



5/ Textura vzorku feroelektrického kapalného krystalu s modulací uspořádání molekul ve smektických vrstvách, zviditelněná v polarizačním mikroskopu. Šířka obrázku je 0,18 mm.

technické aplikace, jednak mají poměrně vzácné fáze se spontánním rozvíjením spirálové nesouměřitelné struktury. V oblasti teplot s rozvinutou spirálovou strukturou byla objevena prostorová modulace uspořádání molekul ve vrstvách (obr. 5), [E. Gorecka, M. Glogarová, L. Lejček, H. Sverenyák, Phys. Rev. Lett., **75**, 4047 (1995)] teoreticky předpověděná De Gennesem roku 1993. Charakterizaci nových látek se věnoval zejména Alexej Bubnov, který se po ukončení doktorského studia stal stálým pracovníkem oddělení.

Další výzkum kapalných krystalů byl významně posílen příchodem Vladimíry Novotné, která už měla zkušenosti z předchozího studia pevných krystalických feroelektrik. Náš zájem se soustředil na výzkum antiferoelektrických kapalných krystalů, objevených v r. 1989 v Japonsku. Ve spolupráci s Varšavskou univerzitou jsme studovali směsi feroelektrických a antiferoelektrických materiálů, u nichž byla zjištěna tzv. frustrovaná fáze složená

z nanoklastrů obou fází [E. Gorecka, D. Pocięcha, M. Glogarová, J. Mieczkowski, Phys. Rev. Lett., **81**, 2946 (1998)]. V oddělení chemie se podařilo syntetizovat novou sérii antiferoelektrických kapalných krystalů, z nichž některé vykazují vzácnou, tzv. re-entrantní feroelektrickou fázi, tj. feroelektrickou fázi vyskytující se při teplotách pod fází antiferoelektrickou. V posledních letech se náš výzkum soustřeďuje na tzv. hexatické fáze, které vykazují výrazné uspořádání i uvnitř jednotlivých smektických vrstev. Pomocí dielektrické spektroskopie jsme v řadě materiálů našli a teoreticky interpretovali módy v okolí přechodů do těchto fází [I. Rychetský, M. Glogarová, V. Novotná, Phys. Rev. E **67**, 021704 (2003)].

Poslední novinkou v kapalných krystalech pak jsou materiály s ohnutými molekulami ve tvaru banánů, vykazující feroelektrické i antiferoelektrické fáze. Na rozdíl od výše popsaných fází, které jsou tvořeny chirálními molekulami (bez centra inverze) ve tvaru tyčinek, „banány“ nejsou chirální. V oddělení chemie byl syntetizován první vlastní banánový kapalný krystal v roce 2001 a od té doby je k dispozici už několik dalších. Kromě toho se syntézou těchto látek začala zabývat i skupina organických chemiků na VŠCHT v Praze, se kterými oddělení spolupracuje při jejich charakterizaci. Tyto materiály vykazují řadu různých fází, jejichž struktura a vlastnosti jsou předmětem současného výzkumu.

Dnes v oddělení dielektrik pracuje 24 vědeckých pracovníků, 10 studentů (z poloviny zahraničních), 4 odborní pracovníci vysokoškoláci a 2 středoškoláci. Stalo se největším oddělením FZÚ.

Přehledové referáty v Čs. čas. fyz.:

- J. Petzelt, J. Fousek: Strukturální fázové přechody v krystalech, Čs. čas. fyz. **26**, 337 (1976).
- B. Březina: Pěstování feroelektrických monokrystalů, Čs. čas. fyz. **27**, 363 (1977).
- V. Dvořák: Fázové přechody do nesouměřitelných struktur, Čs. čas. fyz. **30**, 97 (1980).
- J. Fousek: Elektricky uspořádané látky: sedmdesát let výzkumu a současné trendy, Čs. čas. fyz. **41**, 1 (1991).

KOVY

Pavel Lejček, Václav Paidar, Juliana Gemperlová

Již osm tisíciletí využívá lidstvo kovy a jejich slitiny pro nejrůznější aplikace, jako jsou nástroje, mince, nejrůznější konstrukce či dopravní prostředky. Kovy jsou vlastně prvním konstrukčním materiálem, který člověk začal vědomě zpracovávat a uměle vyrábět:

nejprve bylo třeba najít a vytěžit rudu, pak z ní získat samotný kov, ten v případě potřeby slít s jinými a pro dosažení žádaných vlastností jej tvářet či tepelně zpracovat. Během těch dlouhých tisíciletí tak vyvinul rozsáhlé množství kovových materiálů pro

nejrůznější technické použití a získal obrovskou zkušenost s jejich výrobou a zpracováním.

Tato zkušenost byla získána v průběhu věků ryze empiricky. Vědecké poznání, které se začalo intenzivněji rozvíjet až v posledních dvou stoletích, tak stačilo pouze popisovat a interpretovat děje, k nimž dochází při zpracování kovů od rudy až po hotový výrobek a jeho použití. Potřebujeme tedy, aby byly vynakládány značné finanční i lidské prostředky na poznávání procesů, které technologové ze své zkušenosti znají, nebo někdy nastane doba, kdy bude metalurgická aplikace vycházet ze základního výzkumu? Jaký rozdíl například od problematiky polovodičů, kdy výroba prvního tranzistoru v padesátých letech minulého století a celý rozvoj polovodičového průmyslu a mikroelektroniky vycházely zcela z poznatků vědeckého bádání!

Právě na takové otázky musí fyzikové zabývající se problematikou kovů odpovídat nejen veřejnosti, ale především sobě. Odpovědi musí být výzkum směřující k hledání a nalézání zcela nových vlastností materiálů a nových kovových systémů, které jednou budou všestranně atraktivní pro technické aplikace. A kde jinde než v akademických ústavech je na takové bádání vhodná půda? Proto také již v počátcích existence ČSAV vznikala v jednotlivých ústavech fyzikálního zaměření oddělení věnující se této problematice.

Ve Fyzikálním ústavu ve druhé polovině padesátých let vzniklo Oddělení mechanických vlastností pevných látek vedené F. Kroupou a později B. Šestákem. F. Kroupa ihned po prvním experimentálním důkazu existence dislokací - čárových poruch krystalové mřížky - pochopil jejich obrovský význam pro plastickou deformaci materiálů a směřoval činnost oddělení právě na tuto problematiku. Velkou výhodou činnosti tohoto uskupení byla jeho soběstačnost: deformační experimenty byly prováděny na vlastních monokrystalech a jejich charakterizace před i po experimentu byla prováděna optickou i elektronovou mikroskopií a rentgenovou topografií, které byly rovněž součástí oddělení. Nejen oddělení jako celek, ale i jeho jednotlivé skupiny však byly na špičkové úrovni. V laboratoři růstu krystalů budované od šedesátých let S. Kadečkovou se připravovaly unikátní vysoce dokonalé krystaly kovů a slitin s velice nízkou hustotou dislokací řádově jen 10^6 cm^{-2} , což je v případě kovů limitní dosažitelná hodnota. M. Polcarová jako první ve světě pozorovala magnetické domény ve feromagnetických látkách, jako jsou slitiny železa či kobalt, metodami rentgenové topografie. Sám F. Kroupa, jenž popsal vznik a chování dislokačních smyček v krystalu, byl světovou kapacitou v problematice teorie dislokací. Stejně tak se B. Šesták významně podílel na vytvoření modelu plastické deformace v kubických prostorově centrovaných kovech.

Do tehdejšího Ústavu fyziky pevných látek přešlo počátkem padesátých let jádro fyzikálně-výzkumného oddělení Škodových závodů, které se už v předválečné době zaměřilo na studium kovů, a vytvořilo Oddělení kovů vedené A. Kochanovskou a později K. Míškem, J. Čermákem a V. Synečkem. Na rozdíl od skupiny ve Fyzikálním ústavu bylo toto oddělení - ač primárně vycházelo z rentgenových metod - zaměřeno na řešení několika různých problematik, jako jsou měření nízkoteplotních vlastností kovových materiálů, vyšetřování chování vodíku v kovech a studium fázových transformací ve slitinách. Také zde byla sjednocujícím bodem příprava krystalů jako modelových vzorků a i zde jednotlivé skupiny dosáhly pozoruhodných výsledků. Jmenujme například vypracování metody měření difúze vodíku v kovových materiálech pomocí difúzně-elastického jevu J. Čermákem či objasnění rozpadu přesycených tuhých roztoků v hliníkových slitinách V. Synečkem a M. Simerskou.

Při sloučení obou ústavů v roce 1979 došlo nutně i ke spojení těchto oddělení zabývajících se podobnou problematikou. Nový útvar byl nazván Oddělením fyziky kovů.

Ariadninou nití, která se vine celým naším výzkumem v oblasti fyziky kovů, jsou poruchy krystalové mřížky. Jejich přítomnost totiž do značné míry ovlivňuje vlastnosti materiálů. Poruchy krystalové mřížky mohou mít různou strukturu, charakter i velikost počínaje vakancemi v uspořádání atomů přes dislokace a plošné poruchy až po „rozsáhlé“ trojrozměrné vměstky či precipitáty jiných fází. A právě takové poruchy jsou přítomné v běžných, technologicky využívaných polykrystalických materiálech. Ty představují soubory složené z velkého počtu vzájemně natočených krystalů - zrn, které jsou odděleny sítí hranic, tedy systémem plošných poruch. Jednotlivá zrna pak obsahují více či méně vakancí a dislokací. A pokud uvažujeme složitější slitiny, nevyhneme se přítomnosti trojrozměrných precipitátů.

V současné době jsme se zaměřili především na vyšetřování vlastností hranic zrn. Nedávno byla navržena nová koncepce technologie výroby polykrystalických materiálů s optimálními vlastnostmi, tzv. inženýrství hranic zrn, které spočívá v návrhu a následné výrobě polykrystalu s požadovanými vlastnostmi řízeným uspořádáním vybraných typů rozhraní v materiálu. Tak lze například výrazně potlačit křehkost takových materiálů jako jsou wolfram či Ni_3Al . Tato koncepce je sice zatím v počátcích, ale zdá se být velice slibným příkladem nových, tzv. „knowledge-based“ technologií. Prvním a nezbytným krokem k její úspěšné aplikaci je znalost vlastností jednotlivých hranic zrn. Proto jsme zaměřili naše experimentální i teoretické vyšetřování vlastností hranic zrn na studium jejich

chemického složení, pohyblivosti a mechanismů přechodu deformace přes rozhraní.

Atomy nečistot a příměsí v materiálu se hromadí - segregují - na hranicích zrn, což vede k tomu, že na rozhraních vznikne sice velice tenká (monoatomární), leč co do chemického složení výrazně odlišná vrstva materiálu. V těchto oblastech dochází ke změně vazeb a v důsledku ke změně vlastností, např. značně zvýšené křehkosti materiálu. Segregaci příměsí na hranicích zrn studujeme metodou povrchově vysoce citlivé spektroskopie Augerových elektronů ve vlastních bikrystalech slitin Fe-Si. Jsou to vlastně dva monokrystaly, které mají vůči sobě natočené krystalové mřížky. V místě jejich styku se vytvoří rozhraní, v němž jsou atomy vysunuty ze svých řádných poloh tak, aby vzájemně natočené krystalové mřížky na sebe plynule navazovaly. Vznikají tak určité opakující se konfigurace atomů, které mají své specifické vlastnosti a které často rozhodují o chování materiálu jako celku. Podařilo se nám proměřit a kvantitativně popsat úplnou orientační závislost chemického složení různých hranic. Jednotlivé hranice se totiž chovají rozdílně a principiálně je lze rozdělit na dva základní druhy:

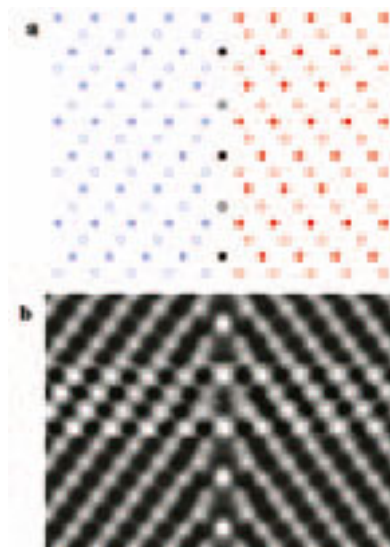
- (i) speciální, jejichž chování se příliš neliší od chování krystalové mřížky a
- (ii) obecné s vlastnostmi výrazně odlišnými od vlastností mřížky.

Určení druhu hranice zrn však není triviální a výsledky, které jsme získali, tak podstatně přispěly k obecné klasifikaci hranic zrn [P. Lejček, S. Hofmann, V. Paidar, *Acta Mater* **51**, 3951 (2003)]. Znalost segregace různých prvků, jako jsou fosfor, křemík či uhlík na různých hranicích zrn nás přivedla i k dalšímu významnému zjištění, že existují závislosti mezi jednotlivými termodynamickými parametry popisujícími segregaci příměsí a základními údaji o chování binárních systémů matrice-příměs. Na základě tohoto zjištění a jeho zobecnění jsme navrhli metodu určení segregace libovolné příměsí na jednotlivých hranicích zrn, která má - např. v souvislosti se zmíněnou křehkostí materiálů - významné důsledky pro předpověď chování konstrukčních materiálů. Měla by tedy být významným přínosem pro návrh struktury polykrystalického materiálu a znamenat další pokrok koncepce inženýrství hranic zrn.

Vedle chemického složení je důležité znát i pohyblivost hranic zrn. Hranice stejně jako ostatní poruchy krystalové mřížky se totiž mohou materiálem pohybovat a migrace hranic zrn představuje základní mechanismus tvorby mikrostruktury při mechanicko-tepelném zpracování jak v dosud používaných technologických procesech, tak i v inženýrství hranic zrn. Experimentálně jsme stanovili a kvantitativně popsali orientační závislost migrace hranic zrn ve slitinách Fe-Si [P. Lejček, J. Adánek, *J. Phys. IV* **5**, C3 107 (1995)]. Výsledky

těchto měření jsou zcela kompatibilní s výsledky studia segregace a potvrdily správnost závěrů týkajících se klasifikace hranic zrn, přestože nepřímé vyšetřování optickou mikroskopií bylo velice zjednodušené. V současné době máme možnost pozorovat pohyb hranice za vysoké teploty rentgenovou topografií in-situ pomocí synchrotronového záření ve francouzském Grenoblu. Již první zkoušky ukázaly, že oba druhy výsledků jsou zcela srovnatelné. Experimenty na synchrotronu ovšem dovolují získat daleko hlubší a detailnější pohled na vlastní mechanismus pohybu rozhraní.

Abychom se co nejvíce dověděli o struktuře jednotlivých hranic zrn, musíme používat vysoce účinné a lokalizované metody studia. Jako nejvhodnější se ukázala transmisní elektronová mikroskopie. Touto metodou jsme pozorovali struktury vybraných hranic zrn v bikrystalech mědi, molybdenu a slitin Fe-Si. Podařilo se nám popsat struktury řady typů hranic zrn a na základě zobecnění získaných výsledků nyní můžeme předpovědět strukturu dalších typů hranic zejména takových, které je obtížné experimentálně pozorovat [J. Gemperlová, A. Jacques, A. Gemperle, N. Zárubová, *Interface Sci.* **10**, 51 (2002)]. Pozorovali jsme také přechod deformace přes hranice zrn a to jak během zatěžování vzorků v mikroskopu, tak v dříve deformovaných vzorcích. V současné době uvádíme do provozu unikátní zařízení pro mechanické namáhání vzorku přímo v mikroskopu, které budeme využívat jak pro podrobnější studium šíření deformace, tak pro sledování mikroskopických mechanismů probíhajících při martenzitických transformacích slitin s tvarovou



1/ Struktura symetrické sklonové hranice zrn $70,5^\circ [110][112]$ v molybdenu. (a) počítačové simulace a (b) experimentální pozorování transmisní elektronovou mikroskopií s vysokým rozlišením. Ostřejší světlý pás v obrázku (b) je rovněž počítačová simulace.

paměti. Takové experimenty jsme schopni provádět díky elektronovému mikroskopu japonské konstrukce JEOL JEM 1200EX.

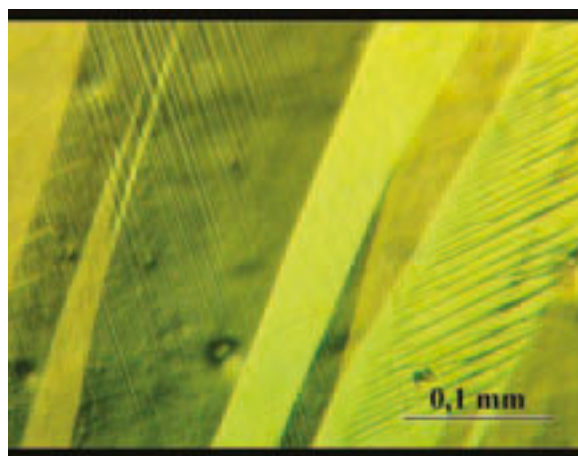
Ani metody přímého pozorování struktury však neposkytují úplnou informaci o atomárních konfiguracích poruch. Úplnou informaci můžeme získat jen v součinnosti s teoretickými metodami modelování struktur. K tomu musíme popsat meziatomové síly, které charakterizují nejen dokonalý krystal, ale i konfigurace vzdálené od rovnovážných podmínek. Pomocí takových výpočtů jsme určili struktury hranic zrn v molybdenu, které byly pozorovány v elektronovém mikroskopu s vysokým rozlišením (obr. 1), nebo mechanismy transformace struktury rozhraní. Pro určité hranice totiž existují různé struktury, které mezi sebou mohou přecházet. Tento závěr byl experimentálně potvrzen pozorováním koexistence odlišných struktur téže hranice, což ukazuje na srovnatelnou pravděpodobnost jejich výskytu.

Řada problémů interakce poruch krystalů je řešitelná i pomocí metod teorie elastického kontinua. Tento způsob lze použít i při výpočtu interakčních sil mezi složkami dislokací, jejichž pohyb určuje mechanické vlastnosti materiálů a které rozhodují například o takových jevech, jakým je anomální nárůst skluzového napětí s teplotou, což je jev mající obrovské praktické využití: vyšší pevnost za zvýšených teplot je žádoucí například pro dosažení vyšší účinnosti tepelných motorů. V důsledku podmínek kompatibility na hranicích zrn se mění rozložení napětí a mohou být proto aktivovány i ty skluzové systémy, které by se neprojevovaly v homogenním krystalu. Závěry našeho modelu přerozložení napětí v intermetalikách TiAl [V. Paidar, D. Imamura, H. Inui, M. Yamaguchi, *Acta Mater.* **49**, 1009 (2001)] byly potvrzeny pozorováním aktivních deformačních módů na bikrystalech připravených a experimentálně studovaných na univerzitě v japonském Kjótu. Tato intermetalika jsou považována za jedny z nejperspektivnějších konstrukčních materiálů pro své atraktivní vlastnosti, jako je vysoký poměr pevnosti a hmotnosti důležitý hlavně pro dopravní stroje od automobilů přes letadla až po kosmické stroje.

Vedle studia hranic zrn je v našem oddělení rozvíjena ještě další velice zajímavá problematika - jev tvarové paměti. Jevo tvarové paměti vypadá skoro jako kouzelnický trik: když zohýbáme drátek nebo pásek vyrobený z vhodné slitiny a pak jej zahřejeme, vrátí se do původního tvaru. Fyzikální podstata tohoto jevu je ale mnohem prozaičtější. V pevné látce dochází k bezdifúzní fázové transformaci nazývané martenzitická transformace. To, že takovou transformaci lze vyvolat změnou teploty, ale také působením vnějších sil, vede k řadě zajímavých efektů. Jestliže badatelský výzkum v oblasti studia struktury a vlastností hranic zrn vedl k rozvoji kon-

cepce inženýrství hranic zrn, nabídlo studium martenzitických transformací nový typ „chytrých“ materiálů pro mnohé aplikace. Příkladem jejich použití mohou být lékařské pomůcky (stenty, drátky pro zubní rovnátka), spotřební produkty (vysoce ohebné antény mobilních telefonů a obroučky brýlí, kostice v podprsenkách, které se perfektně přizpůsobí lidskému tělu, vodovodní baterie s přesně nastavitelnou teplotou vody), ale i regulační členy ve ventilátorech motorů či skleníků reagující na změny teploty. Prvky z materiálů s tvarovou pamětí byly použity i ve známém Pathfinderu zkoumajícím povrch Marsu.

Pro fyzikální studium těchto transformací využíváme řadu osvědčených metodik. Základem zůstává použití deformačního stroje, který umožňuje řízený experiment v prostoru napětí-deformace-teplota. Důležitými experimenty jsou pak tepelný cyklus při konstantním napětí a deformační křivka při konstantní teplotě. Výhodou experimentátora je, že zkoumaný vzorek se po řadě testů bez porušení vrací do původního tvaru a struktury a lze jej mnohokrát znovu testovat. Mikroskopické sledování povrchového reliéfu přináší informace o probíhajících procesech, zvláště morfologii pohybujících se rozhraní mezi jednotlivými fázemi a jejich krystalografií (obr. 2). Elektronovou mikroskopii jsme použili především pro identifikaci fází a pro sledování degradace materiálů po žíhání. Slitiny s tvarovou pamětí na bázi mědi jsou nestabilní a při vyšších teplotách se rozpadají na dvoufázovou slitinu, která už ovšem jevo tvarové paměti nevykazuje. V současné době ve spolupráci s Ústavem termomechaniky AV ČR, Ústavem jaderné fyziky AV ČR a dalšími pracovišti v Evropě rozšiřujeme spektrum používaných metodik o měření akustické emise, ultrazvukového útlumu a elastických konstant či měření neutronové



2/ Monokrystal Cu-Al-Ni po martenzitické transformaci: struktura je tvořena několika variantami tepelně indukovaného martenzitu, které jsou odlišeny barevně.



3/ Nově instalované zařízení pro růst krystalů visutou zonální tavbou se světelným ohřevem do 3000 °C je sedmé na světě.

difrakce na polykrystalech slitin mědi i na klasické slitině NiTi. Dosavadní výsledky přinesly řadu nových informací o chování slitin s tvarovou pamětí a vyžádaly si dokonce vytvoření vlastní metodiky interpretace výsledků.

Jedním z našich významných výsledků je experimentální stanovení orientační závislosti fázových diagramů napětí-teplota [P. Šittner, V. Novák, *Int. J. Plast.* **16**, 1243 (2000)]. V prostoru napětí-teplota lze dobře znázornit podmínky pro fázovou transformaci těchto materiálů a následně určit oblasti existence jednotlivých fází. U řady slitin s tvarovou pamětí existuje několik martenzitických fází, které se mohou vyskytovat i současně, a to značně komplikuje jak popis jejich chování, tak jeho předpověď v závislosti na orientaci, teplotě, vnějším napětí a složení slitiny. Na základě provedených experimentů jsme navrhli teoretický výpočet fázových diagramů napětí-teplota pro vybrané orientace některých slitin. Tyto teoretické předpovědi byly později ověřeny kontrolními experimenty.

Jsme si vědomi, že velkou předností každého týmu je schopnost přípravy vlastních plně charak-

terizovaných vzorků. Proto vycházíme z tradice našeho oddělení a stále využíváme bohaté zkušenosti s růstem krystalů. V loňském roce bylo do oddělení pořízeno unikátní japonské zařízení pro růst monokrystalů (obr. 3), v němž lze dosáhnout teplot až 3000 °C a které nám umožní výrazně rozšířit spektrum materiálů, z nichž budou připravovány monokrystaly a bikrystaly v příštích letech. Pomocí tohoto zařízení budeme moci připravovat nejen další vzorky pro systematické studium vlastností hranic zrn v klasických materiálech, ale i perspektivní konstrukční materiály, jako jsou materiály s tvarovou pamětí (NiTi), intermetalika (TiAl a další, zejména silicidy vysokotavitelných kovů) a kovy s vysokým bodem tání, jako je např. molybden. V současné době začal ve světě intenzivní zájem o studium těchto materiálů a příprava kvalitních vzorků pro určení jejich fyzikálních a mechanických charakteristik je tou nejzákladnější podmínkou jejich efektivního praktického využívání.

Nezastupitelnou roli při charakterizaci vnitřní struktury materiálů stále hrají v našem oddělení nejrůznější rentgenové metody. Pomocí nich určujeme orientaci monokrystalů, vzájemné natočení zrn v bikrystalech, mřížkové parametry a provádíme fázovou analýzu materiálů. Ke studiu poruch krystalové struktury jsme rozvíjeli topografické metody. Pomocí nich lze zviditelnit přítomnost poruch krystalové mřížky nebo studovat interakci dislokací s hranicemi zrn při plastické deformaci. Pro tato studia se nám před deseti lety podařilo pořídit velice výkonný zdroj rentgenového záření - generátor Rigaku RU 300 s rotující anodou o výkonu 18 kW s řadou difraktometrů, sloužících především pro zkoumání tenkých vrstev.

I po osmi tisíciletích využívání kovových materiálů v technické praxi je jejich studium plně dobrodružství a stále přináší nové poznatky. Dnes však tyto poznatky neslouží jen ke dříve zmíněnému vysvětlování probíhajících dějů při technologických procesech, ale nabízejí kvalitativně nové procesy výroby materiálů s řízenou strukturou i nové materiály s unikátními vlastnostmi. Další možnosti technické aplikace badatelského výzkumu v oblasti kovových materiálů představují nanokrystalické a amorfni materiály s vynikajícími mechanickými a elektrickými vlastnostmi, intermetalika, v nichž se kombinuje tvárnost kovů s pevností keramik či multifunkční titanové slitiny vykazující ultravysokou pevnost, superelasticitu a superplasticitu. Kovové materiály tak zůstávají základním konstrukčním materiálem i na počátku 21. století: věda v oblasti jejich výzkumu dnes již vyrovnala technologický náskok osmi tisíciletí a má všechny předpoklady stát se opravdu hnací silou jeho dalšího rozvoje. Není to jednoduchý úkol. Jsme však rádi, že můžeme být při tom.