mikrostrukturních změn pod touto teplotou bylo vynecháno. Z výsledků rezistometrie pro tuto slitinu (Obrázek 4.9) očekáváme výraznější změny struktury nad $350\text{ }^{\circ}\text{C}$. Na rozdíl od slitiny A315 (Obrázek 4.8) je minimum poklesu až za hranicí $400\text{ }^{\circ}\text{C}$. Tento posun je pravděpodobně způsoben větším procentem manganu přítomném ve slitině. Avšak podobně jako ve slitině A315 dochází ve vzorku vyžháném na $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ pouze k zotavení dislokací (Obrázek 4.15 a)), následně až do teploty $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ nejsou patrné žádné strukturní změny (Obrázek 4.15 b)).

Při dalším žhání se začnou obdobně jako v případě slitiny A315 primární tyčinkovité částice v koloniích rozpadat na kulovité částice (Obrázek 4.16 a)). K výraznému rozpadu pak dochází až při teplotách $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ a výše (Obrázek 4.16 b)) přičemž zároveň pozorujeme nárůst sekundárních hrubých destičkovitých částic v blízkosti hranic buněk (jedna z nich je označena šipkou). Dalším žháním dochází k nárůstu těchto sekundárních částic (Obrázek 4.16 c), d)) opět v blí-



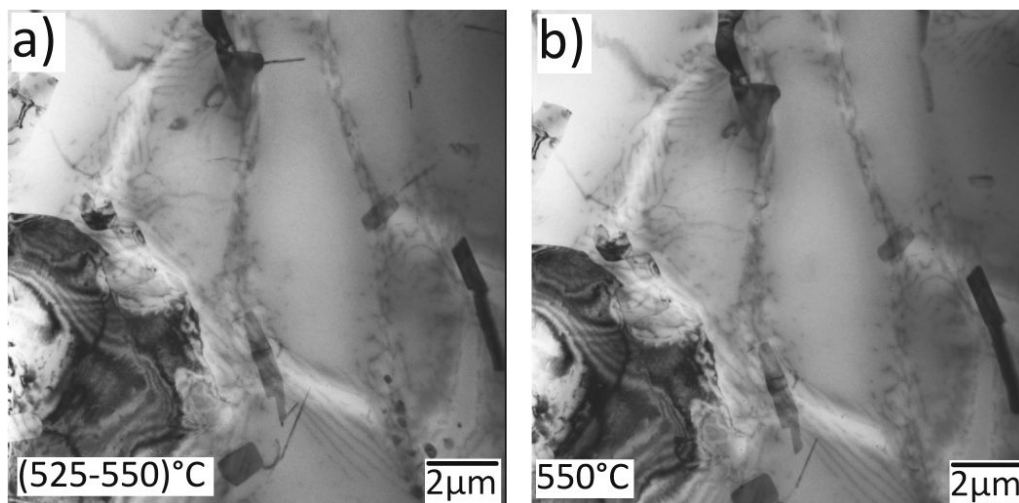
Obrázek 4.15: Mikrostruktura slitiny A325 během žíhání při teplotách 300 °C a 450 °C.



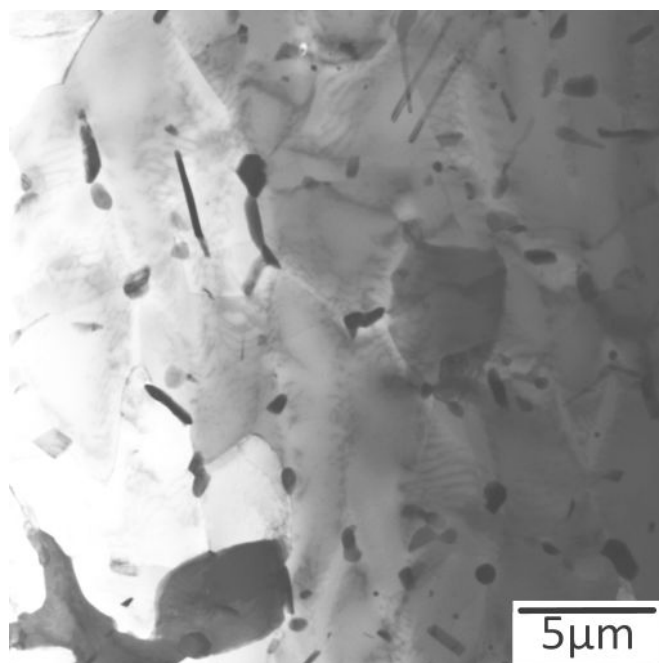
Obrázek 4.16: Průběh rozpouštění částic primárních fází slitiny A325. Šipkou je označena narůstající částice sekundární fáze.

kosti původních kolonií. Nové částice se většinou nevytvářejí uvnitř původních buněk. Souběžný průběh rozpouštění částic primárních fází v koloních a hrubnutí

částic sekundárních fází je nejintenzivnější při teplotách 525 – 550 °C (Obrázek 4.17). Při těchto teplotách dojde k úplnému rozpuštění původních částic v objemu vzorku a ke spojení všech malých kulovitých částic ve finální tyčinkovité nebo destičkovité částice (Obrázek 4.18).



Obrázek 4.17: Průběh rozpouštění částic primárních fází a nahrubnutí částic sekundárních fází slitiny A325.



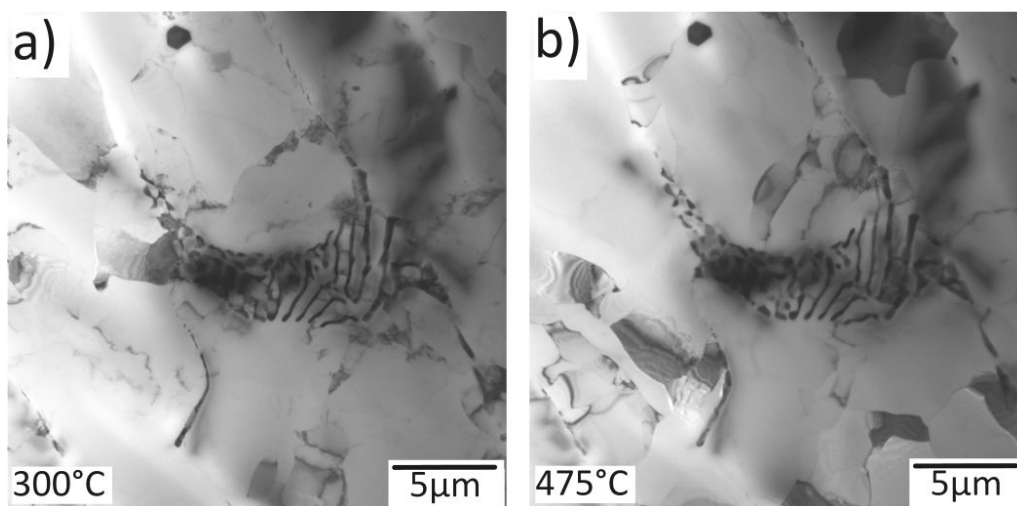
Obrázek 4.18: Mikrostruktura slitiny A325 po vyžhání na teplotu 600 °C.

Ve vyžháném stavu slitiny A315 (Obrázek 4.14 d)) jsme pozorovali více tvarů částic v místě vybraném pro in-situ pozorování. Podobně je tomu i v případě této slitiny, v níž na přehledovém snímku (Obrázek 4.18) pozorujeme částice různých velikostí a délek, které jsou však rozměrově výrazně větší nežli původní částice v nevyžháném stavu (Obrázek 4.4).

4.3.3 Slitina C340

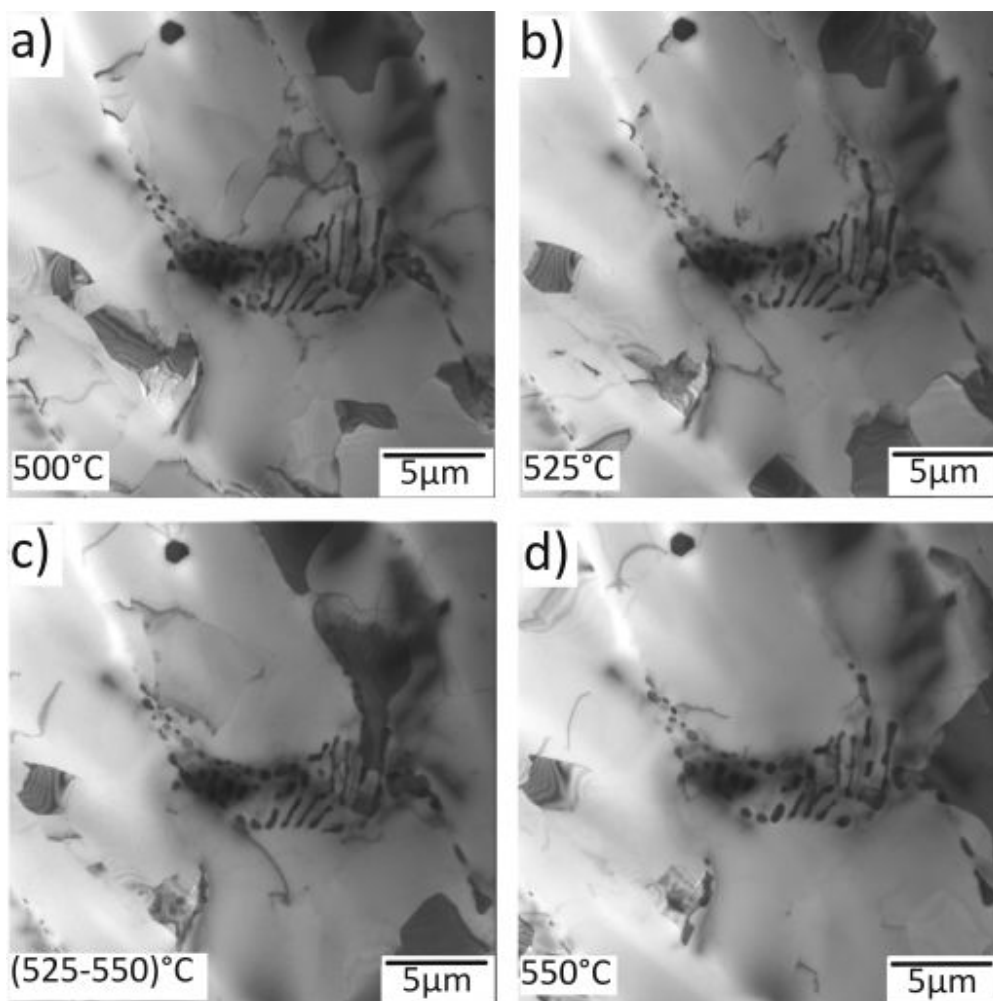
Slitina C340 vykazuje v rezistometrických měřeních (Obrázek 4.11) nejrozdílnější chování v porovnání s ostatními slitinami. Při bližším zkoumání však docházíme k závěru, že počet lokálních minim (inflexních bodů) je obdobný jako u předchozích slitin, a zřejmě tedy odpovídá změně struktury částic primárních fází a jejich následnému rozpadu. Avšak k těmto změnám dochází u jiných teplot. Důvodem pro toto rozdílné chování je přítomnost velkého procenta křemíku, který ovlivňuje tvorbu fází a jejich transformaci jinak nežli mangan a železo. Vzhledem k velikosti částic v pozorované kolonii jsou pozorování provedena při menším zvětšení.

Oproti ostatním slitinám (s výjimkou zotavení dislokací (Obrázek 4.19 a)) ke změně morfologie částic primárních fází nedochází ani při teplotě 475 °C (Obrázek 4.19 b)). Následně dochází k intenzivní transformaci tyčinkovitých částic na částice kulovité až nad teplotou 500 °C (Obrázek 4.20).

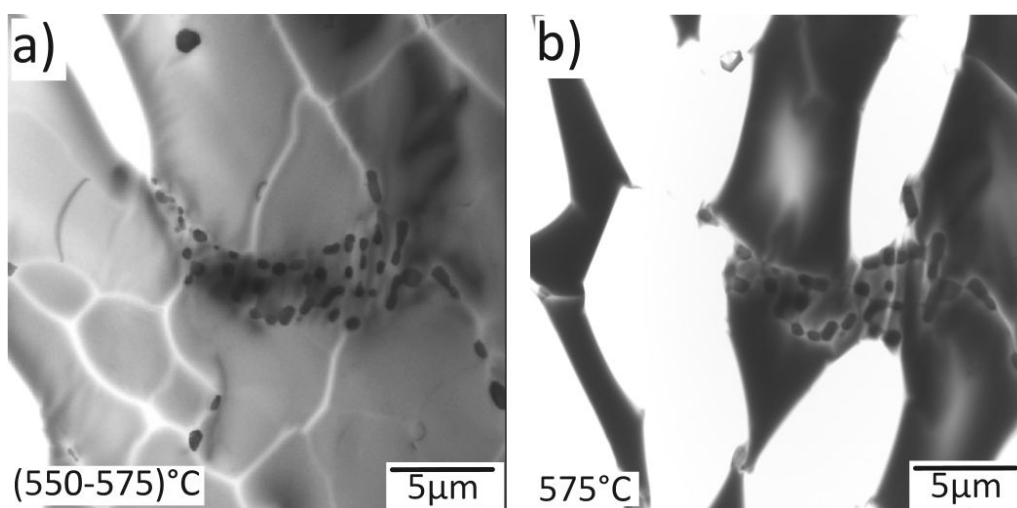


Obrázek 4.19: Mikrostruktura slitiny C340 při žíhání při teplotách 300 °C a 475 °C.

Během transformace dochází k hrubnutí a sferoidizaci původních částic a rozpuštění některých menších částic v koloniích. Tento proces vyvrcholí při žíhání nad teplotu 550 °C. Nedojde však k úplnému přerozdělení v hrubé částice, jelikož již před dosažením teploty 575 °C dojde k destrukci vzorku ve formě poničení okolí vyleptané díry (Obrázek 4.21). Přetransformované částice tedy vznikly částečným rozpouštěním a hrubnutím primárních fází, ke tvorbě nových částic v objemu vzorku mimo původní kolonie nedošlo. Vzhledem k velikosti původních částic jsou tyto částice rozměrově srovnatelné s částicemi ve vyžíhaných vzorcích předchozích slitin.



Obrázek 4.20: Průběh transformace částic primárních fází slitiny C340.



Obrázek 4.21: Průběh destrukce vzorku slitiny C340 při in-situ žhání nad teplotu 550 °C.

V porovnání s výsledky elektrické rezistometrie (Obrázek 4.11) opět předpokládáme, že pozorované minimum pod teplotou 400 °C je výsledkem vnitřní transformace jednotlivých částic a změny jejich stechiometrie, přičemž změna

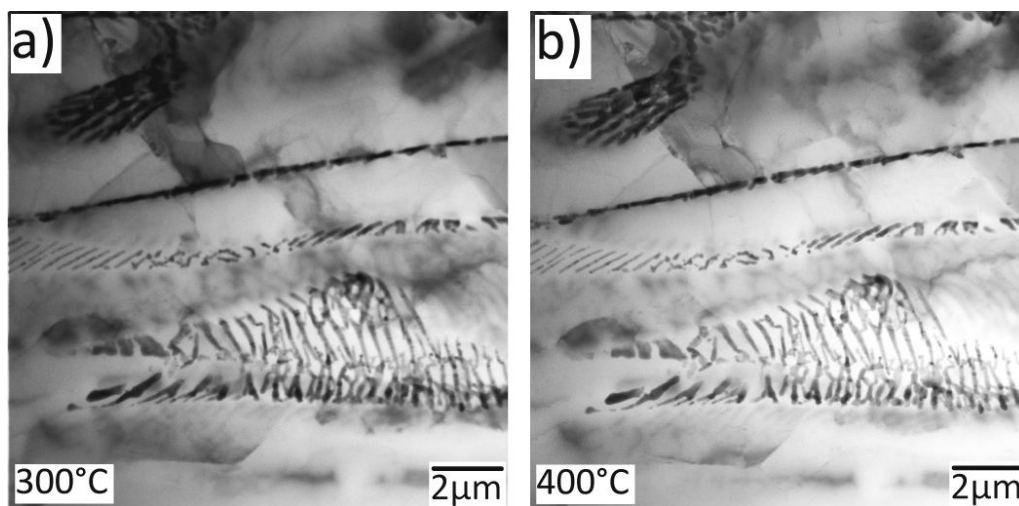
tvaru částic a následné přerozdělení je spojeno až s lokálním minimem nad teplotou 450 °C a inflexním bodem kolem teploty 500 °C.

4.3.4 Slitina E256

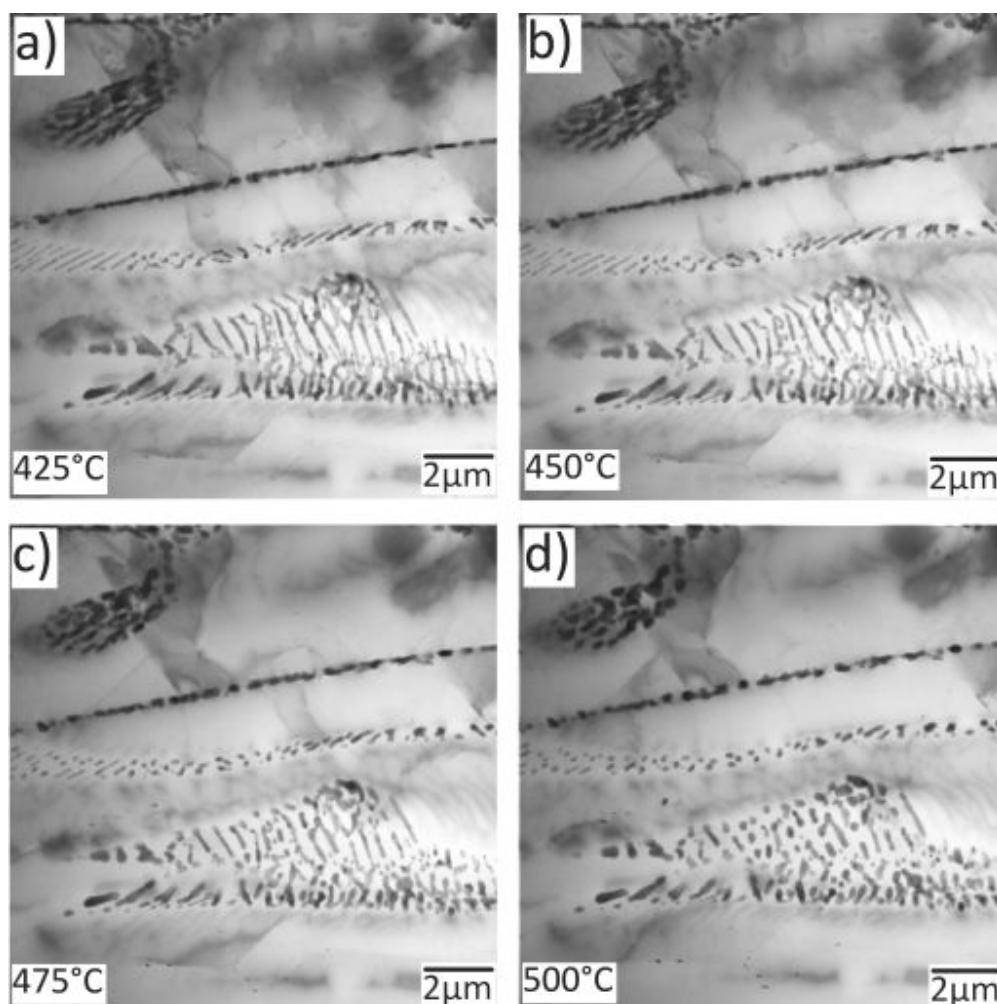
Výsledky rezistometrie (Obrázek 4.10) naznačují podobné chování při žíhání slitiny E256 jako při žíhání slitiny A315 (Obrázek 4.8). Po kvalitativní stránce se výsledky rezistometrie liší jen velmi málo. To přikládáme srovnatelnému vzájemnému poměru obsahu příměsí v tavenině (Tabulka 3.1). Opět tedy dochází k zotavení dislokací při vyžíhání vzorku na teplotu 300 °C (Obrázek 4.22 a)) a následně k žádným pozorovatelným změnám až po teplotu 400 °C (Obrázek 4.22 b)).

Při dalším žíhání dochází k transformaci původních částic primárních fází na částice kulovité (Obrázek 4.23). Tento rozpad bez pozorovatelného nárůstu finálních primárních částic je v mikrostruktuře pozorovatelný až do teploty 500 °C.

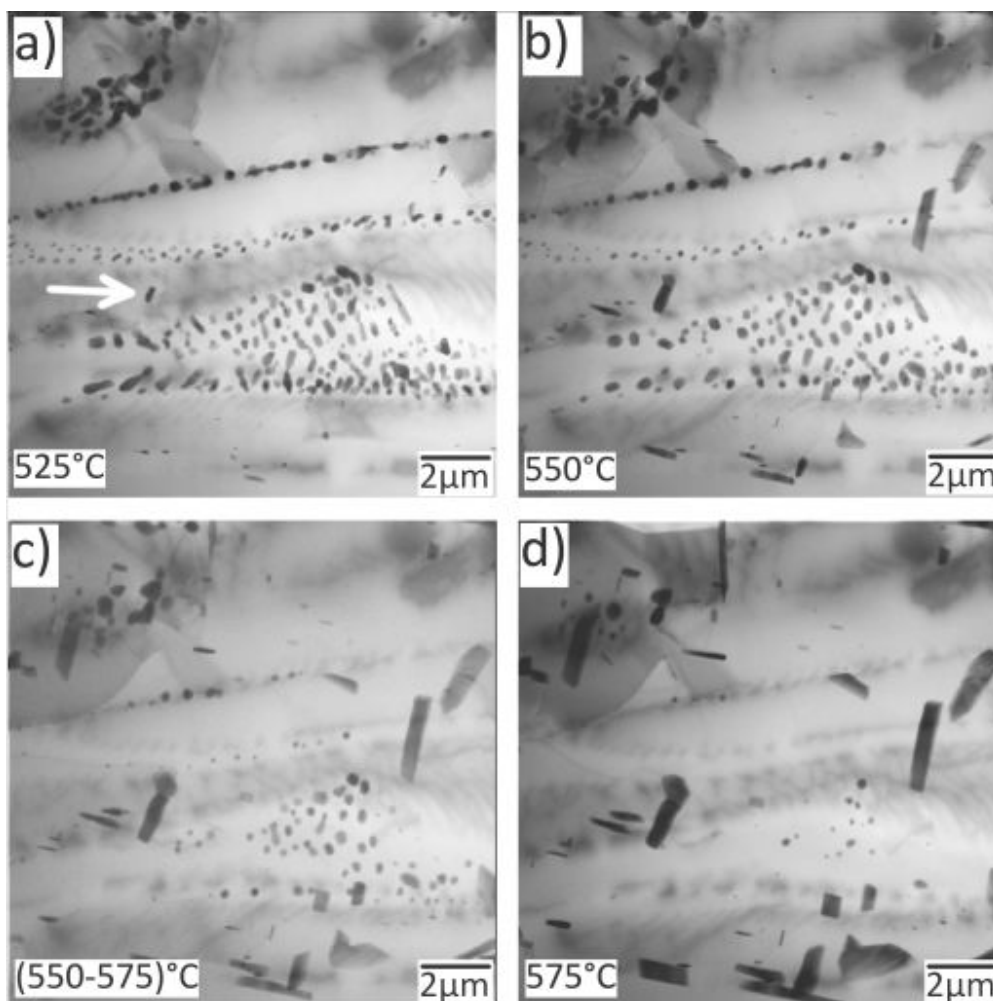
Při dalším žíhání začne docházet k nárůstu nových částic sekundárních fází uvnitř původních eutektických buněk (označeno šipkou) a rozpouštění původních částic (Obrázek 4.24). Celý proces probíhá nejrychleji při teplotách 550 – 575 °C (Obrázek 4.24 c)). Žíhání bylo při teplotě 575 °C zastaveno z důvodů možného poškození vzorku. Ve vyžíhaném stavu (Obrázek 4.24 d)) pozorujeme finální destičkovité částice. V malé míře ještě přetrvávají transformované kulovité částice v původních koloniích, k jejichž rozpouštění dojde zřejmě až při vyšších žíhacích teplotách.



Obrázek 4.22: Mikrostruktura slitiny E256 během žíhání při teplotách 300 °C a 400 °C.



Obrázek 4.23: Průběh transformace částic primárních fází slitiny E256.



Obrázek 4.24: Průběh rozpouštění částic primárních fází a nahrubnutí částic sekundárních fází slitiny E256. Šipkou je označena rostoucí částice sekundární fáze.

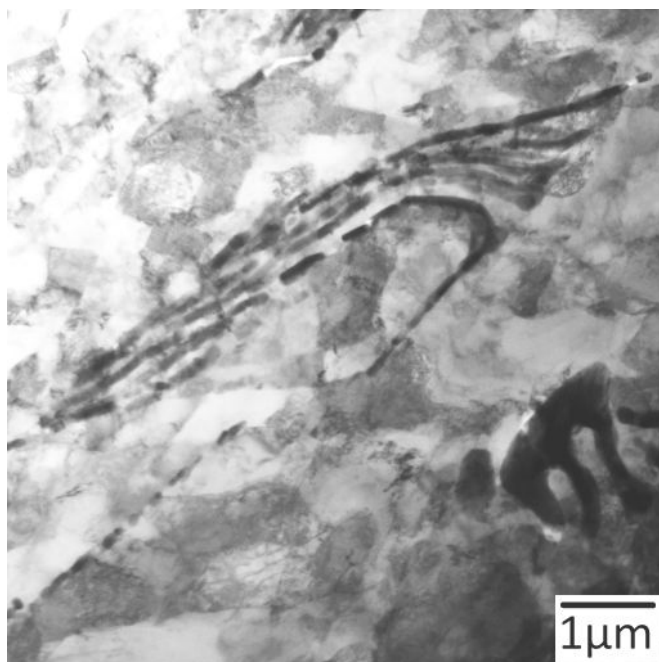
4.4 Studium válcovaných materiálů

Vzhledem ke skutečnosti, že v průmyslu dochází k homogenizaci i na částečně vyválcovaných páslech, byly provedeny orientační in-situ TEM experimenty na některých TRC páslech vyválcovaných na tloušťku 3 mm. Cílem těchto experimentů je ověření vlivu předdeformace na průběh homogenizace.

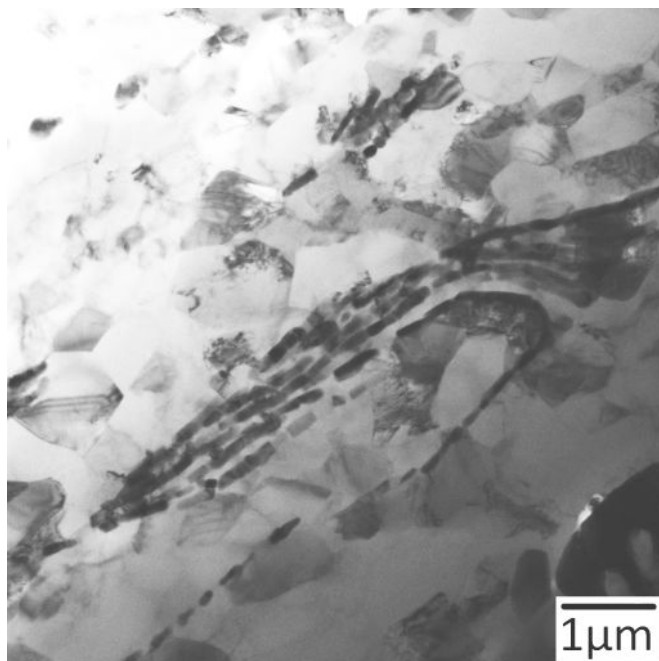
4.4.1 Slitina A315

Při mapování počátečního stavu si okamžitě povšimneme zásadního rozdílu, a to výrazně vyšší hustoty dislokací v objemu vzorku (Obrázek 4.25). Tento jev je pochopitelný vzhledem k intenzivní plastické deformaci původního pásu při válcování na požadovanou tloušťku. Během válcování dochází k segmentaci jednotlivých zrn hliníkové matrice na subzrna s menší disorientací. Také pozorované buňky s koloniemi pozorovaných fází jsou protaženější ve směru válcování pásu.

Po vyžhání na teplotu 300 °C dojde k částečnému zotavení dislokační substruktury (Obrázek 4.26). K odstranění subzrn však nedochází.

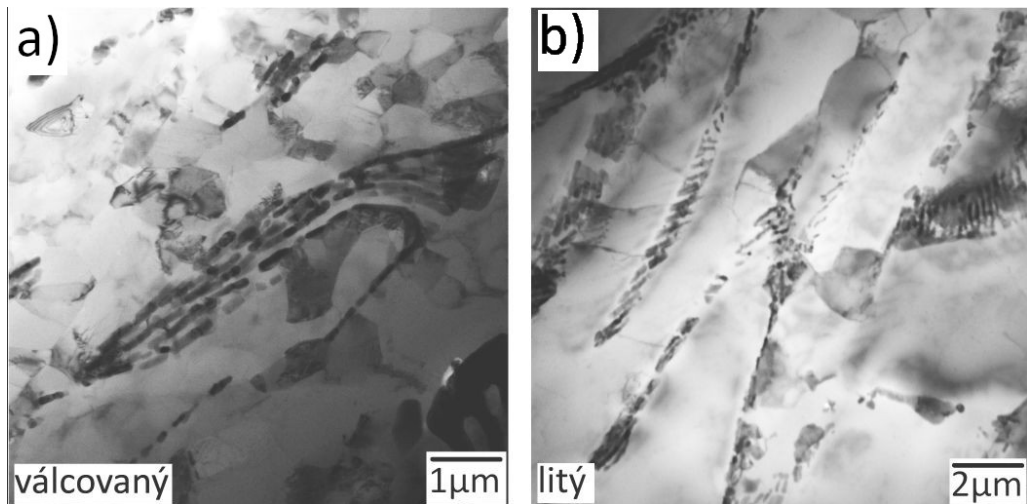


Obrázek 4.25: Mikrostruktura slitiny A315 vyválcované na 3 mm v místě zvoleném pro TEM pozorování in-situ experimentu.

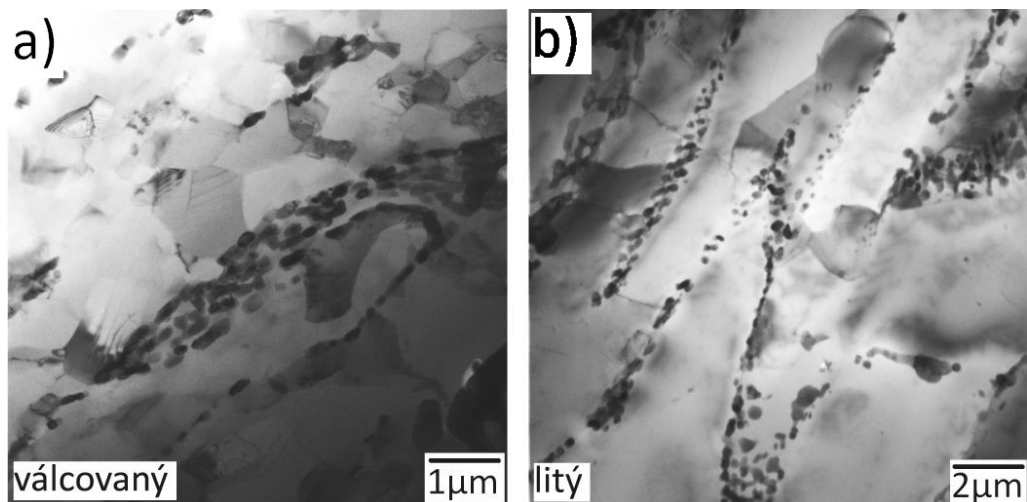


Obrázek 4.26: Mikrostruktura slitiny A315 vyválcované na 3 mm po vyžhání na 300 °C.

Další procesy ve válcovaných pásech probíhají stejně jako v litých, jak je patrné z Obrázků 4.27 - 4.29.

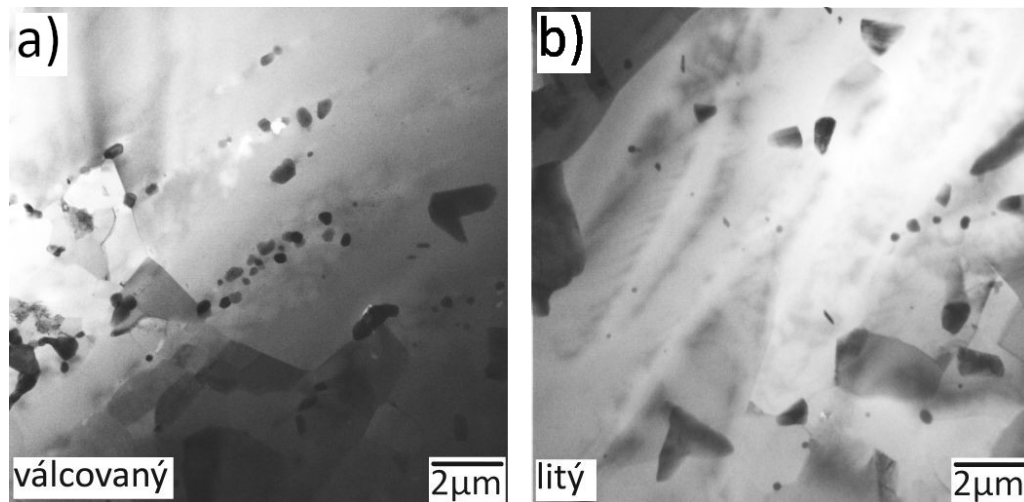


Obrázek 4.27: Srovnání mikrostruktury slitiny A315 při teplotě 400 °C v litém a válcovaném stavu.



Obrázek 4.28: Srovnání mikrostruktury slitiny A315 při teplotě 475 °C v litém a válcovaném stavu.

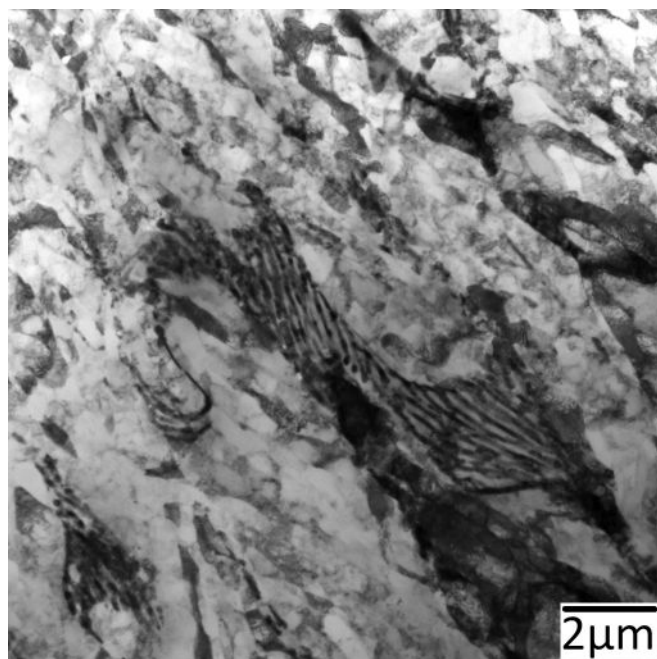
Ve finálním stavu pozorujeme v obou typech vzorků částice stejných rozměrů (u obou stavů jsou použita rozdílná měřítka z důvodu protažení eutektické kolonie ve válcovaném stavu) a tvarů a tyto dva materiály od sebe nelze prakticky odlišit. Ukazuje se tedy, že válcování litého pásu nemá v případě slitiny A315 na průběh transformace primárních fází výrazný vliv.



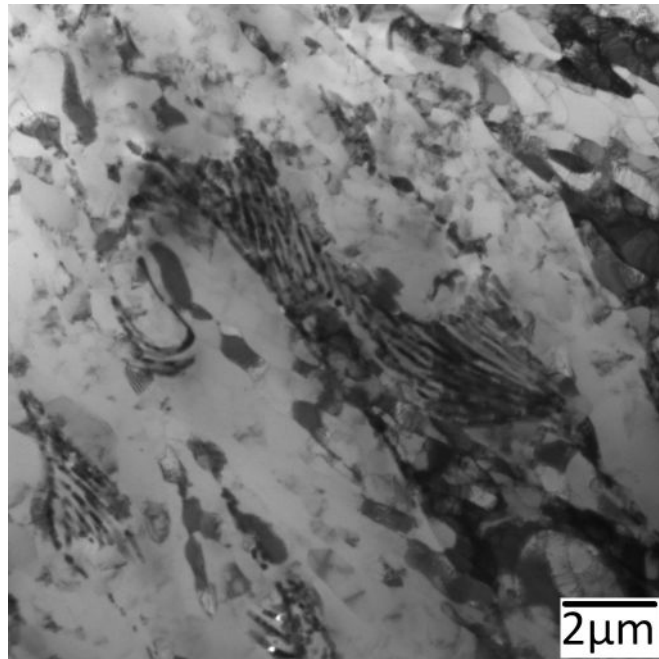
Obrázek 4.29: Srovnání mikrostruktury slitiny A315 při teplotě 575 °C v litém a válcovaném stavu.

4.4.2 Slitina A325

Mikrostruktura deformované slitiny A325 (Obrázek 4.30) vykazuje stejné znaky jako deformovaná struktura A315, tj. velké množství dislokací v objemu vzorku, segmentace zrn hliníkové matrice a obtížné pozorování částic v koloniích vzhledem k dislokacím a disorientaci subzrn. Při vyžhání vzorku na teplotu 300 °C dojde stejně jako v litém vzorku k částečnému odžhání dislokací (Obrázek 4.31).

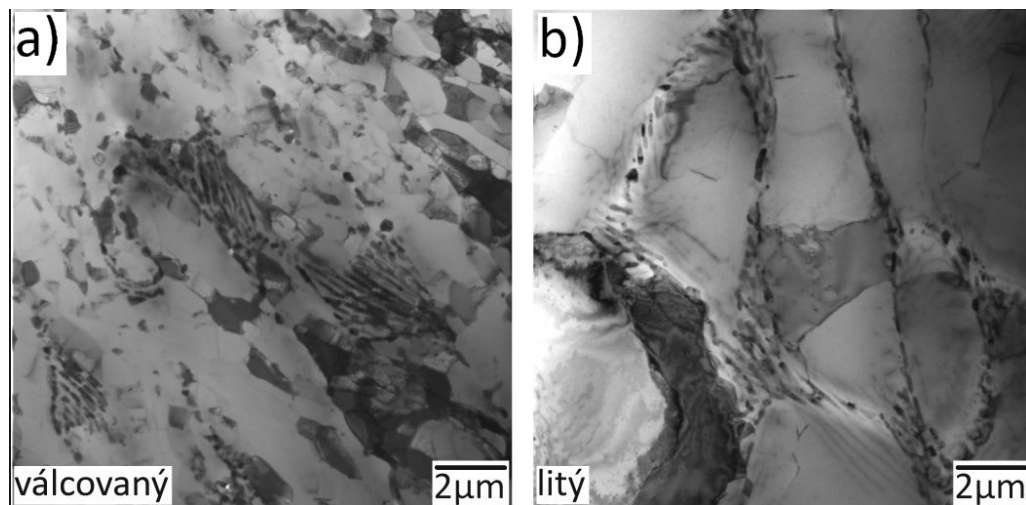


Obrázek 4.30: Mikrostruktura slitiny A325 vyválcované na 3 mm v místě vybraném pro TEM sledování při in-situ experimentu



Obrázek 4.31: Mikrostruktura slitiny A325 vyválcované na 3 mm po vyžhání na teplotu 300 °C

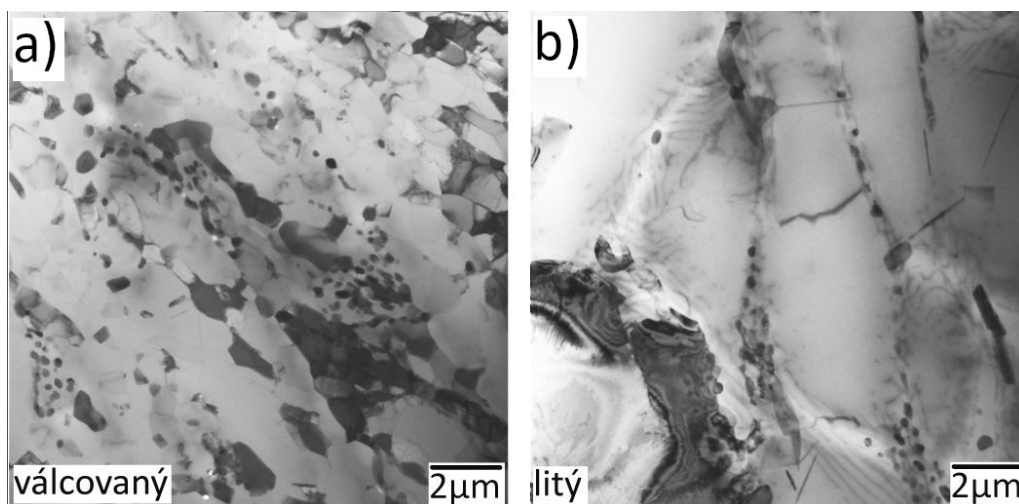
Srovnání struktur litého a válcovaného pásu je na Obrázcích 4.32 - 4.34.



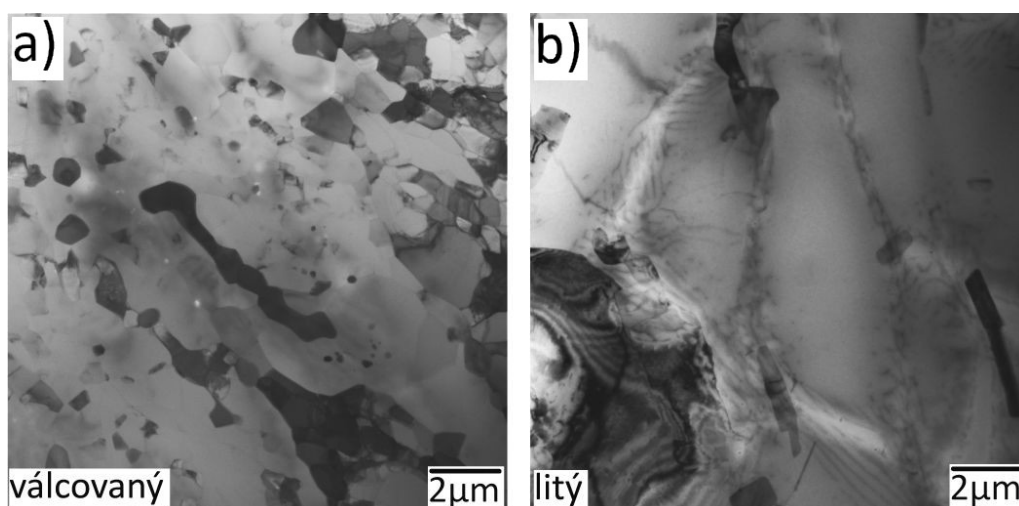
Obrázek 4.32: Srovnání mikrostruktury slitiny A325 při teplotě 450 °C v litém a válcovaném stavu

Podobně jako v litém stavu ani ve válcovaném vzorku až do teploty 450 °C k transformaci primárních fází nedochází. K té dochází souběžně se vznikem částic sekundárních fází ve vzorku. Při teplotě 525 °C už nejsou pozorovatelné žádné z původních částic primárních fází (Obrázek 4.33).

Následné přerozdělení probíhá stejně intenzivně jako v litém stavu slitiny A325. Při zvýšení teploty na 550 °C dojde k téměř úplnému rozpuštění částic primárních fází, přičemž v objemu vzorku zůstává malé procento nerozpuštěných kulovitých částic (Obrázek 4.34 - 4.35).

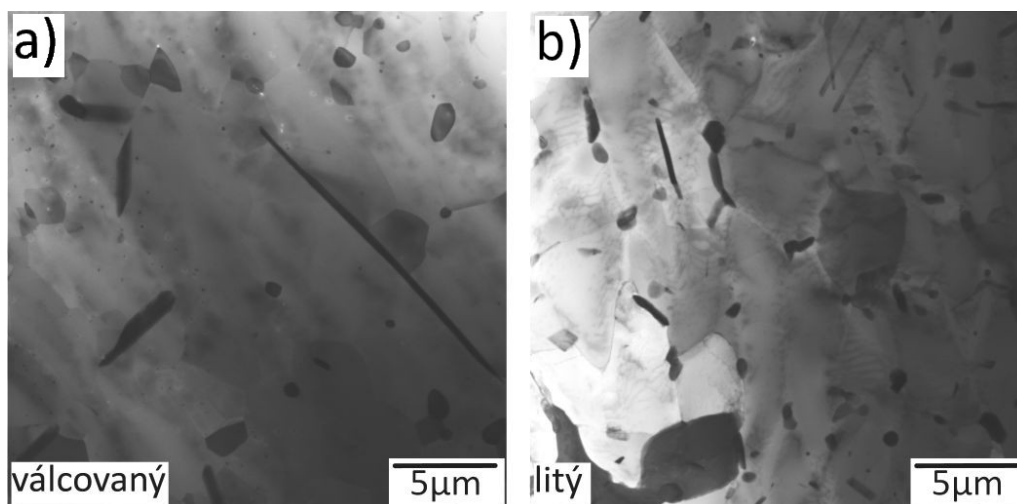


Obrázek 4.33: Srovnání mikrostruktury slitiny A325 při teplotě 525 °C v litém a válcovaném stavu



Obrázek 4.34: Srovnání mikrostruktury slitiny A325 při teplotě 550 °C v litém a válcovaném stavu

Závěrem je tedy opět skutečnost, že válcování lité slitiny nemá vliv na průběh transformace částic primárních fází či mikrostrukturu výsledného stavu. Jelikož bylo pozorované chování u dvou válcovaných slitin totožné jako u slitin v litém stavu, bylo z časových důvodů upuštěno od provedení in-situ experimentů na zbývajících válcovaných slitinách.



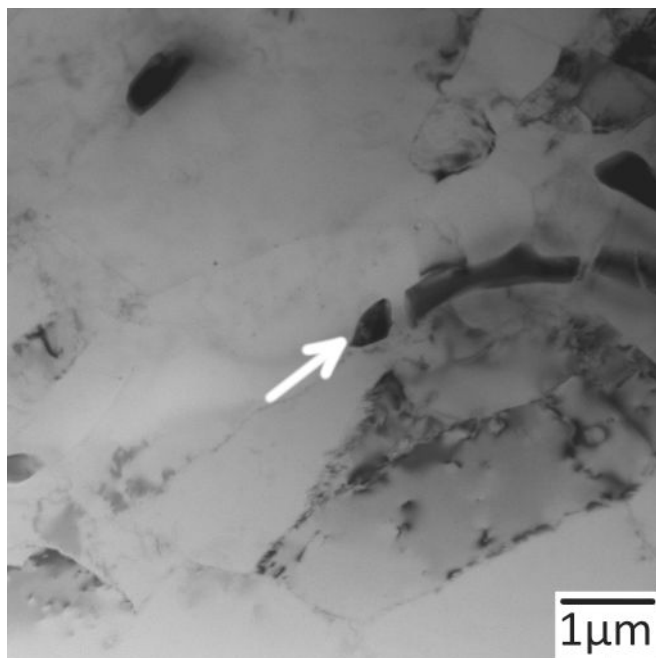
Obrázek 4.35: Srovnání mikrostruktury vzorků slitiny A325 po vyžhání na 550 °C v litém a válcovaném stavu

4.5 Analýza fází pomocí TEM

Analýzou fází rozumíme určení krystalografické struktury částic primárních a sekundárních fází v námi pozorovaných slitinách, a to jak v litém tak ve vyžháném stavu. K tomu využíváme vlastností elektronové difrakce na monokrystalu. Naším cílem je získat několik difraktogramů při různých natočeních vzorku a následně určit krystalografickou grupu srovnáním naměřených difraktogramů s nasimulovanými difraktogramy odpovídajícími krystalografickým strukturám dostupných v databázi Pearsons Crystal Data (dále jen PCD) [27]. Simulace difraktogramů byla provedena pomocí softwaru JEMS [28]. K zobrazení difrakce vybraných krystalů využíváme v elektronovém mikroskopu difrakčního zobrazení se selekční clonou. Fotografie pořízené v mikroskopu jsou pro danou délku kamery kalibrovány měřítkem, podobně jako fotografie pořízené v rozptylovém kontrastu. Tohoto měřítka pak využíváme k měření vzdáleností mezi jednotlivými stopami v difrakčním záznamu, které jsou spojeny s odpovídajícími mezirovinnými vzdálenostmi vztahem (2.10). Po změření těchto vzdáleností hledáme v databázi PCD struktury s takovými mřížkovými konstantami, které jsou schopny námi naměřené vzdálenosti obsáhnout. Po výběru potenciální struktury srovnáváme naměřené mezirovinné vzdálenosti se vzdálenostmi naměřenými pro potenciální strukturu při rentgenové difrakci na práškovém vzorku. Nalezneme-li mezi nimi námi naměřené vzdálenosti, pokračujeme hledáním správného nasimulovaného difraktogramu. Ten lze najít několika způsoby. Nejjednodušším způsobem je změřením úhlů mezi nejkratšími vzdálenostmi naměřenými v našem difraktogramu a poměru těchto vzdáleností. Tyto dvě hodnoty pak lze srovnat se seznamem difraktogramů, pro něž jsou tyto hodnoty uvedeny. Srovnáním experimentálního a simulovaného obrazu ověříme správnost volby orientace osy zóny difraktogramu. K bezpečné identifikaci krystalografické struktury je většinou nutno provést tuto identifikaci na minimálně dvou difraktogramech a ověřit vzájemný úhel mezi těmito orientacemi.

4.5.1 Slitina C340 - výchozí stav

Jako první se zabýváme strukturou C340 a to z čistě praktických důvodů, jelikož v této slitině jsou částice rozměrově větší, což vede k jednoduššímu získání difraktogramů. Pro sledování difrakce jsme vybrali jednu částici z konce kolonie vytvořené podél hranice dvou buněk (Obrázek 4.36).

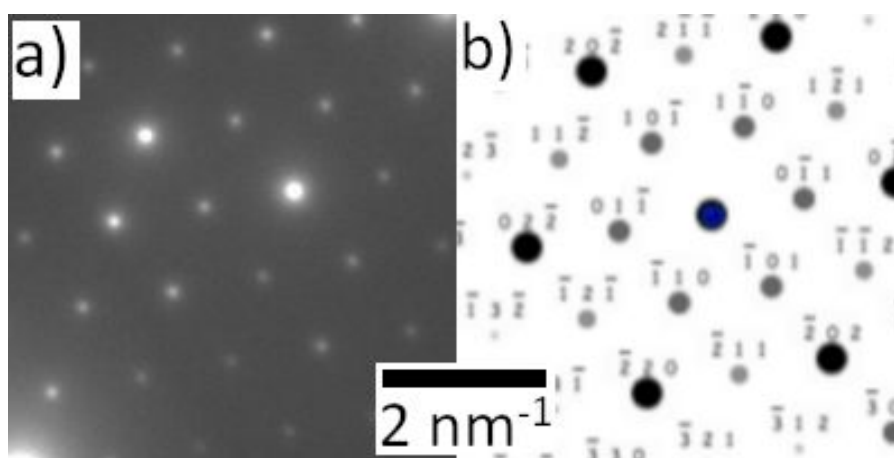


Obrázek 4.36: Částice v nevyžíhaném vzorku slitiny C340 vybrané pro TEM analýzu. Šipkou je označena vybraná částice.

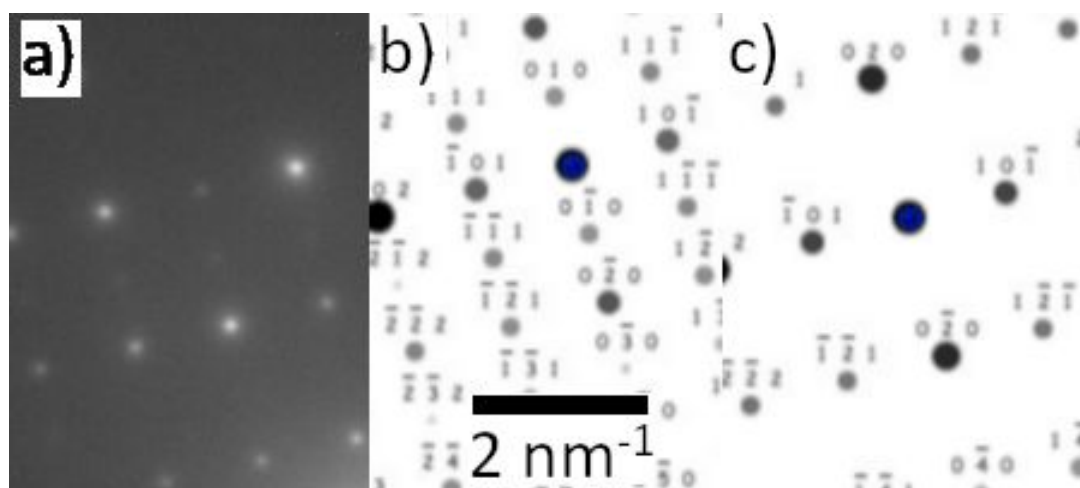
Pro vyhodnocení uvádíme dva vybrané difraktogramy. Jeden se základním obrazcem šestiúhelníku (Obrázek 4.37 a)) a jeden se základním obrazcem obdélníku (Obrázek 4.38 a)). Z naměřených vzdáleností a úhlů v obrazci šestiúhelníku bylo zjištěno, že šestiúhelník je pravidelný. Pravidelný šestiúhelník je základním obrazcem difraktogramů, které se vyskytují pouze ve strukturách kubických a hexagonálních, což značně napomáhá hledání odpovídající struktury zúžením seznamu potenciálních struktur. Srovnáváním naměřených mezirovinných vzdáleností v šestiúhelníkovém difraktogramu nalézáme potenciální kubickou strukturu $\text{Al}_{12}\text{Fe}_3\text{Si}$, někdy také v literatuře nazývanou $\alpha - \text{Al}(\text{Fe},\text{Mn})\text{Si}$, s odpovídajícím difraktogramem s osou zóny [111]. Struktura se však vyskytuje ve dvou variantách s různými prostorovými grupami, a to prosté kubické a prostorově centrované kubické. Je tedy třeba namodelovat i druhý difraktogram s obrazcem obdélníku. Srovnání bylo provedeno na základě publikovaných informací o krystalografii těchto fází [13, 29].

V obdélníkovém difraktogramu je důležité povšimnout si slabých stop objevujících se mezi silnějšími stopami. Namodelováním tohoto difraktogramu (Obrázek 4.38 a)) zjišťujeme, že se jedná o difraktogram odpovídající prosté kubické struktuře s osou zóny [101] (Obrázek 4.38 b)). V prostorově centrované struktuře totiž námi pozorované slabé stopy mizí úplně (Obrázek 4.38 c)).

Z naměřených difraktogramů tedy vyhodnocujeme strukturu nevyžíhané částice jako prostou kubickou $\text{Al}_{12}\text{Fe}_3\text{Si}$.



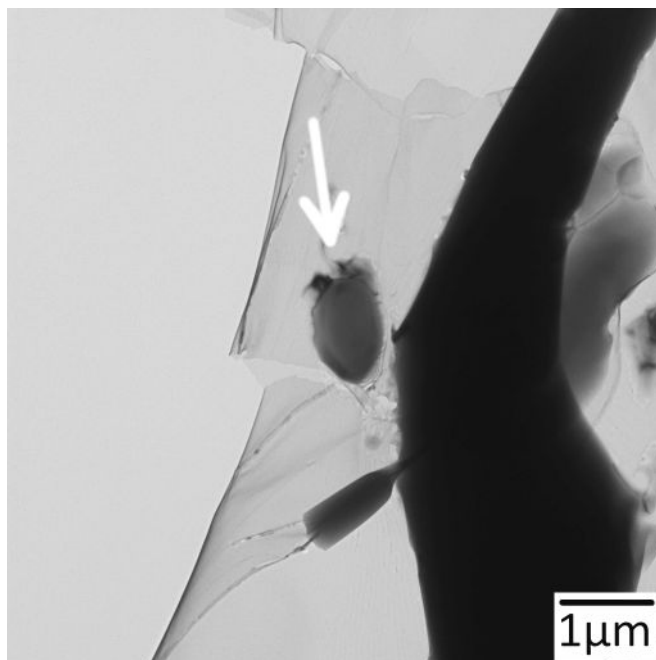
Obrázek 4.37: Srovnání difraktogramů zóny [111] prosté kubické struktury α – Al(Fe,Mn)Si: a) experimentální; b) simulovaný



Obrázek 4.38: Srovnání difraktogramu zóny [101] kubické struktury α – Al(Fe,Mn)Si: a) experimentální; b) simulovaná prostá; c) simulovaná prostoroově centrovaná

4.5.2 Slitina C340 - vyžíhaný stav

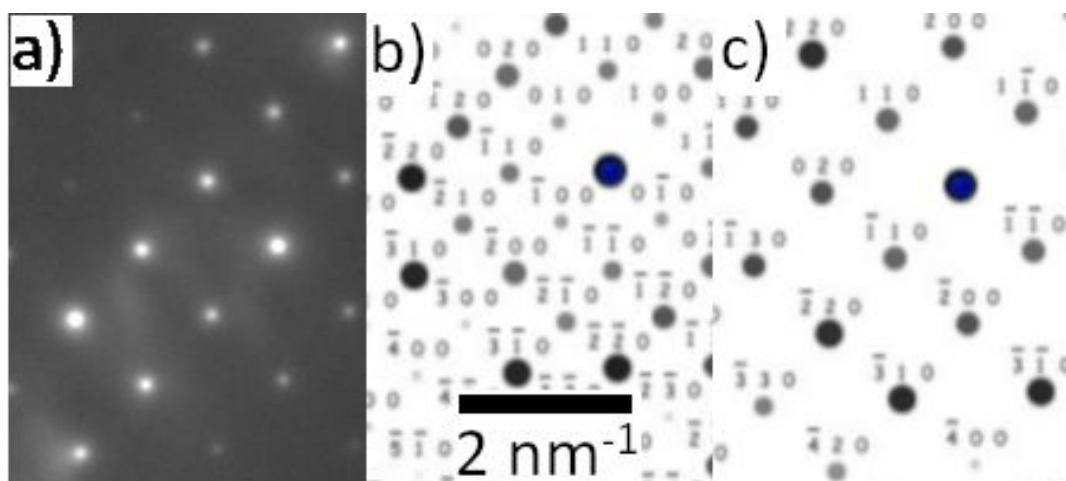
Analýza slitiny C340 ve vyžíhaném stavu probíhá na vzorku, který byl částečně poškozen při in-situ experimentu. Přesto jsme schopni nalézt oválnou částici poblíž jedné z trhlin (Obrázek 4.39), pro níž jsme byli schopni získat několik difraktogramů v celém rozpětí úhlů, které nám poskytují náklady použitého držáku.



Obrázek 4.39: Částice ve vyžíhaném vzorku slitiny C340 vybrané pro TEM analýzu. Šipkou je označena vybraná částice.

K analýze vyžíhaného stavu slitiny C340 máme k dispozici difraktogram se základním obrazcem čtverce (Obrázek 4.40 a)). Srovnáním mezirovinných vzdáleností dospíváme opět ke struktuře α -Al(Fe,Mn)Si. Tentokrát však modelováním difraktogramu zóny [100], tedy našeho difraktogramu se základním obrazcem čtverce, dospíváme k závěru, že se původní částice s prostou kubickou mřížkou transformovaly na částice s prostorově centrovanou kubickou mřížkou, tedy nedošlo ke změně bodové grupy symetrie, nýbrž jen prostorové grupy. Vzhledem k naprosté shodě mřížových parametrů vypočtených z tohoto difraktogramu jsme ověření dalších difraktogramů neprováděli, jelikož jsou tyto fáze již v literatuře dobře zmapovány. Srovnání bylo provedeno na základě publikovaných informací o krystalografii těchto fází [13, 29].

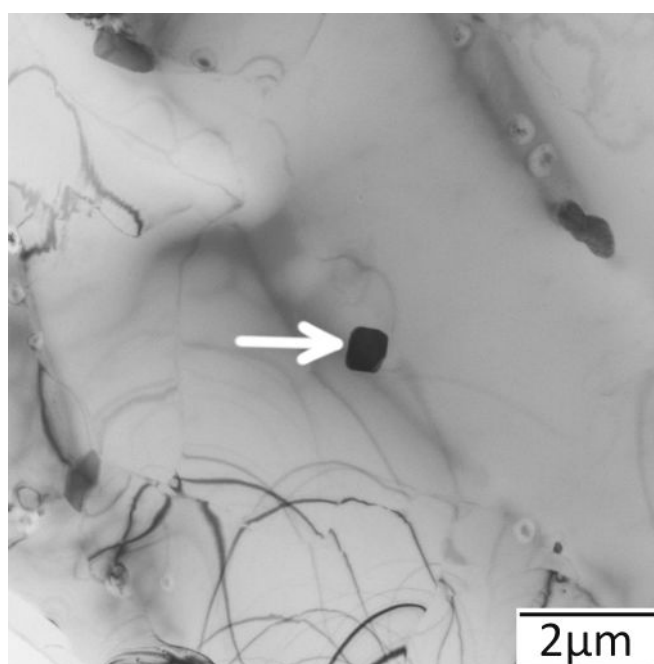
Na základě stechiometrie těchto fází bylo zjištěno, že fáze s prostorově centrovanou strukturou obsahuje více křemíku na úkor hliníku. Předpokládáme tedy, že k transformaci dochází zabudováním přebytečného křemíku z hliníkové matrice do nově vzniklých částic.



Obrázek 4.40: Srovnání difraktogramu zóny [100] kubické struktury $\text{Al}_{12}\text{Fe}_3\text{Si}$: a) experimentální; b) simulovaná prostá; c) simulovaná prostorově centrovaná

4.5.3 Slitina E256 - vyžíhaný stav

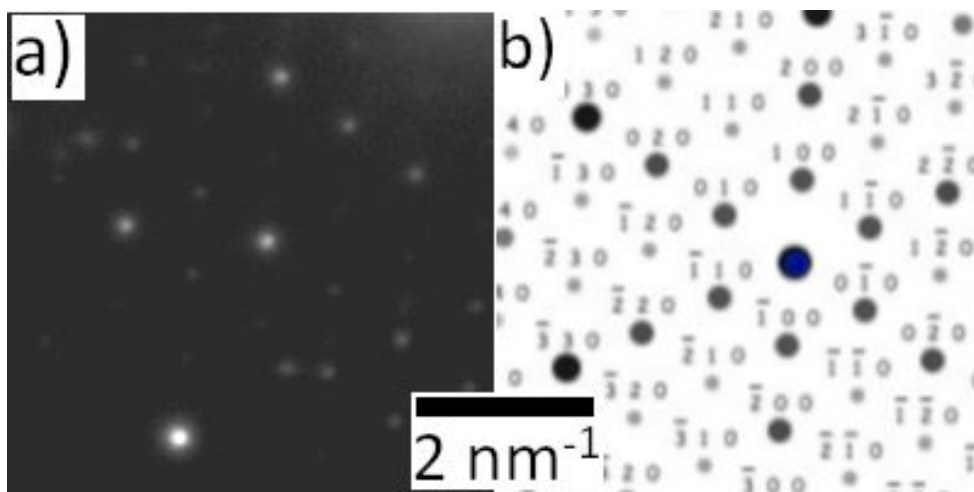
Pro analýzu vyžíhaného stavu slitiny E256 jsme vybrali jednu z obdelníkových finálních částic vzniklých uvnitř jedné z buněk hliníkové matrice (Obrázek 4.41).



Obrázek 4.41: Částice ve vyžíhaném vzorku slitiny E256 vybrané pro TEM analýzu

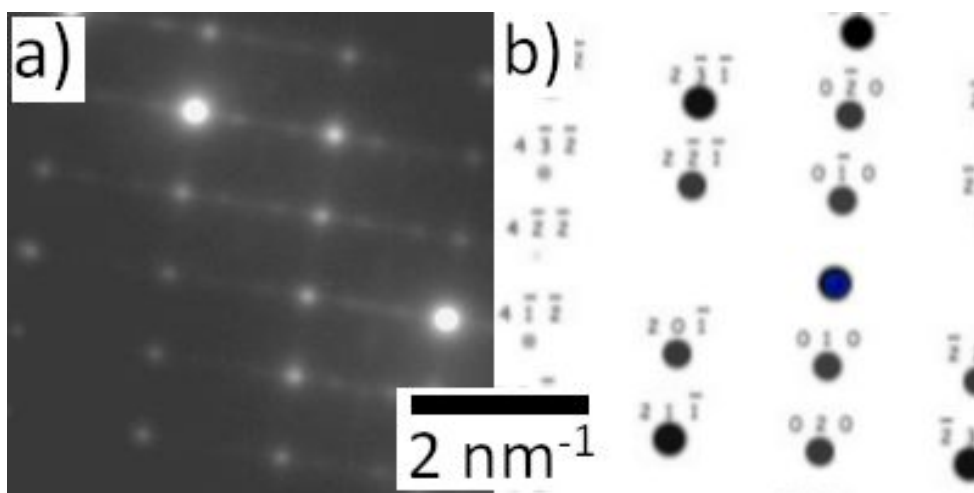
Opět se nám podařilo nalézt difraktogram se základním obrazcem pravidelného šestiúhelníku (Obrázek 4.42 a)). Mohli jsme tedy omezit obor možných struktur na struktury kubické a hexagonální, podobně jako v případě slitiny C340. Analýzou vzdáleností v šestiúhelníkovém obrazci jsme dospěli k potenciální hexagonální struktuře $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$, která taktéž bývá v literatuře označována jako hexagonální $\alpha - \text{Al}(\text{Fe},\text{Mn})\text{Si}$, s odpovídajícím difraktogramem s osou zóny [001]. Jako α -částice totiž bývá označována širší řada částic s různými strukturálními

a bodovými grupami a poměrem železa ku křemíku. Srovnání bylo provedeno na základě publikovaných informací o krystalografii této fáze [14].



Obrázek 4.42: Srovnání difraktogramu zóny [001] hexagonální struktury $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$: a) experimentální; b) simulovaný

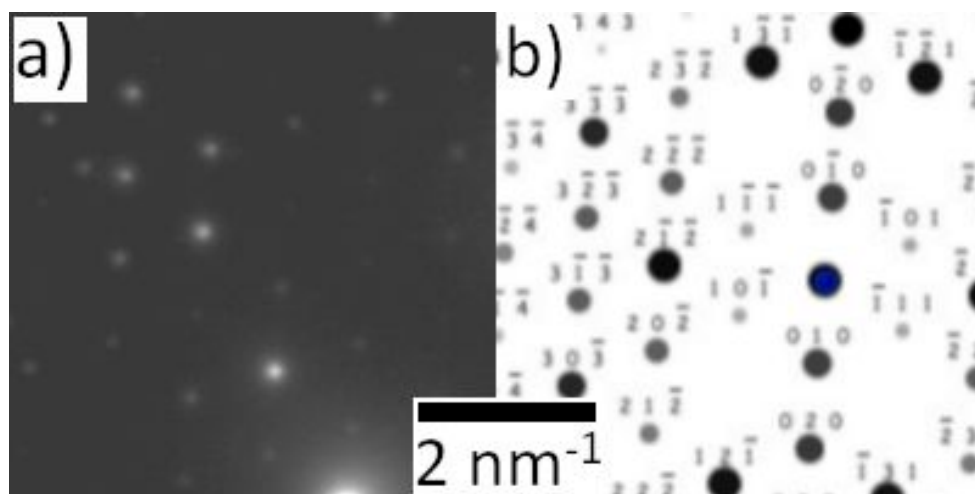
V námi nafoceném difraktogramu se však již setkáváme s negativním efektem, při němž se v difraktogramu objevují reflexe, které pocházejí od hliníkové matrice obklopující částici. Dále ne všechny reflexe šestiúhelníkového obrazce jsou dobře pozorovatelné, některé jsou velmi slabé. Nízká intenzita je spojena s malými rozměry částice. Reflexe hliníkové matrice pozorujeme proto, že ani s nejmenší selekční clonou nejsme schopni získat difrakci pouze na námi vybrané částici a mimo hliníkovou matici. Jako druhý jsme vybrali difraktogram se základním obrazcem obdélníku (Obrázek 4.43 a)).



Obrázek 4.43: Srovnání difraktogramu zóny [102] hexagonální struktury $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$: a) experimentální; b) simulovaný

Po změření vzdáleností dospíváme k závěru, že námi nalezený difraktogram odpovídá částečně nasimulovanému difraktogramu stejné struktury jako v případě prvního difraktogramu, tentokrát však s osou zóny [102]. Shodují se pouze hlavní stopy, superstrukturní reflexe však simulovanému obrazci neodpovídají. Může se

jednat o známku superstruktury částice, kterou nejsme zatím schopni určit, jelikož jsme v databázi PCD nenalezli jinou variaci této struktury s rozdílnou prostorovou grupou, tak jako tomu bylo v případě kubické $\alpha - \text{Al}(\text{Fe},\text{Mn})\text{Si}$ při analýze slitiny C340. Pro ověření správné identifikace bodové grupy byl nasimulován ještě třetí difraktogram se základním obrazcem nepravidelných šestiúhelníků (Obrázek 4.44 a)). Ukazuje se, že se jedná o difraktogram s osou zóny $[101]$ téže struktury.



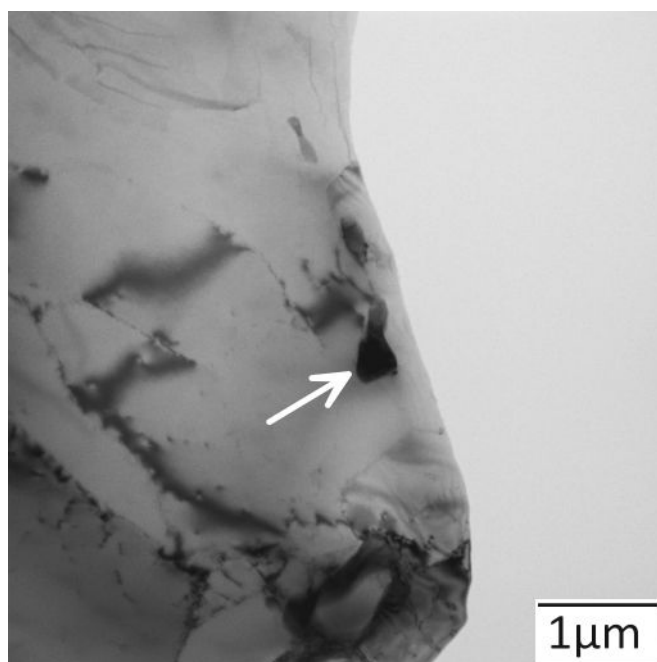
Obrázek 4.44: Srovnání difraktogramu zóny $[101]$ hexagonální struktury $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$: a) experimentální; b) simulovaný

Vyhodnoceny byly tedy tři difraktogramy, což potvrzuje že se jedná o částici s hexagonální strukturou typu $\alpha - \text{Al}(\text{Fe},\text{Mn})\text{Si}$, ovšem prostorovou grupu zatím nelze bezpečně identifikovat. Jak bude patrné z následujícího, superstrukturní stopy na difraktogramu zóny $[102]$ jsou podstatné.

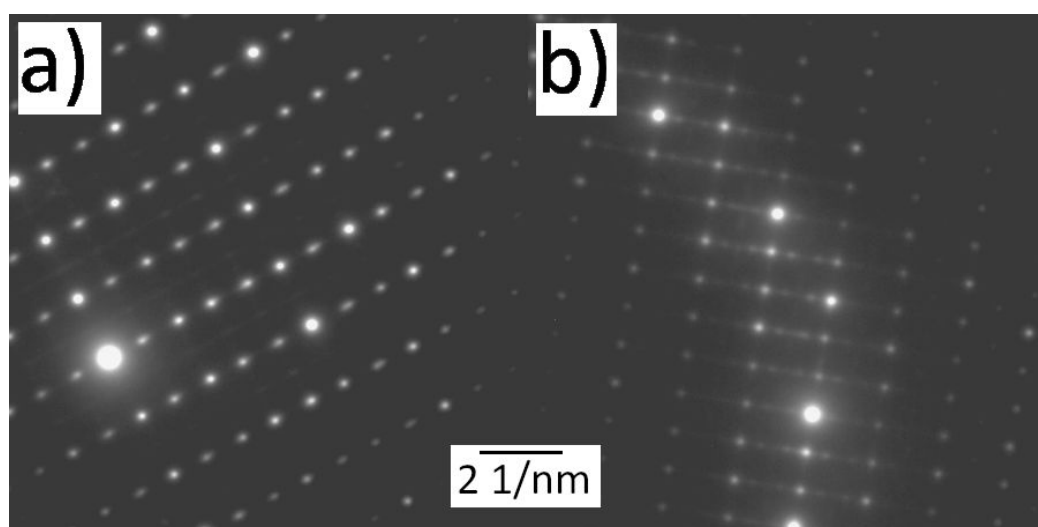
4.5.4 Slitina E256 - výchozí stav

Pro analýzu nevyžíhané struktury slitiny E256 jsme vybrali jednu z částic poblíž díry ve prostředřed vzorku (Obrázek 4.45).

K analýze máme opět dostupné dva difraktogramy, a to opět se základním obrazcem obdélníku (Obrázek 4.46 a)) a šestiúhelníku (Obrázek 4.47 a)). Při měření vzdáleností a úhlů mezi nejsilnějšími stopami dojdeme k závěru, že jsou tyto obrazce stejné, jako v případě vyžíhané částice této slitiny Obrázek 4.46 b), 4.47 b)). Avšak jak je patrné v Obrázku 4.46 je rozdělení slabších reflexí v základním obdélníku v obou vzorcích odlišné.

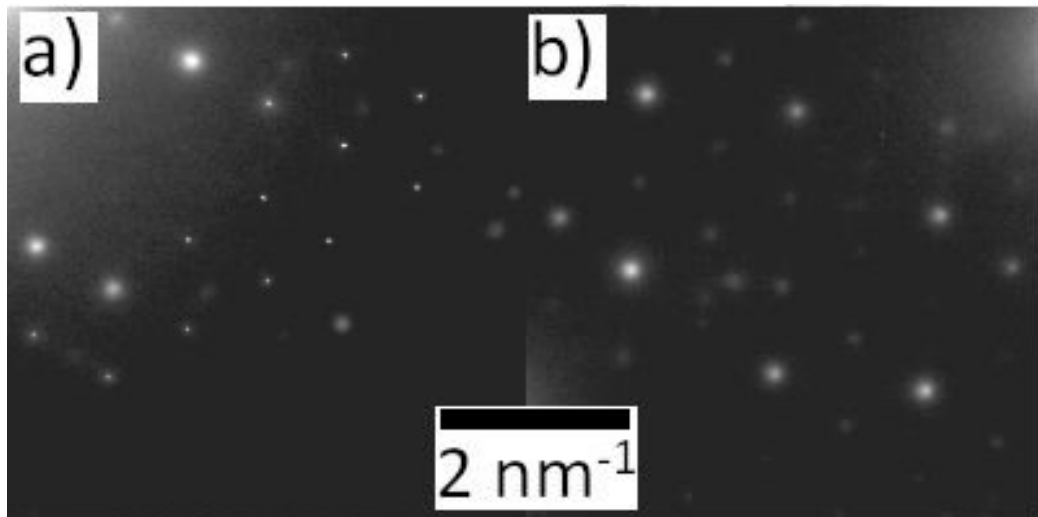


Obrázek 4.45: Částice v nevyžíhaném vzorku slitiny E256 vybrané pro TEM analýzu. Šipkou je označena vybraná částice.



Obrázek 4.46: Srovnání difraktogramů zóny [102] částic slitiny E256: a) nevyžíhané; b) vyžíhané

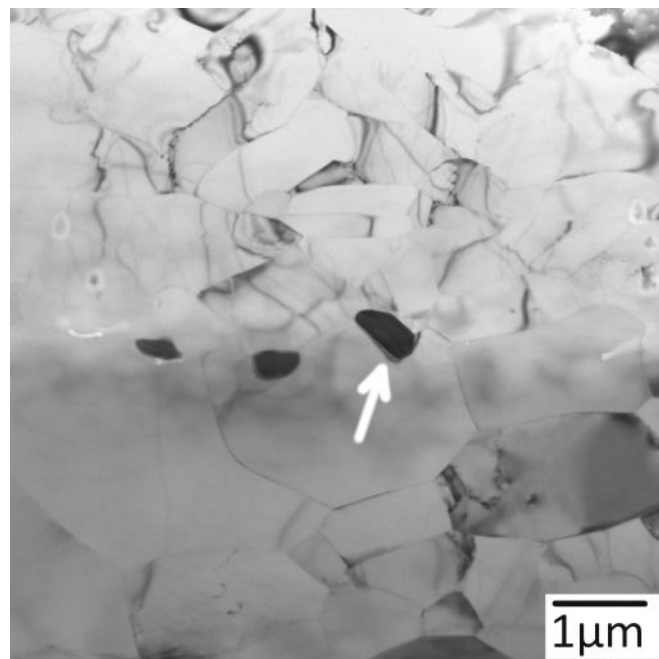
Z našich pozorování tedy vyplývá, že při transformaci částic při homogenizaci se zachovává bodová hexagonální grupa, ale prostorová grupa se mění.



Obrázek 4.47: Srovnání difraktogramů zóny [001] částic slitiny E256: a) nevyžíhané; b) vyžíhané. V a) dochází k překryvu difraktogramů dvou různých částic. Pro názornost byly některé stopy zvýrazněny.

4.5.5 Slitina A315 - vyžíhaný stav

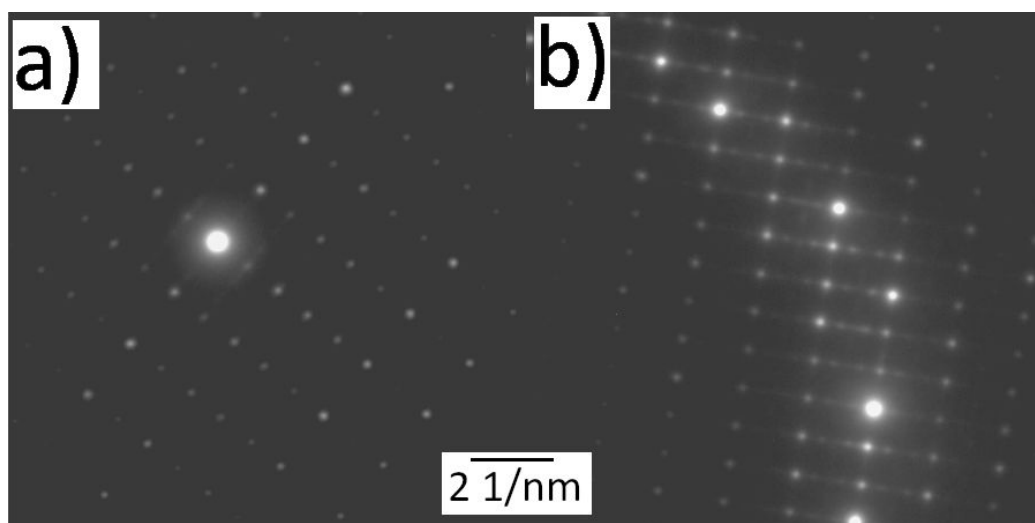
Pro analýzu částic ve vyžíhané slitině A315 jsme zvolili částici označenou šipkou na Obrázku 4.48.



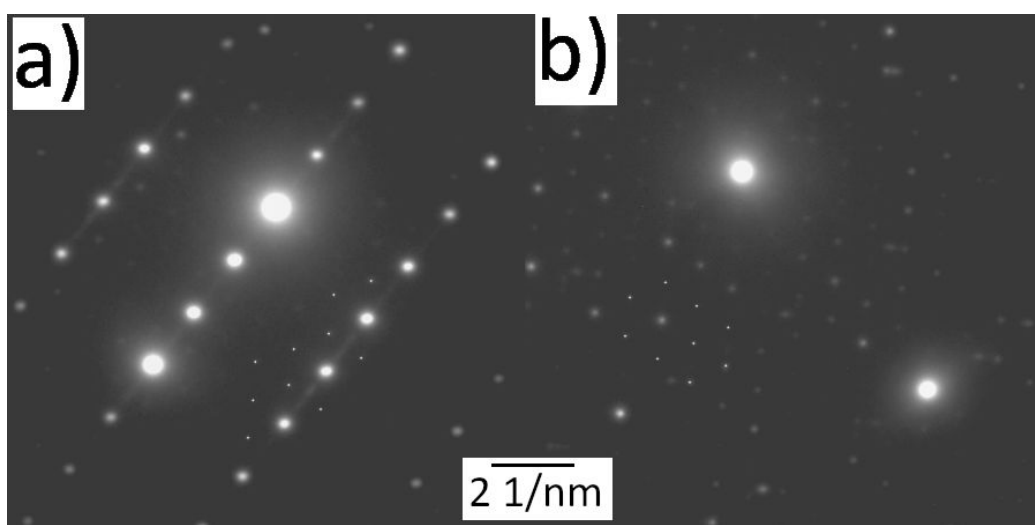
Obrázek 4.48: Snímek částice ve vyžíhaném vzorku slitiny A315 vybrané pro TEM analýzu. Šipkou je označena vybraná částice.

K dispozici máme dva difraktogramy, které mají základní obrazce obdélníku (Obrázek 4.49 a)) a šestiúhelníku (Obrázek 4.50 a)). Srovnáním s difraktogramy z předchozích fází (Obrázek 4.49 b), 4.50 b)) lze strukturu této částice identifikovat jako hexagonální, bez blíže určené prostorové grupy. Rozložení slabších reflexí v

obdélníkovém difraktogramu (Obrázek 4.49 a)) ukazuje, že se jedná o tu samou strukturu, jako byla pozorována ve vyžíhané slitině E256.



Obrázek 4.49: Srovnání difraktogramů zóny [102] částic vyžíhaných slitin: a) A315; b) E256

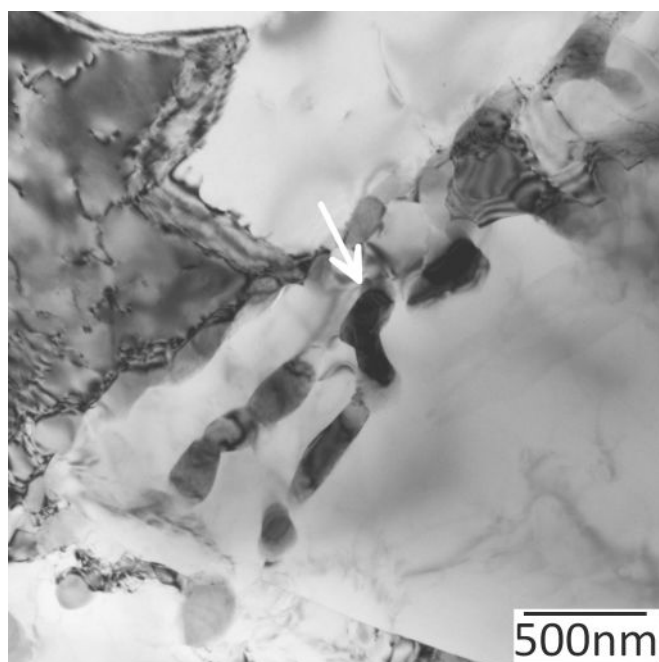


Obrázek 4.50: Srovnání difraktogramů zóny [001] částic vyžíhaných slitin: a) A315; b) E256. Pro názornost byly některé stopy zvýrazněny.

Šestiúhelníky i superstrukturní stopy v obdélnících jsou však ve vyžíhaném vzorku slitiny A315 málo intenzivní. Šestiúhelníkové stopy v Obrázku 4.50 a) jsou pozorovány pouze v okolí hlavních stop. Superstrukturní stopy podél delší strany obdelníku v Obrázku 4.49 a) pozorujeme pouze v blízkosti prošlého svazku.

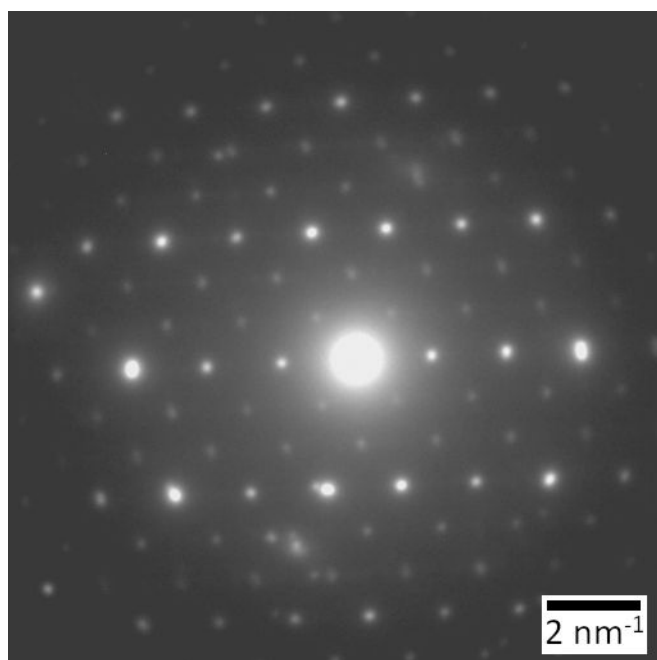
4.5.6 Slitina A315 - nevyžíhaný stav

Pro analýzu nevyžíhaného stavu slitiny A315 jsme zvolili částici z jedné z eutektických kolonií (Obrázek 4.51).



Obrázek 4.51: Částice v nevyžíhaném vzorku slitiny A315 vybrané pro TEM analýzu. Šipkou je označena vybraná částice.

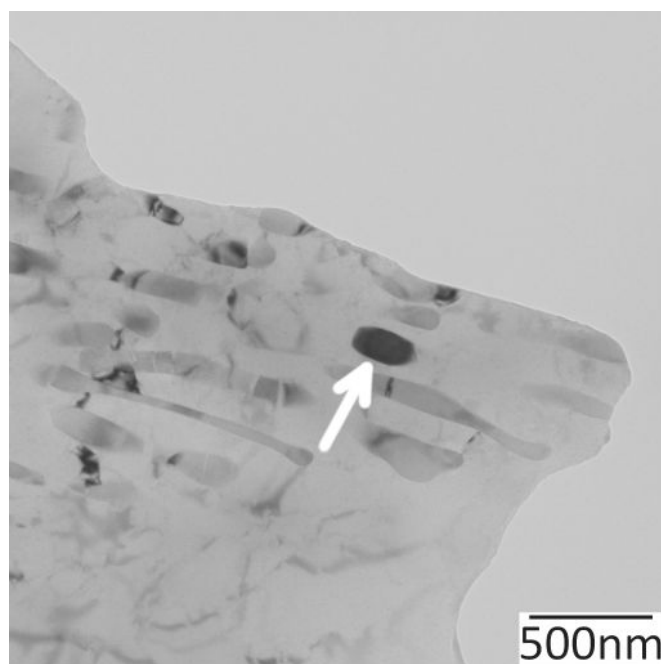
Ve nevyžíhaném stavu slitiny se identifikace fáze projevila jako obtížná. I přes nalezení dobře analyzovatelných difraktogramů (Obrázek 4.52) se nepodařilo tyto difraktogramy ztotožnit se žádnou ze struktur dostupných v databázi PCD.



Obrázek 4.52: Difraktogram nevyžíhaného vzorku slitiny A315.

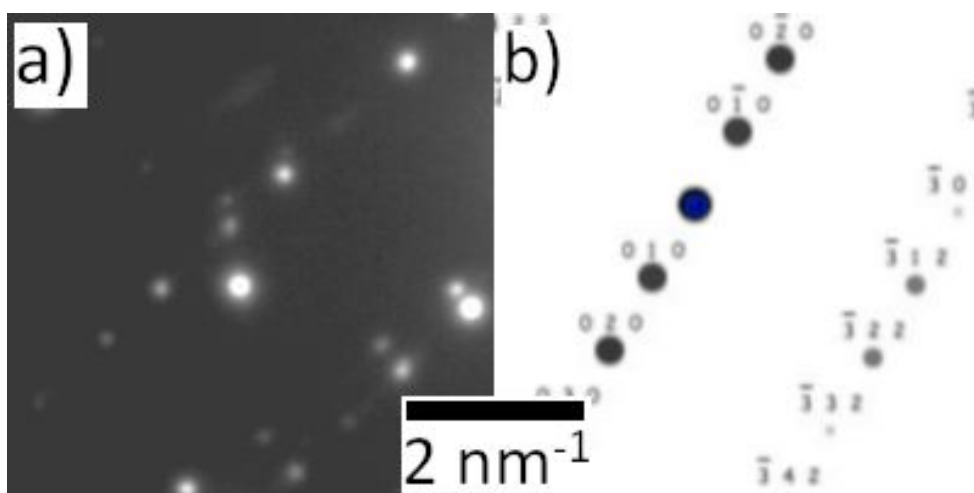
4.5.7 Slitina A325 - nevyžíhaný stav

Pro analýzu nevyžíhané slitiny A325 volíme jednu z částic na okraji díry vzniklé při elektrolytickém leštění (Obrázek 4.53).



Obrázek 4.53: Částice v nevyžíhaném vzorku slitiny A325 vybrané pro TEM analýzu. Šipkou je označena vybraná částice.

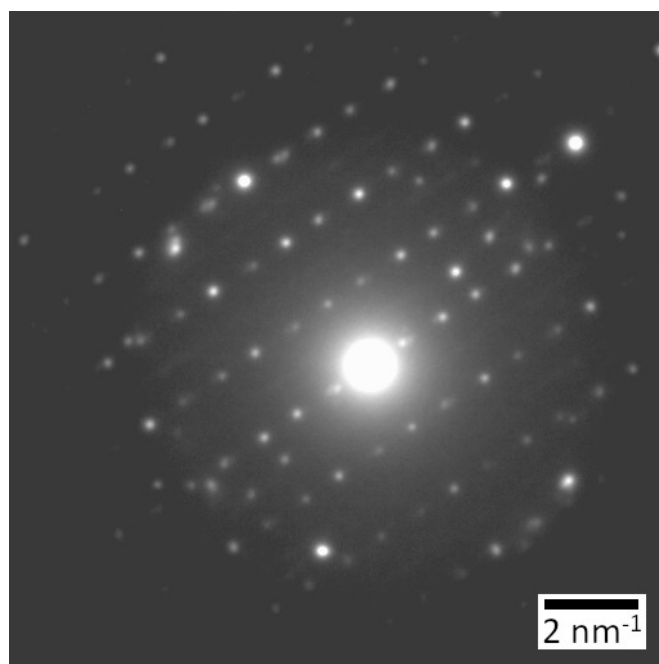
Povedlo se nám vyhodnotit jediný difraktogram se základním obrazcem rovnoběžníku (Obrázek 4.54 a)), který jsme srovnáváním poměrů stran a úhlů mezi nimi určili jako difraktogram zóny [203] odpovídající blíže neurčené hexagonální struktuře z předchozích analýz.



Obrázek 4.54: Srovnání difraktogramu zóny [203] hexagonální struktury $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$: a)experimentální; b)simulovaný

Avšak další difraktogram se zatím ztotožnit s touto strukturou nepodařilo vyhodnotit (Obrázek 4.55. Přesto, že se mezioviné vzdálenosti naměřené v difrak-

togramu shodují s mezirovinnými vzdálenostmi v hexagonální α -Al(Fe,Mn)Si, nepodařilo se s ní tento difraktogram ztotožnit z důvodu rozdílné geometrie difraktogramu.

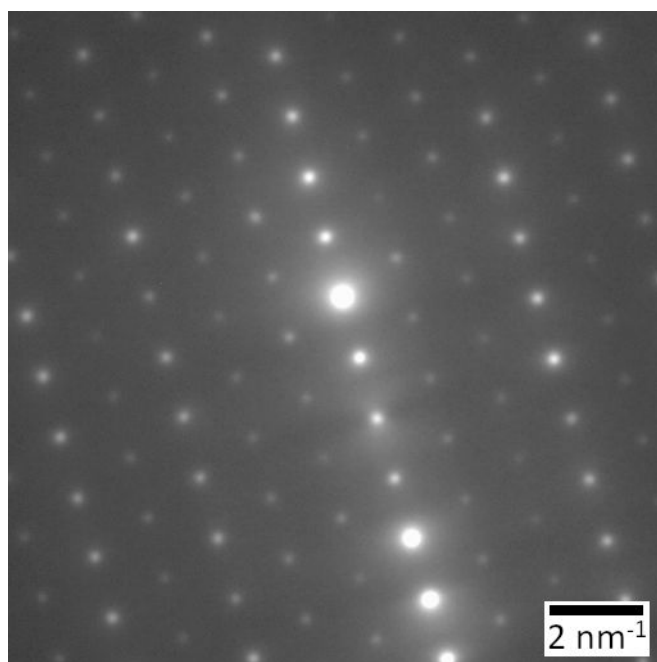


Obrázek 4.55: Neztotožněný difraktogram částice v nevyžíhané slitině A325.

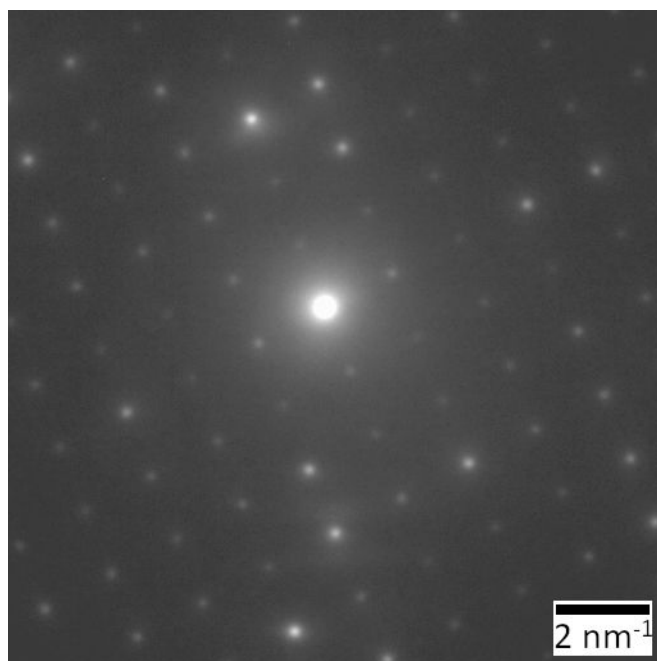
4.5.8 Slitina A325 - vyžíhaný stav

Pro analýzu vyžíhané slitiny A325 jsme vybrali částici, jejíž snímek není z důvodu závady na mikroskopu v době měření dostupný.

Podobně jako v případě analýzy slitiny A315 v nevyžíhaném stavu se i zde ukázala identifikace fáze jako obtížná. Nalezli jsme několik čitelných difraktogramů se základními obrazci pravidelných šestiúhelníků (Obrázek 4.56, 4.57) opět se nám však ani jeden z difraktogramů nepodařilo ztotožnit s dostupnými strukturami v databázi PCD.



Obrázek 4.56: Difraktogram částice ve vyžíhané slitině A325.



Obrázek 4.57: Difraktogram částice ve vyžíhané slitině A325.

5. Shrnutí diskuzí

5.1 Počáteční stav

Výroba pásu metodou TRC vede k tvorbě eutektických kolonií částic primárních fází, a vzhledem k rychlosti tuhnutí předpokládáme, že se jedná o fáze nerovnovážné. Kolonie těchto částic se vytvářejí v průběhu odlévání na hranicích utuhlých oblastí, jsou orientovány ve směru odlévání pásu (válcování). Tyto částice jsou výrazně protažené s náhodnou orientací jejich podélné osy. Tato základní charakteristika je stejná ve všech slitinách.

Konečná podoba částic primárních fází a jejich frakční podíl závisí na poměru příměsí v tavenině. U slitin s malým množstvím křemíku (A315, A325, E256) je délka těchto částic řádově 1 – 2 μm . Frakční podíl těchto částic je ve slitinách A315 a A325 zhruba stejný. Ve slitině E256 je podle prvotního odhadu o něco nižší. Vyplývá z toho, že rozhodující pro velikost frakčního podílu těchto částic je koncentrace železa ve slitině a mangan zřejmě při tuhnutí do těchto částic vstupuje minimálně a zůstává rozpuštěný v matici. Výrazně odlišnou velikost a frakční objem těchto částic se objevuje ve slitině C340, která má zhruba třetinovou koncentraci železa v porovnání s předchozími slitinami a zhruba stejné množství křemíku jako železa. Částice těchto fází jsou zhruba dvakrát delší a jejich frakční podíl je ve srovnání s předchozími slitinami zhruba třetinový.

5.2 Transformace částic

Při analýze průběhu transformací pozorujeme korelaci mezi množstvím železa v tavenině a teplotou, při níž začne docházet k prvotní transformaci (sferoidizaci) částic. Ve slitině A315 začne transformace částic primárních fází probíhat již při teplotě 400 °C. Nad teplotou 475 °C se částečně transformované kulovité částice začínají rozpouštět a příměsí těchto částic se přesouvají do hrubších sekundárních částic s destičkovitou a tyčinkovitou morfologií. Avšak ani po žíhání na 575 °C nejsou ještě všechny kulovité částice rozpuštěny. Vzhledem k rozpustnosti železa v hliníku předpokládáme, že po transformaci zbyde v matici jen malé procento železa, což zřejmě vede k vyšší tepelné stabilitě těchto částic.

Podobně je tomu také v případě slitiny E256, která obsahuje o zhruba 25% méně železa. Ke sferoidizaci částic primárních fází dochází při teplotě o něco vyšší, a to 425 °C. S největší pravděpodobností nižší celkové množství železa v tavenině přispívá k vyšší tepelné stabilitě těchto částic. Ostatní procesy, jako hrubnutí sférických částic a rozpouštění do částic sekundárních fází probíhají stejně jako u slitiny A315.

Slitina A325, která se od slitin A315 a E256 liší větším množstvím železa a přítomností manganu, vykazuje zcela odlišné chování. K prvním pozorovatelným změnám v morfologii částic primárních fází dochází až při teplotě 475 °C a nově vzniklé částice sekundárních fází většinou nevznikají mimo oblast původních kolonií, ale nové hrubé částice se vytvářejí jako důsledek nahrubnutí některých sferoidizovaných částic v původních eutektických koloniích. Morfologie částic sekundárních fází ve finálním stavu je však stejná jako ve slitinách A315 a E256.

Ve slitině C340 dochází k prvním pozorovatelným změnám v morfologii částic primárních fází až při teplotě 500 °C, tedy křemík podobně jako mangan ve slitině A325, stabilizuje částice primárních fází a posouvá jejich transformaci k vyšším teplotám. Stejně jako ve slitině A325 dochází k tvorbě sekundárních fází transformací sferoidizovaných částic uvnitř původních kolonií. Tyto částice se většinou nevytváří uvnitř zrn hliníkové matrice. Ve slitině zřejmě nedošlo k úplné transformaci z důvodů destrukce vzorku.

Ke stejným závěrům lze dojít analýzou výsledků rezistometrických měření. Kvalitativně se od sebe výsledky pro slitiny A315, A325 a E256 příliš neliší (vlastní transformace primárních fází má jen omezený vliv na změny rezistivity), pouze jednotlivá minima jsou situována u jiných teplot ve shodě s TEM pozorováním. Výrazně se liší výsledky pouze pro slitinu C340 ve shodě s in-situ experimenty v TEM.

5.3 Válcované slitiny

Vliv válcování před vlastní modelovou homogenizací je do značné míry omezený. Při teplotách vyšších než 300 je v litých i válcovaných vzorcích zcela odstraněna dislokační substruktura a transformace primárních fází probíhají ve dvou vybraných slitinách v litém i válcovaném stavu stejným způsobem.

5.4 Krystalografická analýza částic

Analýzou částic ve slitině C340 jsme zjistili, že částice v počátečním i koncovém stavu odpovídají kubické struktuře fáze α -Al(Fe,Mn)Si s rozdílnou prostorovou grupou. Fáze s prostou kubickou strukturou se transformovala na fázi s kubickou prostorově centrovanou strukturou, která podle literárních údajů obsahuje vyšší procento křemíku. Předpokládáme tedy, že tato fáze se vytváří v důsledku odčerpání zbytkového křemíku z matrice během in-situ žíhání.

Identifikace fází ve slitinách s nízkým obsahem křemíku je značně komplikovanější a do značné míry nejednoznačná. Ve slitině E256 struktura primárních i sekundárních fází odpovídá hexagonální struktuře α -Al(Fe,Mn)Si, avšak podobně jako u slitiny C340 se tyto dvě fáze liší prostorovou grupou. Přítomnost této fáze ve slitině s nízkou koncentrací křemíku je překvapivá, neboť při stechiometrickém složení by fáze α -Al(Fe,Mn)Si měla obsahovat odhadem 9 % křemíku. Možným vysvětlením je, že v této fázi může být křemík částečně substituován hliníkem, tudíž nestechiometrickým složením uvažované fáze. Dalším důvodem může být relativně malá statistická vypovídací hodnota analýzy vyplývající z identifikace difraktogramů jedné částice v každé slitině. Nicméně tyto analýzy jsou vstupními analýzami pro komplexnější výzkum a charakterizaci částic dalšími metodami elektronové mikroskopie (například analýza difrakce zpětně odražených elektronů - EBSD nebo precesní elektronová difrakce v transmisní elektronové mikroskopii - ASTAR [30]).

Ve slitině A315 byla tato hexagonální fáze v jedné z modifikací pozorována pouze v koncovém stavu, ve výchozím stavu se difraktogramy nepodařilo ztotožnit s literárně udávanými strukturami, lze však vyloučit přítomnost hexagonální fáze α -Al(Fe,Mn)Si. Podobně lze vyloučit přítomnost této fáze ve slitině A325

v žíhaném stavu. Ve výchozím stavu není výskyt hexagonální fáze stoprocentně potvrzen, jelikož se zatím podařilo ztotožnit s touto fází pouze jeden difraktogram. Druhý, i přesto, že mezivinné vzdálenosti odpovídají hexagonální struktuře fáze $\alpha\text{-Al(Fe,Mn)Si}$, neodpovídá této fázi zcela geometrií difraktogramu. Částice ve vyžíhaném stavu slitiny A325 však bezpečně nesplňují symetrii fáze $\alpha\text{-Al(Fe,Mn)Si}$.

Závěr

Výsledky uvedené v práci se týkají vývoje mikrostruktury v hliníkových slitinách po modelovém homogenizačním žíhání.

Bylo provedeno mapování mikrostruktury čtyř hliníkových slitin vyrobených metodou TRC v nichž byly nalezeny kolonie eutektických částic s tyčinkovitou morfologií. Vyšší koncentrace křemíku ve slitině C340 vede ke vzniku výrazně hrubších primárních částic v porovnání s ostatními slitinami. Během modelových in-situ experimentů dochází ve všech slitinách nejprve k transformaci tyčinkovitých částic primárních fází na částice kulovité. Při vyšších teplotách bylo pozorováno rozpouštění těchto částic a tvorba hrubých částic sekundárních fází mimo oblasti původních eutektických kolonií (A315, E256) nebo se nové částice sekundárních fází vytváří nahrubnutím a přímou transformací sferoidizovaných primárních fází v oblasti původních eutektických kolonií (A325, C340). Modelové experimenty dále ukázaly, že případné zařazení předdeformace válcováním tyto děje nijak neovlivňuje. Z pohledu praktického využití výsledků v průmyslu je zřejmé, že nahrublé částice sekundárních fází mohou výrazně negativně ovlivnit tvorbu pórů v tenkých fóliích. Nejvhodnější strukturou, při které by měl být vliv částic na tvorbu pórů omezen se jeví takové podmínky zpracování, při nichž dojde ke sferoidizaci částic primárních fází, přičemž nedochází k nahrubnutí částic fází sekundárních.

Literatura

- [1] KERRY, J. (2012). Aluminium foil packaging. *Packaging Technology*, 163-177.
- [2] BIROL, Y. (2008). Thermomechanical processing of a twin-roll cast Al-1Fe-0.2Si alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, **202**(1-3), 564-568.
- [3] SLÁMOVÁ, M., HOMOLA, P. a KARLÍK, M. (2007). Thermal stability of twin-roll cast Al-Fe-Mn-Si sheets accumulative roll bonded at different temperatures. *Materials Science and Engineering* **462**(1-2), 106-110.
- [4] AIB Břidličná, a.s. interní materiál (2017).
- [5] KRATOCHVÍL, P., LUKÁČ, P. a SPRUŠIL, B. (1984). *Úvod do fyziky kovů*. SNTL/Alfa - Nakladatelství technické literatury, Praha.
- [6] HAASEN, P. (1996). *Physical metallurgy*. Třetí rozšířené a opravené vydání. Cambridge University Press, New York., 1996. ISBN 0521559251.
- [7] BIROL, Y. (2009). Response to annealing treatment of a twin-roll cast thin AlFeMnSi strip. *Journal of Materials Processing Technology*, **209**(1), 506-510.
- [8] ALIZADEH, M. a KARAMOUZ, M. (2014). Effect of periodic melt shearing process and cooling rate on structure and hardness of Al-0.7Fe aluminum alloy. *Materials and Design*, **55**, 204-211.
- [9] HATCH, J.E. (1984). *Aluminum: Properties and physical metallurgy*. American Society for Metals, Metals park, OH. ISBN 0-87170-176-6
- [10] LENTZ, M., LAPTYEVA, G. a ENGLER, O. (2016). Characterization of second-phase particles in two aluminium foil alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. **660**, 276-288.
- [11] CHEN, H., CHEN, Q., DU, Y., BRATBERG, J., a ENGSTRÖM, A. (2014). Update of Al-Fe-Si, Al-Mn-Si and Al-Fe-Mn-Si thermodynamic descriptions. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **24**(7), 2041-2053.
- [12] BIROL, Y. (2009). Interannealing twin-roll cast Al-Fe-Si strips without homogenization. *Scripta Materialia*, **61**(2), 185-188.
- [13] PHRAGMÉN, G. (1950). On the phases occurring in alloys of aluminium with copper, magnesium, manganese, iron, and silicon. *Journal of the Institute of Metals*, **77**, 489-552.
- [14] CORBY, R. N. (1977). The Structure of alpha-(AlFeSi) by Anomalous-Dispersion Methods. *Acta Crystallographica B*, **33**, 3468-3475.
- [15] GRIN, Y., ELLNER, M. a PETERS, K. (1965). Refinement of the Fe₄Al₁₃ structure and its relationship to the quasihomological homeotypical structures. *Zeitschrift für Kristallographie*, **209**, 479-487.

- [16] WALFORD, L.K. (1965). The Structure of the Intermetallic Phase FeAl₆. *Acta Crystallographica*, **18**, 287-291.
- [17] KARLÍK, M. (2011). *Úvod do transmisní elektronové mikroskopie*. České vysoké učení technické v Praze, Praha. ISBN 978-80-01-04729-3.
- [18] SKÁLA, L. (2005). *Úvod do kvantové mechaniky*. Academia, Praha. ISBN 80-200-1316-4.
- [19] HIRSCH, P.B. (1977). *Electron microscopy of thin crystals*. R. E. Krieger Pub. Co., Huntington, N.Y. ISBN 0882753762.
- [20] YUN, M., LOKYER, S. a HUNT, J.D. (2000). Twin roll casting of aluminium alloys. *Materials Science and Engineering, A*, **280**(1), 116-123.
- [21] BIROL, Y. (2009). Recrystallization of twin-roll cast Al-Fe-Si foil stock processed without homogenization. *Journal of Alloys and Compounds*, **488**(1), 112-116.
- [22] BIROL, Y. (2013). Optimization of homogenization for a low alloyed AlMgSi alloy. *Materials Characterization*, **80**, 69-75.
- [23] KITTEL, Ch. (1985). *Úvod do fyziky pevných látek*. Academia, Praha.
- [24] POKOVÁ, M. (2008). Vliv dispersoidů na rekrystalizaci hliníkových slitin. Univerzita Karlova, Katedra fyziky materiálů, Praha.
- [25] KARLÍK, M., VRONKA, M., HAUŠILD, P. a HÁJEK, M. (2015). Influence of cold rolling on the precipitation in an Al-Mn-Zr alloy. *Materials and design*, **85**, 361-366.
- [26] POKOVÁ, M. (2012). Mikrostruktura nerovnovážných tuhých roztoků na bázi Al-Mn. Univerzita Karlova, Katedra fyziky materiálů, Praha.
- [27] Oficiální web PCD. Základní informace o databázi. <http://www.crystalimpact.com/pcd/> [cit. 16.05.2018]
- [28] STADELMANN, P.A. (1987). EMS - a software package for electron diffraction analysis and HREM image simulation in materials science. *Ultra-microscopy*, **21**(2), 131-145.
- [29] M. A. Cavendish Laboratory (1967). The crystal structure of the ternary alloy alpha(AlFeSi). *Acta Crystallographica*, **23**, 1106-1107.
- [30] MINÁRIK, P., VESELÝ, J., ČÍŽEK, J., ZEMKOVÁ, M., VLASÁK, T., KRAJŇÁK, T., KUBÁSEK, J., KRÁL, R., HOFMAN, D. a STRÁSKÁ, J. (2018). Effect of secondary phase particles on thermal stability of ultra-fine grained Mg-4Y-3RE alloy prepared by equal channel angular pressing. *Materials Characterization*, **140**, 207-216.

Seznam obrázků

1.1	Snímek zdvojené fólie za přítomnosti: a) kolonie eutektických fází; b) částice primární fáze o velikosti srovnatelné s tloušťkou dvou vrstev fólie [4]	4
2.1	Ukázka tečnové konstrukce pro systém složek A a B s fázemi 1 a 2 [5]. F_1 a F_2 jsou volné energie systému 1 a 2 při dané teplotě.	6
2.2	Tvar závislosti směšovací volné energie binárního systému v závislosti na poměru složek systému A a B, kde $T_3 > T_2 > T_1 > T_0$ [5].	7
2.3	Ukázka binárního fázového diagramu pro systém s úplnou vzájemnou rozpustností v pevném i kapalném stavu [5].	8
2.4	Teplotní závislost složení kapalně a pevné fáze při rovnovážném tuhnutí v systému s binárním fázovým diagramem [5].	8
2.5	Eutektický fázový diagram [5].	9
2.6	Binární fázový diagram systému Al-Fe s nízkými koncentracemi Fe (převzato z [8]).	10
4.1	Výchozí stav slitiny A315 v místě vybraném pro in-situ TEM pozorování.	18
4.2	Distribuce primárních fází na hranicích zrn ve slitině A315.	19
4.3	Detail distribuce částic ve slitině A315.	19
4.4	Výchozí stav slitiny slitiny A325 v místě vybraném pro in-situ TEM pozorování.	20
4.5	Výchozí stav slitiny C340 v místě vybraném pro in-situ TEM pozorování.	20
4.6	Výchozí stav slitiny E256 v místě vybraném pro in-situ TEM pozorování.	21
4.7	Výchozí stav slitiny E256 v místě s nízkou hustotou eutektických kolonií v objemu.	22
4.8	Derivovaná křivka rezistivity slitiny A315 při jejím ohřevu na 600 °C a následném ochlazení na pokojovou teplotu.	23
4.9	Derivovaná křivka rezistivity slitiny A325 při jejím ohřevu na 600 °C a následném ochlazení na pokojovou teplotu.	23
4.10	Derivovaná křivka rezistivity slitiny E256 při jejím ohřevu na 600 °C a následném ochlazení na pokojovou teplotu.	24
4.11	Derivovaná křivka rezistivity slitiny C340 při jejím ohřevu na 600 °C a následném ochlazení na pokojovou teplotu.	24
4.12	Mikrostruktura slitiny A315 během žíhání při teplotách 100 °C a 300 °C.	25
4.13	Průběh transformace částic primárních fází slitiny A315. Šipkou je označena nově narůstající částice sekundární fáze.	26
4.14	Průběh rozpouštění částic primárních fází a nahrubnutí částic sekundárních fází ve slitině A315. Šipkami jsou označeny některé nahrubnuté částice sekundárních fází.	27

4.15	Mikrostruktura slitiny A325 během žhání při teplotách 300 °C a 450 °C.	28
4.16	Průběh rozpouštění částic primárních fází slitiny A325. Šipkou je označena narůstající částice sekundární fáze.	28
4.17	Průběh rozpouštění částic primárních fází a nahrubnutí částic sekundárních fází slitiny A325.	29
4.18	Mikrostruktura slitiny A325 po vyžhání na teplotu 600 °C.	29
4.19	Mikrostruktura slitiny C340 při žhání při teplotách 300 °C a 475 °C.	30
4.20	Průběh transformace částic primárních fází slitiny C340.	31
4.21	Průběh destrukce vzorku slitiny C340 při in-situ žhání nad teplotu 550 °C.	31
4.22	Mikrostruktura slitiny E256 během žhání při teplotách 300 °C a 400 °C.	33
4.23	Průběh transformace částic primárních fází slitiny E256.	33
4.24	Průběh rozpouštění částic primárních fází a nahrubnutí částic sekundárních fází slitiny E256. Šipkou je označena rostoucí částice sekundární fáze.	34
4.25	Mikrostruktura slitiny A315 vyválcované na 3 mm v místě zvoleném pro TEM pozorování in-situ experimentu.	35
4.26	Mikrostruktura slitiny A315 vyválcované na 3 mm po vyžhání na 300 °C.	35
4.27	Srovnání mikrostruktury slitiny A315 při teplotě 400 °C v litém a válcovaném stavu.	36
4.28	Srovnání mikrostruktury slitiny A315 při teplotě 475 °C v litém a válcovaném stavu.	36
4.29	Srovnání mikrostruktury slitiny A315 při teplotě 575 °C v litém a válcovaném stavu.	37
4.30	Mikrostruktura slitiny A325 vyválcované na 3 mm v místě vybraném pro TEM sledování při in-situ experimentu	37
4.31	Mikrostruktura slitiny A325 vyválcované na 3 mm po vyžhání na teplotu 300 °C	38
4.32	Srovnání mikrostruktury slitiny A325 při teplotě 450 °C v litém a válcovaném stavu	38
4.33	Srovnání mikrostruktury slitiny A325 při teplotě 525 °C v litém a válcovaném stavu	39
4.34	Srovnání mikrostruktury slitiny A325 při teplotě 550 °C v litém a válcovaném stavu	39
4.35	Srovnání mikrostruktury vzorků slitiny A325 po vyžhání na 550 °C v litém a válcovaném stavu	40
4.36	Částice v nevyžhaném vzorku slitiny C340 vybrané pro TEM analýzu. Šipkou je označena vybraná částice.	41
4.37	Srovnání difraktogramů zóny [111] prosté kubické struktury α – Al(Fe,Mn)Si: a) experimentální; b) simulovaný	42
4.38	Srovnání difraktogramu zóny [101] kubické struktury α – Al(Fe,Mn)Si: a) experimentální; b) simulovaná prostá; c) simulovaná prostorově centrovaná	42
4.39	Částice ve vyžhaném vzorku slitiny C340 vybrané pro TEM analýzu. Šipkou je označena vybraná částice.	43

4.40	Srovnání difraktogramu zóny [100] kubické struktury $\text{Al}_{12}\text{Fe}_3\text{Si}$: a) experimentální; b) simulovaná prostá; c) simulovaná prostorově centrovaná	44
4.41	Částice ve vyžíhaném vzorku slitiny E256 vybrané pro TEM analýzu	44
4.42	Srovnání difraktogramu zóny [001] hexagonální struktury $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$: a) experimentální; b) simulovaný	45
4.43	Srovnání difraktogramu zóny [102] hexagonální struktury $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$: a) experimentální; b) simulovaný	45
4.44	Srovnání difraktogramu zóny [101] hexagonální struktury $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$: a) experimentální; b) simulovaný	46
4.45	Částice v nevyžíhaném vzorku slitiny E256 vybrané pro TEM ana- lýzu. Šipkou je označena vybraná částice.	47
4.46	Srovnání difraktogramů zóny [102] částic slitiny E256: a) nevyží- hané; b) vyžíhané	47
4.47	Srovnání difraktogramů zóny [001] částic slitiny E256: a) nevyží- hané; b) vyžíhané. V a) dochází k překryvu difraktogramů dvou různých částic. Pro názornost byly některé stopy zvýrazněny. . . .	48
4.48	Snímek částice ve vyžíhaném vzorku slitiny A315 vybrané pro TEM analýzu. Šipkou je označena vybraná částice.	48
4.49	Srovnání difraktogramů zóny [102] částic vyžíhaných slitin: a) A315; b) E256	49
4.50	Srovnání difraktogramů zóny [001] částic vyžíhaných slitin: a) A315; b) E256. Pro názornost byly některé stopy zvýrazněny. .	49
4.51	Částice v nevyžíhaném vzorku slitiny A315 vybrané pro TEM ana- lýzu. Šipkou je označena vybraná částice.	50
4.52	Difraktogram nevyžíhaného vzorku slitiny A315.	50
4.53	Částice v nevyžíhaném vzorku slitiny A325 vybrané pro TEM ana- lýzu. Šipkou je označena vybraná částice.	51
4.54	Srovnání difraktogramu zóny [203] hexagonální struktury $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$: a) experimentální; b) simulovaný	51
4.55	Neztotožněný difraktogram částice v nevyžíhané slitině A325. . .	52
4.56	Difraktogram částice ve vyžíhané slitině A325.	53
4.57	Difraktogram částice ve vyžíhané slitině A325.	53

Seznam tabulek

2.1	Mřížové parametry očekávaných fází [13–16]	10
2.2	Maximální rozpustnosti vybraných prvků v Al matici v hmotnostních procentech [9]	12
2.3	Průměrný nárůstu rezistivity pro příměsí nacházející se ve zkoumaných slitinách připadající na jedno hmotnostní procento [9]. . .	15
3.1	Tabulka zastoupení hlavních příměsí ve zkoumaných slitinách . .	16