



# VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ

BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY

## FAKULTA STROJNÍHO INŽENÝRSTVÍ

FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

## ÚSTAV MATERIÁLOVÝCH VĚD A INŽENÝRSTVÍ

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

# PŘÍPRAVA BINÁRNÍHO INTERMETALICKÉHO MATERIÁLU PŘETAVOVÁNÍM PRÁŠKOVÉ SMĚSI ELEKTRONOVÝM PAPRSKEM

PREPARATION OF BINARY INTERMETALLIC MATERIAL BY MELTING OF POWDER MIXTURE BY  
ELECTRON BEAM

## BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

BACHELOR'S THESIS

## AUTOR PRÁCE

AUTHOR

Jan Kopecký

## VEDOUCÍ PRÁCE

SUPERVISOR

doc. Ing. Vít Jan, Ph.D.

BRNO 2016



# Zadání bakalářské práce

Ústav: Ústav materiálových věd a inženýrství  
Student: **Jan Kopecký**  
Studijní program: Strojírenství  
Studijní obor: Základy strojního inženýrství  
Vedoucí práce: **doc. Ing. Vít Jan, Ph.D.**  
Akademický rok: 2015/16

Ředitel ústavu Vám v souladu se zákonem č.111/1998 o vysokých školách a se Studijním a zkušebním řádem VUT v Brně určuje následující téma bakalářské práce:

## **Příprava binárního intermetalického materiálu přetavováním práškové směsi elektronovým paprskem**

### **Stručná charakteristika problematiky úkolu:**

Připravte řadu slitin v systému Fe-Al dle detailního zadání, pro tavení připravené směsi použijte elektronový paprsek. Provedte mikrostrukturní studii a měření lokálních mechanických vlastností. Zhodnoťte optimalizovatelnost použité technologie pro výrobu intermetalik.

### **Cíle bakalářské práce:**

Orientace v oblasti intermetalických materiálů a práškové metalurgie. Aplikace metalografie a měření lokálních mechanických vlastností.

### **Seznam literatury:**

Shewmon, P.: Diffusion in Solids. Minerals, Metals & Materials Society, 1989

Grzybowski, B. A.: Chemistry in Motion: Reaction-Diffusion Systems for Micro- and Nanotechnology. Wiley, 2009

Sauthoff, G.: Intermetallics. Wiley-VCH Verlag GmbH, 2008

V Brně, dne

L. S.

---

prof. Ing. Ivo Dlouhý, CSc.  
ředitel ústavu

---

doc. Ing. Jaroslav Katolický, Ph.D.  
děkan fakulty

## **Abstrakt**

Tato bakalářská práce se zabývá systémem Fe-Al. Práce je rozdělena do dvou částí. Teoretická část obsahuje stručnou charakteristiku intermetalických materiálů, ze kterých se podrobněji věnuje aluminidům železa. Dále práce obsahuje stručný popis procesů práškové metalurgie. V experimentální části byly z prášků hliníku a železa vyrobeny vzorky o různém složení, které byly přetaveny elektronovým paprskem. Na vzorcích byl proveden metalografický rozbor.

## **Summary**

The bachelor thesis deals with system Fe-Al. Thesis is divided into two parts. Literature analysis contains a brief characterization of intermetallic materials, especially is focused on iron aluminides. Thesis also contains a brief description of processes of powder metallurgy. In experimental part metal powders of aluminium and iron were used to create samples with different composition, which were melted by electron beam. Samples was studied by metallographic analysis.

## **Klíčová slova**

Intermetalika, aluminidy železa, prášková metalurgie, elektronový paprsek

## **Keywords**

Intermetalics, iron aluminides, powder metallurgy, electron beam.

KOPECKÝ, J. *Příprava binárního intermetalického materiálu přetavováním práškové směsi elektronovým paprskem*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojního inženýrství, 2016. 67 s. Vedoucí doc. Ing. Vít Jan, Ph.D.



Prohlášení

Prohlašuji, že jsem bakalářskou práci na téma Příprava binárního intermetalického materiálu přetavováním práškové směsi elektronovým paprskem vypracoval samostatně, pod vedením doc. Ing. Víta Jana, Ph.D. a s použitím uvedené literatury.

V Brně, dne: 27. 5. 2016.

.....

Jan Kopecký





## Poděkování

Chtěl bych poděkovat doc. Ing. Vítu Janovi, Ph.D. za vedení a pomoc při řešení této bakalářské práce. Dále bych chtěl poděkovat Ing. Igoru Moravčíkovi za pomoc při přípravě prášků, Ing. Petře Gavendové, Ph.D. za pomoc s přípravou vzorků, Bc. Janu Kouřilovi za přetavení vzorků a Mgr. Janu Čuperovi za pomoc s analytickou elektronovou mikroskopií. V poslední řadě bych chtěl poděkovat rodině a přátelům za jejich podporu.

Jan Kopecký



# Obsah

<b>1</b>	<b>Úvod</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Cíle práce</b>	<b>5</b>
<b>3</b>	<b>Intermetalika</b>	<b>7</b>
3.1	Struktura . . . . .	7
3.1.1	Elektrochemické sloučeniny (valenční) . . . . .	7
3.1.2	Elektronové sloučeniny . . . . .	7
3.1.3	Sloučeniny určené velikostním faktorem . . . . .	8
3.2	Historie použití intermetalik . . . . .	8
3.3	Průmyslová intermetalika . . . . .	9
<b>4</b>	<b>Systém Fe-Al</b>	<b>11</b>
4.1	Železo . . . . .	11
4.2	Hliník . . . . .	11
4.3	Fázový diagram Fe-Al . . . . .	12
4.3.1	Rovnovážné fáze . . . . .	12
4.3.2	Stabilní intermediální fáze . . . . .	12
4.3.3	Metastabilní fáze . . . . .	13
4.4	Aluminidy železa . . . . .	13
4.4.1	FeAl . . . . .	14
4.4.2	Fe <sub>3</sub> Al . . . . .	15
4.5	Výroba aluminidů . . . . .	15
4.5.1	Odlévání . . . . .	16
4.5.2	Aluminizace povrchu . . . . .	16
<b>5</b>	<b>Prášková metalurgie</b>	<b>19</b>
5.1	Výroba prášků . . . . .	19
5.1.1	Mechanické drcení . . . . .	19
5.1.2	Rozprašování kovové taveniny . . . . .	20
5.1.3	Chemické způsoby výroby prášků . . . . .	21
5.2	Zhutňování . . . . .	21
5.2.1	Lisování . . . . .	21
5.2.2	Válcování . . . . .	22
5.2.3	Protlačování . . . . .	22
5.2.4	Kování prášku . . . . .	23
5.2.5	Zhutňování bez použití tlaku . . . . .	23
5.3	Slinování . . . . .	24
5.4	Technologie s vysokou hustotou energie . . . . .	24
5.4.1	Electron beam melting . . . . .	24
5.4.2	Selective Laser Melting . . . . .	25

<b>6 Experimentální část</b>	<b>27</b>
6.1 Příprava materiálu . . . . .	27
6.2 Příprava vzorků . . . . .	27
6.3 Experimentální metody . . . . .	29
6.3.1 Světelná mikroskopie . . . . .	29
6.3.2 Analytická elektronová mikroskopie . . . . .	29
6.4 Přetavené vzorky . . . . .	30
6.4.1 Vzorek č. 1 . . . . .	32
6.4.2 Vzorek č. 2 . . . . .	35
6.4.3 Vzorek č. 3 . . . . .	38
6.4.4 Vzorek č. 4 . . . . .	41
6.4.5 Vzorek č. 5 . . . . .	44
6.4.6 Vzorek č. 6 . . . . .	47
6.4.7 Vzorek č. 7 . . . . .	50
6.4.8 Vzorek č. 8 . . . . .	53
6.5 Diskuze výsledků . . . . .	56
<b>7 Závěr</b>	<b>60</b>
<b>Literatura</b>	<b>60</b>
<b>Seznam použitých zkratk a symbolů</b>	<b>64</b>
<b>Seznam obrázků</b>	<b>66</b>
<b>Seznam tabulek</b>	<b>67</b>

# 1. Úvod

Bakalářská práce se zaměřuje na systém Fe-Al, zvláště v oblasti tuhého roztoku nebo pseudoroztoku. V první části jsou stručně popsány intermetalické materiály, z nichž některé vykazují zajímavé vlastnosti s ohledem na průmyslové využití. Mezi intermetalika s největším potenciálem patří aluminidy železa, které jsou v práci popsány trochu podrobněji. Jednou z rychle se rozvíjejících technologií výroby intermetalických materiálů je prášková metalurgie, která je v práci také popsána.

V další části se tato práce zabývá experimentálním studiem vývoje mikrostruktury binárního intermetalického materiálu na bázi FeAl. Materiál byl připraven postupy práškové metalurgie a pro přetavení byl použit elektronový svazek. Práce se zaměřuje na studium mikrostruktury přetaveného materiálu. K analýze mikrostruktury byla použita světelná a analytická elektronové mikroskopie. Původním záměrem bylo připravit homogenní experimentální materiál pro studium mechanických vlastností fáze FeAl v nanoměřítku. S ohledem na tento záměr bylo přistupováno k popisu mikrostruktury. Celkem bylo připraveno osm vzorků lišících se poměrem hliníku a železa. V práci jsou popsány vzniklé struktury a fáze a závěrem také posouzení vhodnosti použitého postupu pro experimentální zkoumání FeAl intermetalik.



## 2. Cíle práce

Orientace v oblasti intermetalických materiálů a práškové metalurgie. Aplikace metalografie a měření lokálních mechanických vlastností. Jedná se o experimentální výrobu FeAl materiálu v oblasti tuhého roztoku nebo pseudoroztoku s cílem vytvořit vzorky, použitelné pro další studium, zejména lokálních mechanických vlastností.





## 3. Intermetalika

Intermetalika jsou intermediální fáze a sloučeniny, které vznikají kombinací různých kovů. Vznikají v binárních nebo vícesložkových soustavách, kde tvoří přechod mezi dvěma čistými složkami nebo tuhými primárními roztoky, ze kterých vznikají přeměnou (fáze  $\delta$  v soustavě Fe-Cr) nebo rozpadem (slitiny typu Al-Cu). Další možností vzniku intermediální fáze je peritektická reakce mezi taveninou a tuhými fázemi nebo krystalizace přímo z taveniny. Pro vznik intermetalik je nutná částečná rozpustnost obou složek v druhé. Chemické složení těchto intermediálních fází často neodpovídá stechiometrickému vzorci, ale existuje v úzkém rozsahu koncentrací, které nezasahují ani do jedné z čistých složek. Čím širší interval koncentrací, tím větší rozpustnost jedné komponenty v druhé. Intermetalika nejsou homogenní skupinou materiálů. Existuje velké množství různých fází, lišících se spojením, strukturou a vlastnostmi. Obecně charakterizovat tedy můžeme pouze určité skupiny [1], [3], [2].

### 3.1. Struktura

Krystalová struktura intermetalik je odlišná od kovů, které intermediální fáze nebo slitiny obsahují. Intermetalické materiály vznikají díky tomu, že síla spojení mezi nestejnými atomy je větší než mezi stejnými atomy. Proto mají intermetalika uspořádanou krystalovou strukturu, kde atom jednoho kovu je dokonale obklopen atomy jiného kovu. U některých fází (např.  $\text{Fe}_3\text{Al}$ ) může docházet při určité teplotě ke změně uspořádaného tuhého roztoku na neuspořádaný. Krystalová struktura je určena silou a typem spojení v mřížce, které závisí na elektronovém uspořádání. O struktuře rozhoduje několik Hume-Rotheryho činitelů jako je elektrochemický faktor, velikostní faktor, elektronová koncentrace. Největší zájem a použití mají intermetalika, v jejichž struktuře se uplatňuje převážně jediný z Hume-Rotheryho faktorů [3], [1].

#### 3.1.1. Elektrochemické sloučeniny (valenční)

Ke vzniku valenční sloučeniny dochází v případě reakce elektropozitivního prvku a elektronegativního prvku. První z nich má přebytek valenčních elektronů, které odevzdá pro dosažení úplného oktetu ve vnější sféře. Typ vazby je dán patřičným elektronovým uspořádáním [2].

Intermetalika s iontovou vazbou vznikají při reakci kovů z levé strany (prvky 1. a 2. skupiny) periodické tabulky a prvků z podskupiny VIb, Vb, IVb. Jejich struktura odpovídá struktuře B32 (NaTl) nebo struktuře C1 ( $\text{Mg}_2\text{Si}$ ) [3].

Pokud reagují kovy s poměrem valenčních elektronů k atomu 4:1 (C, Si, Sn), vznikají sloučeniny s převážně kovalentní vazbou. Tyto sloučeniny mají diamantovou (sfalerit,  $\alpha$ -ZnS) nebo hexagonální strukturu. Reakcí přechodných prvků (Cr, Fe, Mn) s prvky VIb nebo Vb podskupiny vzniká složitá hexagonální struktura s přechodovou vazbou [1].

#### 3.1.2. Elektronové sloučeniny

Elektronové sloučeniny se neřídí valencí prvků, ale jsou charakterizovány valenční elektronovou koncentrací. Tyto intermediální fáze se také někdy nazývají Hume-Rotheryho fáze

### 3.2. HISTORIE POUŽITÍ INTERMETALIK

a vyskytují se především u slitin přechodných kovů s kovy B skupiny. Jednotlivé struktury se liší právě podle valenční elektronové koncentrace (VEC). Pro  $VEC = \frac{3}{2}$  můžeme dostat B2 strukturu (FeAl, NiAl), komplexní kubickou A13 strukturu ( $Zn_3Co$ ,  $Cu_3Si$ ) nebo nejtěsnější hexagonální A3 ( $Cu_3Ga$ ,  $Ag_3Al$ ) strukturu. Kubickou plošně středěnou strukturu B2 můžeme dále rozdělit na vysokoteplotní neuspořádanou fázi  $\beta'$  a uspořádanou fázi  $\beta$  existující za nízkých teplot. Při  $VEC = \frac{21}{13}$  krystalizuje  $D8_2$  ( $Cu_5Zn_8$ ,  $Fe_5Zn_2$ ) struktura a pro  $VEC = \frac{7}{4}$  dostáváme opět A3 strukturu ( $CuZn_3$ ,  $Ag_5Al_3$ ) [3],[1].

#### 3.1.3. Sloučeniny určené velikostním faktorem

Intermediální fáze určené velikostním faktorem můžeme rozdělit na intersticiální a substituční sloučeniny. Intersticiální sloučeniny vznikají reakcí přechodných kovů a některých nekovů (C, H, N) [2].

Nejnámějšími sloučeninami určené velikostním faktorem jsou Lavesovy fáze. Lavesovy fáze mají obecný vzorec  $AB_2$  a vznikají, pokud se poloměry jejich atomů kovů A a B liší o 20 až 30% a mají podobné fyzikální a chemické vlastnosti [2]. Lavesovy fáze tvoří nejpočetnější skupinu intermetalik, mají převážně kovovou vazbu a krystalizují v těsně uspořádané hexagonální mřížce C14 ( $MgZn_2$ ), kubické C15 ( $MgCu_2$ ) a hexagonální C36 ( $MgNi_2$ ) strukturu. Mezi těmito strukturami se rozhoduje na základě valenční elektronové koncentrace. Tyto struktury mají vysokou symetrii, koordinaci atomů a hustotu [3].

## 3.2. Historie použití intermetalik

Intermetalika se používala od počátku metalurgie. Nejprve byly využívány slitiny s nízkou teplotou tavení a jejich aplikace závisela na jejich tvrdosti a odolnosti proti opotřebení a korozní odolnosti. Díky kovovému charakteru lze intermetalika vyleštit, což bylo důležité pro dekorativní aspekty. Ve starověkém Egyptě 2500 př. n. l. byla intermetalika používána na výrobu zrcadel a např. fáze  $Cu_3As$  se používala jako vrchní vrstva bronzových nástrojů a fáze  $CuZn$  sloužila k výrobě mincí ve starověkém Říme 1000 př. n. l. V Číně už od roku 600 n. l. byly používány sloučeniny s rtutí jako zubní výplně [3].

V minulém století došlo k rozvoji fyzikální metalurgie a díky tomu se intermetalika stala předmětem vědeckého výzkumu. V prvních desetiletích vznikaly studie o fázové stabilitě a rovnováze s cílem sestavit fázové diagramy a dále studie zabývající se chemickými, elektrochemickými, fyzikálními a mechanickými vlastnostmi. První průmyslové aplikace závisely na magnetických vlastnostech určitých fází. V roce 1921 se začala používat slitina s vysokou magnetickou permeabilitou  $Ni_3Fe$  (permalloy) a v roce 1935 Sendust ( $Fe_3(Si,Al)$ ) jako materiál magnetických hlav v páskových rekordérech. V roce 1961 byly vyvinuty supravodivé materiály ( $Nb_3Sn$ ) a v roce 1967 permanentní magnety ( $Co_5Sm$ ) [3].

Intermetalika se dlouhou dobu používala jako funkční materiál. Díky své tvrdosti a stabilitě za vysokých teplot byla považována za potenciální materiály pro strukturní aplikace. Jejich použití pro strukturní aplikace bránila jejich vysoká křehkost. Některé fáze se používaly jako zpevňující sekundární fáze v konvenčních slitinách nebo nástříky (NiAl, CoAl) proti vysokoteplotní korozi superslitin. První strukturní slitiny vznikly na počátku 70. let minulého století a byly založeny na aluminidech titanu  $Ti_3Al$   $TiAl$ . Další strukturní

materiál byl založen na  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , který se používal už od 50. let jako sekundární fáze v superslitinách [3].

### 3.3. Průmyslová intermetalika

Intermetalik existuje velké množství a některé skupiny materiálů vykazují zajímavé fyzikální a mechanické vlastnosti vzhledem k jejich použití v průmyslových aplikacích. Hlavními oblastmi využití jsou strukturní aplikace za vysokých teplot, aplikace v korozním prostředí, elektrické a magnetické aplikace [4].

Využití intermetalik jako strukturních materiálů dlouho bránila vysoká křehkost za nízkých teplot, způsobena vlivem prostředí. V posledních letech se podařilo zvýšit houževnatost legováním, kontrolou mikrostruktury nebo povlaky. Nejvhodnější skupinou intermetalik pro strukturní a korozí odolné aplikace, zvláště za zvýšených teplot, jsou aluminidy niklu, železa, titanu a niobu, silicidy niklu molybdenu a niobu a lavesovy fáze jako je  $\text{Cr}_2\text{Nb}$  [4]. Křemík sice není kov, ale i přesto jsou silicidy řazeny mezi intermetalika z důvodu velkého množství podobností s kovy [3].

Z aluminidů niklu jsou nejpoužívanější  $\text{Ni}_3\text{Al}$  a  $\text{NiAl}$ .  $\text{Ni}_3\text{Al}$  má vysokou odolnost proti korozi, nauhličení a kavitaci a proto nejčastěji najde použití ve strukturních aplikacích v korozních prostředích. Dalším intermetalikem pro potenciální strukturní použití je  $\text{TiAl}$ , který se vyznačuje vyšší teplotou tavení, oxidační odolností a nižší hustotou oproti konvenčním titanovým slitinám, ale má nízkou houževnatost za pokojových teplot. Právě díky vysoké teplotě tavení se  $\text{TiAl}$  uplatňuje v leteckém průmyslu [4].

Nejvýznamnějšími průmyslovými silicidy jsou materiály založené na  $\text{Mo}_2\text{Si}$ . Mají vysoký bod tání a odolnost proti oxidaci. Používají se jako topná tělesa a v aplikacích za vysokých teplot.  $\text{Nb}_3\text{Si}$  a  $\text{Ni}_3\text{Si}$  jsou dalšími silicidy pro strukturní použití [4].

Intermetalika se můžou používat jako funkční materiály v elektronice, bateriích nebo magnetických aplikacích. Nejrozšířenějšími intermetalikami v elektronice jsou silicidy. Používají se jako supravodiče, ohmické kontakty v integrovaných obvodech nebo jako infračervené senzory a detektory. V mikroelektromechanice mají potenciál pro využití slitiny s tvarovou pamětí jako např.  $\text{NiTi}$ .  $\text{FeCo}$  a slitiny vzácných zemin našly uplatnění jako permanentní magnety. Pro výrobu baterií se používají intermetalika tvořící hydridy ( $\text{LaNi}_5$ ,  $\text{Ti}_2\text{Ni}$ ) [4].



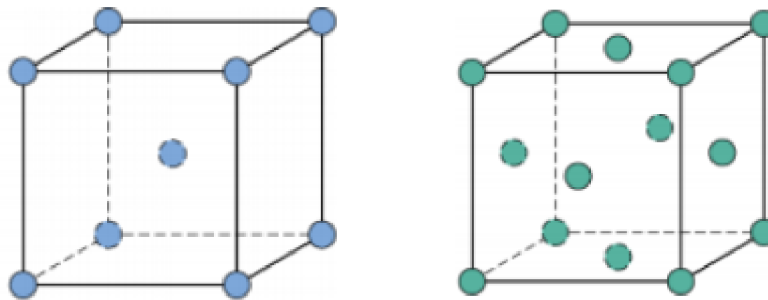
## 4. Systém Fe-Al

### 4.1. Železo

Čisté železo je polymorfní kov, který existuje v několika modifikacích lišících se vnitřní strukturou a teplotou při níž jsou stabilní.  $\alpha$ Fe krystalizuje v BCC (obr. 4.1 a) struktuře. Nad teplotou 912 °C se BCC struktura mění na FCC strukturu (obr. 4.1 b)) a vzniká  $\gamma$ Fe.  $\delta$ Fe má opět BCC krystalickou mřížku a existuje v teplotním rozmezí od teploty 1392 °C až do teploty tavení 1539 °C.  $\beta$ Fe má stejnou strukturu jako  $\alpha$ Fe, ale při teplotě 760 °C (Curieho bod) dochází ke změně magnetických vlastností, feromagnetické železo se mění na paramagnetické [5].

Hustota železa je 7870 kg/m<sup>3</sup> a jeho mechanické vlastnosti závisí na obsahu uhlíku ve struktuře. S rostoucím obsahem uhlíku roste tvrdost, ale klesá houževnatost. Čisté železo je měkké a má malou pevnost, ale po přidání uhlíku a legur je to nejčastější materiál pro strukturní aplikace [6].

Železo má také dobrou tepelnou a elektrickou vodivost a díky svým magnetickým vlastnostem se používá v elektrotechnice.



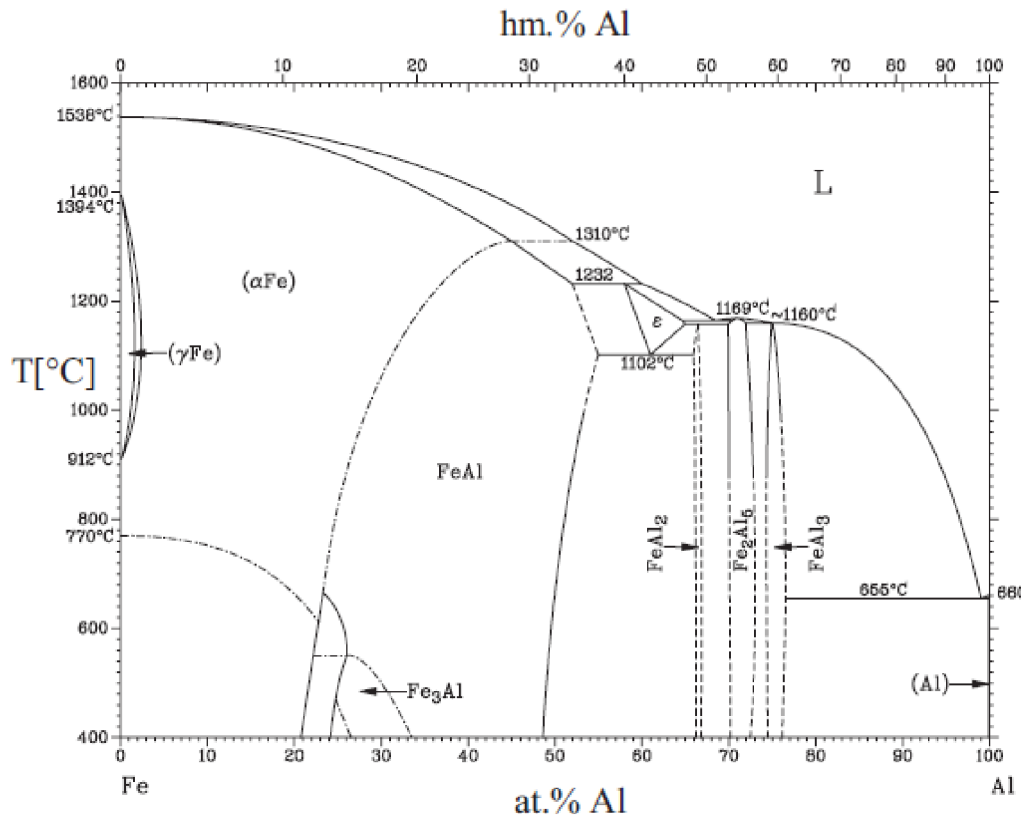
Obrázek 4.1: Krystalické mřížky: a) Kubická tělesově středěná krystalová mřížka, b) Kubická prostorově středěná krystalová [7]

### 4.2. Hliník

Hliník je druhý nejrozšířenější kov na zemi a v praxi se používá od konce 19. století. Je to stříbrobílý nepolymorfní kov s kubickou plošně centrovanou mřížkou K12 a má díky tomu dobré plastické vlastnosti za tepla i za studena. Hliník se dále vyznačuje nízkou hustotou 2.7 g/cm<sup>-3</sup>, teplotou tavení 660.4 °C a vynikající korozní odolností ve většině prostředí díky ochranné vrstvě Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> o tloušťce 5-20 nm, vytvářející se na jeho povrchu. Vlastnosti hliníku jsou závislé na jeho čistotě. Fe a Si patří mezi hlavní nečistoty a vedlejšími jsou Zn, Ga, Ti a V. Hliník dále vykazuje vynikající elektrickou a tepelnou vodivost a je nemagnetický. Pro tyto vlastnosti se hojně používá v elektronickém průmyslu. Čistý hliník není příliš pevný, ale díky své nízké hustotě se využívá k tvorbě slitin [6], [8].

### 4.3. Fázový diagram Fe-Al

Železo a hliník se vyznačují různou rozpustností a mají velice rozdílné teploty tání. Al se dobře rozpouští v BCC mřížce železa, maximální rozpustnost je 45 at.% Al při teplotě 1310 °C, zatímco Fe je v Al téměř nerozpustné. Obě vlastnosti jsou ve fázovém diagramu dobře patrné. Dalším významným prvkem je tzv. gama smyčka. Což značí uzavřenou oblast  $\gamma$ Fe a propojení oblastí  $\alpha$ Fe a  $\delta$ Fe, což je způsobeno právě hliníkem, který patří mezi feritotvorné prvky. V diagramu můžeme určit několik rovnovážných fází, intermediálních fází a dvě metastabilní sloučeniny. Binární diagram je znázorněn na obr. 4.2, významné reakce na obr. 4.3 [8], [9].



Obrázek 4.2: Fázový diagram Fe-Al [8]

#### 4.3.1. Rovnovážné fáze

Základní rovnovážnou fází je tavenina. Na straně železa se nachází oblast  $\alpha$ Fe s širokým rozsahem rozpustnosti (45 at.% Al při 1310 °C) a uzavřená oblast  $\gamma$ Fe s maximální rozpustností 1.3 at.% Al. Na straně hliníku je tuhý roztok s maximální rozpustností železa 0.03 at.% za teploty 652 °C [8].

#### 4.3.2. Stabilní intermediální fáze

FeAl vzniká z  $\alpha$ Fe a vyskytuje se v rozsahu rozpustností asi 36-48 at.% Al. Sekundární fázovou transformací z FeAl vzniká nízko teplotní fáze Fe<sub>3</sub>Al s rozpustností 23-36 at.% Al.

## Význačné body a reakce v systému Al – Fe:

Reakce	Složení [at.% Fe]			Teplota [°C]	Typ reakce
$L + FeAl \leftrightarrow \varepsilon$	50.7	45.2	~ 46	1310	Peritektická
$L + FeAl \leftrightarrow \varepsilon$	60	52	~58	1232	Peritektická
$L \leftrightarrow \varepsilon + Fe_2Al_5$	68.5	~70.5	~64.5	1169	Eutektická
$L + Fe_2Al_5 + FeAl_3$	~75	~72	~75	~1160	Neznámá
$L \leftrightarrow FeAl_3 + (Al)$	99.1	76.6	99.97	655	Eutektická
$\varepsilon + Fe_2Al_5 \leftrightarrow FeAl_2$	~65	~70	~66.5	1156	Peritektoidní
$\varepsilon \leftrightarrow FeAl + FeAl_2$	~71	~55	~66	1102	Eutektoidní
$L \leftrightarrow Fe_2Al_5$		71		1169	Kongruentní
$(\alpha Fe) \leftrightarrow FeAl$		23.3		660	Trisingulární

Obrázek 4.3: Významné reakce v diagramu Fe-Al [8]

Vysokoteplotní fáze  $\varepsilon$  vzniká peritektickou reakcí. Má komplexní BCC nebo téměř hexagonální strukturu a existuje v rozmezí rozpustností 58-65 at.%Al mezi teplotami 1102 °C až 1232 °C. Fáze  $FeAl_2$  a  $Fe_2Al_5$  mají úzký rozsah koncentrací 66-66,9 at.% Al repektive 70-73 at.% Al. Fází s nejvyšším obsahem hliníku je  $FeAl_3$  s oblastí existence 74.5-76.6 at.% Al, která vzniká při teplotě 1157 °C.  $FeAl$  a  $Fe_3Al$  vykazují dobré mechanické a korozní vlastnosti za zvýšených teplot a jsou tedy nejvhodnější pro potenciální průmyslové aplikace. [8], [9].

### 4.3.3. Metastabilní fáze

V oblasti diagramu bohaté na hliník se vyskytují dvě metastabilní fáze, jejichž vznik závisí na rychlosti ochlazování taveniny.  $FeAl_6$  vzniká při pomalém ochlazování a  $Fe_2Al_9$  při vysoké rychlosti ochlazování [8].

## 4.4. Aluminidy železa

Aluminidy železa patří mezi intermetalické sloučeniny uspořádané na dlouhé vzdálenosti. Tvoří uspořádanou bcc strukturu přes rozsah 25-50 at.% Al.  $Fe_3Al$  existuje v uspořádané struktuře  $D03$  (obr. 4.4 a)) do teploty 540 °C a v  $B2$  (obr. 4.4 b)) struktuře do 760 °C. Poté se mění na neuspořádaný roztok. Tranzitní teplota  $D03 \rightarrow B2$  klesá s rostoucí koncentrací hliníku zatímco teplota uspořádání  $B2$  roste. Nad koncentrací 36 at.% Al je stabilní pouze  $B2$  struktura [6].

Aluminidy se vyznačují nízkou hustotou ( $5,4-6,7 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$ ) a cenou, což je dáno cenou výchozích materiálů. Dále mají dobrou odolnost vůči oxidaci do teplot až 1200 °C. Jejich korozní odolnost v  $H_2S$  a  $SO_2$  prostředí je lepší než u slitin železa nebo niklu. Vysoká křehkost za pokojové teploty, nízká pevnost za vysokých teplot a nedostatečná creepová odolnost naopak brání většímu rozšíření ve strukturních aplikacích. V praxi nejpoužívanější a největší pozornost poutající aluminidy jsou intermediální fáze  $Fe_3Al$  a  $FeAl$  [10], [11].

Největším problémem aluminidů železa je jejich křehkost při pokojové teplotě. Za hlavní příčinu je považován vliv okolního prostředí. Ve vakuu nebo v kyslíkatém prostředí vykazují aluminidy železa větší odolnost proti lomu než na vzduchu. Vlhký vzduch reaguje

#### 4.4. ALUMINIDY ŽELEZA

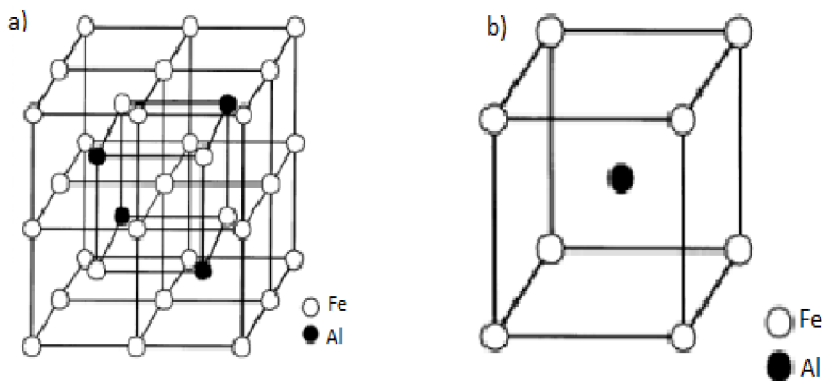
s hliníkem a na hranicích zrn se začne vylučovat vodík, který způsobuje zkřehnutí po hranicích zrn.



Okolní prostředí společně s obsahem hliníku ve struktuře dále ovlivňuje také mechanismus lomu. Při koncentraci 36.5 at.% Al dojde na vzduchu k transkrystalickému lomu zatímco u slitiny s 40 at.% Al dojde k interkrystalickému lomu. V kyslíkatém prostředí dojde k lomu po hranici zrn bez ohledu na koncentraci hliníku. U Fe<sub>3</sub>Al byl pozorován transkrystalický lom bez ohledu na prostředí. Přesná úroveň houževnatosti a mechanismu lomu závisí na mikrostruktuře (velikost zrna, sekundární fáze, uspořádání na dlouhé vzdálenosti) a vnějších podmínkách (teplota, rychlost deformace). Významného zvýšení houževnatosti může být dosaženo zmenšením velikostí zrn na úroveň mikronů, která jsou ovšem nestabilní za zvýšených teplot a dochází k jejich hrubnutí, nebo přidáním kombinace Zr a B, které zjemní strukturu vytvořením částic ZrB<sub>2</sub> [12], [13].

Creepová odolnost aluminidů železa záleží na přítomnosti malých a stabilních částic. Při teplotách 500-600 °C to jsou jemné karbidy. Jemné boridy nebo částičky oxidů dávají dobrou odolnost do teplot 800-1000 °C. Odolnost proti creepu se také obecně zlepšuje zhrubnutím zrna. Velké množství hrubých částic Lavalovy fáze také poskytuje dobrou odolnost proti creepu za vysokých teplot [14].

Největší předností aluminidů železa je jejich oxidační a korozní odolnost. Ta je způsobena vrstvičkou oxidu Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, který se vytváří na povrchu materiálu při kontaktu s kyslíkem i při velmi nízkých parciálních tlacích. Minimální množství hliníku ve struktuře potřebné pro vytvoření oxidu je 16-18 at.% Al. Přidáním Chromu můžeme snížit minimální množství hliníku a do koncentrace 2% Cr také zlepšit odolnost v sirnatém prostředí, zvláště za vysokých teplot. Zirkonium zase zvyšuje přilnavost oxidu za zvýšených teplot. Jemnější struktura také pomáhá formování Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [10], [12].



Obrázek 4.4: Nadmřížky typu [6]: a) D03, b) B2

##### 4.4.1. FeAl

FeAl tvoří B2 strukturu a je stabilní v rozsahu koncentrace 36-50 at.% Al při pokojové teplotě. FeAl vykazuje oproti Fe<sub>3</sub>Al lepší oxidační a korozní odolnost a má o 30-40 % nižší hustotu než oceli. Mechanické vlastnosti FeAl jsou závislé na obsahu hliníku ve sloučenině. Zatímco mez kluzu se při pokojové teplotě zvyšuje s obsahem hliníku do 40 at.% Al,



tažnost s rostoucím obsahem Al klesá. Mez kluzu dále souvisí se skluzem dislokací v krystalové mřížce. Za pokojové teploty probíhá skluz dislokací v rovině 111. Při teplotě okolo 450 °C dochází k aktivaci roviny 100. Tato změna skluzové roviny je důvodem prudkého poklesu meze kluzu za zvýšené teploty. Tranzitní teplota změny skluzové roviny klesá s rostoucím obsahem hliníku. Přidáním B lze zlepšit houževnatost za pokojových teplot a společně s Ni a Zr zlepšuje pevnost za vysokých teplot. FeAl se považuje díky své nízké hustotě a dobré korozní odolnosti za potenciální strukturní materiál pro vysoko teplotní aplikace [12], [11], [6].

#### 4.4.2. Fe<sub>3</sub>Al

Fe<sub>3</sub>Al je intermediální fáze, která existuje v rozsahu koncentrací 23-36 at.% Al do teploty 550 °C a krystalizuje do DO<sub>3</sub> struktury. Nad teplotou 550 °C přechází do nedokonale uspořádané B2 struktury a nad teplotou 800 °C se mění na neuspořádaný tuhý roztok αFe [10].

Houževnatost může být zvýšena přidáním Ni a Cr. Dobrá kombinace pevnosti a houževnatosti může být také dosažena tepelně mechanickým zpracováním, které vede ke vzniku velkého množství fáze B2. Při překročení teploty rozpustnosti legur dojde k precipitaci sekundární fáze, např. Lavasovy fáze, což může vést k větší pevnosti Fe<sub>3</sub>Al. Dalším legujícím prvkem ovlivňující mechanické vlastnosti je uhlík. Ve slitině dochází k vytváření tvrdých precipitátů Fe<sub>3</sub>AlC<sub>0,5</sub>, které zlepšují pevnost za pokojové i zvýšené teploty, creepové vlastnosti, odolnost vůči prostředí a překvapivě také houževnatost za pokojové teploty [3], [15].

Odolnost proti creepu lze zvýšit pomocí tepelného zpracování při teplotách okolo 1150°C po dobu 1 hodiny a následném kalení do oleje nebo vody [10].

Fe<sub>3</sub>Al má vysokou magnetickou permeabilitu, proto se používá jako magnetický materiál. Magnetické vlastnosti můžeme ještě zvýšit přidáním křemíku, který neovlivní strukturu, protože v ní nahradí atomy hliníku. Toto dalo vzniknout materiálu zvaného Sendust [3]. Fe<sub>3</sub>Al se nejčastěji využívá pro své dobré korozní a oxidační odolnosti za vysokých teplot. Mezi potenciální aplikace patří výfukový systém automobilů, výroba disků parních turbín, trubky ohříváčů v elektrárnách, filtry horkých plynů v zplynovacích uhelných elektrárnách nebo vybavení pro chemické provozy [3].

### 4.5. Výroba aluminidů

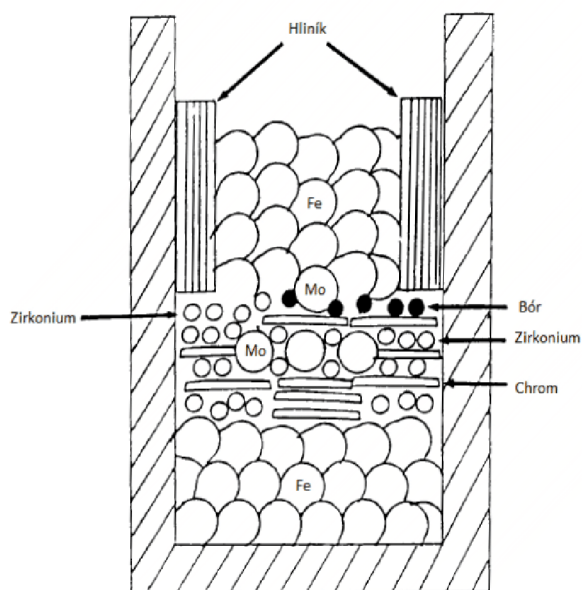
Aluminidy železa mohou být připraveny tavením, odléváním, práškovými procesy nebo difuzí hliníku. Slitiny mohou být taveny několika metodami zahrnující indukční tavení na vzduchu (AIM), indukční tavení ve vakuu (VIM) a vakuové obloukové přetavování (VAR). Nejekonomičtější možností tavení je AIM. Při tomto způsobu tavení mají ale slitiny Fe-Al tendenci k vysoké poréznosti způsobené reakcí hliníku s vodní parou. Kvůli ztuhnutí nemá vzniklý vodík kam uniknout a vytváří póry. Po tavení na vzduchu musí tedy následovat ještě elektrostruskové přetavení. Nejvhodnější metodou tavení pro aluminidy je VIM, kterou lze připravit materiály vysoké čistoty a díky inertní atmosféře bez pórů. Pro komerční účely je ale tato metoda příliš nákladná [17], [10], [15].

## 4.5. VÝROBA ALUMINIDŮ

Další možností přípravy intermetalik je EXO-melt proces (obr. 4.5), který využívá exotermické reakce mezi hliníkem a železem. Využití exotermické reakce snižuje zápalnou teplotu, zkracuje dobu tavení a zlepšuje kontrolu procesu [10].

Další metodou při níž se využívá exotermické reakce je reaktivní sintrování. Tato metoda výroby patří už do práškových procesů. Nejprve je vytvořen pórovitý skelet, do kterého se následně, vlivem kapilárních sil, infiltruje tekutá fáze. Infiltraci tekutého kovu je možné provádět pod tlakem nebo i metodami bez přítomnosti tlaku. Výhodami oproti klasickému tavení je nižší teplota procesu, menší znečištění a možnost výroby součástek téměř finálního tvaru [10], [16], [17].

Pro výrobu aluminidů železa lze použít také klasické postupy práškové metalurgie (viz. níže) nebo formu nástřiků [10].



Obrázek 4.5: Postup plnění pece pro využití uvolněného při vzniku  $Fe_3Al$  [10]

### 4.5.1. Odlévání

Odlévání je základním a zároveň nejčastějším způsobem výroby aluminidů a lze jím připravit odlitky různých tvarů, mechanických a fyzikálních vlastností. Komponenty vzniklé odléváním lze připravit celou řadou způsobů, jako je odlévání do písku, odstředivé odlévání nebo řízeným tuhnutím [12], [17].

Problematickým aspektem klasického odlévání je segregace na hranici zrn. V místech velkého množství Al dochází k segregaci a tato místa se stávají křehká a způsobují mikrotrhliny při ochlazování. Při odlévání dále vznikají hrubší zrna, což má vliv na výsledné mechanické vlastnosti materiálu. Při odlévání je nutné zamezit přístupu vodíku k tavenině, aby se předešlo vzniku pórů v tavenině. Toho lze dosáhnout odléváním ve vakuu, v inertní atmosféře nebo vháněním argonu skrz taveninu [18], [10].

### 4.5.2. Aluminizace povrchu

Tato metoda se nejčastěji provádí na povrchu superslitin z důvodu poskytnutí ochrany proti oxidaci za vysokých teplot. Při aluminizaci dochází k difuzi hliníku do materiálu

po vystavení jeho povrchu prostředí bohatému na hliník a k vytvoření příslušného intermetalika. Díky přítomnosti hliníku se na povrchu superslitiny vytvoří souvislá vrstvička oxidu  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , která brání jeho oxidaci a korozi. Na vrstvu oxidu jsou kladeny vysoké požadavky na mechanickou, termodynamickou a chemickou stabilitu. Sycení povrchu se provádí například u lopatek plynových turbín [17].



## 5. Prášková metalurgie

Prášková metalurgie je poměrně mladá a rychle se rozvíjející technologie výroby součástí z většiny kovů a jejich slitin. Základním prvkem práškové metalurgie je prášek, který může být vyráběn drcením, rozprašováním nebo chemicky. Tvar částic prášku je dán způsobem výroby a společně se složením práškové směsi mají největší podíl na konečných vlastnostech výrobku. Po úpravě prášků (třídění, míchání, redukce, tepelné zpracování), dojde k jejich formování a zhutnění do výsledné podoby součástky. Poté následuje slinování polotovarů, při kterém dochází k homogenizaci struktury, fyzikálních, chemických, mechanických a technologických vlastností. Ke slinování dochází nejčastěji za působení tlaku a teploty, která je ale nižší než teplota tavení složek. Během slinování dochází k difuzi jednotlivých částí, proto jeho průběh závisí na teplotě a čase [19], [21], [5].

Mezi největší výhody práškové metalurgie patří možnost velmi dobře předvídat a kontrolovat výsledné vlastnosti materiálu, proto je možné vyrobit součástku s požadovanými vlastnostmi. Prášková metalurgie je také velmi hospodárnou metodou výroby, protože nedochází k ohřevu na příliš vysoké teploty. Dalšími výhodami jsou přesné rozměry výrobků, vysoká čistota materiálu a rychlá výroba. Nevýhodami jsou nižší pevnost kvůli pórům a vysoké náklady na zařízení [5], [19]. Produkty práškové metalurgie mají široké použití. Používají se v leteckém (komponenty do motorů), automobilovém (ozubená kola v převodovkách, kluzná ložiska) a strojním průmyslu (nástroje). Dále můžeme vyrábět různé pórovité materiály, které se používají pro filtraci kapalin a plynů. Tato technologie se také hodí na výrobu součástí z materiálů s vysokou teplotou tavení (wolfram, molybden, niob, vanad) a také pro přípravu hliníkových slitin [21].

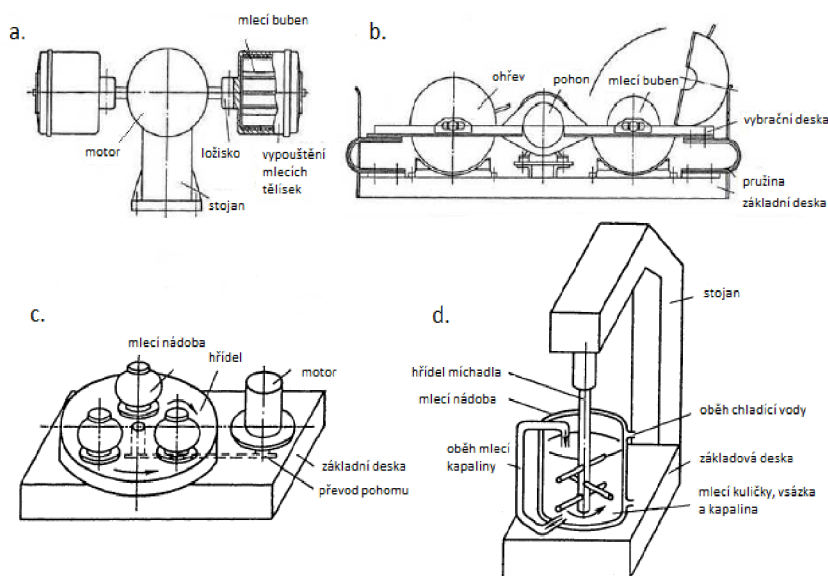
### 5.1. Výroba prášků

#### 5.1.1. Mechanické drcení

Tento způsob výroby patří mezi základní metody výroby prášků. Vhodnost tohoto způsobu závisí především na tvárnosti základního materiálu. Při drcení se nejprve vyčerpá plastická deformace materiálu a poté dojde ke vzniku křehkých makrotrhlin. Mechanické mletí se tedy používá u křehkých materiálů (křehké kovy, keramika, slitiny). O výsledných vlastnostech prášku rozhoduje způsob a doba mletí. Mletí můžeme provádět v okolní nebo inertní atmosféře, za sucha i za přítomnosti kapaliny. Pro mletí se používají kulové, planetové kulové a vibrační mlýny. Pro intenzivní mokré mletí se používají attritory [20].

Výsledné prášky jsou charakteristické neglobulární morfologií (obr. ??) a velkým obsahem lomových ploch. Prášky mohou být znečištěné materiálem mlecího nástroje, který se časem opotřebovává [21].

## 5.1. VÝROBA PRÁŠKŮ

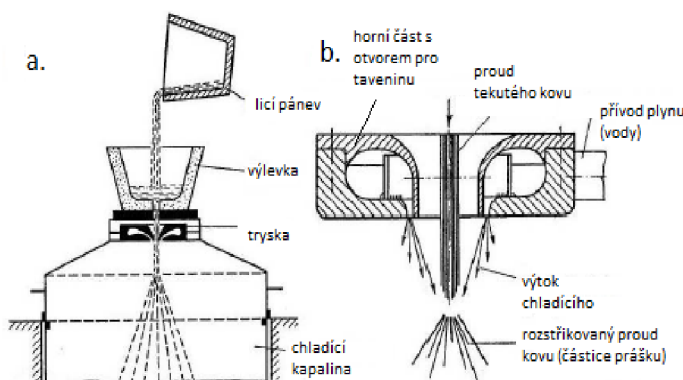


Obrázek 5.1: Zařízení pro mletí a drcení [20]: Kulový mlýn(a), Vibrační mlýn(b), Planetový kulový mlýn(c), Attritor(d)

### 5.1.2. Rozprašování kovové taveniny

Rozprašování je nejrozšířenějším způsobem výroby prášků. Princip metody spočívá ve výrobě prášků rozpadem výchozí taveniny. Ta je pod tlakem média rozprašována do chladicí kapaliny. Jako médium se používá voda, olej, plyn (vzduch, argon, helium) nebo lze použít odstředivé rozstřikování. Principiálně není rozdíl mezi použitím různých medií, liší se pouze doba potřebná k ochlazení taveniny. Vlastnosti prášků lze ovlivnit vhodnou volbou podmínek (teplota lázně, viskozita, povrchové napětí, ochlazování). Zvyšováním teploty ohřevu a mechanické energie získáváme více jemných částic [20].

Tento způsob výroby lze použít pro většinu slitin. Nejvýhodnější je pro materiály s nízkou teplotou tání z důvodu nižší energie potřebné pro ohřev materiálu na danou teplotu. Výsledný prášek má stejnorodé složení, vysokou čistotu a globulární morfolonii, která je vhodná pro další zpracování [21].



Obrázek 5.2: Schéma zařízení pro stříkání prášků [20]: Základní schéma (a), řez tryskou (b) [20]

### 5.1.3. Chemické způsoby výroby prášků

Mezi základní způsoby chemické výroby patří chemická redukce a rozpad. Tímto způsobem můžeme získávat prášky běžných kovů i těžko tavitelných materiálů. Redukční činidla můžeme mít v tuhém i v plynném stavu. Oxidačně-redukční reakce jsou nejčastějším způsobem výroby železného prášku.

Do chemických způsobů dále patří hydrometalurgické pochody, při kterých se uplatňuje redukce vodních roztoků solí kovů nejčastěji vodíkem nebo oxidem uhelnatým. Používá se hlavně pro výrobu prášků mědi, niklu a kobaltu. Prášky můžeme také dostat elektrolýzou vodného roztoku kovových solí [20].

Prášky vyrobené chemickými metodami se vyznačují vysokou čistotou lupínkové nebo globulární struktury. Chemické metody jsou nejčastějším způsobem výroby kovového prášku [21].

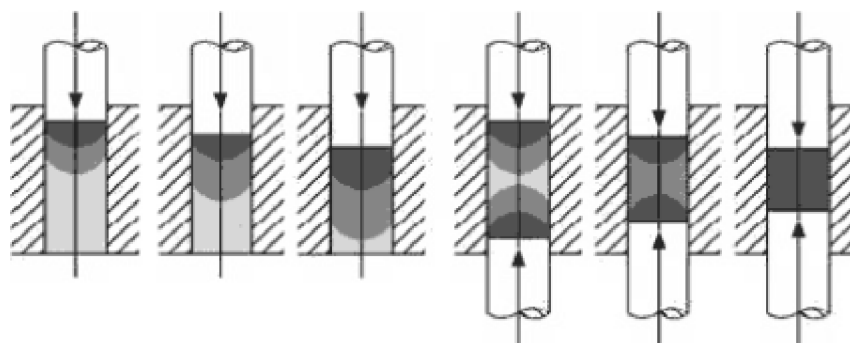
## 5.2. Zhutňování

Zhutňování je proces, při kterém formujeme prášek do podoby výsledného výrobku. Klesá pórovitost a roste hustota. Po zhutnění dostaneme polotovár stejných rozměrů jako výsledek výrobek. Před samotným zhutněním dochází nejprve k úpravě prášků. Ty se třídí dle velikosti zrn, zbavují se nežádoucích nečistot a případných oxidů vzniklých při výrobě. Nakonec dojde k namíchání potřebné práškové směsi. Zhutňování se nejčastěji uskutečňuje působením tlaku na prášek, ale existují i metody bez použití tlaku [20] [21].

### 5.2.1. Lisování

#### Jednoosé lisování

Lisování je nejjednodušší metoda zhutňování prášků. Můžeme ho rozdělit na jednostranné a oboustranné. Působením tlaku dochází ke zvyšování hustoty původně velmi porézního prášku. Při lisování dochází nejprve k přemisťování částic tak, aby došlo k zaplňování pórů. Se zvyšujícím se tlakem dochází k objemové deformaci a následnému rozrušení částic prášku. Ve styku částic může dojít ke vzniku spoje [20].



Obrázek 5.3: Jednostranné a oboustranné lisování [20]

## 5.2. ZHUTŇOVÁNÍ

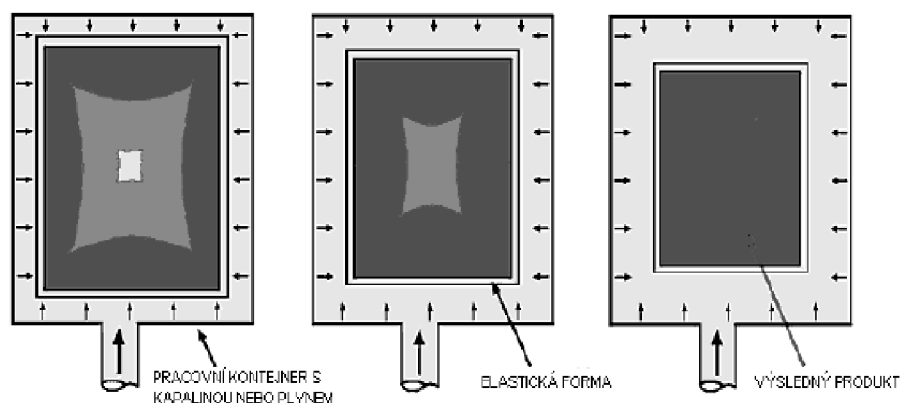
### Izostatické lisování

#### CIP

Při izostatickém lisování za studena nedochází k působení tlaku pouze v jedné ose ale po celém obvodu vylisku. Prášek je nasypán do gumového pouzdra, které se poté umístí do tlakové nádoby společně s médiem. Jako medium můžeme použít kapalinu, popřípadě plyn (Argon, Helium). Pouzdro je poté zatíženo tlakem až 400 MPa. Výhodou oproti jednoosému lisování je stejnoměrné zhutnění ve všech směrech [5].

#### HIP

Izostatické lisování za tepla je podobné jako metoda CIP. Ke zhutňování se používá současné působení tlaku a zvýšené teploty. Při metodě HIP tedy dochází nejen k lisování, ale zároveň i ke slinování. Pouzdro může být ohříváno současně s atmosférou plynu (Argon, helium) nebo dojde k nastavení tlaku v autoklávu pomocí kompresoru až po dosažení požadované teploty. V prvním případě dochází k lineárnímu nárůstu tlaku pouzdra s teplotou. Pro hipování se používá prášek s globulárním tvarem zrn, protože je potřeba minimální sypká hmotnost 60% teoretické specifické hmotnosti materiálu. Lisování probíhá v rozmezí teplot 480 až 1300 °C, při tlacích 50 až 310 MPa [21], [5]. Součástky vyrobené touto metodou mají ve všech směrech stejnou hutnost a strukturu a nedochází u nich k vnitřnímu pnutí, což zlepšuje mechanické vlastnosti [5]. HIP se používá pro lisování titanových součástí, vysoce legovaných niklových prášků, keramiky a materiálů s obsahem chromu [21].



Obrázek 5.4: Schéma izostatického lisování [22]

### 5.2.2. Válcování

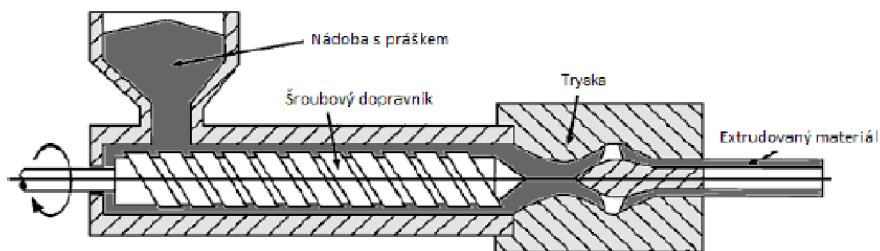
Metoda je podobná oboustrannému lisování. Prášková směs je přiváděna mezi vedle sebe umístěné rotující válce. Válcování je vhodné pro výrobu plechů a pásů z těžko tvářitelných materiálů (magnetické pásy), bimetalických a více komponentních pásků. Mezi nevýhody této technologie patří vysoká cena vstupních prášků a malá rychlost válcování [20].

### 5.2.3. Protlačování

U této metody dochází k protlačování práškové směsi a plastifikátoru hlavicí, která má tvar budoucího výrobku. Tímto způsobem lze vyrábět trubky, tyče a součásti o značné délce.

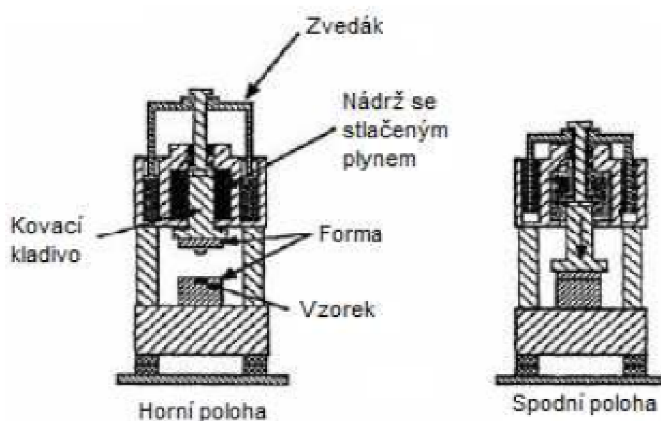


Protlačovat lze za tepla i za studena. Protlačování je nejčastější u průmyslové keramiky [20].



#### 5.2.4. Kování prášku

Při zhutňování práškového materiálu se snažíme docílit, co možná největší hustoty. Kování za tepla nám umožňuje dosáhnout hustoty až 99,5 ve srovnání s kompaktním materiálem. Lisováním za studena dostaneme vylisek ve tvaru výsledné součásti, který je poté ohříván v ochranné atmosféře a následně kován na výsledný rozměr [21].



#### 5.2.5. Zhutňování bez použití tlaku

Pro zhutnění prášků lze také použít metody bez použití tlaku. Mezi nejvýznamnější patří volné slinování ve formě a zhutňování vibrací. Při volném slinování dochází pouze k nasypání prášku do formy a posléze ke slinování. Zhutnění prášku je téměř nulové a vyznačuje se vysokou pórovitostí. Nejčastěji je používán na výrobu vysokoporézních kovových filtrů. U této metody dochází ke zhutňování pomocí vibrací. Při střásání dochází k vyplňování pórů a k růstu hustoty prášku. Touto metodou můžeme dosáhnout podobných výsledků jako u lisování [20].

## 5.3. Slinování

Slinování je druh tepelného zpracování a finální proces práškové metalurgie. Dochází k odstraňování vnitřních pórů a ke konečnému zhutnění na maximální hustotu působením tlaku, teploty nebo jejich kombinací.

Hnací silou procesu je snaha soustavy snížit svoji celkovou volnou energii. Práškový materiál má větší měrný povrch a tím i vyšší povrchovou energii než masivní těleso. Při slinování dochází k růstu zrn, ubývání pórů a ke snižování celkové mezifázové energie [5].

Slinování je řízeno difuzním mechanismem a proto hlavními faktory ovlivňujícími výrobní proces jsou teplota a čas. Pro zahájení procesu je nutné dodat aktivační energii, což zajišťuje ohřev tělesa na dostatečnou teplotu. Difuze probíhá nejprve po povrchu částic, ale se zvyšující se teplotou se přidává i difuze objemová. Díky pohybu atomů materiálem dochází k zaplnění pórů a ke zhutnění výlisku na maximální hustotu. Dále dochází k růstu styčných ploch mezi částicemi a vzniku slitin v místě dotyku, což dále zvyšuje soudržnost. Slinování se nejčastěji provádí v ochranné atmosféře nebo ve vakuu, z důvodu nebezpečí oxidace prášků. Podle typu přítomné fáze můžeme proces rozdělit na slinování s tuhou fází a s kapalnou fází [5].

Při slinování v tuhém stavu je práškový materiál ohříván na teplotu nižší než je teplota tavení všech složek práškové směsi. U jednosložkových soustav je to přibližně  $0,8 T_m$ . Po ohřátí na dostatečnou teplotu dochází k současnému smrštění pórů a růstu zrn. Výslednou strukturu tvoří polyedrická zrna [20], [21].

U slinování s tekutou fází dochází k ohřevu nad teplotu tavení jedné ze složek soustavy a ke vzniku kapalně fáze. Slinování s kapalnou fází má několik výhod oproti pevné fázi. Tavenina usnadňuje slučování částic prášku posílením procesu difuze. Aktivační energie rozhraní kov-tekutá fáze je nižší než u rozhraní kov-atmosféra. Difuze tedy neprobíhá po hranicích zrn, ale skrz celou tekutou fází. Kapalná fáze také díky kapilárním silám lépe vyplňuje póry, takže dostáváme mnohem lépe zhutněný materiál. S tím také souvisí značná smršťivost. Vnitřní struktura je tvořena ostrými zrny v kapalně fázi nebo globulárními zrny [21], [20], [5].

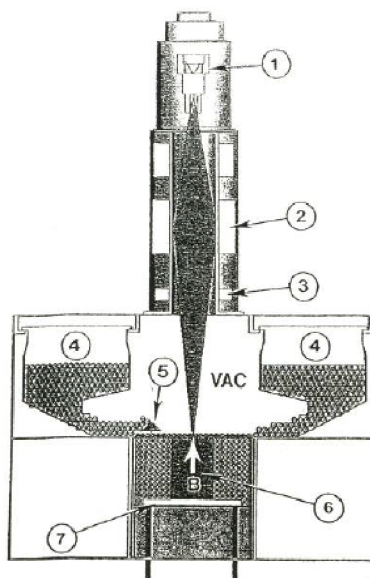
## 5.4. Technologie s vysokou hustotou energie

### 5.4.1. Electron beam melting

Electron beam melting je proces výroby součástek z kovových prášků. Na podpůrný stůl je nanesen kovový prášek ve formě vrstev zhutněných předchozím válcováním. Po přetavení a následnému ztuhnutí vrstvy se proces opakuje. Během výroby dochází ke vzniku kapalně fáze, což umožňuje dosahovat téměř maximální teoretické hustoty [23].

Jako zdroj energie slouží elektronový paprsek generovaný elektronovým dělem. Zářící wolframové vlákno vyzařuje mrak elektronů, které jsou skrz hlavěň urychlovány přibližně na rychlost poloviny rychlosti světla. Dvě magnetická pole usměrňují rychle se pohybující elektrony. První magnetické pole soustředí paprsek do určitého průměru a druhé magnetické pole vychyluje paprsek do cílového bodu. Elektrony letící vysokou rychlostí narazí na kovový prášek a jejich kinetická energie je okamžitě přeměněna na energii tepelnou. Dochází k růstu teploty nad teplotu tavení práškové směsi a vzniká tavenina, která je následně ochlazena a vzniká výsledný materiál. Proces výroby probíhá ve vakuu z důvodu ztráty velkého množství energie, způsobeného srážkami letících elektronů s molekulami

vzduchu. Vakuum dále zabraňuje reakci práškové směsi se vzduchem, tvorbu nechtěných sloučenin (např. oxidů) a výsledkem je větší čistota výsledného materiálu. EBM se používá v jaderném průmyslu a pro výrobu titanových součástí pro letecký průmysl [23], [27].



Obrázek 5.7: EBM schéma [27]: Elektronové dělo (1), Elektromagnetické čočky (2), Defleční cívka (3) Zásobník prášku (4), Dávkoč prášku (5), Výrobek (6), Podpurný stůl (7)

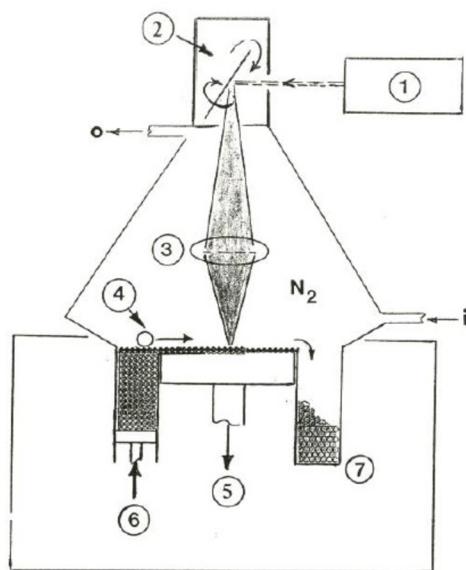
#### 5.4.2. Selective Laser Melting

SLM je technologie umožňující tvorbu součástek a prototypů téměř všech tvarů a geometrie přímo z kovového prášku. Všechny částice jsou během procesu kompletně roztaveny, což umožňuje dosažení téměř 100% teoretické hustoty materiálu [25].

Kovový prášek je nanášen na podpurný stůl po vrstvách a každá z nich je přetavena laserovým paprskem, který je směřován pomocí čoček a jehož průměr se pohybuje ve stovkách mikrometrů. Částice prášků absorbují energii vyzářenou laserem a tato tepelná energie je poté předávána vedením mezi částicemi prášků případně taveninou. Intenzita laserového paprsku klesá s jeho pronikáním do materiálu. Po přetavení následuje velmi rychlý přechod v pevnou fázi. Proces výroby probíhá v inertní atmosféře N<sub>2</sub>, která brání reakci roztaveného kovu s okolním prostředím a slouží také k odvodu tepla [26], [27].

SLM proces i mechanické vlastnosti vyrobených součástek jsou ovlivňovány velkým počtem parametrů zahrnující výkon laseru, rychlost skenování, hatch distance, tloušťku vrstvy, skenovací strategii, pracovní prostředí, teplotu prášku před přetavením a vlastnosti výchozího práškového materiálu [26].

SLM se využívá pro výrobu nástrojů, kloubních implantátů a zubních výplní. SLM se dále využívá v leteckém a automobilovém průmyslu. Většímu rozšíření této technologie brání nízká rychlost a vyšší cena výroby [25], [26].



Obrázek 5.8: SLM schéma [27]: Zdroj laseru (1), Systém zrcadel (2), Čočky (3) Mechanický válec (4), Podpůrný stůl (5), Zásobník prášku (6), Přebytek prášku (7)

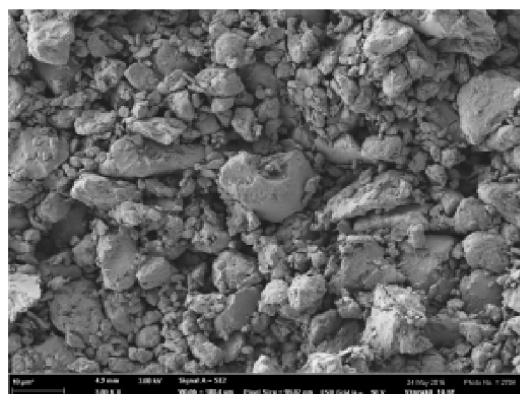
## 6. Experimentální část

### 6.1. Příprava materiálu

Jako experimentální materiál se použily prášky železa a hliníku od firmy H. C. Starck, které byly smíchány v různých poměrech. Celkem bylo vytvořeno 8 práškových směsí, jejichž složení je v tabulce 6.1. Po navážení správného poměru byly prášky, společně s médiem (ethanol) uzavřeny do nádoby, ve které se následně odsáním vzduchu a přidáním argonu vytvořila inertní atmosféra. Nádoby se poté umístily do mlýnku Fritch Pulverisette4 a byly mlety ve čtyřech cyklech. Každý cyklus trval 2 hodiny a mezi cykly byla pauza 20 minut. Výsledné práškové směsi se následně zhutnily do podoby malých válečků pomocí jednostranného lisování za působení tlaku 20 MPa. Po slisování měly vzorky průměr 20 mm a tloušťku zhruba 3 mm. Jejich přibližná hmotnost (za předpokladu 100% zhutnění) je uvedena v tabulce 6.1. Vylisované vzorky nebyly příliš pevné a velmi snadno se rozpadaly, což ovlivnilo jejich tvar po následném přetavení. Tento problém byl nejvýraznější u směsí s nízkým obsahem Al, které po slisování vyžadovaly velice jemnou manipulaci. Vzorky s vyšším obsahem Al byly pevnější. Vzorky byly poté přetaveny pomocí elektronového paprsku (viz. kapitola EBM) na "Zařízení na obrábění, svařování a povrchovou úpravu kovů využívající (rastrující) elektronový svazek" s označením Pro-beam K26 - 150. Elektrony byly urychlovány polem o potenciálu 120 kV. Vzorky se tavily paprskem o proudu 3,5 mA po dobu 30 s. Vzorek o složení 87,5 at.% Fe a 12,5 at.% Al se taval paprskem o proudu pouze 3 mA.



Obrázek 6.1: Slisovaná tableta



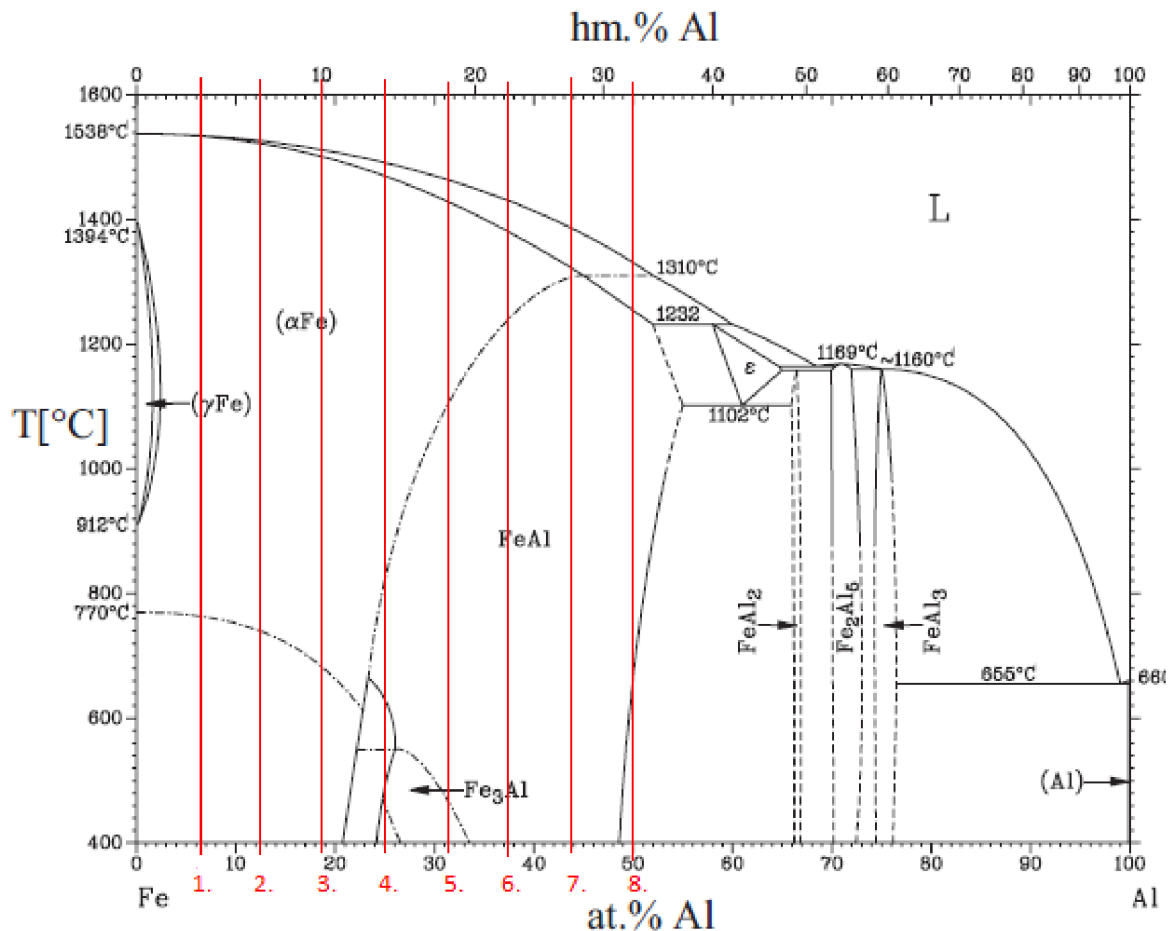
Obrázek 6.2: Namletý a slisovaný prášek Fe-Al

### 6.2. Příprava vzorků

Přetavené vzorky byly rozříznuty v nejširším místě a jedna z částí se použila pro metalografický výbrus. Pro řezání vzorku byla použita pomaluběžná olejová řezačka VC-50. Části vzorků určené pro výbrus byly zality za studena epoxidovou pryskyřicí. Po ztuhnutí pryskyřice a vyndání z formy následovalo broušení, mechanické leštění a chemické leštění.

## 6.2. PŘÍPRAVA VZORKŮ

Broušení probíhalo na stroji Struers Pedemin-2. Postupně byly použity brusné papíry s brusivem SiC o velikosti zrnitosti 300, 500, 800, 1000 a 1300. Jako chladicí médium a pro odvod obroušeného materiálu byla použita voda. Po broušení následovalo mechanické leštění, které probíhalo na stejném stroji. Jako leštidla byly použity diamantové pasty o velikosti  $3\mu\text{m}$  a  $0,7\mu\text{m}$  a lešticí plátina Struers. Jako poslední krok následovalo



Obrázek 6.3: Diagram Fe-Al s vyznačeným složením vzorků

Tabulka 6.1: Složení jednotlivých vzorků

Číslo vzorku	Složení		Hmotnost [g]
	Fe [at.%]	Al [at.%]	
1	93,75	6,25	7,23
2	87,5	12,5	7,08
3	81,25	18,75	6,92
4	75	25	6,72
5	68,75	31,25	6,53
6	62,5	37,5	6,31
7	56,25	43,75	6,08
8	50	50	5,82

chemické leštění metodou OP-CHEM. Jako leštidlo se použilo OP-S společně s lihovým smáčedlem. Po vyleštění byly vzorky očištěny pomocí ultrazvuku a následně usušeny. Před pozorováním elektronovým mikroskopem byly všechny vzorky nauhličený.

## 6.3. Experimentální metody

### 6.3.1. Světelná mikroskopie

Světelná mikroskopie patří mezi základní metody pro zkoumání struktury kovových i nekovových materiálů. Často se používá pro určení velikosti, tvaru a podílu jednotlivých fází ve struktuře. Zvětšení u světelných mikroskopů je závislé na vlnové délce světla a jejich rozlišovací schopnost se pohybuje v rozmezí  $0,2\mu\text{m}$  až  $0,4\mu\text{m}$  [28].

Světelná mikroskopie pracuje na principu pozorování odraženého světla od povrchu, jelikož jednotlivé strukturní složky různě odrážejí světlo. Základním prvkem mikroskopu je zdroj světla, kterým může být výbojka, žárovka popřípadě LED dioda. Světelný paprsek prochází přes soustavu čoček, clon a filtrů. Poté je odražen od planparalerního skla nebo hranolu do objektivu. Tím prochází a dopadá na vzorek, kde se od kolmých ploch odrážejí zpět do objektivu a od šikmých ploch (díry, prohlubně) mimo objektiv. Kolmé plochy se tedy jeví světlé a šikmé plochy tmavé. Tomuto způsobu se říká pozorování ve světlém poli. Vytvořený obraz lze pozorovat okulárem, promítnutý na matnici nebo zachycený na fotografickém materiálu [28].

Pro pozorování vnitřní struktury vzorků byl použit světelný mikroskop Zeiss Z1m a povrch vzorků byl zkoumán stereolupou Zeiss stemi501. Při pozorování na velká zvětšení docházelo k horšímu zaostření obrazu z důvodu nerovného povrchu.

### 6.3.2. Analytická elektronová mikroskopie

Elektronová mikroskopie využívá proudu elektronů k osvětlení vzorku. Oproti světlu mají elektrony kratší vlnovou délku a lze tedy dosáhnout většího zvětšení. Na povrchu vzorku dochází k interakci elektronů s materiálem a dochází k odrazu, rozptylu, absorpci nebo přeměně energie na jiný druh záření. Část elektronů materiálem projde. Procházející elektrony jsou využívány pro transmisní elektronovou mikroskopii (TEM) k analýze vnitřní struktury [28].

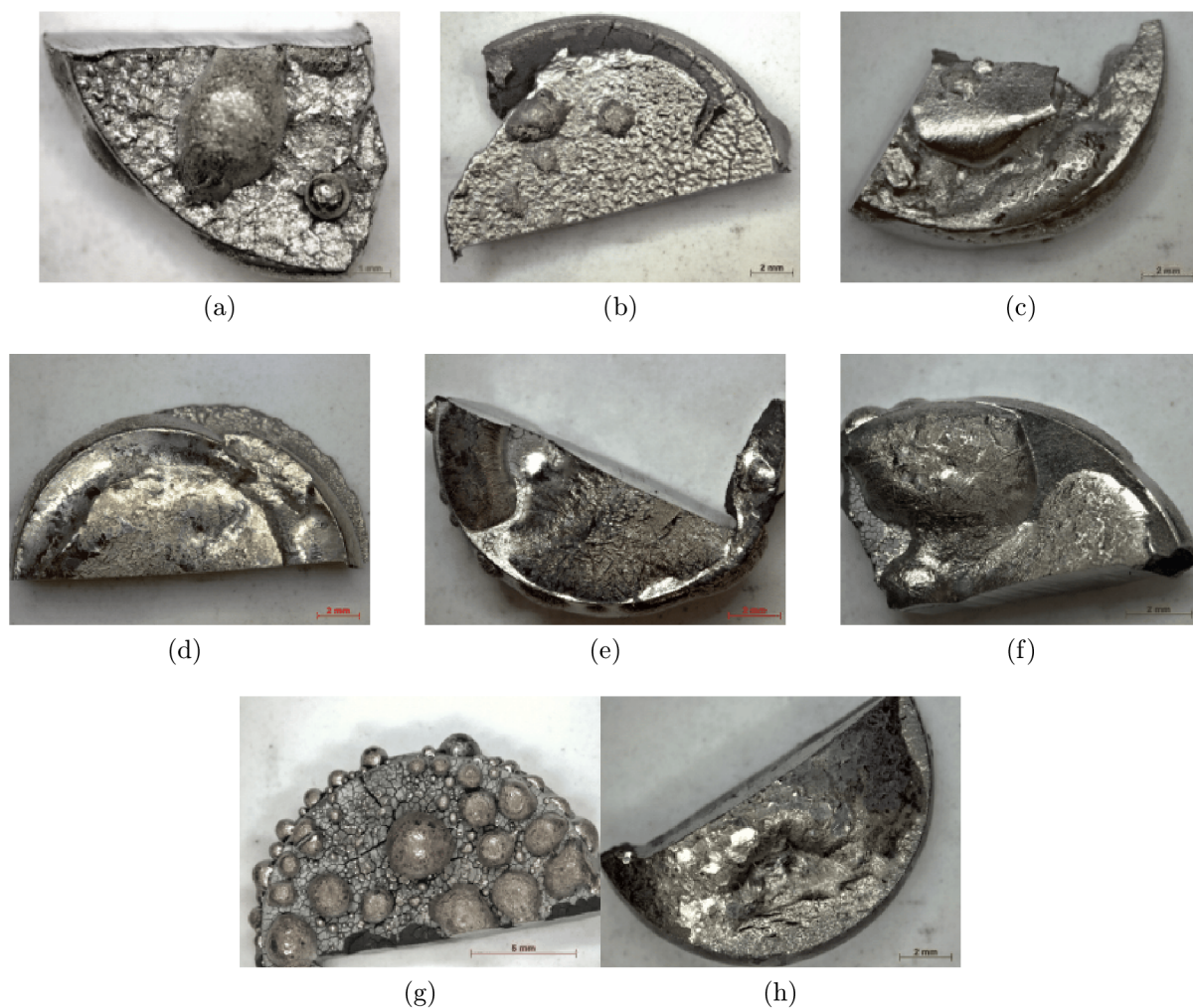
V našem případě byla pro pozorování povrchů vzorků použita řádkovací elektronová mikroskopie (REM), která využívá primárních odražených elektronů (BSE) a sekundárních elektronů (SE). Primární odražené elektrony se po dopadu odrážejí od povrchu zpět do snímače. Sekundární elektrony se uvolňují z elektronových obalů atomů blízko povrchu vzorku po nepružné srážce primárního svazku elektronů s povrchem vzorku [28], [29]. Pomocí SE byl pozorován reliéf výbrusu a BSE sloužily k určení jednotlivých fází.

Pro zjištění chemického složení byla použita energiově disperzní analýza. Primární svazek vybudí charakteristické rentgenové záření, které je zachyceno energiově disperzním spektrometrem (EDS). Vzniká rentgenové spektrum, kde fotony záření s různou energií odpovídají jednotlivým prvkům. Fotony se poté přemění na elektrický signál, který je monitorován a vyhodnocen [28]. Pomocí EDS bylo zjištěno bodové i plošné složení.

Pro analýzu byl použit elektronový mikroskop Zeiss UltraPlus a EDS detektor OXFORD.

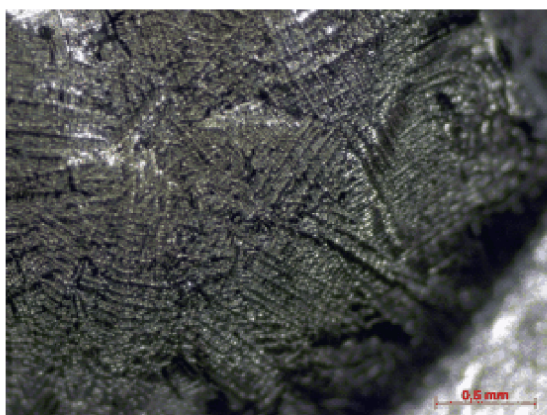
## 6.4. Přetavené vzorky

Všechny tablety byly připravovány stejným způsobem a lišily se pouze svým složením. Přesto po přetavení mají všechny vzorky odlišný tvar. Některé vzorky se při manipulaci rozpadly, což je zřejmé na tvaru vzorků 2, 7 a 4, které neodpovídají kulatým tabletám. Dalším vlivem byl obsah hliníku ve vzorku. S rostoucím obsahem hliníku se zvětšoval objem vzniklé taveniny, která má snahu vytvářet různě velké kulovité útvary. Tyto útvary se na všech vzorcích nacházejí po obou stranách tablet. Jednotlivá vrstva přetaveného materiálu se vyskytuje pouze u vzorku 8. Na vzorcích 1 až 7 se na povrchu těchto útvarů vyskytují dendrity. Na vzorku 8 už dendrity nepozorujeme. Tvary vzorků na obrázku 6.4.

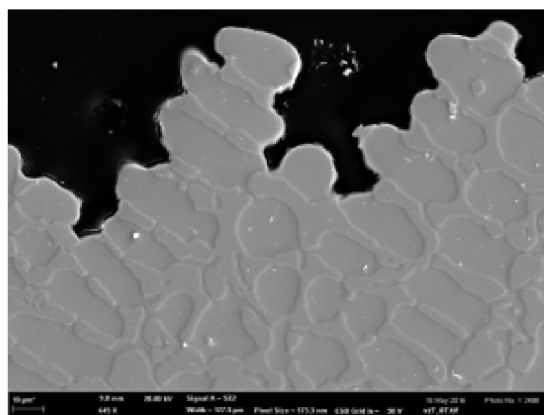


Obrázek 6.4: Nepřetavené vzorky: a) vzorek č. 1, b) vzorek č. 2, c) vzorek č. 3, d) vzorek č. 4, e) vzorek č. 5, f) vzorek č. 6, g) vzorek č. 7, h) vzorek č. 8





(a)



(b)

Obrázek 6.5: Dendritická struktura: a) Dendrity na povrchu vzorku b) Výbrus dendritu vystupujícího na povrch

## 6.4. PŘETAVENÉ VZORKY

### 6.4.1. Vzorek č. 1

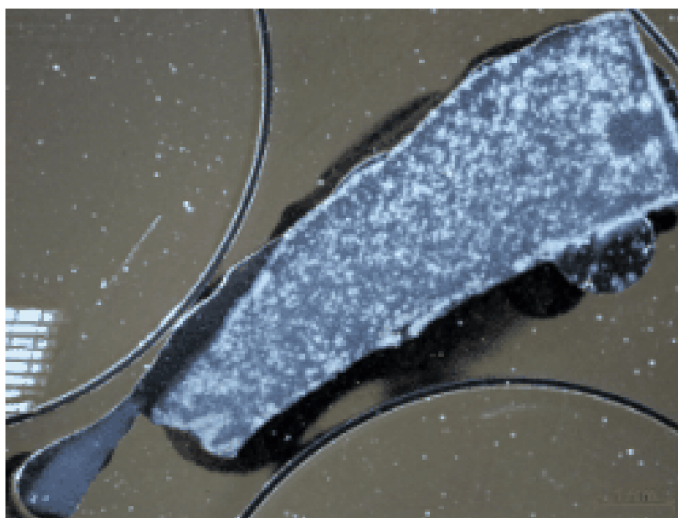
První vzorek měl složení práškové směsi 93,75 at.% Fe a 6,25 at.% Al. Toto složení se nachází v oblasti tuhého roztoku  $\alpha$ Fe s teplotou tavení blížíící se teplotě tavení železa. Přetavená struktura se nachází v malém objemu na povrchu vzorků, kde tvoří kulovité útvary a na obrázku 6.6 tvoří tmavě zbarvené oblasti. Nepřetavené oblasti jsou světlé. Přetavená oblast tvoří do 10 % z objemu vzorku.

V tabulce 6.2 je chemické složení přetavené a nepřetavené oblasti. Je zřejmé že naměřené průměrné složení obou oblastí obsahuje více hliníku než v původní směsi. Přetavená oblast podle chemického složení odpovídá tuhému roztoku  $\alpha$ Fe, ale nepřetavená oblast se nachází v oblasti fáze  $\text{Fe}_3\text{Al}$ .

V přetavené struktuře na obrázku 6.7 je zřetelný vznik dvou strukturních složek, které jsou pravděpodobně tvořeny čistými fázemi. Ve struktuře nejsou patrné dendrity a zrna jsou přibližně rovnoosá. Z chemického složení nelze jednoznačně určit o jaké fáze se jedná, jelikož podle bodových analýz v tabulce 6.3 mají obě složky podobné složení a nacházejí se v oblasti tuhého roztoku  $\alpha$ Fe.

Většina vzorku je tedy tvořena nepřetavenou strukturou, ve které jsou zřetelné nepřetavené částice železa, póry o velikosti v řádech jednotek  $\mu\text{m}$ . Ve struktuře jsou dále patrné drobné částice, pravděpodobně oxidu hliníku.

Mezi strukturami není ostrá hranice, ale přechodná oblast (viz obr. 6.11) v níž dochází k prolínání obou struktur a k postupnému přechodu z jedné struktury do druhé.



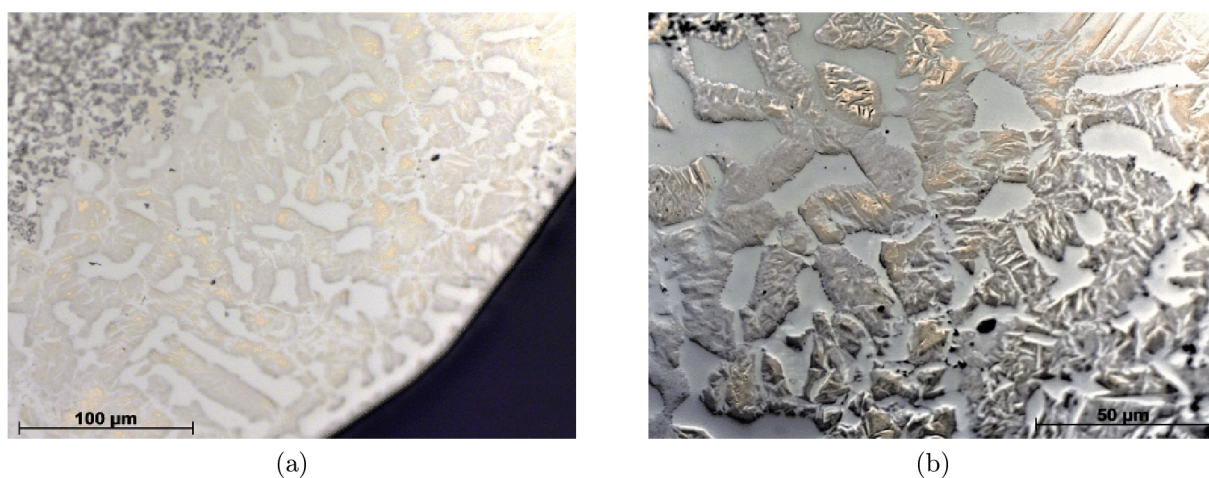
Obrázek 6.6: Průřez vzorku

Tabulka 6.2: Složení jednotlivých oblastí

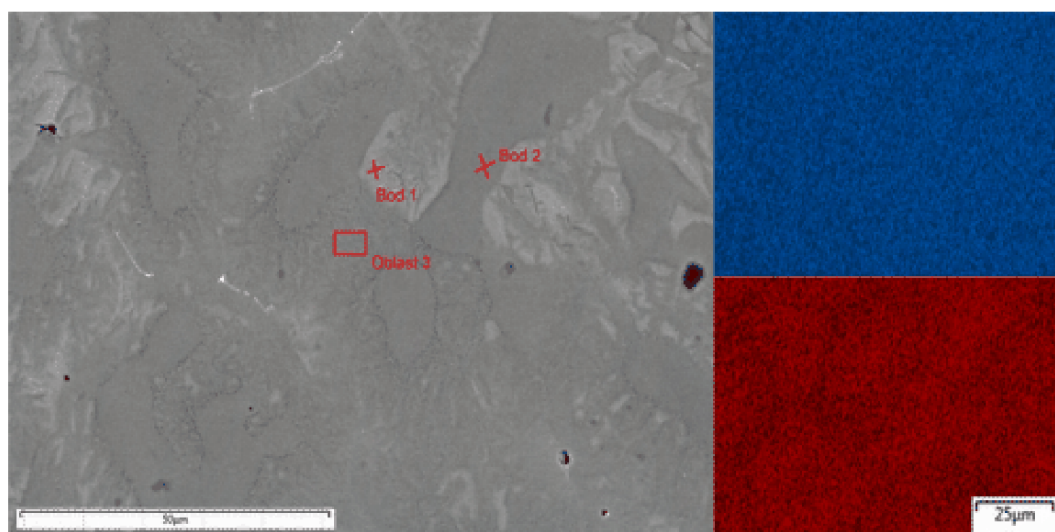
Směs	Složení	
	Fe [at.%]	Al [at.%]
Původní	93,75	6,25
Nepřetavená oblast	75,27	24,73
Přetavená oblast	88,51	11,49

Tabulka 6.3: Výsledky bodové analýzy

Směs	Složení	
	Fe [at.%]	Al [at.%]
Plošné	88,51	11,49
Bod 1	87,71	12,29
Bod 2	86,17	13,83
Oblast 3	88,66	11,34

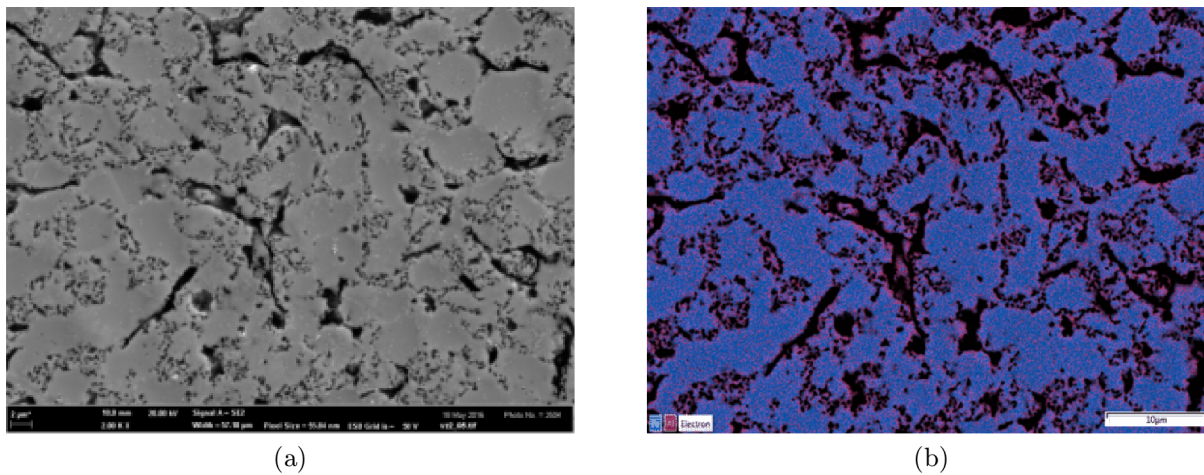


Obrázek 6.7: Mikrostruktura přetavené oblasti, SM: a) Zvětšení 500×, b) Zvětšení 1000×

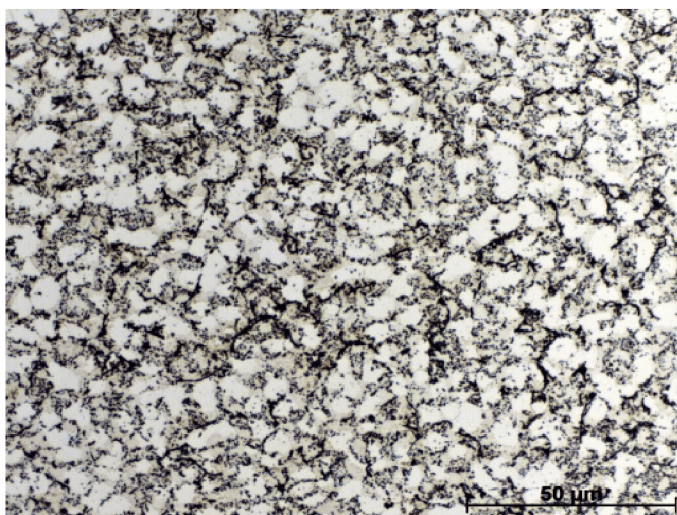


Obrázek 6.8: EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva

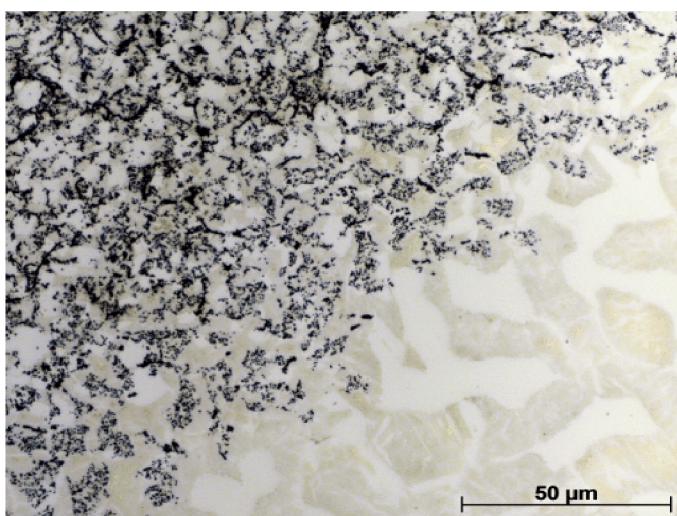
#### 6.4. PŘETAVENÉ VZORKY



Obrázek 6.9: Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE, zvětšení 2000×, b) EDS mapa



Obrázek 6.10: Rozhraní struktur: zvětšení 1000×



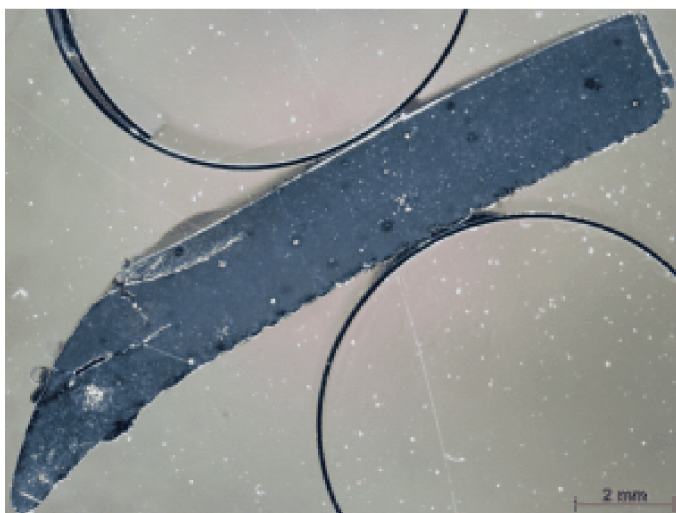
Obrázek 6.11: Rozhraní struktur: zvětšení 1000×

### 6.4.2. Vzorek č. 2

Prášková směs měla složení 87,5 at.% a Fe 12,5 at.% Al. Podle fázového diagramu Fe-Al se stále nacházíme v oblasti rozpustnosti Al v Fe. V průřezu vzorku (viz obr. 6.12) se nacházejí dvě oblasti s různou strukturou, jejichž složení je v tabulce 6.4.

Přetavené oblasti tvoří pouze velmi malý objem vzorku. To je způsobeno nižším proudem použitým při přetavování elektronovým paprskem a tím pádem nižší hodnotou předané energie. Přesto lze v přetavené oblasti na obrázku 6.13 rozlišit dvě různé strukturní složky. Ve struktuře opět není pozorován výskyt dendritů. V tabulce 6.5 vidíme, že složení obou složek, získané pomocí bodové analýzy, se příliš neliší od průměrného složení oblasti na obrázku 6.14 a odpovídají tuhému roztoku  $\alpha$ Fe.

Na EDS mapě nepřetavené oblasti vidíme téměř jedolitou strukturu tvořenou nepřetavenými a zdeformovanými částicemi železa. Z mapy je také patrné, že nedošlo ke vzniku oblastí s převládajícím obsahem hliníku. Na obrázku vidíme oblasti s nažloutlou barvou. Pravděpodobně tedy došlo k ovlivnění nepřetavené struktury. V nepřetavené oblasti jsou dále patrné póry, které vznikly nedokonalým zhutněním při lisování a drobné částice tvořené pravděpodobně oxidem hliníku. Na obrázku 6.17 je vidět rozhraní mezi strukturami. Hranici tvoří přechodová oblast, ve které obě se struktury prolínají a dochází k rozpouštění oxidů.



Obrázek 6.12: Průřez vzorku

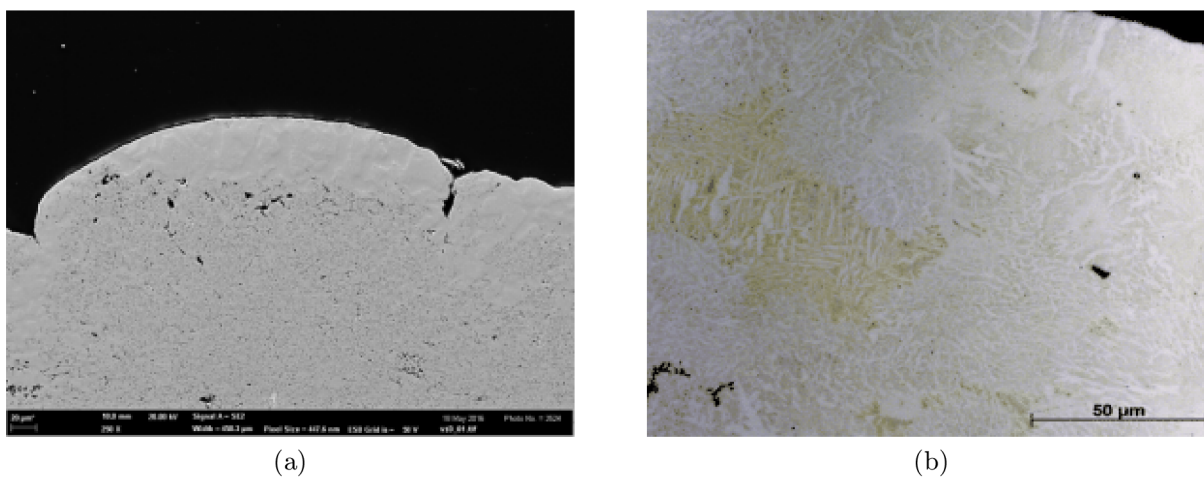
Tabulka 6.4: Složení jednotlivých oblastí

Směs	Složení	
	Fe [at.%]	Al [at.%]
Původní	87,5	12,5
Nepřetavená oblast	86,88	13,12
Přetavená oblast	91,87	8,13

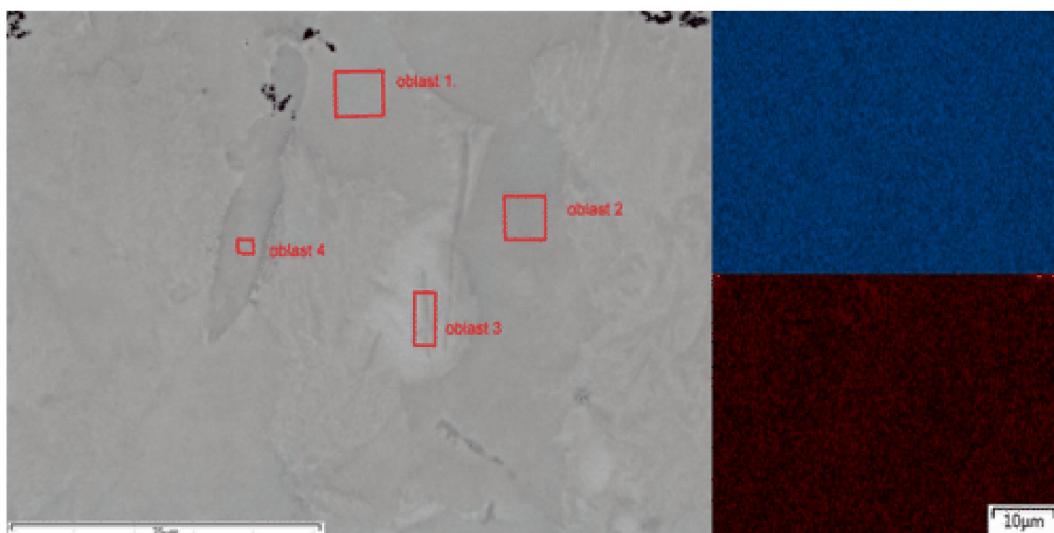
## 6.4. PŘETAVERNÉ VZORKY

Tabulka 6.5: Výsledky bodové analýzy

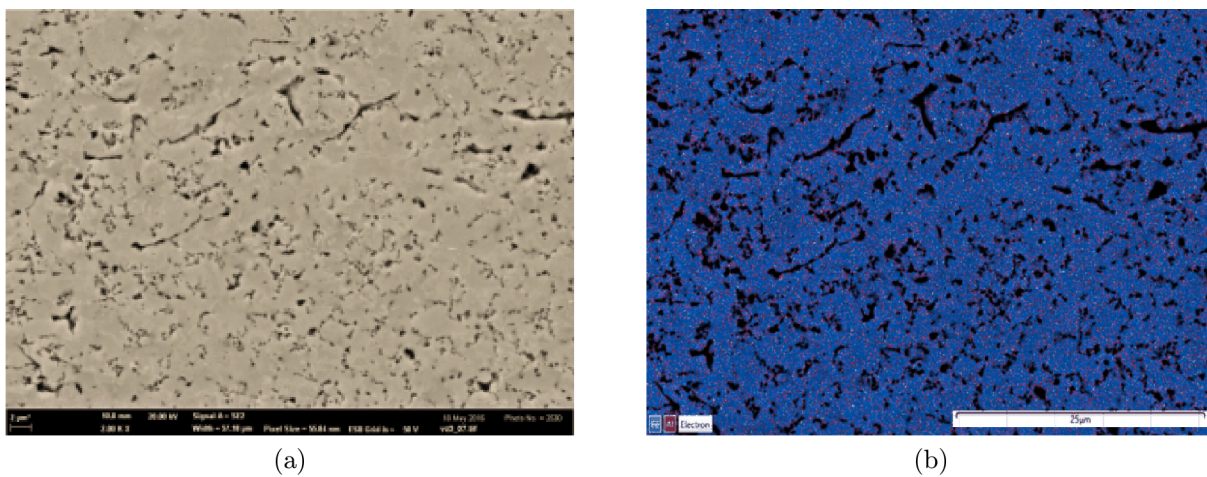
Směs	Složení	
	Fe [at.%]	Al [at.%]
Plošné	91,87	8,13
Oblast 1	91,28	8,72
Oblast 2	92,66	7,34
Oblast 3	92,44	7,56
Oblast 4	92,05	7,95



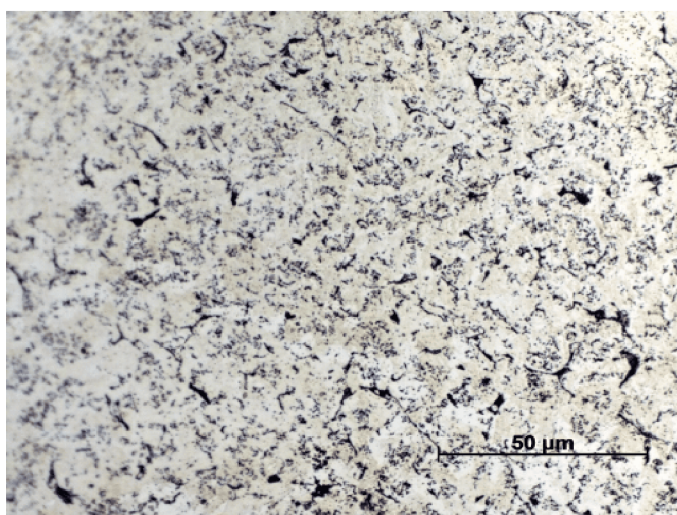
Obrázek 6.13: Mikrostruktura přetavené oblasti: a) REM, SE, zvětšení 250×, b) SM, zvětšení 1000×



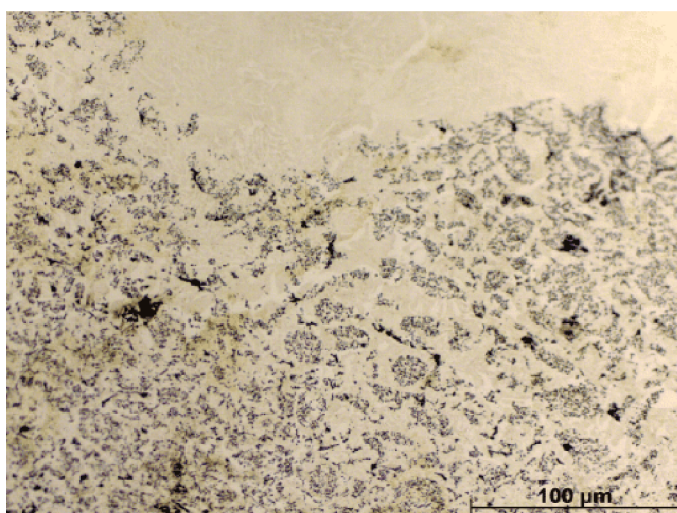
Obrázek 6.14: EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva



Obrázek 6.15: Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE Zvětšení 2000×, b) EDS mapa



Obrázek 6.16: Nepřetavená struktura, SM, zvětšení 1000×



Obrázek 6.17: Rozhraní struktur: zvětšení 500×

## 6.4. PŘETAVENÉ VZORKY

### 6.4.3. Vzorek č. 3

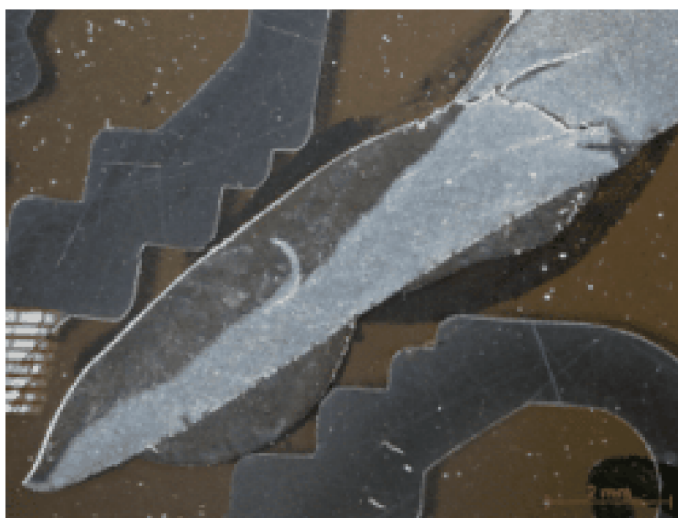
Původní složení práškové směsi bylo 81,25 at.% Fe a 18,75 at.% Al. Stále se pohybujeme v oblasti tuhého roztoku  $\alpha$ Fe. Oproti předchozím vzorkům vidíme větší množství přetavené fáze, která je na obrázku 6.18 zobrazena tmavší barvou a tvoří zhruba 40 % objemu vzorku. Jádru vzorku tvoří nepřetavená oblast. Přetavená struktura se nachází po obou stranách vzorku, i když jsme elektronovým paprskem svítili pouze z jedné strany.

Složení přetavené i nepřetavené oblasti je v tabulce 6.6. Nepřetavená oblast má více hliníku než bylo původní složení a přetavená fáze ho má méně.

Přetavená oblast (viz. obr. 6.19a) je tvořena dvěma strukturními složkami pravděpodobně čistými fázemi. Světlá oblast, patrná na obrázku 6.20, byla kontaminována mědí a z hlediska cílů práce nemá žádný význam. Z EDS analýzy a z bodových složení v tabulce 6.7 je zřejmé, že v chemickém složení se strukturní složky příliš neliší od průměrného složení. Tento rozdíl v obsahu hliníku je kolem 1 %. Dané chemické složení odpovídá v obou případech tuhému roztoku  $\alpha$ Fe.

Jádru vzorku zůstalo nepřetaveno a je tvořeno převážně železem a průměrné chemické složení odpovídá intermetalické fázi  $\text{Fe}_3\text{Al}$ . Většina hliníku se ovšem vyskytuje v pórech, pravděpodobně ve formě oxidů hliníku. Přítomná fáze tedy pravděpodobně bude tuhý roztok  $\alpha$ Fe. Na obrázku 6.19 je vidět tepelně ovlivněnou oblast, která ovšem nevykazuje výrazně odlišné chemické složení oproti okolnímu materiálu. K ovlivnění této oblasti došlo pravděpodobně z důvodu různé tepelné vodivosti vzorku.

Hranici mezi strukturami (viz obr. 6.23) tvoří opět přechodová oblast, ale vyskytují se oblasti s ostrou hranicí.



Obrázek 6.18: Průřez vzorku

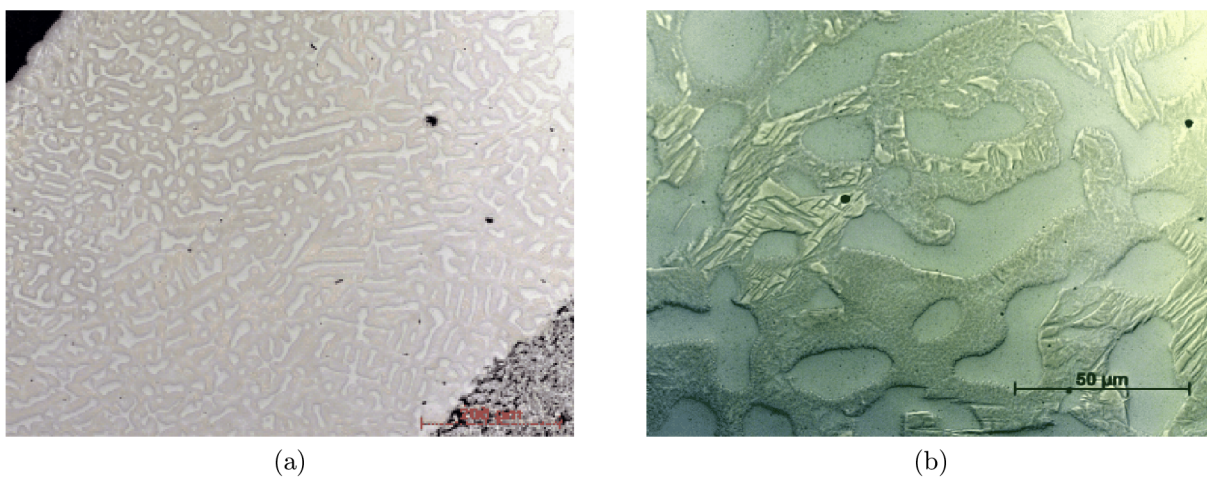
Tabulka 6.6: Složení jednotlivých oblastí

Směs	Složení	
	Fe [at.%]	Al [at.%]
Původní	81,25	18,75
Nepřetavená oblast	74,79	25,21
Přetavená oblast	87,6	12,4

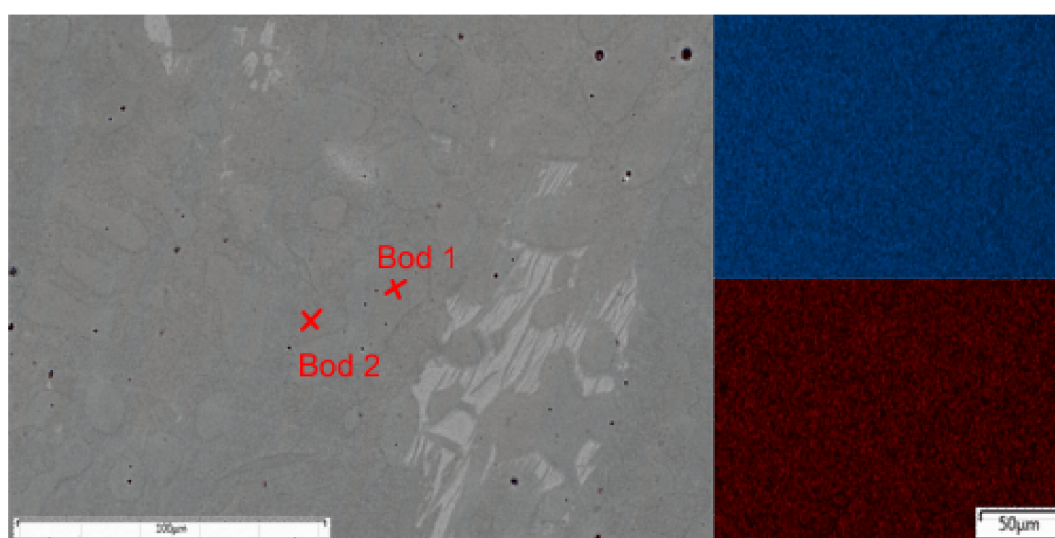


Tabulka 6.7: Výsledky bodové analýzy

Směs	Složení	
	Fe [at.%]	Al [at.%]
Plošné	87,6	12,4
Bod 1	86,96	13,04
Bod 2	85,88	14,12

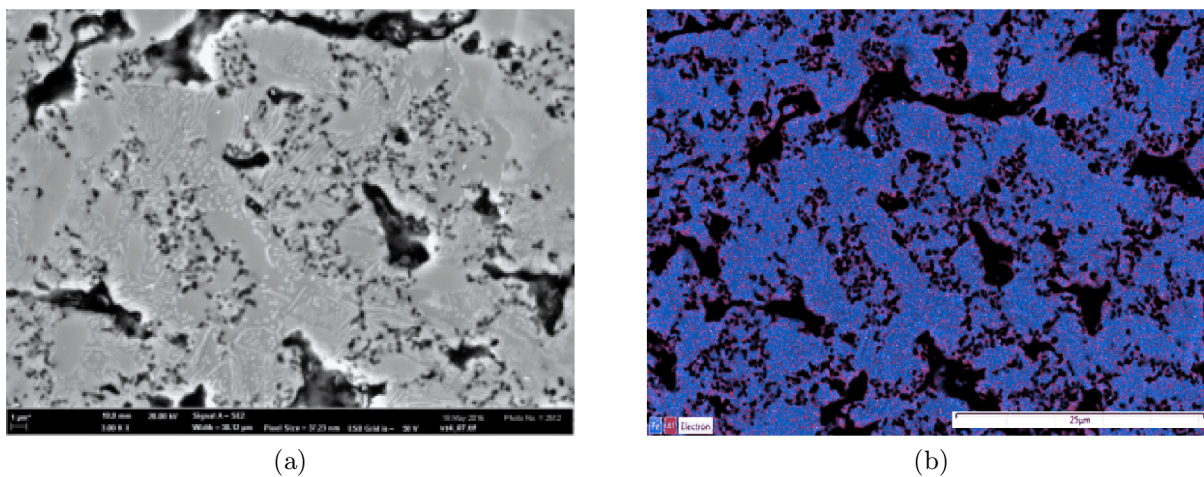


Obrázek 6.19: Mikrostruktura přetavené oblasti, SM: a) Zvětšení 200×, b) Zvětšení 1000×

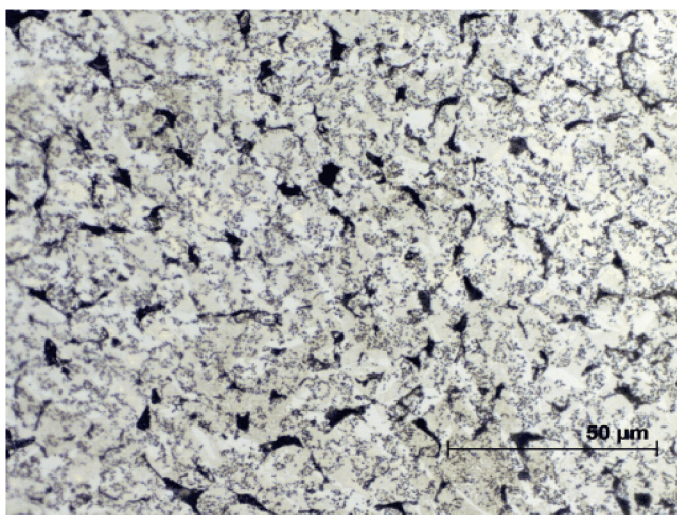


Obrázek 6.20: EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva

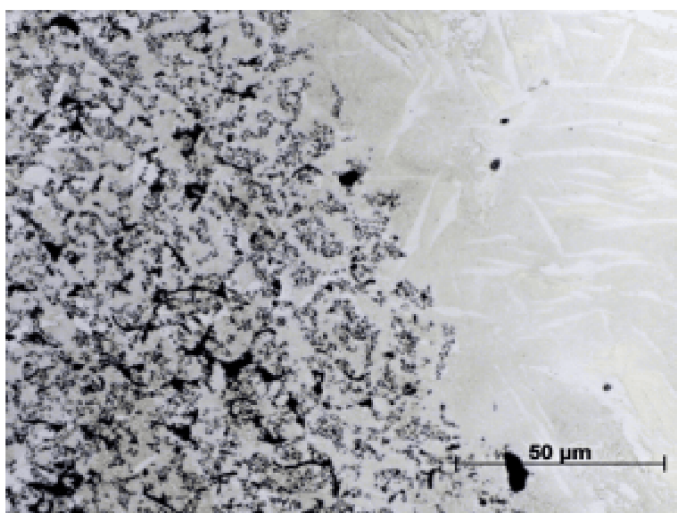
#### 6.4. PŘETAVENÉ VZORKY



Obrázek 6.21: Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE: Zvětšení 2000 $\times$ , b) EDS mapa



Obrázek 6.22: Nepřetavená struktura, SM, zvětšení 1000 $\times$



Obrázek 6.23: Rozhraní struktur: Zvětšení 1000 $\times$

#### 6.4.4. Vzorek č. 4

Složení práškové směsi bylo 75 at.% a Fe 25 at.% Al, které už leží v oblasti intermetalické fáze  $\text{Fe}_3\text{Al}$ . Z obrázku 6.24 je patrné, že přetavená oblast se nevytvořila pouze na povrchu, ale k natavení materiálu došlo i v jádru vzorku. Přetavená oblast tvoří zhruba 30 % vzorku. Složení jednotlivých oblastí je v tabulce 6.8. V přetavené oblasti je nižší obsah hliníku než u původního složení a v nepřetavené struktuře vyšší.

Z obrázku 6.25 je patrné že přetavená oblast je tvořená dendritickou strukturou. Rozdíl v chemickém složení dendritů a mezidendritické fáze dosahuje 4 at.% Al. Porovnání chemického složení bodových analýz jednotlivých strukturních složek s průměrným složením je v tabulce 6.9, podle které lze usuzovat, že mezidendritická fáze je pravděpodobně stále tuhý roztok  $\alpha\text{Fe}$  a dendrity už mohou být tvořeny fází  $\text{Fe}_3\text{Al}$ . Ke vzniku dvoufázové struktury došlo pravděpodobně vlivem dendritického odmíšení.

Jádro vzorku opět tvoří převážně nepřetavené železo, mezi kterým se vyskytují póry a pravděpodobně drobné částice oxidu hliníku (viz obr. 6.27). Ve struktuře nejsou patrné žádné rozsáhlejší oblasti tvořené převážně hliníkem. S přibývajícím obsahem Al ve struktuře dochází k postupnému zvětšování pórů. Póry už dosahují velikosti kolem  $10\ \mu\text{m}$ . Průměrné chemického složení už leží v oblasti intermetalické fáze  $\text{Fe}_3\text{Al}$ .

Na obr 6.29 pozorujeme ostrý přechod mezi přetavenou a nepřetavenou strukturou.



Obrázek 6.24: Průřez vzorku

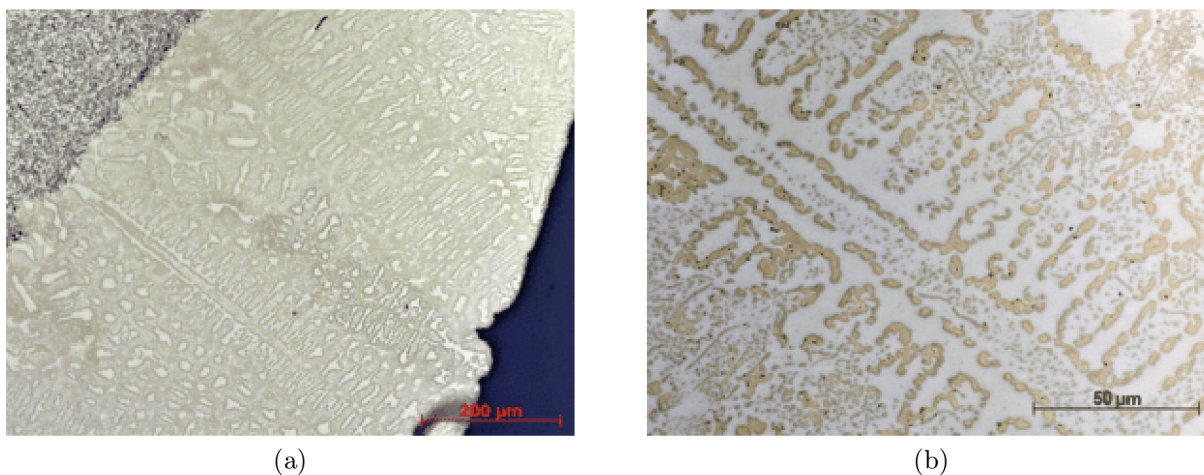
Tabulka 6.8: Složení jednotlivých oblastí

Směs	Složení	
	Fe [at.%]	Al [at.%]
Původní	75	25
Nepřetavená oblast	69,49	30,51
Přetavená oblast	79,96	20,04

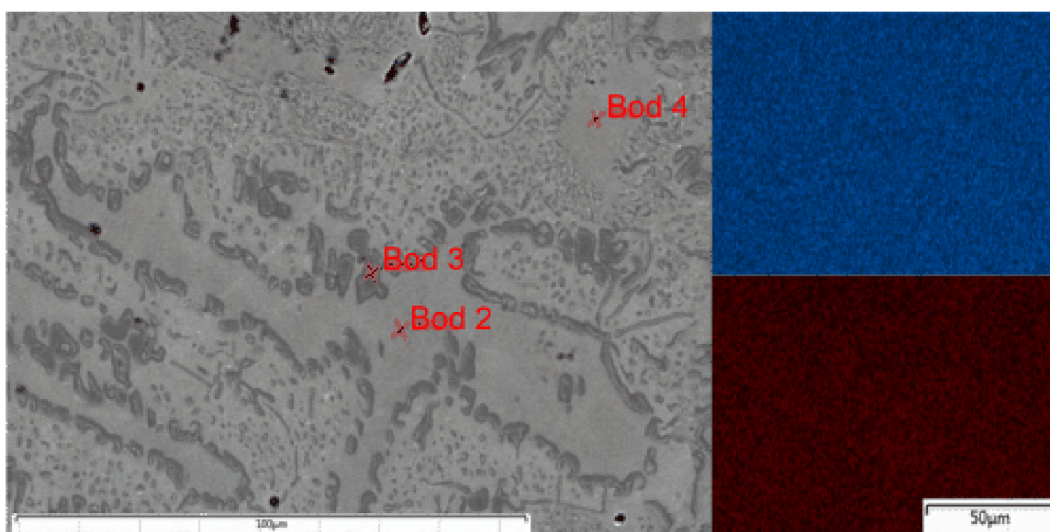
#### 6.4. PŘETAVENÉ VZORKY

Tabulka 6.9: Výsledky bodové analýzy

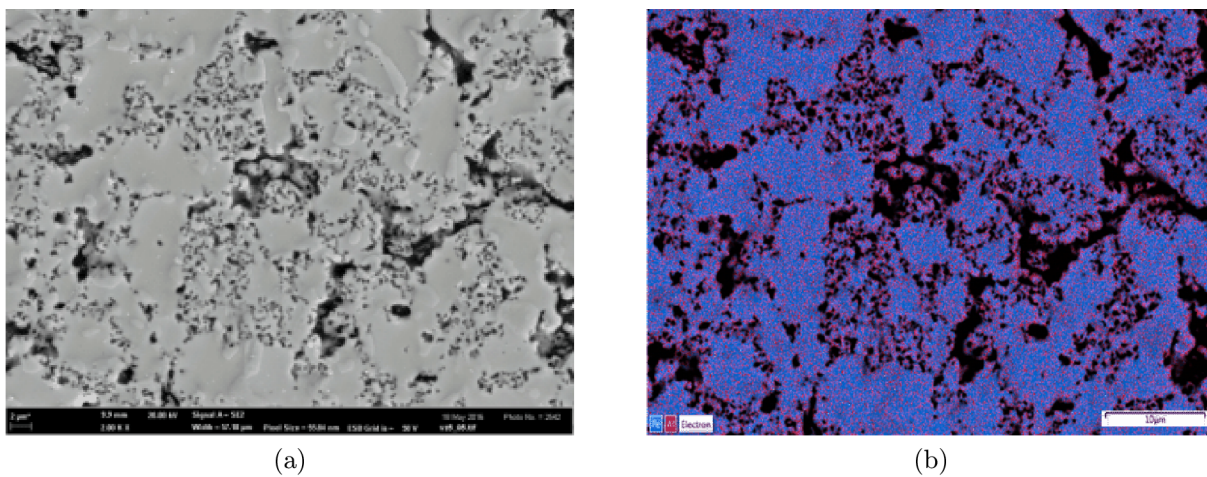
Směs	Složení	
	Fe [at.%]	Al [at.%]
Plošné	79,96	20,04
Bod 1	81,8	18,2
Bod 2	78,84	21,16
Bod 3	77,19	22,81



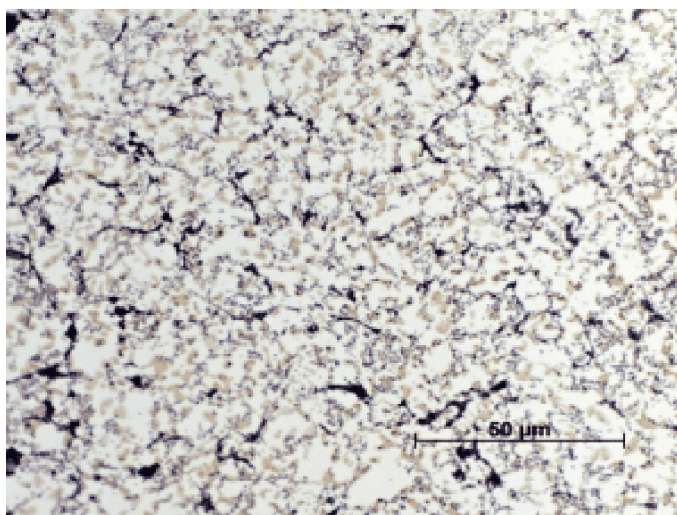
Obrázek 6.25: Mikrostruktura přetažené oblasti, SM: a) Zvětšení 200×, b) Zvětšení 1000×



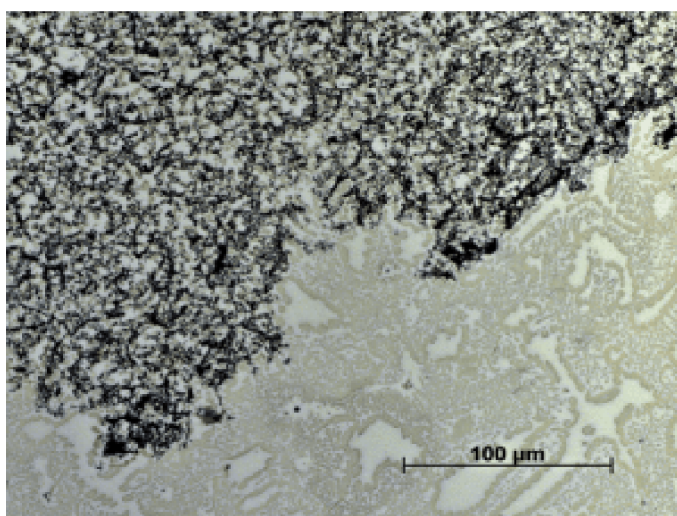
Obrázek 6.26: EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva



Obrázek 6.27: Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE Zvětšení 2000×, b) EDS mapa



Obrázek 6.28: Nepřetavená struktura, SM, zvětšení 1000×



Obrázek 6.29: Rozhraní struktur: Zvětšení 500×

## 6.4. PŘETAVENÉ VZORKY

### 6.4.5. Vzorek č. 5

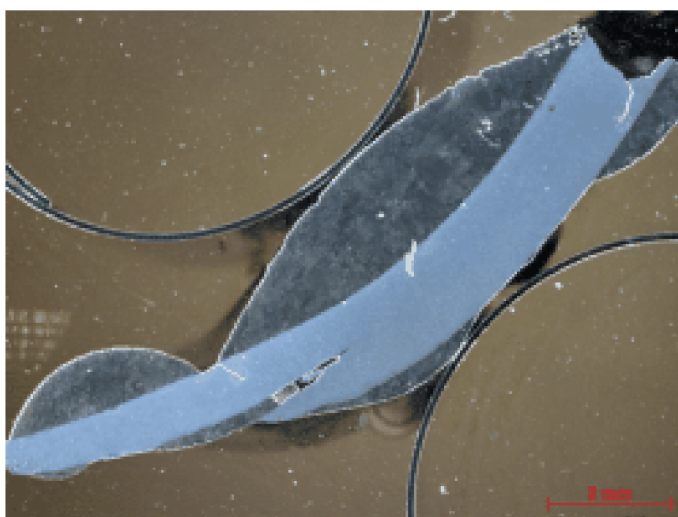
Prášková směs měla složení 68,75 at.% Fe a 31,25 at.% Al. Tavenina při ochlazování procházela oblastí  $\alpha$ Fe, FeAl a nakonec  $\text{Fe}_3\text{Al}$ . Na povrchu se vyskytují velké zaoblené útvary přetaveného materiálu. Z obrázku 6.30 je patrné, že tmavší přetavená oblast zabírá zhruba 50 % objemu vzorku.

Chemické složení jednotlivých oblastí je uvedeno v tabulce 6.10. V nepřetavené oblasti je více hliníku a v přetavené méně než ve složení původní směsi.

Přetavená oblast zobrazená na obr. 6.31b je opět tvořena dvěma složkami. V některých oblastech lze rozeznat dendritickou strukturu, ale lze najít i místa připomínající lamelovou strukturu. Složení jednotlivých strukturních složek (viz. obr. 6.32) v přetavené struktuře je v tabulce 6.11. Jejich chemické složení je téměř totožné a liší se v rozsahu 1-2 % Al. Podle chemického složení se pravděpodobně jedná o fázi  $\text{Fe}_3\text{Al}$ . Při rychlém ochlazování by se mohl ve struktuře objevit i tuhý roztok FeAl.

Nepřetavená struktura zobrazená na obrázku 6.34 vykazuje větší pórovitost než předchozí vzorky. Dochází ke spojování pórů a vzniku izolovaných oblastí s tuhým materiálem. Podle chemického složení je nepřetavená oblast tvořena intermetalickou fází FeAl.

Na obrázku 6.35 vidíme ostrou hranici mezi strukturami.



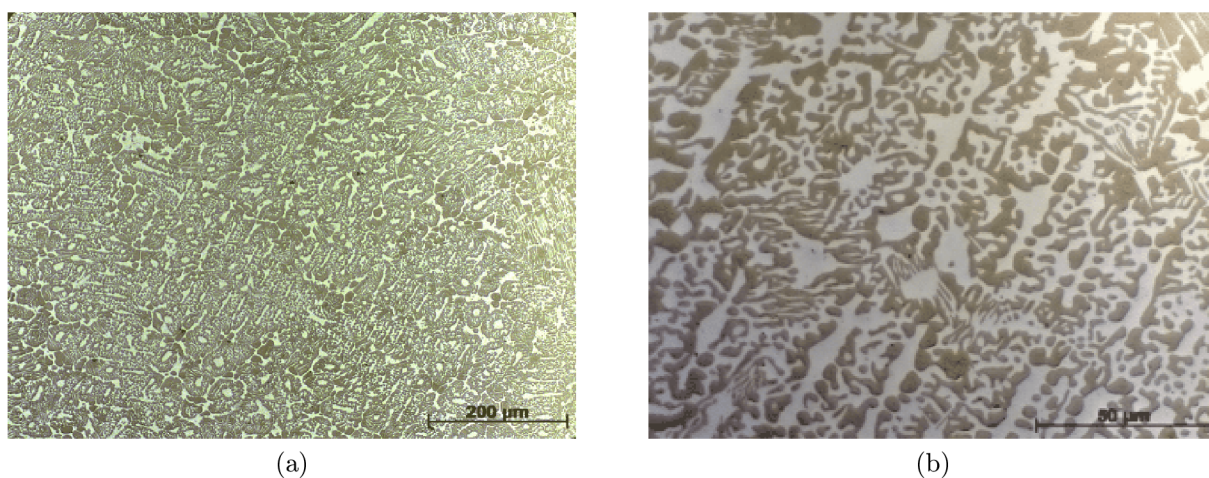
Obrázek 6.30: Průřez vzorku

Tabulka 6.10: Složení jednotlivých oblastí

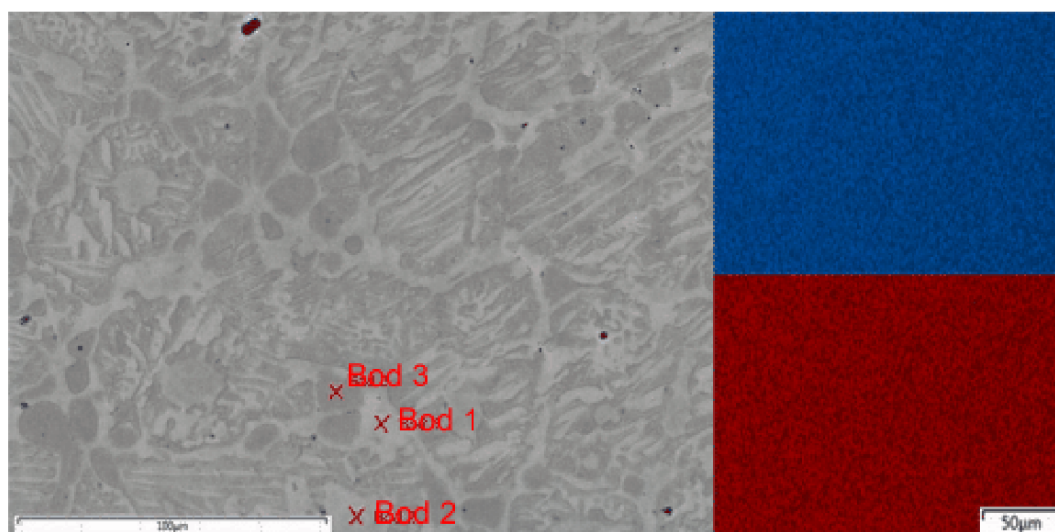
Směs	Složení	
	Fe [at.%]	Al [at.%]
Původní	68,75	31,25
Nepřetavená oblast	56,89	43,11
Přetavená oblast	76,38	23,62

Tabulka 6.11: Výsledky bodové analýzy

Směs	Složení	
	Fe [at.%]	Al [at.%]
Plošné	76,38	23,62
Bod 1	76,89	23,11
Bod 2	74,5	25,5
Bod 3	75,03	24,97

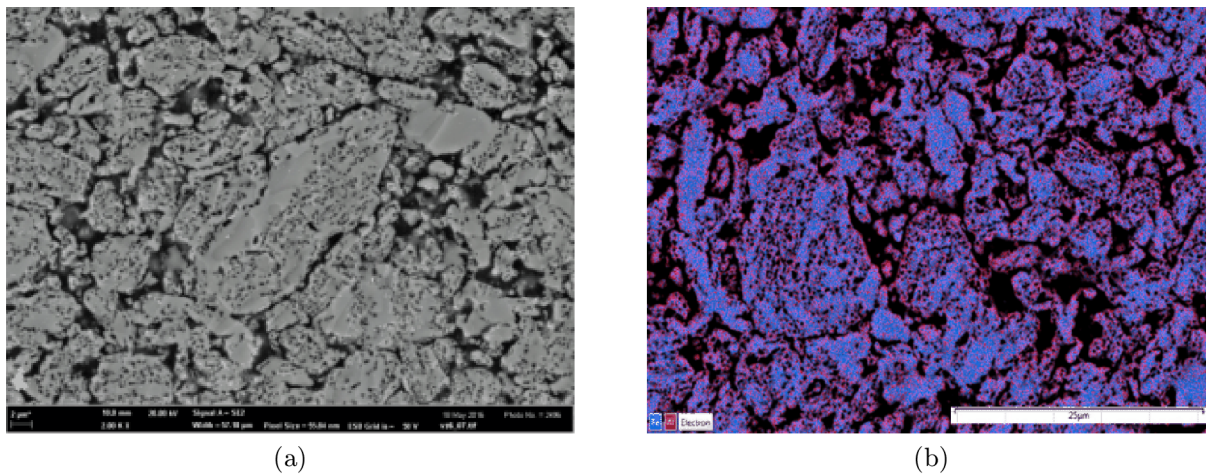


Obrázek 6.31: Mikrostruktura přetavené oblasti, SM: a) Zvětšení 200×, b) Zvětšení 1000×

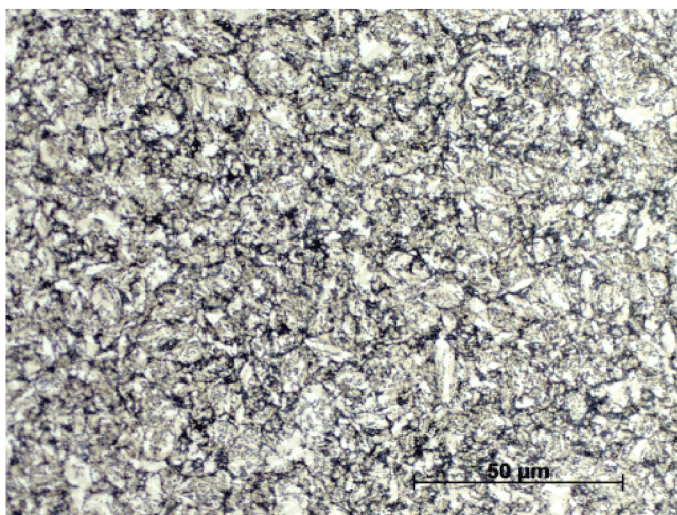


Obrázek 6.32: EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva

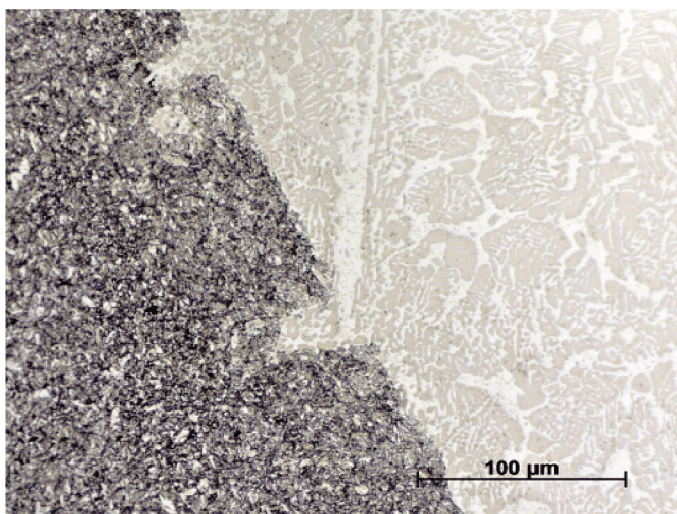
#### 6.4. PŘETAVENÉ VZORKY



Obrázek 6.33: Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE, zvětšení 2000 $\times$ , b) EDS mapa



Obrázek 6.34: Nepřetavená struktura, SM, zvětšení 1000 $\times$



Obrázek 6.35: Rozhraní struktur: Zvětšení 500 $\times$



### 6.4.6. Vzorek č. 6

Původní složení směsi bylo 62,5 at.% Fe a 37,5 at.% Al. Dané složení leží na rozhraní fází FeAl a Fe<sub>3</sub>Al. Tavenina při tuhnutí stále prochází i oblastí tuhého roztoku  $\alpha$ Fe. Vzorek je tvořen dvěma souvislými strukturami. Na obrázku 6.36 můžeme v jádře vzorku pozorovat světle zbarvenou oblast nepřetaveného materiálu, kolem kterého je souvislá vrstva tvořená přetavenou strukturou. Přetavená oblast tvoří asi 60 % vzorku.

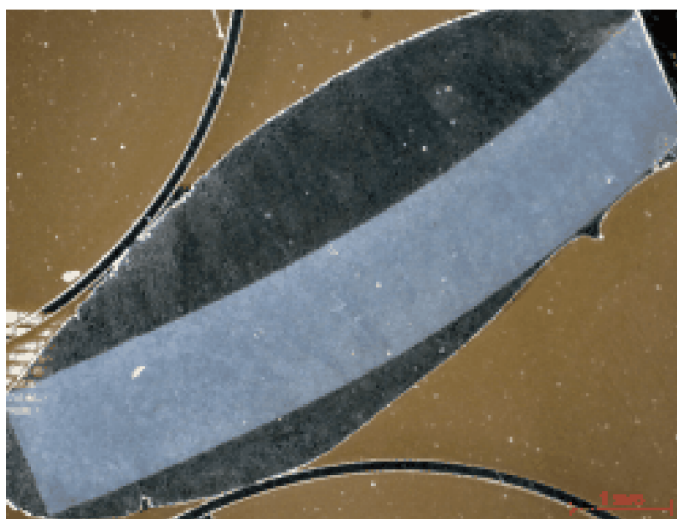
Složení přetavené i nepřetavené oblasti je v tabulce 6.12. Při porovnání má přetavená oblast nižší obsah hliníku než nepřetavená. Původní složení je přesně mezi.

Přetavená oblast je převážně tvořena dendritickou strukturou (viz. obr. 6.37). Z EDS analýzy je patrné, že došlo k odmíšení dendritů a fáze vyplňující mezidendritický prostor. Bodovou analýzou jsme zjistili, že rozdíl v obsahu hliníku činí 4 % (viz. tab. 6.13). Na základě chemického složení jednotlivých složek by se v obou případech mělo jednat o intermetalickou fázi Fe<sub>3</sub>Al.

Nepřetavená struktura je opět silně pórovitá. Dochází ovšem k úbytku částic oxidu hliníku.

Na obrázku 6.39 je vidět, že nepřetavená struktura obsahuje bíle zbarvené částice železa. Kolem železa vidíme rozsáhlé oblasti ovlivněné tepelnými podmínkami a vysokou koncentrací hliníku ve struktuře. Z obr. 6.39 je také patrné, že se jedná o silně pórovitou strukturu. Podle chemického složení se v nepřetavené struktuře vykytuje fáze FeAl.

Hranice mezi strukturami je opět tvořena ostrým přechodem, jak je patrné z obr. 6.41.

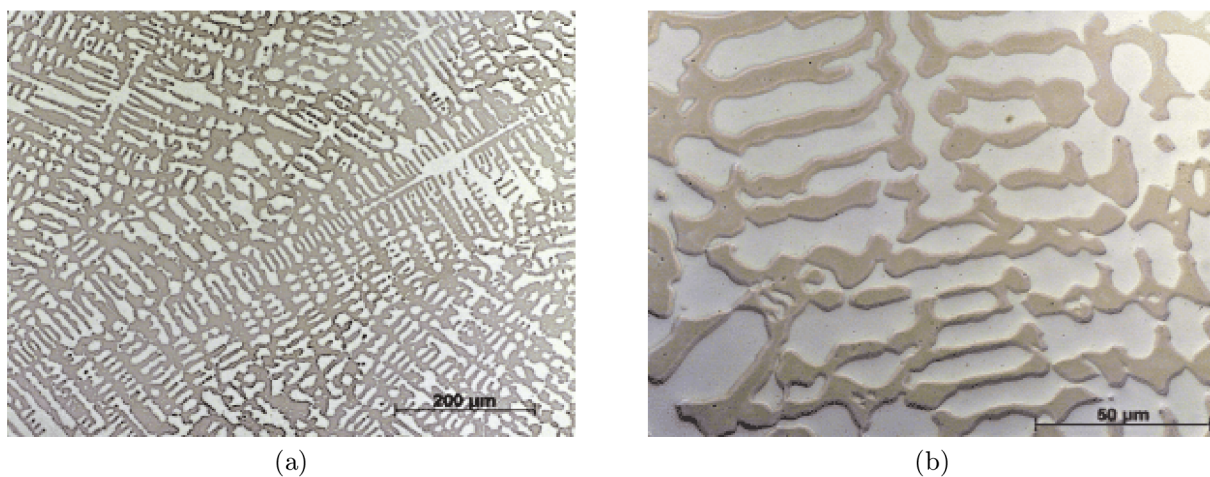


Obrázek 6.36: Průřez vzorku

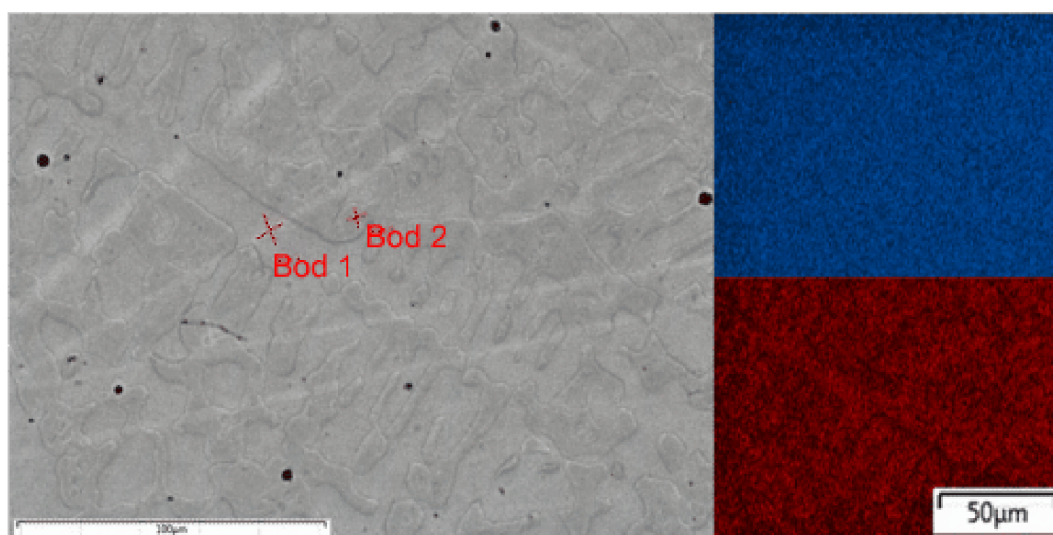
Tabulka 6.12: Složení jednotlivých oblastí

Směs	Složení	
	Fe [at.%]	Al [at.%]
Původní	62,5	37,5
Nepřetavená oblast	56,27	43,73
Přetavená oblast	69,79	30,21

#### 6.4. PŘETAVENÉ VZORKY



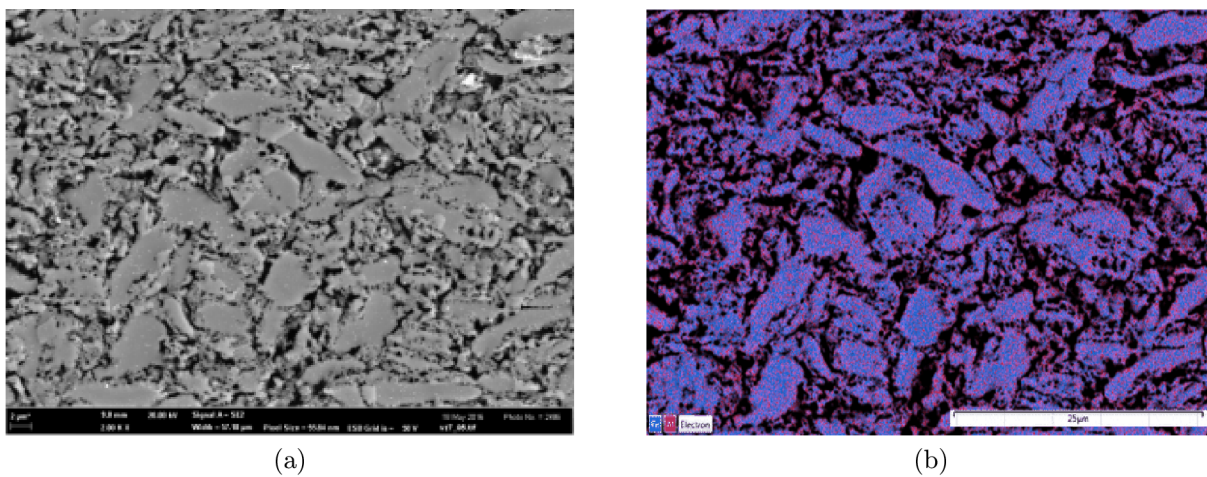
Obrázek 6.37: Mikrostruktura přetažené oblasti, SM: a) Zvětšení 200×, b) Zvětšení 1000×



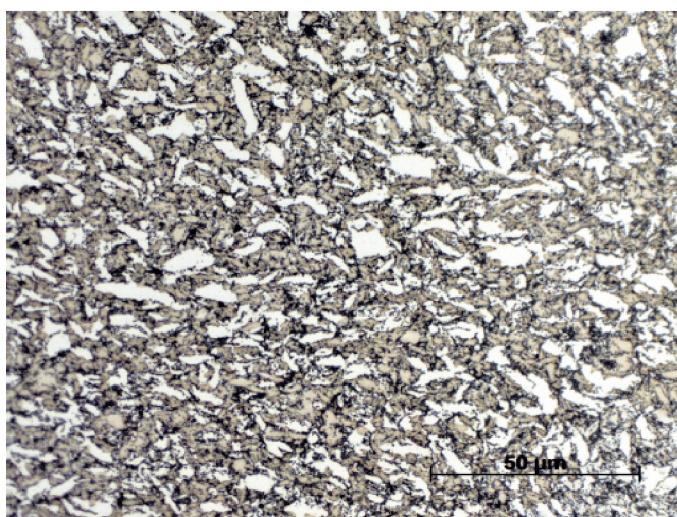
Obrázek 6.38: EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva

Tabulka 6.13: Výsledky bodové analýzy

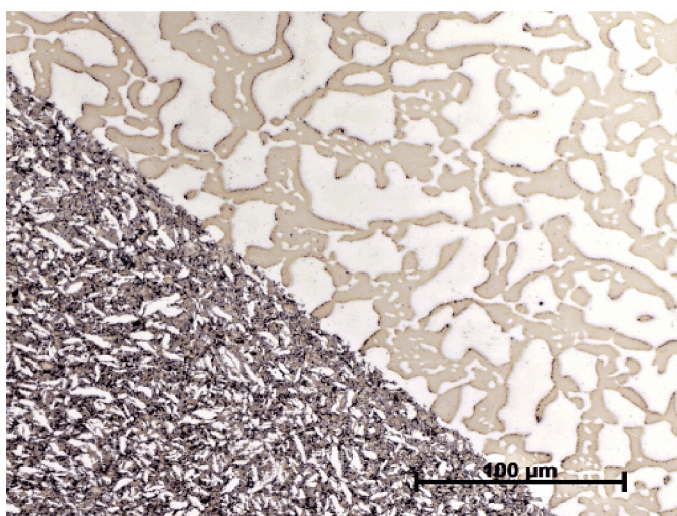
Směs	Složení	
	Fe [at.%]	Al [at.%]
Plošné	69,79	30,21
Bod 1	67,78	32,22
Bod 2	71,78	28,22



Obrázek 6.39: Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE Zvětšení 2000×, b) EDS mapa



Obrázek 6.40: Nepřetavená struktura, SM, zvětšení 1000×



Obrázek 6.41: Rozhraní struktur: Zvětšení 500×

## 6.4. PŘETAVENÉ VZORKY

### 6.4.7. Vzorek č. 7

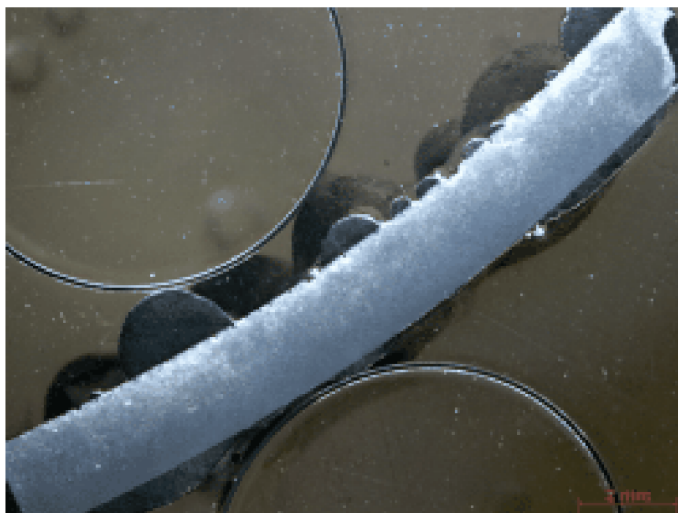
Složení práškové směsi bylo 56,25 at.% Fe a 43,75 at.% Al. Dané složení opět prochází oblastí  $\alpha$ Fe a následně FeAl. Z obrázku 6.42 je patrné, že na rozdíl od ostatních vzorků, které měly vyšší obsah hliníku, při tomto složení nevznikla souvislá vrstva přetaveného materiálu, ale velké množství kulovitých útvarů, které tvoří asi 25 % objemu materiálu.

Chemické složení získané EDS analýzou pro přetavenou i nepřetavenou oblast je v tabulce 6.14. Přetavená oblast obsahuje méně hliníku než původní složení a v nepřetavené je ho více.

Mikrostruktura přetavené oblasti je zobrazena na obrázku 6.43, na kterém je patrná dendritická struktura. Z EDS mapy je patrné odmíšení dendritů a mezidendritické fáze. Chemické složení získané bodovou analýzou je zobrazeno v tabulce 6.15. Rozdíl jednotlivých strukturních složek se pohybuje okolo 7 at.% Al a podle složení jednotlivých složek lze usoudit, že dendrity jsou tvořeny fází FeAl a mezidendritická fáze odpovídá  $\text{Fe}_3\text{Al}$ .

Z obrázku 6.46 vidíme, že nepřetavená oblast je tvořena jednou fází. Podle průměrného chemického složení se jedná pravděpodobně o FeAl. Jádru vzorku je ovšem silně pórovité.

Z obrázku 6.47 je patrné, že mezi strukturami je opět ostrý přechod.



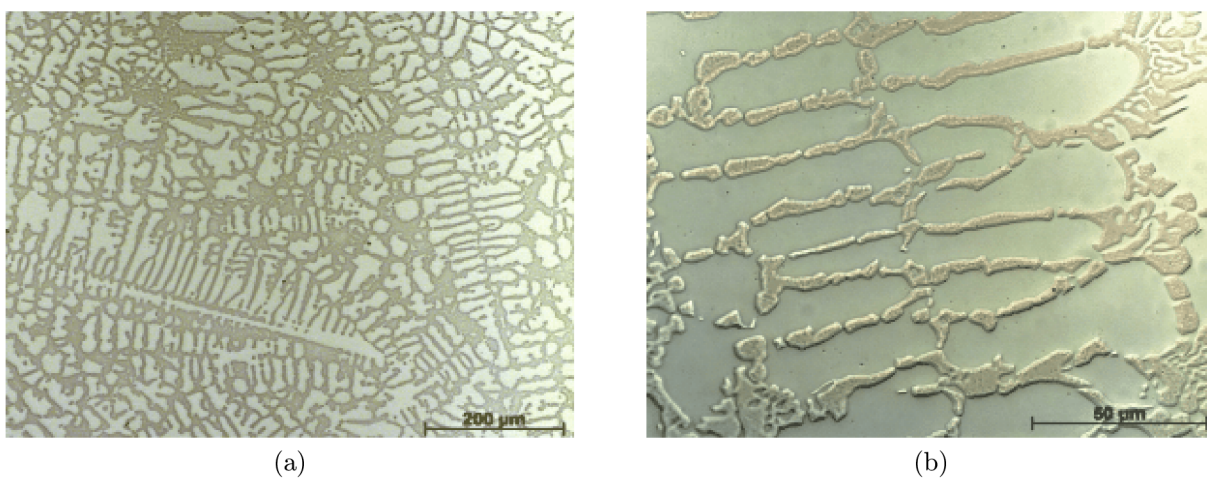
Obrázek 6.42: Průřez vzorku

Tabulka 6.14: Složení jednotlivých oblastí

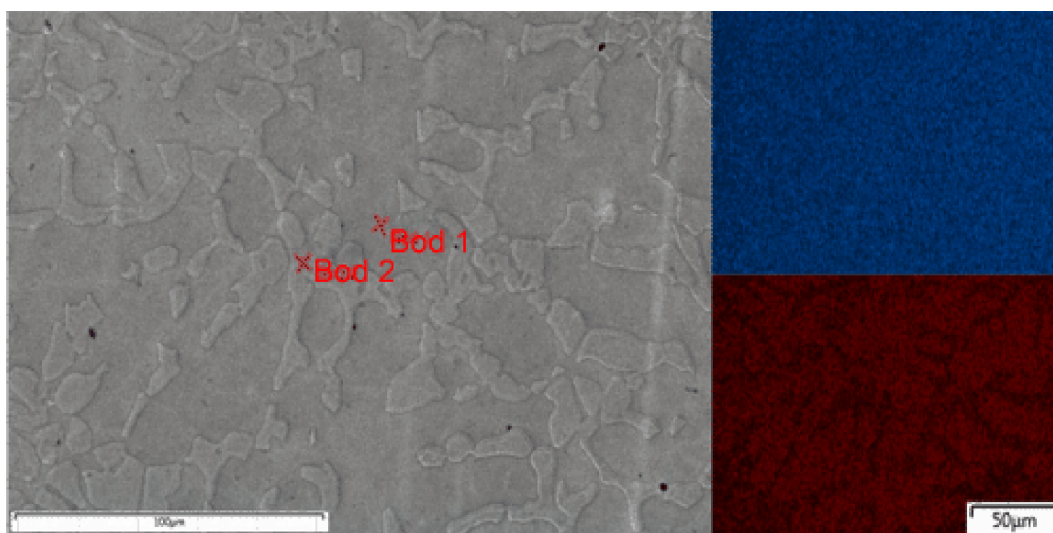
Směs	Složení		
	Fe [at.%]	Al [at.%]	O [at.%]
Původní	56,25	43,75	
Nepřetavená oblast	37,72	40,34	21,94
Přetavená oblast	65,2	34,8	

Tabulka 6.15: Výsledky bodové analýzy

Směs	Složení	
	Fe [at.%]	Al [at.%]
Plošné	65,2	34,8
Bod 1	62,84	37,16
Bod 2	69,08	30,92

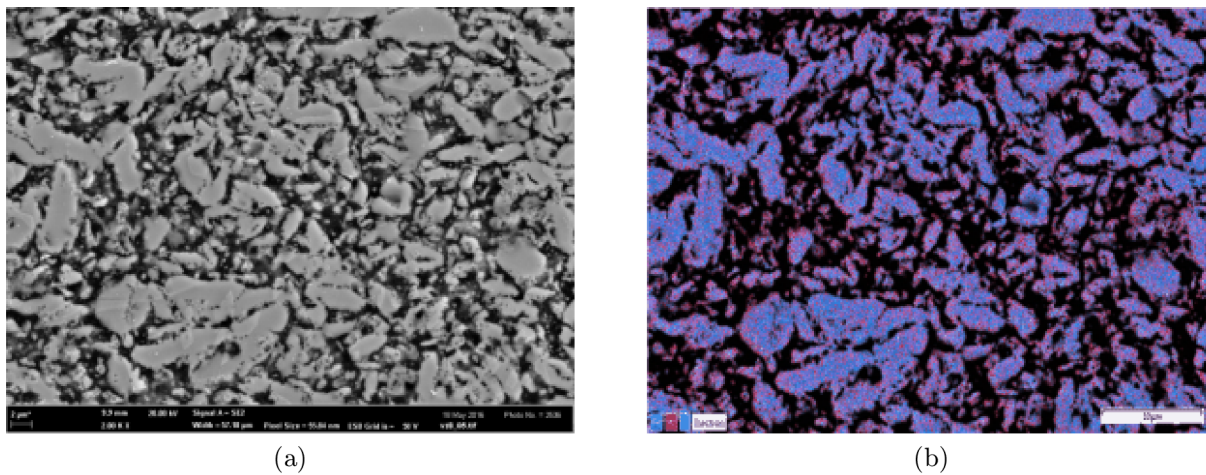


Obrázek 6.43: Mikrostruktura přetavené oblasti, SM: a) Zvětšení 200×, b) Zvětšení 1000×

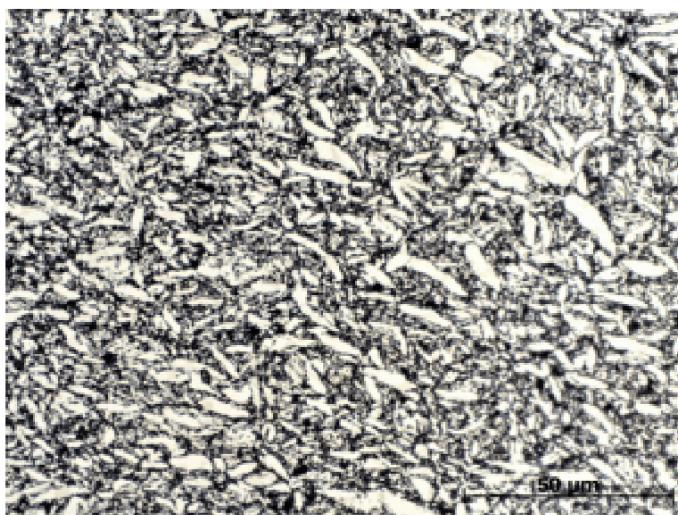


Obrázek 6.44: EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva

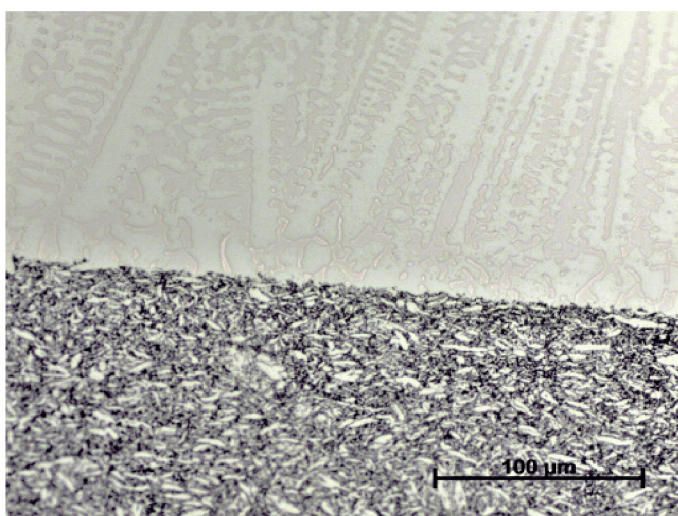
#### 6.4. PŘETAVENÉ VZORKY



Obrázek 6.45: Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE Zvětšení 2000× b) EDS mapa



Obrázek 6.46: Nepřetavená struktura, SM, zvětšení 1000×



Obrázek 6.47: Rozhraní struktur: Zvětšení 500×

### 6.4.8. Vzorek č. 8

Složení práškové směsi bylo 50 at.% Fe a 50 at.% Al. Složení vzorku se pohybuje v oblasti s převládající fází FeAl. Na povrchu celého vzorku se vytvořila souvislá vrstva přetaveného materiálu, která zabírá asi 65 % objemu vzorku (viz obr. 6.48).

Chemické složení přetavené oblasti získané EDS analýzou oblasti na obrázku 6.50 je v tabulce 6.16. Přetavená oblast obsahuje méně hliníku než je původní složení.

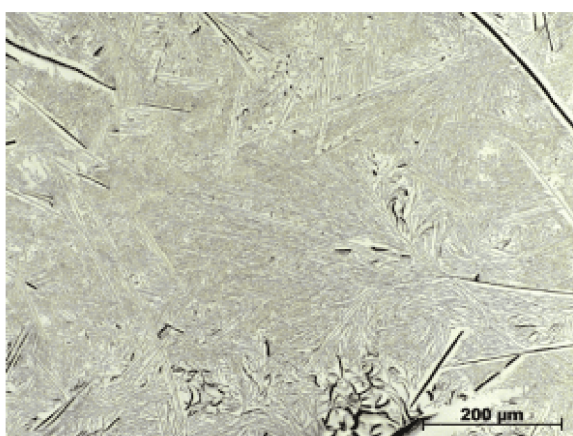
Přetavená struktura je tvořena jednodolitou fází, jejíž složení je v tabulce 6.17. Podle chemického složení se pravděpodobně jedná o intermediální fází FeAl. Přetavená oblast dále obsahuje značné množství dlouhých úzkých lamel, které jsou tvořeny oxidem hliníku. Podle chemického složení získaného bodovou analýzou se pravděpodobně jedná o  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . V přetavené oblasti se dále vykytují dlouhé praskliny (viz obr. 6.51(b)), ve kterých se opět vyskytuje oxid hliníku.

Nepřetavená oblast je značně pórovitá a nelze v ní jednoznačně rozeznat nepřetavené částice železa. Na obrázku 6.52 vidíme, že ve struktuře převládá bíle zbarvená fáze. Podle chemického složení se pravděpodobně jedná o FeAl.

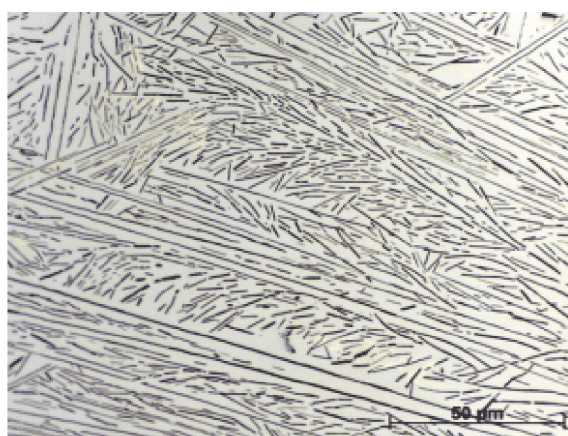
Z obrázku 6.53 je patrná ostrá hranice mezi strukturami.



Obrázek 6.48: Průřez vzorku



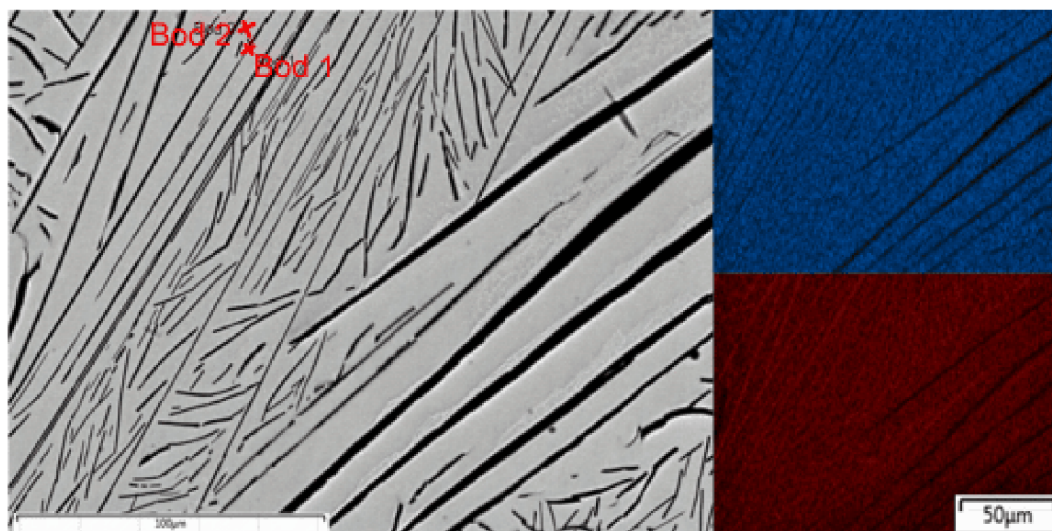
(a)



(b)

Obrázek 6.49: Mikrostruktura přetavené oblasti, SM: a) Zvětšení 200 $\times$ , b) Zvětšení 1000 $\times$

#### 6.4. PŘETAVENÉ VZORKY



Obrázek 6.50: EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva

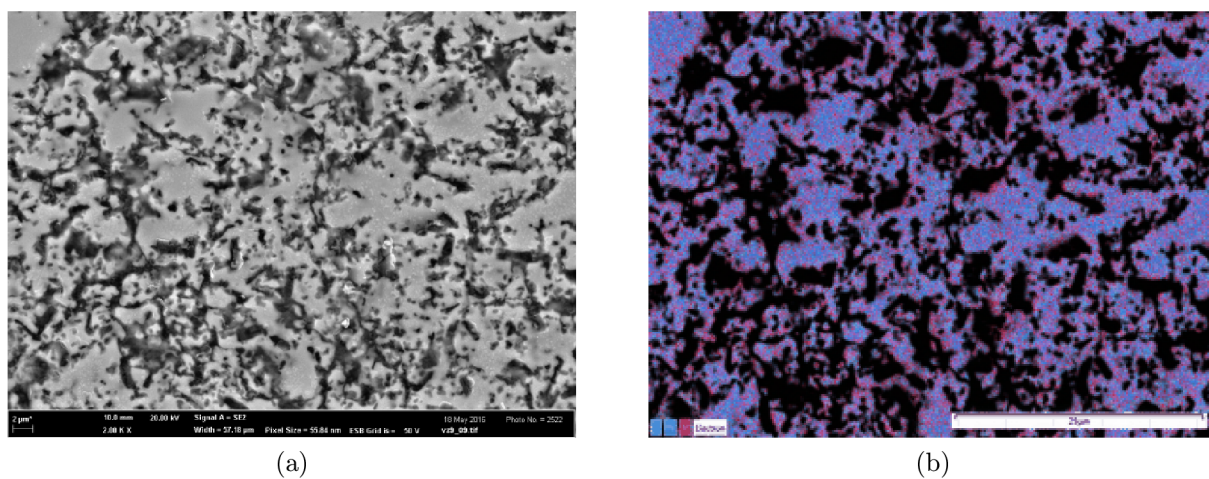
Tabulka 6.16: Složení jednotlivých oblastí

Směs	Složení		
	Fe [at.%]	Al [at.%]	O [at.%]
Původní	50	50	0
Nepřetavená oblast	32,89	46,98	20,13
Přetavená oblast	53,47	46,63	

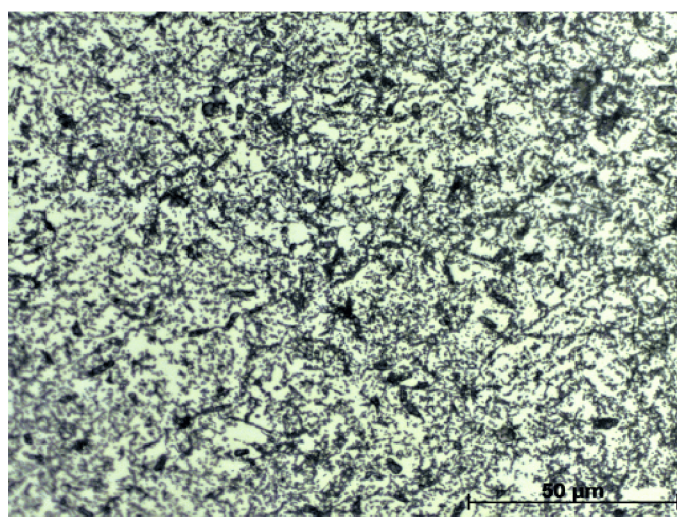
Tabulka 6.17: Výsledky bodové analýzy

Směs	Složení		
	Fe [at.%]	Al [at.%]	O [at.%]
Plošné	53,47	46,63	
Bod 1	26,18	45,65	28,17
Bod 2	55,55	44,45	

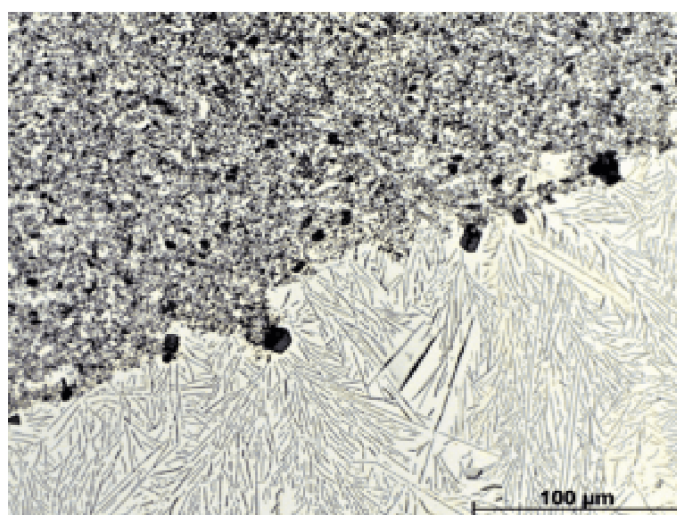




Obrázek 6.51: Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE Zvětšení 2000×, b) EDS mapa



Obrázek 6.52: Nepřetavená struktura, SM, zvětšení 1000×



Obrázek 6.53: Rozhraní struktur: Zvětšení 500×

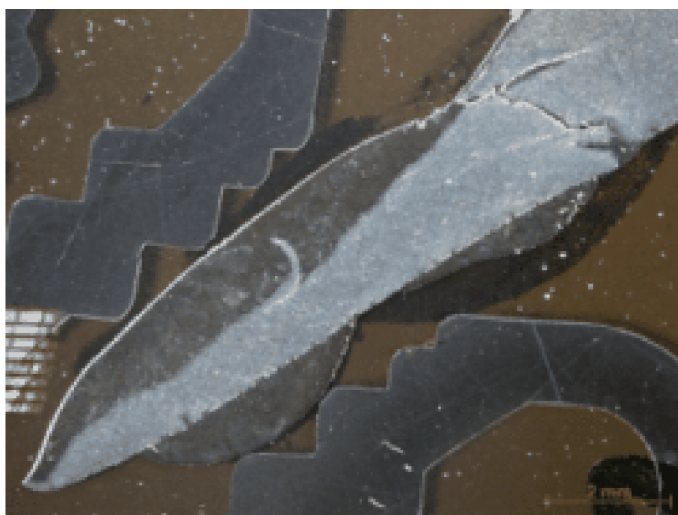
## 6.5. Diskuze výsledků

V tabulce 6.18 vidíme porovnání složení původní práškové směsi, materiálu po slisování (nepřetavená oblast) a přetavené oblasti. Z tabulky je patrné, že při mletí dochází k poklesu obsahu železa a při přetavení dojde naopak k poklesu obsahu hliníku. Tento pokles může být způsoben vlivem vypařování hliníku. Hliník má poměrně nízkou teplotu tání a vzorky byly během procesu intenzivně ohřívány na teplotu, při které došlo k natavení železa.

Tabulka 6.18: Souhrn složení pozorovaných oblastí

Vzorek	Složení						
	Práškové směsi		Nepřetavený materiál			Přetavený materiál	
	Fe [at.%]	Al [at.%]	Fe [at.%]	Al [at.%]	O [at.%]	Fe [at.%]	Al [at.%]
vz. 1	93,75	6,25	75,27	24,73		88,51	11,48
vz. 2	87,5	12,5	86,88	13,12		91,87	8,13
vz. 3	81,25	18,75	74,79	25,21		87,6	12,4
vz. 4	75	25	69,49	30,51		79,96	20,04
vz. 5	68,75	31,25	56,89	43,11		76,38	23,62
vz. 6	62,5	37,5	56,27	43,73		69,79	30,21
vz. 7	56,25	43,75	37,72	40,34	21,94	65,2	34,8
vz. 8	50	50	32,89	46,98	20,13	53,47	46,53

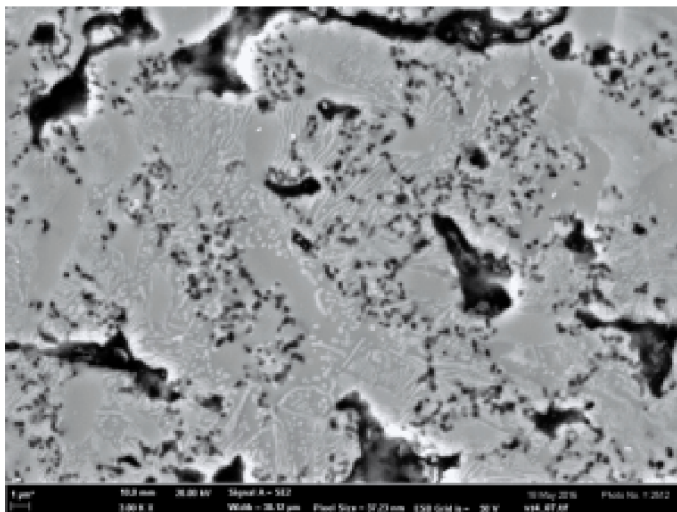
Elektronový paprsek svítil pouze na jednu stranu, ale k vytvoření přetavené struktury nedošlo pouze na straně vzorku osvětlené elektrony, ale také na neosvětlené straně (viz obr 6.54). Reakce hliníku s železem je totiž silně exotermická a její zapálení v jednom místě uvolní reakční teplo, které funguje jako aktivační energie pro její pokračování. Exotermická reakce se pravděpodobně šířila po celém povrchu vzorku a došlo k natavení materiálu i na straně, která nebyla přímo osvětlena elektrony.



Obrázek 6.54: Přetavená oblast na obou stranách vzorku

Jelikož došlo k přetavení materiálu na bázi železa, musela teplota na povrchu dosahovat zhruba 1400-1550°C. Z důvodu dobré tepelné vodivosti Fe i Al došlo pravděpodobně

k prohřátí jádra vzorku na dostatečně vysokou teplotu, aby došlo k roztavení částic hliníku. Ve struktuře tedy docházelo k reakci tekutého hliníku s tuhými částicemi Fe. (viz. obr. 6.55)



Obrázek 6.55: Ovlivněná oblast v nepřetavené mikrostruktuře

V binárním diagramu Fe-Al na obrázku 6.56 jsou červeně vyznačeny koncentrace přetavených oblastí. Všechny vzorky, s výjimkou vzorku 8, se vyznačovaly vznikem dvoufázové struktury. Složení jednotlivých strukturních složek pro každý vzorek je vyznačeno modře na obrázku 6.57. Z binárního diagramu vidíme, že vzorky 1-3 jsou tvořeny pouze tuhým roztokem  $\alpha$ Fe. Vzorek 4 je tvořen dendritickou strukturou a jedná se pravděpodobně o tuhý roztok  $\alpha$ Fe a intermetalickou fázi  $\text{Fe}_3\text{Al}$ . Vzorek nevykazuje tak zřetelnou dendritickou strukturu, ale jedná se pravděpodobně o stejné fáze jako u vzorku 4. Vzorky 6 a 7 mají dendritickou strukturu, ale zatímco u vzorku 6 se pravděpodobně vyskytuje pouze fáze  $\text{Fe}_3\text{Al}$  tak struktura vzorku 7 je tvořena intermetalickými fázemi  $\text{Fe}_3\text{Al}$  a  $\text{FeAl}$ . Struktura u vzorku 8 byla ovlivněna přítomností hliníku. Vzorek 8 je tvořen fází  $\text{FeAl}$  a lamelami oxidu hliníku.

Jednotlivé fáze byly určovány pouze s ohledem na chemické složení jednotlivých strukturních složek. Pro jejich přesné určení by byla potřeba např. rentgenová difrakční analýza.

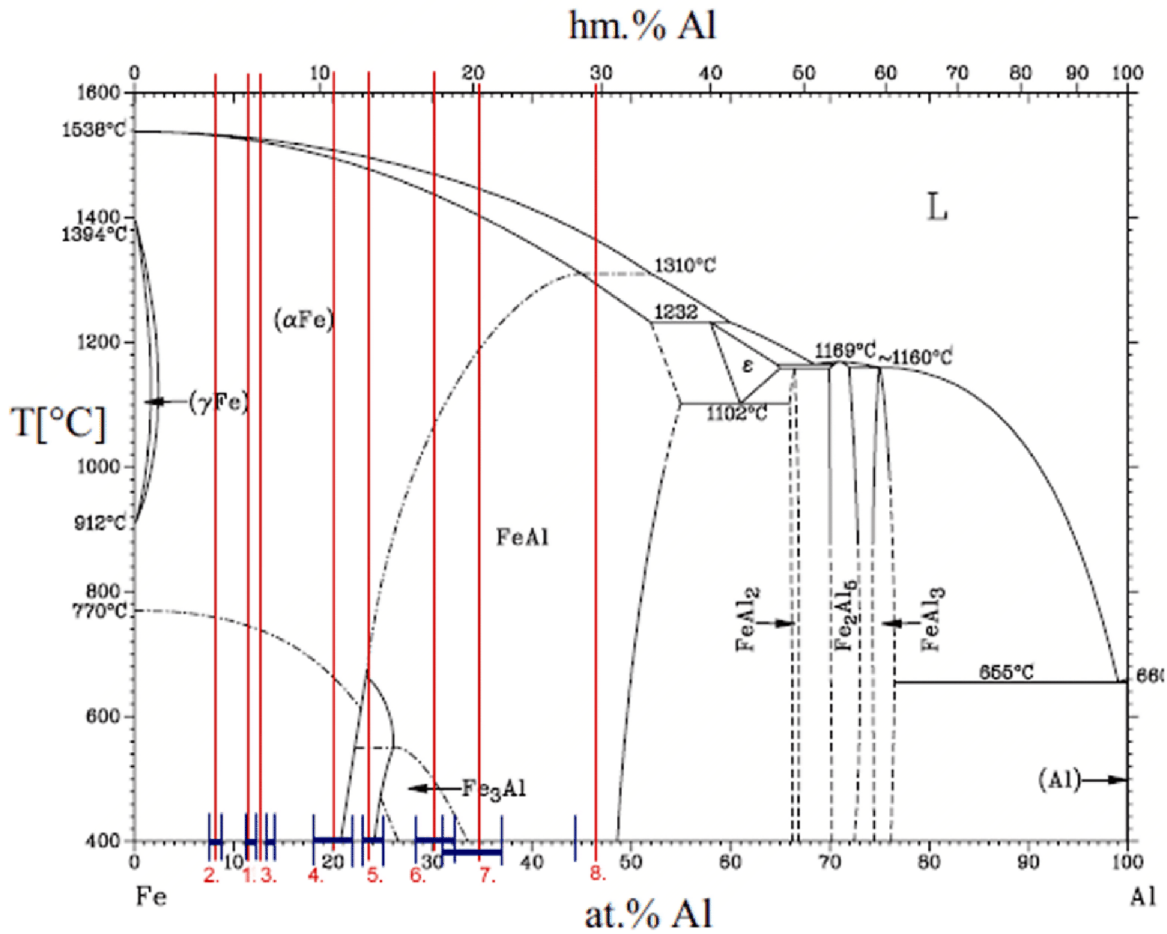
U vzorků s výskytem dendritů lze dvojfázovou strukturu částečně přisuzovat vlivu dendritického odměšení. Ke vzniku dvojfázové struktury ovšem dochází i u vzorků bez přítomnosti dendritů. To je pravděpodobně zapříčiněno vlivem rychlého ochlazení, případně i ohřevu, které silně deformují binární diagram vlivem vzniku výrazně nerovnovážných podmínek a posouvá křivku přeměny z  $\alpha$ Fe na  $\text{FeAl}$  k nižším koncentracím hliníku. Oblast  $\text{Fe}_3\text{Al}$  je pravděpodobně také posunuta a podílí se na vzniku pozorovaných mikrostruktur.

Použití jednoosého lisování se během výroby vzorků ukázalo jako málo vhodné. Zejména vzorky s nízkým obsahem hliníku se velice snadno rozpadaly, jak je vidět na obrázku 6.1, a u všech byla potřebná velice jemná manipulace. Vhodnější by bylo použití zvýšené teploty, aby došlo k lepšímu spojení zrn prášku. Další možností je použití přímo HIP nebo SPS techniky.

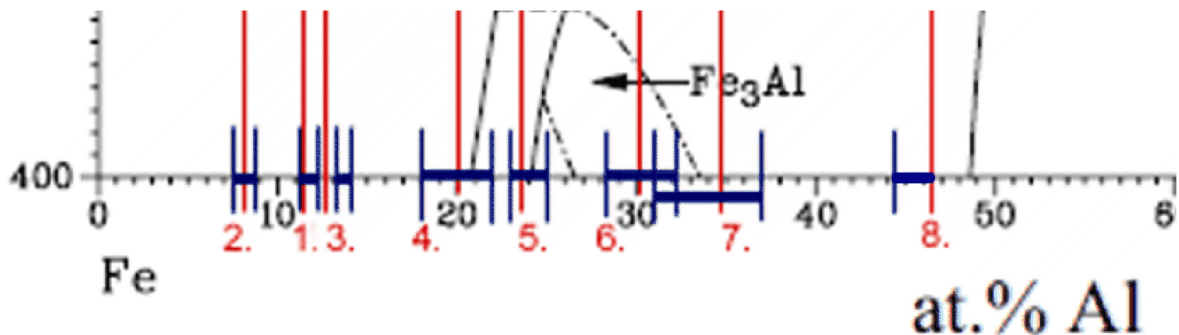
Dalším problémem byla kontaminace prášků kyslíkem, který se do nich dostal během procesu výroby. Přítomnost kyslíku je patrná z analýzy nepřetavených oblastí, kde se vyskytuje ve formě jemných částic oxidů hliníku, popřípadě jako tenká vrstvička na rozhraní částic železa a pórů (černé oblasti na obrázku 6.58). Z EDS analýzy na obrázku 6.59 je

## 6.5. DISKUZE VÝSLEDKŮ

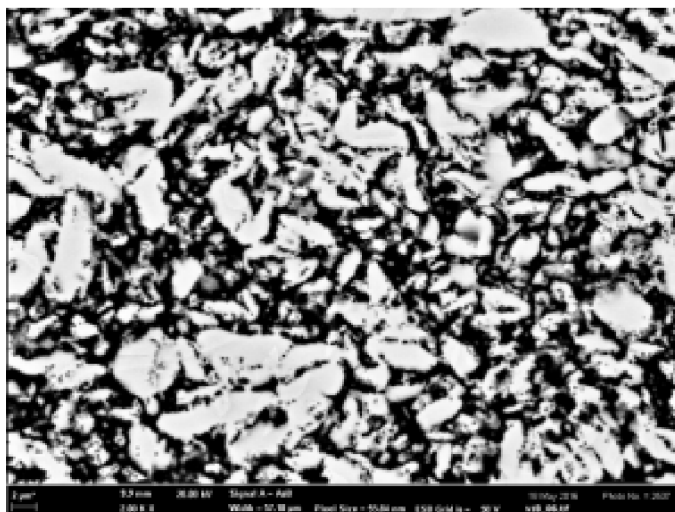
patrné, že kyslík a hliník odpovídají černým oblastem a železo světlým oblastem v analyzované oblasti. Přítomný kyslík ovlivňuje pouze nepřetavenou strukturu. Na ovlivnění přetavené struktury se nepodílí. Výjimku tvoří vzorek 8, který je tvořen lamelami korundu a intermetalickou maticí. V našem případě se jedná o defektní vzorek, ale tato mikrostruktura je potenciálně vhodná pro další studium, jako přirozený kompozitní materiál intermetalika zpevněného keramickými částicemi.



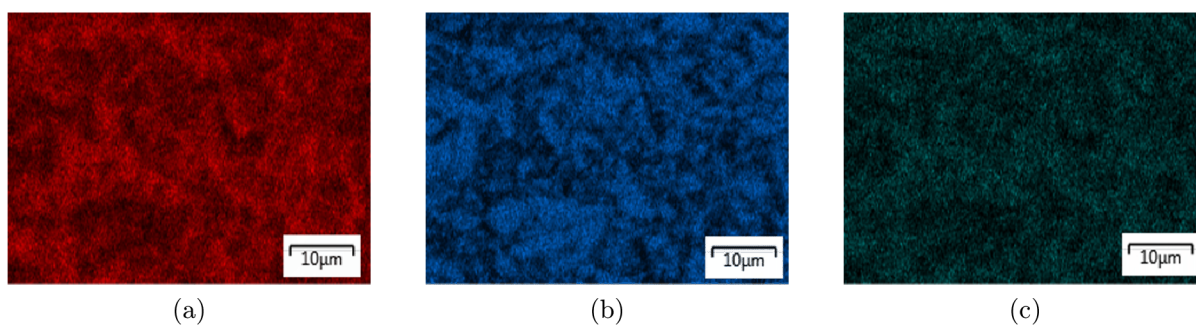
Obrázek 6.56: Diagram Fe-Al s vyznačeným složením vzorků



Obrázek 6.57: Rozdíl ve složení jednotlivých fází.



Obrázek 6.58: Nepřetavená struktura



Obrázek 6.59: Rozložení jednotlivých prvků v nepřetavené struktuře : a) Al, b) Fe, c) O

## 7. Závěr

Práce obsahuje experimentální studii výroby FeAl materiálů s chemickým složením umožňující vznik homogenních jednofázových materiálů. Je použito postupů práškové metalurgie a přetavení elektronovým svazkem. Byly aplikovány metalografické postupy s využitím analytické elektronové mikroskopie.

Navzdory očekávání výsledné vzorky nejsou jednofázové, což je pravděpodobně způsobeno velmi nerovnovážnými podmínkami přípravy materiálu, vzniklých zejména při přetavení paprskem, a u vzorků s přítomností dendritů také dendritickým odmíšením.

Ve vzorcích se přesto vyskytují poměrně velké mikrostrukturní oblasti se znalostí přesného chemického složení, které mohou umožnit měření nanoindentací. Homogenizaci mikrostruktur by bylo možné provést dlouhodobým žíháním s pomalým ochlazováním.

# Literatura

- [1] PÍŠEK, František et al. *Nauka o materiálu I: nauka o kovech. Svazek 1., Obecná nauka o kovech.* 2. rozš. a přeprac. vyd. Praha: Academia, 1966.
- [2] PTÁČEK, Luděk et al. *Nauka o materiálu I.* 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2003. 516 s. ISBN 80-7204-283-1.
- [3] SAUTHOFF, G. *Intermetallics.* Weinheim: VCH Verlagsgesellschaft, 1995. 165 s. ISBN 3-527-29320-5.
- [4] STOLOFF, N.S., C.T. LIU a S.C. DEEVI. Emerging applications of intermetallics. *Intermetallics.* 2000, 8(9-11), 1313-1320. ISSN 0966-9795. DOI: 10.1016/S0966-9795(00)00077-7.
- [5] PTÁČEK, Luděk et al. *Nauka o materiálu II.* 2. opr. a rozš. vyd. Brno: CERM, 2002, 392 s. ISBN 80-7204-130-4.
- [6] NUNES, Rafael et al. *ASM Handbook, Volume 2: Properties and selection: Nonferrous Alloys & Special-Purpose Materials.* 10th Edition. USA: ASM International Ohio, 1990, 3470 s. ISBN 0-87170-378-5 (v. 2).
- [7] *Vutbr.cz* [online]. [cit. 2016-04-12]. Stavba hmoty. Dostupné z: <http://ime.fme.vutbr.cz/images/umvi/vyuka/bum/prednasky/01-BUM%20-%20struktura%20hmoty.pdf>.
- [8] MICHNA, Štefan et al. *Encyklopedie hliníku.* Děčín: Alcan Děčín Extrusions, 2005, 700 s. ISBN 80-89041-88-4.
- [9] Kubaschewski, Ortrund: *IRON-Binary Phase Diagram.* Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH, 1982. 185 s. ISBN 978-3-662-08026-9.
- [10] STOLOFF, N.S. Iron aluminides: present status and future prospects. *Materials Science & Engineering A.* 1998, 258(1), 1-14. ISSN 0921-5093. DOI: 10.1016/S0921-5093(98)00909-5.
- [11] DEEVI, S.C. a V.k. SIKKA. Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing, and applications. *Intermetallics.* 1996, 4(5), 357-372. ISSN 0966-9795. DOI: 10.1016/0966-9795(95)00056-9.
- [12] DEEVI, S.C., V.K. SIKKA a C.T. LIU. Processing, properties, and applications of nickel and iron aluminides. *Progress in Materials Science.* 1997, 42(1), 177-192. ISSN 0079-6425. DOI: 10.1016/S0079-6425(97)00014-5.
- [13] STOLOFF, N.S. a C.T. LIU. Environmental embrittlement of iron aluminides. *Intermetallics.* 1994, 2(2), 75-87. ISSN 0966-9795. DOI: 10.1016/0966-9795(94)90001-9.
- [14] MORRIS, David G, Maria A MUÑOZ-MORRIS a Jesus CHAO. Development of high strength, high ductility and high creep resistant iron aluminide. *Intermetallics.* 2004, 12(7), 821-826. ISSN 0966-9795. DOI: 10.1016/j.intermet.2004.02.032.

## LITERATURA

- [15] SATYA PRASAD, V., Shivkumar KHAPLE a R. BALIGIDAD. Melting, Processing, and Properties of Disordered Fe-Al and Fe-Al-C Based Alloys. *JOM*. Boston: Springer US, 2014, 66(9), 1047-4838. ISSN 1875-3892. DOI: 10.1007/s11837-014-1065-1.
- [16] LAPIN, J., D. TIBERGHIEEN a F. DELANNAY. On the parameters affecting the formation of iron aluminides during pressure-assisted infiltration of aluminium into a preform of steel fibres. *Intermetallics*. 2000, 8(12), 1429-1438. ISSN 0966-9795. DOI: 10.1016/S0966-9795(00)00102-3.
- [17] PÁLENÍKOVÁ, L. *Reakční syntéza objemových intermetalických materiálů na bázi systému Fe-Al*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojího inženýrství, 2013. 63 s. Vedoucí bakalářské práce doc. Ing. Vít Jan, Ph.D..
- [18] WESTBROOK, J. H a R. L FLEISCHER. *Structural applications of intermetallic compounds*. Wiley, 2000. ISBN 0471612421.
- [19] *Vutbr.cz* [online]. 2007 [cit. 2016-03-27]. Prášková metalurgie. Dostupné z: [http://ust.fme.vutbr.cz/tvareni/opory\\_soubory/technologie\\_tvareni/kapitola\\_5.htm](http://ust.fme.vutbr.cz/tvareni/opory_soubory/technologie_tvareni/kapitola_5.htm).
- [20] KRAUS, Václav. *Tepelné zpracování a slinování*. vyd. Plzeň: Západočeská univerzita, 1999, 274 s. ISBN 80-7082-582-0.
- [21] FOLTÝNEK, J. *Prášková metalurgie a základy procesu slinování*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta strojího inženýrství, 2011. 73 s. Vedoucí bakalářské práce Ing. Ladislav Čelko, Ph.D..
- [22] *Keramverband.de*. 2005. Breviary Technical Ceramics- Forming powders. Dostupné z: [http://www.keramverband.de/brevier\\_engl/4/1/4\\_1\\_3.htm](http://www.keramverband.de/brevier_engl/4/1/4_1_3.htm).
- [23] HIEMENZ, Joe. Electron Beam Melting. *Advanced Materials and Processes*. 2007, 165(3), 45-46. Dostupné z: <http://www.asminternational.org/documents/10192/1882071/amp16503p045.pdf/d03429d3-895c-4403-8f84-ec33f3a9d172/AMP16503P045>.
- [24] AMATO, Krista. Comparison of Microstructures and Properties for a Ni-Base Superalloy (Alloy 625) Fabricated by Electron Beam Melting. *Journal of Materials Science Research*. 2012, 1(2), p3. ISSN 1927-0585. DOI: 10.5539/jmsr.v1n2p3.
- [25] Bremen, S., Meiners, W. and Diatlov, A. Selective Laser Melting. *LTJ*. 2012, 9(2), 33-38. DOI: 10.1002/latj.201290018.
- [26] YADROITSEV, I. a I. SMUROV. Selective laser melting technology: From the single laser melted track stability to 3D parts of complex shape. *Physics Procedia*. 2010, 5, 551-560. ISSN 1875-3892. DOI: 10.1016/j.phpro.2010.08.083.
- [27] AMATO, Krista. Comparison of Microstructures and Properties for a Ni-Base Superalloy (Alloy 625) Fabricated by Electron Beam Melting. *Journal of Materials Science Research*. 2012, 1(2), p3. ISSN 1927-0585. DOI: 10.5539/jmsr.v1n2p3.
- [28] PLUHAŘ, Jaroslav et al. *Nauka o materiálech* 1. vyd. Praha: SNTL, 1989, 549 s.



- [29] RAČANSKÝ, D. *Scintilační detektor sekundárních elektronů pro VP SEM*. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2011. 50 s. Vedoucí diplomové práce doc. Ing. Josef Jiráček, CSc..

## Seznam použitých zkratk a symbolů

VEC	Valenční elektronová koncentrace (Valence Electron Concentration)
BCC	Kubická prostorově středěná krystalová mřížka
FCC	Kubická plošně středěná krystalová mřížka
AIM	Indukční tavení na vzduchu (Air Induction Melting)
VIM	Indukční tavení ve vakuu (Vacuum Induction Melting)
VAR	Obloukové tavení ve vakuu (Vacuum Arc Melting)
CIP	Izostatické lisování za studena (Cold Isostatic Pressing)
HIP	Izostatické lisování za tepla (Hot Isostatic Pressing)
EBM	Tavení elektronovým paprskem (Electron Beam Melting)
SLM	Tavení laserem (Selective Laser Melting)
TEM	Transmisní elektronová mikroskopie (Transmission electron Microscopy)
REM	Rastrovací elektronová mikroskopie (Rastr electron Microscopy)
SE	Sekundární elektrony (Secondary Electrons)
BSE	Zpětně odražené elektrony (Back Scattered Electrons)
EDS	Energiově Disperzní Analýza
at.%	Atomová procenta

# Seznam obrázků

4.1	Krystalické mřížky: a) Kubická tělesově středěná krystalová mřížka, b) Kubická prostorově středěná krystalová [44]	11
4.2	Fázový diagram Fe-Al [8]	12
4.3	Významné reakce v diagramu Fe-Al [8]	13
4.4	Nadmřížky typu [6]: a) D03, b) B2	14
4.5	Postup plnění pece pro využití uvolněného při vzniku Fe <sub>3</sub> Al [10]	16
5.1	Zařízení pro mletí a drcení [20]: Kulový mlýn(a), Vibrační mlýn(b), Planetový kulový mlýn(c), Attritor(d)	20
5.2	Schéma zařízení pro stříkání prášků [20]: Základní schéma (a), řez tryskou (b) [20]	20
5.3	Jednostranné a oboustranné lisování [20]	21
5.4	Schéma izostatického lisování [22]	22
5.5	Schéma protlačování [22]	23
5.6	Schéma kování [21]	23
5.7	EBM schéma [27]: Elektronové dělo (1), Elektromagnetické čočky (2), Defleční cívka (3) Zásobník prášku (4), Dávkovač prášku (5), Výrobek (6), Podpůrný stůl (7)	25
5.8	SLM schéma [27]: Zdroj laseru (1), Systém zrcadel (2), Čočky (3) Mechanický válec (4), Podpůrný stůl (5), Zásobník prášku (6), Přebytek prášku (7)	26
6.1	Slisovaná tableta	27
6.2	Namletý a slisovaný prášek Fe-Al	27
6.3	Diagram Fe-Al s vyznačeným složením vzorků	28
6.4	Nepřetavené vzorky: a) vzorek č. 1, b) vzorek č. 2, c) vzorek č. 3, d) vzorek č. 4, e) vzorek č. 5, f) vzorek č. 6, g) vzorek č. 7, h) vzorek č. 8	30
6.5	Dendritická struktura: a) Dendrity na povrchu vzorku b) Výbrus dendritu vystupujícího na povrch	31
6.6	Průřez vzorku	32
6.7	Mikrostruktura přetavené oblasti, SM: a) Zvětšení 500×, b) Zvětšení 1000×	33
6.8	EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva	33
6.9	Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE, zvětšení 2000×, b) EDS mapa	34
6.10	Rozhraní struktur: zvětšení 1000×	34
6.11	Rozhraní struktur: zvětšení 1000×	34
6.12	Průřez vzorku	35
6.13	Mikrostruktura přetavené oblasti: a) REM, SE, zvětšení 250×, b) SM, zvětšení 1000×	36
6.14	EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva	36
6.15	Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE Zvětšení 2000×, b) EDS mapa	37
6.16	Nepřetavená struktura, SM, zvětšení 1000×	37
6.17	Rozhraní struktur: zvětšení 500×	37
6.18	Průřez vzorku	38
6.19	Mikrostruktura přetavené oblasti, SM: a) Zvětšení 200×, b) Zvětšení 1000×	39

## SEZNAM OBRÁZKŮ

6.20 EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva . . . . .	39
6.21 Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE: Zvětšení 2000×, b) EDS mapa	40
6.22 Nepřetavená struktura, SM, zvětšení 1000× . . . . .	40
6.23 Rozhraní struktur: Zvětšení 1000× . . . . .	40
6.24 Průřez vzorku . . . . .	41
6.25 Mikrostruktura přetavené oblasti, SM: a) Zvětšení 200×, b) Zvětšení 1000×	42
6.26 EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva . . . . .	42
6.27 Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE Zvětšení 2000×, b) EDS mapa	43
6.28 Nepřetavená struktura, SM, zvětšení 1000× . . . . .	43
6.29 Rozhraní struktur: Zvětšení 500× . . . . .	43
6.30 Průřez vzorku . . . . .	44
6.31 Mikrostruktura přetavené oblasti, SM: a) Zvětšení 200×, b) Zvětšení 1000×	45
6.32 EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva . . . . .	45
6.33 Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE, zvětšení 2000×, b) EDS mapa	46
6.34 Nepřetavená struktura, SM, zvětšení 1000× . . . . .	46
6.35 Rozhraní struktur: Zvětšení 500× . . . . .	46
6.36 Průřez vzorku . . . . .	47
6.37 Mikrostruktura přetavené oblasti, SM: a) Zvětšení 200×, b) Zvětšení 1000×	48
6.38 EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva . . . . .	48
6.39 Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE Zvětšení 2000×, b) EDS mapa	49
6.40 Nepřetavená struktura, SM, zvětšení 1000× . . . . .	49
6.41 Rozhraní struktur: Zvětšení 500× . . . . .	49
6.42 Průřez vzorku . . . . .	50
6.43 Mikrostruktura přetavené oblasti, SM: a) Zvětšení 200×, b) Zvětšení 1000×	51
6.44 EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva . . . . .	51
6.45 Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE Zvětšení 2000× b) EDS mapa .	52
6.46 Nepřetavená struktura, SM, zvětšení 1000× . . . . .	52
6.47 Rozhraní struktur: Zvětšení 500× . . . . .	52
6.48 Průřez vzorku . . . . .	53
6.49 Mikrostruktura přetavené oblasti, SM: a) Zvětšení 200×, b) Zvětšení 1000×	53
6.50 EDS analýza: a) analyzovaná oblast, b) EDS mapa: Fe - modrá barva, Al - červená barva . . . . .	54
6.51 Struktura nepřetavené oblasti: a) RME, SE Zvětšení 2000×, b) EDS mapa	55
6.52 Nepřetavená struktura, SM, zvětšení 1000× . . . . .	55
6.53 Rozhraní struktur: Zvětšení 500× . . . . .	55
6.54 Přetavená oblast na obou stranách vzorku . . . . .	56
6.55 Ovlivněná oblast v nepřetavené mikrostruktuře . . . . .	57
6.56 Diagram Fe-Al s vyznačeným složením vzorků . . . . .	58
6.57 Rozdíl ve složení jednotlivých fází. . . . .	58
6.58 Nepřetavená struktura . . . . .	59
6.59 Rozložení jednotlivých prvků v nepřetavené struktuře : a) Al, b) Fe, c) O .	59

# Seznam tabulek

6.1	Složení jednotlivých vzorků . . . . .	28
6.2	Složení jednotlivých oblastí . . . . .	32
6.3	Výsledky bodové analýzy . . . . .	33
6.4	Složení jednotlivých oblastí . . . . .	35
6.5	Výsledky bodové analýzy . . . . .	36
6.6	Složení jednotlivých oblastí . . . . .	38
6.7	Výsledky bodové analýzy . . . . .	39
6.8	Složení jednotlivých oblastí . . . . .	41
6.9	Výsledky bodové analýzy . . . . .	42
6.10	Složení jednotlivých oblastí . . . . .	44
6.11	Výsledky bodové analýzy . . . . .	45
6.12	Složení jednotlivých oblastí . . . . .	47
6.13	Výsledky bodové analýzy . . . . .	48
6.14	Složení jednotlivých oblastí . . . . .	50
6.15	Výsledky bodové analýzy . . . . .	51
6.16	Složení jednotlivých oblastí . . . . .	54
6.17	Výsledky bodové analýzy . . . . .	54
6.18	Souhrn složení pozorovaných oblastí . . . . .	56