METALOGRAFIE A FRAKTOGRAFIE

Štefan Michna Jaroslava Svobodová



METALOGRAFIE A FRAKTOGRAFIE

Štefan Michna Jaroslava Svobodová



EVROPSKÁ UNIE Evropské strukturální a investiční fondy Operační program Výzkum, vývoj a vzdělávání



Vývoj nových nano a mikro povlaků na povrchu vybraných kovových materiálů - NANOTECH ITI II. Registrační číslo projektu: CZ.02.1.01/0.0/0.0/18_069/0010045

Autor:

prof. Ing. Štefan Michna, Ph.D doc. Ing. Jaroslava Svobodová, Ph.D.

Recenzenti:

prof. Dr. Ing. Libor Beneš, IWE prof. Ing. Ivan Lukáč, Ph.D

Předtisková příprava a obálka:

Ing. Michal Michna

© Jan Novotný, Štefan Michna, 2022

ISBN 978-80-7561-400-1

OBSAH

1	HIST	FORIE OBJEVU MIKROSKOPU A MIKROSKOPIE	9
2	PŘÍI	PRAVA METALOGRAFICKÝCH VZORKŮ	19
	2.1	Volba místa odběru vzorku	20
	2.2	Odběr vzorku	21
	2.3	PREPARACE	24
	2.3.	1 Lisování	24
	2.3.	2 Zalévání za tepla [14, 19]	25
	2.3.	3 Zalévání za studena [14, 19]	26
	2.4	Broušení	28
	2.5	LEŠTĚNÍ	29
	2.6	Leptání	34
3	ME	FALOGRAFICKÉ METODY ZKOUŠENÍ	57
	3.1	Úvod	57
	3.2	CÍL A ČLENĚNÍ METALOGRAFIE	57
	3.3	METALOGRAFICKÉ METODY ZKOUŠENÍ – OPTICKÁ MAKROSKOPIE	59
	3.4	METALOGRAFICKÉ METODY ZKOUŠENÍ – OPTICKÁ MIKROSKOPIE	61
	3.5	METALOGRAFICKÉ METODY ZKOUŠENÍ – LASEROVÁ KONFOKÁLNÍ ŘÁDKOVÁCI MIKROSKOPIE	64
	3.6	METALOGRAFICKÉ METODY ZKOUŠENÍ – ELEKTRONOVÁ METALOGRAFIE	75
4	VYU	IŽITÍ BAREVNÉHO KONTRASTU PŘI IDENTIFIKACI STRUKTURÁLNÍCH SLOŽEK U HLINÍKOVÝCH SLITI	IN 83
	4.1	ÚVOD DO BAREVNÉ METALOGRAFIE	83
	4.2	Základní charakteristika o světle a barvě	83
	4.3	Základní principy získání barevného kontrastu a jeho využití u hliníkových slitin	85
	4.4	OPTICKÉ METODY ZVÝRAZNĚNÍ BAREVNÉHO KONTRASTU U OPTICKÉHO MIKROSKOPU	87
	4.5	Barevné leptání u hliníkových slitin	88
	4.6	NAPAŘENÉ INTERFERENČNÍ VRSTVY	90
	4.7	Nanášení vrstev rozprašováním (sputtern)	91
	4.8	ÚVOD DO EXPERIMENTÁLNÍ ČÁSTI	92
	4.9	ΖΚΟυΜΑΝΊ FAKTORŮ OVLIVŇUJÍCÍCH BAREVNÉ LEPTANÍ HLINÍKOVÝCH SLITIN	93
	4.10	BAREVNÁ METALOGRAFIE A EDX ANALÝZA PŘI ZKOUMÁNÍ CHEMICKÉ NEHOMOGENITY LITÉHO MATERIÁLU	96
	4.11	VYLIŽITÍ BAREVNÉ METALOGRAFIE PŘI HODNOCENÍ KVALITY HOMOGENIZACE U HUNÍKOVÝCH SLITIN	. 103
	4 12	Ισεντισικάς είτας του του του του του παραγολογικό του	но
		KONTRASTU	. 105
	4.13	Barevná metalografie a EDX analýza při identifikaci cizorodých Fe částic u tvářených hliníkových slitii	N 110
	4.14	BAREVNÁ METALOGRAFIE A EDX ANALÝZA PŘI IDENTIFIKACI NEROZPUŠTĚNÝCH KOVŮ A PŘEDSLITIN (CR, ZR, SI)	. 114
	4.15	Využití polarizovaného světla při hodnocení rekrystalizace, tvaru a velikosti zrna a při identifikaci	
		INTERMETALICKÝCH FÁZÍ U HLINÍKOVÝCH SLITIN	. 118

	4.16	Použití barevného leptání u hliníkových slitin s možností kombinace osvětlení vzorků při pozorov optickém mikroskopu	ÁNÍ NA 120
	4.17	STRUKTURA A MIKROSEGREGACE SLITINY ALCU4PBMGMN V LITÉM STAVU	
	4.18	NOVÉ POZNATKY O STRUKTUŘE SLITINY ALSI 12CUMGNI (AA 4032)	
5	STR		121
5	5 1	βατοκτ α ναστ ο ζεεείζα α τίπο σειτιν το δι την προγραφικά το σχεγ	121
	5.2	ROVNOVÁŽNÝ DIAGRAM FE-C A FE-FE3C	131
	5.2		133
	5.4		139
	5 5		144
	5.6		155
c	CTD		150
6	SIR		
	0.1		
	6.2		1/1
	6.3		183
	6.4	ZRNO U HLINIKU A V JEHO SLITINACH V LITEM A TVARENEM STAVU	202
7	STR	JKTURY SLITIN TITANU, NIKLU A KOBALTU	211
	7.1	STRUKTURY SLITIN TITANU	211
	7.2	STRUKTURY SLITIN NIKLU	214
	7.3	STRUKTURY SLITIN KOBALTU	219
8	STR	JČNÁ HISTORIE ANALÝZ LOMŮ	235
9	DEF	NICE A TERMINOLOGIE FRAKTOGRAFIE	237
	9.1	POSTUPY VYŠETŘOVÁNÍ PŘÍČINY LOMU PŘI FRAKTOGRAFICKÉ ANALÝZE	243
	9.1.	1 Základní informace	244
	9.1.	2 Zjištění skutečných pracovních podmínek	246
	9.1.	3 Makroskopická analýza	247
	9.1.4	4 Mikroskopická analýza	252
	9.1.	5 Nejdůležitější metody materiálových analýz	255
1(D LON	IOVÁ HOUŽEVNATOST, KVANTITATIVNÍ FRAKTOGRAFIE	257
	10.1	VÝZNAM LOMOVÉ HOUŽEVNATOSTI A KVANTITATIVNÍ FRAKTOGRAFIE	257
	10.2	TEORETICKÉ PRINCIPY LOMOVÉ HOUŽEVNATOSTI A JEJÍ PRAKTICKÁ APLIKACE	257
	10.3	KVANTITATIVNÍ FRAKTOGRAFIE	261
1:	1 KŘE	HKÝ LOM	263
	11.1	Úvod	263
	11.2	TEORIE KŘEHKÉHO LOMU	265
	11.3	Morfologické charakteristiky křehkého lomu	271
	11.4	PŘÍKLADY HAVÁRIÍ V DŮSLEDKU KŘEHKÉHO LOMU	277

12	ÚNA	NOVÝ LOM	.281			
1	2.1	Úvod	. 281			
1	2.2	Faktory způsobující únavový lom	. 282			
1	2.3	TEORIE ÚNAVOVÉHO LOMU	. 287			
1	2.4	Příklady havárií únavového lomu	. 291			
13	τvá	RNÝ LOM (HOUŽEVNATÝ)	.293			
1	3.1	Úvod	. 293			
1	3.2	TEORIE VZNIKU TVÁRNÉHO LOMU	. 293			
14	LON	IY PŘI TEČENÍ (CREEP)	.301			
14	4.1	Úvod	. 301			
14	4.2	Stručná charakteristika teorie tečení (creepu)	. 302			
14	4.3	CHARAKTERISTIKA LOMŮ PŘI TEČENÍ	. 304			
15	LON	IY ZPŮSOBENÉ KOROZÍ	.309			
1	5.1	Úvod	. 309			
1	5.2	Stručné teoretické aspekty koroze	. 310			
1	5.3	CHARAKTERISTICKÉ PROJEVY KOROZNÍHO POŠKOZENÍ	. 314			
SEZM		ZKRATEK A SYMBOLŮ	.325			
LITE	ITERATURA					
SEZM	SEZNAM OBRÁZKŮ					
SEZM	EZNAM TABULEKCHYBA! ZÁLOŽKA NENÍ DEFINOVÁNA.					

1 HISTORIE OBJEVU MIKROSKOPU A MIKROSKOPIE

Mikroskop jako úžasný přístroj, který lidstvu odhalil krásy mikrosvěta, známe prakticky již více než 400 let. Jeho **vynález není připisován jedné osobě**. Silné čočky se používaly již od starověku ke zkoumání malých objektů. Patrně jako první sestrojil použitelný mikroskop holandský brusič čoček a výrobce brýlí **Zacharias Jansen** přibližně kolem roku 1590. V roce 1610 se zabýval konstrukcí mikroskopu Galileo Galilei na základě Jansenovy konstrukce mikroskopu. Italský astronom a matematik **Galileo Galilei** vylepšil Jansenův vynález a použil jej k vědeckým účelům, např. aby prozkoumal mravenčí oko. Mikroskopy však byly vlastně vedlejším produktem při objevení teleskopů muži jako Galileo a Kepler. Jako jeden z prvních používal jednoduchý mikroskop na zkoumání detailů žijících tvorů Holand'an **Antonius van Leeuwenhoek** (1632 až 1723), holandský obchodník s látkami z Delftu, jež přispěl významnou měrou ke zdokonalení dosud primitivního přístroje. Vymyslel, jak přesně vybrousit čočky a jak je sestavit a upevnit, aby vytvořily silný zvětšovací efekt. Jako první na světě viděl a popsal krevní buňky. Tím dokázal, že možnosti mikroskopu jsou využitelné ve vědeckém výzkumu i v praxi. Nevýhodou Leeuwenhoekova **mikroskopu** však bylo to, že byl jednočočkový. Tím byly možnosti mikroskopu značně omezeny (přestože jeho čočky zvětšovaly až 270krát). V roce 1665 vynalezl anglický fyzik a chemik Robert Hooke tzv. složený mikroskop s více čočkami.

Významný přelom nastal v roce 1655 s příchodem anglického fyzika a chemika **Roberta Hooka**, který popsal konstrukci mikroskopu s odděleným objektivem, okulárem a osvětlovacím zařízením, tedy **složený mikroskop s více čočkami**. Trvalo však téměř dalších 200 let, než historie zapsala další jména mužů, kteří posunuli vývoj mikroskopů. Patřili mezi ně Ernst Abbe (Obr. 1.1), Otto Schott a Carl Zeiss (Obr. 1.2). Poslední jmenovaný stál jako první i u zahájení výroby v roce 1847. První kroky, které vedly k zahájení výroby, lze datovat do 17. listopadu 1846, kdy třicetiletý mechanik **Carl Zeiss** otevřel dílnu a malý obchod v Jeně na ulici Neugasse 7. Již během několika málo měsíců pan Zeiss, který měl nejen solidní teoretické základy a dobré praktické zkušenosti, ale také dobré vazby na vědce a matematiky na Universitě Jena, nalezl klientelu, pro kterou opravoval vědecké přístroje a instrumenty nebo je zhotovoval podle přesného popisu zákazníků. Navíc nabízel brýle, chemické váhy, přístroje na rýsování, teleskopické dalekohledy atd. Tento podnikatelský úspěch Zeisse povzbudil natolik, že přijal v roce 1847 pomocníka a učně a najal dvě dílny na ulici Wagnergasse 34. V létě 1847, na základě uposlechnutí rady jeho učitele, botanika Mattiase Jacoba Schleidena, Zeiss věnoval svou pozornost sestavení jednoduchého mikroskopu a v září 1847 vyrobil první lupové mikroskopy.



Obr. 1.1 Ernst Abbe [2].



Obr. 1.2 Carl Zeiss [3].

Počátkem 50. let 19. století se zvýšila poptávka na pozorovací přístroje ze Zeissových dílen, které tehdy požívaly dobrou pověst mezi uživateli mikroskopů díky jejich úzkostlivě přesnému provedení. V té době úroveň zájmu, který projevovali vědci a lékařští specialisté v případě složených mikroskopů, narůstala, neboť to byly pouze tyto přístroje, které poskytovaly rozsáhlé možnosti zvětšení, jež požadovali. Od roku 1872 se mikroskopy vyráběné v Jeně sestavovaly na základě vědeckých výpočtů, a tudíž vykazovaly podstatně

vylepšené optické vlastnosti (Obr. 1.3). Tato technologická vůdčí role, která společnosti přinesla celosvětové uznání, se přiznává osobnosti fyzika a matematika Ernsta Abbeho, který se v roce 1876 stal tichým společníkem v optické dílně [1]. V Česko/slovensku vzniká v Praze v roce 1919 opticko-mechanický závod Srb a Štys, na který navázal v roce 1945 státní podnik MEOPTA Praha.

Optický (paprskový) mikroskop dosáhl ve 30. letech 20. století své teoretické hranice. **Světelný mikroskop**, i přes jeho případné dokonalé zpracování a osvětlení, nelze použít k rozlišení předmětů, jež jsou menší než polovina vlnové délky světla. Bílé světlo má průměrnou vlnovou délku 0,55 mikrometrů, a tedy jakékoliv dvě čáry, které jsou od sebe vzdáleny méně než 0,257 mikronů, se budou jevit jako čára jediná, a jakýkoliv předmět o průměru menším než 0,275 mikronů bude neviditelný, nebo přinejlepším bude vypadat jako skvrna. Pro lepší rozlišení bylo tedy nutno zkonstruovat mikroskop na jiném principu – místo světelného paprsku se zde využívá elektronový paprsek (tok rychlých elektronů) a místo skleněné čočky čočka magnetická. První mikroskop na tomto principu byl vyvinut v Německu v roce 1931 a zasloužili se o to především Max Knoll a Ernst Ruska. Jednalo se o tzv. **prozařovací elektronový mikroskop** (TEM, z angl. transmission electron microscope), kdy elektronové paprsky procházely zkoumaným předmětem (urychlovací napětí až 20 kV) a vytvořily stínový obraz (jako například při promítání diapozitivu). Druhý typ elektronového mikroskopu, tzv. skenovací (SEM, angl. scanning electron microscope), se objevil v roce 1942, komerčně však byl požíván až kolem roku 1965, kdy se podařilo zvládnout skenování (postupné bombardování elektrony) vzorku (podobně jako například při skenování fotografií).



Obr. 1.3 Prvotní staré vyráběné optické mikroskopy [1].

Běžný mikroskop se skládá z takzvané optické části, která zajišťuje vznik a promítání obrazu, a mechanické části, která chrání optickou část a tvoří tělo mikroskopu. Mechanická část se skládá ze stativu, který drží tělo mikroskopu, a stolku. Součástí stativu může být také osvětlení, poté makroa mikrošroub sloužící k ostření na preparát. Stolek může být buď křížový, kdy pohybujeme pomocí šroubů preparátem ve čtyřech směrech, nebo kulatý, určený pro posazení Petriho misek. Na stolcích bývají zvýrazněné souřadnice pro lepší práci s preparátem. Pod stolkem pak u lepších mikroskopů bývá umístěn nosič kondenzoru. Poslední částí je hlavice, pokud je u mikroskopu možnost měnit objektivy různých zvětšení, pak je na ní umístěný takzvaný revolverový nosič objektivů. Optická část je složena z okulárů, kterými se přímo díváme na preparát, objektivů, které zachycují obraz preparátu, a osvětlení. Podle typu mikroskopu může být součástí optické části i polní clona, kondenzor, sběrná čočka a přídavné filtry (polarizační apod.). Základem mikroskopu jsou tedy čočky, které tvoří objektiv a okulár. Okuláry a objektivu, kde se obraz tvoří, a menšího u okuláru (Obr. 1.4). V oblasti okulárové clony pak může být zabudován průhledný skleněný disk, například s měřítkem nebo čtvercovou sítí určený například k lepšímu počítání sledovaných objektů [1].

Štefan Michna

Jednoduchý mikroskop je složen ze dvou spojných soustav čoček, které mají společnou optickou osu. Část mikroskopu, která je nazývána objektiv, má malou ohniskovou vzdálenost (řádově v milimetrech). Pozorovaný předmět se umisťuje blízko před předmětové ohnisko, takže vzniká skutečný, zvětšený a převrácený obraz (Obr. 1.5). Tento obraz vzniká mezi druhou částí mikroskopu, tzv. okulárem, a jeho předmětovým ohniskem. Vzniklý obraz pak pozorujeme okulárem podobně jako lupou, čímž získáváme další zvětšení. Ohnisková vzdálenost okuláru se pohybuje v řádech centimetrů. Obrazové ohnisko objektivu a předmětové ohnisko okuláru nesplývají, ale jsou od sebe vzdáleny o hodnotu optického intervalu, jehož hodnota se u mikroskopu pohybuje mezi 15 až 20 cm [1].



Obr. 1.4 Schéma optického mikroskopu. Obr. 1.5 Grafická konstrukce optického zobrazení mikroskopem.

V současnosti existuje široké spektrum různých druhů mikroskopů využívajících odlišné zdroje k vytváření obrazu, lze je rozdělit do následujících skupin:

Klasické světelné mikroskopy

Nejznámější a nejběžnější jsou klasické světelné mikroskopy, které využívají obvykle bílé světlo ze zdroje (žárovka). Dělíme je na mikroskopy monokulární, binokulární (např. binokulární lupy – stereomikroskopy) a trinokulární mikroskopy. Monokulární mikroskopy mají jeden okulár. Binokulární mikroskopy mají dva okuláry a jsou vybaveny tzv. binokulární hlavicí, tj. hlavicí mající dva okulárové tubusy. Do každého okuláru pak odchází jeden svazek paprsků, což zajišťuje to, že se můžeme pohodlně dívat oběma očima. Trinokulární mikroskop má tubusy tři, kdy dva tubusy jsou určené pro pozorování očima a třetí slouží k připojení fotoaparátu nebo snímací kamery [1].

Polarizační mikroskopy

Speciální verzí světelného mikroskopu je pak polarizační mikroskop, v němž dochází k polarizování procházejícího světla za účelem sledování dvojlomných látek, např. krystalů.

Fluorescenční mikroskopy

Další typ přestavují fluorescenční mikroskopy, které opět pomocí soustavy filtrů propouští pouze část světla nutnou k vyvolání fluorescence. Takovýto postup se využívá například k identifikaci organických látek v horninách.

Konfokální mikroskopy

Konfokální mikroskopy schopné zaostřit na úzkou optickou rovinu používají obvykle jako zdroj světla lasery. Laserový paprsek (intenzivní bodový zdroj světla) je fokusován na clonku, dále prochází objektivem až na vzorek, kde je obraz clonky fokusován do bodu, jehož průměr odpovídá difrakční mezi (rozlišovací mez). Přes stejný objektiv jde zpětně i světlo na vzorku odražené či rozptýlené, případně fluorescence. Sekundární světlo putující zpět prochází opět clonkou, jejíž bodový obraz je s pomocí děliče paprsků lokalizován před fotonásobič, kde je umístěna druhá **konfokální** bodová clonka, která filtruje světlo pocházející z oblasti mimo ohniskovou rovinu mikroskopu. Obraz celé zaostřené roviny lze pak získat rastrováním bod po bodu [4].

Rastrovací elektronový mikroskop

Lze se setkat i s názvy řádkovací nebo skenovací elektronový mikroskop (SEM, z angl. *scanning electron microscope*). Elektronový mikroskop je obdoba světelného mikroskopu, fotony jsou v něm však nahrazeny elektrony a skleněné čočky elektromagnetickými čočkami. Elektromagnetická čočka je v podstatě cívka, která vytváří vhodně tvarované magnetické pole. Slovo "rastrovací" v názvu je odvozeno z toho, že elektronový svazek se pohybuje po vzorku v řádkovém rastru a výsledný obraz se vytváří postupným skenováním. Jedním ze základních parametrů všech mikroskopů je jejich mezní rozlišovací schopnost. Protože mezní rozlišovací schopnost je úměrná vlnové délce použitého záření a elektrony mají podstatně kratší vlnovou délku, než má viditelné světlo, má elektronový mikroskop (Obr. 1.6) mnohem vyšší rozlišovací schopnost a může tak dosáhnout mnohem vyššího efektivního zvětšení (až 1 000 000 : 1) než světelný mikroskop. Zobrazení povrchu vzorku je zajištěno nejčastěji pomocí sekundárních elektronů (SE), nebo zpětně odražených elektronů (BSE). Urychlovací napětí elektronů je nejčastěji 0,1 až 30 kV. První SEM byl zkonstruován V. K. Zvorykinem a kol. v roce 1942. Jednoduchá příprava vzorků a snadná interpretace obrazu (na rozdíl od TEM) činí SEM velmi populárním a rozšířeným [5].

Transmisní elektronový mikroskop

Lze se setkat i s názvem prozařovací elektronový mikroskop (TEM, z angl. *transmission electron microscope*). Na rozdíl od skenovacího elektronového mikroskopu (SEM, z angl. *scanning electron microscope*), který primárně mapuje povrchu vzorku, TEM vzorek prosvěcuje a zobrazuje vnitřní struktury vzorku pomocí prošlých elektronů (TE) a přináší tak informaci z jeho objemu. Urychlovací napětí elektronů je 100 až 400 kV. Slovo "transmisní" v názvu je odvozeno z toho, že elektrony procházejí skrz vzorek a až pak jsou detekovány. Z toho plyne, že urychlovací napětí musí být dostatečně vysoké, aby elektrony měly dostatečnou energii na průchod vzorkem, a že je nutné používat velmi tenké (10 až 500 nm) vzorky (Obr. 1.8). První TEM vynalezl a zkonstruoval Ernst Ruska v roce 1931 a v roce 1986 získal za svůj objev Nobelovou cenu. TEM byl první komerčně vyráběný typ elektronového mikroskopu (Obr. 1.7).

Mikroskopie atomárních sil

Mikroskopie atomárních sil (AFM, z angl. *atomic force microscope*) je mikroskopická technika, která se používá k trojrozměrnému zobrazování povrchů (Obr. 1.9). Nazývá se někdy také SFM (z angl. *scanning force microscopy*). Prvně ji realizovali v roce 1986 vědci Gerd Karl Binning, Calvin Forrest Quate a Christopher Gerber. Obraz povrchu se zde sestavuje postupně, bod po bodu. Metoda dosahuje velmi vysokého rozlišení. Techniku AFM lze použít nejen k zobrazování, ale také k tvorbě struktur či zpracování povrchů v nanometrové oblasti. V principu je AFM podobná metoda jako tunelová mikroskopie, k detekci však neslouží elektrický proud, ale vzájemná meziatomová přitažlivost. Detekuje se pohyb zkoumacího hrotu při průchodu nad vzorkem. Dokáže zobrazovat i nevodivé vzorky. Základem AFM je velmi ostrý hrot, který je upevněn na ohebném nosníku (z angl. *cantilever*, tento termín se používá i v češtině). Hrot je mírně

vtlačován do vzorku a následkem působících sil je nosník ohnutý, v souladu s Hookovým zákonem. Během měření se hrot pohybuje po povrchu vzorku v pravidelném rastru (skenuje) tak, že výška druhého konce nosníku je konstantní. Je-li povrch vzorku nerovný, má nosník v různých místech vzorku různou velikost ohnutí a sledováním závislosti ohnutí na poloze na vzorku můžeme sestavit zvětšený obraz vzorku [7].



Obr. 1.6 Elektronový mikroskop Siemens z roku 1973 [5].



Obr. 1.7 První sériový TEM vyráběný firmou Simens [6].



Obr. 1.8 Moderní transmisní elektronový mikroskop Obr. 1.9 Mikroskop atomárních sil Nanoscope IIIa, v laboratoři elektronové mikroskopie na Fyzikálním ústavu AV ČR [6].

výrobce Veeco Instruments [7].

Optická skenovací mikroskopie v blízkém poli

Skenovací optická mikroskopie blízkého pole (SNOM, příp. NSOM, z angl. *near-field scanning optical microscopy*) zobrazuje vzorky pomocí skenování sondou nanometrových rozměrů, která slouží jako zdroj světla nebo detektor fluorescenčního záření. Jako sonda slouží hrot z průhledného materiálu v neprůhledném obalu, který má na konci miniaturní otvor. Otvor je podstatně menší než vlnová délka světla, které tak nemůže projít skrz, v jeho blízkém okolí se však tvoří evanescentní vlna, která dokáže fluorofory excitovat. Její intenzita exponenciálně klesá se vzdáleností, takže oblast, v níž se excitují fluorofory, je menší než difrakční limit, zhruba 100 nm. Nevýhodou této metody je, že z principu dokáže zobrazovat pouze povrch vzorku, zároveň ovšem nutně musí sbírat potenciálně zajímavé informace o topologii povrchu. Skenovací optická mikroskopie blízkého pole (SNOM) je mikroskopická technika pro výzkum nanostruktur, která rozbíjí vzdálené pole limitem rozložení využitím vlastností postupné vlny. V SNOM je buzení laserové světlo zaostřeno otvorem s průměrem menším, než je excitační vlnová délka, což má za následek evanescentní pole (nebo blízké pole) na vzdálené straně otvoru. Když je vzorek skenován v malé vzdálenosti pod otvorem, optické rozlišení procházejícího nebo odraženého světla je omezeno pouze průměrem otvoru. Bylo prokázáno zejména boční rozlišení 20 nm a vertikální rozlišení 2 až 5 nm [8].

Jak se však vyvíjela historicky metalografie (a především metalografie kovů a jejich slitin), která by bez vývoje a využití mikroskopu nebyla možná? Lze konstatovat, že metalografické metody zkoumání a dokladování struktur kovů a jejich slitin mají oproti mikroskopii značné zpoždění a první práce začínají až ve 2. polovině 19. století, přičemž první práce se věnují strukturám železa a jeho slitin. Prvním průkopníkem mikroskopických studií byl anglický vědec doktor Henry Clifton Sorby ze Sheffieldu, který v roce 1864 uveřejnil a popsal první fotografie struktur naleptaných výbrusů. V květnu 1885 Sorby na shromáždění Iron and Steel Institute v Londýně zdůraznil význam mikroskopických pozorování na výbrusech. Poukázal na to, že všechny druhy železa a oceli jsou směsi dvou a více strukturních složek, jež je možno rozeznat mikroskopem. Za vlastní základ metalografie jsou uváděny práce německého profesora Adolfa Karla Gottfrieda Martense (Obr. 1.10), který v roce 1878 vydal řadu pojednání o mikroskopickém pozorování železa a své rozbory doprovázel ručně kreslenými obrázky struktur. K významným průkopníkům patří i doktor H. Wedding, který při metalografickém studiu prosazoval již první mikrofotografie. Později se dokonce mezi Martensem a Weddingem vyvinul spor o to, zda mají být při metalografickém studiu používány kresby nebo fotografie (samozřejmě, že Weddingův názor měl správný směr, už jenom vzhledem k subjektivnímu vlivu kresliče).



Obr. 1.10 Adolf Martens [8].

Velký pokrok zaznamenala metalografie v roce 1893, kdy na inženýrském kongresu v Chicagu Francouz Floris Osmond předložil svou práci "Mikroskopická metalografie" (již v roce 1888 vzniká první metalografická laboratoř Florise Osmonda, Obr. 1.11). Pojednává v ní o dosavadním studiu nově se tvořící vědy a navrhuje, aby se stanovily základní strukturní modifikace a pak se pokusy určilo, jak se mohou tyto struktury měnit v závislosti na chemickém složení a na působení teploty, tlaku a času. Speciálně se zabývá i mikrostrukturou železa, způsoby osvětlování a jejich mikrofotografií. Vzájemnou dohodou byly ještě na tomtéž zasedání také poprvé ustáleny názvy typických strukturních složek železa tak, jak je navrhl Henry Marion Howe, a to ferit, perlit a cementit. K identifikaci a studiu jednotlivých strukturních složek později přibyly pojmy jako martenzit, troostit, sorbit a austenit. Dalšími badateli, kteří se na těchto zásadních výzkumech podíleli a na které nesmíme zapomenout, jsou tvůrce rovnovážného diagramu Angličan William Chandler Roberts-Austen, Angličan John Edward Stead, německý mineralog Karl Heinrich Adolf Ledebur či Heinrich Behrens [8].



Obr. 1.11 První metalografická laboratoř Francouze Florise Osmonda z roku 1888 [8].

V roce 1897 uveřejnil francouzský chemik, fyzik a profesor Henry Louis Le Chatelier pojednání o dějích ve slitinách železa s uhlíkem, které považuje za tuhé roztoky. Zveřejněny jsou i výsledky profesora Austena s různými slitinami železa a uhlíku, dále pojednání barona Jüptnera "Přínosy k teorii rozborů železa a oceli" a v roce 1899 Austenova "Pátá zpráva výboru pro výzkum slitin". Tyto studie soustředěné na samotný konec 19. století byly v Evropě především francouzského, anglického a německého původu a zabývaly se otázkou vzájemného vlivu železa a uhlíku. Přelom 19. a 20. století zaznamenal velmi rychlý sled výsledků dosažených jednotlivými badateli. Byly zkoumány děje při zahřívání a ochlazování slitin železa s uhlíkem a stanoveny kritické body a kritické teploty alotropické změny. Pojmenoval je Osmond, a to jako body zahřívání (A_{C1}, A_{C2}, ..., A_{CN}) a jako body ochlazování $(A_{R1}, A_{R2}, ..., A_{RN})$. V roce 1897 pak publikoval jako **první prakticky použitelný rovnovážný diagram** Roberts-Austen, který zachytil základní rysy soustavy. Dílem profesora Friedricha Emila Heyna je pak rozlišení stabilního a metastabilního stavu. Do oblasti posledního oddílu metalografické vědy pak patří především studium nesprávného ohřevu a výzkum škodlivých příměsí jako jsou síra, fosfor, plyny apod. Na přelomu 19. a 20. století se metalografie začíná rozvíjet jako technická disciplína a začínají se zřizovat první kvalitní metalografické laboratoře. Na počátku 20. století jsou již stanoveny v jednotlivých státech i standarty pro vybavení metalografických laboratoří (Obr. 1.12). Rovněž také vznikají první odborné knihy z oblasti metalografie, a to od přípravy vzorků, popisů leptadel pro zviditelnění struktury až po obrazovou dokumentaci a popis jednotlivých struktur. Mezi velice zdařilé a po odborné stránce kvalitní publikace z tohoto období (rok 1913) patří i dvoudílná publikace od profesora E. Heyna a profesora O. Bauera "Metallographie" (první díl "Allgemeiner Teil", druhý díl "Speziel Teil") z Německa, která se využívala i při výuce na technických školách v Rakousko-Uhersku (Obr. 1.13) [8]. U těchto prvotních publikací lze vyzdvihnout především velice kvalitní a rozsáhlou mikrofotodokumentaci v podobě snímkování struktur včetně popisu strukturálních složek, a to oceli (Obr. 1.14), litin (Obr. 1.15) a slitin mědi, bronzu a mosazi (Obr. 1.16 a 1.17) [8].



Obr. 1.12 Metalografická laboratoř v roce 1912. Celkový pohled na mikroskop s osvětlovacím zařízením a fotoaparátem, jak je stanovil Královský úřad pro testování materiálů v Rakousko-Uhersku [9].



Obr. 1.13 Dvoudílná publikace od profesora E. Heyna a profesora O. Bauer "Metallographie", první díl "Allgemeiner Teil" čítá 80 stran, druhý díl "Speziel Teil" 149 stran [9].



Obr. 1.14 Ocel s obsahem 0,95 % C – troostit [9].



Obr. 1.15 Bílá litina s perlitem a cementitem [9].



Obr. 1.16 Mikrostruktura bronzu s obsahem 4,5 % cínu [9].

Obr. 1.17 Mikrostruktura mosaze [9].

Novou část dějin mikroskopie otvírá německý vědec Ernst August Friedrich Ruska (1906 až 1988), vynálezce elektronového mikroskopu, přesněji řečeno transmisního elektronového mikroskopu (TEM). První jednoduchý transmisní elektronový mikroskop zkonstruoval již v roce 1931, přičemž vycházel z teoretických poznatků a experimentů svých krajanů Ernsta Karla Abbeho, Hanse Waltera Huga Busche a především však z teorie francouzského teoretického fyzika Louise Victora Pierra Reymonda vévody de Broglie, jenž v polovině 20. let minulého století formuloval základy vlnové mechaniky. Ruska, který vystudoval elektrotechniku v Mnichově a Berlíně, se původně zabýval problematikou vysokého napětí v prostředí vakua. Od roku 1928, jak uvádí ve své autobiografii, se jeho zájem zaměřil na jevy magnetického pole ovlivňovaného silným elektrickým proudem, které studoval společně s profesorem Maxem Knollem. Na základě tohoto studia se mu podařilo vyvinout výše zmíněné magnetické čočky, což byl první krok ke konstrukci transmisního elektronového mikroskopu, s nímž vědeckou veřejnost seznámil zhruba před 70 lety. Toto zařízení umožňuje zvětšení výrazně překračující možnosti optického mikroskopu, který je limitován délkou světelného paprsku (400 až 600 nm). Tento mikroskop, umožňující do té doby nevídané zvětšení, začal jako první ve své vědecké práci uplatňovat doktor Helmut Ruska, vynálezcův bratr. Na konci 30. let vznikl poblíž Berlína Ústav elektronové optiky a v této době spatřily světlo světa i první transmisní elektronové mikroskopy určené k prodeji dalším vědeckým pracovištím. Válečná léta tomuto směru vědeckého bádání příliš nepřála, ale po roce 1945 byla činnost ústavu znovu obnovena. V první polovině 50. let Ernst Ruska a jeho spolupracovníci zkonstruovali vylepšený elektronový mikroskop Elmiskop 1, který vyráběla společnost Siemens a jehož služby k objevování "neviditelného světa" využívalo na 1 200 vědeckých institucí a univerzit po celém světě. V roce 1957 se Ernst Ruska stal ředitelem nově založeného berlínského Ústavu pro elektronovou mikroskopii, přičemž současně působil jako profesor na Technické univerzitě v Berlíně. Ernst Ruska, laureát Nobelovy ceny za fyziku a zakladatel elektronové mikroskopie, který zkonstruoval první elektronový mikroskop, zemřel 27. května 1988 [10].

Princip elektronové mikroskopie je založen na tom, že světelné paprsky jsou nahrazeny svazkem urychlených elektronů, jehož vlnová délka, výrazně nižší než vlnová délka světla, je závislá na urychlujícím napětí (lze dosáhnout 6 pm). Skleněné čočky, regulující sbíhavost a rozbíhavost paprsku světla u optického mikroskopu, jsou zde nahrazeny elektromagnetickými čočkami. Každý transmisní elektronový mikroskop se z tohoto důvodu skládá z osvětlovací a zobrazovací soustavy, ze zdrojové a ovládací soustavy, doplněné o vakuovou trubici. Zrychlený, usměrněný proud elektronů emitovaný zdrojem je veden vakuem a probíhá tenkým mikroskopovaným vzorkem – zde se využívá toho, že se část elektronů odráží od atomů a molekul tvořících hmotu vzorku. Jejich opětovným soustředěním pomocí magnetové čočky se vytváří "stínový obraz" mikroskopovaného vzorku. K jeho zviditelnění se u zdokonalených typů elektronových mikroskopů využívá stejného principu, na jehož základě vzniká obraz na monitoru počítače. Výsledný obraz, jehož lze docílit transmisním elektronovým mikroskopem, může být až stotisíckrát větší než pozorovaný předmět. Podle způsobu zobrazování se elektronové mikroskopy dnes dělí na transmisní, emisní a odrazové (v praxi málo používané) a novější řádkovací (skenovací či rastrovací). Není jistě nutno zvlášť zdůrazňovat, že se elektronový mikroskop stal cenným nástrojem v řadě vědeckých odvětví, od mikrobiologie a medicínu po fyziku a technologii materiálů. Díky němu byly s vysokou rozlišovací schopností studovány jednotlivé části buňky i pochody, které v nich probíhají, stejně jako například povrch a struktura krystalů řady materiálů [10, 11, 12].

Na základě revolučních prací na poli elektronové mikroskopie vyvinuli Gerd Karl Binning a Heinrich Rohrer ve švýcarském výzkumném pracoviště IBM v Curychu **skenovací tunelový mikroskop** (STM, z angl. *scanning tunneling microscope*). Tato metoda, lety neustále vylepšovaná, umožnila lidskému oku nahlédnout na povrch hmoty v rozměru nanometru. Skenovací tunelové mikroskopie se začalo využívat nejen v mikroelektronice (zvláště ke studiu a konstrukci polovodičů), ale především připravila půdu pro rozvoj nanotechnologie. Vývoj elektronové mikroskopie ovšem nekončí. Mezi nejvýznamnější inovace patří dále především **atomový silový mikroskop** (AFM, z angl. *atomic force microscope*) a **skenovací sondový mikroskop** (SPM, z angl. *scanning probe microscope*), který kombinuje metody STM a AFM. Jednou z jeho modifikací je například **chemický silový mikroskop** (CFM, z angl. *chemical force microscope*) sloužící k pozorování vazeb mezi jednotlivými molekulami. Trojice vědců Ruska, Binning a Rohrer získala v roce 1986 Nobelovu cenu za fyziku, ze které polovina náležela Ruskovi "za fundamentální práce na poli elektronové optiky a za objev elektronového mikroskopu", o druhou polovinu se rozdělili Binning Rohrer "za konstrukci skenovacího tunelového mikroskopu" [10, 11, 12].

2 PŘÍPRAVA METALOGRAFICKÝCH VZORKŮ

Metalografie se stala neocenitelným nástrojem při pokroku vědy a techniky. Tento obor se věnuje zkoumání vnitřní struktury materiálů a dává tak celkový obraz o jejich vlastnostech a vzájemnému vztahu mezi vlastnostmi, strukturou a technologií. **Metalografie** je nauka, která pojednává o vnitřní stavbě kovů a slitin. Jejím cílem je zviditelnění struktury materiálu a následné studium pomocí optického, laserového konfokálního či elektronového mikroskopu. Metalografii lze tedy rozdělit do dvou základních částí, a to na **přípravu metalografických vzorků** a na **studium struktury**. Specifické postavení v rámci metalografie má **fraktografie**, která se věnuje studiu lomů a lomových ploch. Metalografie je tedy vědní obor, který se zabývá přípravou vzorků, zkoumáním struktury pomoci mikroskopů a interpretací mikrostruktur. Interpretací myslíme popis a vysvětlení vzniku dané struktury a její vliv na užitné vlastnosti.

Struktura materiálu závisí na:

- chemickém složení materiálu,
- vnitřní struktuře materiálů,
- způsobu výroby kovových materiálů a technologiích jejich zpracování,
- tepelném, popř. chemicky-tepelném zpracování.

Metalografie tedy pomáhá určit způsob výroby a dalšího tepelného, popř. chemicko-tepelného zpracování tak, abychom získali vlastnosti materiálu, které u výrobku požadujeme.

Metalografie je metoda, jejíž pomocí můžeme sledovat mikrostrukturu materiálu. **Metalografií** v užším slova smyslu rozumíme zobrazování topografických nebo mikro-strukturních charakteristik na vhodně připravených površích materiálů. Tato technika spočívá v přípravě rovinných vyleštěných povrchů – výbrusů. Chemické nebo jiné metody leptání jsou používány pro zviditelnění makro- nebo mikrostrukturních charakteristik.

Co je to tedy mikrostruktura a proč je tak důležitá? Kovy, ale i další materiály (např. keramika), jsou v pevném stavu krystalické. Krystalická struktura pevných látek znamená, že atomy jsou pravidelně uspořádány v trojrozměrné mřížce. Běžné kovové i nekovové materiály jsou polykrystalické, to znamená, že je tvoří shluk velmi malých krystalů. Nejdůležitější charakteristikou konstrukčních (ale i jiných) materiálů je struktura. Struktura materiálu je dána jeho složením a zpracováním, ovlivňuje vlastnosti a chování materiálu. A tak studium struktury materiálu poskytuje informace, které dávají do souvislosti složení a zpracování materiálů s jejich chováním a užitnými vlastnostmi. Interpretace (pochopení) struktury vyžaduje znalost procesů, kterými různé struktury vznikají. Fyzikální metalurgie je věda, která poskytuje vysvětlení mikrostruktur, a to díky pochopení toho, co se děje uvnitř materiálu během různých výrobních (nebo provozních) procesů.

Pravidla pro odběr vzorku:

- provádí se řezáním, frézováním, upichováním, vrtáním, rozbrušováním,
- vzorek musí odpovídat struktuře původního materiálu,
- v případě nehomogenní struktury je nutné odebrat více vzorků,
- u tvářených materiálů se odebírají vzorky v navzájem kolmých směrech,
- u povrchově upravovaných materiálů se vzorek odebírá šikmo, aby vynikla povrchová vrstva,
- vzorky poškozených materiálů (lom, trhliny) musí být odebrány z obou oblastí nepoškozené i poškozené [13].



Obr. 2.1 Krystalická struktura při chladnutí [13].

Jednotlivé etapy přípravy metalografických vzorků (pro zviditelnění struktury) jsou následující (Obr. 2.2):

- volba místa odběru vzorku,
- odběr vzorku (volba vhodného způsobu odběru),
- preparace vzorku,
- značení vzorku,
- broušení vzorku,
- leštění vzorku,
- leptání vzorku.

V následujících podkapitolách budou jednotlivé etapy blíže popsány.



Obr. 2.2 Celkové schéma přípravy vzorku.

2.1 Volba místa odběru vzorku

Provede se volba místa, odkud bude odebrán vzorek, aby vystihl charakter struktury zkoumané součásti. Většinou se odebírá více vzorků např. ve směru kolmém i rovnoběžném na směr tváření.

Přesná interpretace struktury vyžaduje **správně připravený vzorek**, to znamená, že **sledovaná oblast** musí:

- být rovná, bez trhlin, nečistot a jiných nedokonalostí, které znehodnocují povrch,
- obsahovat všechny kovové vměstky neporušené,
- být bez poškrábání od tvrdých a křehkých intermetalických částic,
- být zbavena všech stop po dělení kovu.

2.2 Odběr vzorku

Odběr vzorku je oddělení reprezentativního vzorku ze zkoušeného původního kusu a provádí se dělením. Důležitou součástí odběru vzorku je jeho **přesné a dostatečné značení** s ohledem na původní vzorek, které musí zabezpečit přesnou zpětnou identifikaci po metalografické přípravě vzorku. Lze konstatovat, že nejdůležitějším krokem v metalografické přípravě vzorků je nedeformační dělení zkoumaného materiálu. Při dělení vzorku nesmí dojít k tepelnému ani mechanickému ovlivnění struktury, proto musíme zabezpečit optimální řeznou rychlost a chlazení místa dělení. Řezání nebo stříhání nejsou s ohledem na vznik velké plastické deformace materiálu příliš vhodné. Nejlepší řešení představuje **rozbrušování**. Nejčastěji se používá **abrazivní řezání za mokra** (Obr. 2.20). Pro abrazivní řezání za mokra se používá řezný kotouč, který se skládá z brusného prostředku a z pojiva. K řeznému kotouči je přiváděna chladicí kapalina, která brání tepelnému poškození vzorku a rovněž odstraňuje úlomky z oblasti řezání.



Obr. 2.3 Univerzální přesná dělicí pila [14].

Řezné kotouče lze podle jejich charakteristiky rozdělit na (podle firmy Struers):

• Kotouče pro dlouhodobé použití

Diamantové kotouče dostupné ve dvou verzích, s rozdílnými pojivy pro brusné částice – kotouče s kovovou vazbou a kotouče s pryskyřičnou vazbou. Oba druhy kotoučů se používají pro řezání extrémně tvrdých materiálů. Kovová vazba se používá pro křehčí materiály, jako je keramika. Pryskyřičná vazba se používá pro řezání materiálů, jako jsou např. slinuté karbidy. Kotouče CBN se dodávají pouze s pryskyřičnou vazbou a používají se pro řezání velmi tvrdých železných materiálů, jako je např. bílá litina.

Kotouče pro krátkodobé použití

Řezné vlastnosti těchto kotoučů se mění s vlastnostmi pojiva. Pojiva lze klasifikovat podle jejich "tvrdosti" nebo podle jejich schopnosti zachycovat nebo uvolňovat brusná zrna. "Tvrdé" kotouče drží brusná zrna lépe než kotouče "měkké". "Měkké" kotouče se používají pro řezání tvrdých, křehkých materiálů, protože nová, ostrá brusná zrna jsou plynule přiváděna tak, jak se uvolňuje měkké opotřebené pojivo. Kotouče s tvrdší vazbou by se měly používat pro řezání měkkých a tvárných materiálů. Kromě toho kotouče s tvrdší vazbou jsou ekonomičtější, protože se pomaleji opotřebovávají.

Metalografický řez musí mít hladký povrch s co nejmenší tepelnou a mechanickou deformací, aby nebyla nijak ovlivněna struktura materiálu v místě pozorování a aby následná příprava vzorku nebyla zbytečně časově náročná a nevyžadovala velké úběry materiálu z povrchu broušením. Nejlepším způsobem je abrazivní řezání za mokra, které garantuje nejmenší možné poškození vzhledem k potřebné době přípravy vzorku. Důležité je, aby odebraný vzorek reprezentoval vlastnosti materiálu, ze kterého byl oddělen. V tabulce 2.1 je porovnání různých technologií dělení materiálu ve vztahu ke způsobené tepelné mechanické a tepelné deformaci. Tabulka udává hloubku poškození materiálu v mm a dobu dělení. Zde je patrné, že nejšetrnějším způsobem dělení je rozbrušování za mokra pomocí metalografických rozbrušovacích pil.

Tabulka 2.1 Tepelné poškození vzorku ve vztahu k použitému způsobu dělení [14].

Poškozená oblast / Cas (měřeno opticky)	
Plazmatem:	do cca. 1,500 mm (cca. 10 sek.)
Laserem:	do cca. 0,500 mm (cca. 2,3 sek.)
Elektro-erozivně:	do cca. 0,050 mm (cca. 2400 sek.)
Pásová pila:	do cca. 0,300 mm (cca. 20 sek.)
Rozbrušovací pila:	do cca. 0,015 mm (cca. 28 sek.)
Precizní rozbrušovací pila:	do cca. 0,005 mm (cca. 300 sek.)

V tabulce 2.2 je porovnání metod dělení ve vztahu k mechanické deformaci. Grafy znázorňují hloubku mechanicky poškozeného materiálu.



Tabulka 2.2 Drsnost povrchu po různém způsobu dělení [14].

I při dělení materiálu může dojít neodbornou činností k poškození vzorku. Častou chybou při dělení abrazivním rozbrušováním za mokra je spálení vzorku, a to většinou příliš vysokou rychlostí řezu, nedostatečným chlazením nebo špatnou volbou kotouče. Obr. 2.5 znázorňuje situaci, kdy byl zvolen příliš tvrdý kotouč nebo příliš vysoká rychlost řezu.



Obr. 2.4 Spálený vzorek [14].



Obr. 2.5 Dobrý vzorek [14].

K mechanickému poškození dochází nejčastěji příliš vysokou rychlostí řezu. Obr. 2.7 znázorňuje enormní nerovnoměrnou deformaci způsobenou příliš vysokou rychlostí řezu.



Obr. 2.6 Nízký posuv, správně [14].



Obr. 2.7 Vyšší posuv, deformace [14].

Důležitým aspektem v procesu odběru vzorku je i **správná volba rozbrušovacího zařízení**. V dnešní době renomovaní výrobci (např. firma Struers) nabízejí rozsáhlou paletu zařízení pro řezání metalografických vzorků, počínaje vysokokapacitními řezacími zařízeními pro enormně velké obrobky až k zařízením na přesné řezání nejmenších vzorků. Programy řezacích strojů zohledňují všechny požadavky na materiál a kapacitu. Obsahují jak plně automatické, tak manuální funkce. **Rozbrušovací stroje se dělí na**:

- manuální,
- automatické,
- precizní automatické.

Volba **manuálního rozbrušovacího stroje** má určité specifické výhody. Jedná se o rychlý způsob dělení malých nekomplikovaných vzorků. Zařízení je zpravidla levnější. Jde o vhodnou volbu pro laboratoře s malým množstvím nekomplikovaných vzorků. Nevýhodou je v drtivé většině případů horší kvalita řezu v důsledku nerovnoměrnosti pohybu kotouče, nutnost přítomnosti obsluhy a vyšší spotřeba kotoučů.

Automatické rozbrušovací stroje (Obr. 2.8) nabízejí mnohem více výhod. Mají vysokou kvalitu řezu, téměř jistou ochranu před spálením vzorku, zcela bezobslužný proces dělení, výrazně vyšší produktivitu práce při dělení tvrdých materiálů či velkých průřezů, nižší spotřebu kotoučů a možnost dělení téměř libovolného materiálu a průřezu. Tyto stroje jsou plně programovatelné pro maximalizaci výsledků. Zařízení během dělení materiálu kontinuálně monitoruje řezný odpor a podle detekované odezvy vhodně upravuje řezné podmínky místo obsluhy. Tím se výrazně eliminuje vliv operátora a zvyšuje se reprodukovatelnost dané operace. Jde o nejlepší volbu pro laboratoře s velkým množstvím vzorků, zejména při kontrole tepelně zušlechtěných součástí, nebo pro pracoviště s kontrolou velkých kusů.



Obr. 2.8 Automatický rozbrušovací stroj od firmy Struers [14].

2.3 Preparace

Preparace vzorku se provádí, pokud jsou odebrané části materiálu malé a je nutné je preparovat v umělé hmotě. Zvětší se tak plocha metalografického výbrusu a usnadní se manipulace při následném broušení a leštění. Tato etapa může být vynechána s ohledem na typ použitého materiálu, charakteristiku pozorovaní (např. pozorování povrchové koroze na konfokálním laserovém mikroskopu) nebo metody přípravy vzorku (např. u elektrolytického leštění, anodické přípravě zrna apod).

Preparace vzorků se provádí:

- pokud se jedná o vzorky menších rozměrů, tj. aby se pohodlně držely v ruce při ruční přípravě metalografického vzorku;
- u poloautomatické přípravy z důvodu jednotného tvaru určeného držákem přístroje;
- u vzorků, u kterých má být dodržena ostrost hran nebo zachovány povrchové vrstvy (koroze, vměstky, povrchové úpravy atd.);
- při přípravě většího počtu vzorů najednou na poloautomatické nebo automatické leštičce (standardizace přípravy).

Cíle preparace jsou následující:

- vzorek musí reprezentovat původní materiál,
- musí zůstat zachovány všechny součásti struktury,
- povrch musí být bez rýh a bez deformace,
- na povrchu vzorku nesmí být žádná cizí tělesa,
- povrch vzorku musí být rovný a vysoce reflexní,
- zejména u hromadné přípravy vzorků by se mělo docílit optimálního poměru cena/vzorek,
- všechny preparace musí být stoprocentně reprodukovatelné.

Metody preparace jsou následující:

- lisování,
- zalévání za tepla,
- zalévání za studena.

2.3.1 Lisování

Vzorek se umístí do teplotní komůrky lisu, přidá se sypký materiál (prášek) a vzorek se zpracovává za zvýšené teploty (100 až 1800 °C) a pod vysokým tlakem (30 až 50 kN). Doba přípravy zalisování vzorku je cca 10 až 15 minut. Získají se tak velice tvrdé obaly vzorků v minimálním čase. Proměnnými při lisování jsou tlak, teplota a čas. Pro určité preparační lisy může být teplota a tlak konstantní. Práškový materiál by měl být formovatelný již při pokojové teplotě.

Užívané práškové materiály se dělí na:

- termosety,
- termoplasty.

Termosetová média vyžadují teplotu a tlak během lisovacího cyklu a mohou být vyjmuta při maximální lisovací teplotě. **Termoplastické** materiály zůstávají při maximální lisovací teplotě tekuté a stávají se tuhými a průhlednými při snižující se teplotě a stoupajícím tlaku. Termoset se může předlisovat, když jeho část nebude poškozena nebo nepoškodí preparovaný materiál při počátečním použití tlaku. Přehled některých materiálů pro lisování s jejich parametry zpracování (teplota, tlak) jsou uvedeny v tabulce 2.3.

Materiál	Tvar	Klasifikace	Lisovací teplota [°C]	Lisovací tlak [MP]
bakelit	prášek	termoset	135-150	29,5
bakelit	předlisek	termoset	135-150	29,5
dialyl ftalát	prášek	termoset	140-145	17,5-21,1
epoxy	prášek	termoset	140-150	7,1-21,1
lucite	prášek	termoplast	140-150	29,5

Tabulka 2.3 Přehled některých materiálů pro lisování a jejich parametry zpracování.

U lisovaných termosetů se lze setkat s celou řadou vad, a to:

- trhliny příliš velký vzorek na plochu formy, ostré hrany vzorku, materiál obsahoval vlhkost;
- smrštění špatná přilnavost povrchu vzorku a velké smrštění na stykové ploše;
- praskliny nedostatečný tlak nebo vytvrzovací čas;
- **dřevitost** nedostatečný tlak, nedostatečný vytvrzovací čas a vytvrzení částic prášku před etapou roztékání;
- zkornatění a puchýře vysoká lisovací teplota.

Jestliže je lisovací teplota u termosetů příliš vysoká, můžeme se setkat s následujícími vadami:

- stoupající lepivost povrchu formy,
- stoupající matnost povrchu,
- zkornatění vnějších povrchů,
- přílišné výronky,
- zbarvování formy.

U lisovaných termoplastů se můžeme setkat především s následujícími vadami:

- tobolka nedosáhlo se maximální nutné teploty při fázi vytvrzování;
- vlasové trhliny vysoké vlastní pnutí před vyjmutím z formy nebo po jeho vyjmutí.

2.3.2 Zalévání za tepla [14, 19]

Pryskyřice tvrditelné teplem se vytvrzují za zvýšených teplot. Pryskyřice s touto vlastností se také nazývají duroplasty. Termoplastické pryskyřice měknou nebo se roztavují za zvýšených teplot a tvrdnou během ochlazování. Ačkoliv pryskyřice tvrditelné teplem by mohly být vyjmuty za zvýšených teplot, doporučuje se ochladit objímky se vzorky pod tlakem, což má za následek nejmenší smrštění a zachování dobré přilnavosti mezi pryskyřicí a vzorkem. Postup je, že vzorek se umístí do zalévacího lisu, přidá se pryskyřice a vzorek je připraven pro zalévání za horka a vysokého tlaku. K dispozici jsou dva druhy pryskyřic pro zalévání za horka.



Obr. 2.9 Ukázka zalévání za tepla.

2.3.3 Zalévání za studena [14, 19]

Vzorek se umístí do formičky a odměří se potřebné množství dvou složek (pryskyřice a tvrdidla) tekuté zalévací hmoty, důkladně se smísí a nalijí na materiál. Před nalitím se ještě hmota nechá odstát cca 3 až 5 minut, kdy dojde k vyplavání vzduchových bublin zanesených do hmoty intenzivním mícháním hmoty. Doba polymerace je přibližně 24 hodin, lze ji však o něco zkrátit na 8 až 12 hodin zvýšením teploty (foukáním teplého vzduchu). Pro preparaci za studena jsou zvlášť vhodné vzorky choulostivé na tlak a teplotu při lisování a rozměrově větší vzorky, které je nutné připravit v celku. Protože během polymerizace dochází k exotermické reakci a k vlastnímu vytvrzování hmoty, je pro jednotlivé systémy důležitý směšovací poměr podle objemu nebo hmotnosti. Směšovací poměr může být různý podle materiálu a objemu zalévaného materiálu a je doporučován dodavatelem, který striktně dodržujeme a neměníme. Postup je, že vzorek se položí do zalévací formy, přesně se musí navážit nebo odměřit zalévací komponenty, které se potom důkladně promíchají a nalijí na vzorek. K dispozici jsou tři druhy zalévacích pryskyřic.

Tři nejběžnější typy materiálu pro zalévaní za studena jsou:

- **epoxidy** jsou bledě žluté a průhledné;
- polyestery jsou průhledné nebo slabě růžové;
- **akryláty** jsou neprůhledné.



Obr. 2.10 Ukázka zalévání za studena.

Epoxidová pryskyřice [19]

Epoxidové pryskyřice mají nejmenší smrštění ze všech pryskyřic pro zalévání za studena. Doba vytvrzování je relativně dlouhá, ale přilnavost k většině materiálů je vynikající. Používají se také pro vakuovou impregnaci. Epoxidové pryskyřice polymerizují chemickou reakcí po smíchání ve správném poměru. Vytvrzená epoxidová pryskyřice je tvrditelná teplem a je odolná proti teplu a chemikáliím.

Vady formování epoxidem:

Praskání



Příčiny: Nesprávný poměr tvrdidla a pryskyřice. Extrémní exotermická reakce.

Řešení: Správný poměr pryskyřice a tvrdidla. Pro řízení exotermické reakce užít studený vzduch nucený.

• Vzduchové bublinky

Příčiny: Příliš prudké míchání při směšování pryskyřice a tvrdidla.



Řešení: Míchat směs méně prudce nebo odstranit vzduch ve vakuu.

• Ztráta barvy



Příčiny: Tvrdidlo je zoxidované. Poměr pryskyřice a tvrdidla je nesprávný.

Řešení: Udržovat nádobu těsně uzavřenou. Správný poměr pryskyřice a tvrdidla.

Měkký obal



Příčiny: Nesprávný poměr pryskyřice a tvrdidla. Nedostatečné míchání při míšení pryskyřice a tvrdidla.

Řešení: Správný poměr pryskyřice a tvrdidla. Řádně promíchaná směs.

<u>Akrylová pryskyřice</u>

Akrylové pryskyřice jsou snadno použitelné pryskyřice s krátkou dobou vytvrzování a zanedbatelným smrštěním. Skládají se z komponent, které samy polymerizují a po přidání katalyzátoru se vytvrdí. Vytvrzená akrylová pryskyřice je termoplastická a chemicky odolná.

Vady formování akrylem:

• Vzduchové bubliny

Příčiny: Příliš prudké míchání při směšování pryskyřice a tvrdidla.



Řešení: Míchat směs méně prudce nebo odstranit vzduch ve vakuu.

Polyesterová pryskyřice

Polyesterové pryskyřice patří k pryskyřicím, které podobně jako akrylové pryskyřice potřebují k vytvrzení katalyzátor. Doby vytvrzování jsou relativně krátké a vytvrzený vzorek je odolný proti teplu (duroplastický).

Vady formování polyesterem:

Praskání



Příčiny: Nesprávný poměr tvrdidla a pryskyřice. Extrémní exotermická reakce.

Řešení: Správný poměr pryskyřice a tvrdidla.

• Odbarvení



Příčiny: Tvrdidlo je zoxidované. Nesprávný poměr pryskyřice a tvrdidla.

Řešení: Udržovat nádobu těsně uzavřenou. Správný poměr pryskyřice a tvrdidla.

Měkký obal



Příčiny: Poměr pryskyřice a tvrdidla je nesprávný. Nedostatečné promíchání při smíšení pryskyřice a tvrdidla.

Řešení: Správný poměr pryskyřice a tvrdidla. Řádné promíchání směsi.

2.4 Broušení

Broušení je operace, při které dochází k intenzivnímu odebírání hmoty z povrchu materiálu. Broušení se vyznačuje znatelným úběrem materiálu, přičemž zrna brusiva jsou pevně ukotvena v podložce. Tvar brusiva určuje jeho vhodnost k ubírání materiálů (broušení). Při broušení vznikají rysky buď ostré a "jasné" (má-li brusivo dosud ostré řezné hrany) nebo deformované a "rozmazané" (jsou-li zrna brusiva již opotřebená), přičemž tento stav je naprosto nevhodný a důsledkem je pak neakceptovatelná kvalita výbrusu. Pro broušení na brusných papírech nebo diamantových brusných podložkách se používá chlazení vodou, tzv. broušení pod vodou. U broušení nebo leštění na textilních podložkách se používá smáčedlo.

Cílem broušení je postupně odstranit pásmo deformací způsobené dělením a dosáhnout rovinného povrchu vzorku s minimálním poškozením, které se snadno odstraní při leštění. Broušení se provádí pomocí brusných papírů s různou zrnitostí nebo pomocí speciálních MD disků.

Vzorek se vystavuje působení tlaku na rotující kotouč s brousícím materiálem a tím dochází k odebírání hmoty vzorku. Při broušení a leštění je materiál vzorku intenzivně tvářen, a to do značné hloubky. Na povrchu vzorku vzniká Beilbyho vrstva (Obr. 2.11), která značně ovlivňuje původní strukturu a závisí na podmínkách broušení a leštění. Čím vyšší tlak a rychlost, tím vyšší teplota od tření na povrchu vzorku, čímž vzniká tlustší deformovaná vrstva, a to především při broušení za sucha. Odstranění Beilbyho vrstvy se dosáhne intenzivním chlazením kapalinou během broušení a leštění.



Obr. 2.11 Beilbyho vrstva na povrchu vzorku.

U ocelí a litin se obvykle používají brusné papíry 320 a 600, při broušení siluminu 320, 600 a 1000.

Při **ručním broušení** spočívá první etapa v "zachycení roviny" na vzorce, ve druhé etapě se vzorek otočí o 90° a pokračuje se, až dokud nevymizí rýhy po předchozím broušení na papíru s vyšší zrnitostí.

Brusný kotouč je charakterizován následujícím:

- brusné zrno (typ brusného zrna, zrnitost),
- pojivo (guma, termoset, termoset/guma),
- tvrdost pojiva (měkké, střední, tvrdé),
- hustota a struktura (otevřená, hutná).

Pro dělení ocelí a vysoko pevných materiálů se všeobecně doporučuje oxid hliníku Al₂O₃. Pro některé skupiny ocelí, neželezných materiálů, titanových slitin jsou používána brusiva z karbidu křemíku SiC. Keramiky nebo slinuté karbidy se řežou diamantovým kotoučem s kovovou nebo pryskyřičnou vazbou. Kubický nitrid bóru CBN se ve zvýšené míře rovněž používá k řezání tvrdších typů železných

materiálů. Parametry zrna ovlivňují kvalitu řezu. Hrubá zrnitost způsobuje tvrdší řez, tj. řezání bude víc otevřené a čistota řezu bude větší. Jemnější zrnitost se projevuje měkčím řezem a hladším povrchem.

2.5 Leštění

Při **leštění** již nedochází ke znatelnému úběru materiálu (na rozdíl od broušení při leštění již materiál z povrchu vzorku neubývá, ale nastává pouze deformace vrcholů povrchové drsnosti). Naopak může nastat tzv. přeleštění a vnesení dodatečné deformace do povrchových vrstev vzorů. Při leštění dochází pouze k odstranění zbylých rysek z předchozích kroků. Jednotlivá zrníčka lešticího prostředku (ve většině případů jemné brusivo) jsou ukotvena pružně na vláknech textilní podložky (viz níže uvedená schémata) a silové působení hran brusiva (což zajišťuje oddělování materiálu) je pro broušení a leštění odlišné. Leštění je posledním krokem na cestě za kvalitním výbrusem pro pozorování struktury.

Existují tři způsoby leštění vzorku:

- mechanické,
- elektrolytické,
- chemické.

Mechanické leštění

Princip mechanického leštění je do značné míry obdobný mechanismu broušení. Opět se vzorek vystavuje působení tlaku na rotující kotouč s lešticím materiálem. Deformace povrchových nerovností vzorku nastává tlakem lešticího média. Provádí se na kotoučích různé jemnosti pomocí diamantových lešticích past. Postupuje se tak, že lešticí pastu naneseme přímo na vzorek a leští se pohybem proti směru otáčení kotouče. Lešticí kotouč se v průběhu leštění zvlhčuje lihem. Vzorek se leští tak dlouho, dokud nedosáhneme kovově lesklého povrchu bez škrábanců a rýh. Materiálem lešticího kotouče je textilní tkanina a jako lešticí médium je použita lešticí pasta. Takto připravený povrch je vhodný na leptání. Před leptáním, ale i při přechodu z jednoho kotouče na druhý, se vzorek důkladně opláchne vodou, lihem a usuší se.

Mechanické leštění ovlivňují následující faktory:

- materiál lešticího kotouče buď se používá textilní sukno (klasický a nejčastější způsob) nebo speciální kovové podložky, do nichž jsou leštící částice zalisovány (MD systém);
- typ částic liší se chemickým složením, a tedy i tvrdostí, používají se zejména Al₂O₃, Cr₂O₃, Fe₂O₃ MgO, CeO₂ a C (diamant), univerzálním, ale také nejdražším lešticím prostředkem je diamantový prášek, pro měkké materiály (např. slitiny drahých kovů) je oblíbeným prostředkem Fe₂O₃, MgO je díky nestálosti na vzduchu (absorpce vlhkosti a CO₂) používán velmi zřídka;
- velikost a tvar částic preferují se částice oblého charakteru, které pouze zahlazují povrch vzorku;
- smáčedlo a chladicí médium používá se menšího množství tekutiny, poněvadž ochlazování nemusí být tak intenzivní jako u broušení, aby tvářená vrstva byla co nejmenší, používá se lešticích prášků ve formě vodní suspenze;
- rychlost otáčení kotouče, velikost přítlačné síly mají stejný vliv i význam jako u broušení.

Elektrolytické leštění

Elektrolytické leštění je založeno na zcela jiném principu než mechanické leštění a jeho princip je patrný z Obr. 2.12.



Obr. 2.12 Princip elektrolytického leštění [14].

Vzorek je zapojen jako anoda a je ponořen do elektrolytu. Při průchodu proudu mezi vzorkem a katodou z nerezavějící oceli se za vhodných podmínek vytvoří na povrchu vybroušeného vzorku viskózní film produktů (anodický film), který má velmi nízkou elektrickou vodivost. Tloušťka anodického filmu není všude stejná, nejsilnější je v místech prohlubní vzorku, a naopak nejslabší nad výstupky. Proudová hustota je největší v těch místech, kde je tloušťka filmu nejmenší (tam vrstva produktů klade elektrickému proudu nejmenší odpor). Proto se výstupky na vzorku při správných pracovních podmínkách rozpouštějí a povrch kovu se postupně uhlazuje.

Elektrolytické leštění ovlivňují následující faktory:

• Složení elektrolytu a jeho teplota

Elektrolyty mají buď kyselý (nejčastěji) nebo zásaditý charakter. Kyselé elektrolyty bývají na bázi roztoků směsí kyselin chloristé, sírové či fosforečné. Zásadité elektrolyty bývají na bázi roztoků hydroxidů alkalických kovů či kyanidů. Správnou volbu typu elektrolytu si můžeme ověřit tak, že pro daný materiál v daných podmínkách naměříme tzv. polarizační křivku. Podle jejího charakteru lze rozhodnout, zda daný materiál bude možné v daném elektrolytu elektrolytu elektrolyticky leštit či nikoliv. Polarizační křivka kovu, u kterého v daném elektrolytu není možné provádět elektrolytické leštění, je na Obr. 2.13., na Obr. 2.14 je křivka pro kov leštitelný. Podle typu elektrolytu (pro každý materiál nutno volit individuálně) se volí rovněž jeho teplota, která se udržuje termostatováním.

• Proudové podmínky

Nastavují se individuálně podle druhu vzorku.

• Vzdálenost elektrod

Nastavuje se individuálně podle druhu vzorku, ale obecně musí být nízká.

Plocha vzorku

Z plochy vzorku je odvozena proudová hustota, nastavuje se individuálně podle druhu vzorku.

• Rychlost proudění elektrolytu

Je nutno udržet stabilní anodický film, takže proudění musí být maximálně potlačeno.



Obr. 2.13 Polarizační křivka kovu elektrolyticky neleštitelného.

Obr. 2.14 Polarizační křivka kovu elektrolyticky leštitelného.

Užití elektrolytu může způsobit celou řadu povrchového poškození a nevyhovujícího povrchu pro pozorování struktury, tak jak je to uvedeno v tabulce 2.4. Nečistoty a velký obsah kovových iontů působí jako katalyzátory při rozkladu roztoků, což také může způsobit umělé vady na povrchu a vést k nesprávné interpretaci mikrostruktury.

Tabulka 2.4 Příčiny vzniku a doporučené nápravy pro nevyhovující povrchy při elektrolytickém leštění [14].

Stav povrchu	Pravděpodobná příčina	Doporučená úprava		
Hrany vzorku jsou dolíčkovité nebo leptané	Film je příliš viskózní nebo příliš tenký	Zvýšit intenzitu proudu Použít méně viskózní elektrolyt Snížit napětí		
Střed vzorku je leptán	Ve středu vzorku se nevytváří film	Zvýšit napětí Snížit intenzitu proudu		
Sedimenty na vzorku	Nerozpustné produkty anodické reakce	Použít čerstvý elektrolyt Použít jiný elektrolyt Zvýšit napětí		
Leptání nebo flekatění vzorku	Chemické napadení po vypnutí proudu	Vyjmout vzorek bezprostředně po vypnutí proudu Použít méně korozivní elektrolyt		
Reliéfní efekt	Nedostatečný lešticí film Existuje vztah ušlechtilosti	Zvýšit napětí Zlepšit přípravu vzorku a snížit čas leštění		
Zvlnění leštěného povrchu	Nedostatečný čas Intenzita proudu příliš vysoká nebo nízká Nevhodná příprava	Zvýšit napětí Zvýšit nebo snížit intenzitu proudu Nedostatečná příprava Zvýšit čas		
Nedoleštěná místa	Plynové bubliny	Zvýšit intenzitu proudu Příliš vysoká teplota elektrolytu Snížit napětí		
Hrubý nebo kamenný povrch	Není nebo je nedostatečný lešticí film	Zvýšit napětí Použít více viskózní elektrolyt		
Důlkovitost	Příliš dlouhý lešticí čas Příliš vysoké napětí	Zlepšit předpřípravu vzorku Snížit napětí Snížit čas Určit, zda důlky vznikají z důvodu vměstků nebo napadení fází z důvodu faktoru ušlechtilosti		

Hlavní předností elektrolytického leštění je to, že při něm nedochází ke vzniku Beilbyho vrstvy. Hlavní nevýhodou je to, že současně s leštěním povrchu vzorku dochází k současnému naleptání struktury. Elektrolytické leštění není univerzální jako mechanické leštění a nelze ho použít pro všechny materiály. Může např. docházet k selektivnímu rozpouštění méně ušlechtilých strukturních složek (vměstky). Elektrolytické leštění se uplatňuje zejména u měkkých materiálů, u nichž se tvoří při mechanickém leštění rýhy a vzniká silná Beilbyho vrstva. Doporučené elektrolyty pro různé kovy a slitiny jsou uvedené v tabulce 2.5 a 2.6.

Elektrolyt	Materiály	Složení		Postup míchání
L1	nelegované uhlíkové oceli rychlořezné oceli legované oceli nerezavějící oceli hliník slitiny hliníku nikl cín	kyselina chloristá etylalkohol butyl cellusolve destilovaná voda	63 cc 700 cc 100 cc 137 cc	Opatrně přidávat kyselinu chloristou do předem připravené směsi ostatních složek.
L2	molybden vanad	kyselina chloristá metanol butyl cellusolve destilovaná voda	47 cc 600 cc 360 cc 13 cc	Opatrně přidávat kyselinu chloristou do předem připravené směsi ostatních složek.
L3	olovo některé slitiny Pb/Sn hliník měď hořčík	kyselina chloristá etanol kyselina octová hydroxid sodný octan sodný	90 cc 600 cc 180 cc 32 g 45 g	Smícháme kyselinu octovou a etanol. V této směsi rozpustíme hydroxid sodný. Do této směsi přidáme octan sodný. Octan sodný se rozpustí, když je do směsi přidána kyselina chloristá.
L4		kyselina chloristá etanol butyl cellusolve destilovaná voda kyselina vinná	78 cc 700 cc 100 cc 120 cc 50 cc	Smícháme destilovanou vodu a etanol. V této směsi rozpustíme kyselinu vinnou. Přidáváme butyl cellusolve a poté kyselinu chloristou.
L5	litina šedá litina temperovaná litina tvárná	kyselina chloristá etanol propanol chinolin thiokyanát sodný kyselna citronová	15 cc 800 cc 100 cc 10 g 60 g 75 g	Rozpustíme kyselinu citronovou, chinolin a thiokyanád sodný ve směsi etanolu a propan alkoholu, může být potřebné ohřátí. Po vychlazení roztoku přidáme kyselinu chloristou.

Tabulka 2.5	Doporučené	elektrolvtv L	1 - L7 pro	různé ma	teriálv [14].
1 00 00000 = 10	2 op or meene		- <u>-</u> p. c		

Elektrolyt	Materiály	Složení		Postup míchání
L6		kyselina chlorovodíko metanol	vá 10 cc 1000 cc	Přidáme kyselinu chlorovodíkovou do metanolu.
L7	zinek některé slitiny zinku hořčík	etanol butyl cellusolve destilovaná voda thiokyanát sodný	800 cc 80 cc 20 cc 60 g	Rozpustíme thioyanád sodný ve směsi etanolu a destilované vody. Když je úplně rozpuštěn, přidáváme butyl cellusolve.

Tabulka 2.6 Doporučené elektrolyty L1 – L7 pro různé materiály [14].

Elektrolyt	Materiály	Složení		Postup míchání
L8	měď měď – nikl mosaz (červené) mosaz (žluté) bronzy (AL)	kyselina fosforečná destilovaná voda etanol propanol močovina	250 cc 500 cc 250 cc 50 cc 5 g	Smícháme v zapsaném pořadí.
L9	měď bronz (Mn) bronz (P) hliník – měď	kyselina dusičná metanol dusičnan měďnatý	30 cc 900 cc 300 cc	Rozpustíme dusičnan měďnatý v metanolu při pomalém ohřívání. Ochladíme a opatrně přidáváme kyselinu dusičnou bezprostředně před použitím. Neskladovat – po použití elektrolyt zlikvidovat.
L10	materiály s rušivými vměstky (např. nízkouhlíkové oceli) železo litiny mosaz bronz	kyselina octová metanol (čistý) propanol butyl cellusolve dusičnan kobaltnatý dusičnan železitý kyselina vinná močovina	120 cc 900 cc 140 cc 200 cc 400 g 40 g 140 cc 4 g	Smícháme metanol a propanol. V této směsi rozpustíme čtyři suché chemikálie. Kyselina vinná se bude rozpouštět pomalu. Přidáme kyselinu octovou, nakonec do této směsi přidáme butyl cellusolve.
L11	wolfram slinuté karbidy wolframu	hydroxid sodný destilovaná voda	20 g 1000 cc	Rozpustíme hydroxid sodný ve vodě.
L12	titan zirkon hafnium molybden vanad uhlíkové oceli vysokoteplotní slitiny	kyselina chloristá metanol butyl cellusolve	60 cc 590 cc 350 cc	Opatrně přidáváme kyselinu chloristou do předem připravené směsi ostatních složek.
L13	litina šedá litina temperovaná litina tvárná	kyselina chloristá etanol destilovaná voda	50 cc 750 cc 140 cc	Opatrně přidáváme kyselinu chloristou do předem připravené směsi ostatních složek.

Chemické leštění

Je vhodné pro čistý hliník s vysokou čistotou chemického složení, kde nejsou vhodné hlavně příměsi nebo legury železa, křemíku a manganu. Chemické leštění se používá pro drobné díly, u kterých je elektrolytické leštění komplikované. Nevýhodou chemického leštění je vyšší spotřeba chemikálií v porovnání s elektrolytickým leštěním. Lázně pro chemické leštění jsou velice agresivní. Základními chemikáliemi je kyselina fosforečná a dusičná. Dalšími složkami lázně jsou kyselina sírová a soli jako např. CuSO₄ a Cu(NO₃)₂. Leští se v rozmezí teplot 90 až 110 °C po dobu 1 až 3 minuty.

2.6 Leptání

Podstatou leptání (nazýváme ho také jako "chemické leptání") je působení chemikálii na povrch leštěného vzorku s cílem zviditelnění struktury daného materiálu. Chemické leptání je tedy proces, při kterém na povrch vyleštěného vzorku necháme působit chemická leptadla. Díky rozdílné rozpouštěcí schopnosti jednotlivých strukturních součástí dochází ke vzniku povrchového reliéfu, a tím k jejich zviditelnění. Další způsoby zviditelnění struktury souvisí se vznikem chemických reakčních zplodin. Po leštění můžeme na povrchu vzorku pozorovat praskliny, staženiny, nekovové částice či nečistoty. Strukturu vzorku můžeme pozorovat až po odstranění tzv. Beilbyho vrstvy, a to pomocí vhodného leptadla (např. u ocelí a litin 3% nital, u siluminu 0,5% fluorovodík). Leptat lze elektrolyticky, v kyselinách nebo v jejich roztocích.

Z hlediska podstaty působení leptadla na povrch můžeme chemické leptání rozdělit na:

• Leptání na hranice zrn (Obr. 2.15 a 2.16)

Na povrch vyleštěného vzorku necháme působit chemická leptadla. Díky rozdílné rozpouštěcí schopnosti jednotlivých strukturních součástí dochází ke vzniku povrchového reliéfu, a tím k jejich zviditelnění.

• **Plošné leptání** (Obr. 2.17 a 2.18)

Plošné leptání se používá k rozlišení jednotlivých zrn pomocí povrchového reliéfu, který vzniká z důvodu rozdílné leptatelnosti odlišně krystalograficky orientovaných zrn. Různě orientovaná zrna jsou naleptána do různé hloubky, protože každé krystalografické rovině přísluší jiná energie. Důsledkem je vznik různě hlubokých stupňů na původně vyleštěném rovinném povrchu. Světelné paprsky dopadající na tyto stupně se odráží do objektivu s různou intenzitou, a při pozorování světelným mikroskopem se tedy jednotlivá zrna jeví tmavší nebo světlejší [26].

• Selektivní leptání (Obr. 2.19 a 2.20)

V případě aplikace plošného leptání na heterogenní slitiny vzniká povrchový reliéf jako důsledek rozdílné schopnosti jednotlivých strukturních součástí odolávat působení chemických leptacích činitelů. Jednotlivé fáze jsou naleptány do různých hloubek, a proto se při mikroskopickém pozorování opět jeví různě zbarvené. Tato metoda se označuje jako selektivní leptání. V určitých případech, kdy jedna z přítomných fází odolává leptání, je struktura vyvolána odleptáním druhé fáze. Příkladem je lamelární struktura perlitu. Perlit je tvořen feritem a cementitem, přičemž cementit odolává působení leptadel, zatímco ferit se rozpouští. Nenaleptané lamely cementitu pak vyčnívají ze základní feritické struktury [26].

• Tepelné leptání

Pro vyvolání struktury některých materiálů se používá tepelné leptání, při kterém se za zvýšených teplot na povrchu vyleštěného vzorku vytváří oxidická vrstva. Její tloušťka závisí na oxidační schopnosti jednotlivých strukturních objektů, kterými jsou zrna, hranice zrn nebo fáze, a dosahuje obvykle několika nanometrů. Vrstvy různých tlouštěk propouští různé vlnové délky dopadajícího světla. Při pozorování mikroskopem se pak tyto strukturní objekty jeví různě zbarvené. Princip je tedy obdobný jako u selektivního leptání [26].

• Elektrolytické leptání (leštění) Viz předchozí podkapitola.



Obr. 2.15 Chrom-niklová austenitická ocel bez tepelné úpravy. Patrná jemná austenitická zrna s výskytem dvojčat, zrna průměrné velikosti 25 až 30 mm, v příčném řezu. Leptáno na tvar a velikost zrn roztokem 100 ml etylalkoholu, 50 ml kyseliny chlorovodíkové, 4 g kyseliny pikrová, a to po dobu 4 minut. Příklad leptání na hranice zrn.



Obr. 2.17 Struktura temperované tvárné litiny (litina s kuličkovým grafitem) v TV modu konfokálního laserového mikroskopu s rovnoměrně rozložením kuličkovitého grafitu, v okolí grafitu převládá ferit (bílé oblasti) ve zbytku perlit (tmavé oblasti). Příklad plošného leptání.



Obr. 2.19 Struktura oceli 12 022.2, kde zrna zvýrazněného lamelárního perlitu jsou různobarevná podle krystalografické orientace s karbidy uvnitř zrn (bílé) a zbytkového austenitu. Leptáno barevně roztokem Klemann I (Na₂S₂O₃.5H₂O + K₂S₂O₃ + destilovaná H₂O) I minutu. Příklad selektivního leptání. Zvětšeno 1000krát.



Obr. 2.16 Zrna a-slitiny u titanové slitiny TiAl5Sn2.5. Leptáno na velikost a tvar zrna. Příklad leptání na hranice zrn. Zvětšeno 300krát.



Obr. 2.18 Struktura feriticko-perlitické oceli po normalizačním žíhaní (ferit je světlý, perlit je tmavý). Příklad plošného leptání. Zvětšeno 500krát.



Obr. 2.20 Struktura oceli 14 109.6, světle žluté částice jsou vměstky TiN, dvě modré částice představují vměstek MnS, bílé částice jsou heterogenní karbidy v rozmezí 1 až 8 μm. Leptáno 3% nitalem po dobu 2 minut. Příklad selektivního leptání. Zvětšeno 500krát.


Leptání železa a jeho slitin

Slitina na bázi železa	Leptadlo	Užití
	1a, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8	celková struktura, hranice feritických zrn přednostně hranice
Fe + C Fe + C (do 1 %) + legury (do 4 %)	1b, 5, 9	austenitických zrn v martenzitických a bainitických ocelích karbidy a fosfory, zbarvuje karbidy
Fe + Cr (4-12 %)	6, 7, 10, 11, 12, 13, 14	celková struktura
Fe + Cr (12-20 %) + Ni (6 %)	1c, 7, 10, 11, 12, 15, 16, 17, 18, 1c	celková struktura karbidy
Fe + Cr (12-20 %) + Ni (4- 10 %) + jiné prvky (7 %), precipitační vytvrzování	7, 1c, 12, 19, 20, 14 1c	celková struktura karbidy
Fe + Cr (15-30 %) + Ni (6- 40 %) + jiné prvky (5 %)	21b, 12, 10, 11, 33, 7, 22, 23, 14, 24, 13a, 102	celková struktura karbidy a zcitlivění
Fe + Cr (16-25 %) + Ni (3-6 %) + Mn (5-10 %)	26. 27, 28, 29 30, 31, 29 30, 31	zbarvuje sigma fázi odděluje sigma fázi a ferit spoj odlišných kovů
vysokopevnostní oceli	12, 19, 20, 36 33	celková struktura hranice zrn
nástrojové oceli	2, 34, 35 36	celková struktura hranice zrn po popouštěné nástrojové oceli

Tabulka 2.7 Přehled leptadel pro leptání struktury u slitin železa.

Tabulka 2.8 Číse	lný seznam leptadel	pro leptání struktury	u slitin železa [14].
------------------	---------------------	-----------------------	-----------------------

Leptadlo	Složení	Postup
1 (a, b, c)	10 g dvojsíran amonný 100 ml voda	Natírat nebo máčet do 5 sekund. Máčet 2 minuty do ztmavnutí matrice a vyvolání karbidů a fosfidů. Elektrolyticky při 6 V několik sekund až minutu.
2	1-5 ml HNO ₃ 100 ml etanol (95%) nebo metanol (95%)	Máčet několik sekund až minutu.

Leptadlo	Složení	Postup
3	10 g kyselina pikrová 100 ml etanol (95%) nebo metanol (95%)	Složení vytvoří nasycený roztok kyseliny pikrové. Máčet několik sekund až minutu nebo déle.
4	10 g kyselina pikrová 5 kapek HCl 100 ml etanol (95%) nebo metanol (95%)	Složení vytvoří nasycený roztok kyseliny pikrové. Máčet několik sekund až minutu nebo déle.
5	10 g meta kyselý siřičitan draselný 100 ml voda	Máčet 1 až 15 sekund. Lepší výsledky jsou občas dosahovány při předchozím lehkém leptání čísly 76 nebo 74.
6	40 ml HCl + 5 g CuCl ₂ 30 ml voda 25 ml etanol nebo metanol	Potíráme několik sekund až minutu.
7	5 ml HCl 1 g kyselina pikrová 100 ml metanol (95%) nebo etanol (95%)	Máčet nebo potírat několik sekund až 15 minut. Reakce může být urychlena přidáním několika kapek H ₂ O ₂ (3%). Je vhodné (přednostně pro hranice austenitického zrna) před přípravou ohřát vzorek na 315-482 °C.
8	5 g FeCl ₃ 5 kapek HCl 100 ml voda	Máčet 5 až 10 sekund.
9	2 g kyselina pikrová 25 g NaOH 100 ml voda	Máčet ve vařícím roztoku 5 minut. Pozor, nevysušit varem, neboť anhydrid kyseliny pikrové je nestabilní a vysoce explozivní. Případně lze elektrolyticky při 6 V na 40 sekund (teplota místnosti) za použití katody z nerezové oceli.
10	10 ml HNO ₃ 20-50 ml HCl 30 ml glycerin	Pozor, dokonale smíchat HCl s glycerinem před přidáním HNO ₃ . Neskladovat. Máčet nebo natírat několik sekund až několik minut. Oplach v horké vodě před leptáním může aktivovat reakci.
11	10 ml HNO ₃ 20 ml HCl 30 ml voda	Může vznikat plynný kysličník dusičitý. Pozor, vyřadit dříve, než roztok dosáhne tmavě oranžové barvy. Máčet několik sekund až minutu.
12	10 ml HNO ₃ + 15 ml HCl 10 ml kyselina octová 2-5 kapek glycerin	Použít digestoř. Neskladovat. Máčet nebo potírat několik sekund až několik minut.
13	10 ml HNO ₃ 20 ml HF 20-40 ml glycerin	Máčet 2 až 10 sekund.
14	5 ml HNO ₃ + 5 ml HCl 1 g kyselina pikrová 200 ml etanol nebo metanol	Toto leptadlo je ekvivalentní směsi 1+1 č. 80 a č. 74 (5% HNO ₃). Natírat 30 sekund nebo déle.
15	5 g FeCl ₃ 50 ml HCl 100 ml voda	Máčet nebo natírat několik sekund až několik minut. Malý přídavek HNO3 aktivuje roztok a minimalizuje pitting.
16	5 g FeCl3 + 15 ml HCl 60 ml etanol nebo metanol	Máčet nebo natírat několik sekund až několik minut.
17	10 ml HCl 100 ml etanol nebo metanol	Máčet 5 až 30 minut nebo elektrolyticky při 6 V 3 až 5 sekund.
18	koncentrovaná HNO3	Elektrolyticky při 0,2 A/cm ² na několik sekund.

Leptadlo	Složení	Postup
19	25 ml HCl 3 g hydrofluorid amonný 125 ml voda několik zrn dvojsiřičitan draselný	Míchat čerstvý (pro zásobní roztok smícháme první tři složky).
20	10 g FeCl ₃ 90 ml voda	Máčet několik sekund.
21 (a, b, c)	10 g kyselina šťavelová 100 ml voda	Elektrolyticky při 6 V: 10 až 15 sekund/1 minutu/2 až 3 sekundy. Použít katodu z nerezavějící oceli a pro připojení vzorku platinu nebo chromniklovou slitinu.
22	2 g CuCl ₃ 40 ml HCl 40-80 ml etanol nebo metanol	Ponořené natírat od několika sekund do několika minut. Více napadá ferit než austenit.
23	2 g CuCl ₃ 40 ml HCl 40-80 ml etanol (95%) nebo metanol (95%) 40 ml voda	Máčet nebo natírat několik sekund až několik minut.
24	2 g CrO ₃ 20 ml HCl 80 ml voda	Máčet 5 až 60 sekund. CrO ₃ se může pro těžké slitiny zvýšit až na 20 g. Barvení a pitting se zvyšuje se zvyšováním CrO ₃ .
25	koncentrovaný NH₄OH	Elektrolyticky při 6 V na 30 až 60 sekund. Napadá pouze karbidy.
26	10 g NaCN 100 ml voda	Elektrolyticky při 6 V: • 5 sekund pro sigma fázi • 3 sekundy pro ferit a celkovou strukturu • do 5 minut pro karbidy
27	85 g NaOH 50 ml voda	Elektrolyticky při 6 V na 5 až 10 sekund.
28	45 g KOH 60 ml voda	Elektrolyticky při 2,5 V na několik sekund. Barví sigma fázi žlutě až hnědožlutě, ferit šedě až šedomodře, holé karbidy napadá, austenit nenapadá.
29	10 g K₃Fe(CN)6 10 g KOH nebo NaOH 100 ml voda	 Může vznikat velmi jedovatý kyanovodík. Pozor, je jedovatý při dotyku. Máčet nebo potírat 15 až 60 sekund. Barví karbidy a sigma. Pro rozlišení č. 31 elektrolyticky při 4 V bude napadat sigmy, ale ne karbidy. Při vzniku pittingu snížíme napětí. Máčíme v čerstvém, horkém roztoku 2 až 20 minut. Barví karbidy tmavě, ferit žlutě a sigmu modře. Při přeleptání austenit hnědne. Potírat 5 až 60 sekund. Ponoření dává barevný lept. Pak oplach vodou, alkoholem a sušení.

Leptadlo	Složení	Postup
30	20 ml HNO ₃ 4 ml HCl 20 ml etanol (99%)	Máčet 10 až 60 sekund.
31	5 ml HNO ₃ 45 ml HCl 50 ml voda	Máčet 10 minut nebo déle.
32	50 ml HCl 25 ml HNO ₃ 1 g CuCl ₂ 150 ml voda	Dělat čerstvý, ale umožnit odstátí 30 minut, aby nedošlo k pokovení mědi. Máčet několik sekund až několik minut.
33	10 g CrO ₃ 100 ml voda	Elektrolyticky při 6 V na 3 až 5 sekund.
34	10 ml H ₂ SO ₄ 10 ml HNO ₃ 80 ml voda	Pozor, pomalu přidávat H ₂ SO ₄ do vody a chladit, poté přidat HNO ₃ . Máčet 30 sekund. Vymýt v tekoucí vodě. Třikrát opakovat a lehce přeleštit.
35	10 ml HNO ₃ 85 ml etanol nebo metanol	Máčet několik sekund až minutu.
36	10 ml HCl 5 ml HNO ₃ 85 ml etanol nebo metanol	Máčet až několik minut, dokud není naleptáno. Následuje lehké přeleštění.

<u>Leptání hliníku a jeho slitin</u>

Tabulka 2.9 Přehlea	l leptadel pro	leptání struktury i	u hliníku a jeho	<i>slitin</i> [14].
---------------------	----------------	---------------------	------------------	---------------------

Slitina na bázi hliníku	Leptadlo	Užití
Čistý Al	1a, 2, 3 4, 5, 1b	celková struktura struktura zrn v polarizačním světle hranice zrn a kluzové čáry
Série 1000	1a, 3, 2 4, 5 6, 7	celková struktura struktura zrn v polarizačním světle rozlišení fází
Série 2000	3, 2, 1a 8a, 6, 7	celková struktura rozlišení fází
Série 3000	3, 1a 4, 5, 8a, 6, 7	celková struktura struktura zrn v polarizačním světle rozlišení fází
Série 4000	3, 1a	celková struktura
Série 5000	3, 1a, 2, 6, 8a 4, 5	celková struktura struktura zrn v polarizačním světle
Série 6000	3, 1a, 2, 6, 8a 4, 5 1a, 2, 7, 6, 8a	celková struktura struktura zrn v polarizačním světle rozlišení fází

Slitina na bázi hliníku	Leptadlo	Užití
Série 7000	3, 1a, 2 4, 5 3b, 6	celková struktura struktura zrn v polarizačním světle rozlišení fází

Tabulka 2.10 Číselný seznam leptadel pro leptání struktury u hliníku a jeho slitin [14].

Leptadlo	Složení	Postup
1	1 ml HF 200 ml voda	 Bavlnou potíráme 15 sekund. Střídavě namáčíme a leštíme několik minut. Máčíme 3 až 5 sekund. Máčíme 10 až 120 sekund.
2	1 g NaOH 100 ml voda	 Potíráme 10 sekund pro vyvolání celkové struktury. Máčíme 15 minut, omýváme 10 minut ve vodě pro vytvoření filmu se šrafováním orientovaných zrn.
3	2 ml HF 3 ml HCl 5 ml HNO ₃ 190 ml voda	 Máčíme 10 až 20 sekund. Omýváme v prudce tekoucí vodě. Vyvolává celkovou strukturu. Zředit 4 díly vody – podstatné zabarvení – míchat čerstvé.
4	 25 ml H₃PO₄ 50 ml karbitol (dietylglykol monoetyl eter) 4 g kyselina boritá 2 g kyselina šťavelová 10 ml HF 32 ml voda 	Elektrolyticky za použití uhlíkové katody zvyšujeme stejnosměrné napětí z 0 do 30 V ve 30 sekundách. Celkový čas leptání je 3 minuty s pohybem. Opereme a ochladíme. Je- li nutno opakujeme.
5	5 g HBF ₄ 200 ml voda	Elektrolyticky jako katodu užijeme Al, Pb nebo nerezovou ocel. Anodizujeme 1 až 3 minuty, 20 až 45 V. Při 30 V, lept 1 minutu.
6	25 ml HNO ₃ 25 ml voda	Máčíme 40 sekund při 70 °C. Oplach ve studené vodě.
7	10-20 ml H ₂ SO ₄ 80 ml voda	Máčíme 30 sekund při 70 °C. Oplach ve studené vodě.
8	10 ml H ₃ PO ₄ 90 ml voda	 Máčíme 1 až 3 minuty při 50 °C. Elektrolyticky při 1 až 8 V na 5 až 10 sekund.
9	3-4 g kyselina sulfamiková 5 kapek HF 100 ml voda	Užít před poslední lešticí operací. Není uvažováno jako finální leptadlo. Vzorek je zkoušen jako vyleštěný v polarizačním světle.
10	10 ml HF 90 ml metanol (95%)	Máčet 10 až 30 sekund.

Leptání hořčíku a jeho slitin

Slitina na bázi hořčíku	Leptadlo	Užití
čistý Mg	10, 18, 19, 20, 21, 22, 23	celková struktura
Mg-Mn	10, 19, 22, 24	celková struktura
Mg-Al, Mg-Al-Zn	10, 18, 19, 24, 25, 10, 12, 18, 19, 28	rozlišení fází celková struktura
Mg-Zn-Zr	10, 12, 18, 19, 28	celková struktura
Mg-Zn-Th-Zr	20, 21 10, 12,18, 19, 21, 22, 24, 27	rozlišení fází celková struktura
Mg-Th-Zr	10, 12, 18, 19, 21, 22, 24, 27	celková struktura
Mg-vzácné zeminy-Zr	20, 21	rozlišení fází
Mg-kompozity	11	celková struktura

Tabulka 2.11 Přehled leptadel pro leptání struktury u hořčíku a jeho slitin [19].

Tabulka 2.12 Číselný seznam leptadel pro leptání struktury u hořčíku a jeho slitin [19].

Leptadlo	Složení	Postup
10	1-5 ml HNO ₃ 100 ml etanol nebo metanol	Máčet několik sekund až minutu.
11	1-5 ml HNO ₃ 100 ml etanol nebo metanol + 10 % roztok HCl	Máčet 5 až 40 sekund v 5% roztoku HNO ₃ . Odstranit zbarvení, máčet 20 až 25 sekund v 10% roztoku HCl.
12	1 ml HF 200 ml voda	Máčíme 10 až 120 sekund.
13	10 g K ₃ Fe(CN) ₆ 10 g KOH nebo NaOH 100 ml voda	Potírat 5 až 60 sekund. Pak oplach vodou, alkoholem a sušení.
14	5 ml HF 10 ml HNO ₃ 30 ml kyselina mléčná	Potírat s přitlačením 5 až 10 sekund. Opláchnout ve vodě, alkoholu, sušit, pak leptat v č. 13.
18	1 ml HNO ₃ 75 ml dietylen glykolu 25 ml voda	Potírat 3 až 5 sekund pro F a T6, 10 sekund pro T4.
19	1 ml HNO ₃ 20 ml kyselina octová 60 ml dietylen glykolu 20 ml voda	Potírame 3 až 5 sekund pro F a T6, 10 sekund pro T4.
20	10 ml HF 90 ml voda	Máčíme s mírným pohybem 3 až 30 sekund.
21	0,7 ml H ₃ PO ₄ 4 g kyseliny pikrové 100 ml metanol nebo etanol	Máčíme s mírným pohybem 10 až 30 sekund.

Leptadlo	Složení	Postup
22	2 g kyselina šťavelová 100 ml voda	Potírat.
23	60 ml H ₃ PO ₄ 100 ml etanol	Elektrolyticky použít katodu z nerezavějící oceli. Plocha elektrody 2 cm ² . Začátek při 3 V po 30 sekund, udržovat 1,5 V.
24	5 ml kyselina octová 10 ml voda 6 g kyselina pikrová 100 ml metanol nebo etanol	Máčet s mírným pohybem 10 až 60 sekund.
25	10 ml kyselina octová 6 g kyselina pikrová 100 ml metanol nebo etanol	Máčet s mírným pohybem 15 až 30 sekund.
26	10 ml kyselina octová 15 ml voda 100 ml metanol nebo etanol	Máčet s mírným pohybem 1 až 30 sekund.
27	20 ml kyselina octová 20 ml voda 3 g kyselina pikrová 50 ml metanol nebo etanol	Máčet s mírným pohybem 5 až 30 sekund.
28	8 ml HF 10 ml HNO ₃ 200 ml vody	Máčet s mírným pohybem 5 až 15 sekund.

<u>Leptání niklu a jeho slitin</u>

Tabulka 2.13 Přehled leptadel pro leptání struktury pro nikl a jeho slitin [19].

Slitina na bázi niklu	Leptadlo	Užití
Čistý nikl a vysoký obsah niklu	30, 32, 33, 34, 35, 36 29, 31	celková struktura hranice zrn sulfidů
Ni-Ag	38, 49, 50, 39	celková struktura
Ni-Al	50, 40, 41, 42, 89, 43	celková struktura
Ni-Cr	44, 50, 83, 34, 45, 98 46, 37, 13	celková struktura
Ni-Cu	38, 50, 33, 40, 25, 34, 47, 48, 94, 29, 34	celková struktura
Ni-Fe	50, 40, 41, 83, 110, 34, 48 40, 107, 49 74, 25	celková struktura směrovaný pitting
Ni-Mn	74	celková struktura
Ni-Mo	111	celková struktura
Ni-Ti	111, 112, 50, 33	celková struktura
Ni-Zn	113	celková struktura
Super slitiny	94, 105, 38, 114, 12 25 107, 13 33 115 55, 56 57 22	celková struktura velikost zrna odhalení strukturní nehomogenity hranice zrn sulfidů jemná precipitační struktura rozlišení matrice a obarvení nekovů speciální pro Hastelloy W. pro pasivní slitiny, např. Inconel 625

Leptadlo	Složení	Postup
29	3-10 ml H ₂ SO ₄ 100 ml voda	Elektrolyticky při 6 V na 5 až 10 sekund.
30	5 g NaCN nebo KCN 5 g (NH ₄) ₂ S ₂ O ₈ 100 ml voda	Použít digestoř. Může vznikat velmi jedovatý kyanovodík. Pozor jedovatý také při dotyku. Odpad neutralizovat čpavkem. Elektrolyticky při 6 V na 5 až 10 sekund.
31	10 g dvojsíran amonný 4 ml H ₂ SO ₄ 50 ml voda	Elektrolyticky při 6 V na několik sekund až minutu.
32	10 g CuSO ₄ 50 ml HCl 50 ml voda	Máčet nebo potírat 5 až 60 sekund. Aktivitu zvýší přidání několik kapek H ₂ SO ₄ těsně před použitím.
33	50 ml HNO ₃ 50 ml kyselina octová	Použit digestoř. Neskladovat a míchat čerstvý. Máčet nebo potírat 5 až 30 sekund.
34	70 ml H ₃ PO ₄ 30 ml voda	Elektrolyticky leptat při 5 až 10 V po dobu 5 až 60 sekund.
35	80 ml HNO ₃ 3 ml HF	Použít digestoř. Ohřát vzorek ve vařící vodě před ponořením do leptadla na 10 až 120 sekund.
36	20 ml H ₂ SO ₄ 80 ml voda	Elektrolyticky při 10 až 20 V na 10 až 15 sekund.
38	5 g FeCl ₃ 2 ml HCl 100 ml etanol nebo metanol	Potírat 10 až 60 sekund.
39	5 g KCN 100 ml voda 0,5 ml H ₂ O ₂	Máčet 10 až 30 sekund. Použít digestoř. Může vznikat velmi jedovatý kyanovodík, jedovatý také při doteku. Odpad neutralizovat čpavkem.
40	50 ml kyselina octová 50 ml HNO ₃ 50 ml aceton	Máčet 10 až 30 sekund. Použít digestoř. Neskladovat a míchat čerstvý. Pozor, stáním se rozkládá s možností exploze.
41	3 g NH ₄ Cl 3 g CrO ₃ 50 ml HNO ₃ 90 ml voda	Potírat 5 až 30 sekund. Neskladovat.
42	5 ml HF 10 ml glycerin 85 ml voda	Elektrolyticky při 2 až 3 V na 2 až 10 sekund.
43	0,01 - 1 g CrO ₃ 100 ml HCl	Umožnit stárnutí roztoku několik minut před použitím. Máčet nebo potírat několik sekund až minut.

Tabulka 2.14 Číselný seznam leptadel pro leptání struktury niklu a jeho slitin [19].

Leptadlo	Složení	Postup
44	A: 10 g sirnatan sodný 100 ml voda B: 10 ml HCl 90 ml voda	Elektrolyticky v roztoku A: vzorek je katodou, 10 V, 5 až 10 sekund. Poté elektrolyticky v roztoku B: vzorek je anodou, 10 V, 5 až 10 sekund.
45	2 ml H ₂ SO ₄ 100 ml voda	Elektrolyticky při 3 až 10 V na 5 až 15 sekund. Použít platinové dráty.
50	5 ml kyselina octová 10 ml HNO ₃ 85 ml voda	Použit digestoř. Neskladovat a míchat čerstvý. Elektrolyticky při 1,5 V na 20 až 60 sekund. Použít platinové dráty.
55	3 ml kyselina selenová 10 ml HCl 100 ml metanol nebo etanol	Máčet 1 až 15 minut. Stabilní od 3 do 90 dnů.
56	1 g thiomočovina 1 ml H ₃ PO ₄ 1000 ml voda	Elektrolyticky při 0,005 až 0,01 A/cm2, 1 až 2 minuty.
57	25 g CrO ₃ 150 ml HCl	Máčíme 5 až 20 sekund
74	1-5 ml HNO ₃ 100 ml etanol nebo metanol	Neskladovat a míchat čerstvý. Potírat 5 až 60 sekund. V závislosti na slitině může být HNO ₃ zvyšována až na 30 ml, ale pouze v metanolu.
83	10 g CrO ₃ 100 ml voda	Elektrolyticky při 6 V na 5 až 60 sekund. Napadá karbidy.
89	10 ml HNO ₃ 20 ml HCl 30 ml voda	Použít digestoř. Může vznikat plynný kysličník dusičitý. Roztok vyřadit dříve, než dosáhne tmavě oranžové barvy. Máčet několik sekund až minutu.
98	10 g K ₃ Fe 10 g KOH nebo NaOH 100 ml voda	Použít digestoř. Neskladovat a míchat čerstvý. Může vznikat velmi jedovatý kyanovodík, jedovatý i při dotyku. Odpad neutralizovat čpavkem. Potírat 5 až 60 sekund.
105	5 ml H ₂ SO ₄ 3 ml HNO ₃ 90 ml HCl	Použít digestoř. Neskladovat a míchat čerstvý. Přidáváme do roztoku pomalu HNO3. Roztok vyřadit dříve, než dosáhne tmavě oranžové barvy. Potíráme 10 až 30 sekund.
107	10 ml H ₃ PO ₄ 50 ml H ₂ SO ₄ 40 ml HNO3	Použít digestoř. Neskladovat a míchat čerstvý. Pozor dokonale smíchat H ₃ PO ₄ a HNO3, poté pomalu přídavat H ₂ SO ₄ a míchat. Elektrolyticky při 6 V několik sekund.

Leptadlo	Složení	Postup
110	70 ml H ₃ PO ₄ 30 ml voda	Elektrolyticky při 5 až 10 V na 5 až 60 sekund.
111	0,01 - 1 g CrO ₃ 100 ml HCl	Umožnit stárnutí roztoku několik minut před použitím. Máčet nebo potírat několik sekund až minutu.
112	10 ml HF 25 ml HNO ₃ 150 ml voda	Potírat 5 až 30 sekund.
113	85 ml NH4OH 15 ml H2O2 (30 %)	Neskladovat a míchat čerstvý. Máčet 5 až 15 sekund.
114	40 ml HNO ₃ 50 ml HCl 60 ml glycerin	Použít digestoř. Neskladovat a míchat čerstvý. HNO ₃ přidáváme naposledy. Likvidovat, když je tmavožlutý. Máčet 10 až 60 sekund. Vzorek předehřát ve vařící vodě.
115	50 ml HCl 50 ml etanol nebo metanol	Máčet 5 až 10 sekund.

Leptání wolframu, vanadu a jejich slitin

Slitina na bázi wolframu nebo vanadu	Leptadlo	Užití		
Čistý wolfram	190, 191 192	celková struktura chemické leštění před leptáním		
W-Th	209	celková struktura		
Čistý vanad	193, 194 197, 198	celková struktura hranice zrn		
Slitiny vanadu	198, 198	celková struktura		

Tabulka 2.15 Přehled leptadel pro leptání struktury pro wolfram, vanad a jejich slitiny [19].

Tabulka 2.16 Číselný seznam leptadel pro leptání struktury wolframu, vanadu a jejich slitin [19].

Leptadlo	Složení	Postup
190	10 g K ₃ Fe 10 g KOH nebo NaOH 100 ml voda	Použít digestoř. Neskladovat a míchat čerstvý. Může vznikat velmi jedovatý kyanovodík, jedovatý i při dotyku. Odpad neutralizovat čpavkem. Potírat 5 až 60 sekund.
191	5 ml H ₂ SO ₄ 1 ml HF	Elektrolyticky při 50 až 60 V na 10 až 20 sekund.
192	5 ml HF 10 ml HNO ₃ 30 ml kyselina mléčná	Neskladovat a míchat čerstvý. Potírat s přitlačením 5 až 10 sekund. Opláchnout ve vodě, alkoholu, sušit a pak leptat leptadlem č. 98.

Leptadlo	Složení	Postup
193	1 ml HF 30 ml HNO ₃ 30 ml kyselina mléčná	Potírat v 10sekundových intervalech. Zvýšením HF zvýrazníme hranice zrn.
194	10 ml HF 90 ml etanol	Elektrolyticky při 6 V na 10 sekund. Použít katodu z nerezové oceli a platinu nebo nichrom na dráty kontaktů vzorku.
197	5 g kyselina šťavelová 100 ml voda	Elektrolyticky při 6 V na 5 až 20 sekund.
198	30 ml HF 30 ml HNO ₃ 30 ml glycerin	Potíráme 60 sekund.
199	2 ml HF 5 g AgNO ₃ 100 ml voda	Potíráme 5 sekund.
209	15 ml HNO ₃ 3 ml HF 80 ml voda	Máčet 5 až 60 sekund.

<u>Leptání zinku a jeho slitin</u>

Tabulka 2.17 Přehled leptadel pro leptání struktury pro zinek a jeho slitiny [19].

Slitina	Leptadlo	Užití
Čistý zinek	200	celková struktura
Zn-Co	204	celková struktura
Zn-Cu	201 203	celková struktura rozlišení gama a epsilonu
Zn-Fe	205	celková struktura
Tlakové odlitky	202	celková struktura

Tabulka 2.18 Přehled leptadel pro leptání struktury pro zinek a jeho slitiny [19].

Leptadlo	Složení	Postup
200	A: 40 g CrO ₃ 3 g Na ₂ SO ₄ 200 ml voda B: 40 g CrO ₃ 200 ml voda	Máčíme v roztoku A s mírným pohybem několik sekund. Opláchneme v roztoku B.
201	A: 40 g CrO ₃ 1,5 g Na ₂ SO ₄ 200 ml voda	Máčíme v roztoku A s mírným pohybem několik sekund. Opláchneme v roztoku B.

Leptadlo	Složení	Postup
	B: 40 g CrO ₃ 200 ml voda	
202	A: 10 g CrO ₃ 1 g Na ₂ SO ₄ 200 ml voda B: 40 g CrO ₃ 200 ml voda	Máčíme v roztoku A po dobu 2 až 5 sekund. Následně oplach v roztoku B.
203	20 g CrO ₃ 100 ml voda	Elektrolyticky při 0,2 A/cm ² po dobu 5 sekund.
204	10 g NaOH 100 ml voda	Potíráme nebo máčíme 5 až 15 sekund.
205	1-5 ml HNO ₃ 100 ml etanol nebo metanol	Neskladovat a míchat čerstvý. Potírat 5 až 60 sekund. V závislosti na slitině může být HNO ₃ zvyšována až na 30 ml, ale pouze v metanolu.

Podstata barevného leptání u Al-slitin a rozdíl mezi klasickým černo-bílým a barevným leptáním

Reakcí povrchu metalografického výbrusu a leptadla vzniká transparentní film, který má funkci interferenčního povlaku. Tloušťka tohoto povlaku závisí především na chemickém složení materiálu výbrusu a na podmínkách leptání. K nejdůležitějším podmínkám leptání patří doba leptání, druh použitého leptadla, doba leptání a stav připraveného metalografického výbrusu (čerstvě připraven, předleptán, elektrolyticky leštěn atd.). Pokud se výrazně mění chemické složení jednotlivých mikrolokalit struktury, bude se měnit také tloušťka vzniklého povlaku, jeho chemické složení a v důsledku toho i barva jednotlivých mikrolokalit již při osvětlení ve světlém poli. Chemické složení je voleno tak, aby bylo možno vytvořit transparentní filmy s měnící se hloubkou (tloušťkou) nejčastěji v rozmezí 50 až 150 nm.

Přednosti, které poskytuje barevný kontrast u hliníkových slitin, lze především využít v následujících **oblastech hodnocení struktury**:

- hodnocení rekrystalizace (rekrystalizovaná, nerekrystalizovaná a částečně rekrystalizovaná struktura),
- velikost a tvar rekrystalizovaného zrna,
- posuzování hloubky okrajové hrubozrnné rekrystalizované vrstvy,
- odhalení nehomogenity v chemickém složení jednotlivých dendritických buněk,
- hodnocení kvality homogenizace,
- odhalení hlavních a vedlejších krystalizačních směrů při lití u globulitického zrna a u sloupcovitých, peříčkovitých nebo eliptických zrn,
- barevná identifikace jednotlivých druhů intermetalických fází u hliníkových slitin (CuAl₂, FeSiAl₅, SiAl₂ atd.),
- identifikace nerozpuštěných částic kovů nebo předslitin (Zr, Cr, Si apod.),
- identifikace cizorodých částic na bázi Fe vniklých do materiálu při jeho tváření,
- posuzování strukturálních nehomogenit u litého a tvářeného materiálu,
- identifikace obohacených a ochuzených zón u litého materiálu,
- odhalení tepelně ovlivnitelných zón při vnikání cizorodých částic do materiálu,
- hodnocení svárů atd.



Obr. 2.21 Podstata barevného leptání a rozdíl mezi klasickým černo-bílým a barevným leptáním [15].

Chemicky nebo elektrochemicky nanesené transparentní filmy se mohou podle tloušťky rozdělit na:

- velmi tenké (0 až 40 nm), •
- tenké (40 až 500 nm), •
- silné (500 nm a více). •

Tloušťka filmu v podstatě určuje, při kterých barvách nastává interference. Při velice tenkých filmech vzniká interference a při velice silných filmech v infračervené oblasti, přičemž v těchto případech není viditelné zbarvení. Při filmech s vhodnou tloušťkou vzniká interference v modré oblasti (λ – 450 nm, odraz žlutý), s rostoucí tloušťkou dále v zelené oblasti (λ – 500 nm, odraz hnědý) a v žluté oblasti (λ – 600 nm, odraz modrý). Opakování druhořádových sekvencí (při 3 λ /4n, $5\lambda/4n$) bude také stejné, jenom interval bude různý, a ne všechny barvy se objeví v každém pásmu.

Tabulk	a 2.19	Přehled	leptadel	pro	barevné	leptání	u hliníko	ových sliti	n [16].
_									

. .

...

. .

. .

Složení leptadla	Příprava a použití leptadla.
8 g KMnO4 2 g NaOH 200 ml destilované vody	Použití roztoku max. do 2-3 hodin od přípravy. Leptání po dobu 20 sekund až 1,5 minuty.
6 g Na ₂ MoO ₄ .2H ₂ O 5 ml HCl 4 g NH ₄ FHF 200 ml destilované vody	Použití roztoku do 24 hodin. Doba leptání 0,5-1 minuta.
1. etapa : 10 ml H ₃ PO ₄ 90 ml destilované vody 2. etapa : 6 g Na ₂ MoO ₄ .2H ₂ O 10 ml HCl 4 g NH ₄ FHF 200 ml destilované vody	1. etapa : leptání po dobu 5-15 minut 2.etapa : leptání po dobu 1 -1,5 minuty teplota roztoku 20-24 °C
10 g KMnO4 1-2 g NaOH 200 ml destilované vody	Použití roztoku max. do 2 hodin od přípravy. Leptání po dobu 1-2 minuty.
1.etapa : 10 ml H ₃ PO ₄ 90 ml destilované vody 2.etapa : 8 g KMnO ₄ 2 g NaOH 200 ml destilované vody	 etapa : leptání po dobu 5-15 minut etapa : Použití roztoku max. do 2 hodin . Leptání po dobu 1-2 minuty.
8 g KMnO4 2 g NaOH 2 g KOH 200 ml destilované vody	Použití roztoku max. do 2 hodin od přípravy. Leptání po dobu 1-2 minuty.
24g NH4FHF 10 ml HC1 1000 ml destilované vody 1 g K ₂ S ₂ O ₅	Leptání po dobu 0,5-1 minuty.



Obr. 2.22 Schéma interference v systému vzduch – film – kov [15, 20].

K důležitým podmínkám barevného leptání patří také stav připraveného metalografického výbrusu a další zásady, které je potřeba ve všeobecnosti dodržet prakticky u všech leptadel tak, aby výsledkem byl kvalitní film na celé ploše výbrusu. K **nejdůležitějším zásadám**, které je při **barevném leptání** nutné dodržet, patří:

- Vzorky musí být kvalitně připravené (bez rýh a poškrábání, bez zbytků lešticích emulzí atd.).
- V některých případech (při leptání dendritické struktury) je vhodnější použít místo mechanického leštění elektrolytické leštění.
- Je potřeba provést správný výběr leptadla s ohledem na to, jaké strukturální složky mají být identifikovány (dendritické buňky, intermetalické fáze, celková struktura, např. siluminu, cizorodé částice Fe atd.).
- Správně připravit vybrané leptadlo (množství a postup přidání jednotlivých složek leptadla, teplota přípravy atd.)
- Vzorky barevně leptat hned po leštění a opláchnutí, nebo minimalizovat dobu mezi leštěním a leptáním. V tomto případě ponoříme vyleštěný vzorek do destilované vody.
- Když chceme barevně leptaný vzorek znovu barevně leptat, je nutné původní vzorek znovu podrobit mechanickému broušení a leštění. V některých případech stačí pouze znovu přeleštění vzorku, a to v případech, když se bude vzorek leptat stejným leptadlem.
- Když vzorek po leštění a opláchnutí vykazuje povlak od lešticí emulze, je nutné jej ponořit do ultrazvukové vany s čisticím roztokem a podrobit působení ultrazvuku po dobu 2 až 3 minut a vzorek znovu opláchnout.
- Pro barevné leptání hliníkových slitin použít čerstvé leptadlo.
- Při leptání je nutné vzorky vkládat do roztoku mokré, pokryté souvislou vrstvou destilované vody.
- Když leptáme ve dvou fázích, tak obě fáze leptání následují ihned za sebou. Vzorek po první fázi leptání je nutné opláchnout vodou.
- Vzorek je potřeba ponořit do leptadla leptanou plochou nahoru, vzorkem v leptadle stále pomalu pohybovat a sledovat zbarvování povrchu tak, aby nedošlo k přeleptání (převážně modravé zbarvení povrchu odpovídá optimálnímu leptání).
- Leptání provádět v jednom souvislém časovém úseku a dodržovat dobu leptání. Hotové vzorky, které jsou málo naleptané, znovu nedoleptávat (vytvoří se stabilní vrstva, která při doleptání s leptadlem nereaguje).
- Vzorek po barevném naleptání ihned opláchnout vodou, alkoholem a osušit vzduchem. Vzniklá transparentní vrstva je časově dlouhodobě stabilní a při správném uskladnění nepodléhá vnějším vlivům.

Metody pro zvýraznění barevného kontrastu pomocí optického mikroskopu – polarizované světlo

Polarizované světlo se nejčastější získá ze světelného zdroje odrazem, dvojlomem, absorpcí vhodným prostředím. Umožní identifikovat opticky anizotropní i izotropní prostředí. Většina optických mikroskopů je vybavená dvěma Nicolovými hranoly (nicoly), z kterých jeden slouží jako polarizátor

a jeden jako analyzátor, přičemž jejich vzájemnou polohu je možné natáčet. Odliší se tak optický izotropní a opticky anizotropní látky, které jsou dvojlomné. Izotropní prostředí otáčení hranolu neovlivňuje a zorné pole zůstane tmavé. Když je strukturní složka dvojlomná a vhodně orientovaná, pak se při natočení vzorky v zorném poli rozsvítí.

V některých případech se polarizované světlo používá i při vzorcích naleptaných tzv. povrchovým reliéfem, který se v polarizovaném světle zvýrazní nebo se odliší barevně jednotlivé strukturální složky (např. intermetalické fáze). U tvářených hliníkových slitin je možné využívat polarizované světlo pro hodnocení rekrystalizace, velikosti zrna a okrajových hrubozrnných struktur. Vzorky se před pozorováním v polarizovaném světle podrobí anodické oxidaci. Takto připravené vzorky dávají výrazné barevné rozlišení jednotlivých skupin zrn nebo vláken deformovaných zrn, kde stejné zbarvení jednotlivých skupin zrn odpovídá stejné orientaci zrna.

Nové kvalitní optické metalografické mikroskopy jsou vybavené zásuvným kompenzátorem červeného zbarvení prvního řádu. Zásuvný kompenzátor červeného zbarvení prvního řádu je připojen k zásuvnému polarizátoru a používá se pro citlivou polarizaci a mikroskopování diferenciálního interferenčního kontrastu. Jeho praktické využití je například tehdy, když při pozorování v polarizovaném světle jsou vyskytující se zrna převážně ve dvou blízkých barevných odstínech (např. červeně-fialové zbarvení), a tak je ztížená rozlišovací schopnost hranic zrn stejného zbarvení (Obr. 2.23). Po vysunutí kompenzátoru červeného zbarvení prvního řádu dostáváme např. hnědo-modro-bílé zbarvení s velice ostrým rozlišením hranic zrn (Obr. 2.24).



- Obr. 2.23 Barevná struktura jemného, rovnoměrného, globulitického zrna po rekrystalizačním žíhání u slitiny AlMg5. Vzorek z trubky byl mechanicky broušen, elektrolyticky leštěn a následně podroben anodické oxidaci v roztoku kyseliny borité (H3BO3) a kyseliny fluorovodíkové (HF) po dobu 2,5 minuty. Vzorek byl pozorován v polarizovaném světle [16]. Zvětšeno 100krát
- Obr. 2.24 Viz Obr. 2.23, rozdíl je ten, že u Obr. 2.23 pro zlepšení rozlišení hranic jednotlivých zrn byl vsunut zásuvný kompenzátor červeného zbarvení prvního řádu z prostoru zásuvného polarizátoru [16]. Zvětšeno 100krát

V současnosti je většina mikroskopů vybavena možností pozorování v polarizovaném světle. Vzorky hliníkových slitin pro barevné pozorování v polarizovaném světle se musí před samotným pozorováním na mikroskopu podrobit anodické oxidaci. Cílem metody je získat jemný oxidický povlak na povrchu vzorku, který umožní na světelném optickém mikroskopu v polarizovaném světle barevné pozorování a vyhodnocování (Obr. 2.25 a 2.26).



Obr. 2.25 Rekrystalizovaná struktura trubky u slitiny AlMg5 s globulitickým tvarem zrna v podélném řezu (ve směru tváření) [16].



Obr. 2.26 Vláknitá nerekrystalizovaná struktura u tyče ze slitiny AlMgSil v podélném řezu (ve směru tváření) [16].

Podstata metody spočívá v tom, že se provede běžná příprava vzorku mechanickým broušením a leštěním. Místo mechanického leštění je výhodnější provést elektrolytické leštění. Po leštění se vzorek, který slouží jako anoda, vodivě spojí hliníkovým drátem (nesmí se použít žádné materiály na bázi železa). Katoda je plech nebo plochá tyč z čistého hliníku (čistota hliníku minimálně 99,5 %). Vzorek z hliníku nebo z hliníkové slitiny a také i hliníkový plech se ponoří do roztoku kyseliny borité a kyseliny fluorovodíkové a propojí se se stabilizovaným univerzálním zdrojem. Anodická oxidace se provádí při napětí 25 až 30 V (optimum pro hliníkové slitiny) a proudu v rozmezí 0,7 až 4 A (silně závisí na teplotě roztoku). Optimální teplota roztoku se pohybuje v rozmezí 18 až 22 °C. Plocha podrobená anodické oxidaci se opláchne pod tekoucí vodou, alkoholem, ofouká vzduchem a osuší fénem. Takto připravený vzorek umožní barevné pozorování světelným optickým mikroskopem v polarizovaném světle. Schéma zapojení anodické oxidace je na obrázku 2.27 a technické zařízení pro anodickou oxidaci je na obrázku 2.28.

Doba leptání pro jednotlivé hliníkové materiály:

- u čistého hliníku (99,99 až 99,0 %) a slitin AlMn
- u slitin typu AlMgSi0,5
- u slitin typu Al-Cu-Mg a Al-Zn-Mg
- u slitin typu Al-Mg
- u slitin typu AlMgSi1

11,0 až 1,5 minuty,
1,5 až 2,0 minuty,
2,0 až 2,5 minuty,
2,5 až 3,0 minuty,
3,0 až 3,5 minuty.





Obr. 2.27 Princip a schéma přípravy vzorku pomocí anodické oxidace [15, 16].



Obr. 2.28 Vlastní zařízení pro anodickou oxidaci Al vzorků – příprava pro barevné pozorování zrna v polarizovaném světle.

Přehled leptadel pro měď a její slitiny

Příprava metalografických vzorků z mědi a jejich slitin není obtížná. Lze ji přirovnat z hlediska obtížnosti k přípravě vzorků z oceli. Důležité je vědět, o jakou strukturu slitiny mědi se jedná a o jaký způsob technologického zpracování jde. To jsou velice důležité informace, protože struktura vzorků zpracovaných za studena nemusí být přesně odhalitelná nebo struktura zrna žíhaných vzorků je velice obtížně odhalitelná leptáním. Mnoho měděných slitin také obsahuje drobné příměsi takových prvků, jako je například olovo a telur, které slouží pro zlepšení strojního obrábění. Udržení těchto částic ve vzorku může být velice obtížným úkolem. Podobně je tomu s udržením vměstků Cu₂O. Možným řešením je elektrolytické leptání, nicméně to má tendence tyto fáze a vměstky vyplavovat. Nejčastěji používaným leptadlem pro měď je směs stejných dílů hydroxidu amonného, peroxidu vodíku (3% koncentrace) a destilované vody (přidání vody je volitelné). Tato směs je velice účinná, ale na druhou stranu je použitelná po velmi krátkou dobu a při každém leptání je nutné tuto směs připravovat novou. Celá řada různých leptadel je založena na směsích chloridu železitého, kyseliny chlorovodíkové a vody nebo etanolu; některé z nich jsou založeny na hydroxidu amonném apod. Přehled leptadel a jejich složení je uveden v tabulce 2.20 a 2.21.

Za posledních dvacet let došlo k rozvoji myšlenek metalografických příprav vzorků z Cu a jejich slitin pomocí barevné metalografie (obdobně jako bylo tomu u slin Fe a Al). Tyto efektivní metody s lepšími vypovídajícími schopnosti, než je tomu u černo-bílého kontrastu, byly ve značné míře zaměřené na obtížně leptatelné slitiny Cu. Proto také v rámci této kapitoly je uvedeno několik struktur těchto slitin Cu s cílem získání barevného kontrastu s velice dobrými výsledky po barevném leptání (jak je to dokumentováno u jednotlivých obrázků 2.29 až 2.40). Přehled leptadel pro barevné leptání slitin Cu je uveden v tabulce 2.22.

Slitina	Leptadlo	Užití
Čistá měď	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16	celková struktura
Cu-Al	17, 6, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 3	celková struktura

Tabulka 2.20 Přehled leptadel pro leptání struktury mědi a jejích slitin [17, 28].

Slitina	Leptadlo	Užití
Cu-Be	19, 16, 18	celková struktura
Cu-Cr	16	celková struktura
Cu-Mn	16	celková struktura
Cu-Ni	15, 20, 21	celková struktura
Cu-Si	16	celková struktura
Slitiny Cu	1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 16, 17	celková struktura
Cu + slitiny Cu – barevné leptání	B1, B2, B3, B4, B5	celková struktura

	Y			-		
Tabulka 2.21	Cigolny gornam	lantadal nra	lontání struktur	ny u mědi a i	aiich alitin	117 281
I U U U I K U 2.21	Ciseinv seznum	ιεριαμεί ρι		v u meai a j	ench sillin	11/, 201.
	~	1 1			./	

Leptadlo	Složení	Postup
1	5 g FeCl ₃ + 10 ml HCl 50 ml glycerin 30 ml voda	Natírat 16 až 60 sekund. Aktivitu možno snížit nahrazením glycerinu vodou.
2	1 g KOH 20 ml H ₂ O ₂ 50 ml NH ₄ OH 30 ml voda	Rozpustíme KOH ve vodě, pak pomalu přidáváme NH4OH do roztoku. Naposledy přidáme 3% H2O2. Užít čerstvý, máčet několik sekund až minutu.
3	1 g FeNO ₃ 100 ml voda	Natírat nebo máčet několik sekund až minutu.
4	$\begin{array}{c} 1 \hspace{0.1cm} g \hspace{0.1cm} K_2 Cr_2 O_7 \\ 4 \hspace{0.1cm} ml \hspace{0.1cm} H_2 SO_4 \\ 50 \hspace{0.1cm} ml \hspace{0.1cm} voda \end{array}$	Přidat 2 kapky HCl těsně před použitím. Potírat několik sekund až minutu.
5	25 ml NH ₄ OH 25 ml voda 50 ml H ₂ O ₂ (3%)	Smíchat NH4OH a vodu před přidáním H2O2. Musí být použit čerstvý. Natírat 5 až 45 sekund.
6	10 g dvojsíran amonný 100 ml voda	Máčet 3 až 60 sekund. Může být zahřát pro zvýšení aktivity
7	60 g CrO ₃ 100 ml voda	Nasycený roztok. Máčet nebo natírat 5 až 30 sekund.
8	10 g CrO ₃ 2-4 kapky HCl 100 ml voda	Přidat HCl těsně před použitím. Máčet 3 až 30 sekund.
9	5 g FeCl ₃ + 50 ml HCl 100 ml voda	Máčet nebo natírat několik sekund. Je-li nutno, opakujeme.
10	20 g FeCl ₃ +5 ml HCl 1 g CrO ₃	Máčet nebo natírat několik sekund až do doby dosažení požadovaných výsledků.
11	25 g FeCl ₃ +25 ml HCl 100 ml voda	Máčet nebo natírat několik sekund až do doby dosažení požadovaných výsledků.
12	1 g FeCl ₃ + 10 ml HCl 100 ml voda	Máčet nebo natírat několik sekund až do doby dosažení požadovaných výsledků.

Leptadlo	Složení	Postup
13	8 g FeCl ₃ +25 ml HCl 100 ml voda	Natírat 5 až 30 sekund.
14	5 g FeCl ₃ +1 g CuCl ₂ 10 ml HCl + 0,1 g SnCl ₂ 100 ml voda	Máčet nebo natírat několik sekund až do doby dosažení požadovaných výsledků.
15	5 g FeCl ₃ +15 ml HCl 60 ml etanol nebo metanol	Máčet nebo natírat několik sekund až několik minut.
16	$\begin{array}{c} 2 \hspace{0.1cm} g \hspace{0.1cm} K_2 Cr_2 O_7 \\ 8 \hspace{0.1cm} ml \hspace{0.1cm} H_2 SO_4 \hspace{-0.1cm}+\hspace{-0.1cm} 4 \hspace{0.1cm} kapky \hspace{0.1cm} HCl \\ 100 \hspace{0.1cm} ml \hspace{0.1cm} voda \end{array}$	Přidat HCl těsně před použitím. Máčet 3 až 60 sekund.
17	50 ml NH4OH 20-50 ml H2O2 (3%) 0-50 ml voda	Použít čerstvý. Podle obsahu mědi v leptané slitině je různý obsah peroxidu. Máčet nebo natírat do 1 minuty. Film naleptané hliníkové bronzy odstraníme číslem 82.
18	1 g CrO ₃ 100 ml voda	Elektrolyticky při 6 V na 3 až 6 sekund. Použít hliníkovou katodu.
19	15 ml NH ₄ OH 15 ml H ₂ O ₂ (3%) 15 ml voda + 4 tablety NaOH	Při míchání přidáváme tablety NaOH naposled. Pro lepší výsledky použijeme předem rozpuštěných tablet.
20	$3 \text{ g FeSO}_4 + 0.4 \text{ g NaOH}$ 10 ml H ₂ SO ₄ 190 ml voda	Elektrolyticky při 8 až 10 V (0,1 A) na 5 až 15 sekund.
21	5 ml kyselina octová 10 ml HNO3 + 85 ml voda	Neskladovat. Elektrolyticky při 1,5 V na 20 až 60 sekund. Použít platinové dráty.

Tabulka 2.22 Seznam leptadel pro barevné leptání struktury u mědi a jejích slitin.

Leptadlo	Složení	Postup
B1	50 ml saturovaný vodný thiosulfát sodný 1 g metabisulfit draselný	Klemmovo činidlo I. Ponechte ponořené, dokud nedojde ke zbarvení povrchu.
B2	5 g FeCl ₃ 10 ml HCl 100 ml voda	Potírat a ponechat ponořené, dokud nedojde ke zbarvení povrchu.
В3	50 ml saturovaný vodný thiosulfát sodný 45 ml voda 20 g metabisulfit draselný	Klemmovo činidlo III. Ponechte ponořené, dokud nedojde ke zbarvení povrchu. Vhodné pro bronzy.
В4	240 g thiosulfát sodný 30 g kyselina citrónová 24 g octan olovnatý 1000 ml vody	Berahovo PbS činidlo pro měď a její slitiny. Smíchejte v uvedeném pořadí. Před přidáním další složky nechte řádně rozpustit předchozí složku (kyselina citrónová se nerozpouští, proto dobře promíchejte a přidejte octan olovnatý). Před použitím nechte ustát 24 hodin v tmavé láhvi. Při použití nalijte přibližně 100 ml do kádinky, neodstraňujte sraženiny. Ponechte ponořené, dokud nedojde ke zbarvení povrchu.

Leptadlo	Složení	Postup
В5	40 g Na ₂ Cr ₂ O ₇ 15 ml koncentrovaná HCl 2 ml koncentrovaná H ₂ SO ₄ 100 ml destilovaná voda	Ponořit a potírat do hnědého zabarvení.



Obr. 2.29 Vzorek této nábojnicové mosazi Cu-30Zn byl připraven pomocí klasické metody, proces zahrnoval několik cyklů leptání a leštění, Klemmovo činidlo I, zvětšeno 100krát [17,18].

Obr. 2.30 Vzorek žíhané a za studena zpracované arsenikové fosforově odkysličené mědi, Klemmovo činidlo I, zvětšeno 50krát, boční polarizované světlo [17,18].



Obr. 2.31 Žíhaná nábojnicová mosaz (Berahovo PbS činidlo), zvětšeno 50krát, boční polarizované světlo s citlivou barvou [17,18].

Obr. 2.32 Dendritická mikrostruktura hypoeutektické slitiny Cu-4.5P lité v pískových formách, Klemmovo činidlo II, zvětšeno 200krát, boční polarizované světlo s citlivou barevnou destičkou [17,18].



Obr. 2.33 Mikrostruktura za studena zpracovaného fosforového bronzu Cu-5Sn-0.15P, Klemmovo činidlo II, zvětšeno 200krát, boční polarizované světlo s lehce citlivou barevnou destičkou [17,18].

Obr. 2.34 Mikrostruktura žíhaného hliníkového bronzu, lehce hypereutektického, stejné díly NH4OH a H2O2, zvětšeno 50krát, boční polarizované světlo [17,18].



Obr. 2.35 Martenzitická mikrostruktura kaleného hliníkového bronzu, zvětšeno 200krát, boční polarizované osvětlení plus lehce citlivá barva [17,18].

Obr. 2.36 Mikrostruktura roztokem žíhaného beryliového bronzu po stárnutí, stejné díly NH4OH a H2O2, zvětšeno 200krát, boční polarizované světlo a citlivá barevná destička [17,18].



Obr. 2.37 Struktura slitiny Cu-10Sn s modrou částicí Sn a mezidendritickou porezitou, barevně leptáno Na2Cr2O7 + HCl + H2SO4, zvětšeno 500krát.

Obr. 2.38 Litá struktura slitiny Cu-10Sn s modrými částicemi Sn po hranicích dendritických buněk, barevně leptáno FeCl3 + HCl, zvětšeno 200krát.



- Obr. 2.39 Dendritická mikrostruktura hypereutektické slitiny Cu-10.5P lité v pískových formách je dobře viditelná, jestliže je vzorek připraven pomocí moderních metod, Klemmovo činidlo II, zvětšeno 500krát, jasné světlo [17,18].
- Obr. 2.40 Mikrostruktura everduru, Cu-3Si-1Mn, tažené za studena na poloviční tvrdost, vzorek připravený pomocí moderních metod, Klemmovo činidlo I, zvětšeno 100krát, boční polarizované světlo s citlivou barvou [17,18].

3 METALOGRAFICKÉ METODY ZKOUŠENÍ

3.1 Úvod

Metalografie se stala neocenitelným nástrojem při pokroku vědy a techniky. Věnuje se zkoumání vnitřní struktury materiálu a dává tak celkový obraz o vlastnostech materiálu a o vzájemném vztahu mezi vlastnostmi, strukturou a technologií. **Metalografie** je nauka, která pojednává o vnitřní stavbě kovů a slitin. Jejím cílem je zviditelnění struktury materiálu a následné studium pomocí optického, laserového konfokálního či elektronového mikroskopu. I proto můžeme metalografii rozdělit do dvou základních částí, a to: na přípravu metalografických vzorků a na studium struktury. Specifické postavení v rámci metalografie má fraktografie, která se věnuje studiu lomů a lomových ploch. **Metalografie je tedy vědní obor, který se zabývá přípravou vzorků, zkoumáním struktury pomocí mikroskopů a interpretací mikrostruktur.** Interpretací myslíme popis a vysvětlení vzniku dané struktury a její vliv na užitné vlastnosti.

Metalografie je metoda, jejíž pomocí můžeme sledovat mikrostrukturu materiálu. Metalografií v užším slova smyslu rozumíme zobrazování topografických nebo mikrostrukturních charakteristik na vhodně připravených površích materiálů. Tato technika spočívá v přípravě rovinných vyleštěných povrchů – výbrusů. Chemické nebo jiné metody leptání jsou používány pro zviditelnění makro- nebo mikrostrukturních charakteristik.

Co je to tedy mikrostruktura a proč je tak důležitá? Kovy, ale i další materiály (například keramika), jsou v pevném stavu krystalické. Krystalická struktura pevných látek znamená, že atomy jsou pravidelně uspořádány v trojrozměrné mřížce. Běžné kovové i nekovové materiály jsou polykrystalické – to znamená, že je tvoří shluk velmi malých krystalů. Nejdůležitější charakteristikou konstrukčních (ale i jiných) materiálů je struktura. Struktura materiálu je dána jeho složením a zpracováním a **ovlivňuje vlastnosti a chování materiálu**. Studium struktury materiálu poskytuje informace, které dávají do souvislosti složení a zpracování materiálů s jejich chováním a užitnými vlastnostmi. Interpretace (pochopení) struktury vyžaduje znalost procesů, kterými různé struktury vznikají. **Fyzikální metalurgie** je věda, která poskytuje vysvětlení mikrostruktur, a to díky pochopení toho, co se děje uvnitř materiálu během různých výrobních (nebo provozních) procesů.

3.2 Cíl a členění metalografie

Cílem porovnání struktury metalografických vzorků je získat co nejvíce informací o struktuře materiálu, o vlivu procesů působících na materiál během výroby, které změnily charakter struktury, všeobecné informace o jednotlivých mikrolokalitách vnitřní struktury materiálu a informace o metalurgické čistotě materiálu. Na základě toho, jaké informace o struktuře potřebujeme získat a do jaké hloubky je následně využijeme, volíme odpovídající metody metalografických hodnocení a pozorování. Při kontrole kvality je cílem mikrostrukturní analýzy určení, zda strukturní parametry vyhovují daným specifikacím (normám, smluvním přejímacím podmínkám). Analýza mikrostruktury se používá ve výzkumu ke stanovení mikrostrukturních změn, ke kterým dochází vlivem změn různých parametrů, jako jsou složení či tepelné a jiné typy zpracování. Typické výzkumné studie zahrnují mikrostrukturní analýzu a zkoušení materiálů. Výzkumné programy určují **vztah zpracování – struktura – vlastnosti**.

Složky struktury přítomné v materiálu jsou funkcí a výsledkem:

- chemického složení a struktury výchozího materiálu,
- výsledkem všech následných technologických, tepelných nebo jiných způsobů zpracování, které materiál prodělal v procesu zpracování.

Metalografii lze rozdělit do následujících základních oblastí, a to:

- výběr místa pro přípravu a zkoumání,
- výběr postupů a metod zkoumání,
- způsob dokumentace výsledků,
- příprava metalografických vzorků,
- samotné zkoumání struktury pomocí mikroskopů a interpretace struktur.

Základní členění metalografických metod a pozorování je následující:

- optická metalografie makroskopie,
- optická metalografie mikroskopie,
- konfokální laserová mikroskopie,
- elektronová metalografie.

Techniky umožňující zkoumání makro- i mikrostruktury jsou používány v různých oblastech, jako jsou:

- běžná kontrola kvality polotovarů a hotových výrobků,
- určování příčin porušení materiálu,
- analýza vyskytujících se vad a jejich eliminace,
- analýza defektů a selhání konstrukcí (forenzní aplikace), technologické a materiálové nedodržení výrobních postupů,
- výzkum a optimalizace výrobního procesu,
- výzkum v oblasti nových materiálů, slitin a technologických procesů.

Optická metalografie [14]				
Příprava vzorku	Makroskopie	Mikroskopie		
Neleptaný vzorek Získávané informace	Hrubé necelistvosti, dutiny, bubliny, staženiny, řediny, trhliny, praskliny, naplátování, detekce závažných závad a charakteru technologie (sváry, odlitky atd.).	Typ a velikost grafitu, vměstky (typ, velikost, tvar, množství), hodnocení typu grafitu a grafitické litiny, hodnocení čistoty materiálu.		
Naleptaný vzorek Získávané informace	Hrubé chemické a strukturální nehomogenity, chemické odmíšení, průběh vláken (po tváření), důsledek odmíšení, rozložení nečistot, hloubky povrchových vrstev (hrubozrnných, po cementaci, po nitridaci, po povrchovém kalení, po oduhličení povrchu atd.), struktura svarových spojů, deformační oblasti, rozložení makrozrna.	Typ, tvar a rozložení intermetalických fází, eutektik, tvar a velikost zrn, strukturální odlišnosti a nehomogenity (obohacené a ochuzené vrstvy, odmíšení atd.), mikrotrhliny, mikrodutiny, důsledky deformace, dvojčata, natavení, mikroporezita, vměstky, rozložení karbidů atd.		
Další využití	Posouzení technologického postupu, jeho dodržení a kvality polotovaru.	Určení typu a strukturálního charakteru materiálu, kvalita ovlivňování struktury (kvalita modifikace), posouzení technologie výroby a tepelného zpracování a jeho kvality (homogenizace, rekrystalizačního žíhaní, vytvrzování atd.), určení příčin závad, dodržení výrobních a technologických podmínek atd.		
Měřicí technika	Žádná (volným okem), lupa, stereomikroskop	Metalografický optický mikroskop		
Zvětšení	1 až 50krát	50 až 3000krát		
Rozlišovací schopnost	0,1 mm	300 nm		

Konfokální laserová mikroskopie a elektronová metalografie			
Příprava vzorku	Konfokální laserová mikroskopie	Elektronová metalografie	
Neleptaný vzorek Získávané informace	Koroze na povrchu a její hloubka, drsnost povrchu, povrchové vady a jejich detekce, tloušťky vrstev, vměstky (typ, velikost, tvar, množství), lomové plochy, tvary závitů, hodnocení typu grafitu a grafitické litiny, hodnocení čistoty materiálu atd.	Tvar, velikost a rozložení strukturních fází, hranice zrn, subzrn, dvojčata, deformované oblasti, studium průběhu fázových přeměn při tepelném a chemicko-tepelném zpracování.	
Naleptaný vzorek Získávané informace	Typ, tvar a rozložení intermetalických fází, eutektik, tvar a velikost zrn, strukturální odlišnosti a nehomogenity, mikrotrhliny, dvojčata, natavení, vměstky, porezita, precipitáty, nanomateriály a nanovrstvy, měření v 2D a 3D atd.	Typ, tvar a rozložení intermetalických fází, jejich substruktura, mřížkové poruchy (dislokace, vakance, vrstevné chyby), jejich hustota, rozložení, deformované oblasti, fraktografie atd.	
Další využití	Měření jednotlivých nanovláken, měření mikronových vrstev, hodnocení čistoty materiálu atd.	Studium průběhu fázových přeměn, průběhu degradačních procesů (plastická deformace, únava, creep).	
Měřicí technika	Laserový konfokální mikroskop	Elektronový mikroskop, elektronový řádkovací mikroskop, transmisní elektronový mikroskop	
Zvětšení	50 až 100 000krát	50 až 300 000krát	
Rozlišovací schopnost	0,3 nm	REM 0,3 až 0,5 nm TEM 0,1 až 0,3 nm	

3.3 Metalografické metody zkoušení – optická makroskopie

Cílem optické makroskopie je za pomoci leptání vyvolat makrostruktury polotovarů (předvalků, výkovků, tyčí, tlustých plechů, pásů, výlisků atd.) nebo hotových výrobků na velkých plochách (např. v celém průřezu polotovarů nebo výrobků). Následuje vyhodnocení volným okem, lupou (zvětšení 6krát) nebo pod stereolupou (zvětšení 1 až 50krát). Účelem zkoušení je vyhodnocení úrovně výskytu makroskopických vad, necelistvostí, ředin, dutin, strukturálních nehomogenit, trhlin, nečistot, makroporezity atd. Jednoznačně platí, že makroskopickým pozorováním je možné identifikovat vady či nehomogenity od velikosti cca 0,1 mm. Povrch vzorku, u kterého se provede makroskopické pozorování a vyhodnocení, se musí upravit. Provede se nejdříve osoustružení nebo ofrézování zkoumaného povrchu a následně se provede hloubkové leptání, které se ve většině případů provádí za tepla. Po naleptání se povrch opláchne vodou a osuší. Výhodou těchto metod jsou nízké náklady na přípravu vzorků, časová nenáročnost, kontrola celé plochy průřezu polotovaru nebo výrobku a možnost provádět u některých sortimentů stoprocentní kontrolu polotovarů. Tabulka 3.1 uvádí několik příkladů leptadel pro ocele a Al slitiny.

Složení leptadla	Teplota leptání [°C]	Doba leptání	Použití leptadla
HCl 1 dí1 H ₂ 0 1 dí1	60 až 80	5 až 45 minut	všechny ocele kromě austenitických a feritických
$\begin{array}{ll} HCl & 50 \text{ ml} \\ HNO_3 & 5 \text{ ml} \\ H_20 & 50 \text{ ml} \end{array}$	60 až 70	5 až 10 minut	austenitické ocele (korozivzdorné, žáruvzdorné)

Tabulka 3.1 Leptadla pro ocele a Al slitiny [15].

Složení leptadla	Teplota leptání [°C]	Doba leptání	Použití leptadla
$\begin{array}{ll} HCl & 500 \mbox{ ml} \\ H_2SO_4 & 35 \mbox{ ml} \\ CuSO_4 & 15 \mbox{ g} \end{array}$	20	5 až 25 minut	austenitické a feritické ocele (korozivzdorné, žáruvzdorné)
NaOH 15-20 g H ₂ 0 1000 ml	60 až 70	2 až 5 minut	makrostruktura Al slitin
$\begin{array}{ll} HCl & 100 \mbox{ ml} \\ HNO_3 & 100 \mbox{ ml} \\ H_2 100 \mbox{ ml} \\ HF & 5 \mbox{ ml} \end{array}$	50 až 70 (teplota leptaného vzorku)	1 až 4 minut	zrno u Al slitin
$\begin{array}{ccc} HCl & 45 \ ml \\ HNO_3 & 15 \ ml \\ HF & 15 \ ml \\ H_20 & 25 \ ml \end{array}$	20	10 až 15 sekund	makrostruktura Al-Si slitin
$\begin{array}{ll} \mathrm{HF} & 10 \ \mathrm{ml} \\ \mathrm{H}_2 0 & 90 \ \mathrm{ml} \end{array}$	20	10 až 20 sekund	makrostruktura Al-Si slitin
$\begin{array}{ccc} HCl & 120 \text{ ml} \\ HNO_3 & 60 \text{ ml} \\ HF & 10 \text{ ml} \\ H_20 & 10 \text{ ml} \end{array}$	20	10 až 20 sekund	makrostruktura Al-Si slitin
$\begin{array}{ccc} CuCl_2 & 20 \text{ g} \\ H_20 & 100 \text{ ml} \end{array}$	20	10 až 15 sekund	makrostruktura Al-Si slitin

Pomocí optické makroskopie je možné získat následující informace o makrostruktuře:

- velké vměstky (kovové a nekovové), nerozpuštěné částice předslitin, vycezeniny ve tvaru skvrn;
- dutiny, lunkry, staženiny, řediny, dutiny, porézní oblasti, makroporezita;
- trhliny, praskliny, necelistvosti;
- defekty a vady technologie (sváry, zatažený kužel, hrubozrnné vrstvy, naplátování);
- hrubé chemické a strukturální nehomogenity (obohacené a ochuzené zóny, předčasné ztuhnutí);
- hrubozrnné povrchové vrstvy, vrstvená krystalizace, gravitační odmíšení atd.);
- povrchové vrstvy a hloubka povrchových vrstev, povrchové vady;
- deformované oblasti (průběh kluzných čar, deformace atd.).

Nevýhodou makrostrukturálního šetření je jeho omezení z hlediska strukturálního, kdy se identifikují především velké strukturální vady nad 0,1 mm. Další nevýhodou je, že ve většině případů nelze přesně danou vadu identifikovat. V tom případě musí následovat mikrostrukturální šetření. Makrostrukturálního hodnocení lze **využívat** velice **efektivně** při **kvalitativním hodnocení polotovarů** a **výrobků** po jednotlivých technologických operacích (odlévání, lisování, tažení, tepelném zpracování atd.). To umožňuje vyřadit vadný výrobek v jednotlivých technologických mezioperacích a tím umožňuje šetřit náklady a nepokračovat v dalších technologických operacích na již vadném polotovaru. Dále je uvedeno několik snímků makrostruktur s výskytem některých vad.



Obr. 3.1 Makrostruktura tyče v příčném řezu s lokálním výskytem olova, způsobeno gravitačním odmíšením, zvětšeno 4krát.



Obr. 3.2 Hrubozrnná povrchová vrstva u okraje tyče v příčném řezu, nezvětšeno.



Obr. 3.3 Makrostruktura čepu v příčném řezu, v okrajové oblasti je patrná souvislá obohacená vrstva, zvětšeno 12krát.



Obr. 3.4 Makrostruktura tyče v příčném řezu vykazuje různé zbarvení v důsledku chemické nehomogenity v jednotlivých oblastech tyče, nezvětšeno.



Obr. 3.5 Makrostruktura hrubozrnné povrchové vrstvy s výskytem trhlinek po hranicích hrubého zrna, zvětšeno 4krát.

Obr. 3.6 Podélný řez naplavovaným materiálem v místě výskytu bubliny na povrchu po tepelném zpracování, zvětšeno 24krát.

3.4 Metalografické metody zkoušení – optická mikroskopie

Nejstarší a nejpoužívanější experimentální technikou zkoumání kovů a jejich slitin je světelná metalografická mikroskopie. Dějiny mikroskopie, které neobyčejně výrazně obohatily lidské poznání, začínají v 17. století. Jejich první kapitolu vytvořil holandský obchodník a vědec-samouk Anthony van Leeuwenhoek (1632 až 1723), který pro lepší pozorování detailů živé přírody sestrojil první, dosud velmi primitivní mikroskop. Koncem 17. století van Leeuwenhok díky svému vynálezu objevil krevní kapiláry a popsal jednobuněčné organismy. Od roku 1847 je zahájena výroba optických mikroskopů firmou Carl Zeiss v Jeně.

Mikroskop se skládá z mechanické části (podstavec, stojan a stolek s křížovým posunem), osvětlovací části (zdroj světla, kondenzor, clona) a optické části (objektivy a okuláry). Objektiv je soustava čoček s velmi krátkou ohniskovou vzdáleností, která vytváří skutečný převrácený obraz objektu, jež se promítá mezi ohnisko okuláru a okulár (Obr. 3.7). Okulárem tento obraz pozorujeme jako pod lupou a vidíme zdánlivý zvětšený obraz [2].



Obr. 3.7 Schéma průchodu paprsků ve světelném mikroskopu [14].

Podstatou optické mikroskopie v oblasti kovových materiálů je pozorování a fotografické dokumentování různých stavů a projevů vnitřní stavby kovů a slitin získaných odrazem světelných paprsků od speciálně připraveného povrchu rovinného metalografického výbrusu, který využívá na odlišení strukturálních součástí černobílý kontrast. Světelná metalografická mikroskopie je základní metodou studia struktury materiálů. Založena je na pozorování odraženého světla od rovinných řezů vzorků kovových materiálů světelným optickým mikroskopem. Její význam a důležitost i v současnosti, při získávání informací o kovových materiálech v nejširším slova smyslu, je velký a tato metoda umožňuje pozorovat a hodnotit strukturální útvary v rovinném řezu řádově 10³ a 10⁶ nm. S rozvojem barevné fotografie vznikly vhodné podmínky pro využití barevného kontrastu a jeho snímkování v optické metalografii. V období 70. až 80. let minulého století začínají první práce v oblasti získávání a využití barevného kontrastu struktur.

Informační a vypovídající schopnost struktur může výrazně rozšířit barevný kontrast, který je možné získat povrchovou úpravou metalografických vzorků (barevné leptání, napařování) nebo úpravou povrchu vzorků (anodická oxidace) s následným využitím dostupného přídavného zařízení světelného optického mikroskopu (polarizované světlo, Nomarský hranol apod.). Pod pojmem **barevná metalografie** bychom měli chápat soubor metod světelné metalografické mikroskopie, které využívají barevný kontrast jako zdroj nových informací o struktuře v porovnání s klasickými postupy. Barevný kontrast se ve světelné metalografické mikroskopii využívá zatím velice zřídka, a to i přesto, že základní metody jeho vyvolání a využití jsou známé a souhrnně zpracované v odborné literatuře. Základním principem barevné metalografie je vhodným způsobem (barevným leptáním, napařením, rozprášením) na povrchu vzorku vytvořit vhodný povlak, film s rozličnou tloušťkou, nebo ve využití jiných optických jevů spojených s interferencí světla. Na vzorcích pokrytých vhodným povlakem vzniká interference světla v důsledku rozdělení dopadajícího světla na složky odražené na rozhraní vzduch – vrstva a na rozhraní vrstva – kov.

Pomocí optické mikroskopie je možné získat následující informace o struktuře:

- charakter přítomných intermetalických fází tvar, typ, velikost, rozložení,
- charakter struktury podle chemického složení a charakteru zpracování,
- hodnocení mikročistoty materiálu, určení nekovových vměstků u ocelí (oxidy, silikáty, sulfidy a nitridy) podle ČSN normy,
- hodnocení kvality homogenizace, tepelného zpracování, rozložení karbidů atd.,
- charakter a velikost zrna,
- mikroskopické heterogenity materiálu obohacená zóna, hrubé fáze atd.,

- vady mikrostruktury, způsobené technologií porezita, přehřátí materiálu atd.,
- hodnocení typu grafitu a grafitické litiny,
- hloubka povrchových vrstev (hrubozrnných, po cementaci, nitridaci, povrchovém kalení, oduhličení povrchu atd.),
- kvalita modifikace, očkování a legování.



Obr. 3.8 Schéma interference v systému vzduch – film – kov [20].



Obr. 3.9 Ocel 14 109.6, leptáno roztokem 4 g kyselina pikrová + 96 ml etylalkohol, patrný velký plastický silikát (MnS), zvětšeno 500krát.



Obr. 3.10 Žíhání na měkko (feritická matrice, globulárnícementit), zvětšeno 500krát.



Obr. 3.11 Ocel 14 109.6, leptáno 1 minutu roztokem 4 g kyselina pikrová + 96 ml etylalkohol, heterogenní velikost a rozložení karbidů, zvětšeno 500krát.



Obr. 3.12 Chrom-niklová austenitická ocel bez tepelné úpravy (vzorek bez označení), patrná jemná austenitická zrna, leptáno 4 minuty roztokem 100 ml etylalkohol, 50 ml HCl, 4 g kyselina pikrová, zvětšeno 200krát.



Obr. 3.13 Perlitická tvárná litina (litina s kuličkovým grafitem), zvětšeno 300krát.



Obr. 3.15 Nemodifikovaný eutektický silumin, zvětšeno 500krát.



Obr. 3.14 Feriticko-perlitická litina s lupínkovým grafitem (šedá litina), zvětšeno 300krát.



Obr. 3.16 Hrubé rozvětvené intermetalické fáze typu "čínské písmo" u slitiny AlCu4-MgPb, jedná se o intermetalické fáze typu AlFe(Si)Mn, zvětšeno 200krát.



Obr. 3.17 Struktura nerovnoosého zrna u slitiny AlMgSi0,5 po rekrystalizačním žíhaní, zvětšeno 100krát.



Obr. 3.18 Struktura eutektického modifikovaného siluminu u slitiny AlSi, zvětšeno 100krát.

3.5 Metalografické metody zkoušení – laserová konfokální řádkováci mikroskopie

V současné době rostou stále více nároky na nestandardní způsoby měření velmi jemných součástek, povlaků, spojů, sledování struktur rozličných materiálů a na kontrolu textury či drsnosti povrchů s vysokou přesností měření. K těmto účelům se využívají optická zařízení – konfokální laserové rastrovací mikroskopy, umožňující až submikronové zobrazení povrchů materiálů s nestandardní rozlišovací

schopností zobrazení a s možností přesného trojrozměrného měření. Konfokální laserový mikroskop, určený pro materiálové aplikace, je představitelem nové generace optických systémů s vysokou přesností 3D zobrazování a měření. Nabízí nové možnosti při vývoji a kontrole rozličných materiálů a součástek. Je zvláště vhodný pro nově vznikající aplikace v mikro- a nano-technologických odvětvích, které kladou stále vyšší nároky na nestandardní způsoby bezkontaktního měření a kontrolu materiálů, miniaturních součástek, velmi jemných spojů, litografických hologramů a waferů, a také na kontrolu drsnosti povrchů se submikronovou přesností. V současné době technologie konfokálního laserového rastrovacího mikroskopu (Obr. 3.19) umožňuje zobrazení od přehledového snímku složeného z více zorných polí dohromady až po submikronové zobrazení povrchů materiálů a součástí s nestandardní rozlišovací schopností v laterálním zobrazení až 120 nm a se schopností velmi přesného 3D měření v ose z až 12 nm.



Obr. 3.19 Konfokální laserový mikroskop (sestava pro kontrolu kvality waferů).

Počátek výroby laserového konfokálního rastrovacího mikroskopu lze datovat do roku 1978 a jedná se tak ze všech metalografických metod zkoušení a pozorování o nejmladší oblast metalografie. Základním principem konfokálního mikroskopu Lext je to, že netvoří obraz vcelku a najednou, ale bod po bodu, řádkováním. Pomocí řádkování jsou tedy snímány optické řezy v laterální rovině x-y a díky přesnému definovanému posuvu objektivu v ose z, tedy i jednotlivé optické řezy. Konfokální obrazy jsou vždy zaostřené a představují jednotlivé optické řezy vzorkem. Složení trojrozměrných obrazů vychází z možnosti postupného snímání desítek až stovek optických řezů v ose z. Obvyklý rozsah optického zvětšení od 50násobného až po 17500násobný uspokojí požadavky nejen výzkumných a vývojových pracovníků, kteří se při své práci pohybují mezi hranicemi optických světelných mikroskopů a elektronových řádkovacích mikroskopů (SEM). Na rozdíl od SEM, popř. AFM (rastrovací mikroskopy na principu měření atomárních sil) se v konfokálním mikroskopu mohou vzorky umisťovat přímo na mikroskopický stolek bez použití vakuové komory. Pozorování vzorku probíhá v reálném čase a rovněž není zapotřebí ani tzv. zvodivění povrchu součásti. Složení trojrozměrných obrazů vychází z možnosti postupného snímání desítek až stovek optických řezů v ose z. Konfokální mikroskop Lext využívá navíc novou inteligentní softwarovou funkci výpočtu ohnisek (CFO), která k vytvoření obrazu celé plochy vzorku vybírá vždy pouze její nejlépe zobrazené části. Pro každou jednotlivou část plochy se přitom optimalizuje ohnisko. CFO nejen zobrazování výrazně urychluje, ale umožňuje také získat velmi přesný a opakovatelný výsledný 3D obraz. Konfokální mikroskop Olympus LEXT (Obr. 3.20) používá jako světelný zdroj laserový paprsek o vlnové délce 405 nm, zatímco světelný mikroskop využívá světelného zdroje, jenž vyzařuje světelný paprsek v širokém pásmu světelné délky.



Obr. 3.20 Konfokální laserový mikroskop OLS3100 firmy OLYMPUS [14].

Konfokální laserový mikroskop využívá laserový paprsek nejčastěji o vlnové délce 405 nm, s optickými prvky uzpůsobenými pro tuto krátkou vlnovou délku tak, aby se optimalizovala kvalita zobrazení a omezily se případné odchylky (Obr. 3.21). Tato vlnová délka i intenzita laserového světla odpovídá obvykle laserové třídě B (emitující intenzita světla laserového svazku), není tudíž k ovládání přístroje zapotřebí speciálních školení, či speciálních ochranných pomůcek. Ovládací software poskytuje jednoduché uživatelsky velmi příjemné rozhraní s pokročilou analýzou obrazu.



Obr. 3.21 Optické dráhy: konfokální laserový mikroskop (horní optická část: Laser LED, optická část, scanner x-y, 2x konfokální clonka + 2x detektor) a běžný mikroskop (dolní optická část: LED bílé světlo, optická část, digitální kamera).

Obr. 3.22 Princip získávání obrazu konfokálním laserovým mikroskopem. Výsledný 3D obraz vzniká postupným skládáním obrazových bodů detektoru (fotonásobiče) společně složením z mnoha obrazových rovin (optických řezů).

Další velkou výhodou takového zařízení je možnost využití laserového svazku společně s tradičními technikami mikroskopie (pozorování ve světlém poli, polarizovaném světle a DIC – diferenciálním interferenčním kontrastu), a to jak v režimu video – "živý" obraz, tak i v režimu

laserového konfokálního zobrazení. Konfokální laserový DIC režim je zvláště užitečný pro zvýraznění jemných nanometrických texturních změn při analýze povrchů (viz Obr. 3.23). Konfokální laserový mikroskop je systém, který umožňuje získat simultánní zobrazení vzorků ve třech rozměrech a ve skutečných barvách tím, že kombinuje laserové 3D zobrazení s plnobarevným zobrazením ve světlém poli, což je užitečné zejména při pozorování barevného vzorku. Porovnání snímku pořízeného SEM a snímku stejného vzorku pořízeného systémem CLSM (konfokálním laserovým mikroskopem) je uvedeno na Obr. 3.24.





Color 3D display (480x

Obr. 3.23 Porovnání získávání obrazu běžným mikroskopovým zobrazením a konfokálním zobrazením (barevný obraz / jeden optický řez).



Konfokální laserové mikroskopy se výborně uplatňují při kontrole výroby komponentů s velmi malou tolerancí přesnosti výroby, automobilových a leteckých součástek, lomových ploch, vodivých i nevodivých materiálů, jako jsou polovodiče, keramiky, plasty, povlaky, chemické a biologické preparáty a kovy. Pro řízení jakosti nabízí měření skutečných vzdáleností, objemů, ploch a průmětů, měření drsnosti povrchů, měření profilů (viz Obr. 3.25), analýzu částic a mnoho dalších funkcí přímo v 3D zobrazení. Schopnosti takového systému lze také velmi dobře využít při analýze vad a poruch, navíc výrazně překračuje rámec konvenční mikroskopie také tím, že představuje velmi výkonný 3D metrologický nástroj s přesností měření (3σ) v laterální rovině x-y 120 nm a v ose z až 12 nm. Konfokální laserový mikroskop nabízí nejen v metrologii nové možnosti kontroly materiálů, povlaků, elektrotechnických vzorků a součástek s vysokou přesností měření v 3D, ale je vhodný pro využití zejména v rámci nově vznikající aplikace v mikro- a nano-technologickém odvětví [22].



Obr. 3.25 Snímky aplikací: a) textura PVD povrchu (vyhodnocení plošné drsnosti), b) ložisková dráha (vyhodnocení plošné drsnosti a tvaru), c) elektroda Li-Ion baterie pro elektrické vozy (vyhodnocení plošné drsnosti), d) MEMS ultrazvukový měnič (vyhodnocení tvarů).

Další vhodnou oblastí pro aplikaci možností konfokálního laserového mikroskopu představuje hodnocení textury různých povrchů materiálů dle mezinárodních norem. Je vhodný jak pro měření lineární drsnosti dle ISO 4287, tak i stále častěji požadované plošné měření drsnosti dle ISO 25 178. Hodnocení povrchů systém provádí bezkontaktně, takže je velmi vhodný i pro hodnocení velmi měkkých

a jemných povrchů (např. plasty, CU, Al slitiny atd.), PVD a CVD povlaků, povrchů po laserovém obrábění či velmi komplikovaných povrchů a tvarů (měkké i tvrdé fáze na povrchu současně jak je tomu například u zubní frézky s diamantovými zrny ukotvenými v kovové matrici). Pro správné hodnocení povrchu je nutná i příprava hodnoceného povrchu vzorku, tzn. jeho důkladné očištění před vlastním měřením tak, aby systém nedetekoval současně i prachové částice, otisky prstů atd.



Obr. 3.26 Endoprotéza – hodnocení textury povrchu funkčních (kovových) ploch i pasivované části (hydroxiapatit).

Rozlišujeme čtyři základní prvky měření povrchové textury (Obr. 3.27). Primární profil představuje složku s největší vlnovou délkou. Profil vlnitosti je jemně zakřivená složka vlnové délky, je způsobena nízkofrekvenčními vibracemi mezi prací a nástrojem a vztahuje se na stav mechanického kontaktu (těsnění, ložisko apod.). Následuje profil drsnosti, což je složka s kratší vlnovou délkou, než je vlnitost. Tato složka popisuje materiálovou charakteristiku a způsob zpracování, souvisí s texturou povrchu, lesklým pocitem a má vliv na vzhled a opotřebení povrchů, je také nejčastěji měřenou složkou textury. V současné době se setkáváme i s pojmem profil mikro-drsnosti, který představuje složku s nejkratší vlnovou délkou. Povrchová struktura vzniká změřením šumu nebo skutečnou architekturou krystalů zrn. Konfokální laserová mikroskopie má vysoký stupeň přesnosti měření v nm a tuto složku je schopna detekovat a změřit.



Obr. 3.27 Čtyři základní prvky měření povrchové textury.

Většinou složka mikro-drsnosti není detekovatelná konvenční dotykovou metodou (profilometrií) z důvodu tvaru dotykového hrotu – rotačního kužele s tvarem hrotu koule nejčastěji o poloměru hrotu 2 μ m, 5 μ m nebo 10 μ m. Pro případné porovnávání naměřených výsledků je nutné tuto složku (λ s) u citlivějších přístrojů (např. CLSM), než jakým je dotykový profilometr, softwarově odfiltrovat. Podmínky sběru a filtrace sběru dat pro vyhodnocování liniové drsnosti dle ISO 4287 jsou uvedeny v následující tabulce 3.2.

Ne-periodický profil					1	Podmínky měření				
Ra, <u>Rq, Rsk, Rku,</u> <u>Rdq</u>		Rz, Rv, Rp, Rc, Rt		nebo <u>RSm</u>		Základní délka/ = Cutoff	Vyhodnocova ná délka <i>L</i>	λs	Rtip Max	Max. vzdálenost
Ra (µm)		<u>Rz</u> (μm)		<u>RSm</u> (mm)		λς	=5×λc	(µm)	(μm)	vzorkování (µm)
více>	méně≦	více>	méně≦	více>	méně≦	(mm)	(mm)			
0.006	0.02	0.025	0.1	0.013	0.04	0.08	0.4	2.5	2	0.5
0.02	0.1	0.1	0.5	0.04	0.13	0.25	1.25			
0.1	2	0.5	10	0.13	0.4	0.8	4		2	
2	10	10	50	0.4	1.3	2.5	12.5	8	5	1.5
10	80	50	200	1.3	4	8	40	25	10	5

Tabulka 3.2 Podmínky sběru a filtrace dat dle ISO 4287.

Pozn.: Ra

Rz

průměrná aritmetická odchylka posuzovaného parametru drsnosti nejvyšší výška profilu drsnosti

Základní délka (\lac/Lfiltr v mm) dána normou, délka ve směru osy x použitá pro rozpoznání nerovností charakterizujících vyhodnocovaný profil drsnosti

Vyhodnocovaná délka (mm) $\lambda s (\mu m)$

minimální měřená délka ve směru osy x použitá pro posouzení vyhodnocovaného profilu doporučený parametr filtrace dat pro mikrodrsnost

Z výše uvedené tabulky vychází, že konfokální mikroskopie je vhodnou technikou vyhodnocování textury povrchu materiálů pro druhý až čtvrtý řádek, tedy pro Ra v rozsahu od hodnoty 20 nm až po 10 µm. Pro hrubší povrchy (Ra nad 10 µm) lze použít i standardní optické techniky nebo digitální mikroskopy. AFM mikroskopie je vhodná pro měřené hodnoty Ra v prvním, případně druhém řádku, a to z důvodu malé, nedostačující vyhodnocovací délky/plochy hodnoceného povrchu materiálu. Z obrázku 3.28 je zřejmé, že při vyhodnocování povrchové textury materiálů získáváme daleko více informací o povrchu z plošného měření drsnosti, než je tomu v případě profilu liniového měření drsnosti.



Obr. 3.28 Liniová metoda a plošná metoda měření drsnosti.

Tato data pro měření plošné drsnosti lze pak dělit do skupin dle jejich vlastností: výškové parametry S_q, S_{sk} atd. (viz Obr. 3.29), prostorové parametry S_{al}, S_{tl} atd., hybridní parametry S_{dr}, S_{dq} atd., funkční a související parametry Spk, Smr, VVc atd. a další (existuje mnoho dalších parametrů pro vyhodnocování plošné drsnosti) [23].



Obr. 3.29 Různé parametry vyhodnocování plošné drsnosti.

Pro hodnocení plošné drsnosti dle ISO 25 178 se vychází z hodnot pro měření liniové drsnosti (viz tabulka 3.3). Vyhodnocovaná délka je zde však uvedena jako vyhodnocovaná plocha v definované vztažné ploše – obdélníku nebo čtverci. Velmi často se zde využívá parametr F operátor pro softwarovou korekci 3D měřených dat s převodem vyhodnocovaného tvaru povrchu do roviny (viz. Obr. 3.30). Povrchová drsnost je definována v rovině, nikoliv například na šikmé ploše, válci, kouli, zakřiveném povrchu atd.



Obr. 3.30 Funkce filtrů pro měření plošné drsnosti.

Další příklady možné aplikace konfokální laserové mikroskopie jsou determinovány tím, jaké je možné získat informace o struktuře, a to například:

- koroze na povrchu a její hloubka,
- drsnost povrchu, povrchové vady a jejich detekce, detekce povrchových vad a jejich kvantitativní měření,
- měření tloušťky vrstev a povlaků,
- vměstky (typ, velikost, tvar, množství),
- lomové plochy, tvar závitů, povrchové zpracování,
- hodnocení typu grafitu a grafitické litiny,
- hodnocení čistoty materiálu,
- typ, tvar a rozložení intermetalických fází, eutektik, precipitátů,
- tvar a velikost zrna, dvojčata,
- porezita, přehřátí a natavení materiálu,
- strukturální odlišnosti a nehomogenity materiálů,
- struktury nanomateriálů a nanovrstev (pomoci AFM madulu),
- kvantitativní vyhodnocování a měření ve 2D a 3D.



Obr. 3.31 Povrch špatných závitů u bloku motoru v 3D poukazuje na místa neuzavřených, popraskaných a nedotvořených oblouků.

Obr. 3.32 Povrch špatných závitů u bloku motoru v 3D, je patné utržení materiálu v několika místech závitů (především u horních závitů).



Obr. 3.33 Povrch dobrých závitů u bloku motoru v 3D, jsou patrné kvalitní uzavřené oblouky závitů.



Obr. 3.34 Utržené závity u špatného bloku motoru, pozorováno v 3D systému na laserovém konfokálním mikroskopu.



Obr. 3.35 Povrchové vady ve 2D ve tvaru kruhových důlků na Al materiálu, který byl povlakován transparentním lakem.



Obr. 3.36 Povrchová vada z Obr. 3.35 ve tvaru kruhového důlku skenovaná pomocí laserového konfokálního mikroskopu ve 3D se síťováním.



Obr. 3.37 Povrchová vada ve 2D ve tvaru liniové rýhy končící důlkem na Al materiálu, který byl povlakován transparentním lakem.

Obr. 3.38 Povrchová vada z Obr. 3.37 ve tvaru liniové rýhy končící důlkem skenovaná pomocí laserového konfokálního mikroskopu ve 3D se síťováním.



Obr. 3.39 3D obraz vytvořený v konfokálním modu mikroskopem Lext OLS 3100.





Obr. 3.41 Struktura temperované litiny v TV modu s měřením velikosti grafitu, která se pohybuje v rozmezí 28,1 – 50,8 μm.



Obr. 3.42 Měření hloubky korozního napadení pomocí laserového konfokálního mikroskopu.



Obr. 3.43 Prostorová 3D rekonstrukce ve tvaru drátěného modelu štěpné fazetky křehkého lomu.



Obr. 3.44 Výška štěpné fazetky u křehkého lomu v 3D konfokálním módu.



Obr. 3.45 Laserová konfokální mikroskopie umožňuje měření různých vrstev a povlaků, na obrázku je měření tloušťky pájené vrstvy v podélném řezu.



Obr. 3.46 Mikrostruktura vady ve tvaru důlků vykazuje tvar téměř ideálního kruhového důlku o průměru 1 až 1,2 mm, který prostupuje celou tloušťkou povrchového laku a zasahuje až na povrch hliníkového plechu nebo zeslabuje vrstvu povrchového laku na cca 50 µm.



Obr. 3.47 Laserová konfokální mikroskopie umožňuje měření povrchové drsnosti materiálů (lineární i plošné) a automaticky vytvářet standardní měřící protokoly s výsledky měření.

3.6 Metalografické metody zkoušení – elektronová metalografie

Novou část dějin mikroskopie otevírá německý vědec Ernst Ruska (1906 až 1988), vynálezce elektronového mikroskopu, přesněji řečeno transmisního elektronového mikroskopu (TEM). První jednoduchý transmisní elektronový mikroskop zkonstruoval Ernst Ruska již v roce 1931, přičemž vycházel z teoretických poznatků a experimentů svých krajanů Ernsta Abbeho, Hanse Busche a především však z teorie francouzského teoretického fyzika Louise de Broglie, který v polovině 20. let minulého století formuloval základy vlnové mechaniky. Ernst Ruska, který vystudoval elektrotechniku v Mnichově a Berlíně, se původně zabýval problematikou vysokého napětí v prostředí vakua. Od roku 1928, jak uvádí ve své autobiografii, se jeho zájem zaměřil na jevy magnetického pole ovlivňovaného silným elektrickým proudem, které studoval společně s profesorem Maxem Knollem. Na základě tohoto studia se mu podařilo vyvinout magnetické čočky, což byl první krok ke konstrukci transmisního elektronového mikroskopu, s nímž vědeckou veřejnost seznámil zhruba před 70 lety. Jednou z prvních prací na elektronovém mikroskopu bylo studium a zkoumání principu precipitačního vytvrzování, který byl zjištěn nezávisle Guinierem a Prestonem v roce 1938 pomocí Laueovy metody na monokrystalech slitiny Al-Cu. Guinier a Preston zjistili, že difrakční diagram pořízený na monokrystalech slitiny Al-Cu vykazuje pruhy vycházející z reflexe mřížky hliníku a probíhající ve směrech <100>Al. Toto bylo vysvětlováno vznikem destičkovitých částic bohatých na měď a ležících na rovinách {100}.

Obecně se rozlišují **dva typy elektronových mikroskopů**. Jsou to elektronové mikroskopy s pevným svazkem elektronů označované jako **transmisní** (prozařovací) **elektronové mikroskopy** (TEM) a elektronové mikroskopy s řádkujícím svazkem elektronů označované jako **řádkovací** nebo **rastrovací elektronové** mikroskopy (REM). V současnosti toto dělení není úplně přesné, protože moderní typy elektronových mikroskopů umožňují pracovat jak jedním, tak i druhým způsobem. Obě metody (TEM i REM) se v posledním čtvrtstoletí velmi často spojují a propojují s lokální mikroanalýzou. Na základě revolučních prací na poli elektronové mikroskopie vyvinuli Gerd Binning a Heinrich Rohrer ve švýcarském výzkumném pracovišti IBM v Zurichu **skenovací tunelový mikroskop** (STM). Tato metoda, umožnila lidskému oku nahlédnout na povrch hmoty v rozměru nanometru. Skenovací tunelové mikroskopie se začalo využívat nejen v mikroelektronice (ke studiu a konstrukci polovodičů), ale především připravila půdu pro rozvoj nanotechnologie.



Obr. 3.48 Základní sestava rastrovacího elektronového mikroskopu [14].
1 – elektronové dělo, 2 – katoda, 3 – Wehneltův válec, 4 – anoda, 5 – svazek primárních elektronů, 6 – kondenzor, 7 – finální čočka, 8 – vychylovací cívky, 9 – regulace zvětšení, 10 – obrazovka, 11 – generátor rastrovacího systému, 12 – obrazový zesilovač, 13 – detektory zpětně odrazených elektronů, 14 – detektor sekundárních elektronů, 15 – vzorek, 16 – absorbovaný proud.

Mezi výhody REM a TEM patří zejména následující:

- vysoká rozlišovací schopnost (až 0,5 nm u TEM, 0,1 až 0,3 nm = 300 000krát),
- trojrozměrný vzhled pozorovaných objektů,
- vysoká hloubka ostrosti,
- možnost pozorování reálných vnějších tvarů objektů,
- možnost rychlého přechodu na velký rozsah zvětšení,
- poměrné jednoduchá obsluha při nových typech přístrojů.

Jako nevýhody REM a TEM lze označit následující:

- potřeba vakua,
- nemožnost zobrazit vnitřní detail materiálu,
- vysoká cena zařízení.

Pomocí elektronové metalografie je možné získat následující informace o substruktuře Al slitin:

- tvar, velikost a rozložení strukturních fází,
- hranice zrn, subzrn, dvojčata, deformované oblasti,
- studium průběhu fázových přeměn při tepelném a chemicko-tepelném zpracování (CP zóny, charakter a rozložení precipitátů atd.),
- chemické složení (pomocí EDX analýzy) intermetalických fází, vměstků atd.,
- mřížkové poruchy dislokace (typy, tvary a hustota), vakance, chyby vrstev,
- studium deformovaných oblastí,
- fraktografické analýzy lomových ploch a kvalitativní a kvantitativní hodnocení lomů atd.

Následují vybrané příklady aplikace elektronové metalografie.





*Obr. 3.49 Slitina AlMgSiCu z elektronového rastrovacího mikroskopu, šipky u snímků označují intermetalické fáze, které byly identifikovány u slitiny AlMgSiCu, EDX analýza označených částic poukazuje na přítomnost intermetalických fází typu CuAl*₂.

Chemické analýzy korozních zplodin





100.00

Obr. 3.50 Mikrostruktura z elektronového rastrovacího mikroskopu, kde jsou patrné nepravidelné tmavé černé stopy na povrchu litinového kroužku, plošná EDX analýza a tabulka výsledků analýzy (objemová a atomová procenta prvků) poukazují na přítomnost oxidů železa a hliníku s doprovodným množstvím Ni a Cu pocházejících z litinového kroužku a Si pocházející z Al materiálu.

100.00



Lineární průběh koncentrace jednotlivých prvků

Obr. 3.51 Lineární průběh EDX analýz u jednotlivých prvků v oblasti difúzního propojení mezi litinovým kroužkem a slitinou AlSi11MgNiCu, lineární průběh koncentrace jednotlivých hlavních prvků (Fe, Al, Cu, Mg a Mn) na úseku L1 od 3 843 μm do 11 773 μm zasahuje od oblasti hliníkové slitiny, skrz celou oblast společné Al-Fe mezivrstvy až do oblasti litiny s lupínkovým grafitem.

Štefan Michna, Karel Jiřikovský

<u>Hranice zrn, subzrn, dvojčatění, deformované oblasti, čárové poruchy (dislokace), pohyb</u> <u>dislokací, hustota dislokací</u>

Při plastické deformaci kovu dochází ke generování dislokací. Ukazuje se, že v krystalech vyrobených v laboratorních podmínkách je hustota dislokac 10⁶ cm⁻². V technických netvářených kovech je hustota dislokací cca 10⁸ cm⁻². Po velké deformaci při tváření za studena stoupá hustota dislokací až na hodnotu 10¹² cm⁻².



Obr. 3.52 Mikrostruktury slitiny AlCu4Mg1 z transmisního elektronového mikroskopu, na kterých se jedná o stav po tváření za tepla se zachycením přítomnosti rekrystalizačních zárodků v α matrici, v okolí krystalizačních zárodků je patrná vysoká hustota dislokací [24, 25].



Obr. 3.53 Litý materiál po homogenizaci u slitiny AlMn1 s hustotou dislokací 10⁸ cm⁻² [25].



Obr. 3.54 *Tvářený materiál při teplotě* 490 °C *u slitiny AlMn1 s hustotou dislokací* 10^{12} cm⁻² [25].

Čárová porucha vznikne tehdy, když v ideálním krystalu se vlivem vnějších podmínek začne postupně posouvat jedna část atomových rovin vůči ostatním atomovým rovinám. Rozhraní mezi posouvajícími a neposouvajícími se atomovými rovinami se nazývá rovina skluzu. Dislokace je čárová (jednorozměrná) porucha krystalové struktury na rozhraní mezi posunutou a neposunutou částí krystalu. Vzniká částečným posunutím jedné části krystalu proti druhé. Frank-Readův zdroj dislokací: dislokace při svém pohybu narazí na neprůchodné překážky bodového charakteru, jakými jsou částice karbidů nebo precipitáty. Postupující dislokační čára se zachytí o dvě sousední částečky, začne se zakřivovat a celý děj se opakuje. Tak vzniká v průběhu plastické deformace z jedné dislokace až několik dislokačních smyček (viz Obr. 3.55). Hustota dislokací je definována jako hodnota udávající celkovou délku dislokačních čar v jednotce objemu a vztahuje se k 1 cm³.

Podle toho, jak dislokace postupuje, se dislokace dělí na:

- hranové dislokace postupuje v krystalu celou šíří po hraně z jedné strany na druhou a prostupuje obyčejně celým krystalem,
- šroubové dislokace postupuje v krystalu posuvem atomových řad po křivce,
- **smíšené dislokace** kombinace hranové a šroubové dislokace.



Obr. 3.55 Mechanismus vzniku Frank-Readova zdroje.





Obr. 3.56 a Obr. 3.57 Jedná se o polygonizovanou dislokační substrukturu u slitiny AlSi12MgCuNi po tváření a tepelném zpracování, kde se sítě dislokací vyskytují v oblasti shluků částic, přítomnost Frank-Readova zdroje dislokací je identifikovatelná v oblasti menších precipitátů [24].



Obr. 3.58 a Obr. 3.59 Dokumentované snímky potvrzují, že u materiálu AA 4032 proběhly procesy zotavení a rekrystalizace v plném rozsahu, hustota dislokací je nízká (cca 10⁶ až 10⁷ cm⁻²), lokálně je možno pozorovat Orowanův ohyb ukotvených dislokací mezi částicemi (Orowanův mechanizmus je založen na principu, že dislokace se zachytí na částicích, precipitátech, které působí jako pevné kotvy, a prohnou se), zvětšeno 85 000krát.



Obr. 3.60 Substruktura deformovaného materiálu za studena s vysokou hustotou dislokací v oblasti hranic subzrn, zvětšeno 85 000krát [25].



Obr. 3.61 Substruktura materiálu po etapě ukončené primární rekrystalizací s podstatně sníženým počtem dislokací u hranice subzrna, zvětšeno 85 000krát [25].

<u>Studium průběhu fázových přeměn při tepelném a chemicko-tepelném zpracování (CP zóny, charakter a rozložení precipitátů atd.)</u>



Obr. 3.62 Substruktura slitiny AlCu5,5PbBi z transmisního elektronového mikroskopu, na kterém se jedná o tyč tvářenou za tepla, materiál byl následně podroben rozpouštěcímu žíhání při teplotě 535 °C po dobu 2 hodin a poté umělému stárnutí při teplotě 180 °C po dobu 10 hodin, substruktura vykazuje přítomnost GP II. zón nepravidelného tvaru jako mezičlánek nedokončeného precipitačního vytvrzování.



Obr. 3.63 Substruktura slitiny AlCu5,5PbBi z transmisního elektronového mikroskopu, na kterém se jedná o tyč tvářenou za tepla, materiál byl následně podroben rozpouštěcímu žíhání při teplotě 535 °C po dobu 2 hodin a poté umělému stárnutí při teplotě 180 °C po dobu 10 hodin, substruktura vykazuje přítomnost θ fáze destičkovitého tvaru s tetragonální, plošně centrovanou mřížkou o stechiometrickém složení odpovídající CuAl₂.

Ze všech metalografických metod zkoušení, pozorování a zkoumání struktury kovů je nejrozšířenější a nejpoužívanější světelná optická metalografie, která patři i k mezi ty nejstarší. Především světelná metalografická mikroskopie je základní metodou pozorování vnitřní struktury materiálu s vysokou vypovídající schopností. Další výhodou světelné optické makroskopie i mikroskopie, která predikuje její využitelnost jak v oblasti výzkumu, vývoje a také při běžné kontrole materiálu ve výrobním procesu, jsou relativně nízké náklady při využití těchto metod.

V posledních dvaceti letech se začaly navíc v oblasti optické mikroskopie rozvíjet metody a techniky kvantitativního vyhodnocování struktur. V oblasti působení technologických procesů na strukturu materiálu je cílem metalografických zkoušek u světelné optické metalografie získat informace o struktuře materiálu a o vlivu těchto procesů na výslednou strukturu materiálu. Nevýhodou světelné optické mikroskopie je její omezenost z hlediska zvětšení (nejčastější použití v rozmezí 100 až 500násobného zvětšení), neboť se zvětšením se zhoršuje zobrazovací schopnost v rovině řezu a světelná optická mikroskopie patří do skupiny zobrazovacích metod.

Velké množství hodnocení mikrostruktur materiálů je popsáno pomoci ČSN norem, jako například stanovení velikosti zrna, hodnocení mikročistoty ocele, hodnocení způsobu vyloučení cementitu, hodnocení pruhovitosti struktury, hodnocení mikrostruktury litin, hodnocení mikrostruktury grafitu, hodnocení kvality modifikace u Al-Si slitin atd.

Metody elektronové metalografie mohou být jak zobrazovací, tak i analytické. Zobrazovací metody u elektronové metalografie můžeme ještě dále rozdělit na studium struktury povrchu (studium lomů a lomových ploch, povrchových vad, koroze apod.) a na studium vnitřní struktury (včetně transmisního elektronového režimu na foliích). Analytické metody u elektronové metalografie se věnují lokálním analýzám chemického složení (intermetalické fáze, vměstky, korozní zplodiny apod.). Elektronová mikroskopie je především z hlediska vysoké pořizovací ceny zařízení (v rozmezí 6 až 15 mil. Kč), zvýšených nároků na provoz a také na obsluhu zařízení používaná téměř výlučně v oblasti výzkumu a vývoje materiálů.

4 VYUŽITÍ BAREVNÉHO KONTRASTU PŘI IDENTIFIKACI STRUKTURÁLNÍCH SLOŽEK U HLINÍKOVÝCH SLITIN

4.1 Úvod do barevné metalografie

Nejstarší a nejpoužívanější experimentální technikou zkoumání kovů a jejich slitin je světelná metalografická mikroskopie. Její podstatou je pozorování a fotografické dokumentování různých stavů a projevů vnitřní stavby kovů a slitin získaných odrazem světelných paprsků od speciálně připraveného povrchu rovinného metalografického výbrusu, který využívá na odlišení strukturálních součástí černobílý kontrast [29]. Z hlediska neželezných kovů můžeme u nás považovat za první dostupnou publikaci Maľcev a kol. Světelná metalografická mikroskopie je základní metodou studia struktury materiálu. Je založená na pozorování odraženého světla od rovinných řezů vzorků kovových materiálů světelným optickým mikroskopem. Její význam a důležitost i v současnosti, při získávání informaci o kovových materiálech v nejširším slova smyslu, je velký [27, 29, 30, 31, 32]. Tato metoda umožňuje pozorovat a hodnotit strukturální útvary v rovinném řezu řádově 10³ a 10⁶ nm [29].

S rozvojem barevné fotografie vznikly vhodné podmínky pro využití barevného kontrastu a jeho snímkování v optické metalografii. V období 70. až 80. let minulého století začínají první práce v oblasti získávání a využití barevného kontrastu struktur. Informační a vypovídající schopnost struktur může výrazně rozšířit barevný kontrast, který je možné získat povrchovou úpravou metalografických vzorků (barevné leptání, napařování) nebo úpravou povrchu vzorku (anodická oxidace) s následným využitím dostupného přídavného zařízení světelného optického mikroskopu (polarizované světlo, Nomarského hranol). Pod pojmem barevná metalografie bychom měli chápat soubor metod světelné metalografické mikroskopie, které v porovnání s klasickými postupy využívají barevný kontrast jako zdroj nových informací o struktuře. Barevný kontrast se ve světelné metalografické mikroskopii využívá zatím velice zřídka, a to i přes to, že základní metody jeho vyvolání a využití jsou známy a souhrnně zpracovány v odborné literatuře [33, 34]. Zvlášť v metalografii hliníkových slitin se všeobecně využívá minimálně nebo se nevyužívá vůbec. Rovněž známá odborná literatura [35, 36] se oblasti hliníkových slitin věnuje jenom okrajově. Dokonce ani v rozšířených monografiích, viz [37, 38, 39], nejsou možnosti barevné metalografie neželezných kovů využité (v monografiích staršího data vydání, viz [36, 58, 59], je to samozřejmě pochopitelné). Přitom význam hliníkových slitin ve všech oblastech hospodářství roste (letectví, elektronika, automobilový průmysl), přičemž v následujících dvaceti letech se očekává nárůst světové výroby hliníku a jeho slitin o 400 až 500 %.

4.2 Základní charakteristika o světle a barvě

Elektromagnetické záření zahrnuje širokou oblast vlnových délek od γ záření po rozhlasové vlny (Obr. 4.1). V oblasti vlnových délek měřených ve vakuu od 100 nm do 1 mm označujeme elektromagnetické záření jako optické záření. Světlem nazýváme viditelnou část optického záření vymezenou intervalem vlnových délek od 380 do 780 nm. Podstatnou charakteristikou světelného zdroje je spektrální rozložení λ jeho záření, tzn. složení jeho světla z jednotlivých monochromatických složek. Monochromatické záření vede ke vjemu syté barvy (spektrální barva), která souvisí s jeho vlnovou délkou. Směs světel o různých vlnových délkách (světelný zdroj) vzbuzuje vjem, jehož barva souvisí se spektrálním složením směsí.

Prvotní význam **pojmu barva** patří do psychosenzorické oblasti. Je to vlastnost zrakového vjemu, která umožňuje pozorovateli zjistit odlišnost dvou plošek zrakového pole majících rozdílný charakter jako rozdíl vzniklý změnou spektrálního složení světla dopadajícího do oka. Barva je tedy veličina psychofyzikální a je možné ji charakterizovat souborem **tří** měřitelných **souřadnic**, a to **barevného tónu** (stupně), **světlosti** a **sytosti**. **Barevný tón (odstín)** se v běžné řeči označuje jako červený, zelený, modrý atd., barvy černá, bílá, šedá se označují jako "nepestré". Fyzikálně je barevný odstín světla popsán vlnovou délkou λ . Světlo jen jedné vlnové délky se označuje jako

monochromatické. **Světlost (jasnost)** je určena amplitudou světelné vlny. Při osvětlení v bílém světle se jeví předmět tím světlejší, čím větší je jeho transmise u průhledných, resp. reflexe u neprůhledných objektů. Barevný odstín je při osvětlení bílým světlem nezávislý na intenzitě osvětlení, tj. světlosti. Jako míra světlosti se často používá stupeň tmavosti. Stupeň tmavosti 0 je největší okem vnímatelná světlost při příslušném barevném odstínu, stupeň tmavosti 10 odpovídá ideální černé. **Sytost** je mírou pro takzvaný bílý podíl. Vyskytují-li se v oblasti viditelného světla, tj. mezi 400 a 700 nm, všechny vlnové délky se stejnou okem vnímatelnou světlostí, pak je barevný dojem bílý, tj. nepestrý. Světlo o vlnové délce 500 nm se jeví jako zelené – má největší možnou sytost. Když se k tomuto světlu přidá bílá, pak se stává stále méně sytou, bledne, až se stane nepestrou – jeho sytost je pak nulová.

Pro popis barevnosti platí ČSN 01 1718, která je v podstatě kompatibilní s obdobnými zahraničními normami (např. DIN 6164) a definuje barevnost trichromatickými souřadnicemi. Trichromatická soustava je soustava pro popis barev, která je založena na možnosti vyjádřit libovolnou barvu jedinou číselnou hodnotou aditivní směsi tří vhodně zvolených měrných barevných světel a středového směrného světla soustavy. Mezinárodní komise pro osvětlování přijala za reálný základ své soustavy světla s vlnovými délkami 700, 456,1 a 435,8 nm a normální smluvní bílé světlo B [40].

V případě **metalografického vyhodnocování barevných** hliníkových **struktur** jsme odkázáni na vizuální pozorování a na všeobecný popis barev. Popis metalografické struktury hliníkových slitin nebo jejich fotografií nevyžaduje číselný popis barevnosti, protože v drtivé většině jde o výrazné barevné kontrasty, které je možné popsat bez problému slovním vyjádřením zrakového vjemu. Vystačíme proto při popisu metalografických struktur s vyjádřením barvy jednoduchým názvem příslušného barevného tónu (červená, zelená, modrá, žlutá apod.) a eventuálním doplněním světlosti (jasnosti) dané barvy (světlá, tmavá).



Obr. 4.1 Schematické znázornění spektra elektromagnetického záření [20].

4.3 Základní principy získání barevného kontrastu a jeho využití u hliníkových slitin

Základní princip získání rozdílného zbarvení jednotlivých součástí struktury (fáze, cizorodé částice, dendritické buňky, zrno atd.) na povrchu připraveného vzorku spočívá v barevném leptání, v získání interferenční vrstvy (napařováním, rozprašováním) nebo ve využití jiných optických jevů spojených s interferencí světla (polarizované světlo, diferenciální interferenční kontrast). V některých případech je barevný kontrast daný přirozenou chromatičností některých fází, a tak je možné u hliníkových slitin odlišit jednotlivé součásti podle jejich charakteristického zbarvení (např. fáze CuAl₂ má světle hnědé až červené zbarvení, fáze PbBi šedé až černé zbarvení atd).

Barevný kontrast pro rozlišení jednotlivých mikrolokalit ve struktuře je možné získat následujícími způsoby:

- je daný přirozenou chromatičností některých fází;
- vzniká v důsledku odlišných částic v polarizovaném světle;
- vzniká interferencí fázově posunutých vln v důsledku odrazu od nerovnosti povrchu v důsledku různé odrazivosti fází (nebo jiných mikrolokalit) a vícenásobné reflexe v transparentní povrchové vrstvě nebo proměnlivé tloušťky transparentního povrchového filmu;
- kombinovanými způsoby, a to anodickou oxidací povrchu vzorku s následným pozorováním v polarizovaném světle.

Podrobné schéma alternativ vzniku barevného kontrastu je uvedeno na Obr. 4.2. U barevného kontrastu získaného přirozenou chromatičností některých intermetalických fází u hliníkových slitin byla věnována pozornost možnosti vylepšení barevného kontrastu kombinací leptání na černobílý kontrast s dlouhodobým stárnutím vzorku. Dále bude pozornost věnována pouze vyvolanému barevnému kontrastu u hliníkových slitin. Pro získání barevného kontrastu v metalografii hliníkových slitin existuje několik alternativ, které budou následně podrobněji popsány. V podmínkách naší metalografické laboratoře pro hodnocení hliníkových struktur se uplatnilo především barevné leptání, anodická oxidace s pozorováním v polarizovaném světle a kombinované metody dle schématu na Obr. 4.2.

Základním principem barevné metalografie je vytvoření ideálním způsobem (barevným leptáním, napařením, rozprášením) na povrchu vzorku vhodného povlaku – filmu s rozličnou tloušťkou nebo využití jiných optických jevů spojených s interferencí světla. Na vzorcích pokrytých vhodným povlakem vzniká interference světla v důsledku rozdělení dopadajícího světla na složky odražené na rozhraní vzduch – vrstva a na rozhraní vrstva – kov (Obr. 4.3).

Interferenční jev je závislý na vlnové délce světelného zdroje ve vzduchu (λ), na tloušťce filmu (t) a na indexu lomu filmu (n). Interferenci je možné očekávat tehdy, když se skutečná dráha odraženého světla z obou povrchů liší o sudý násobek $\lambda/2$. Tento rozdíl drah je úměrný dvojnásobku tloušťky filmu. Když zanedbáme zpomalení světla ve filmu, bude vznikat interference v dané tloušťce filmu při sudých násobcích $\lambda/4$, s uvážením tohoto vlivu při $\lambda/4n$, kde n je index lomu filmu. Po osvětlení bílým světlem se při splnění podmínky l/4n pro některou složku spektra objeví v důsledku interference příslušná barva (zelená, modrá, hnědá atd.).



Obr. 4.2 Celkové schéma vzniku barevného kontrastu.

Tloušťka filmu v podstatě určuje, při kterých barvách nastává interference. U velice tenkých filmů vzniká interference a při velice silných filmech v infračervené oblasti, přičemž v těchto případech není viditelné zbarvení. Při filmech s vhodnou tloušťkou vzniká interference v modré oblasti ($\lambda - 450$ nm, odraz žlutý), s rostoucí tloušťkou dále v zelené oblasti ($\lambda - 500$ nm, odraz hnědý) a v žluté oblasti ($\lambda - 600$ nm, odraz modrý). Opakování druhořádových sekvencí (při $3\lambda/4n$, $5\lambda/4n$) bude také stejné, pouze interval bude různý, a ne všechny barvy se objeví v každém pásmu [29].



Obr. 4.3 Schéma interference v systému vzduch – film – kov [20].

Interferenční povlaky můžeme nanášet na povrch kovu třemi základními způsoby:

- tepelnou oxidací povrchu (napouštěcí barvy),
- leptáním (na rozdíl od klasického leptání vznikají stabilní vrstvy),
- napařením nebo rozprášením ve vakuu.

Barevnou metalografií hliníkových slitin se získávají nové poznatky o struktuře nebo se rozšiřují a upřesňují poznatky o struktuře v porovnání s černobílým obrazem. Přednosti, které poskytuje barevný kontrast u hliníkových slitin, lze hlavně využít v následujících **oblastech hodnocení struktury**:

- hodnocení rekrystalizace rekrystalizovaná, nerekrystalizovaná a částečně rekrystalizovaná struktura,
- velikost a tvar rekrystalizovaného zrna,
- posuzování hloubky hrubozrnné rekrystalizované vrstvy,
- odhalení nehomogenity v chemickém složení dendritických buněk,
- odhalení hlavních a vedlejších krystalizačních směrů při lití u globulitického zrna a u sloupcovitých, peříčkovitých nebo eliptických zrn,
- barevná identifikace jednotlivých druhů fází u hliníkových slitin,
- identifikace nerozpustných částic kovů nebo předslitin (Si, Cr, Zr atd.),
- identifikace cizorodých částic na bázi Fe vniklých do materiálu při tváření materiálu,
- odhalení tepelně ovlivnitelných zón při vnikání cizorodých částic do materiálu,
- barevné rozlišení jednotlivých typů vměstků u hliníkových slitin,
- posuzování strukturálních nehomogenit u litého a tvářeného materiálu,
- zkoumání rozdílné lité struktury v oblasti výskytu velkých oxidických blan,
- posuzování struktury modifikovaného a nemodifikovaného siluminu.

Ve všech výše uvedených případech lze dosáhnout velmi výrazného a kvalitního barevného kontrastu a rovněž lze plně využít předností, které poskytuje barevná metalografie u hliníkových slitin [8]. Jednotlivé oblasti využití barevného kontrastu u hliníkových struktur budou podrobněji popsány s ukázkami jednotlivých struktur v experimentální části této práce.

4.4 Optické metody zvýraznění barevného kontrastu u optického mikroskopu

Polarizované světlo

Polarizované světlo se nejčastější získává ze světelného zdroje odrazem, dvojlomem a absorbcí vhodným prostředím. Umožňuje identifikovat opticky anizotropní prostředí od izotropních prostředí. Většina optických mikroskopů je vybavená dvěma **Nicolovými hranoly** (nicoly), z kterých jeden slouží jako polarizátor a jeden jako analyzátor, přičemž jejich vzájemnou polohu je možné natáčet. Odliší se tak opticky izotropní a opticky anizotropní látky, které jsou dvojlomné. Izotropní prostředí otáčení hranolu neovlivňuje a zorné pole zůstane tmavé. Když je strukturní složka dvojlomná a vhodně orientovaná, pak se při natočení vzorky rozsvítí v zorném poli [9].

V některých případech se polarizované světlo používá i při vzorcích naleptaných, tzv. s povrchovým reliéfem, který se v polarizovaném světle zvýrazní nebo se odliší barevně jednotlivé strukturální složky (např. intermetalické fáze). U tvářených hliníkových slitin je možné využívat polarizované světlo pro hodnocení rekrystalizace, velikosti zrna a okrajových hrubozrnných struktur. Vzorky se před pozorováním v polarizovaném světle podrobí anodické oxidaci. Takto připravené vzorky dávají výrazné barevné rozlišení jednotlivých skupin zrn nebo vláken deformovaných zrn, kde stejné zbarvení jednotlivých skupin zrn odpovídá stejné orientaci zrna.

Nové kvalitní optické metalografické mikroskopy jsou vybavené zásuvným kompenzátorem červeného zbarvení prvního řádu. Ten je připojen k zásuvnému polarizátoru a používá se pro

citlivou polarizaci a mikroskopování diferenciálního interferenčního kontrastu [11]. Jeho praktické využití je například tehdy, když při pozorování v polarizovaném světle jsou vyskytující se zrna převážně ve dvou blízkých barevných odstínech (např. červenofialové zbarvení), a tak je ztížená rozlišovací schopnost hranic zrn stejného zbarvení. Po vysunutí kompenzátoru červeného zbarvení prvního řádu dostáváme např. hnědo-modro-bílé zbarvení s velice ostrým rozlišením hranic zrn.

Diferenciální interferenční kontrast

Fázový kontrast vzniká transformací amplitud, případně intenzity světelných vln odražených od strukturálních útvarů. Metoda je výhodná při zviditelnění nepatrných stupňů a nerovností. Pro kvalitativní a kvantitativní hodnocení povrchového reliéfu jsou ještě výhodnější interferenční mikroskopické metody založené na štěpení světelného paprsku do dvou nebo více paprsků, které se po přeběhnutí rozdílných optických drah znovu spojí a vzájemně interferují. Při interferenci vzniká také barevný kontrast [10].

Do této skupiny metod zvyšování kontrastu optickou cestou patří Nomarského metoda diferenciálního interferenčního kontrastu založená na interferenci paprsků, které vytvářejí dva mírně posunuté obrazy povrchu. Každý bod objektu zobrazují dva paprsky. Podle velikosti tohoto zdvojení obrazu rozlišujeme diferenciální interferenční kontrast (zdvojení je menší než rozlišovací schopnost) a polarizační interferenční mikroskopii (zdvojení je větší než rozlišovací schopnost, a proto je rozlišitelné).

Diferenciální interferenční kontrast zvyšuje relativně výškové nerovnosti povrchu, je proto výhodné ho využít pro zvýraznění samostatných velkých částic ve struktuře (např. částic nerozpuštěného primárního Si), tvrdých vměstků ve struktuře hliníkových slitin (např. boridových nebo železitých vměstků) nebo zvýraznění hranic zrn. Výhodné je ho využít při fotografování těchto struktur, kde zajišťuje určitou plasticitu výsledného obrazu a umožní zhotovení ostrého snímku i při určité nerovnosti povrchu snímkované struktury.

4.5 Barevné leptání u hliníkových slitin

Reakcí povrchu metalografického výbrusu a barevného leptadla vzniká transparentní film, který má funkci interferenčního povlaku. Tloušťka tohoto povlaku závisí především na chemickém složení materiálu výbrusu a na podmínkách leptání. K nejdůležitějším podmínkám leptání patří doba leptání, druh použitého leptadla, teplota leptání a stav připraveného metalografického výbrusu (čerstvě připraven, předleptán, elektrolyticky leptán atd.). Pokud se výrazně mění chemické složení jednotlivých mikrolokalit, bude se měnit také tloušťka vzniklého povlaku a v důsledku toho i barva jednotlivých mikrolokalit již při osvětlení v světlém poli. Tato podstata barevného leptání a rozdíl mezi klasickým černo-bílým a barevným leptáním jsou znázorněny na příkladu dendritické nehomogenity na Obr. 4.4.

Chemicky nebo elektrochemicky nanesené transparentní filmy se mohou podle tloušťky dělit na [41]:

- velmi tenké (0 až 40 nm),
- tenké (40 až 500 nm),
- silné (500 nm a více).

Příkladem **velmi tenkých filmů** jsou pasivační filmy na povrchu hliníku, antikorozních ocelí atd. Tyto filmy jsou transparentní a nebarevné. **Tenké filmy** se získávají leptáním a jsou tvořeny oxidy, sulfidy, komplexními molybdeny, elementárním selenem nebo chromany. Rozdílné barvy se získávají interferencí světla a jsou funkcí tloušťky filmu na jednotlivých mikrolokalitách (fáze, dendritické buňky atd.) struktury. U **silných** filmů (tepelná oxidace, anodické oxidické filmy) nevzniká rozdílná barevnost, protože rozdíl drah světla odraženého od filmu a od kovu je příliš velký (kontrast interferenčního jevu klesá s dráhovým rozdílem).



Obr. 4.4 Podstata černo-bílého a barevného leptání.

Chemické složení je voleno tak, aby bylo možno vytvořit transparentní filmy s měnící se hloubkou (tloušťkou) nejčastěji v rozmezí 100 až 150 nm. Pro hliníkové slitiny existuje celá řada leptadel s možností jejich použití při metalografické analýze tak, jak je to popsáno v kapitole 4.2 Některá barevná leptadla pro hliníkové slitiny mají ohraničenou časovou životnost nebo mají specifické použití (např. pro identifikaci cizorodých Fe částic), které je vysloveně neřadí mezi leptadla pro danou skupinu slitin. Pro hliníkové slitiny bylo vyzkoušeno několik druhů leptadel, která dávají dobrý barevný kontrast. Celkový přehled chemického složení a použití leptadel pro hliníkové slitiny podává tabulka 4.1.

Složení leptadla	Příprava a použití leptadla.				
8 g KMnO₄ 2 g NaOH 200 ml destilované vody	Použití roztoku max. do 2-3 hodin od přípravy. Leptání po dobu 20 sekund až 1,5 minuty.				
6 g Na ₂ MoO ₄ .2H ₂ O 5 ml HCl 4 g NH ₄ FHF 200 ml destilované vody	Použití roztoku do 24 hodin. Doba leptání 0,5-1 minuta.				
1. etapa : 10 ml H ₃ PO ₄ 90 ml destilované vody 2. etapa : 6 g Na ₂ MoO ₄ .2H ₂ O 10 ml HCl 4 g NH ₄ FHF 200 ml destilované vody	 etapa : leptání po dobu 5-15 minut etapa : leptání po dobu 1 -1,5 minuty teplota roztoku 20-24 °C 				
10 g KMnO ₄ 1-2 g NaOH 200 ml destilované vody	Použití roztoku max. do 2 hodin od přípravy. Leptání po dobu 1-2 minuty.				
1.etapa : 10 ml H ₃ PO ₄ 90 ml destilované vody 2.etapa : 8 g KMnO ₄ 2 g NaOH 200 ml destilované vody	1. etapa : leptání po dobu 5-15 minut 2.etapa : Použití roztoku max. do 2 hodin . Leptání po dobu 1-2 minuty.				
8 g KMnO4 2 g NaOH 2 g KOH 200 ml destilované vody	Použití roztoku max. do 2 hodin od přípravy. Leptání po dobu 1-2 minuty.				
24g NH ₄ FHF 10 ml HCl 1000 ml destilované vody 1 g K ₂ S ₂ O ₅	Leptání po dobu 0,5-1 minuty.				

Tabulka 4.1 Přehled leptadel pro hliníkové slitiny.

K podmínkám barevného leptání patří také stav připraveného metalografického výbrusu a další zásady, které je potřeba všeobecně dodržet u všech leptadel tak, aby výsledkem byl kvalitní film na celé ploše výbrusu. Mezi nejdůležitější zásady, které je při barevném leptání nutné dodržet, patří:

- Vzorky musí být kvalitně připravené (bez rýh a poškrábání, bez zbytků lešticích emulzí atd.).
- V některých případech (při leptání dendritické struktury) je vhodnější použít místo mechanického leštění elektrolytické leštění.
- Je potřeba provést správný výběr leptadla s ohledem na to, jaké strukturální složky mají být identifikovány (dendritické buňky, intermetalické fáze, celková struktura, např. siluminu, cizorodé částice Fe atd.).
- Správně připravit vybrané leptadlo (množství a postup přidání jednotlivých složek leptadla, teplota přípravy atd.).
- Vzorky barevně leptat hned po leštění a opláchnutí nebo minimalizovat dobu mezi leštěním a leptáním. V tomto případě ponoříme vyleštěný vzorek do destilované vody.
- Když chceme barevně leptaný vzorek znovu barevně leptat, je nutné původní vzorek znovu podrobit mechanickému broušení a leštění. V případech, kdy se bude vzorek leptat stejným leptadlem, stačí pouze opětovné přeleštění vzorku.
- Když vzorek po leštění a opláchnutí vykazuje povlak od lešticí emulze, je nutné jej ponořit do ultrazvukové vany s čisticím roztokem, podrobit působení ultrazvuku po dobu 2 až 3 minut a vzorek opětovně opláchnout.
- Pro barevné leptání hliníkových slitin použít čerstvé leptadlo.
- Při leptání je nutné vzorky vkládat do roztoku mokré a tak, aby byly pokryté souvislou vrstvou destilované vody.
- Když leptáme ve dvou fázích, tak obě fáze leptání následují ihned za sebou. Vzorek po první fázi leptání je nutné opláchnout vodou.
- Vzorek je potřeba ponořit do leptadla leptanou plochou nahoru, vzorkem v leptadle stále pomalu pohybovat a sledovat zbarvování povrchu tak, aby nedošlo k přeleptání (převážně modravé zbarvení povrchu odpovídá optimálnímu leptání).
- Leptání provádět v jednom souvislém časovém úseku a dodržovat dobu leptání. Hotové vzorky, které jsou málo naleptané, znovu nedoleptávat (vytvoří se stabilní vrstva, která při doleptání s leptadlem nereaguje).
- Vzorek po barevném naleptání ihned opláchnout vodou, alkoholem a osušit vzduchem. Vzniklá transparentní vrstva je časově dlouhodobě stabilní a při správném uskladnění nepodléhá vnějším vlivům.

4.6 Napařené interferenční vrstvy

Napařování interferenčních vrstev se děje ve vakuu při cca 10-5 mbar. Princip takového zařízení je znázorněn na Obr. 4.5. Vypařovací zdroj se skládá z jednoho nebo více držáků pro lodičky nebo z jednoduchých plechů z kovů o vysokém bodu tání, jako jsou například wolfram nebo molybden, které se odporovým způsobem ohřívají. Do prohlubně vypařovacího plechu nebo lodičky se vloží materiál vrstvy (materiál vhodný pro vypařování). Má-li být vzorek napařen pokud možno co nejrovnoměrněji, upevní se kolmo k materiálu vrstvy. Konec napařování může být stanoven podle trvání nebo podle indikace systému pro měření tloušťky vrstvy. Při dostatečně velkých vzdálenostech mezi vypařovacím zdrojem a vzorkem se dosáhnou vrstvy stejné tloušťky i u velkých vzorků.



Obr. 4.5 Schéma zařízení pro napařování vzorků.

Přístroje nabízené více výrobci zahrnují vakuovou komoru, systém čerpadel, jakož i napájení proudem a regulační jednotky. Vakuová nádoba je u malých zařízení skleněný válec o obsahu přibližně 10 litrů. U větších zařízení se vakuová nádoba skládá ze skleněného nebo kovového zvonu o obsahu 100 i více litrů. Vakuová nádoba má více otvorů, do kterých se mohou vložit příruby s držáky vzorků, které jsou zdrojem vypařování a zařízení m na měření tloušťky vrstvy. Jednotky pro napájení proudem jsou regulovatelné a umožňují řízení rychlosti napařování. Ve velkých zařízeních může být současně napařováno více vzorků.

Vypařovací zařízení se musí vždy udržovat v čistotě. Na vrstvách, které se při napařování vytvářejí na částech přístroje, se při otevření přístroje snadno usazuje vlhkost, kterou lze při evakuaci jen obtížně odstranit a která může vést ke snížení vakua nebo dokonce k reakci s napařovacími materiály. Pokud se zařízení nepoužívá, má být vždy udržováno pod vakuem. Vzorky musí být suché a nesmějí se na nich vyskytovat zbytky plastelíny a olejů, které mohou pocházet z předchozího mikroskopického pozorování, jinak jsou potom evakuační časy zbytečně dlouhé nebo na vzorku vznikají skvrny.

Volba povlakových materiálů se řídí podle optických vlastností materiálů určených k povlakování. Cílem je splnit fázové i amplitudní podmínky fáze, a tím snížit její reflekční schopnost na nulu. Pro kontrastování hliníkových slitin pomocí interferenčních vrstev přichází v úvahu, kvůli velmi vysoké reflekční schopnosti až do 90 %, silně se lámající, neabsorbující nebo absorbující povlakové materiály. Pro vysoce neflexibilní zkoumané látky, mezi které patří i hliníkové slitiny, je možné použít k napařování ZnS, ZnSe, ZnTe, TiO₂, Na₃AlF₆ (kryolit), MgF₂, CeF₃ (fluorid ceritý) a PbF₂ (fluorid olovnatý). Jak napařováním, tak i reaktivním rozprášením se získá široké spektrum možností kontrastování. Mnohé intermetalické fáze, vměstky nebo nerozpustné legující kovy mohou být přímo identifikovány podle své charakteristické interferenční barvy. Stejně tak lze vhodnými vysoce lomovými vrstvami zviditelnit mikrosegregace v hliníkové matrici.

4.7 Nanášení vrstev rozprašováním (sputtern)

Kromě napařování se mohou připravit kontrastní interferenční vrstvy pomocí operace "sputtern". Pod pojmem "**sputtern**" se rozumí rozprašování materiálu ostřelováním povrchu (terčíku) částicemi o vysoké energii. Pozitivně nabité plynové ionty vyrobené v plynové výbojce, které jsou pomocí napětí mezi anodou (vzorek) a katodou (terčík) urychlené, ostřelují katodu a uvolňují z ní atomy, které vystupují z povrchu do všech směrů, rozpráší se a mimo jiné se dostanou na povrch vzorku, na kterém se vytváří potřebná vrstva. Sestavu rozprašovacího zařízení ukazuje schematicky Obr. 4.6. Vzorek, na který má být nanesena interferenční vrstva, je zapojen jako anoda. Terčík je katoda, mezi nimi je stejnosměrné napětí od 1 do 5 kV. Vakuum je zapotřebí řádově 0,1 mbar.



Obr. 4.6 Schéma rozprašovacího zařízení.

4.8 Úvod do experimentální části

Informacím o strukturních parametrech získaných klasickou, černo-bílou optickou metalografií u důležitých hliníkových slitin, a to z hlediska hodnocení jejich kvality, analýzy technologie výroby a nebo z hlediska vývoje nových slitin a materiálů, bylo věnováno již značné množství prací [42, 43, 44, 45, 46, 47, 48, 49, 54]. Se vznikem a rozvojem barevného snímkování byly položeny základy **využití** a **zhotovení barevných mikrostruktur**, což v současnosti představuje neoddělitelnou součást metalografické praxe. Modernizace optických přístrojů umožnila dosáhnout jak lepšího barevného kontrastu (polarizované světlo, Nomarského kontrast, barevné filtry atd.), tak i převratného a rychlého zhotovování barevných snímků (mimo klasického fotografování na kinofilm). Do této oblastí patří zhotovování barevných snímků pomocí videoprintu (přes barevnou kameru a monitor), u něhož zhotovení jednoho snímku trvá přibližně jednu minutu, nebo pomocí digitální kamery, kde se snímaný obraz přenáší do počítače a může se rovnou vkládat k danému textu nebo zprávě. To všechno umožňuje kvalitní a rychlé zhotovování barevných struktur bez zřízení nebo dodatečného dovybavování fotokomory.

Samozřejmostí je, že vyvolání a snímkování barevných mikrostruktur si vyžaduje určité zvýšené náklady v porovnání s černo-bílým kontrastem. Jedná se o náklady na chemikálie, zařízení pro anodickou oxidaci, zařízení pro snímkování a na fotomateriál. Také časová náročnost přípravy je vyšší než u klasického černo-bílého leptání. **Barevná metalografie** však má v porovnání s černo-bílým kontrastem **následující přednosti**:

- Barevný kontrast umožní získat nové poznatky o struktuře.
- Rozšiřuje popis struktury v porovnání s černo-bílým kontrastem.
- Umožní v některých případech nahradit náročné opakované analýzy struktury (např. EDX analýzy některých typických druhů vměstků, nebo intermetalických fází).
- Barevné snímky jsou dekorativní (např. využití v reklamních materiálech, zhotovení kalendářů atd.).
- Současná technická a ekonomická náročnost je úměrná vzhledem k přínosu, který tato metoda má ohledně poznání struktury zkoumaného materiálu.

Cílem této publikace je mimo jiné dát celkový přehled o využití barevné metalografie u hliníkových slitin. Praktickými ukázkami poukázat na rozšířené možnosti barevné metalografie jak samotné, tak i v kombinaci s dalšími metodami, které umožňují přesnou identifikaci jednotlivých strukturálních složek (vměstků, cizorodých částic, intermetalických fází, nehomogenitu dendritických buněk atd). Snahou bude ukázat možnosti využití barevného kontrastu u litých hliníkových slitin různého chemického složení, u slitin tvářených v různém stavu technologického zpracování (po lisování, po rekrystalizačním žíhání atd.) a také u hliníkových předslitin. Uvedené praktické ukázky se budou zaměřovat na získávání barevného kontrastu především barevným leptáním za použití vhodných leptadel a anodické oxidace povrchu vzorku s následným pozorováním v polarizovaném světle, část jich bude věnována barevnému leptání a možnosti kombinace osvětlení vzorku při pozorování (Nomarského kontrast, kompenzátor červeného zbarvení prvního řádu, barevné filtry atd.). Rozebrány budou různé možnosti barevného snímkování struktur z různých pohledů (cena, rychlost pořízení snímku, kvalita), celková časová náročnost přípravy vzorků a ekonomické zhodnocení náročnosti dané metodiky.

4.9 Zkoumání faktorů ovlivňujících barevné leptání hliníkových slitin

Při barevném leptání existuje několik faktorů, které ovlivňují konečnou kvalitu získaného povlaku a následně barevného kontrastu při pozorování daného leptaného povrchu. Při leptání dochází k vzájemné reakci povrchu vzorku a leptadla za vzniku transparentního filmu. V závislosti na druhu použitého leptadla je vznikající film různého chemického složení, například může vznikat sulfidový film, složité oxidické a chromatové vrstvy nebo se na mikrolokalitách redukují kovové prvky, například Se či Mo [20, 49].

Mezi faktory, které především ovlivňují tloušťku a kvalitu získaného povlaku, patří:

- druh a kvalita použitého leptadla,
- kvalita připraveného výbrusu pro leptání,
- chemické složení leptaného materiálu,
- podmínky leptání.

Pokud budeme leptat stejným leptadlem, za předpokladu kvalitní přípravy leptadla (čerstvé, dobře rozpuštěné jeho jednotlivé složky atd.) a kvalitativní podmínky splňujícího výbrusu (čerstvě připraven, bez poškrábání, zbytku lešticích emulzí atd.), bude kvalita získaného povlaku záviset především na chemickém složení leptaného materiálu a na podmínkách leptání.

Vliv podmínek leptání na kvalitu získaného barevného kontrastu

Pro získání kvalitního barevného kontrastu je u chemického složení rozhodující to, aby materiál splňoval určitou strukturální nehomogenitu a tím i chemickou nehomogenitu jednotlivých mikrolokalit. Obecně platí, že litá struktura před homogenizačním žíháním s více než jedním legujícím prvkem je dostatečně strukturálně a chemicky nehomogenní (výskyt dendritických buněk, licích hrubých segregátů na hranicích dendritických buněk, mikroporezita atd.) pro dosažení velice dobrého barevného kontrastu.

K takovým slitinám patří i slitina typu AlCu4MgMn (o následujícím chemickém složení: Si 0,14 %, Fe 0,25 %, Cu 4,34 %, Mn 0,80 %, Mg 1,51 %, Cr 0,005 %, Zn 0,04 %, Ti 0,009 %, Ni 0 %, Pb 0,027 %, Bi 0,001 %, Zr 0,001 %), která byla vybrána k následujícím pokusům s barevným leptáním. U této slitiny bylo provedeno barevné leptání s ohledem zjistit optimální čas leptání, u kterého je získaný barevný kontrast nejkvalitnější. Leptání se provádělo za dodržení následujících stejných podmínek:

- teplota leptání 25 °C až 27 °C,
- čerstvý roztok (leptání do 1 hodiny),
- leptání leptanou plochou vzorku nahoru,
- pohybování vzorkem v roztoku.

Vzorky z výše uvedené slitiny byly podrobeny barevnému leptání po dobu 10, 20, 30 a 45 sekund v roztoku s chemickým složením 8 g KMnO₄, 2 g NaOH a 200 ml destilované vody. Jednotlivé výsledky barevného leptání jsou zachyceny na Obr. 4.7. Jak již bylo v kapitole 4.4 popsáno, optimální leptání odpovídá přibližně modravému zbarvení vzorku, neboť výsledné barvy pozorované na optickém mikroskopu jsou pak zbarveny sytě a odpovídají většinou žluto-modro-červeno-zelenému zbarvení v závislosti na různém chemickém složení jednotlivých strukturních mikrolokalit. Z výsledků leptání dané slitiny (viz Obr. 4.7) je zřejmé, že doba leptání 10 sekund je velice krátká a výsledný kontrast je bílo-žlutý, bez barevného zvýraznění dendritické nehomogenity leptaného materiálu. Nejvýraznějšího a nejkvalitnějšího barevného kontrastu bylo dosaženo po 20sekundovém leptání, kdy rozlišení dendritické nehomogenity jednotlivých dendritických buněk je barevně velice výrazné a mezidendritický prostor je barevně jasně odlišen. S narůstající délkou leptání (nad 45 sekund) je patrné, že dochází k získání barevného kontrastu zboršené kvality (vše viz Obr. 4.7).

Ze získaných výsledků u daného typu slitiny (závěry lze však aplikovat i u jiných, obdobných typů hliníkových slitin jako např. Al-Cu, Al-Cu-Mg, Al-Cu-Mg-Pb atd.) lze tedy konstatovat, **že optimální doba leptání** se pohybuje v rozmezí **20 až 30 sekund** za splnění konstantních výše uvedených podmínek leptání.

Vliv chemického složení materiálu na kvalitu získaného barevného kontrastu

U barevného leptání teoreticky platí, že větší strukturální a tím i chemická nehomogenita materiálu odpovídá kvalitnějšímu a rozmanitějšímu barevnému kontrastu. S klesající nehomogenitou materiálu nebo směrem k málo legovaným materiálům bude klesat i efekt barevného leptání a barevný kontrast se bude snižovat. Z toho vyplývá, že u čistých materiálů (například u hliníku čistoty 99,7 % nebo 99,9 %) by měl být efekt barevného leptání prakticky nulový. Pro praktické odzkoušení tohoto tvrzení se provedlo barevné leptání po dobu 30 sekund roztokem o složení 8 g KMnO4, 2 g NaOH a 200 ml destilované vody u následujících slitin:

- slitina AlCu4MgMn obsah legujících prvků cca 6 %,
- slitina AlMgSi0,5 obsah legujících prvků cca 1 %,
- hliník čistoty 99,8 % obsah nečistot do 0,2 % (hlavně Si, Fe).

Struktura slitiny AlCu4MgMn v litém stavu po barevném leptání je na Obr. 4.8, kde je patrná velice kvalitně barevně vykreslená nehomogenita jednotlivých dendritických buněk a mezidendritického prostoru. Úspěchu kvalitního barevného kontrastu je dosaženo mimo jiné i vysokou nehomogenitou materiálu, který je způsoben jednak tím, že se jedná o slitinu s třemi legujícími prvky (Cu, Mg, Mn), a také tím, že se jedná o litý nehomogenizovaný materiál (nehomogenita uvnitř dendritických buněk). U slitiny AlMgSi0,5 je možné barevným leptáním získat celkový pohled na dendritické síťování, ale celkový efekt leptání je nízký, s výsledným bílo-žlutým zbarvením (Obr. 4.9). U hliníku čistoty 99,8 % je efekt barevného leptání prakticky zanedbatelný (Obr. 4.10), což souvisí s vysokou čistotou materiálu a tím s nízkou chemickou nehomogenitou materiálu. Z Obr. 4.8, 4.9, 4.10 lze tedy jednoznačně konstatovat, že **nejlepších výsledků barevného leptání** lze dosáhnout u slitiny s **největším objemem legujících prvků** a tím i s **největší strukturální a chemickou nehomogenitou**.



Obr. 4.7 Barevné leptání slitiny AlCu4MgMn po dobu 10, 20, 30 a 45 sekund.



Obr. 4.8 Litá struktura slitiny AlCu4MgMn, zvětšeno 300krát.



Obr. 4.9 Litá struktura slitiny AlMgSi0,5, zvětšeno 150krát.



Obr. 4.10 Litá struktura hliníku Al99,8 %, zvětšeno 75krát.

4.10 Barevná metalografie a EDX analýza při zkoumání chemické nehomogenity litého materiálu

Jak již bylo popsáno v kapitole 4.2, závisí kvalitní barevný kontrast litého nehomogenizovaného materiálu také na objemu legujících prvků. S rostoucím objemem legujících prvků vzrůstá strukturální a také chemická nehomogenita materiálu, čímž dostáváme kvalitnější barevný kontrast. S klesajícím objemem legujících prvků nebo nečistot klesá kvalita barevného kontrastu. Proto pro zkoumání chemické nehomogenity litého stavu, v rámci kterého chceme zkoumat chemickou nehomogenitu jednotlivých dendritických buněk v závislosti na jednotlivých legujících prvcích, vyhovuje materiál legovaný více prvky. K takovým materiálům patří i slitina typu AlCu4MgMn, ve které se nachází tři legující prvky, a proto byla zvolena ke zkoumání chemické nehomogenity. Vybraná slitina typu AlCu4MgMn má chemické složení Si 0,13 %, Fe 0,18 %, Cu 4,36 %, Mn 0,80 %, Mg 1,49 %, Cr 0,004 %, Zn 0,02 %, Ti 0,007 %, Ni 0 %, Pb 0,0087 %, Bi 0,001 %, Zr 0 %.

U nehomogenizovaného litého čepu ze slitiny AlCu4MgMn bylo provedeno barevné leptání roztokem o chemickém složení 8 g KMnO₄, 2 g NaOH a 200 ml destilované vody s cílem zkoumání chemické nehomogenity jednotlivých legujících prvků v rámci různě zbarvených dendritických buněk. Barevné odstíny v rámci jedné dendritické buňky i rozdílné zbarvení jednotlivých dendritických buněk a mezidendritického prostoru dokazují nehomogenitu chemického složení materiálu. U několika rozdílně zbarvených dendritických buněk (označeny čísly 7427, 7428 a 7429) byla provedena plošná EDX analýza a bodová EDX analýza jednotlivých buněk ve dvou směrech.

Plošná EDX analýza naznačuje relativně stejnou distribuci Mg po celé ploše dendritické buňky. U Al je možné pozorovat v rámci dendritické buňky zvýšenou koncentraci v primárních ramenech a nízkou koncentraci v mezidendritických prostorech. Mn vykazuje lokálně zvýšenou koncentraci v mezidendritických prostorech a pro Cu je typická zvýšená koncentrace v mezidendritických prostorech (Obr. 4.11, 4.12 a 4.13).

Lineární EDX analýza byla realizována u jednotlivých vybraných dendritických buněk (označeny čísly 7427, 7428 a 7429) v 9 analyzovaných bodech ve směru A a B a potvrdila vysokou

koncentraci Cu v mezidendritických prostorech (viz Obr. 4.14 až 4.16 a tabulky 4.2 až 4.3). U dendritické buňky č. 7427 (Obr. 4.14, tabulka 4.2) dosahuje koncentrace Cu u některých měření v mezidendritických prostorech až 25 %. Rozdíly v koncentraci tohoto prvku v mezidendritických prostorech souvisí pravděpodobně s rozdílnými nerovnovážnými eutektiky, která se mohou u této slitiny vyskytovat. Zajímavý je průběh koncentrace Mn, který vykazuje značnou rozdílnost, a to zejména v případě dendritické buňky č. 7429 ve směru B (tabulka 4.4).

Z uvedených výsledků lze konstatovat, že větší **procento legujících prvků** (a menší procento hliníku) se nachází v **mezidendritických prostorech** ve formě **hrubých licích segregátů** (nerovnovážných eutektik, intermetalických fází). Pozoruhodná je prakticky rovnoměrná distribuce Mg po ploše dendritické buňky a výrazně nerovnoměrná distribuce Mn v rámci jedné dendritické buňky.



Obr. 4.11 Plošná EDX analýza dendritické buňky (označené číslem 7427) u slitiny AlCu4MgMn, koncentrace prvku je tím větší, čím je oblast světlejší.



Obr. 4.12 Plošná EDX analýza dendritické buňky (označené číslem 7428) u slitiny AlCu4MgMn, koncentrace prvku je tím větší, čím je oblast světlejší.



Obr. 4.13 Plošná EDX analýza dendritické buňky (označené číslem 7429) u slitiny AlCu4MgMn, koncentrace prvku je tím větší, čím je oblast světlejší.



Barevné leptání litého, nehomogenizovaného stavu slitiny AlCu4MgMn v roztoku KMnO4 + KOH po dobu 60 sekund po elektrolytickém leštění.

zvětšení 300x



Snímek dendritické buňky zhotoven pomocí elektronového rastrovacího mikroskopu u které byla provedena plošná EDX analýza a schéma dendritické buňky s určenými směry analýz (směr A + B), kde jsou vyznačená místa, u kterých byla provedená bodová analýza. zvětšení 480x

Obr. 4.14 Lineární EDX analýza dendritické buňky (označené číslem 7427) u slitiny AlCu4MgMn.



Barevné leptání litého, nehomogenizovaného stavu slitiny AlCu4MgMn v roztoku KMnO4 + KOH po dobu 60 sekund po elektrolytickém leštění. zvětšení 300x



Snímek dendritické buňky zhotoven pomocí elektronového rastrovacího mikroskopu u které byla provedena plošná EDX analýza a schéma dendritické buňky s určenými směry analýz (směr A + B). zvětšení 440x

Obr. 4.15 Lineární EDX analýza dendritické buňky (označené číslem 7428) u slitiny AlCu4MgMn.



Barevné leptání litého, nehomogenizovaného stavu slitiny AlCu4MgMn v roztoku KMnO4 + KOH po dobu 60 sekund po elektrolytickém leštění.

zvětšení 300x



Snímek dendritické buňky zhotoven pomocí elektronového rastrovacího mikroskopu u které byla provedena plošná EDX analýza a schéma dendritické buňky s určenými směry analýz (směr A + B). zvětšení 440x

Obr. 4.16 Lineární EDX analýza dendritické buňky (označené číslem 7429) u slitiny AlCu4MgMn.

	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Al%-A	93.8	96.3	96.2	96.8	96.2	95.8	95.4	96	81.8
Mg %-A	1.2	1	0.9	0.7	1	1	1.2	0.8	3.3
Mn %-A	2.1	1.5	1.7	1.3	1.6	1.9	1.1	1.8	1.6
Cu % - A	2.9	1.3	1.3	1.2	1.3	1.3	2.3	1.4	13.2

Tabulka 4.2 Tabulka výsledků s grafem lineární EDX analýzy jednotlivých prvků dendritické buňky označené číslem 7427.



Tabulka 4.3 Tabulka výsledků s grafem lineární EDX analýzy jednotlivých prvků dendritické buňky označené číslem 7428.

	1	2	3	4	5	6	7	8
A1% - B	67.4	94.9	95.6	96.3	96.2	93.3	96.4	96.1
Mg % - B	2.4	1.3	1.1	0.7	0.9	0.9	0.9	1
Mn % - B	5.8	1.5	1.3	1.8	1.3	1.7	1.4	1.6
Cu % - B	24.4	2.4	2	1.2	1.6	1.1	1.3	1.4



Tabulka 4.4 Tabulka výsledků s grafem lineární EDX analýzy jednotlivých prvků dendritické buňky označené číslem 7429.

	1	2	3	4	5	6	7	8
A1% - A	87.8	95.7	95	94.6	94.2	94.2	93.9	86
Mg % - A	1.4	1	1.2	0.8	0.8	1	1.1	2.8
Mn % - A	4.1	2	2.7	3.2	3.2	2.7	3.4	1.4
Cu % - A	4.7	1.4	1.2	1.4	1.3	1.8	1.6	9.8



4.11 Využití barevné metalografie při hodnocení kvality homogenizace u hliníkových slitin

Chemická nehomogenita litého materiálu se snižuje pomocí **homogenizace**. Homogenizace podle ČSN 42 0056 [50] je definovaná jako způsob tepelného zpracování, které se skládá z výdrže na vysoké teplotě v blízkosti solidu za účelem odstranění nebo snížení chemické segregace difúzí. Z technologického hlediska se jedná o nejdelší proces tepelného zpracování při tak vysokých teplotách. U **hliníkových slitin** dochází při **homogenizaci** k následujícím **procesům**:

- k rozpouštění nerovnovážných intermetalických fází, které vznikly v procesu krystalizace, a k difúzi příslušných prvků do matrice tvořené α fáze,
- k rozpouštění nerovnovážných eutektik vzniklých při vyšší rychlosti krystalizace, než je rovnovážná, a k difúzi příslušných prvků do matrice,
- k precipitaci (u vytvrditelných slitin) některých prvků z přesycené □□matrice ve formě intermetalických fází při ochlazování z teploty homogenizace.

Protože se homogenizací odstraňuje nebo snižuje chemická nehomogenita v mikroměřítku (v rámci jednotlivých dendritických buněk), je možné použít **barevné leptání** pro **posouzení** a zhodnocení kvality **homogenizace**.

Před homogenizací a po ní u stejné slitiny platí, že čím je **kvalita homogenizace** vyšší, tím jsou **stejnější barevné odstíny** v rámci jednotlivých dendritických buněk a **rozdíly** v **barevných odstínech** mezi jednotlivými dendritickými buňkami jsou **menší** (viz Obr. 4.17 a 4.18). Světlá místa vykreslují mezidendritické prostory a vytvářejí světlé síťování, kde jsou patrné zbytky primárních nerozpadlých licích segregátů.

Z provedených zkoušek u nehomogenizovaného a homogenizovaného materiálu vyplývá, že lze využít efektu barevného leptání pro posuzování kvality homogenizace u jednotlivých typů hliníkových slitin. Je možné si vytvořit určitý systém etalonů u jednotlivých slitin, kde budou porovnávány u stejné slitiny barevné struktury jednotlivých rozdílných postupů homogenizace (rozdílné teploty, čas homogenizace). Také je možné použít tuto metodu jako doplňující ke stávajícím metodám hodnocení kvality provedené homogenizace [51,52]. Metoda je vhodná především pro slitiny s vyšším obsahem legujících prvků (např. pro slitiny typu Al-Cu-Mg nebo Al-Zn-Cu-Mg,) u kterých jsou výrazné strukturální rozdíly v rámci jednotlivých dendritických buněk (Obr. 4.19 a 4.20).



Obr. 4.17 Struktura slitiny AlMgSiPbBi před homogenizací, zvětšeno 300krát.



Obr. 4.18 Struktura slitiny AlMgSiPbBi 12 hodin po homogenizaci, zvětšeno 300krát.



Obr. 4.19 Struktura slitiny AlCu4MgMnPb před homogenizací, středová oblast litého čepu s výraznou chemickou nehomogenitou v rámci jednotlivých dendritických buněk, zvětšeno 100krát.



Obr. 4.20 Struktura slitiny AlCu4MgMnPb 11 hodin po homogenizaci, kvalitní homogenizace je charakterizovaná rovnoměrným zbarvením v rámci jednotlivých dendritických buněk, zvětšeno 100krát.

4.12 Identifikace lité struktury a vad u nemodifikovaného a modifikovaného siluminu pomocí barevného kontrastu

Slitiny typu Al-Si patří k nejdůležitějším a nejrozšířenějším slévárenským slitinám hliníku. Můžeme je rozdělit do tří základních skupin, a to na:

- podeutektické s obsahem Si 4,5 až 9 %,
- eutektické s obsahem Si 9 až 13 %,
- nadeutektické s obsahem Si nad 13 %.

Křemík má **větší krystalizační schopnost** než hliník, a proto krystalizuje za menšího podchlazení ve tvaru dlouhých jehlic. **Jehlicovitá struktura křemíku** vyvolává křehkost siluminu, proto pro zlepšení mechanických vlastností se provádí modifikování siluminů. **Modifikace u siluminů** způsobí přechod hrubých jehlicovitých nebo deskovitých krystalů křemíku v jemně zrnité.

Volbou vhodné metody leptání je možné u analyzovaných slévárenských slitin získat výrazný barevný kontrast a odlišit jednotlivé strukturální složky. Následující část této kapitoly je zaměřena na ukázky jednotlivých litých struktur nemodifikovaných a modifikovaných siluminů a na příklady typických metalurgických vad ve slévárenských slitinách typu Al-Si.

Na Obr. 4.21 je zachycena struktura nemodifikovaného podeutektického siluminu AlSi9, u kterého je patrné výrazné modré zbarvení jehlic Si a hnědě zbarvená zrna tuhého roztoku α . Využitím poznatků [18] bylo provedeno barevné leptání na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben leptání ve dvou fázích. V první fázi byl leptán po dobu 10 minut 10% roztokem H₃PO₄. Ve druhé fázi byl leptán po dobu 1 minuty roztokem o složení 6 g Na₂MoO₄ . 2H₂O, 10 ml koncentrované HCl, 4 g NH₄FHF a 200 ml destilované vody. Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli.



Obr. 4.21 Struktura nemodifikovaného podeutektického siluminu, zvětšeno 150krát.

Na Obr. 4.22 je zachycena struktura nemodifikovaného eutektického siluminu AlSi12CuMgNi, kde je patrné sytě modré zbarvení jehlic Si, které jsou rovnoměrně rozloženy v hnědě zbarveném tuhém roztoku α. Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben po dobu 30 až 40 sekund leptání v roztoku o složení 8 g KMnO₄, 2 g NaOH a 200 ml destilované vody.



Obr. 4.22 Struktura nemodifikovaného eutektického siluminu, zvětšeno 500krát.

Na **Obr. 4.23 a 4.24** je zachycena struktura nemodifikovaného eutektického siluminu AlSi12CuMgNi (složení Si 12 až 12,2 %, Cu 1,1 až 1,3 %, Mg 1,3 %, Ni 1,0 %, Fe 0,06 %, Zn 0,02 %) s jednotlivými druhy fází a k nim příslušné EDX analýzy. Na Obr. 4.21 je patrná velká, modře zbarvená částice Si, světlomodré fáze AlFeMnSi, tmavě modře zbarvené fáze AlNiFeMn a hnědé útvary tuhého roztoku. U Obr. 4.24 je velká rozvětvená tmavomodře zbarvená fáze AlSiMg morfologicky označená jako čínské písmo. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben po dobu 30 až 40 sekund leptání v roztoku o složení 8 g KMnO4, 2 g NaOH a 200 ml destilované vody. Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli.



EDX analýzy








Na **Obr. 4.25** je dokumentována struktura typického modifikovaného podeutektického siluminu. Barevným kontrastem je zvýrazněno chemické odmíšení (fialovo-zeleno-hnědé zbarvení) v dendritech α a eutektikum α + Si, které obsahuje jemné, zrnité, modře zbarvené částice Si.

Obr. 4.25 Struktura modifikovaného podeutektického siluminu, zvětšeno 500krát.

Obr. 4.26 zachycuje detail eutektika α + Si u podeutektického siluminu, které vytváří výrazné síťování s modře zbarvenými zrnitými částicemi Si. Jedná se o slitinu AlSi7Mg0,3 (dle DIN EN 1706) s chemickým složením Si 7,10 %, Fe 0,123 %, Cu 0,0025 %, Mg 0,321 %, Ti 0,149 %, Zn 0,0079 %. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben po dobu 30 sekund leptání v roztoku o složení 8 g KMnO₄, 2 g NaOH a 200 ml destilované vody. Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli.



Obr. 4.26 Struktura eutektika u podeutektického siluminu, zvětšeno 1500krát.

Na **Obr. 4.27** je dokumentována anomální struktura u odlitků s nevyhovující mechanickou obrobitelností ze slitiny STN 42 4330. Jedná se o eutektický silumin s normovaným chemickým složením Si 11,0 až 13,0 %, Fe max. 0,60 %, Cu max. 0,10 %, Mn 0,10 až 0,40 %, Ti max. 0,15 %, Zn max. 0,15 %, zbytek Al. Vzorek dané slitiny má chemické složení Si 10,612 %, Fe 1,0348 %, Cu 0,1347 %, Mn 0,1643 %, Mg 0,3479 %, Zn 0,0682 %, Ti 0,0265 %, Na 0,00078 %, Sr 0 %, Sb 0,0099 %, Zr 0,0007 %, zbytek Al. Struktura této slitiny obsahuje velké jehlice Si, což svědčí o tom, že nebyla realizována modifikace slitiny. Důkazem nerealizované modifikace je také absence Na a Sr při provedené kvantitativní chemické analýze. Velice zajímavý je výskyt velkých krystalograficky vyvinutých částic šedého zbarvení. EDX analýzy ukázaly, že se jedná o částice bohaté na Fe s přítomností piků Si a Al. Protože je obsah Fe ve slitině 1,03 %, je možné v souladu s údaji [46] předpokládat, že se jedná o částice intermetalické fáze FeSiAl5, která je přítomna, když je obsah Fe u tohoto typu slitiny vyšší než 0,5 %. Podle [48] vysoký obsah Fe a jehlicovitě vyloučený křemík výrazně zhoršují mechanickou obrobitelnost slévárenských slitin na bázi Al-Si. Barevné leptání bylo provedeno

na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben leptání ve dvou fázích. V první fázi byl leptán po dobu 10 minut v 10% roztoku H₃PO₄. Ve druhé fázi byl leptán po dobu 30 sekund v roztoku o složení 8 g KMnO₄, 2 g NaOH a 200 ml destilované vody. Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli s použitím Nomarského diferenciálního interferenčního kontrastu.



Obr. 4.27 Struktura eutektického siluminu a intermetalické fáze FeSiAl₃, zvětšeno 500krát.

Na **Obr. 4.28** je dokumentována anomální struktura podeutektického nemodifikovaného siluminu s výskytem velké oxidické blány. V důsledku obklopení taveniny oxidickou blánou dochází k heterogennímu průběhu krystalizace a k nehomogenitě chemického složení. Tavenina obklopená uvnitř oxidické blány tuhne pomaleji než tavenina mimo oxidickou blánu, což souvisí s tím, že oxidická blána působí jako izolátor a zabraňuje většímu odvodu tepla. Výsledkem jsou pak větší a rozvětvenější dendrity uvnitř oxidické blány. Vzorek má chemické složení Si 9,6277 %, Fe 0,7712 %, Cu 1,8083 %, Mn 0,193 %, Mg 0,3165 %, Zn 0,6767 %, Ti 0,0263 %, Na 0 %, Sb 0,009 %, Zr 0,0017 %, zbytek Al. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben leptání ve dvou fázích. V první fázi byl leptán po dobu 10 minut v 10% roztoku H3PO4. Ve druhé fázi byl leptán po dobu 30 sekund v roztoku o složení 8 g KMnO4, 2 g NaOH a 200 ml destilované vody. Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli s použitím Nomarského diferenciálního interferenčního kontrastu.



Obr. 4.28 Struktura podeutektického siluminu s výskytem velké oxidické blány, zvětšeno 200krát.

Na **Obr. 4.29** je dokumentována anomální struktura podeutektického modifikovaného siluminu s výskytem velkého počtu oxidických blan ve formě nepravidelného síťování a s dendritickou porezitou ve struktuře odlitku. Taková struktura je typická pro mimořádně nekvalitní technologii výroby. Příčina je v nedostatečném odplynění taveniny a v nedostatečném odstranění oxidických blan před samotným litím materiálu. Jedná se o slitinu AlSi7Mg0,3 (dle

DIN EN 1706) s chemickým složením daného vzorku Si 7,10 %, Fe 0,123 %, Cu 0,0025 %, Mg 0,321 %, Ti 0,149 %, Zn 0,0079 %. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben po dobu 30 sekund leptání v roztoku o složení 8 g KMnO4, 2 g NaOH a 200 ml destilované vody. Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli.



Obr. 4.29 Struktura podeutektického modifikovaného siluminu s výskytem velkého počtu oxidických blan, zvětšeno 200krát.

Na **Obr. 4.30** je anomální struktura nemodifikovaného eutektického siluminu AlSi12CuMgNi s výskytem dvou světle a tmavě modře zbarvených částic nerozpuštěného Si. Dále je ve struktuře patrné rozložení modře zbarvených jehlic Si v tuhém roztoku α , který je zbarven do hněda. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl po dobu 30 až 40 sekund podroben leptání v roztoku o složení 8 g KMnO4, 2 g NaOH a 200 ml destilované vody. Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu ve světlém poli.



Obr. 4.30 Struktura nemodifikovaného siluminu s částicemi nerozpuštěného Si, zvětšeno 500krát.

4.13 Barevná metalografie a EDX analýza při identifikaci cizorodých Fe částic u tvářených hliníkových slitin

Tvářením hliníkových slitin za tepla se vyrábějí tyče, profily a trubky. Jedná se o průtlačné lisování materiálu za tepla na lisech určených k určitému sortimentu výrobků. Při lisování dochází ojediněle k poškození lisovacích nástrojů a úlomky (částice) z těchto nástrojů vnikají do hliníkového materiálu a dochází k tzv. **druhotnému zavměstkování materiálu cizorodými částicemi**. V rámci této

kapitoly bude provedena na dvou vybraných charakteristických případech identifikace těchto cizorodých částic dle jejich charakteristických znaků, a to včetně EDX analýzy na rastrovacím elektronovém mikroskopu. Na základě analýzy známých případů a s využitím experimentálních metod (například optické metalografie, mikrotvrdosti a barevné metalografie) bude stanovena určitá metodika pro další opakované identifikace cizorodých částic stejného typu. Pro identifikaci cizorodých částic na bázi železa (nástrojové oceli) byly použité následné experimentální metody:

- optická metalografie makrostruktury a mikrostruktury pro zjištění velikosti, morfologie a charakteru umístění cizorodých částic v hliníkovém materiálu,
- barevná optická metalografie pro zjištění ovlivnění struktury v oblasti cizorodých železitých částic, barevným odlišením od hliníkového materiálu zjistit charakteristické zbarvení odpovídající chemickému složení cizorodé částice,
- měření mikrotvrdosti cizorodých částic podle Vickerse,
- EDX analýza cizorodých částic pomocí elektronového rastrovacího mikroskopu pro určení přesného chemického složení cizorodých částic a druhu a charakteru materiálu, ze kterého pocházejí.

Případ cizorodé částice zjištěné u tyče ø 40 mm ze slitiny AlMgSi1

Makrostruktura tyče obsahuje u povrchu cizorodou částici o rozměrech 0,7 mm na 0,9 mm (Obr. 4.31). Z morfologického hlediska se jedná o ostrohrannou částici, která obsahuje několik trhlin a jeden menší úlomek, který se ulomil z větší částice (Obr. 4.32). Na makrostruktuře obrázku je patrné místo i směr vniknutí cizorodé částice do hliníkového materiálu, o čemž svědčí i nespojitost mezi základním hliníkovým materiálem a vniklou částicí. Mikrostruktura po barevném leptání roztokem B1 (NH₄FHF + HCl) + K₂S₂O₅ potvrzuje odlišné chemické složení hliníkového materiálu a cizorodé částice. Hliníkový materiál po barevném leptání prakticky nemění zbarvení a zůstává bílý, částice se výrazně zbarví do hněda a v některých místech je patrný přechod do tmavomodrého zbarvení (Obr. 4.35). Pro přesnější zařazení cizorodé částice bylo provedeno měření mikrotvrdosti podle Vickerse. Hodnoty mikrotvrdosti HV0,2 se u cizorodé částice pohybují v rozmezí 1525 až 1717, což odpovídá hodnotám velice tvrdého materiálu. Takové hodnoty mikrotvrdosti vykazují nástrojové oceli v oblasti nitridované vrstvy (ɛ fáze). K určení původu cizorodé částice byla provedena EDX analýza na rastrovacím elektronovém mikroskopu. Snímek cizorodé částice z elektronového rastrovacího mikroskopu a EDX analýza (Obr. 4.33, 4.34) dokládá, že cizorodá částice je na bázi Fe-Mn-Cr-Mo-V, což odpovídá složení nástrojové oceli používané při výrobě matric, a to dvěma typům slitin: TLH 19 552 (AISI H11) o složení C 0,33 až 0,43 %, Cr 4,75 až 5,50 %, Mn 0,2 až 0,5 %, Mo 1,1 až 1,6 %, Si 0,8 až 1,2 %, V 0,3 až 0,6 % a TLH 19 554 (AISI H13) o složení C 0,32 až 0,45 %, Cr 4,75 až 5,50 %, Mn 0,2 až 0,5 %, Mo 1,10 až 1,75 %, Si 0,8 až 1,2 %, V 0,8 až 1,2 %.

Závěrem tohoto případu lze konstatovat, že všechny provedené experimentální metody u této cizorodé částice dokládají, že **se jedná o úlomek lisovacího nástroje**, který byl vyroben z nástrojové oceli typu TLH 19 552 nebo TLH 19 554. Jedná se o **úlomek matrice**, a to z **oblasti plošky** lisovacího nástroje v místě, kde byla provedena **nitridace nástroje**.



Obr. 4.31 Zvětšeno 20krát.



Obr. 4.33 Zvětšeno 60krát.



Obr. 4.32 Zvětšeno 50krát.



Obr. 4.34 EDX analýza.



Obr. 4.35 Zvětšeno 150krát.

Případ cizorodé částice zjištěné u profilu ze slitiny AlMgSi0,5

Makrostruktura profilu obsahuje cizorodou částici o rozměrech přibližně 2 mm na 11 mm (Obr. 4.36). Z morfologického hlediska se jedná o ostrohrannou částici, geometricky různorodou a rozpadlou na dvě menší částice. Na Obr. 4.37 je patrný směr vniknutí cizorodé částice do hliníkového materiálu. **Mikrostruktura po barevném leptání** roztokem KMnO₄ + NaOH zbarví cizorodou částici

112

do světlomodré a hliníkový materiál do tmavomodré se zřetelným vykreslením hranic jednotlivých zrn (Obr. 4.40). Na Obr. 4.40 je také velice zřetelně patrná tepelně ovlivněná oblast způsobená vniknutím cizorodé částice. Tepelně ovlivněná oblast má žluto-červené zbarvení a potvrzuje předpoklad o druhotném zavměstkování hliníkového materiálu při tváření. Pro přesnější zařazení cizorodé částice bylo provedeno **měření mikrotvrdosti podle Vickerse**. Hodnoty mikrotvrdosti HV0,2 u cizorodé částice se pohybují v rozmezí 883 až 928, takové hodnoty mikrotvrdosti vykazují nástrojové oceli v oblasti základního materiálu. K určení původu cizorodé částice byla provedena **EDX analýza na rastrovacím elektronovém mikroskopu**. Snímek cizorodé částice je na bázi Fe-Ni-Co-Mn-Mo-Ti, což odpovídá složení nástrojové oceli používané při výrobě nástrojů, které mají být mimořádně rozměrově stálé. Jedná se o dva typy slitin, a to: TLH 19 901 o složení C max. 0,02 %, Ni 17,0 až 19,0 %, Ti nebo V 0,3 až 0,7 %, Mo 4,5 až 5,5 %, Co 7,0 až 8,5 % a TLH 19 902 o složení C max. 0,02 %, Ni 17,0 až 19,0 %,

Závěrem tohoto případu lze konstatovat, že všechny provedené experimentální metody u této cizorodé částice dokládají, že se **jedná o úlomek lisovacího nástroje**. Jedná se o **úlomek matrice**, která byla vyrobena z nástrojové oceli typu TLH 19 901 nebo TLH 19 902.



Obr. 4.36 Zvětšeno 12krát.

Obr. 4.37 Zvětšeno 50krát.



Obr. 4.38 Zvětšeno 20krát.



Obr. 4.39 EDX analýza.



Obr. 4.40 Zvětšeno 150krát.

Použitím experimentálních metod (optická metalografie makrostruktury a mikrostruktury, barevná optická metalografie, analýza mikrotvrdosti a EDX analýzy) lze spolehlivě identifikovat cizorodé částice, které pocházejí z nástrojové oceli. Rovněž i z morfologického hlediska se jedná o geometricky značně pravidelné ostrohranné částice. Ke vniknutí těchto částic do hliníkového materiálu dochází v procesu lisování, během kterého dochází ke drolení (nebo k ulomení) části lisovacího nástroje nebo lisovacích plošek a k následnému zavměstkování hliníkového materiálu. Při využití těchto vyjmenovaných experimentálních metod lze opakovaně provést identifikaci obdobných částic pocházejících z nástrojových ocelí, a to i bez nutnosti provést EDX analýzu na rastrovacím elektronovém mikroskopu. Tyto postupy s využitím popsaných experimentálních metod (mimo EDX analýzy) lze zevšeobecnit do určité metodiky pro identifikaci cizorodých částic na bázi Fe v procesu tváření materiálu.

4.14 Barevná metalografie a EDX analýza při identifikaci nerozpuštěných kovů a předslitin (Cr, Zr, Si)

Při legování hliníkových slitin kovy nebo předslitinami legujících prvků dochází při nedodržení určitých technologických podmínek k nedostatečnému rozpuštění legujících prvků a k jejich výskytu ve tvaru velkých samostatných částic nebo shluků částic, což způsobuje nehomogenitu materiálu v daném objemu. Nedodržení určitých technologických podmínek, které může způsobovat nedostatečné rozpuštění kovů nebo předslitin, je různé a jedná se zejména o následující podmínky při legování: nízká teplota kovu při legování, nedostatečná výdrž na teplotě, nedostatečné promíchání taveniny, vysoká koncentrace legujících prvků v předslitině, velký rozdíl v měrné hmotnosti legujícího prvku a hliníku atd. Detailním popisům jednotlivých vad byla věnována práce [49]. V podmínkách, při kterých se vyrábí hliníkové slitiny pro tváření, se ojediněle vyskytují případy nedostatečně rozpuštěného Cr, Zr, Si, Ti, Bi nebo Pb. V případě výskytu velkých částic Pb a Bi je důvodem velký rozdíl měrné hmotnosti legujícího prvku a hliníku a jejich omezená rozpustnost v hliníku. Olovo a vizmut při legování klesá na dno pece a má schopnost koagulace (shlukování) do větších částic, proto se tavení hliníkových slitin s obsahem Pb a Bi provádí v indukčních pecích, kde probíhá stálé promíchávání taveniny. Nebezpečí při legování hliníku hrozí i u prvků, které mají daleko vyšší bod tavení než hliník a jejich rozpustnost v Al je omezená nebo rozpouštění probíhá dlouhou dobu. Takovým případem může být křemík (omezená rozpustnost Si v hliníku, velké kusy legujícího Si), který se v hliníku nerozpustí a ve tvaru samostatných ostrohranných krychlí, desek nebo jejich shluků přechází z taveniny do tuhého stavu. Proto při dolegování je vhodné použít spíše předslitinu s obsahem křemíku 10 až 20 %. Nerozpustné částice kovů nebo předslitin lze považovat za určitý druh nepřípustných vměstků, které jsou zvlášť nežádoucí a nebezpečné. Jejich nebezpečí tkví především v následujících oblastech:

- způsobují lokálně nehomogenitu materiálu,
- mohou iniciovat trhliny,
- ochuzují základní materiál o legující prvek,
- velké částice a jejich shluky způsobují snížení mechanických a únavových vlastností materiálu,
- v případě Pb a Bi způsobují zhoršení obrobitelnosti materiálu.

Případ tyče ze slitiny AlZn6MgCu s velkým množstvím částic o velikosti 40 až 60 µm

U tyče \$\phi 30 mm ze slitiny AlZn6MgCu bylo zjištěno velké množství částic o velikosti 40 až 60 µm. Tyto byly v některých případech rozpadlé na několik menších částí nebo byly popraskané v důsledku tváření. Slitina AlZn6MgCu má následující chemické složení: Si 0,30 %, Fe 0,30 %, Cu 1,50 až 1,90 %, Mn 0,10 %, Mg 2,5 až 2,9 %, Cr 0,18 až 0,25 %, Zn 5,70 až 6,10 %, Ti 0,06 %, zbytek Al. Nejdříve bylo provedeno barevné leptání roztokem o složení 8 g KMnO₄ a 2 g NaOH. Struktura tyče po barevném leptání obsahuje hrubé částice samostatně nebo rozpadlé na několik menších částic zbarvené do světle modrého odstínu, zejména je vykreslen směr tečení materiálu s obtékáním kolem hrubých částic (Obr. 4.41, 4.42). EDX analýza hrubých částic ukazuje, že se jedná o částice na bázi Cr (Obr. 4.44), které pocházejí nejpravděpodobněji z nedostatečně rozpuštěné předslitiny AlCr4, která se používá při legování. Barevné leptání v roztoku sestávajícím z 6 g Na₂MoO₄.2H₂O, 5 ml HCl, 4 g NH₄FHF a 200 ml destilované vody více zvýrazní samotnou morfologii částic Cr, kde na Obr. 4.43 jsou patrné trhliny u Cr částice a světle modré zbarvení zůstává zachováno.



Obr. 4.41 Zvětšeno 200krát.





Obr. 4.43 Zvětšeno 200krát.





Obr. 4.44 EDX analýza.

Případ čepu ze slitiny AlZn7,5Mg s identifikovaným útvarem ve tvaru jehlic nebo desek

U čepu ze slitiny AlZn7,5Mg byla provedena ve struktuře identifikace útvaru ve tvaru jehlic nebo desek, které vytvářejí ve většině případů shluky nebo jsou ojedinělé a samostatné (Obr. 4.45 a 4.46). EDX analýza těchto shluků a také předslitiny AlZr10 (Obr. 4.47) dokládá, že se jedná o částice na bázi Zr-Al, a to fáze typu ZrAl₃ (Obr. 4.48). Z toho vyplývá, že výskyt shluků fází typu ZrAl₃ je z nedostatečně rozpuštěné předslitiny AlZr10. Barevné leptání čepu slitiny AlZn7,5Mg roztokem o složení 8 g KMnO₄ a 2 g NaOH zbarvuje shluky částic ZrAl3 do modra (Obr. 4.49.). Rovněž tedy i použití zmíněného roztoku u předslitiny AlZr10 potvrzuje původ částic ZrAl₃ z předslitiny, kde velké jehlice a desky částic ZrAl₃ se zbarvují výrazně do modra (Obr. 4.50). Barevné leptání čepu slitiny AlZn7,5Mg roztokem z 6 g Na2MoO₄.2H₂O, 5 ml HCl, 4 g NH4FHF a 200 ml destilované vody zbarvuje shluky částic ZrAl₃ do hněda (Obr. 4.51). I použití tohoto roztoku u předslitiny AlZr10 potvrzuje původ častici NalZr10 potvrzuje původ částic ZrAl3 to hněda (Obr. 4.51).



Obr. 4.45 Zvětšeno 1000krát.



Obr. 4.47 Zvětšeno 200krát.



Obr. 4.49 Zvětšeno 1000krát.



Obr. 4.46 Zvětšeno 1000krát.



Obr. 4.48 EDX analýza.



Obr. 4.50 Zvětšeno 220krát.



Obr. 4.51 Zvětšeno 360krát.

Obr. 4.52 Zvětšeno 220krát.

Případ nemodifikovaného podeutektického siluminu AlSi10FeMg s do modra zbarvenými jehlicemi Si

Na Obr. 3.53 je struktura nemodifikovaného podeutektického siluminu AlSi10FeMg, kde jsou ve struktuře patrné do modra zbarvené jehlice Si, které jsou rovnoměrně rozloženy v hnědě zbarveném tuhém roztoku α . V oblasti eutektika (jehlice Si + α) je ojediněle patrný výskyt modře zbarvených nedostatečně rozpuštěných primárních částic Si ve tvaru desek, krychlí nebo jiných geometrických útvarů. Došlo k nedostatečnému rozpuštění křemíku při jeho legování. Slitina má následující chemické složení: Si 10,612 %, Fe 1,0348 %, Cu 0,1347 %, Mn 0,1643 %, Mg 0,3479 %, Cr 0,0053 %, Zn 0,0682 %, Ti 0,0265 %, Pb 0,0199 %, Ni 0,006 %, Sb 0,0099 %, Zr 0,0007, zbytek Al. Pozorování bylo provedeno na optickém mikroskopu v polarizovaném poli. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben po dobu 30 sekund následujícímu leptání v roztoku o složení 8 g KMnO4, 2 g NaOH a 200 ml destilované vody.



Obr. 4.53 Zvětšeno 500krát.

Případ nemodifikovaného nadeutektického siluminu AlSi20 s do zelena zbarvenými hrubými částicemi Si

Na obrázku 4.54 je zachycena struktura nemodifikovaného nadeutektického siluminu AlSi20, kde jsou ve struktuře patrné do zelena zbarvené hrubé částice nerozpustných primárních částic Si ve tvaru desek, krychlí nebo jiných geometrických útvarů. Barevné leptání bylo provedeno na klasicky připraveném výbrusu, který byl podroben po dobu 60 sekund (tzn. delší doba) leptání v roztoku o složení 8 g KMnO₄, 2 g NaOH a 200 ml destilované vody.



Obr. 4.54 Zvětšeno 500krát.

4.15 Využití polarizovaného světla při hodnocení rekrystalizace, tvaru a velikosti zrna a při identifikaci intermetalických fází u hliníkových slitin

V současnosti je většina mikroskopů vybavena možností pozorování v polarizovaném světle. Popis funkce **polarizovaného světla v optickém mikroskopu a přípravy vzorku** je uveden ve druhé kapitole této monografie. Vzorky hliníkových slitin pro barevné pozorování v polarizovaném světle se musí před samotným pozorováním na mikroskopu podrobit anodické oxidaci. Cílem metody je získat jemný oxidický povlak na povrchu vzorku, který umožní na světelném optickém mikroskopu v polarizovaném světle barevné pozorování a vyhodnocování.

Polarizované světlo při vyhodnocování struktur hliníkových slitin lze využít především v následujících oblastech:

- hodnocení stupně rekrystalizace,
- velikost a tvar rekrystalizovaného a litého zrna,
- vyhodnocování hloubky povrchové hrubozrnné rekrystalizované struktury,
- zvýraznění některých druhů fází.

Příklady jednotlivých oblastí využití barevného kontrastu při vyhodnocování hliníkových struktur v polarizovaném světle jsou uvedeny na následujících obrázcích.



Obr. 4.55 Rekrystalizovaná struktura trubky u slitiny AlMg5 s globulitickým tvarem zrna v podélném řezu (ve směru tváření), zvětšeno 100krát.



Obr. 4.56 Rekrystalizovaná struktura tyče ze slitiny AlZn6MgCu1,5 s protáhlým tvarem zrna ve směru tváření v poměru 2:1 až 4:1, zvětšeno 100krát.



Obr. 4.57 Vláknitá nerekrystalizovaná struktura u tyče ze slitiny AlMgSil v podélném řezu (ve směru tváření), zvětšeno 100krát.



Obr. 4.58 Hrubozrnná okrajová vrstva u tyče v příčném řezu ze slitiny AlZn6MgCu1,5, zvětšeno 100krát.



Obr. 4.59 Mikrostruktura litého zrna globulitického tvaru nerovnoměrné velikosti s ojedinělým výskytem zrn velikosti 1,2 až 1,4 mm u slitiny AlMgSi0,5 ve středové oblasti čepu, zvětšeno 50krát.



Obr. 4.60 Mikrostruktura peříčkovitých (sloupcovitých) zrn u litého materiálu slitiny AlSi11Cu3,5, peříčkovitá, sloupcovitá nebo eliptická zrna jsou enormně velikostně rozvinutá ve směru odvodu tepla, zvětšeno 150krát.

Dále je možné použít polarizované světlo při zvýraznění jistých druhů fází u některých hliníkových slitin. Příkladem může být drát ze slitiny AlTi5B1, který se používá jako modifikátor pro zjemnění zrna, kde se fáze TiAl₃ v polarizovaném světle zbarví do tmavě fialova (Obr. 4.61). EDX analýza tmavě fialově zbarvených částic dokládá, že se jedná o intermetalické fáze typu TiAl₃ (Obr. 4.62).



Obr. 4.61 Zvětšeno 500krát.

Obr. 4.62 EDX analýza.

4.16 Použití barevného leptání u hliníkových slitin s možností kombinace osvětlení vzorků při pozorování na optickém mikroskopu

Cílem této podkapitoly je zejména upozornit **na široké možnosti barevného leptání** u různých typů hliníkových slitin s **využitím možností optického mikroskopu v kombinaci s různými způsoby osvětlení vzorku**. Využitím různých druhů leptacích roztoků s různou kombinací osvětlení (polarizované světlo, Nomarského kontrast atd.) připraveného vzorku je dosaženo širokého spektra barevných struktur, které naznačují možnosti rozšíření vypovídajících schopností barevného leptání. V této části práce je poukázáno na možnosti využití polarizovaného světla s použitím a bez použití "zásuvného kompenzátoru červeného zbarvení prvního řádu" z prostoru zásuvného polarizátoru, rovněž je také popsána možnost využití Nomarského kontrastu. To v mnoha případech umožňuje identifikovat jednotlivé složky struktury (intermetalické fáze, karbidické částice, křemík, vměstky atd.) bez opětovné nutnosti EDX analýzy.

Jako **příklad** lze uvést **slitinu AlSi12**, u které se jedná o předslitinu v litém stavu určenou k dalšímu upotřebení ve výrobě. Slitina má následující chemické složení: Si 11,17 %, Fe 0,65 %, Cu 0,564 %, Mn 0,229 %, Mg 0,25 %, Zn 0,30 %, Ti 0,031 %, Pb 0,06 %, Na 0,008 %, zbytek Al. Vzorek byl mechanicky broušen, leštěn, po dobu 10 minut předleptán v 10% H₃PO₄ a následně bylo provedeno po dobu 1 minuty barevné leptání v roztoku o složení 8 g KMnO₄, 2 g KOH a 200 ml destilované vody. Takto připravený vzorek vykazuje v polarizovaném světle s použitím Nomarského kontrastu strukturu nemodifikovaného eutektického siluminu s tmavomodře zbarvenými částicemi křemíku ve tvaru jehlic nebo desek a jednu větší do modra zbarvenou částici nerozpuštěného křemíku ve tvaru krychle (Obr. 4.63). Pozadí tvoří tuhý roztok α , jehož modro-hnědé zbarvení dokládá chemickou nehomogenitu jeho složení. Vysunutím "zásuvného kompenzátoru červeného zbarvení prvního řádu" z prostoru zásuvného polarizátoru (u polarizovaného světla) a s použitím Nomarského kontrastu dosáhneme šedého zbarvení částic křemíku na světle až tmavě hnědém pozadí (Obr. 4.64). V obou případech využití Nomarského kontrastu umožní i při určité nerovnosti povrchu vzorku způsobené leptáním ostrý a částečně plastický obraz.



Obr. 4.63 Zvětšeno 500krát.

Obr. 4.64 Zvětšeno 500krát.

4.17 Struktura a mikrosegregace slitiny AlCu4PbMgMn v litém stavu

Mikrosegregace u povrchu čepů, ke které dochází v procesu krystalizace při polokontinuálním odlévaní čepů, je důsledkem heterogenního rozložení legujících prvků. Výrazně ovlivňuje mechanické a korozní vlastnosti litého stavu. Její znalost je důležitá jak pro proces krystalizace, tak i pro následující tepelné zpracování s cílem dosáhnout optimální materiálové vlastnosti. Velké množství

experimentálních a teoretických prací [44, 46, 47, 51, 52] bylo realizováno pro výzkum mikrostruktury a mikrosegregace binárních slitin. Na druhé straně pro větší množství komerčních slitin, i když ne všechny jsou polykomponentní, bylo provedeno pouze málo experimentálních prací pro studium mikrosegregace se zaměřením na redistribuci legujících prvků v litém stavu, např. [47].

Uváděný **případ** je zaměřen na studium struktury a mikrosegregace u slitiny **AlCu4PbMgMn v litém stavu**. Intermetalické fáze, které vznikají v procesu krystalizace, byly identifikovány použitím EDX analýz. **Chemické složení** čepu v litém stavu je uvedeno v tabulce 4.5.

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Ni	Pb	Bi	Be	Ca	Na
0,750	0,524	3,845	0,614	0,639	0,049	0,225	0,017	0,012	1,153	0,063	-	-	-
Sb	Zr	Ag	В	Cd	Со	Ga	Li	Р	Sn	Sr	V	Al	
0,020	0,002	-	-	-	-	0,008	-	-	0,016	-	0,002	92,020	

Tabulka 4.5 Chemické složení, obsah prvků [hmot. %].

Vzhled struktury aplikací barevného kontrastu v litém stavu je dokumentován na Obr. 4.65 až 4.68. Barevný kontrast byl získán pomocí leptání v roztoku o složení KMnO₄ a NaOH. Tato metoda umožňuje mimo jiné i na kvalitativně vyšší úrovni pozorovat a dokumentovat jak intermetalické fáze, tak i heterogenitu chemického složení v rámci dendritických buněk. Na Obr. 4.65 a 4.66 jsou ve struktuře viditelné a díky uplatnění této techniky barevně odlišné intermetalické částice dvojího zbarvení (modré a hnědé).



Obr. 4.65 Zvětšeno 1000krát.

Obr. 4.66 Zvětšeno 500krát.



Obr. 4.67 Zvětšeno 50krát.

Obr. 4.68 Zvětšeno 1100krát.

Realizované **statistické EDX analýzy** ukázaly, že je možné mluvit o 3 typech intermetalických částic přítomných ve struktuře, a to:

- částice, jejichž zjištěné chemické složení EDX analýzami je reprezentováno relativně nižším obsahem Fe,
- částice, které mají vysoký obsah Fe,
- částice s vysokým obsahem Pb.

Reprezentační EDX analýzy pro částice prvního a druhého typu jsou uvedeny v tabulce 4.6.

Částice	Al	Cu	Mn	Fe	Si	Cr
1 - hnědá	56,0	5,9	12,3	16,9	8,1	0,8
2 - hnědá	56,5	5,5	12,7	16,5	7,9	0,8
3 - modrá	54,0	8,1	10,2	20,1	7,5	0,2
4 - modrá	54,1	10,0	7,8	21,1	7,0	0,2

Tabulka 4.6 EDX analýzy částic [hmot. %].

I když EDX analýzy nejsou z hlediska jejich principu při identifikaci chemického složení absolutně přesné, je možné předpokládat, že se jedná o intermetalické částice, jejichž stechiometrický poměr odpovídá pro hnědé částice (FeMnSi)₄CuAl₈ a pro modré (CuMn)Al14Fe₂Si₂. Pro tento systém se uvádí [53] existence těchto možných intermetalických fází: (CuFeMn)₃Si₂Al1₅, CuFeAl₇, nebo (CuFe)Al₆. Jejich přítomnost námi realizovanými analýzami však nebyla potvrzena.

Pro technologii tepelného zpracování jsou důležité informace týkající se povrchové obohacené vrstvy. Na základě jejího složení je potřeba zvážit příslušné časové výdrže na teplotě pro zabezpečení difúzních procesů legujících prvků. Reprezentační **EDX analýzy povrchové**, mikroskopicky viditelné **obohacené vrstvy** (Obr. 4.68), **podpovrchové vrstvy**, jako i základních prvků z kvantitativní chemické analýzy čepu jsou uvedeny v tabulce 4.7.

Místo	Al	Cu	Mn	Fe	Si	Mg	Zn
Vrstva	75,40	15,10	4,40	0,10	2,60	1,60	0,70
Podpovrch	84,30	6,20	6,10	0,90	1,30	0,70	0,50
Kvant. čep	92,02	3,84	0,16	0,52	0,75	0,63	0,22

Tabulka 4.7 EDX analýzy obohacené a podpovrchové vrstvy [hmot. %].

Při porovnání hodnoty reprezentační EDX analýzy vrstvy s kvantitativní chemickou analýzou čepu je zřejmé, že tato vrstva je výrazně obohacená především z hlediska precipitačního zpevnění důležitými prvky Cu a Mg. V případě Cu je možné mluvit o přibližně 4násobném obohacení povrchové vrstvy, u Mg toto představuje přibližně 2,5násobné obohacení. Identifikace rozložení a morfologie částic Pb byla realizována na SEM. Bylo zjištěno, že tyto částice se vyznačují výrazným barevným kontrastem (bílé částice). Jejich tvar v litém stavu je globulitický (nebo téměř globulitický), čímž je z hlediska strukturálního splněna podmínka pro dobrou mechanickou obrobitelnost této slitiny.

Zjištěné informace lze shrnout do následujících závěrů:

• Aplikací barevné metalografie je možné barevně rozlišit a identifikovat přítomnost jednotlivých intermetalických částic s rozdílným chemickým složením.

- Povrchově obohacená vrstva u polokontinuálně odlévaných čepů je silně dotovaná prvky důležitými z hlediska precipitačního zpevnění. Tuto skutečnost z hlediska zabezpečení difúzních procesů je potřeba zohlednit při tepelném zpracování tohoto materiálu.
- Pb vytváří samostatnou fázi globulitické, resp. blízko globulitické morfologie, kterou je možno na základě výrazného kontrastu dobře identifikovat při pozorování struktury pomocí SEM.

4.18 Nové poznatky o struktuře slitiny AlSi12CuMgNi (AA 4032)

Slitina AlSi12CuMgNi patří do skupiny slévárenských slitin na bázi Al-Si, která má složení v oblasti eutektického bodu (11,3 %), jedná se tedy o **eutektický silumin**. Slitiny na bázi Al-Si patří k nejstarším a v současné době vzhledem ke svým vlastnostem i k nejrozšířenějším hliníkovým slévárenským slitinám. Jejich využití je především v oblasti dopravních prostředků, kde první místo zaujímá automobilový průmysl. V posledním období se původem slévárenská slitina dostala i do výrobního programu slitin pro tváření. Z výše uvedené slitiny se vyrábí tyče pro další využití v automobilovém průmyslu. Dále se z dané slitiny vyrábějí například písty do spalovacích motorů, které odolávají zvýšeným teplotám do 275 °C. Z **hlediska chemického složení** se jedná o složitou polykomponentní soustavu s 5 základními prvky (Al, Si, Cu, Mg, Ni) a dalšími nečistotami, přičemž především Fe, Mn, Ti a Zn mohou mít vliv na tvorbu různých intermetalických sloučenin. Obsahem této podkapitoly je identifikace jednotlivých strukturální složky u této mnohosložkové slitiny pomocí barevné metalografie, provedení analýzy jejich chemického složení a porovnání výstupů s teoretickými poznatky o výskytu intermetalických sloučenin u dané slitiny.

Teoretický rozbor výskytu jednotlivých intermetalických sloučenin u slitiny AlSi12CuMgNi

Dle teoretických poznatků uvedených v [53, 64] jsou u slitiny AlSi1₂CuMgNi (AA 4032) v rovnovážném stavu v matrici α fáze přítomné tyto intermetalické sloučeniny: Al₃SiFe, Al₈Si₆Mg₃Fe, W(Al₄CuMg₅Si₄), TNi(Al₆Cu3Ni), ϵ (NiAl₃), δ (Al₃Ni₂) a CuAl₂. Ve fázi δ (Al₃Ni₂) se rozpouští Cu. Protože v této technické slitině se nachází jako nečistota také Fe, dochází i ke vzniku intermetalické fáze Al₇Cu₂Fe, která je při teplotě 530 °C schopna rozpustit do 6,8 % Ni. V ternárním systému Al-Cu-Ni dochází k následující eutektické reakci s vytvořením ternárního eutektika:

Tav.
$$\leftrightarrow \alpha$$
 + TNi (Al₆Cu₃Ni) + CuAl₂ (při teplotě 546 °C).

Z hlediska posouzení výsledků EDX analýz a s přihlédnutím na strukturu získanou barevným leptáním je důležité poznat chemické složení přítomných strukturálních složek této slitiny tak, jak jsou uvedeny v teorii (viz následující tabulka 4.8).

Intermetalická	Hmotnostní % jednotlivých prvků								
sloučenina/prvek	Al	Si	Fe	Mg	Cu	Ni	Zn		
Al ₅ SiFe	61,7	12,8	25,5	-	-	-	-		
Al ₈ Si ₆ Mg ₃ Fe	42,1	32,8	10,9	14,2	-	-	-		
W(Al ₄ CuMg ₅ Si ₄)	26,7	27,6	-	30,0	15,7	-	-		
T _{Ni} (Al ₆ Cu ₃ Ni)	39,4	-	-	-	46,3	14,3	-		
ε (NiAl ₃)	58,0	-	-	-	-	42,0	-		
δ (Al ₃ Ni ₂)	40,9	-	-	-	-	59,1	-		
Al ₇ Cu ₂ Fe	50,8	-	15,0	-	34,2	-	-		
CuAl ₂	46,0	-	-	-	54,0	-	-		

Tabulka 4.8 Chemické složení přítomných strukturálních složek u slitiny AlSi12CuMgNi dle odborných zdrojů.

Prezentované odborné poznatky jsou staršího data, kdy ještě EDX analýzy nebyly realizovány pro určení fázové stavby slitin. Analyzovaná polykomponentní slitina představuje systém s 5 základními prvky (Al, Si, Cu, Mg, Ni) a dalšími nečistotami (Fe, Mn, Ti, Zn). Písemné informace o stavbě takového strukturálního systému nejsou k dispozici. Proto je zjištěné výsledky možné považovat za průkopnické z hlediska identifikace jednotlivých strukturálních složek s použitím jak barevné metalografie, tak i EDX analýz.

Barevná identifikace a EDX analýzy jednotlivých intermetalických sloučenin u slitiny AlSi12CuMgNi

Pro identifikaci jednotlivých strukturálních složek u slitiny AlSi12CuMgNi byl použit materiál s následujícím chemickým složením: Si 11,92 %, Cu 0,991 %, Mg 1,055 %, Ni 0,736 %, Fe 0,21 %, Mn 0,039 %, Zn 0,01 %, Ti 0,014 %, Pb 0,0129 %, Cr 0,003 %, Bi 0,007 %, zbytek Al. Vzorky pro barevnou identifikaci byly mechanicky broušeny a leštěny s leptáním v 10 % H₃PO₄ po dobu 5 minut. Následovalo po dobu cca 30 sekund barevné leptání v roztoku o složení 8 g KMnO₄ a 2 g NaOH. Takto připravené vzorky byly pozorovány v polarizovaném světle, byly zadokumentovány jednotlivé strukturální složky a následně provedeny EDX analýzy.

Jednotlivé strukturální složky, které se při barevné metalografii různě barevně projevovaly, byly z důvodu jejich přesné identifikace v SEM mikroskopu ohraničeny pomocí vpichu mikrotvrdoměrem. Pro identifikaci chemického složení, jakož i pro získání potřebného kontaktu v EDX analyzátoru, byly všechny vzorky napařeny Au. V každé dále uvedené oblasti bylo realizováno 10 EDX analýz a reprezentativní výsledky jsou u každé jednotlivé strukturální složky uvedeny v tabulce.

• Kostrovité útvary

Jedná se o rozvětvené kostrovité útvary intermetalických sloučenin světle modrého zbarvení (viz Obr. 4.69). Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr (viz Obr. 4.70) je možné konstatovat, že kostrovité útvary představuje **intermetalická fáze Al7Si7Mn s malým obsahem prvků Ni, Mg a Cu**. Překvapující je obsah Mn v této intermetalické fázi, jehož je ve slitině obsaženo jen 0,039 %, je proto předpoklad, že při tvorbě této intermetalické fáze se kumuluje.





Obr. 4.69 Kostrovité útvary světle modrého zbarvení intermetalických sloučenin po barevném leptání, zvětšeno 500krát.

Obr. 4.70 Výsledky provedených EDX analýz.

• Černé částice

Jedná se o nepravidelné částice černého zbarvení různé velikosti cca 5 až 20 µm (viz Obr. 4.71). Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr (viz Obr. 4.72) je možné konstatovat, že černé nepravidelné částice představují **intermetalickou fázi Al**₁₂**MnSiMg dotovanou malým množstvím Ni**.





Obr. 4.71 Černé částice nepravidelného tvaru po barevném leptání, zvětšeno 500krát.

Obr. 4.72 Výsledky provedených EDX analýz.

• Tmavomodré částice

Jedná se o nepravidelné částice tmavomodrého zbarvení různé velikosti cca 5 až 30 µm (viz Obr. 4.73). Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr (viz Obr. 4.74) je možné konstatovat, že tmavomodré nepravidelné částice představují **intermetalickou fázi Al10SiNiMn dotovanou malým množstvím Mg a Cu.**





Obr. 4.73 Tmavomodré a světlemodré částice nepravidelného tvaru po barevném leptání, zvětšeno 500krát.

Obr. 4.74 Výsledky provedených EDX analýz.

• Světlemodré částice

Jedná se o nepravidelné částice světlemodrého zbarvení různé velikosti cca 5 až 30 μ m (viz Obr. 4.75). Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr (viz Obr. 4.76) je možné konstatovat, že světlemodré nepravidelné částice představují intermetalickou fázi Al₅Si₂Mn dotovanou malým množstvím Mg a Cu. Porovnáním tmavomodré a světlemodré intermetalické fáze zjistíme, že pro tmavomodré fáze je charakteristický vysoký obsah Ni (13,29 %) a u světlemodré částice nebyl tento prvek přítomen.



Obr. 4.75 Tmavomodré a světlemodré částice nepravidelného tvaru po barevném leptání, zvětšeno 500krát.

Obr. 4.76 Výsledky provedených EDX analýz.

• Polykomponentní eutektikum

Jedná se o nepravidelné modré částice Si o velikosti 5 až15 µm rozložené v tuhém roztoku α (viz Obr. 4.77). Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr (viz Obr. 4.78) je možné konstatovat, že modré nepravidelné částice rozložené v eutektiku představuji **intermetalickou fázi Al11Si8Mn dotovanou malým množstvím Mg a Cu**.



Obr. 4.77 Polykomponentní eutektikum po barevném leptání, zvětšeno 500krát.



Obr. 4.78 Výsledky provedených EDX analýz.

• Světle zelené nepravidelné částice

Jedná se o částice velikosti 5 až 25 µm nepravidelně rozložené v eutektiku (viz Obr. 4.79). Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr (viz Obr. 4.80) je možné konstatovat, že světle zelené nepravidelné částice rozložené nepravidelně v eutektiku **představují intermetalickou fázi Ni₂FeCr**.



Obr. 4.79 Identifikace světle zelených částic po barevném leptání, zvětšeno 500krát.



Obr. 4.80 Výsledky provedených EDX analýz.

• Výrazně ohraničené tmavě modré částice

Jedná se o částice o velikosti 10 až 30 μ m nepravidelně a velice ojediněle rozložené v eutektiku (viz Obr. 4.81). Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr (viz Obr. 4.82) je možné konstatovat, že výrazné tmavé modré částice (viz Obr. 4.81, označeno popiskem) s velice ojedinělým výskytem v eutektiku představují oxid Cr₂O₃ znečištěný Ni. Šedé částice (viz Obr. 4.81, označeno popiskem) odpovídají intermetalické fázi Ni₂FeCr a světle modré (viz Obr. 4.81, označeno popiskem) odpovídají intermetalické fázi Ni₄Cr s obsahem Fe.



Obr. 4.81 Identifikace výrazně ohraničených tmavě modrých částic po barevném leptání, zvětšeno 500krát.



Obr. 4.82 Výsledky provedených EDX analýz.

• Tmavě zelené, nepravidelné částice

Jedná se o částice různé velikosti s ojedinělým lokálním výskytem (viz Obr. 4.83). Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich přepočtem na stechiometrický poměr (viz Obr. 4.84) je možné konstatovat, že tmavé zelené nepravidelné částice s ojedinělým lokálním výskytem představují **intermetalickou fázi Ni₄Cr s obsahem Fe**.



Obr. 4.83 Identifikace tmavě zelených částic po barevném leptání, zvětšeno 500krát.



CK	03.68	14.41
O K	02.54	07.46
SiK	01.41	02.36
CrK	16.95	15.32
FeK	01.79	01.51
NiK	73.62	58.93

Obr. 4.84 Výsledky provedených EDX analýz.

Cílem podkapitoly bylo provést identifikaci jednotlivých strukturálních složek u slévárenské slitiny AlSi12CuMgNi vyrobené v reálných výrobních podmínkách a porovnat je s teoretickými poznatky uvedenými v literatuře [Mondolfo L. F.: Aluminium Alloys, Structure and Properties, Butterworths, London 1979]. Jedná se polykomponentní slitinu, která představuje složitý systém s 5 základními prvky (Al, Si, Cu, Mg, Ni) a dalšími nečistotami (Fe, Mn, Ti, Zn). Na základě publikovaných teoretických poznatků o uvedené slitině a na základě provedených prací je možné závěrem **konstatovat následující důležité a nové poznatky o slitině AlSi12CuMgNi** vyrobené v reálných podmínkách:

- Prezentované známé literární poznatky jsou staršího data, kdy ještě EDX analýzy nebyly realizovány pro určení fázové stavby slitin. Proto je možné považovat zjištěné výsledky za průkopnické z hlediska identifikace jednotlivých strukturálních složek s použitím jak barevné metalografie, tak i EDX analýz.
- Chemické složení přítomných strukturálních složek u slitiny AlSi₁₂CuMgNi podle literárních zdrojů uvedených v tabulce 4.1 neodpovídá skutečně identifikovaným intermetalickým fázím identifikovaných barevnou metalografií a zjištěných pomocí EDX analýz. Na základě získaného procentuálního obsahu jednotlivých prvků u EDX analýz a jejich propočtem na stechiometrický poměr je možné konstatovat, že byly identifikovány u slitiny AlSi₁₂CuMgNi následující intermetalické fáze: Al₇Si₇Mn, Al₁₂MnSiMg, Al₁₀SiNiMn, Al₅Si₂Mn, Al11Si₈Mn, Ni₂FeCr, Ni₄Cr a oxid Cr₂O₃ znečištěný Ni.
- Porovnáním tmavomodré a světle modré nepravidelné intermetalické fáze zjistíme, že pro tmavomodré fáze (Al₁₀SiNiMn) je charakteristický vysoký obsah Ni (13,29 %) a u světle modré intermetalické fáze (Al₅Si₂Mn) nebyl tento prvek přítomen.
- Velice překvapující je **obsah Mn** v jednotlivých intermetalických fází, kterého je ve slitině obsaženo jen 0,039 %. Lze proto předpokládat, že se **kumuluje při tvorbě** těchto intermetalických **fází**.
- Překvapující je i složení částic v eutektiku, které by se mělo podle teoretických poznatků skládat z modifikovaných zrnitých částic Si s obsahem Al rozložených v tuhém roztoku α. Výsledky EDX analýz potvrzují, že se jedná o intermetalickou fázi Al11Si₈Mn dotovanou malým množstvím Mg a Cu.
- Světle zelené nepravidelné částice rozložené nepravidelně v eutektiku představují intermetalickou fázi Ni₂FeCr a tmavě zelené nepravidelné částice s ojedinělým lokálním výskytem představují intermetalickou fázi Ni₄Cr s obsahem Fe. Také šedé částice odpovídají intermetalické fázi Ni₂FeCr jen s rozdílným znečištěním jiných prvků (Si, C, O). U těchto fází se pravděpodobně kumuluje podstatná část obsahu Ni u této slitiny.
- Výrazně ohraničené tmavě modré částice s velice ojedinělým výskytem v eutektiku představují oxid Cr₂O₃ znečištěný Ni.

5 STRUKTURY A VADY U ŽELEZA A JEHO SLITIN

5.1 Rozdělení slitin Fe a charakteristika strukturálních složek

Základní rozdělení na litiny a ocele vychází ze zásadního významu obsahu uhlíku ve slitině. Hranici mezi tvárným tuhým roztokem a netvarným eutektikem tvoří v rovnovážném diagramu Fe-C bod E určující maximální rozpustnost uhlíku v austenitu. Podle obsahu uhlíku pak rozdělujeme slitiny železa na:

- oceli (do 2,0 % C),
- nízkouhlíkové litiny (2,0 až 2,6 % C),
- surová železa a litiny (nad 2,6 % C).



Obr. 5.1 Dělení slitin železa.

5.2 Rovnovážný diagram Fe-C a Fe-Fe3C

Rovnovážný diagram Fe-C a Fe-Fe3C je uveden na Obr. 5.2.





Legenda a vysvětlení k rovnovážnému diagramu uvedeném na Obr. 5.2:

- C_c koncentrace uhlíku
- Fe_3C cementit
- T teplota
- ta tavenina
- α ferit
- γ austenit
- δ vysokoteplotní ferit
- C eutektický bod
- S eutektoidní bod
- Austenit

Tuhý roztok uhlíku v modifikaci železa Fe_{γ} vyskytující se v rovnovážném stavu nad teplotou A_{c3} (viz rovnovážný diagram Fe-C). Austenit krystalizuje v krychlové plošně středěné mřížce (lepší rozpustnost uhlíku než u feritu, což se využívá při kalení oceli). Je houževnatý a dobře tvářitelný, má tvrdost HB 170 až 220.

• Bainit

Vzniká rozpadem přechlazeného austenitu v širokém rozsahu teplot. Struktura je tvořena jehlicemi feritu a vyloučenými karbidy.

• Cementit (Fe₃C)

Chemická sloučenina krystalizující v kosočtverečné krystalové soustavě. Je velmi tvrdý (více než 65 HRC) a křehký. Jako metastabilní sloučenina se při vyšší teplotě rozpadá na železo a grafit. Rozpadu cementitu se využívá při výrobě temperované litiny.

• Ferit (Fe_α)

Nízkoteplotní modifikace železa krystalizující v krychlové prostorově středěné soustavě. Má malou pevnost a tvrdost a je tvárný za studena. Při ohřevu začíná překrystalizace na teplotě A_{c1} (nezávisle na obsahu uhlíku ve slitině) a končí na teplotě A_{c3} (ta závisí na chemickém složení slitiny, viz rovnovážný diagram Fe-C). Vysokoteplotní ferit se označuje Fe₈.

• Grafit

Krystalizuje v šesterečné soustavě. Jeho pevnost a houževnatost je menší než u železa.

• Ledeburit

Eutektická směs austenitu a cementitu vznikající u slitin s obsahem uhlíku nad 2 % (litiny) při krystalizaci.

• Martenzit

Silně přesycený tuhý roztok uhlíku v mřížce železa Fe_{α} (feritu), který vzniká při dostatečně rychlém ochlazení austenitu. Jeho struktura je velmi tvrdá a křehká.

• Perlit

Vzniká eutektoidní přeměnou austenitu na směs feritu a cementitu. Je relativně tvárný a pevný (tvrdost 200 až 260 HB). Ve slitině se může vykytovat ve formě lamelární (základní strukturní složka konstrukčních ocelí), nebo globulární (má nižší tvrdost a lepší obrobitelnost).

• Sorbit

Struktura je tvořena velmi jemnými částicemi karbidů vyloučenými v základní struktuře feritu vznikající při popouštění martenzitu. Struktura je pevná a má vysokou houževnatost.



5.3 Základní struktury u oceli

Obr. 5.3 Feriticko-perlitická struktura, ferit – bílá zrna, perlit – tmavá zrna.



Obr. 5.4 Feriticko-perlitická struktura, ferit – bílá zrna, perlit – tmavá zrna.



Obr. 5.5 Mikrostruktura hrubého martenzitu slitiny Fe-Ni-C, zvětšeno 1500krát.



Obr. 5.6 Jemné jehlice martenzitu, zvětšeno 600krát.



Obr. 5.7 Mikrostruktura martenzitu.



Obr. 5.8 Mikrostruktura dolního bainitu, zvětšeno 500krát.



0,5 µm

Obr. 5.9 Detail dvojčat ve substruktuře martenzitu.



Obr. 5.10 Substruktura martenzitu, zvětšeno 75 000krát.



Obr. 5.11 Mikrostruktura horního a dolního bainitu, zvětšeno 750krát.



a). izotermický rozpad 480 °C / 10 min.



b). izotermický rozpad 380 °C / 10 min.

Obr. 5.12 Substruktura horního a dolního bainitu, zvětšeno 75 000krát.



Obr. 5.13 Sorbitická struktura, zvětšeno 500krát.



100 µm

Obr. 5.14 Widmanstättenova struktura.

5.4 Struktury oceli po tepelném zpracování



Obr. 5.15 a 5.16 Materiál 12 050, žíhání naměkko 680 °C po dobu 10 hodin, leptáno 2% nitalem. Mikrostruktura je tvořena feriticko-perlitickým základem a souvislým síťováním po hranicích zrn.



Obr. 5.17 a 5.18 Materiál 12 050, normalizační žíhání 880 °C po dobu 30 minut, vzduch, leptáno 2% nitalem. Mikrostruktura u normalizačně žíhaného stavu je homogenní jemnozrnná feritickoperlitická. Ferit i perlit je vyloučen ve formě polyedrických zrn. V porovnání s přírodním stavem dojde k výraznému zlepšení mechanických a plastických vlastností. Na detailu v 500násobném zvětšení jsou vidět hranice feritických zrn a hustý lamelární perlit.



Obr. 5.19 a 5.20 Materiál 12 050, zušlechtěný stav 870 °C po dobu 30 minut, olej, 580 °C voda, leptáno 2% nitalem. Mikrostruktura je tvořena heterogenním sorbitem a místy po hranicích zrna vyloučeným proeutektoidním feritem. Detail při 500násobném zvětšení ukazuje vyloučení proeutektoidního feritu po hranicích původních zrn gama jako důsledek nízké kalicí teploty.



Obr. 5.21 a 5.22 Materiál 12 050, normalizační žíhání 900 °C po dobu 30 minut, vzduch, leptáno 2% nitalem. Mikrostruktura je jemnozrnná homogenní feriticko-perlitická. Vzhledem k malému obsahu C převažuje ve struktuře ferit, který je měkký a plastický. Mechanické vlastnosti jsou charakterizované menší pevností a mezí kluzu, ale výbornými plastickými vlastnostmi. Detail feriticko-perlitické struktury při 500násobném zvětšení poukazuje na jednotlivé strukturní složky, kde jsou dobře viditelné hranice sekundárního zrna.



Zvětšeno 100krát

Zvětšeno 200krát

Obr. 5.23 a 5.24 Materiál 12 050, normalizační žíhání 880 °C (30 minut), vzduch, leptáno 2% nitalem. Mikrostruktura je jemnozrnná homogenní feriticko-perlitická. Vzhledem ke střednímu obsahu uhlíku je poměr mezi feritem a perlitem 1 : 1. Zvýšený obsah perlitické složky vede k růstu pevnostních vlastností.



Obr. 5.25 a 5.26 Materiál 19 191, normalizační žíhání 900 °C (60 minut), vzduch, leptáno 2% nitalem. Mikrostruktura je tvořena hustým lamelárním perlitem a sekundárním cementitem, který

je vyloučen po hranicích zrn. Nadeutekoidní ocele, které jsou takto tepelně zpracovány, jsou vlivem cementitu vyloučeného po hranicích zrn křehké a pro výrobu strojních součásti se nehodí.



Obr. 5.27 a 5.28 Materiál 14 220, kalený stav 900 °C (30 minut), olej, leptáno 2% nitalem. Mikrostruktura je tvořena středně jemným martenzitem při nízkém obsahu uhlíku a dolním bainitem. Zakalené struktury při nízkém obsahu uhlíku jsou typické tím, že kromě zvýšené pevnosti a tvrdosti mají i dobré vlastnosti plastické. Detail při 500násobném zvětšení ukazuje světlejší jehlicovou strukturní složku martenzitu a tmavší jehlice bainitu.



Obr. 5.29 a 5.30 Materiál 15 241, kalený stav 870 °C (30 minut), olej, leptáno 2% nitalem. Mikrostruktura je tvořena jehlicemi martenzitu střední velikosti a menším podílem bainitu. Až do obsahu uhlíku 0,4 % má i středně velký martenzit ještě dobré plastické vlastnosti, čehož se využívá u vysokopevnostních ocelí s pevností do 2000 MPa. Detail při 500násobném zvětšení poukazuje na lokální místa výskytu hrubších jehlic martenzitu.



Zvětšeno 200krát



Zvětšeno 500krát

Obr. 5.31 a 5.32 Materiál 14 109, kalený stav 870 °C (30 minut), olej, leptáno 2% nitalem. Mikrostruktura je tvořena martenzitem s větším obsahem uhlíku a drobnými nadeutektoidními karbidy rovnoměrně rozloženými v základní kovové matrici. Tato mikrostruktura odpovídá správně

provedenému kalení nadeutektoidních ocelí. Je vhodná pro výrobu kuličkových ložisek. Při přehřátí a úplném rozpuštění karbidů vzniká listový martenzit s velmi špatnými plastickými vlastnostmi.



Obr. 5.33 a 5.34 Materiál 14 220, kalený a popuštěný stav, 900 °C (30 minut), olej, 580 °C (90 minut), voda, leptáno 2% nitalem. Mikrostruktura je tvořena částečně heterogenním sorbitem, sledujícím původní jehlice zakalených struktur. Oproti stavu kalenému je mikrostruktura charakterizována menšími pevnostními vlastnostmi, ale nastává nárůst plastických vlastností v závislosti na popouštěcí teplotě.



Zvětšeno 200krát

Zvětšeno 500krát

Obr. 5.35 a 5.36 Materiál 15 241, kalený a popuštěný stav, 870 °C (30 minut), olej, 680 °C (90 minut), voda, leptáno 2% nitalem. Mikrostruktura je tvořena typickým sorbitem, který vzniká při popouštění na horní hranici v rozmezí popouštěcích teplot. Oproti struktuře na Obr. 5.31 a 5.32 dochází k dalšímu zmenšení pevnostních vlastností a nárůstu plastických vlastností.



Zvětšeno 200krát

Zvětšeno 500krát

Obr. 5.37 a 5.38 Materiál 14109, kalený a nízko popuštěný stav, 840 °C (30 minut), olej, 200 °C (90 minut), vzduch, leptáno 1% nitalem. Mikrostruktura je tvořena nízkopopouštěným martenzitem

a jemnými rovnoměrně rozloženými karbidy. Nízkoteplotní popouštění zmenšuje tetragonálnost martenzitu a tím i strukturální pnuti, současně se odstraňuje z malé části i pnutí tepelné.



Zvětšeno 200krát



Zvětšeno 500krát

Obr. 5.39 a 5.40 Materiál 19 436, kalený a nízko popuštěný stav, 790 °C (30 minut), olej, 300 °C (90 minut), vzduch, leptáno směsí kyselin (pikrová, solná, etanol). Mikrostruktura ledeburické nástrojové oceli je tvořena základní kovovou matricí nízkopopouštěného martenzitu a karbidy, které jsou vyloučené ve tvaru jemných oválných částic a také ve formě ostrohranných ledeburitických karbidů. Rovnoměrné rozložení karbidické fáze zajišťuje dobrou řezivost a odolnost proti otěru za vyhovujících plastických vlastností.



Zvětšeno 200krát



Zvětšeno 500krát

Obr. 5.41 a 5.42 Materiál 19 824, kalený stav, 1 260 °C (1,5 minuty), sůl, leptáno směsí kyselin (pikrová, solná, ethanol). Při 200násobném zvětšení je znatelná heterogennost mikrostruktury, která je způsobena jak chemickou heterogenností vzniklou jako důsledek neselekčnosti tuhnutí, tak i zvýšeným obsahem zbytkového austenitu v místech karbidických shluků. Při 500násobném zvětšení je patrná struktura tvořena martenzitem (tmavá fáze) a martenzitem se zvýšeným obsahem zbytkového austenitu (světlejší fáze) v okolí shluků ostrohranných karbidů.



Zvětšeno 200krát Dvakrát popouštěno 560 °C po 60 minut



Zvětšeno 500krát Čtyřikrát popouštěno 560 °C po 60 minut

Obr. 5.43 a 5.44 Materiál 19 824, kalený stav, 1 260 °C (1,5 minuty), sůl, popouštěno, vzduch, leptáno směsí kyselin (pikrová, solná, ethanol). Na mikrostruktuře je viditelný postupný rozpad
zbytkového austenitu v závislosti na počtu popouštěcích cyklů. Po 4násobném popouštění struktura dosáhla pseudorovnovážného stavu s asi 8 až 10 % zbytkového austenitu, který nelze již dalším popouštěním rozložit.

5.5 Anomální struktury u ocele



Obr. 5.45 Struktura oceli 12 050, přírodní stav s heterogenní feriticko-perlitickou strukturou, leptáno 2% nitalem. Ferit je vyloučen ve formě tenkého souvislého síťování po hranicích zrn. Perlit je velmi hustý, lamelární. Zvětšeno 100krát.



Obr. 5.46 a 5.47 Struktura oceli 12 050, přírodní stav s heterogenní feriticko-perlitickou strukturou, leptáno 2% nitalem. Ferit je vyloučen ve formě tenkého souvislého síťování po hranicích zrn. Perlit je velmi hustý, lamelární.



Obr. 5.48 Heterogenní velikost zrn feriticko-perlitické struktury, zvětšeno 200krát.



Obr. 5.49 Struktura chrom-niklové austenitická ocele bez tepelné úpravy (vzorek bez označení), leptáno po dobu 4 minut roztokem 100 ml etylalkoholu, 50 ml HCl a 4 g kyseliny pikrové. Jsou patrná jemná austenitická zrna průměrné velikosti 25 až 30 μm s výskytem velkého množství dvojčat.



*Obr. 5.50 Materiál 12 022.2, leptáno 1 minutu barevně roztokem Klemann I (Na*₂*S*₂*O*₃*.5H*₂*O, K*₂*S*₂*O*₃*, destilovaná H*₂*O). Zrna feritu jsou různobarevná podle krystalografické orientace, ojedinělé hrubé karbidy na hranicích zrn (bílé). Zvětšeno 1 440krát.*



Obr. 5.51 Materiál 12 022.2, leptáno 1 minutu barevně roztokem Klemann I (Na₂S₂O₃.5H₂O, K₂S₂O₃, destilovaná H₂O). Zrna feritu jsou různobarevná podle krystalografické orientace, ojedinělé hrubé karbidy na hranicích zrn (bílé). Zvětšeno 1 440krát.



Obr. 5.52 Struktura ocele 14 109.6, leptáno 1 minutu roztokem 4 g kyseliny pikrové a 96 ml etylalkoholu. Je patrná heterogenní velikost a rozložení karbidů v pravé části obrázku.



Obr. 5.53 Struktura chrom-niklové austenitické oceli bez tepelné úpravy, leptáno po dobu 2 minut roztokem 100 ml etylalkoholu. Jsou patrná jemná austenitická zrna průměrné velikosti 25 až 30 μm a výrazná karbidická pruhovitost se značným stupněm přetváření v podélném řezu.



Obr. 5.54 Struktura ocele 14 109.6, leptáno po dobu 2 minut 3% nitalem. Světle žlutá částice představuje vměstek TiN, velikost karbidů je heterogenní v rozmezí 1 až 8 µm.



Obr. 5.55 Mikrostruktura ocele 14 109.6, leptáno po dobu 2 minut 3% nitalem. Velká světlá částice je vměstek TiN.



Obr. 5.56 Struktura ocele 14 109.6, leptáno roztokem 4 g kyseliny pikrová a 96 ml etylalkoholu. Patrný je velký plastický silikát (MnS) o velikosti 63 μm (modré zbarvení).



Obr. 5.57 Extrémně hrubé jehlice martenzitu u oceli, zvětšeno 600krát.



Obr. 5.58 Struktura ocele vykazuje trhliny v hrubém martenzitu (označeno šipkou) zvětšeno 600krát.



Obr. 5.59 Struktura materiálu 17 021 vykazuje strukturu popuštěného martenzitu s enormně velkými jehlicemi. To je důkazem toho, že v procesu austenitizace došlo k nárůstu austenitického zrna. Takto vzniklá martenzitická struktura je v důsledku toho náchylná na interkrystalické porušení po hranicích původních austenitických zrn. Zvětšeno 200krát.



Obr. 5.60 Detail skupiny částic proeutektoidního feritu s vývinem sekundárních feritických desek.



Obr. 5.61 Struktura ocele 14 109.6 po kalení a popouštění s dlouhodobým mechanickým působením na povrch materiálu. Leptáno po dobu 2 minut 3% nitalem. U okraje je patrná souvislá oduhličená vrstva o tloušťce 125 až 140 µm.



Obr. 5.62 Struktura ocele 14 109.6, leptáno po dobu 1 minuty 1% nitalem. Jsou patrné částice vměstku TiN o velikosti 8 µm. Karbidy (bílé) jsou sférického tvaru.



Obr. 5.63 Struktura ocele 14 109.6, leptáno po dobu 1 minuty roztokem 4 g kyseliny pikrové a 96 ml etylalkoholu. Jsou patrné částice vměstku TiN o velikosti 10 μm. Karbidy (bílé) jsou sférického tvaru.



Obr. 5.64 Struktura materiálu 12 022.2, leptáno barevně po dobu l minuty roztokem Klemann I (Na₂S₂O₃.5H₂O, K₂S₂O₃ a destilovaná H₂O). Jsou patrné karbidy na hranicích zrn (bílé). Zrna feritu jsou různobarevná podle krystalografické orientace. Zvětšeno 1 440krát.



Obr. 5.65 Struktura jemné martenzitické ocele s výskytem velké interkrystalické trhliny.



Obr. 5.66 Souvislá interkrystalická trhlina ve struktuře austenitické antikorozní ocele.



Obr. 5.67 Interkrystalické trhliny po hranicích zrn u austenitické oceli pozorované na elektronovém rastrovacím mikroskopu.



Obr. 5.68 Lomová plocha s přítomností karbidických částic pozorovaná na elektronovém rastrovacím mikroskopu.



Obr. 5.69 Mikrostruktura povrchové části souvislé nitridované ocele 12 050. Nitridování je nasycování povrchu ocelí a litin dusíkem. Při nitridování dochází k nasycování povrchu železa dusíkem a vytvoří se difúzní vrstva převážně ε fáze.



Obr. 5.70 Klínovité částice Fe₃N na povrchu nitridovaného železa. ε fáze je hexagonální nitrid o proměnlivém složení v rozmezí Fe₂N až Fe₃N a o obsahu 7,1 až 11% N při eutektoidní teplotě. Tvoří se intenzivně na povrchu železa od teplot 450 až 550°C a vytváří na začátku klínovité útvary.

5.6 Základní struktury u litin



Obr. 5.71 Feriticko-perlitická šedá litina (ferit, lamelární perlit a grafit), zvětšeno 300krát.



Obr. 5.72 *Feriticko-perlitická šedá litina (ferit, lamelární perlit a grafit), zvětšeno 1 000krát.*



Obr. 5.73 Struktura feritické šedé litiny (ferit a hrubé lamely grafitu), zvětšeno 300krát.



Obr. 5.74 Struktura temperované perliticko-feritické tvárné litiny (litina s kuličkovým grafitem) v CF modu u konfokálního laserového mikroskopu s rovnoměrným rozložením kuličkovitého grafitu, v okolí některého grafitu převládá ferit (bílé oblasti) nebo ve větší části perlit (tmavé oblasti).



Obr. 5.75 Feritická tvárná litina, jedná se o litinu s kuličkovým grafitem a s výskytem většího množství shluků oxidických vměstků. Zvětšeno 300krát.



Obr. 5.76 Struktura temperované perliticko-feritické tvárné litiny, jedná se o litinu s kuličkovým grafitem v CF modu u konfokálního laserového mikroskopu. Struktura vykazuje nedostatečné zabalení kuličkovitého grafitu (nedostatečná modifikace). Ferit vykazuje světlé oblasti a tmavé oblasti představují perlit, který vykazuje v některých místech výrazně lamely.



Obr. 5.77 Maková litina, ferit vykazuje světlé oblasti, perlit vykazuje tmavé oblasti a lupínkový grafit vytváří shluky ve tvaru květin (tzv. vlčích máků), zvětšeno 350krát.

6 STRUKTURY A VADY U HLINÍKU A JEHO SLITIN

6.1 Struktury hliníku a hliníkových slitin

Struktury litého stavu hliníku čistoty Al 99.99 %

Níže jsou uvedeny snímky (Obr. 6.1 a 6.2) povrchu výbrusu připraveného chemickým leštěním pro znázornění vzniku kluzných čar na vyleštěném povrchu po tváření za studena. U obou snímků jsou dobře znatelné velké póry po plynech uzavřených v materiálu při jeho tuhnutí, na druhém snímku je navíc zachycena hranice mezi dvěma zrny. Na výbrusu tohoto materiálu nebyly nalezeny žádné intermetalické fáze a ani stopy po nich, jedná se tedy o skutečně velmi čistý materiál.



Obr. 6.1 Mikrostruktura čistého hliníku po tváření za studena, zvětšeno 500krát.



Obr. 6.2 Mikrostruktura čistého hliníku po tváření za studena, zvětšeno 200krát.

Struktury litého stavu hliníku čistoty Al 99.6 %

Na snímcích níže jsou uvedeny struktury litého stavu Al 99.6 % (Obr. 6.3 a 6.4). Při leštění výbrusu v pouhé směsi kyselin (H₃PO₄ a HNO₃) jsou částečky heterogenních fází po hranicích zrn i uvnitř dendritu odstraněny (vypadlé). Intermetalické fáze, v tomto případě AlFeSi, jsou ušlechtilejší než základní materiál a při ponoření do lázně tvoři každá z těchto částeček lokální katodou, která proto urychluje rozpouštění Al ve svém okolí, částečka z materiálu se uvolní.



Obr. 6.3 Mikrostruktura litého čistého hliníku, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.4 Detail mikrostruktury litého čistého hliníku, zvětšeno 1000krát.

Struktury litého stavu slitiny AlMgSi1

Snímky uvedené níže (Obr. 6.5 a 6.6) dokumentují struktury litých čepů ze slitiny AlMgSi1 v nehomogenizovaném stavu s výskytem rozvětvených licích segregátů (fáze typu AlFeMn, eventuelně AlFeSiMn).



Obr. 6.5 Mikrostruktura slitiny AlMgSi1 v litém stavu, zvětěšno 200krát.



Obr. 6.6 Mikrostruktura slitiny AlMgSi1 v litém stavu, zvětšeno 500krát.

Struktury litého stavu slitiny AlCu4Mg1

Ve slitině AlCu4Mg1 (typ AlCuMg) se vyskytuje především binární eutektikum α + CuAl₂ a malé množství ternárního eutektika α + CuAl₂ + S (Cu₂Mg₂Al₅). Kromě těchto základních složek fází se zde mohou vyskytovat i další fáze, a to: Mg2Si, FeAl₃, AlFeMnSi, AlCuFeMn apod. (viz Obr. 6.7 a 6.8). Při leptání lité struktury slitiny AlCu4Mg1 stejného místa mikrovýbrusu různými leptadly dochází k tomu, že se jednotlivé fáze stejného typu zbarvují různě.



Obr. 6.7 Struktura slitiny AlCu4Mg v litém stavu leptaná leptadlem Keller, zvětšeno 250krát.

Obr. 6.8 Struktura slitiny AlCu4Mg1 v litém stavu leptaná leptadlem Keller. Jedna z nejběžnějších fází v Al slitinách duralového typu je CuAl2, je světle šedá až narůžovělá a v litém stavu vytváří síťování po hranicích zrn. Zvětšeno 250krát.

Na Obr. 6.9 a 6.10 je patrná **struktura slitiny AlCu4Mg1 v litém stavu** (leptáno 25 % kyselinou dusičnou) s identifikací fází. Fáze CuAl2 je barvy hnědé až černé, AlCuFeMn je fáze světlá a ohraničená a α (AlFeMnSi) je světlá a neohraničená fáze.



Obr. 6.9 Mikrostruktura slitiny AlCu4Mg1 v litém stavu s identifikací fází, zvětšeno 630krát.



Obr. 6.10 Mikrostruktura slitiny AlCu4Mg1 v litém stavu s identifikací fází, zvětšeno 250krát.

Struktury slitiny AlCu4MgMn



Obr. 6.11 Mikrostruktura slitiny AlCuMgMn v litém stavu, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.12 Detail mikrostruktury slitiny AlCuMgMn v litém stavu, zvětšeno 500krát.

Struktury litých čepů ze slitiny AlCu4MgMn po 8 hodinách homogenizace při teplotě 480 °C jsou uvedeny na Obr. 6.13 a 6.14.

Na Obr. 5.11 a 5.12 jsou uvedeny struktury litých čepů ze slitiny AlCu4MgMn



Obr. 6.13 Mikrostruktura slitiny AlCuMgMn v litém stavu po homogenizačním žíhaní, zvětšeno 500krát.



Obr. 6.14 Mikrostruktura slitiny AlCuMgMn v litém stavu po homogenizačním žíhaní, zvětšeno 500krát.



Obr. 6.15 Struktura litého stavu slitiny AlCu4MgMn s lamelárním typem eutektika, zvětšeno 2 000krát.

Obr. 6.16 Struktura litého stavu slitiny AlCu4MgMn s lamelárním typem eutektika, ve kterém jsou patrné krystalograficky vyvinuté částice bohaté na Fe a Mn, zvětšeno 1 600krát.

Struktury litého stavu slitiny AlZn6MgCu

Na Obr. 6.17 a 6.18 jsou dokumentovány struktury **litého stavu AlZn6MgCu**, ve kterých je patrná **vysoká lokální porezita v mezidendritickém prostoru**.



Obr. 6.17 Mikrostruktura litého stavu AlZn6MgCu, zvětšeno 160krát.



Obr. 6.18 Mikrostruktura litého stavu AlZn6MgCu, zvětšeno 160krát.

Struktury tvářeného stavu slitiny AlMgSiPb

velké fáze PbBi(Mg).

Na Obr. 6.19 a 6.20 jsou struktury tvářeného stavu AlMgSiPb, kde jsou ve struktuře patrné

Obr. 6.19 Mikrostruktura litého stavu AlZn6MgCu, zvětšeno 160krát.

Struktury litého stavu slitiny typu Al-Si



Obr. 6.20 Mikrostruktura litého stavu AlZn6MgCu, zvětšeno 160krát.



Obr. 6.21 Struktura litého stavu slitiny AlSi20. Jedná se o nemodifikovaný nadeutektický silumin, kde je ve struktuře patrné eutektikum tvořené jehlicemi Si, tuhým roztokem α a velkými částicemi nerozpuštěného křemíku ve tvaru desek nebo jiných nepravidelných geometrických útvarů. Zvětšeno 150krát.



Obr. 6.22 Struktura litého stavu slitiny AlSi10. Jedná se o nemodifikovaný eutektický silumin, kde je ve struktuře patrné eutektikum tvořené jehlicemi Si atuhým roztokem a. Zvětšeno 500krát.



Obr. 6.23 Struktura litého stavu slitiny AlSi7. Jedná se o nemodifikovaný podeutektický silumin, kde je ve struktuře patrné eutektikum tvořené jehlicemi Si rozloženými v tuhém roztoku α a zrny tuhého roztoku α. Zvětšeno 200krát.



Obr. 6.24 Struktura litého stavu slitiny AlSi10. Jedná se o strukturu eutektického nemodifikovaného siluminu, kde je ve struktuře patrné eutektikum tvořené žlutě zbarvenými jehlicemi Si a modře zbarveným tuhým roztokem a. Provedeno barevné leptání roztokem KMnO₄ a NaOH, pozorováno v polarizovaném světle. Zvětšeno 300krát.



Obr. 6.25 Struktura litého stavu slitiny AlSi10 (chemické složení: Si 11,17%, Fe 0,65%, Cu 0,56%, Mn 0,3%, Mg 0,25%, Zn 0,3%). Jedná se o nemodifikovaný eutektický silumin, který je tvořen modře zbarvenými jehlicemi Si ve tvaru hrubších desek a různobarevným tuhým roztokem a, což dokazuje jeho výraznou chemickou heterogenitu. Provedeno barevné leptání roztokem KMnO4 a NaOH, pozorováno v polarizovaném světle. Zvětšeno 1 000krát.



Obr. 6.26 Struktura litého stavu slitiny AlSi7Mg0,3. Obrázek zachycuje modifikovaný podeutektický silumin, který je tvořen zrny tuhého roztoku α, a eutektikum α + Si (modře zbarvený modifikovaný Si). Zvětšeno 200krát.



Obr. 6.27 Struktura litého stavu slitiny AlSi7Mg0,3. Jedná se o strukturu podeutektického modifikovaného siluminu tvořeného zrny rozvětveného tuhého roztoku α (zbarvení žlutozelené) a zrnitým eutektikem α + Si (modře zbarven modifikovaný Si). Provedeno barevné leptání roztokem KMnO4 a NaOH, pozorováno ve světlém poli. Zvětšeno 200krát.



Obr. 6.29 Struktura litého stavu slitiny AlSi7Mg0.3. Obrázek zachycuje nehomogenní oblasti u modifikovaného siluminu, kde jsou patrná nemodifikovaná místa výskytu hrubých jehlic křemíku (modré zbarvení) ve tvaru "hvězdic". Leptáno roztokem KMnO4 a NaOH po dobu 1 minuty a pozorováno v polarizovaném světle. Zvětšeno 50krát.



Obr. 6.28 Struktura slitiny AlSi11Cu3.5 po tváření. Na obrázku jsou patrné hranice rekrystalizovaných zrn, tuhý roztok (hnědé nebo zelené zbarvení) a modifikované částice křemíku. Je zde patrná strukturální nehomogenita ve tvaru většího shluku částic křemíku. Zvětšeno 500krát.



Obr. 6.30 Struktura litého stavu slitiny AlSi7Mg0.3. Obrázek zachycuje modifikovaný podeutektický silumin, který je tvořen hnědě zbarvenými zrny tuhého roztoku α, a eutektikum α + Si (modře zbarvené modifikované částice Si). Zvětšeno 1 000krát.

Identifikace intermetalických fází u slitiny AlCu5.5PbBi

EDX analýzy dodaného materiálu (Obr. 6.31 a 6.32) potvrdily **přítomnost třech typů intermetalických fází**: CuAl2, PbBi a (CuFe)Al₆. Morfologicky výrazně odlišná je fáze PbBi, která má jasně světlé globulitické nebo částečně protáhlé částice. Fáze (CuFe)Al₆ má charakteristické světle šedé zbarvení a nepravidelnou "střepinovitou" morfologii.



Obr. 6.31 Zvětšeno 860krát.



Obr. 6.32 Zvětšeno 860krát.

Identifikace intermetalických fází u slitiny AlCuSnBi vyloučených po hranicích zrn

U obou níže uvedených snímků (Obr. 6.33 a 6.34) byla provedena EDX analýza (Obr. 6.35) **intermetalických fází vyloučených po hranicích zrn** a v některých případech tvořících "řetízky". Zdokumentované EDX analýzy těchto fází dokládají, že se jedná o **intermetalické fáze CuAl**₂.



Obr. 6.33 Zvětšeno 1 000krát.



Obr. 6.34 Zvětšeno 1 200krát.



Obr. 6.35 EDX analýza intermetalických fází.

Identifikace intermetalických fází u slitiny AlMgSiCu

U slitiny AlMgSiCu byla provedena identifikace intermetalických fází (Obr. 6.36 a 6.37) s obsahem Cu 0,3 % po rozpouštěcím žíhání, kde byly ve struktuře zjištěny černé a světlé částice. Černé částice o délce 10 až 20 μ m (tmavé i na optickém metalografickém mikroskopu) byly identifikovány pomocí EDX analýzy jako intermetalické fáze Mg₂Si (Obr. 6.38). Světlé částice jsou obohacené vysokým množstvím Fe a Mg a jedná se o komplexní intermetalickou fázi na bázi Al(FeMnSiCu) (Obr. 6.39).



Obr. 6.38 EDX analýza tmavých částic.



Identifikace intermetalických fází u slitiny AlCuSiMn

Chemické složení složení slitiny AlCuSiMn je následující: Cu 4,2 až 4,6 %, Si 0,6 až 0,9 %, Mn 0,7 až 1,2 % a Mg 0,4 až 0,8 %. Jak na snímcích z optické metalografické mikroskopie, tak pomocí elektronového rastrovacího mikroskopu byly identifikovány **dva druhy intermetalických fází**. První druh představuje nepravidelné narůžovělé (až světlé hnědé) částice, patrné na optickém mikroskopu. Jedná se o **intermetalické** fáze typu CuAl₂, které při rozpouštěcím žíhání přecházejí do tuhého roztoku α (Obr. 6.40). V případě druhého druhu se jedná o nepravidelné tmavé (až černé) částice, z nichž některé mají tvar čínského písma. Jedná se o **intermetalické fáze typu** (**CuFeMn)Al**₆ (Obr. 6.41).



Obr. 6.40 Zvětšeno 500krát.

Obr. 6.41 Zvětšeno 500krát.

Identifikace intermetalických fází u slitiny AlZn6MgCu1.5

Jak na snímcích z optické metalografické mikroskopie, tak pomocí elektronového rastrovacího mikroskopu byly identifikovanány **dva druhy intermetalických fází**. V případě prvního druhu se jedná o nepravidelné světlé částice (Obr. 6.42), bílé na snímcích z elektronového rastrovacího mikroskopu, světlejší při pozorování na optickém mikroskopu. Tyto částice jsou výrazně obohacené o Fe. Jedná se o **intermetalické částice na bázi Al(CuFeZnMg)**, které nejsou rozpustné v tuhém roztoku α v procesu rozpouštěcího žíhání. Druhý druh představuje globulitické částice (Obr. 6.43). Jedná se o **intermetalické fáze s vysokým obsahem daných legujících prvků** a o **intermetalické fáze na bázi Al(CuMgZr)**. Při kvalitně realizovaném rozpouštěcím žíhání by se ve struktuře na optickém metalografickém mikroskopu neměly objevovat.



Obr. 6.42 Zvětšeno 1 000krát.

Obr. 6.43 Zvětšeno 1 000krát.

Identifikace intermetalických fází u slitiny AlTi5B1

Jedná se o slitiny, které se používají v různé formě (drát, bločky) pro zjemnění struktury Al slitin. Struktura vykazuje v podstatě velice **jemné částice TiB**₂ o velikosti maximálně 1 až 3 μ m a **hrubší částice TiAl**₃.



Obr. 6.44 Částice TiAl3 jsou zbarveny do modra a tmavé pruhy jsou stopy po leptání částic a částice TiB2. Barevně leptáno a pozorováno v polarizovaném světle. Zvětšeno 200krát.



Obr. 6.45 Částice TiAl3 jsou zbarvené do hněda a dosahují ojediněle maximálně velikosti 70 až 80 μm. Barevně leptáno a pozorováno v polarizovaném světle. Zvětšeno 200krát.

Obr. 6.46 a Obr. 6.47 zachycují strukturu slitiny AlTi5B1 po broušení, leštění a bez leptání. Částice TiAl₃ jsou hrubší, zatímco částice TiB₂ jsou velice jemné do velikosti 1 až 3 μ m.



Obr. 6.46 Zvětšeno 200krát.

Obr. 6.47 Zvětšeno 500krát.

Identifikace intermetalických fází u slitiny AlFe10

Struktura slitiny AlFe10 vykazuje velice hrubé intermetalické fáze typu FeAl₃ ve tvaru hrubých desek a jehlic (modře zbarvené) rozložených v tuhém roztoku α . Barevně leptáno a pozorováno ve světlem poli.



Obr. 6.48 Zvětšeno 500krát.



Obr. 6.49 Zvětšeno 500krát.

Identifikace intermetalických fází u slitiny AlCa10

Jak z hlediska binárního diagramu Al-Ca, tak i z hlediska pozorované struktury u předslitiny AlCa10 se jedná o nedeutektickou slitinu, u které je eutektický bod v oblasti 7,6 % Ca. Taková struktura bude obsahovat eutektikum (α + CaAl₄) a hrubé desky fáze CaAl₄ (Obr. 6.50). Ve struktuře jsou patrné také metalurgické vady, a to velké póry. Lze také konstatovat, že materiál předslitiny AlCa10 vykazuje rovněž značnou strukturální heterogenitu, a to v rozložení desek fáze CaAl₄ (Obr. 6.51). Předslitina AlCa10 po barevném leptání roztokem KMnO₄ + NaOH vykazuje do hněda zbarvené velké desky fáze CaAl₄ (v řezu na výbrusu hrubé jehlice) rozložené v modře zbarveném eutektiku (Obr. 6.52). Předslitina po barevném leptání vykazuje různé morfologie eutektik s různým barevným spektrem, což odpovídá různému chemickému složení jednotlivých typů eutektik (Obr. 6.53).



Obr. 6.50 Mikrostruktura předslitiny AlCa10 s převládajícím výskytem eutektika, zvětšeno 200krát.



Obr. 6.51 Mikrostruktura předslitiny AlCa10 s převládajícím výskytem fází CaAl₄, zvětšeno 200krát.



Obr. 6.52 Mikrostruktura předslitiny AlCa10 po barevném leptání, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.53 Mikrostruktura eutektika předslitiny AlCa10 po barevném leptání, zvětšeno 200krát.

6.2 Vady hliníkových slitin zjistitelných na makrostruktuře litých čepů a lisovaných polotovarů

Většinu slévárenských vad nebo vad vzniklých tvářením materiálu je možné zjistit na **makrostruktuře**. **Výhodou** využití makrostrukturálního šetření je jednoduchá příprava zkušebních vzorků (osoustružení dané plochy s jejím následným naleptáním) a možnost kontroly velkých ploch nebo celých polotovarů se stoprocentní možností využití kontroly kvality výchozích polotovarů. **Nevýhodou** makrostrukturálního šetření je jeho omezení z hlediska strukturálního, protože se odhalují zejména velké strukturální vady, jako např. strukturální nehomogenity, velké vměstky nebo hrubé (nad 100 µm) trhliny

atd. Další nevýhodou je, že v některých případech nelze přesně identifikovat danou vadu (morfologii, chemické složení apod.) a musí následovat její mikrostrukturální šetření.

Pozorování makrostruktury se provádí **vizuálně zrakem**, pomocí **lupy** se zvětšením šestinásobným nebo **stereolupou** se zvětšením tří až padesátinásobným. Stereolupa se používá především na makrostrukturální pozorování nekovových vměstků, velkých hrubých fází, nerozpuštěných částic legur, makroporezity, jemných strukturálních nehomogenit a k měření hrubozrnných okrajových vrstev.

Velké **využití makrostrukturálního šetření** je v oblasti kontinuálně a polokontinuálně litých materiálů (čepů), kde je možné zkoumat studené sváry, obohacené a ochuzené zóny, velikost litého zrna, makrovměstky, makroporezitu. Makrostrukturální hodnocení se využívá také pro kvalitativní hodnocení polotovarů a výrobků po jednotlivých technologických operacích (po odlévání, lisování, tažení, tepelném zpracování). Toto umožňuje vyřadit vadný výrobek v jednotlivých technologických mezioperacích, a tak umožňuje šetřit náklady a nepokračovat v dalších technologických operacích na již vadném polotovaru.

Vady, které se mohou na makrostruktuře zjišťovat, je možné rozdělit do několika skupin a podskupin:

- vady slévárenské vzniklé při tavení a lití
 - studené sváry
 - trhliny povrchové a vnitřní
 - o naplynění porezita
 - o makroskopické vměstky kovové a nekovové
 - o odmíšení gravitační nebo pásmové
 - o staženiny, řediny
 - o anomálie u litého zrna (peříčkovitá struktura, nehomogenní zrno atd.)
 - vady **vzniklé při lisovaní a tvářen**í
 - naplátování výlisků
 - hrubozrnná povrchová vrstva
 - o puchýře (bubliny)
 - o trhliny příčné a podélné
 - zatažený kužel
 - o rýhy, zadřený povrch a poškrábání
 - o záděry
- vady vzniklé při technologických operacích za studena a na pomocných zařízeních (tažné stolice, rovnačky, pily)
 - o rýhy
 - o poškrábaný a zadřený povrch
 - o potlučení
 - o pomačkání
 - o vtlačeniny
- vady vzniklé při tepelném zpracování polotovarů
 - o hrubozrnnost materiálu
 - o přehřátí materiálu
 - puchýře
- vady vzniklé při manipulaci, transportu a balení

Příprava vzorků se provádí následujícím postupem:

- uříznutí vzorku v řezu podélném nebo příčném,
- opracování zkoumané plochy frézováním nebo soustružením,
- leptání zkoumané plochy, a to nejčastěji mořením v hydroxidu sodném nebo ve směsi kyselin.

Naplynění – makroporezita

Popis vady: Vyskytuje se u odlitého materiálu (čepů, desek, polotovarů atd.) a je zjistitelná na příčném řezu odlitku (kolmém na směr lití) ve formě různě velkých pórů a dutin.

Příčiny vady: Příliš vysoká licí teplota, široký interval teplot tuhnutí slitiny a nevhodný směr tuhnutí odlitků v kombinaci s velkou kokilou, příliš redukční atmosféra, přítomnost organických nečistot ve vsázce, mokré (nevyhřaté) licí cesty, nedostatečné odplynění taveniny před litím atd.



Obr. 6.54 Střední až velké póry velikosti 0,1 až 0,2 mm ve tvaru tmavých teček, samostatné nebo tvořící ojedinělé shluky, zvětšeno 12krát.



Obr. 6.55 Velká mezidendritická porezita ve tvaru jemných trhlinek v celém objemu materiálu, zvětšeno 12krát.

Vměstky makroskopické kovové a nekovové

Popis vady: Cizorodé kovové nebo nekovové makroskopické částice odlišného vzhledu, struktury a chemického složení, než má základní kov.

Příčiny vad: Pásmové nebo gravitační odmíšení, nedostatečné odstranění povrchové obohacené vrstvy, zbytky z licích žlabů, keramických materiálů (trysky, plováky), cizorodé částice vniklé do materiálu při tváření a lisování, zalisování nebo zatažení nečistot atd.



Obr. 6.56 Střední až velké póry velikosti 0,1 až 0,2 mm ve tvaru tmavých teček, samostatné nebo tvořící ojedinělé shluky, zvětšeno 12krát.



Obr. 6.57 Velká mezidendritická porezita ve tvaru jemných trhlinek v celém objemu materiálu, zvětšeno 12krát.



Obr. 6.58 Makrostruktura výrobku s výskytem velkého shluku oxidických vměstků (jedná se pravděpodobně o strženou pěnu při lití), zvětšeno 4krát.



Obr. 6.60 Makrostruktura výrobku s výskytem velké cizorodé částice nekovového charakteru. Jedná se o spálené mazadlo obklopené oxidickou blankou. Zvětšeno 16krát.



Obr. 6.59 Makrostruktura výrobku s výskytem pásů strukturální nehomogenity, které obsahují velké množství oxidů a hrubých fází pocházejících z povrchově obohacené vrstvy čepu, jež nebyla dostatečným apretováním odstraněna, zvětšeno 4krát.



Obr. 6.61 Makrostruktura tyče v podélném řezu s výskytem velkých shluků vměstků roztažených ve směru tváření. Jedná se o oxidické částice na bází Si a Mg (viz kapitola 5). Zvětšeno 12krát.

Puchýře (bubliny)

Popis vady: Oblé vyvýšeniny vyskytující se jednotlivě nebo ve shlucích, řádcích po celém povrchu výrobku.

Příčiny vady: Naplyněný zpracovávaný materiál (vysoká porezita čepů), v tomto případě se puchýře objevují po tepelném zpracování. Přehřátí materiálu způsobené vysokou teplotou při tepelném zpracování nebo dlouhá výdrž na teplotě, puchýře vzniklé zalisovaným mazadlem a vlhkostí.



Obr. 6.62 Puchýře na výlisku vzniklé velkým naplyněním čepů, zmenšeno 2krát.



Obr. 6.63 Puchýře na výlisku vzniklé zalisovaným mazadlem a vlhkostí, zmenšeno 2krát.



Obr. 6.64 Puchýře na výlisku vzniklé spálením materiálu (vysoká teplota při tepelném zpracování nebo dlouhá výdrž na teplotě), zmenšeno 2krát.

<u>Naplátování výlisků</u>

Popis vady: Souvislá nebo nesouvislá vrstva na povrchu výlisku o síle 0,2 až 2,0 mm. Dojdeli k naplátování při lisování, vznikají v naplátované vrstvě puchýře. Na plátovaném materiálu se objevují puchýře obvykle po tepleném zpracování vlivem nedostatečné soudržnosti plátovací vrstvy se základním materiálem.

Příčina vady: Část materiálu, která ulpěla na matrici a je při lisování utržena s sebou, nedostatečně vyčištěný recipient od předchozího lisování, poškození košile při lisování čepu, stržení obohacených povrchových vrstev čepu na povrch výlisků.



Obr. 6.65 Podélný řez naplátovaným materiálem před tepelným zpracováním. Makrostruktura vykazuje oblast naplátování, kde je patrná ještě dostatečná soudržnost plátovací vrstvy se základním materiálem. Zvětšeno 24krát.



Obr. 6.66 Podélný řez naplátovaným materiálem v místě bubliny. Na okraji snímku je patrná naplátovaná vrstva, která po tepelném zpracování přechází v bublinu. Zvětšeno 24krát.

Příčné trhliny na povrchu

Popis vady: Příčné trhliny zasahující do různé hloubky materiálu s kolmou orientací na směr lisování.

Příčiny vady: Nesouhra mezi lisovací rychlostí a teplotou čepu, slabé přehřátí v okrajových oblastech výrobku, nehomogenita materiálu, obohacené povrchové vrstvy atd.

Obr. 6.69 a 6.70 dokumentují snímky povrchu tyče s výskytem trhlin a makrostrukturu téže tyče v podélném řezu v oblasti výskytu trhlin. Z makrostruktury v podélném řezu je patrno, do jaké hloubky zasahují trhliny.



Obr. 6.67 Nezvětšen.



Obr. 6.68 Zvětšeno 12krát.



Obr. 6.69 Mikrostruktura tyče slitiny AlZn6MgCu v podélném řezu v oblasti výskytu příčných trhlin, které zasahují do hloubky max. 200 μm. Zvětšeno 200krát.



Obr. 6.70 a 6.71 Příčné trhliny na povrchu tyče, které byly iniciovány v místech povrchového mechanického poškození. Mechanické poškození (otlaky) vzniklo při manipulaci s materiálem mezi lisováním a tažením. Při tažení došlo k iniciaci.

Vnitřní trhliny

Popis vady: Vnitřní trhliny u materiálu s různou velikostí, počtem a orientací.

Příčiny vady: Strukturální nehomogenita materiálu, heterogenní velikost zrna, nečistoty (vměstky) v materiálu, malý lisovací zbytek při lisování u velkých průměrů tyčí, přehřátí materiálu atd.



Obr. 6.72 Zvětšeno 2krát.



Obr. 6.73 Zvětšeno 2krát.

Hrubozrnná povrchová vrstva

Popis vady: Výrazně hrubozrnná povrchová vrstva objevující se po tepelném zpracování lisovaných tyčí, trubek a profilů a vzrůstající směrem ke konci výlisku.

Příčiny vady: Tvorba hrubozrnné povrchové vrstvy na tepelně zpracovaných lisovaných tyčích, trubkách nebo profilech vyrobených přímým průtlačným způsobem lisování z vytvrzovatelných slitin hliníku obsahujících měď. Je dána způsobem toku materiálu uvnitř recipientu, a zvláště pak v místě vtoku materiálu do lisovací matrice. K tvoření této vady značnou měrou může přispívát tření mezi kontejnerem a povrchem čepu.



Obr. 6.74 Hrubozrnná povrchová vrstva u okraje tyče v příčném řezu, nezvětšen.



Obr. 6.75 Makrostruktura hrubozrnné povrchové vrstvy výrobku s výskytem trhlinek po hranicích hrubého zrna, zvětšeno 4krát.



Obr. 6.76 Hrubozrnná povrchová vrstva u tyče s trhlinou v místě maximální hloubky hrubozrnné vrstvy, zvětšeno 4krát.



Obr. 6.77 Hrubozrnná povrchová vrstva k jedné straně tyče s trhlinou v místě rozhraní hrubozrnné struktury s jemnozrnnou strukturou, nezvětšeno.

Strukturální nehomogenita materiálu

Popis vady: Jedná se o soubor vad různého původu. Makroskopické rozdíly ve velikosti zrna v jednotlivých oblastech průřezu, makrostruktura vykazuje rozdílné strukturální nehomogenity nebo barevné odlišnosti jednotlivých oblastí.

Příčina vady: Nevhodná technologie výroby, chemická nehomogenita materiálu, nedostatečně odstraněné povrchové obohacené vrstvy litého materiálu atd."

Obr. 6.78 až 6.80 dokumentují makrostrukturu tyče Ø 36 mm, u které došlo nevhodnou technologií výroby k heterogenní deformaci i k nerovnoměrnému průběhu procesu zotavení a rekrystalizace. Důsledkem toho je rozdílná velikost zrna v okrajové a středové oblasti.



Obr. 6.78 Zvětšeno 2krát.



Obr. 6.79 Zvětšeno 2krát.



Obr. 6.80 Makrostruktura tyče v příčném řezu vykazuje různé zbarvení v důsledku chemické nehomogenity v jednotlivých oblastech tyče, nezvětšeno.

Zatažený kužel (vtaženiny)

Popis vady: Při lisování hliníku a jeho slitin s malým lisovacím zbytkem vzniká na konci výlisku vtaženina. Tato vada se projevuje na makrostruktuře na konci lisovaných tyčí (nebo silnostěnných trubek) jako centrická nebo okrajová nespojitost.

Příčiny vady: Malý, nedostatečný lisovací zbytek, nedostatečné zařezání konce lisování atd.



Obr. 6.81 Zatažený kužel u ploché tyče v příčném řezu (hrubozrnná struktura v celém průřezu), nezvětšeno.



Obr. 6.82 Zatažený kužel u tyče v podélném řezu, zmenšeno 2krát.



Obr. 6.83 Makrostruktura kužele u tyče v podélném řezu, zvětšeno 8krát.
Obr. 6.84 a 6.85 dokumentují zatažený kužel u slitiny AlCuPbBi způsobený přítomností malého lisovacího zbytku a heterogenního obsahu Bi a Cu na rozhraní zataženého kužele. Rozhraní při EDX analýzách ukázalo vždy přítomnost vysoké koncentrace Bi. Částice bohaté na Bi vytvářejí morfologické útvary globulitického tvaru.





Obr. 6.84 Zmenšeno 2krát.

Obr. 6.85 Zvětšeno 500krát.

Zatažené kužele u slitiny AlMgSi způsobené dvojím mechanismem, a to:

- lokálním nashromážděním oxidických částic vzniklých z oxidických blan, které v procesu tváření byly vícenásobně porušené,
- lokálním nashromážděním intermetalických částic bohatých na Si a Fe (Fe₃SiAl₈) nebo částic bohatých na Fe a Cu (CuFeAl₆).





Obr. 6.86

Obr. 6.87

Vady povrchu

Popis vady: Jedná se o povrchové vady na výrobcích způsobené mechanickým poškozením. Jde především o vady ve formě poškrabání, rýh, zadřeného povrchu, potlučení atd.

Příčiny vady: Nevhodná manipulace s výrobky na výrobních zařízeních, nevhodné skladování, poškození při dopravě atd.



Obr. 6.88 Příčné poškrábání



Obr. 6.90 Zadřený povrch



Obr. 6.89 Potlučení hran



Obr. 6.91 Hluboké příčné rýhy

Obr. 6.92 a 6.93 dokumentují zátlaky u tyčí po tažení a rovnání. Jedná se o částice cizorodých nebo shodných materiálů, které nebyly v průběhu výroby odstraněny a byly zatlačeny do povrchu materiálu. Při dalších operacích došlo k jejich vypadnutí a ke vzniku zátlaku na povrchu materiálu.



Obr. 6.92 Zátlak



Studené sváry

Popis vady: Jedná se o souvislý povrchový vrub orientovaný obvykle téměř kolmo k podélné ose čepu, přičemž hloubka vrubu může být i několik milimetrů.

Příčina vady: Pomalá rychlost lití, nízká teplota taveniny, nesladění rychlosti lití a teploty taveniny, nerovnoměrný přítok taveniny, malý průměr plováku.



Obr. 6.94 Povrch čepu se studenými sváry, zmenšeno 3krát.



Obr. 6.95 Povrch čepu se studenými sváry, zmenšeno 3krát.

Obr. 6.96 až 6.97 dokumentují makrostruktury čepů v podélném řezu se stopami studených svárů zasahujícími do hloubky odlitého čepu (lze zjistit hloubku sváru).



Obr. 6.96 Makrostruktura čepů se stopami studených svárů.



Obr. 6.97 Makrostruktura čepů se stopami studených svárů.

6.3 Vady u hliníku a hliníkových slitin zjistitelné na mikrostruktuře

Vměstky u hliníku a hliníkových slitin

Cizorodé částice různé velikosti nerozpustné v hliníku (od několika µm až po několik mm) považujeme za vměstky. Podle příčiny jejich vzniku v tavenině se rozdělují na exogenní (částice vyzdívky, zbytky formovacích směsí, zbytky stěrů a solí atd.) a endogenní (oxidické blány, oxidy kovů, nitridy, boridy, karbidy, spinely). Všechny tyto vměstky jsou nežádoucí v tavenině, protože snižují kvalitu materiálu (hlavně přetvárnou schopnost materiálu), mechanické vlastnosti, odolnost proti korozi atd.

Nerozpustné vměstky se odstraňují z taveniny několika způsoby:

- odstáním (ustalováním) taveniny,
- profukováním taveniny aktivními a inertními plyny,
- filtrací taveniny,
- vakuováním.

Oxidické blány

Tavenina hliníku reaguje s kyslíkem ze vzduchu a pokrývá se tenkou vrstvou (blánou) oxidu hlinitého. **Vměstky z oxidických blan** vzniknou tehdy, když se části blány, kterou je hliníková tavenina vždy pokryta, dostanou dovnitř taveniny. Velikost vměstků z oxidických blan se může pohybovat od několika desítek µm až po několik mm. Vměstky z oxidických blan mohou vzniknout v případě taveniny již v peci (odpady, jejichž povrch obsahuje oxidické blány, nalití tekutého kovu do pece atd.) nebo při lití materiálu mezi tavicí pecí a licím zařízením (tavenina víří ve žlabu, žlab vaří – kovem prochází vodní pára, turbulence u vertikální trysky atd.).



Obr. 6.98 Oxidická blána z elektronového rastrovacího mikroskopu u slitiny AlMn1. Jedná se o morfologicky nepravidelnou velkou částici. Zvětšeno 200krát.





Obr. 6.100 Oxidická blána u slitiny AlZn6Mg2Cu1.5 z optického mikroskopu, zvětšeno 75krát.



Obr. 6.101 101 Oxidická blána u slitiny AlZn6Mg2Cu1.5 z elektronového rastrovacího mikroskopu, zvětšeno 75krát.



Obr. 6.102 Shluk oxidických blan s velkým pórem (dírou) a malými částicemi Si u nemodifikovaného siluminu, zvětšeno 200krát.



Obr. 6.103 Shluk oxidických blan ve tvaru kruhu s velkými póry a částicemi Si u nemodifikovaného siluminu, zvětšeno 200krát.



Obr. 6.104 Makrostruktura podeutektického siluminu slitiny AlSi7Mg0.3 s výskytem velkého shluku a množství oxidických blan, zvětšeno 13krát.



Obr. 6.105 Stejná oblast z optického mikroskopu, kde je velké množství oxidických blan a také velké póry, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.106 Velká oxidická blána u materiálu AlSi11. Jedná se o nemodifikovaný eutektický silumin, u kterého bylo provedeno barevné leptání. Pozorováno v polarizovaném světle. Zvětšeno 500krát.



Obr. 6.107 Struktura podeutektického nemodifikovaného siluminu s výskytem velké oxidické blány. V důsledku obklopení taveniny oxidickou blánou dochází k heterogennímu průběhu krystalizace a k nehomogenitě chemického složení. Zvětšeno 200krát.

Oxidické vměstky a oxidické vločky

Oxidické vměstky jsou cizorodé částice nerozpustné v hliníku. Jedná se o oxidické částice kovů nebo nekovových prvků. Jejich původ může souviset buď s přípravou taveniny (oxidace Mg při legování, zbytky solí a stěrů atd.) nebo byly vměstky do taveniny zanesené (částice vyzdívky a žlabu, zbytky kaolinu atd.). Proto přítomnost těchto vměstků v materiálu souvisí především s technologickou nekázní (špatný postup při legování, přehřátí taveniny atd.) a s nedostatečnou čistotou tavicích a licích pecí, licích cest atd.

Oxidické vločky se nacházejí především ve slitinách obsahujících hořčík. Pokud se občas vyskytují v čistém hliníku a ve slitinách bez hořčíku, můžeme většinou zjistit, že ve stejné peci byl v předchozí šarži nasazen kov obsahující hořčík a pec nebyla dostatečně vyčištěna. Oxidické vločky vznikají tím, že u slitin obsahujících hořčík podstatně rychleji roste oxidická blána než u hliníku bez hořčíku. Oxidická vrstva na hliníkové slitině obsahující hořčík, která vniká především u vyšších obsahů hořčíku při vysokých teplotách, je proto vzájemnou směsí kovu a oxidu. Protože taková směs velmi silně absorbuje světlo, je takováto oxidická vrstva černá. Oxidická vrstva se skládá většinou z krystalického MgO, někdy také z Al₂MgO₄ (spinel). Pro vznik vměstků oxidických vloček byly nalezeny **dvě rozdílné příčiny**. Jednak mohou vznikat přivedením hořčíku do taveniny. Když se hořčík ihned neponoří pod hladinu taveniny, vyplave na hladinu a pak se na povrchu tvoří místa bohatá na hořčík. Tato mohou za tvorby svítivého bílého plamene oxidovat a vzniknou husté vrstvy kožešinového charakteru, které se zčásti zavlečou do taveniny. Na druhé straně vznikají oxidické vločky při roztavení odpadu obsahujícího hořčík. Aby se mohl odpad roztavit, musí se jeho povrch silně ohřát plamenem. Oblasti bezprostředně přicházející do styku s plamenem a horkým vzduchem se rozpálí nejvíce a mohou oxidovat za vzniku oxidických vloček.



Obr. 6.108 Oxidická částice z elektronového rastrovacího mikroskopu u slitiny AlCuMgPb. Kromě prvků, které obsahují matrice, je oxidická částice obohacena i vápníkem. Zvětšeno 600krát.



Obr. 6.109 EDX analýza oxidické částice obohacené o prvky z matrice a vápníkem.



Obr. 6.110 Velký shluk černých oxidických částic u slitiny AlMgSi0.7 z optického mikroskopu. Jedná se o oxidy hořčíku a oxidy křemíku. Zvětšeno 200krát.



Obr. 6.111 EDX analýza černých oxidických částic.



Obr. 6.112 Makrostruktura u slitiny AlMgSi1, kde je patrný velký shluk vměstků roztažených ve směru tváření, zvětšeno 6krát.



Obr. 6.113 Mikrostruktura u slitiny AlMgSi ve stejné oblasti výskytu vměstků na makrostruktuře, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.114 Velký počet oxidických částic ve stejné oblasti (z elektronového rastrovacího mikroskopu), a to u slitiny AlMgSi1. Oxidické částice jsou na bázi Mg a Si s obohacením o fosfor, síru a měď. Zvětšeno 400krát.



Obr. 6.115 Velký počet oxidických částic ve stejné oblasti (z elektronového rastrovacího mikroskopu), a to u slitiny AlMgSi1. Oxidické částice jsou na bázi Mg a Si, s obohacením o fosfor, síru a měď.





Obr. 6.116 EDX analýza dokládá, že se jedná o oxidické částice dotované vyšším obsahem Cu a Pb.

Obr. 6.117 Sdružená ztuhlá pěna při lití (z elektronového rastrovacího mikroskopu), a to u slitiny AlCu4MgPb, zvětšeno 360krát.

Cizorodé nekovové vměstky

V případě **nekovových vměstků** se jedná o vměstky z keramických materiálů pocházejících z vyzdívek pecí, ze zbytků z licích žlabů, keramických filtrů, nátěrových hmot atd.

Obr. 6.118 a 6.120 dokumentují vměstky u slitiny AlCu2MgNiFe, u kterých spektra získaných EDX analýz (Obr. 6.119 a 6.3121) u morfologicky odlišných vměstků dokládají výraznou přítomnost Mg. Tato skutečnost naznačuje, že v obou případech jsou přítomny vměstky z keramických materiálů.



Obr. 6.118 Vměstky u slitiny AlCu2MgNiFe.



Obr. 6.120 Vměstky u slitiny AlCu2MgNiFe.



Obr. 6.119 EDX analýza vměstku.



Obr. 6.121 EDX analýza vměstku.

Obr. 6.122 a 6.124 dokumentují vměstky z elektronového rastrovacího mikroskopu u slitiny AlMgSiCu. Přiložené EDX analýzy (Obr. 6.122 a 6.125) dokládají přítomnost Mg, což naznačuje, že se jedná o kompaktní částice pocházející z keramických materiálů.



Obr. 6.122 Vměstky u slitiny AlMgSiCu.

X-RHY: Live: Real:	0 - 20 keV 1005 Presett 1336 - 252	100 s Dead	Remaining	0:
A				
1				
g				
<u></u>				
FS= 16K	4 5.3	sh GH	277= 212	10.5 > 2 cts

Obr. 6.123 EDX analýza vměstku.



Obr. 6.124 Vměstky u slitiny AlMgSiCu.

Obr. 6.125 EDX analýza vměstku.

Boridové vměstky

Boridové vměstky se dostávají do taveniny nejčastěji v tavicí peci při zjemňování zrna bločky s obsahem TiB nebo AlTiB drátem na licím žlabu. Když se zjemňování provede v peci, dochází na dně pece k hromadění boridů. Nejdůležitějším opatřením k zamezení boridových vměstků je volba vhodného prostředku pro zjemňování zrna s co možná nejmenšími boridů (co největší poměr boridů do velikosti 3 až 5 µm) a s co nejrovnoměrnějším rozložením boridů v AlTiB drátu nebo v bločcích. Vzhledem k extrémně nízké rozpustnosti titanu a boru v hliníku to znamená, že již před přísadou zjemňovacího drátu jsou v tavenině boridy, které se koncentrují v materiálu a např. formou odpadu se dostávají znovu do technologického cyklu. Boridy jsou (AlB₂, AlB₁₂, TiB, TiB₂) pro svou tvrdost **obávanými** a **nebezpečnými vměstky**. Mohou vést k porezitě fólií, k opotřebení nástrojů, k usazování na lisovacích nástrojích a následně k rýhám na povrchu výlisků. Velké boridové vměstky mohou vést ke snížení únavových vlastností materiálu. Proto je nutné dbát na to, že když není nezbytné jemné zrno, raději se použití AlTiB drátu vyhneme a tím zamezíme vědomému vnášení boridu do taveniny.



Obr. 6.126 AlB částice o velikosti 17 μm u slitiny AlMgSiCu, zvětšeno 740krát.

Obr. 6.127 *Shluky TiB*² částic u metody PODFA, zvětšeno 500krát.



Obr. 6.128 Samostatné hrubé intermetalické fáze TiAl₃ (označeno šipkou), které dosahují velikosti až 70 až 100 μm.



Obr. 6.129 Shluk hrubých intermetalických fází TiAl3 ve středové části. Částice TiB₂ jsou jemné, ale nejsou rovnoměrně rozložené po průřezu, zvětšeno 750krát.



Obr. 6.130 Částice očkovadla (TiV)B₂ jsou malé obdélníkové nebo šestihranné destičky, světle šedé, žluté, velikosti 2 až 10 μm, zvětšeno 1 000krát.



Obr. 6.131 Je potřeba upozornit na morfologickou podobnost mezi částicemi očkovadla TiB₂ a disperzními částicemi Al₂O₃ pocházejícími z elektrolýzy hliníku, zvětšeno 500krát.

Nerozpuštěné kovy a předslitiny

Při legování hliníkových slitin kovy nebo předslitinami legujících prvků dochází při nedodržení určitých technologických podmínek k **nedostatečnému rozpuštění legujících prvků** a k jejich výskytu ve tvaru **velkých samostatných** částic nebo **shluků částic**, což způsobuje nehomogenitu materiálu v daném objemu. Nedodržení technologických podmínek, které může způsobovat nedostatečné rozpuštění kovů nebo předslitin, je různé a jedná se zejména o následující porušování podmínek při legování:

- nízká teplota kovu při legování,
- nedostatečná výdrž na teplotě,
- nedostatečné promíchání taveniny,
- vysoká koncentrace legujícího prvku v předslitině atd.

Dalším případem výskytu velkých částic nebo shluků legujících prvků může být velký rozdíl v měrné hmotnosti legujícího prvku a hliníku a jeho omezená rozpustnost v hliníku. Jedná se zejména o legování olova a bismutu v Al slitinách, které při legování klesají na dno pece a mají schopnost koagulace (shlukování) do větších částic. Proto se tavení slitin s olovem a bismutem provádí v indukčních pecích, kde probíhá stálé promíchávání taveniny.

Nebezpečí při legování hliníku hrozí i u **prvků**, které mají daleko **vyšší bod tavení než hliník** a jejichž **rozpustnost** v hliníku je **omezená** nebo **rozpuštění probíhá dlouhou dobu**. Takovým případem může být křemík, který se nerozpustí v hliníku (omezená rozpustnost křemíku v hliníku, velké kusy legujícího křemíku) a ve tvaru ostrohranných samostatných částic nebo shluků částic přechází do taveniny. Proto při legování křemíku použijeme raději předslitinu s nižším obsahem křemíku (AlSi10, AlSi20), obdobě se postupuje i při legování chrómu nebo zirkonu.

Nerozpustné částice kovů nebo předslitin můžeme považovat za určitý druh nerozpustných vměstků, které jsou **zvlášť nežádoucí** a **nebezpečné**. Jejich nebezpečí tkví především v následujících oblastech:

- způsobují lokálně nehomogenitu materiálu,
- mohou iniciovat trhliny,
- ochuzují základní materiál o legující prvek,
- velké částice a jejich shluky způsobují snížení mechanických a únavových vlastností materiálu,
- v případě Pb a Bi způsobují zhoršení obrobitelnosti materiálu.

Nerozpuštěný křemík



Obr. 6.132 Slitina AlSi12MgCuNi z optického mikroskopu. Jedná se o litou strukturu s ojedinělým výskytem β fáze (nerozpuštěný Si), zvětšeno 250krát.



Obr. 6.133 Tvářená struktura slitiny AlSi12MgCuNi, kde jsou patrné intermetalické fáze a shluky nerozpuštěného křemíku, zvětšeno 250krát.





Obr. 6.134 a 6.135 Litá struktura slitiny AlSi7Mg0,3 zachycující samostatné nerozpuštěné částice křemíku (modré zbarvení). U vzorků bylo provedeno barevné leptání, pozorováno v polarizovaném světle, zvětšeno 500krát.



Obr. 6.136 Slitina AlSi12MgCuNi z optického mikroskopu. Jedná se o litou strukturu se shluky nerozpuštěného Si, zvětšeno 250krát.



Obr. 6.137 Tvářená struktura slitiny AlSi12MgCuNi, kde jsou patrné intermetalické fáze a shluky nerozpuštěného křemíku, zvětšeno 250krát.



Obr. 6.138 Struktura nemodifikovaného siluminu (slitina 231 dle DIN EN 1706) tvořeného jehlicemi Si rozloženými v tuhém roztoku a s místem velkého množství ostrohranných částic o velikosti 50-80 µm, zvětšeno 300krát.



Obr. 6.139 EDX analýzy těchto částic dokládají, že se jedná o částice na bázi Al-Si s obsahem 30 až 35 % Al a cca 65 % Si. Jedná se tedy pravděpodobně o částice SiAl₂.



Obr. 6.140 Ostrohranné pravidelné částice SiAl₂ po barevném leptání pomocí roztoku KMnO₄ + NaOH, které vykazují šedé až růžové zbarvení. Pozorováno v polarizovaném světle, zvětšeno 500krát.

Obr. 6.141 Podeutektický silumin AlSi7Mg0.3 po tlakovém lití s výskytem shluků pravidelných ostrohranných částic modrého zbarvení, zvětšeno 500krát.

Nerozpuštěné částice zirkonu



Obr. 6.142 Slitina AlZn7.5Mg z optického mikroskopu, kde EDX analýza dokládá přítomnost krystalograficky vyvinutých částic ZrAl₃, zvětšeno 500krát.



Obr. 6.144 Slitina AlZn7.5Mg z optického mikroskopu, kde EDX analýza dokládá přítomnost krystalograficky vyvinutých částic ZrAl3, zvětšeno 500krát.



Obr. 6.143. EDX analýza krystalograficky vyvinutých částic ZrAl₃



Obr. 6.145 EDX analýza krystalograficky vyvinutých částic ZrAl₃.



Obr. 6.146 Hrubé krystalograficky vyvinuté (neroz-pustné částice ZrAl₃) u slitiny AlZn7.5Mg. Vzorek podroben barevnému leptání a pozorován v polarizovaném světle.



Obr. 6.147 Shluky nerozpuštěných částic chromu, zvětšeno 300krát.

Slitina AlZn6MgCu z optického mikroskopu, kde ve struktuře jsou přítomny shluky velkých částic nerozpuštěného Cr doprovázeného Ti a Fe z předslitiny. EDX analýza provedená na více bodech potvrzuje v bodech 1 až 4 přítomnost nerozpuštěného Cr s menším obsahem Ti a Fe pocházejících z předslitiny (viz Obr. 6.148 až 6.151).



Obr. 6.148 EDX analýza v bodu 1.



Obr. 6.150 EDX analýza v bodu 3.

Shluky částic a velké částice nerozpuštěného olova a bismutu



Obr. 6.149 EDX analýza v bodu 2.



Obr. 6.151 EDX analýza v bodu 4.



Obr. 6.152 Slitina AlMgSiPb z optického mikroskopu, kde je ve struktuře tyče přítomna částice PbBi enormní velikosti. Jedná se o nedokonalé rozpuštění legury v procesu tavení. Zvětšeno 200krát.



Obr. 6.153 EDX analýza matrice u částice PbBi.



Obr. 6.154 Stejná částice z elektronového rastrovacího mikroskopu, kde z obrázku a EDX analýzy je patrné, že matrice částice je tvořena Pb a vyloučené jehlice jsou převážně na bázi Bi s menším obsahem Pb. Zvětšeno 360krát.



Obr. 6.155 EDX analýza jehlic u částice PbBi.



Obr. 6.156 Mikrostruktura slitiny AlMgSiPb s velkou částicí PbBi, kde matrice je převážně na bázi Pb a jehlice jsou na bázi Bi. Zvětšeno 300krát.



Obr. 6.157 Morfologicky nerovnoměrná částice z elektronového rastrovacího mikroskopu, kde světlý základ je na bázi Pb a tmavé tyčinky jsou na bázi PbBi. Obě uvedené částice byly zjištěny při analýze vměstků (metodou PODFA).



Obr. 6.158 Slitina AlMgSiPb z optického mikroskopu. Jedná se o lokální defekt velkého shluku jemných částic Bi. Jde o efekt vznikající při lití, a to stržením pěny při turbulentním proudění taveniny. Zvětšeno 75krát.



Obr. 6.159 Stejná oblast lokálního defektu jako u Obr. 6.158, avšak z elektronového rastrovacího mikroskopu, kde EDX analýzy poukazují na přítomnost velikostně různorodých částic Bi. Zvětšeno 1 800krát.

Částice nerozpuštěného manganu a železa



Obr. 6.160 a 6.161 Struktura nemodifikovaného siluminu slitiny 226 (dle DIN EN 1706) s výskytem velkých šedých nepravidelných částic "hvězdicovitého" tvaru, které tvoří velké shluky a dosahují velikosti 150 až 300 μm, zvětšeno 200krát.



Obr. 6.162 EDX analýzy těchto nepravidelných částic. Ve všech případech se jedná o částice na bázi Al-Mn-Fe s obsahem Mn 20 až 22 % a obsahem Fe 29 až 30 % (zbytek je Al).

Přehřátí u hliníkových slitin

Slitiny hliníku se v technologickém procesu podrobují různému **tepelnému zpracování**, jehož účelem může být vyrovnání chemické nehomogenity, zjemnění intermetalických fází, likvidace nerovnovážných eutektik, zvýšení pevnostních vlastností vytvrzením atd. **Způsoby tepelného zpracování** u hliníkových slitin mohou být:

- homogenizační žíhání,
- stabilizační žíhání,
- rekrystalizační žíhání,
- vytvrzování atd.

Dále dochází k ohřevu materiálu při různých technologických operacích, např. při lisování za tepla, kování atd. Všechny tyto tepelné operace skrývají určité nebezpečí přehřátí hliníkového materiálu v důsledku překročení povolené teploty.

Přehřátí u hliníkových slitin se projevuje již na povrchu výrobků výpotky, zvrásněním oxidických filmů a posléze i trhlinkami. Na metalografickém výbrusu jsou při přehřátí materiálu patrné póry, natavené eutektikum po hranicích zrn, mezikrystalické trhlinky a někdy i globulární útvary nataveného eutektika. Příčinou vady je překročení předepsané teploty při homogenizaci, tepelném zpracování nebo při mechanickém tváření za tepla.



Obr. 6.163 Přehřátý materiál u slitiny AlCu4M, po hranicích zrn je patrné silně natavené eutektikum s výskytem velkých pórů, zvětšeno 250krát.



Obr. 6.165 Přehřátý materiál u slitiny AlZn6MgCu s výskytem nové lité struktury v oblasti vláknité nerekrystalizované struktury. Leptáno roztokem Kroll, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.167 Přehřátý materiál u tyče ze slitiny AlCu4MgMn v příčném řezu s výskytem nataveného eutektika, po hranicích zrn a uvnitř zrn se nacházejí globulární útvary nataveného eutektika, zvětšeno 250krát.



Obr. 6.164 Přehřátý materiál u slitiny AlCu4Mg, po hranicích zrn se vyskytuje silně natavené eutektikum a výskyt globulárních útvarů nataveného eutektika uvnitř zrn, zvětšeno 250krát.



Obr. 6.166 Přehřátý materiál u slitiny AlMgSil s výskytem nové lité struktury po natavení, zvětšeno 200krát.



Obr. 6.168 Přehřátý materiál u tyče ze slitiny AlCu4MgMn v podélném řezu s výskytem nataveného eutektika, po hranicích zrn a uvnitř zrn se nacházejí globulární útvary nataveného eutektika, zvětšeno 250krát.



Obr. 6.169 Přehřátý materiál u slitiny AlMgSi0,5 s výskytem mezikrystalických trhlin a globulárních útvarů nataveného eutektika. K přehřátí došlo překročením teploty homogenizace. Zvětšeno 250krát.



Obr. 6.170 Přehřátý materiál u slitiny AlMgSi1. Silné přehřátí s výskytem souvislých mezikrystalických trhlin a globulárních útvarů nataveného eutektika. K přehřátí došlo překročením teploty při tepelném ohřevu před kováním. Po kování došlo k popraskání materiálu a vzniku trhlin. Zvětšeno 250krát.

Mikroporezita u hliníkových slitin

Při tavení a lití hliníkových slitin se tavenina naplyňuje. **Příčinou naplynění materiálu** pak může být obsah vlhkosti ve vsázeném materiálu, vlhkost ze vzduchu (reakce s taveninou), vlhkost vyzdívky pece a licích žlabů atd. Zde také platí, že se zvyšující se teplotou tavení rozpustnost H₂ v tavenině roste a pomalým snižováním teploty taveniny klesá i rozpustnost H₂ v tavenině. **Zvýšená porezita** materiálu je z kvalitativního hlediska nežádoucí (snižuje plastické, mechanické i únavové vlastnosti materiálu), a proto je nutné obsah H₂ v tavenině udržovat v co nejnižších hodnotách. Je několik způsobů odstraňování naplynění u hliníkové slitiny, a to:

- ustalováním po delší dobu,
- rafinací tabletami nebo inertním plynem,
- vakuováním atd.



Obr. 6.171 Obnažené dendritické buňky z elektronového rastrovacího mikroskopu s mezidendritickou porezitou u slitiny AlCu4Mg, zvětšeno 600krát.

Obr. 6.172 Velký lokální pór (díra) u slitiny AlSi10 z optického mikroskopu, zvětšeno 200krát.



Obr. 6.173 Výrazná spojitá mezidendritická porezita lité struktury u slitiny AlCuMgPb, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.174 Litá struktura u slitiny AlCu4Mg po homogenizačním žíhání při 500 °C po dobu 24 hodin s postupným ochlazováním v peci. Ve struktuře jsou zachycené jednotlivé samostatné póry, zvětšeno 300krát.



Obr. 6.175 Výrazná lokální mezidendritická porezita lité struktury u podeutektického siluminu AlSi7Mg0.3, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.176 Litá struktura u slitiny AlMgSi1 po homogenizačním žíhání, kde je ve struktuře zachycen větší počet samostatných jednotlivých pórů, zvětšeno 200krát.

Obr. 6.177 a 6.178 zachycují struktury litých stavů slitiny AlSi7Mg0,3, v níž je patrný modifikovaný podeutektický silumin, který je tvořen zrny tuhého roztoku α a eutektikem α + Si (modře zbarvený modifikovaný Si).



Obr. 6.177 Lokálně se vyskytující vysoká mezidendritická porezita u modifikovaného podeutektického siluminu (černé zbarvení), zvětšeno 200krát.



Obr. 6.178 Rovnoměrné rozložení mezidendritické porezity u modifikovaného podeutektického siluminu (černé body), zvětšeno 100 krát.



Obr. 6.179 a 6.180 Struktury u slitiny AlSi10Cu3Fe s vysokou porezitou ve tvaru shluků, zvětšeno 200krát.



Obr. 6.181 Podeutektický modifikovaný silumin u slitiny AlSi7Mg0,3 s lokální mezidendritickou porezitou, zvětšeno 200krát.



Obr. 6.182 Podeutektický modifikovaný silumin u slitiny AlSi7Mg0,3 s naplyněním (samostatné póry kruhového průřezu), zvětšeno 200krát.



Obr. 6.183 Velké samostatné póry – díry u litého podeutektického siluminu, zvětšeno 200krát.



Obr. 6.184 Podeutektický modifikovaný silumin u slitiny AlSi7Mg0,3 s velkým množstvím oxidických blan a pórů, zvětšeno 200krát.

Hrubé intermetalické fáze a shluky fází

Při nevhodných podmínkách lití může dojít v některých případech k abnormálnímu růstu intermetalických fází a k jejich shlukování. Výskyt těchto hrubých intermetalických fází je nežádoucí,

protože snižuje plastické, mechanické i únavové vlastnosti materiálu. Při tváření materiálu mohou hrubé tvrdé intermetalické fáze iniciovat vznik mikrotrhlin.



Obr. 6.185 Struktura profilu ze slitiny AlCu4Mg, která obsahuje jemné světlé fáze CuAl2, hrubé fáze Cu2Mg2Al5 (S-fáze) a hrubé fáze s Fe a Mn (AlCuFeMn a AlFeMnSi) šedě zbarvené. Zvětšeno 250krát.



Obr. 6.186 Struktura profilu ze slitiny AlCu4Mg, která obsahuje jemné světlé fáze CuAl2 a hrubé fáze s Fe a Mn (AlCuFeMn a AlFeMnSi) šedě zbarvené. Zvětšeno 630krát.





Obr. 6.187 a 6.188 Hrubé rozvětvené intermetalické fáze typu "čínské písmo" u tyčí Ø 140 mm ze slitiny AlCu4MgPb. Jedná se o intermetalické fáze na bázi AlFeMn, které dosahují velikosti 300-400 µm ve směru tváření. Zvětšeno 200krát.



Obr. 6.189 Mezidendritické prostory u slitiny AA 4032 (AlSi12NiMgCu) jsou vyplněné hrubými fázemi FeSiAl5 deskovitého tvaru. Jedná se o velice křehké fáze, které výrazně snížují mechanické hodnoty materiálu (hlavně tažnost). Výskyt těchto hrubých deskovitých fází je způsoben vyšším obsahem Fe (0,7 %) a nízkým obsahem Mn, který by v kombinaci s Fe vytvořil fáze typu AlFeMn ve tvaru "čínské písmo".

6.4 Zrno u hliníku a v jeho slitinách v litém a tvářeném stavu

Zrno v litém stavu

Přechod kovu z kapalného do tuhého stavu se nazývá **primární krystalizace** a vznik nových fází v tuhé krystalické látce se označuje jako **sekundární krystalizace**. **Proces krystalizace** neprobíhá v celém objemu taveniny současně, ale začíná tvorbou krystalizačních zárodků (bodů). Každé zrno vycházející z jednoho zárodku vyrůstá z taveniny separátně a až ke konci tuhnutí sousedící zrna na sebe vzájemně narazí. Litá zrna lze proto charakterizovat jako oblasti v lité struktuře se stejnou krystalickou orientací.

U hliníku je obvykle z kvalitativního hlediska snahou docílit izotropické globulitické lité struktury. Zrna mají v takové struktuře ve všech směrech stejný průměr a nemají žádnou přednostní krystalickou orientaci (texturu). Izotropní globulitická struktura může být tedy dobře charakterizována velikostí zrna. Velikost litého zrna ovlivňuje několik faktorů, jako například přidání prostředků pro zjemnění zrna (AlTiB drát), podmínky při lití (teplota taveniny, rychlost lití, rychlost ochlazování taveniny atd.), chemické složení odlévaného materiálu atd.

Velikost a tvar litého zrna jsou jedním z důležitých kvalitativních znaků. Když má materiál globulitickou strukturu zrna, je zajištěna i izotropní tvářitelnost odlitku, zmenší se náchylnost k tepelným trhlinám v odlitku, jsou lepší předpoklady k odstranění chemické nehomogenity atd. Obvykle není nutné dosahovat víc než 20 až 30 zrn na mm². Je třeba si uvědomit, že zvýšením zjemňující přísady (AlTiB drát) se zanese i větší počet tvrdých boridových částic do materiálu.



Obr. 6.190 Makrostruktura standardu pro stanovení velikostí globulitického litého zrna o velikosti kategorií v rozmezí 5 až 30 mm², zmenšeno 2krát.

Odchylky od globulitického tvaru litého zrna

Když se tavenina ze všech stran rovnoměrně ochlazuje, vzniká prakticky pravidelná globulitická struktura zrna. Když dochází k intenzivnějšímu odvodu tepla, vznikají v některých směrech sloupcovitá, peříčkovitá nebo eliptická zrna a jejich usměrnění odpovídá směru odvodu tepla. Tato **sloupcovitá**, **peříčkovitá** nebo **eliptická zrna** jsou odchylkami lité struktury od izotropně globulitického charakteru zrna. Také u čistého hliníku nebo nízkolegovaných slitin (AlMgSi0.5, AlMgSi1 apod.) se vedle globulitických zrn

často nachází určité procento sloupcovitých, peříčkovitých nebo eliptických zrn. U slitin s vyšším obsahem hořčíku (AlMg2, ALMg5 apod.) usnadňuje přídavek hořčíku tvorbu peříčkovité struktury.

U čistého hliníku nebo u slitin hliníku s výskytem peříčkovité struktury (nebo s výskytem sloupcovitých a eliptických zrn) vede výskyt této peříčkovité struktury k charakteristické pruhovitosti, a proto je potřebná globulitická struktura zrna. Také odchylky od globulitické struktury zrna (peříčkovité, eliptické nebo sloupcovité) jsou spojeny s jinými závažnými nedostatky v kvalitě, a to například předčasným ztuhnutím, zvýšenou porezitou, zvýšenou chemickou nehomogenitou atd. Proto je snahou zabránit těmto odchylkám od globulitické struktury zrna při lití materiálu.



Obr. 6.191 Makrostruktura čepu s výskytem peříčkovité struktury u slitiny AlMgSi0.5 na více než 50 % plochy, zmešeno 2krát.



Obr. 6.192 Snímek mikrostruktury peříčkovitých (sloupcovitých) zrn u litého materiálu slitiny AlSi11Cu3,5. Peřičkovitá, sloupcovitá nebo eliptická zrna jsou enormně velikostně rozvinutá ve směru odvodu tepla. Vzorek byl podroben anodické oxidaci a s pozorováním v polarozovaném světle, zvětšeno 100krát.

Zrno v tvářeném stavu – nerekrystalizovaná struktura

Při velkých deformacích materiálu (lisování, tažení, kování apod.) se značná část zrn otáčí do směru deformace, a tak vzniká **protáhlý tvar zrna** (tzv. **vláknitá struktura**). Zvětšováním deformace usměrnění zrn pokračuje, až vzniká uspořádání s přednostní rovnoběžnou orientací určitých rovin a směrů se směrem tváření, a tím se vytváří **deformační textura**. Vznik deformační textury a její charakter je spojen s natočením mřížek jednotlivých zrn pro pohyb dislokací, jejich natočení nemusí být stejné uvnitř jednotlivých zrn. Je ovlivněn nejen materiálem, zejména jeho mřížkou, ale i způsobem a podmínkami deformace. **Nerekrystalizovaná struktura** je proto charakterizována původní deformovanou vláknitou strukturou zrna, protáhlou ve směru tváření, kde výskyt jemných vláken (více deformované zrno) nebo hrubších vláken (méně deformované zrno) je ovlivněn velikostí zrna před deformací, velikostí deformací, orientací skluzových systémů, počtem skluzových rovin a směrů v dané soustavě, koncentrací dislokací a mřížkových poruch, přítomností heterogenních fází atd. V průběhu deformace se materiál výrazně zpevňuje. Zpevnění se projeví vzrůstem meze pevnosti, tvrdosti, rychlosti šíření únavových trhlin, snížením plastických vlastností a tažnosti. Mění se tvar zrn, klesá elektrická vodivost, snižuje se permeabilita a též odolnost proti korozi.



Obr. 6.193 Mikrostruktura nerekrystalizované jemně vláknité struktury u okraje trubky ze slitiny AlMg2Mn, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.195 Mikrostruktura nerekrystalizované jemně vláknité struktury u tyče Ø 11 mm ze slitiny AlCuMg2, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.197 Mikrostruktura hrubších vláken nerekrystalizované struktury u tyče Ø 35.5 mm ze slitiny AlZn6.5Cu1.5Mg, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.194 Mikrostruktura nerekrystalizováné jemně vláknité struktury u okraje tyče ze slitiny AlZn7,5Mg, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.196 Mikrostruktura nerekrystalizované jemně vláknité struktury ve středové oblasti tyče ze slitiny AlZn7,5Mg, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.198 Mikrostruktura hrubších vláken nerekrystalizované struktury ve středové oblasti tyče ze slitiny AlZn6,5Cu1,5Mg, zvětšeno 100krát.

Rekrystalizovaná struktura

Z charakteristiky deformovaného stavu vyplývá, že materiál je v nestabilním stavu. V průběhu deformace se zvýší volná entalpie soustavy o uloženou deformační energii tvořenou především mřížkovými poruchami. Když tedy deformačně zpevněný materiál **žíháme** (ohřev na určitou teplotu a určitý čas), čímž dodáváme materiálu aktivační energii, postupně se uvolňuje uložená deformační

energie a snižuje se volná entalpie soustavy. Podle charakteru probíhajících dějů, množství uvolněné energie a podle změn vlastností kovů, ke kterým dochází, rozeznáváme dvě etapy, a to **zotavení** a **rekrystalizaci**. **Rekrystalizace** je spojená s významnými změnami mechanických vlastností i termodynamických charakteristik a jejich hodnoty se po ukončeném ději blíží rovnovážnému stavu. Snižuje se tak vnitřní pnutí a mění se i fyzikální vlastnosti materiálu. Rekrystalizací se získá nejen původní (předdeformační) struktura, ale i původní fyzikální a mechanické vlastnosti.



Obr. 6.199 Snímek rekrystalizované struktury s globulitickým tvarem zrna o velikosti 50 až 60 μm u slitiny AlMg5, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.201 Rekrystalizovaná struktura s mírně protáhlým tvarem zrna o velikosti 80 až 100 μm u slitiny Al 99.5%, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.200 200 Snímek rekrystalizované struktury s velice jemným (20 až 30 μm) globulitickým tvarem zrna u slitiny AlMn1.



Obr. 6.202 Rekrystalizovaná struktura s hrubým zrnem o velikosti 250 až 300 μm u slitiny Al 99.5%, zvětšeno 100krát.

Rekrystalizované zrno je charakterizováno nejen svou **velikostí** (stanovují se různé velikosti, jako např. číslo velikosti dle etalonu (ČSN, DIN nebo ASTM), množství zrn na jednotku plochy, střední průměr velikostí zrna atd.), ale i tvarem zrna. Tvar rekrystalizovaného zrna může být rovnoosý, tzn. stejný rozměr zrn ve všech na sebe kolmých směrech, nebo nerovnoosý, tzn. zrna jsou v jednom nebo dvou směrech částečně protažena. **Tvar** rekrystalizovaného zrna můžeme rozdělit na **tři základní kategorie**:

- kategorie 1 zrno rovnoosé nebo globulitické, poměr na sebe kolmých směrů je 1 : 1 (viz Obr. 6.203 a 6.204),
- kategorie 2 zrno nerovnoosé, mírně protáhlé, poměr na sebe kolmých směrů je 2 : 1 (viz Obr. 6.205 a 6.206),
- kategorie 3 zrno nerovnoosé, silně protáhlé, poměr na sebe kolmých směrů je 4 : 1 (viz Obr. 6.207 a 6.208).



Obr. 6.203 *Tvar rovnoosého globulitického zrna o velikosti 120 až 130 μm, poměr zrna na sebe kolmých směrů je 1 : 1.*



Obr. 6.204 Rovnoosé globulitické zrno u slitiny AlMg5, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.205 *Tvar nerovnoosého mírně protáhlého zrna* o velikosti 120 až 130 μm, poměr zrna na sebe kolmých směrů je 2 : 1.



Obr. 6.206 Rovnoosé globulitické zrno u slitiny AlMg5, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.207 Tvar nerovnoosého, mírně protáhlého zrna o velikosti 120 až 130 μm, poměr zrna na sebe kolmých směrů je 4 : 1.



Obr. 6.208 Nerovnoosé mírně protáhlé zrno u slitiny AlZn6MgCu1.5, zvětšeno 100krát.

Částečně rekrystalizovaná struktura

Stavy částečně rekrystalizované lze charakterizovat jako částečně odpevněné. U materiálu dochází ke vzniku nových (nedeformovaných) zrn v matrici deformační textury, ale proces rekrystalizace neproběhne do konce, tzn. materiál vykazuje v některých oblastech ještě vláknitou nerekrystalizovanou strukturu (zbytky deformační textury). Z hlediska dosaženého objemu rekrystalizace v materiálu můžeme stavy částečně odpevněné rozdělit do dvou oblastí:

- částečně rekrystalizovaná struktura objemový (plošný) výskyt nově vzniklého zrna je menší než 50 % z celkového objemu, struktura může vykazovat jednak ojedinělý výskyt zrna v deformované vláknité struktuře nebo výskyt plně rekrystalizovaných zrn v kombinaci s oblastmi výskytu deformované vláknité struktury,
- částečně nerekrystalizovaná struktura objemový (plošný) podíl výskytu nově vzniklého zrna je větší než 50 % z celkového objemu, struktura vykazuje v některých oblastech zbytkovou deformační vláknitou strukturu v základní matrici nově vzniklých nedeformovaných zrn.



Obr. 6.209 Částečně rekrystalizovaná struktura tyče Ø 11,2 mm u slitiny AlCu4MgMn. V oblasti vláknité nerekrystalizované struktury jsou patrná nově vzniklá zrna s ojedinělým výskytem. Zvětšeno 100krát.



Obr. 6.210 Částečně nerekrystalizovaná struktura tyče u slitiny AlZn6MgCu1.5. V oblasti rekrystalizované struktury jsou patrná ojedinělá místa s výskytem nerekrystalizované struktury. Zvětšeno 100krát.



Obr. 6.211 Částečně nerekrystalizovaná struktura u slitiny AlMgSi1 s výskytem hrubých zrn o velikosti 200 až 250 μm. Zvětšeno 100krát.



Obr. 6.212 Částečně nerekrystalizovaná struktura trubky u slitiny AlZn6Mg2.5Cu2. Vzniklé zrno je jemné o velikosti 50 až 70 μm. Zvětšeno 100krát.





Obr. 6.213 Částečně rekrystalizovaná struktura tyče Ø 36 mm u slitiny AlZn6MgCu1.5. Jedná se o mezistředovou oblast tyče s výskytem jemných pásů nerekrystalizované struktury. Zvětšeno 100krát.

Obr. 6.214 Přechod z oblasti jemně rekrystalizované struktury na částečně nerekrystalizovanou strukturu. Pozorováno v polarizovaném světle s odstraněním korekce "červeného zbarvení". Zvětšeno 100krát.

Anomální struktury u rekrystalizovaného zrna

V důsledku nestejných podmínek jak při tváření (rozdílná velikost deformace, anizotropie vlastností po průřezu atd.), tak i při rekrystalizaci (dlouhodobé žíhání, nerovnoměrnost žíhání atd.) nejsou všechna vznikající zrna pravidelná a stejně velká. Proto dochází k různým odchylkám ve velikosti, rozložení a tvaru rekrystalizovaného zrna. U **zrna** lze proto **charakterizovat** následující **anomálie**:

- stav široké škály jde o přítomnost náhodně rozložených jednotlivých hrubých zrn v oblasti jemného zrna, rozdíl ve velikosti zrna je minimálně o 4 až 5 čísel dle stupnice ASTM, hrubá zrna zabírají méně než 5% plochy,
- bimodální stav přítomnost dvou odlišných velikostí zrna, která jsou náhodně rozložena tak, že se velikosti liší o více než čtyři ASTM čísla,
- náhrdelníkový stav jde o přítomnost hrubých jednotlivých zrn, která jsou obklopena prstenci jemných zrn, přičemž se velikost hrubých a jemných zrn liší o tři i více ASTM čísel velikostí zrna,
- pásový stav přítomnost pásů se zrny z odlišných velikostí, které se liší o tři nebo více ASTM čísel velikosti zrna,
- hrubé zrno v celém objemu při určitých podmínkách (malá deformace, dlouhodobé žíhání atd.) může dojít ke vzniku hrubého zrna v celém objemu výrobku,
- hrubozrnná povrchová vrstva hrubozrnná povrchová vrstva vznikající na lisovaných tyčích nebo trubkách, která zasahuje do různé hloubky výlisku, kde přechází ve vláknitou nerekrystalizovanou strukturu, je charakteristická pro hliníkové slitiny a je daná způsobem lisování a třením mezi materiálem a lisovacím nástrojem.



vrstva s přechodem па nerekrystalizovanou strukturu v podélném řezu u slitiny AlZn7.5Mg, zvětšeno 100krát.

Obr. 6.215 Povrchová hrubozrnná rekrystalizovaná Obr. 6.216 Povrchová hrubozrnná rekrystalizovaná vrstva s přechodem na nerekrystalizovanou strukturu v příčném řezu u slitiny AlCuMgPb, zvětšeno 100krát.



o velikosti 40 až 50 µm jsou patrná zrna o velikosti 120 až 130 µm, zvětšeno 100krát.

Obr. 6.217 Stav široké škály u slitiny AlMg5, u zrna Obr. 6.218 Stav bimodální u slitiny AlMg5, jsou náhodně přítomna zrna o velikosti 30 až 50 µm a zrna o velikosti 140 až 150 µm, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.219 Skluzové pásy u zrna ze slitiny AlMg5, Obr. 6.220 Hrubé zrno v celém průřezu u Al99,5, zvětšeno 100krát. zvětšeno 100krát.



Obr. 6.221 Náhrdelníkový stav zrna u slitiny Al 99.5, zvětšeno 100krát.



Obr. 6.222 Pásový stav zrna u slitiny Al 99.5, výskyt pásů o velikosti 150 až 170 μm a pásů o velikosti 40 až 60 μm, zvětšeno 150krát.



Obr. 6.223 Povrchová hrubozrnná rekrystalizovaná vrstva s přechodem na nerekrystalizovanou strukturu v příčném řezu u slitiny AlZn6MgCu1.5, hrubozrnná vrstva zasahuje do hloubky maximálně 130 μm, zvětšeno 150krát.

7 STRUKTURY SLITIN TITANU, NIKLU A KOBALTU

7.1 Struktury slitin titanu

Titan patří se zirkoniem, tantalem a niobem do skupiny těžkotavitelných kovů, které se vyznačují velkou pevností krystalové mřížky, vysokou teplotou tavení, značnou tvrdostí a odolností proti korozi. Výroba těchto kovů je odlišná od běžných hutnických pochodů, což souvisí se stálostí jejich chemických sloučenin. Titan (Titanium - Ti) je přirozeně se vyskytující kov, který patří svými 0,6 % mezi devět nejrozšířenějších prvků v zemské kůře. Nevyskytuje se však v čisté podobě, je v malé míře obsažen v mnoha minerálech, nejčastěji v ilmenitu, rutilu, titanitu (sfén), brookitu nebo anatasu. Titan je šedý až stříbřitě bílý, lehký a tvrdý kov. Je dobrým vodičem tepla i elektřiny. Vyznačuje se mimořádnou chemickou stálostí – je zcela netečný k působení vody a atmosférických plynů a odolává působení většiny běžných minerálních kyselin i roztoků alkalických hydroxidů. Zvolna se rozpouští v horké HCl, naopak kyselina dusičná jeho povrch pasivuje. Pro jeho rozpouštění je nejúčinnější kyselina fluorovodíková HF nebo její směsi s jinými minerálními kyselinami. Titan má špatné třecí vlastnosti, protože se zadírá. Také obrobitelnost je **horší** než u ostatních neželezných kovů, kde povrch obrobků bývá křehký vlivem kyslíku a dusíku. Pozor je potřeba dávat při obrábění na nebezpečí vznícení titanového prachu a třísek. Tvářením titanu (hexagonální modifikace) vzniká výrazná textura ve formě směrové anizotropie vlastností, kde pevnost v jednom směru může až dvojnásobně převyšovat pevnost v druhém směru.

Důležité jsou určité unikátní vlastnosti titanu oproti jiným kovům, a to:

- nejvyšší poměr mezi pevností a hustotou ze všech kovových materiálů,
- extrémní mechanické vlastnosti a schopnost tepelné zátěže,
- vysoká pevnost v tahu vyšší než u oceli při 42% úspoře hmotnosti,
- vysoká korozní odolnost,
- vysoká odolnost vůči kyselinám a zásadám,
- vysoká biokompatibilita.

Označování a rozdělení titanových slitin

Titanové slitiny **nemají** tak **rozsáhlý výběr legujících prvků**, jak je to u hliníkových nebo hořčíkových slitin. Výběr legujících prvků je především z hlediska stabilizace α fáze nebo β fáze (tabulka 7.1). Dále je účelem přidávání legujícího prvku zlepšení určité vlastnosti s cílem přesného vymezení použití takové slitiny. Mezi **nejdůležitější legující prvky** u titanových slitin patří:

- hliník jeho legováním se snižuje hustota slitiny, má zpevňující účinek, zlepšuje plastické vlastnosti, stabilizuje α fázi,
- vanad jako β stabilizující prvek umožňuje zpevňování (α + β) slitin a také β slitin tepelným zpracováním, zužuje interval krystalizace, podporuje svařitelnost α slitin,
- molybden má obdobný účinek jako vanad, navíc stabilizuje pevnostní vlastnosti a fázovou stabilitu i při zvýšených teplotách, chemickou stabilitu při zvýšených teplotách, legují se žárupevné a žáruvzdorné titanové slitiny,
- zirkon a cín zvyšují žárupevnost při zachování plastických vlastností, v Ti-Al slitinách pozitivně ovlivňují plastické vlastnosti.

Prvek	Rozmezí legování v %	Vliv na strukturu	
Al	2 až 7	stabilizuje α fázi	
Sn	2 až 6	stabilizuje α fázi	
V	2 až 20	stabilizuje β fázi	
Мо	2 až 20	stabilizuje β fázi	
Cr	2 až 12	stabilizuje β fází	
Cu	2 až 6	stabilizuje β fázi, umocňuje $\alpha + \beta$ fázi	

Tabulka 7.1 Chemické složení, obsah prvků [hmot. %].

Na základě obsahu β fáze v titanových slitinách je možné všechny průmyslové technické slitiny titanu rozdělit do **šesti základních skupin**, které jsou uvedeny v tabulce 7.2 i s chemickým složením a označením v Rusku, USA a Francii. I když se pseudo α slitiny a martenzitické ($\alpha + \beta$) slitiny používají nejčastěji, tak každý typ titanových slitin má na základě určitých požadovaných a specifických vlastností svou oblast použití.

Typ slitiny	Chemické složení	Obsah β –fáze v %	Označení Rusko	Označení USA	Označení Francie
α - slitiny	nelegovaný Ti	0	VT1-00 VT1-0	4	UT 40
	Ti – (0,2-0,5)Pd Ti - 5Al – 2,5Sn		4200 VT5-1		UT 3502
Pseudo – α - slitiny	Ti-11Sn-2,25Al-5Zr- 1Mo-0,22Si	2 - 6		IMI 679	
	Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo- 0,1Si			Ti 6242	
(α + β) slitiny martenzitick ého typu	Ti-(5-7)Al-4V Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo Ti-11Mo-6Sn-4Zr	5 -25	VT6 VT33 VT30	Ti(6)4 TI6246	UTA6V
Pseudo β- slitiny	Ti-13V-11Cr-3Al Ti-11,5Mo-6Zr-4,5Sn Ti-3Al-7Mo-11Cr	100 % nestabilní	VT15	B120VCA BETA III	~
β-slitiny	Ti-33Mo	100 % stabilní	4201		

Tabulka 7.2 Rozdělení titanových slitin podle obsahu β fáze.

α slitiny (Obr. 7.1) se vyznačují dobrou svařitelností, dobrými slévárenskými vlastnostmi, odolností vůči lomům za nízké teploty, odporem proti tečení, vysokou tepelnou stabilitou a odolností vůči korozi za napětí.



Obr. 7.1 Slitina TiAl5Sn2,5 α slitina, polyedrická α zrna, zvětšeno 750krát.



Obr. 7.2 Slitina TiAl3.5Mn1.5, pseudo α slitina, polyedrická struktura $\alpha + \beta$, zvětšeno 750krát.

Pseudo α slitiny (Obr. 7.2 a 7.3) se ve většině fyzikálně-mechanických vlastností shodují s α slitinami. Přítomnost β stabilizátoru (obsah β fáze ve struktuře přibližně 6 %) umožňuje zvýšení pevnostních vlastností při zachování původních plastických vlastností.





Obr. 7.3 Slitina TiAl3.5Mn1.5, pseudo α slitina, počáteční stádium tvorby WS, zvětšeno 750krát.

Obr. 7.4 Slitina TiAl5V4, $\alpha + \beta$ martenzitického typu, polyedrická struktura, zvětšeno 750krát.

U ($\alpha + \beta$) slitin martenzitického typu (Obr. 7.4 až 7.8) závisí jejich strukturní stabilita na teplotě. Je možné jejich tepelné zpracování s cílem zvýšení jejich pevnostních vlastností. V porovnání s α slitinám a pseudo α slitinám mají horší svařitelnost a žárupevnost.



Obr. 7.5 Slitina TiAl5V4, α+ β martenzitického typu, polyedrická struktura WS v β fázi, zvětšeno 750krát.







Obr. 7.7 Slitina TiAl6V4, $\alpha + \beta$ martenzitického typu, WS struktura, zvětšeno 750krát.



Obr. 7.8 Slitina TiAl6V4, $\alpha+\beta$ martenzitického typu, zvětšeno 750krát.

Pseudo β slitiny je možné tepelně zpracovávat, mají vysoké plastické vlastnosti při teplotě okolí, vyznačují se velkou schopností pohlcovat kyslík a vodík a mají zvýšenou citlivost na tepelné zpracování svarových spojů. β slitiny (Obr. 7.9) jsou strukturálně tvořené pouze β fází a mají vysokou odolnost proti korozi.



Obr. 7.9 Slitina TiAl6V4, $\alpha + \beta$ martenzitického typu, martenzit [61], zvětšeno 750krát.



Obr. 7.10 Slitina TiA16V4, jedná se o $\alpha + \beta$ slitinu první skupiny (martenzitického typu), vyznačuje se dobrou svařitelností, mechanickými vlastnostmi a zpracovatelností, využívá se při výrobě profilů, tyčí, plechů, ale také výkovků [61], zvětšeno 750krát.

7.2 Struktury slitin niklu

Označování a rozdělení niklových slitin

Podle využití se niklové slitiny rozdělují na konstrukční slitiny, slitiny se zvláštními fyzikálními vlastnostmi, slitiny žárupevné a žáruvzdorné, slitiny s paměťovým efektem (Ni-Ti) a Ni superslitiny.

Mezi nejdůležitější slitiny niklu patří zejména:

- alpaka, pakfong, argentan (60 % Cu, Zn, Ni),
- nikelin (57 % Cu, 20 % Zn, 23 % Ni),
- konstantan (60 % Cu, 40 % Ni),
- manganin (Mn, Cu),
- nichrom (14 % Cr, 25 % Fe, 61 % Ni),
- monely (monel R, K.H, S),
- rübelův bronz (Cu, Ni, Al),
- waspaloy (Ni-Cr),
- inconel 718 (Ni-Ct-Nb-Mo).

Přídavek niklu jako **austenitotvorné složky** do oceli podstatně ovlivňuje její houževnatost a kujnost, ve slitinách hliníku zvyšuje jejich pevnost za vysokých teplot. Superelastická slitina niklu s titanem se pod názvem **nitinol** používá v medicíně pro výrobu stentů (tubulárních implantátů) sloužících ke zprůchodnění tělních trubic. Slitina 89 % Ni a 11 % P patří mezi **kovová skla (amorfní kovy)** a používá se jako tvrdá pájka pro pájení v kosmické technice [138].

Monely

Jedná se **o několik typů** slitin Ni s Cu (monely typu R, K, H, S) a přídavkem Si, Mn, Al a Fe. Jedná se konstrukční slitiny, které mají vysoké pevnostní vlastnosti a je možné je precipitačně vytvrzovat. Přehledná tabulka 7.3 uvádí chemické složení monelů.

Označení slitiny	Ni	Cu	S (max.)	Si	Mn	C (max.)	Fe	Al
Monel	67	30	0,010	0,1	1,00	0,15	1,4	-
Monel R	63	32	-	1,6	-	0,15	1,5	-
Monel K	66	29	0,005	0,5	0,85	0,15	0,9	2,75
Monel H	63	31	-	3,0	0,75	0,10	2,0	-
Monel S	63	30	-	4,0	0,75	0,10	2,0	-

Tabulka 7.3 Chemické a průměrné složení monelů [v %].

Monel R má velmi dobré slévárenské vlastnosti a používá se na výrobu rozličných odlitků, jako např. armatur, kde se mimo pevnostních vlastností vyžaduje také vysoká odolnost vůči otěru a agresivním kapalinám. **Monel K** je precipitačně vytvrditelný a stárnutí nastává při 520 až 540 °C po dobu 1 až 4 hodin. **Monely H** a **S** jsou z hlediska obsahu křemíku typicky slévárenské slitiny, které se používají pro různé typy odlitků. Přehled mechanických vlastností jednotlivých monelů je uveden v tabulce 7.4.

Označení slitiny	Rm Rp0,2 [MPa] [MPa]		A [%]	
Monel	500 až 1200	180 až 1100	2 až 50	
Monel R	500 až 1000	180 až 900	4 až 50	
Monel K	630 až 1400	280 až 1200	2 až 45	
Monel H	630 až 800	420 až 560	10 až 20	
Monel S	800 až 1000	560 až 800	1 až 10	

Tabulka 7.4 Mechanické hodnoty jednotlivých typů monelů.

Slitiny niklu se zvláštními fyzikálními vlastnostmi

Slitiny termočlánkové

Mezi termočlánkové slitiny se řadí následující:

- chromel (Ni, Cr 10 %),
- alumel (Ni-Al-Mn-Si),
- konstantan (Ni 40 %, Cu 58 %, Mn 2 %),
- kopel (Ni 43 až 56 %, Cu 0,5 až 5 %, Mn).

Slitiny odporové

Základní slitinou je slitina Ni a 20 % Cr, která je homogenní, tvarná, vhodná k výrobě drátů, tyčí a pásů. Čím je obsah chromu vyšší, tím vyšší je žárupevnost a žáruvzdornost. Přísada železa zvyšuje odolnost vůči síře. Mezi binární slitiny patří chromnikl, nichrom, pyrochrom a chronit.
Magneticky měkké slitiny niklu

Jako magneticky měkké slitiny niklu lze označit následující:

- binární slitiny (Ni 50 % a Fe 50 %; Ni 30 % a Fe 70 %),
- ternární slitiny (Ni 80 %, Mo 5 % a Fe; Ni 80 %, (Cr + Cu) 4 % a Fe).

Slitiny s paměťovým efektem – Ni-Ti

Tvarově paměťový efekt probíhá přes teploty přeměny Ms, Mf a Af. Jestliže se vychází ze změn martenzitu pod Mf, kdy jednotlivé martenzitické destičky rostou, nebo se smršťuji, začíná nad As přeměna martenzitu na původní austenit, avšak až nad Af je úplná přeměna ukončena a je plně znovu dosaženo dřívější tvarování.

Slitiny žáruvzdorné a žárupevné

Jedná se o slitiny, jak je již patrné z jejich označení, které jsou výrazně žáruvzdornější a žárupevnější než železné slitiny. Jedná se o slitiny na bázi Ni-Cr-Co s přísadou Al, Ti, popřípadě Mo, W či Nb. Vysoké meze tečení se dosahuje precipitačním vytvrzením fáze Ni3Al, v níž je rozpuštěn titan. Dalšími vyztužujícími fázemi jsou karbidy a karbonitridy. V některých aplikacích se k náhradě velkého množství niklu používá určitého procenta Fe. Ke zvýšení korozní odolnosti postačuje přidání Mo.

Používané slitiny:

- WASPALOY (složení viz tabulka 7.5) je registrovaná obchodní známka United Technologies Corporation,
- HASTELLOY je registrovaná obchodní známka Haynes Intl.,
- INCOLOY, INCONEL (složení viz tabulka 7.6), MONEL a NIMONIC jsou registrované obchodní známky společnosti rodiny INCO,
- INVAR je registrovaná obchodní známka Imphy S.A.,
- MU-METAL je registrovaná obchodní známka Telcon Metals Ltd,
- NICORROS a NICROFER jsou registrované obchodní známky UM GmbH.

Prvek	Min	Max
С	0,020	0,100
Mn	-	0,500
Si	-	0,750
Cr	18,000	21,000
Ni	zbytek	zbytek
В	0,003	0,008
Fe	-	2,000
Co	12,000	15,000
Ti	2,600	3,250
Al	1,000	1,500
Мо	3,500	5,000
Zr	0,020	0,120
Cu	-	0,100
S	-	0,020

Tabulka 7.5 Složení slitiny WASPALOY.

Prvek	Min	Max
С	-	0,080
Mn	-	0,350
Nb + Ta	4,75	5,500
Cr	17,00	21,000
Ni	50,00	55,000
В	-	0,006
Fe	zbytek	zbytek
Со	-	1,000
Ti	0,65	1,150
Al	0,20	0,800
Мо	2,80	3,300
Zr	0,02	0,120
Cu	-	0,100
S	-	0,015

Tabulka 7.6 Složení slitiny INCONEL 718.



Obr. 7.11 Struktura slitiny WASPALOY [60].



Obr. 7.12 Mezikrystalická koroze ve struktuře slitiny INCONEL, zvětšeno 1000krát [60].

Ni superslitiny

Pojem Ni super slitiny je vyhrazený pro slitiny niklu, které se vyznačují **vysokými pevnostními** i **únavovými vlastnostmi** při vysokých teplotách (nad 1 000 °C) a **vysokou odolností vůči oxidaci** při těchto teplotách. Jsou především aplikované v konstrukci plynových turbín v energetice i v letectvu. Průměrné chemické složení vybraných jednotlivých typů Ni superslitin je uvedeno v tabulkách 7.7 až 7.9.

Značka	Cr	Co	Mo	W	Ta	Nb	Al	Ti	Hf	С	В	Zr
M 246	8,3	10,0	0,7	10,0	3,0	-	5,5	1,0	1,5	0,14	0,20	0,05
René 80	14,0	9,5	4,0	4,0	-	-	3,0	5,0	-	0,17	0,02	0,03
IN 713 IL	12,0	-	4,5	-	-	2,0	5,9	0,6	-	0,05	0,01	0,10

Tabulka 7.7 Obsah prvků u konvenčních slévárenských slitin [hmot. %].

Tabulka 7.8 Obsah prvků u slitin pro usměrněnou krystalizaci [hmot. %].

Značka	Cr	Со	Mo	W	Та	Al	Ti	Hf	С	В	Zr
IN 792	12,6	9,0	1,0	4,3	4,3	3,4	4,0	1,0	0,09	0,02	0,06
GTD 111	14,0	9,5	1,5	3,8	2,9	3,0	4,9	-	0,10	0,01	-

Tabulka 7.9 Obsah prvků u monokrystalických slitin 3. generace [hmot. %].

Značka	Cr	Co	Mo	W	Ta	Re	Al	Hf	С	Y
René N 6	4,2	12,5	1,4	6,0	7,2	5,6	5,8	0,15	0,05	0,01



Obr. 7.13 Struktura Ni superslitiny o složení Al 9,7 %, Ti 1,7 %, Cr 17,1 %, Co 6,3 % a W 2,3 %. Fáze γ' je koherentní s γ fází (matricí) a precipitačně ji zpevňuje. Procentuální rozdíl v parametrech mřížky mezi γ + γ' fází je menší než 1,5 %. V důsledku toho u precipitátů γ' fáze lehko dochází k jejich homogenní precipitaci. Protože je nízká mezipovrchová energie na rozhraní γ/γ' fáze (matrice/precipitát), je vysoká teplotní stabilita koherentních precipitátů γ' fáze do přibližně 1 000 °C, kdy dochází k jejich rozpuštění v matrici γ fáze. Tato teplotní stabilita je závislá na množství přítomné γ' fáze ve struktuře. Fáze γ' má typickou kubickou morfologii [62].



Obr. 7.14 Charakter substruktury Ni superslitiny o složení Cr 20,0 %, Al 2,3 %, Ti 2,1 %, Fe 5,0 %, C 0,07 % a B 0,005 %. Jsou viditelné kulovité částice γ' fáze a vyloučené karbidy Cr23C6 na hranicích zrna [63,64].



Obr. 7.15 Charakter struktury Ni superslitiny po rekrystalizačním žíhání. Aplikuje se po tváření za studena. Cílem je získání rekrystalizované struktury a s ní souvisejících maximálních plastických vlastností dané superslitiny. Realizuje se v závislosti na chemickém složení, v intervalu 700 až 1 200 °C [65, 66].



Obr. 7.16 Charakteristická struktura kulovitých (sražených) karbidů v Ni superslitině. Při rozpouštěcím žíhání dochází i ke koagulaci karbidů v matrici γ fáze, čímž se zajišťují vysoké únavové vlastnosti. Z teploty rozpouštěcího žíhání následuje rychlé ochlazení zajišťující získání přesyceného tuhého roztoku. Teploty rozpouštěcího žíhání jsou velmi vysoké a pohybují se v intervalu 1 150 až 1 315 °C [67].



Obr. 7.17 Charakter struktury Ni superslitiny po rozpouštěcím žíhání. Při této operaci dochází k rozpadu přesyceného tuhého roztoku a vzniku precipitátů γ' fáze. Realizuje se v intervalu teplot 420 až 870 °C [68].



Obr. 7.18 Charakter struktury Ni superslitiny po umělém stárnutí [69].

7.3 Struktury slitin kobaltu

Kobalt je typický kovový feromagnetický prvek, stříbrolesklý s modrým nádechem. Je velmi pevný, svou tvrdostí a pevností předčí ocel. Kobalt je feromagnetický do teploty 1000 °C, nad tuto teplotu své feromagnetické vlastnosti ztrácí. Bod, při němž kov ztrácí feromagnetické vlastnosti, se nazývá Curieův bod. V kompaktním stavu je kobalt vůči vzduchu i vodě stabilní.

V jemně **rozptýleném stavu** je kobalt, stejně jako železo, **pyroforický** (je samozápalný na vzduchu). Ve zředěných kyselinách, jako je kyselina chlorovodíková, kyselina sírová a kyselina dučiná, se rozpouští, ale velmi neochotně a pomalu. V koncentrované kyselině dusičné se kobalt, stejně jako železo, pouze pasivuje. Při zahřívání shoří kobalt na vzduchu na oxid kobaltnato-kobaltitý Co_3O_4 . Při zahřívání na vzduchu nad 900 °C shoří kobalt na oxid kobaltnatý CoO. Ten vzniká i při působení vodní páry na kov zahřátý do červeného žáru. Za **normální teploty** je kobalt **málo reaktivní**, ale za vyšších teplot se často za vzniku plamene **slučuje s mnoha prvky** (síra, fosfor, arsen, antimon, cín, zinek, křemík atd.), **neslučuje se** však s **dusíkem a vodíkem** [70].

V ocelářském průmyslu slouží kobalt jako složka některých nástrojových ocelí, které musí vykazovat vynikající mechanické vlastnosti – tvrdost, pevnost a odolnost vůči opotřebení. Z ocelí tohoto typu se vyrábějí nástroje a přípravky pro obrábění kovů (např. rychlořezná ocel), ale i například turbíny plynových generátorů, součásti spalovacích motorů a vrtné hlavice pro geologický průzkum. Stellity jsou slitiny kobaltu s přibližně 50 % kobaltu, 27 % chromu, 12 % wolframu, 2,5 % uhlíku a až 5 % železa. Ve stopovém množství ještě obsahují mangan a křemík. Tyto velmi tvrdé slitiny se používají pro odlévání součástí strojů a obráběcích nástrojů. Jsou ještě tvrdší než rychlořezné oceli, ale také podstatně dražší. Pro výrobu velmi silných permanentních magnetů se používá typ slitin s obchodním názvem Alnico, které se skládají ze železa, kobaltu, niklu, hliníku a mědi. Jde o velmi silný permanentní magnet, který překoná 25krát výkon ocelových magnetů. Pro pacienty, kteří si nemohou dovolit uhradit běžné dentální slitiny z drahých kovů, se jako levná varianta používá několik typů slitin na bázi kobaltu, molybdenu, wolframu a niklu. Tento materiál velmi dobře odolává korozním vlivům, ale obtížně se zpracovává pro velmi vysokou tvrdost a vysoký bod tání [70].

Teoretické aspekty strukturálního složení systému Co-W-Al

Byla vyrobena **kobaltová slitina aluminotermickým tavením** pro další výrobu prášku s následujícím použitím pro povrchové povlakování. Jedná se o slitinu o složení **Co70W12Al15**, která obsahuje příměs titanu v rozmezí 1,3 až 2,7 %, železa v rozmezí 2,3 až 3,1 % a vápníku v rozmezí 1,7 až 3,0 %. Z hlediska jejího složení je možno ji považovat za kobaltovou slitinu specifického složení, není ji však možné zařadit k žádné z komerčně vyráběných kobaltových slitin, a to z důvodu vysokého obsahu hliníku a příměsí titanu, vápníku a uhlíku a naopak prakticky žádného obsahu chromu, molybdenu a niklu.

Složení známých kobaltových slitin (slitiny odolné vůči opotřebení, slitiny pro vysoké teploty a korozivzdorné slitiny) je uvedeno v tabulce 7.10. Korozivzdorné kobaltové slitiny z hlediska korozivzdornosti (ta souvisí s vytvořením pasivní vrstvy Cr2O3) lze srovnat s korozivzdorností antikorozních ocelí. Legováním molybdenu do těchto slitin se zjemňuje struktura, což značně zvyšuje pevnostní vlastnosti u těchto slitin jak v litém, tak i ve tvářeném stavu [71, 72].

Prvek	Slitiny odolné vůči opotřebení (stellite alloys)	Slitiny pro vysoké teploty	Korozivzdorné slitiny
Cr	25,0 až 30,0	20,0 až 23,0	20,0 až 25,0
Мо	<1,0	-	5,0 až 10,0
W	2,0 až15,0	7,0 až 15,0	<2,0
С	0,25 až 3,3	0,1 až 0,6	<0,8
Fe	<3,0	<3,0	<3,0
Ni	<2,0	-	9,0 až 35,0
Si	<2,0	-	-
Mn	<1,0	-	-
Со	zbytek	zbytek	zbytek

Tabulka 7.10 Chemické složení speciálních kobaltových slitin.

Další samostatnou skupinu představují **biomedicinské kobaltové slitiny**. Pro toto použití kobaltových slitin máme následující typy kobaltových slitin [72,73]: ASTM F75 – Co-28Cr-6Mo (slévárenská slitina), ASTM F90 – Co-20Cr-15W-10Ni (slitina pro tváření) a AST F62 – Co-35Ni-20Cr-10Mo (slitina pro tváření). Chemické složení těchto slitin je uvedeno v tabulce 7.11.

Prvek	Slitina F75	Slitina F90	Slitina F62
Cr	27,0 až 30,0	19,0 až 21,0	19,0 až 21,0
Мо	5,0 až 7,0	-	9,0 až 10,5
W	<0,2	14,0 až 16,0	-
С	<0,350	<0,150	<0,025
Fe	<0,75	<3,0	<1,0
Ni	<2,5	9,0 až 11,0	33,0 až 37,0
Si	<1,0	<0,40	< 0,15
Mn	<1,0	<3,0	<1,0
Со	58,9 až 69,5	45,5 až 56,2	29,0 až 38,8

Tabulka 7.11 Chemické složení biomedicinských kobaltových slitin [74].

Z hlediska **hodnocení vlivu legujících prvků na vlastnosti kobaltových slitin** je nutné uvést, že kobalt má dvě alotropické modifikace. Pod teplotou 417 °C jde o mřížku hexagonální s těsným uspořádáním a nad teplotou 417 °C má mřížku kubickou plošně centrovanou K12 – fáze γ [76]. Prvky jako C, Ta, Nb, Zr, Ti, V, Fe, Mn a Ni stabilizují strukturu γ fáze s mřížkou K12 i při nižších teplotách pod 417 °C [77,78]. **Binární diagram** Al-Co s existencí intermetalických fází v oblasti s vysokým obsahem Al je na Obr. 7.19, přičemž při vysokém obsahu hliníku převládá intermetalická fáze Al9Co2 a při klesajícím obsahu hliníku převládá fáze β – CoAl [79].





Až v roce 2006 bylo zjištěno, že v **systému Co-Al-W** existuje **fáze Co₃(Al,W)**. Tato fáze byla označena jako γ' a může koexistovat s γ fází Co matrice (rozdíl v parametrech mřížky mezi nimi je $\approx 0,53 \%$ [80,81]). V důsledku toho jsou precipitáty γ' fáze koherentní s γ fází existující u Co slitin nad teplotou 417 °C až do teploty tavení. Tyto koherentní precipitáty γ' fáze zvyšují pevnostní vlastnosti, které jsou zachovány až do teploty tavení Co. Ti a Ta mají silný stabilizační účinek na existenci γ' fáze. Toto zjištění vedlo k vývoji nových Co superslitin s aplikací při vysokých teplotách (zejména pro lopatky a disky turbín leteckých motorů). Precipitáty γ' fáze jsou velice jemné (≈ 20 nm) a mají kuboidální charakter. Na Obr. 7.20 jsou dokumentovány precipitáty γ' fáze u slitiny Co-7Al-5W-2Mo [82].



Obr. 7.20 Záznam z transmisní elektronové mikroskopie dokládá kuboidální charakter precipitátů γ' fáze u slitiny Co-7Al-7W-20Ni [82].

Binární diagram Co-W je uveden na Obr 7.21. V ternárním systému Co-Al-W jsou přítomny intermetalické fáze Co3W a Co7W6 označované jako μ fáze [83]. Přítomnost dalších legujících prvků v ternárním systému Co-Al-W, jako jsou Mo, Nb a Ta, podporuje precipitaci μ fáze při 1 300 °C [83]. Charakter struktury slitiny Co-9Al-10W-4Ta je uveden na Obr. 7.22 a charakter substruktury β fáze je na Obr. 7.23. V práci [84] bylo zjištěno, že přítomnost Cr ve slitinách Co-30Ni-10Al-5Mo-2Ta nebo Co-30Ni-10-Al-5Mo-2Ta-2Ti způsobí, že γ' precipitáty mají jak kuboidální, tak i globulitický charakter [85,86].



Obr. 7.21 Binární diagram Co-W [82].



Obr. 7.22 Charakter struktury slitiny Co-9Al-10W-4Ta před tepelným zpracováním (vlevo) a po tepelném zpracování při 1 300 °C po dobu 168 hodin (vpravo) [83].



Obr. 7.23 Záznam z transmisní elektronové mikroskopie, kde substruktura dokládá kuboidálny charakter precipitátů μ fáze [83].

V ternárním systému Co-Al-W existuje γ' fáze, která byla identifikována jako Co₃(Al,W). Část **ternárního diagramu Co-Al-W** s fázovými poměry při 900 °C a zobrazující existenci γ' fáze je na Obr. 7.24. Bylo zjištěno, že přítomnost Al výrazně zvyšuje odolnost vůči oxidaci slitin na bázi Co-Al-W [88,89]. Oxidací při 800 °C dochází ke vzniku typické vrstvy, které vrchní část je tvořena Al₂O₃. Schéma fázové stavby je dokumentováno na Obr. 7.25, charakter mikrostruktury na Obr. 7.26. Podle experimentálních výsledků práce [81] 13 hmot. % Cr zvyšuje u superslitin Co-Al-W odolnost vůči oxidaci více než 40krát.



Obr. 7.24 Část ternárního diagramu Co-Al-W [17].



Obr. 7.25 Schéma fázové stavby povrchové vrstvy [89].



Obr. 7.26 Mikrostruktura slitin Co-Al-W s různým obsahem Cr a Al [89].

Důležitou otázkou je i **cílená přítomnost uhlíku** u již zmiňované slitiny Co70W12A115. U slitin odolných vůči opotřebení byly před více než 70 lety v systému Co-Cr-W-C při různých teplotách identifikovány karbidické fáze, a to například typu MC, M₂C, M₇C₃, M₂₃C₆, M₆C, M₁₂C a M₂₅C [20] (M je příslušný kov). Existence a charakter těchto karbidů, jejichž tvorba je závislá i na teplotě a čase, je dokumentována na Obr. 7.26 a 7.27 [90,91].



Obr. 7.27 Morfologie karbidických fází v litém stavu při teplotě 1 140 a 1 260 °C [91].

Z experimentálních výsledků práce [91] je důležité zjištění, že transformace karbidu M_7C_3 na karbid $M_{23}C_6$ v in-situ (přímo v místě pozorování) byla po prvé zjištěna u Co superslitin. Karbidy $M_{23}C_6$ nukleují

na rozhraní M_7C_3 a matrice v důsledku koherentního vztahu mezi mřížkou karbidu $M_{23}C_6$ a matricí. Karbidy MC se při vyšším obsahu Ti a W rozpadávají při vyšších teplotách. Primární karbidy WC se rozpadávají na M_6C při 1 140 °C a částečně se rozpouštějí v matrici při teplotách vyšších než 1 140 °C.

Z hlediska analýz publikovaných výsledků lze konstatovat následující zjištění:

- Všechny kobaltové superslitiny, které jsou charakteristické přítomností uhlíku, vytváří příslušné karbidy. Karbidy jsou různého typu s jednotlivými kovy (Co, Cr, Ti, Mn atd.).
- Struktura kobaltových superslitin je principiálně tvořena koherentními precipitáty γ' a μ fáze. Jejich cílem je vzhledem ke koherenci mřížek s vysokoteplotní (matrice Co) γ fází zabezpečit zachování pevnostních vlastností až do teploty tavení Co. Uvedené precipitáty není možné identifikovat optickou ani SEM mikroskopií. Pro jejich identifikaci je potřebné vyhotovit fólie, které je možné pozorovat pomocí TEM mikroskopie. Tyto precipitáty mají typickou kuboidální (kubickou) morfologii.
- Přítomné karbidické fáze, ze kterých zejména fáze M26C6 vyloučená po hranicích zrn, mají zabezpečit vysoké creepové vlastnosti. Vyloučené karbidické fáze jsou ostrohranné, krystalograficky vyvinuté a již dobře pozorovatelné pomocí optického mikroskopu na výbrusech.
- Dále se vyskytují intermetalické fáze různého chemického složení, například Al3Co nebo Co3W.
- Za předpokladu přítomnosti stabilizujících prvků existuje základní matrice γ fáze i při teplotě okolí.

Analýzy slitiny Co70W12Al15

Analýza chemického složení slitiny Co70W12Al15 pomocí rentgenového spektrometru

K analýze chemického složení slitiny Co70W12A115 byla použita rentgenová fluorescenční metoda, která se používá k určení prvkového složení materiálu. Rentgenová fluorescenční spektrometrie je velmi oblíbenou metodou pro prvkovou analýzu jak pevných vzorků, tak roztoků. Mezi hlavní výhody, díky kterým se tato metoda těší takové oblibě, je nedestruktivnost, možnost jak kvalitativní, tak kvantitativní analýzy, snadná použitelnost a také rychlost (doba měření se pohybuje od desítek vteřin po několik minut). Rentgenový fluorescenční spektrometr pracuje na principu ozáření vzorku rentgenovým paprskem. Část energie je rozptýlena a část absorbována do vzorku způsobem, který závisí na jeho složení [92, 93, 94].

Výsledky analýzy chemického složení jsou zachyceny v tabulce 7.12, přičemž v tabulce zaznamenané hodnoty jsou ze tří měření a představují přítomnost základních kovů a příměsí v analyzované slitině Co70W12A115. Z uvedených výsledků měření pomocí přenosného ručního rentgenového spektrometru vplývá, že tato metoda nedokáže identifikovat přítomnost uhlíku, a proto byla ještě provedena plošná EDS analýza na elektronovém rastrovacím mikroskopu. Z výsledků získaných analýzou lze konstatovat, že slitina Co70W12A115 je tvořená základními prvky uvedené slitiny, a to kobaltem v (66,09 až 69,31 %), hliníkem (14,9 až 15,44 %) a wolframem (11,88 až 14,0 %). Dále je z hlediska použitých surovin a použité technologie přípravy slitiny přítomen vápník v (1,67 až 3,48 %), titan (1,31 až 2,66 %) a železo (2,34 až 3,10 %).

Prvek	Měření 1 [hmot. %]	Měření 2 [hmot. %]	Měření 3 [hmot. %]
Al	14,900	15,100	15,440
Са	1,670	3,480	2,990
Ti	2,260	1,310	2,660
Cr	0,270	0,240	0,250
Mg	0,140	0,170	0,180
Fe	2,340	2,670	3,100
Со	66,090	68,780	69,310
Cu	0,160	0,180	0,130
Мо	0,295	0,245	0,338
W	11,880	11,970	14,000

Tabulka 7.12 Výsledky chemického složení vyrobené slitiny Co70W12A115 analyzované pomocí rentgenového fluorescenčního spektrometru.

Analýza chemického složení slitiny Co70W12Al15 pomocí plošné EDS analýzy vyznačené oblasti

Plošná EDS analýza byla uskutečněna ve vybrané oblasti (viz Obr. 7.28), přičemž EDS záznam jednotlivých prvků (viz Obr. 7.29) dokládá identifikaci následujících prvků z analyzované slitiny: kobalt 63,49 %, wolfram 12,0 %, hliník 15,53 %, uhlík 6,07 %, titan 1,10 % a kyslík 1,8 %. Výsledky analýzy na elektronovém rastrovacím mikroskopu pomocí EDS analýzy (viz tabulka 7.13) potvrdily vyšší přítomnost uhlíku v deklarované slitině oproti rentgenovému spektrometru, který uhlík analyzovat nedokáže. Mezi výsledky z rentgenového spektrometru a EDS analýzou z elektronového mikroskopu nejsou u koncentrace základních kovů podstatné rozdíly.



Obr. 7.28 Místo vybrané pro plošnou EDS analýzu slitiny Co70W12A115.



Obr. 7.29 EDS záznam jednotlivých prvků slitiny Co70W12A115.

Spectrum:				
Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]
Cobalt Tungsten Carbon Oxygen Aluminium Titanium	L-series M-series K-series K-series K-series K-series	36.95 6.98 3.53 1.05 9.04 0.64	63.49 12.00 6.07 1.80 15.53 1.10	45.67 2.77 21.43 4.76 24.40 0.98
	Total:	 58.20	100.00	100.00

Tabulka 7.13 Výsledky chemického složení vyrobené slitiny Co70W12A11	5
analyzované pomocí rentgenového fluorescenčního spektrometru.	

Z výsledků analýz provedených pomocí rentgenové fluorescenční metody a EDS analýzy na elektronovém rastrovacím mikroskopu lze konstatovat, že **slitina Co70W12Al15** je **tvořena základními prvky uvedené slitiny**, a to **kobaltem** (cca 66 až 69 3 %), **hliníkem** (cca 15 až 15,5 %) a **wolframem** (cca 12 až 14 %). Z hlediska použitých surovin nebo použité technologie přípravy slitiny je přítomen ve slitině především **uhlík** (cca 6,0 %), **vápník** (cca 1,7 až 3,5 %), **titan** (cca 1,3 až 2,7 %) a také **železo** (cca 2,4 až 3,1 %). Ve slitině je také identifikováno malé množství zbytkového **kyslíku** (cca 1,8 %), který nejvíce pochází z aluminotermické reakce, a to jak z neúplné redukce kovů, tak i ze zbytku úplně neodstraněné strusky ve formě oxidu hliníku. Jedná se tedy **polykomponentní vícesložkovou slitinu**, ve které jsou vedle základního kovu kobaltu a legujících kovů wolframu a hliníku přítomny i v jednotkách procenta další příměsové prvky (titan, vápník, železo, uhlík a kyslík).

Analýza struktury slitiny Co70W12Al15 pomocí laserového mikroskopu

Rozbor a identifikace jednotlivých vyskytujících se strukturálních složek u slitiny Co70W12Al15 byly provedeny na metalografickém výbrusu pomocí **laserového konfokálního mikroskopu OLS 3000. Mikrostruktura** slitiny Co70W12Al15 **dokládá** přítomnost dvou typů tuhých roztoků nepravidelného tvaru, kde jeden je světlého zbarvení nehomogenního složení s tmavšími jemnými částicemi a druhý je tmavšího zbarvení s homogenním složením (Obr. 7.30). Dále jsou ve struktuře přítomny geometricky pravidelné i nepravidelné ostrohranné částice, které dosahují velikosti v rozmezí 20 až 60 µm a vykazují nehomogenní složení (Obr. 7.31). Ve struktuře okolí geometricky pravidelných a nepravidelných částic, ale i mimo tyto částice, jsou patrné jemné oxidy (Obr. 7.32). Ve struktuře se vyskytují v několika místech i větší shluky těchto ostrohranných částic, přičemž uvnitř těchto částic jsou patrné velice jemné a nepravidelné tmavé částice (Obr. 7.33).



Obr. 7.30 Celková struktura slitiny Co70W12Al15.



Obr. 7.31 Detail struktury Co70W12Al15 s výskytem ostrohranných částic.



Obr. 7.32 Detail struktury Co70W12A115 s výskytem samostatné částice a jemných oxidů.



Obr. 7.33 Detail struktury Co70W12Al15 s výskytem shluků ostrohranných částic.

Analýzy struktury slitiny Co70W12Al15 pomoci skenovací elektronová mikroskopie a EDS analýzy

Pro vytvoření snímků z elektronové mikroskopie a analýzu jednotlivých strukturálních složek u slitiny Co70W12Al15 byl použit **skenovací elektronový mikroskop TESCAN VEGA 3 XMU** doplněn **EDS analyzátorem Bruker**, **HKLNordlys EBSD detektorem** a **nanoindentorem**. V rámci mikroskopické analýzy prostřednictvím elektronové mikroskopie byly analyzovány pomocí bodové a plošné EDS analýzy jednotlivé vyskytující se strukturální složky identifikované ve struktuře jak pomocí laserové konfokální mikroskopie, tak i elektronové skenovací mikroskopie.

Bodové EDS analýzy

Na elektronovém rastrovacím mikroskopu byly provedeny bodové EDS analýzy tří rozdílných strukturálních složek, a to nepravidelného tmavěji zbarveného tuhého roztoku homogenního složení (Obr. 7.34, označeno jako "Spectrum 3" a "Spectrum 4"), nepravidelného světleji zbarveného tuhého roztoku nehomogenního složení s tmavšími jemnými částicemi v tuhém roztoku (Obr. 7.34, označeno jako "Spectrum 8" a "Spectrum 9") a geometricky pravidelných (i nepravidelné) ostrohranných částic velikosti 20 až 60 µm (Obr. 7.34, označeno jako "Spectrum 5" a "Spectrum 6"). Bodové EDS analýzy tmavšího tuhého roztoku (Obr. 7.35 a 7.36) dokládají, že základem je kobalt (64,6 až 64,8 %), dále uhlík (18,5 až 18,8 %) a hliník (10,5 až 10,6 %), dále je obsaženo menší množství wolframu (3,0 až 3,1 %), křemíku (1,4 až 1,5 %) a železa (1,1 %). Bodové EDS analýzy světlého tuhého roztoku (Obr. 7.39 a 7.40) dokládají, že základem je kobalt (69,0 až 69,2 %), dále uhlík (18,6 až 18,7 %), hliník (4,3 až 6,7 %), dále je přítomno menší množství wolframu (3,6 až 4,3 %), křemíku (1,2 %) a železa (1,0 až 1,3 %). Porovnáním bodových EDS analýz u tmavého a světlého tuhého roztoku lze konstatovat, že základním rozdílem mezi oběma tuhými roztoky je v obsahu kobaltu a hliníku, přičemž světlejší tuhý roztok obsahuje o cca 4 až 5 % více kobaltu a o cca 5 % méně hliníku oproti tmavému tuhému roztoku. U ostatních zjištěních prvků nejsou mezi oběma tuhými roztoky rozdíly. Bodové EDS analýzy geometricky pravidelných ostrohranných částic (Obr. 7.37 a 7.38) dokládají, že základem je wolfram (43,2 až 48,4 %), titan (24,4 až 31,0 %) a uhlík (23,8 až 24,9 %). Z toho lze vyvodit závěr, že ostrohranné geometricky pravidelné i nepravidelné částice jsou karbidy kovů, přičemž v analyzovaném systému se jedná o komplexní karbid wolframu a titanu, (W,Ti)C.



Obr. 7.34 Mikrostruktura slitiny Co70W12Al15 s vyznačenými místy bodové EDS analýzy.



Obr. 7.35 Záznam bodové EDS analýzy jednotlivých prvků oblasti označené na Obr. 7.34 jako "Spectrum 3" (tzn. nepravidelný tmavě zbarvený tuhý roztok homogenního složení).



Obr. 7.36 Záznam bodové EDS analýzy jednotlivých prvků oblasti označené na Obr. 7.34 jako "Spectrum 4" (tzn. nepravidelný tmavě zbarvený tuhý roztok homogenního složení).



Obr. 7.37 Záznam bodové EDS analýzy jednotlivých prvků oblasti označené na Obr. 7.34 jako "Spectrum 5" (tzn. geometricky pravidelné i nepravidelné ostrohranné částice).



Obr. 7.38 Záznam bodové EDS analýzy jednotlivých prvků oblasti označené na Obr. 7.34 jako "Spectrum 6"" (tzn. geometricky pravidelné i nepravidelné ostrohranné částice).



Obr. 7.39 Záznam bodové EDS analýzy jednotlivých prvků oblasti označené na Obr. 7.34 jako "Spectrum 8" (tzn. nepravidelný světle zbarvený tuhý roztok nehomogenního složení s tmavšími jemnými částicemi v tuhém roztoku).



Obr. 7.40 Záznam bodové EDS analýzy jednotlivých prvků oblasti označené na Obr. 7.34 jako "Spectrum 9" (tzn. nepravidelný světle zbarvený tuhý roztok nehomogenního složení s tmavšími jemnými částicemi v tuhém roztoku).

Plošné EDS analýzy

Pro vytvoření snímků z elektronové mikroskopie a analýzu jednotlivých strukturálních složek u slitiny Co70W12Al15 byl použit skenovací elektronový mikroskop TESCAN VEGA 3 doplněný EDS analyzátorem Oxford. Plošná EDS analýza světlého tuhého roztoku (Obr. 7.41 a 7.42, tabulka 7.14) dokládá, že základem je kobalt (69,23 %), uhlík (6,55 %), hliník (11,66 %) a wolfram (12,48 %). Plošná EDS analýza tmavšího tuhého roztoku (Obr. 7.43 a 7.44, tabulka 7.15) dokládá, že základem je kobalt (70,36 %), uhlík (8,34 %), hliník (17,04 %) a menší množství wolframu (4,26 %). Porovnáním plošných EDS analýz u tmavého a světlého tuhého roztoku lze konstatovat, že základním rozdílem mezi oběma tuhými roztoky je v obsahu a wolframu a hliníku, kde světlejší tuhý roztok obsahuje o cca 5 až 6 % více wolframu a o cca 5 až 6 % méně hliníku oproti tmavému tuhému roztoku. Jednotlivé geometricky pravidelné ostrohranné částice vykazuji homogenní a nehomogenní oblasti, kde se vyskytují v rámci částice další velice jemné nepravidelné částice. Plošná EDS analýza geometricky pravidelné ostrohranné částice v homogenní oblasti (Obr. 7.45 a 7.46, tabulka 7.16) dokládá přítomnost wolframu (47,88 %), titanu (37,04 %) a uhlíku (15,08 %). Plošná EDS analýza geometricky pravidelné ostrohranné částice v nehomogenní oblasti s přítomností jemných částic (Obr. 7.47 a 7.48, tabulka 7.17) dokládá přítomnost wolframu (42,09 %), titanu (30,81 %), kobaltu (8,51 %) a uhlíku (18,59 %). Z toho lze vyvodit, že ostrohranné geometricky pravidelné i nepravidelné částice jsou karbidy kovů, přičemž v analyzovaném systému v homogenní oblasti se jedná o komplexní karbid wolframu a titanu, (W,Ti)C, a v nehomogenní oblasti s výskytem jemných částic se jedná o komplexní karbid wolframu, titanu a kobaltu, (W,Ti, Co)C.





Obr. 7.41 Mikrostruktura slitiny Co70W12Al15 s vyznačeným místem plošné EDS analýzy světlého tuhého roztoku.

Obr. 7.42 Záznam plošné EDS analýzy světlého tuhého roztoku.

Tabuika 7.14 vysieana piosna analyza koncentraci jeanotitvych prvku v oblasti svetleno tuneno roz

Spectrum:							
Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error	(3	Sigma) [wt.응]
Cobalt Tungsten Carbon Aluminium Titanium Iron	L-series M-series K-series K-series K-series K-series	38.20 6.89 3.61 6.43 0.04 0.00	69.23 12.48 6.55 11.66 0.08 0.00	52.88 3.06 24.55 19.44 0.07 0.00			19.56 1.65 5.45 1.40 0.20 0.00
	Total:	55.18	100.00	100.00			



Obr. 7.43 Mikrostruktura slitiny Co70W12Al15 s vyznačeným místem plošné EDS analýzy tmavého tuhého roztoku.



Obr. 7.44 Záznam plošné EDS analýzy tmavého tuhého roztoku.

Tabulka 7.15 Výsledná plošná analýza koncentrací jednotlivých prvků v oblasti světlého tuhého roztoku.

spectrum.						
Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (3	Sigma) [wt.%]
Cobalt Carbon Tungsten Aluminium	L-series K-series M-series K-series	36.78 4.36 2.23 8.91	70.36 8.34 4.26 17.04	46.95 27.30 0.91 24.84		13.63 2.93 0.45 1.34
	Total:	52.28	100.00	100.00		





Obr. 7.45 Mikrostruktura slitiny Co70W12A115 s vyznačeným místem plošné EDS analýzy pravidelné ostrohranné částice v homogenní oblasti.

Spectrum:

Obr. 7.46 Záznam plošné EDS analýzy pravidelné ostrohranné částice v homogenní oblasti.

Tabulka 7.16 Výsledná plošná analýza koncentrací jednotlivých prvků v oblasti světlého tuhého roztoku.

Element	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error	(3 Sigma) [wt.%]
Titanium Tungsten Carbon	K-series M-series K-series	30.46 39.37 12.40	37.04 47.88 15.08	33.80 11.38 54.83		4.56 5.50 9.92
	Total:	82.23	100.00	100.00		



Obr. 7.47 Mikrostruktura slitiny Co70W12A115 s vyznačeným místem plošné EDS analýzy pravidelné ostrohranné částice v nehomogenní oblasti.



Obr. 7.48 Záznam plošné EDS analýzy pravidelné ostrohranné částice v nehomogenní oblasti.

Tabulka 7.17 Výsledná plošná analýza koncentrací jednotlivých prvků v oblasti pravidelné ostrohranné částice v nehomogenní oblasti

Spectrum	:		_				
Element	Series	unh. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error	(3	Sigma) [wt.%]
Tungsten	M-series	36.03	42.09	8.93			5.23
Titanium	K-series	26.38	30.81	25.09			4.30
Carbon	K-series	15.92	18.59	60.35			12.44
Cobalt	L-series	7.29	8.51	5.63			6.05
	Total:	85.62	100.00	100.00			

Shrnutí výsledků

Tato kapitola byla věnována chemické, spektrometrické a strukturální kvalitativní a kvantitativní analýze nové slitiny Co70W12Al15 speciálně připravené pomocí aluminotermického tavení s cílem současně se pokusit převést při této výrobě větší část přítomných kovů (W, Co, Ti) do příslušných karbidů kovů. Výsledná slitina slouží k následné přípravě (drcením a mletím) speciálního kompozitního nanoprášku, který je určen pro následné povrchové povlakování slitin hliníku, hořčíku nebo železa. Jako vsázka byla použita hliníková krupice, oxid wolframový (WO₃), oxid kobaltitý (Co₂O₃), práškové uhlí pro získání karbidů kovů (Co, W, Ti) a struskotvorná přísada ve formě fluoridu vápenatého. Vsádka byla pro nastartování aluminotermické reakce zahřáta na cca 1 000 °C. Aluminotermická reakce probíhá prudce při teplotách v rozmezí 2 000 až 3 000 °C, kdy dochází k redukci oxidů kovů (Co, W, Ti) s uhlíkem za vzniku karbidů příslušných kovů.

K analýze chemického složení vyrobené slitiny Co70W12Al15 byla použita rentgenová fluorescenční metoda, která se používá k určení prvkového složení materiálu. Z uvedených výsledků měření pomocí přenosného ručního rentgenového spektrometru vplývá, že tato metoda nedokáže identifikovat přítomnost uhlíku, a proto byla ještě provedena plošná EDS analýza na elektronovém rastrovacím mikroskopu. Z výsledků získaných z analýz provedených pomocí rentgenové fluorescenční metody a EDS analýzy na elektronovém rastrovacím mikroskopu lze konstatovat, že slitina Co70W12Al15 je tvořena základními prvky uvedené slitiny, a to kobaltem v (66,1 až 69,3 %), hliníkem (14,9 až 15,4 %) a wolframem (11,9 až 14,0 %). Dále je z hlediska použitých surovin a použité technologie přípravy slitiny přítomen vápník (1,7 až 3,5 %), titan (1,3 až 2,7 %) a železo (2,3 až 3,1 %). Ve slitině je také identifikováno malé množství zbytkového kyslíku (cca 1,8 %), který nejvíce pochází z aluminotermické reakce, a to jak z neúplné redukce kovů, tak i ze zbytku úplně neodstraněné strusky ve formě oxidu hliníku. Na základě chemického rozboru lze konstatovat, že se jedná o polykompotentní vícesložkovou kobaltovou slitinu specifického složení, ve které jsou vedle základního kovu kobaltu a legujících kovů wolframu a hliníku přítomny i v jednotkách procenta další příměsové prvky (titan, vápník, železo, uhlík a kyslík).

Identifikace a rozbor jednotlivých vyskytujících se strukturálních složek u slitiny Co70W12Al15 dokládají přítomnost dvou typů tuhých roztoků nepravidelného tvaru, přičemž jeden je světlého zbarvení nehomogenního složení s výskytem tmavších jemných částic a druhý je tmavšího zbarvení s homogenním složením. Dále jsou v mikrostruktuře přítomny geometricky pravidelné i nepravidelné ostrohranné částice, které dosahují velikosti v rozmezí 20 až 60 μm a vykazují nehomogenní složení, přičemž uvnitř těchto částic jsou patrné velice jemné nepravidelné tmavé částice. Ve struktuře okolí vyskytujících se geometricky pravidelných a nepravidelných částic i mimo tyto částice jsou patrné jemné oxidy.

Na elektronovém rastrovacím mikroskopu byly provedeny **bodové EDS analýzy tří rozdílných strukturálních složek**, a to nepravidelného tmavěji zbarveného tuhého roztoku homogenního složení, nepravidelného světleji zbarveného tuhého roztoku nehomogenního složení s tmavšími jemnými částicemi v tuhém roztoku a geometricky pravidelných (i nepravidelné) ostrohranných částic velikosti 20 až 60 μm. Bodové EDS analýzy tmavšího tuhého roztoku dokládají, že základem je kobalt (64,6 až 64,8 %), dále uhlík (18,5 až 18,8 %) a hliník (10,5 až 10,6 %), dále je obsaženo menší množství wolframu (3,0 až 3,1 %), křemíku (1,4 až 1,5 %) a železa (1,1 %). Bodové EDS analýzy světlého tuhého roztoku dokládají, že základem je kobalt (69,0 až 69,2 %), dále uhlík (18,6 až 18,7 %), hliník (4,3 až 6,7 %), dále je přítomno menší množství wolframu (3,6 až 4,3 %), křemíku (1,2 %) a železa (1,0 až 1,3 %). Porovnáním bodových EDS analýz u tmavého a světlého tuhého roztoku lze konstatovat, že základním rozdílem mezi oběma tuhými roztoky je v obsahu kobaltu a hliníku, přičemž světlejší tuhý roztok obsahuje o cca 4 až 5 % více kobaltu a o cca 5 % méně hliníku oproti tmavému tuhému roztoku. U ostatních zjištěních prvků nejsou mezi oběma tuhými roztoky rozdíly. Bodové EDS analýzy geometricky pravidelných ostrohranných částic dokládají, že základem je wolfram (43,2 až 48,4 %), titan (24,4 až 31,0 %) a uhlík (23,8 až 24,9 %). Z toho lze vyvodit závěr, že ostrohranné geometricky pravidelné částice jsou karbidy kovů, přičemž v analyzovaném systému se jedná o komplexní karbid wolframu a titanu, (W,Ti)C.

Plošná EDS analýza světlého tuhého roztoku dokládá, že základem je kobalt (69,23 %), uhlík (6,55 %), hliník (11,66 %) a wolfram (12,48 %). Plošná EDS analýza tmavšího tuhého roztoku dokládá, že základem je kobalt (70,36 %), uhlík (8,34 %), hliník (17,04 %) a menší množství wolframu (4,26 %). Porovnáním plošných EDS analýz u tmavého a světlého tuhého roztoku lze konstatovat, že základním rozdílem mezi oběma tuhými roztoky je v obsahu a wolframu a hliníku, kde světlejší tuhý roztok obsahuje o cca 5 až 6 % více wolframu a o cca 5 až 6 % méně hliníku oproti tmavému tuhému roztoku. Plošná EDS analýza geometricky pravidelné ostrohranné částice v homogenní oblasti dokládá přítomnost wolframu (47,88 %), titanu (37,04 %) a uhlíku (15,08 %). Plošná EDS analýza geometricky pravidelné ostrohranné částice v nehomogenní oblasti s přítomností jemných částic dokládá přítomnost wolframu (42,09 %), titanu (30,81 %), kobaltu (8,51 %) a uhlíku (18,59 %). Z toho lze vyvodit, že ostrohranné geometricky pravidelné i nepravidelné částice jsou karbidy kovů, přičemž v analyzovaném systému v homogenní oblasti se jedná o komplexní karbid wolframu, titanu a kobaltu, (W,Ti, Co)C.

Na základě chemického rozboru, strukturálního šetření a realizovaných EDS analýz lze konstatovat následující závěry o vyrobené **slitině** s označením **Co70W12A115**. Jedná o **polykomponentní vícesložkovou kobaltovou slitinu specifického složení**, ve které se mimo základní kov **kobalt** a další základní kovy **wolfram** a **hliník** vyskytují v jednotkách procenta i **další příměsové prvky** (titan, vápník, železo, uhlík, kyslík). Příčinu vyššího počtu i procentního obsahu některých prvků (hliník, vápník, titan, kyslík) lze nalézt v určitém nedostatku aluminotermické reakce, kterou je **nízká čistota výsledného produktu** (vyrobené slitiny). Jako další příčiny lze označit **cílené složení vsádky**, a to **přítomnost vápníku** ve formě CaF ve vsádce jako struskotvorné přísady či **přítomnost uhlíku** ve vsádce z důvodu získání části kovů ve formě karbidů. V důsledku aluminotermické rekce (její vysoká teplota a rychlost) **nedošlo** mimo dva identifikované a složením rozdílné tuhé roztoky a dva typy karbidů, a to (W,Ti)C a (W,Ti, Co)C, **ke vzniku** dalších **intermetalických fází** různého chemického složení (například Al₃Co nebo Co₃W) tak, jak je to teoreticky popsáno v této kapitole u obdobných systémů Co-W-Al. Důležitým zjištěním u **těžko tavitelných kovů** (wolfram, kobalt, titan) je možnost v rámci aluminotermického tavení je současně **převést z velké části do příslušných karbidů**.

8 STRUČNÁ HISTORIE ANALÝZ LOMŮ

Lomy pozorované na kamenných nástrojích byly bezpochyby studovány už v počátcích období historie lidstva, tedy v době kamenné. Štěpení kamenů pro zhotovení kamenné sekery, ale i jiných nástrojů, vyžadovalo už v té době určité poznatky a manuální zručnost. Později, v době bronzové, se pomocí lomů analyzovaly vztahy mezi způsobem výroby a kvalitou bronzových výrobků.

První písemný dokument **De La Pirotechnia** s popisem lomů pochází od **Vannocia Birringuccia** a byl publikován v roce **1540**. Autor ve své publikaci popisuje vzhledy lomů, jakožto prostředek pro zajištění kvality železných i neželezných kovů. Autorem analyzovaný vzhled a popis lomů umožnil zjistit, že křehkost bronzových odlitků (slitin Cu-Sn) i odlitků ze stříbra je způsobena přítomností Pb.

Od 16. do 18. století se stal makroskopický vzhled lomových ploch základním kritériem při posuzování kvality kovových materiálů. Důležitým mezníkem ve studiu povrchu lomů souvisel s výrobou zvonů. Velký význam mělo experimentální zjištění, že kvalita (křehkost) zvonů, je podmíněna velikostí zrna [1, 2].

Významně se ve studiu povrchu lomů zapsal francouzský vědec **René-Antoine Ferchault de Réaumur**, který roku **1722** vydal knihu, ve které bylo k dispozici sedm náčrtů typických makroskopicky viditelných lomových ploch železa a oceli. Na **obrázku 8.1** jsou viditelné první dva typy lomových ploch, které charakterizoval následovně:



Obr. 8.1 Původní náčrt Réaumura k prvním dvěma typům lomů [1].

- Typ lomu I. velké neuspořádané zrcadlovité lomové plošky (fazety) indikující nekvalitní kovy.
- Typ lomu II. pravidelné uspořádání menších lomových fazet indikujících dobrou kvalitu kovu.

V 19. století, díky vynálezu optického mikroskopu, v souvislosti s rozvojem metalografie, se už studovaly materiálové havárie detailněji zejména v souvislosti s výrobou hlavní děl.

Přínosem k rozvoji analýz materiálových havárií byla publikována práce **Ernsta Friedricha Dürreho** v roce **1868** zaměřená na analýzu textur v odlitcích.

Problematikou lomů vzhledem ke struktuře a realizovanému tepelnému zpracování ocelí se zaobíral a své poznatky publikoval v roce **1868 Dmitry Konstantinovich Chernov**. Na **obrázku 8.2** je uvedena dokumentace lomové plochy ocelové tyče, která vznikla v důsledku vysoké kalící teploty.

Adolf Karl Gottfried Martens v roce 1887 prezentoval lomovou plochu ocelové tyče s vláknitým charakterem tvorby lomové plochy z iniciačního místa (na obrázku označeno šipkou), viz obrázek 8.3.



Obr. 8.2 Lomová plocha ocelové tyče publikované Chernovem [2].



Obr. 8.3 Vláknitý charakter lomové plochy ocelové tyče [4].

První detailní studii křehkých lomů při použití větších zvětšení publikoval v roce 1943 **Carl Andrew Zapffe** a **George A. Moore** [3]. **C. A. Zapffe** se považuje za zakladatele moderní fraktografie a jako první použil termín "fraktografie" a se svými spolupracovníky publikoval sérii prací zabývajících se různými aspekty lomového procesu, jak v makro, tak i mikro měřítku. Detailně popsal morfologii únavových lomů včetně vysvětlení charakteristických únavových čar (rýhování) [4].

Studium lomových ploch pozorováním replik na transmisním elektronovém mikroskopu (TEM) vneslo do lomové problematiky další pokrok pro získání poznatků v oblasti fraktografie. Nevýhodou této metody byla náročná a časové zdlouhavá příprava replik. **Charles Crussard** se svými spolupracovníky roku **1956** prezentoval ve své publikaci [5] charakter lomové plochy zušlechtěné uhlíkové oceli s jamkovou morfologií pozorované na uhlíkové replice, **obrázek 8.4**.



Obr. 8.4 Uhlíková replika lomové plochy [5].

Skutečná revoluce ve fraktografii byla způsobena zdokonalením elektronového rastrovacího mikroskopu (SEM) s velkou hloubkou ostrosti. Jeho použitím odpadla nutnost vyhotovování replik z povrchů lomů, a to znamenalo rozvoj fraktografie v dnešní podobě [6–9]. První souborná publikace, která se zaobírá problematikou lomů v tehdejším Československu, vyšla roku 1976 [9].

9 DEFINICE A TERMINOLOGIE FRAKTOGRAFIE

Fraktografie; pod tímto pojmem rozumíme <u>analýzu lomové plochy</u>. Tento výraz pochází z latinského slova *fractus = zlomenina*.

Fraktografie hodnotí kvantitativně a kvalitativně lomovou plochu a určuje příčinu vzniku lomu. Pomocí její aplikace například určujeme příčiny poškození inženýrských konstrukcí a současně přijímáme opatření, aby v budoucnu k takovým poškozením nedocházelo.

Lomová plocha charakterizuje příslušný způsob porušení materiálu ať už z hlediska způsobu namáhání (např. únavové porušení – únavové lomy), či z hlediska spotřebované energie (např. křehké lomy).

Lomovou plochu lze analyzovat makroskopicky, mikroskopicky pomocí světelného mikroskopu, nebo elektronového rastrovacího mikroskopu (SEM). Na **obrázku 9.1** je dokumentace z makroskopické analýzy části únavové lomové plochy Cr-Ni oceli s 0,4 % C. Šipkami jsou vyznačené oblasti dolomení smykovým mechanismem.



Obr. 9.1 Únavový lom oceli [16].

Důležitou úlohou fraktografie je zjistit původ iniciace vzniku lomové plochy (trhliny). To je často možné už makroskopickou analýzou lomové plochy.

Fazety; v mnohých případech je lomová plocha tvořena množstvím i makroskopicky pozorovatelných jednotlivých krystalograficky orientovaných plošek, které označujeme jako fazety, **obrázek 9.2**. Detail lomové plochy se štěpnými fazetami je na **Obr. 9.3**.



Obr. 9.2 Fazety na lomové ploše [16].



Obr. 9.3 Detail lomové plochy se štěpnými fazetami [16].

Trhlina charakterizuje příslušný způsob porušení materiálu ve vztahu k lokální struktuře. Trhlinu mohou iniciovat buď vnější koncentrátory napětí související s geometrickým tvarem konstrukční součásti, nebo metalurgické faktory související s koncentrátory napětí (póry, intermetalické částice, cizorodé vměstky apod.). Na **obrázku 9.4** je dokumentována interkrystalická trhlina hliníkové slitiny 7075, na **obrázku 9.5** pak lomová plocha této slitiny – důsledek koroze pod napětím.



Obr. 9.4 Interkrystalická trhlina hliníkové slitiny 7075, T6 [16].



Obr. 9.5 Interkrystalická trhlina hliníkové slitiny 7075, T6 [16].

Na **obrázku 9.6** je dokumentace transkrystalické trhliny ve feriticko-perlitické normalizačně žíhané oceli. Trhlina přebíhá přes feritická i perlitická zrna. **Obrázek 9.7** prezentuje přítomnost interkrystalické a transkrystalické trhliny u austenitické antikorozní oceli 18/8.



Obr. 9.6 Transkrystalická trhlina, ocel 12 040 [16].

Lomová čára se získá pomocí kolmého řezu na směr lomové plochy. Charakterizuje průběh lomu a strukturu těsně pod lomovou plochou. Na základě její analýzy dostaneme informace vztahu mezi strukturou a příčinou vzniku trhliny. Pro získání kvalitní ostrosti lomové čáry a podpovrchové struktury (aby nedošlo k zaoblení plochy při metalografické přípravě výbrusu – bombírování) se u ocelí nanáší na povrch vzorku vrstvička niklu, **obrázek 9.8**.



Obr. 9.7 Transkrystalická trhlina, ocel 12 040 [16].



Obr. 9.8 Lomová čára austenitické Cr-Ni oceli [16].

U jiných slitin se metalografická příprava realizuje zalitím do dentakrylu s protikusem z té samé slitiny. Obrázek 9.9 dokumentuje lomovou čáru slévárenské slitiny AlSi7Mg0,3.



Obr. 9.9 Lomová čára, slitina AlSi7Mg0,3 [16].

Makroskopická fraktografická analýza je realizovaná buď bez zvětšení (vizuálně pouhým okem), nebo pomocí lupy s maximálním zvětšením 50 x. Na **obrázku 9.10** je dokumentovaný makroskopický vzhled únavové trhliny nízkouhlíkové oceli v oblasti svaru, na **obr. 9.11** trhlina v oblasti svaru v důsledku pnutí.



Obr. 9.10 Makroskopický vzhled únavové trhliny v lokalitě svaru [11].



Obr. 9.11 Makroskopický vzhled trhliny ve svaru v důsledku pnutí [11].

Typický makroskopický vzhled křehkého lomu ve svaru nízkouhlíkové oceli je dokumentován na **obrázku 9.12**.



Obr. 9.12 Křehký lom svaru nízkouhlíkové oceli [11].

Mikroskopická fraktografická analýza je realizovaná pomocí optického nebo rastrovacího elektronového mikroskopu na připravených metalografických vzorcích při zvětšení větším než 50 x. Povrch vzorků je leptaný příslušnými činidly vhodnými pro jednotlivé materiály. Každý kov/slitina má svou charakteristickou strukturu určenou výrobními procesy včetně tepelného zpracování. Mikrostruktura je "otisk prstu", který determinuje technologii výroby příslušného materiálu, respektive způsob jeho porušení. Jako příklad je možné uvést interkrystalickou trhlinu po hranicích původních austenitických zrn u uhlíkové oceli 12 060, dokumentace je uvedena na **obrázku 9.13**. Dokumentovaná mikrostruktura určila jak nevhodnou technologii tepelného zpracování této oceli, tak i způsob jeho porušení. Trhlina má původ v nevhodných parametrech austenitizace.



Obr. 9.13 Interkrystalická trhlina, ocel 12 060 [16].

Morfologie – vzhled je charakteristický pro každou lomovou plochu. Její makroskopickou analýzou můžeme někdy zjistit přesnou příčinu vzniku lomové plochy (např. únavový lom na **obrázku 9.14** dokumentuje detail křídla havarovaného letadla Chalk Ocean Airways, k havárii došlo 19. 12. 2005 a vyžádala si 20 obětí). Mikroskopickou analýzou části lomové plochy můžeme určit míru spotřebované energie na vznik lomové plochy (křehké – tvárné), **obrázek 9.15**.



Obr. 9.14 Detail únavového lomu křídla letadla, materiál 7075 – T76 [12].



Obr. 9.15 Říčkovité stupně na fazetě křehkého štěpného lomu, ocel 16 240 [16].

9.1 POSTUPY VYŠETŘOVÁNÍ PŘÍČINY LOMU PŘI FRAKTOGRAFICKÉ ANALÝZE

Každý případ je z hlediska příčiny vzniku lomu specifický. Z toho důvodu je třeba postupovat systematicky a získávat potřebné informace a experimentální výsledky nutné pro zjištění, proč k lomu materiálu/produktu/součásti došlo. Schéma uvedené na **obrázku 9.16** doporučuje určitou postupnost jednotlivých kroků s cílem získání dostatečného množství informací umožňujících určení příčiny lomu materiálu (konstrukční součástky, resp. konstrukčního celku). Není vždy potřeba aplikovat jednotlivé kroky, např. při únavovém lomu je makroskopický vzhled lomu dostatečným pro realizaci potřebného závěru.



Obr. 9.16 Schéma doporučeného postupu při fraktografické analýze.

9.1.1 Základní informace

V každém výkresu konstrukční součásti jsou uvedeny, z materiálového hlediska, informace o materiálu, ze kterého byla součást vyrobena (např. ozubené kolo), dále jsou uvedeny informace o případném tepelném zpracování, o požadovaných mechanických vlastnostech (u ocelí většinou udáváme v hodnotách tvrdosti HRC, u neželezných kovů HBW), o požadované kvalitě povrchu (drsnost povrchu). Důležité je všimnout si také rozměrové veličiny.

U konstrukčních celků poskytuje výkresová dokumentace informace o aplikovaných materiálech, o rozměrových hodnotách jednotlivých částí (například T – profilů) a o vzájemném propojení jednotlivých celků (například svařováním). Současně jsou uvedeny také informace o lokálním prostředí, ve kterém má daná část konstrukčního celku pracovat, o předpokládané pracovní teplotě, tlaku (např. u parovodního potrubí v energetice).

Při vlastní dokumentaci je potřebné, v některých případech, určit vznik a směr šíření trhliny (lomu), viz **Obr. 9.17**, respektive určit, která trhlina (lom) byla první (primární), **obrázek 9.18**.



Obr. 9.17 Schéma místa vzniku a šíření trhliny [22].



Obr. 9.18 Schéma určení prvotní (primární) trhliny [22].

Primární trhlina (lom) a sekundární trhlina (lom) na části klikové ojnice je dokumentována na **obrázku 9.19**.



Obr. 9.19 Lom ojnice – A primární trhlina, B a C sekundární trhliny (lomy) [23].

Vlastní dokumentace se realizuje, dle možnosti, přímo na místě vzniku havárie/lomu, nebo v laboratorních podmínkách. Je důležité si uvědomit, že osvětlení hraje velmi významnou úlohu při kvalitní dokumentaci lomových ploch a jeho vhodnou volbou můžeme zvýraznit morfologii lomové plochy, **obrázek 9.20.** Kvalitní dokumentace má významnou úlohu hlavně ve spisech při soudních sporech.



Obr. 9.20 Vhodné osvětlení "B" – zvýrazněný reliéf lomové plochy [24].

U konstrukčních celků je důležitá vlastní dokumentace s určením místa havárie (vzniku lomu), např. při lomu stavebních lešení. **Obrázek 9.21** dokumentuje iniciační místo lomu **"a"** a detail lomové plochy **"b"** lomu části konstrukce stavebního lešení.



Obr. 9.21 Lom trubky, ocel 11 353.

Neodmyslitelnou součástí dokumentace materiálové analýzy jsou písemně zaznamenané informace ať už od očitých svědků havárie (vzniku lomu), nebo pracovníků, kteří příslušný materiál na analýzu dodali, s přesným udáním času a místa havárie.

9.1.2 Zjištění skutečných pracovních podmínek

Zjištění skutečných pracovních podmínek je třeba, podle možnosti, zjistit jen osobní přítomností spojenou s obhlídkou lokality havárie (vzniku lomu materiálu/součásti). Jako příklad lze uvést materiály aplikované v energetice, jejichž skutečné podmínky zatížení materiálu (teplota, napětí) se mohou z důvodu nepřesného nastavení regulačních systémů značně lišit. Tyto rozdíly mohou být, a také často jsou, příčinou poškození aplikovaných materiálů. Významnou úlohu v energetických zařízeních má například kvalita chladícího média (průmyslové vody) v různých systémech, a také složení spalin, jejichž oxidační charakter snižuje životnost materiálů.

9.1.3 Makroskopická analýza

Je jednou z velmi důležitých částí materiálové analýzy. Realizuje se při zvětšeních obvykle v intervalu 1 až 50 x, anebo max. 100 x. Mikroskop vhodný pro tento typ analýzy je uveden na **obrázku 9.22**. Špičkou v oblasti makroskopické analýzy jsou digitální stereomikroskopy propojené s počítačem, které umožňují studium lomových ploch na monitoru při vhodném zvětšení, **obrázek 9.23**.



Obr. 9.22 Binární stereomikroskop Olympus SZX16.



Obr. 9.23 Digitální stereomikroskop s příslušenstvím.

V některých případech se analýza a dokumentace části lomové plochy realizuje pomocí optického mikroskopu, anebo elektronového rastrovacího mikroskopu (SEM). Nevýhodou optického mikroskopu je malá hloubka ostrosti, což je hlavní rozdíl oproti SEM, kde je hloubka ostrosti naopak vysoká. Pro dokumentaci lomových ploch při malých zvětšeních je potřebné kvalitní přístrojové vybavení.

Při makroskopické analýze můžeme často získat množství informací, například zjištěním iniciace vzniku lomové plochy, charakterem celkové deformace materiálu v lokalitě lomové plochy. Na **obrázku 9.24** je dokumentace makroskopické lomové plochy křehce porušené železniční kolejnice z oceli HP335 (obsah C 0,9 %, Mn 0,85 %).



Obr. 9.24 Křehký lom železniční kolejnice, ocel HP335 [9].

Podle makroskopického vzhledu lomové plochy indikující strukturní znaky, přítomnost vnitřních chyb materiálu anebo jeho výraznou texturu známe lomy:

a. Krystalické – jsou charakteristické pro oceli s přítomností velkého množství různě orientovaných lesklých fazet, jejich velikost a tvar souvisí s velikostí a tvarem zrn dané oceli. Tento makroskopický charakter lomové plochy může vzniknout jen při malé makroplastické deformaci – jedná se o křehké lomy. Tyto lomy vznikají jak při transkrystalickém, tak i interkrystalickém porušení materiálu. Dokumentace makroskopického charakteru těchto lomů je uvedena na obrázcích 9.25 a 9.26.



Obr. 9.25 Krystalický lom Ni-V ocele s lesklými fazetami [9].



Obr. 9.26 Krystalický lom rychlořezné oceli s lesklými fazetami [9].

b. Lasturovité (kamenité) – jedná se o lom po hranicích původních austenitických zrn. Tento druh lomu je charakteristický hrubozrnnou morfologií lomové plochy, obrázek 9.27. Na vznik tohoto lomu jsou náchylné oceli se středním obsahem uhlíku (0,4 – 0,5 % C) a hrubozrnnou původní austenitickou strukturou. Náchylnost k tomuto typu lomu zvyšuje také obsah Al, který není vázaný na kyslík.



Obr. 9.27 Lasturovitý lom Cr-Ni-Mn oceli [9].

c. Dřevité – jsou lomy typické pro válcované, lisované, anebo kované oceli, hliníkové, ale i jiné slitiny. Jsou charakteristické velkým množstvím, ve směru tváření, rovnoběžných dlouhých prostorových útvarů, jejichž šířka je v intervalu 1–10 mm. Obrázek 9.28 prezentuje dřevitý lom u lisované tyče ze slitiny Al.



Obr. 9.28 Únavový dřevitý lom [16].

d. Vločkové – vločkami rozumíme vlasové nerozvinuté trhliny související s přítomností vodíku a vnitřního pnutí tvářených ocelových polotovarů. U tvářených ocelí jsou tyto trhliny přítomné v rovině rovnoběžné s osou polotovaru, tj. ve směru vláken. Náchylnost k této poruše mají oceli se středním obsahem uhlíku, Mn, Mn-Cr, Cr-Ni, Cr-Ni-W a Cr-Ni-Mo oceli. Obrázek 9.29 dokumentuje charakter tohoto typu porušení u tyče z Cr-Ni oceli, obrázek 9.30 pak porušení u válců z Cr-Ni-W-V-Mo oceli.



Obr. 9.29 Vločkové trhliny v tyči z Cr-Ni oceli [28].



Obr. 9.30 Vločkové trhliny v tyči z Cr-Ni oceli [9].

e. Rybí oko – tato makroskopická morfologie lomové plochy je způsobena přítomností vodíku v oceli v okolí inkluzí, **obrázek 9.31**, detail rybího oka na **obrázku 9.32**.



Obr. 9.31 Makroskopický vzhled lomové plochy s "rybím okem", ocel Cr-V-Mo [28].



Obr. 9.32 Detail rybího oka s přítomnou inkluzí [28].

f. Bublinovité – tyto lomy jsou u ocelí na lomové ploše viditelné jako okrouhlé až značně protáhlé jamky s oblým a hladkým povrchem zrcadlovitého lesku. Jejich rozměr je závislý na naplynění a technologii odlévání příslušného materiálu. Mohou mít velikost až několik centimetrů. Dokumentace tohoto typu porušení na lomové ploše u masivního odlitku je uvedena na obrázku 9.33.


Obr. 9.33 Bubliny protáhlého tvaru na lomové ploše odlitku z ušlechtilé oceli [9].

9.1.4 Mikroskopická analýza

Je jednou z důležitých metod materiálových analýz. Možnost použití ať už elektronového rastrovacího mikroskopu (SEM), nebo elektronového transmisního mikroskopu (TEM) v žádném případě nenahradila a ani nesnížila důležitost optického mikroskopu (OM) – optické metalografie. Kritický význam má správná volba odběru vzorku pro mikroskopickou analýzu.

Strukturní analýza se vždy realizuje *na optickém mikroskopu*. Základní a první úlohou optické metalografie je určení vlivu struktury na mechanismus porušení (vzniku lomové plochy), vlivu korozního poškození, anebo vlivu opotřebení. Druhou úlohou je stanovit, zda došlo k takovým výrobním, respektive provozním podmínkám, jejich výsledkem byla nepřípustná mikrostruktura a s tím spojená změna mechanických vlastností (například v důsledku nevhodných podmínek tváření, tepelného zpracování – např. vysoká teplota kalení apod.).

Mikroskopická *analýza lomové plochy* se realizuje na *elektronovém rastrovacím mikroskopu* (SEM), kde velká hloubka ostrosti umožňuje dokonalou analýzu reliéfu lomu. Jeho propojení s EDS analyzátorem (*Energy-dispersive X-ray Spectroscop*) umožnuje zjištění chemického složení přítomných strukturních složek "in-situ", tj. přímo na místě pozorovaného objektu. Pomocí replik je možná analýza lomové lochy také na TEM.

Na **obrázku 9.34** jsou prezentovány tři metody mikroskopické analýzy křehkého lomu kalené a popuštěné nízkouhlíkové oceli (SEM, TEM a OM). Zatímco **obrázek 9.34a** udává informace o vztahu struktury k charakteru lomové plochy, **obrázek 9.34b** charakterizuje fazetu lomového povrchu. Rozdílnou hloubku ostrosti fazet lomové plochy dokumentují **obrázky 9.34b** a **9.34c**, přičemž **obrázek 9.34c** realizovaný pomocí SEM poskytuje lepší informace o reliéfu této štěpné fazety. Replika pozorovaná na SEM, **obrázek 9.34e**, nám poskytuje nejvíce informací o reliéfu této štěpné fazety. Strukturní analýzu tohoto materiálu neumožňuje ani SEM, ani TEM, ale jedině optická mikroskopie, **obrázek 9.34a**. Z uvedeného příkladu je zřejmé, že je vhodné aplikovat více metod, pro získání komplexních informací z mikroskopické analýzy lomu, například optický mikroskop a SEM.



a – světelný mikroskop, lomová čára chráněná Ni vrstvou, b – světelný mikroskop, kolmý pohled na fazety lomu, c – SEM, lomová plocha, d – světelný mikroskop, replika, e – SEM, replika, f – TEM, replika.

Obr. 9.34 Křehký lom kalené a popuštěné nízkouhlíkové oceli [30].

Dokumentace interkrystalické trhliny austenitické Cr-Ni oceli v důsledku precipitace karbidů na hranicích autstenitických zrn s použitím optického mikroskopu a SEM je uvedena na **obrázku 9.35**.



a – optický mikroskop, b – SEM – výbrus, c – SEM – lomová plocha

Obr. 9.35 Interkrystalická trhlina austenitické Cr-Ni oceli [31].

Přítomnost metalurgických vad v podpovrchové oblasti členité lomové čáry v odlitku ze slitiny AlSi7Mg0,3 dokumentuje **obrázek 9.36**.



A – obnažené rameno dendritu v oblasti dendritické pórovitosti, B – pór v důsledku naplynění
Obr. 9.36 Křehký lom kalené a popuštěné nízkouhlíkové oceli [30].

Lomová čára iniciovaná štěpením intermetalických částic je uvedena na **obrázku 9.37**. V podpovrchové oblasti jsou přítomné latentní trhliny.



Obr. 9.37 Málo členitá lomová čára, slitina AlSi7Mg0,3.

Dendritickou pórovitost je možné jednoznačně identifikovat pomocí SEM, kde jsou na lomových plochách viditelná ramena dendritů, jak je zdokumentováno na **obrázku 9.38**.



Obr. 9.38 Lomová plocha s obnaženými dendrity, slitina AlSi7Mg0,3.

Význam strukturní analýzy lomové čáry dokumentuje **obrázek 9.39** s viditelnými velkými jehlicemi popuštěného martenzitu v povrchové části lomové čáry, což bylo příčinou předčasného lomu nástrojové oceli.



Obr. 9.39 Lomová čára tvořená štěpením velkých martenzitických jehlic [32].

9.1.5 Nejdůležitější metody materiálových analýz

Z hlediska přesnosti materiálové analýzy havárie je vždy potřebné si ověřit skutečné chemické složení analyzovaného materiálu a jeho mechanické vlastnosti. Tyto údaje je nutné následně konfrontovat s výkresovou dokumentací.

Chemické analýzy

Pro zjištění chemického složení analyzovaného materiálu se nejčastěji používá spektroskopická analýza. Pro lokální zjištění chemického složení strukturních složek je nejběžnější aplikovaná EDS/EDX analýza. Chemické složení tenkých vrstev nám umožnuje například Augerova spektroskopická analýza. Základní informace o jednotlivých chemických analytických metodách tenkých povrchových vrstev je v tabulce 9.1.

Pokud se podaří získat pro analýzu rozměrově větší část materiálu (alespoň 3 x 3 cm), je vhodné provedení spektrometrické analýzy optickým emisním spektrometrem (OES). Dále je možné použít metody měření ručním rentgenovým spektrometrem, který je metodou nedestruktivní a umožňuje měření chemického složení materiálu přímo na místě havárie, nebo v provozu.

Metoda	Získané informace	Analyzovaná hloubka	Přesnost analýzy	Praktická aplikace
EDS/EDX (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy)	Prvky	<5µm	<1 at.%	Jednoduchá
WDS (Wavelength-dispersive spectroscopy)	Prvky	<5µm	<0,1 at.%	Jednoduchá
AES (Auger electron spectroscopy)	Prvky	<5µm	<0,5 at.%	Ztížená

Tabulka 9.1 Aplikované metody chemické analýzy tenkých povrchových vrstev [34].

Metoda	Získané informace	Analyzovaná hloubka	Přesnost analýzy	Praktická aplikace
XPS (X-ray photoelectron spectroscopy)	Prvky	<5µm	<0,1 at.%	Ztížená
TOF-SIMS (Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry)	Prvky, molekuly	<2µm	<1 ppm	Ztížená
FTIR (Fourier transform infrared spektroscopy)	Chemickú štruktúru	<5µm	<100 ppm	Ztížená

Tabulka 9.1 Aplikované metody chemické analýzy tenkých povrchových vrstev [34].

Volba metody chemické analýzy je závislá na tom, jaké informace jsou nutné pro materiálovou analýzu dané havárie.

Analýzy mechanických vlastností

Aplikují se v širokém spektru metod zkoušení mechanických vlastností. U ocelí se nejrychleji získá informace o mechanických vlastnostech měřením tvrdosti podle Rockwella **HRC**, popřípadě Brinella **HBW**, resp. Vickerse **HV**. U neželezných kovů se většinou měří tvrdost **HBW**, nebo **HV**. Přepočet naměřených hodnot tvrdosti **HBW** na mez pevnosti R_m uvádí **tabulka 9.2**. Jedná se, jak vyplývá z tabulky, o informativní, ne přesnou, hodnotu R_m .

Tabulka 9.2 Vztah mezi R_m a HBW [35].

Materiál	R _m [MPa]
Uhlíkové a nízkolegované oceli	3,4 – 3,6 HBW
Austenitické oceli	3,7 – 4,0 HBW
Cu a slitiny Cu	4,0 – 5,0 HBW
Al a slitiny Al	3,4 – 4,4 HBW
Ni a slitiny Ni	5,0 – 5,5 HBW
Šedá litina	1,4 – 80 HBW

Pro oceli existují samostatné tabulky převodu HRC na R_m .

Pokud je to potřeba a množství materiálu nám to umožňuje, realizují se také zkoušky statické pevnosti v tahu při pokojové teplotě na rozměrově normalizovaných vzorcích. Pokud není k dispozici dostatek materiálu, můžeme tuto zkoušku realizovat na nenormalizovaných rozměrech vzorků. V tomto případě jsou získané hodnoty jen informativní. U ocelí je často potřebné určit tranzitní teplotu.

10 LOMOVÁ HOUŽEVNATOST, KVANTITATIVNÍ FRAKTOGRAFIE

10.1 Význam lomové houževnatosti a kvantitativní fraktografie

Mechanismus vzniku lomu se často aplikuje jednak při zjišťování havárií, které souvisejí s porušením materiálu a jednak při formování preventivních materiálových hodnot, které by zabránily vzniku lomu. Všeobecně existují dva materiálové stavy, které mohou vést ke vzniku lomu:

- a. Nestabilita namáhaného průřezu materiálu v důsledku jeho zeslabení, kde jsou působící napětí vyšší, než je materiál schopný snést. Napětí jsou vyšší, než se počítalo pro daný materiál. K takovému zeslabení průřezu může dojít z různých příčin, například v důsledku dlouhodobého cyklického namáhání (únavový proces zatížení materiálu), anebo v důsledku korozního poškození.
- b. V materiálu je přítomná chyba kritické velikosti, jejíž rozměr se, při aplikovaném namáhání, postupně zvětšuje. To v konečném důsledku vede k porušení daného materiálu.

Význam aplikace poznatků o lomové houževnatosti spočívá v tom, že nám umožňuje buď:

- Určit velikost napětí, při kterém došlo, nebo dojde, k lomu materiálu.
- Určit velikost kritické trhliny, která byla apriorně v materiálu před vznikem lomu.

Kvantitativní fraktografie nám umožňuje, pomocí matematiky, zpřesnit informace o lomových plochách (například o celkové lomové ploše, podílu jednotlivých fází na lomové ploše apod.). Pro kvantitativní analýzu jsou využívány moderní kvantitativní systémy analýzy obrazu, které hrají důležitou roli při hodnocení lomových ploch a zjišťování důležitých charakteristik lomové plochy. Tyto systémy nejen urychlují proces měření, ale také dovolují provádět operace, které by jinak proveditelné nebyly.

10.2 Teoretické principy lomové houževnatosti a její praktická aplikace

Lomová houževnatost K_I v materiálovém inženýrství je definovaná jako vlastnost matriálu odolávat při napětí σ lomu za přítomnosti trhliny velikosti c. Je jednou z nejdůležitějších vlastností materiálu a má rozměrovou hodnotu **MPa.m**⁻².

Kritická lomová houževnatost K_{IC} je taková hodnota lomové houževnatosti, při které dojde k šíření trhliny s konečným důsledkem vzniku lomové plochy. Platí následující vztah:

$$K_{IC} = Y \cdot \sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot c} \tag{10.1}$$

kde: Y – geometrický faktor (obvykle Y = 1)

Kritická velikost trhliny c_k je definována vztahem:

$$c_k = K_{lC}^2 / \pi \cdot \sigma^2 \tag{10.2}$$

Ze vztahu (10.1) je možné vypočítat buď, při dané velikosti trhliny c v materiálu, kritické napětí σ_x , při kterém dojde ke křehkému porušení anebo při daném napětí σ kritickou velikost trhliny c_k . Poznatky o hodnotách K_{IC} se aplikují ve vícero oblastech, například v energetice při určování zbytkové životnosti, nebo v letectví při určování potřebné údržby.

Elastická lomová houževnatost J_{IC} je mírou spotřebované energie pro růst trhliny a má rozměrovou jednotku **J.cm**⁻².

Hodnoty K_{IC} některých vybraných materiálů jsou uvedeny v tabulce 10.1.

Materiál	R _e [MPa]	K _{IC} [MPa.m ⁻²]
7075 – T651	495	24
2024 – T3	345	44
TiAl6V4	910	55
Ocel Cr-Ni-Mo (1.6511) popuštěná při 260 °C	1 640	50
Ocel Cr-Ni-Mo (1.6511) popuštěná 425 °C	1 420	87

Tabulka 10.1 Hodnoty $R_e a K_{IC}$ [37].

Příklad 1: V profilu konstrukce dopravního letadla ze slitiny 7075 ve stavu T651 byla nedestruktivní metodou při kontrole zjištěna trhlina o velikosti 10 mm. Jaké je kritické napětí σ_k , při kterém dojde k růstu trhliny a následnému porušení?

$$\sigma_k = \frac{24}{1,76} \cdot \frac{1}{0,1} = 136,4 \, MPa$$

K růstu trhliny o velikosti 10 mm dojde po překročení hodnoty napětí σ nad 136,4 MPa.

Příklad 2: V konstrukční součástce z oceli 1.6511 se počítá s maximálním napětím 1 420 MPa. Jaká může být maximální velikost trhliny c_k , aby při daném napětí nedošlo k jejímu růstu? Dosazením do vztahu (10.1) získáme hodnotu 14 mm.

Schéma obecné závislosti napětí σ , velikosti trhliny c na kritické lomové houževnatosti je na obrázku 10.1.



Obr. 10.1 Schéma obecné vzájemné závislosti c, σ a K_{IC} [6].

Z obrázku vyplývá, že při dané velikosti trhliny *c* nastane lom jen v tom případě, když napětí σ dosáhne hodnotu, při které platí $K_I > K_{IC}$. Pro napětí σ 1 je hodnota $c_I = c_k$, tj. je to kritická velikost trhliny. Zvýšením hodnoty napětí nad σ 1 by došlo k růstu trhliny s konečným důsledkem vzniku lomové plochy.

Lomová houževnatost je materiálová vlastnost závislá jak na chemickém složení materiálu, charakteru struktury a substruktury, tak i na teplotě namáhání materiálu. Čím je vyšší teplota, tím jsou vyšší hodnoty kritické lomové houževnatosti K_{IC} , obrázek 10.2. Obecná závislost teploty a σ , c je na obrázku 10.3, přičemž platí vztah (10.2).



Obr. 10.2 Obecná závislost K_{IC} na teplotě [6].

Obr. 10.3 Obecná závislost mezi σ a c [37].

U hliníkových slitin byla zjištěna závislost mezi KIC a Re uvedená na obrázku 10.4.



Obr. 10.4 Závislost K_{IC} na Re [37].

Lomovou houževnatost ovlivňuje také geometrický faktor Y, rovnice (10.1), jehož hodnoty jsou závislé také na tloušť ce materiálu a na lokalitě existující trhliny v daném tělese (centrická – excentrická) ke směru namáhání.

ASTM Standard E 399 definuje přesné rozměrové hodnoty vzorku a podmínky zkoušení pro určení K_{IC} . Doporučené hodnoty tloušťky vzorku pro určení K_{IC} ocelí a hliníkových slitin podle hodnoty R_m je v tabulce 10.2.

Ocel s R _m [MPa]	Al slitina s R _m [MPa]	Tloušťka vzorku v mm
690	275	> 76
1 030	345	76
1 380	448	45
1 720	550	19
2 070	620	6

Tabulka 10.2 Doporučené tloušťky vzorku pro určení K_{IC} [41].

Obecná závislost mezi K_I , tloušťkou materiálu a charakterem lomové plochy je uvedena na obrázku 10.5. Z hlediska vzájemných uvedených faktorů jsou možné tři následující alternativy:

a. Typ 1

Tenké vzorky mají vysoké hodnoty K_I a na lomové ploše je největší deformovaná oblast tvořená "protáhlými pery".

b. Typ 2

Vzorky se střední tloušťkou mají nižší hodnoty K_I a jejich lomová plocha je částečně tvořena menší deformovanou oblastí "protáhlými pery" a částečně rovinnou lomovou plochou.

c. Typ 3

Vzorky s největší tloušťkou maní nejnižší hodnoty K_I s limitní hodnotou, která se přibližuje k hodnotě K_{IC} . Mají rovinnou lomovou plochu s malou plastickou deformací.



Obr. 10.5 Závislost K₁ na tloušťce vzorku B [40].

Oceli vykazují tranzit lomové houževnatosti v závislosti na teplotě na rozdíl od pevnostních vlastností, jak je reprezentováno na **obrázku 10.6** hodnotou R_e .



Obr. 10.6 Závislost K_I a R_e na teplotě, uhlíková ocel s 0,6 % C [40].

10.3 Kvantitativní fraktografie

Cílem kvantitativní fraktografie je stanovit na lomové ploše určité parametry, jako například podíl jednotlivých fazet u smíšeného lomu oceli z oblasti tranzitu, které nám umožní zpřesnit příčinu vzniku lomové plochy. V případě lomové čáry je to například určení z podílu jednotlivých strukturních složek prioritní vliv fáze iniciující lomový proces.

Nejpoužívanější technikou při kvantitativní fraktografii je hodnocení fotografií získaných pomocí, ať už optické metalografie, nebo pomocí elektronového rastrovacího mikroskopu.

V současnosti se pro kvantitativní hodnocení lomových ploch a délek lomových čar používá digitální planimetr, **obrázek 10.7**.



Obr. 10.7 Digitální planimetr.

V některých případech je potřebné určit členitost profilu R_L , která je definována jako skutečná délka profilu L_S dělená projektovou (promítnutou) délkou profilu L. Platí vztah:

$$R_L = L_S / L \tag{10.3}$$

Realizuje se hodnocením výbrusů kolmých na lomovou plochu. Na **obrázku 10.8** je dokumentována lomová čára, která reprezentuje skutečnou délku profilu LS. Publikované hodnoty členitosti povrchu jsou uvedeny v **tabulce 10.3**.



Obr. 10.8 Lomová čára reprezentující skutečnou délku profilu.

Materiál	Členitost povrchu R _L
7079 - T7	1,12 - 1,31
Legovaná Ni-Cr-Mo ocel	1,447 - 1,908
Ti - 28V	1,064 - 1,147

Tabulka 10.3 Doporučené tloušťky vzorku pro určení K_{IC} [41].

Parametr členitosti povrchu R_s definujeme jako skutečnou plochu dělenou její projektovanou (promítnutou) plochou A', obrázek 10.9. Platí vztah:

$$R_s = \frac{S_I}{A'} \tag{10.4}$$



Obr. 10.9 Schéma pro určení parametru členitosti povrchu [1].

Přesnost získaných výsledků je závislá na přesnosti měření příslušných parametrů.

11 KŘEHKÝ LOM

11.1 Úvod

Křehký lom, ke kterému dochází z různých důvodů, má bohužel často katastrofické důsledky. Jedním z nejznámějších případů je potopení lodě Titanic, **obrázek 11.1**, společnosti White Star, ke kterému došlo v noci ze 14. na 15. dubna 1912 při srážce s obrovskou ledovou krou. Při této havárii zahynulo kolem 1 500 cestujících. Výzkumy provedené na nalezeném vraku lodi zjistily, že Titanic byl postavený z oceli nevhodné pro plavbu na moři, kde byla teplota vody v času havárie – 2 °C. Při této záporné teplotě byla použitá ocel v křehkém stavu, měla velmi nízké hodnoty rázové houževnatosti [44-46]. Při srážce lodi s ledovou krou došlo ke křehkému lomu ocelového pláště lodi, což způsobilo její potopení.



Obr. 11.1 Titanic při první a poslední plavbě [44].

Další je případ havárie, kdy křehký lom ocelového plechu cisterny měl za následek železniční havárii v Kanadě v blízkosti jezera Ontario v lokalitě MacMillan Yard roku 2010, obrázky 11.2 až 11.4 [47].



Obr. 11.2 Lokalita havárie, MacMillan Yard [47].



Obr. 11.3 Poškozené cisterny [47].



Obr. 11.4 Křehký lom ocelového plechu poškozené cisterny [47].

Vyšetřováním bylo zjištěno, že příčinou byla ocel, jejíž chemické složení a strukturní stav nevyhovovaly požadavkům provozu v daném klimatickém prostředí.

U obou uvedených případů došlo k havárii okamžitě, což je jedním z charakteristických znaků křehkého lomu, které jsou následující:

- a. K lomu dochází bez viditelné plastické deformace materiálu, lom je okamžitý.
- b. Rychlost šíření lomu (lomové plochy) je extrémně vysoká.
- c. Lomová plocha je kolmá na směr aplikovaného napětí.
- d. Lom se šíří podél určitých krystalografických rovin (štěpné roviny křehkého porušení).
- e. Lom má často katastrofické důsledky.

11.2 Teorie křehkého lomu

V roce **1920 Alan Arnold Griffith** byl první, který se zabýval problematikou křehkého lomu. V tomto období bylo známo, na základě výpočtu meziatomárních vazebných sil, že teoretická kohezní pevnost σ_{max} materiálu je E/10 (kde E je Youngův modul pružnosti v tahu pro daný materiál). Pro výpočet σ_{max} se aplikoval vztah:

$$\sigma_{max} = \left(\frac{E \cdot \gamma_s}{a_0}\right)^{1/2} \tag{11.1}$$

kde:

E – Youngův modul pružnosti ve vztahu,

- γ_s specifická povrchová energie,
- a_o meziatomová vzdálenost nezatíženého ($\sigma = 0$) materiálu, obrázek 11.5.



Obr. 11.5 Schéma závislosti σ na meziatomové vzdálenosti [48].

Ve skutečnosti ale platí, že **reálná pevnost materiálu** je asi 1 000 x menší. **A. A. Griffith** vytvořil hypotézu, že příčinou této neshody mezi teoretickou a skutečnou pevností materiálu je přítomnost mikrotrhlin, resp. metalurgických chyb v materiálu. Tyto trhliny, resp. chyby metalurgického původu, způsobují:

- a. Zmenšení efektivního průřezu materiálu o velikost mikrotrhliny (chyby), který snáší příslušné nominální napětí σ_o , obrázky 11.6a a 11.6b.
- b. Změnu rozložení napětí po průřezu namáhaného materiálu, přičemž maximální hodnota je na vrcholu mikrotrhliny, **obrázek 11.6b**.



Obr. 11.6a Schéma závislosti σ na meziatomové vzdálenosti [48].



Obr. 11.6b Změna napětí v průřezu [48].

Pro mikrotrhlinu velikosti 2a orientovanou kolmo na směr namáhání s nominálním napětím σ_o , **obrázek 11.6a**, je maximální napětí σ_{max} , které vzniklo na špičce trhliny rovno:

$$\sigma_{max} \approx 2 \cdot \sigma_o \cdot \left(\frac{a}{\rho_t}\right)^{1/2} \tag{11.2}$$

kde:

 σ_o je aplikované namáhání, *a* je polovina délky trhliny a ρ_t je velikost poloměru zakřivení špičky trhliny.

Pro mikrotrhlinu velikosti 2a orientovanou kolmo na směr namáhání s nominálním napětím σ_o , **obrázek 11.6a**, je maximální napětí σ_o , které vzniklo na špičce trhliny rovno:

$$\sigma_m \approx 2 \cdot \sigma_o \cdot \left(\frac{a}{\rho_t}\right)^{1/2} \tag{11.3}$$

kde:

 σ_o je aplikované namáhání, *a* je polovina délky trhliny a ρ_t je velikost poloměru zakřivení špičky trhliny.

Vzájemný poměr σ_m/σ_0 je faktorem koncentrace napětí K_t a je závislý jak na velikosti a tvaru chyby, tak na geometrii příslušného tělesa, **obrázek 5.7**.



Obr. 11.7 Závislost teoretických hodnot K_t na geometrických faktorech [48].

Mikrotrhliny s malým poloměrem r na špičce (ostré trhliny) se šíří menší spotřebou energie než mikrotrhliny s velkým poloměrem (tupé trhliny). Ostré mikrotrhliny se šíří v určitých krystalografických rovinách, kde je spotřeba energie pro jejich šíření nejnižší. Tupé mikrotrhliny v případě plastického materiálu vytvářejí na svém vrcholu deformační oblast (zónu), **obrázek 11.8**.



Obr. 11.8 Schéma ostré a tupé trhliny a deformační oblasti [54].

Podle A. A. Griffitha je pro šíření mikrotrhliny potřebné kritické napětí σ_c , při jehož překročení dojde k samovolnému šíření. Toto kritické napětí je možné určit ze vztahu:

$$\sigma_c = \left(\frac{2 \cdot E \cdot \gamma_s}{\pi \cdot a}\right)^{1/2} \tag{11.4}$$

kde:

a je poloviční délka vnitřní mikrotrhliny, viz obrázek 11.6a.

Egon Orowan zjistil, že pro tvorbu dvou nových lomových ploch je potřebné dodat určité množství energie a formuloval zásady energetických kritérií křehkého lomu následovně:

- a. Pro vznik nových lomových povrchů musí být dodané určité množství energie.
- b. Elastická energie přítomná v materiálu, který je pod napětím, se šíří za vzniku lomových ploch.

Schéma vzniku dvou nových lomových ploch z energetického hlediska je uvedeno na obrázku 11.9.



Obr. 11.9 Schéma procesu tvorby lomových ploch [54].

Schéma procesu změn energetických poměrů v závislosti na velikosti mikrotrhliny a tloušťce materiálu t je na obrázku 11.10.



Obr. 11.10 Schéma energetických změn U při růstu mikrotrhliny [46].

Rychlost uvolnění napěťové energie G je větší při větším zatížení a větší velikosti mikrotrhliny. Jakmile rychlost uvolnění napěťové energie překročí kritickou hodnotu G_k , pak dojde k samovolnému zvětšování se mikrotrhliny. Pro křehké materiály platí:

$$G_k = 2 \cdot \gamma \tag{11.5}$$

Z uvedeného vyplývá, že tato energie se rovná specifické povrchové energii potřebné pro vznik dvou lomových ploch.

A. A. Griffith při své teorii předpokládal:

- a. Existenci apriorních (přítomných) mikrotrhlin v materiálu (metalurgických chyb).
- b. Kritické napětí v materiálu, po jehož překročení dojde k samovolnému šíření mikrotrhliny vzniku lomové plochy.

Jeho teorie nevysvětluje, v případě neexistence metalurgických chyb, nukleaci (vznik) zárodku mikrotrhliny.

Možností vzniku mikrotrhliny *dislokačním mechanismem*, obrázek 11.11, rozšířili Griffithovu teorii C. M. Zener a A. N. Stroh a dokázali, že ke vzniku mikrotrhliny velikosti 2a dojde, když smykové napětí τ_s vzniká při nahromadění *n* dislokací s Burgersovým vektorem *b*, přičemž jeho hodnota na překážce je:

$$\tau_s = \tau_i + (2 \cdot \gamma_s / n \cdot b) \tag{11.6}$$

kde:

 τ_i je napětí v důsledku tření ve skluzové rovině krystalové mřížky.



Obr. 11.11 Schéma vzniku klínové mikrotrhliny velikosti 2a nahromaděním dislokací na hranici zrna [18].

A. N. Stroh doplnil tento model o *efekt vlivu velikosti zrna d*. Podmínkou je, že nahromadění dislokací musí být na délce *d*/2, aby vznikla mikrotrhlina (**obrázek 11.12**).



Obr. 11.12 Model vzniku mikrotrhliny podle Stroha [18].

Tento model demonstruje, že porušení materiálu může záviset jen na skluzovém napětí aktivním na skluzových rovinách.

Alan Howard Cottrell nejdříve upozornil na to, že lomový proces může být kontrolovaný *růstem mikrotrhliny kritické velikosti* při aplikovaném napětí, což vyžaduje větší napětí, než je nukleace mikrotrhliny, jak tvrdil A. N. Stroh. A. H. Cottrell také poukázal na to, že nukleace mikrotrhliny může být realizována při menší spotřebě energie, když je mikrotrhlina iniciovaná v průsečíku dvou rovin s nižší energií, než má preferovaná rovina štěpení.

$$\frac{a}{2}[\overline{1}\overline{1}1] + \frac{a}{2}[111] \rightarrow a[001]$$

Výsledkem toho je vznik klínové mikrotrhliny na (001) rovině. Další růst této trhliny je kontrolovaný aplikovaným tahovým napětím, schéma na **obrázku 11.13**.



Obr. 11.13 Cottrellův model iniciace štěpné mikrotrhliny v kovech s mřížkou K8 [46].

Modely navržené **A. N. Strohem** a **A. H. Cottrellem** vysvětlují vznik mikrotrhlin na základě dislokačního modelu, ale neuvažují o efektu částic sekundárních fází.

R. A. Smith navrhl model, **obrázek 11.14**, pro uhlíkovou ocel se středním obsahem C, který akceptoval přítomnost karbidů a vliv nahromadění dislokací na délce *D*/2 karbidické částice.



Obr. 11.14 Smithův model vzniku mikrotrhliny u uhlíkové oceli [18].

Ke vzniku mikrotrhliny, podle tohoto modelu, dojde, pakliže příslušným napětím σ dojde k pohybu dislokací ve feritickém zrnu a k jejich nahromadění na rozhraní ferit/karbid. Mikrotrhlina vznikne i v případě, že je v materiálu přítomno karbidické síťoví o tloušťce C_o .

Dislokační mechanismus vzniku mikrotrhliny byl rozšířen řadou autorů [9] a schémata navržených modelů jsou uvedena na **obrázku 11.15**.



a – nahromadění dislokací u efektivní překážky na hranici zrna, b – interakce dislokací
přetínajících se na dvou skluzových systémech, c – interakce dislokací deformačních dvojčat,
d – anihilace dislokací opačného znaménka pohybujících se v paralelních skluzových rovinách,
e – nahromadění dislokací u křehké částice, které iniciovaly její prasknutí

Obr. 11.15 Modely vzniku mikrotrhliny [9].

Leonardo da Vinci už před více než 500 lety zjistil, že když drát, na kterém je určité zatížení (břemeno), musí být tím kratší, čím je břemeno těžší. Příčina tohoto jevu spočívá v tom, že čím je delší drát, tím je v něm přítomno více materiálových chyb [49].

11.3 Morfologické charakteristiky křehkého lomu

Z *makroskopického* hlediska je pro křehký lom typická lomová plocha kolmá na směr zatížení s malou anebo žádnou plastickou deformací. Lomová plocha je často lesklá a má zrnitý vzhled, **obrázek 11.16** a **obrázek 11.17**.



Obr. 11.16 Charakter lomové plochy křehkého lomu vzorku po statické zkoušce tahem, nízkouhlíková ocel [54].



Obr. 11.17 Charakter povrchu křehkého lomu při malém zvětšení, pozorováno na SEM [54].

Makroskopický vzhled křehkého lomu a křehké interkrystalické trhliny plechu z oceli 11 500 (EN 295) je na **obrázku 11.18**.



Obr. 11.18 Lomová plocha a trhlina na plechu u oceli 11 500 [54].

V mnoha případech je možné pozorovat na lomové ploše křehkého lomu krystalograficky orientované světlé lomové plošky – *fazety, obrázek 11.19*. V případě že lomová plocha probíhá po hranicích sekundárních austenitických zrn, hovoříme o kamenitém *lomu*.



Obr. 11.19 Interkrystalický křehký lom (kamenitý lom) Ni-V oceli [9].

Reliéf lomové plochy zabíhající se "říčky" nám identifikuje počáteční místo iniciace vzniku lomové plochy, **obrázek 11.20**.



Obr. 11.20 Iniciace lomu [9].

Z *mikroskopického* hlediska rozeznáváme transkrystalickou a interkrystalickou křehkou trhlinu, jejichž schéma je uvedeno na **obrázku 11.12**.



Obr. 11.21 Schéma transkrystalické a interkrystalické trhliny [54].

Charakter transkrystalické křehké trhliny u oceli 12 081.7 (EN 1CS75) vyplněné korozními zplodinami je na **obrázku 11.22**.



Obr. 11.22 Transkrystalická křehká trhlina, ocel 12 081.7 [54].

Interkrystalická křehká trhlina u martenzitické antikorozní oceli 17 029 (EN X47Cr14) je dokumentovaná na **obrázku 11.23**.



Obr. 11.23 Interkrystalická křehká trhlina u oceli 17 029 [54].

Elektronové mikroskopy (SEM, TEM) nám umožňují spolehlivě rozlišit jednotlivé typy fazet na lomové ploše a tím přesně určit lokální mikromechanismus vzniku lomové plochy.

Fazety *transkrystalického křehkého lomu* jsou krystalograficky orientované, mají rovinný charakter a je možné na nich pozorovat při velkém zvětšení dva druhy štěpení, které jsou označované jako říčkovité a jazýčkovité stupně.

Říčkovité stupně (obrázek 11.24) vznikají následkem přetínání dislokací se šroubovou komponentou frontu štěpné trhliny. Říčkovité stupně se vždy spojují ve směru rozvoje trhliny. Paralelní orientace stupňů na všech štěpných fazetách dokazuje kontinuální postup frontu hlavní lomové trhliny. Dále to dokazuje, že před frontem této trhliny vznikaly a šířily se lokální trhliny.



Obr. 11.24 Říčkovité stupně na fazetě transkrystalického křehkého lomu [54].

Jazýčkovité stupně (obrázek 11.25) souvisí s procesem deformačního dvojčatění před frontem štěpné trhliny, který buď naráží na přítomná dvojčata ve struktuře anebo se nejčastěji střetává s trhlinami vznikajícími v okamžiku tvorby dvojčete podél jeho hranice. V obou případech dochází k lokálnímu odskoku frontu hlavní štěpné trhliny od nového rovinného systému. Front hlavní trhliny obtéká sekundární trhlinu v původní rovině štěpení. Po spojení hlavní a sekundární trhliny vzniká jazýčkovitý stupeň.



Obr. 11.25 Jazýčkovité stupně na fazetě transkrystalického křehkého lomu [54].

Elektronový rastrovací mikroskop (SEM) umožňuje, díky velké hloubce ostrosti, prostorový pohled na lomovou plochu transkrystalického i interkrystalického křehkého lomu s viditelnými jednotlivými fazetami, **obrázky 11.26** a **11.27**.



Obr. 11.26 Interkrystalický křehký lom [54].



Obr. 11.27 Transkrystalický křehký lom [54].

Podle krystalografické orientace sousedních zrn (subzrn) může probíhat růst trhliny v etapě její nukleace následujícími způsoby, jak je schematicky znázorněno na **obrázku 11.28**:



Obr. 11.28 Schéma možného růstu trhliny [54].

- a. Hranice zrn nejsou překážkami růstu trhliny (stupeň vzájemné krystalografické dezorientace sousedních zrn je malý). Štěpná trhlina přechází přes hranice zrn plynule.
- b. Hranice zrn jsou překážkami přechodu trhliny (stupeň vzájemné krystalografické dezorientace sousedních zrn je velký). Štěpná trhlina přes hranice zrn nepřechází, ale při nárazu na ně se zastavuje a v sousedním zrnu vzniká nový zárodek štěpení v jednom, anebo více bodech.
- c. Štěpný lom vzniká opakovanou iniciací. Lokální trhliny se šíří i proti směru (postupu) hlavní trhliny. Tento růst trhliny se realizuje v případě, když je pásmo koncentrace napětí na hrotu zastavené štěpné trhliny relativně široké. Zárodky štěpení se mohou tvořit i ve značné vzdálenosti od hranic zrn, a to buď na úrovni původní štěpné trhliny, nebo i mimo ni.

11.4 Příklady havárií v důsledku křehkého lomu

Silver Bridge, 15. 12. 1967

Schéma tohoto mostu spojujícího dva státy Ohio a Virginia v USA je na **obrázku 11.29**. Dokumentace havarovaného mostu je uvedena na **obrázku 11.30**. Konstrukčně byl most řešen aplikací spojení jednotlivých částí, které jsou vyznačeny na **obrázku 11.29** jako "eye bar".



Obr. 11.29 Schéma mostu Silver Bridge [57].



Obr. 11.30 Havarovaný most Silver Bridge, 15. 12. 1967 [57].

Charakter křehkého lomu této konstrukční části mostu je dokumentován na **obrázku 11.31** a detail na **obrázku 11.32**.



Obr. 11.31 Křehká lomová plocha "eye bar" [57].



Obr. 11.32 Křehká lomová plocha "eye bar" [57].

Při analýze rázové houževnatosti ocelí, které byly na konstrukci tohoto mostu aplikované, se zjistilo, že jejich tranzitní teploty jsou velmi vysoké, a tedy oceli byly nevhodné pro podmínky zimního provozu. V den havárie byla teplota ovzduší (- 8 °C) a oceli byly v křehkém stavu, což dokumentuje záznam zkoušek rázové houževnatosti, **obrázek 11.33**. V důsledku toho došlo ke křehkému lomu "eye bar" a kolapsu celého mostu.



Obr. 11.33 Tranzitní křivky aplikovaných ocelí pro konstrukci mostu [57].

Liberty Ship, 4. 1. 1946

K rozlomení této lodi na dvě části (**obrázek 11.34**) došlo také v důsledku aplikace oceli s vysokou tranzitní teplotou. Tento typ lodí byl využíván pro přepravu materiálu do Velké Británie v době II. světové války a k lomu došlo už během stavby. Charakter křehkého lomu na části pláště této lodi je na **obrázku 11.35**.



Obr. 11.34 Rozlomená loď "Liberty Ship" [59].



Obr. 11.35 Detail křehkého lomu pláště oceli lodě "Liberty Ship" [59].

Rail failure, Kanada, Kenloop, 9. 10. 2011

Další z havárií je křehký lom kolejnice. Jednou z příčin křehkého lomu kolejnic je přítomnost vměstků různé velikosti v oceli, které iniciují lomový proces (**obrázek 11.36** a **11.37**). V některých případech jsou tyto vměstky makroskopické velikosti, jak uvádějí **obrázky 11.38** a **11.39**.



Obr. 11.36 Trhlina v kolejnici [60].



Obr. 11.37 Vměstky iniciující lomový proces [60].



Obr. 11.38 Vměstek makroskopické velikosti iniciující křehký lom kolejnice [60].



Obr. 11.39 Detail vměstku uvedeného na obrázku 11.38 [60].

12 ÚNAVOVÝ LOM

12.1 Úvod

Následky únavových lomů mají jak ekonomické, tak i sociální důsledky. V USA představovaly ekonomické škody v důsledku únavových lomů v roce 1978 cca 4 % HND [61]. Pro snížení možnosti vzniku únavového lomu se testují jak jednotlivé materiály, tak i celky. Typickým příkladem v automobilovém průmyslu je testování vyrobených aut, jak je uvedeno na **obrázku 12.1**.



Obr. 12.1 Testování zařízení pro automobil [62].

I přes množství existujících způsobů testování, ze kterých jsou mnohé složité a ekonomicky náročné, není možné 100 % vyloučit možnost únavového lomu. **Zákeřnost únavového lomu spočívá** v jeho postupném šíření, které je těžko v počátečním stádiu zjistitelné, a v **okamžitém vzniku lomu** (ulomení) po zeslabení daného průřezu, kde jsou napětí vyšší než mez pevnosti daného materiálu. Únavový lom má vždy typický vzhled, **obrázek 12.2**.



Obr. 12.2 Typický charakter únavové lomové plochy.

Ze sociálního hlediska jsou to ztráty na lidských životech, které způsobily únavové lomy. Únavové lomy jsou nebezpečné ve všech oblastech namáhání materiálu (dnes jsou známé také únavové zlomeniny kosti hlavně u profesionálních hráčů tenisu), ale katastrofické jsou hlavně v letectví, kde jsou příčinou mnohých ztrát na životech. Například odtržení pravého křídla letadla letu 101 společnosti Chalk Ocean Wing dne 19. 12. 2005, ke kterému došlo krátce po startu z letiště v Miami, způsobilo úmrtí 20 osob z toho 2 členů posádky. Vyšetřováním trosek letadla bylo zjištěno, že havárii způsobil únavový lom materiálu pravého křídla letadla [64]. Na **obrázku 12.3** je schéma plánované trasy letu z Miami s vyznačením místa havárie. Trosky letadla, které byly vytažené z moře s odlomeným pravým křídlem, jsou dokumentovány na **obrázku 12.4**.



Obr. 12.3 Schéma plánovaného letu z Miami [64].



Obr. 12.4 Trosky letadla společnosti Chalk Ocean Wing, 19. 12. 2005 [64].

Dalším případem, kdy byla havárie způsobena vlivem únavového lomu, je pád helikoptéry v Norsku 29. 4. 2016. Únavový lom vrtule je novějším případem havárie v letecké dopravě s počtem 13 obětí včetně posádky [65].

12.2 Faktory způsobující únavový lom

Existuje vícero faktorů, které iniciují vznik únavového lomu, přičemž nevyhnutelnou podmínkou pro jeho rozvoj je změna napětí materiálu. Hlavními faktory, které je třeba uvažovat, jsou:

a. Velikost napětí σ , počet cyklů N a symetrie/asymetrie napětí kolem nulové hodnoty.

Únavový lom je vždy způsoben cyklickým (pravidelným), anebo acyklickým (nepravidelným), z časového i napěťového hlediska, namáháním materiálu. Když je napětí σ nízké, nižší než *E* (Youngův modul pružnosti v tahu), **obrázek 12.5**, deformace materiálu je v čase každého cyklu *N* v elastické oblasti. Počet cyklů *N* při tomto způsobu namáhání, aby došlo k únavovému lomu, je vysoký (více než 10^5 cyklů do lomu) a hovoříme o vysoko cyklové únavě.

V případě, že je napětí σ vyšší než E, dochází k plastické deformaci materiálu během každého cyklu N a jedná se o nízkocyklovou únavu. Počet cyklů N, aby došlo k únavovému lomu je nízký ($\approx 10^2$ až $\approx 10^5$ cyklů do lomu). Velmi vysoká (gigacyklová) únava je při velmi nízkém zatížení s počtem cyklů $\approx 10^9$ do lomu, **obrázek 12.6**.



Obr. 12.5 Schéma charakteru tahových diagramů různých materiálů a hodnoty E [35].



Obr. 12.6 Schéma závislosti σ na N [15].

Existuje více způsobů namáhání materiálu. Tři charakteristické typy namáhání jsou uvedeny na **obrázku 12.7** až **12.9.** Na **obrázku 12.7** je schéma symetrického, okolo nulové hodnoty, cyklického namáhání materiálu ($+\sigma$ – tahové napětí, $-\sigma$ – tlakové napětí).



Obr. 12.7 Schéma cyklického symetrického namáhání materiálu kolem nulové hodnoty napětí.

Na obrázku 12.8 je uvedeno schéma nesymetrického, okolo nulové hodnoty, cyklického namáhání materiálu.



Obr. 12.8 Schéma nesymetrického, okolo nulové hodnoty, cyklického namáhání.

Na obrázku 12.9 je schéma acyklického (nepravidelného) namáhání materiálu jak kolem nulové hodnoty, tak i z časového hlediska.



Obr. 12.9 Schéma nesymetrického, okolo nulové hodnoty, acyklického namáhání.

Z hlediska technické aplikace materiálů je důležitá predikce (předpověď), která nám na základě experimentálních výsledků určí, kolik materiál vydrží při daných podmínkách únavového namáhání a kdy dojde k únavovému lomu. Experimentálně se určují důležité hodnoty, jako je **únavová pevnost**, která je definována *napětím* σ , při kterém dojde k porušení materiálu (např. při cyklickém namáhání při napětí ≈ 200 MPa hliníkové slitiny 2014 – T6 dojde k únavovému lomu při 10⁶ cyklů), **obrázek 12.10**.

Mez únavy je definována *počtem cyklů N*, při kterém dojde k porušení materiálu při daném napětí (např. 10⁸ pro ocel 12 050 při cyklickém namáhání pod napětím 300 MPa). Přesné určení požadovaných hodnot umožňují (sestrojené pro jednotlivé materiály) Wöhlerovy křivky.



Obr. 12.10 Wöhlerova křivka pro ocel 12 050 a Al slitinu 2014 [74].

b. Teplota a korozní prostředí.

Koroze podporuje vznik iniciačního místa únavového lomu a urychluje proces šíření únavového lomu. Rychlost šíření únavového lomu se zvyšuje se zvyšující se teplotou cyklického/acyklického namáhání.

c. Povrchová kvalita a geometrie.

Drsnost povrchu, ale také diskontinuita geometrie výrobku (otvory, vruby) způsobují lokální koncentraci napětí a zvyšují koncentrační faktor napětí $K_t = \sigma_{max}/\sigma_o$, který ulehčuje vznik iniciačního místa vzniku trhliny. Schéma zvýšení napětí přítomností vrubu je na **obrázku 12.11**.



Obr. 12.11 Schéma rozložení napětí (σ_o - vložené napětí, σ_{max} – napětí na vrubu) [37].

Vliv poměru r/h na hodnotu koncentračního faktoru K_t je uveden na obrázku 12.12.



Obr. 12.12 Vliv poměru r/h na K_t [50].

Pro zvýšení únavových vlastností se u některých výrobků, kvůli snížení povrchové drsnosti, zařazuje jako finální technologická operace leštění.

Na obrázku 12.13 je dokumentovaný únavový lom iniciovaný ostrým vrubem drážky pro pero.

Iniciace lomu
Únavové čáry
Contraction of the second
Dolomení

Obr. 12.13 Únavový lom rotačně namáhané součástky iniciovaný ostrým vrubem [54].

Výrazný vliv drsnosti povrchu na hodnoty počtu cyklů do lomu N při rozdílném zatížení oceli 12 041 dokumentují **obrázky 12.14** a **12.15**.



Obr. 12.14 Vliv zatížení σ na počet cyklů do lomu N [71].



Obr. 12.15 Vliv povrchové drsnosti na počet cyklů do lomu N [71].

d. Proces výroby.

Všechny technologické procesy, které zvyšují zbytkové pnutí v materiálu, např. tepelné zpracování, snižují únavové vlastnosti materiálu.

e. Současná představa.

Model vlivu faktorů, při jednotlivých typech únavového namáhání, na vznik únavového lomu je na **obrázku 12.16**.



Obr. 12.16 Model vlivu faktorů při jednotlivých typech únavového namáhání [70].

12.3 Teorie únavového lomu

K únavovému lomu dochází při cyklickém zatížení i nižším, než je mez pružnosti R_e resp. hodnota E daného materiálu, viz **obrázek 12.5**. Lomová plocha má vždy charakteristickou morfologii, **obrázek 12.17** se třemi makroskopicky odlišnými oblastmi:

- a. Místo iniciace únavového lomu (drsnost povrchu, karbidické částice atd.).
- b. Oblast jasně viditelných únavových čar.
- c. Oblast katastrofického zbytkového náhlého lomu dolomení zeslabeného průřezu.



Obr. 12.17 Model vlivu faktorů při jednotlivých typech únavového namáhání [70].
Tyto charakteristické oblasti únavového lomu mají rozdílné rozložení jednotlivých oblastí podle způsobu zatížení, což je schematicky znázorněno na obrázku 12.18.

Z hlediska analýz materiálových havárií je velmi důležitý poměr velikosti oblasti únavového a zbytkového lomu, který závisí na stupni cyklického přetížení *n*_c, vyjádřeného poměrem:

$$n_c = \frac{\sigma_a}{\sigma_c} \ge 1 \tag{12.1}$$

kde:

 σ_a je amplituda napětí působící v procesu únavy, σ_c je mez únavy materiálu.

Čím je hodnota *n*_c větší, tím je menší únavová oblast (oblast únavových čar na obrázku 12.17).

DRUH	NÍZKÉ NOMINÁLNÍ NAPĚTÍ			VYSOKÉ NOMINÁLNÍ NAPĚTÍ		
ZATÍŽENÍ	a	b	с	a	b	с
TAH A JEDNO- STRANNÝ OHYB			Ø			
DVOJ- STRANNÝ OHYB						
OHYB PŘI ROTACI						

a – slabá koncentrace napětí (vrub, vměstek apod.), b – slabá koncentrace napětí po obvodu, c – silná koncentrace napětí po obvodu

Obr. 12.18 Schéma vlivu způsobu namáhání a zatížení na charakter únavového lomu [35].

Známe tři etapy vzniku únavového lomu:

- I. Etapa koncentrace napětí v místě iniciace a vznik trhliny.
- II. Etapa šíření únavové trhliny.
- III. Etapa dolomení, katastrofické selhání materiálu.

Etapa I.

V této etapě dochází k pomalému šíření trhliny z místa iniciace únavového lomu podél krystalografických rovin, ve kterých působí největší smykové napětí. Tyto trhliny mají délku některých zrn a rovinný charakter (transkrystalické šíření trhlin). *Iniciace trhliny často začíná u vrubu, anebo povrchové nerovnosti*. I v případě, že není přítomen povrchový defekt, který by inicioval únavové

porušení v důsledku cyklického namáhání, se vytvářejí (i na leštěném povrchu) **skluzové pásy** šířky jen **1 nm**. Lokální napětí v těchto skluzových pásech mohou být až 100 x větší než v okolním materiálu.

Postupný skluz vpřed – vzad těchto pásů způsobuje vznik **intruzí** a **extruzí** na povrchu a vede ke vzniku trhliny. Šířka extruzí (intruzí) bývá okolo 1 µm a mohou vyčnívat nad původním povrchem cca 0,3 mm. Schéma tohoto procesu je uvedeno na **obrázku 12.19**.



Obr. 12.19 Schéma vzniku intruzí a extruzí.

Počáteční trhlina je paralelní se skluzovými pásy. **Rychlost růstu trhliny v době I. Etapy je velmi** malá cca 1 nm na jeden cyklus a vytváří charakteristický vzhled lomové plochy. Trhlina je přibližně pod 45° ke směru namáhání. Při určité délce trhliny v důsledku změny napěťového pole na jejím hrotu, dochází ke změně směru jejího šíření a trhlina přechází do II. Etapy. Pro I. Etapu jsou charakteristické také změny hustoty dislokací (vysoká – nízká) i ve skluzovém pásu.

Etapa II.

Tato etapa je charakteristická rychlejším růstem trhliny v kolmém směru na směr zatížení. Povrch lomové plochy je drsný. Růst trhliny je provázený vznikem mikroskopicky viditelných striací (rýh) na povrchu lomu. Každá striace představuje **jeden cyklus** únavového namáhání. I když jsou striace indikátorem únavového porušení, **nejsou makroskopicky viditelné** a nejlépe jsou indikované pomocí SEM, **obrázek 12.20**.



Obr. 12.20 Striace (rýhy) na povrchu lomové plochy [54].

Makroskopicky jsou viditelné, na povrchu únavového lomu, koncentrované výstupky (únavové čáry), ty jsou vytvořeny v důsledku změn napětí při cyklickém namáhání materiálu, například při změně tahových podmínek anebo při rotačním namáhání. Každá tato čára reprezentuje více než tisíc cyklů, **obrázek 12.21**.



Obr. 12.21 Únavové čáry na lomové ploše klikového hřídele [54].

Schéma tvorby únavové trhliny v I. a II. Etapě je uvedeno na obrázku 12.22.



Obr. 12.22 Schéma tvorby únavové trhliny.

Etapa III.

Pokud je lomová plocha vzniklá únavovým zatížením materiálu takové velikosti (kritická velikost), že zbytková plocha není schopná snést zvýšená napětí, dochází k lomu této zbytkové plochy. Rychlost vzniku lomu je extrémně rychlá – je katastrofická!

12.4 Příklady havárií únavového lomu

Canadian Pacific Train No. 823 957, 24. 10. 2004

24. 10. 2004 míří nákladní vlak s uhlím na západ Kanady rychlostí přibližně 37 mph, oblast havárie **obrázek 12.23**. Vlak dlouhý 7032 stop o váze 15 973 tun vykolejil v důsledku únavového lomu nápravy, **obrázek 12.24**.





Obr. 12.23 Canadian Pacific Train, 24. 10. 2004 [76]. Obr. 12.24 Vykolejené vagony ze středu soupravy [76].

Při vyšetřování nehody se zjistilo, že došlo k lomu nápravy v rádiusu vlivem koncentrace napětí v tomto místě (obrázek 12.25) přibližně 3 palce od vnějšího povrchu náboje kola. Únavová trhlina byla kolmá na podélnou osu nápravy a vykazovala únavový lom. Lomová plocha je uvedena na obrázku 12.26.



Obr. 12.25 Lom nápravy v rádiusu [76].

Obr. 12.26 Lomová plocha nápravy [76].

1-35W Mississippi River Bridge, 1. 8. 2007

K této havárii, která si vyžádala 13 obětí, došlo 1. 8. 2007, viz **obrázek 12.27**. Jednou z příčin zřícení mostu byla i únava materiálu.



Obr. 12.27 1-35W Mississippi River Bridge, 1. 8. 2007 [77].

Helicopter Service Flight 451, 8. 9. 1997

Pád helikoptéry byl způsoben únavou materiálu rotoru. Havárii, ke které došlo 8. 9. 1997, nepřežilo 10 cestujících a 2 členové posádky. Charakter části lomové plochy je dokumentován na **obrázku 12.28**.



Obr. 12.28 Část únavové lomové plochy [78].

13 TVÁRNÝ LOM (HOUŽEVNATÝ)

13.1 Úvod

Z hlediska fraktografie se tvárným lomům dostává méně pozornosti v důsledku toho, že k jejich vzniku dochází při přetížení materiálu, což je při správně dimenzovaných nástrojích, resp. konstrukcích, vyloučeno. Z hlediska havárií, jsou málo početné, a to jak z důvodu velké pozornosti při konstrukčních výpočtech, tak i při volbě optimálního materiálu.

Při analýze tvárného lomu, ale nejen tvárného, se doporučuje zohlednit standardy ASTM [79-85].

Tvárné lomy jsou takové (vizuálně), kterým předchází rozsáhlá makroskopicky viditelná deformace. Ta se projevuje kontrakcí v lokalitě lomové plochy. Na **obrázku 13.1** je dokumentován typický tvárný lom u vzorku podrobeného statické zkoušce tahem při teplotě okolí z hliníkové slitiny 2014 – T6.



Obr. 13.1 Tvárný lom, slitina 2014 – T6 [18].

Z fraktografického hlediska se za tvárné lomy považují ty, jejichž lomová plocha má jamkovou morfologii (tvar).

Pro kovy a slitiny s plošně centrovanou kubickou mřížkou K12, jako jsou například Al a Cu slitiny, je v případě jejich porušení charakteristický tvárný lom. Z energetického hlediska je pro vznik tvárného lomu potřebné značné množství energie a při posuzování podle tohoto kritéria hovoříme o houževnatém lomu.

13.2 Teorie vzniku tvárného lomu

Jednotlivé etapy tvárného (houževnatého) lomu jsou tyto:

a. První etapou je **nukleace mikroporuch**, která je možná na následujících strukturních zdrojích:

na přítomných štěpných trhlinách částic sekundární fáze (například intermetalické částice v Al slitinách, karbidy v ocelích),

- na fázovém rozhraní částice matrice vznikem dutin, obrázek 13.2,
- na trhlinách iniciovaných dislokačním mechanismem, obrázek 13.3,
- na apriorních defektech v matrici (póry),
- na hranicích zrn.



a – dutina vznikla v důsledku dekoheze mezi sekundární fází a matricí,
b – štěpná trhlina sekundární fáze, c – dutina vzniklá smykem hranice zrna
Obr. 13.2 Schéma vzniku mikroporuch.

- **b.** Druhou etapou je *růst mikroporuch*, jež je realizována plastickou deformací matrice. Dutiny (trhliny) jsou prostorové útvary a zvětšují se ve směru napětí. Jejich velikost u hliníkových slitin je určena velikostí částic intermetalických fází.
- c. Třetí etapou je *koalescence (spojování dutinek)* a vznik lomové plochy, který se uskutečňuje prostřednictvím úplného zúžení můstků matrice. Schéma jednotlivých etap je na obrázku 13.4.

Lomová plocha má jamkovitou morfologii. Hluboké jamky na povrchu lomové plochy dokazují vysokou energii porušení. Tvárné lomy jsou ve většině případů transkrystalické. Když z jakýchkoliv příčin dojde k zeslabení hranic zrn, vzniknou interkrystalické tvárné lomy charakteristické nízkou energií porušení.

Z mikroskopického hlediska vykazuje tvárný lom vždy mikrodutiny a lom je transgranulární. Orientace jamek je závislá na orientaci napětí. Rovnoosé jamky se tvoří při podmínkách jednoosého napětí, **obrázek 13.5**.



Obr. 13.3 Schéma nukleace mikroporuch dislokačním mechanismem.



a – částice sekundární fáze v matrici, b – tvorba dutinek, c – růst dutinek, d – napěťové pole v lokalitě dutinek, e – vytváření můstků v matrici, f – spojení můstků, vznik lomové plochy

Obr. 13.4 Schéma jednotlivých etap vzniku lomové plochy.



Obr. 13.5 Rovnoosé jamky lomové plochy tvárného lomu při jednoosém napětí.

Smykové napětí charakterizuje morfologie lomové plochy s elipsovitými jamkami, obrázek 13.6.



Obr. 13.6 Eliptické jamky (žlutá šipka) lomové plochy tvárného lomu vzniklé při smykovém napětí.

Počet jamek na lomové ploše tvárného lomu závisí na počtu nukleačních míst a plasticitě materiálu. Pokud je přítomno hodně nukleačních center, je růst dutinek limitovaný, protože tyto se budou vzájemně přetínat. V důsledku toho na lomové ploše budou přítomné malé a mělké jamky. Pokud je naopak přítomno jen málo nukleačních center, bude lomová plocha tvořena malým počtem velkých jamek. Hloubka těchto jamek ať už v prvním anebo ve druhém případě, bude závislá především na plasticitě matrice.

Nukleačními centry jsou jak inkluze, tak i částice sekundární fáze/fází. U hliníkových slitin jsou to různé typy intermetalických fází, u ocelí karbidické fáze. Například v legované chromové oceli byla pozorována nukleace jamek na hrubých částicích sulfidů a hned vedle na jemných částicích karbidické fáze, **obrázek 13.7**.



Obr. 13.7 Lomová plocha legované Cr oceli.

Typický charakter transkrystalického tvárného lomu hliníkové slitiny je na **obrázku 13.8** (žlutá šipka – vytáhlé hřebeny α matrice, červená šipka – prasklá intermetalická částice, zelená šipka – neporušená částice intermetalické fáze).



Obr. 13.8 Transkrystalický tvárný lom Al slitiny 2024.

V případě interkrystalické koroze hliníkových slitin jsou nukleačními zdroji lomové plochy korozní zplodiny na hranicích zrn. V tomto případě není jamková morfologie výrazně pozorovatelná, **obrázek 13.9**.



Obr. 13.9 Interkrystalický tvárný lom slitiny 7075 - T76.

U slévárenských slitin na bázi Al-Si je morfologie vzniku lomové plochy ovlivněna, z materiálového hlediska, především metalurgickými faktory jako je například dendritická pórovitost. Při analýze světelným mikroskopem je možné na metalografických vzorcích odebraných z kolmého řezu na lomovou plochu pozorovat lomovou čáru, **obrázek 13.10**.



Obr. 13.10 Lomová čára transkrystalického tvárného lomu slitiny AlSi7Mg0,5.

Lomová čára transkrystalického tvárného lomu s přítomným defektem metalurgického původu a dendritickou pórovitostí je dokumentovaná na obrázku 13.11.



Obr. 13.11 Lomová čára transkrystalického tvárného lomu slitiny AlSi7Mg0,5.

Členitost lomové čáry v důsledku defektu metalurgického původu, dendritického póru, jakožto i v důsledku křehkého štěpení částic Si dokumentuje **obrázek 13.12**.



Obr. 13.12 Členitá lomová čára transkrystalického tvárného lomu slitiny AlSi7Mg0,5.

Obrázek 13.13 dokumentuje převážně málo členitou lomovou čáru transkrystalického tvárného lomu iniciovanou křehkým štěpením částic Si.



Obr. 13.13 Málo členitá lomová čára, slitina AlSi7Mg0,5.

Obnažená ramena dendritů v případě dendritické pórovitosti jsou charakteristická oblými útvary "hrozny" v případě pozorování lomové plochy pomocí SEM, **obrázek 13.14** a **13.15**.



Obr. 13.14 Lomová plocha transkrystalického tvárného lomu s přítomností dendritických pórů, slitina AlSi7Mg0,5.



Obr. 13.15 Lomová plocha transkrystalického tvárného lomu s přítomností dendritických pórů, slitina AlSi7Mg0,5.

Při hodnocení komplikovaných lomových ploch slévárenských slitin na bázi Al-Si je třeba si uvědomit, že u nemodifikovaných slitin s destičkovitě vyloučeným Si je řídícím mechanismem porušování (tvorby lomové plochy) štěpení částic Si. U modifikovaných slitin je řídícím mechanismem porušování (tvorby lomové plochy) tvárné porušení matrice α fáze.

Heterogenní napěťové pole při vzniku lomů u těchto slitin iniciuje štěpení jak částic Si, tak i intermetalických fází různé morfologie, např. tvaru "čínské písmo", **obrázek 13.16**.



Obr. 13.16 Lomová plocha transkrystalického tvárného porušení slitiny AlSi7Mg0,5.

K interkrystalickému porušení dochází také u antikorozních CrNi ocelí v důsledku zeslabení hranic zrn, obrázek 13.17 a 13.18.



a – světelný mikroskop, b – SEM Obr. 13.17 Interkrystalické tvárné porušení CrNi antikorozní oceli v důsledku přítomnosti α fáze na hranicích zrn.



a – světelný mikroskop, b – světelný mikroskop, c – SEM lomová plocha
 Obr. 13.18 Interkrystalické tvárné porušení CrNi antikorozní oceli
 v důsledku precipitace karbidů po hranicích zrn.

14 LOMY PŘI TEČENÍ (CREEP)

14.1 Úvod

Nutnost aplikace zvýšených teplot při namáhání konstrukčních materiálů, hlavně v energetice, chemickém a leteckém průmyslu je fenoménem současnosti.

Tečení (creep) je definován jako *pomalá plastická deformace materiálu* vyvolaná dlouhodobým působením konstantního napětí a stálé teploty. K tečení dochází už při napětích, která jsou menší než mez kluzu R_e zjištěná statickou zkouškou v tahu při dané teplotě. Vztah mezi plastickou deformací ε pl, napětím (σ , τ) a časem t je vyjádřeno funkční závislostí:

 $\varepsilon_{\rm pl} = {\bf f}({\bf t})$ přičemž σ , τ jsou konstantní.

Rychlost tečení ε je možné vyjádřit vztahem:

$$\ln \varepsilon = \ln A + n \cdot \ln \sigma - Q/RT \tag{14.1}$$

kde:

A – konstanta,

n – napěťový exponent,

Q – aktivační energie,

R – plynová konstanta,

T – teplota v [K].

Z fraktografického hlediska není při analýze lomových ploch vždy možné jednoznačně usoudit, že se jedná o lomy zapříčiněné tečením. **Obrázek 14.1** dokumentuje lomovou plochu interkrystalického creepového lomu. Na lomové ploše jsou viditelné jak fazety charakteristické pro tvárné porušení, tak i fazety charakteristické pro křehké porušení. Jedná se o smíšený lom.



Obr. 14.1 Interkrystalický creepový lom, ocel 12 021 (1.0305) [87].



Na **obrázku 14.2** je dokumentován typický charakter transkrystalického creepového lomu s přítomnou částí tvárného i křehkého porušení.

Obr. 14.2 Transkrystalický creepový lom, ocel 12 021 (1.0305) [87].

14.2 Stručná charakteristika teorie tečení (creepu)

Tečení je časově závislý jev a křivka tečení, pro dané podmínky namáhání (σ , τ), sestává ze tří charakteristických etap, **obrázek 14.3**.



Obr. 14.3 Etapy creepu do vzniku lomové plochy.

1. Etapa (primární tečení) navazuje na počáteční pružnou a trvalou deformaci vyvolanou počátečním napětím. Rychlost deformace se, z časového hlediska, postupně zmenšuje.

2. Etapa (sekundární tečení) je z časového hlediska nejdelší. Materiál se deformačně zpevňuje a současně, vzhledem k teplotě, probíhají procesy zotavení. Tento úsek křivky je velmi důležitý a směrodatný pro stanovení životnosti materiálů v energetických zařízeních. U některých konstrukčních celků trvá i desítky let. Z tohoto důvodu je tato etapa nejdůležitější. Tečení má minimální rychlost.

3. Etapa (terciální tečení) je charakteristická exponenciálním růstem rychlosti tečení se vznikem lomové plochy.

V závislosti na teplotě *T* může mít křivka tečení různý charakter a úsek křivky druhé etapy může chybět, např. u difuzního tečení (creepu), **obrázek 14.4**.



Obr. 14.4 Charakter křivek tečení v závislosti na teplotě.

Difuzní creep (tečení) probíhá objemem zrn. Pro difuzní tečení je hybnou silou aplikované napětí a vysoká teplota. Na procesu se podílí vysoká hustota vakancí při vysokých teplotách, přičemž difundující atomy jdou proti pohybu vakancí. Tento **Herring-Nabarro** mechanismus uvedený na **obrázku 14.5** je platný pro nižší napětí a vysoké teploty.



Obr. 14.5 Herring-Nabarro mechanismus tečení [88].

Robert Louis Coble představil mechanismus difuzního tečení pro nižší napětí a nižší teploty. Charakteristické parametry těchto dvou mechanismů jsou uvedeny v **tabulce 14.1**.

Mechanismus	Nejlepší podmínky	Charakteristika		
Herring - Nabarro	Vysoká teplota, nízké napětí, jemnozrnná struktura	Difuze vakancí přes krystalickou mřížku zrn		
Coble	Nižší teplota, nízké napětí, jemnozrnná struktura	Difuze vakancí po hranicích zrn. Šplh dislokací a přechod na hranice zrn. Vzájemný posuv hranic zrn.		

Tabulka 14.1 Charakteristika mechanismů difuzního tečení [88].

Mechanismus podle Cobleho je uveden na obrázku 14.6.



Obr. 14.6 Cobleho mechanismus tečení [88].

Jednotlivé mechanismy difuzního tečení souvisí s rozdílnou aktivační energií difuze vakancí při vysokých a nižších teplotách.

Dislokační creep (tečení) je proces, při němž je aplikované napětí hybnou silou pro pohyb dislokací. Tento mechanismus tečení se uplatňuje při vysokém napětí a relativně nízkých teplotách (nízkoteplotní creep). Pohyb dislokací se uskutečňuje skluzem, schéma procesu je uvedeno na **obrázku 14.7**. Tento proces si vyžaduje malou teplotní aktivaci.



Obr. 14.7 Schéma pohybu dislokací při dislokačním tečení [88].

14.3 Charakteristika lomů při tečení

Terciální etapa tečení se z hlediska fraktografie označuje jako lomová etapa. V této etapě tečení se ve struktuře a substruktuře materiálu realizují procesy, které vedou ke vzniku lomu, i když přípravné procesy probíhají už v předcházejících etapách tečení. Podle [92] je možné charakterizovat vznik a charakter lomu následovně:

a. V materiálu se vytvářejí v procesu tečení kavity a trhliny, které se postupně spojují, v důsledku čehož vzniká lomová plocha. Růst kavit se může uskutečňovat deformačním, deformačně-difuzním, anebo jen difuzním mechanismem. V závislosti na podmínkách, při kterých se tečení uskutečňuje, byl pozorován vznik dvou typů trhlin.

1. Trhliny přibližně sférického tvaru (kavity, trhliny **r – typu**), které se tvoří především na příčných hranicích ke směru vnějšího napětí. Schéma jejich vzniku je na **obrázku 14.8**.



Obr. 14.8 Schéma tvorby trhliny r-typu [9].

Na obrázku 14.9 je uvedena dokumentace kavit r-typu u oceli 15 129 (1.7715). Detail kavity je dokumentován na obrázku 14.10.



Obr. 14.9 Kavity r-typu, ocel 15 129 [93]. Obr. 14.10 Detail kavity r-typu, ocel 15 129 [93].

Charakter lomové plochy vzniklé v důsledku přítomnosti kavit r-typu je na obrázku 14.11.



Obr. 14.11 Interkrystalický creepový tvárný lom s jamkovou morfologií, ocel 15 129 [93].

Pro substrukturu je typická nízká hustota dislokací v subzrnech, obrázek 14.12.

305



Obr. 14.12 Nízká hustota dislokací v usměrněných subzrnech, ocel 15 129 [93].

Při tečení dochází už ve 2. etapě k redistribuci karbidů na hranice zrn a ke vzniku kavit r, resp. **w-typu** ve 3. etapě, **obrázek 14.13**. Tohoto poznatku se využívá při predikci životnosti konstrukčních celků hlavně v energetice.



Obr. 14.13 Redistribuce karbidů a vznik kavit r-typu, ocel 15 129 [93].

2. Trhliny klínového tvaru vyskytující se v místě styku tří zrn (trhliny **w** – **typu**). Jejich vznik je způsobený vzájemným skluzem hranic zrn. Jedna z alternativ vzniku trhlin w-typu je na **obrázku 14.14**.



Obr. 14.14 Schéma vzniku trhliny w-typu [9].

Přítomnost trhlin w-typu vzniklých po dlouhodobé expozici oceli 15 129 je dokumentován na **obrázku 14.15**.



Obr. 14.15 Kavity w-typu na hranicích původních austenitických zrn [93].

b. Charakter lomové plochy je závislý na teplotě tečení a velikosti deformace ($\Delta \epsilon / \Delta T$).

1. Transkrystalický lom vzniká při nízkých teplotách tečení a vysokých rychlostech deformace. Z hlediska mikromechanismu porušování se jedná o tvárný transkrystalický lom (s větším podílem tvárných fazet na lomové ploše) v důsledku nukleace, růstu a koalescence dutin uvnitř zrn. Dutiny zpravidla nukleují na částicích sekundárních fází, **obrázek 14.16**.



Obr. 14.16 Transkrystalický creepový tvárný lom, ocel 12 021 [93].

2. Interkrystalický lom vzniká při vysokých teplotách tečení a nízkých rychlostech deformace. Tyto lomy se vyznačují malými hodnotami makroskopické kontrakce a jsou typické hlavně pro vysokoteplotní tečení při relativně nízkých napětích, **obrázek 14.17**.



Obr. 14.17 Interkrystalický creepový lom, ocel 12 022 [93].

Při analýze lomů vzniklých v procesu tečení, respektive při diagnostice stavu degradace materiálu po dlouhodobé expozici, je výhodné aplikovat jak metodu analýzy pomocí optické metalografie, tak i pomocí SEM. Přítomnost kavit vzniklých v procesu tečení je možné velmi dobře pozorovat na neleptaných výbrusech, **obrázek 14.18**.



Obr. 14.18 Kavity po dlouhodobé expozici, ocel 15 128 [93].

Typický tvárný creepový lom hliníkové slitiny je na obrázku 14.19.



Obr. 14.19 Transkrystalický creepový lom, Al slitina [93].

15 LOMY ZPŮSOBENÉ KOROZÍ

15.1 Úvod

Koroze kovových materiálů je samovolný proces degradace jejich vlastností v důsledku chemických nebo elektrochemických reakcí s okolním prostředím. Lomy, jako příčina korozních procesů, jsou charakteristické přítomností korozních zplodin na lomové ploše anebo v její těsné blízkosti. S lomy způsobenými korozí se setkáváme v různých oblastech aplikace kovových materiálů s často vysokými ekonomickými ztrátami a také tragickými následky. Korozní poškození mostní konstrukce bylo příčinou kolapsu mostu Leo Frigo ve státě Wisconcin, USA, přes řeku Fox dne 24. 9. 2013, **obrázek 15.1**.



Obr. 15.1 Kolaps mostu Leo Frigo, Wisconsin, USA, 24. 9. 2013 [95].



Obr. 15.1 Detail poškození mostu Leo Frigo, Wisconsin, USA, 24. 9. 2013 [95].

15.2 Stručné teoretické aspekty koroze

Chemická koroze kovových materiálů probíhá v elektrolyticky nevodivých prostředích, plynech a neelektrolytech. Základní příčinou je termodynamická nerovnováha kovů v různých prostředích, spojená s přechodem kovu do stabilnějšího stavu korozních zplodin. Samovolný proces koroze probíhá za podmínky, že rozdíl volných entalpií ΔG^{θ} má zápornou hodnotu, platí:

$$\Delta G^0 < 0 \tag{15.1}$$

Nejznámějším procesem chemické koroze kovů je jejich **oxidace**. Termodynamická možnost oxidace vyplývá ze závislosti změny ΔG^{θ} na teplotě, **obrázek 15.2**. Když má ΔG^{θ} kladnou hodnotu, případ Au, reakce $4Au + 3O_2 = 2Au_2O_3$ není možná. Jinými slovy, zlato neoxiduje ani při pokojové teplotě ani za zvýšených teplot.

Čím je hodnota ΔG^{θ} zápornější, tím je reaktivita kovů vyšší, což je případ Al a Mg. Oba kovy okamžitě oxidují i při pokojové teplotě s kyslíkem.



Obr. 15.2 Závislost ΔG^0 na teplotě [96].

Na oxidační proces mají vliv následující faktory:

a. Teplota má rozhodující vliv na kinetiku (rychlost) oxidace, jelikož ovlivňuje jak rychlost chemické reakce, tak i rychlost difuze. Závislost rychlosti oxidace k se řídí Arrheniovou rovnicí:

$$k = A \exp\left(\frac{-Q}{R \cdot T}\right) \tag{15.2}$$

kde:

- A konstanta,
- **Q** aktivační energie,
- **R** plynová konstanta,
- T teplota v [K].

Závislost rychlosti oxidace Fe na teplotě vzduchu má exponenciální charakter, obrázek 15.3.



Obr. 15.3 Vliv teploty na rychlost oxidace Fe [96].

b. Vliv rychlosti proudění oxidujícího plynu. Rychlost proudění oxidačních spalin má výrazný vliv na rychlost oxidace nízkouhlíkových ocelí při vyšších teplotách, obrázek 15.4. Tento poznatek je důležitý z hlediska aplikace nízkouhlíkových ocelí v energetice.



Obr. 15.4 Obecná závislost rychlosti oxidace na rychlosti proudění oxidačních spalin [96].

c. Vliv chemického složení atmosféry. Vliv chemického složení oxidujícího plynu u ocelí souvisí s termodynamikou korozních procesů. Významný vliv má přítomnost vodní páry (H₂O) a SO₂ v oxidujícím plynu, což souvisí s aplikovaným palivem (plyn, uhlí). Pokud rychlosti koroze uhlíkové oceli s 0,17 % C ve vzduchu při teplotě 900 °C dáme hodnotu 100, potom se rychlost koroze mění následovně, tabulka 15.1.

Složení oxidačního média	Rychlost koroze v % při teplotě 900 °C		
Vzduch	100		
Vzduch + 2 % SO ₂	118		
Vzduch + 5 % H ₂ O	134		
$Vzduch+5 \% SO_2+5 \% H_2O$	276		

Tabulka 15.1 Charakteristika mechanismů difuzního tečení [96].

Hliníkové slitiny jsou citlivé na přítomnost Cl' iontů. Tyto ionty urychlují korozní procesy hlavně v lokalitě mořského pobřeží. Na **obrázku 15.5** je závislost rychlosti atmosférické koroze, vyjádřené v hmotnostních úbytcích za čas, slitiny AlCu4Mg1 v tropické atmosféře jihočínského moře.



Obr. 15.5 Rychlost koroze slitiny AlCuMg1 v tropické atmosféře [97].

Specifickým případem chemické koroze je vodíková koroze v důsledku reakce atomárního vodíku s karbidy v ocelích za vzniku metanu CH₄:

$$Fe_3C + 4H \rightarrow 3Fe + CH_4$$

anebo reakce atomárního vodíku s uhlíkem přítomným v intersticiálním tuhém roztoku Feα. Vzniklý plynný metan není schopen difuze a koncentruje se hlavně na hranicích zrn. Jeho tlakem se vytvářejí vysoká lokální napětí vedoucí ke **vzniku trhlin** a v konečném důsledku i lomů.

Výskyt vodíkové koroze je častým případem v chemickém průmyslu, kde vodíkové prostředí zabraňuje nežádoucím reakcím například při hydrogenačních, anebo dehydrogenačních procesech.

Elektrochemická koroze kovů/slitin v elektrolytech (vodné roztoky, vlhká půda, taveniny solí) je elektrochemický proces. Základním předpokladem elektrochemické koroze, stejně jako u chemické koroze, je termodynamická nestabilita kovu/slitiny v daném korozním prostředí. Korodující kov/slitina anodickou reakcí ztrácí svůj kovový charakter, stává se kationtem, který se v daném prostředí rozpouští. Na elektrochemickou korozi mají vliv následující *vnitřní faktory*:

- **a. Struktura kovového materiálu.** U ocelí je to množství, velikost, distribuce a morfologie karbidů. U hliníkových materiálu jsou to intermetalické částice. Jak karbidy, tak i intermetalické částice vytvářejí v matrici množství mikročlánků (galvanické články).
- **b.** Stav povrchu kovového materiálu. Leštěné povrchy mají vyšší korozní odolnost v porovnáním s neleštěnými. Povrchové necelistvosti, vrypy, stopy po broušení, tryskání apod. jsou velmi vhodnými centry iniciace vzniku koroze.
- **c.** Mechanická napětí. Mechanická napětí snižují korozní odolnost. Kovové konstrukce jsou při své exploataci vystaveny mechanickému napětí a působení okolního korozního prostředí.

K vnějším faktorům ovlivňujícím elektrochemickou korozi patří:

a. pH prostředí

pH prostředí vyjadřuje množství hydroxoniových iontů H_3O+v daném elektrolytu (roztoku), což je jeho záporný dekadický logaritmus. pH destilované vody = 7. Na obrázku 15.6 jsou uvedeny hodnoty pH některých prostředí.

	pH		H.	OH	OH	
	0	1	10 ^o	0,000000000000001	10-14	
kyselina sirová	1	0,1	10-1	0,0000000000001	10-13	
a de la companya de l	2	0,01	10 ⁻²	0,000000000001	10-12	
citronová šťáva	3	0,001	10 ⁻³	0,00000000001	1011	
pomerančová šťáva	4	0,0001	10-4	0,0000000001	10.10	
	5	0,00001	10.2	0,000000001	10.9	
	6	0,000001	10-6	0,00000001	10-8	
destilovaná voda	7	0,0000001	10-7	0,0000001	10-7	
mořská voda	8	0,00000001	10*	0,000001	10-6	
	9	0,000000001	10%	0,00001	10-5	
	10	0,0000000001	10.10	0,0001	104	
	11	0,0000000001	10-11	0,001	10-3	
	12	0,000000000001	10.12	0,01	10-2	
vápno	13	0,0000000000001	10.13	0,1	101	
hydroxid sodný	14	0,00000000000000	1 10'14	1	10°	

Obr. 15.6 Hodnoty pH některých prostředí [98].

Informaci o chování (korozi) kovu/slitiny v prostředí elektrolytu (roztoku) nám dávají diagramy, které znázorňují závislost **elektrochemického potenciálu E** (**V**) na pH prostředí.

Potenciál kovu je hodnota potenciálního rozdílu mezi elektrodami článku sestaveného z poločlánku kovu a srovnávacího poločlánku. Standardní vodíková elektroda má potenciál roven nule: $E^0 = 0$ V, obrázek 15.7.







Na **obrázku 15.8** je diagram závislosti E (V) na pH (**Pourbaix diagram**) pro Al při 20 °C. Když při – 2,5 a pH do cca 14 je Al imunní, při E (V) 0,5 a pH 0 až 4 koroduje.

Obr. 15.8 Diagram závislosti E (V) na pH [99].

- b. Teplota a napětí
- c. Radioaktivní záření

Existují také následující specifické formy koroze:

- a. Bodová a jamková koroze.
- b. Mezikrystalická (interkrystalická) koroze.
- c. Extrakční koroze.
- d. Štěrbinová koroze.
- e. Koroze v podmínkách mechanického namáhání (únavová koroze).
- f. Kontaktní koroze.
- g. Atmosférická koroze.

Koroze v půdě, včetně koroze bludnými proudy.

15.3 Charakteristické projevy korozního poškození

Potrubí (plynová, vodovodní apod.) jsou vystavena toku bludných elektrických proudů v půdě, které pocházejí z různých zdrojů rovnoměrného, nebo střídavého proudu. Nejčastějším zdrojem bludných proudů je elektrická trakce (železniční, městská apod.). Ke koroznímu poškození může dojít i ve vzdálenosti několika kilometrů od elektrické trakce a jen v lokalitách poškozených izolací potrubí. Schéma vzniku bludných proudů na úložném potrubí orientovaném paralelně s kolejemi elektrické trakce je na **obrázku 15.9**.



Obr. 15.9 Schéma vzniku korozního poškození potrubí bludnými proudy.

Korozní poškození se soustředí na relativně malé plochy a je proto velmi intenzivní. Proudem o intenzitě 1 A se ročně rozpustí 9,1 kg nízkouhlíkové oceli. Bludný proud v místě výstupu (anodické oblasti) "propálí" stěnu potrubí s charakteristickým trychtýřovitým tvarem poškození stěny potrubí, **obrázek 15.10** a **15.11**.



Obr. 15.10 Charakter "propálené" stěny potrubí bludnými proudy.



Obr. 15.11 Charakter "propálené" stěny potrubí bludnými proudy.



Lomy v důsledku koroze pod napětím se vyskytují především u austenitických antikorozních ocelí a hliníkových slitin vyšších pevnostních vlastností. Schéma vzniku lomu u ocelí je na **obrázku 15.12**.

Obr. 15.12 Schéma tvorby trhliny v důsledku koroze pod napětím.

Síťoví trhlin vzniklých v důsledku koroze pod napětím je v mnoha případech makroskopicky viditelné, obrázek 15.13.



Obr. 15.13 Síťoví povrchových trhlin v důsledku koroze pod napětím, ocel 1.4401.

Ze strukturního hlediska jsou charakteristické značně rozvětvenými interkrystalickými trhlinami. **Obrázek 15.14** charakterizuje rozvětvené interkrystalické trhliny u austenitické Cr-Ni oceli legované Mo.



Obr. 15.14 Síťoví interkrystalických trhlin v austenitické antikorozní Cr-Ni oceli 1.4401.

Lomové plochy jsou interkrystalické s přítomností korozních produktů (zplodin) na povrchu, obrázek 15.15.



Obr. 15.15 Interkrystalická lomová plocha s přítomností korozních zplodin, ocel 1.4401.

Charakteristická struktura Al slitiny 7075 – T6 je dokumentovaná na **obrázku 15.16**. Lomová čára vznikla v důsledku koroze pod napětím (**obrázek 15.17**), lomová plocha je uvedena na **obrázku 15.18**.



Obr. 15.16 *Charakter struktury Al slitiny* 7075 – *T6.*



Obr. 15.17 Interkrystalický lomový charakter, slitina 7075 – T6.



Obr. 15.18 Interkrystalický tvárný lom, slitina 7075 – T6 [102].

U ocelí v prostředí Cl' iontů při korozi pod napětím dochází ke vzniku jamkové koroze a vzniku trhlin. Hydrolýza, která je doprovodným procesem vzniku jamkové koroze pod napětím se realizuje dle chemické reakce:

$$FeCl_2 + 2H_2O \rightarrow Fe(OH)_2 + 2HCl$$

Schéma tohoto procesu je na **obrázku 15.19**. Charakter jamkové koroze s přítomnou trhlinou dokumentuje **obrázek 15.20**.



Obr. 15.19 Schéma vzniku bodové koroze (pitting) s trhlinou u ocelí.



Obr. 15.20 Pitting vzniklý v důsledku koroze pod napětím, ocel 1.0425 [103].

Lomová plocha vznikla v důsledku koroze pod napětím u mosazi s obsahem 70 % Cu, dokumentace je uvedena na obrázku 15.21.



Obr. 15.21 Pitting vzniklý v důsledku koroze pod napětím, ocel 1.0425 [103].

Schéma vzniku bodové koroze u antikorozních ocelí při rozrušení pasivní oxidační vrstvy za přítomnosti Cl' iontů z hlediska elektrochemických procesů je uvedeno na **obrázku 15.22**.



Obr. 15.22 Schéma vzniku koroze u antikorozních ocelí.

Typická bodová koroze austenitické antikorozní oceli Cr-Ni je dokumentovaná na **obrázku 15.23**. Na **obrázku 15.24** je uvedena přítomnost korozní zplodin a interkrystalická trhlina u austenitické antikorozní Cr-Ni oceli.



Obr. 15.23 Bodová koroze (pitting) austenitické antikorozní Cr-Ni oceli, 1.4401 [103].



Obr. 15.24 Bodová koroze (pitting) austenitické antikorozní Cr-Ni oceli, 1.4401 [103].

Členitost lomové plochy z oblasti bodové koroze a přítomnost korozních zplodin austenitické antikorozní Cr-Ni oceli dokumentuje **obrázek 15.25**.



Obr. 15.25 Lomová plocha z oblasti bodové koroze, ocel 1.4401 [103].

Charakter lomové plochy slitiny 7075 – T6 vzniklé v důsledku bodové koroze je na obrázku 15.26.



Obr. 15.26 Lom způsobený bodovou korozí, 7075-T6 [103].

V energetice velmi často dochází k chemické korozi oceli v oxidační atmosféře. Když oxidace probíhá při teplotách pod 575 °C, jsou vzniklé korozní produkty tvořené oxidy Fe_2O_3 a Fe_3O_4 . Při teplotách vyšších než 575 °C jsou korozní produkty složeny z Fe_2O_3 a $Fe_3O_4 + FeO$ oxidů.

Perforované stěny ocelí v důsledku oxidace mají vždy nepravidelný charakter, jak je uvedeno na **obrázku 15.27**.



Obr. 15.27 Perforovaná stěna trubky v důsledku oxidace, ocel 1.0405 [103].

Struktura v kolmém řezu na lom vzniklý působením oxidace je charakteristická oxidickou povrchovou vrstvou a zeslabením hranic zrn v důsledku difuze kyslíku po hranicích zrn, **obrázek 15.28**.



Obr. 15.28 Struktura napadení oceli 1.0405 oxidací [103].

Obrázek 15.29 dokumentuje charakter interkrystalické oxidace Cr-Mo oceli při teplotě 750 °C po 1 měsíci.



Obr. 15.29 Interkrystalická oxidace Cr-Mo oceli [104].

Lomové plochy v důsledku oxidace a zeslabení hranic zrn jsou interkrystalické s přítomností korozních zplodin na jednotlivých fazetách, **obrázek 15.30**.



Obr. 15.30 Korozní zplodiny na fazetách interkrystalického tvárného lomu, ocel 1.4401 [105].

Specifickým druhem degradace vlastností ocelí je **vodíková křehkost** a **vodíková koroze**. Na vodíkovou křehkost jsou náchylné nelegované i mikrolegované oceli a tento typ koroze souvisí s difuzí atomárního vodíku H do oceli, přičemž na strukturních defektech tento H molarizuje na H₂. V těchto místech vznikají napětí velikosti 10⁴ až 10¹⁰ MPa, což způsobuje křehké porušení. Charakter povrchové trhliny indukované vodíkovou křehkostí u za studena deformované oceli je na **obrázku 15.31**, typický interkrystalický křehký lom je uveden na **obrázku 15.32**.



Obr. 15.31 Vodíkovou křehkostí indukovaná trhlina, ocel 1.1186 [28].



Obr. 15.32 Interkrystalický křehký lom indukovaný vodíkovou křehkostí, ocel 1.1186 [28].

Vodíková koroze oceli vzniká za vysokých teplot reakcí vodíku s karbidy, respektive s intersticiálními tuhými roztoky uhlíku v železe za vzniku metanu CH_4 . Vzhledem na velikost molekuly metanu CH4, metan není schopen difuze a koncentruje se na hranicích zrn. Touto koncentrací na hranicích zrn způsobuje napětí vedoucí ke vzniku interkrystalických trhlin. Typický charakter rozvětvené interkrystalické trhliny u austenitické Cr-Ni oceli je uveden na **obrázku 15.33**.



Obr. 15.33 Vodíkovou korozí indukovaná trhlina u austenitické Cr-Ni oceli [28].

Fraktografický lom v důsledku vodíkové koroze může být identifikován také přítomností "rybích ok" na lomové ploše (**obrázek 15.34**), detail je na **obrázku 15.35**, respektive aureolou křehkého štěpení v okolí pórů, anebo nekovových inkluzí.


Obr. 15.34 Lomová plocha oceli s přítomností Obr. 15.35 Detail křehkého interkrystalického "rybích ok" [107]. štěpení [107].

Přítomnost inkluzí v centu "rybího oka" dokumentuje obrázek 15.36.



Obr. 15.36 Inkluze v centru "rybí oko" [19].

Makroskopický vzhled lomové plochy konstrukční součástky, jako i její detail, vzniklé v důsledku vodíkové křehkosti dokumentuje obrázek 15.37.



Obr. 15.37 Lom v důsledku vodíkové křehkosti [108].

SEZNAM ZKRATEK A SYMBOLŮ

A'	Projektovaná (promítnutá) plocha
a	Polovina délky trhliny
ao	Meziatomová vzdálenost nezatíženého ($\sigma = 0$) materiálu
с	Velikost trhliny
Ck	Kritická velikost trhliny
E [V]	Elektrochemický potenciál
Ε	Youngův modul pružnosti
EDS /EDX	Energiově disperzní spektroskopie
G	Napěťová energie
G _k	Kritická hodnota napěťové energie
HBW	Tvrdost podle Brinella – kulička z karbidu wolframu
HRC	Tvrdost podle Rockwella
HV	Tvrdost podle Vickerse
J _{lc}	Elastická lomová houževnatost [J.cm ⁻²]
KI	Lomová houževnatost [MPa.m ⁻²]
K _{IC}	Kritická lomová houževnatost [MPa.m ⁻²]
K _t	Faktor koncentrace napětí
N	Počet cyklů
n _c	Cyklické přetížení
OES	Optická emisní spektrometrie
ОМ	Optická mikroskopie
Q	Aktivační energie
R	Plynová konstanta
R _e	Mez kluzu [MPa]
R _m	Mez pevnosti [MPa]
Rs	Parametr členitosti povrchu

ρ_t	Velikost poloměru zakřivení špičky trhliny
SEM	Skenovací elektronová mikroskopie
σ	Napětí [MPa]
σ _a	Amplituda napětí působící v procesu únavy
σ_c	Mez únavy materiálu/Kritické napětí
σ_m	Maximální napětí
σ_{max}	Teoretická kohezní pevnost materiálu
σ_o	Aplikované namáhání
σ_x	Kritické napětí, při kterém dojde ke křehkému porušení
$\Delta \sigma^0$	Rozdíl volných entalpií
Т	Teplota [K]
TEM	Transmisní elektronová mikroskopie
τ_s	Smykové napětí
$ au_i$	Napětí v důsledku tření ve skluzové rovině krystalové mřížky
Y	Geometrický faktor

LITERATURA

- [1] HRIVŇÁK, I.: Fraktografia, STU, Bratislava, 2009
- [2] LYNCH, S., P., MOUTSOS, S.: A Brief History of Fractography, Journal of Failure Analysis and Prevention, Vol. 6, Issue 6, 2006, pp. 54-69
- [3] ZAPFFE, C., A., MOORE, G., A.: A Micrographic Study of the Cleavage of Hydrogenised Ferrite, Trans. of the AIME, Vol. 154, 1943, pp. 335-359
- [4] ZAPFFE, C., A., WORDEN, C., O.: Fractographic Registration of Fatigue, Trans. ASM, Vol. 43, 1951, pp. 958-969.
- [5] CRUSSARD, C. et al: A Study of Impact Tests and the Mechanism of Brittle Fracture, Journal of Iron and Steel Institute, Vol. 183, 1956, pp. 146-177
- [6] ASM Handbook 9th Edition, Fractography, ASM International, USA, Vol. 12, 1987, 517 pages
- [7] QUINN, G., D.: A History of the Fractography of Brittle Materials, Key Engineering Materials, Vol. 409, 2009, pp. 1-16
- [8] QUINN, G., D.: Fractography of Ceramics and Glasses, National Institute of Standards and Technology, USA, 2016, 640 pages
- [9] KOUTSKÝ, J., JANDOŠ, F., KAREL, V.: Lomy ocelových částí, SNTL, Praha, 1976, 345 stran
- [10] ASM International [online], [cit. 2018_09_01]. Dostupné na www: http://www.asminternational.org
- [11] EFATIGUE [online], [cit. 2018_09_01]. Dostupné na www: http://www.efatigue.com/training/welds
- [12] WIKIPEDIA: Chalk's Ocean Airways Flight 101, [online], [cit. 2018_09_01]. Dostupné na www: https://en.wikipedia.org/wiki/Chalk%27s'_Ocean_Airways-_Flight_101
- [13] MASTERS, J., E.: Fractography of Modern Engineering Materials: Composites and Metals, ASTM Special Technical Publication, USA, 1987, 460 pages
- [14] HULL, D.: Fractography: Observing, Measuring and Interpreting Fracture Surface Topography, Cambridge Univ. Press, 1999
- [15] BROOKS C., R., CHOUDHURY, A.: Failure Analysis of Engineering Materials, McGraw-Hill Education, 2001, 700 pages
- [16] LUKÁČ, I.: Kurz fraktografie, US Steel s.r.o. Košice 2014, 124 stran
- [17] MILLER, W., S. et al: Recent Development in Aluminium Alloys for Automotive Industry, Material Science and Engineering A, Vol. 280, 2000, pp. 37-49
- [18] UDOMPHOL, T.: Fracture, Suranaree University of Technology, May August, 2007
- [19] MÖSER, M.: Fractography with the SEM (Failure Analysis), Chapter 15, Berlin, September, 2007
- [20] LASEK, S.: Fracture Mechanics, University of Ostrava, 2015, 94 pages
- [21] RAINDA, P.: Fracture of Materials, PHY085 Properties of Materials, January, 2014, 103 pages

- BUTTS, S.: Technical Report Writing, NASA, Glenn Research Centre, 2001, [online], [cit. 2018_09_01]. Dostupné na www: https://www.ltid.grc.nasa.gov
- [23] MARTINS, B.: Using MLA Style to Cite and Document Sources, 2001, [online], [cit. 2018_09_01]. Dostupné na www: http://www.bedfordstmartins.com
- [24] BINDER, J.: Digital Photography, a Basic Guide to New Technology, the Kodak Workshop Series, Silver Pixel Press, 2000
- [25] ANDREWS, P.: The Digital Photography Manual, Carlton Books Ltd., 2000
- [26] HEIN, L., R., O.: Quantitative Fractography by Digital Image Processing, Journal of Microscopy, Vol. 204, Issue 1, 2001, pp. 17-28
- [27] DRURY, W., J.: Quantitative Microscopy and Image Analysis, ASTM, USA, 1990, pp. 3-25
- [28] WOODTLI, J.: Damage due to Hydrogen Embrittlement and Stress Corrosion Cracking, Engineering Failure Analysis, Vol. 7, Issue 6, 2000, pp. 427-450
- [29] JIN, H. et al: Investigation in Brittle Fracture Mechanism of a Grade E Cast Steel Knuckle, Case Studies in Engineering Failure Analysis, Vol. 2, Issue 1, 2014, pp. 15-24
- [30] VANDER VOORT, G., F.: Processing of Failure Analysis, Vol. 1, 2001, pp. 14-46
- [31] ZAFERANI, S., H.: Failure Analysis of Corrosion Case History, OMICS International, February, 2015, 60 pages
- [32] VANDER VOORT, G., F.: Failures of Tools and Dies, ASM Handbook, 1986, pp. 563-585
- [33] KERBER S., J. et al: Stainless Steel Surface Analysis, Advanced Material Processes, Vol. 158, No. 5, 2000, pp. 33-36.
- [34] MOULDER, J. et al: Handbook of X-Ray Photoelectron Spectroscopy, Perkin-Elmer Corporation, 1992, 261 pages
- [35] VELES, P.: Mechanické vlastnosti a skúšanie kovov, SNTL, Praha, 1985
- [36] KUNA, M.: Finite Elements in Fracture Mechanics, Theory Numeric Application, Springer, 2013, 447 pages
- [37] PARRINGTON, R., J.: Fractography of Metals and Plastics, Practical Failure Analysis, Vol. 2, Issue 5, 2002, pp. 16-19
- [38] PARRINGTON, R., J.: Fractography of Metals and Plastics, Practical Failure Analysis, Vol. 2, Issue 5, 2002, pp. 30-32
- [39] LANDIS, Ch., M. et al: Crack Velocity Dependent Toughness in Rate Dependent Materials, Mechanics of Materials, Vol. 32, 2000, pp. 663-678.
- [40] FATEMI, A.: Fundamentals of LEFM and Applications of Fatigue Cracks Growth, University of Toledo, 2015
- [41] ASTM Standard E 399: Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness KIC of Metallic Materials, 34 pages
- [42] BRYANT, J. et al: Where Engineering and Mathematics Meet, Princeton University Press, 2007
- [43] SOCIE, D., F.: Fatigue of Welds, 2014, [online], [cit. 2018_09_01]. Dostupné na www: https://www.efatigue.com/training/Welds_Simple_Methods.pdf

- [44] FEKINS, K. et al: The Royal Mail Ship Titanic: Did a Metallurgical Failure Cause a Night to Remember, JOM, Vol. 5, Issue 1, 1998, pp. 12-18
- [45] RAVINDRAN, P.: Fracture of Materials, PHY085, 2014 [online], [cit. 2018_10_09]. Dostupné na www: http://folk.uio.no/ravi/cutn/pmat/3.Fracture-analysis.pdf
- [46] ASM Handbook of Case Histories in Failure Analysis, ASM International, USA, Vol. 2, 1999, 484 pages
- [47] RAILWAY INVESTIGATION REPORT R1T0020: Canada, 2010 [online], [cit. 2018_10_09]. Dostupné na www: http://www.bst-tsb.gc.ca/eng/rapports-reports/rail-/2015/r15t0173/r15t0173.asp
- [48] GODSWILL, N.: Fracture L13-14, [online], [cit. 2018_10_09]. Dostupné na www: https://www.ttu.ee/public/s /Sustainable_Energetics/materials/Engineering_for_Natural_Sci entist_/L13-14_Fracture.pptx
- [49] HERTZBERG, R., W. et al: Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials, John Wiley and Sons Inc., 5th edition, 2012, 784 pages
- [50] XIAN-KUI, Z.: Review of Fracture toughness (G, K, J, CTOD, CTOA) Testing and Standardization, Engineering Fracture Mechanics, Vol. 85, 2012, pp. 1-46.
- [51] ANDERSON, T., L.: Fracture Mechanics Fundamentals and Applications, 3rd Editions, Taylor & Francis Group, Boca Raton, 2005, 630 pages
- [52] ERDOGAN, F.: Fracture Mechanics, International Journal of Solid Structures, Science Direct, Vol. 37, Issues 1-2, 2000, p. 171-183
- [53] ASTM standard E1823-10a: Standard Terminology Relating to Fatigue and Fracture Testing, American Society for Testing and Materials, ASM International, USA, 2010, 23 pages
- [54] LUKÁČ, I.: Fractography, US Steel s.r.o. Kosice, March, 2018
- [55] MSE 2090: Introduction to Materials Science Failure, Chapter 8, 2017, [online], [cit. 2018_10_09]. Dostupné na www: Http://courses.washington.edu/mse170/powerpoint-/Zhang/12.pdf
- [56] ASTM standard E -1732 18a: Standard Terminology Relating to Forensic Science, ASM International, USA, 2018, 8 pages
- [57] The Open University: Introduction to structural integrity, [online], [cit. 2018_09_01]. Dostupné na www: https://books.google.cz/books?id=kM6rDAAAQBAJ&dq=brittle+failure+surface+%E2%80%9Eeye+bar%E2%80%9D&hl=cs&source=gbs navlinks s
- [58] TANEJA, A.: Historical failures and the evolution of Fracture Mechanics, 2016, [online], [cit. 2018_10_09]. Dostupné na www: https://www.linkedin.com/pulse/-historical-failuresevolution-fracture-mechanics-ajay-taneja
- [59] HINRICHSEN, E.: History of the Liberty Ships from World War 2: The Fatally Flawed Ships, Marine History, [online], [cit. 2018_10_09]. Dostupné na www: https://www.brighthubengineering.com/marine-history/88389-history-of-the-liberty-ships/
- [60] Chief Engineer Track: Rail Defects Handbook, TMC 226, Engineering Manual Track, Version 1.2, Issued June, 2012, 83 pages

- [61] [SACHS, N., W.: Understanding the Surface Features of Fatigue: How they Describe the Failures Cause and Failure History, Journal of Failure Analysis and Prevention, Springer New York, Vol. 5, Issue 2, 2005, pp. 11-15
- [62] S. TEPHENS, R., I. et al: Metal Fatigue in Engineering, Wily & Sons INC. Toronto, 2000, 496 pages
- [63] CAMPBELL, F., C.: Fatigue and Fracture Understanding the Basics, Chapter 1 Introduction to Fatigue and Fracture, ASM International, 2012, 10 pages
- [64] At least 19 dead as seaplane crashes of Miami, December 20, 2005, [online], [cit. 2018_10_30]. Dostupné na www: http://edition.cnn.com/2005/US/12/19/miami.crash/index.html
- [65] Norway Investigators Blame Airbus Helicopter Crash on Gearbox Failure, World News, Reuters, June 28, 2016, [online], [cit. 2018_10_30]. Dostupné na www: https://www.reuters.com/article/us-norway-crash-airbus-group-idUSKCN0ZE2NQ
- [66] TAJABADI, M., S.: Metallurgical Failure Analysis of a Cracked Aluminium 7075 Wing Internal Angel, Case Studies in Engineering Failure Analysis, Vol. 7, 2016, pp. 9-16
- [67] BATH S. et al: Metal Fatigue and Basic Theoretical Models: A Review, Alloy Steel: Properties and Use, Open access peer-reviewed, Chapter 9, 2011, 36 pages, [online], [cit. 2018_10_30]. Dostupné na www: www.intechopen.com
- [68] WARLIMONT, H. et al: Springer Handbook of Condensed Matter and Materials Data, Chapter 3.1, Springer International Publishing, 2018, 1140 pages
- [69] BOKŮVKA, O.: Vysokocyklová a ultravysokocyklová únava korozivzdorných ocelí 316L
 a AlSi316Ti, Chemické listy, Vol. 1052011, s. 624-626.
- [70] ALLISON, J., E. et al: Fourth International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF-4), Wily & Sons INC. Toronto, August, 2007, 466 pages
- [71] CHANGYOU, L. et al: Fatigue Life Estimation of Medium-Carbon Steel with Different Surface Roughness, Applied Sciences, MDPI, Vol 7, 2017, pp 1 12
- [72] HIATT, J.: What is a SN-Curve? SIEMENS PLM Community, 2016, [online], [cit. 2018_10_30]. Dostupné na www: https://community.plm.automation.siemens.com/t5/Testing-Knowledge-Base/What-is-a-SN-Curve/ta-p/355935
- [73] The Mechanical Engineering and Metal Engineering Essay, UKESSAYS, 2013, [online], [cit. 2018_10_30]. Dostupné na www: https://www.ukessays.com/essays-/engineering/themechanical-engineering-and-metal-engineering-essay.php
- [74] CheggStudy Textbook Solutions, Question 4, [online], [cit. 2018_10_30]. Dostupné na www: http://www.chegg.com/homework-help/questions-and-answers/question-4 -diagramshows-s-n-curves-three-materials-stress-ratio-r-1-state-whether-materia-q7693171
- [75] WANG, J., L. et al: Giga-fatigue Life Prediction of FV 520B-I with Surface Roughness, Materials&Design 89, Vol. 89, 2016, pp. 1028-1034
- [76] RAILWAY INVESTIGATION REPORT R04V0173, 2014, [online], [cit. 2018_10_30]. Dostupné na www: http://www.bst-tsb.gc.ca/eng/rapports-reports/rail/2004/r04v0173/r04v0173.pdf

- [77] I-35W Mississippi River bridge, 2007, [online], [cit. 2018_10_30]. Dostupné na www: https://en.wikipedia.org/wiki/I-35W_Mississippi_River_bridge
- [78] Helikopter Service Flight 451, 1997, [online], [cit. 2018_10_30]. Dostupné na www: https://en.wikipedia.org/wiki/Helikopter_Service_Flight_451
- [79] ASTM E678-07: Standard Practice for Evaluation of Scientific or Technical Data, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013
- [80] ASTM E860-07e2: Standard Practice for Examining and Preparing Items That Are or May Become Involved In Criminal or Civil Litigation, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013
- [81] ASTM E1020-13e1: Standard Practice for Reporting Incidents that May Involve Criminal or Civil Litigation, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013
- [82] ASTM E1188-11: Standard Practice for Collection and Preservation of Information and Physical Items by a Technical Investigator, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017
- [83] ASTM E1459-13: Standard Guide for Physical Evidence Labeling and Related Documentation, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018
- [84] ASTM E1492-11: Standard Practice for Receiving, Documenting, Storing, and Retrieving Evidence in a Forensic Science Laboratory, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017
- [85] ASTM E1732-18a, Standard Terminology Relating to Forensic Science, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2018
- [86] ZEHNDER, A., T.: Fracture Mechanics, Lecture Notes in Applied and Computational Mechanics, Springer Netherlands, Series Volume 62, 2012, 226 pages
- [87] PERKINS, B., T.: UNIT 3: Syllabus Fracture: Type I, Type II and Type III, 2015, [online], [cit. 2018_11_25]. Dostupné na www: https://slideplayer.com/slide-/10855680/
- [88] Herring-Nabarro creep, 2018, [online], [cit. 2018_11_25]. Dostupné na www: https://en.wikipedia.org/wiki/Herring%E2%80%93Nabarro_creep
- [89] Coble creep, 2018, [online], [cit. 2018_11_25]. Dostupné na www: https://en.wikipedia.org/wiki/Coble_creep
- [90] VILLANI, A., BUSSO, E., P., FOREST, S.: Field theory and diffusion creep predictions in polycrystalline aggregates, Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering, IOP Publishing, Vol. 23, 2015, 24 pages
- [91] MESAROVIC, S, DJ.: Lattice continuum and diffusional creep, Proc Math Phys Eng Sci. Vol. 472, 2016, 22 pages
- [92] PLUHAŘ, J. a kol.: Fyzikální metalurgie a mezní stavy materiálu, Praha, SNTL, 1987, 552 stran
- [93] LUKÁČ, I.: Predikcia životnosti materiálov v Energetike, US Steel s.r.o. Košice, 2018
- [94] TAYLOR, D.: Why did it break? The use of microscopy in failure analysis, Trinity College Dublin, 2012, 36 pages, [online], [cit. 2018_11_25]. Dostupné na www: https://www.tcd.ie/CMA/misc/failure_analysis.pdf

- [95] Corrosion Failure: Leo Frigo Memorial Bridge Failure, [online], [cit. 2018_12_06]. Dostupné na www: https://www.nace.org/Corrosion-Failure-Leo-Frigo-Memorial-Bridge-Failure.aspx
- [96] KOCICH, J., TULEJA, S.: Korózia a ochrana kovov, TU Košice, 1998, ISBN 80-7099-393-6, 130 stran
- [97] CUI, Z. et al: Characterization of Atmospheric Corrosion of 2A12 Aluminium Alloy in Tropical Marine Environment, Journal of Material Engineering and Performance, 2010, June, pp. 591-598
- [98] Základy elektrochémie, [online], [cit. 2018_12_06]. Dostupné na www: http://www.fpv.umb.sk/elektrochemia/Teoria/main.html
- [99] VEREECKEN, J.: Corrosion Control of Aluminium Forms of Corrosion and Prevention, EAA - European Aluminium Association, TALAT Lectures 5103,1994, 20 pages, [online], [cit. 2018_12_06]. Dostupné na www: https://www.slideshare.net-/corematerials/talatlecture-5103-corrosion-control-of-aluminium-forms-of-corrosion-and-prevention
- [100] BERTOLINI, L. et al: Corrosion of Steel in Concrete and Its Prevention in Aggressive Chloride-Bearing Environments, Corrosion Science, Vol. 49, Issue 3, 2007, pp. 1056-1068
- [101] KHANSHA, Z. et al: Study of Stress Corrosion Cracking of AA7075-T6 Aluminium Alloy by Chromate Coatings in Aerial Industry, Indian Journal of Fundamental and Applied Life Science, Vol. 511, 2015, pp. 4129-4139
- [102] LEE E. V. et al: Corrosion Cracking of Aluminium Alloys, Technical Report, NAWCADPAX/TR-2012/206, Maryland, US
- [103] LUKÁČ, I.: Analýza materiálov v Energetike, US Steel s.r.o., Košice 2012
- [104] WAG-PING, W.: Fracture Failure Analysis of 4Cr13 Stainless Steel Linkages in Circuit Breakers, Case Studies in Engineering Failure Analysis, Vol. 5-6, 2016, pp. 23-29
- [105] PENG, X. et al: Effect of Grain Refinement on the Resistance of 34 Stainless Steel
 o Breakaway Oxidation in Wet Air, Acta Materialia, Vol. 53, Issue 19, 2005, pp. 5079-5088
- [106] Stainless Steel: Tables of Technical Properties, euroinox The European Stainless Steel Development Association, 24 pages, [online], [cit. 2018_12_06]. Dostupné na www: http://www.worldstainless.org/Files/issf/non-image-files/PDF/Euro_Inox/-Tables TechnicalProperties EN.pdf
- [107] MARTIN, M. L. et al: Interpreting Hydrogen-induced Fracture Surface in Terms of Deformation Processes: A New Approach, Acta Materialia, Vol. 59, 2011, pp. 3680-3687
- [108] NAGAO, A. et al: The Role of Hydrogen n Hydrogen Embrittlement Facture of Lath Martensitic Steel, Acta Materialia, Vol. 60, Issues 13-14, 2012, pp. 5182-5189
- [109] LUKÁČ, I. a kol.: Aplikovaná fyzikálna metalurgia, Elfa, Košice, 1996, ISBN 80-88786-41-X, 149 stran
- [110] HOLMES, B.: Failures in Stainless Steel Welds Examples and Causes, 2015, TWI Ltd., 32 pages
- [111] RENOWICZ, D., SOZAŃSKA, M.: Conditions of the "Fish Eyes" Formation in the Process of Hydrogen Induced Destruction. ECF14, 2012, 8 pages

Seznam obrázků

Obr. 1.1 Ernst Abbe [2]	9
Obr. 1.2 Carl Zeiss [3]	9
Obr. 1.3 Prvotní staré vyráběné optické mikroskopy [1].	.10
Obr. 1.4 Schéma optického mikroskopu.	.11
Obr. 1.5 Grafická konstrukce optického zobrazení mikroskopem.	.11
Obr. 1.6 Elektronový mikroskop Siemens z roku 1973 [5].	.13
Obr. 1.7 První sériový TEM vyráběný firmou Simens [6].	.13
Obr. 1.8 Moderní transmisní elektronový mikroskop v laboratoři elektronové mikroskopie na Fyzikálnín	n
ústavu AV ČR [6]	.13
Obr. 1.9 Mikroskop atomárních sil Nanoscope IIIa, výrobce Veeco Instruments [7]	.13
Obr. 1.10 Adolf Martens [8]	.14
Obr. 1.11 První metalografická laboratoř Francouze Florise Osmonda z roku 1888 [8]	.15
Obr. 1.12 Metalografická laboratoř v roce 1912. Celkový pohled na mikroskop s osvětlovacím zařízením	L
a fotoaparátem, jak je stanovil Královský úřad pro testování materiálů v Rakousko-Uhersku [9]	.16
Obr. 1.13 Dvoudílná publikace od profesora E. Heyna a profesora O. Bauer "Metallographie", první	díl
"Allgemeiner Teil" čítá 80 stran, druhý díl "Speziel Teil" 149 stran [9]	.16
Obr. 1.14 Ocel s obsahem 0,95 % C – troostit [9]	.16
Obr. 1.15 Bílá litina s perlitem a cementitem [9]	.16
Obr. 1.16 Mikrostruktura bronzu s obsahem 4,5 % cínu [9]	.17
Obr. 1.17 Mikrostruktura mosaze [9]	.17
Obr. 2.1 Krystalická struktura při chladnutí [13].	.20
Obr. 2.2 Celkové schéma přípravy vzorku	.20
Obr. 2.3 Univerzální přesná dělicí pila [14]	.21
Obr. 2.4 Spálený vzorek [14]	.22
Obr. 2.5 Dobrý vzorek [14]	.22
Obr. 2.6 Nízký posuv, správně [14]	.22
Obr. 2.7 Vyšší posuv, deformace [14].	.22
Obr. 2.8 Automatický rozbrušovací stroj od firmy Struers [14]	.23
Obr. 2.9 Ukázka zalévání za tepla	.25
Obr. 2.9 Ukázka zalévání za studena	.26
Obr. 2.11 Beilbyho vrstva na povrchu vzorku	.28
Obr. 2.12 Princip elektrolytického leštění [14]	.30
Obr. 2.13 Polarizační křivka kovu elektrolyticky neleštitelného	.31
Obr. 2.14 Polarizační křivka kovu elektrolyticky leštitelného	.31
Obr. 2.15 Chrom-niklová austenitická ocel bez tepelné úpravy. Patrná jemná austenitická zrna	
s výskytem dvojčat, zrna průměrné velikosti 25 až 30 mm, v příčném řezu. Leptáno na tvar a velikost zr	n
roztokem 100 ml etylalkoholu, 50 ml kyseliny chlorovodíkové, 4 g kyseliny pikrová, a to po dobu 4 mi	nut.
Příklad leptání na hranice zrn	.35
Obr. 2.16 Zrna a-slitiny u titanové slitiny TiAl5Sn2.5. Leptáno na velikost a tvar zrna. Příklad	
leptání na hranice zrn. Zvětšeno 300krát	.35

Obr. 2.17 Struktura temperované tvárné litiny (litina s kuličkovým grafitem) v TV modu konfokálního
laserového mikroskopu s rovno-měrně rozložením kuličkovitého grafitu, v okolí grafitu převládá ferit
(bílé oblasti) ve zbytku perlit (tmavé oblasti). Příklad plošného leptání
Obr. 2.18 Struktura feriticko-perlitické oceli po normalizačním žíhaní (ferit je světlý, perlit je
tmavý). Příklad plošného leptání. Zvětšeno 500krát
Obr. 2.17 Struktura oceli 12 022.2, kde zrna zvýrazněného lamelárního perlitu jsou různo-barevná podle
krystalografické orientace s karbidy uvnitř zrn (bílé) a zbytkového aus-tenitu. Leptáno barevně roztokem
Klemann I (Na ₂ S ₂ O ₃ .5H ₂ O + K ₂ S ₂ O ₃ + destilovaná H ₂ O) 1 minutu. Příklad selektivního leptání.
Zvětšeno 1000krát
Obr. 2.20 Struktura oceli 14 109.6, světle žluté částice jsou vměstky TiN, dvě modré částice představují
vměstek MnS, bílé částice jsou heterogenní karbidy v rozmezí 1 až 8 µm. Leptáno 3% nitalem po dobu 2
minut. Příklad selektivního leptání. Zvětšeno 500krát
Obr. 2.21 Podstata barevného leptání a rozdíl mezi klasickým černo-bílým a barevným leptáním [15]48
Obr. 2.22 Schéma interference v systému vzduch – film – kov [15, 20]
Obr. 2.23 Barevná struktura jemného, rovnoměrného, globulitického zrna po rekrystalizačním žíhání
u slitiny AlMg5. Vzorek z trubky byl mechanicky broušen, elektrolyticky leštěn a následně
podroben anodické oxidaci v roztoku kyseliny borité (H3BO3) a kyseliny fluorovodíkové (HF) po
dobu 2,5 minuty. Vzorek byl pozorován v polarizovaném světle [16]. Zvětšeno 100krát 50
Obr. 2.24 Viz Obr. 2.23, rozdíl je ten, že u Obr. 2.23 pro zlepšení rozlišení hranic jednotlivých zrn byl
vsunut zásuvný kompenzátor červeného zbarvení prvního řádu z prostoru zásuvného polarizátoru [16].
Zvětšeno 100krát 50
Obr. 2.25 Rekrystalizovaná struktura trubky u slitiny AlMg5 s globulitickým tvarem zrna v podélném
řezu (ve směru tváření) [16]
Obr. 2.26 Vláknitá nerekrystalizovaná struktura u tyče ze slitiny AlMgSi1 v podélném řezu (ve směru
tváření) [16]
Obr. 2.27 Princip a schéma přípravy vzorku pomocí anodické oxidace [15, 16]51
Obr. 2.28 Vlastní zařízení pro anodickou oxidaci Al vzorků – příprava pro barevné pozorování zrna
v polarizovaném světle
Obr. 2.29 Vzorek této nábojnicové mosazi Cu-30Zn byl připraven pomocí klasické metody, proces
zahrnoval několik cyklů leptání a leštění, Klemmovo činidlo I, zvětšeno 100krát [17,18] 55
Obr. 2.30 Vzorek žíhané a za studena zpracované arsenikové fosforově odkysličené mědi, Klemmovo
činidlo I, zvětšeno 50krát, boční polarizované světlo [17,18]55
Obr. 2.31 Žíhaná nábojnicová mosaz (Berahovo PbS činidlo), zvětšeno 50krát, boční polarizované
světlo s citlivou barvou [17,18]55
Obr. 2.32 Dendritická mikrostruktura hypo-eutektické slitiny Cu-4.5P lité v pískových formách,
Klemmovo činidlo II, zvětšeno 200krát, boční polarizované světlo s citlivou barevnou destičkou
[17,18]
Obr. 2.33 Mikrostruktura za studena zpracovaného fosforového bronzu Cu-5Sn-0.15P, Klemmovo
činidlo II, zvětšeno 200krát, boční polarizované světlo s lehce citlivou barevnou destičkou [17,18].
Obr. 2.34 Mikrostruktura žíhaného hliníkového bronzu, lehce hypereutektického, stejné díly NH4OH
a H2O2, zvětšeno 50krát, boční polarizované světlo [17,18]55
Obr. 2.35 Martenzitická mikrostruktura kaleného hliníkového bronzu, zvětšeno 200krát, boční
polarizované osvětlení plus lehce citlivá barva [17,18]

Obr. 2.36 Mi	krostruktura roztokem žíhaného beryliového bronzu po stárnutí, stejné díly NH4OH	
a H2O2, z	většeno 200krát, boční polarizované světlo a citlivá barevná destička [17,18]50	5
Obr. 2.37 Stru	uktura slitiny Cu-10Sn s modrou částicí Sn a mezidendritickou porezitou, barevně leptáno)
Na2Cr2O	7 + HCl + H2SO4, zvětšeno 500krát	5
Obr. 2.38 Lit	á struktura slitiny Cu-10Sn s modrými částicemi Sn po hranicích dendritických buněk,	
barevně le	ptáno FeCl3 + HCl, zvětšeno 200krát	5
Obr. 2.39 Der	ndritická mikrostruktura hyper-eutektické slitiny Cu-10.5P lité v pískových formách je dobře	
viditelná, j	estliže je vzorek připraven pomocí moderních metod, Klemmovo činidlo II, zvětšeno 500krát	,
jasné světle	o [17,18]	5
Obr. 2.40 Mi	krostruktura everduru, Cu-3Si-1Mn, tažené za studena na poloviční tvrdost, vzorek	
připravený	ý pomocí moderních metod, Klemmovo činidlo I, zvětšeno 100krát, boční polarizované	
světlo s ci	tlivou barvou [17,18]	5
Obr. 3.1 Make	rostruktura tyče v příčném řezu s lokálním výskytem olova, způsobeno gravitačním	
odmíšenín	n, zvětšeno 4krát60)
Obr. 3.2 Hru	bozrnná povrchová vrstva u okraje tyče v příčném řezu, nezvětšeno60)
Obr. 3.3 Makı	rostruktura čepu v příčném řezu, v okrajové oblasti je patrná souvislá obohacená vrstva,	
zvětšeno 1	2krát	1
Obr. 3.4 Mak	crostruktura tyče v příčném řezu vykazuje různé zbarvení v důsledku chemické	
nehomoge	nity v jednotlivých oblastech tyče, nezvětšeno6	1
Obr. 3.5	Makrostruktura hrubozrnné povrchové vrstvy s výskytem trhlinek po hranicích	
hrubého z	zrna, zvětšeno 4krát6	1
Obr. 3.6	Podélný řez naplavovaným materiálem v místě výskytu bubliny na povrchu po	
tepelném	zpracování, zvětšeno 24krát6	1
Obr. 3.7 Scho	éma průchodu paprsků ve světelném mikroskopu [14]62	2
Obr. 3.8 Scho	éma interference v systému vzduch – film – kov [20]6	3
Obr. 3.9	Ocel 14 109.6, leptáno roztokem 4 g kyselina pikrová + 96 ml etylalkohol, patrný velký	
plastický s	silikát (MnS), zvětšeno 500krát6	3
Obr. 3.10	Žíhání na měkko (feritická matrice, globulárnícementit), zvětšeno 500krát6	3
Obr. 3.11	Ocel 14 109.6, leptáno 1 minutu roztokem 4 g kyselina pikrová + 96 ml etylalkohol,	
heterogenr	ní velikost a rozložení karbidů, zvětšeno 500krát6	3
Obr. 3.12	Chrom-niklová austenitická ocel bez tepelné úpravy (vzorek bez označení), patrná jemná	
austenitick	á zrna, leptáno 4 minuty roztokem 100 ml etylalkohol, 50 ml HCl, 4 g kyselina pikrová,	
zvětšeno 20	00krát6	3
Obr. 3.13	Perlitická tvárná litina (litina s kuličkovým grafitem), zvětšeno 300krát64	4
Obr. 3.14	Feriticko-perlitická litina s lupín-kovým grafitem (šedá litina), zvětšeno 300krát64	4
Obr. 3.15	Nemodifikovaný eutektický silumin, zvětšeno 500krát	4
Obr. 3.16	Hrubé rozvětvené intermetalické fáze typu "čínské písmo" u slitiny AlCu4-MgPb, jedná se	
o intermeta	lické fáze typu AlFe(Si)Mn, zvětšeno 200krát	4
Obr. 3.17	Struktura nerovnoosého zrna u slitiny AlMgSi0,5 po rekrystalizačním žíhaní, zvětšeno	
100krát.	64	
Obr. 3.18	Struktura eutektického modifiko-vaného siluminu u slitiny AlSi, zvětšeno 100krát64	4
Obr. 3.18 Ko	onfokální laserový mikroskop (sestava pro kontrolu kvality waferů)6	5
Obr. 3.20 Ko	nfokální laserový mikroskop OLS3100 firmy OLYMPUS [14]60	5

Obr. 3.21	Optické dráhy: konfokální laserový mikroskop (horní optická část: Laser LED, optická	část,
scanner x	x-y, 2x konfokální clonka + 2x detektor) a běžný mikroskop (dolní optická část: LED bílé s	větlo,
optická č	žást, digitální kamera)	66
Obr. 3.22	Princip získávání obrazu konfo-kálním laserovým mikroskopem. Výsledný 3D ob	raz
vzniká p	postupným skládáním obrazových bodů detektoru (fotonásobiče) společně složením	
z mnoha	a obrazových rovin (optických řezů)	66
Obr. 3.23	Porovnání získávání obrazu běžným mikroskopovým zobrazením a konfokálním	
zobrazen	ním (barevný obraz / jeden optický řez)	67
Obr. 3.24 P	Porovnání snímků ze SEM a CLSM	67
Obr. 3.25 S	Snímky aplikací: a) textura PVD povrchu (vyhodnocení plošné drsnosti), b) ložisková	dráha
(vyhodn	nocení plošné drsnosti a tvaru), c) elektroda Li-Ion baterie pro elektrické vozy (vyhodz	nocení
plošné d	lrsnosti), d) MEMS ultrazvukový měnič (vyhodnocení tvarů)	68
Obr. 3.26 E	Endoprotéza – hodnocení textury povrchu funkčních (kovových) ploch i pasivované č	ásti
(hydroxi	iapatit)	69
Obr. 3.27 Č	Čtyři základní prvky měření povrchové textury	69
Obr. 3.28 L	Liniová metoda a plošná metoda měření drsnosti	70
Obr. 3.29 F	Různé parametry vyhodnocování plošné drsnosti	71
Obr. 3.30 F	Funkce filtrů pro měření plošné drsnosti	71
Obr. 3.31 Pc	ovrch špatných závitů u bloku motoru v 3D poukazuje na místa neuzavřených, popraskanýc	ch
a nedotvo	ořených oblouků	72
Obr. 3.32 Pc	ovrch špatných závitů u bloku motoru v 3D, je patné utržení materiálu v několika místech	ı závitů
(předevš	śím u horních závitů)	72
Obr. 3.33 Pc	ovrch dobrých závitů u bloku motoru v 3D, jsou patrné kvalitní uzavřené oblouky závitů.	72
Obr. 3.34 U	Jtržené závity u špatného bloku motoru, pozorováno v 3D systému na laserovém konfoká	lním
mikrosko	ори	72
Obr. 3.35 Pc	ovrchové vady ve 2D ve tvaru kruhových důlků na Al materiálu, který byl povlaková	n
transpare	entním lakem	73
Obr. 3.36 Pc	ovrchová vada z Obr. 3.35 ve tvaru kruhového důlku skenovaná pomocí laserového	
konfoká	lního mikroskopu ve 3D se síťováním	73
Obr. 3.37 Pc	ovrchová vada ve 2D ve tvaru liniové rýhy končící důlkem na Al materiálu, který byl	
povlakov	ván transparentním lakem	73
Obr. 3.38 Pc	ovrchová vada z Obr. 3.37 ve tvaru liniové rýhy končící důlkem skenovaná pomocí	
laserové	ho konfokálního mikroskopu ve 3D se síťováním.	73
Obr. 3.39 3I	D obraz vytvořený v konfokálním modu mikroskopem Lext OLS 3100	73
Obr. 3.40 Je	zdnou z funkcí laserového konfokálního mikroskopu Lext OLS 3100 je měření profilů	73
Obr. 3.41 St	truktura temperované litiny v TV modu s měřením velikosti grafitu, která se pohybuje	e
v rozmez	zí 28,1 – 50,8 μm	74
Obr. 3.42 M	lěření hloubky korozního napadení pomocí laserového konfokálního mikroskopu	74
Obr. 3.43 Pr	rostorová 3D rekonstrukce ve tvaru drátěného modelu štěpné fazetky křehkého lomu.	74
Obr. 3.44 V	ýška štěpné fazetky u křehkého lomu v 3D konfokálním módu	74
Obr. 3.45 La	aserová konfokální mikroskopie umožňuje měření různých vrstev a povlaků, na obráz	zku je
měření t	tloušťky pájené vrstvy v podélném řezu	74

Obr. 3.46 Mikrostruktura vady ve tvaru důlků vykazuje tvar téměř ideálního kruhového důlku
o průměru 1 až 1,2 mm, který prostupuje celou tloušťkou povrchového laku a zasahuje až na povrch
hliníkového plechu nebo zeslabuje vrstvu povrchového laku na cca 50 µm
Obr. 3.47 Laserová konfokální mikroskopie umožňuje měření povrchové drsnosti materiálů (lineární
i plošné) a automaticky vytvářet standardní měřící protokoly s výsledky měření
Obr. 3.48 Základní sestava rastrovacího elektronového mikroskopu [14]. 1 – elektronové dělo, 2 –
katoda, 3 – Wehneltův válec, 4 – anoda, 5 – svazek primárních elektronů, 6 – kondenzor, 7 – finální
čočka, 8 – vychylovací cívky, 9 – regulace zvětšení, 10 – obrazovka, 11 – generátor rastrovacího
systému, 12 – obrazový zesilovač, 13 – detektory zpětně odrazených elektronů, 14 – detektor
sekundárních elektronů, 15 – vzorek, 16 – absorbovaný proud
Obr. 3.49 Slitina AlMgSiCu z elektronového rastrovacího mikroskopu, šipky u snímků označují
intermetalické fáze, které byly identifikovány u slitiny AlMgSiCu, EDX analýza označených částic
poukazuje na přítomnost intermetalických fází typu CuAl277
Obr. 3.50 Mikrostruktura z elektronového rastrovacího mikroskopu, kde jsou patrné nepravidelné tmavé černé
stopy na povrchu litinového kroužku, plošná EDX analýza a tabulka výsledků analýzy (objemová
a atomová procenta prvků) poukazují na přítomnost oxidů železa a hliníku s doprovodným množstvím Ni
a Cu pocházejících z litinového kroužku a Si pocházející z Al materiálu
Obr. 3.47 Lineární průběh EDX analýz u jednotlivých prvků v oblasti difúzního propojení mezi
litinovým kroužkem a slitinou AlSi11MgNiCu, lineární průběh koncentrace jednotlivých hlavních
prvků (Fe, Al, Cu, Mg a Mn) na úseku L1 od 3 843 µm do 11 773 µm zasahuje od oblasti hliníkové
slitiny, skrz celou oblast společné Al-Fe mezivrstvy až do oblasti litiny s lupínkovým grafitem78
Obr. 3.52 Mikrostruktury slitiny AlCu4Mg1 z transmisního elektronového mikroskopu, na kterých
se jedná o stav po tváření za tepla se zachycením přítomnosti rekrystalizačních zárodků v α matrici,
v okolí krystalizačních zárodků je patrná vysoká hustota dislokací [24, 25]
Obr. 3.53 Litý materiál po homogenizaci u slitiny AlMn1 s hustotou dislokací 108 cm ⁻² [25]79
Obr. 3.54 Tvářený materiál při teplotě 490 °C u slitiny AlMn1 s hustotou dislokací 10 ¹² cm ⁻² [25]79
Obr. 3.52 Mechanismus vzniku Frank-Readova zdroje
Obr. 3.56 a Obr. 3.57 Jedná se o polygonizovanou dislokační substrukturu u slitiny AlSi12MgCuNi po
tváření a tepelném zpracování, kde se sítě dislokací vyskytují v oblasti shluků částic, přítomnost Frank-
Readova zdroje dislokací je identifikovatelná v oblasti menších precipitátů [24]80
Obr. 3.58 a Obr. 3.59 Dokumentované snímky potvrzují, že u materiálu AA 4032 proběhly procesy
zotavení a rekrystalizace v plném rozsahu, hustota dislokací je nízká (cca 10^6 až 10^7 cm ⁻²), lokálně
je možno pozorovat Orowanův ohyb ukotvených dislokací mezi částicemi (Orowanův
mechanizmus je založen na principu, že dislokace se zachytí na částicích, precipitátech, které
působí jako pevné kotvy, a prohnou se), zvětšeno 85 000krát80
Obr. 3.60 Substruktura deformovaného materiálu za studena s vysokou hustotou dislokací v oblasti hranic
subzrn, zvětšeno 85 000krát [25]81
Obr. 3.61 Substruktura materiálu po etapě ukončené primární rekrystalizací s podstatně sníženým
počtem dislokací u hranice subzrna, zvětšeno 85 000krát [25]81
Obr. 3.62 Substruktura slitiny AlCu5,5PbBi z transmisního elektronového mikroskopu, na kterém se jedná
o tyč tvářenou za tepla, materiál byl následně podroben rozpouštěcímu žíhání při teplotě 535 °C po dobu 2
hodin a poté umělému stárnutí při teplotě 180 °C po dobu 10 hodin, substruktura vykazuje přítomnost GP
II. zón nepravidelného tvaru jako mezičlánek nedokon-čeného precipitačního vytvrzování

Obr. 3.63 Substruktura slitiny AlCu5,5PbBi z transmisního elektronového mikroskopu, na kterém se jedná	
o tyč tvářenou za tepla, materiál byl následně podroben rozpouštěcímu žíhání při teplotě 535 °C po dobu	u 2
hodin a poté umělému stárnutí při teplotě 180 °C po dobu 10 hodin, substruktura vykazuje přítomnost θ)
fáze destičkovitého tvaru s tetragonální, plošně centrovanou mřížkou o stechiometrickém složení	
odpovídající CuAl ₂	. 81
Obr. 4.1 Schematické znázornění spektra elektromagnetického záření [20]	. 84
Obr. 4.2 Celkové schéma vzniku barevného kontrastu.	. 86
Obr. 4.3 Schéma interference v systému vzduch – film – kov [20].	. 86
Obr. 4.4 Podstata černo-bílého a barevného leptání	. 89
Obr. 4.5 Schéma zařízení pro napařování vzorků	. 91
Obr. 4.6 Schéma rozprašovacího zařízení	. 92
Obr. 4.7 Barevné leptání slitiny AlCu4MgMn po dobu 10, 20, 30 a 45 sekund	. 95
Obr. 4.8 Litá struktura slitiny AlCu4MgMn, zvětšeno 300krát	. 95
Obr. 4.9 Litá struktura slitiny AlMgSi0,5, zvětšeno 150krát	. 95
Obr. 4.10 Litá struktura hliníku Al99,8 %, zvětšeno 75krát	. 96
Obr. 4.11 Plošná EDX analýza dendritické buňky (označené číslem 7427) u slitiny AlCu4MgMn,	
koncentrace prvku je tím větší, čím je oblast světlejší	. 97
Obr. 4.12 Plošná EDX analýza dendritické buňky (označené číslem 7428) u slitiny AlCu4MgMn,	
koncentrace prvku je tím větší, čím je oblast světlejší	. 98
Obr. 4.13 Plošná EDX analýza dendritické buňky (označené číslem 7429) u slitiny AlCu4MgMn,	
koncentrace prvku je tím větší, čím je oblast světlejší	. 98
Obr. 4.14 Lineární EDX analýza dendritické buňky (označené číslem 7427) u slitiny AlCu4MgMn	. 99
Obr. 4.15 Lineární EDX analýza dendritické buňky (označené číslem 7428) u slitiny AlCu4MgMn.	100
Obr. 4.16 Lineární EDX analýza dendritické buňky (označené číslem 7429) u slitiny AlCu4MgMn.	101
Obr. 4.17 Struktura slitiny AlMgSiPbBi před homogenizací, zvětšeno 300krát	104
Obr. 4.18 Struktura slitiny AlMgSiPbBi 12 hodin po homogenizaci, zvětšeno 300krát	104
Obr. 4.19 Struktura slitiny AlCu4MgMnPb před homogenizací, středová oblast litého čepu s výraznou	
chemickou nehomogenitou v rámci jednotlivých dendritických buněk, zvětšeno 100krát	104
Obr. 4.20 Struktura slitiny AlCu4MgMnPb 11 hodin po homogenizaci, kvalitní homogenizace je	
charakterizovaná rovnoměrným zbarvením v rámci jednotlivých dendritických buněk, zvětšeno 100k	rát.
	105
Obr. 4.21 Struktura nemodifikovaného podeutektického siluminu, zvětšeno 150krát	106
Obr. 4.21 Struktura nemodifikovaného eutektického siluminu, zvětšeno 500krát	106
Obr. 4.23 Slitina AlSi12CuMgNi, zvětšeno 300krát	107
Obr. 4.24 Slitina AlSi12CuMgNi, zvětšeno 750krát	107
Obr. 4.25 Struktura modifikovaného podeutektického siluminu, zvětšeno 500krát	108
Obr. 4.26 Struktura eutektika u podeutektického siluminu, zvětšeno 1500krát	108
Obr. 4.27 Struktura eutektického siluminu a intermetalické fáze FeSiAl ₅ , zvětšeno 500krát	109
Obr. 4.28 Struktura podeutektického siluminu s výskytem velké oxidické blány, zvětšeno 200krát	109
Obr. 4.29 Struktura podeutektického modifikovaného siluminu s výskytem velkého počtu oxidickýc	h
blan, zvětšeno 200krát	110
Obr. 4.30 Struktura nemodifikovaného siluminu s částicemi nerozpuštěného Si, zvětšeno 500krát	110
Obr. 4.31 Zvětšeno 20krát	112
Obr. 4.32 Zvětšeno 50krát.	112

Obr. 4.33 Zvětšeno 60krát	112
Obr. 4.34 EDX analýza.	112
Obr. 4.35 Zvětšeno 150krát	112
Obr. 4.36 Zvětšeno 12krát	113
Obr. 4.34 Zvětšeno 50krát	113
Obr. 4.38 Zvětšeno 20krát	113
Obr. 4.39 EDX analýza.	113
Obr. 4.40 Zvětšeno 150krát	114
Obr. 4.41 Zvětšeno 200krát	115
Obr. 4.42 Zvětšeno 200krát	115
Obr. 4.43 Zvětšeno 200krát	115
Obr. 4.44 EDX analýza.	115
Obr. 4.45 Zvětšeno 1000krát	116
Obr. 4.46 Zvětšeno 1000krát	116
Obr. 4.47 Zvětšeno 200krát	116
Obr. 4.48 EDX analýza.	116
Obr. 4.49 Zvětšeno 1000krát	116
Obr. 4.50 Zvětšeno 220krát	116
Obr. 4.51 Zvětšeno 360krát	117
Obr. 4.52 Zvětšeno 220krát	117
Obr. 4.53 Zvětšeno 500krát	117
Obr. 4.54 Zvětšeno 500krát	118
Obr. 4.55 Rekrystalizovaná struktura trubky u slitiny AlMg5 s globulitickým tvarem zrna v podél	ném
řezu (ve směru tváření), zvětšeno 100krát.	118
Obr. 4.56 Rekrystalizovaná struktura tyče ze slitiny AlZn6MgCu1,5 s protáhlým tvarem zrna ve s	měru
tváření v poměru 2:1 až 4:1, zvětšeno 100krát	118
Obr. 4.57 Vláknitá nerekrystalizovaná struktura u tyče ze slitiny AlMgSi1 v podélném řezu (ve sr	něru
tváření), zvětšeno 100krát	119
Obr. 4.58 Hrubozrnná okrajová vrstva u tyče v příčném řezu ze slitiny AlZn6MgCu1,5, zvětšeno	
100krát	119
Obr. 4.59 Mikrostruktura litého zrna globulitického tvaru nerovnoměrné velikosti s ojedinělým výskyter	n zrn
velikosti 1,2 až 1,4 mm u slitiny AlMgSi0,5 ve středové oblasti čepu, zvětšeno 50krát	119
Obr. 4.60 Mikrostruktura peříčkovitých (sloupcovitých) zrn u litého materiálu slitiny AlSil1Cu3,	5,
peříčkovitá, sloupcovitá nebo eliptická zrna jsou enormně velikostně rozvinutá ve směru odvo	du
tepla, zvětšeno 150krát	119
Obr. 4.61 Zvětšeno 500krát	119
Obr. 4.62 EDX analýza.	119
Obr. 4.63 Zvětšeno 500krát	120
Obr. 4.64 Zvětšeno 500krát	120
Obr. 4.65 Zvětšeno 1000krát	121
Obr. 4.66 Zvětšeno 500krát	121
Obr. 4.67 Zvětšeno 50krát	121
Obr. 4.68 Zvětšeno 1100krát	121

Obr. 4.69 Kostrovité útvary světle modrého zbarvení intermetalických sloučenin po barevném leptá	ní,
zvětšeno 500krát	. 124
Obr. 4.70 Výsledky provedených EDX analýz	. 124
Obr. 4.71 Černé částice nepravidelného tvaru po barevném leptání, zvětšeno 500krát	. 125
Obr. 4.72 Výsledky provedených EDX analýz	. 125
Obr. 4.73 Tmavomodré a světlemodré částice nepravidelného tvaru po barevném leptání, zvětšeno	
500krát	. 125
Obr. 4.74 Výsledky provedených EDX analýz	. 125
Obr. 4.75 Tmavomodré a světlemodré částice nepravidelného tvaru po barevném leptání, zvětšeno	
500krát	. 126
Obr. 4.76 Výsledky provedených EDX analýz	. 126
Obr. 4.77 Polykomponentní eutektikum po barevném leptání, zvětšeno 500krát	. 126
Obr. 4.78 Výsledky provedených EDX analýz.	. 127
Obr. 4.79 Identifikace světle zelených částic po barevném leptání, zvětšeno 500krát	. 127
Obr. 4.80 Výsledky provedených EDX analýz	. 128
Obr. 4.81 Identifikace výrazně ohraničených tmavě modrých částic po barevném leptání, zvětšeno	
500krát	. 128
Obr. 4.82 Výsledky provedených EDX analýz.	. 129
Obr. 4.83 Identifikace tmavě zelených částic po barevném leptání, zvětšeno 500krát	. 129
Obr. 4.84 Výsledky provedených EDX analýz.	. 130
Obr. 5.1 Dělení slitin železa.	. 131
Obr. 5.1 Diagram Fe-C a Fe-Fe3C.	. 131
Obr. 5.3 Feriticko-perlitická struktura, ferit – bílá zrna, perlit – tmavá zrna	. 133
Obr. 5.4 Feriticko-perlitická struktura, ferit – bílá zrna, perlit – tmavá zrna	. 133
Obr. 5.5 Mikrostruktura hrubého martenzitu slitiny Fe-Ni-C, zvětšeno 1500krát.	. 134
Obr. 5.6 Jemné jehlice martenzitu, zvětšeno 600krát	. 134
Obr. 5.7 Mikrostruktura martenzitu	. 134
Obr. 5.8 Mikrostruktura dolního bainitu, zvětšeno 500krát.	. 134
Obr. 5.9 Detail dvojčat ve substruktuře martenzitu.	. 135
Obr. 5.10 Substruktura martenzitu, zvětšeno 75 000krát	. 135
Obr. 5.11 Mikrostruktura horního a dolního bainitu, zvětšeno 750krát.	. 136
Obr. 5.12 Substruktura horního a dolního bainitu, zvětšeno 75 000krát	. 137
Obr. 5.13 Sorbitická struktura, zvětšeno 500krát.	. 138
Obr. 5.14 Widmanstättenova struktura.	. 138
Obr. 5.15 a 5.16 Materiál 12 050, žíhání naměkko 680 °C po dobu 10 hodin, leptáno 2% nitalen	n.
Mikrostruktura je tvořena feriticko-perlitickým základem a souvislým síťováním po hranicích z	rn.
139	
Obr. 5.17 a 5.18 Materiál 12 050, normalizační žíhání 880 °C po dobu 30 minut, vzduch, leptáno	2%
nitalem. Mikrostruktura u normalizačně žíhaného stavu je homogenní jemnozrnná feriticko-perlit	ická.
Ferit i perlit je vyloučen ve formě polyedrických zrn. V porovnání s přírodním stavem dojde	
k výraznému zlepšení mechanických a plastických vlastností. Na detailu v 500násobném zvětšení	jsou
vidět hranice feritických zrn a hustý lamelární perlit	. 139
Obr. 5.19 a 5.20 Materiál 12 050, zušlechtěný stav 870 °C po dobu 30 minut, olej, 580 °C voda,	,
leptáno 2% nitalem. Mikrostruktura je tvořena heterogenním sorbitem a místy po hranicích zrna	ı

vyloučeným proeutektoidním feritem. Detail při 500násobném zvětšení ukazuje vyloučení proeutektoidního feritu po hranicích původních zrn gama jako důsledek nízké kalicí teploty......139

Obr. 5.25 a 5.26 Materiál 19 191, normalizační žíhání 900 °C (60 minut), vzduch, leptáno 2% nitalem. Mikrostruktura je tvořena hustým lamelárním perlitem a sekundárním cementitem, který je vyloučen po hranicích zrn. Nadeutekoidní ocele, které jsou takto tepelně zpracovány, jsou vlivem cementitu vyloučeného po hranicích zrn křehké a pro výrobu strojních součásti se nehodí...........140

Obr. 5.31 a 5.32 Materiál 14 109, kalený stav 870 °C (30 minut), olej, leptáno 2% nitalem. Mikrostruktura je tvořena martenzitem s větším obsahem uhlíku a drobnými nadeutektoidními karbidy rovnoměrně rozloženými v základní kovové matrici. Tato mikrostruktura odpovídá správně provedenému kalení nadeutektoidních ocelí. Je vhodná pro výrobu kuličkových ložisek. Při přehřátí a úplném rozpuštění karbidů vzniká listový martenzit s velmi špatnými plastickými vlastnostmi.......141

Obr. 5.35 a 5.36 Materiál 15 241, kalený a popuštěný stav, 870 °C (30 minut), olej, 680 °C (90 minut), voda, leptáno 2% nitalem. Mikrostruktura je tvořena typickým sorbitem, který vzniká při popouštění na horní hranici v rozmezí popouštěcích teplot. Oproti struktuře na Obr. 5.31 a 5.32 dochází k dalšímu zmenšení pevnostních vlastností a nárůstu plastických vlastností......142

Obr. 5.39 a 5.40 Materiál 19 436, kalený a nízko popuštěný stav, 790 °C (30 minut), olej, 300 °C
(90 minut), vzduch, leptáno směsí kyselin (pikrová, solná, etanol). Mikrostruktura ledeburické
nástrojové oceli je tvořena základní kovovou matricí nízkopopouštěného martenzitu a karbidy, které
jsou vyloučené ve tvaru jemných oválných částic a také ve formě ostrohranných ledeburitických
karbidů. Rovnoměrné rozložení karbidické fáze zajišťuje dobrou řezivost a odolnost proti otěru za
vyhovujících plastických vlastností
Obr. 5.41 a 5.42 Materiál 19 824, kalený stav, 1 260 °C (1,5 minuty), sůl, leptáno směsí kyselin
(pikrová, solná, ethanol). Při 200násobném zvětšení je znatelná heterogennost mikrostruktury, která
je způsobena jak chemickou heterogenností vzniklou jako důsledek neselekčnosti tuhnutí, tak
i zvýšeným obsahem zbytkového austenitu v místech karbidických shluků. Při 500násobném
zvětšení je patrná struktura tvořena martenzitem (tmavá fáze) a martenzitem se zvýšeným obsahem
zbytkového austenitu (světlejší fáze) v okolí shluků ostrohranných karbidů
Obr. 5.43 a 5.44 Materiál 19 824, kalený stav, 1 260 °C (1,5 minuty), sůl, popouštěno, vzduch,
leptáno směsí kyselin (pikrová, solná, ethanol). Na mikrostruktuře je viditelný postupný rozpad
zbytkového austenitu v závislosti na počtu popouštěcích cyklů. Po 4násobném popouštění struktura
dosáhla pseudorovnovážného stavu s asi 8 až 10 % zbytkového austenitu, který nelze již dalším
popouštěním rozložit
Obr. 5.45 Struktura oceli 12 050, přírodní stav s heterogenní feriticko-perlitickou strukturou, leptáno 2%
nitalem. Ferit je vyloučen ve formě tenkého souvislého síťování po hranicích zrn. Perlit je velmi hustý,
lamelární. Zvětšeno 100krát
Obr. 5.46 a 5.47 Struktura oceli 12 050, přírodní stav s heterogenní feriticko-perlitickou strukturou,
leptáno 2% nitalem. Ferit je vyloučen ve formě tenkého souvislého síťování po hranicích zrn. Perlit
je velmi hustý, lamelární
Obr. 5.48 Heterogenní velikost zrn feriticko-perlitické struktury, zvětšeno 200krát
Obr. 5.49 Struktura chrom-niklové austenitická ocele bez tepelné úpravy (vzorek bez označení), leptáno po
dobu 4 minut roztokem 100 ml etylalkoholu, 50 ml HCl a 4 g kyseliny pikrové. Jsou patrná jemná
austenitická zrna průměrné velikosti 25 až 30 µm s výskytem velkého množství dvoičat
Obr. 5.50 Materiál 12 022.2. leptáno 1 minutu barevně roztokem Klemann I (Na ₂ S ₂ O ₃ , 5H ₂ O, K ₂ S ₂ O ₃ ,
destilovaná H ₂ O). Zrna feritu isou různobarevná podle krystalografické orientace, ojedinělé hrubé
karbidy na hranicích zrn (bílé). Zvětšeno 1 440krát
Obr. 5.51 Materiál 12 022.2. leptáno 1 minutu barevně roztokem Klemann I (Na ₂ S ₂ O ₃ , 5H ₂ O, K ₂ S ₂ O ₃ ,
destilovaná H ₂ O) Zrna feritu isou různobarevná podle krystalografické orientace, ojedinělé hrubé
karbidy na hranicích zrn (bílé) Zvětšeno 1 440krát
Obr 5.52 Struktura ocele 14.109.6 Jeptáno 1 minutu roztokem 4 g kyseliny nikrové a 96 ml
etylalkoholu. Je patrná heterogenní velikost a rozložení karbidů v pravé části obrázku 147
Obr. 5.53 Struktura chrom-niklové austenitické oceli bez tepelné úpravy. leptáno po dobu 2 minut
roztokem 100 ml etylalkoholu. Isou patrná jemná austenitická zrna průměrné velikosti 25 až 30 um
a výrozná karhidiaká pruhovitost se znočným stupněm přetváření v podálném řezu
Obr 5.54 Struktura acela 14.100.6 Jantána na dobu 2 minut 2% nitalam. Světla žluté částica
nězdetovnie vrněstek TiN velikost korhidů je beterogenní v rozmozí 1 ož 8 um 148
Ohr 5.55 Mikrostrukture coole 14.100 ζ lentíne no doku 2 minut 20/ nitolom Valkó světlá
virkrostruktura ocele 14 109.0, leptano po dobu 2 minut 3% nitalem. velka svetla
Castice je vinestek 11N
Struktura ocele 14 109.0, leptano roztokem 4 g kyseliny pikrova a 96 mi etylalkoholu.
Patrny je velký plastický silikát (MnS) o velikosti 63 µm (modré zbarvení)

Obr. 5.57 Ext	rémně hrubé jehlice martenzitu u oceli, zvětšeno 600krát149
Obr. 5.58	Struktura ocele vykazuje trhliny v hrubém martenzitu (označeno šipkou) zvětšeno
600krát.	150
Obr. 5.59 Stru jehlicemi. vzniklá ma původních	ktura materiálu 17 021 vykazuje strukturu popuštěného martenzitu s enormně velkými To je důkazem toho, že v procesu austenitizace došlo k nárůstu austenitického zrna. Takto artenzitická struktura je v důsledku toho náchylná na interkrystalické porušení po hranicích austenitických zrn. Zvětšeno 200krát
Obr. 5.60 Det	ail skupiny částic proeutektoidního feritu s vývinem sekundárních feritických desek151
Obr. 5.61 Stru	ktura ocele 14 109.6 po kalení a popouštění s dlouhodobým mechanickým působením na
povrch ma	aterialu. Leptano po dobu 2 minut 3% nitalem. U okraje je patrna souvisia oduhlicena
vrstva o tl	oušť ce 125 až 140 μm
Obr. 5.62	Struktura ocele 14 109.6, leptáno po dobu 1 minuty 1% nitalem. Jsou patrné částice
vměstku 7	TiN o velikosti 8 μm. Karbidy (bílé) jsou sférického tvaru152
Obr. 5.63	Struktura ocele 14 109.6, leptáno po dobu 1 minuty roztokem 4 g kyseliny pikrové a 96 ml
etylalkoho	lu. Jsou patrné částice vměstku TiN o velikosti 10 μm. Karbidy (bílé) jsou sférického tvaru. 152
Obr. 5.64	Struktura materiálu 12 022.2, leptáno barevně po dobu 1 minuty roztokem
Klemann	I (Na ₂ S ₂ O ₃ .5H ₂ O, K ₂ S ₂ O ₃ a destilovaná H ₂ O). Jsou patrné karbidy na hranicích zrn (bílé).
Zrna feriti	u jsou různobarevná podle krystalografické orientace. Zvětšeno 1 440krát153
Obr. 5.65 Stru	ktura jemné martenzitické ocele s výskytem velké interkrystalické trhliny153
Obr. 5.66 Sou	vislá interkrystalická trhlina ve struktuře austenitické antikorozní ocele
Obr. 5.67 Inte	rkrystalické trhliny po hranicích zrn u austenitické oceli pozorované na elektronovém
rastrovací	m mikroskopu154
Obr. 5.68 Lor rastrovac	nová plocha s přítomností karbidických částic pozorovaná na elektronovém ím mikroskopu
Obr. 5.69 Mik	rostruktura povrchové části souvislé nitridované ocele 12 050. Nitridování je nasvcování
povrchu od	celí a litin dusíkem. Při nitridování dochází k nasycování povrchu železa dusíkem a vytvoří se
difúzní vrs	stva převážně ε fáze154
Obr. 5.70 Klín o proměnl	novité částice Fe ₃ N na povrchu nitridovaného železa. ε fáze je hexagonální nitrid livém složení v rozmezí Fe ₂ N až Fe ₃ N a o obsahu 7,1 až 11 % N při eutektoidní teplotě.
	ntenzivne na povrenu zeleza od teplot 450 az 550°C a vytvari na začatku kintovite utvary.
Obr. 5.71	Feriticko-perlitická šedá litina (ferit, lamelární perlit a grafit), zvětšeno 300krát155
Obr. 5.72	Feriticko-perlitická šedá litina (ferit, lamelární perlit a grafit), zvětšeno 1 000krát155
Obr. 5.73	Struktura feritické šedé litiny (ferit a hrubé lamely grafitu), zvětšeno 300krát
Obr. 5.74	Struktura temperované perliticko-feritické tvárné litiny (litina s kuličkovým
grafitem)	v CF modu u konfokálního laserového mikroskopu s rovnoměrným rozložením
kuličkovi	tého grafitu, v okolí některého grafitu převládá ferit (bílé oblasti) nebo ve větší části
perlit (tm	avé oblasti)
Obr. 5.75	Feritická tvárná litina, jedná se o litinu s kuličkovým grafitem a s výskytem většího
množství	shluků oxidických vměstků. Zvětšeno 300krát157
Obr. 5.76	Struktura temperované perliticko-feritické tvárné litiny, jedná se o litinu s kuličkovým
grafitem v	v CF modu u konfokálního laserového mikroskopu. Struktura vykazuje nedostatečné

zabalení kuličkovitého grafitu (nedostatečná modifikace). Ferit vykazuje světlé oblasti a tmavé
oblasti představují perlit, který vykazuje v některých místech výrazně lamely157
Obr. 5.77 Maková litina, ferit vykazuje světlé oblasti, perlit vykazuje tmavé oblasti a lupínkový
grafit vytváří shluky ve tvaru květin (tzv. vlčích máků), zvětšeno 350krát
Obr. 6.1 Mikrostruktura čistého hliníku po tváření za studena, zvětšeno 500krát
Obr. 6.2 Mikrostruktura čistého hliníku po tváření za studena, zvětšeno 200krát
Obr. 6.3 Mikrostruktura litého čistého hliníku, zvětšeno 100krát
Obr. 6.4 Detail mikrostruktury litého čistého hliníku, zvětšeno 1000krát
Obr. 6.5 Mikrostruktura slitiny AlMgSi1 v litém stavu, zvětěšno 200krát
Obr. 6.6 Mikrostruktura slitiny AlMgSi1 v litém stavu, zvětšeno 500krát
Obr. 6.7 Struktura slitiny AlCu4Mg v litém stavu leptaná leptadlem Keller, zvětšeno 250krát 161
Obr. 6.8 Struktura slitiny AlCu4Mg1 v litém stavu leptaná leptadlem Keller. Jedna z nejběžnějších fází v Al
slitinách duralového typu je CuAl2, je světle šedá až narůžovělá a v litém stavu vytváří síťování po
hranicích zrn. Zvětšeno 250krát
Obr. 6.9 Mikrostruktura slitiny AlCu4Mg1 v litém stavu s identifikací fází, zvětšeno 630krát 162
Obr. 6.10 Mikrostruktura slitiny AlCu4Mg1 v litém stavu s identifikací fází, zvětšeno 250krát 162
Obr. 6.11 Mikrostruktura slitiny AlCuMgMn v litém stavu, zvětšeno 100krát 162
Obr. 6.12 Detail mikrostruktury slitiny AlCuMgMn v litém stavu, zvětšeno 500krát 162
Obr. 6.13 Mikrostruktura slitiny AlCuMgMn v litém stavu po homogenizačním žíhaní, zvětšeno 500krát. 162
Obr. 6.14 Mikrostruktura slitiny AlCuMgMn v litém stavu po homogenizačním žíhaní, zvětšeno 500krát. 162
Obr. 6.15 Struktura litého stavu slitiny AlCu4MgMn s lamelárním typem eutektika, zvětšeno 2 000krát.
Obr. 6.16 Struktura litého stavu slitiny AlCu4MgMn s lamelárním typem eutektika, ve kterém jsou
patrné krystalograficky vyvinuté částice bohaté na Fe a Mn, zvětšeno 1 600krát 163
Obr. 6.17 Mikrostruktura litého stavu AlZn6MgCu, zvětšeno 160krát
Obr. 6.18 Mikrostruktura litého stavu AlZn6MgCu, zvětšeno 160krát
Obr. 6.19 Mikrostruktura litého stavu AlZn6MgCu, zvětšeno 160krát
Obr. 6.20 Mikrostruktura litého stavu AlZn6MgCu, zvětšeno 160krát
Obr. 6.21 Struktura litého stavu slitiny AlSi20. Jedná se o nemodifikovaný nadeutektický silumin, kde je ve
struktuře patrné eutektikum tvořené jehlicemi Si, tuhým roztokem α a velkými částicemi nerozpuštěného
křemíku ve tvaru desek nebo jiných nepravidelných geometrických útvarů. Zvětšeno 150krát 164
Obr. 6.22 Struktura litého stavu slitiny AlSi10. Jedná se o nemodifikovaný eutektický silumin, kde je ve
struktuře patrné eutektikum tvořené jehlicemi Si atuhým roztokem α. Zvětšeno 500krát
Obr. 6.23 Struktura litého stavu slitiny AlSi7. Jedná se o nemodifikovaný podeutektický silumin, kde je
ve struktuře patrné eutektikum tvořené jehlicemi Si rozloženými v tuhém roztoku α a zrny tuhého
roztoku α. Zvětšeno 200krát
Obr. 6.24 Struktura litého stavu slitiny AlSi10. Jedná se o strukturu eutektického nemodifikovaného siluminu,
kde je ve struktuře patrné eutektikum tvořené žlutě zbarvenými jehlicemi Si a modře zbarveným tuhým
roztokem α. Provedeno barevné leptání roztokem KMnO4 a NaOH, pozorováno v polarizovaném světle.
Zvětšeno 300krát
Obr. 6.25 Struktura litého stavu slitiny AlSi10 (chemické složení: Si 11,17 %, Fe 0,65 %, Cu 0,56 %,
Mn 0,3 %, Mg 0,25 %, Zn 0,3 %). Jedná se o nemodifikovaný eutektický silumin, který je tvořen
modře zbarvenými jehlicemi Si ve tvaru hrubších desek a různobarevným tuhým roztokem α, což

	170
Obr. 6.51 Mikrostruktura předslitiny AlCa10 s převládajícím výskytem fází CaAl4, zvětšeno	170 o 200krát.
Obr. 6.50 Mikrostruktura předslitiny AlCa10 s převládajícím výskytem eutektika, zvětšeno	200krát.
Obr. 6.49 Zvětšeno 500krát	169
Obr. 6.48 Zvětšeno 500krát	169
Obr. 6.47 Zvětšeno 500krát	169
Obr. 6.46 Zvětšeno 200krát.	169
Barevně leptáno a pozorováno v polari-zovaném světle. Zvětšeno 200krát	
Obr. 6.45 Částice TiAl3 jsou zbarvené do hněda a dosahují ojediněle maximálně velikosti 70	0 až 80 µm.
TiB2. Barevně leptáno a pozorováno v polarizovaném světle. Zvětšeno 200krát	169
Obr. 6.44 Částice TiAl3 jsou zbarveny do modra a tmavé pruhy jsou stopy po leptání částic	a částice
Obr. 6.43 Zvětšeno 1 000krát	
Obr. 6.42 Zvětšeno 1 000krát	168
Obr. 6.41 Zvětšeno 500krát	168
Obr. 6.40 Zvětšeno 500krát.	168
Obr. 6.39 EDX analýza světlých částic	167
Obr. 6.38 EDX analýza tmavých částic	167
Obr. 6.37 Zvětšeno 1 100krát	167
Obr. 6.36 Zvětšeno 860krát.	167
Obr. 6.35 EDX analýza intermetalických fází.	166
Obr. 6.34 Zvětšeno 1 200krát	166
Obr. 6.33 Zvětšeno 1 000krát	166
Obr. 6.32 Zvětšeno 860krát	166
Obr. 6.31 Zvětšeno 860krát.	166
modifikované částice Si). Zvětšeno 1 000krát.	165
silumin, který je tvořen hnědě zbarvenými zrny tuhého roztoku α , a eutektikum α + Si (modř	e zbarvené
Obr. 6.30 Struktura litého stavu slitiny AlSi7Mg0.3. Obrázek zachycuje modifikovaný podeutek	ttický
v polari-zovaném světle. Zvětšeno 50krát.	165
zbarvení) ve tvaru "hvězdic". Leptáno roztokem KMnO4 a NaOH po dobu 1 minuty a pozorov	váno
fikovaného siluminu, kde jsou patrná nemodifikovaná místa výskytu hrubých jehlic křemíku (1	nodré
Obr. 6.29 Struktura litého stavu slitiny AlSi7Mg0.3. Obrázek zachycuje nehomogenní oblasti u me	odi-
nehomogenita ve tvaru většího shluku částic křemíku. Zvětšeno 500krát	165
tuhý roztok (hnědé nebo zelené zbarvení) a modifikované částice křemíku. Je zde patrná stru	kturální
Obr. 6.28 Struktura slitiny AlSi11Cu3.5 po tváření. Na obrázku jsou patrné hranice rekrystalizov	vaných zrn,
pozorováno ve světlém poli. Zvětšeno 200krát	165
Si (modře zbarven modifikovaný Si). Provedeno barevné leptání roztokem KMnO4 a NaOH	[,
siluminu tvořeného zrny rozvětveného tuhého roztoku α (zbarvení žlutozelené) a zrnitým eut	tektikem α +
Obr. 6.27 Struktura litého stavu slitiny AlSi7Mg0,3. Jedná se o strukturu podeutektického modi	fikovaného
Si). Zvětšeno 200krát	165
silumin, který je tvořen zrny tuhého roztoku α , a eutektikum α + Si (modře zbarvený mo	difikovaný
Obr. 6.26 Struktura litého stavu slitiny AlSi7Mg0,3. Obrázek zachycuje modifikovaný pode	eutektický
a NaOH, pozorováno v polarizovaném světle. Zvětšeno 1 000krát	165
dokazuje jeho výraznou chemickou heterogenitu. Provedeno barevné leptání roztokem K	MnO4

Obr. 6.52 Mikrostruktura předslitiny AlCa10 po barevném leptání, zvětšeno 100krát 171
Obr. 6.53 Mikrostruktura eutektika předslitiny AlCa10 po barevném leptání, zvětšeno 200krát 171
Obr. 6.54 Střední až velké póry velikosti 0,1 až 0,2 mm ve tvaru tmavých teček, samostatné nebo tvořící
ojedinělé shluky, zvětšeno 12krát
Obr. 6.55 Velká mezidendritická porezita ve tvaru jemných trhlinek v celém objemu materiálu,
zvětšeno 12krát
Obr. 6.56 Střední až velké póry velikosti 0,1 až 0,2 mm ve tvaru tmavých teček, samostatné nebo tvořící
ojedinělé shluky, zvětšeno 12krát
Obr. 6.57 Velká mezidendritická porezita ve tvaru jemných trhlinek v celém objemu materiálu,
zvětšeno 12krát
Obr. 6.58 Makrostruktura výrobku s výskytem velkého shluku oxidických vměstků (jedná se
pravděpodobně o strženou pěnu při lití), zvětšeno 4krát174
Obr. 6.59 Makrostruktura výrobku s výskytem pásů strukturální nehomogenity, které obsahují velké
množství oxidů a hrubých fází pocházejících z povrchově obohacené vrstvy čepu, jež nebyla
dostatečným apretováním odstraněna, zvětšeno 4krát 174
Obr. 6.60 Makrostruktura výrobku s výskytem velké cizorodé částice nekovového charakteru. Jedná se
o spálené mazadlo obklopené oxidickou blankou. Zvětšeno 16krát.
Obr. 6.61 Makrostruktura tyče v podélném řezu s výskytem velkých shluků vměstků roztažených ve směru
tváření. Jedná se o oxidické částice na bází Si a Mg (viz kapitola 5). Zvětšeno 12krát 174
Obr. 6.62 Puchýře na výlisku vzniklé velkým naplyněním čepů, zmenšeno 2krát
Obr. 6.63 Puchýře na výlisku vzniklé zalisovaným mazadlem a vlhkostí, zmenšeno 2krát 174
Obr. 6.64 Puchýře na výlisku vzniklé spálením materiálu (vysoká teplota při tepelném zpracování
nebo dlouhá výdrž na teplotě), zmenšeno 2krát 175
Obr. 6.65 Podélný řez naplátovaným materiálem před tepelným zpracováním. Makrostruktura vykazuje
oblast naplátování, kde je patrná ještě dostatečná soudržnost plátovací vrstvy se základním
materiálem. Zvětšeno 24krát
Obr. 6.66 Podélný řez naplátovaným materiálem v místě bubliny. Na okraji snímku je patrná
naplátovaná vrstva, která po tepelném zpracování přechází v bublinu. Zvětšeno 24krát 175
Obr. 6.67 Nezvětšen
Obr. 6.68 Zvětšeno 12krát
Obr. 6.69 Mikrostruktura tyče slitiny AlZn6MgCu v podélném řezu v oblasti výskytu příčných trhlin,
které zasahují do hloubky max. 200 μm. Zvětšeno 200krát
Obr. 6.69 a 6.71 Příčné trhliny na povrchu tyče, které byly iniciovány v místech povrchového
mechanického poškození. Mechanické poškození (otlaky) vzniklo při manipulaci s materiálem
mezi lisováním a tažením. Při tažení došlo k iniciaci
Obr. 6.72 Zvětšeno 2krát
Obr. 6.73 Zvětšeno 2krát
Obr. 6.74 Hrubozrnná povrchová vrstva u okraje tyče v příčném řezu, nezvětšen
Obr. 6.75 Makrostruktura hrubozrnné povrchové vrstvy výrobku s výskytem trhlinek po hranicích
hrubého zrna, zvětšeno 4krát
Obr. 6.76 Hrubozrnná povrchová vrstva u tyče s trhlinou v místě maximální hloubky hrubozrnné
vrstvy, zvětšeno 4krát
Obr. 6.77 Hrubozrnná povrchová vrstva k jedné straně tyče s trhlinou v místě rozhraní hrubozrnné struktury
s jemnozrnnou strukturou, nezvětšeno

Obr. 6.78 Zvětšeno 2krát
Obr. 6.79 Zvětšeno 2krát
Obr. 6.79 Makrostruktura tyče v příčném řezu vykazuje různé zbarvení v důsledku chemické
nehomogenity v jednotlivých oblastech tyče, nezvětšeno
Obr. 6.81 Zatažený kužel u ploché tyče v příčném řezu (hrubozrnná struktura v celém průřezu),
nezvětšeno179
Obr. 6.82 Zatažený kužel u tyče v podélném řezu, zmenšeno 2krát
Obr. 6.83 Makrostruktura kužele u tyče v podélném řezu, zvětšeno 8krát
Obr. 6.84 Zmenšeno 2krát
Obr. 6.85 Zvětšeno 500krát
Obr. 6.86
Obr. 6.87
Obr. 6.88 Příčné poškrábání
Obr. 6.89 Potlučení hran
Obr. 6.90 Zadřený povrch
Obr. 6.91 Hluboké příčné rýhy
Obr. 6.92 Zátlak
Obr. 6.93 Zátlak
Obr. 6.94 Povrch čepu se studenými sváry, zmenšeno 3krát
Obr. 6.95 Povrch čepu se studenými sváry, zmenšeno 3krát
Obr. 6.96 Makrostruktura čepů se stopami studených svárů
Obr. 6.97 Makrostruktura čepů se stopami studených svárů
Obr. 6.98 Oxidická blána z elektronového rastrovacího mikroskopu u slitiny AlMn1. Jedná se o morfologicky
nepravidelnou velkou částici. Zvětšeno 200krát
Obr. 6.99 EDX analýza identifikovala jen přítomnost hliníku (analýzy prvků pod atomové číslo 10 z důvodů
Be okénka nejsou možné, např. kyslík)18.
Obr. 6.100 Oxidická blána u slitiny AlZn6Mg2Cu1.5 z optického mikroskopu, zvětšeno 75krát184
Obr. 6.101 101 Oxidická blána u slitiny AlZn6Mg2Cu1.5 z elektronového rastrovacího mikroskopu, zvětšeno
75krát
Obr. 6.102 Shluk oxidických blan s velkým pórem (dírou) a malými částicemi Si u nemodifikovaného
siluminu, zvětšeno 200krát
Obr. 6.103 Shluk oxidických blan ve tvaru kruhu s velkými póry a částicemi Si u nemodifikovaného siluminu
zvětšeno 200krát
Obr. 6.104 Makrostruktura podeutektického siluminu slitiny AlSi7Mg0.3 s výskytem velkého shluku
a množství oxidických blan, zvětšeno 13krát
Obr. 6.105 Stejná oblast z optického mikroskopu, kde je velké množství oxidických blan a také velké póry,
zvětšeno 100krát
Obr. 6.106 Velká oxidická blána u materiálu AlSi11. Jedná se o nemodifikovaný eutektický silumin, u kterého
bylo provedeno barevné leptání. Pozorováno v polarizovaném světle. Zvětšeno 500krát
Obr. 6.107 Struktura podeutektického nemodi-fikovaného siluminu s výskytem velké oxidické blány.
V důsledku obklopení taveniny oxidickou blánou dochází k heterogennímu průběhu krystalizace
a k nehomogenitě chemického složení. Zvětšeno 200krát
Obr. 6.108 Oxidická částice z elektronového rastro-vacího mikroskopu u slitiny AlCuMgPb. Kromě
prvků, které obsahují matrice, je oxidická částice obohacena i vápníkem. Zvětšeno 600krát180

Obr. 6.109 EDX analýza oxidické částice obohacené o prvky z matrice a vápníkem	. 186
Obr. 6.110 Velký shluk černých oxidických částic u slitiny AlMgSi0.7 z optického mikroskopu. Jedná se	
o oxidy hořčíku a oxidy křemíku. Zvětšeno 200krát	. 186
Obr. 6.111 EDX analýza černých oxidických částic.	. 186
Obr. 6.112 Makrostruktura u slitiny AlMgSi1, kde je patrný velký shluk vměstků roztažených ve směru	
tváření, zvětšeno 6krát	. 186
Obr. 6.113 Mikrostruktura u slitiny AlMgSi ve stejné oblasti výskytu vměstků na makrostruktuře, zvětšer	10
100krát	. 186
Obr. 6.114 Velký počet oxidických částic ve stejné oblasti (z elektronového rastrovacího mikroskopu), a te	0
u slitiny AlMgSi1. Oxidické částice jsou na bázi Mg a Si s obohacením o fosfor, síru a měď. Zvětšeno	
400krát	. 187
Obr. 6.115 Velký počet oxidických částic ve stejné oblasti (z elektronového rastrovacího mikroskopu), a te	0
u slitiny AlMgSi1. Oxidické částice jsou na bázi Mg a Si, s obohacením o fosfor, síru a měď	. 187
Obr. 6.116 EDX analýza dokládá, že se jedná o oxidické částice dotované vyšším obsahem Cu a Pb	. 187
Obr. 6.117 Sdružená ztuhlá pěna při lití (z elektronového rastrovacího mikroskopu), a to u slitiny AlCu4M	lgPb,
zvětšeno 360krát	. 187
Obr. 6.118 Vměstky u slitiny AlCu2MgNiFe	. 188
Obr. 6.119 EDX analýza vměstku.	. 188
Obr. 6.120 Vměstky u slitiny AlCu2MgNiFe	. 188
Obr. 6.121 EDX analýza vměstku.	. 188
Obr. 6.122 Vměstky u slitiny AlMgSiCu.	. 188
Obr. 6.123 EDX analýza vměstku.	. 188
Obr. 6.124 Vměstky u slitiny AlMgSiCu.	. 189
Obr. 6.125 EDX analýza vměstku.	. 189
Obr. 6.126 AlB částice o velikosti 17 µm u slitiny AlMgSiCu, zvětšeno 740krát	. 189
Obr. 6.127 Shluky TiB2 částic u metody PODFA, zvětšeno 500krát	. 189
Obr. 6.128 Samostatné hrubé intermetalické fáze TiAl3 (označeno šipkou), které dosahují velikosti a	ıž 70
až 100 μm	. 190
Obr. 6.129 Shluk hrubých intermetalických fází TiAl3 ve středové části. Částice TiB2 jsou jemné, ale ne	ejsou
rovnoměrně rozložené po průřezu, zvětšeno 750krát	. 190
$Obr.\ 6.130\ \check{C}\acute{a}stice\ o\check{c}kovadla\ (TiV)B_2\ jsou\ mal\acute{e}\ obd\acute{e}ln\acute{l}kov\acute{e}\ nebo\ \check{s}estihrann\acute{e}\ desti\check{c}ky,\ sv\check{e}tle\ \check{s}ed\acute{e}$	Ś,
žluté, velikosti 2 až 10 μm, zvětšeno 1 000krát	. 190
Obr. 6.131 Je potřeba upozornit na morfologickou podobnost mezi částicemi očkovadla TiB2 a disperzn	ıími
částicemi Al ₂ O ₃ pocházejícími z elektrolýzy hliníku, zvětšeno 500krát	. 190
Obr. 6.132 Slitina AlSi12MgCuNi z optického mikro-skopu. Jedná se o litou strukturu s ojedinělým výsky	ytem
β fáze (nerozpuštěný Si), zvětšeno 250krát	. 191
Obr. 6.133 Tvářená struktura slitiny AlSi12MgCuNi, kde jsou patrné intermetalické fáze a shluky	
nerozpuštěného křemíku, zvětšeno 250krát	. 191
Obr. 6.134 a 6.135 Litá struktura slitiny AlSi7Mg0,3 zachycující samostatné nerozpuštěné částice křemíku	l
(modré zbarvení). U vzorků bylo provedeno barevné leptání, pozorováno v polarizovaném světle, zvět	šeno
500krát	. 191
Obr. 6.136 Slitina AlSi12MgCuNi z optického mikroskopu. Jedná se o litou strukturu se shluky	
nerozpuštěného Si, zvětšeno 250krát	. 192

Obr. 6.137 Tvářená struktura slitiny AlSi12MgCuNi, kde jsou patrné intermetalické fáze a shluky
nerozpuštěného křemíku, zvětšeno 250krát192
Obr. 6.138 Struktura nemodifikovaného siluminu (slitina 231 dle DIN EN 1706) tvořeného jehlicemi Si
rozloženými v tuhém roztoku a s místem velkého množství ostrohranných částic o velikosti 50-80 μm, zvětšeno 300krát
Obr. 6.139 EDX analýzy těchto částic dokládají, že se jedná o částice na bázi Al-Si s obsahem 30 až
35 % Al a cca 65 % Si. Jedná se tedy pravděpodobně o částice SiAl ₂
Obr. 6.140 Ostrohranné pravidelné částice SiAl ₂ po barevném leptání pomocí roztoku KMnO ₄ + NaOH. které
vykazují šedé až růžové zbarvení. Pozorováno v polarizovaném světle, zvětšeno 500krát
Obr. 6.141 Podeutektický silumin AlSi7Mg0.3 po tlakovém lití s výskytem shluků pravidelných
ostrohranných částic modrého zbarvení, zvětšeno 500krát
Obr. 6.142 Slitina AlZn7.5Mg z optického mikroskopu, kde EDX analýza dokládá přítomnost
krystalograficky vyvinutých částic ZrAl ₃ , zvětšeno 500krát
Obr. 6.143. EDX analýza krystalograficky vyvinutých částic ZrAl ₃
Obr. 6.144 Slitina AlZn7.5Mg z optického mikroskopu, kde EDX analýza dokládá přítomnost
krystalograficky vyvinutých částic ZrAl3, zvětšeno 500krát
Obr. 6.145 EDX analýza krystalograficky vyvinutých částic ZrAl ₃
Obr. 6.146 Hrubé krystalograficky vyvinuté (neroz-pustné částice ZrAl ₃) u slitiny AlZn7.5Mg. Vzorek
podroben barevnému leptání a pozorován v polarizovaném světle
Obr. 6.147 Shluky nerozpuštěných částic chromu, zvětšeno 300krát
Obr. 6.148 EDX analýza v bodu 1
Obr. 6.149 EDX analýza v bodu 2
Obr. 6.150 EDX analýza v bodu 3
Obr. 6.151 EDX analýza v bodu 4
Obr. 6.152 Slitina AlMgSiPb z optického mikroskopu, kde je ve struktuře tyče přítomna částice PbBi
enormní velikosti. Jedná se o nedokonalé rozpuštění legury v procesu tavení. Zvětšeno 200krát
Obr. 6.153 EDX analýza matrice u částice PbBi
Obr. 6.154 Stejná částice z elektronového rastrovacího mikroskopu, kde z obrázku a EDX analýzy je
patrné, že matrice částice je tvořena Pb a vyloučené jehlice jsou převážně na bázi Bi s menším
obsahem Pb. Zvětšeno 360krát
Obr. 6.155 EDX analýza jehlic u částice PbBi
Obr. 6.156 Mikrostruktura slitiny AlMgSiPb s velkou částicí PbBi, kde matrice je převážně na bázi Pb
a jehlice jsou na bázi Bi. Zvětšeno 300krát
Obr. 6.157 Morfologicky nerovnoměrná částice z elektronového rastrovacího mikroskopu, kde světlý
základ je na bázi Pb a tmavé tyčinky jsou na bázi PbBi. Obě uvedené částice byly zjištěny při analýze
vměstků (metodou PODFA)
Obr. 6.158 Slitina AlMgSiPb z optického mikroskopu. Jedná se o lokální defekt velkého shluku jemných
částic Bi. Jde o efekt vznikající při lití, a to stržením pěny při turbulentním proudění taveniny. Zvětšeno
75krát
Obr. 6.159 Stejná oblast lokálního defektu jako u Obr. 6.158, avšak z elektronového rastrovacího mikroskopu,
kde EDX analýzy poukazují na přítomnost velikostně různorodých částic Bi. Zvětšeno 1 800krát195
Obr. 6.160 a 6.161 Struktura nemodifikovaného siluminu slitiny 226 (dle DIN EN 1706) s výskytem
velkých šedých nepravidelných částic "hvězdicovitého" tvaru, které tvoří velké shluky
a dosahují velikosti 150 až 300 μm, zvětšeno 200krát196

Obr. 6.162 EDX analýzy těchto nepravidelných částic. Ve všech případech se jedná o částice na
bázi Al-Mn-Fe s obsahem Mn 20 až 22 % a obsahem Fe 29 až 30 % (zbytek je Al) 196
Obr. 6.163 Přehřátý materiál u slitiny AlCu4M, po hranicích zrn je patrné silně natavené eutektikum
s výskytem velkých pórů, zvětšeno 250krát197
Obr. 6.164 Přehřátý materiál u slitiny AlCu4Mg, po hranicích zrn se vyskytuje silně natavené
eutektikum a výskyt globulárních útvarů nataveného eutektika uvnitř zrn, zvětšeno 250krát 197
Obr. 6.165 Přehřátý materiál u slitiny AlZn6MgCu s výskytem nové lité struktury v oblasti vláknité
nerekrystalizované struktury. Leptáno roztokem Kroll, zvětšeno 100krát 197
Obr. 6.166 Přehřátý materiál u slitiny AlMgSi1 s výskytem nové lité struktury po natavení, zvětšeno
200krát
Obr. 6.167 Přehřátý materiál u tyče ze slitiny AlCu4MgMn v příčném řezu s výskytem nata-veného
eutektika, po hranicích zrn a uvnitř zrn se nacházejí globulární útvary nataveného eutektika,
zvětšeno 250krát
Obr. 6.168 Přehřátý materiál u tyče ze slitiny AlCu4MgMn v podélném řezu s výskytem nata-veného
eutektika, po hranicích zrn a uvnitř zrn se nacházejí globulární útvary nataveného eutektika,
zvětšeno 250krát
Obr. 6.169 Přehřátý materiál u slitiny AlMgSi0,5 s výskytem mezikrystalických trhlin a globulárních útvarů
nataveného eutektika. K přehřátí došlo překro-čením teploty homogenizace. Zvětšeno 250krát 198
Obr. 6.170 Přehřátý materiál u slitiny AlMgSi1. Silné přehřátí s výskytem souvislých
mezikrystalických trhlin a globulárních útvarů nataveného eutektika. K přehřátí došlo překročením
teploty při tepelném ohřevu před kováním. Po kování došlo k popraskání materiálu a vzniku trhlin.
Zvětšeno 250krát
Obr. 6.171 Obnažené dendritické buňky z elektronového rastrovacího mikroskopu s mezidendritickou
porezitou u slitiny AlCu4Mg, zvětšeno 600krát 198
Obr. 6.172 Velký lokální pór (díra) u slitiny AlSi10 z optického mikroskopu, zvětšeno 200krát 198
Obr. 6.173 Výrazná spojitá mezidendritická porezita lité struktury u slitiny AlCuMgPb, zvětšeno
100krát
Obr. 6.174 Litá struktura u slitiny AlCu4Mg po homogenizačním žíhání při 500 °C po dobu 24 hodin
s postupným ochlazováním v peci. Ve struktuře jsou zachycené jednotlivé samostatné póry,
zvětšeno 300krát
Obr. 6.175 Výrazná lokální mezidendritická porezita lité struktury u podeutektického siluminu AlSi7Mg0.3,
zvětšeno 100krát
Obr. 6.176 Litá struktura u slitiny AlMgSi1 po homogenizačním žíhání, kde je ve struktuře zachycen
větší počet samostatných jednotlivých pórů, zvětšeno 200krát 199
Obr. 6.177 Lokálně se vyskytující vysoká mezidendritická porezita u modifikovaného podeutektického
siluminu (černé zbarvení), zvětšeno 200krát 199
Obr. 6.178 Rovnoměrné rozložení mezidendritické porezity u modifikovaného podeutektického siluminu
(černé body), zvětšeno 100 krát
Obr. 6.179 a 6.180 Struktury u slitiny AlSi10Cu3Fe s vysokou porezitou ve tvaru shluků, zvětšeno
200krát
Obr. 6.181 Podeutektický modifikovaný silumin u slitiny AlSi7Mg0,3 s lokální mezidendritickou porezitou,
zvětšeno 200krát
Obr. 6.182 Podeutektický modifikovaný silumin u slitiny AlSi7Mg0,3 s naplyněním (samostatné póry
kruhového průřezu), zvětšeno 200krát

Obr. 6.183 Velké samostatné póry – díry u litého podeutektického siluminu, zvětšeno 200krát200
Obr. 6.184 Podeutektický modifikovaný silumin u slitiny AlSi7Mg0,3 s velkým množstvím oxidických
blan a pórů, zvětšeno 200krát200
Obr. 6.185 Struktura profilu ze slitiny AlCu4Mg, která obsahuje jemné světlé fáze CuAl2, hrubé fáze
Cu2Mg2Al5 (S-fáze) a hrubé fáze s Fe a Mn (AlCuFeMn a AlFeMnSi) šedě zbarvené. Zvětšeno 250krát.
Obr. 6.178 Struktura profilu ze slitiny AlCu4Mg, která obsahuje jemné světlé fáze CuAl2 a hrubé fáze
s Fe a Mn (AlCuFeMn a AlFeMnSi) šedě zbarvené. Zvětšeno 630krát
Obr. 6.187 a 6.188 Hrubé rozvětvené intermetalické fáze typu "čínské písmo" u tyčí Ø 140 mm ze
slitiny AlCu4MgPb. Jedná se o intermetalické fáze na bázi AlFeMn, které dosahují velikosti 300-
400 μm ve směru tváření. Zvětšeno 200krát201
Obr. 6.189 Mezidendritické prostory u slitiny AA 4032 (AlSi12NiMgCu) jsou vyplněné hrubými fázemi
FeSiAl5 deskovitého tvaru. Jedná se o velice křehké fáze, které výrazně snížují mechanické hodnoty
materiálu (hlavně tažnost). Výskyt těchto hrubých deskovitých fází je způsoben vyšším obsahem Fe
(0,7 %) a nízkým obsahem Mn, který by v kombinaci s Fe vytvořil fáze typu AlFeMn ve tvaru "čínské
písmo"
Obr. 6.190 Makrostruktura standardu pro stanovení velikostí globulitického litého zrna o velikosti
kategorií v rozmezí 5 až 30 mm ² , zmenšeno 2krát202
Obr. 6.191 Makrostruktura čepu s výskytem peříč-kovité struktury u slitiny AlMgSi0.5 na více než
50 % plochy, zmešeno 2krát
Obr. 6.192 Snímek mikrostruktury peříčkovitých (sloupcovitých) zrn u litého materiálu slitiny
AlSi11Cu3,5. Peřičkovitá, sloupcovitá nebo eliptická zrna jsou enormně velikostně rozvinutá ve
směru odvodu tepla. Vzorek byl podroben anodické oxidaci a s pozorováním v polarozovaném
světle, zvětšeno 100krát
Obr. 6.193 Mikrostruktura nerekrystalizované jemně vláknité struktury u okraje trubky ze slitiny
AlMg2Mn, zvětšeno 100krát204
Obr. 6.194 Mikrostruktura nerekrystalizováné jemně vláknité struktury u okraje tyče ze slitiny
AlZn7,5Mg, zvětšeno 100krát204
Obr. 6.195 Mikrostruktura nerekrystalizované jemně vláknité struktury u tyče Ø 11 mm ze slitiny
AlCuMg2, zvětšeno 100krát204
Obr. 6.196 Mikrostruktura nerekrystalizované jemně vláknité struktury ve středové oblasti tyče ze
slitiny AlZn7,5Mg, zvětšeno 100krát204
Obr. 6.197 Mikrostruktura hrubších vláken nerekrystalizované struktury u tyče Ø 35.5 mm ze slitiny
AlZn6.5Cu1.5Mg, zvětšeno 100krát204
Obr. 6.198 Mikrostruktura hrubších vláken nerekrystalizované struktury ve středové oblasti tyče ze
slitiny AlZn6,5Cu1,5Mg, zvětšeno 100krát
Obr. 6.199 Snímek rekrystalizované struktury s globulitickým tvarem zrna o velikosti 50 až 60 µm
u slitiny AlMg5, zvětšeno 100krát
Obr. 6.200 200 Snímek rekrystalizované struktury s velice jemným (20 až 30 µm) globulitickým tvarem
zrna u slitiny AlMn1
Obr. 6.201 Rekrystalizovaná struktura s mírně protáhlým tvarem zrna o velikosti 80 až 100 µm u slitiny
Al 99.5%, zvětšeno 100krát
Obr. 6.202 Rekrystalizovaná struktura s hrubým zrnem o velikosti 250 až 300 µm u slitiny Al 99.5%,
zvětšeno 100krát

Obr. 6.203 Tvar rovnoosého globulitického zrna o velikosti 120 až 130 µm, poměr zrna na sebe	
kolmých směrů je 1 : 1	206
Obr. 6.204 Rovnoosé globulitické zrno u slitiny AlMg5, zvětšeno 100krát	206
Obr. 6.205 Tvar nerovnoosého mírně protáhlého zrna o velikosti 120 až 130 μ m, poměr zrna na seb	be
kolmých směrů je 2 : 1	206
Obr. 6.206 Rovnoosé globulitické zrno u slitiny AlMg5, zvětšeno 100krát	206
Obr. 6.207 Tvar nerovnoosého, mírně protáhlého zrna o velikosti 120 až 130 µm, poměr zrna na se	be
kolmých směrů je 4 : 1	206
Obr. 6.208 Nerovnoosé mírně protáhlé zrno u slitiny AlZn6MgCu1.5, zvětšeno 100krát	206
Obr. 6.209 Částečně rekrystalizovaná struktura tyče Ø 11,2 mm u slitiny AlCu4MgMn. V oblasti vlákn nerekrystalizované struktury jsou patrná nově vzniklá zrna s ojedinělým výskytem. Zvětšeno 100kr	iité át. 207
Obr. 6.210 Částečně nerekrystalizovaná struktura tyče u slitiny AlZn6MgCu1.5. V oblasti	207
rekrystalizované struktury jsou patrná ojedinělá místa s výskytem nerekrystalizované struktury.	
Zvětšeno 100krát.	207
Obr. 6.211 Částečně nerekrystalizovaná struktura u slitiny AlMgSi1 s výskytem hrubých zrn o veli	kosti
$200 \text{ az } 250 \mu\text{m}$. Zvetseno 100krat.	207
jemné o velikosti 50 až 70 um. Zvětšeno 100krát	e 207
Obr. 6 213 Částečně rekrystalizovaná struktura tvče Ø 36 mm u slitiny Al7n6MaCu1 5. Jedná se o me:	207 7i
středovou oblast tvče s výskutem jemných pásů perekrystalizované struktury. Zvětšeno 100krát	208
Obr. 6 214 Přechod z oblasti jemně rekrystalizované struktury na částečně nerekrystalizovanou	200
strukturu. Pozorováno v polarizovaném světle s odstraněním korekce, červeného zbarvení"	
Zvětšeno 100krát	208
Obr. 6.215 Povrchová hrubozrnná rekrystalizovaná vrstva s přechodem na perekrystalizovanou	200
strukturu v podélném řezu u slitiny AlZn7 5Mg. zvětšeno 100krát	209
Obr. 6.216 Povrchová hrubozrnná rekrystalizovaná vrstva s přechodem na perekrystalizovanou	207
strukturu v příčném řezu u slitiny AlCuMaPh, zvětšeno 100krát	209
Obr 6 217 Stav čiroké čkály u slitiny AlMa5 u zrna o velikosti 40 až 50 um isou patrná zrna o veli	ikosti
120 až 130 um zvětšeno 100krát	209
Obr. 6.218 Stav bimodální u slitiny AlM α 5, isou nábodně přítomna zrna o velikosti 30 až 50 µm a $^{\circ}$	rna
o velikosti 140 až 150 um zvětšeno 100krát	209
Obr 6 219 Skluzové pásy u zrna ze slitiny AlMo5, zvětšeno 100krát	209
Obr. 6 220 Hrubé zrno v celém průřezu u A199 5. zvětšeno 100krát	209
Obr. 6 221 Náhrdelníkový stav zrna u slitiny Al 99 5. zvětšeno 100krát	. 210
Obr. 6.222 Pásový stav zrna u slitiny Al 99.5. výskyt pásů o velikosti 150 až 170 µm a pásů o velik	costi
40 až 60 um zvětšeno 150krát	210
Obr. 6 223 Povrchová hrubozrnná rekrystalizovaná vrstva s přechodem na nerekrystalizovanou	210
strukturu v příčném řezu u slitiny AlZn6MgCu1 5. hrubozrnná vrstva zasahuje do hloubky	
maximálně 130 um zvětšeno 150krát	210
Obr. 7.1 Slitina TiAl5Sn2.5 α slitina, polvedrická α zrna, zvětšeno 750krát	212
Obr. 7.2 Slitina TiAl3.5Mn1.5, pseudo α slitina, polvedrická struktura $\alpha + \beta$, zvětšeno 750krát	212
Obr. 7.3 Slitina TiAl3.5Mn1.5, pseudo α slitina, počáteční stádium tvorby WS, zvětšeno 750krát	213
Obr. 7.4 Slitina TiAl5V4, $\alpha + \beta$ martenzitického typu, polyedrická struktura, zvětšeno 750krát	213

Obr. 7.5 Slitina TiAl5V4, α + β martenzitického typu, polyedrická struktura WS v β fázi, zvětšeno
750krát
Obr. 7.6 Slitina TiAl5V4, $\alpha + \beta$ martenzitického typu, heterogenní deformace, zvětšeno 750krát213
Obr. 7.7 Slitina TiAl6V4, $\alpha + \beta$ martenzitického typu, WS struktura, zvětšeno 750krát213
Obr. 7.8 Slitina TiAl6V4, α+β martenzitického typu, zvětšeno 750krát213
Obr. 7.9 Slitina TiAl6V4, $\alpha + \beta$ martenzitického typu, martenzit [61], zvětšeno 750krát214
Obr. 7.10 Slitina TiA16V4, jedná se o $\alpha + \beta$ slitinu první skupiny (martenzitického typu), vyznačuje se dobrou
svařitelností, mechanickými vlastnostmi a zpracova-telností, využívá se při výrobě profilů, tyčí, plechů, ale
také výkovků [61], zvětšeno 750krát
Obr. 7.11 Struktura slitiny WASPALOY [60]
Obr. 7.12 Mezikrystalická koroze ve struktuře slitiny INCONEL, zvětšeno 1000krát [60]217
Obr. 7.13 Struktura Ni superslitiny o složení Al 9,7 %, Ti 1,7 %, Cr 17,1 %, Co 6,3 % a W 2,3 %. Fáze y' je
koherentní s γ fází (matricí) a precipitačně ji zpevňuje. Procentuální rozdíl v parametrech mřížky mezi γ +
γ° fází je menší než 1,5 %. V důsledku toho u precipitátů γ° fáze lehko dochází k jejich homogenní
precipitaci. Protože je nízká mezipovrchová energie na rozhraní γ/γ' fáze (matrice/precipitát), je vysoká
teplotní stabilita koherentních precipitátů γ' fáze do přibližně 1 000 °C, kdy dochází k jejich rozpuštění
v matrici γ fáze. Tato teplotní stabilita je závislá na množství přítomné γ' fáze ve struktuře. Fáze γ' má
typickou kubickou morfologii [62]218
Obr. 7.14 Charakter substruktury Ni superslitiny o složení Cr 20,0 %, Al 2,3 %, Ti 2,1 %, Fe 5,0 %, C
0,07 % a B 0,005 %. Jsou viditelné kulovité částice γ' fáze a vyloučené karbidy Cr23C6 na
hranicích zrna [63,64]
Obr. 7.15 Charakter struktury Ni superslitiny po rekrystalizačním žíhání. Aplikuje se po tváření za studena.
Cílem je získání rekrystalizované struk-tury a s ní souvisejících maximálních plastických vlastností dané
superslitiny. Realizuje se v závislosti na chemickém složení, v intervalu 700 až 1 200 °C [65, 66]219
Obr. 7.16 Charakteristická struktura kulovitých (sražených) karbidů v Ni superslitině. Při rozpouštěcím žíhání
dochází i ke koagulaci karbidů v matrici γ fáze, čímž se zajišťují vysoké únavové vlastnosti. Z teploty
rozpouštěcího žíhání následuje rychlé ochlazení zajišťující získání přesyceného tuhého roztoku. Teploty
rozpou-štěcího žíhání jsou velmi vysoké a pohybují se v intervalu 1 150 až 1 315 °C [67]219
Obr. 7.17 Charakter struktury Ni superslitiny po rozpouštěcím žíhání. Při této operaci dochází
k rozpadu přesyceného tuhého roztoku a vzniku precipitátů γ' fáze. Realizuje se v intervalu teplot
420 až 870 °C [68]
Obr. 7.18 Charakter struktury Ni superslitiny po umělém stárnutí [69]219
Obr. 7.19 Binární diagram Al-Co [79]
Obr. 7.20 Záznam z transmisní elektronové mikroskopie dokládá kuboidální charakter precipitátů y' fáze
u slitiny Co-7Al-7W-20Ni [82]
Obr. 7.19 Binární diagram Co-W [82]
Obr. 7.22 Charakter struktury slitiny Co-9Al-10W-4Ta před tepelným zpracováním (vlevo) a po
tepelném zpracování při 1 300 °C po dobu 168 hodin (vpravo) [83]
Obr. 7.23 Záznam z transmisní elektronové mikroskopie, kde substruktura dokládá kuboidálny charakter
precipitátů μ fáze [83]
Obr. 7.24 Část ternárního diagramu Co-Al-W [17]
Obr. 7.25 Schéma fázové stavby povrchové vrstvy [89]224
Obr. 7.26 Mikrostruktura slitin Co-Al-W s různým obsahem Cr a Al [89]224
Obr. 7.27 Morfologie karbidických fází v litém stavu při teplotě 1 140 a 1 260 °C [91]224

Obr. 7.28 Místo vybrané pro plošnou EDS analýzu slitiny Co70W12Al15	226
Obr. 7.29 EDS záznam jednotlivých prvků slitiny Co70W12A115	226
Obr. 7.30 Celková struktura slitiny Co70W12A115.	227
Obr. 7.31 Detail struktury Co70W12A115 s výskytem ostrohranných částic	227
Obr. 7.32 Detail struktury Co70W12A115 s výskytem samostatné částice a jemných oxidů	228
Obr. 7.33 Detail struktury Co70W12A115 s výskytem shluků ostrohranných částic	228
Obr. 7.34 Mikrostruktura slitiny Co70W12A115 s vyznačenými místy bodové EDS analýzy	229
Obr. 7.35 Záznam bodové EDS analýzy jednotlivých prvků oblasti označené na Obr. 7.34 jako	
"Spectrum 3" (tzn. nepravidelný tmavě zbarvený tuhý roztok homogenního složení)	229
Obr. 7.36 Záznam bodové EDS analýzy jednotlivých prvků oblasti označené na Obr. 7.34 jako	
"Spectrum 4" (tzn. nepravidelný tmavě zbarvený tuhý roztok homogenního složení)	229
Obr. 7.37 Záznam bodové EDS analýzy jednotlivých prvků oblasti označené na Obr. 7.34 jako	
"Spectrum 5" (tzn. geometricky pravidelné i nepravidelné ostrohranné částice)	229
Obr. 7.38 Záznam bodové EDS analýzy jednotlivých prvků oblasti označené na Obr. 7.34 jako	
"Spectrum 6" " (tzn. geometricky pravidelné i nepravidelné ostrohranné částice)	229
Obr. 7.39 Záznam bodové EDS analýzy jednotlivých prvků oblasti označené na Obr. 7.34 jako	
"Spectrum 8" (tzn. nepravidelný světle zbarvený tuhý roztok nehomogenního složení s tmavšími	
jemnými částicemi v tuhém roztoku)	230
Obr. 7.40 Záznam bodové EDS analýzy jednotlivých prvků oblasti označené na Obr. 7.34 jako	
"Spectrum 9" (tzn. nepravidelný světle zbarvený tuhý roztok nehomogenního složení s tmavšími	
jemnými částicemi v tuhém roztoku)	230
Obr. 7.41 Mikrostruktura slitiny Co70W12A115 s vyznačeným místem plošné EDS analýzy světle	ého
tuhého roztoku	231
Obr. 7.42 Záznam plošné EDS analýzy světlého tuhého roztoku.	231
Obr. 7.43 Mikrostruktura slitiny Co70W12A115 s vyznačeným místem plošné EDS analýzy tmave	ého
tuhého roztoku	231
Obr. 7.44 Záznam plošné EDS analýzy tmavého tuhého roztoku	231
Obr. 7.45 Mikrostruktura slitiny Co70W12A115 s vyznačeným místem plošné EDS analýzy pravid	lelné
ostrohranné částice v homogenní oblasti	232
Obr. 7.46 Záznam plošné EDS analýzy pravidelné ostrohranné částice v homogenní oblasti	232
Obr. 7.47 Mikrostruktura slitiny Co70W12A115 s vyznačeným místem plošné EDS analýzy pravid	lelné
ostrohranné částice v nehomogenní oblasti	232
Obr. 7.48 Záznam plošné EDS analýzy pravidelné ostrohranné částice v nehomogenní oblasti	232
Obr. 8.1 Původní náčrt Réaumura k prvním dvěma typům lomů [1]	235
Obr. 8.2 Lomová plocha ocelové tyče publikované Chernovem [2].	236
Obr. 8.3 Vláknitý charakter lomové plochy ocelové tyče [4]	236
Obr. 8.4 Uhlíková replika lomové plochy [5]	236
Obr. 9.1 Únavový lom oceli [16]	237
Obr. 9.2 Fazety na lomové ploše [16]	237
Obr. 9.3 Detail lomové plochy se štěpnými fazetami [16].	238
Obr. 9.4 Interkrystalická trhlina hliníkové slitiny 7075, T6 [16]	238
Obr. 9.5 Interkrystalická trhlina hliníkové slitiny 7075, T6 [16]	238
Obr. 9.6 Transkrystalická trhlina, ocel 12 040 [16]	239
Obr. 9.7 Transkrystalická trhlina, ocel 12 040 [16]	239

Obr. 9.8 Lomová čára austenitické Cr-Ni oceli [16]	
Obr. 9.9 Lomová čára, slitina AlSi7Mg0,3 [16].	
Obr. 9.10 Makroskopický vzhled únavové trhliny v lokalitě svaru [11]	
Obr. 9.11 Makroskopický vzhled trhliny ve svaru v důsledku pnutí [11]	241
Obr. 9.12 Křehký lom svaru nízkouhlíkové oceli [11]	241
Obr. 9.13 Interkrystalická trhlina, ocel 12 060 [16].	242
Obr. 9.14 Detail únavového lomu křídla letadla, materiál 7075 – T76 [12]	242
Obr. 9.13 Říčkovité stupně na fazetě křehkého štěpného lomu, ocel 16 240 [16]	242
Obr. 9.16 Schéma doporučeného postupu při fraktografické analýze	243
Obr. 9.17 Schéma místa vzniku a šíření trhliny [22]	244
Obr. 9.18 Schéma určení prvotní (primární) trhliny [22]	244
Obr. 9.19 Lom ojnice – A primární trhlina, B a C sekundární trhliny (lomy) [23]	245
Obr. 9.20 Vhodné osvětlení "B" – zvýrazněný reliéf lomové plochy [24]	
Obr. 9.21 Lom trubky, ocel 11 353	
Obr. 9.22 Binární stereomikroskop Olympus SZX16.	247
Obr. 9.22 Digitální stereomikroskop s příslušenstvím.	247
Obr. 9.22 Křehký lom železniční kolejnice, ocel HP335 [9].	
Obr. 9.25 Krystalický lom Ni-V ocele s lesklými fazetami [9]	
Obr. 9.26 Krystalický lom rychlořezné oceli s lesklými fazetami [9]	
Obr. 9.27 Lasturovitý lom Cr-Ni-Mn oceli [9]	249
Obr. 9.28 Únavový dřevitý lom [16]	249
Obr. 9.29 Vločkové trhliny v tyči z Cr-Ni oceli [28].	
Obr. 9.30 Vločkové trhliny v tyči z Cr-Ni oceli [9].	
Obr. 9.31 Makroskopický vzhled lomové plochy s "rybím okem", ocel Cr-V-Mo [28]	251
Obr. 9.32 Detail rybího oka s přítomnou inkluzí [28]	
Obr. 9.33 Bubliny protáhlého tvaru na lomové ploše odlitku z ušlechtilé oceli [9]	
Obr. 9.34 Křehký lom kalené a popuštěné nízkouhlíkové oceli [30]	
Obr. 9.35 Interkrystalická trhlina austenitické Cr-Ni oceli [31]	
Obr. 9.36 Křehký lom kalené a popuštěné nízkouhlíkové oceli [30]	254
Obr. 9.37 Málo členitá lomová čára, slitina AlSi7Mg0,3	254
Obr. 9.38 Lomová plocha s obnaženými dendrity, slitina AlSi7Mg0,3	
Obr. 9.39 Lomová čára tvořená štěpením velkých martenzitických jehlic [32]	
Obr. 10.1 Schéma obecné vzájemné závislosti c, σ a K _{IC} [6]	
Obr. 10.2 Obecná závislost K _{IC} na teplotě [6]	
Obr. 10.3 Obecná závislost mezi σ a c [37]	
Obr. 10.4 Závislost K _{IC} na Re [37]	
Obr. 10.5 Závislost KI na tloušťce vzorku B [40].	
Obr. 10.6 Závislost KI a Re na teplotě, uhlíková ocel s 0,6 % C [40].	
Obr. 10.7 Digitální planimetr.	
Obr. 10.8 Lomová čára reprezentující skutečnou délku profilu	
Obr. 10.9 Schéma pro určení parametru členitosti povrchu [1].	
Obr. 11.1 Titanic při první a poslední plavbě [44]	
Obr. 11.2 Lokalita havárie, MacMillan Yard [47].	
Obr. 11.3 Poškozené cisterny [47].	

Obr. 11.4 Křehký lom ocelového plechu poškozené cisterny [47]	264
Obr. 11.5 Schéma závislosti σ na meziatomové vzdálenosti [48].	265
Obr. 11.6a Schéma závislosti σ na meziatomové vzdálenosti [48]	265
Obr. 11.7 Závislost teoretických hodnot Kt na geometrických faktorech [48]	266
Obr. 11.8 Schéma ostré a tupé trhliny a deformační oblasti [54]	267
Obr. 11.8 Schéma procesu tvorby lomových ploch [54].	267
Obr. 11.8 Schéma energetických změn U při růstu mikrotrhliny [46]	268
Obr. 11.11 Schéma vzniku klínové mikrotrhliny velikosti 2a nahromaděním dislokací na hranici zrn	a [18].
	269
Obr. 11.11 Model vzniku mikrotrhliny podle Stroha [18]	269
Obr. 11.13 Cottrellův model iniciace štěpné mikrotrhliny v kovech s mřížkou K8 [46]	270
Obr. 11.14 Smithův model vzniku mikrotrhliny u uhlíkové oceli [18]	270
Obr. 11.14 Modely vzniku mikrotrhliny [9].	271
Obr. 11.16 Charakter lomové plochy křehkého lomu vzorku po statické zkoušce tahem, nízkouh	ılíková
ocel [54]	272
Obr. 11.17 Charakter povrchu křehkého lomu při malém zvětšení, pozorováno na SEM [54]	272
Obr. 11.18 Lomová plocha a trhlina na plechu u oceli 11 500 [54].	272
Obr. 11.19 Interkrystalický křehký lom (kamenitý lom) Ni-V oceli [9].	273
Obr. 11.20 Iniciace lomu [9]	273
Obr. 11.21 Schéma transkrystalické a interkrystalické trhliny [54].	273
Obr. 11.22 Transkrystalická křehká trhlina, ocel 12 081.7 [54].	274
Obr. 11.23 Interkrystalická křehká trhlina u oceli 17 029 [54]	274
Obr. 11.24 Říčkovité stupně na fazetě transkrystalického křehkého lomu [54]	275
Obr. 11.25 Jazýčkovité stupně na fazetě transkrystalického křehkého lomu [54]	275
Obr. 11.26 Interkrystalický křehký lom [54].	276
Obr. 11.27 Transkrystalický křehký lom [54]	276
Obr. 11.28 Schéma možného růstu trhliny [54]	277
Obr. 11.29 Schéma mostu Silver Bridge [57]	277
Obr. 11.30 Havarovaný most Silver Bridge, 15. 12. 1967 [57]	278
Obr. 11.31 Křehká lomová plocha "eye bar" [57]	278
Obr. 11.32 Křehká lomová plocha "eye bar" [57].	278
Obr. 11.33 Tranzitní křivky aplikovaných ocelí pro konstrukci mostu [57]	279
Obr. 11.34 Rozlomená loď "Liberty Ship" [59].	279
Obr. 11.35 Detail křehkého lomu pláště oceli lodě "Liberty Ship" [59].	279
Obr. 11.36 Trhlina v kolejnici [60]	280
Obr. 11.37 Vměstky iniciující lomový proces [60].	280
Obr. 11.38 Vměstek makroskopické velikosti iniciující křehký lom kolejnice [60]	280
Obr. 11.39 Detail vměstku uvedeného na obrázku 11.38 [60]	280
Obr. 12.1 Testování zařízení pro automobil [62]	281
Obr. 12.1 Typický charakter únavové lomové plochy	281
Obr. 12.3 Schéma plánovaného letu z Miami [64].	282
Obr. 12.4 Trosky letadla společnosti Chalk Ocean Wing, 19. 12. 2005 [64].	282
Obr. 12.5 Schéma charakteru tahových diagramů různých materiálů a hodnoty E [35]	283
Obr. 12.6 Schéma závislosti σ na N [15].	283

Obr. 12.7 Schéma cyklického symetrického namáhání materiálu kolem nulové hodnoty napětí	283
Obr. 12.8 Schéma nesymetrického, okolo nulové hodnoty, cyklického namáhání	284
Obr. 12.9 Schéma nesymetrického, okolo nulové hodnoty, acyklického namáhání	284
Obr. 12.10 Wöhlerova křivka pro ocel 12 050 a Al slitinu 2014 [74]	284
Obr. 12.11 Schéma rozložení napětí (σ_o - vložené napětí, σ_{max} – napětí na vrubu) [37]	285
Obr. 12.12 Vliv poměru r/h na Kt [50]	285
Obr. 12.13 Únavový lom rotačně namáhané součástky iniciovaný ostrým vrubem [54]	285
Obr. 12.14 Vliv zatížení σ na počet cyklů do lomu N [71].	286
Obr. 12.15 Vliv povrchové drsnosti na počet cyklů do lomu N [71]	286
Obr. 12.16 Model vlivu faktorů při jednotlivých typech únavového namáhání [70]	287
Obr. 12.17 Model vlivu faktorů při jednotlivých typech únavového namáhání [70]	287
Obr. 12.18 Schéma vlivu způsobu namáhání a zatížení na charakter únavového lomu [35]	288
Obr. 12.19 Schéma vzniku intruzí a extruzí	289
Obr. 12.20 Striace (rýhy) na povrchu lomové plochy [54].	289
Obr. 12.21 Únavové čáry na lomové ploše klikového hřídele [54]	290
Obr. 12.22 Schéma tvorby únavové trhliny.	290
Obr. 12.23 Canadian Pacific Train, 24. 10. 2004 [76]	291
Obr. 12.24 Vykolejené vagony ze středu soupravy [76]	291
Obr. 12.25 Lom nápravy v rádiusu [76].	291
Obr. 12.26 Lomová plocha nápravy [76].	291
Obr. 12.27 1-35W Mississippi River Bridge, 1. 8. 2007 [77]	292
Obr. 12.28 Část únavové lomové plochy [78].	292
Obr. 12.28 Tvárný lom, slitina 2014 – T6 [18].	293
Obr. 13.2 Schéma vzniku mikroporuch.	294
Obr. 13.3 Schéma nukleace mikroporuch dislokačním mechanismem	294
Obr. 13.4 Schéma jednotlivých etap vzniku lomové plochy	295
Obr. 13.5 Rovnoosé jamky lomové plochy tvárného lomu při jednoosém napětí	295
Obr. 13.6 Eliptické jamky (žlutá šipka) lomové plochy	296
Obr. 13.7 Lomová plocha legované Cr oceli.	296
Obr. 13.8 Transkrystalický tvárný lom Al slitiny 2024.	297
Obr. 13.8 Interkrystalický tvárný lom slitiny 7075 - T76.	297
Obr. 13.10 Lomová čára transkrystalického tvárného lomu slitiny AlSi7Mg0,5	298
Obr. 13.11 Lomová čára transkrystalického tvárného lomu slitiny AlSi7Mg0,5.	298
Obr. 13.11 Členitá lomová čára transkrystalického tvárného lomu slitiny AlSi7Mg0,5	298
Obr. 13.13 Málo členitá lomová čára, slitina AlSi7Mg0,5.	299
Obr. 13.14 Lomová plocha transkrystalického tvárného lomu s přítomností dendritických pórů,	slitina
AlSi7Mg0,5	299
Obr. 13.15 Lomová plocha transkrystalického tvárného lomu s přítomností dendritických pórů,	slitina
AlSi7Mg0,5	299
Obr. 13.16 Lomová plocha transkrystalického tvárného porušení slitiny AlSi7Mg0,5	300
Obr. 13.17 Interkrystalické tvárné porušení CrNi antikorozní oceli v důsledku přítomnosti α fáz	e na
hranicích zrn	300
Obr. 13.18 Interkrystalické tvárné porušení CrNi antikorozní oceli v důsledku precipitace karbio	dů po
hranicích zrn	300

Obr. 14.1 Interkrystalický creepový lom, ocel 12 021 (1.0305) [87]	301
Obr. 14.2 Transkrystalický creepový lom, ocel 12 021 (1.0305) [87]	302
Obr. 14.3 Etapy creepu do vzniku lomové plochy.	302
Obr. 14.4 Charakter křivek tečení v závislosti na teplotě	303
Obr. 14.5 Herring-Nabarro mechanismus tečení [88].	303
Obr. 14.6 Cobleho mechanismus tečení [88]	304
Obr. 14.6 Schéma pohybu dislokací při dislokačním tečení [88]	304
Obr. 14.8 Schéma tvorby trhliny r-typu [9]	305
Obr. 14.9 Kavity r-typu, ocel 15 129 [93].	305
Obr. 14.10 Detail kavity r-typu, ocel 15 129 [93].	305
Obr. 14.11 Interkrystalický creepový tvárný lom s jamkovou morfologií, ocel 15 129 [93]	305
Obr. 14.12 Nízká hustota dislokací v usměrněných subzrnech, ocel 15 129 [93]	306
Obr. 14.13 Redistribuce karbidů a vznik kavit r-typu, ocel 15 129 [93]	306
Obr. 14.14 Schéma vzniku trhliny w-typu [9].	306
Obr. 14.15 Kavity w-typu na hranicích původních austenitických zrn [93]	307
Obr. 14.16 Transkrystalický creepový tvárný lom, ocel 12 021 [93]	307
Obr. 14.17 Interkrystalický creepový lom, ocel 12 022 [93]	307
Obr. 14.18 Kavity po dlouhodobé expozici, ocel 15 128 [93]	308
Obr. 14.19 Transkrystalický creepový lom, Al slitina [93].	308
Obr. 15.1 Kolaps mostu Leo Frigo, Wisconsin, USA, 24. 9. 2013 [95]	309
Obr. 15.2 Závislost ΔG^0 na teplotě [96].	310
Obr. 15.3 Vliv teploty na rychlost oxidace Fe [96].	311
Obr. 15.4 Obecná závislost rychlosti oxidace na rychlosti proudění oxidačních spalin [96]	311
Obr. 15.4 Rychlost koroze slitiny AlCuMg1 v tropické atmosféře [97]	312
Obr. 15.6 Hodnoty pH některých prostředí [98]	313
Obr. 15.7 Hodnoty pH některých prostředí [98]	313
Obr. 15.8 Diagram závislosti E (V) na pH [99]	314
Obr. 15.9 Schéma vzniku korozního poškození potrubí bludnými proudy	315
Obr. 15.9 Charakter "propálené" stěny potrubí bludnými proudy	315
Obr. 15.11 Charakter "propálené" stěny potrubí bludnými proudy	315
Obr. 15.11 Schéma tvorby trhliny v důsledku koroze pod napětím	316
Obr. 15.13 Síťoví povrchových trhlin v důsledku koroze pod napětím, ocel 1.4401	316
Obr. 15.14 Síťoví interkrystalických trhlin v austenitické antikorozní Cr-Ni oceli 1.4401	316
Obr. 15.15 Interkrystalická lomová plocha s přítomností korozních zplodin, ocel 1.4401	317
Obr. 15.16 Charakter struktury Al slitiny 7075 – T6.	317
Obr. 15.17 Interkrystalický lomový charakter, slitina 7075 – T6	317
Obr. 15.18 Interkrystalický tvárný lom, slitina 7075 – T6 [102]	318
Obr. 15.19 Schéma vzniku bodové koroze (pitting) s trhlinou u ocelí	
Obr. 15.20 Pitting vzniklý v důsledku koroze pod napětím, ocel 1.0425 [103]	318
Obr. 15.21 Pitting vzniklý v důsledku koroze pod napětím, ocel 1.0425 [103]	319
Obr. 15.22 Schéma vzniku koroze u antikorozních ocelí	319
Obr. 15.23 Bodová koroze (pitting) austenitické antikorozní Cr-Ni oceli, 1.4401 [103]	319
Obr. 15.24 Bodová koroze (pitting) austenitické antikorozní Cr-Ni oceli, 1.4401 [103]	320
Obr. 15.24 Lomová plocha z oblasti bodové koroze, ocel 1.4401 [103]	320

Obr. 15.26 Lom způsobený bodovou korozí, 7075-T6 [103]	320
Obr. 15.27 Perforovaná stěna trubky v důsledku oxidace, ocel 1.0405 [103]	321
Obr. 15.28 Struktura napadení oceli 1.0405 oxidací [103]	321
Obr. 15.29 Interkrystalická oxidace Cr-Mo oceli [104]	321
Obr. 15.29 Korozní zplodiny na fazetách interkrystalického tvárného lomu, ocel 1.4401 [105]	322
Obr. 15.31 Vodíkovou křehkostí indukovaná trhlina, ocel 1.1186 [28]	322
Obr. 15.32 Interkrystalický křehký lom indukovaný vodíkovou křehkostí, ocel 1.1186 [28]	323
Obr. 15.33 Vodíkovou korozí indukovaná trhlina u austenitické Cr-Ni oceli [28]	323
Obr. 15.34 Lomová plocha oceli s přítomností "rybích ok" [107]	324
Obr. 15.35 Detail křehkého interkrystalického štěpení [107]	324
Obr. 15.36 Inkluze v centru "rybí oko" [19].	324
Obr. 15.36 Lom v důsledku vodíkové křehkosti [108]	324
Název:	METALOGRAFIE A FRAKTOGRAFIE
------------------------	---
Autor:	Štefan Michna, Jaroslava Svobodová
Vydala:	Fakulta strojního inženýrství, Univerzita Jana Evangelisty Purkyně, Pasteurova 3334/7, 400 01 Ústí nad Labem
Příprava:	Michal Michna
Tisk:	ASTRON print, s.r.o., Kbely, Mladoboleslavská 1128, 197 00 Praha 9
Rok:	Prosinec 2022
Vydání:	první
Počet stran:	360
Náklad:	400 ks
ISBN 978-80-7561-400-1	

