

Univerzita Karlova v Praze
Matematicko-fyzikální fakulta

DIPLOMOVÁ PRÁCE

Vojtěch Komenda

*Úprava fyzikálních vlastností aluminidů železa
tepelným zpracováním a aditivou*

Katedra fyziky kovů

Vedoucí diplomové práce: *Doc. RNDr. Miroslav Cieslar, CSc.*

Studijní program: *Fyzika kondenzovaných a makromolekulárních látek*

Rád bych poděkoval Doc. RNDr. Miroslavu Cieslarovi, CSc. za vedení mé diplomové práce a za cenné připomínky k jejímu obsahu i formě.

Dále bych rád poděkoval:

prof. RNDr. Petru Kratochvílovi, DrSc. za cenné konzultace,

paní Martě Čepové za zaučení a následnou pomoc při světelné metalografii a také za skenování fotografií,

RNDr. Haně Šichové, CSc. za provedení RTG fázové analýzy,

Ing. Jiřímu Maclovi za provedení elektronové řádkovací mikroskopie.

Prohlašuji, že jsem svou diplomovou práci napsal samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů. Souhlasím se zapůjčováním práce.

V Praze dne 21.4.2006

Vojtěch Komenda



Obsah

I. ÚVOD	6
II. LITERÁRNÍ INFORMACE O ALUMINIDECH ŽELEZA	8
A. Obecné vlastnosti aluminidů železa	8
1. Struktura aluminidů železa	8
2. Poruchy krystalové mříže	12
3. Mechanické vlastnosti.....	16
B. Vlastnosti aluminidů železa legovaných Cr, Ti, B, C	22
1. Vliv legujících prvků na vlastnosti aluminidů železa	23
2. Fáze popsané v literatuře	25
C. Výroba a termomechanické zpracování.....	30
1. Zpracování aluminidů železa	32
III. EXPERIMENTÁLNÍ POSTUPY	35
A. Složení vzorků a způsoby jejich zpracování	35
1. Popis postupů zpracování	35
2. Používané značení	36
B. Experimentální metody.....	38
1. Světelná metalografie	38
2. Transmisní elektronová mikroskopie.....	38
3. RTG analýza	40

4. Řádkovací elektronová mikroskopie.....	40
5. Měření mikrotvrdosti dle Vickerse	41
6. Tahová deformační zkouška	41
IV. VÝSLEDKY MĚŘENÍ.....	44
A. Mikrostruktura	44
1. Materiál s mikrolegurou TiB ₂	44
2. Materiál s mikrolegurou Ti.....	53
3. Materiál s mikrolegurou B.....	58
4. Materiál s mikrolegurou Ti a B.....	81
B. Mechanické zkoušky	87
1. Mikrotvrdost	87
2. Tahové zkoušky	91
V. DISKUSE	98
A. Mikrostruktura	98
B. Mechanické vlastnosti.....	100
1. Mikrotvrdost	100
2. Tahové zkoušky	102
VI. ZÁVĚR.....	104
VII. SEZNAM LITERATURY	105

Abstrakt

Název práce: Úprava fyzikálních vlastností aluminidů železa tepelným zpracováním a aditivy

Autor: Vojtěch Komenda

Katedra (ústav): Katedra fyziky kovů

Vedoucí diplomové práce: *Doc. RNDr. Miroslav Cieslar, CSc.*

e-mail vedoucího: cieslar@met.mff.cuni.cz

Abstrakt: Tato diplomová práce popisuje chování aluminidů železa na bázi Fe_3Al se 4 at. % Cr, do kterých byly jako mikrolegující prvky přidány titan a bór. V každém z materiálů se ještě vyskytovalo malé množství C (cca 0,1 at. %). Práce se zabývá studiem stability mikrostruktury při postupném přižhávání v rozsahu teplot 300 - 1150°C a vlivem takto vytvořené mikrostruktury na mechanické vlastnosti. V materiálech s příměsí bóru byly pozorovány částice s příměsí C-Cr-Fe. Pokud se titan rozpouštěl v matici, měl tendenci zabráňovat zvětšování zrna. V materiálu s příměsí titanu byly pozorovány podlouhlé částice o rozměrech 2 x 20 μm . Pravděpodobně se jedná o karbidy titanu. V materiálu s čistou příměsí bóru byly pozorovány podlouhlé částice s rozměry cca 10 μm x 200 nm x 5 nm, které byly orientovány protaženou stranou rovnoběžně se směry $\langle 100 \rangle$. Jejich tvorba je s největší pravděpodobností svázána s přítomností vrstevných chyb, které se v tomto materiálu vyskytují. Nejvyšší hodnoty $\sigma_{0,2}$ vykazoval při měřených teplotách 600 - 800°C materiál se složením Fe-33Al-4Cr-0,65Ti-0,1C.

Klíčová slova: aluminidy železa, titan, bór, titan borid

Abstract

Title: Modification of iron aluminides physical properties by alloying and thermal processing

Author: Vojtěch Komenda

Department: Department of metal physics

Supervisor: *Doc. RNDr. Miroslav Cieslar CSc.*

Supervisor's e-mail address: cieslar@met.mff.cuni.cz

Abstract: Topic of this thesis are Fe_3Al based iron aluminides with 4 at. % of chromium. This materials was alloyed by boron and titanium (in alloy was as well carbon detected). Subject of work was stability of microstructure during annealing, with annealing temperatures between 300 - 1150°C and influence of this microstructure on mechanical properties. Particles with C-Cr-Fe were observed in materials containing boron. Particles with dimensions 2 x 20 μm were observed in material containing titanium. Most probably it is titanium carbide. Elongated needles with dimensions 10 μm x 200nm x 5 nm were observed in material containing boron. They were oriented parallel with $\langle 100 \rangle$ directions of matrix. Stacking faults on planes $\{100\}$ were also observed in this material. Formation of needles is probably caused by the presence of these stacking faults. Highest values of yield stress in temperature range 600 - 800°C has alloy with composition Fe-33Al-4Cr-0,65Ti-0,1C.

Keywords: iron aluminides, titanium, boron, titanium boride

I. Úvod

Po celou dobu průmyslového vývoje lidstva byla potřeba pevného kovového materiálu řešena pomocí oceli. Většina strojů (auta, letadla, důlní stroje...) byla konstruována s využitím tohoto materiálu, jehož výroba byla velmi dobře propracována a jehož vlastnosti byly dostatečně známé.

Teprve v posledních několika desítkách let se začíná pozvolna rozvíjet i využití jiných kovových materiálů pro konkrétní aplikace v průmyslové výrobě. Do popředí se díky své nízké hustotě dostávají materiály na bázi hliníku a hořčíku, které nahrazují železo v aplikacích, kde pevnosti ocelí není zapotřebí a kde je výhodou nízká hustota těchto prvků.

Pro odvětví kovových materiálů odolných vůči korozi se v poslední době stále více uvažuje o použití tzv. aluminidů železa. Oproti dnes běžně používaným korozivzdorným ocelím, mají nižší poměr hustota/pevnost a jejich odolnost vůči oxidaci se vlastnostem korozivzdorných ocelí více než vyrovná. Jejich výroba a zpracování však zatím narážejí na určité problémy. Řešení těchto problémů je v současné době důležitým úkolem fyzikální metalurgie.

Aluminidy železa patří do skupiny tzv. intermetalických sloučenin. V těchto materiálech je více různých typů atomů uspořádáno v matici podle periodicky přesně daných pravidel. Mezi nejznámější „intermetalika“ (intermetalické sloučeniny) patří NiAl , Ni_3Al , TiAl , Ti_3Al , Ni_3Fe , FeAl a Fe_3Al . Tématem této diplomové práce jsou intermetalika na bázi FeAl a Fe_3Al . Pro tyto materiály se používá název aluminidy železa. Jak již bylo řečeno, vynikají Fe_3Al a FeAl především svou korozní odolností. Byly by tedy vhodným materiálem pro aplikace v silně oxidačních prostředích. Aluminidy železa by mohly být využity například v některé z následujících aplikací:

- Lopatky pro turbíny a kompresory tryskových motorů
- Topné články
- Příslušenství do pecí ve sklářském i jiném průmyslu
- Výměníky tepla
- Konstrukční součástky v letectví
- Trubky a potrubí pro jaderné elektrárny

Širšímu nasazení těchto sloučenin v technické praxi brání dva zásadní problémy. Prvním je *nizká tažnost při pokojové teplotě* a druhým *pokles pevnosti a creepové odolnosti nad 600°C*. Problém tažnosti se již částečně podařilo vyřešit. Pomocí příměsí Cr bylo dosaženo dodatečné tažnosti až 10%. Kontrolou vhodných podmínek při výrobě je také možné zvýšit tažnost materiálu na přijatelnou úroveň. Řešení druhého problému je v současné době předmětem zájmu mnoha výzkumných pracovišť po celém světě. Pro vyřešení tohoto problému je nutné kombinovat poznatky ze dvou možných směrů výzkumu. Jedním z nich je sledování vlastností při změně množství a druhu legujících prvků. Druhou oblastí je změna vlastností při různé výrobě a zpracování materiálu.

V této diplomové práci byly k základnímu složení materiálu cca. Fe-30Al-4Cr (at %) jako mikrolegující prvky přidány Ti a B. Pro toto zkoumání jsme měli k dispozici 4 materiály s různými kombinacemi mikrolegujících prvků (konkrétní složení viz kap. III.A). V každém z materiálů se ještě vyskytovalo nezanedbatelné množství C, které se do materiálu dostalo jako nečistota v železe. Vzorky byly vyrobené tavením ve vakuu, následně odlity (jedna sada vzorků) a některé dále válcovány (druhá sada vzorků). Válcované vzorky byly posléze přižihávány s krokem 100°C za hodinu při teplotách z intervalu 300-1150°C.

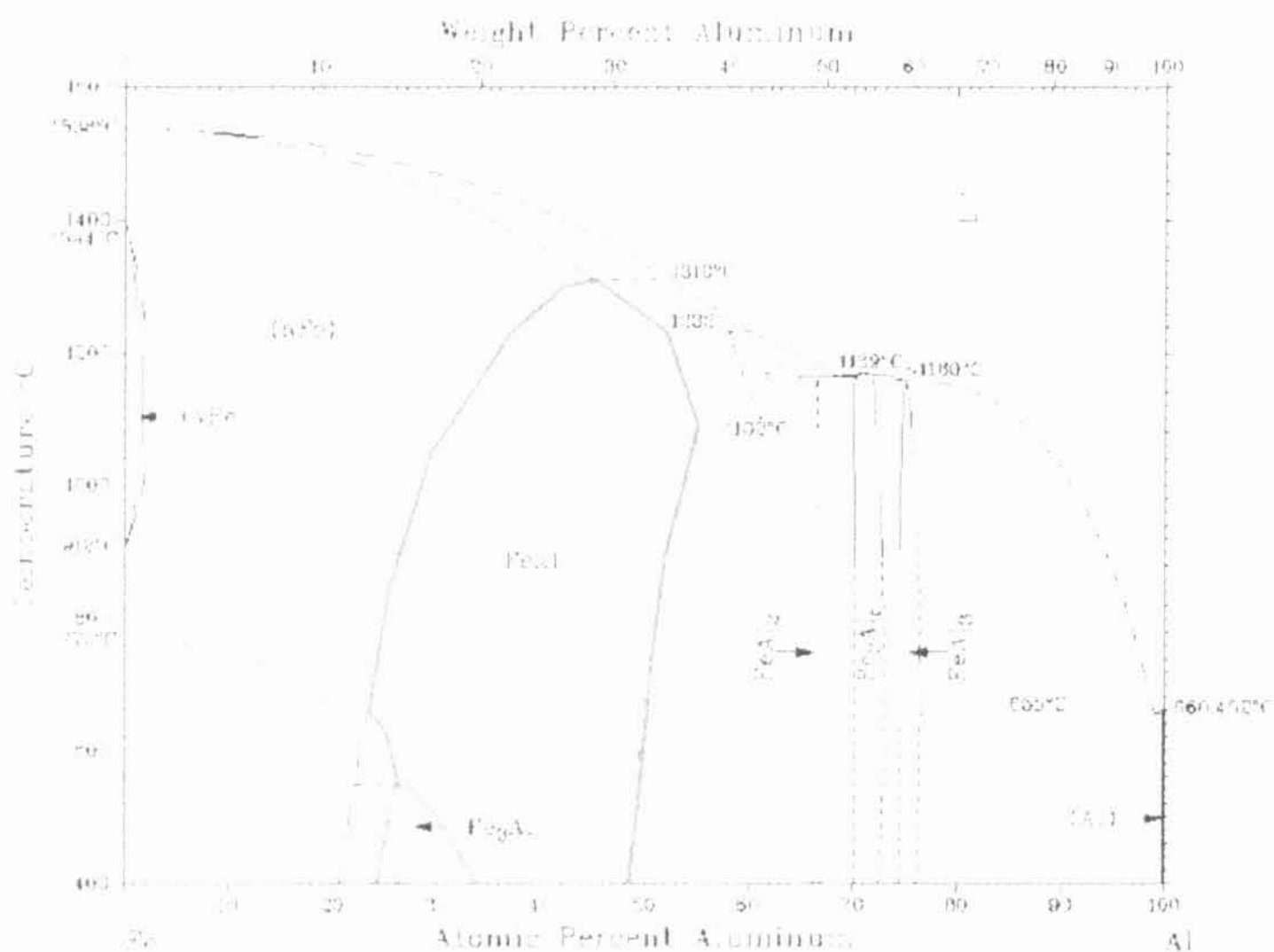
Cílem této práce je zmapovat chování (mikrostruktura - její stabilita a vývoj) těchto materiálů v závislosti na teplotě přižihávání a na základě výsledků navrhnout a provést tahové zkoušky při teplotách nad 600°C. Snahou je popsat vyskytující se částice jiných fází, jejich teplotní stabilitu a možný vliv na pevnost materiálu za vysokých teplot.

II. Literární informace o aluminidech železa

A. Obecné vlastnosti aluminidů železa

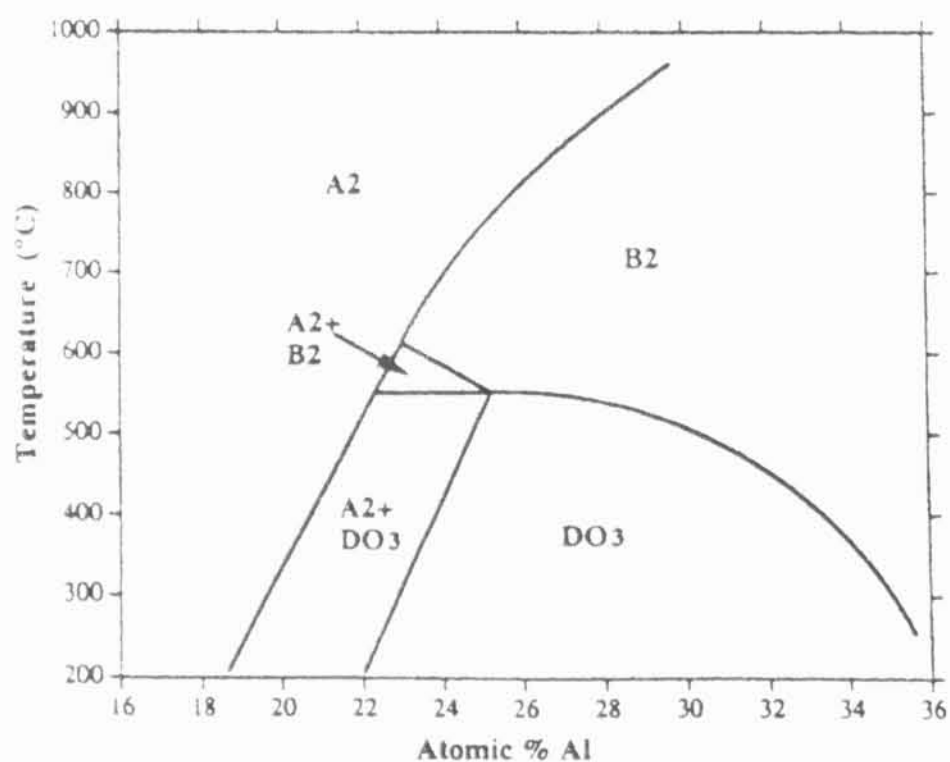
1. Struktura aluminidů železa

Aluminidy železa se uspořádávají na dlouhou vzdálenost. To znamená, že určitá pozice v krystalografické mříži je přednostně obsazena hliníkem a určitá přednostně železem. Konkrétní rozdělení jednotlivých atomů závisí na struktuře dané fáze. Aluminidy železa se vyskytují ve dvou možných strukturách $B2$ ($FeAl$) a DO_3 (Fe_3Al). Výskyt těchto fází závisí na poměru mezi $Fe:Al$, teplotě a tlaku. Za předpokladu konstantního atmosférického tlaku můžeme výskyt fází v závislosti na teplotě a složení vyjádřit fázovým diagramem, viz obr. 1.



Obr. 1 - Rovnovázný fázový diagram systému Fe-Al [1].

V červeně vyznačené oblasti se při rovnovážných podmínkách vyskytuje čistá struktura DO_3 a v zeleně ohraničené oblasti se vyskytuje čistá struktura B2. Pro lepší orientaci uvádím na obr. 2 zvětšenou oblast výskytu aluminidů železa.

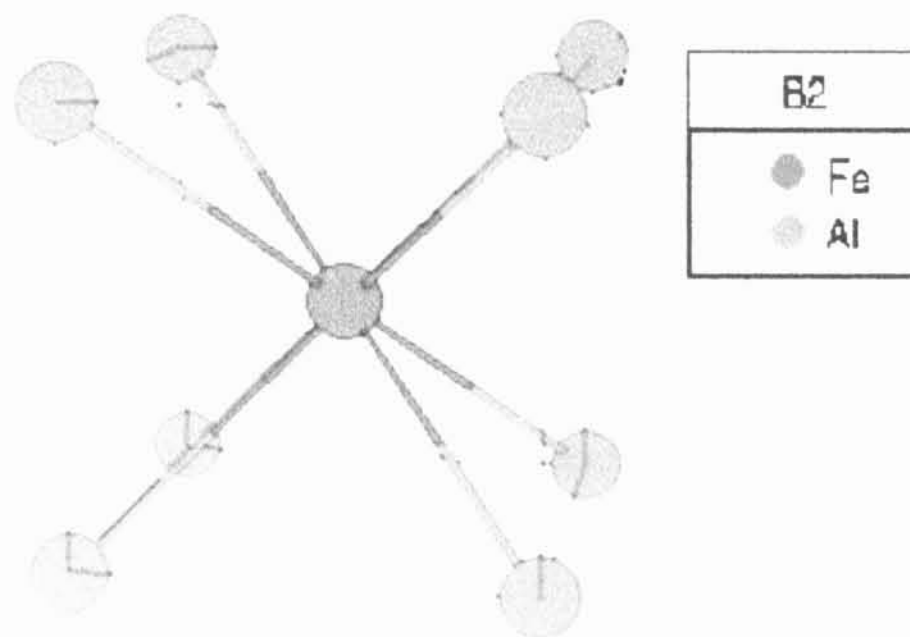


Obr. 2 - Fázový diagram Fe-Al v oblasti výskytů aluminidů železa [2].

Kromě fází B2 a DO_3 je možné v diagramu pozorovat ještě fázi A2. Toto označení má neuspořádaný tuhý roztok hliníku v železe (v horním fázovém diagramu je označena jako α -Fe). Na některých pozicích v BCC struktuře je železo nahrazeno hliníkem. Tato místa jsou v mříži rozmístěna naprosto náhodně. Jedná se tedy o roztok Al v α -Fe.

a) B2 (FeAl)

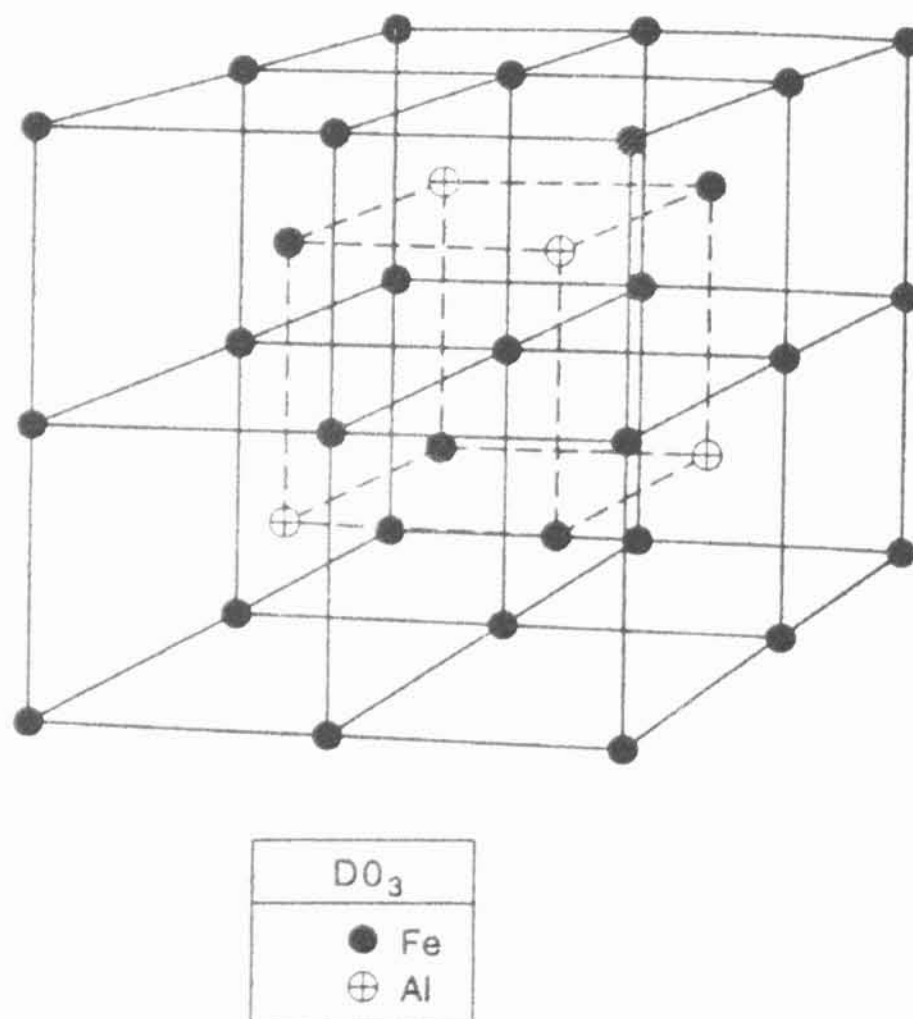
Pro pochopení struktury fáze B2 (viz obr. 3) je vhodné si představit v BCC struktuře obsazení všech rohů přednostně jedním typem atomů (Fe) a středu kubické mřížky atomem druhého typu (Al). Stechiometrický poměr mezi oběma typy atomů je (Fe:Al) 1:1.



Obr. 3 - Struktura B2 – mřížková konstanta $a=0,2909$ nm.

b) $D0_3$ (Fe_3Al)

V této fázi je stechiometrický poměr mezi jednotlivými typy atomů 3:1. V hrubých rysech platí představa z fáze B2. Odlišnost je v tom, že každá druhá buňka (B2) má více zastoupený atom (železo) kromě rohů i ve středu kubicky prostorově centrované mřížky (viz obr. 4). Vzniká tak mříž o dvojnásobné mřížkové konstantě.



Obr. 4 - Struktura $D0_3$ [3] - mřížková konstanta $a \approx 2 \cdot a = 0,5792$ nm.

Dle fázového diagramu dochází při teplotě T_C (přesná hodnota je určena přesným složením) k fázovému přechodu 2. druhu mezi fázemi DO_3 a $B2$.

Termodynamické zákony neumožňují ideální obsazení všech krystalografických poloh atomem, který na dané místo dle popsané krystalografie patří (je to možné jen při $T=0K$ a správném poměru $Fe:Al$ 3:1 pro DO_3 nebo 1:1 pro $B2$). Proto definujeme veličinu *parametr uspořádání na dlouhou vzdálenost S*, která popisuje odchylku od tohoto ideálního stavu. V ideálním případě, kdy jsou všechny atomy na správných místech, se S rovná 1. Pro neuspořádaný systém, tj. s náhodně rozmístěnými atomy Fe a Al , se S rovná 0.

Parametr uspořádání na dlouhou vzdálenost S definujeme takto [4]:

Zavádí se poměr atomů na správných pozicích k celkovému počtu atomů. P_{A1} ... Poměr počtu atomů A na správné pozici 1 (N_{A1}) vůči počtu všech atomů A .

$$(1) \quad P_{A1} = \frac{N_{A1}}{N_A}$$

P_{A2} ... Poměr počtu atomů A na nesprávné pozici 2 (N_{A2}) vůči počtu všech atomů A .

$$(2) \quad P_{A2} = \frac{N_{A2}}{N_A}$$

Parametr na dlouhou vzdálenost S se poté zavádí rovnicemi **(3, 4, 5)**

$$(3) \quad P_{A1} = \frac{1}{2}(1+S)$$

$$(4) \quad P_{A2} = \frac{1}{2}(1-S)$$

$$(5) \quad S = 2P_{A1} - 1$$

2. Poruchy krystalové mříže

Jako v každé krystalické látce, tak i v aluminidech železa dochází k odchýlkám od ideálního uspořádání. Poruchy krystalografické mříže můžeme rozdělit na běžné poruchy související se strukturou BCC a na poruchy superstrukturní pocházející od uspořádání Fe a Al do struktury B2 nebo DO₃.

a) Poruchy struktury

Obecný popis jednotlivých poruch je možné nalézt např. v [5]. V této kapitole jsme se zaměřili na vlastnosti těchto poruch v aluminidech železa.

(1) *Bodové poruchy*

Substituční atom: Množství substitučních atomů je přímo závislé na stechiometrickém poměru Fe:Al, teplotě a druhu fáze (B2 nebo DO₃).

Vakance: Výskyt vakancí také souvisí s teplotou (termální vakance) a stechiometrickým poměrem Fe:Al. Pro fázi B2 platí, že při nestechiometrických poměrech (nadbytek Al) se nadbytečné Al atomy nevyskytují jako substituční atomy, ale zvyšují množství vakancí (až 10% objemu) [3].

Triple defekty: Toto označení má spojení vakance a atomu v substituční poloze. V aluminidech železa se vyskytuje převážně ve struktuře B2 při koncentracích blízkých stechiometrickému složení [6].

(2) *Čárové poruchy*

Dislokace: V aluminidech železa se za pokojových teplot pohybují dislokace s Burgersovým vektorem typu $\langle 111 \rangle$. Pro tento skluzový směr se v literatuře [3] uvádí skluz v rovinách $\{110\}$ a $\{211\}$. Při vyšších teplotách může dojít ke skluzu dislokací s Burgersovým vektorem typu $\langle 100 \rangle$ [2].

(3) Plošné poruchy

Vrstevné chyby: Z vrstevných chyb byl v aluminidech železa pozorován typ $\{100\}$ [7]. Tyto vrstevné chyby byly popsány ve fázi B2 s poruchovým vektorem $\vec{R} = 1/2\langle 100 \rangle a$, kde a je meziovinná vzdálenost fáze B2. Song a kol. [8] na základě pozorování pomocí vysokorozlišovací elektronové mikroskopie (HRTEM) navrhují pro pozorované vrstevné chyby spíše poruchový vektor $\vec{R} = \sqrt{3}/2\langle 100 \rangle a$. Tyto vrstevné chyby byly pozorovány v materiálech obsahujících bór.

b) Poruchy superstruktury

(1) Antifázové hranice a antifázové domény

Protože se v aluminidech železa střídají dvě různé podmřížky, může dojít k posunu některých oblastí o část periody mřížky. Na daném rozhraní spolu sousedí nesprávné krystalografické pozice. Tomuto rozhraní se říká antifázová hranice (APB) (viz obr. 5). Ten znázorňuje strukturu B2, kde je možný jen jeden druh antifázové hranice tzv. NNNAPB - next nearest neighbour antiphase boundary.

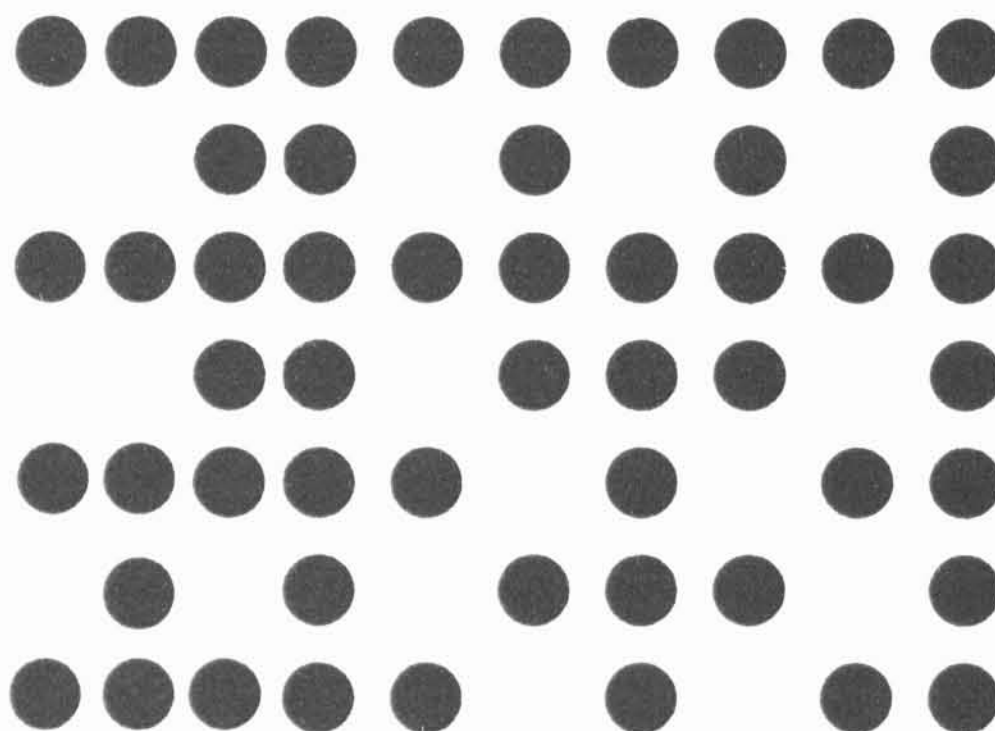


Obr. 5 - Antifázové domény (zobrazení roviny $\{111\}$ ve struktuře B2).

Ve struktuře DO_3 se rozlišují dva druhy antifázových rozhraní.

- NNAPB - nearest neighbour antiphase boundary
- NNNAPB - next nearest neighbour antiphase boundary

Oba typy jsou vyznačeny na obr. 6. Zeleně je znázorněno NNAPB a červenou barvou NNNAPB.



Obr. 6 - NNAPB a NNNAPB -antifázové domény (zobrazení roviny $\{111\}$ ve struktuře DO_3 ; Fe - plný kroužek; Al – prázdný kroužek).

Ohraničené oblasti se nazývají antifázové domény. Antifázové hranice a antifázové domény jsou ještě děleny podle způsobu vzniku. Rozlišujeme deformační APB, které vznikly průchodem superdislokací a tzv. termální APB, které se v materiálu vyskytují jako důsledek tepelného pohybu atomů při uspořádávání. Dále se budeme zabývat pouze deformačními APB.

(2) Superdislokace

Obr. 5 a obr. 6 znázorňují jen ideální stavy deformačních antifázových domén bez přítomnosti dislokací, které tyto domény vytvářejí. V běžných situacích jsou deformační antifázové hranice neuzavřené a vyskytují se mezi dvěma dislokacemi.

Superdislokace uvnitř materiálu rozděluje Kratochvíl a kol. [5] podle vztahu k superstruktuře na dva typy:

- **neúplné v nadmřížce** - superdislokace vytvářející antifázová rozhraní; zpravidla tvoří začátek a konec antifázového rozhraní; průchod takovéto dislokace posune atom v mříži na pozici, kde původně byl atom jiného typu (Burgersův vektor této dislokace spojuje dva různé typy atomů)
- **úplné v nadmřížce** - superdislokace, které neporuší uspořádání a jejich pohyb zanechá nadmřížku neporušenou (negenerují vznik antifázových hranic); průchod takovéto dislokace posune atom v mříži na pozici, kde původně byl atom stejného typu (Burgersův vektor této dislokace spojuje dva atomy stejného typu)

Uvnitř materiálu byly pozorovány následující dislokace, definované Burgersovými vektory [3, 4, 9, 10]:

Ve struktuře typu DO_3 se vyskytují převážně tyto typy dislokací:

- $\vec{b} = \frac{a'}{4} \langle 111 \rangle$ - *neúplný typ*
- $\vec{b} = \frac{a'}{2} \langle 111 \rangle$ - *úplný typ*
- $\vec{b} = a' \langle 111 \rangle$ - *úplný typ*

kde a' je mřížková konstanta struktury DO_3

Ve struktuře typu B2 se převážně vyskytují tyto typy dislokací:

- $\vec{b} = \frac{a}{2}\langle 111 \rangle$ - *neúplný typ*
- $\vec{b} = a\langle 111 \rangle$ - *úplný typ*
- $\vec{b} = a\langle 100 \rangle$ - *úplný typ* - při vyšších teplotách

kde a je mřížková konstanta struktury B2

3. Mechanické vlastnosti

V úvodu bylo zmíněno, že aluminidy železa mají velmi dobrou korozní odolnost. K ní se přidávají i poměrně dobré mechanické vlastnosti. Za pokojových teplot dosahují materiály s obsahem Al 28-30% hodnoty $\sigma_{0,2}$ mezi 350 a 700 MPa [11]. Při těchto obsazích Al lze dosáhnout tažnosti za pokojové teploty mezi 5-8% [3]. Této tažnosti lze dosáhnout vhodným termomechanickým zpracováním nebo přidáním vhodných legujících prvků (Cr).

a) Tažnost- vodíkové zkřehnutí

Aluminidy železa podléhají tzv. *vodíkovému zkřehnutí*. Při reakci Al s vodní párou obsaženou v atmosféře se do materiálu uvolňuje atomární vodík. Ten se usazuje uvnitř matrice a způsobuje zkřehnutí materiálu. Proto je nutné zvolit takový způsob přípravy, který omezí kontakt vodní páry s hliníkem v matrici. Pokud se při přípravě materiálu zabrání kontaktu taveniny s vlhkostí ze vzduchu, lze dosáhnout tažnosti 5-8%.

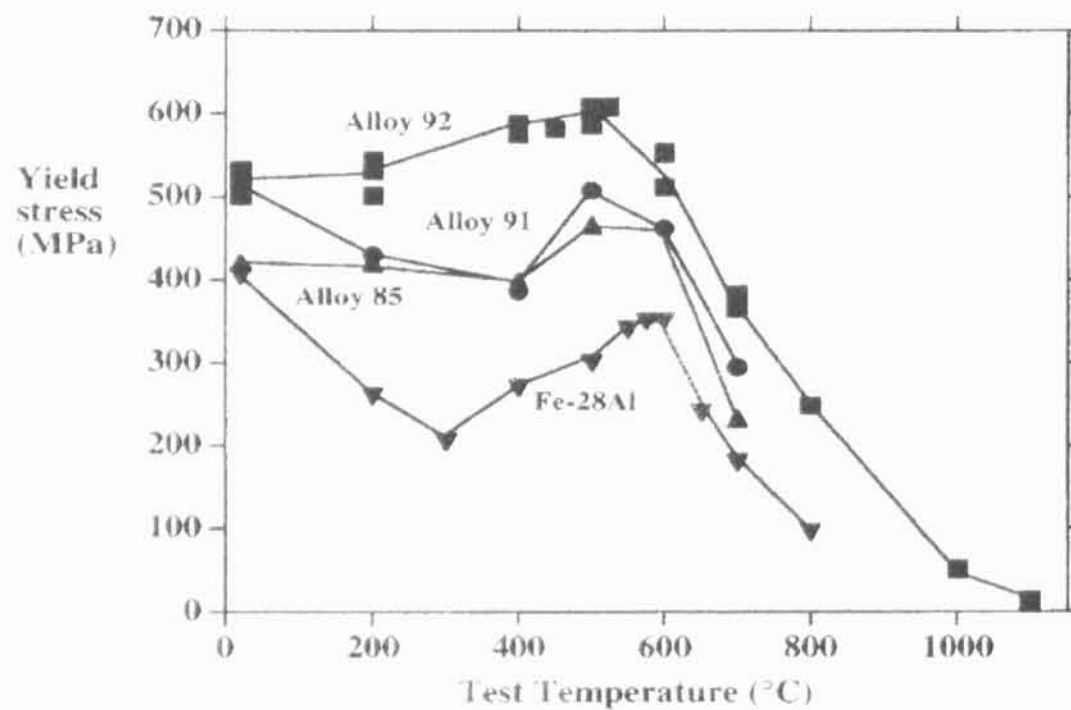
Jednou z možností zlepšení tažnosti za pokojové teploty je přimíchání příměsi Cr do taveného materiálu. Tento prvek ovlivňuje složení a vlastnosti oxidů na povrchu slitiny a tím zabraňuje pronikání vodní páry do materiálu [3]. Přidáním cca 5% Cr dosáhneme při zachování podobných hodnot $\sigma_{0,2}$ zlepšení tažnosti až na 12% [12]. Množství Cr je však nutno volit uvážlivě, protože jeho větší množství částečně zhoršuje vynikající korozní odolnost aluminidů železa [4].

Hodnota tažnosti za zvýšených teplot je závislá na konkrétním složení dané slitiny, rychlosti deformace a především na velikosti zrna.

b) Změna meze kluzu s teplotou

Morris [13] uvádí hodnotu $\sigma_{0,2}$ při pokojové teplotě až 1000 MPa. Té lze dosáhnout vhodným zpracováním při složení Fe-40Al. Cílem je dosáhnout dobré pevnosti a tažnosti nejen za pokojových teplot, ale zajištění vysokých hodnot pevnosti i při vyšších teplotách.

Literatura [2,3] popisuje pro aluminidy železa se složením Fe-(28-30%) Al (bez legujících prvků) následující závislost $\sigma_{0,2}$ na teplotě. Počáteční pokles hodnoty $\sigma_{0,2}$ je v intervalu 300-600°C vystřídán růstem. Nad teplotou 600°C dochází k opětovnému poklesu, jak je znázorněno na obr. 7.

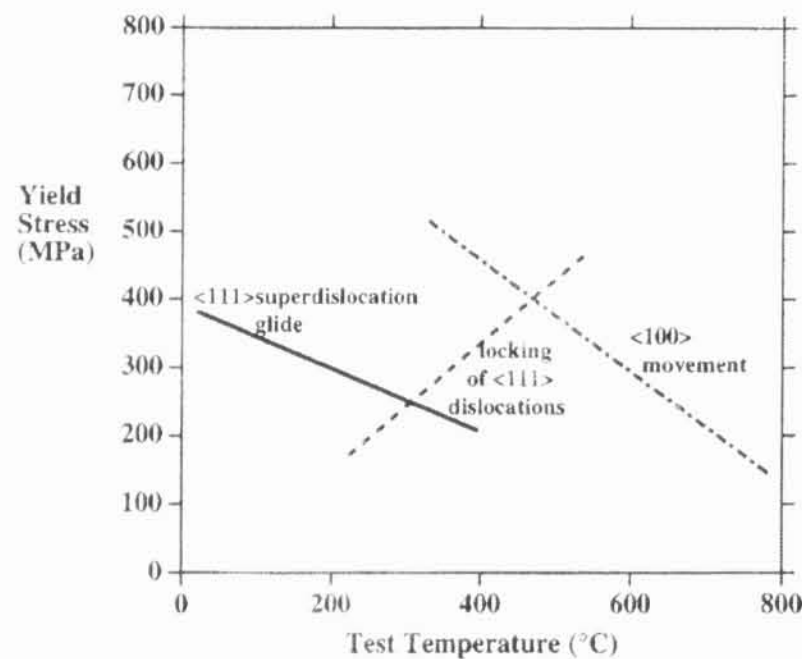


Obr. 7 – Hodnoty $\sigma_{0,2}(T)$ pro Fe-28Al a slitiny s příměsí Cr, Nb a Si [14].

V současné době existuje mnoho různých teorií snažících se vysvětlit pozorovanou anomálii. Většina z nich se snaží kombinovat následující jevy [2]:

- Rozsáhlý příčný skluz šroubových dislokací mezi $\{110\}$ a $\{112\}$.
- Relaxace APB, která vede ke snížení pohyblivosti dislokací.
- Změna druhu pohyblivých dislokací od typu $\langle 111 \rangle$ k typu $\langle 110 \rangle$ a $\langle 100 \rangle$.
- Znemožnění šplhání dislokací.
- Vakanční zpevnění.

Morris a kol. [14] uvádí, že po počátečním skluzu dislokací se směrem Burgersova vektoru $\langle 111 \rangle$ dochází při teplotách kolem 400°C k jejich zablokování, což vede ke zvýšení hodnoty $\sigma_{0.2}$. Při teplotě kolem $500 - 600^\circ\text{C}$ dochází k pohybu dislokací se směrem Burgersova vektoru $\langle 100 \rangle$ (viz obr. 8). Král [10] uvádí (stejně jako Morris) pro vyšší teploty pohyb dislokací s Burgersovým vektorem ve směru $\langle 100 \rangle$. Teploty pro přechod od jednoho mechanismu k druhému jsou pouze orientační, jejich přesné hodnoty závisí na složení vzorku, či termomechanickém zpracování.



Obr. 8 - Schéma znázorňující aktivitu jednotlivých dislokačních procesů při různých teplotách [14].

c) Creepové chování

Creepová pevnost při vyšších teplotách je jednou z vlastností, která brání výraznějšímu použití aluminidů železa. Haušild [4] uvádí hodnoty creepové doby života v řádu jednotek až po desítky hodin, při $t=593^{\circ}\text{C}$ a $\sigma=207\text{ MPa}$. Hlavní snahou je zlepšit creepové vlastnosti za vysokých teplot a zároveň nezhoršit tažnost za pokojové teploty. Creepová odolnost výrazně závisí na obsahu Al a příměsi dalších prvků vytvářejících precipitáty. Určité prvky naopak zhoršují creepové vlastnosti (např. Cr). Důležitá pro creepové chování je však především velikost zrna, a tedy i termomechanické zpracování. Rychlost ustáleného creepu se popisuje rovnicí (6) uvedenou např. v [5].

$$(6) \quad \dot{\varepsilon}_I = A \cdot \left(\frac{b}{d}\right)^{n_1} \left(\frac{\sigma}{G}\right)^{n_2}$$

$\dot{\varepsilon}_I$ – rychlost creepové deformace

A – konstanta závislá na T, koeficientu difúze...

b – hodnota Burgersova vektoru

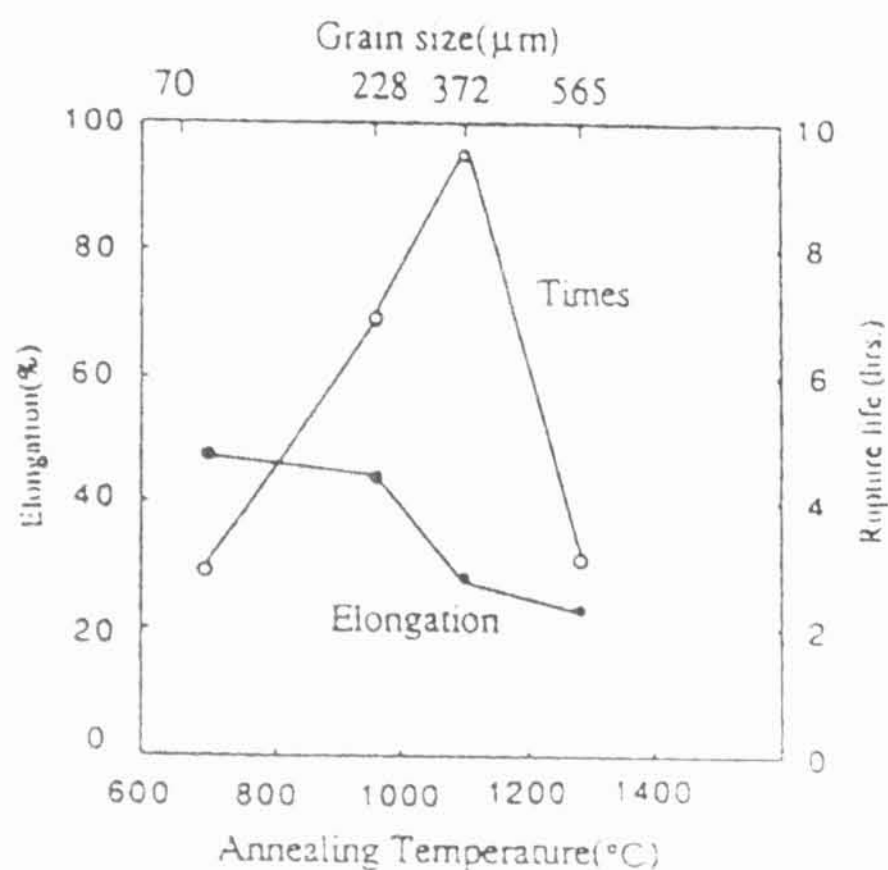
G – modul pružnosti ve smyku

σ – napětí nastavené při stálém tečení

d – velikost zrna

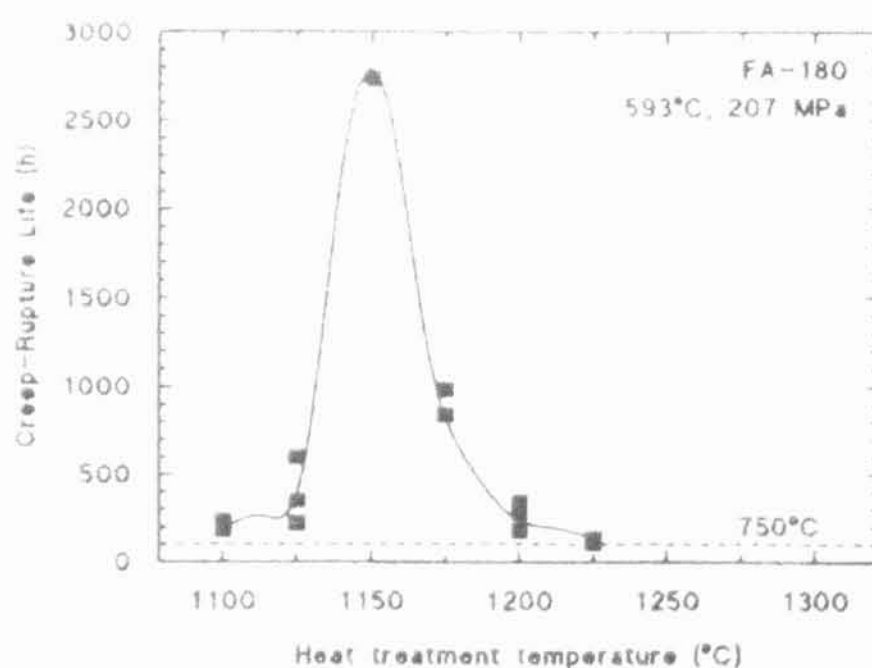
n_1, n_2 – kladné koeficienty závislé na daném experimentu a podmínkách pokusu

Z tohoto vzorce vyplývá, že při zvětšování velikosti zrna se zvětšuje hodnota doby do lomu (při stejných ostatních podmínkách). Stoloff [2] uvádí graf závislosti doby do lomu a prodloužení do lomu v závislosti na velikosti zrna a teplotě žhání (viz obr. 9). Creepová doba do lomu roste s teplotou žhání a se zvětšující se velikostí zrna až do mezní teploty cca 1150°C , odkud klesá.



Obr. 9 – Vliv žihání na creepové vlastnosti Fe-28Al-2Cr při creepovém napětí 200 MPa a teplotě 600°C [2].

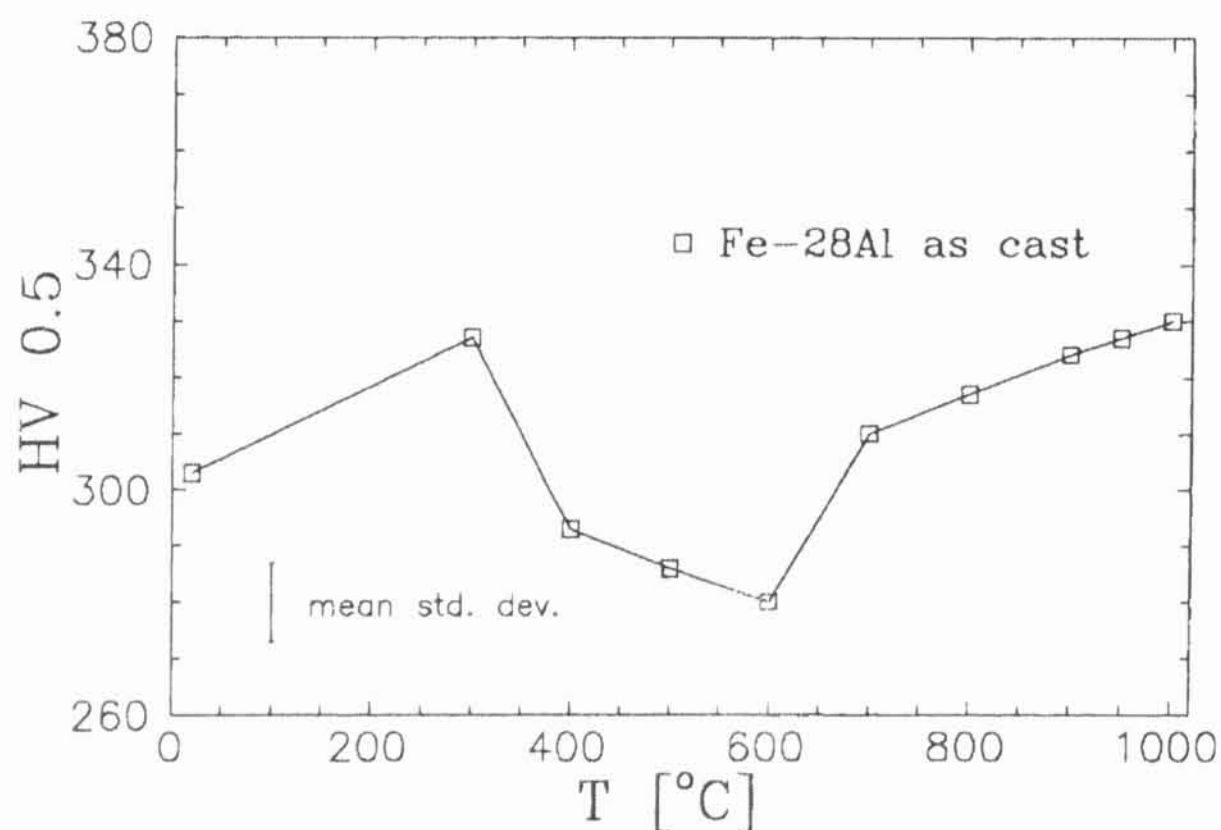
Pro dosažení dobré creepové odolnosti je vhodný materiál s větším zrnem a precipitáty, které zajišťují precipitační zpevnění. Mc. Kamey a kol. [15] uvádí naměřené hodnoty doby do lomu (při $t=593^{\circ}\text{C}$ a $\sigma=207\text{ MPa}$) v závislosti na teplotě žihání (1 hod.) materiálu (Fe-28Al-0.8Mo-0.5Nb) (viz obr. 10). Hodnota doby do lomu extrémně roste (až na desetinásobek) a následně opět klesá v okolí teploty 1150°C.



Obr. 10 – Závislost doby do lomu (207MPa, 593°C) na teplotě žihání [15].

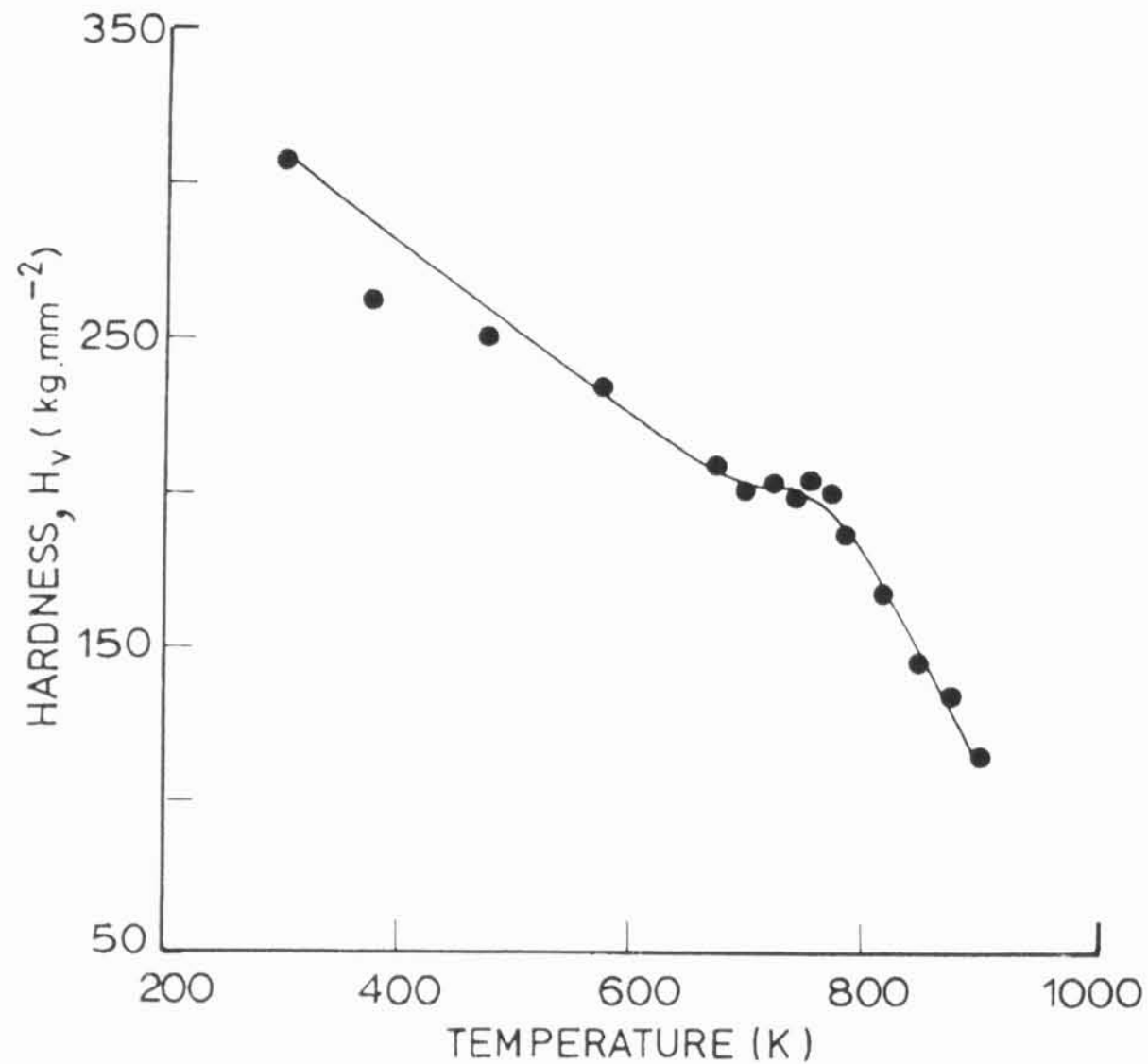
d) Mikrotvrđost

Mikrotvrđost aluminidů železa a jejich chování při postupném přiřihávání popisuje Cieslar a kol. [16]. Při měření materiálu o složení Fe-28Al naměřil následující hodnoty (viz obr. 11). Materiál byl postupně přiřiháván „krok za krokem“ v rozsahu teplot 300-1000°C s dobou řihání 1 hodina a krokem 100°C. Po počátečním lehkém zvýšení hodnoty HV 0,5 v závislosti na teplotě řihání, nastává v oblastech teplot 500-600°C minimum. Od teploty 700°C až do 1000°C hodnota HV 0,5 opět roste. Pokles hodnoty mikrotvrđosti vysvětluje Cieslar a kol. [16] poklesem parametru uspořádaní na dlouhou vzdálenost S ve struktuře DO₃. Mechanismus vysvětlující růst nad 700°C nebyl dle dostupné literatury dosud plně objasněn.



Obr. 11 - Mikrotvrđost postupně přiřihávaného Fe-28Al (litého) [16].

Sundar a kol. [17] uvádějí hodnoty mikrotvrđosti slitiny Fe-28Al dle Vickerse při zatížení 50g měřených v závislosti na teplotě (mikrotvrđoměr s pecí). Hodnota mikrotvrđosti stabilně klesá s teplotou měření (viz obr. 12).



Obr. 12 - Mikrotvrdość v závislosti na teplotě měření pro binární Fe-28Al [17].

Rozdíl mezi těmito grafy je ve způsobu měření. Zatímco Cieslar a kol. [16] měřili všechny hodnoty za pokojové teploty na vzorku přižihávaném až na uvedenou teplotu, Sundar a kol. [17] měřili tvrdost při teplotách uvedených v grafu.

B. Vlastnosti aluminidů železa legovaných Cr, Ti, B, C

Jak bylo uvedeno v úvodu, snaží se tato diplomová práce popsat mikrostrukturu daných materiálů a její vztah k mechanickým vlastnostem. Do materiálu byly přidány různé kombinace titanu a bóru. Kromě těchto příměsí může vlastnosti materiálů ovlivnit i příměs uhlíku (cca 0,1 at. %), který se do materiálu dostal společně s železem. Pro správný popis vlastností daných materiálů je důležité znát chování (zpevnění, druhy částic jiných fází, jejich teplotní stabilita...) aluminidů železa při legování různými prvky (speciálně chrómem, titanem, bórem a uhlíkem).

1. Vliv legujících prvků na vlastnosti aluminidů železa

a) Tažnost

Hlavní omezení tažnosti u Fe₃Al souvisí s vodíkovým zkřehnutím. Pro omezení vodíkového zkřehnutí doporučuje Stoloff a kol. [2] příměs Cr nebo vhodnou relaxovanou postdeformační mikrostrukturu (nerekrytalizovanou). Protože daná mikrostruktura není teplotně stabilní, je výhodnější vyřešit problém tažnosti za nízkých teplot příměsí Cr.

b) Mez skluzu

Morris [13] rozděluje celkovou hodnotu $\sigma_{0,2}$ na tři samostatné příspěvky: σ_p -precipitační část; σ_M -mřížková část; σ_{fg} - příspěvek pocházející od velikosti zrna dle Hall- Petchova vztahu.

$$(7) \quad \sigma_{0,2} = C + kd^{\frac{1}{2}}$$

Většina legujících prvků se dá přiřadit do skupiny zlepšující jednu ze jmenovaných částí hodnoty $\sigma_{0,2}$.

Mezi prvky zlepšující *pevnost krystalové mříže* (zvýšení σ_M) patří v množství (1-5%) [3]: Cr, Ti, Mn, Co.

Precipitační zpevnění (zvýšení σ_p) bylo pozorováno při přidání následujících prvků v množství 0,8-5% [3]: B, Zr, Ta, Nb, C.

Snížení velikosti zrna (zvýšení σ_{HP}) se dá dosáhnout přidáním zjemňujících částic. Legování těmito částicemi však musí být doprovázeno vhodným zpracováním materiálu. Obecně platí, že vhodným zpracováním se dá dosáhnout mnohem většího zjemnění zrna než přidáním těchto částic. Mezi tyto příměsi mohou patřit např. částice TiB₂.

Toto rozdělení je velmi obecné. Při teplotním zpracování dochází ke změnám v charakteru i výskytu jednotlivých částic. Některé precipitáty se mohou v průběhu tepelného zahřívání rozpouštět nebo hrubnout, což vede ke zhoršení nebo ztrátě jejich zpevňujících vlastností.

c) Rozpustnost

Vedula [3] uvádí pro rozpustnost částic podobné rozdělení jako v předchozím případě:

Mezi dobře rozpustné prvky v aluminidech železa patří: Cr, Ti, Mn, Co.

Hůře se v aluminidech železa rozpouští: B, Zr, Ta, Nb, C.

d) Creep

Mezi prvky zlepšující creepové vlastnosti při vyšších teplotách patří ty, které v aluminidech železa vytvářejí precipitáty (Ti, Nb, Zr, B, Mo) a zajišťují precipitační zpevnění. Např. Stoloff [2] uvádí, že jemné částice ZrC zlepšují pevnost i creepovou odolnost. Lze předpokládat, že karbidy titanu (TiC) budou mít na mechanické vlastnosti podobný efekt. Příměs chrómu částečně zhoršuje creepové vlastnosti materiálu.

e) Teplota přechodu $DO_3 \rightarrow B2$

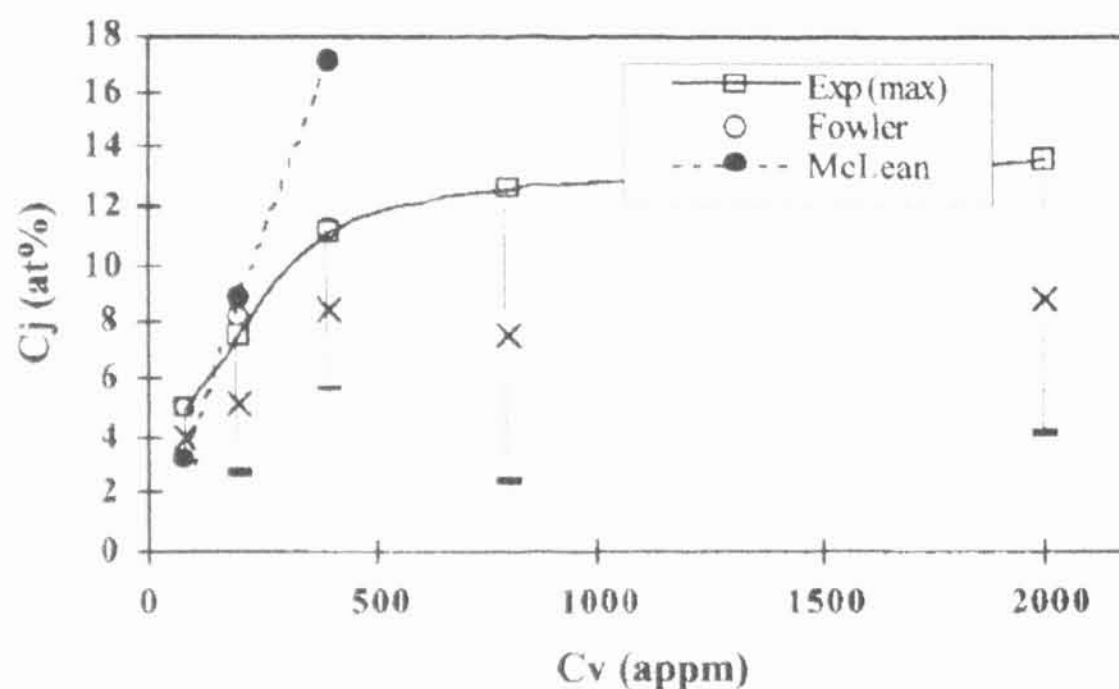
Vedula [3] zmiňuje, že nízká teplota T_C (teplota přechodu $DO_3 \rightarrow B2$) má nepříznivý vliv na vysokoteplotní pevnost Fe_3Al . Bylo zjištěno, že určité prvky zvyšují hodnotu T_C .

Mezi prvky zvyšující T_C patří (3-10%) [3]: Cr, Ti, Mn, Ni, Mo, Si.

Stejně prvky zvyšují i teplotu anomálie v závislosti $\sigma_{0,2}(T)$.

f) Zvláštní chování bóru v aluminidech železa

Bór se v aluminidech železa usazuje v nadměrné míře v hranicích zrn. Výpočty ukazují, že při průměrném obsahu bóru v materiálu 0,05% se může koncentrace bóru v hranicích zrn pohybovat mezi 5-10% [18] (viz obr. 13).



Obr. 13 - Koncentrace B v hranicích zrn c_j v závislosti na průměrné koncentraci v materiálu c_v pro Fe-40Al [18].

Fraczkiewicz a kol. [18] popisují korelaci mezi koncentrací bóru v matici a určitými poruchami krystalové mříže (buněčné stěny, místa s vysokou hustotou dislokací). Cadel a kol. [7] uvádějí dekoraci vrstevné chyby bórovými atomy.

Pang a Kumar [19] zaznamenali výskyt vrstevných chyb v materiálu Fe-40Al-0,7C-0,5B (struktura B2) na rovinách $\{100\}$ s poruchovým vektorem $R=1/2\langle 100 \rangle$ a. Výskyt vrstevných chyb je vázán na přítomnost bóru ve slitině. Bór s největší pravděpodobností stabilizuje vrstevné chyby.

2. Fáze popsané v literatuře

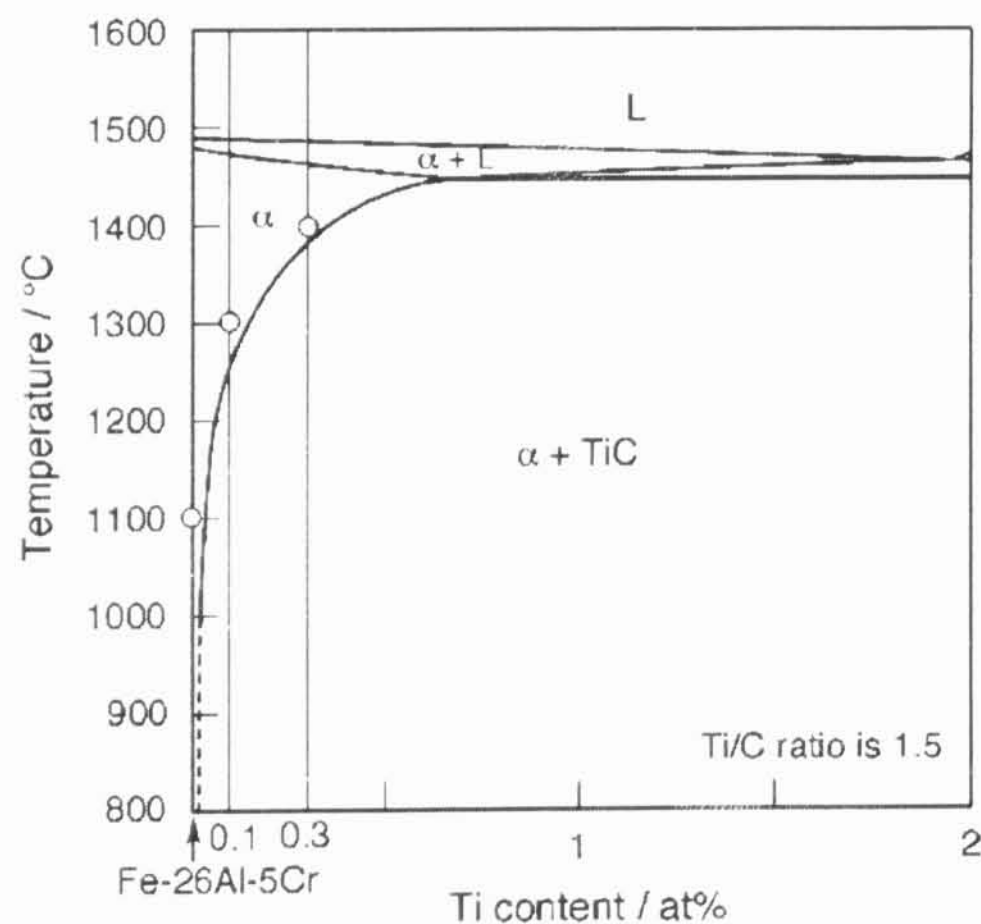
Bylo uvedeno, že pro zlepšení mechanických vlastností (creep, pevnost) za zvýšené teploty jsou podstatné částice, které se v materiálu vyskytují. Naší snahou je získat jemné, rovnoměrně rozdělené a teplotně stabilní částice. Zkoumání mikrostruktury

v této práci je určování druhu a stability částic uvnitř pozorovaných materiálů. Pro možnost porovnání získaných dat s literaturou je důležité vytvořit soupis všech dosud pozorovaných a popsáných druhů fází v Fe_3Al a zaznamenat veškeré popsané vlivy na mechanické vlastnosti. Je dobré do seznamu zahrnout i možnosti ostatních, v literatuře nepozorovaných fází, které mohou vzniknout z prvků vyskytujících se v materiálu [20]. V pozorovaných materiálech se objevují následující prvky: Fe, Al, Cr, Ti, B, C, S. Pro snazší identifikaci jednotlivých fází uvádím informace v následujícím formátu: **Chemický vzorec** (typ struktury; Pearsonův symbol; prostorová grupa).

a) Částice s příměsí Ti

(1) Popsané

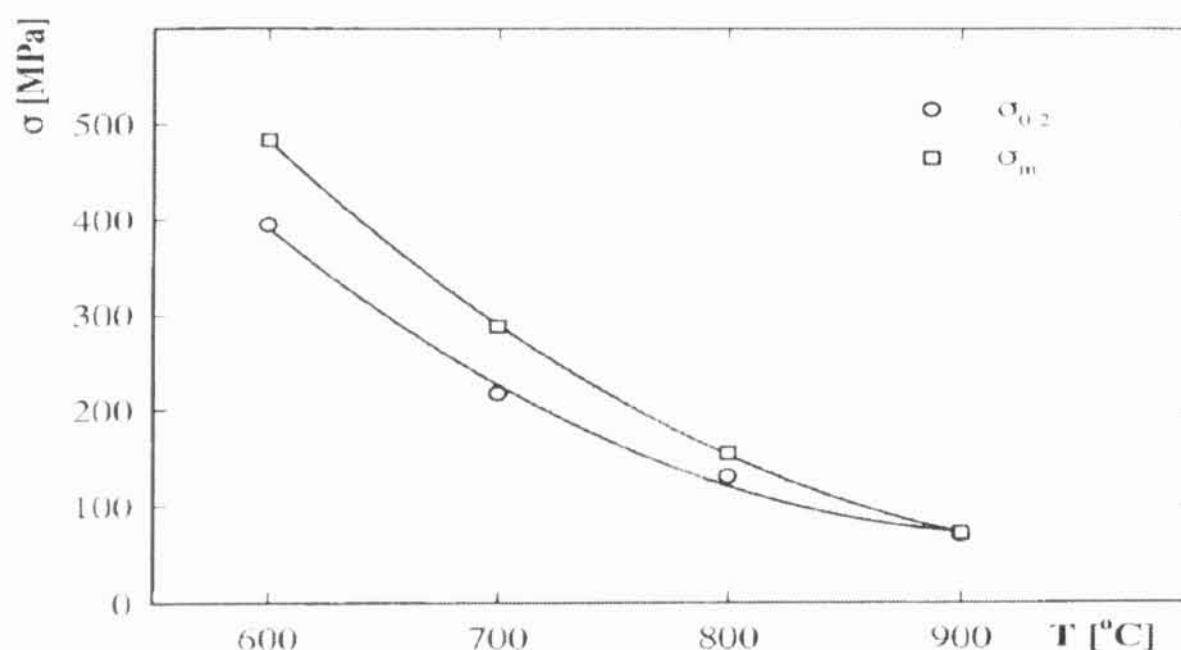
- **TiC** (typ NaCl; $cF8$; $Fm\bar{3}m$) [21, 22] - Falat a kol. [21] popisuje u slitin složení Fe-26Al-2Ti-C i Fe-26Al-4Ti-C výskyt částic TiC krychlového tvaru o velikostech cca 2 μm . Výskyt částic TiC se dá odhadnout z fázového diagramu (viz obr. 14) [22].



Obr. 14 – Část fázového diagramu mezi α (Fe-26Al-5Cr) a Ti [22].

Kobayashi a kol. [22] uvádějí výskyt jehliček TiC v litém stavu aluminidu železa se složením (a) Fe-26Al-5Cr-0,1Ti-0,07C i se složením (b) Fe-26Al-5Cr-0,3Ti-0,2C. Jehličky mají délku při složení (a) cca 1 μ m a při složení (b) 5-10 μ m. Při válcování tyto částice lehce hrubnou (z jehliček se stávají oválnější částice).

- **TiB₂** (typ AlB₂; hP3; *P6/mmm*) [23] - Mechanické vlastnosti aluminidů železa s částicemi TiB₂ (byly přidány do materiálu – nevytvořily se) popisuje Málek a kol. [23]. Materiál (Fe-30Al-4Cr-1Ti-2B) byl deformován při teplotách 600-900°C. TiB₂ se při deformaci při 800°C rozpouští. Při téže teplotě deformace došlo k dynamické rekrytalizaci. Pevnost se při zvyšující se teplotě snižovala, jak je vidět z obr. 15.



Obr. 15 - Teplotní závislost $\sigma_{0,2}$ a σ_m pro slitinu Fe-30Al-4Cr-1Ti-2B [23].

(2) Další možnosti

- **AlFeTi** (typ MgZn₂; hP12; *P6₃/mmc*)
- **AlFeTi** (typ ClCs; cP2; *Pm $\bar{3}m$*)
- **TiB** (typ Mg; hP2; *P6₃/mmc*)
- **TiB** (typ BFe; oP8; *Pnma*)

- TiC (typ Mg; hP2; $P6_3/mmc$)
- TiC_2 (typ Ca₃₃Ge; CF48; $Fd\bar{3}m$)
- Ti_8C_5 (typ C₅Ti₈; hR13; $R\bar{3}m$)
- $FeTi$ (typ ClCs; cP2; $Pm\bar{3}m$)
- Fe_2Ti (typ MgZn₂; hP12; $P6_3/mmc$)
- Ti (typ W; cI2; $Im\bar{3}m$)
- Ti (typ Mg; hP2; $P6_3/mmc$)
- Ti (typ AlB₂; hP3; $P6/mmm$)

b) Částice s příměsí B

(1) Popsané

- TiB_2 (typ AlB₂; hP3; $P6/mmm$) [23]- viz popis u fází s příměsí Ti.
- Fe_2B (typ Al₂Cu; tI12; $I4/mcm$) [7,19] - Pang a Kumar [19] popisují výskyt Fe_2B , $Fe_3AlC_{0,5}$ v materiálu o složení Fe-40Al-0,7C-0,5B (struktura B2) při postupném chlazení z teploty přípravy.
- *metastabilní boridy* [19] - Pang a Kumar dále poukazují na výskyt metastabilních „neidentifikovaných“ boridů, které vznikají při protlačování materiálu. Tyto metastabilní boridy se rozpouštějí při následném žihání na 800°C a postupném chlazení v peci. Dle autorů dochází u protlačovaného vzorku, při žihání nad 950°C a následném postupném chlazení, k rozpuštění většiny částic a zvýšení koncentrace B a C v matici. Toto rozpuštění B do matrice vede ke zvýšení koncentrace pozorovaných vrstevných chyb. Z těchto informací lze usuzovat, že bór se může v materiálu vyskytovat buď v matici (způsobuje vrstevné chyby), nebo v podobě metastabilních boridů, a nebo jako stabilní fáze Fe_2B nebo jiné fáze.

(2) Další možnosti

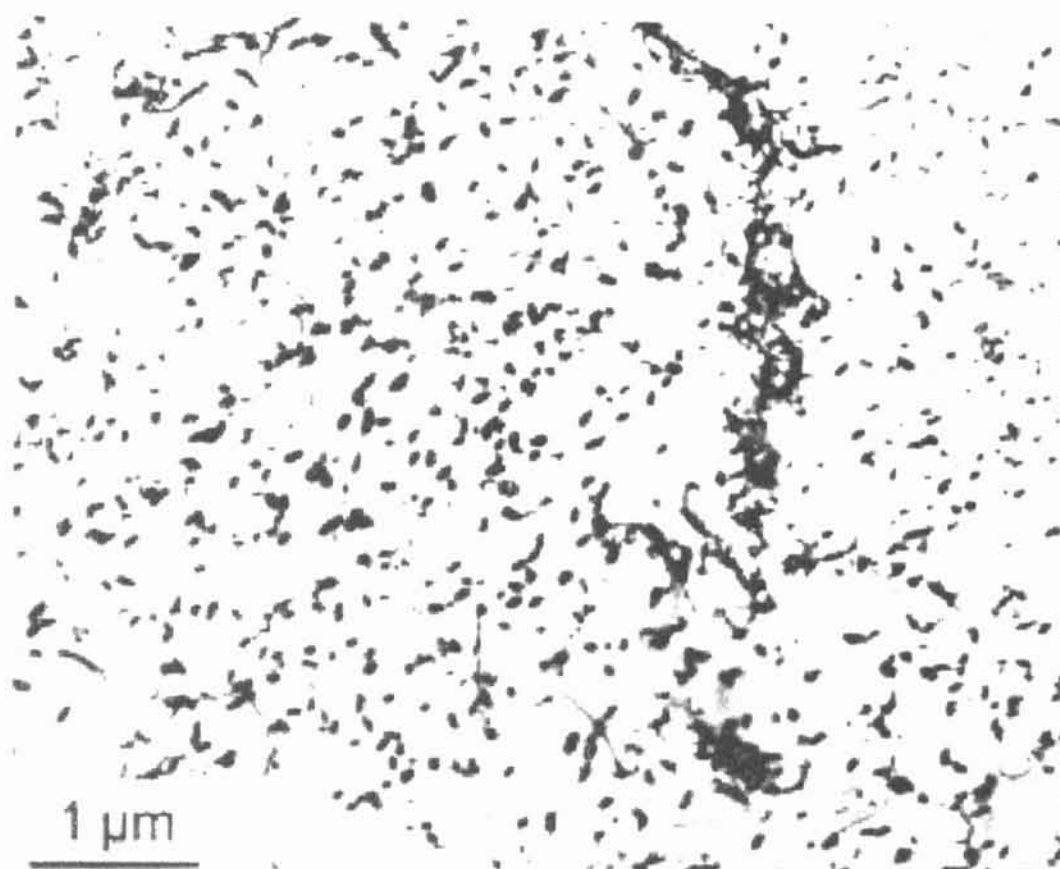
- Cr_2B (typ $AlCu_2$; tI12; $I4/mcm$)
- CrB (typ BCr ; oC8; $CmCm$)
- CrB (typ BMo ; tI16; $I4_1/amd$)
- CrB_2 (typ AlB_2 ; hP3; $P6/mmm$)
- Cr_4B (typ BMn_4 ; oF48; $Fddd$)
- Cr_5B_3 (typ B_3Cr_5 ; tI32; $I4/mcm$)
- Cr_5B_3 (typ B_3Cr_5 ; tI32; $I4/mcm$)
- FeB (typ BFe ; oP8; $Pnma$)
- Fe_3B (typ CFe_3 ; oP16; $Pnma$)
- Fe_3B (typ Ni_3P ; tI32; $I\bar{4}$)
- FeB_2 (typ AlB_2 ; hP3; $P6/mmm$)

c) Ostatní možné fáze v materiálu

(1) Popsané

- $FeAlC_{0.5}$ (typ CaO_3Ti ; cP5; $Pm\bar{3}m$) [19,24] – Jak již bylo uvedeno výše, Pang a Kumar [19] popisují $Fe_3AlC_{0.5}$ společně s Fe_2B v materiálu o složení Fe-40Al-0,7C-0,5B (struktura B2) při postupném chlazení z teploty přípravy. Schneider a Zhang [24] zmiňují vznik tzv. perovskitu Fe_3AlC_x při legování uhlíku do slitiny Fe-15Al.
- $C-Cr-Fe$ (přesné informace nebyly k dispozici) typ $Ni_{19}Th_2$; hP80; $P6_3/mmc$) [16] – Cieslar a kol. [16] vyfotografovali (viz obr. 16) výskyt částic C-Cr-Fe s hexagonální strukturou v aluminidu železa s Fe-28Al-3Cr s malou příměsí C, Mn a Si (vše pod 0,2%). Karlík a Cieslar [25] diskutují složení a strukturu částic pozorovaných v [16] a identifikují většinu pozorovaných částic s příměsí C, Cr a Fe jako fázi s hexagonální strukturou s mřížovými parametry ($a=1,4$ nm; $c=0,46$ nm).

Přestože tyto hodnoty jsou blízko fázi popsané v [20] jako C-Cr-Fe (typ $\text{Ni}_{19}\text{Th}_2$; hP80; $P6_3/mmc$), autoři tuto možnost vylučují.



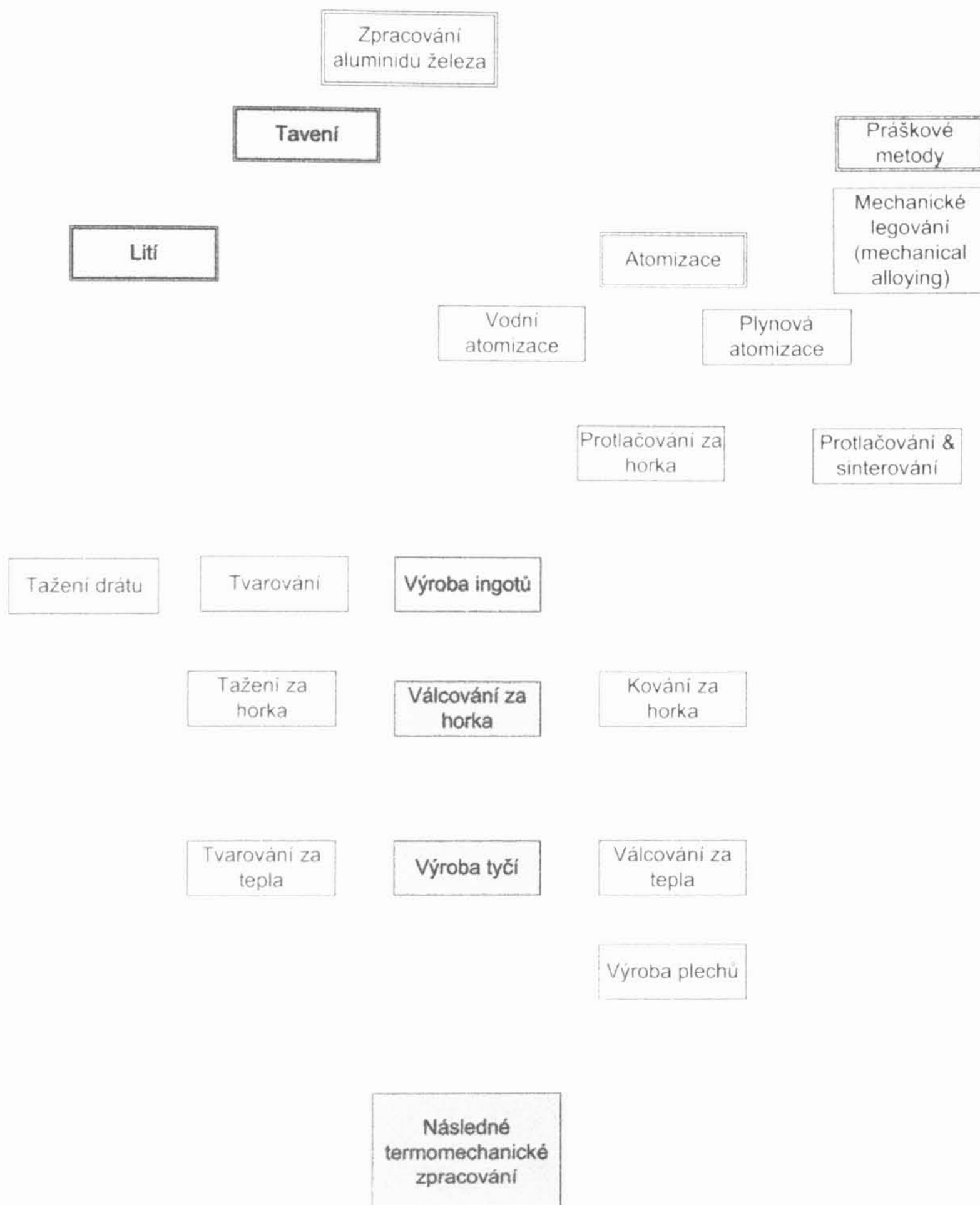
Obr. 16 - Hexagonální precipitáty (C)-Cr-Fe s hexagonální strukturou ve slitině Fe-28Al-3Cr s malou příměsí C, Mn a Si (vše pod 0,2%) v obrázku z TEM vzorku žíhaného na 600°C [16].

(2) Další možnosti

- C-Cr-Fe (typ C6Cr23; cF116; $Fm\bar{3}m$)
- C-Cr-Fe (typ Fe3C; oP16; $Pnma$)

C. Výroba a termomechanické zpracování

Vlastnosti aluminidů železa, stejně jako vlastnosti většiny ostatních materiálů, jsou výrazně ovlivněny způsobem přípravy. Od jednotlivých surových prvků až k výsledné slitině je mnoho možných variant výroby. Každá z nich může výrazným způsobem ovlivňovat výsledné chování materiálu. Sikka [26] uvádí základní přehled možných technik výroby a zpracování aluminidů železa (viz obr. 17).



Obr. 17 – Jednotlivé postupy a možnosti výroby a zpracování aluminidů železa [26].

Bohužel většinu informací týkajících se přípravy a zpracování materiálů si autoři a firmy pečlivě hlídají. Z tohoto důvodu jsou uvedeny jen obecné informace a základní postupy, které jsou dostupné v odborné literatuře.

1. Zpracování aluminidů železa

Průmyslová výroba aluminidů železa je v současné době v počátcích. Většina vzorků tohoto materiálu je vyrobena v pololaboratorních podmínkách při množstvích vyrobeného materiálu jedné vsázky v řádech desítek kg. První pokusy o průmyslovou výrobu se uskutečnily v USA (Illinois, Alabama) a stále více firem se pokouší vyrábět aluminidy železa i v průmyslových podmínkách (vsázky v desítkách tun). Pro levnou a kvalitní výrobu aluminidů železa i v České republice je důležité poznat problémy průmyslové výroby aluminidů železa a způsoby jejich řešení.

a) Tavení

Sikka, Stoloff a další [2,26,27] popisují základní jevy, které se vyskytují při tavení těchto materiálů.

- Aluminidy železa podléhají tzv. *vodíkovému zkřehnutí*. Reakce vodní páry z okolí materiálu s hliníkem vede k uvolňování vodíku. Velké množství tohoto plynu způsobuje křehkost aluminidů železa a vznik výrazných pórů. Byly vyvinuty postupy které se snaží omezit množství vodíku v materiálu. Patří mezi ně tavení ve vakuu, tzv. VIM (**vacuum induction melting**), jako účinné proti problému s vodíkem se také ukázalo **probublávání taveniny inertním argonem**, v Indii se prosadil postup kombinace tavení na vzduchu AIM (**air induction melting**) s následným ESR (*electroslag remelting*). Tento postup spočívá v následném znovu roztavení pórovitého materiálu (z AIM) chráněném před vnější vlhkostí struskou.
- Reakce železa s hliníkem za vzniku aluminidu železa je exotermní. Při výrobě se tedy uvolňuje teplo, které se vhodným uspořádáním vsázky dá využít. Pro tento účel byla vyvinuta metoda uspořádání vsázky Exo-Melt™ [28], která optimalizuje využití energie uvolněné v průběhu této exotermní reakce.

b) Lití

Při běžném postupu odlévání materiálu bez kontroly chladnutí dochází u většiny koncentrací Fe-Al a příměsí k pórovitosti. Pucci a kol. [29] popisují zlepšení při kontrolovaném chladnutí materiálu po odlití. Sikka [26] vidí hlavní problém při odlévání pro vlastnosti aluminidů železa v příliš velkém zrně. Výsledná velikost zrna po odlití ovlivňuje chování materiálu při dalším zpracování (praskání materiálu při válcování, kování, nízká tažnost, problémy při průtlačném lisování...). Pro udržení dobrých vlastností je snaha různými způsoby (kontrolované chladnutí, zvýšení koncentrace krystalizačních jader...) snížit velikost zrna v materiálu.

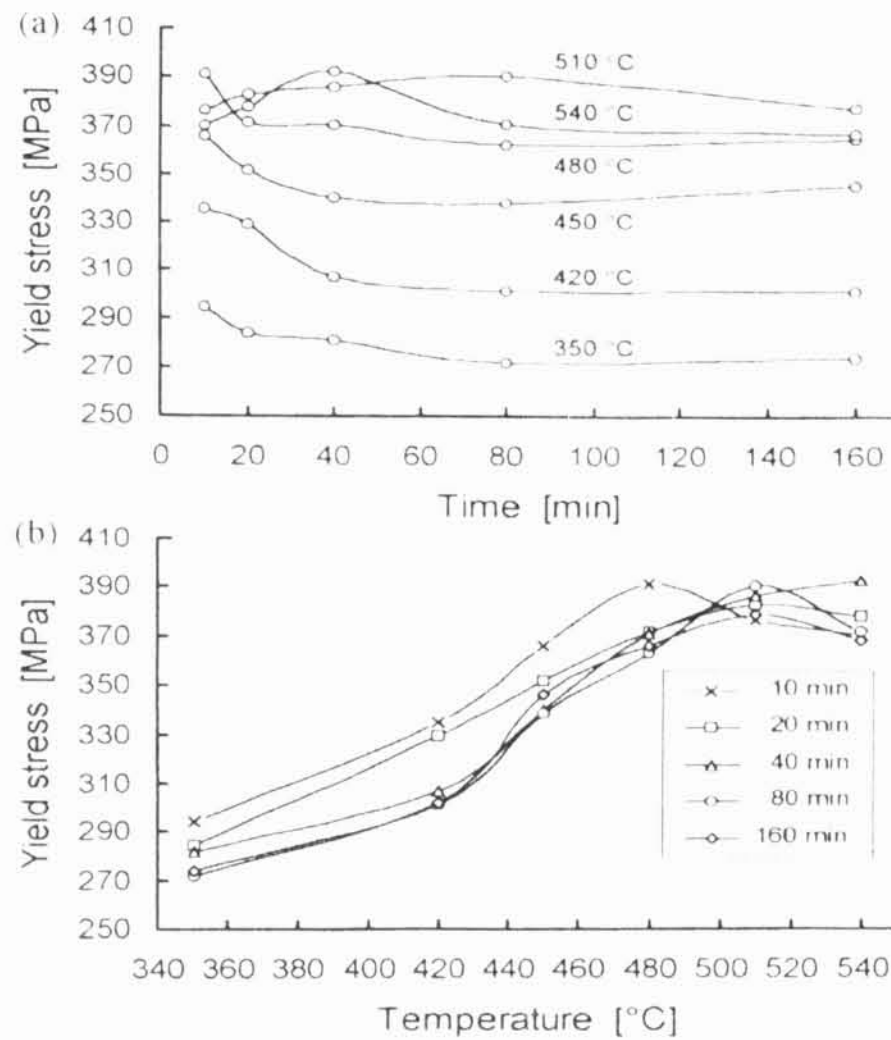
c) Válcování

Pro válcování a další mechanické zpracování je podstatná velikost zrna. Materiál s menší velikostí zrna je možné válcovat za nižších teplot a s větším poměrem redukce než stejný materiál s větším zrnem. Velikost zrna je výrazně závislá na způsobu tavení a lití. Materiál tavený na vzduchu (AIM) je náchylnější k praskání při válcování než materiál tavený bez přístupu vzduchu (VIM).

d) Následné tepelné zpracování

Následné žíhání může zlepšit určité vlastnosti tohoto materiálu vzhledem k požadovaným výsledkům. Jak již bylo uvedeno, lepší žíhání vzorku na 1150°C po dobu 1 hodiny creepové vlastnosti až 10x [15].

Kratochvíl a kol. [30] uvádějí (viz obr. 18) zlepšení hodnot $\sigma_{0,2}$ za pokojové teploty až na hodnoty kolem 400MPa, při žíhání protlačovaného materiálu Fe-28Al-4Cr-0,1Ce při teplotě 510°C po dobu 80 min.



Obr. 18 - Závislost hodnoty $\sigma_{0,2}$ na době žihání pro různé teploty (část a) a na teplotě žihání pro různé žihací časy (část b) [30].

Z těchto hodnot se dá usuzovat, že následným žiháním se dají výsledné mechanické vlastnosti výrazně ovlivnit. Vlastnosti výsledného materiálu však také závisí na množství a druhu legujících prvků. Např. McKamey a kol. [11] uvádí pro slitiny s velmi podobným složením: 1-(Fe-28Al-5Cr-0,8Mo-0,5Nb-0,05Zr-0,03C-0,005B) a 2-(Fe-28Al-5Cr-0,4Mo-0,2Nb-0,025Zr-0,05C) velmi rozdílné hodnoty $\sigma_{0,2}$. Slitina 1 má hodnoty $\sigma_{0,2}(\text{RT})=686\text{MPa}$ a $\sigma_{0,2}(600^\circ\text{C})=586\text{MPa}$. Naproti tomu slitina 2 vykazuje při stejné přípravě a termomechanickém zpracování hodnoty $\sigma_{0,2}(\text{RT})=336\text{MPa}$ a $\sigma_{0,2}(600^\circ\text{C})=390\text{MPa}$. Pro každé složení slitiny je postup optimálního termomechanického zpracování pro dosažení maximální hodnoty určené vlastnosti jiný. Naší snahou je zjistit, při jakém následném termomechanickém (tepelném) zpracování dosahuje slitina o daném složení nejlepších požadovaných vlastností a tyto hodnoty (creepové doby života, pevnosti, tažnosti ...) posléze porovnávat s materiály s jiným složením.

III. Experimentální postupy

A. Složení vzorků a způsoby jejich zpracování

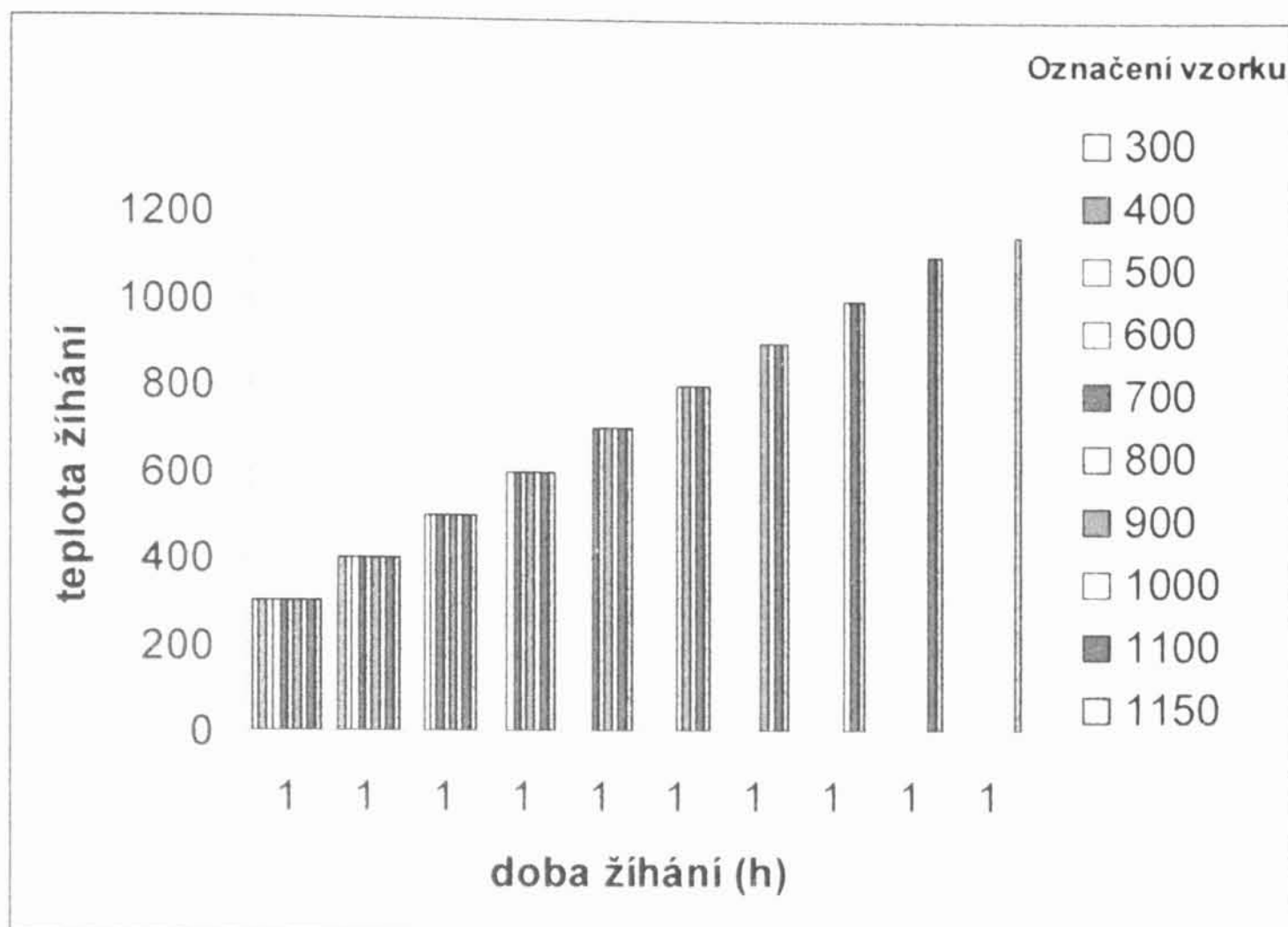
V této diplomové práci je zkoumána mikrostruktura aluminidů železa se základním složením cca. Fe-30Al-4Cr (at %) a mikrolegujícími příměsemi Ti a B. Titan a bór byly přidávány v různých kombinacích: TiB₂ (jehličky o délce cca 10 μm; čistý Ti; B (ve sloučenině s železem); čistý Ti + B (ve sloučenině s železem).

1. Popis postupů zpracování

Vzorky byly taveny metodou *VIM* při tlaku kolem 1 Pa. Materiál byl odlit do skořepiny předehřáté na 600°C. Byly odlity ingoty o rozměrech 300 x 40 x 30 mm. Vzorky vyrobené tímto způsobem budou označovat jako *lité*.

Část litých vzorků byla následně válcována při teplotě 1200°C. Byla nastavena redukce 20% a z původní tloušťky 30 mm byl materiál ve 4 průchodech vyválcován na výslednou hodnotu 13 mm. Metodický postup každého průchodu byl následující: teplota materiálu byla zvýšena na 1200°C, následně byl materiál protažen válcovacím zařízením a zakalen do oleje. Takto zpracované materiály označují v následném textu jako *válcované*.

Po vyválcování byla další skupina materiálu žihána metodou „krok za krokem“. Ta spočívá v postupném přižihávání vzorků při určité teplotě po určitou dobu a následném zakalení do oleje v rozsahu 300-1150°C s kroky 100°C (mimo poslední teplotu 1150°C, kde byl krok jen 50°C) a s dobou žihání v každém kroku 1 hodina. Všechny vzorky žihané na teplotu vyšší byly rovněž vyžihány na všechny teploty nižší (viz obr. 19). Takto zpracované materiály označují v následném textu jako *přižihávané*.



Obr. 19 - Postup při žihávání vzorků.

Bylo použito ještě izotermického žihání. V tomto případě byl materiál vystaven dané teplotě po uvedené dobu a následně zakalen do oleje. Takto zpracované materiály označuji v následném textu jako „izotermicky“ žihané. Všechny materiály byly žihané v laboratorní odporové peci MP4 s regulátorem teploty Omron.

2. Používané značení

Pro snazší a rychlejší popis a rozpoznávání vzorků je v této práci použito následující značení. Každý vzorek je popsán značkou, která se skládá ze 4 různých částí:

a) Typ slitiny (Římské číslo)

Tato práce experimentálně zkoumá 4 různé slitiny. Jejich konkrétní složení bylo určeno chemickým rozbohem vzorku (viz tab. 1) ve Zkušebních laboratořích Škoda výzkum v Plzni (složení je v celé práci uváděno v atomových procentech).

Příměs	Označení	Fe(%)	Al(%)	Cr(%)	Ti(%)	B(%)	S(%)	C(%)
TiB ₂	I	66,89	28,85	3,59	0,24	0,39	0,01	0,04
Ti	II	62,05	32,80	4,33	0,65	0,03	0,01	0,12
B	III	66,68	29,32	3,62	0,02	0,27	0,01	0,08
Ti+B	IV	63,23	31,68	4,41	0,59	0,30	0,01	0,08

Tab. 1 – Složení všech zkoumaných slitin v atomových %.

b) Způsob zpracování (Velké písmeno)

Tato část značení rozlišuje *lité* (A) a *válcované* (B) stavy.

c) Tepelné zpracování (malé řecké písmeno)

Žíhací postup „*přižhávání*“ je popsán řeckým písmenem α a žhání „*izotermicky*“ označujeme jako β . Za řeckým písmenem je uvedena teplota žhání (pro metodu α - konečná teplota) a v kulatých závorkách doba v hodinách po kterou byl materiál žhán (pro metodu α - rozuměj v každém kroku). Materiál nežháný byl označen jako „0“.

d) Použitá experimentální metoda

Poslední část označení definuje experimentální metodu, ke které byl daný vzorek určen. Jediným případem, kde je tato část označení v této práci použita, je tahová zkouška (označena písmenem „i“). U ostatních metod není nutná, a proto ji vynechávám. Tahová zkouška má další parametry, které je nutno definovat a označit. Rozměry vzorku a deformační rychlost označujeme dohromady malým písmenem, které je následováno teplotou, při které tahová zkouška proběhla. Označení „a“ mají válcové vzorky o délce aktivní oblasti 25 mm a průměru 5 mm při rychlosti pohybu příčnicku 0,2 mm/min. Například označení : **I-B- β 1150(2)-ia600** má vzorek s příměsí TiB₂ - válcovaný-izotermicky žháný na 1150°C po dobu 2 hodin - určený pro tahovou zkoušku při 600°C.

B. Experimentální metody

Vzorky popsané v předchozí kapitole byly zkoumány těmito metodami fyzikální metalurgie: světelnou metalografií, transmisní elektronovou mikroskopií, měřením mikrotvrdosti dle Vickerse, tahovou deformační zkouškou, rentgenovou (RTG) analýzou a řádkovací elektronovou mikroskopií.

1. Světelná metalografie

Pro první orientační pohled na základní mikrostrukturní objekty v materiálech byla použita světelná metalografie. Tato metoda je založena na pozorování materiálu (vhodně připraveného – leštěného, chemicky leptaného) pomocí světelného mikroskopu. Je schopna podat statisticky významný pohled na objekty o velikosti nad $1 \sim \mu\text{m}$ (zrna, subzrna, precipitáty...).

Metalografický mikroskop pracuje se světlem odraženým od pozorovaného předmětu. Získané informace vypovídají pouze o strukturním stavu na povrchu vzorku. K dosahování kontrastu různých strukturních částí, se povrch před pozorováním vyleští a pro zvýšení kontrastu hranic zrn se chemicky leptá. Aluminidy železa byly v této práci leptány směsí HNO_3 a HF v poměru 40:15. Pro pozorování byl použit mikroskop značky Olympus IX - 70.

2. Transmisní elektronová mikroskopie

Světelná metalografie je ve své rozlišovací schopnosti omezena vlnovou délkou světla (cca 500 nm). Pokud chceme pozorovat objekty menší, je nutné přejít k pozorování pomocí urychlovaných elektronů. Jejich vlnová délka má při urychlení ~ 100 kV hodnotu $\sim 10^{-12}$ m. To je více než dostatečné pro pozorování objektů v krystalu s typickými rozměry 1-10 Å ($\text{Å} = 10^{-10}$ m). Podrobněji je princip TEM popsán v [31].

K TEM byl použit mikroskop JEOL JEM 2000FX vybavený EDX (Energy dispersion X-ray analysis) analyzátozem LINK AN 10000.

a) Příprava vzorku

Vzorky určené pro pozorování pomocí TEM se musí náležitě připravit. Přimo do mikroskopu je nutné vkládat diskové vzorky o průměru 3 mm (lze i jiný průměr i tvar v závislosti na vlastnostech držáku) a tloušťce v místě pozorování v řádu ~100nm.

Pro dosažení tohoto výsledku byly použity následující postupy:

- Z materiálu byl diamantovou pilou značky STRUERS odříznut tenký plíšek o tloušťce cca 0.5 mm.
- Z tohoto plíšku byl elektrojiskrovou řezačkou od firmy Metal crystals&oxides LTD vyříznut terčík o průměru 3 mm.
- Tento terčík byl ztenčen na tloušťku cca 80 μ m leštičkou firmy STRUERS a brusnými papíry o hrubosti 500, 800, 1200, 2400, 4000.
- Na výslednou hodnotu ~100nm byl terčík sleštěn elektrolytickým slešťováním přístrojem Tenupol II v prostředí roztoku HNO₃ : CH₃OH v objemovém poměru 1:4 a při teplotě t= -20°C.

Takto připravený vzorek se již používá pro pozorování v transmisním elektronovém mikroskopu (TEM) při napětí 200 kV.

b) Analýza EDX

EDX (Energy dispersion X-ray analysis) je analytická metoda fungující na následujícím principu. Při interakci elektronu s vhodnou energií s atomem ve vzorku může dojít k vybuzení elektronu z elektronového obalu. Při návratu do původního stavu je emitováno charakteristické RTG (Rentgenové záření) o přesně dané vlnové délce. Pokud tedy máme k dispozici analyzátor RTG záření, lze určit prvky vyskytující se

v určité části materiálu, kam namíříme elektronový svazek. Náš mikroskop je vybaven analyzátozem RTG záření LINK AN 10000. Tento detektor není schopen detekovat lehké prvky s protonovým číslem menším než 12. V pozorovaných vzorcích tedy nelze pomocí analýzy EDX identifikovat přítomnost bóru a uhlíku.

c) Analýza difraktovaného svazku

Z principů strukturní analýzy vyplývá, že při dopadu elektronů o správné vlnové délce na vybranou část vzorku dochází k jejich difrakci podle přesně daných pravidel [31, 32], která usměrňují elektrony do lokalizovaných difrakčních stop. Tvar rozmístění jednotlivých stop tohoto difraktovaného obrazu („difraktogram“) je přesně dán krystalografií vzorku (mezirovinnými vzdálenostmi, úhly mezi rovinami). Používá se k identifikaci druhu částic jiné fáze uvnitř materiálu nebo pro určování orientace krystalu.

3. RTG analýza

Na podobném principu funguje i RTG analýza. Materiál neozařujeme elektrony, ale RTG zářením. Oproti analýze difraktovaného svazku v elektronovém mikroskopu má tato metoda výhody i nevýhody.

- výhody: dopadající záření je schopno pokrýt větší plochu, proto má větší statistickou vypovídací hodnotu.
- nevýhody: není možné zaměřit svazek na určitou částici

4. Řádkovací elektronová mikroskopie

Řádkovací elektronová mikroskopie byla provedena na elektronové mikrosondě JEOL JXA 51A pracující při napětí 20 kV.

Elektronový svazek je fokusován do bodu a tento bod je pomocí vychylovacích cívek posouván po vzorku. Detektor detekuje množství zpětně odražených a sekundárních elektronů. Tyto hodnoty jsou posléze převáděny do počítače, kde je obraz zpracován.

Stejně jako v případě TEM je možné použít analýzy EDX. Navíc je možno pomocí WDX (wave dispersion X-ray analysis) určit i obsah lehkých prvků C a B ve vzorku.

5. Měření mikrotvrlosti dle Vickerse

Měření mikrotvrlosti (dle Vickerse) je zkouška založená na principu vtlačování jehlanu do materiálu určitou přesně definovanou silou (vyjádřenou v gramech závaží). Výpočet hodnoty HV, stejně jako tvar a parametry hrotu jsou upraveny normou ČSN EN ISO 6507-1 z roku 1999.

Vždy se provádí několik vpichů (v této práci bylo provedeno 15 vpichů pro každý vzorek) pro získání dostatečné statistiky. Měření mikrotvrlosti pro tuto práci byla prováděna na mikrotvrdoměru LECO M – 400 – A při zátěži 100 g.

6. Tahová deformační zkouška

Pro zjištění makroskopických mechanických vlastností byla v této práci použita tahová deformační zkouška. Principem této zkoušky je uchycení vzorku do dvou čelistí na obou koncích tak, aby síla působila ve směru osy vzorku a následně postupné rovnoměrné prodlužování. Jedna část je připojena na siloměr, který odečítá hodnotu síly potřebnou k protažení. Z těchto hodnot (doba od počátku zkoušky, síla) a parametrů experimentu (počáteční délka, průřez vzorku, rychlost pohybu příčnicku) lze spočítat závislost veličin ε - deformace a σ - napětí.

V průběhu našeho experimentu budeme sledovat tyto hodnoty:

$$(8) \quad \sigma_s = \frac{F}{S_0}$$

σ_s - smluvní napětí (tensile stress)

F - působící síla

S_0 - počáteční průřez vzorku

$$(9) \quad \varepsilon_r = \frac{\Delta l}{l_0}$$

ε_r - poměrné prodloužení (tensile strain)

Δl - celkové prodloužení; $\Delta l = l - l_0$

l_0 - je počáteční délka vzorku; l - aktuální délka vzorku

$$(10) \quad \sigma = \frac{F}{S} = \frac{F}{S_0} (1 + \varepsilon_r)$$

σ - skutečné napětí (true stress)

F - působící síla

S - aktuální průřez vzorku (ten se v průběhu deformace mění)

$$(11) \quad \varepsilon = \int_{l_0}^l \frac{dl}{l} = \ln \frac{l}{l_0}$$

ε - skutečné poměrné prodloužení (true strain)

l - celková délka vzorku

$$(12) \quad A = \frac{l_r - l_0}{l_0}$$

A - tažnost – relativní prodloužení (plastické) při přetržení vzorku

l_r - délka vzorku při přetržení vzorku

$$(13) \quad \sigma_M = \frac{F_M}{S}$$

σ_M - mez pevnosti (true)

F_M - maximální hodnota síly

Mez pevnosti se dá definovat jako maximální hodnota skutečného napětí nebo smluvního napětí.

$$(14) \quad \sigma_{0,2} = \sigma(\varepsilon_{\text{plastická}} = 0,002)$$

$\sigma_{0,2}$ - hodnota napětí při plastické deformaci 0,2 % (true)

Opět lze definovat hodnotu odvozenou od skutečného i od smluvního napětí.

Tahové zkoušky byly provedeny na přístroji Instron 1195 s pomocí programu Bluehill a komorové pece pro zahřívání během tahové zkoušky Heraeus ROK/A 6/60.

IV. Výsledky měření

Všechny materiály byly podrobeny zkoumání popsány metodami za účelem zjištění mikrostruktury v závislosti na teplotě „přižhávání“. Pro základní informace o vývoji sledované struktury byla použita světelná metalografie. Pro lepší zobrazení drobných částic, pro jejich identifikaci a eventuelní orientaci v matici byla pro určité teploty přižhávání provedena i TEM. Tyto pozorovací metody byly doplněny měřením mikrotvrdomosti na všech vzorcích. Pro vybrané vzorky byla provedena i RTG analýza nebo řádkovací elektronová mikroskopie. Na základě výsledků všech jmenovaných metod byla navržena metoda žhání vzorků pro tahovou zkoušku.

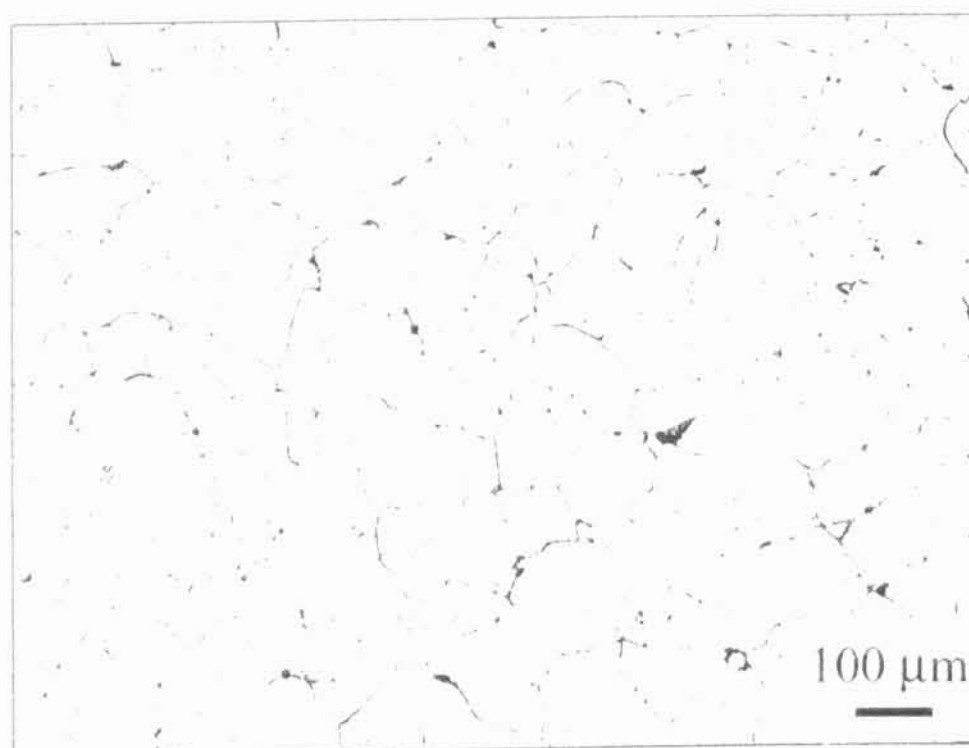
A. Mikrostruktura

1. Materiál s mikrolegurou TiB_2

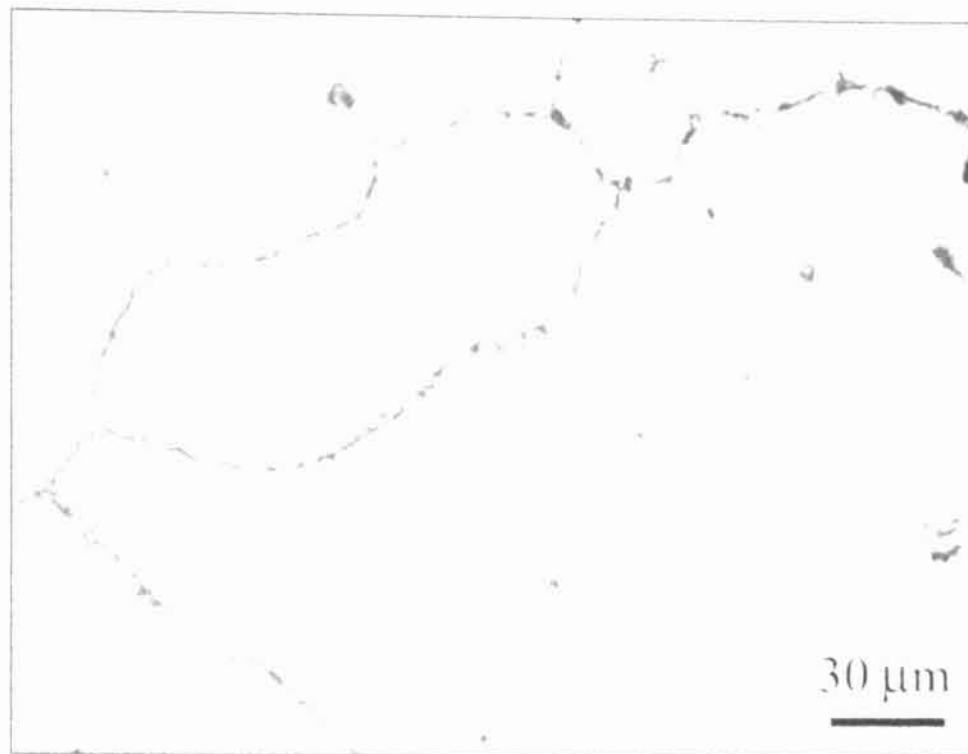
Do materiálu byl přidán TiB_2 (prášek s jehličkami o velikosti cca $10\mu m$).

a) Výsledky světelné metalografie

V litém stavu vzorku byla střední velikost zrna kolem $350\mu m$ (viz obr. 20). Podél hranic zrn byly pozorovány částice (viz obr. 21), které vznikly při odlití.

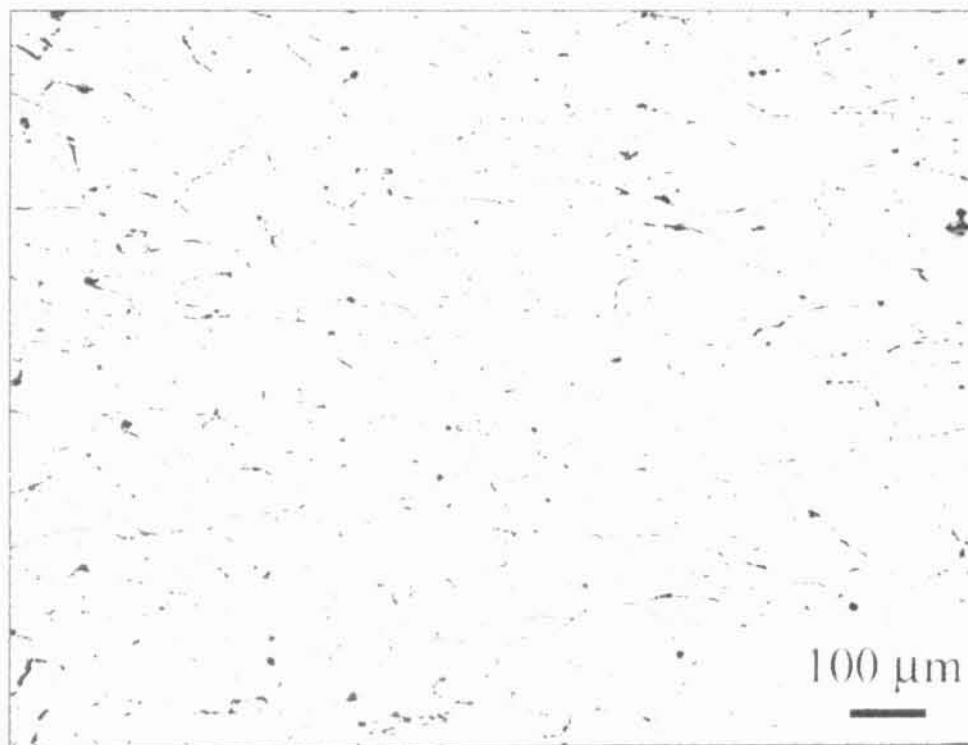


Obr. 20 – Struktura materiálu I-A-0 (litý, nežháný materiál s příměsí TiB_2).



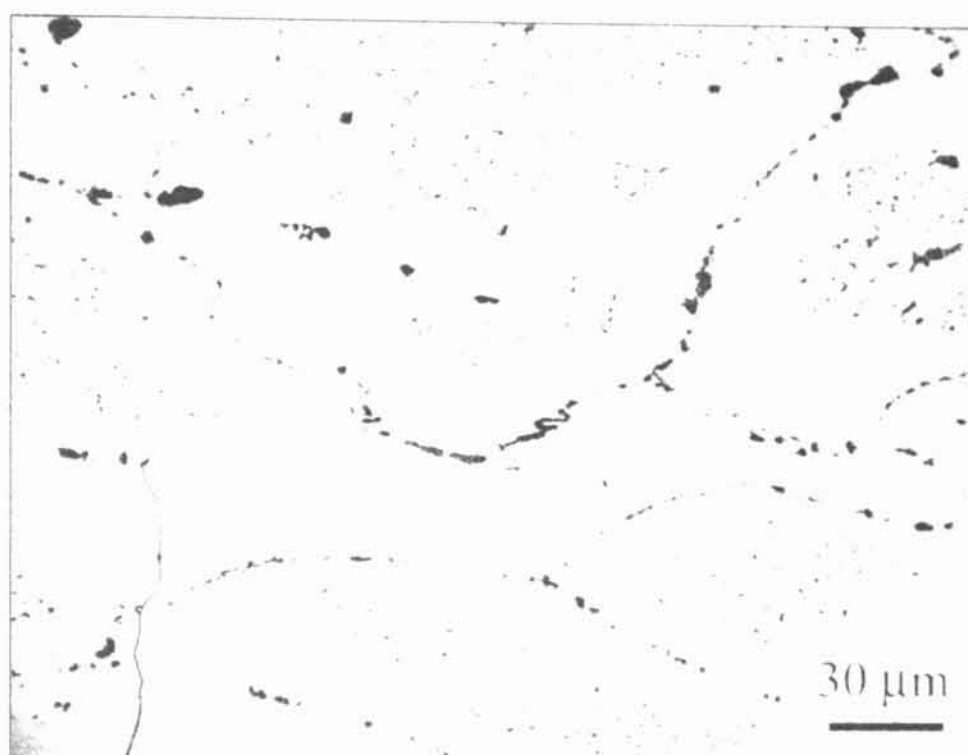
Obr. 21 – Hranice zrna dekorovaná drobnými částicemi v materiálu I – A – 0.

Při procesu válcování se velikost zrna v materiálu zvýšila na cca 600 μm (viz obr. 22).



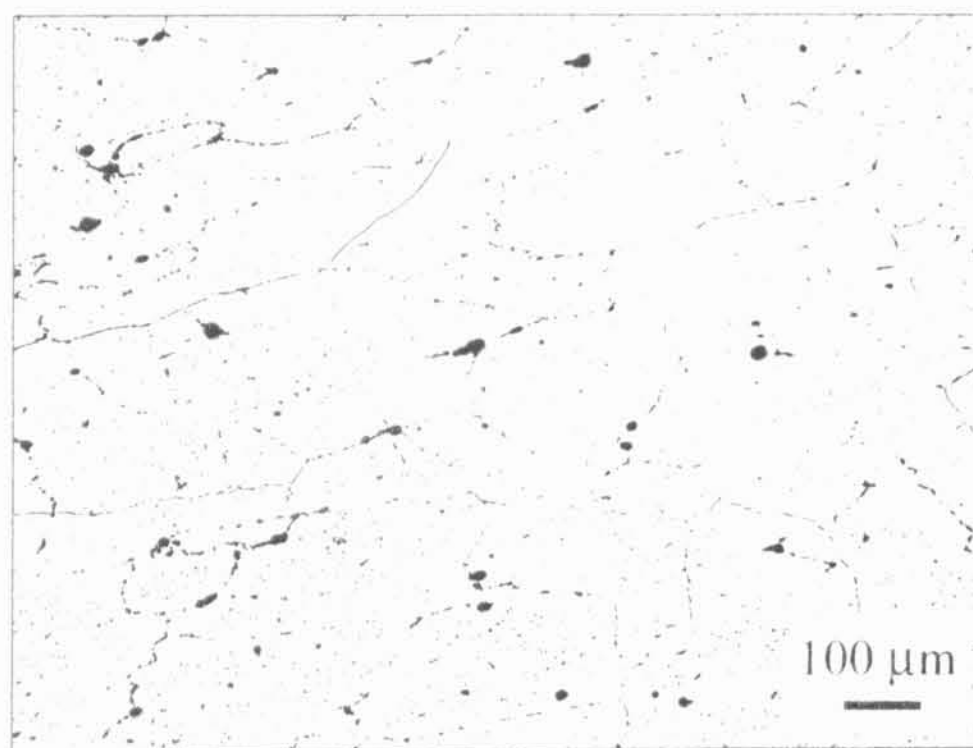
Obr. 22 - Struktura materiálu I – B - 0 (válcovaný, nežíhaný materiál s příměsí TiB₂).

V materiálu je možné kromě hranic zrn pozorovat ještě další kontrastní útvary. Jsou to částice usazené na hranicích zrn v lité struktuře. Po válcování si zachovaly původní rozmístnění a vytvářejí v materiálu řetězce. Na obr. 23 je možné pozorovat rozdíl mezi hranicí zrna (v levé části obrázku) a mezi částicemi tvořícími řetězce (v pravé části obrázku).

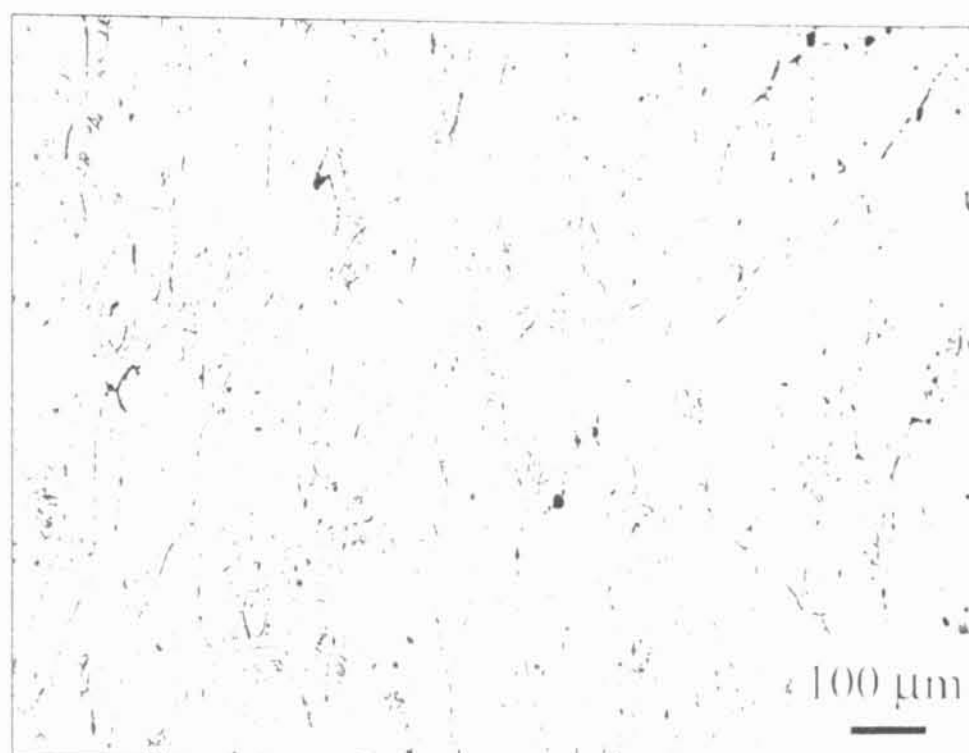


Obr. 23 – Rozmístnění částic uvnitř zrna podél linií původní hranice zrna z litého stavu v materiálu I – B – 0.

Při postupném přižihávání se rozmístnění ani charakter těchto částic nemění (viz obr. 24 a obr. 25).



Obr. 24 - Struktura materiálu I – B - a700(1) (válcovaný, přižihávaný na 700°C s příměsí TiB₂).



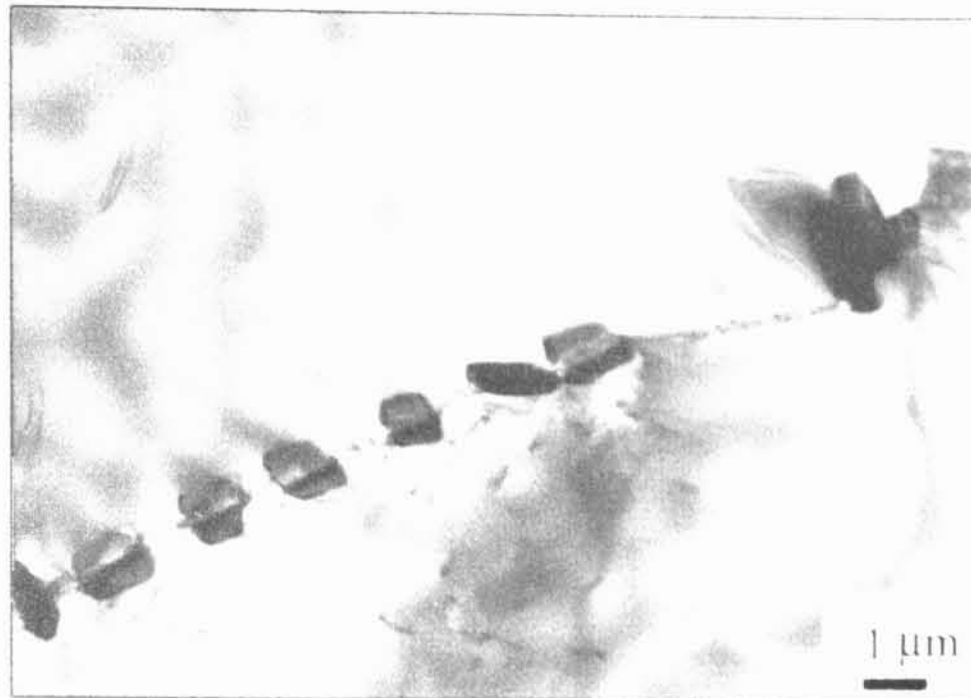
Obr. 25 - Struktura materiálu I – B – α 1150(1) (válcovaný, přižháváný na 1150°C s příměsí TiB_2).

Pozorovaný rozdíl hustoty drobných teček uvnitř zrn mezi obr. 24 a obr. 25 je s největší pravděpodobností pouze nežádoucím efektem lehce rozdílné přípravy materiálu (drobně odlišná doba leptání).

Ve světlené metalografii jsou tedy pozorovány částice, které vznikly při odlití a jsou stabilní až do teplot 1150°C.

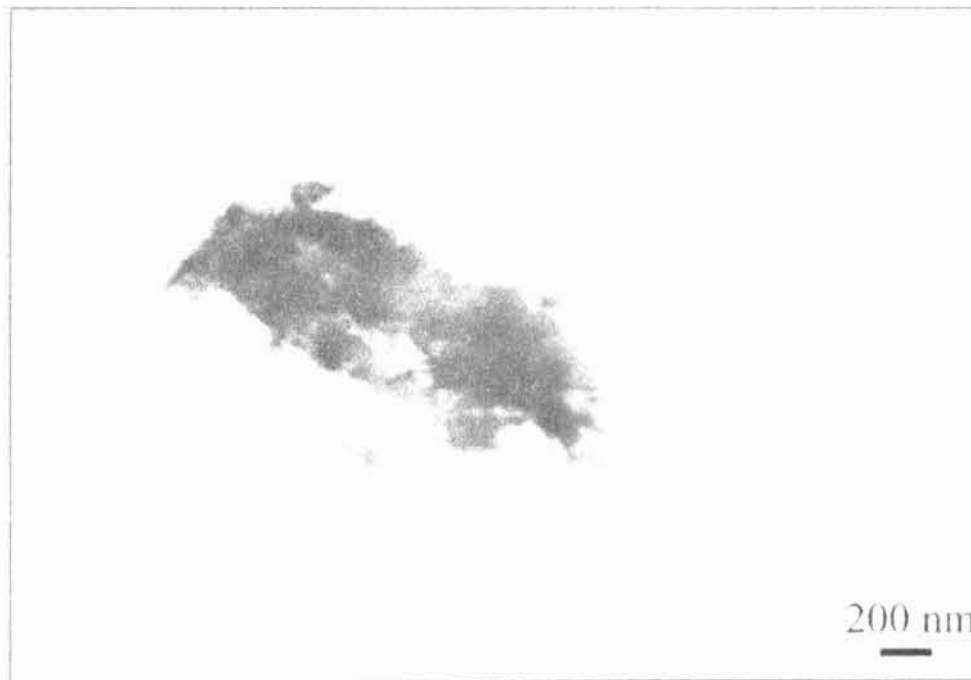
b) Výsledky TEM

Transmisní elektronová mikroskopie prokázala v litém stavu (I – A - 0) přítomnost 2 druhů částic. Liší se obsahem titanu. Analýza EDX identifikovala v prvních titan, chróm a železo a v druhých pouze chróm a železo. V částicích se může vyskytovat ještě bór a uhlík, který analyzátor není schopen identifikovat. Naopak v částicích se nemusí vyskytovat železo ani chróm, které mohly být zachyceny z oblastí matrice v okolí pozorované částice. Většina pozorovaných částic se vyskytuje na hranicích zrn a podél dislokací (viz obr. 26).



Obr. 26 – Částice na hranici zrna bohaté na Cr (bez Ti) (obrázek materiálu I – A - 0).

Částice pozorovaná po válcování (viz obr. 27) byla identifikována podle elektronové difrakce jako TiB_2 (typ AlB_2 ; $hP3$; $P6/mmm$).



Obr. 27 - Částice identifikovaná jako TiB_2 uvnitř válcovaného vzorku I – B – 0.

U vzorku přižehávaného až na $700^{\circ}C$ se podařilo vyfotografovat dva druhy částic (viz obr. 28), které se opět liší obsahem titanu (při EDX analýze byl v obou částicích odhaleno ještě železo a chróm). Částici obsahující titan označujeme „1“, částici bez obsahu titanu označujeme „2“.



Obr. 28 – Fotografie částice s titanem (1) a bez příměsi titanu (2) ve vzorku I - B- α 700(1).

Částice 1 obsahující titan byla pomocí elektronové difrakce jednoznačně identifikována jako TiB_2 (typ AlB_2 ; $hP3$; $P6/mmm$). V případě částice 2 se nepodařilo fázi jednoznačně určit.

U materiálu přižháném až na teplotu $1150^\circ C$ byla pozorovaná (viz obr. 29) částice identifikována opět částice obsahující titan jako TiB_2 .

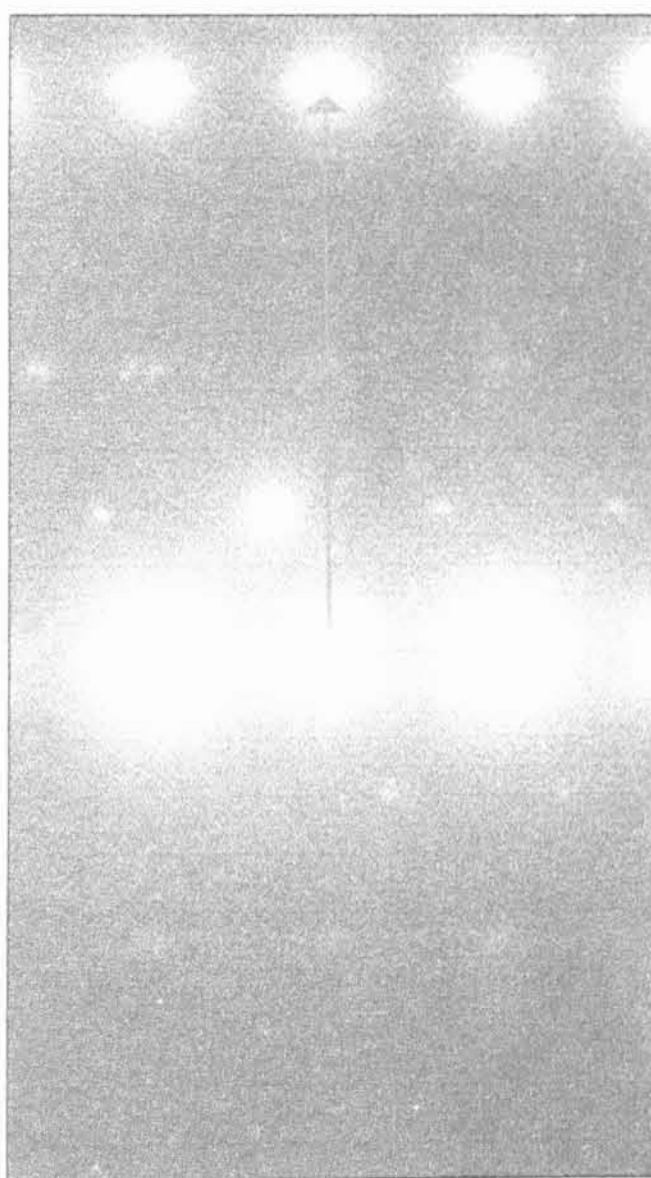


Obr. 29 – Částice TiB_2 ve vzorku I - B - α 1150(1).

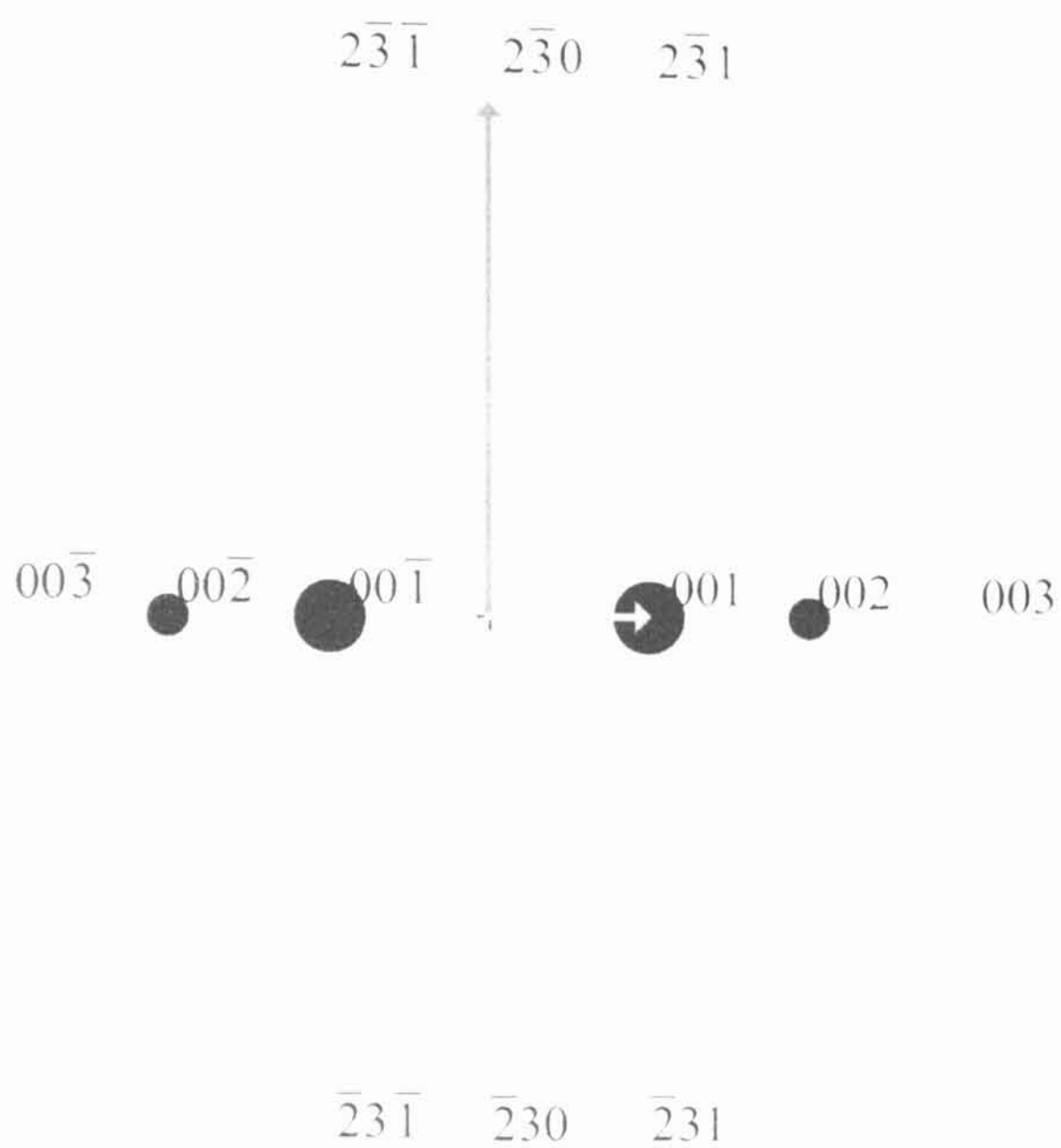
c) Analýza difraktogramů

Na difraktogramech byly naměřeny mezirovinné vzdálenosti a úhly, které byly následně porovnány s databází vytvořenou programem EMS 3.3 [33] ze získaných krystalografických údajů [20].

Ve všech třech válcovaných materiálech, které byly podrobeny pozorování, byly částice obsahující titan identifikovány jako TiB_2 . Pro ilustraci je uvedeno vyhodnocení difraktogramu částice s obsahem titanu ve vzorku I-B- α 700(1). Z částice označené jako „1“ na obr. 28 byly získány dva difraktogramy z oblasti vymezené selektivní clonou (tzv. „SAED“ - selected area electron diffraction) při dvou různých orientacích krystalu navzájem pootočených o 48° . První obrázek (obr. 30) byl identifikován jako pól [320] (simulace viz obr. 31) v krystalu TiB_2 (typ AlB_2 ; $hP3$; $P6/mmm$).



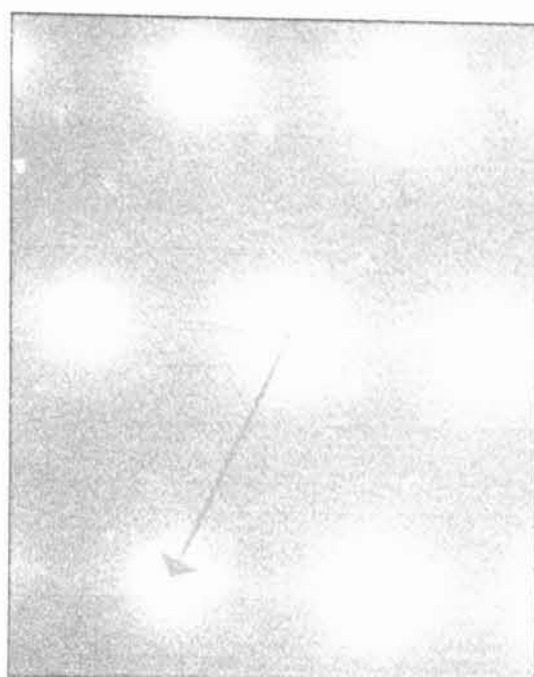
Obr. 30 – Difrakce z vybrané oblasti (částice 1 z obr. 28) (SAED) – Mezirovinné vzdálenosti odvozené z difraktogramu (dále jen naměřeno): $d_{100} \times 90^\circ$.



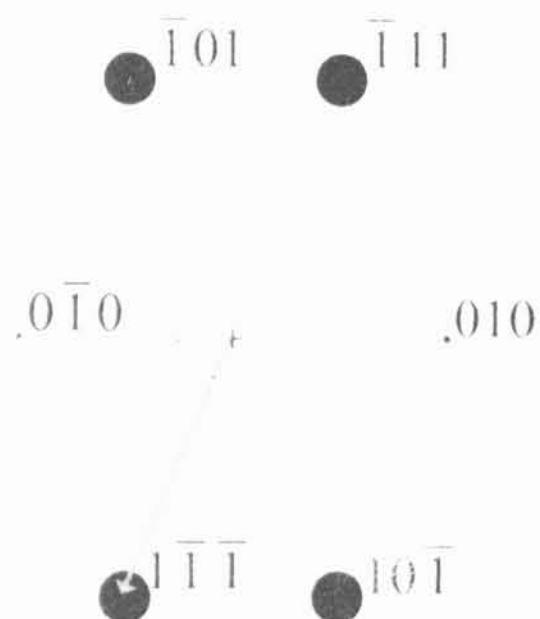
Obr. 31 – Nasimulovaný difraktogram zóny [320] krystalu TiB_2 .

Naměřeno	Výpočet
90°	90°

Podobným způsobem byl i další difraktogram (viz obr. 32) identifikován jako difrakce v pólu [101] fáze TiB_2 (simulace viz obr. 33).



Obr. 32 - SAED v jiné orientaci vzorku - Naměřeno: $2\theta = 67,5^\circ$.



Obr. 33 - Nasimulovaný difraktogram zóny $[101]$ krystalu TiB_2 .

Naměřeno	Výpočet
67,5°	67,2°

Podle výpočtu je mezi těmito póly úhel $44,6^\circ$, což je v dobré shodě s úhlem naměřeným na goniometru 48° . Chyba v odečtení úhlu z goniometru může být $2-3^\circ$. Všechny námi pozorované vzorky jsou navíc magnetické, což může způsobit drobný

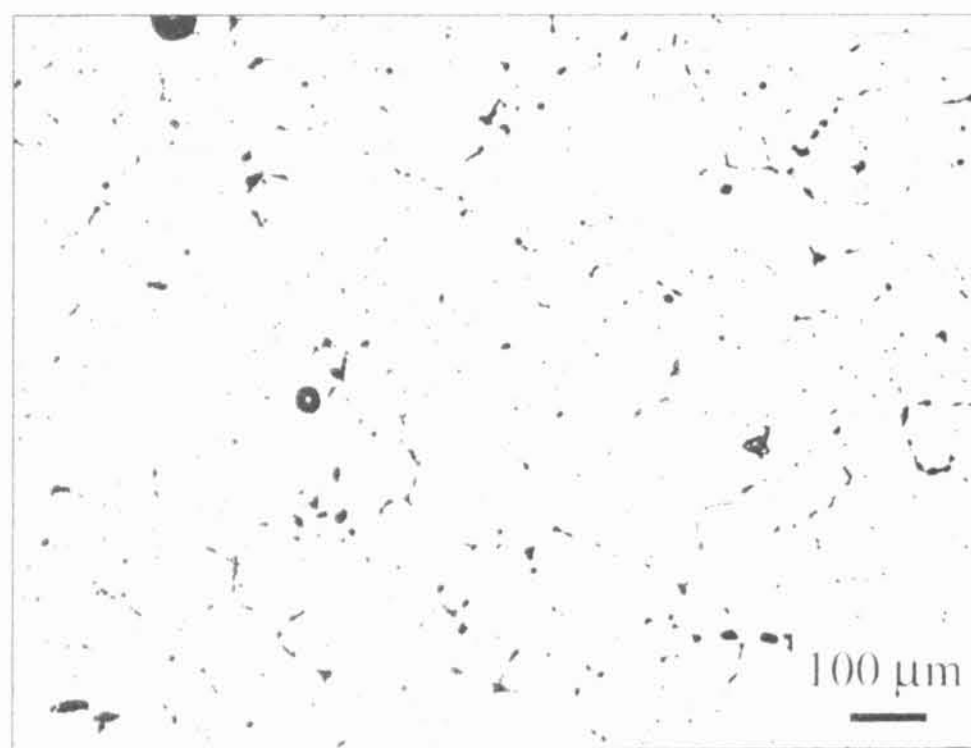
pohyb v držáku elektronového mikroskopu a zvýšení nepřesnosti při odečítání úhlové vzdálenosti. Proto odchylky do 5° je možné brát jako velmi dobrou shodu v úhlech.

2. Materiál s mikrolegurou Ti

Do tohoto materiálu byla v průběhu tavení přidána příměs čistého titanu.

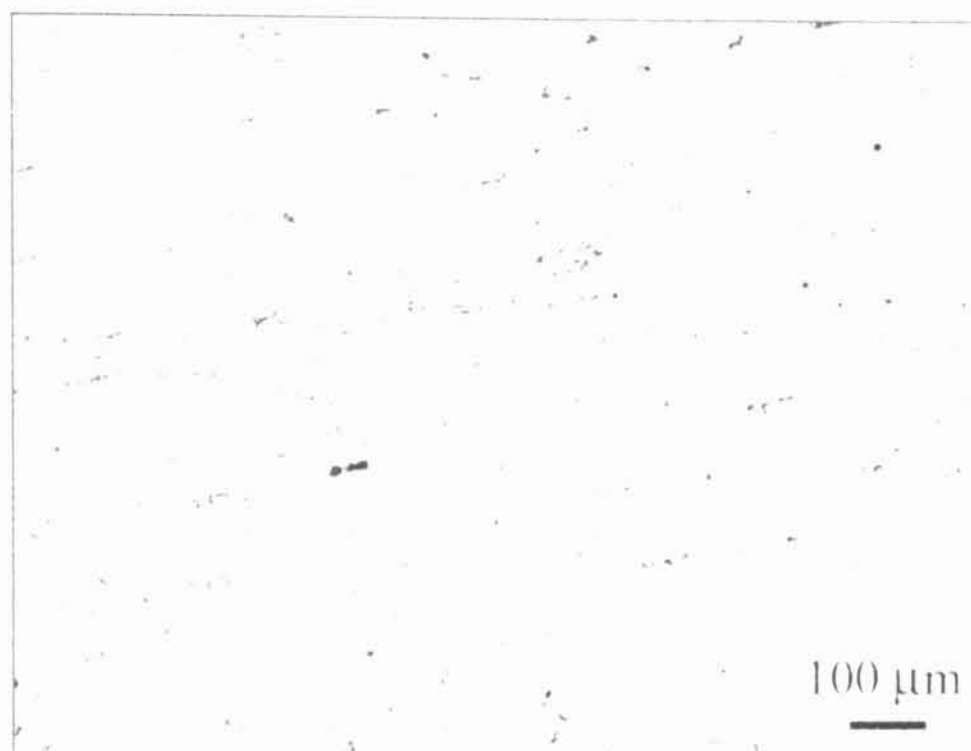
a) Výsledky světelné metalografie

Zrna v litém materiálu (II – A - 0) jsou obrovská (průměrná velikost cca $500 \mu\text{m}$). Uvnitř materiálu se objevuje velké množství částic o rozměrech $2\text{-}20\mu\text{m}$. Tyto částice se objevují nezávisle na hranicích zrna a náhodně v zrnech všech orientací (viz obr. 34).



Obr. 34 – Velká velikost zrna a výskyt částic o typických rozměrech $2\text{-}20\mu\text{m}$ v materiálu II – A – 0.

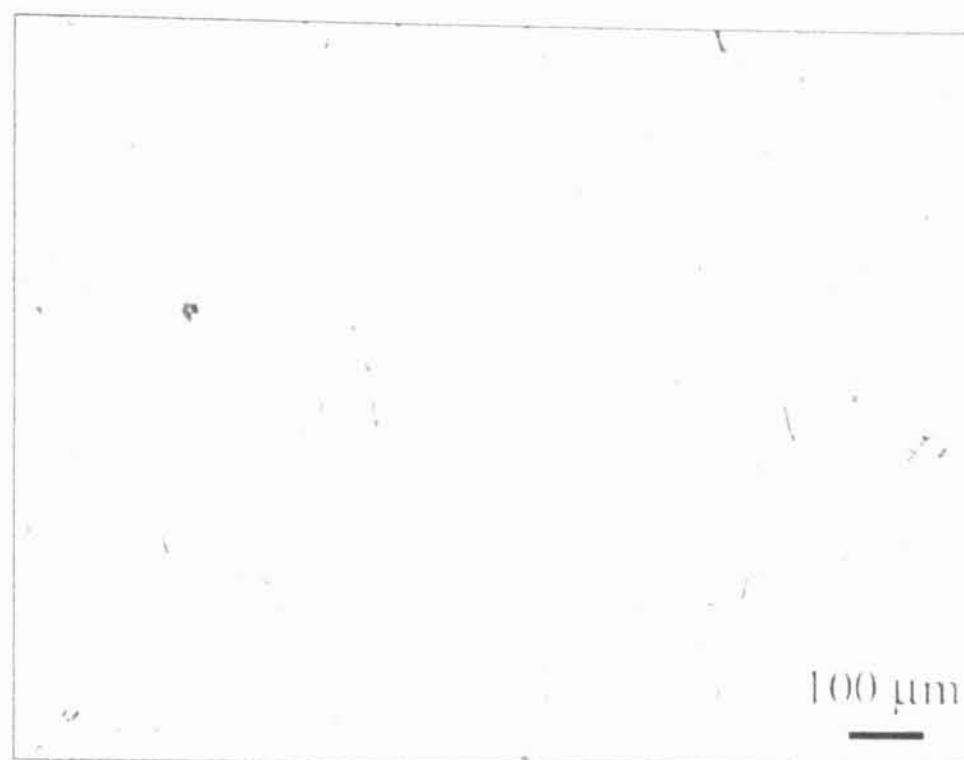
Po válcování lze kromě velkých částic pozorovaných již po odlití pozorovat výskyt drobných částic v celém objemu materiálu. Charakter této struktury se v průběhu přižihávání nezměnil (viz obr. 35, obr. 36, obr. 37).



Obr. 35 - Částice v materiálu II – B – 0.



Obr. 36 - Částice v materiálu II – B - α700(1).



Obr. 37 – Částice v materiálu II – B - α 1150(1).

Výrazná změna velikosti zrna nebyla v průběhu přižhávání pozorována. V materiálu se i po tepelném přižhávání vyskytuje velké množství malých drobnějších částic, které se uvnitř zrn objevily po válcování materiálu. Kromě nich se ve všech vzorcích materiálu „II“ vyskytují velké částice o rozměrech cca 2-20 μm.

b) Výsledky TEM

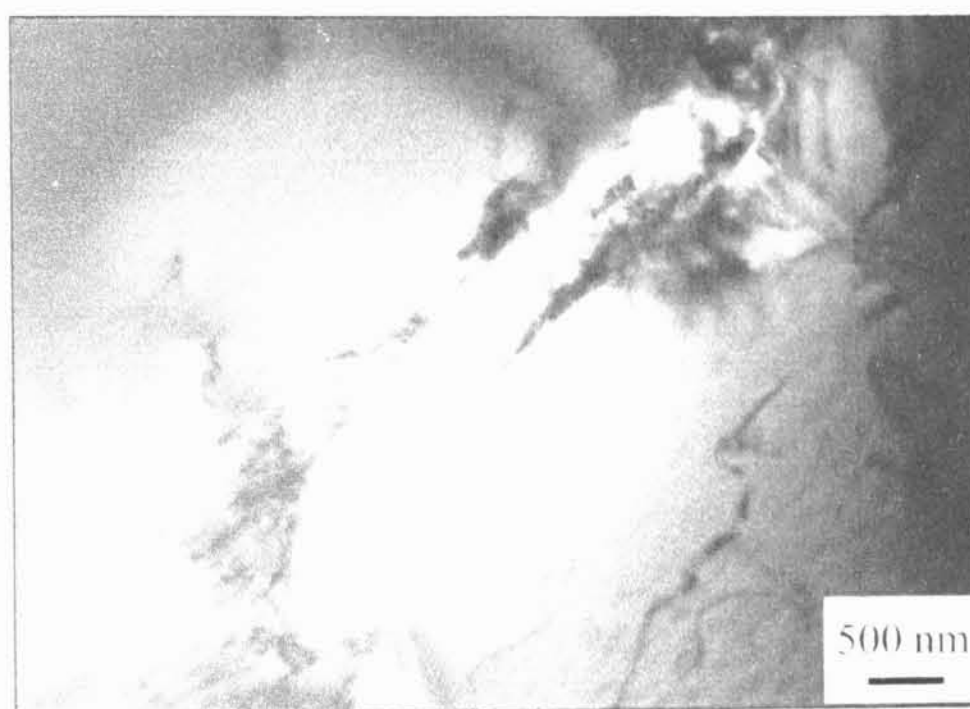
V TEM byla ve vzorku II – B - 0 pozorována částice o rozměru cca 1 μm (viz obr. 38). Pomocí analýzy EDX v ní byl identifikován titan.



Obr. 38 – Částice s příměsí Ti v materiálu II – B – 0.

Kromě této částice byly pozorovány jen občasné a drobné částice dekorující hranice zrn či dislokace. Fázi se nepodařilo identifikovat z žádného z vyfotografovaných difraktogramů. Z dostupných literárních údajů [21,22] je však možné předpokládat, že se jedná o titan karbid, který se vyskytuje v celé řadě morfologií.

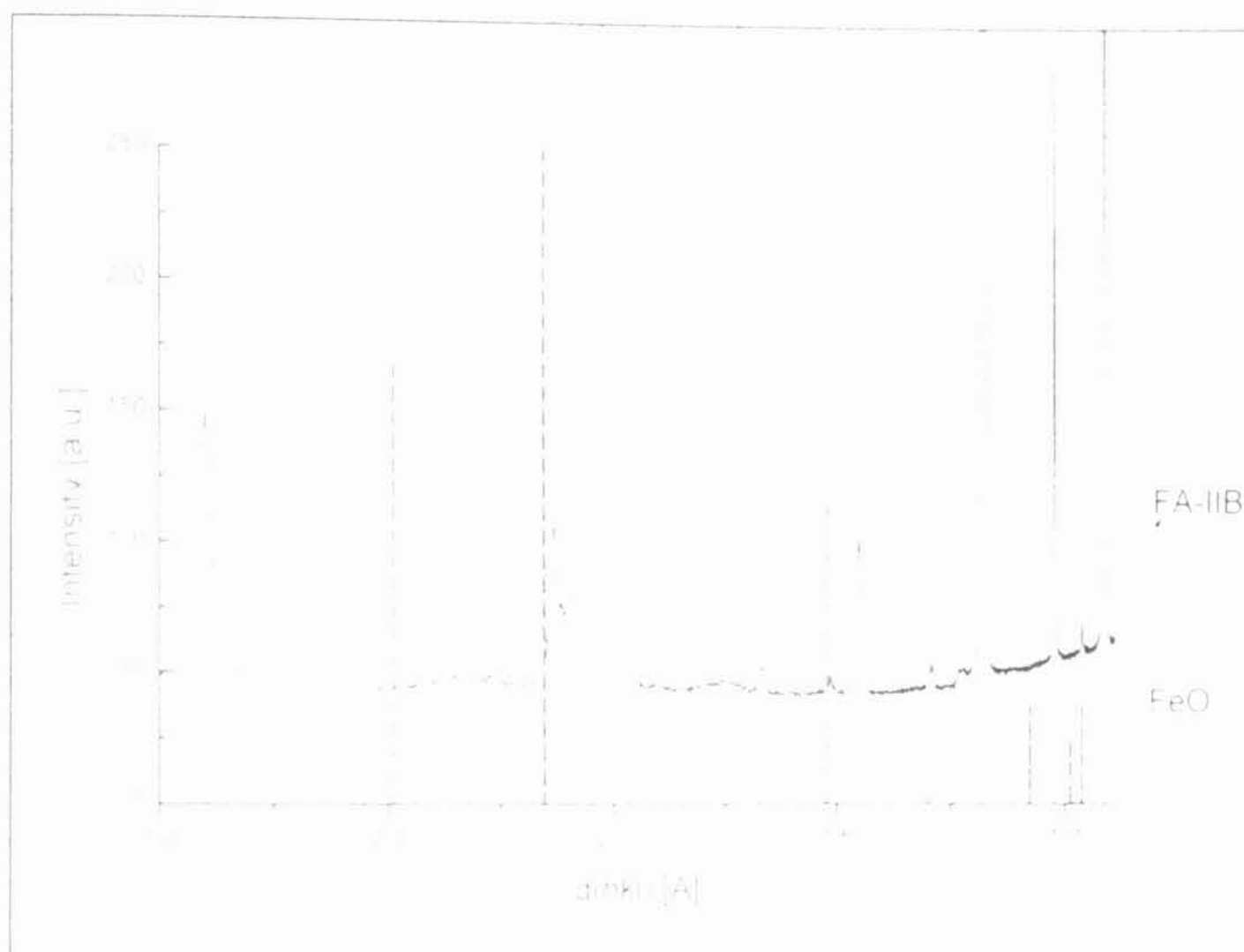
Podobné částice bylo možné pozorovat i v materiálu přižíhavaném na 1150°C (viz obr. 39) I v tomto materiálu se podařilo pomocí analýzy EDX identifikovat v částici přítomnost titanu, ale přesnou fázi se analýzou difraktogramů nepodařilo určit.



Obr. 39 – Částice s příměsí titanu v materiálu II – B - α 1150(1).

c) RTG analýza

V tomto materiálu jsme se pokusili určit fázi částic obsahujících titan i pomocí analýzy RTG záření. Ze světelné metalografie bylo zjištěno, že titanová fáze se vyskytuje v materiálech přižíhavaných na všechny teploty. Pro RTG analýzu byl vybrán vzorek II – B - α 700(1). Naměřené výsledky spolu s hodnotami reflexí TiC a FeO jsou zobrazeny na obr. 40.



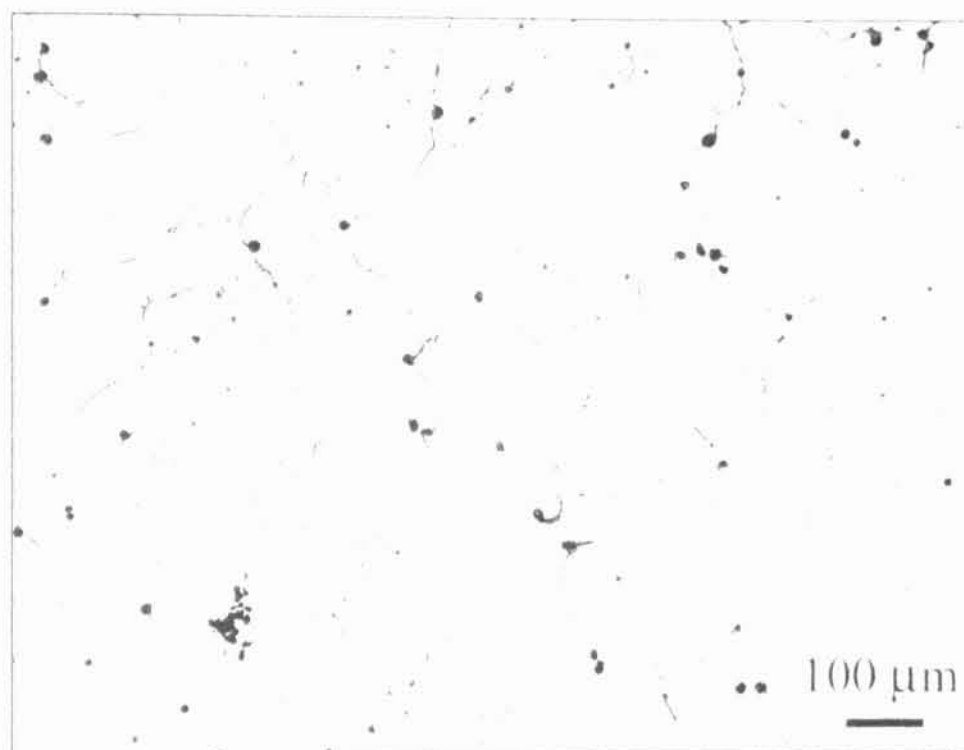
Obr. 40 – Závislost intenzity difraktovaného RTG záření na mezirovinné vzdálenosti d_{hkl} pro vzorek II-B- α 700(1) (FA-II-B). V grafu jsou pro určení vyskytujících se fází vyznačeny i hodnoty reflexí Fe_3Al , TiC a FeO .

Naměřené reflexe pochází z velké většiny z matrice tvořené Fe_3Al . Žádný z materiálů, který byl srovnáván, nevykazoval jednoznačnou shodu se zbývajících reflexemi. Hodnoty mezirovinných vzdáleností jednotlivých materiálů, se kterými byly naměřené reflexe porovnávány, byly spočteny (změřeny) pro stechiometrická složení a neberou v úvahu případné modifikace přítomností dalšího prvku, který se může ve sloučenině vyskytnout. RTG analýza nám nepotvrdila ani nevyvrátila možnost výskytu některé morfologie titan křemíku či jiných fází.

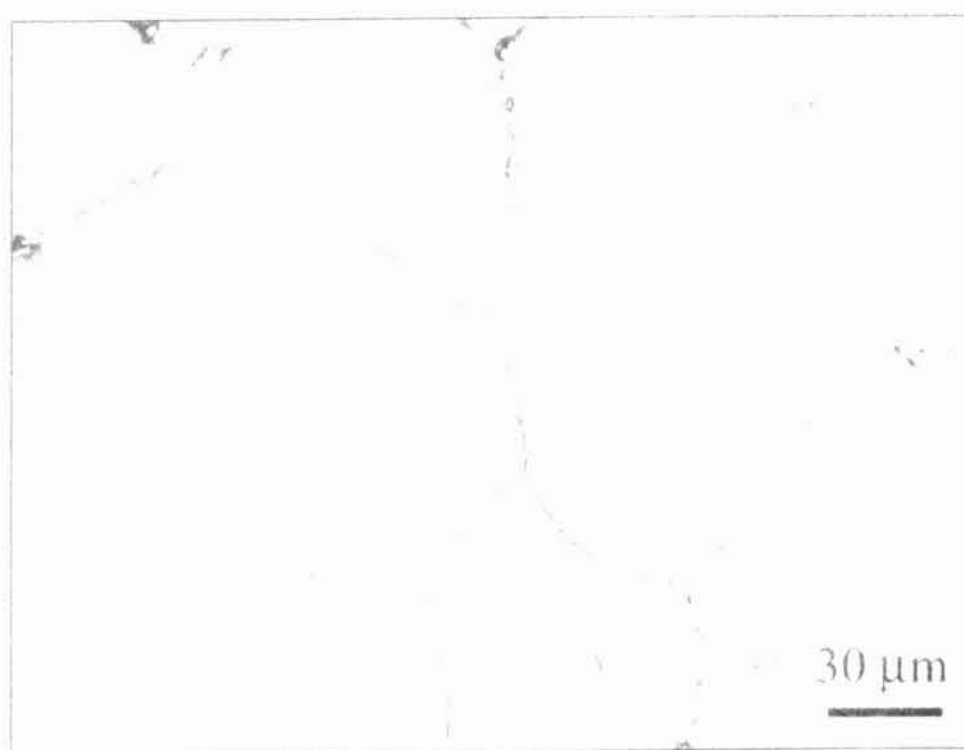
3. Materiál s mikrolegurou B

a) Výsledky světelné metalografie

Velikost zrna po odlití se pohybuje kolem $300\ \mu\text{m}$ (viz obr. 41). Lze pozorovat občasně vyskytující se částice jiné fáze. Tyto částice se usazují na hranicích zrn stejně jako v případě materiálu „I“ (viz obr. 42).

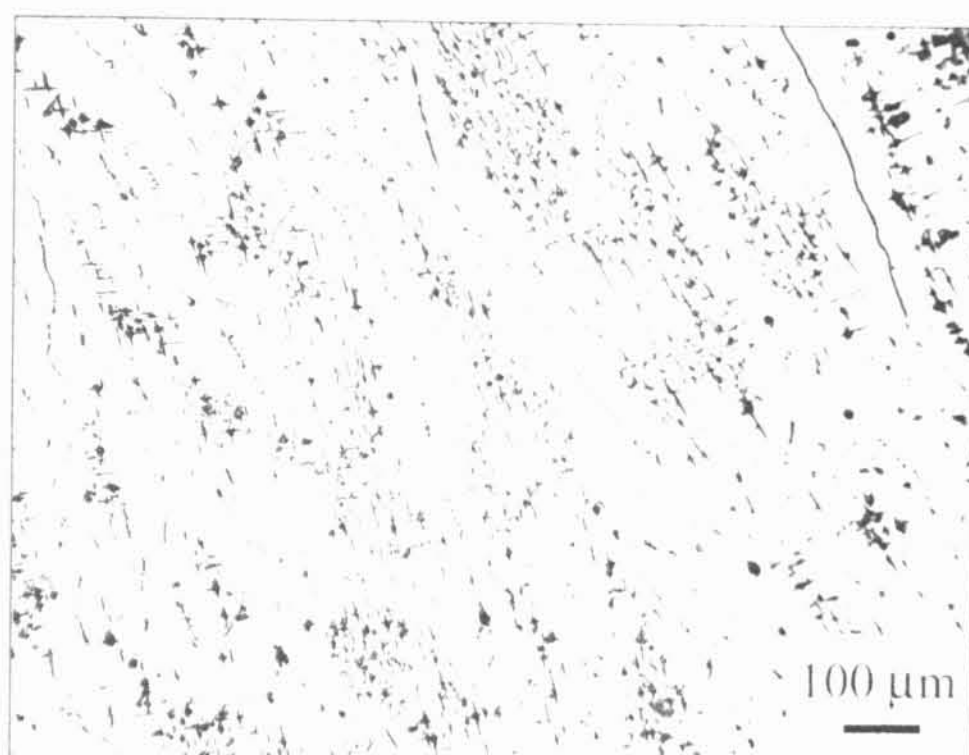


Obr. 41 – Struktura litého materiálu III-A-0 obsahující bór.



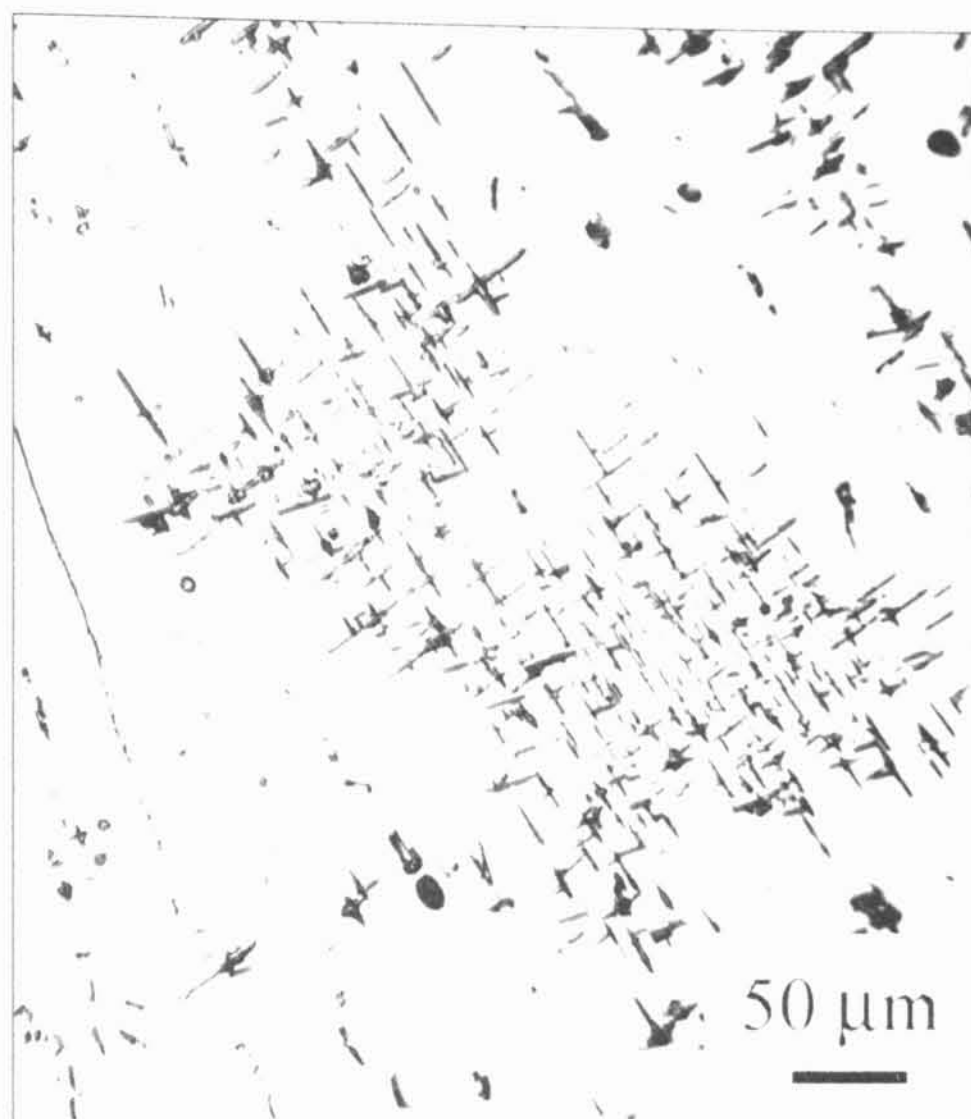
Obr. 42 – Částice vyskytující se podél hranic zrn v litém stavu materiálu III – A – 0.

Po vyválnování došlo k výraznému zvětšení zrna (400 x 1000 μ m). V materiálu se stále ještě vyskytují původní oválné částice, které dekorovaly hranice zrn v litém stavu. I po válcování jsou rozloženy podél původních hranic zrn a vytvářejí řetězce podobné jako v materiálu „I“. Kromě nich lze pozorovat i velké množství nově vytvořených drobných jehliček (viz obr. 43) o délce cca 10 μ m.

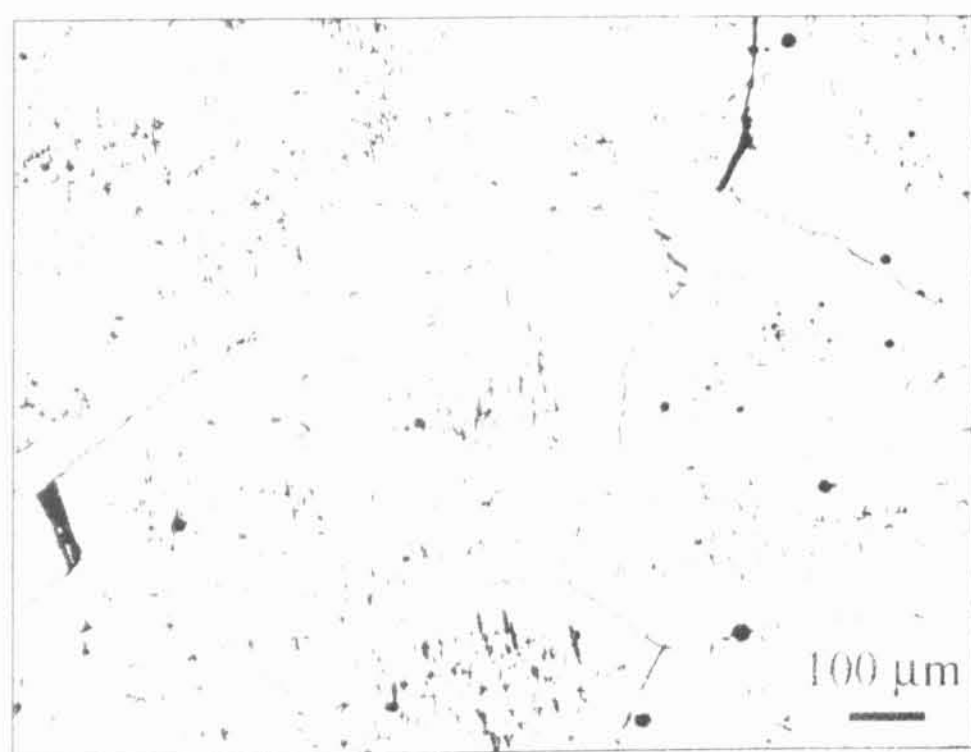


Obr. 43 – Nově vytvořené částice v materiálu III-B-0 po válcování.

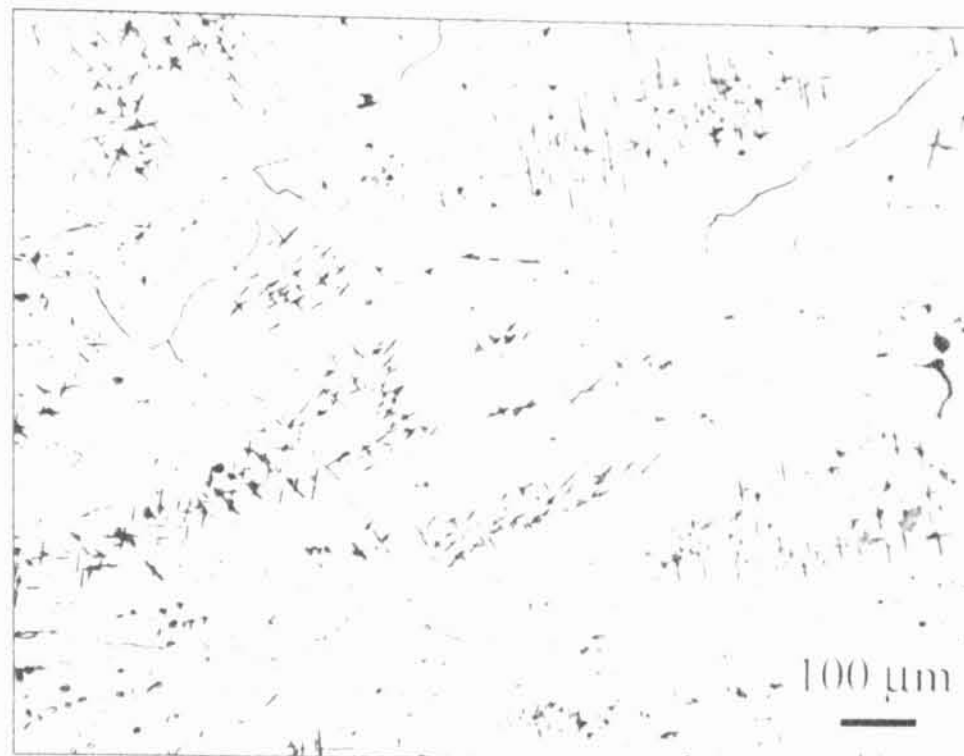
Při podrobnějším pohledu na charakter jehliček v každém zrně zjistíme, že jsou vždy orientovány do 3 různých směrů (viz obr. 44). V každém zrně jsou směry odlišné. Při přižihávání se hustota jehlic snižuje (viz obr. 45, obr. 46, obr. 47). V nežíhaném materiálu je jejich počet nejvyšší.



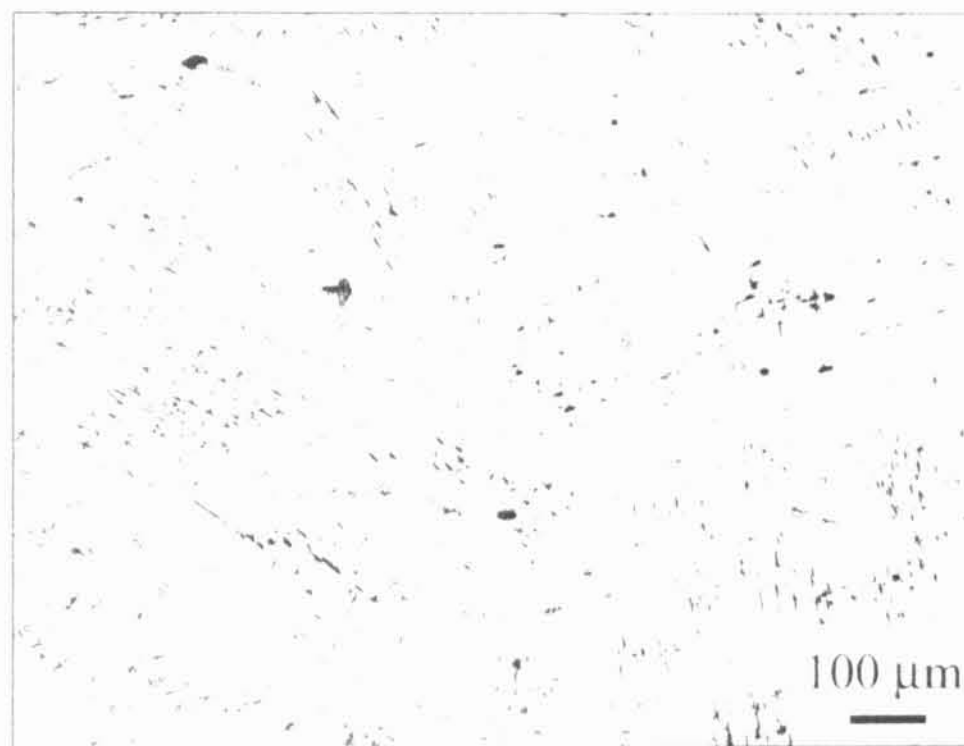
Obr. 44 – Materiál III-B-0– jsou vyznačeny 3 směry orientace jehlic v materiálu (červené, modré a zelené čáry).



Obr. 45 – Rozložení jehlic v materiálu přižihaném do 500°C ve vzorku III – B - α500(1).

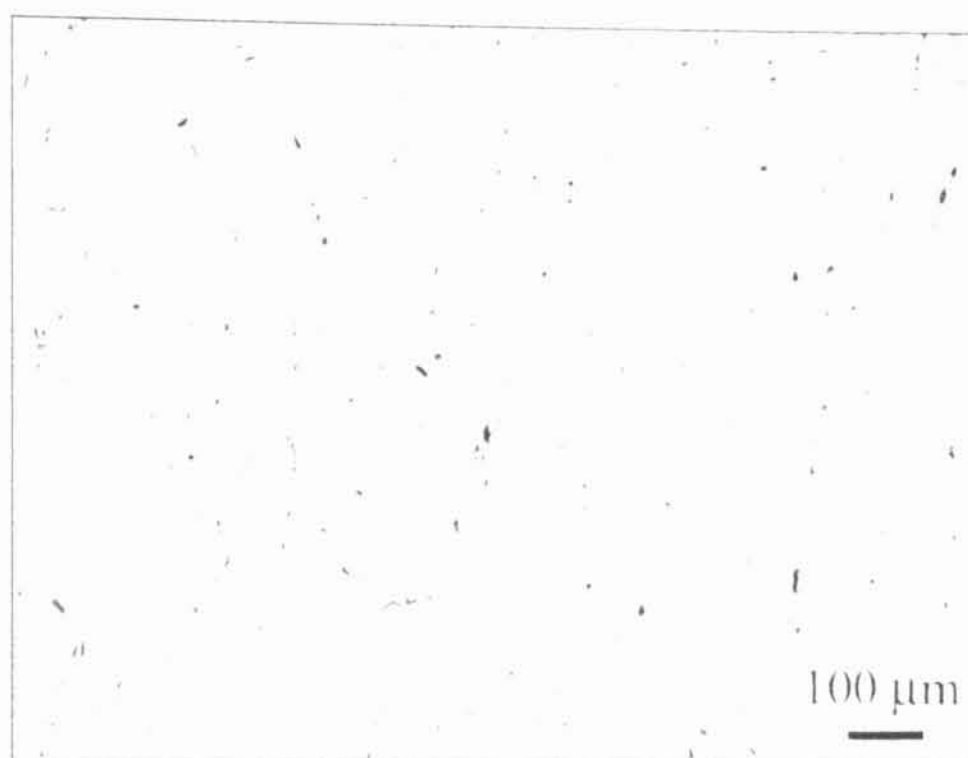


Obr. 46 - Rozložení jehlic v materiálu přižiháném do 700°C ve vzorku III – B - α 700(1).



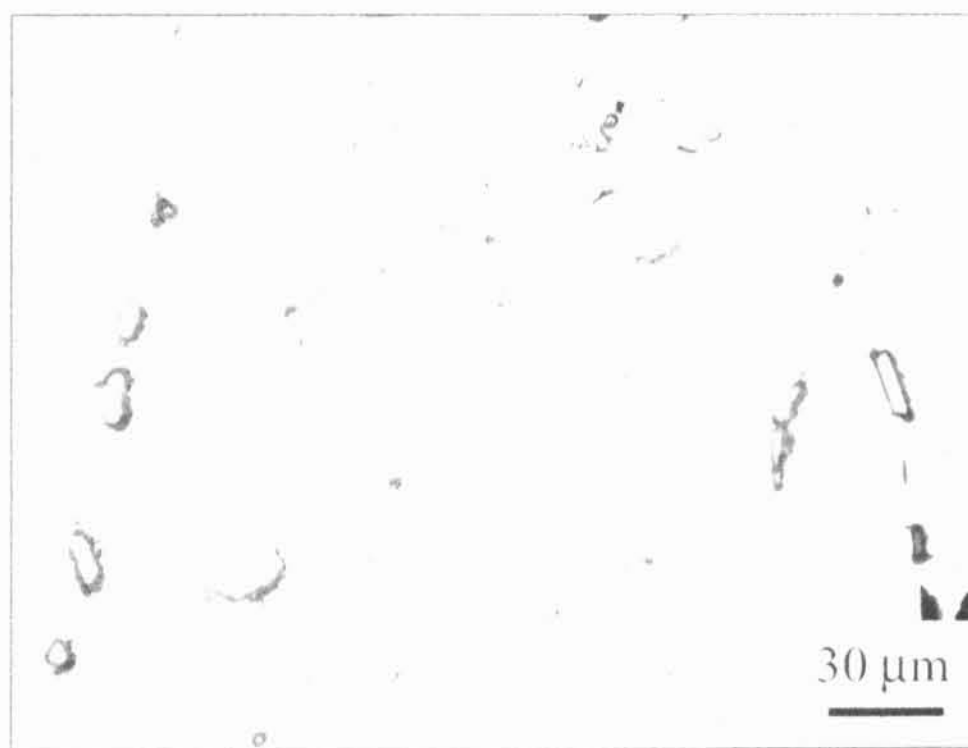
Obr. 47 - Rozložení jehlic v materiálu přižiháném do 900°C ve vzorku III-B- α 900(1).

V materiálu přižihávaném na 1150°C (III-B- α 1150(1)) se již jehlice nevyskytují (viz obr. 48).



Obr. 48 – Vymizení jehlic v materiálu přižihávaném na 1150°C.

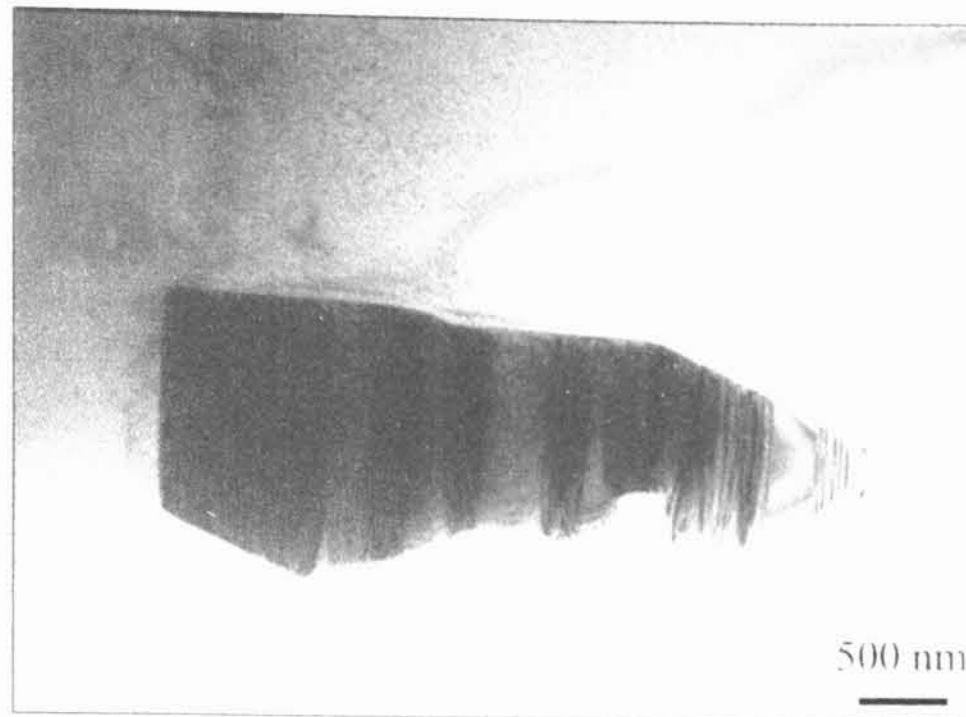
Při úbytku jehlic jsou na obrázku lépe viditelné drobné oválné částice o rozměrech cca 10 x 5 μm (viz obr. 49). Jedná se o nový druh částic s příměsí bóru, který se vytvořil při postupném rozpouštění jehlic v materiálu.



Obr. 49 – Oválné částice v materiálu III - B - α900(1).

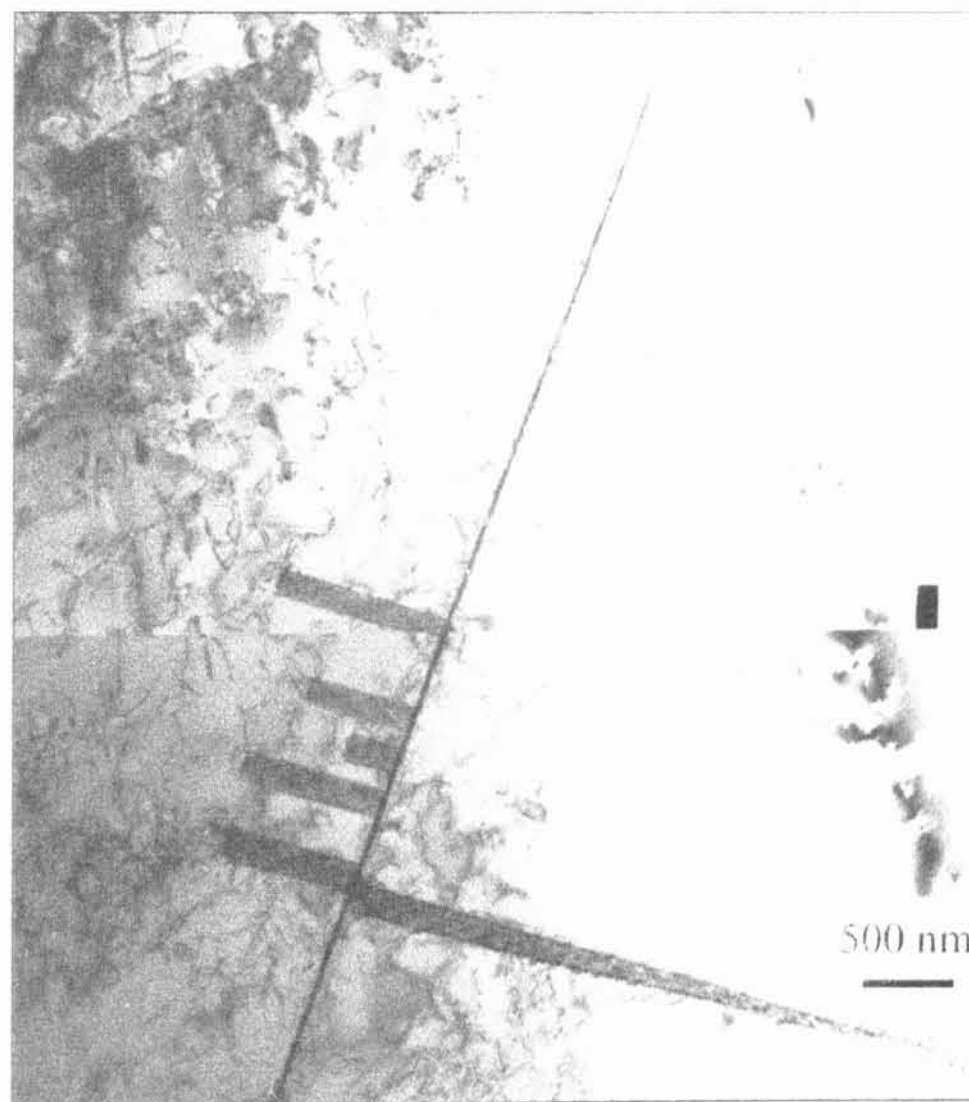
b) Výsledky TEM

Pozorování pomocí TEM v litém stavu potvrdilo výskyt drobných částic v litém materiálu (viz obr. 50). Analýza EDX zachytila v pozorované částici Fe a Cr.



Obr. 50 – Pozorovaná částice v III – A – 0.

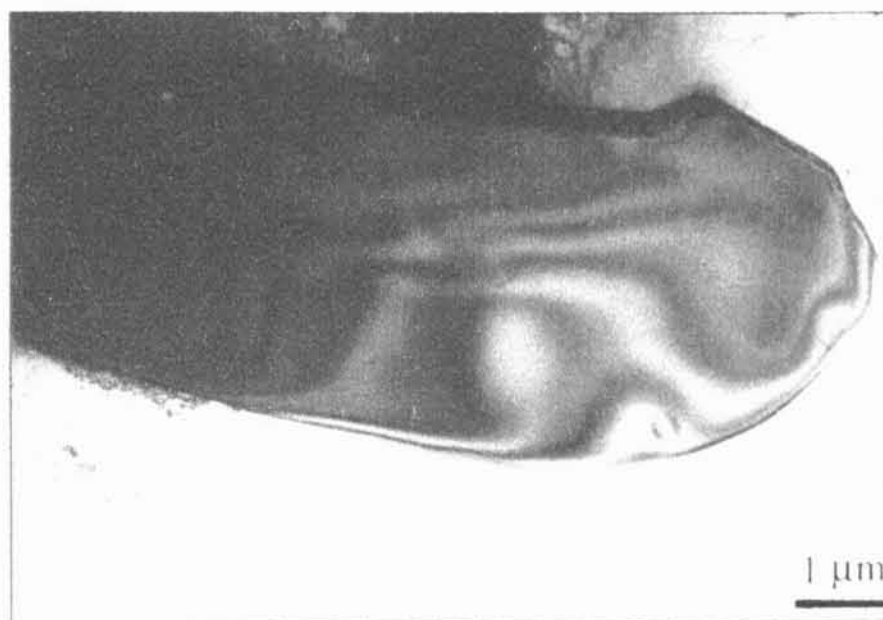
Po vyválnování je možno v celém materiálu pozorovat (viz obr. 51) drobné jehličky (stejně jako v optické metalografii). S největší pravděpodobností se jedná o částice fáze Fe_3B (typ Ni_3P ; tI32 ; $I\bar{4}$).



Obr. 51 – Jehlice v materiálu III – B - 0 (s příměsí bóru).

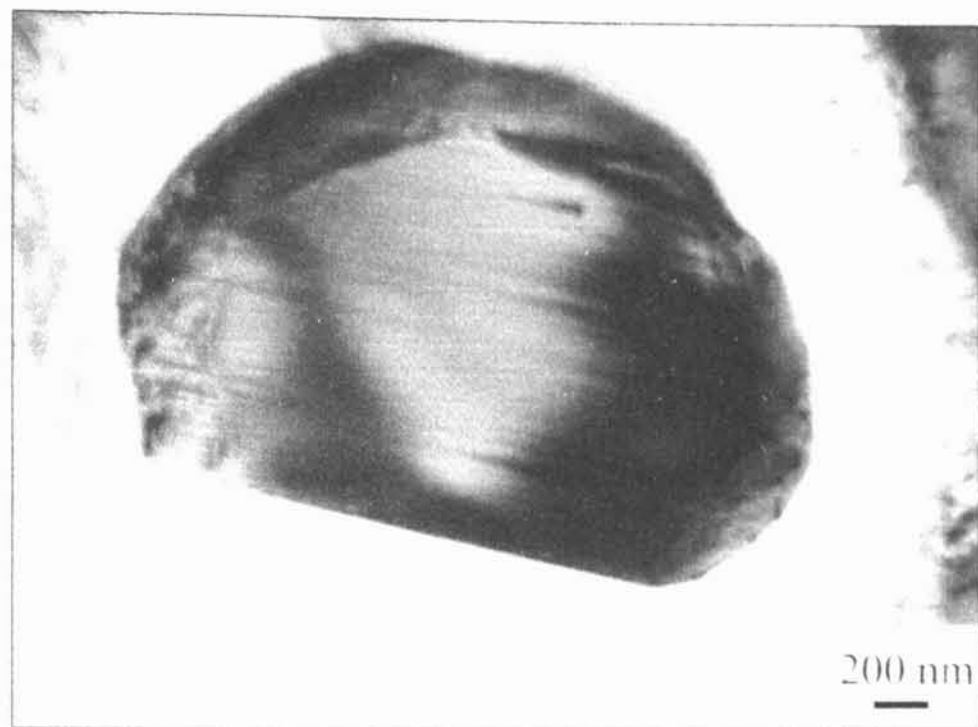
V optické metalografii se jehlice v každém zrně uspořádávaly do 3 různých směrů. Z pozorování v TEM mikroskopii bylo určeno, že tyto jehly jsou ve skutečnosti podlouhlé destičky s rozměry cca $10\mu\text{m} \times 200\text{nm} \times 5\text{nm}$ (několik atomových rovin). Tyto destičky jsou orientovány ve 3 směrech v matici a to ve směrech $[100]$, $[010]$ a $[001]$ a to ve všech kombinacích, bez ohledu na směr válcování.

I ve válcovaném stavu pozorujeme částice (viz obr. 52) obsahující dle EDX Fe-Cr (pozn. námi používaný EDX analyzátor nezachytí bór).



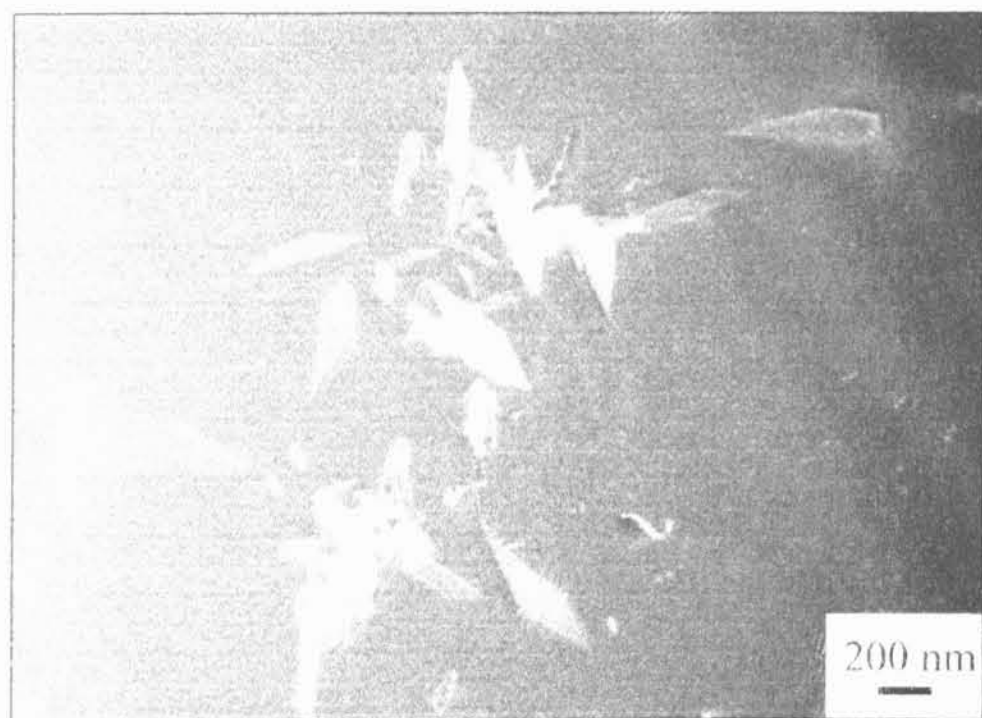
Obr. 52 - Částice pozorovaná v materiálu III - B - 0.

Jehlice (destičky) byly pozorovány i u materiálů s teplotou přižhávání 700°C . Při pozorování materiálu přižhávaného až na 1150°C (III-B- α 1150(1)) byly stejně jako ve světlené metalografii pozorovány oválné částice rozměrů několika μm (viz obr. 53). Jde ale o jiný druh oválných částic, než které byly pozorovány u nežíhaných materiálů. Tyto nově pozorované částice byly jednoznačně identifikovány jako fáze BCr_4 (typ BMn_4 ; oF48; *Fddd*).



Obr. 53 – Oválná částice v materiálu III – B - α 1150(1).

Kromě těchto částic bylo v tomto vzorku pozorováno i velké množství vrstevných chyb (viz obr. 54). Tyto vrstevné chyby byly identifikovány jako chybějící rovina typu $\{100\}$ s poruchovým vektorem $\vec{R} = k\langle 100 \rangle a$ (a - mezivrstevná vzdálenost fáze DO_3 , k -konstanta).



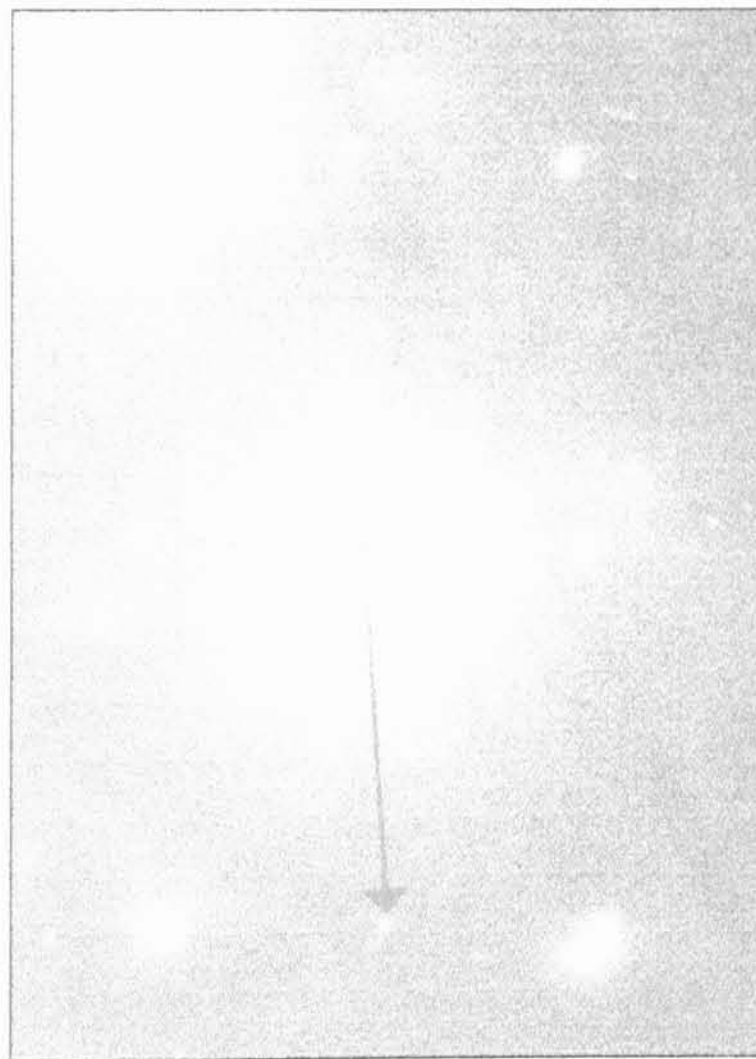
Obr. 54 – Vrstevné chyby ve vzorku materiálu III – B - α 1150(1).

c) Analýza difraktogramů

U tohoto vzorku byly difraktogramy použity nejen k identifikaci fází jednotlivých částic, ale i k identifikaci druhu vrstevné chyby a určení orientace podlouhlých jehlic v materiálu.

(1) Identifikace fází

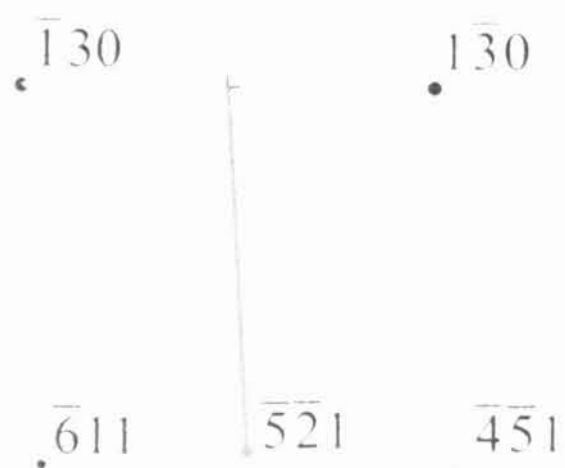
Z difraktogramů bylo určeno, že pozorované jehlice jsou tvořeny fází Fe_3B (typ Ni_3P ; tI32; $I\bar{4}$). První difraktogram (viz obr. 55) byl identifikován jako pól $[3\ 1\ 17]$ (simulace viz obr. 56). Druhý odebraný difraktogram (obr. 57) byl identifikován jako pól $[3\ 2\ 4]$ téže fáze (simulace viz obr. 58).



Obr. 55 – SAED z podlouhlé jehlice z materiálu III – B – 0 (1. orientace) - Naměřeno:

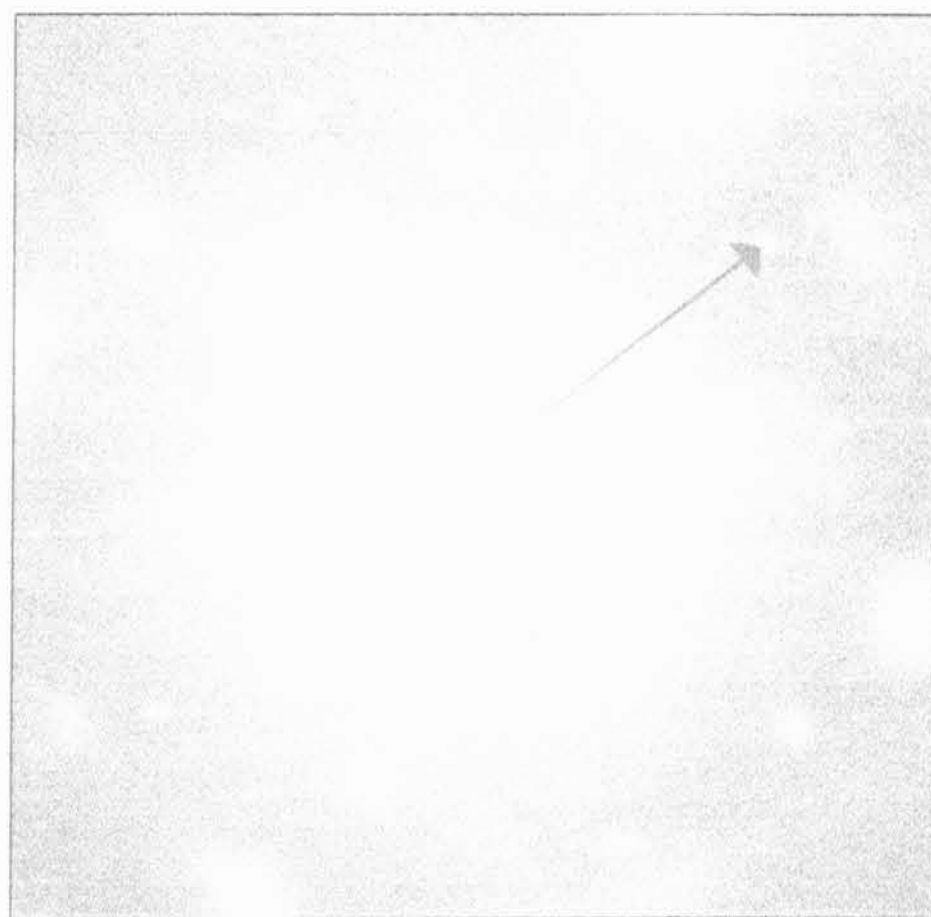
94,8°.

$4\bar{5}1$ $5\bar{2}1$ $6\bar{1}\bar{1}$



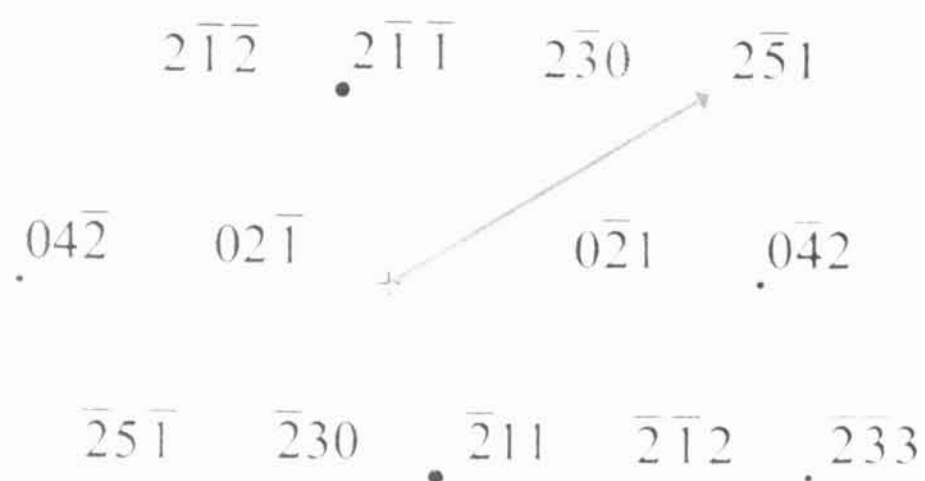
Obr. 56 – Vypočítaný difraktogram v pólu $[3\ 1\ 17]$ ve fázi Fe_3B .

Naměřeno	Výpočet
$94,8^\circ$	$93,1^\circ$



Obr. 57 – SAED z podlouhlé jehlice z materiálu III – B – 0 (2. orientace) - Naměřeno:

$104,9^\circ$.

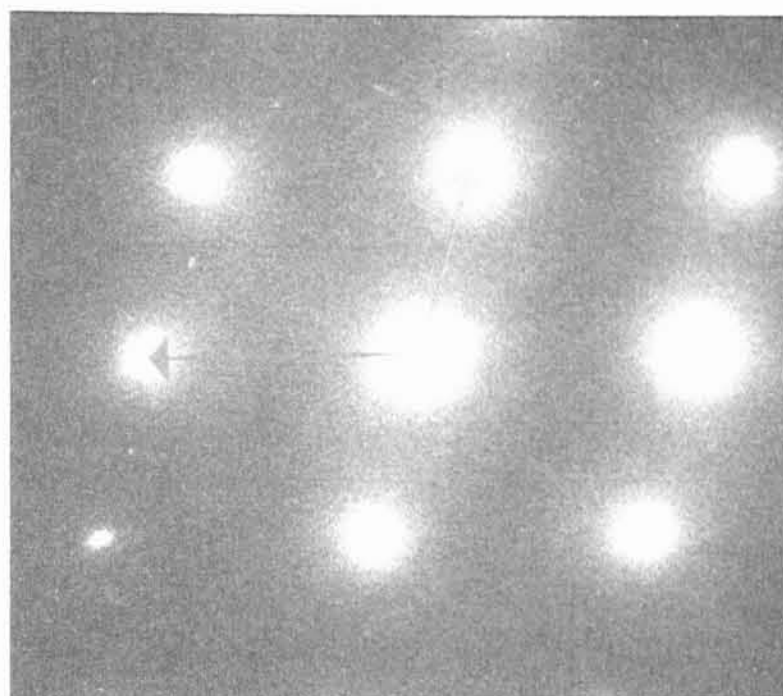


Obr. 58 – Vypočtený difraktogram pro směr $[3\ 2\ 4]$ pro fázi Fe_3B .

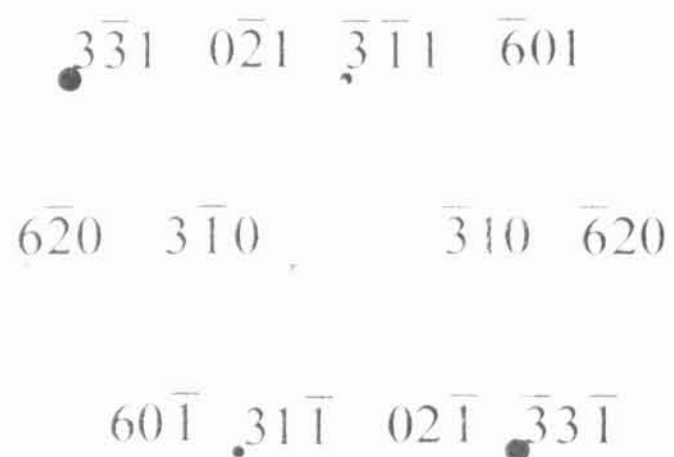
Naměřeno	Výpočet
104,9°	106,6°

Vzájemný úhel mezi směrem $[3\ 2\ 4]$ a $[3\ 1\ 17]$ je 19,1° což v rámci chyby odpovídá vzájemné orientaci obou snímků, která byla 22°.

Z částice zobrazené na obr. 53 (vzorek III – B – $\alpha 1150(1)$) byly získány a identifikovány 4 difraktogramy z nichž byla částice určena jako fáze BCr_4 (typ BMn_4 ; $oF48$; $Fddd$). Pro ilustraci uvedu jen dva z vyhodnocených difraktogramů. Mezi směry, kde byly vyfotografovány tyto difraktogramy, byl naměřen vzájemný úhel 31°. První z difraktogramů (viz obr. 59) byl identifikován jako pól $[1\ 3\ 6]$ (simulace viz obr.60).



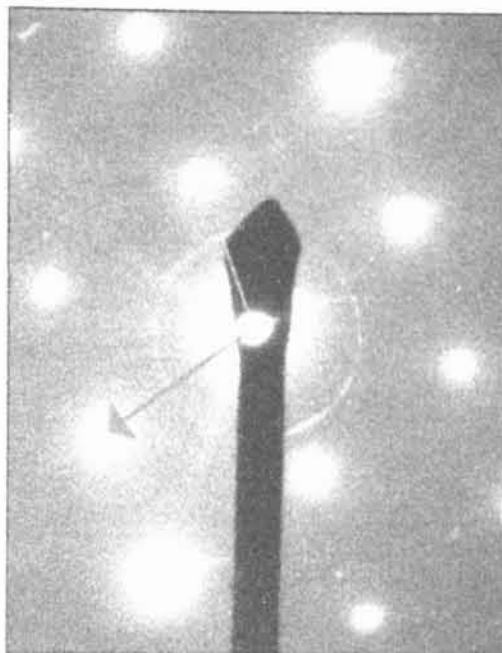
Obr. 59 – SAED z oválné částice ve vzorku materiálu III-B- α 1150 (1. směr) - Naměřeno: $106,2^\circ$.



Obr.60 - Vypočtený difraktogram pro směr [1 3 6] pro fázi BCr₄.

Naměřeno	Výpočet
106,2°	106,4°

Druhý difraktogram (viz obr. 61) byl identifikován jako pól [1 2 1] (simulace viz obr. 62).



Obr. 61 – SAED z oválné částice ve vzorku materiálu III-B- α 1150(1) (2. směr): Naměřeno: $107,7^\circ$.



Obr. 62 - Simulovaný difraktogram pro pól [1 2 1] pro fázi BCr₄.

Naměřeno	Výpočet
107,7°	104,2°

Úhel mezi těmito směry v BCr₄ je 30,6°. To je ve velmi dobré shodě s naměřenou hodnotou 31°

(2) Určení druhu vrstevné chyby

Pro určení druhu a roviny výskytu vrstevných chyb a dislokací, které je vytvářejí bylo použito zobrazení pomocí slabého svazku v tmavém poli. Skupina vrstevných chyb byla vyfotografována ve dvou orientacích krystalu $\vec{B}=[111]$ a $\vec{B}=[101]$ (\vec{B} -označení

směru dopadajícího svazku). Na každém obrázku je znázorněn reflexní vektor \vec{g} . Z teorie kontrastu poruch připomeňme, že obecnou dislokaci, zjednodušeně řečeno, není možné pozorovat v případě [31]:

$$(15) \quad \vec{g} \cdot \vec{b} = 0$$

Pro úplné vymizení dislokace musí platit ještě podmínka.

$$(16) \quad \vec{g} \cdot [\vec{b} \times \vec{u}] = 0$$

kde \vec{g} - difrakční vektor

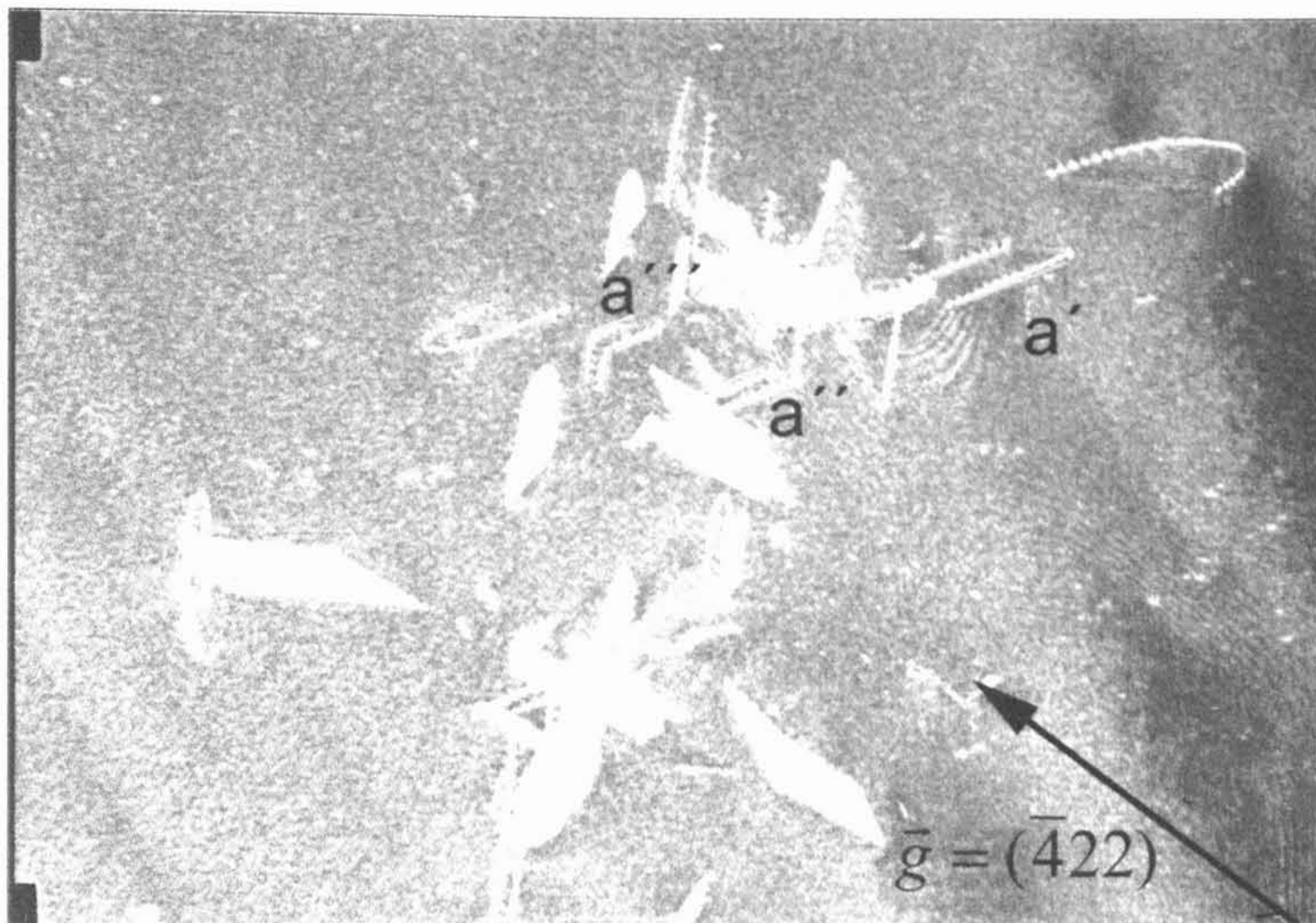
kde \vec{b} - Burgersův vektor dané dislokace

kde \vec{u} - směr dislokační čáry

Pokud nemá být dislokace viditelná musí platit obě podmínky. Pokud platí pouze podmínka (15) a neplatí podmínka (16) má dislokace zbytkový kontrast (viz [31]).

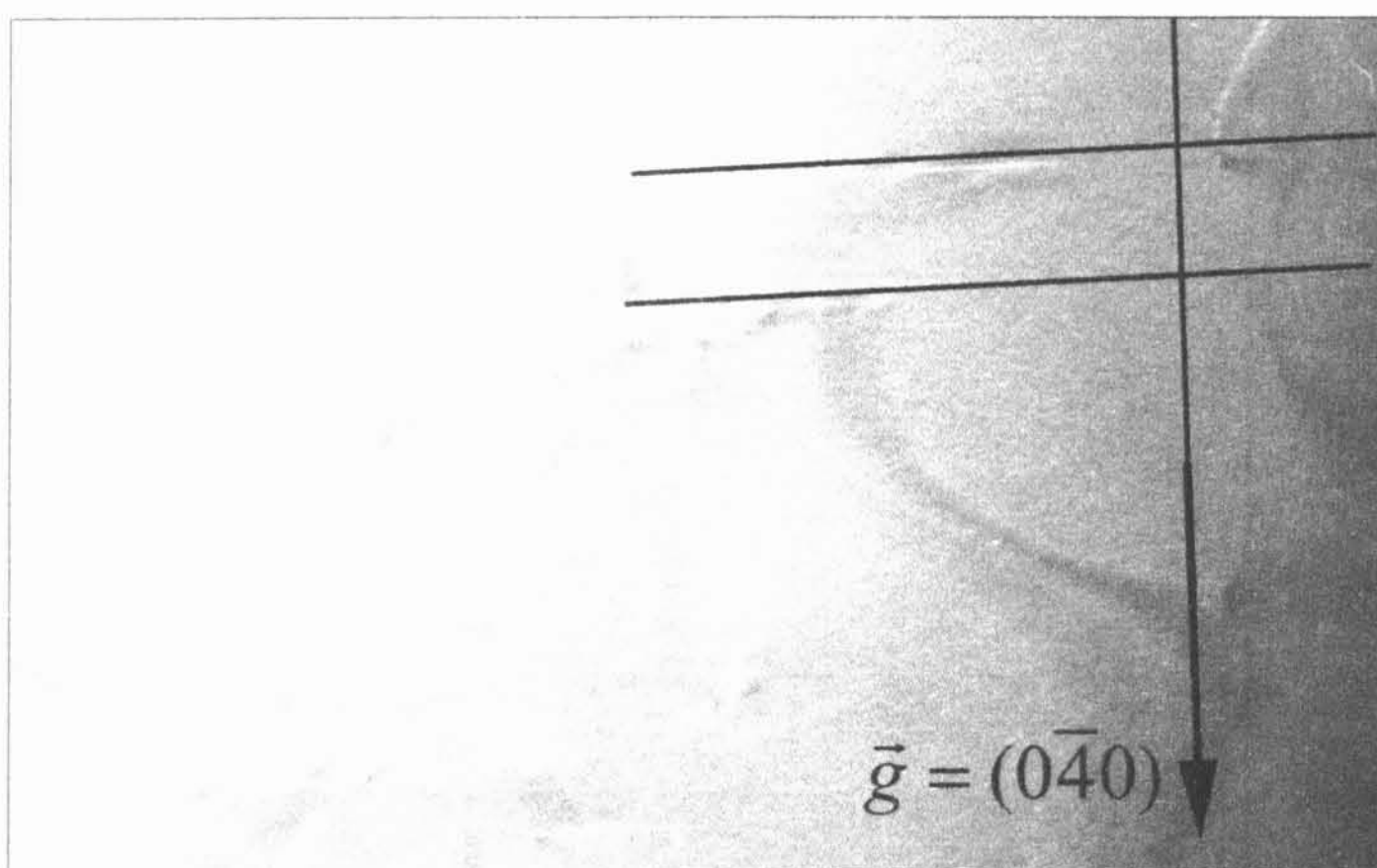
Dá se předpokládat, že se vrstevné chyby budou vyskytovat ve více vzájemně ekvivalentních rovinách. Proto popíšeme pouze určení jedné skupiny těchto poruch. U dalších by se postupovalo podobným způsobem.

Byly vybrány 3 různé dislokace, které patří do stejné skupiny. Byly označeny písmeny „a“, „a'“, „a''“ (viz obr. 63). Červenou barvou byly vyznačeny části, které mají stejný směr a leží ve stejné rovině. Modrou barvou byla vyznačena část dislokace, která leží v jiné rovině. V dalších obrázcích bude pro jednoduchost vyznačena vždy jen jedna ze dvou dislokací, které ohraničují vrstevnou chybu.



Obr. 63 – Označení dislokací, které určují vybrané vrstevné chyby, $\bar{B} = [111]$.

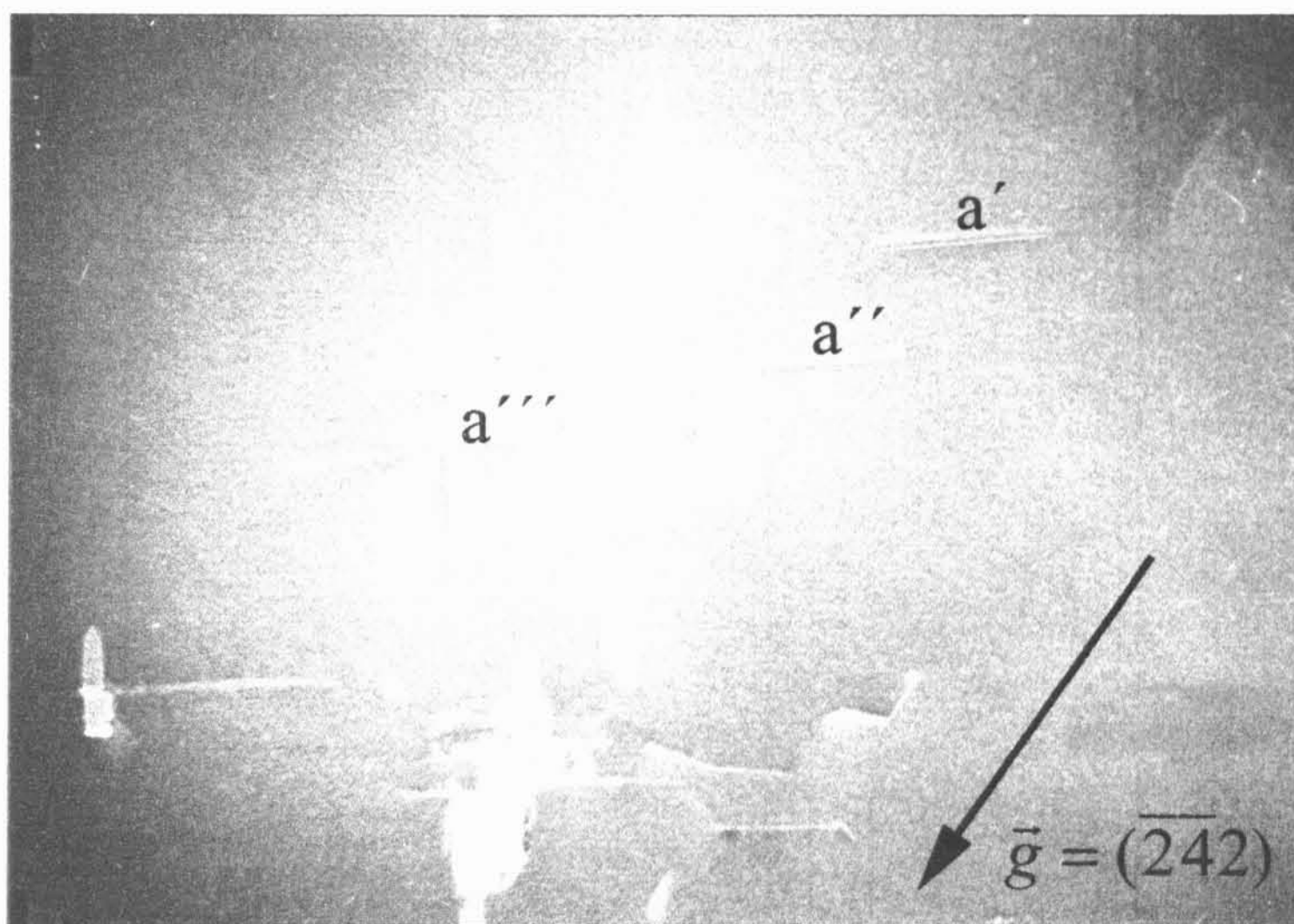
Při zobrazení, kde $\bar{B} = [101]$, se všechny tyto dislokace a vrstevné chyby (kromě modře označené) jeví jako pouhé čárky (viz obr. 64). Z toho lze usuzovat, že směr $[101]$ leží v rovině výskytu těchto vrstevných chyb.



Obr. 64 – Zobrazení vrstevných chyb, $\bar{B} = [101]$.

Směr viditelných „čárek“ je navíc kolmý na směr $[0\bar{4}0]$. Z těchto informací lze určit rovinu, ve které tyto dislokace i vrstevné chyby leží. Jedinou kolmou rovinou na $[0\bar{4}0]$, ve které leží vektor $[101]$ je rovina (010) .

Tato určená rovina platí pro vrstevné chyby vytvořené dislokacemi „a'“, „a''“. Výjimku z pozorovaných dislokací tvoří ohnutá dislokace označená jako „a'''“. Na obr. 65 je dislokace pozorovatelná i s kontrastem vrstevné chyby. Z toho vyplývá, že v rovině (010) , leží jen její červeně označená část. Tato vrstevná chyba bude tvořena dvěma částmi v různých rovinách.

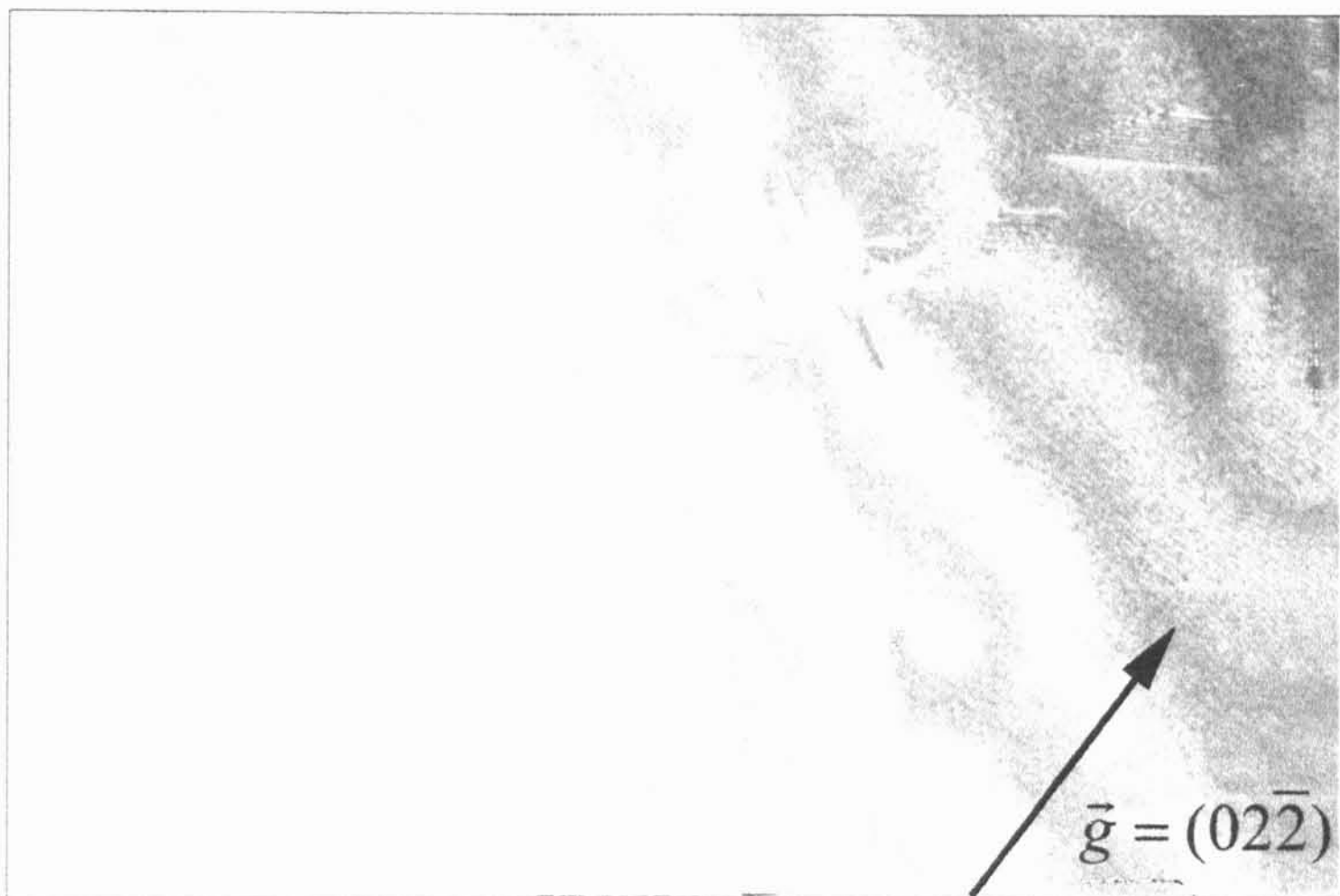


Obr. 65 – Kontrast na vrstevné chybě a''', $\bar{B} = [101]$.

Na obr. 64 nejsou dislokace „a''''“ viditelné (viditelný jen zbytkový kontrast), protože daná reflexe splňuje podmínku vymizení (15), kde $\bar{g} = (0\bar{4}0)$. Dislokace a', a''

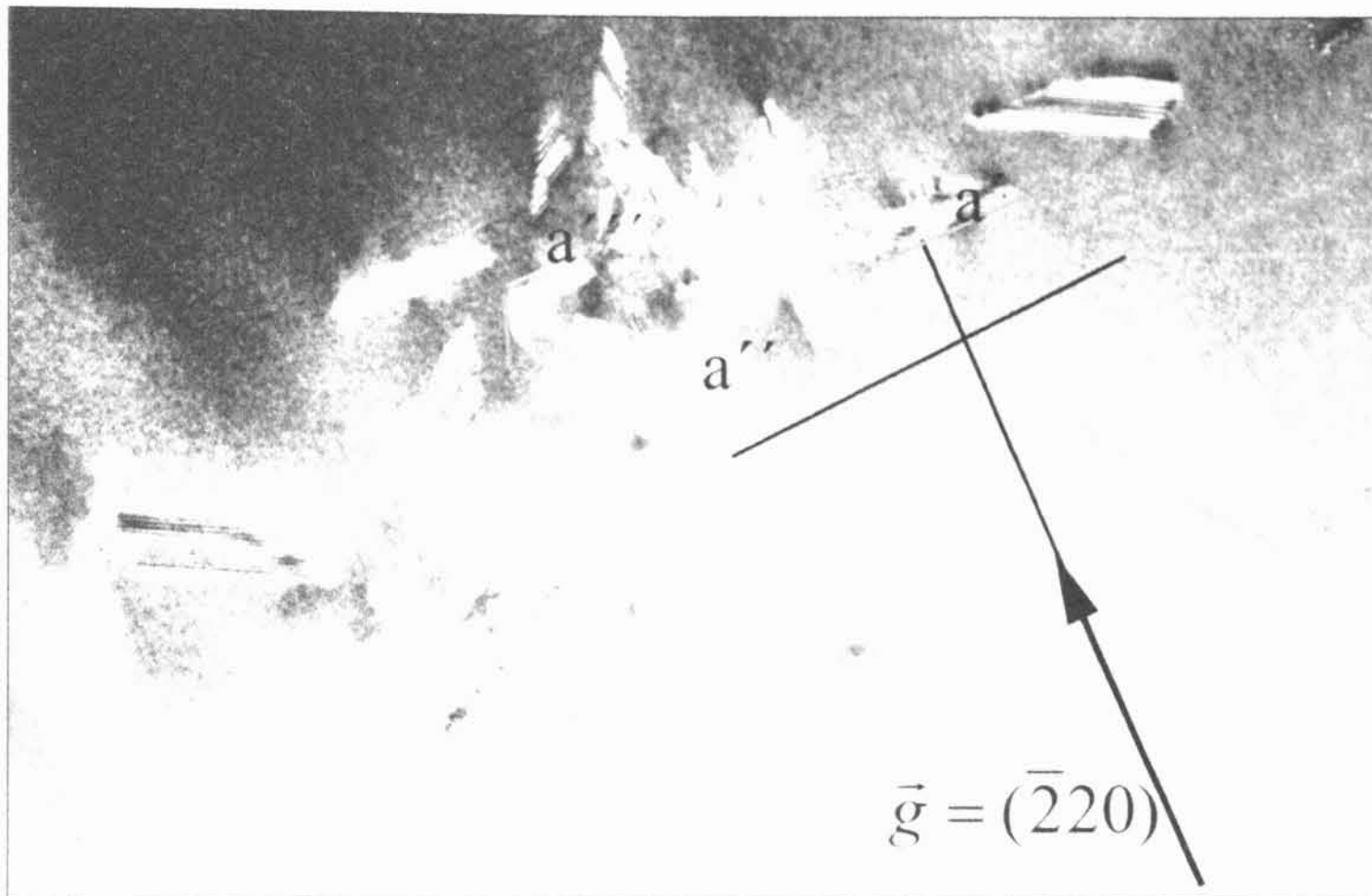
také nejsou viditelné (je viditelný jen zbytkový kontrast dislokací a zbytkový kontrast vrstevné chyby [31]).

Žádná z označených dislokací (jen zbytkový kontrast), není vidět v zobrazení $\vec{B}=[111]$ s $\vec{g} = (02\bar{2})$ (viz obr. 66).



Obr. 66 – Vymizení označených dislokací, $\vec{B} = [111]$ s $\vec{g} = (02\bar{2})$.

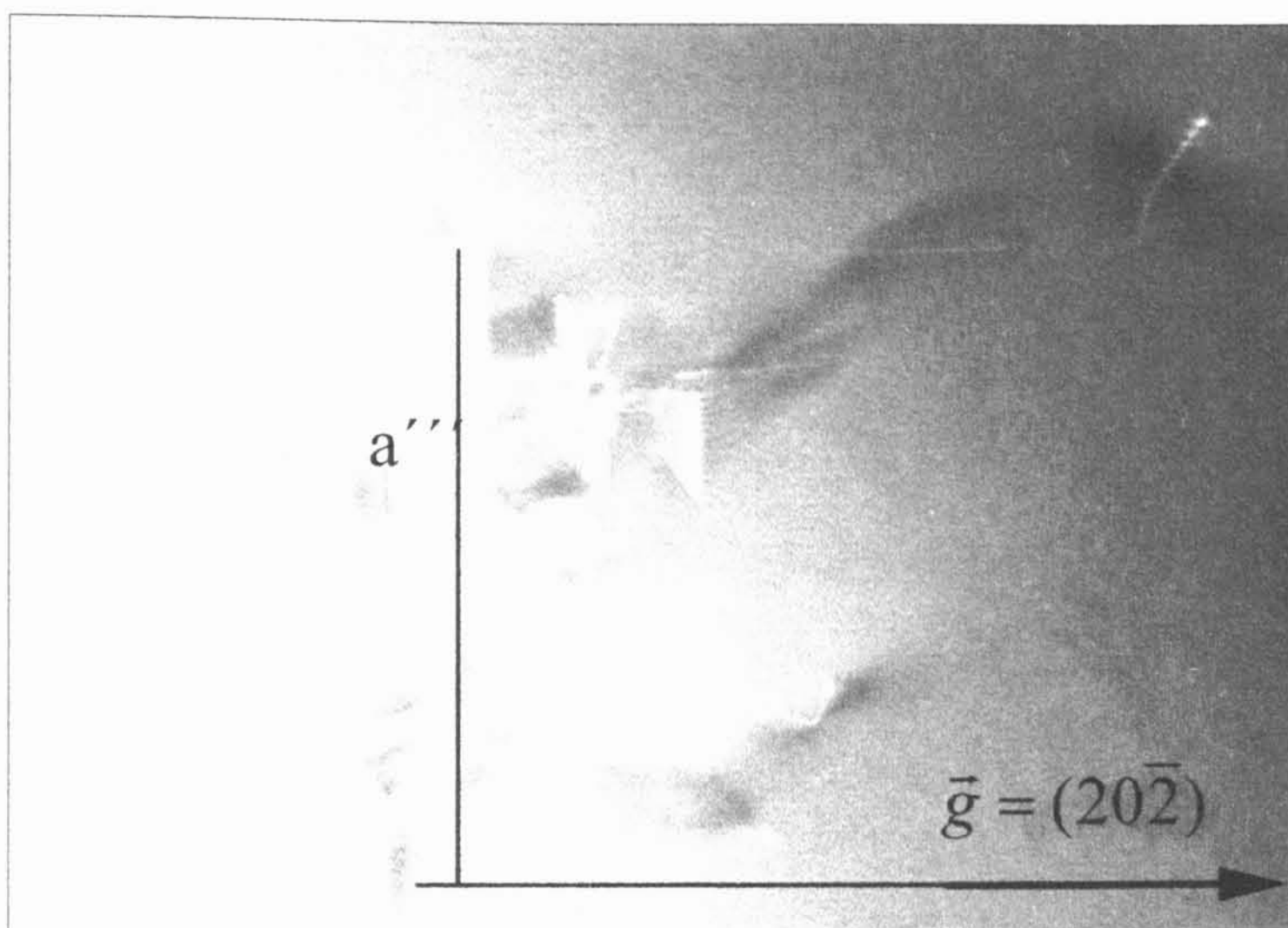
Z rovnice (15) pro vymizení (zbytkový kontrast) těchto dislokací a hodnot $\vec{g} = (0\bar{4}0)$ a $\vec{g} = (02\bar{2})$ můžeme jednoznačně určit Burgersův vektor těchto dislokací. Všechny 3 skupiny dislokací tvořící označené vrstevné chyby mají směr Burgersova vektoru $\vec{b} \approx [100]$. Z obr. 67 určíme směr dislokačních čar pozorovaných dislokací.



Obr. 67 – Určení směru dislokačních čar, $\vec{B} = [111]$.

Dislokace „a''', „a'''' a červená část dislokace „a'''' leží v rovině (010) a jsou kolmé na směr $[\bar{2}20]$ viz obr. 67. Z těchto informací vyplývá, že směr dislokačních čar označených „a''', „a'''' a červené části dislokace „a'''' je [001] a jedná se tedy o hranové dislokace.

Z obr. 68 je vidět, že modrá část dislokační čáry je kolmá na směr $[20\bar{2}]$. Úhel mezi modrou a červenou částí dislokace „a'''' byl při $\vec{B} = [111]$ 120° a při $\vec{B} = [101]$ 90° . Tato možnost může nastat pouze v případě pokud modrá část dislokační smyčky je ve směru [010] nebo [100]. Z těchto dvou variant je na vektor $[20\bar{2}]$ kolmá pouze možnost [010]. Vrstevná chyba „a'''' je tedy tvořena dvěma dvojitými dislokačními čarami. Každá z nich má první část ve směru [010] (červená) a druhou ve směru [001]. Všechny dislokace tvořící označené vrstevné chyby jsou tedy hranové. Červeně označené části vytvářejí vrstevné chyby v rovině (010). Protože obě dvě části dislokace tvořící vrstevné chyby označené jako „a'''' jsou hranové je jednoznačné, že část vrstevné chyby vytvořené modrou částí dislokace je v rovině (001).

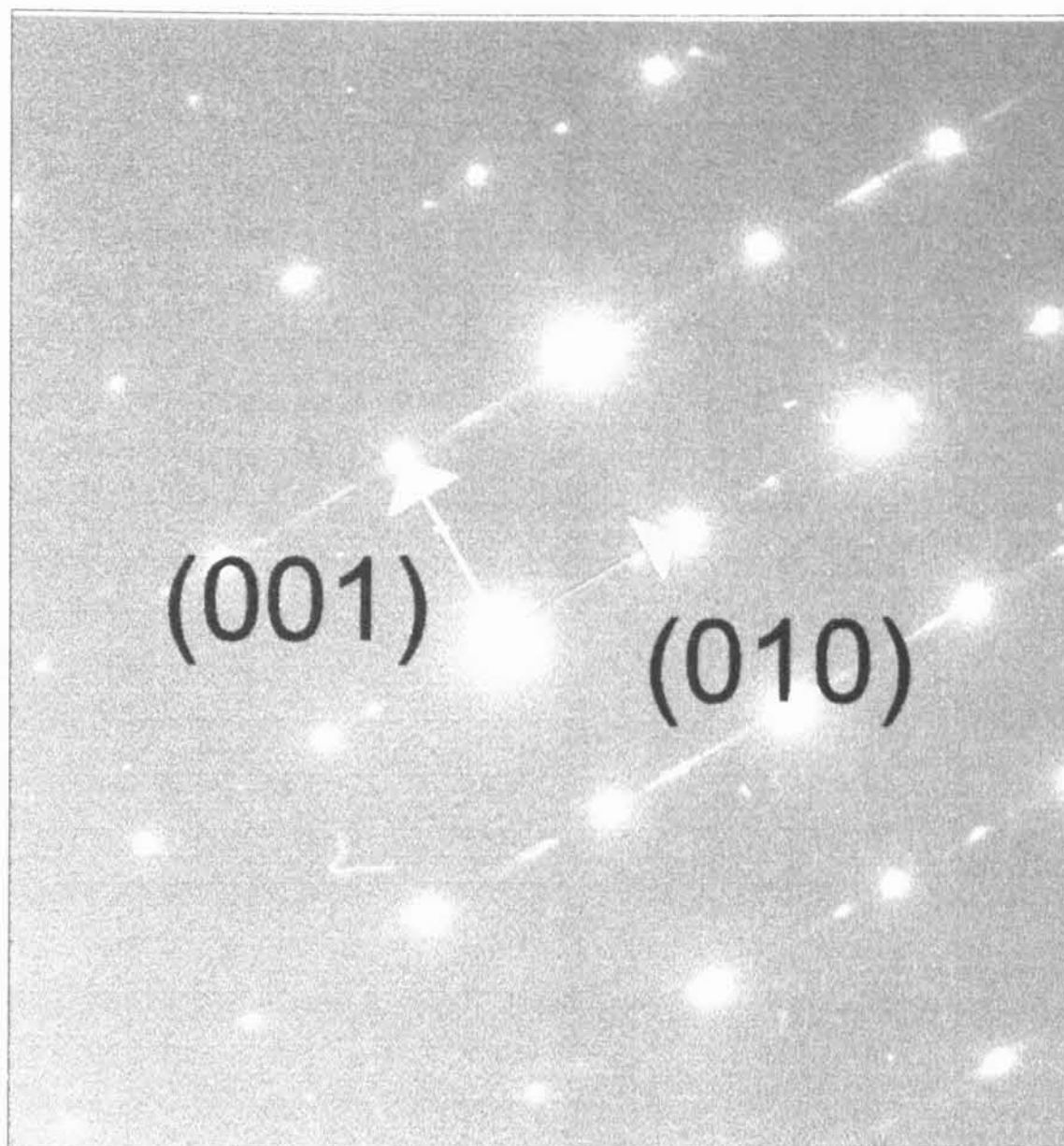


Obr. 68 - Určení směru dislokačních čar $\vec{B} = [111]$.

Po průchodu hranové dislokace s Burgersovým vektorem $\vec{b} = k.[100]$ strukturou DO₃ dojde k vytvoření vrstevné chyby s hodnotou $\vec{R} = k.[100]$. Hodnotu konstanty k nejsme schopni identifikovat, lze to zjistit jen pomocí vysokorozlišovací elektronové mikroskopie (HRTEM).

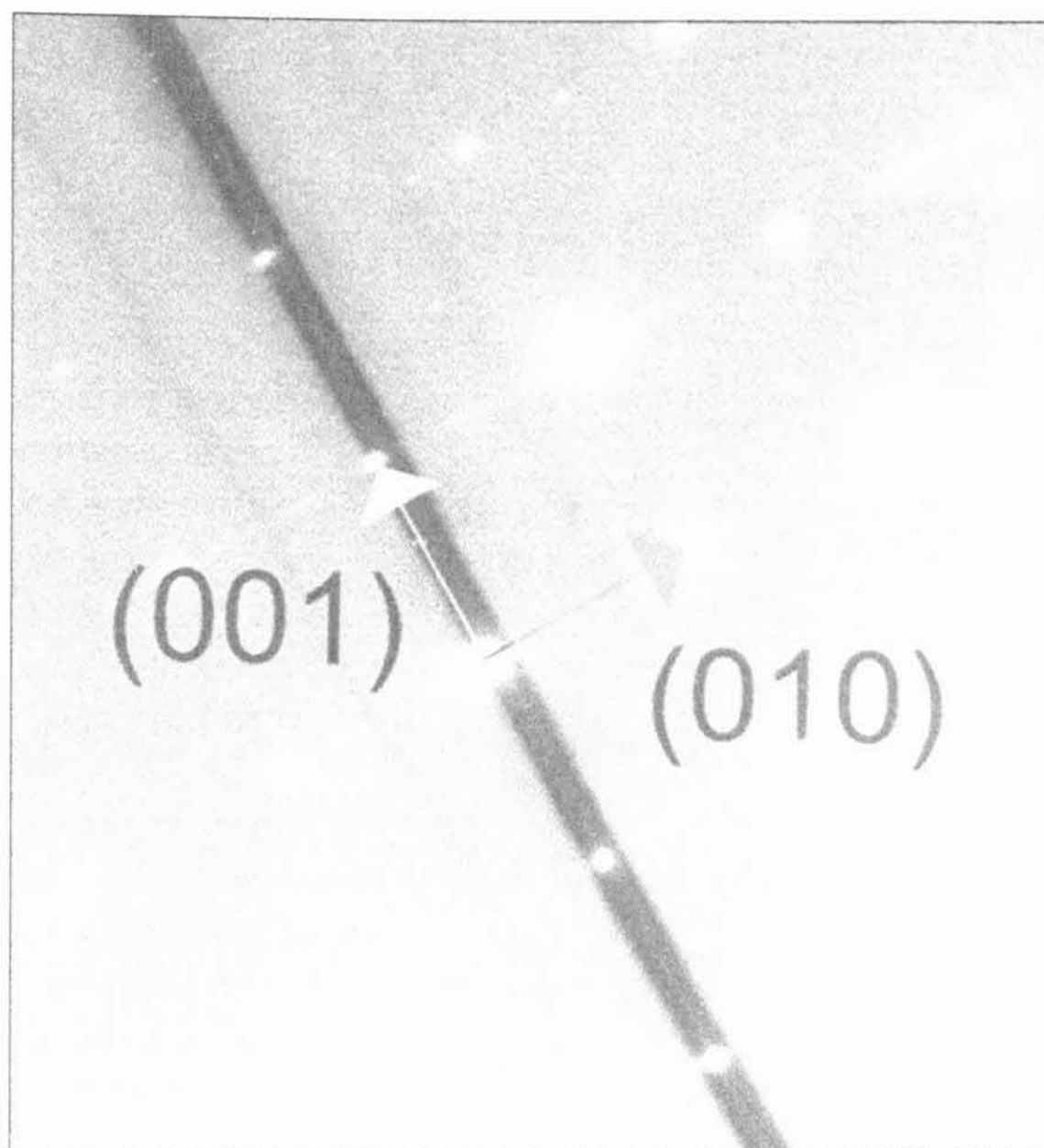
(3) Orientace podlouhlých jehlic v materiálu

Ve světelné metalografii byla pozorována orientace jehlic ve třech navzájem nezávislých směrech. Pomocí transmisní elektronové mikroskopie bylo zjištěno, že jehlice se orientují podél směrů $\langle 100 \rangle$ v matici. Byly vyfotografovány jehlice současně s difraktogramy určujícími směr v krystalu ve směru $\vec{B} = [100]$. V difraktogramech byly pozorovány tzv. „streaky“ (obr. 69), které se objevují v případě zobrazení velmi tenkých vrstev, vždy kolmo na rovinu této vrstvy. Z toho lze usuzovat, že jeden rozměr těchto jehlic bude velmi tenký a bude se pohybovat v řádech $\sim 1\text{nm}$. Tyto „streaky“ se objevují vždy ve směru $\langle 100 \rangle$. Můžeme tedy vyvodit závěr, že tenká část těchto jehlic leží v rovině typu $\{100\}$.



Obr. 69 – Streaky orientované ve směru $[010]$ z jehlice v materiálu III-B-0, $\vec{B} = [100]$.

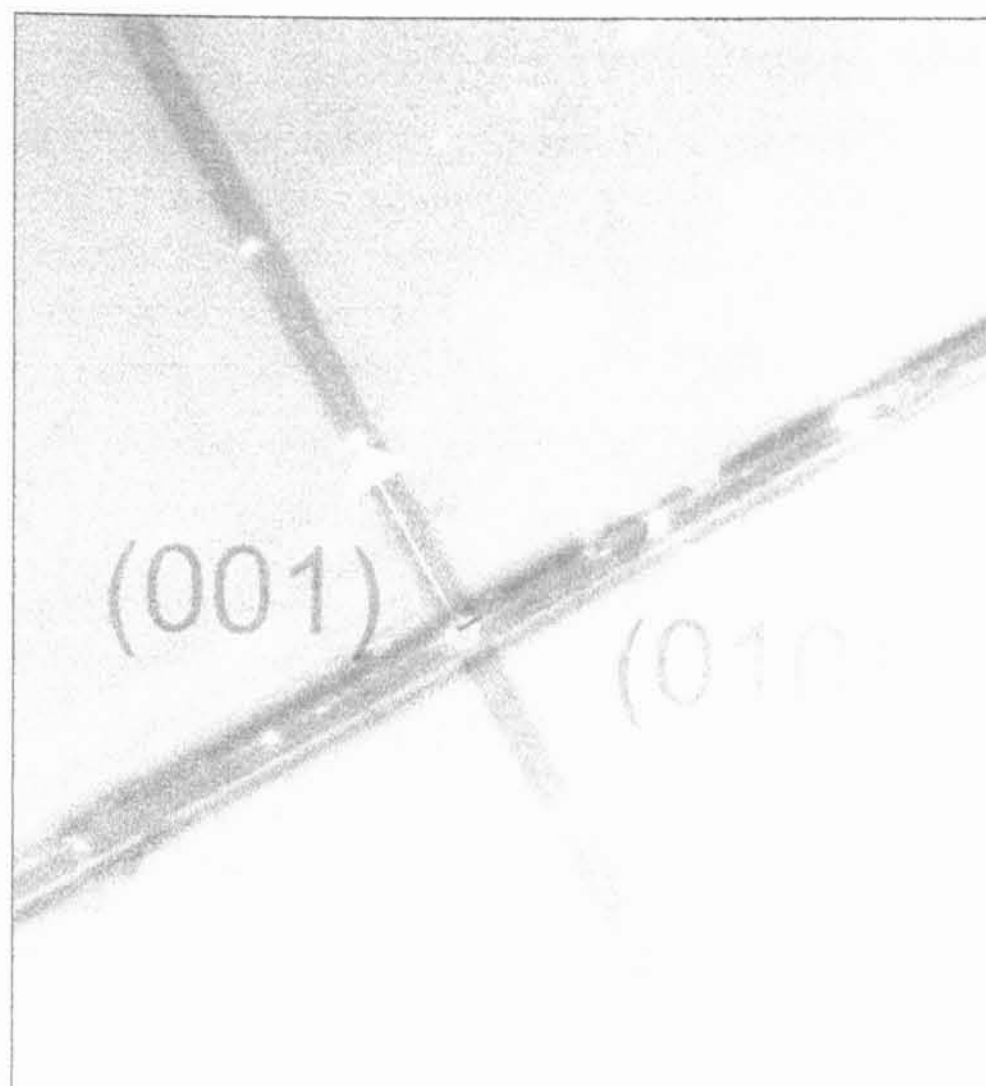
Bylo uvedeno, že jehlice mají rozměry $10\mu\text{m} \times 200\text{ nm} \times 1\text{ nm}$. Ze „streaků“ bylo určeno, že tenká část jehlice leží v rovině typu $\{100\}$. Abychom přesně určili orientaci jehlic v matici potřebujeme ještě zjistit směr, ve kterém je jehlice nejdelší. K tomu nám pomůže kombinace obrázku v přímém svazku s difraktogramem, který určuje směr v krystalu (obr. 70).



Obr. 70 – Vzájemná orientace jehlice a matrice; zobrazení ve světlém poli jehlic a SAED matrice pro $\vec{B}=[100]$.

Z tohoto pohledu je jasné, že pozorovaná jehlice leží v rovině (010). V tom samém krystalu a ve stejné orientaci byla pozorována další jehlice, která byla kolmá na jehlici pozorovanou (viz obr. 71).

Za předpokladu, že všechny jehlice v krystalu budou mít stejný typ orientace můžeme tvrdit, že jehlice jsou vždy orientovány v směru $\langle 100 \rangle$. Potvrzením tohoto předpokladu je obr. 72 jiných pozorovaných jehlic, zobrazených při orientaci krystalu $\vec{B}=[111]$. Směry $\langle 100 \rangle$ jehlice zde svírají úhel 60° či 120° , což odpovídá zobrazení směrů typu $\langle 100 \rangle$ při této orientaci v kubickém krystalu.



Obr. 71 – Spojení obrázků obou jehlic a jejich vzájemná orientace v matrici.

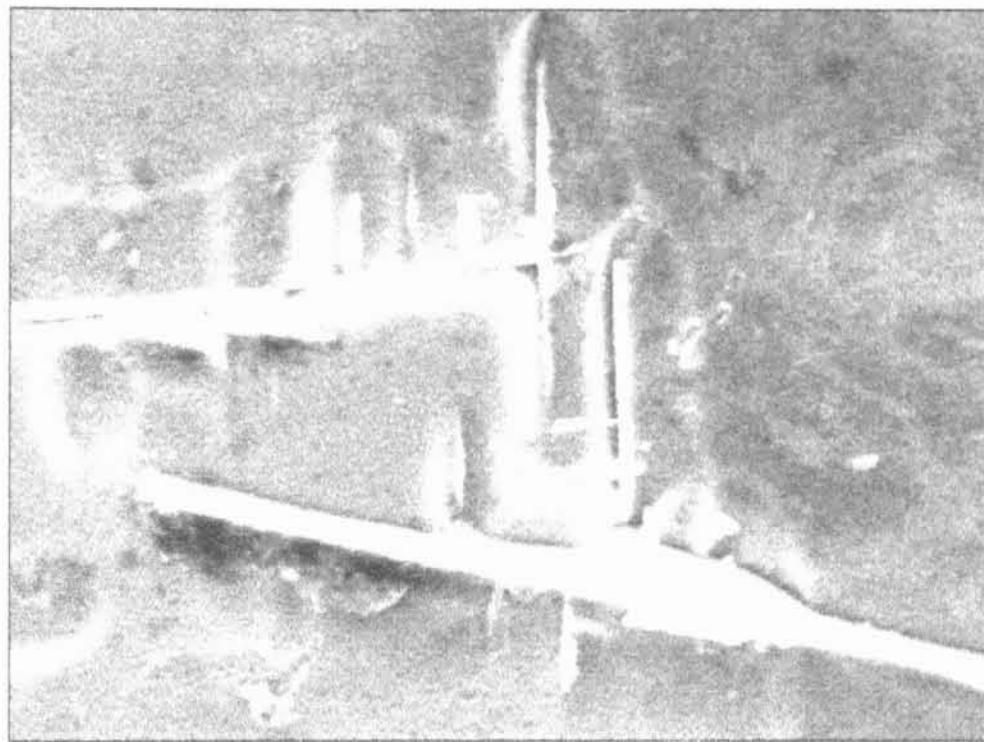


Obr. 72 – Jehlic zobrazené při orientaci krystalu $\vec{B} = [111]$, vzájemný úhel mezi jehlicemi je 60° a 120° .

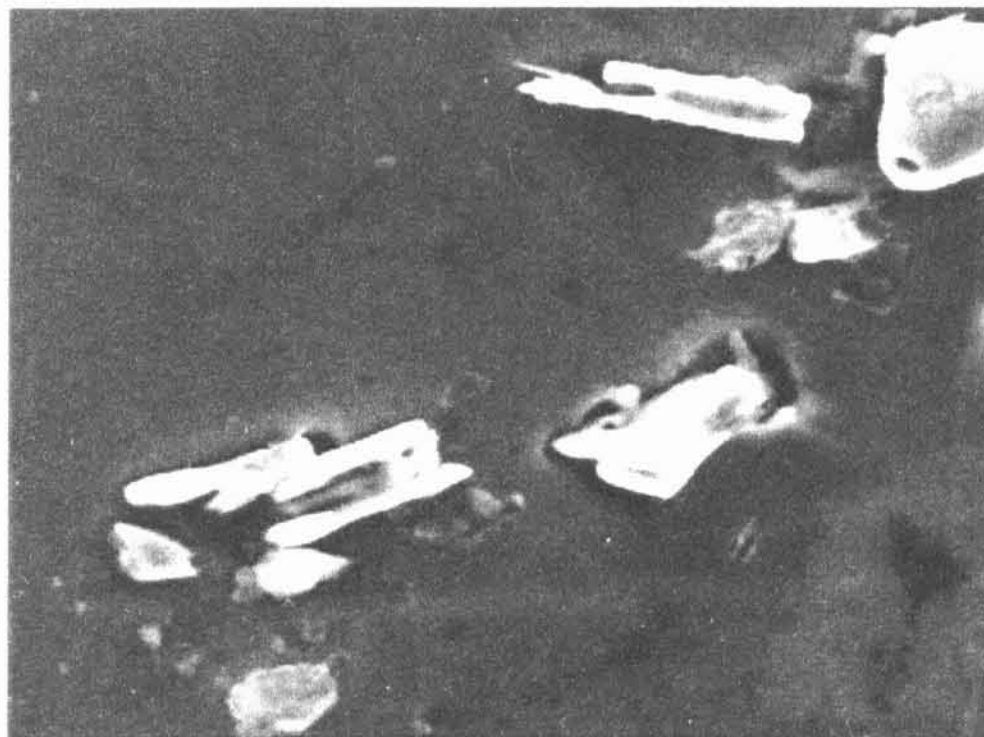
d) Výsledky řádkovací elektronové mikroskopie

Pro identifikaci typu částic ve stavu III-B-0 byla provedena řádkovací elektronová mikroskopie s analýzou WDX. Tato analýza je schopna v materiálu detekovat i lehké prvky.

V pozorovaném vzorku byly stejně jako ve světelné metalografii nebo TEM pozorovány 2 druhy částic, podlouhlé jehly (obr. 73) a oválné částice (obr. 74).



Obr. 73 – Jehlice ve vzorku III-B-0.



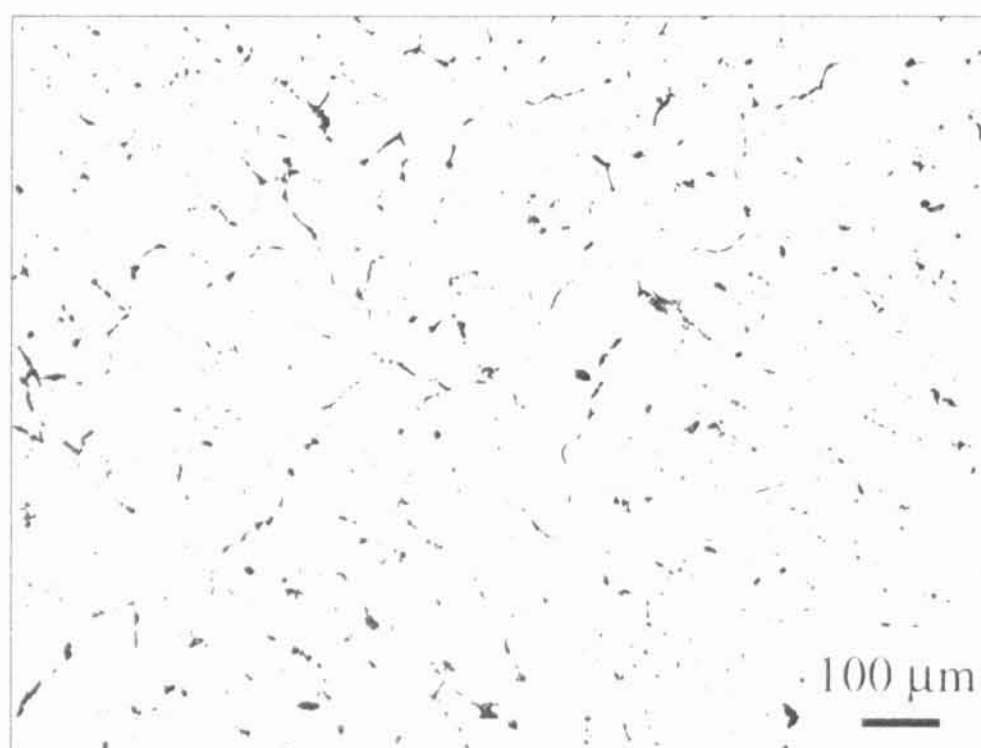
Obr. 74 – Oválné částice ve vzorku III-B-0.

Analýza WDX prokázala (kromě prvků matrice Fe a Al) v jehlicích ještě přítomnost B a v oválných částicích Cr a C. Tyto výsledky potvrzují výsledek analýzy difraktogramů, že všechny jehlice jsou tvořeny fází Fe_3B (typ Ni_3P ; tI32; $\bar{1}4$). Přítomnost Cr a C v oválných částicích nabízí možnost, že se jedná o částice C-Cr-Fe, které popisuje Karlík a Cieslar [25].

4. Materiál s mikrolegurou Ti a B

a) Výsledky světelné metalografie

Zrna po odlití jsou obrovská. Jejich velikost se pohybuje od $300\mu\text{m}$ až po 1mm (obr. 75).



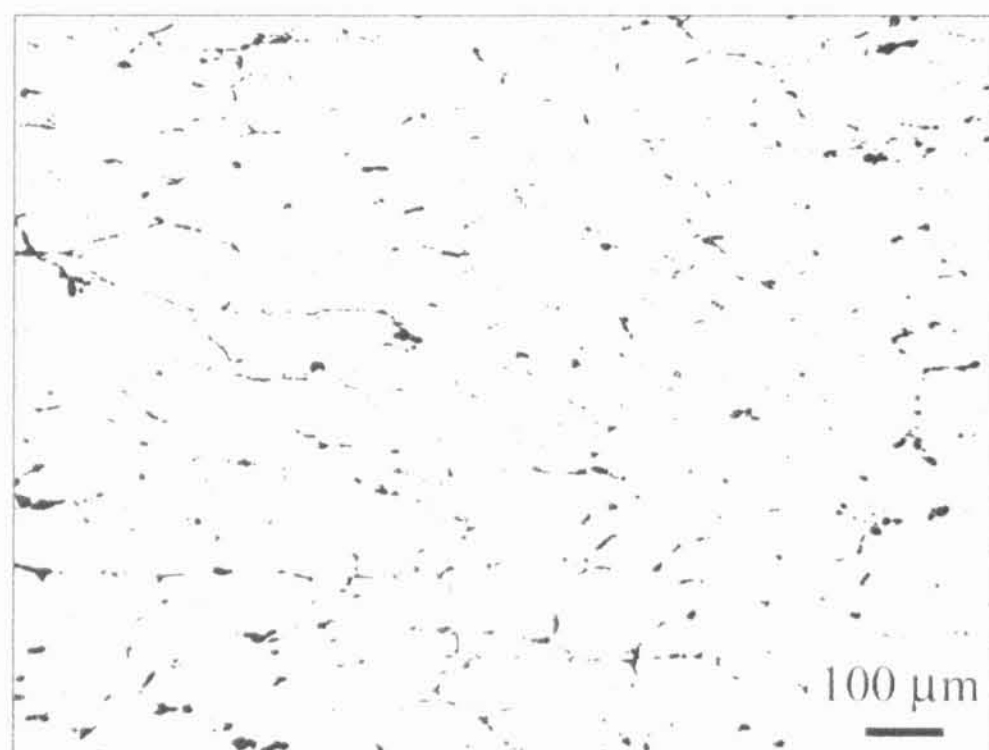
Obr. 75 – Zobrazení velikosti zrna v materiálu IV – A – 0.

Uvnitř materiálu se objevují částice, které se usazují jak uvnitř tak na hranicích zrn (viz obr. 76). Jejich velikost se pohybuje mezi $1\text{-}10\mu\text{m}$.



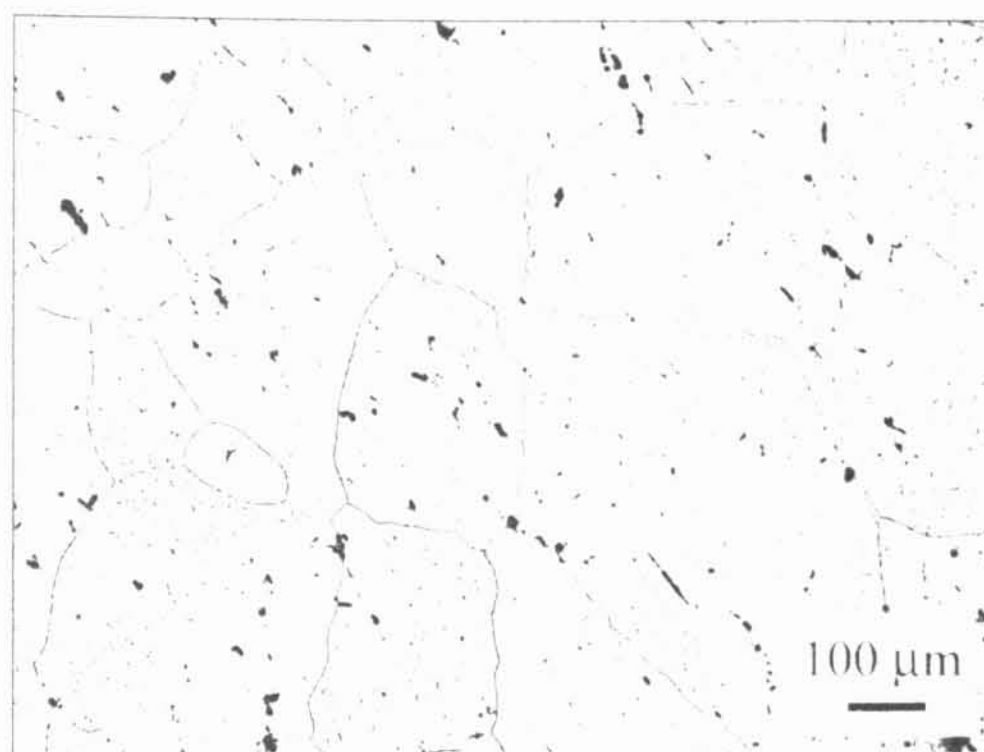
Obr. 76 – Částice na hranicích zrn v materiálu IV – A – 0.

Po vyválnování došlo ke zmenšení zrna v důsledku mechanické deformace (obr. 77)



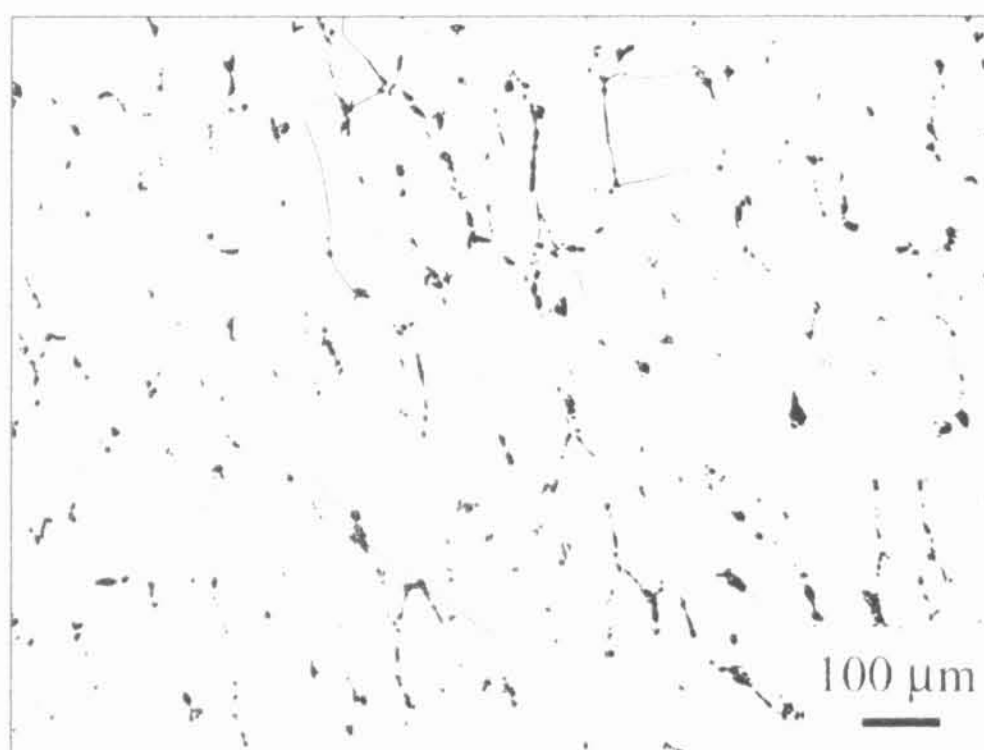
Obr. 77 – Tvar a velikost zrna po válcování v materiálu IV – B – 0.

Po válcování pozorujeme podobné částice jako v litém stavu a tyto částice jsou stabilní ve všech vzorcích přižihávaných až do 1150°C (viz obr. 78, obr. 79). Můžeme pozorovat podobnou strukturu řetězců jako u materiálů „I“ a „III“, ale hustota výskytu těchto řetězců je mnohonásobně menší.



Obr. 78 – Částice ve vzorku IV – B - α 700(1).

Drobné tečky, které je možno pozorovat uvnitř vzorku IV-B- α 700(1), vznikají s největší pravděpodobností jako nežádoucí kontrast, který je způsoben nadměrným leptáním materiálu před pozorováním ve světelné metalografii.

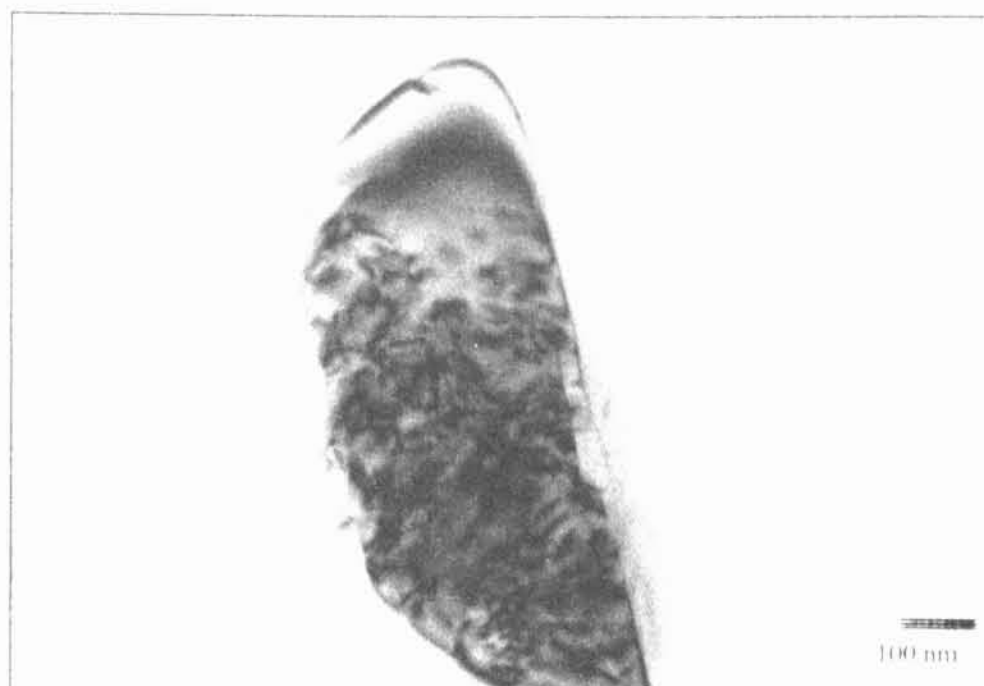


Obr. 79 – Částice ve vzorku IV – B - α 1150(1).

b) Výsledky TEM

V litém stavu byly pomocí analýzy EDX identifikovány 2 druhy částic lišící se obsahem titanu. Při analýze EDX byl v prvním zjištěn obsah Fe, Cr (pravděpodobně

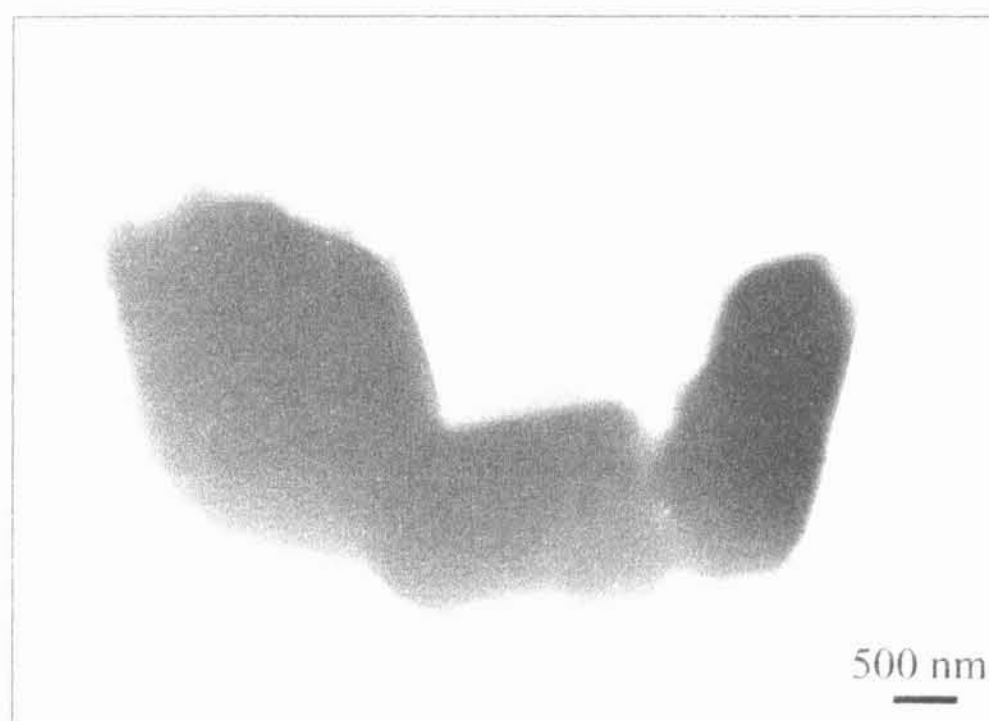
z matrice), Ti (viz obr. 80). Tuto částici se nepodařilo identifikovat. Jedná se s největší pravděpodobností o stejnou fázi TiB_2 .



Obr. 80 – Částice s příměsí titanu v materiálu IV – A – 0.

V druhém typu byl identifikován jen Cr a Fe (foto není k dispozici). Krystalografickou strukturu se nepodařilo určit.

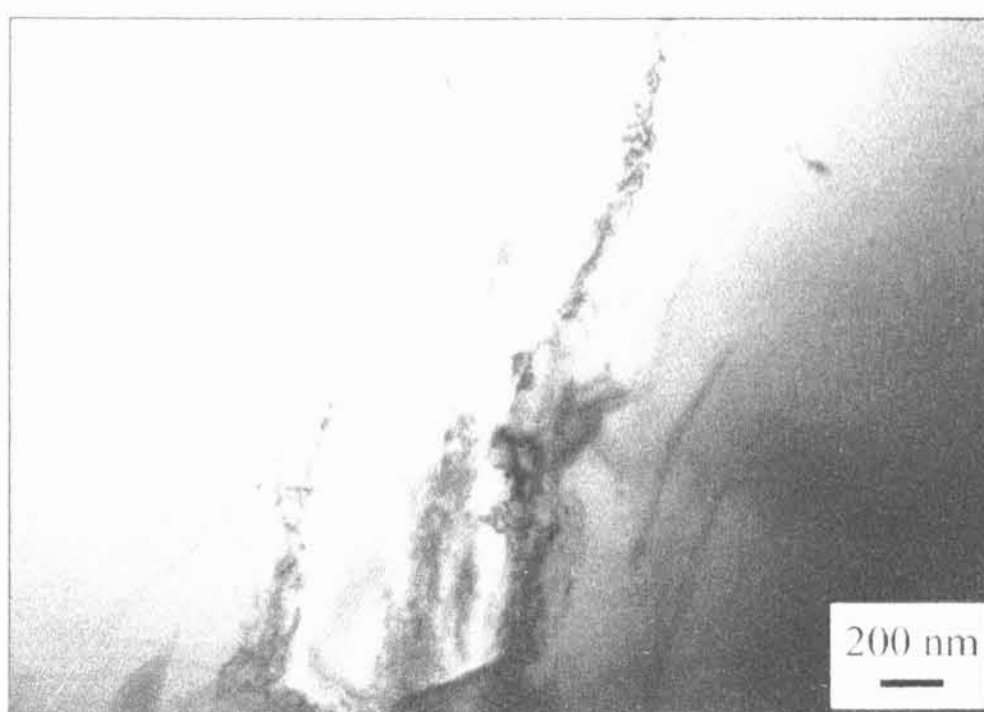
Po vyválnování byly pozorovány jen částice obsahující titan a to ve všech pozorovaných stavech (viz obr. 81, obr. 82, obr. 83) Tyto částice byly ve všech vzorcích identifikovány jako TiB_2 (typ AlB_2 ; $hP3$; $P6/mmm$).



Obr. 81 – TiB_2 v materiálu IV – B - 0.



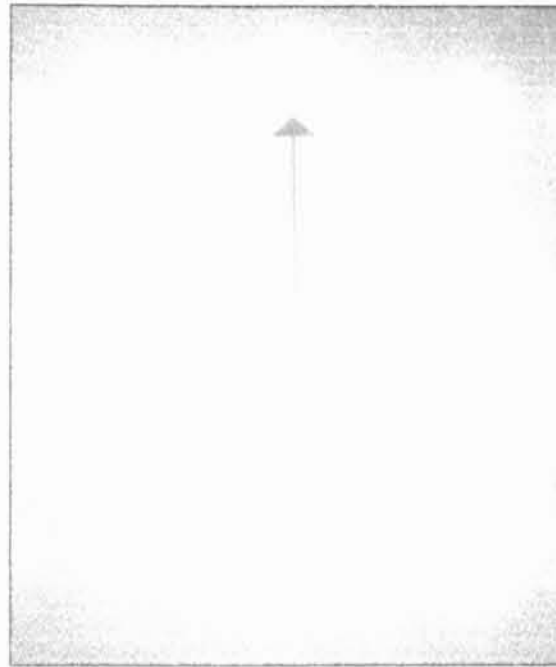
Obr. 82 - TiB_2 v materiálu IV – B – $\alpha 700(1)$.



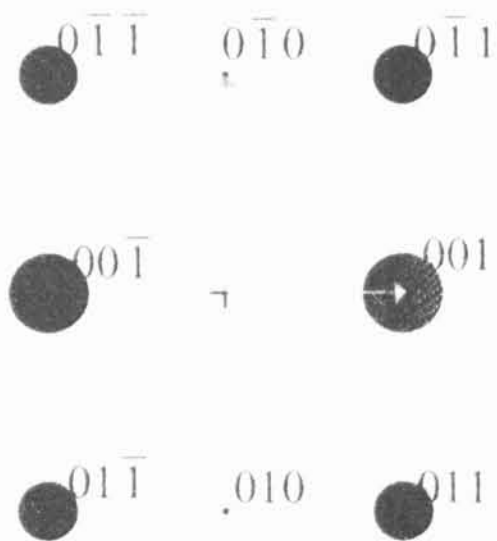
Obr. 83 - TiB_2 v materiálu IV – B – $\alpha 1150(1)$.

c) Analýza difraktogramů

U každého z válcovaných vzorků byla identifikována vyfotografovaná částice jako TiB_2 . Pro ilustraci uvedu určení jednoho difraktogramu (viz obr. 84) jako pól [100] této fáze (simulace viz Obr. 85). Difraktogram byl pořízen při pozorování stavu IV – B – $\alpha 700(1)$, konkrétně při pozorování částice zobrazené na obr. 82. Kromě určované částice se na difraktogramu objevují ještě další drobné stopy, které pocházejí z matrice.



Obr. 84 – SAED z částice ve vzorku materiálu IV-B-a700(1): Naměřeno: 2,61 Å, 91°.



Obr. 85 – Vypočtený difraktogram pro směr dopadajícího svazku $\vec{B} = [100]$ pro fázi TiB_2 .

Naměřeno	Výpočet
91°	90°

B. Mechanické zkoušky

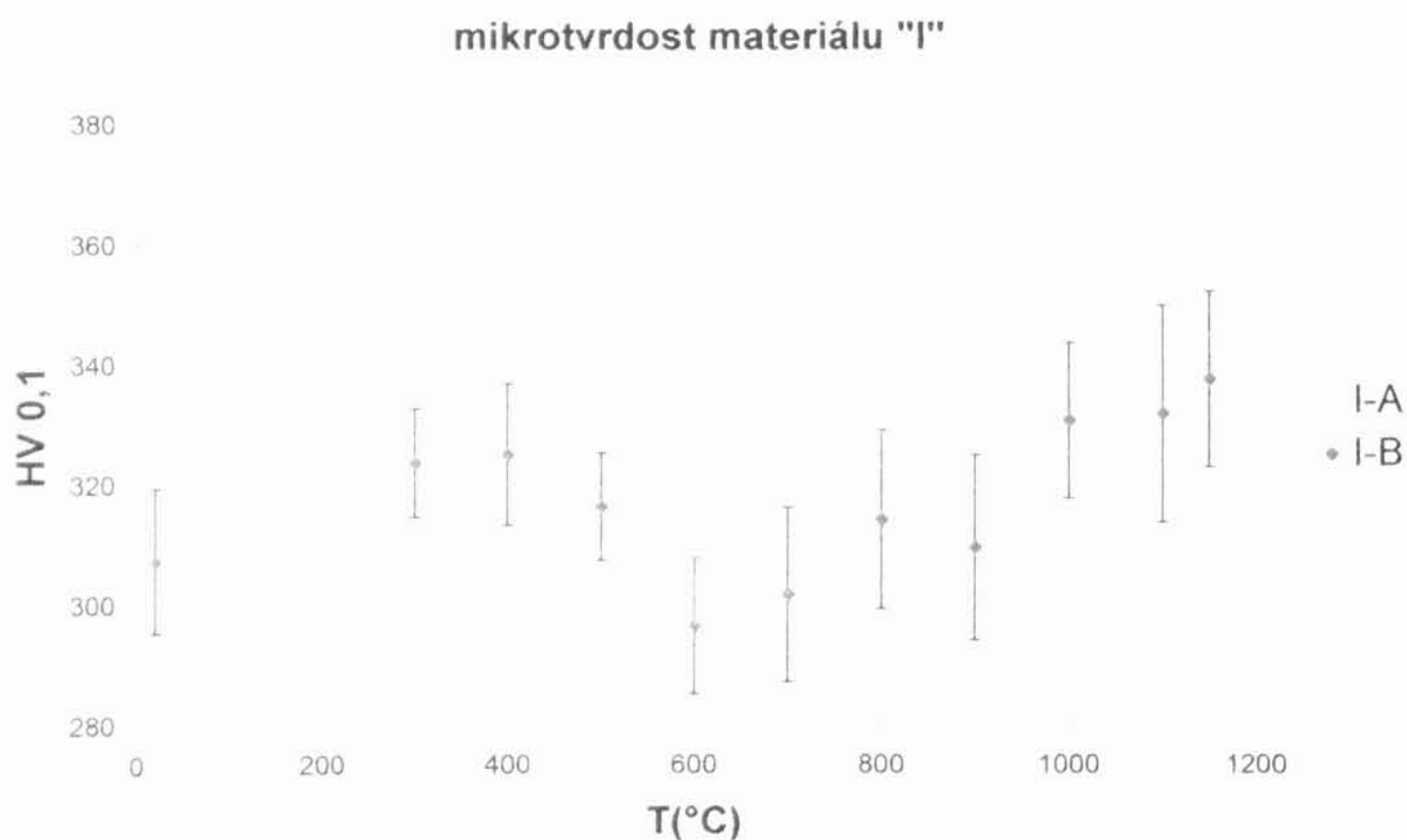
1. Mikrotvrдость

Na všech vzorcích byla měřena mikrotvrдость při pokojové teplotě v závislosti na teplotě přižihávání.

Všechny hodnoty jsou zatíženy poměrně velkou chybou. Zkoušky byly provedeny na mikrotvrdoměru LECO M – 400 – A při zátěži 100 g.

a) Materiál „I“

Mikrotvrдость materiálu s příměsí TiB_2 znázorňuje obr. 86.

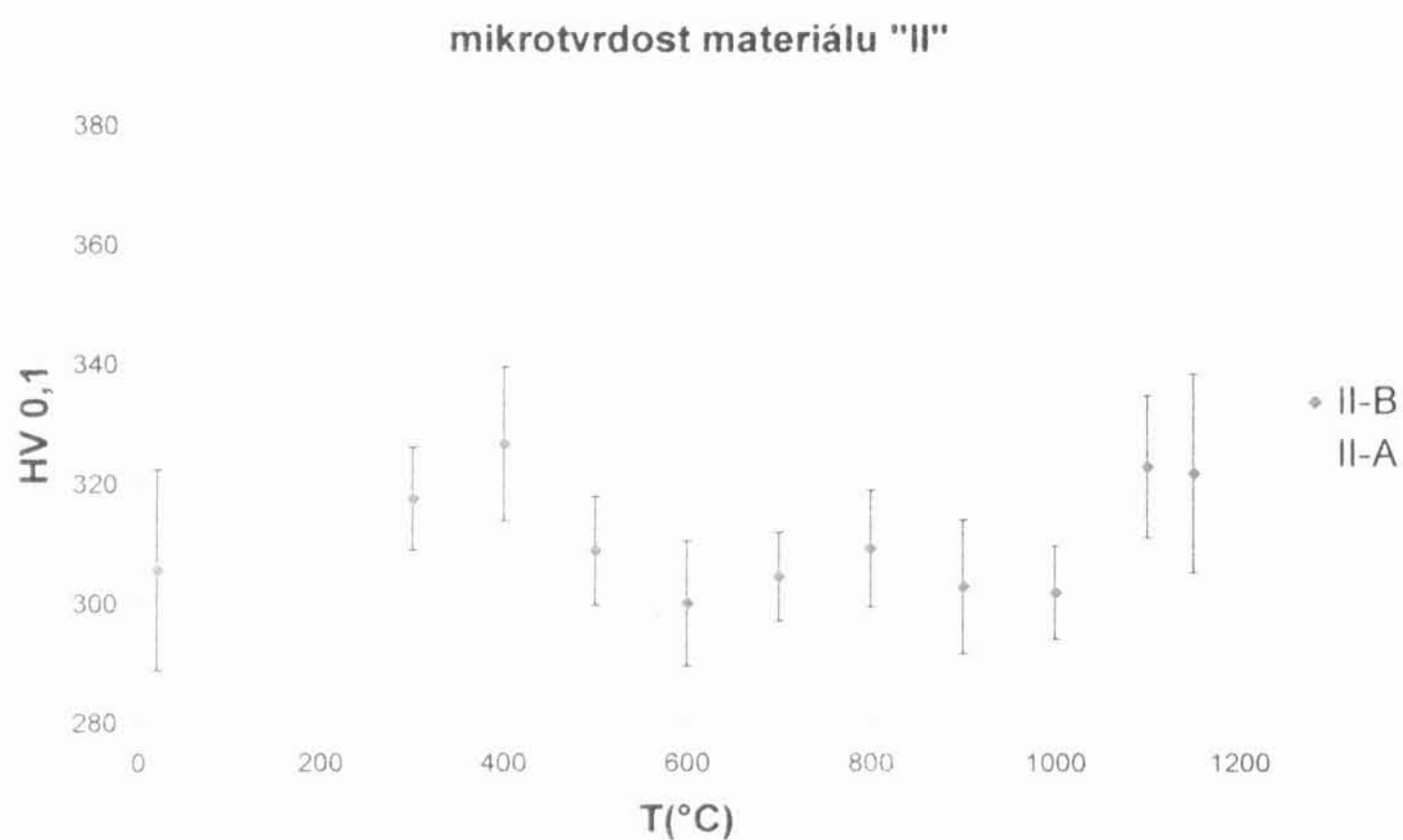


Obr. 86 – Závislost mikrotvrdsti na teplotě přižihávání pro materiál „I“ s příměsí TiB_2 .

Po počátečním růstu následuje pokles v okolí 600°C , který je nad touto teplotou následován „opětovným nárůstem“. Mikrotvrдость litého vzorku je vyšší než mikrotvrдость všech vzorků válcovaných.

b) Materiál „II“

Mikrotvrдость materiálu s příměsí Ti znázorňuje obr. 87.

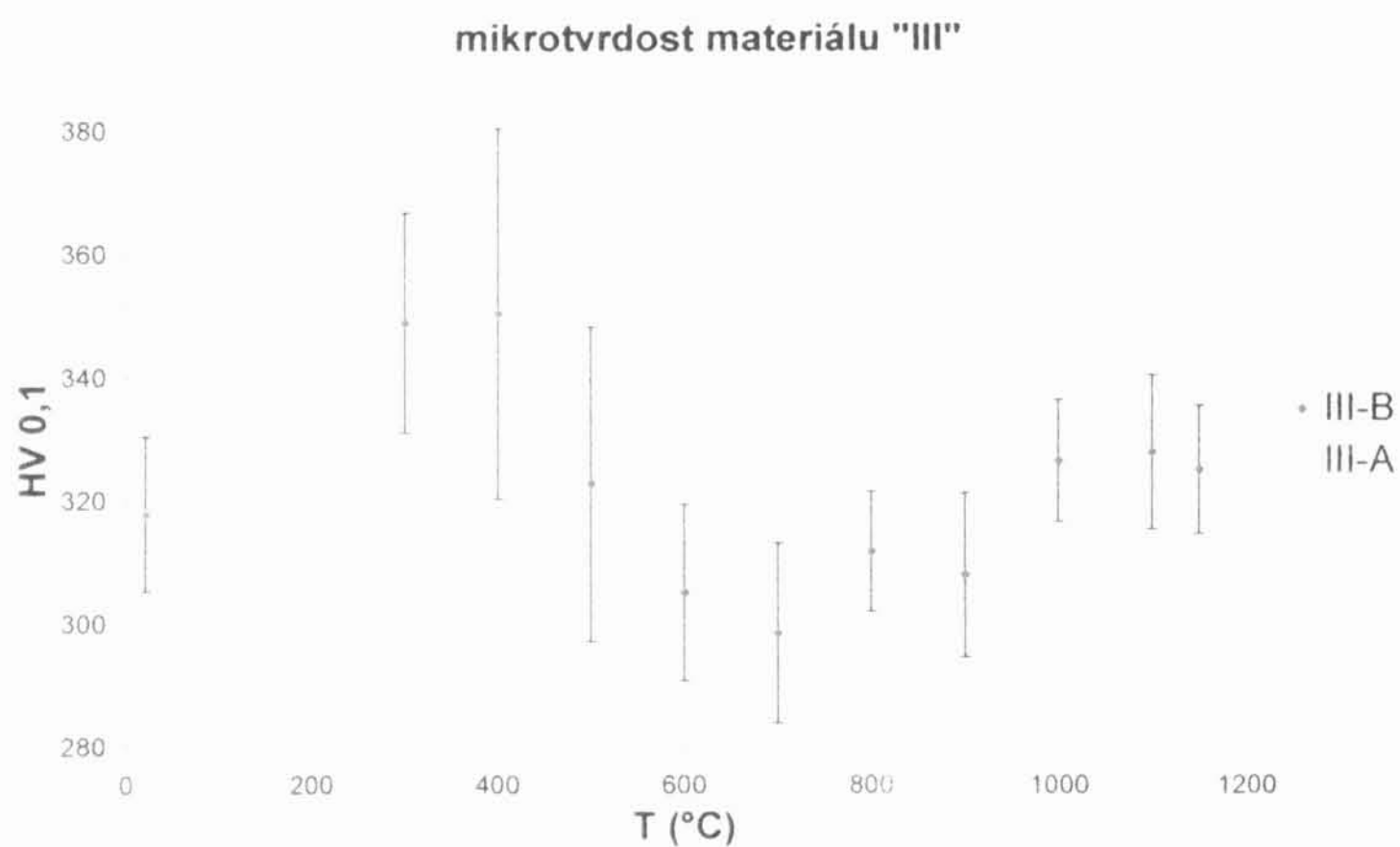


Obr. 87 - Závislost mikrotvrđosti na teplotě přižihávání pro materiál „II“ s příměsí Ti.

Průběh křivky je velmi podobný jako v případě materiálu „I“ jen k „opětovnému nárůstu“ hodnoty HV 0,1 dochází při vyšších teplotách. I v tomto případě je mikrotvrđost litého vzorku vyšší než pro všechny válcované stavy.

c) Materiál „III“

Mikrotvrдость materiálu s příměsí B znázorňuje obr. 88.

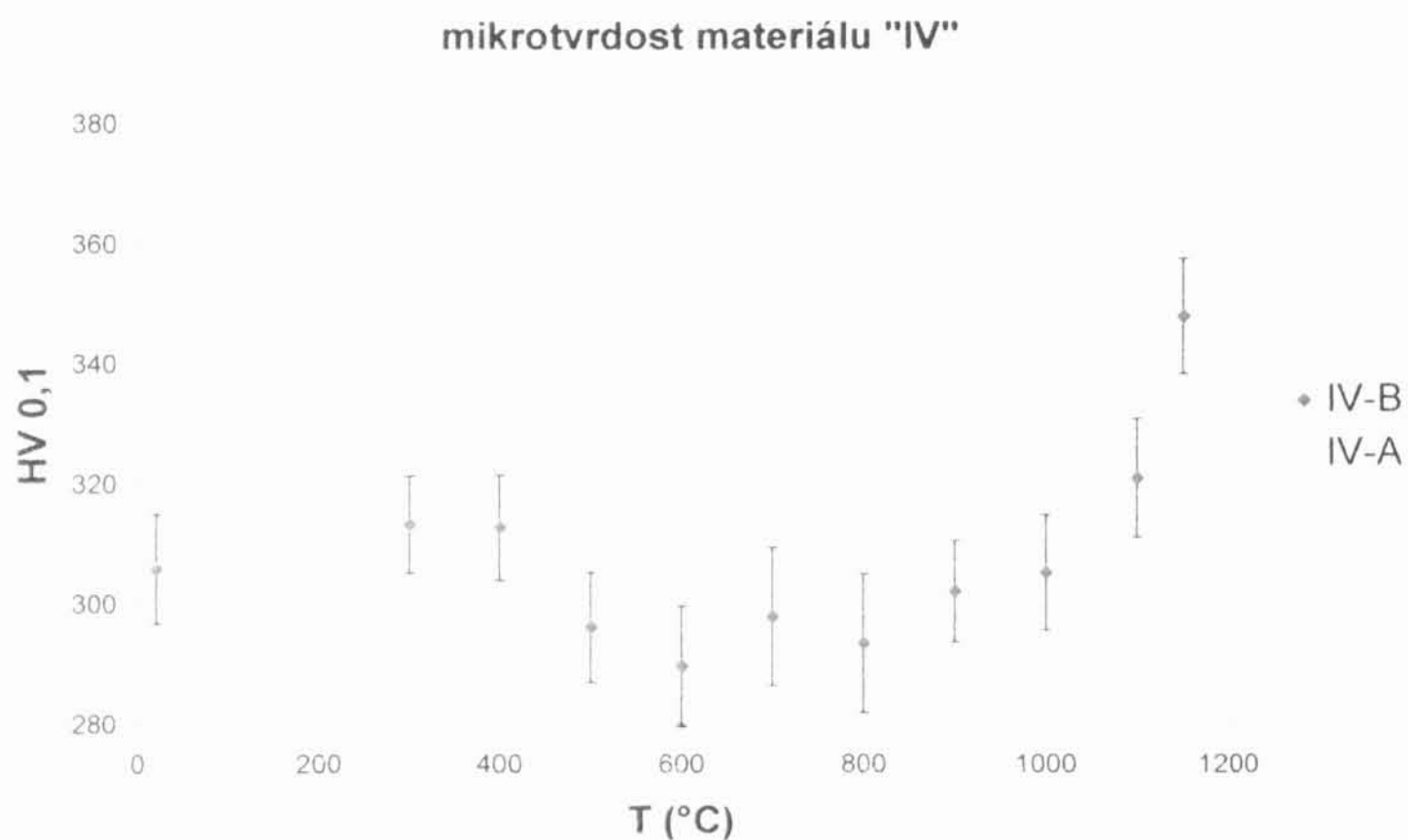


Obr. 88 - Závislost mikrotvrđosti na teplotě přižihávání pro materiál „III“ s příměsí B.

U materiálu „III“ je vysoká hodnota mikrotvrđosti při nižších teplotách spojena se značným rozptylem hodnot. Základní charakter křivky je stejný jako u předchozích případů.

d) Materiál „IV“

Mikrotvrдость materiálu s příměsí Ti a B znázorňuje obr. 89.

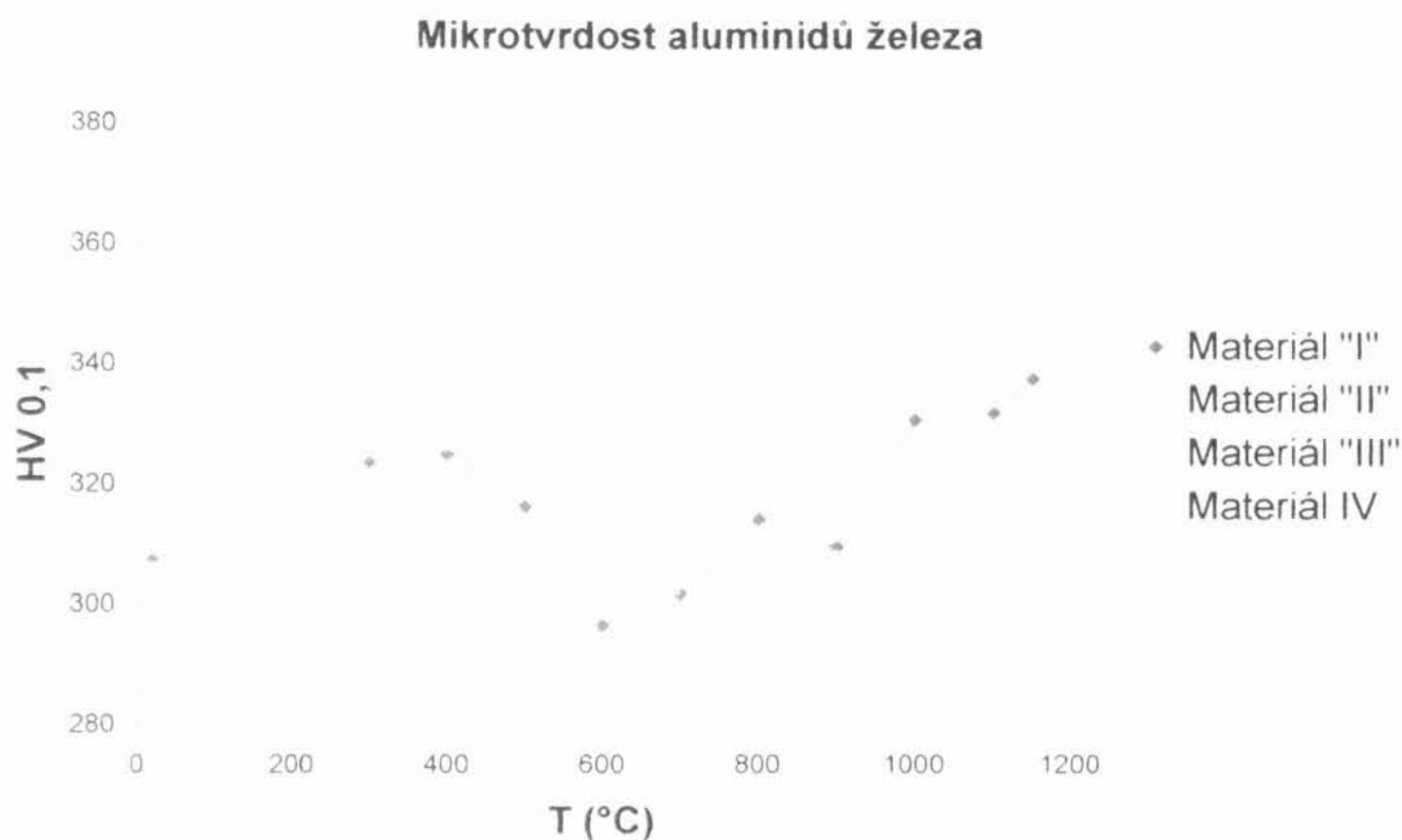


Obr. 89 - Závislost mikrotvrđosti na teplotě přižíhávání pro materiál „IV“ s příměsí Ti a B.

Průběh křivky mikrotvrđosti v závislosti na teplotě je pro materiál „IV“ podobný jako v předchozích případech. Celkové hodnoty jsou však nižší. „Opětovný nárůst“ nastává u vyšších teplot než u materiálů „I“ a „III“ a je velmi strmý. Hodnota mikrotvrđosti pro teplotu přižíhávání 1150°C je jednou z nejvyšších, které byly naměřeny.

e) Shrnutí

Obr. 90 shrnuje naměřené křivky HV(T).



Obr. 90 - Mikrotvrдость všech válcovaných materiálů v závislosti na teplotě přižihávání.

Charakter všech křivek je zhruba stejný. Po počátečním růstu nastává pokles v okolí 600-700°C, který je následován „opětovným nárůstem“. Mezi odchylky patří výrazné hodnoty HV 0,1 pro materiál „III“ (s bórem) pro nízké teploty, posunutí „opětovného růstu“ hodnot mikrotvrđosti pro materiály „II“ a „IV“ směrem k vyšším teplotám a nižší hodnoty mikrotvrđosti pro materiál „IV“.

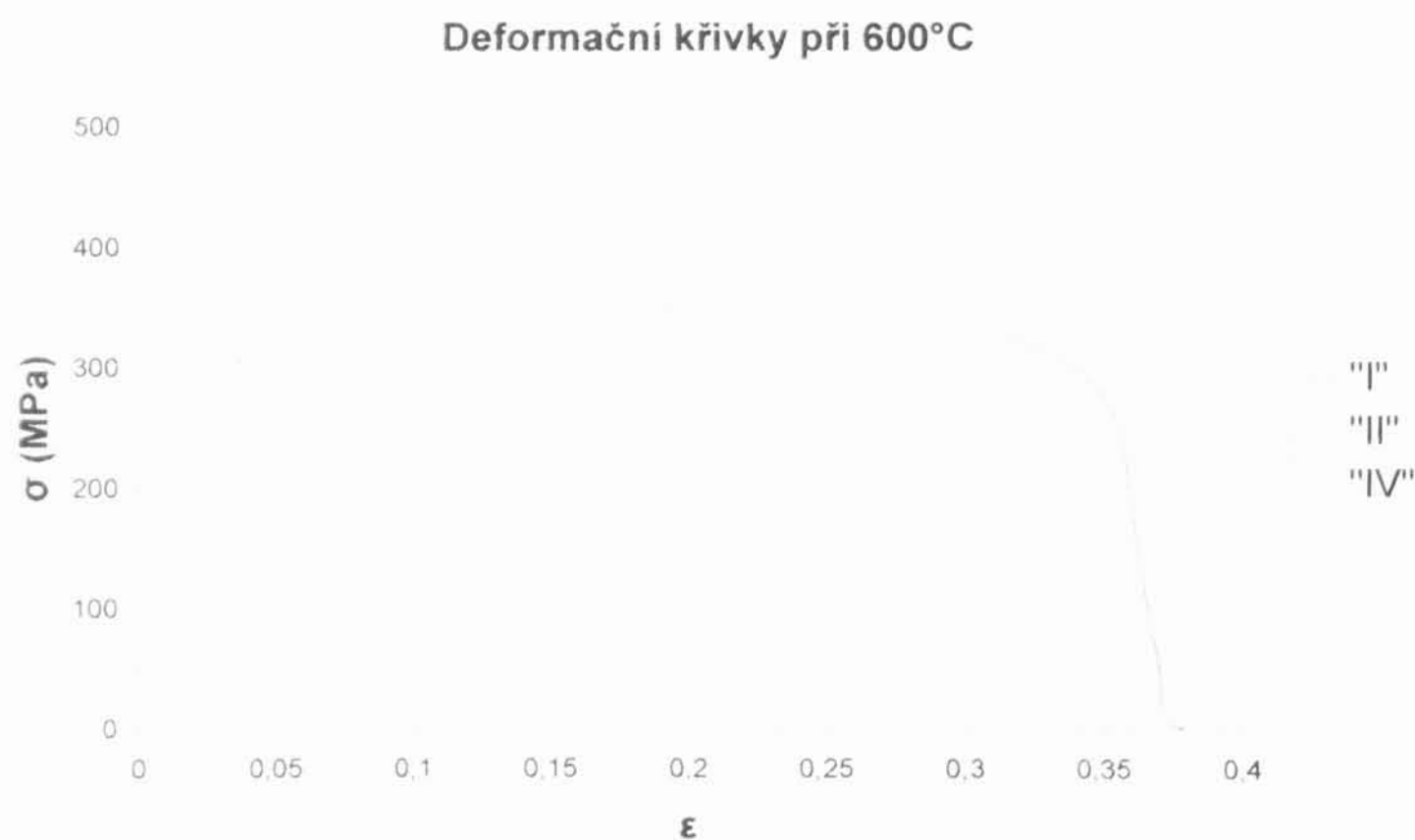
2. Tahové zkoušky

Na základě pozorování mikrostruktury a zvážení experimentálních možností bylo rozhodnuto provést tahové zkoušky za vyšších teplot na materiálech „I“ , „II“ a „IV“ po izotermickém žihání po dobu 2 hodin při teplotě 1150°C (žihání β). Nebylo možné provést tahové zkoušky na materiálu „III“ z důvodu nedostupnosti vzorků. Pro tahovou zkoušku byly vyrobeny z daných materiálu vzorky stanoveného tvaru (délka aktivní oblasti 25 mm, průměr válcového vzorku 5 mm), které je možno uchytit do trhacího

stroje Instron 1195. Tyto vzorky byly žihány po stanovenou dobu na dané teplotě a zakaleny do oleje. Na každém z vybraných materiálů („I“, „II“ a „IV“) byla provedena tahová zkouška na 3 vzorcích při teplotách 600°C, 700°C, 800°C s rychlosti pohybu příčnicku 0,2 mm/min. To odpovídá rychlosti deformace $1,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Byla měřena deformační křivka v průběhu deformace a z ní potom získány údaje o hodnotách σ_M , $\sigma_{0,2}$, A. Všechny uváděné hodnoty jsou odvozeny od hodnot skutečného napětí a skutečného prodloužení vzorku.

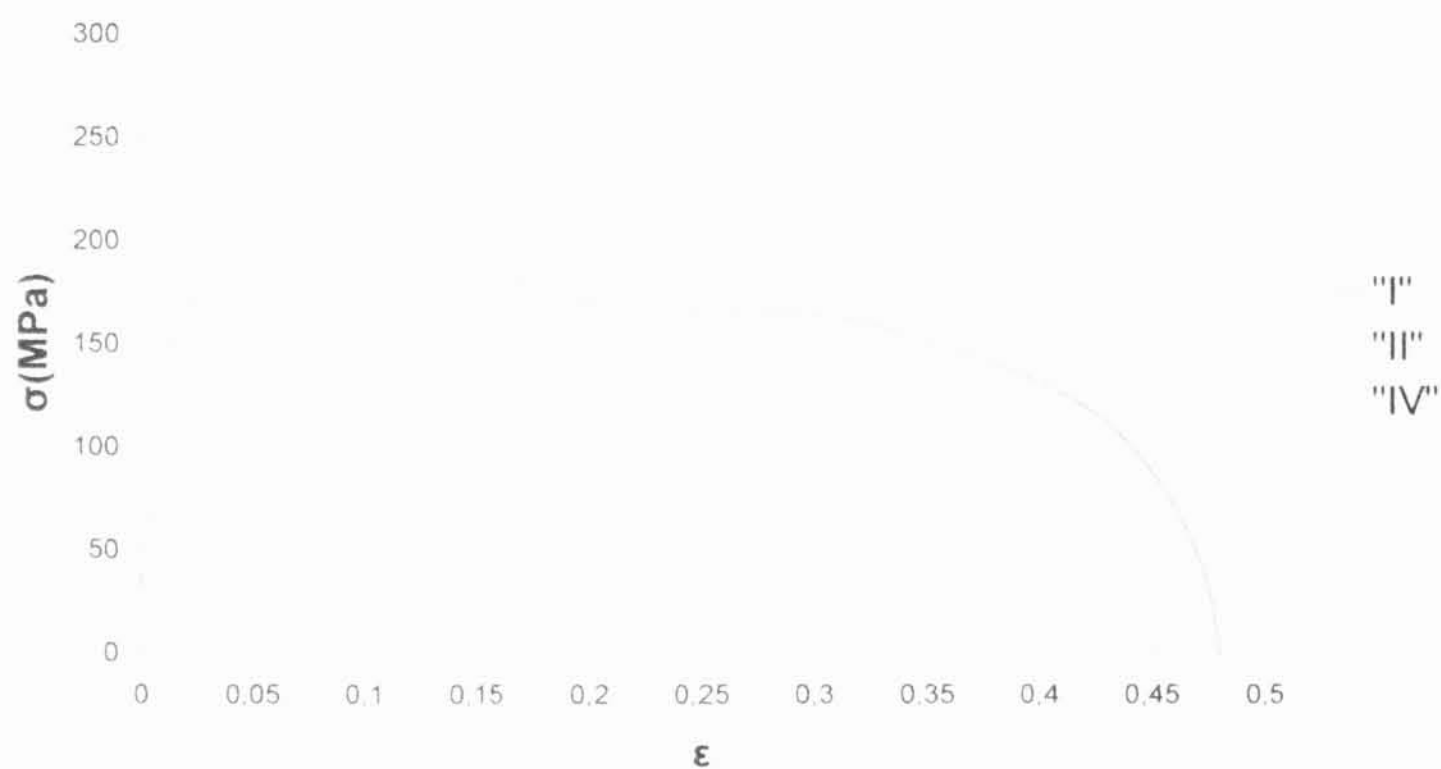
a) Deformační křivky v závislosti na teplotě deformace

Jsou uvedeny deformační křivky vzorků označených jako I-B- β 1150(2) (označen jako „I“), II-B- β 1150(2) (označen jako „II“), IV-B- β 1150(2) (označen jako „IV“) deformovaných v tahu při $\dot{\epsilon} = 1,3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ s délkou aktivní oblasti válcového vzorku 25 mm a průměrem 5 mm v závislosti na teplotě při teplotách 600°C (obr. 91), 700°C (obr. 92) a 800°C (obr. 93).



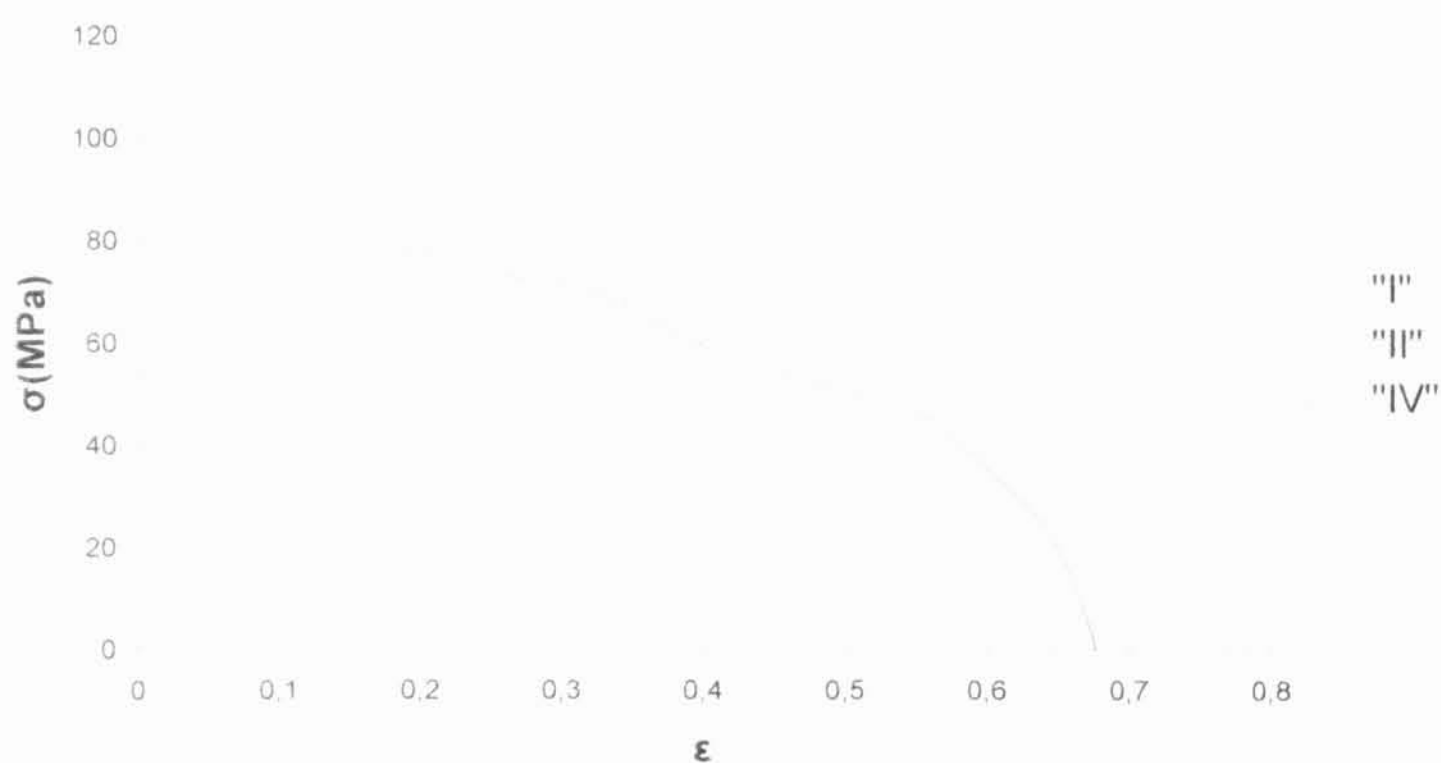
Obr. 91 - Deformační křivky materiálů I-B- β 1150(2)-ia600 (označen jako „I“), II-B- β 1150(2)-ia600 (označen jako „II“), IV-B- β 1150(2)-ia600 (označen jako „IV“) při teplotě $(600 \pm 2)^\circ\text{C}$.

Deformační křivky při 700°C



Obr. 92 - Deformační křivky materiálů I-B- β 1150(2)-ia700 (označen jako „I“), II-B- β 1150(2)-ia700 (označen jako „II“), IV-B- β 1150(2)-ia700 (označen jako „IV“) při teplotě $(700 \pm 3)^\circ\text{C}$.

Deformační křivky při 800°C



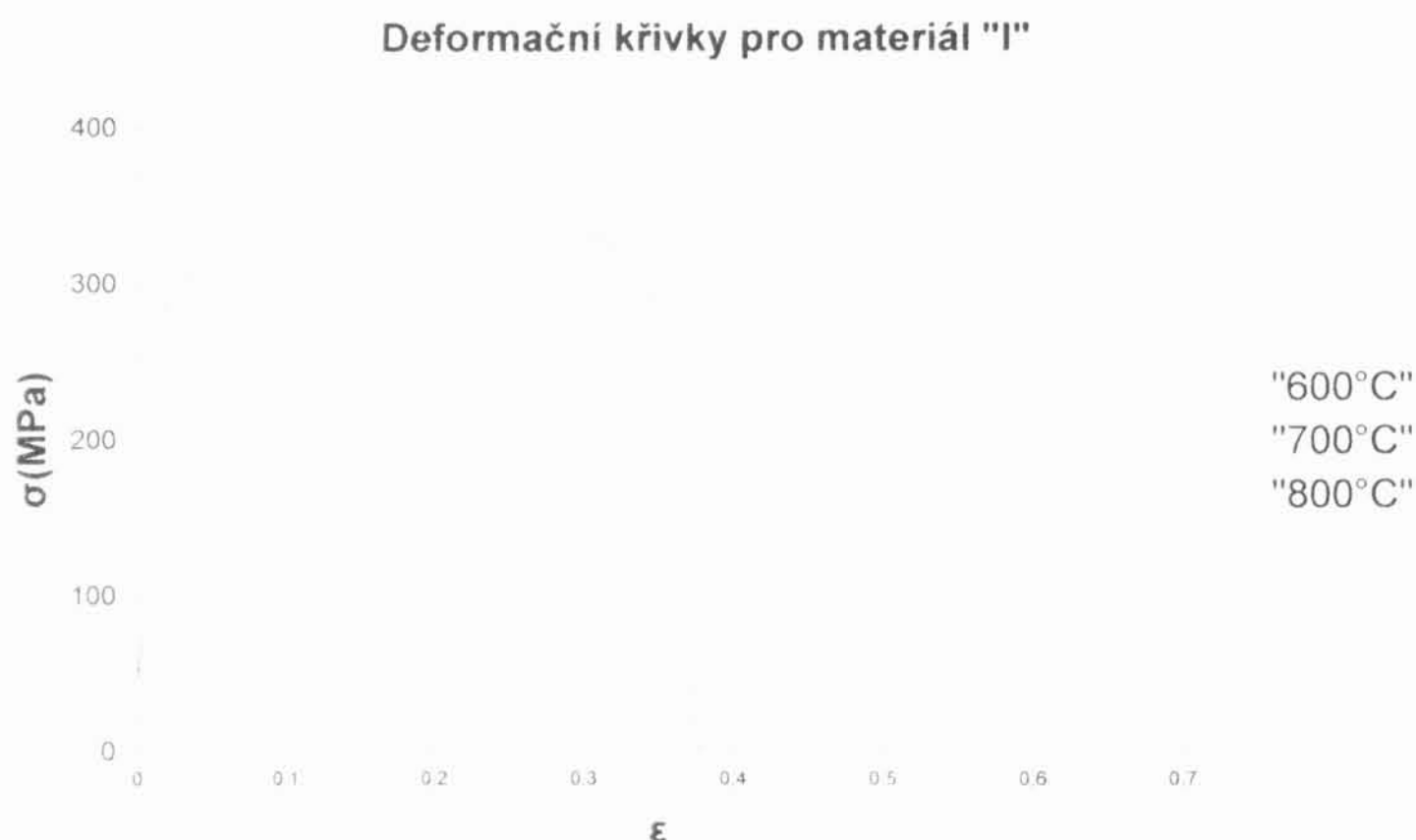
Obr. 93 - Deformační křivky materiálů I-B- β 1150(2)-ia800 (označen jako „I“), II-B- β 1150(2)-ia800 (označen jako „II“), IV-B- β 1150(2)-ia800 (označen jako „IV“) při teplotě $(800 \pm 5)^\circ\text{C}$.

Při teplotě 600°C je u všech měřených vzorků velmi dobře viditelná ostrá mez kluzu. Největší tažnost má materiál „I“ Hodnoty tažnosti a pevnosti materiálů „I“ a „IV“

jsou výrazně rozdílné i přesto, že se v materiálu vyskytuje stejný druh částic. Při teplotě 700°C již není ostrá mez kluzu pozorovatelná. Při teplotě 800°C všechny materiály dynamicky zotavují. Nejvyšší hodnoty pevnosti má při všech teplotách materiál „II“.

b) Deformační křivky v závislosti na druhu materiálu

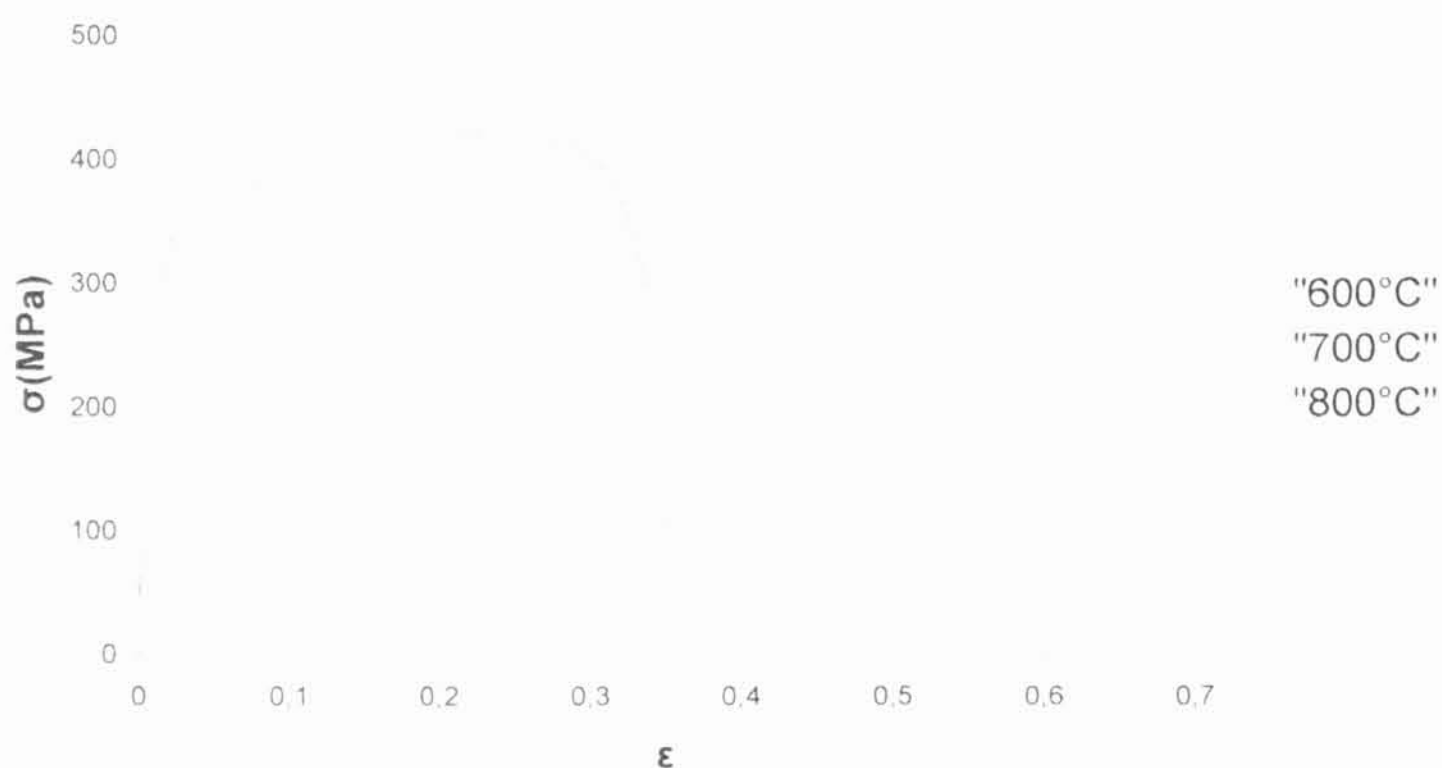
V této části budou uvedeny stejné deformační křivky jen budou spojeny do grafů podle druhu materiálu pro všechny 3 různé teploty (obr. 94, obr. 95, obr. 96).



Obr. 94 - Deformační křivky materiálů I-B- β 1150(2)-ia600 (označen jako „600°C“), I-B- β 1150(2)-ia700 (označen jako „700°C“), I-B- β 1150(2)-ia800 (označen jako „800°C“).

Materiál s příměsí TiB_2 vykazuje výrazný pokles pevnosti při zvyšování teploty. Tažnost se s teplotou výrazně zvýšila.

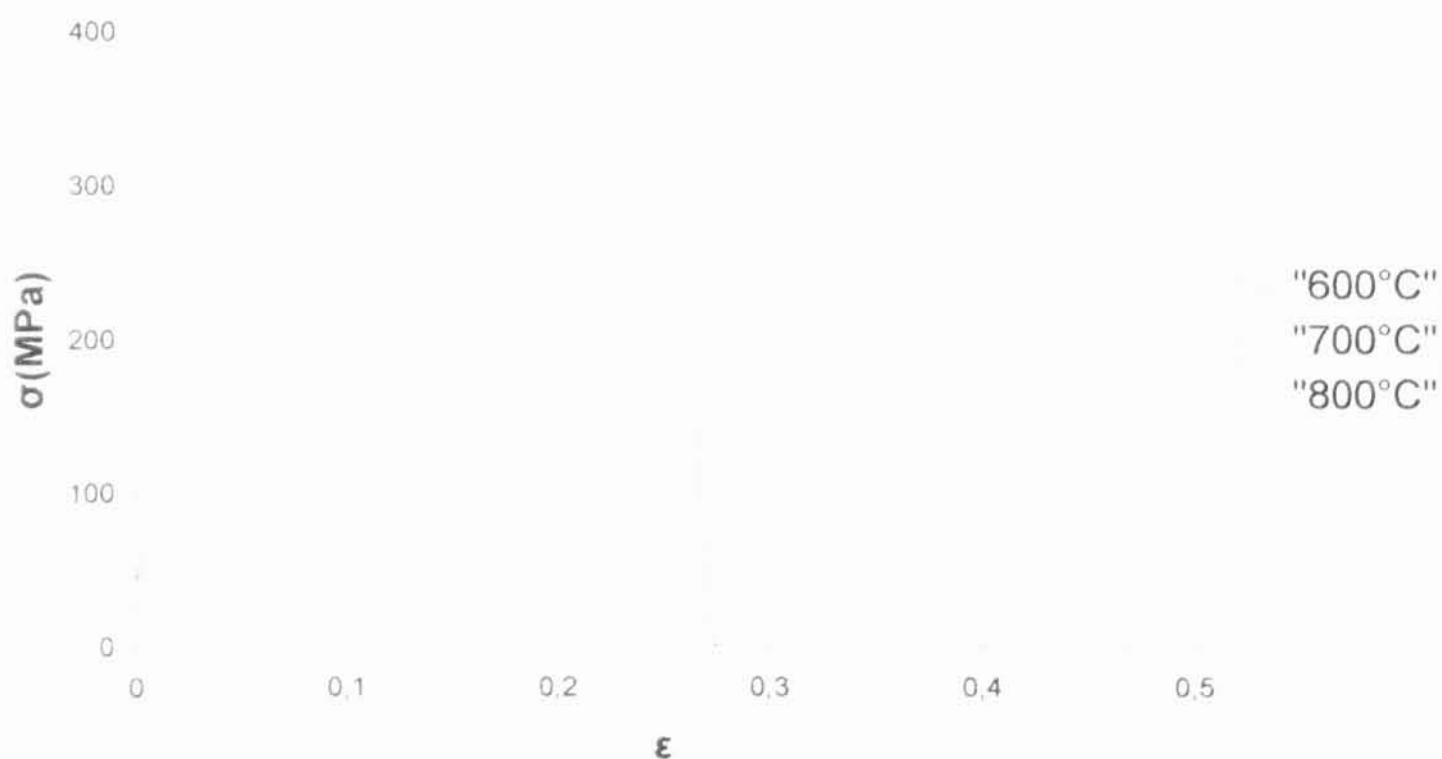
Deformační křivky pro materiál "II"



Obr. 95 - Deformační křivky materiálů II-B- β 1150(2)-ia600 (označen jako „600°C“), II-B- β 1150(2)-ia700 (označen jako „700°C“), II-B- β 1150(2)-ia800 (označen jako „800°C“).

Pevnost materiálu s příměsí titanu také klesá s teplotou, ale pokles je pozvolnější a i celkové hodnoty σ_M a $\sigma_{0,2}$ jsou vyšší. Tažnost při 700°C je o něco menší než při 600°C.

Deformační křivky pro materiál "IV"



Obr. 96 - Deformační křivky materiálů IV-B- β 1150(2)-ia600 (označen jako „600°C“), IV-B- β 1150(2)-ia700 (označen jako „700°C“), IV-B- β 1150(2)-ia800 (označen jako „800°C“).

Materiál s příměsí Ti a B vykazuje nejmenší tažnost z měřených vzorků. S teplotou tažnost roste velmi málo v porovnání s materiály „I“ a „II“. Pevnost materiálu však klesá rychle s rostoucí teplotou.

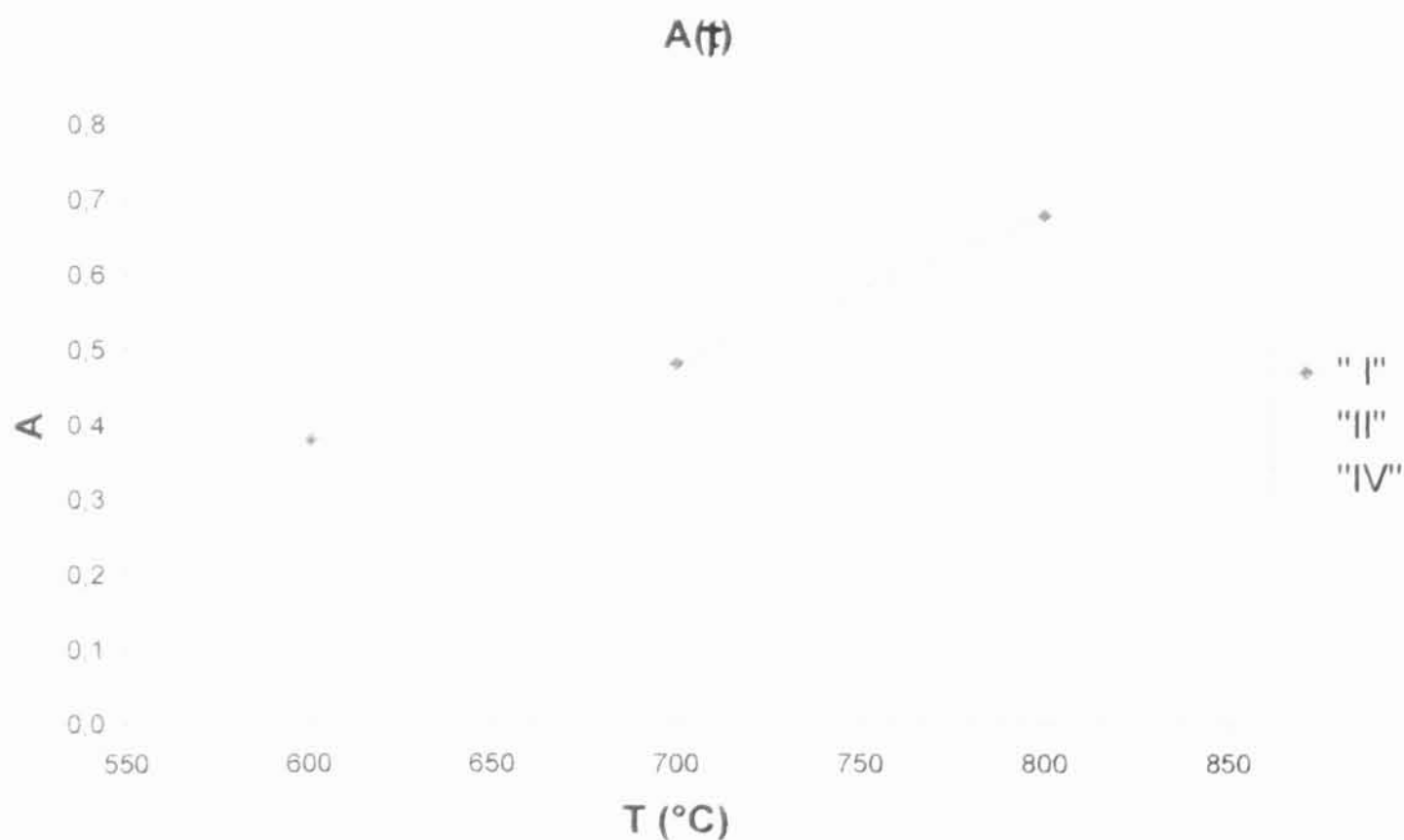
c) Výsledné hodnoty parametrů A , σ_M , $\sigma_{0,2}$

Dle vzorců (12, 13, 14) byly z uvedených křivek vypočteny hodnoty parametrů A (tažnost), σ_M (mez pevnosti), $\sigma_{0,2}$ (viz tab. 2).

vzorek	T(°C)	$\sigma_{0,2}$ (MPa)	σ_m (MPa)	A
I	600	288	349	0,38
I	700	151	187	0,48
I	800	87	90	0,68
II	600	337	425	0,35
II	700	221	257	0,33
II	800	111	113	0,65
IV	600	313	353	0,27
IV	700	175	198	0,30
IV	800	94	96	0,40

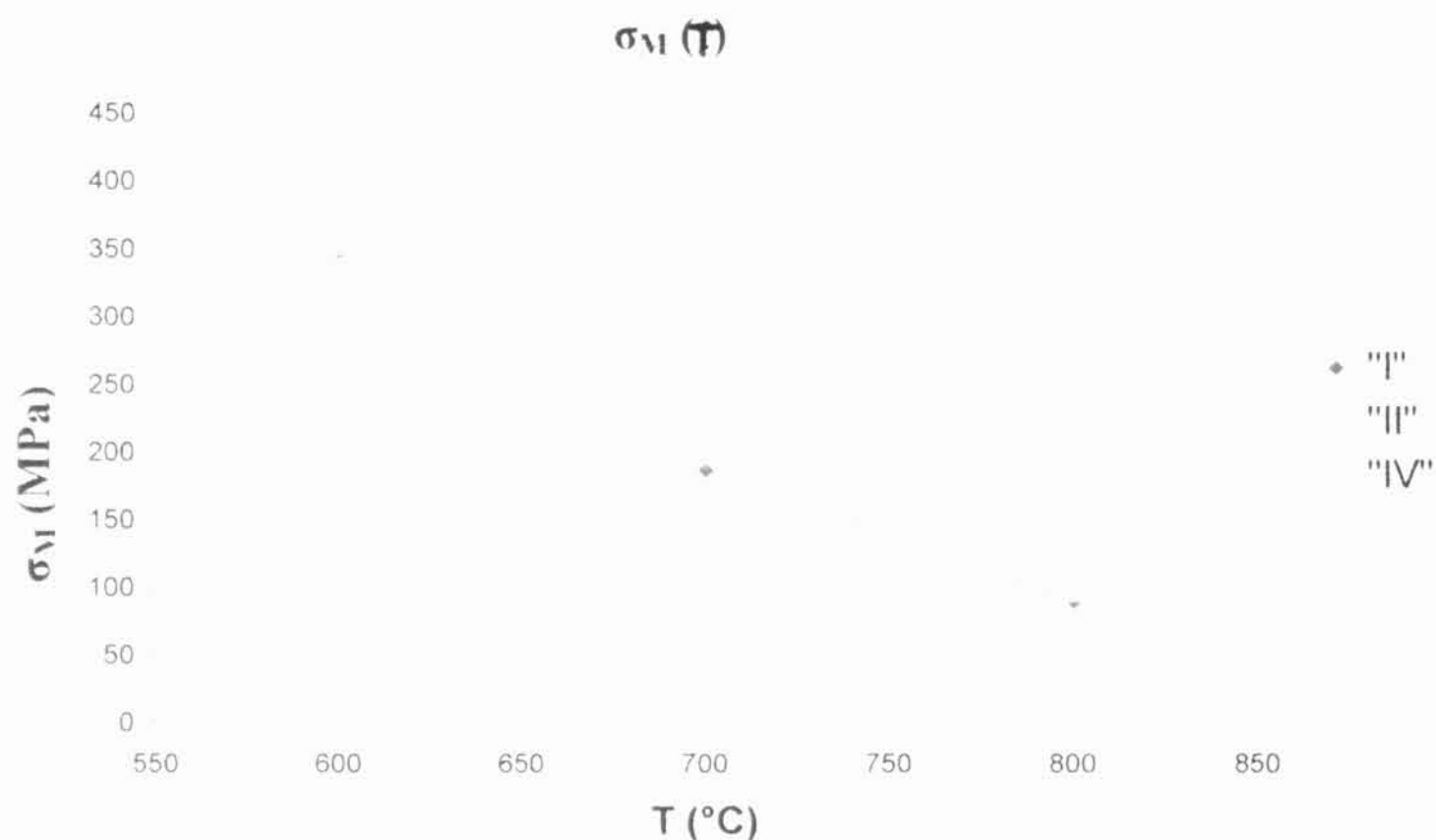
Tab. 2 - Výsledné hodnoty tahových zkoušek.

Jejich hodnoty uvádíme také ve třech následujících grafech (obr. 97, obr. 98, obr. 99) jako funkci teploty.

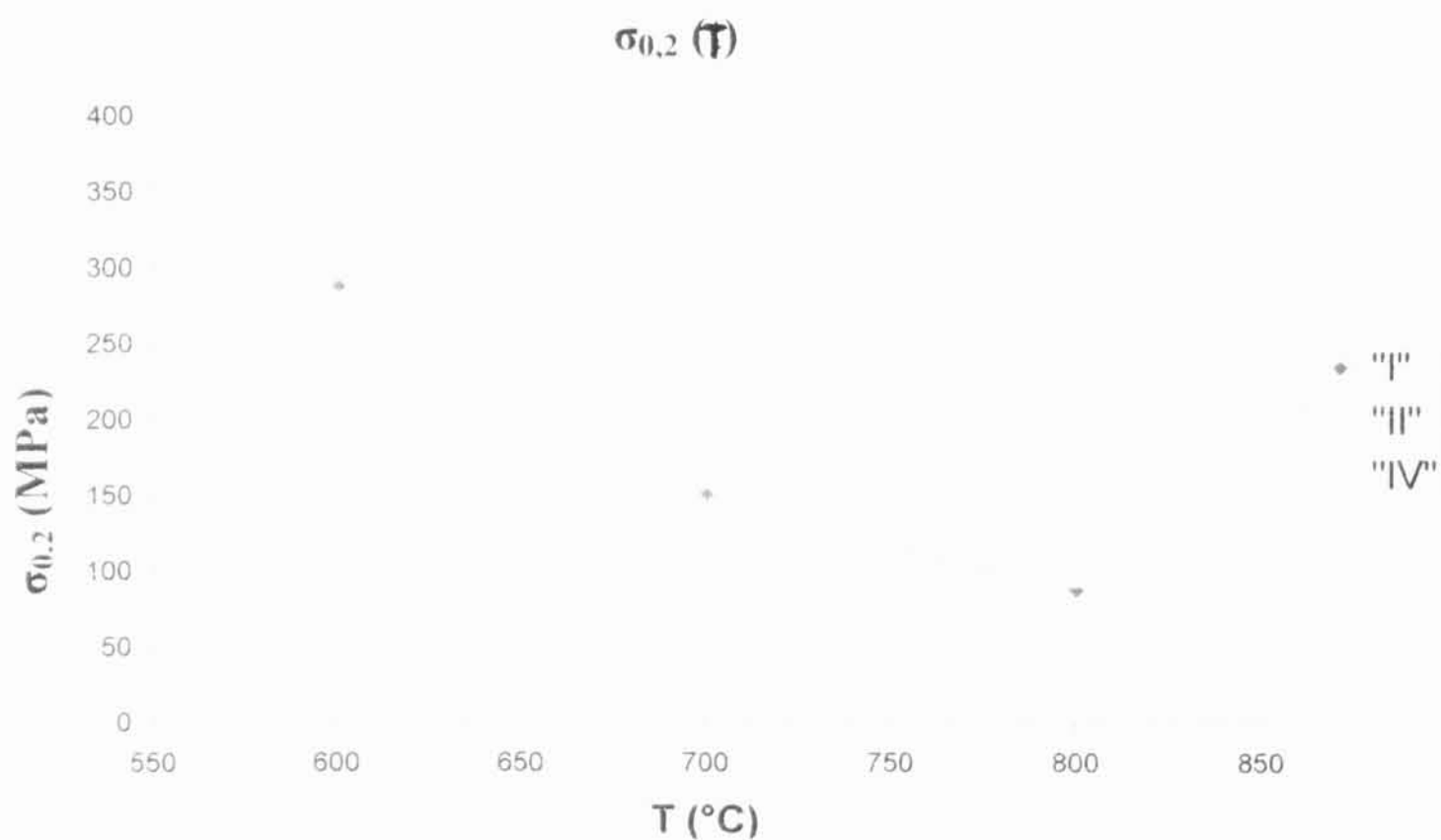


Obr. 97 – Graf závislosti tažnosti na teplotě pro všechny měřené materiály.

Tato křivka shrnuje výsledky uvedené v předchozích grafech. Nejvyšší hodnoty tažnosti má vzorek „I“ a nejméně tažný je materiál označený jako „IV“



Obr. 98 – Graf závislosti meze pevnosti na teplotě pro všechny měřené materiály.



Obr. 99 - Graf závislosti $\sigma_{0,2}$ na teplotě pro všechny měřené materiály.

Nejpevnější z pozorovaných materiálů při všech měřených teplotách byl vzorek materiálu „II“ (tzn. II – B - β1150(2)).

V. Diskuse

A. Mikrostruktura

Po odlití materiálu se ve vzorcích s označením „I“, „III“ a „IV“ vytvořily částice primárních fází. Většina z nich se vyskytovala na hranicích zrn. Pokud se velikost zrna po válcování výrazně změnila, zachovávaly tyto částice svou původní polohu (podél hranic zrn v litém stavu). Pozorované částice byly stabilní při všech teplotách přižhávání a nebyla pozorována ani žádná výrazná změna jejich velikosti s teplotou. Fáze nelze jednoznačně určit, ale v materiálu „III“ byla při analýze WDX v částicích prokázána přítomnost Cr a C. Z těchto informací je možné předpokládat, že v materiálu „III“ se jedná s největší pravděpodobností o fázi popsanou Karlíkem a Cieslarem [25] s hexagonální strukturou a se složením C-Cr-Fe. Protože částice v materiálu „I“ a „IV“ měly podobné chování jako částice v materiálu „III“ a analýza EDX při TEM v nich prokázala přítomnost Cr předpokládáme, že se jedná o tutéž fázi. Nejmenší koncentrace těchto částic v litém stavu je možné pozorovat v materiálu „IV“. Vysvětlení lze nalézt ve výsledcích pozorování mikrostruktury materiálu „II“. V tomto vzorku nebyly tyto částice pozorovány. Oba vzorky „II“ a „IV“ obsahují cca 0,6 at % Ti. Tento prvek může vznikem částic titan karbidu odebírat C (cca 0,1% ve vzorcích) z matrice a zabraňovat vzniku částic C-Cr-Fe.

U materiálu s příměsí Ti („II“) byly při všech teplotách přižhávání pozorovány částice s obsahem titanu. Jejich strukturu nebylo možné jednoznačně určit, ale z dostupných literárních údajů [21,22] je možné předpokládat, že se jedná o některou z fází titan karbidu, který se vyskytuje v celé řadě morfologií. Velikost těchto částic se po odlití pohybuje v rozmezí 2-20 μm . Po válcování se průměrná velikost částic snižuje, ale jejich koncentrace v materiálu se zvyšuje. Je pravděpodobné, že při mechanické deformaci byly větší částice mechanicky rozděleny na větší množství menších částic.

Do materiálu „I“ i „IV“ byly jako legující prvky přidány titan i bór. Do materiálu „I“ byl přidán prášek tvořený cca 10 μm dlouhými jehličkami TiB_2 , do materiálu „IV“ byl přidán čistý titan a bór (ve sloučenině s železem). Rozdíl byl také v koncentracích těchto

prvků. Ve vzorcích označených „I“ byl poměr Ti:B cca 1:2 (0,2%:0,4%), ve vzorcích označených „IV“ byl tento poměr 2:1 (0,6%:0,3%) ve prospěch titanu. V obou těchto materiálech byl zaznamenán výskyt částic s příměsí titanu a tyto částice byly jednoznačně určeny jako TiB_2 . Byly stabilní při všech teplotách přižhávání až do 1150°C. V materiálu „I“ se zachovaly původní částice a v materiálu „IV“ se částice TiB_2 nově vytvořily. Jak bylo uvedeno, obsahoval materiál „IV“ více titanu a všechn se nemohl vázat ve fázi TiB_2 . Část titanu zůstala v matici a je pravděpodobné, že titan vytvářel i částice titan karbidu, které nemusely být zaznamenány. Při TEM byly pozorované částice děleny podle prvků, které obsahovaly dle analýzy EDX (analýzou EDX není možné identifikovat C nebo B v materiálu). Difraktogramy byly pořízeny pouze z omezeného počtu částic z každé skupiny, a proto mohlo dojít k zařazení některých fází titan karbidu do skupiny, která byla určena jako TiB_2 .

Největší změny v mikrostruktuře v průběhu přižhávání byly zaznamenány v materiálu s příměsí bóru („III“). V tomto materiálu se kromě již zmíněných částic primárních fází objevovaly drobné jehlice o rozměrech cca 10 μ m x 200 nm x 5 nm. Byly ojediněle pozorovány již v litém stavu, ale jejich hustota mnohonásobně vzrostla po válcování. Analýza difrakčních obrazců je identifikovala jako fáze Fe_3B (typ Ni3P; tI32; $I\bar{4}$). Pomocí TEM byla určena orientace těchto částic v matici. Tyto jehlice se orientují ve směrech $\langle 100 \rangle$. Při přižhávání hustota těchto jehlic se vzrůstající teplotou klesá. Místo nich lze při vyšších teplotách pozorovat oválné částice. Ty byly pomocí elektronové difrakce určeny jako částice BCr_4 (typ BMn_4 ; oF48; $Fddd$). Při vyšších teplotách byly v materiálu pozorovány vrstevné chyby s poruchovým vektorem $\vec{R} = k \cdot [100]$. Hodnotu konstanty k není možné v konvenční TEM určit. V literatuře [7] se uvádí pro fázi B2 hodnota konstanty $k=1/2$. Song a kol. [8] pozorovali tyto vrstevné chyby pomocí HRTEM a uvádějí jako pravděpodobnější variantu $k=\sqrt{3}/2$ a. Ve studované literatuře není popisován výskyt vrstevných chyb ve fázi DO_3 tak, jako v našem případě (při kalení vzorku prakticky není možné zakalit fázi B2).

V materiálu se tedy vyskytují velmi tenké částice orientované ve směrech $\langle 100 \rangle$ matrice. Ve stejném druhu materiálu byly objeveny také vrstevné chyby, které vznikají na

typu rovin $\{100\}$. Bór má v těchto materiálech vlastnost se nadměrně koncentrovat na poruchách krystalografické mříže a jeho výskyt v matici aluminidů železa stabilizuje vrstevné chyby [19]. Z uvedených informací bylo možné vyslovit následující hypotézu: Bór se částečně rozpustil v materiálu a stabilizoval vrstevné chyby na rovinách $\{100\}$. V blízkosti těchto rovin se zvýšila koncentrace atomů bóru, což vedlo při válcování ke vzniku drobných protáhlých jehliček. Protože tyto částice vznikly na vrstevných chybách, jsou v jednom ze svých rozměrů velmi tenké. Při zvyšování teploty se při rozpouštění jehlic bór dostával do nově vznikajících částic BCr_4 . V materiálech přižíhovaných na 1150°C je možné pozorovat i původní vrstevné chyby, které vedly ke vzniku jehliček.

U materiálů „I“ a „III“ se velikost zrna po válcování zvětšila a u materiálů „II“ a „IV“ zůstala konstantní nebo se zmenšila. Jak v materiálu „II“, tak v materiálu „IV“ je v matici rozpuštěna velká část přidaného titanu což vede ke stabilizaci zrna a zabránění výraznému zvětšování zrna.

Při srovnání mikrostruktury všech pozorovaných materiálů jsme došli k závěru, že každý z materiálů „I“, „II“ a „III“ má určitý specifický mikrostrukturní rys. Pro materiál „I“ je to výskyt částic TiB_2 a výrazné řetězce částic primární fáze (pravděpodobně C-Cr-Fe). V materiálu „II“ zůstává velikost zrna při přižíhování stejná a nevyskytují se zde popisované částice primární fáze z materiálu „I“ a „III“. Pozorujeme výskyt drobných částic tvořených pravděpodobně karbidy titanu. Materiál „III“ se vyznačuje precipitací drobných jehliček Fe_3B po válcování a jejich následnou transformací na BCr_4 při zvyšování teploty přižíhování. Materiál číslo „IV“ se podle svého složení může mikrostrukturně blížit všem předchozím pozorovaným materiálům. Z pozorování vyplynulo, že jeho mikrostruktura je podobná materiálu „I“ (výskyt částic TiB_2 , občasný výskyt částic primárních fází) a materiálu „II“ (nerostoucí velikost zrna).

B. Mechanické vlastnosti

1. Mikrotvrдость

Měření mikrotvrđosti potvrdilo předpokládaný charakter křivky $\text{HV}(T)$. Po počátečním růstu nastává kolem 600°C pokles, který je následován „opětovným růstem“.

Tento charakter se projevil u všech provedených měření. Pokud zanedbáme rozdíly způsobené chybou měření lze ve výsledcích pozorovat 3 základní vlivy mikrolegujících prvků na charakter této křivky.

- Hodnoty mikrotvrlosti vzorku „III“ při teplotách do 600°C jsou vyšší než hodnoty ostatních vzorků. Vzhledem k výsledkům pozorování mikrostruktury se lze domnívat, že důvodem pro tento efekt jsou pozorované jehlice Fe_3B . Ty mají pravděpodobně výrazný vliv na mikrotvrlost materiálu. Rozmístění těchto částic v materiálu by vysvětlovalo i výrazný rozptyl naměřených hodnot.
- Pro materiál „I“ a „III“ byl „opětovný nárůst“ pozorován při teplotách o 100 - 200°C nižších než pro materiály „II“ a „IV“. Tento rozdíl je pravděpodobně způsoben množstvím rozpuštěného titanu v matici. Jak bylo uvedeno v teoretickém úvodu, následný nárůst je pravděpodobně způsoben poklesem uspořádání ve struktuře B2. Naše měření probíhala za pokojové teploty a jak uvádí Cieslar a kol. [16] je vzhledem k omezeným rychlostem kalení prakticky nemožné získat ve vzorcích o složení Fe-28Al strukturu B2 za pokojové teploty. „Opětovný nárůst“ je pozorován pouze při měření přižihávaných materiálů za pokojové teploty. Sundar a kol. [17] (viz obr. 12) nepozoroval při měření tvrdosti při dané teplotě žádný nárůst měřené hodnoty při teplotách předpokládaného přechodu do fáze B2. Cieslar a kol. [16] popisují, že pokles hodnoty mikrotvrlosti s teplotou přižihávání je spojen se snižováním parametru uspořádání na dlouhou vzdálenost ve fázi DO_3 . Z těchto informací lze formulovat následující pravidlo. Při kalení materiálu z teplot, kdy se materiál nachází ve fázi B2 dochází k fázovému přechodu zpět na fázi DO_3 . Struktura získaná tímto způsobem vede k vyšším hodnotám mikrotvrlosti než pro vzorky kalené z teploty fázového přechodu. Příčinou může být například vyšší hodnota uspořádání na dlouhou vzdálenost. Titan patří mezi prvky, které zvyšují teplotu fázového přechodu B2- DO_3 . Materiály

s rozpuštěným titanem v matrici („II“ a „IV“) mají tedy vyšší teplotu tohoto fázového přechodu, a tedy i vyšší teplotu, kdy dochází k „opětovnému nárůstu“.

- Hodnoty mikrotvrdomosti materiálu „IV“ jsou při nižších teplotách (do 800°C) nejnižší ze všech měřených sad vzorků.

2. Tahové zkoušky

Hodnoty pevnosti materiálu při vyšších teplotách byly převážně dány vlastnostmi matrice. Porovnání výsledných hodnot pevnosti pro naše vzorky s hodnotami uváděnými v literatuře obsahuje tab. 3. Hodnoty uváděné Morrisem a kol. [34] pro slitinu Fe-30Al i Málkem a kol. [23] pro slitinu s příměsí TiB₂ (Fe-30Al-4Cr-1Ti-2B) uvádějí autoři přepočtené pro deformační rychlost $\dot{\epsilon} = 10^{-4}$.

Hodnoty	„I“ (s TiB ₂)	„II“ (s Ti)	„IV“ (s Ti+B)	Fe-30Al [34]	Fe ₃ Al (TiB ₂)[23]
$\sigma_{0,2}$					
600°C	288 MPa	337 MPa	313 MPa	-	295 MPa
700°C	151 MPa	221 MPa	175 MPa	187 MPa	159 MPa
800°C	87 MPa	111 MPa	94 MPa	79 MPa	125 MPa

Tab. 3 - Porovnání naměřených hodnot $\sigma_{0,2}$ s literárními údaji

Málek a kol. [23] uvádí rovněž hodnoty tažnosti pro stejnou slitinu. Porovnání shrnuje tab. 4. Hodnoty tažnosti jsou uvedeny pro deformační rychlost $\dot{\epsilon} = 10^{-3}$. Deformační rychlost silně ovlivňuje A, proto nelze absolutní hodnoty pro stejné materiály jednoduše srovnávat.

Hodnoty A	„I“ (s TiB ₂)	„II“ (s Ti)	„IV“ (s Ti+B)	Fe ₃ Al (TiB ₂)[23]
600°C	0,38	0,35	0,27	0,55
700°C	0,48	0,33	0,30	1,0
800°C	0,68	0,65	0,40	1,42

Tab. 4 - Porovnání naměřených hodnot tažnosti (A) s literárními údaji

Z pozorovaných materiálů má nejvyšší hodnoty pevnosti ($\sigma_{0.2}$ a σ_M) při všech pozorovaných teplotách materiál „II“. Může to být způsobeno zpevněním matrice titanem v kombinaci s výskytem teplotně stabilních částic. Neočekávané chování vykazuje ve srovnání s ostatními materiály vzorek označený jako „IV“. Jeho pevnost je podobná jako u ostatních pozorovaných materiálů, ale jeho tažnost je při všech měřených teplotách ze všech nejnižší. Při teplotě 800°C je tažnost až o 35% nižší než u ostatních vzorků. Hodnoty tažnosti jsou nižší při všech teplotách, např. při 600°C o cca 20% vzhledem k ostatním vzorkům. Je možné, že jak nízkou tažnost, tak nízké hodnoty mikrotvrdosti u tohoto materiálu (nejnižší ze všech) způsobuje tentýž mechanismus.

VI. Závěr

V průběhu této práce byla studována stabilita mikrostruktury aluminidů železa se složením Fe-30Al-4Cr, do kterých byly přidávány různé kombinace titanu a bóru (v každém vzorku se ještě vyskytovalo nezanedbatelné množství uhlíku).

Na základě výsledků pozorování mikrostruktury je možné navrhnout další mechanické zkoušky na těchto materiálech. Jako velmi slibná se pro vytvoření materiálu s dobrou creepovou odolností jeví slitina s příměsí titanu („II“), která splňuje všechny teoretické požadavky pro dobrou creepovou odolnost (velké zrno, homogenní rozmístění drobných stabilních částic). Kvůli nedostupnosti experimentálního materiálu nebylo také možné provést tahové zkoušky na materiálu s příměsí bóru, který obsahuje nově popsané podlouhlé částice. Tyto slibují svým vlivem na mikrotvrdost vzorku výrazný vliv na mechanické vlastnosti.

Nejlepší vysokoteplotní mechanické vlastnosti (pevnost) z měřených vzorků vykazoval materiál s příměsí Ti (označovaný jako „II“). V kombinaci s jeho potenciální dobrou creepovou odolností je nejvhodnějším kandidátem z pozorovaných slitin pro další zkoumání s cílem dosáhnout kvalitní náhrady nerezových ocelí s dobrou vysokoteplotní pevností.

VII. Seznam literatury

- [1] Massalki T. B., Okamoto H., Subramanian P. R., Kacprzak L. (1990): Binary alloy phase, ASM society.
- [2] Stoloff N. S. (1998): Iron aluminides: Present status and future prospects. *Mat. Sci. Eng.* **A258**, 1-14.
- [3] Vedula K. (1995): In: *Intermetallic Compounds, vol. 2* (J. H. Westbrook, R. L. Fleischer – editors), Wiley, New York, s 199-209.
- [4] Haušild P.(1998): Vliv termomechanického zpracování na strukturu a mechanické vlastnosti průtačně lisované trubky ze slitiny Fe-28Al-4Cr mikrolegované cérem. *Diplomová práce FJFI ČVUT*,
- [5] Kratochvíl P., Lukáč P., Sprušil B.(1984): Úvod do fyziky kovů I. SNTL/ALFA, Bratislava.
- [6] Noguiera R.N., Schön C.G. (2005): Embedded atom method study of the interaction between point defects in iron aluminides: Triple defects. *Intermetallics* **13**, 1245-1254.
- [7] Cadel E., Lemarchand D., Gay A.-S., Fraczkiewicz A., Blavette D. (1999): Atomic scale investigation of boron nanosegregation in Fe-Al intermetallics. *Scripta materialia*, **vol 41, No. 4**, 421-426.
- [8] Song Z. Y., Hida M., Sakakibara A., Takemoto Y. (1996): High-resolution transmission elektron microscopic observation of stacking faults in Fe-35 mol% alloy with ordered B2 structure. *Materials transactions JIM* **37**, 109-114.
- [9] Brinck, Engelke C., Neuhäuser H., Mólenat G., Rösner H., Langmaack E., Nembach E. (1998): Dislocation process in Fe₃Al investigated by transmission electron, scanning force and optical microscopy. *Mat. Sci. Eng.* **A258**, 32-36.
- [10] Král F. (1996): Microstructure and mechanical properties of Fe₃Al with chromium. *Ph.D. thesis* ,Swiss Federal Institute of Technology Zürich.

- [11] McKamey C.G., Maziasz P.J., Goodwin G.M., Zacharia T. (1994): Effects of alloying additions on the microstructures, mechanical properties and weldability of Fe₃Al- based alloys. *Mat. Sci. Eng.* **A174**, 59-70.
- [12] Schneibel J.H.(1994): Selected properties of iron aluminides: In: *Processing, properties and applications of iron aluminides*,(J.H. Schneibel, M.A.Crimp - editors), TMS, Werrendale-Pensylvania, s.329.
- [13] Morris D.G., Munoz-Moris M.A., Chao J. (2004):Development of high strength, high ductility and high creep resistant iron aluminide. *Intermetallics* **12**, 821-826.
- [14] Morris D.G., Morris M.A. (1997): Strengthening at intermediate temperatures in iron aluminides. *Mat. Sci. Eng.* **A239-240**, 23-38.
- [15] McKamey G., Maziasz P. L. (1994): Effect of heat treatment temperature on creep- rupture properties of Fe₃Al- based alloys: In: *Processing, properties and applications of iron aluminides*,(J.H. Schneibel, M.A.Crimp - editors), TMS, Werrendale-Pensylvania, s. 147-158.
- [16] Cieslar M., Karlík M., Benko M., Černoš T. (2002): The influence of Cr and Ce additions on the mechanical properties of Fe₃Al based alloys. *Mat. Sci. Eng.* **A324**, 23-27.
- [17] Sundar R.S., Kutty T.R.G., Sastry D.H. (2000): Hot hardness and creep of Fe₃Al- based alloys. *Intermetallics* **8**, 427-437.
- [18] Fraczkiewicz A. , Gay A.-S., Biscondi M. (1998): On the boron effect in Fe-Al (B2) intermetallic alloys. *Mat. Sci. Eng.* **A258**, 108-114.
- [19] Pang L., Kumar K.S. (2001): Complex faults in a B2 iron aluminide alloy. *Acta materialia* **49**, 2215-2226.
- [20] Villars P., Calvert L.D. (1985): Pearson`s handbook of crystallographic data for intermetallic phases, American crystallographic society.
- [21] Falat L., Schneider A., Sauthoff G., Frommeyer G. (2005): Mechanical properties of Fe-Al-M-C (M=Ti, V, Nb, Ta) alloys with strengthening carbides and Laves phase. *Intermetallics* **13**, 1256-1262.

- [22] Kobayashi S., Zaefferer S., Schneider A., Raabe D., Frommeyer G. (2005): Optimisation of precipitation for controlling recrystallisation of wrought Fe₃Al based alloys. *Intermetallics* **13**, 1296-1303.
- [23] Málek P., Kratochvíl P., Pešička J., Hanus P., Šedivá I. (2002): The nature of high temperature deformation of the Fe-30Al-4 Cr iron aluminide modified by TiB₂. *Intermetallics* **10**, 985-992.
- [24] Schneider A., Zhang J. (2005): Orientation relationship between a ferritic matrix and κ -phase Fe₃AlC_x precipitates formed during metal dusting of Fe-15 Al. *Intermetallics* **13**, 1332-1336.
- [25] Karlík M., Cieslar M.(2002): Precipitation in the Fe-28Al-4Cr intermetallic alloy with Ce adition. *Mat. Sci. Eng.* **A324**, 5-10.
- [26] Sikka V.K. (1994): Processing and application of iron aluminides: In: *Processing, properties and applications of iron aluminides*,(J.H. Schneibel, M.A.Crimp - editors), TMS, Werrendale-Pensylvania, s. 3-13.
- [27] Sikka V.K., Wilkening D., Liebetrau J., Mackey B. (1998): Melting and casting of Fe-Al-based cast alloy. *Mat. Sci. Eng.* **A258**, 229-235.
- [28] Deevi S.C., Sikka V. K.(1997): Exo-MeltTM process for melting and casting intermetallics. *Intermetallics* **5**, 17-27.
- [29] Poggi D., Tassa O., Testani C. (1994): Production and properties of CSM FeAl intermetallic alloys: In: *Processing, properties and applications of iron aluminides*,(J.H. Schneibel, M.A.Crimp - editors), TMS, Werrendale-Pensylvania, s. 19-30.
- [30] Kratochvíl P., Karlík M., Haušild P., Cielar M. (1999): Influence of annealing on mechanical properties of an Fe-28Al-4Cr-0,1Ce alloy. *Intermetallics* **7**, 847-853.
- [31] Smola B. (1983): Transmisní elektronová mikroskopie ve fyzice pevných látek. SPN, Praha,
- [32] Valvoda V., Polcarová M., Lukáč P. (1992): Základy strukturní analýzy. Karolinum, Praha.

[33] Stadelmann P.A. (1987): EMS – a software package for electron diffraction analysis and HREM image simulation in materials science. *Ultramicroscopy* **21**, 131-145.

[34] Morris D.G., Morris M.A., Baudin C. (2004): The high-temperature strength of some Fe₃Al alloys. *Acta Materialia* **52**, 2827-2836.