



Bakalářská práce

Vliv tepelného zpracování na strukturu aluminidů železa na bázi Fe-28Al-5Si-X

Studijní program:

B0715A270008 Strojírenství

Autor práce:

Tomáš Rozboud

Vedoucí práce:

Ing. Petra Pazourková Prokopčáková, Ph.D.
Katedra materiálu

Liberec 2023



Zadání bakalářské práce

Vliv tepelného zpracování na strukturu aluminidů železa na bázi Fe-28Al-5Si-X

| | |
|--------------------------|----------------------------|
| <i>Jméno a příjmení:</i> | Tomáš Rozboud |
| <i>Osobní číslo:</i> | S20000310 |
| <i>Studijní program:</i> | B0715A270008 Strojírenství |
| <i>Zadávací katedra:</i> | Katedra materiálu |
| <i>Akademický rok:</i> | 2022/2023 |

Zásady pro vypracování:

1. Seznamte se s obecnými vlastnostmi aluminidů železa, zaměřte se na vliv Si a dalších aditiv na strukturu a vysokoteplotní vlastnosti.
2. Proveďte tepelné zpracování vybraných vzorků, připravte metalografické vzorky slitin ve stavu výchozím a ve stavu po žíhání, popište strukturu slitin a změřte tvrdost.
3. Pomocí dostupných metod (mikrotvrdost, optická a elektronová mikroskopie s EDX analýzou) určete fázové složení a popište vliv tepelného zpracování na strukturu (fázové složení, distribuci fází popř. jejich morfologii) a zformulujte závěry.

Rozsah grafických prací:
Rozsah pracovní zprávy: 25-40
Forma zpracování práce: tištěná/elektronická
Jazyk práce: Čeština

Seznam odborné literatury:

- [1] Kratochvíl, P., Karlík, M. Intermetalické sloučeniny, fyzikální vlastnosti a použití. Praha: Výzkumná zpráva pro VÚK Panenské Břežany, 1989.
[2] Sauthoff, G. Intermetallics. Wiley-VSH Verlag GmbH, 2008. ISBN 9783527615407.
[3] Stoloff, N.S. Iron aluminides: present status and future prospects. Materials Science and Engineering A258. Troy, NY : Materials Science and Engineering Department, Rensselaer Polytechnic Institute, 1998.
[4] Marker, M.; Skolyszewska-Kühberger, B.; Effenberger, H.S.; Schmetterer, C.; Richter, K.W. Phase equilibria and structural investigations in the system Al-Fe-Si. Intermetallics 2011, 19, 1919-1929.

Vedoucí práce: Ing. Petra Pazourková Prokopčáková, Ph.D.
Katedra materiálu

Datum zadání práce: 18. října 2022
Předpokládaný termín odevzdání: 5. ledna 2024

doc. Ing. Jaromír Moravec, Ph.D.
děkan

L.S.

doc. Ing. Adam Hotař, Ph.D.
vedoucí katedry

Prohlášení

Prohlašuji, že svou bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně jako původní dílo s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé bakalářské práce a konzultantem.

Jsem si vědom toho, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu Technické univerzity v Liberci.

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

Současně čestně prohlašuji, že text elektronické podoby práce vložený do IS/STAG se shoduje s textem tištěné podoby práce.

Beru na vědomí, že má bakalářská práce bude zveřejněna Technickou univerzitou v Liberci v souladu s § 47b zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů.

Jsem si vědom následků, které podle zákona o vysokých školách mohou vyplývat z porušení tohoto prohlášení.

Anotace

Tato bakalářská práce se zabývá vlivem niobu na strukturu a vybrané mechanické vlastnosti aluminidů železa na bázi Fe-Al-Si-X. Teoretická část pojednává o aluminidech železa a jejich vlastnostech. V experimentální části je popsána příprava vzorků, zkoumání struktur pod optickým a elektronovým mikroskopem s EDX analýzou, měření tvrdosti a mikrotvrdosti a následné zhodnocení struktur a výsledků.

Klíčová slova: aluminid, tepelné zpracování, tvrdost, EDX analýza, niob, křemík

Annotation

This bachelor thesis deals with the effect of niobium on the structure and selected mechanical properties of Fe-Al-Si-X based iron aluminides. The theoretical part is about the iron aluminides and their properties. The experimental part describes the preparation of samples, examination of structures under optical and electron microscope with EDX analysis, hardness and microhardness measurements and subsequent evaluation of structures and results.

Key words: aluminide, heat treatment, hardness, EDX analysis, niobium, silicon

Poděkování

Rád bych poděkoval vedoucí práce Ing. Petře Pazourkové Prokopčákové, Ph.D. za odborné vedení, obrovskou trpělivost a ochotu při zpracování mé bakalářské práce.

Dále bych chtěl poděkovat doc. RNDr. Věře Vodičkové, Ph.D. za velmi cenné rady a připomínky.

V neposlední řadě bych chtěl poděkovat mé přítelkyni za její velkou podporu během psaní.

Obsah

| | | |
|-------|--|----|
| 1 | Úvod..... | 9 |
| 2 | Teoretická část | 10 |
| 2.1 | Intermetalické sloučeniny | 10 |
| 2.2 | Aluminidy železa | 11 |
| 2.2.1 | Příprava aluminidů železa..... | 12 |
| 2.2.2 | Mechanické vlastnosti aluminidů železa | 12 |
| 2.2.3 | Tepelné zpracování aluminidů železa | 15 |
| 2.2.4 | Aplikace aluminidů železa..... | 16 |
| 2.3 | Ternární systém Fe-Al-Si..... | 16 |
| 2.3.1 | Izotermické řezy Fe-Al-Si | 18 |
| 3 | Experimentální část..... | 20 |
| 3.1 | Zkoumané materiály a tepelné zpracování vzorků | 20 |
| 3.2 | Příprava vzorků pro analýzu | 21 |
| 3.2.1 | Příprava slitin řezáním | 21 |
| 3.2.2 | Zalisování vzorků | 22 |
| 3.2.3 | Broušení a leštění vzorků..... | 23 |
| 3.3 | Strukturní analýza vzorků..... | 24 |
| 3.3.1 | Analýza pomocí optické mikroskopie (LOM)..... | 24 |
| 3.3.2 | Strukturní analýza pomocí skenovací elektronové mikroskopie (SEM) | 28 |
| 3.3.3 | EDX analýza | 33 |
| 3.4 | Měření tvrdosti a mikrotvrdosti | 41 |
| 3.4.1 | Celkové měření tvrdosti vzorků..... | 42 |
| 3.4.2 | Měření mikrotvrdosti | 43 |
| 4 | Diskuze | 44 |
| 5 | Závěr | 46 |
| 6 | Použitá literatura | 47 |

Seznam použitých zkratk a symbolů

| | | |
|-------|--------------------------------------|------|
| BCC | kubická prostorově centrovaná mřížka | |
| BSE | zpětně odražené elektrony | |
| EDX | energie disperzní rentgenová analýza | |
| FCC | kubická plošně centrovaná mřížka | |
| HV | tvrdost podle Vickerse | |
| LOM | optická mikroskopie | |
| SE | sekundární elektrony | |
| SEM | rastrovací elektronová mikroskopie | |
| T_k | kritická teplota | [°C] |
| TZ | tepelné zpracování | |
| at. % | atomová procenta | |
| hm. % | hmotnostní procenta | |

1 Úvod

Od počátku se lidstvo zabývá zpracováním a používáním různých materiálů, které tvoří svět okolo nás. Neustálé objevování nových materiálů a technologií vedlo k rychlejšímu pokroku. Především kovy a jejich slitiny hrály a stále hrají velkou roli. Mezi takové slitiny, které se v dnešní době dostávají do popředí, patří také aluminidy.

Výzkum aluminidů sahá až do 30. let minulého století. Tehdy byla hlavní motivací jejich velmi dobrá oxidační a sulfidační odolnost. To ve spojení s jejich nízkou hustotou a dobrými mechanickými vlastnostmi (i za vyšších teplot) vedlo k intenzivnímu výzkumu litých materiálů na bázi aluminidů železa a jejich praktickému využití v průmyslu.

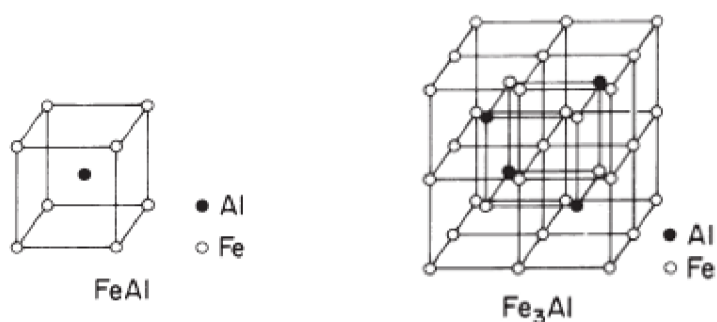
V této době se však nedařilo odstranit nedostatky těchto intermetalik, zejména jejich křehkost, kvůli které byl výzkum v šedesátých letech utlumen. Díky pozdějším studiím bylo zjištěno, že vlastnosti a zpracovatelnost intermetalik lze zlepšit pomocí principů fyzikální metalurgie. Dnes již máme mnoho poznatků k pochopení těchto materiálů.

Tato práce se zabývá vlivem niobu na strukturu a vybrané mechanické vlastnosti aluminidů železa na bázi Fe-Al-Si-X. Dalším cílem bylo vyhodnocení vlivu tepelného zpracování na tyto materiály.

2 Teoretická část

2.1 Intermetalické sloučeniny

Intermetalické sloučeniny nebo zkráceně intermetalika je označení pro uspořádané tuhé roztoky a sloučeniny s přesně daným chemickým složením vznikající v systému dvou a více kovů. Intermetalické sloučeniny vznikají díky pevnosti vazeb mezi různými atomy, která je větší než u dvou stejných atomů. Proto intermetalické fáze tvoří zvláštní krystalické struktury s uspořádaným rozložením atomů. Příklady takových krystalických struktur můžeme vidět na obr. 1.



Obr. 1: Krystalové mřížky, vlevo B2 mřížka, vpravo DO₃ [7]

Vztah mezi typem struktury a atomovými vlastnostmi složky atomů však není jednoduchý, a proto byla použita různá kritéria pro korelaci typu struktury a typu fáze, tj. pro předpovídání krystalové struktury pro dané fáze nebo fázové skupiny. Intermetalické fáze se dělí do třech důležitých a poměrně odlišných skupin. Zintlovy, Hume-Rotheryho a Lavesovy fáze.

Zintlovy fáze, které jsou tvořeny kovy na levé straně a na pravé straně periodické tabulky prvků a jsou charakterizovány zcela vyplněnými elektronovými orbitaly. Zintlovy fáze jsou charakterizovány kubickou strukturou B32 nebo C1. [1]

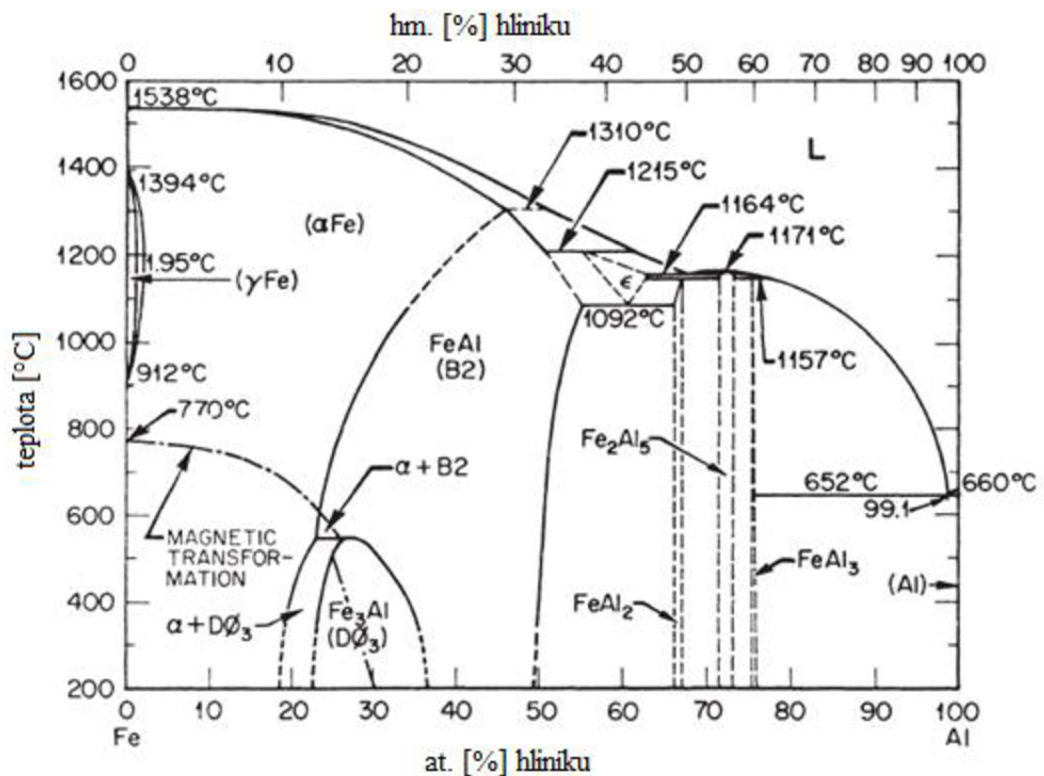
Hume-Rotheryho fáze, které jsou charakterizovány krychlovou strukturou B2, typicky FeAl, NiAl. Vyskytují se zde i další struktury např. kubická struktura A1, hexagonální struktura A3. [1]

Lavesovy fáze jsou nejznámější sloučeniny s rozměrovým faktorem, které tvoří nejpočetnější skupinu intermetalických fází a které krystalizují v blízkce příbuzné hexagonální C14, kubické C15 nebo hexagonální C3 strukturu. [1]

2.2 Aluminidy železa

Materiály na bázi uspořádaných fází Fe-Al byly v posledních desetiletích předmětem rozsáhlého výzkumu a vývoje díky své nízké ceně, nízké hustotě, vysoké měrné pevnosti, vysoké odolnosti proti tečení a také vynikající odolnosti proti oxidaci a sulfidaci za vysokých teplot. Některé slitiny na bázi aluminidů a silicidů železa však trpí vodíkovou křehkostí při pokojové teplotě. [7] Příčinou vzniku vodíkové křehkosti je difúze vodíku do krystalové mřížky kovu.

Binární systém Fe-Al obsahuje intermetalické fáze, které jsou bohaté na železo. K těmto fázím patří: Fe_3Al , FeAl . K dalším fázím bohaté na hliník patří: FeAl_2 , Fe_2Al_3 , Fe_2Al_5 a FeAl_3 . Pro konstrukční aplikace jsou zajímavé pouze Fe_3Al a FeAl . Ostatní intermetalické fáze v tomto systému se totiž vyskytují jen v úzkém rozmezí koncentrací a zároveň jsou velmi křehké. [7] To může komplikovat jejich praktické využití. Rozložení jednotlivých fází v systému Fe-Al můžeme vidět na obr. 2.



Obr. 2: Binární fázový diagram Fe-Al [7]

Fáze Fe_3Al má do teploty 540 °C uspořádanou kubickou plošně centrovanou mřížku (označovanou jako D0_3) a do teploty 760 °C je stabilní uspořádaná struktura B2

s kubickou prostorově středěnou mřížkou. Nad teplotou 760 °C se struktura B2 stává neuspořádanou.

Slitina na bázi FeAl s uspořádanou strukturou B2, která je stabilní v intervalu 21 až 49 at. % hliníku při vyšších teplotách a při pokojové teplotě je pak stabilní v užším intervalu cca 36 až 49 at. % hliníku. Při klesajícím obsahu hliníku se mění uspořádaná slitina FeAl na nedokonale uspořádanou slitinu.

2.2.1 Příprava aluminidů železa

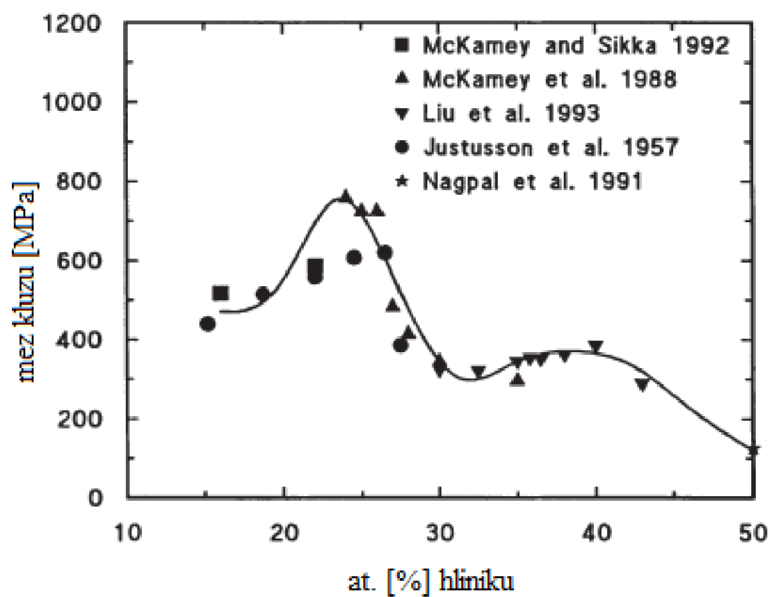
Aluminidy železa se snadno připravují v malých množstvích buď tavením a odléváním, nebo práškovou metodou. Slitiny lze tavit různými technikami, včetně indukčního tavení vzduchem (AIM), indukčního tavení ve vakuu (VIM) a obloukového přetavování ve vakuu (VAR). Obloukové tavení a vakuové indukční tavení byly použity k přípravě zkušebních materiálů vysoké čistoty.

Prevence absorpce plynného vodíku v roztavené slitině je důležitá pro výrobu ingotů bez pórů. Plynný argon vháněný do taveniny účinně eliminuje pórovitost. Odlévané ingoty Fe₃Al jsou nejlépe redukovány zpracováním za tepla, obvykle při teplotách 1 000-1 200 °C, obrábění za tepla se pak provádí při teplotách mezi 650 °C a 800 °C. Při laboratorních pokusech má litého materiálu tendenci mít mnohem nižší tažnost než tvářené vzorky stejného složení, z velké části kvůli hrubé zrnitosti a slabým hranicím zrn odlitků; v důsledku toho tyto odlitky nelze zpracovávat za studena nebo používat ve stavu, v jakém jsou odlity, pro konstrukční aplikace. [6]

2.2.2 Mechanické vlastnosti aluminidů železa

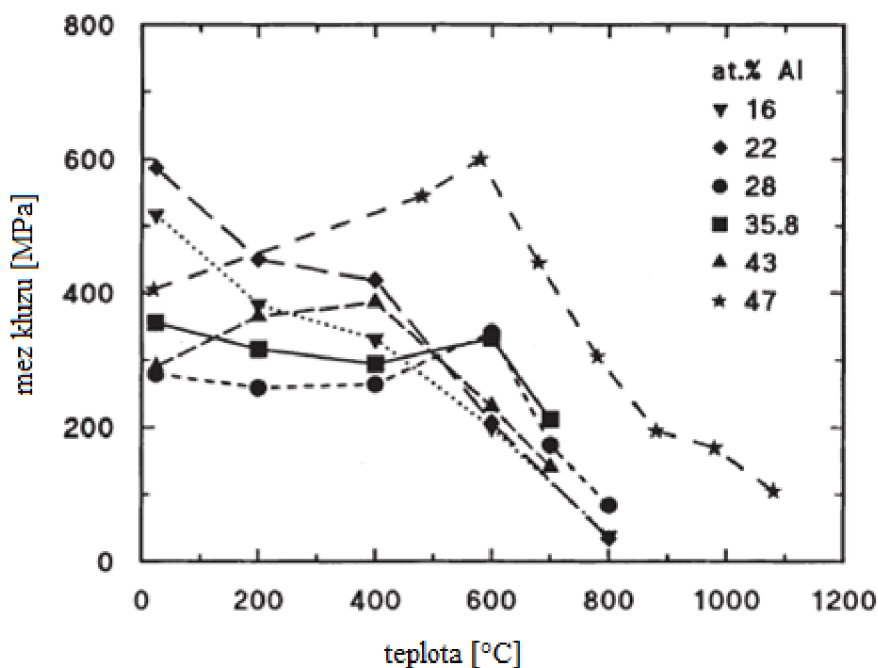
Mechanické vlastnosti aluminidů železa jsou ovlivňovány mnoha faktory např. obsahem hliníku ve slitině, množstvím a druhem přidaných legur, tepelným zpracováním atd.

Se zvyšujícím se obsahem hliníku v železe roste pevnost materiálu a jeho mez kluzu. Lze říci, že maximální hodnota meze kluzu se pohybuje okolo 25 at. % při stechiometrickém složení. S dalším přidáváním hliníku se hodnota meze kluzu snižuje (obr. 3). [7]



Obr. 3: Závislost meze kluzu na množství hliníku při pokojové teplotě [7]

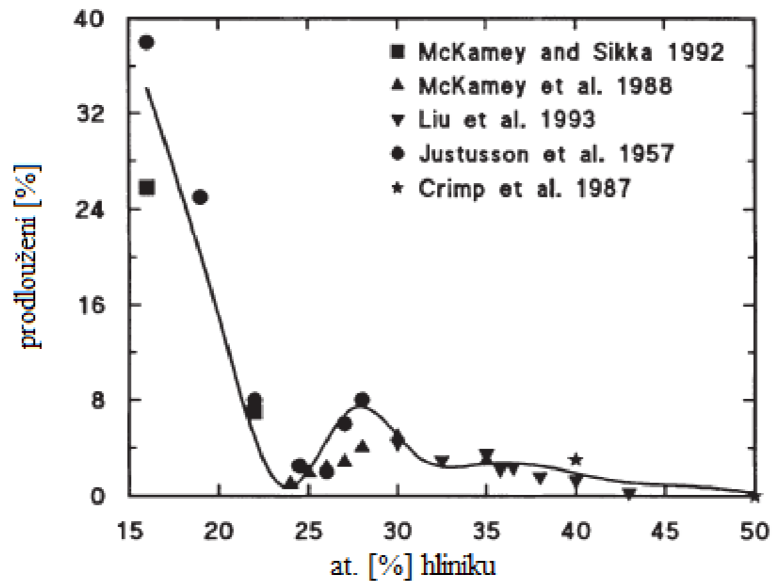
Maximální hodnoty meze kluzu pro slitiny s obsahem hliníku 28 at. % a 35,8 at. % souvisí se změnou uspořádání při přechodové teplotě, kdy se mění uspořádání z $D0_3$ na B2 (obr. 4). [7]



Obr. 4: Závislost meze kluzu na zkušební teplotě [7]

Další vlastností, která je závislá na obsahu hliníku ve slitině, je tažnost. S rostoucím obsahem hliníku tažnost slitiny klesá, zejména pak od 16 at. % hliníku je

tento pokles výrazný. Typické poměrné prodloužení v tahu je menší než 10 % u slitiny Fe₃Al a méně než 4 % u slitin s obsahem hliníku nad 35 at. % (obr. 5). [7]

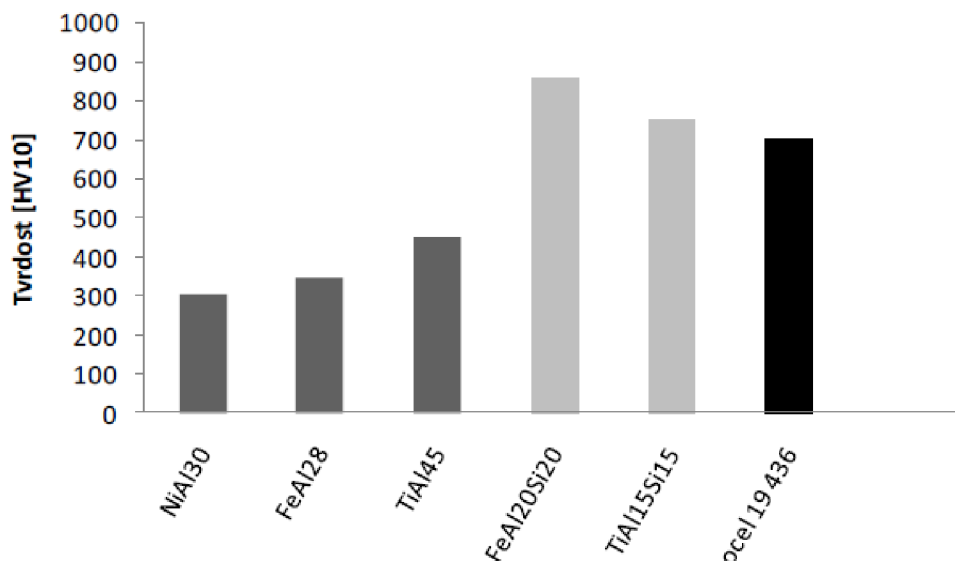


Obr. 5: Závislost poměrného prodloužení na obsahu hliníku ve slitině [7]

Při různých zkušebních teplotách se ukázalo, že maximum meze kluzu se vyskytuje u slitin s obsahem hliníku 28 at. % a 35,8 at. % při přechodové teplotě, kdy se mění uspořádání z D0₃ na B2 [7]. Závislost meze kluzu na zkušební teplotě lze vidět na obr. 5.

Hlavní příčinou nízké tažnosti Fe₃Al je zvýšená citlivost na vlhkost při pokojové teplotě, ke které přispívají i nečistoty ve slitině např. uhlík. Jednou z možností, jak zlepšit tažnost je přidání chromu do slitiny. [6]

Tvrdoost technicky využitelných slitin aluminidů železa, niklu a titanu se pohybuje v rozmezí od 250 HV do 500 HV [5]. Při přidání legujícího prvku křemíku do slitin aluminidů železa lze výrazně zvýšit jejich tvrdost až na 900 HV (obr. 6). Tyto hodnoty se dají srovnat s nástrojovými oceli. Vysoké hodnoty tvrdosti jsou zapříčiněny tvrdými ternárními fázemi anebo také přítomností silicidových částic. S tím souvisí i vysoká odolnost proti abrazivnímu opotřebení [5].



Obr. 6: Tvrdość slitin aluminidů [5]

Mechanické vlastnosti vysokoteplotních aluminidů železa na bázi Fe_3Al lze zlepšit

vytvzováním tuhého roztoku, např. přidáním legujícího prvku jako je např. chrom, vanad, křemík a titan, s vyšší rozpustností v matici. Dále může dojít ke zpevnění v důsledku tvorby nekoherentních nebo koherentních precipitátů nebo zvýšením krystalografického uspořádání. Je známo, že zpevnění koherentními precipitáty je jedním z neúčinnějších zpevnění, ale účinek zpevnění při vysokých teplotách může vést ke ztrátě tažnosti slitin při nízkých teplotách.

2.2.3 Tepelné zpracování aluminidů železa

Fe_3Al slitina je jedna z mála, která může mít neuspořádanou strukturu (s ohledem na uspořádání typu DO_3) díky vhodnému tepelnému zpracování při zvýšené teplotě. Tento jev může být výhodou při studiu vlivu uspořádání krystalové mřížky na mechanické vlastnosti ale také nevýhodou, protože při vyšších teplotách, tj. při porušení uspořádání krystalové mřížky dochází ke zhoršení pevnosti v tahu a creepu (tečení materiálu). Teplota, při které dochází k neuspořádanosti krystalové mřížky, tzv. kritická teplota T_k , je přibližně $550\text{ }^\circ\text{C}$. [6]

Tato teplota se stává mezní pro konstrukční aplikace i přes skutečnost, že se tato kritická teplota dá zvýšit pomocí legování např. křemíkem nebo molybdenem. [6]

Při tepelném zpracování je třeba brát v úvahu dvoufázové oblasti α +B2 a α +DO₃. V těchto dvoufázových oblastech dochází k vytvrzování, které může podstatně změnit mechanické vlastnosti. Bylo zjištěno, že v teplotním rozmezí přibližně od 300 do 550 °C u slitin obsahujících 20-25 at. % hliníku, je možné zachovat stabilní dvoufázovou strukturu α +DO₃. Teplotní rozsah stability této dvoufázové směsi lze rozšířit přidávkou křemíku v rozsahu 1 – 3 at. %. [6]

V rozmezí 23-27 at. % hliníku lze strukturu B2 zachovat při nízkých teplotách pouze ochlazením z teploty vyšší než T_k, ale při vyšším obsahu hliníku, B2 nahrazuje DO₃ jako stabilní fázi. Široký rozsah rozpustnosti FeAl (B2) umožňuje existenci této struktury v částečně uspořádaném stavu nad kritickou teplotou T_k na obou stranách stechiometrického složení.

2.2.4 Aplikace aluminidů železa

Nejčastějšími aplikacemi aluminidů jsou topné elementy, kde se využívá vlastnosti konstantního měrného odporu až do teploty 1000 °C, součástí pecí, kde je využita oxidační odolnost slitiny. Díky sulfidační odolnosti mohou být tyto materiály použity v slinovaných pórovitých filtrech na zplyňování uhlí. Díky již zmíněné odolnosti proti abrazivnímu opotřebením bez nutnosti tepelného zpracování by se teoreticky daly použít jako speciální nástrojové materiály. Další uplatnění pro tyto slitiny se nachází v oblasti automobilového průmyslu např. při výrobě výfukového potrubí, katalyzátorů atd. Díky velmi dobré oxidační odolnosti a poměrně nízké hustotě lze potencionálně uvažovat použití i v leteckém průmyslu. [5, 7, 8]

2.3 Ternární systém Fe-Al-Si

Ternární systém Fe-Al-Si byl v minulosti podrobně zkoumán, zejména v oblasti bohaté na hliník. O tento systém je velký zájem, zejména kvůli tomu, že železo a křemík jsou dvě nejběžnější příměsi ve slitinách hliníku. Přítomnost těchto dvou prvků ve slitinách hliníku zapříčiňuje tvorbu tvrdých a křehkých ternárních fází, které mohou ovlivňovat chemické a mechanické vlastnosti, jako je odolnost proti korozi a kvalita povrchu. [3]

U aluminidů železa na bázi Fe_3Al s přidavkem křemíku dochází ke zpevnění vytvrzením pevného roztoku, které by mělo fungovat díky vysoké rozpustnosti křemíku v matici Fe_3Al . Pozitivní vliv přidavku křemíku na korozní odolnost aluminidů železa, stejně jako vliv na jejich odolnosti vůči tečení byl již popsán, ale v současné době je k dispozici jen málo informací o vlivu křemíku na pevnost při vysokých teplotách. [4]

Současně je k dispozici široká škála hliníkových materiálů, v nichž je železo nezbytně nutnou základní složkou. Mezi tyto materiály patří slitiny vyrobené rychlým tuhnutím a mechanickým legováním, kompozitní materiály a některé kované a odlévané, žáruvzdorné, vodivé a korozivzdorné slitiny.

Systém Fe-Al-Si se vyznačuje velkým počtem binárních a stabilních i metastabilních ternárních fází. [3]

Binární systémy AlFe, AlSi a FeSi jsou uvedeny v části Massalskiho příruče fázových diagramů binárních slitin. Fáze binárních systémů jsou obecně dobře známy.

Jak bylo uvedeno v kapitole 2.2, v binárním systému Al-Fe byly popsány následující fáze: Al_2Fe , Al_5Fe_2 a Al_5Fe_2 , $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$. Vysokoteplotní fáze Al_8Fe_5 . Fázové hranice v části bohaté na hliník v AlFe systému nejsou dobře specifikovány. V části bohaté na železo dominují rozšířené tuhé roztoky hliníku v Fe, AlFe (B2) a AlFe_3 (D0₃) uspořádaných fázích. [3]

Binární systém Fe-Si, podobně jako systém Al-Fe, existuje v uspořádaných B2 a D0₃ modifikacích, tak i v neuspořádaných modifikacích A2. Stabilní jsou sloučeniny: Fe_2Si (β), Fe_5Si_3 , FeSi a FeSi_2 ve vysokoteplotní a nízkoteplotní formě v modifikacích: ζ_a a ζ_b . [3]

Binární systém Al-Si je jednoduchý eutektický systém s eutektickou teplotou 577 °C při složení $\text{Al}_{87,8}\text{Si}_{12,2}$.

Jak můžeme vidět v tabulce 1, mezi ternární fáze patří $\text{Al}_2\text{Fe}_3\text{Si}_3$ (τ_1), Al_3FeSi (τ_2), Al_2FeSi (τ_3), Al_3FeSi (τ_4), $\text{Al}_{7,4}\text{Fe}_2\text{Si}$ (τ_5), $\text{Al}_{4,5}\text{FeSi}$ (τ_6), $\text{Al}_3\text{Fe}_2\text{Si}_3$ (τ_7), $\text{Al}_2\text{Fe}_3\text{Si}_4$ (τ_8), τ_{10} , $\text{Al}_4\text{Fe}_{1,7}\text{Si}$ (τ_{11}). Kdy fáze τ_9 není vypsána, neboť se ukázalo, že je identická s fází τ_1 . [3]

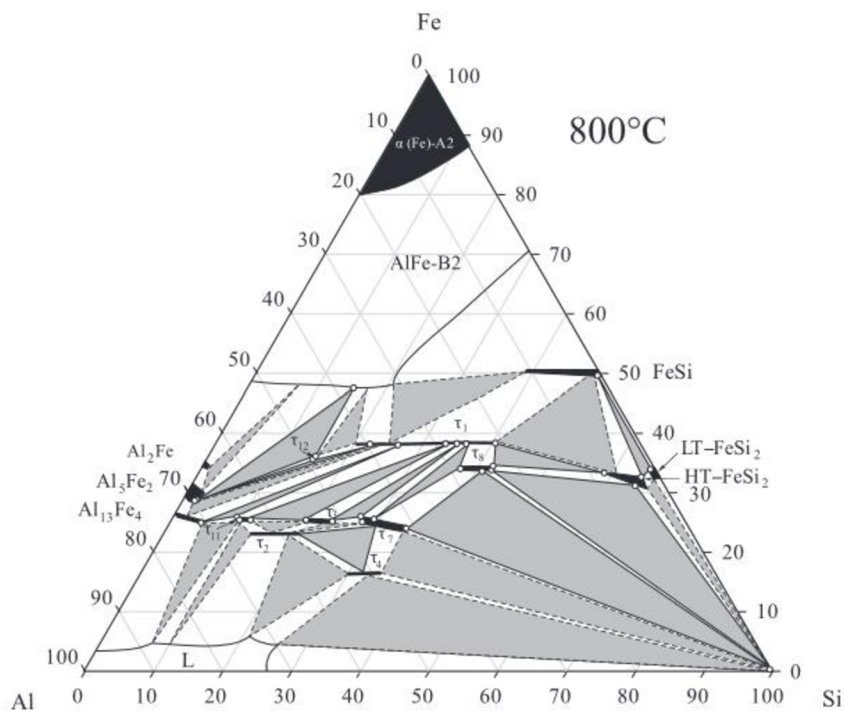
Bylo zjištěno celkem devatenáct invariantních reakcí a deset ternárních fází, ale pouze část fázového diagramu bohatá na hliník byla dobře popsána a některé fáze nebyly dostatečně charakterizovány z hlediska jejich krystalové struktury a rozsahu složení [3]. Souhrn všech relevantních binárních a ternárních fází je uveden v tab. 1.

Tab. 1: Binární a ternární fáze systému Al-Fe, Al-Si, Fe-Si a Fe-Al-Si [3]

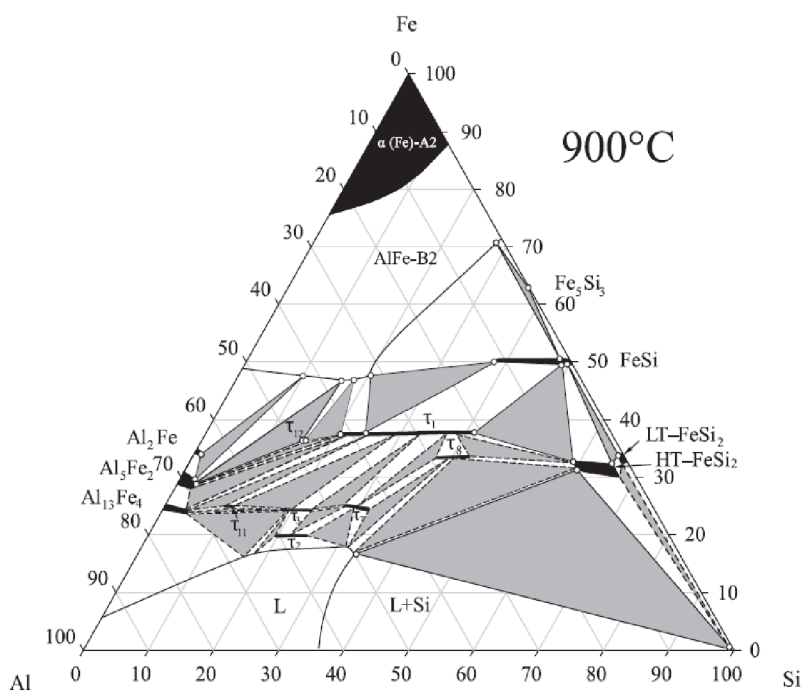
| Fáze | Typ struktury | Pearsonův symbol | Prostorové uspořádání |
|--|--|------------------|-----------------------|
| AlFe(α_2) | CsCL/B2 | cP2 | Pm $\bar{3}$ m |
| AlFe ₃ (α_1) | BiF3/D0 ₃ | cF16 | Fm $\bar{3}$ m |
| Al ₂ Fe | Al ₂ Fe | aP18 | P $\bar{1}$ |
| Al ₅ Fe ₂ | Al ₅ Fe ₂ | oC16 | Cmcm |
| Al ₁₃ Fe ₄ | Al ₁₃ Fe ₄ | mC102 | C2/m |
| Al ₈ Fe ₅ (ϵ) | Cu ₅ Zn ₈ /D8 ₂ | cI52 | I $\bar{4}$ 3m |
| HT-FeSi ₂ (Fe ₂ Si ₅) | FeSi ₂ | tP3 | P4/mmm |
| LT – FeSi ₂ | FeSi ₂ | oC48 | Cmca |
| Fe ₂ Si | Fe ₂ Si | hP6 | P6 ₃ /mmc |
| Fe ₅ Si ₃ | Mn ₅ Si ₃ | hP16 | P6 ₃ /mcm |
| FeSi | FeSi | oP8 | P2 ₁ 3 |
| Al ₂ Fe ₃ Si ₃ (τ_1) | Al ₂ Fe ₃ Si ₃ | aP16 | P $\bar{1}$ |
| Al ₃ FeSi (τ_2) | Al ₃ FeSi | m** | mC* |
| Al ₂ FeSi (τ_3) | Al ₂ FeSi | oC128 | Cmma |
| Al ₃ FeSi (τ_4) | GaPd ₅ | tI24 | I4/mcm |
| Al _{7,4} Fe ₂ Si (τ_5) | Al _{7,4} Fe ₂ Si | hP244 | P6 ₃ /mmc |
| Al _{4,5} FeSi (τ_6) | Al ₉ Fe ₂ Si ₂ | mC52 | C2/m |
| Al ₃ Fe ₂ Si ₃ (τ_7) | Al ₃ Fe ₂ Si ₃ | mP64 | P2 ₁ /n |
| Al ₂ Fe ₃ Si ₄ (τ_8) | Al ₂ Fe ₃ Si ₄ | oC48 | Cmcm |
| τ_{10} | - | hexagonal | - |
| Al ₄ Fe _{1,7} Si (τ_{11}) | Co ₂ Al ₅ | hP28 | P6 ₃ /mmc |

2.3.1 Izotermické řezy Fe-Al-Si

Ternárním diagramem mohou být vedeny tzv. izotermické řezy. Je to zobrazení pro konstantní teplotu a koncentrace určitých složek se nejčastěji znázorňuje v rovnostranném trojúhelníku, který se nazývá Gibbsův trojúhelník. [9] Oblasti, kde existují jednotlivé fáze v závislosti na složení slitiny při konkrétní teplotě, můžeme vidět v izotermických řezech pro 800 °C a 900 °C (obr. 7 a 8).



Obr. 7: Izotermický řez Fe-Al-Si při 800 °C [3]



Obr. 8: Izotermický řez Fe-Al-Si při 900 °C [3]

3 Experimentální část

3.1 Zkoumané materiály a tepelné zpracování vzorků

Pro experiment byly vybrány aluminidy železa s příměsí křemíku u prvního vzorku a s příměsemi křemíku a niobu v případě druhého vzorku. Chemické složení materiálů v hmotnostních i atomových procentech je uvedeno v tab. 2 a tab. 3.

Tab. 2: Chemické složení materiálů v hm. %

| Slitina | Al [hm. %] | Si [hm. %] | Fe [hm. %] | Nb [hm. %] |
|-------------------|------------|------------|------------|------------|
| FA-5Si | 13,457 | 2,956 | 83,587 | --- |
| FA-5Si-2Nb | 17,62 | 2,67 | 76,15 | 3,56 |

Tab. 3: Chemické složení materiálů v at. %

| Slitina | Al [at. %] | Si [at. %] | Fe [at. %] | Nb [at. %] |
|-------------------|------------|------------|------------|------------|
| FA-5Si | 23,75 | 5,01 | 71,24 | --- |
| FA-5Si-2Nb | 30,42 | 4,42 | 63,35 | 1,81 |

Z obou slitin byly připraveny vzorky pro tepelné zpracování, které byly postupně vloženy do žíhací pece na 100 hodin při teplotách 900 a 1100 °C. Vzorky byly vloženy do korundových misek (obr. 9) a společně vloženy do muflové laboratorní pece na požadovanou teplotu s následným pozvolným chladnutím v peci.



Obr. 9: Vzorky v korundových miskách

3.2 Příprava vzorků pro analýzu

3.2.1 Příprava slitin řezáním

Příprava vzorků pro tepelné zpracování a následně pro strukturní analýzu vzorků byla provedena standartním postupem. Materiál pro analýzu byl odebrán na kotoučové pile Delta Abrasimet Cutter od firmy Buehler (obr. 10). Kvůli velkým rozměrům výchozího materiálu bylo odebírání poměrně časově náročné, zejména kvůli tomu, že materiál vykazuje velkou tvrdost, bylo nutno použití řezných kotoučů pro vysokopevnostní materiály, zároveň vznikalo velké množství tepla, muselo být tedy použito chladicí kapaliny. Materiál byl při řezání upnut do svěráku, nebylo potřeba použít speciální upínací přípravky.



Obr. 10: Kotoučová pila Delta Abrasimet Cutter

Další dělení materiálu probíhalo na přesné metalografické rozbrušovací pile Brillant 220 od firmy QATM (obr. 11).



Obr. 11: Rozbrušovací pila Brillant 220

3.2.2 Zalisování vzorků

Zalisování vzorků pro metalografické výbrusy probíhalo na přístroji Opal X-Press od firmy QATM (obr. 12).



Obr. 12: Metalografický lis Opal X-Press

Zalítí vzorků pro následné leštění a zkoumání struktur má svůj význam v praxi zejména pro manipulaci ale také zefektivnění kontrol při kusových či sériových zakázkách.

Na zalítí vzorků byla použita vodivá zalévací hmota PolyFast od firmy Struers, což je bakelit s uhlíkovou výplní, který je ideální pro strukturní analýzu SEM. Vzorek byl lisován při tlaku 250 barů za teploty 180 °C po dobu 5 minut a 30 vteřin, poté probíhalo chlazení po dobu 3 minuty a 30 vteřin.

3.2.3 Broušení a leštění vzorků

Cílem broušení vzorků je zajištění rovinné plochy kvůli rovnoměrnému vyleštění a odstranění nerovností, které by mohly narušit pozorování pod mikroskopem. Broušení lze provádět ručně nebo na stroji. Vzorky při broušení a leštění nesmí být tepelně ovlivněny, proto je na místě použití chladicí kapaliny, vody či jiného média, které zároveň slouží pro odvod nečistot a třísek po broušení.

Pro broušení a následné leštění byl použit automatický jednokotoučový preparační systém Saphir 550 (obr. 13) pro metalografické aplikace s magnetickým kotoučem o průměru 250mm od firmy QATM.



Obr. 13: Metalografická bruska Saphir 550

Pro broušení byly použity diamantové kotouče s pryskyřičnou maticí MD-Piano od zrnitosti 500 až 4000. Broušení jednotlivými kotouči bylo prováděno po dobu 5 minut.

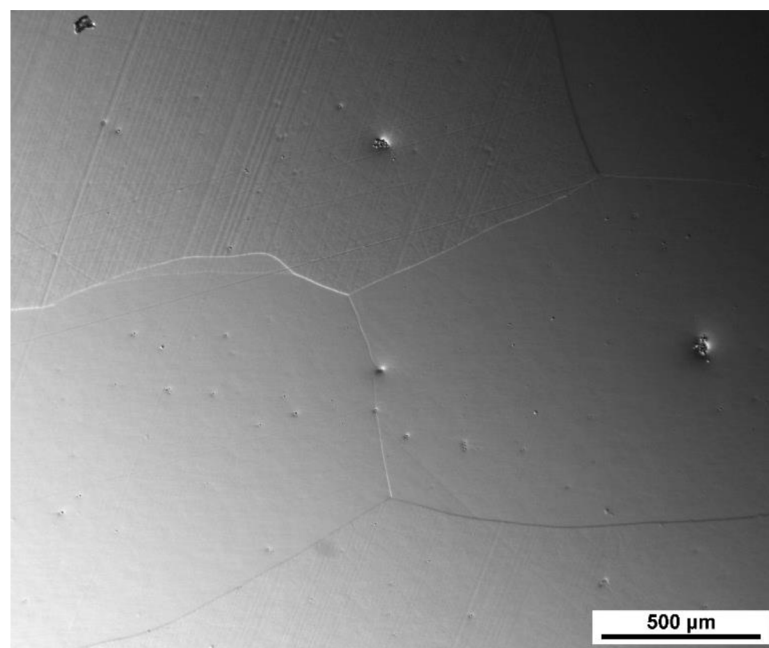
Leštění bylo provedeno na stejném přístroji jako broušení. Nejprve bylo provedeno diamantovou lešticí suspenzí o zrnitosti 9 mikronů poté 3 a 1 mikron. Finálním krokem pak bylo oxidické leštění pomocí suspenze OP-S od firmy Struers.

3.3 Strukturní analýza vzorků

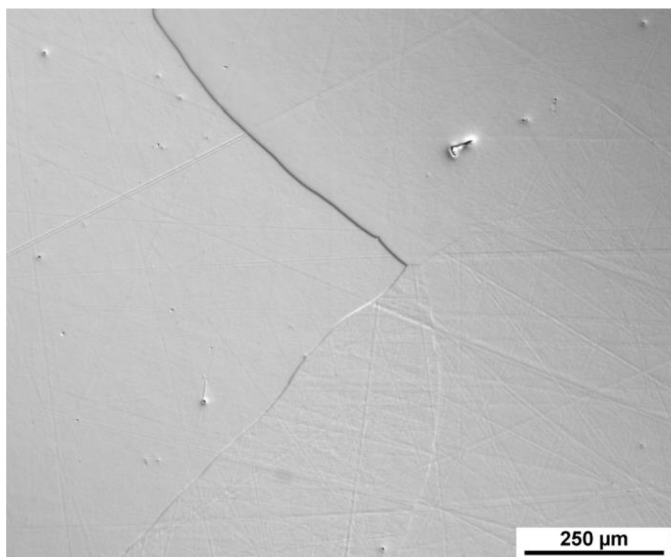
3.3.1 Analýza pomocí optické mikroskopie (LOM)

K pozorování struktur obou slitin byl použit optický světelný mikroskop Nikon Epiphot. Obraz byl snímán pomocí kamery a přenášěn do počítače, kde byl zobrazován pomocí softwaru NIS Elements.

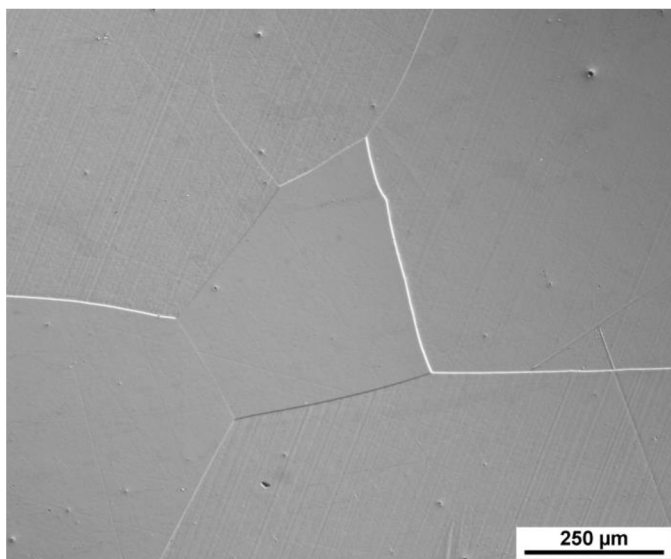
Strukturu materiálu FA-5Si a to jak ve výchozím stavu, tak ve stavu po tepelném zpracování při 900 °C/100 h lze charakterizovat jako hrubozrnnou, kde se velikost jednotlivých zrn pohybuje v řádech jednotek milimetrů (obr. 14, 15). Při tepelném zpracování má struktura tendenci vytvářet menší zrna v řádech několika set mikrometrů (obr. 16).



Obr. 14: FA-5Si, výchozí stav, oxidické leštění, 50x

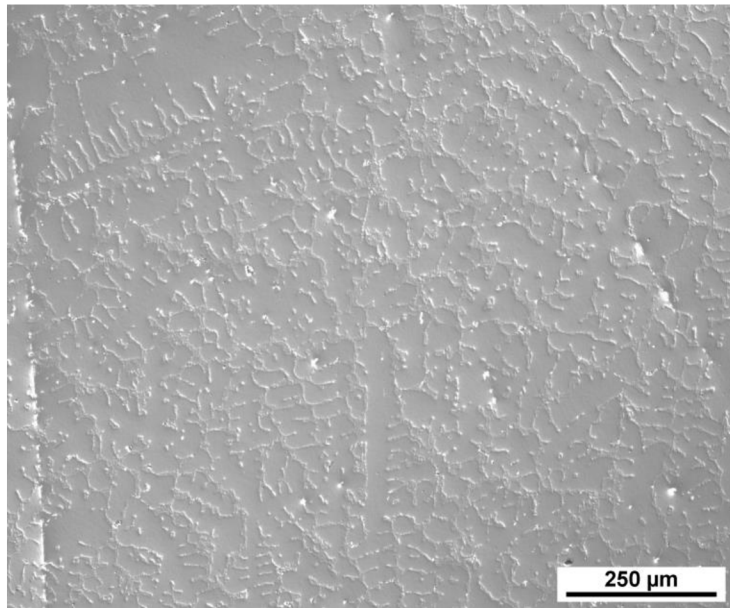


Obr. 15: FA-5Si, TZ při 900 °C/100 h, oxidické leštění, 100x

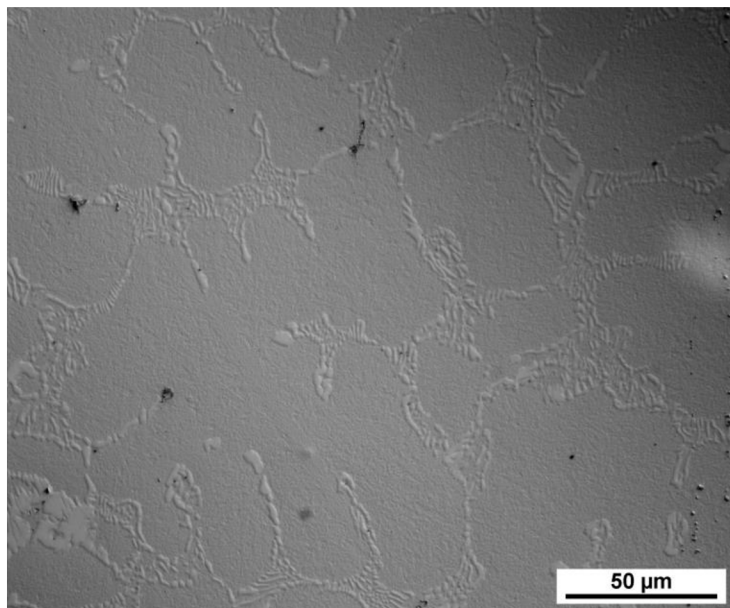


Obr. 16: FA-5Si, TZ při 1100 °C/100 h, oxidické leštění, 100x

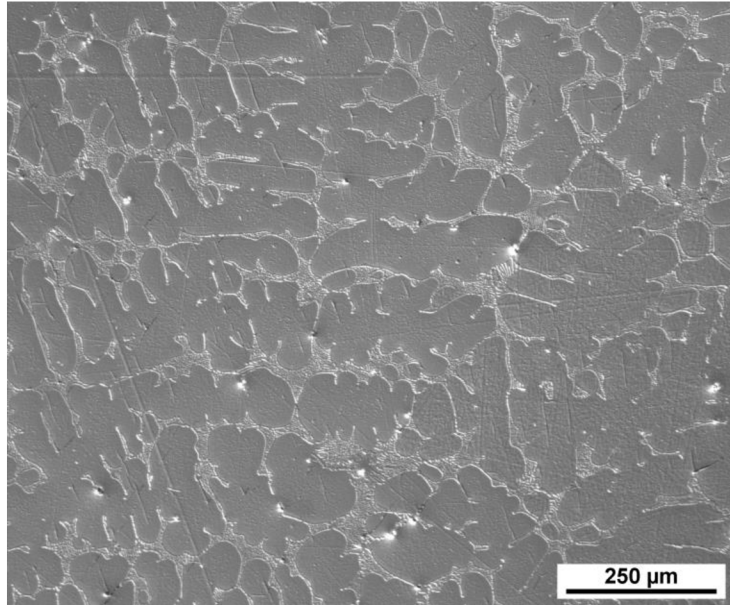
Materiál FA-5Si-2Nb má ve výchozím stavu dendritickou strukturu s eutektikem na bázi křemíku a niobu v mezidendritickém prostoru (obr. 17 a 18). U tepelného zpracování při 900 °C můžeme pozorovat vyloučení jemných precipitátů v matrici tvořených převážně niobem a křemíkem (obr. 19 a 20). Tyto jemné částice při dalším tepelném zpracování na teplotě 1100 °C/100 h koagulují do větších útvarů (obr. 21 a 22).



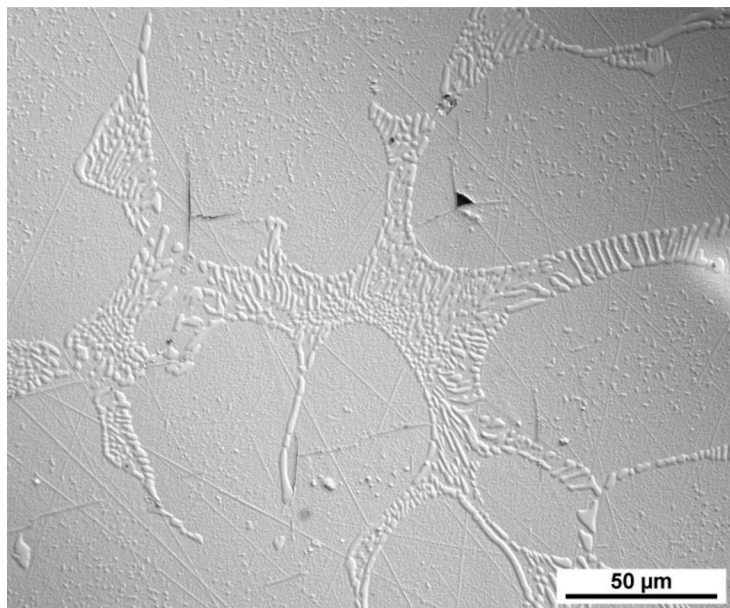
Obr. 17: FA-5Si-2Nb, výchozí stav, oxidické leštění, 100x



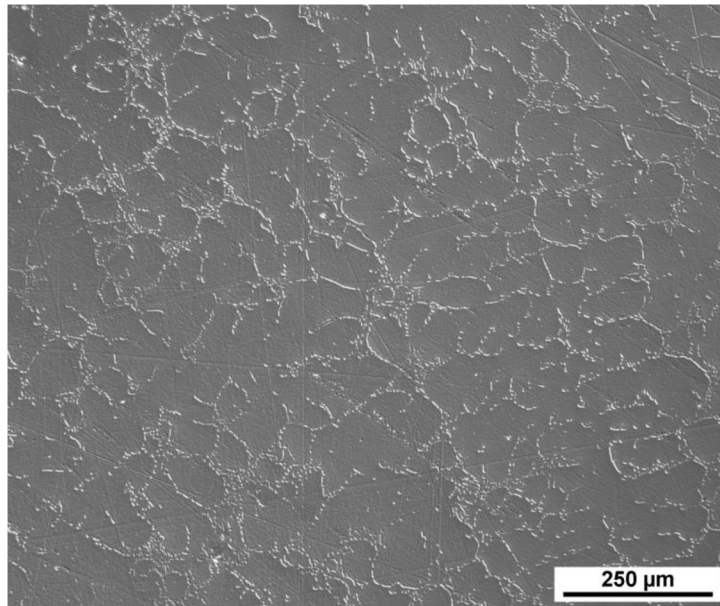
Obr. 18: FA-5Si-2Nb, výchozí stav, oxidické leštění, 500x



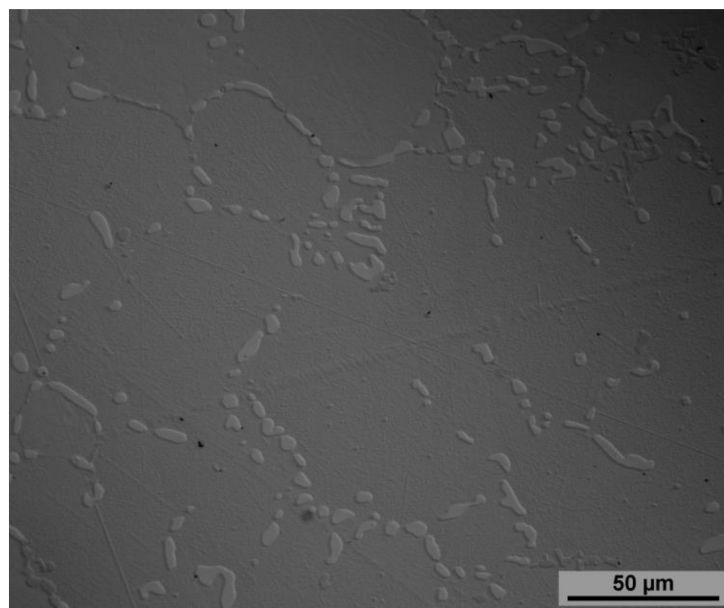
Obr. 19: FA-5Si-2Nb, TZ při 900 °C/100 h, oxidické leštění, 100x



Obr. 20: FA-5Si-2Nb, TZ při 900 °C/100 h, oxidické leštění, 500x



Obr. 21: FA-5Si-2Nb, TZ při 1100 °C/100 h, oxidické leštění, 100x

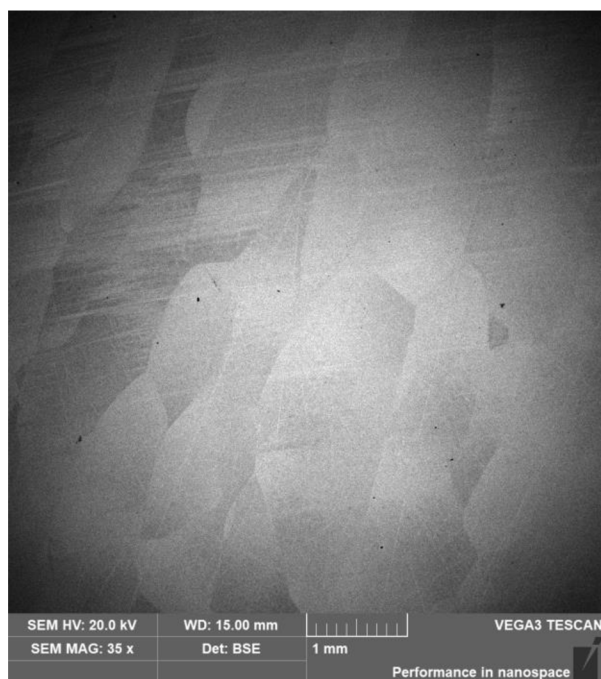


Obr. 22: FA-5Si-2Nb, TZ při 1100 °C/100 h, oxidické leštění, 500x

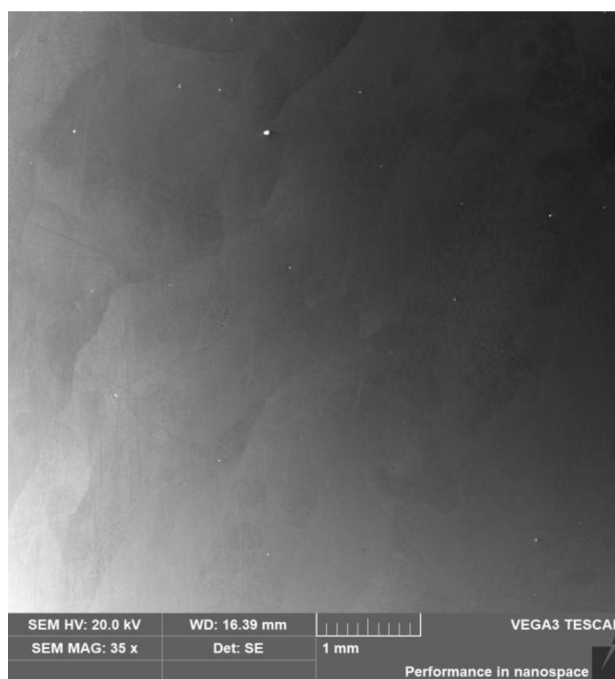
3.3.2 Strukturní analýza pomocí skenovací elektronové mikroskopie (SEM)

K pozorování struktur obou slitin pomocí SEM byl použit rastrovací elektronový mikroskop Tescan Vega SBH.

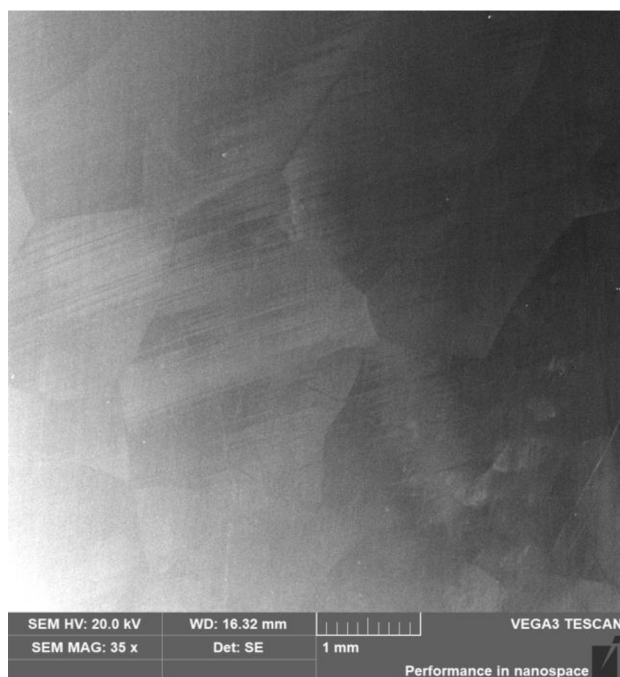
Struktura materiálu FA-5Si se při zobrazení elektronovým mikroskopem se nijak neliší od pozorování struktury z optického mikroskopu. Na snímcích (obr. 23, 24, 25) jsou patrné hranice jednotlivých zrn.



Obr. 23: FA-5Si, výchozí stav, BSE, 35x

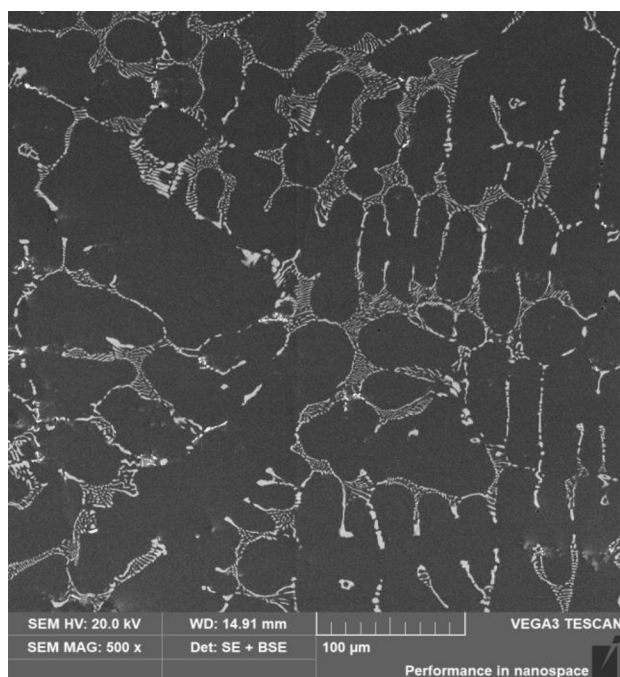


Obr. 24: FA-5Si, TZ při 900 °C/100 h, SE, 35x

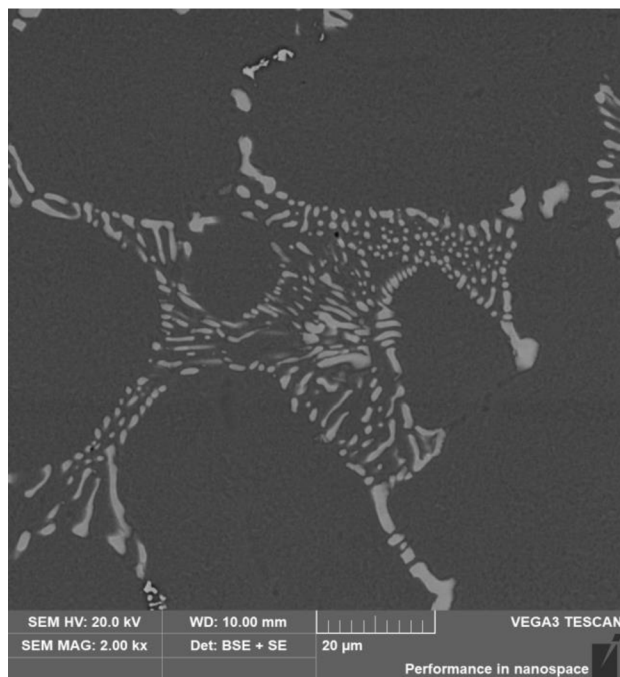


Obr: 25: FA-5Si, TZ při 1100 °C/100 h, SE, 35x

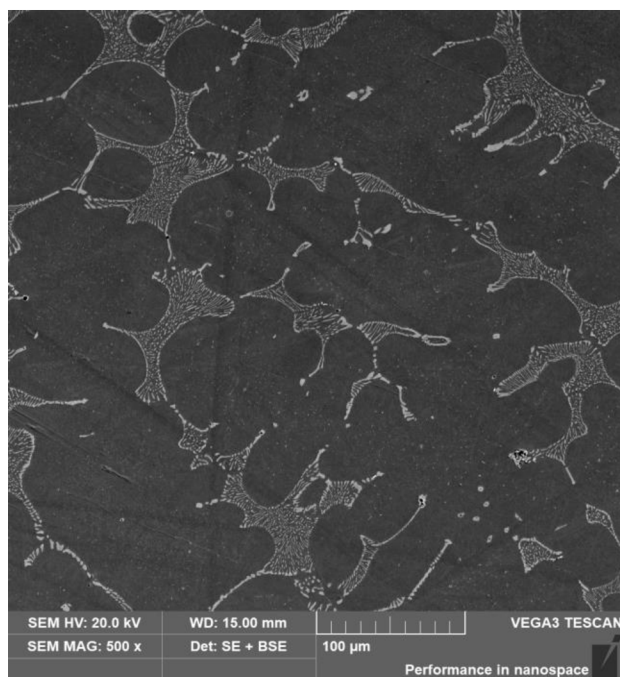
Struktura materiálu FA-5Si-2Nb ve výchozím stavu je dendritická s eutektikem na bázi křemíku a niobu (obr. 26, 27). Při tepelném zpracování 900 °C/100 h dochází k vylučováním jemných precipitátů niobu (obr. 28, 29). V důsledku tepelného zpracování 1100 °C/100 h dochází ke koagulaci precipitátů niobu a křemíku do větších útvarů (obr. 30, 31).



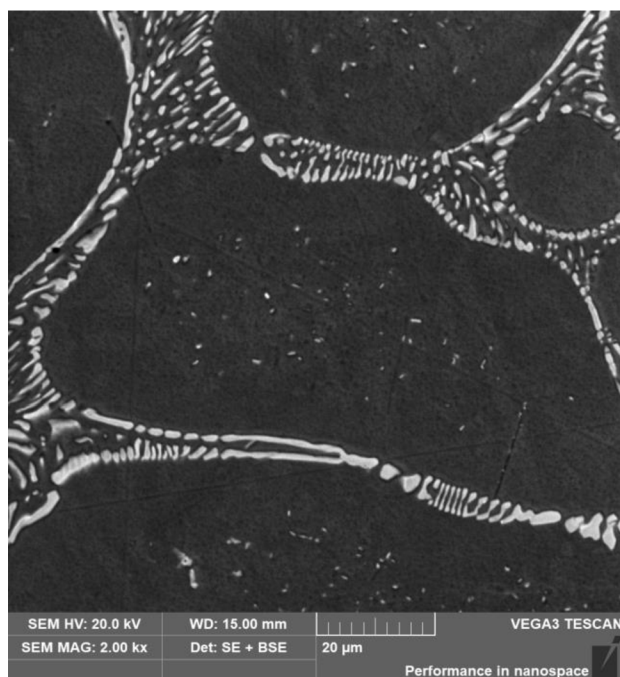
Obr. 26: FA-5Si-2Nb, výchozí stav, SE+BSE, 500x



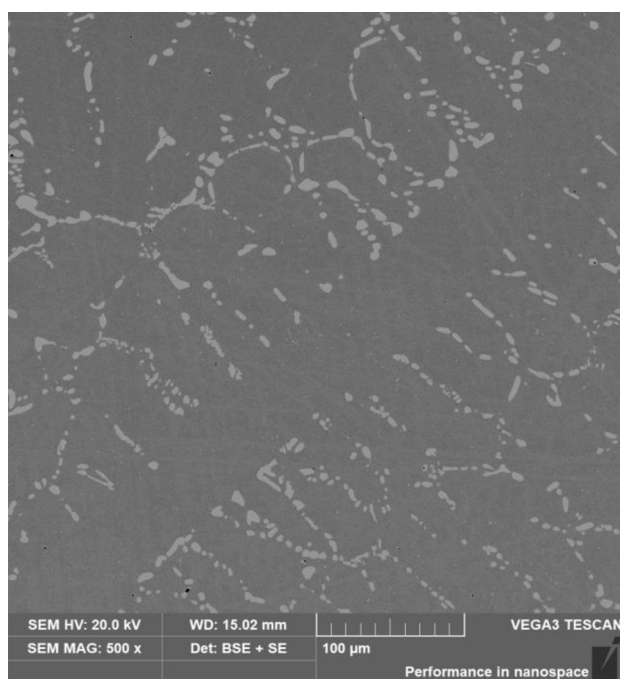
Obr. 27: FA-5Si-2Nb, výchozí stav, SE+BSE, 2000x



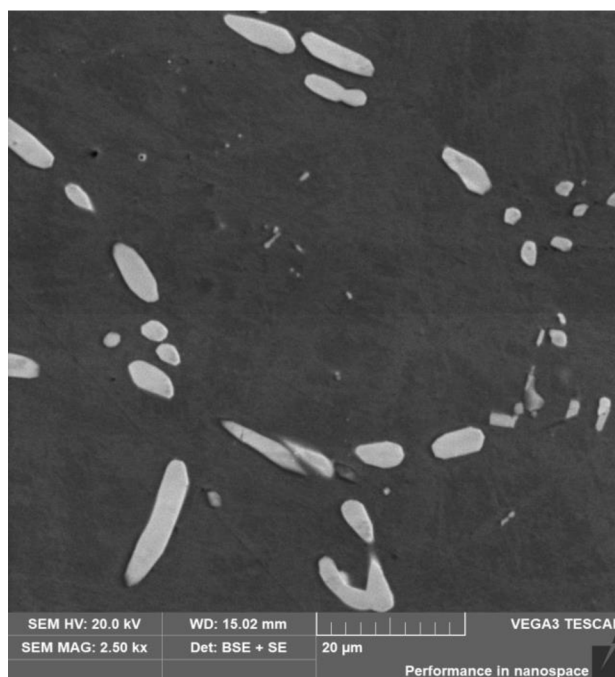
Obr. 28: FA-5Si-2Nb, TZ při 900 °C/100 h, SE+BSE, 500x



Obr. 29: FA-5Si-2Nb, TZ při 900 °C/100 h, SE+BSE, 2000x



Obr. 30: FA-5Si-2Nb, TZ při 1100 °C/100 h, SE+BSE, 500x



Obr. 31: FA-5Si-2Nb, TZ při 1100 °C/100 h, SE+BSE, 2500x

3.3.3 EDX analýza

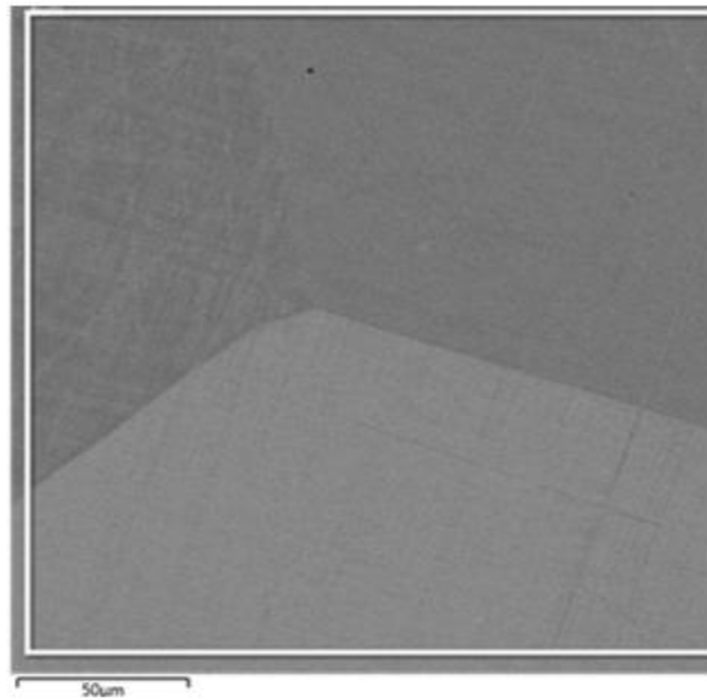
Energiově disperzní rentgenová analýza (EDX), označovaná jako EDS nebo EDAX, je spektroskopická metoda používaná k identifikaci prvkového složení materiálů.

Metoda je založená na detekci charakteristického rentgenového záření vysílaného atomy vzorku vybuzenými dopadem svazku elektronů o kinetických energiích od jednotek do stovek keV. Systémy EDX jsou přídatnými zařízeními k přístrojům elektronové mikroskopie (skenovací elektronová mikroskopie (SEM) nebo transmisní elektronová mikroskopie (TEM)), kde zobrazovací schopnost mikroskopu identifikuje vzorek, který je předmětem zájmu. Data získaná analýzou EDX jsou spektra, v nichž poloha vrcholů umožňuje identifikaci prvků přítomných v analyzovaném vzorku. Je rovněž možné provést prvkové mapování vzorku, čárové mapování vzorku a obrazovou analýzu. [10]

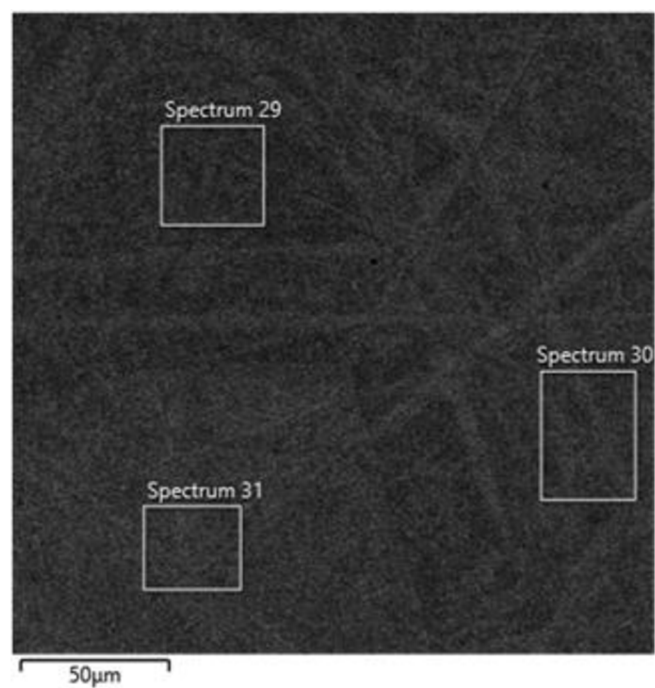
Pro EDX analýzu byl opět použit řádkovací elektronový mikroskop Tescan Vega SBH vybavený detektorem Oxford Instruments. K vyhodnocení EDX analýzy byl použit software AZtec.

Pomocí bodové analýzy materiálu FA-5Si bylo zjištěno, že se nemění procentuální atomové zastoupení prvků v materiálu (tab. 4) ve výchozím stavu (obr. 32)

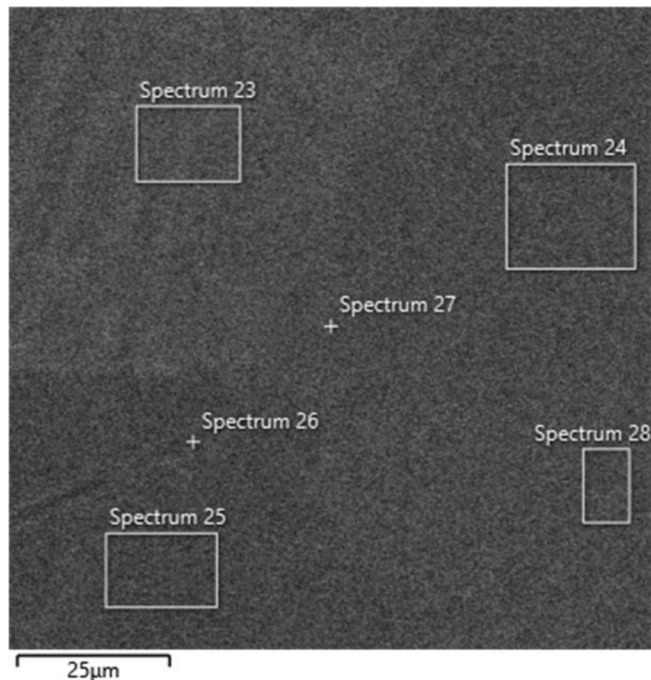
i po tepelném zpracování 900 °C / 100 h (obr. 33) a 1100 °C/100 h (obr. 34). Struktura nedoznala výrazných změn.



Obr. 32: FA-5Si, *výchozí stav*, výřez ze SEM pro bodovou analýzu



Obr. 33: FA-5Si, TZ při 900 °C/100 h, výřez ze SEM pro mapping

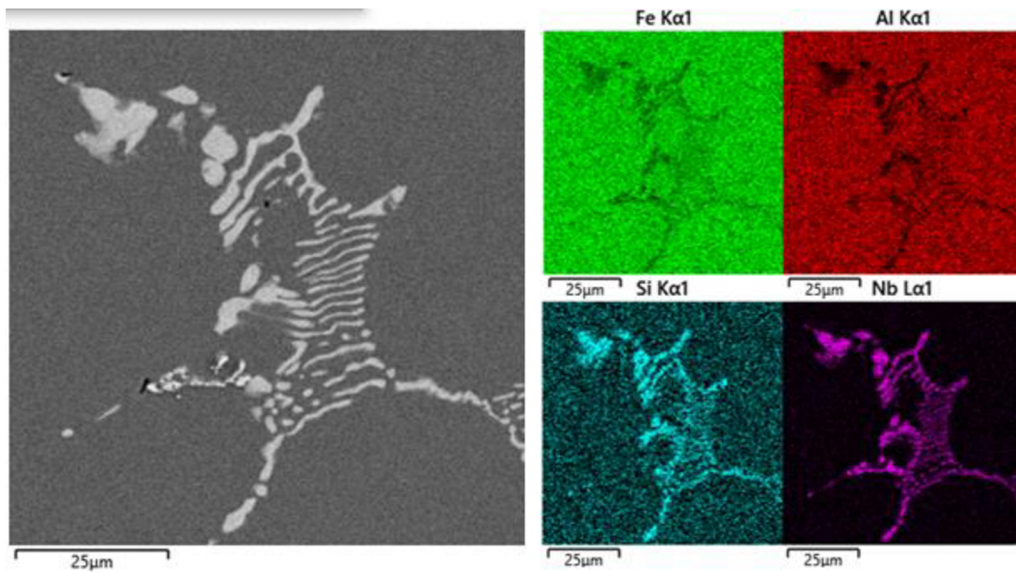


Obr. 34: FA-5Si, TZ při 1100 °C/100 h, bodová analýza

Tab. 4: FA-5Si, průměrné procentuální zastoupení prvků z bodové analýzy

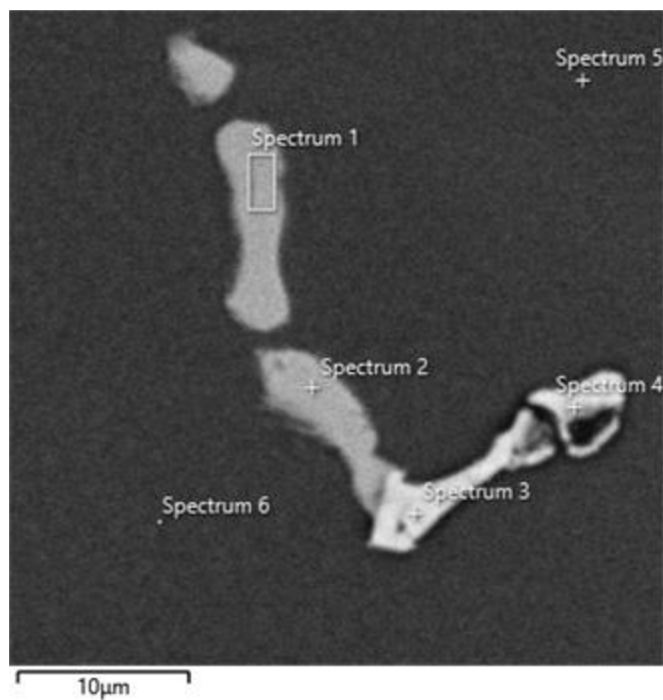
| at. [%] | FA-5Si | | |
|---------|--------|--------|---------|
| | VS | 900 °C | 1100 °C |
| Fe | 61 | 61,5 | 59,8 |
| Al | 26,9 | 25,2 | 25,1 |
| C | 7,1 | 8,4 | 10,6 |
| Si | 5 | 4,8 | 4,5 |

U struktury materiálu FA-5Si-2Nb ve výchozím stavu již můžeme pozorovat mnohem výraznější prvkové změny ve struktuře. Na barevných mapách je vidět, že eutektikum je převážně tvořeno křemíkem (modrá barva) a niobem (fialová barva). Matrice je tvořena převážně železem (zelená barva) a hliníkem (červená barva) (obr. 35).



Obr. 35: FA-5Si-2Nb, *výchozí stav*, výřez ze SEM pro mapping prvků

Bodová analýza slitiny FA-5Si-2Nb ve *výchozím stavu* (obr. 36) prokázala, že ve světlých bílých částicích v eutektiku je vyšší koncentrace křemíku a niobu (tab. 5).



Obr. 36: FA-5Si-2Nb, *výchozí stav*, výřez ze SEM pro bodová spektra

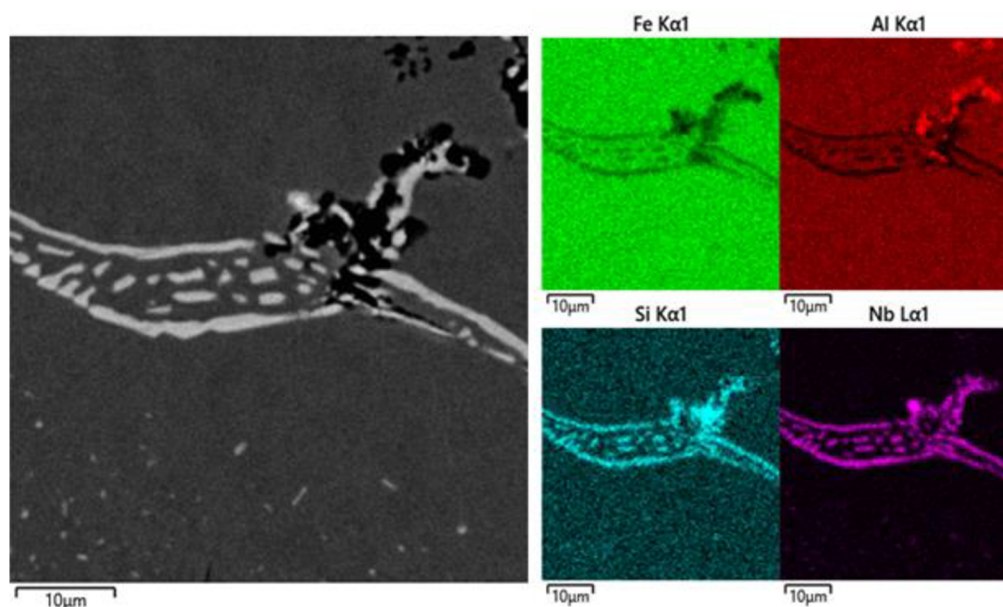
Tab. 5: FA-5Si-2Nb, výchozí stav, procentuální zastoupení prvků pro spektra 1 – 6

| at. [%] | FA-5Si-2Nb | | | | | |
|---------|----------------|------------|--------------|------------|------------|------------|
| | světlá částice | | bílá částice | | matrice | |
| | Spektrum 1 | Spektrum 2 | Spektrum 3 | Spektrum 4 | Spektrum 5 | Spektrum 6 |
| Fe | 38,5 | 39,4 | 4,2 | 26,8 | 60,3 | 59,6 |
| Al | 6,9 | 6,9 | - | 8,6 | 25,3 | 24,8 |
| C | 20,1 | 20,1 | 54,8 | 36,2 | 10 | 10,9 |
| Si | 14,9 | 14,1 | - | 3,3 | 4,3 | 4,5 |
| Nb | 19,5 | 19,5 | 41 | 25 | 0,1 | 0,2 |

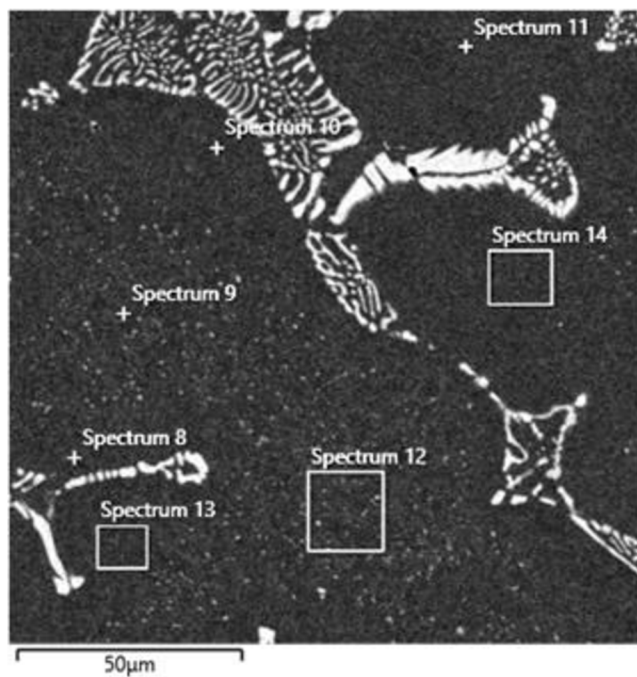
U materiálu FA-5Si-2Nb, kde byly vyloučeny jemné precipitáty niobu a křemíku v matici byla provedena jak bodová analýza částic i matrice, tak mapping zkoumané oblasti.

U mapové analýzy je rozložení prvků materiálu FA-5Si-2Nb při tepelném zpracování 900 °C/100 h podobné jako u výchozího stavu. Matrice je tvořena železem (zelená barva) a hliníkem (červená barva) s malým množstvím křemíku (modrá barva), eutektikum obsahuje převážně niob a křemík. Na barevné mapě v dolní části vidíme jemné částice precipitátu tvořené niobem (obr. 37).

U bodové analýzy (obr. 38) bylo zjištěno v matici nepatrné množství precipitátu niobu a křemíku (tab. 6). U čárové analýzy bylo zjištěno vylučování částic niobu a křemíku na hranicích eutektika (obr. 39, 40, 41).



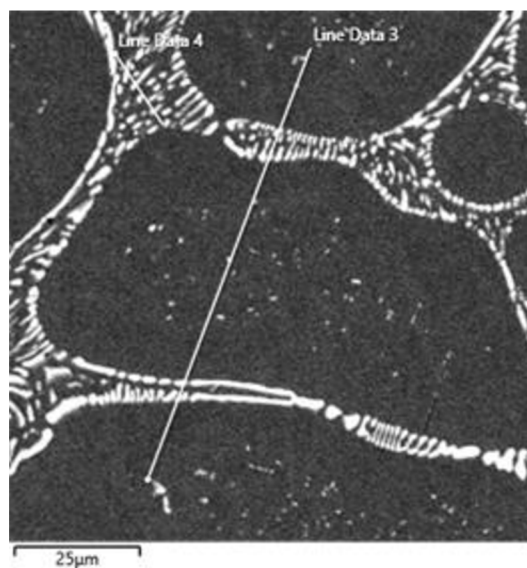
Obr. 37: FA-5Si-2Nb, TZ při 900 °C/100 h, výřez ze SEM pro mapping prvků



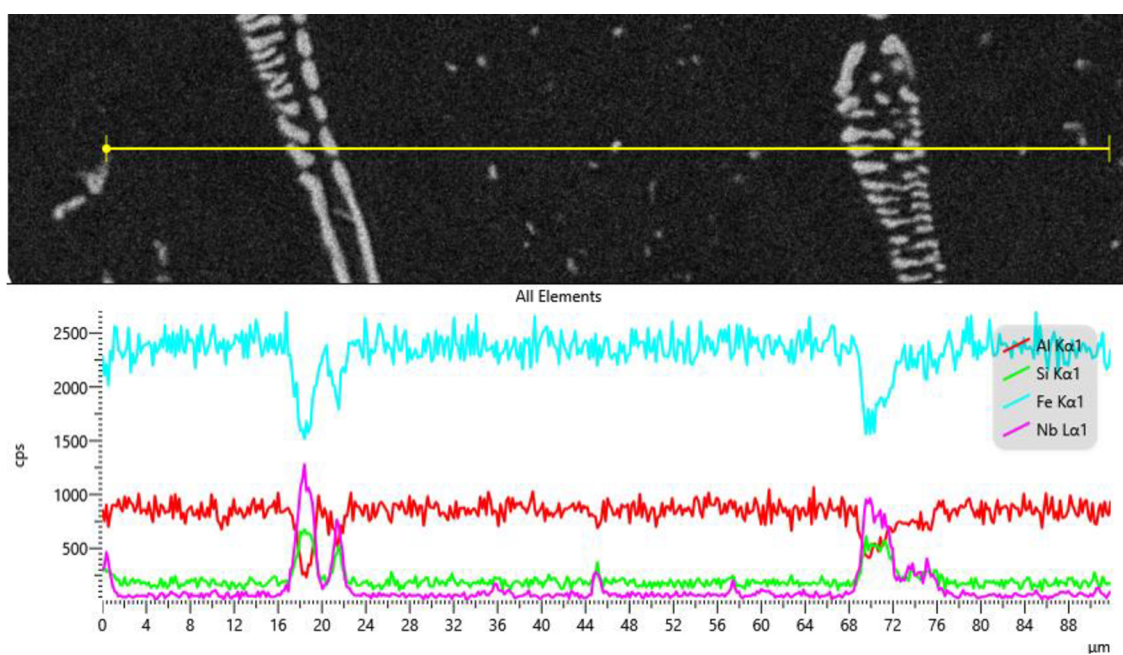
Obr. 38: FA-5Si-2Nb, TZ při 900 °C/100 h, výřez ze SEM pro bodová spektra

Tab. 6: FA-5Si-2Nb, TZ při 900 °C/100 h, procentuální zastoupení prvků pro spektra 8 – 14

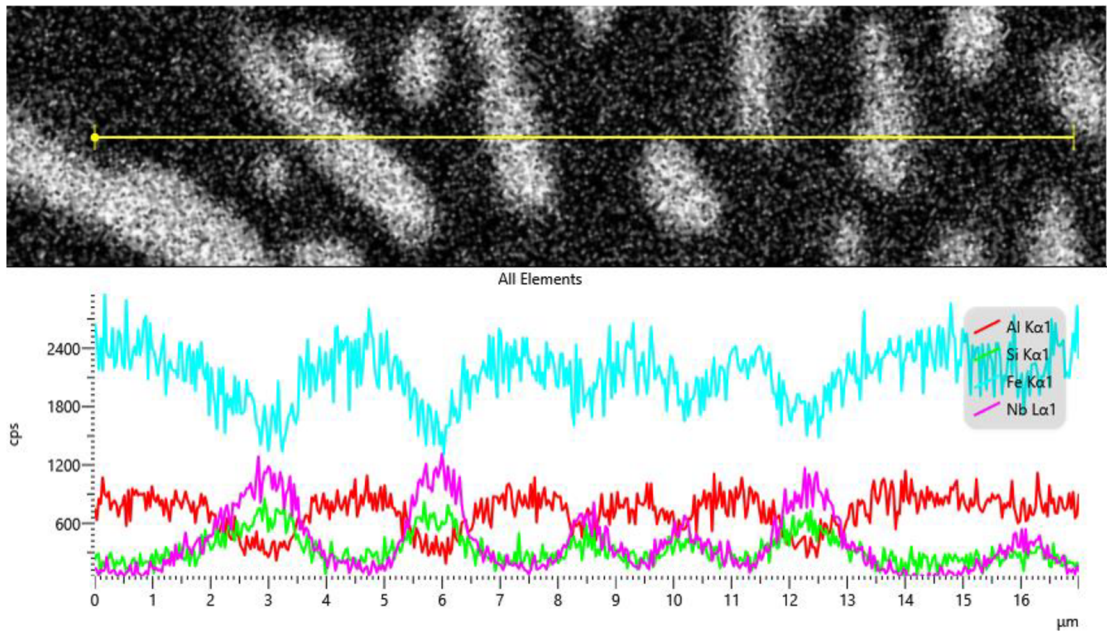
| at. [%] | FA-5Si-2Nb | | | | | | |
|---------|------------|-----------|------------|------------|------------|------------|------------|
| | matrice | | | | | | |
| | Spektr. 8 | Spektr. 9 | Spektr. 10 | Spektr. 11 | Spektr. 12 | Spektr. 13 | Spektr. 14 |
| Fe | 60,3 | 60,4 | 61,4 | 60,7 | 60,6 | 61,3 | 61 |
| Al | 25,9 | 25,8 | 25,9 | 26,2 | 25,9 | 26,5 | 26,6 |
| C | 10,1 | 9,7 | 8,8 | 8,8 | 8,7 | 8,2 | 8,4 |
| Si | 3,7 | 4,1 | 3,9 | 4,1 | 4,2 | 4 | 3,8 |
| Nb | --- | --- | --- | 0,2 | 0,6 | --- | 0,2 |



Obr. 39: FA-5Si-2Nb, TZ při 900 °C/100 h, výřez ze SEM pro čárová spektra

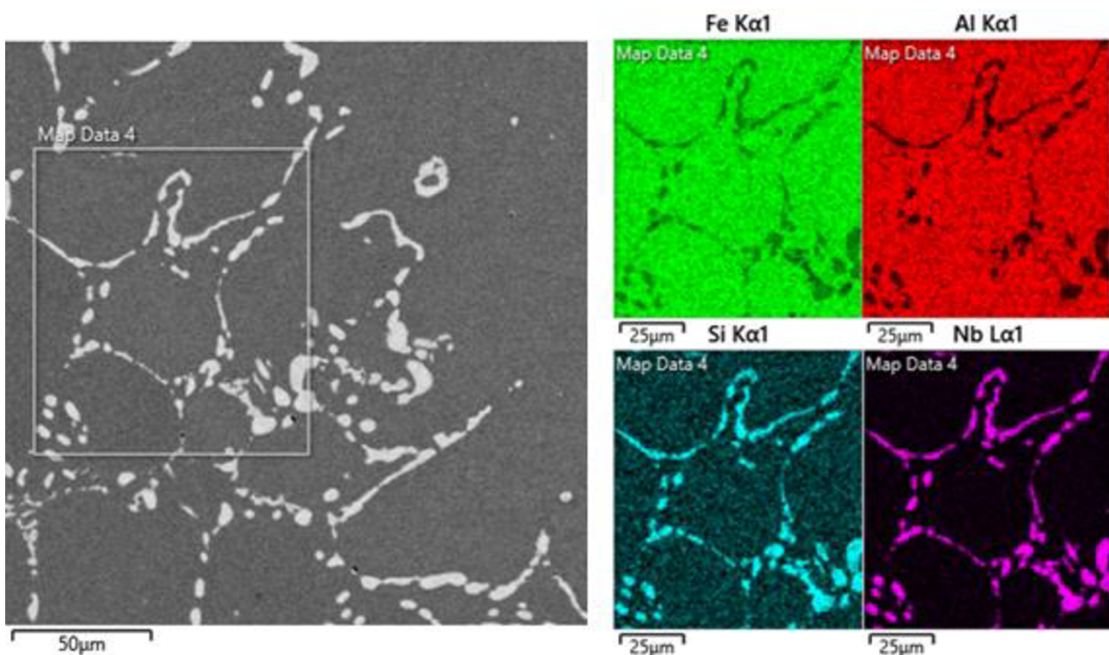


Obr. 40: FA-5Si-2Nb, TZ při 900 °C/100 h, liniová analýza (Line Data 3, viz obr. 39)

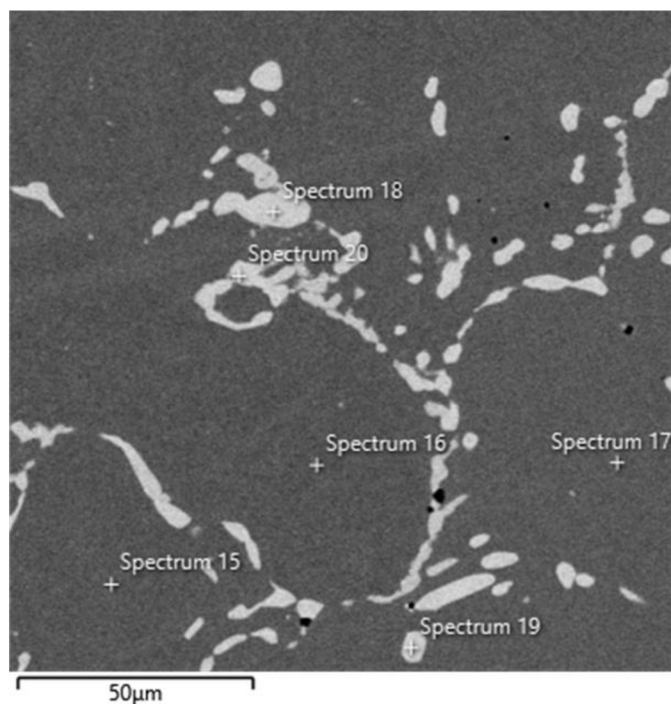


Obr. 41: FA-5Si-2Nb, TZ při 900 °C/100 h, liniová analýza (Line Data 4, viz obr. 39)

Při tepelném zpracování materiálu FA-5Si-2Nb při 1100 °C/100 h můžeme pozorovat slučování jemných částic precipitátů v matrici. Z mappingu je patrné, že koagulované částice jsou na bázi křemíku a niobu, stejně jako v případě částic eutektika (obr. 42). Z bodové analýzy (obr. 43) můžeme vyčíst vyšší koncentraci niobu a křemíku v koagulovaných částicích (tab. 7).



Obr. 42: FA-5Si-2Nb, TZ při 1100 °C/100 h, výřez ze SEM pro mapping



Obr. 43: FA-5Si-2Nb, TZ při 1100 °C/100 h, výřez ze SEM pro bodová spektra

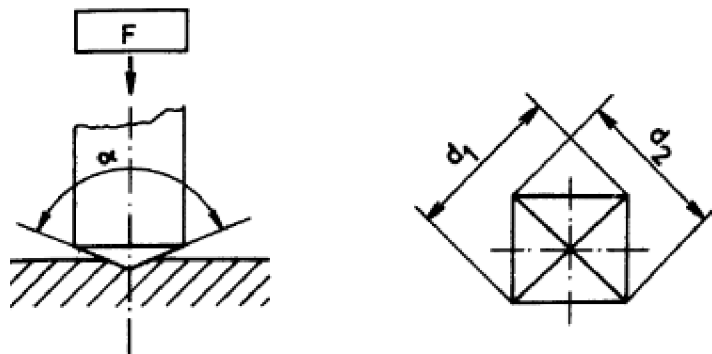
Tab. 7: FA-5Si-2Nb, TZ při 1100 °C/100 h, procentuální zastoupení prvků pro spektra 15-20

| at. [%] | FA-5Si-2Nb | | | | | |
|---------|------------|------------|------------|---------------------|------------|------------|
| | matrice | | | částice světlé fáze | | |
| | Spektr. 15 | Spektr. 16 | Spektr. 17 | Spektr. 18 | Spektr. 19 | Spektr. 20 |
| Fe | 59,1 | 59,3 | 58,8 | 40,3 | 40,7 | 33,8 |
| Al | 25,7 | 25,4 | 25,5 | 5,5 | 5,4 | 10,7 |
| C | 11 | 11,3 | 11,6 | 15,4 | 16,5 | 17,8 |
| Si | 3,9 | 3,7 | 3,7 | 16,6 | 16 | 16,3 |
| Nb | 0,3 | 0,3 | 0,4 | 22,2 | 21,4 | 21,4 |

3.4 Měření tvrdosti a mikrotvrdosti

Tvrдость patří mezi významné mechanické vlastnosti konstrukčních materiálů a je velmi často využívána v technické praxi. Tvrдость lze definovat jako odolnost materiálu proti místní deformaci vyvozené konkrétním vnikacím tělesem (indentorem) na něž působí definované zatížení. V závislosti na zvolené metodě měření tvrdosti má vnikací těleso – indentor přesně definovaný geometrický tvar i materiál, z kterého je vyroben. Mírou tvrdosti je konkrétní velikost trvalé plastické deformace.

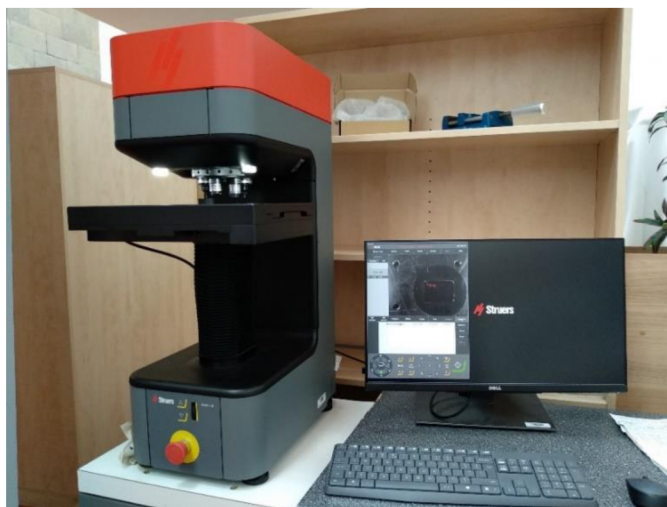
Pro měření tvrdosti vzorků aluminidů železa byla použita Vickersova metoda. Indentor je ve tvaru čtyřbokého jehlanu o vrcholovém úhlu 136° . Povrch zkoumaného vzorku by měl být rovný a hladký a bez nerovností. Indentor působí silou F , díky které se vytvoří v měřeném místě vpich ve tvaru čtverce (obr. 44). Podle délky úhlopříček a zatěžující síly se vyhodnotí následná tvrdost materiálu. Díky velmi malým rozměrům vpichu je tato metoda vhodná i pro měření mikrotvrdosti strukturních složek a fází materiálu. [11]



Obr. 44: Princip měření tvrdosti podle Vickerse [11]

3.4.1 Celkové měření tvrdosti vzorků

Ke stanovení celkové tvrdosti obou materiálů bylo použito zatížení 1 kg po dobu 10 sekund. U jednotlivých vzorků byla provedena série 5 vpichů v dostatečné vzdálenosti, aby se vpichy navzájem neovlivnily. Měření bylo provedeno na tvrdoměru Duramin 40 od firmy Struers (obr. 45).



Obr. 45: Tvrdoměr Duramin 40

U materiálu FA-5Si se hodnota celkové tvrdosti na základě tepelného zpracování příliš neliší. Přídavek niobu do slitiny tvrdost výrazně zvýšil, stejně jako můžeme pozorovat nárůst tvrdosti při tepelném zpracování na 900 °C/100 h oproti výchozímu stavu. S koagulací precipitátů niobu a křemíku při tepelném zpracování 1100 °C/100 h celková tvrdost mírně poklesne (tab. 8).

Tab. 8: Shrnutí hodnot celkové tvrdosti

| HV1 | vpich | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | průměr | Směrodatná odchylka |
|------------|--------|-------|-------|-------|-------|-------|--------------|---------------------|
| | TZ | | | | | | | |
| FA-5Si | VS | 359,2 | 359,3 | 375,4 | 367,7 | 359,1 | 364,1 | ±6,5 |
| | 900 °C | 370,7 | 365,1 | 362,1 | 362,3 | 354 | 362,9 | ±5,4 |
| | 1100°C | 378,2 | 375,4 | 378,5 | 370 | 379,2 | 376,3 | ±3,4 |
| FA-5Si-2Nb | VS | 427,7 | 438,3 | 422,8 | 470 | 424,7 | 436,7 | ±17,5 |
| | 900 °C | 475,3 | 483 | 513,7 | 459,5 | 513,6 | 489 | ±21,5 |
| | 1100°C | 405,2 | 396,6 | 424,4 | 422,3 | 412,3 | 412,2 | ±10,4 |

3.4.2 Měření mikrotvrdosti

Měření mikrotvrdosti eutektické struktury u materiálu FA-5Si-2Nb bylo provedeno se zatížením 5 g po dobu 10 s (tab. 9). Měření tvrdosti precipitátů nebylo možné kvůli velmi malým rozměrům částic.

Tab. 9: Hodnoty mikrotvrdosti matrice a částic Nb-Si

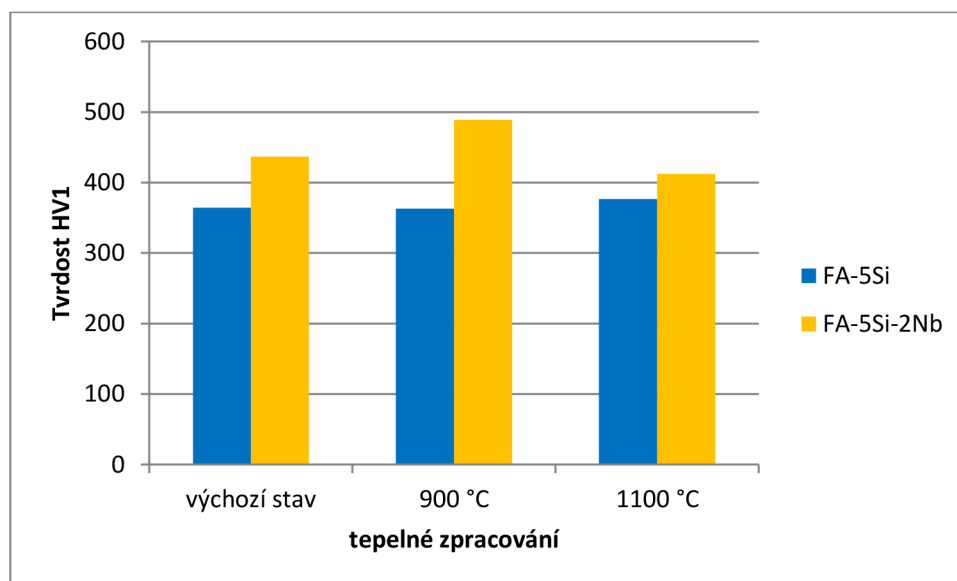
| HV 0,005 | vpich | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | průměr | Sm. odchylka |
|---------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|---------------|--------------|
| | TZ | | | | | | | |
| matrice | VS | 666,4 | 780,4 | 805,9 | 819,6 | 798 | 774,1 | ±55,3 |
| | 900 °C | 806 | 825,7 | 859,4 | 826,3 | 820,6 | 827,6 | ±17,5 |
| | 1100°C | 748,3 | 736,6 | 735,1 | 722,2 | 746,5 | 737,7 | ±9,6 |
| částice Nb-Si | VS | 1067,9 | 859,3 | 928,1 | 906,7 | 787,8 | 909,9 | ±92,5 |
| | 900 °C | 1455,4 | 1268,6 | 1318,1 | 1375,8 | 1172,9 | 1318,1 | ±95,6 |
| | 1100°C | 1087,6 | 1104,1 | 1005,9 | 1084,3 | 1048,1 | 1066 | ±35,2 |

4 Diskuze

V bakalářské práci byl sledován vliv tepelného zpracování na strukturu a vlastnosti slitin na bázi Fe-Al-Si-X. Tepelné zpracování bylo provedeno při 900 °C a 1100 °C po dobu 100 hodin, s následným pozvolným ochlazováním v peci.

U materiálu FA-5Si nedocházelo k výrazným změnám ve struktuře kromě změny velikosti zrn (obr. 14 – 16). Prvková analýza nám ukazuje (tab. 4), že zvyšující se teplota tepelného zpracování nemá žádný vliv na koncentraci (at. %) křemíku ve struktuře. Tvrdost materiálu se po provedení obou tepelných zpracování, v porovnání s výchozím stavem materiálu, nezměnila (viz tab. 8).

Materiál FA-5Si-2Nb vykazoval mnohem větší změny ve struktuře i vlastnostech. Částice světlé fáze tvořící eutektikum, které obsahovaly, v porovnání se samotnou maticí, mnohem vyšší koncentraci (at. %) niobu a křemíku (obr. 35) a vykazovaly mnohem větší tvrdost než matrice (tab. 9). Po tepelném zpracování při 900 °C/100 h se v matici začaly objevovat precipitáty na bázi niobu a křemíku (obr. 29), čímž vzrostla celková tvrdost (obr. 45) i tvrdost matrice (tab. 9). Při tepelném zpracování na teplotě 1100 °C začal precipitát koagulovat do větších útvarů a zároveň došlo ke snížení počtu drobných částic uvnitř dendritů, a tím tvrdost matrice poklesla (tab. 9). Pokles tvrdosti matrice byl zaznamenán jak ve srovnání se stavem výchozím, tak ve srovnání se stavem po tepelném zpracování při 900 °C/100 h.



Obr. 45: Graf závislosti objemové tvrdosti na tepelném zpracování

Na zpevnění u materiálu FA-5Si-2Nb se mohou podílet dva zpevňující mechanismy, tzv. vytvrzení tuhým roztokem a precipitační zpevnění. Vytvrzení tuhým roztokem bylo hlavním důvodem zvýšení tvrdosti matrice v důsledku nižší rozpustnosti křemíku v matrici. Vliv precipitačního zpevnění se na vlastnostech materiálu výrazněji projevil až po tepelném zpracování.

Díky přidavku niobu vykazoval FA-5Si-2Nb ve stavu po tepelném zpracování při 900 °C/100 h mnohem větší změny tvrdosti. Toto zvýšení se dá připisovat právě precipitačnímu zpevnění. Precipitační zpevnění může nastat v důsledku vyšších koncentrací prvků s nízkou rozpustností jako např. křemík nebo niob. Precipitáty značně ovlivňují tvrdost, protože fungují jako překážky pohybu dislokací [12]. Vylučování precipitátu na bázi křemíku a niobu v mezidendritickém prostoru navýšilo výrazně tvrdost matrice. Podobné zpevnění bylo pozorováno například i u struktury s molybdenem [13].

U tepelného zpracování při 1100 °C/100 h došlo ke stažení křemíku a niobu z matrice do koagulovaných částic, podobně jako při zkoumání materiálu s molybdenem [13], kde se částice molybdenu a křemíku zformovaly do větších koagulovaných útvarů. V důsledku toho klesla tvrdost matrice, jakožto i celková tvrdost zkoumaného materiálu [13]. Pro přesnou identifikaci těchto koagulovaných útvarů by bylo nutné použít analýzu pro fázovou identifikaci, konkrétně rentgenovou difrakci.

Průběh hodnot tvrdosti v závislosti na žíhání odpovídá množství křemíku a niobu rozpuštěného v matrici. S vyšší teplotou tepelného zpracování klesá hodnota tvrdosti matrice. Podobné chování slitin se dá pozorovat u slitin se zirkoniem, kde se rovněž setkáváme s poklesem tvrdosti při vyšších teplotách okolo 1000 °C [14].

5 Závěr

V rámci bakalářské práce bylo provedeno tepelné zpracování slitin FA-5Si a FA-5Si-2Nb a následné vyhodnocení strukturních změn i vybraných mechanických vlastností v obou materiálech.

Bylo zjištěno, že:

1. Struktura slitiny FA-5Si ve výchozím stavu se po tepelném zpracování v podstatě nezměnila. Ve struktuře byla pozorována zrna o velikosti řádově několik milimetrů. Celková tvrdost slitiny se po tepelném zpracování taktéž nezměnila.
2. Struktura slitiny FA-5Si-2Nb ve výchozím stavu je dendritického charakteru s eutektickými oblastmi na bázi křemíku a niobu. Přidání niobu do slitiny vedlo ke zvýšení celkové tvrdosti.
3. Po tepelném zpracování slitiny FA-5Si-2Nb při 900 °C/100 h se začaly objevovat v matici velmi jemné precipitáty na bázi niobu a křemíku, čímž celková tvrdost matrice vzrostla.
4. Další tepelné zpracování slitiny FA-5Si-2Nb při 1100 °C/100 h přineslo výrazné změny ve struktuře, kde došlo ke stažení křemíku a niobu z matrice a koagulaci všech forem sekundární fáze (částic eutektika i jemných částic precipitátu) do větších útvarů. Byl zaznamenán výrazný pokles celkové tvrdosti, která byla nižší než u výchozího stavu.

6 Použitá literatura

[1] SAUTHOFF, Gerhard. *Intermetallics* [online]. Wiley, 1995 [cit. 2023-01-16]. ISBN 9783527293209. Dostupné z: doi:10.1002/9783527615414

[2] Nová, K., Průša, F., & Novák, P. (2019). Příprava slitin Fe-Al-Si pokročilými technikami práškové metalurgie. *Chemické Listy*, 113(7), 422–428. Získáno z <http://www.chemicke-listy.cz/ojs3/index.php/chemicke-listy/article/view/3407>

[3] MARKER, Martin C.J., Barbara SKOLYSZEWSKA-KÜHBERGER, Herta S. EFFENBERGER, Clemens SCHMETTERER a Klaus W. RICHTER. Phase equilibria and structural investigations in the system Al–Fe–Si. *Intermetallics* [online]. 2011, 19(12), 1919-1929 [cit. 2023-01-16]. ISSN 09669795. Dostupné z: doi:10.1016/j.intermet.2011.05.003

[4] VODIČKOVÁ, Věra, Martin ŠVEC, Pavel HANUS, Pavel NOVÁK, Antonín ZÁDĚRA, Vojtěch KELLER a Petra Pazourková PROKOPČÁKOVÁ. The Effect of Simultaneous Si and Ti/Mo Alloying on High-Temperature Strength of Fe₃Al-Based Iron Aluminides. *Molecules* [online]. 2020, 25(18) [cit. 2023-01-16]. ISSN 1420-3049. Dostupné z: doi:10.3390/molecules25184268

[5] Novák, P., Šerák, J., Vojtěch, D., Průša, F., Knotek, V., Michalcová, A. AND Martínek, M. Výroba, vlastnosti a použití aluminidů. *Strojírenská technologie*, 2011, vol. 16, iss. 4, p. 71-76.

[6] STOLOFF, N.S. Iron aluminides: present status and future prospects. *Materials Science and Engineering: A* [online]. 1998, 258(1-2), 1-14 [cit. 2023-01-17]. ISSN 09215093. Dostupné z: doi:10.1016/S0921-5093(98)00909-5

[7] STOLOFF, N. S. a V. K. SIKKA, ed. *Physical Metallurgy and processing of Intermetallic Compounds* [online]. Boston, MA: Springer US, 1996 [cit. 2023-05-01]. ISBN 978-1-4612-8515-1. Dostupné z: doi:10.1007/978-1-4613-1215-4

- [8] STOLOFF, N.S, C.T LIU a S.C DEEVI. Emerging applications of intermetallics. *Intermetallics* [online]. 2000, **8**(9-11), 1313-1320 [cit. 2023-05-01]. ISSN 09669795. Dostupné z: doi:10.1016/S0966-9795(00)00077-7
- [9] PTÁČEK, Luděk. *Nauka o materiálu I. 2.*, opr. a rozš. vyd. Brno: Akademické nakladatelství CERM, c2003. ISBN 80-7204-283-1.
- [10] GOLDSTEIN, I. Joseph. *Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*. 3rd ed. New York: Kluwer, 2003. ISBN 0306472929.
- [11] HOTAŘ, Adam. *KMT TUL: Měření tvrdosti* [online]. [cit. 2023-05-21]. Dostupné z: <http://www.kmt.tul.cz/kestaz/Mereni-tvrdosti-Hotar-A.pdf>
- [12] VODIČKOVÁ, Věra, Martin ŠVEC, Pavel HANUS, Šárka BUKOVSKÁ a Petra PAZOURKOVÁ PROKOPČÁKOVÁ. Fe–Al–Si-Type Iron Aluminides: On the Strengthening by Refractory Metals Borides. *Materials* [online]. 2022, **15**(20) [cit. 2023-05-23]. ISSN 1996-1944. Dostupné z: doi:10.3390/ma15207189
- [13] VODIČKOVÁ, Věra, Martin ŠVEC, Pavel HANUS a Petra PAZOURKOVÁ PROKOPČÁKOVÁ. The Effect of Heat-Treatment on the Phase Stability of Fe-28Al-15Si-2Mo Alloy. *Defect and Diffusion Forum* [online]. 2020, **405**, 80-85 [cit. 2023-05-22]. ISSN 1662-9507. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/DDF.405.80
- [14] ŠVEC, Martin, Věra VODIČKOVÁ, Pavel HANUS a Vojtěch KELLER. The Microstructure Evolution of Fe-28Al-15Si-0.2Zr Alloy during Different Heat-Treatment. *Defect and Diffusion Forum* [online]. 2020, **405**, 86-91 [cit. 2023-05-22]. ISSN 1662-9507. Dostupné z: doi:10.4028/www.scientific.net/DDF.405.86