



TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI
Fakulta strojní



Vliv tepelného zpracování na stabilitu fází v aluminidech železa legovaných křemíkem

Diplomová práce

Studijní program: N2301 – Strojní inženýrství
Studijní obor: 2301T048 – Strojírenská technologie a materiály
Autor práce: **Bc. Vojtěch Keller**
Vedoucí práce: doc. RNDr. Věra Vodičková, Ph.D.





TECHNICAL UNIVERSITY OF LIBEREC
Faculty of Mechanical Engineering ■

Master thesis

Study programme: N2301 – Mechanical Engineering
Study branch: 2301T048 – Engineering Technology and Materials
Author: **Bc. Vojtěch Keller**
Supervisor: doc. RNDr. Věra Vodičková, Ph.D.



ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Bc. Vojtěch Keller**
Osobní číslo: **S15000317**
Studijní program: **N2301 Strojní inženýrství**
Studijní obor: **Strojírenská technologie a materiály**
Název tématu: **Vliv tepelného zpracování na stabilitu fází v aluminidech železa legovaných křemíkem**
Zadávací katedra: **Katedra materiálu**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Seznamte se se současným stavem znalostí k zadané problematice.
2. Připravte pro metalografickou analýzu vzorky slitin ve výchozím stavu a po tepelném zpracování.
3. Pomocí dostupných metod (mikrotvrdost HV, elektronová mikroskopie s EDX analýzou, event. EBSD) určete fázové složení všech stavů materiálu a popište vliv tepelného zpracování na strukturu.
4. Připravte vzorky pro dilatometrická měření, určete CTE koeficient materiálu a pokuste se interpretovat naměřené charakteristiky v souvislosti se strukturou.

Rozsah grafických prací: **dle potřeby**
Rozsah pracovní zprávy: **40 - 50 stran**
Forma zpracování diplomové práce: **tištěná/elektronická**
Seznam odborné literatury:

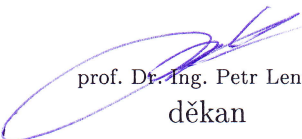
- [1] **McKAMEY C.G.** *Iron Aluminides, in Physical Metallurgy and Processing of Intermetallics Compounds*, eds. **Stoloff N.S., Sikka V.K. 1996. 351-390**
- [2] **HADEF F.** *Solid-state reactions during mechanical alloying of ternary Fe-Al-X ($X_{\frac{1}{4}}$ Ni, Mn, Cu, Ti, Cr, B, Si) systems: A review*, **Journal of Magnetism and Magnetic Materials 419 (2016) 105 - 118**
- [3] **ŠKOLÁKOVÁ A., NOVÁK P., VOJTĚCH D. a T.F.KUBATÍK.** *Microstructure and mechanical properties of Al-Si-Fe-X alloys*. **Materials and Design 107 (2016) 491-502.**
- [4] **NOVÁK P., KNOTEK V., VODĚROVÁ M., KUBÁSEK J., ŠERÁK J., MICHALCOVÁ A. a D. VOJTĚCH.** *Intermediary phases formation in Fe-Al-Si alloys during reactive sintering*. **Journal of Alloys and Compounds. 497 (2010) 90-94.**

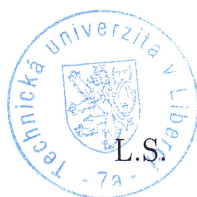
Vedoucí diplomové práce: **doc. RNDr. Věra Vodičková, Ph.D.**
Katedra materiálu

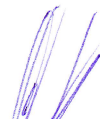
Konzultant diplomové práce: **Ing. Pavel Hanus, Ph.D.**
Katedra materiálu

Ostatní konzultanti: **Ing. Bc. Martin Švec, Ph.D.**
Katedra materiálu

Datum zadání diplomové práce: **30. října 2017**
Termín odevzdání diplomové práce: **30. dubna 2019**


prof. Dr. Ing. Petr Lenfeld
děkan




prof. Ing. Petr Louda, CSc.
vedoucí katedry

V Liberci dne 30. října 2017

Prohlášení

Byl jsem seznámen s tím, že na mou diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé diplomové práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li diplomovou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Diplomovou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé diplomové práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elektronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum: 20. 5. 2018

Podpis: 

Poděkování

Velice děkuji vedoucí mé diplomové práce, paní doc. RNDr. Věře Vodičkové, Ph.D., za pomoc a mentorování při tvorbě mé diplomové práce a za velikou trpělivost a psychickou podporu. Velký dík patří i konzultantům mé diplomové práce, panu Ing. Pavlovi Hanusovi, Ph.D. a panu Ing. Bc. Martinu Švecovi, Ph.D., za jejich rady a pomoc. Rovněž panu Ing. Adamovi Hotařovi, Ph.D. za pomoc při provádění tepelného zpracování. Veliký dík bych chtěl vyjádřit panu Ing. Pavlovi Kejzlarovi, Ph.D. za mentorování a pomoc při zkoumání vzorků, a rovněž panu doc. Ing. Jaromírovi Moravcovi, Ph.D. za pomoc a zaučení při dilatometrických měřeních. V neposlední řadě bych rád poděkoval všem, kteří při mně stáli a přáli mi štěstí a zdar při tvorbě této diplomové práce.

Abstrakt

Práce se zabývá vlivem tepelného zpracování na stabilitu fází v intermetalických slitinách na bázi Fe-Al-Si připravených klasickou technologií – odléváním, z nichž dvě byly navíc legovány chromem. Slitiny byly zkoumány ve stavu po odlití a po tepelném zpracování žíháním při 1000 °C po dobu 2, 24 a 100 hodin. Struktura zkoumaných slitin byla pozorována pomocí optické a elektronové mikroskopie. K identifikaci chemického složení fází přítomných ve struktuře byla využita energiově disperzní analýza. U všech tří slitin byla provedena dilatometrická měření a sestrojeny křivky závislosti jejich CTE koeficientů na teplotě.

Klíčová slova:

intermetalické slitiny, ternární slitiny na bázi Fe-Al-Si, tepelné zpracování, stabilita fází

Abstract

The work deals with the influence of heat treatment on phase stability in intermetallic alloys based on Fe-Al-Si prepared by classical technology – casting. Two of the alloys were alloyed with chromium. The alloys were examined in the as cast state and after heat treatment at 1000 °C for 2, 24 and 100 hours. The structure of the investigated alloys was studied by optical and electron microscopy. The Energy Dispersive X-ray analysis was used to identify the chemical composition of the phases present in the structure. For all three alloys, dilatometric measurements were performed and the CTE coefficients were evaluated depending on temperature.

Key words:

intermetallic alloys, ternary alloys based on Fe-Al-Si, heat treatment, phase stability

Obsah

| | | |
|-------|--|----|
| 1 | Úvod..... | 9 |
| 2 | Teoretická část | 10 |
| 2.1 | Struktura kovových slitin | 10 |
| 2.1.1 | Tuhé roztoky | 10 |
| 2.2 | Intermetalické slitiny na bázi Fe-Al | 12 |
| 2.3 | Ternární systém Fe-Al-Si | 18 |
| 3 | Experimentální metody | 21 |
| 3.1 | Metody studia struktur | 21 |
| 3.1.1 | Optická mikroskopie | 21 |
| 3.1.2 | Diferenciální interferenční kontrast | 21 |
| 3.1.3 | Rastrovací elektronová mikroskopie | 22 |
| 3.1.4 | Energiově disperzní analýza (EDX)..... | 22 |
| 3.2 | Dilatometrie..... | 22 |
| 4 | Experimentální část..... | 24 |
| 4.1 | Zkoumané materiály..... | 24 |
| 4.2 | Struktura zkoumaných materiálů | 25 |
| 4.2.1 | Slitina 1 – stav po odlití | 25 |
| 4.2.2 | Slitina 1 – žháno 2 h/1000 °C | 27 |
| 4.2.3 | Slitina 1 – žháno 24 h/1000 °C | 27 |
| 4.2.4 | Slitina 1 – žháno 100 h/1000 °C | 28 |
| 4.2.5 | Slitina 2 – stav po odlití | 29 |
| 4.2.6 | Slitina 2 – žháno 2 h/1000 °C | 32 |
| 4.2.7 | Slitina 2 – žháno 24 h/1000 °C | 33 |
| 4.2.8 | Slitina 2 – žháno 100 h/1000 °C | 34 |

| | | |
|--------|---|----|
| 4.2.9 | Slitina 3 – stav po odlití | 36 |
| 4.2.10 | Slitina 3 – žháno 2 h/1000 °C | 37 |
| 4.2.11 | Slitina 3 – žháno 24 h/1000 °C | 38 |
| 4.2.12 | Slitina 3 – žháno 100 h/1000 °C | 39 |
| 4.3 | Dilatometrická měření zkoumaných materiálů | 40 |
| 5 | Diskuze | 44 |
| 5.1 | Vliv tepelného zpracování na stabilitu fází slitiny 1 | 44 |
| 5.2 | Vliv tepelného zpracování na stabilitu fází slitiny 2 | 45 |
| 5.3 | Vliv tepelného zpracování na stabilitu fází slitiny 3 | 47 |
| 6 | Závěr | 49 |
| 7 | Seznam obrázků, grafů a tabulek | 50 |
| 7.1 | Seznam obrázků | 50 |
| 7.2 | Seznam grafů..... | 51 |
| 7.3 | Seznam tabulek | 51 |
| 8 | Citovaná literatura..... | 52 |

1 Úvod

Materiály provází člověka odedávna. Již pravěký člověk musel prokázat znalosti a porozumění materiálu, když vyráběl své první nástroje. Nejstarší z nich se datují na více než dvěma miliony let. S rozvojem lidské kultury se porozumění materiálu stalo důležitou součástí lidských znalostí, neboť s rozvojem materiálu může dále docházet i k rozvoji vědy a techniky. V dnešní době jsou na materiály rozličných typů kladeny vysoké nároky. Oblast lidského poznání je obrovská a každý vědní či technický obor, každá aplikace si žádá kvalitní materiály splňující předem stanovené požadavky. Aby bylo možno takovýmto požadavkům vyhovět, je třeba s rozvíjejícími se obory vyvíjet i nové materiály.

Tato práce se právě zkoumáním nových materiálů zabývá. Navazuje na výzkumy specifických materiálů – intermetalických slitin na bázi Fe-Al, kterými se dlouhodobě zabývá Katedra materiálu Technické univerzity v Liberci. Cílem této diplomové práce je zkoumání vlivu tepelného zpracování na stabilitu fází nově připravených slitin na bázi Fe-Al-Si.

2 Teoretická část

2.1 Struktura kovových slitin

Zkoumáme-li strukturu kovových slitin, můžeme u dané slitiny pozorovat v zásadě tři základní varianty vzájemného uspořádání jejich složek.

V případě, kdy jsou složky slitiny v tuhém stavu vzájemně zcela nerozpustné, tvoří strukturu slitiny samostatné krystaly těchto složek.

Druhý případ nastává, jsou-li složky slitiny vzájemně zcela nebo částečně rozpustné. Uvažujeme-li rovnovážné podmínky krystalizace, tvoří výslednou strukturu slitiny *tuhý roztok*.

Ve třetím případě mohou spolu složky slitiny tvořit *chemickou sloučeninu*, a to buď se stálým, nebo proměnným chemickým složením.

Vznik konkrétní varianty uspořádání je dán jednak koncentrací složek, jednak jejich povahou (velikostí atomu, podobností elektrochemických vlastností, poměrem valenčních elektronů, aj.) a v neposlední řadě také snahou o zachování co nejnižší energie vzniklé soustavy.

2.1.1 Tuhé roztoky

Umístí-li se atomy přísadového prvku do mezimřížkového prostoru základního kovu, vzniká *intersticiální tuhý roztok*. Je zřejmé, že v tomto případě musí být atomy přísadového prvku dostatečně malé, aby se do mezimřížkového prostoru základního kovu vešly.

V druhém případě atomy přísady nahrazují atomy základního kovu v uzlových bodech jeho krystalové mřížky a vznikají *substituční tuhé roztoky*. V těchto případech musí být atomy přísady podobné atomům základního kovu a to jak z hlediska velikosti, tak z hlediska elektrochemických vlastností.

V obou výše zmíněných případech zůstávala vždy zachována krystalová mřížka jedné ze složek slitiny a atomy druhé složky se do jejich uzlových bodů nebo mezimřížkového prostoru umísťovaly zcela náhodně – jednalo se o tuhé roztoky *neuspořádané*. Viz Obr. 2.1a.

Existují však případy, kdy atomy základního kovu a atomy přísady spolu vytvoří vlastní krystalovou strukturu, odlišnou od struktury tvořících složek, se zcela přesným

vzájemným uspořádáním jejich atomů (tzv. *uspořádáním na dlouhou vzdálenost*) – vznikají *uspořádané tuhé roztoky (nadmřížka)*. Viz Obr. 2.1b.

Těmto uspořádaným tuhým roztokům se také říká *intermediární fáze*. Jsou-li tvořícími složkami intermediární fáze kovy, označují se též jako *intermetalické fáze*, nebo zkráceně intermetalika. [1], [2]

Motivem pro vznik takového přesného uspořádání je, že vzniká energeticky dokonalejší a hospodárnější termodynamická soustava. [1]

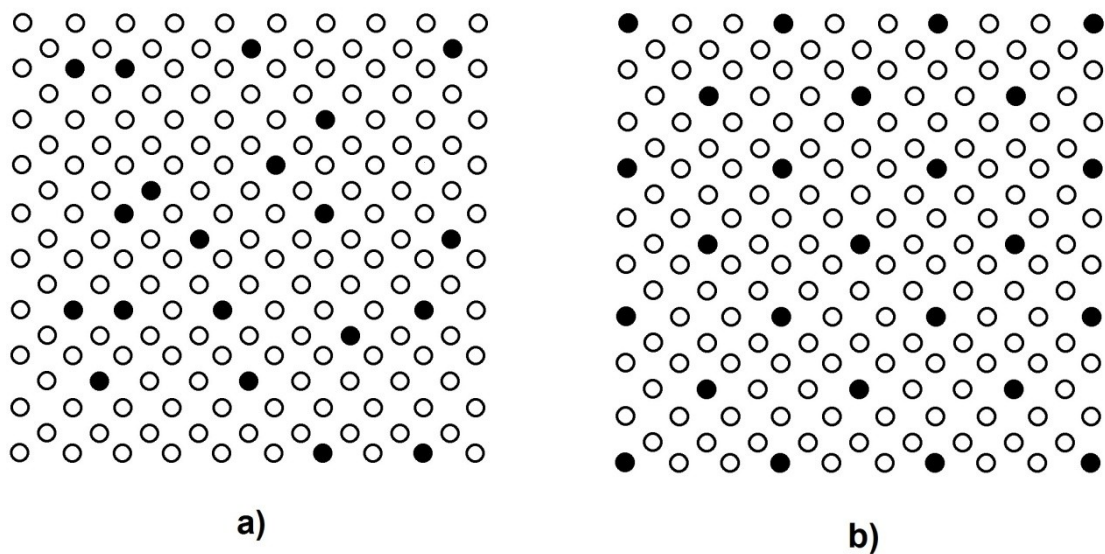
V rovnovážných diagramech slitin, které spolu tyto intermediární fáze tvoří, se nacházejí z pohledu koncentrace v jejich středních částech. [1]

Co se týče teplotního rozmezí, mohou pro konkrétní chemické složení intermediární fáze existovat v celém teplotním rozsahu tuhého skupenství (až do teploty tání), nebo může během ohřevu dojít k překrytí na jiný tuhý roztok, a to ať již uspořádaný, tak neuspořádaný. Teplota zániku uspořádanosti tuhého roztoku na dlouhou vzdálenost se nazývá *kritická teplota* a označuje se T_C .

Vznikem uspořádaného tuhého roztoku dochází rovněž ke změně fyzikálních a mechanických vlastností.

Intermetalické fáze se obecně vyznačují vyšší tvrdostí, pevností, teplotou tání a vysokým elektrickým odporem. Zvýšené hodnoty těchto vlastností vyplývají z toho, že vazby mezi atomy rozdílných prvků mohou nabývat vyšších hodnot vazebných sil, než je tomu u atomů shodného prvku. [3], [4]

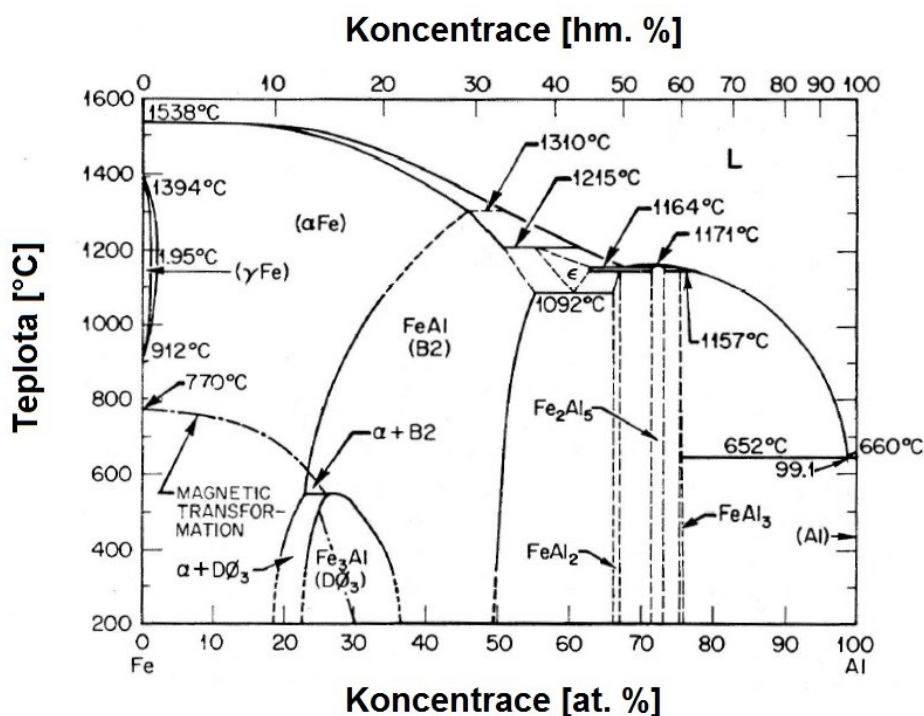
Největší nevýhodou intermetalik je jejich křehkost, zejména za pokojové teploty. U některých intermetalik (např. na bázi *Co-V*, *Ni-Al*, *Ti-Al*) se jim podařilo vhodným legováním či mikrolegováním podstatně snížit [3], u jiných intermetalik je snížení křehkosti stále předmětem výzkumu.



Obr. 2.1ab. Plošné schéma rozložení atomů v tuhém roztoku [1];
 a) neuspořádaném;
 b) uspořádaném (nadmřížka).

2.2 Intermetalické slitiny na bázi Fe-Al

Z binárního diagramu *Fe-Al* na obrázku 2.2 je patrné, že hliník a železo spolu vytvářejí celou řadu tuhých roztoků, uspořádaných i neuspořádaných. Z uspořádaných tuhých roztoků se v technické praxi využívají a v současnosti jsou stále předmětem aktivního výzkumu zejména intermetalické fáze na bázi Fe_3Al a $FeAl$.

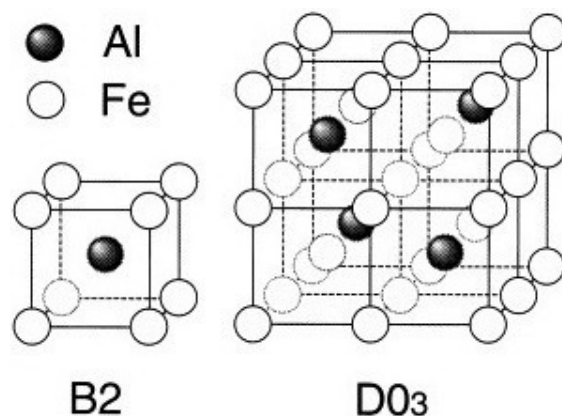


Obr. 2.2. Rovnovážný binární diagram Fe-Al. [5]

Slitiny na bázi Fe_3Al existují v rozmezí koncentrací cca 24 až 35 at. % hliníku. Za běžných teplot mají uspořádanou strukturu označovanou jako $D0_3$; jak je z uvedeného binárního diagramu patrné, dochází u těchto slitin za vyšších teplot k překrytí, a to na strukturu s označením $B2$. Obě zmíněné struktury jsou znázorněny na obrázku 2.3.

Slitiny na bázi $FeAl$ existují za běžných teplot v rozmezí koncentrací zhruba 35 až 49 at. % hliníku. Jejich struktura je až do vysokých teplot (více jak 1200 °C) uspořádaná $B2$.

Se zvyšujícím se rozdílem v koncentraci složek od čistého stechiometrického složení klesá i míra uspořádanosti výše zmíněných struktur. Nižší uspořádanost struktury se projevuje vznikem vakancí nebo substitucí atomů základního kovu za atomy příměsi. [3]



Obr. 2.3. Znárodnění uspořádaných struktur B2 a D0₃. [6]

Důvodem zájmu o tyto slitiny jsou jejich výhodné fyzikální, mechanické a chemické vlastnosti. V tabulce 2.1 jsou uvedeny hodnoty základních vlastností těchto materiálů.

Tab. 2.1. Základní vlastnosti intermetalických slitin na bázi Fe-Al. [3]

| slitina | krystalová struktura | kritická teplota uspořádání T_c [°C] | hustota ρ [kg/m ³] | *) smluvní mez kluzu $R_{p0,2}$ [MPa] | *) mez prvnosti v tahu R_m [MPa] | *) modul pružnosti v tahu E [MPa] | *) tažnost [%] |
|-------------------------------------|----------------------|---|--|--|---------------------------------------|--|----------------|
| FeAl (36,5 at. % Al) | B2 | 1 250 | 5 560 | 360 | 412 | $2,61 \cdot 10^5$ | 2,2 |
| Fe ₃ Al (28 at. % Al) | D0 ₃ | 540 | 6 720 | 387 | 559 | $1,41 \cdot 10^5$ | 4,1 |
| | B2 | 760 | – | – | – | – | – |

*) Vzorby byly žihány 900 °C/1 h + 700 °C/2 h.

Výzkum výše uvedených slitin na bázi Fe-Al začal již ve 30. letech 20. století, kdy byl zkoumán vliv hliníku na žáruvzdornost litin. Tento efekt se potvrdil – ukázalo se, že přítomnost hliníku žáruvzdornost litin silně podporuje, a že slitiny železa a hliníku vykazují velmi dobrou odolnost proti opalu a proti působení silně oxidačních prostředí. [7] V dalších výzkumech byla potom zkoumána možnost použití hliníku jako náhrady chromu a niklu v žáruvzdorných litinách. [8]

Mezi přední vlastnosti intermetalických slitin na bázi Fe-Al patří především výborná odolnost proti oxidaci a sulfidaci i za vysokých teplot. Jejich korozní vlastnosti jsou výrazně lepší než u tradičních slitin železa vysoce legovaných chromem (např. Fe-25Cr-20Ni nebo

Fe-18Cr-6Al). Další předností je rovněž nižší měrná hmotnost oproti ostatním slitinám železa, jako např. litinám či nerezovým ocelím, což dává těmto materiálům potenciál využití v transportních aplikacích (součásti dopravních prostředků). V neposlední řadě také skvělá odolnost proti opotřebení (u slitin na bázi Fe_3Al srovnatelná s odolností ocelí AISI 1016 nebo SUS304) a také vysoký měrný elektrický odpor. [3], [5], [9], [10]

Největšími překážkami pro použití a rozšířenou aplikaci těchto materiálů je zejména jejich *křehkost* a nízká tvárnost za pokojové teploty a také prudký pokles pevnosti nad teplotou 600 °C. [3], [5]

Tvárnost těchto slitin za vyšších teplot je naopak velmi dobrá a lze je proto zpracovávat běžnými technologiemi za tepla. [3]

Mechanické vlastnosti, zejména pevnost, tvárnost a odolnost proti opotřebení, svařitelnost a chemickou odolnost lze do značné míry ovlivňovat přidáním legujících prvků a řízením mikrostruktury. [3], [5]

Významným prvkem ovlivňujícím vlastnosti a stavbu struktury těchto slitin je uhlík. Pokud není do slitiny přidáván záměrně, je jeho přítomnost dána především čistotou výchozích materiálů použitých k výrobě intermetalik. V binárních slitinách na bázi *Fe-Al* obsahujících do 27 at. % hliníku vytváří uhlík křehký komplexní karbid *perovskit* Fe_3AlC . Vzroste-li obsahu hliníku nad 35 at. % nachází se uhlík ve struktuře zejména ve formě grafitu. Při obsahu hliníku nad 45 at. % tvoří uhlík s hliníkem vysoce tvrdý, křehký karbid Al_4C_3 . [8]

Pro zvýšení pevnosti, odolnosti proti tečení za vysokých teplot a také tažnosti se u intermetalických slitin na bázi Fe-Al využívá zejména následně uvedených přísadových prvků.

Přísady Cr, Ti, V a Mo zvyšují pevnost slitin svým rozpouštěním v tuhém roztoku. Výsledná struktura se řídí dle ternárního diagramu *Fe-Al-X*, kde *X* je příslušný legující prvek. Nárůst pevnosti pak závisí na množství rozpuštěného prvku a na teplotě. Vhodným příkladem je právě systém *Fe-Al-Cr*, kdy se chrom rozpouští (ve slitinách na bázi Fe_3Al a *FeAl*) v závislosti na obsahu hliníku buď v neuspořádaném α (*Fe, Al*) nebo uspořádaném *FeAl* tuhém roztoku – *Obr. 2.4a*. Chrom v tomto případě zvyšuje pevnost slitiny až do 700 °C při rozpuštění 2 at. % chromu. [11] Přísada chromu rovněž zlepšuje tvárnost těchto slitin za běžné teploty a jejich zkřehnutí vlivem okolního prostředí. [3], [5], [11]

Přísady Ti, V a Mo zvyšují pevnost slitin až do 800 °C při rozpuštění do 4 at. % titanu nebo vanadu, a do 5 at. % molybdenu. [11]

Přísady jako Zr, Ta, Nb a Ti vykazují ve fázích *Fe-Al* omezenou rozpustnost v tuhém stavu a zpevňují je na základě vzniku precipitátů, nejčastěji Lavesových fází. Vzorovým systémem je systém *Fe-Al-Zr*, kde má zirkonium ve fázích *Fe-Al* pouze nepatrnou rozpustnost. V neuspořádaném tuhém roztoku α (*Fe, Al*) vytváří zirkonium Lavesovy fáze, uspořádaný tuhý roztok *FeAl* zpevňuje zirkonium precipitáty fází $(Fe, Al)_{12}Zr$ (τ_1) – Obr. 2.4b. [11]

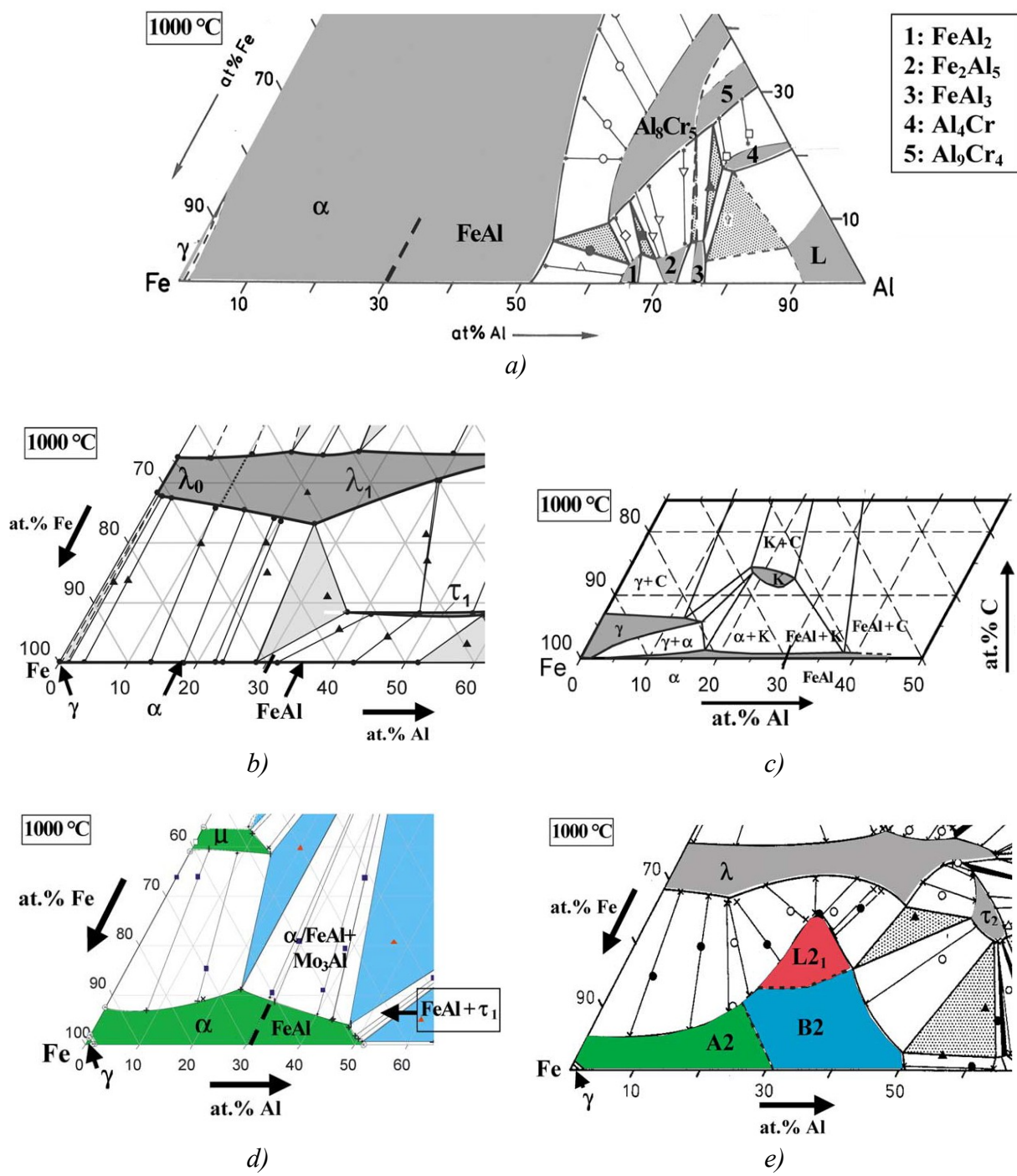
Přísady Ta či Nb rovněž zpevňují slitiny na bázi *Fe-Al* pomocí precipitátů Lavesových fází. [11]

Kromě Lavesových fází mohou ve struktuře vznikat i precipitáty jiných intermetalických fází, jak tomu je např. v systému *Fe-Al-Mo*. Molybden má ve fázích α (*Fe, Al*) a *FeAl* značnou rozpustnost, která roste s rostoucí teplotou. Při ochlazování z vysokých teplot proto mohou v tuhých roztocích α (*Fe, Al*)/*FeAl* vznikat jemné precipitáty další fáze (např. Mo_3Al) – Obr. 2.4c. [11]

Jak bylo uvedeno výše, velký vliv na strukturu a mechanické vlastnosti má uhlík. Přidává-li se do aluminidů železa záměrně, může být dosaženo zpevnění těchto slitin vlivem precipitace karbidů. V intervalu teplot 800 až 1200 °C se v tuhých roztocích α (*Fe, Al*)/*FeAl* vyskytuje uhlík ve formě karbidu Fe_3AlC (fáze κ) a jeho rozpustnost se v tomto teplotním intervalu mění pouze nepatrně – Obr. 2.4d. Pod teplotou 800 °C je však rozpustnost uhlíku značně nižší, což vede při ochlazování ke vzniku jemných jehlicovitých precipitátů κ -fáze na hranicích zrn. [5], [11]

Obecně lze konstatovat, že s rostoucím množstvím precipitátů ve struktuře roste i pevnost, souběžně s tím však klesá tvárnost za normální teploty. [11]

Dalším zmiňovaným mechanismem pro zlepšení mechanických vlastností intermetalik na bázi *Fe-Al* je řízení mikrostruktury. V případě slitin na bázi Fe_3Al se jedná o stabilizaci uspořádané struktury $D0_3$ do vysokých teplot. Toho se dosahuje přidáním prvků zvyšujících teplotu překrytalizace (kritickou teplotu uspořádání T_C) – v tomto případě struktury $D0_3$ (resp. $L2_1$) na strukturu $B2$ (struktura $L2_1$ je ternárním ekvivalentem uspořádané struktury $D0_3$). Vhodným prvkem pro zvýšení teploty T_C u těchto slitin je titan. Při teplotě 1000 °C může být železo substituováno až 25 at. % titanu a díky tomu zůstává uspořádání $D0_3$ ($L2_1$) stabilní až do teploty nad 1200 °C – Obr. 2.4e. Takto uspořádané slitiny pak vykazují v porovnání s ostatními slitinami na bázi *Fe-Al* vysokou pevnost a odolnost proti tečení až do teplot 1100 °C. [5], [11]

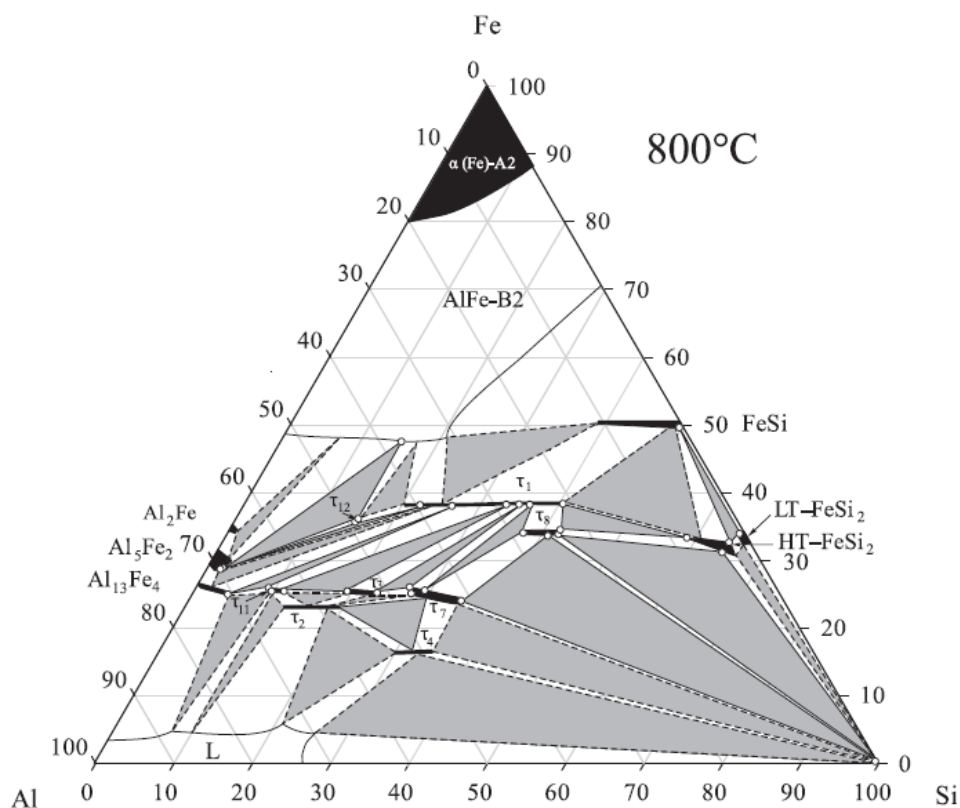


Obr. 2.4abcde. Výřezy ternárních diagramů systému Fe-Al-X; [11]
 a) X = Cr; b) X = Zr; c) X = C; d) X = Mo; e) X = Ti.

Díky výše uvedeným vlastnostem a výhodám (a navzdory popisovaným nevýhodám) našly intermetalické slitiny na bázi *Fe-Al* do dnešní doby mimo jiné uplatnění například pro odporové topné elementy, součásti pecí, části ventilových systémů, výfuková potrubí, výměníky tepla v turbínových systémech, substráty katalyzátorů, kovové spékané filtry pro zplyňování uhlí, držáky pro tepelné zpracování v nauhličujícím prostředí, součásti v petrochemickém průmyslu a aplikacích v prostředí roztavených solí. [9], [10]

2.3 Ternární systém Fe-Al-Si

Jak bylo výše uvedeno, lze vlastnosti intermetalických slitin na bázi *Fe-Al* značně ovlivňovat pomocí přísad. Jedním z prvků, jehož vliv na strukturu a vlastnosti aluminidů železa je stále ve fázi výzkumu, je křemík. Bylo zjištěno [5], že přidavek křemíku zvyšuje pevnost těchto slitin za vysokých teplot, odolnost proti tečení za vysokých teplot a také odolnost proti oxidaci. Ve výzkumu slitiny na bázi FeAl zvané *Pyroferal* byl prokázán vliv křemíku na tvorbu struktury kompozitního typu, s níž jsou spojovány skvělé vysokoteplotní mechanické vlastnosti této slitiny. [8] Další výzkumy [12], uvádí významný vliv křemíku na oxidační odolnost slitin na bázi *Fe-Al*, a to zlepšením ochranného účinku oxidové vrstvy na povrchu materiálu a vznikem jiných oxidačně odolných fází bohatých na křemík pod touto vrstvou. Ternární systém *Fe-Al-Si* (Obr. 2.5) byl již v minulosti předmětem rozsáhlých šetření, a to zejména kvůli komerčnímu významu hliníku a jeho slitin, kdy bylo na železo a křemík nahlíženo jako na nečistoty. [13], [14] Z tohoto pohledu tvoří železo a křemík spolu s hliníkem tvrdé a křehké ternární fáze *Al-Fe-Si*. Značná pozornost byla tedy věnována zejména vrcholu hliníku ternárního diagramu. [15]



Obr. 2.5. Izotermický řez ternárním diagramem Fe-Al-Si při 800 °C. [16]

Ternární systém *Fe-Al-Si* disponuje velkým množstvím binárních a ternárních fází, což zkoumání tohoto systému značně komplikuje. Jednotlivé fáze tohoto systému byly v prvních výzkumech označeny a popsány, nicméně oblasti jejich výskytu a chemické složení těchto fází se často lišily v závislosti na autorovi. Další výzkumy až do současnosti se proto důsledně zabývaly přezkoumáváním a ověřováním dříve publikovaných výsledků.

Z takovýchto prací je možno uvést např. rozsáhlý výzkum S. P. Gupty s T. Maitrou, kteří zkoumali fázovou rovnováhu v systému *Fe-Al-Si* v různých teplotních oblastech (1020 až 1115 °C a 600 až 900 °C). Výsledkem jejich prací [13], [17] bylo potvrzení výskytu devíti ternárních intermetalických fází (τ_1 , τ_2 , τ_3 , τ_4 , τ_5 , τ_6 , τ_7 , τ_9 a τ_{10}) a ověření, popř. upřesnění jejich chemického složení za příslušné teploty (τ_1 (1100 °C) = Fe_2Al_2Si , τ_2 (1100 °C) = $Fe_2Al_5Si_2$, atd.), a rovněž potvrzení výskytu binárních intermetalických fází (θ , η , ζ , ε , β_1 a β_2) s malou rozpustností křemíku. U všech binárních intermetalik na bázi *Fe-Al* byla v omezené míře pozorována substituce atomů hliníku atomy křemíku.

Další rozsáhlou prací zabývající se revizí a zkoumáním ternárního systému *Al-Fe-Si* je práce M. C. J. Markera et al. [16], kde byl výše uvedený ternární systém zkoumán v izotermických řezech při teplotách 800 a 900 °C. Použita byla řada dostupných analytických

metod materiálového inženýrství. Výsledkem provedeného výzkumu bylo objevení nové vysokoteplotní fáze τ_{12} s chemickým složením $Al_{48}Fe_{36}Si_{16}$, stabilní v teplotním intervalu 720 až 1005 °C. Mimo jiné byly popsány mřížkové parametry triklinické ternární fáze τ_1 či podrobně zkoumána vysokoteplotní modifikace binární fáze $FeSi_2$ (*HT-FeSi₂*, resp. ζ_a). Další výsledky zmiňovaného výzkumu byly ve velmi dobré shodě s publikovanými výsledky jiných do té doby zveřejněných prací.

Další oblastí současného výzkumu týkajícího se systému *Fe-Al-Si* je zkoumání možností přípravy intermediálních fází na bázi *Fe-Al-Si* pomocí *reaktivní sinterace*. Jedná se o metodu práškové metalurgie, kdy se pomocí exotermických chemických reakcí při slinování vytváří z prášků příslušných složek (nebo jejich slitin) jejich chemické sloučeniny, v tomto případě intermediární fáze. [2]

Výzkum P. Nováka et al. [2] se zabýval možnostmi přípravy slitin na bázi *Fe-Al-Si* tvořených intermediárními fázemi tohoto systému pomocí reaktivní sinterace s ohledem na kompaktnost a minimalizaci pórovitosti vzniklého materiálu. Mimo jiné byl zkoumán vliv křemíku na průběh reaktivní sinterace a na mikrostrukturu výsledného materiálu. Výsledkem bylo prokázání možnosti přípravy slitin s obsahem 15 až 25 hm. % křemíku a 20 až 25 hm. % hliníku s pórovitostí nižší než 8 obj. % při teplotě reaktivní sinterace 950 °C. Strukturu těchto materiálů tvoří ternární intermediární fáze *AlFeSi* v matici *Al₂FeSi*. Tvrdost těchto materiálů se pohybuje v rozmezí 750 až 900 HV1, kdy s rostoucím obsahem křemíku tvrdost roste a naopak klesá s rostoucím obsahem hliníku. Pomocí *DTA analýzy* bylo prokázáno, že křemík ovlivňuje mechanismus reakce hliníku s železem, a to snížením reakční aktivity hliníku.

Další rozsáhlá práce P. Nováka et al. [18] se zabývala tvorbou intermediálních fází na bázi *Fe-Al-Si* pomocí reaktivního slinování při zvýšené slinovací teplotě 1100 °C. Důvodem byla zjištění z předešlých výzkumů, že slinovací teplota má značný vliv na fázové složení a mikrostrukturu výsledného materiálu, což zmiňovaná práce potvrzuje. Jejím výsledkem je zjištění, že při zvýšené slinovací teplotě (1100 °C) a obsahu křemíku do 10 hm. % tvoří výslednou strukturu materiálu binární fáze na bázi *Fe-Al*, v nichž je křemík rozpuštěn. Další zvyšování obsahu křemíku (nad 10 hm. %) vede ve struktuře k tvorbě silicidu *FeSi* a ternární fáze *Al₂Fe₃Si₃*. S rostoucím obsahem křemíku roste i tvrdost materiálu, pravděpodobně vlivem přítomnosti křehkého silicidu *FeSi*, naopak odolnost vůči opotřebení klesá. Nejvyšší odolnosti proti opotřebení bylo dosaženo u slitiny *FeAl30Si10* s jednofázovou *FeAl* strukturou.

3 Experimentální metody

3.1 Metody studia struktur

3.1.1 Optická mikroskopie

Optická mikroskopie patří k základním zprostředkovatelům obrazu struktury zkoumaného materiálu.

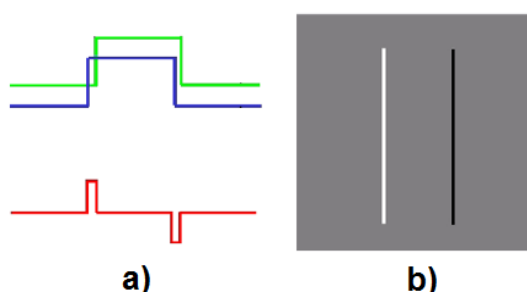
Přístrojem pro pozorování metalografických vzorků pomocí optické mikroskopie je metalografický mikroskop. Světelné paprsky ze zdroje světelného záření prochází postupně optickou soustavou mikroskopu: dopadají na pozorovaný vzorek, odráží se od něj a přes okulár dopadají na oko pozorovatele, případně na CCD snímač kamery.

3.1.2 Diferenciální interferenční kontrast

Pro zvýšení optického kontrastu lze využít metodu *diferenciálního interferenčního kontrastu* (DIC) dle Nomarského.

Principem metody diferenciálního interferenčního kontrastu je vytvoření dvou shodných, navzájem však nepatrně posunutých (diferenciálních), obrazů povrchu vzorku. Složením (interferencí) těchto diferenciálních obrazů vzniká diferenciální interferenční kontrast. [19] Vzájemně nepatrně posunuté (diferenciální) obrazy povrchu vzorku vznikají díky průchodu polarizovaného světla speciálně upraveným optickým *Nomarského hranolem*.

Interferenci diferenciálních obrazů a vznik optického reliéfu znázorňuje obrázek 3.1ab.



Obr. 3.1ab. Princip diferenciálního interferenčního kontrastu [19];
a) interference diferenciálních obrazů;
b) výsledný obraz s optickým reliéfem.

3.1.3 Rastrovací elektronová mikroskopie

Rastrovací (skenovací) elektronová mikroskopie využívá k zobrazení povrchu vzorku a jeho strukturních částic proudy elektronů urychlených vysokým (urychlovacím) napětím, procházejících soustavou *elektromagnetických čoček* a dopadajících napovrch pozorovaného vzorku, s nímž interagují. Hloubka a šířka interakční oblasti dopadajících *primárních elektronů* je dána velikostí urychlovacího, s rostoucím urychlovacím napětím je hlubší, ale užší. Po svém dopadu na zkoumaný vzorek je ze vzorku generováno množství signálů, jako jsou (mimo jiné) *sekundární elektrony (SE)*, *zpětně odražené elektrony (BSE)*, *Augerovy elektrony* nebo *charakteristické rentgenovo záření*. Každý ze signálů je potom snímán příslušným detektorem a přináší informace o vlastnostech pozorovaného vzorku.

Sekundární elektrony jsou emitovány z malé hloubky pod povrchem materiálu vzorku a poskytují informace i topografii vzorku. Detektorem SE je např. Everhat-Thornleyho detektor. [20]

Zpětně odražené elektrony interagují se vzorkem ve větší hloubce pod povrchem oproti SE, a nesou s sebou informace o průměrném chemickém složení (čím světlejší stupeň šedi zprostředkovaného obrazu, tím vyšší střední protonové číslo detekované oblasti vzorku) a zprostředkovávají tedy tzv. materiálový kontrast. [20]

3.1.4 Energiově disperzní analýza (EDX)

Energiově disperzní analýza využívá signálu *charakteristického rentgenova záření*. Charakteristické rentgenovo záření je generováno přechody elektronů atomů zkoumaného vzorku z vyšších *energetických hladin* na nižší (energetické hladiny K, L, M). Tyto přechody jsou způsobeny vyražením elektronu z nižší energetické hladiny elektronem primárního svazku. Opustí-li elektron své místo na hladině s nižší energií, je jeho místo zaplněno jiným elektronem z hladiny s vyšší energií. Při přechodu elektronu z vyšší na nižší energetickou hladinu dochází k vyzáření charakteristického rentgenova záření. Každý chemický prvek vyzařuje vlastní specifické (charakteristické) záření. Je-li toto charakteristické rentgenovo záření detekováno EDS detektorem, zprostředkovává kvalitativní a do značné míry i kvantitativní informace o chemickém složení pozorovaného vzorku. [20]

3.2 Dilatometrie

Podstatou dilatometrie je měření *změny rozměru vzorku v závislosti na teplotě*. Během dilatometrických měření se využívá faktu, že fázové změny ve struktuře materiálu jsou

obvykle doprovázeny změnami v objemu materiálu, čemuž odpovídá i příslušná změna délky. [21], [22]

Zaznamenává-li se průběh změn rozměru zkoumaného materiálu během jeho ohřevu či ochlazování (tedy v závislosti na teplotě), lze ze změn průběhu výsledné dilatační křivky určit teploty fázových přeměn daného materiálu, či zkoumat kinetiku fázových přeměn kovů a jejich slitin [22]. Z výsledků dilatometrických měření lze stanovit koeficienty lineární délkové teplotní roztažnosti – CTE (Coefficient of Thermal Expansion) [K⁻¹], což je důležitá fyzikální vlastnost každého materiálu.

Hodnota *koeficientu délkové teplotní roztažnosti* CTE se vypočítá ze vztahu

$$CTE = \frac{l_T - l_0}{T - T_0} \cdot \frac{1}{l_0} , \quad (1)$$

kde l_0 [mm] je délka vzorku při počáteční teplotě T_0 [°C] a l_T [mm] je délka vzorku při teplotě T [°C]. [21]

Metody měření dilatace se rozdělují do dvou skupin, a to na *absolutní* a *relativní*.

U *absolutních* metod dochází k přímému měření délky pozorovaného vzorku v závislosti na teplotě. Absolutní metody se vyznačují vysokou přesností (citlivostí), která se pohybuje v desítkách nm, u nejcitlivějších přístrojů činí pouze 5 nm. [22], vyznačují se však rovněž velkou zdlouhavostí. [21]

Relativní metody jsou založeny na porovnávání změny délky měřeného vzorku se změnou délky jiného referenčního materiálu, čehož využívá např. push-rod dilatometr. Citlivost relativních dilatometrů se pohybuje v širokém rozmezí mezi 10 a 2000 nm. Relativní dilatometry se vyznačují oproti absolutním relativně jednoduchou konstrukcí a také možností měření vzorků rozlišných tvarů; jedná se o vysoce výkonné přístroje pro měření kinetiky fázových přeměn. [22].

4 Experimentální část

4.1 Zkoumané materiály

Zkoumané slitiny byly připraveny na VŠB-TU Ostrava. Výchozími surovinami pro jejich přípravu bylo *Fe* – AREMA (max. 0,05 hm. % C), *Al* o čistotě 99,995 %, *Si* o čistotě 99,9 % a *Cr* o čistotě 99,9 %. Slitiny byly taveny ve vakuové peci při absolutním tlaku nižším než 6 Pa. Chemické složení připravených slitin a jejich následné značení jsou uvedeny v tabulce 4.1.

Tab. 4.1. Chemické složení a značení zkoumaných slitin.

| Označení materiálu | Složení slitin | | | | | | |
|--------------------|----------------|---------|---------|---------|---------|---------|-------------|
| | Al | | Cr | | Si | | Fe |
| | [at. %] | [hm. %] | [at. %] | [hm. %] | [at. %] | [hm. %] | [at./hm. %] |
| slitina 1 | 28 | 16,74 | 3,5 | 4,03 | 5 | 3,11 | do celku |
| slitina 2 | 28 | 16,84 | 3,5 | 4,05 | 10 | 6,26 | do celku |
| slitina 3 | 28 | 16,79 | – | – | 10 | 6,24 | do celku |

Z každé slitiny byly připraveny celkem čtyři metalografické vzorky, a to pro stav po odlití a pro stavy tepelně zpracované žháním při 1000 °C po dobu 2, 24 a 100 h.

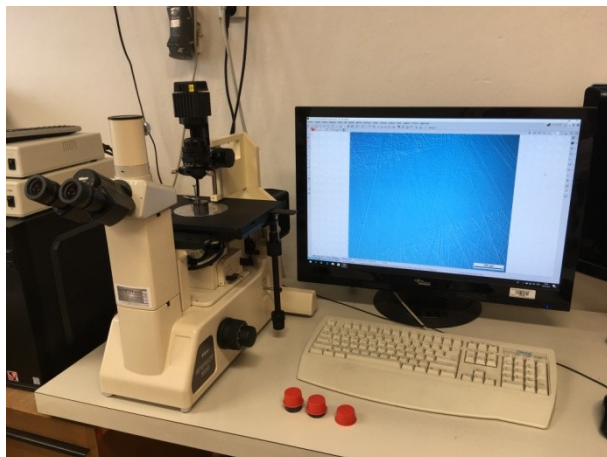
Vzorky zkoumaných slitin byly připraveny standardním postupem přípravy metalografických vzorků – *broušením* na diamantových brusných kotoučích odpovídajících zrnitosti # 120, # 500, # 1200, dále *leštěním* diamantovými suspenzemi 9 μm, 3 μm a 1 μm. Finálním krokem bylo leštění oxidickou leštící suspenzí *OP-S*.

Pozorování vzorků bylo prováděno na *metalografickém optickém mikroskopu* Nikon Epiphot 200 s 15MPx kamerou (*Obr. 4.1a*). Při pozorování byla využívána metoda diferenciálního interferenčního kontrastu. Při pořizování a zpracovávání snímků struktury byl použit program Nis-Elements, verze 4.6.

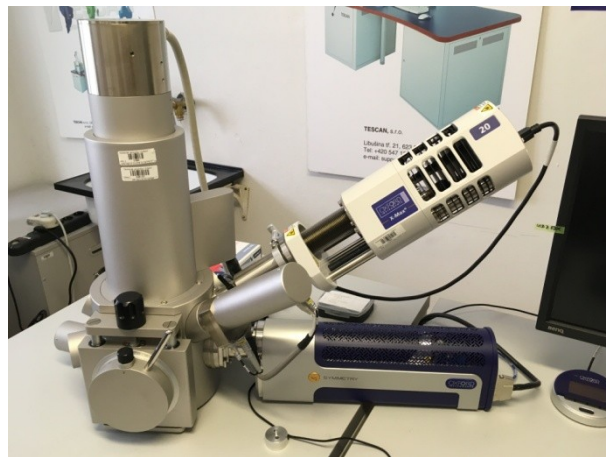
Vzorky slitin byly dále pozorovány a analyzovány prostřednictvím *elektronového mikroskopu* Tescan SBH (*Obr. 4.1b*). Analýzy chemického složení byly vyhodnocovány v programu AZtec, verze 3.

Z důvodu objevení velmi malých strukturních částic ve zkoumaných slitinách bylo nutno jejich pozorování a částečnou analýzu provést na elektronovém mikroskopu Zeiss Ultra

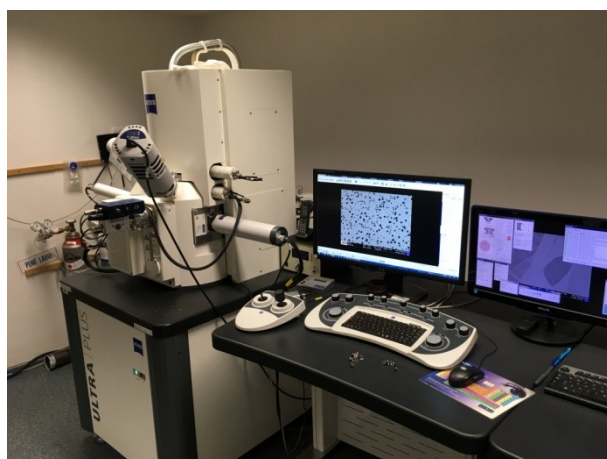
Plus (Obr. 4.1c). Analýzy chemického složení byly opět prováděny v programu AZtec, verze 3.



a)



b)



c)

Obr. 4.1abc. Použité přístroje;

a) optický metalografický mikroskop Nikon Epiphot 200;

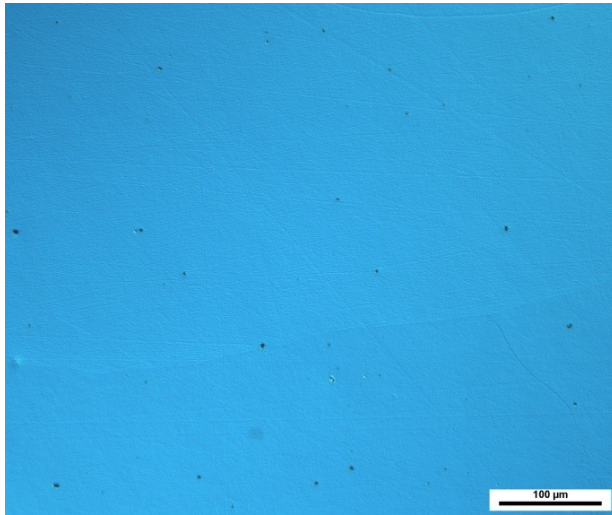
b) elektronový mikroskop Tescan SBH;

c) elektronový mikroskop Zeiss Ultra Plus.

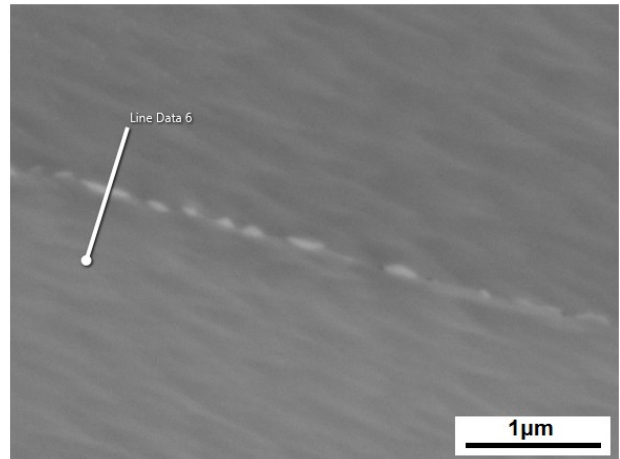
4.2 Struktura zkoumaných materiálů

4.2.1 Slitina 1 – stav po odlití

Při zkoumání struktury slitiny 1 ve stavu po odlití byly ve struktuře pozorovány jednak nečistoty (Obr. 4.2) a jednak drobné částice vyloučené po hranicích zrn (Obr. 4.3).

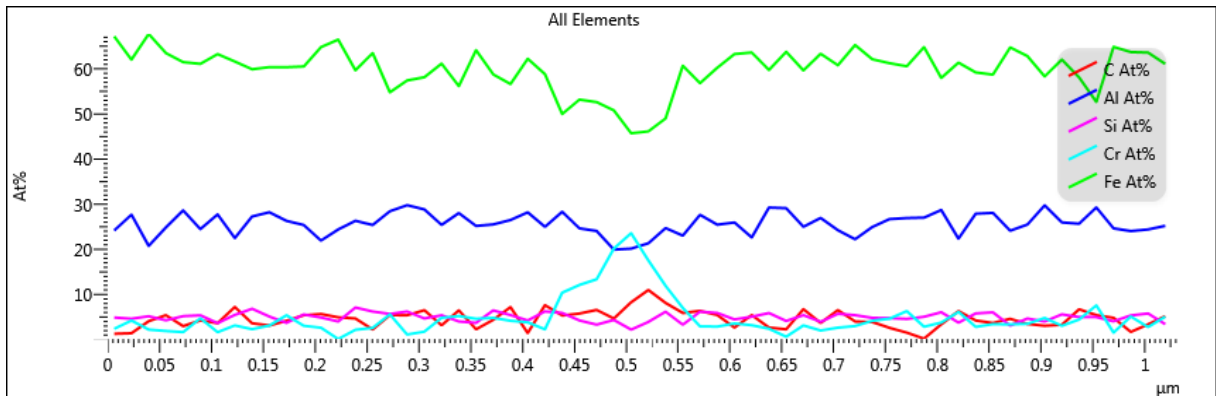
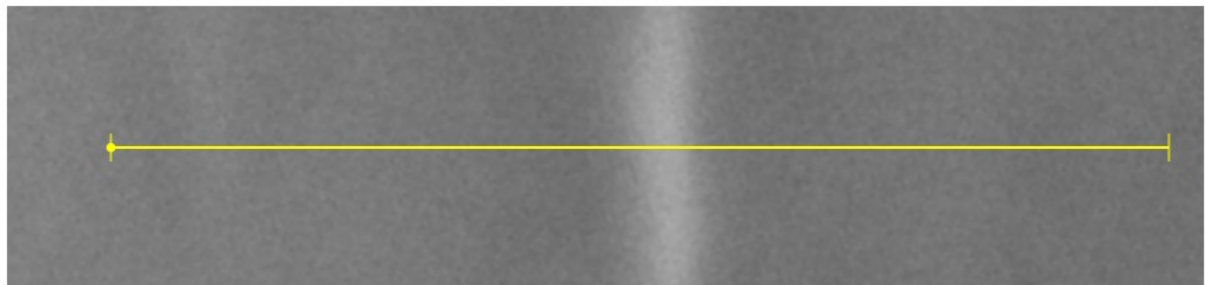


Obr. 4.2. Slitina 1; stav po odlití, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.



Obr. 4.3. Slitina 1; stav po odlití, detail hranice zrn s částicemi, SEM, SE, 10 kV.

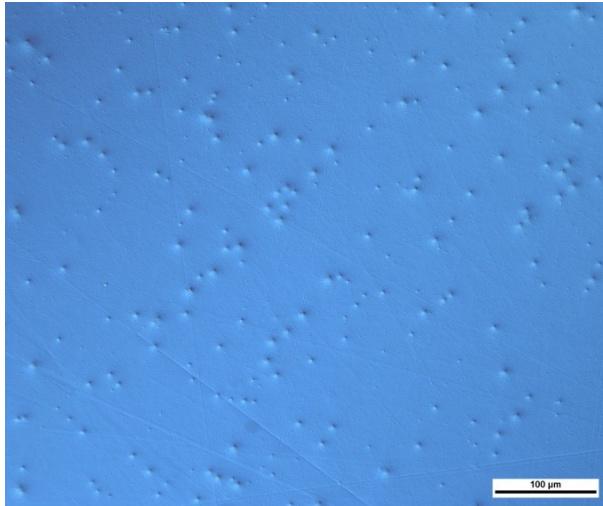
Po provedení EDX analýzy (Obr. 4.4) lze konstatovat, že tyto částice obsahují zvýšený obsah chromu a mírně zvýšený obsah uhlíku. S největší pravděpodobností by se tedy mohlo jednat o karbidy chromu.



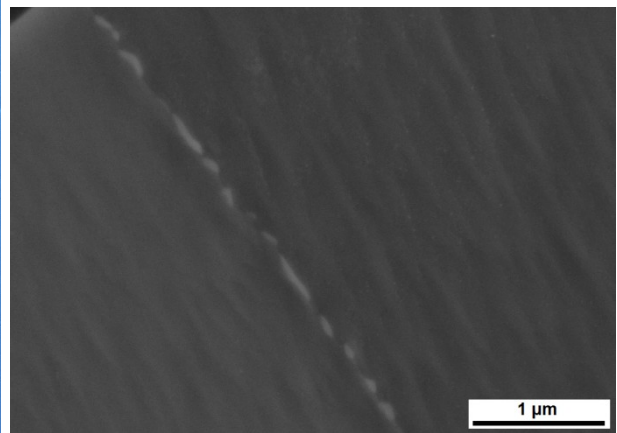
Obr. 4.4. Slitina 1, stav po odlití – SEM/EDX analýza; linie chemického složení přes hranici zrn.

4.2.2 Slitina 1 – žiháno 2 h/1000 °C

Po žihání slitiny 1 při 1000 °C po dobu 2 h byly po hranicích zrn pozorovány částice stejného typu, jako ve stavu po odlití. Tyto částice jsou vidět na *obrázku 4.6*. Přítomnost nečistot je patrná z *obrázku 4.5*.



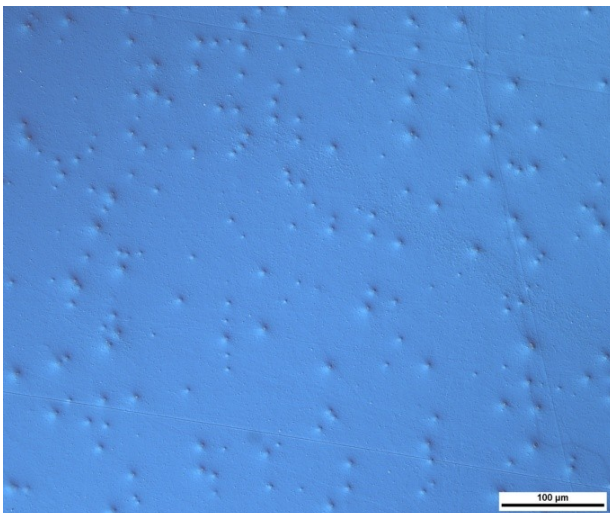
Obr. 4.5. Slitina 1; žiháno 2 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.



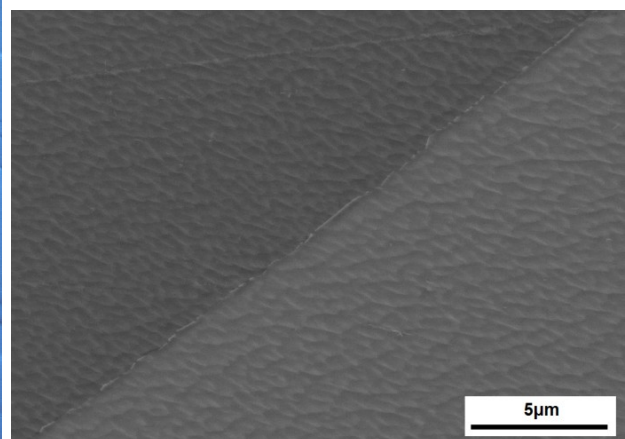
Obr. 4.6. Slitina 1; žiháno 2 h/1000 °C, jemné částice po hranicích zrn, SEM, SE, 10 kV.

4.2.3 Slitina 1 – žiháno 24 h/1000 °C

Výše popsané částice vyloučené po hranicích zrn zůstávají stabilní i po žihání při 1000 °C po dobu 24 h.



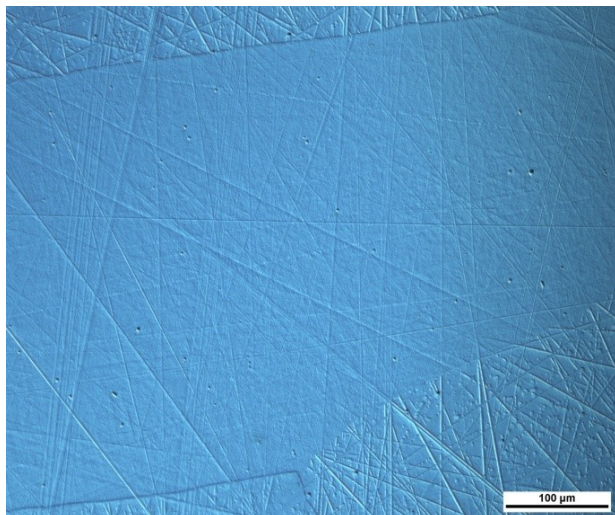
Obr. 4.7. Slitina 1; žiháno 24 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.



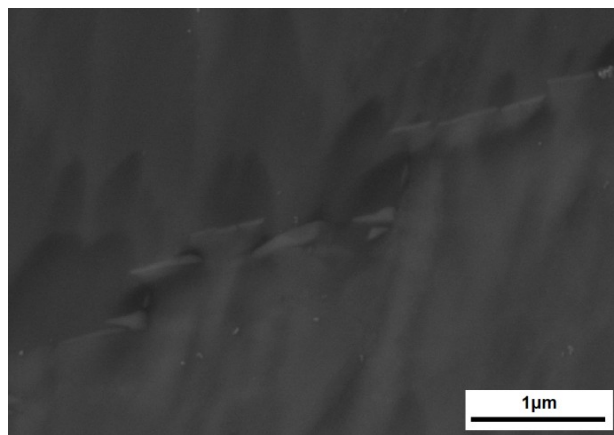
Obr. 4.8. Slitina 1; žiháno 24 h/1000 °C, hranice zrn s částicemi, SEM, SE, 10 kV.

4.2.4 Slitina 1 – žiháno 100 h/1000 °C

Po žihání slitiny 1 při 1000 °C po dobu 100 h jsou na hranicích zrn stále pozorovány vyloučené částice popsané výše, avšak s ohledem na jejich menší rozměry oproti předchozím stavům lze usuzovat na jejich částečné rozpouštění – viz *Obr. 4.10*.

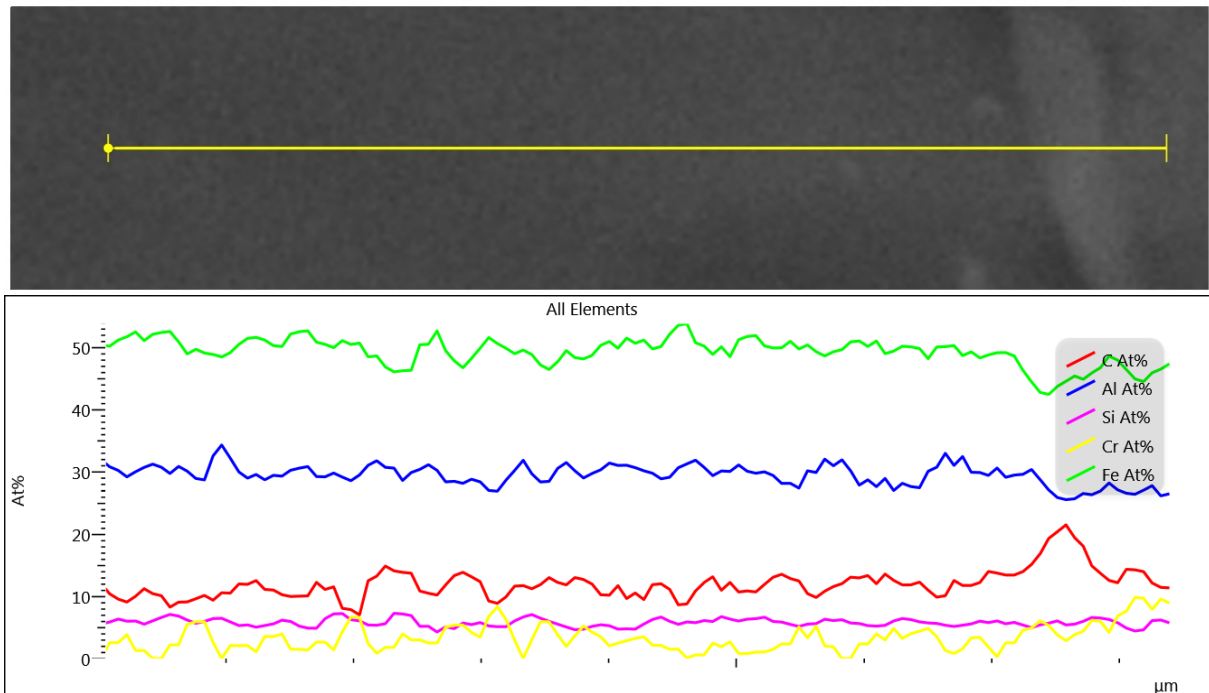


Obr. 4.9. Slitina 1; žiháno 100 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.



Obr. 4.10. Slitina 1; žiháno 100 h/1000 °C, detail hranice zrn s částicemi, SEM, SE, 10 kV.

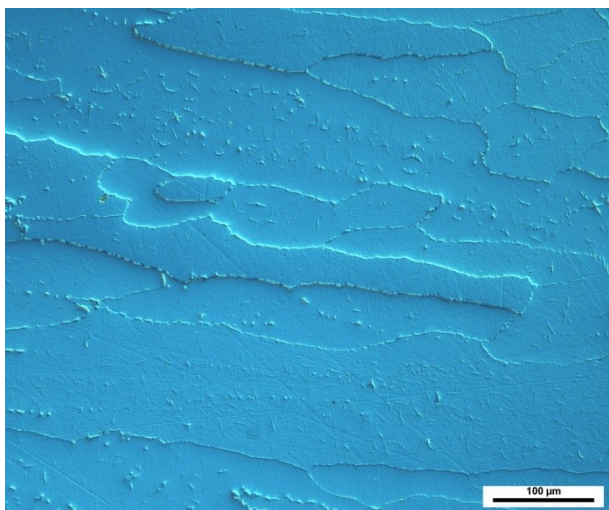
Na obrázku 4.11 je zobrazen záznam EDX analýzy z něhož je patrné, že se popisované částice na hranicích zrn stále nachází.



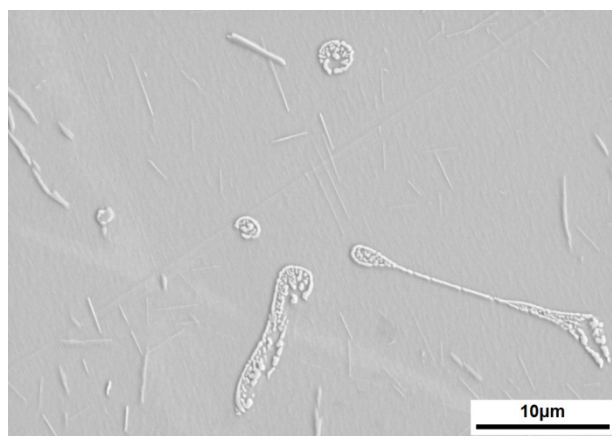
Obr. 4.11. Slitina 1, žháno 100 h/1000 °C – SEM/EDX analýza; linie chemického složení přes hranici zrn.

4.2.5 Slitina 2 – stav po odlití

Ve slitině 2 lze ve stavu po odlití pozorovat četné množství odlišných fází. Ve struktuře se nachází jednak poměrně masivní částice vyloučené po hranicích zrn, ale i v jejich celém objemu (Obr. 4.12, Obr. 4.14a – označené jako *částice 1* a *částice 2*), dále oblasti eutektického vzhladu (Obr. 4.13, Obr. 4.14a – označené jako *fáze 1*) a rovněž částice jehlicovitého vzhladu různých velikostí (Obr. 4.13, Obr. 4.14a – označené jako *jehlice*).

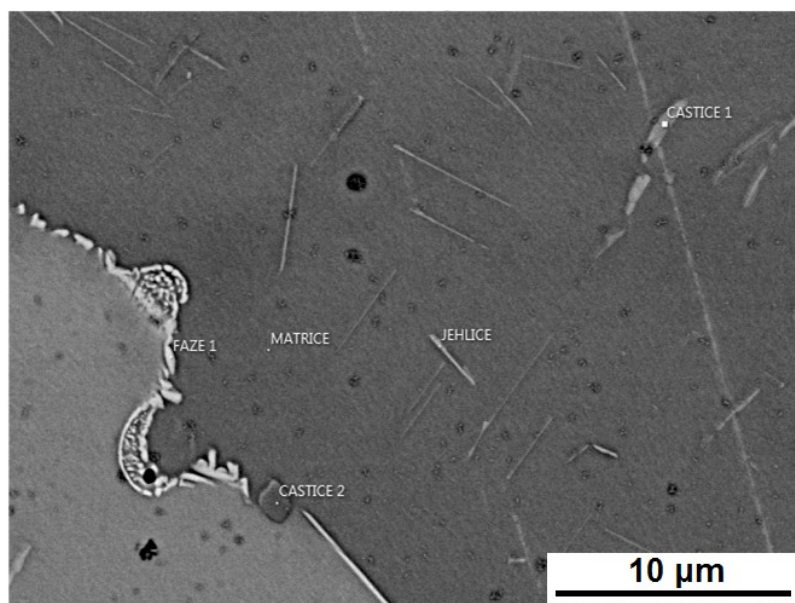


Obr. 4.12. Slitina 2; stav po odlití, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.

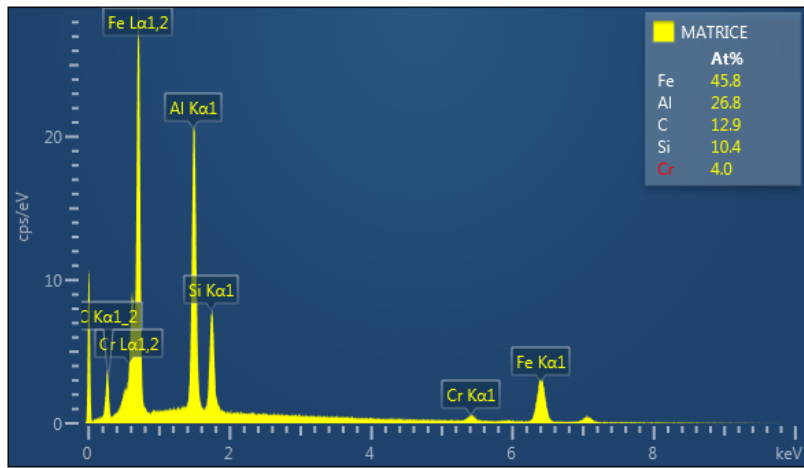


Obr. 4.13. Slitina 2; stav po odlití, struktura slitiny – detail, SEM, SE, 10 kV.

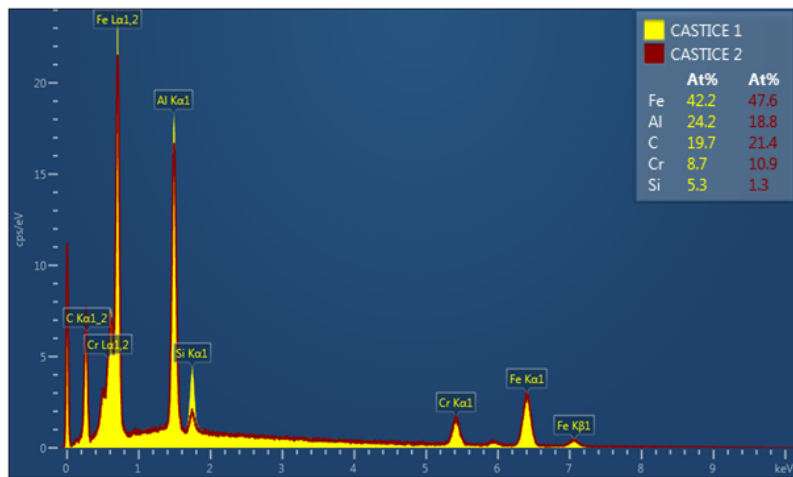
Na obrázku 4.14a lze pozorovat charakteristické fáze struktury slitiny 2. Obrázky 4.14b až e zobrazují výsledky EDX analýzy těchto fází. Z výsledků je patrné, že ve slitině se nachází oproti nominálnímu složení zvýšený obsah uhlíku. Vzniklé fáze jsou pak tvořeny právě uhlíkem spolu s dalšími složkami slitiny, zejména chromem a železem, jak tomu nasvědčují výsledky EDX analýzy. Je třeba uvést, že výsledky EDX analýzy vypovídají o chemickém složení drobnějších částic s omezenou přesností, neboť vlivem jejich malých rozměrů dochází k ovlivňování detekovaného signálu maticí.



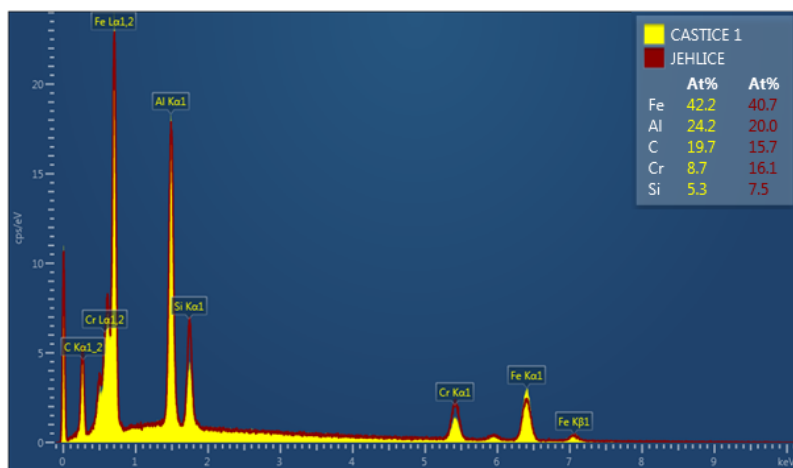
a)



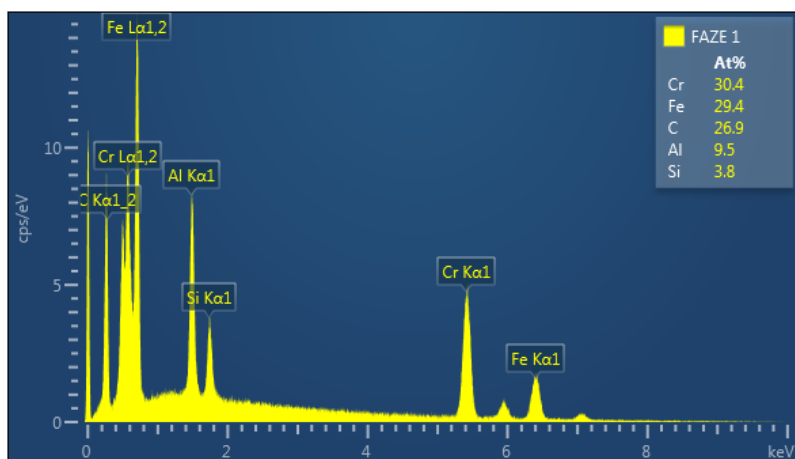
b)



c)



d)



e)

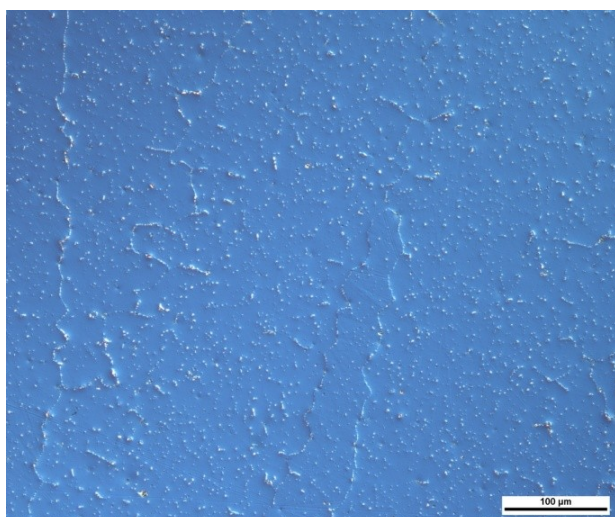
Obr. 4.14abcde. Slitina 2, stav po odlití – SEM/EDX analýza;

a) struktura;

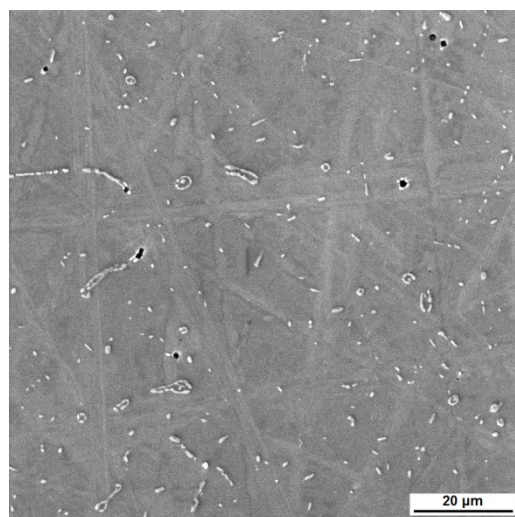
b) až e) spektra chemického složení jednotlivých fází.

4.2.6 Slitina 2 – žiháno 2 h/1000 °C

Po žihání při 1000 °C po dobu 2 h vykazuje slitina 2 značnou redukci částic. Ve struktuře byly již pozorovány pouze masivní částice – jedná se o masivní částice stejného typu jako ve stavu po odlití; rovněž lze usuzovat, že došlo ke koagulaci oblastí eutektického vzhledu, popsaných také již ve stavu po odlití (Obr. 4.15 a Obr. 4.16). Drobné jehlice již nebyly ve struktuře pozorovány a lze usuzovat na jejich rozpuštění.



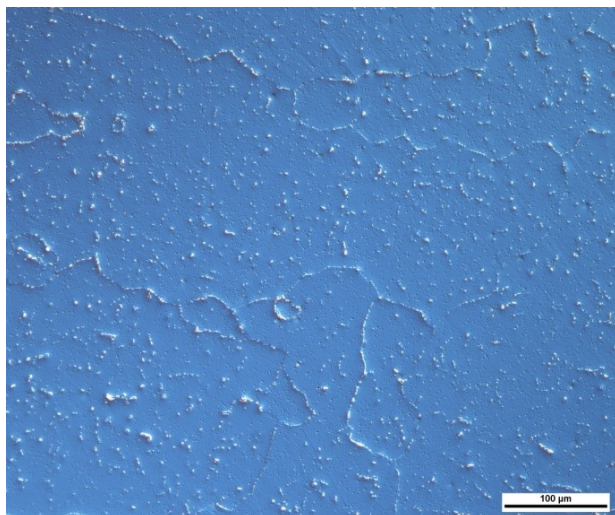
Obr. 4.15. Slitina 2; žiháno 2 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.



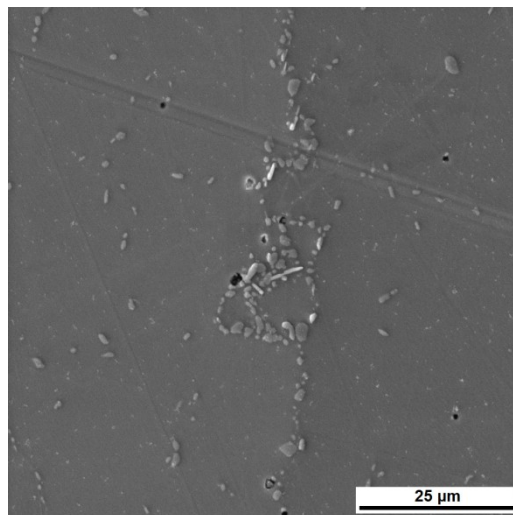
Obr. 4.16. Slitina 2; žiháno 2 h/1000 °C, struktura slitiny, SEM, SE, 20 kV.

4.2.7 Slitina 2 – žiháno 24 h/1000 °C

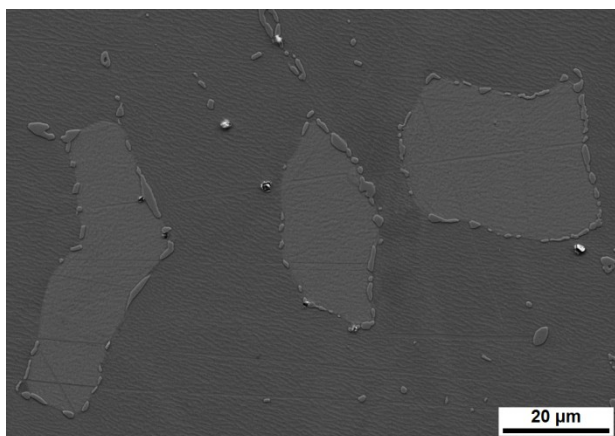
Po žihání slitiny 2 při 1000 °C po dobu 24 h lze usuzovat, že došlo k mírnému zhrubnutí jejích částic, a to zejména po hranicích zrn (*Obr. 4.18 a Obr. 4.19*).



Obr. 4.17. Slitina 2; žiháno 24 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.



Obr. 4.18. Slitina 2; žiháno 24 h/1000 °C, struktura slitiny, SEM, SE, 20 kV.

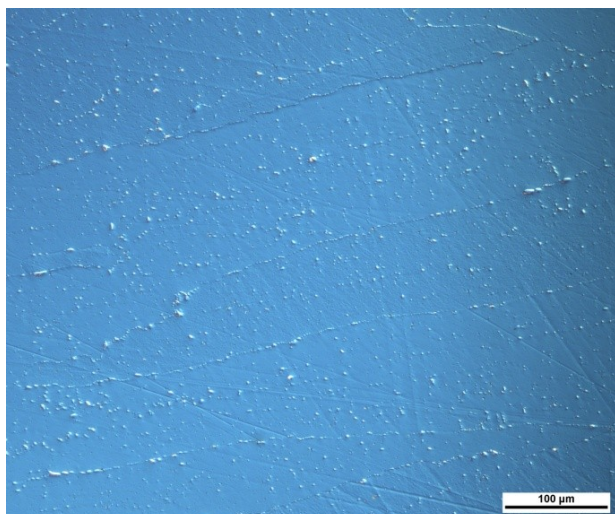


Obr. 4.19. Slitina 2; žiháno 24 h/1000 °C, částice po hranicích zrn, SEM, SE, 10 kV.

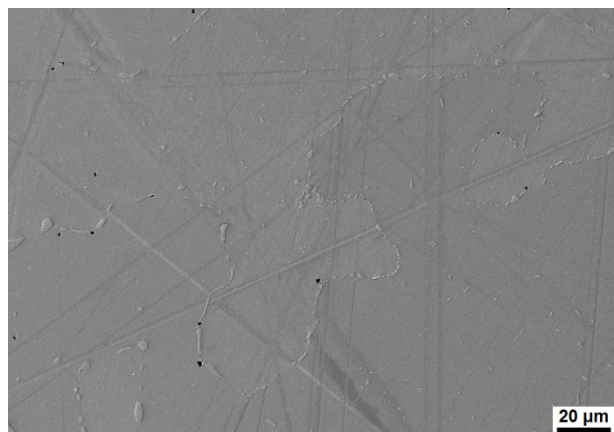
4.2.8 Slitina 2 – žiháno 100 h/1000 °C

Po dlouhodobém žihání při 1000 °C po dobu 100 h lze u slitiny 2 pozorovat další nárůst rozměrů částic, a to zejména po hranicích zrn (*Obr. 4.22*). V objemu zrn se částice oproti předchozím stavům vyskytují s nižší četností.

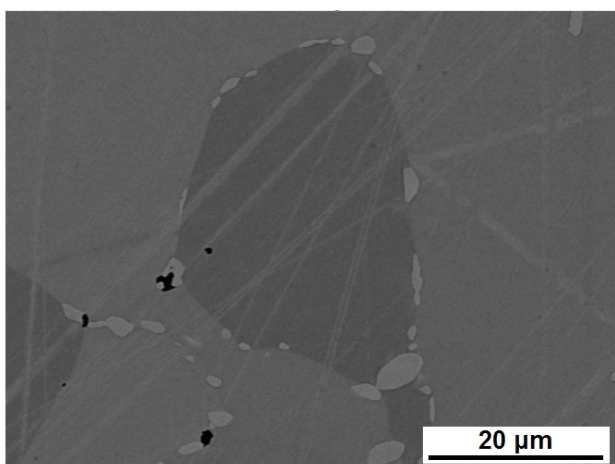
Zmiňované částice byly podrobeny EDX analýze, jejíž výsledky ukazuje *obrázek 4.24*.



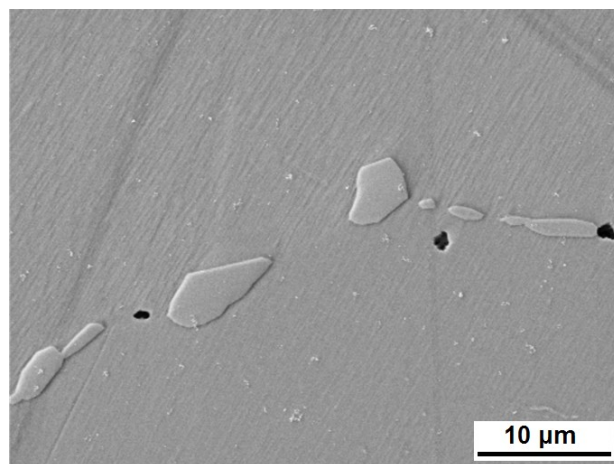
Obr. 4.20. Slitina 2; žiháno 100 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.



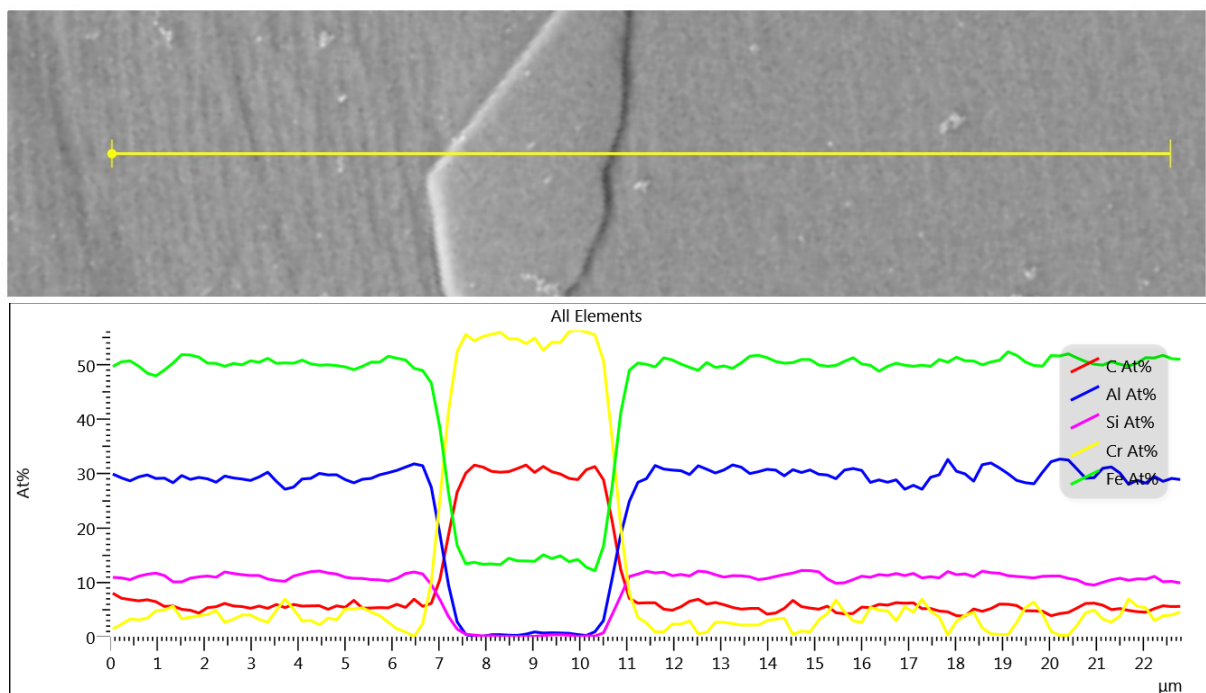
Obr. 4.21. Slitina 2; žiháno 100 h/1000 °C, struktura slitiny, SEM, SE, 10 kV.



Obr. 4.22. Slitina 2; žiháno 100 h/1000 °C, struktura slitiny – detail, SEM, SE, 10 kV.



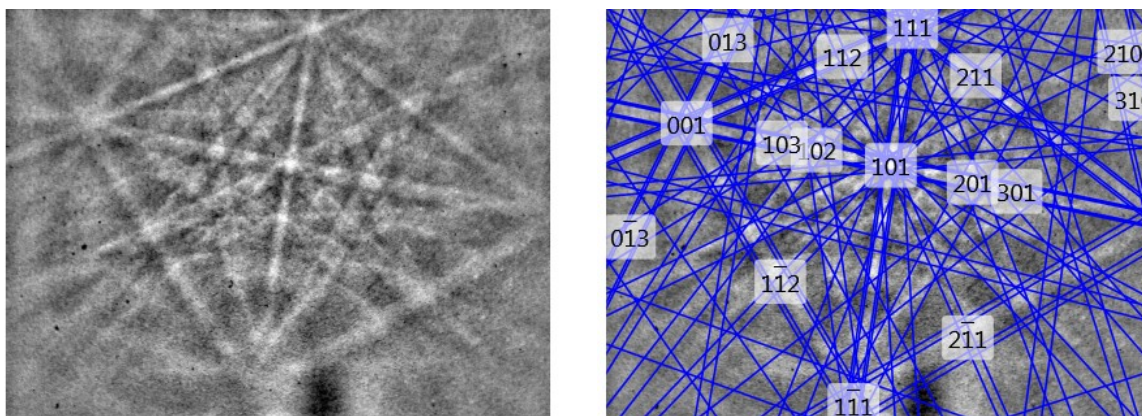
Obr. 4.23 Slitina 2; žiháno 100 h/1000 °C, detail masivních částic analyzovaných prostřednictvím EBSD, SEM, SE, 10 kV.



Obr. 4.24. Slitina 2, žiháno 100 h/1000 °C – SEM/EDX analýza;
linie chemického složení přes částice ve struktuře.

Z výsledků EDX analýzy je poměrně dobře patrné chemické složení pozorovaných částic. Na základě těchto informací bylo možno pomocí EBSD analýzy určit, o jakou fázi se pravděpodobně jedná.

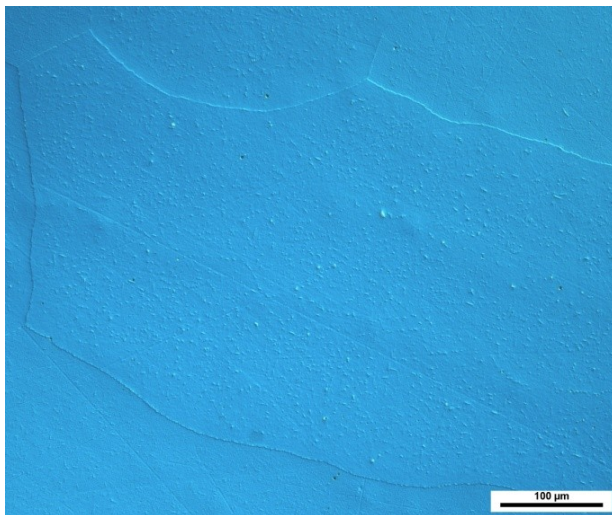
Zkoumaná fáze byla s vysokou pravděpodobností identifikována jako *komplexní karbid* $Cr_{19}Fe_4C_6$ s kubickou krystalovou mřížkou a mřížkovým parametrem $a = 1,062 \text{ nm}$. Kikuchiho linie této fáze jsou na obrázku 4.25ab.



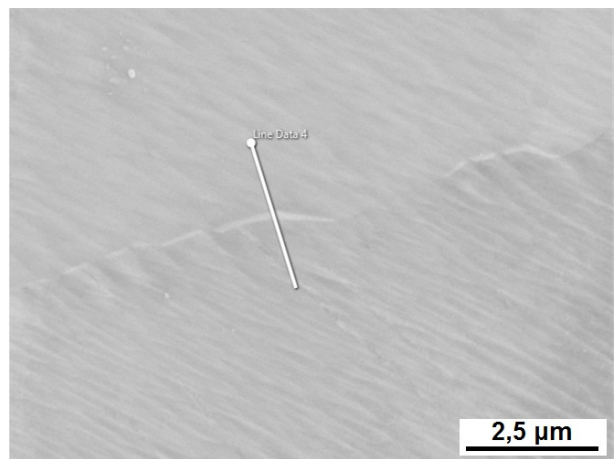
Obr. 4.25ab. Kikuchiho linie identifikované fáze pomocí EBSD;
a) Kikuchiho linie;
b) identifikace fáze.

4.2.9 Slitina 3 – stav po odlití

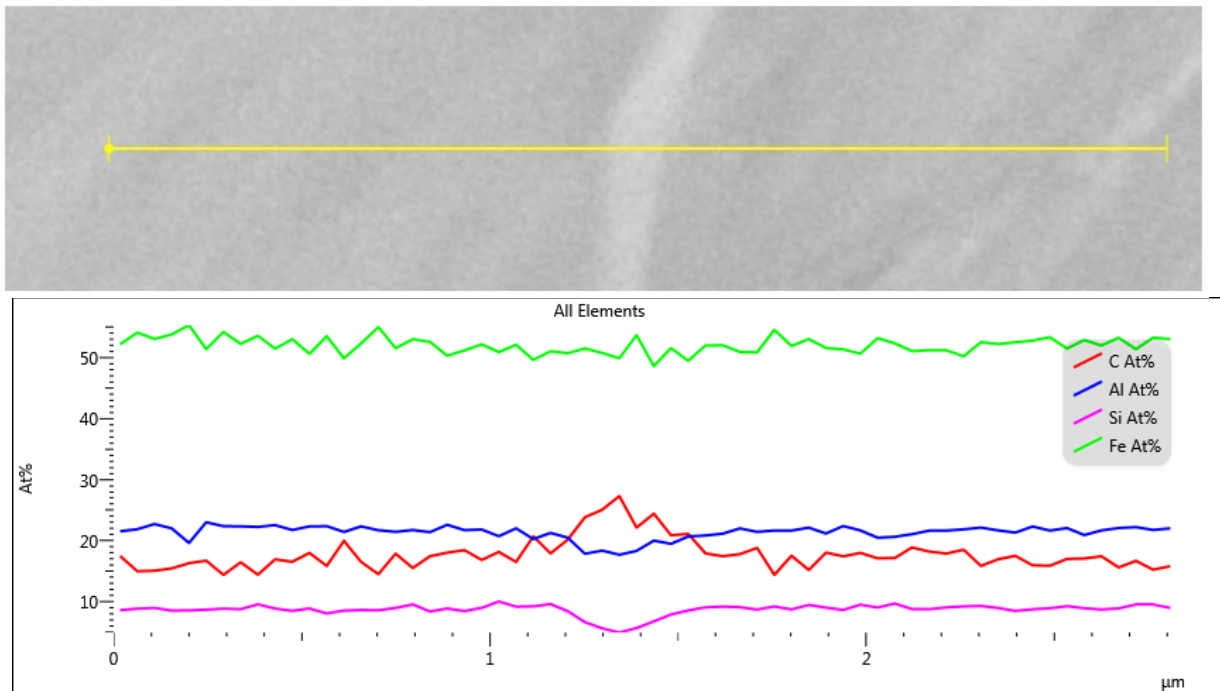
U slitiny 3 byly ve stavu po odlití pozorovány jednak nečistoty, obdobně jako u slitiny 1, a dále velmi drobné částice (o rozměrech desítek nm) vyskytující se na hranicích zrn, jak je možno vidět na *obrázku 4.27*. Výsledky EDX analýzy této fáze předkládá *obrázek 4.28*. Ve struktuře slitiny 3 bylo pozorováno také menší množství velmi drobných útvarů jehlicovitého tvaru distribuovaných rovnoměrně v celém objemu, avšak pozorovatelných již s obtížemi, na hranici rozlišitelnosti mikroskopu.



*Obr. 4.26. Slitina 3, stav po odlití,
leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.*



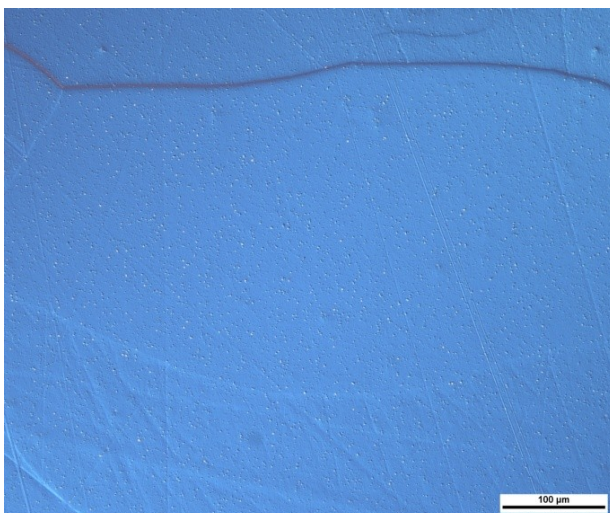
*Obr. 4.27. Slitina 3; stav po odlití,
hranice zrn,
SEM, SE, 10 kV.*



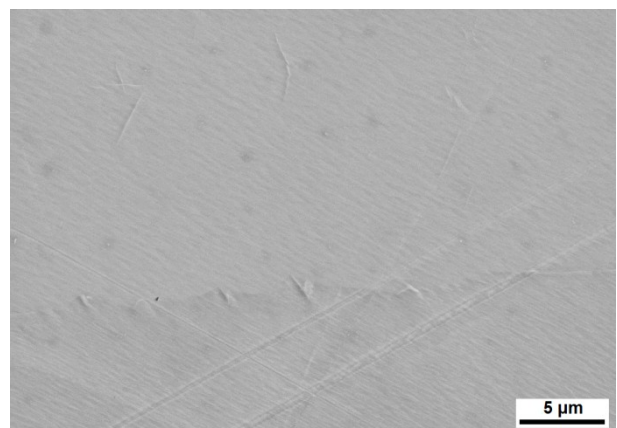
Obr. 4.28. Slitina 3, stav po odlití – SEM/EDX analýza;
linie chemického složení přes hranici zrn.

4.2.10 Slitina 3 – žiháno 2 h/1000 °C

Po žihání slitiny 3 při 1000 °C po dobu 2 h jemné jehlicovité částice na hranici rozlišitelnosti mikroskopu popsané v kapitole 4.2.9 již nebyly ve struktuře pozorovány, zaznamenána byla pouze výše uvedená jemná fáze vyloučená po hranicích zrn (Obr. 4.30).



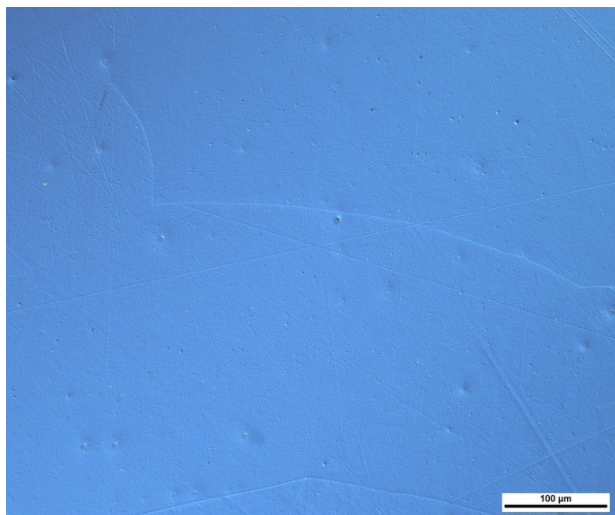
Obr. 4.29. Slitina 3; žiháno 2 h/1000 °C,
leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.



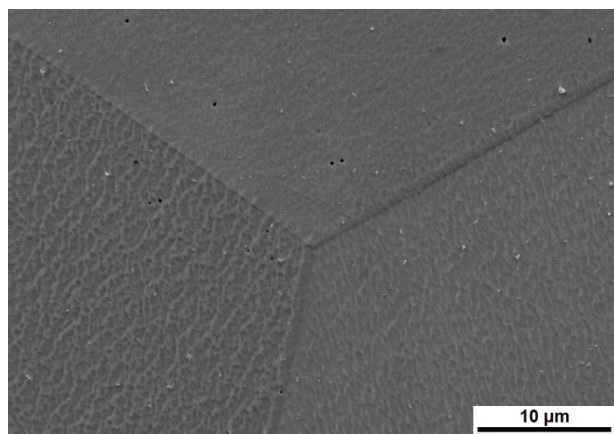
Obr. 4.30. Slitina 3; žiháno 2 h/1000 °C,
hranice zrn,
SEM, SE, 10 kV.

4.2.11 Slitina 3 – žiháno 24 h/1000 °C

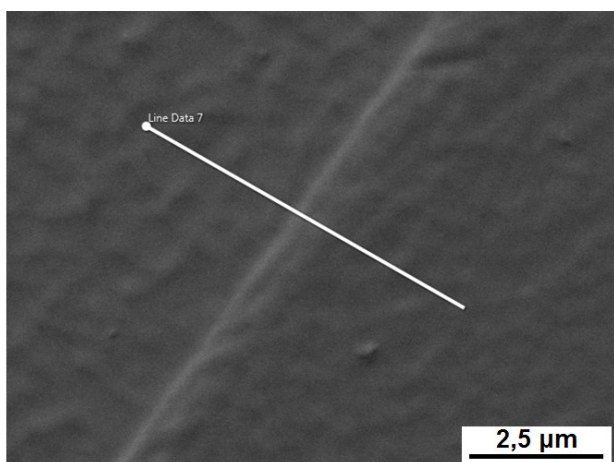
Po žihání slitiny 3 při 1000 °C po dobu 24 h lze usuzovat na rozpouštění výše popsané jemné fáze vyloučené po hranicích zrn. Tomu nasvědčuje i provedená EDX analýza, jejíž výsledky jsou na *obrázku 4.34*.



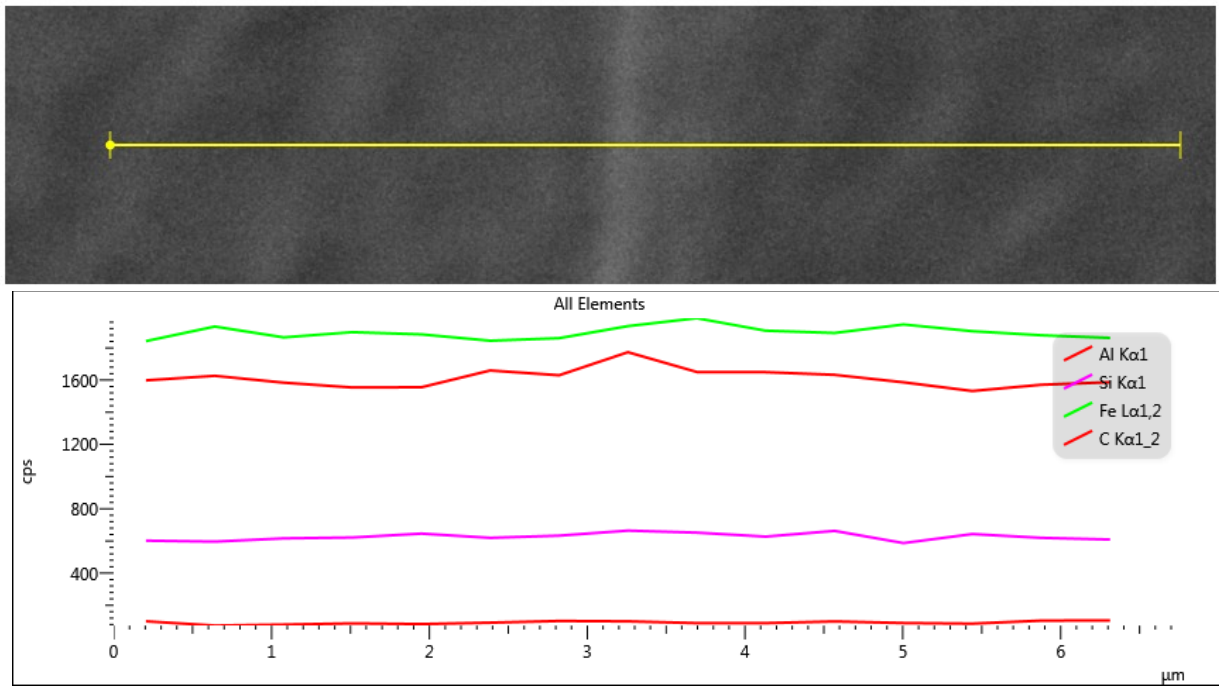
Obr. 4.31. Slitina 3; žiháno 24 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.



Obr. 4.32. Slitina 3; žiháno 24 h/1000 °C, hranice zrn, SEM, SE, 10 kV.



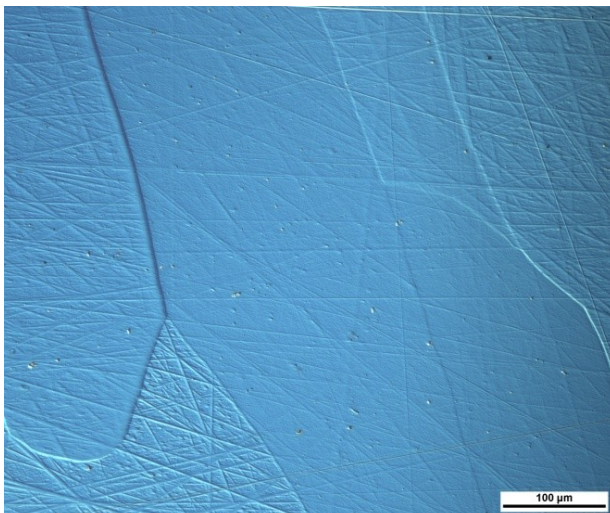
Obr. 4.33. Slitina 3; žiháno 24 h/1000 °C, hranice zrn – detail, SEM, SE, 10 kV.



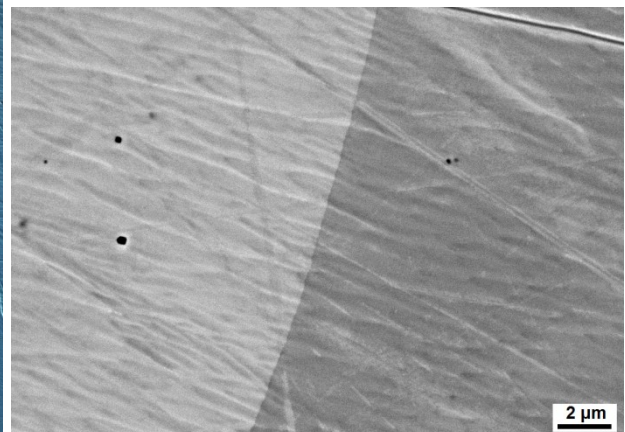
Obr. 4.34. Slitina 3, žiháno 24 h/1000 °C – SEM/EDX analýza;
linie chemického složení přes hranici zrn.

4.2.12 Slitina 3 – žiháno 100 h/1000 °C

Po žihání slitiny 3 při 1000 °C po dobu 100 h nebyly již v její struktuře zaznamenány žádné strukturní částice. Lze se domnívat, že struktura slitiny 3 je po příslušném žihání tvořena uspořádaným tuhým roztokem na bázi *Fe-Al* dle příslušného ternárního diagramu *Al-Fe-Si*.



Obr. 4.35. Slitina 3; žiháno 100 h/1000 °C,
leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.



Obr. 4.36. Slitina 3; žiháno 100 h/1000 °C,
hranice zrn,
SEM, SE, 10 kV.

4.3 Dilatometrická měření zkoumaných materiálů

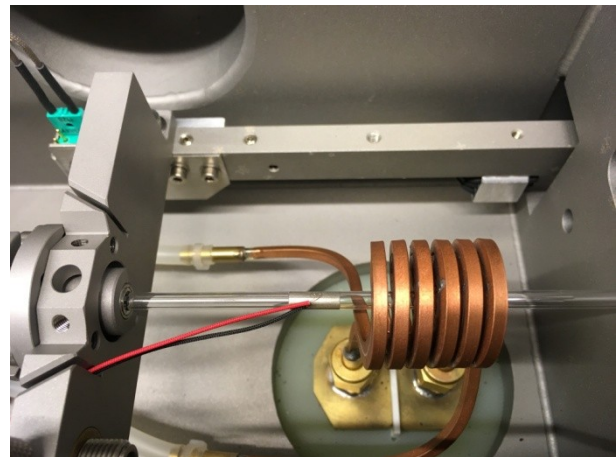
Dilatometrická měření pro určení CTE koeficientů zkoumaných slitin byla prováděna na dilatometru DIL805L (Obr. 4.37). Jedná se o horizontální dilatometr s uzavřenou měřicí komorou umožňující měření v různých prostředích, jako je vzduch, vakuum nebo inertní plyn. Ohřev vzorku je zajištěn indukční cívkou. Citlivost dilatometru je 0,05 μm pro délková měření a 0,05 $^{\circ}\text{C}$ pro měření teploty. Měření změn délky vzorku probíhá pomocí *LVDT čidla*, měření teploty zajišťuje *termočlánek* přivařený ke vzorku.

Pro dilatometrická měření byly elektrojiskrovým obráběním připraveny vzorky zkoumaných slitin ve formě válečků o průměru 4 mm a délce 10 mm. Vzorky byly připraveny ze všech tří zkoumaných slitin, a to pro stavy po odlití a po dlouhodobém žhání při 1000 $^{\circ}\text{C}$ po dobu 100h.

Měření teplotní roztažnosti zkoumaných slitin probíhalo ve vakuu, rychlostí ohřevu 1 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ do teploty 1100 $^{\circ}\text{C}$. Pro měření teploty byl použit termočlánek typu S (*Pt/Rh-Pt*). Zkušební vzorek umístěný v měřicí komoře dilatometru s přivařeným termočlánkem spolu s ohřevovou indukční cívkou je vidět na obrázku 4.38.



Obr. 4.37. Dilatometr DIL805L.

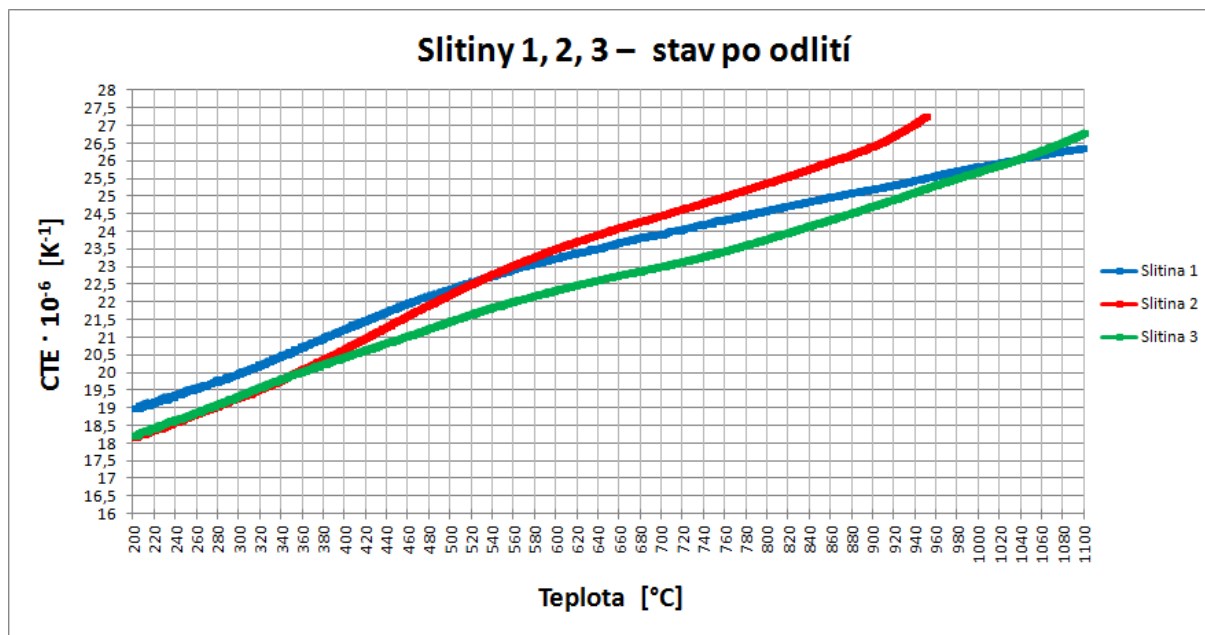


Obr. 4.38. Vzorek zkoumané slitiny umístěný v komoře dilatometru.

Z naměřených dat byly pro každou slitinu a její stavy vypočítány příslušné hodnoty koeficientu CTE v závislosti na teplotě dle vzorce (1) uvedeného v kapitole 3.2.

Vzájemné porovnání CTE křivek jednotlivých slitin ve stavu po odlití a ve stavu po dlouhodobém žhání zobrazují grafy 4.1 a 4.2. (Porovnání vlivu tepelného zpracování u jednotlivých slitin viz kapitola 5 Diskuze).

Graf 4.1 zobrazuje závislost koeficientu CTE na teplotě pro jednotlivé slitiny 1, 2 a 3 ve stavu po odlití.



Graf 4.1. Závislost koeficientu CTE na teplotě u slitin 1, 2 a 3 ve stavu po odlití.

CTE křivky slitiny 1 (3,5 at. % Cr, 5 at. % Si) a slitiny 3 (10 at. % Si) mají až do teploty přibližně 920 °C obdobný průběh, křivka slitiny 1 je však ekvidistantně posunuta asi o $1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ výše. Toto navýšení hodnoty koeficientu CTE oproti slitině 3 je pravděpodobně způsobeno přítomností chromu částečně rozpuštěného v matici, což bylo pozorováno již v [23].

Průběh CTE křivky slitiny 2 (3,5 at. % Cr, 10 at. % Si) je do teploty cca 380 °C prakticky shodný s průběhem křivky slitiny 3. Od zmíněné teploty pak dochází k nelineárnímu nárůstu jejího sklonu a k významnější změně pak dochází při teplotě cca 520 °C. Tato výraznější změna sklonu pravděpodobně souvisí s překrystalizací uspořádané struktury $D0_3$ na $B2$, což koresponduje s binárním diagramem $Fe-Al$. Kvůli opakovanému praskání vzorků během dilatometrických měření se u slitiny 2 podařilo zaznamenat hodnoty CTE pouze do teploty 950 °C. Další výraznější změnu sklonu křivky lze proto jen odhadovat, a to v oblasti okolo 920 °C. Zde lze předpokládat překrystalizaci uspořádané struktury $B2$ na neuspořádanou $A2$, což je opět v souladu s binárním diagramem $Fe-Al$.

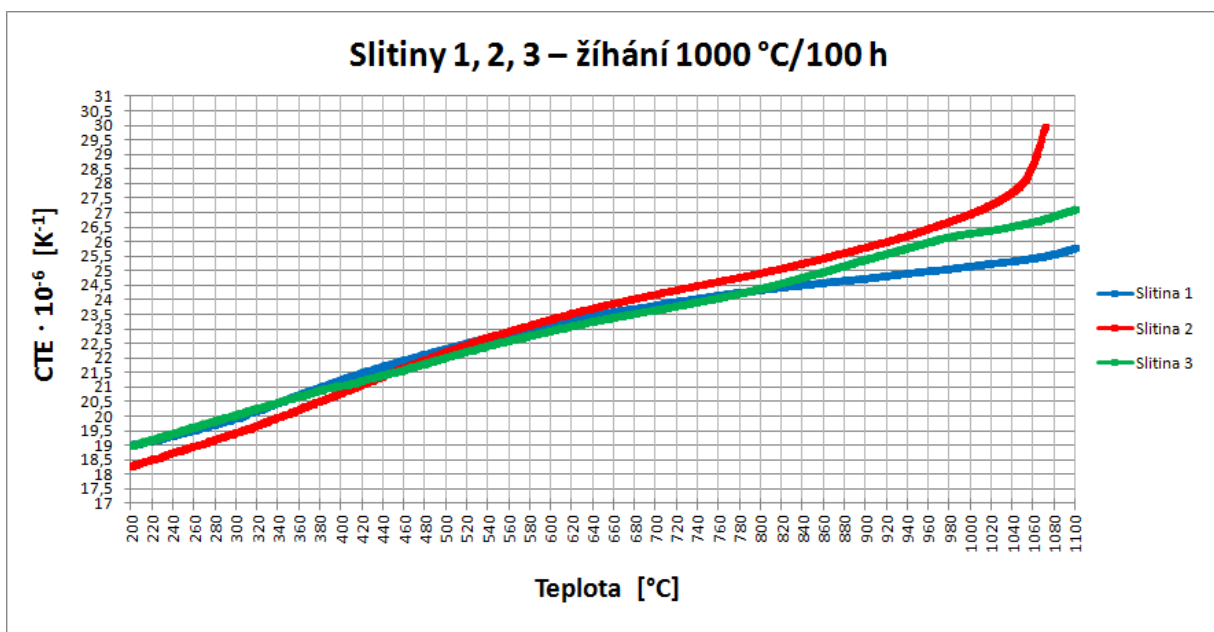
CTE křivky slitin 1 a 3 nevykazují výrazné změny sklonu, teploty překrystalizací z nich proto nelze ani orientačně určit.

Ze zobrazených křivek lze konstatovat, že největší variabilitu koeficientu CTE v závislosti na teplotě má slitina 2, byť bylo měření ze zmiňovaných důvodů ukončeno na teplotě 950 °C. Za vysokých teplot dochází k výraznému nárůstu hodnot CTE koeficientů oproti ostatním slitinám a lze předpokládat tendenci pokračujícího růstu.

Nejmenší variabilitu CTE koeficientu z porovnávaných slitin pak v rámci celého měřeného intervalu teplot vykazuje slitina 1. Velikost intervalu mezi teplotami 200 a 1100 °C činí u slitiny 1 přibližně $7,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Ze zkoumaných slitin vykazuje slitina 3 v celém měřeném intervalu teplot nejrovnoměrnější (téměř lineární) nárůst hodnot koeficientu CTE.

Graf 4.2 zobrazuje závislost CTE koeficientu na teplotě příslušných slitin ve stavu po dlouhodobém žíhání při 1000 °C po dobu 100 h.



Graf 4.2. Závislost koeficientu CTE na teplotě u slitin 1, 2 a 3 ve stavu po dlouhodobém žíhání při 1000 °C po dobu 100 h.

Po dlouhodobém žíhání mají CTE křivky slitin 1 a 3 téměř shodný průběh, a to do teploty přibližně 820 °C. Tento průběh již není ekvidistantní, jak tomu bylo ve výše popisovanému stavu po odlití.

Ke vzájemnému překryvu křivek došlo nárůstem hodnot CTE koeficientů slitiny 3 o přibližně $1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Toto navýšení je pravděpodobně způsobeno rozpuštěním fáze

vyložené po hranicích zrn (jak je popsáno výše v kapitolách 4.2.9 a 4.2.12), a tudíž zhomogenizováním uspořádaného tuhého roztoku na bázi Fe-Al dle ternárního diagramu *Fe-Al-Si*.

CTE křivka slitiny 2 nevykazuje po dlouhodobém žíhání tak výrazných změn ve sklonu, jak tomu bylo ve stavu po odlití. Lze konstatovat, že má obdobný průběh jako křivky slitin 1 a 3, a to až do vysokých teplot okolo 1000 °C. Při teplotě asi 1050 °C dochází k enormnímu nárůstu jejího sklonu a v teplotním intervalu mezi 1050 a 1070 °C dojde k nárůstu hodnoty CTE koeficientu o zhruba $2,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Slitina 1 vykazuje i po dlouhodobém žíhání nejnižší variabilitu CTE koeficientu v měřeném rozsahu teplot. Rozdíl hodnot CTE koeficientu činí v intervalu mezi 200 a 1100 °C necelých $7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

CTE křivka slitiny 3 opět vykazuje z porovnávaných slitin nerovnoměrnější růst v celém měřeném teplotním intervalu.

5 Diskuze

Zkoumané slitiny 1, 2 a 3 na bázi *Fe-Al-Si*, z nichž slitiny 1 a 2 byly navíc legovány 3,5 at. % *Cr*, byly podrobeny tepelnému zpracování při 1000 °C po dobu 2, 24 a 100 h, a byl zkoumán vliv tepelného zpracování na stabilitu fází jejich struktury. Dlouhodobé žhání 1000 °C/100 h bylo zařazeno za účelem stabilizace struktury. Nominální chemické složení slitin bylo narušeno přítomností nečistot. Do aktivní účasti na tvorbě strukturních součástí slitin tedy vstupoval i uhlík, jehož množství bylo v nečistotách převládající.

U všech slitin byla provedena dilatometrická měření a vypočteny hodnoty CTE koeficientů pro teplotní interval 200 až 1100 °C, a to u stavů po odlití a po dlouhodobém žhání. Z vypočtených hodnot byly vytvořeny grafy (CTE křivky) závislosti CTE koeficientů na teplotě pro vzájemné porovnání a případnou detekci překrytizačních teplot.

Na základě znalostí CTE křivek materiálů lze mimo jiné predikovat chování dílů v konstrukci za zvýšených teplot (stálost rozměrů), změnu rozměrů při fázových přeměnách v materiálu či odhadovat chování materiálu při vysokoteplotních mechanických zkouškách (změna mechanických vlastností vlivem změny struktury).

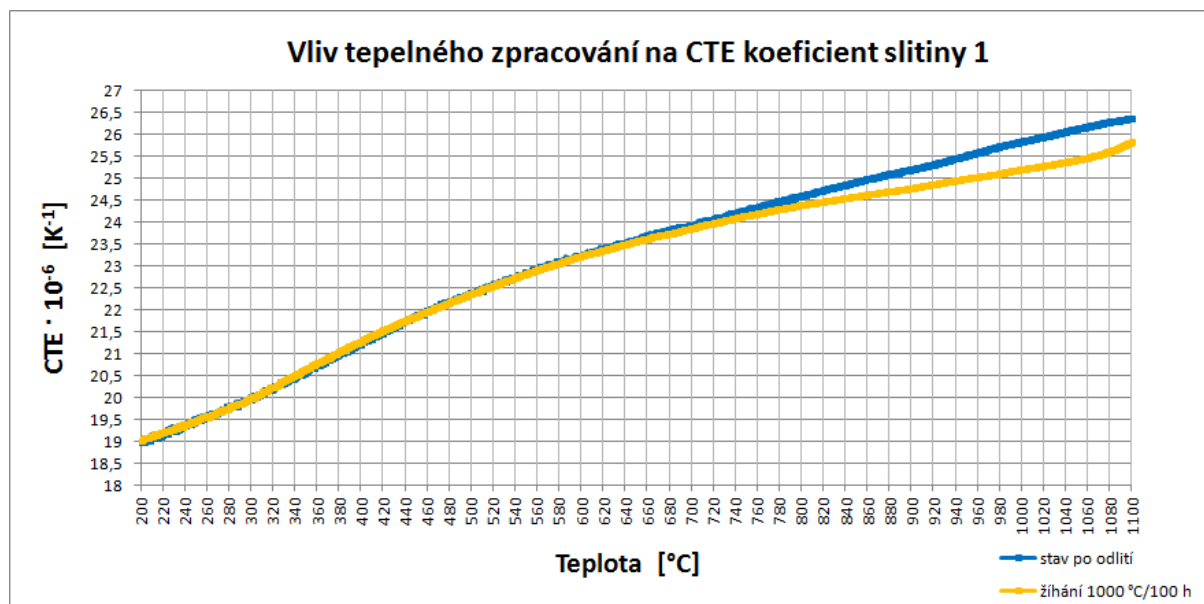
5.1 Vliv tepelného zpracování na stabilitu fází slitiny 1

Nominální chemické složení slitiny 1 je 28 at. % *Al*, 3,5 at. % *Cr*, 5 at. % *Si* a *Fe* do celku. Přísada chromu byla do slitin 1 a 2 přidána za účelem jejich zpevnění rozpuštěním chromu v matici. Jak bylo výše zmíněno, podílel se na tvorbě strukturních součástí i uhlík z nečistot, což vedlo ke vzniku fází obsahujících zvýšený obsah uhlíku a chromu, a tedy snížení množství chromu rozpuštěného v matici.

Ve struktuře slitiny 1 byly ve stavu po odlití pozorovány drobné částice po hranicích zrn (*Obr. 4.3*, kapitola 4.2.1). Podle výsledků EDX analýzy, uvedené v kapitole 4.2.1, lze usuzovat, že se jedná o karbidy chromu, případně karbidy komplexní. Přesné chemické složení částic nebylo možné přesně stanovit z důvodu jejich velmi malých rozměrů (šířka částic kolem 40 nm), kdy je detekovaný charakteristický rentgenový signál z analyzované částice rušen signálem vyzařovaným maticí. Tyto částice byly v obdobné formě pozorovány i ve stavech po žhání při 1000 °C po dobu 2 a 24 h (*Obr. 4.6*, kapitola 4.2.2, *Obr. 4.8*, kapitola 4.2.3).

Po dlouhodobém žihání při 1000 °C po dobu 100 h byly částice na hranicích zrn rovněž pozorovány, avšak zmenšení jejich rozměrů nasvědčuje pravděpodobně jejich částečnému rozpouštění (Obr. 4.10, kapitola 4.2.4).

Graf 5.1 zobrazuje vliv tepelného zpracování na hodnoty CTE koeficientů slitiny 1 v závislosti na teplotě.



Graf 5.1. Vliv tepelného zpracování na hodnoty CTE koeficientů slitiny 1.

Z grafu 5.1 lze usoudit, že dlouhodobé žihání 100 h/1000 °C nemá na hodnoty CTE koeficientů výrazný vliv. CTE křivky mají až do teploty okolo 760 °C prakticky shodný průběh. Nad touto teplotou dochází k mírnému poklesu hodnot CTE u slitiny po dlouhodobém žihání. Tento nepatrný pokles (o zhruba $0,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) by mohl souviset s výše zmíněným částečným rozpouštěním jemných částic po hranicích zrn, a tedy přechodem chromu zpět do matrice (zpevněním tuhého roztoku), jak bylo původně zamýšleno.

Slitina 1 vykazuje v měřeném teplotním intervalu ze všech tří zkoumaných slitin nejnižší rozsah hodnot CTE koeficientů.

5.2 Vliv tepelného zpracování na stabilitu fází slitiny 2

Nominální chemické složení slitiny 2 je 28 at. % Al, 3,5 at. % Cr, 10 at. % Si a Fe do celku. I zde se však na tvorbě strukturních fází podílel uhlík z nečistot.

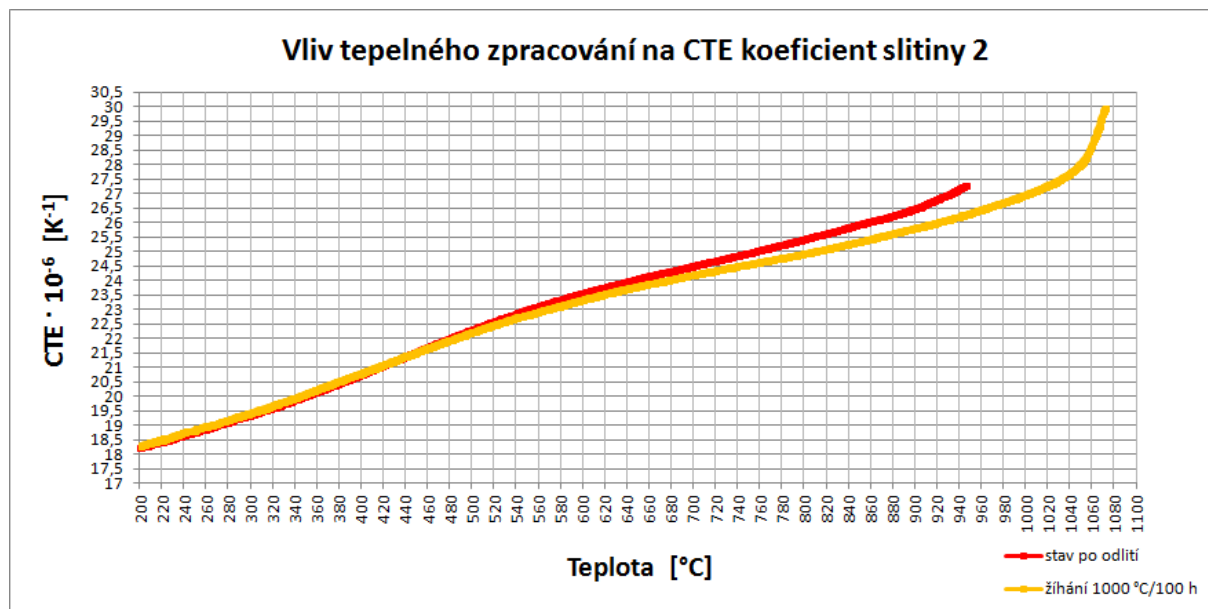
Ve stavu po odlití se ve struktuře slitiny 2 nacházelo četné množství tvarově rozlišných fází, a to masivních částic po hranicích zrn i v jejich objemu, oblastí eutektického vzhledu a jehlicovitých útvarů rozlišných velikostí (*Obr. 4.14a*, kapitola 4.2.5). Kvůli malým rozměrům bylo možné určit chemické složení jemných fází prostřednictvím EDX analýzy pouze s omezenou přesností. Všechny částice ve struktuře vykazovaly dle EDX analýzy zvýšený obsah chromu a uhlíku.

Po 2 hodinách žihání slitiny při 1000 °C již nebyly jehlicovité částice pozorovány. Ve struktuře byly pozorovány pouze částice masivnějších rozměrů (*Obr. 4.15*, kapitola 4.2.6).

U slitiny 2 žíhané 24 hodin při 1000 °C lze pozorovat prakticky jeden typ částic, a to masivních útvarů distribuovaných jak po hranicích zrn, tak v jejich objemu (*Obr. 4.19*, kapitola 4.2.7).

Po dlouhodobém žihání 100 h/1000 °C lze pozorovat mírný nárůst rozměrů masivních částic, jejichž převážné množství je soustředěno po hranicích zrn; částice soustředěné po hranicích zrn vykazují větší rozměry oproti částicím v objemu zrn (*Obr. 4.22*, kapitola 4.2.8).

Graf 5.2 zobrazuje vliv tepelného zpracování na hodnoty CTE koeficientů slitiny 2 v závislosti na teplotě.



Graf 5.2. Vliv tepelného zpracování na hodnoty CTE koeficientů slitiny 2.

Dle *grafu 5.2* lze konstatovat, že dlouhodobé žihání 100 h/1000 °C nemá znatelný vliv na hodnoty CTE koeficientů, a to minimálně do teploty 740 °C. Slitina 2 vykazuje ze všech tří zkoumaných slitin nejvyšší rozpětí hodnot CTE koeficientů v měřeném intervalu teplot.

Ve stavu po odlití docházelo v dilatometru během měření k opakovanému praskání vzorků, příslušnou CTE křivku se tedy podařilo naměřit pouze do teploty 950 °C. Důvodem porušování vzorků může být právě velký počet rozlišných fází ve struktuře společně s velkým nárůstem hodnot CTE koeficientů s rostoucí teplotou.

Za pozornost stojí enormní nárůst hodnot CTE koeficientů mezi teplotami 1050 a 1070 °C u stavu dlouhodobě žíhaného, který činí $2,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Tato hodnota odpovídá téměř 21 % celkového nárůstu hodnot CTE koeficientů v měřeném teplotním intervalu.

Slitina 2 vykazuje v měřeném teplotním intervalu ze všech tří zkoumaných slitin největší rozsah hodnot CTE koeficientů.

5.3 Vliv tepelného zpracování na stabilitu fází slitiny 3

Slitina 3 nebyla oproti předchozím dvěma legována chromem. Její nominální chemické složení je 28 at. % *Al*, 10 at. % *Si* a *Fe* do celku. Stejně jako u slitin 1 a 2 se ve struktuře slitiny nacházely nečistoty a uhlík z nich se podílel (zde však pouze v omezené míře) na tvorbě strukturních fází.

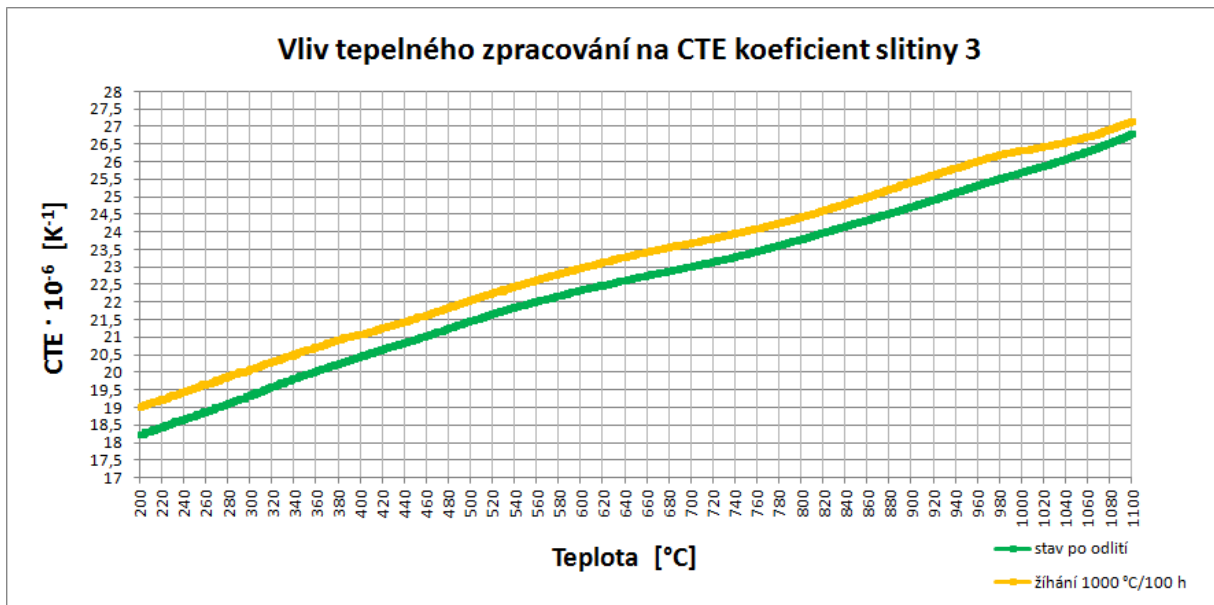
Ve stavu po odlití byla ve struktuře slitiny pozorována přítomnost velmi jemné fáze po hranicích zrn (*Obr. 4.27*, kapitola 4.2.9) a v objemu zrn ještě jemnější útvary jehlicovitého tvaru na hranici rozlišitelnosti při pozorování prostřednictvím SEM. Na jemné fázi vyloučené po hranicích zrn byla provedena EDX analýza, která odhalila zvýšený obsah uhlíku v oblasti výskytu této fáze. Kvůli velmi malým rozměrům vyloučené fáze byl opět výsledek EDX analýzy zkreslen signálem z okolní matrice. Lze jen velmi přibližně odhadovat, že by se mohlo jednat o fázi κ – karbid Fe_3AlC , který je typický pro slitiny typu Fe_3Al . Chemické složení výše zmiňovaných jemných útvarů jehlicovitého tvaru, nacházejících se v objemu zrn, nebylo možné kvůli jejich velmi malým rozměrům pomocí EDX analýzy ani přibližně určit.

Po žíhání slitiny po dobu 2 hodin při teplotě 1000 °C byla ve struktuře slitiny pozorována pouze jemná fáze vyloučená po hranicích zrn (*Obr. 4.30*, kapitola 4.2.10).

Žíháním slitiny po dobu 24 hodin při teplotě 1000 °C došlo k téměř úplnému rozpuštění výše popisované fáze vyloučené po hranicích zrn (*Obr. 4.33*, kapitola 4.2.11).

Po dlouhodobém žihání 100 h/1000 °C již nebyla na hranicích zrn pozorována žádná stopa po výše popisované fázi. (Obr. 4.36, kapitola 4.2.12). Lze tedy předpokládat, že výslednou strukturu slitiny 3 tvoří uspořádaný tuhý roztok na bázi *Fe-Al* dle ternárního diagramu *Fe-Al-Si*.

Graf 5.3 zobrazuje vliv tepelného zpracování na hodnoty CTE koeficientů slitiny 3 v závislosti na teplotě.



Graf 5.3. Vliv tepelného zpracování na hodnoty CTE koeficientů slitiny 3.

Ze zkoumaných slitin vykazuje slitina 3 nejplynulejší (téměř lineární) nárůst hodnot CTE koeficientů v celém měřeném teplotním intervalu. CTE křivka dlouhodobě žíhané slitiny 3 vykazuje oproti stavu po odlití ekvidistantní nárůst hodnot CTE koeficientů o přibližně $1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, a to až do teploty kolem 1000 °C. Toto ekvidistantní posunutí může být způsobeno zhomogenizováním struktury slitiny vlivem dlouhodobého žihání, a tedy vznikem homogenního uspořádaného tuhého roztoku.

6 Závěr

- Po dlouhodobém žihání se u *slitiny 1* projevil pozitivní vliv chromu jako přísadového prvku, a to jeho částečným rozpuštěním (z částic vyloučených po hranicích zrn) zpět do matrice, což se projevilo snížením teplotní roztažnosti – tedy hodnot CTE koeficientů – v oblasti vyšších teplot.
- U *slitiny 2* došlo po dlouhodobém žihání k redukci četného množství fází na masivní částice jednoho typu, identifikované pomocí EDX/EBSD s vysokou pravděpodobností jako komplexní karbidy $\text{Cr}_{19}\text{Fe}_4\text{C}_6$.
- U *slitiny 3* došlo vlivem dlouhodobého žihání k rozpuštění jemné fáze vyloučené po hranicích zrn, a tím ke vzniku homogenního uspořádaného tuhého roztoku.
- Přítomnost fází spojených s přísadou křemíku se nepodařilo prokázat. Hlavním důvodem je nemožnost identifikovat dostupnými metodami přesné chemické složení fází malých rozměrů (desítky nm) přítomných ve struktuře zkoumaných slitin. Možná je i přítomnost částic s velikostí pod hranicí rozlišitelnosti SEM.
- Výsledky strukturních šetření poukázaly na nutnost pečlivé kontroly výrobních procesů slitin na bázi Fe-Al-Si-(Cr), neboť přítomnost i malého množství uhlíku se projeví vznikem nežádoucích fází ve struktuře slitiny.
- Dlouhodobé žihání (100 h/1000 °C) neprokázalo výrazný vliv na hodnoty CTE koeficientů u *žádné* ze zkoumaných slitin.
- Nejvýhodnější dilatační vlastnosti z hlediska možnosti konstrukčního použití za vysokých teplot vykazuje ze zkoumaných slitin *slitina 1* s nejnižším rozsahem hodnot CTE koeficientů v měřeném teplotním intervalu (200 až 1100 °C).

7 Seznam obrázků, grafů a tabulek

7.1 Seznam obrázků

- Obr. 2.1ab. *Plošné schéma rozložení atomů v tuhém roztoku.*
- Obr. 2.2. *Rovnovážný binární diagram Fe-Al.*
- Obr. 2.3. *Znázornění uspořádaných struktur B2 a D0₃.*
- Obr. 2.4abcde. *Výřezy ternárních diagramů systému Fe-Al-X.*
- Obr. 2.5. *Izotermický řez ternárním diagramem Fe-Al-Si při 800 °C.*
- Obr. 3.1ab. *Princip diferenciatního interferenčního kontrastu.*
- Obr. 4.1abc. *Použité přístroje.*
- Obr. 4.2. *Slitina 1; stav po odlití, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.*
- Obr. 4.3. *Slitina 1; stav po odlití, detail hranice zrn s částicemi, SEM, SE, 10 kV.*
- Obr. 4.4. *Slitina 1, stav po odlití – SEM/EDX analýza.*
- Obr. 4.5. *Slitina 1; žháno 2 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.*
- Obr. 4.6. *Slitina 1; žháno 2 h/1000 °C, jemné částice po hranicích zrn, SEM, SE, 10 kV.*
- Obr. 4.7. *Slitina 1; žháno 24 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.*
- Obr. 4.8. *Slitina 1; žháno 24 h/1000 °C, hranice zrn s částicemi, SEM, SE, 10 kV.*
- Obr. 4.9. *Slitina 1; žháno 100 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.*
- Obr. 4.10. *Slitina 1; žháno 100 h/1000 °C, detail hranice zrn s částicemi, SEM, SE, 10 kV.*
- Obr. 4.11. *Slitina 1, žháno 100 h/1000 °C – SEM/EDX analýza.*
- Obr. 4.12. *Slitina 2; stav po odlití, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.*
- Obr. 4.13. *Slitina 2; stav po odlití, struktura slitiny – detail, SEM, SE, 10 kV.*
- Obr. 4.14abcde. *Slitina 2, stav po odlití – SEM/EDX analýza.*
- Obr. 4.15. *Slitina 2; žháno 2 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.*
- Obr. 4.16. *Slitina 2; žháno 2 h/1000 °C, struktura slitiny, SEM, SE, 20 kV.*
- Obr. 4.17. *Slitina 2; žháno 24 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.*
- Obr. 4.18. *Slitina 2; žháno 24 h/1000 °C, struktura slitiny, SEM, SE, 20 kV.*
- Obr. 4.19. *Slitina 2; žháno 24 h/1000 °C, částice po hranicích zrn, SEM, SE, 10 kV.*
- Obr. 4.20. *Slitina 2; žháno 100 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.*
- Obr. 4.21. *Slitina 2; žháno 100 h/1000 °C, struktura slitiny, SEM, SE, 10 kV.*
- Obr. 4.22. *Slitina 2; žháno 100 h/1000 °C, struktura slitiny – detail, SEM, SE, 10 kV.*

- Obr. 4.23. Slitina 2; žiháno 100 h/1000 °C, detail masivních částic analyzovaných prostřednictvím EBSD, SEM, SE, 10 kV.
- Obr. 4.24. Slitina 2, žiháno 100 h/1000 °C – SEM/EDX analýza.
- Obr. 4.25ab. Kikuchiho linie identifikované fáze pomocí EBSD.
- Obr. 4.26. Slitina 3, stav po odlití, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.
- Obr. 4.27. Slitina 3; stav po odlití, hranice zrn, SEM, SE, 10 kV.
- Obr. 4.28. Slitina 3, stav po odlití – SEM/EDX analýza.
- Obr. 4.29. Slitina 3; žiháno 2 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.
- Obr. 4.30. Slitina 3; žiháno 2 h/1000 °C, hranice zrn, SEM, SE, 10 kV.
- Obr. 4.31. Slitina 3; žiháno 24 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.
- Obr. 4.32. Slitina 3; žiháno 24 h/1000 °C, hranice zrn, SEM, SE, 10 kV.
- Obr. 4.33. Slitina 3; žiháno 24 h/1000 °C, hranice zrn – detail, SEM, SE, 10 kV.
- Obr. 4.34. Slitina 3, žiháno 24 h/1000 °C – SEM/EDX analýza.
- Obr. 4.35. Slitina 3; žiháno 100 h/1000 °C, leštěno OP-S, 200x, LOM, DIC.
- Obr. 4.36. Slitina 3; žiháno 100 h/1000 °C, hranice zrn, SEM, SE, 10 kV.
- Obr. 4.37. Dilatometr DIL805L.
- Obr. 4.38. Vzorek zkoumané slitiny umístěný v komoře dilatometru.

7.2 Seznam grafů

- Graf 4.1. Závislost koeficientu CTE na teplotě u slitin 1, 2 a 3 ve stavu po odlití.
- Graf 4.2. Závislost koeficientu CTE na teplotě u slitin 1, 2 a 3 ve stavu po dlouhodobém žihání při 1000 °C po dobu 100 h.
- Graf 5.1. Vliv tepelného zpracování na hodnoty CTE koeficientů slitiny 1.
- Graf 5.2. Vliv tepelného zpracování na hodnoty CTE koeficientů slitiny 2.
- Graf 5.3. Vliv tepelného zpracování na hodnoty CTE koeficientů slitiny 3.

7.3 Seznam tabulek

- Tab. 2.1. Základní vlastnosti intermetalických slitin na bázi Fe-A.
- Tab. 4.1. Chemické složení a značení zkoumaných slitin.

8 Citovaná literatura

[1. **Píšek, F.** *Nauka o materiálu I*. Praha : Nakladatelství Československé akademie věd, 1957.

2. **Novák, P. a další.** *Příprava slitin Fe-Al-Si reaktivní sintrací*. Hradec nad Moravicí : Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, 2009.

3. **Kratochvíl, P. a M. Karlík.** Intermetalické sloučeniny, fyzikální vlastnosti a použití. *Výzkumná zpráva*. Praha : Karlova univerzita - MFF, 1989.

4. **Nová, I.** *Fyzikální metalurgie*. Liberec : Technická univerzita v Liberci, 2014. ISBN 978-80-7494-084-2.

5. **McKamey, C.G.** Iron Aluminides. *Physical Metallurgy and Processing of Intermetallics Compounds*. 1996.

6. **Ikeda, O., a další.** Phase equilibria and stability of ordered BCC phases in the Fe-rich portion of the Fe–Al system. *Intermetallics*. Sendai : Graduate School of Engineering, Tohoku University, 2001.

7. **Eminger, Z.** Slitina Fe-Al Pyroferal. *Zprávy VZÚ*. Plzeň : Výzkumný a zkušební ústav Plzeň, 1957.

8. **Kratochvíl, P.** The history of the search and use of heat resistant Pyroferal alloys based on FeAl. *Intermetallics 16*. Prague : Charles University, Department of Physics of Materials, 2008. stránky 587-591.

9. **Stoloff, N.S.** Iron aluminides: present status and future prospects. *Materials Science and Engineering A258*. Troy, NY : Materials Science and Engineering Department, Rensselaer Polytechnic Institute, 1998.

10. Intermetallics – Applications. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. 2001. ISBN: 0-08-0431526.

11. **Palm, M.** Concepts derived from phase diagram studies for the strengthening of Fe-Al-based alloys. *Intermetallics 13*. Düsseldorf : Max-Planck Institut für Eisenforschung GmbH, 2005. str. 1287.

12. **Novák, P.** Příprava, vlastnosti a použití intermetalických sloučenin. *Referát, Chem. Listy 106*. 2012.

13. **Gupta, S.P.** Intermetallic compound formation in Fe–Al–Si ternary system: Part I. *Materials Characterization* 49. Kanpur : Department of Materials and Metallurgical Engineering, Indian Institute of Technology, 2003.
14. **Školáková, A., a další.** Microstructure and mechanical properties of Al–Si–Fe–X alloys. *Materials and Design*. Praha : University of Chemistry and Technology, 2016.
15. **Marker, M.C.J., a další.** Characterization of the Fe-rich corner of AlFeSiTi. *Intermetallics*. Währingerstraße : University of Vienna, 2013.
16. —. Phase equilibria and structural investigations in the system AlFeSi. *Intermetallics*. Währingerstraße : University of Vienna, 2011.
17. **Maintra, T., S.P. Gupta.** Intermetallic compound formation in Fe–Al–Si ternary system: Part II. *Materials Characterization* 49. Kanpur : Indian Institute of Technology, 2003.
18. **Novák, P., a další.** Intermediary phases formation in Fe–Al–Si alloys during reactive sintering. *Journal of Alloys and Compounds*. Praha : Institute of Chemical Technology, 2010.
19. **Danz, R., P. Gretscher.** C–DIC: a new microscopy method for rational study of phase structures in incident light arrangement. *Thin Solid Films* 462–463. Goettingen : Carl Zeiss, 2004.
20. **Kubínek, R., Šafářová, K. a M. Vůjtek.** Elektronová mikroskopie. Olomouc : Univerzita Palavkého v Olomouci, 2011. 1. vydání.
21. **Píšek, F.** *Nauka o materiálu II*. Praha : Nakladatelství Československé akademie věd, 1959. Sv. 2.
22. **Liu, I.C., Sommer, F. a E.J. Mittemeijer.** Calibration of the differential dilatometric measurement signal upon heating and cooling thermal expansion of pure iron. *Thermochimica Acta* 413. Stuttgart : Max Planck Institute for Metals Research, 2004.
23. **Švec, M., E. Macajová.** The Coefficient of Thermal Expansion of Fe₃Al and FeAl – type Iron Aluminides. *Metal* 2015. Liberec : Technical University of Liberec, 2015.