



Struktura a vysokoteplotní mechanické vlastnosti aluminidů železa s karbidotvornými příměsemi niobem a zirkoniem

Disertační práce

Studijní program: P2301 – Strojní inženýrství
Studijní obor: 3911V011 – Materiálové inženýrství
Autor práce: **Ing. Martin Švec**
Vedoucí práce: prof. RNDr. Petr Kratochvíl, DrSc.



Prohlášení

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

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

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

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

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

Datum:

Podpis:

ANOTACE

Disertační práce se zabývá studiem struktury a vysokoteplotních mechanických vlastností aluminidů železa na bázi Fe_3Al legovaných karbidotvornými prvky (Zr, Nb) a uhlíkem. U slitin byl sledován vliv poměru koncentrací Zr/C (příp. Nb/C) na typ a množství vznikajících sekundárních fází (zejména Lavesovy fáze a karbidů). Sledován byl efekt, který mají tyto fáze na vysokoteplotní mechanické vlastnosti. Byl ověřován účinek tepelného a tepelně – mechanického zpracování slitiny na fázovou strukturu a vysokoteplotní mechanické vlastnosti.

Struktura zkoumaných materiálů byla studována optickou a skenovací elektronovou mikroskopií. Fázové složení bylo ověřeno EDX analýzou, rentgenovou difrakcí a pomocí EBSD. Mez kluzu pro jednotlivé typy slitin byla stanovena v tlaku v rozmezí teplot 600 – 800°C. U slitin s přídavkem niobu byla naměřena rovněž mez kluzu v tahu ve stejném rozmezí teplot. Byla u nich testována také creepová odolnost a stanoven koeficient teplotní roztažnosti v rozmezí 400 – 1200°C.

KLÍČOVÁ SLOVA: aluminidy železa typu Fe_3Al legované Nb, Zr a C; tepelné zpracování aluminidů železa; fázová struktura aluminidů železa s aditivem (Zr, Nb, C); vysokoteplotní mechanické vlastnosti aluminidů železa

ANNOTATION

The dissertation deals with a study of structure and high-temperature mechanical properties of Fe₃Al-type iron aluminides doped by carbide forming elements (Zr, Nb) and carbon. The influence of mutual Zr/C (event. Nb/C) ratio on type and amount of emerging secondary phases (Laves phase and carbides) were studied. The influence, which have these phases on high-temperature mechanical properties, was studied. It was also verified the influence of heat treatment and heat-mechanical treatment of alloys on phase structure and high-temperature mechanical properties.

The structure of investigated materials was studied by light optical microscopy and scanning electron microscopy. The phase composition was verified by EDX, RTG diffraction and EBSD. Yield strength for individual types of alloys was measured in compression in temperature range 600 – 800°C. For alloys with niobium addition there was also measured (except yield strength in compression) yield strength in tension in the same temperature range, creep resistance and coefficient of thermal expansion in temperature range 400 – 1200°C.

KEY WORDS: Fe₃Al type iron aluminides with Nb, Zr and C addition; heat treatment of iron aluminides; phase structure of iron aluminides doped by Zr, Nb, C; high-temperature mechanical properties of iron aluminides

Poděkování

Úvodem bych rád vyjádřil vřelý dík svému školiteli prof. RNDr. Petru Kratochvílu, DrSc. za všestrannou odbornou pomoc a rady při vedení mé disertační práce. Dále bych rád poděkoval svým konzultantům Ing. Pavlu Hanusovi, Ph.D. a RNDr. Věře Vodičkové, Ph.D. za cenné rady, poskytnuté konzultace a pomoc s problematikou aluminidů železa. Velké poděkování patří rovněž Dr. Martinu Palmovi z Max-Planck Institutu v Düsseldorfu, který mi po půl roku mé doktorandské stáže na tomto ústavu nahrazoval svými odbornými radami a vedením školitele. Děkuji také Dr. rer. nat. Robertu Královi, Dr., Ph.D. za provedení tlakových a tahových zkoušek vzorků za vysokých teplot a Ing. Tomáši Vlasákovi, Ph.D. ze SVÚMu Běchovice za naměření creepových dat. V neposlední řadě bych rád poděkoval panu Ing. Pavlu Kejzlarovi, Ph.D. z Laboratoře analytických metod CxI – TUL za cenné rady a pomoc při zaučení na přístrojích, nezbytných pro vypracování disertační práce.

Obsah

| | |
|--|----|
| Seznam symbolů a zkratk | 8 |
| 1. ÚVOD | 9 |
| 2. SOUČASNÝ STAV POZNATKŮ | 11 |
| 2.1. Aluminidy železa | 11 |
| 2.2. Binární systém železo – hliník | 12 |
| 2.3. Vlastnosti aluminidů železa | 14 |
| 2.4. Creepové chování aluminidů železa | 17 |
| 2.5. Možnosti zpevňování aluminidů železa | 19 |
| 2.5.1. Zpevnění prostřednictvím tuhého roztoku | 19 |
| 2.5.2. Zpevnění koherentními precipitáty | 20 |
| 2.5.3. Zpevnění nekoherentními precipitáty | 21 |
| 2.5.4. Zpevnění v důsledku uspořádání slitiny | 21 |
| 2.6. Legury pro aluminidy železa | 21 |
| 2.6.1. Legování zirkoniem | 22 |
| 2.6.2. Legování niobem | 24 |
| 2.7. Teplotní roztažnost aluminidů železa | 31 |
| 3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST | 32 |
| 3.1. Slitiny | 32 |
| 3.2. Tepelné zpracování zkušebních vzorků | 32 |
| 3.3. Experimentální metody | 34 |
| 3.4. Vysokoteplotní deformace tahem a tlakem, creepové zkoušky | 35 |
| 3.5. Měření tvrdosti | 36 |
| 3.6. Měření dilatace | 37 |
| 4. STRUKTURA STUDOVANÝCH SLITIN | 38 |
| 4.1. Struktura slitin s přídavkem Zr a C | 38 |
| 4.1.1. 1143 as received a 1143 as cast | 38 |
| 4.1.2. 1143 as received + 1000/200 | 39 |
| 4.1.3. 1143 as received + 1150/1 | 40 |
| 4.1.4. 1144 as received a 1143 as cast | 41 |
| 4.1.5. 1144 as received + 1000/200 | 42 |
| 4.1.6. 1144 as received + 1150/1 | 43 |
| 4.1.7. 1181 as cast | 44 |
| 4.1.8. 1181 as cast po žihání 1000/50 a 1200/24 | 47 |
| 4.1.9. 1182 as cast | 48 |
| 4.1.10. 1182 as cast po žihání 1000/50 a 1200/24 | 49 |
| 4.2. Struktura slitin s přídavkem niobu | 50 |
| 4.2.1. 2130 as cast | 50 |
| 4.2.2. 2130 as received | 52 |
| 4.2.3. 2130 as received + 1000/50 | 53 |
| 4.2.4. 2130 as cast + 1000/50 | 54 |

| | |
|---|-----|
| 4.2.5. 2130 as cast + 1200/24 | 54 |
| 4.2.6. EBSD analýza slitiny 2130 | 56 |
| 4.2.7. 2150 as cast | 57 |
| 4.2.8. 2150 as received | 59 |
| 4.2.9. 2150 as received + 1000/50 | 60 |
| 4.2.10. 2150 as cast + 1000/50 | 61 |
| 4.2.11. 2150 as cast + 1200/24 | 63 |
| 4.2.12. 2151 as cast | 64 |
| 4.2.13. 2151 as cast + 1000/50 | 66 |
| 4.2.14. 2151 as cast + 1200/24 | 67 |
| 4.3. Mechanické zkoušky zkoumaných slitin | 68 |
| 4.3.1. Měření tvrdostí slitin 1181, 1182, 2130, 2150 a 2151 | 68 |
| 4.3.2. Vysokoteplotní mechanické zkoušky materiálů 1143, 1144, 1181 a 1182 | 69 |
| 4.3.3. Vysokoteplotní mechanické zkoušky materiálů 2130 a 2150 | 71 |
| 4.3.4. Vysokoteplotní mechanické zkoušky materiálu 2151 | 77 |
| 4.3.5. Creepové zkoušky materiálu 2150 | 82 |
| 4.3.6. Dilatometrické testy slitin 2130 a 2150 | 85 |
| 5. DISKUSE VÝSLEDKŮ | 88 |
| 5.1. Souvislosti mezi strukturou a mechanickými vlastnostmi slitin typu Fe ₃ Al legovaných zirkoniem a uhlíkem | 88 |
| 5.2. Souvislosti mezi strukturou a mechanickými vlastnostmi slitin typu Fe ₃ Al legovaných niobem | 94 |
| 5.3. Souvislosti mezi strukturou a mechanickými vlastnostmi slitin typu Fe ₃ Al legovaných niobem a uhlíkem | 98 |
| 5.4. Creepové zkoušky materiálu 2150 (slitina s přídavkem Nb) | 101 |
| 6. ZÁVĚRY | 103 |
| 7. HLAVNÍ PŘÍNOSY PRÁCE A DOPORUČENÍ PRO DALŠÍ VÝZKUM | 105 |
| 8. POUŽITÁ LITERATURA | 106 |
| 9. VLASTNÍ PUBLIKACE TÝKAJÍCÍ SE PROBLEMATIKY ŘEŠENÉ V DISERTAČNÍ PRÁCI | 109 |

SEZNAM SYMBOLŮ A ZKRATEK

| | |
|-------------------------------|---|
| T_C | - kritická (přechodová) teplota [K] |
| at. % | - atomová procenta |
| E | - Youngův modul pružnosti [MPa] |
| ρ | - hustota [$\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}$] |
| FCC | - kubická plošně středěná mřížka (Face centered cubic) |
| BCC | - kubická prostorově středěná mřížka (Body centered cubic) |
| APD | - antifázové oblasti (Antiphase domains) |
| APB | - hranice antifázových oblastí (Antiphase domain boundary) |
| D | - koeficient samodifúze |
| b | - Burgersův vektor |
| k | - Boltzmannova konstanta |
| TTT-diagram | - Time – Temperature – Transition diagram |
| $\sigma_{0,2}$ | - mez kluzu [MPa] |
| CTE (α_{med}) | - koeficient teplotní roztažnosti (Coefficient of thermal expansion) |
| l_T | - délka vzorku při dané teplotě [m] |
| l_0 | - délka vzorku při laboratorní teplotě [m] |
| T | - daná aplikovaná teplota [$^{\circ}\text{C}$] |
| T_0 | - laboratorní teplota (20°C) [$^{\circ}\text{C}$] |
| SEM | - rastrovací elektronová mikroskopie (scanning electron microscopy) |
| TEM | - transmisní elektronová mikroskopie (transmission electron microscopy) |
| EBSD | - elektron backscatter diffraction |
| EBSP | - elektron backscatter pattern |
| PF | - pole figure (pólové obrazce EBSD) |
| IPF | - inverze pole figure (inverzní pólové mapy EBSD) |
| EDX | - energiově – disperzní analýza (energy dispersive X-ray spectroscopy) |
| SE | - sekundární elektrony (secondary electrons) |
| BSE | - zpětně odražené elektrony (back – scattered electrons) |

1. ÚVOD

Aluminidy železa jsou slitiny železa a hliníku, které se vyznačují řadou specifických vlastností, jež je řadí mezi velmi perspektivní konstrukční materiály. Za největší přednosti aluminidů železa lze považovat jejich dobrou pevnost do 600°C, výbornou odolnost proti vysokoteplotní oxidaci i sulfidaci, nižší měrnou hmotnost v porovnání se stejně korozně odolnými oceli a v neposlední řadě nízkou cenu výchozích surovin. U těchto slitin se však vyskytují také některé negativní vlastnosti, které dosud brání jejich častějšímu použití v technické praxi. Jedná se zejména o prudký pokles pevnosti a odolnosti proti tečení při teplotách nad 600°C.

Probíhající výzkumy aluminidů železa se proto soustřeďují na odstranění tohoto nedostatku. Jednou z možností, jak zlepšit vysokoteplotní mechanické vlastnosti aluminidů železa, je legování základní binární slitiny vhodnými prvky. Na Katedře materiálu Technické univerzity v Liberci probíhá dlouhodobě výzkum vlivu legur na vlastnosti aluminidů železa. V rámci tohoto výzkumu byly studovány jednak slitiny typu FeAl (Fe40Al), a jednak materiály typu Fe₃Al. Struktura a mechanické vlastnosti aluminidů železa typu FeAl byly zkoumány na slitinách binárních i slitinách dopovaných různě dalšími prvky (Zr, Cr, Ti, S, Cr, B, C). Větší pozornost byla pak věnována slitinám typu Fe₃Al. Dosud byly testovány zejména následující legury: Zr, TiB₂, Cr, Nb, B, C, případně jejich kombinace.

Předložená disertační práce na tyto práce navazuje a v jejím rámci byl zkoumán vliv přídavku niobu do aluminidů železa typu Fe₃Al na strukturu a vysokoteplotní mechanické vlastnosti a poté efekt současného přídavku uhlíku a karbidotvorného prvku (niob nebo zirkonium) do slitin typu Fe₃Al. Tyto experimenty s přísadou uhlíku vycházejí ze dvou motivů.

1. Určité množství uhlíku je v aluminidech železa přítomno vždy, protože se dostane do slitiny při tavně železa. Železo používané pro výrobu aluminidu v případné průmyslové aplikaci totiž vždy obsahuje v různé koncentraci uhlík.
2. Uhlík lze využít cíleně jako leguru. Vzájemným poměrem obsahu C a druhé karbidotvorné legury je možné ovlivnit množství vznikajících karbidů vs. Lavesovy fáze, a tím ovlivnit také mechanické vlastnosti slitiny.

Experimenty s přísadou zirkonia a uhlíku navazují na disertační práci P. Kejzlara (Vliv zirkonia na vysokoteplotní mechanické vlastnosti aluminidů železa). Obdobně je v předložené

disertaci sledován zejména vliv niobu a na toto základní téma se váže studium vlivu současného přídatku niobu a uhlíku.

Hlavní cíle disertační práce

- Posoudit vliv vzájemného poměru koncentrací legur Zr/C a Nb/C na strukturu a vysokoteplotní mechanické vlastnosti aluminidů železa typu Fe₃Al.
- Posoudit vliv přídatku niobu do aluminidů železa typu Fe₃Al na strukturu a vysokoteplotní mechanické vlastnosti slitiny.
- Otestovat vysokoteplotní mechanické vlastnosti aluminidů železa typu Fe₃Al legovaných niobem, dále určit odolnost slitiny proti creepu a stanovit její koeficient teplotní roztažnosti.

2. SOUČASNÝ STAV POZNATKŮ

2.1. Aluminidy železa

Aluminidy železa patří mezi velmi slibné materiály „budoucnosti“ s celou řadou specifických vlastností, které je předurčují k hojnému využití v konstrukčních aplikacích.

Mezi hlavní výhody aluminidů železa lze bezpochyby zařadit jejich schopnost odolávat korozi (kterou mají slitiny s více než 18 – ti at. % obsahu hliníku) a to i za zvýšených teplot, dále jejich vysokou pevnost při pokojových teplotách, jež je srovnatelná s feritickými či austenitickými oceli. V neposlední řadě je výhodná i jejich až o třetinu nižší měrná hmotnost ve srovnání se stejně korozně odolnými oceli a relativně nízká cena výchozích surovin.

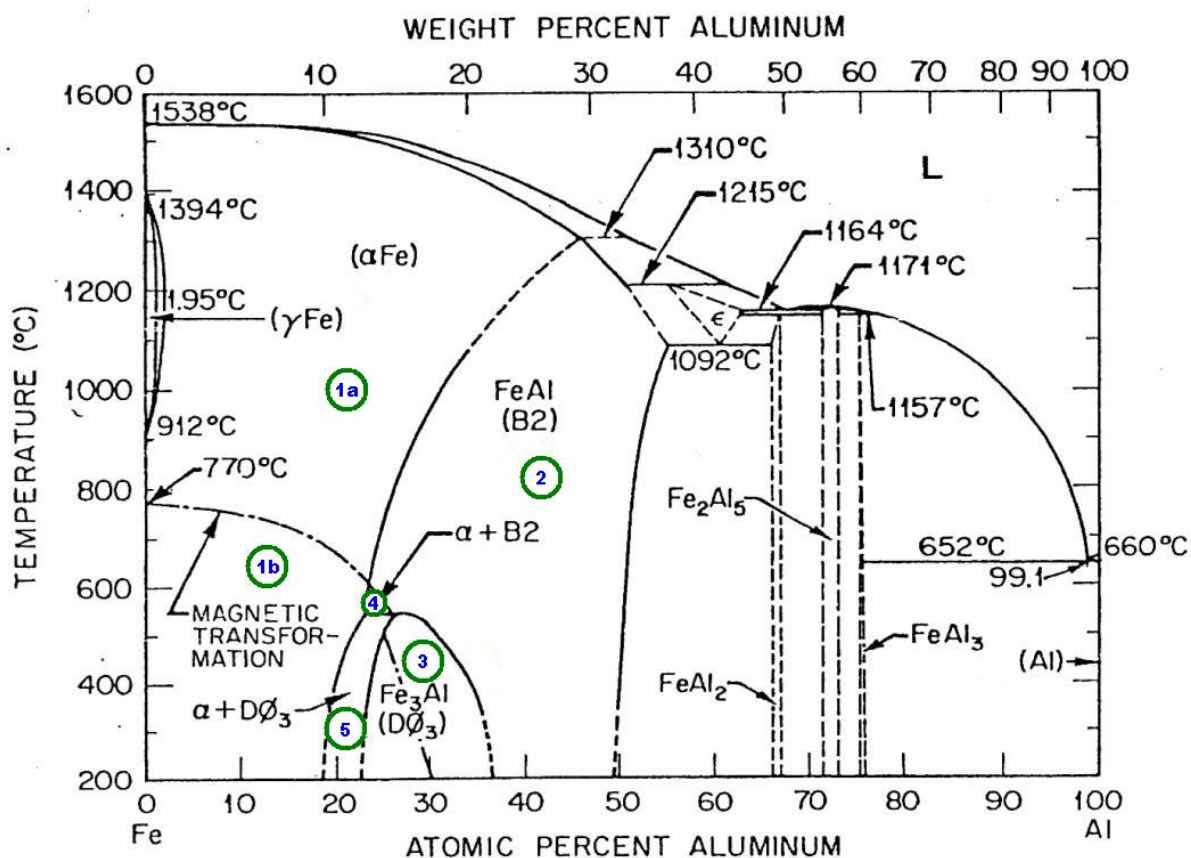
Aluminidy železa však vykazují také některé negativní vlastnosti, v jejichž důsledku je dosud využitelnost těchto materiálů omezena. Jedná se zejména o špatnou tvárnost při pokojové teplotě a prudký pokles pevnosti při teplotách okolo 600°C. Nízkou cenu výchozích surovin pak prodražují nákladné zpracovatelské technologie, které jsou nezbytné pro výrobu kvalitních odlitků. Příprava slitiny se provádí vakuovým indukčním nebo obloukovým tavením či elektrostruskovým přetavováním. Pořizovací cena zařízení vhodného pro uvedené způsoby tavby je značně vysoká a následné tváření odlitého materiálu se navíc musí provádět při vysokých teplotách, což slitinu dále prodražuje.

Současné výzkumy aluminidů železa se proto zaměřují na vytvoření materiálu, jenž bude vykazovat vysokou pevnost a odolnost proti oxidaci i sulfidaci za vysokých teplot a zároveň dostatečnou tvárnost při pokojových teplotách. Toho je možné dosáhnout například prostřednictvím tepelného zpracování nebo legováním základní binární slitiny.

Uplatnění aluminidů železa je možné v celé řadě oborů – na součásti motorů i karosérií v leteckém a automobilovém průmyslu, na části turbín v elektrárnách i další součástky v energetickém průmyslu, na katalyzátory, v petrochemickém průmyslu a všude tam, kde je třeba odolnosti proti vysokoteplotní oxidaci a sulfidaci. [1,2]

2.2. Binární systém železo – hliník

Jak je patrné z obrázku 1, v binárním systému železo – hliník se tvoří celá řada fází. Z hlediska praktických aplikací jsou však zajímavé pouze fáze s obsahem hliníku do 50-ti at. %, tedy fáze v levé části diagramu (bohatší na železo). Na základě krystalového uspořádání lze tyto fáze rozčlenit na uspořádanou slitinu FeAl s mřížkou B2 (Obr. 1 – oblast 2), uspořádanou slitinu Fe₃Al s mřížkou D0₃ (Obr. 1 – oblast 3) a neuspořádanou slitinu železa a hliníku s kubickou prostorově středěnou mřížkou – BCC (Obr. 1 – oblast 1a, 1b). Kromě těchto základních jednofázových oblastí vznikají v souladu s binárním diagramem v levé části



Obr. 1 – Fázový diagram železo – hliník [1]

1a) oblast neuspořádaného tuhého roztoku hliníku v železe (α) – nemagnetická část

1b) oblast neuspořádaného tuhého roztoku hliníku v železe (α) – magnetická část

2) oblast uspořádané slitiny FeAl s mřížkou B2

3) oblast uspořádané slitiny Fe₃Al s mřížkou D0₃

4) dvoufázová oblast – α + B2

5) dvoufázová oblast – α + D0₃

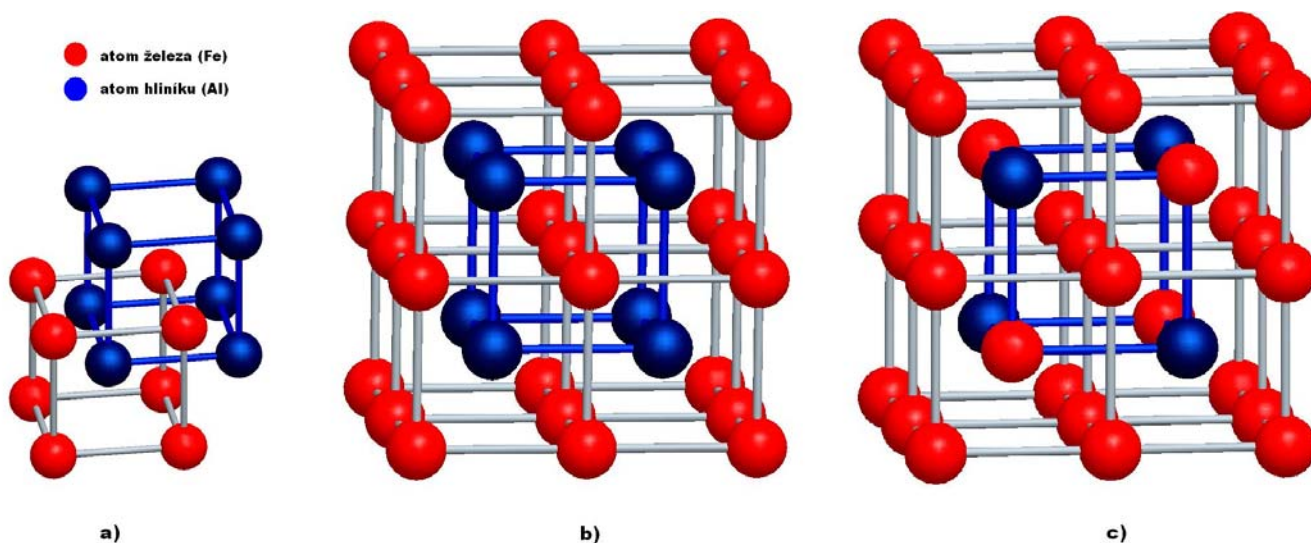
systemu Fe – Al ještě dvě dvoufázové oblasti, v nichž se vyskytuje směs fází $\alpha + B2$ (Obr. 1 – oblast 4), resp. $\alpha + D0_3$ (Obr. 1 – oblast 5). Na hranici mezi fázemi Fe_3Al a $FeAl$ (rozhraní oblastí 2 a 3 na Obr. 1) se pak tvoří Fe_3Al fáze s nedokonale uspořádanou B2 strukturou [1,2].

V oblasti s obsahem hliníku v rozmezí od 25-ti at. % do 50-ti at. % při vyšších teplotách, respektive v rozmezí od 37-ti at. % do 50-ti at. % při pokojových teplotách, je stabilní fáze $FeAl$ s B2 mřížkou. Tato fáze je dokonale uspořádaná pouze v úzkém intervalu okolo svého stechiometrického složení. Při klesajícím obsahu hliníku se dokonale uspořádaná slitina $FeAl$ mění na nedokonale uspořádanou, přičemž odchylky od přesného stechiometrického složení se kompenzují chybami uspořádání. Dochází buď k obsazení meziuzlové polohy, nebo ke vzniku vakancí v mřížce v oblastech s nedostatkem prvku (hliníku) [1].

Nadmřížka B2 byla odvozena od BCC struktury a vznikla prolnutím primitivní kubické mřížky železa a primitivní kubické mřížky hliníku, kdy mřížka hliníku je posunuta v ose x , y i z o $\frac{1}{2}$ mřížkového parametru do mřížky železa. Díky tomu se vytvoří obdoba BCC mřížky s atomy Fe v rozích a atomem Al ve středové poloze, jak je patrné z obrázku 2a, 2b [1, 3].

Slitina Fe_3Al se strukturou $D0_3$ existuje v rozmezí obsahu hliníku od 23-ti at. % do 37-ti at. % a do takzvané kritické (přechodové) teploty T_C , při níž dochází ke změně uspořádání z $D0_3$ na B2. Protíná-li zvolené chemické složení oblast existence $D0_3$ fáze, je možné prostřednictvím tepelného zpracování docílit u téhož materiálu značně rozdílných mechanických vlastností. Provede-li se ohřev slitiny až nad teplotu T_C , tedy do oblasti B2 fáze, s následným prudkým zchlazením, lze zachovat stabilní strukturu B2 i při pokojových teplotách (případně může dojít ke vzniku mixu struktur $D0_3$ a B2). Tepelným zpracováním dosažená B2 struktura získá mechanické vlastnosti odlišné od výchozí $D0_3$ struktury.

Nadmřížka $D0_3$ je sestavena z osmi elementárních buněk B2 uspořádaných do krychle (viz obrázek 2c). U struktury $D0_3$ však dochází k částečnému nahrazení středových atomů hliníku atomy železa, a to tak, aby se atomy Al s atomy Fe pravidelně střídaly, a tím došlo k maximalizaci vzdáleností atomů hliníku, v důsledku čehož mezi nimi dojde k poklesu energie [1, 3].



Obr. 2 – Krystalové struktury B2 a $D0_3$

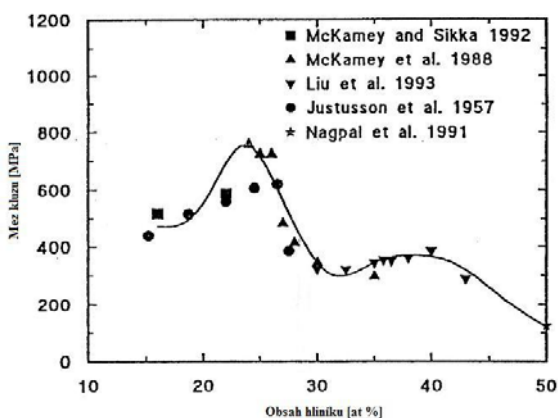
a) základní mřížka B2 (FeAl)

b) nadmřížka B2 (FeAl)

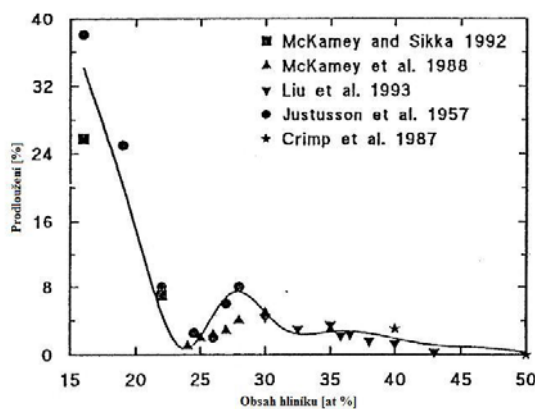
c) nadmřížka $D0_3$ (Fe_3Al)

2.3. Vlastnosti aluminidů železa

Mechanické vlastnosti aluminidů železa jsou závislé na celé řadě faktorů – zejména na obsahu hliníku, strukturním uspořádání, typu a množství přidané legury, tepelném zpracování nebo zkušební teplotě. Obecně lze říci, že tvrdost a mez kluzu při pokojové teplotě roste u binární slitiny Fe-Al se zvyšujícím se obsahem hliníku. Maxima dosahuje pro 25 at. % Al, při vyšším obsahu hliníku již klesá [1, 4]. Průběh křivky meze kluzu v závislosti na obsahu hliníku je zachycen na obrázku 3.



Obr. 3 – Průběh meze kluzu v závislosti na obsahu hliníku [1]



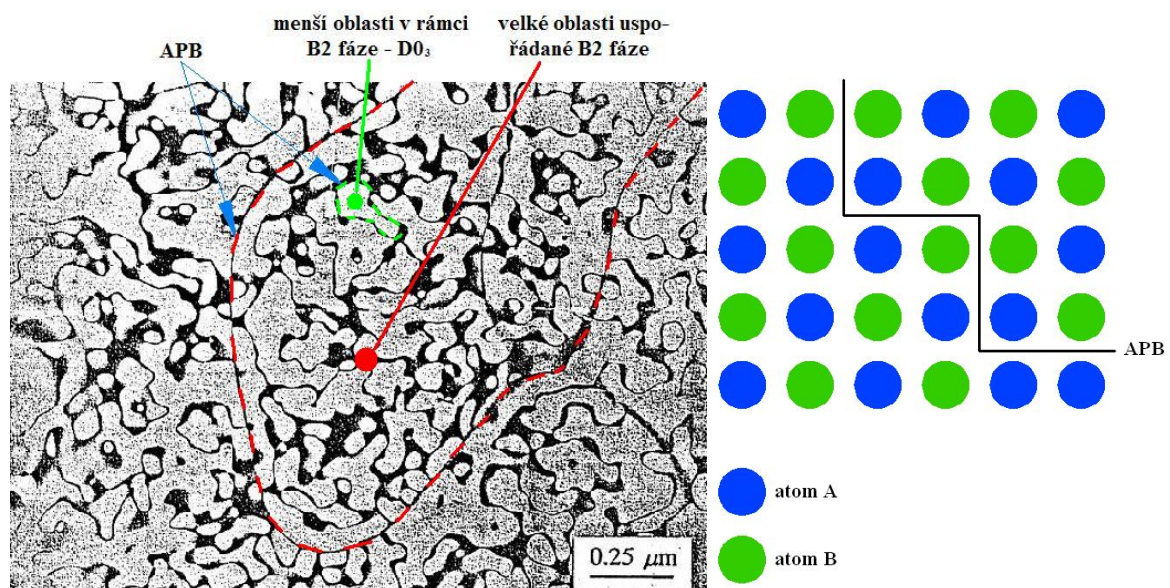
Obr. 4 – Průběh prodloužení v závislosti na obsahu hliníku [1]

Vznik výrazného lokálního maxima meze kluzu v oblasti stechiometrického složení Fe_3Al je způsoben vysokou mírou uspořádání D0_3 struktury při tomto chemickém složení a tvorbou velkého množství malých antifázových oblastí (APD). Antifázová rozhraní (APB) na hranicích APD působí jako překážky pro pohyb dislokací [1,2].

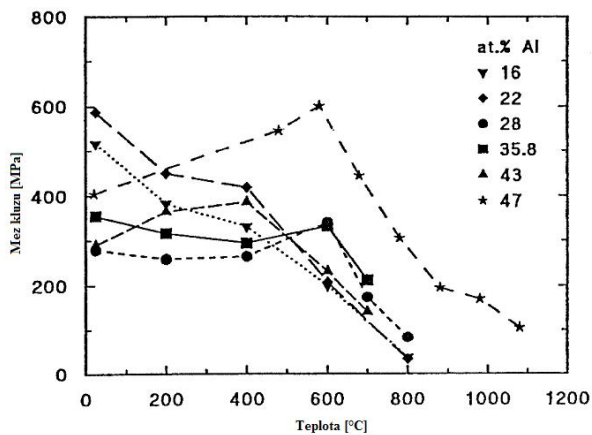
Termínem antifázové oblasti se označují uspořádané oblasti, jež nukleují homogenně a rostou do původní nadmřížky materiálu. Nově vzniklá zrna mají rozdílnou nadmřížku a rostou až do vzájemného dotyku se sousedními zrny. V místě jejich styku dochází ke vzniku plošných chyb, kdy se vedle sebe vyskytnou dva stejné atomy (viz obrázek 5). Tato plošná chyba se označuje jako hranice antifázových oblastí (APB) [1,2].

Nejvyšší meze kluzu dosahuje binární slitina Fe-Al s 25-ti at. % hliníku. Při uvedeném chemickém složení však výrazně klesá její tažnost při pokojové teplotě, jak je patrné z obrázku 4 [1, 4].

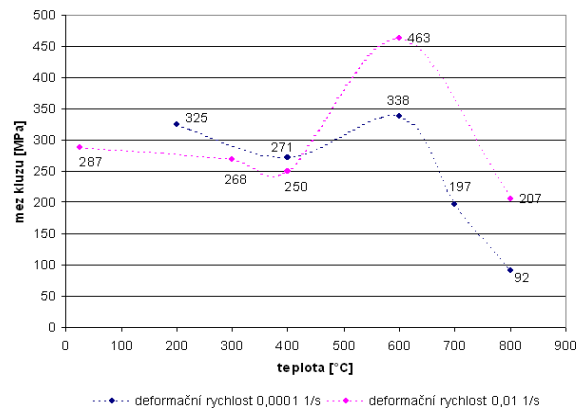
Hlavní nevýhodou aluminidů železa je prudký pokles jejich pevnosti za vyšších teplot. U Fe_3Al fáze s D0_3 strukturou však byla pozorována takzvaná anomálie meze kluzu, která se objevuje v oblasti od 450°C do 600°C v závislosti na provedeném tepelném zpracování. Tato anomálie se projevuje lokálním nárůstem meze kluzu ve zmíněné oblasti, jak je patrné z obrázků 6 a 7. Podle [1] je anomálie meze kluzu zapříčiněna rozpadem superdislokací



Obr. 5 – Snímek z transmisního elektronového mikroskopu, znázorňující APB a APD B2 a D0_3 při použití $\langle 111 \rangle$ nadmřížkového difrakčního vektoru (vlevo) [1] a schéma vzniku APB (vpravo) [5]



Obr. 6 – Průběh meze kluzu binární slitiny Fe-Al v závislosti na teplotě a obsahu hliníku [1]

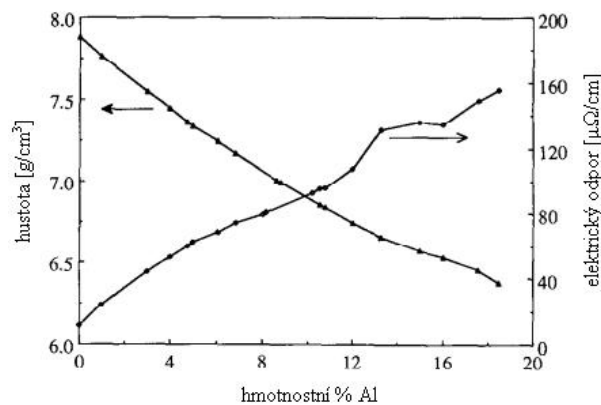


Obr. 7 – Průběh závislosti meze kluzu na teplotě u slitiny Fe₂₈Al₅Cr_{0,5}Nb_{0,2}C [5]

ve vysoce uspořádané mřížce, která v materiálu existuje při nižších teplotách, a přeměně jejich pohybu na pohyb samostatných dislokací v částečně uspořádané matici při vyšších teplotách [1, 5].

Jednou z výhod aluminidů železa je jejich vynikající oxidační odolnost, přičemž aluminidy železa typu FeAl s B2 strukturou vykazují vyšší korozní odolnost než aluminidy železa typu Fe₃Al s D0₃ strukturou. Mají také nižší měrnou hmotnost díky vysokému obsahu lehkého hliníku [4].

Aluminidy železa se rovněž vyznačují poměrně vysokým elektrickým odporem, jehož hodnota je závislá na obsahu hliníku ve slitině. Z obrázku 8 je dobře patrné, že s rostoucím podílem hliníku v binární slitině Fe-Al roste elektrický odpor a klesá měrná hmotnost materiálu [4].



Obr. 8 – Závislost elektrického odporu a hustoty na obsahu hliníku v aluminidech železa [4]

2.4. Creepové chování aluminidů železa

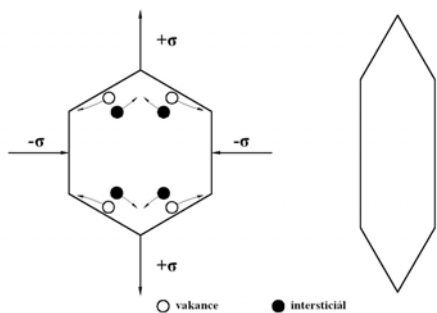
Vedle vysokoteplotní meze kluzu a meze pevnosti se mezi nejvýznamnější vysokoteplotní mechanické vlastnosti řadí creepová odolnost. Creepové chování aluminidů železa je možné popsat obdobnými mechanismy, jaké se uplatňují u běžných kovů a slitin. Existují dva základní modely tečení – tečení difúzní a tečení dislokační [6].

Difúzní mechanismus creepu převládá v materiálu při zatížení nízkými až středními napětími a za působení středních nebo vysokých teplot. Dochází k němu v důsledku difúze, která může probíhat na hranicích zrn, na volných površích mřížky kovu nebo na nehomogenitách v materiálu (dutiny a podobně). Studiu tečení kovů se věnovala celá řada autorů, ale za nejčastěji používané modely difúzního creepu jsou považovány Hering-Nabarrova a Cobleho model.

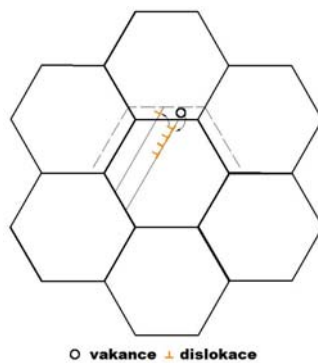
Dle Hering-Nabarrova modelu je tečení kovů zapříčiněno intenzivní migrací vakancí a intersticiálů v materiálu, ke které dochází za zvýšených teplot. Je-li materiál při vysokých teplotách elasticky napjat, začnou se vakance a atomy intersticií pohybovat v důsledku vysoké difúzní schopnosti. Atomy intersticií putují do oblasti tahového napětí, zatímco vakance se přesouvají do oblasti tlakových napětí, což má za následek změnu tvaru zrn. Schéma Hering-Nabarrova modelu difúzního creepu je znázorněno na obrázku 9. Rychlost difúzního tečení podle uvedeného modelu odpovídá vztahu

$$\dot{\varepsilon} = \frac{10 \cdot D}{d^2} \cdot \frac{\sigma \cdot b^3}{k \cdot T} \quad (1)$$

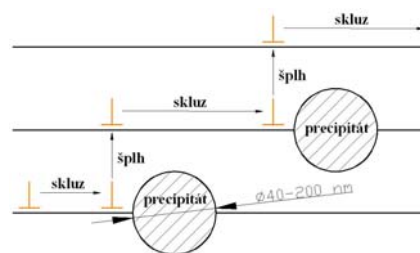
kde D je koeficient samodifúze, d střední průměr zrna, σ působící napětí, b Burgersův vektor, k Boltzmannova konstanta a T termodynamická teplota [6].



Obr. 9 – Schéma Hering-Nabarrova modelu difúzního creepu [5]



Obr. 10 – Schéma Cobleho modelu difúzního creepu [5]



Obr. 11 – Princip dislokačního creepu [5]

Cobleho model difúzního tečení je založen na předpokladu, že ke creepu dochází díky migraci vakancí k hranicím zrn a jejich následnému přechodu do hranice, což je doprovázeno šplháním dislokací. Přitom se posouvá hranice příslušných zrn a mění se tvar materiálu, jak je patrné z obrázku 10. Rychlost Cobleho tečení udává vztah

$$\dot{\varepsilon} = \frac{D_{hran} \cdot s}{d^3} \cdot \frac{\sigma \cdot b^3}{k \cdot T} \quad (2)$$

kde D_{hran} je koeficient samodifúze hranicemi zrn a s efektivní šířka hranice zrna [6].

Oba mechanismy difúzního tečení probíhají současně, ale ze vztahu (1) a (2) je zřejmé, že pro jemnozrnější materiál bude převládat Cobleho creep. Ten bude rovněž dominantní při nižších teplotách, jelikož aktivační energie difúze na hranicích zrn je nižší, než aktivační energie pro difúzní cesty vedoucí napříč zrny [6].

Dislokační mechanismus creepu se projeví při vyšších napětích a libovolných teplotách. Uskutečňuje se šplhem nebo krystalografickým skluzem dislokací (viz obrázek 11). Dislokace se pohybuje skluzem v dané rovině až k překážce, na níž je zachycena. Touto překážkou může být například částice precipitátu, která jí zabrání v dalším pohybu, ale je-li materiál vystaven působení teplot vyšších než 0,3 teploty tání může dojít k oddifundování atomů, tvořících hranu vložené poloroviny, a dislokace se pak může přemístit do jiné roviny, kde pokračuje ve skluzu [7].

Neuspořádaná binární slitina Fe-Al má odolnost proti creepu velmi podobnou jako kovy s kubickou prostorově centrovanou mřížkou (BCC). Mírného zvýšení creepové odolnosti lze dosáhnout uspořádáním slitiny. U aluminidů železa typu Fe_3Al dochází při teplotách okolo 600°C k prudkému zvýšení creepové rychlosti a následnému křehkému interkrystalickému porušení. Tento jev je pravděpodobně způsoben kombinací slabých vysokoúhlových hranic zrn a sníženou schopností skluzu dislokací [1].

Odolnost proti dislokačnímu creepu lze zvýšit zavedením druhé disperzní fáze, na níž se budou dislokace zachytávat.

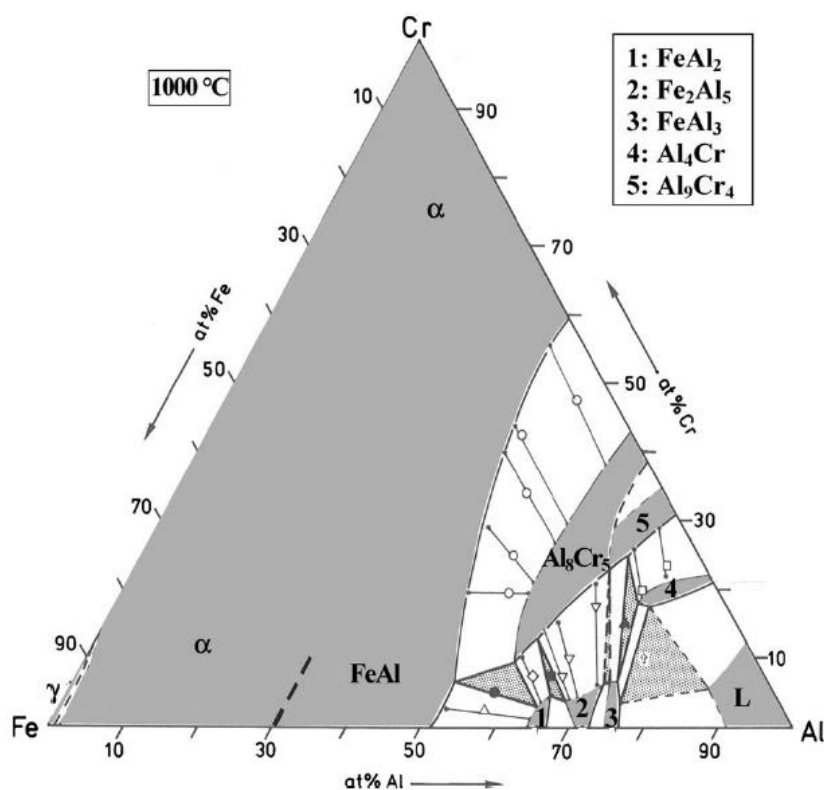
2.5. Možnosti zpevňování aluminidů železa

2.5.1. Zpevnění prostřednictvím tuhého roztoku

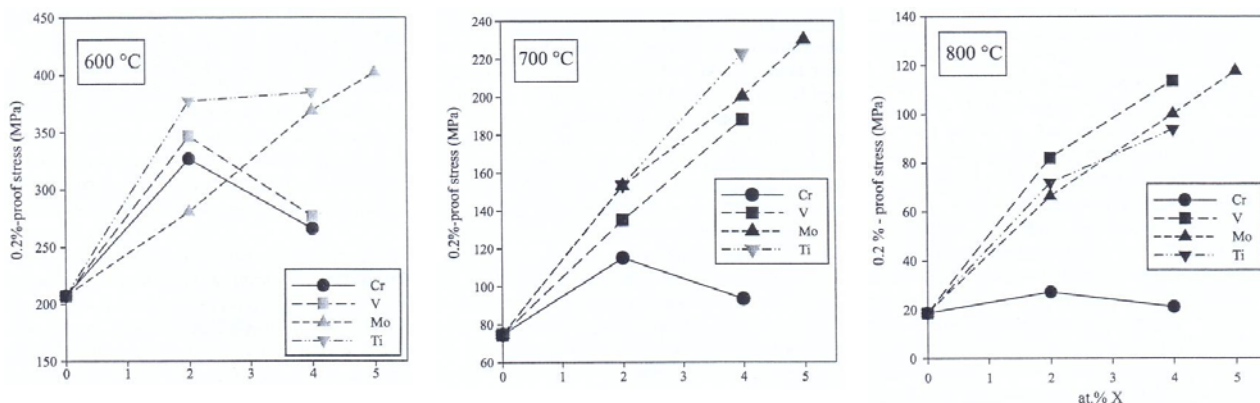
Existují čtyři základní možnosti, jimiž lze dosáhnout zpevnění aluminidů železa. V případě, že legura přidaná do binární slitiny má dostatečnou rozpustnost v matici, přichází v úvahu zpevňování pomocí tuhého roztoku. Vhodnou legurou pro tuto variantu zpevnění je například chróm, neboť v systému Fe – Al – Cr existuje široká oblast dokonalé rozpustnosti chrómu v matici. To je patrné z obrázku 12 – viz šedá oblast α v levé části diagramu.

Z diagramu vyplývá, že až do 50-ti at. % hliníku nemohou vznikat žádné sekundární fáze, protože veškerý chróm se beze zbytku rozpustí v matici, a tím ji zpevní prostřednictvím tuhého roztoku. Výskyt sekundárních fází lze očekávat teprve v pravé části diagramu bohatší na hliník [8].

Obdobný vliv jako chróm má na slitinu rovněž například titan, vanad nebo molybden. Tyto prvky dokonce vykazují ještě vyšší zpevňující efekt než chróm, jak je patrné z obrázku 13.



Obr. 12 – Izotermický řez diagramem Fe – Al – Cr při teplotě 1000°C [8]



Obr. 13 – Závislost meze kluzu na množství přidané legury u slitiny Fe–26Al–X (X= Cr, V, Mo, Ti) [8]

2.5.2. Zpevnění koherentními precipitáty

Nikl, titan nebo vanad patří do skupiny legur, které umožňují zpevňování aluminidů železa prostřednictvím tvorby koherentních precipitátů. Tyto precipitáty se vytvářejí v důsledku vzniku tzv. mezery mísitelnosti (miscibility gap), což je oblast ve fázovém diagramu, v níž se dvě fáze v podstatě se stejnou strukturou nemísí ani nejsou v sobě navzájem rozpustné. Mezera mísitelnosti umožňuje vznik koherentních precipitátů se silným zpevňujícím efektem. V tabulce 1 jsou uvedeny příklady systémů, v nichž je tvorba koherentních precipitátů možná [8,9].

Tab. 1 – Příklady systémů, které umožňují vznik koherentních precipitátů [9]

| systém | koherentní precipitáty | krystalová struktura precipitátů |
|--------------|------------------------|----------------------------------|
| Fe – Al – Ni | α -(Fe,Al) | A2 |
| | (Ni,Fe)Al | B2 |
| Fe – Al – Ti | α -(Fe,Al) | A2 |
| | Fe ₂ TiAl | L2 ₁ |
| Fe – Al – V | α -(Fe,Al) | A2 |
| | Fe ₂ VAI | L2 ₁ |
| | případně (Fe,V)Al | B2 |
| | Fe ₂ VAI | L2 ₁ |

2.5.3. Zpevnění nekoherentními precipitáty

Až na některé výjimky mají legury v binárním systému Fe-Al omezenou rozpustnost. Přidáním vyššího obsahu legury, než je její mez rozpustnosti v dané slitině, má tudíž za následek tvorbu nekoherentních precipitátů. Precipitáty jsou nejčastěji tvořeny intermetalickými fázemi nebo karbidy a rovněž se podílejí na zpevňování aluminidů železa.

Precipitáty intermetalické fáze snadno vznikají např. v systému Fe – Al – Zr, o němž se podrobněji pojednává v kapitole 2.6.1.. Další možností je zpevňování prostřednictvím karbidů. Přídavek uhlíku do čisté binární slitiny Fe-Al podporuje tvorbu κ -fáze perovskitického typu Fe_3AlC_x . Jsou-li ve slitině přítomny další legury (např. Nb, Ti, Ta, Zr), uhlík s nimi interaguje za vzniku příslušných karbidů.

V systému Fe – Al – C – X (X= Nb, Ti, Ta) se kombinuje zpevňování matrice dvojitým typem nekoherentních precipitátů – jak Lavesovou fází, tak i karbidy XC. U tohoto typu slitiny pak nedochází ani při dlouhodobém žíhání za vysokých teplot k hrubnutí precipitátů a rovněž mikrostruktura zůstává stabilní [9].

2.5.4. Zpevnění v důsledku uspořádání slitiny

Poslední ze základních možností zpevňování aluminidů železa je založena na principu stabilizace D0_3 struktury za vyšších teplot. Přidáním vhodné legury (např. Ti) se dosáhne toho, že přechodová teplota T_c se posune k vyšším hodnotám, než udává binární diagram Fe-Al, a tím se rozšíří oblast existence D0_3 struktury. Efekt růstu teploty T_c je tím vyšší, čím větší je nesoulad v rozměrech atomu železa a atomu substitučního prvku, jenž železo nahrazuje. Jako nejvhodnější prvek pro zvyšování přechodové teploty se jeví titan (T_c pro slitinu o stechiometrickém složení Fe_2TiAl bude mít hodnotu 1215°C), který je navíc velmi dobře rozpustný v matrici. V Fe-Al systému se rozpustí při 1000°C až 25 at. % Ti. Titan nahradí atomy železa a nová struktura bude typu L2_1 , což je ternární obdoba D0_3 struktury [8].

2.6. Legury pro aluminidy železa

Jednou z možností zlepšování mechanických vlastností aluminidů železa je legování základní binární slitiny. Legováním se může dosáhnout zpevnění prostřednictvím výše

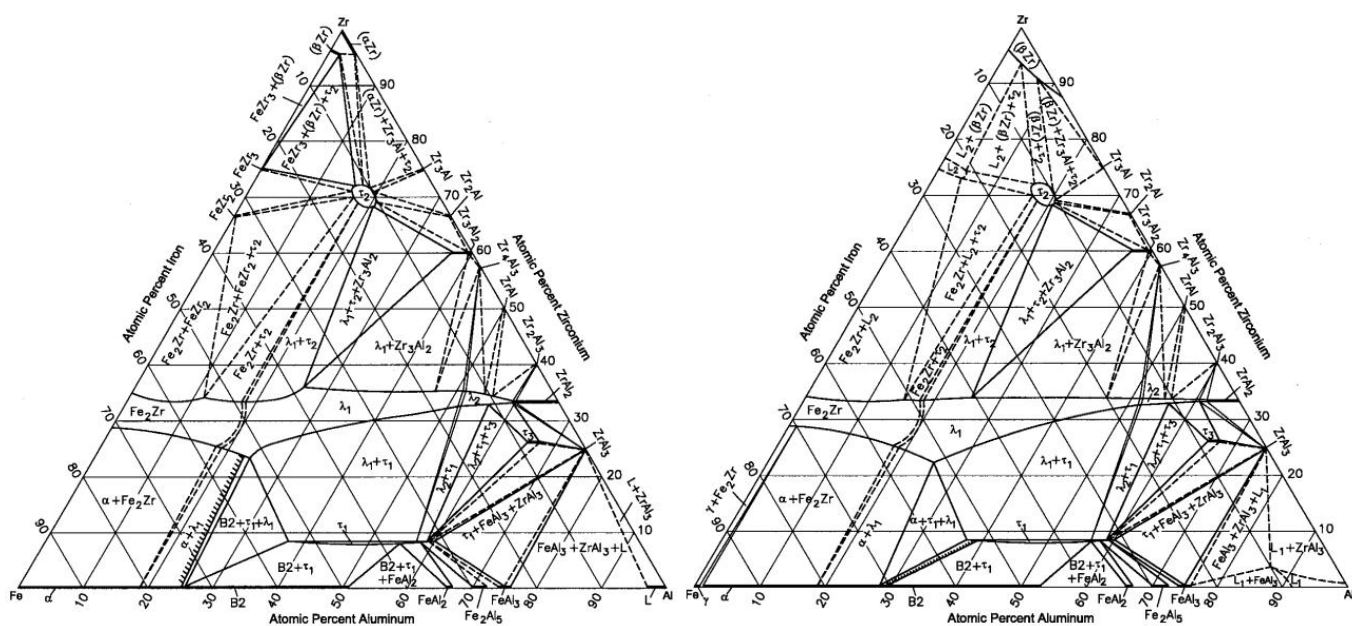
uvedených mechanismů. Jako vhodné legury pro zvyšování creepové odolnosti se zdají být např. zirkonium, niob nebo chróm, případně ještě v kombinaci s přidávkem uhlíku nebo bóru.

2.6.1. Legování zirkoniem

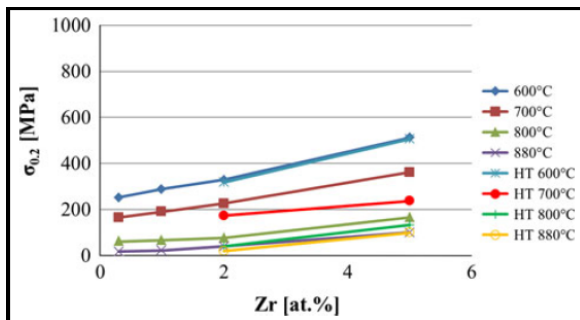
Zirkonium má kladný efekt jak na zvyšování vysokoteplotní creepové odolnosti, tak i na zlepšování pevnosti, tažnosti a odolnosti proti tvorbě únavových trhlin [9].

Jak je patrné z ternárního diagramu na obrázku 14, v systému Fe – Al – Zr se tvoří celá řada fází. Již malé množství zirkonia má za následek vytvoření Lavesovy fáze $Zr(Fe,Al)_2$ nebo τ_1 fáze $Zr(Fe,Al)_{12}$, případně obou fází zároveň [10]. Tyto fáze mohou napomáhat zpevňování slitiny a zlepšování mechanických vlastností. Je-li v matici přebytek zirkonia nebo je-li nerovnoměrně rozloženo, mohou vznikat nerovnovážné fáze $Fe_3(Al,Zr)$ nebo $(Fe,Al,X)_{23}Zr_6$, které mají rovněž pozitivní vliv na mechanické vlastnosti slitiny [11, 12].

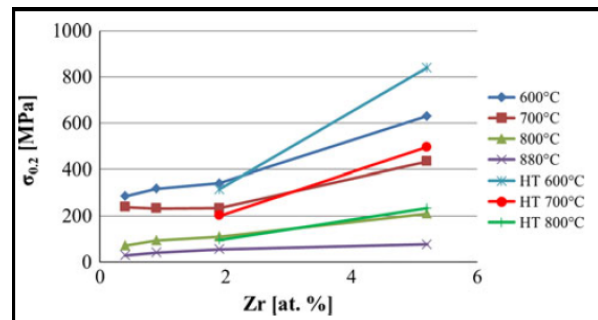
Velmi malý obsah zirkonia, přidaný do aluminidů železa s nízkým obsahem hliníku, zlepšuje adhezi tenké vrstvičky Al_2O_3 , která chrání povrch materiálu před oxidací, a zlepšuje tak korozní chování při zvýšených teplotách. Vyšší obsahy zirkonia však naopak oxidační odolnost snižují [14].



Obr. 14 – Izotermický řez diagramem Fe-Al-Zr při 800°C (vlevo) a při 1000°C (vpravo) [13]



Obr. 15 – Vliv přídavku zirkonia na vysokoteplotní mechanické vlastnosti u slitiny Fe-25Al-XZr ($X = 0,4; 0,9; 1,9; 5,2$) [15]



Obr. 16 – Vliv přídavku zirkonia na vysokoteplotní mechanické vlastnosti u slitiny Fe-30Al-XZr ($X = 0,4; 0,9; 1,9; 5,2$) [15]

Výzkumy prováděné na slitinách Fe-25Al-XZr a Fe-30Al-XZr ($X = 0; 1; 2; 5$) se zabývaly studiem vlivu přídavku zirkonia na mechanické vlastnosti slitiny. Z obrázků 15 a 16 [14, 15] je patrné, že se zvyšujícím se obsahem přidaného zirkonia se zvyšuje také vysokoteplotní mez kluzu slitin.

Kladný vliv na mechanické vlastnosti slitiny má rovněž tepelné zpracování. Po žíhání při 1000°C po dobu 200 hodin dochází u slitiny Fe-30Al-5Zr ke vzniku třífázové struktury, tvořené Fe-Al ($D0_3 / B2$) + λ_1 + τ_1 , což má za následek výrazné zlepšení meze kluzu [14].

Vliv přídavku uhlíku do aluminidů železa legovaných zirkoniem

Dalšího zlepšení, zejména v oblasti creepové odolnosti, je možné dosáhnout současným přidáním zirkonia a uhlíku, což vede ke vzniku precipitátů, na nichž se mohou zachytávat dislokace.

Odpovídá-li vzájemný poměr obsahu zirkonia a uhlíku vztahu $c(\text{Zr}) / c(\text{C}) \gg 1$, vytváří se v materiálu především Lavesova fáze λ_1 ($\text{Fe,Al})_2\text{Zr}$. Pouze velmi malé množství zirkonia reaguje s uhlíkem díky vzájemné vysoké afinitě za vzniku ZrC. Částice ZrC začínají nukleovat v Lavesově fázi.

Při poměru $c(\text{Zr}) / c(\text{C}) < 1$ nebyla ve slitině pozorována přítomnost Lavesovy fáze [16]. Vznikaly výhradně precipitáty ZrC, které však byly příliš hrubé na to, aby mohly účinně zachytávat dislokace [16].

Lavesova fáze λ_1 ($\text{Fe,Al})_2\text{Zr}$ a hrubé částice ZrC se tvoří převážně podél hranic zrn [16]. Tyto částice mají pouze omezené možnosti, jak materiál zpevňovat- především fixují hranice

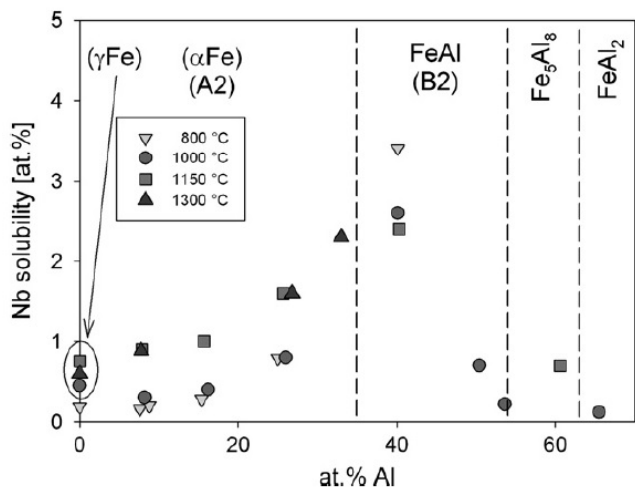
zrn, čímž brání skluzu a migraci dislokací na hranicích. Malé množství částic ZrC bylo pozorováno i uvnitř zrn. Částice v ploše zrn však byly příliš hrubé a jejich vzájemné vzdálenosti byly natolik velké, že nemohly představovat účinnou překážku pro pohyb dislokací [16]. Přítomnost precipitátů ZrC má ale vliv na tvorbu částic Lavesovy fáze, protože ZrC působí jako nukleační zárodky pro Lavesovu fázi.

Druhým důvodem, proč legovat aluminidy železa současně zirkoniem a uhlíkem, je zvyšování oxidační odolnosti slitiny. Jak bylo uvedeno, λ_1 a τ_1 fáze zlepšují vysokoteplotní pevnost, ale zároveň zvyšují křehkost a snižují odolnost slitiny proti korozi. Z toho důvodu se hledají možnosti, jak tvorbu λ_1 fáze potlačit. Toho je možné dosáhnout například právě přidáním uhlíku do Fe-Al-Zr slitiny. Díky vysoké afinitě zirkonia k uhlíku se budou přednostně tvořit ZrC a pouze zbylé množství zirkonia bude vytvářet křehkou λ_1 fázi. Množství vznikajících ZrC a λ_1 fáze závisí na vzájemném poměru $c(\text{Zr})/c(\text{C})$.

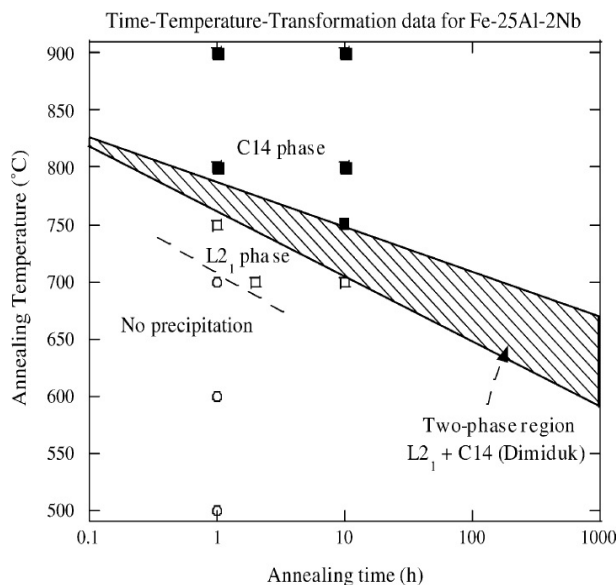
2.6.2. Legování niobem

Niob se řadí mezi legury, které se u aluminidů železa s úspěchem využívají ke zlepšování odolnosti proti vysokoteplotnímu creepu. Přídavek niobu má však současně za následek pokles tažnosti slitiny [1].

Rozpustnost niobu (stejně jako zirkonia) v matrici Fe-Al je velmi nízká [17] (nicméně rozpustnost niobu je vyšší než rozpustnost zirkonia), což je zřejmé z grafu na obrázku 17 [18]. To má za následek tvorbu precipitátů při obsazích Nb (Zr) překračujících rozpustnost v daném systému. V důsledku precipitace přebytečného množství přísadového prvku se vytváří částice hexagonální C14 Lavesovy fáze $(\text{Fe,Al})_2\text{Nb}$ [17,19]. Na obrázku 18 je ukázán TTT diagram (čas – teplota – transformace) pro materiál Fe-25Al-2Nb [20]. Velmi podobný diagram platí i pro materiál Fe-25Al-5Nb, který byl spolu s výše zmíněnou slitinou studován v [20]. Z diagramu je patrné, že při nižších teplotách vzniká koherentní $L2_1$ fáze ve formě tenkých jehliček, s nárůstem teploty se dostáváme do dvoufázové oblasti, kde vznikají precipitáty $L2_1 + \text{C14}$, a při vysokých teplotách se tvoří již pouze nekoherentní globulární částice Lavesovy fáze C14. $L2_1$ precipitáty se tvoří v matrici materiálu s B2 uspořádanou mřížkou, C14 precipitáty vznikají v matrici s uspořádanou B2 nebo neuspořádanou A2



Obr. 17 – Rozpustnost Nb v aluminidech železa v rozmezí 0 – 66 at. % Al a při různých teplotách [18]

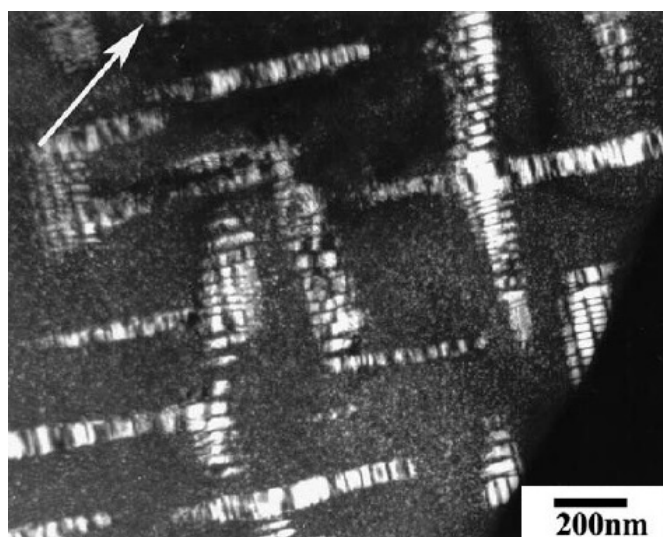


Obr. 18 – TTT diagram materiálu Fe-25Al-2Nb, ukazující oblasti existence $L2_1$ fáze a C14 Lavesovy fáze v závislosti na teplotě [20]

mřížkou [20]. Některé studie ukazují, že $L2_1$ precipitáty se mohou formovat už v matici s uspořádanou $D0_3$ mřížkou [21].

Výsledky výzkumů slitin Fe-25Al-2Nb a Fe-25Al-5Nb jsou shrnuty ve [20]. Při nízkých teplotách vykazovaly slitiny $D0_3$ uspořádání a žádné precipitáty nebyly ve struktuře pozorovány. Mezi teplotami 700 – 750°C docházelo ke vzniku koherentní Heuslerovy fáze s $L2_1$ strukturou, která se při zvýšení teploty přetransformovala na stabilní Lavesovu fázi s C14 strukturou. Tyto částice relativně rychle rostly a zdají se být zodpovědné za zpevnění matrice při teplotách nad 750°C [20]. Po homogenizačním a rozpouštěcím žhání (1200°C/1h) bylo ve struktuře materiálu Fe-25Al-2Nb pozorováno několik velkých nerozpuštěných částic Lavesovy fáze s rozměry 1 – 2 μm (obvykle na hranicích zrn), což svědčí o tom, že rozpustnost niobu v Fe-25Al je při této žhací teplotě těsně pod hranicí 2 at. % [20].

V materiálu Fe-25Al-5Nb byly po dodatečném žhání 700°C/1h pozorovány protáhlé jehlice precipitátů fáze s $D0_3$ / $L2_1$ strukturou. Při velkém zvětšení bylo patrné, že tyto jehlice se skládají z 20 – 40 nm dlouhých kvádrů. Při prodloužení doby žhání na 10 hodin a při zachování stejné žhací teploty (700°C) došlo k růstu zmíněných jehlic až na 500 nm do délky a 100 nm do šířky, přičemž byly stále složeny z elementárních kvádrů o tloušťce cca. 20 nm, jak je vidět na obrázku 19 [20].



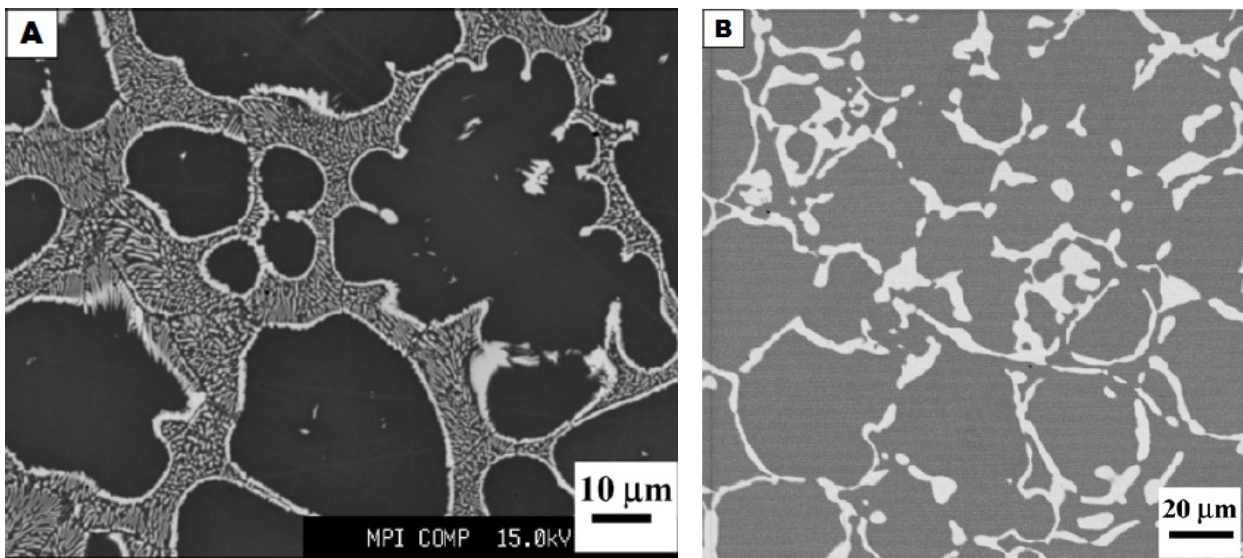
Obr. 19 – Jehlicovité precipitáty fáze s $L2_1$ strukturou – materiál Fe-25Al-5Nb žíhaný při 700°C 10 hodin [20]

Mikrostruktura slitin s obsahem 5 at. % Nb a různým obsahem hliníku ve stavech as cast a po žíhání při teplotách 800°C, 1000°C a 1150°C je popsána ve [22]. Struktura materiálu Fe-25Al-5Nb je ukázána na obrázku 20. Mikrostruktura vzorku Fe-25Al-5Nb as cast byla tvořena maticí primárního tuhého roztoku α (Fe,Al), obklopeného eutektickou směsí α (Fe,Al) a Lavesovy fáze (s hexagonální C14 strukturou). Po žíhání při 1000°C a 1150°C eutektikum zmizelo. Chemické složení Lavesovy fáze při různých teplotách je uvedeno v tabulce 2. Ternární fázový diagram Fe-Al-Nb při teplotách 800°C a 1000°C je popsán na obrázku 21 [23].

Niob patří mezi karbidotvorné prvky, a proto současné legování slitiny niobem a uhlíkem vede ke vzniku NbC, které rovněž vykazují pozitivní vliv na vysokoteplotní creepovou pevnost v důsledku tzv. precipitačního zpevnění. Vznikající precipitáty zpevňují materiál prostřednictvím fixování hranic zrn a blokováním pohybu dislokací [1].

Tab. 2 – Chemické složení Lavesovy fáze studované v materiálu Fe-25Al-5Nb po žíhání při různých teplotách [22]

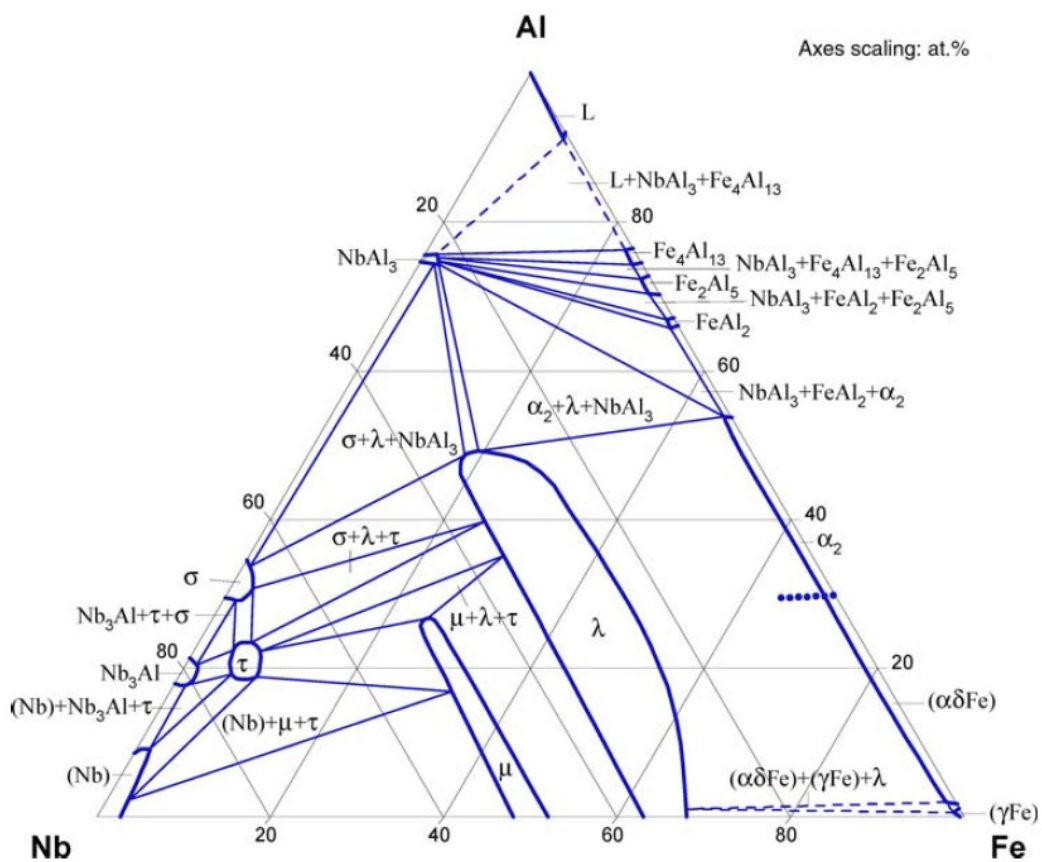
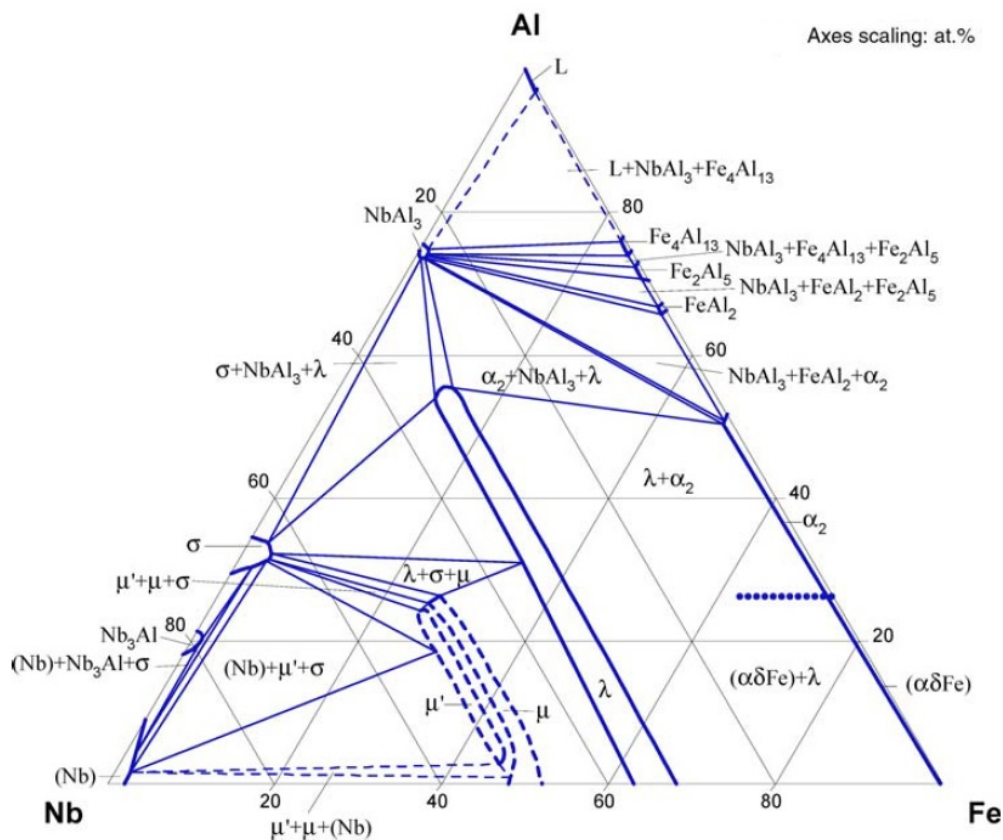
| | | 800°C | 1000°C | 1150°C |
|----------------------------------|------------|------------|------------|------------|
| <i>složení Lavesovy fáze</i> | Fe [at. %] | balance | balance | balance |
| | Al [at. %] | 16,5 ± 0,3 | 18,6 ± 0,1 | 18,7 ± 0,3 |
| | Nb [at. %] | 27,1 ± 0,7 | 26,4 ± 0,6 | 26,5 ± 0,2 |



Obr. 20 – Mikrostruktura slitiny Fe-25Al-5Nb ve stavu as cast (A) a po žhání 1000°C/200h (B) [22]

Přídavek niobu, obdobně jako Ti nebo Ta, také zvyšuje teplotu přechodu z $D0_3$ do B2 struktury, resp. z B2 do A2 struktury [17]. 1,5 – 2 at. % Nb posunují teplotu transformace o 100°C výše v porovnání s binární slitinou Fe25Al [20].

Dle [23] je možné i ve struktuře slitin s nízkým obsahem niobu (5 at.%) pozorovat ojedinělý výskyt částic μ -fáze, která obsahuje 50 at. % niobu. Tato fáze se v ternárním diagramu Fe-Al-Nb sice vyskytuje v oblasti bohaté na niob, ale je snadno stabilizovatelná nečistotami, zejména uhlíkem, a lze ji proto pozorovat i v aluminidech železa s nízkým obsahem niobu [23].



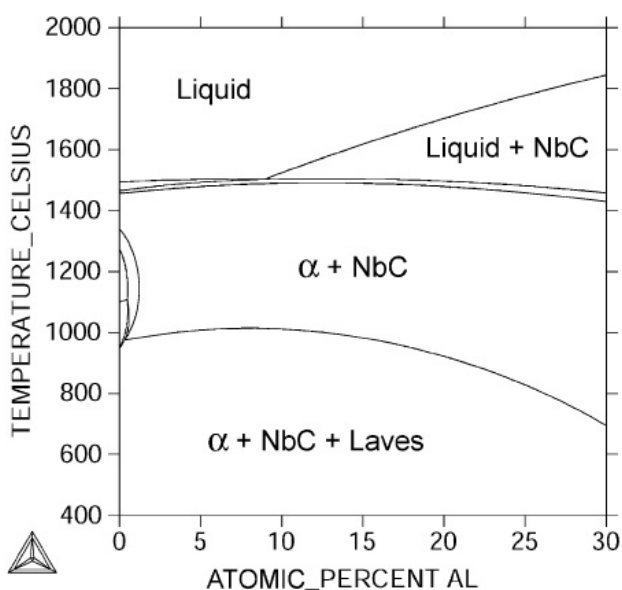
Obr. 21 – Izotermický řez diagramem Fe-Al-Nb při 800°C (nahore) a při 1000°C (dole) [23]

Vliv přídavku uhlíku do aluminidů železa legovaných niobem

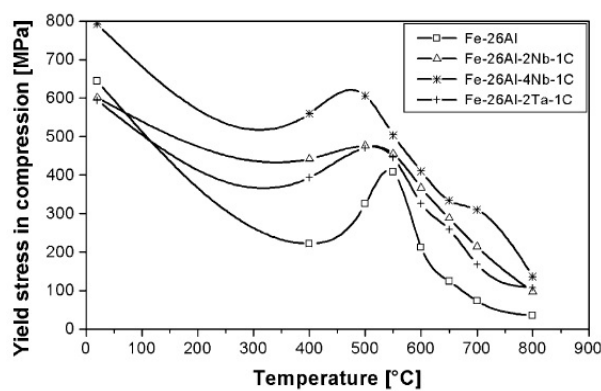
Niob jako karbidotvorný prvek velmi snadno vytváří za přítomnosti uhlíku precipitáty NbC. Tyto precipitáty se mohou významnou měrou podílet na zpevňování materiálu za vysokých teplot, a zlepšovat tak jeho creepovou odolnost, dále mají pozitivní vliv na třecí vlastnosti a zvyšují odolnost proti erozi.

Na materiálech Fe-15Al-2M-1C a Fe-26Al-(2 nebo 4)M-1C (M= Ti, V, Nb nebo Ta) byl studován vliv přídavku uhlíku a dalšího karbidotvorného prvku do binární slitiny [24,25]. V materiálu Fe-15Al-2Nb-1C byla po žhání 1000°C/1 měsíc pozorována přítomnost světlých částic NbC a šedých částic Lavesovy fáze (Fe,Al)₂Nb. V případě materiálu Fe-26Al-2Nb-1C byla zaznamenána po tepelném zpracování při 1000°C pouze přítomnost NbC. Obdobné výsledky pro stabilitu Lavesovy fáze byly dosaženy i pomocí termodynamického výpočtu s využitím softwaru Thermo – Calc [24]. Obrázek 22 znázorňuje vypočtené oblasti stability jednotlivých fází v systému Fe-xAl-2Nb-1C. Slitina Fe-26Al-4Nb-1C ve stavu as cast byla díky velkému přebytku niobu třífázová – tvořená Fe₃Al maticí a precipitáty Lavesovy fáze (Fe,Al)₂Nb a niob karbidy NbC [25].

Z vysokoteplotních tlakových testů prováděných na zmíněných slitinách [25] vyplynulo, že přídavek Nb a C do aluminidů železa má pozitivní vliv na vysokoteplotní mechanické



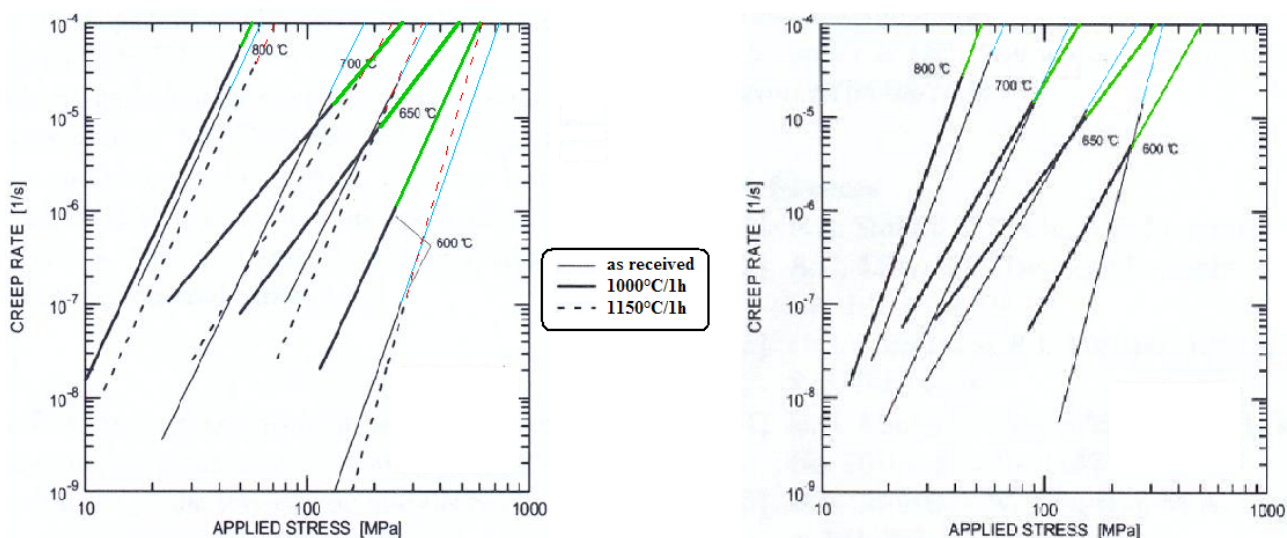
Obr. 22 – Termodynamický výpočet oblastí stability jednotlivých fází v systému Fe-xAl-2Nb-1C [24]



Obr. 23 – Teplotní závislost meze kluzu v tlaku pro slitiny Fe-26Al-xM-1C (M= Nb, Ta) [25]

vlastnosti, jak je patrné z obrázku 23. Slitina se 2 i 4 at. % Nb vykazovala při 800°C mez kluzu v tlaku vyšší než 100 MPa. Z obrázku 23 je také zřejmé, že slitina dosahuje lepších vysokoteplotních vlastností s rostoucím poměrem koncentrací Nb/C. Nejlepší výsledky ze všech sledovaných slitin byly zaznamenány pro materiál Fe-26Al-4Nb-1C. Potvrdil se tím zpevňující efekt Lavesovy fáze $(\text{Fe,Al})_2\text{Nb}$ i precipitační zpevnění matrice částicemi NbC. Přítomnost NbC je velmi důležitá, protože tyto karbidy mají stabilitu do vyšších teplot a jsou méně náchylné k hrubnutí, než částice Lavesovy fáze [25].

Creepovým chováním slitin s přídavkem Nb a C se zabýval [26]. V [26] byly studovány dvě slitiny s různým obsahem uhlíku: Fe-27,6Al-1,2Nb-0,2C (907 as received) s poměrem Nb/C= 6,0 a Fe-27,1Al-1,1Nb-0,8C (909 as received) s poměrem Nb/C= 1,38. Výsledky creepových testů pro obě slitiny po různých tepelných zpracováních jsou ukázány na obrázku 24. Creepové testy ukázaly, že žíhání při 1000°C snižuje creepovou odolnost slitin, žíhání při 1150°C ji naopak zlepšuje. Slitina s poměrem Nb/C= 1,38 (909 – s vyšším obsahem uhlíku) vykazovala nižší creepovou odolnost, než slitina (907 – s nižším obsahem uhlíku) se vzájemným poměrem Nb/C= 6,0. Tento jev lze pravděpodobně vysvětlit na základě vysoké afinity niobu k uhlíku. Při vyšším obsahu uhlíku vznikají přednostně hrubé precipitáty NbC, čímž se snižuje množství niobu k tvorbě Lavesovy fáze [26].



Obr. 24 – Závislost creepové rychlosti na aplikovaném napětí pro materiál (907) Fe-27,6Al-1,2Nb-0,2C (vlevo) a (909) Fe-27,1Al-1,1Nb-0,8C (vpravo) [26]

2.7. Teplotní roztažnost aluminidů železa

Díky svým specifickým vlastnostem jsou aluminidy železa předurčeny pro použití ve vysokoteplotních aplikacích, kde by mohly nahradit ocele typu P91 a P92. Pro práci za vysokých teplot je však důležité znát jednu důležitou charakteristiku materiálu – jeho teplotní roztažnost. Důkladná znalost závislosti dilatace slitiny na teplotě je nezbytným předpokladem pro využití intermetalik v průmyslových aplikacích [27].

Existuje celá řada metod měření teplotní roztažnosti, dělicích se do dvou základních skupin – na metody měření absolutní a relativní. Z absolutních metod měření dilatace jsou nejvyužívanější metoda měření přímá, rentgenografická metoda a interferenční metoda. Mezi relativní metody určování dilatace se řadí trubková metoda, interferenční a tensometrická metoda [28].

Pro určení středního koeficientu lineární teplotní roztažnosti α_{med} (CTE) lze využít vztah

$$\alpha_{med} = \frac{l_T - l_0}{T - T_0} \cdot \frac{1}{l_0} \quad (3)$$

kde l_T – délka vzorku při dané teplotě

l_0 – délka vzorku při pokojové teplotě (20°C)

T – daná aplikovaná teplota

T_0 – pokojová teplota (20°C)

Uvedený vztah je vhodný pro strojní součástky, protože zohledňuje maximální teplotní roztažnost ve zvoleném teplotním intervalu [29].

Dle konstrukčního uspořádání lze dilatometry dělit na horizontální a vertikální. Oba typy dilatometrů mají své přednosti i nevýhody. V horizontálním dilatometru vzorek pouze minimálně tepelně ovlivňuje sám sebe, ale při měření dochází k nežádoucímu tření mezi vzorkem a ložem dilatometru. U vertikálního dilatometru je tomu naopak [27,30].

Dilatometrické testy prováděné na aluminidech železa ukazují, že Fe-Al slitiny vykazují obdobné dilatometrické chování jako ocele až do 800°C. Nad touto teplotou mají aluminidy železa vyšší roztažnost, přičemž slitiny typu FeAl vykazují až o 8% větší roztažnost, než slitiny typu Fe₃Al [31,32].

3. EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

3.1. Slitiny

V rámci disertační práce bylo zkoumáno 7 typů materiálů, které se od sebe odlišovaly jednak chemickým složením a jednak provedeným tepelným zpracováním (celkem bylo studováno 27 vzorků). Rozdělení materiálů podle chemického složení je shrnuto v tabulce 3. Slitiny 1143, 1144, 1181 a 1182 byly legovány zirkoniem a uhlíkem, slitiny 2130 a 2150 byly legovány niobem, materiál 2151 niobem a uhlíkem.

Materiály s přídavkem zirkonia byly odlévány na VŠB Ostrava, slitiny 2130 a 2150 byly odlity ve Velké Bíteši. Slitina 2151 byla vyrobena na německém ústavu Max-Planck Institut für Eisenforschung GmbH v Düsseldorfu.

Chemické složení slitin bylo určováno mokrou cestou. Materiál 2151 byl analyzován v laboratořích Max-Planck Institutu für Eisenforschung, chemické složení zbylých slitin bylo stanovováno v laboratořích Škoda výzkum v Plzni.

Tab. 3 – Přehled zkoumaných vzorků

| označení vzorku | chemické složení (at. %) | | | | |
|--|--------------------------|-------|------|------|------|
| | Fe | Al | Nb | Zr | C |
| 1143 | balance | 25,65 | - | 1,05 | 1,72 |
| 1144 | balance | 25,23 | - | 2,11 | 1,58 |
| 1181 | balance | 25,90 | - | 4,90 | 1,40 |
| 1182 | balance | 25,70 | - | 4,80 | 2,10 |
| 2130 | balance | 25,80 | 2,70 | - | 0,05 |
| 2150 | balance | 27,30 | 4,80 | - | 0,05 |
| 2151 | balance | 26,10 | 4,94 | - | 1,42 |
| <i>porovnávací vzorky z předchozích prací prováděných na KMT</i> | | | | | |
| 25_1 [37] | balance | 25,50 | - | 1,00 | - |
| 25_5 [37] | balance | 25,40 | - | 4,90 | - |
| 907 [5] | balance | 27,60 | 1,20 | - | 0,20 |
| 909 [5] | balance | 27,10 | 1,10 | - | 0,80 |

3.2. Tepelné zpracování zkušebních vzorků

Studované materiály byly žháný při 1000 a 1200 (1150)°C pro ověření stability jednotlivých fází. Žhánění vzorků 1143 a 1144 se provádělo na válcovaných materiálech, tepelná zpracování na zbylých vzorcích byla provedena na materiálech v litém stavu. Zkušební vzorky pro vysokoteplotní mechanické zkoušky byly vyráběny jak z válcovaných,

tak litých stavů slitin. Celkový přehled provedených tepelných a tepelně mechanických zpracování je shrnut v tabulce tab. 4.

Žihací teploty se volily s ohledem na očekávanou stabilitu slitiny a s ohledem na případné použití materiálu. Studium struktury ukázalo, že při 1000°C se slitina blíží stabilnímu stavu, proto byla tato žihací teplota aplikována ke stabilizaci materiálu před vysokoteplotními mechanickými zkouškami. Uplatnění aluminidů železa ve strojírenství se předpokládá do cca 700°C, vyžhání slitiny při 1000°C by tedy mělo bezpečně zajistit, že při použití materiálu v zamýšleném intervalu zvýšených teplot (do 700°C) již nedojde k žádným neočekávaným změnám mikrostruktury. Důvod volby žihací teploty 1200°C byl motivován možným použitím aluminidů železa jako nosiče – základního materiálu pro nejrůznější vrstvy nanášené metodou chemical vapour deposition (CVD). Při povlakování metodou CVD je zapotřebí

Tab. 4 – Přehled tepelných a tepelně mechanických zpracování studovaných materiálů

| označení vzorku | stav |
|-----------------------------|---|
| 1143 as cast | základní stav po odlití |
| 1143 as received | stav po válcování při 1200°C na tloušťku 11 mm |
| 1143 as received + 1000/200 | válcovaný stav, poté žháno při teplotě 1000°C po dobu 200 hodin |
| 1143 as received + 1150/1 | válcovaný stav, poté žháno při teplotě 1150°C po dobu 1 hodiny |
| 1144 as cast | základní stav po odlití |
| 1144 as received | stav po válcování při 1200°C na tloušťku 11 mm |
| 1144 as received + 1000/200 | válcovaný stav, poté žháno při teplotě 1000°C po dobu 200 hodin |
| 1144 as received + 1150/1 | válcovaný stav, poté žháno při teplotě 1150°C po dobu 1 hodiny |
| 1181 as cast | základní stav po odlití |
| 1181 as cast + 1000/50 | litý stav, poté žháno při teplotě 1000°C po dobu 50 hodin |
| 1181 as cast + 1200/24 | litý stav, poté žháno při teplotě 1200°C po dobu 24 hodin |
| 1182 as cast | základní stav po odlití |
| 1182 as cast + 1000/50 | litý stav, poté žháno při teplotě 1000°C po dobu 50 hodin |
| 1182 as cast + 1200/24 | litý stav, poté žháno při teplotě 1200°C po dobu 24 hodin |
| 2130 as cast | základní stav po odlití |
| 2130 as received | litý stav, poté válcováno při 1200°C na tloušťku 14 mm |
| 2130 as received + 1000/50 | litý stav, poté válcováno při 1200°C na tloušťku 14 mm a následně žháno při teplotě 1000°C po dobu 50 hodin |
| 2130 as cast + 1000/50 | litý stav, poté žháno při teplotě 1000°C po dobu 50 hodin |
| 2130 as cast + 1200/24 | litý stav, poté žháno při teplotě 1200°C po dobu 24 hodin |
| 2150 as cast | základní stav po odlití |
| 2150 as received | litý stav, poté válcováno při 1200°C na tloušťku 11 mm |
| 2150 as received + 1000/50 | litý stav, poté válcováno při 1200°C na tloušťku 14 mm a následně žháno při teplotě 1000°C po dobu 50 hodin |
| 2150 as cast + 1000/50 | litý stav, poté žháno při teplotě 1000°C po dobu 50 hodin |
| 2150 as cast + 1200/24 | litý stav, poté žháno při teplotě 1200°C po dobu 24 hodin |
| 2151 as cast | základní stav po odlití |
| 2151 as cast + 1000/50 | litý stav, poté žháno při teplotě 1000°C po dobu 50 hodin |
| 2151 as cast + 1200/24 | litý stav, poté žháno při teplotě 1200°C po dobu 24 hodin |

aplikovat teplotu cca 1100 – 1200°C, při níž se na podkladový materiál nanáší tenká vrstva po dobu okolo 10-ti hodin. Z toho důvodu je nezbytné ověřit stabilitu struktury aluminidů železa i při této teplotě.

3.3. Experimentální metody

Vzorky pro přípravu metalografických výbrusů byly z materiálů odebrány odříznutím na rozbrušovací pile Delta Abrasimet Cutter. Broušení a leštění vzorků bylo provedeno na metalografické brusce Phoenix Beta s parametry podle tabulky 5.

Pro zkoumání struktury pomocí světelné optické mikroskopie (LOM) a rastrovací elektronové mikroskopie (SEM) nebyly vzorky následně leptány. Vzorky se leptaly pouze tehdy, bylo-li třeba zvýraznit zrna matrice. V těchto případech bylo použito leptadla Rollason.

Mikrostruktura vzorků byla zkoumána jednak pomocí světelného optického mikroskopu Nikon Epiphot 200 na Katedře materiálu TUL a jednak pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu. Pro studium mikrostruktury byly použity následující elektronové mikroskopy:

1. Tescan Vega XMU vybavený detektorem Bruker pro EDX analýzu; zobrazovací detektory SE a BSE; materiálová laboratoř Škoda Auto a.s.
2. Tescan Vega SB vybavený detektorem Oxford 20 mm² pro EDX analýzu; zobrazovací detektory SE a BSE; Katedra materiálu TUL
3. Zeiss Ultra Plus vybavený detektorem Oxford 20 mm² pro EDX analýzu; zobrazovací detektory SE2, InLens, AsB a EsB; Ústav pro nanomateriály, pokročilé technologie a inovace (CxI) TUL
4. Jeol JSM-6490 vybavený detektorem EDAX pro EDX analýzu; zobrazovací detektory SE a BSE; Max-Planck Institut für Eisenforschung GmbH, Düsseldorf

Pro zobrazování struktury se používal jednak detektor zpětně odražených elektronů (BSE), a jednak detektor sekundárních elektronů (SE). Emise BSE je závislá na atomovém čísle zkoumaného prvku, emise SE závisí na topografii pozorované oblasti. InLens detektor je detektor sekundárních elektronů s vysokým rozlišením, umístěný v ose tubusu. AsB detektor je čtyřkvadrantový detektor zpětně odražených elektronů. EsB detektor, umístěný v tubusu mikroskopu nad InLens detektorem, umožňuje selekci určitých energií a úhlů zpětně odražených elektronů, což pomáhá zlepšit kvalitu obrazu, omezuje hranový efekt nebo nabíjení vzorku.

Pro ověření typu přítomných fází, jejichž předběžná identifikace byla provedena pomocí EDX analýzy (analýza matrice i fází byla ověřována na řadě míst, naměřené výsledky byly následně zprůměrovány a tabelovány), byla na některých vzorcích provedena EBSD fázová analýza na elektronovém mikroskopu Zeiss Ultra Plus opatřeném detektorem OXFORD Nordlys Nano. EBSD analýzy byly prováděny na metalografických výbrusech pod náklonem 70° vůči primárnímu elektronovému svazku. V důsledku difrakce zpětně odražených elektronů vznikají na fluorescenčním stínítku EBSD detektoru Kikuchiho linie charakterizující mřížku a její orientaci v krystalických materiálech. Typ fází se určoval rovněž pomocí rentgenové difrakce na přístroji Seifert (použita byla lampa se zářením Cu-K α $\lambda = 0,1544$ nm) na Katedře fyziky kondenzovaných látek Matematicko – fyzikální fakulty Karlovy univerzity v Praze.

Tab. 5 – Parametry přípravy vzorků

| krok | typ brusiva | čas broušení/leštění [min] | zatížení vzorku [N] | otáčky brusky [min ⁻¹] |
|------|-----------------------------------|----------------------------|---------------------|------------------------------------|
| 1 | brusný papír P320 | 3 | 5 | 200 souběžně |
| 2 | brusný papír P1200 (15 μ m) | 3 | 5 | 200 souběžně |
| 3 | suspenze Metadi Supreme 9 μ m | 6 | 5 | 150 souběžně |
| 4 | suspenze Metadi Supreme 3 μ m | 5 | 5 | 150 souběžně |
| 5 | suspenze Metadi Supreme 1 μ m | 4 | 5 | 120 souběžně |
| 6 | suspenze OP-S (oxidické leštění) | 8 | 5 | 110 protiběžně |

3.4. Vysokoteplotní deformace tahem a tlakem, creepové zkoušky

Vysokoteplotní zkoušky tahem a tlakem (v rozmezí teplot 600 – 800°C při deformační rychlosti $1,5 \cdot 10^{-4}$ s⁻¹) byly provedeny na Katedře fyziky materiálů Matematicko – fyzikální fakulty Karlovy univerzity v Praze. Pro tlakové zkoušky byl použit stroj Instron model 1186 (viz obrázek 25), pro tahové zkoušky stroj Instron model 1195 (viz obrázek 26).

Zkušební vzorky pro zkoušky tlakem měly tvar kvádrů o rozměrech 5x5x8 mm, pro zkoušku tahem byly použity tyčky s průměrem 5 mm účinnou délkou 30 mm. Oba typy vzorků jsou zachyceny na obrázku 27. Vzorky pro zkoušky vysokoteplotních mechanických vlastností, které jsou charakterizovány mezí kluzu $\sigma_{0,2}$ při 600, 700 a 800°C, byly připravovány jednak z litých stavů materiálu, a jednak z válcovaných. Před vlastní zkouškou byly vzorky, které se připravovaly z válcovaného stavu materiálu, žíhány při 1000°C po dobu

100 hodin. Válcování odlitků se provádělo na VŠB v Ostravě. Vzorky byly válcovány při 1200°C na konečnou tloušťku 11 mm v několika krocích s redukcí 20% v každém průchodu. Mezi kroky byly prováděny 45-ti minutové ohřevy zpět na válcovací teplotu.

Creepové testy v tahu se prováděly v ústavu SVÚM Běchovice za použití vzorků stejného tvaru a rozměrů jako v případě tahových zkoušek.



Obr. 25 – Stroj Instron model 1186 pro tlakové zkoušky za vysokých teplot



Obr. 26 – Stroj Instron model 1195 pro tahové zkoušky za vysokých teplot



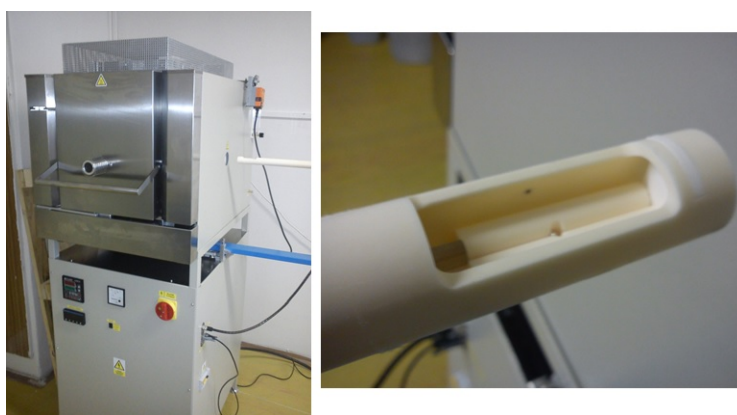
Obr. 27 – Zkušební vzorky pro zkoušku tlakem (vlevo) a pro zkoušku tahem (vpravo)

3.5. Měření tvrdosti

Tvrdość vzorků byla měřena metodou podle Vickerse se zatížením 0,5 kg (tj. HV 0,5) na tvrdoměru Zwick 3212 na Katedře materiálu TUL.

3.6. Měření dilatace

Vzorky pro měření teplotní roztažnosti měly tvar kvádrů s délkou cca 15 mm. Zkušební kvádry byly řezány na přesné pile Isomet 1000. Měření dilatace se provádělo na horizontálním dilatometru (viz obrázek 28) v teplotním rozmezí 25 – 1200°C dle parametrů daných tabulkou 6. Jako přenosový adaptér mezi vzorkem a senzorem byla použita safírová tyčka. Opakovaná dosahovaná odchylka měření se pohybovala od 5 do 7% v teplotním rozmezí 25 – 600°C, od 2 do 4% mezi 600 a 1000°C a od 0,5 do 1% v rozmezí 1000 – 1200°C.



Obr. 28 – Pec a horizontální dilatometr pro měření dilatace

Tab. 6 – Teplotní cyklus při měření dilatace vzorků

| krok | teplotní rozmezí | podmínky |
|------|------------------|---|
| 1 | 25 – 250°C | rychlost ohřevu 7 °C/min |
| 2 | 250 – 1200°C | rychlost ohřevu 4 °C/min |
| 3 | 1200°C | výdrž na teplotě 15 min |
| 4 | 1200 – 700°C | rychlost ochlazování 4 °C/min |
| 5 | 700 – 25°C | rychlost ochlazování nižší než 4 °C/min |

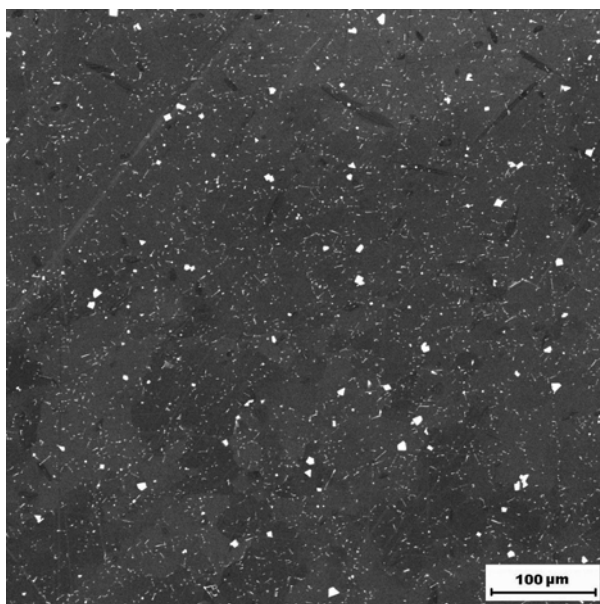
4. STRUKTURA STUDOVANÝCH SLITIN

4.1. Struktura slitin s přídavkem Zr a C

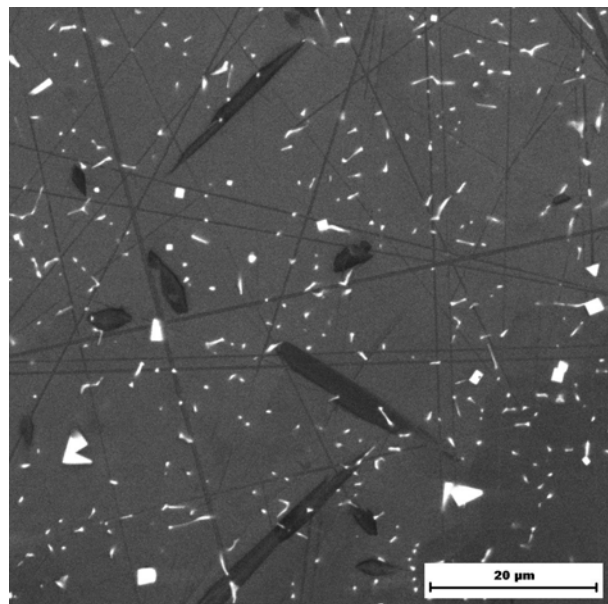
Materiály byly legovány Zr a C. Do slitin označených jako 1143 a 1144 byl přidáván nižší obsah zirkonia (1,05, resp. 2,11 at. %), do slitin 1181 a 1182 vyšší obsah (4,9 at. %). Jednotlivé vzorky se od sebe odlišují tepelným zpracováním, daným tabulkou 4.

4.1.1. 1143 as received a 1143 as cast

Prvním z materiálů, na němž byl zkoumán vliv vzájemného poměru koncentrací Zr/C na strukturu a mechanické vlastnosti, byla slitina 1143, jež byla legována 1,05 at. % Zr a 1,72 at. % C (vzájemný poměr $Zr/C=0,61$). Struktura materiálu ve stavu *as received* je ukázána na obrázcích 29 a 30. Ze snímků je zřejmé, že ve struktuře byly pozorovány dva typy částic. Prvními jsou tmavé perovskitické precipitáty s rozměry v rozmezí od 4 do 40 μm , které jsou patrné v horní polovině obrázku 29 a v detailu na obrázku 30. Druhým typem částic jsou ZrC, které jsou ve struktuře přítomny ve formě drobných tyčinek (o velikosti cca 0,5 – 1 μm) a kubických destiček (o velikosti cca 2 – 4 μm) vzdálených od sebe přibližně 3 – 10 μm . Nebyl pozorován žádný rozdíl ve strukturách stavů *as received* a *as cast*. Frakční objem ZrC činil 1,9%, v případě perovskitu 4,5%.

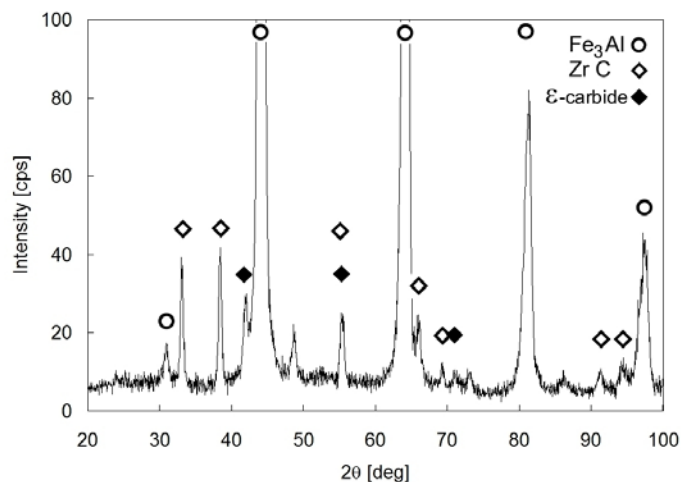


Obr. 29 – Struktura materiálu 1143 as received
HV 20kV, BSE detektor
šedá – matrice, černá – perovskit (ϵ -karbid),
bílá – ZrC



Obr. 30 – Detail struktury materiálu 1143 as received s dobře patrnými jehlicemi i kubickými destičkami ZrC (bílé) a částicemi perovskitu (černé)
HV 20kV, BSE detektor

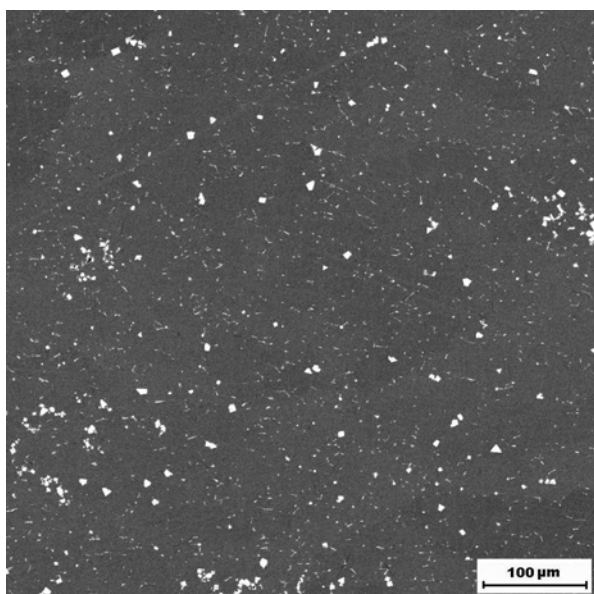
Chemické složení částic bylo prověřováno jednak EDX analýzou, a jednak pomocí rentgenové difrakce (XRD) – viz obrázek 31.



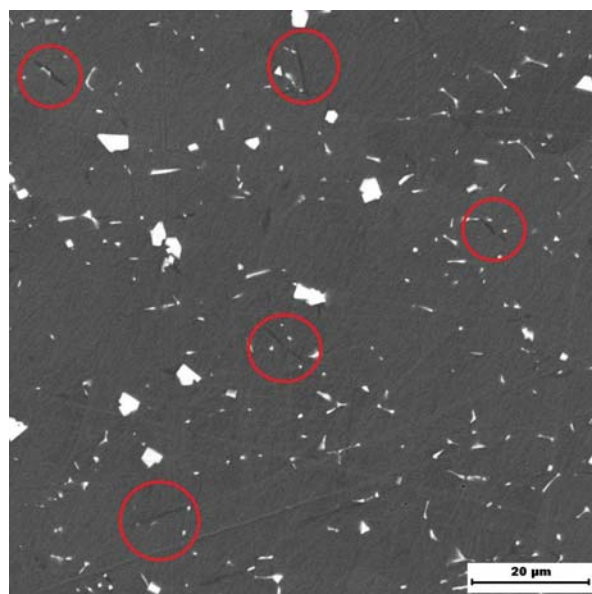
Obr. 31 – Výsledky XRD materiálu 1143 as received – potvrzena přítomnost částic ZrC, částic perovskitu (ϵ -karbid $Fe_3AlC_{0,5}$) a matrice typu Fe_3Al

4.1.2. 1143 as received + 1000/200

Vzorek 1143 as received + 1000/200 byl dlouhodobě žhán při teplotě 1000°C. Jeho struktura je zobrazena na obrázcích 32 a 33. Po žhání byly kubické destičky ZrC soustředěny



Obr. 32 – Struktura materiálu 1143 as received + 1000/200 po dlouhodobém žhání
HV 20kV, BSE detektor
šedá – matrice, bílá – ZrC



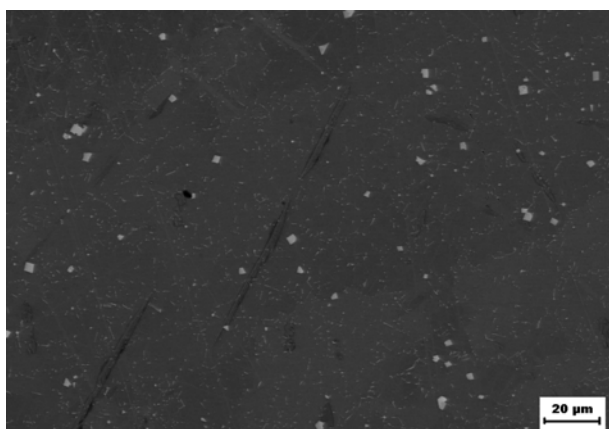
Obr. 33 – Detail struktury materiálu 1143 as received + 1000/200 s vyznačenými pozůstatky perovskitických jehlic (červené kroužky)
HV 20kV, BSE detektor
šedá – matrice, černá – perovskit, bílá – ZrC

ve shlucích, jejich rozložení je po provedeném tepelném zpracování nerovnoměrné, jak dokumentuje obrázek 32. Tyčinky ZrC se částečně rozpustily. Rovněž perovskitické částice se z větší části rozpustily, zbyly pouze ojedinělé tenké tyčinky perovskitu, které jsou zvýrazněny na obrázku 33.

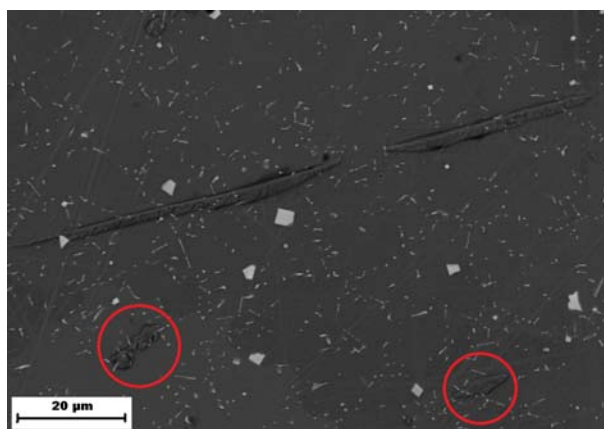
Kontrola chemického složení částic byla obdobně jako v předchozích případech provedena pomocí EDX analýzy a rentgenovou difrakcí.

4.1.3. 1143 as received + 1150/1

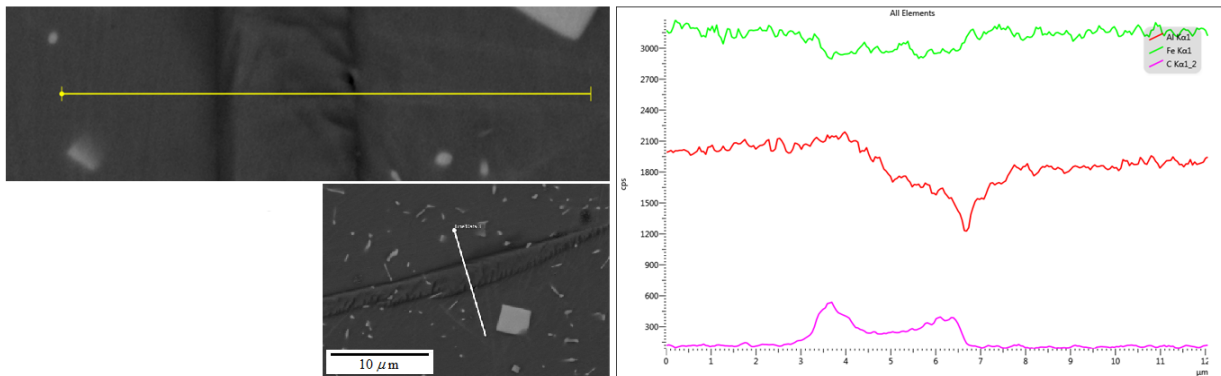
Druhým typem tepelného zpracování, které bylo na materiálu 1143 provedeno, bylo žíhání při 1150°C po dobu 1 hodiny. Struktura takto vyžíhaného vzorku je ukázána na obrázcích 34 a 35. Při krátkodobém žíhání nedošlo k žádným výrazným změnám ve fázovém složení. Ve struktuře (viz obrázek 34) jsou přítomny drobné tyčinky i kubické destičky ZrC a rovněž perovskitické částice. Perovskit však byl v materiálu pozorován ve dvojí formě – dlouhé disky s délkou 50 – 60 μm a výrazně menší oválné oblasti, znázorněné na obrázku 35. Chemické složení precipitátů se stanovovalo EDX analýzou. Identifikace dlouhých tmavých disků jako perovskit byla potvrzena liniovou EDX analýzou, z níž je patrný nárůst obsahu uhlíku v místě disku (viz obrázek 36). Bodovou EDX analýzou potom byl potvrzen zvýšený obsah uhlíku v porovnání s matricí i v menších oválných tmavých částicích – potvrzení perovskitické fáze.



Obr. 34 – Struktura materiálu 1143 as received + 1150/1 po krátkodobém žíhání
HV 15kV, BSE detektor
šedá – matrice, černá – perovskit, bílá – ZrC



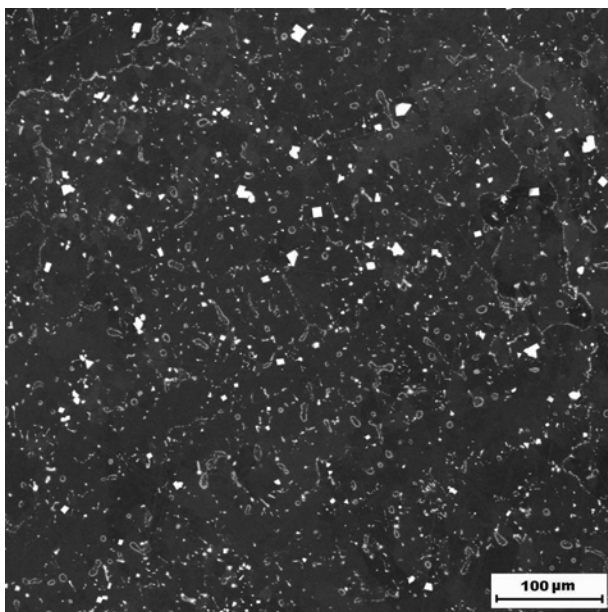
Obr. 35 – Detail struktury materiálu 1143 as received + 1150/1; na snímku jsou vidět tyčinky i kubické destičky ZrC (bílé), dlouhé perovskitické jehlice i menší oválné oblasti perovskitu (zvýrazněné červenými kroužky)
HV 15kV, BSE detektor



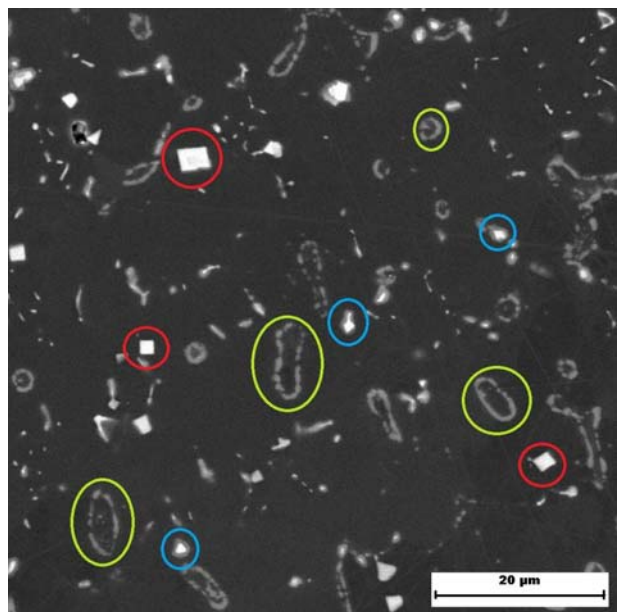
Obr. 36 – Liniová energiově disperzní analýza perovskitické částice v materiálu 1143 as received + 1150/1

4.1.4. 1144 as received a 1144 as cast

Slitina 1144 byla legována 2,11 at. % Zr a 1,58 at. % C (vzájemný poměr koncentrací $Zr/C= 1,34$). Struktura slitiny ve stavu *as received* je ukázána na obrázcích 37 a 38. V materiálu bylo pozorováno několik typů fází (např. ZrC nebo Lavesova fáze $\lambda_1 (Fe,Al)_2Zr$), které byly identifikovány pomocí XRD a rovněž pomocí EDX analýzy.

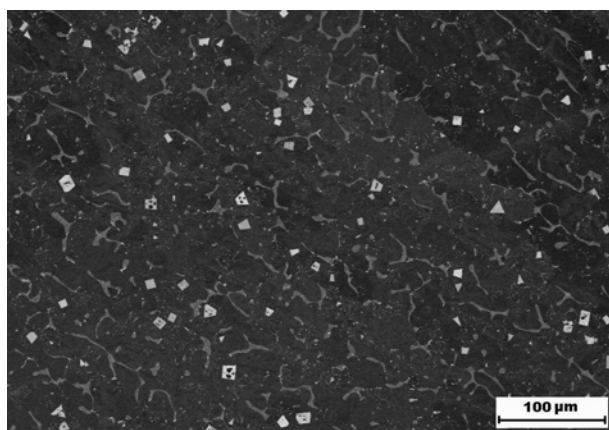


Obr. 37 – Struktura materiálu 1144 as received
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze, bílá – ZrC



Obr. 38 – Detail struktury materiálu 1144 as received
HV 20kV, BSE detektor
červeně – ZrC
zeleně – Lavesova fáze $(Fe,Al)_2Zr$
modře – Lavesova fáze s jádrem ZrC

Výrazné bílé kubické destičky, zvýrazněné na obrázku 38 červenými kroužky, byly identifikovány jako ZrC (s rozměry cca 2 – 4 μm). Díky přebytku zirkonia ($\text{Zr/C} = 1,34$) však vysoký objemový podíl tvořily fáze bez uhlíku – např. Lavesova fáze $(\text{Fe,Al})_2\text{Zr}$, která se v materiálu ve stavu *as received* vyskytovala ve formě drobných světle šedých precipitátů, jež se spojovaly do „řetízků“ (viz zeleně zvýrazněné částice na obrázku 38) – šířka řetízků činila 0,5 μm , průměr řetízků se pohyboval od 3 do 10 μm . Oproti tomu ve stavu *as cast* tvořila Lavesova fáze drobné eutektické oblasti, jak je patrné z obrázku 39, na němž je zachycena struktura slitiny v litém stavu. Ve struktuře materiálu byly dále pozorovány částice šedé Lavesovy fáze, jejichž jádro bylo tvořeno bílým ZrC (viz modře zvýrazněné částice na obrázku 38) – rozměry precipitátů činily 1 – 2 μm . Rozložení všech typů částic v ploše je rovnoměrné, jak lze vidět na obrázcích 37 a 39, vzdálenosti mezi jednotlivými precipitáty se však pohybují v závislosti na lokalitě od jednotek až do cca 10 μm . Vyjma formy přítomnosti Lavesovy fáze (eutektikum x „řetízky“) nebyly mezi stavy *as received* a *as cast* pozorovány žádné odlišnosti. Frakční objem ZrC činil 2,3%, frakční objem Lavesovy fáze 4,2%.



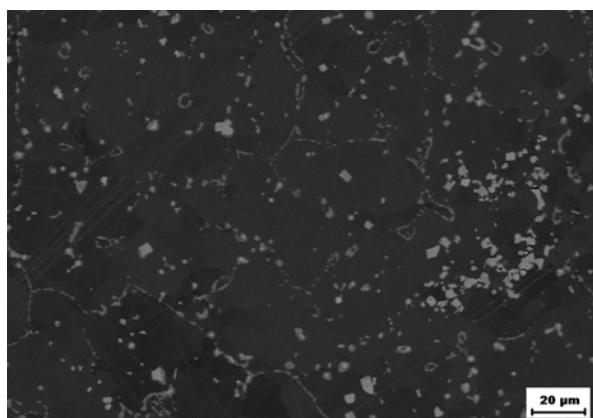
Obr. 39 – Struktura materiálu 1144 *as cast*
HV 15kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze, bílá – ZrC

4.1.5. 1144 *as received* + 1000/200

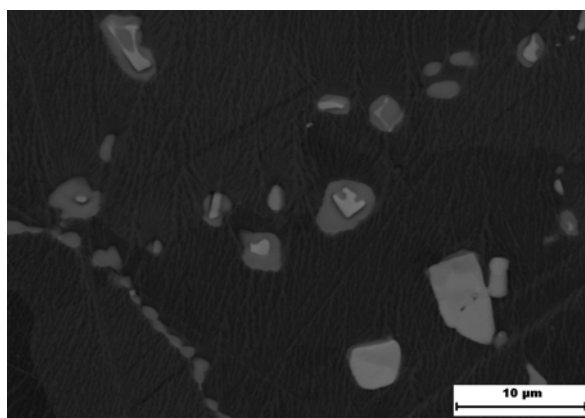
Obrázky 40 a 41 ukazují strukturu materiálu 1144 *as received* + 1000/200 dlouhodobě žíhaného při 1000°C. Z obrázku 40 je dobře vidět, že po žíhání 1000°C/200h se zvýšil počet kubických destiček ZrC a jejich rozložení je po provedeném tepelném zpracování značně nerovnoměrné. Dochází ke shlukování částic ZrC. Objem šedé Lavesovy fáze $(\text{Fe,Al})_2\text{Zr}$ se naopak snížil a „řetízkovité“ uspořádání, které bylo pozorováno ve stavu *as received*, se rozpadlo na jednotlivé drobné oválné částice, příp. v některých místech docházelo ke spojování precipitátů

do „linek“. Částice Lavesovy fáze s jádrem ZrC byly pozorovány i po dlouhodobém žhání, jak dokumentuje detail struktury materiálu *1144 as received + 1000/200* na obrázku 41.

Bodová a liniová EDX analýza potvrdila, že se chemické složení analyzovaných precipitátů neliší od stavu *as received*.



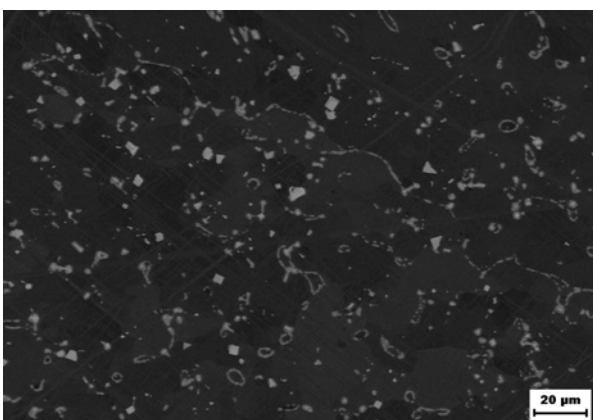
*Obr. 40 – Struktura materiálu 1144 as received + 1000/200 po dlouhodobém žhání
HV 15kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světlejší šedá – Lavesova fáze, bílošedá – ZrC*



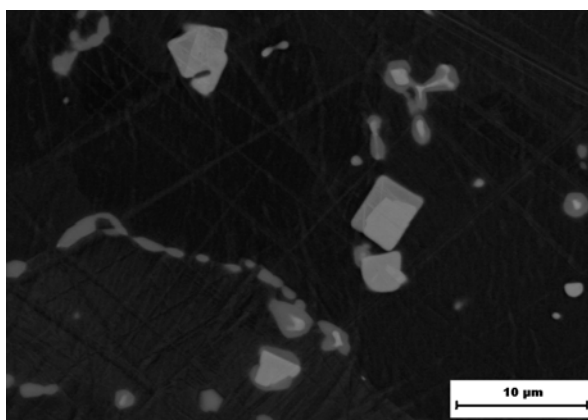
*Obr. 41 – Detail struktury materiálu 1144 as received + 1000/200 s dobře patrnými částicemi Lavesovy fáze s jádry ZrC
HV 15kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světlejší šedá – Lavesova fáze, bílošedá – ZrC*

4.1.6. 1144 as received + 1150/1

Vzorek *1144 as received + 1150/1* byl vyžhán při 1150°C po dobu 1 hodiny. Struktura krátkodobě žhaného materiálu je ukázána na obrázcích 42 a 43. Během tepelného zpracování



*Obr. 42 – Struktura materiálu 1144 as received + 1150/1 po krátkodobém žhání
HV 15kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světlejší šedá – Lavesova fáze, bílošedá – ZrC*



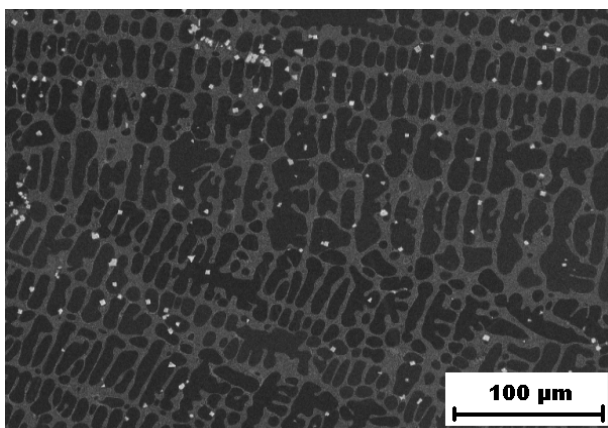
*Obr. 43 – Detail struktury materiálu 1144 as received + 1150/1
HV 15kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světlejší šedá – Lavesova fáze, bílošedá – ZrC*

nedocházelo k žádným výrazným změnám v rozložení částic oproti stavu as received. Podíl ZrC zůstal neměnný a karbidické destičky se neshlukovaly. Rovněž „řetízky“ Lavesovy fáze nevykazovaly žádné rozdíly v rozložení či četnosti ve srovnání se stavem as received. Z obrázku 43 je vidět, že rovněž přítomnost částic Lavesovy fáze (Fe,Al)₂Zr s jádry tvořenými ZrC, byla zachována.

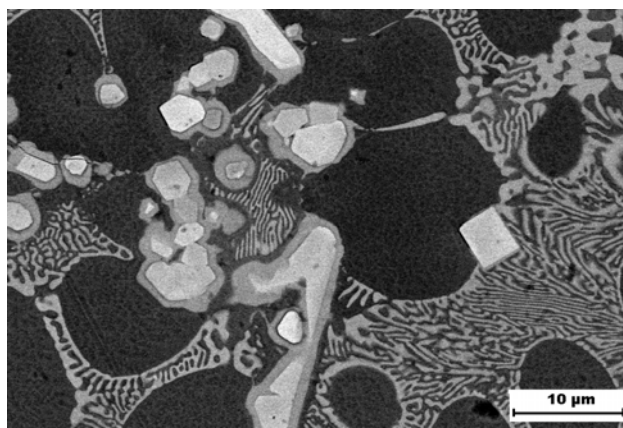
Ani v chemickém složení, které bylo ověřováno pomocí EDX analýzy, nebyly zaznamenány žádné výrazné změny.

4.1.7. 1181 as cast

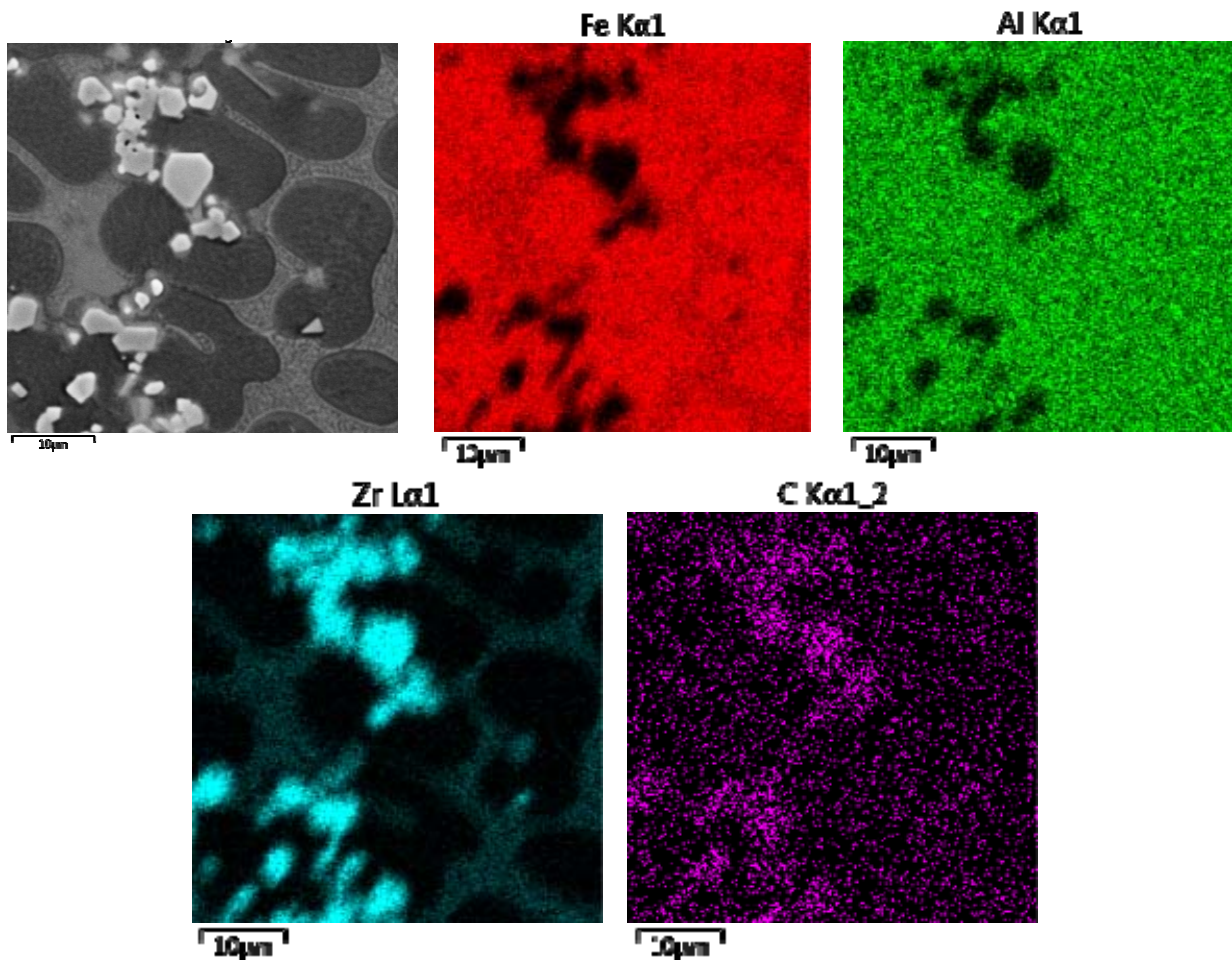
Materiál *1181 as cast* byl legován 4,9 at. % Zr a 1,4 at. % C (oproti materiálům 1143 a 1144 byl obsah přidaného zirkonia podstatně vyšší; poměr koncentrací Zr/C činil 3,5). Struktura materiálu je zachycena na obrázcích 44 a 45. Je tvořena základní maticí Fe – Al, v níž je přítomna eutektická směs α (Fe,Al) + Lavesova fáze. Ze snímku 45 je patrné, že kromě eutektika jsou v matici přítomny také jednotlivé nekoherentní precipitáty. Pomocí EDX analýzy byly tyto částice identifikovány jako ZrC, které jsou obklopené tenkou obálkou Lavesovy fáze. Je tedy zřejmé, že precipitáty ZrC plnily funkci nukleačních zárodků pro Lavesovu fázi. Tyto jednotlivé nekoherentní krystaly jsou v matici rozloženy nepravidelně (ve shlucích) a rychle hrubnou. Nelze tedy předpokládat, že by se výraznějším způsobem podílely na zpevňování slitiny při vysokých teplotách. Frakční podíl precipitátů ZrC činil 1,2%, frakční objem eutektika, tvořeného směsí α Fe + Lavesova fáze, 41,7%. Celkový frakční podíl Lavesovy fáze byl 20,5%.



Obr. 44 – Struktura materiálu 1181 as cast
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světlejší šedá – Lavesova fáze, bílošedá – ZrC



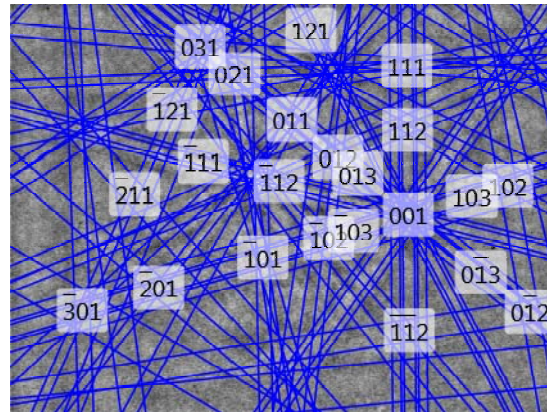
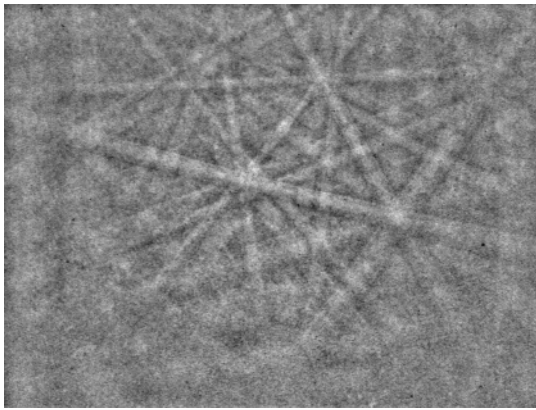
Obr. 45 – Detail struktury materiálu 1181 as cast
HV 10kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světlejší šedá – Lavesova fáze, bílošedá – ZrC



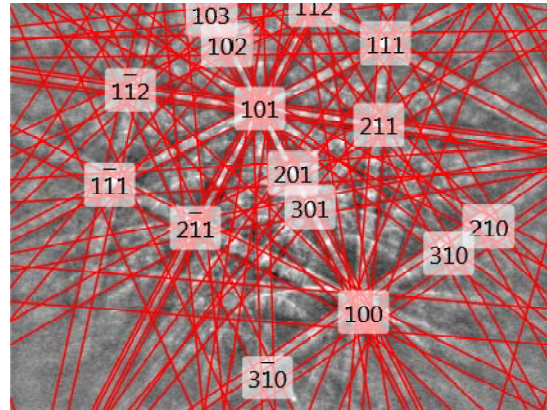
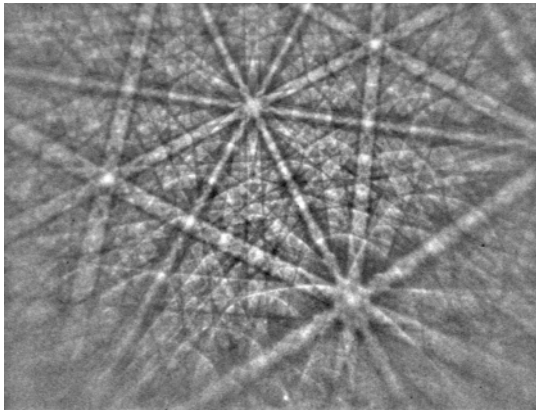
Obr. 46 – Plošná energiově disperzní analýza materiálu 1181 as cast

Výsledky plošné energiově – disperzní analýzy (viz obrázek 46) ukazují rozložení jednotlivých typů částic v matici. Z porovnání snímků pro zirkonium (tyrkysová barva) a uhlík (fialová barva) je patrné, že výrazně světlejší oblasti na Zr – snímku jsou tvořeny ZrC, zatímco méně syté oblasti reprezentují eutektikum α (Fe,Al) + Lavesova fáze.

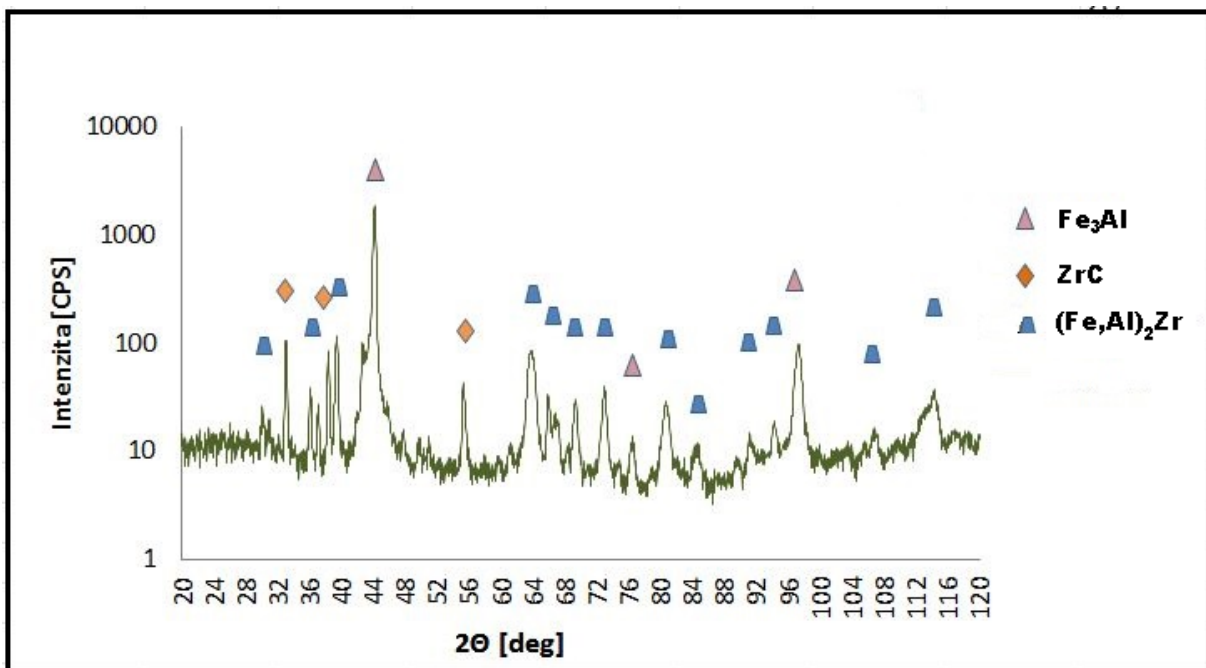
Pro potvrzení výsledků EDX analýz byla na materiálu 1181 as cast provedena rovněž EBSD analýza a RTG difrakce. Na obrázcích 47 a 48 jsou zachyceny Kikuchiho linie pro jednotlivé fáze. Přítomnost precipitátů ZrC a Lavesovy fáze následně ještě potvrdila rentgenová difrakce. Difraktogram slitiny 1181 as cast je ukázán na obrázku 49.



Obr. 47 – Kikuchiho linie Lavesovy fáze $(Fe,Al)_2Zr$



Obr. 48 – Kikuchiho linie karbidu ZrC



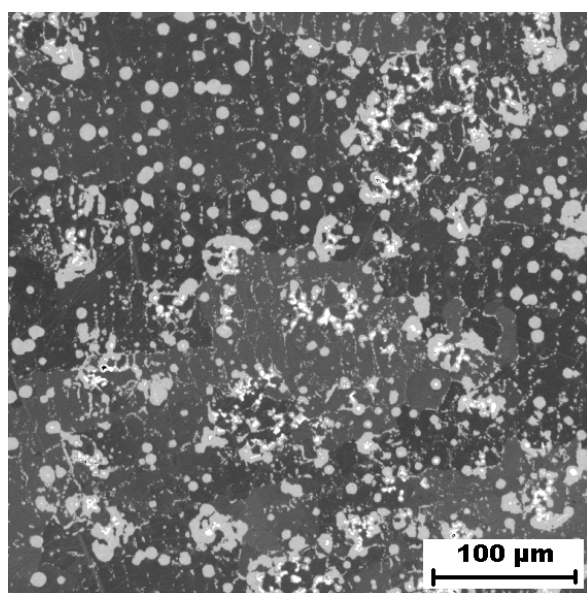
Obr. 49 – Difraktogram slitiny 1181 as cast

4.1.8. 1181 as cast po žihání 1000/50 a 1200/24

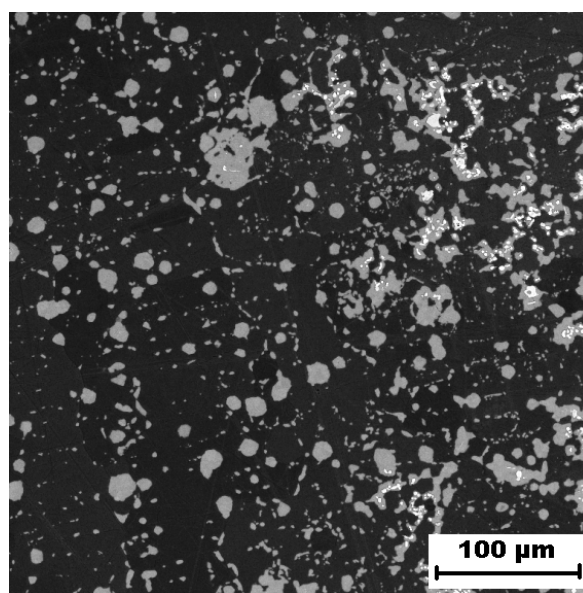
Materiál 1181 byl tepelně zpracován za dvojích podmínek. Žihání bylo provedeno při 1000°C po dobu 50 hodin a při 1200°C po dobu 24 hodin. Struktury po obou druhích tepelného zpracování jsou zachyceny na obrázcích 50 (žihání při 1000°C po dobu 50 hodin) a 51 (žihání při 1200°C po dobu 24 hodin). Vzhledově jsou si velmi podobné, v obou případech došlo k úplnému rozpuštění eutektických oblastí a vyprecipitování hrubých nekoherentních částic Lavesovy fáze. Tyto precipitáty při zvýšené teplotě rychle hrubly. Obdobně jako v litém stavu, i po žiháních 1000°C/50h a 1200°C/24h se v matici vyskytovaly karbidy ZrC, které působily jako nukleační zárodky pro Lavesovu fázi.

Při 1200°C došlo k rozpuštění zbytků šedých „řetízků“ Lavesovy fáze a k výraznější koagulaci existujících precipitátů. Žádné další výrazné rozdíly ve struktuře nebo chemickém složení přítomných fází nebyly pozorovány.

EDX analýza potvrdila, že šedé precipitáty v matici jsou Lavesovou fází a bílé zárodky uvnitř Lavesovy fáze že jsou ZrC.



Obr. 50 – Struktura materiálu 1181 as cast po žihání při 1000°C po dobu 50 hodin
HV 20kV, BSE detektor
šedá – matrice, světlejší šedá – Lavesova fáze,
bílá – ZrC

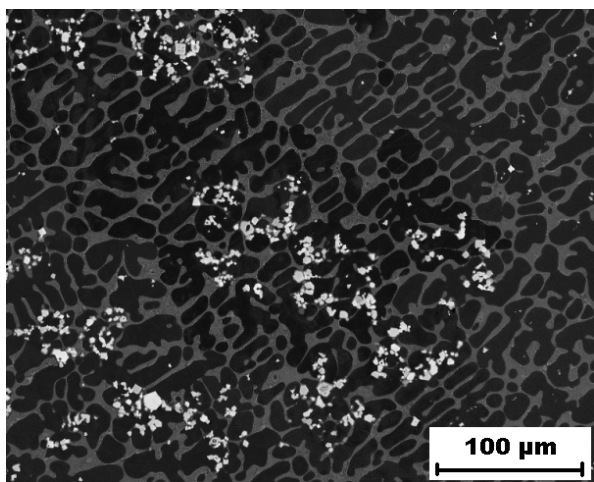


Obr. 51 – Struktura materiálu 1181 as cast po žihání při 1200°C po dobu 24 hodin
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světlejší šedá – Lavesova fáze, bílá – ZrC

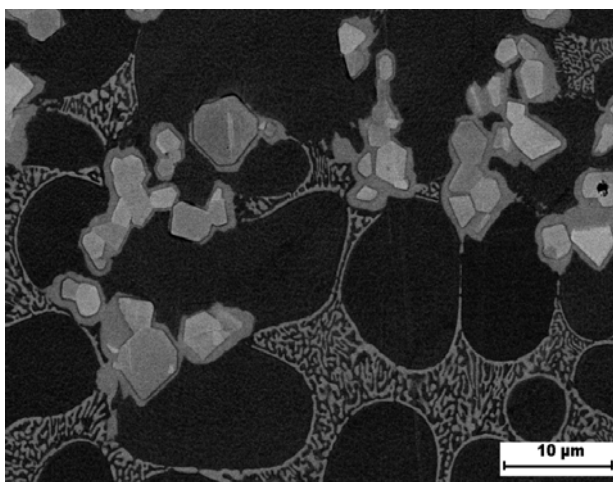
4.1.9. 1182 as cast

Materiál *1182 as cast* obsahoval obdobně jako slitina *1181* vyšší množství zirkonia (4,8 at. %) a téměř dvojnásobný obsah uhlíku (2,1 at. %). Vzájemný poměr koncentrací Zr/C činil 2,29. Struktura slitiny *1182 as cast* byla velmi podobná struktuře materiálu *1181 as cast*. Lišila se především ve větším množství přítomných destiček karbidů ZrC, což bylo zapříčiněno vyšším obsahem uhlíku. ZrC opět byly ve struktuře distribuovány nepravidelně ve shlucích a byly obklopeny obálkou Lavesovy fáze. Zbylá Lavesova fáze se v matici vyskytovala ve formě lamelárního eutektika, tvořeného α (Fe,Al) + Lavesovou fází. Struktura materiálu *1182 as cast* je zachycena na snímcích 52 a 53. Frakční podíl precipitátů ZrC činil 3,9% (oproti 1,2% u materiálu *1181 as cast*), což je zapříčiněno vyšším obsahem uhlíku ve slitině. Frakční podíl eutektika (α Fe + Lavesova fáze) činil 34,9% (v případě slitiny *1181 as cast* 41,7%). Celkový frakční podíl Lavesovy fáze byl 13,3%. Ke snížení podílu Lavesovy fáze došlo opět v důsledku vyššího obsahu uhlíku ve slitině, který na sebe navázal větší množství zirkonia.

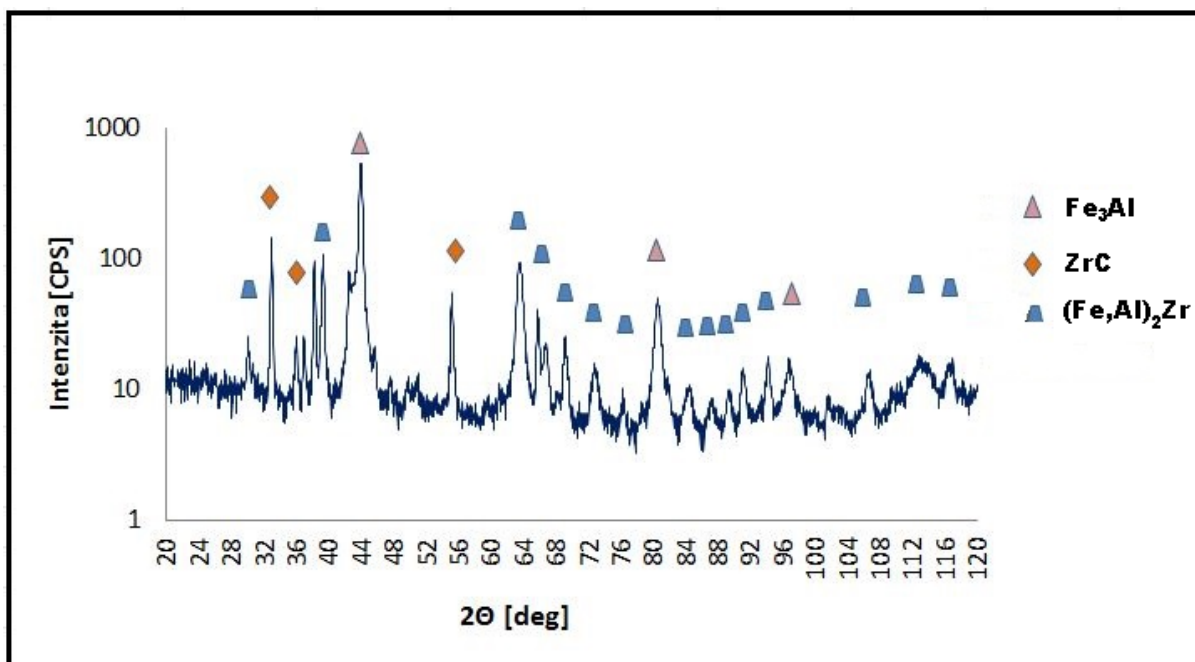
Chemické složení precipitátů bylo ověřováno bodovou a plošnou energiově – disperzní analýzou. Naměřené výsledky potvrdily přítomnost ZrC i Lavesovy fáze obdobně jako v případě slitiny *1181 as cast*. Složení fází bylo dále znovu potvrzeno rentgenovou difrakcí. Difraktogram slitiny *1182 as cast* je zachycen na obrázku 54.



Obr. 52 – Struktura materiálu *1182 as cast*
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světlejší šedá – Lavesova fáze, bílá – ZrC



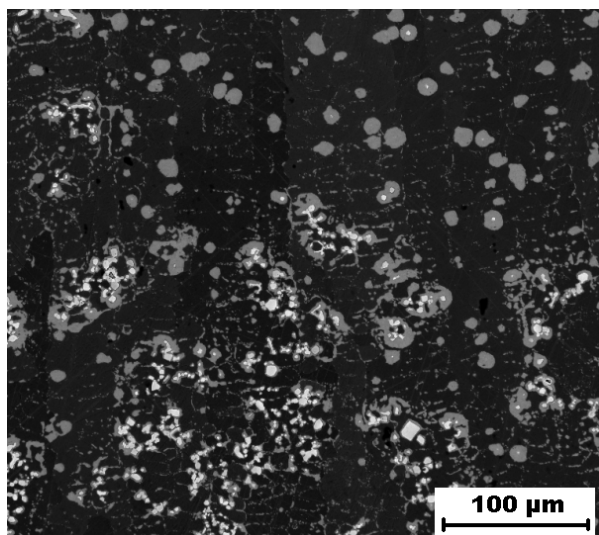
Obr. 53 – Detail struktury materiálu *1182 as cast*
HV 10kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světlejší šedá – Lavesova fáze, bílošedá – ZrC



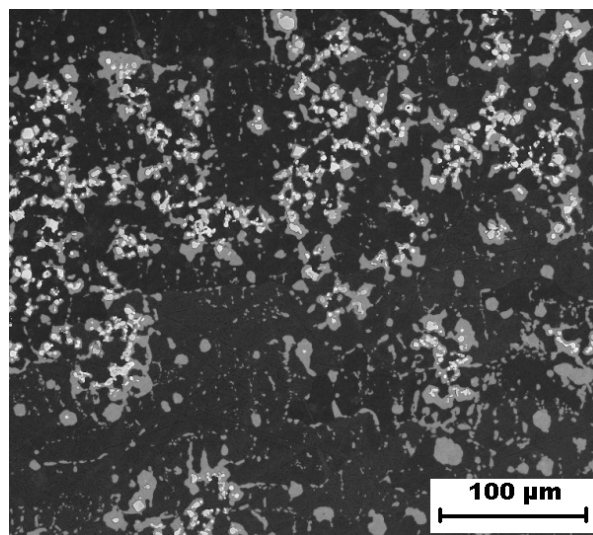
Obr. 54 – Difraktogram slitiny 1182 as cast

4.1.10. 1182 as cast po žihání 1000/50 a 1200/24

Obdobně jako v předchozím případě byl materiál 1182 žihán při 1000°C po dobu 50 hodin a při 1200°C po dobu 24 hodin. Struktura slitiny po obou druhích tepelného zpracování je zachycena na obrázcích 55 a 56. Během žihání došlo k rozpuštění eutektických oblastí



Obr. 55 – Struktura materiálu 1182 as cast po žihání při 1000°C po dobu 50 hodin
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světlejší šedá – Lavesova fáze, bílá – ZrC



Obr. 56 – Struktura materiálu 1182 as cast po žihání při 1200°C po dobu 24 hodin
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světlejší šedá – Lavesova fáze, bílá – ZrC

a začaly se tvořit hrubé precipitáty Lavesovy fáze. Jejich distribuce byla velmi nerovnoměrná, vyskytovaly se ve shlucích. Přítomné ZrC působily jako nukleační zárodky pro růst nových precipitátů Lavesovy fáze. Částice Lavesovy fáze v průběhu žíhání rychle hrubly, a nelze tedy očekávat, že by se významnějším způsobem podílely na zpevňování slitiny za vyšších teplot.

V chemickém složení fází nebyly pozorovány žádné změny v porovnání s litým stavem.

4.2. Struktura slitin s přidavkem niobu

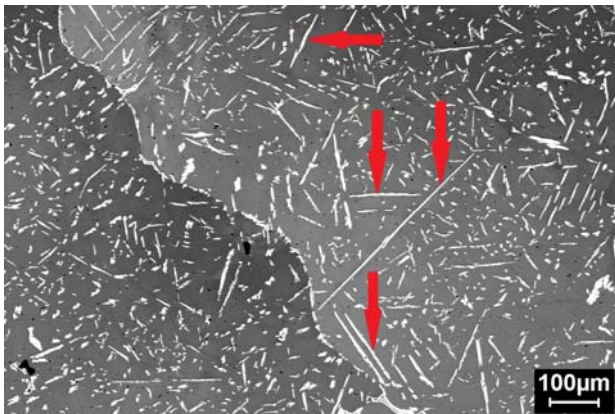
Materiály byly legovány Nb, případně Nb a C. Do slitiny označené jako 2150 byl přidáván vyšší obsah niobu (4,8 at. %), slitina 2130 byla legována nižším obsahem niobu (2,7 at. %). Materiál 2151 byl legován 4,9 at. % Nb a 1,4 at. % C. Volba přidavku uhlíku vycházela ze stejných motivů jako u slitin s přísadou Zr a C. Pro vzájemnou porovnatelnost výsledků byl volen stejný obsah legur jako v případě slitiny 1181 (pouze zirkonium bylo nahrazeno niobem). Jednotlivé vzorky se od sebe odlišují tepelným zpracováním, daným tabulkou 4.

4.2.1. 2130 as cast

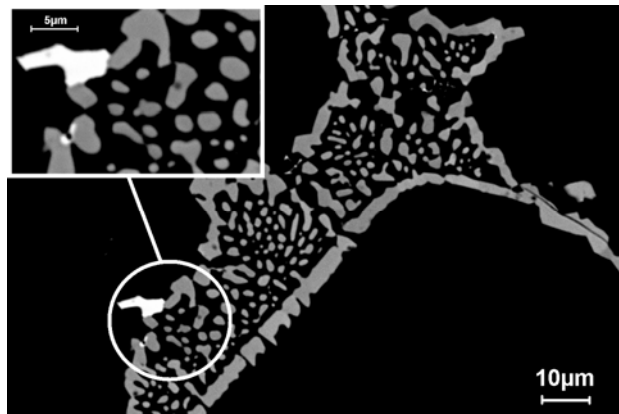
Slitina 2130 byla legována 2,7 at.% Nb. Vzorek označený 2130 as cast se nacházel ve stavu po odlití. Struktura materiálu, zachycená prostřednictvím rastrovacího elektronového mikroskopu, je ukázána na obrázcích 57 a 58.

Zrna matrice měla nepravidelný tvar s rozměry v řádech stovek mikrometrů, jak je vidět z obrázku 57. Ve struktuře materiálu byly velmi hustě a velmi homogenně distribuovány částice precipitátů. Precipitáty se nacházely jak v ploše zrn, tak na jejich hranicích, což dokumentuje obrázek 57. Jelikož jsou částice přítomné ve velkém objemu na hranicích zrn i uvnitř zrn a jelikož je jejich rozložení homogenní, lze očekávat dobrou creepovou odolnost materiálu.

Ve struktuře materiálu 2130 as cast však bylo rovněž přítomno velké množství drobných pórů a nezanedbatelný počet částic tvaru extrémně dlouhých jehlic (s délkou v řádech stovek mikrometrů až jednotek milimetrů). Některé z těchto jehlic jsou označeny na obrázku 57 červenými šipkami. Jehlice byly pomocí EDX analýzy identifikovány jako Lavesova fáze $(\text{Fe,Al})_2\text{Nb}$. Lavesova fáze je fází velmi křehkou, a je tedy možné, že tyto extrémně dlouhé jehlice by se mohly stát iniciačními místy trhlin. Přítomné póry a nehomogenní tvar precipitátů



Obr. 57 – Struktura materiálu 2130 as cast
HV 15kV, BSE detektor
světle šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze



Obr. 58 – Detail zbytků eutektických oblastí
v materiálu 2130 as cast
HV 15kV, BSE detektor
černá – matrice, šedá – Lavesova fáze, bílá –
NbC

Výřez – detail částice NbC mezi částicemi
Lavesovy fáze
HV 15kV, BSE detektor

Tab. 7 – Chemické složení precipitátů materiálu 2130 as cast zjištěné bodovou energiově
disperzní analýzou

| fáze | | Fe | Al | Nb | C |
|---|-------|---------|------------|------------|------------|
| průměrné chemické složení Lavesovy fáze | at. % | balance | 19,6 ± 0,4 | 27,7 ± 0,1 | - |
| průměrné chemické složení částic NbC | at. % | balance | 0,4 ± 0,2 | 39,0 ± 0,4 | 58,0 ± 0,3 |
| průměrné chemické složení matrice | at. % | balance | 25,9 ± 0,2 | 1,5 ± 0,2 | - |

tů, pohybující se od dlouhých tenkých jehlic až po drobné oválné či zcela kruhové částice, mohou zhoršovat mechanické vlastnosti slitiny.

Na několika místech vzorku 2130 as cast byly pozorovány zbytky eutektických oblastí (viz detail na obrázku 58), které měly stejnou strukturu jako eutektické oblasti v materiálu 2150.

Z výsledků EDX analýzy vyplynulo, že převážná většina precipitátů má chemické složení odpovídající Lavesově fázi $(Fe,Al)_2Nb$. Při zkoumání struktury pomocí zpětně odražených elektronů (BSE) však byl pozorován výskyt ojedinělých částic odlišného typu od převažující většiny precipitátů. Jedna z těchto částic je zobrazena v detailu na obrázku 58.

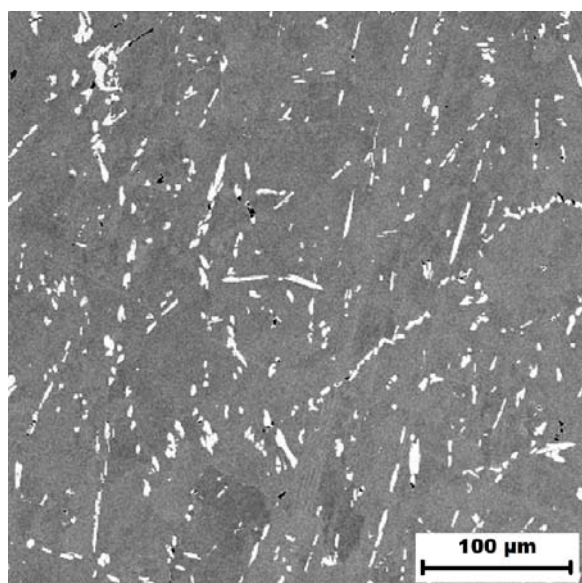
Prostřednictvím EDX analýzy byly tyto precipitáty identifikovány jako NbC. Kompletní výsledky analýzy jsou shrnuty v tabulce 7.

4.2.2. 2130 as received

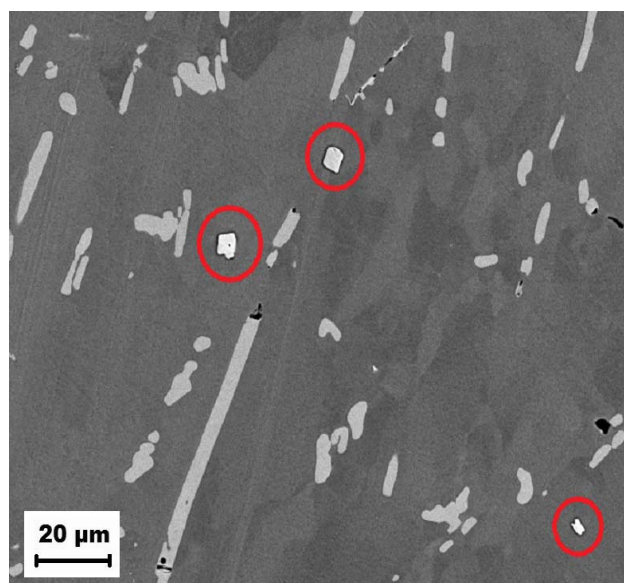
Vzorek *2130 as received* byl válcován při teplotě 1200°C na konečnou tloušťku 14 mm. Struktura materiálu je zachycena na obrázcích 59 a 60.

Jak je patrné z obrázku 59, po válcování došlo k částečnému uspořádání precipitátů do řádků ve směru válcování a dlouhé jehlice Lavesovy fáze se během termo – mechanického zpracování rozpadly na drobnější částice. Rozložení precipitátů bylo obdobně jako ve stavu *as cast* homogenní.

EDX analýza potvrdila, že u vzorku *2130 as received* nedošlo k žádným změnám v chemickém složení matrice ani precipitátů v porovnání se stavem *as cast*. Převážná většina částic byla identifikována jako Lavesova fáze $(Fe,Al)_2Nb$, ojediněle se ve struktuře vyskytovaly také precipitáty NbC, které jsou zvýrazněny na obrázku 60.



Obr. 59 – Struktura materiálu 2130 as received
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze



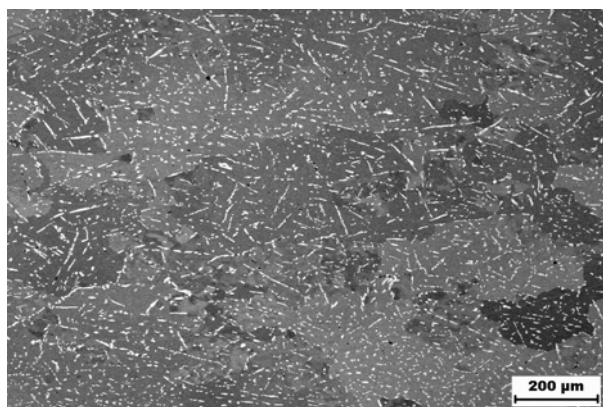
Obr. 60 – Detail struktury materiálu 2130 as received se zvýrazněnými NbC (červené kroužky), tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze
HV 20kV, BSE detektor

4.2.3. 2130 as received + 1000/50

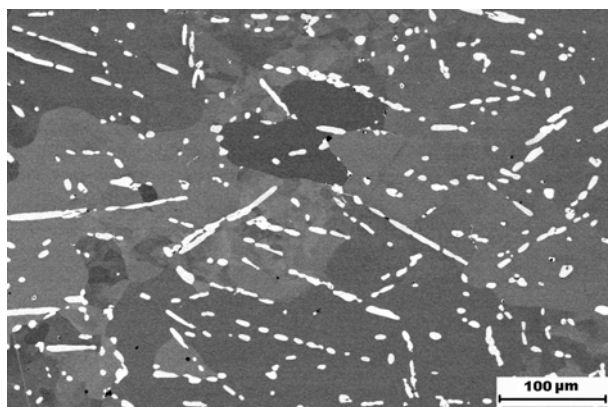
Vzorek *2130 as received + 1000/50* byl válcován při teplotě 1200°C na konečnou tloušťku 11 mm a následně žhán při 1000°C po dobu 50 hodin. Struktura materiálu je zachycena na obrázcích 61 a 62. Ze snímku 61 je dobře patrné, že v porovnání se stavem pouze žíhaným 1000/50 (viz obrázky 63 a 64) došlo u válcovaného a následně žíhaného materiálu *2130 as received + 1000/50* ke zjemnění přítomných precipitátů. Extrémně dlouhé jehlice Lavesovy fáze byly částečně rozbity na menší jehlicovité precipitáty. Žádné další výraznější změny nebyly pozorovány.

Částice sekundární fáze nelemovaly hranice zrn, jako tomu bylo v případě slitin litých a pouze žíhaných, ale byly rovnoměrně rozloženy v celé ploše slitiny. Svoji strukturou je materiál *2130 as received + 1000/50* velmi podobný válcovanému stavu *2130 as received*, ale neprojevuje se u něj tak výrazně směrová orientace precipitátů daná termo – mechanickým zpracováním. Díky použití AsB detektoru je opět patrné různé stínování jednotlivých zrn (viz snímek 61 i 62), které indikuje rozdílné zbytkové vnitřní pnutí a orientaci mřížky v různých částech materiálu.

Chemické složení matrice, ověřované EDX analýzou, se nelišilo od stavu *as received* (příp. *as cast*). Obdobně chemické složení precipitátů bylo shodné se stavem *as received*. Převážná většina přítomných částic sekundární fáze byla identifikována jako Lavesova fáze.



Obr. 61 – Struktura materiálu *2130 as received + 1000/50*
HV 10kV, AsB detektor
světle šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze



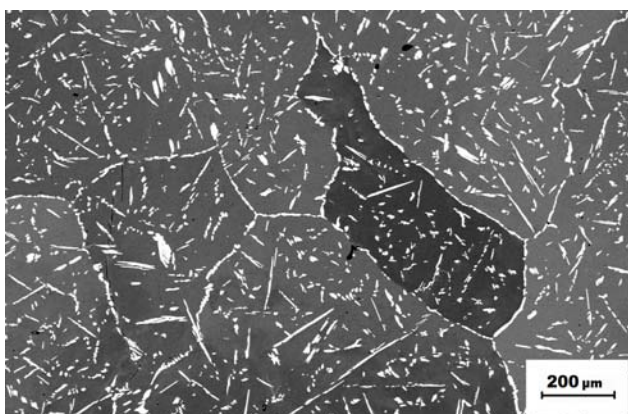
Obr. 62 – Struktura materiálu *2130 as received + 1000/50*
HV 10kV, AsB detektor
světle šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze

4.2.4. 2130 as cast + 1000/50

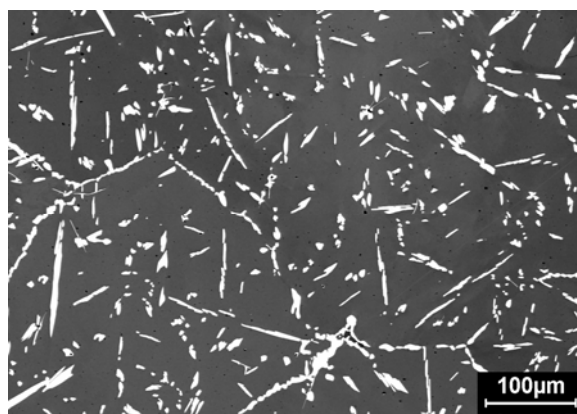
Vzorek *2130 as cast + 1000/50* byl žhán při teplotě 1000°C po dobu 50 hodin. Struktura materiálu po provedeném tepelném zpracování je zobrazena na obrázcích 63 a 64.

Matrice materiálu byla hrubozrnná, ve struktuře se vyskytovaly jak částice tvaru jehlic, tak oválné či kruhové částice (viz obrázek 64). Při větších zvětšeních bylo patrné, že jejich okraje jsou zaoblenější oproti částicím ve slitině ve stavu *as cast*, jejichž okraje byly výrazně členitější a nepravidelnější. Počet extrémně dlouhých jehlic, pozorovaných ve struktuře materiálu *2130 as cast*, se po vyžhání slitiny snížil. Homogenita rozmístění částic ani jejich množství se výrazněji nezměnily, jak lze vidět z obrázků 63 i 64.

EDX analýza ukázala, že naprostá většina částic, pozorovaných ve struktuře materiálu *2130 as cast + 1000/50*, je Lavesovou fází $(\text{Fe,Al})_2\text{Nb}$. Kromě Lavesovy fáze bylo ve struktuře materiálu nalezeno několik částic typu NbC, shodně jako v případě slitiny *2130 as cast*.



Obr. 63 – Struktura materiálu *2130 as cast + 1000/50*
HV 15kV, BSE detektor
světle šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze

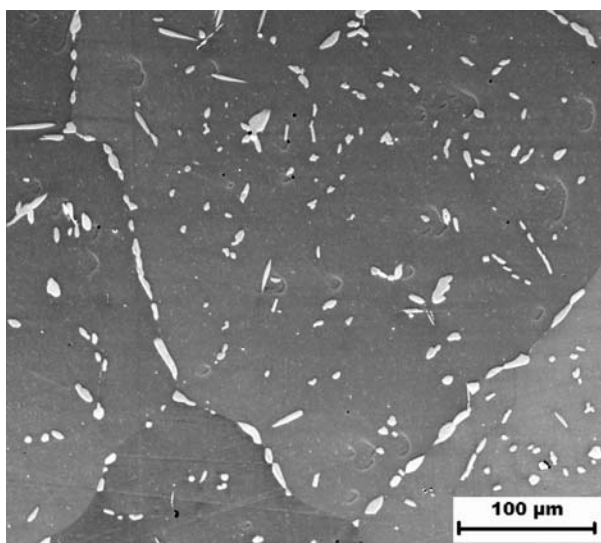


Obr. 64 – Struktura materiálu *2130 as cast + 1000/50*
HV 15kV, BSE detektor
světle šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze

4.2.5. 2130 as cast + 1200/24

Obrázky 65 – 67 zachycují strukturu materiálu *2130 as cast + 1200/24*, žhaného při 1200°C po dobu 24 hodin. Ze snímků je patrné, že po dlouhodobém žhání při 1200°C se četnost precipitátů v ploše zm snížila, jak je možné posoudit z obrázkem 65 (v porovnání s předchozími stavy – viz obrázky 57 a 63, tabulka 8). Homogenní distribuce precipitátů však zůstala zachována.

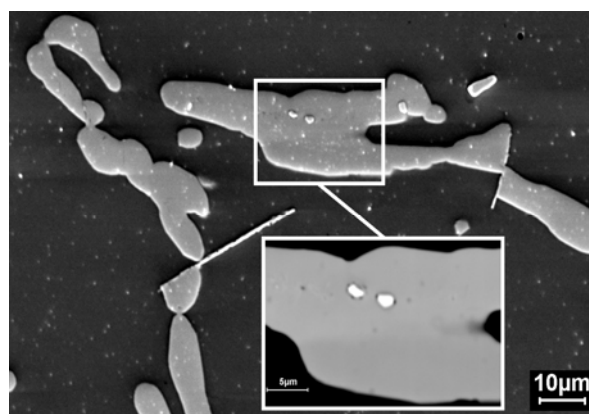
Na obrázku 67 je ukázán detail precipitátů slitiny 2130 as cast + 1200/24. Chemické složení precipitátů bylo studováno pomocí EDX analýzy. Většina z přítomných částic byla identifikována jako Lavesova fáze $(Fe,Al)_2Nb$ s chemickým složením $Fe - (19,7 \pm 0,3)Al - (27,3 \pm 1,0)Nb$. Vedle Lavesovy fáze bylo opět pozorováno ve struktuře materiálu několik precipitátů NbC. Dvě částice NbC jsou zvýrazněny na snímku 66. Na obrázku 67 je zachycen precipitát Lavesovy fáze, uvnitř něhož začaly nukleovat drobné částice NbC (ve výřezu).



Obr. 65 – Struktura materiálu 2130 as cast + 1200/24
HV 15kV, SE detektor
světle šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze



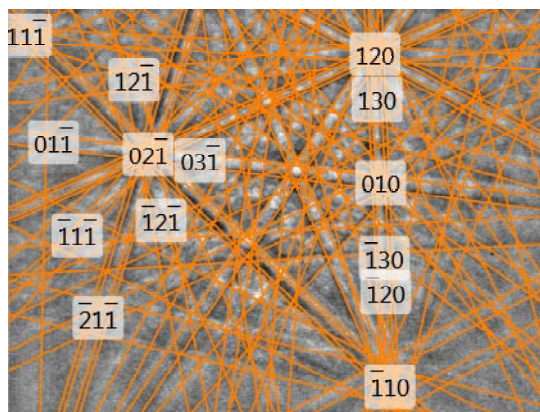
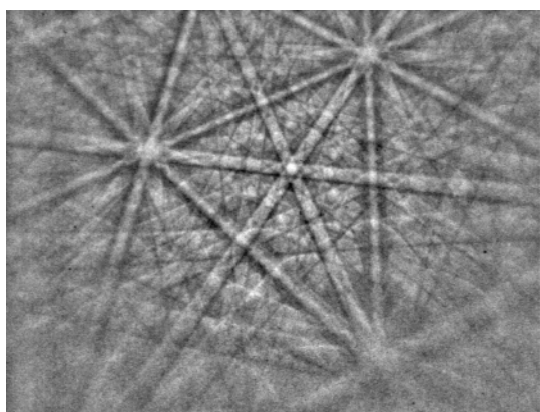
Obr. 66 – Detail precipitátů v materiálu 2130 as cast + 1200/24 (zvýrazněny červenými kroužky částice NbC), černá – matrice, šedá – Lavesova fáze
HV 15kV, BSE detektor



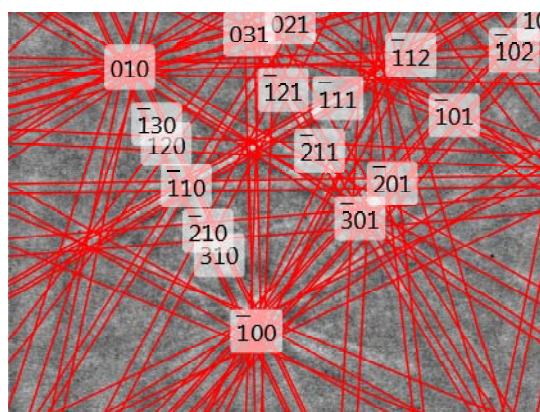
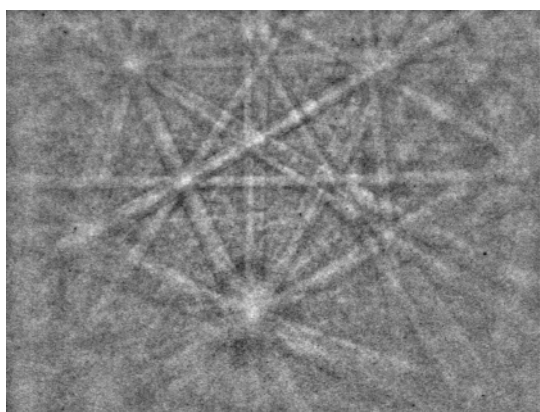
Obr. 67 – Detail precipitátů Lavesovy fáze v materiálu 2130 as cast + 1200/24
HV 15kV, SE detektor
Výřez – detail drobných částic NbC (bílé) na povrchu Lavesovy fáze (světle šedá)
HV 15kV, BSE detektor

4.2.6. EBSD analýza slitiny 2130

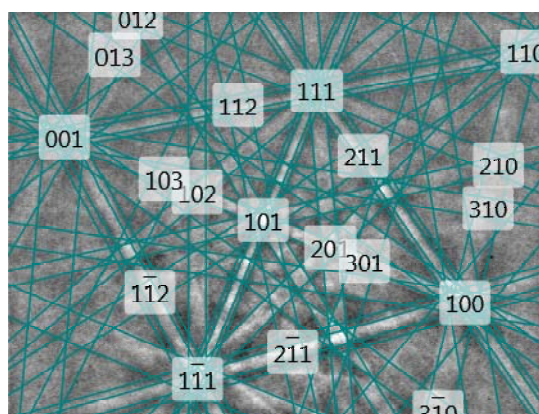
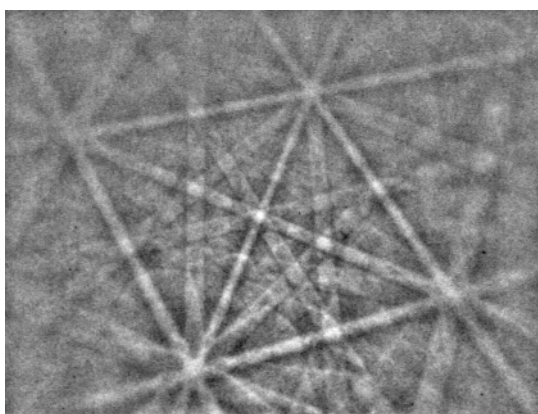
Pro ověření správnosti fázové identifikace pomocí EDX byla na všech stavech materiálu 2130 provedena EBSD analýza. EBSD potvrdilo výsledky EDX analýz a pomohlo určit krystalovou strukturu jednotlivých fází. Precipitáty Lavesovy fáze byly identifikovány jako



Obr. 68 – Kikuchiho linie fáze 1 – (Nb_6C_5)



Obr. 69 – Kikuchiho linie fáze 2 – C14 Lavesova fáze ($(Fe,Al)_2Nb$)



Obr. 70 – Kikuchiho linie matrice Fe_3Al

hexagonální C14 Lavesova fáze $(\text{Fe,Al})_2\text{Nb}$ s mřížkovými parametry $a = b = 0,495$ nm, $c = 0,805$ nm a meziosními úhly $\alpha = \beta = 90^\circ$ a $\gamma = 120^\circ$. Precipitáty karbidů niobu (v textu označené jako NbC) byly pomocí EBSD identifikovány jako trigonální karbidy Nb_6C_5 s mřížkovými parametry $a = b = 0,546$ nm a $c = 1,542$ nm a meziosními úhly $\alpha = \beta = 90^\circ$ a $\gamma = 120^\circ$. Složení matrice bylo ověřeno jako Fe_3Al s kubickou mřížkou (mřížkové parametry $a = b = c = 0,579$ nm a meziosní úhly $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$).

Kikuchiho linie jednotlivých fází jsou ukázány na obrázcích 68 – 70 (uvedené příklady pochází z EBSD fázové identifikace materiálu 2130 as cast + 1200/24).

V tabulce 8 jsou shrnuty frakční objemy precipitátů po jednotlivých tepelných zpracováních. S rostoucí teplotou a časem žíhání dochází ve shodě s diagramem na obrázku 17 k rozpouštění niobu z částic Lavesovy fáze a frakční podíl precipitátů klesá.

Tab. 8 – Frakční podíl precipitátů (Lavesova fáze) v materiálu 2130 po různých tepelných zpracováních

| Stav slitiny | Frakční podíl Lavesovy fáze [%] |
|----------------------------|---------------------------------|
| 2130 as received | 6,5 |
| 2130 as cast | 8,1 |
| 2130 as cast + 1000/50 | 8,0 |
| 2130 as received + 1000/50 | 8,2 |
| 2130 as cast + 1200/24 | 7,1 |

4.2.7. 2150 as cast

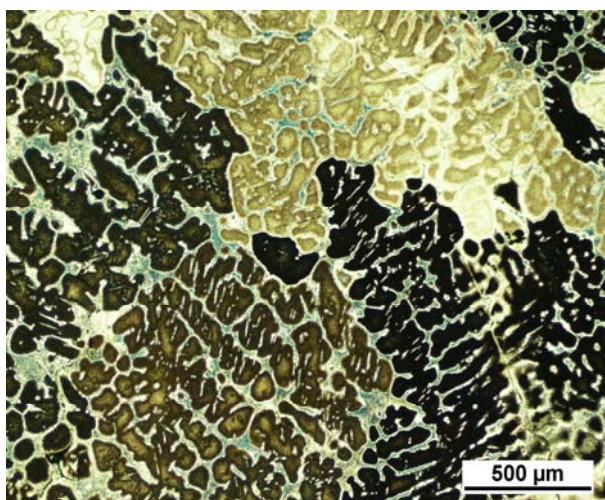
Vzorek označený 2150 as cast (dopovaný 4,8 at.% Nb) se nacházel ve stavu po odlití. Struktura materiálu je zachycena prostřednictvím světelné optické mikroskopie (LOM) na obrázku 71 a prostřednictvím skenovací elektronové mikroskopie (SEM) na obrázcích 72 – 74.

Zrna materiálu měla nepravidelný tvar a jejich rozměry se pohybovaly v řádech stovek mikrometrů (viz obrázek 71).

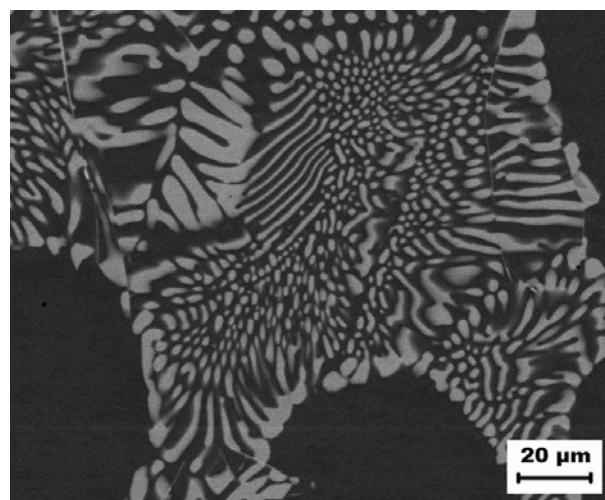
Při vysokém obsahu niobu a bez provedení tepelného zpracování vznikalo ve struktuře materiálu eutektikum, tvořené shluky precipitátů. Jejich tvar byl zpravidla kruhový s průměrem v rozmezí od 4 do 10 mikrometrů. V některých místech však došlo k výraznému jehlicovitému protažení částic, což dokumentuje obrázek 72. V eutektických oblastech byla pozorována rozhraní, dobře patrná na obrázcích 73 a 74, z nichž začínaly růst precipitáty do matrice nezávisle na okolních lokalitách. Jedná se pravděpodobně o hranice zrn.

Orientační kontrola chemického složení materiálu 2150 as cast byla provedena pomocí energiově disperzní analýzy (EDX). Analýza matrice i fází byla ověřována na řadě míst, výsledky naměřeného průměrného chemického složení jsou shrnuty v tabulce 9.

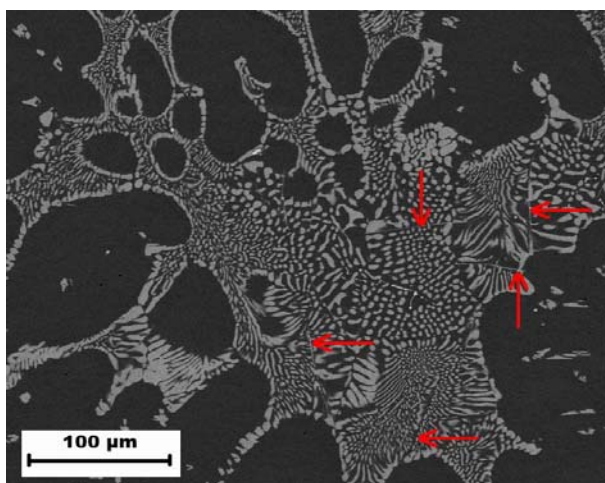
Chemické složení matrice přibližně odpovídá Fe – 27,0Al – 1,9Nb. Ve struktuře materiálu v litém stavu byly pozorovány částice pouze jednoho typu s průměrným obsahem niobu 25 at. % – (Fe, Al)₂Nb Lavesova fáze.



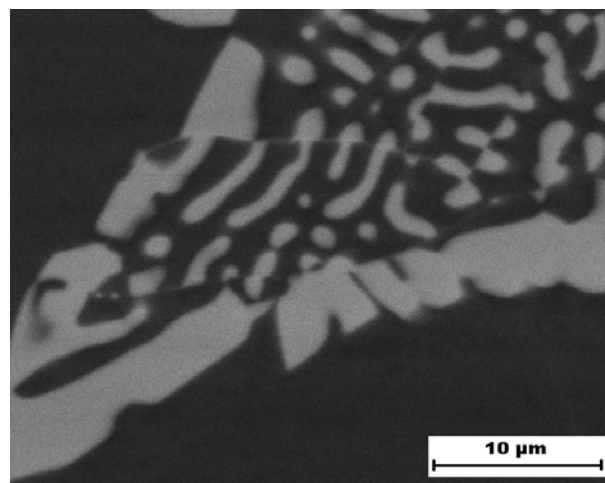
Obr. 71 – Struktura materiálu 2150 as cast
LOM – DIC, Rollason



Obr. 72 – Struktura materiálu 2150 as cast
HV 30kV, BSE detektor
černá – matrice, šedá – Lavesova fáze



Obr. 73 – Eutektikum v materiálu 2150 as cast
červené šipky označují pozorovaná rozhraní
růstu částic – hranice zrn
HV 30kV, BSE detektor
černá – matrice, šedá – Lavesova fáze



Obr. 74 – Detail růstového rozhraní (hranice
zrn) v eutektiku slitiny 2150 as cast
HV 30kV, BSE detektor
černá – matrice, šedá – Lavesova fáze

Tab. 9 – Chemické složení precipitátů a matrice materiálu 2150 as cast zjištěné bodovou energiově disperzní analýzou

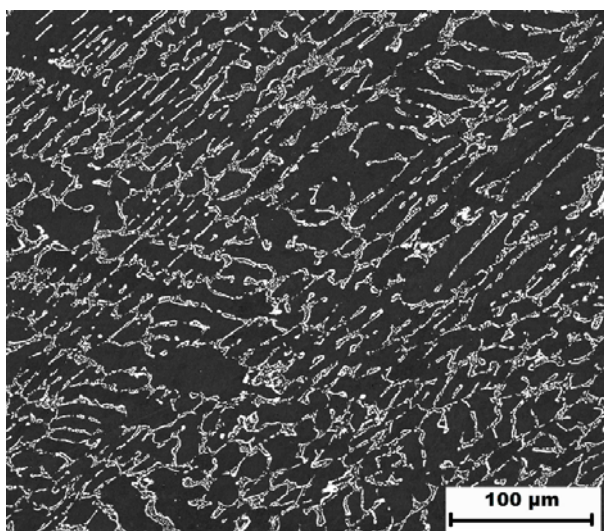
| fáze | | Fe | Al | Nb |
|--|-------|---------|------------|------------|
| průměrné chemické složení matrice | at. % | balance | 27,0 ± 0,1 | 1,9 ± 0,1 |
| průměrné chemické složení částic Lavesovy fáze | at. % | balance | 18,5 ± 1,6 | 25,1 ± 1,1 |

4.2.8. 2150 as received

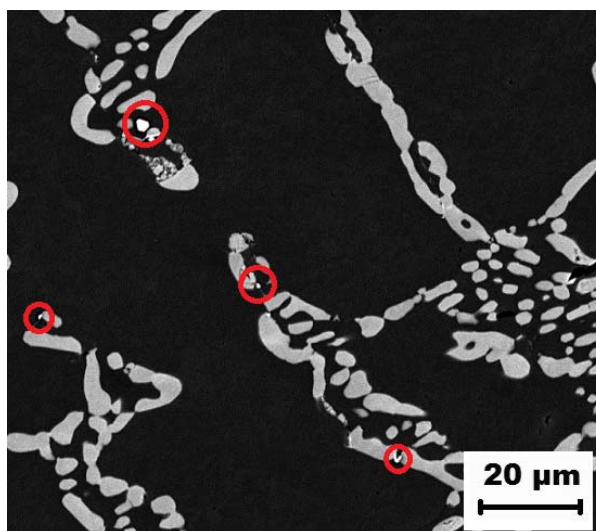
Vzorek 2150 as received byl válcován při teplotě 1200°C na konečnou tloušťku 11 mm. Struktura materiálu po válcování je zachycena na obrázcích 75 a 76.

Ze snímků je patrné, že při válcování došlo k částečnému rozbití eutektických oblastí. Částice jsou v některých místech distribuovány v řádcích a vykazují výraznou válcovací strukturu, jak je patrné z obrázku 75. V jiných oblastech však není orientace ve směru válcování patrná a struktura je analogická ke struktuře slitiny 2150 as cast + 1000/50.

EDX analýza provedená na SEM neukázala žádné výrazné změny v chemickém složení matrice nebo stávajících precipitátů oproti stavu as cast. Byla však zaznamenána přítomnost nového typu drobných částic, které byly identifikovány jako NbC. Tyto částice jsou zvýrazněny na obrázku 76.



Obr. 75 – Struktura materiálu 2150 as received
HV 20kV, BSE detektor
tmavá – matrice, světlá – Lavesova fáze

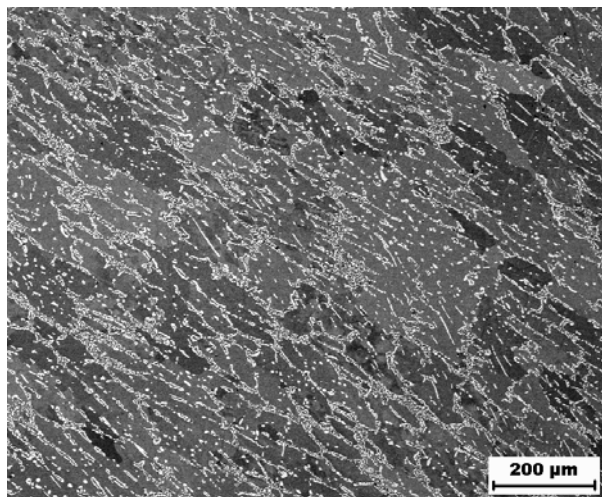


Obr. 76 – Detail struktury materiálu 2150 as received se zvýrazněnými NbC (červené kroužky), tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze
HV 20kV, BSE detektor

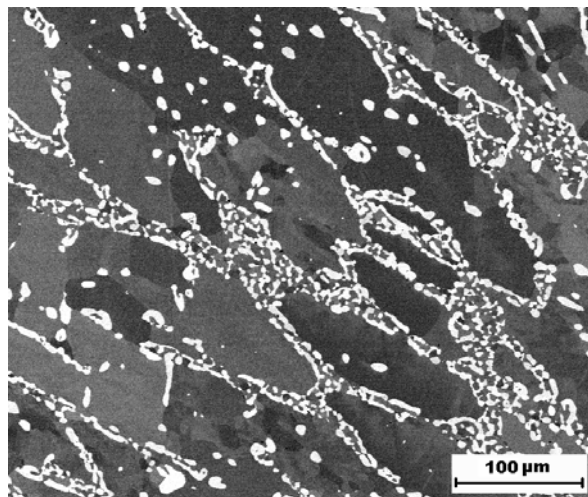
4.2.9. 2150 as received + 1000/50

Vzorek *2150 as received + 1000/50* byl válcován při teplotě 1200°C na konečnou tloušťku 11 mm a následně žhán při 1000°C po dobu 50 hodin. Po válcování získal materiál v oblastech u povrchu vývalku výrazně orientovanou strukturu, jak je patrné z obrázku 77. V těchto lokalitách došlo k částečnému rozbití eutektických oblastí a jejich naorientování ve směru válcování, obdobně jako tomu bylo v případě materiálu *2150 as received*. Během následného žhání při teplotě 1000°C po dobu 50 hodin zbylé precipitáty mírně zhrubly a na okrajích se začaly spojovat (stejně jako v případě žíhané slitiny *2150 as cast + 1000/50*) – viz obrázek 78. Ve středových partiích vývalku nebyla válcovací orientace patrná a struktura slitiny byla velmi podobná struktuře materiálu *2150 as cast + 1000/50*.

Stínování v jednotlivých zrnech, patrné na obrázku 77 i 78, poukazuje na zbytkové vnitřní pnutí, které je v materiálu obsaženo a na snímku mohlo být zachyceno díky použití AsB detektoru. Chemické složení matrice, ověřované EDX analýzou, se nelišilo od stavu *as received* (příp. *as cast*). S výjimkou ojedinělých precipitátů karbidů niobu byly všechny přítomné precipitáty identifikovány jako Lavesova fáze.



Obr. 77 – Struktura materiálu *2150 as received + 1000/50*
HV 10kV, AsB detektor
šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze



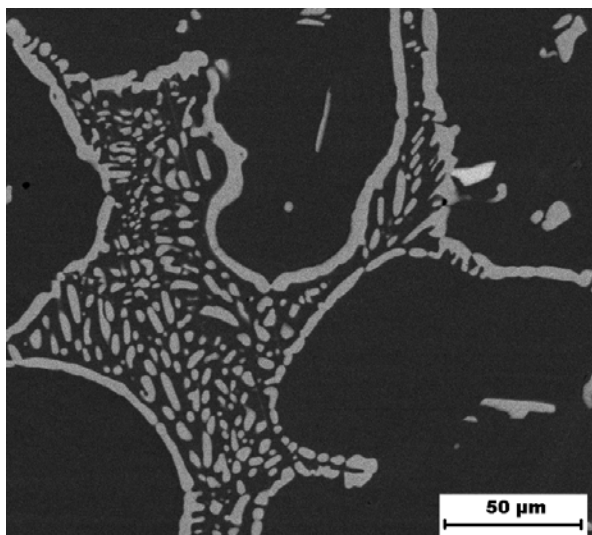
Obr. 78 – Struktura materiálu *2150 as received + 1000/50*
HV 10kV, AsB detektor
šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze

4.2.10. 2150 as cast + 1000/50

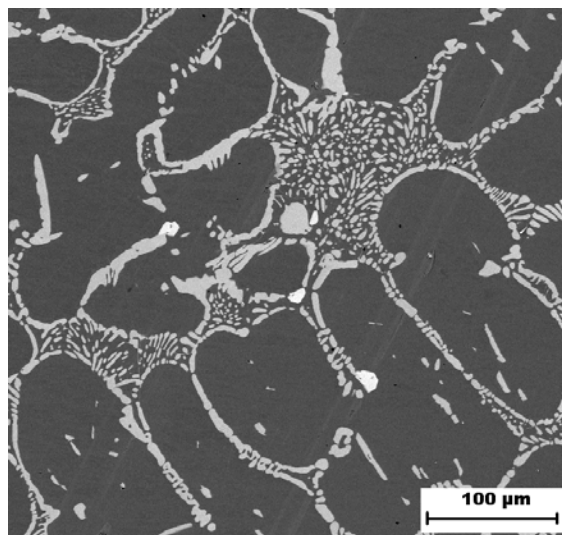
Vzorek 2150 as cast + 1000/50 byl žhán při teplotě 1000°C po dobu 50 hodin. Během dlouhodobého žhání se začaly spojovat částice na okrajích eutektických oblastí, a vytvářely tak ohraničení těchto oblastí, což je patrné z obrázku 79. K žádné další výrazné změně v rozložení částic během žhání nedošlo, jak dokumentuje obrázek 80.

Výsledky EDX analýzy provedené na materiálu 2150 as cast + 1000/50 jsou shrnuty v tabulce 10. Chemické složení matrice se oproti stavu as cast nelišilo. Bylo však zjištěno, že kromě převažující většiny částic s obsahem niobu okolo 25 at. % (v tabulce 10 označené jako částice „1. typu“) začaly v materiálu vznikat částice se zvýšeným obsahem niobu (cca 50 at. %) – viz světlejší částice 1, 2 a 3 (v tabulce 10 označené jako částice „2. typu“) na obrázku 81. Jejich výskyt však byl velmi řídký.

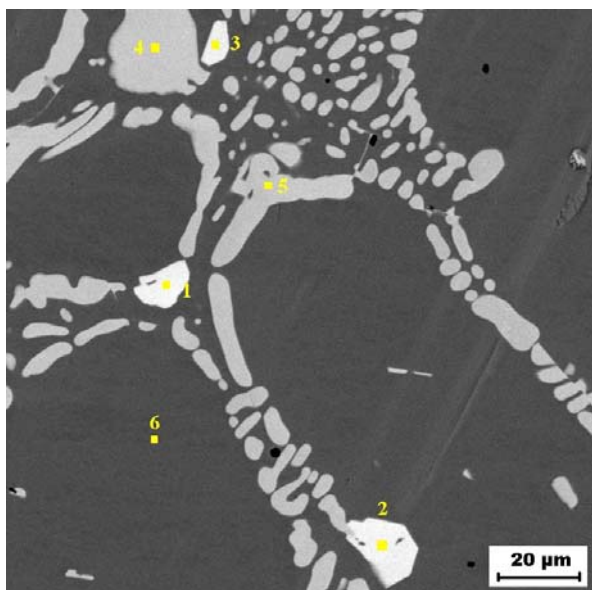
Částice „1. typu“ (s obsahem niobu 25 at. %) odpovídají svým chemickým složením Lavesově fázi, která má dle [23] stechiometrický vzorec $(\text{Fe}_{1-x}\text{Al}_x)_2\text{Nb}$ a obsahuje cca. 18 at. % hliníku (částice „1. typu“ ve vzorcích řady 2150 obsahovaly průměrně 16,1 – 18,5 at. % Al a 25,1 – 26,6 at. % Nb). Částice „2. typu“ (s obsahem niobu 50 at. %) jsou μ – fází se stechiometrickým vzorcem $\text{Nb}_{19}(\text{Fe}_{1-x}\text{Al}_x)_{21}$, která byla pozorována ve slitině žháné 1000°C/168h [23]. μ – fáze obsahuje dle [23] cca. 26 at. % Al (částice „2. typu“ ve vzorcích řady 2150 obsahovaly průměrně 22,1 – 24,1 at. % Al a 49,2 – 50,1 at. % Nb).



Obr. 79 – Struktura materiálu 2150 as cast + 1000/50
HV 30kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze



Obr. 80 – Struktura materiálu 2150_1000/50
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze



Obr. 81 – Lokalizace bodové EDX analýzy na matrici a precipitátech slitiny 2150 as cast + 1000/50

Body 1, 2 a 3 – částice „2. typu“ – μ -fáze

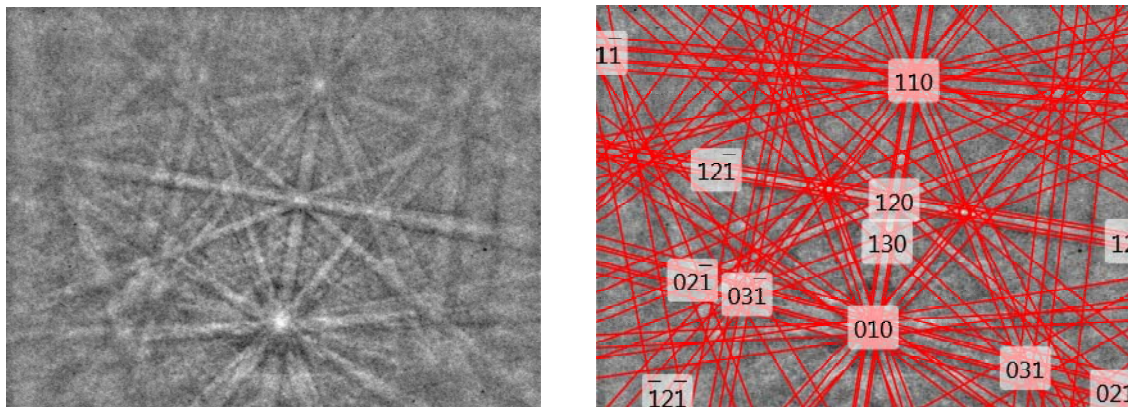
Body 4,5 – částice „1. typu“ – Lavesova fáze

Bod 6 – matrice

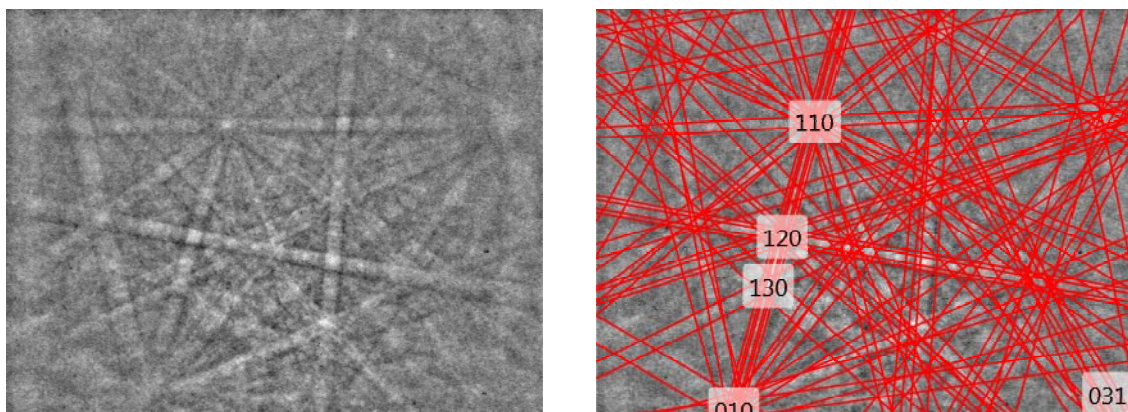
Tab. 10 – Chemické složení precipitátů a matrice materiálu 2150 as cast + 1000/50 zjištěné bodovou energiově disperzní analýzou

| fáze | | Fe | Al | Nb |
|--|-------|----------------|-------------------|-------------------|
| průměrné chemické složení částic „1. typu“ | at. % | balance | 17,7 ± 1,7 | 25,7 ± 0,8 |
| průměrné chemické složení částic „2. typu“ | at. % | balance | 24,1 ± 0,9 | 50,1 ± 1,2 |
| průměrné chemické složení matrice | at. % | balance | 27,7 ± 0,5 | 1,3 ± 0,1 |

Předběžná identifikace částic pomocí EDX byla potvrzena výsledky EBSD analýz, které byly provedeny na všech typech částic pozorovaných ve struktuře materiálu 2150. Částice „2. typu“ byly pomocí EBSD identifikovány jako trigonální μ – fáze s mřížkovými parametry $a = b = 0,476$ nm a $c = 2,584$ nm a meziosními úhly $\alpha = \beta = 90^\circ$ a $\gamma = 120^\circ$. Precipitáty Lavesovy fáze (částice „1. typu“) byly identifikovány jako hexagonální C14 Lavesova fáze $(\text{Fe,Al})_2\text{Nb}$ s mřížkovými parametry $a = b = 0,495$ nm, $c = 0,805$ nm a meziosními úhly $\alpha = \beta = 90^\circ$ a $\gamma = 120^\circ$. Kikuchiho linie pro jednotlivé fáze jsou ukázány na obrázcích 82 a 83.



Obr. 82 – Kikuchiho linie částic „1. typu“ – C14 Lavesova fáze



Obr. 83 – Kikuchiho linie částic „2. typu“ – μ fáze

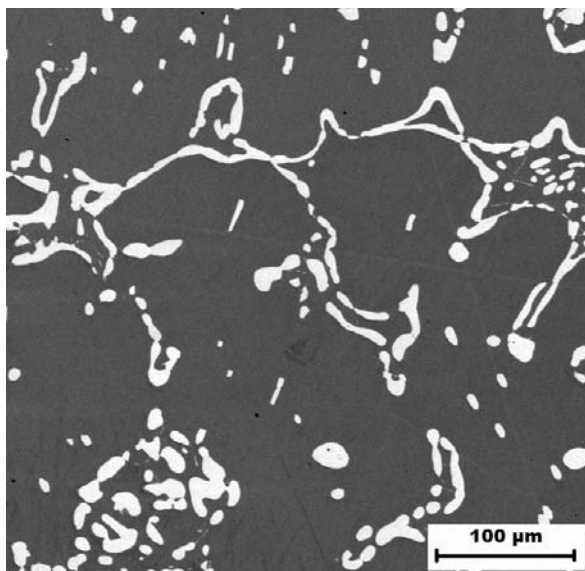
4.2.11. 2150 as cast + 1200/24

Struktura materiálu 2150 as cast + 1200/24 je zachycena na obrázku 84. Ve většině objemu materiálu došlo během dlouhodobého žíhání při 1200°C k částečnému rozpuštění eutektických oblastí do matrice – viz obrázek 84. Rozpuštěný niob následně precipitoval ve formě jednotlivých částic Lavesovy fáze, které rychle hrubly. Pouze ojediněle byly registrovány oblasti, kde zůstaly patrné zbytky eutektika.

Pomocí EDX analýzy byly v materiálu 2150 as cast + 1200/24 opět registrovány precipitáty „1. typu“ s chemickým složením $Fe - (16,1 \pm 0,6)Al - (26,6 \pm 0,9)Nb$ (Lavesova fáze) a precipitáty „2. typu“ s chemickým složením $Fe - (22,1 \pm 0,5)Al - (49,2 \pm 2,3)Nb$ (μ – fáze). Přítomnost NbC částic nebyla pozorována.

V tabulce 11 jsou shrnuty frakční objemy precipitátů po jednotlivých tepelných zpracováních. Podle diagramu na obrázku 17 by se s rostoucí žíhací teplotou měla posouvat hranice rozpustnosti niobu v Fe-Al matrici k vyšším hodnotám. Lze tedy předpokládat, že

frakční podíl precipitátů by se měl snižovat. Z provedených měření však vyplývá, že je tomu naopak.



Obr. 84 – Struktura materiálu 2150 as cast + 1200/24
 HV 20kV, BSE detektor
 tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze

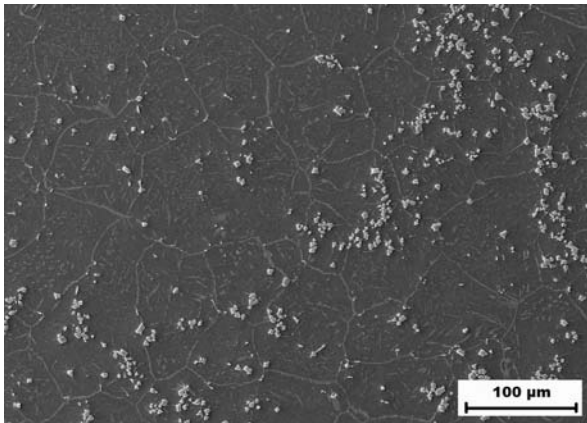
Tab. 11 – Frakční podíl precipitátů (Lavesova fáze) v materiálu 2150 po různých tepelných zpracováních

| Stav slitiny | Frakční podíl Lavesovy fáze [%] |
|----------------------------|---------------------------------|
| 2150 as cast | 7,9 |
| 2150 as received | 10,8 |
| 2150 as cast + 1000/50 | 9,5 |
| 2150 as received + 1000/50 | 15,6 |
| 2150 as cast + 1200/24 | 10,3 |

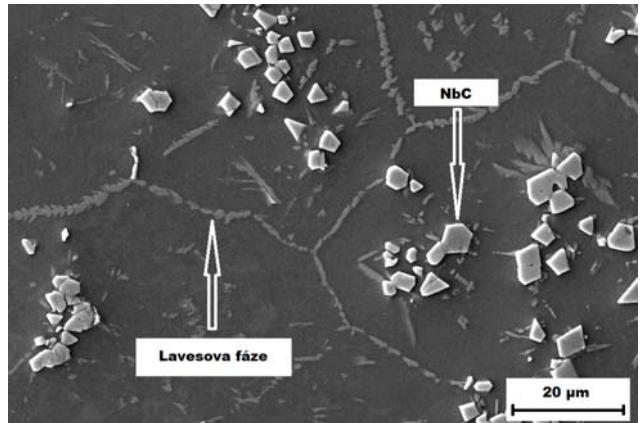
4.2.12. 2151 as cast

Materiál 2151 byl legován 4,9 at.% Nb a 1,4 at.% C. Jeho struktura v litém stavu je ukázána na obrázcích 85 a 86. V důsledku vyšší rozpustnosti niobu v Fe-Al matrici v porovnání se zirkoniem nedocházelo ve struktuře ke tvorbě eutektických oblastí jako v případě slitiny 1181 (viz obrázek 85). Vznikaly pouze samostatné částice, které byly dvojího typu, jak bylo zjištěno EDX analýzou. Přednostně se díky vzájemné vysoké afinitě tvořily karbidy niobu NbC, které precipitovaly v ploše zrn a jejich distribuce byla v litém stavu značně nerovnoměrná (vyskytovaly se ve shlucích). Po spotřebování nedostatkového

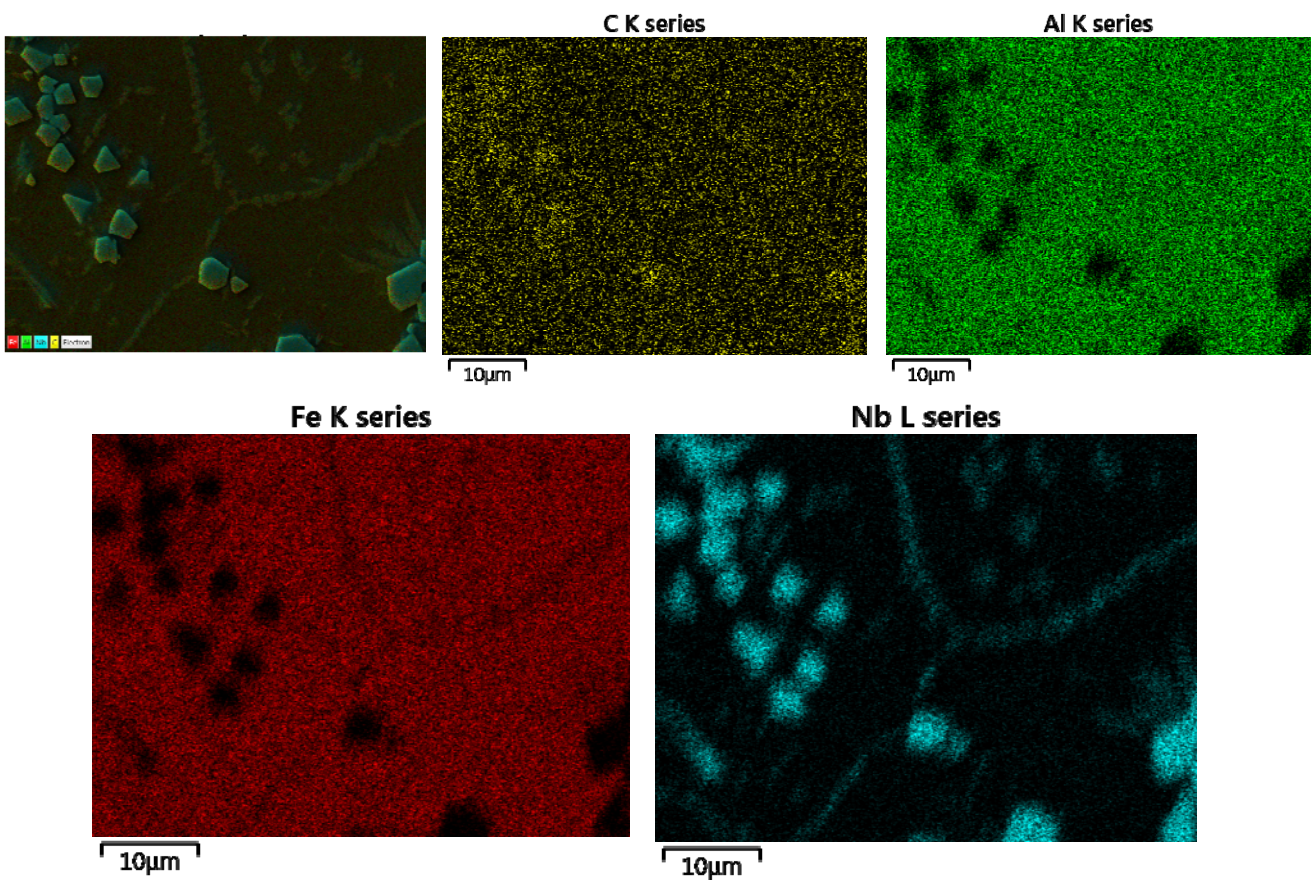
uhlíku se zbylý niob slučoval se železem a hliníkem za vzniku Lavesovy fáze $(Fe,Al)_2Nb$. Lavesova fáze začíná nukleovat na energeticky nejvýhodnějších místech – na hranicích zrn, jak je dobře patrné z detailu na obrázku 86.



Obr. 85 – Struktura materiálu 2151 as cast
 HV 20kV, SE2 detektor
 tmavě šedá – matrice, světlejší hrubé částice – NbC



Obr. 86 – Detail struktury materiálu 2151 as cast
 HV 20kV, SE2 detektor



Obr. 87 – Plošná energiově disperzní analýza materiálu 2151 as cast

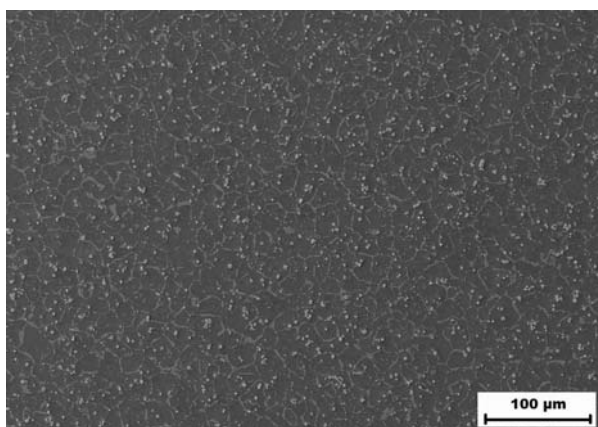
Tab. 12 – Chemické složení precipitátů materiálu 2151 as cast zjištěné bodovou energiově disperzní analýzou

| fáze | | Fe | Al | Nb | C |
|--|-------|---------|------------|------------|------------|
| průměrné chemické složení matrice | at. % | balance | 26,6 ± 0,2 | 1,7 ± 0,2 | - |
| průměrné chemické složení částic NbC | at. % | balance | 0,0 ± 0,0 | 30,5 ± 0,5 | 67,8 ± 0,3 |
| průměrné chemické složení částic Lavesovy fáze | at. % | balance | 18,6 ± 0,8 | 27,3 ± 0,5 | - |

Na obrázku 87 je zachycena mapa z plošné energiově – disperzní analýzy, z níž je patrné rozložení jednotlivých prvků v matrici. Z mapy pro Nb a pro Fe lze také od sebe velmi dobře odlišit precipitáty NbC a Lavesovy fáze. Intenzivnější barva na mapě pro Nb indikuje NbC, méně výrazný odstín barvy značí Lavesovu fázi. Obdobně na snímku pro Fe jsou příslušné oblasti černé (NbC) případně méně sytě červené (Lavesova fáze). V tabulce 12 jsou tabelovány výsledky bodové EDX analýzy.

4.2.13. 2151 as cast + 1000/50

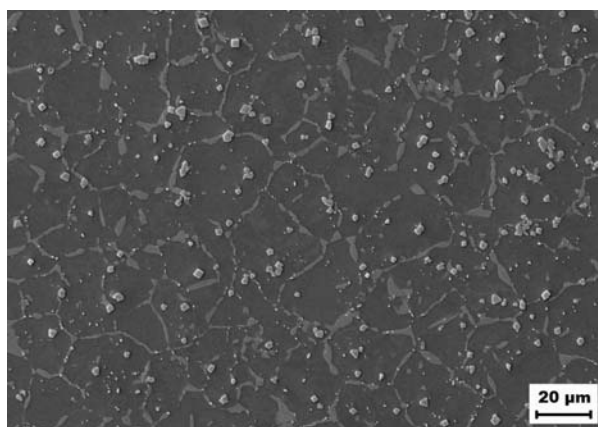
Provedené žíhání při 1000°C po dobu 50-ti hodin mělo na strukturu materiálu 2151 pozitivní vliv, jak je možné vidět ze snímků 88 a 89. Po porovnání s obrázkem 85 (litý stav) je zřejmé, že provedené tepelné zpracování výrazně ovlivnilo distribuci karbidů niobu. Po



Obr. 88 – Struktura materiálu 2151 as cast + 1000/50

HV 20kV, SE2 detektor

černá – matrice, světlejší vystouplé částice – NbC, světle šedé nevystouplé částice – Lavesova fáze



Obr. 89 – Detail struktury materiálu 2151 as cast + 1000/50

HV 20kV, SE2 detektor

tmavší šedá – matrice, světlejší šedá – Lavesova fáze, bílošedá – NbC

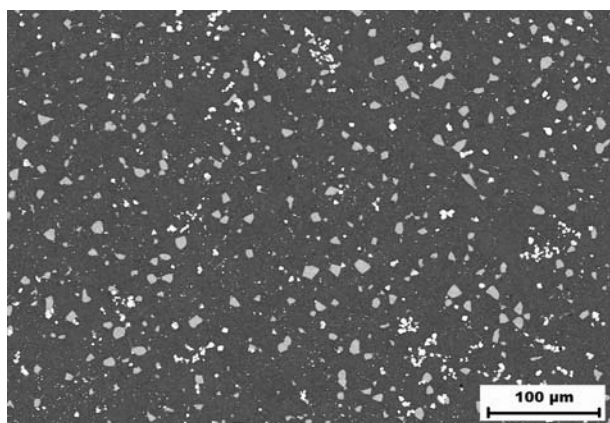
vyžihání jsou NbC rovnoměrně rozděleny v celé ploše materiálu. Z detailu na obrázku 89 vyplývá, že po žihání došlo nejen k přerozdělení karbidických částic, ale i k jejich částečnému zjemnění a rozpuštění. U Lavesovy fáze naopak docházelo k rychlému hrubnutí částic a jednotlivé drobné precipitáty, patrné v litém stavu (obrázek 86) na hranicích zrn a částečně i v ploše zrn, začaly koagulovat.

Orientační chemické složení bylo ověřováno bodovou energiově – disperzní analýzou. Nebyly pozorovány žádné výrazné odchylky v chemickém složení precipitátů či matrice oproti litému stavu.

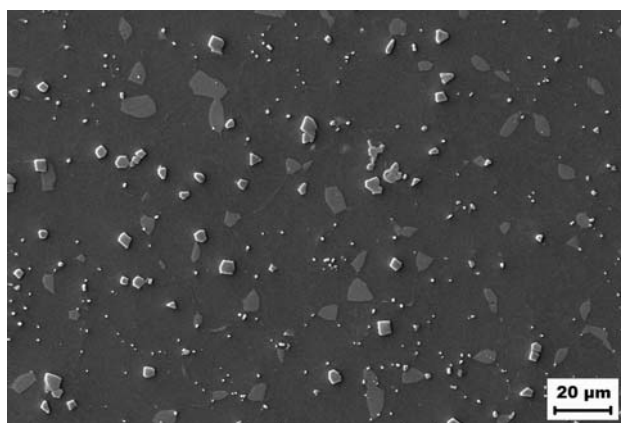
4.2.14. 2151 as cast + 1200/24

Po žihání při 1200°C po dobu 24 hodin došlo k výraznému zhrubnutí Lavesovy fáze, což je patrné z obrázku 90 i z detailu na obrázku 91. Precipitáty NbC se nadále zjemňovaly, ale jejich distribuce přestala být rovnoměrná jako po předchozích tepelných zpracováních. Velmi hrubé precipitáty Lavesovy fáze společně s nerovnoměrnou distribucí NbC budou mít pravděpodobně negativní vliv na vysokoteplotní mechanické vlastnosti.

Chemické složení precipitátů, ověřované bodovou EDX analýzou, opět neukázalo žádné rozdíly oproti složení částic v předchozích stavech.



Obr. 90 – Struktura materiálu 2151 as cast + 1200/24
HV 20kV, BSE detektor
šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze + NbC



Obr. 91 – Detail struktury materiálu 2151 as cast + 1200/24
HV 20kV, SE2 detektor
tmavší šedá – matrice, světlejší šedá – Lavesova fáze, bílošedá – NbC

4.3. Mechanické zkoušky zkoumaných slitin

4.3.1. Měření tvrdostí slitin 1181, 1182, 2130, 2150 a 2151

Výsledky měření tvrdostí při aplikovaném zatížení 0,5 kg pro všechny stavy slitin 1181, 1182, 2130, 2150 a 2151 jsou shrnuty v tabulce 13. V důsledku jemné mikrostruktury vzorků a poměrně vysokého zatížení byla měřena tvrdost celková (tj. tvrdost matrice + precipitátů, příp. eutektika). Nebylo možné měřit separátně tvrdost matrice a tvrdost precipitátů.

U materiálu 2130 nebylo po žihání při 1000°C po dobu 50 hodin pozorováno žádné zvýšení tvrdosti. Po žihání při 1200°C po dobu 24 hodin se tvrdost zvýšila o cca 30 HV, což může být způsobeno redistribucí přítomných částic. Mírné zvýšení tvrdosti bylo pozorováno rovněž u válcované slitiny 2130 *as received*.

V případě materiálu 2150 naměřené hodnoty ukazují, že během žihání docházelo ke zpevňování materiálu, opět pravděpodobně v důsledku redistribuce přítomných částic a vzniku určitého objemu nových precipitátů (viz tabulka 11). Tento efekt je tím výraznější, čím vyšší teplota a delší doba byla aplikována. Taktéž válcovaný stav 2150 *as received* vykazoval zvýšení tvrdosti oproti litému stavu.

Slitina 2151 vykazovala konstantní tvrdost po všech druzích tepelného zpracování. Ve stavu *as cast*, v němž byla distribuce NbC značně nerovnoměrná, bylo možné změřit tvrdost matrice s Lavesovou fází a zvlášť tvrdost shluků karbidů.

U materiálu 1181 a 1182 naopak docházelo po žihání ke snížení tvrdosti. To je pravděpodobně způsobeno tím, že ve stavu *as cast* byla měřena především tvrdost eutektika, tvořeného směsí α (Fe,Al) a Lavesovy fáze, které zaujímal značný objemový podíl. Po

Tab. 13 – Výsledky měření tvrdostí slitin (HV 0,5) po různých tepelných zpracováních

| tepelné zpracování slitina | as cast | | as cast + 1000/50 | as cast + 1200/24 | as received |
|-------------------------------|----------------------------------|---------|-------------------|-------------------|-------------|
| 2150 | 364 ± 4 | | 377 ± 1 | 418 ± 2 | 379 ± 6 |
| 2151 | Matrice + Lavesova fáze | NbC | 422 ± 6 | 431 ± 3 | - |
| | 413 ± 6 | 464 ± 4 | | | |
| 2130 | 323 ± 2 | | 322 ± 1 | 357 ± 2 | 339 ± 1 |
| 1181 | 415 ± 3 | | 338 ± 4 | 321 ± 3 | - |
| 1182 | 401 ± 7 | | 349 ± 4 | 323 ± 2 | - |

vyžihání došlo k rozpuštění eutektických oblastí a vzniku hrubých precipitátů Lavesovy fáze, protože rozpustnost zirkonia v matici Fe_3Al je téměř nulová. V důsledku zániku eutektických oblastí byla měřena částečně i tvrdost matrice.

4.3.2. Vysokoteplotní mechanické zkoušky materiálů 1143, 1144, 1181 a 1182

V rámci práce bylo zkoumáno několik materiálů s přídavkem zirkonia. Část slitin byla legována pouze Zr, do části bylo přidáno zirkonium a uhlík pro studium vlivu vzájemného poměru koncentrací Zr/C na vysokoteplotní mechanické vlastnosti. Byly prováděny vysokoteplotní tlakové zkoušky, jejichž výsledky jsou shrnuty v grafu na obrázku 92 a v tabulce 14 (materiály v tabulce jsou seřazeny od nejnižší hodnoty vzájemného poměru koncentrací Zr/C po nejvyšší).

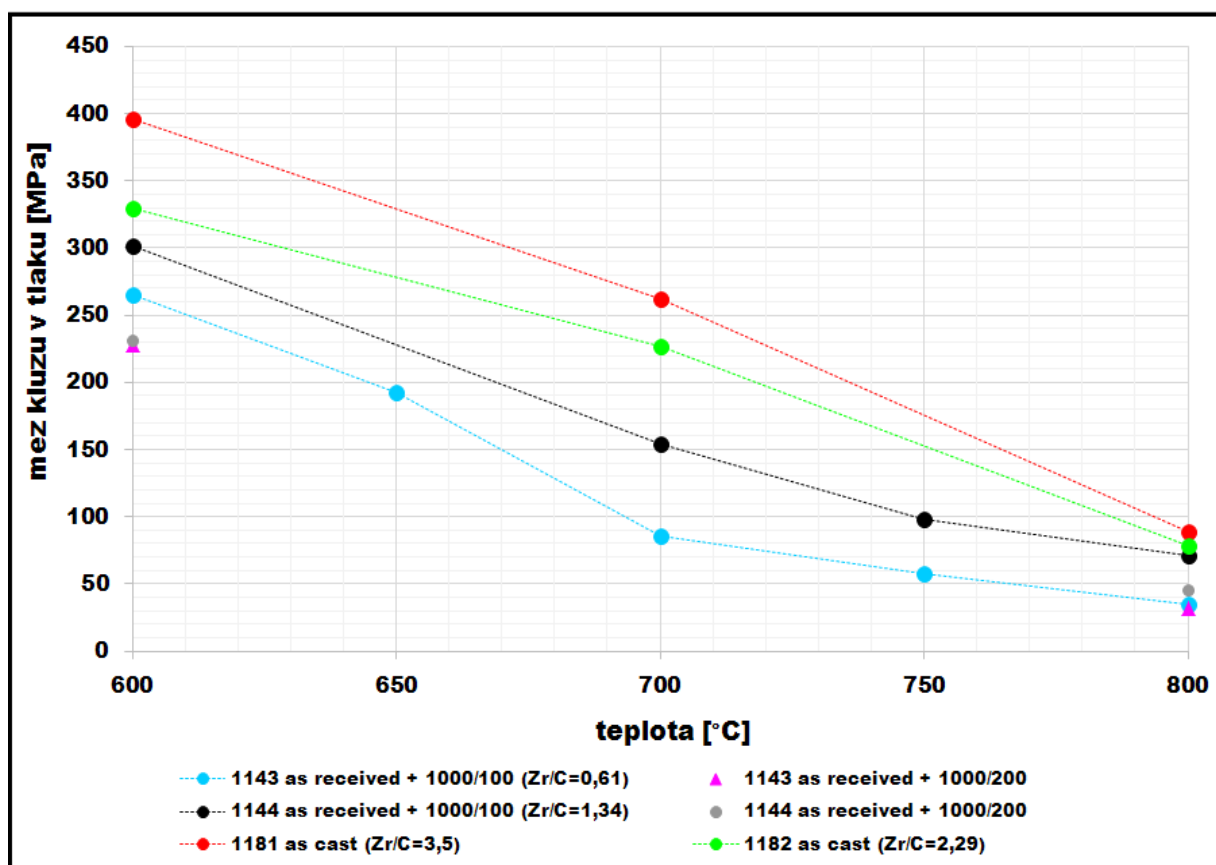
Z tabulky 14 i obrázku 92 vyplývá, že legují-li se aluminidy železa Zr a C, dochází ke zhoršování vysokoteplotních mechanických vlastností s klesajícím poměrem Zr/C (tedy s rostoucím obsahem uhlíku). Materiál 1143 s poměrem $\text{Zr/C} < 1$ vykazuje dokonce horší vysokoteplotní mechanické vlastnosti, než binární slitina Fe-Al [1].

Výzkum materiálů 1181 a 1182 navazoval na studium slitin 1143 a 1144, množství přidaného zirkonia však bylo v tomto případě několikanásobně vyšší a i obsah přidaného uhlíku se zvýšil. I přes poněkud nehomogenní strukturu slitin 1181 a 1182 potvrdily výsledky vysokoteplotních mechanických zkoušek trend zvyšující se meze kluzu materiálu s rostoucím poměrem koncentrací Zr/C (tedy s rostoucím přebytkem zirkonia).

Rovněž dlouhodobé tepelné zpracování mělo výrazný vliv na vysokoteplotní mechanické vlastnosti zkoušeného materiálu, jak dokumentují výsledky tlakových testů vzorků 1143 as received + 1000/200 a 1144 as received + 1000/200. Materiály po žihání při 1000°C po dobu 200 hodin vykazovaly výrazně horší vysokoteplotní mechanické vlastnosti, než vzorky ve stavu as received.

Tab. 14 – Výsledné hodnoty meze kluzu pro materiály 1143, 1144, 1181, 1182 a srovnávací materiály 25_1 a 25_5 při různých teplotách

| | vzorek | poměr koncentrací Zr/C | mez kluzu v tlaku [MPa] | | | | |
|-----------------------|-----------------------------|------------------------|-------------------------|-------|-------|-------|-------|
| | | | 600°C | 650°C | 700°C | 750°C | 800°C |
| růst přebytku Zr ↓ | 1143 as received + 1000/100 | Zr/C= 0,61 | 265 | 193 | 86 | 58 | 35 |
| | 1143 as received + 1000/200 | —"– | 228 | - | - | - | 32 |
| | 1144 as received + 1000/100 | Zr/C= 1,34 | 301 | - | 154 | 98 | 71 |
| | 1144 as received + 1000/200 | —"– | 231 | - | - | - | 45 |
| | 1182 as cast | Zr/C= 2,29 | 329 | - | 227 | - | 78 |
| | 1181 as cast | Zr/C= 3,5 | 396 | - | 262 | - | 89 |



Obr. 92 – Průběh meze kluzu materiálů s různým vzájemným poměrem koncentrací Zr/C v závislosti na teplotě

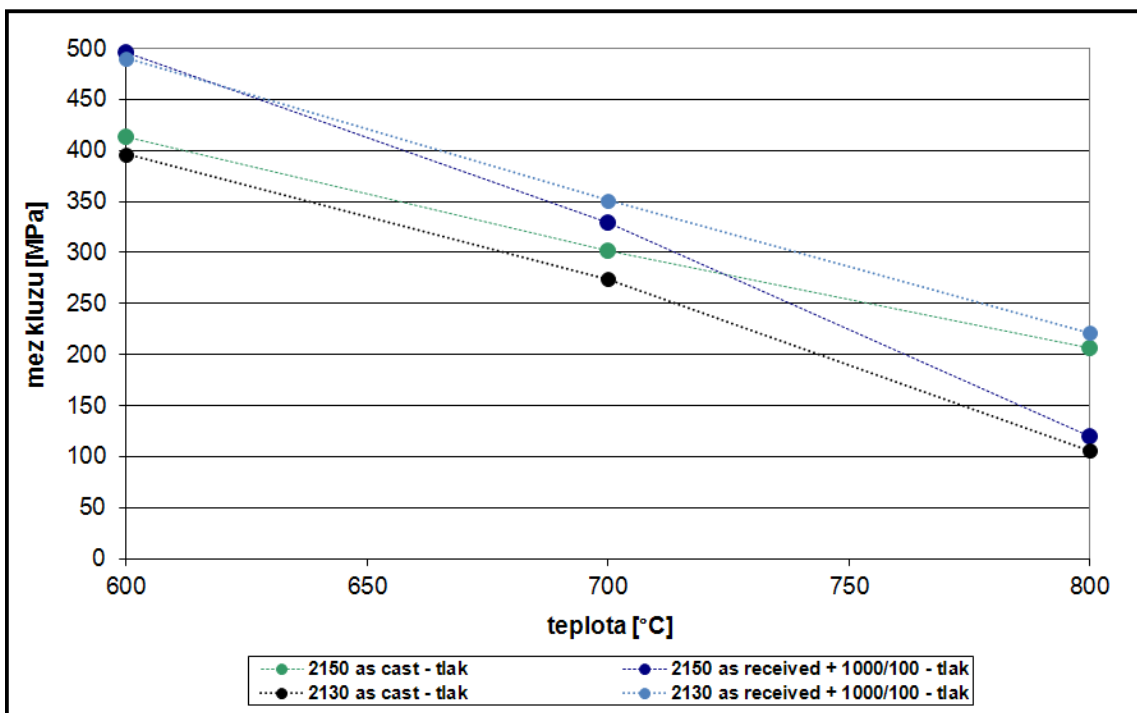
4.3.3. Vysokoteplotní mechanické zkoušky materiálů 2130 a 2150

Vysokoteplotní mechanické zkoušky byly provedeny rovněž na materiálech 2130 a 2150 ve stavech *as cast* a *as received + 1000/100*. Výsledky měření mezí kluzu v tahu a tlaku při různých teplotách jsou shrnuty v tabulce 15 a v grafech na obrázcích 93 (tlak) a 94 (tah). Po porovnání mezí kluzu v tlaku v závislosti na teplotě u všech čtyř materiálů je zřejmé, že slitina 2130 *as received + 1000/100* dosahuje nejvyšších hodnot $Re_{0,2}$ ze zkoumaných materiálů. Dobré výsledky vysokoteplotních testů byly naměřeny i u slitiny 2150 ve stavech *as cast* i *as received + 1000/100* a jsou pravděpodobně zapříčiněny přítomností vysokého obsahu niobu v uvedeném materiálu. Z porovnání průběhů vysokoteplotních mezí kluzu materiálů 2130 a 2150 ve stavech *as cast* a *as received + 1000/100* je patrné, že v důsledku termo – mechanického zpracování došlo k předpokládanému zpevnění slitiny v případě materiálu 2130. Válcovaný materiál 2150 dosahuje vyšších mezí kluzu než stav *as cast* pouze při 600 a 700°C.

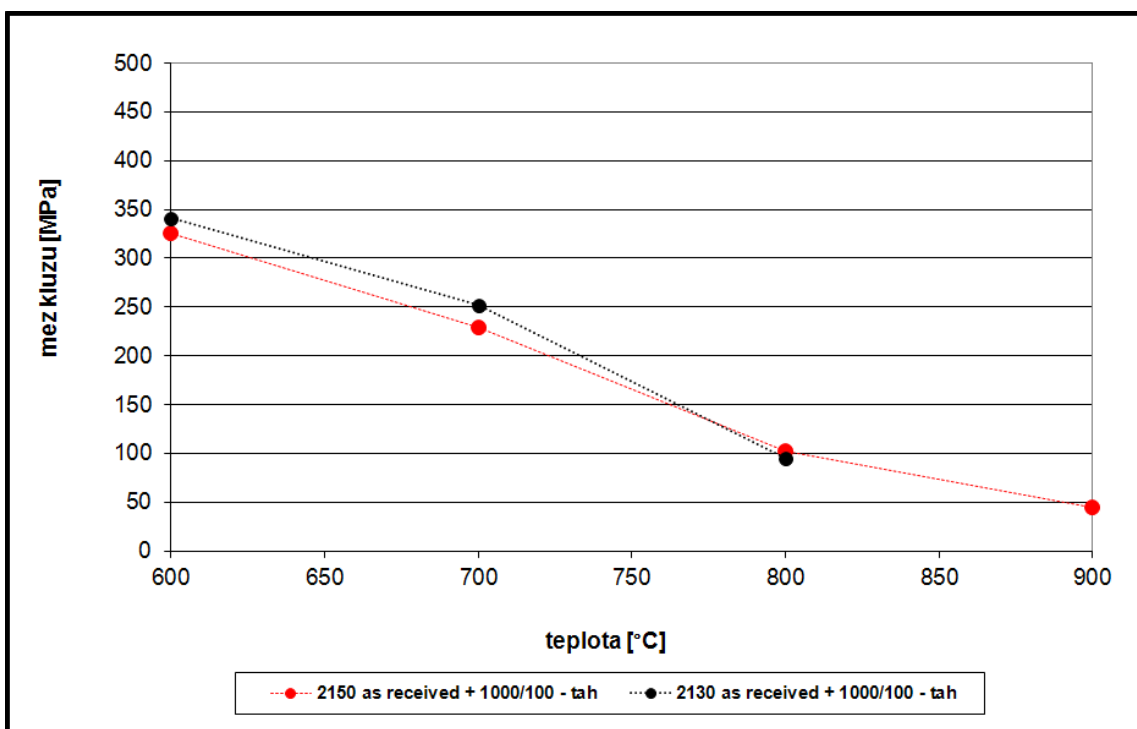
U materiálů 2130 *as received + 1000/100* i 2150 *as received + 1000/100* byla stanovena také vysokoteplotní mez kluzu v tahu (viz graf na obrázku 94). Naměřené výsledky potvrdily předpoklad, že hodnoty mezí kluzu v tahu budou nižší než hodnoty mezí kluzu v tlaku. Nicméně i při zkouškách v tahu vykazovaly obě slitiny při 800°C mez kluzu okolo 100 MPa, a lze tedy konstatovat, že z tohoto hlediska jsou použitelné pro vysokoteplotní aplikace. Hodnoty vysokoteplotních mezí kluzu v tahu byly pro 2130 *as received + 1000/100* a 2150 *as received + 1000/100* srovnatelné. Tažnost materiálu při pokojové teplotě se pohybovala okolo 3,5%, při 600°C okolo 12,5% a s rostoucí teplotou se zvyšovala.

Tab. 15 – Výsledné hodnoty mezí kluzu v tlaku i tahu pro materiály 2130 a 2150

| teplota [°C] | 600 | 700 | 800 | 900 |
|--|-----|-----|-----|-----|
| 2130 as cast mez kluzu v tlaku [MPa] | 396 | 274 | 106 | - |
| 2130 as received + 1000/100 mez kluzu v tlaku [MPa] | 490 | 351 | 221 | - |
| 2150 as cast mez kluzu v tlaku [MPa] | 414 | 302 | 207 | - |
| 2150 as received + 1000/100 mez kluzu v tlaku [MPa] | 496 | 329 | 120 | - |
| 2130 as received + 1000/100 mez kluzu v tahu [MPa] | 341 | 252 | 95 | - |
| 2150 as received + 1000/100 mez kluzu v tahu [MPa] | 326 | 229 | 102 | 45 |



Obr. 93 – Průběh meze kluzu v tlaku materiálů 2130 a 2150 ve stavech as cast a as received + 1000/100 v závislosti na teplotě



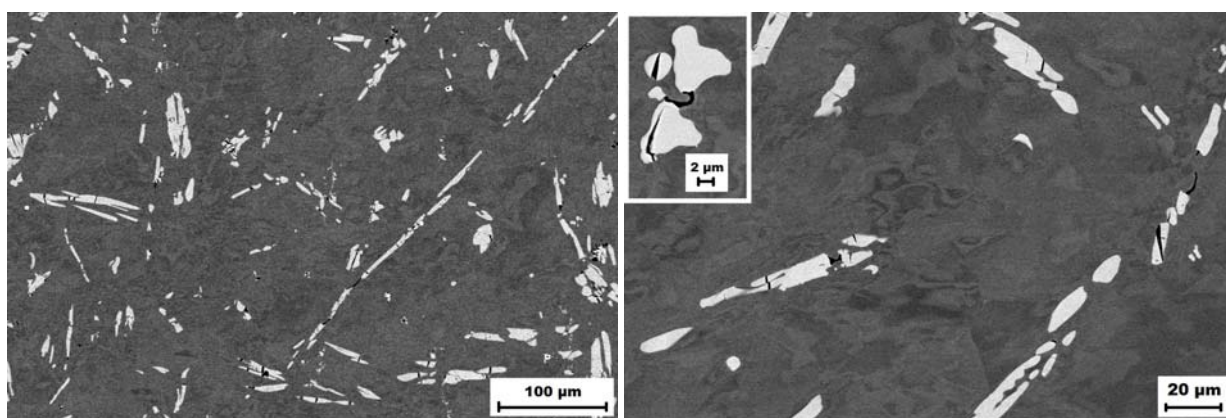
Obr. 94 – Průběh meze kluzu v tahu materiálů 2130 a 2150 as received + 1000/100 v závislosti na teplotě

Na snímcích 95 – 98 je zachycena struktura materiálu *2130 as received + 1000/100* po vysokoteplotních tlakových zkouškách při 600 a 800°C. Zkušebními vzorky byly kostičky uvedené v kapitole 3.4. Ze snímků je patrné, že během vysokoteplotních tlakových zkoušek nedošlo ve struktuře materiálu k žádným výrazným změnám.

Na obrázku 95 a 96 je ukázána struktura po vysokoteplotních **tlakových** zkouškách při 600°C. Rozložení precipitátů v matrici zůstalo obdobně jako v nedeformovaném stavu materiálu rovnoměrné. Docházelo však k hrubnutí částic. Precipitáty byly pomocí EDX analýzy identifikovány ve všech případech jako Lavesova fáze. Lavesova fáze je fází křehkou, proto při tlakových testech docházelo k jejímu popraskání. Matrice se deformovala plasticky (viz snímek 95 a detail na snímku 96). Z obrázku 96 je dobře patrné, že po tlakové deformaci zůstalo v mřížce materiálu zbytkové pnutí, které se projevilo na SEM – snímku jako odlišné stínování matrice.

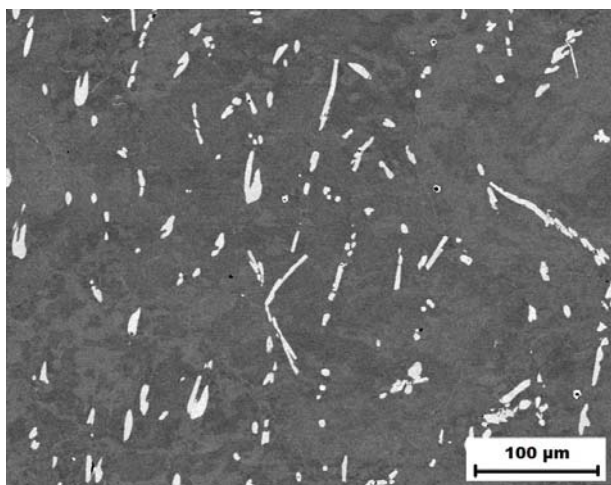
Snímky 97 a 98 zachycují strukturu materiálu po vysokoteplotních tlakových zkouškách při 700°C. Rozložení a rozměry precipitátů v matrici byly stejné jako v předchozím případě. Ani EDX analýza neukázala žádné změny v chemickém složení částic, všechny byly identifikovány jako Lavesova fáze. Při 700°C však po hranicích zrn začaly precipitovat drobné částice sekundární Lavesovy fáze, což je velmi dobře patrné ze snímku 98.

Struktura materiálu i jeho fázové složení je po tlakových testech při 800°C shodné se vzorkem testovaným při 600°C.

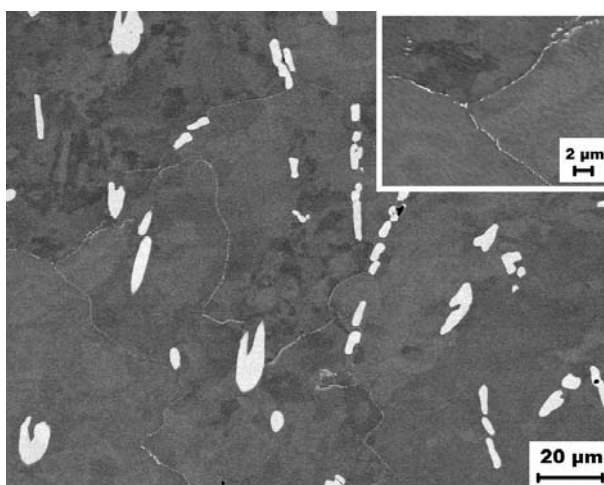


*Obr. 95 – Struktura materiálu 2130 as received + 1000/100 po vysokoteplotní deformaci (tlak) při 600°C
HV 15kV, AsB detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze*

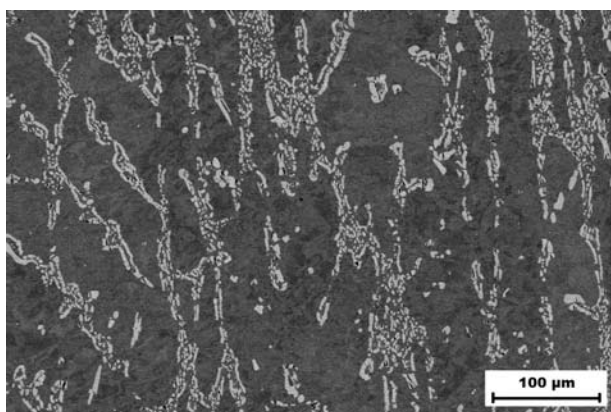
*Obr. 96 – Detail struktury materiálu 2130 as received + 1000/100 po vysokoteplotní deformaci (tlak) při 600°C
HV 15kV, AsB detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze*



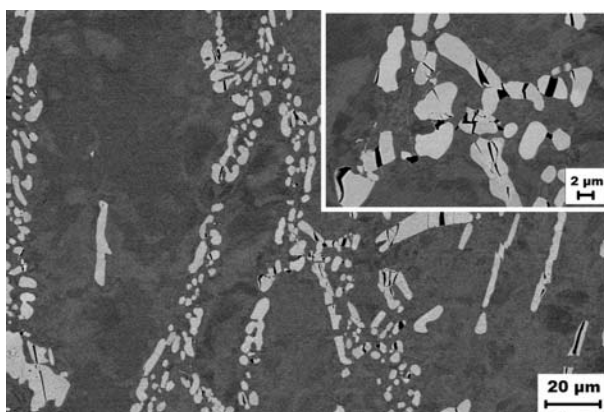
Obr. 97 – Struktura materiálu 2130 as received + 1000/100 po vysokoteplotní deformaci (tlak) při 700°C
HV 15kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze



Obr. 98 – Detail struktury materiálu 2130 as received + 1000/100 po vysokoteplotní deformaci (tlak) při 700°C
HV 15kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze



Obr. 99 – Struktura materiálu 2150 as received + 1000/100 po vysokoteplotní deformaci (tlak) při 600°C
HV 10kV, AsB detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze



Obr. 100 – Detail struktury materiálu 2150 as received + 1000/100 po vysokoteplotní deformaci (tlak) při 600°C
HV 10kV, AsB detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze

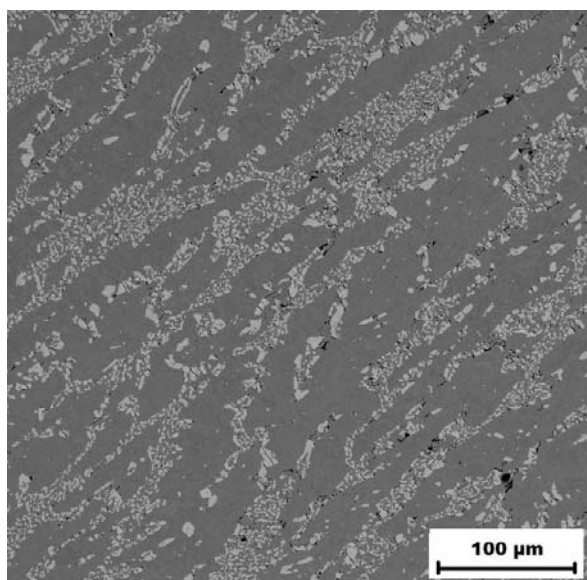
Byla rovněž studována struktura materiálu 2150 as received + 1000/100 po tlakové deformaci. Po tlakových testech při 600, 700 i 800°C se objevovaly ve struktuře slitiny shluky precipitátů, které se uspořádaly do tvaru původních eutektických oblastí, jak je patrné ze snímku vzorku tlakově deformovaného při 600°C (viz obrázek 99). Přítomné částice byly identifikovány pomocí EDX analýzy jako Lavesova fáze.

Obdobně jako u materiálu 2130 *as received* + 1000/100 se matrice slitiny deformovala plasticky, částice křehké Lavesovy fáze praskaly. Rozdílné stínování matrice na obrázku 100 opět svědčí o zbytkovém pnutí v mřížce matrice.

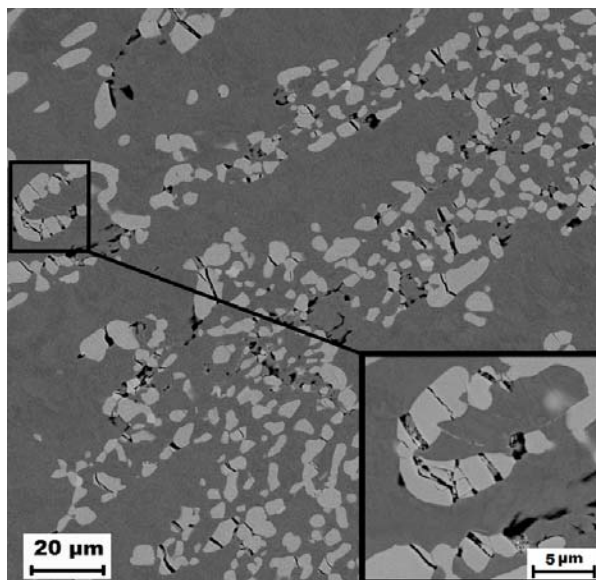
Nebyly pozorovány žádné výrazné změny ve struktuře nebo složení fází mezi vzorky tlakově deformovanými při 600, 700 nebo 800°C.

Na obrázcích 101 – 104 jsou zachyceny struktury materiálu 2150 *as received* + 1000/100 po vysokoteplotních **tahových** zkouškách při 600 a 900°C. Zkušebními vzorky byly tyčky uvedené v kapitole 3.4. Ze snímků je patrné, že během vysokoteplotních tahových zkoušek nedošlo ve struktuře materiálu k žádným výrazným změnám.

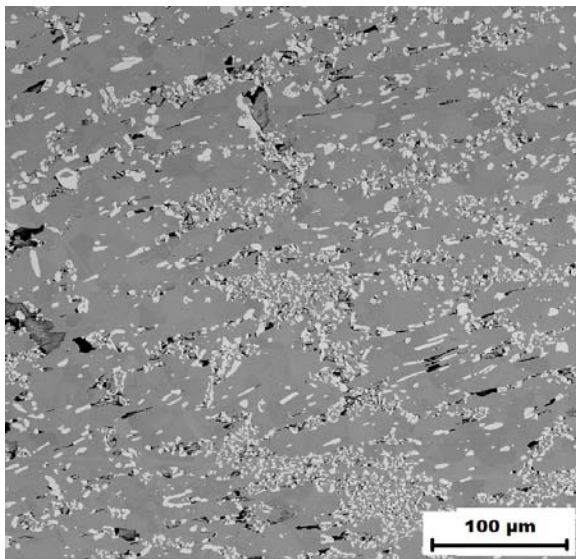
Po tahových testech zůstaly ve struktuře materiálu jednotlivé hrubnouce precipitáty, které vykazovaly nerovnoměrné uspořádání do shluků, připomínajících svým tvarem původní eutektické oblasti. Tyto regiony shluků precipitátů neměly pravidelné tvary jako původní eutektické oblasti v litém stavu, ale částečně se uspořádaly ve směru působícího napětí. Nebyly pozorovány žádné výrazné změny mezi strukturami vzorků deformovaných při různých teplotách (600, 700, 800 a 900°C).



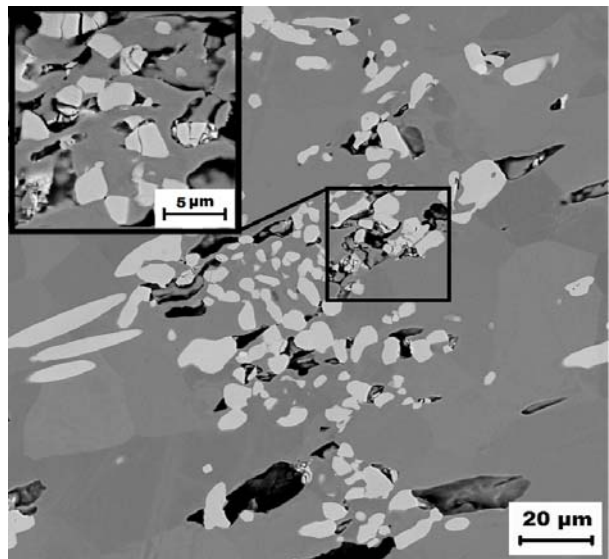
Obr. 101 – Struktura materiálu 2150 *as received* + 1000/100 po vysokoteplotní deformaci (tah) při 600°C
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze



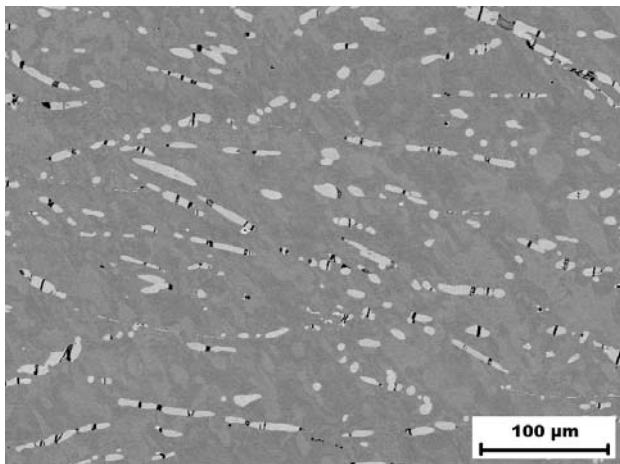
Obr. 102 – Detail struktury materiálu 2150 *as received* + 1000/100 po vysokoteplotní deformaci (tah) při 600°C
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze



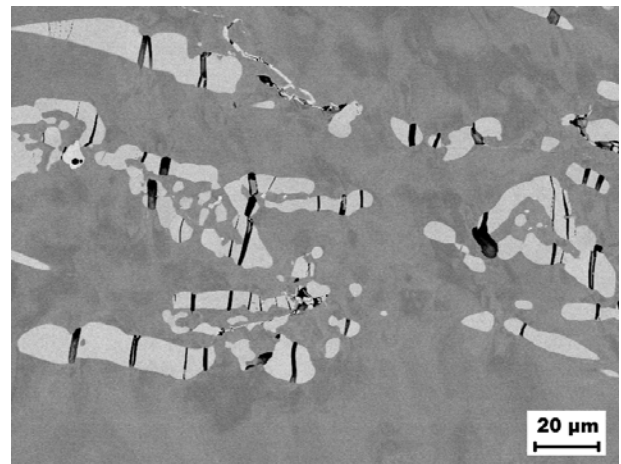
Obr. 103 – Struktura materiálu 2150 as received + 1000/100 po vysokoteplotní deformaci (tah) při 900°C
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze



Obr. 104 – Detail struktury materiálu 2150 as received + 1000/100 po vysokoteplotní deformaci (tah) při 900°C
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze



Obr. 105 – Struktura materiálu 2130 as received + 1000/100 po vysokoteplotní deformaci (tah) při 600°C
HV 10kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze



Obr. 106 – Detail struktury materiálu 2130 as received + 1000/100 po vysokoteplotní deformaci (tah) při 600°C
HV 10kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze

Částice ve všech čtyřech vzorcích byly pomocí EDX analýzy identifikovány jako Lavesova fáze (Fe, Al)₂Nb s průměrným chemickým složením Fe – (20,2 ± 0,3) Al – (26,4 ± 0,3) Nb. Ani v chemickém složení precipitátů tedy nedošlo oproti nedeformovanému stavu ke změnám.

Z obrázků 102 a 104 je zřejmé, že zatímco Fe-Al matrice se deformovala plasticky, v Lavesově fázi vznikaly trhliny v důsledku vysoké křehkosti této fáze, což je v souladu s výzkumy [10].

Obdobné závěry byly učiněny pro materiál *2130 as received + 1000/100*. Struktura slitiny po vysokoteplotních tahových zkouškách při 600°C je zachycena na obrázcích 105 a 106. Matrice se opět deformovala plasticky a trhliny vznikaly pouze v křehké Lavesově fázi, jak je možné z obrázků posoudit. Protáhlé jehlicovité částice precipitátů se začaly zaoblovat. Distribuce precipitátů zůstala beze změny, rovněž v chemickém složení precipitátů ani matrice, které bylo ověřováno pomocí EDX analýzy, nebyly pozorovány odchylky oproti nedeformovanému stavu. Struktura vzorků deformovaných při různých teplotách se navzájem nelišila.

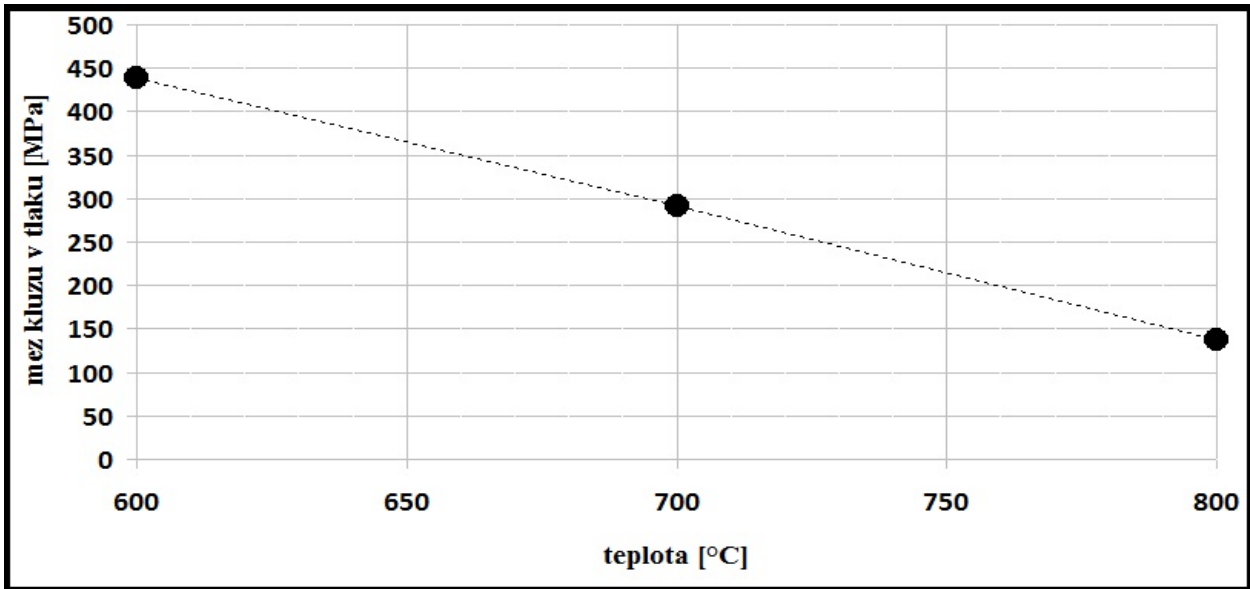
4.3.4. Vysokoteplotní mechanické zkoušky materiálu 2151

Výsledky měření vysokoteplotních mezí kluzu v tlaku materiálu *2151 as cast + 1000/100* při různých teplotách jsou shrnuty v tabulce 16 a v grafu na obrázku 107.

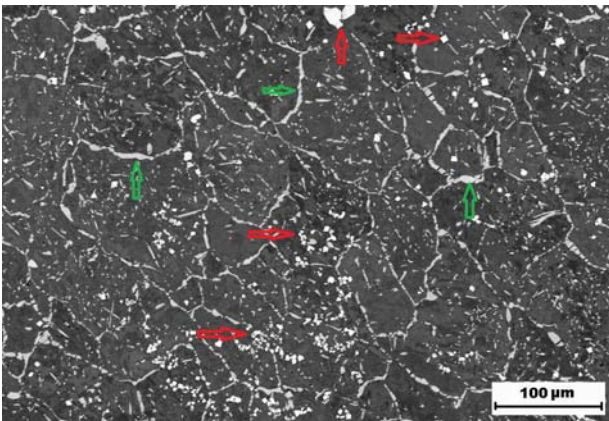
Na snímcích 108 a 109 je zachycena struktura materiálu *2151 as cast + 1000/100* po vysokoteplotních tlakových zkouškách při 600°C. Během vysokoteplotních tlakových zkoušek nedošlo ve struktuře materiálu k žádným výrazným změnám. Distribuce i homogenita precipitátů v matici zůstala obdobná jako v nedeformovaném stavu. Při vysokoteplotních tlakových zkouškách docházelo pouze k hrubnutí částic sekundárních fází a v některých lokalitách k jejich popraskání (viz detail na obrázku 109), neboť jak karbidy niobu, tak Lavesova fáze jsou fázemi křehkými. Mezi strukturami vzorků tlakově deformovaných při různých teplotách (600, 700 nebo 800°C) nebyly patrné žádné výrazné změny.

Tab. 16 – Výsledné hodnoty mezí kluzu v tlaku pro materiál 2151

| teplota [°C] | 600 | 700 | 800 |
|-------------------------------|-----|-----|-----|
| 2151 as cast + 1000/100 [MPa] | 439 | 292 | 138 |



Obr. 107 – Průběh meze kluzu v tlaku materiálu 2151 as cast + 1000/100 v závislosti na teplotě

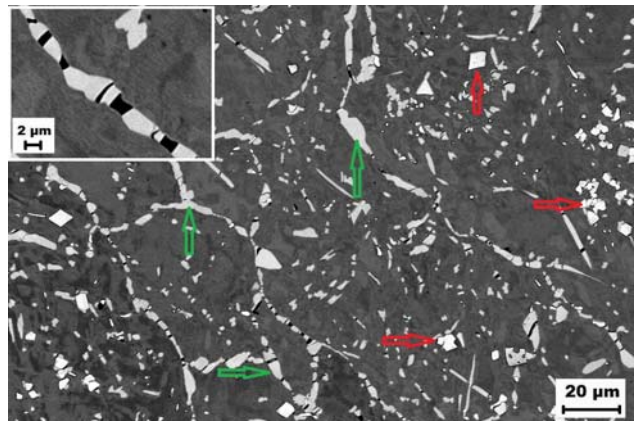


Obr. 108 – Struktura materiálu 2151 as cast + 1000/100 po vysokoteplotní deformaci (tlak) při 600°C

HV 10kV, BSE detektor

tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze, bílá – NbC

Na snímcích znázorněny příklady precipitátů šipkami – NbC červená, Lavesova fáze zelená



Obr. 109 – Struktura materiálu 2151 as cast + 1000/100 po vysokoteplotní deformaci (tlak) při 600°C

HV 10kV, BSE detektor

tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze, bílá – NbC

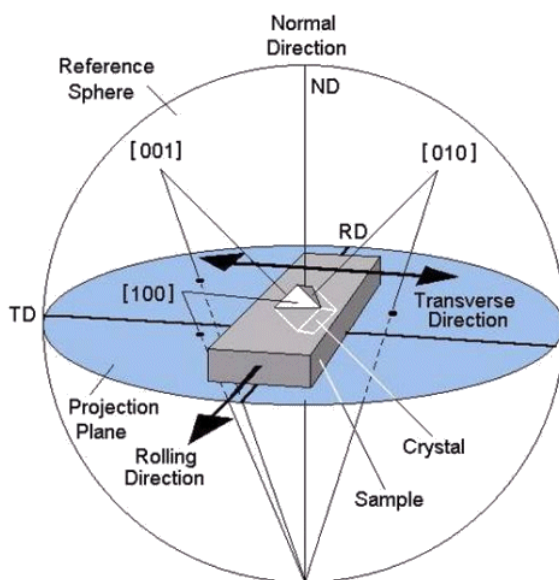
Na snímcích znázorněny příklady precipitátů šipkami – NbC červená, Lavesova fáze zelená

Při tlakovém namáhání se deformovala výhradně matrice, což je možné vyčíst z pólových obrazců (PF) a inverzních pólových map (IPF) pořízených prostřednictvím EBSD. Pólové obrazce slouží ke znázornění orientace vybraných os krystalů, a tím k určení krystalografické textury materiálu. Jedná se o stereografickou projekci krystalografických směrů zrn materiálu. Princip této projekce je zachycen na obrázku 110. Nevykazuje-li materiál texturu, osy

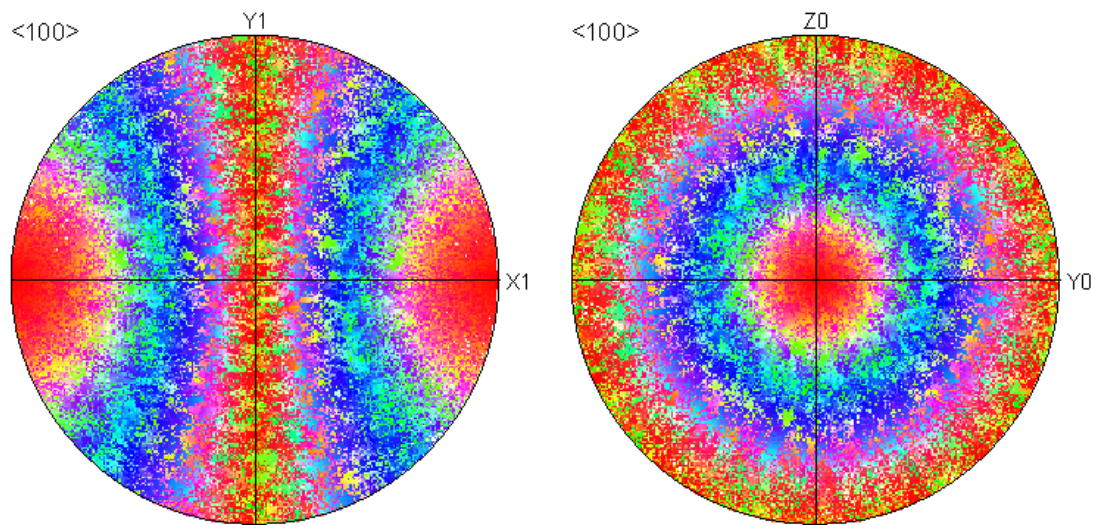
krystalů jsou orientovány náhodně, oproti tomu v materiálu s texturou převládá některý z krystalografických směrů [34].

Uvedenou metodou byly testovány matrice i precipitáty všech tří vzorků materiálu *2151 as cast + 1000/100* tlakově deformovaných při různých zkušebních teplotách (600, 700 a 800°C). Naměřené výsledky byly bez ohledu na teplotu aplikovanou v průběhu deformace prakticky identické.

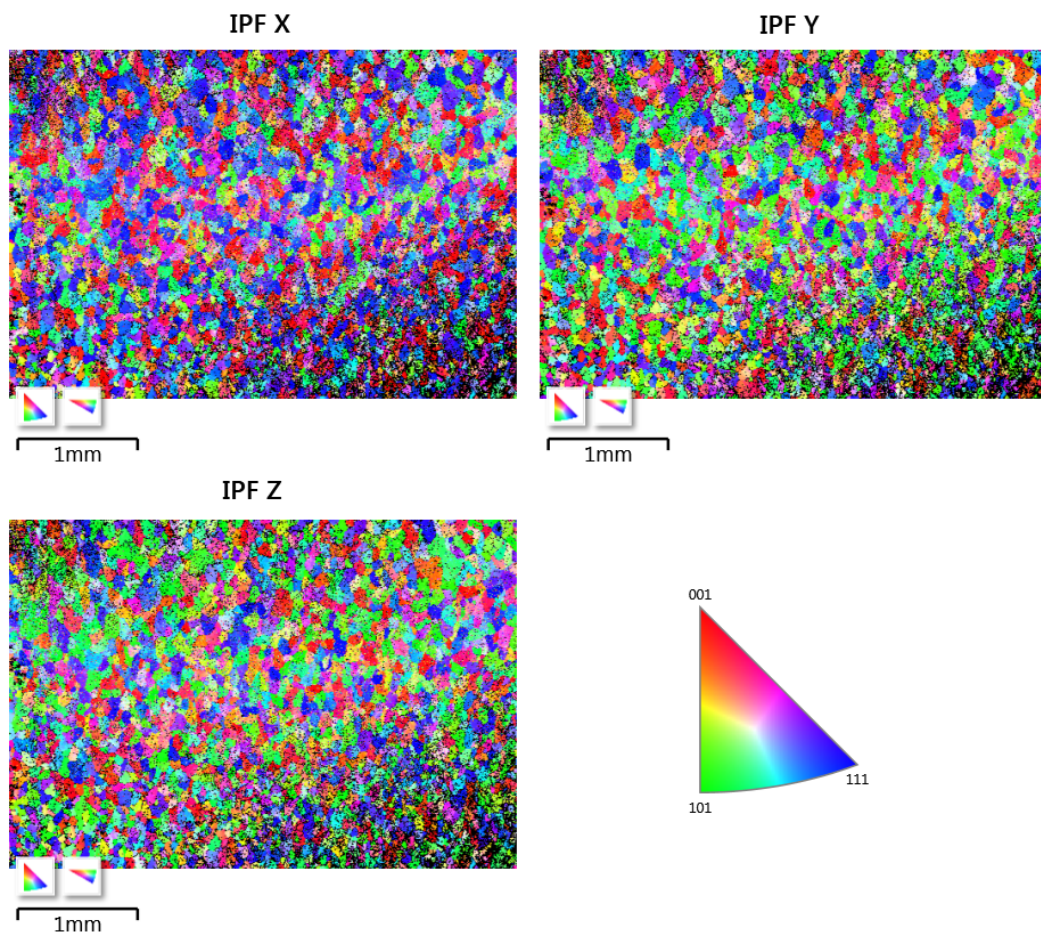
Na obrázku 111 jsou zachyceny pólové obrazce z EBSD analýzy matrice vzorku tlakově deformovaného při 600°C, které velmi názorně zobrazují texturu materiálu. Na snímku 112 je pak ukázána inverzní pólová mapa matrice téhož vzorku, z níž rovněž lze identifikovat výraznou orientaci struktury matrice. Zatímco z IPF Y a IPF Z je patrná náhodná orientace zrn (barevné spektrum je rovnoměrně složeno ze všech barev), IPF X (osa deformace vzorku) vykazuje přednostní orientace v krystalograficky ekvivalentních směrech (001) – červená barva a (111) – modrá barva. Z obou druhů obrazců je tedy zřejmé, že materiál byl jednoosově namáhán (tlakově) a vykazuje značnou texturu ve směru působícího napětí – tj. že k tečení materiálu docházelo v matici.



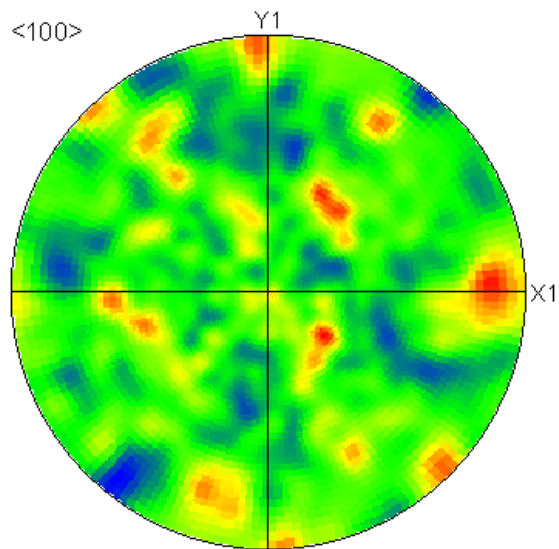
Obr. 110 – Princip stereografické projekce krystalografických směrů zrn materiálu a vznik pólových obrazců při měření pomocí EBSD [34]



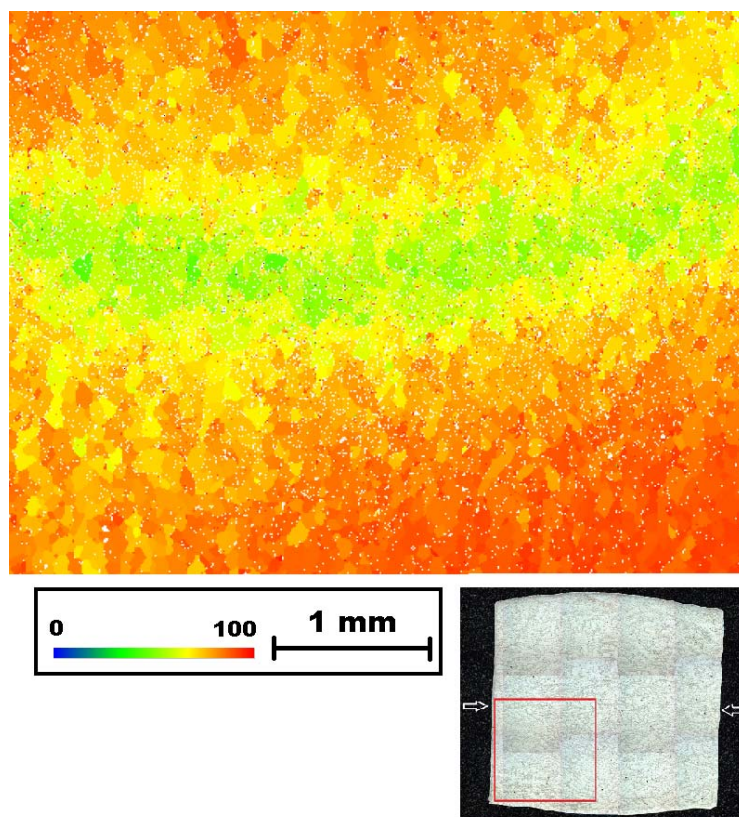
Obr. 111 – Pólové obrazce (Pole figure – PF) matrice materiálu 2151 as cast + 1000/100 tlakově deformovaného při 600°C



Obr. 112 – Inverzní pólové mapy (Inverze pole figure – IPF) matrice materiálu 2151 as cast + 1000/100 tlakově deformovaného při 600°C



Obr. 113 – Pólový obrazec (Pole figure – PF) precipitátů materiálu 2151 as cast + 1000/100 tlakově deformovaného při 600°C



Obr. 114 – Míra deformace materiálu 2151 as cast + 1000/100 po vysokoteplotních tlakových testech při 600°C v různých místech vzorku; na fotografii metalografického výbrusu je znázorněno místo, na němž byla prováděna veškerá měření prostřednictvím EBSD, šipky ukazují směr působícího napětí

Na obrázku 113 je ukázán pólový obrazec znázorňující orientaci precipitátů materiálu. Z tohoto obrazce je zřejmé, že krystaly vykazují náhodnou orientaci svých os, což svědčí o tom, že nebyly deformovány a nemají texturu.

Všetchna provedená zkoumání tlakově zdeformovaných vzorků pomocí EBSD jednoznačně potvrdila předpoklad, že k deformaci materiálu docházelo pouze v matici, nikoliv v precipitátech.

Pomocí EBSD byla rovněž stanovena míra deformace materiálu v různých místech vzorků. Snímek z měření této míry deformace je ukázán na obrázku 114, který opět pochází ze studia vzorku *2151 as cast + 1000/100* po vysokoteplotní tlakové deformaci při 600°C. Deformace byla určována z EBSD metodou „grain statistic – band slope“¹. Modrá barva značí nejmenší míru deformace, červená naopak největší. Ze snímku je možné udělat si představu, k jakému zpevnění došlo v příslušných místech vzorku.

4.3.5. Creepové zkoušky materiálu 2150

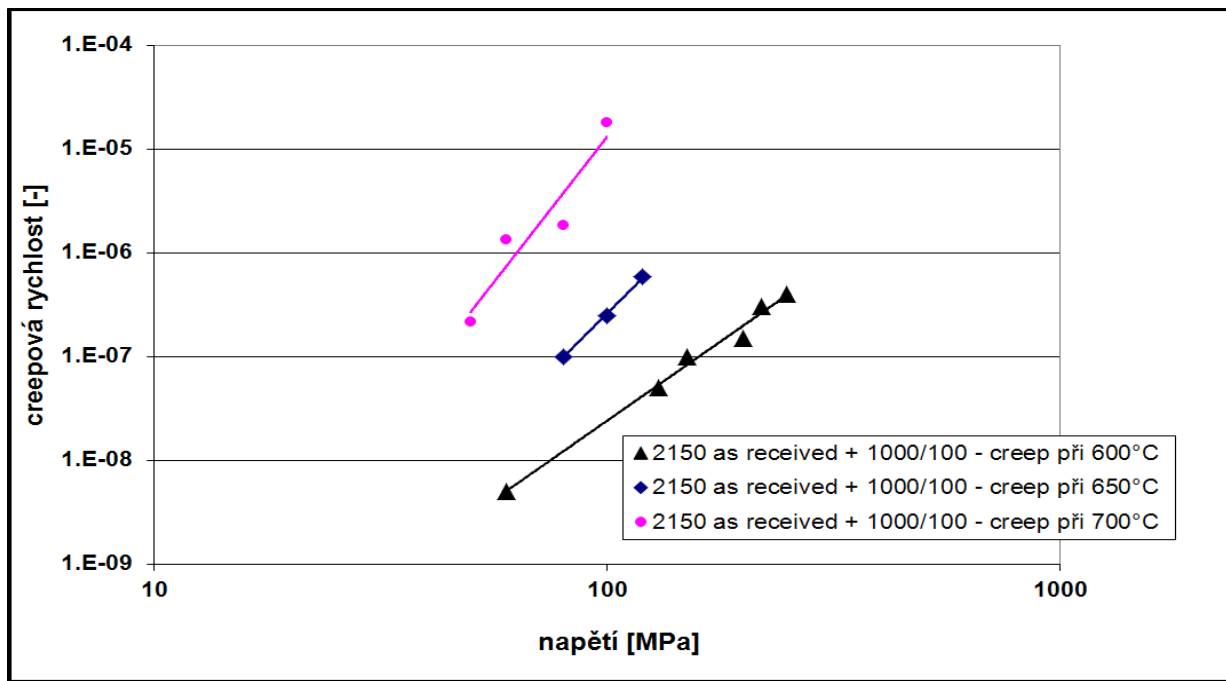
Creepové testy vzorku *2150 as received + 1000/100* byl provedeny při třech zkušebních teplotách – 600, 650 a 700°C. Závislost creepové rychlosti na aplikovaném napětí je zachycena v grafu na obrázku 115. Napěťové koeficienty n jsou tabelovány v tabulce 17. Napěťové exponenty, kde $n \approx 5$ pro vzorky testované při 650 a 700°C, ukazují, že creepová rychlost je kontrolována mechanismem šplhu dislokací obdobně jako v čistých kovech a kovech skupiny II, zpevněných prostřednictvím tuhého roztoku [35].

Struktury po creepových testech při jednotlivých teplotách, zachycené na obrázcích 116 – 121, ukazují, že po creepu nedošlo v materiálu k žádným výrazným změnám. Ze snímků i z provedených EBSD analýz vyplývá, že tečení materiálu probíhá výhradně v matici, precipitáty zůstaly nedeformovány. Struktury vzorků po creepu při jednotlivých teplotách se od sebe liší pouze dynamickým rozvojem trhlin na fázovém rozhraní mezi maticí a precipitáty u vzorků creepovaných při 650 a 700°C (viz obrázky 118 a 120 v porovnání s obrázkem 116 – creep při 600°C).

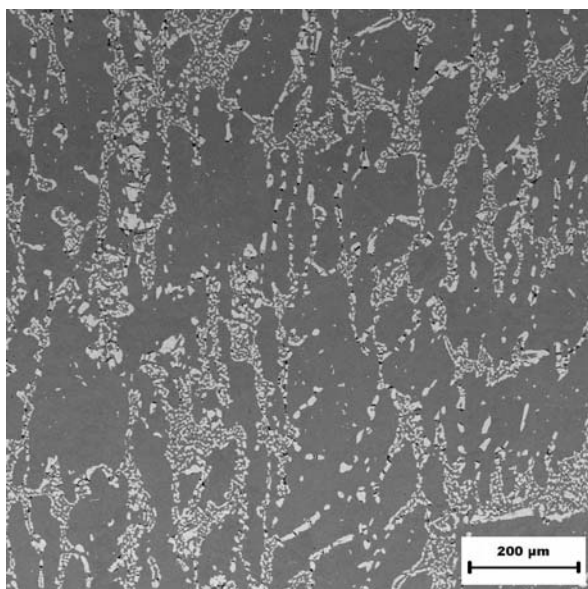
¹ Band slope – Faktor kvality obrazu odvozený od Houghovy transformace, která popisuje gradient maximální intenzity na okrajích Kikuchiho linií v EBSP (elektron backscatter pattern) obrazci.

Tab. 17 – Napěťové exponenty n zjišťované na creepovaném materiálu 2150

| creepová teplota [°C] | 600 | 650 | 700 |
|-----------------------|-----|-----|-----|
| napěťový exponent n | 3,0 | 4,3 | 5,6 |



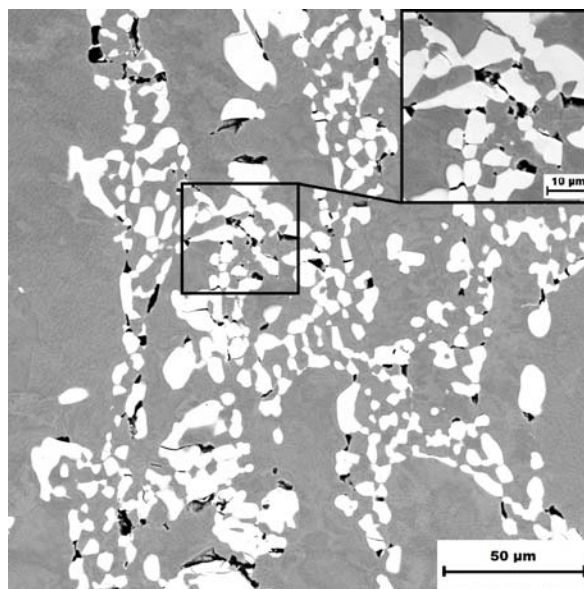
Obr. 115 – Průběh závislosti creepové rychlosti na aplikovaném napětí materiálu 2150



Obr. 116 – Struktura materiálu 2150 as received + 1000/100 po creepových testech při 600°C

HV 20kV, BSE detektor

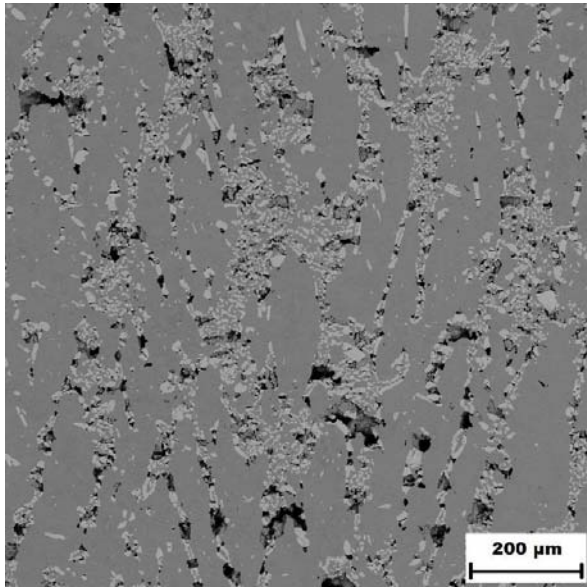
šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze, černé – trhliny



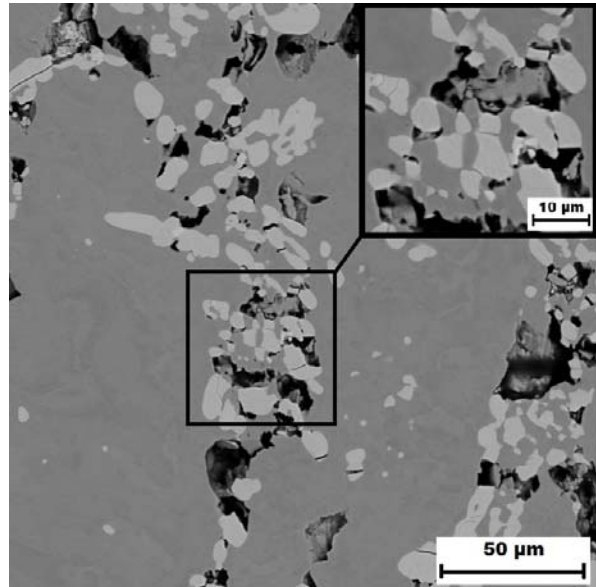
Obr. 117 – Struktura materiálu 2150 as received + 1000/100 po creepových testech při 600°C

HV 20kV, BSE detektor

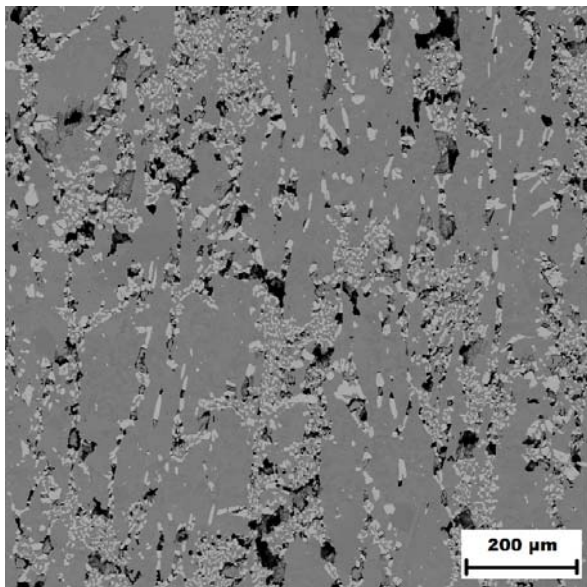
šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze, černé – trhliny



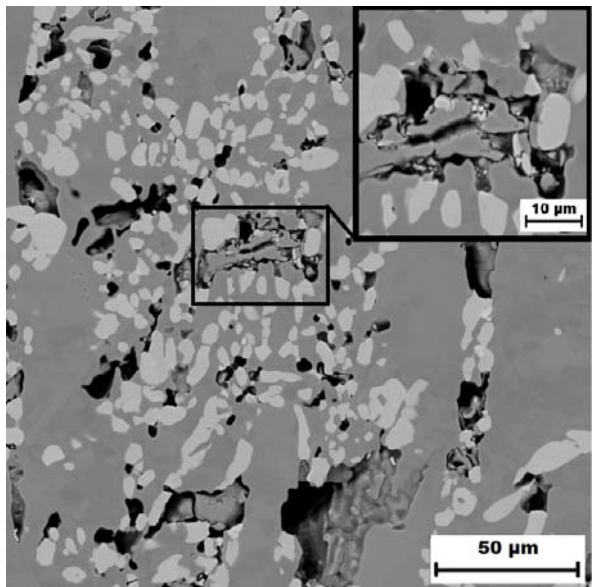
*Obr. 118 – Struktura materiálu 2150 as received + 1000/100 po creepových testech při 650°C
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze, černé – trhliny*



*Obr. 119 – Struktura materiálu 2150 as received + 1000/100 po creepových testech při 650°C
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze, černé – trhliny*



*Obr. 120 – Struktura materiálu 2150 as received + 1000/100 po creepových testech při 700°C
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze, černé – trhliny*



*Obr. 121 – Struktura materiálu 2150 as received + 1000/100 po creepových testech při 700°C
HV 20kV, BSE detektor
tmavě šedá – matrice, světle šedá – Lavesova fáze, černé – trhliny*

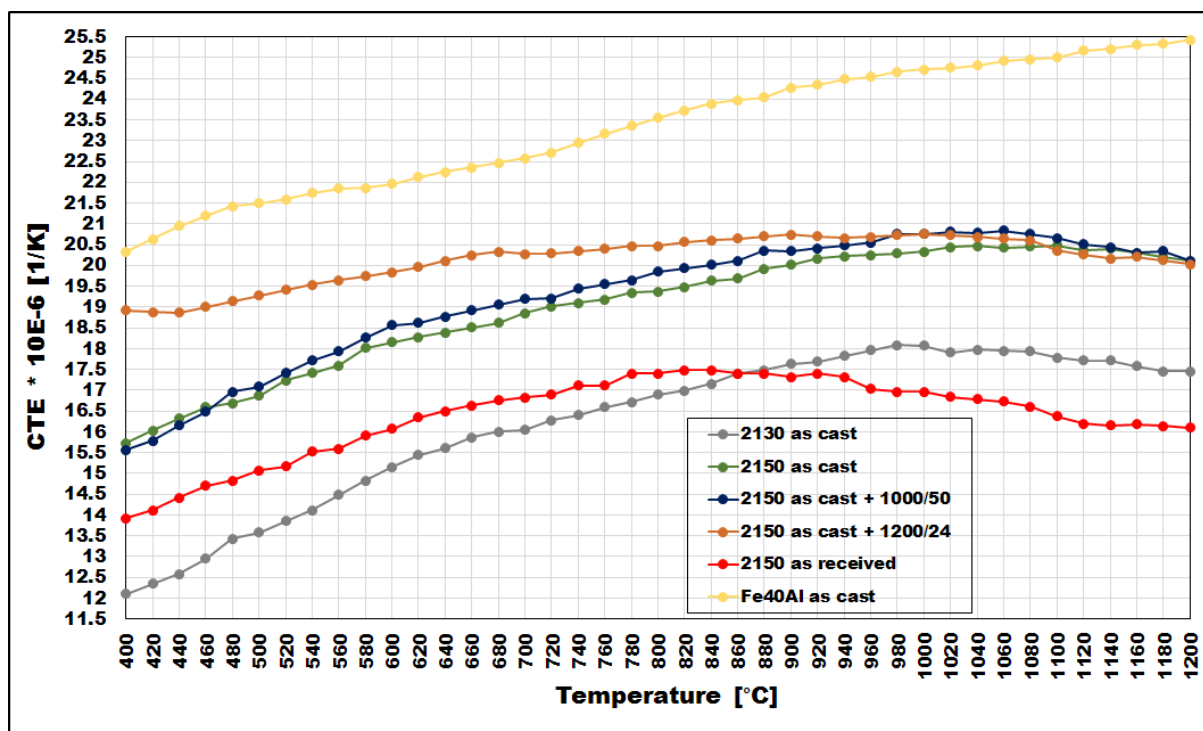
4.3.6. Dilatometrické testy slitin 2130 a 2150

Hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti (CTE) v závislosti na teplotě jsou zaznamenány v grafu na obrázku 122.

Z grafu je patrné, že slitina *2150 as cast* (obrázek 123) vykazovala v porovnání s ostatními vzorky (s výjimkou slitiny *2130 as cast*) velmi nízkou teplotní roztažnost. Ta může být zapříčiněna přítomností eutektických oblastí, které mohou mít podobný zpevňující efekt jako disperzní částice v kompozitech.

Žihání materiálu *2150* při 1000°C po dobu 50 hodin (vzorek *2150 as cast + 1000/50* – viz obrázek 124) se nijak neprojevilo na hodnotách CTE v porovnání se stavem *as cast*. Důvod je třeba hledat ve struktuře slitiny, která zůstala prakticky beze změn (porovnání snímků 123 a 124).

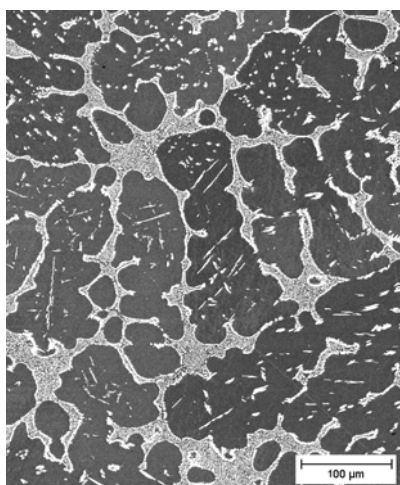
Vliv na koeficient CTE však mělo žihání při vyšší teplotě a rovněž provedené tepelně – mechanické zpracování. Materiál *2150 as cast + 1200/24* (obrázek 125) sice dosahoval po vyžihání horších výsledků z pohledu koeficientu teplotní roztažnosti, ale hodnoty CTE byly po žihání při 1200°C po dobu 24 hodin mnohem více stabilní (pohybovaly se v rozmezí pouze $19 - 20,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$). Toto chování může být vysvětleno rozpuštěním nestabilních eutektických oblastí a vznikem jednotlivých precipitátů. Úzké rozmezí, v němž



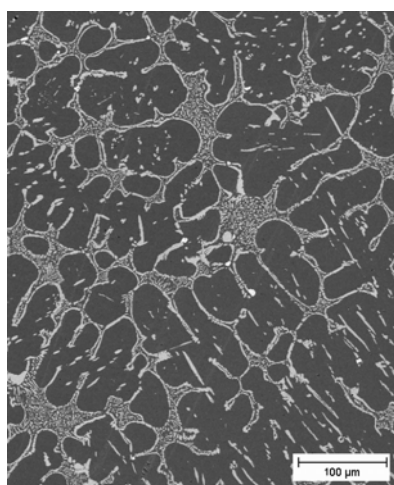
Obr. 122 – Graf teplotní závislosti koeficientu CTE pro zkoumané vzorky

se koeficient CTE pohyboval po vyžhání materiálu, je výhodné u strojních součástí. U těch totiž více než vlastní nízký koeficient teplotní roztažnosti požadujeme, aby se jejich změny rozměrů v závislosti na teplotě pohybovaly v co nejužším možném intervalu v širokém rozmezí teplot.

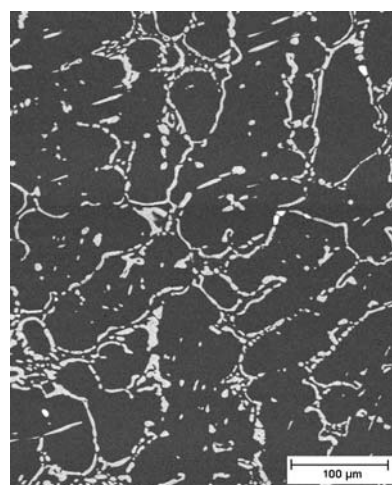
Ve vzorku *2150 as received* (obrázek 126) došlo po válcování k rozbití eutektických oblastí a uspořádání precipitátů do řádků rovnoběžných se směrem válcování. Tento vzorek po tepelně – mechanickém zpracování vykazoval nejnižší hodnoty koeficientu CTE ze sledovaných vzorků.



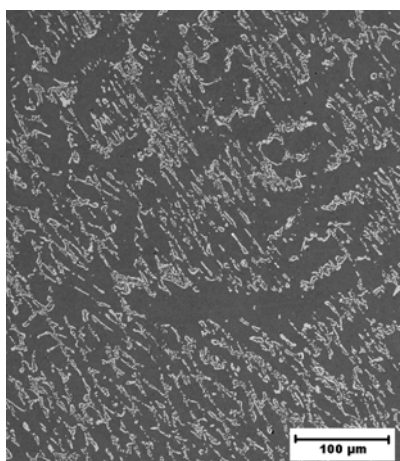
Obr. 123 – Struktura materiálu 2150 as cast (BSE)
šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze



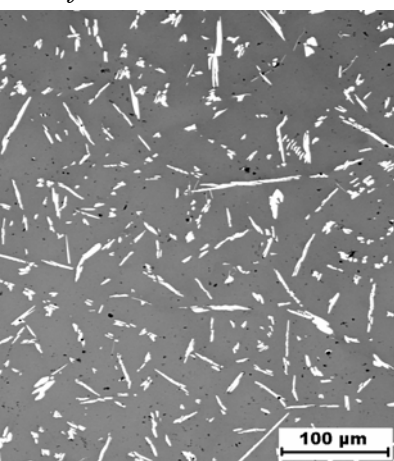
Obr. 124 – Struktura materiálu 2150 as cast + 1000/50 (BSE)
šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze



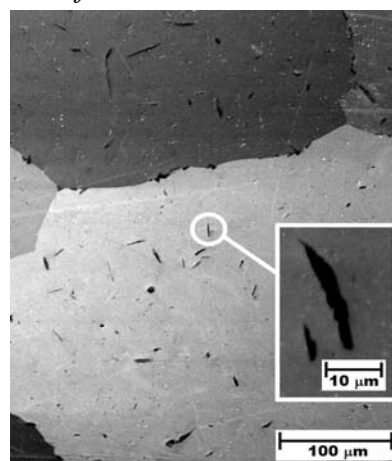
Obr. 125 – Struktura materiálu 2150 as cast + 1200/24 (BSE)
šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze



Obr. 126 – Struktura materiálu 2150 as received (BSE)
šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze



Obr. 127 – Struktura materiálu 2130 as cast (BSE)
šedá – matrice, bílá – Lavesova fáze



Obr. 128 – Struktura materiálu Fe40Al as cast (SE)
šedá – matrice
černá – perovskit

Koeficient teplotní roztažnosti slitiny *2130 as cast* měl se zvyšující se teplotou prakticky identický trend jako CTE slitiny *2150 as cast*, ale výsledné hodnoty koeficientu teplotní roztažnosti byly při stejných teplotách o zhruba 3 K^{-1} nižší. To může být zapříčiněno velmi pravidelnou a hustou distribucí precipitátů v matici (viz obrázek 127).

Pro srovnání teplotní roztažnosti aluminidů železa se strukturou D0₃ a B2 byl měřen CTE také pro slitinu *Fe40Al as cast*². Ta vykazovala nejvyšší teplotní roztažnost ze zkoumaných slitin díky své B2 struktuře, což je v souladu s dřívějšími výzkumy publikovanými v [31]. Struktura materiálu *Fe40Al as cast* s jehlicemi pravděpodobně perovskitické fáze Fe_3AlC_x je ukázána na obrázku 128.

² **Fe40Al** – Fe40,3Al0,03Cr0,09Zr0,04C0,04B at.%

5. DISKUZE VÝSLEDKŮ

Disertační práce se zabývá studiem tří skupin slitin typu Fe_3Al , které se od sebe odlišovaly druhem přidaných legur. Dva ze zkoumaných systémů byly kvaternární (Fe_3Al legované uhlíkem a zirkoniem nebo uhlíkem a niobem), třetí ternární (Fe_3Al legovaný niobem). V rámci každého systému bylo zhotoveno několik vzorků, které se od sebe navzájem lišily koncentrací přidané legury, případně vzájemným poměrem koncentrací Zr/C.

5.1. Souvislosti mezi strukturou a mechanickými vlastnostmi slitin typu Fe_3Al legovaných zirkoniem a uhlíkem

Do první skupiny slitin (Fe_3Al legovaný zirkoniem a uhlíkem) se řadí materiály *1143*, *1144*, *1181* a *1182*. Cílem studie bylo ověřit vliv vzájemného poměru koncentrací Zr/C na vysokoteplotní mechanické vlastnosti. Tato studie byla motivována faktem, že nelze opomíjet vliv uhlíku, který je vždy do slitin v určitém množství vnesen při přípravě materiálu jako nečistota ze surového železa. Z hlediska procesu tvorby fází lze slitiny rozdělit do dvou skupin:

- 1) Materiály s poměrem koncentrací $\text{Zr}/\text{C} < 1$; tj. přebytek C nad Zr (slitina *1143*)
Při tomto poměru se tvoří ZrC, nadbytečný uhlík se slučuje s železem a hliníkem za vzniku perovskitické fáze $\text{Fe}_3\text{AlC}_{0,5}$.
- 2) Materiály s poměrem koncentrací $\text{Zr}/\text{C} > 1$; tj. přebytek Zr nad C (slitiny *1144*, *1181* a *1182*)
Při poměru Zr/C vyšším než 1 se opět přednostně tvoří ZrC, ale nedostatkovým prvkem je v tomto případě uhlík. Po spotřebování uhlíku na tvorbu ZrC tedy přebývá zirkonium, které vytváří Lavesovu fázi λ_1 $(\text{Fe},\text{Al})_2\text{Zr}$, příp. mohou vznikat další metastabilní fáze stabilizované nečistotami.

Typ, množství a distribuce přítomných sekundárních částic významným způsobem ovlivňují vysokoteplotní mechanické vlastnosti slitin. S ohledem na zanedbatelnou rozpustnost zirkonia v Fe_3Al matici (menší než 0,1 at.% [12] – viz diagram na obrázku 14) nelze v tomto systému počítat s vlivem jiného zpevňujícího mechanismu, než zpevněním prostřednictvím Lavesovy fáze a precipitátů ZrC. Částice byly v materiálu přítomny jak na hranicích zrn, tak v určité míře i v ploše zrn. Lze však předpokládat, že zpevňující efekt budou vykazovat pouze částice vyskytující se na hranicích zrn. Tyto částice budou zpevňovat

matrici blokováním hranic zrn. Oproti tomu precipitáty v ploše zrn budou ke zpevňování materiálu přispívat pouze velmi malým dílem, protože jejich vzájemné vzdálenosti a rozměry jsou příliš velké pro účinné zachytávání dislokací.

Struktura slitiny *1143 as received* byla téměř homogenní. V matrici byly pravidelně a hustě rozmístěny drobné tyčinky a větší kubické destičky ZrC. Rovněž perovskitické částice byly rovnoměrně rozloženy ve struktuře (viz obrázek 29). Měly však nepříznivý jehlicovitý tvar a jejich délka dosahovala v některých případech až 40 μm . Nežádoucí tvar a rozměry těchto precipitátů společně s faktem, že se jedná o velmi křehkou fázi, mohou mít negativní vliv na vysokoteplotní mechanické vlastnosti.

Materiál *1144* ve výchozím stavu (válcováno) vykazoval rovněž velmi homogenní a hustou distribuci precipitátů, nebyl-li brán ohled na typ sekundární fáze (viz obrázek 37). Lavesova fáze $(\text{Fe,Al})_2\text{Zr}$, která ve slitině začala vznikat po spotřebování uhlíku, byla zastoupena drobnými precipitáty, které se spojovaly do řetízků a byly pravidelně distribuovány v celé ploše materiálu, avšak rozmístění precipitátů ZrC v materiálu bylo značně nepravidelné a navíc byly tyto částice přítomny ve struktuře ve formě hrubých kubických destiček.

Ve struktuře materiálu *1181*, který byl dopován uhlíkem a vyšším obsahem zirkonia než slitiny *1143*, *1144*, se tvořila hustá a pravidelně rozmístěná eutektická síť α (Fe, Al) + Lavesova fáze, která byla doplněna jednotlivými precipitáty ZrC. Částice ZrC však byly vyloučeny ve formě hrubých kubických destiček a jejich distribuce je nehomogenní – dochází ke shlukování precipitátů (viz snímky 44 a 45).

Slitina *1182* se od slitiny *1181* svojí strukturou příliš nelišila (viz obrázky 52 a 53). Hlavní rozdíl mezi strukturami byl pozorován ve frakčním objemu ZrC, který byl u materiálu *1182* díky vyššímu obsahu přidaného uhlíku větší. Rozložení precipitátů ZrC však bylo opět značně nehomogenní a lze tedy předpokládat, že tím budou negativně ovlivněny vysokoteplotní mechanické vlastnosti.

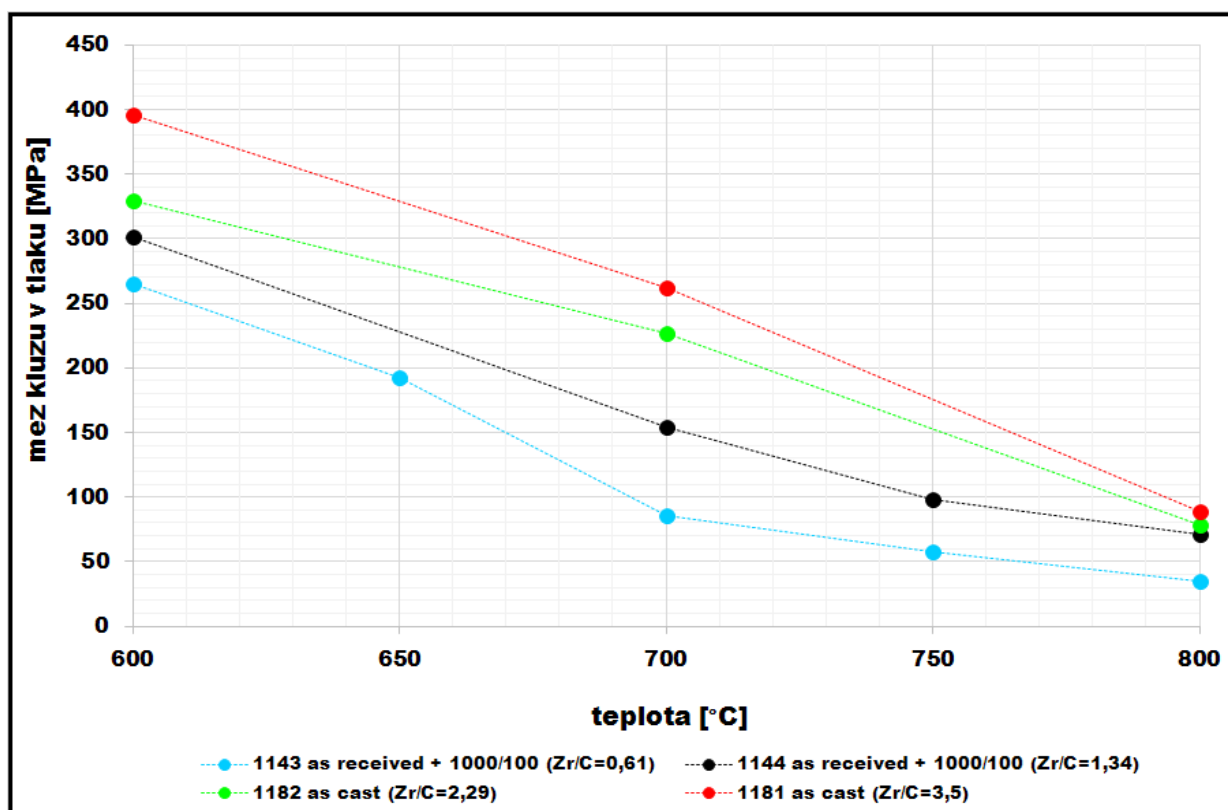
Nehomogenní rozložení precipitátů ZrC v materiálech *1181* a *1182* vzniká již v tavenině [36]. V důsledku velké afinity uhlíku a zirkonia vzniknou shluky částic ZrC, které není možné běžně používanými metodami rozmíchat.

V tabulce 18 jsou uvedeny frakční objemy jednotlivých vznikajících fází v materiálech *1143*, *1144*, *1181* a *1182*. Srovnáním frakčních objemů ZrC (příp. perovskitu) a eutektika, tvořeného směsí α (Fe, Al) + Lavesovy fáze, s grafem vysokoteplotních mezí kluzu na

obrázku 129 je možné konstatovat, že hlavní zpevňující efekt má eutektická směs. S rostoucím frakčním objemem α (Fe, Al) + Lavesovy fáze roste také vysokoteplotní mez kluzu. Tvorba většího objemového podílu ZrC při vyšším přidavku uhlíku do slitiny má za následek pokles frakčního objemu eutektika, a tím i pokles vysokoteplotní meze kluzu.

Tab. 18 – Porovnání frakčních objemů fází vznikajících ve slitinách 1143, 1144, 1181 a 1182

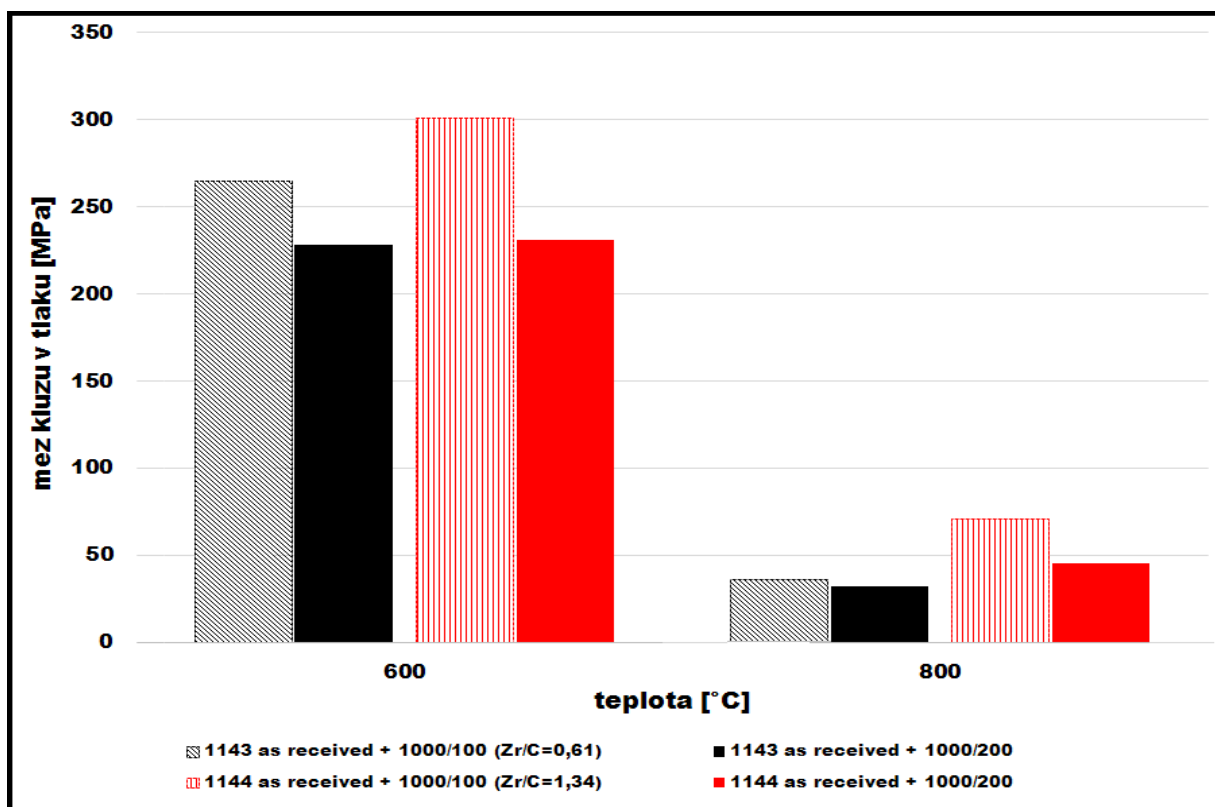
| slitina | Zr (at. %) | C (at. %) | poměr koncentrací Zr/C | frakční objem ZrC | frakční objem eutektika ³ |
|---------|------------|-----------|------------------------|--------------------------|--------------------------------------|
| 1143 | 1,05 | 1,72 | 0,61 | 1,9 (+4,5 perovskitu) | – |
| 1144 | 2,11 | 1,58 | 1,34 | 2,3 | 4,2 |
| 1182 | 4,8 | 2,1 | 2,29 | 3,9 | 34,9 |
| 1181 | 4,9 | 1,4 | 3,5 | 1,2 | 41,7 |



Obr. 129 – Průběh meze kluzu materiálů 1143, 1144, 1181 a 1182 v závislosti na teplotě (studium vlivu vzájemného poměru koncentrací Zr/C na vysokoteplotní mechanické vlastnosti)

³ eutektikum – směs α (Fe, Al) + Lavesovy fáze (Fe,Al)₂Zr; lze předpokládat, že Lavesova fáze zaujímá polovinu objemu eutektické směsi

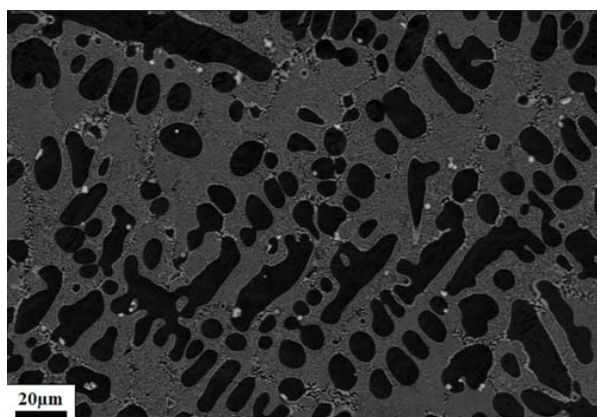
V případě materiálů 1143 a 1144 byl rovněž zjišťován vliv dlouhodobého žíhání (200 hodin) při 1000°C na vysokoteplotní mechanické vlastnosti. Ze studia struktury i z provedených vysokoteplotních mechanických testů vyplývá, že žíhání 1000°C/200h má na vlastnosti slitiny typu Fe₃Al legované zirkoniem a uhlíkem negativní vliv, který souvisí pravděpodobně s tím, že v důsledku žíhání došlo u obou materiálů ke změně distribuce sekundární fáze, kterou považujeme za zpevňující. Po dlouhodobém tepelném zpracování byla narušena homogenita rozmístění precipitátů. V obou případech došlo během dlouhodobého žíhání k výraznému shlukování a hrubnutí kubických destiček ZrC (viz např. srovnání snímků 32 vs. 29 pro slitinu 1143). Ve slitině 1143 *as received* + 1000/200 došlo k téměř úplnému rozpuštění perovskitických disků do matrice, u materiálu 1144 *as received* + 1000/200 zaniklo řetízkovité a částečně eutektické uspořádání Lavesovy fáze a bylo nahrazeno jednotlivými hrubnouchými částicemi Lavesovy fáze. Následné měření vysokoteplotních mezí kluzu potvrdilo předpoklad, daný zkoumáním mikrostruktury materiálů. Z obrázku 130 je velmi dobře patrné, že meze kluzu při stejných teplotách jsou pro slitiny vyžíhané při 1000°C/200h nižší, než pro materiály žíhané po standardní homogenizační dobu (tj. 100 hodin).



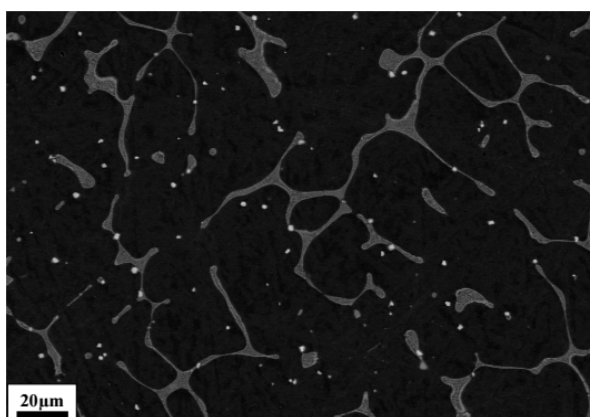
Obr. 130 – Vliv dlouhodobého žíhání na vysokoteplotní mez kluzu materiálů 1143 a 1144

Slitina 1182 a porovnávací vzorek 25_5⁴ obsahují stejné množství zirkonia, liší se pouze v obsahu přidaného uhlíku (do materiálu 25_5 nebyl cíleně přidáván uhlík). V základním litém stavu je struktura slitiny 25_5 [33] tvořena maticí (černá barva) a eutektickou sítí α (Fe, Al) + Lavesova fáze (šedá barva), jak dokumentuje obrázek 131. S výjimkou precipitátů ZrC je tudíž struktura analogická ke struktuře slitin 1181 a 1182 (viz snímky 44 a 52). Materiál 25_5 však dosahuje vyšších mezí kluzu než slitina 1182, jak je patrné z grafu na obrázku 133. Z provedených výzkumů mikrostruktury a vysokoteplotních mezí kluzu vyplývá, že za zhoršení vysokoteplotních mechanických vlastností jsou zodpovědné ZrC.

Obdobně z porovnání struktur a vysokoteplotních mechanických vlastností (viz graf na obrázku 134) slitiny 1143 (viz obrázek 30) a srovnávacího vzorku 25_1⁴ [33] (viz obrázek 132), které opět byly dopovány stejným množstvím zirkonia a lišily se přídavkem uhlíku v případě materiálu 1143, vyplývá stejný závěr.

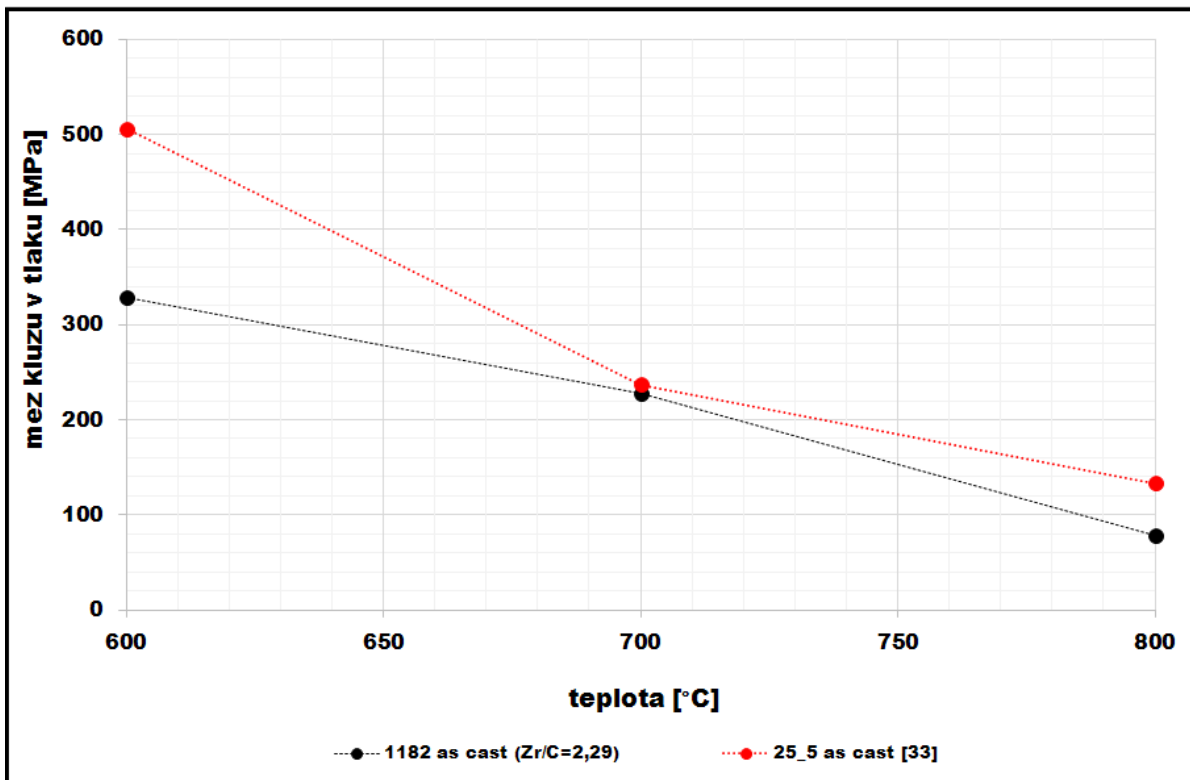


Obr. 131 – Struktura materiálu 25_5 v litém stavu [33]
černá – matrice, šedá – Lavesova fáze

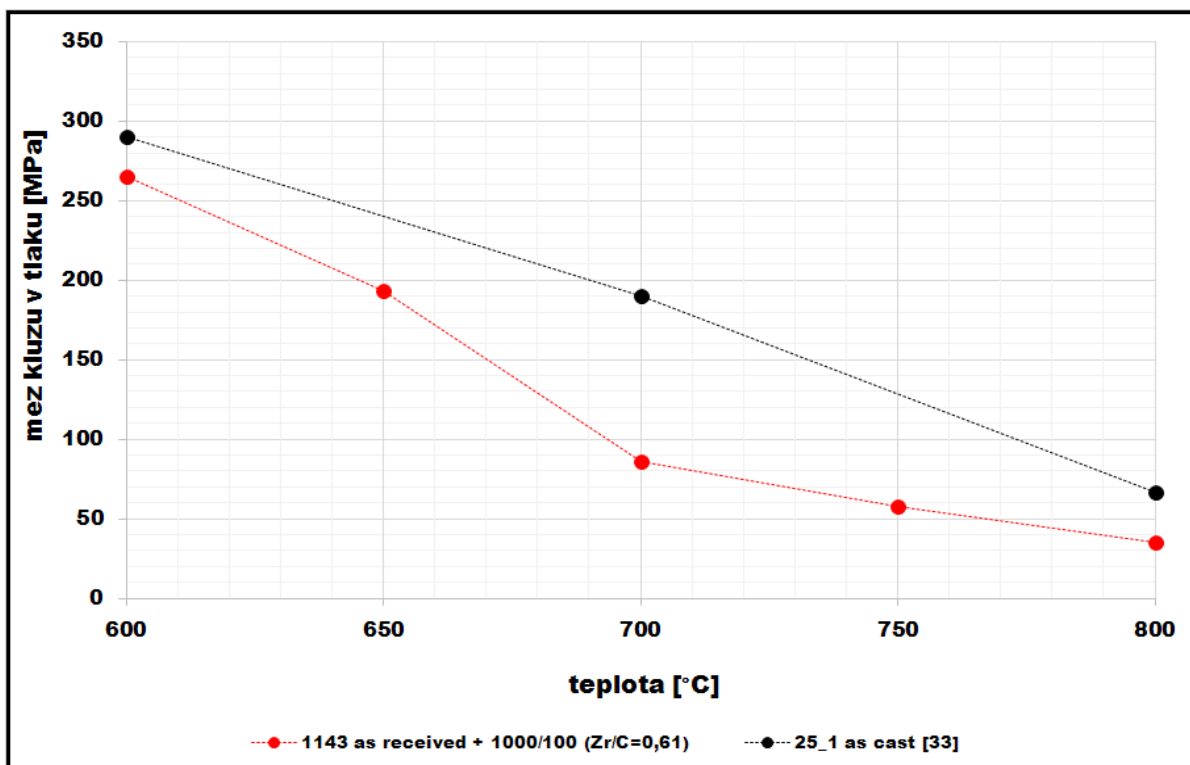


Obr. 132 – Struktura materiálu 25_1 v litém stavu [33]
černá – matrice, šedá – Lavesova fáze

⁴ 25_1 – Fe25,5Al1,0Zr at.% ; 25_5 – Fe25,4Al4,9Zr at.% [33]



Obr. 133 – Porovnání mezi kluzu materiálů 1182 a 25_5 v závislosti na teplotě (studium vlivu přidavku uhlíku do aluminidů železa legovaných Zr na vysokoteplotní mechanické vlastnosti)



Obr. 134 – Porovnání mezi kluzu materiálů 1143 a 25_1 v závislosti na teplotě (studium vlivu přidavku uhlíku do aluminidů železa legovaných Zr na vysokoteplotní mechanické vlastnosti)

5.2. Souvislosti mezi strukturou a mechanickými vlastnostmi slitin typu Fe₃Al legovaných niobem

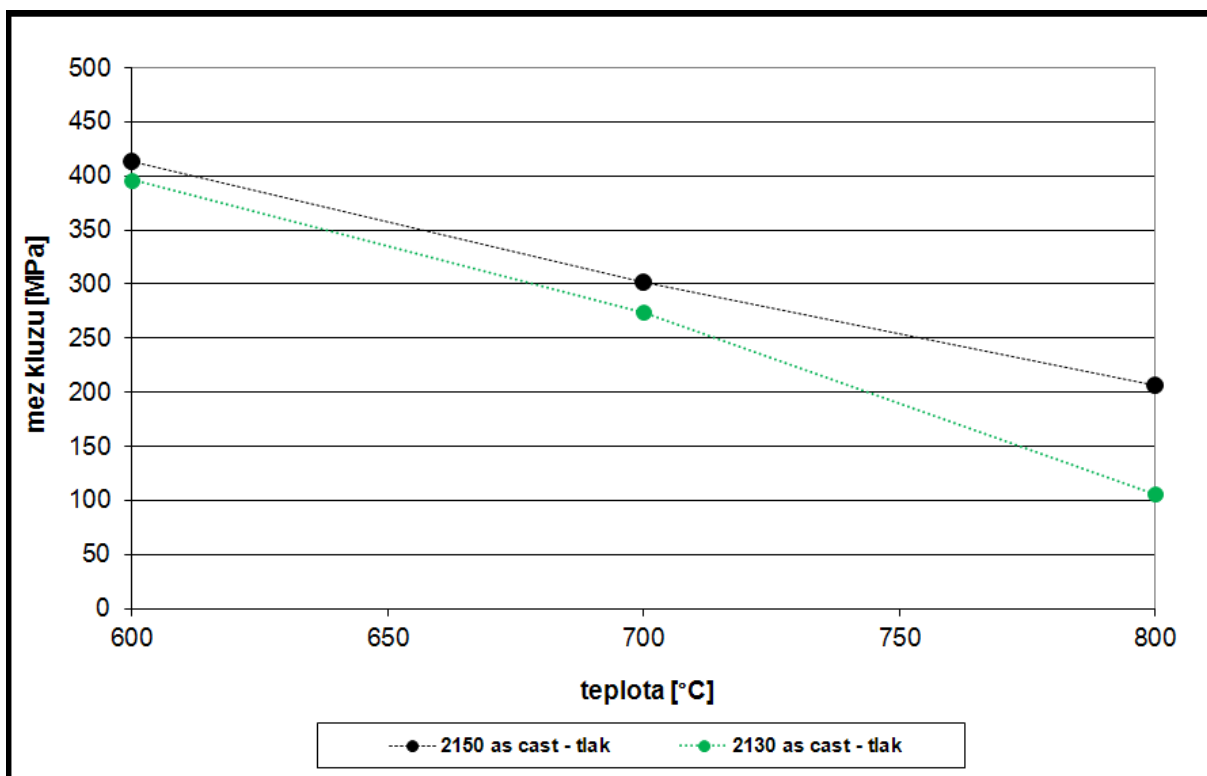
Do této skupiny se řadí materiály 2130 a 2150 s vysokým obsahem přidaného niobu. Studium uvedených slitin navazuje na výzkum materiálu s nižším procentem přidaného niobu, který byl zkoumán v [5] (vzorek 907⁵).

Lze usoudit, že vysokoteplotní mechanické vlastnosti budou růst se zvyšujícím se obsahem přidané legury (a tedy se zvyšujícím se frakčním objemem vzniklé Lavesovy fáze). Tento předpoklad se potvrdil u materiálů 2130 a 2150 pouze ve stavech *as cast* (viz obrázek 135). Oproti tomu testy provedené na týchž materiálech, ale ve stavech *as received + 1000/100* (viz obrázek 136), ukázaly, že srovnávací slitina 907 s nejnižším obsahem přidaného niobu sice podle předpokladů vykazuje nejnižší hodnoty vysokoteplotních mechanických vlastností, nicméně materiál 2150 nedosahuje po termo – mechanickém zpracování oproti 2130 výrazně vyšších mezí kluzu. Do 700°C jsou hodnoty pro oba materiály srovnatelné, při zkušební teplotě 800°C naopak slitina 2130 vykazuje výrazně vyšší mez kluzu. Přitom frakční objem zpevňující Lavesovy fáze (viz tabulka 19) podle předpokladů roste s rostoucí koncentrací niobu ve slitině (tedy 907 → 2130 → 2150). Nejlepší vysokoteplotní mechanické vlastnosti materiálu 2130 *as received + 1000/100* mohou být dány velmi homogenní a hustou distribucí precipitátů v matici. Vysoké hodnoty mezí kluzu mohou být rovněž zapříčiněny vznikem zárodků velmi drobné sekundární fáze v matici, která však v důsledku svých malých rozměrů není detekovatelná pomocí SEM. Tato fáze může být natolik jemná, že dokáže účinně blokovat pohyb dislokací za vysokých teplot. Tuto domněnku podporuje obrázek 98, na němž je zachycena struktura materiálu 2130 *as received + 1000/100* po vysokoteplotní deformaci tlakem při 700°C. Ze snímku a z detailu ve výřezu je patrné, že na hranicích zrn začaly vznikat velmi jemné precipitáty, které mohou být zodpovědné za zpevnění slitiny při

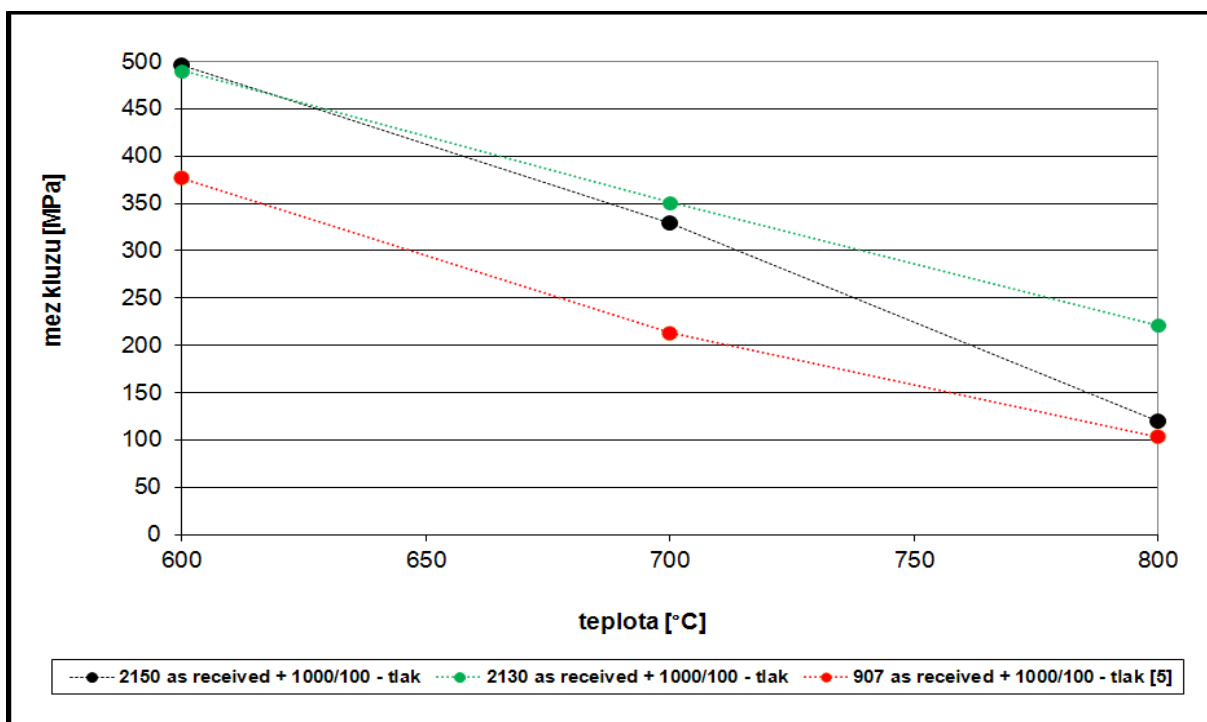
Tab. 19 – Porovnání frakčních objemů vzniklé Lavesovy fáze ve slitinách 907, 2130 a 2150

| slitina | Nb (at. %) | frakční objem Lavesovy fáze |
|-----------------------------|------------|-----------------------------|
| 907 as received + 1000/100 | 1,2 | 1,3 |
| 2130 as received + 1000/100 | 2,7 | 8,2 |
| 2150 as received + 1000/100 | 4,8 | 15,6 |

⁵ 907 – Fe27,6Al11,2Nb0,2C at.% [5]



Obr. 135 – Porovnání mezí kluzu v tlaku materiálů 2130 a 2150 ve stavech as cast v závislosti na teplotě (studium vlivu obsahu přidané legury – Nb na vysokoteplotní mechanické vlastnosti)



Obr. 136 – Porovnání mezí kluzu v tlaku materiálů 907, 2130 a 2150 ve stavech as received + 1000/100 v závislosti na teplotě (studium vlivu obsahu přidané legury – Nb na vysokoteplotní mechanické vlastnosti)

vysokých teplotách. V rámci navazujících výzkumů by tudíž bylo vhodné provést studium materiálu prostřednictvím transmisní elektronové mikroskopie (TEM) k ověření této domněnky.

Struktura vzorku *2150 as cast* je tvořena hustou eutektickou sítí, jejíž přítomnost je velmi slibná z hlediska mechanických vlastností, protože se předpokládá, že by mohla plnit stejnou funkci jako zpevňující disperze v kompozitech. Nicméně nelze přehlížet fakt, že eutektické oblasti po termo – mechanickém zpracování zanikají a jsou nahrazeny jednotlivými precipitáty Lavesovy fáze. Tyto precipitáty kopírují tvar původních eutektických oblastí, což má za následek, že se mezi částicemi nacházejí poměrně rozsáhlé oblasti zcela bez precipitátů, v nichž se nevyskytují žádné překážky pro tečení matrice (z metalografického šetření a EBSD bylo potvrzeno, že materiál se deformoval výhradně v matici). To může být jeden z důvodů, proč materiál s vyšším obsahem niobu má po termo – mechanickém zpracování nižší meze kluzu za vysokých teplot. Negativní vliv na vysokoteplotní mechanické vlastnosti však také mohou mít nežádoucí fáze, které se, byť ve velmi omezené míře, vyskytly ve struktuře materiálu *2150* po žíhání či termo – mechanickém zpracování. Jednalo se o NbC, které ve slitině vznikly v důsledku přítomnosti malého množství uhlíku (uhlík nebyl legurou, ale nečistotou ze surového železa), a potom také o μ – fází. Přestože se tato fáze vyskytuje v ternárním diagramu v oblasti bohaté na niob (cca okolo 50-ti at. %), je snadno stabilizovatelná nečistotami, zejména uhlíkem. Obsahuje-li tedy slitina uhlík, může dojít ke vzniku vícefázové struktury $\alpha/\gamma\text{Fe} + \lambda + \mu + (\text{NbC})$. To bylo porovnáno s [23, 36 – 39] a potvrzeno výsledky EBSD analýzy provedené na materiálu *2150 as cast + 1000/50*.

V případě slitiny *2150* byla pozorována anomálie v podobě rostoucího frakčního objemu precipitátů Lavesovy fáze s rostoucí teplotou. Podle diagramu na obrázku 17 by se s rostoucí žíhací teplotou měla posouvat hranice rozpustnosti niobu v Fe-Al matici k vyšším hodnotám a frakční objem precipitátů by měl klesat. Jak je však možné posoudit z tabulky 20, je tomu naopak. K této anomálii může docházet v důsledku faktu, že nově vzniklé precipitáty Lavesovy fáze, které se formovaly ve struktuře díky nadbytku niobu pocházejícího z rozpuštěného eutektika, mohou mít podstechiometrické složení. Lavesova fáze v eutektiku přitom měla složení stechiometrické. Pak by muselo vzniknout větší množství precipitátů Lavesovy fáze s podstechiometrickým složením, aby byl spotřebován veškerý nadbytečný niob.

Tab. 20 – Porovnání frakčního objemu precipitátů Lavesovy fáze v materiálu 2150 po různých druzích tepelného zpracování

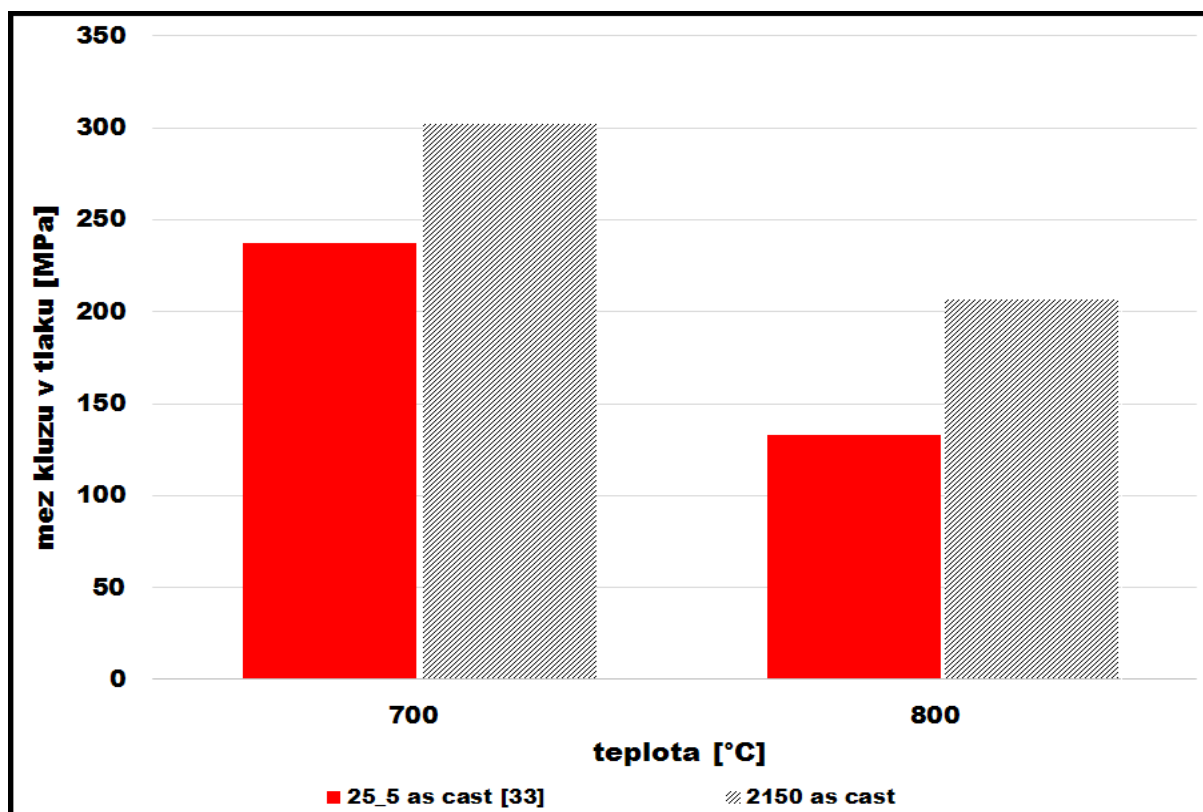
| stav slitiny | as cast | as cast + 1000/50 | as cast + 1200/24 |
|---------------------------------|---------|-------------------|-------------------|
| frakční objem Lavesovy fáze [%] | 7,9 | 9,5 | 10,3 |

Pozitivní vliv termo – mechanického zpracování (válcování) na vysokoteplotní mechanické vlastnosti je dobře patrný z porovnání grafů na obrázcích 135 a 136. Slitina 2130 dosahuje po vyválcování při všech zkušebních teplotách řádově o 100 MPa vyšších mezí kluzu než ve stavu *as cast*, v případě materiálu 2150 jsou hodnoty o 20 – 80 MPa vyšší.

Závislost vysokoteplotních mechanických vlastností na distribuci a hustotě sekundárních částic nepřímo potvrzují i výsledky měření koeficientu teplotní roztažnosti (CTE), jak je možné posoudit z grafu na obrázku 122. Materiál 2130 *as cast* vykazoval nižší teplotní roztažnost než slitina 2150 *as cast*. To může být opět způsobeno přítomností částic pozorovatelných pouze prostřednictvím TEM, které zabraňují tečení materiálu. Vliv struktury na CTE je patrný i z porovnání výsledků pro vzorky 2150 *as cast*, 2150 *as cast* + 1000/50 a 2150 *as cast* + 1200/24. Struktura prvních dvou vzorků je identická (viz snímky 123 a 124) a i výsledky měření CTE byly totožné. Oproti tomu u vzorku 2150 *as cast* + 1200/24, jehož struktura byla v důsledku žihání odlišná od prvních dvou vzorků, byl naměřen méně strmý průběh křivky CTE.

Naměřené hodnoty tvrdostí pro slitiny 2130 a 2150 dobře korespondují s předpokladem, že materiál s vyšším obsahem niobu bude mít vyšší tvrdost, protože dojde k jeho většímu zpevnění jednak prostřednictvím tuhého roztoku, a jednak vlivem přítomné sekundární fáze.

Porovnání materiálů 2150 *as cast* (viz obrázek 72) a 25_5 *as cast* (viz obrázek 131), které obsahují stejné množství přidané legury a liší se pouze v typu legury (niob u 2150 a zirkonium u 25_5), ukázalo, že struktury jsou v obou případech velmi podobné. Liší se pouze vyšším frakčním objemem eutektika α (Fe, Al) + Lavesovy fáze v případě slitiny 25_5 a jeho podstatně jemnější distribucí. U aluminidů železa legovaných niobem funguje zpevňování slitiny obdobně jako v případě přídavku zirkonia, nicméně přestože je rozpustnost niobu v Fe-Al matici značně omezená, je výrazně vyšší než u zirkonia [18]. V důsledku toho se v systému Fe – Al – Nb rozpouští více přidaného niobu do matrice a díky tomu při stejných obsazích přidané legury se tvoří méně zpevňující sekundární fáze (nekoherentních precipitátů



Obr. 137 – Porovnání mezi kluzu materiálů 2150 a 25_5 v závislosti na teplotě (studium vlivu typu legury na vysokoteplotní mechanické vlastnosti)

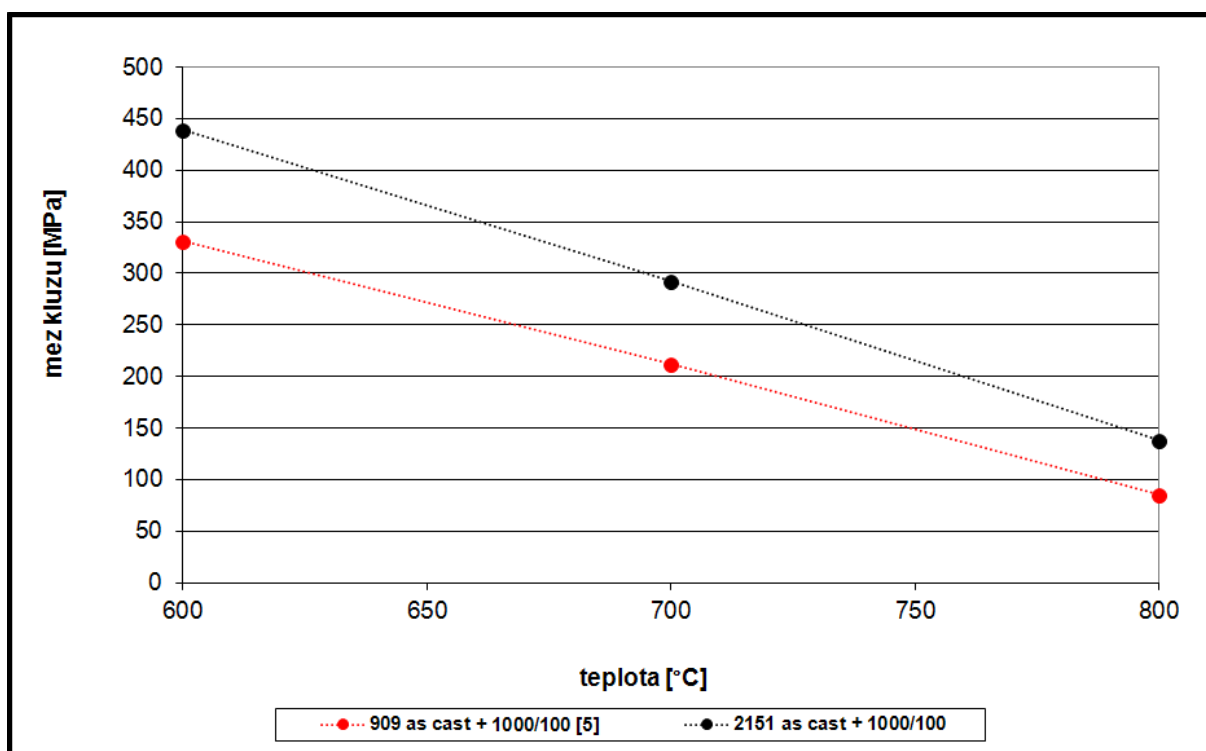
Lavesovy fáze), než v systému Fe – Al – Zr. Na druhou stranu se v systému Fe – Al – Nb podílí na celkovém zpevnění slitiny vedle přítomnosti nekoherentních precipitátů také efekt zpevnění prostřednictvím tuhého roztoku. Z grafu na obrázku 137 je patrné, že při vyšších teplotách dosahuje v důsledku kombinace zpevňujících mechanismů vyšších hodnot $Re_{0,2}$ slitina 2150 legovaná niobem. Jako perspektivnější pro vysokoteplotní aplikace se tudíž jeví legura niob, která může pomoci rozšířit oblast potenciálního aplikačního využití aluminidů železa do vyšších teplot.

5.3. Souvislosti mezi strukturou a mechanickými vlastnostmi slitin typu Fe_3Al legovaných niobem a uhlíkem

Podobně jako v případě slitin s přísadou zirkonia bylo i u slitin legovaných niobem započato studium vlivu vzájemného poměru koncentrací Nb/C na vysokoteplotní mechanické vlastnosti. Motiv pro tento výzkum byl totožný jako v případě zirkoniem dopovaných slitin.

První testy efektu vzájemného poměru koncentrací Nb/C byly ověřovány na materiálech 909⁶ [5] a 2151. Srovnávací slitina 909 byla legována 1,1 at. % Nb a 0,8 at. % C (vzájemný poměr koncentrací Nb/C činil 1,38). Slitina 2151 měla větší přebytek niobu (4,94 at. % Nb a 1,42 at. % C) – poměr Nb/C = 3,48. Ve shodě s výzkumem slitin dopovaných zirkoniem a uhlíkem vykazovala i slitina legovaná niobem a uhlíkem lepší vysokoteplotní mechanické vlastnosti s rostoucím přebytkem niobu (tj. 2151), což je zřejmé z grafu na obrázku 138. Důvod je opět třeba hledat ve struktuře slitin. Při nižším vzájemném poměru koncentrací Nb/C v materiálu 909 uhlík spotřeboval velké množství niobu na tvorbu NbC, a na vznik Lavesovy fáze tudíž zbylo méně Nb. Ve slitině 2151 zůstalo díky vysokému poměru koncentrací Nb/C dostatek niobu na tvorbu Lavesovy fáze, kterou považujeme za zpevňující.

Analogicky jako v případě porovnání slitin 25_5 a 2150 lze obdobné studium vlivu typu použité legury na vysokoteplotní mechanické vlastnosti provést při rozboru a srovnání aluminidů železa legovaných uhlíkem a dalším prvkem X (X= Nb nebo Zr). Tyto materiály jsou v práci reprezentovány vzorky 2151 a 1181. Obě slitiny mají opět totožné chemické

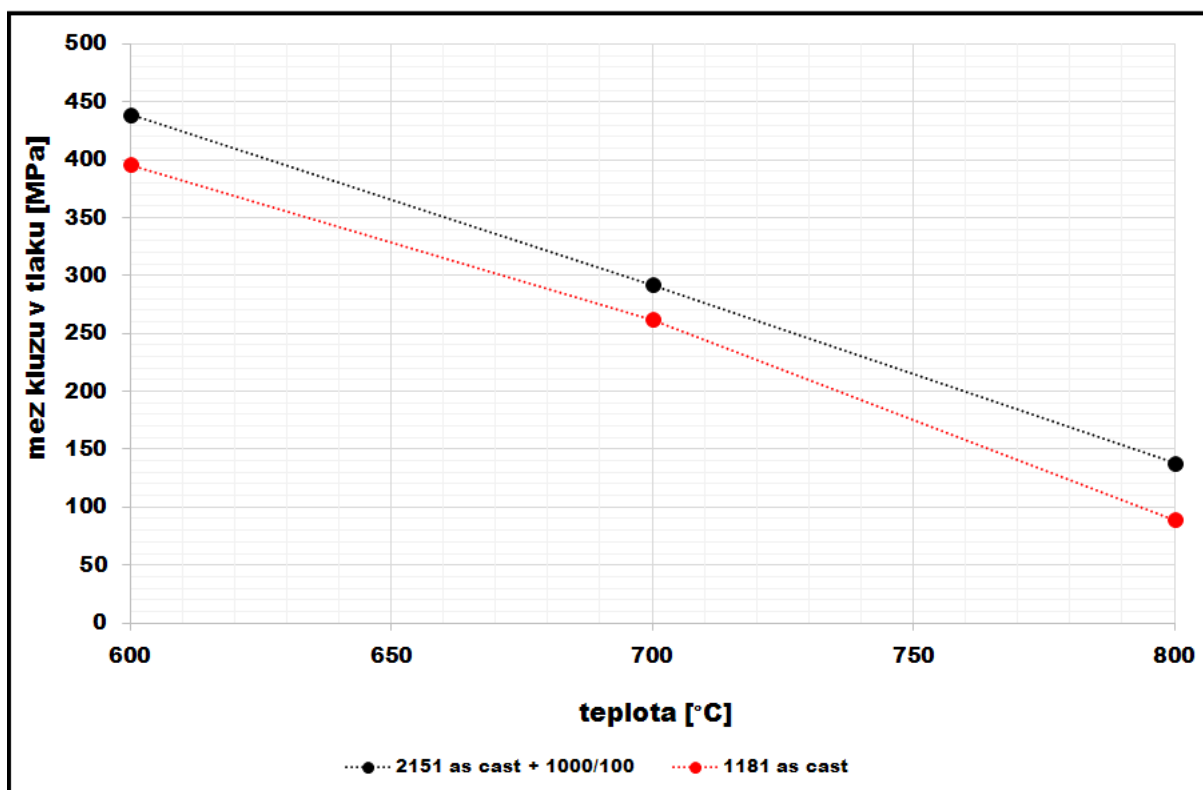


Obr. 138 – Porovnání mezi kluzu materiálů 909 a 2151 v závislosti na teplotě (studium vlivu vzájemného poměru koncentrací Nb/C na vysokoteplotní mechanické vlastnosti)

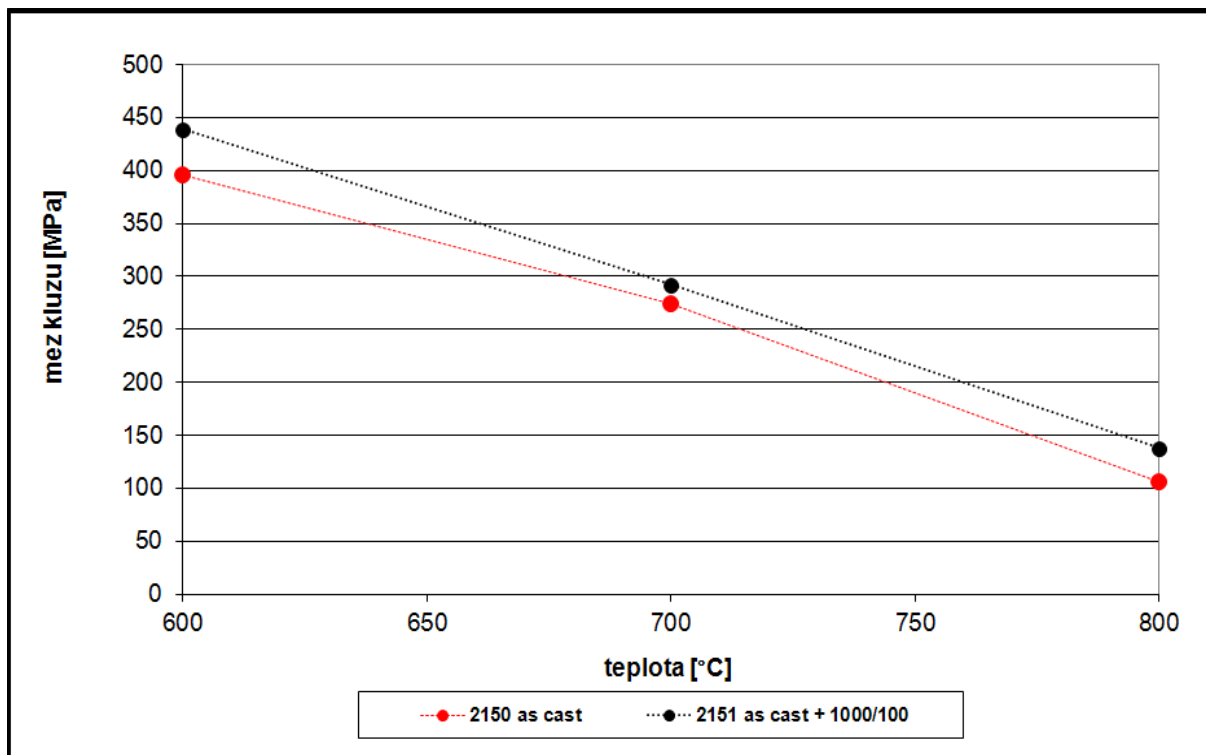
⁶ 909 – Fe27,1Al11,1Nb0,8C at.% [5]

složení (X= 4,9 at. %; C= 1,4 at. %), liší se pouze v typu legury X (2151 – X= Nb, 1181 – X= Zr). Díky velmi homogenní a husté distribuci precipitátů NbC a Lavesovy fáze v případě slitiny 2151 (viz obrázek 88) dosahuje tento materiál při všech zkušebních teplotách vyšších mezí kluzu, jak je patrné z grafu na obrázku 139. Horší vysokoteplotní mechanické vlastnosti slitiny 1181 jsou pravděpodobně opět zapříčiněny faktem, že Lavesova fáze se v materiálu 1181 vylučovala ve formě eutektika. To však není pravidelně distribuováno v celém objemu materiálu, ale mezi jednotlivými eutektickými oblastmi se nachází oblasti zcela bez precipitátů, v nichž nic nebrání tečení matrice při vysokých teplotách. Rovněž nehomogenní distribuce ZrC může mít negativní vliv na vysokoteplotní mechanické vlastnosti.

Na materiálech 2150 as cast a 2151 as cast + 1000/100 byl studován vliv přídavku uhlíku do aluminidů železa legovaných niobem (analogicky jako v případě slitin s přísadou zirkonia – viz porovnání vzorků 25_1 x 1143 a 25_5 x 1182). Obě slitiny obsahovaly shodné množství niobu (cca 4,8 at. %), lišily se přídavkem 1,4 at. % uhlíku v případě materiálu 2151. Při všech zkušebních teplotách vykazovala slitina 2151 vyšší mez kluzu než bezuhlíková slitina 2150



Obr. 139 – Porovnání mezi kluzu materiálů 2151 a 1181 v závislosti na teplotě (studium vlivu typu legury na vysokoteplotní mechanické vlastnosti)



Obr. 140 – Porovnání mezi kluzu materiálů 2150 a 2151 v závislosti na teplotě (studium vlivu přídavku uhlíku do aluminidů železa legovaných Nb na vysokoteplotní mechanické vlastnosti)

(viz graf na obrázku 140), a lze tedy konstatovat, že přídavek uhlíku má kladný vliv na vysokoteplotní mechanické vlastnosti niobem dopovaného materiálu. To je pravděpodobně zapříčiněno pravidelnou a velmi hustou distribucí sekundárních částic Lavesovy fáze a karbidů niobu v materiálu 2151, které mají hlavní zpevňující efekt za vysokých teplot. Struktura slitiny 2150 as cast je sice tvořena eutektickou sítí, ale mezi jednotlivými eutektickými oblastmi se nacházejí místa zcela bez precipitátů, kde nic nebrání tečení matrice. Naměřené výsledky ukázaly, že přítomnost uhlíku ve slitině legované niobem má na rozdíl od přítomnosti uhlíku v materiálu legovaném zirkoniem kladný vliv na vysokoteplotní mechanické vlastnosti.

5.4. Creepové zkoušky materiálu 2150 (slitina s přídavkem niobu)

Z předchozích výzkumů [26] prováděných na slitinách s přídavkem nízkého obsahu niobu (slitina 907) a na slitinách dopovaných současně niobem a uhlíkem (slitina 909) vyplývá, že creepová odolnost bezuhlíkové slitiny je lepší při nižších teplotách, zatímco materiály

s přídavkem niobu a uhlíku lépe odolávají creepu za vyšších teplot. Po porovnání naměřených creepových dat se strukturou slitin 907 a 909 lze proto soudit, že hlavní zpevňující efekt při nižších teplotách má Lavesova fáze, při vyšších teplotách naopak karbidy niobu [26].

Absence karbidů niobu (vyjma ojedinělých částic vzniklých v důsledku přítomných nečistot) v materiálu 2150 může být zodpovědná za skokový nárůst napěťového exponentu n u vzorků creepově testovaných při 650 a 700°C. Nárůst napěťového exponentu n se zvyšující se teplotou souvisí pravděpodobně s tepelným měknutím matrice. V důsledku absence precipitátů se totiž neuplatní mechanismus blokování pohybu dislokací prostřednictvím těchto sekundárních částic. Pomocí EBSD bylo potvrzeno, že tečení materiálu probíhá výhradně v matrici. Převažující mechanismus zpevnění prostřednictvím tuhého roztoku, který je efektivní při 600°C ($n = 3$), při vyšších teplotách již nedokáže účinně zamezit tečení matrice, což se projeví zvýšením hodnoty exponentu n při 650°C ($n = 4,3$) i 700°C ($n = 5,6$). Toto je názorně vidět z porovnání struktur materiálů po creepu při 600°C (viz snímky 116 a 117), 650°C (viz snímky 118 a 119) a 700°C (viz snímky 120 a 121). Zatímco při 600°C teprve začínají vznikat trhliny, při 650 a 700°C již dochází k jejich dynamickému rozvoji. Jak poloha trhlín nasvědčuje, při teplotách nad 650°C navíc vzniká problém se soudržností materiálu mezi plasticky se deformující matricí a nedeformujícími se tvrdými částicemi Lavesovy fáze. Na základě tohoto porovnání struktur lze vysvětlit skokový nárůst napěťového koeficientu n mezi zkušebními teplotami 600 a 650°C

6. ZÁVĚRY

- V aluminidech železa legovaných Zr a C se v závislosti na vzájemném poměru koncentrací Zr/C tvoří následující fáze:
 - materiály s poměrem koncentrací $Zr/C < 1$; tj. přebytek C nad Zr (slitina 1143) – ZrC, $Fe_3AlC_{0,5}$.
 - materiály s poměrem koncentrací $Zr/C > 1$; tj. přebytek Zr nad C (slitiny 1144, 1181 a 1182) – ZrC, Lavesova fáze $\lambda_1 (Fe,Al)_2Zr$, příp. mohou vznikat další metastabilní fáze stabilizovatelné nečistotami.
- Přítomnost fází obsahujících uhlík snižuje u aluminidů železa legovaných zirkoniem a uhlíkem vysokoteplotní mez kluzu. $\sigma_{0,2}$ rostla s rostoucím vzájemným poměrem koncentrací Zr/C (1143 Zr/C= 0,61 → 1144 Zr/C= 1,34 → 1182 Zr/C= 2,29 → 1181 Zr/C= 3,5⁷) – tj. materiály s přebytkem zirkonia dosahují vyšších hodnot mezi kluzu při vysokých teplotách.
- Hlavní zpevňující efekt v aluminidech železa legovaných zirkoniem a uhlíkem má eutektikum tvořené směsí $\alpha (Fe, Al) +$ Lavesovy fáze, příp. samotná Lavesova fáze, nedochází-li ke vzniku eutektika či rozpadne-li se eutektikum během žihání.
- Dlouhodobé žihání slitin 1143 a 1144 prokázalo negativní vliv tohoto tepelného zpracování na vysokoteplotní mechanické vlastnosti materiálu v důsledku ztráty homogenity rozložení sekundárních částic.
- U aluminidů železa legovaných niobem byl pro stavy *as cast* potvrzen předpoklad, že s rostoucím obsahem legury poroste vysokoteplotní mez kluzu. U stavů *as received + 1000/100* byly výsledky měření pro obě slitiny do 700°C srovnatelné. Při 800°C vykazoval materiál 2130 po termo – mechanickém zpracování vyšší mez kluzu než materiál 2150 s vyšším přídatkem niobu.
- K tečení při vysokoteplotních mechanických testech aluminidů železa legovaných Nb a Nb + C docházelo výhradně v matici, precipitáty zůstaly plasticky nedeformované.
- Výsledky creepových testů materiálu 2150 ukázaly, že k zásadní změně creepového chování této slitiny dochází mezi 600 a 650°C. Od 650°C se na fázovém rozhraní mezi maticí a precipitáty rozvíjejí trhliny. Tečení materiálu se opět odehrává výhradně v matici, precipitáty zůstaly plasticky nedeformované.

⁷ Materiály řazeny vzestupně podle naměřených vysokoteplotních mezi kluzu

- Ze studia vlivu vzájemného poměru koncentrací Nb/C na vysokoteplotní mez kluzu u slitin typu Fe₃Al legovaných niobem a uhlíkem vyplývá, že materiál s vyšším vzájemným poměrem koncentrací Nb/C (tj slitina 2151) vykazoval o 100 MPa vyšší mez kluzu při 600 a 700°C a o 50 MPa při 800°C, než materiál 909.
- Porovnáním některých vysokoteplotních mechanických vlastností materiálů typu Fe₃Al legovaných Nb nebo Zr bylo prokázáno, že pro uvažované aplikace se jako perspektivnější jeví využití niobu. Slitiny s přísadou niobu dosahují vyšších hodnot vysokoteplotních mezí kluzu, než materiály legované zirkoniem – při 700°C mají slitiny s přísadou niobu mez kluzu 270 – 350 MPa v závislosti na množství obsažené legury a provedeném termo – mechanickém zpracování, při 800°C pak ještě 100 – 220 MPa. Obdobný závěr byl učiněn pro slitiny legované C + X, kde X = Nb nebo Zr.

7. HLAVNÍ PŘÍNOSY PRÁCE A DOPORUČENÍ PRO DALŠÍ VÝZKUM

Aluminidy železa jsou velmi perspektivní materiály pro použití ve vysokoteplotních aplikacích a představují jednu z možných náhrad drahých, vysoce legovaných ocelí typu P91 a P92. Současné výzkumy v tomto odvětví se zaměřují na možnosti dalšího zlepšování vysokoteplotních mechanických vlastností.

Předložená disertační práce se zabývá hledáním vhodného poměru legur uhlíku a dalšího karbitvorného prvku a jejich vlivem na strukturu a vysokoteplotní mechanické vlastnosti. Jednou z hlavních předností aluminidů železa je nízká cena výchozích surovin. V případě železa toto však platí pouze tehdy, používá-li se železo s čistotou v průmyslu běžně dostupnou, tedy nikoliv vysoce čistá „laboratorní“ surovina, ale surovina s určitým podílem uhlíku. A právě uhlík v kombinaci s další karbidotvornou legurou významně ovlivňuje mechanické vlastnosti aluminidů železa. Ve většině publikovaných prací byly dosud zkoumány slitiny s vysokou čistotou výchozích surovin. Tato disertační práce se naopak zaměřuje na studium slitin, které napodobují obsah uhlíku v materiálech použitelných v praxi.

Doporučení pro další výzkum

- Pro objasnění druhu zpevňujícího mechanismu u materiálu *2130* realizovat na tomto vzorku transmisní elektronovou mikroskopii.
- V návaznosti na provedené creepové testy vzorku *2150* naměřit creepová data i pro slitiny *2130* a *2151* (zaměřit se na dobu dolomu TTR).
- S ohledem na potenciální využití aluminidů železa v korozním a oxidačním prostředí ověřit na slitinách *2130*, *2150* i *2151* korozní odolnost.
- Na vzorcích realizovat BTDT testy pro stanovení teploty přechodu materiálu z houževnatého do křehkého lomu, čímž by bylo možné určit rozmezí provozních teplot součástí zhotovených z materiálů studovaných v rámci disertační práce.

8. POUŽITÁ LITERATURA

- [1] MC KAMEY, C. G. Iron Aluminides. In *Physical Metallurgy and processing of Intermetallic Compounds*, eds. STOLOFF N. S. – SIKKA V. K., 1994, 351 – 391.
- [2] STOLOFF, N. S. Iron aluminides: present status and future prospects. In *Materials Science and Engineering A258* (1998). 1 – 14.
- [3] SHU, X., HU, W., XIAO, H., DENG, H. Vacancies and Antisites in B2 FeAl and D0₃ Fe₃Al with a Modified Analytic EAM Model. In *J. Mater. Sci. Technol*, Vol. 17, No. 6 (2001). 601 – 604.
- [4] DEEVI, S. C., SIKKA, V. K. Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing and applications. In *Intermetallics 4* (1996). 357 – 375.
- [5] ŠVEC, M. *Souvislosti mezi strukturou a vysokoteplotními mechanickými vlastnostmi aluminidů železa s příměsemi niobu, uhlíku a chrómu*. Liberec, 2012. 67s. Diplomová práce na Technické univerzitě v Liberci na katedře materiálu. Vedoucí diplomové práce Ing. Pavel Hanus, PhD.
- [6] VELES, P. *Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov*. 2. vydání. Nakladatelství Alfa: Bratislava 1989.
- [7] *Creep a lom při creepu*. [online].[cit. 2011-12-02]. Dostupné z: ime.fme.vutbr.cz/files/vyuka/GS0/09%20-%20Creep.doc
- [8] PALM, M. Concepts derived from phase diagram studies for the strengthening of Fe – Al-based alloys. In *Intermetallics 13* (2005). 1286 – 1295.
- [9] PALM, M., SCHNEIDER, A., STEIN, F., SAUTHOFF, G. Strengthening of iron aluminide alloys for high-temperature applications. In *Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 842*. 2005, S1.7.1 – S1.7.12.
- [10] STEIN, F., PALM, M., SAUTHOFF, G. Mechanical properties and oxidation behaviour of two-phase iron aluminium alloys with Zr(Fe,Al)₂ Laves phase or Zr(Fe,Al)₁₂ τ₁ phase. In *Intermetallics 13* (2005). 1275 – 1285.
- [11] MORRIS, D. G., MUNOZ – MORRIS, M. A., REQUEJO, L. M. New iron-aluminium alloy with thermally stable coherent intermetallic nanoprecipitates for enhanced high-temperature creep strength. In *Acta Materialia 54* (2006). 2335 – 2341.
- [12] STEIN, F., SAUTHOFF, G., PALM, M. Phases and phase equilibria in the Fe-Al-Zr system. In *Metallkd 2004*;95:469.
- [13] RAGHAVAN, V. Al-Fe-Zr (Aluminium-Iron-Zirconium). In *Journal of Phase Equilibria and Diffusion Vol. 27 No. 3* (2006). 284 – 287.
- [14] KRATOCHVÍL, P., KEJZLAR, P., KRÁL, R., VODIČKOVÁ, V. The effect of Zr addition on the structure and high temperature strength of Fe-30 at. % Al type alloys. In *Intermetallics 20* (2012). 39 – 46.
- [15] KEJZLAR, P., KRATOCHVÍL, P., KRÁL, R., VODIČKOVÁ, V. Phase structure and High-Temperature Mechanical Properties of two-phase Fe-25Al-xZr Alloys compared to three-phase Fe-30Al-xZr Alloys. In *Metallurgical and Materials Transactions A* (2014). 335 – 342.
- [16] KRATOCHVÍL, P. a kol. Microstructure and high temperature mechanical properties of Zr-alloyed Fe₃Al-type aluminides: The effect of carbon. In *Materials Science and Engineering A 548* (2012). 175 – 182.

- [17] BERDOVSKY, Y. N. – Editor. *Intermetallics Research Progress*. Nakladatelství Nova Science Publisher: New York 2008. ISBN 978-1-60021-982-5.
- [18] PRYMAK, O., STEIN, F. Solidification and high-temperature phase equilibria in the Fe-Al-rich part of the Fe-Al-Nb system. In *Intermetallics 18* (2010). 1322 – 1326.
- [19] MORRIS, D. G. A kol. Strengthening at high temperatures by precipitates in Fe-Al-Nb alloys. In *Intermetallics 14* (2006). 1204 – 1207.
- [20] MORRIS, D. G., REQUEJO, L. M., MUNOZ – MORRIS, M. A. A study of precipitation in D0₃ ordered Fe-Al-Nb alloy. In *Intermetallics 13* (2005). 862 – 871.
- [21] DIMIDUK, D. M., MENDIRATTA, M. G., BANERJEE, D., LIPSITT, H. A. A structural study of ordered precipitates in an ordered matrix within the Fe-Al-Nb system. In *Acta Metallurgica, Vol. 36, Issue 11. 1988*. 2947 – 2958.
- [22] PALM, M. Phase equilibria in the Fe corner of the Fe-Al-Nb system between 800 and 1150°C. In *Journal of Alloys and Compounds 475* (2009). 173 – 177.
- [23] EFFENBERG, G., ILYENKO, S. – Editoři. *Ternary alloy systems*. Nakladatelství Springer: Berlín 2009. ISBN 978-3-540-88052-3.
- [24] SCHNEIDER, A., FALAT, L., SAUTHOFF, G., FROMMEYER, G. Constitution and microstructures of Fe-Al-M-C (M= Ti, V, Nb, Ta) alloys with carbides and Laves phase. In *Intermetallics 11* (2003). 443 – 450.
- [25] FALAT, L., SCHNEIDER, A., SAUTHOFF, G., FROMMEYER, G. Mechanical properties of Fe-Al-M-C (M= Ti, V, Nb, Ta) alloys with strengthening carbides and Laves phase. In *Intermetallics 13* (2005). 1256 – 1262.
- [26] DOBEŠ, F. The influence of heat-treatment on creep resistance of Fe-Al alloys with additions of niobium and carbon. In *Acta Metallurgica Slovaca, Vol. 16, 2010*. 223 – 228.
- [27] ŠVEC, M., HANUS, P., VODIČKOVÁ, V. Coefficient Thermal Expansion of Fe₃Al and FeAl – type iron aluminides. In *Manufacturing Technology Journal, Vol. 13, No. 3* (2013). 399 – 404.
- [28] PÍŠEK, F. *Nauka o materiálu II*. 2. vydání. Nakladatelství Československé akademie věd: Praha 1959.
- [29] KANAGARAJ, S., PATTANAZAK, S. Measurement of the thermal expansion of metal and FRPs. In *Cryogenic, Vol. 43, No. 7* (2003). 399-424.
- [30] Netsch. DIL 402 PC - Horizontal pushrod dilatometer - product brochures. Netsch.com [online]. ©2013 [cit. 2012-10-30]. Dostupné z: http://www.netsch-thermal-analysis.com/uploads/tx_nxnetzschmedia/files/DIL_E_0313_10.pdf
- [31] MONTEALEGRE, M. A., STREHL, G., GONZÁLEZ-CARRASCO, J. L., BORCHARDT, G. Oxidation behaviour of novel ODS FeAlCr intermetallic alloys. In *Intermetallics 13* (2005). 896-906.
- [32] PORTER, W. D., MAZIASZ, P. J. Thermal expansion data on several iron-and nickel-aluminide alloys. In *Scripta Metallurgica et Materialia, Vol. 29, No. 8* (1993). 1043-1048.
- [33] KEJZLAR, P. *Struktura a vysokoteplotní mechanické vlastnosti ternárních intermetalických slitin typu Fe-Al-Zr*. Liberec, 2013. 118s. Disertační práce na Technické univerzitě v Liberci na katedře materiálu. Školitel prof. RNDr Petr Kratochvíl, DrSc.
- [34] *Pole figures and inverse pole figures*. [online].[cit. 2015-10-21]. Dostupné z: <http://www.ebsd.com/popup/polefigure.htm>

- [35] DOBEŠ, F., KRATOCHVÍL, P., KEJZLAR, P. Creep of three-phase alloy Fe-30%Al-5,2%Zr. In *Kovové materiály 53* (2015). 1 – 6.
- [36] PALM, M. Nепublikované výsledky.
- [37] ALONSO, P. R. a kol. Combined ab initio and experimental study of A2 + L2₁ coherent equilibria in the Fe-Al-X (X=Ti, Nb, V) systems. In *Intermetallics 19* (2001). 1157 – 1167.
- [38] VILLARS, P. a kol. *Handbook of ternary Alloy Phase Diagrams*. 1. vydání. Nakladatelství ASM International. Volume 3 (Ag-Al-As – Al-Ga-Gd). 1995. ISBN 0-87170-525-7.
- [39] RAGHAVAN, V. Al-Fe-Nb (Aluminium-Iron-Niobium). In *Journal of Phase Equilibria and Diffusion, Vol. 31, No. 2* (2010). 166 – 167.

9. VLASTNÍ PUBLIKACE TÝKAJÍCÍ SE PROBLEMATIKY ŘEŠENÉ V DISERTAČNÍ PRÁCI

- [1] ŠVEC, M., VODIČKOVÁ, V., HANUS, P. The effect of heat treatment on the structure of Nb and Cr doped Fe₃Al alloy. In: *METAL 2012*. Ostrava: TANGER, Ltd., 2012. CD-ROM. ISBN 978-80-87294-29-1.
- [2] ŠVEC, M., VODIČKOVÁ, V., HANUS, P. The effect of heat treatment on the structure of Nb and C doped Fe₃Al iron aluminides. In: *Mikroskopie a NDT 2012*. Ústí nad Labem: Univerzita J. E. Purkyně v Ústí n. Labem. 2012. Manufacturing Technology. ISBN: 978-80-7414-509-4.
- [3] VODIČKOVÁ, V., KRATOCHVÍL, P., DANIŠ, S., ŠVEC, M. The effect of zirconium content on the phase structure of Fe₃Al-xC type intermetallic alloys. In: *METAL 2013*. Ostrava: TANGER, Ltd., 2013. CD-ROM. ISBN 978-80-87294-39-0.
- [4] ŠVEC, M., HANUS, P., VODIČKOVÁ, V. Coefficient Thermal Expansion of Fe₃Al and FeAl – type iron aluminides. In: *Aluminium 2013*. Ústí nad Labem: Univerzita J. E. Purkyně v Ústí n. Labem. 2013. Manufacturing Technology. ISSN 1213 – 2489.
- [5] KEJZLAR, P., MACAJOVÁ, E., ŠVEC, M., VODIČKOVÁ, V. Využití kombinace energiově disperzní analýzy a difrakce zpětně odražených elektronů pro strukturoskopii slitin na bázi Fe-Al-Zr. In *Jemná mechanika a optika*. ISSN: 0447-6441.
- [6] ŠVEC, M., VODIČKOVÁ, V., HANUS, P. The effect of phase composition and distribution on coefficient thermal expansion of Fe₃Al based iron aluminides. In: *METAL 2014*. Ostrava: TANGER, Ltd., 2014. CD-ROM. ISBN 978-80-87294-52-9.
- [7] ŠVEC, M., VODIČKOVÁ, V. The effect of Nb addition and influence of heat treatment on the phase structure of Fe₃Al type intermetallic alloys. In: *Mikroskopie a NDT 2014*. Ústí nad Labem: Univerzita J. E. Purkyně v Ústí n. Labem. 2014. Manufacturing Technology. ISBN: 978-80-7414-755-5.
- [8] KEJZLAR, P., ŠVEC, M., MACAJOVÁ, E. The usage of backscattered electrons in scanning electron microscopy. In: *Mikroskopie a NDT 2014*. Ústí nad Labem: Univerzita J. E. Purkyně v Ústí n. Labem. 2014. Manufacturing Technology. ISBN: 978-80-7414-755-5.
- [9] KEJZLAR, P., ŠVEC, M. High-temperature properties of Fe₃Al with addition of 2 at. % of Zr. In: *METAL 2015*. Ostrava: TANGER, Ltd., 2015. CD-ROM. ISBN 978-8087294-58-1.
- [10] ŠVEC, M., MACAJOVÁ, E. The coefficient of thermal expansion of Fe₃Al and FeAl-type iron aluminides. In: *METAL 2015*. Ostrava: TANGER, Ltd., 2015. CD-ROM. ISBN 978-8087294-58-1.
- [11] KRATOCHVÍL, P., PEŠIČKA, J., KRÁL, R., ŠVEC, M., PALM, M. Evaluation of solid solution hardening of Fe-27 at. % Al by V and comparison to precipitation strengthening by VC. In *Metallurgical and Materials Transaction A* (2015). ISSN 1543 – 1940.

- [12] ŠVEC, M., KEJZLAR, P. The influence of heat-treatment on the phase composition and CTE of Fe₃Al-type alloys with niobium addition. In: *Aluminium a neželezné kovy 2015*. Ústí nad Labem: Univerzita J. E. Purkyně v Ústí n. Labem. 2014. Manufacturing Technology. ISBN: 978-80-7414-379-3.
- [13] KRATOCHVÍL, P., VODIČKOVÁ, V., KRÁL, R., ŠVEC, M. The effect of Laves phase (Fe,Al)₂Zr on the high-temperature strength of carbon-alloyed Fe₃Al aluminide. In *Metallurgical and Materials Transaction A* (2016), Vol. 47A, p. 11.28-11.31., ISSN 1073 – 5623.
- [14] ŠVEC, M., KEJZLAR, P. The influence of ternary alloying element in iron aluminides on coefficient of thermal expansion. In *Metallic Materials* (2016), Vol. 54, No. 2., ISSN 1338 – 4252.
- [15] ŠVEC, M. The influence of microstructure, heat-treatment and type of crystal lattice of iron aluminides on Coefficient of thermal expansion. In: *Local mechanical properties 2015*. Defect and Diffusion Forum Vol. 368, 41-44. ISBN 978-3-03835-720-9.
- [16] PROKOPČÁKOVÁ, P., ŠVEC, M., PALM, M. Microstructural evolution and creep of Fe-Al-Ta alloys. *Journal of Materials Research* 107(5), 396-405.
- [17] ŠVEC, M., KEJZLAR, P. The effect of high-temperature deformation on the structure of Iron Aluminides. In: *Metallography 2016*. V průběhu podávání do Trans Tech Publications.