

TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

FAKULTA STROJNÍ

KATEDRA MATERIÁLU

STUDIJNÍ OBOR: 2303V002

STROJÍRENSKÁ TECHNOLOGIE

ZAMĚŘENÍ: MATERIÁLOVÉ INŽENÝRSTVÍ

**FYZIKÁLNĚ METALURGICKÉ POSTUPY PŘI
ÚPRAVĚ MECHANICKÝCH VLASTNOSTÍ SLITIN
NA BÁZI FeAl**

ŠKOLITEL: prof. RNDr. Petr Kratochvíl, DrSc.

ROZSAH PRÁCE

POČET STRAN.....102
POČET TABULEK.....8
POČET OBRÁZKŮ.....136

Poděkování

Děkuji především svému školiteli Prof. RNDr. Petru Kratochvílovi, DrSc. za odbornou pomoc a vedení během doktorandského studia, za cenné rady a podněty. Děkuji Ing. Ferdinandu Dobešovi, DrSc. (Ústav fyziky materiálů, Brno) za realizaci deformačních experimentů, Doc. RNDr. Josefu Pešíčkovi, CSc. a Doc. RNDr. Miroslavu Cieslarovi, CSc. (Katedra fyziky kovů MFF UK Praha) za odbornou pomoc při realizaci a vyhodnocení mikrostrukturních pozorování pomocí transmisní elektronové mikroskopie. Dále bych chtěla poděkovat RNDr. Haně Šíchové, CSc. (Katedra elektronových struktur MFF UK Praha) za provedení strukturní rentgenové analýzy a cenné konzultace. Děkuji také kolektivu Katedry materiálu za veškerou pomoc při realizaci práce, zejména svým kolegům ze skupiny výzkumu intermetalik. Nakonec bych chtěla poděkovat Grantové agentuře České republiky za financování výzkumu, který je součástí projektů č. 106/05/0409, 106/06/0019, a také Ministerstvu školství České republiky za financování v rámci projektu MSM č. 4674788501.

Anotace

Disertační práce sleduje dva směry výzkumu mechanických vlastností intermetalických slitin na bázi FeAl:

1. Byly sledovány vlastnosti slitiny Fe-40%Al (binární i legované) uvnitř oblasti B2 rovnovážného stavového diagramu Fe-Al s využitím zpevnění tepelnými vakancemi. Byla měřena tvrdost slitin žíhaných v intervalu teplot 440 - 800°C. K popisu procesů vedoucích ke zpevnění slitin bylo využito mikrostrukturních pozorování pomocí transmisní elektronové mikroskopie (TEM). Hranice "podfází" v B2 oblasti stavového diagramu byly identifikovány sledováním mechanických vlastností reprezentovaných tvrdostí.
2. Výzkum vlivu obsahu uhlíku ve slitině Fe-40%AlxC jednak na strukturu, jednak na mechanické vlastnosti při vysokých teplotách souvisí se snahou o pochopení vlastností korozivzdorné a žárupevné slitiny Pyroferal. Vyhodnocení vlivu C na fázovou strukturu bylo provedeno na základě sledování struktury slitin pomocí optické mikroskopie, difrakční RTG analýzy a transmisní elektronové mikroskopie (TEM). Deformační experimenty (zkouška v tlaku a creepové zkoušky) byly prováděny při teplotě 600°C, často užívané v technické praxi. Byly stanoveny hodnoty R_m , $R_{p0.2}$ v tlaku, minimální creepová rychlost a napětový koeficient n . K vysvětlení mechanických vlastností byla použita TEM, zejména k popisu překážek pro pohyb dislokací. Byly doporučeny další možnosti úpravy vlastností slitiny tepelným zpracováním a legováním.

Klíčová slova: Aluminid železa (na bázi FeAl), tepelné vakance, mechanické vlastnosti, vysokoteplotní vlastnosti.

Annotation

Two topics concernig mechanical properties research of FeAl alloys are presented:

1. The properties of Fe-40%Al alloy (binary and ternary alloyed) within B2 region of phase diagram Fe-Al were observed using the effects of thermal vacancies utilization. The hardness was measured in temperature interval from 440°C to 800°C and the subboundaries inside B2 area were identified with the help of measurement of mechanical properties. The TEM was used to understand hardening process.
2. The effect of carbon content was related to revival Pyroferal type alloy, which is compared to the Fe-40%AlxC alloy. The structure and high-temperature mechanical properties of this type of iron aluminide are the matter of the research. The influence of carbon content on the phase structure was investigated using light optical

microscopy, RTG diffraction analysis and TEM. Deformation experiments were performed at temperature 600°C which is typical for practical utilization of this alloy. Values of R_m , $R_{p0.2}$ in compression, minimum creep rate and stress exponent n are determined. TEM is used to understand the dislocation processes during deformation. Further possibilities to improve properties of the studied alloy by heat treatment and by alloying are suggested.

Keywords: Iron aluminide (FeAl base), thermal vacancies, mechanical properties, high-temperature mechanical properties.

Obsah

1	Úvod	6
2	Současné poznatky o struktuře a mechanických vlastnostech slitin Fe40Al	8
2.1	Struktura slitin na bázi FeAl	8
2.2	Mechanické vlastnosti FeAl při pokojové teplotě	11
2.2.1	Vliv tepelných vakancí	11
2.2.2	Vliv příměsí na mechanické vlastnosti FeAl při pokojové teplotě	17
2.3	Mechanické vlastnosti FeAl při vyšších teplotách	21
2.3.1	Teplotní závislost napětí na mezi kluzu	21
2.3.2	Creepové vlastnosti	24
2.3.3	Zvyšování creepové odolnosti aluminidů	25
2.4	Poznámky k některým technologickým problémům	29
2.4.1	Problematika vodíkové křehkosti	29
2.4.2	Vliv uhlíku na obrobiteľnost FeAl	29
2.4.3	Vliv přídavku B na lomové vlastnosti FeAl slitin	30
2.4.4	Materiály v praxi odvozené od Fe40Al	31
3	Experimentální metody	34
3.1	Příprava slitin a vzorků pro experimenty	34
3.2	Analýza struktury	35
3.3	Deformační experimenty	38
4	Experimentální část	39
4.1	Použité slitiny	39
4.2	Experiment I: Ověření existence podoblastí struktury B2	39
4.2.1	Struktura slitin A - C	40
4.2.2	Měření tvrdosti v závislosti na žíhací teplotě	46
4.2.3	Závislost deformačních charakteristik při zkoušce v tlaku na žíhací teplotě	48
4.2.4	Využití zpevnění vkalenými vakancemi	49
4.3	Experiment II: Vliv C na strukturu a deformační vlastnosti ternárních slitin Fe40AlxC	50
4.3.1	Struktura slitin D - H	50
4.3.2	Deformační vlastnosti za vyšších teplot	63

4.3.3	Mikrostruktura slitin D - F po creepové deformaci	74
5	Diskuse	82
5.1	Experiment I	82
5.2	Experiment II	89
5.2.1	Vliv C na strukturu ternárních slitin Fe40AlxC	89
5.2.2	Vliv C na deformační vlastnosti slitin Fe40AlxC při teplotě 600°C	94
6	Závěr	98
	Literatura	99

1 Úvod

Současný trend zrychlování rozvoje technologií a zvyšování požadavků na vlastnosti materiálů vede k úsilí o jejich dokonalejší poznávání a využívání. Optimální využití každého materiálu je podmíněno schopností předvídat jeho chování za různých podmínek.

V posledním desetiletí probíhá po celém světě intenzivní výzkum intermetalických sloučenin. Jde o tuhé roztoky, v nichž jsou atomy jednotlivých prvků pod kritickou teplotou uspořádány na dlouhou vzdálenost. K nejsledovanějším intermetalikům se řadí aluminidy niklu, železa a titanu. Přestože některé z nich jsou již v zahraničí průmyslově využívány, jiné se nacházejí ve stádiu základního či aplikovaného výzkumu.

Intermetalické sloučeniny na bázi železo-hliník, k nimž patří i fáze FeAl mající strukturu B2, se stále nacházejí v oblasti zájmu materiálového výzkumu. V porovnání s jinými komerčními slitinami na bázi železa vynikají antikorozními vlastnostmi, velmi dobrou pevností do 600°C a v neposlední řadě nízkou hustotou (5760 – 6320 kg.m⁻³ v závislosti na poměru Fe:Al). Mechanické vlastnosti aluminidů nezávisí pouze na užitých metalurgických parametrech, jako je teplota, velikost zrna, slitinové přísady, ale také na poměru železo - hliník, primárním tepelném zpracování a na prostředí, v němž se užívají.

Při ovlivňování vlastností intermetalik, tedy i slitin na bázi FeAl, např. křehkosti při pokojové teplotě, která je překážkou při technologickém zpracování, lze použít legování a mikrolegování. Za hlavní příčinu nízkých hodnot tažnosti při pokojové teplotě je považován rovinný charakter skluzu vedoucí ke vzniku vnitřních pnutí a malá pevnost hranic zrn. Ta je způsobena především porušením vazeb podél rozhraní a nedostatkem elektronů ve směrových vazbách. Legování substitučních příměsí či mikrolegování intersticiálních příměsí představují právě cesty ke zvýšení soudržnosti hranic zrn omezením nerovnoměrností v rozložení elektrického náboje. Příměsi působí jako donory a pokrývají deficit elektronů ve vazbách mezi atomy stejného druhu. Podstatný je také pozitivní vliv příměsí na zjemnění zrna.

Materiály na bázi Fe-Al jsou ve své mnohosti - dané nejen vlastní volbou poměru Fe:Al, ale i aditivy a tepelně mechanickým zpracováním - předmětem zájmu aplikovaného materiálového výzkumu. Omezíme se na jedinou zatím v ČR používanou technologii (při absenci práškové metalurgie - dále P/M), tj. "klasické" tavení a odlévání ve vakuu, případně pod argonem, a následné přetváření za vysokých teplot. K povšimnutí je řada zajímavých okolností, které ovlivňují vlastnosti, a tedy užití

těchto materiálů. Uvedme ty, které nás zaujaly, a které se staly stimulem předkládané disertace:

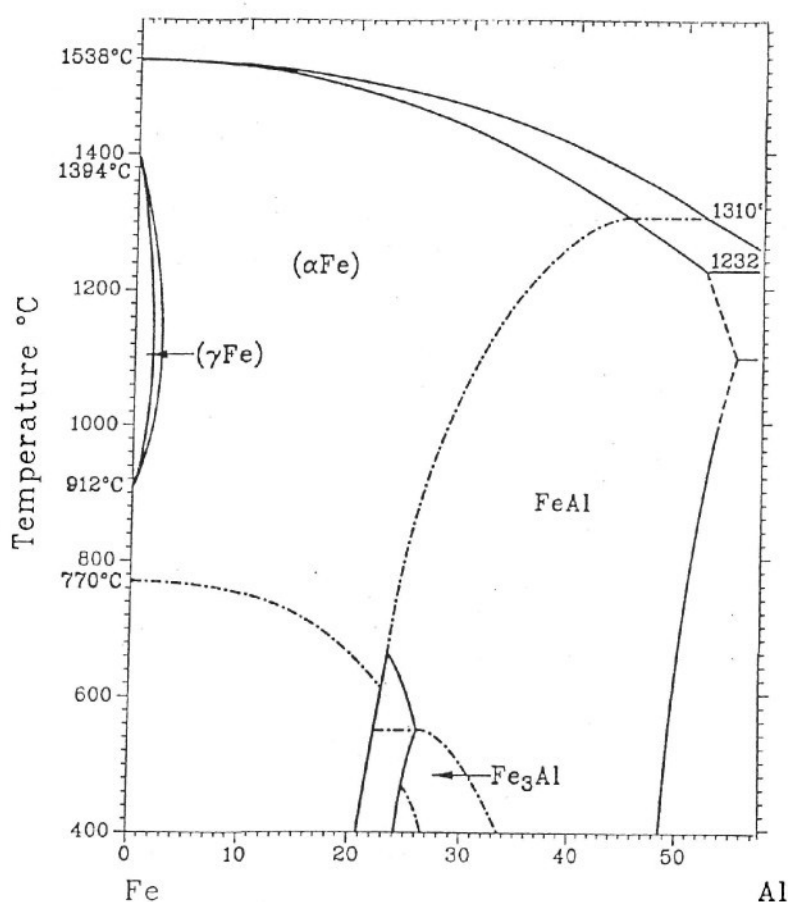
1. Otevřený problém oblasti B2 rovnovážného stavového diagramu a jejího členění [1, 2, 3, 4, 5, 6]. Znamená to sledování vlastností slitiny uvnitř oblasti B2 rovnovážného stavového diagramu Fe-Al.
2. Využití role tepelných vakancí a příměsí pro úpravu mechanických vlastností pro vysoko - i nízkoteplotní použití. V obou případech nelze opomenout vliv tepelného zpracování.
3. Mechanické vlastnosti při vysokých teplotách (vzhledem ke koroziivzdornosti), zejména chování při creepu.

Práce je součástí výzkumu aluminidů železa na Katedře materiálu FS TUL ve spolupráci s Katedrou fyziky kovů MFF UK Praha, mj. v rámci projektů GAČR (publikace, disertační a diplomové práce). V úvodu byla věnována pozornost výzkumu aluminidů železa na bázi Fe_3Al legovaných Ce, Cr, TiB_2 (disertační práce I. Šedivé, A. Hotaře, P. Hanuse). V rámci optimalizace užitečných vlastností technických materiálů, k nimž patří i měrná hmotnost a koroziivzdornost, se výzkum přesunul na aluminidy železa typu FeAl. Tato práce je úvodní studií směřující k praktickému využití těchto materiálů k průmyslovým aplikacím.

2 Současné poznatky o struktuře a mechanických vlastnostech slitin Fe40Al

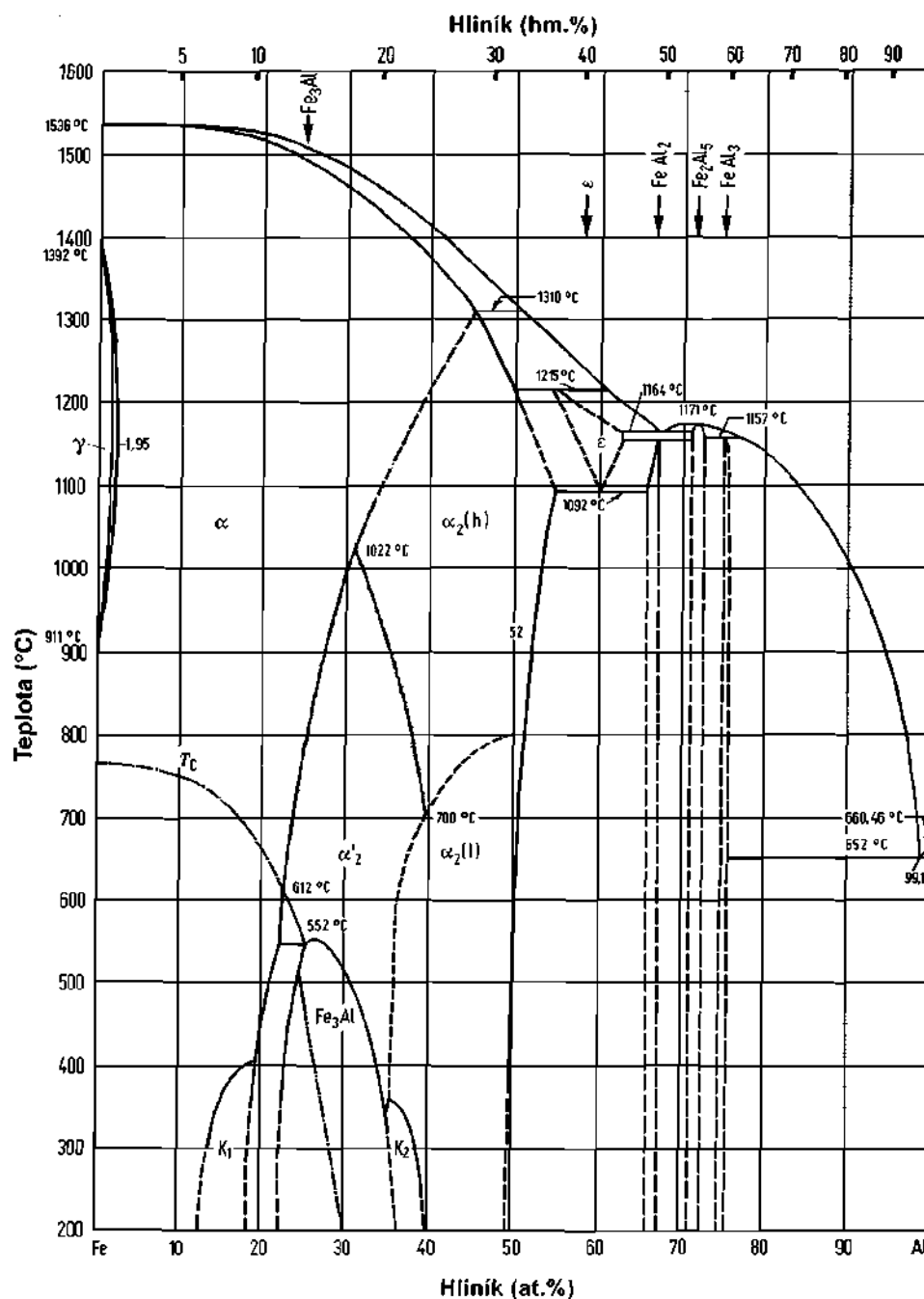
2.1 Struktura slitin na bázi FeAl

Slitiny FeAl se strukturou B2 existují v širokém oboru složení - obr.1 (Fe - Al, Kattner [1]).



Obr. 1: Rovnovážný binární diagram Fe – Al podle [1].

Oblast B2, považovaná v [1] za homogenní, je jinde [2, 3, 4, 5, 6] rozčleněna na podfáze - (obr. 2) -nízko- a vysokoteplotní modifikace $\alpha_2(l)$, $\alpha_2(h)$ a α'_2 . Přejechy mezi jednotlivými podfázemi byly identifikovány jako zlomy na teplotních závislostech modulu elasticity a koeficientu roztažnosti a také bylo zjištěno "tepelné zabarvení" těchto "transformací". V současné době se k této verzi stavového diagramu vrací Palm [7].



Obr. 2: Rovnovázný binární diagram Fe–Al podle [6].

Ve slitinách FeAl se při vysvětlení různých jejich vlastností uplatňují bodové poruchy.

Pokud slitina FeAl existuje při nestechiometrickém složení, jsou k udržení B2 struktury potřebné rovnovážné defekty. Odchylka od stechiometrie je kompenzována u železem bohatých slitin umístěním přebytečných atomů Fe do podmřížky Al, (tzv. antisite defects). Ve slitinách bohatých na Al vznikají tzv. triple defects, tvořené

dvěma vakancemi v jedné podmřížce a jedním antisite atomem v podmřížce druhé. Některé výzkumy v posledním období naznačují, že antisite defects vznikají u slitin bohatých Al také.

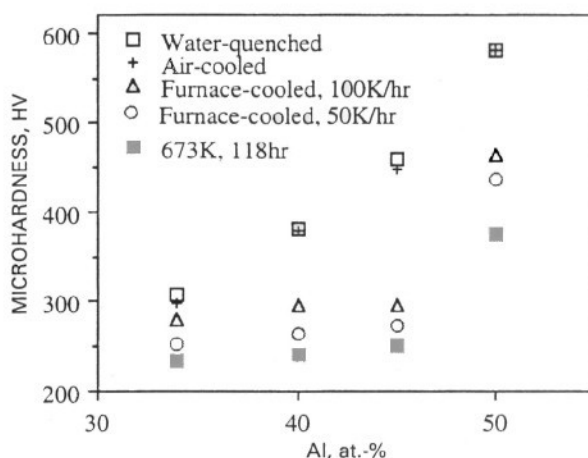
V FeAl hrají významnou roli termální vakance, které se ve struktuře tvoří během vysokoteplotního žíhání. Následným rychlým zakalením mohou tyto zakalené vakance být příčinou zpevnění. Aktivační entalpie vzniku vakancí v FeAl je funkcí složení. V oboru koncentrací 38,5 – 47at.% Al klesne s rostoucím obsahem Al z hodnoty 91 na 74 kJ/mol [8]. Koncentrace termálních vakancí v FeAl jsou velmi vysoké. Například při 1073 K je C_v asi 40 krát vyšší, než je typické pro čisté kovy při jejich teplotě tání. Nadbytek vakancí po kalení nebo po kalení a žíhání vede ke vzniku dislokačních smyček, vrstevných chyb a šroubových dislokací. To umožňuje používat k identifikaci přítomnosti nebo vlivu termálních vakancí transmisní elektronové mikroskopie (TEM).

2.2 Mechanické vlastnosti FeAl při pokojové teplotě

2.2.1 Vliv tepelných vakancí

Deformace FeAl se strukturou B2 skluzem probíhá ve směrech $\langle 111 \rangle$ rovin $\{110\}$. Zpevnění je významně ovlivňováno především koncentrací tzv. zakalených tepelných vakancí a tepelným zpracováním slitiny [8]. Jako významný vnější parametr se proto uplatňuje vliv rychlosti ochlazování [9].

Pevnost při pokojové teplotě je silně ovlivněna přítomností tepelných vakancí, tedy závisí především na teplotě předchozího žíhání a na rychlosti ochlazování po žíhání. Bylo prokázáno, že tepelné vakance způsobují výrazné zpevnění pro všechna složení slitiny v oboru 35-51 at.% [10], viz obr. 3. Naopak k odpevnění dochází během dlouhodobého žíhání vzorků při nízké teplotě (typická je teplota 400°C), kdy se odbourává nadbytek vakancí.



Obr. 3: Závislost tvrdosti slitin na obsahu Al po žíhání při teplotě 1000°C pro různé ochlazovací rychlosti a nízkoteplotní žíhání [10].

Z obr. 3 je zřejmé, že s rostoucím obsahem Al se vliv tepelných vakancí stává výraznějším.

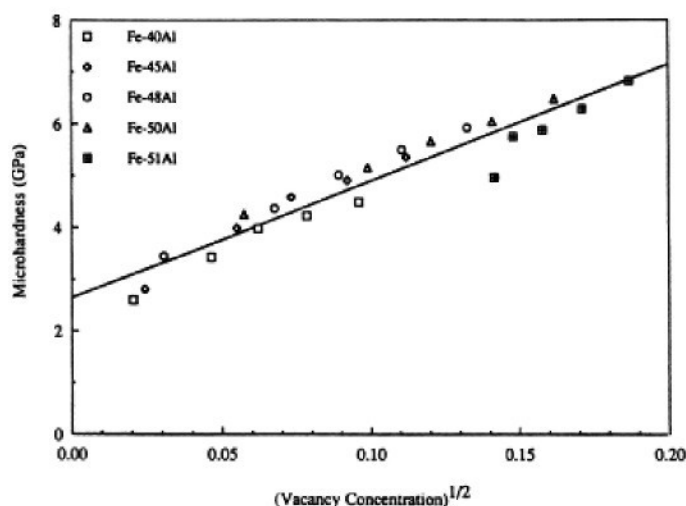
Podle [11] lze zpevnění vlivem tepelných vakancí vyjádřit rovnicí

$$\Delta\sigma = \beta\mu.C_v^{1/2} \quad (1)$$

kde β vyjadřuje míru zpevnění, μ je modul pružnosti ve smyku, C_v koncentrace vakancí, jejíž závislost na teplotě je dána exponenciální funkcí

$$C_v = C_0.\exp[-E_f/kT] \quad (2)$$

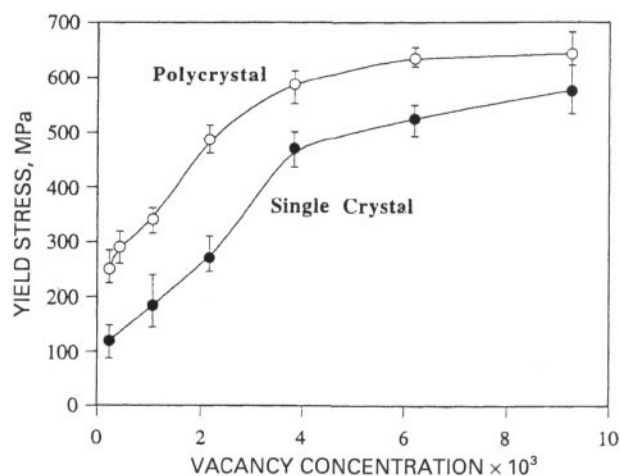
kde C_0 je předexponenciální faktor, E_f entalpie vzniku vakancí, k Boltzmannova konstanta. Charakter vakančního zpevnění byl popsán např. v [12] na základě změn průběhu závislosti $R_{p0,2}$ na C_v u monokrystalů i polykrystalů Fe40Al namáhaných v tlaku při pokojové teplotě. Zpevnění je přisuzováno migraci vakancí k dislokacím a tím je způsobeno zvýšení tzv. "mřížkového tření". Vakance jsou přitahovány k dislokacím a tvoří na nich "schody" (stupně, jogs), které brzdí pohyb dislokací. Tvar deformační křivky na mezi kluzu u Fe40Al naznačuje, že vakanční zpevnění má charakter právě takového "třecího zpevnění". Také pozorování dislokačních smyček a dipólů (TEM) je v souladu s mechanismem, kterým vakance vytváří "jogs" při skluzovém pohybu dislokací. Dosavadní výzkumy naznačují, že vakance způsobují silné třecí zpevnění na rovinách $\{110\}$, ale mnohem menší vliv mají na rovinách $\{211\}$. Pevnost je ovlivněna také anti-site defekty, ale vliv vakančního zpevnění převládá; (míra zpevnění β pro vakance je $G/30$ oproti $G/760$ pro anti-site atomy). Tvrdost při pokojové teplotě lze vyjádřit jako funkci koncentrace vakancí $H \cong C_v^{1/2}$ [10] - viz obr. 4.



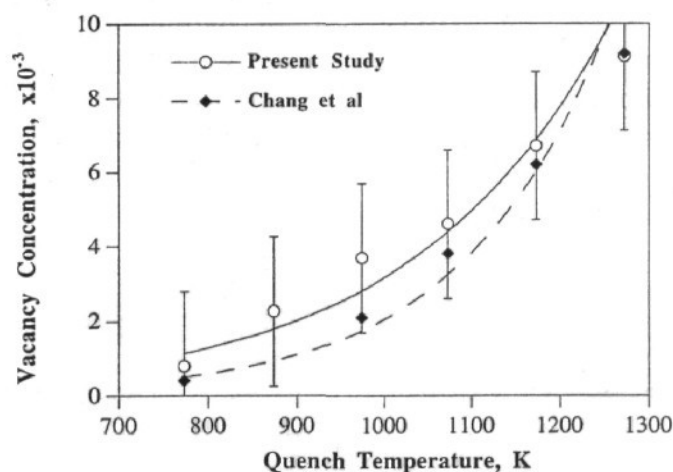
Obr. 4: Závislost tvrdosti na $(C_v)^{1/2}$ u FeAl slitin [10].

Na rozdíl od tvrdosti vykazuje mez kluzu složitější závislost na koncentraci vakancí: hodnota napětí na mezi kluzu při nižších hodnotách C_v narůstá rychleji než při vyšších hodnotách koncentrace vakancí - viz obr. 5.

Možné vysvětlení změny v průběhu závislosti meze kluzu na C_v je v odlišném chování materiálu při deformaci (aktivace jiných skluzových rovin) nebo ve shlukování vakancí při vyšších koncentracích vakancí, tj. při kalení z vyšších teplot. Koncentraci vakancí v závislosti kalicí teplotě stanovili pro Fe40Al Yang a Baker [12], (viz obr. 6).



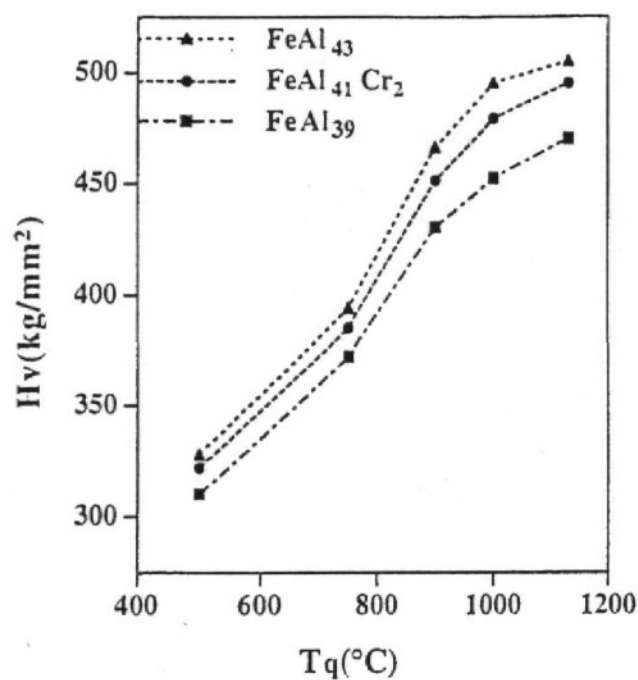
Obr. 5: Závislost napětí na mezi kluzu FeAl slitin na koncentraci vakancí C_v [12].



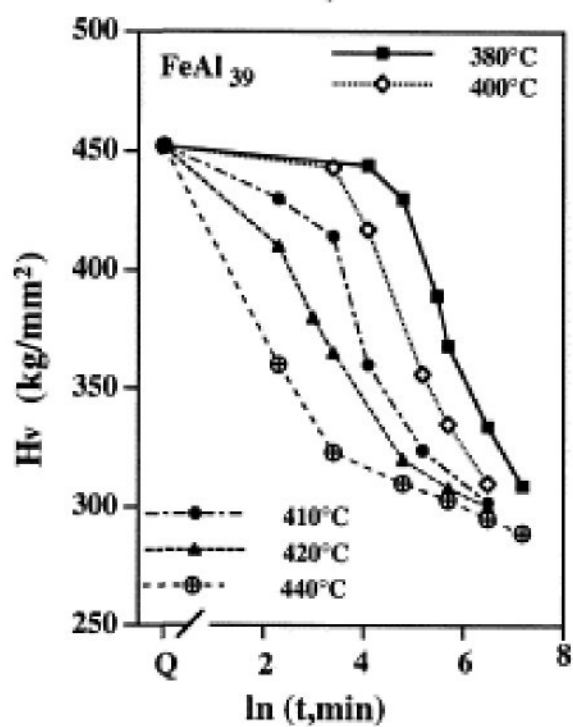
Obr. 6: Závislost koncentrace vakancí C_v jako funkce kalicí teploty [12].

Vlivem doby žíhání a žíhací teploty na změny pevnosti (reprezentované tvrdostí) konkrétních slitin na bázi FeAl se zabývali Morris a kol. [13]. Tyto změny jsou rovněž interpretovány jako vliv změny koncentrace vakancí v těchto materiálech. Vliv teploty žíhání na tvrdost sledovaných materiálů je na obr. 7. Podle [13] byl při 500 - 900°C zaznamenán exponenciální nárůst tvrdosti s teplotou, s pomalejším růstem při teplotách nad 900°C. Tato rozdílnost je připisována tendenci k "nasycení" vakancemi při vyšších teplotách kalení.

Autoři také prokázali pokles tvrdosti v závislosti na čase při žíhání kalených materiálů při nízkých teplotách, jak je zřejmé z obr. 8. Pokles tvrdosti v závislosti na době žíhání souvisí s úbytkem vakancí. Z toho plyne, že vliv T na velikost odpevnění je ve vztahu ke změně pohyblivosti vakancí [13]. Pro identifikaci vlivu tepelného zpra-

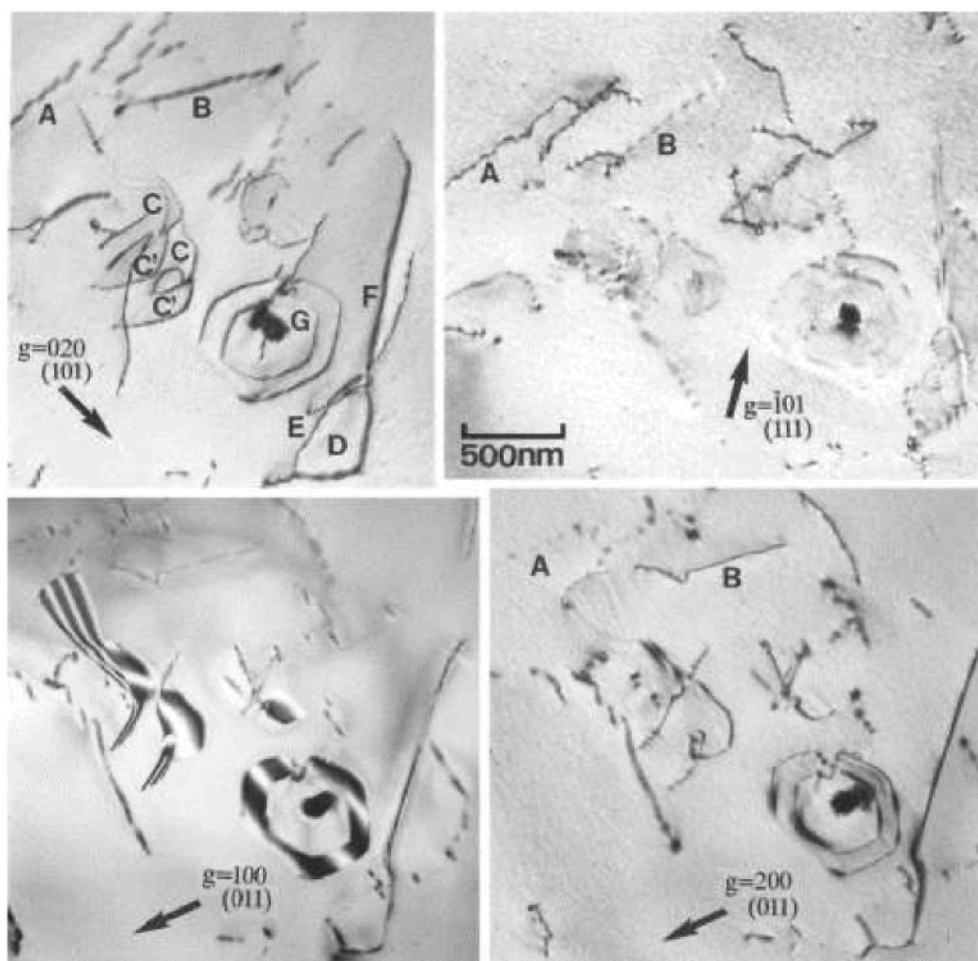


Obr. 7: Tvrdost jako funkce teploty kalení, doba žhání 30 min, podle [13].



Obr. 8: Změny tvrdosti slitiny Fe-39at.%Al kalené z 1000°C a žháné při nízkých teplotách v závislosti na době žhání [13].

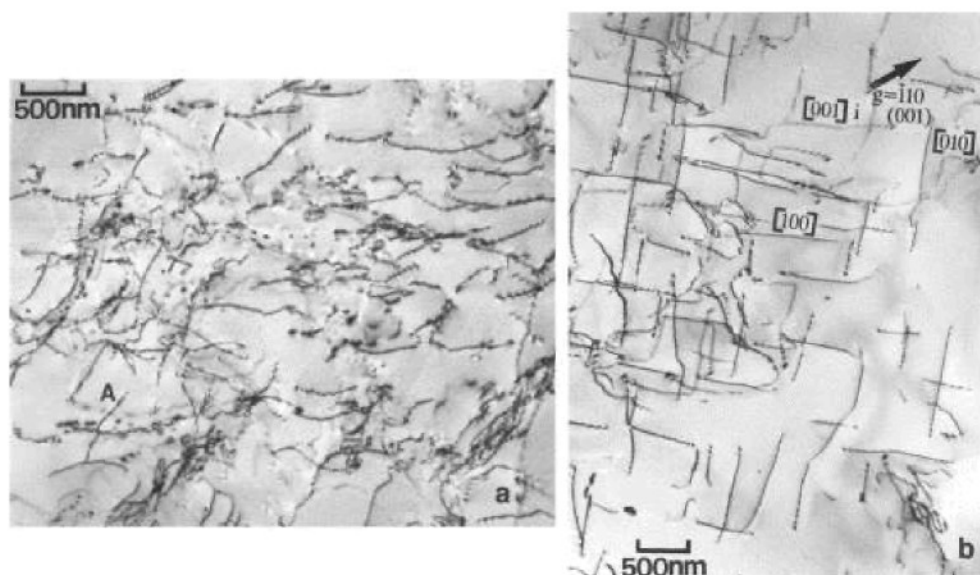
cování na vznik vakancí a případně dalších "produktů" (dislokační smyčky apod.) je využívána transmisní elektronová mikroskopie (dále TEM). Pozorování pomocí TEM prokázala, že během následného nízkoteplotního žíhání materiálů (přesycených tepelnými vakancemi po kalení) tyto bodové defekty anihilují buď jako dislokační smyčky [9] nebo na původně existujících dislokacích. Během stárnutí se vakance pohybují k původním dislokacím, které šplhají a multiplikují. Zároveň mohou vzájemně reagovat za vzniku velmi hustých shluků dislokací s Burgersovým vektorem $\langle 111 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ a $\langle 100 \rangle$ nebo disociovat na parciální dislokace s Burgersovým vektorem $1/2 \langle 111 \rangle$ [13]. Vytváření velkého množství komplexních dislokačních uspořádání závisí na relativní snadnosti homogenní nebo heterogenní nukleace vakančních seskupení, rozkládání, reakcí a dělení dislokací. Ukázku typické struktury Fe 39%Al po kalení představuje obr. 9.



Obr. 9: Struktura Fe-39at.%Al po kalení z 1000°C [13].

Stejná oblast je zobrazena se čtyřmi difrakčními vektory $\vec{g}$. Je patrné, že shluky dislokací jsou zde tvořeny jednak větším počtem dislokací s Burgersovým vektorem

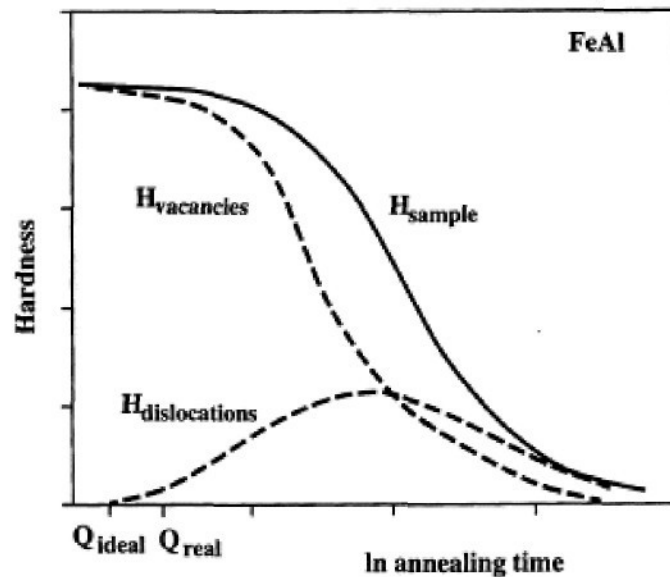
$\langle 001 \rangle$, tvořených rovnými segmenty označenými jako A, jednak několika dislokacemi s Burgersovým vektorem $\langle 110 \rangle$, označenými B, a mírně zakřivenými dislokacemi C s Burgersovým vektorem $\langle 111 \rangle$. Je zde patrná dvojice dislokačních smyček $1/2 [111]$, oddělených antifázovým rozhraním (G), a vzájemně interagující dislokace D, E, F. Nízká dislokační hustota v kalených materiálech kontrastuje s vysokou hustotou dislokací nalezenou po krátkém (event. delším) nízkoteplotním žíhání - srovnej obr. 9 a obr. 10 a,b.



Obr. 10: Vysoká hustota dislokací v kaleném vzorku Fe-39at.%Al po žíhání a) 20 min při 420°C, b) 11h při 420°C [13].

Obr. 10a ilustruje vysokou hustotu dislokací ve vzorku Fe39%Al žíhaném 20 minut při 420°C. Tato vysoká dislokační hustota odpovídá hodnotě HV cca v polovině oblasti odpevnění na obr. 8, kde odpevnění probíhá nejrychleji. Jsou zde patrné dislokace s Burgersovým vektorem $\langle 100 \rangle$ a $\langle 111 \rangle$, odhadovaná dislokační hustota $3 \times 10^{13}/\text{m}^2$. Po následném delším žíhání je dislokační hustota významně snížena, jak ukazuje obr. 10b (odhad $5 \times 10^{12}/\text{m}^2$), což odpovídá oblasti téměř úplného odpevnění v obr. 8. Kalicí a žíhací experimenty ukázaly, že podíl vakančního zpevnění převládá nad zpevněním dislokačním [13]. Tato skutečnost je popsána grafem na obr. 11.

Je zřejmé, že po zakalení je v materiálu přítomno malé množství dislokací, vzniklých počátečním seskupováním vakancí při nedostatečné rychlosti chlazení z kalicí teploty. Při následném žíhání dochází k poklesu množství vakancí, zatímco hustota dislokací roste a tvrdost rapidně klesá. Pokračující žíhání vede k minimalizaci počtu vakancí, poklesu hustoty dislokací a mírnému poklesu tvrdosti na konečnou hodnotu [13].



Obr. 11: Schematické znázornění relativního podílu vakancí a dislokací na hodnotě tvrdosti kaleného a nízkoteplotně žíhaného Fe-Al [13].

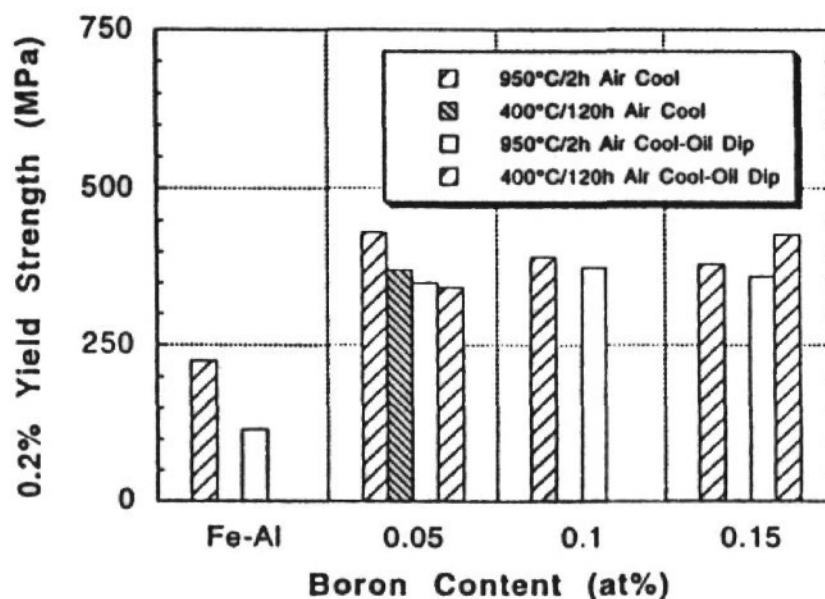
2.2.2 Vliv příměsí na mechanické vlastnosti FeAl při pokojové teplotě

V minulých letech byla věnována velká pozornost vlivu příměsových prvků na mechanické vlastnosti Fe40Al [10]. Jednalo se především o vliv boru, chromu, zirkonia, titanu a uhlíku. Bor obecně výrazně pozitivně ovlivňuje tažnost slitin FeAl prostřednictvím zpevnění hranic zrn. Způsobuje také zpevnění uvnitř zrn způsobené růstem mřížkového parametru a tím i vnitřního napětí v mříži. Podle [14] 0,05at.% B zvyšuje mez kluzu při pokojové teplotě u Fe45Al téměř o 100% - viz obr. 12.

Příznivé působení boru je připisováno interkrystalické segregaci - bor působí jako "dárce" elektronů pro nenasycené vazby na rozhraních (např. na hranicích zrn). Srovnáním takového "elektronového deficitu" dochází k nasycení vazeb a tím ke zlepšení vlastností. Ukázalo se, že při určitém množství boru dochází k nasycení těchto vazeb a další zvyšování obsahu boru nemá už žádný efekt.

Bylo ověřeno, že v Fe40Al probíhá segregace boru dvěma způsoby [15]: jednak jako nerovnovážná segregace, charakterizovaná velmi rychlou kinetikou a závislostí na žíhací teplotě. Tento děj probíhá během kalení z vysokých teplot a je výsledkem přitažlivé interakce mezi atomy boru a přebytkem vakancí migrujících k hranicím zrn. Naproti tomu probíhá v nízkoteplotně žíhaných materiálech rovnovážná segregace vysvětlovaná "odpudivými" interakcemi mezi atomy boru.

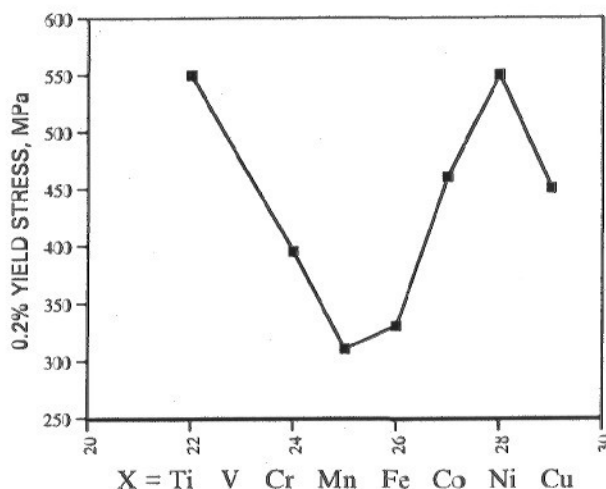
Mechanické vlastnosti slitin Fe - 40 at.%Al jsou ovlivňovány rovněž příměsemi Zr a Cr, a to jak jednotlivě, tak případně jejich kombinací s borem. Zirkonium zvyšuje



Obr. 12: Vliv obsahu B na hodnotu napětí na mezi kluzu při pokojové teplotě [14].

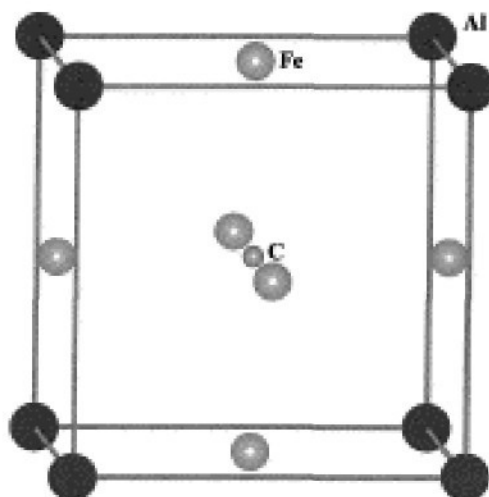
pevnost FeAl při pokojové teplotě, protože dochází ke zjemnění zrna a tvorbě precipitátů $\text{Fe}_6\text{Al}_6\text{Zr}$ [10]. Okolo částic precipitátu vznikají ale jemné trhlinky, jimž se připisuje pokles tažnosti těchto jemnozrnných slitin. Tento problém lze eliminovat právě přidavkem boru, který u slitin s obsahem Zr zvýší tažnost na hodnoty dosahované u binární slitiny, tedy 4,5%. Dalším přísadovým prvkem ovlivňujícím vlastnosti slitiny Fe 40at.%Al je například chrom - příměs 5% Cr zvyšuje mez kluzu a tažnost této slitiny.

Pro získání komplexního obrazu vlivu přechodových kovů (Ti, V, Cr, Mn, Co, Ni, Cu) na napětí na mezi kluzu a tvrdost slitin typu FeAl byla měřena [10] tvrdost slitin o nominálním složení $\text{Fe}_{49}\text{Al}_{50}\text{X}_1$ a $\text{Fe}_{45}\text{Al}_{50}\text{X}_5$, kde X je přechodový kov. (Kromě toho popsané slitiny obsahovaly malá množství přísad B a Zr.) Slitiny byly dlouhodobě žíhány při nízkých teplotách k minimalizaci vlivu tepelných vakancí. Z měření vyplynulo, že zpevňující vliv ternární přísady roste s rozdílem atomových čísel mezi Fe a přechodovým kovem - viz obr. 13, [10].



Obr. 13: Závislost $R_{p0.2}$ na atomovém čísle kovu [10].

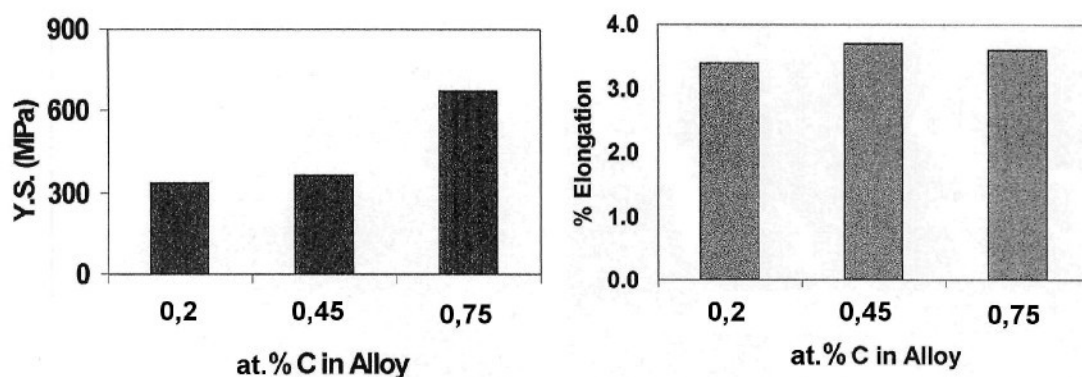
Jako velmi perspektivní aditivum pro ovlivnění mechanických vlastností aluminidů se jeví uhlík. Bylo prokázáno [17], [18], že přísada malého množství C (okolo 1 at.%) ve slitině s obsahem 38 at.% Al má za následek precipitaci tvrdé fáze $Fe_3AlC_{0.5}$, označované jako perovskit nebo karbid κ , která tvoří mřížku typu L_{12} ze substituujících atomů s intersticiálním C ve středu elementární buňky - viz obr.14.



Obr. 14: Struktura perovskitického karbidu [19].

O této perovskitické fázi, která je také důležitá pro oceli s obsahem Al, je zatím známo poměrně málo. Není zatím sjednocen chemický vzorec fáze: zatímco podle [19] je to $Fe_3AlC_{0.5}$, podle jiných pramenů [7], [37] jde o Fe_3AlC , resp. Fe_3AlC_n , kde $n < 1$. Karbid κ je tvrdý a křehký, naměřené hodnoty tvrdosti se pohybují mezi 600 a 700 $HV_{0.2}$ ([19] uvádí hodnotu $700 \pm 30 HV_{0.2}$, která nezávisí na obsahu C nebo Al ve slitině), teplota tání je okolo $1300^\circ C$. Fáze není feromagnetická. Oblast stability této

fáze při různých koncentracích uhlíku závisí na teplotě. Se stoupající teplotou se hranice oblasti posouvají k nižším obsahům C. Kromě růstu zpevnění - za předpokladu rovnoměrného rozložení karbidů v matrici - přítomnost karbidů ve slitinách tohoto typu redukuje náchylnost slitin k vodíkové křehkosti zachycením vodíku na rozhraní karbid - matrice [17]. Další zvyšování obsahu C od 1 do 5 at.% způsobuje pokles zpevnění, což je přičítáno precipitaci měkké grafitové fáze při vyšším obsahu C [18]. Velmi významným se vliv C ukázal při zlepšování obrobitelnosti u Fe-Al slitin s obsahem Al v rozmezí 24-40 at.% Al [18] - viz dále kap. 4.2.2. Ukázalo se [20], že obsah uhlíku ve slitině Fe40Al s malými přísadkami Mo, Ti, Zr a B významně ovlivňuje pevnostní vlastnosti slitiny za pokojové teploty. S obsahem uhlíku roste mez kluzu slitiny při pokojové teplotě, aniž by byla negativně ovlivněna tažnost - viz obr. 15.



Obr. 15: Vliv obsahu uhlíku na pevnost a tažnost slitiny Fe40AlC při pokojové teplotě (po vysokoteplotním žíhání na 1100°C, chlazení na vzduchu) [20].

2.3 Mechanické vlastnosti FeAl při vyšších teplotách

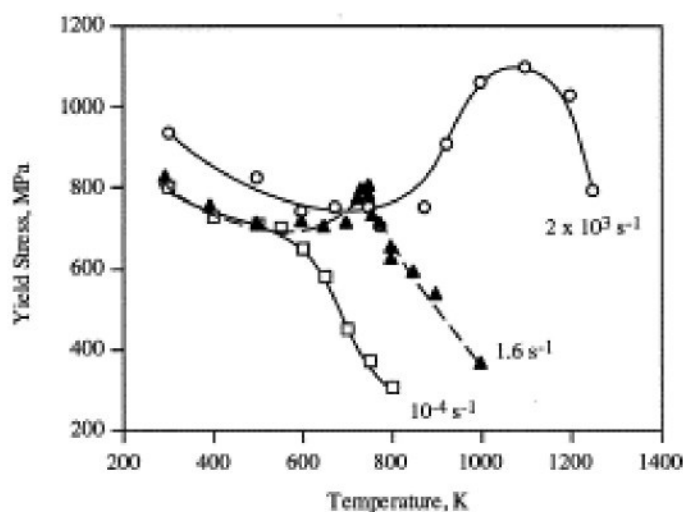
2.3.1 Teplotní závislost napětí na mezi kluzu

U slitin typu Fe40Al se pozorují dva typy závislosti meze kluzu na teplotě

a) závislost podobná jako pro slitiny s bcc strukturou - tedy výrazný pokles napětí v rozsahu od teploty kapalného dusíku do pokojové teploty, pak následuje prodleva a pomalý pokles s rostoucí teplotou,

b) závislost, v níž mez kluzu anomálně narůstá při středních teplotách ($0,35 - 0,45 T_m$).

Anomálie není zaznamenána u vzorků předem nevyžíhaných při nízké teplotě (eliminace tepelných vakancí). Anomálie také není pozorována při nízkých rychlostech deformace ($\sim 10^{-6} \text{ s}^{-1}$), výrazně se projevuje při velmi vysokých rychlostech ($\sim 2 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$) [11] (obr.16).

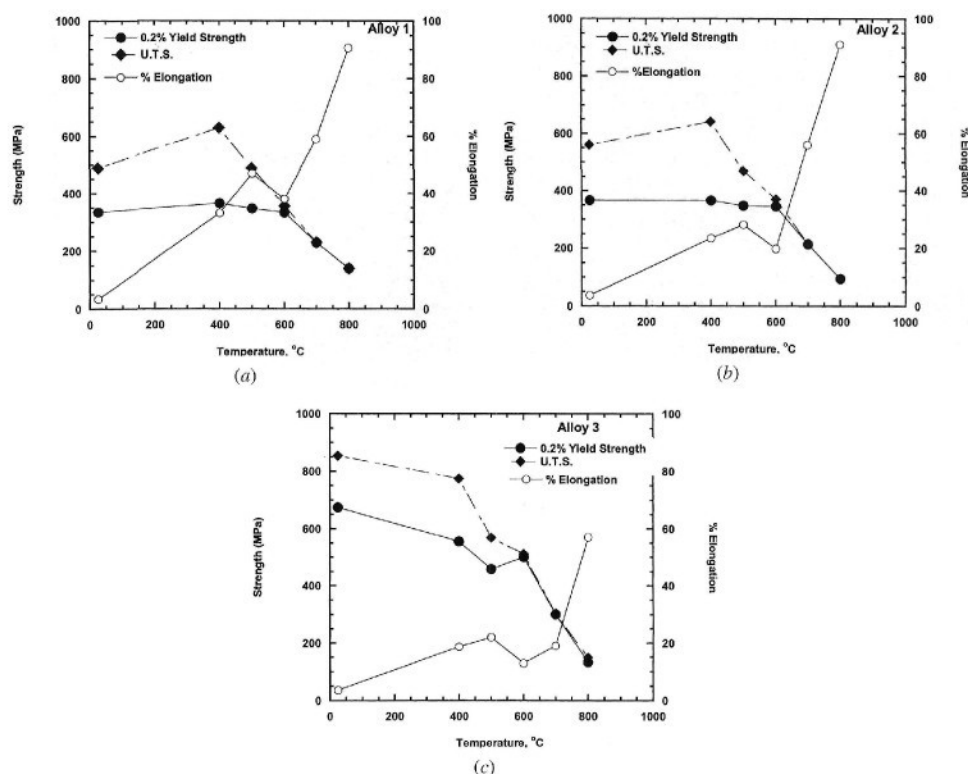


Obr. 16: Závislost napětí na mezi kluzu na T pro různé rychlosti deformace [11].

Anomálie meze kluzu u slitin Fe(40-50at.%)Al je uváděna do souvislosti s existencí tepelných vakancí [11]. Tento model je založen na představě o zpevňování spolupůsobením termálních vakancí při středních teplotách a dislokačního creepu při vysokých teplotách.

Dále bylo zjištěno, že hodnota napětí na mezi kluzu závisí na obsahu uhlíku ve slitině. S růstem obsahu uhlíku roste při teplotě anomálie hodnota napětí na mezi kluzu a zároveň klesá tažnost - obr.17 [20].

Významné zlepšení napěťových vlastností bylo zaznamenáno zejména u slitin po vysokoteplotním žíhání při 1300°C [20]. Velmi efektivní při zvyšování meze kluzu



Obr. 17: Teplotní závislost mechanických vlastností (napětí na mezi kluzu 0,2% Y.S., napětí na mezi pevnosti U.T.S. a tažnosti v %) pro slitiny s rozdílným obsahem C a) 0,2 at. / Alloy 1/ b) 0,45 at.% / Alloy 2/ c) 0,75 at.% / Alloy 3/ [20].

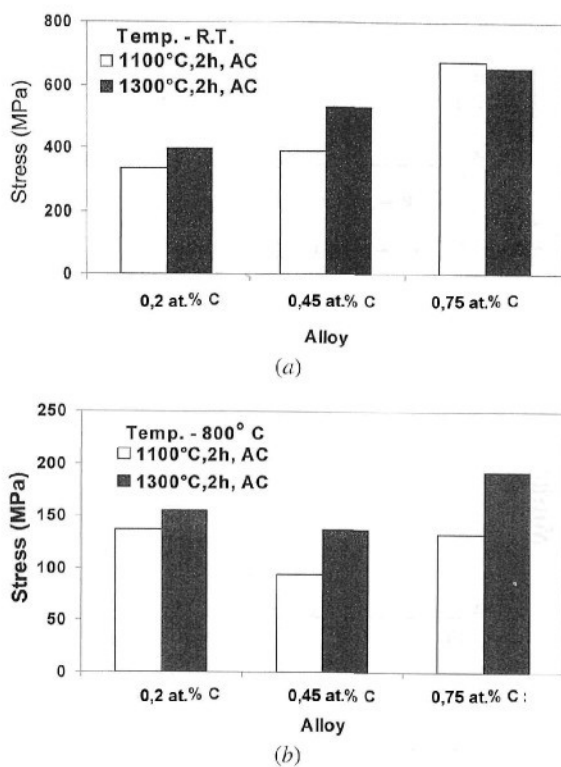
do 800°C jsou tepelné vakance přítomné ve slitinách po vysokoteplotním tepelném zpracování a následném ochlazení - viz obr. 18.

Ukázalo se [21], že mechanické vlastnosti slitin na bázi FeAl při teplotách v rozmezí 600°C - 1000°C jsou významně ovlivněny také odchylkou od stechiometrického složení - viz obr. 19.

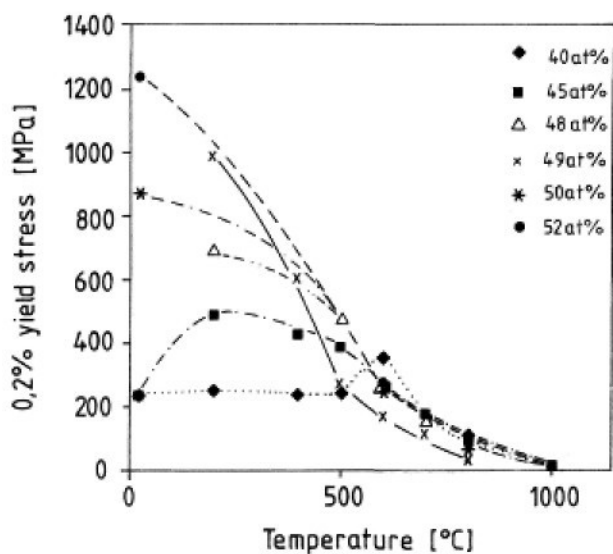
Vliv složení slitiny je přičítán existenci bodových defektů v FeAl slitinách, jakými jsou např. anti-site atomy a termální vakance. Přítomnost těchto poruch je nutná pro udržení B2 struktury při nestechiometrickém složení. Ukázalo se, že přítomné bodové defekty při nižších teplotách zabráňují plastické deformaci díky své nedostatečné pohyblivosti, zatímco plasticitu při vyšších teplotách zlepšují díky rostoucí difuzi [21].

Na deformační vlastnosti slitin typu FeAl při vysokých teplotách má zejména výrazný vliv přidavek chromu a titanu - slitina Fe-36,5Al-5Cr a také Fe-36,5Al-2Ti (v at.%) vykazují výrazně vyšší hodnoty prodloužení do lomu a vyšší napětí na mezi kluzu než binární slitina Fe-36,5Al. Růst prodloužení s teplotou je markantní zejména v oblasti 600°C - 1000°C; přičemž na horní hranici teplotního intervalu dosahují hod-

noty prodloužení maxima, v případě slitiny s Ti až 208 % oproti 120% dosaženým u binární slitiny [16].



Obr. 18: Vliv tepelného zpracování na hodnotu napětí na mezi kluzu pro slitiny s rozdílným obsahem uhlíku a) při pokojové teplotě b) při $T=800^{\circ}\text{C}$ [20].



Obr. 19: Napětí na mezi kluzu jako funkce teploty pro slitiny s různým obsahem Al [21].

2.3.2 Creepové vlastnosti

Aluminidy s B2 a D0₃ strukturou mají pro svou vynikající odolnost vůči oxidaci, vysokou teplotu tání a nízkou hustotu předpoklady pro využití pro vysokoteplotní aplikace. U těchto aplikací je důležitou vlastností creepová odolnost materiálu. Creepové chování uspořádaných slitin B2 a FeAl zvláště je shrnuto v [22]. Creep se v binárních slitinách se strukturou B2 realizuje jednak dislokačním mechanismem, jednak mechanismem difuzním. V případě dislokačního creepu je rychlost ustáleného tečení vyjádřena rovnicí

$$d\varepsilon/dt = A\sigma^n \exp(-\frac{Q}{RT}) \quad (3)$$

kde A je konstanta, σ , n, Q, R, T - napětí, napětový exponent, aktivační energie creepu, plynová konstanta a teplota. U jednofázových kovů a slitin může být dislokační creep popsán jako jeden ze dvou typů - třída M neboli typ čistý kov, a třída A neboli slitinový typ. Ve třídě M je skluz dislokací rychlejší než šplhání a creep je řízen rychlostí šplhání, ve třídě A je řídicí rychlost skluzu dislokací. Aktivační energie creepu je v obou typech blízká energii mřížkové difuze. Pro FeAl je aktivační energie creepu obvykle vyšší než aktivační energie difuze - 450 kJ/mol oproti 300 kJ/mol [22]. Časově závislá deformace může být realizována také prostřednictvím vakančního toku při nižších úrovních napětí platných pro dislokační proces. Creep tímto difuzním mechanismem, jako například Herring - Nabarrův nebo Cobleho creep, je přisuzován pouze pohybu vakancí od zdrojů k norům, kterými jsou obvykle hranice zrn rozdílně orientovaných vzhledem k aplikovanému napětí. Tyto mechanismy jsou charakteristické napětovým exponentem $n = 1$ a výraznou závislostí na velikosti zrn. Materiály s velkými zrny disponují větší creepovou odolností, jak je patrné ze vztahu pro rychlost difuzního tečení

$$\frac{d\varepsilon}{dt} = A \frac{\sigma \Omega D}{kT d^2} \quad (4)$$

kde A je rozměrový faktor, Ω atomový objem, D difuzní koeficient (přes zrna pro Herring - Nabarrův mechanismus nebo podél hranic zrn pro Cobleho creep), k Boltzmannova konstanta, T absolutní teplota, d velikost zrna (efektivní difuzní délka). Součinnost difuzního mechanismu u FeAl slitin podporuje pozorované zlepšení creepové odolnosti u hrubozrnných materiálů. Zdá se, že difuzní mechanismus nastupuje u FeAl přibližně okolo 0,7 T_m [10]. Pro popis creepového chování materiálů se používá creepová křivka ($\varepsilon = f(t)$), případně $\frac{d\varepsilon}{dt} = f(\varepsilon)$.

Pro hodnocení creepové odolnosti materiálů se pak používá doby do lomu TTR (u tahových zkoušek). U zkoušek tlakových je k dispozici pouze minimální (neboli sekundární) creepová rychlost MCR. Pro materiály s vysokou hodnotou TTR je většinou hodnota MCR nízká. Některými autory je užívána rovněž tzv. "creepová odolnost" v MPa, tj. napětí v tlaku potřebné k dosažení určité zvolené hodnoty sekundární creepové rychlosti, případně určité hodnoty ε .

2.3.3 Zvyšování creepové odolnosti aluminidů

Aluminidy železa, nejčastěji se složením okolo Fe_3Al (Al 25-30at.%) nebo FeAl (35-40 at.%), jsou zkoušeny - zatím nepříliš úspěšně - jako náhrada ušlechtilých ocelí za zvýšených teplot. Hlavním důvodem jsou obtíže při zpracování aluminidů - jejich nízká tažnost a obrobitelnost při pokojové teplotě zapříčiněná náchylností k vodíkové křehkosti a pokles napětí na mezi kluzu a mezi pevnosti při teplotách nad 600°C. To způsobuje, že navzdory vynikající vysokoteplotní korozní odolnosti se zatím slitiny na bázi Fe-Al jako vysokopevnostní a vysokoteplotní materiály používají jen omezeně.

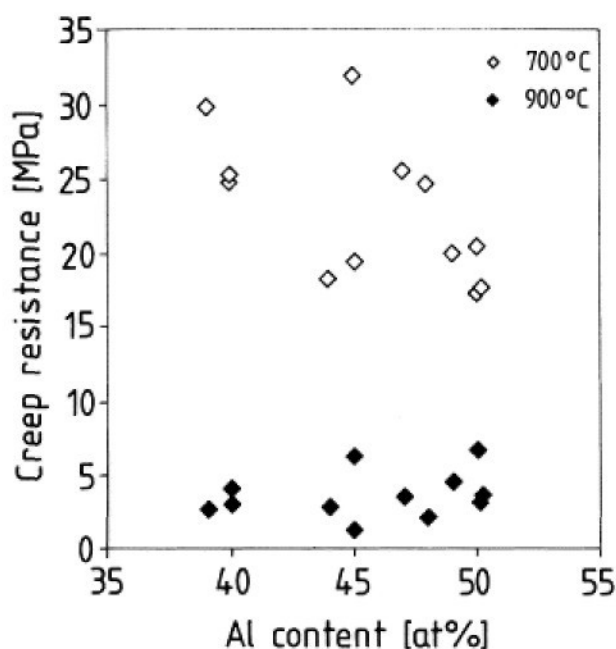
V poslední době se objevují ve světě alternativní přístupy ve výzkumu aluminidů, které jsou zaměřeny mj. na dosažení vysokoteplotní creepové pevnosti. Otázka zvýšení creepové pevnosti Fe40Al závisí především na dostupnosti vhodné disperze jemné a stabilní sekundární fáze. Význam sekundární fáze pro zabezpečení dobré creepové odolnosti je charakterizován její stabilitou při vysoké T, velikostí částic a objemovým podílem fáze [23].

U materiálů připravovaných P/M technologií jsou používány oxidické částice, které disponují extrémně vysokou stabilitou (např. Y_2O_3), ale jsou příliš nerozpustné pro přípravu běžným litím. Navíc se ukázalo, že částice Y_2O_3 nejsou v FeAl matici tak stabilní, jak bylo pozorováno v matici FeCr. Tyto částice mají výbornou stabilitu vůči hrubnutí do 1100°C pro střední časy, ale pro dlouhé časy a vyšší T začínají výrazně hrubnout. Tato nestabilita se vysvětluje změnou složení oxidických částic, které reagují s maticí za vzniku smíšených oxidů. Tato změna ovšem nastává u FeCr matrice při vysokých T také, ale u Al bohatých intermetalik je změna na smíšené oxidy ($\text{Y}_2\text{O}_3 \rightarrow \text{Y,Al,O}$) podstatně rychlejší. Ukázalo se také, že větší objemový podíl oxidů (cca 10%) vede sice k většímu zpevnění, ale materiál je při nižších T křehčí. (Jakousi optimalizaci těchto vlastností by mohly představovat intermetalické Lavesovy fáze - nejnovější alternativa k uvedeným fázím, problémem je zatím jejich velikost - hrubší oproti ostatním uvedeným) [23]. Aluminidy vyrobené práškovou metalurgií a zpevněné dispergovanými oxidy (např. Y_2O_3), jsou označovány jako ODS

materiály [20, 23, 24].

Boridové fáze (TiB_2 , ZrB_2) jsou poměrně stabilní při vysokých teplotách, objemový podíl fáze je omezen. Pro dosažení požadované distribuce jemných částic je nutný proces rychlého tuhnutí.

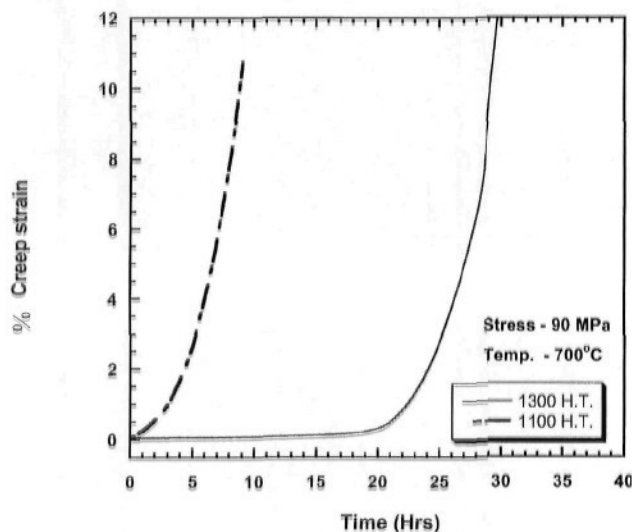
Jako nejdostupnější aditivum použitelné ke zvýšení creepové pevnosti aluminidů v oblasti 500 - 600°C se jeví uhlík; při vyšších teplotách je ale nutno počítat s omezenou stabilitou částic sekundární fáze. Chování ternárních slitin Fe-Al-C je primárně ovlivňováno typem a podílem jednotlivých fází ve struktuře. Jak bylo uvedeno výše, jsou to - v závislosti na obsahu C a také Al - především fáze grafitická a perovskitická fáze $\text{Fe}_3\text{AlC}_{0,5}$, případně další fáze, např. Al_4C_3 . (Vliv strukturního podílu jednotlivých fází na deformační chování za vyšších teplot byl sledován komplexně u souboru slitin na bázi Fe_3Al s rozdílnými obsahy Al a C. Zjištěná creepová data potvrzují, že rozdílné struktury jsou charakterizovány různou creepovou odolností) [19]. Creepové chování slitin na bázi FeAl při teplotách v rozmezí 600 - 1000°C je významně ovlivňováno také odchylkou od stechiometrického složení [21] - viz obr. 20.



Obr. 20: Creepová odolnost (viz 2.3.2) v tlaku pro $\text{MCR } 10^{-7} \text{ s}^{-1}$ při 700°C a 900°C jako funkce obsahu Al v polykrystalických slitinách na bázi FeAl [21].

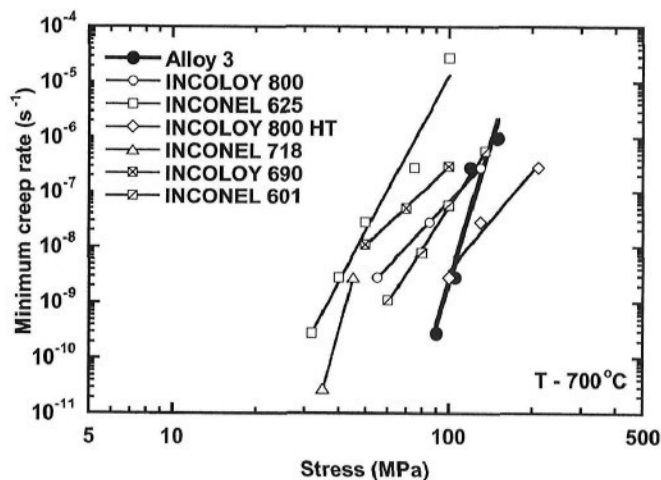
Creepové vlastnosti významně zlepšuje rovněž vysokoteplotní žíhání na teplotu 1300°C - vede ke snížení minimální creepové rychlosti a prodloužení doby do lomu - viz obr. 21. Zlepšení creepové odolnosti je přičítáno zpevnění plynoucímu z přítomnosti

jemných karbidických precipitátů a dislokačních smyček vzniklých ve slitině díky kondenzaci vakancí.



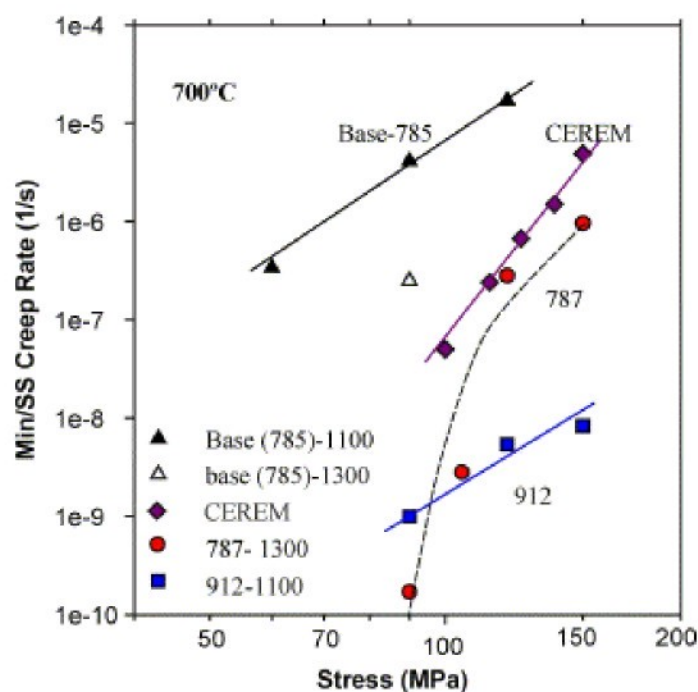
Obr. 21: Creepová křivka slitiny s obsahem 0,45 at.% C po různém tepelném zpracování [20].

Jak ukazují obr. 22 a 23, MCR slitiny s obsahem uhlíku 0,75 at.% (0,2 hm.%) je srovnatelná jak s některými komerčními superslitinami na bázi Fe nebo Ni - viz obr. 22, tak se slitinami zpevněnými oxidickou disperzí (ODS, obr. 23 slitina CEREM) či FeAl slitinami s vyšším obsahem Mo a Ti (obr. 23, slitina 912).



Obr. 22: Porovnání creepové odolnosti slitiny Fe 40Al 0,75C(at.%) - (alloy 3) s komerčními superslitinami [20].

Z obr. 23 je zřejmé, že MCR vysokouhlíkové slitiny 787 je významně nižší než u základní (base 785) a ODS slitiny (v obr. 23 označena CEREM dle výrobce).



Obr. 23: Porovnání creepové odolnosti slitiny Fe 40Al 0,75C (at.%) - slitina 787 - se slitinami zpevněnými disperzí oxidů (CEREM) či jemných precipitátů na bázi Mo-Ti-C (slitina 912). U slitin 785 (slitina "základní", tj. s minimálním obsahem legur), 787 a 912 uvedena teplota žíhání [24].

Při 90 MPa činí rozdíl v hodnotách MCR vysokouhlíkové a BASE slitiny dokonce 3 řády [24].

2.4 Poznámky k některým technologickým problémům

2.4.1 Problematika vodíkové křehkosti

Mechanické vlastnosti Fe-Al slitin s B2 strukturou jsou rovněž silně ovlivněny jejich náchylností k vodíkové křehkosti. Nejběžnější příčinou je atmosférická vlhkost, která reaguje s Al v těchto slitinách za vzniku vodíku reakcí $2\text{Al} + 3\text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Al}_2\text{O}_3 + 6\text{H}$. Vznikající vodík je odpovědný za křehkost těchto intermetalik, která je hlavní příčinou jejich nízké tažnosti i obrobitelnosti při pokojové teplotě. Tato omezení je nutno brát v úvahu při výzkumu těchto slitin i pro průmyslové aplikace.

Nedávno bylo prokázáno [25], že ke zlepšení obrobitelnosti i tažnosti aluminidů železa může vést přidavek malého množství C - viz dále 2.4.2.

Je nutno zmínit další způsob, kterým lze zabránit zkřehnutí u těchto materiálů - tím je volba licí technologie. Někteří autoři [18] uvádějí jako neoptimálnější AIM (Air Induction Melting) metodu, při níž je materiál nejdříve indukčně nataven v indukční peci pod krytem tavidla (strusky) v režimu chráněné vsázky, ingoty pak jsou následně zpracovány elektro-struskovým přetavením (ESR - Electroslag Remelting) a odlity do Cu formy chlazené vodou. Tato technologie se ukázala velmi efektivní v prevenci tvorby pórů způsobených plynným vodíkem [18].

2.4.2 Vliv uhlíku na obrobitelnost FeAl

Jak již bylo zmíněno, přidavek C může vést ke zlepšení obrobitelnosti u FeAl slitin o obsahu 16-24 hm.% (28-40 at.%) Al. Přísada C v rozmezí 0,074 - 1,1 hm.% ($\approx 0,3$ -4,2 at.%) vede, jak bylo uvedeno výše, ke vzniku karbidické fáze $\text{Fe}_3\text{AlC}_{0,5}$ perovskitického typu, o níž se předpokládá, že karbidické částice mohou působit pro H jako pasti, omezovat jeho difuzivitu a tedy redukovat náchylnost těchto slitin k vodíkové křehkosti. Tento předpoklad byl potvrzen řadou experimentů - tahovou zkouškou v rozdílných prostředích (vzduch, vakuum) a současným měřením obsahu H v testovaných vzorcích, např. [25].

V této souvislosti lze zmínit analogický jev u ocelí 304 (ČSN 17 240) u nichž bylo nedávno prokázáno, že růst obsahu C (od 0,045 do 0,085 at.%) má za následek pokles relativního difuzního koeficientu H. Tato závislost je přičítána růstu "blokování" intersticiálních poloh vyšším obsahem uhlíku. Nižší difuzivita vede ke zlepšení odporu ocelí vůči vodíkové křehkosti [25].

Z hlediska zlepšování obrobitelnosti a tažnosti je zajímavé srovnání se slitinami legovanými jednak C, jednak karbidotvornými prvky jako je Ti a V. (Tento typ slitin

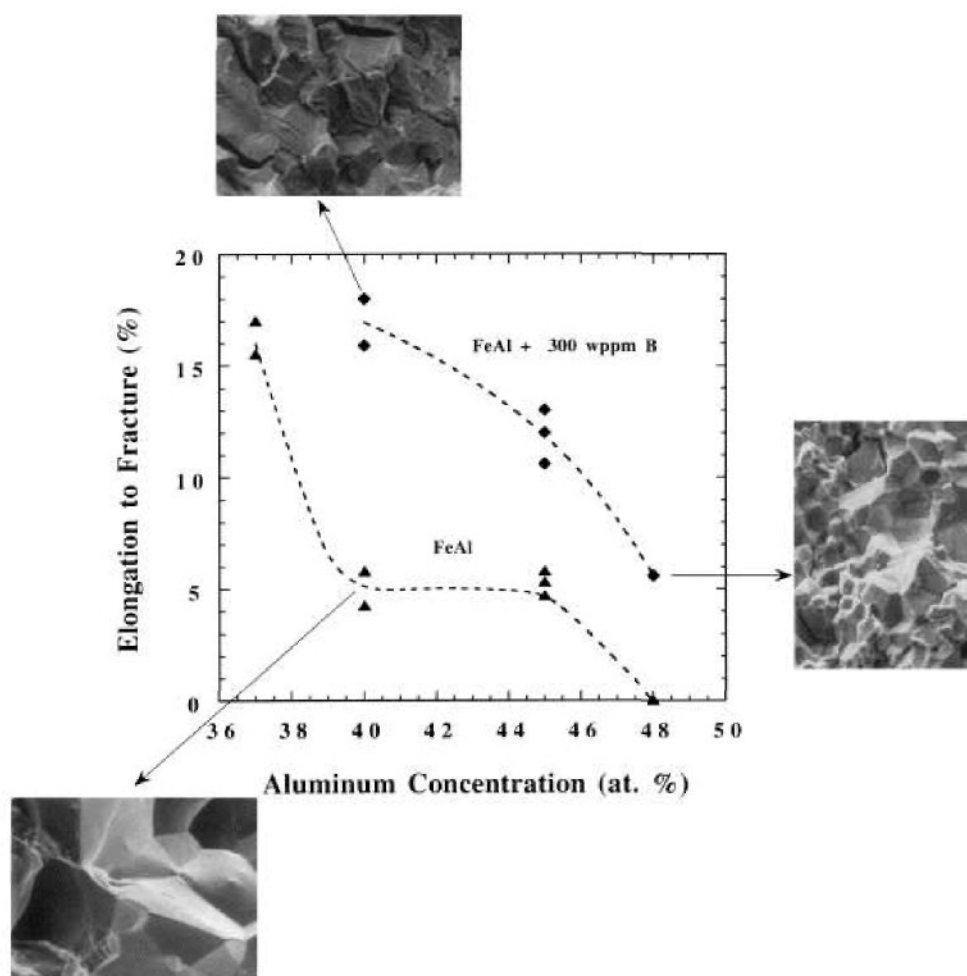
se vlastnostmi blíží nedávno vyvinutým ORNL slitinám - jde o slitiny, které kromě C obsahují např. Ti, Mo, Cr, atd., a které při testech ve vakuu vykazují významné zvýšení tažnosti.) Ve struktuře slitin dopovaných Ti a V - vždy v množství 0,4 a 4,3 hm.% - byly podle očekávání přítomny precipitáty bohaté na Ti, resp. V. Jejich objemový podíl rostl s rostoucím obsahem C. Tyto karbidy jsou stabilnější a vznikají přednostně vůči perovskitickému karbidu. Ve slitinách s větším obsahem Ti a V indikovala EDAX analýza přítomnost Ti, V a stopy C v matici mezi precipitáty. U všech slitin kromě dopovaných V se při testování ve vakuu tažnost zvýšila přibližně dvojnásobně, obrobitelnost se zlepšila u všech slitin. Zdá se tedy, že zlepšení obrobitelnosti nemusí vždy nutně vést k růstu tažnosti. Důvody nejsou zcela jasné; je možné, že metody s lepší rozlišovací schopností než je ve studii použita optická a rastrovací mikroskopie, by potvrdily existenci velmi jemných precipitátů v matici, jejichž příspěvek by mohl ovlivnit jak deformační vlastnosti, tak obrobitelnost [25].

2.4.3 Vliv přídavku B na lomové vlastnosti FeAl slitin

Jak již bylo řečeno výše, tažnost FeAl je za pokojové teploty nedostatečná. Bylo prokázáno [26], že u nich tažnost s rostoucím obsahem Al klesá a to od 16% u slitiny Fe37at.%Al až k prakticky nulové tažnosti slitiny Fe48at.%Al, jak je ukázáno na obr. 24.

Nejostřejší pokles mezi 37at.% - 40at.% Al odpovídá změně lomového modu od transkrystalického k interkrystalickému. Pro slitinu Fe37at.%Al je přibližně 100% lomové plochy porušeno modelem transkrystalickým, zatímco u Fe48at.%Al je mod téměř 100% interkrystalický. Slitiny o středním složení vykazují smíšený mod porušení. U borem dopovaných slitin se lomový mod mění s rostoucím obsahem Al rovněž od transkrystalického k interkrystalickému, ale přídavek B posouvá tento přechod (a tím i strmý pokles tažnosti) k vyšším koncentracím Al, a potlačuje lom po hranicích zrn díky segregaci B na těchto hranicích. Na rozdíl od slitin bez B byly malé oblasti (na méně než 5% lomové plochy) transkrystalického štěpení pozorovány i při vysokých obsazích Al (48at.%).

Z obr. 24 je zřejmé, že schopnost B potlačit interkrystalický mod porušení klesá s rostoucí koncentrací Al, ačkoli množství B segregujícího po hranicích zůstává stejné. Následkem toho dochází ke zkřehnutí i u B dopovaných slitin, blížili-li se jejich složení stechiometrickému [26].



Obr. 24: Shrnutí vlivu stechiometrie slitin a obsahu B na tažnost a mod porušení FeAl slitin v prostředí ultravysokého vakua [26].

2.4.4 Materiály v praxi odvozené od Fe40Al

Specifické vlastnosti intermetalických slitin na bázi Fe-Al jako nízká hustota, vynikající odolnost vůči oxidaci a sulfidaci a dobrá pevnost za vyšších teplot předurčují tyto materiály k vysokoteplotním aplikacím. Zvláště odolnost vůči sulfidaci je výrazně lepší než u jiných slitin na bázi Fe nebo Ni.

Ve světě jsou již tyto materiály využívány například při výrobě porézních filtrů, používaných pro zpracování plynů s vysokým obsahem síry, kde se uplatňuje právě jejich vynikající odolnost vůči sulfidaci. Ta je také uplatněna při výrobě tepelných výměníků v plynových turbínových motorech, nebo nádob a ochranných plášťů potrubí v elektrárnách a spalovnách. Další aplikací jsou odporové topné elementy, které využívají stability vysoké hodnoty elektrického odporu při vysokých teplotách, a v neposlední řadě také součásti pecního zařízení využívající výborné korozní odol-

nosti [27]. Příkladem studia a využití tohoto druhu materiálu v Československu v 50. - 80. letech minulého století je uhlíkem legovaný materiál pod označením PYRO-FERAL. Složení materiálu podle ČSN 42 2484 je 29-31 hm.% Al, 1,0-1,2 hm.% C a s maximálním obsahem Si, S a P stanoveným normou [28]. Matrice je tvořena tuhým roztokem C v intermetalické fázi FeAl s B2 strukturou, v níž jsou rozloženy v závislosti na obsahu C jehličkovité útvary karbidu Al_4C_3 - viz obr. 25 [29].



Obr. 25: Struktura Pyroferalu [29].

Využití je ztíženo samovolným rozpadáváním materiálu během uchovávání odlitků při pokojové teplotě. Toto chování je připisováno reakci karbidu hliníku s vodíkem. K rozpadu dochází výhradně za nízkých teplot za přítomnosti atmosférické vlhkosti nebo ve vodě. Tomuto nepříznivému jevu lze zabránit okamžitým použitím pro aplikace za vyšších teplot, případně vyžeháním při teplotě 1150°C, při kterém dojde k částečnému rozpuštění karbidů přítomných v matrici. Ukázalo se, že dostatečnou ochranou může být olejový nátěr ve spojení s dodržením technologického postupu a chemického složení [28], [30]. Bylo dokázáno, že materiál má velmi dobrou odolnost vůči cyklickému tepelnému zatížení (žárovzdornost), vynikající odolnost vůči chemickým vlivům prostředí (až o dva řády lepší než u oceli AKX s 25% Cr) i poměrně dobrou odolnost proti otěru. Tyto vlastnosti u většiny aplikací zajistily zvýšení životnosti součástí z Pyroferalu oproti původně používaným materiálům (litina, materiály na bázi Fe-Cr). Materiál se používal s úspěchem zejména v chemickém průmyslu (lopatky kyzových pražicích pecí), pro výrobu cementačních hrnců a komůrek, roštnic parních kotlů pro elektrárny, krytí tepelně a erozně namáhaných trubek a pro výrobu součástí sklářských pecí a automatů. Prakticky jediným výrobcem Pyroferalu byla od padesátých let slévárna ve Kdyni, kde byl

materiál vyráběn až do roku 1990. Poté byla jeho výroba ukončena.

Příznivé vlastnosti slitin typu pyroferal lze spojovat jednak s B2 strukturou, jednak s obsahem C, případně Si. Tato práce se snaží postihnout vliv obsahu C na vlastnosti ternární slitiny se 40 at.% Al. Další kroky v přibližování se výborným vlastnostem technické slitiny představuje postupné zvyšování obsahu Al, případně optimalizace přídatku Si.

3 Experimentální metody

3.1 Příprava slitin a vzorků pro experimenty

Slitiny A – C (tab. 1 na str. 39) pro experiment I byly připraveny vakuovým tavením ve Fyzikálním ústavu AV ČR. Byly odlity hranolky o rozměrech 10x10x120 mm, chladnutí proběhlo v peci. Pro měření tvrdosti v závislosti na žíhací teplotě byly použity hranolky o rozměrech 10x5x3 mm, pro zkoušku v tlaku při pokojové teplotě byly z těchto hranolků vyrobeny válečky o průměru 4 mm a výšce 8 mm.

Slitiny D – F (tab. 1 na str. 39) pro experiment II byly vyrobeny tavením ve vakuu na VŠB v Ostravě ve vakuové indukční peci fy. Leybold, která je vybavena třístupňovou čerpací soupravou. Tavení a odlití probíhalo ve vakuu 10^{-1} - 10^{-2} mbar. Při výrobě slitin s vyšším obsahem uhlíku bylo nutné nejdříve vytavit předslitinu FeC; je výhodné přetavit železo i hliník samostatně ve vakuu a předejít varu a ztrátám vsázky výhozem. Vychladlé odlitky (bramky s rozměry příčného průřezu cca 20 x 32 - 35 mm) byly děleny rozbrušováním na kratší délky (cca 80 mm). Takovéto polotovary pak byly ohřívány v elektrické odporové peci na teplotu 1280°C a válcovány na plocho (z tloušťky 20 mm) na laboratorní duo stolici K350 několika úběry na požadovanou tloušťku. Pracovní válce o průměru 140 mm se otáčely rychlostí 100 ot/min. Jednotlivé průchody odpovídaly velikosti výškové deformace 8 - 15%. Vzhledem k rychlosti chladnutí vzorku při styku s válci a nebezpečí rozšiřování povrchových trhlin byl provalok po každém průchodu vkládán do pece vyhřáté na 1280°C, a to na takovou dobu, aby teplota válcování neklesla pod 1100°C.

Slitina H byla odlita ve slévárně firmy Kdynium a.s. v Kdyni. Jako vsázka byl použit ocelový odpad s definovaným chemickým složením C 0,1%, Mn 0,35%, Si 0,20%, feroslitiny FeMn 80% a FeSi 75%, nauhličovadlo - zlomkové elektrody, čistý hutní hliník 99,6%. Vsázka bez hliníku byla natavena v 80kg indukční peci, hliník byl dolegován před odlitím v pevném stavu. Technologické podmínky tavby byly určeny takto: teplota vsázky na peci 1505°C, postupně bylo z pánve odlito 8 forem.

Pro deformační experimenty byly ze všech materiálů připraveny vzorky ve tvaru válečků o průměru 5 - 6 mm a výšce 10 - 12 mm.

3.2 Analýza struktury

Optická mikroskopie (LOM)

Vzorky pro metalografickou analýzu byly po zalisování mechanicky broušeny na kotoučích ve škále zrnitosti 400 - 4000. Pro zobrazení struktury byly vzorky buď dolešťovány mechanicky (pro zobrazení rozložení grafitické fáze) nebo byly mechanicko-chemicky leptány pomocí emulze OP-S firmy Struers. K dosažení lepšího rozlišení karbidických fází bylo použito zobrazení s Nomarského kontrastem na mikroskopu Nikon.

Měření tvrdosti a mikrotvrdosti

U slitin A - C v experimentu I byla k měření tvrdosti použita statická zkouška podle Vickerse s použitím zátěžné síly 98 N (HV10), event. 9,8 N (HV1), měření bylo provedeno na mikrotvrdoměru Zwick 3212. Přesná měření mikrotvrdosti matrice i fází u slitin D - H v experimentu II byla provedena na mikrotvrdoměru MICROMET 2100 fy Buehler s obrazovou analýzou, obr. 26.



Obr. 26: Mikrotvrdoměr MICROMET 2100 fy Buehler.

Transmisní elektronová mikroskopie (TEM)

Pro transmisní elektronovou mikroskopii pro experiment I byly mechanickým broušením a leštěním připraveny folie, jejichž finální příprava probíhala pomocí automatické trysky (JET systém Struers) elektrolytickým leštěním v 20% roztoku kyseliny dusičné v metanolu při teplotě -30°C . Příprava folií pro experiment II byla obtížnější

a časově náročnější, protože nebylo možné použít klasické "JET" leštění. Uhlíkové fáze ve slitinách D - F způsobují nerovnoměrnost v leptání a nelze docílit kvalitní folie s potřebnou minimální tloušťkou. Z tohoto důvodu byla pro finální přípravu použita metoda iontového bombardování na iontovém mlýně Technoorg - Linda IV4. Pozorování mikrostruktury byla provedena na Katedře fyziky kovů MFF UK v Praze na transmisním elektronovém mikroskopu JEOL FX 2000.

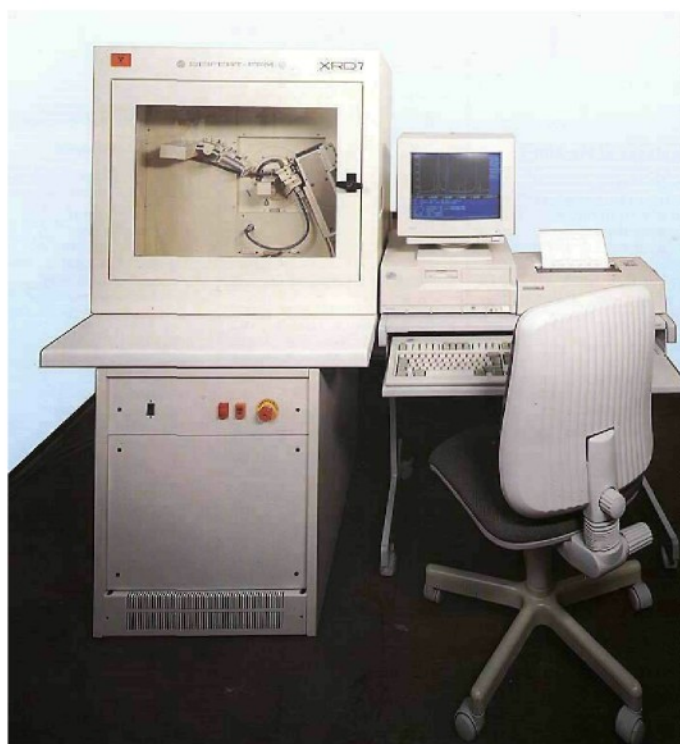
Elektronová mikroanalýza

Pro orientační prvkovou analýzu částic nalezených při pozorování pomocí TEM v rámci experimentu I byla použita energiově disperzní analýza EDAX, která je součástí výše uvedeného transmisního mikroskopu JEOL FX 2000. Tato metoda umožňuje určit jednak chemické složení částice, jednak - v optimálním případě - odhadnout z poměru intenzit prvkových piků fázi, kterou je částice tvořena.

Pro prvkovou analýzu větších částic nalezených ve slitinách s uhlíkem (experiment II) byla použita rastrovací elektronová mikroskopie (SEM) a vlnově disperzní rentgenová mikroanalýza (WDX) na mikrosondě JEOL JXA 50A. Kontrolní EDAX analýza složení částic sekundární fáze popsanych pomocí TEM v experimentu II byla provedena v laboratoři Ruhr-Universität Bochum na mikroskopu Tecnai (FEG) s urychlovacím napětím 200 kV.

Rentgenová difrakční analýza

Pro identifikaci fází přítomných ve struktuře byla použita rentgenová difrakční analýza prostřednictvím práškového difraktometru XRD7 fy Seifert - FPM s Bragg-Brentano geometrií - obr. 27. Měření bylo proloženo Pearsonovou funkcí pomocí programu DIFPATAN pro získání přesných parametrů všech difrakčních linií.



Obr. 27: Difraktometr XRD7 fy Seifert - FPM.

3.3 Deformační experimenty

Zkouška v tlaku

Zkouška v tlaku při pokojové teplotě (experiment I) byla provedena v laboratoři Katedry fyziky kovů MFF UK na univerzální deformační aparatuře INSTRON 1186.

Parametry zkoušky byly:

- rozsah zátěžné síly do 20 000 kN
- rychlost zatěžování $2 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$
- plynulé zatěžování do max. 6% deformace

Zkouška v tlaku při teplotě 600°C (experiment II) byla provedena v Ústavu fyziky materiálů AV ČR v Brně na deformační aparatuře ÚFM. Metodika spočívá v současném měření změny výšky vzorku a síly působící na vzorek (snímači Hottinger Baldwin) při konstantní rychlosti přičnku. Rychlost technické deformace se u všech vzorků pohybovala v intervalu $5\text{--}7 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

Creepové zkoušky

Creepové testy proběhly v Ústavu fyziky materiálů AV ČR v Brně. Zkoušky byly prováděny v tlaku při konstantním zatížení na creepovém stroji ÚFM s pákovým převodem 1:10, elastický modul stroje 0,00194 [mm/kg]. Teplota všech zkoušek byla 873 K, atmosféra čištěný argon.

4 Experimentální část

4.1 Použité slitiny

Tab. 1: Chemické složení všech materiálů použitých pro experiment.

Slitina	Označení	Al at.% (hm%)	Zr	Cr	B	C	Si
Fe40Al	A	39,2 (23,8)				$\approx 0,12$ (0,3)	
FeAlZrB	B	39,2 (23,8)	0,1 (0,2)		0,1 (0,02)	$\approx 0,12$ (0,3)	
FeAlZrCr	C	39,6 (24,08)	0,1 (0,2)	1,9 (2,2)		$\approx 0,12$ (0,3)	
FA 0,1C	D	41,05 (25,2)				0,07 (0,02)	
FA 0,8C	E	40,5 (24,9)				0,73 (0,2)	
FA 1,7C	F	40,05 (24,8)				1,7 (0,44)	
FA 1,9C	H	41,3 (26,08)				1,9 (0,52)	1,2 (0,8)

4.2 Experiment I: Ověření existence podoblastí struktury B2

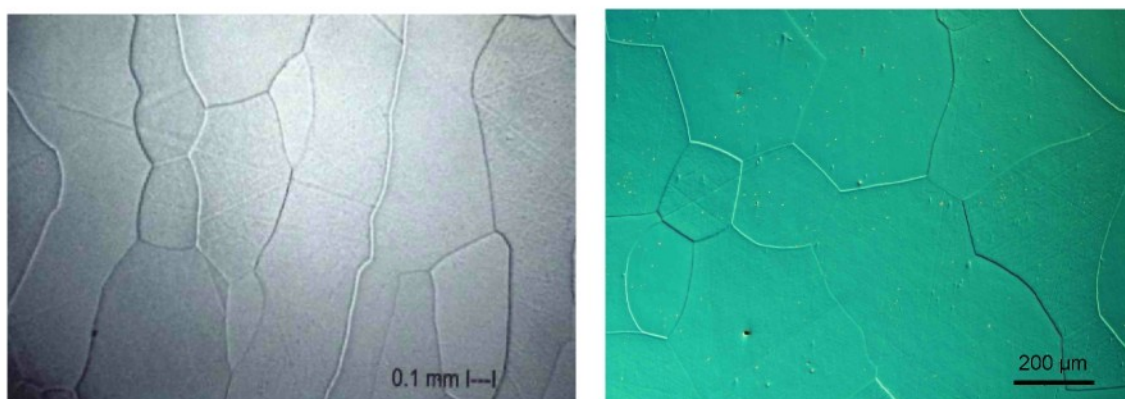
Podle [1] je oblast B2 považována za homogení (obr. 1), podle [2, 3, 4, 5, 6] se však člení na podoblasti s nízkoteplotními a vysokoteplotními modifikacemi B2, označovanými B2(l), B2(h), popř. $\alpha_2(l)$, $\alpha_2(h)$ (obr. 2). Hranice mezi těmito oblastmi byly identifikovány ze zlomů na teplotních závislostech Youngova modulu a koeficientu roztažnosti [2, 3, 4, 5, 6] a bylo také zjištěno "energetické zabarvení" těchto transformací. K ověření existence zmíněných hranic podoblastí oblasti B2 jsme použili měření závislosti mechanických vlastností - tvrdosti - na teplotě, ze které je materiál kalen. Experiment rovněž sloužil k upřesnění předešlých výzkumů [12], používajících k měření této závislosti intervalu mezi žhacími teplotami nejčastěji 100, někdy i více °C. Námi použitý teplotní interval mezi jednotlivými teplotami žhání byl 20°C.

K experimentu byly použity tři slitiny Fe40Al ve výchozím litém stavu, označené v tabulce 1 jako A, B a C: čistá binární slitina a slitiny legované Zr a B, resp. Zr

a Cr (nelze předpokládat, že termodynamické poměry by byly ovlivněny malými množstvími použitých legur Zr, Cr, B), které navíc lze použít pro testování vlivu uvedených příměsí na mechanické vlastnosti. Přesné složení a označení slitin viz tabulka 1.

4.2.1 Struktura slitin A - C

Pro strukturu slitiny A v litém stavu jsou charakteristická protáhlá zrna o délce 2-5 mm a šířce cca 200 - 500 μm - obr. 28, 29.

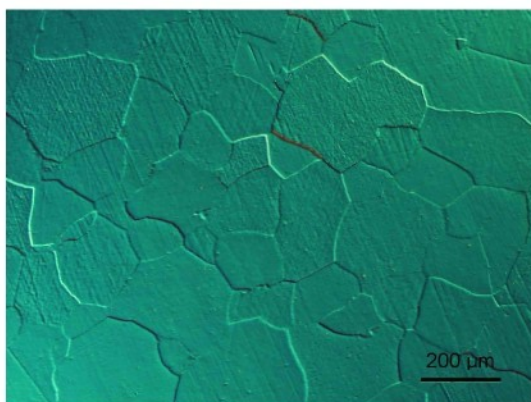


Obr. 28: Struktura binární slitiny Fe40Al, podélný směr. Obr. 29: Struktura binární slitiny Fe40Al, příčný směr.

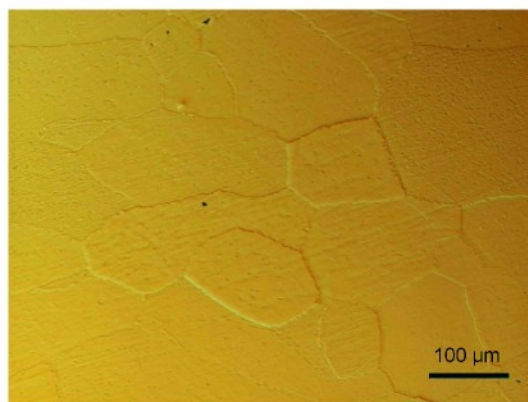
Jak ukazuje tab. 2, u slitin B a C se vliv přísadových prvků podle předpokladu projevil zjemněním zrna; struktura obou slitin byla tvořena rovnoosými zrny o velikosti v rozmezí 100-400 μm (slitina B) resp. 100-1000 μm (slitina C) - obr. 30 a 31. Bylo zjištěno, že použité tepelné zpracování (žíhání 800 °C/1 h) nemá vliv na velikost a tvar zrn (viz tab. 2). U obou materiálů s aditivou jsou při velkých zvětšeních patrné jemné částice - obr. 32, 33.

Tab. 2: Vliv přísad a použitého tepelného zpracování na velikost zrna slitin B, C.

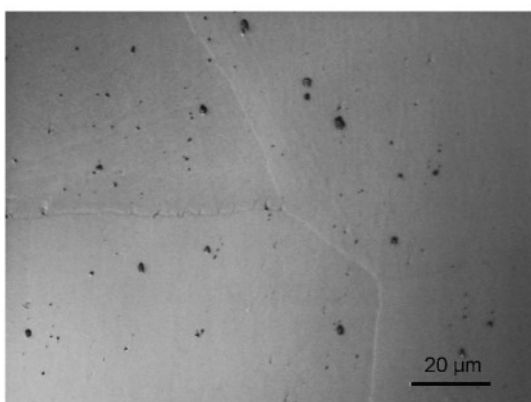
Materiál	Stav	Střední průměr zrna [mm]
Fe40AlZrB (B)	litý stav - okraj	0,09
	litý stav - střed	0,43
	800°C/1h - střed	0,09
	800°C/1h - okraj	0,5
Fe40AlZrCr (C)	litý stav - okraj	0,13
	litý stav - střed	1,2



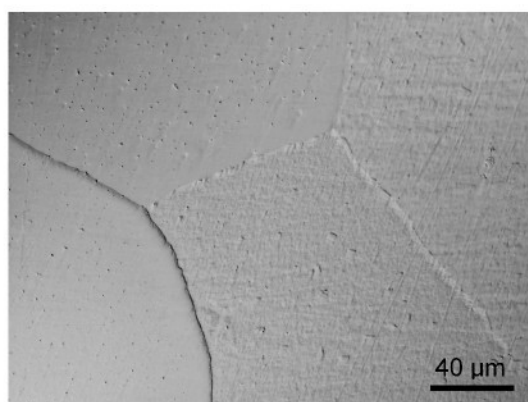
Obr. 30: Struktura slitiny Fe40Al Zr B (slitina B).



Obr. 31: Struktura slitiny Fe 40Al Zr Cr (slitina C).



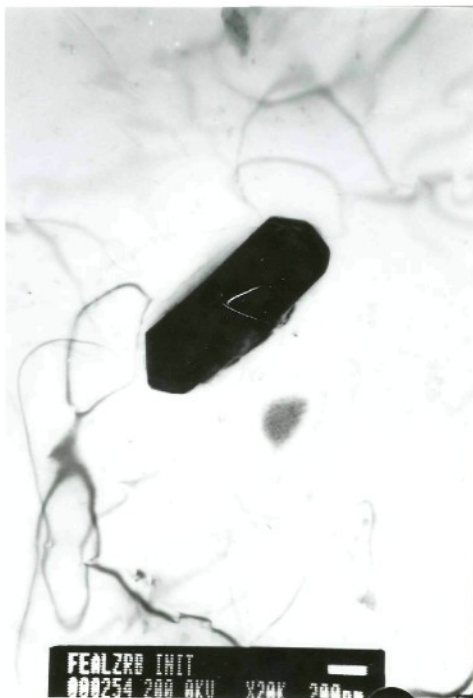
Obr. 32: Částice ve slitině B.



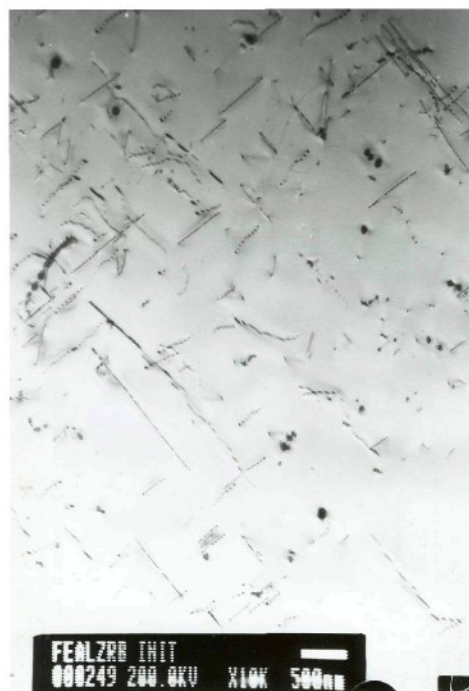
Obr. 33: Částice ve slitině C.

Při studiu mikrostruktury slitiny B byly uvnitř zrn i na jejich hranicích pozorovány částice různých velikostí a typů. Uvnitř zrn se vyskytují tři typy částic:

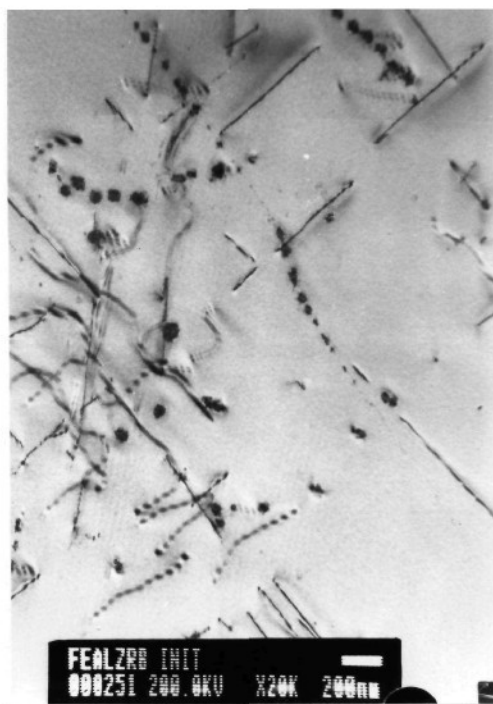
1. "Hrubé" částice o velikosti cca 0,5-1 μm , (obr. 34). Podle výsledků EDAX mají vysoký obsah Zr (podíl bóru nelze prokázat).
2. "Jemné" rozptýlené částice o velikosti 100-200 nm, rovněž bohaté na Zr. (obr. 35).
3. Částice "v řetízcích" (obr. 36) jako typ 2 (tvrzení, že jde o stejnou fázi, se opírá o difrakci). Tyto částice patrně precipitovaly na dislokacích. Difrakcí v tmavém poli byla potvrzena bcc mřížka precipitátu a vzájemná orientace s maticí: směr $\langle 100 \rangle$ matrice je rovnoběžný se směrem $\langle 100 \rangle$ precipitátu. Mřížkový parametr precipitátu je mírně větší než mřížkový parametr matrice.



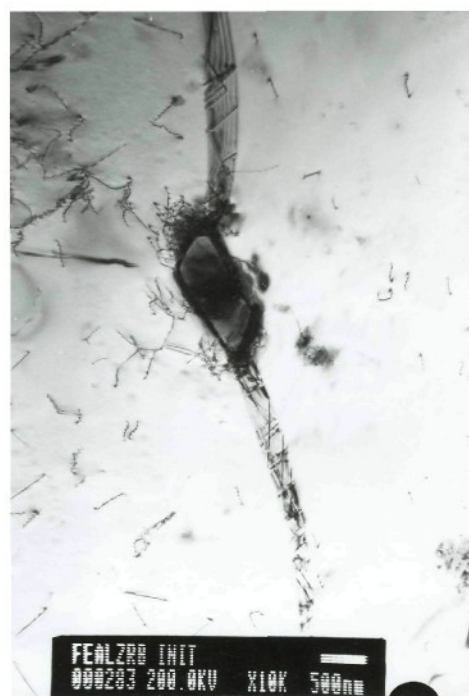
Obr. 34: Slitina B, částice typu 1.



Obr. 35: Jemné částice typu 2, slitina B.



Obr. 36: Jemné částice obsahující Zr, slitina B.



Obr. 37: Částice v hranici, slitina B.

Z obr. 37 je zřejmý také výskyt částic po hranicích zrn. Jde převážně o hrubé částice o velikosti 1 - 2 μm , u nichž byl orientačně zjištěn vysoký obsah Zr.

K ozřejmění vlivu vakancí byly sledovány změny mikrostruktury po žíhání 800°C/1h. Materiál je plně rekrystalizován (odhad velikosti zrna cca desítky μm). Uvnitř zrn (obr. 38) a na jejich hranicích bylo zjištěno velké množství částic, a to stejných typů jako u výchozího stavu téhož materiálu. Na hranicích zrn jsou částice četnější a jemnější než u výchozího stavu (cca 0,5-1 μm), obr. 39.

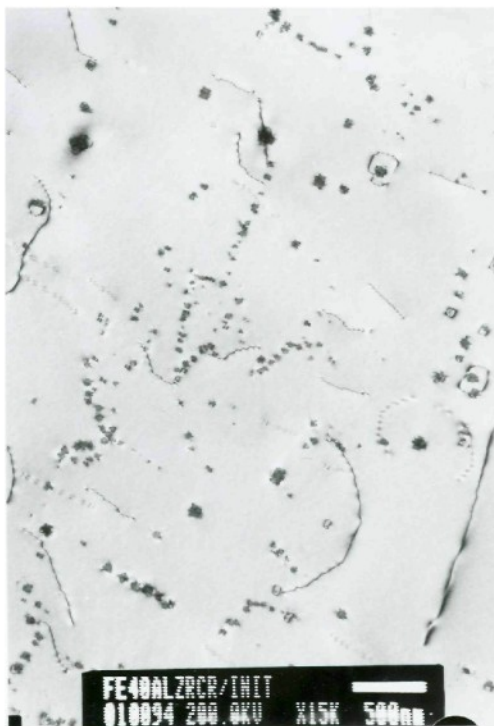


Obr. 38: Částice na dislokacích, slitina B, po žíhání a kalení kalení z teploty 800°C.

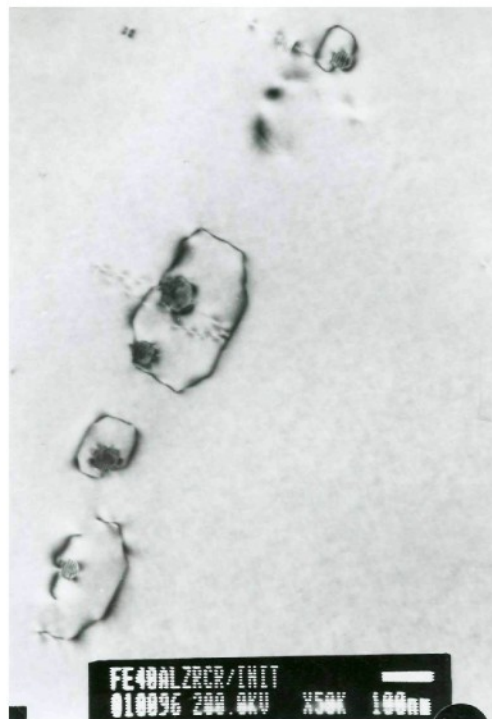


Obr. 39: Detail hranice zrn, slitina B, po žíhání a kalení z teploty 800°C.

Výchozí stav slitiny C je charakterizován velkými zrny ($\sim 100 \mu\text{m}$) s rovnoměrně rozloženou dislokační strukturou. V matici jsou ojediněle rozmístěny větší částice o velikosti cca 1 μm , jemné částice se vyskytují v řetězcích - obr. 40, podobně jako u materiálu s borem. Podle jejich rozložení lze předpokládat, že původně precipitovaly na dislokacích. V některých případech se pozorují dislokační smyčky o rozměrech 100-200 nm, uvnitř nichž je situována částice (obr. 41).



Obr. 40: Slitina C, částice v matrici, částečně v řetízcích.



Obr. 41: Dislokační smyčky okolo částic v řetízcích, slitina C.

Po tepelném zpracování (stejně jako slitina B - žíhání 1h při 800°C, kaleno do oleje) byla pozorována hustá dislokační síť, dislokace jsou "obsazeny" drobnými částicemi - obr. 42, 43. Lze předpokládat, že částice nukleovaly na dislokacích.

Zajímavá je mikrostruktura slitiny C po kombinovaném tepelném zpracování (žíhání 1h při 800°C, kaleno do oleje + žíhání 120h při 400°C, chladnutí na vzduchu), kdy je dislokační síť výrazně hustší - obr. 44. Zvláštní konfigurace dislokací kolem částic, patrné na obr. 45, by mohly být důsledkem kolapsu vakantních disků na dislokační smyčky a následné interakce dislokačních smyček. Částice v matrici jsou větší než po kalení z 800°C/1h, cca 200-300 nm.



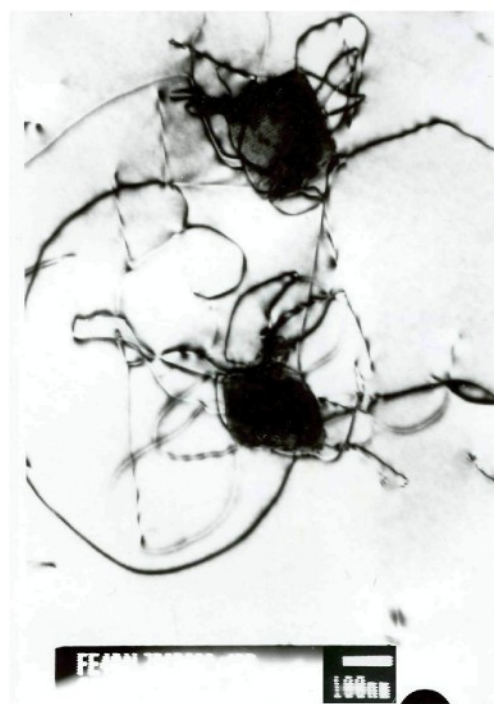
Obr. 42: Dislokace s částicemi, slitina C po žíhání a kalení.



Obr. 43: Detail částic na dislokacích, slitina C po žíhání a kalení.



Obr. 44: Konfigurace dislokací okolo částic, slitina C po kalení a žíhání.



Obr. 45: Částice s dislokacemi, slitina C po kalení a žíhání.

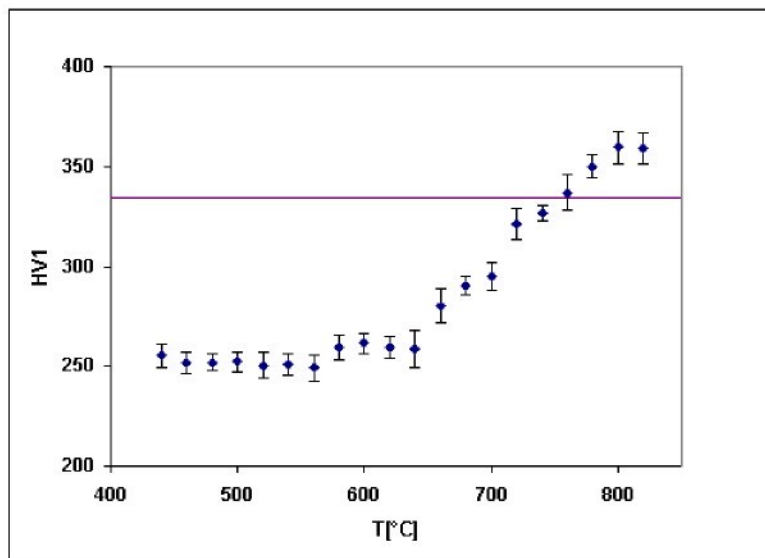
4.2.2 Měření tvrdosti v závislosti na žíhací teplotě

K ověření průběhu hranic mezi podoblastmi v B2 oblasti binárního diagramu Fe-Al bylo využito zpevnění materiálu tepelnými vakancemi. Předpokládáme, že přechod přes rozhraní se projeví rozdílností mechanických vlastností v souvislosti s již zaznamenanými změnami Youngova modulu a koeficientu roztažnosti (kap. 2.1, [2, 3, 4, 5, 6]). Byla stanovena tvrdost v závislosti na tepelném zpracování. K vlastnímu měření tvrdosti byla použita statická zkouška podle Vickerse (ČSN 42 0372-78) se zátěžnou silou $98 \text{ N} = 10 \text{ kp}$: HV/10. Tvrdosti materiálů ve výchozím (litém) stavu jsou v tabulce 3.

Tab. 3: Tvrdost materiálů ve výchozím stavu.

Slitina	Složení	HV10
A	Fe40Al	335 ± 7
B	Fe40Al Zr B	290 ± 6
C	Fe40Al Zr Cr	300 ± 8

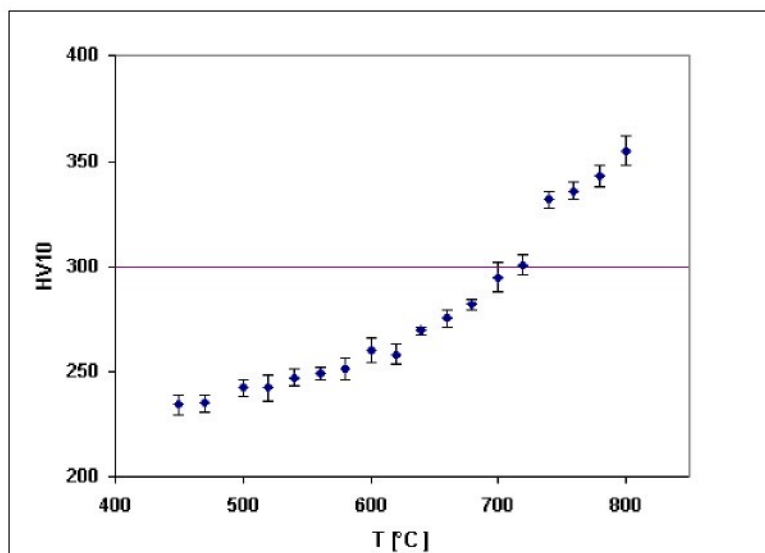
Parametrem měření byla žíhací teplota, ze které byl vzorek kalen. Tyto teploty proto byly voleny v okolí předpokládaných hranic uvnitř oblasti B2 (pro binární slitinu A v rozmezí $440 - 820^\circ\text{C}$), jednotlivé žíhací teploty jsou vzdáleny o 20°C . Výsledky jsou shrnuty na obr. 46.



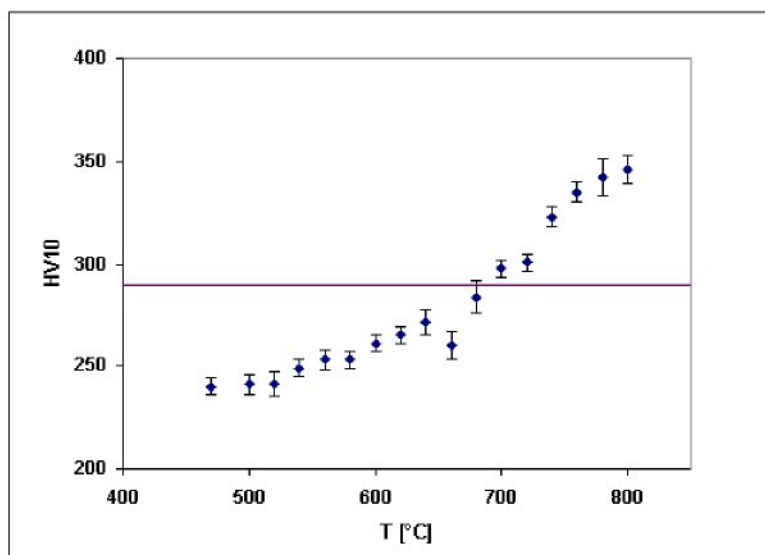
Obr. 46: Závislost tvrdosti na žíhací teplotě pro binární slitinu A.

U slitin s aditivou B, C byl experiment prováděn v oblasti žíhacích teplot $400-800^\circ\text{C}$ rovněž s krokem 20°C . Doba žíhání, 60 min, byla stanovena jako dostatečně

dlouhá k dosažení stabilizované koncentrace vakancí v objemu vzorku [12]. Ihned po vyjmutí vzorku z pece následovalo zakalení do oleje. Obr. 47 a 48 znázorňují průběhy závislosti tvrdosti slitin B, C na teplotě, ze které byly vzorky kaleny.



Obr. 47: Závislost tvrdosti na žíhací teplotě pro slitinu B.



Obr. 48: Závislost tvrdosti na žíhací teplotě pro slitinu C.

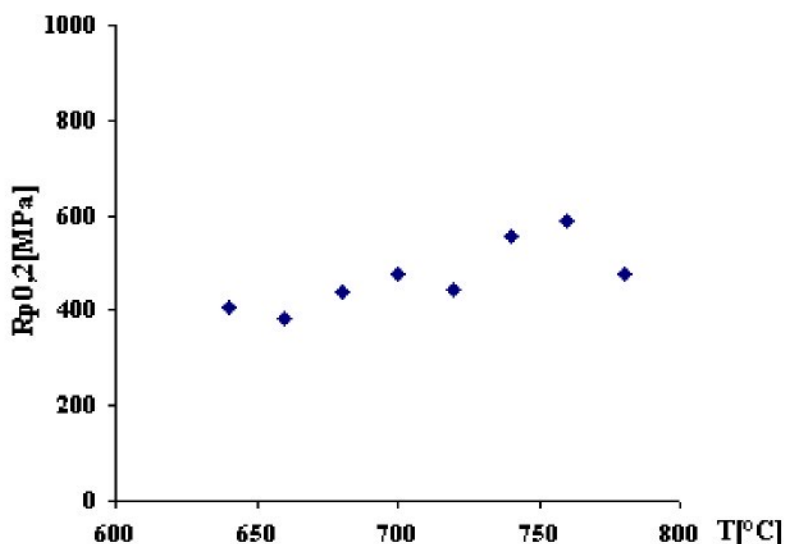
Z obr. 46 je zřejmé, že závislost tvrdosti slitiny A (Fe 40Al) na žíhací teplotě vykazuje výraznou nespojitost okolo 650°C. V teplotní oblasti do 550°C nebyl zaznamenán výrazný vliv žíhací teploty na hodnotu tvrdosti. Další nespojitost téže závislosti se objevuje při teplotě 720°C. Závislost tvrdosti na žíhací teplotě je u slitin s aditivou ZrCr, ZrB (C, B) mírně rostoucí od 450°C - obr. 47, 48. Oba materiály

vykazují dvě nespojitosti závislosti: změna sklonu křivky je evidentní okolo 620°C (C), resp. 650°C (B), druhý schod (mimo experimentální chybu) je u obou slitin situován shodně v intervalu 720 - 740°C.

Nespojitost závislosti okolo teploty 720°C u slitiny A resp. v intervalu teplot 720 - 740°C u slitin B,C koresponduje s předpokládanou hranicí mezi podoblastmi $\alpha_2(l)$ a $\alpha_2(h)$ v rovnovážném binárním diagramu Fe-Al podle [2], jak je zřejmé z obr. 2.

4.2.3 Závislost deformačních charakteristik při zkoušce v tlaku na žíhací teplotě

Tato skutečnost byla dále ověřována na slitině B sledováním hodnot $R_{p0,2}$ při deformaci v tlaku po analogickém způsobu žíhání a kalení. Zkouška byla provedena v laboratoři Katedry fyziky kovů MFF UK v Praze s použitím univerzální deformační aparatury INSTRON 1186 do 6% deformace. Je patrné - viz obr. 49 - že na závislosti se pozorují nerovnoměrnosti v průběhu $R_{p0,2} \sim T$ při teplotách jako při měření tvrdosti (660°C a 720°C) - viz obr. 48. Srovnání s binárním fázovým diagramem (obr. 2) nabízí možnost spojení těchto "nerovnoměrností" s hranicemi podfází $\alpha'_2/\alpha_2(h)$, resp. $\alpha_2(l)/\alpha'_2$, podobně jako při sledování tvrdosti.



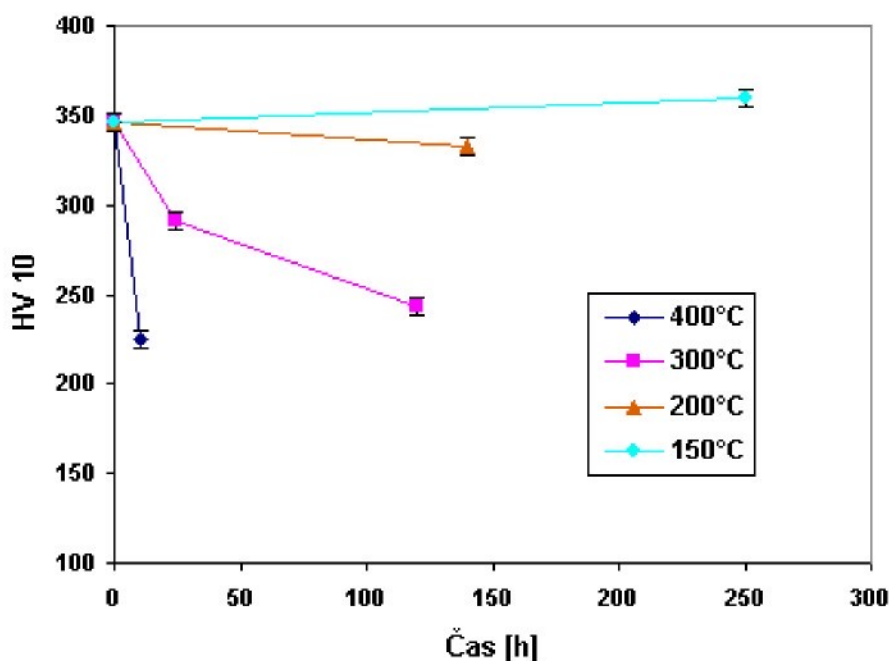
Obr. 49: Závislost $R_{p0,2}$ na žíhací teplotě pro slitinu Fe40Al Zr B.

4.2.4 Využití zpevnění vkalenými vakancemi

Součástí experimentu bylo také stanovení praktické použitelnosti zpevnění vakancemi. Určovalo se další odpevnění na teplotách nižších než 400°C. Vzorok slitiny B byly nejprve 60 minut žíhány při 800°C a zakaleny do oleje. Dosažená hodnota tvrdosti je 346 ± 8 HV/10. Poté byly žíhány při teplotách v rozmezí 150 - 400°C (tab. 4). Změřené hodnoty tvrdosti jsou uvedeny v tab. 4 a na obr. 50.

Tab. 4: Přehled podmínek žíhání (teplota a čas) a naměřených hodnot tvrdosti.

T[°C] / t [h]	HV/10
400/10	225 $\pm$ 5
300/24	291 $\pm$ 5
300/120	243 $\pm$ 5
200/140	333 $\pm$ 5
150/250	360 $\pm$ 5



Obr. 50: Vliv žíhání na tvrdost materiálu B.

Z obr. 50 je zřejmé, že během žíhání při 400°C došlo k dalšímu poklesu hodnoty tvrdosti již po 10 h. Žíhání při 300°C zapříčinilo pokles tvrdosti na hodnotu 260 HV po 150 h. Pro nižší žíhací teploty, tj. 150°C a 200°C zůstává tvrdost v rámci chyby měření konstantní.

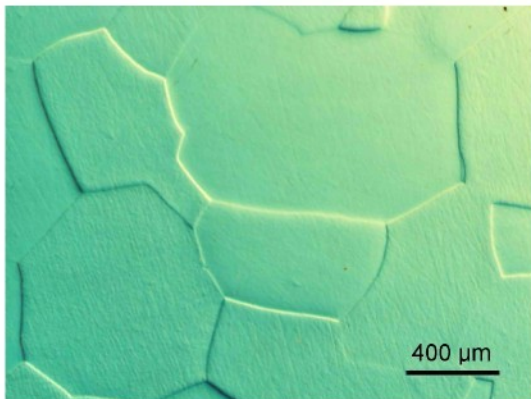
4.3 Experiment II: Vliv C na strukturu a deformační vlastnosti ternárních slitin Fe40AlxC

4.3.1 Struktura slitin D - H

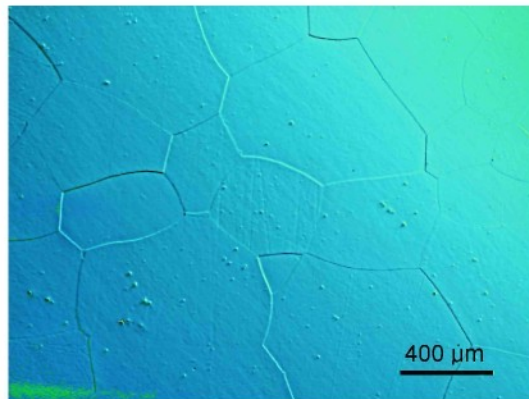
V soustavě Fe-Al-C je mimo tuhého roztoku α nutno uvažovat další tři fáze podmíněné přítomností C: **grafit G**, karbid hliníku Al_4C_3 a smíšený karbid κ (perovskit) $\text{Fe}_3\text{AlC}_{0,5}$.

Struktura slitiny FA0,1C (D)

Výchozí materiál válcovaný v intervalu teplot 1100-1250°C je tvořen většinou rovnoosými zrny o velikosti cca $> 500 \mu\text{m}$. Částice nebyly zjištěny ani uvnitř zrn ani na jejich hranicích - viz obr. 51. To svědčí o rozpuštění uhlíku v matici, jejíž průměrná hodnota mikrotvrdosti je 386 HV_{0,05}. Ve struktuře nedošlo k žádným výrazným změnám ani po žíhání **1100°C/8h** (kalení do oleje) ani žíhání **600°C/100h** (chladnutí na vzduchu), jak dokumentuje obr. 52.

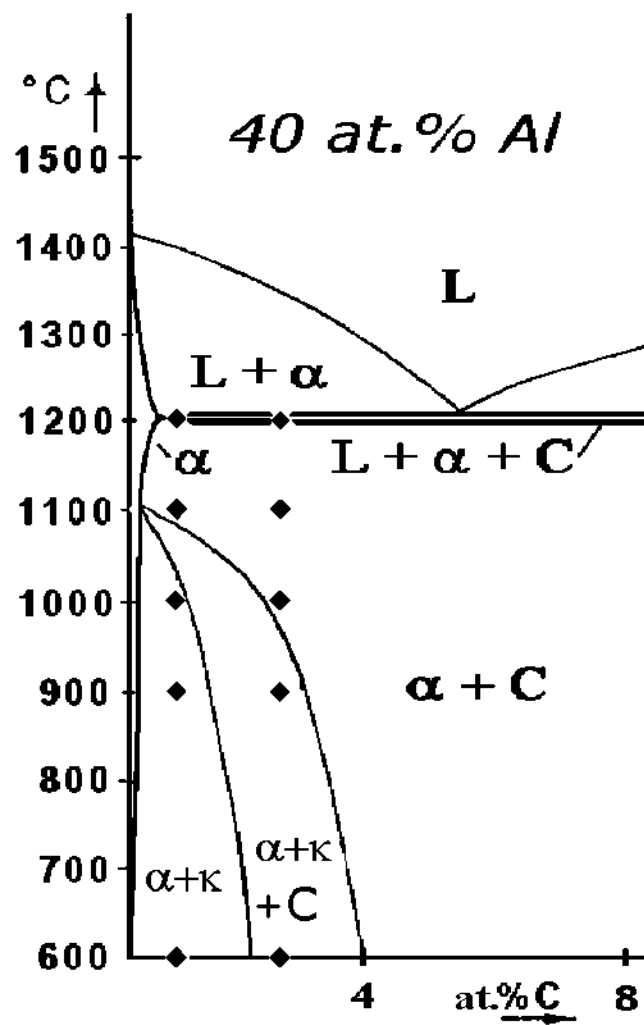


Obr. 51: Struktura slitiny D ve výchozím stavu, OPS, NM.



Obr. 52: Struktura sl. D po žíhání 600°C/100h a chladnutí na vzduchu, OPS, NM.

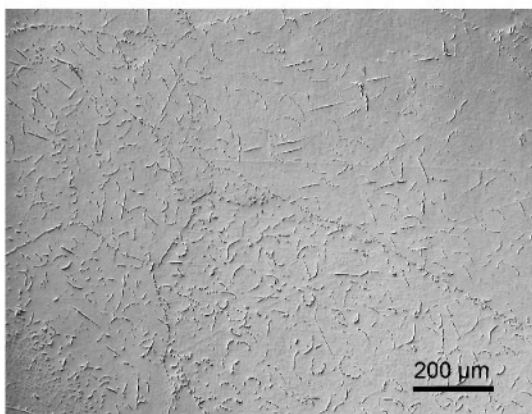
Stav odpovídá pseudobinárnímu diagramu dle [35] - obr. 53 - kde pro teplotu válcování 1100-1300°C je struktura slitiny tvořena tuhým roztokem α , což optická mikroskopie potvrzuje. Podle diagramu na obr. 53 by struktura výchozího válcovaného stavu (vzhledem k teplotě válcování) měla být totožná se strukturou po žíhání 1100°C/8h, možné rozdíly mohou být zapříčiněny kratší dobou působení vysoké teploty během válcování - viz popis válcovacího postupu v kap. 3.1.



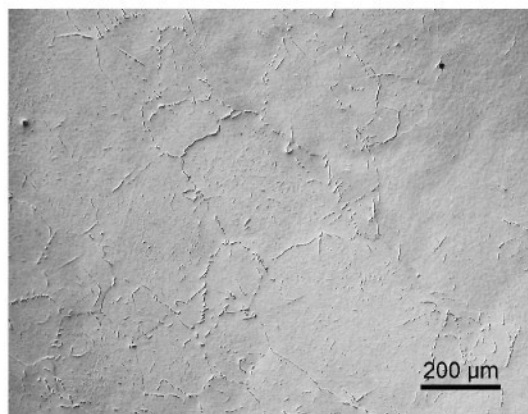
Obr. 53: Diagram podle Pluhaře a Vyklického [35] s původními údaji.

Struktura slitiny FA0,8C (E)

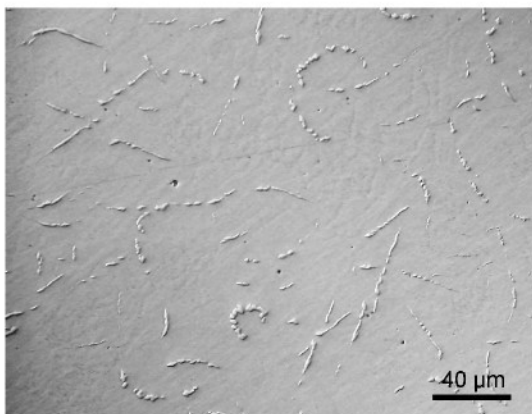
Ve výchozím válcovaném stavu (viz výše jako slitina FA0,1C) jsou na hranicích i uvnitř zrn vyloučeny tyčinky světlé fáze, které tvoří přímé - obr. 54 - nebo zakřivené útvary - obr. 55. Detail fáze viz obr. 56. Uvnitř některých zrn se vyskytuje velmi jemná fáze ve tvaru jehliček, (podélný rozměr $< 5\mu\text{m}$) - viz obr. 57. Fáze se odlišuje od matrice hodnotou mikrotvrdosti - mikrotvrdost matrice ve výchozím stavu je 443 HV0,05, mikrotvrdost světlé fáze 575 HV0,01.



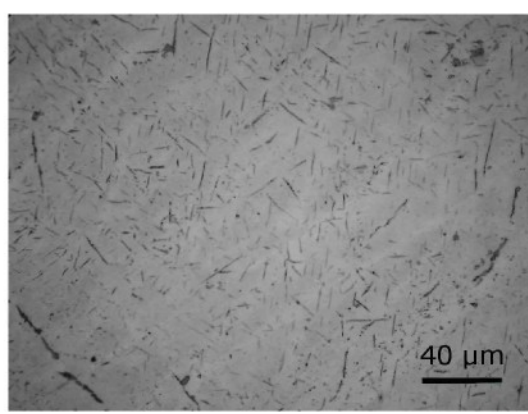
Obr. 54: Struktura slitiny E ve výchozím stavu, OPS, NM.



Obr. 55: Fáze vyloučená po hranicích zrn, slitina E, výchozí stav, OPS, NM.



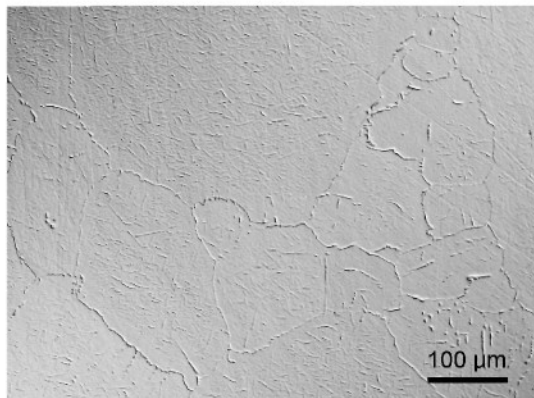
Obr. 56: Detail fáze vyloučené uvnitř zrn, OPS, NM.



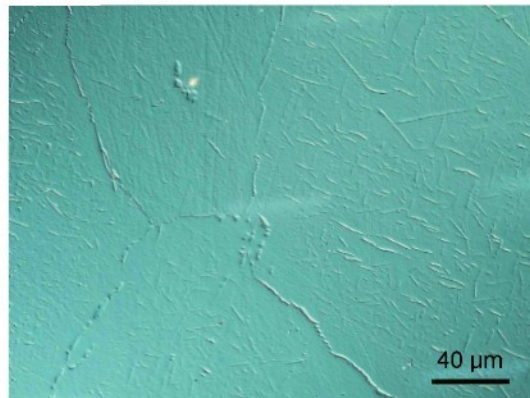
Obr. 57: Jehličkovitá fáze uvnitř zrn, OPS, bez NM.

Struktura vzorku neodpovídá situaci podle kvazibinárního diagramu [35] na obr. 53. Pro daný obsah C a vzhledem k teplotě válcování by se v matrici měla nalézat pouze jedna fáze a to grafitická, označená v diagramu jako C. Světlá fáze však neodpovídá grafitu ani morfologicky, ani hodnotou tvrdosti. Ta naopak svědčí pro fázi karbidickou. Proto pro přesnou identifikaci světlé fáze bylo provedeno žíhání

600°C/100h s chladnutím na vzduchu. Výsledná struktura je totožná se strukturou výchozího stavu - tyčinky světlé fáze na hranicích zrn i uvnitř - viz obr. 58, 59.

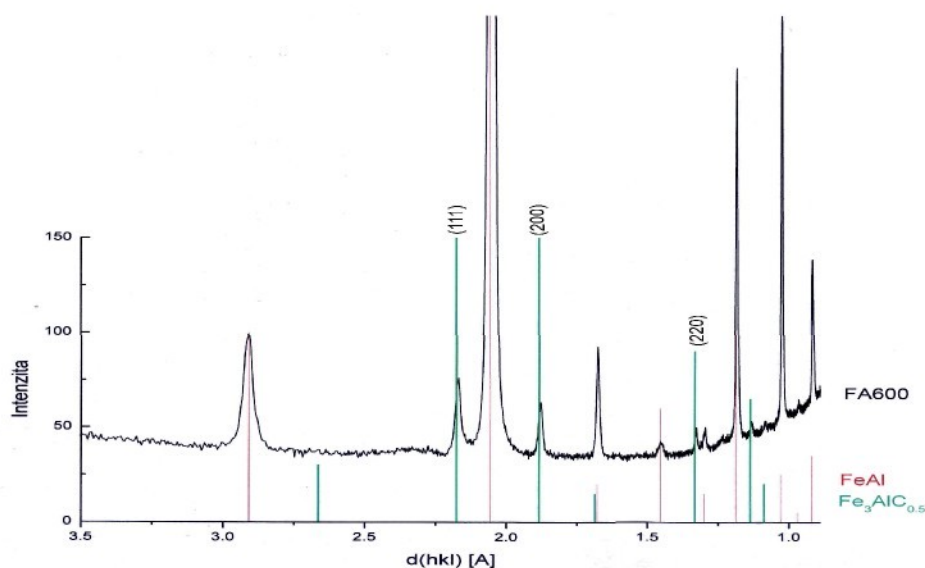


Obr. 58: Fáze vyloučená na hranicích zrn, slitina E po žíhání 600°C/100 h, OPS, NM.



Obr. 59: Detail fáze na hranicích zrn, slitina E po žíhání 600°C/100 h, OPS, NM.

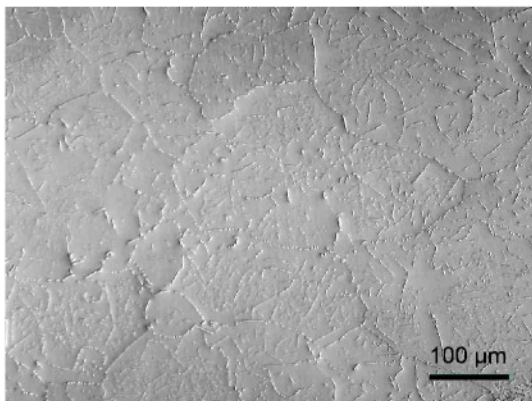
Na takto tepelně zpracovaném materiálu byla provedena rtg difrakční analýza, pomocí níž byla světlá fáze definitivně identifikována jako fáze perovskitická - tedy κ -karbid $\text{Fe}_3\text{AlC}_{0.5}$. Na difrakčním záznamu jsou patrné výrazné reflexe, odpovídající difrakcím na rovinách (111), (200) a (220) perovskitické struktury - obr. 60. Stejný závěr plyne z TEM a SAD na materiálu po deformaci při 600°C - viz kap. 4.3.3



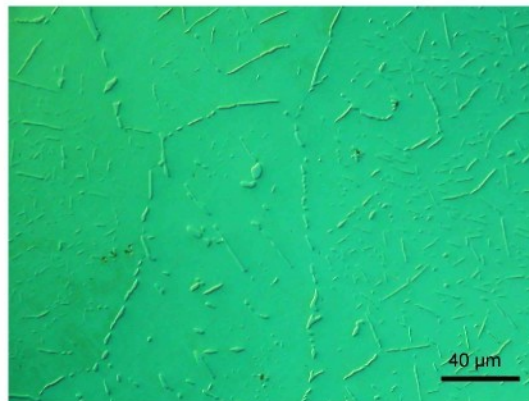
Obr. 60: Difrakční křivka vzorku E žíhaného 600°C/100 h.

Ani žíhání 800°C/8h s kalením do oleje nemělo na strukturu slitiny E vliv - struktura je opět totožná se strukturou výchozího stavu, tj. tyčinky karbidu κ na

hranicích zrn i uvnitř - viz obr. 61, 62. Mikrotvrдость matrice se oproti nežíhanému stavu mírně snížila na hodnotu 405 HV_{0,05}, mikrotvrдость karbidické fáze je 496 HV_{0,01}.

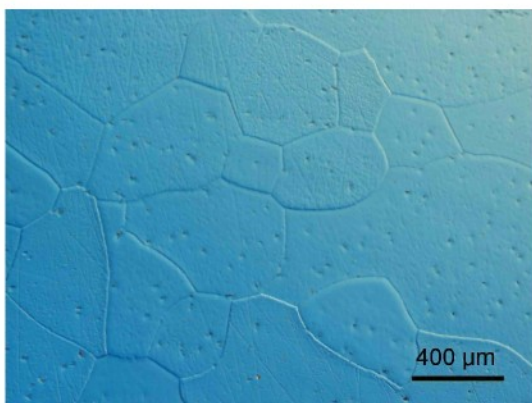


Obr. 61: Struktura slitiny E po žíhání 800°C/8h a kalení do oleje, OPS, NM.

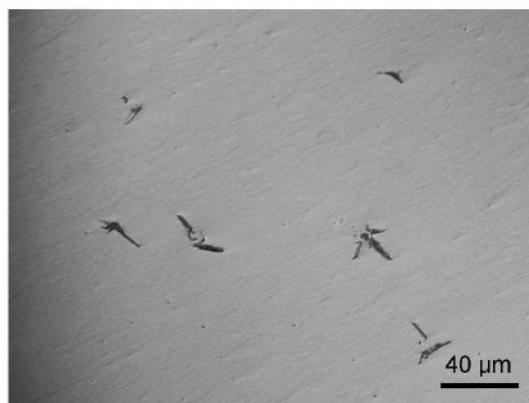


Obr. 62: Detail fáze, slitina E po žíhání 800°C a kalení do oleje OPS, NM.

Po žíhání na 1100°C/8h (kalení do oleje) byla zaznamenána markantní změna struktury - původní světlá fáze je zcela rozpuštěna, materiál vykazuje zrna s hladkými hranicemi, uvnitř zrn i po hranicích se v jinak homogenní matici vyskytuje tmavá fáze, útvary o velikosti cca 10-40 μm, viz obr. 63.



Obr. 63: Struktura slitiny E po žíhání 1100°C/8 h a kalení do oleje, OPS, NM.

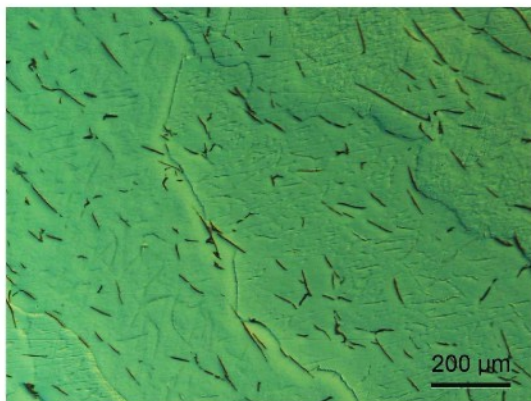


Obr. 64: Detail fáze uvnitř zrn, OPS, NM.

"Větvičky" fáze jsou tvořeny několika lupínky, rameny - častý je úhel 60° a 120° (ev. 30°) - viz detaily na obr. 64. Rozpuštění perovskitické fáze odpovídá situaci podle stavového diagramu na obr. 53. Tato tmavá fáze je grafitická, přestože se od lupínků grafitu pozorovaných u podobných materiálů poněkud odlišuje morfologicky. Naměřená hodnota mikrotvrđosti 159 HV_{0,01} tento předpoklad potvrdila, průměrná tvrdost matrice je 446 HV_{0,05}.

Struktura slitiny FA1,7C (F)

Ve výchozím válcovaném stavu jsou zrna protáhlá, velké útvary tmavé fáze o velikosti cca 40-200 μm se nalézají uvnitř zrn i po jejich hranicích - obr. 65.



Obr. 65: Struktura slitiny F ve výchozím stavu, OPS, NM.

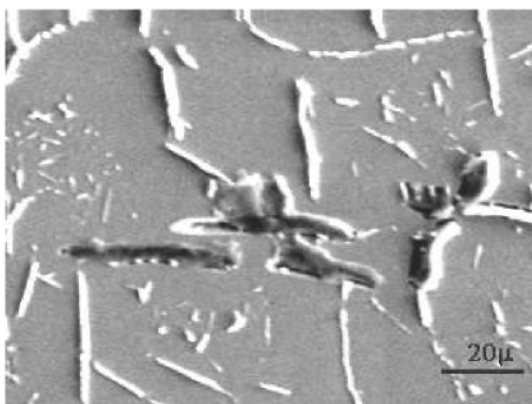


Obr. 66: Detail fází uvnitř zrna, slitina F, výchozí stav, OPS, NM.

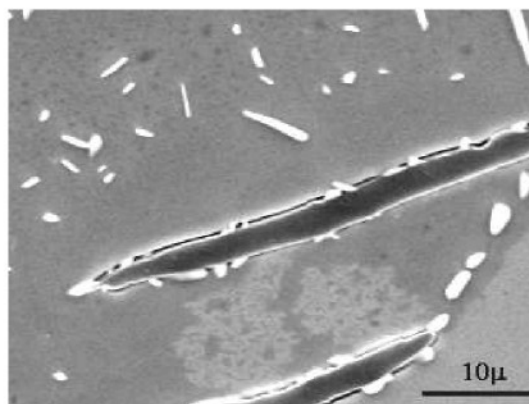
Tvrdość matrice je 357 HV_{0,05}, tvrdość tmavé fáze 140 HV_{0,05} (s ohledem na malou šířku lupínku je nutno počítat u této hodnoty HV s vlivem matrice), jde tedy o fázi grafitickou. Při metalografické analýze pomocí Nomarski kontrastu byly zjištěny mezi lupínky řetízky jiné - světlé - fáze. Tato fáze tvoří přímočaré i zakřivené řetízky z ostrůvků - viz obr. 66. Průměrná hodnota mikrotvrdości světlé fáze je 421 HV_{0,01}. Lze se ale domnívat, že hodnota mikrotvrdości fáze je ovlivněna okolím - tedy tvrdości matrice - a je ve skutečnosti vyšší.

Podle pseudobinárního diagramu [35] je pro slitinu o tomto obsahu Al a C vzhledem k teplotě válcování charakteristická grafitická fáze. Současný výskyt fáze karbidické $\text{Fe}_3\text{AlC}_{0,5}$ svědčí o tom, že "krátkodobý" ohřev při válcování nepostačuje k jejímu úplnému rozpuštění.

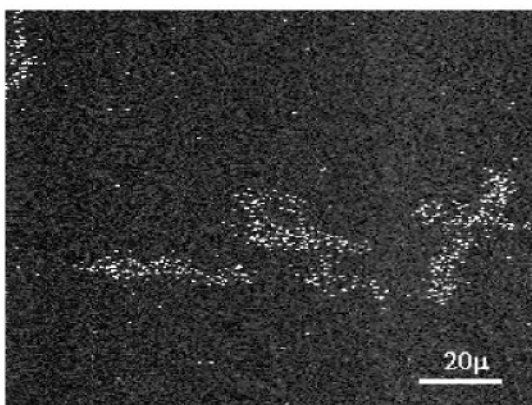
K identifikaci částic byla použita navíc **elektronová mikroanalýza**. Zobrazení pomocí sekundárních elektronů potvrdilo přítomnost fází dvojího typu - viz obr. 67 a obr. 68. Plošná analýza zaznamenává koncentrační změny vytypovaného prvku na ploše. Výsledkem analýzy je obraz rozložení charakteristického rentgenového záření příslušného prvku - tmavá místa na záznamu odpovídají nižším, světlá vyšším koncentracím prvku v jednotlivých mikrolokalitách. Zobrazení pomocí K_α C čáry prokázalo vyšší obsah uhlíku a nulový obsah železa v částicích tmavé fáze, jak vyplývá ze srovnání obr. 69 a 70. Ve světlých částicích uhlík prokázán nebyl, jeho obsah je pod rozlišovací schopností přístroje. Tato zjištění nejsou v rozporu s dosavadními závěry, že tmavá fáze je grafitická a světlá fáze jiná, patrně perovskitická.



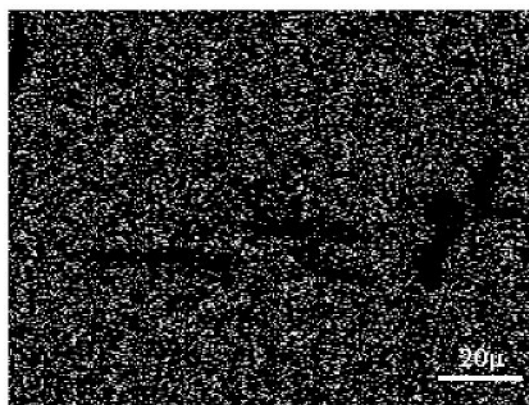
Obr. 67: Slitina F, výchozí stav, zobrazení fází pomocí REM.



Obr. 68: Slitina F, výchozí stav, detail lupínku tmavé fáz.



Obr. 69: Slitina F, výchozí stav, plošná analýza C (C K α), oblast z obr. 67.



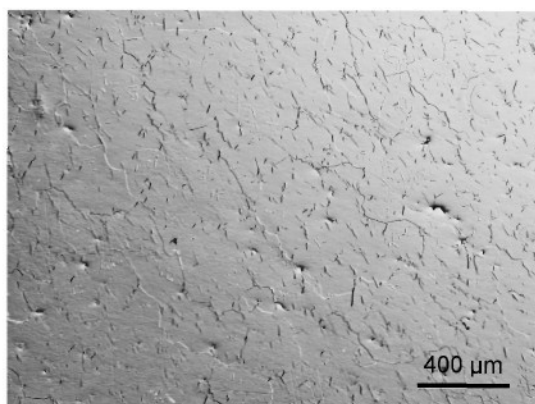
Obr. 70: Slitina F, výchozí stav, plošná analýza Fe (Fe K α), oblast z obr. 67.

Také tato slitina byla žíhána při **600°C/100h** (chladnutí na vzduchu) se záměrem stabilizovat obsah světlé fáze, aby bylo možno tuto fázi bezpečně identifikovat jako perovskitickou. Žíháním bylo dosaženo struktury s výrazným podílem světlé fáze vyskytující se společně s tmavými grafitickými lupínky, jak ukazují obr. 71 a 72.

Na difraktogramu materiálu po žíhání 600°C/100 h - obr. 73 jsou patrné méně intenzivní difrakční linie karbidu κ (perovskitu), který se zde vyskytuje v menším množství. Některé z nepřirazených reflexí - označené šipkami - je možné přisoudit grafitické fázi.

Struktura po žíhání **800°C/8h** a kalení do oleje je podobně jako u předchozích stavů typická protáhlými zrny, po jejichž hranicích i uvnitř se nalézají tyčinky karbidu κ (naměřená hodnota mikrotvrlosti 503 0,01 HV) a lupínky grafitu (161 HV0,05) - obr. 74, 75. Mikrotvrlost matrice je 413 HV0,05.

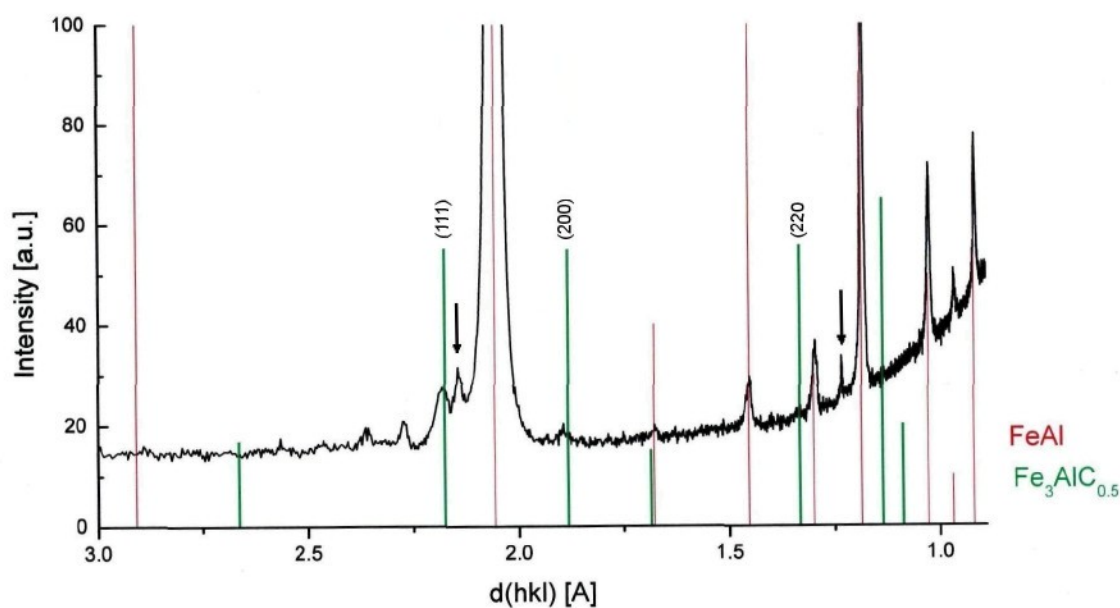
Po žíhání **1100°C/8h** (kalení do oleje) je v matici pozorována pouze tmavá grafitická fáze (79 HV0,01) ve formě protáhlých útvarů o delším rozměru do 100 μm



Obr. 71: Slitina F po žhání 600°C/100h, OPS, NM.



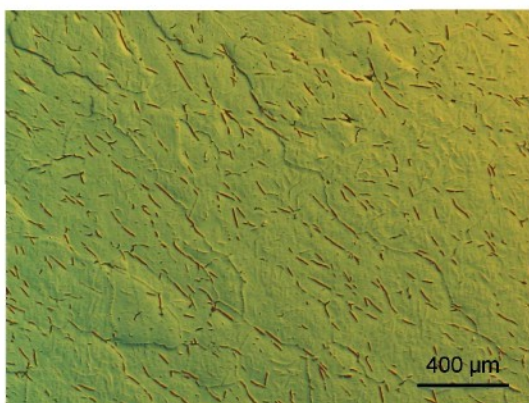
Obr. 72: Detail fází ve slitině F po žhání 600°C/100h, OPS, NM.



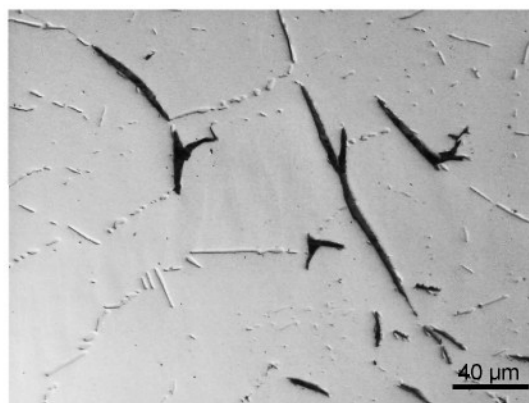
Obr. 73: Difrakční křivka materiálu F žíhaného 600°C/ 100 h.

- viz obr. 76, 77. Tvrdost matrice je výrazně vyšší než u výchozího stavu, dosahuje hodnoty 478 HV_{0,05}, pravděpodobně díky C rozpuštěnému do matrice.

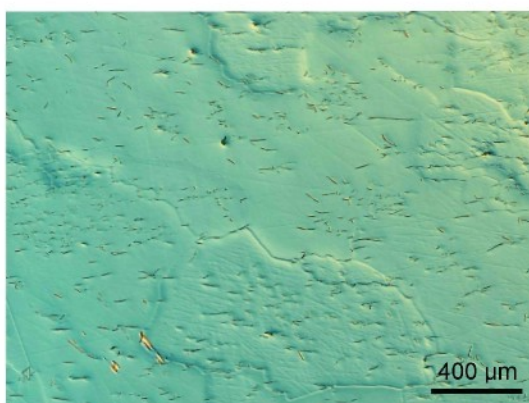
Z obr. 76 je patrné, že velikost lupínků je v různých oblastech vzorku rozdílná - kromě větších lupínků o délce větší než 100 μm jsou pozorovány oblasti s lupínky výrazně drobnějšími, s podélným rozměrem cca 20-50 μm. Na materiálu byla provedena rtg difrakční analýza, viz obr. 78. Difrakční linie κ -karbidu fáze jsou slabé, ale patrné, a svědčí o přítomnosti malého množství této fáze ve vzorku (pravděpodobně ve formě velmi drobných částic, které nelze identifikovat pomocí LOM). Některé ze slabších reflexí označených šipkou by bylo možno přiřadit fázi grafitické.



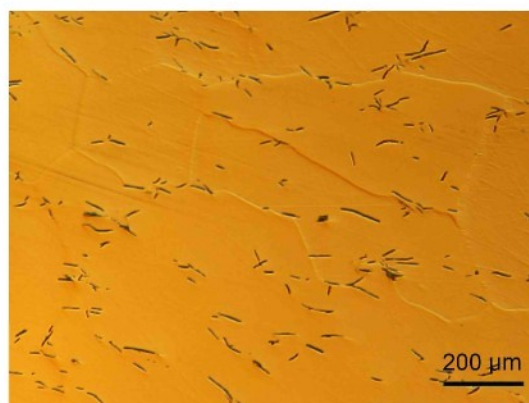
Obr. 74: Struktura slitiny F po žhání 800°C/8h, OPS, NM .



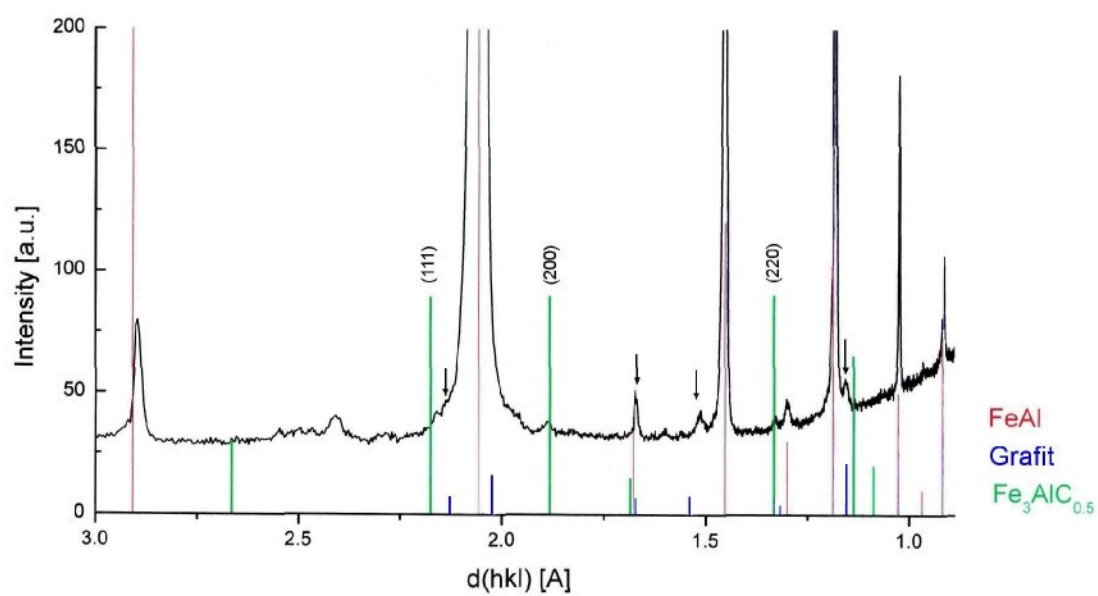
Obr. 75: Fáze ve struktuře slitiny F po žhání 800°C/8h, OPS, NM.



Obr. 76: Struktura slitiny F po žhání 1100°C/8h, OPS, NM .



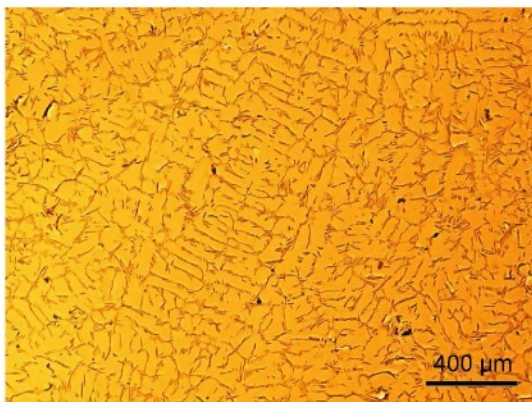
Obr. 77: Fáze ve struktuře slitiny F po žhání 1100°C/8h, OPS, N.



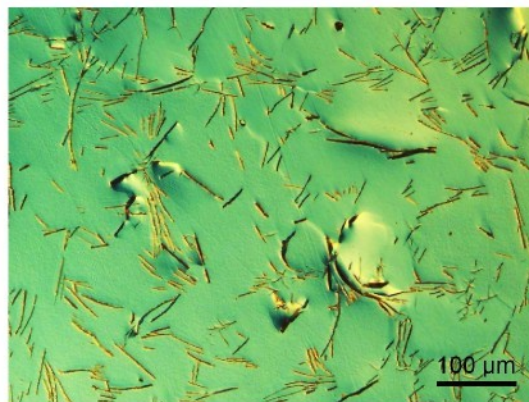
Obr. 78: Difrakční křivka materiálu F žíhaného 1100°C/8 h.

Struktura slitiny FA1,9C (H)

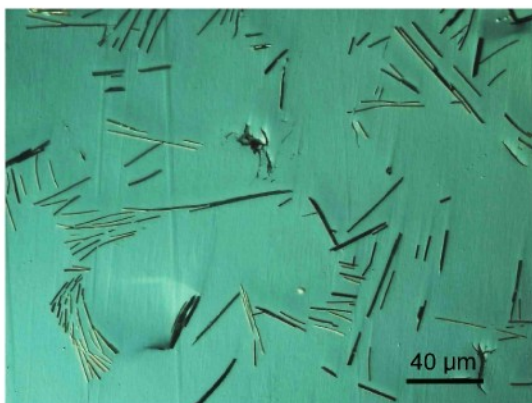
Slitina FA1,9C je složením podobná slitinám typu pyroferal na bázi FeAl, který byl u nás úspěšně průmyslově využíván. Materiál má **ve výchozím litém stavu** typickou dendritickou strukturu - viz obr. 79. Dendrity jsou tvořeny karbidem hliníku Al_4C_3 , ale místy jsou patrné i hrubší globulární nebo lupínkovité útvary. Tato fáze je s velkou pravděpodobností grafitická - hodnoty mikrotvrdosti (lupínky 175 HV_{0,01}, globule 201 HV_{0,01}) tomu nasvědčují. Velikost i tvar karbidických jehliček je velmi rozmanitý, jak ukazují obr. 80, 81. Velikost se pohybuje v intervalu $5 \div 150 \mu\text{m}$. Tvrdost matrice ve výchozím stavu je 314 HV_{0,1}.



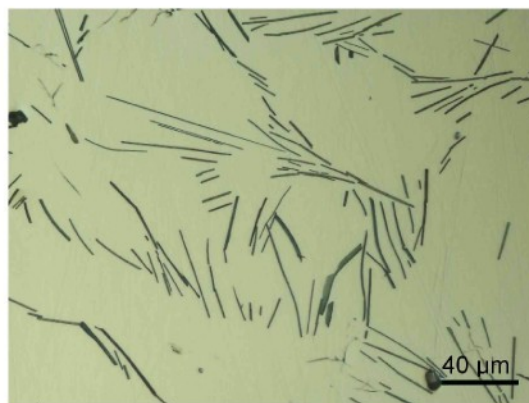
Obr. 79: Struktura slitiny H ve výchozím (litém) stavu, leštěno .



Obr. 80: Karbid Al_4C_3 ve slitině H, výchozí (litý) stav, OPS, NM.

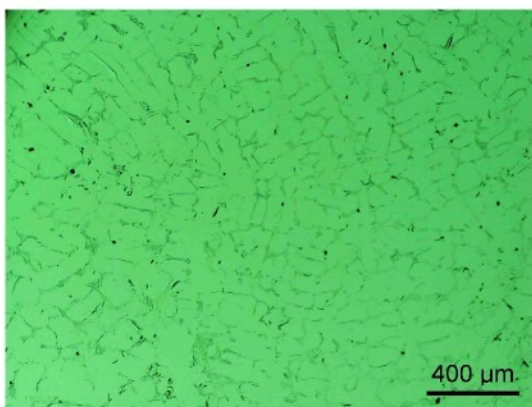


Obr. 81: Detail jehliček karbidu Al_4C_3 ve slitině H, výchozí (litý) stav, OPS, NM.

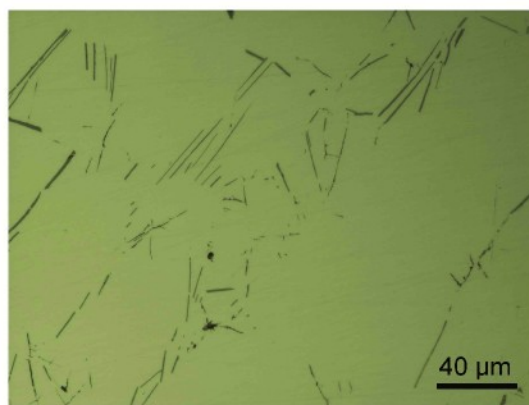


Obr. 82: Detail jehliček karbidu Al_4C_3 ve slitině H, výchozí (litý) stav, leštěno.

Protože nebylo možno podrobit vzorek slitiny H po creepové deformaci mikrostrukturnímu pozorování pomocí TEM, byly zkoušené vzorky vyhodnoceny metalograficky. Struktura vzorku vystaveného **dlouhodobě teplotě 600°C** při zkoušce creepem v tlaku je na obr. 83, 84.



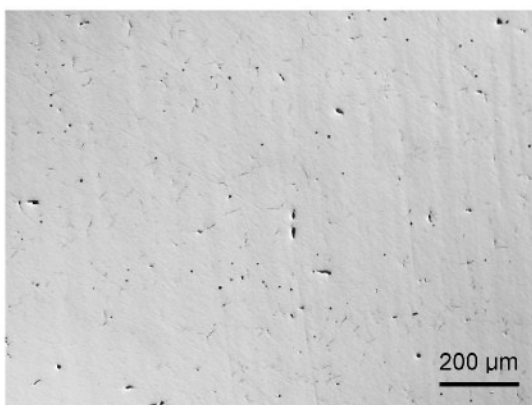
Obr. 83: Struktura slitiny H po creepové deformaci při 600°C, leštěno.



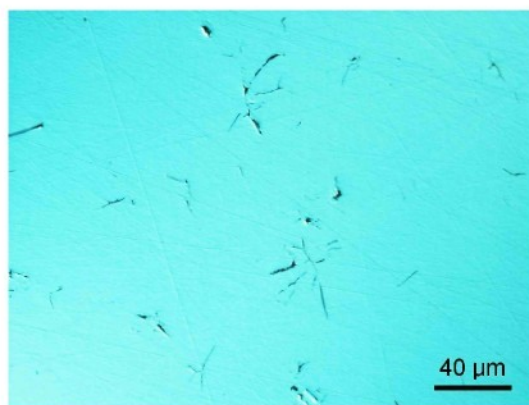
Obr. 84: Detail jehliček karbidu Al_4C_3 ve slitině H, po creepu při 600°C, leštěno.

Z porovnání obr. 79 a 83 je patrné, že typická dendritická struktura karbidu Al_4C_3 zůstává i po dlouhodobém působení teploty 600°C zachována, i když z porovnání obr. 82 (výchozí stav) a 84 (po creepové zkoušce) je zřejmé částečné rozpouštění jehlic karbidu.

Ve struktuře po žíhání na **1100°C/8h** (kalení do oleje) je karbid Al_4C_3 takřka rozpouštěn. Potvrzuje to zvýšená hodnota mikrotvrdosti matrice (oproti výchozímu stavu) 495 HV_{0,1}. V matrici se nacházejí drobné útvary (lupínky) seskupením připomínající "čínské písmo" - obr. 85, 86. Kromě lupínků se místy ve struktuře vyskytují globulární útvary. Tato fáze je s velkou pravděpodobností grafitická, což potvrzuje naměřená hodnota mikrotvrdosti 196 HV_{0,01} (s ohledem na velikost lupínků je i u této hodnoty počítat s vlivem matrice).



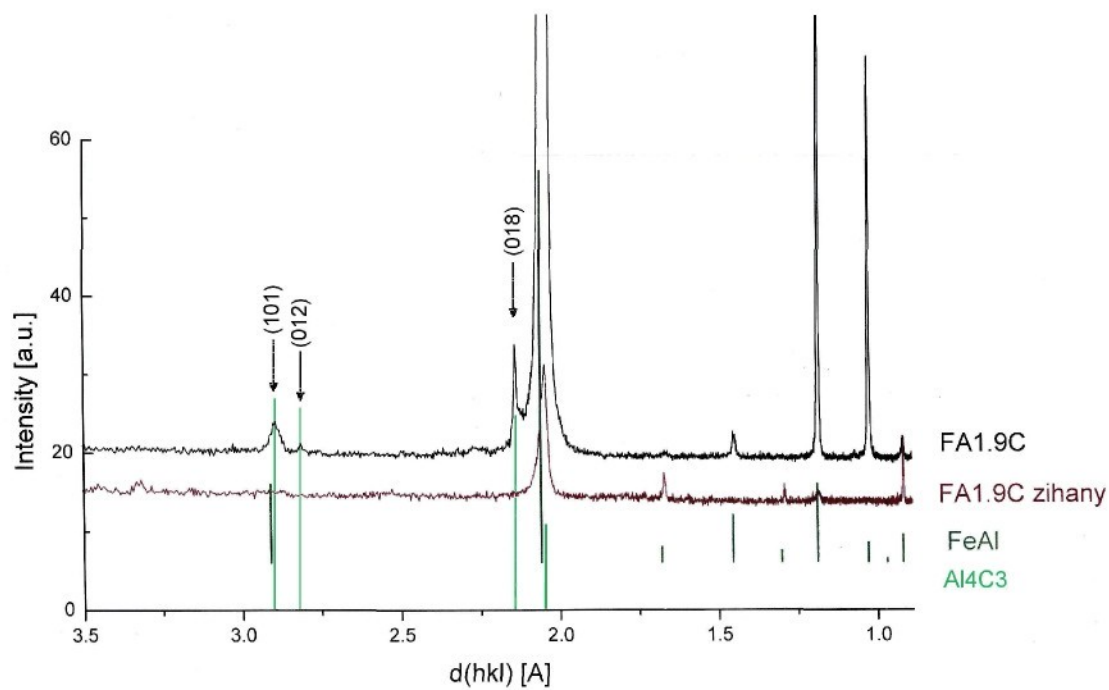
Obr. 85: Struktura slitiny H po žíhání 1100°C/8h, leštěno, NM.



Obr. 86: Částečně rozpouštěný karbid, slitina H, 1100°C/8h, leštěno, NM.

Na difrakční křivce žíhaného materiálu H ve výchozím stavu - obr. 87 - jsou patrné nejintenzivnější reflexe karbidu Al_4C_3 (vyznačeny šipkou). Po žíhání 1100°C/8h

došlo k rozpouštění a minimalizaci obsahu tohoto karbidu, takže na difrakční křivce žíhaného materiálu již tyto reflexe chybí.

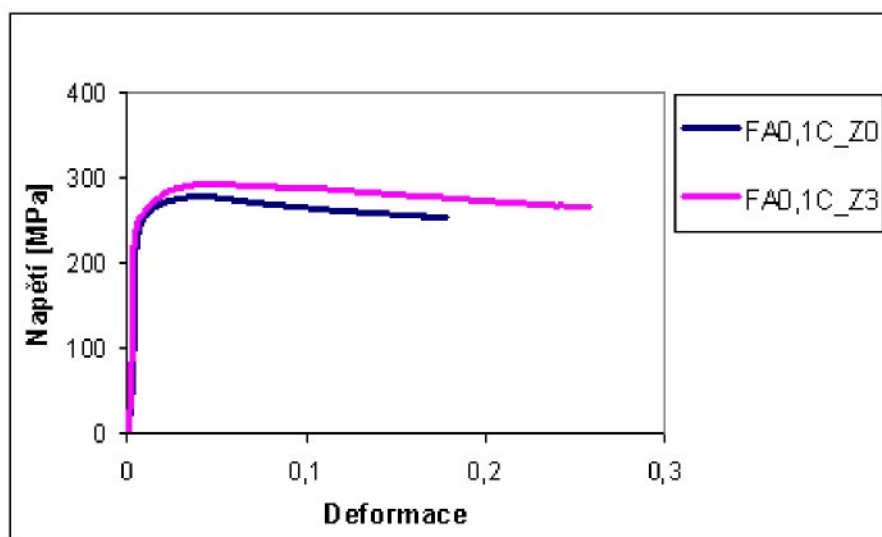


Obr. 87: Difrakční křivka materiálu H nežíhaného a žíhaného při 1100°C/8h.

4.3.2 Deformační vlastnosti za vyšších teplot

A. ZKOUŠKA V TLAKU PŘI $T = 600^{\circ}\text{C}$

Zkouška v tlaku při teplotě 600°C s konstantní deformační rychlostí byla provedena na materiálech s různým obsahem uhlíku ve stavu výchozím - nežíhaném (po válcování při 1200°C postupné redukce 20% s mezížíháním, volné chladnutí na vzduchu) a žíhaném při 1100°C po dobu 8 hodin a následném kalení do oleje. Byly stanoveny hodnoty napětí na mezi kluzu a mezi pevnosti - tab. 1. Porovnání deformační křivky pro všechny zkoušené materiály ve stavu výchozím (FAxC_Z0) a stavu žíhaném (FAxC_Z3) poskytují obr. 88 - 91.

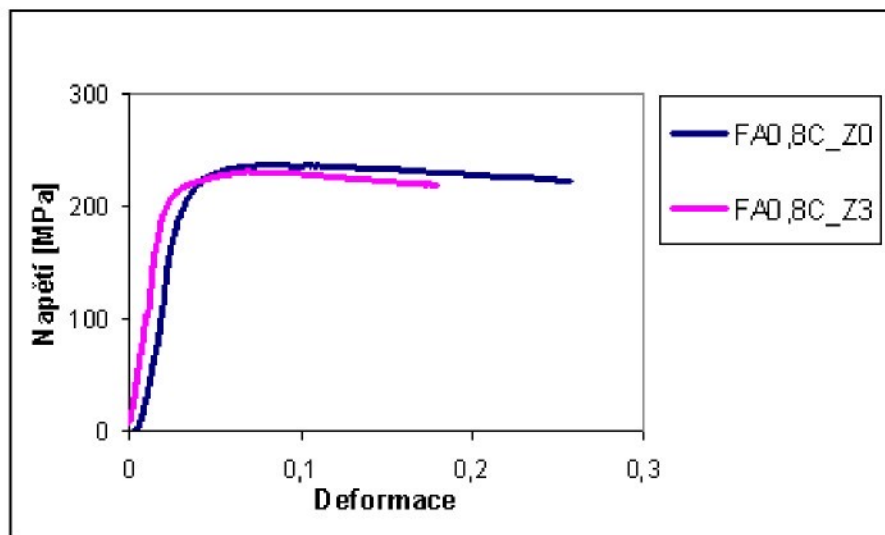


Obr. 88: Vliv žíhání $1100^{\circ}\text{C}/8\text{h}$ na deformační křivky v tlaku při teplotě 600°C pro materiál FA0,1C.

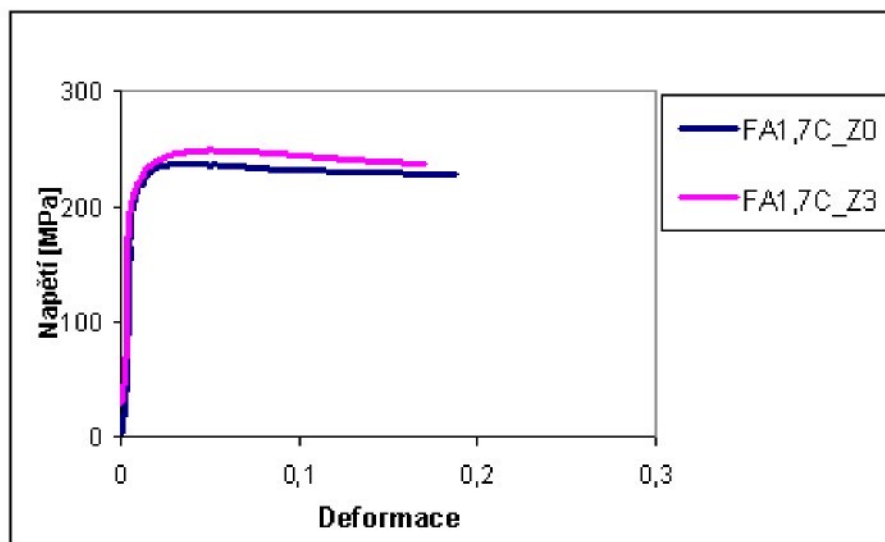
Po žíhání a kalení došlo u slitiny **FA0,1C (D)** k mírnému nárůstu hodnot napětí jak na mezi kluzu, tak i na mezi pevnosti; výraznější je zvýšení napětí na mezi pevnosti (viz souhrnná tabulka hodnot deformačních charakteristik - tab. 5). U materiálu **FA0,8C (E)** bylo po žíhání a kalení zaznamenáno zvýšení napětí na mezi kluzu, ale snížení napětí na mezi pevnosti - viz obr. 89 a tab. 5.

U vysokouhlíkového materiálu **FA1,7C (F)** byla zaznamenána podobná situace jako u materiálu FA0,1C; z obr. 90 je zřejmé, že tepelné zpracování hodnoty napěťových charakteristik ovlivnilo velmi mírně, hodnota napětí na mezi kluzu zůstala na stejné úrovni, napětí na mezi pevnosti se mírně zvýšilo (viz tab. 5, obr. 90).

Vliv žíhání se projevil významně u materiálu **FA1,9C (H)** - žíháním $1100^{\circ}\text{C}/8\text{h}$ došlo k výraznému snížení hodnot $R_{p0,2}$ a R_m , jak je zřejmé z obr. 91.

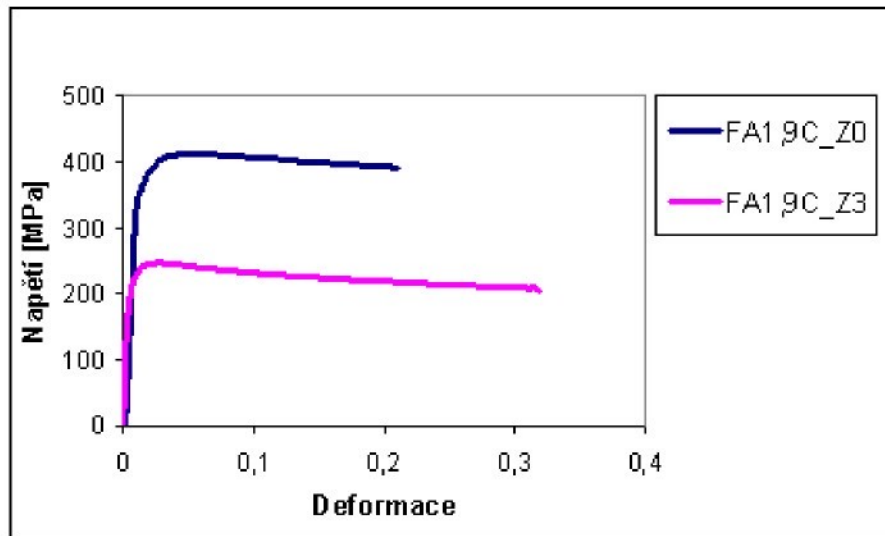


Obr. 89: Vliv žíhání 1100°C/8h na deformační křivky v tlaku při teplotě 600°C pro materiál FA0,8C.



Obr. 90: Vliv žíhání 1100°C/8h na deformační křivky v tlaku při teplotě 600°C pro materiál FA1,7C.

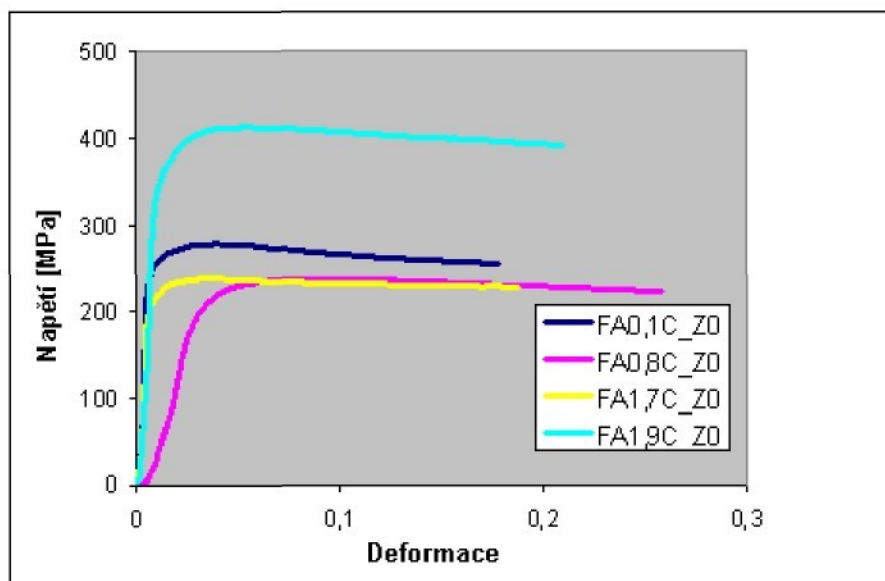
Materiál FA1,9C s přidavkem křemíku vykazuje ve výchozím stavu lepší deformační vlastnosti v tlaku za zvýšené teploty než materiály FA0,1C, FA0,8C a FA1,7C - jak ukazuje obr. 92 - zatímco po žíhání 1100°C 8h hodnoty meze kluzu a meze pevnosti poklesly na úroveň ostatních slitin - obr. 93.



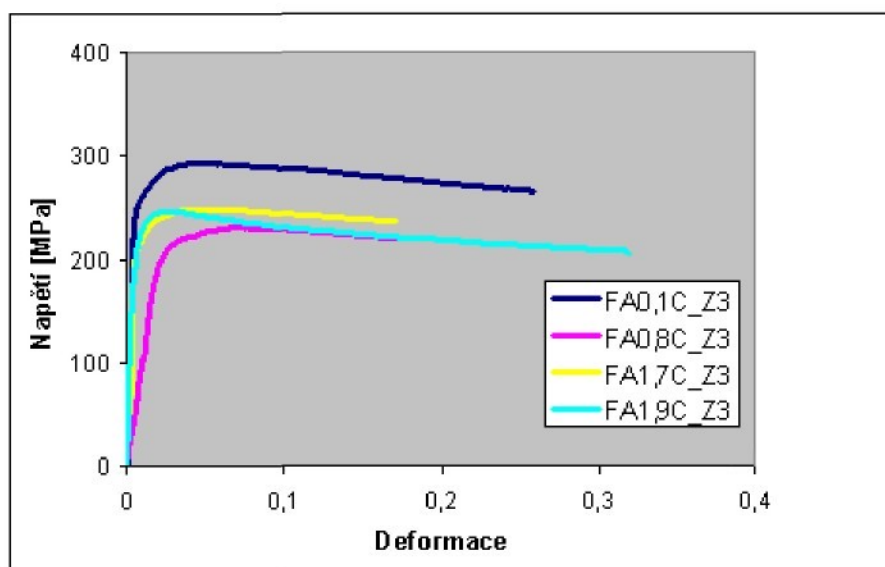
Obr. 91: Vliv žíhání 1100°C/8h na deformační křivky v tlaku při teplotě 600°C pro materiál FA1,9C.

Tab. 5: Výsledky zkoušky v tahu za teploty 600°C pro materiály FA0,1C, FA1,7C a FA1,9C.

MATERIÁL	STAV, TZ	MEZ KLUZU $R_{p0,2}$ [MPa]	MEZ PEVNOSTI R_m [MPa]
FA0,1C_Z0	výchozí	240	278
_Z3	žíhaný, 1100°C/8h	248	293
FA0,8C_Z0	výchozí	182,5	237
_Z3	žíhaný, 1100°C/8h	190	231
FA1,7C_Z0	výchozí	204,5	237,5
_Z3	žíhaný, 1100°C/8h	204,5	249
FA1,9C_Z0	výchozí	337,5	412,5
_Z3	žíhaný, 1100°C/8h	193	246,5



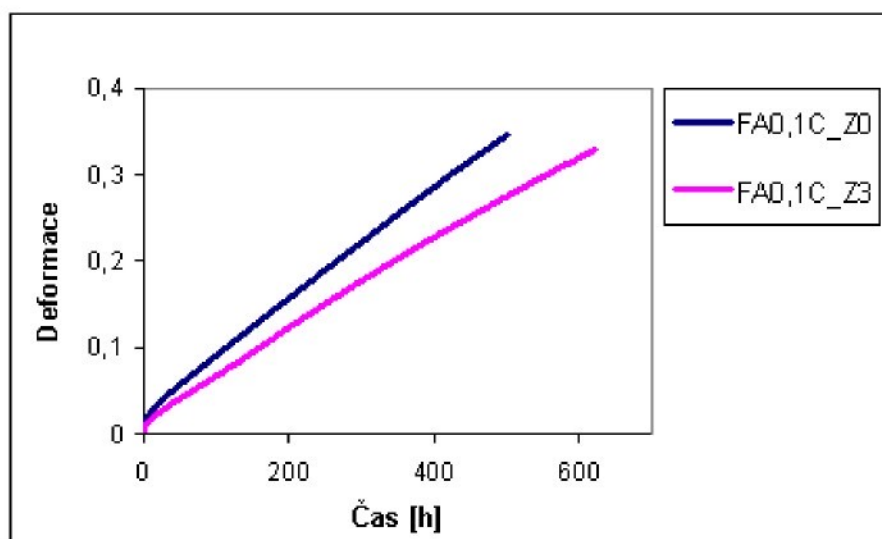
Obr. 92: Porovnání deformačních vlastností v tlaku při teplotě 600°C slitin s různým obsahem uhlíku ve výchozím stavu.



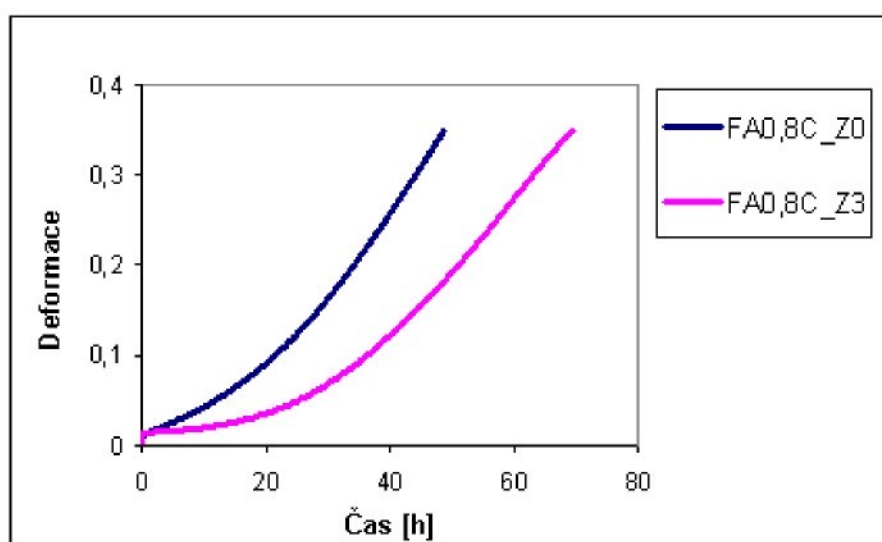
Obr. 93: Porovnání deformačních vlastností v tlaku při teplotě 600°C slitin s různým obsahem uhlíku ve stavu žíhaném 1100°C 8h a kaleném do oleje.

B. CREEPOVÉ ZKOUŠKY

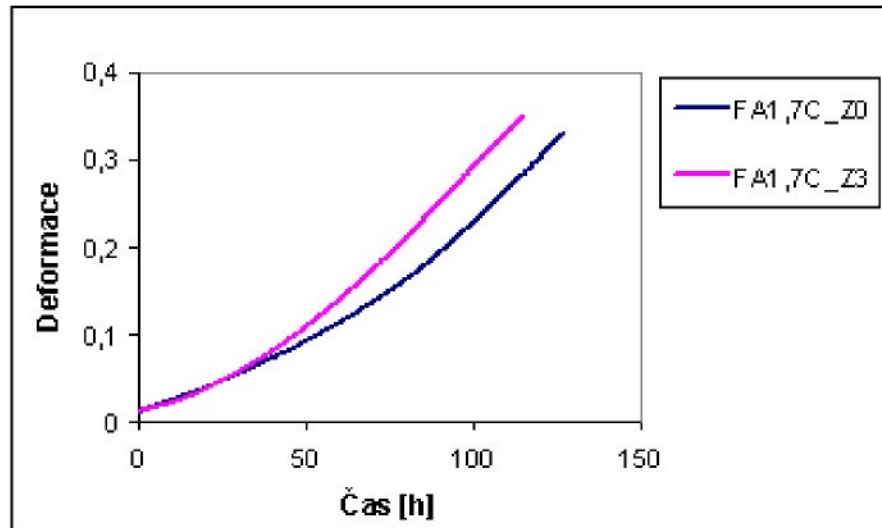
Creepové zkoušky byly na sledovaných slitinách D - H provedeny při jedné teplotě jednak při konstantním napětí, jednak při napětí proměnném pro stanovení napětového koeficientu n . Slitiny byly podrobeny **creepovému testu při konstantním napětí 120 MPa** a teplotě 600°C. Dále byl sledován vliv žhání 1100°C/8 h a kalení do oleje na creepové vlastnosti, viz obr. 94 až 97.



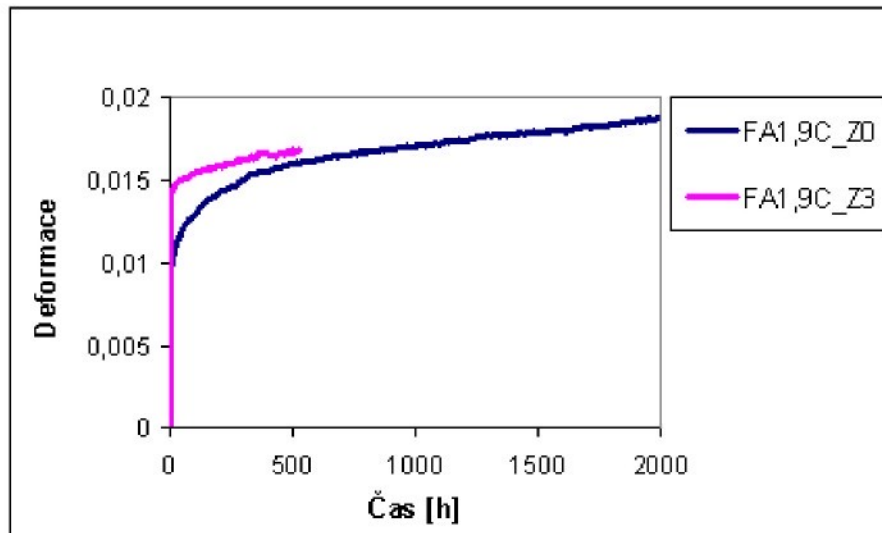
Obr. 94: Vliv žhání na creepové křivky materiálu FA0,1C (výchozí stav Z0, stav žháný 1100°C/8h Z3), zatížení 120 MPa, teplota 600°C.



Obr. 95: Vliv žhání na creepové křivky materiálu FA0,8C (výchozí stav Z0, stav žháný 1100°C/8h Z3), zatížení 120 MPa, teplota 600°C.



Obr. 96: Vliv žíhání na creepové křivky materiálu FA1,7C (výchozí stav Z0, stav žíhaný 1100°C/8h Z3), zatížení 120 MPa, teplota 600°C.



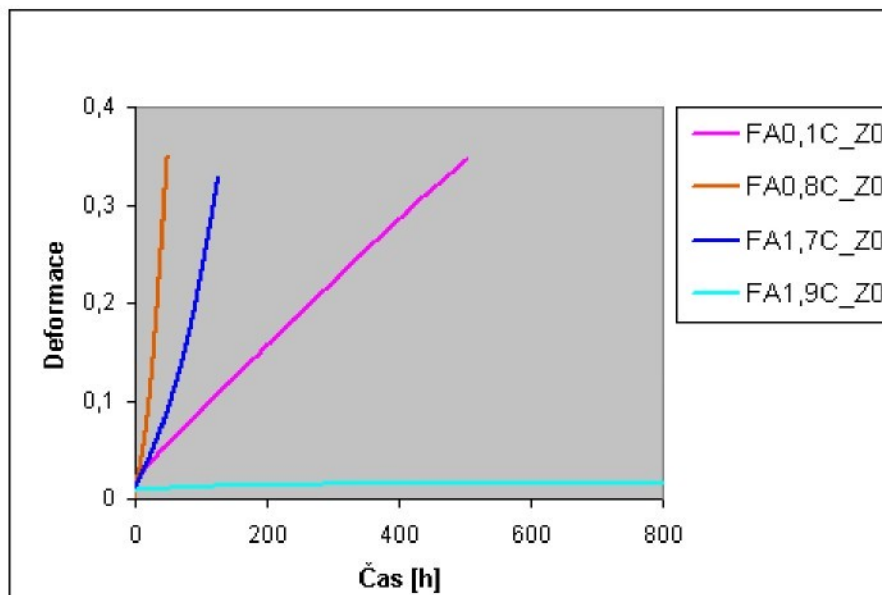
Obr. 97: Vliv žíhání na creepové křivky materiálu FA1,9C (výchozí stav Z0, stav žíhaný 1100°C/8h Z3), zatížení 120 MPa, teplota 600°C.

Zatímco u slitin s nižším obsahem C (D, E) je vliv žíhání mírně pozitivní (tj. má za následek snížení MCR), u materiálů s vyšším obsahem uhlíku (F, H) se vliv vysokoteplotního žíhání na 1100°C/8h s následným kalením do oleje ukázal jako neutrální (F) resp. mírně negativní (H) - viz tab. 6.

Souhrn deformačních křivek zkoušených materiálů viz obr. 98 a 99. Z tab. 6 stejně jako z obr. 98 je zřejmé, že nejlepší creepové vlastnosti reprezentované nejnižší hodnotou minimální creepové rychlosti vykazuje vysokouhlíkový materiál FA1,9C.

Tab. 6: Hodnoty minimální creepové rychlosti (MCR) sledovaných slitin v nežíhaném (_Z0) a žíhaném stavu (_Z3) při zatížení 120 Mpa a teplotě 600°C.

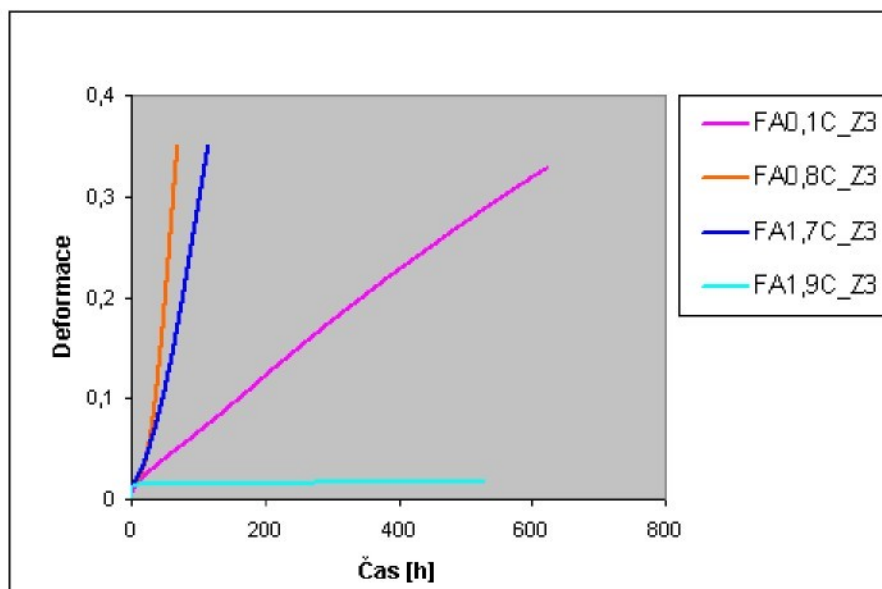
Material	MCR
FA0,1C_Z0	2,00E-07
FA0,1C_Z3	1,00E-07
FA0,8C_Z0	3,00E-06
FA0,8C_Z3	2,00E-06
FA1,7C_Z0	1,00E-06
FA1,7C_Z3	1,00E-06
FA1,9C_Z0	5,00E-10
FA1,9C_Z3	1,00E-09



Obr. 98: Creepové křivky slitin s různým obsahem uhlíku v nežíhaném stavu při teplotě 600°C a napětí 120 MPa.

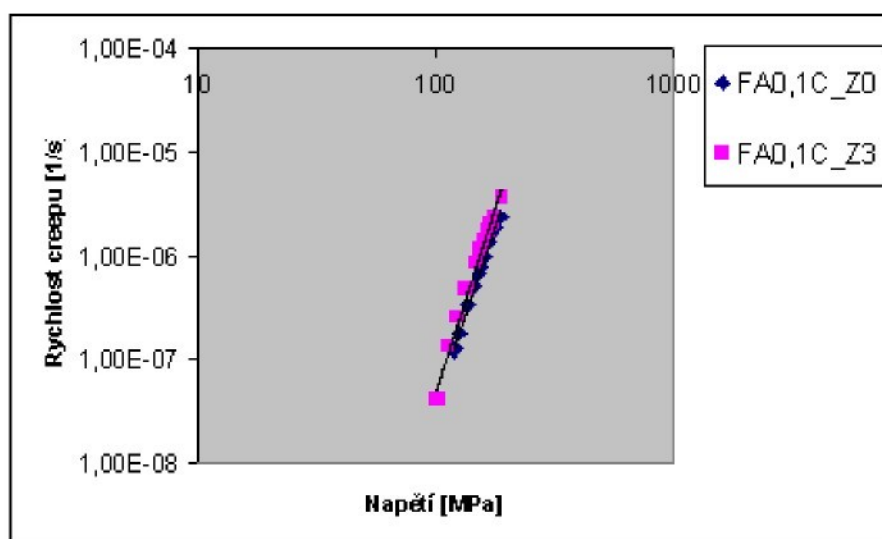
K posuzování vysokoteplotních vlastností aluminidů byly zvoleny **creepové testy při proměnném zatížení**. Tato metoda umožňuje stanovení napěťové závislosti rychlosti tečení a následně napěťového exponentu n (viz kap. 2.3.2), jehož hodnota je směrodatná pro identifikaci creepových mechanismů působících v daném materiálu, a který do určité míry nahrazuje klasické creepové parametry, jako je např. doba do lomu.

Creepové zkoušky při proměnném zatížení byly provedeny na sledovaných materiálech s různým obsahem uhlíku označených FA0,1C, FA0,8C, FA1,7C a FA1,9C.



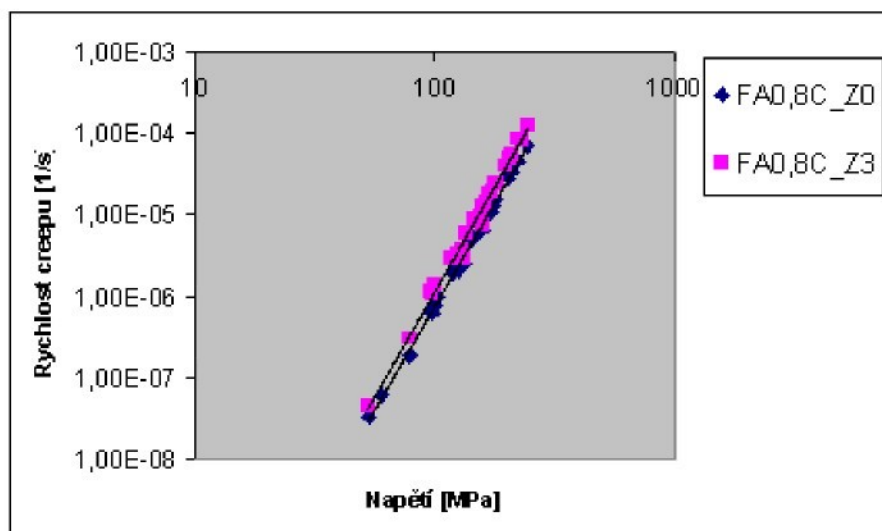
Obr. 99: Creepové křivky slitin s různým obsahem uhlíku v žíhaném stavu při teplotě 600°C a napětí 120 MPa.

Všechny materiály byly: (a) bez tepelného zpracování (pouze válcované) - vzorky "Z0" a (b) po následném žíhání 8 hodin při 1100°C se zakalením do oleje - vzorky "Z3". Ke zjištění napěťové závislosti rychlosti tečení a tedy napěťových koeficientů bylo v průběhu zkoušky skokově měněno napětí. Byl sledován vliv tepelného zpracování a vliv obsahu uhlíku na creepové vlastnosti slitin. Výsledky měření viz obr. 100 - 103.

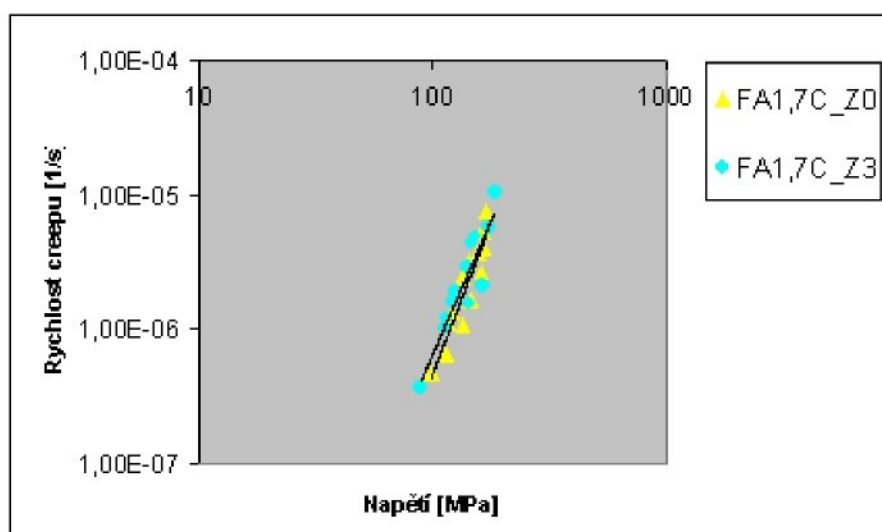


Obr. 100: Vliv tepelného zpracování na creepovou odolnost slitiny FA0,1C.

Z obr. 100 - 103 je zřejmé, že ani u jedné slitiny se vliv použitého tepelného



Obr. 101: Vliv tepelného zpracování na creepovou odolnost slitiny FA0,8C.



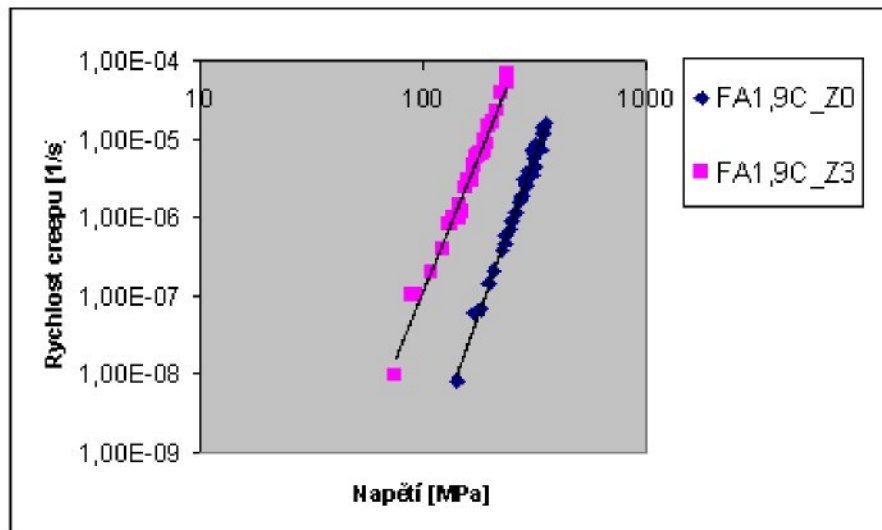
Obr. 102: Vliv tepelného zpracování na creepovou odolnost slitiny FA1,7C.

zpracování výrazně neprojevil. Závislosti napětí σ rychlosti deformace $d\varepsilon/dt$ je možno u všech vzorků popsat mocninnou funkcí

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n \quad (5)$$

Pro každou slitinu byly vypočteny hodnoty napěťového exponentu n - viz přehled v tabulce 7.

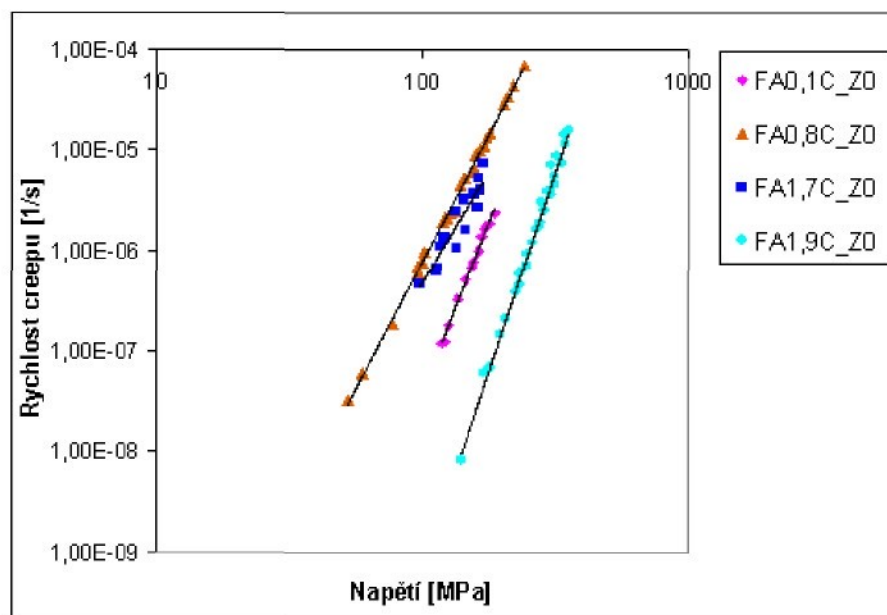
Výsledky všech měření na materiálech ve výchozím stavu včetně slitiny FA1,9C jsou shrnuty na obr. 104, na žíhaných slitinách na obr. 105.



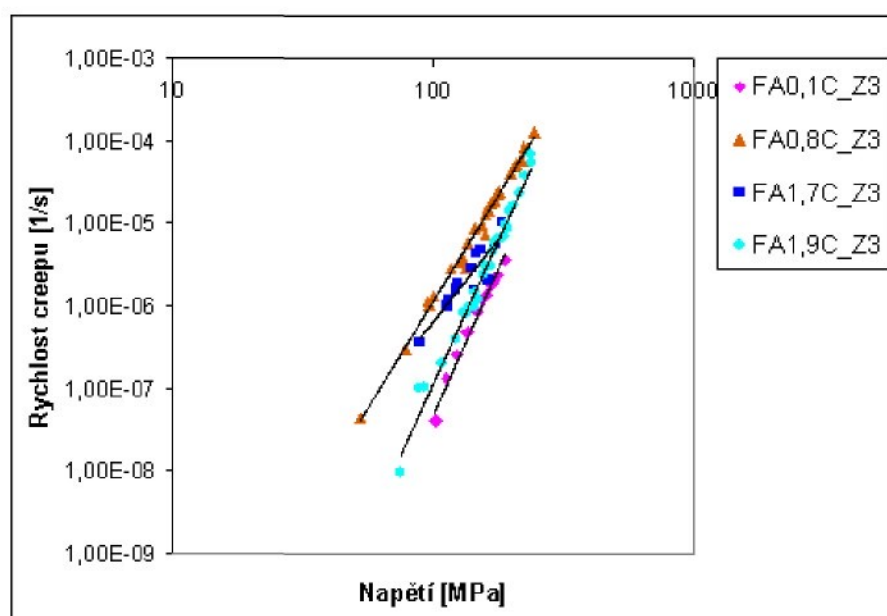
Obr. 103: Vliv tepelného zpracování na creepovou odolnost slitiny FA1,9C.

Tab. 7: Hodnoty napěťového exponentu pro slitiny v nežíhaném (_Z0) a žíhaném stavu (_Z3).

Slitina	Napěťový exponent n
FA0,1C_Z0	6,9
FA0,1C_Z3	7,1
FA0,8C_Z0	5,1
FA0,8C_Z3	5,2
FA1,7C_Z0	4,5
FA1,7C_Z3	4
FA1,9C_Z0	7,8
FA1,9C_Z3	6,9



Obr. 104: Závislost rychlosti creepu na aplikovaném napětí pro slitiny v nežíhaném stavu.



Obr. 105: Závislost creepové rychlosti na aplikovaném napětí pro slitiny v žíhaném stavu.

4.3.3 Mikrostruktura slitin D - F po creepové deformaci

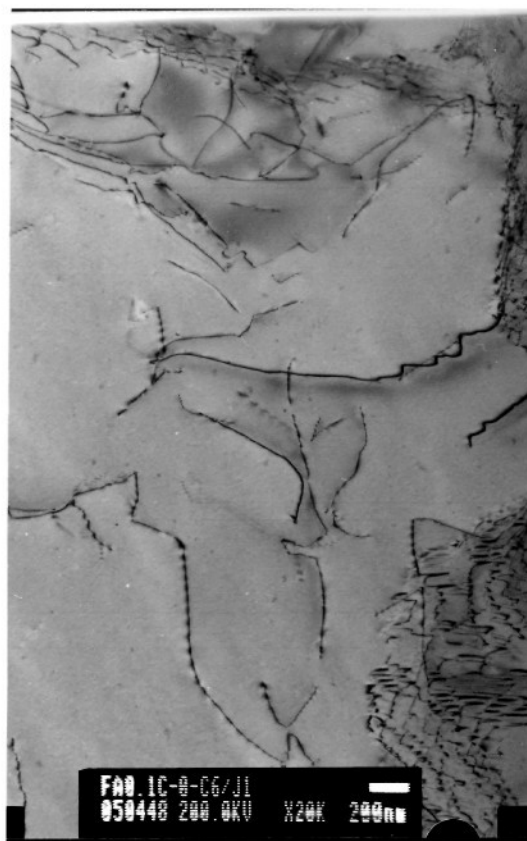
Vzhledem k délce trvání creepové deformace vzorků jednotlivých slitin (desítky až stovky hodin) lze předpokládat, že v průběhu deformace se v materiálu ustavuje fázová rovnováha. Interakce částic fází s dislokacemi pak je příčinou creepových vlastností slitin s různým obsahem uhlíku. TEM slitin ve výchozím válcovaném a žíhaném stavu po creepové deformaci tak představuje také významné doplnění informací o fázovém složení při teplotě 600°C.

Slitina FA0,1C (D)

Ve **výchozím válcovaném materiálu** po creepové deformaci při teplotě 600°C je pozorován velký počet nízkoúhlových hranic - obr. 106, které jsou většinou paralelní. Dislokace z vnitřku subzrn interagují se subhranicemi - obr. 107 - a vyskytují se většinou ve dvojicích s rozštěpením asi 20 nm. Rozštěpení je dobře patrné na dvojicích, které mají menší hodnotu součinu $\vec{g}\vec{b}$ - obr. 108.

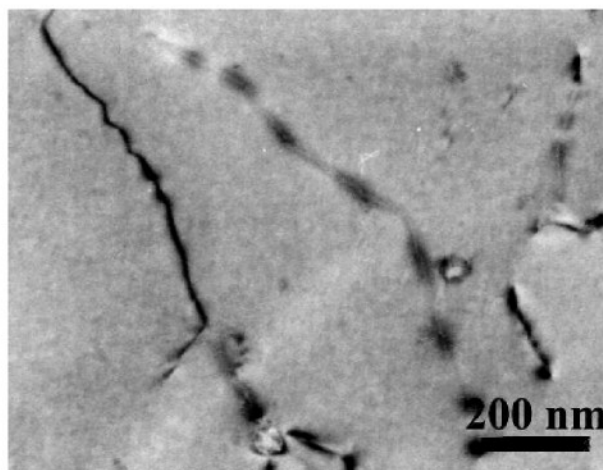


Obr. 106: Slitina D, nežíhaný vzorek po creepové deformaci při 600°C.



Obr. 107: Slitina D, nežíhaný vzorek po creepu 600°C, interakce dislokací se subhranicí.

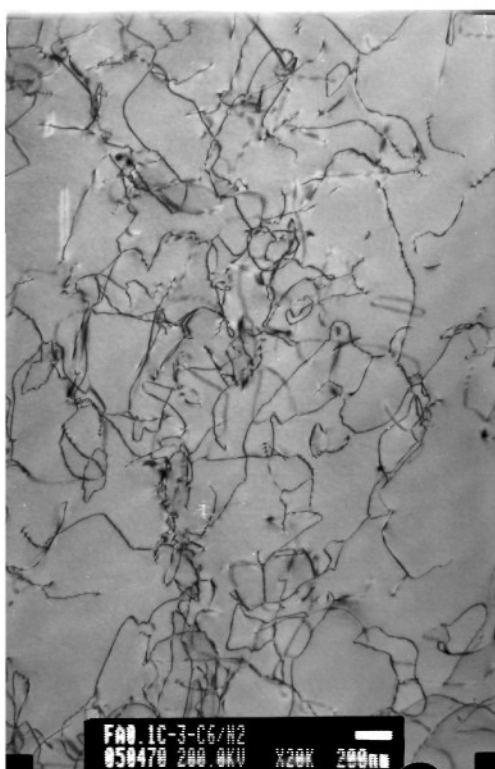
Lze předpokládat, že dobře viditelné dislokace jsou rovněž dvojice, kde díky vysokému kontrastu splyne obraz dvojice do jedné tučné čáry. Různě intenzivní obrazy dislokací naznačují přítomnost nejméně dvou skluzových systémů.



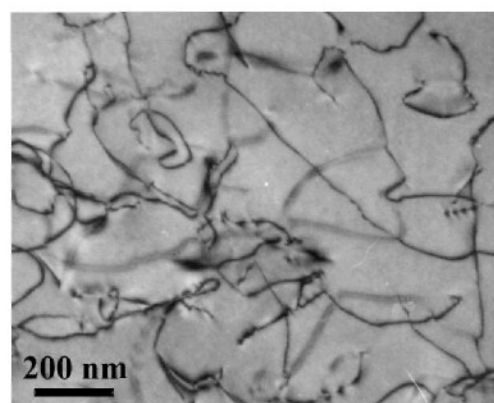
Obr. 108: Slitina D, nežíháno, po creepu při 600°C, dislokace s rozdílným kontrastem.

Dislokační struktura dokumentuje procesy dynamického zotavování během creepové deformace. Ve sledovaném materiálu nebyla prokázána přítomnost částic jiné fáze větších než cca 50 nm. Tvar jednotlivých dislokací svědčí o zachycování dislokací na překážkách velmi malých rozměrů, na některých snímcích jsou patrné velmi drobné precipitáty - obr. 106. Dislokační struktura **žíhaného materiálu** je podobná jako v nežíhaném stavu. Na obr. 109 je patrná konfigurace dislokací, která svědčí o zachycování dislokací na malých překážkách.

Dislokace se stejně jako u materiálu ve výchozím stavu vyskytují většinou ve dvojicích s rozštěpením asi 20 nm, jak je patrné z obr. 110. Podle rozdílné intenzity obrazů dislokací lze soudit na přítomnost nejméně dvou skluzových systémů.



Obr. 109: Slitina D, žíhaný vzorek po creepu 600°C.



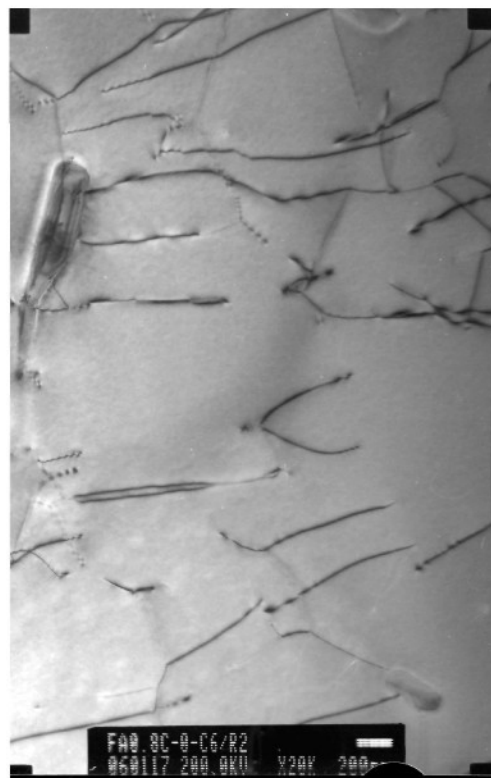
Obr. 110: Slitina D, žíhaný vzorek po creepu, dislokace s rozdílným kontrastem.

Slitina FA0,8C (E)

Pro slitinu E ve **výchozím válcovaném stavu** po creepové deformaci jsou charakteristické konfigurace dislokací jako na obr. 111. Ve vzorku se vyskytují se oblasti s rozdílnou hustotou dislokací; tyto jsou často uspořádány ve dvojicích - obr. 112.

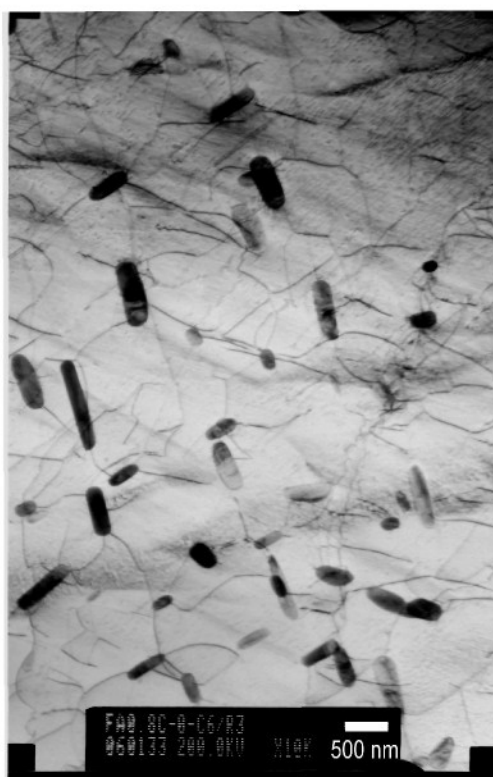


Obr. 111: Slitina E, nežíhaný vzorek po creepové deformaci při 600°C.

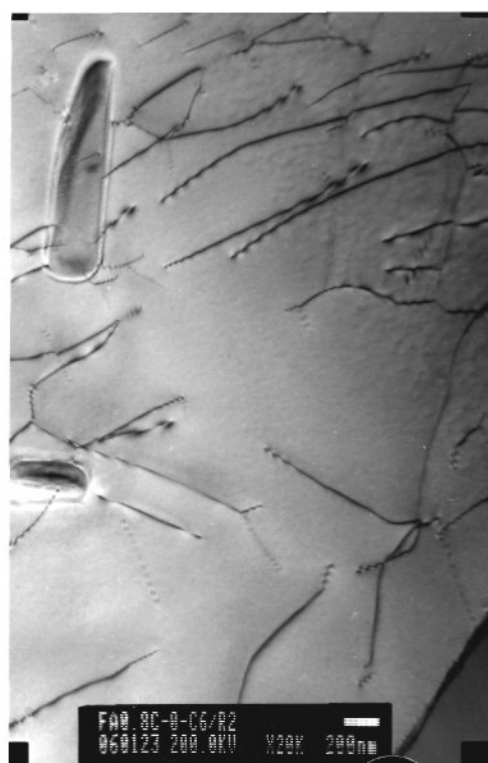


Obr. 112: Slitina E, nežíhaný vzorek po crepu 600°C, dvojice dislokací.

Byly pozorovány částice oválného tvaru s delším rozměrem několik set nm - viz obr. 113, 114. SAD částice v soulase s RTG fázovou analýzou (obr. 60) potvrzují fázi $\text{Fe}_3\text{AlC}_{0,5}$ (karbid κ) s kubickou strukturou. Interakce dislokací s částicemi je patrná spíše lokálně - v oblastech s vyšší hustotou dislokací.



Obr. 113: Slitina E, nežíhaný vzorek po creepu 600°C, částice κ -karbidu v matici.



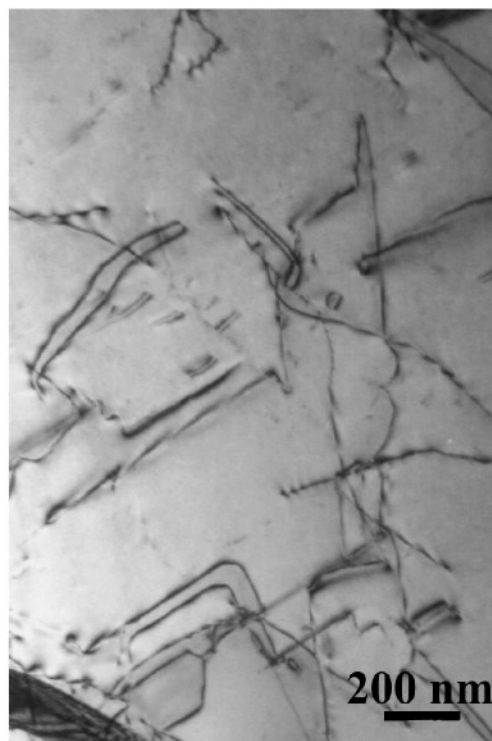
Obr. 114: Slitina E, nežíhaný vzorek po creepu 600°C, detail částice κ -karbidu.

Slitina FA1,7C (F)

Ve **výchozím válcovaném materiálu** byla pozorována vysoká hustota dislokací. Dislokační struktura ukazuje na začínající zotavení a vznik dislokačních sítí - obr. 115.



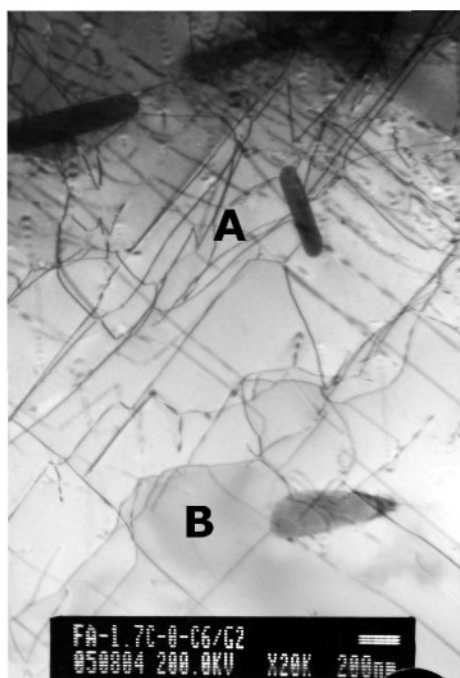
Obr. 115: Slitina F, nežíhaný vzorek po creepové deformaci při 600°C.



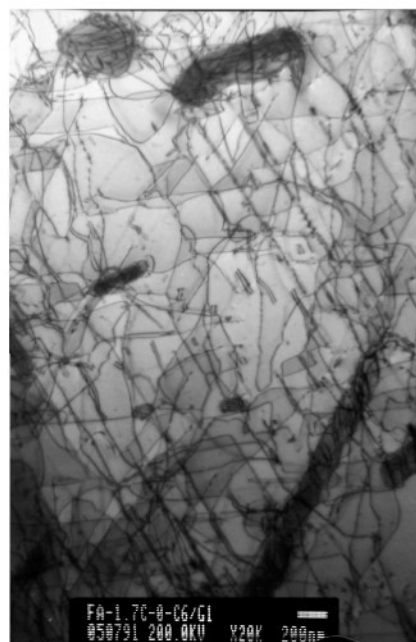
Obr. 116: Slitina F, nežíháno, po creepu 600°C, dvojice dislokací.

Dislokace se vyskytují většinou ve dvojicích, což je stejně jako u slitin D a E patrné zvláště na dvojicích zobrazených s menším kontrastem - obr. 116. Částice κ -karbidu se v matrici vyskytují ve dvou tvarových formách: jednak jako pravidelné oválné částice s delším rozměrem několik set nm, ojediněle i větší - obr. 115, 118 a A na obr. 117 - jednak jako částice kapkovitého tvaru také s rozměrem několik set nm - B na obr. 117. Oba typy částic působí jako překážky. Množství interagujících dislokací je vyšší než u slitiny E - obr. 118.

V žíhaném materiálu po creepové deformaci byla pozorována podobná dislokační struktura jako u nežíhaného stavu. Opět jsou zřetelné dvojice dislokací, dobře viditelné při zobrazení s menším kontrastem - obr. 119, 120. Byly zjištěny dvě rozměrově rozdílné formy částic - velké oválné částice (delší rozměr min 500 nm) - A, a také částice menší, o velikosti asi 100÷200 nm - B. Pomocí SAD bylo zjištěno,

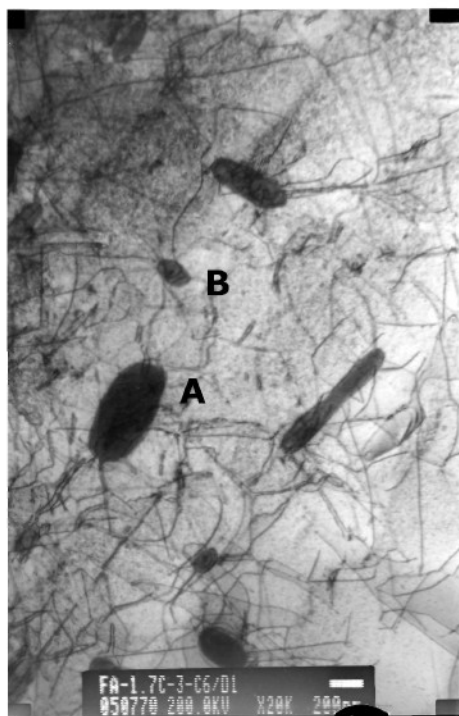


Obr. 117: Částice κ -karbidu ve slitině F, nežíhaný vzorek po creepové deformaci při 600°C.



Obr. 118: Slitina F, nežíháno, po creepu 600°C, interakce dislokace - částice.

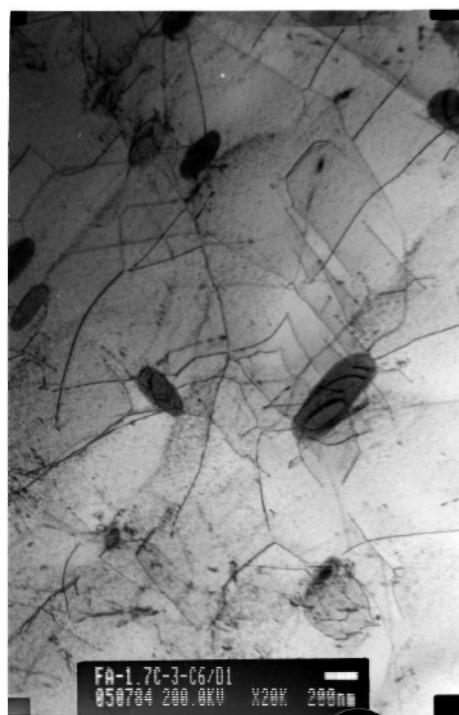
že částice jsou tvořeny perovskitickou fází, stejně jako u slitiny E. Dislokace interagují s oběma typy částic - obr. 121, 122. Je zřejmé, že dislokace jsou blokovány na částicích, zatímco maticí procházejí.



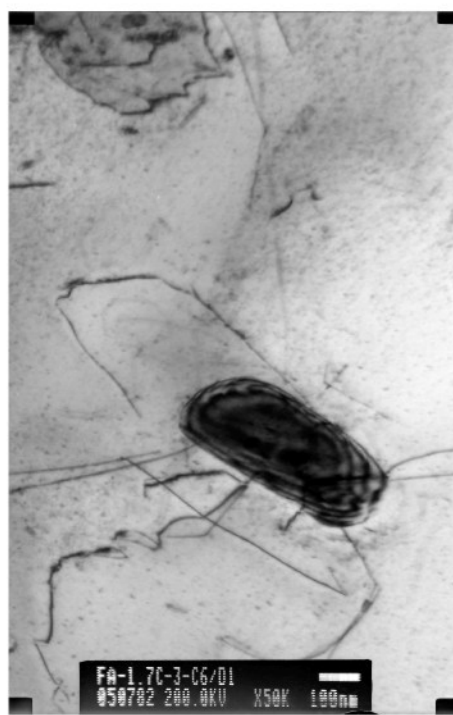
Obr. 119: Slitina F, žíhaný vzorek po creepu při 600°C.



Obr. 120: Slitina F, žíhaný vzorek po creepu při 600°C.



Obr. 121: Slitina F, žíháno, po creepu při 600°C, interakce dislokace - částice.



Obr. 122: Slitina F, žíháno, po creepu při 600°C, interakce dislokace - částice, detail.

5 Diskuse

Předkládaná práce shrnuje poznatky o mechanických vlastnostech slitin na bázi FeAl vyrobených za použití klasických technologií. Je zaměřena především na jejich úpravu pro nízkoteplotní i vysokoteplotní použití legováním dostupnými aditivami a tepelným zpracováním. Byly sledovány dva směry výzkumu:

- a) využití zpevnění prostřednictvím tepelných vakancí při sledování vlastností slitin v oblasti B2 rovnovážného stavového diagramu (experiment I)
- b) vliv stupně legování a způsobu tepelného zpracování na mechanické vlastnosti slitin při creepové deformaci a vysokoteplotní deformaci v tlaku (experiment II)

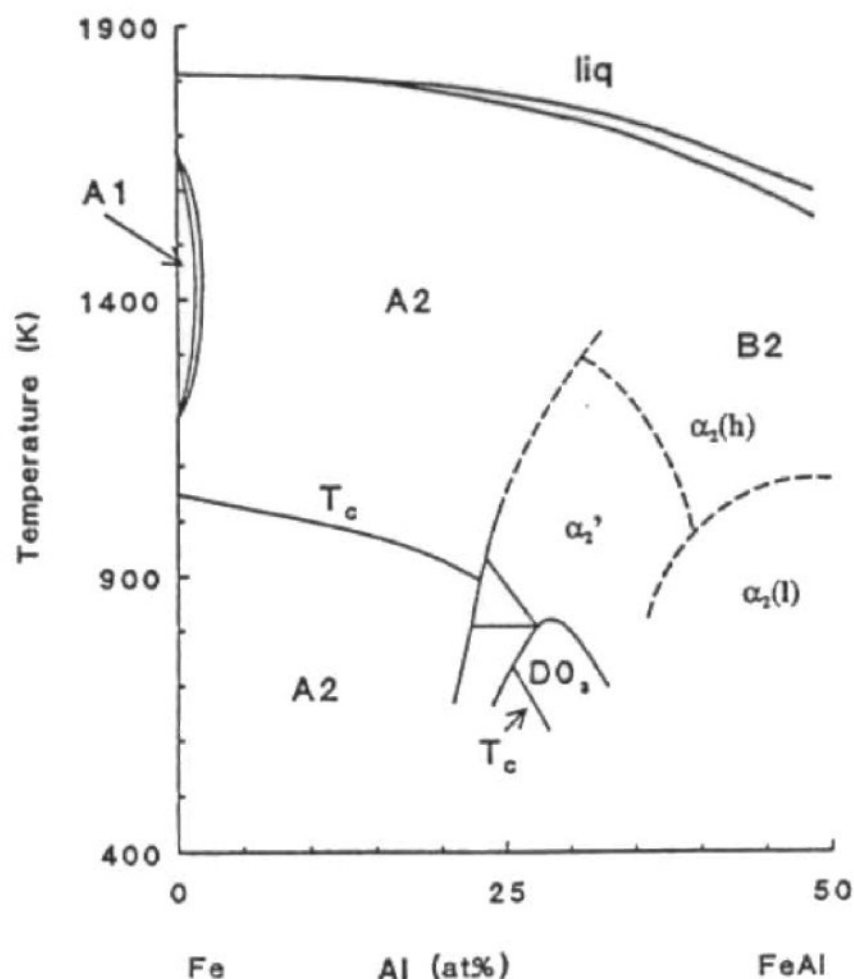
Experiment II je motivován snahou o znovuoživení výroby žárupevné hliníkové slitiny, která by navázala na slitiny typu Pyroferal, úspěšně v Česku v letech 1950-90 vyráběné a využívané.

5.1 Experiment I

Fe-Al systém je znám určitým dosud neuzavřeným pojetím členění oblasti B2 rovnovážného diagramu a mnozí autoři (např. [7], [38]) se v současnosti k tomuto problému vracejí.

Z neuspořádané α -fáze (struktura A2) mohou vzniknout dva typy strukturního uspořádání na dlouhou vzdálenost: B2 struktura, tvořená uspořádáním prvních nejbližších sousedících atomů, a $D0_3$ struktura získaná vzdálenějším uspořádáním mezi druhými nejbližšími atomy. Výzkum pomocí TEM [31], rtg difrakční analýzy [32] a dilatometrických měření [2] byl zaměřen na fázové transformace v oblasti teplot nižších než 700°C - jednak na identifikaci přechodu B2/A2 (uspořádaná - neuspořádaná struktura), jednak přechodu $D0_3$ /B2. Podstatně méně informací je k dispozici o přechodu B2/A2 v teplotních oblastech nad 700°C a pro více než 25 at.% Al. Je tomu tak díky faktu, že teplota tohoto přechodu s rostoucím obsahem Al značně roste. Köster a Gödecke [2] měřili koeficient teplotní roztažnosti a Youngův modul. Souvislost jimi naměřených efektů s přechody B2/A2 a $D0_3$ /B2 v nižších teplotních intervalech byla prokázána souhlasem s výsledky TEM [31], v oblastech vyšších teplot však byly situovány efekty, které nebylo možno spojit s dosud známými transformacemi. To vedlo k vyslovení předpokladu o existenci "podfází" α'_2 , $\alpha_2(l)$, $\alpha_2(h)$ - modifikací fáze B2 a spojení těchto efektů s přechody mezi podfázemi - viz obr. 123.

Posouzení dějů, které probíhají v krystalové mříži během "transformace"



Obr. 123: BRD Fe-Al s hranicemi fází - měření [31], [32], [2] → plná čára, a "podfází" [2] → přerušovaná čára, dle [5].

$\alpha_2' \rightarrow \alpha_2(h)$ a $\alpha_2(l) \rightarrow \alpha_2'$, je dosti problematické. Je možné se například domnívat, že v každé této "podoblasti" je dominantní jiná z poruch typických pro B2 strukturu.

Cílem experimentu I bylo zjistit, zda hranice mezi podoblastmi nízkoteplotní a vysokoteplotní modifikace B2 struktury, označované B2(l), B2(h), popř. $\alpha_2(l)$, $\alpha_2(h)$, mají vliv i na mechanické vlastnosti. (A tedy je-li možné identifikovat tyto "podpřechody" jinými, snadněji dostupnými metodami, než je měření teplotních závislostí Youngova modulu [4] a koeficientu roztažnosti [2], [3] nebo intenzity neutronové difrakce [5].) Podobná měření, provedená např. [12] (ovšem s jiným účelem), užívají k měření této závislosti hrubší teplotní interval, nejčastěji 100°C, který nepostačuje k zaznamenání jakéhokoli efektu. Námi použitý interval 20°C představuje tedy upřesnění informací získaných dosud v této oblasti.

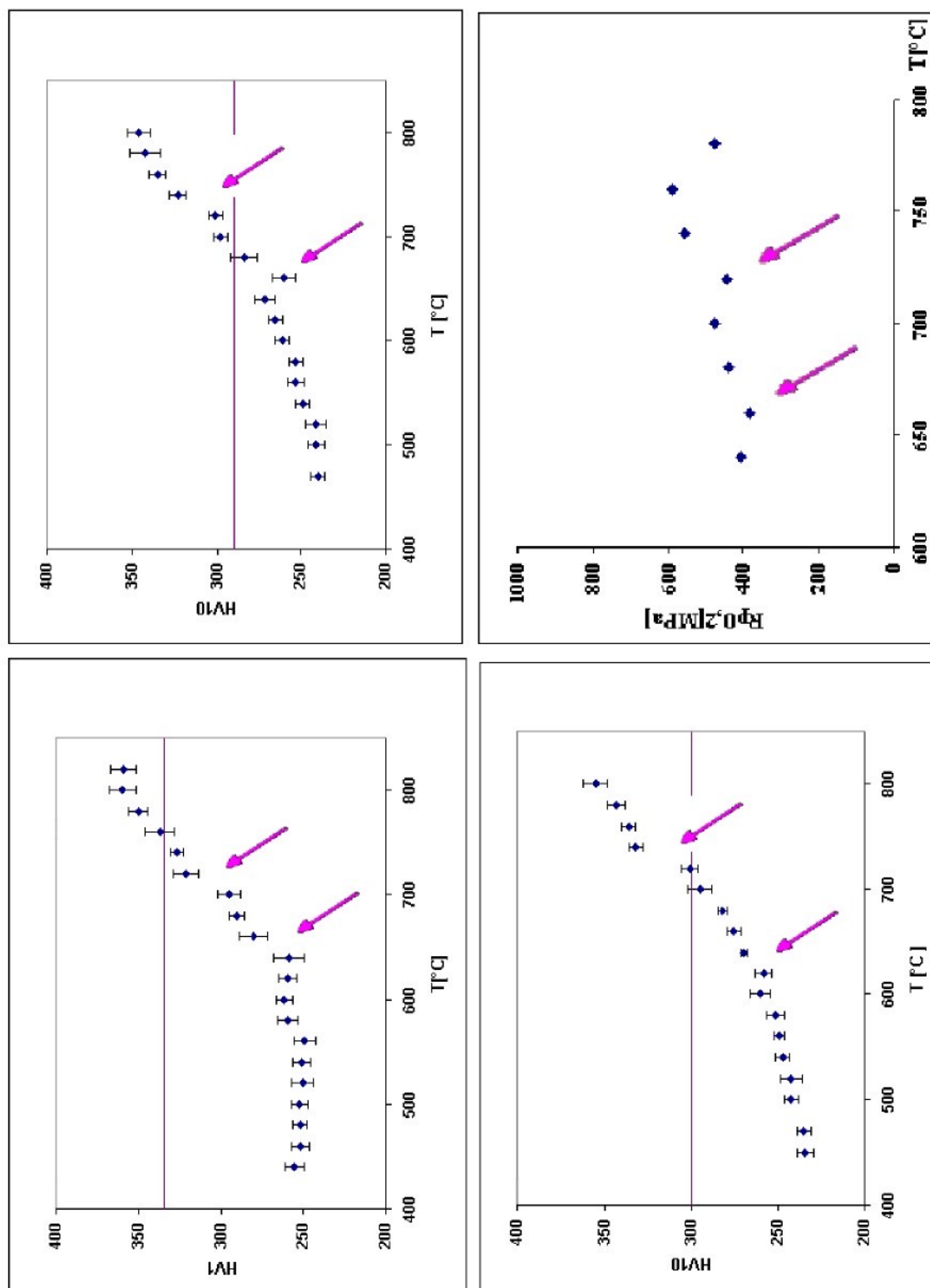
Použití měření závislosti mechanických vlastností, tj. i tvrdosti, na teplotě, ze které je materiál kalen, vychází ze vztahu mezi napětím na mezi kluzu a tvrdostí (event. mikrotvrdostí) kovových materiálů. Fyzikálně metalurgická podstata procesu plastické deformace umožňuje použití hodnot tvrdosti pro určení jiných mechanických vlastností definovaných podobnými charakteristikami plastické deformace a zpevňovacích procesů [33]. Pro mikrotvrdost materiálu a napětí na mezi kluzu byla popsána závislost [34]

$$H = C.R_p. \quad (6)$$

kde C je konstanta. Tento vztah platí pro materiály s vysokou hodnotou poměru E/H . Konstanta úměrnosti závisí na charakteristikách materiálu a na metodě měření tvrdosti.

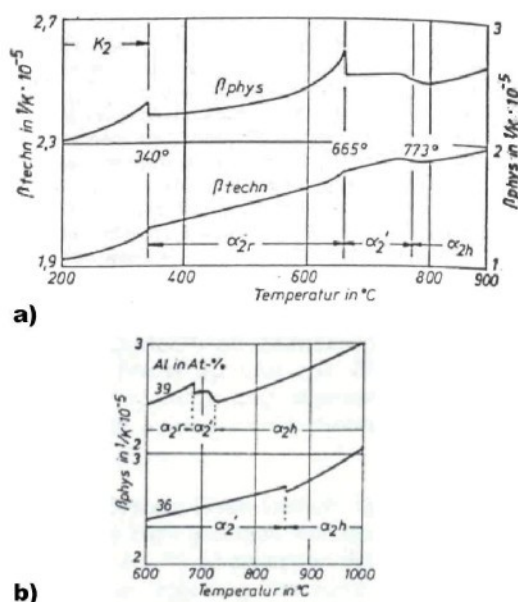
Vztah mezi tvrdostí a zpevněním slitin na bázi Fe40Al existuje i v relaci ke koncentraci vkalených vakancí [10], [11]. Zejména tento vztah je důležitý v souvislosti s popsaným experimentem.

Z výsledků měření vyplývá, že přechody mezi podoblastmi B2 oblasti binárního diagramu Fe - Al mají vliv na tvrdost slitiny. Identifikace hranic podoblastí prostřednictvím měření závislosti tvrdosti na teplotě, z níž je materiál kalen, je tedy možná. V naměřených závislostech $HV = f(T)$ - obr. 124 - lze u všech materiálů pozorovat nespojitosti jednak v okolí teplot 650°C, jednak v intervalu 720 - 740°C. Právě tuto nespojitost lze při porovnání s binárním diagramem Fe - Al (obr. 2) uvést do souvislosti s existencí hranic "podfází".

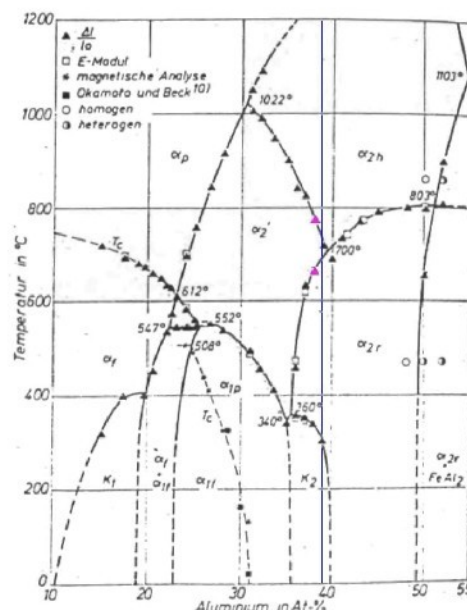


Obr. 124: (a) - (c) naměřené závislosti tvrdosti na žíhací teplotě pro slitiny A, B, C, (d) závislost napětí na mezi kluzu na žíhací teplotě pro slitinu B.

Ovšem také první zlom - situovaný okolo 650°C, u slitin A, B dokonce výraznější - může souviset s hranicemi modifikací, porovnáme-li tento efekt s měřeními koeficientu teplotní roztažnosti provedenými [2] pro slitiny podobného složení - obr. 125 a, b. Na obr. 125a jsou na křivce teplotní závislosti koeficientu tepelné roztažnosti β slitiny Fe38Al nespojitosti při teplotě 773°C, odpovídající přechodu $\alpha'/\alpha_2(h)$, a při teplotě 665°C, odpovídající přechodu $\alpha_2(l)/\alpha'$. (Tyto teploty jsou vyznačeny červeně v obr. 126). Podobné nespojitosti vykazuje i křivka teplotní závislosti koeficientu tepelné roztažnosti β pro slitinu Fe39Al [3] obr. 125b, horní křivka - přechody mezi podoblastmi jsou zde situovány přibližně okolo 680°C a 725°C. Protože naše slitiny se složením pohybují pod hranicí 40 at.% (modrá linie v obr. 126), je možné, že zaznamenané efekty souvisí rovněž s těmito dvěma přechody.



Obr. 125: Teplotní závislost koeficientu tepelné roztažnosti β pro slitinu a) Fe38Al, b) Fe39Al [2].



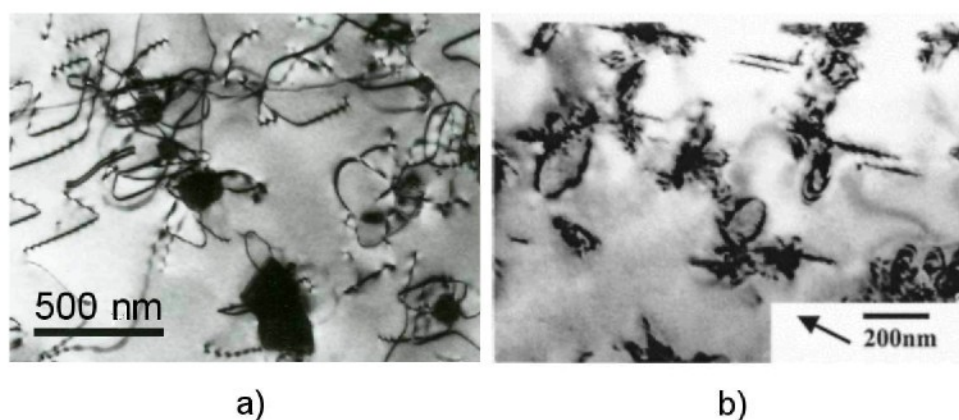
Obr. 126: Stavový diagram Fe-Al, červeně vyznačena měření z obr. 125 [2].

Tvrzení, že byl nalezen vztah mezi hranicemi podoblastí a nespojitostmi v teplotních závislostech mechanických vlastností se opírá jednak o směrodatnou odchylku měření - viz obr. 46 - 48 (nespojité se nacházejí mimo směrodatnou odchylku), jednak lze nespojitosti v obdobných teplotních intervalech pozorovat u závislosti $R_{p0,2}$ na žíhací teplotě pro slitinu Fe40Al Zr B v tlaku, jak je patrné z obr. 49, kap. 4.2.2.

Elektronomikroskopická pozorování byla zaměřena především na potvrzení role

vakancí při zpevnění slitin na bázi Fe40Al. U obou legovaných slitin - B, C - je po kalení z vyšších žíhacích teplot patrné zpevnění, které představuje cca 50 HV oproti tvrdosti výchozího nežíhaného stavu - jak ukazují obr. 47, 48 (kap. 4.2.2). Toto zpevnění odpovídá dislokacím přítomným po žíhání 800°C/1h - obr. 38 a 42. U obou slitin jsou dislokace obsazeny globulárními částicemi o velikosti cca 50nm (slitina B) event. 30 nm (slitina C) - obr. 43.

Po kalení 800°C/1h a následném dlouhodobém žíhání při teplotě 400°C byly ve struktuře slitiny C pozorovány dislokační smyčky a konfigurace dislokací okolo částic - obr. 45. Vznik dislokačních smyček v nízkoteplotně vyžíhaném bináru Fe39Al byl popsán v [13]. Lze jej přičítat kolapsu vakantních disků přítomných v materiálu po kalení z vysokých teplot. Tento mechanismus je pravděpodobnou příčinou vzniku dislokačních konfigurací na částicích pozorovaných ve slitině C (obr. 127a). Podobné konfigurace tj. shluky či změti ("tangles") dislokací pozoroval Oca et al. [41] ve slitině Fe40Al 0,4C s malými obsahy B, Zr, Mo a O (obr. 127b).



Obr. 127: a) Mikrostruktura slitiny C po kalení a žíhání 400°C/120h, b) Mikrostruktura slitiny Fe40Al 0,4C po kalení a žíhání 430°C/10 min [41].

Složení částic v legovaných slitinách bylo stanoveno orientačně, a to u slitiny B. Podle EDAX jsou tyto částice tvořeny převážně Zr (použitá analýza neumožňuje určit obsah B). Vysoký obsah zirkonia byl stanoven jak u hrubých částic (obr. 34 a 37), tak u jemných částic (obr. 35, 36). Z možných fází by přicházely v úvahu např. intermetalické precipitáty Fe₃Zr popsané v analogicky legovaném (Zr + Cr) aluminidu s 20 at.% Al [42]. Tyto koherentní a stabilní precipitáty vznikaly ve slitině při žíhacích teplotách až do 900°C a byly identifikovány pouze na základě TEM.

Zirkoniem bohaté částice ve slitině na bázi Fe₃Al s obsahem Cr, Zr a C jsou popsány také v [43]. Částice jsou identifikovány jednak pomocí elektronové difrakce, jednak naprosto jednoznačně pomocí WDS jako Zr-karbidy. Porovnání vlastností

těchto karbidů (velikost, stabilita při vyšších teplotách) s částicemi nalezenými ve slitině B a C naznačuje možnost, že částice popsané ve slitině B by mohly Zr karbidům odpovídat. Lze tak usuzovat z toho, že obsah uhlíku ve slitině B je totožný se [43] .

5.2 Experiment II

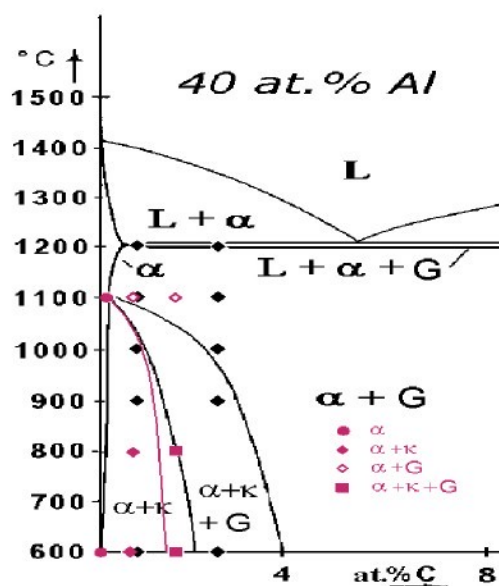
Aluminidy s B2 strukturou mají pro svou vynikající odolnost vůči oxidaci, vysokou teplotu tání a nízkou hustotu předpoklady k využití pro vysokoteplotní aplikace, pro které jsou důležité mechanické vlastnosti, např. pevnost za vyšších teplot či creepová odolnost materiálu. Otázka zvýšení creepové pevnosti Fe40Al souvisí např. s volbou vhodného aditiva, které vytvoří jemnou a stabilní sekundární fázi. Při většině experimentů v oblasti výzkumu aluminidů železa se používá technologií práškové metalurgie umožňující použití zpevnění dispergovanými oxidy (např. Y_2O_3), tzv. ODS materiály. Předkládaná práce se pokouší o optimalizaci vlastností materiálů, vyrobených standardními technologiemi dostupnými v našich podmínkách, tj. tváření litého materiálu za horka, případně jen litého materiálu. Jako aditivum použitelné ke zvýšení creepové pevnosti aluminidů v oblasti 500-600°C je zkoušen uhlík.

5.2.1 Vliv C na strukturu ternárních slitin Fe40AlxC

Otázkami fázového složení aluminidů FeAl legovaných uhlíkem se u nás v minulosti komplexně zabývali Vyklický a Pluhař [35] v souvislosti se zaváděním litiny označované obchodním názvem PYROFERAL. Podstatě velmi dobrých mechanických vlastností této technické slitiny používané jako vynikající náhražka vysoce legovaných žárupevných ocelí nebyla dosud věnována odpovídající pozornost.

Předkládaná práce je součástí snahy najít příčinu (složení, tepelné zpracování) dobrých vlastností Pyroferalu. Výzkum vycházel ze slitiny o složení blízkém Fe40Al, neboť slitiny na této bázi jsou již ve světě úspěšně využívány. Vyšší obsah Al v Pyroferalu by měl být motivem navazujícího výzkumu. Základní se jeví stanovení vlivu C na strukturu a vlastnosti ternární slitiny a s tím související sledování fázového složení a mechanických vlastností v rámci kvazibinárního diagramu Fe40AlxC. Aktuálnost problému naznačují některé současné práce, např. [7].

Získané poznatky o přítomnosti fází jsou shrnuty do obr. 128 a do tabulky tab. 8.

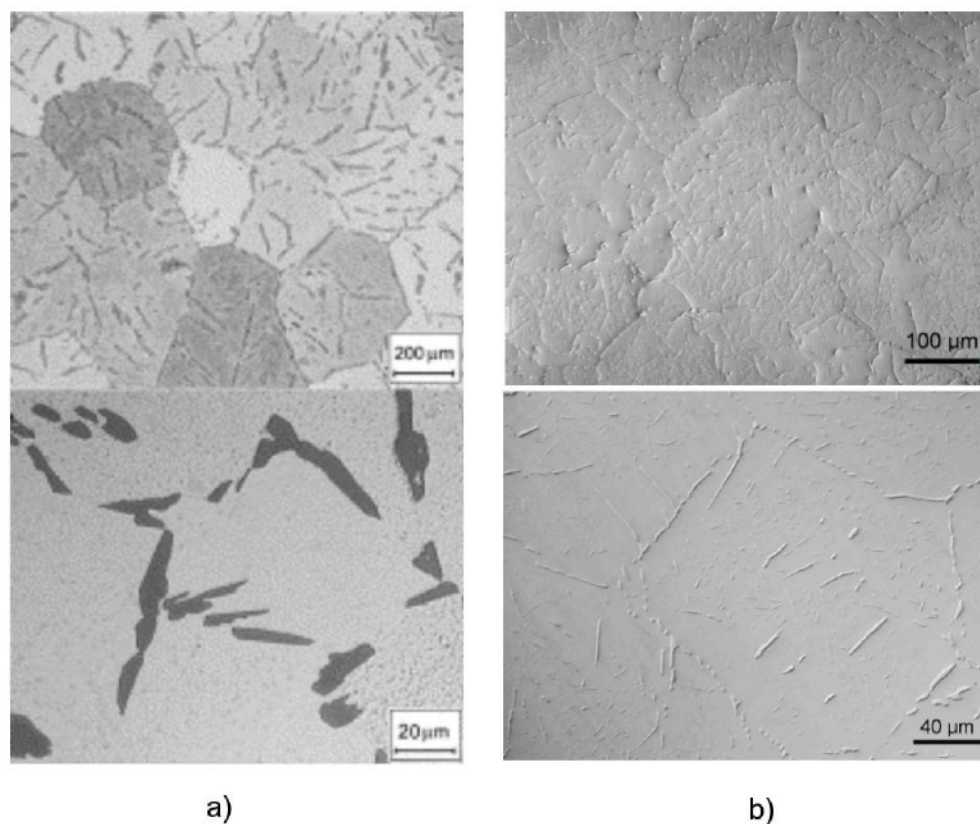


Obr. 128: Diagram podle Pluhaře a Vyklického [35]. Původní údaje (černé značky) jsou doplněny o informace získané v této práci (červené značky a červená linie).

Tab. 8: Výskyt strukturních fází ve slitinách Fe-Al-C v závislosti na obsahu C a tepelném zpracování - obsah kvazibinárního diagramu.

Obsah C (at.%)		Nežíháný stav	Žíhání 600°C/100h	Žíhání 800°C/8h	Žíhání 1100°C/8h
0,1	Přítomnost C Metoda identifikace	rozp. v matrici LOM, TEM	rozp. v matrici LOM, TEM		rozp. v matrici LOM, TEM
0,8		κ LOM, TEM	κ LOM	κ LOM	G LOM, RTG
1,7		κ + G LOM, TEM	κ + G LOM, RTG	κ + G LOM, TEM	G + (κ) LOM, RTG TEM
1,9		Al ₄ C ₃ +(G) LOM, RTG			Al ₄ C ₃ +(G) LOM, RTG

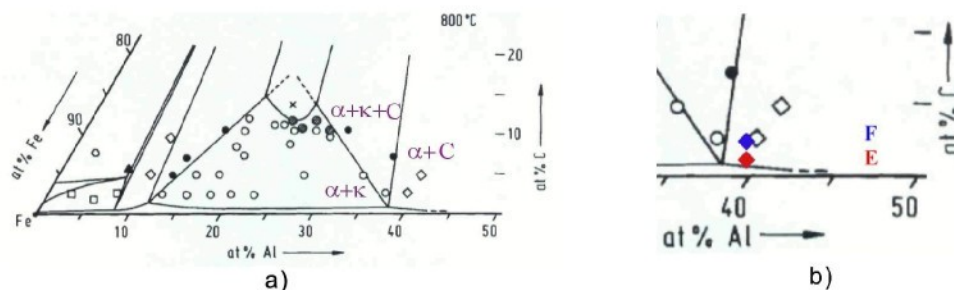
Fázová analýza v rámci upřesnění kvazibinárního diagramu [35] byla provedena pomocí optické mikroskopie (LOM) s měřením mikrotvrdosti, transmisní elektronové mikroskopie (TEM) resp. elektronové difrakce, a rtg difrakční analýzy (RTG). Největší problém představuje oblast existence karbidu κ . Zatímco např. [17] uvádějí kompletní rozpuštění tohoto karbidu okolo teploty 950°C, náš experiment prokázal přítomnost κ -karbidu u slitiny F s obsahem C 1,7% jak ve výchozím stavu (LOM obr. 65, 66), tak po tepelném zpracování 1100°C/8h (RTG obr.78) - viz tab. 8. Je zajímavé, že v ternárních slitinách na bázi Fe₃Al [37] je způsob vyloučení κ -karbidu podobný jako u slitin na bázi FeAl - kromě morfologické podobnosti částic je analogický také způsob segregace po hranicích zrn, viz obr. 129 a,b.



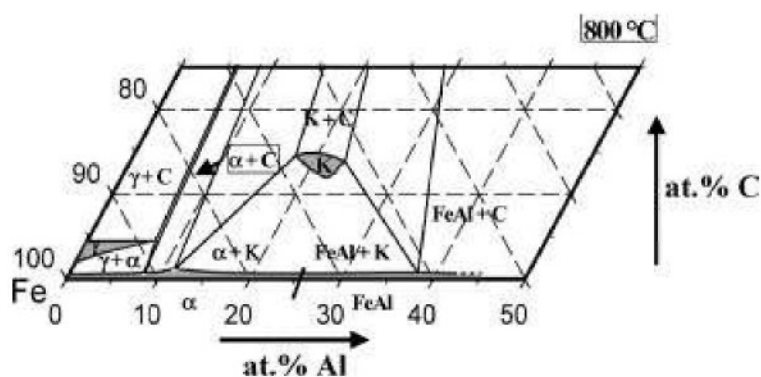
Obr. 129: a) Karbid κ ve slitině na bázi Fe₃AlC [37], b) Karbid κ ve slitině na bázi FeAlC.

Výsledky metalografické analýzy byly jednoznačně potvrzeny elektronovou difrakcí a rentgenovou difrakční analýzou. Zajímavé je umístění získaných výsledků v rozsáhlém experimentu reprezentovaném isothermními řezy diagramu Fe-Al-C [38]. Srovnání je možné v řezu 800°C. Umístění výsledků metalografické a rtg analýzy pro slitiny E a F žíhané 800°C/8h v isothermním řezu diagramu při 800°C ukazuje, že obě slitiny tj. FA0,8C (E) a FA1,7C (F) strukturně nekorespondují s oblastí existence

dle [38] a [7], viz obr. 130 a, b a obr. 131. Podle LOM (obr. 61, 62, resp. 74, 75) je při 800°C v obou slitinách přítomen κ -karbid, jehož identifikace byla potvrzena měřením mikrotvrdosti.

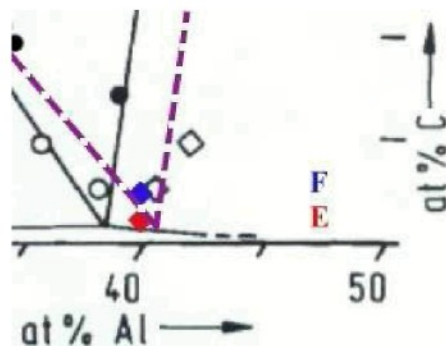


Obr. 130: a) Izotermní řez diagramu při 800°C podle [38], prázdné symboly $\rightarrow$ dvoufázové slitiny, plné $\rightarrow$ trojfázové b) Výřez z obr.130a, barevně značeny slitiny E, F.



Obr. 131: Izotermní řez diagramu při 800°C podle [7].

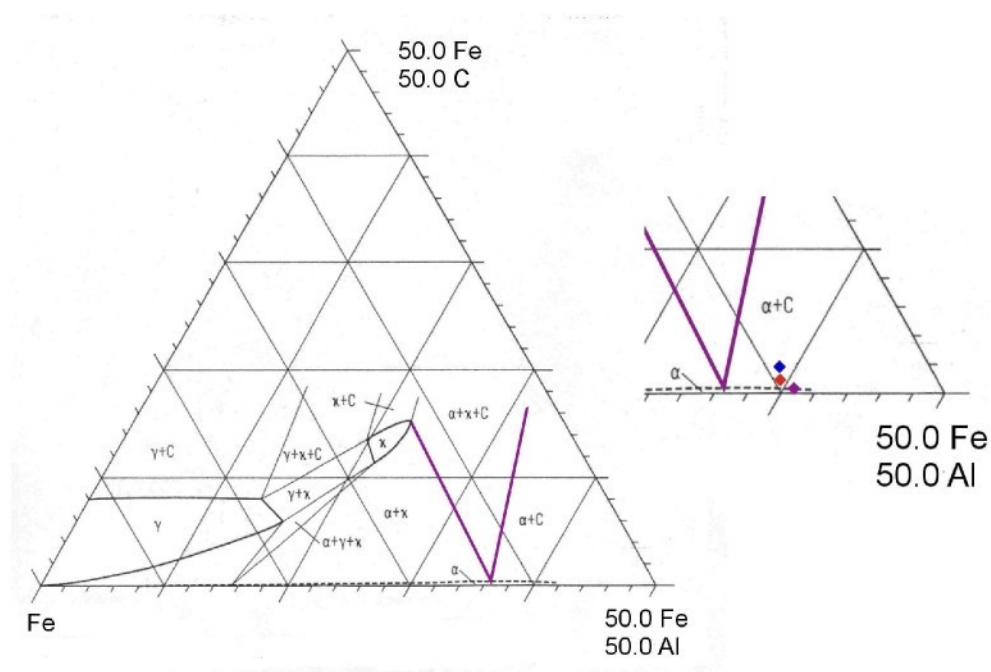
Námi zjištěné údaje by odpovídaly posunutí hranice trojfázovou oblast $\alpha + \kappa + C$ v izotermním řezu **při 800°C** podle obr. 132, přerušovaná hranice.



Obr. 132: Posunutí hranice trojfázové oblasti v izotermním řezu při 800°C.

Podle isotermního řezu diagramu Fe-Al-C [44] **při 1100°C** na obr. 133 je patrné, že slitiny F, E použité v této práci s obsahem Al okolo 40 at.% by se měly nacházet

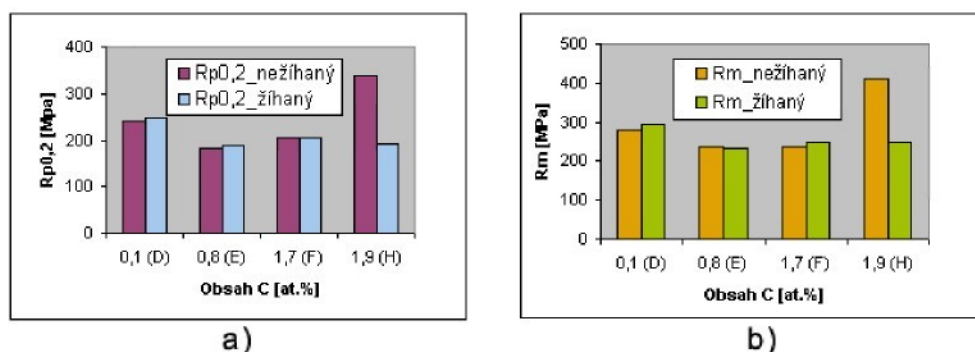
ve dvoufázové oblasti $\alpha + G$, což odpovídá skutečnosti pouze v případě slitiny E, viz obr. 63, 64. Struktura slitiny FA1,7C (F) při teplotě 1100°C je podle našeho experimentu trojfázová, přítomnost κ -karbidu potvrzuje difrakční křivka na obr. 78. Karbid κ není zřejmě při žhání 1100/8h zcela rozpuštěn a ve slitině se nachází ve velmi malém množství a ve formě velmi drobných částic.



Obr. 133: Isoternní řez diagramu Fe-Al-C při 1100°C podle [44].

5.2.2 Vliv C na deformační vlastnosti slitin Fe40AlxC při teplotě 600°C

Uhlík se často ve slitině Fe40Al leguje v kombinaci s malými přísadami Mo, Ti, Zr a B, a významně ovlivňuje pevnostní vlastnosti slitiny v širokém teplotním intervalu. Např. napětí na mezi kluzu u tohoto typu slitin roste s rostoucím obsahem uhlíku jak při pokojové teplotě, tak při teplotách 800°C [20]. Tento vzrůst souvisí bezpochyby se vznikem precipitátů. I přítomnost uhlíku samotného může významnou měrou ovlivnit mechanické vlastnosti tohoto typu materiálu tím, že vytváří v závislosti na teplotě částice různých fází, zejména karbidů. Deformační chování za vyšších teplot je ovlivněno podílem fází stabilních při deformačních teplotách [23].



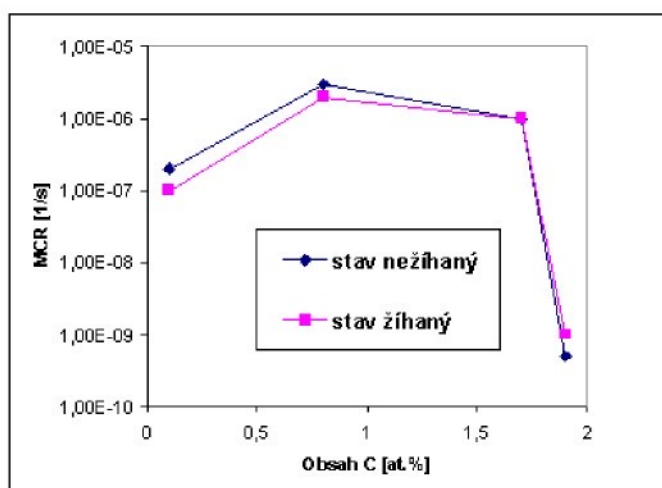
Obr. 134: Vliv obsahu C a žíhání 1100°C/8h na hodnotu a) napětí na mezi kluzu $R_{p0,2}$ b) mez pevnosti při $T = 600^\circ\text{C}$.

Výsledky **deformace v tlaku při 600°C** provedené v této práci jsou shrnuty na obr. 134. Žíhání při 1100 °C po dobu 8 hod. ovlivnilo hodnoty napětí na mezi kluzu a na mezi pevnosti v tlaku slitin D - F jen nepatrně, pouze u slitiny H nastal po žíhání výrazný pokles obou hodnot. Slitina H s obsahem C 1,9 at.%, která je složením nejbližší Pyroferalu, se liší přísadkou Si. V jeho přítomnosti vzniká dendritická struktura s vysokým podílem karbidu Al_4C_3 - obr.79. Po vysokoteplotním žíhání, kdy dochází k rozpouštění karbidu Al_4C_3 a zániku dendritické struktury (jak dokazují obr. 85 a 86), je patrná ztráta pevnostních vlastností při 600°C a jejich pokles na úroveň ostatních slitin, jak je zřejmé z obr. 134. Nejvyšší hodnoty $R_{p0,2}$ vykazují slitiny s nejvyšším (H) a nejnižším obsahem uhlíku (D), podobná tendence se projevuje i pro hodnoty R_m , jak je vidět na obr. 134b.

Slitiny E a F, které mají nižší hodnoty R_m a $R_{p0,2}$, obsahují uhlík ve formě grafitu nebo smíšeného karbidu κ ($\text{Fe}_3\text{AlC}_{0,5}$). Hodnoty R_m a $R_{p0,2}$ slitiny D odpovídají zpevnění matrice rozpouštěnými atomy C ve výchozím i žíhaném stavu. (Teploty, které výchozí materiál a žíhaný materiál před deformací dosahují, jsou v obou případech velmi vysoké: 1200 resp. 1100°C.) Podobně se pozoruje rozdíl mezi D a H na straně

jedné a E a F na straně druhé ve výsledcích dalších deformačních experimentů, tj. v hodnotách minimální creepové rychlosti a napětového exponentu n .

Výsledky **creepových zkoušek při konstantním zatížení** potvrzují tendenci patrnou u výsledků tlakové zkoušky. Z tabulky hodnot minimální creepové rychlosti (MCR) - tab. 6 - a grafu na obr. 135 je zřejmé, že nejlepší odolnost vůči creepové deformaci (tj. nejnižší hodnoty MCR) vykazují slitiny s nejvyšším a nejnižším obsahem C, tedy slitina D a G.



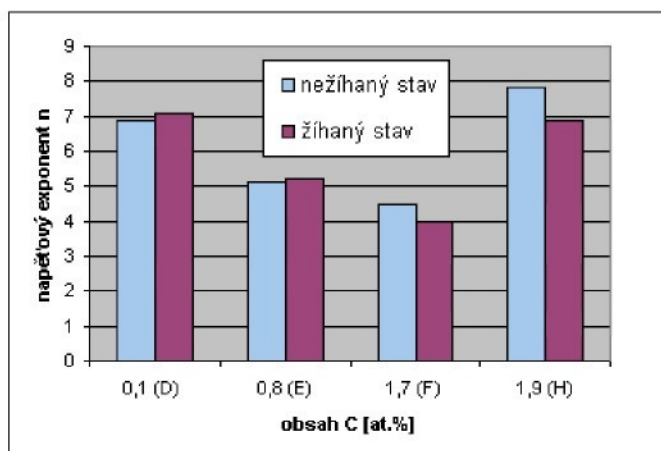
Obr. 135: Vliv žhání 1100°C na hodnoty minimální creepové rychlosti slitin D - H.

Z tab. 6 a grafu na obr. 135 je také zřejmé, že použité tepelné zpracování (tj. žhání při 1100°C/8 h s ochlazením do oleje) creepovou odolnost významně neovlivnilo.

Creepové zkoušky při proměnném zatížení umožňují určení hodnoty napětového exponentu n (viz kap. 3.2.3.), jehož hodnota je směrodatná pro identifikaci creepových mechanismů působících v daném materiálu. Z tab. 7 kap. 4.3.2 je zřejmé, že materiály použité k experimentu vykazují buď hodnotu $n = 4 - 5$ (**slitiny E a F**) nebo $n \cong 7$ (**slitiny D a H**). Použité tepelné zpracování nemělo na hodnotu n žádný výrazný vliv, viz obr. 136. Rozdílné hodnoty n u sledovaných slitin svědčí o tom, že u slitin D a H působí odlišné deformační mechanismy než u slitin E a F.

Z porovnání výsledků všech tří typů deformačních experimentů při 600°C (zkouška v tlaku, creep při konstantním zatížení, creep při proměnném zatížení), shrnutých na obr. 134 - 136, vyplývá, že materiály s vyšší hodnotou n (slitiny D a H) mají také výrazně nižší rychlosti deformace při creepu a výrazně vyšší hodnoty deformačního napětí v tlaku, a všechny tři výsledky lze interpretovat na základě jediné představy o typu překážek pohybu dislokací při 600°C.

Velmi podstatné je zjištění, že vzhledem k délce trvání creepové deformace za



Obr. 136: Napětový exponent testovaných slitin jako funkce obsahu C.

teploty 600°C dochází v jejím průběhu k fázovým transformacím, při nichž vznikají fáze odpovídající teplotě 600°C (viz fázový diagram na obr. 128). V tomto procesu jsou struktury výchozího válcovaného i žíhaného stavu nedůležité. Podobně by bylo nutno v budoucnu postupovat při interpretaci mechanických vlastností při dalších, např. vyšších teplotách.

V tomto duchu lze mechanické vlastnosti sledovaných čtyř slitin při 600°C podložit následující argumentací:

U slitiny **FA0,1C (D)** vzniknou drobné precipitáty, jak naznačuje dislokační síť (obr. 106 a 109). Je patrné, že dislokace "visí" na částicích velmi malých rozměrů, které jsou překážkami pro jejich pohyb. Typ a složení drobných částic nebylo možné specifikovat. Vzhledem ke složení slitiny se lze domnívat, že jde o karbidy železa.

U slitin **FA0,8C (E)** a **FA1,7C (F)** vzniknou částice karbidu κ a dojde k ochuzení matrice o rozpuštěný uhlík. Dislokace sice interagují s částicemi karbidu κ o rozměru až 500 nm, ale hustota těchto částic je malá na to, aby dislokace neprocházely mezi od sebe velmi vzdálenými částicemi. Podíl malých částic interagujících s dislokacemi je nedostatečný.

Slitina **FA1,9C (H)** s vysokým podílem karbidu Al_4C_3 se vyznačuje velmi dobrou creepovou odolností a odlišuje se od ostatních slitin. Dendritická struktura slitiny H (obr. 98 a 99) tvořená jehlicemi karbidu Al_4C_3 se při 600°C jen částečně rozpouští (srovnej obr. 83 a obr. 79) a nadále vytváří překážky pro pohyb dislokací při creepové deformaci. Je tedy možno shrnout, že překážkami určujícími průběh deformace při 600°C jsou u slitin E a F rozpuštěné atomy uhlíku v matrici a u slitin D a H drobné precipitáty resp. částice fáze Al_4C_3 .

Cestou ke zlepšení creepové odolnosti slitin na bázi Fe-40at.%Al je tedy vytvoření

vhodných překážek pro pohyb dislokací. Toto lze realizovat buď precipitací dostatečně stabilní a jemné fáze [45], [46], nebo zpevněním tuhého roztoku rozpuštěnými atomy uhlíku. V budoucnu se plánuje dokončit postupně studium řady s rostoucím obsahem uhlíku a hliníku až k dosažení normovaného složení Pyroferalu (ČSN 42 2484) k vyjasnění základních fyzikálně metalurgických příčin vynikajících vlastností tohoto materiálu. Případně tento materiál modifikovat tak, aby se docílilo určitého stupně tvařitelnosti (obrobitelnosti) při pokojové teplotě a zvýšení vysokoteplotních mechanických vlastností. Druhé z těchto předsevzetí bude asi vhodné naplnit použitím již známých postupů a to zvláště přidáním nějakého karbidotvorného prvku (např. Zr, Ti, Mo) [20]. Také vysokoteplotní žíhání by mohlo představovat způsob úpravy mechanických vlastností slitin Fe40Al. Je nutno zajistit precipitaci fáze stabilní při vysokých teplotách v dostatečně jemné formě. Většinou se uvažuje o rozpuštění hrubých (2-5 μm) karbidických precipitátů při vysokoteplotním žíhání (1100 - 1300°C) a jejich opětovné precipitaci v mnohem jemnější formě (20-30 nm) [47].

6 Závěr

1. Hranice podoblastí v B2 oblasti rovnovážného diagramu Fe-Al se projevují při měření tvrdosti slitin na bázi Fe40Al po vhodném tepelném zpracování jako nespojitosti na závislostech $HV = f(T_z)$. (V obdobných teplotních intervalech byly nespojitosti pozorovány i na závislosti $R_{p0,2} = f(T_z)$ u slitiny legované zirkoniem a bórem.)
2. Byl doplněn a upraven kvazibinární diagram systému Fe-Al-C. To poskytuje možnosti při ovlivňování mechanických vlastností (jako například volbou vhodného tepelného zpracování), které u těchto ternárních slitin výrazně závisejí na typu a množství fází přítomných ve struktuře.
3. Pomocí TEM byla nepřímou potvrzena úloha tepelných vakancí při zpevnění slitin na bázi FeAl. Po kalení z vyšších teplot vznikají v materiálu vakantní disky, které při následném nízkoteplotním žíhání kolabují za vzniku dislokačních smyček. Materiály zpevněné tepelnými vakancemi lze prakticky využít do teploty 150°C, při vyšších teplotách dochází k postupnému odpevnění v důsledku odžihání vkalených tepelných vakancí.
4. Pro deformaci při 600°C jsou u slitin E a F rozhodujícími překážkami pro pohyb dislokací atomy uhlíku rozpuštěné v matici. Jak ukázala TEM, částice fáze $Fe_3AlC_{0,5}$ se účastní interakce s dislokacemi pouze v omezeném počtu. U slitin D a H úlohu překážek plní drobné, zatím nepopsané, precipitáty (slitina D) resp. částice fáze Al_4C_3 (slitina H). Z výsledků deformačních zkoušek vyplývá, že tento druh překážek významně zpevňuje materiál v teplotní oblasti 600°C.
5. Pro další výzkum vlivu C u aluminidů železa typu Fe40Al je rozhodující jednak zvýšení koncentrace Al nad 40at.% a jednak přítomnost menšího množství Si, který podporuje vznik zpevňující fáze Al_4C_3 . Další možnost by mohlo představovat vysokoteplotní žíhání (1300°C) při současném legování karbidotvornými prvky, které by vytvořilo dostatečně jemné a stabilní karbidické precipitáty zpevňující matici.

Seznam použité literatury

- [1] Kattner U. R., *Binary alloy phase diagram*, Vol. 1, ed. T.B. Massalski, ASM Materials Park, Ohio 1990, 147
- [2] Köster W., Gödecke T., *Physikalische Messungen an Eisen-Aluminium-Legierungen mit 10 bis 50 At.-% Al*, Z. Metallkde, Bd. 71 (1980) 765-769
- [3] Köster W., Gödecke T., *Physikalische Messungen an Eisen-Aluminium-Legierungen mit 10 bis 50 At.-% Al*, Z. Metallkde, Bd. 72 (1981) 569-573
- [4] Köster W., Gödecke T., *Physikalische Messungen an Eisen-Aluminium-Legierungen mit 10 bis 50 At.-% Al*, Z. Metallkde, Bd. 73 (1982) 111-114
- [5] Inden G., Pepperhoff W., *Experimental Study of the Order-Disorder Transition in bcc Fe-Al Alloys*, Z. Metallkde, Bd. 81 (1990) 770-773
- [6] Kubashevski O., *Iron binary phase diagrams*, Springer - Verlag, Berlin 1982
- [7] Palm M., *Concepts derived from phase diagram studies for strengthening of Fe-Al-based alloys*, Intermetallics 13 (2005) 1286
- [8] Chang Y.A., Pike L.M., Liu C.T., Bilbery A.R., Stone D.S., *Correlation of the hardness and vacancy concentration in FeAl*, Intermetallics 1 (1993) 107-115
- [9] Morris D.G., Joye J.C., Leboeuf M., *Hardening and strain - ageing by vacancies and their aggregates in FeAl*, Philosophical Magazine A69 (1994) 961-980
- [10] Baker I., Munroe P. R., *Mechanical properties of FeAl*, International Materials Reviews 42 (1997) 181
- [11] George E.P., Baker I., *Thermal vacancies and the yield anomaly of FeAl*, Intermetallics 6 (1998) 759
- [12] Yang Y., Baker I., *The influence of vacancy concentration on the mechanical behavior of Fe-Al*, Intermetallics 6 (1997) 167
- [13] Morris M.A., George O., Morris D.G., *Vacancies, vacancy aggregates and hardening in FeAl*, Mat. Sci. Eng. A258 (1998) 99-107
- [14] Deevi S.C., Sikka V.K., Inkson B.J., Cahn R.W., *Effect of the boron on the vacancy hardening of FeAl*, Scripta Materialia 36 (1997) 899

-
- [15] Fraczekiewicz A., Gay A.S., Biscondi M., *On the boron effect in FeAl (B2) intermetallics alloys*, Mat. Sci. Eng. A258 (1998) 108
- [16] Li D., Liu Y., Shan A., Lin D., *The Mechanical Properties of Fe-36,5Al and its Cr or Ti Containing Alloys at Elevated Temperature*, Mat. Research Society Symp., (1995) 364
- [17] Kumar K.S., Lixin Pang, *Effect of temperature and strain rate on the mechanical properties of Fe-40Al-0.6C*, Mat. Sci. Eng. A258 (1998) 153-160
- [18] Radhakrishna A., Baligidad R. G., Sarma D. S., *Effect of carbon on structure and properties of FeAl based intermetallic alloy*, Scripta Mater. 45(2001) 1077-1082
- [19] Jung I., Sauthoff G., *High temperature deformation behaviour of the perovskite-type phases Fe₃AlC and Ni₃AlC*, Z. Metallkde, Bd. 89 (1989) 490-496
- [20] Sundar R.S., Deevi S.C., *Effect of carbon addition on the strength and creep resistance of FeAl alloys*, Metallurg. and Mater. Trans., 34A (2003) 2233-2246
- [21] Reimann U., Sauthoff G., *Effect of deviations from stoichiometry on the deformation behaviour of FeAl at intermediate temperatures*, Intermetallics 7 (1999) 437-445
- [22] Nazmy M.Y., in *Physical Metallurgy and Processing of Intermetallics Compounds*, eds. Stoloff N.S., Sikka V.K. (1994) 95-115
- [23] Morris D.G., Munoz-Morris M.A., Chao J., *Development of high strength, high ductility and high creep resistant iron aluminide*, Intermetallics 12 (2004) 821
- [24] Zhang W.J., Sundar R.S., Deevi S.C., *Improvement of the creep resistance of FeAl-based alloys*, Intermetallics 12 (2004) 893-897
- [25] Prakash U., Sauthoff G., *Machinable iron aluminides containing carbon*, Scripta Mater. 44 (2001) 73-78
- [26] Cohron J.W., Lin Y., Zee R.H., George J.P., *Room temperature mechanical behavior of FeAl: effect of stoichiometry, environment, and boron addition*, Acta mater. 46 (1998) 6245-6256
- [27] Sikka V. K., *Processing, Properties and Applications of Iron Aluminides*, TSM (1994)

- [28] Kratochvíl P., Pospíšil D., Rous S., Forster Z., Eckstein J., *Lité výrobky ze slitin na bázi FeAl, struktura a vlastnosti*, Hutnické listy č. 1-3 (2001) 25-29
- [29] Pospíšil D., nepublikované výsledky
- [30] Pluhař J., *Karbidické žáruvzdorné slitiny železa a hliníku*, in Problémy a výhledy našeho slévárenství, SNTL Praha 1989, 61-75
- [31] Swan P. R., Duff W.R. and Fisher R.M., *The Electron Metallography of Ordering Reactions in Fe-Al Alloys*, Metal. Trans. 3 (1972) 409
- [32] Okamoto H. and Beck P. A., *Phase Relationships in the Iron-Rich Fe-Al Alloys*, Metal. Trans. 2 (1971) 569
- [33] Veles P., *Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov*, 2. vydání, ALFA Bratislava, 1989
- [34] Habig K.H., *Verschlies und Härte von Werkstoffen*, München, 1980
- [35] Pluhař F., M. Vyklický, Výzkumné zprávy SVÚM, Praha, z let 1954 - 1958
- [36] Pluhař F., M. Vyklický, *Vlastnosti žáruvzdorné slitiny ČSN 42 2484 (Pyroferal) a její použití*, in Technické zprávy 189 MTS, 1959
- [37] Schneider A., Falat L., Sauthoff G. and Frommeyer G.: *Microstructures and mechanical properties of Fe₃Al-based Fe-Al-C alloys*, Intermetallics 13 (2005) 1
- [38] Palm M. and Inden G., *Experimental determination of phase equilibria in the Fe-Al-C system*, Intermetallics 3 (1995) 443
- [39] Whittenberger J.D., *The influence of grain size and composition on slow plastic flow in FeAl between 1100 and 1400 K*, Mat. Sci. Eng. 77 (1986) 103
- [40] Montealegre M. A., Muñoz-Morris M. A.,Gonzáles-Carrasco J. L.,Morris D. G., *The influence of grain size and dispersoidson the quench hardening of a mechanically alloyed Fe-40Al intermetallic*, Scr. Mat. 44 (2001) 2673-2679
- [41] Garcia Oca C., Morris D. G., Muñoz-Morris M. A., *The role of carbon and vacancies in the quench hardening and age softeningof a Fe-40Al-C alloy*, Sc. Mat. 44 (2001) 561-568

- [42] Morris D. G., Muñoz-Morris M. A., Requejo L. M., *New iron aluminium alloy with thermally stable coherent intermetallic nanoprecipitates for enhanced high-temperature creep strength*, Acta Mat. 54 (2006) 2335-2341
- [43] Cieslar M., Karlík M., *Carbide formation in carbon containing Fe₃Al-based alloys*, nepublikované výsledky (2006)
- [44] Nishida, K., *A Study of Fe-Al-C Alloys*, Hokkaido Daigaku Kogakubu Kenkyu Hokoku 48 (1968) 71-108
- [45] Whittenberger J. D., Nathal M. V., Gaydosh D. J., *Compressive and tensile creep in Fe-40Al-0.1Zr-0.4B at 1100 K*, Intermetallics 2 (1993) 193-200
- [46] Jimenez J. A. and Frommeyer G., *Creep behavior of intermetallic Fe-Al and Fe-Al-Cr alloys*, Mat. Sci. Eng., A220 (1996) 93-99
- [47] Sundar R. S., Deevi S. C., *High temperature strength and creep resistance of FeAl*, Mat. Sci. Eng., A 357 (2003) 124-133

PŘÍLOHA

FA0,8C 600°C	Standardy							
	FeAl		Fe ₃ Al		Fe ₃ AlC _{0.5}		Fe ₃ AlC	
d(hkl) [Å]	d(hkl) [Å]	h k l	d(hkl) [Å]	h k l	d(hkl) [Å]	h k l	d(hkl) [Å]	h k l
					3,77	1 0 0	3,780	1 0 0
			3,3441	1 1 1				
2,9149	2,9100	1 0 0	2,8961	2 0 0				
					2,666	1 1 0	2,673	1 1 0
2,1727					2,177	1 1 1	2,182	1 1 1
2,0554	2,0580	1 1 0	2,0478	2 2 0				
1,8809					1,885	2 0 0	1,890	2 0 0
			1,7464	3 1 1				
					1,686	2 1 0	1,690	2 1 0
1,6770	1,6800	1 1 1	1,6720	2 2 2				
							1,543	2 1 1
1,4536	1,4550	2 0 0	1,4480	4 0 0				
1,3290			1,3288	3 3 1	1,332	2 2 0	1,336	2 2 0
1,2986	1,3010	2 1 0	1,2951	4 2 0				
1,1844	1,1880	2 1 1	1,1823	4 2 2				
			1,1147	5 1 1				
1,1327					1,136	3 1 1	1,139	3 1 1
1,0248	1,0280	2 2 0	1,0239	4 4 0				
0,9171	0,9202	3 1 0	0,9158	6 2 0				

max reflexe od matrice

Fe₃AlC_{0.5}

Tab.9: Tabulka reflexí pro vzorek FA0,8C (slitina E) žíhaný při 600°C /100h.

FA1,7C 600°C	Standardy							
	FeAl		Grafit		Fe ₃ AlC _{0.5}		Fe ₃ AlC	
d(hkl) [Å]	d(hkl) [Å]	h k l	d(hkl) [Å]	h k l	d(hkl) [Å]	h k l	d(hkl) [Å]	h k l
	2,9100	1 0 0						
					2,666	1 1 0	2,673	1 1 0
2,3624								
2,2735								
2,1836					2,177	1 1 1	2,182	1 1 1
2,1444			2,1312	1 0 0				
2,0544	2,0580	1 1 0						
			2,0312	1 0 1				
1,8951							1,890	2 0 0
					1,885	2 0 0		
			1,7988	1 0 2				
					1,686	2 1 0	1,690	2 1 0
	1,6800	1 1 1	1,6770	0 0 4				
			1,5427	1 0 3			1,543	2 1 1
1,4544	1,4550	2 0 0						
			1,3179	1 0 4	1,332	2 2 0	1,336	2 2 0
1,2988	1,3010	2 1 0						
1,2350			1,2305	1 1 0				
							1,260	2 2 1
							1,195	3 1 0
1,1850	1,1880	2 1 1						
			1,1552	1 1 2				
			1,1353	1 0 5	1,136	3 1 1	1,139	3 1 1
			1,1180	0 0 6			1,091	2 2 2
					1,088	2 2 2		
1,0264	1,0280	2 2 0						

max reflexe od matrice

Fe₃AlC_{0.5}

Grafit

nepřiřazené reflexe

Tab. 10: Tabulka reflexí pro vzorek FA1,7C (slitina F) žíhaný při 600°C /100h.

FA1,7C 1100°C	Standardy							
	FeAl		Grafit		Fe ₃ AlC _{0.5}		Fe ₃ AlC	
d(hkl) [Å]	d(hkl) [Å]	h k l	d(hkl) [Å]	h k l	d(hkl) [Å]	h k l	d(hkl) [Å]	h k l
2,8985	2,9100	1 0 0						
					2,666	1 1 0	2,673	1 1 0
2,4124								
					2,177	1 1 1	2,182	1 1 1
			2,1312	1 0 0				
2,0643	2,0580	1 1 0						
2,0513			2,0312	1 0 1				
1,9786								
1,8918					1,885	2 0 0	1,890	2 0 0
			1,7988	1 0 2				
					1,686	2 1 0	1,690	2 1 0
1,6735	1,6800	1 1 1	1,6770	0 0 4				
							1,543	2 1 1
1,5139			1,5427	1 0 3				
1,4545	1,4550	2 0 0						
1,3288					1,332	2 2 0	1,336	2 2 0
1,3006	1,3010	2 1 0	1,3179	1 0 4				
			1,2305	1 1 0			1,260	2 2 1
							1,195	3 1 0
1,1829	1,1880	2 1 1						
1,1551			1,1552	1 1 2				
			1,1353	1 0 5	1,136	3 1 1	1,139	3 1 1
			1,1180	0 0 6	1,088	2 2 2	1,091	2 2 2
1,0255	1,0280	2 2 0						

max reflexe od matrice

Fe₃AlC_{0.5}

Grafit

nepřiřazené reflexe

Tab. 11: Tabulka reflexí pro vzorek FA1,7C žitý při 1100°C /8h.

FA1.9C	Standardy					
	FeAl		Grafit		Al ₄ C ₃	
d(hkl) [Å]	d(hkl) [Å]	h k l	d(hkl) [Å]	h k l	d(hkl) [Å]	h k l
			3,354	0 0 2		
2,8957	2,9100	1 0 0			2,8722	1 0 1
2,8148					2,8169	0 1 2
2,1378			2,1312	1 0 0	2,1217	0 1 8
2,0486	2,0580	1 1 0	2,0312	1 0 1	2,0819	0 0 12
			1,7988	1 0 2		
	1,6800	1 1 1	1,6770	0 0 4		
			1,5427	1 0 3		
1,4504	1,4550	2 0 0				
			1,3179	1 0 4		
	1,3010	2 1 0				
			1,2305	1 1 0		
1,1846	1,1880	2 1 1	1,1552	1 1 2		
			1,1353	1 0 5		
1,0706			1,1180	0 0 6		
1,0258	1,0280	2 2 0				

max reflexe od matrice

Al₄C₃

FA1.9C 1100°C	Standardy					
	FeAl		Grafit		Al ₄ C ₃	
d(hkl) [Å]	d(hkl) [Å]	h k l	d(hkl) [Å]	h k l	d(hkl) [Å]	h k l
3,3267			3,354	0 0 2		
	2,9100	1 0 0			2,8722	1 0 1
					2,8169	0 1 2
			2,1312	1 0 0	2,1217	0 1 8
2,0497	2,0580	1 1 0	2,0312	1 0 1	2,0819	0 0 12
			1,7988	1 0 2		
1,6708	1,6800	1 1 1	1,6770	0 0 4		
	1,4550	2 0 0	1,5427	1 0 3		
1,2909	1,3010	2 1 0	1,3179	1 0 4		
1,1862	1,1880	2 1 1	1,2305	1 1 0		
			1,1552	1 1 2		
			1,1353	1 0 5		
	1,0280	2 2 0	1,1180	0 0 6		

max reflexe od matrice

Grafit

Tab. 12: Tabulka reflexí pro vzorek FA1,9C (slitina G) nežíhaný.

Tab. 13: Tabulka reflexí pro vzorek FA1,9C (slitina G) žíhaný při 1100°C/8h.