

## STANOVENÍ ÚROVNĚ ZBYTKOVÝCH NAPĚTÍ NA JEDNOTLIVÝCH FÁZÍCH DUPLEXNÍ OCELI ZA ÚČELEM ZVÝŠENÍ ŽIVOTNOSTI ROTAČNÍCH DYNAMICKY NAMÁHANÝCH SOUČÁSTÍ

Jiří Čapek<sup>1</sup>, Kamil Kolařík<sup>1</sup>, Libor Beránek<sup>2</sup>, Alexey Molotovnik<sup>2</sup>, Nikolaj Ganev<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Katedra inženýrství pevných látek, Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská, České vysoké učení technické v Praze

<sup>2</sup>Ústav technologie obrábění, projektování a metrologie, Fakulta strojní, České vysoké učení technické v Praze  
capekjir@fffi.cvut.cz

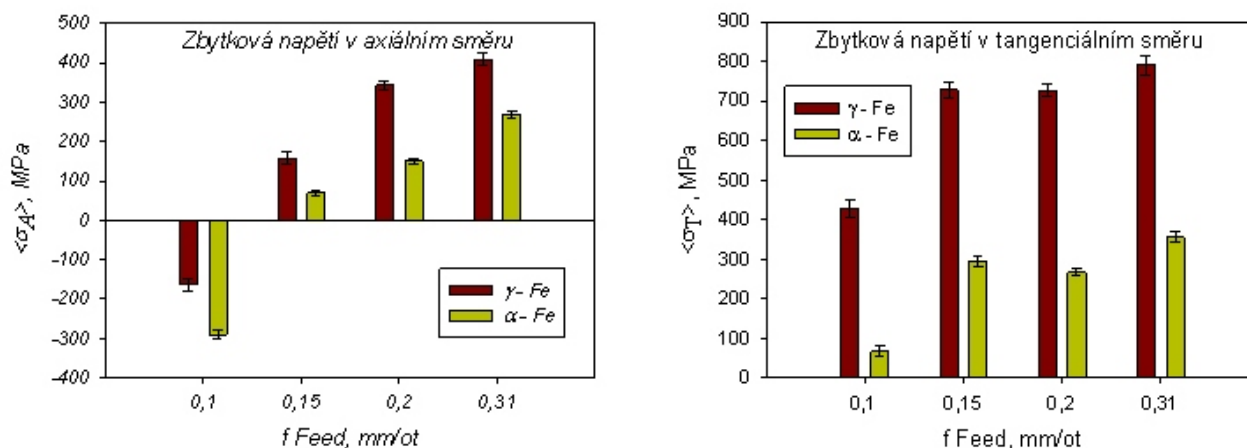
Trikantér je mechanické zařízení, jež je založeno na odstředivém oddělování tří smíchaných složek, z nichž dvě jsou kapalné, a jedna je pevná. Trikantér v mobilním provedení musí splňovat specifické požadavky a umožňovat také použití zařízení v terénu bez elektrické energie, při rychlých likvidacích ekologických zátěží (oddělování vody, ropných látek a pevných částic). Jádro zařízení je samozřejmě možné používat i ve stabilním provedení pro čističky vod a v průmyslu. V současnosti je finální oddělování řešeno výhradně na stabilních zařízeních, což v kritických situacích zásadně omezuje použití technologie třídění. Vývoj mobilního trikantéru výrazně zlepšil možnosti ekologického nakládání se surovinami a současně rozšířil možnost likvidace lokálních ekologických zátěží např. ve formě „lagun“.

Snahou při vývoji trikantéru je dosáhnout co nejdelší životnosti jednotlivých komponent jak vhodnou volbou polotovaru materiálu a jeho finální povrchové úpravy, tak i snížením hmotnosti rotačních napě ově namáhaných komponent. Díky těmto opatřením by mělo dojít ke zvýšení účinnosti čištění za současného snížení energetické náročnosti procesu. Jedním z hlavních parametrů, který je vyžadován po zavedení nové konstrukce je mimo její geometrické přesnosti, drsnosti povrchu nově vzniklé funkční plochy, také stav zbytkové napjatosti. Ten má přímý vliv na procesy vzniku a šíření trhlin či na korozní odolnost povrchu nejvíce namáhaného jak odstředivými silami, tak i abrazivními a chemickými účinky čištěného media. V tomto případě mechanicky ovlivněných vrstev

nově vzniklého funkčního povrchu je rentgenografická tenzometrická analýza polykrystalických materiálů spolu s dalšími difrakčními metodami, např. stanovením fázového složení, vhodným nástrojem k popisu takto modifikovaného polykrystalického materiálu.

Z hlediska vynikajících vlastností souvisejících s reálnou strukturou je v tomto příspěvku analyzována duplexní nerezavějící ocel (duplex stainless steel - DSS), což je dvoufázová slitina feritu ( $\alpha$ -Fe; kubická prostorově centrovaná mřížka) a austenitu ( $\gamma$ -Fe; kubická plošně centrovaná mřížka) s hmotnostním zastoupením cca 50:50. DSS má odolnost vůči korozi v mnoha prostředích vyšší než standardně používané austenitické oceli. Vysoký obsah chromu chrání ocel v oxidačních kyselinách, zatímco molybden a nikl ve slabě redukčních kyselinách. Vysoký obsah chromu, molybden a dusíku vede ke zvýšení odolnosti vůči tzv. důlkové a šterbinové korozi. DSS obsahující více jak 40 % feritické fáze je v prostředí bohatém na chlor odolnější vůči koroznímu praskání než austenitická ocel. Ferit je ovšem náchylný k tvoření hydridů ve tvaru vloček, proto DSS nemají vysokou rezistenci vůči vodíku, který může způsobit tzv. vodíkovou křehkost [1].

Mechanické vlastnosti jsou u DSS také mimořádné. V první řadě ořezová síla je u DSS vyšší a mez kluzu je minimálně dvojnásobná v porovnání se standardní austenitickou ocelí, např. 316L (1.4404) [2]. Díky tomu lze použít při konstrukci méně materiálu. Nebezpečí ovšem



**Obrázek 1.** Makroskopická zbytková napětí v axiálním ( $\sigma_A$ ) a tangenciálním ( $\sigma_T$ ) směru feritické ( $\alpha$ -Fe) i austenitické ( $\gamma$ -Fe) fáze v závislosti na rychlosti posuvu řezného nástroje  $f$ .



nastává při použití nad 300 °C, kde se začíná projevovat křehkost feritu. Další nevýhoda DSS tkví v obratelnosti – DSS jsou náchylné k mechanickému zpevnění, tzn. lokálním změnám mechanických vlastností povrchových vrstev. Takové změny, např. tvrdosti, mohou vést až k vibracím nástroje při obrábění konečné součásti, jež způsobují další nehomogenity v materiálu a otupění nástroje [2].

Kvalitativně i kvantitativně vedou různé skluzové systémy obou fází v DSS k rozdílnému chování jednotlivých fází během deformace [3, 4]. Navíc austenit má vyšší hodnotu tepelné roztažnosti oproti feritu. Popis chování obou fází během deformace, kde austenit je obecně plastičtější, je velmi složitý. Tento příspěvek je ovšem zaměřen pouze na deformace v povrchových vrstvách materiálu.

Zkušební vzorek byl vyroben z Cr-Ni-Mo-N austeniticko-feritické nerezavějící oceli (1.4470; GX2CrNiMoN22). Povrch vzorku byl obroben různými rychlostmi posuvu nástroje, tj. 0,1; 0,15; 0,2 a 0,31 mm/ot., při konstantní

hloubce řezu 0,5 mm a řezné rychlosti 155 m/min. Zbytková napětí bývají stanovena v technické praxi mechanickými metodami na základě celkové deformace tělesa po porušení napěťové rovnováhy. Tento přístup popisuje těleso jako celek, ale již nezohledňuje degradační procesy, které vznikají samostatně v jednotlivých krystalografických složkách. Rtg difrakcí byla zbytková napětí stanovena v obou fázích. Měřeny byly roviny  $\{211\}$  feritické fáze pomocí CrK záření a roviny  $\{311\}$  austenitické fáze při použití MnK záření.

Výsledná makroskopická zbytková napětí (residual stresses – RS) obou fází jsou na obr. 1. Je zřejmé, že závislost RS na rychlosti posuvu nástroje je pro obě fáze rostoucí. RS feritické fáze vykazují nižší hodnoty v porovnání s austenitickou fází. Z těchto výsledků a s ohledem na nutnost co nejnižších zbytkových napětí na povrchu materiálu lze konstatovat, že vhodnou finální povrchovou úpravou je obrábění s malou rychlostí posuvu nástroje.

S12

## STUDY OF TEXTURE OF METAGABRO MYLONITE BY NEUTRON DIFFRACTION

M. Kučeráková, S. Vratilav, L. Kalvoda

*Department of Solid State Engineering, Faculty of Nuclear Sciences and Physical Engineering, Czech Technical University in Prague, Břehová 7, 115 19, Prague*

Neutron diffraction was used to investigate the crystallographic preferential orientation and structure parameters of samples of metagabro mylonite collected from the eastern part of the metagabro sheet at the Stare Mesto belt, Bohemia Massif, Czech Republic.

Two specimen types were prepared and investigated: a powder specimen used to refine the lattice parameters of the constituting minerals, and spherical samples (50±0.1 mm in diameter) for texture analysis. The experiments were performed on the KSN-2 neutron diffractometer and collected data were processed by software package GSAS [1].

Data recorded with powder specimens prepared by milling the sampled rocks were used to refine the structure parameters of plagioclase (labradorite structure, triclinic space group  $C-1$ ) and amphibole (monoclinic space group  $C2/m$ ). For both mineral phases, the values of lattice parameters obtained from measurements with powder specimens agree with the expected model (Table 1) [2].

Activation of (001)[010] and (001)[-170] slip systems occur for plagioclase plastic deformation of ultramylonite. For the amphibole rich sample activation of (-201)[010] slip system is assumed.

Dominant slip system (100)[001] typical for amphibole was found only for ultramylonite sample.

**Table 1.** Calculated lattice parameters.

	plagioclase	amphibole
a [nm]	8.154(3)	9.837(4)
b [nm]	12.82(5)	18.01(3)
c [nm]	7.104(2)	5.296(6)
[°]	93.55(6)	90
	116.18(7)	105.00(5)
	89.77(5)	90

1. A. C. Larson, R. B. Von Dreele, General Structure Analysis System (GSAS) (Report LAUR 86-748). Los Alamos, New Mexico: Los Alamos National Laboratory, 1997.
2. F. C. Hawthorne, *Amphiboles: Crystal Chemistry, Occurrence, and Health Issues*. in: Reviews in Mineralogy vol. 9A, edited by D. R. Veblen (Chantilly: Mineralogical Society of America), chapter 1, 1981, pp 91.

## IN-SITU XRD ANALYSIS OF NITINOL UNDER TENSILE STRESS

Martin Dudr<sup>1</sup>, Jan Drahokoupil<sup>1,2</sup>, Luděk Heller<sup>3</sup><sup>1</sup>Department of Solid State Engineering, FNSPE, CTU in Prague, Břehová 7, 115 19 Prague<sup>2</sup>Department of Advanced Structural Materials, Institute of Physics, CAS, Na Slovance 1999/2  
182 21 Praha 8<sup>3</sup>Department of Functional Materials, Institute of Physics, CAS, Na Slovance 1999/2  
182 21 Praha 8

dudrmart@fffi.cvut.cz

Shape Memory Alloys are intermetallic alloys possessing both the properties of *shape memory* and *superelasticity*, which are bound together by a common cause – diffusionless phase transformation called the *martensitic transformation*. Shape memory effect is to be observed as a recovery of shape after *apparent permanent deformation* (executed below certain temperature) when heated above certain temperature. Superelasticity (also called pseudo-plasticity) allows the material to be *apparently elastically deformed* in an extent of units of per cent in an environment of sufficiently high temperature.

In the case of nitinol (see below) the martensitic transformation can be thermally-induced or stress-induced. Parent phase of martensitic transformation (also called *austenite*) is stable at higher temperatures (lower stresses) and possesses higher symmetry than the daughter phase (so called *martensite*), which is stable at lower temperatures (higher stresses).

*Nitinol* is a commercial term for a shape memory alloy based on Ni-Ti in near-equiatomic ratio, commonly comprised also of various other components in minor amounts destined to enhance required thermo-mechanical properties of a given alloy. Its austenitic phase possesses cubic B2 structure (also termed as CsCl structure - space-centered cubic with atoms of one kind in vertices and of the other in the centre) with space group  $Pm\bar{3}m$ . The martensite possesses monoclinic structure B19' with space group  $P2_1m$ .

A series of XRD measurements during different tensile loads on nitinol wire of diameter 0.15 mm were carried out at PANalytical diffractometer at Institute of Physics, CAS equipped with Co anode. A non-standard setting with parabolic mirror in primary beam and X'Celerator detector in diffracted beam was used for reason of intensity. The wire was in the room temperature in the austenitic

phase and was installed in a small tensioning device in the axis of goniometer. The tensioning device enabled to measure current tensile stress and manually set the prolongation. The measurements covered tensile stresses corresponding to austenite, the transformation and martensite, with several measurements being carried out in each phase. However, only the data for austenite were analysed and are reported in this paper (8 measurements between 20 – 586 MPa). An example of measured profile (200 MPa) for austenite is in Figure 1, for martensite (1015 MPa) in Figure 2.

The precise alignment of the sample in diffractometer was complicated by limited possibilities of homemade manipulator of tensioning device.

TOPAS software was used for the data analysis. The Rietveld analysis was supplemented by single line fitting.

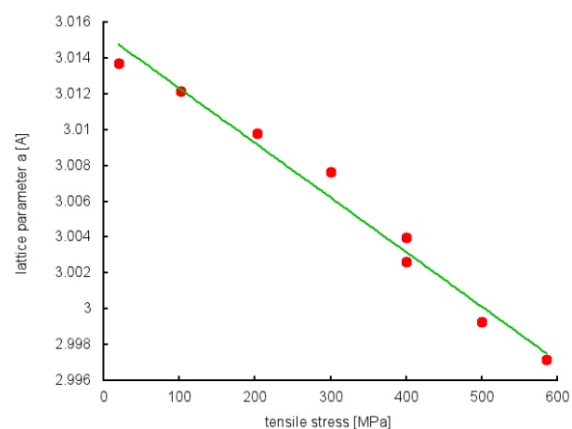


Figure 3. Development of lattice parameter  $a_0$  during tensile loading.

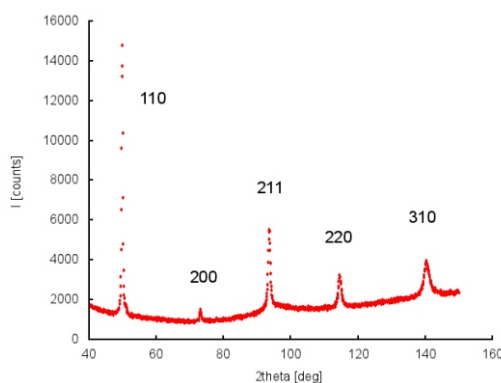


Figure 1. Measured profile for NiTi austenite under tensile stress 200 MPa.

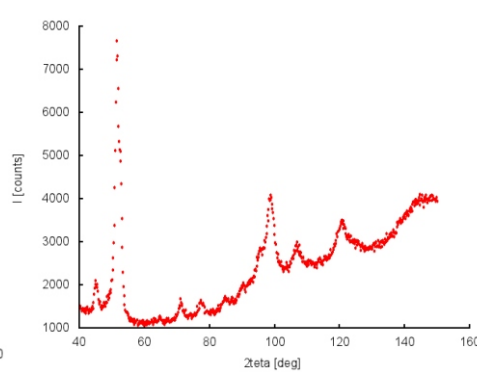


Figure 2. Measured profile for NiTi martensite under tensile stress 1015 MPa.

Rietveld analysis provided: the lattice parameter  $a_0$ , volume weighted crystallite size  $L_{VOL}$ , and microstrains  $e_0$ . The single line fitting was testing to analyse the crystallographic dependence of studied parameters. The Figure 3 shows the development of lattice parameter obtained by Rietveld refinement of austenitic phase as function of tensile stress.



S14

## DETERMINATION OF THE THERMAL EXPANSION COEFFICIENTS OF RARE-EARTHS SCANDATES BY X-RAY DIFFRACTION

P. Veřtát<sup>1</sup>, J. Drahokoupil<sup>2</sup>

<sup>1</sup>*Department of Solid State Engineering, FNSPE CTU in Prague, Trojanova 13, 120 00, Prague 2,*

<sup>2</sup>*Department of Advanced Structural Materials, Institute of Physics AS CR, Na Slovance 2, 182 21 Prague 8, vertapet@fjfi.cvut.cz*

The evolution on the field of advanced electronics is based on the intensive research of new materials with special electric and magnetic features. Great example of these materials is the group of the rare-earth orthosclandates belonging to the materials with the perovskite structure. These materials can be used e.g. as the substrate for the epitaxial thin films of the other perovskites, which may lead to their stronger ferroelectric behaviour and higher paraelectric transition temperature [1].

In our work we focus on the determination of the linear thermal expansion coefficients of rare-earth scandates  $\text{SmScO}_3$ ,  $\text{TbScO}_3$  and  $\text{DyScO}_3$  from monocrystalline samples by X-ray diffraction. Measurements on the monocrystals are extremely useful because this is the form in which the materials are applied. Lattice parameters of the samples were determined at different temperatures using the Panalytical X'Pert Pro diffractometer. For temperature regulation the Peltier module has been used allowing us to study the samples in the temperature interval from 25 °C to cca 70 °C.

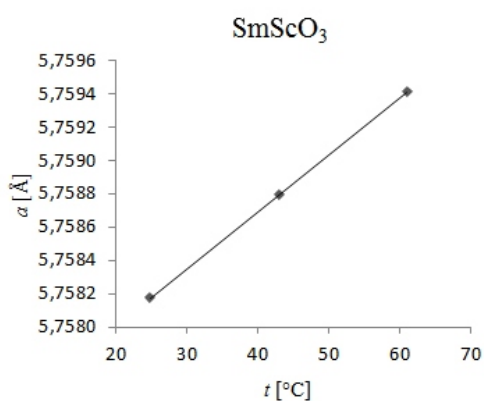
To obtain precise data a new diffraction profile fitting program based on more complex and realistic knowledge of the X-ray emission spectra [2] has been created.

Determined thermal expansion coefficients of the samples are shown in Table 1 in comparison with the known values of already measured rare-earth orthosclandates from polycrystalline measurements (text in italics). Expected linearity in the measured data has been observed (example shown in fig. 1, 2) showing that linear thermal expansion coefficients are sufficient enough to describe behaviour of these materials in our temperature intervals.

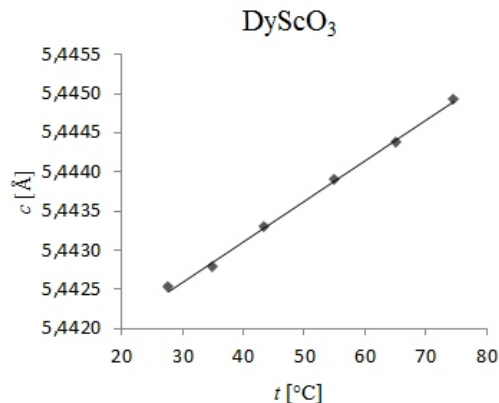
1. K. J. Choi, M. Biegalski, Y. L. Li, A. Sharan, J. Schubert, R. Uecker, P. Reiche, Y. B. Chen, X. Q. Pan, V. Gopalan, L. Q. Chen, D. G. Schlom, and C. B. Eom, *Science*, **306**, (2004), pp. 1005-1009.
2. G. Hölzer, M. Fritsch, M. Deutsch, J. Härtwig, E. Förster, *Physical Review A*, **56**, (1997), pp. 4554-4568.
3. M.D. Biegalski, J.H. Haeni, S. Trolier-McKinstry, D.G. Schlom, C.D. Brandle and A.J. Ven Graitis, *Journal of Materials Research*, **20**, (2005), pp. 952-958.

**Table 1.** Linear thermal expansion coefficients of the rare-earth orthosclandates.

lattice parameter\ [ $10^{-6}\text{K}^{-1}$ ]	$\text{SmScO}_3$	<i>GdScO<sub>3</sub> [3]</i>	$\text{TbScO}_3$	$\text{DyScO}_3$	<i>DyScO<sub>3</sub> [3]</i>
a	5.9	<i>5.9</i>	6.7	5.7	<i>5.7</i>
b	8.3	<i>11.5</i>	7.8	8.0	<i>8.6</i>
c	9.6	<i>14.5</i>	8.4	9.5	<i>11.0</i>



**Figure 1.** Observed linear trend for the thermal expansion of the lattice parameter  $a$  in  $\text{SmScO}_3$ .



**Figure 2.** Observed linear trend for the thermal expansion of the lattice parameter  $c$  in  $\text{DyScO}_3$ .

S15

## HIGH TEMPERATURE X-RAY POWDER DIFFRACTION AS A TOOL FOR MONITORING OF THERMALLY INDUCED TRANSFORMATION OF $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> IN VARIOUS ATMOSPHERES

J. Kašlík, O. Malina, I. Medřík, J. Filip, R. Zbořil

*Regional Centre of Advanced technologies and Materials, Departments of Experimental Physics and Physical Chemistry, Faculty of Science, Palacký University Olomouc, 17. listopadu 1192/12, 771 46 Olomouc, Czech Republic  
josef.kaslik@upol.cz*

Iron oxide nanomaterials became one of the most studied materials up to date due to their significantly different properties comparing to their bulk counterparts. Generally, four crystalline form of iron(III) oxide exist exhibiting different crystallographic and magnetic properties. We present thermally induced solid state transformations of one of the rare iron(III) oxide polymorph, i.e.,  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, by view of high temperature X-ray powder diffraction. All transformation experiments were performed in very similar conditions (i.e., temperature increment, gas pressure) with only difference in exchange of reaction gases. Gases were chosen to represent oxidative, inert, and reductive atmospheres (i.e., synthetic air, CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>). Transformation in the oxidative atmosphere of synthetic air led directly to creation of the most stable iron(III) oxide polymorph, i.e., hematite, in temperature range 680 – 760 °C. Transformation per-

formed in carbon dioxide atmosphere led to creation of magnetite via hematite at temperature range 475 – 700 °C. Transformation scheme of experiment performed in nitrogen atmosphere, which is considered as inert, was more complicated and transformation via two intermediates (i.e., hematite and magnetite) led to final product identified as wustite, which was created between 800 and 900 °C. In these experiments, all intermediates and final products were investigated at room temperature by view of X-ray powder diffraction and Mössbauer spectroscopy to confirm the phase composition and iron ions state. Reductive atmosphere of hydrogen led to creation of metallic iron as expected due to the nature of reducing gas.

*The authors gratefully acknowledge the financial support by Internal IGA grant of Palacký University Olomouc, Czech Republic (IGA\_PrF\_2015\_017).*

S16

## STUDIA STRUKTURY HEUSLEROVÝCH SLITIN POMOCÍ RENTGENOVÝCH METOD

Petr Cejpek<sup>1</sup>, Václav Holý<sup>1</sup>, Jan Endres<sup>1</sup>, Oleg Heczko<sup>2</sup>, Lukáš Horák<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Katedra fyziky kondenzovaných látek, Matematicko-fyzikální fakulta UK, Ke Karlovu 5, 121 16 Praha 2

<sup>2</sup>Fyzikální ústav AV ČR, v. v. i., Na Slovance 1999/2, 182 21 Praha 8

petr.cejpek@centrum.cz

Heuslerovy slitiny jsou v poslední době studovány pro svou škálu zajímavých vlastností – a už magnetických či elektronických. Tyto vlastnosti podstatně závisí na krystalové struktuře. Jako zástupci pro studium struktury byly zvoleny série vzorků Mn<sub>2</sub>Co<sub>1-x</sub>Rh<sub>x</sub>Sn a slitina Ni<sub>2</sub>MnGa.

První jmenovaná sloučenina byla studována pomocí práškové difrakce na čarách CoK a CuK a metodou EXAFS. Z práškové difrakce vyplývá, že struktura prochází tetragonální distorzi přibližně okolo  $x = 0.3$  obsahu Rh. V Heuslerových slitinách se může vyskytovat několik typů okupačního nepořádku (popsané například v [1]). Některé z nich se dají vyloučit díky absenci specifických difrakcí v práškovém záznamu. Nepořádek byl studován fitováním integrálních intenzit z práškových záznamů a fitování EXAFSových dat změřených na absorpční hraně CoK a MnK. EXAFS ukazuje, že uvažování okupačního nepořádku je nezbytné ke správnému zpracování dat. Fit bez nepořádku totiž vede k velké kontrakci mřížových parametrů, což není fyzikálně možné

(prášková difrakce byla znovu změřena po EXAFSovém měření a mřížové parametry se nemění).

Druhý vzorek, Ni<sub>2</sub>MnGa, je členem slitin s tvarovou pamětí a jeho struktura může být dobře modifikována drobnými změnami v kompozici. Doposud byla struktura Ni<sub>2</sub>MnGa studována většinou práškovou difrakcí [2], naše studie naproti tomu probíhaly na monokrystalickém vzorku. Složení našeho vzorku bylo určeno pomocí EDX jako Ni<sub>50.1</sub>Mn<sub>28.4</sub>Ga<sub>21.5</sub>. Z měření vyplývá že základní struktura našeho vzorku je monoklinní, která se však nepříliš liší od tetragonální. Ví se [3], že Ni<sub>2</sub>MnGa může vytvářet dvojčatovou strukturu. Přítomnost dvojčatových domén byla potvrzena monokrystalickou difrakcí. Z výsledků vyplývá, že ve vzorku existuje modulovaná 10M struktura, protože se v záznamu objevila satelitní maxima, kterým jsme přiřadili neceločíselné indexy. Tato modulace může být popsána harmonickou vlnou, jejíž koeficienty jsme získali fitováním integrálních intenzit. Na vzorku byla rovněž změřena difrakce za vysokých teplot. Přechod do vysokoteplotní austenitické fáze vykazuje